

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 1 日現在

機関番号：31103

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2011

課題番号：23656577

研究課題名（和文）電子線照射プロセス利用による超微細粒第一壁タングステン被覆開発

研究課題名（英文）Development of ultra-fine-grain tungsten coating on the first wall by electron beam irradiation processing

研究代表者

佐藤 学 (SATOU MANABU)

八戸工業大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：40226006

研究成果の概要（和文）：

核融合炉におけるタングステン被覆はプラズマ物理と材料工学の両面から高性能化が求められています。皮膜作製に必要な基本パラメータの検討や高速粒子吹き付けに関する検討、電場による軌跡制御の可能性検討の準備、さらにレーザー衝撃試験法を用いた付着力測定について適用可能性を示しました。

研究成果の概要（英文）：

Advancement in tungsten coating method is needed from both sides of plasma physics and material engineering in development of nuclear fusion reactor. It was discussed including an examination of fundamental parameters for membrane production, an examination about high-speed particle spraying, and possibility of the control utilizing an electric field. And the applicability of adhesion measurement using a laser shock spallation method was shown.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,200,000	960,000	4,160,000

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：タングステン，第一壁，被覆接合，界面強度

## 1. 研究開始当初の背景

核融合炉用の第一壁構造材料を炉心プラズマから放出される中性子などの高エネルギー粒子から保護するために、高い熱負荷に耐えられ高エネルギー粒子による表面損傷が少ないタングステン金属がプラズマに直接面するプラズマ対向材料または第一壁材料として検討されています。しかしながら、中性子照射によるタングステン合金の脆化は、高い融点や熱伝導率などの優れた材料特性を活用する際の障害となっており、照射脆化改善が必要です。メカニカルアロイング法による微細粒化は照射脆化の改善に有効であることがこれまでに示されています。しかしながら、この優れた材料開発成果は、プラズマ対向材料としてのタングステン膜への反映は未だ不十分です。

## 2. 研究の目的

核融合炉におけるタングステン被覆はプラズマ物理と材料工学の両面から高性能化が求められています。メカニカルアロイング法を用いた微細粒化によるバルク高性能化の試みの成功例が報告されています。しかしながらプラズマ対向材料としての適用までには至っていません。一方、エアロゾルデポジション法は磁性材料や生体材料など温度条件が比較的低温に制限された条件での高機能薄膜の作製方法として確立しつつあります。本研究ではメカニカルアロイング法による微細粒化タングステン合金の優れた性能を電子線照射プロセスと組み合わせ改良したエアロゾルデポジション法を用いて革新的な被覆作製を試みることを目標とした

基礎的課題を抽出しました。

### 3. 研究の方法

タングステンの中性子照射脆化の改善に有効な微細な結晶粒組織をもつ素材の作製については、雰囲気制御し金属粒子の酸化などを防ぐ環境下でのメカニカルアロイング法が有効です。一方、被覆のための成膜には、エアロゾルデポジション法が有効です。エアロゾルデポジション法は、A) エアロゾルの作製、B) 高速微粒子流吹き付け成膜、C) 皮膜評価と後処理の基本プロセスで構成できます。電子線照射技術と組み合わせた微粉末吹き付け誘導を含む B) のプロセスについて着目した検討項目を抽出しました。

#### (1) エアロゾルデポジション法による皮膜作製に必要な基本要素

エアロゾルデポジション法は固体微粉末を常温で基板に吹き付け機械的な衝撃力で緻密かつ高密着力の皮膜形成プロセスです。本研究においては必要な基本構成要素構成を図1のように検討しました。

- ・排気減圧機構
- ・成膜チャンバー
- ・試料ステージ移動機構
- ・試料ステージ加熱機構
- ・エアロゾル流制御機構

#### (2) エアロゾルの作製

高性能タングステン被覆のための超微粉末はメカニカルアロイング法で得られている報告がなされています。ボールミルなどを用いて異種材料の粉末を強制的に混合し、粉末同士の圧延と折り畳み繰り返すことで、非平衡相や過飽和固溶体合金を製造するプロセスです。超微細粒タングステン被膜の作製には重要な課題の一つですが本研究では合金粉末の製作は行わず、微粉末吹き付け誘導を含む高速微粒子流吹き付け成膜を中心に実施するため単体の既成微粉末を用いてエアロゾルを想定しました。

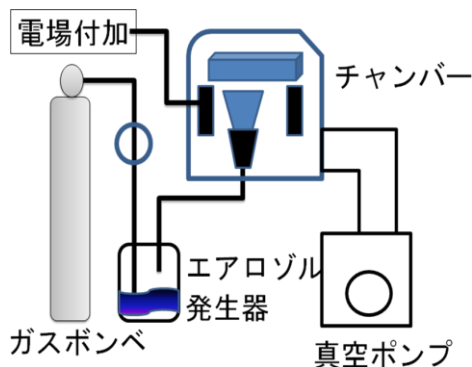


図1. 皮膜作製に必要な基本要素

#### (3) 高速粒子吹き付け成膜

原料微粒子を用いた成膜について、皮膜作製に必要な粒子吹き付け条件にかかわる基本パラメータを検討しました。エアロゾルデポジション法では粒子の高速衝突が皮膜に高い密着力を与えています。しかし半面、跳ね返りによる歩留まりの低下や既成皮膜の破壊などが生じています。これに対し、電子線照射プロセス利用による対策の可能性を検討します。電場による剥離強度の改善についてはレーザー衝撃試験法を用いて測定し検討しました。本研究では、雰囲気制御の必要なタングステン微粉末を直接用いることなく、安定な微粉末としてマグネシア粒子を用いた基礎的な検討を行いました。

#### (4) 微粒子の付着剥離に関する試験

強力なパルスレーザー、ここではNd:YAGレーザーの基本波長1064 nm パルス幅約7 ns、最大出力1.6 Jのものを用いました。レーザーを照射された箇所が局部的に熱膨張し、試験片中に圧縮応力波が発生伝播します。自由表面で反射し、引張応力波に変化すると基板材料の界面あるいは付着粒子との界面を応力波が再通過した時に剥離を誘起すると考えられます。この時のレーザー出力条件を系統的に評価し、微粒子の付着剥離状況を検討しました。なお、応力は表面変位速度から算出することができます。シングルモードの連続レーザーを用いて干渉計を構成し変位の時間変化を計測します。連続レーザー光はビームスプリッターで分割し、試料の表面で反射したレーザー光と基準となるミラーで反射したレーザー光で干渉させ、フォトダイオードに明暗のシグナルとして電圧変化が出力されます。これを高速サンプリングレートのアナログシロスコープに電圧変化を取り込み解析することによって表面変位速度の時間変化を知ることができます。

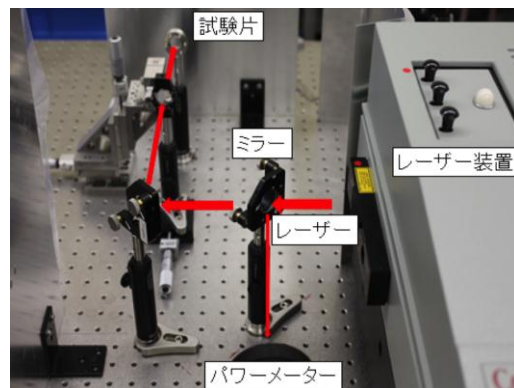


図2. レーザー衝撃試験による微粉末の付着剥離強度評価のための装置外観

#### 4. 研究成果

(1) エアロゾルデポジション法による皮膜作製に必要な基本要素を検討しました。基礎的な検討を行うために微粉末を含むエアロゾルを実験環境中に放出しないで適切な規模での実験を行うため、真空排気減圧機構としては連続的な排気を行わず、リザーバタンクを用いたバッチ式とすることとしました。合わせて、小規模な成膜チャンバーにすることによって電場を付加する際にも有利な構成とすることができると考えられます。

(2) エアロゾルにはマグネシアの微粉末を原料微粒子としました。図3に微粒子の光学顕微鏡による観察結果を示します。微粉末は一部粗大化がみられます。これは微粉末を基板に付着させるための熱処理を行ったためと考えられます。

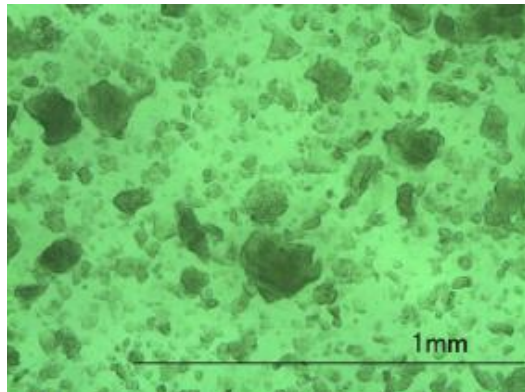


図3 原料微粒子マグネシアの光学顕微鏡写真

基板とした試験片には、炭素鋼(S45C)の円板(径20mm、厚さ2mm)を用いました。観察しやすく、また表面粗さを整えるため、精密試料研磨装置を用いて鏡面まで研磨しました。最初にダイヤモンド焼付けディスク#800を用いて、蒸留水を少量滴下しながら予備研磨し平滑にしました。次にダイヤモンド液MM130とグライディングディスクMM490を



図4 基板に付着した微粉末の外観

使用し研磨しました。銅ケメット定盤と3 $\mu$ mダイヤモンドスラリーを使用した研磨、錫ケメット定盤と1 $\mu$ mダイヤモンドスラリーを使用したラッピングを実施し、最後にポリシングクロスと1 $\mu$ mアルミナ懸濁液を使用し鏡面としました。粉末粒子の付着条件：

粉末粒子は、蒸留水に溶いて基板試験片に塗布し、乾燥により付着させました。粉末粒子は計量スプーンで計り取り、ビーカーに入れた約30mlの蒸留水に混合しました。蒸留水と粉末粒子の重量比(粉末粒子/水)は、0.004でした。ピペットを用いて滴下塗布の後、マルチオープンにて200 $^{\circ}$ C、3時間乾燥熱処理をしたものです。図4に微粉末の付着状況概観を示しました。

(3) 微粉末の付着剥離強度を評価するためレーザー衝撃試験法による評価を行いました。レーザー衝撃試験は作製した試験片に対して1パルスのレーザー照射を行いました。試験片の中心付近に、粉末粒子が塗布されている面の裏側から照射しました。異なるレーザー出力条件で剥離量を調べました。試験片に照射されるエネルギーは最大650mJまで行いました。図5にレーザー照射された試験片での微粒子の剥離状況を示しました。赤丸で囲まれた領域が剥離した部分を示しています。レーザー照射径は約3mmであったのに比べてやや広い領域で剥離が見られます。今回作製した試験片での微粉末の付着強度は比較的弱く、レーザー衝撃による最初の衝撃だけでなく、レーザー衝撃による振動でも剥離が生じた可能性を示していると考えられます。

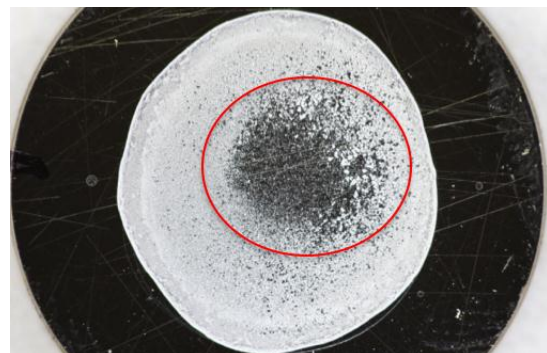


図5 レーザー衝撃により剥離した微粉末の様子

図6にレーザー出力条件と微粉末の剥離状況の関係を整理した結果を示します。粉末の剥離状況については光学顕微鏡により照射前後で比較観察しました。予め円板試料を定位置に設置できる顕微鏡ステージを製作



し、該当箇所をデジタルカメラで撮影しました。前後の画像処理により粉末粒子の剥離箇所を特定し、画像ピクセルを計測して定量化しました。粉末粒子の剥離量は剥離面積をレーザー照射面積（径 3 mm）で割って百分率で表現しました。粉末粒子を付着させた炭素鋼基板に照射したレーザー出力が約 200 mJ 以下である場合には剥離量は 10%に満たない一方、300 mJ 以上のレーザー出力の場合には剥離量はほぼ 40%程度になっていることがわかりました。レーザー出力による明確な境界条件が得られています。これはすなわち、粉末粒子を付着させた条件での平均的な粉末粒子（約 40%）の付着強度が 200 から 300 mJ のレーザー出力で生じる衝撃力（応力）に相当すると考えられることを示唆しています。

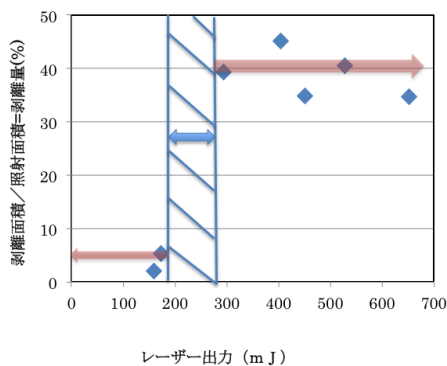


図 6 レーザー出力と微粉末の付着剥離状況

以上の検討結果をまとめます。皮膜作製プロセスでは超微細粒を保持することが肝要です。プラズマプレイ法などの高温プロセスでは熔融付着による粗大化、熱ひずみが課題であり、エアロゾルデポジション法などの低温プロセスでは凝集による粗大化、付着力が課題です。電子線照射プロセスとエアロゾルデポジション法との組み合わせ、超微細粒の凝集による粗大化を抑制、静電力による付着力改善、電磁場による粒子軌道制御の可能性を調査検討しました。

エアロゾルデポジション法は固体微粉末を常温で基板に吹き付け機械的な衝撃力で緻密かつ高密着力の皮膜形成プロセスです。エアロゾルデポジション法による皮膜作製に必要な基本要素の製作に関連し、本研究においても必要な基本構成要素を組み合わせた装置を検討しました。エアロゾルには単体の既成微粉末を使用しました。皮膜作製に必要な粒子吹き付け条件について流速等の基本パラメータを検討や高速粒子吹き付け粒子軌跡の検討の準備あるいは微粉末を帯電

させる機構検討、電場に依る軌跡制御の可能性検討の準備として、成膜状況を観察し、レーザー衝撃試験法を用いた付着力測定について適用可能性を示しました。

電子線照射プロセスを組み合わせたエアロゾルデポジション法により高性能タンゲステン合金皮膜を作製する基本プロセスについての課題を抽出しました。

## 5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 1 件)

- ① 佐藤 学, Bonding Strength of Tungsten Coating on the First Wall Structure Material, 2011 Materials Research Society fall meeting, 2011 年 11 月 30 日, ボストン, 米国

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

佐藤 学 (SATOU MANABU)

八戸工業大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号：40226006

### (2) 連携研究者

阿部 勝憲 (ABE KATSUNORI)

八戸工業大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号：70005940

川本 清 (KAWAMOTO KIYOSHI)

八戸工業大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号：40302822

小比類巻 孝幸 (KOHIRUIMAKI TAKAYUKI)

八戸工業大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号：70215375

迫井 裕樹 (SAKOI YUKI)

八戸工業大学・大学院工学研究科・講師  
研究者番号：30453294

嶋脇 秀隆 (SHIMAWAKI HIDETAKA)

八戸工業大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号：80241587

信山 克義 (SHINYAMA KATSUYOSHI)

八戸工業大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号：00326638