

低放射化フェライト鋼における酸化膜が水素保持特性に及ぼす影響

研究代表者名

核融合科学研究所・ヘリカル研究部・芦川直子

研究分担者名

総合研究大学院大学・核融合科学専攻・周海山
核融合科学研究所・ヘリカル研究部・廣岡慶彦
東北大学・金属科学研究所・永田晋二

1. はじめに

低放射化フェライト鋼は、FFHR/DEMO炉におけるブランケット/プラズマ対向壁候補材料である。FFHR/DEMO炉では、現在の磁場閉じ込め装置とは異なり、D-T核融合反応によりヘリウム灰が生成されるため燃料である水素同位体ガスとヘリウムが混在し、壁材料の運用温度は500°C以上とされている。これら材料は10年以上の長期運用が検討され、その間に中性子を含む損傷が生じると考えられている。

原子力発電所の運用方式を考えると、核融合炉運用期間中に発電運転とメンテナンスを交互にしながら使用される。その際、大気成分もしくはプラズマ真空容器内残留ガスによる水や酸素により、材料表面には表面酸化が生じると考えられる。実際に低放射化フェライト鋼 (F82H) を第一壁材として使用したJT-60Uトカマク装置の例では、F82H鋼表面に大気吸着による酸化被膜と異なり、F82H鋼の成分であるFe, Cr, Wによる酸化物が表面で検出されている。本研究では、酸化膜がF82H鋼の水素保持特性に及ぼす影響について評価を行うことを目的とする。

2. 研究経過

低放射化フェライト鋼 (F82H) 試料サンプルを酸素ガス雰囲気下の真空中にて約500°Cに加熱し、表面に酸化膜を形成した。その後、核融合研・Vehicle装置にて、2時間の水素プラズマ照射実験を実施した。照射時のプラズマパラメータは電子温度3eV、電子密度 $9 \times 10^9 \text{ cm}^{-3}$ で、試料表面温度は500°Cである。試料表面の化学組成は、X線光電子分光法(XPS)にて分析した。また材料中の水素は弾性反跳粒子検出法(ERDA)にて測定した。今回の測定ではヘリウムも測定対象としたため、5MeV酸素ビームを使用した。

3. 研究成果

図1にXPSによる原子組成比の深さ方向分布を示す。使用したF82H鋼表面に形成された酸化膜は、鉄ピークに対するNarrow(化学結合状態)測定と共に評価を行い、厚みは表面から約15nm程度であった。大気曝露による酸化被膜は1-3nm程度であるため、本試料は大気による酸化被膜と比べると顕著な酸化膜であることが分かる。

図2は5MeV酸素ビームによるERDAで検出された水素を示す。水素は大気による材料表面吸着も生じるため、比較として未使用F82H鋼に対する結果を合わせて示す。図2の水素の注入領域において、未使用材では表面吸着水素のみが検出され、より深い領域での水素は検出されていない。しかしながら酸化膜付きF82H鋼では、未使用材で水素が検出された深さ領域と比較すると、より深い領域でも水素が検出されていることが分かる。大気による酸化被膜程度のF82H鋼へ同様の水素プラズマ照射を行った試料に対するERDAスペクトルの結果では、水素が表面のみに存在するため今回の未使用材の結果と同じであることが分かっている。よって、酸化膜付きF82H鋼では、大気による酸化被膜試料に比べて水素は深さ方向へ広がって捕捉されていることが分かった。

4. まとめ

厚さ15nmの酸化膜を形成したF82H鋼を水素プラズマへ曝露し、水素保持特性をERDAで評価した。酸化膜付きF82H鋼では捕捉された水素は、表面から深さ方向へ広がりを持つことが分かった。酸化膜の厚みより深い領域まで水素が検出されているため、その理由については今後検討を行う。

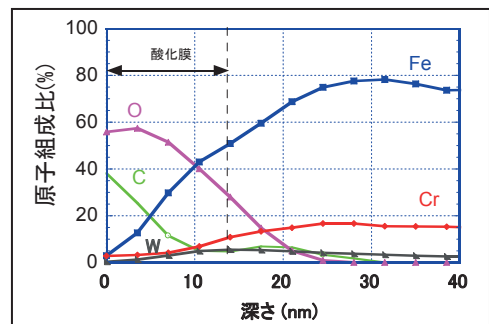


図1. XPSによる酸化膜付きF82H鋼表面の原子組成比

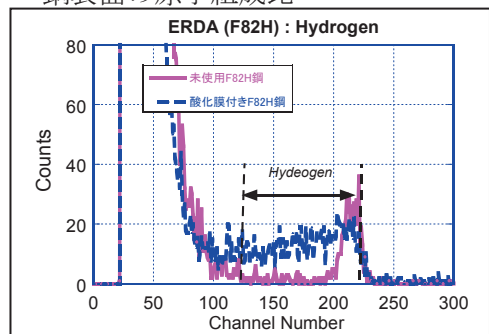


図2. 未使用および酸化膜付きF82H鋼に対する5MeV酸素ビームによるERDAスペクトル。

表面・バルク励起による Ce:LiCaAlF₆ 結晶の時間分解発光分光

研究代表者

山形大学・理学部・北浦 守

研究分担者

山形大学・大学院理工学研究科・石井 忍, 佐藤亜都紗, 山形大学・理学部・沼田裕之,
東北大学・金属材料研究所・黒澤俊介, 吉川 彰

1. はじめに

無機シンチレーターの需要は宇宙・高エネルギー物理学に留まらず、生活に身近な医療や食品、交通や流通の分野でも高まっている。ガンマ線に対し感度を有するシンチレーターは数多く存在する一方、熱中性子に感度を有するシンチレーターは数少ない。その中でも、⁶Li アイソトープを含む LiCaAlF₆ は熱中性子との核反応に付随して発生するガンマ線の割合が比較的低い。そのため、熱中性子検出用のシンチレーター結晶として注目され、実用化に向けた検討が進められている。最近、熱中性子励起時とガンマ線励起時における発光減衰時間の違いを利用した弁別法が有効であることが分かり、この手法を用いた熱中性子検出法が確立されつつある (Yamazaki et al., NIM A, 652, 435 (2011))。しかし、試料によっては中性子/ガンマ線弁別能が悪いなど幾つかの問題があり、これらは早急に解決すべき課題である。そこで、本研究では、Ce:LiCaAlF₆ 結晶を放射光とレーザー光を用いて励起し、時間分解発光分光法により弁別能を低下させる原因を明らかにする。これにより、その抑制方法に関する知見を得ることを目的とした。

2. 研究経過

LiCaAlF₆ 結晶に Ce³⁺ イオンを添加するには電荷補償体の導入が必要であり、格子欠陥が必然的に導入されることを示す。そのため、Ce³⁺ イオン濃度や育成雰囲気などの条件によって LiCaAlF₆ 結晶の発光特性が著しい試料を依存性を示すおそれがある。そこで、問題を簡単にするために、まずは Ce³⁺ をドーブした LiCaAlF₆ に代えて、チョクラルスキー法で育成した Eu²⁺ ドープ LiCaAlF₆ 結晶を用いた。これらの結晶では Eu²⁺ イオンの 4f→5d 遷移による吸収が紫外域に現れるので、その吸収位置に対応する波長のレーザー光 (λ = 266nm) で光励起して Eu²⁺ イオンによる 5d→4f 遷移による発光の時間分解測定を 10-300K の温度範囲で行い、バルク励起の効果を調べてきた。分子科学研究所 UVSOR での真空紫外分光では、Eu²⁺ をドーブした LiCaAlF₆ および LiSrAlF₆ 結晶の吸収スペクトルを 10K で測定してきた。

3. 研究成果

発光の時間分解測定に用いた結晶には 2mol% の Eu²⁺ イオンが含まれている。比較的高濃度であり、隣接する Eu²⁺ イオン間において共鳴エネルギー伝達が起これ、これが弁別能を低下させる原因となる可能性がある。実際に測定した発光減衰曲線の減衰初期時間では、通常観測される指数減少関数とは明らかに異なる、ゆっくりと減衰する発光成分が見られた。これが共鳴エネルギー伝達によるとは考え難い。おそらく Eu²⁺ イオンの 5d 軌道に作られた励起電子が、部分的に結晶中に存在する欠陥位置で捕獲・放出を繰り返すためと考えられる。一方、熱中性子線やガンマ線で励起した場合に報告されているような“立ち上がる”発光成分やデルタ関数的な応答を示す発光成分は見られない。弁別能を左右するこれらの成分は、高エネルギー励起特有の現象であると結論される。

4. まとめ

Eu²⁺ イオンをドーブした LiCaAlF₆ 結晶のチョクラルスキー法で育成し、その発光特性を紫外レーザー励起の下、10-300K の温度範囲にわたって時間分解測定で調べた。発光減衰曲線は初期時間を除けば、ほぼ単一指数減少関数で近似できた。初期時間領域には Eu²⁺ イオンと格子欠陥との間での励起電子の捕獲と放出に起因した特長的な発光成分が観測された。その時間応答の様子は、ガンマ線や熱中性子線の励起の下で観測される様子とは明らかに異なっていた。弁別能を左右する発光成分は高エネルギー励起特有の現象であり、これを明らかにするには放射光を利用した発光分光実験が望まれる。