

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 6月 7日現在

機関番号：15201

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2012

課題番号：22760657

 研究課題名（和文）核融合炉での適応を目指したプラズマ対向壁表面特性の
 その場診断法の提案

研究課題名（英文）A proposal of in-situ diagnostics methods for PFMs in fusion reactors

研究代表者

宮本 光貴（MIYAMOTO MITSUTAKA）

島根大学・総合理工学研究科・助教

研究者番号：80379693

研究成果の概要（和文）：本研究では、核融合炉環境を模擬した水素・ヘリウム複合イオン照射下でのプラズマ対向材料のガス保持特性の変化や原子レベルでの損傷組織発達過程を系統的に調べた。さらに、これらの材料表面の特性変化と核融合炉内でも容易に計測が可能な表面光反射率等との相関を調べ、プラズマ対向材料の劣化程度の簡便な診断手法として提案した。

研究成果の概要（英文）：Deuterium retention properties and microstructural changes in plasma facing materials (PFMs) are systematically investigated due to mixed species D and He ions irradiation. In addition, the correlation between these surface characteristic changes and optical reflectivity is evaluated. The optical reflectivity measurement is proposed as a convenient in-situ diagnostic method to detect a real-time PFMs conditions.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
2012年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・核融合学

キーワード：プラズマ・壁相互作用

1. 研究開始当初の背景

核融合炉研究において、プラズマとそれに対向する材料との相互作用(PSI)は、プラズマの閉じ込めおよび材料の損耗・劣化の両側面に係わる深刻な問題であり、炉の実現には、PSIの十分な理解が不可欠である。本研究開始当初は、大型プラズマ閉じ込め装置を用いた材料照射実験や、個々の素過程を理解するための制御された系での実験室実験が相補的に行われていたが、その多くは、照射後の試料分析がほとんどで、過渡的現象の後に残

存する静的照射効果に関する報告が主であった。さらに、現行のプラズマ閉じ込め装置による短パルスの水素放電を対象とした水素同位体と各種プラズマ対向材料との相互作用に関する研究が大半を占めていた。一方、将来の燃焼プラズマにおいては、D-T核融合反応による高エネルギーのヘリウムが定常的に発生する。そのため、プラズマ対向材料にとっては、従来の水素放電実験では見られない新たな問題が発生することになる。

こうした観点から、複合的な照射環境下に

において時々刻々と変化していくプラズマ対向材料の表面特性を実時間で把握しておくことが重要であると認識されていた。

2. 研究の目的

本研究では、核融合炉環境を模擬した水素・ヘリウム同時照射下での材料のガス保持・放出特性の変化や原子レベルでの損傷組織発達過程を評価する事を目的とした。併せて、これらの特性変化と炉内でも容易に計測可能な表面光反射率や電気抵抗率の変化との相関を調べ、プラズマ対向材料の劣化程度の簡便な診断法として提案することを目指した。

3. 研究の方法

本研究では、プラズマ対向材料の有力な候補材であるタングステンを主要な研究対象とした。また、多くのプラズマ閉じ込め装置で用いられているステンレス鋼やモリブデンも試料として用いた。前述の目的達成のために、以下の課題に取り組んだ。

(1) 実験装置の構築

初年度に島根大学設置のイオンビーム照射システムに改良を加えて、重水素・ヘリウム同時イオン照射下における光反射率測定が可能なシステムを構築した。さらに、既存の昇温脱離ガス分析装置に高分解能質量分析計を新たに組み込みヘリウム・重水素の分離測定を可能にした。

(2) 光反射率変化の測定

上述の装置により、イオン照射下の試料表面における半導体レーザー光 ($\sim 670\text{nm}$) の反射率その測定を行った。さらに、分光光度計や分光エリプソメトリーによる照射後試料の光学特性を詳細に分析した。また、既設のイオン照射装置直結型透過電子顕微鏡 (TEM) や等による試料分析を併せて行い、光学特性と微細組織の関連について評価を行った。

(3) ガス保持特性の評価

タングステン中のヘリウム損傷が重水素保持に与える影響を評価するために、重水素およびヘリウムイオンによる様々な条件下での同時および逐次照射実験を行った。

(4) 結晶方位依存性

照射材の表面特性変化には表面損傷状態が強く影響すると考えられたため SEM-EBSD を用いた表面損傷組織観察と、結晶方位解析をあわせて行った。さらに詳細な結晶方位依存性を評価するために、結晶方位の異なる 3 種類の単結晶 Mo にイオン照射を行い、各試料の光反射率およびガス保持特性の変化を

調べた。

(5) 実機プラズマ曝露した試料の分析

光学特性評価を用いた材料診断手法の実機プラズマ装置への適用性を検証するために、大型プラズマ閉じ込め装置 LHD の実機プラズマに曝したマテリアルプローブ試料の分析を行った。

4. 研究成果

(1) 実験装置の構築

図 1 は、本研究期間の初年度に構築した 2 重イオンビーム照射下における光反射率その場測定のための装置概要を示す。本装置により、室温から 1000 K 程度の試料に対し、 $1\sim 5\text{keV}$ の重水素イオンとヘリウムイオンの同時照射下での光反射率その場測定が可能となった。また、初年度には、高分解能質量分析計を有した昇温脱離ガス分析装置の構築も行った。これらの装置による良く制御された系での実験を行うことにより、実機プラズマ照射実験だけでは不可能な、現象の素過

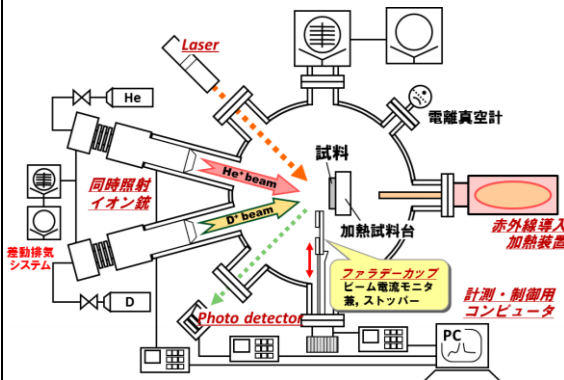


図 1 本研究で構築した複合イオン照射下表面分析装置

(2) 光反射率変化

図 2 には、室温で 3 keV の重水素とヘリウムイオンをそれぞれ単独および同時照射した Mo の光反射率変化 ($\sim 670\text{nm}$) を照射量の関数として示している。いずれの場合においても反射率は $10^{23}[\text{ions}/\text{m}^2]$ 以上の高い照射量に至るまで単調に減少している。特にヘリウムイオン照射下での反射率減少は重水素照射時と比較して著しく大きく、同時照射では両者の中程度であることが分かる。また、同時照射した試料の反射率変化を、ヘリウムだけの照射量をもとにプロットすると図中の破線のようになり、ほぼヘリウムイオン単独照射時の反射率変化と同様になる。これは、反射率劣化にはヘリウム照射が主要な役割を担うことを示している。同様の傾向は他の照射エネルギーにおいても観察され、 $1\sim 5\text{keV}$ の範囲においては、顕著なエネルギー依存性は観察されなかった。

また、重水素、ヘリウム同時照射中に、ヘリウムイオン照射を一時的に遮断すると、同時照射下で単調に減少していた光反射率が、重水素単独イオン照射において、見かけ上回復するといった特異な挙動が観察された。TEM による損傷組織観察や分光エリプソメトリーによる光学測定から、重水素照射下では、ヘリウムによる欠陥領域がスパッタリングにより除去されたと考えられたが、単純な表面部分の除去による回復だけでは現象を説明できず、さらなる検討を必要としている。

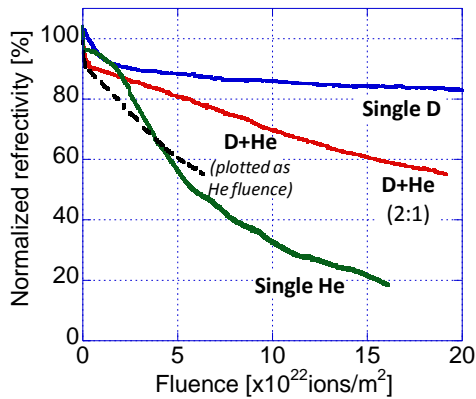


図2 単独および同時イオン照射下におけるモリブデン試料表面の光反射率の変化

(3) ガス保持特性

図3は、室温で重水素照射 (3keV-D_2^+ , $\sim 1 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$) したタングステンからの重水素放出に与えるヘリウム照射 (3keV-He^+ , $\sim 1 \times 10^{21} \text{ m}^{-2}$) の影響を調べた結果を示している。重水素単独照射では、潜在欠陥や転位ループなどの照射欠陥などに重水素は比較的弱く捕獲され、低温域で重水素は放出されることが知られている。これに対し、ヘリウムイオンを予め照射したタングステンにおいては、重水素の脱離ピーク温度が高温側にシフトし、脱離量も著しく増加する。ヘリウムイオン予照射による水素保持量の増加は他にも報告されており、試料内に新たに形成したヘリウムバブルが、水素同位体の強いトラッピングサイトとして機能していると理解される。一方、ヘリウムイオンを追照射した場合には、重水素脱離ピーク温度の高温側へのシフトは見られるものの、その脱離量は1/5程度まで減少した。ヘリウムイオン照射による局所的な擾乱により、試料内に弱く捕捉されていた重水素が脱離すると同時に、重水素の一部は、新たに形成したヘリウムバブルに、より強く再捕獲されたと考えられた。

図4に見られるように、ヘリウム予照射においては、予照射量の増加に伴い重水素の脱離挙動はさらに変化する。 $\sim 1 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}$ までヘリウムイオンを高予照射した試料においては、ヘリウムバブルに起因する重水素

の脱離ピークは消滅する。イオン照射においても、損傷領域では高密度にヘリウムバブルが形成し、バブル間が互いに接続することで重水素の脱離パスとして機能したと考えられる。この条件下でのタングステンのスパッタリングによる損耗は、スパッタリング収率を用いて80nm程度と評価され、 3 keV-He^+ による損傷ピーク深さ ($\sim 10\text{nm}$) を十分に上回っている。試料の最表面にまで損傷領域が存在しており、照射された重水素は、試料表面から容易に放出されると考えられた。

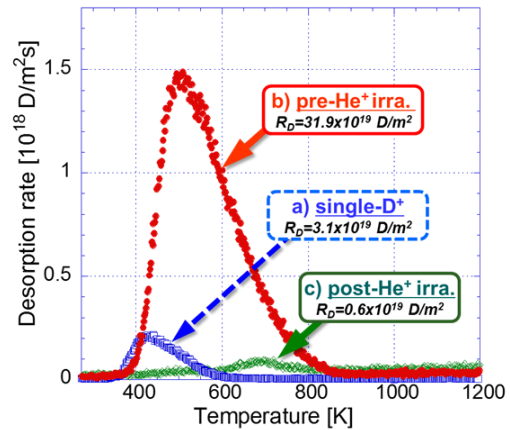
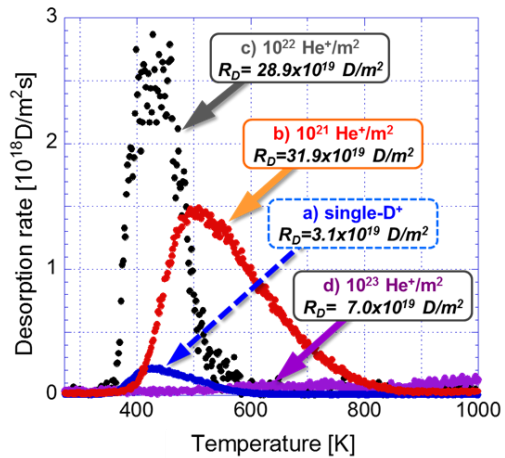


図3 タングステンの重水素脱離スペクトルに与えるヘリウム照射の影響(予照射



と追照射)

図4 タングステンの重水素脱離スペクトルに与えるヘリウム照射の影響(予照射量依存)

(4) 結晶方位依存性

図5には、 3 keV-He^+ 照射した多結晶Moミラーの表面損傷組織と結晶方位の関係を示した。表面損傷状態には明確な結晶方位依存性があり、比較的滑らかな表面が維持された別の方位の結晶粒と異なり、試料表面の法線方向が $\langle 001 \rangle$ に近い結晶粒ではクレーター状の窪みを含む激しい凹凸が観察された。さらに各方位の詳細な観察から、 $\langle 001 \rangle$ を法線方向に持つ表面では局所的な剥離と不均一な

損耗が生じているのに対し、 $\langle 011 \rangle$ や $\langle 111 \rangle$ の試料表面ではヘリウムバブルに起因すると考えられる緻密なホールを伴う微細な凹凸が観られた。一方、表面スパッタリングによる損耗量は、激しい凹凸を示す $\langle 001 \rangle$ の結晶粒で小さく、スパッタ率の高い結晶粒において滑らかな表面が維持されることが明らかになった。

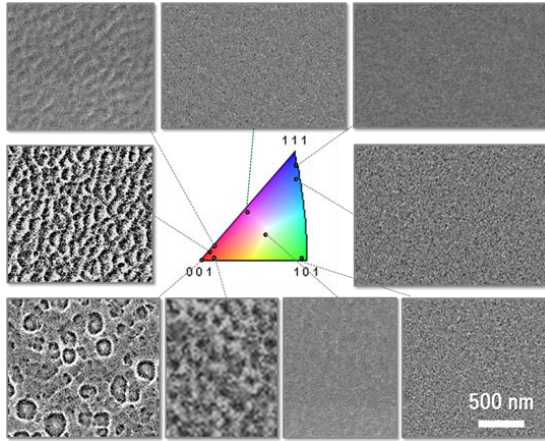


図5 ヘリウムイオン照射したモリブデンの表面損傷組織の結晶方位依存性

さらに、昇温脱離ガス測定においても、結晶方位に応じた明瞭な相違が観察された(図7)。 $\langle 100 \rangle$ 試料においては、僅かなHe放出であるのに対して、他の試料からは多量のHeが放出されている。特に $\langle 110 \rangle$ 試料では高温域での大きな放出ピークを伴っており、試料内部にヘリウムバブル等の欠陥が多量に存在していたと考えられる。この結果は、反射率が表面形態だけでなく表面直下の損傷組織にも強く依存する事を示している。さらに、光反射率の劣化の抑制には、結晶方位の制御が有効であることを示唆していると思われる。

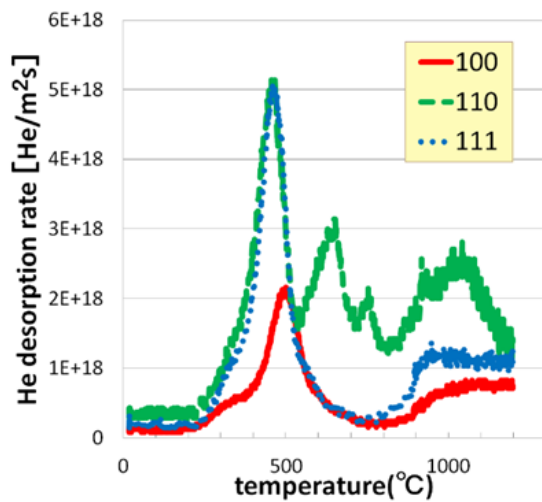


図6 ヘリウム照射した各単結晶モリブデン試料からのヘリウム昇温脱離スペクト

(5) 実機プラズマ曝露した試料の分析

光反射率測定のプロプラズマ対向材料その場診断への適応を念頭に、大型プラズマ閉じ込め装置LHDのプラズマに曝した試料の分析を行った。図7は、プラズマ曝露後のステンレスミラー試料の光反射率波長依存性の測定結果の一例を示している。実機プラズマに曝した試料においても光反射率の明瞭な変化が確認された。また装置内2か所に設置した試料の光反射率波長依存性は、それぞれ 10^{21} および 10^{22} (He^+/m^2)の3keV- He^+ を照射したステンレス試料と同様の傾向を示した。プローブ試料の損傷状態も各イオン照射した試料と同程度であると考えれば、これは光学測定

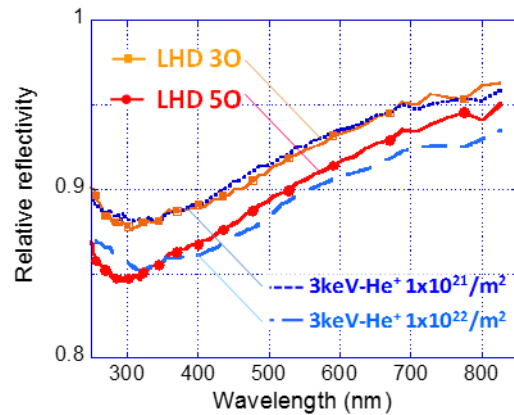


図7 LHD プラズマ曝露したステンレスミラー試料、および3 keV- He^+ イオン照射した試料の光反射率波長依存性。

一方、実機環境下では、イオン照射による損傷形成のみではなく、試料表面には多様な不純物による堆積層がしばしば形成する。そのため不純物堆積試料においても、光学特性評価を行った。図8に示すように堆積層が形成した試料においては、反射スペクトルに特徴的な極小・極大値が現れた。この反射スペクトルが極小となる波長と堆積層の膜厚の間には、線形に近い明瞭な相関が見出された。

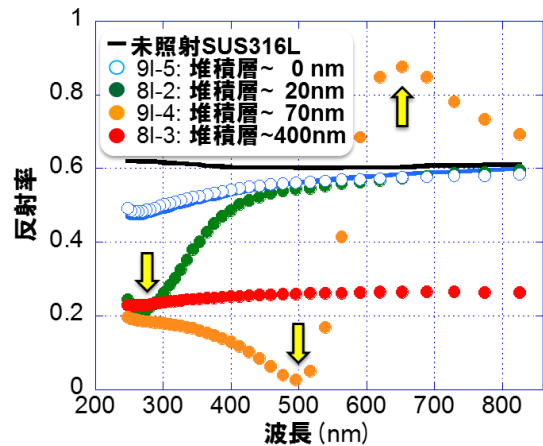


図8 異なる厚さの堆積層が形成した各試料の光反射率の波長スペクトル。

これら反射率スペクトル中の明瞭な極小値、極大値の出現は堆積層のある試料特有の現象であり、反射スペクトル測定により、損耗・堆積の区別や、堆積層厚さの見積りに有効な手段となりうると考えられた。

本研究では、新たに構築した装置による基礎的なデータの収集を行うとともに、LHD マテリアルプローブ試料の分析を系統的に行い、試料表面の光反射率変化を損傷の程度や不純物堆積層形成量と対応付けて整理してきた。概ね、計画の通りに研究が進み、当初の目的は達成された。実機プラズマへの適応を考えるうえで、局所的な光反射率測定により得られる情報とプラズマ性能の相関を見出し、核融合炉におけるプラズマ閉じ込めに如何に貢献できるデータを提供していくかが課題である。本研究を発展させた診断手法の最適化を目指した研究は、平成 25 年度からの科研費研究（挑戦的萌芽研究(25630420)）において取り組みが始まっている。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 11 件)

- ① Mitsutaka Miyamoto, Daisuke Nishijima, Matthew Baldwin, Russ Doerner, Yoshio Ueda, Akio Sagara, “Influence of Be seeding on microstructures of tungsten exposed to D-He mixture plasmas in PISCES and its impacts on retention properties”, Journal of Nuclear Materials, 査読有, 印刷中, DOI: 10.1016/j.jnucmat.2013.01.030.
- ② Mitsutaka Miyamoto, Daisuke Nishijima, Matthew J. Baldwin, Russell P. Doerner, Yoshio Ueda, Akio Sagara, Hiroaki Kurishita, “Microstructures and Deuterium-Retention Behavior of Tungsten Exposed to D+(He and/or Be) Mixture Plasmas”, Materials Transactions, 査読有, 54 (2013) 420-424. DOI:10.2320/matertrans.MG201202.
- ③ M. Miyamoto, D. Nishijima, M. J. Baldwin, R.P. Doerner, Y. Ueda, K. Yasunaga, N. Yoshida, K. Ono, “Microscopic damage of tungsten exposed to deuterium-helium mixture plasma in PISCES and its impacts on retention property”, Journal of Nuclear Materials, 査読有, 415 (2011) S657-S660

DOI: /10.1016/j.jnucmat.2011.01.008

- ④ M. Miyamoto, M. Tokitani, N. Ashikawa, M. Kobayashi, M. Shoji, S. Masuzaki, N. Yoshida, D. Reiter, K. Ono and the LHD experimental group, “Evaluation of charge-exchange neutral incident parameters onto plasma-facing materials in LHD with material probe method”, Journal of Nuclear Materials, 査読有, 417 (2011) 673-677
DOI: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.186
- ⑤ T. Nakano, M. Miyamoto, S. Hasuike, K. Ono, N. Yoshida, “Degradation of optical properties in Mo mirrors under irradiation with low energy helium and deuterium ions”, Journal of Nuclear Materials, 査読有, 417 (2011) 834-837
DOI:10.1016/j.jnucmat.2010.12.143

[学会発表] (計 8 件)

- ① 宮本 光貴, 「高密度直線型プラズマ発生装置 PISCES において D-He-Be 混合プラズマ照射した W の微細組織と重水素リテンション特性」, プラズマ核融合学会第 29 回年会(招待講演), 2012 年 11 月 29 日, クローバープラザ (福岡)
- ② 宮本光貴, “Influence of Be seeding on microstructures of tungsten exposed to D-He mixture plasmas in PISCES and its impacts on retention properties”, 20th International Conference on Plasma Surface Interactions, 2012 年 5 月 22 日, アーヘン, ドイツ
- ③ 宮本 光貴, 「ヘリウムイオン照射したミラー材料における表面損傷の結晶方位依存」, Plasma Conference 2011, 2011 年 1 月 24 日, 石川県立音楽堂 (金沢)
- ④ 宮本光貴, “Degradation of Optical Properties in Metal Mirrors under Irradiation and Its Applicability Evaluation to In-situ Diagnostics of Microstructure Change in Plasma Facing Materials”, 15th International Conference on Fusion Reactor Materials, 2011 年 10 月 18 日, チャールストン, アメリカ
- ⑤ 迫井佑己, 「D, He 複合イオン照射したタングステンにおけるガス吸蔵特性」, プラズマ核融合学会第 27 回年会, 2010 年 11 月 24 日, 北海道大学 (札幌)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮本 光貴 (MIYAMOTO MITSUTAKA)
島根大学・総合理工学研究科・助教
研究者番号: 80379693