JN 8410 87-079

PNC ~~I 8410 87-30~~

内部資料

本資料は　年　月　日付けで登録区分、
変更する。　2001. 5. 20
[技術情報室]

フレキシブルチューブへのアモルファスコーティング適用性に関する予備検討試験

1987年3月

動力炉・核燃料開発事業団
東 海 事 業 所

PVD　スパッタリング法

同軸型マグネトロン　ステンレス鋼

SUS304-Ta　ジャンパ管

コーティング膜厚分布　形状効果

基材前処理条件

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184　茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部　技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)

1987 3

フレキシブルチューブへのアモルファスコーティング適用性に関する予備検討試験

登録区分
2001. 6. 2?
変更

上窪文生* 小泉務* 明珍宗孝*
小島久雄* 林正太郎*

要　旨

ジャンパ管の耐食性補強策として、フレキシブルチューブ内面へのスパッタ法によるアモルファス合金コーティングの適用可能性を検討する。

SUS304製のスパイラル型及びオメガ型チューブの半割品を供試材としてSUS－60at%Taのアモルファスをコーティングし、膜厚の分布をミクロ評価した。

(1) 基本的にスパッタ法でアモルファスコーティングが可能であった。
(2) 形状効果（基材の幾何学的形状の複雑さ）により、ターゲットに対向する頂部，底部と稜部においてアモルファス膜の厚さに変化が生じた。
(3) 実際のチューブ内面に施工するための技術課題として、基材の形状、表面前処理法（製造方法）を摘出した。

スパッタ法によりフレキシブルチューブにアモルファスコーティングを行うことは基本的に可能であるが，膜厚分布を均一化させること等が今後の課題である。

＊ 技術開発部 機器材料開発室

フレキシブルチューブへの
アモルファスコーティング
適用性に関する
予備検討試験

昭和62年3月

技術開発部　機器材料開発室

1. まえがき

1.1 試験研究の目的

高レベル廃液ガラス固化施設におけるプロセス溶液等の移送用配管（ジャンパ管）の一部には、遠隔操作性の観点から、フレシキブルチューブ（ステンレス鋼製）の使用が計画されている。しかし、フレシキブルチューブは、肉厚が通常の配管に比較して極めて薄く腐食代をとれないため、その耐食信頼性を飛躍的に向上させることが、遠隔継手の耐久性との関連においても必要となっている。

一方、ステンレス鋼の耐硝酸系溶液腐食性を大幅に改善する手段として、従来より動燃事業団において技術開発を進めているスパッタリング法によるステンレス鋼表面へのアモルファスコーティングの施工が有望である。従って、フレキシブルチューブの内面にアモルファスコーティングを行うことが可能であればその耐食寿命を著しく伸長させうることが期待されるが、形状が極めて特異であるため、施工自体が最大の重要技術課題であり、この解決が実用化成否のカギを握っている。

本報は、フレキシブルチューブ内面へのアモルファスコーティング適用性の見通しをつける目的で、現有装置を使用して、施工性について予備的に検討し、可能性を評価した結果をとりまとめたものである。

1.2 試験研究の概要

本試験研究は、昭和62年3月に、実施したものである。内容は、半割りにした2種類のフレキシブルチューブの内面にスパッタを行ない、コーティング膜の膜厚分布状態を調査して、コーティング性を検討したものである。

この結果、場所による膜厚変化はあるが、チューブ面全体に良好なコーティングができ、基本的にフレキシブルチューブ内面へのコーティングが可能であることがわかった。今後この技術を実用化するためには、専用スパッタ装置の開発と施工法の確立及びコーティング膜の耐食性の確認が必要となろう。

2. 試験方法

2.1 試験装置

試験に用いたスパッタリング装置は、同軸型マグネトロンスパッタリング装置で、主な仕様を表2.1.1に、外観を写真2.1.1に、装置の概要を図2.1.1に示す。

表2.1.1 スパッタリング装置の主な仕様

項目	仕様
方式	マグネトロン
ターゲットサイズ	32mm$^{\phi}$ × 150mm$l$
到達真空度	1×10^{-6} Torr
スパッタ電源	DC 3KW

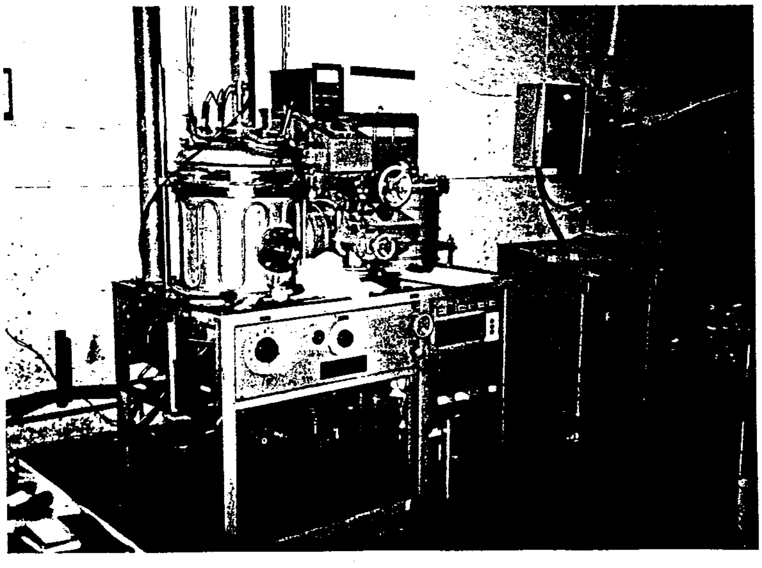


写真2.1.1 スパッタリング装置

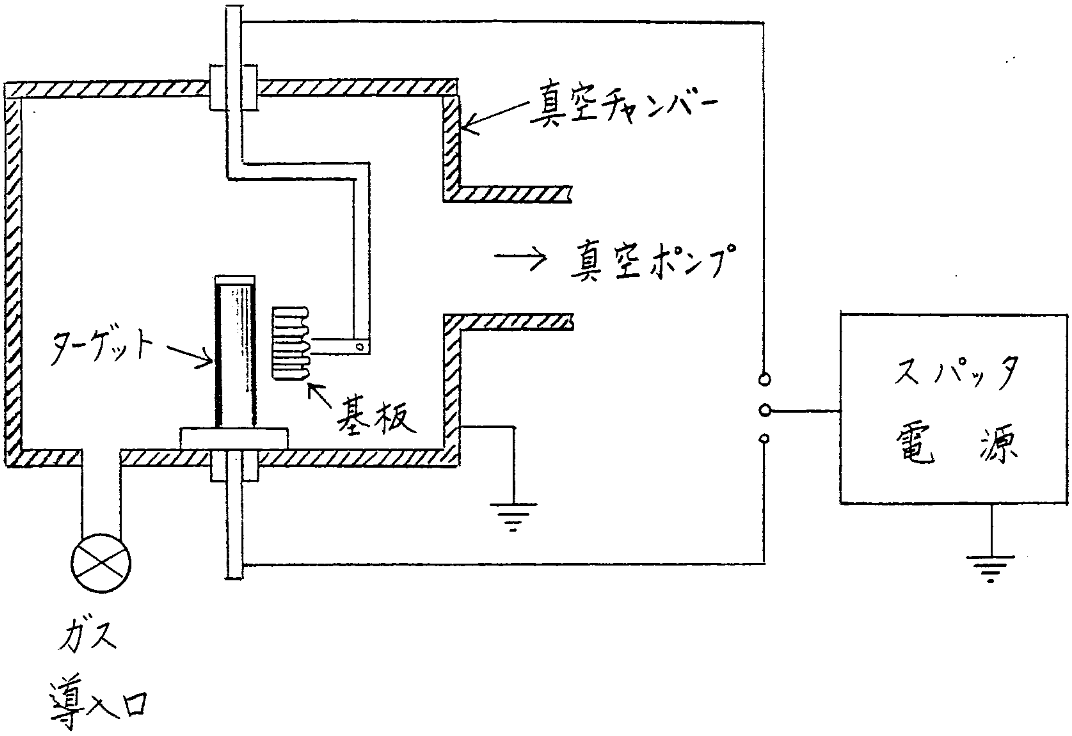
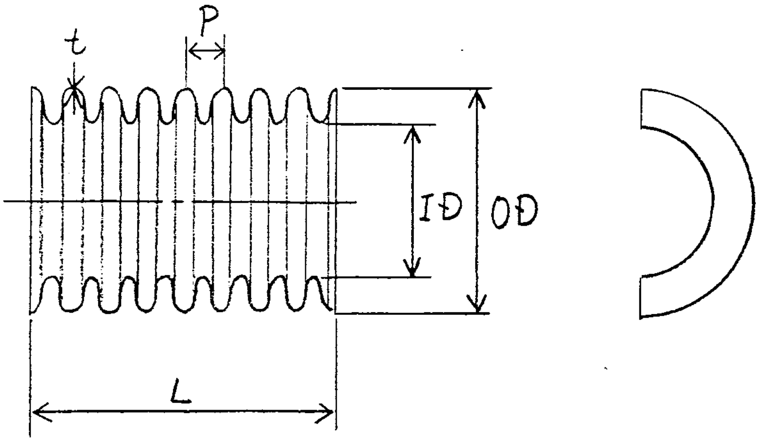


図 2・1・1 スパッタリング装置の概略図

2.2 供試材

2.2.1 基板

試験に用いた基板は、トーフレ(株)より入手した呼び径が25Aのスパイラル型及びオメガ型の2種類のフレキシブルチューブである。材質はSUS304で肉厚は0.3mmである。基板としては、チューブを縦に半割りにした長さ約50mmのものを使用した。図2.2.1に概略寸法を示す。



基　板	ID	OD	P	t	L
スパイラン型	24.8 mm	32.7	3.1	0.3	≈ 50
オメガ型	26.2	36.7	7.1	0.3	≈ 50

図 2.2.1 基板の概略寸法

2.2.2 基板の洗浄法

スパッタ前の基板の洗浄は、従来の経験から、最良と思われる次の溶剤洗浄法で行った。

(1) イソプロピルアルコール中で10分間超音波洗浄
(2) イソプロピルアルコール中で10分間煮沸洗浄
(3) 乾燥

2.2.3 ターゲット

ターゲットは、アモルファス膜中のTa量が50at%になる様にSUS304の円筒にTaを埋め込んだ同軸型のものを使用した。

2.3 スパッタ施工

基板とターゲットとの距離を図2.3.1に示すように10mmとした。スパッタ施工条件は、膜厚20μmのアモルファス膜が、健全にコーティングされることを目標に表2.3.1に示す条件を選定した。

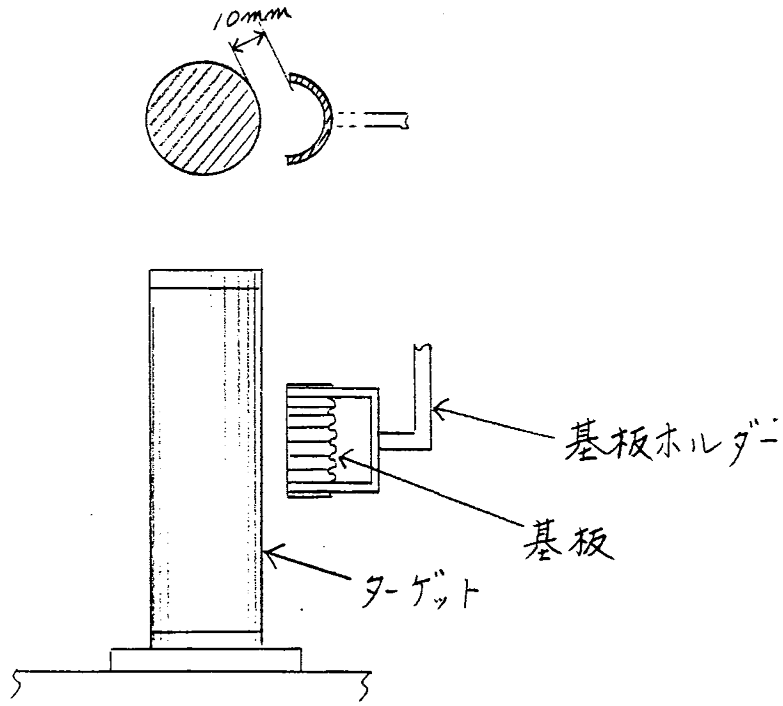


図 2・3・1　基板とターゲットとの位置関係

表 2・3・1　スパッタ施工条件

試験 NO.	基　板	スパッタガス圧	出　力 (W)	時　間 (hr)
1	スパイラル型	Arガス $3\sim7\times10^{-3}$ Torr	350	3
2			700	1.5
3			700	2
4	オメガ型		700	3

2.4 アモルファスコーティング膜の評価方法

図2.4.1に示すように、コーティングした基板の中央部から長手方向に長さ約20mmの試料を切り出し、ミクロ組織観察を行い、チューブ断面形状で頂部中央、頂部コーナ、側面部、底部コーナ、底部中央の5ヶ所について400倍写真撮影を行い膜厚分布を調査した。

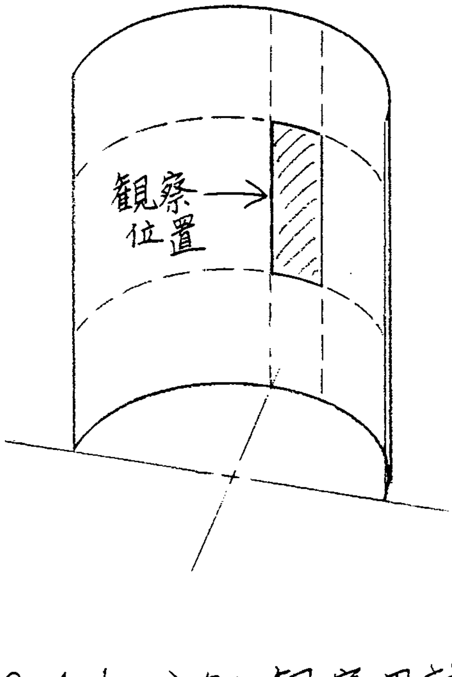


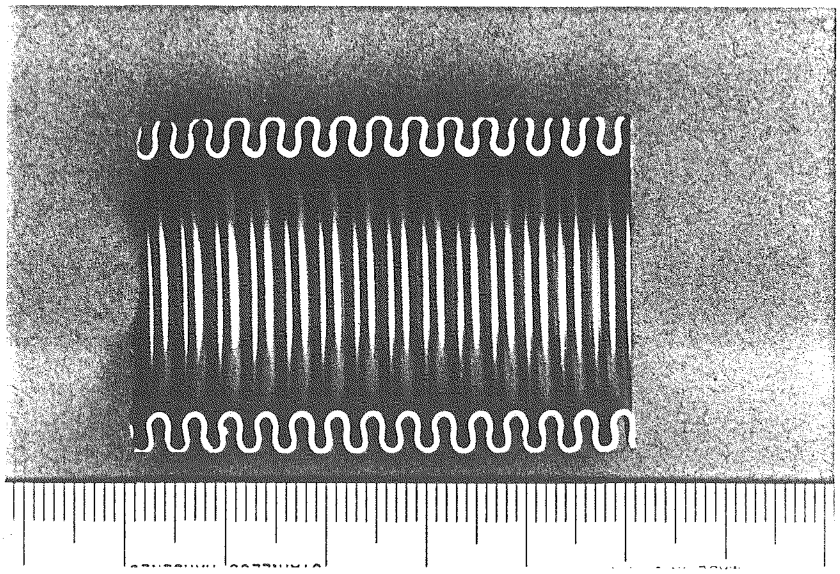
図2.4.1 ミクロ観察用試料切出し位置

3. 試験結果

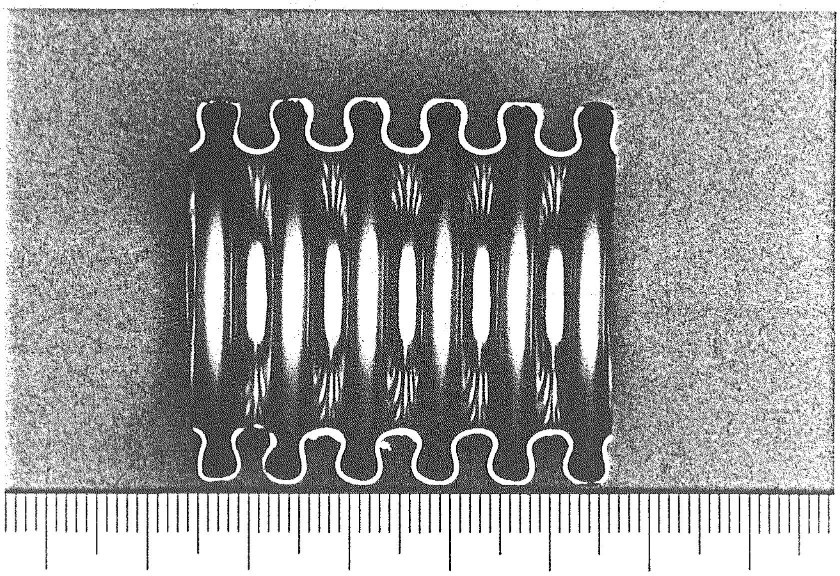
3.1 スパッタ出力とコーティング性との関係

チューブの肉厚が0.3mmと薄いことを考慮し、熱変形を防ぐため、当初は、低出力（350W）でのスパッタ施工を検討した。しかし、出力が低くなると膜が剥離し、コーティング性が低下する傾向が見られたため、出力は、標準値700Wを採用し、スパッタ時間を変えた実験を行った。この場合、基板には、スパッタ後も目立った変形は認められず、良好なコーティングが行えた。

スパッタガス圧は、ターゲット一基板間距離を最短部で10mmとしたが、通常のスパッタガス圧範囲で放電も安定し、ターゲット一基板間距離の影響は見られなかった。写真3.1.1にスパッタ後のスパイラル型及びオメガ型チューブの基板を示す。



スパイラル型（No. 3）



オメガ型（No. 4）

写真3-1-1　スパッタ後の基板（内面側）

3.2 スパイラル型チューブ

写真3.2.1に700Wで1.5時間スパッタした場合のコーティング膜の断面を示す。膜厚は、ターゲットに最も近い頂部中央で21um、コーナ部で19umと変化し、ターゲットに垂直なる側面部で最低の3um程度となり、次に底部のコーナで7um、底部中央で9umと増加した。

写真3.2.2は、700Wで2時間スパッタした場合で全体的に膜厚は増加し、頂部中央で31um、頂部コーナで19um、側面部で4um、底部コーナで13um、底部中央で13umとなった。

以上のように膜厚は、場所によって大きく変化し、膜厚が最大の頂部に対して、底部で1/2.4、側面部では、1/7～1/8に低下しているが、全体的に膜は良好にコーティングされている。

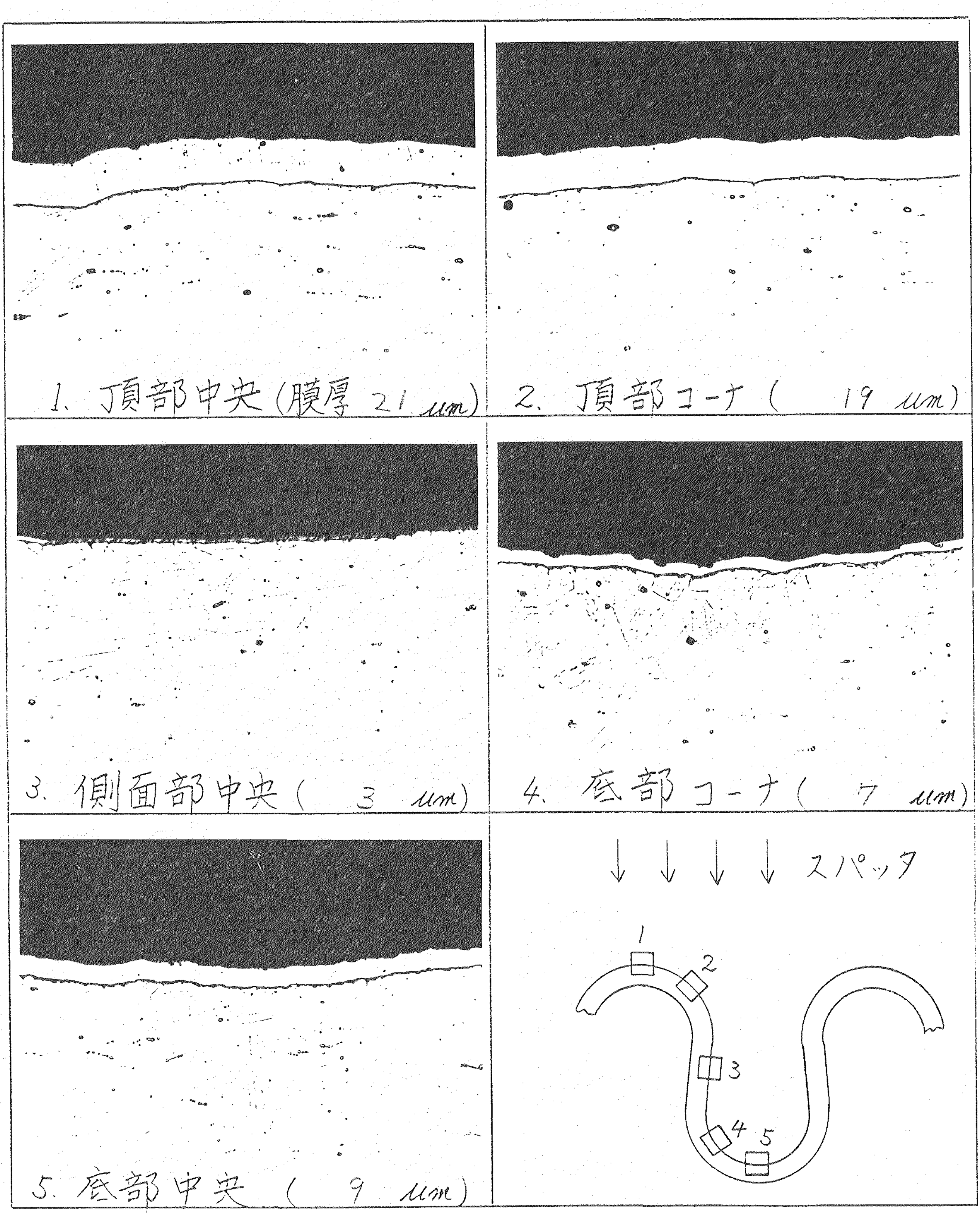


写真3-1 スパイラル型チューブのコーティング膜断面ミクロ組織(×400)と膜厚
(試験No. 2)

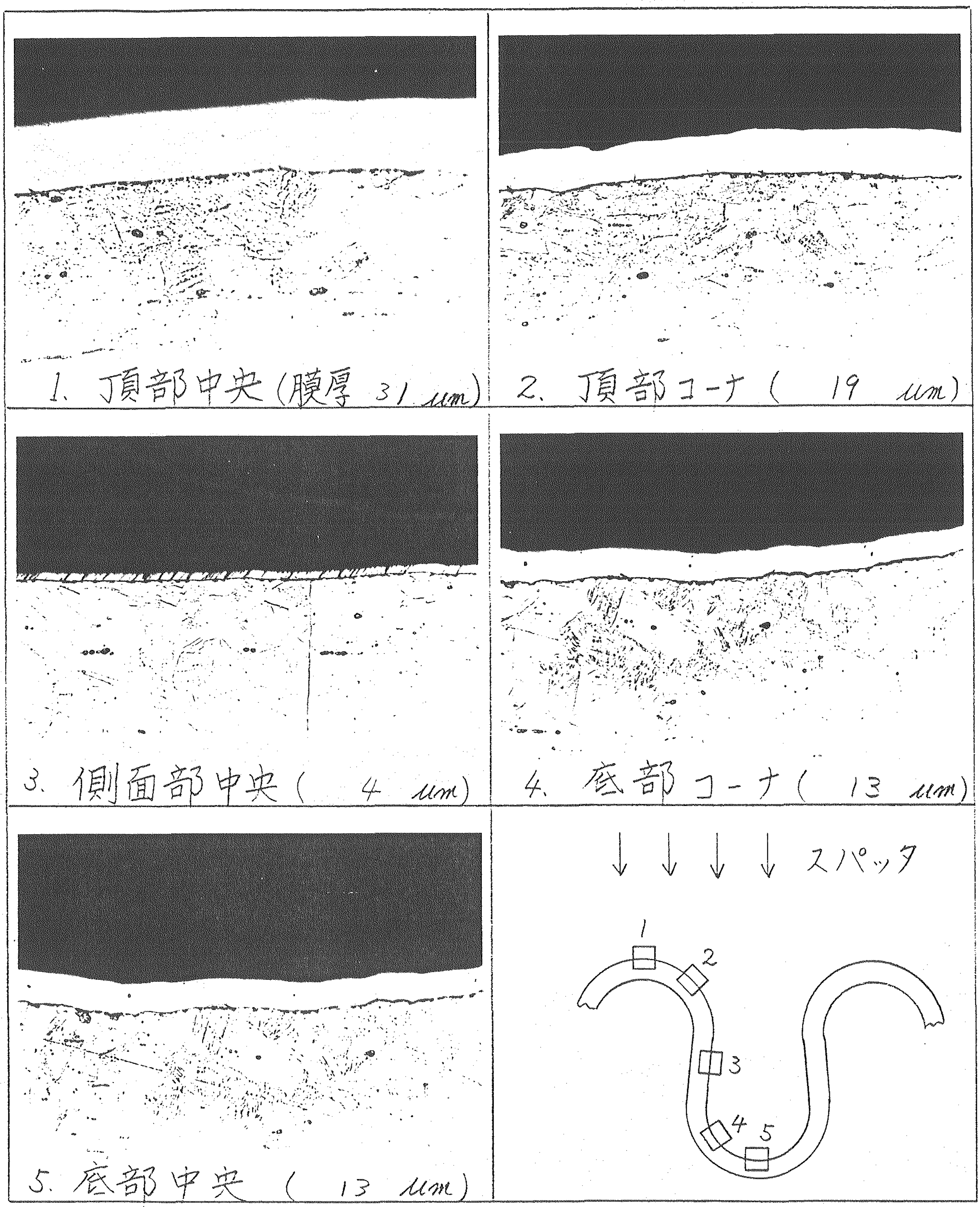


写真 3·2·2 スパイラル型チューブのコーティング膜断面ミクロ組織（×400）と膜厚
（試験 No. 3）

3.2.2　オメガ型チューブ

写真3.2.3はオメガ型チューブを700Wで3時間スパッタした時のコーティング膜断面である。頂部の中央では、膜厚は、50μmあり、頂部のコーナで35μm，側面部で10μmに減少し、底部コーナで13μm，底部中央で21μmとなっている。底部の膜厚は頂部の約1/2.4，側面部では1/5となっており、膜厚変化があるものの全面によくコーティングされている。

図3.2.1にスパイラル型及びオメガ型の膜厚分布状態を模式的に示したものである。

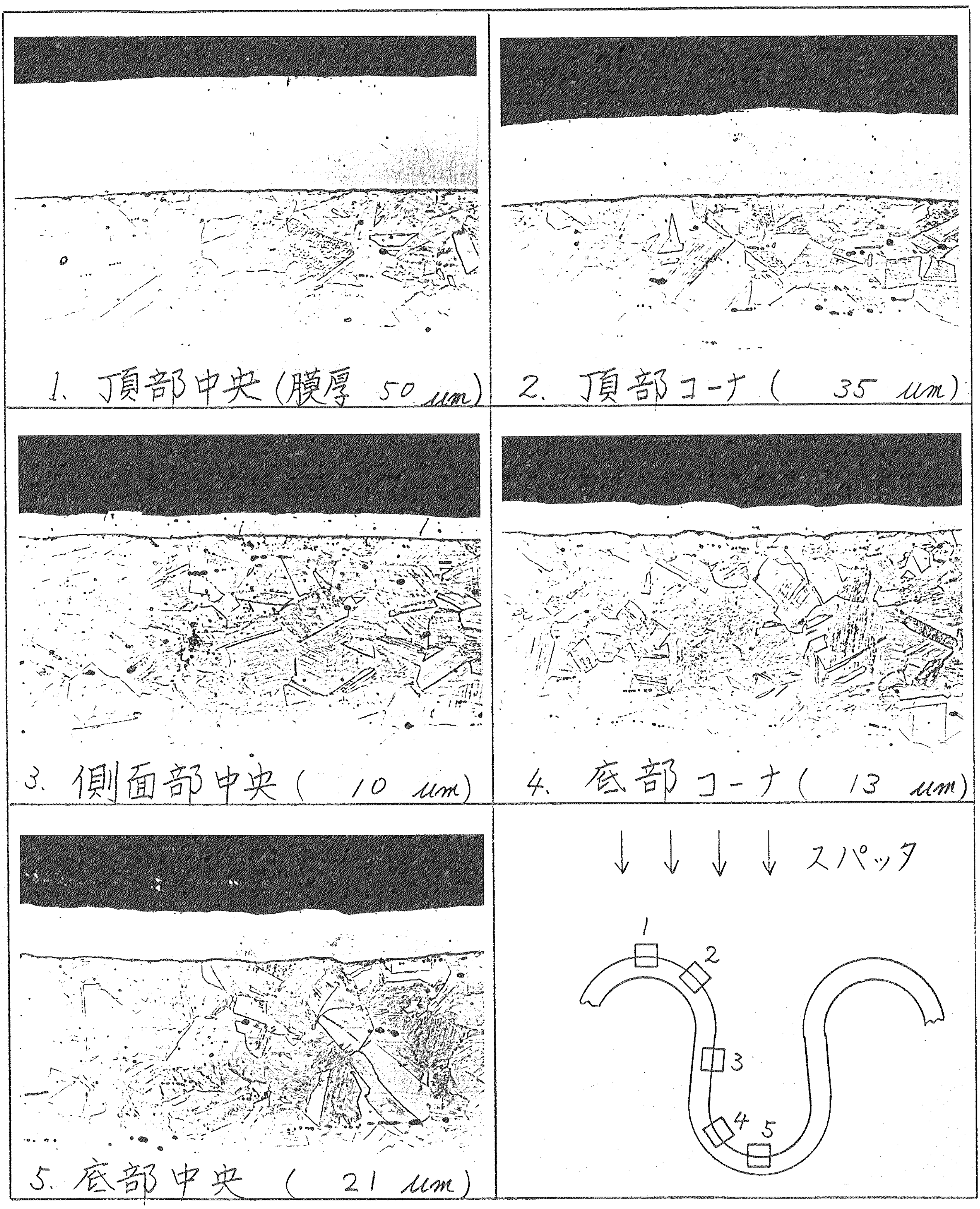


写真 3·2·3　オメガ型チューブのコーティング膜断面ミクロ組織(×400)と膜厚
（試験 No. 4）

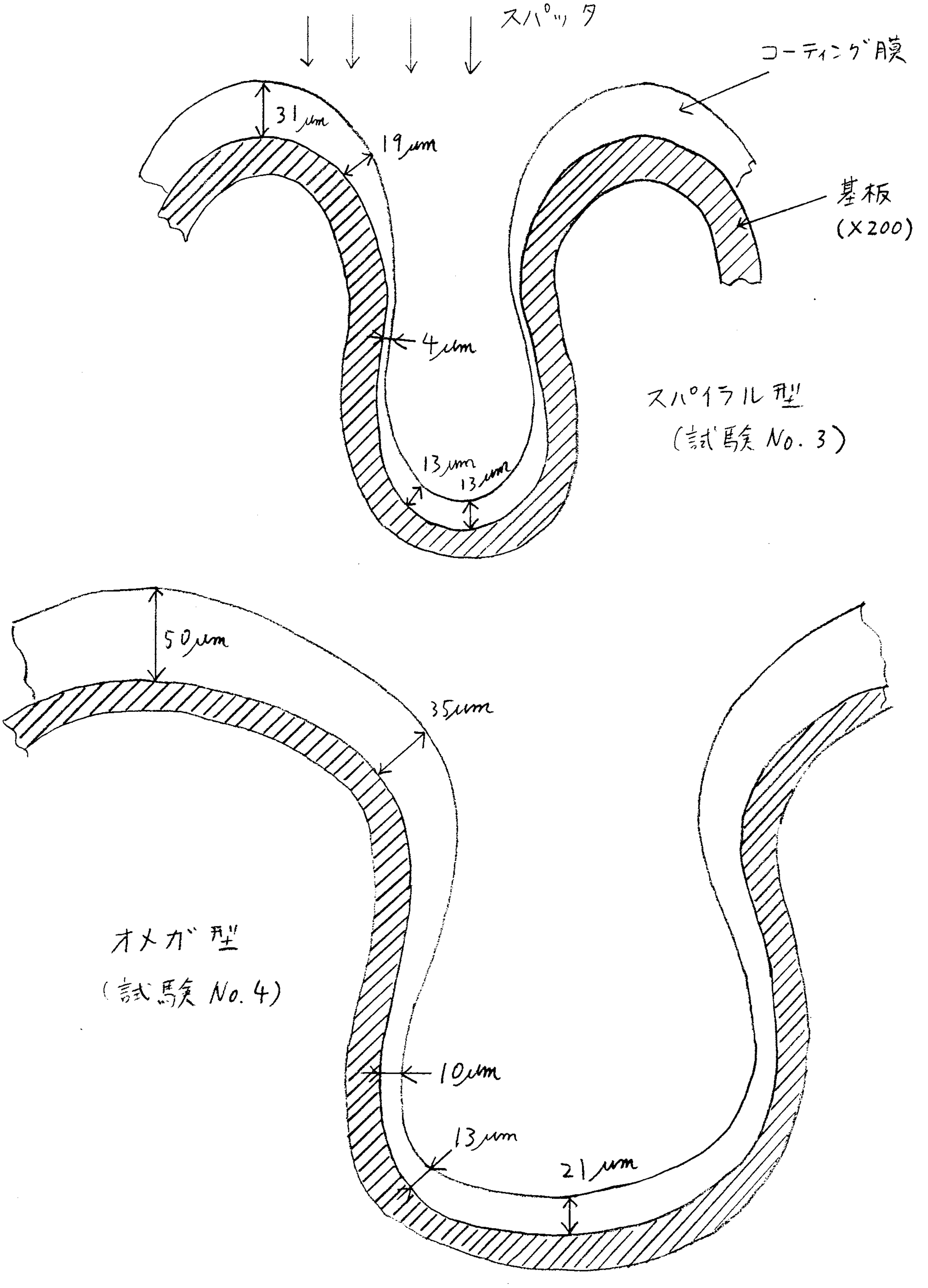


図 3・2・1　膜厚分布状態の模式図

4、考察

4.1 膜厚分布

いずれのチューブの場合も膜厚は、頂部で最大となり側面部で最小、底部でこの中間の値となった。頂部で最も膜厚が厚くなる理由は、ターゲットに最も近くまた、途中でさえぎるものがないため、ターゲットの広い領域から飛来してくるスパッタ粒子によってコーティングされるためである。これに対して底部では、頂部よりも、ターゲットから遠く、更に、斜めに飛来してくるスパッタ粒子は、両側の山によってさえぎられ、主として正面から飛んで来るスパッタ粒子によってコーティングが行われるため、膜厚が減少してくることになる。一方側面部では、被コーティング面がスパッタ方向と平行となっており、もともとスパッタの直進性を考慮すると、コーティングされにくい面である。このため全体の中でも最も膜厚が薄くなったと考えられる。従ってフレキシブルチューブ内面へのスパッタコーティングでは、膜厚の最も薄くなる側面部に必要な膜厚が得られるような施工条件を選ぶことが重要である。

4.2　スパイラル型とオメガ型の被コーティング性の比較

いずれのチューブの場合も底部の膜厚は、頂部の約1/2.4となった。しかし、側面部については、スパイラル型で頂部の1/7〜1/8になるのに対して、オメガ型では、1/5と頂部に対する差は小さくなっている。これは、今回試験に用いたオメガ型の方が波のピッチが大きく（スパイラル型の約2.3倍）斜めに飛来してくるスパッタによって側面部がコーティングされやすかったためと考えられる。従って、スパイラル型とオメガ型での被コーティング性における本質的差はなく、それよりも、ピッチの粗いフレキシブルチューブの方が膜厚分布の点では、コーティングに適していると言える。

4.3 チューブ内面の表面状態

チューブの断面組織を見ると基板表面は、バフ研磨面などに比べるとかなりの細かい凹凸がある。写真4.3.1は参考のために観察したチューブ内表面のSEM像である。表面は、粒界腐食状を呈しており、これは チューブの製作工程における酸洗処理によって生じたものと考えられる。この様な表面には、酸洗によって生じる新たな皮膜が存在したり、腐食された粒界内へのゴミや汚染物質がトラップされており、スパッタにとって好ましい表面とはいえない。低出力でスパッタを試みた場合、膜が剥離しやすくなり、コーティング性が低下したのはこの表面状態が影響しているものと考えられる。従ってより信頼性の高い健全な膜を得るためには、清浄で平坦な表面にするための表面前処理の検討が必要になると考えられる。

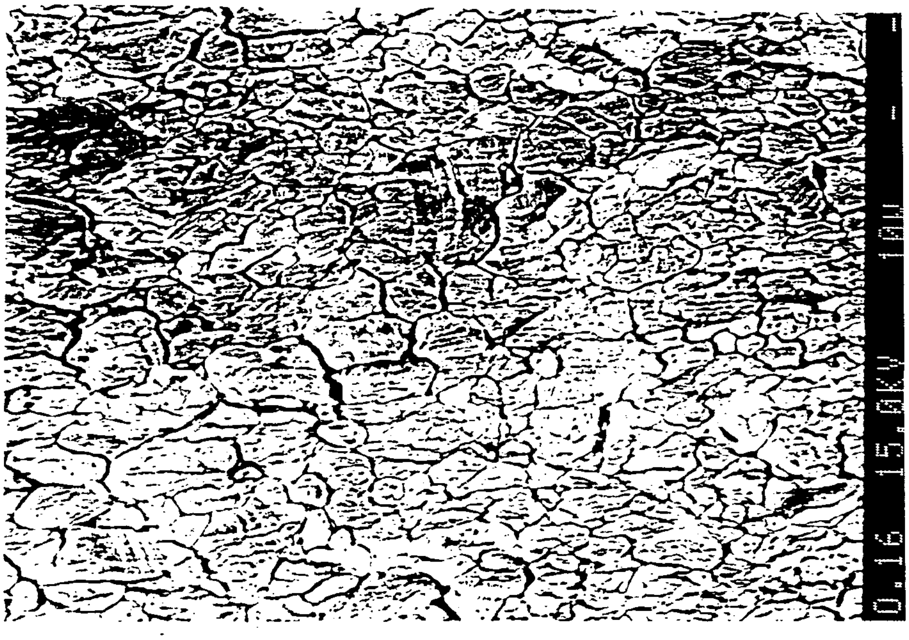


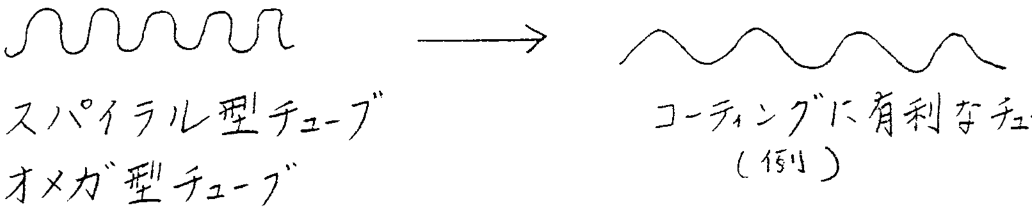
写真4・3・1 フレキシブルチューブ素材の内表面
SEM像（×1000）

5. 今後の検討課題

予備的検討の結果、フレキシブルチューブのような複雑形状の基板にも基本的には、アモルファスコーティングが可能であることが明らかとなったが、今後この技術を実用化するためには、次の点が検討課題となろう。

(1) チューブ内面にコーティングするために、チューブ内に入るターゲットとスパッタ装置の開発及びスパッタ施工条件の確立

(2) コーティング膜の膜厚分布差を改善するために、コーティングに有利な断面形状を持つフレキシブルチューブの採用性の検討とコーティング性の確認。(下図参照)



(3) より信頼性の高い健全なコーティング膜を得るための表面前処理法の開発

① チューブ素材(板材)段階における前処理法の検討
② チューブ内面に適用できる表面前処理法の検討

(4) フレキシブルチューブ内面にコーティングしたアモルファス膜の耐食性の確認

6. まとめ

フレキシブルチューブ内面へのアモルファス膜コーティングの適用性を明らかにするため、現有装置を用いてスパイラル型とオメガ型の2種類の半割りしたチューブ内面へコーティングを行い、予備的検討を行った結果次のことがわかった。

① 2種類のフレキシブルチューブ面へは、いずれも膜厚が位置によって変化するものの全体的に良好にコーティングできる。コーティング膜厚は、波の頂部で最大となり、側面部で最小となる。

② スパイラル型に比べ、波のピッチの大きいオメガ型の方が、膜厚分布の変化が小さい。従って側面部の膜厚変動を改善するためには、フレキシブルチューブの波のピッチは出来るだけ大きい方が好ましい。

③ より信頼性が高い健全なコーティング膜を得るためには、チューブ内面の表面前処理を行い、清浄で平坦にすることが望ましい。