

2019/03/01

平成30年度日米科学技術協力事業核融合分野事業報告会
於 一橋講堂特別会議室

HFIR中性子照射後試験片の熱 拡散率測定

秋吉 優史(大阪府立大学)

派遣期間: 2018/9/10 ~ 11/15 (67日間)

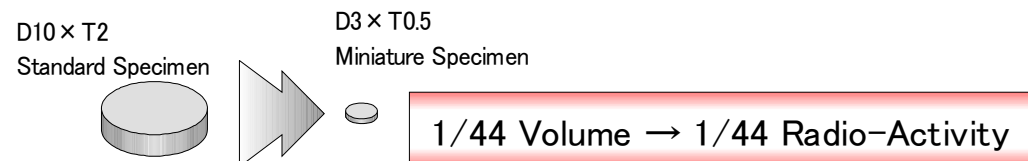


PHENIXプロジェクトにおけるHFIR中での Gdシールド熱中性子抑制照射材に対する 熱拡散率測定技術の開発

核融合原型炉において問題となる、ダイバータ候補材料の熱負荷特性に及ぼす中性子照射効果を弾き出し損傷及び核変換効果の視点から明らかにすることを本研究の目的としている。

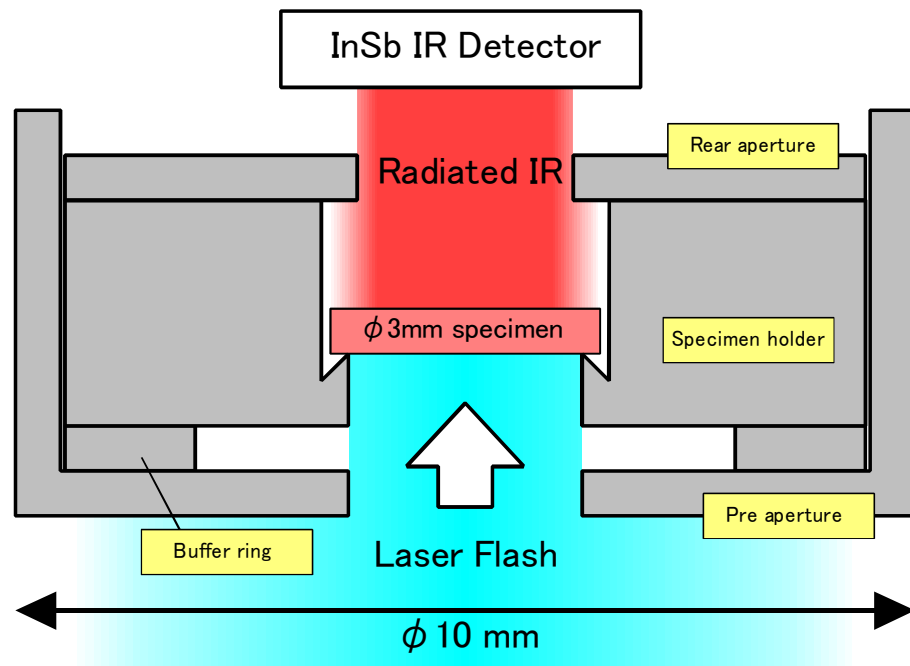
PHENIX プロジェクトにおけるORNLのHFIRでの照射に於いて最も重要なのは、タンゲステン材料中の核変換(Reの導入)の影響を低減するため、Gdにより熱中性子をシールドするという点である。極めてユニークな計画であるが、照射キャプセルの体積が非常に限られており、また放射能を低減する必要性、 γ 発熱の低減の必要性などから、試料の体積を減らす必要があるため、 $\phi 3 \times 0.5t$ (D3TH)という微小試料を用いて熱拡散率測定を行う事が予定されている。

D3TH微小試験片での熱拡散率測定は技術的に確立されておらず、また従来の測定装置と対象とする試料では $T_{1/2}$ 法での解析で推奨される条件から大きく外れることが明らかとなっているため、D3TH微小試料の熱拡散率測定技術開発を行った。



φ3試料測定用治具の開発

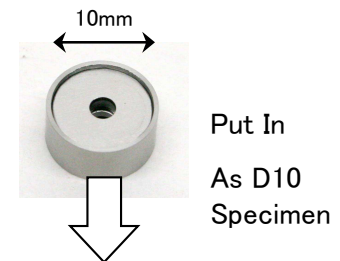
H27 2月の前回派遣時に先方の研究者と共にNETZSCH LFA-457で使用可能なD3試料測定用の治具を作成。この時点では加工しやすい黒鉛製としていたが、H27年度中に1200°Cまで耐えられるMo-TEM材を用いたD3試料測定用の治具を作成した。



Netzsch LFA-467HT
Standard Specimen Holder
(For 12.7mm specimen,
with 10mm Conversion ring)



D3 Specimen holder manufactured
in Japan using Mo-TEM alloy.



測定に必要な試料厚さの検討

レーザーフラッシュのパルス幅 in LFA-457: $T_f = 330 \mu s$

LFA-467: $T_f \geq 20 \mu s$

ASTM E1461, JIS R1611, Netzsch recommend. $\rightarrow T_f < T_{1/2} / 10$ で有ることが必要

$$\alpha = 0.1388 t^2 / T_{1/2}$$

α : 熱拡散率, t : 試料厚さ, $T_{1/2}$: ハーフタイム

NETZSCH LFA-457

$T_{1/2}$ 3.3ms以上であることが必要 ($T_f \times 10$)

Tungsten (unirradiated), $\alpha = 66.0 \text{mm}^2/\text{s}$

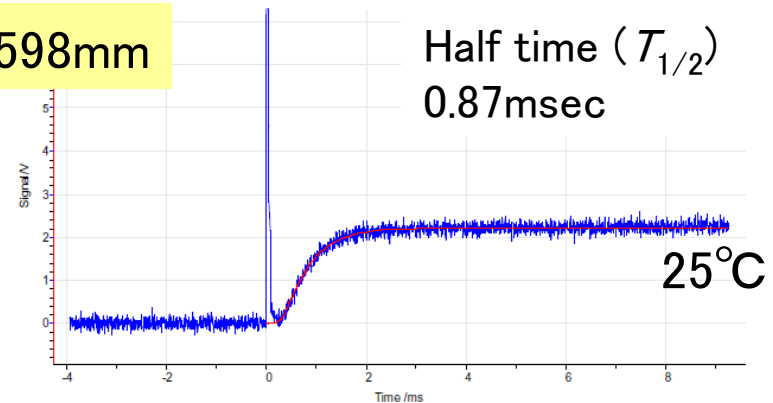
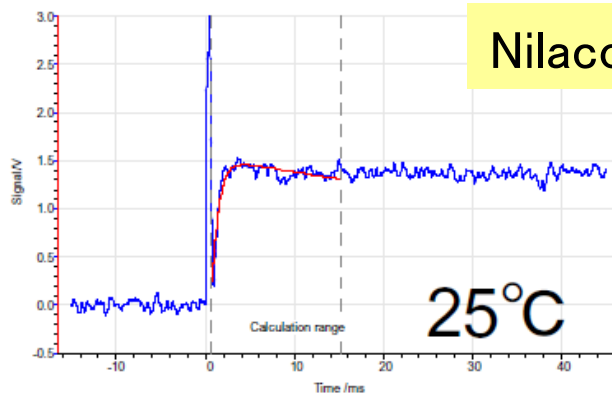
$\rightarrow t > 1.25 \text{mm}$ 以上の厚さが必要
must be larger than

NETZSCH LFA-467

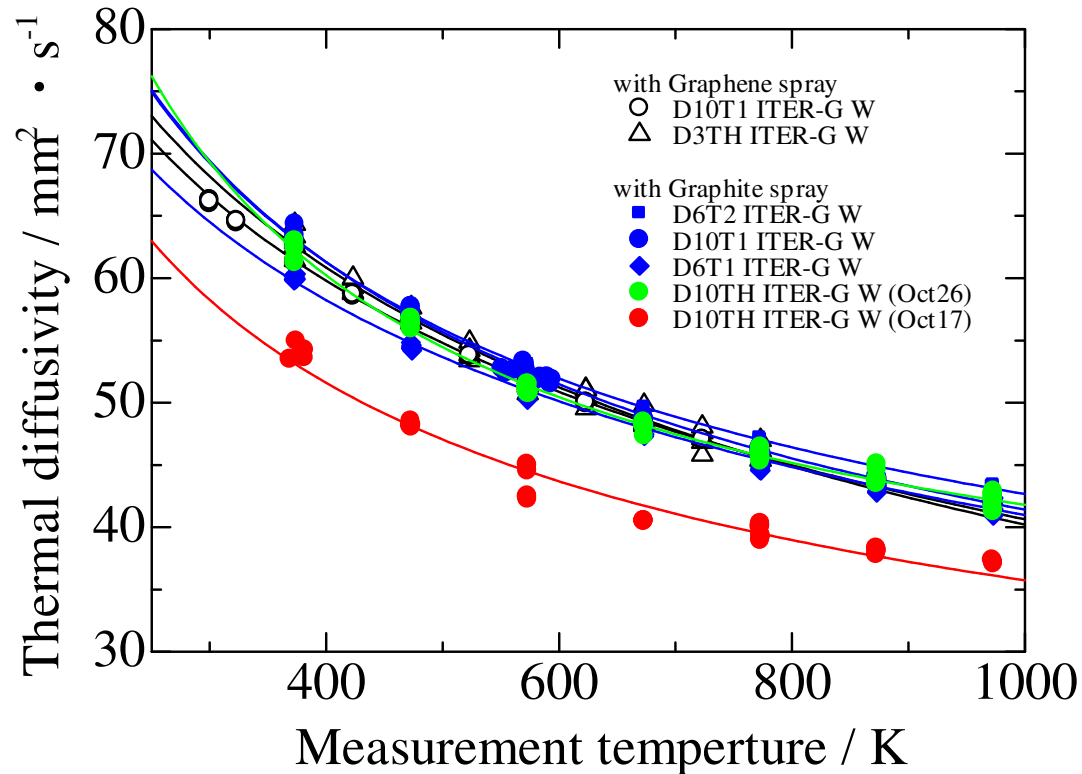
$T_{1/2} > 0.2 \text{ms}$ 以上であれば良い

$\rightarrow t > 0.31 \text{mm}$ あれば測定可能

Zoom Optics: IR センサー側で光学的にD 2.7mmの範囲から集光可能



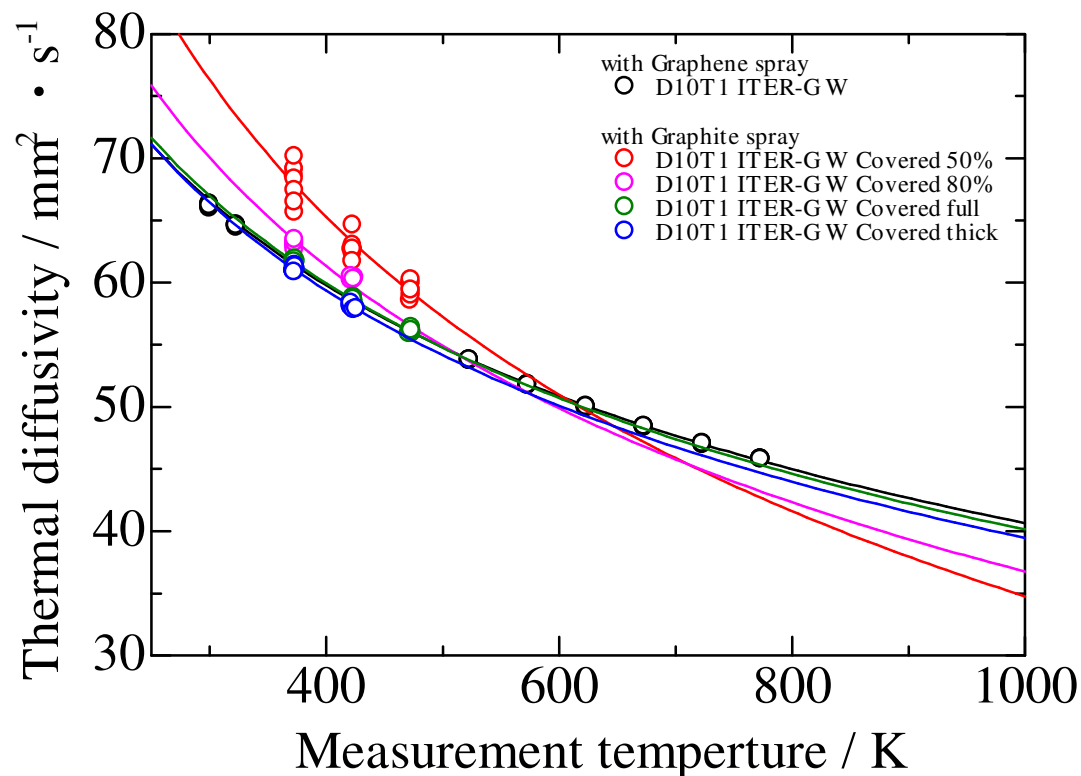
表面処理の重要性(1)



NETZSCH Japan が開発したグラフェンスプレーを使用すれば未照射 W に対する D3TH 試料に対する熱拡散率測定も可能であるが、諸事情によりグラフェンスプレーが米国内で入手できなかったため、一般的なグラファイトスプレーでの測定がどの程度の厚さまで可能かの検証を行った。

検証の結果、厚さ1mmの試料までであれば問題無く測定が可能であったが、0.5mmのTH試料についてはグラファイトスプレーを用いての測定は非常に困難であり、極めて慎重な塗布を行った場合正常に測定可能な場合もあるが、信頼性に欠け、実際の未知試料の測定に使用することは不可能である事が明らかとなった。

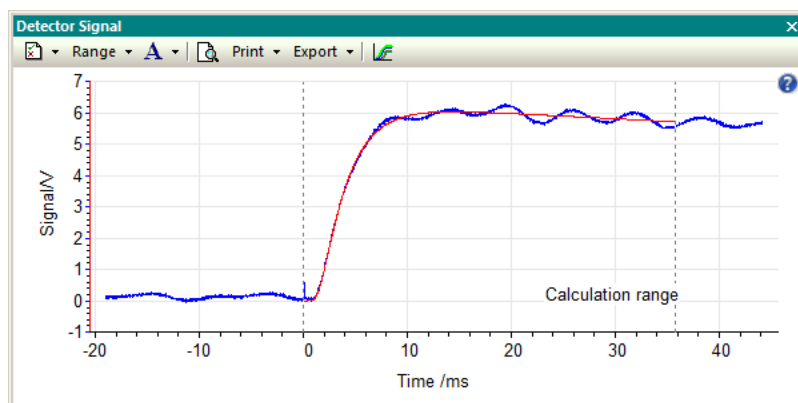
表面処理の重要性(3)



厚さ1mm のD10T1 試料でも、塗布条件によって測定結果が大きく左右された。

これはむしろ塗膜が厚すぎることによる熱拡散遅延よりも、塗布率が低すぎてフラッシュ光の乱反射により測定IRシグナルにノイズが乗ることに依る効果と考えられている。

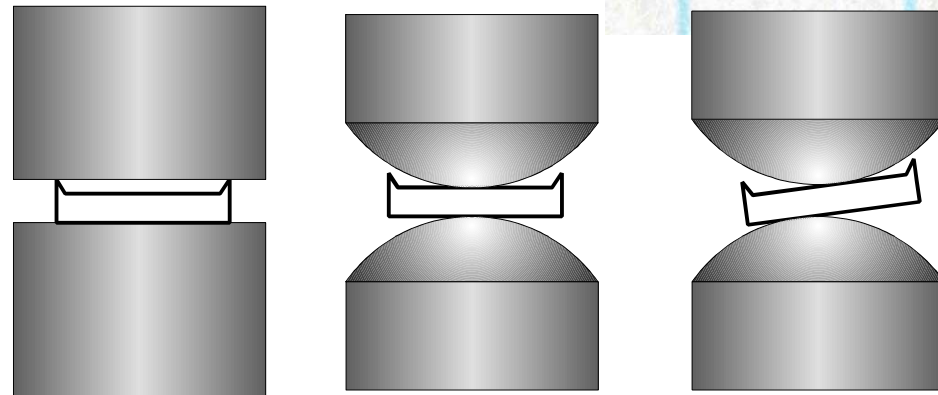
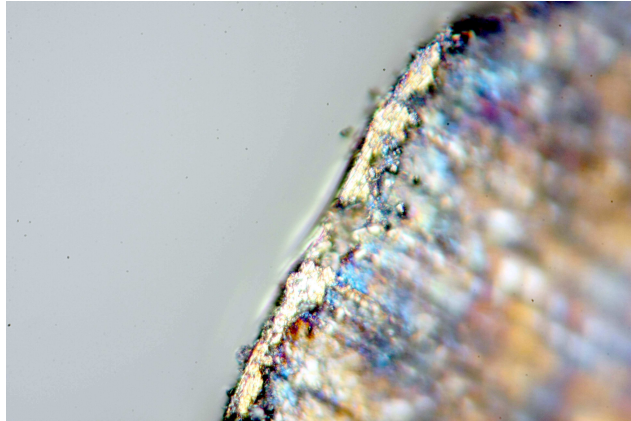
(HT でないLFA-467では見られていない現象)



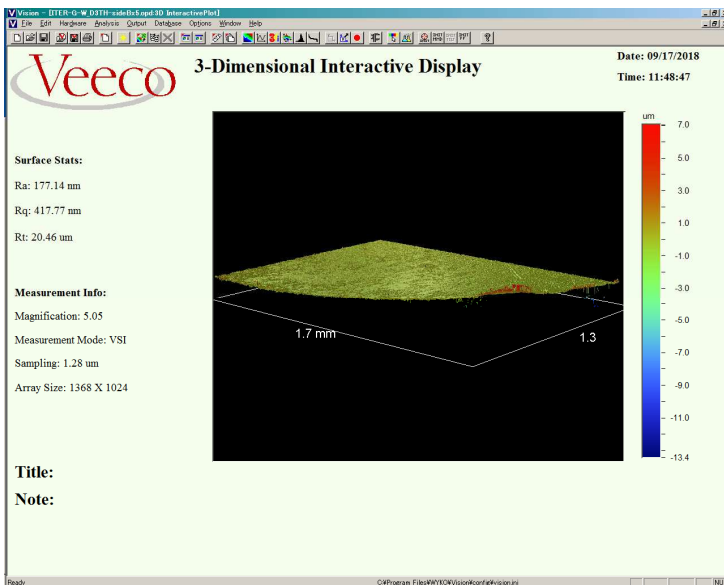
ノイズが乗った状態のIRシグナル。高温に於いてむしろ顕著になる傾向がある。振動周波数は米国の電源周波数(60Hz)とも異なり電源ノイズなどではない。

NETZSCH Japan は解決策として、アルミナスリーブという物を提供している。

厚さ測定



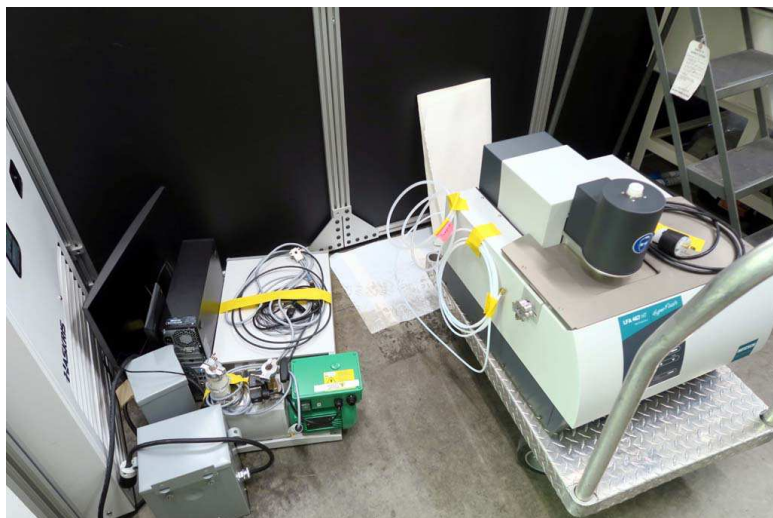
EDM加工したタングステン試料はエッジにバリがあることが確認されている。平板型のマイクロメーターで厚さ測定を行うとこのバリを拾ってしまうため、球面型もしくはポイント型のマイクロメーターの測定が必要である。試料が傾くと逆に大きめの値を出してしまうため標準試料などで測定に習熟する必要がある。



Profilometer での測定では7 μm程度のバリが確認された。

実際の照射試料にはレーザーマーキングに加えて照射後の取り出し作業中に付いたと思われる傷もあり、10 μm程度のばらつきがあった。

LFA-467HT in LAMDA (ORNL)



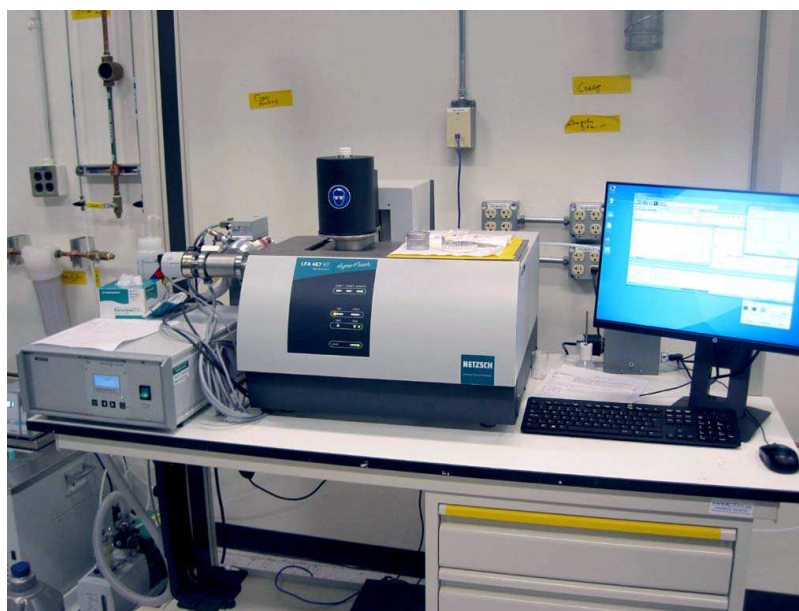
2018/10/3 Bld.4508 Rm274 (Cold)
→ LAMDAに自分たちで移設



2018/11/2 In LAMDA, Hot in

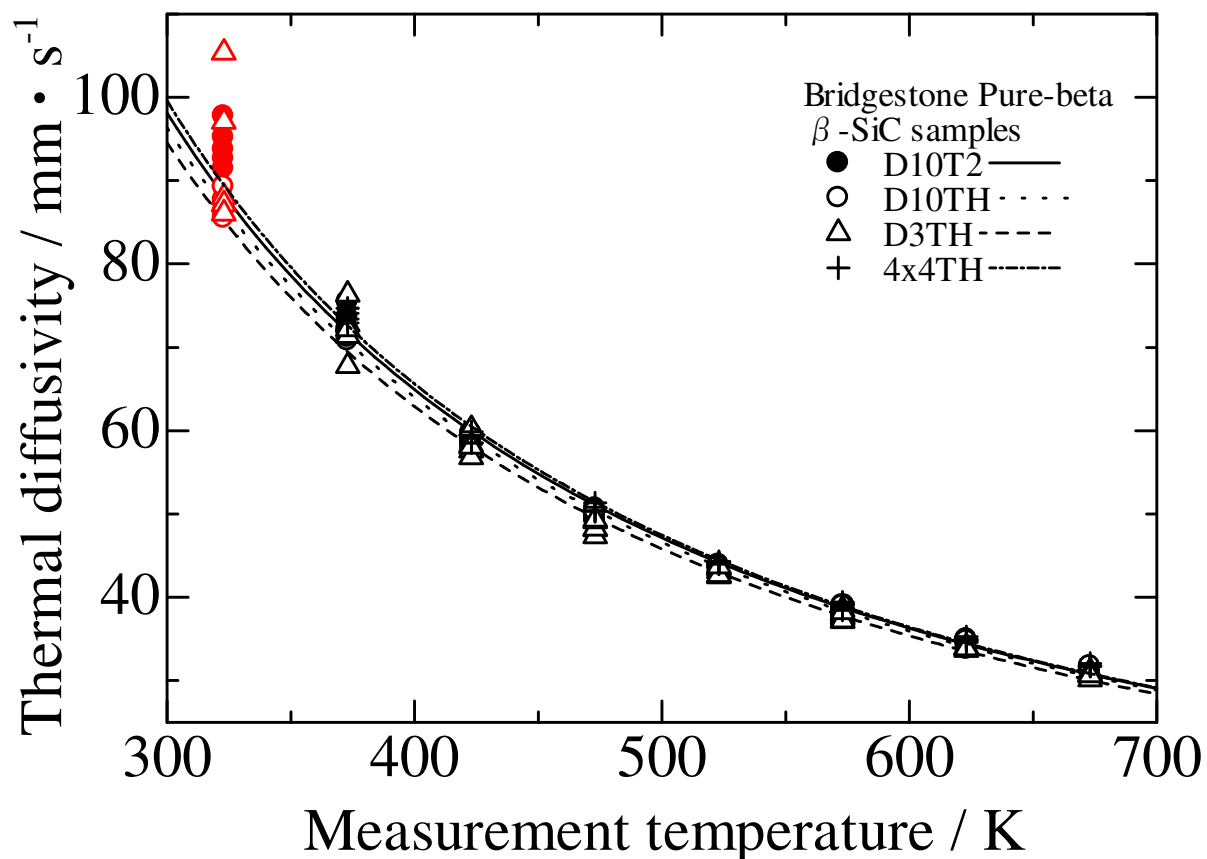


RP exhaust →
Evacuation Port



管理区域内に入らなくてもリモート
デスクトップで測定ソフトの操作が
可能

LFA-467HT による異なる試験片サイズでの熱拡散率測定の見証



ORNL に導入された NETZSCH LFA-467HT を用いて、D10T2, D10TH, D3TH, 4x4TH の異なる試料形状の Bridgestone Pure-beta β -SiC 試験片について、熱拡散率測定を行った。

Cowan Model を用いた解析の結果、100°C以上の測定に於いて**全てのサイズの試験片は非常に高い精度での熱拡散率の一致を見せた。**

β -SiC 試料ではカーボンコートなどの表面処理を行っていないため、理想的な測定が行えている。グラフェンスプレーの使用によりW材についても同様の測定が可能である。

HFIR 19J 照射後試料の測定結果

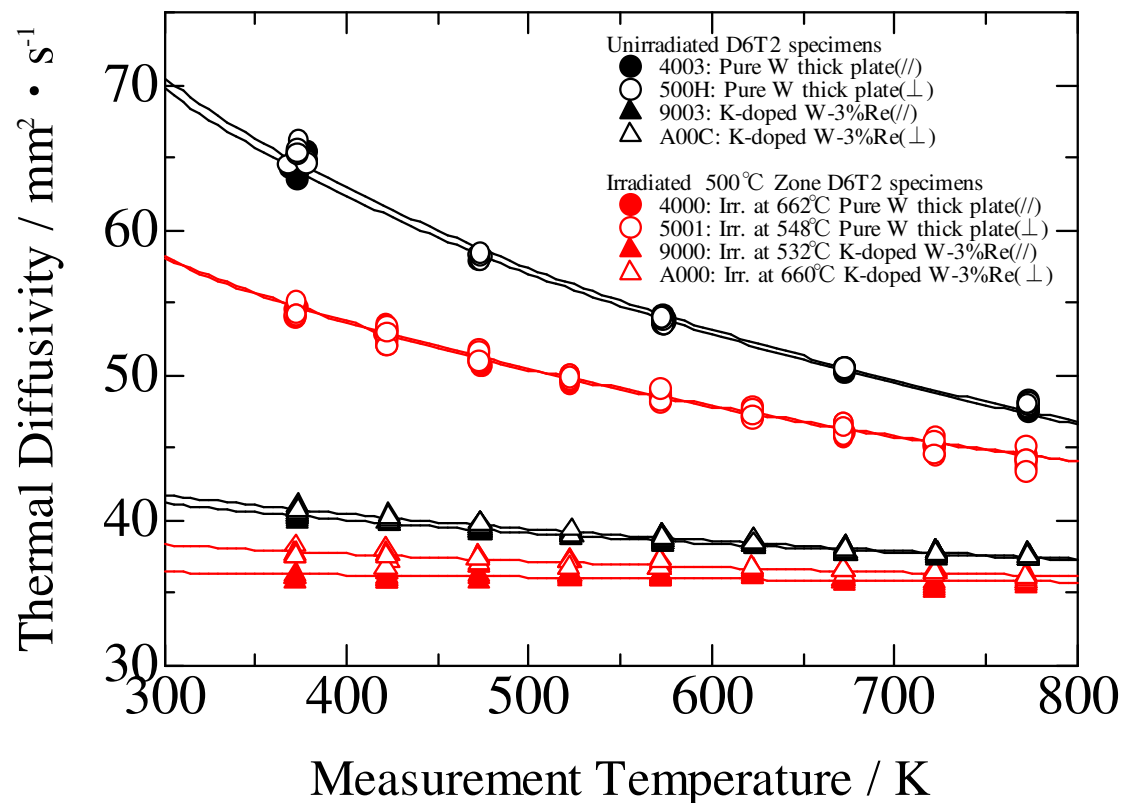
・HFIR 19J キャプセル 500°C zone でのD6T2サイズの照射試料に対してLFA-457により500°Cまでの測定を行った。照射量は試料全体で 0.2-0.7 dpa と言われており、500°C照射試料は0.2dpaに近い値と思われる。

・Pure W は照射により熱拡散率が低下したが、未照射の3%Re 添加材よりも高い熱拡散率を保持していた。さらに、高温に於いて未照射 Pure W 材の熱拡散率に漸近した。

・フォノン伝導は高温でフォノン-フォノン散乱により阻害され、電子伝導が支配的になると考えられるが、そのレベルが概ね同じである事を意味しており、核変換による影響は限定的と考えられる。

・K-doped W-3%Re材については照射による影響は限定的で余り大きな違いは見られず、温度に依らずほぼ一定の値を示した。

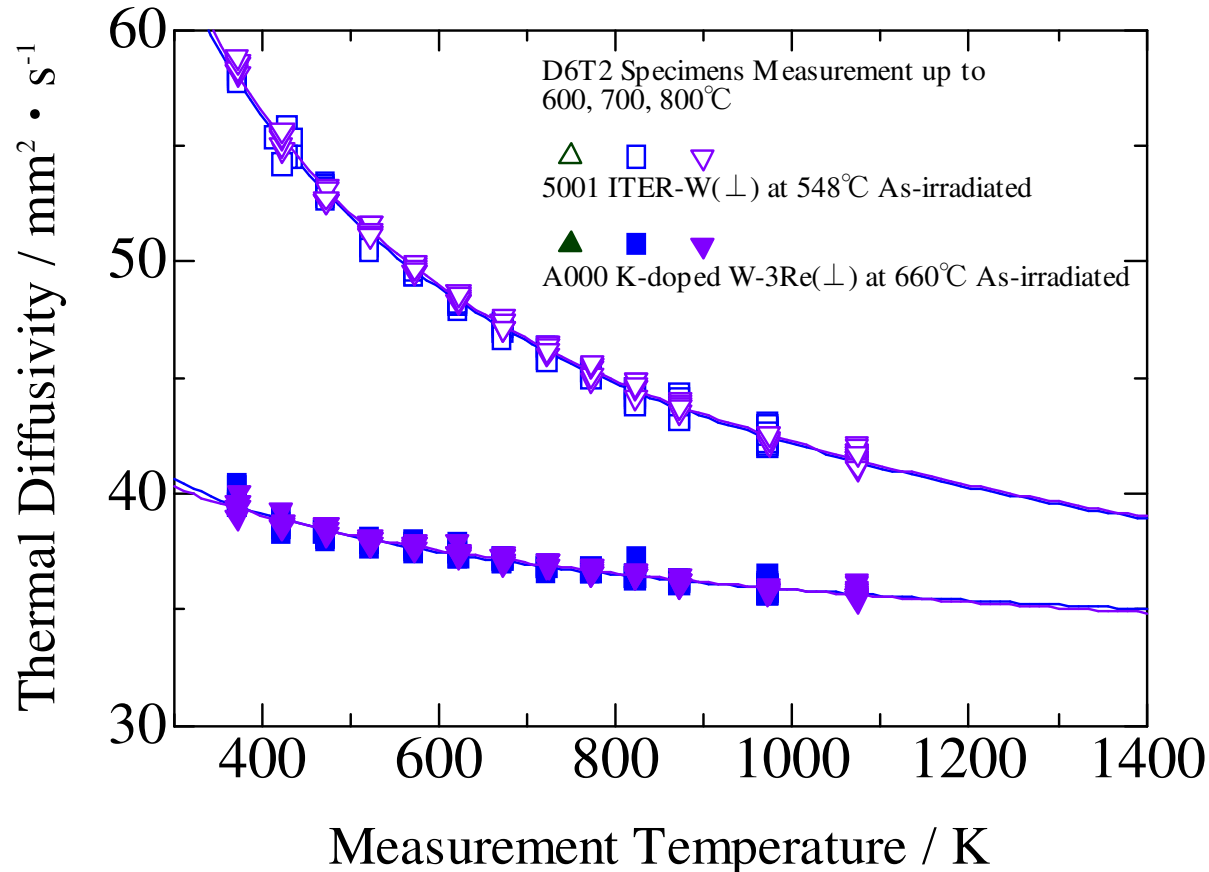
・試料平面に対する粒方向の組織上の違いからは、ほとんど差が見られなかった。K-doped W-3%Re材で若干差が見られているが照射温度推定値が130°C程度異なっておりそれによるものと考えられる。



電子伝導とフォノン伝導の効果を切り分けるために、異なるRe濃度の試料に対して電気伝導度の温度依存性評価が必要

D6T2 試料のアニール試験結果 (速報)

前ページと同一の試料に対して、LFA-467HT によりアニール試験を行った。室温～目標温度まで測定を行いながら昇温後、1h以上キープ、降温後に翌日再度室温～昇温しながらの測定を繰り返し、温度依存性変化を評価した(等時アニール試験)。さらに1分ごとの測定を行いながらアニールをすることで等温アニールについても評価可能。



・800°Cまでのアニールで回復挙動は見られなかった。現在、1100°Cまでのアニール操作を継続中。

・単空孔などの熱拡散率に大きな影響を及ぼす欠陥は余り導入されていないと考えられる。

→ 陽電子寿命測定などで検証予定

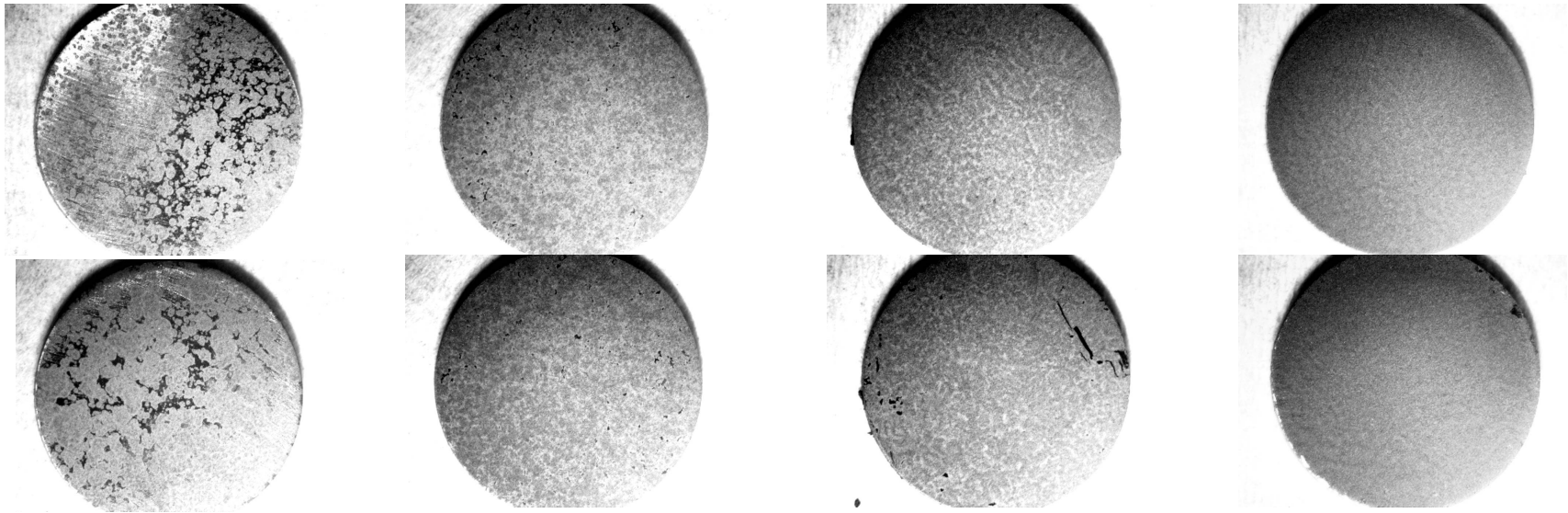
・Rapid 照射やTITAN照射試料との比較で、核変換量の違いによる影響を検証する必要がある。

欠陥量が少なく、フォノン伝導に対する寄与が殆ど無ければ、核変換量(及び核変換後の元素の分布状況)によって照射後の熱伝導が予測可能となる。

まとめ

- ・ORNL LAMDA 内にLFA-467HT を移設し、照射後微小試験片に対する熱拡散率測定手順を確立した。
- ・HFIR 19J での Gd シールド照射後試験片の熱拡散率測定を行った。
- ・Pure W は常温では20%程度の熱拡散率低下を示しているが、高温に於いて未照射材との違いは小さく、核変換による影響は限定的であると考えられる。
- ・800°Cまでのアニール試験では熱拡散率の絶対値及び温度依存性に変化は見られなかった。
- ・今後、電気伝導度測定、陽電子消滅寿命測定などと組み合わせることで、核変換による影響と格子欠陥による影響とをより明確に分離可能であると考えられる。
- ・タングステン材料に対して格子欠陥による熱拡散率への影響が限定的であれば、核変換量によって照射後熱物性を予測可能となる可能性がある。
- ・出力側4MW/m² の PAL により HLT を行った K-doped W-3Reバルク材及びW/SiC 試料に対して熱拡散率測定を行った。バルク材はほとんど変化が見られず、積層材は若干熱拡散率が良くなっていた。アニールされたことにより若干界面熱抵抗が下がったと考えられる。

表面処理の重要性(2)



コート率

50%

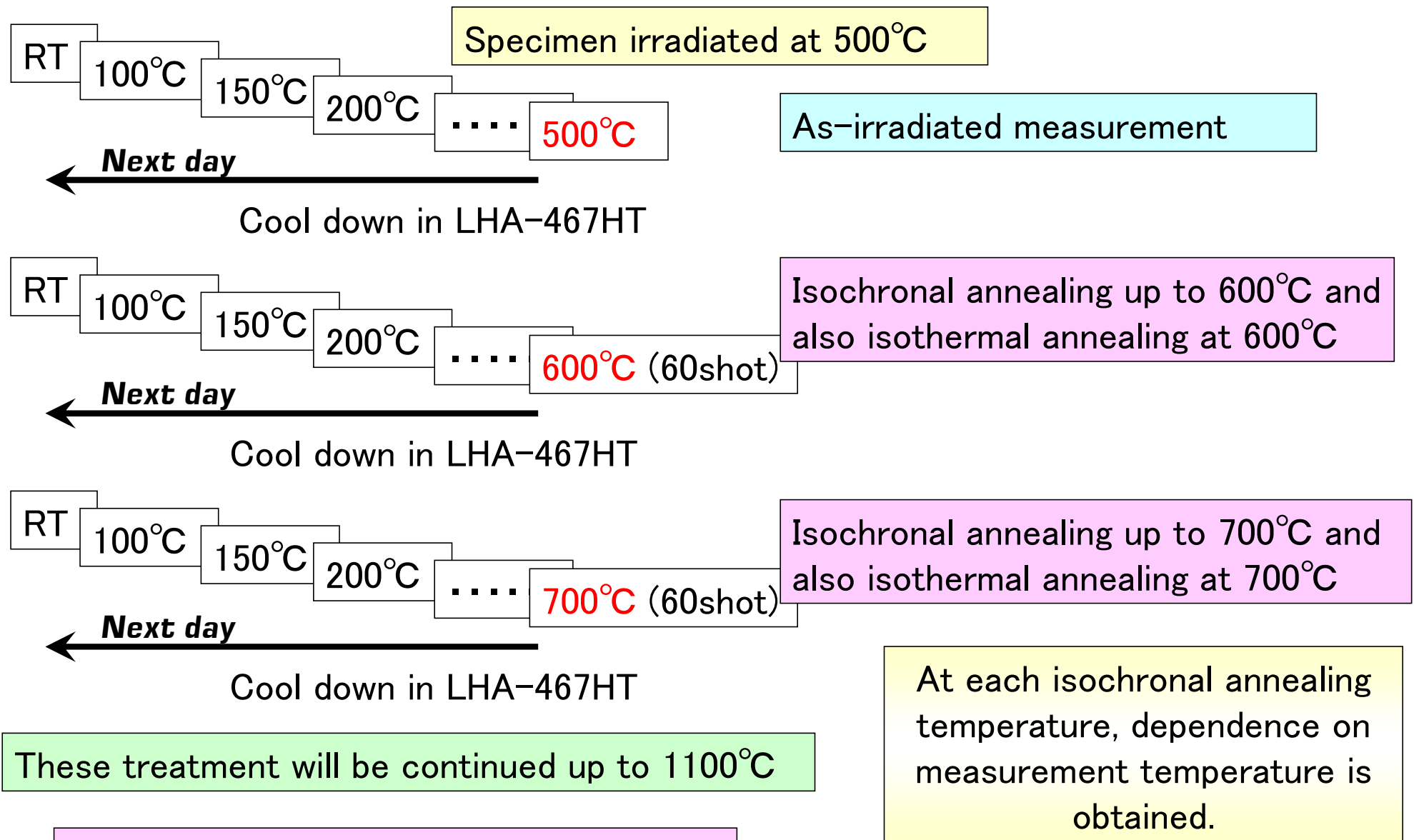
80%

full

thick

D10T1 の ITER-G W (Pure W thick plate (Stress relieved, A.L.M.T.)) を研磨して、表面を従来からのグラファイトスプレーで異なる被覆率でコーティングし、その影響を評価した。

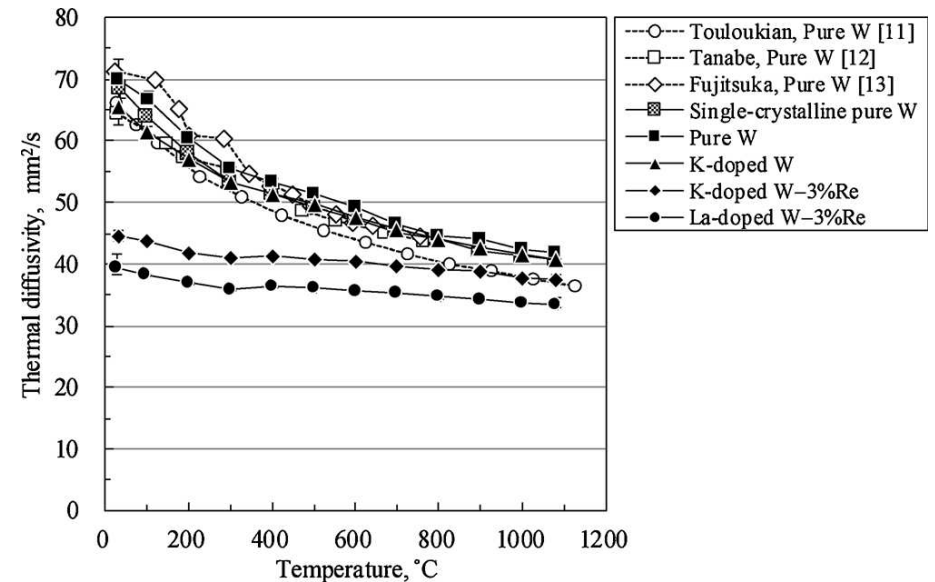
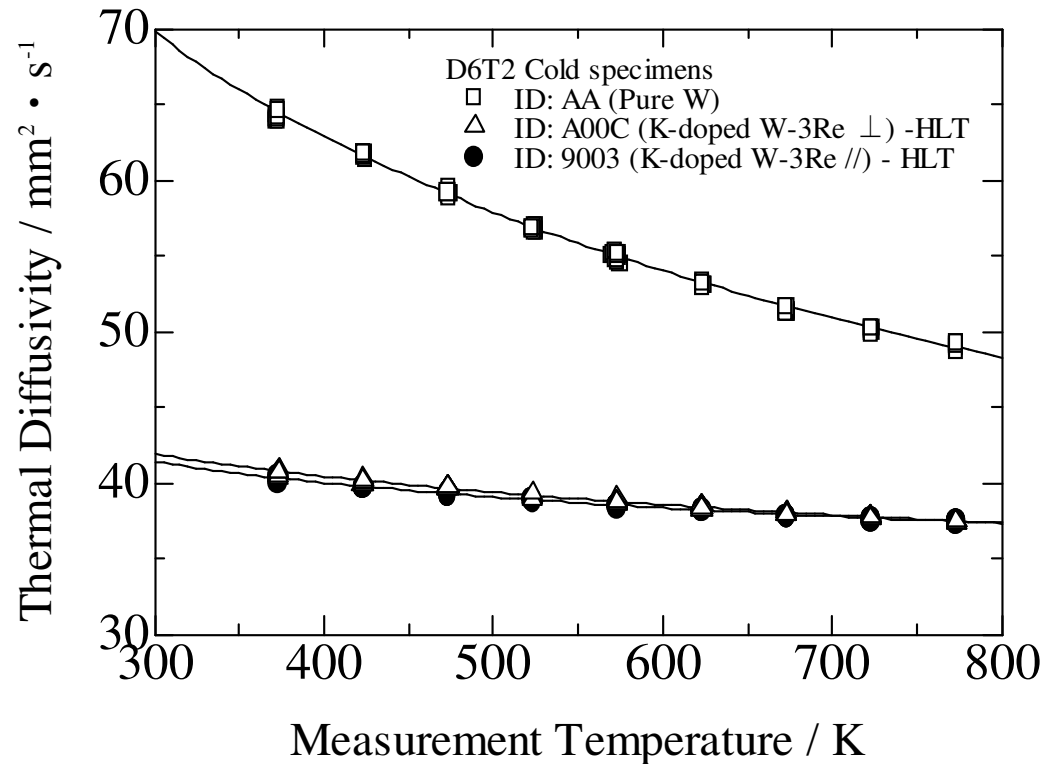
Annealing measurement procedure



At each step, **NO Rad-Work** is required.

(Liq. N₂ must be supplied)

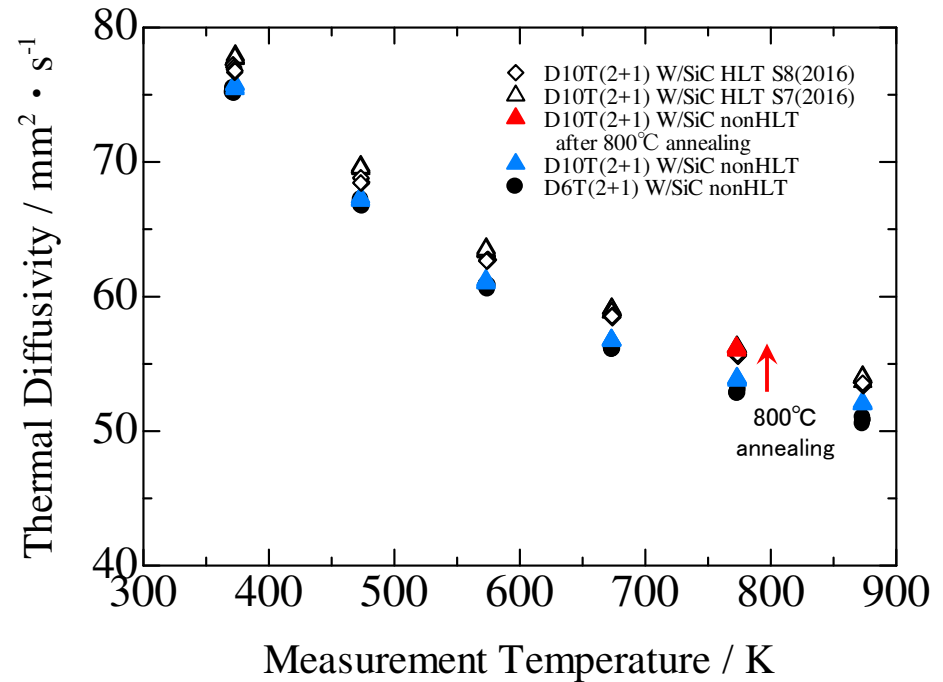
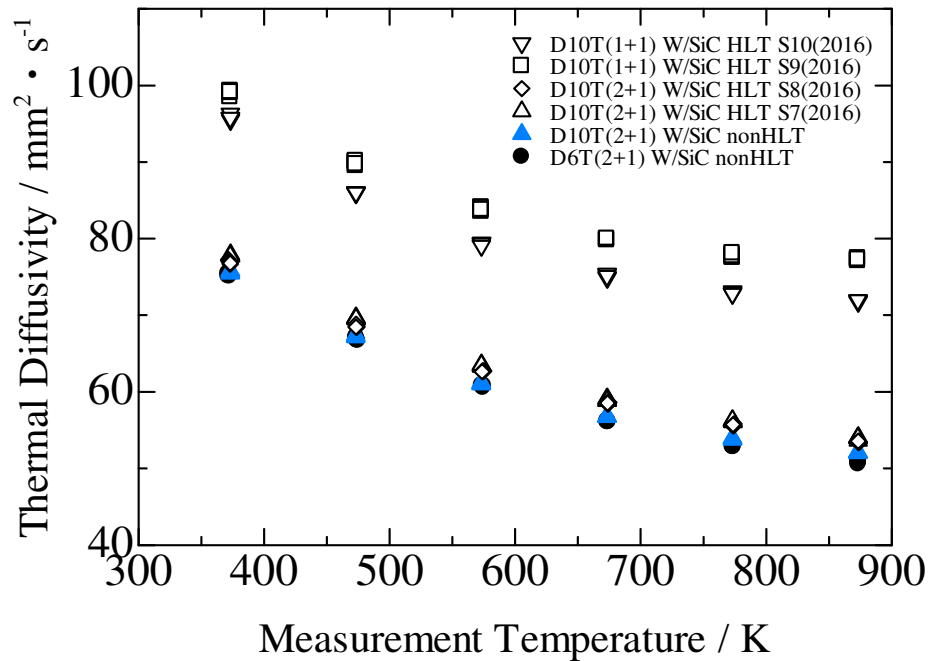
Thermal diffusivity after HLT



K-doped W-3%Re specimens were heat load tested using 4MW PAL.

There is no significant change compared with literature value.

Thermal diffusivity after HLT(2)



W/SiC laminated specimens were heat load tested using 4MW PAL in 2016.

S7 and S8, D10T(2+1) (2mm W and 1mm SiC) specimens **after the HLT** showed a little higher thermal diffusivity. It showed good correspondence with non-HLT specimen **after 800°C measurement**.