



小特集 プラズマ対向材料表面のその場診断

3. レーザー超音波法によるその場診断

3. Laser Ultrasonics as a Method for In-Situ Material Monitoring Diagnostic

LEE Heun Tae, 安藤 颯介
 LEE Heun Tae and ANDO Sosuke
 大阪大学大学院工学研究科
 (原稿受付：2017年8月24日)

磁場閉じ込め核融合装置において、プラズマ対向材料のその場計測システムが運用されれば、運転中のコンポーネントの状態を把握でき、その場で対策を取ることでコンポーネントの損傷を抑えることが可能となる。レーザー超音波法は非破壊、非接触方式であり、この要求を満たす可能性を持つ。高温環境下でのその場診断への導入をめざし、核融合炉に使用されるタングステン材料の特性評価のために、レイリー波による W モノブロック表面亀裂、先進タングステン繊維複合材料の機械特性について評価を行った。

Keywords:

laser, ultrasonics, tungsten, mechanical properties, non-destructive testing

3.1 はじめに

磁場閉じ込め核融合装置において、ダイバータの主な機能はプラズマの純度を保った状態でパワーを排出することである。よって、ダイバータプラズマ対向機器（コンポーネント）は、極端な繰り返し熱負荷環境下で使用される。ITERでは、タングステン(W)ダイバータコンポーネントは 10 MW/m^2 で5000サイクル、 20 MW/m^2 で300サイクルの負荷に耐えなければならない[1]。高熱負荷テストの結果では、このような高負荷によってWコンポーネントの再結晶化や亀裂の形成を引き起こすことが示されている[2]。ITERでは 10^5 パルス後におけるWコンポーネントの深さ2 mm までの再結晶化や深さ1 mm までの亀裂進展が見込まれている[3]。再結晶化は材料強度の低下を引き起こし、亀裂のエッジは溶融されやすくなる。これまでの研究ではマイクロ構造の変化や亀裂形成は、高熱フラックス試験後に行われるWコンポーネントの破壊検査によって決定づけられてきた。これは高コストであるとともに、時間や労力を要する方法である。一方、マイクロ構造の発展や亀裂形成のその場、非破壊、リアルタイム計測は、コンポーネント試験を迅速に行うと同時に、必要とされる時間依存データを提供することができ、これは結晶粒や亀裂成長に関する各種動力学モデルのベンチマークデータ取得にも有用である。実際の装置内においてもこのような計測システムが運用されれば、運転中のコンポーネントの状態を把握でき、その場で対策を取ることでコンポーネントの損傷を抑えることが可能となる。

レーザー超音波法[4,5]はこの要求を満たす可能性を持つ。これは放射線、高温環境においては理想的である非破壊、非接触方式であり、通常の超音波法と異なりレーザー

は材料中の超音波の発生と検出双方に使用される。反射波の到達時間から波速度が求められ、これから結晶構造と密度の情報が得られる。また、パルス信号強度の減衰は結晶粒界における波動散乱に依存するため、これにより結晶粒の体積またはサイズの情報を得ることができる。そして、表面破壊による亀裂は表面波とその反射、透過特性を利用して特徴づけられる。この方式は基礎研究[6]および産業界[7]において、鉄鋼製品の冶金過程制御や[8]、航空宇宙材料の特性評価[9]に利用されている。レーザーの使用により、容易な計測の自動化やデータ解析とともに高速スキャンと高スループットが可能になる。

更に、タングステン固有の脆性を克服するため、いくつかの先進タングステン合金[10]とタングステン複合材料[11]が開発されてきている。通常、新規材料の各種材料試験にはそれぞれに特有の試料形状などが規定されているが、これら先進材料は量産化されていないため、材料試験の効率が劣る。レーザー超音波は試験材料の形状が限定されないため、金属や合金の製造パラメータを見積ることに用いられてきており[12]、先進タングステン材料の開発にとっても理想的な方法になりうると言える。

これまで我々は、高温環境下でのその場診断への導入をめざし、レーザー超音波法による各材料状態に対するデータベースの構築に取り組んできた。次節からは、レーザー超音波をタングステンコンポーネントやタングステン材料の特性評価に応用するための我々の最新の成果を紹介する。まず、レーザー超音波測定法に関する簡潔な解説を示す。次に、レイリー波によるWモノブロック表面亀裂の評価について述べ、先進タングステン繊維複合材料の機械特性について示す。最後に、将来の展望と今後の課題で締め

くくる。

3.2 レーザー超音波法の原理

この方法は、パルスレーザーで材料に超音波を発生させ、干渉計と接続された2つ目のレーザーにより波を検出する方法である。これは非破壊、非接触である性質上、広い温度範囲にわたって同一の試料で測定ができる。パルスレーザーの強度が低いとき、照射部分が熱膨張することによって照射表面に垂直成分と水平成分の熱応力が発生する。このような領域を熱弾性モードという。一方でレーザーの強度が材料のアブレーション閾値を超えた場合、照射部分がアブレーションを起こすことで垂直成分の応力が発生する。このような領域をアブレーションモードという。この節では、レーザーを金属に照射した際の熱弾性応力の発生原理について述べる[4]。簡単のため1次元のモデルでレーザーが固体に照射する様子を説明する。まず半無限平面 ($z=0$) の材料表面がレーザーの作用により温度上昇する場合を考える。簡略図を図1に示す。レーザー照射により温度上昇 $\delta T(z, t)$ が生じ、初期応力、その他の物理的制約がないと仮定すると、材料表面に対して深さ方向に対する歪み ϵ_{zz} は式(1)で与えられる。

$$\epsilon_{zz} = \frac{\partial u(z, t)}{\partial z} = \alpha \delta T(z, t) \quad (1)$$

ここで u は微小変位の z 成分、 α は線熱膨張係数を表す。また、1次元モデルであるため表面に対して水平方向の歪みは発生しないものとする。つまり、 $\epsilon_{xi} = \epsilon_{yj} = 0$ であり表面に対して縦波 (L波: Longitudinal wave) が波面を垂直方向にして伝搬する。横波 (S波: Shear wave) はこの場合発生しない。

次に、局所的にレーザーにより加熱した場合を考える。簡略図を図2に示す。

この場合は照射部以外に応力が影響し、応力-歪みの関係は以下の式(2)のように示される。

$$\sigma_{zz} = (\lambda + 2\mu) \epsilon_{zz} - 3B\alpha \delta T \quad (2)$$

ここで、 $B = \lambda + \frac{2}{3}\mu$ は弾性体の体積弾性率、 λ と μ はラメ定数を表す。また、運動方程式は式(3)で示される。

$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} - 3B\alpha \frac{\partial T}{\partial z} \quad (3)$$

ここでは、表面に対して垂直方向への外部制約を考えないため応力は $\sigma_{zz} = 0$ ($z=0$) である。しかし、 $z=0$ での表面に対して垂直方向の熱弾性応力は発生し、その応力による歪みは熱応力運動方程式を解くと式(4)のように求められる。

$$\epsilon_{zz}(z=0) = \frac{3B\alpha \delta T}{\lambda + 2\mu} \quad (4)$$

よって、その応力による表面隆起は式(5)で示される。

$$u = \frac{3B\alpha}{\lambda + 2\mu} \delta z \delta T \quad (5)$$

ここで、 δz は温度上昇があった深さのことを表しており、図2の場合定数を仮定する。温度上昇は付与されたエネルギー密度 $\delta e = \delta E/A$ に関係し、式(6)の様に表される。

$$\delta T = \frac{\delta e}{\rho C \delta z} \quad (6)$$

ここで、 ρ は密度、 C は比熱容量を表す。したがって、式(5)に上式と $3B = 3\lambda + 2\mu$ を代入すると以下の式(7)が得られる。

$$\begin{aligned} u &= \left(\frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + 2\mu} \right) \left(\frac{\alpha}{\rho C} \right) \delta e \\ &= 2 \left(\frac{\alpha}{\rho C} \right) \delta e \end{aligned} \quad (7)$$

このように材料表面から表面に対して垂直な方向に熱応力が発生するため、同方向にひずみが生じ、材料内部を弾性波である縦波と横波が伝搬する。実際には、レーザー径が超音波伝播経路より十分小さい場合、3次元モデルが必要になることに注意する[13]。

単パルスレーザーで弾性波励起した弾性波は、レーザー干渉計を用いて検出される。本研究では、レーザドップラ振動計[14]を用いて実験を行った。振動計は、表面変位と速度をそれぞれ $\pm 75 \text{ nm}$ と $\pm 3 \text{ m/s}$ の範囲で測定可能である。変位および速度の値はドップラーシフトの位相及び周

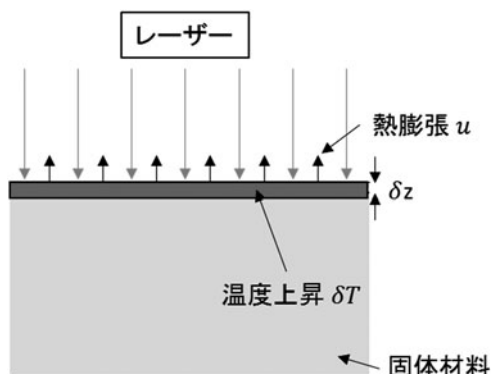


図1 一様にレーザーを照射した場合 (熱弾性モード)。

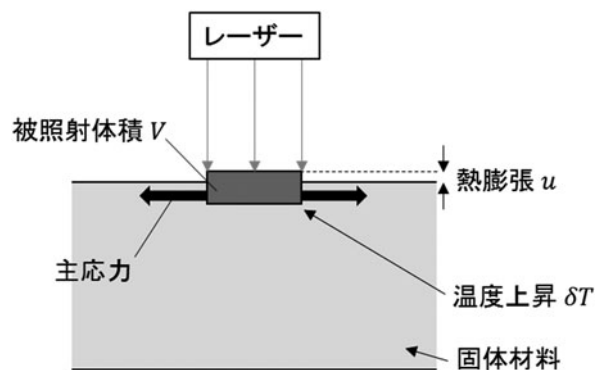


図2 局所的にレーザーを照射した場合 (熱弾性モード)。

波数変調により測定される。実験の測定例を図3に示し、その計測波形データを図4に示す。

試料厚さの間を伝播する弾性波の到達時間差から弾性波速度を決定する。試料の厚さはマイクロメーターで測定可能である。図4は熱弾性モードに対応しており、照射したレーザーによってアブレーションが起こっていない。この場合、縦弾性波(L波)の到達が負のパルスとして観測される。正と負のパルスは、振動計ヘッドに対して近づいたり、遠ざかったりする動きを意味している。負のパルスは体積膨張を表しこれは振動源での表面境界条件による震央の位置関係で起こりうるよく知られている現象である[4]。横弾性波(S波)の到達は正のパルスとして観測される。

3.3 Wモノブロック表面亀裂に対する検査

近年の高熱流束試験によると、EUが供給するタンゲステン部材に対して20 MW/m²の繰り返しの熱負荷によって、頻繁にモノブロック中央に大きな亀裂が発生することが明らかとなった。亀裂の断面観察によって、負荷面から亀裂が広がっていることがわかった。これは、Wのような脆性材料では特に亀裂が成長しやすく、亀裂を早期に検出することが重要であることを示している。また、亀裂成長モデルを評価するためには、繰り返しのパルス熱負荷による亀裂の深さを知ることが必要である。そのため、高熱流束試験でリアルタイムの亀裂検出及び亀裂深さの評価を行う非破壊試験が必要となる。

本研究では、レーザー超音波法を用いて表面破壊亀裂を検出し、マクロクラックの存在するWモノブロックの亀裂深さを評価した。実験ではモノブロック表面において表面レイリー波を励起した。レイリー波は表面弾性波の一種であり、進行方向に水平方向(縦波)と垂直方向(横波)の変位がある。一般に波長と同じ深さまでの範囲に90%以上のエネルギーが集中するので、レイリー波の波動エネルギーの深さ分布はその波長によって変化する。まず、レイ

リー波の反射波を観測することで亀裂の有無が確認できる。また、伝搬しているレイリー波の周波数依存性を見ることによって表面の構造を知ることができる。材料表面に亀裂が存在する場合、高周波の波は亀裂部分において反射するが、低周波の波は透過する。そのため亀裂において反射したレイリー波を観測することで、亀裂の深さを測定することができる。実験では、亀裂の深さと反射波の関係を得るために深さの異なるスリットが入った6つのW試料に対して、パルスレーザーを照射し、振動計で変位を計測した。図5にあるようにパルスレーザーと振動計の間の距離を1 mm、振動計とスリットの間の距離を1 mmとしてスリットにおいて反射するレイリー波を比較した。このとき、計測したレイリー波の第一波(R)と反射したレイリー波(RR)による変位の計測結果を図6(a)に示した。一般に均質媒質中で弾性レイリー波の速度は、縦弾性波速度の半分程度であり、Wの縦弾性波速度は5000 m/s程度である。よってW表面で1 mmの距離をレイリー波が伝播する時間は0.4 μs程度である。また熱弾性モードでは、照射部から表面外側方向に応力が発生するとともに中心が隆起するため、伝搬するレイリー波は下方向のパルスとなる。図6(a)の反射レイリー波を見るとスリットが深くなるほど、パルス幅が大きくなり低周波成分を多く含んでいることがわかる。このように反射したレイリー波のパルスについて1 μsの幅で切り取り、FFTにより得た振幅の周波数特性のグラフを図6(b)に示した。波形を切り取るためにハミング窓関数を用いた。また比較のためスリット深さ0.4 mmにおけるレイリー波の第一波について同様に周波数特性を示した。第一波の周波数特性を見るとパルスレーザーによって約7 MHz以下までの広帯域の周波数のレイリー波が励起されていることがわかる。一方で反射波は約2.5 MHz以下において1 mm以下のスリットではスリットが浅くなるほど振幅が小さくなっており、スリットの深さによって低周波の波の反射率が変化していることが

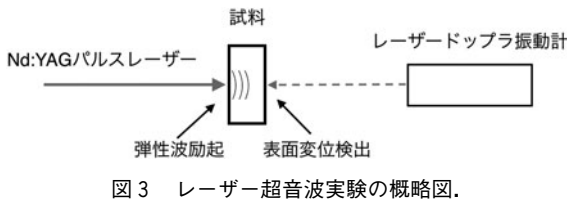


図3 レーザー超音波実験の概略図。

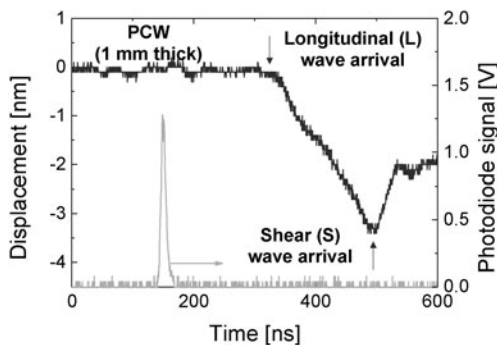


図4 熱弾性モードの変位の時間変化の典型的な測定波形データ。

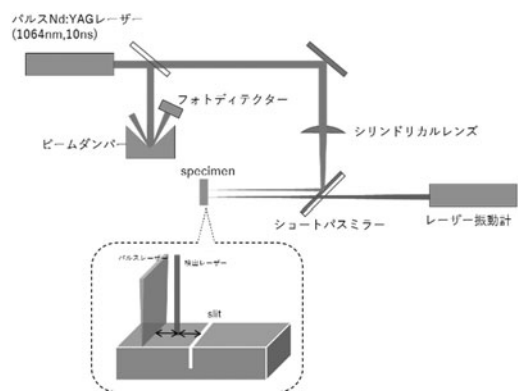


図5 実験装置の概略図。パルス幅 10 ns の Nd:YAG レーザーをシリンドリカルレンズを用いて線状に集光して試料に照射し、レーザー振動計で表面変位を計測する。フォトディテクターは、変位計測のトリガー信号として用い、ショートパスミラーの位置変えることで2つのレーザーの位置を調整する。試料を固定するステージは X, Y, Z の3方向と2回転方向の調節ができ、レーザー照射位置と入射角度を調整するために用いている。

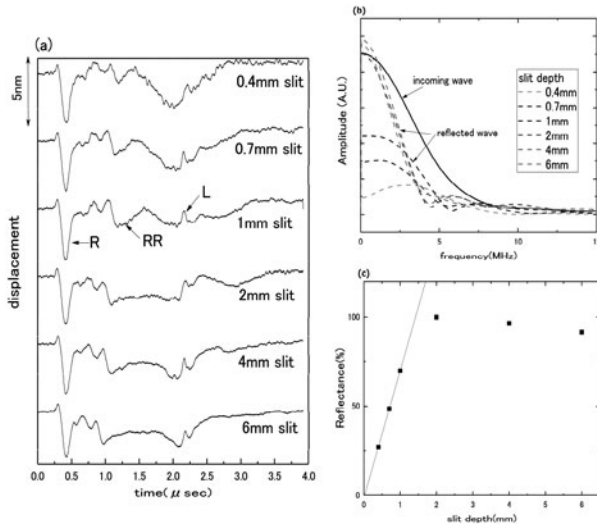


図6 (a)レーザー超音波により0.4~6mmの異なる深さのスリットを持ったW標準試料に伝播させたレイリー波(R)とスリットでの反射波(RR), バルク中を伝播し, レーザー照射裏面で反射した縦弾性波(L)による変位の計測結果. (b)それぞれの深さのスリットで反射したレイリー波の振幅の周波数特性(点線). 比較のために0.4mmのスリットにおける入射レイリー波の振幅の周波数特性を実線で表示している. (c)スリット深さに対するレイリー波の反射率の計算結果. 1mm以下のスリット深さのプロットに対して線形近似を行い点線で示している.

わかった. 次にこのグラフにおいて15MHz以下の第一波の振幅の面積 S_R と反射波の振幅の面積 S_{RR} を計算し, 反射率 R を以下の式(8)で定義し, スリットの深さに対する反射率を図6(c)に示した.

$$R [\%] = S_{RR}/S_R \times 100 \quad (8)$$

次に亀裂の入ったWモノブロックと亀裂の入っていないWモノブロックの2つの試験片に対して, スリット実験と同様にして, 亀裂形状の測定を試みた. 亀裂に沿った方向(冷却管方向)に1~9mmまで1mm間隔でスキャンして測定を行った. 測定波形を横軸を時間, 縦軸を亀裂方向のスキャン位置として振動計で測定した変位を2次元カラーマップに表示したグラフを図7(a)(亀裂なし)と(b)(亀裂あり)に示した. このグラフにおいて約0.5 μ sに負パルス(黒色)で観測されたレイリー波の第1波の最大振幅を-1として全ての変位データを規格化している. 7.5 μ sに存在する負方向のパルスは, 試料端で反射して観測された反射波であり, スキャン位置にかかわらず一様に存在している. また亀裂ありの試験片でのみ6 μ s付近にパルス波形がみられ, これが亀裂で反射した波である. この波形を見るとスキャン位置によって波形が異なり, 1~6mm程度ではピークが大きいものに対して, 7~9mmでは大きなピークはあまり見られない. これは深さなどの亀裂形状による影響であると考えられ, スキャン開始位置の側の側面から見える亀裂は冷却管まで到達しているのに対し, 終了位置の側面の亀裂深さは3mm程度であることから, 亀裂深さが深いほど振幅が大きくなっていることが推測できる. さらにこのグラフにおいて, 反射波部分を1 μ sで切り取りハミング窓を用いてFFTを行った. 亀裂がある試験片では,

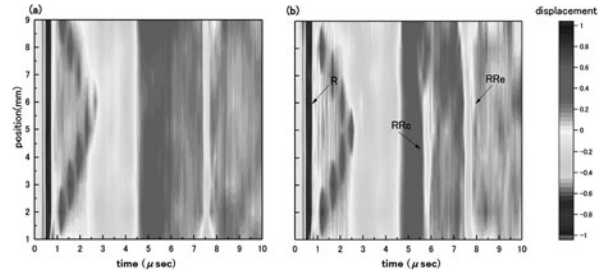


図7 (a)亀裂の発生していないWモノブロックと(b)亀裂を有するWモノブロックに対して, 伝播するレイリー波(R)と亀裂で反射したレイリー波(RR), 試料端で反射したレイリー波(RRe)による表面変位の2Dカラーマップ. 縦軸は測定した冷却管方向の位置であり, カラーマップはレイリー波の第1波によるパルスのピークを-1で規格化して表示している.

反射波のパルスピークが大きい3~5mmの位置においてのみ1~1.5MHzの波の振幅が存在する. 一方でその部分では, 0.5MHz以下の波の振幅が小さくなっており, 周波数がシフトしていることがわかる. これは, 完全に閉じている亀裂でレイリー波が反射する場合, 入射方向の振動と反射方向の振動で, 亀裂面同士の間相互作用の働き方が異なるため, 反射波に高調波が含まれることが原因であると考えられる. また亀裂の面で反射する波と先端で反射する波の周波数が異なることによるものである可能性もある.

3.4 タングステン繊維強化タングステン[15]

応用工学の分野において, 部材の設計と解析を可能にするためには, 材料の機械的特性を特徴づけることが必要となる. 一般に, 均質等方性材料に対して, 複合材料の機械的特性を統一的に記述することは容易ではない. 構造材として適用するために, 複合材の有効性を評価する際に最もよく特徴づけられる特性は引張強さである. 核融合研究において, 最も高い粒子負荷と熱負荷を受けるダイバータ領域でのタングステン(W)プラズマ対向材に代わる材料としてタングステン繊維強化タングステン(W_f/W)が開発されている[11]. W_f/Wの熱処理能力を評価するためには, 熱機械特性を知ることが必要となる. 具体的には, 弾性定数とその温度依存性は熱応力に影響を及ぼすため, 部品設計においてこれらの値が必要となる. 複合材では, 熱機械特性は幾何学的形状に大きく依存し, 密度の違いなどといった製造過程の影響を大きく受ける. 結果として, 実験室段階での試料の機械試験は誤った部材性能の評価をもたらす可能性がある. そこで, 部品の幾何学的形状に近い形で複合材料の試験を行うことが重要となる. したがって, W_f/Wのような先進材料の機械的特性を非破壊かつ高温領域で, 実験室規模から部品サイズのスケールまで適用でき, 高い空間分解能と時間分解能をもち, 低コストで拡張可能な方法を用いて特徴づける必要がある.

本実験では, 以下の4つの異なる試料を用いた. (1)純W試料(焼結温度1800 $^{\circ}$ C, 圧力50MPa), (2)純W(焼結温度2000 $^{\circ}$ C, 圧力60MPa), (3)繊維-母材間に厚さ1 μ mの酸化イットリウム(Y₂O₃)で処理したマルチファイバーW_f/Wコンジット試料, (4)繊維-母材間のインター

フェイスに厚さ $2.5 \mu\text{m}$ の酸化イットリウム (Y_2O_3) で処理をしたマルチファイバー W_f/W コンポジット試料。ファイバーの体積分率は約30%で、顕微鏡で観察するとランダムな方向にファイバーが配置されている。4つの試料 (SPS W) はユーリヒ総合研究機構で放電プラズマ焼結法 (Spark Plasma Sintering, SPS) で作成された。この作成プロセスの詳細については Ref[16] を参照されたい。全ての試料は、厚さが 5 mm 程度で $\phi 20 \text{ mm}$ 半円板状で理論的密度の約95%である。試料の平均密度はアルキメデス法を用いて測定した。比較のために、日本の ALMT 社製の $\phi 20 \text{ mm}$ 円板状、99.99% 純度多結晶 W 試料 (Ref W) も使用した。試料の厚さは、デジタルマイクロメータを用いて 25°C で測定した値を使用し、その誤差は 0.0005 mm である。SPS W 試料は研磨されておらず、厚さのばらつきは測定器の誤差より $1 - 2$ 桁大きい。図 8 では測定した S 波速度と L 波速度の関係プロットしている。

Ref-W において、L 波と S 波速度はそれぞれ $5227 \pm 5 \text{ m/s}$ と $2870 \pm 12 \text{ m/s}$ である。この値は文献値 [17] と非常によく一致する。Ref-W のエラーバーは測定と解析における誤差を意味する。一方で SPS 純 W 試料の弾性波速度は系統的に遅い値となっている。4つの SPS-W 試料のエラーバーは9回の測定点の標準偏差を意味する。この大きなエラーバーから SPS-W 試料の非均質性が測定と解析に起因する誤差にたいして非常に大きいということがわかる。図 8 において黒点線で示したように、L 波速度と S 波速度には線形相関がある。一般に、音波の速度は弾性率の平方根と密度の逆数に比例する。これは、密度が大きくなると音波の速度が低下することを意味している。しかし実際には、本研究や他の多くの研究においてこれと異なる結果が得られている。これは、弾性率は密度に比較的強く依存し、弾性率が大きくなることで音波速度が速くなるためである。

本実験では試料の種類が限られているが、弾性波速度測定において密度や空孔率の影響を完全に考慮するためには、さらに多くのデータが必要である。また、 W_f/W 複合材の平均弾性波速度は純 W と非常に近い値を示しているが、その標準偏差は純 W よりも大きい。 Y_2O_3 インターフェイス

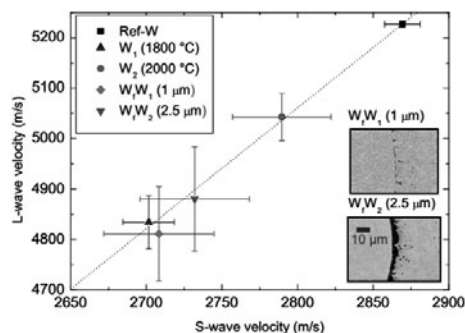


図 8 すべての材料について縦弾性波速度に対する横弾性波速度のプロット。Ref-W のエラーバーは、測定と解析の誤差を表している。その他の試料のエラーバーは標準偏差を表している。差し込み図には、顕微鏡で観察した複合材料における2つの異なる厚さの酸化イットリウムコーティングの違いを示している。写真の黒い部分がイットリウムコーティングである。

スの厚さが $2.5 \mu\text{m}$ の複合材の方が厚さが $1 \mu\text{m}$ のもの比べて弾性波速度は全体的に速くなっている。図 8 中に顕微鏡で観察した2つの厚さのコーティングの様子を示した。このように、 $1 \mu\text{m}$ 厚さのインターフェイスの方が均一性がなく、母材部分と繊維部分の接着がうまくいっていないことが速度が減少した一つの要因であると考えられる。一方で Y_2O_3 の弾性波速度はタングステンよりも速い (L 波は $6931 \pm 65 \text{ m/s}$ と S 波は $3712 \pm 49 \text{ m/s}$ [18]) という事実から、インターフェイスの Y_2O_3 中では弾性波速度の低下はおこらないと考えられる。

粉末冶金で作成された材料では、弾性率は密度や多孔質構造、マイクロクラック、残留応力、異方性、粒界の状態、原子間距離、不純物濃度といった様々な要因に依存する。古典弾性論から、等方均質材料では2つの独立な弾性定数が存在する。したがって、もし密度 ρ がわかっているれば縦弾性波と横弾性波から関係式を用いて、5種類全ての弾性率が求まる (体積弾性率、剛性率、ヤング率、ポアソン比、ラメ定数等)。簡単のため、 W_f/W 複合材を近似的に等方性材料として考えて上述の式を用いて弾性率を計算した。これは Y_2O_3 の弾性波速度は W よりも速く、大きな遅れは発生しないという予測に基づいている。繊維部分での減衰、分散、ガイド波などの異方性媒質における弾性波伝播の複雑な影響を考慮する必要があることは明らかであるため、今後の研究での検討が期待される。異方性材料での弾性波伝播の定量的な記述は本論文の範囲外である。したがって計算された値は近似的なものではあるが、結果から定性的な一般化ができる。結果から、弾性率は一般に、Ref-W の約80-90%の値であることがわかる。

3.5 今後の展望

本章では磁場閉じ込め核融合装置において、プラズマ対向材料のその場診断への導入をめざし、レーザー超音波法による各材料状態に対するデータベースの構築のうち、熱負荷による効果の例をいくつか紹介した。タングステンとは本質的に脆弱な材料であるが、核融合炉では水素同位体、ヘリウム、そして中性子といった粒子種に晒される。これら3種類の粒子はタングステンのような金属の脆性を増加させることで知られている。このような影響は核融合炉の安全運転の可能性を狭めてしまう。次のステップとして、粒子および熱負荷双方でタングステン材料の応答を評価する必要がある。また、将来的には実際のトカマク及びリニアプラズマ装置内におけるレーザー超音波法の計測システムの運用を目標としている。

謝辞

ここで紹介した研究の一部は、JSPS 科研費 JP26820397、および京都大学エネルギー理工学研究所共同研究 ZE28A18、ZE29A16 の支援により行いました。

参考文献

- [1] T. Hirai *et al.*, Nucl. Mater. Energy 9, 616 (2016).
- [2] S. Panayotis *et al.*, Nucl. Mater. Energy, in press (2016).

- [3] G. De Temmerman (*private communications*).
- [4] C.B. Scruby, and L.E. Drain, *Laser Ultrasonics: techniques and applications*, IOP publishing (1990).
- [5] 萩 博次：金属 **76**, 671 (2006).
- [6] Y. Sugawara *et al.*, Phys. Rev. Lett. **88**, 185504 (2002).
- [7] 落合 誠：東芝レビュー **61**, 44 (2006).
- [8] M. Militzer *et al.*, Materials Science Forum, **753**, 25 (2013).
- [9] M. Choquet *et al.*, Rev. Progress Quantitative Nondestructive Evaluation 14A, 545 (1995).
- [10] H. Kurishita *et al.*, J. Nucl. Mater. **377**, 34 (2008).
- [11] J.W. Coenen *et al.*, Fusion Eng. Des., *in press* (2016).
- [12] M. Sano *et al.*, Procedia Engineering **81**, 1414 (2014).
- [13] J.D. Aassel *et al.*, Ultrasonics, **26**, 245 (1988).
- [14] <http://www.polytec.com/jp>
- [15] H.T. Lee *et al.*, Physica Scripta T**170**, 014024 (2017).
- [16] Y. Mao *et al.*, Physica Scripta T**170**, 014005 (2017).
- [17] R. Lowrie and M. Gonas, J. Appl. Phys. **38**, 4505 (1967).
- [18] O. Yeheskel and O. Tevet, J. Am. Ceram. Soc. **82**, 136 (1999).