

機関番号：11301

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2008～2010

課題番号：20760576

研究課題名（和文） 複合応力負荷と粒子線重照射を考慮した高性能・高信頼性プラズマ
対向材料開発の新展開研究課題名（英文） A new approach of PFM development with high performance and accuracy
considering complex stress loading and high energy beam irradiation

研究代表者

野上 修平 (NOGAMI SHUHEI)

東北大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：00431528

研究成果の概要（和文）：ナノ組織制御型タングステン合金の核融合炉プラズマ対向機器への適用性を検討することを目的とし、応力負荷下ヘリウムイオン照射による表面損傷挙動を評価した。その結果、現状のナノ組織制御型タングステン合金は、1000℃程度の高温における低エネルギーヘリウムイオン照射による表面損傷耐性は、ある一定程度の照射量（本研究では 1×10^{22} He/m²）を超えた場合、従来の純タングステンと顕著な差がなく、また、応力負荷の影響も顕著ではないことが示された。

研究成果の概要（英文）：Surface damage behavior due to helium ion irradiation under stress loading in nano-structured tungsten alloy was evaluated in order to estimate the applicability to plasma facing material. The current nano-structured tungsten alloy showed almost the same surface damage resistance as the commercial pure tungsten under low energy helium ion irradiation around 1000C when the irradiation fluence exceeded the peculiar value (1×10^{22} He/m² in this study). Moreover, the effect of stress loading during helium ion irradiation was not clear above the peculiar fluence.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2010年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,100,000	930,000	4,030,000

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：核融合炉、プラズマ対向材料、タングステン合金、複合応力負荷、ヘリウム、
表面損傷、耐粒子線照射特性

1. 研究開始当初の背景

核融合炉プラズマ対向材料として、タングステンの適用が期待されている。プラズマ対向材料の要求性能の一つとして、核融合プラズマからのヘリウム（He）などの粒子線照射に対する表面損傷耐性があるが、近年我々の

研究グループでは、タングステンの He イオン重照射による表面損傷発生寿命が、ナノ組織制御（結晶粒の超微細化と超微細 TiC 分散粒子添加）により、従来材に比べ劇的に長寿命化（最低 10 倍以上）することが可能であることを世界に先駆けて明らかにした。しか

し、プラズマ対向材料には粒子線照射のほか、核融合中性子照射、熱負荷、電磁力負荷、ディスラプションによる過大な熱負荷など、様々な負荷が複合的に作用するため、これら実負荷条件のもとにおける表面損傷挙動評価とそれに基づく最適材料設計が実用化のためには必要である。

2. 研究の目的

本研究では、耐粒子線照射特性に優れるナノ組織制御型タングステン合金のプラズマ対向機器への適用を目指し、様々な負荷に起因する複合応力負荷と He イオン照射による表面損傷挙動の関係に着目し、下記 3 項目を達成することを目的とした。

- ① 実負荷条件を考慮した複合応力負荷下 He イオン照射によるナノ組織制御型タングステンの表面損傷挙動評価とそのメカニズム解明
- ② 複合応力負荷下におけるナノ組織制御型タングステンの表面損傷挙動の解析予測モデルの構築
- ③ 実負荷条件における複合応力負荷を考慮したナノ組織制御型タングステンの最適材料設計指針の策定

3. 研究の方法

(1) 応力負荷高温イオン照射装置の開発

5 kV イオンガン (オメガトロン社製コールドカソードイオン銃 OMI-0045CKE-L2) を有する既存の室温イオン照射装置 (図 1) を改造し、最高照射温度 1000°C、定常曲げ応力負荷が可能な応力負荷イオン照射装置を開発した。主な改造点は、ヒータ、チャンバー、試料ホルダーおよび周辺治具の形状と材質である。

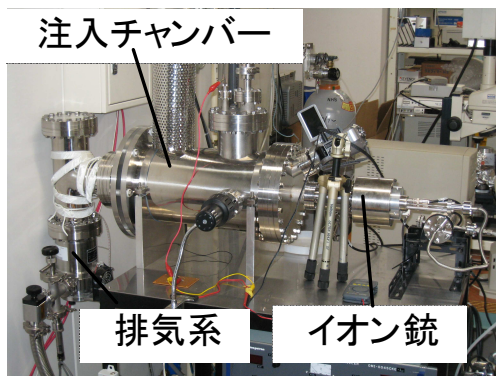


図 1. 改造前のイオン照射装置外観

(2) He イオン照射による表面損傷挙動評価

① 供試材、試験片

本研究では、供試材として純タングステン

(純 W) とナノ組織制御型タングステン合金 (UFG-W) を用いた。純 W は、プランゼー社製の粉末焼結法で作製された純度 99.95% の純 W の冷間加工材に対し、1200°C、1 h の応力除去処理を施した。UFG-W は、東北大学金属材料研究所栗下らにより作製された、メカニカルアロイング法と等方熱間圧延法による W-0.5wt%TiC を用いた。

試験片は、放電加工と機械研磨により 15 x 3 x 0.15 mm に加工し、そのイオン照射面は、耐水研磨紙 (最高 #2000) を用いて研磨した後、粒度 0.3 μm のアルミナ砥粒により最終研磨した。

② ヘリウムイオン照射

応力負荷イオン照射装置を用いて、表 1 に示す条件において、He イオン照射を実施した。照射粒子は 5 keV の $^4\text{He}^+$ 、照射温度は室温、500°C および 900°C、粒子束は約 $4 \times 10^{18} \text{ He/m}^2\text{s}$ 、照射量は $1 \times 10^{21} \sim 1 \times 10^{23} \text{ He/m}^2$ であった。負荷応力は、イオン照射面の最表面の引張応力相当値で 0、400、800 MPa であった。

表 1. ヘリウムイオン照射条件

照射粒子	5keV $^4\text{He}^+$
照射温度	室温、500°C、900°C
粒子束	約 $4 \times 10^{18} \text{ He/m}^2\text{s}$
照射量	$1 \times 10^{21} \sim 1 \times 10^{23} \text{ He/m}^2$
負荷応力	0、400、800 MPa

図 2 に、SRIM コードで計算した、純 W に 5 keV の He イオンを照射した際の He 濃度とはじき出し損傷量の深さ方向分布を示す。ヘリウムの飛程は約 20 nm であり、注入領域は表面から約 60 nm までであった。

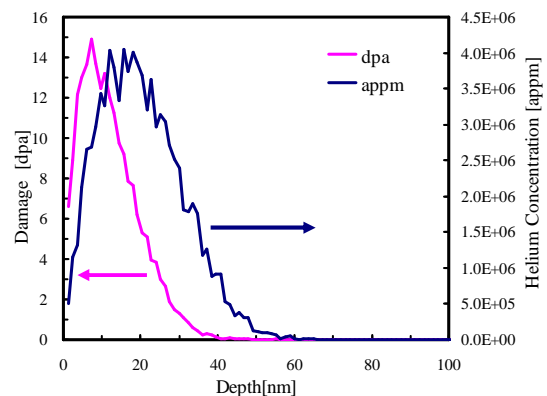


図 2. 純 W に 5 keV の He イオンを照射した際の He 濃度とはじき出し損傷量の深さ方向分布

③照射後表面観察

He イオン照射による表面損傷の評価のため、He イオン照射前後において、試料表面の観察を行った。観察には、光学顕微鏡（KEYENCE 社製デジタルマイクロスコプ VH-Z100）、走査型電子顕微鏡（JOEL 社製 JSM-5310LV）と電界放型走査型電子顕微鏡（JOEL 社製 JSM-6500F）を用いた。

4. 研究成果

(1)応力負荷高温イオン照射装置

①照射チャンバー

以下、改造後のチャンバーなどの主な装置構成、および周辺機器について述べる。図 3 に、改造後のイオン照射装置外観を、図 4 に改造後の試料ステージ全体と試料ホルダーの拡大写真を示す。

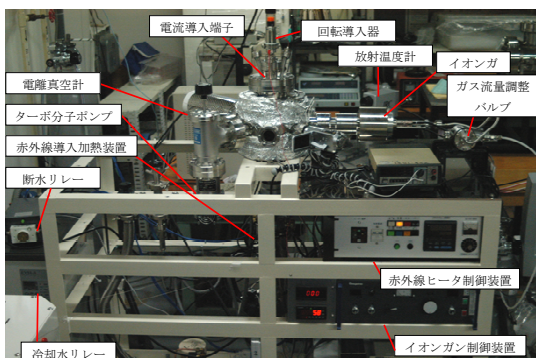


図 3. 改造後のイオン照射装置外観

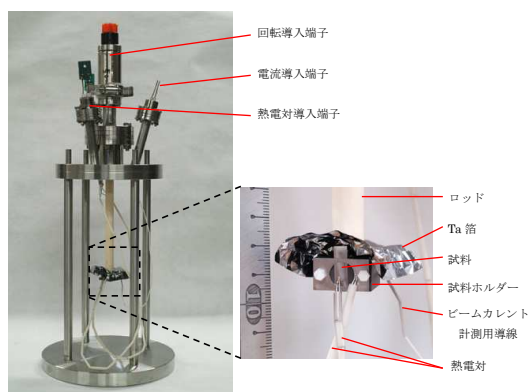


図 4. 改造後のイオン照射ステージ外観

(a) ヒーター

赤外線導入型加熱装置（株式会社サーモ理工製 GVL298）を使用した。赤外線導入型ヒーターはチャンバー下部のフランジに接続されており、球状赤外線ランプと回転楕円体反射ミラーおよび透明石英製の赤外線導入ロッド等から構成されている。赤外線ランプの

点灯により放出された赤外線は回転楕円体ゴールド反射ミラーに当たり反射し、その焦点位置にある透明石英製ロッド内に入射する。その内部で赤外線の一部は透過直進し、一部は透明石英ロッドの内壁面で全反射を繰り返すことにより、赤外線を石英ロッドの先端より放射される。石英ロッドの先に試料ホルダーが配置されており、試料ホルダーが赤外線を吸収し加熱され、伝熱により試料が加熱されるという原理を用いている。この加熱方式であると試料ホルダーに直接接触することなく昇温が可能であるので昇温中もビームカレントの測定が可能となる。

また、試料に R 熱電対をスポット溶接しており、この測定温度を用いて加熱装置の出力の制御がコントローラーにより可能となっている。使用時は楕円ミラー面の焼損防止のため冷却水を流す必要がある。また、ヒーターの石英ロッドの中心軸と試料ホルダーの中心軸がずれていたため、ステンレスワイヤーを用いてヒーター本体を架台から引っ張ることによりそのずれを修正した。

(b) 試料ホルダー

試料ホルダーの材料はグラファイトを使用した。グラファイトを材料として使用した理由は①下部のヒーターから放出される赤外線を吸収することで加熱されるので赤外線吸収率が高いこと②熱膨張により石英ロッドと試料ホルダーの接触を避けるため線膨張率が小さいこと③融点の高い材料でなくてはならなかったことが挙げられる。また、熱容量を小さくするため試料ホルダーをボルトで固定するようにし、試料ホルダー内に穴を空けて試料ホルダーの体積を小さくした。

試料ホルダーの側面に試料を固定しており、試料の反対側にはモニター材をそれぞれモリブデン製のカバーにて固定している。モニター材にはアルミナを使用しており、モニター材を用いてビームの形状を確認し、回転導入器により試料ホルダーを 180 度回転させて試料への照射を行う。

試料ホルダーを覆うように配置されている Ta 箔は遮蔽版の役割を果たしている。加熱された試料ホルダーからの熱輻射による冷却を防止し、より試料ホルダーの高温化をはかっている。

(c) ロッド

回転導入器と試料ホルダーを固定するロッドの材料はアルミナを使用した。アルミナを使用した理由としては①熱膨張により石英ロッドと試料ホルダーの接触を避けるため線膨張率が小さいこと②試料ホルダーから熱がロッドへと逃げないように熱伝導性が良くないこと③ビームカレントを測定するために試料ホルダーを電氣的に絶縁する

必要があったので、電気抵抗率が大きい材料でなくてはならなかったことが挙げられる。

(d)放射温度計

昇温中の試料の表面温度は熱電対によって測定されているが、放射温度計（株式会社チノー社製 IR-CAI）によっても測定を行った。架台上に設置すると測定距離が近すぎたため、アングルと高ナットを用いて放射温度計移動機構を作製し、測定距離を確保した。試料はタングステンであるので放射率は 0.3 とした。

ただ、放射温度計の測定温度と熱電対の測定温度では最大で 100℃ 近く差が生じた。この原因としては測定対象である試料が小さいため正しい測定結果が出ていないものと考えられる。

(e)冷却水リレー

ヒーター使用時は楕円ミラー面の焼損防止のため冷却水を流す必要があるため、冷却水リレー（東京理化学機株式会社製 EYELA COOL ACE CA-1110）を用いてヒーターの冷却を行った。冷却水の設定温度は 20℃ で実験を行った。また、デジタル断水リレー（株式会社サーモ理工製 FS-5L）を使用することによって冷却水の流量が小さくなり、冷却能力が低下した際にヒーターの回路を自動で断線し、昇温を停止させることで事故を防止するという機能がついている。

②昇温試験結果

改良後のイオン注入機の昇温試験結果とそのときの装置構成を、それぞれ図 5 と表 2 に示す。図中には、設定温度、試料温度、カバー温度、ヒーター出力を表示している。装置構成部材の形状、材質および取り付け方法などを工夫することにより、目標仕様である最高照射温度 1000℃ を定常曲げ応力負荷のもと達成した。

表 2. 昇温試験時の装置構成

実験No	7
名称	材質
試料ホルダー	グラファイト
試料カバー	モリブデン
ロッド	アルミナ
試料カバー固定用ボルト	アルミナ
試料ホルダー固定用ボルト	アルミナ
モニター材	アルミナ
熱電対取り付け場所	試料カバー 試料
石英ロッドと 試料ホルダーの距離[mm]	0.5
ヒーター最高出力[A]	20
変更点	・Ta箔の形状変更
最高到達温度[°C]	970 1010
温度上昇[°C]	60

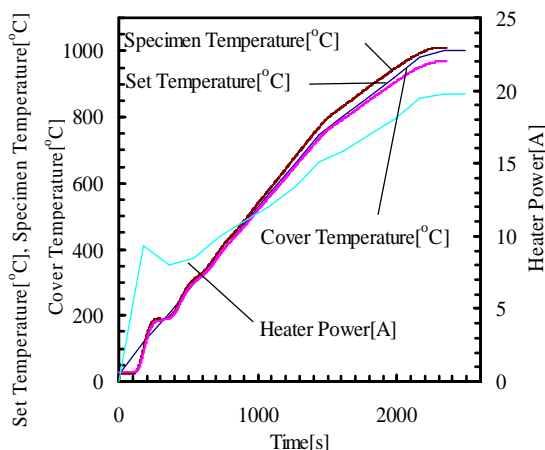


図 5. 昇温試験結果

(2)He イオン照射による表面損傷挙動

図 6 に、室温において 1×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W の光学顕微鏡による表面観察結果を示す。負荷応力は、0、400、800 MPa である。負荷応力の増加とともに、表面損傷の度合いが増し、走査型電子顕微鏡の観察では、800 MPa 負荷材においては、表面の一部にプリスタリングと考えられる微細な剥離が観察された。この傾向は、 1×10^{23} He/m² まで He イオン照射した純 W においても見られた。一方、 1×10^{21} He/m² まで He イオン照射した純 W では、応力負荷の有無や大きさに関わらず、表面損傷は顕著に見られなかった。

応力負荷なしで照射量を変化させて He イオン照射した試料に対し、He 昇温・熱脱離試験を実施したところ、照射量が大きくなるにつれて He 放出率は小さくなった。これは照射中の表面剥離により、He が放出されたことが原因と考えられる。一方、照射量を一定にし、負荷応力を変化させた試料の He 昇温・熱脱離試験の結果を比較したところ、応力を負荷したものが応力を負荷していないものに比べ、中・低温域での放出が多くなっていった。このことから、表面損傷が大きくなることにより、He の放出が低い温度側で多くなることが示唆された。以上の結果から、純 W への He イオン照射とその後の放出挙動に及ぼす照射中の応力負荷の表面損傷への影響に対して、照射量および負荷応力依存性が顕著であることが明らかとなった。

図 7 に、照射温度 500℃ において 1×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W の光学顕微鏡による表面観察結果を示す。負荷応力は、0、400、800 MPa である。応力負荷の有無や大きさに関わらず、表面損傷の程度の違いは顕著ではなく、室温照射の結果とは異なるものであった。

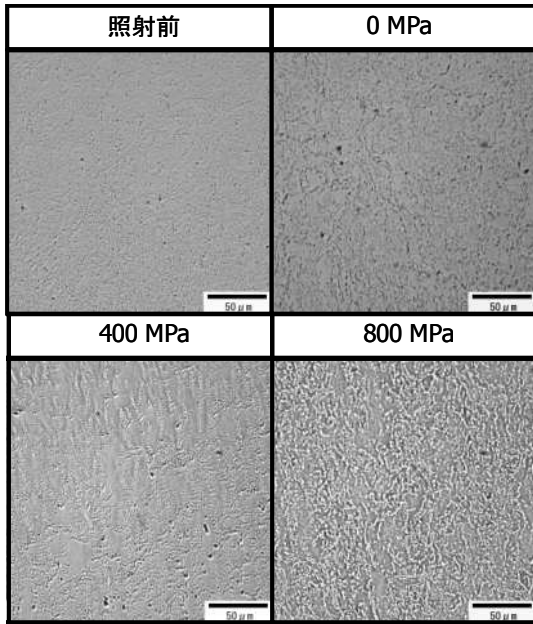


図 6. 室温において 1×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W の表面観察結果

室温照射においては、照射により導入された He は、照射中に材料中を拡散しにくいため、応力負荷により拡散が促進されたと考えられる。よって、その結果、応力負荷の有無や大きさに表面損傷の程度が比較的大きく依存したものと考えられる。一方、500℃照射においては、室温照射に比べ、照射中に He が拡散しやすいため、応力負荷の影響が室温照射のときほど顕著ではなかったと考えられる。よって、He イオン照射による純 W の表面損傷に及ぼす応力負荷の影響には、照射温度に依存した He の拡散挙動が大きく影響することが示唆された。

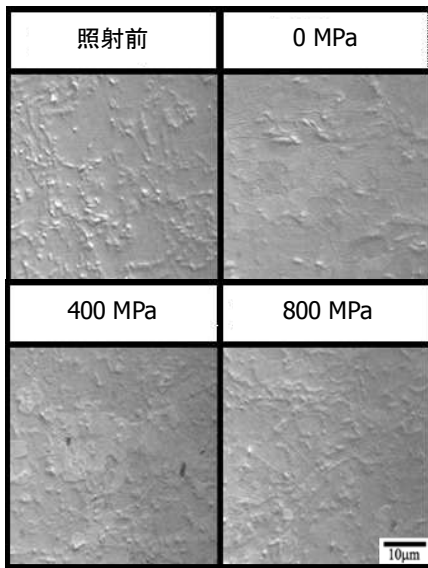


図 7. 500℃において 1×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W の表面観察結果

図 8 に、照射温度 500℃において 2×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W と、照射温度 500℃において 2×10^{23} He/m² まで He イオン照射した UFG-W の光学顕微鏡による表面観察結果を示す。両者とも応力負荷無しである。UFG-W は純 W の 10 倍の照射量まで He イオン照射をしたのにもかかわらず、表面損傷はほとんど見られなかった。この結果から、照射温度 500℃における UFG-W の極めて優れた表面損傷耐性が明らかになった。この原因としては、UFG-W は結晶粒径がナノレベルと非常に小さいことから、粒界密度が純 W に比べて高く、粒界が He のシンクとなり表面損傷の原因となる He バブルの形成を抑制したものと考えられる。

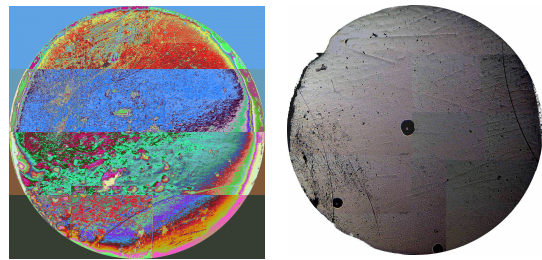


図 8. 照射温度 500℃において 2×10^{22} He/m² まで He イオン照射した純 W と照射温度 500℃において 2×10^{23} He/m² まで He イオン照射した UFG-W の表面観察結果

図 9 に、照射温度 900℃において 1×10^{22} 、 5×10^{22} 、 1×10^{23} He/m² まで He イオン照射した UFG-W と純 W (図中では PM-W と表記) の電界放出型走査型電子顕微鏡による表面観察結果を示す。両者とも応力負荷無しである。照射温度 900℃においては、どちらの材料も著しい表面損傷が生じ、照射量の増加とともに、その程度は増した。照射量の増加に伴う表面損傷の激化には、He バブル形成に起因するブリスタリングなどだけでなく、スパッタリングの影響も含まれると考えられた。UFG-W に対し、400 MPa の応力負荷のもと 1×10^{22} He/m² まで He イオン照射した結果、応力負荷無しのヘリウムイオン照射による表面損傷の状態と顕著な差は見られなかった。一方、応力負荷 800 MPa の He イオン照射においては、試験片が照射ホルダー取付け時に破断してしまった。UFG-W 素材自身の曲げ強度は従来研究からは 1000MPa を超えると考えられるため、この破断の原因は、研磨時に微細欠陥が導入され、それがき裂発生の起点となってしまったことにあると考えられる。

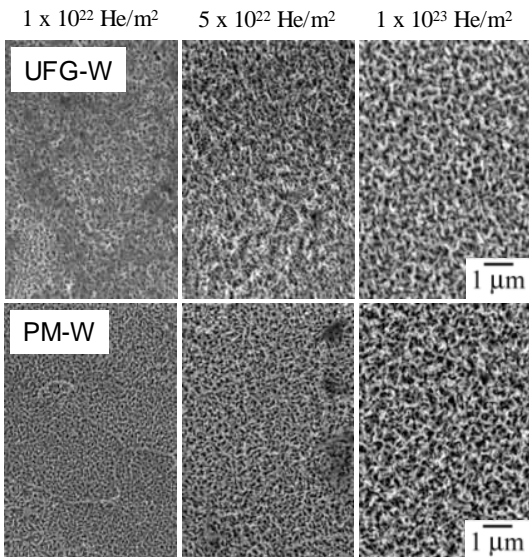


図 9. 照射温度 900°C において 1×10^{22} 、 5×10^{22} 、 $1 \times 10^{23} \text{ He/m}^2$ まで He イオン照射した UFG-W と純 W (図中では PM-W) の表面観察結果

(3)まとめと今後の展望

現状のナノ組織制御型タングステン合金は、 1000°C 程度の高温における低エネルギーヘリウムイオン照射による表面損傷耐性は、ある一定程度のフルエンスを超えた場合、従来の焼結タングステンと顕著な差がなく、また、応力負荷の影響も顕著ではないことが示された。よって、ナノ組織制御による表面損傷の完全な抑制は困難である可能性が高いことから、プラズマ対向機器の信頼性向上のためには、表面損傷が部材自身の機械特性(例えば熱機械疲労特性)などに及ぼす影響を調査し、温度やフルエンスなどをパラメータとした使用限界を明らかにすることが必要である。

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 2 件)

- ① T. Tanno, M. Fukuda, S. Nogami, A. Hasegawa, Microstructure Development in Neutron Irradiated Tungsten Alloys, Mater. Trans. 52-7 (2011). (査読有、掲載決定)
- ② T. Ogawa, A. Hasegawa, H. Kurishita, S. Nogami, Improvement of Surface Exfoliation Behavior by Helium-ion Bombardment of a Tungsten Alloy Fabricated by Mechanical Alloying, J. Nucl. Sci. Tech. 46-7 (2009) 717-723. (査読有)

[学会発表] (計 2 件)

- ① 丹野敬嗣、福田誠、野上修平、田中照也、長谷川晃、中性子照射挙動解析に基づくプラズマ対向機器用タングステンの適用性の検討、プラズマ・核融合学会第 27 回年会、2010 年 11 月 30 日、北海道大学
- ② 小川琢之、野上修平、長谷川晃、栗下裕明、ナノ構造タングステン合金の He イオン照射による表面剥離抑制機構に関する研究、第 7 回核融合エネルギー連合講演会、2008 年 6 月 21 日、青森市男女共同参画プラザ

6. 研究組織

(1)研究代表者

野上 修平 (NOGAMI SHUHEI)
 東北大学・大学院工学研究科・助教
 研究者番号：00431528

(2)研究分担者

()

研究者番号：

(3)連携者研究者

()

研究者番号：