

機関番号：63902

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2009～2010

課題番号：21760696

研究課題名（和文）電位・電流分布の可視化によるセラミック被覆の診断

研究課題名（英文） Investigation of ceramic coatings by visualization of electrical potential and current distribution

研究代表者

田中 照也（TANAKA TERUYA）

核融合科学研究所・ヘリカル研究部・准教授

研究者番号：30353444

研究成果の概要（和文）：核融合炉ブランケット用に開発を進めているセラミック材料の診断への、発光もしくは蛍光材料の適用可能性を調べた。電気特性の分布を直接観察する手法として、 $\sim 1 \times 10^{-6} \text{ S/m}$ および $\sim 1 \times 10^{-2} \text{ S/m}$ の異なる電気伝導度を示す2種類の焼結SiC板を対象に無機EL材料を適用し、これら電気伝導度の違いを発光の有無としてとらえることが可能であることが分かった。また、蛍光タンパク質GFPおよび電位感受性蛍光色素DiBAC4(3)については電界の向きに応じて発光領域が変化することが分かり、セラミック材料近傍における電位分布の変化をとらえる手法として適用できる可能性がある。このうち、DiBAC4(3)を金属基板上のセラミック被覆領域の検知に適用したところ、被覆されていない領域で発光が弱まった。セラミック被覆の分布を反映した電位もしくは電流分布がDiBAC4(3)蛍光色素の分布を変化させ、被覆領域分布の検知が行えたと考えられる。

研究成果の概要（英文）：Responses of luminescent and fluorescent materials under an applied electric field have been examined to investigate their applicability for inspection of ceramic materials developed for fusion blanket systems. An inorganic electro-luminescence (EL) material has been applied to sintered SiC plates with the electrical conductivities of $\sim 1 \times 10^{-6} \text{ S/m}$ and $\sim 1 \times 10^{-2} \text{ S/m}$. The difference in the conductivities could be detected by a luminescence of the material. The organic materials of DiBAC4(3) and GFP showed a change in their fluorescent region according to the electric field. The DiBAC4(3) liquid has been applied to a metal plate coated with an Er_2O_3 ceramic insulating layer. The intensity of the fluorescent of DiBAC4(3) decreased at an uncoated area on the plate. It is considered that the distribution of DiBAC4(3) has been changed according to the electrical potential or current distribution on the plate and could detect the uncoated area.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2010年度	700,000	210,000	910,000
総計	2,000,000	600,000	2,600,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・核融合学

キーワード：セラミック、電気絶縁、材料診断、EL材料、蛍光色素

1. 研究開始当初の背景

核融合炉ブランケット開発において、トリチウム燃料の透過抑制や液体金属冷却材のMHD圧力損失低減を目的とした電気絶縁のた

めに、金属構造材表面へ数～数十 μm 厚の酸化物や窒化物セラミック被覆を施す技術が研究されている。これまでの研究により、セラミック被覆はトリチウム燃料透過抑制や、

電気絶縁の点から有効な手法であるとのデータが得られているものの、被覆層にクラック（亀裂）やポア（小孔）が存在することにより、本来セラミック材料が持つ特性が十分に発揮されていないと考えられる例が報告されている。また、同じくブランケットにおける電気絶縁を目的として、SiC 複合材料の開発研究も進められている。このブランケット用 SiC 材料には電気絶縁性能と合わせて、熱絶縁、機械強度の制御も求められるため、電気伝導度の大きく異なる数種類の焼結 SiC 材料やカーボン被覆 SiC ファイバー等を組み合わせ合わせた複合材料が開発されている。

核融合炉におけるセラミック材料は大面積の被覆や大型構造物の製作に適用され、また、過酷な環境下で長時間使用されることから、材料特性評価や変化について、その分布を調べるのが非常に重要となる。

2. 研究の目的

本研究は、EL 材料や電位感受性試薬等の発光および蛍光現象を利用し、セラミック材料中の電気伝導度分布、クラックやポアの存在が反映された材料近傍の電位・電流分布を光に変換する。この光により可視化した電位・電流分布からセラミック材料の特性分布を評価する手法を提案するものである。また、本手法は、核融合炉用セラミック材料の開発・試験段階での適用に加えて、将来的には、核融合炉ブランケットのメートル・オーダーの複雑な大構造物におけるセラミック材料の健全性評価に適用することを目指している。

3. 研究の方法

3-1. 無機 EL 材料

H21 年度は、交流電圧を印加することで発光する無機 EL 材料を用いたセラミック材料の電気伝導度分布評価の可能性について調べた。無機 EL 材料が塗布された位置における材料の電気伝導度の違いが、発光・非発光の違いとなって現れる可視化手法の提案である。

当初、直流電流により発光する有機 EL 材料の適用を提案していたが、複数の有機薄膜を正確な蒸着制御により積層させる必要がある、成膜費用の点や様々な条件に対する試行錯誤が難しいこと、また、評価対象材料の電気的なポテンシャルも発光特性に影響する可能性がある点等から、無機 EL 材料に変更した。

無機EL材料の適用可能性を調べる実験では、電気伝導度が $\sim 1.0 \times 10^{-6} \text{S/m}$ のHexoloy-SAモノリシック焼結試料および $\sim 1.0 \times 10^{-2} \text{S/m}$ のNITE-SiCモノリシック焼結試

料を用い、それらの表面に無機EL粒子を含む有機液体を塗布した（図1）。試料サイズはともに $10 \times 10 \times 1 \text{mm}^3$ である。試料の底面にもPt電極を設けており、この試料底面の電極と透明電極の間に交流電圧を印加して、EL層の発光を調べた。

3-2 GFP、DiBAC4(3)試薬

H22 年度は、電位分布（電界）に従って発光物質そのものが移動する電位感受性試薬の絶縁材料評価への適用可能性を調べた。選択した試薬は、細胞機能の研究に使用されるGFP 蛍光たんぱく質、DiBAC4(3)試薬の2種類である。特にGFPについては、本来、染色体等に組み込んで細胞の特定部位を発光させるものであるが、タンパク質が両性イオンの性質を持つとの情報収集から、その電位感受性を調べた。

電位分布の変化に対する蛍光領域の反応を調べる実験では、GFP については蒸留水で希釈し、また、DiBAC4(3)については色素粉末をDMSO 用液に溶解させて使用した。図2に示すように、 $\sim 2 \text{mm}$ 間隔の正・負のPt電極を蛍光溶液に浸し、最大 $\sim 4 \text{V}$ の電圧を印加して、蛍光領域の変化を観察した。

また、上述の2種類の試薬のうち、DiBAC4(3)溶液について、セラミック被覆領域の検知への適用可能性を調べた。対象試料として、表面に $1 \mu \text{m}$ 厚の酸化エルビウム電気絶縁被覆を施したステンレス基板を用いた。被覆の一部分は、Ar イオンビームスパッタにより除去し、金属ステンレス基板を露出させた。試料表面にDiBAC4(3)溶液を滴下し、その上に $\sim 40 \mu \text{m}$ の隙間を設けて、透明電極を設置した（図3）。ステンレス基板および透明電極に直流電圧を印加した際の、ステンレス基板露出部分における蛍光の変化について調べた。

4. 研究成果

図4に、焼結SiC試料上の無機EL層の発光の様子を示す。SiC試料底面の電極と、無機EL層の上に設置した透明電極の間には、400Hz、20Vの交流電圧を印加している。伝導度の高いNITE-SiC試料上で発光が観測され、伝導度の低いHexoloy-SA上では発光は見られなかった。これは、SiC層の伝導度が高い場合には、交流電圧のほとんどが無機EL層に印加されることになるためと考えられる。一方、伝導度の低いSiC層に接している無機EL層にはほとんど電圧は印加されず、発光は生じていない。今回の結果から、無機EL材料を用いて伝導度の高い領域を発光させることにより、複合材料内の電気伝導度分布を可視化できると考えられる。

図5、図6に、Pt電極間におかれたGFP溶液およびDiBAC4(3)溶液の、電圧印加に伴う発光領域の変化を示す。GFP溶液では $\sim 2.5V$ ($\sim 1.2V/mm$)印加した際に、正極周辺の発光がほとんどなくなり、極性を入れ変えると、追従して発光・非発光領域は入れ替わった。DiBAC4(3)では、 $-2.5V$ 印加した負極近傍の発光強度が弱まり、極性の反転に追従した発光領域の変化を示した。両試薬ともに電極に $\sim 4V$ を印加した際に、溶液の電気分解と考えられる気泡が発生したが、それよりも低い電圧で上記の応答が観察された。GFPの方が、発光・非発光領域の境界をはっきりと観察されたが、極性を入れ替える毎に全体としての発光強度は落ちており、何らかの化学変化や通電による変質が生じている可能性がある。一方、DiBAC4(3)では極性を入れ替えて発光領域を変化させた際に、顕著な発光強度低下は見られなかった。

図7に、酸化エルビウム被覆を施したステンレス基板上の DiBAC4(3)の発光の様子を示す。基板の被覆層の一部は、イオンビームスパッタにより除去され、ステンレス面が露出している。ステンレス基板に $+2.3V$ 、透明電極側に $0V$ を印加したところ、被覆の除去された部分の発光強度が低下した。試料表面と透明電極の間の電界分布に従って電位感受性色素である DiBAC4(3)が移動した可能性を考えているが、電流等による色素の変質や金属基板との接触による発光特性の損失の可能性についても調べる必要がある。

以上の結果をもとに、現在、(1) さらに微小領域への適用可能性および観察手法の改良、(2) 溶液の pH 制御による適用可能伝導度範囲の拡大、について研究を進めている。

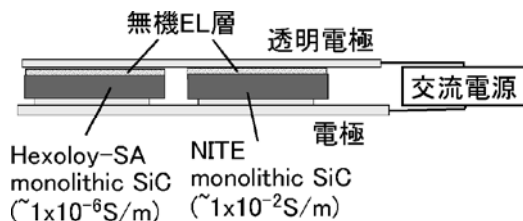


図1. 無機EL材料を用いた電気伝導度分布測定を試み

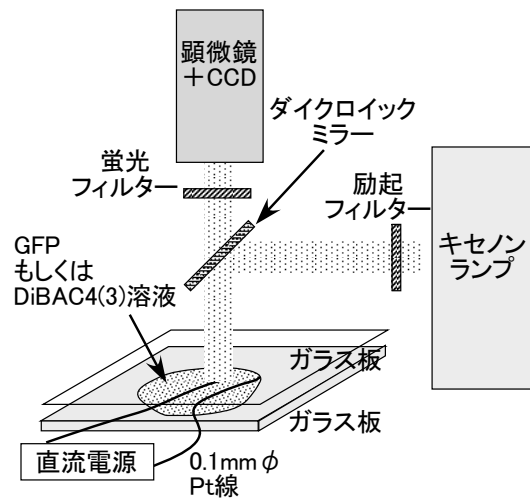


図2. 電界印加時の蛍光試薬の蛍光領域変化の観察概略図

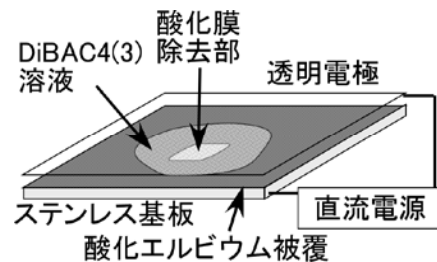


図3. セラミック被覆を施したステンレス基板上の DiBAC4(3)溶液蛍光領域の観察。被覆の一部はイオンビームスパッタにより除去している。



図4. 異なる電気伝導度を持つ焼結 SiC 上に塗布した無機EL材料の発光

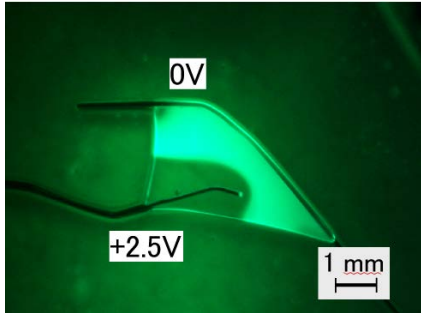
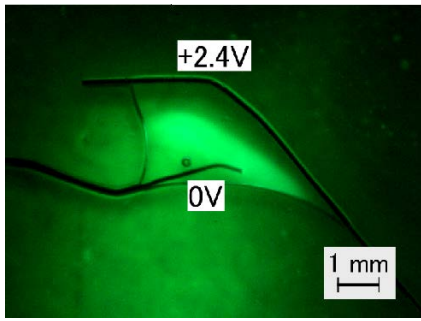


図5. GFP溶液の電圧印加に伴う蛍光領域の変化。上下の写真で極性を入れ替えている。

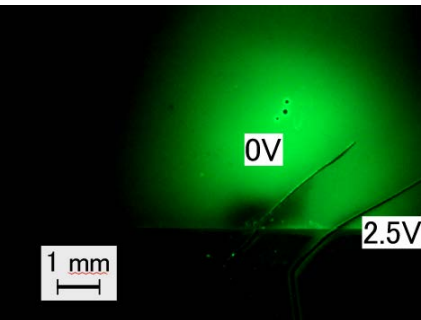
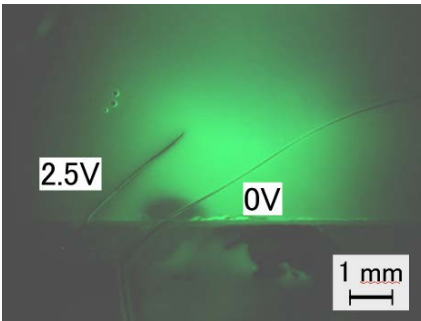


図6. DiBAC4(3)溶液の電圧印加に伴う蛍光領域の変化。上下の写真で極性を入れ替えている。

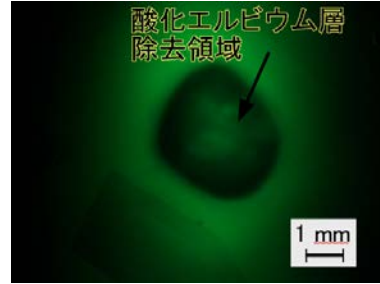
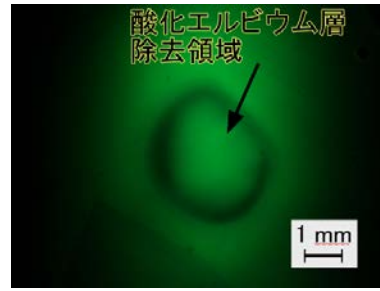


図7. 電圧印加時のセラミック被覆ステンレス基板上 DiBAC4(3)溶液の蛍光領域変化。(上) 印加後1分。(下) 印加後5分。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計1件)

田中照也, 永井貞光, 佐藤文信, 檜木達也, 野澤貴史, 飯田敏行, 室賀健夫, " SiCセラミック材料の電気絶縁特性", 第27回プラズマ・核融合学会年会, 2010年11月30日, 北海道大学

6. 研究組織

(1) 研究代表者

田中照也 (TANAKA TERUYA)

核融合科学研究所・ヘリカル研究部・准教授

研究者番号：30353444