

JST未来社会創造事業
「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」
— 電子加速システムの開発 —
2022年度第2回シンポジウム

日時 : 2023年2月28日(火) 13時30分～16時10分(13時00分開場)
主催 : 「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」プロジェクト

高エネルギーX線を用いたコンプトン散乱による
HIP接合界面検査と社会インフラ設備への適用可能性

群馬大学理工学府電子情報部門
櫻井 浩

JST未来社会創造事業
「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」
— 電子加速システムの開発 —
2022年度第2回シンポジウム

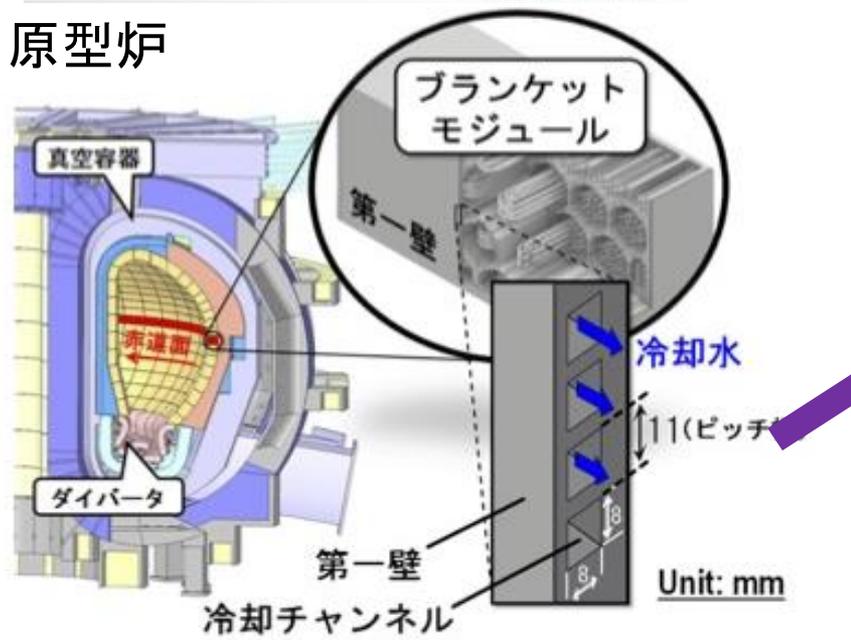
日時 : 2023年2月28日(火) 13時30分～16時10分(13時00分開場)
主催 : 「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」プロジェクト

高エネルギーX線を用いたコンプトン散乱による
HIP接合界面検査と社会インフラ設備への適用可能性

群馬大学理工学府電子情報部門
櫻井 浩



原型炉



冷却水チャンネルをHIPで製造

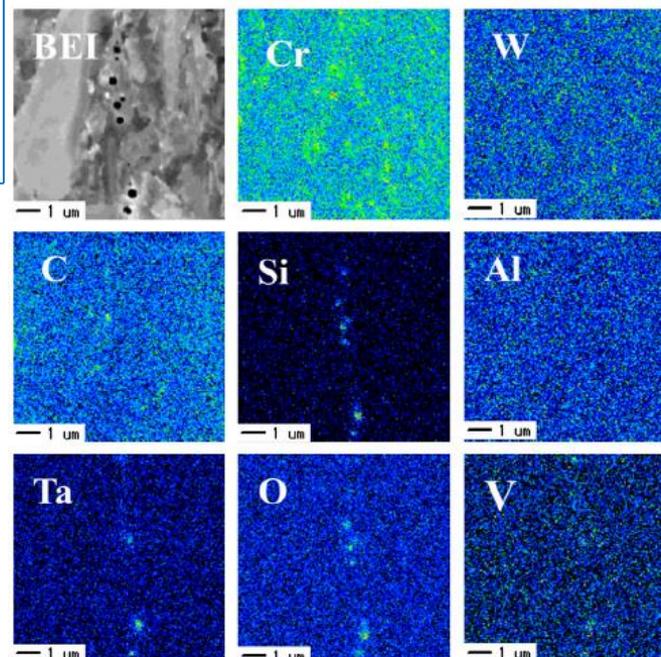
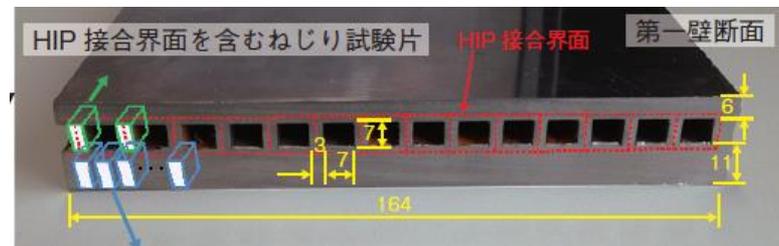
核融合研究開発

9-3

実構造体 HIP 接合部の破壊挙動を追う

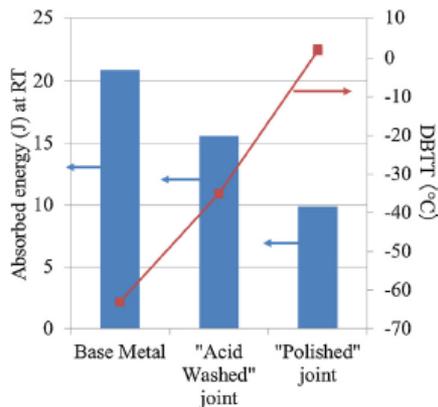
—核融合原型炉開発で進められている低放射化フェライト鋼研究の最前線—

112 原子力機構の研究開発成果 2014



HIP界面で
SiO_x酸化物
coreにTaO_x
shell 化合物
が析出

1μmの界面



HIP界面で
Upper shelf
energy 減少

Fig. 2. Upper shelf energy and DBTT of various F82H HIPed joints.

HIP 界面評価技術

第一壁部材製作時には品質保証が必要。

HIP 接合界面の配置が三次元的であるため、全接合部において接合欠陥の有無を精査することは困難
接合継手特性に影響を与える酸化物のサイズは、数 μm 程度であるため、検出は極めて難しい

HIP接合界面の検査方法は破壊・非破壊的手法とも確立されていない
HIP 界面近傍の組織の学術的理解と評価技術の開発が必要

廣瀬貴規, 芹澤久, 岸本弘立, 荻原寛之, 藤井英俊, 長坂琢也, 笠田竜太, 野澤貴史, 谷川博康, 芝清之, . . 低放射化フェライト鋼接合技術の現状と課題, J. Plasma Fusion Res. 87, 172-180 (2011)



拡散接合部の非破壊評価試験法

X線透過試験, 超音波探傷試験, 浸透探傷試験, 電気抵抗測定, AE測定等

拡散接合部に残留する微小な欠陥を検出できる可能性の高いのは超音波探傷, X線透過試験

空間分解能が足りない

超音波探傷 (数百 μm) ・ X線透過試験 (20 μm)

HIP界面の非破壊検査法

Destructive and non-destructive evaluation methods of interface on F82H HIPed joints

Hirotsu Kishimoto^{a,b,*}, Yusuke Muramatsu^b, Yuki Asakura^{a,b}, Tetsuo Endo^b, Akira Kohyama^a

^a OASIS, Muroran Institute of Technology, 27-1, Muroran, Hokkaido, Japan
^b Graduate School, Muroran Institute of Technology, 27-1, Muroran, Hokkaido, Japan

Fusion Engineering and Design 109–111 (2016) 1744–1747

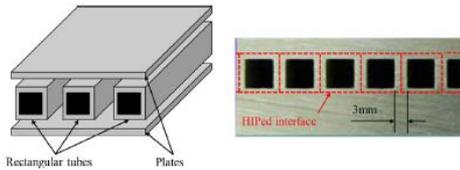


Fig. 3. Schematic image of fabrication and the dimension of cross section of first wall.

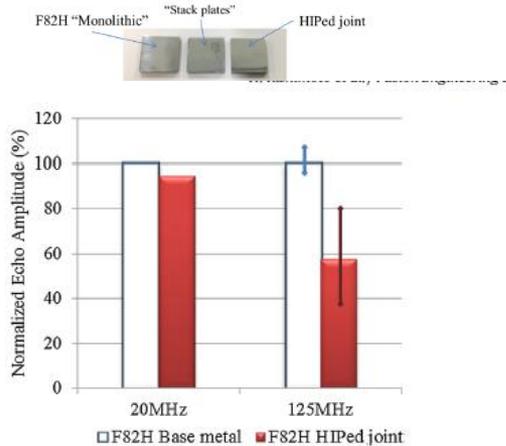


Fig. 7. Normalized echo amplitude of bottom echo using 20MHz and 125MHz immersion transducer.

125MHzでecho強度減少

Characterization of torsion fracture behavior of F82H HIP joints with damage monitoring by acoustic emission

Takashi Nozawa*, Ryuji Ohson, Hiroyasu Tanigawa

National Institutes for Quantum and Radiological Science and Technology, 2-166 Omotedate, Obuchi, Rokkasho, Aomori 039-3212, Japan

Fusion Engineering and Design 124 (2017) 985–989

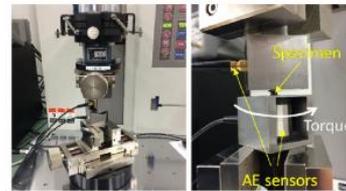


Fig. 2. Photo images of torsion test setup with two acoustic emission sensors.

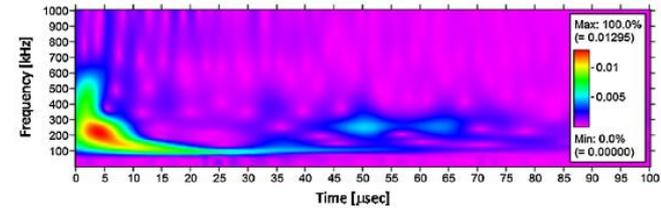


Fig. 4. Typical wave signal by AE monitoring.

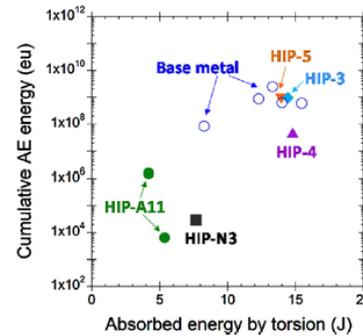


Fig. 7. Torsion energy vs. AE energy.

Acoustic emissionをモニターすればUpper shelf energyがわかる

非破壊で化学的情報を計測できないか？
1μmの界面

コンプトン散乱X線エネルギースペクトル解析でHIP界面の酸化物を評価する

コンプトン散乱X線スペクトル形状は波動関数＝化学結合を反映

Compton scattering X-ray spectrum

$$I(\hbar\omega) \propto J(p_z)$$

Electron momentum distribution
(Compton profile)

$$J(p_z) = \iint n(\mathbf{p}) dp_x dp_y$$

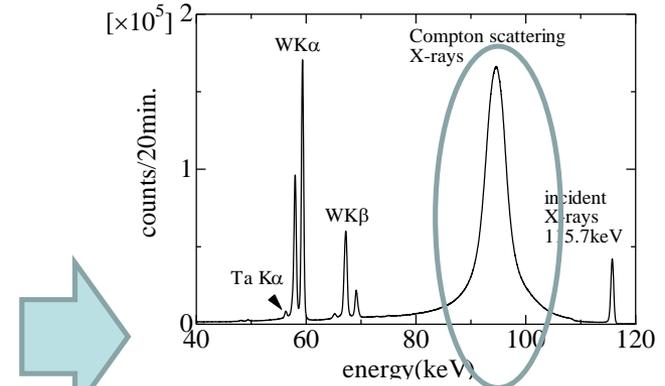
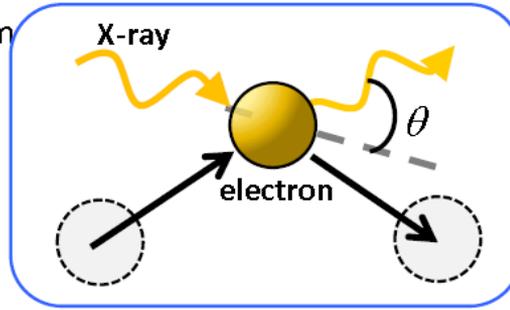
Electron momentum density

$$n(\mathbf{p}) = \sum_j \left| \int \psi_j(\mathbf{r}) \exp(-i\mathbf{p} \cdot \mathbf{r}) d\mathbf{r} \right|^2$$

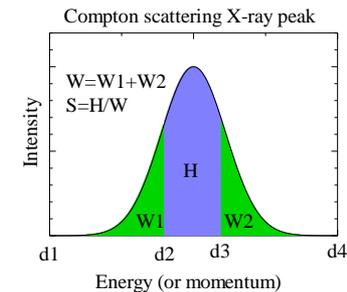
$\hbar\omega$: Compton scattering X-ray energy

$\mathbf{p} = (p_x, p_y, p_z)$:
electron momentum

$\psi_j(\mathbf{r})$: Wavefunction



Sパラメータによるスペクトル形状の解析



積分強度は電子密度を反映

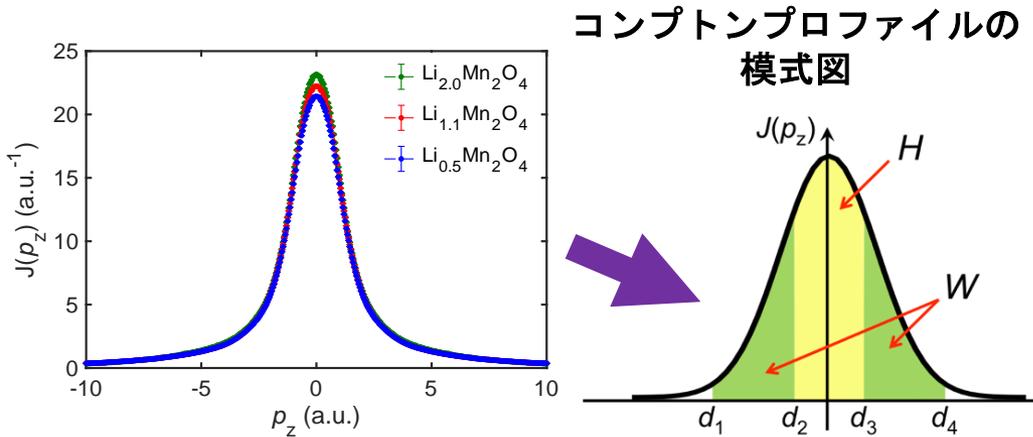
$$dN = \Phi_0 t_1 t_2 \rho_e dV \frac{d\sigma_{KN}}{d\Omega}$$

M. J. Sharaf, Appl. Radiat. Isot., 54, 801 (2001).

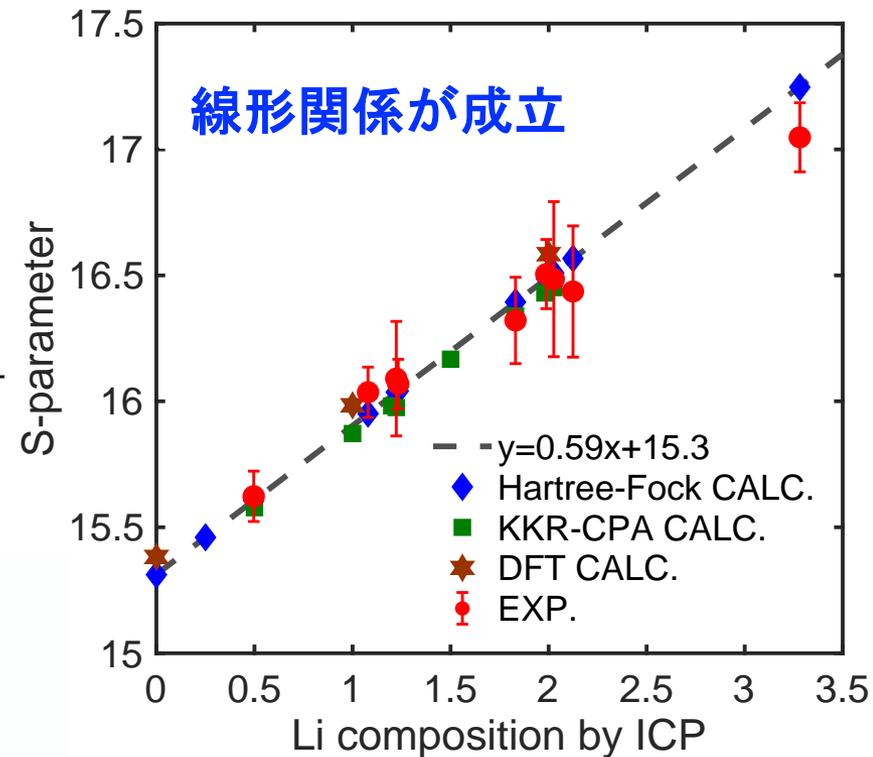
**F82H鋼HIP界面の
1μmの酸化物を非破壊で
評価**

コンプトン散乱X線のエネルギースペクトルの形の解析 (Sパラメータ解析法)

コンプトンプロファイルのラインシェイプを数値化するパラメータを考案 (Sパラメータ解析法)



K. Suzuki et al.
J. Appl. Phys., 119, 025103 (2016).



$$S = \frac{H}{W}$$

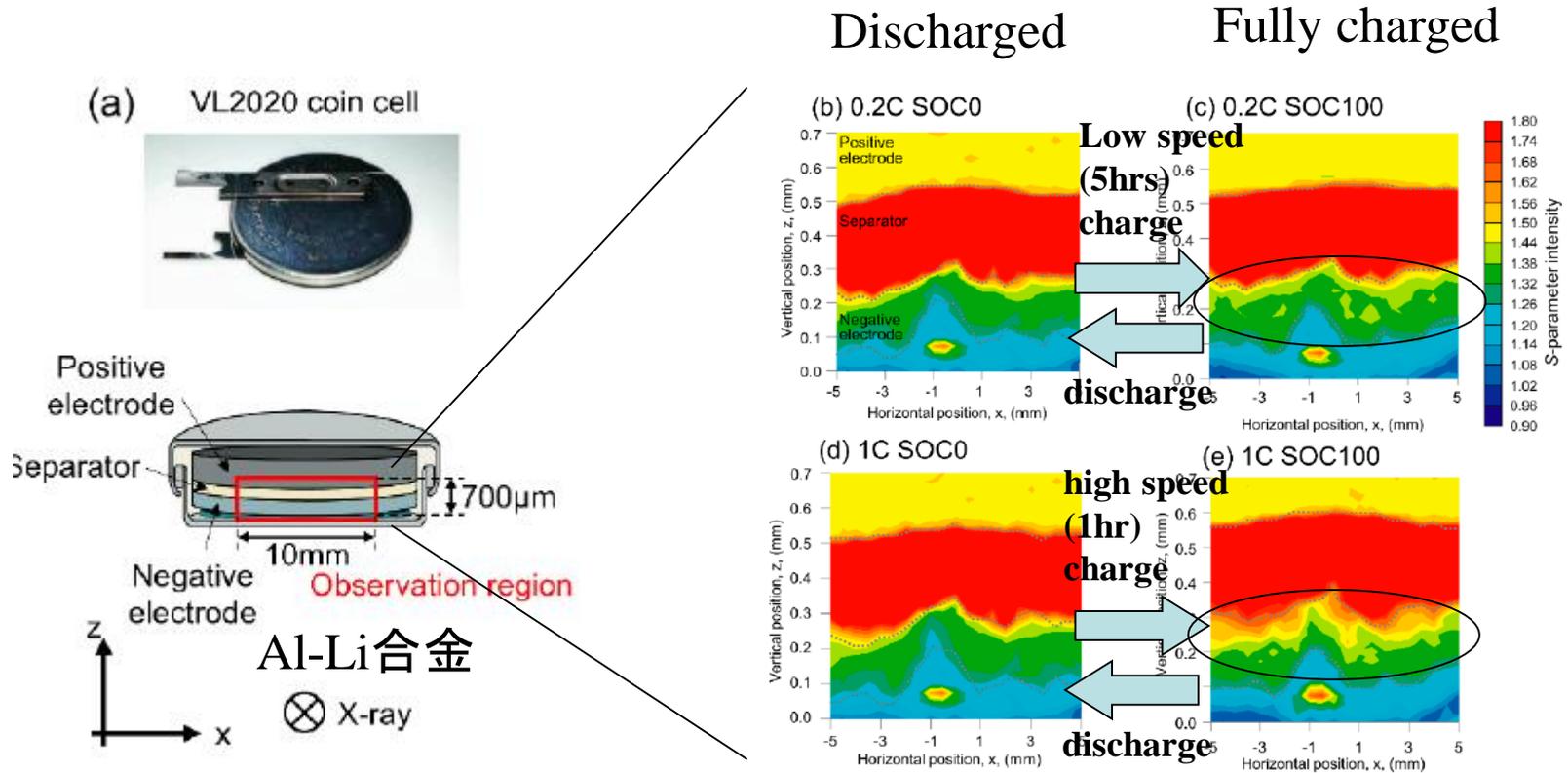
$$H = \int_{d_2}^{d_3} J(p_z) p_z$$

$$W = \int_{d_1}^{d_2} J(p_z) p_z + \int_{d_3}^{d_4} J(p_z) p_z$$

本研究では $d_1=d_4=5\text{a.u.}$, $d_2=d_3=1\text{a.u.}$ とした

Sパラメータからリチウム量の定量が可能

Sパラメタ解析によるリチウム電池のリチウムイオン分布測定



K. Suzuki et al. Condens. Matter 3, 27 (2018)

充電速度が速い ($1C > 0.2C$) 時はLiが負極/セパレータ界面に集積

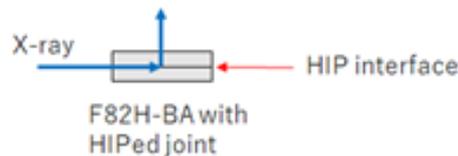
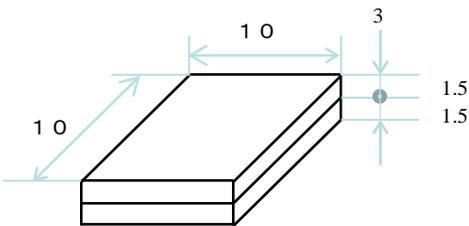
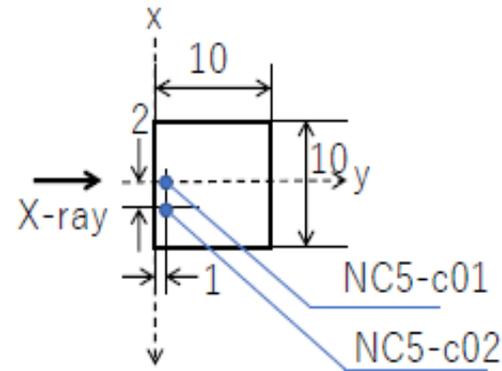
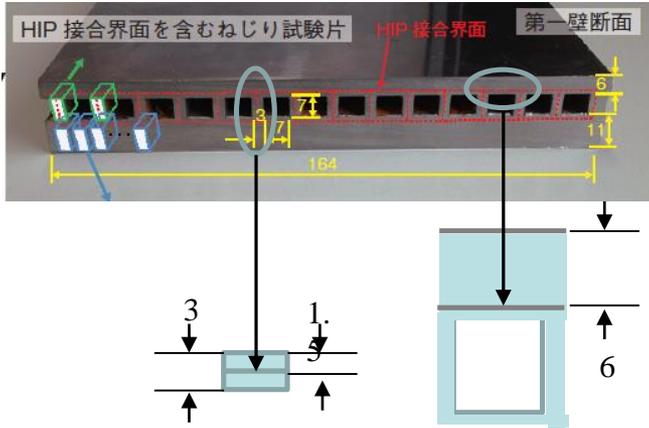
接合界面の非破壊検査手法とならないか

測定試料～HIP接合したF82H鋼

核融合研究開発

9-3 実構造体 HIP 接合部の破壊挙動を追う —核融合原型炉開発で進められている低放射化フェライト鋼研究の最前線—

112 原子力機構の研究開発成果 2014



F82H-BA12

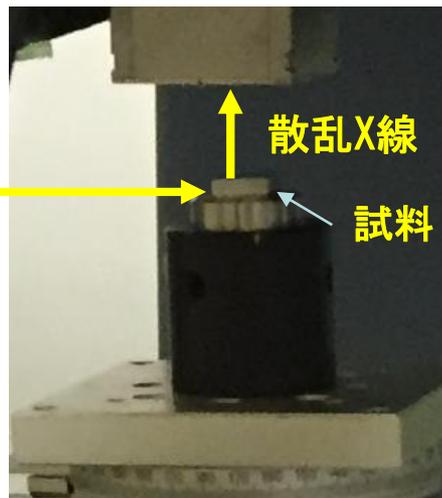
Table 3-A1-1: Chemical compositions (wt.%) analyzed. Note that chemical compositions of "F82H" are specification values.

Element	C	Cr	W	Mn	V	Ta	Si
F82H (spec.)	0.08-0.12	7.5-8.5	1.6-2.2	0.05-0.5	0.15-0.25	0.02-0.10	<0.2
F82H-pre. IEA	0.097	7.46	2.10	0.07	0.18	0.030	0.09
F82H-IEA	0.09	7.64-7.87	1.94-1.98	0.10-0.16	0.16-0.19	0.02-0.04	0.07-0.11
F82H-BLK	0.095	7.72-7.74	1.95	0.10	0.18	0.04	0.10
F82H-BA07	0.088-0.091	7.97-8.02	1.88	0.45-0.46	0.19	0.03-0.04	0.16-0.17
F82H-BA10	0.094	7.83	1.89	0.48	0.20	0.027	0.11
F82H-BA11	0.10-	7.91-	1.81-	0.46-0.47	0.20	0.037-	0.11-0.15
STG	0.104	7.99	1.91			0.05	
F82H-BA12	0.099	7.88	1.78	0.45	0.19	0.093	0.10

Element	B	N	Ti	Sol. Al	P	S	O
F82H (spec.)	<0.006	<0.025	<0.01	<0.04	<0.02	<0.01	<0.005
F82H-pre. IEA	0.0004	0.004	0.008	-	0.002	0.003	0.0033
F82H-IEA	0.0002	0.006-0.008	0.004-0.01	0.001-0.003	0.002-0.003	0.001-0.002	-
F82H-BLK	0.00015-0.00016	0.0098-0.0100	0.005	<0.001	<0.005	0.0030-0.0031	-
F82H-BA07	0.002	0.016	<0.003	0.007	0.009	0.002-0.003	0.001-0.002
F82H-BA10	0.0001	0.0038	<0.002	0.010	0.005	0.0003	0.0010
F82H-BA11	0.0003	0.01-0.0128	<0.0001-0.0002	0.014-0.031	0.0040-0.0059	0.0008-0.001	0.0020-0.0028
STG							
F82H-BA12	0.0040	0.0098	<0.001	0.022	0.011	<0.0005	0.0012

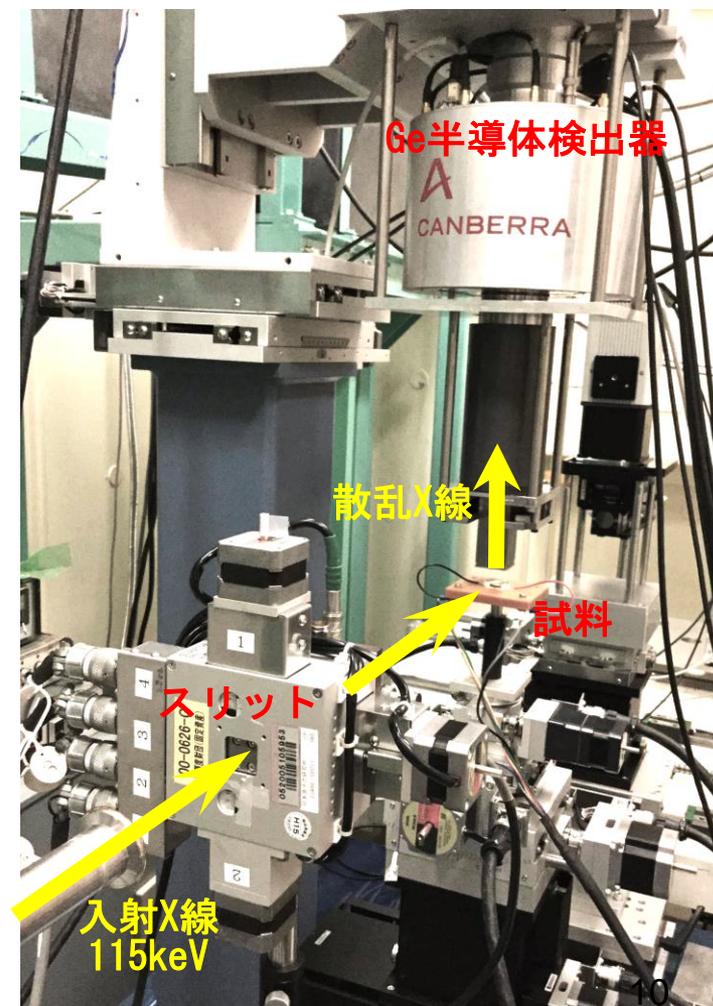
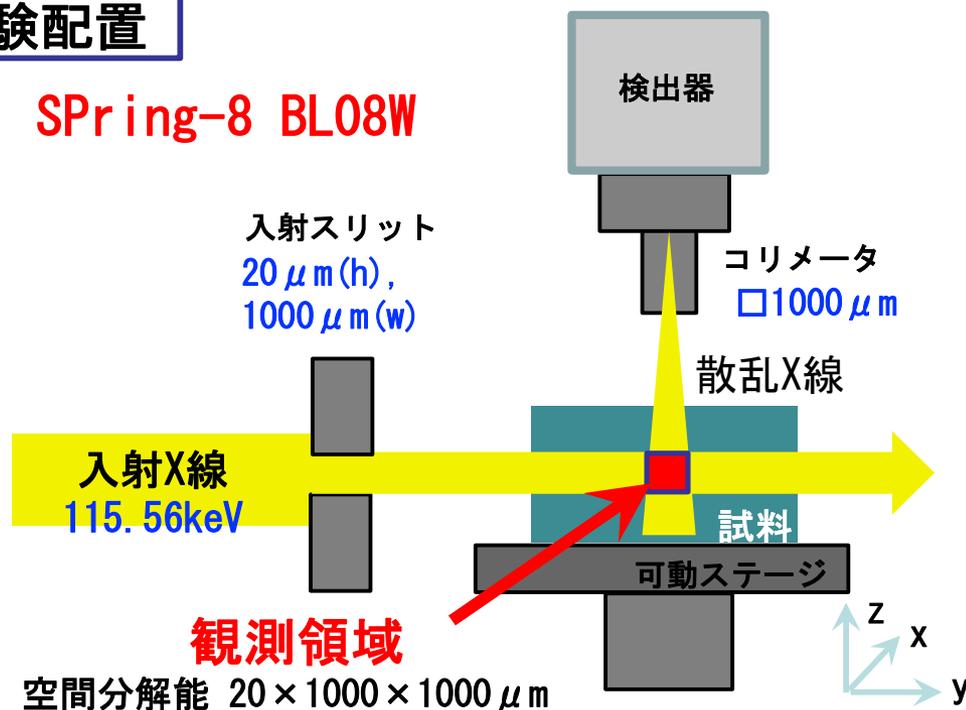
W, Ta, SiO₂に着目

SPring-8 BL08Wにおけるコンプトン散乱X線エネルギー スペクトルの測定

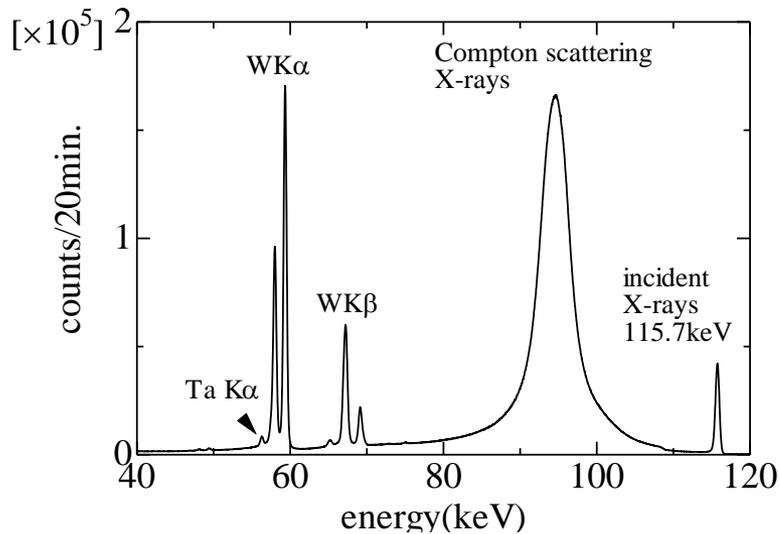


実験配置

SPring-8 BL08W



F82H-BA12鋼の蛍光・散乱X線スペクトル



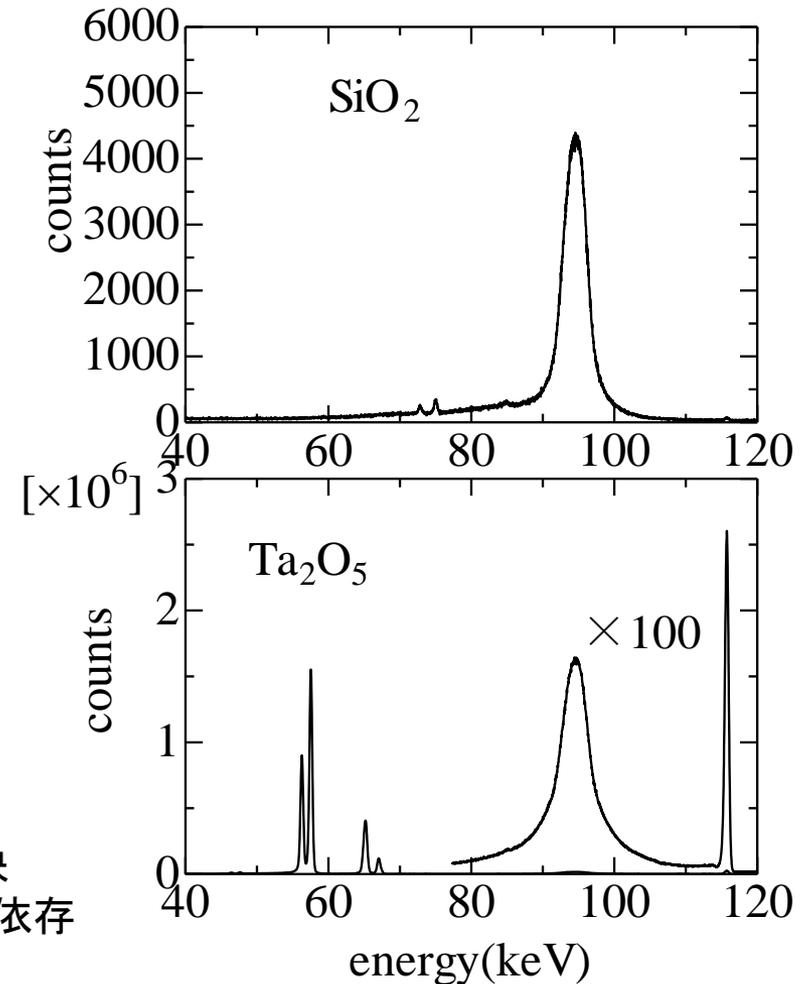
Ta、Wの定量

○Ta、Wの蛍光X線強度に比例

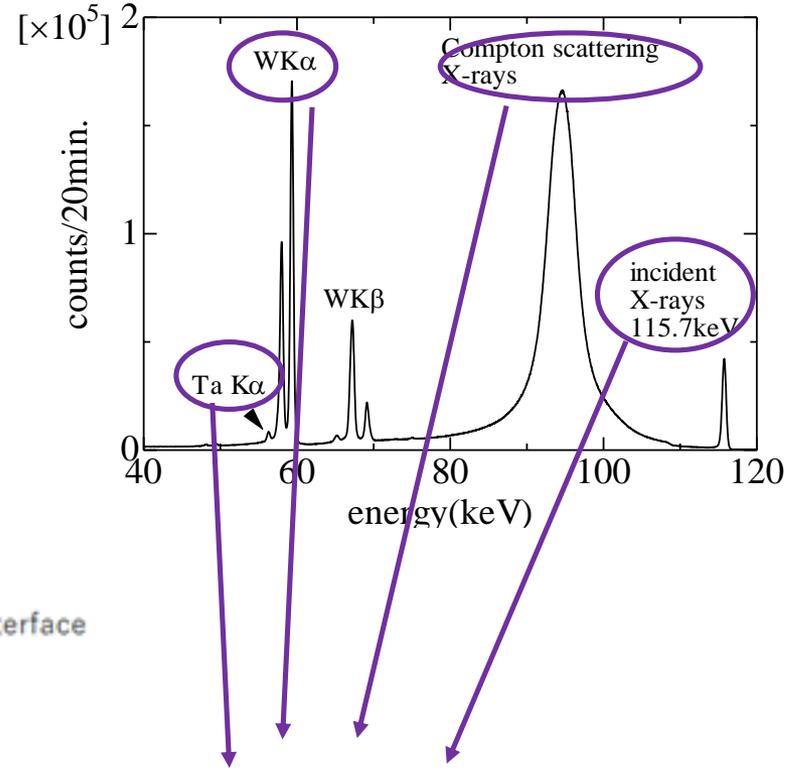
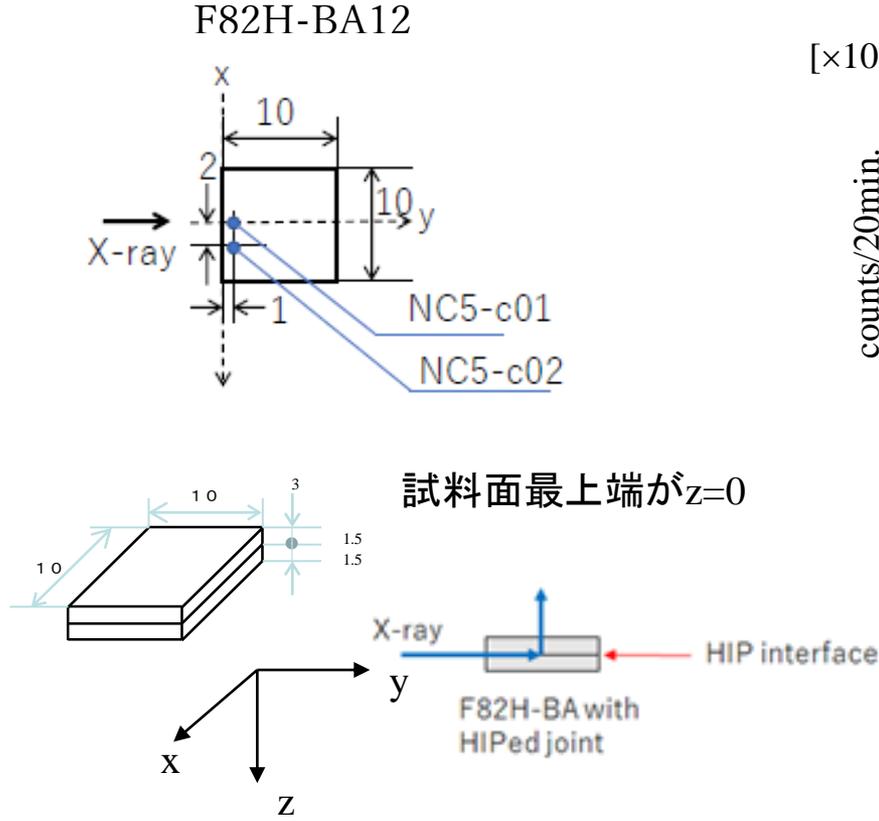
SiO₂の体積比

- コンプトン散乱X線の積分強度⇒電子密度を反映
- レーリー散乱/コンプトン散乱の強度比が物質に依存
- コンプトン散乱X線ピークの幅が物質依存 (s-parameter解析)

標準物質の蛍光・散乱X線スペクトル



X線強度（コンプトン散乱X線、レーリー散乱線、蛍光X線（Wka, WKb）とS-parameterのz依存性

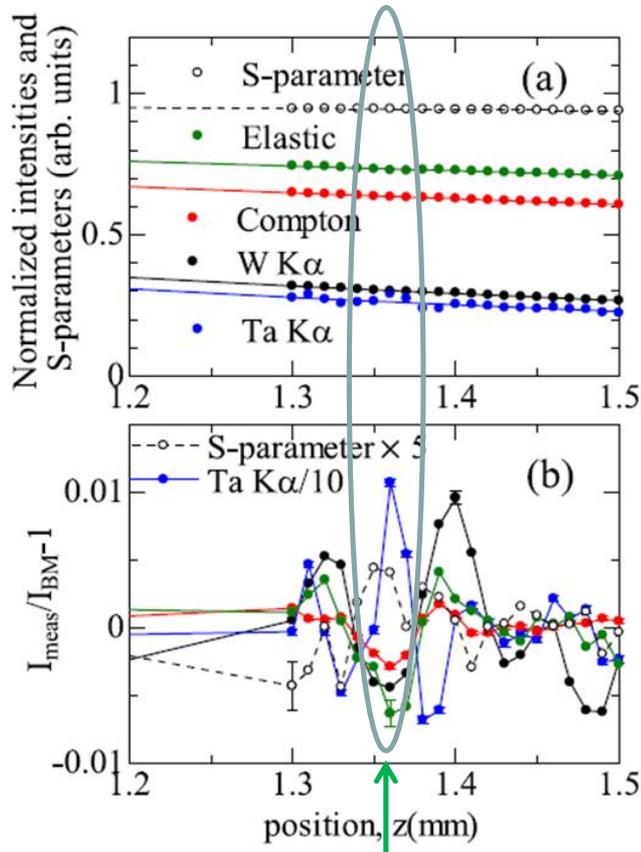


各X線強度のz依存性を測定

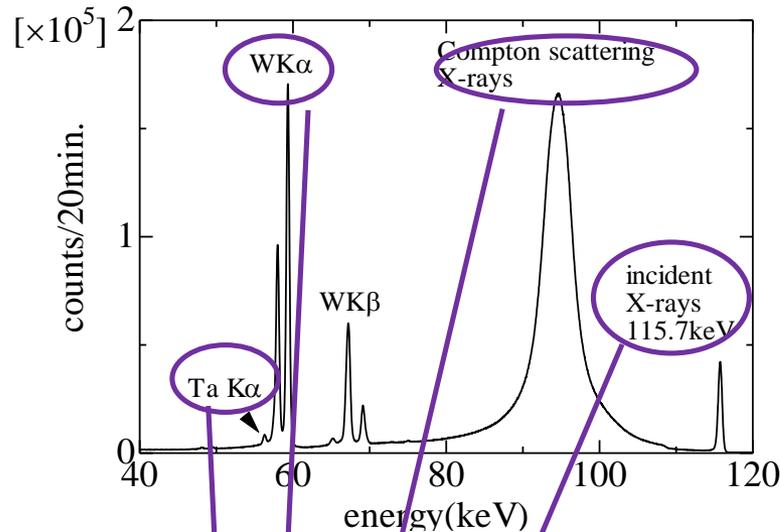
X線強度（コンプトン散乱X線、レーリー散乱線、蛍光X線（Wka, WKb）とS-parameterのz依存性
母合金の挙動をモデル計算

- 散乱・蛍光X線強度の脱出深度依存性 $I = I_0 \exp[-(\mu(E_0)t_0 + \mu(E_1)z)]$
- S-parameter $S = az + b$

(a)の破線・実線



界面

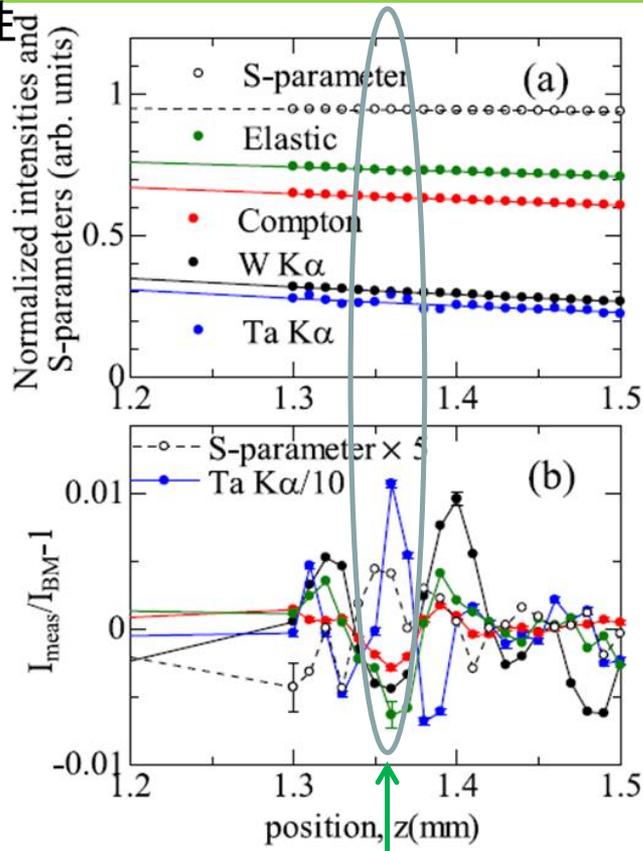


各X線強度のz依存性を測定

(b) 母合金の挙動のモデル計算（破線・実線）と実測値（点）の偏差を解析

$$\Delta = \frac{I_{meas}}{I_{BM}} - 1 \quad (2)$$

X線強度（コンプトン散乱X線、レーリー散乱線、蛍光X線（Wka, WKb））とS-parameterのz依存性



界面

Ta・W蛍光強度、コンプトン散乱・レーリー散乱強度、Sパラメターの相関

Table 1
Correlation coefficients between deviations shown in Fig. 4(b).

	WKα	TaKα	Compton scattering	Elastic scattering	S-parameter
WKα	1.00	0.25	0.39	0.54	0.16
TaKα		1.00	0.63	0.38	0.02
Compton scattering			1.00	0.71	0.44
Elastic scattering				1.00	0.33
S-parameter					1.00

Ta、Wの定量化

○Ta、Wの蛍光X線強度に単純比例

SiO2の体積比定量化～3つの手法を比較

1. コンプトン散乱X線の積分強度⇒電子密度を反映
2. レーリー散乱/コンプトン散乱の強度比が物質に依存
3. コンプトン散乱X線ピークの幅が物質依存（s-parameter解析）

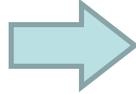
SiO₂体積比の見積り手法～その1

○ コンプトン散乱X線の積分強度 ⇒ 電子密度に比例

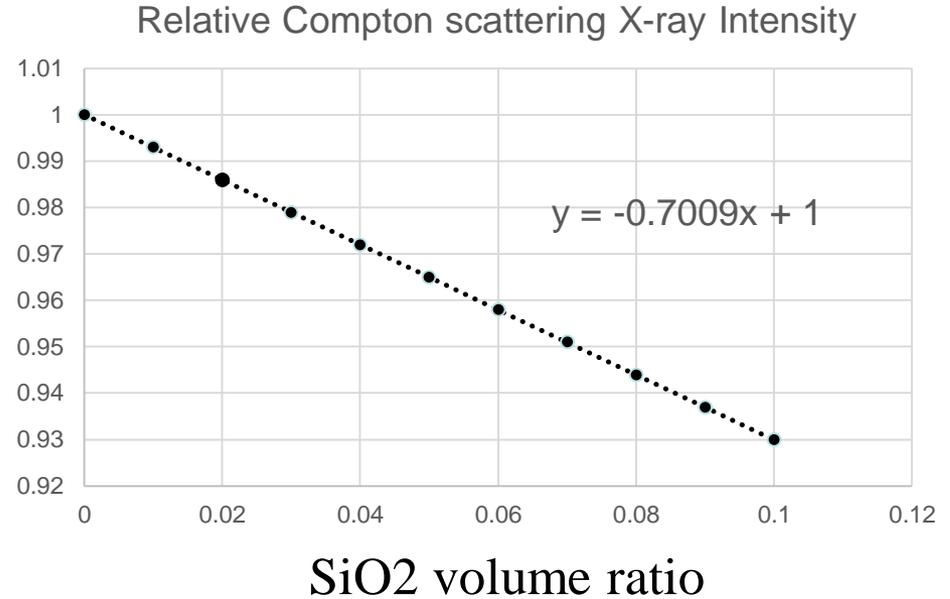
$$dN = \Phi_0 t_1 t_2 \rho_e dV \frac{d\sigma_{KN}}{d\Omega}$$

M. J. Sharaf, Appl. Radiat. Isot., 54, 801 (2001).

	density (g/cm ³)	electron density (cm ⁻³)
SiO ₂	2.196	6.603E+23
Fe	7.874	2.208E+24



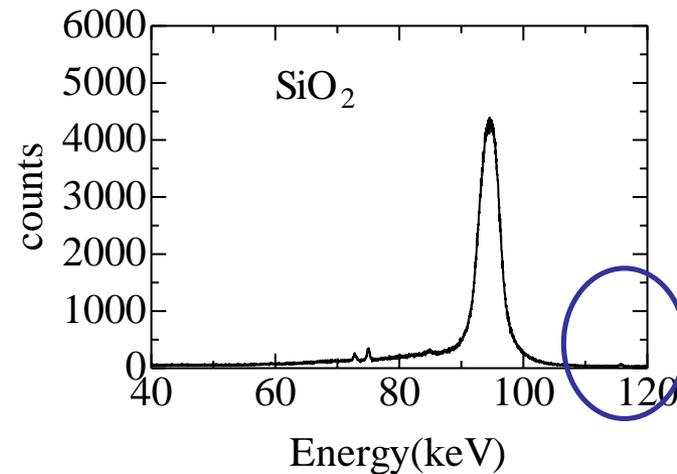
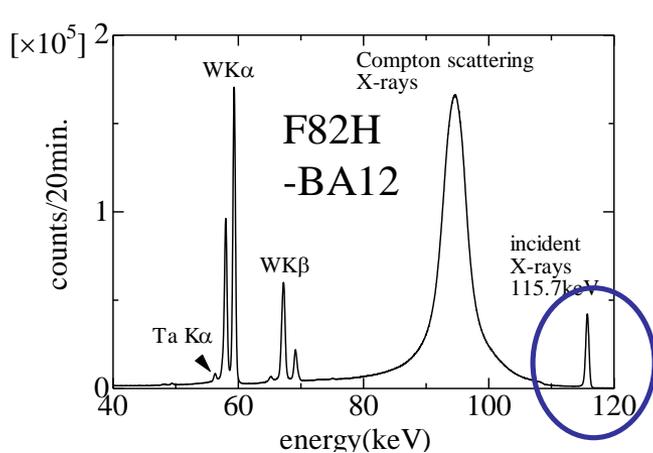
Normalized Compton scattering intensity



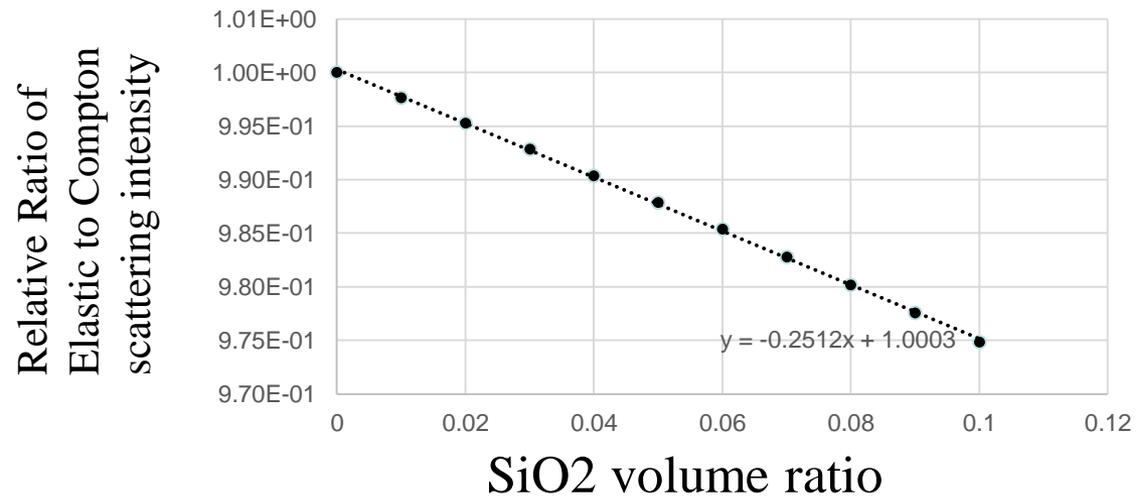
母合金からの強度のずれからSiO₂体積比が見積もれる

SiO₂体積比の見積り手法～その2

○ レーリー散乱/コンプトン散乱の強度比が物質に依存



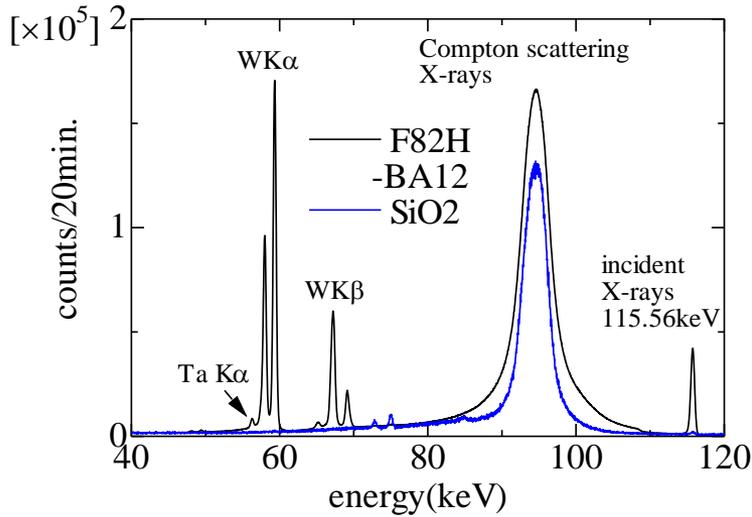
Relative ratio of Elastic to Compton scattering



母合金からの強度のずれからSiO₂体積比が見積もれる

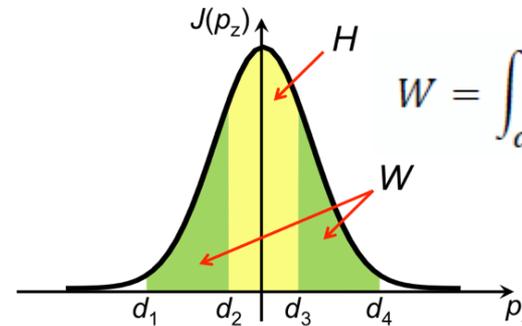
SiO₂体積比の見積り手法～その3

コンプトンプロファイルのラインシェイプを数値化するパラメータを考案 (Sパラメータ解析法)



Relative S-parameter

コンプトンプロファイルの
模式図

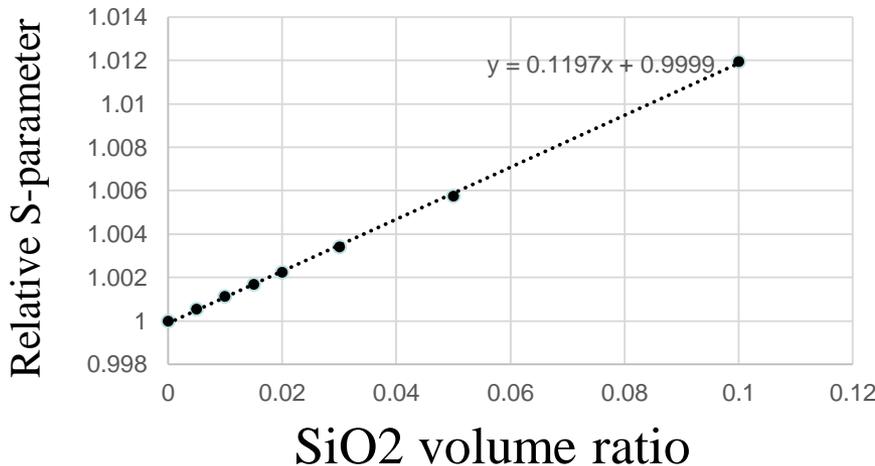


$$H = \int_{d_2}^{d_3} J(p_z) p_z$$

$$W = \int_{d_1}^{d_2} J(p_z) p_z + \int_{d_3}^{d_4} J(p_z) p_z$$

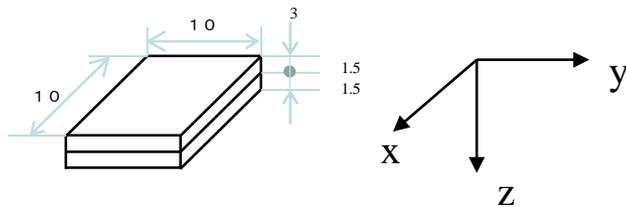
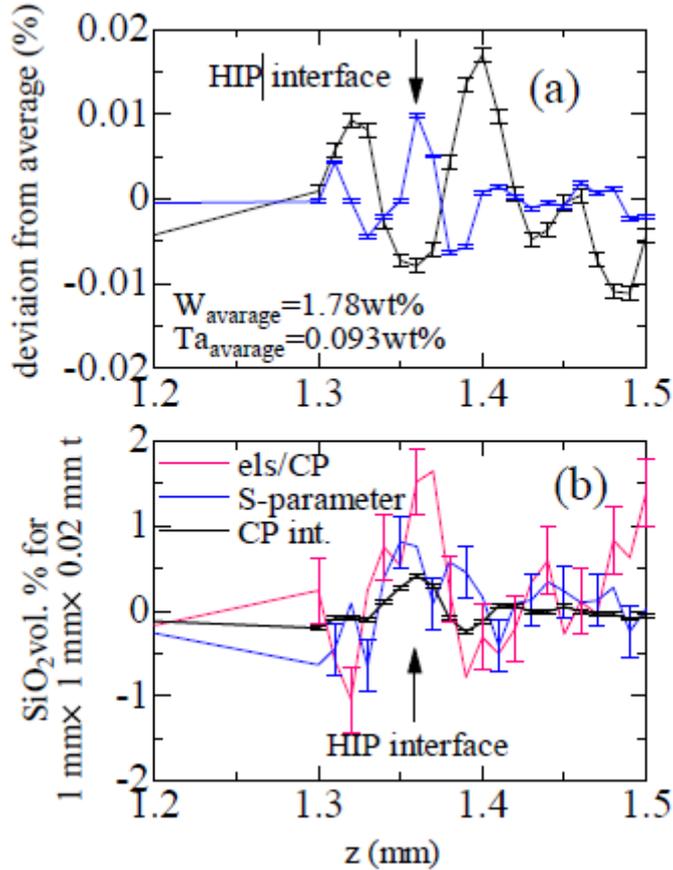
$$S = \frac{H}{W}$$

本研究では $d_1=d_4=8a.u.$, $d_2=d_3=2a.u.$ とした



母合金からの強度の
ずれからSiO₂体積比
が見積もれる

散乱・蛍光X線強度の母合金の平均からの偏差を解析



試料面最上端が $z=0$

蛍光X線強度→元素の量に比例

○TaはHIP接合界面に0.01wt%集積。界面近傍では0.005wt%減少

○WはHIP接合界面近傍に0.01wt%集積。母合金内いたるところで0.01wt%ぐらい組成揺らぎ。

コンプトン散乱X線は電子密度に比例

○SiO₂はHIP接合界面で0.5-1vol% (20 μ m t に対して)
⇒HIP界面でのSiO₂の平均厚0.1-0.2 μ m

○HIP界面近傍ではSiが減少

○SiO₂の挙動はTaの挙動と対応

非破壊で化学的情報を計測

○HIP界面のSiO_xコア、TaO_xシェル構造を反映

T. Nozawa et al., J. Nucl. Mater. 427 (2012) 282-289.

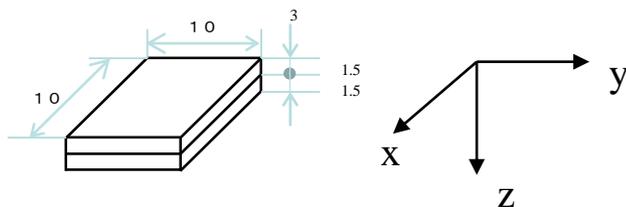
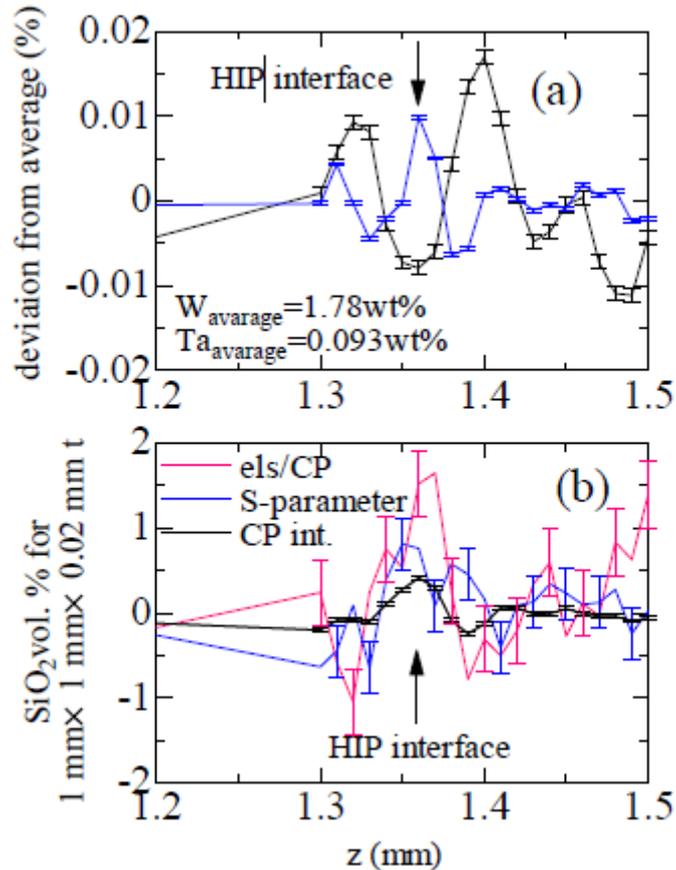
H. Kishimoto et al., J. Nucl. Mater. 442 (2013) S546-S551.

R. Ohson et al., in: 12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology, Jeju Island, Korea, 2015

○HIP界面近傍のSiとTaが拡散して酸素と反応。

○HIP界面近傍にWが拡散 (SiとTaの欠乏部分?)

実験から得られた結論



試料面最上端が $z=0$

原理的には高エネルギーX線散乱スペクトル解析・イメージングによる接合界面の健全性評価は可能

非破壊で化学的情報を計測

○HIP界面の SiO_x コア、 TaO_x シェル構造を反映

T. Nozawa et al., J. Nucl. Mater. 427 (2012) 282-289.

H. Kishimoto et al., J. Nucl. Mater. 442 (2013) S546-S551.

R. Ohsone et al., in: 12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology, Jeju Island, Korea, 2015

- HIP界面近傍のSiとTaが拡散して酸素と反応。
- HIP界面近傍にWが拡散 (SiとTaの欠乏部分?)

Development of non-destructive testing (NDT) technique for HIPed interface by Compton scattering X-ray spectroscopy

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

^a Graduate School of Science and Technology, Gunma University, 1-5-1 Tenjin-cho, Kiryu, Gunma, 376-8515, Japan

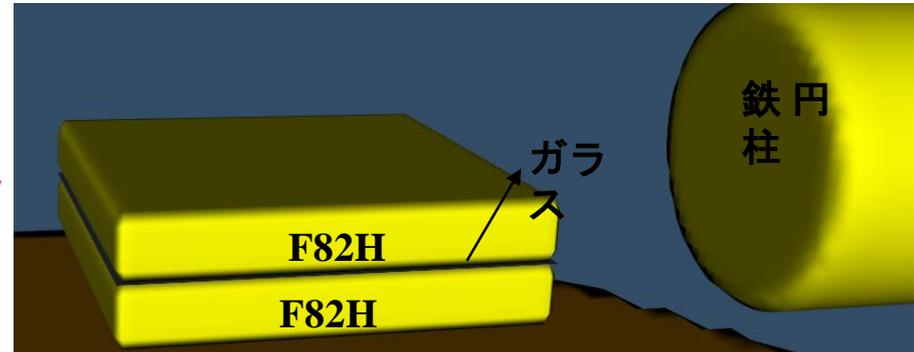
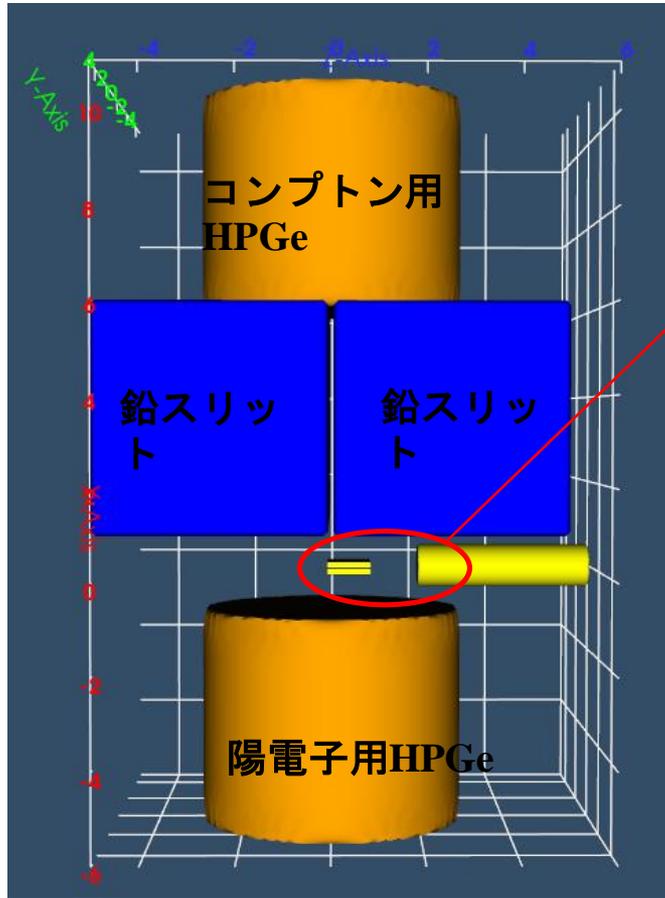
^b National Institutes for Quantum Science and Technology, 2-166 Omotedate, Obuchi, Rokkasho, Aomori 039-3212, Japan

^c Metal Technology Co. Ltd., 1-32-2 Honcho, Nakano-Ku, Tokyo 164-8721, Japan

^d Japan Synchrotron Radiation Research Institute, 1-1-1, Kouto, Sayo-cho, Sayo-gun, Hyogo 679-5198, Japan

Nuclear Materials and Energy 31 (2022) 101171

PHITSによるシミュレーションによる検証



コンプトン用HPGe

半径3cm厚さ5cm

鉛スリット

縦5cm横5cm奥行10cm

鉛スリット間

0.1cm

陽電子用HPGe

半径3cm厚さ5cm

F82H(ターゲット)

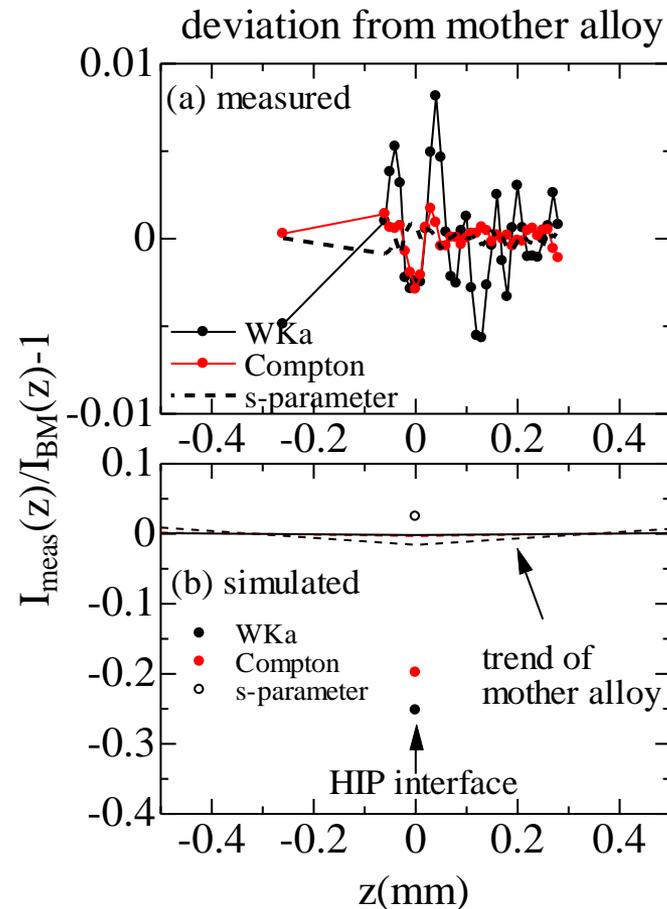
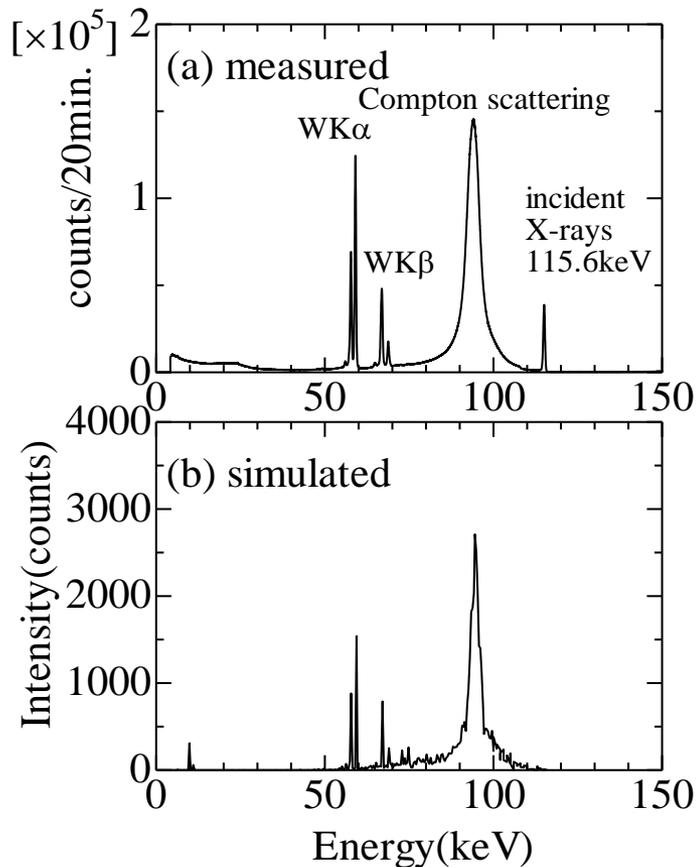
縦0.15cm横1cm奥行1cm

F82Hの間のガラス

縦0.001cm横1cm奥行1cm

ターゲット横の鉄の円柱

半径0.5cm厚さ6cm



高エネルギーX線散乱スペクトル
実験を概ね再現

HIP界面でのSパラメーター増加、
コンプトン散乱X線強度減少を再現

PHITSシミュレーションによるF82H鋼HIP界面の非破壊検査法の検討が可能

JST未来社会創造事業
「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」
— 電子加速システムの開発 —
2022年度第2回シンポジウム

日時 : 2023年2月28日(火) 13時30分～16時10分(13時00分開場)
主催 : 「レーザー駆動による量子ビーム加速器の開発と実証」プロジェクト

高エネルギーX線を用いたコンプトン散乱による
HIP接合界面検査と社会インフラ設備への適用可能性

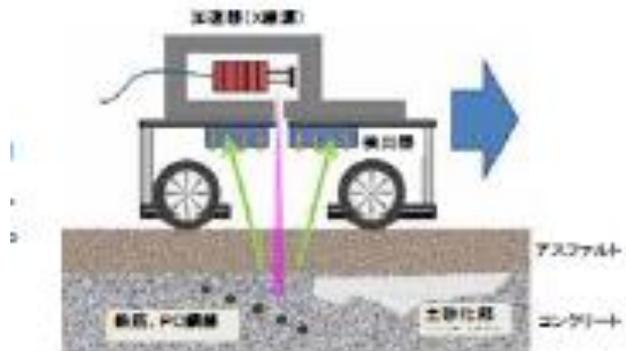
群馬大学理工学府電子情報部門
櫻井 浩

高エネルギーX線を用いたコンプトン散乱による社会インフラ設備への適用可能性

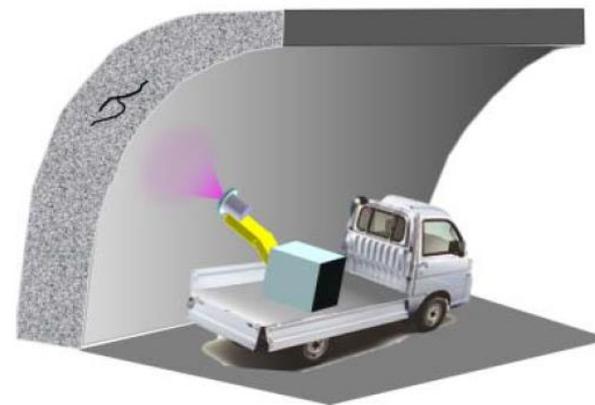
核融合原型炉におけるブランケットモジュールのHIP
接合界面の非破壊評価手法



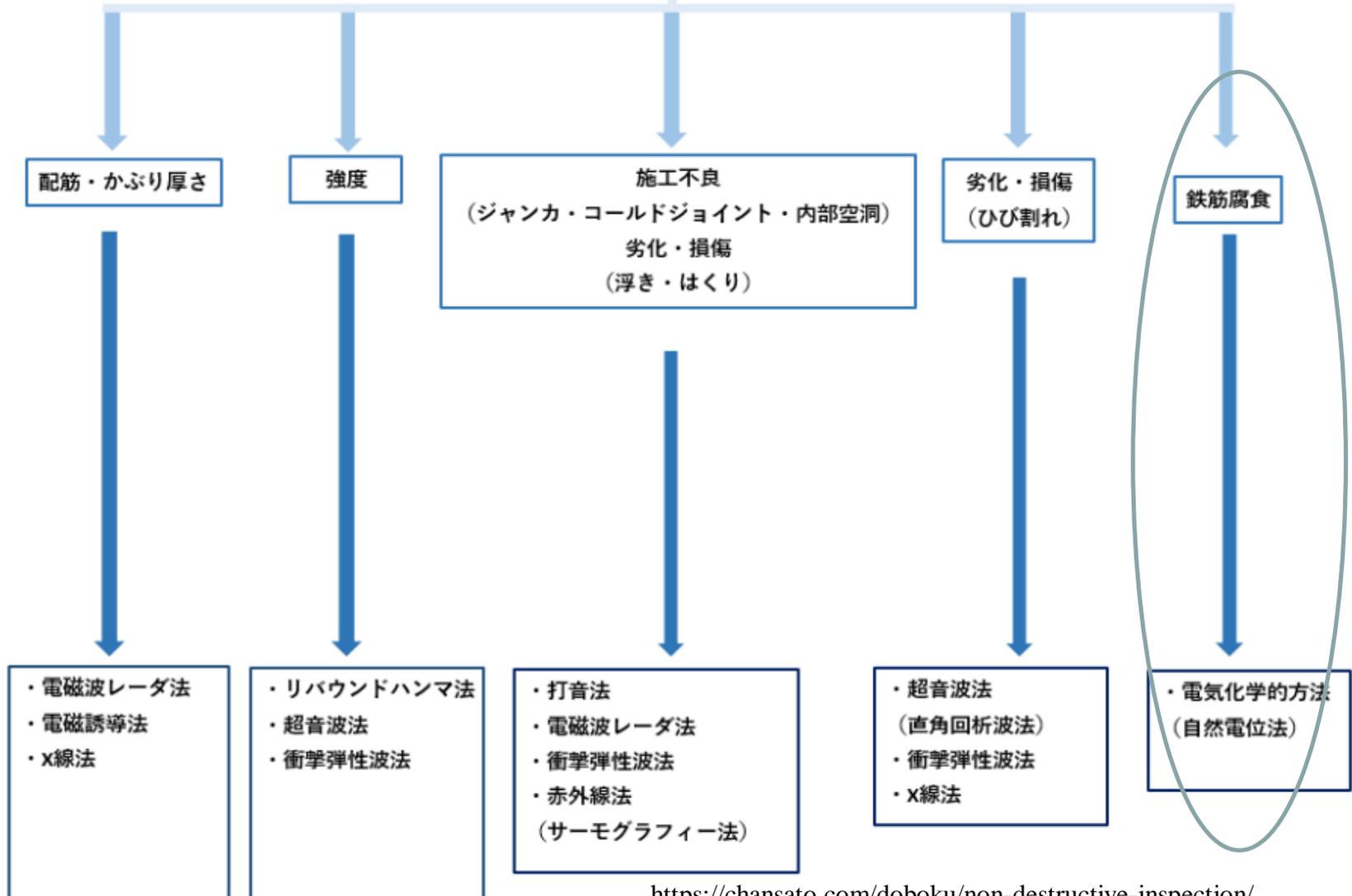
大型構造物の非破壊検査装置



ロボットアーム搭載



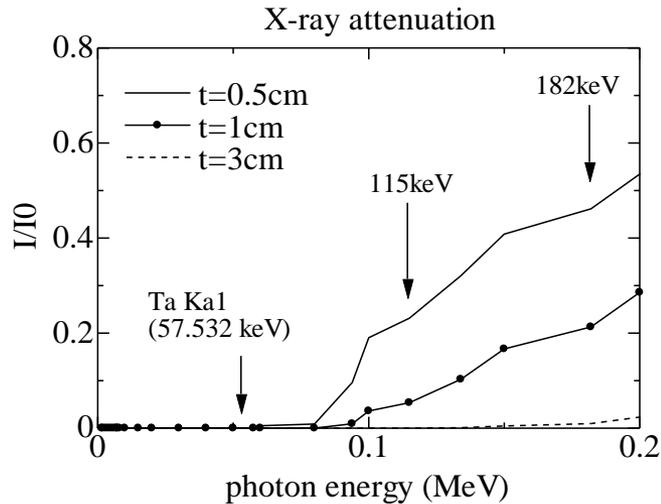
非破壊検査 (コンクリート構造物)



X線のprobing depth

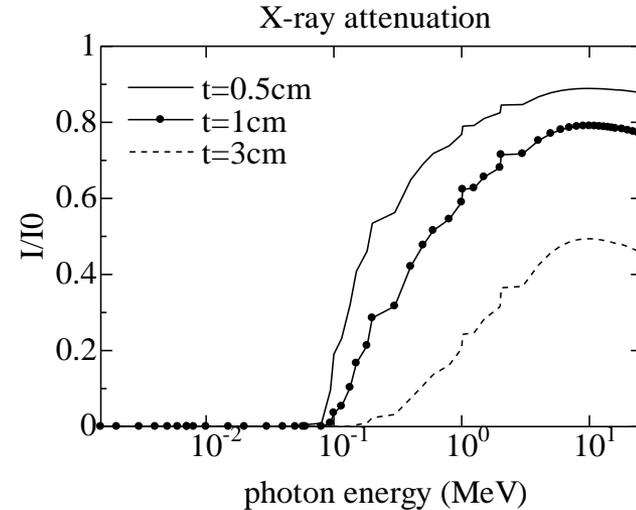
Pure Fe NIST (<http://www.nist.gov>)

通常のX線源の利用を考える場合



エネルギーが高いほうが有利
 (SPring-8では182keVまで実績あり)
 1cm程度が限界。3cm以上は難しい

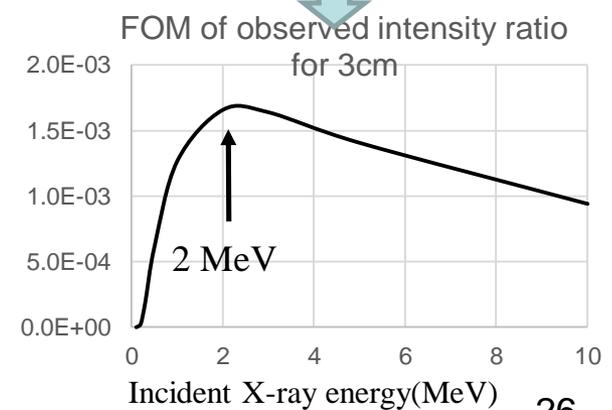
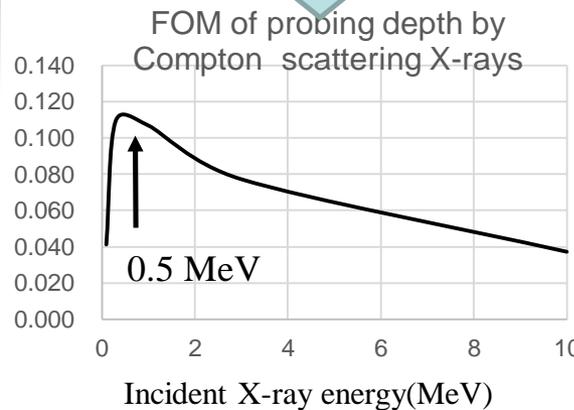
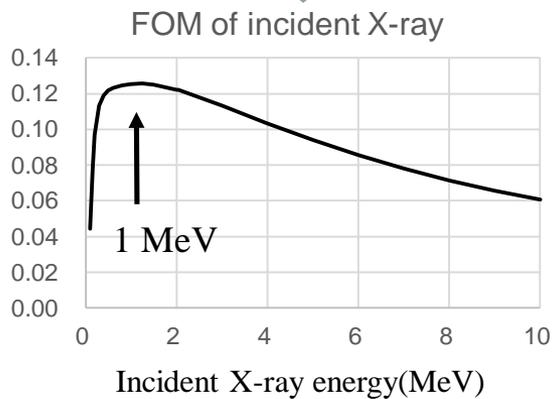
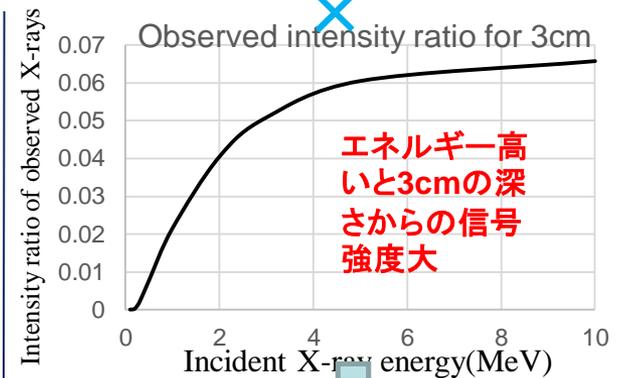
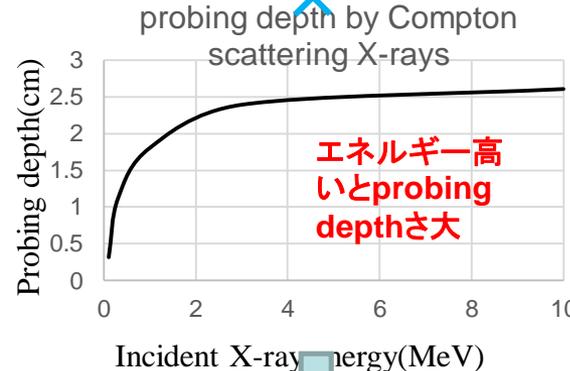
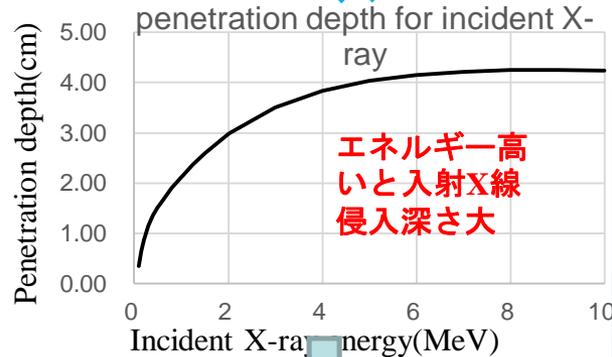
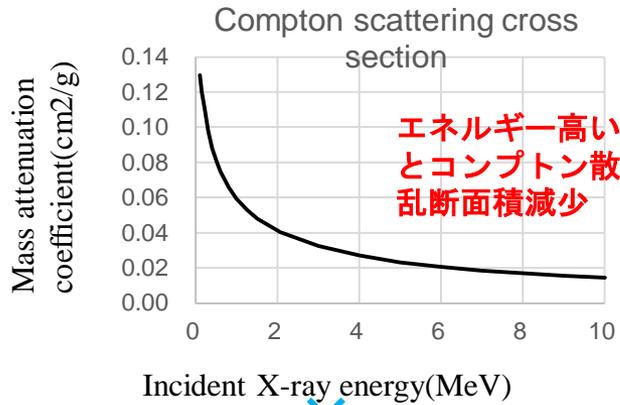
医療用LINACなど特殊な光源を考える場合

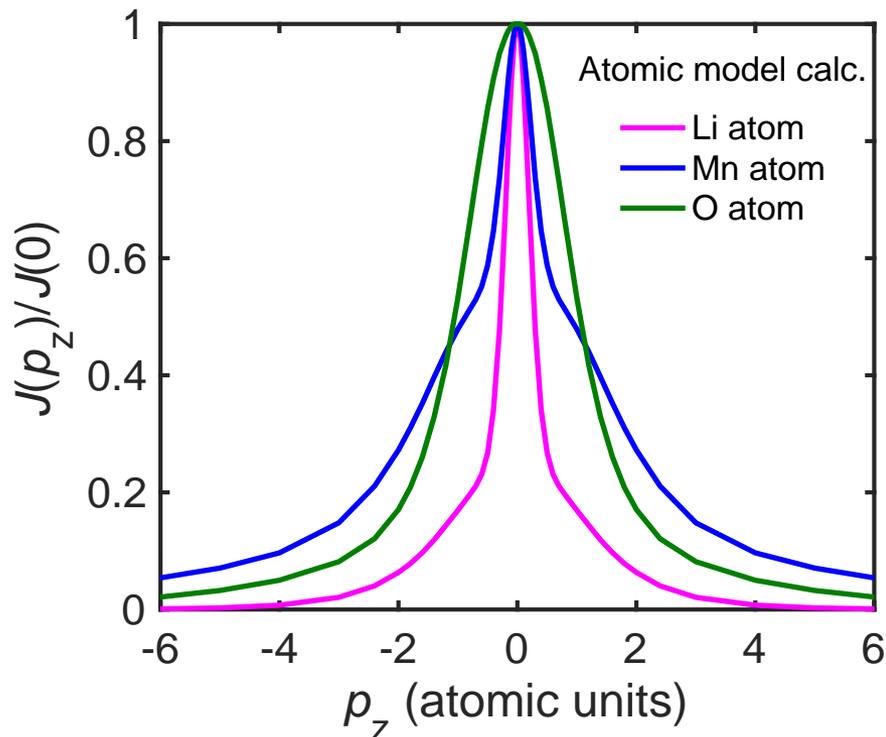


10MeVぐらいが透過率最大
 検出器が問題？ 1 MeV程度なら可能

入射X線エネルギーの最適値の検討 (Fe) の場合

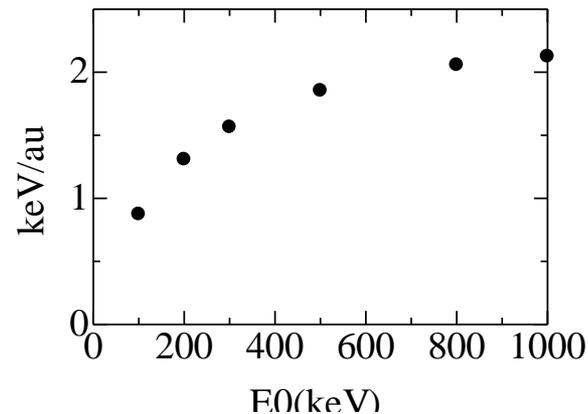
入射X線の最適値は1MeV





p_z は、電子のz方向の運動量

1-2au の分解能が必要



ピンクビームにしてもバンド幅は2-4keV@1MeV

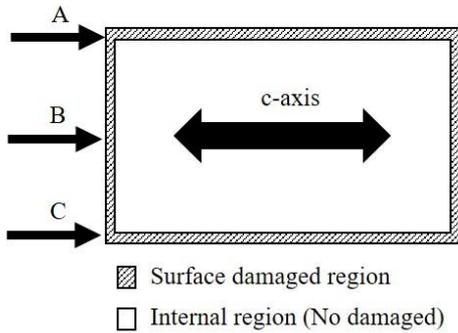
0.1% $\Rightarrow 10^6$ photons/min
が必要

磁気コンプトン散乱

磁気コンプトン散乱による、ネオジム磁石内部の保磁力分布

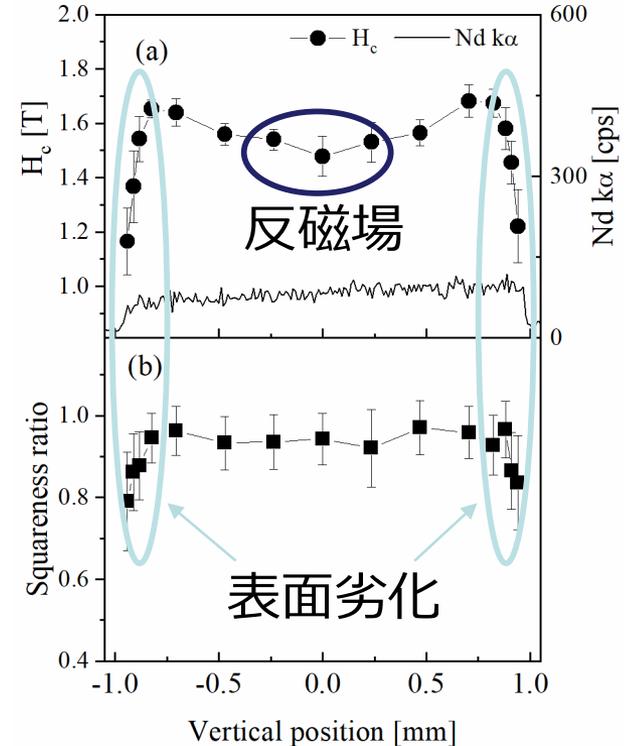
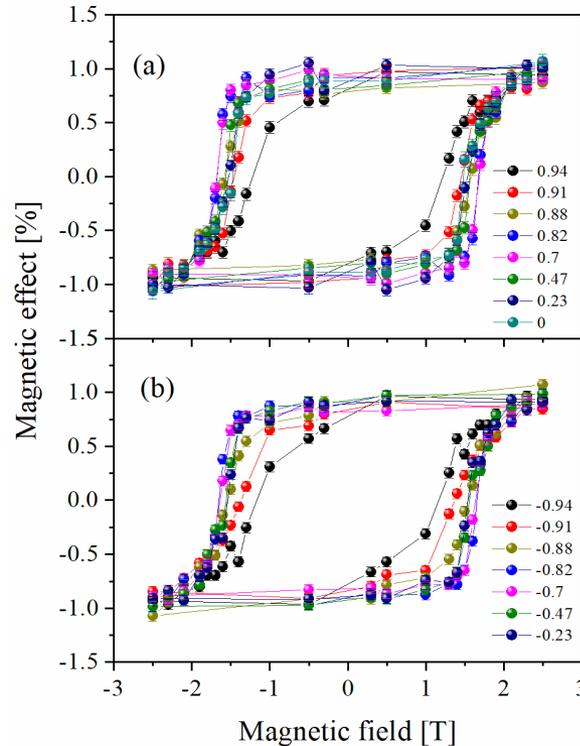
- バルク（製品のまま）状態のネオジム商用磁石において
表面から内部までの保磁力分布を非破壊で観測することに成功

円偏光182.6keV



Beam size (V×H) = 0.01 × 1 mm

縦方向を絞ったビームを用いて
試料位置をスキャン

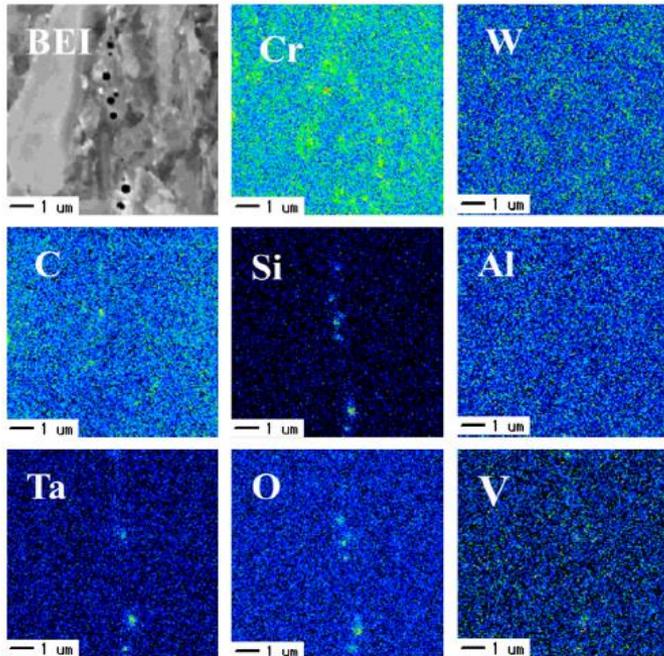


保磁力減少の原因

表面付近：機械研磨等による表面劣化

内部：反磁場の影響

コンプトン散乱強度・S-parameter解析

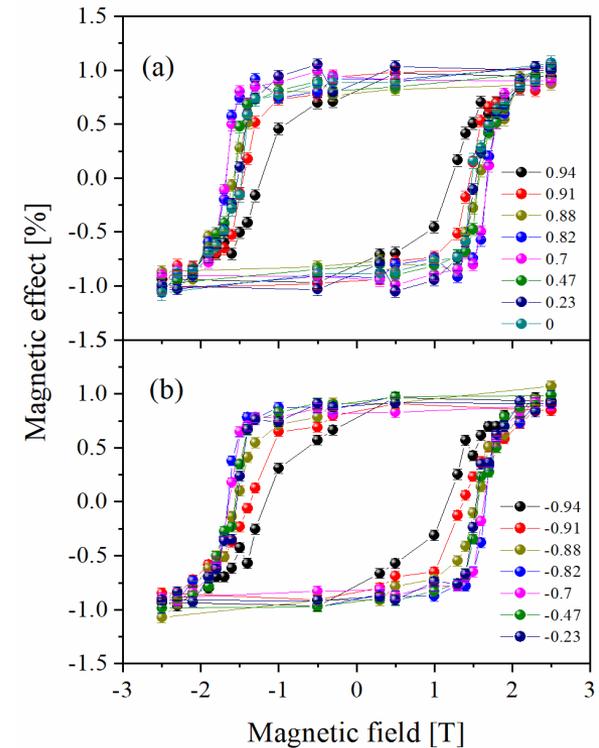


HIP界面で
SiO_x酸化物
coreにTaO_x
shell 化合物
が析出

**1μmの界面
の酸化物を
非破壊で評
価できる**

H. Kishimoto et al., J. Nucl. Mater. 442 (2013) S546-S551.

円偏光反転による深部磁気探傷 μmスケールの欠陥



深部の磁化が非破壊
で測定できる

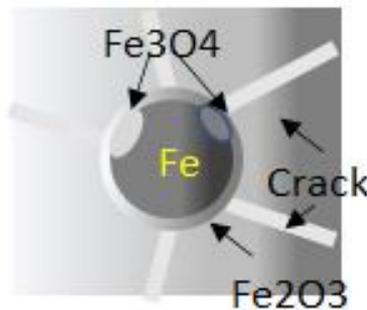
高エネルギー円偏光X線散乱イメージングのイメージ図



Cross sectional view



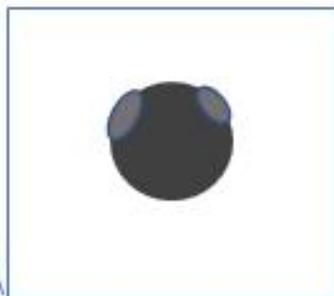
Disassembly picture



Compton scattering X-ray intensity image



S-parameter image



Magnetic effect image

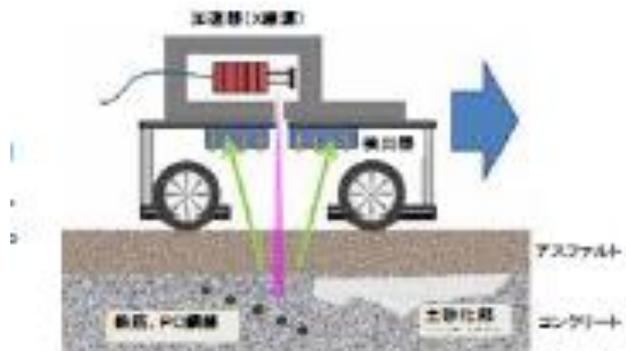
あかさび
 とくろさ
 びの峻別

高エネルギーX線を用いたコンプトン散乱による社会インフラ設備への適用可能性

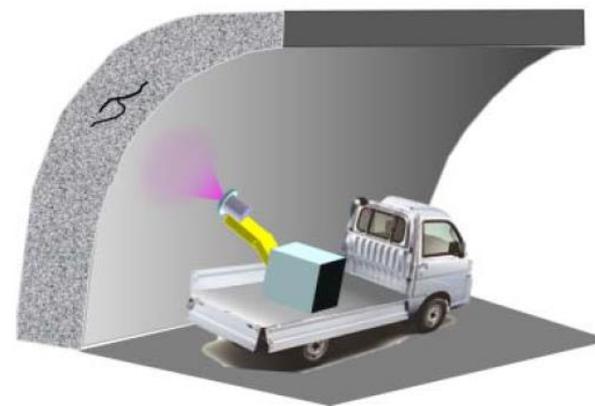
核融合原型炉におけるブランケットモジュールのHIP
接合界面の非破壊評価手法



大型構造物の非破壊検査装置



ロボットアーム搭載



ご清聴ありがとうございました