

プラズマ計測用ミラー材の光学的性質変化の基礎機構解明と材料創製

九大・応力研 徳永和俊、藤原 正、吉田直亮、九大・総理工 蛭原彩乃、核融合研 時谷政行
東北大・金研 永田晋二、土屋 文

1. はじめに

核融合炉開発において、プラズマ性能を正確に把握するための手段としてレーザーなどを用いた光学的プラズマ計測診断法が確立されている。これらは国際熱核融合実験炉(ITER)においても実施される予定である。このような計測系では鏡面研磨された金属製のミラーが、レーザー反射板として使用されている。しかしながら、プラズマに面する位置で使用される第一ミラーはプラズマからの水素同位体やヘリウム等の粒子に曝露されることで損傷を受け、光の反射率が低下することが知られている。光反射率に対する水素照射の影響については既に多くの報告があるが、ヘリウム照射の影響についてはこれまで殆ど注目されていない。ヘリウムは材料中の欠陥との相互作用が極めて強く、材料の損耗・劣化を引き起こすことがこれまでの基礎研究から分かっており、プラズマ診断においても重要な問題として提起される。

そこで本研究では、ミラー材として有力視されている Mo 及び W を用い、プラズマ実機環境を考慮した水素及びヘリウムイオン照射実験を行った。その後、イオン照射されたことによる光学的性質の変化を調べることを目的として、分光光度計や分光エリプソメーターを用いて反射率及び光学定数を測定した。さらに、電子顕微鏡を用いた表面形状・内部組織観察や TDS 実験を相補的に行うことでプラズマ診断用ミラー材の光学的性質変化に関する詳細な知見を得ることとした。また、タンデム加速器を用いた弾性反跳粒子検出法(ERD)により、注入水素及びヘリウムの定量分析を進めている。

2. 研究経過

本研究では、Mo の場合、多結晶 Mo (10x10mm)を試料として用い、機械研磨後、電解研磨による鏡面研磨処理を行った。その試料に対して低エネルギーイオン注入装置を用いてヘリウムイオンを照射した。照射イオンエネルギーは 8.0keV と 1.2keV とし、双方のエネルギーにおいて室温と 873K で 1×10^{22} He/m² までの照射を行った。また、8.0keV-He⁺においては 573K でも同様に 3×10^{22} He/m² までの照射を行った。さらに、イオン種の違いによる変化をみるために 8.0keV の H₂⁺を室温で 3×10^{22} H⁺/m² 照射した。光反射率の測定は分光光度計、光学定数の測定は分光エリプソメーターを用いて行っ。また、照射による表面変質および内部損傷は走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いてそれぞれ観察した。

3. 研究成果

図 1 に 8.0keV-He⁺、1.2keV-He⁺、8.0keV-H₂⁺照射後の Mo に対する光反射率変化の波長依存性を 200~900nm の波長範囲において測定した結果を示す。これより、He⁺照射においては 8.0keV、1.2keV 双方のイオンエネルギーにおいて、反射率の著しい低下が確認された。一方、H⁺照射においては He⁺のときほどの反射率低下は確認されなかった。H⁺照射の場合には、スパッタ効率が低いことに加え、材料内部に形成される欠陥は転位ループなどのドット状欠陥が主であり、 1×10^{22} H/m² という高い照射量までキャビティなどの欠陥はほとんど形成されないことが知られている。そのため、 3×10^{22} H/m² の照射量においても反射率の低下が発生しないことが考えられる。図 2 に 250nm、690nm、1050nm の波長における 8.0keV-He⁺照射後による光反射率変化を示す。これより、それぞれの波長領域において R.T.~873K と照射温度が高くなるにつれて反射率が低下していることが分かる。

図 3 に 8.0keV-He⁺を R.T.、573K、873K の試料温度で 1×10^{22} 及び 3×10^{22} He/m² 照射した場合の、表面形状を観察した SEM 像を示す。 1×10^{22} He/m² 照射では、室温、573K 双方において直径 100~200nm 程度のブリストアによる表面の凹凸が形成され、873K ではそれがさらに 1000nm 程度にまで成長しているものが確認された。これに対し、 3×10^{22} He/m² 照射では、室温、573K、873K それぞれの照射においてブリストアは観察されなかった。これはスパッタリングによりブリストアを含む表面層の大部分が除去されたことによって表面が平滑化したためと考えられる。しかしながら、このような表面の平滑化が進行しているにもかかわらず、光反射率(R690)は低下している。これより、光学特性劣化はブリストアによる表面凹凸の形成のみが原因ではないことが示唆される。

図 4 に反射率低下の著しい 8.0keV-He⁺を 873K で 1×10^{22} He/m² 照射した場合の内部断面組織を示す。これより、He 照射後の表面直下領域には深さ分布~100nm にまで大量のヘリウムバブルが形成されポーラス状の構造となっていることが確認された。さらに、表面直下の欠陥組織層の光学物性値 (n, k)を評価した結果を図 5 に示す。照射温度の増加に伴って屈折率 n, 消衰係数 k が共に変化していることが分かる。これは、He⁺照射によって未照射 Mo が異なった物性状態へと変化していることを示唆している。中でも k の低下が著しく、図 3 より表面直下はバブルによる疎な組織が形成されているため、Mo が光を吸収しにくい物性状態へと変化したとも考えられる。

4. まとめ

本研究を通して、以下の知見を得ることができた。

- (1) He⁺照射は、1x10²² [He/m²]程度の照射で顕著な反射率の劣化を招き、H⁺照射よりもはるかに照射効果が大きい。
- (2) 光学特性劣化は、プリスターによる表面凹凸の形成が主な原因ではなく、表面直下に形成されるヘリウムバブルによるポーラス状欠陥組織が引き起こす物性的変化によるものと考えられる。

5. 発表 (投稿) 論文

"Irradiation effects of low energy helium ions on optical reflectivity of metallic mirror", A. Ebihara, M. Tokitani, K. Tokunaga, T. Fujiwara, A. Sagara, N. Yoshida, J. Nucl. Mater. Vol.363-365(2007)1195-1200
 "Retention properties of plasma particles in tungsten exposed to LHD divertor plasmas", M. Tokitani, M. Miyamoto, K. Tokunaga, T. Fujiwara, N. Yoshida, S. Masuzaki, N. Ashikawa, T. Morisaki, M. Shoji, A. Komori, S. Nagata and B. Tsuchiya, J. Nuclear. Mater. Vol. 363-365(2007)443-447

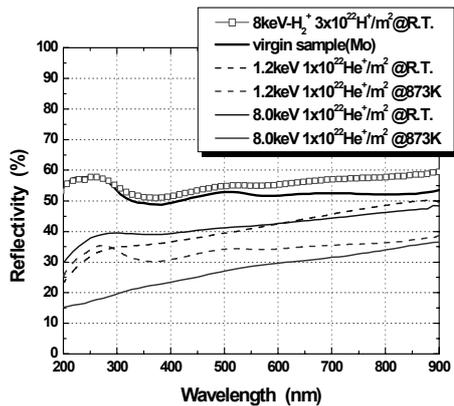


図 1 照射イオン種やイオンエネルギーの違いによる反射率変化

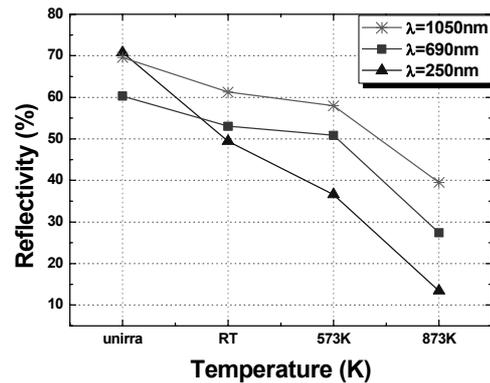


図 2 λ=250nm, 690nm, 1060nm の波長に対する反射率の照射温度依存性

□ R₆₉₀; λ=690nm に対する反射率

	Unirra.	1x10 ²² [He/m ²]	3x10 ²² [He/m ²]
Room.Temp.	R ₆₉₀ =57.0%	R ₆₉₀ =53.0%	R ₆₉₀ =42.7%
573K	R ₆₉₀ =60.2%	R ₆₉₀ =50.8%	R ₆₉₀ =44.4%
873K	R ₆₉₀ =59.6%	R ₆₉₀ =27.4%	R ₆₉₀ =1.13%

図 3 8.0keV-He⁺の照射量増加に伴う表面変質と反射率

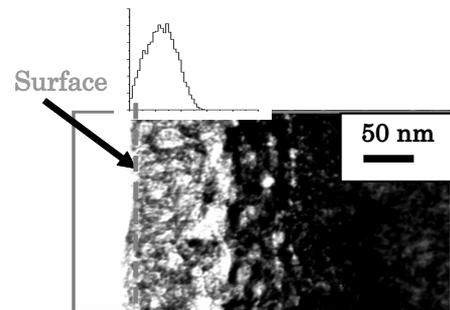


図 4 8.0keV-He⁺照射後の表面直下組織

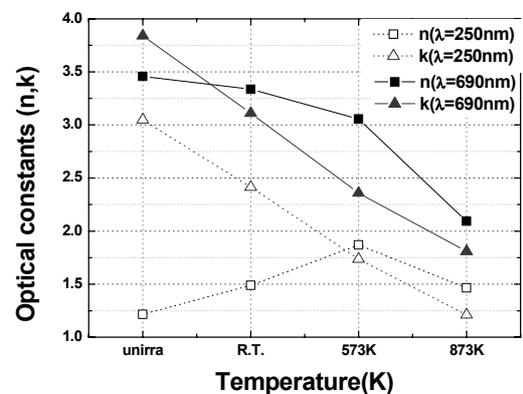


図 5 1x10²² [He/m²]の照射温度における光学定数 (n,k) 変化

モリブデンシリサイド基超高温耐酸化コーティング材料の開発

東北大環境科学研究科 吉見享祐、 北大・エネマテ 山内啓 黒川一哉

東北大・金研 後藤孝 塗溶

1. はじめに (1から5まで10ポイント)

エネルギー変換効率の向上は、地球環境保全の観点から環境負荷低減と省エネルギー化を促進し循環型社会を実現するための最も重要な技術概念の一つである。とりわけ、発電やジェットエンジンなど大量エネルギー消費とそれによる大量発熱を伴うエネルギー変換システムにおいては、Ni基超合金の耐用温度を超えた温度域で使用可能な超高温耐熱合金の開発が強く求められている。超高温耐熱合金はセラミックス材料系と同等の融点でありながら、金属の属性である延性・展伸性を兼ね備えており、低温域での靱性や疲労特性に優れた材料系である。Mo-Si系合金の中には、 MoSi_2 や $\text{Mo}_5\text{Si}_3+\text{B}$ 合金など超高温下で耐酸化性に優れた組成が存在する。本研究では、これら MoSi_2 を基本組成とした耐酸化コーティング材の開発を念頭に置いて研究を行う。 MoSi_2 は酸化することによってMo酸化物が昇華し、シリカ膜を形成する。シリカ膜は下地のMo-Si合金と熱力学的に極めて安定で相平衡する。従ってTGO(熱成長酸化物)の生成は無く、シリカ膜と MoSi_2 皮膜は健全な密着性と熱安定性を得られるためである。さらに、これら MoSi_2 は、 $\text{Mo}/\text{Mo}_5\text{SiB}_2$ *in-situ* 複合材料に対してSiの化学ポテンシャルが小さいため、基板との間の反応性が低く、熱力学的にも安定である。この組み合わせによって、Ni基超合金の耐用温度を超える温度範囲(1400~1600°C)で、無冷却で使用可能なモリブデンシリサイド基超高温耐熱材料システムの新規デザインを行っていく。本報告では、基礎的なデータ収集を目的として、B添加 MoSi_2 材に関する水蒸気含有雰囲気における酸化特性の評価を行った結果を示す。

2. 研究経過

SPSにより作製した MoSi_2 及び2mol%B添加焼結体について組織及び耐酸化性についての評価を行った。これらの試料の組織観察・元素分析には走査型電子顕微鏡(SEM)と電子線マイクロアナライザー(EPMA)を用いた。さらに、耐酸化性の評価を目的として、 MoSi_2 及び2mol%B添加 MoSi_2 焼結体は、大気及び水蒸気含有雰囲気(N_2 -3% O_2)-19.7% H_2O)下、773~1473 Kで酸化試験を行った。酸化皮膜の表面及び元素分析には電界放射型走査型電子顕微鏡(FE-SEM)とEPMA、表面生成物の同定にはX線回折法(XRD)を用いた。

3. 研究成果

水蒸気含有雰囲気においては、1273 K以下の温度域においては、Mo酸化物、ボロンおよびボロシリケートの蒸発に起因する質量減少が酸化挙動に大きな影響を与えることがわかった。それに対して、1473 Kでは物質の蒸発が酸化挙動にほとんど影響せず、放物線則に従っていた。これは酸化初期から保護性を有する酸化皮膜が形成されていたためと考えられる。また、これらの温度域で形成される酸化皮膜は SiO_2 主体であるが、ドーム状のボロシリケートの形成が確認された。水蒸気含有雰囲気において、なぜこのような形状を示すかについては現在のところ明確にはなっていないが、局所的なBの濃化による粘性の低下とボロシリケートが蒸発サイトとなることに依るものと推定される。今後、皮膜の形成メカニズムなど不明な点を解明すべく詳細な研究を進める予定である。

4. まとめ

MoSi_2 へのB添加は水蒸気含有雰囲気においても耐酸化性の向上をもたらした。いずれの温度においても、ドーム状のボロシリケートを有する SiO_2 皮膜を形成したが、その皮膜形成メカニズムは不明である。

5. 発表(投稿)論文

現在のところなし(現在、投稿準備中)

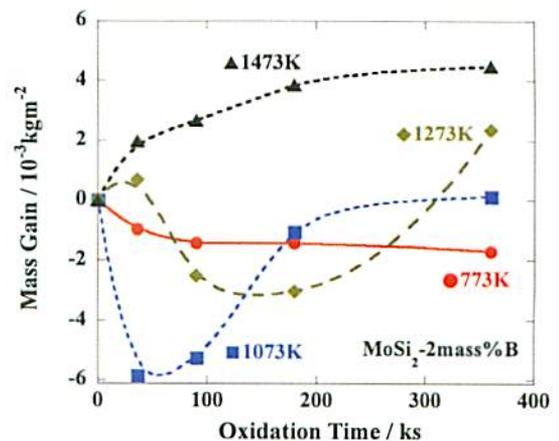


Fig. 1 各温度、水蒸気含有雰囲気におけるB添加 MoSi_2 焼結体の質量変化