TiC を被覆した JT-60 用第一壁材料の開発 (Ⅲ)* —HCD-ARE 法によるインコネル基材へのコーティング—

阿部哲也**・村上義夫**・伊藤 裕***・溝口忠憲***
梶浦宗次***・佐川準基***・稲川幸之助****・渡辺一弘****
田中一郎****・伊藤昭夫****

(昭和58年12月9日 受理)

Development of TiC Coated Wall Materials for JT-60 (III)*
—TiC on Inconel 625 by the HCD-ARE Method—

Tetsuya ABE**, Yoshio MURAKAMI**, Yutaka ITOU***,
Tadanori MIZOGUCHI***, Sōji KAJIURA***, Junki SAGAWA***,
Kōnosuke INAGAWA****, Kazuhiro WATANABE****,
Ichirō TANAKA**** and Akio ITOH****

(**Japan Atomic Energy Research Institute, Naka, Ibaraki)

(***Hitachi Works, Hitachi Ltd., Hitachi, Ibaraki)

(****Institute for Super Materials, ULVAC Corp., Toyosato, Tsukuba, Ibaraki)

(Received December 9, 1983)

1. はじめに

現在建設中の JT-60 に組込まれる第一壁 (リミタ, ライナ) の低 Z (原子番号) 化を進めるために, 実機大第一壁および各種試験体への炭化チタン膜コーティングを行った。インコネル625は600℃以上で脆化が起るため, コーティング後の機械的強度の劣化を防ぐためには, 基材温度を 600℃ より低くしなければならない。そのため手法としては CVD 法が適用できず, PVD 法の一つであるホローカソード放電法による活性化反応性蒸着 HCD-ARE (Activated Reactive Evaporation using a Hollow Cathode Discharge) 法を採用した。厚さ約 20

μm の被膜をコーティングし, その諸特性を調べたので報告する。

2. コーティング法

HCD-ARE 法の概略図を Fig. 1 に示す。低電圧, 大電流で電子ビームを HCD ガンからチタンの入ったハースに引き出して加熱熔融し蒸発させる。同時にアセチレンガスを導入して基材に炭化チタン膜を析出させる。HCD-ARE 法は蒸発金属のイオン化率が非常に高いため, 早い析出速度で, また比較的低温度で化合物の作製が可能である。用いた装置は4槽からなるインライン蒸着装置で, 中間の2槽でコーティング可能である。

化学量論組成の炭化チタン膜を形成させるための詳細および析出膜の基礎的諸特性については既に報告してある¹⁾。今回行ったコーティング条件を Table 1 に示す。基材温度は500℃である。

* 昭和58年11月1日 第24回真空に関する連合講演会で講演(1Ba-7)

** 日本原子力研究所 (茨城県那珂郡那珂町)

*** (株)日立製作所 日立工場 (茨城県日立市幸町)

**** 日本真空技術(株) 超材料研究所 筑波研究所 (茨城県筑波郡豊里町東光台)

Fig. 1 Schematic view of HCD-ARE system.

Table 1 Condition for TiC film deposition by HCD-ARE.

Distance of source-substr.	450 mm
Substrate temperature	500°C
Hollow cathode discharge	-30 V, 200~300 A
Substrate bias voltage	≥ -200 V
Ar gas flow rate	20 cc/min (STP), >99.99%
C ₂ H ₂ gas flow rate	140 cc/min (STP), >99.0%
Deposition rate	0.3 μm/min
Titanium	99.7% pure

また析出膜の諸評価は、X線回折装置、金属顕微鏡、X線マイクロアナライザー、ESCA 装置および AES 装置を用いて行った。

3. 析出被膜の特性

コーティングした基材のうちで最大のものは実機ライナ (400×100×10mm) であるので、それから切り出した各検査片の膜特性について述べる。Fig. 2 はコーティングしたライナであり、被膜は密着性にすぐれていた。特性評価のために採取した検査片の位置をFig. 3 に示す。

X線回折パターンを Fig. 4 に示し、各検査片についての結果を Table 2 に示す。回折線強度は (220) が最も強く、結晶配向を示している。格子定数はバルク値 (4.3280 Å²) より少し大きく、半値幅は 0.23~0.26 である。いずれの場合もライナーの位置による大きな差異はない。

ESCA スペクトルの例を Fig. 5 に示す。結合エネルギー

Fig. 2 Photograph of TiC coated Inconel 625 liner.

Fig. 3 Position of test piece for characterization cut off from TiC coated Inconel 625 liner.

ギーを、膜厚 (金属顕微鏡による断面観察) および化学組成 C/Ti (X線マイクロアナライザー) とともに Table 3 に示す。この場合も位置による差はない。ケミカルシフトは Cls では炭化水素、Ti2p_{3/2} では金属チタンを基準にとるとそれぞれ約 -3 eV, 約 1 eV であり単結晶炭化チタンの値⁹⁾ に等しい。また AES スペクトルは文献¹⁾と同様で、炭素シグナルは低エネルギー側に微細構造をもつ炭化物特有のものであった。したがって析出膜は化学量論組成の炭化チタン膜であることは明らかである。

4. ま と め

HCD-ARE 法により、JT-60 第一壁実機大インコネル 625 ライナへの炭化チタン膜コーティングを行った。被膜の厚さは約 20 μm で基材との密着性にすぐれ、組成は化学量論比で、コーティングされ基材の場所による差異がない炭化チタン膜であることがわかった。

Fig. 4 X-ray diffraction pattern of the film deposited on Inconel 625 liner.

Table 2 Result of X-ray analysis for TiC film deposited on Inconel 625 liner.

Position	Relative intensity					Lattice constant* (Å)	Half line width* (°)
	111	200	220	113	220		
A1	9	87	100	4	—	4.33	0.25
A2	14	70	100	6	—	4.34	0.23
A3	10	21	100	7	—	4.33	0.26
A4	34	54	100	7	6	4.33	0.26
ASTM	80	100	50	30	10	—	—

*Observed from (200) line.

Fig. 5 ESCA spectrum of the film deposited on Inconel 625 liner.

Table 3 Film thickness, chemical composition and binding energy of TiC film deposited on Inconel 625 liner.

Position	Thickness* (μm)	C/Ti**	Position	Ti2p _{3/2}	Binding energy (eV)		O1s
					Cl s		
A1	21	0.97	E1	454.4	281.2	284.3	530.3
A2	23	0.97	E2	454.3	281.2	283.9	530.3
A3	23	0.97	E3	454.3	281.2	284.2	530.3
A4	24	0.96	E4	454.4	281.2	284.3	530.2

*Microscopic observation.

**EPMA analysis.

〔文 献〕

- 1) K. Inagawa, K. Watanabe and A. Itoh: *Proc. 7th ICVM* (The Iron and Steel Institute of Japan, Tokyo, 1982) p. 118.
- 2) E. K. Storms: *The Refractory Carbides* (Academic Press Inc., New York and London, 1967) p. 6.
- 3) 熊代幸伸, 清水 肇, 伊藤昭夫: 応用物理 **45** (1976) 607.