

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 6 月 20 日現在

機関番号：82110

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01069

研究課題名（和文）3MeVビームの多重照射に耐えられる高靱性タングステン材料の開発

研究課題名（英文）Development of high toughness tungsten material to withstand multiple irradiation of 3MeV beams

研究代表者

平野 耕一郎（Hirano, Koichiro）

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究部門 J-PARCセンター・研究副主幹

研究者番号：30446463

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 11,900,000円

研究成果の概要（和文）：イーターグレードタングステン試料、カリウムをドーブさせた試料及び再結晶させた試料について、最大エネルギー流速0.64MJ/m²及び繰り返し5Hzを有する短パルス水素負イオンビームを照射し、多重照射による試料の損傷について評価した。これらの試料の表面及び断面の観察並びに分析を行った。表面の亀裂は結晶粒界に沿って網目状に発生し、断面の亀裂も結晶粒界に沿って進展していることが分かった。また、試料の違いによる亀裂の違いを明らかにした。更に、このような亀裂を克服するため、TiCをタングステンの結晶粒界に析出させ、結晶粒の結合の強化を行った高靱性タングステン材料の試作を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ITER用タングステン材料の基礎的なデータを取得することにより、ITERダイバータやビームターゲットの寿命評価を行うことができる。国外研究所のCERNでも、熱負荷10 MW/m²以上に耐久するターゲット材料が熱望されており、高靱性タングステン材料はダイバータの材料の他、国内外の大強度ビームのターゲット材料として、幅広い利用が期待される。

研究成果の概要（英文）：Eater grade tungsten samples, potassium doped samples, and recrystallized samples were irradiated with short pulsed hydrogen negative ion beams with a maximum energy flow rate of 0.64 MJ/m² and a repetition rate of 5 Hz, and the damage to the samples due to multiple irradiations was evaluated. The surface and cross-section of these samples were observed and analyzed. It was found that the surface cracks were reticulate along the grain boundaries, and the cross-sectional cracks also propagated along the grain boundaries. The differences in the cracking between the different samples were also clarified. In addition, to overcome such cracking, we tried to make a high-toughness tungsten material by precipitating TiC on the grain boundary of tungsten to strengthen intergranular bonding.

研究分野：加速器

キーワード：ビームターゲット ビーム照射試験 ダイバータ タングステン

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

核融合実験炉 (ITER) のダイバータや加速器のビームターゲットには、低放射化、高熱伝導率及び高強度の特性を有する材料として、タングステンが使用される。J-PARC の負水素イオンビームエネルギー 3 MeV のリニアックを使用し、ITER の要求仕様を満たすタングステンの照射試験を行った結果、加熱及び冷却の温度変化を繰り返すような多重照射がタングステンの脆性破壊に大きく寄与していることがわかった。この照射試験における温度変化は、ITER の ELM (周辺局在化モード) 崩壊と回復が繰り返されることによって生じる温度変化に似ている。そこで、大電流密度ビームの多重照射試験により、ITER 用タングステンの破壊現象を評価する。さらに、タングステンの脆い欠点を克服するため、タングステンの結晶粒の結合の強化を行い、負水素イオンビームを照射しても割れない延性を示す高靱性タングステン材料を開発する。

2. 研究の目的

短パルス負水素イオンビームをタングステン材料に多重照射して、ELM のような過渡的な熱負荷下における亀裂発生挙動とタングステン表面損傷について調べる。

タングステンナノ粉末表面に TiC をナノレベルでスパッタコートして合金化し、タングステンの結晶粒界を強化した材料を試作する。

3. 研究の方法

(1) タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験

リニアック (ビームエネルギー 3 MeV、ビーム電流 54 mA、繰返し 5 Hz) のビームサイズを一定にして、ビームパルス幅だけを変化させて照射試験を行った。試験片 (12×28×5mm) として、ITER の要求仕様を満たす応力除去処理タングステン (SR-W)、再結晶タングステン (RC-W)、応力除去処理カリウムドープタングステン (SR-K-W) 及びカリウムドープ再結晶タングステン (RC-K-W) を使用した。試験片の延性方向に対して垂直な面 (RD 面、12×5mm) にビームを照射し、高速放射温度計 (IGA740-L0) を用いて試験片表面の 2 mm の領域内のピーク温度を測定した。また、IPE140 放射温度計でベース温度を測定した。約 21 時間半照射した後、試験片の表面及び断面について分析並びに解析を行った。各試験片の照射試験条件及び温度測定結果を表 1 に示す。

表 1 照射試験条件および温度測定結果

試験片名称	ARD 15	ARD 12	ARD 13	ARD 20	ARD RX1	ARD K1	ARD KRX1
試験片材質	SR-W	SR-W	SR-W	SR-W	RC-W	SR-K-W	RC-K-W
ビームパルス幅 (μs)	53	150	250	150	150	150	150
表面ピーク温度 (°C)	710	1710	3170	1570	1620	1450	1800
表面ベース温度 (°C)	<30	80	160	80	80	60	200
総照射粒子数 (×10 ¹⁹ 個)	0.62	1.8	2.9	1.9	1.9	1.9	1.9
総ビームパルス数 (万回)	34	36	35	39	39	39	39
温度測定領域 Φ2mm 内のエネルギー流速 (MJ/m ²)	0.14	0.38	0.64	0.38	0.38	0.38	0.38

(2) 高靱性タングステン材料の試作

電気爆発法により、真空中で製作したタングステンナノ粉末 (平均粒径 40-60nm) を用いた。バレルスパッタリング法により、タングステンナノ粉末表面に TiC1.2wt% をナノレベルでスパッタコートして合金化した。放電プラズマ焼結 (SPS) 装置を用いて焼結試験片を製作した。

4. 研究成果

(1) タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験

熱負荷条件 (パルス幅 53 μs、150 μs 及び 250 μs) を変えた SR-W 試験片の照射試験

試験片表面の SEM 画像を図 1 及び断面の SEM 画像を図 2 に示す。パルス幅 53 μs、エネルギー流速 0.1MJ/m² の場合、表面に微細な網目状の亀裂が発生した。また、ビームエネルギー 3 MeV の負水素イオンは約 20 μm まで侵入するため、表面から 20 μm 程度の深さには水素のプリスターが形成され、数 μm の亀裂が多数存在していた。パルス幅 150 μs 及び 250 μs の場合、表面には圧延による結晶粒界配向に沿った格子状の亀裂が発生し、亀裂に囲まれた領域で粗面が発生した。エネルギー流速 0.4MJ/m²、表面ピーク温度 1700 の場合では、亀裂周辺に大きなひずみは検出されなかった。エネルギー流速 0.6MJ/m²、表面ピーク温度 3200 の場合では、粗面には上方に伸びた突起が形成され、突起先端に融解と思われる滑らかな表面があった。また、亀裂近傍の表面で結晶粒が再結晶化することが分かった。短パルス熱負荷の加熱過程での圧縮応力によって塑性変形が発生し、冷却過程での収縮により引張応力が発生するため、この応力変化の繰り返しによって亀裂が進展すると考えられる。

材質の異なる試験片の照射試験

カリウム添加した SR-K-W 試験片は高温での強度と延性の向上を示すため、パルス幅 150 μs の熱負荷条件で SR-W 試験片と比較した。さらに、ITER ではタングステンが再結晶を起こすことが想定されているため、SR 材 (SR-W、SR-K-W) を再結晶させた RC 材 (RC-W、RC-K-W) を同じ熱負荷条件で比較した。試験片表面の SEM 画像を図 3 に示す。結晶粒界に沿って進展したと思われる亀裂が SR 材では格子状、RC 材では網目状に観察された。それらの亀裂に囲まれた領域の粗面化した部分に微細な凹凸が形成された。RC 材は、幅、深さともに大きな亀裂を形成した。SR-K-W は亀裂の深さ及び幅共に最小であるが、RC-K-W は最も広い領域で損傷が発生した。このこと

から、SR-K-W は再結晶して ELM のような熱負荷を受けると、損傷が増大すると考えられる。

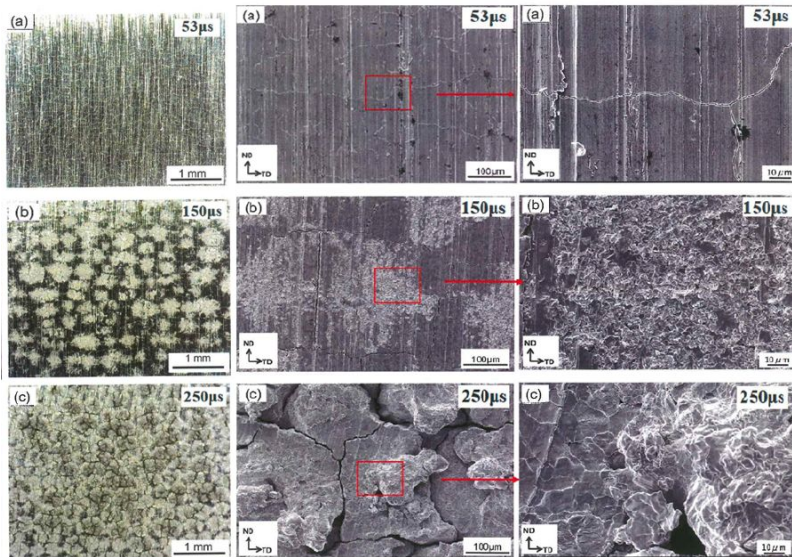


図1 試験片表面のSEM画像
(a) : パルス幅53μs、(b) : パルス幅150μs、(c) : パルス幅250μs

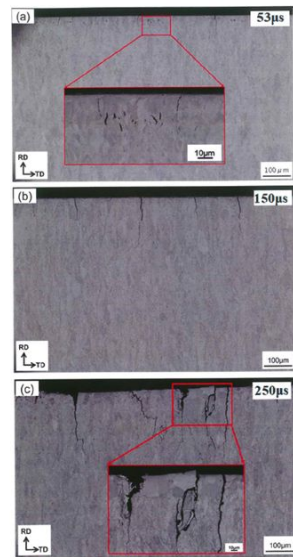


図2 試験片断面のSEM画像
(a) : パルス幅53μs、
(b) : 150μs、(c) : 250μs

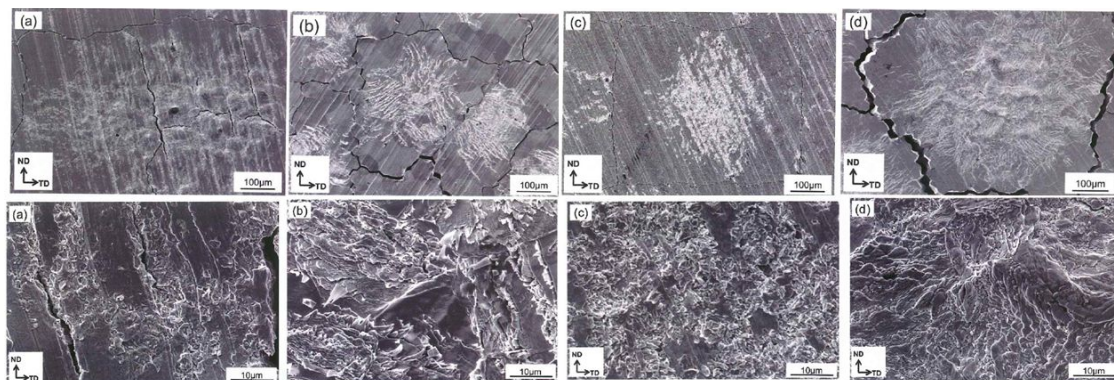


図3 試験片表面のSEM画像、(a) : SR-W (ARD20)、(b) : RC-W、(c) : SR-K-W、(d) : RC-K-W

(2) 高靱性タングステン材料の試作

(1)項で示したように亀裂は結晶粒界に沿って進展するため、結晶粒界を原子間結合力の強いTiCに置き換えることによってタングステンの結晶粒界を強化した材料を試作する。材料中に酸素が残存しているとW₂C中のTiと反応し、TiO₂となり、遊離したCがWと反応してW₂Cが形成される。W₂Cは脆性の原因となるため、材料中の残存酸素成分を低減させる必要がある。そこで、材料及び製作工程において酸素を排除して製作することを試みた。

非酸化タングステンナノ粉末(平均粒径40-60nm)は、電気爆発法により真空中で製作され、窒素雰囲気中でパッキングされる。しかしながら、入手したナノ粉末のSEM観察を行ったところ、酸化されていることがわかった。また、仕様以下の粒径の粒子もあったが、最大粒径20μm程度の凝集粒子が観測された。非酸化タングステンナノ粉末を使用したWTiC材料を製作できないが、この酸化されたナノ粉末を使用して、製作工程の確認を行った。

バレルスパッタリング装置による粉末へのスパッタコート前にスライドガラスにTiCをスパッタリングした試料のXRD分析を行った。その結果、ガラス板上には黒色の膜が形成され、XRDにもTiC(020)とTiC(022)のピークが観測されたことから、W粉末にもTiCがスパッタリングされると考えられる。バレルスパッタリング装置にグローブバックを装着し、窒素雰囲気内でナノ粉末を取り扱った。グローブバックは単体で酸素濃度100ppm以下のシール性があることを確認した。粉末表面にTiC1.2wt%をナノレベルでスパッタコートした後、グローブバック内で粉末をSUS容器に密封した。スパッタコート後の粉末をTEM観察した結果、粒径50nmの酸化されたタングステン粒子の表面全体にTiとCが均一に存在していることを確認した。しかしながら、TiCの最も強い強度として現れるデバイリングが酸化タングステンのデバイリングと近接しているため、TiCの存在を確認することができなかった。

酸化されたタングステンナノ粉末をアルゴン雰囲気中のグローブボックス内で黒鉛容器に充填し、真空雰囲気中のSPS装置で焼結した。変位が起こり始める1050から加圧を開始し、80MPaまで加圧し、10分間で1480まで昇温した。焼結体の相対密度は91%であり、その断面をSEM観察すると結晶粒径は20μm程度あり、多数の穴が存在した。焼結体の相対密度を増加させることができなかったため、結晶粒径を増大させることなく焼結体を緻密化させる工夫が必要である。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 0件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Koichiro Hirano, Makoto Fukuda, Koichiro Ezato, Kazutoshi Tokunaga	4. 巻 1
2. 論文標題 STUDY OF BEAM TARGET MATERIALS FOR A 3-MeV LINAC AT J-PARC	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Proceedings of the 20th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan	6. 最初と最後の頁 415,419
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件／うち国際学会 0件）

1. 発表者名 平野 耕一郎、福田 誠、江里 幸一郎、徳永 和俊
2. 発表標題 タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験（1）ビームターゲット材料の検討
3. 学会等名 日本原子力学会2022年秋の大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 福田 誠、平野 耕一郎、徳永 和俊、江里 幸一郎
2. 発表標題 タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験（2）ITERダイバータ用材料としての評価
3. 学会等名 日本原子力学会2022年秋の大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 徳永 和俊、野見山 有希乃、福田 誠、江里 幸一郎、平野 耕一郎
2. 発表標題 タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験（3）多重照射による材料損傷の観察
3. 学会等名 日本原子力学会2022年秋の大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 福田 誠, 平野 耕一郎, 徳永 和俊, 江里 幸一郎
2. 発表標題 タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験 (1)多重照射したタングステンの表面損傷調査
3. 学会等名 日本原子力学会2023年秋の大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 野見山 有希乃, 徳永 和俊, 福田 誠, 江里 幸一郎, 平野 耕一郎
2. 発表標題 タングステン材料の負水素イオンビームによる多重照射試験 (2)表面損傷に及ぼす再結晶の影響
3. 学会等名 日本原子力学会2023年秋の大会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	江里 幸一郎 (Ezato Koichiro) (30354624)	国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構・那珂研究所 ITERプロジェクト部・グループリーダー (82502)	
研究分担者	徳永 和俊 (Tokunaga Kazutoshi) (40227583)	九州大学・応用力学研究所・准教授 (17102)	
研究分担者	福田 誠 (Fukuda Makoto) (70757666)	国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構・那珂研究所 ITERプロジェクト部・主任研究員 (82502)	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究協力者	野見山 有希乃 (Nomiyama Yukino)	九州大学・応用力学研究所・学生 (17102)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関