

散乱・蛍光イメージングを用いた F82H 鋼の HIP 接合界面の評価の 原理実証

Proof of Concept to Evaluate a HIP Interface of F82H Steel by Using the Fluorescence and Scattering Imaging

櫻井 浩^a, 尾崎 豪嗣^b, 野澤 貴史^c, 羽賀 浩人^b, 辻 成希^d, 鈴木 宏輔^a,
石井 翔也^a, 谷川 博康^c, 染谷 洋二^c, 土屋 将夫^b, 竹内 浩^b

Hiroshi Sakurai^a, Hidetsugu Ozaki^b, Takashi Nozawa^c, Hiroto Haga^b, Naruki Tsuji^d, Kosuke Suzuki^a,
Shoya Ishii^a, Hiroyasu Tanigawa^c, Yoji Someya^c, Masao Tsuchiya^b and Hiroshi Takeuchi^b

^a 群馬大学, ^b 金属技研株式会社, ^c (国研)量子科学技術研究開発機構,

^d (公財)高輝度光科学研究センター

^aGunma University, ^bMetal Technology Co. Ltd., ^cQST, ^dJASRI

本研究は、高い透過能を有する 115.56 keV の高エネルギー X 線を物体に照射して得られる散乱・蛍光 X 線エネルギースペクトルを解析し、低放射化フェライト鋼 (F82H-BA12 鋼) の HIP (Hot Isostatic Pressing) 接合界面の健全性を評価する手法を開発することが目的である。具体的には HIP 接合界面の析出酸化物などの非破壊計測手法を開発するものである。F82H-BA12 鋼の HIP 接合界面近傍で散乱・蛍光 X 線エネルギースペクトルを解析した結果、HIP 界面における Ta 元素の集積、電子密度の小さい SiO₂ の HIP 界面中の析出などが観測された。これは、散乱・蛍光 X 線エネルギースペクトル解析が HIP 接合界面の非破壊計測手法となることを示す。

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 程度の圧力および 2000°C 以下で加熱することにより、 casting 品・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、発電実証を行う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 SiO₂ あるいは TaO_x 粒子が面密度 12% 程度で生じていることを報告している[3–6]。これは、HIP 界面は母材と同等の強度を有するが、破断面は HIP 界面であり、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[7,8]、析出物の化学的・定量的情報を得ることはできない。

高い透過能を有する高エネルギー X 線を物体に照射して得られる蛍光・散乱 X 線のスペクトルを解析すれば、析出物の化学的・定量的情報を得ることができる。蛍光 X 線は元素に固有であり、その強度は元素の量に対応する。また、コンプトン散乱・レーリー散乱の強度比においては、軽元素であるほどレーリー散乱の割合が小さくなることが知られている[9]。

そこで本研究では、F82H-BA12 鋼 HIP 接合界面の蛍光・散乱 X 線スペクトルを解析し、HIP 界面の SiO₂ あるいは TaO_x 粒子析出物などの化学的・定量的情報を非破壊で得る手法の原理実証に挑戦した。

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 [10,11] を用いた。試験片は F82H-BA12 鋼である。試験片表面をアルミナバフ研磨し、HIP 接合を行った。試験片の大きさは $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$ で 3 mm の厚さの中心に HIP 界面がある。Figure 1 に示すように、単色化した 115.56keV の直線偏光 X 線を 1mm width \times 0.02 mm height に整形し HIP 界面に平行に照射した。90° 散乱した X 線を $\phi 1 \text{ mm}$ 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 mm step/20 min. で計測した。

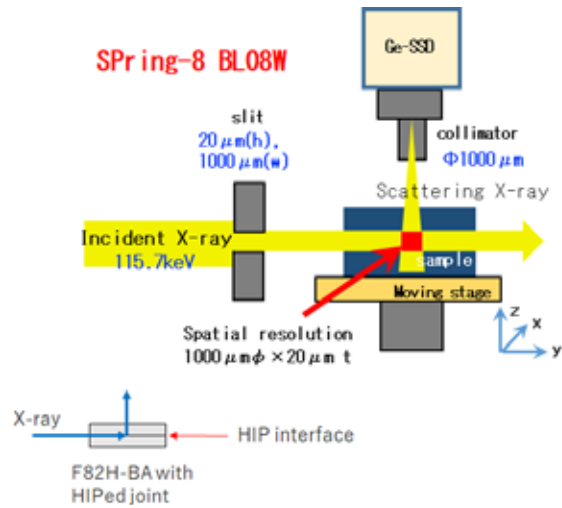


Figure 1. Schematic diagram of experimental set up

結果および考察：

Figure 2 に計測された X 線エネルギースペクトルを示す。60 keV 近傍に $W K \alpha$, $W K \beta$, $Ta K \alpha$ の各蛍光 X 線、95 keV 近傍に Compton 散乱 X 線、115.7 keV に Rayleigh 散乱 X 線が観測される。そこで、これらの蛍光・散乱 X 線強度の場所依存性を HIP 界面近傍で解析した。解析にあたり、母合金の蛍光・散乱 X 線強度を基準とし、以下の式で定義する基準から偏差の場所依存性 $D(z)$ 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。

結果を Figure 3 に示す。W 蛍光強度はいたるところで 1% 程度揺らいでおり、HIP 界面近傍で増大し、HIP 界面では減少している。これは、W 元素分布が 1% 程度ゆらいでおり、HIP 界面近傍に集積していることを示す。Ta 蛍光強度は HIP 界面で 10% 程度増大し、HIP 界面近傍で減少している。これは Ta が HIP 界面で 10% 程度集積し、HIP 界面近傍では減少することを示す。コンプトン散乱・レイリー散乱強度は HIP 界面で減少している。特にコンプトン散乱強度に比べてレイリー散乱強度の減少が顕著である。これは F82H-BA12 鋼母合金に比較して軽元素で構成される SiO_2 の HIP 界面中の析出を示唆する。これらの結果は、HIP 界面に SiO_2 コア-Ta O_x シェルが形成されることとする破壊検査の報告 [3-6] と整合している。

以上から、蛍光 X 線・コンプトン散乱 X 線を用いれば、F82H-BA12 鋼 HIP 接合界面の SiO_2 、 TaO_x などの析出物の化学的・定量的情報を非破壊で得ることが可能であることが原理的に実証された。

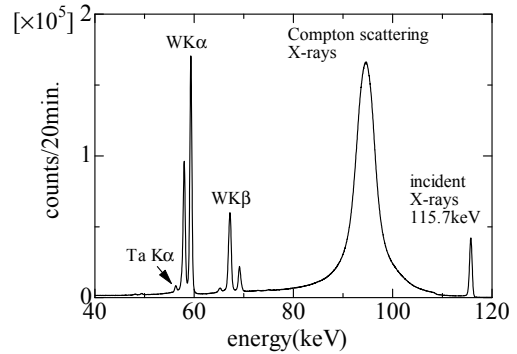


Figure 2. X-ray spectrum of F82H-BA steel

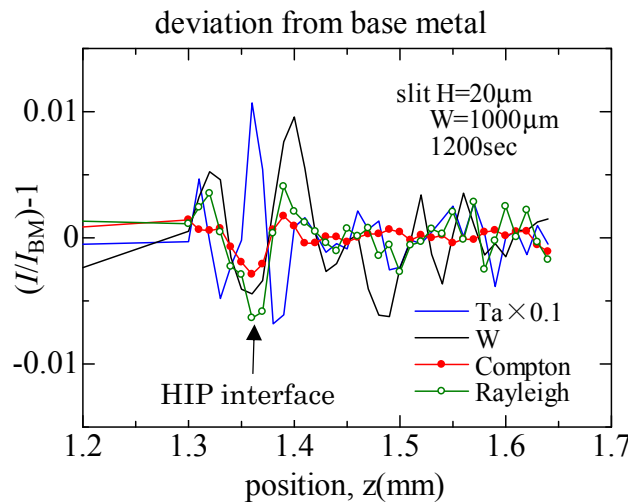


Figure 3. Deviations of intensities for W and Ta fluorescence, Compton and Rayleigh scattering

今後の課題：

HIP 接合界面のシャルピー衝撃値は HIP 接合界面における析出物の状態によって異なると考えられる。本測定手法を非破壊検査として確立し、シャルピー衝撃値が予測できるように検討していく必要がある。また、今回の測定は試料上の特定の点における測定であるが、界面としての面の情報を得る手法も検討していく必要がある。

参考文献：

- [1] <https://www.kinzoku.co.jp/>
- [2] H. Tanigawa et al., *Fusion Eng. Des.*, **83**, 1471 (2008) .
- [3] T. Nozawa, S. H. Noh, H. Tanigawa, *J. Nucl. Mater.*, **427**, 282 (2012).
- [4] T. Hirose et. al, *J. Nucl. Mater.*, **442**, S557 (2013) .
- [5] H. Kishimoto et al., *J. Nucl. Mater.*, **442**, S546 (2013) .
- [6] R. Ohson et at., in: *12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology*, Jeju Island, Korea, 2015.
- [7] H. Kishimoto et al., *Fusion Eng. Des.*, **109–111**, 1744 (2016).
- [8] T. Nozawa et al., *Fusion Eng. Des.*, **124**, 985 (2017) .
- [9] M. J. Berger et al., (2010), *NIST Standard Reference Database 8 (XGAM)* [<https://www.nist.gov/pml/xcom-photon-cross-sections-database>].
- [10] K. Suzuki et al. *J. Appl. Phys.*, **119**, 025103 (2016).
- [11] K. Suzuki et al., *Condens. Mater.*, **4**, 66 (2019).