

平成24年度 ダイバータおよびPWI合同研究会
(平成24年7月23 & 23日、筑波大学)

タングステン被覆接合低放射化 フェライト・マルテンサイト鋼の材料特性

九大応用力学研究所
九大院総理工学府
九大院総理工研究院

徳永和俊
堀田智宏
大塚哲平

研究の背景と目的

- 原型炉以降の第一壁・ブランケットの構造材料、ダイバータの冷却管：低放射化材料、特に、低放射化フェライト鋼が第一候補材料
- プラズマに対向する表面：熱・粒子負荷 損耗や耐熱負荷の観点から低放射化材料の表面にアーマ材としてWを被覆・接合
- 低放射化フェライト鋼：Wとの熱膨張係数の違いによる応力発生、
熱伝導率が低い。使用温度：～550℃
- 被覆・接合法：固相接合、物理蒸着法、CVD、溶射等
- 固相接合：SPS（放電プラズマ焼結）、HIP：JAEA他、
溶射：プラズマ溶射
- 材料特性： 熱負荷特性、水素（トリチウム）負荷特性

内 容

■ 熱負荷特性

電子ビームを用いた熱負荷実験及び熱解析

VPS-W/F82H

■ 水素負荷特性

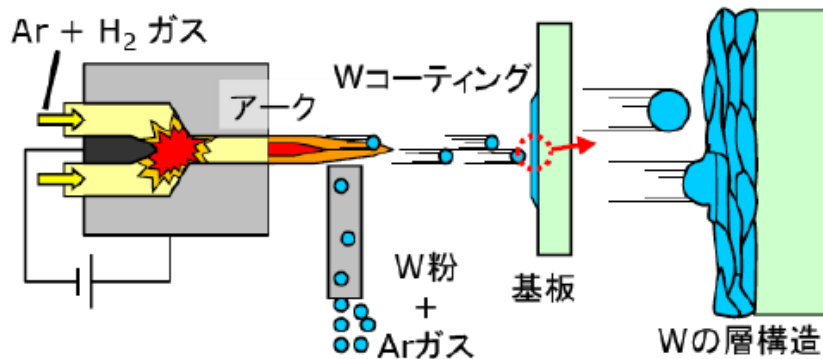
水素(トリチウム)拡散実験

VPS-W/F82H、APS-W/F82H、PM-W(粉末焼結W)

試料

VPS-W/F82H試料

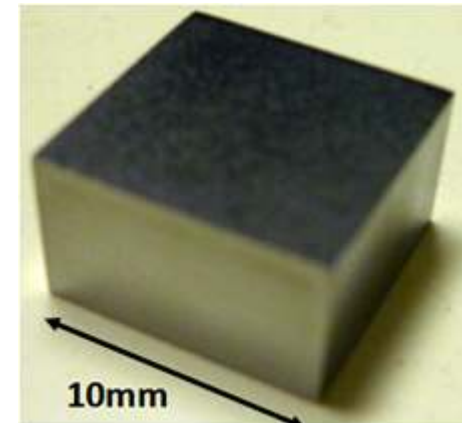
50 × 350 × 7 mmの低放射化フェライト・マルテンサイト鋼(F82H)の表面に減圧プラズマ溶射法(VPS法)によりタングステン(W)を0.6 mm被覆することで作製。これから10 × 10 × 5.6 mmに切り抜いた試料を使用する。



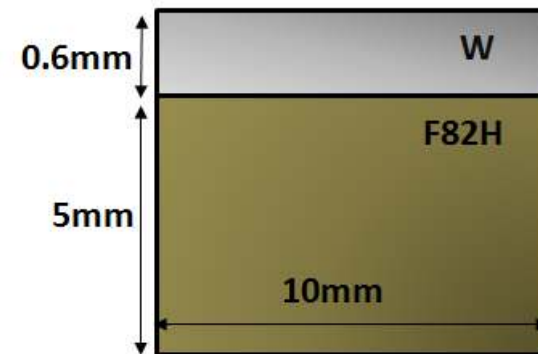
プラズマ溶射法

溶射条件

- ・基盤サイズ・・・50×350×7 mmt
- ・入力電力・・・42kW
- ・プラズマガス・・・Ar-H₂
- ・基材温度・・・600℃
- ・W粒径・・・18μm
- ・Wの厚み・・・0.6mm



実物写真



W/F82Hの寸法

実験装置

■ 熱負荷実験:

- ・電子ビーム熱負荷実験装置(EBTH)
(九大・応用力学研究所)
- ・電子ビームエネルギー: 20kV
- ・電子ビーム電流: $\sim 150\text{mA}$
- ・ビームサイズ: $1\sim 20\text{mm}\phi$
- ・試料ホルダー(Cu)(水冷)
- ・熱流束:
- ・その場計測:
 - 表面温度: 2色放射温度計(低・高温)
 - ホルダー(Cu)温度: 熱電対
 - 放出ガス: 四重極質量分析器
QMS($m/e=1\sim 60$)
 - 熱流束: 試料電流(バイアス電圧)

■ 観察・分析:

- ・表面形状: 走査型電子顕微鏡(SEM)
- ・重量測定: 電子天秤



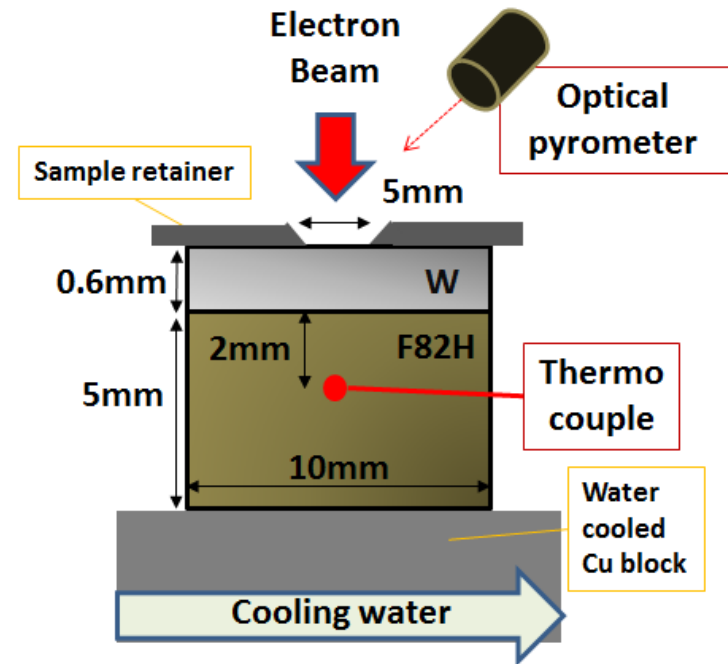
電子ビーム熱負荷実験装置(EBTH)
(九州大学・応用力学研究所)

熱負荷実験の条件・測定データ

電子ビーム熱負荷装置



ビームエネルギー: 20keV
ビームサイズ: 2.5~3.0mmφ

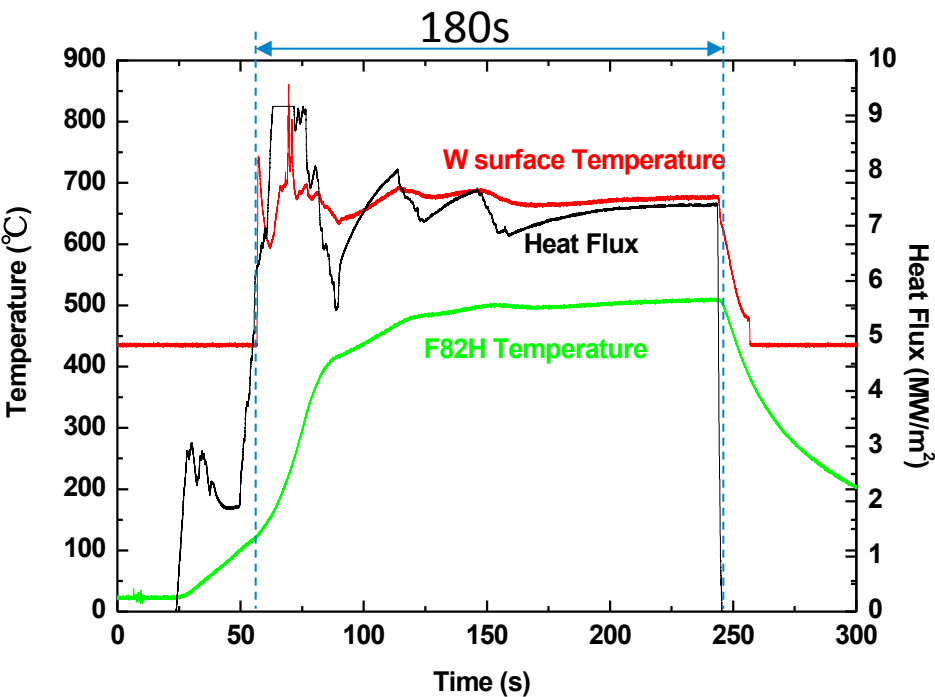


	実験A	実験B	実験C
実験内容	定常熱負荷	繰り返し熱負荷	
VPS-W表面温度(°C)	WのDBTT以上、再結晶温度以下 ($400 \leq T \leq 1300$) 約700		Wの再結晶温度max 約1300
F82Hの温度(°C)	最高使用温度以下(<550°C)		
熱負荷時間(s)	210	60	7
繰り返し回数(回)		30	30

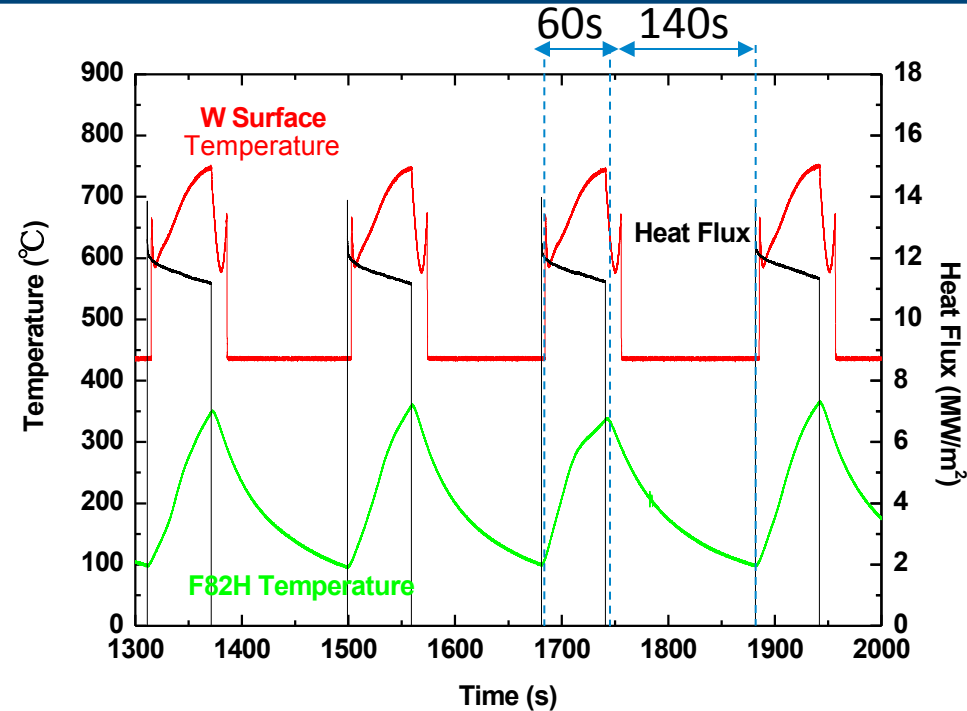
測定データ

(1)W表面温度: 2色放射温度計 (2)F82H温度: 熱電対(界面より下に2mm、深さ4mm)

W表面温度700°Cにおける定常及び30回の繰り返し熱負荷の結果(実験A・B)



定常熱負荷実験時の熱流束と温度
W表面温度: 約700°C (F82H温度: <550°C)



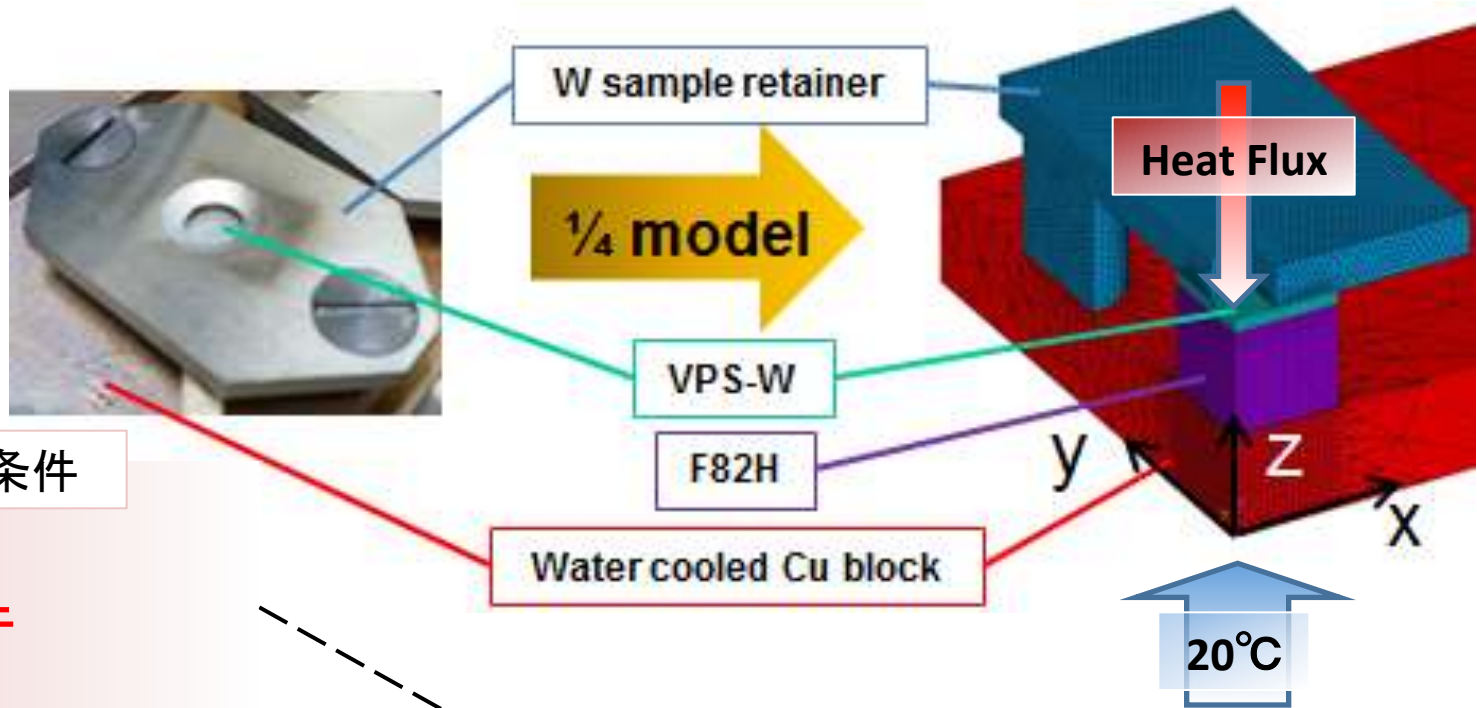
繰り返し熱負荷実験時の熱流束と温度
W表面温度: 約700°C (F82H温度: <550°C)

- ・W、F82H共に使用温度範囲内で熱負荷を与えることができた。
- ・30回の繰り返し熱負荷後も全ての材料に温度変化はなかった。
- ・SEMを用いた試料表面及び側面観察の結果、亀裂、剥離、破壊等の変化はなかった。

W表面温度700°Cにおける定常及び繰り返し熱負荷実験では、
試料の健全性は保たれていた。

W/F82Hの $\frac{1}{4}$ モデルの作成

W表面温度700°Cにおける**定常熱負荷時(実験A)**の**熱・応力解析**



定義した境界条件

・対称面・・・
対称境界条件

・Cu製の試料台の底面・・・
20°C一定

定義した物性値

全ての材料に対して、温度依存性を考慮した

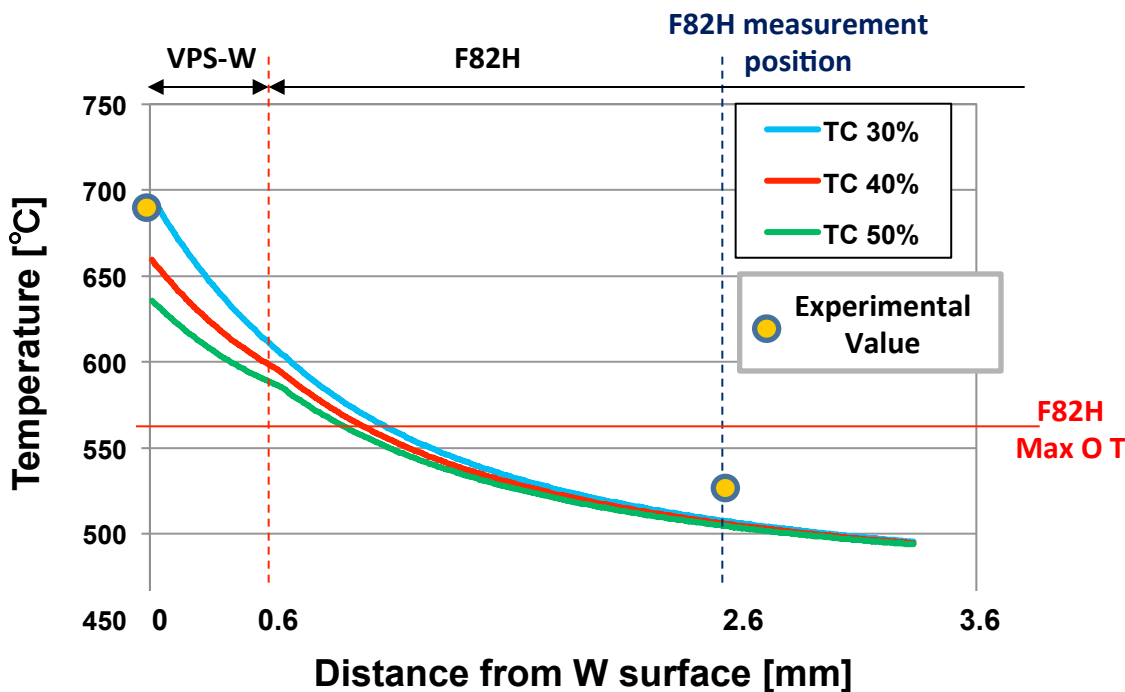
・**熱伝導率** ・**熱膨張率**
・**弾性係数** ・**ポアソン比** ・**放射率**
を定義した。

VPS-Wの物性値測定結果

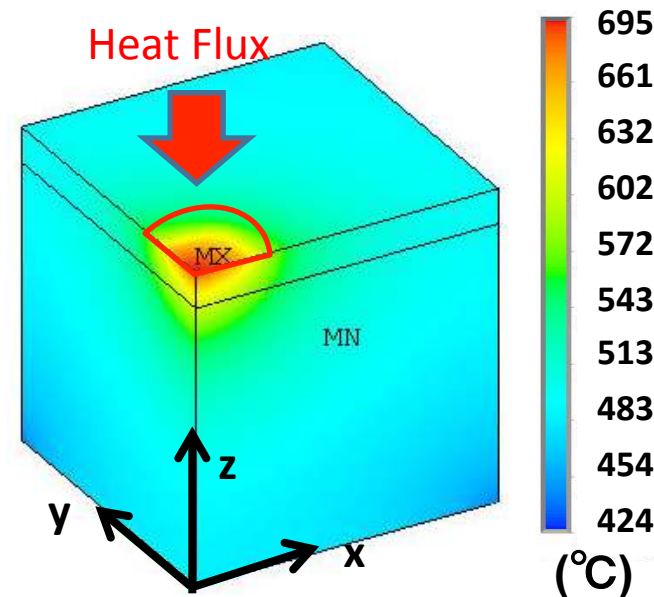
	W	VPS-W(実測値)
熱伝導率	100%	30～50%
弾性係数	100%	20～50% → 35%

参考: titan.sci.shizuoka.ac.jp/2008112627/hashimoto.pdf

VPS-Wの熱伝導率と熱解析 (表面温度700°C定常)



VPS-Wの熱伝導率と温度の関係



1/4試料の温度分布図 (TC30%)

・VPS-Wの熱伝導率(TC)はWの30%とすることで実験値とほぼ一致した値を得ることができた。(VPS-Wの熱伝導率の実測値の範囲内)



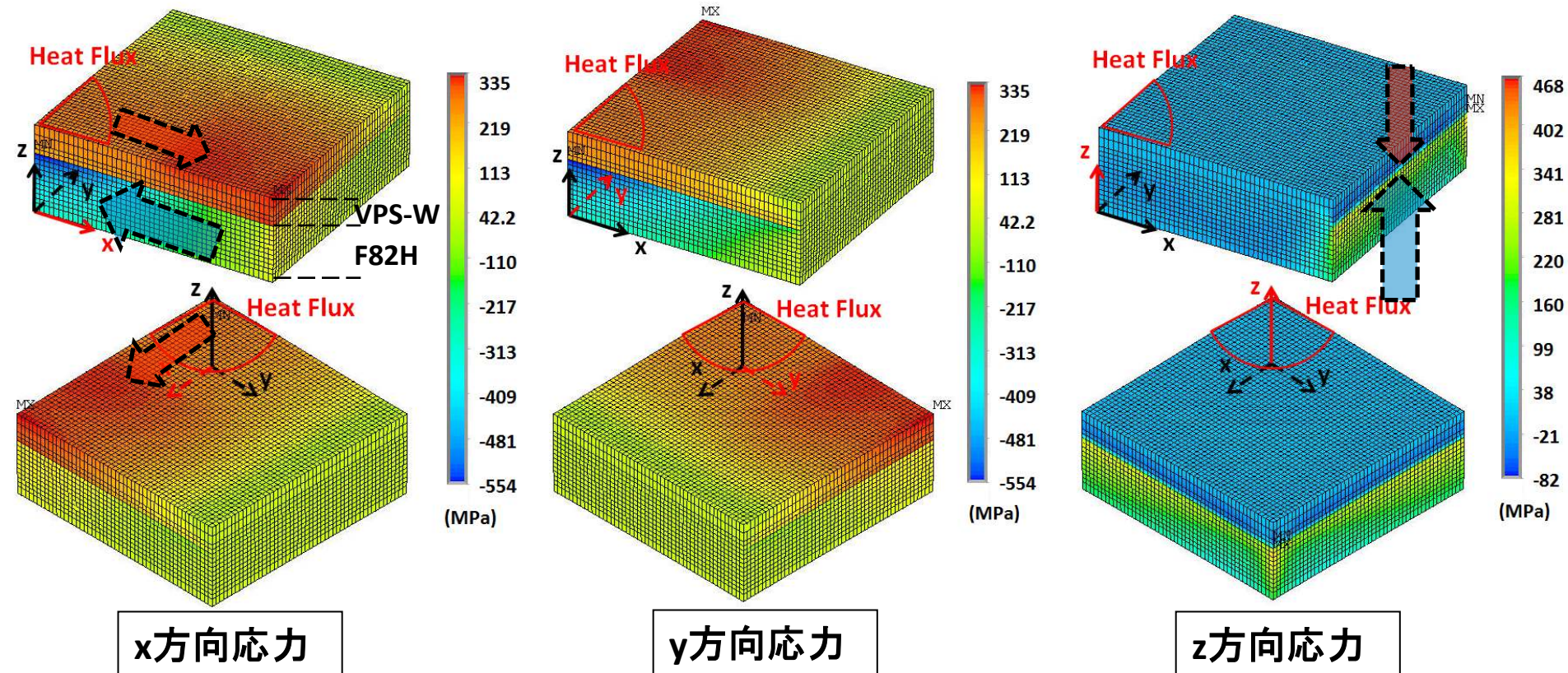
試作したVPS-Wの熱伝導率を定量的に再現できた。

x、y、z軸方向の応力(W表面温度700°C定常)

その軸方向への応力の向きと大きさを示しているベクトル値

界面近傍(VPS-W:0.6mm、F82H:1mm)の分布図を示す。

熱膨張率(F82H > W: 約2倍差)とせん断応力が影響している



- ・せん断応力が働く。
- ・F82Hでは試料の中心方向、
Wでは試料の側面方向の応力が生じている。

- ・せん断応力は働かない。
- ・側面部分で、膨張率の大きなF82H
がW方向により大きく膨張している。

Mises応力(表面温度700°C定常)

多方向から複合的に荷重が加わるような応力場において、一軸応力に投影した応力を示しているスカラー値

破壊強度を調べるための応力

Mises応力の式

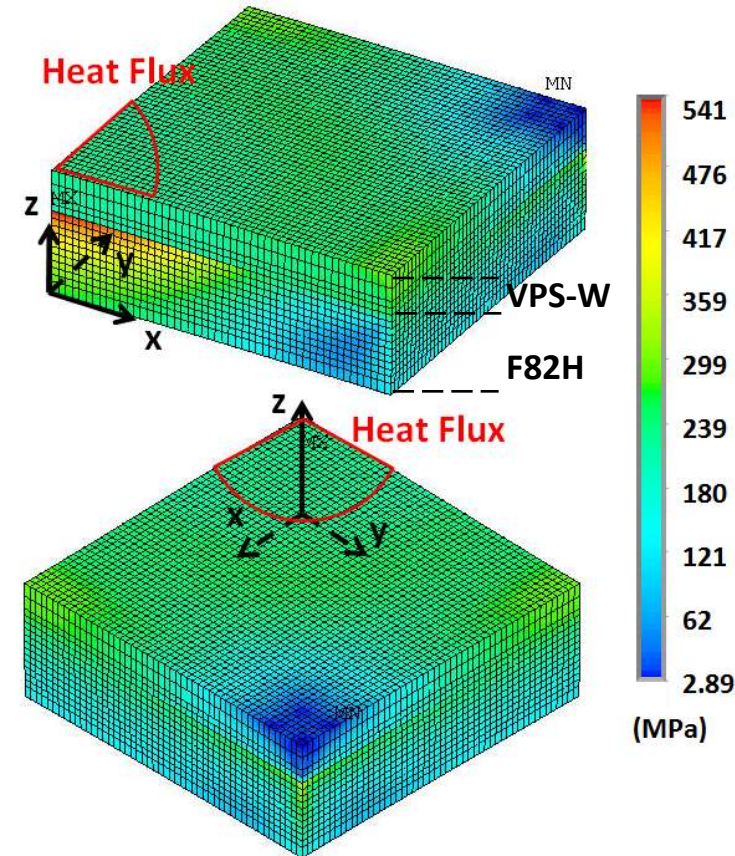
$$\begin{aligned}\sigma_{mises} &= \sqrt{\frac{1}{2}\{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2\} + 3(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)} \\ &= \sqrt{\frac{1}{2}\{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2\}}\end{aligned}$$

$\sigma_{x,y,z}$: 垂直成分応力 τ : せん断応力 $\sigma_{1,2,3}$: 主応力

ビーム照射直下のVPS-WとF82Hの
界面に541MPaの応力が生じている。



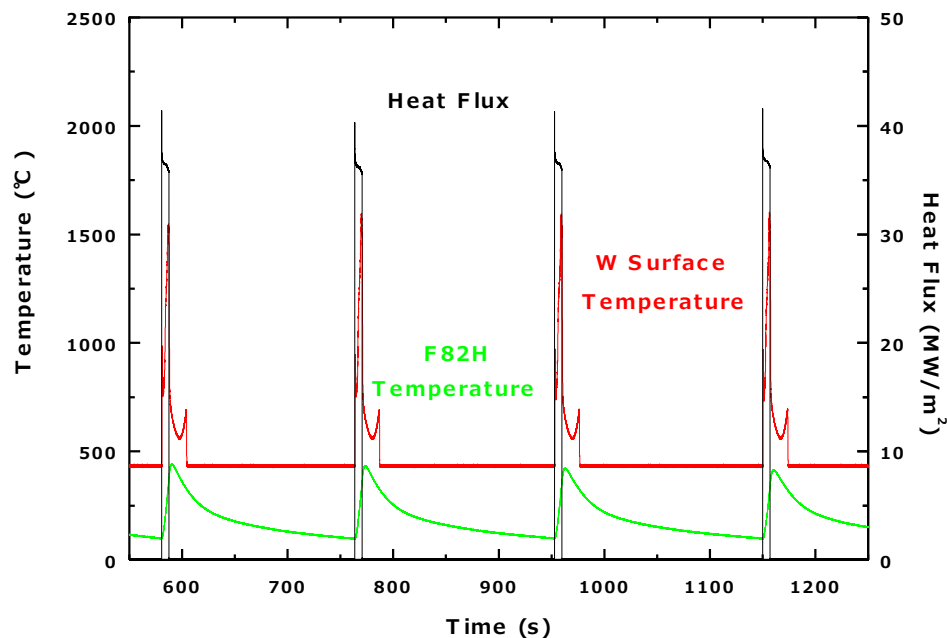
定常熱負荷実験と比較して、この程度の応力
に耐えることができたと考えられる。



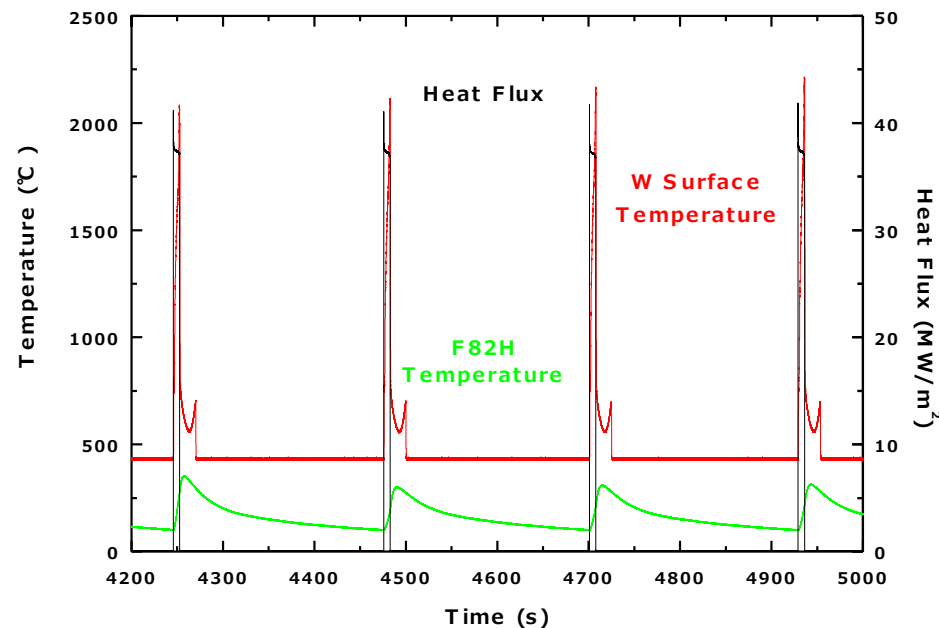
Mises応力分布図

W表面温度1300°Cにおける30回の繰り返し熱疲労結果(実験C)

実験Bよりさらに厳しい熱負荷での疲労強度を調べるための実験



繰り返し前半(4~7回目)



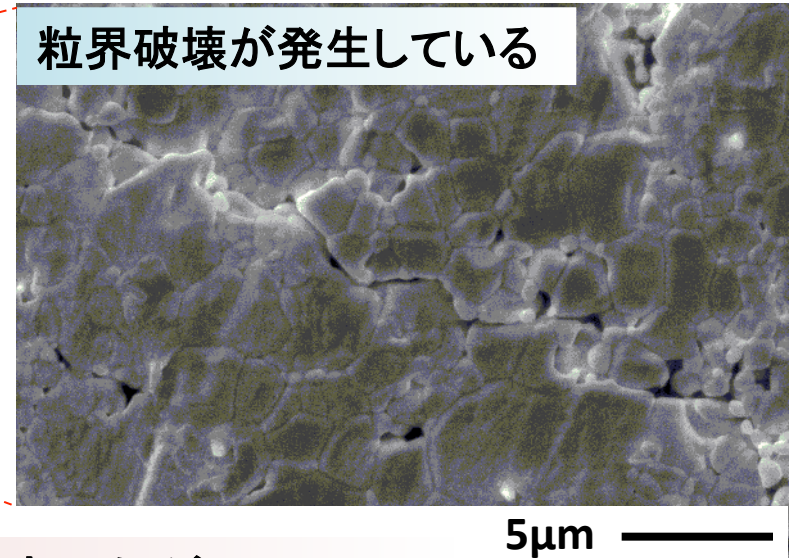
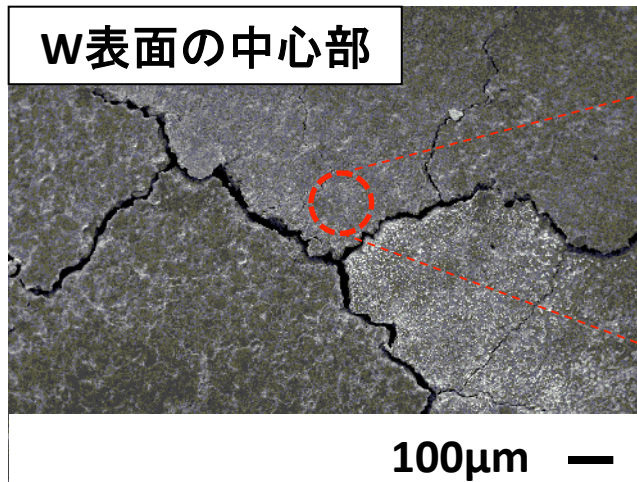
繰り返し後半(20~23回目)

実験時の熱流束と温度
初期W表面温度: 約1300°C(初期F82H温度: <550°C)

- ・WとF82Hの温度差が大きくなった。
- ・ビームによる30回全ての熱流束は一定である。
- ・実験終了後、W表面に亀裂が生じていた。

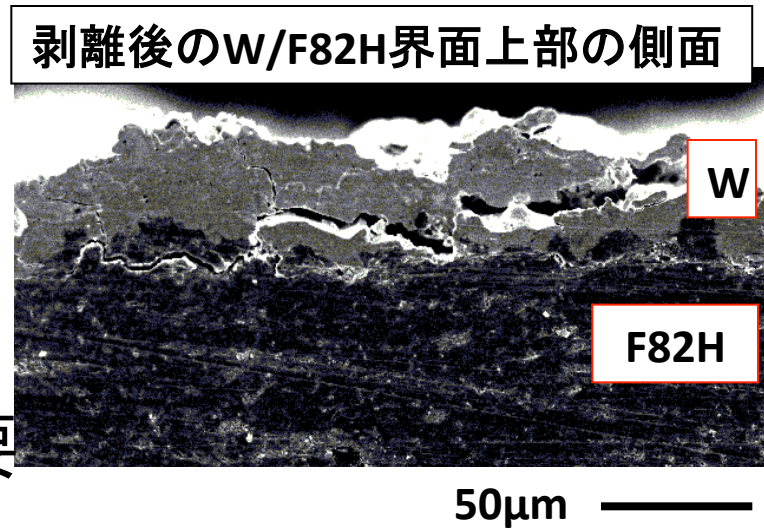
WとF82Hの間での損傷
が予想される。

実験Cの後のW表面及び側面の観察結果



実験終了後は表面の亀裂のみであったが、その後、W/F82H界面上部約50μmの位置で剥離が発生した。

- 
- ・試料内部からの剥離が考えられる。
 - ・応力が大きな界面近傍かつ最も層間の弱い部分から剥離したことが予想される。



課題→VPS-Wの層間の強化が必要

実験内容

■ 熱負荷特性

電子ビームを用いた熱負荷実験及び熱解析

VPS-W/F82H

■ 水素負荷特性

水素(トリチウム)拡散実験

VPS-W/F82H、APS-W/F82H、PM-W(粉末焼結W)

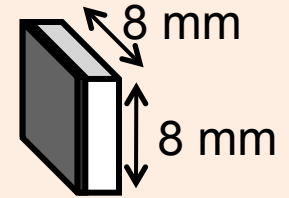
Hydrogen loading by DC glow discharged Plasma @ Kyushu University

● Sample

Atmospheric Plasma Sprayed(APS) W
Vacuum Plasma Sprayed(VPS) W

Substrate: F82H

Substrate: F82H



● T loading condition

Base pressure: 133 Pa (1 Torr)

T concentration: $T/H = 1.3 \times 10^{-4}$

Voltage: 400 V

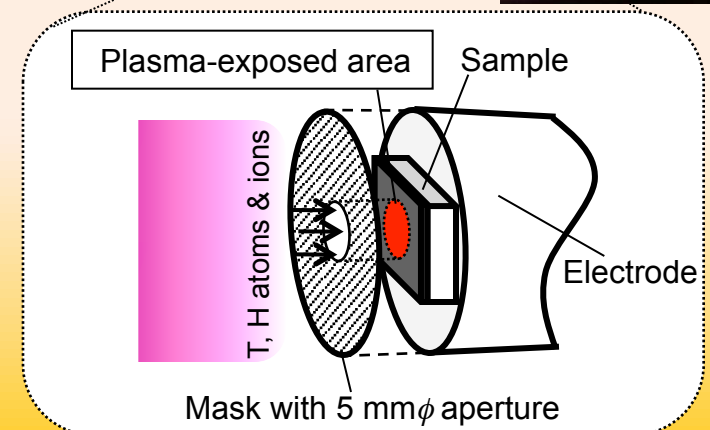
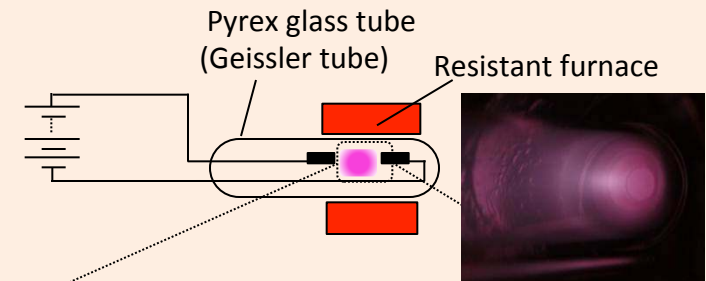
Ion current: 0.13 A m^{-2}

Loading temp.: 453 K (180 °C)

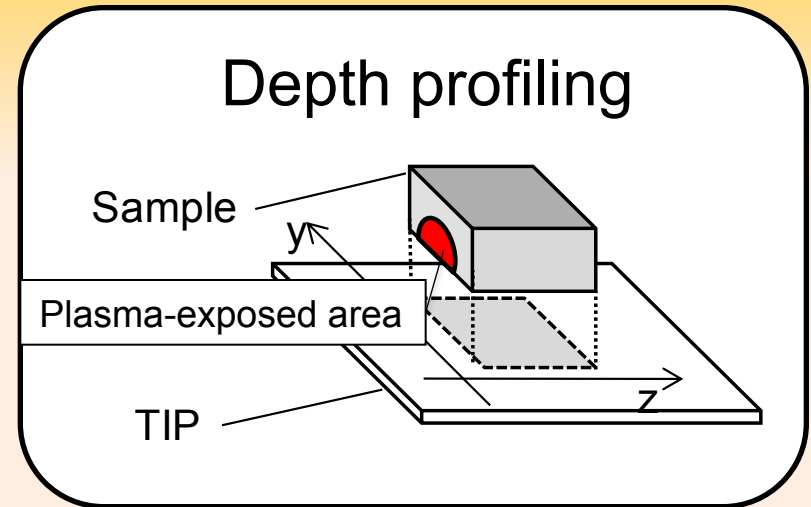
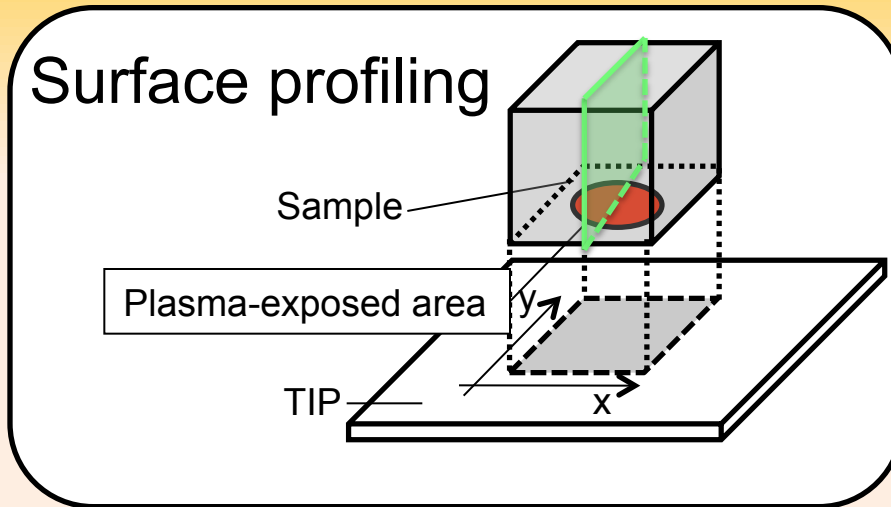
573 K (300 °C)

Duration: 2 h → **Quenching**

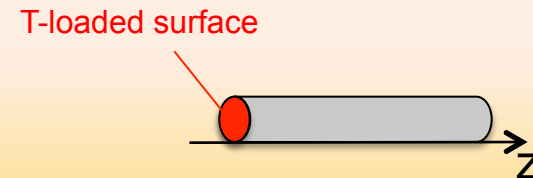
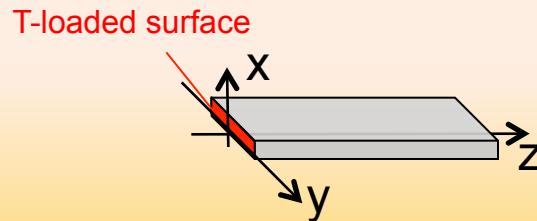
✓ The mask limited Plasma-exposed area



Hydrogen profiling by TIP technique

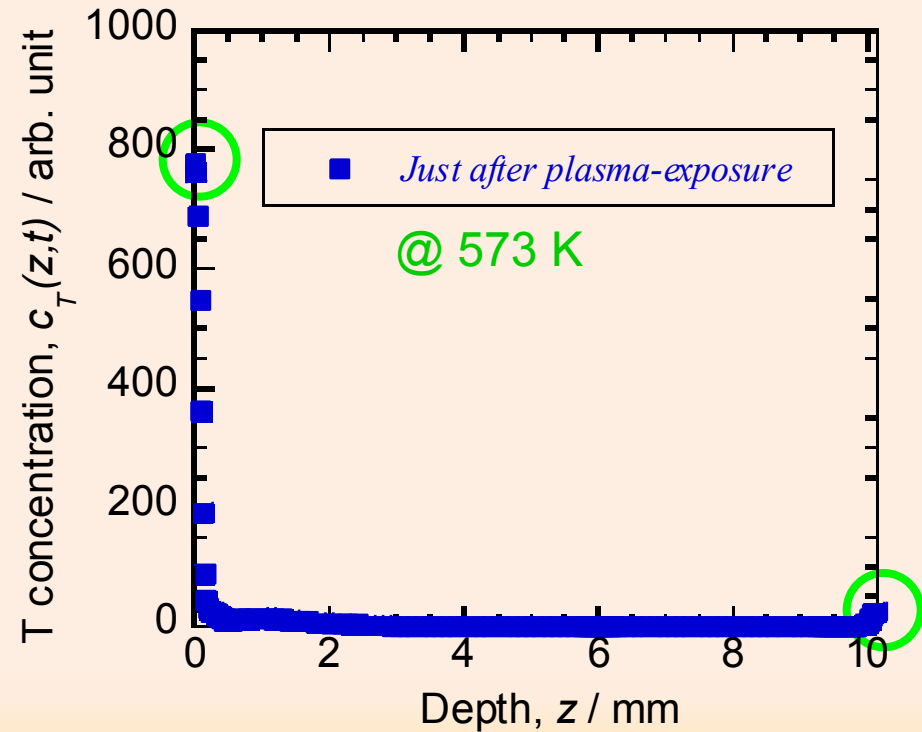
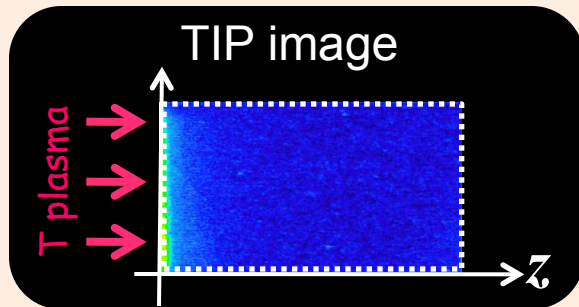
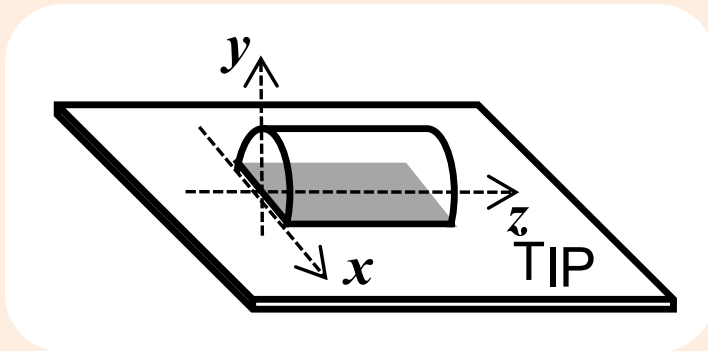


- ✓ Measurement of the T activity on the plasma-exposed surface (**Surface profiling**) and perpendicular to the plasma-exposed surface, i.e. cross-section surface (**Depth profiling**)



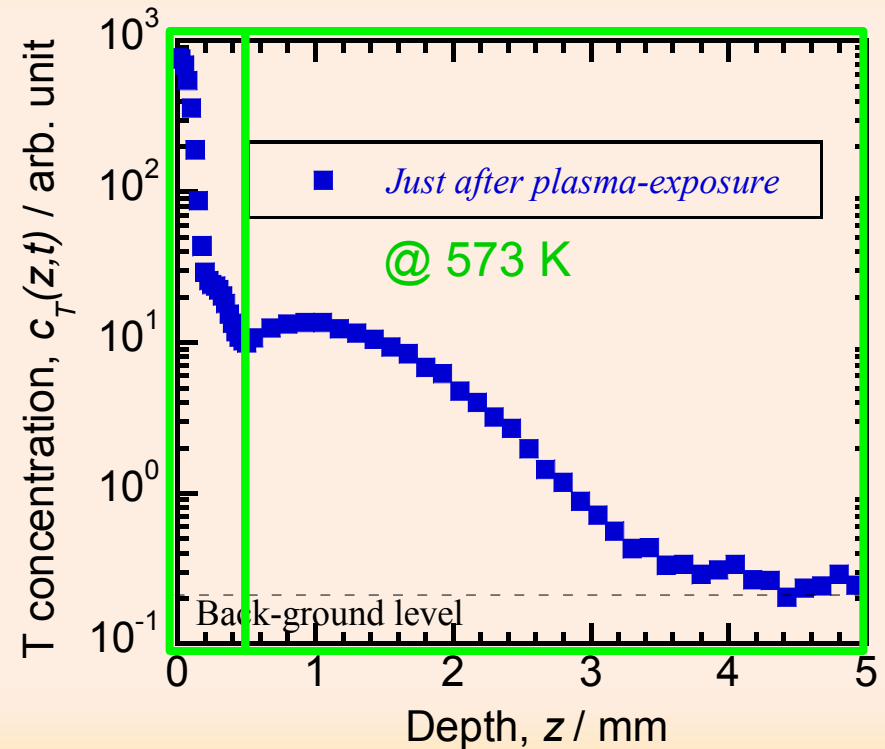
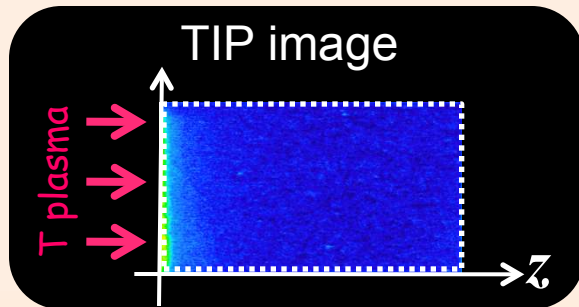
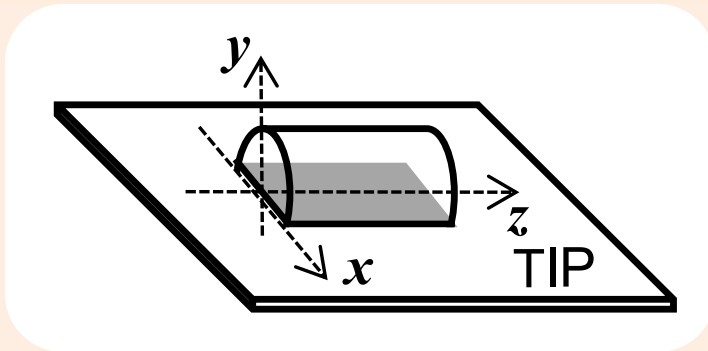
- ✓ Profiling of T concentration in mm order with a resolution of 25~50 μm

Depth profile of hydrogen in pure W (1)



- ✓ Hydrogen was highly localized at plasma-exposed surface and the other back surface exposed to gas-phase.

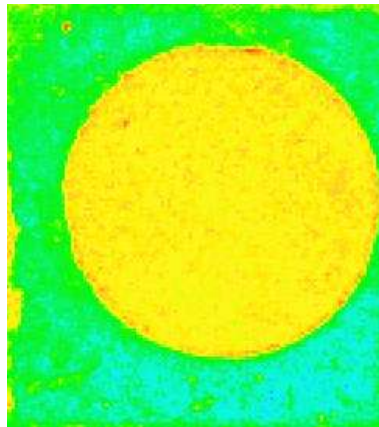
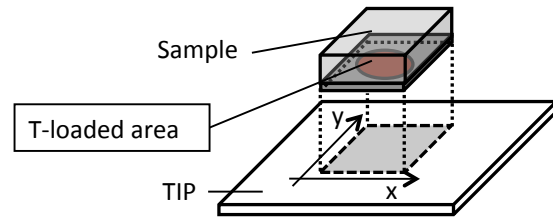
Depth profile of hydrogen in pure W (2)



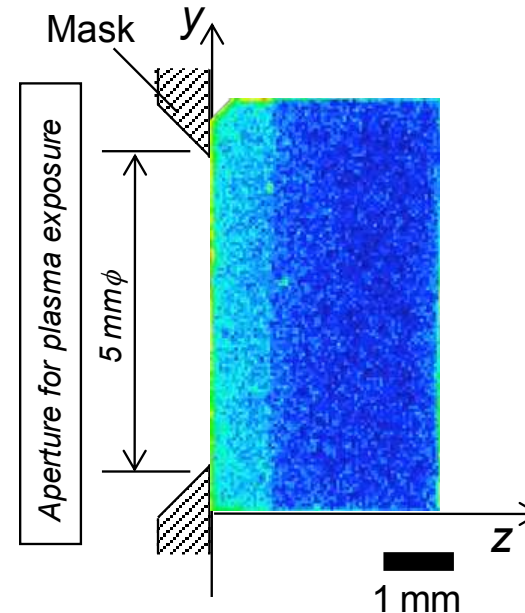
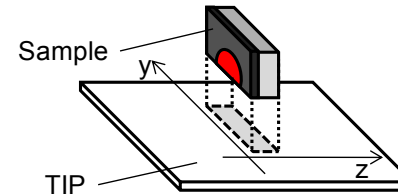
- ✓ Hydrogen was highly localized at plasma-exposed surface and the other back surface exposed to gas-phase.
- ✓ Hydrogen localized near surface region within $\sim 200 \mu\text{m}$
- ✓ Bulk diffusion of hydrogen

Profile of hydrogen in APS-W/F82H

Plasma-exposed surface



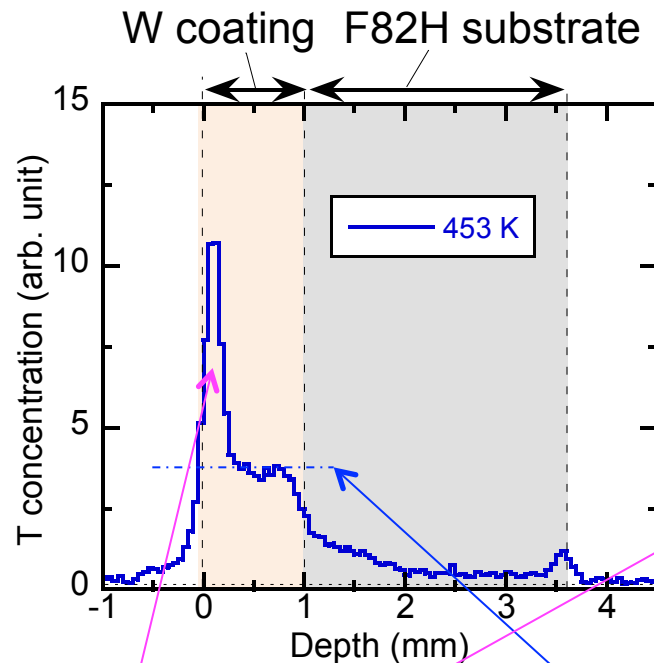
Cross-section surface



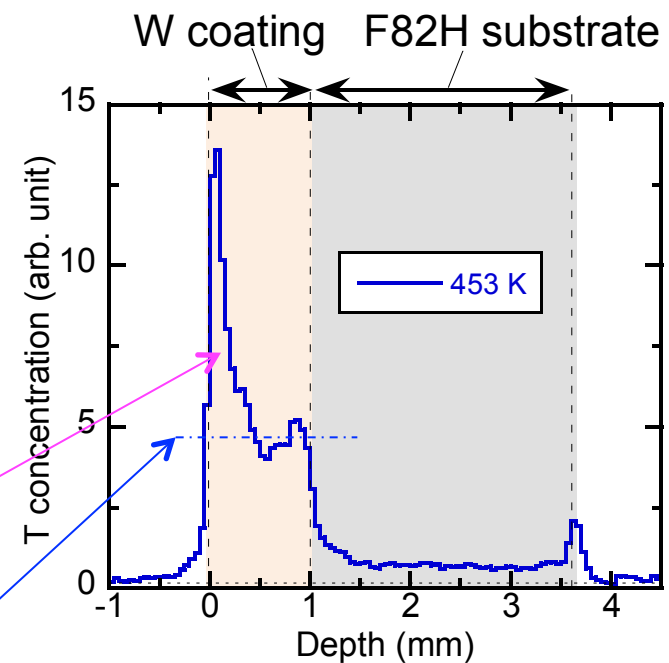
- ✓ At the plasma-exposed surface, hydrogen is highly retained,
 - * within an escaping depth of T beta-ray ($\sim 0.3 \mu\text{m}$) from the surface
- ✓ Throughout the coating, hydrogen is almost uniformly distributed

Depth profile of hydrogen in the W coated F82H (Plasma-exposed@453 K)

APS-W/F82H



VPS-W/F82H



Uniformly distributed component
+ Surface localized component

- ✓ Hydrogen penetration to the F82H substrate
→ Diffusion and permeation

まとめ

- プラズマ溶射法によって試作したタングステン被覆接合低放射化フェライト鋼について、熱負荷実験、熱・応力解析及び水素(トリチウム)拡散実験を行った。
- Wの表面温度が700℃での熱負荷(定常、30回)では、熱負荷によるマクロなクラック、剥離、破壊は発生せず、健全性は保たれる。
- 熱解析では、VPS-Wの熱伝導率をWの30%に変化させることで、実験温度とほぼ一致した値を得ることができた。また、VPS-WとF82Hの界面には、熱抵抗を入れることなく温度を再現でき、接合は良好であることがわかった。
- 応力解析では、W/F82H界面近傍のF82H部分で最も大きな541MPaのMises応力が発生しており、これ耐えることができると考えられる。
- 初期のWの表面温度が1300℃での繰り返し熱負荷実験では、応力の大きな界面近傍かつ最も層間の弱いVPS-W部分からの剥離が発生したものと考えられ、接合界面のみならず、VPS-W層間の強度を向上させることが今後の課題。
- 水素(トリチウム)拡散実験では、W表面からF82H部分までの拡散することがわかった。特に、プラズマ溶射Wでは、ガス拡散挙動を示す。