

## コンプトン散乱を用いた F82H 鋼 HIP 接合界面の NDT 手法の開発 Development of Non-Destructive Testing for a HIP Interface of F82H Steel by using the Compton Scattering

櫻井 浩<sup>a</sup>、鈴木 宏輔<sup>a</sup>、石井 翔也<sup>a</sup>、野澤 貴史<sup>b</sup>、染谷 洋二<sup>b</sup>、谷川 博康<sup>b</sup>、羽賀 浩人<sup>c</sup>、  
竹内 浩<sup>c</sup>、橋本 秀宏<sup>c</sup>、土屋 将夫<sup>c</sup>、辻 成希<sup>d</sup>  
Hiroshi Sakurai<sup>a</sup>, Kosuke Suzuki<sup>a</sup>, Shoya Ishii<sup>a</sup>, Takashi Nozawa<sup>b</sup>, Yoji Someya<sup>b</sup>, Hiroyasu Tanigawa<sup>b</sup>,  
Hiroto Haga<sup>c</sup>, Hiroshi Takeuchi<sup>c</sup>, Hidehiro Hashimoto<sup>c</sup>, Masao Tsuchiya<sup>c</sup>, Naruki Tsuji<sup>d</sup>

<sup>a</sup> 群馬大学, <sup>b</sup> (国研)量子科学技術研究開発機構, <sup>c</sup> 金属技研株式会社,  
<sup>d</sup>(公財)高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>Gunma University, <sup>b</sup>QST, <sup>c</sup>Metal Technology Co. Ltd., <sup>d</sup>JASRI

本研究の目的は低放射化フェライト鋼 (F82H 鋼) の HIP (Hot Isostatic Pressing) 接合界面をコンプトン散乱イメージングを用いて非破壊評価する手法(NDT)を開発することである。2020A1697で実施した「HIP 接合界面のコンプトン散乱イメージングを用いた非破壊評価の原理実証」に続き、シャルピー衝撃値の異なる試料を測定し、本計測法で計測される HIP 接合界面内部における軽元素の偏析量・その周囲における W の偏析量などのパラメーターとシャルピー衝撃値との相関を調べた。その結果、F82H-BA 鋼の HIP 界面のシャルピー衝撃値を支配するのは、HIP 界面の SiOx の量と HIP 界面の接合状態であることがわかった。

**キーワード：** コンプトン散乱 X 線スペクトル、非破壊検査、HIP 接合界面、低放射化フェライト鋼

### 背景と研究目的：

HIP(Hot Isostatic Pressing) とは、高压容器内にセットした金属部品あるいは粉体などを 100-200 MPa 程度の圧力・2000°C以下で加熱することにより、 casting・焼結品の欠陥除去、粉体の加圧焼結、拡散接合などの加工に利用されている。特に、ホットプレスやろう付では困難な三次元的な接合 (内部流路、ライニングなど)、大きな荷重が必要となる大面積の接合など、複雑形状を伴う信頼性の必要な部品の製造に多用されている[1]。このような HIP の特性をいかして、核融合原型炉のブランケットへの適用が検討されている。過酷な条件下での利用が想定されるため、低放射化フェライト鋼 (F82H 鋼) の HIP による製造が唯一と考えられている[2]。高い信頼性を保証するため、完成品あるいは使用中の HIP 界面の非破壊評価が必要である。

Nozawa らは、ねじり試験の結果から、母材と HIP 界面のねじり降伏強さは同等であるが、破断は HIP 界面で生じ、界面に 0.6 μm 径の SiO<sub>2</sub> あるいは TaOx 粒子が面密度 12%程度で生じていることを報告している[3-7]。これは、HIP 界面は母材と同等の強度を有するが、HIP 界面を非破壊でモニターする必要があることを示唆する。HIP 界面の非破壊評価法として、超音波探傷などが報告されているが[8]、析出物の化学的・定量的情報を得ることはできない。

申請者らは 2020A1697 により、F82H 鋼 HIP 接合界面のコンプトン散乱を用いた破壊評価の原理実証に挑戦すべく、HIP 界面近傍の X 線エネルギースペクトルを測定した。115 keV の入射 X 線 (レーリー散乱 X 線)、コンプトン散乱 X 線、W Kα、Ta Kα 蛍光 X 線などに着目して解析し、Ta、W、SiOx などの偏析を調べた。その結果、HIP 界面で SiOx などの軽元素と Ta の偏析が見出された。HIP 界面近傍では W の偏析が見出された。これらの結果から、HIP 接合界面近傍の散乱 X 線スペクトルを解析すれば HIP 接合界面の非破壊評価・イメージングが原理的に可能であることを示した。

そこで、2021A1562 ではシャルピー衝撃値の異なる試料を測定し、本計測法で計測される HIP 接合界面内部における軽元素の偏析量・その周囲における W の偏析量などのパラメーターとシャルピー衝撃値との相関を調べた。

## 実験：

実験は BL08W で行った。測定装置は BL08W に設置されている Li イオン電池評価を目的としたコンプトン散乱解析装置[9-10]を用いた。試験片は F82H-BA12 鋼である。試験片表面は機械加工のまま (29N3)、アルミナバフ研磨 (N5, 2020A1697 にて測定済み)、電解研磨 (29N2-3, ID2) し HIP 接合を行った。試験片の大きさは  $10 \times 10 \times 3t$  で  $3t$  の厚さの中心に HIP 界面がある。単色化した  $115.56 \text{ keV}$  の直線偏光 X 線を  $1 \text{ mm width} \times 0.02 \text{ mm height}$  に整形し HIP 界面に平行に照射した。90 度散乱した X 線を  $1 \text{ mm}$  角のコリメーターを有する Ge 半導体検出器 (9 素子) で検出し、X 線エネルギースペクトルを計測した。試料を設置してある  $z$  ステージを駆動させて、X 線の照射位置を変えた。 $z$  ステージの駆動範囲は HIP 接合界面近傍  $\pm 0.5 \text{ mm}$  程度であり、 $0.01 \text{ mm step} / 20 \text{ min}$  で計測した。

## 結果および考察：

Fig.1 に各試料のシャルピー衝撃値を示す。母合金 (BM) のシャルピー衝撃値は  $10.4 \text{ J}$  程度である。アルミナバフ研磨 (N5, 2020A1697 にて測定済み) では  $0.4 \text{ J}$  と明らかに値が低い。また、同じ電解研磨でも母合金に匹敵する値 ( $9.4 \text{ J}$ , ID2) もあれば、その半分程度の値 ( $4.8 \text{ J}$ , 29N2-3) の場合もある。さらに、表面処理を行わない機械加工のままでも母合金に匹敵している ( $9.3 \text{ J}$ , 29N3)。

Fig.2 に 2020A1697 で測定した F82H-BA12 鋼の散乱 X 線エネルギースペクトルを示す。59 keV 近傍に  $W K\alpha$ , Ta  $K\alpha$ 、67 keV 近傍に  $W K\beta$  蛍光 X 線が観測される。また、94 keV 近傍にコンプトン散乱 X 線、115 keV に弾性散乱 X 線が観測される。今回の 2021A1562 においても測定された散乱 X 線エネルギースペクトルは同様であった。蛍光・散乱 X 線強度に着目して HIP 界面近傍の X 線強度分布を解析した。解析にあたり、母合金の蛍光・散乱 X 線強度を基準とし、以下の式で定義される偏差の場所依存性  $D(z)$  を求めた。

$$D(z) = \left( \frac{I(z)}{I_{BM}} \right) - 1$$

ここで、 $I(z)$  は位置  $z$  における蛍光・散乱 X 線強度であり、 $I_{BM}$  は F82H-BA12 母合金の蛍光・散乱 X 線強度である。

Fig. 3 に (a)N5、(b)29N2-3、(c)ID2、(d)29N3 の各試料の  $W K\alpha$  蛍光、コンプトン散乱、レーリー散乱、S パラメーターの母合金の平均からの偏差を示す。(a)N5 は 2020A1697 での測定結果である。 $W K\alpha$  蛍光強度が HIP 界面近傍で増加し、HIP 界面では減少している。これは HIP 界面近傍の  $W$  の集積と HIP 界面での  $W$  の減少を示唆する。また、レーリー散乱が HIP 界面近傍で増加し、HIP 界面で減少している。HIP 界面での酸化物形成と HIP 界面近傍での軽元素の脱離を示唆する。また、HIP 界面では Ta  $K\alpha$  蛍光強度が増加し、Ta 元素の集積を示唆する。これはこれまで報告されている  $SiO_x$  シェル-TaO<sub>x</sub> コア構造[3-6]を反映している。(b)29N2-3 はシャルピー衝撃値の小さな電解研磨試料である。 $W K\alpha$  蛍光強度が HIP 界面近傍で増加し HIP 界面では減少しており、(a)と同様な挙動を示す。また、N5 よりは明確ではないが、レーリー散乱の HIP 界面近傍での増加と HIP 界面での減少がある。HIP 界面での酸化物形成と HIP 界面近傍での軽元素の脱

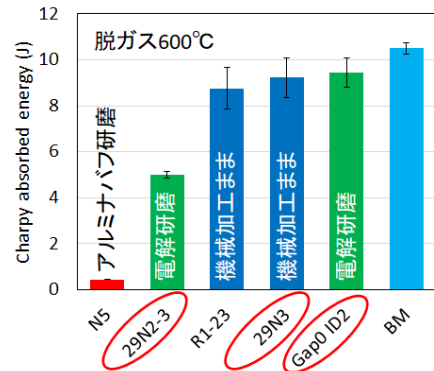


Fig. 1 HIP 接合試料のシャルピー衝撃値

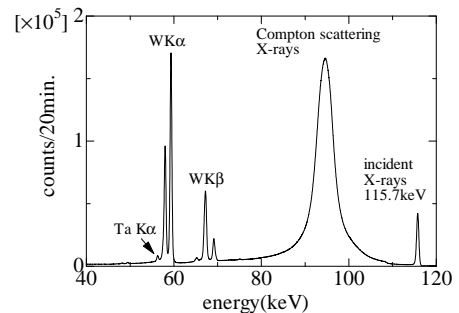


Fig. 2 F82H-BA12 鋼の X 線散乱スペクトル

離が示唆される。一方、(c)ID2 では HIP 界面が明確に観測されない。(d)29N3 では N5 あるいは 29N2-3 同様、 $W\text{K}\alpha$  蛍光強度が HIP 界面近傍で増加し HIP 界面では減少し、IP 界面近傍の W の集積と HIP 界面での W の減少を示唆される。しかしながら、レーリー散乱の HIP 界面近傍での増加と HIP 界面での減少は観測できない。HIP 界面での酸化物形成と HIP 界面近傍での軽元素の脱離は起きていないようである。

2020A1697 での測定から、 $\text{SiO}_x$  などの軽元素では弾性散乱強度がほとんどゼロであることがわかっている。母合金の弾性散乱強度と比較すれば、弾性散乱強度の減少量が  $\text{SiO}_x$  の体積比に対応する。スリットの高さが  $20\ \mu\text{m}$  であるから平均厚さを求められる。また、濃度が希薄な場合は蛍光 X 線強度は濃度に比例するので、母合金からの蛍光強度の増減は濃度の増減に対応する。そこで、見積もられた  $\text{SiO}_x$  の平均厚さおよび HIP 界面近傍に集積した W 濃度とシャルピー衝撃値との関係を Fig. 4 に示す。シャルピー衝撃値は  $\text{SiO}_x$  の平均厚さにも依存するが、界面近傍に集積した W 濃度にも依存している。W はあまり拡散係数の大きな元素ではないので、これは HIP 接合界面近傍の欠陥減少すなわち HIP 界面接合状態の進展を反映している可能性がある。

以上から、F82H-BA12 鋼の HIP 界面のシャルピー衝撃値を支配するのは、HIP 接界面の  $\text{SiO}_x$  と HIP 界面の接合状態と考えられる。

## 参考文献

- [1] <https://www.kinzoku.co.jp/>
- [2] H. Tanigawa et al., *Fusion Eng. Des.* 83 (2008) 1471-1476.
- [3] T. Nozawa, S. H. Noh, H. Tanigawa, *J. Nucl. Mater.* 427, pp. 282-289(2012).
- [4] T. Hirose et. al, *J. Nucl. Mater.* 442 (2013) S557-S561.
- [5] H. Kishimoto et al., *J. Nucl. Mater.* 442 (2013) S546-S551.
- [6] R. Ohson et at., in: *12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology*, Jeju Island, Korea, 2015
- [7] T. Nozawa et al., *Fusion Eng. Des.* 124 (2017) 985-989.
- [8] H. Kishimoto et al., *Fusion Eng. Des.* 109-111 (2016) 1744-1747.
- [9] K. Suzuki et al. *J. Appl. Phys.* 119 (2016) 025103.
- [10] K. Suzuki et al., *Condens. Mater.* 4 (2019) 66

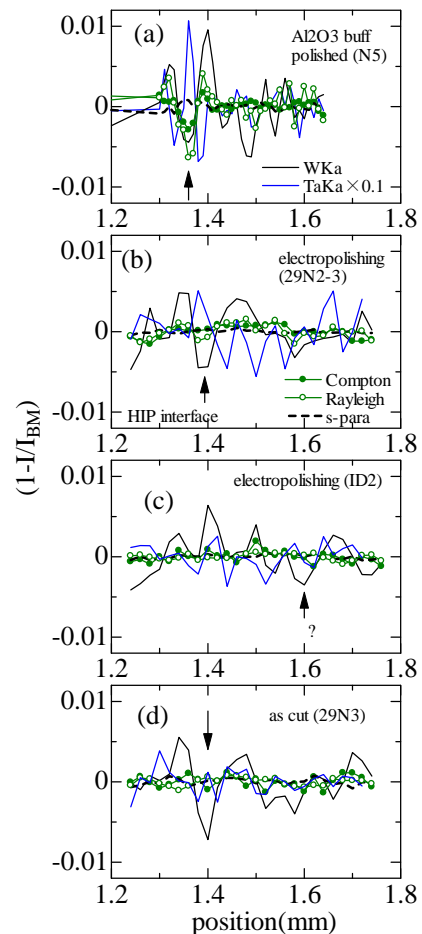


Fig. 3 (a)N5、(b)29N2-3、(c)ID2、(d)29N3 の各試料の  $W\text{K}\alpha$  蛍光、コンプトン散乱、レーリー散乱、S パラメーターの母合金の平均からの偏差

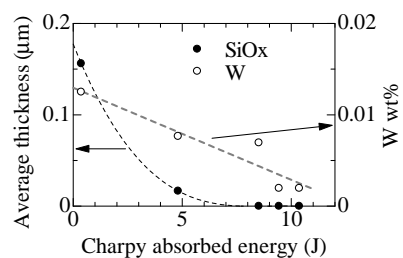


Fig. 4 HIP 界面の  $\text{SiO}_x$  の平均厚さ・HIP 界面近傍に集積した W の量とシャルピー衝撃値