

2023年度成果報告会
超高流束協奏材料ユニット
研究成果

申 晶潔

ユニット研究対象

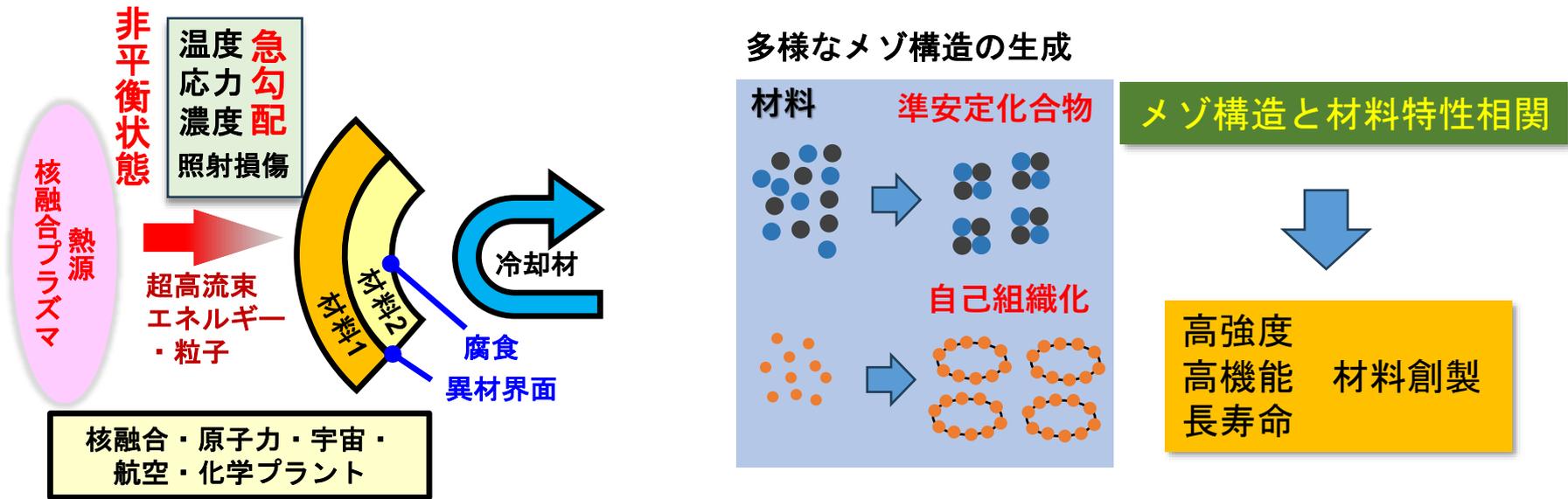
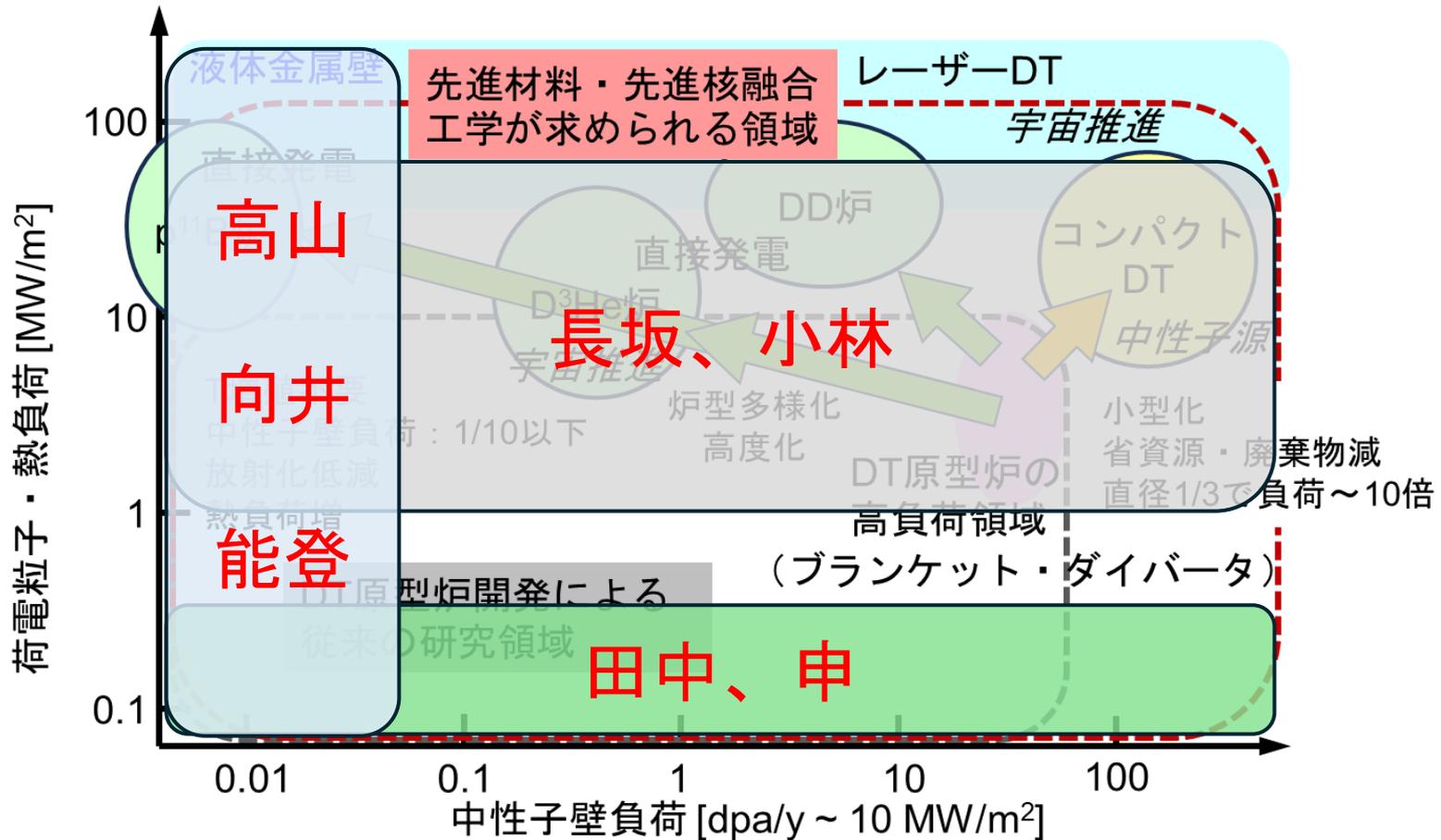


図 超高流束エネルギー・粒子環境と協奏する材料

- 過酷環境下における非平衡状態で
 - 準安定相・自己組織化構造の材料マクロ物性への寄与を深く理解
 - それらを活用し、超高流束と協奏する適応化構造を増幅する材料設計と新材料創製
- 構造材料と機能材料
 - 金属材料（バナジウム合金、タングステン、鉄鋼材料、高融点セラミックナノ粒子分散強化合金等）
 - セラミック材料（絶縁、水素制御、各種センサー）

所内メンバーの具体的な研究領域



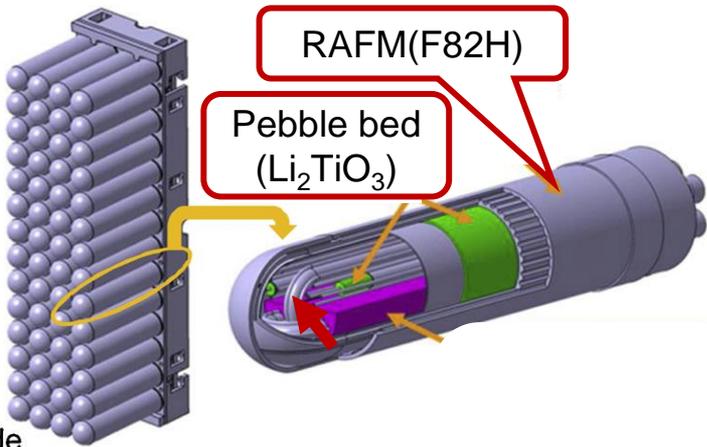
各領域におけるキーワード

高粒子・熱負荷：高温科学、耐熱材料、非平衡化学反応

高損傷率：機能材料、耐照射材料

重畳領域：自己組織化と物性の相関、非平衡相転移、非平衡化合物

2023年度所内メンバー研究成果



Plasma side

Fig. Water cooled ceramic breeder test blanket module
Y. Kawamura et al., Fusion Eng. Des. 161 (2020) 112050.

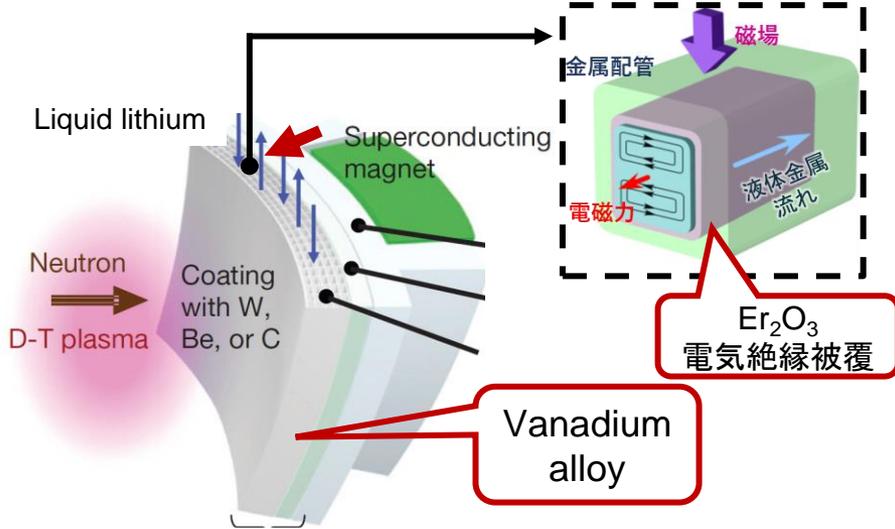


Fig. Self-cooled Li blanket with V-4Cr-4Ti structural material.

T. Muroga, Comprehensive Nuclear Materials, Elsevier, Oxford, 2012, 391-406.

セラミック材料

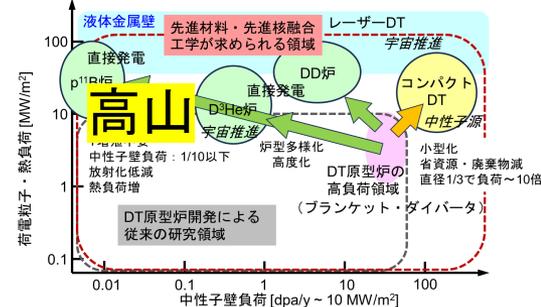
- 高山：非平衡下の材料物性の解明
 - 温度勾配、非平衡化学反応
- 向井：パルスレーザー照射によるリチウムセラミック微小球の製造
 - 温度勾配、急冷
- 田中：酸化エルビウムの発光を利用する炉内環境モニタリング手法の研究
 - 照射効果、機能材料

金属材料

- 小林：高流束水素注入による材料構造ダイナミクスの実験的検証と体系化
 - 高流束、水素透過
- 能登：相変態誘起変形に基づく新金属加工学の探求
 - 非平衡相転移、応力勾配
- 長坂：高精製バナジウムにより10年以内のブランケット材料再利用に見通し
 - 耐照射材、準安定相
- 申：バナジウム合金の微細組織と機械特性に及ぼすチタン濃度及び熱処理温度の影響

非平衡下の材料物性の解明

マイクロ波を用いて非平衡状態を生成し、その非平衡下での材料物性の解明を目指す。



マイクロ波電場加熱
1000°C 加熱後

マイクロ波磁場加熱
1000°C 加熱後

マイクロ波加熱の特異な現象

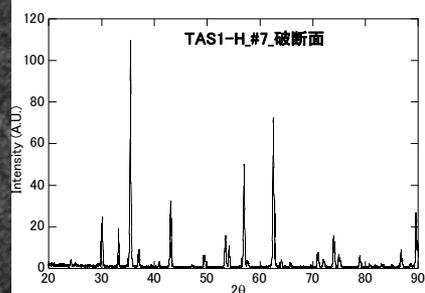
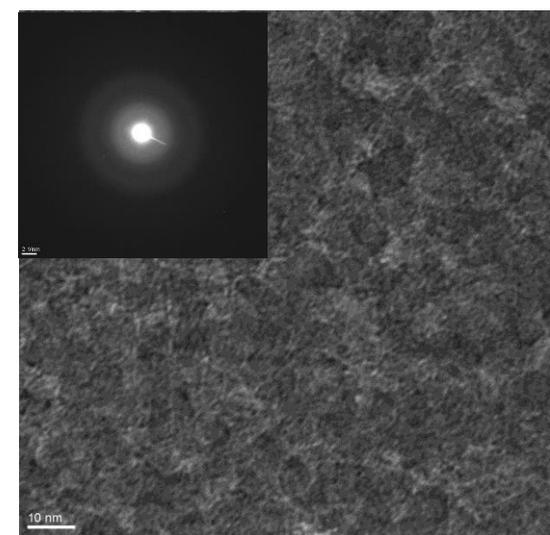
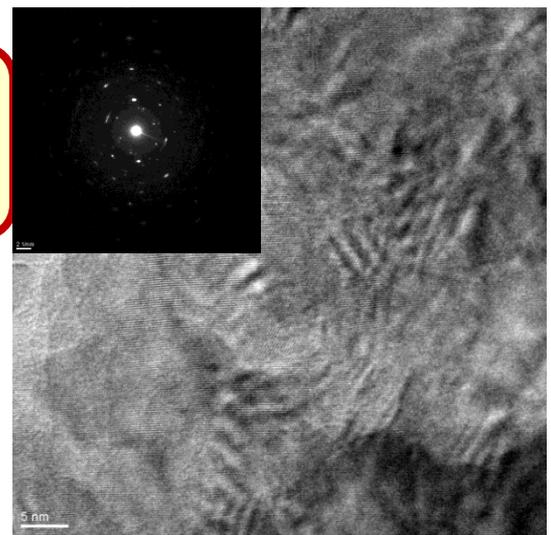


図 マイクロ波で加熱後Fe₃O₄の電子顕微鏡写真

長距離秩序有



短距離秩序無



準結晶？

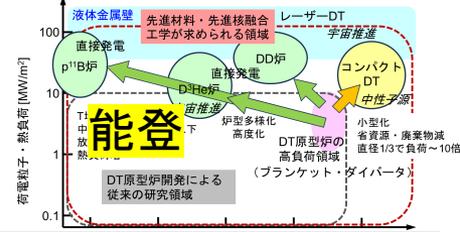
今後の展開

MA処理とマイクロ波加熱のハイブリッドプロセス

MA処理の機械的エネルギーで転位やひずみで結晶構造を非平衡構造にし、その非平衡構造をマイクロ波で熱的非平衡加熱を行う。

対象材料は、電気伝導セラミックスの過飽和原子欠陥セラミックスとする。5

相変態誘起変形に基づく新金属加工学の探求



背景

熱サイクル(相変態)で柔らかく!!

変形荷重: 1/10!!

伸び: 170~200%!!

成果: 組織変遷の把握

JLF-1 Before transformation super plasticity

Mx	29 nm (2 particles average)
M ₂₃ C ₆	113 nm (8 particles average)

After

Mx	42 nm (5 particles average)
M ₂₃ C ₆	

2023年度成果

29th IAEA Fusion Energy Conference – 2023 (FEC 2023)

21st International Conference on Fusion Reactor Material (ICFRM-21)

Mxの残存

→TSP加工による安定性

M23C6の消失

→試料表面の酸化による脱炭の可能性あり

→将来的な加工の場合にはガス処理の必要性

学術的視点
工学的視点

相変態を利用した強化組織の実現を目指した研究

圧縮前後のJLF-1

相変態熱処理SiC焼結

学術的新規性と本ユニットとの整合

変態超塑性型の圧縮変形もまた、新しい強化機構を生み出す可能性を秘めていると考えている。部分的に非晶質化の可能性があるほどの内部応力が圧縮方向に加わる極限環境下で形成する組織(異相付近母相強化、および新しい強化粒子生成)の研究は、これまでとは全く異なるアプローチの強化法研究になると期待できる。

- 所内連携: 他の相変態基材への応用(高純度SiC焼結)
- 所外連携: 極端な熱勾配・応力勾配下での形成される組織

相変態型超塑性成形の開発

これまでの超塑性成形の例

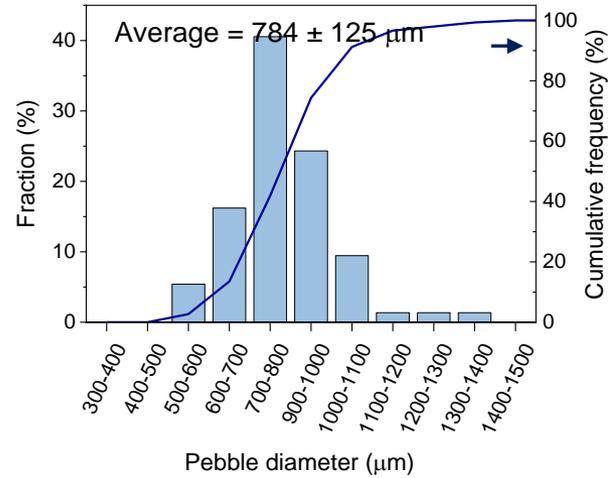
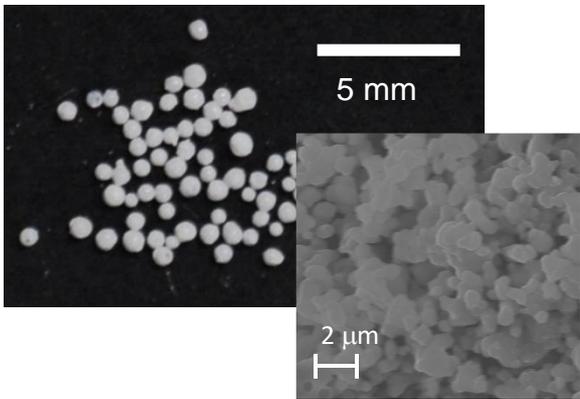
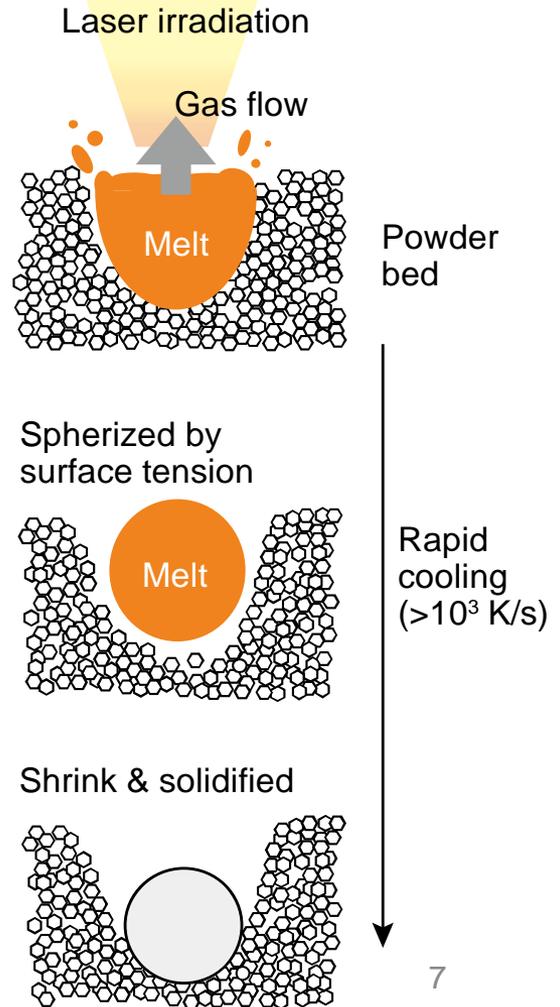
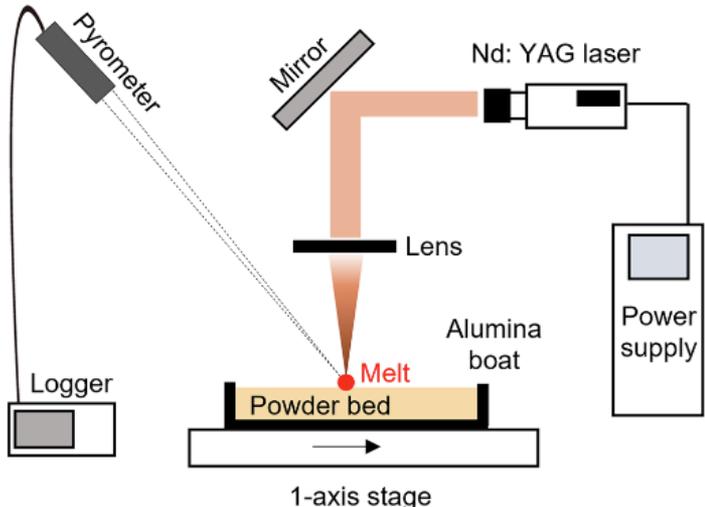
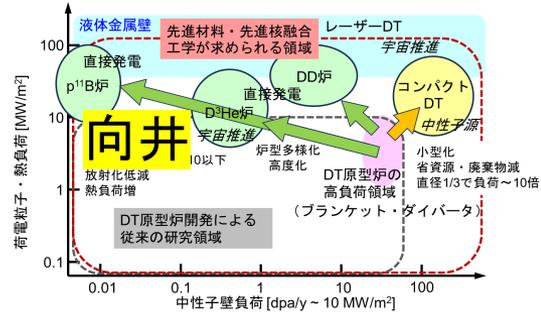
内部ガス圧を利用

産業応用を念頭にした複合変形への展開を見越し、民間企業との連携(NIFS発展的研究計画スタート支援)

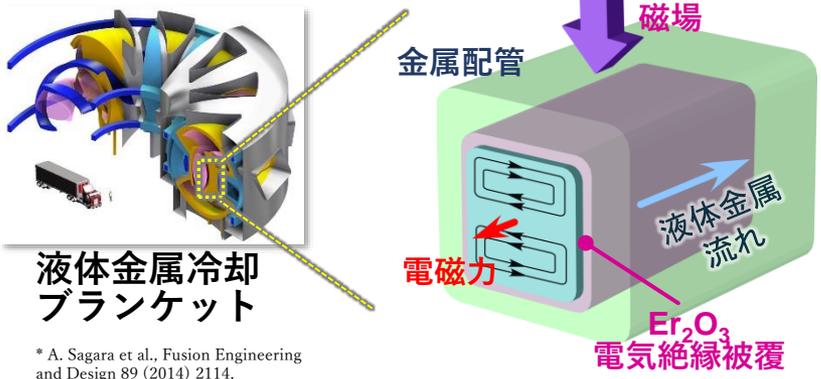
パルスレーザー照射による リチウムセラミック微小球の製造

- 1つの工程で固体増殖材の微小球を造粒する新製造法を提案。
- 高い温度勾配と急冷を利用し、結晶粒の粗大化を抑制した。

2023年度成果
K. Mukai *J. Amer. Ceram. Soc.* 106 (2023) 5735-5742.

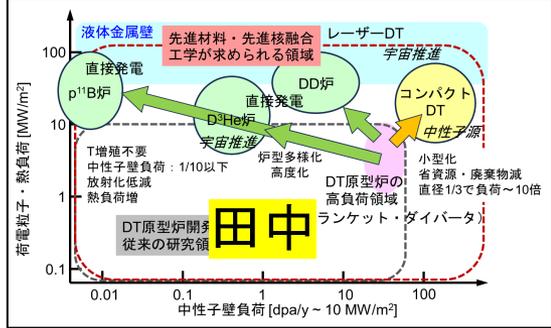
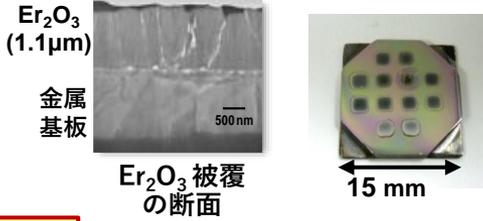


酸化エルビウムの発光を利用する炉内環境モニタリング手法の研究



* A. Sagara et al., Fusion Engineering and Design 89 (2014) 2114.

2023年度成果
Teruya Tanaka et al., Nuclear Materials and Energy 38 (2024)101614.



これまでの研究

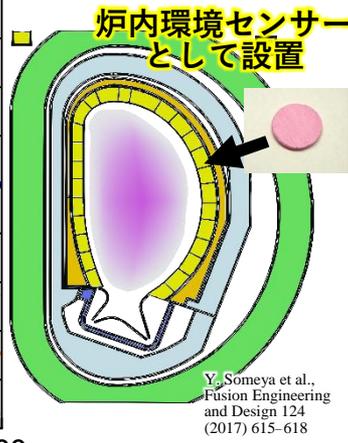
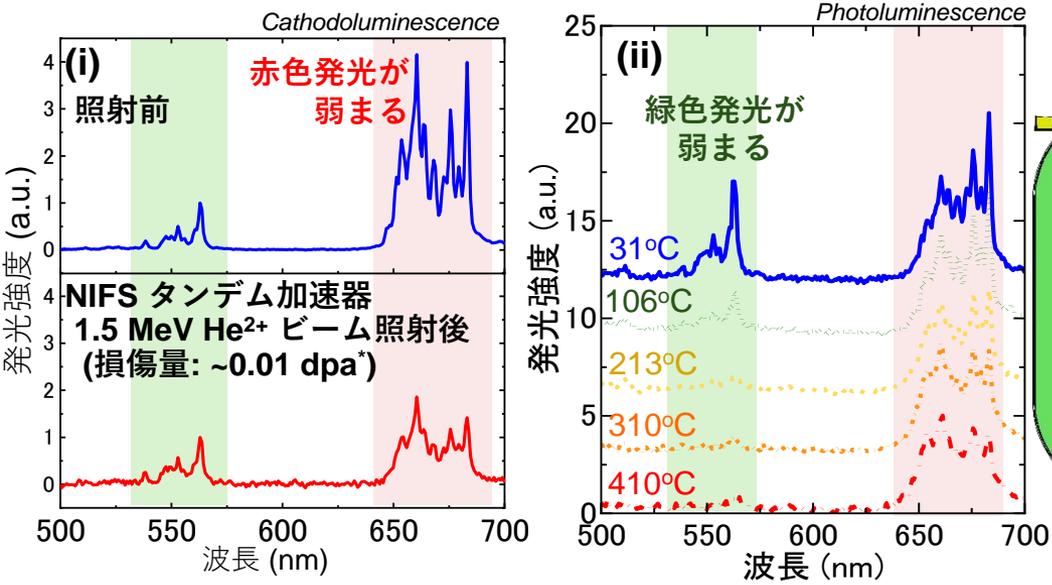
- Er₂O₃: 液体金属冷却ブランケットシステムに必要な電気絶縁被覆の候補材
- 電気的特性や被覆成膜技術の研究

新しい提案

- [2023年度]**
- ✓ Er₂O₃の発光ピーク強度: (i) 照射損傷 (結晶の乱れ) (ii) 温度に敏感
 - ✓ Er₂O₃材料を核融合炉内の環境モニタリングに使用することを提案



- [2024年度~]**
- 高放射線場で使用可能な頑強な光学モニタリングシステムの開発
 - 発光スペクトル変化のメカニズム研究



核融合炉内へのセンサーとしての酸化エルビウムの設置

Er₂O₃ 発光スペクトルの (i) 照射損傷 (結晶の乱れ)、(ii) 温度に伴う変化
➔ 照射損傷センサー / 温度センサーへの適用を提案
(*dpa: displacement per atom)

高流束水素注入による材料構造ダイナミクスの実験的検証と体系化

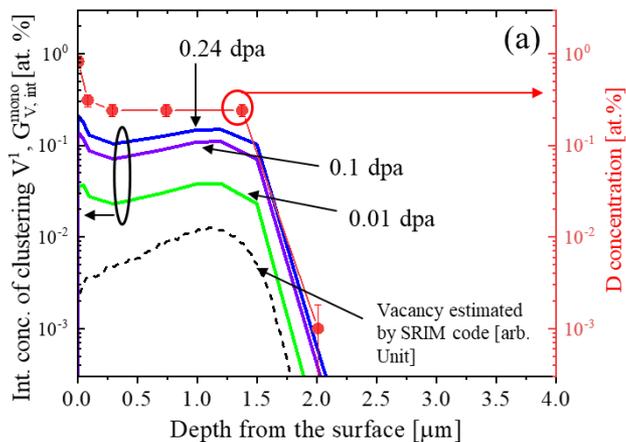
水素超透過現象の駆動原理を応用した超高流束水素を材料中に発生・制御*することで、

- 軽量・高密度な過飽和水素貯蔵材料の実現
- 材料中の欠陥・水素の非線形相互作用の体系化
- 高効率・高速トリチウム除染技術を実現する。

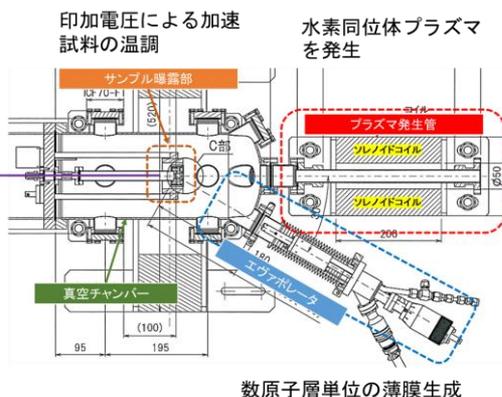
2023年度：水素超透過試験装置のベンチマーク

2024年度：過飽和水素貯蔵状態の実証試験

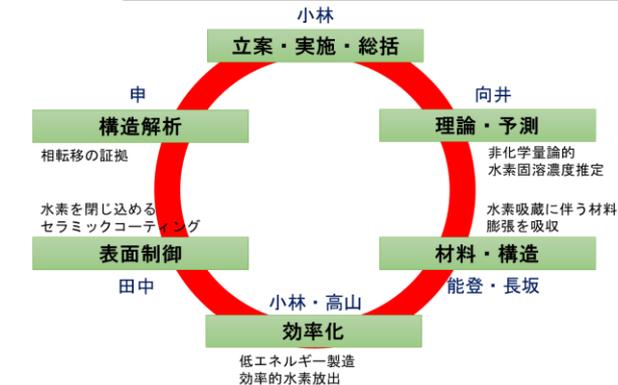
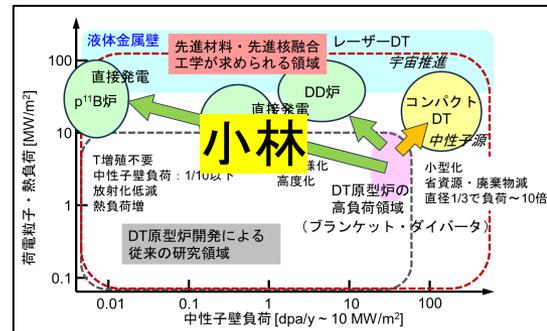
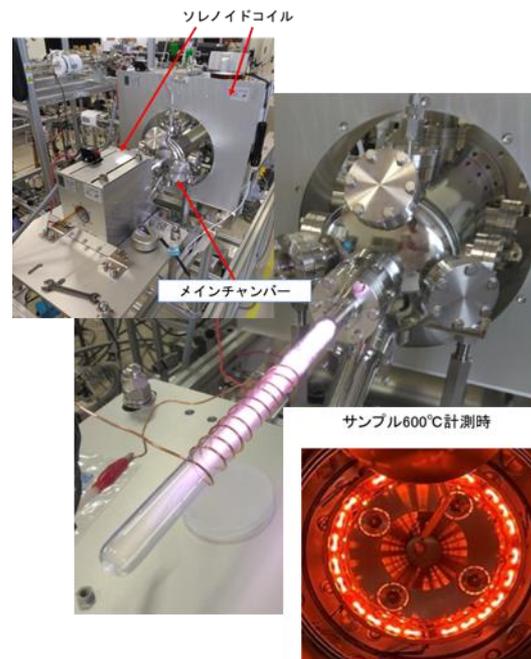
*M.I. Kobayashi, et al., Plasma and Fusion Research, 18 (2023) 2105073.



イオン照射したタングステン中の原子空孔密度の理論予測と重水素濃度の実測値の比較



水素超透過試験装置の整備



超高流束協奏材料ユニット内での有機的連携

高精製バナジウムにより10年以内のブランケット材料再利用に見通し→今後は合金試作、非平衡化合物探索

■ 有害放射化不純物の低減

- Co, Cu, Fe, Nb, Ni, Mo

■ Ti低濃度、Cr高濃度の合金組成探索

- $^{48}\text{Ti} (n, \alpha) ^{45}\text{Ca} (n, \alpha) ^{42}\text{Ar} (t_{1/2}: 32.4 \text{ y}) \rightarrow ^{42}\text{K} (12.4 \text{ h})$

■ 冷却期間における ^{42}Ar の脱ガス溶解

表 既存のV合金NIFS-HEAT、試作高純度V及び、候補新合金の組成

合金元素, mass%	合金元素, mass%			有害放射化不純物, mass ppm						
	ID	Cr	Ti	Si	Co	Cu	Fe	Nb	Ni	Mo
NH2	4.02	3.98		0.027	0.7	2	49	0.8	7	24
Z5				0.0071	0.01	<0.05	0.12	0.86	0.03	10
Z44	4	4	To be optimized		≤0.1	≤0.3	≤3	≤1	≤0.1	≤10
Z63	6	3								
Z82	8	2								
ZX1	10	1								

2024年度は合金試作と組成最適化

■ 中性子重照射下 (> 30 dpa) で Ti_5Si_3 (非平衡化合物) 析出によりスエリングと照射硬化回復 H.M. Chung, J. Nucl., Mater. 239 (1996) 139-156.

→イオン照射での再現・制御研究にも着手 (九大応力研共同研究)

2023年度成果
THERMEC2023, 招待講演
T. Nagasaka et al., Mater. Sci. Forum 1106 (2023) 117-126.

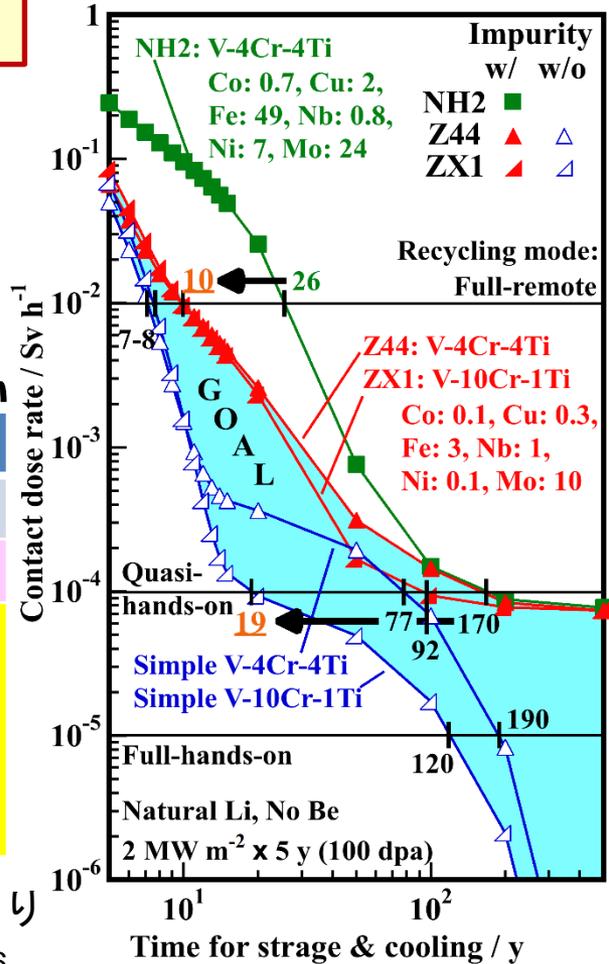
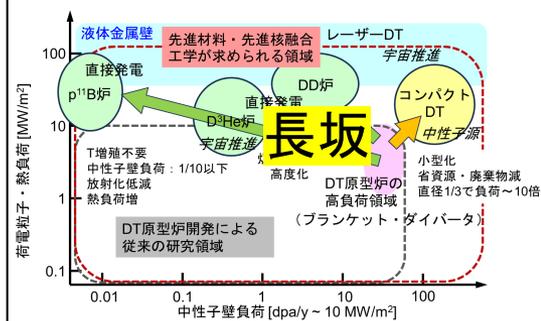


図 100 dpa中性子照射後の接触線量率の減衰

■ セラミック材料

- 高山：非平衡下の材料物性の解明
 - 温度勾配、非平衡化学反応
- 向井：パルスレーザー照射によるリチウムセラミック微小球の製造
 - 温度勾配、急冷
- 田中：酸化エルビウムの発光を利用する炉内環境モニタリング手法の研究
 - 照射効果、機能材料

■ 金属材料

- 小林：高流束水素注入による材料構造ダイナミクスの実験的検証と体系化
 - 高流束、水素透過
- 能登：相変態誘起変形に基づく新金属加工学の探求
 - 非平衡相転移、応力勾配
- 長坂：高精製バナジウムにより10年以内のブランケット材料再利用に見通し
 - 耐照射材、準安定相

■ 詳しい研究成果（申晶潔）

- 高純度バナジウム合金の微細組織と機械特性に及ぼすチタン濃度及び熱処理温度の影響

超高流速協奏材料ユニット 2023年度主要成果（申 晶潔）

高純度バナジウム合金の微細組織と機械特性に及ぼす
チタン濃度及び熱処理温度の影響

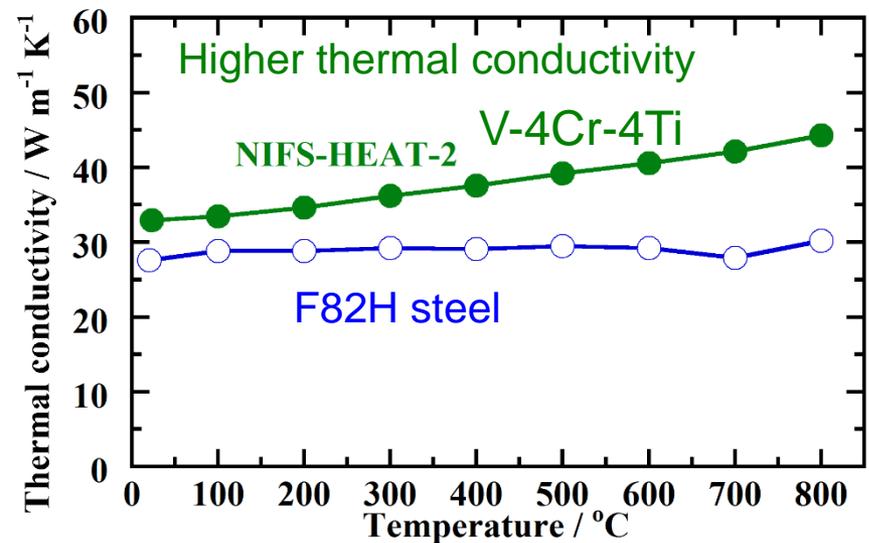
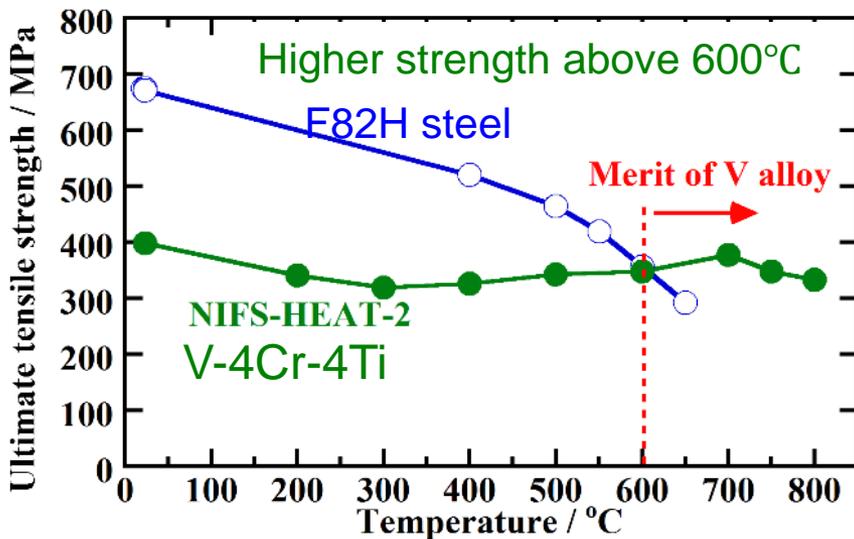


Fig. Ultimate tensile strength and thermal conductivity of V-4Cr-4Ti alloy and F82H steel versus test temperature.

[1] T. Nagasaka et al., IAEA Fusion Energy Conference 2018 presentation. [2] T. Nagasaka et al., Fusion Eng. Des. 81(1) (2006) 307-313. [3] T. Nagasaka et al., Fusion Eng. Des. 98-99 (2015) 2046-2049.

世界最高純度のバナジウム合金: NIFS-HEAT-2

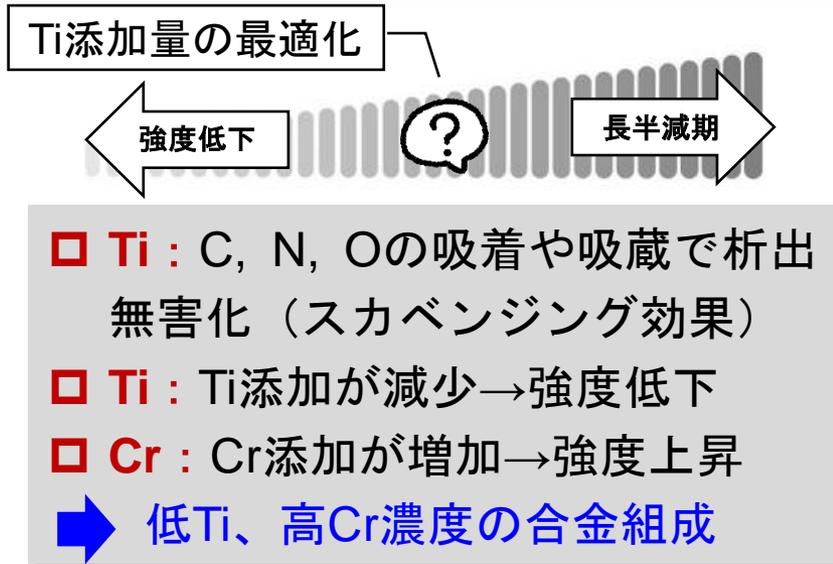
1990年代に**V-4wt%Cr-4wt%Ti**は候補組成合金を最適化され、格子間型不純物(C,N,O)が**600~1000ppm**である[1].

ID	Country	Fabrication size / kg	Alloying elements (V-4Cr-4Ti alloy) /wt%			Interstitial impurities /wppm	Harmful radioactive impurities /wppm
			V	Cr	Ti	C+N+O	Al+Co+Nb+Ni+Mo
NIFS-HEAT-2[2]	Japan	166	Bal.	4.02	3.98	339	92
US832665[3]	USA	500	Bal.	3.25	4.05	600	740
RF-VVC3[4]	Russia	110	Bal.	3.76	4.64	590	308
SWIP-30[5]	China	30	Bal.	3.81	3.92	420	217
CEA-J57[6]	France	30	Bal.	3.76	3.93	470	282

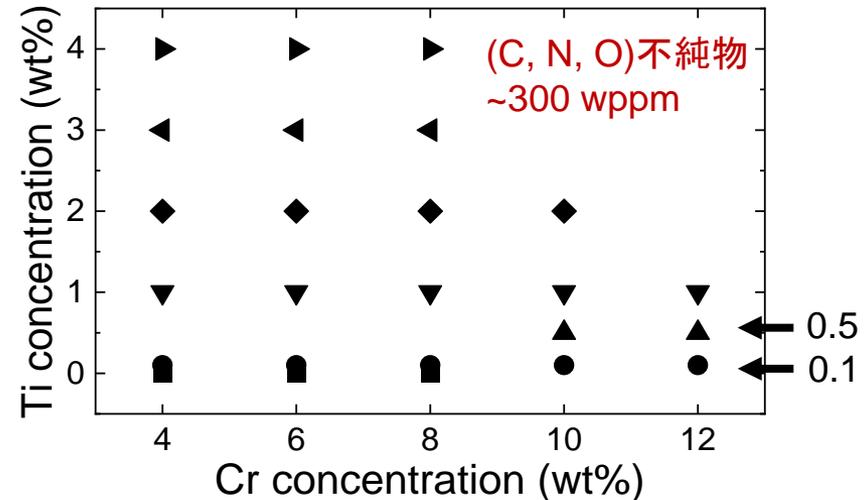
Ti: V, Crよりも**長半減期**の放射性同位体(⁴²Ar [7])を生成するため、核融合炉で使用後の再利用には好ましくない

- 本研究では、組成がV-4Cr-4Tiと最適化された当時より低C,N,O不純物(**~300wppm**)の合金を用いているので、スカベンジング (C, N, Oの析出無害化)に必要なTiは従来より少ない可能性あり

[1] D.L. Smith et al., J. Nucl. Mater. 233-237 (1996) 356-363. [2] T. Nagasaka et al., J. Plasma and Fusion Res. SERIES, 5 (2002) 545. [3] M. L. Grossbeck et al., J. Nucl. Mater., 258-263 (1998) 1778., [4] M. M. Potapenko et al., ICFRM-14, Sep. 6-11, 2009, Sapporo, Japan., [5] H. Y. Fu et al., J. Nucl. Mater. 442 (2013) S336., [6] V. Duquesnes et al., J. Nucl. Mater. 426 (2012) 96. [7] E.T. Cheng, Fusion Eng. Des. 48(3) (2000) 455-465.



高純度V-Cr-Ti系合金の化学組成



■ 高純度バナジウム合金におけるTi添加量の最適化のため、微細組織と機械特性に及ぼすTi濃度及び熱処理温度の影響を調査した。

- 温/冷間圧延(圧下率 > 90%、最終板厚 ~ 0.25 mm)
- 真空等時焼鈍
 - V-4Cr-xTi (600-1000°C for 1 h), 他 1000°C for 1 h
- 硬さ試験、引張試験(RT, 700°C真空, ひずみ速度: $6.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)
- 電子顕微鏡観察 (SEM/TEM)

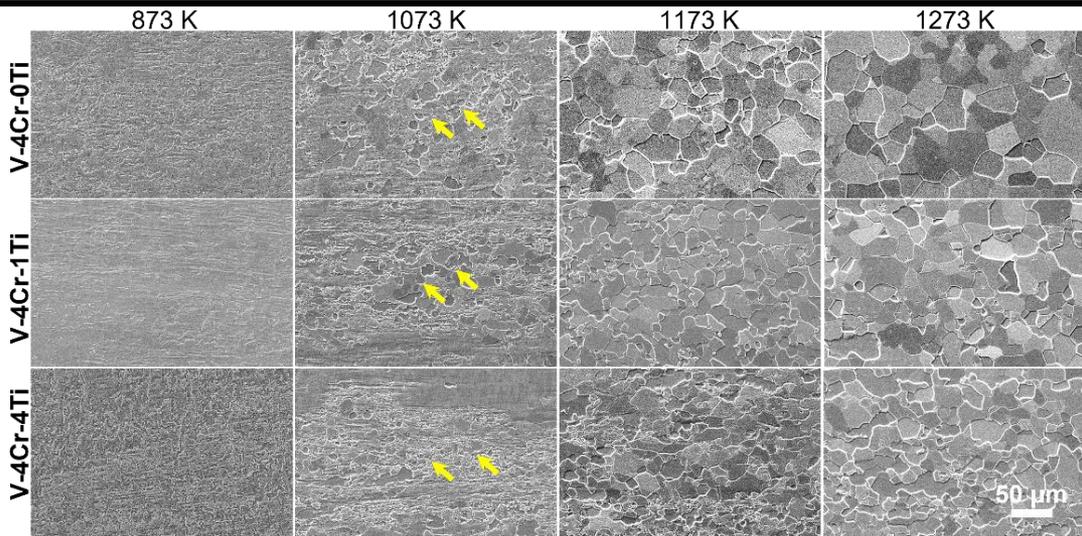


Fig. SEM images of cold rolled V-4Cr-0Ti, V-4Cr-1Ti, and V-4Cr-4Ti alloys after annealing for 1 h at 873 K, 1073 K, 1173 K and 1273 K.

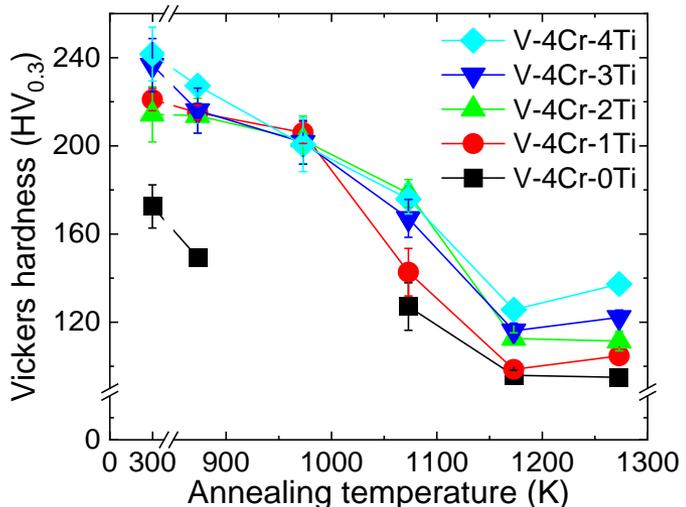


Fig. Hardness of cold rolled V-4Cr-xTi alloys with annealing temperature.

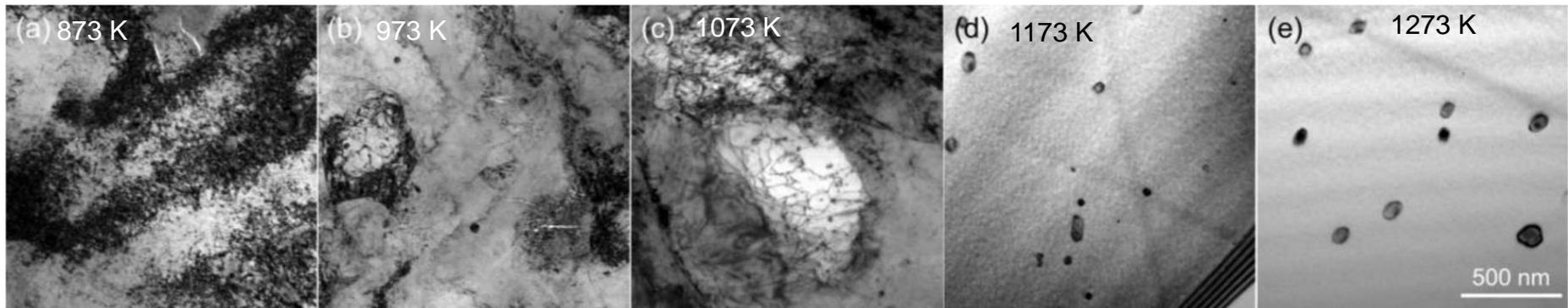


Fig. TEM images of cold rolled V-4Cr-4Ti alloy after annealing for 1 h at (a) 873 K (b) 973 K, (c) 1073 K, (d) 1173 K, and (e) 1273 K.

- 熱処理800°Cで部分再結晶が起こり, 1000°Cで完全再結晶が完了
- 熱処理700°C以上Ti添加合金はTi(CON)析出が発生
- 硬さは欠陥の回復と再結晶で熱処理温度とともに軟化

Ti(CON)析出物のTi添加量依存性

V-10Cr-xTi
1000°Cで熱処理

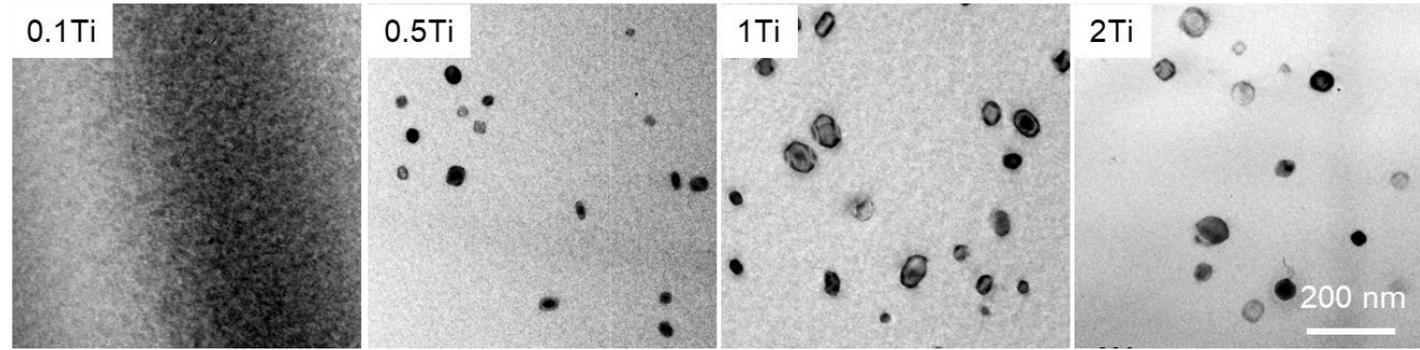


Fig. Bright field TEM images of V-10Cr-xTi alloys after annealing at 1000°C

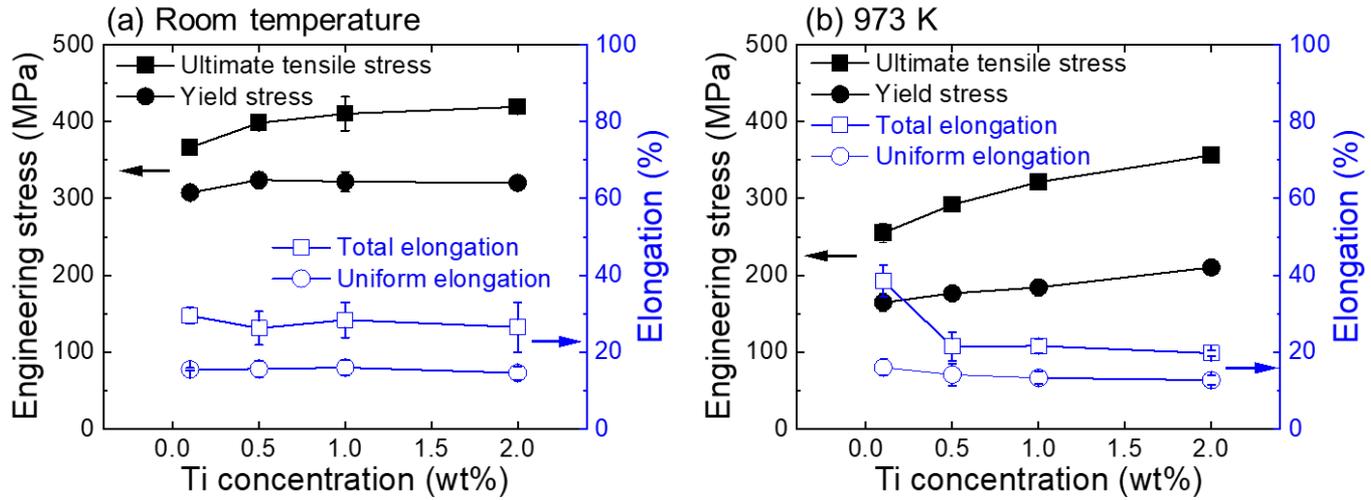


Fig. Tensile properties of V-10Cr-xTi alloys at room temperature and 700°C.

- Ti添加量は0.5wt%以上でTi(CON)析出物が形成
- 室温及び高温強度はTi添加量とともに増加
- Ti濃度を0.5wt%程度まで減らしても、スカベンジング効果と析出強化は維持できる

低Ti高Crの候補合金：V-4Cr-4Ti合金と同等の強度

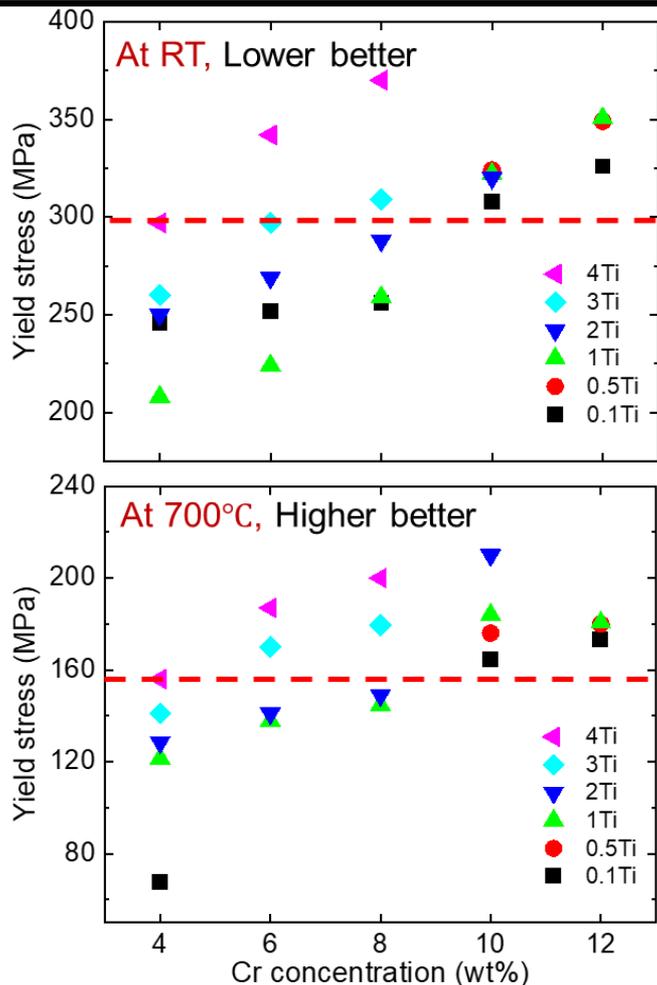
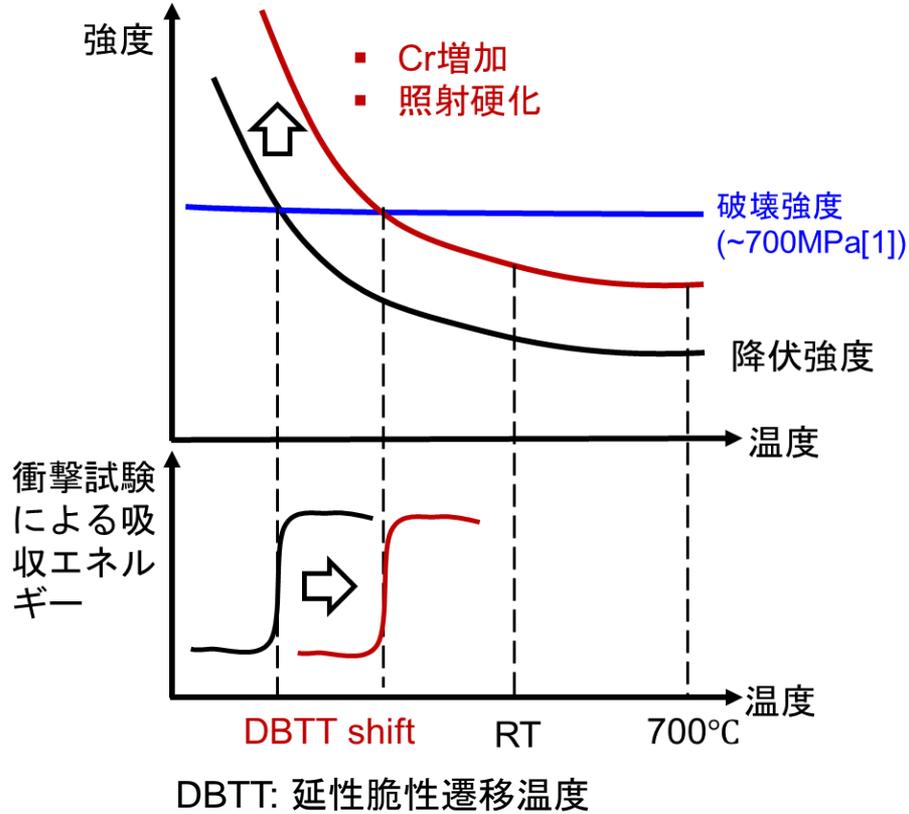


Fig. Yield strength of high-purity vanadium alloys with various Ti and Cr concentrations at room temperature and 700°C.

- DBTTは強度の増加により高温側にシフトする
- 強度とDBTTのバランス：室温で同等強度、高温での強度はより優れる
- 候補材V-4Cr-4Ti合金と同等の高温強度を得る合金組成：
V-6Cr-3Ti, V-8Cr-(2,3)Ti, V-10Cr-(0.5,1)Ti, V-12Cr-0.5Ti

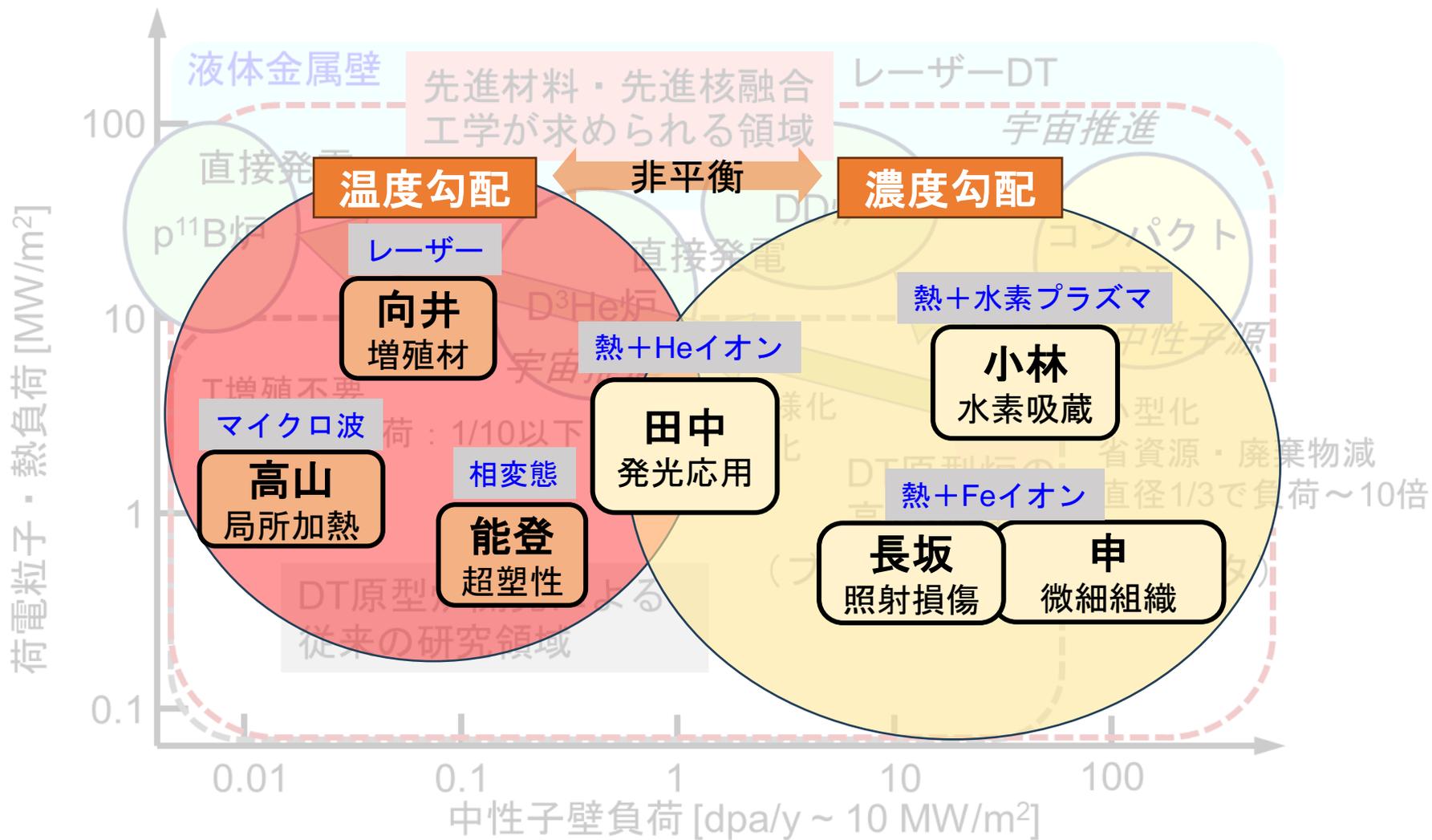
高純度バナジウム合金において、チタン(Ti)とクロム(Cr)添加量を最適化するため、微細組織と機械特性に及ぼすチタン濃度及び熱処理温度の影響を調査した。

- ✓ Ti濃度を0.5wt.%程度まで減らしても、スカベンジング効果と析出強化は維持できる可能性がある。
- ✓ 熱処理温度700°Cで析出が発生し、熱処理温度とTi濃度とともに粗大化した。
- ✓ 熱処理温度の増加とともに加工後の硬さは回復し、1000°Cでは完全に再結晶した。
- ✓ 低Ti、高Cr濃度の候補合金組成は、現在の候補材V-4Cr-4Ti合金と同等の強度に基づいて選択された:
V-6Cr-3Ti, V-8Cr-(2~3)Ti, V-10Cr-(0.5,1)Ti, V-12Cr-0.5Ti.

■ 今後の計画

- 低温延性、耐照射特性、腐食等、他の特性もあわせて合金組成の最適化をする

2023年度所内メンバー研究成果



■ セラミック材料

- 高山：非平衡化の材料物性の解明
 - MA加工より非平衡構造に、マイクロ波で熱的非平衡加熱・物性評価
- 田中：酸化エルビウムの発光を利用する炉内環境モニタリング手法の研究
 - 高放射線場で使用可能な光学モニタリングシステムの開発
 - 発光スペクトル変化のメカニズム研究
- 向井：パルスレーザー照射によるリチウムセラミック微小球の製造
 - 事故耐性ハイブリッドセラミックスの創成

■ 金属材料

- 長坂：高精製バナジウムにより10年以内のブランケット材料再利用に見通し
 - 合金試作と組成最適化
- 小林：高流束水素注入による材料構造ダイナミクスの実験的検証と体系化
 - 過飽和水素貯蔵状態の実証試験
- 能登：相変態誘起変形に基づく新金属加工学の探求
 - 相変態型超塑性成形の開発
- 申：バナジウム合金の微細組織と機械特性に及ぼすTi、Cr濃度の影響
 - 耐照射特性により合金組成の最適化