

JAERI - M
82-026

水素パルスビームによる
低Z被覆材の熱衝撃試験

1982年3月

中村 和幸

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1982

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 いばらき印刷機

JAERI-M 82-026

水素パルスビームによる低Z被覆材の熱衝撃試験

日本原子力研究所東海研究所核融合研究部

中村 和幸

(1982年2月23日受理)

Mo及びインコネル625基板上にCVD及びPVD法で被覆したTiC及びCVD法で被覆したTiN被膜の耐熱衝撃性を、 2KW/cm^2 の水素パルスビームを用いて調べた。その結果、Mo基板上ではCVD法のTiCが、インコネル625基板上ではCVD法のTiNが優れた耐熱衝撃性を示すことがわかった。尚、本試験はJT-60第一壁低Z化計画の一環として行われたものである。

Thermal Shock Testing of Low-Z Coatings
with Pulsed Hydrogen Beams

Kazuyuki NAKAMURA

Division of Thermonuclear Fusion Research,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received February 23, 1982)

Thermal shock testing of candidate low-Z surface coatings for JT-60 application has been made by using a pulsed hydrogen beam apparatus which is operated at a power density of $2\text{KW}/\text{cm}^2$. The materials tested are PVD (Physical Vapor Deposited) TiC and PVD and CVD (Chemical Vapor Deposited) TiN on molybdenum and Inconel 625. The result shows that CVD TiC on Mo and CVD TiN on Inconel are the most interesting choices for the coating-substrate combinations.

Keywords : Fusion Materials, Low-Z Surface Coatings, First Walls, TiC, TiN, Chemical Vapor Deposition, Physical Vapor Deposition, Thermal Shock Testing, Pulsed Hydrogen Beams, Micro-cracking, Exfoliation, Melting, Evaluation, Molybdenum, Inconel 625

目 次

1. はじめに	1
2. 実験方法	1
2.1 装置	1
2.1.1 熱負荷の測定	1
2.1.2 粒子エネルギーの評価	2
2.1.3 粒子密度の評価	3
2.1.4 粒子の中性化率	3
2.2 試料及び試料ホルダー	3
3. 結果	4
3.1 Mo 基板上に被覆した TiC 及び TiN の評価	4
3.2 インコネル625 基板上に被覆した TiC 及び TiN の評価	5
4. 結論	6
謝 辞	6
参考文献	7

Contents

1.	Introduction	1
2.	Experiments	1
2.1	Apparatus	1
2.1.1	Measurements of thermal load	1
2.1.2	Estimation of particle energy	2
2.1.3	Estimation of particle density	3
2.1.4	Estimation of neutrals	3
2.2	Samples and sample holder	3
3.	Results and discussion	4
3.1	Evaluation of TiC and TiN coatings on Mo	4
3.2	Evaluation of TiC and TiN coatings on Inconel 625	5
4.	Conclusion	6
	Acknowledgment	6
	References	7

1. はじめに

近年、世界のトカマク装置においては、低Z（原子番号）第一壁によるプラズマ実験が積極的に行なわれている。この目的は主としてプラズマ中の不純物による放射損失を軽減することにある。すなわち、プラズマに直接面している第一壁からはプラズマ壁相互作用により吸着ガスや壁材自身が放出されプラズマ中に混入するが、これらの不純物によるプラズマの放射損失はZが大きい程増大するため、Mo等の高Z材に比べ炭素等の低Z材を第一壁に使用する方が放射損失を低減するうえで有利になる。現在、臨界プラズマ達成を目指す世界の大型トカマク装置では第一壁表面の低Z化の開発が進められている。^{1)~9)}原研の臨界プラズマ試験装置(JT-60)においても第一壁基材であるMo及びインコネル625の表面にTiC等の低Z材を被覆することが検討され^{10),11)}それに伴う開発試験が進められている。本研究はJT-60第一壁低Z化試験の一環として、プラズマの異常放電や中性粒子の突き抜けに伴う短時間の高熱負荷を想定し、第一壁被覆材の耐熱衝撃性を試験評価したものである。

2. 実験方法

2.1 装置

熱衝撃試験は、加熱工学第1研究室のイオン源テストスタンド(IT S-2)において、75 keV/35 Aの水素イオンビームを発生できる大型矩形イオン源を用いて行なった。この装置を用いた理由は、広い面積にわたって比較的均一な熱流束が得られるからである。このテストスタンドとイオン源の詳細は、それぞれすでに発表されている論文^{12),13)}を参照してもらうこととし、ここではターゲットに到達する熱流束（実際には中性粒子及び正イオンからなる水素ビーム）の条件について述べる。

2.1.1 熱負荷の測定

単位面積当りの熱負荷の測定は、2種類のカロリメータを使用して行った。測定時のイオン源の条件は熱衝撃実験の時と同じ、加速電圧44 KV、全電流13.5 Aであり、照射時間は0.2 secである。

① 測定系の概略を図1に示す。5 mm φのスリットを通過した水素ビームの持つエネルギーは銅ブロックでほとんど熱化され、銅ブロックの温度を上昇させる。温度上昇が $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ の時のビームの熱流束 q は次式によって与えられる。

$$q \text{ (KW/cm}^2\text{)} = \frac{\text{[銅ブロックの熱容量]} \times \text{[温度上昇]}}{\text{[スリット的面積]} \times \text{[照射時間]}}$$

1. はじめに

近年、世界のトカマク装置においては、低Z（原子番号）第一壁によるプラズマ実験が積極的に行なわれている。この目的は主としてプラズマ中の不純物による放射損失を軽減することにある。すなわち、プラズマに直接面している第一壁からはプラズマ壁相互作用により吸着ガスや壁材自身が放出されプラズマ中に混入するが、これらの不純物によるプラズマの放射損失はZが大きい程増大するため、Mo等の高Z材に比べ炭素等の低Z材を第一壁に使用の方が放射損失を低減するうえで有利になる。現在、臨界プラズマ達成を目指す世界の大型トカマク装置では第一壁表面の低Z化の開発が進められている。^{1)~9)}原研の臨界プラズマ試験装置(JT-60)においても第一壁基材であるMo及びインコネル625の表面にTiC等の低Z材を被覆することが検討され^{10),11)}それに伴う開発試験が進められている。本研究はJT-60第一壁低Z化試験の一環として、プラズマの異常放電や中性粒子の突き抜けに伴う短時間の高熱負荷を想定し、第一壁被覆材の耐熱衝撃性を試験評価したものである。

2. 実験方法

2.1 装置

熱衝撃試験は、加熱工学第1研究室のイオン源テストスタンド(IT S-2)において、75 keV/35 Aの水素イオンビームを発生できる大型矩形イオン源を用いて行なった。この装置を用いた理由は、広い面積にわたって比較的均一な熱流束が得られるからである。このテストスタンドとイオン源の詳細は、それぞれすでに発表されている論文^{12),13)}を参照してもらうこととし、ここではターゲットに到達する熱流束（実際には中性粒子及び正イオンからなる水素ビーム）の条件について述べる。

2.1.1 熱負荷の測定

単位面積当りの熱負荷の測定は、2種類のカロリメータを使用して行った。測定時のイオン源の条件は熱衝撃実験の時と同じ、加速電圧44 KV、全電流13.5 Aであり、照射時間は0.2 secである。

① 測定系の概略を図1に示す。5 mm φのスリットを通過した水素ビームの持つエネルギーは銅ブロックでほとんど熱化され、銅ブロックの温度を上昇させる。温度上昇が $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ の時のビームの熱流束 q は次式によって与えられる。

$$q \text{ (KW/cm}^2\text{)} = \frac{\text{〔銅ブロックの熱容量〕} \times \text{〔温度上昇〕}}{\text{〔スリットの面積〕} \times \text{〔照射時間〕}}$$

$$= \frac{1.35 \times 3.4 \times \Delta T \times 10^{-3}}{\frac{0.5^2}{4} \times \pi \times 0.2}$$

この時の ΔT は 20°C であったので

$$= 2.3 \text{ (KW/cm}^2\text{)}$$

(b) 測定系の概略を図2に示す。1.5 cm²のターゲットにデポジットした熱はほとんどが冷却水によって除去されるが、その除熱量は、冷却水の流量と入口、出口の温度をそれぞれ測定することにより求められる。

この方法で求めた熱流束 q は次の通りである。

$$q = \frac{\text{〔冷却水による除熱量〕}}{\text{〔照射面積〕} \times \text{〔照射時間〕}}$$

$$= \frac{480 \times 10^{-3}}{1.5 \times 0.2} = 1.6 \text{ (KW/cm}^2\text{)}$$

両測定法によって求めた q の値の開きはかなり大きい。この理由として(a)の場合には、銅ブロック全体が一様な温度であることを仮定しているのに対し、実際には、現象が非定常のため銅ブロック全体が一様に温度が上昇せず、温度の高い部分を測定しているためと考えられる。又、(b)の場合には、逆に流水に対する温度計の感度や応答性が低いために、指示温度が低く現れているものと考えられる。そこで、両測定結果を考慮し、熱流束 q を

$$q = 2.0 \pm 0.3 \text{ KW/cm}^2$$

と評価する。

2.1.2 粒子エネルギーの評価

この装置で粒子ビームは最終的にはほとんどが H^0 , H^+ の形でターゲットに到達するが、加速される時には、 H_1^+ , H_2^+ , H_3^+ の3つの形態を取っているため、ターゲットに到達した個々の粒子の持つエネルギーは各々異ってくる。この場合、粒子1個の持つ平均エネルギー、 \bar{E}_p は、次式で定義される。

$$\bar{E}_p = \frac{\text{(全到達エネルギー)}}{\text{(全到達粒子数)}}$$

$$= \frac{\sum_{i=1}^3 E \cdot N_i}{\sum_{i=1}^3 i \cdot N_i}$$

N_i : H_i^+ の個数

E : H_i^+ の持つエネルギー (ただし、加速電圧は44KV)

ところで、実験時のイオン源の条件において H_1^+ , H_2^+ , H_3^+ の存在比は以下の様になることがすでに求められている。¹⁴⁾

$$N_1 : N_2 : N_3 = 0.6 \sim 0.7 : 0.2 : 0.1 \sim 0.2$$

そこで

$$N_1 = 0.65 N$$

$$N_2 = 0.2 N$$

$$N_3 = 0.15 N \quad \text{ただし} (N = N_1 + N_2 + N_3)$$

として、 \bar{E}_p を求めると、

$$\begin{aligned} \bar{E}_p &= \frac{44 (\text{keV}) \times (N_1 + N_2 + N_3)}{N_1 + 2 \times N_2 + 3 \times N_3} \\ &= \frac{44 \times N}{(0.65 + 2 \times 0.2 + 3 \times 0.15) \times N} \\ &= 30 (\text{keV}) \end{aligned}$$

となる。

2.1.3 粒子密度の評価

2.1.1 と 2.1.2 の結果から次式により、粒子密度 f_H が求められる。

$$\begin{aligned} f_H &= \frac{\text{[熱流束密度]}}{\text{[粒子1個当りのエネルギー]}} \\ &= \frac{2.0 (\text{KW/cm}^2)}{30 (\text{keV/H})} = 4.2 \times 10^{17} \text{ H/cm}^2 \cdot \text{sec} \end{aligned}$$

2.1.4 粒子の中性化率

イオン源から引き出されたイオンは、ターゲットまで輸送される間に、水素の残留ガスと衝突し、一部が中性化される。中性化率は次式で与えられる。

$$\frac{[H^0]}{[H^0] + [H^+]} = \frac{\sigma_{10}}{\sigma_{10} + \sigma_{01}} \{1 - \exp[-x(\sigma_{10} + \sigma_{01})]\}$$

ここで、 $[H^0]$ は中性粒子の粒子密度、 $[H^+]$ はイオンの粒子密度、 σ_{10} は中性化断面積、 σ_{01} はイオン化断面積である。x は残留ガスの線密度であり、

$$x = \int_0^L n_o(L) dL$$

で与えられる。ここで n_o は残留ガスの密度、L はイオン源からの距離である。本実験においては、44 keV の H^+ 、 H^0 の σ_{10} 、 σ_{01} は、それぞれ

$$\sigma_{10} = 2.6 \times 10^{-16} \text{ cm}^2$$

$$\sigma_{01} = 1.6 \times 10^{-16} \text{ cm}^2$$

であり、¹⁵⁾ また、 $x = 8.0 \times 10^{15}$ 個/cm² であるので、中性化率は

$$\begin{aligned} \frac{[H^0]}{[H^0] + [H^+]} &= \frac{2.6 \times 10^{-16}}{2.6 \times 10^{-16} + 1.6 \times 10^{-16}} \left\{ 1 - \exp[-8.0 \times 10^{15} (2.6 \times 10^{-16} + 1.6 \times 10^{-16})] \right\} \\ &= 0.60 \end{aligned}$$

となる。同様にして 22 keV、15 keV の中性化率は、それぞれ、0.79、0.83 となる。

2.2 試料及び試料ホルダー

熱衝撃試験に使用した試料を表1に示す。試料は、 $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ のMo, インコネル625基板に化学蒸着(CVD)法でTiC, TiNを両面被覆した東芝製のもの4種類¹⁶⁾と、 $12 \times 12 \times 0.5 \text{ mm}^3$ のMo, インコネル625基板に物理蒸着(PVD)法でTiCを片面被覆した日本真空製のもの2種類¹⁷⁾である。表1の試料欄で、左端は被膜の材料を、右端は基板の材料を、また、中間層を挿入した場合にはそれらの間にその材料を示してある。被膜の厚さは全て $20 \mu\text{m}$ であり、中間層の厚さはTiNの場合には約 $1 \mu\text{m}$, Tiの場合には約 $0.2 \mu\text{m}$ である。かっことは、中間層としてTiを挿入した試料としなかった試料の2通りあることを示している。表1の中央欄に示した温度は、被覆時における基板温度である。CVD法のTiCは $1,100^\circ\text{C}$ で、CVD法のTiNは $1,000^\circ\text{C}$ で、又、PVD法のTiCでは 300°C と 500°C の各々の基板温度で被覆されている。

試料ホルダーの製作図を図3に示す。本体は冷却効果を高めるために銅製とし、これに水冷管を巻いてあるが、試料押え板と同ネジは冷却が十分にできないため高融点金属であるMoとした。試料の設置は図4の要領で行なった。図の斜線の試料部分に $0.1 \sim 0.4$ 秒の水素ビームが照射される。照射回数は各試料につき1回ずつである。

3. 結 果

水素ビーム照射後の試料の写真及び電子顕微鏡写真を図5～18に試料別にまとめて示した。又、X線マイクロアナライザー(XMA)で試料表面を元素分析した結果を図19～23に示した。XMAの測定条件は電子の加速電圧 10 kV , 試料電流 $1 \sim 100 \text{ nA}$ である。この測定条件では、表面から約 $1 \mu\text{m}$ の深さまでの範囲が分析できる。

3.1 Mo基板上に被覆したTiC及びTiNの評価

図5, 6はCVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。 0.35 秒以上の照射によって基板の一部が融解し、その部分の被膜が消失している。しかし、その近傍の被膜はほぼ健全で剥離等の現象は見られない。実写図では健全にみえる 0.3 秒照射後の試料でも、SEMで詳細に観察すると、照射前には顕著ではなかったマイクロクラックが成長して割れ巾がやゝ大きくなっているのがわかる。この試料では基板と被膜の境界面が明確ではないが、これは融けたMoが被膜の方まで盛り上がり、境界面を覆ってしまうからと考えられる。図19は融けた部分から健全な被膜の部分にかけてXMAで線分析したものである。中央線を境にしてMoとTiCが右と左にわかれている。又、TiCの組成比は照射前後で変化していない。

図7, 8はCVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。 0.4 秒照射後の試料では、TiCと同様に、基板の一部が融解し、その部分の被膜は消失するが、その近傍の被膜には剥離等の現象はみられない。又、 $0.3 \sim 0.35$ 秒照射後の試料では、表面の色が金色から白色へ変化する。変色した試料を中央部から端部にかけてXMAで線分析した結果を図21に示す。端の金色の部

2.2 試料及び試料ホルダー

熱衝撃試験に使用した試料を表1に示す。試料は、 $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ のMo、インコネル625基板に化学蒸着(CVD)法でTiC、TiNを両面被覆した東芝製のもの4種類¹⁶⁾と、 $12 \times 12 \times 0.5 \text{ mm}^3$ のMo、インコネル625基板に物理蒸着(PVD)法でTiCを片面被覆した日本真空製のもの2種類¹⁷⁾である。表1の試料欄で、左端は被膜の材料を、右端は基板の材料を、また、中間層を挿入した場合にはそれらの間にその材料を示してある。被膜の厚さは全て $20 \mu\text{m}$ であり、中間層の厚さはTiNの場合には約 $1 \mu\text{m}$ 、Tiの場合には約 $0.2 \mu\text{m}$ である。かつては、中間層としてTiを挿入した試料としなかった試料の2通りあることを示している。表1の中央欄に示した温度は、被覆時における基板温度である。CVD法のTiCは $1,100^\circ\text{C}$ で、CVD法のTiNは $1,000^\circ\text{C}$ で、又、PVD法のTiCでは 300°C と 500°C の各々の基板温度で被覆されている。

試料ホルダーの製作図を図3に示す。本体は冷却効果を高めるために銅製とし、これに水冷管を巻いてあるが、試料押え板と同ネジは冷却が十分にできないため高融点金属であるMoとした。試料の設置は図4の要領で行なった。図の斜線の試料部分に $0.1 \sim 0.4$ 秒の水素ビームが照射される。照射回数は各試料につき1回ずつである。

3. 結 果

水素ビーム照射後の試料の写真及び電子顕微鏡写真を図5～18に試料別にまとめて示した。又、X線マイクロアナライザー(XMA)で試料表面を元素分析した結果を図19～23に示した。XMAの測定条件は電子の加速電圧 10 kV 、試料電流 $1 \sim 100 \text{ nA}$ である。この測定条件では、表面から約 $1 \mu\text{m}$ の深さまでの範囲が分析できる。

3.1 Mo基板上に被覆したTiC及びTiNの評価

図5, 6はCVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。 0.35 秒以上の照射によって基板の一部が融解し、その部分の被膜が消失している。しかし、その近傍の被膜はほぼ健全で剥離等の現象は見られない。実写図では健全にみえる 0.3 秒照射後の試料でも、SEMで詳細に観察すると、照射前には顕著ではなかったマイクロクラックが成長して割れ巾がやゝ大きくなっているのがわかる。この試料では基板と被膜の境界面が明確ではないが、これは融けたMoが被膜の方まで盛り上がり、境界面を覆ってしまうからと考えられる。図19は融けた部分から健全な被膜の部分にかけてXMAで線分析したものである。中央線を境にしてMoとTiCが右と左にわかれている。又、TiCの組成比は照射前後で変化していない。

図7, 8はCVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。 0.4 秒照射後の試料では、TiCと同様に、基板の一部が融解し、その部分の被膜は消失するが、その近傍の被膜には剥離等の現象はみられない。又、 $0.3 \sim 0.35$ 秒照射後の試料では、表面の色が金色から白色へ変化する。変色した試料を中央部から端部にかけてXMAで線分析した結果を図21に示す。端の金色の部

分（未照射部分）では、 N/Ti が1であるのに対し、中央の変色した部分では0.85とNの割合が減少している。これは照射によって表面からTiNが蒸発する場合、Nの方がTiより速やかに蒸発するからである。

図9, 10はPVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。0.2秒照射後の試料では被膜が火ぶくれ状になり、かつ、ふくれ上がった表面にはマイクロクラックが生成している。又、0.25以上の照射によって、基板の一部が融解し、かつその近傍では著しい剥離が起きている。剥離した部分をXMAで面分析した結果が図20である。上方約 $1/4$ が被膜の剥離しない面、その下 $3/4$ が剥離した面で白点の数は各元素の濃度に比例している。図からわかる様に剥離しない面ではTiCのシグナルのみでMoのはほとんど見えていない。逆に剥離した面では基板であるMoのシグナル以外には中間層として挿入したTiのが少し見えているだけである。この事実と剥離した被膜の厚みがほぼ $20\mu m$ であることから、この試料の剥離は被膜と基板との界面で生じていると推定される。

Mo基板及びMo基板にTiC, TiNを被覆した試料の耐熱衝撃性を相互に比較するために、各試料の0.3秒照射後の結果を図11に示す。Mo基板のみの試料では中央部が直径1.2mm程度融解するのに対して、CVD法でTiCを被覆した試料ではほとんど変化がみられず、TiNを被覆した試料も一部蒸発するが基板の融解には到っていない。ところがPVD法でTiCを被覆した試料では著しい被膜の剥離と基板の融解が生じている。この様に、同じ熱衝撃を受けたにもかかわらず、各試料の受ける損傷の程度は異っている。この原因は不明であるが、試料表面の放射率の違いや基板と被膜との相互作用の違い等が関与していると考えられる。以上の結果から、Moを基板とした試料では、CVD法でTiCを被覆した試料が、耐熱衝撃性の点で最も優れていると判断される。

3.2 インコネル625基板上に被覆したTiC及びTiNの評価

図12, 13はCVD法でTiCを被覆した試料で得られた結果である。0.1~0.15秒の照射によって、試料表面のTiCの形状が変化する。又、0.2秒照射後の試料では、基板の一部が融解し、同時に著しい被膜の剥離も起きている。剥離した被膜の厚さが約 $5\mu m$ と被膜全体の厚さの $1/4$ であること、及び被膜の剥離した部分の元素分析を行った結果（図22参照）ではTiCのTiシグナルのみが現れて、（注、Cは測定していない）基板のインコネル625のシグナルが現れないことから、この試料の剥離は基板と被膜の界面で生じているのではなく、被膜内部で起きていることがわかる。この原因は不明であるが、他の3種類のTiC膜（Mo基板上のCVD, Mo及びインコネル625基板上のPVD）の表面形状とこのTiC膜の形状が著しく異っている事が関係していると考えられる。

図14, 15はCVD法でTiNを被覆した試料で得られた結果である。0.2秒照射後の試料では被膜作製時に生ずるマイクロクラックの成長がみられる。0.25秒照射後の試料では、そのマイクロクラックの隙間から表面に基板のインコネル625がしみ出している。図23はこのしみ出した部分をXMAで点分析した結果であるが、インコネル625の成分であるCr, Ni, Mo等が検出されている。

図 16, 17 は PVD 法で TiC を被覆した試料で得られた結果である。基板の一部が融解し、かつ基板と被膜の界面で著しい剥離が起きている。

インコネル 625 基板に TiC, TiN を被覆した試料の耐熱衝撃性を相互に比較するために、各試料の 0.2 秒照射後の結果を図 18 に示す。PVD 法及び CVD 法で TiC を被覆した試料では、著しい被膜の剥離と基板の融解が生じているが、TiN を被覆した試料ではほとんど損傷がみられない。以上の結果からインコネル 625 を基板とした試料では、CVD 法で TiN を被覆した試料が耐熱衝撃性の点で最も優れていると判断される。

4. 結 論

2KW/cm² の一様な水素イオンビームを用いて行った低 Z 被覆材の熱衝撃試験の結果を表 2 にまとめて示す。結論を要約すると次の様になる。

- (1) CVD 法で TiC, TiN を被覆した試料は、インコネル 625 基板上の TiC を除いて、被膜の剥離が認められず、密着性は極めて良好であった。
- (2) PVD 法で TiC を被覆した試料は、界面で被膜が剥離するなど、密着性の点で CVD 法によるものより劣っていた。
- (3) TiC や TiN を被覆することにより、基板の耐熱衝撃性に変化がみられた。
- (4) 耐熱衝撃性に関して最も優れている組合せは、Mo 基板の場合 CVD-TiC, インコネル 625 基板の場合 CVD-TiN であった。

謝 辞

本研究をまとめるに際し、ITS-2 の運転に協力していただいた加熱工学第 1 研究室、松岡、奥村、小原研究員に、又、有意義な助言、検論をいただいた炉心工学研究室、山田研究員、西堂副主任研究員、村上室長に深く感謝の意を表す。

図 16, 17 は PVD 法で TiC を被覆した試料で得られた結果である。基板の一部が融解し、かつ基板と被膜の界面で著しい剥離が起きている。

インコネル 625 基板に TiC, TiN を被覆した試料の耐熱衝撃性を相互に比較するために、各試料の 0.2 秒照射後の結果を図 18 に示す。PVD 法及び CVD 法で TiC を被覆した試料では、著しい被膜の剥離と基板の融解が生じているが、TiN を被覆した試料ではほとんど損傷がみられない。以上の結果からインコネル 625 を基板とした試料では、CVD 法で TiN を被覆した試料が耐熱衝撃性の点で最も優れていると判断される。

4. 結 論

2KW/cm² の一様な水素イオンビームを用いて行った低 Z 被覆材の熱衝撃試験の結果を表 2 にまとめて示す。結論を要約すると次の様になる。

- (1) CVD 法で TiC, TiN を被覆した試料は、インコネル 625 基板上の TiC を除いて、被膜の剥離が認められず、密着性は極めて良好であった。
- (2) PVD 法で TiC を被覆した試料は、界面で被膜が剥離するなど、密着性の点で CVD 法によるものより劣っていた。
- (3) TiC や TiN を被覆することにより、基板の耐熱衝撃性に変化がみられた。
- (4) 耐熱衝撃性に関して最も優れている組合せは、Mo 基板の場合 CVD-TiC、インコネル 625 基板の場合 CVD-TiN であった。

謝 辞

本研究をまとめるに際し、ITS-2 の運転に協力していただいた加熱工学第 1 研究室、松岡、奥村、小原研究員に、又、有意義な助言、検論をいただいた炉心工学研究室、山田研究員、西堂副主任研究員、村上室長に深く感謝の意を表す。

図 16, 17 は PVD 法で TiC を被覆した試料で得られた結果である。基板の一部が融解し、かつ基板と被膜の界面で著しい剥離が起きている。

インコネル 625 基板に TiC, TiN を被覆した試料の耐熱衝撃性を相互に比較するために、各試料の 0.2 秒照射後の結果を図 18 に示す。PVD 法及び CVD 法で TiC を被覆した試料では、著しい被膜の剥離と基板の融解が生じているが、TiN を被覆した試料ではほとんど損傷がみられない。以上の結果からインコネル 625 を基板とした試料では、CVD 法で TiN を被覆した試料が耐熱衝撃性の点で最も優れていると判断される。

4. 結 論

2KW/cm² の一様な水素イオンビームを用いて行った低 Z 被覆材の熱衝撃試験の結果を表 2 にまとめて示す。結論を要約すると次の様になる。

- (1) CVD 法で TiC, TiN を被覆した試料は、インコネル 625 基板上の TiC を除いて、被膜の剥離が認められず、密着性は極めて良好であった。
- (2) PVD 法で TiC を被覆した試料は、界面で被膜が剥離するなど、密着性の点で CVD 法によるものより劣っていた。
- (3) TiC や TiN を被覆することにより、基板の耐熱衝撃性に変化がみられた。
- (4) 耐熱衝撃性に関して最も優れている組合せは、Mo 基板の場合 CVD-TiC, インコネル 625 基板の場合 CVD-TiN であった。

謝 辞

本研究をまとめるに際し、ITS-2 の運転に協力していただいた加熱工学第 1 研究室、松岡、奥村、小原研究員に、又、有意義な助言、検論をいただいた炉心工学研究室、山田研究員、西堂副主任研究員、村上室長に深く感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) Doll D.W. : J.Nucl. Mater. , 85 & 86, 191 - 196 (1979)
- 2) Ulrickson M. : " , 85 & 86, 231 - 235 (1979)
- 3) Mattox D.M. : " , 85 & 86, 1127 - 1131 (1979)
- 4) Cecchi J.L. : " , 93 & 94, 28 - 43 (1980)
- 5) Brossa F. : " , 93 & 94, 474 - 478 (1980)
- 6) Langley R.A. : " , 93 & 94, 479 - 485 (1980)
- 7) Mullendore A.W. : " , 93 & 94, 486 - 492 (1980)
- 8) Kaminsky M. : Thin Solid Films, 73, 91 - 97 (1980)
- 9) Mattox D.M. : " , 73, 101 - 107 (1980)
- 10) 中村博雄 : 私信 (1980)
- 11) 第一壁検討作業グループ : 私信 (1980)
- 12) 大賀他 : JAERI-M 7604 (1978)
- 13) Okumura. Y. : Proc. of the 4th Symp. on Ion Sources and Ion Application
Technology, Tokyo (1980) p219
- 14) Tanaka S. : Proc. of 9th Symp. on Engineering Problems of Fusion Research,
Chicago (1981)
- 15) Barnett C.F. : ORNL 5206 (1977)
- 16) Gomay Y. : to be published in J. Nucl. Sci. Technol.
- 17) Nakamura K. : Thin solid films , 40, 155 (1977)

Table 1 Summary of the samples for thermal shock testing

Coated samples	Coating methods and substrate temp.	Film thickness (μm)
TiC/TiN/Mo	CVD 1100°C	20/1.0
TiN/—/Mo	CVD 1000°C	20
TiC/(Ti)/Mo	PVD 300°C, 500°C	20/(0.2)
Mo		
TiC/TiN/Inconel	CVD 1100°C	20/1.0
TiN/—/Inconel	CVD 1000°C	20
TiC/(Ti)/Inconel	PVD 300°C, 500°C	20/(0.2)

Table 2 Summary of the results of the thermal shock testing

Coated samples	Microscope observations			
	pulse length (sec)			
	0.1	0.2	0.3	0.4
TiC/TiN/Mo (CVD)			CF	SM SM
TiN/Mo (CVD)		NF	TD	TD SM
TiC/(Ti)/Mo (PVD)		FE	FE FE, SM	SM
Mo			SM	SM
TiC/TiN/Inconel (CVD)	NF	NF	FE, SM	
TiN/Inconel (CVD)		NF	NF, SM	
TiC/(Ti)/Inconel (PVD)		FE, SM		

NF: No failures FE: Film exfoliation
 TD: Thermal decomposition SM: Substrate melt
 CF: Micro-crack formation

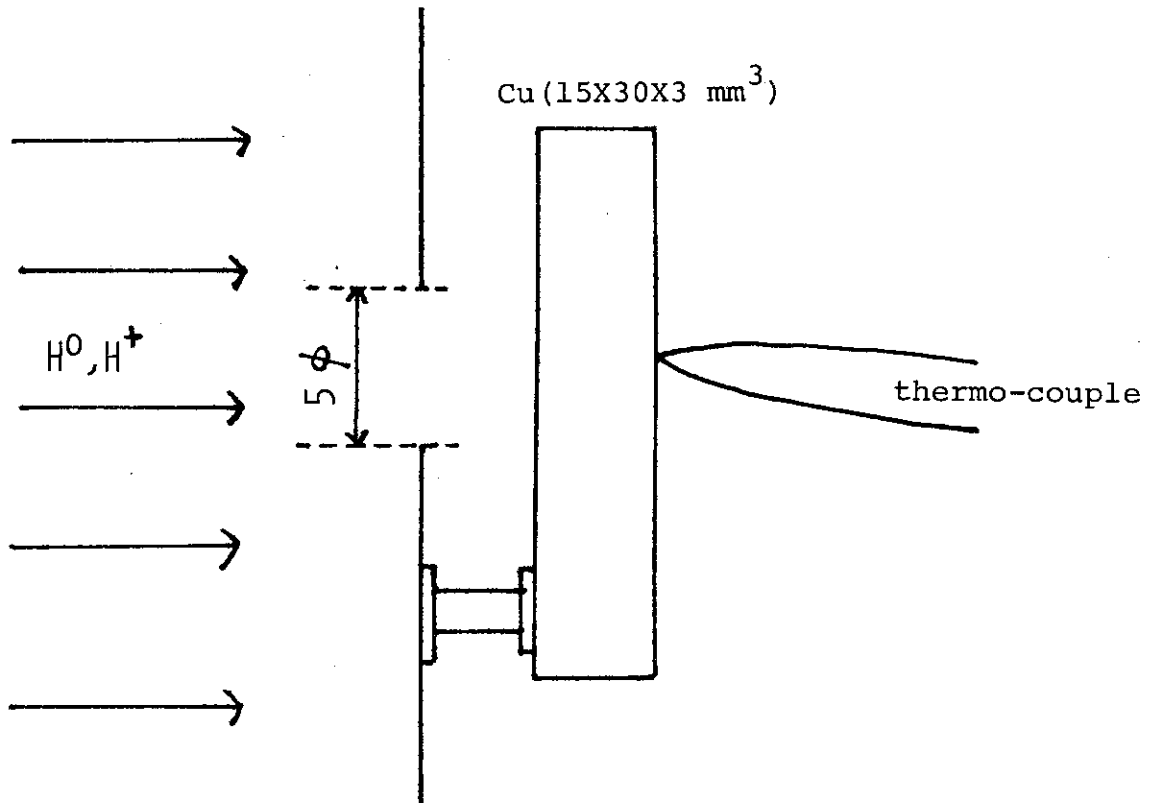


Fig.1 Schematic diagram of calorimeter 1

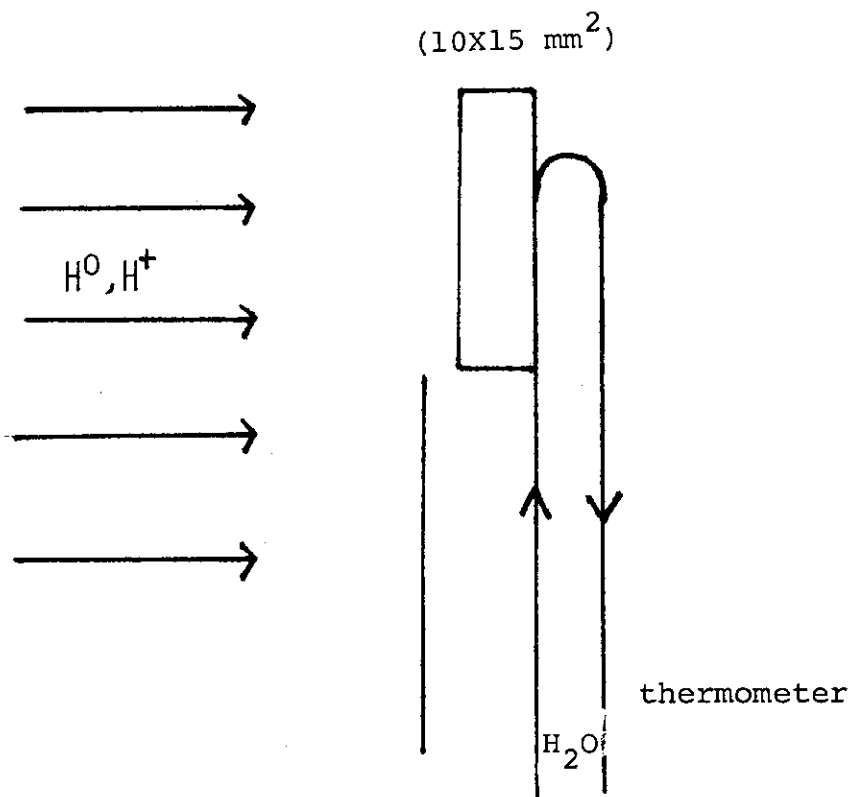


Fig.2 Schematic diagram of calorimeter 2

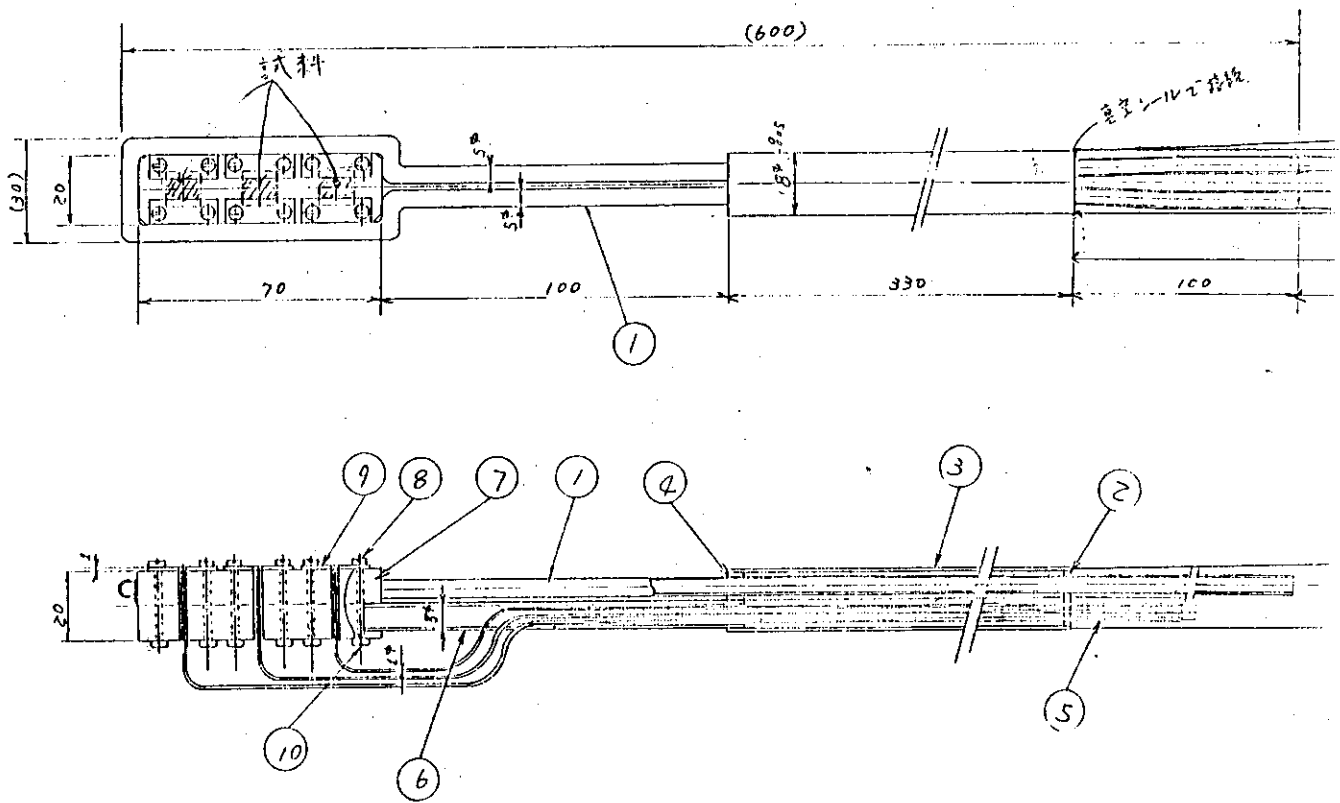


Fig.3 Sample holder for thermal shock testing

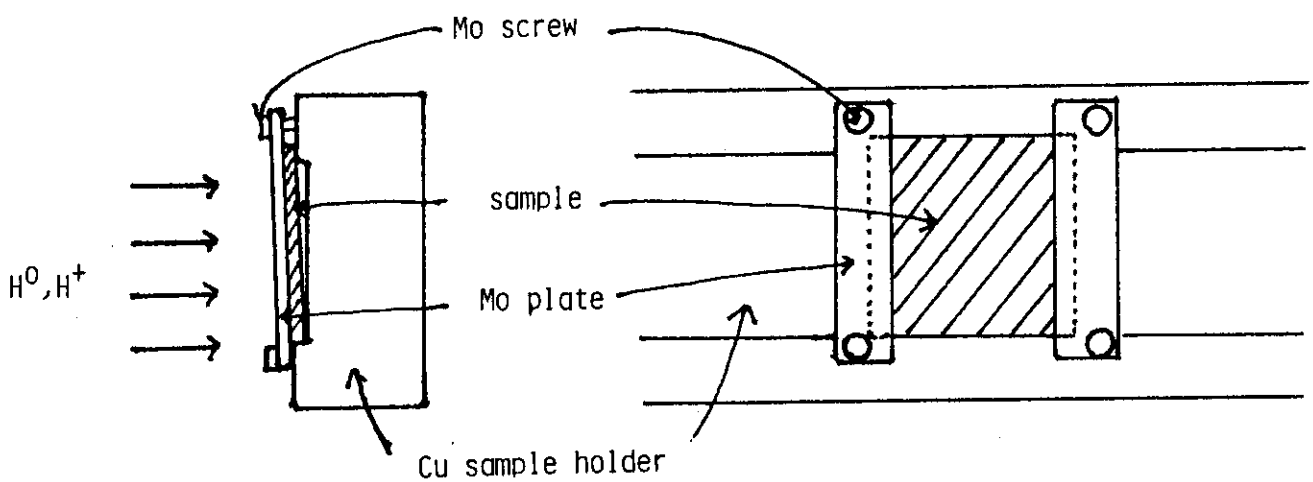


Fig.4 Detailed description of the sample holder

TiC/TiN/Mo (CVD)

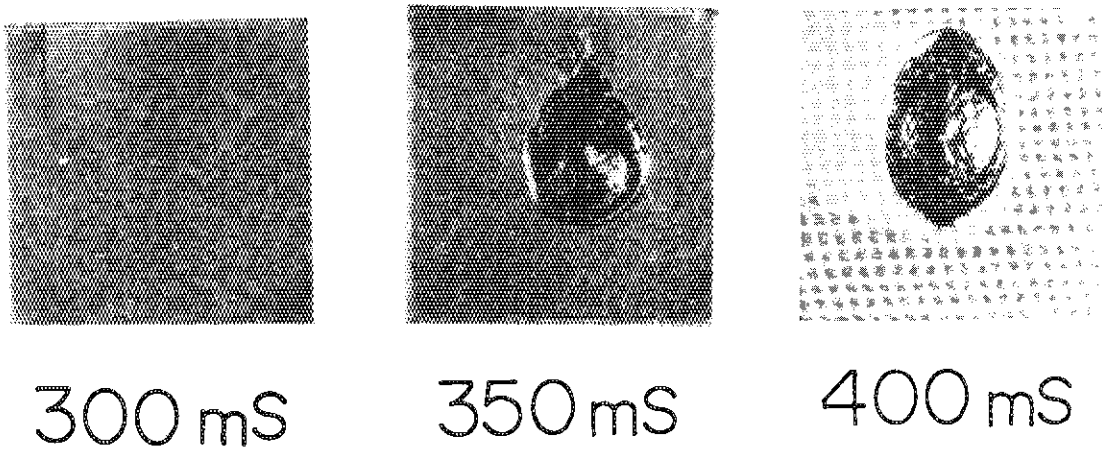


Fig.5 Photographs of irradiated TiC coatings on Mo

TiC/TiN/Mo (CVD)

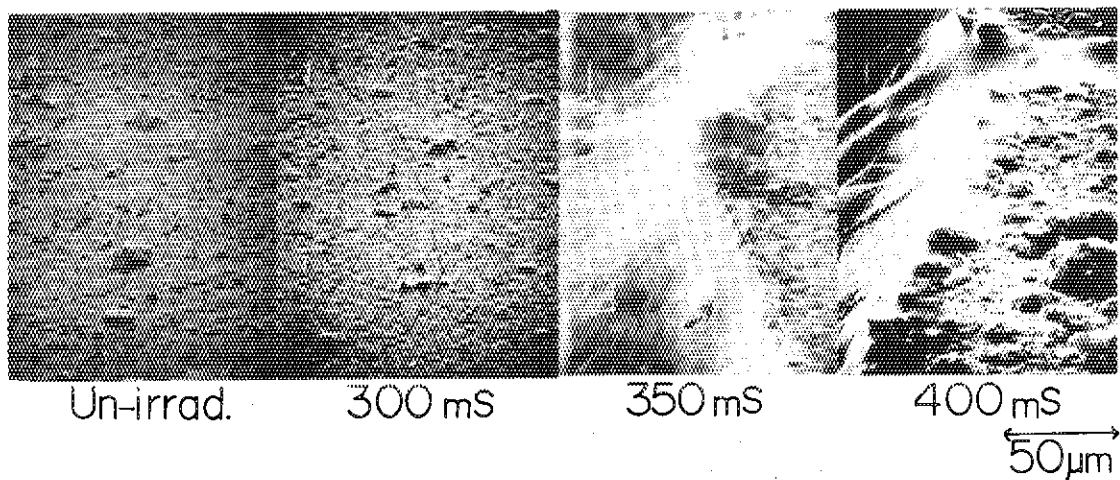


Fig.6 Micrographs of TiC coatings on Mo before and after hydrogen beam irradiation

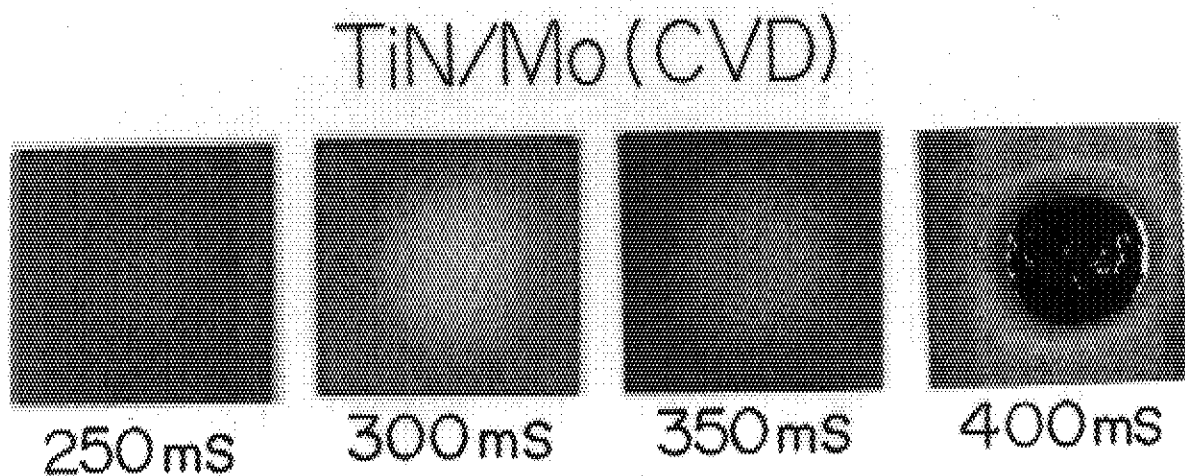


Fig.7 Photographs of irradiated TiN coatings on Mo

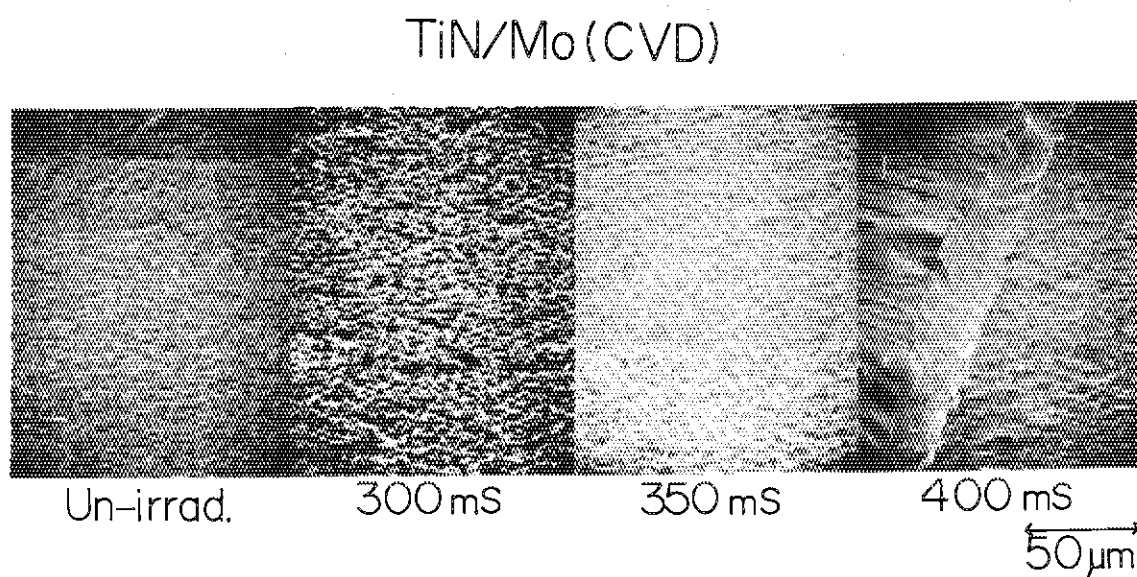
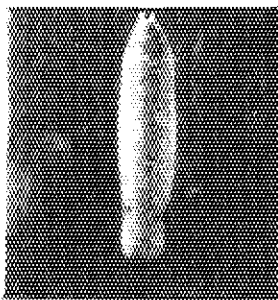
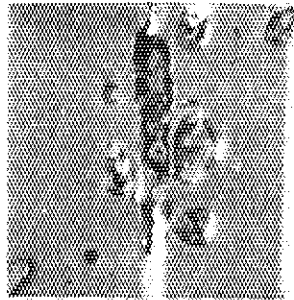


Fig.8 Micrographs of TiN coatings on Mo before and after hydrogen beam irradiation

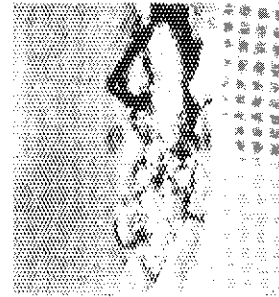
TiC/(Ti)/Mo (PVD)



200 ms



250 ms



300 ms

Fig.9 Photographs of irradiated TiC coatings on Mo

TiC/(Ti)/Mo (PVD)



Un-irrad.

200 ms

250 ms

300 ms

50 μm

Fig.10 Micrographs of TiC coatings on Mo before and after hydrogen beam irradiation

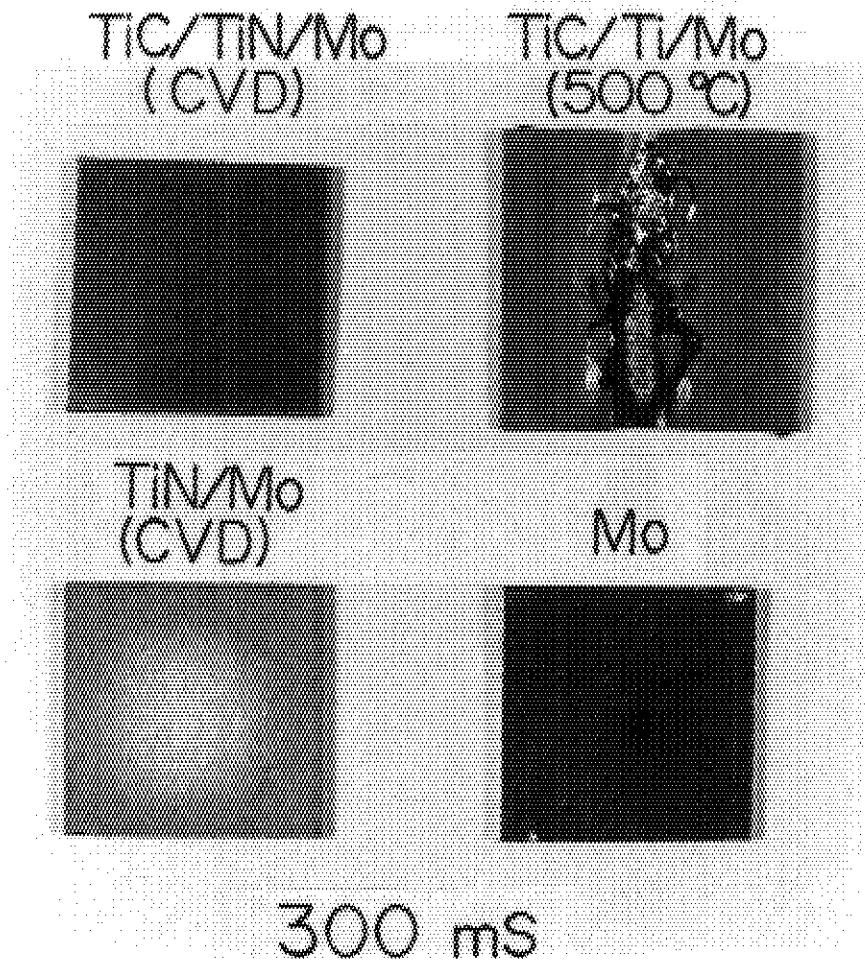


Fig.11 Photographs of irradiated TiC and TiN coatings on Mo in order to compare with adhesion of these coatings

TiC/TiN/Inconel (CVD)

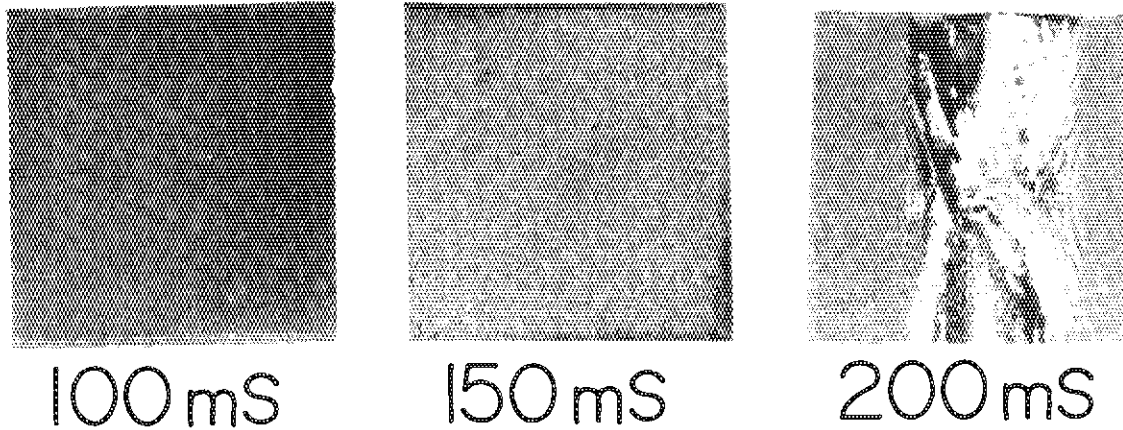


Fig.12 Photographs of irradiated TiC coatings on Inconel 625

TiC/TiN/Inconel (CVD)

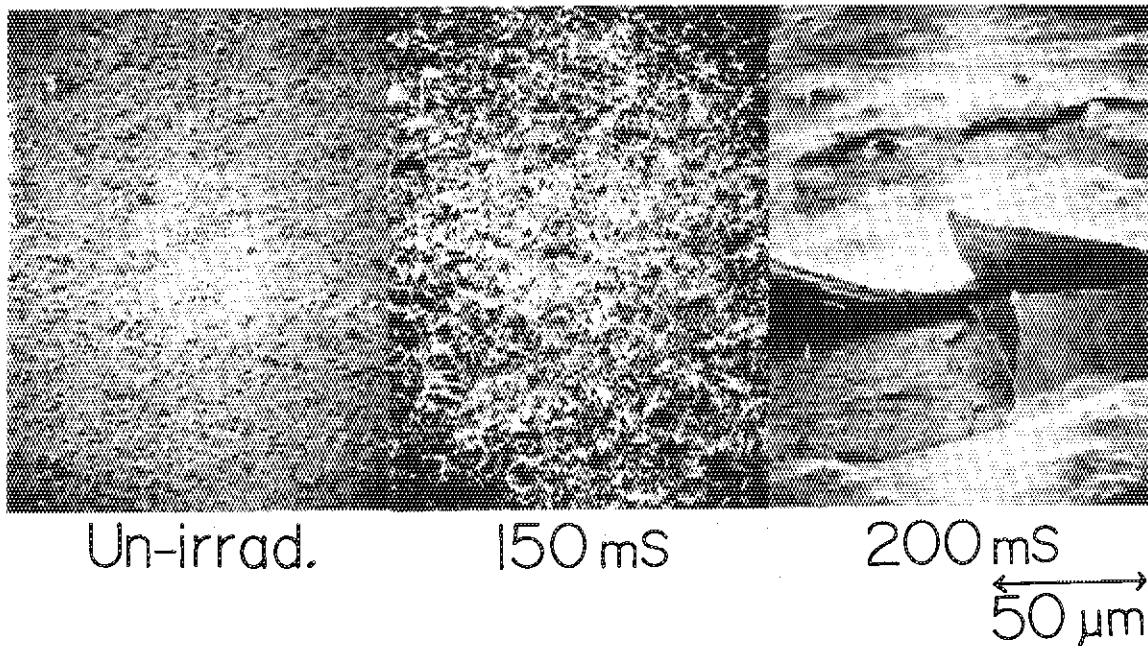


Fig.13 Micrographs of TiC coatings on Inconel 625 before and after hydrogen beam irradiation

TiN/Inconel (CVD)

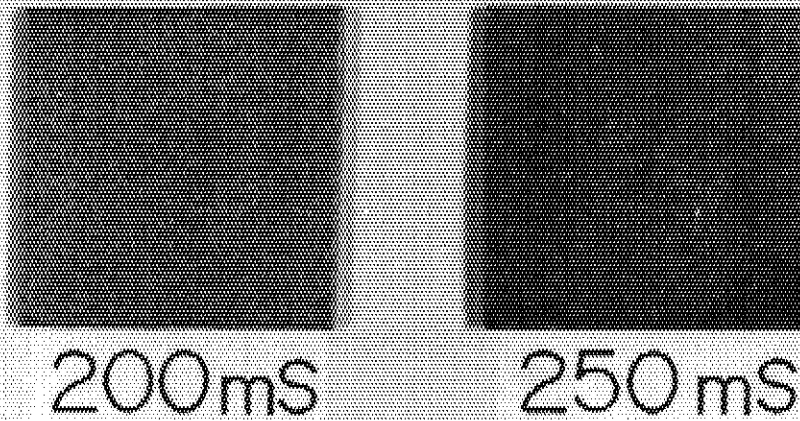


Fig.14 Photographs of irradiated TiN coatings on Inconel 625

TiN/Inconel (CVD)

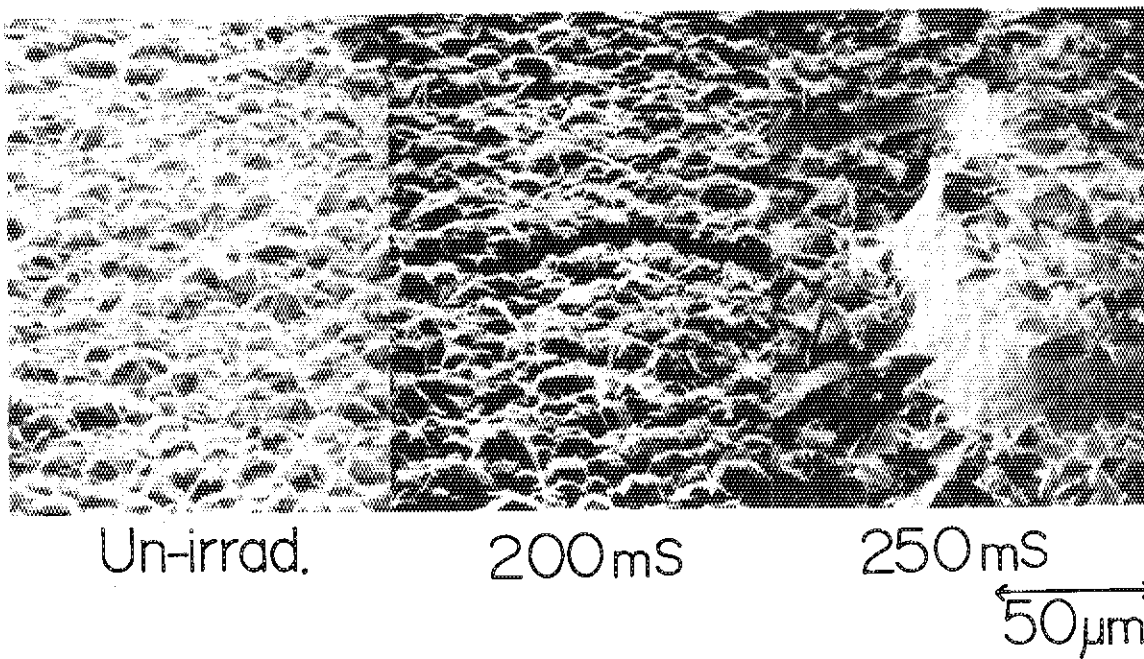


Fig.15 Micrographs of TiN coatings on Inconel 625 before and after hydrogen beam irradiation

TiC/(Ti)/Inconel (PVD)

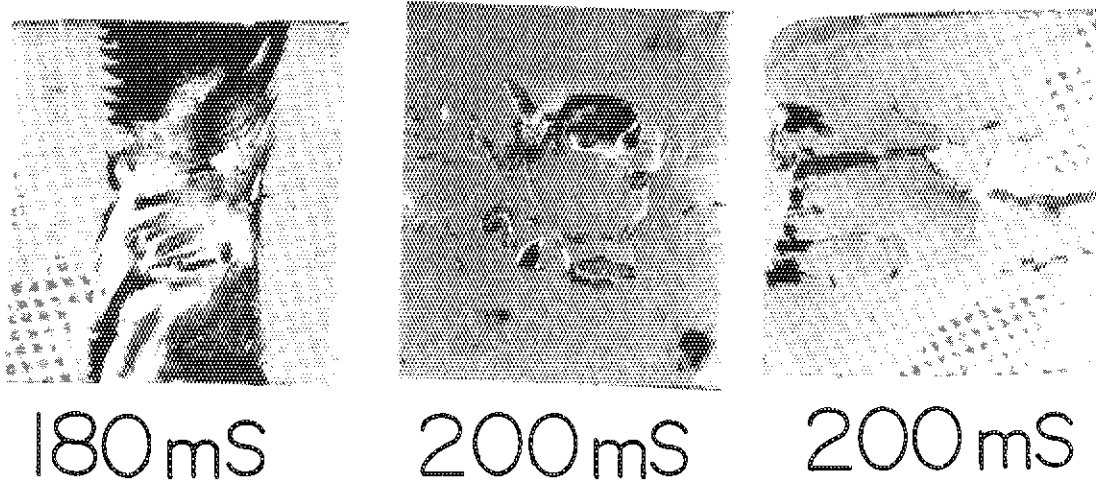


Fig.16 Photographs of irradiated TiC coatings on Inconel 625

TiC/(Ti)/Inconel (PVD)

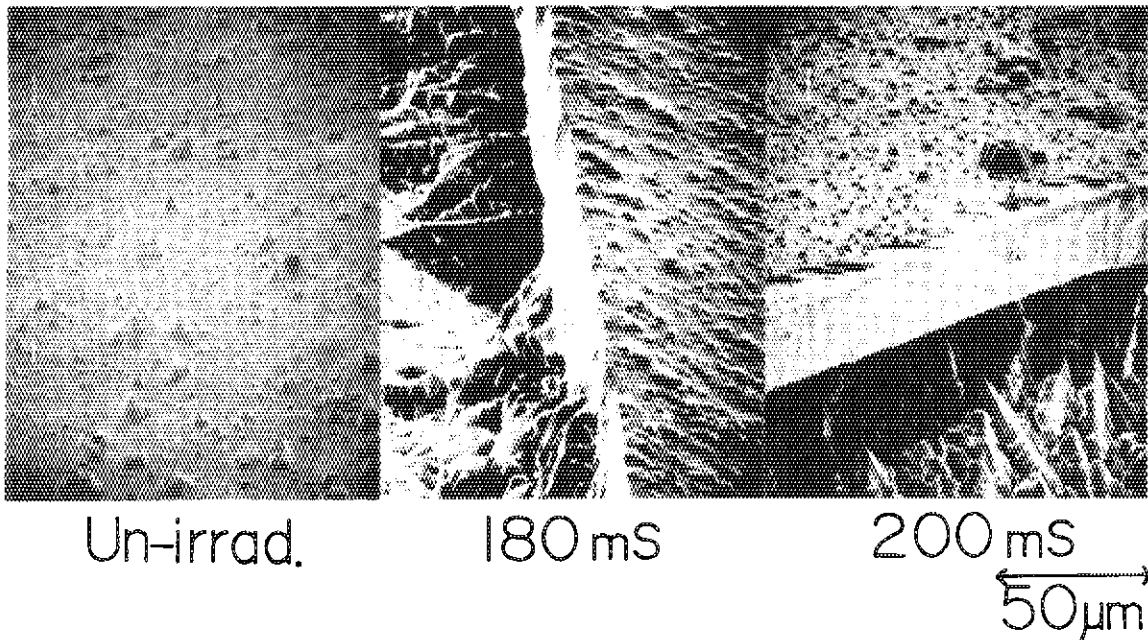


Fig.17 Micrographs of TiC coatings on Inconel 625 before and after hydrogen beam irradiation

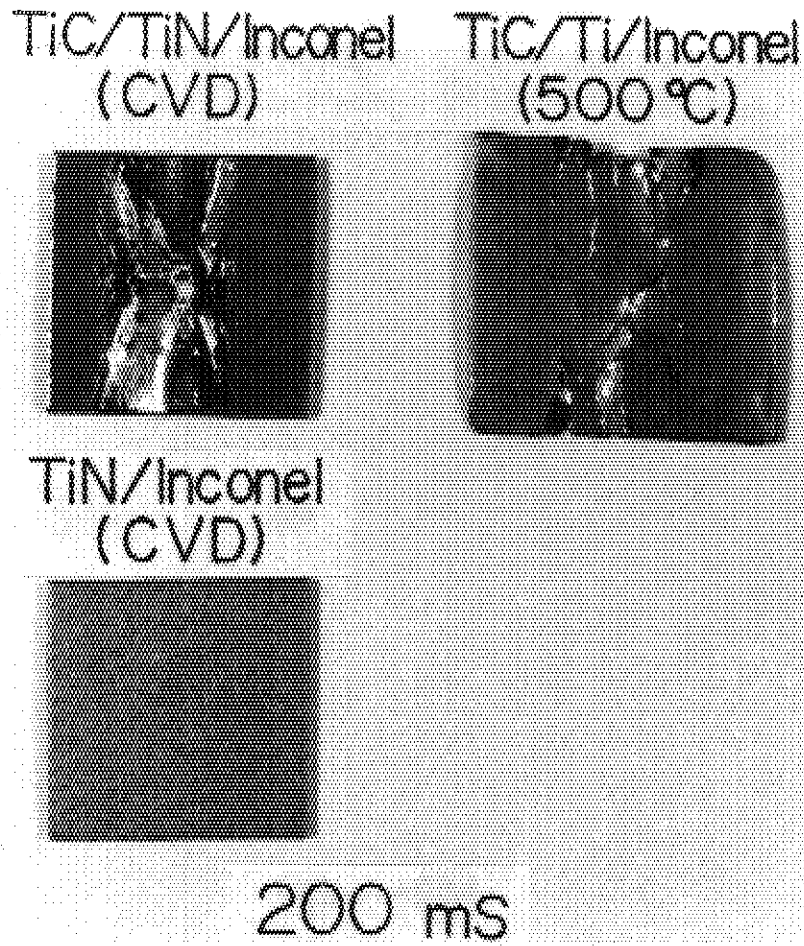


Fig.18 Photographs of irradiated TiC and TiN coatings on Inconel 625 in order to compare with adhesion of these coatings

XMA Line Analysis of TiC/TiN/Mo (CVD)

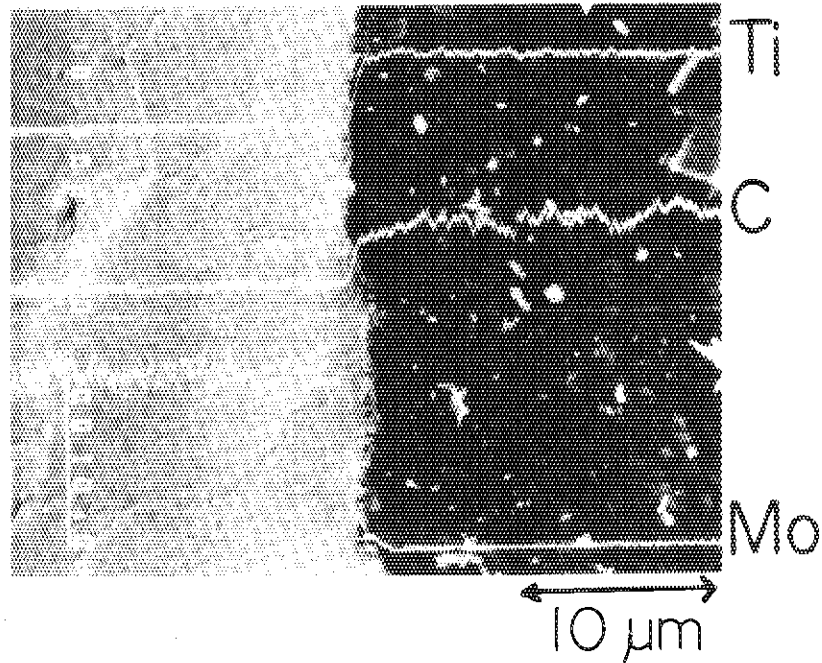


Fig.19 XMA line analysis of irradiated TiC coating on Mo

X-ray Image of Irradiated TiC/Ti/Mo (PVD)

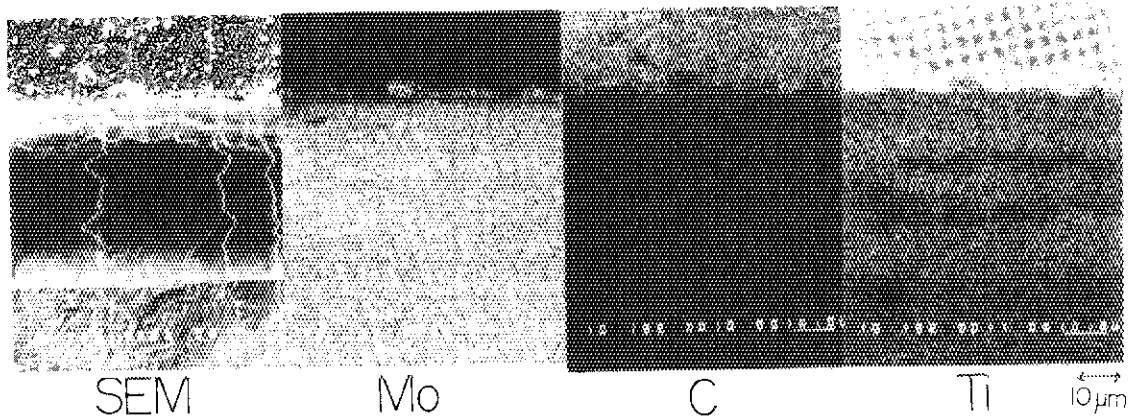


Fig.20 X-ray image of irradiated TiC coating on Mo. The number of white points is proportional to the concentration

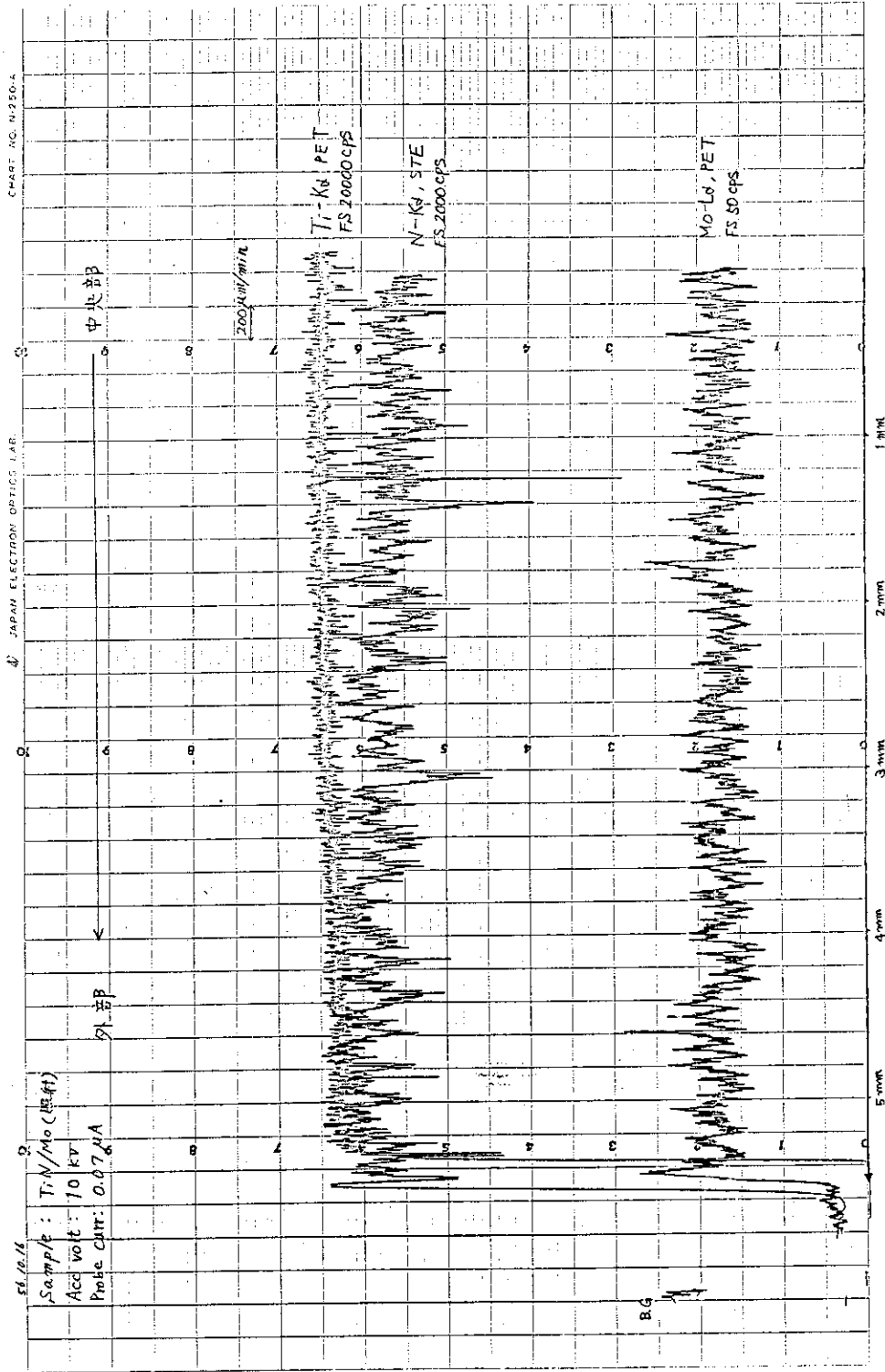


Fig.21 XMA line analysis of irradiated TiN coating on Mo produced by CVD. Nitrogen is reduced in the middle of the surface by bombardment

XMA Point Analysis of TiC/TiN/Inconel(CVD)

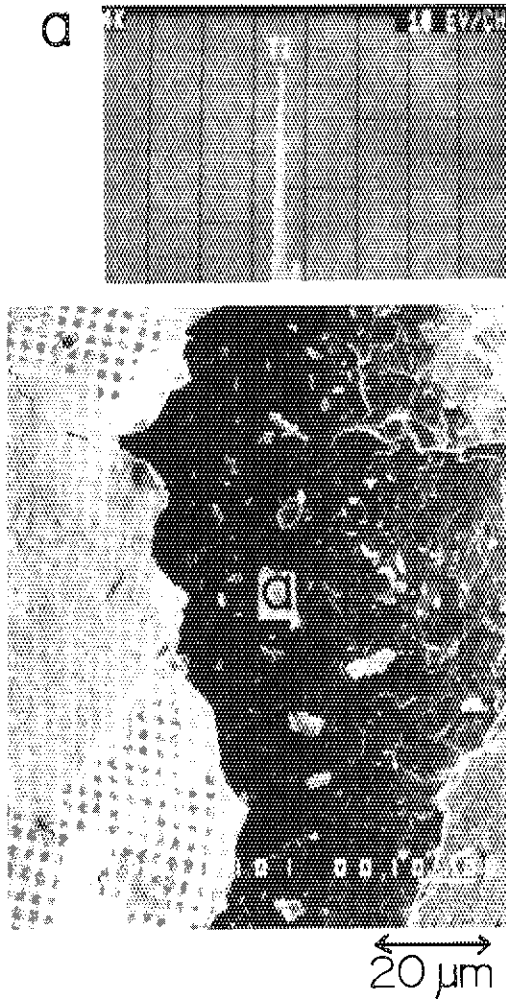


Fig.22 XMA point analysis of irradiated TiC coating on Inconel 625. The material behind the flaked coating is TiC

XMA Point Analysis of TiN/Inconel (CVD)

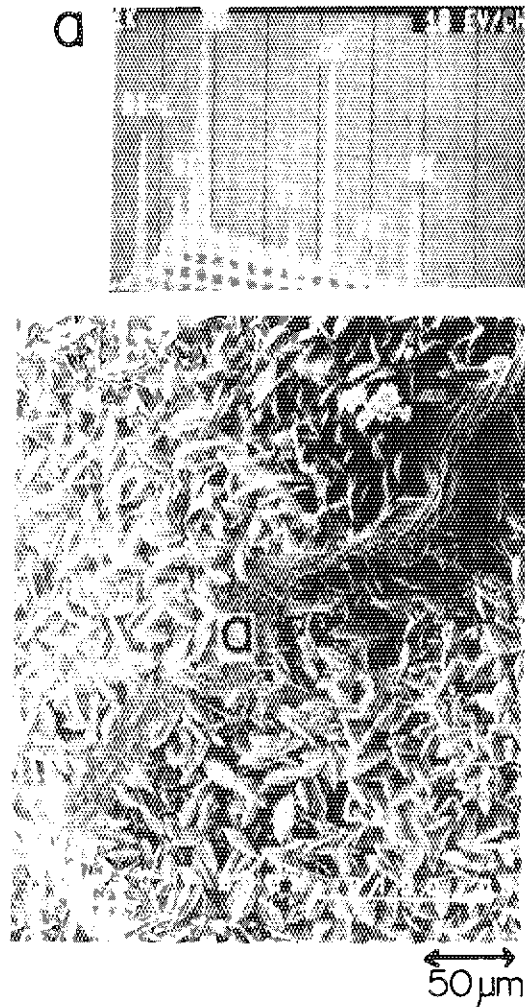


Fig.23 XMA point analysis of irradiated TiN coating on Inconel 625. The oozed material from the substrate is Inconel 625