# 科学研究費助成事業

研究成果報告書



研究成果の概要(和文):本研究では、カールスルーエ工科大学(ドイツ)で開発されたラミネート構造化手法 を、基課題で開発したカリウムドープタングステンに適用することにより、低温でも延性を発現する積層カリウ ムドープタングステンを開発することを目的とした。カリウムドープタングステンの製造条件(圧延率など) と、積層カリウムドープタングステンの製作条件(中間材の材料種、各層の幾何学的厚さ、固相拡散接合の温度 と時間など)の適正化により、低い温度においても、塑性変形による延性や、複合材料特有の擬延性を発現する タングステン材料が実現可能であることが示された。よって、本研究課題の目標は概ね達成されたと考えられ る。

研究成果の概要(英文): The objective of this research is development of potassium (K) doped tungsten (W) laminate, which shows low temperature ductility, by applying the laminated structure technology developed by Karlsruhe Institute of Technology, Germany, to the K-doped W developed by the previous KAKENHI grant research. By optimizing the fabrication conditions of K-doped W (reduction ratio in rolling process, etc.) and K-doped W laminate (material selection of the interlayer, thickness of each layer, temperature and time of solid state diffusion bonding, etc.), it is clarified that the tungsten material showing ductility caused by plastic deformation and pseudo ductility like a composite material even at low temperature can be obtained. Therefore, the objective of this research is considered to be basically achieved.

研究分野: 核融合・原子力材料

キーワード: 核融合炉 ダイバータ タングステン 延性 積層材料

#### 1. 研究開始当初の背景

タングステンダイバータの主たる損傷事 象は熱疲労であるため、き裂発生や成長の抑 制、寿命低下要因となる再結晶化の抑制が必 要である。基課題においては、ナノ組織制御 タングステンとボイド分散強化タングステ ンが、これらの課題解決の可能性を有するこ とを明らかにした。

基課題で最適化したボイド分散強化材は、 カリウムバブルを粒界に分散させた材料(添加されたカリウムが焼結中に揮発すること によりバブルが分散され、強化されたタング ステン、カリウムドープタングステン (K-doped W; KW))であり、従来材の約5倍 の延性を示し(図1参照)、試算した疲労寿 命は従来材の5~10倍となり、既存材料を凌 駕する可能性を示した。しかし、従来材と同 様に300℃以下の低い温度では延性が失われ、 脆性的に破壊するという欠点があった。

## 2. 研究の目的

本研究では、ドイツのカールスルーエ工科 大学で開発された、低温での延性消失を克服 したタングステン材(積層タングステン)の 基幹技術である「ラミネート構造化手法」を 基課題開発材に適用し、高延性を維持したま ま低.適用可能な積層カリウムドープタング ステンを開発することを目的とする。積層タ ングステンは、高延性のタングステン薄板を 中間材とともに積層し、接合一体化すること により、ダイバータ部材などが製作可能な大 きさにしたものである。

#### 3. 研究の方法

本研究では、上記目的達成のため、1) 積 層 K ドープ W の数値シミュレーション等に基 づく材料設計、2) 課題1に基づく積層 K ド ープ W の製作、3) 課題2 で製作した積層 K ドープ W の疲労寿命の評価、4) 課題2 で製 作した積層 K ドープ W の衝撃試験による低温 延性の実証、5) 課題2 で製作した積層 K ド ープ W の熱疲労・熱衝撃試験による実機適用 性の実証の5 課題を計画した。

課題1から課題4については、カールスル ーエ工科大学(ドイツ)のMichael Rieth博 士およびJens Reiser博士、課題5について は、ユーリッヒ研究センター(ドイツ)の Gerald Pintsuk博士の協力を得た。

### 4. 研究成果

(1)図1のように、基課題では主に引張試験 による伸びで材料の延性を評価した。材料の 延性の評価としては、シャルピー衝撃試験に おける吸収エネルギーによる評価も一般的 であるため、本研究では、カリウムドープタ ングステンと、比較のための純タングステン について、シャルピー衝撃試験を実施した。 図2に、両材料の吸収エネルギーと試験温度 の関係を示す。低い温度において延性が消失 する傾向は引張試験と変わらなかったが、開 発したカリウムドープタングステンは純タ ングステンに比べ、延性消失温度域が縮減さ れていることが明らかになった。また、吸収 エネルギーは引張試験における伸びと同様 に、カリウムドープタングステンのほうが高 かった。



図 1. 従来材(純タングステン)と基課題開 発材(カリウムドープタングステン)の引張 試験下における伸びの試験温度依存性









本研究では、カールスルーエ工科大学にお ける先行研究に鑑み、固相拡散接合法により、 カリウムドープタングステンと中間材であ る純バナジウムと純銅を接合することとし た。固相拡散接合では、接合温度と接合時間 が影響する。本研究では、タングステンとバ ナジウム、タングステと銅の固相拡散接合に 関する先行研究に鑑み、接合温度は 900℃か ら1250℃とした。これらの温度において、タ ングステンと中間材であるバナジウムおよ び銅の相互拡散距離は、接合時間を1時間以 上とすることで、最大十数µmになることが 予測された。図3に、カリウムドープタング ステンと純バナジウムの 1250℃で製作した 接合体のエネルギー分散型 X 線分析 (Energy Dispersive X-ray spectrometry; EDS) 測定 結果を示す。相互拡散距離は、接合時間が 1 時間の場合が 15 µm 程度、接合時間が 100 時 間の場合は50μm程度であった。積層タング ステンの材料設計において、中間材の延性と 接合強度が重要であるが、接合時間を100時 間とした場合、相互拡散距離が大きく、中間 材の元の組成を保った領域が小さくなった。 よって、本研究では、保持時間は基本1時間 とした。

(2) 接合温度は 900℃または 1250℃、接合時間は 1 時間、中間材は純バナジウムまたは純銅として、積層カリウムドープタングステン を製作した。図 4 に、製作した 5 種類の積層 カリウムドープタングステンの製作条件と 断面光学顕微鏡断面写真を示す。積層カリウ ムドープタングステン#2 は、比較のため、接 合時間を 100 時間とした。元素材のカリウム ドープタングステンは、#1 と#2 は基課題開 発材そのままの状態の材料であり、#3、#4 お よび#5 は延性向上のためさらに圧延加工を 施した材料である。

保持時間を100時間とした場合、前述のEDS 測定結果で示唆されたように、元の組成を維 持した中間材領域はほとんどなくなり、タン グステンとコントラストがほぼ同等に観察 された。製作した5種類のいずれの試験体に ついても、積層材料の性能劣化を誘発するよ うな接合面における剥離や欠陥などは見ら れず、良好な接合状態を示した。

(3) 製作した積層カリウムドープタングス テンの分量が限られていたため、課題3およ び課題4について、同材料の機械特性評価と しては、試験片製作に多くの素材を要する高 温低サイクル疲労試験は断念し、シャルピー 衝撃試験、静的引張試験および静的曲げ試験 を実施した。

図5に、純バナジウムを中間材とし、接合 温度1250℃、接合時間1時間および100時間 として製作した厚さ0.5 mmのカリウムドー プタングステンを用いた積層カリウムドー プタングステン#1および#2の200℃における シャルピー衝撃試験による破断試験片の走 査電子顕微鏡写真を示す。図2に示したとお り、元素材のカリウムドープタングステンは、 200℃においてシャルピー衝撃試験による延 性を示さなかったが、積層カリウムドープタ ングステン#1 および#2 も同様に延性を示さ ず、概して破面は脆性的な様相を示した。

図6に、純バナジウムおよび純銅を中間材 とし、接合温度 900℃または 1250℃、接合時 間1時間として製作した厚さ 0.2 mm のカリ ウムドープタングステンを用いた積層カリ ウムドープタングステン#3、#4 および#5 の 室温における曲げ試験による破断試験片の 外観写真と荷重-変位曲線を示す。積層カリ ウムドープタングステン#1 および#2 とは異 なり、#3、#4 および#5 は、荷重-変位曲線に 示されるように弾性領域では破断しなかっ た。特に、#3 および#5 については、十分な 延性を示し、破断試験片においても十分な塑 性変形が観察された。特に#5 については、き 裂が発生せず、塑性変形のみを呈した。一方、 #4 については、破断試験片において観察され る塑性変形は比較的小さく、き裂の進展経路

	кw	Interlayer		SSDB	
#1	0.5 mm	Pure V	0.05 mm	1250°C	1h
#2	0.5 mm	Pure V	0.05 mm	1250°C	100 h
#3	0.2 mm	Pure V	0.05 mm	1250°C	1h
#4	0.2 mm	Pure V	0.05 mm	900 °C	1h
#5	0.2 mm	Pure Cu	0.05 mm	900 °C	1h

#1



図 4. 純バナジウムおよび純銅を中間材とし た各種積層カリウムドープタングステンの 製作条件(上表)と断面光学顕微鏡断面写真 (カリウムドープタングステン:K-doped W (KW)、中間材:Interlayer、固相拡散接合: Solid State Diffusion Bonding (SSDB))

#1; SSDB: 1250°C x 1 h, Impact test: 200°C

#2; SSDB: 1250°C x 100 h, Impact test: 200°C



図 5. 純バナジウムを中間材とした積層カリ ウムドープタングステン(#1 および#2)の 200℃におけるシャルピー衝撃試験による破 断試験片の走査電子顕微鏡写真

や荷重-変位曲線の弾性域外の挙動から、複 合材料特有の擬延性を発現したと考えられ る。#4 は、同じ純バナジウム中間材を用いて いる#3 に比べ接合温度を低くしたため、相互 拡散距離が小さくなり、接合強度が低下した ため、界面の剥離がき裂の偏向を誘引し、こ のような擬延性を発現したと考えられる。

(4) 課題5について、当初使用する予定であ ったユーリッヒ研究センターの電子ビーム 照射熱負荷装置 JUDITH-2 に不具合が生じ使 用できなかったため、前身機である JUDITH-1 を用いて、基課題開発材であるカリウムドー プタングステンの熱衝撃試験のみを実施し た。カリウムドープタングステンの熱衝撃耐 性は、従来の純タングステンと遜色なかった。 JUDITH-1 は放射性物質を扱うホットセルに 設置されており、試験後に素材を取り出せな くなる可能性があることから、積層カリウム ドープタングステンの熱衝撃試験の本研究 期間中における実施は断念し、今後 JUDITH-2 を用いて別途実施することとした。

(5) 本研究の結論として、元素材のカリウム ドープタングステンの製造条件と、積層カリ ウムドープタングステンの素材の構成(中間 材の材料種と各層の幾何学的厚さなど)や製 作条件(接合温度と接合時間)の適正化によ り、低い温度においても通常の塑性変形によ



図 6. 純バナジウムおよび純銅を中間材とし た積層カリウムドープタングステン(#3、#4 および#5)の室温における曲げ試験による破

断試験片の外観写真と荷重-変位曲線

Displacement [mm]

る延性や、複合材料特有の擬延性を発現する ことにより、延性消失が抑制されたタングス テン材料が実現可能であることが示された。 本研究で考慮した元素材の製造条件や、積層 材の製作条件は限定的であるため、今後の研 究で用途に応じてさらに最適化することが 必要であるが、本研究課題の目標は概ね達成 されたと考えられる。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計6件)

 <u>野上修平</u>、渡邊捷太郎、服部剛弥、Jens Reiser、Michael Reith、土田航平、宮 澤健、長谷川晃、核融合炉用タングステ ン合金の熱機械特性(1)純タングステ ンの熱機械特性と合金開発の概要、日本 原子力学会 2018 年春の年会、2018

- ② 服部剛弥、<u>野上修平</u>、渡邊捷太郎、Jens Reiser、Michael Reith、土田航平、宮 澤健、長谷川晃、核融合炉用タングステ ン合金の熱機械特性(2)タングステン の熱機械特性に及ぼすカリウムドープ の影響、日本原子力学会 2018 年春の年 会、2018
- ③ 渡邊捷太郎、<u>野上修平</u>、服部剛弥、Jens Reiser、Michael Reith、土田航平、宮 澤健、長谷川晃、核融合炉用タングステ ン合金の熱機械特性(3)タングステン の熱機械特性に及ぼすレニウム添加の 影響、日本原子力学会2018年春の年会、 2018
- ④ <u>野上修平</u>、渡邊捷太郎、服部剛弥、Jens Reiser、Michael Reith、長谷川晃、宮 澤健、タングステンの衝撃特性に及ぼす カリウムドープおよびレニウム添加の 影響に関する研究、日本原子力学会東北 支部第41回研究交流会、2017
- ⑤ <u>野上修平</u>、服部剛弥、能登裕之、Jens Reiser、長谷川晃、Michael Reith、固 相拡散接合によるタングステン積層材 の開発、Plasma Conference 2017、2017
- (6) <u>S. Nogami</u>, H. Noto, J. Reiser, M. Rieth, T. Hattori, M. Toyota, T. Miyazawa, A. Hasegawa, Development of Doped-Tungsten Laminate by Solid State Diffusion Bonding, 18th International Conference on Fusion Reactor Materials, 2017
- 6. 研究組織
- (1)研究代表者
- 野上 修平 (NOGAMI Shuhei)東北大学・大学院工学研究科・准教授研究者番号:00431528

(2)研究協力者
 Michael Rieth
 カールスルーエ工科大学・応用材料研究
 所・高温材料部門・部門長

Jens Reiser カールスルーエ工科大学・応用材料研究 所・高温材料部門・研究員

Gerald Pintsuk ユーリッヒ研究センター・エネルギー・気 候研究部門・研究員