

## LHD プラズマ対向材料表面に形成されたミックスマテリアル堆積層中の水素同位体の定量評価

研究代表者名

核融合科学研究所・ヘリカル研究部・時谷政行

研究分担者名

東北大学・金属材料研究所・永田晋二

### 1. はじめに

核融合研究における重要研究項目の一つが、堆積層の物性理解である。堆積層が形成された場合、水素同位体の捕捉量が初期状態から変化するだけでなく、堆積層自身がダストとなり、プラズマに予期せぬ影響を与える恐れもある。核融合科学研究所の大型ヘリカル装置(LHD)では、第一壁にステンレス鋼、ダイバータに炭素材が使用されているため、金属と炭素の混合堆積層(ミックスマテリアル堆積層)が形成されることがわかっている。また、3次元ヘリカル構造の複雑さ故に、堆積層の物理特性のみならず、第一壁の損耗率も場所によって大きく異なる。近年の表面分析研究より、トーラス部第一壁における損耗/堆積の分布情報が次第に明らかになってきたが、年度によって試料の位置や種類、あるいは照射条件が異なり、トーラス全体の現象を系統的に把握するには至っていない。本研究では、損耗/堆積評価用の試料を第一壁の上に複数個設置し、東北大学金属材料研究所設置のタンデム加速器を用いたイオンビーム分析から、損耗/堆積の場所依存性の導出を目的とした。

### 2. 研究経過

LHDのトーラス外側第一壁の複数個所のセクションにSiおよびSUS試料を設置した。イオンが直接壁を叩くグロー放電洗浄と、荷電交換反応を経た中性粒子の飛来が主である主放電との差を明確にするため、試料をそれぞれ壁電位から浮かせたFloating試料と、接触させたGround試料に分けて設置した。前者では、グロー放電時にエネルギーを持った粒子が入射できないため、主放電時のみの材料損傷と飛来する不純物元素の組成と絶対量を導出できる。約3ヶ月のプラズマ実験に暴露した後外部に取り出し、東北大学にてイオンビーム分析(RBS&ERD)に供した。さらに、同じ試料において、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた断面微細構造観察も実施し、RBSスペクトルと比較することで、より詳細な堆積層の組成解析を行った。

### 3. 研究成果

図1は、第一トロイダルセクションにおけるFloatingとGroundのSi試料表面からのRBSスペクトルである。Floating試料には、Fe、Cを主成分とする多量の堆積物が確認された。対照的に、Ground試料のRBSスペクトルでは、表面に僅かにFeの堆積が見られるだけである。このことから、第一壁損耗の主要因はグロー放電洗浄であり、トーラス第一壁ではそのスパッタリング損耗率が、Fe、Cを主成分とする不純物元素の堆積率を凌いでいるために、本来の金属表面がほぼ維持され続けていると考えられる。この試料と同じ場所に設置しておいたFloatingのSUS試料の断面透過型電子顕微鏡(TEM)像を図2に示す。SUS基板上に厚さ約450nmの堆積層が形成されていることがわかる。3層の暗いコントラスト部は図1(Floating)のRBSスペクトルのFe部に対応する。また、比較的明るいコントラストの領域はRBSスペクトルのC部に対応する。このように、LHDでは、グロー放電洗浄による表面の清浄化が行われない領域において顕著な堆積物形成が行われることが明らかとなった。他のセクションにおける分析を継続中であるが、図1、2に示したものと同様な傾向がみられている。

### 4. まとめ

LHDの損耗/堆積の機構には、グロー放電洗浄時のプラズマ壁相互作用(PWI)が深くかかわっていることが明らかになった。さらに、RBSスペクトルと断面TEM像を比較対応させることで、不純物堆積層のより詳細な構造解析が行えることも本研究により実証された。

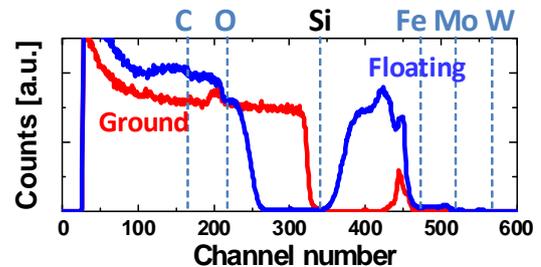


図1 FloatingとGround Si試料のRBSスペクトル

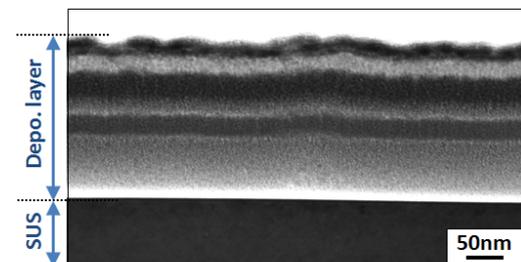


図2 Floating SUS試料上の堆積層のTEM像

## バナジウム合金の照射硬化とマイクロ組織の相関に関する研究

福井大学・国際原子力工学研究所・福元謙一  
 東北大学・金属材料研究所・阿部弘亨、佐藤裕樹、金思雄

## 1. はじめに

材料の力学特性に及ぼす照射効果を明らかにし、適切にモデリングを行うためにマイクロ組織との相関性を調べることは重要である。さらにその応用として、核融合条件下における材料劣化挙動を、イオン照射法や核分裂中性子などの照射手法を用いて模擬することを目標とし、その中でも本共同研究では、バナジウム合金の照射硬化に関して、特に合金組成や不純物の効果を明らかにすることを目的とする。従来の研究では、静的評価により照射組織のような微視的パラメータと、材料の引張強度のような巨視的パラメータとの比較を行っているが、必ずしも定量的により相関性が得られていないのが現状である。現在動的な評価手法にTEM内引張その場観察法を用いて、微視的パラメータと巨視的パラメータとの相関性について、材料劣化を引き起こす微視的欠陥（析出物）の障害物因子の定量化を行い、巨視的パラメータとの相関性を調べようとしている。このため電子顕微鏡内で動的な観察手法を用いた転位と欠陥の相互作用について研究を行ってきた東北大学金属材料研究所との共同研究を行うことにより現在進めているバナジウム合金での照射硬化や熱時効による析出硬化に関する転位運動の障害物に対する障害強度因子の定量化についての研究を行うに際しての助言を得ることを目的とした。

## 2. 研究経過

V-4Cr-4Ti合金の圧延材（0.2mmシート）にしたものを用い、11.5mm×2.5mmの形状に機械加工にて作製した後、1100℃×8時間の熱処理を施した。その後、1000℃×1時間+600℃×20時間の条件（以下、条件A）で熱時効処理を行なった。その後、熱時効材、および非熱時効材の2種類をH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:メタノール混合液=1:4の混合溶液を用い、電解研磨法にて、電圧15Vの条件で、試料表面の研磨を行い、その後、テヌポールという薄片化装置を使用し、試料の薄片化処理を行った。観察手法としては、作製した試料をTEM引張ホルダーに取り付け、TEM内で、引張試験を行いながら試料薄膜内の転位運動の動的その場観察を行い、ビデオ記録を行った。TEM内引張その場観察を行うことで、析出物と運動転位の挙動についての情報を得て、転位に対する障害物強度因子を挙動解析から求め、照射損傷による硬化機構の定量解析手法について検討した。

## 3. 研究成果

V-4Cr-4Ti合金の試料の熱時効材、および熱時効なし材にて、転位運動のビデオ記録の撮影に成功した。実際に、熱時効条件AにおけるTEM観察像において、試料の引張方向などを確認するため、回折斑点像と照らし合わせて指数解析を行った。どのすべり系で、転位運動が起きているかを判断するために、シュミット因子の計算結果を考慮し、すべり方向、すべり面の検討を行なった。TEMにより観察された運動転位と析出物の反応を定量化するため、障害物間隔と張り出し角を調べ、障害物強度を算出した。TEMによる観察像を析する際、ステレオ投影図とTEM観察像を照合させるために画像補正を行なった。画像補正は、TEM観察像を回転させて一致させるため、TEMの電子ビームの入射方向とすべりが考えられるすべり面の間の角度を $\theta$ として補正した。補正された画像にて、障害物間隔と張り出し角を計測するために転位線のみをトレースし、それぞれを計測した。この結果TEM内引張その場観察法により算出した析出硬化の増分 $\Delta\sigma_{in-situ}$ に硬さ試験により算出した焼鈍材の降伏応力 $\sigma_y$ を足した値 $\sigma_{in-situ}=285\text{MPa}$ は、条件Aの熱時効を施した材料における硬さ試験での降伏応力 $\sigma_A=287\text{MPa}$ の値と良い一致を示した。

## 4. まとめ

当初は平成21年度の調査した中性子照射試料材を硬さ試験及びTEM観察して、照射条件と照射硬化量と照射組織の相関について知見を得て、これまで取得したデータのデータベース化を検討していた。一方で阿部教授は原子力材料研究におけるイオン照射下in-situ観察による照射欠陥の動的挙動研究の大家であり、また佐藤准教授は超高压電子顕微鏡による欠陥集合体の一次元運動などの研究など動的観察について見識が深く、東北大金研仙台地区における原子力材料の動的観察に関する知識と経験量は他の研究機関では得られることのないものである。バナジウム合金の照射硬化におけるマイクロ-マクロ相関において、H22年度から福井大にて動的観察による転位運動に対する欠陥集合体などの障害抵抗因子の定量化研究を開始し、この研究を行うに当たって東北大金研仙台地区の阿部研究グループとの議論は大変実りのあるものであった。今年度以降において解析手法や評価法に対する批評をいただくとともにデータなどの情報の交換等を通して共同研究の推進を強く希望する。

# 核融合炉用低放射化バナジウム合金の高温クリープ強度に及ぼす 侵入型不純物元素の影響

核融合科学研究所・ヘリカル研究部・核融合システム研究系・長坂琢也、菱沼良光、室賀健夫  
総合研究大学院大学・物理科学研究科・宮澤 健  
東北大学・金属材料研究所・佐藤裕樹、金 思雄、阿部弘亨

## 1. はじめに

核融合炉におけるバナジウム合金-液体リチウムブランケットシステムの運転温度上限を定めるのはバナジウム合金の高温クリープ強度である。申請者らはV-4Cr-4Ti合金について、加工硬化とTi-CON析出硬化を組み合わせると、相乗的に高温クリープ強度が上昇することを明らかにしてきた。また、液体リチウムとバナジウム合金の間でC, N, Oの移行が起これり、高温強度が低下することを明らかにした。さらに、バナジウム合金の照射後低温靱性を改善するために微量添加されるYによってもクリープ強度が低下する可能性がある。バナジウム合金の強度に、侵入型不純物であるC, N, Oが大きな影響を持つことは知られているが、それぞれは分離定量されておらず、また、クリープの起こる高温、低歪速度の領域におけるこれら元素の挙動は不明である。これらのメカニズムを明らかにして、C, N, Oの不純物量や、その析出状態を最適化するためには、特にC, N, O濃度を系統的に変化させたモデル合金による実験研究が不可欠である。本研究では、これらのモデル合金において、高温クリープ強度に及ぼす影響とそのメカニズムを明らかにすることを目的とする。

## 2. 研究経過

今年度はまず、O濃度を変化させたV-4Cr-4Ti合金、V-4Cr-4Ti-0.15Y合金を作製した。クリープ試験の試験条件を定めるのに、ある程度の強度評価が前もって必要である。そこで、高温クリープ試験に先立ち、室温での硬さ試験、室温、600~800°Cでの引張試験を行った。得られた結果から、O不純物とY添加が強度に及ぼす影響を検討した。

## 3. 研究成果

表1に本研究で作製したV-4Cr-4Ti合金、V-4Cr-4Ti-0.15Y合金の化学組成を示す。このうち、V-4Cr-4Ti-0.019Oは大学共通試料NIFS-HEAT2(NH2)である。これらの試料を厚さ1mmまたは0.25mmまで冷間圧延し、500~1100°Cで1~2hrの熱処理を施した。ビッカース微小硬度試験、高温引張試験を実施した。硬度試験の荷重は500gfである。引張試験片のゲージサイズは5×1.2×0.25mm、引張試験の初期歪速度は6.67×10<sup>-4</sup>1/sである。

図1に1hr熱処理後のビッカース硬さ試験の結果を示す。600~800°Cで硬さの回復が始まり、その後900~1000°Cで最低の硬さを示した後、それ以上の温度では再び熱処理温度とともに硬化を示した。これまでの研究からY無添加のV-4Cr-4Ti合金では、600~1000°Cで、加工転位の回復と、Ti-CONの析出粗大化によるマトリクスC, N, O濃度の低下によって軟化が起こることが知られている。さらに1000~1100°Cの高温ではTi-CON析出物の分解再固溶によって硬化が起こることが知られている。Y添加、無添加合金のいずれでもこれらのメカニズムは共通と考えられる。図2に1000°C×1hr熱処理

表1 試作合金の化学組成 (wt%)

Code	Cr	Ti	Y	C	N	O
V-4Cr-4Ti-0.019O (NH2)	4.11	4.15	< 0.002	0.025	0.009	0.019
V-4Cr-4Ti-0.051O	4.40	4.51	< 0.002	0.014	0.015	0.051
V-4Cr-4Ti-0.15Y-0.011O	4.51	4.59	0.09	0.011	0.013	0.011
V-4Cr-4Ti-0.15Y-0.27O	3.87	3.99	0.06	0.010	0.018	0.27

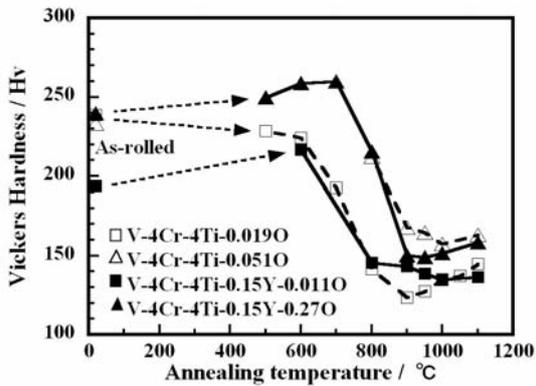


図1 冷間圧延後の熱処理による硬さの回復曲線

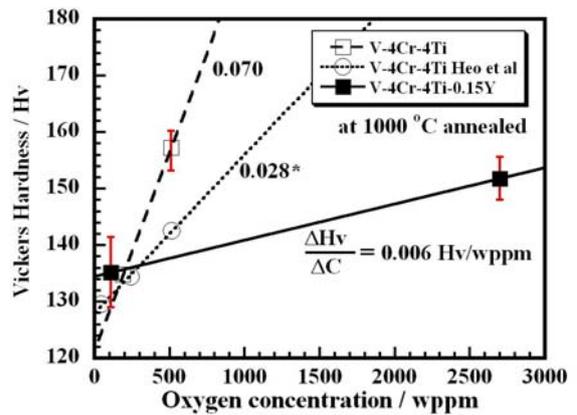


図2 1000°C×1 hr 熱処理後の室温硬さの酸素濃度依存性 \*過去のモデル合金の研究による

後の硬さの酸素濃度依存性を示す。図中には単位酸素濃度あたりの硬化の割合を示している。Y 添加合金は、無添加の合金に比較して単位酸素濃度あたりの硬化が小さかった。組織観察によると、Y 添加合金では Ti-CON 析出物に加え、Y を含んだ  $Y_2O_3$  と考えられる析出物も観察された。 $Y_2O_3$  は Ti-CON よりも熱的に安定で、マトリクスの固溶 O 濃度を減らし、硬化を抑制していると考えられる。図3に600~800°Cの引張試験における最大引張強度を示す。核融合炉におけるバナジウム合金の使用温度付近である700°C及び800°Cで20~30 MPaの強度低下が認められた。この温度域でY無添加合金では動的歪時効によるセレーションが応力-歪曲線で観察されるが、Y添加合金ではそれが消失した。このことは転位と相互作用する固溶O不純物がY添加合金では低下していることを示しており、それが強度低下につながっているものと理解できる。

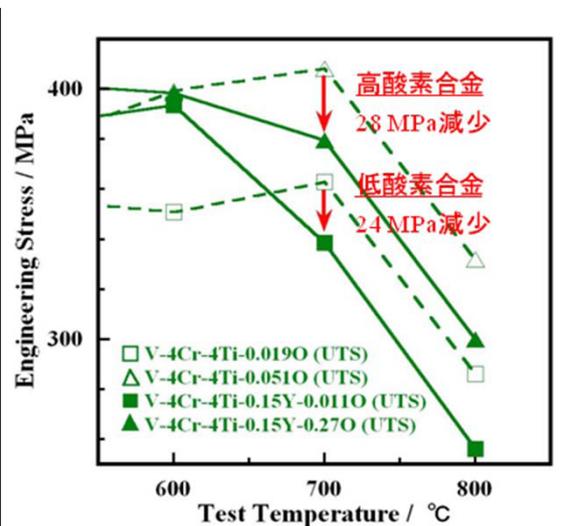


図3 試験温度600~800°Cにおける最大引張強度

#### 4. まとめと今後の予定

O 不純物濃度を変化させた V-4Cr-4Ti 合金、V-4Cr-4Ti-0.15Y 合金を作製し、硬さ試験と高温引張試験を行い、O 不純物と Y 添加の効果を検討した。Y 添加合金で O による固溶硬化が抑制され、700°C 以上での最大引張強度も減少した。今後は O の挙動を引張試験における動的歪時効の解析により明らかにしていく。また、これらの強度低下がクリープ特性に及ぼす影響も今後明らかにしていく予定である。

#### 5. 発表(投稿)論文

[1] Takeshi Miyazawa, Takuya Nagasaka, Yoshimitsu Hishinuma, Takeo Muroga, Yanfen Li, Yuhki Satoh, Sawoong Kim and Hiroaki Abe, "EFFECT OF YTTRIUM ON DYNAMIC STRAIN AGING AND HIGH-TEMPERATURE TENSILE STRENGTH OF VANADIUM ALLOYS", 15<sup>th</sup> Intel. Conf. Fusion Reactor Mater., Oct. 16-22, 2011, Charleston, SC, USA (投稿中)