

タングステン表面の損傷機構の解明と
重水素吸蔵量その場計測

山際 正人

目次

第1章 序論

1.1	はじめに	1
1.2	核融合	2
1.2.1	核融合反応	2
1.2.2	核融合反応断面積と核融合反応率	3
1.3	核融合炉と国際熱核融合炉(ITER)	4
1.3.1	磁場閉じ込め核融合	4
1.3.2	国際熱核融合実験炉(ITER)計画	6
1.4	境界領域に関する研究	7
1.4.1	スクレイプ・オフ領域	7
1.4.2	ダイバータ領域	7
1.4.3	ダイバータ材	9
1.5	ダイバータ模擬試験装置を用いた境界領域に関する研究	9
1.6	水素同位体吸蔵(リテンション)に関する研究	12
1.6.1	炉材料におけるトリチウム吸蔵の問題	12
1.6.2	水素同位体吸蔵に関するこれまでの研究	13
1.7	本研究の目的・特色・意義	17
1.7.1	目的	17
1.7.2	特色	18
1.8	本論文の構成	19
	参考文献	20

第2章 研究の基礎となる理論と解析手法

2.1	シースの形成	21
2.1.1	シングルプローブ計測	22
2.2	プラズマ材料相互作用	24
2.2.1	物理スパッタリング	24
2.2.2	水素リサイクリング	26
2.2.3	表面損傷の種類	27
2.3	壁コンディショニング法	29
2.4	イオンビーム分析法	30
2.4.1	イオンビーム分析装置室のバンデグラフ加速器	30
2.4.2	イオン(荷電粒子)検出システム	31
2.4.3	ラザフォード後方散乱分光法(RBS)	33

2.4.4	弾性衝突と非弾性衝突	35
2.4.5	核反応分析法(NRA)	36
2.4.6	イオンビーム分析の原理	38
2.5	TMAP コード	42
	参考文献	44

第3章 He プラズマ照射による W 材料の損傷

3.1	はじめに	45
3.2	超微細構造タングステンを用いた照射実験	48
3.3	ITER grade タングステンを用いた照射実験	51
3.3.1	ヘリウムプラズマ照射実験	51
3.3.2	長時間ヘリウムプラズマ照射実験	56
3.4	ITER grade タングステンにおける損傷と結晶方向依存性	57
3.4.1	損傷とヘリウムの拡散	57
3.4.2	結晶方位が損傷に与える影響	59
3.3	まとめ	62
	参考文献	63

第4章 高熱流プラズマ照射解析複合装置 PS-DIBA の開発

4.1	本装置の意義・目的	64
4.2	本装置の構成	64
4.2.1	本装置全体の構成	64
4.2.2	真空容器の構成	66
4.2.3	真空排気システム	67
4.2.4	ガス導入系	68
4.2.5	プラズマ計測系	70
4.2.6	放電システムとその構造	70
4.2.7	空冷付駆動式試料台	74
4.3	イオンビーム解析環境の整備	76
4.4	PS-DIBA のプラズマ性能	78
4.4	まとめ	80
付録 4.A	プラズマ照射装置全体組立図	81
付録 4.B	ディテクター真空容器設計図	82
付録 4.C	LaB ₆ 製熱陰極フランジ設計図	83

第5章 PS-DIBA を用いた重水素吸蔵量その場計測

5.1	試料プローブを用いた重水素プラズマ照射中のその場計測	84
5.2	空冷付試料台を用いた重水素プラズマ照射中のその場計測	86
5.2.1	等方性黒鉛における重水素プラズマ照射中のその場計測	87
5.2.2	タングステンにおける重水素プラズマ照射中のその場計測	91
5.3	TMAP7を用いた拡散係数・再結合係数の導出	94
5.4	まとめ	96
付録 5.A	TMAP7 インプットファイル	98
	参考文献	103

第6章 総括

6.1	本研究のまとめ	104
6.2	今後の課題	105
6.3	本装置を用いた研究の展望	106
	謝辞	109
	研究業績	110

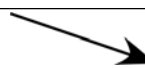
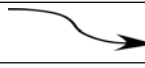
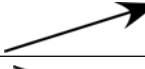
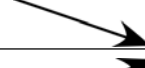



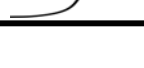
第1章 序論

1.1 エネルギー問題

我々人類は産業革命以後、資源及びエネルギーを有効に利用し、大量生産、大量消費により、豊かな物質文明を築き上げ、今日のような便利で快適な生活を手にすることができるようになった。しかし、その一方で資源及びエネルギーの消費量は膨大なものとなり、地球のエネルギー資源量の限界が見えてきている。今までに世界で主に使用されてきたエネルギー資源は、石油、石炭、天然ガス等の化石燃料である。これらの確認可採埋蔵量を現在の年間生産量で割った可採年数で表すと、石油が約40年、石炭が約200年、天然ガスが約65年、となる。また、化石燃料の燃焼に伴って大気中に放出される二酸化炭素や窒素酸化物及び硫黄酸化物などの温室効果ガスにより、地球温暖化が促進される可能性があるため、近年化石燃料の使用を抑制しようとする動きが世界各地で起こっている。このため、化石燃料の枯渇が心配される将来に向けて、代替エネルギーの研究開発がなされてきている。

化石燃料に変わる新エネルギーとして太陽光、風力・水力エネルギー、バイオマスエネルギー、原子力などが存在する。しかしながら、表1.1.1に示されるような総合資源エネルギー調査会の試算により、現在使用しているエネルギー資源は軒並み発電コストが上昇傾向にあり、将来主流として用いることは難しい。

表 1.1.1: 発電コストの推移とその要因[1]

	円/kwh	円/MJ	コストトレンド	要因
太陽光	37~46	133~166		技術革新
風力	11~26	40~94		量産効果
水力	10~36	36~130		適地減少
バイオマス	10~41	36~148		技術革新
原子力	5~6	18~22		廃棄物
天然ガス	6~7	22~25		原油連動
石炭	5~7	18~25		原油連動
石油	14~17	50~61		需給切迫

第1章 序論

また、太陽光、風力、バイオマス発電においては、発電コストが減少してきているが、エネルギー供給量がまだまだ少なく化石燃料の代替エネルギーとして過度に期待する事はできない。そこで21世紀におけるエネルギー問題を打開する上で最も期待されているのが「核融合エネルギー」である。太陽のエネルギーが核融合反応によって生み出されていることから分かる通り、核融合反応は自然界に現実存在する。この核融合を工学的に実現しエネルギー減として利用するのが核融合反応である。核融合エネルギーは次に挙げるような特徴を有している。

- 燃料となる重水素やリチウムが海水中に無尽蔵に存在する
- 地球の温暖化に大きな影響を及ぼす二酸化炭素を排出しない
- 主幹エネルギーとして安定かつ大量のエネルギーを供給できる
- 原子力発電で問題となっている高レベルの放射性廃棄物を出さない

このように、核融合エネルギーは化石燃料に変わる新しいエネルギーとして多くの利点を有しており、将来のエネルギー源の重要な選択肢の一つとされている。ただ、実用化までには解決すべき技術的な課題が多く残されており、継続的な研究開発が必要となっている。

1.2 核融合

1.2.1 核融合反応

核融合とは同種あるいは異種の原子核が衝突・融合して反応前よりも原子番号の大きい別種の元素を生じる現象であり、反応によって膨大なエネルギーが放出される。核融合反応を起こすためには、二つの燃料原子（イオン）を衝突・融合させる必要があるが、原子核の周りには電子が存在し、通常では電子どうしの反発（クーロン）力により核融合反応が起こることはない。そこで、燃料原子に高エネルギーを与えることで、原子核から電子を分離させる必要がある。この原子がイオンと電子に分離した状態のことを「プラズマ」と呼ぶ。次に、

第1章 序論

このプラズマ状態の物質の原子核どうしを衝突させるのだが、原子核は正電荷を持つため、反発しあうので原子核も電子と同様に原子核どうしが反発する力以上のエネルギーを与え、原子核を高速移動させて核融合を起こさせる。そのときに必要となる温度が約一億度である。

核融合発電では用いる燃料の種類によりいくつもの組み合わせが考えられるが、次に挙げるものが主に考えられている核融合反応である[2]。

1. D-T 反応 (約 6000 万度の温度が保てれば反応が生じる。)



2. D-D 反応 (約 6 億度が必要であるが、高エネルギー中性子の発生が少ない。)



3. D- ${}^3\text{He}$ などの反応 (約 12 億度が必要であるが、中性子の発生がほとんどない。)



ここで、D は重水素、T は三重水素、n は中性子、p は陽子を表している。

1.2.2 核融合反応断面積と核融合反応率

原子核のような粒子同士が衝突して反応を起こす確率を実効的な断面積とみなし、面積の単位で表現する。断面積は対象としている粒子同士の相対速度、つまり相対エネルギーに依存する。図 1.1.1 から DT 反応が最も起こりやすいことが分かる。このため現在では D-T 反応を起こすことを目的としており、将来的には環境負荷の少ない D-D 反応による核融合発電を目指す[3]。

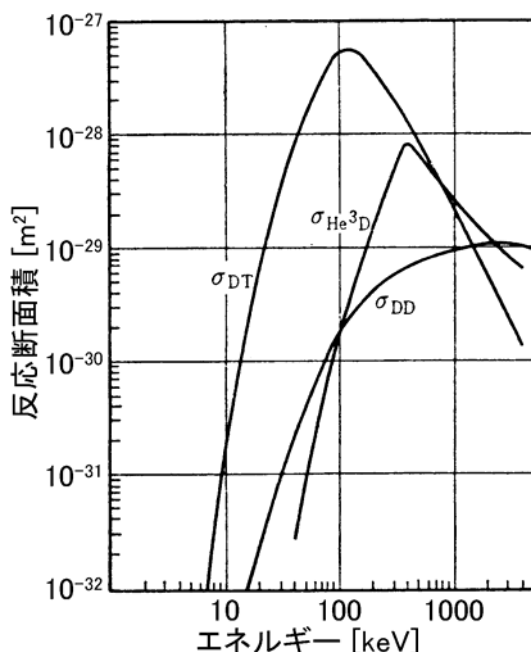


図 1.1.1: 反応断面積のエネルギー依存性

1.3 核融合炉と国際熱核融合炉(ITER)

1.3.1 磁場閉じ込め核融合

数億度に達するプラズマを地球上のある空間にとどめるには、そのための容器が必要になる。しかし、数億度のプラズマに耐えられる容器は存在しない。そこで、磁場中のプラズマ粒子は磁力線に巻きついてサイクロトロン運動するという性質を利用して、ある空間にプラズマを閉じ込める方法が提案された。このとき磁場によってプラズマをとどめておくことのできるプラズマの圧力は磁場強度により限界がある。ここで、プラズマの圧力は温度と密度の積である。よって、高温のプラズマを磁場により閉じ込めるには粒子密度が低いことが条件となってくる。例えば、1気圧の空気を1億度に加熱すると30万気圧になってしまう。そこで、粒子密度を下げることによりプラズマ圧力を下げ、磁場による閉じ込めが可能になる。しかし、粒子密度が低いことにより、装置が大型化するという欠点がある。石油や石炭などの燃料に比べ核融合で使用する燃料はわずか数グラムである。粒子密度が1/10兆もの希薄な燃料を反応させエネルギーを取り出すには必然的に装置が大型化してしまうのである。さて、磁場によりプラズマを閉じ込める方法として図 1.3.1 に示すような方法がある。まず、

ミラー型磁場装置であるが、2つのコイルを並べると2つのコイルの中間点で磁場が弱く、コイル付近で磁場が強くなるように、磁力線に沿った方向に磁場の強弱ができる。図 1.3.1(a) に示すようにプラズマ粒子はこの磁場の強い位置で反射され、2つのコイル間を磁力線に沿って往復運動する。しかしこの方法では、図 1.3.1(b) のように磁力線方向に大きい速度成分を持つ一部のプラズマ粒子は外に出てしまうことになる。

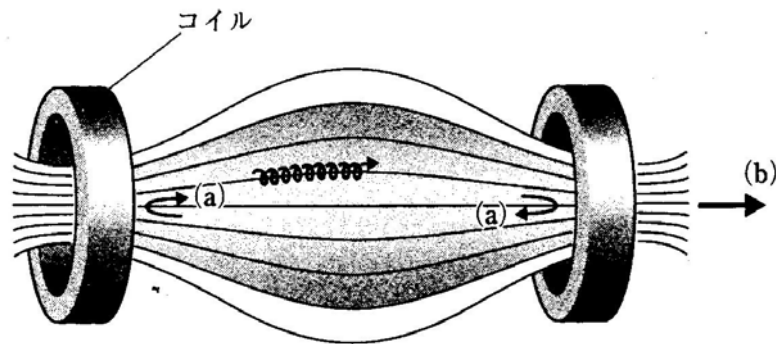


図. 1.3.1: ミラー磁場によるプラズマ閉じ込め

次に、コイルをトーラス方向に1周するように配置し、磁力線の端をなくすことによって外に出るプラズマ粒子をなくす方法がある。しかし、このとき単純トーラスでは本質的に閉じ込められない。そこで、プラズマを閉じ込めるためには、図 1.3.2 に示すように磁力線をひねり、プラズマ粒子がトロイダル方向に1周する間にドーナツの上と下を通るようにする。この磁力線のひねり方でヘリカル型とトカマク型に分類される。(図 1.3.3)

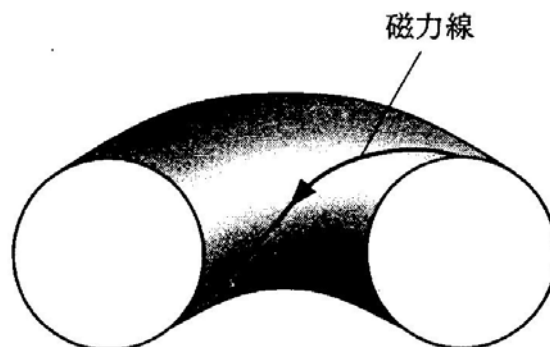


図. 1.3.2: 磁力線のひねり

図 1.3.3(a)のトカマク型はトランスの原理を用いてプラズマ自身に大電流を流

し、トロイダル磁場とプラズマ電流のつくるポロイダル磁場の合成により磁場をひねってプラズマを閉じ込める方法である。磁場によるプラズマの閉じ込め方法の中で最も主流な方法である。一方、図 1.3.3 (b)のヘリカル型はトーラス方向にコイルを螺旋状に巻き、これによって磁場をひねる方法である。

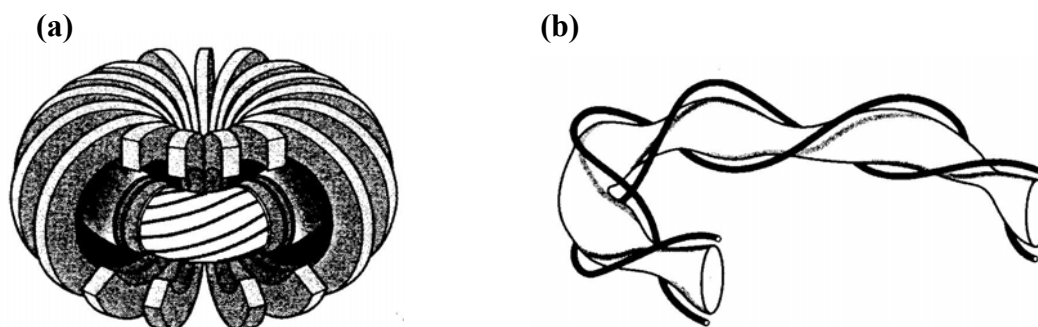


図. 1.3.3: (a)トカマク型 (b)ヘリカル型

1.3.2 国際熱核融合実験炉(ITER)計画

国際熱核融合炉(International Thermonuclear Experimental Reactor : ITER)は自己点火条件を達成することを最終目標としている[4,5]。自己点火とは外部からのプラズマ加熱入力を停止しても一旦生じた核融合反応が持続する条件である。図 1.3.4 に ITER の概念図を示す。

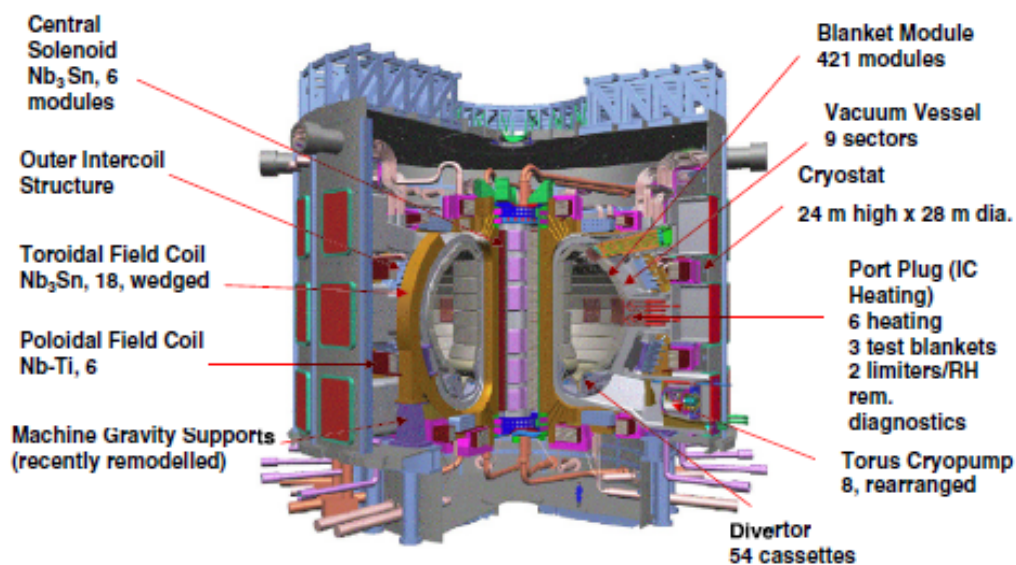


図. 1.3.4: ITER 鳥瞰図 [6]

図 1.3.4 に示すように ITER はトカマク型核融合実験炉でありトカマクとその付帯施設、トリチウムプラント、冷却システム、電源および建家等の支援システムから成り立っている。ITER は将来の発電炉への見通しを得るための実験炉として位置づけられ、統合されたシステムとしての核融合炉運転と安全性の実証、自己点火領域のプラズマ生成実験、トリチウム増殖ブランケットの開発試験など、発電炉へ向けた技術的基盤の確立が課題として挙げられる。建設費用は 100 億ユーロであり費用、部品の製作などを各国で分担して行っている。

1.4 境界領域に関する研究

1.4.1 スクレイプ・オフ層

炉心部では閉じた磁気面により炉心プラズマを閉じ込める構造になっているのに対し、セパトロクスと呼ばれる最外殻磁気面を境にスクレイプオフ (Scrape Off Layer : SOL) ・ダイバータ領域では磁力線がダイバータ板に対して開いた構造になっている。そのためプラズマ粒子はその磁力線に沿ってダイバータ板へと輸送される。また、第 1 壁はこの SOL プラズマに接する形で存在し SOL 領域で磁力線を横切って輸送されたプラズマにさらされる。炉壁やダイバータ板がプラズマにさらされると不純物粒子が発生し、炉心部に混入すると燃料の希釈をもたらすプラズマ密度の制御が困難になるかあるいは反応が停止してしまう。SOL 領域はこうして発生した不純物粒子を遮蔽する機能もあわせ持っている。また、炉心部で生成されたヘリウム灰の排出においても境界領域は重要な領域となってくる。さらに、拡散過程で考えられる磁力線を横切る輸送を超えた非拡散的輸送が注目されており、その輸送過程の解明が重要な課題となっている。

1.4.2 ダイバータ領域

炉心部から漏れ出た熱流束は ITER において 100 MW と見積もられている [7]。SOL の幅は約 1~2 cm と薄いため 2 翼のダイバータ板での単位面積あたりの熱負荷はトロイダル長さを 40 m と考えると 60~130 MW/m² に達し、工学的に耐えうる熱負荷 20 MW/m² までいかに下げるかが問題となる。ITER では、宇宙から帰還する宇宙船が大気圏に再突入する際浅い角度で進入することにより、受熱面

積を広げ熱負荷を減らす原理と同様に、ダイバータ板に対して磁力線が浅い角度で入射する構造になっている。これにより熱負荷を 1/10 に減少することができるとされている[8]。

以下にダイバータの役割を挙げる。

- SOL 領域から磁力線に沿って輸送された高熱流束のプラズマの制御
- 第1壁から発生した不純物や、核融合反応で生じたヘリウム灰の排出
- 燃料の循環

プラズマが材料表面に照射されると炭素系の材料の場合は水素と炭素が化学反応する化学スパッタリングがあり揮発性のメタンなどを生成し損耗する。また、シースの形成によりイオンがシース電場で加速されエネルギーを持つと材料表面の原子をはじき出すノックオンと呼ばれる現象や、原子をたたき出す物理スパッタリングを生じる。ただし、ITER ダイバータ環境の入射イオンエネルギーは 10 eV 程度となり、このノックオン現象は発生しない。これらダイバータ板での諸現象を図 1.4.1 に示す。

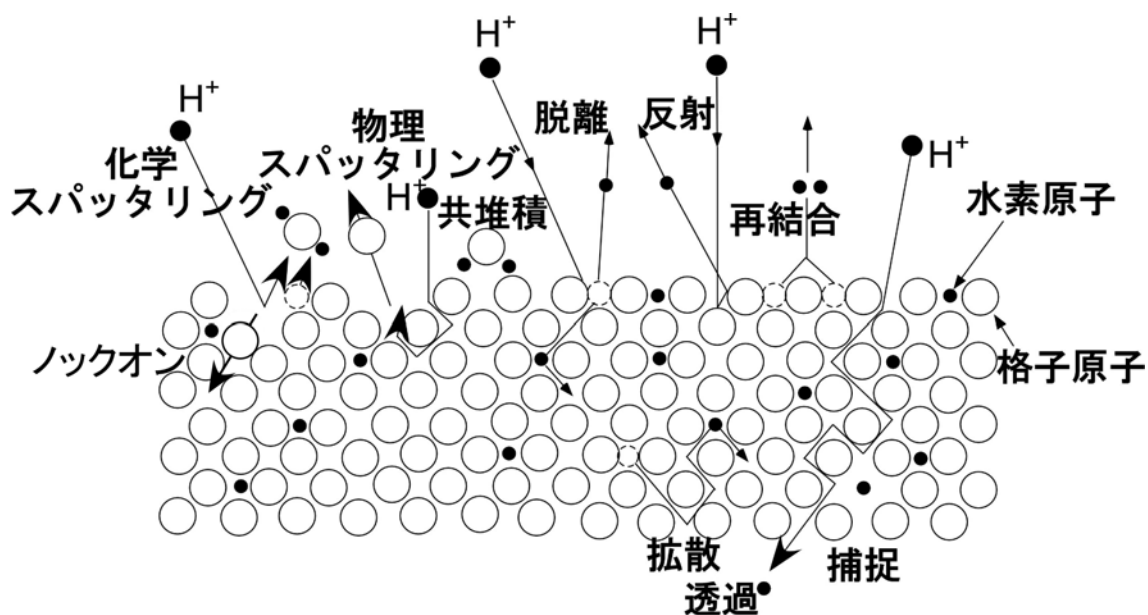


図. 1.4.1: プラズマ-表面相互作用

1.4.3 ダイバータ材

ダイバータ板はプラズマに直接さらされるため、大量のイオンや電子が流入し、材料の損耗が起こる。材料の損耗過程としては、一般的にイオンや電子が材料に熱を流入させることによる材料の昇華と、入射イオンが材料を構成する原子をはじき出す物理スパッタリングがある。損耗によってプラズマ中に放出された材料原子はプラズマ中で不純物として振る舞い高温のプラズマを冷却してしまう。このプラズマを冷却する能力は原子番号が高いほど大きくなる。そのため、ダイバータ材の候補として、低原子番号であり、プラズマ中に混入してもプラズマの冷却能力の低い炭素材料が挙がる。しかし、炭素材料においては上に述べた損耗過程の他に、化学スパッタリングと照射促進昇華の二つの損耗過程があるため、他の材料よりも損耗が激しいという欠点がある。そこで、最近ではタングステンなどの高原子番号であるが、損耗が少ない材料もダイバータ材の候補として研究が進められている。表 1.1 に炭素材料 (CFC) とタングステンの主な特徴を述べる。

表 1.4.1: タングステンと炭素材料 (CFC) の主な特徴

	タングステン	炭素材料(CFC)
熱耐性	融点~3700 K	昇華点~3800 K
損耗	少ない	多い
トリチウム吸蔵	少ない	多い
損耗時の冷却効果	大きい	小さい

1.5 ダイバータ模擬試験装置を用いた境界領域に関する研究

これまで述べてきたように、境界プラズマ領域においてプラズマ粒子及び不純物粒子の輸送過程やプラズマ-固体表面相互作用に関する研究が重要な課題となっており研究が進められているが、大型のトカマク装置でこれらの実験を行うには障害となる点がある。まず、実際のトカマク型装置の構造は複雑であり空間的な制限が多いことから、計測機器を設置するための空間や準備期間、コストを考えると実験への柔軟な対応が難しい。また、境界プラズマ領域のプラズマパラメータなど実験条件の変化、さらに、パルス運転のため時定数の長

第1章 序論

い現象を扱うことが困難である。そこで、核融合炉実現へ向けてダイバータ領域を模擬した比較的小型な装置を用いた実験研究が有効となってくる。境界領域のプラズマは温度が炉心部と比較して低く、その領域の模擬プラズマの生成が可能な範囲であり、装置構成も大学等の研究室で扱える規模である。また、装置自体が比較的小型であることから実験条件の変化、装置構成の調整、マシンタイムなどを考えた場合、様々な実験に対して柔軟な対応が可能である。こうした境界プラズマ領域を模擬した装置での研究が重要となってくる。

ダイバータ領域を環状装置から切り出し、直線型の磁場配位や高密度プラズマを用いてこの領域の模擬実験を行うのが直線型ダイバータ模擬試験装置である。図 1.5.1 に直線型ダイバータ模擬試験装置(NAGoya DIverter System-I :NAGDIS-I)及び NAGDIS-II を示す。NAGDIS-I では、入射イオンによるはじき出し欠陥が生じないような低エネルギー水素プラズマを、タングステン試料に照射することでブリスタと呼ばれる気泡の形成要因について研究が行われ、そのときの試料表面の様子を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察している。図 1.5.2(b) に、その SEM 画像を示す[9]。ブリスタとは、材料中に注入されたガス元素が表面近傍の結晶粒界や原子空孔などに高い圧力で局所的に集合し、材料表皮を水ぶくれのように持ち上げる現象である。また、ブリスタ形成におけるプラズマ照射量とタングステン試料表面温度の依存性を同図(a)に示す。950 K 以上ではブリスタは形成されていない。これは、材料の温度が上昇したことにより内部に入った水素が外へ急激に再放出されたためだと考えられている。

プラズマ対向材の温度はプラズマが突然消滅し周りの対向壁へ熱負荷が集中するディスラプションや間欠的かつ周期的な熱負荷の放出現象である ELM(Edge Localized Mode)が発生すると 1500 K 以上に上昇する可能性があると言われている。また、核融合反応では He 灰が生じ、ダイバータプラズマにおいては He プラズマの占める割合は 10~20 %程度になると予想されている。このような温度上昇に伴って多孔構造が形成され、熱伝導率の低下や不純物の発生が懸念されている。NAGDIS-II ではタングステン試料に様々な条件で He プラズマを照射することにより He バブル(図 1.5.3)の形成要因について研究が行われてきた[10]。この現象は水素プラズマ照射では形成されない。これは、ヘリウムが材料中での拡散が速く、原子空孔に強く捕捉される性質を示し、さらに熱的に

安定であるからである。

また NAGDIS-II では、イオン飽和電流の時間発展の計測より、図 1.5.4 に示すような正にバースト的な信号が見られている[11]。このようにトカマク装置の境界プラズマ領域において観測されているような磁場を横切る間欠的な輸送に関する研究も行われてきた。

以上で述べたように、直線型ダイバータ模擬試験装置はプラズマ-固体表面相互作用に関する研究や非接触プラズマに関する研究など、境界プラズマ領域の模擬実験、基礎研究として大きく貢献している。



図. 1.5.1: 直線型ダイバータ模擬試験装置(a) NAGDIS-I, (b) NAGDIS-II

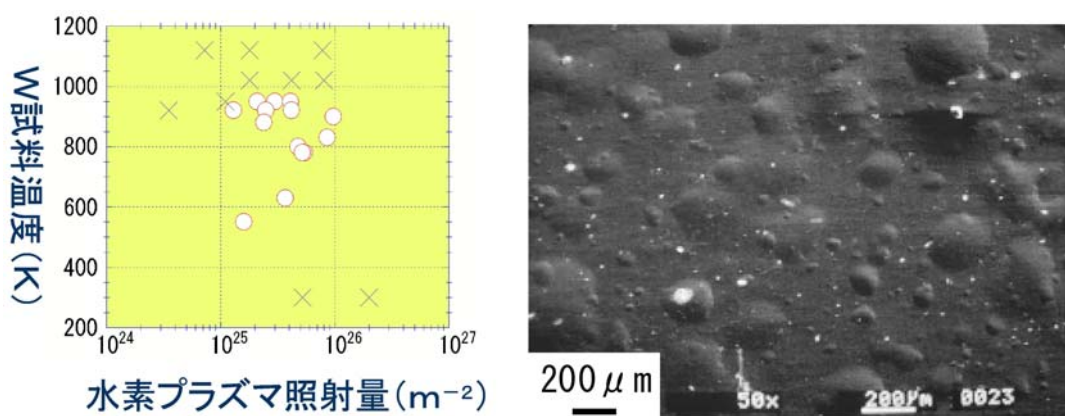


図. 1.5.2: (a)プリスタ形成条件 (b)プラズマ照射によるプリスタ形成 [9]

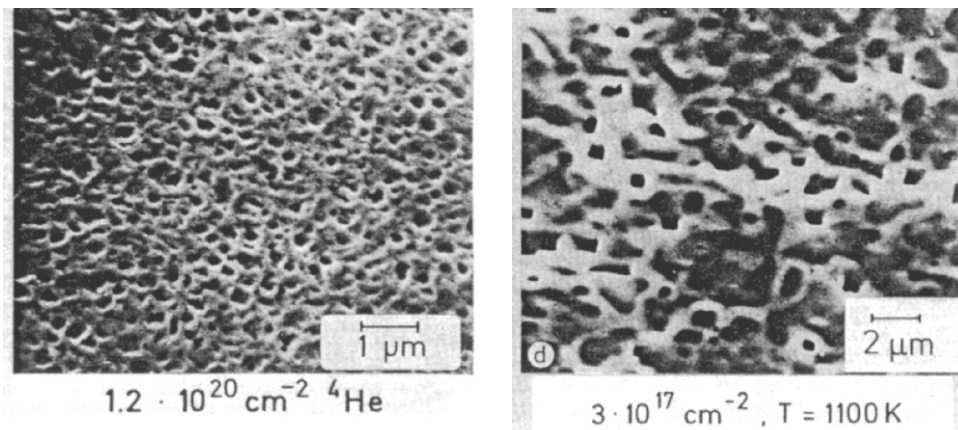


図. 1.5.3: He バブル [10]

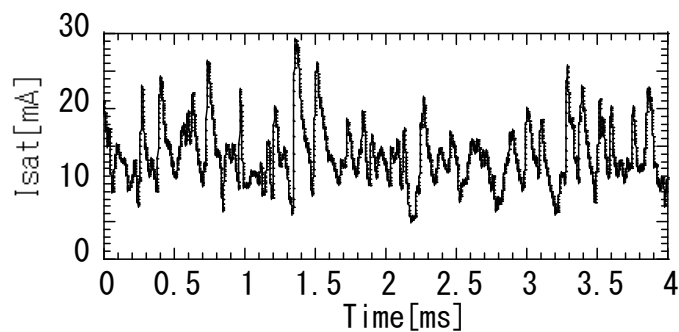


図. 1.5.4: イオン飽和電流の時間発展 [11]

1.6 水素同位体吸蔵(リテンション)に関する研究

1.6.1 炉材料におけるトリチウム吸蔵の問題

トリチウムのプラズマ対向壁への蓄積は核融合炉の安全性、燃料トリチウムのリサイクリングにとって重要な問題である[12]。重水素(D)放電を行っている現在のプラズマ実験装置内でも D-D 反応によりトリチウムが生成し、プラズマ対向壁に打ち込まれたトリチウムの分布定量をイメージングプレートにより計測することに成功し、来るべき D-T 燃焼炉におけるトリチウム挙動予測に非常に有用な情報を与えてくれることが見出された。これに基づき実際にトリチウムを導入して D-T 放電を行った英国の核融合実験装置 JET、米国の TFTR についても国際共同研究によりイメージングプレートによる測定を行い、これらのプラズマ対向壁へのトリチウム蓄積状態が明らかにされた。

ITER では炉内トリチウム蓄積量は 350g 程度に制限されている。1 秒間あたり

数 nm で蓄積する炭素再堆積膜中に T/C 比が 0.1~0.4 の割合で蓄積すると、わずか数十回のフル D-T 放電で制限量を越え、その都度トリチウムを除去することが必要になる。このトリチウム蓄積量の見積もりは大型プラズマ装置で得られた結果を基にしているが、その多くは低温度で運転している JET や TFTR のデータである。ITER の運転スケジュールに大きな影響を与えることになるプラズマ対向壁に蓄積するトリチウムの挙動を調べることは極めて重要である。

1.6.2 水素同位体吸蔵に関するこれまでの研究

これまでの研究により、吸蔵（リテンション）には二つのものがあることが分かってきている。一つ目は静的（static）リテンションである。こちらは、粒子が材料中の結晶欠陥等に捕捉され、プラズマ照射を停止した後も材料中に粒子が残り続ける。ただし浅いポテンシャルに捕捉された場合は、プラズマ照射中に再度ポテンシャルから抜け出し、モバイルな粒子となることもある。もう一つは動的（dynamic）リテンションと呼ばれ、ポテンシャルに捕捉されずプラズマ照射中又は直後において材料中を移動し、プラズマ照射等の粒子の供給が絶たれると材料中からアウトガスとして再放出される。プラズマ照射中にはこれらの動的、静的リテンションの合計が材料全体の吸蔵量となる。静的リテンションに関しては、最近の研究により、重水素吸蔵後の試料を大気下に放置することで吸蔵量が大きく減少するが報告されている(図 1.6.1)。図では、試料に重水素プラズマを照射し、その重水素吸蔵量を核反応分析法(NRA)によって計測している。斜線部において試料を大気下にさらしており、その結果吸蔵量が大きく減少する様子が観察されている。さらに、図 1.6.2 のように He プラズマ照射が水素同位体吸蔵量に影響を与えることなどが報告されている[13]。この研究は、ヘリウムを照射した試料及び未照射試料に対して重水素を吸蔵させた結果である。グラフにあるように $2 \times 10^{21} \text{ He}^+/\text{m}^2$ までヘリウムを照射した試料においては吸蔵量が大きく増加している。

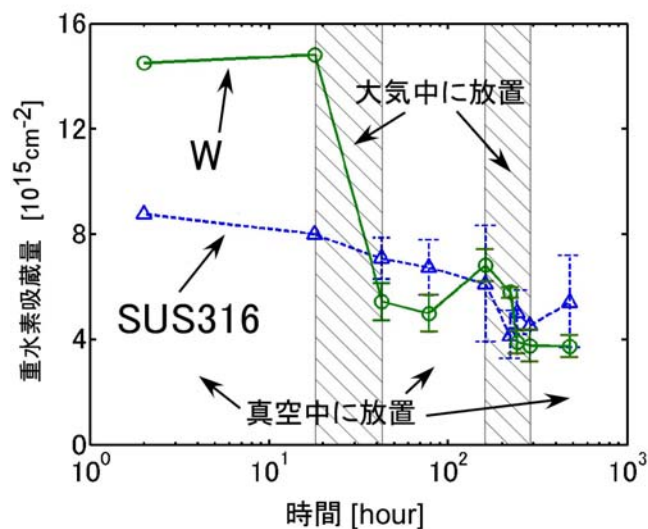


図. 1.6.1: 重水素吸蔵量の時間変化

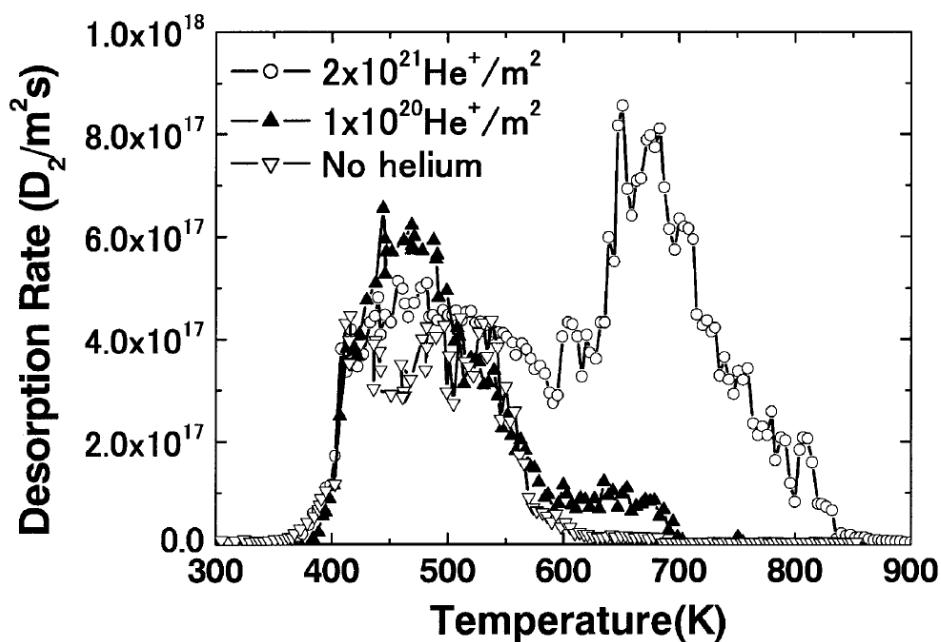


図. 1.6.2: He 予照射の有無による重水素吸蔵量の変化(TDS 測定) [13]

一方、動的リテンションに関する研究としては、以下の表 1.6.1 のその場計測装置において研究が行われている。この表では、その装置の設置場所、及び使用イオンビーム解析手法、プラズマ性能、照射試料の種類、そして動的リテンション観察の有無について紹介している。水素同位体などの材料内部の吸蔵量をその場で計測する装置については、表 1.6.1 のようにイオンビーム解析をプラ

第1章 序論

ズマ照射装置に組み合わせたもののみ存在する。

G.M. Wright 製作の DIONISOS[14]では、モリブデン試料に対して重水素プラズマを照射する実験を行っている。プラズマ照射中は、重水素吸蔵量が増加し、照射停止時に吸蔵量が徐々に減少していく様子が捉えられている。モバイルな粒子は、プラズマ停止直後速やかに試料から放出されると考えられているが、この実験においてその様子は観察されていない。M. Langhoff [15]においては、グラファイトに水素プラズマを照射している。しかしながら、プラズマ停止後の吸蔵量減少は確認できず、逆に計測用の 2.6 MeV のイオンビームの照射によって吸蔵量が減少する結果となっている。B. Emmoth[16]では、プラズマ照射前後の重水素吸蔵量の推移の様子を捉えており、初めて動的リテンションを実験的に捉えた結果が図 1.6.3 のように示されている。

表 1.6.1: その場計測装置一覧

論文	[14]	[15]	[16]	[17]
装置名	DIONISOS			
装置設置国	USA	ドイツ	スウェーデン	日本
装置設置場所	ウィスコンシン大学 マディソン校	Max-Planck	Royal Institute of Technology	京都大学
放電形式	RF ヘリコンプラズマ	RF プラズマ	マグネトロンプ ラズマ	RF プラズマ
計測器	NRA,RBS,ERD	RBS,ERD	NRA,RBS	NRA
イオンエネルギー [eV]	10-500	≤ 220	100-300	
電子温度[eV]	1-10		120-140	
電子密度[m ⁻³]	$<10^{17}$ - 10^{18}	4.4×10^{22} atms	$<10^{21}$	
試料温度[K]	300-800	600	370-870	350-700
フラックス[m ⁻² s ⁻¹]	10^{20} - 10^{22}	4×10^{18} ions	$<10^{22}$	
試料	molybdenum	graphite	graphite	tungsten
動的リテンション	×	○	×	×

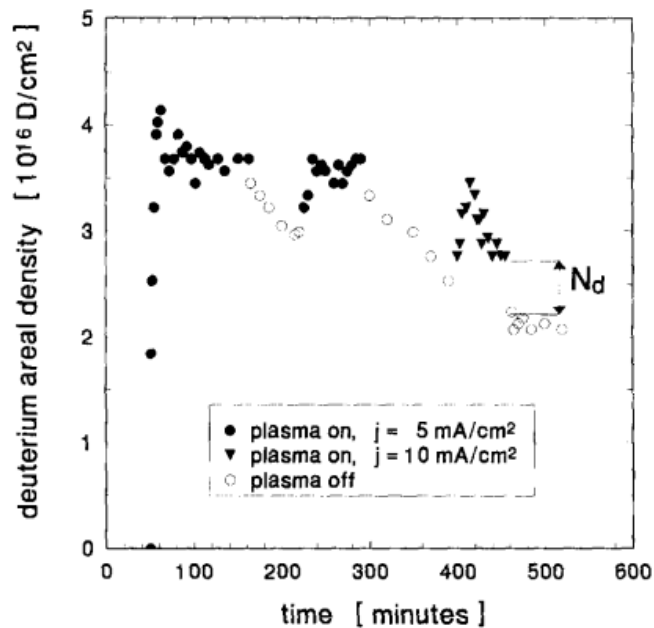


図. 1.6.3: グラファイト中の重水素動的リテンション, Emmoth *et al.*[16]

この図の中で N_d の減少分が動的リテンションとして見えており、プラズマ粒子束を高めることによりその現象の発生する様子がみられる。I. Takagi[17]では、初めてタングステンの重水素吸蔵量その場計測を実施した結果が示されている。動的リテンションの観察は行われていないが、プラズマ照射下での材料中の吸蔵量分布を計測することでタングステン材料の再結合係数の導出を行っている。以上のように過去の研究について紹介してきたが、同様の装置は世界に4つと非常に少ない。この理由としては、プラズマの影響が表面解析精度に大きく影響を及ぼすため、その影響を以下に取り除くかという点に関して技術的にクリアしなければならない問題が多々存在するからである。その種々の問題点については第4章にて詳細に説明する。

これらの研究成果がこれまでに行われてきた過去の実験データであるが、注目して欲しいのは、いずれも ITER のダイバータ環境 ($n_e = 10^{19-20} \text{ m}^{-3}$, $T_e \sim 10 \text{ eV}$) のプラズマを完全に模擬できていない点である。本研究では、ITER ダイバータ環境を模擬可能なプラズマ性能を持つ照射装置の開発及び、その環境下でのイオンビーム解析の達成を目指す。この装置開発が成功すれば、核融合発電時の燃料補給の最適タイミングや、化学スパッタリングのフラックス依存性の調査と

いった核融合発電実現において重要な研究の動的状況での実証も可能となる。そして静的リテンション、動的リテンションの詳細な物理機構の解明を目指す。

1.7 本研究の目的・特色

1.7.1 目的

核融合長時間保持のためには、様々な解決すべき問題が存在する。その中でも対向材料におけるプラズマ壁相互作用に関する研究は最も重要な一つであると位置付けられている。最近では、対向材料の中でも特に熱負荷の大きい部位にはタングステンを用いることが有力となってきた。しかし、これまで記述してきたように、対向材料には燃料粒子である水素同位体やヘリウム灰が入射することによって、材料が様々な損傷を受けることが分かってきている。特に、ITER ダイバータ環境での照射実験でのヘリウムバブル・ホール形成や水素同位体吸蔵などの損傷結果は、ITER 実験計画成功へ向けて警笛を鳴らしていると言っても過言ではない。ITER はその名前のおり実験炉であるため、当然将来の核融合炉でのプラズマ対向材料の深刻な損傷を回避するため、プラズマ-壁相互作用に関する実験を行う必要がある。しかし、ITER のように実験時に中性子が多く発生する装置では部品の交換などが難しい。そこで本研究では、ITER ダイバータ環境を模擬しヘリウムや水素同位体プラズマを材料に照射し、表面及び材料内部での粒子の振る舞いを観察することで、プラズマ対向材料であるタングステンの損傷機構を明らかにする。

プラズマ照射後の材料表面状態の観察においては、複数種類のタングステン材料を用いて、ヘリウムプラズマ照射実験を行い、それぞれの損傷を比較することで、ヘリウムバブル・ホール形成及び損傷過程を調査することを目的とした。

また、材料内部の粒子の拡散や吸蔵現象について ITER 環境での実験計測結果が未だ存在しない。そこで、本研究では新たにプラズマ照射環境下その場計測装置を開発し、材料に対して水素同位体プラズマを照射し、核反応分析法(NRA)や反跳粒子検出法(ERD)を用いて、材料内部の粒子の吸蔵現象や拡散過程について調査を行った。

1.7.2 特色

・ヘリウムプラズマ照射によるタングステンの損傷

ITER ダイバータ環境を模擬可能な装置は世界に数少ない。本研究では、直線型ダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-II を用いて、タングステン材料に高密度低エネルギーヘリウムプラズマを照射することで、ITER ダイバータ環境を模擬し、材料の損傷機構を調べる。照射後の材料表面を走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)などを用いて、表面の損傷状態を観察し、結晶方位解析装置(OIM)を用いながら、損傷と結晶方位との関連性に関して検証を行うことが本研究の特徴である。

・高熱流プラズマ照射-イオンビーム解析複合装置の開発と本装置を用いた重水素吸蔵量その場計測

1.6 節でも述べたように、材料内部の水素同位体吸蔵量の計測が可能な解析手法とプラズマ照射装置に結合した装置は本装置の他に4つしか存在しない。そこで、本研究では、新たに ITER ダイバータ環境において、材料内部の粒子の挙動を調査することが可能な新たなその場計測装置を開発した。本装置では、高密度プラズマ照射環境に導入するイオンビーム解析用検出器の保護及び解析システムが大きな特徴として挙げられる。また、国際熱核融合実験炉 ITER のダイバータ環境を模擬しているのは本装置のみである(図 1.7.1)。DIONISOS[14]では、電子温度 1-10 eV であるが電子密度が $10^{17}\sim 10^{18} \text{ m}^{-3}$ と低い。Royal Institute of Technology 所有の装置[16]では、電子密度が条件を満たしているが、電子温度が $>100 \text{ eV}$ と高い。

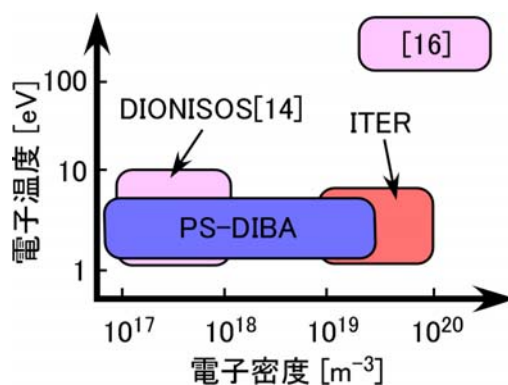


図. 1.7.1: 各その場計測装置のプラズマ性能[14][16]

第1章 序論

本装置では、図 1.7.1 のように低イオンエネルギー 1~10 eV、高密度($\sim 10^{17-19}$ m⁻³)の水素同位体・ヘリウムプラズマを生成することが可能であり、その領域においてイオンビーム解析による水素吸蔵量計測を行うことができる。

本装置で行った実験結果を、タングステン及び等方性黒鉛においてそれぞれ比較し、さらに TMAP7 コードを用いた重水素吸蔵の動的挙動シミュレーションと比較し、吸蔵メカニズムについて詳しく評価したことが本研究の特徴である。

1.8 本論文の構成

本論文は以下のような章構成となっている。まず、第1章序論では核融合エネルギーの必要性や核融合炉の概略、本研究の一般的背景、目的について述べた。第2章では環状磁場閉じ込め核融合装置プラズマ周辺領域で発生する様々なプラズマ壁相互作用について述べる。第3章では、製造手法の異なる W 試料を用意し、直線型ダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-II を用いて低エネルギー高密度の He プラズマを照射した結果について記述する。そして、試料表面の損傷機構について考察する。第4章では、本研究で開発した高熱流プラズマ照射解析複合装置 PS-DIBA(Plasma Surface Dynamics with Ion Beam Analysis)について説明する。第5章では、第4章に記述した PS-DIBA 装置を用いて、プラズマ照射環境下でのプラズマ対向材料を用いた動的リテンション量計測の結果について説明する。最後に、第6章で総括として本研究のまとめと今後の課題を述べる。

第 1 章 参考文献

- [1] 総合資源エネルギー調査会
http://www.npu.go.jp/policy/policy09/pdf/20110729/siry02_1.pdf
- [2] 高村秀一：「プラズマ加熱基礎論」 名古屋大学出版 (1986).
- [3] 宮本健朗：「プラズマ物理入門」 岩波書店 (1991).
- [4] JAEA ホームページ.
<http://www.naka.jaea.go.jp/>
- [5] 特集/ITER 工学設計：プラズマ・核融合学会誌 **78**, (2002).
- [6] ITER ホームページ.
<http://www.naka.jaea.go.jp/ITER/iter/index.>
- [7] S. Takamura：電気学会誌, **113-B**, 971(1993).
- [8] 関昌弘：「核融合炉工学概論」 日刊工業新聞社 2001.
- [9] 杉本喬紀：平成 15 年度名古屋大学大学院工学研究科修士学位論文.
「低エネルギー高粒子束水素プラズマ照射によるタングステン表面におけるプリスタ形成物理機構に関する研究」
- [10] 西島大：平成 16 年度名古屋大学大学院工学研究科博士学位論文.
「定常高密度ダイバータ模擬実験装置を用いた水素・ヘリウムプラズマ照射によるタングステン表面の損傷機構とその制御に関する研究」
- [11] 古田克寛：平成 15 年度名古屋大学大学院工学研究科修士学位論文.
「直線型装置 NAGDIS-II を用いた接触・非接触プラズマ中の揺動・輸送に関する研究」
- [12] Y. Oya *et al.*, J. Nucl. Mater. **290-293** (2001) 469-472.
- [13] H. Iwakiri *et al.*, J. Nucl. Mater. **307-311** (2002) 135-138.
- [14] G.M. Wright *et al.*, J. Nucl. Mater. **363-365** (2007) 977-983.
- [15] M. Langhoff *et al.*, J. Nucl. Mater. **245** (1997) 60-65.
- [16] B. Emmoth *et al.*, J. Nucl. Mater. **241-243** (1997) 1022-1025.
- [17] I. Takagi *et al.*, J. Nucl. Mater. **417** (2011) 564-567.

第2章 研究の基礎となる理論と解析手法

2.1 シースの形成

図 2.1.1 にプラズマと固体壁間の電位分布の模式図を示す。プラズマと固体壁が接する場合、イオンに比べて質量が軽い電子が大量に固体表面に流入してくる。この電子の過度な流入を防ぐように固体壁表面近くに電場が形成される。電子を追い返しイオンを引き込むことによりプラズマから固体壁への正・負の荷電粒子束は平衡する。このときの固体表面の電位を浮遊電位といい、プラズマ電位と浮遊電位の差をシース電圧と呼び、このようにプラズマの準中性条件が破られ、電場の発生する領域をシース(sheath)と呼ぶ。また、シースが安定に形成されるためにはプラズマとシースとの界面であるシース端においてイオンがプラズマ中の音速以上の流れの速度を持たなければならない(ボーム条件)。そのため、イオンはプリシース(pre sheath)と呼ばれる弱い電場領域で加速されシース端に達することになる。

ボーム条件は次式(2.1)で表される[1]。

$$V_0 \geq \sqrt{\frac{kT_e}{m_i}} = C_s. \quad (2.1)$$

ここで、 V_0 はシース端でのイオンの速度、 T_e は電子温度、 k はボルツマン定数、 m_i はイオンの質量、 C_s はプラズマ中のイオン音速である。イオンが V_0 以上の速度を持つにはシースの手前のプリシース領域で十分加速される必要がある。プリシース領域はプラズマの準中性条件を満足するが、イオンを必要な速度まで加速するための電位降下が存在する。シースの厚さはおおよそデバイ長の10倍程度であり、本研究における電子密度 10^{19} m^{-3} 、電子温度 10 eV 程度のプラズマの場合、数十 μm となる。

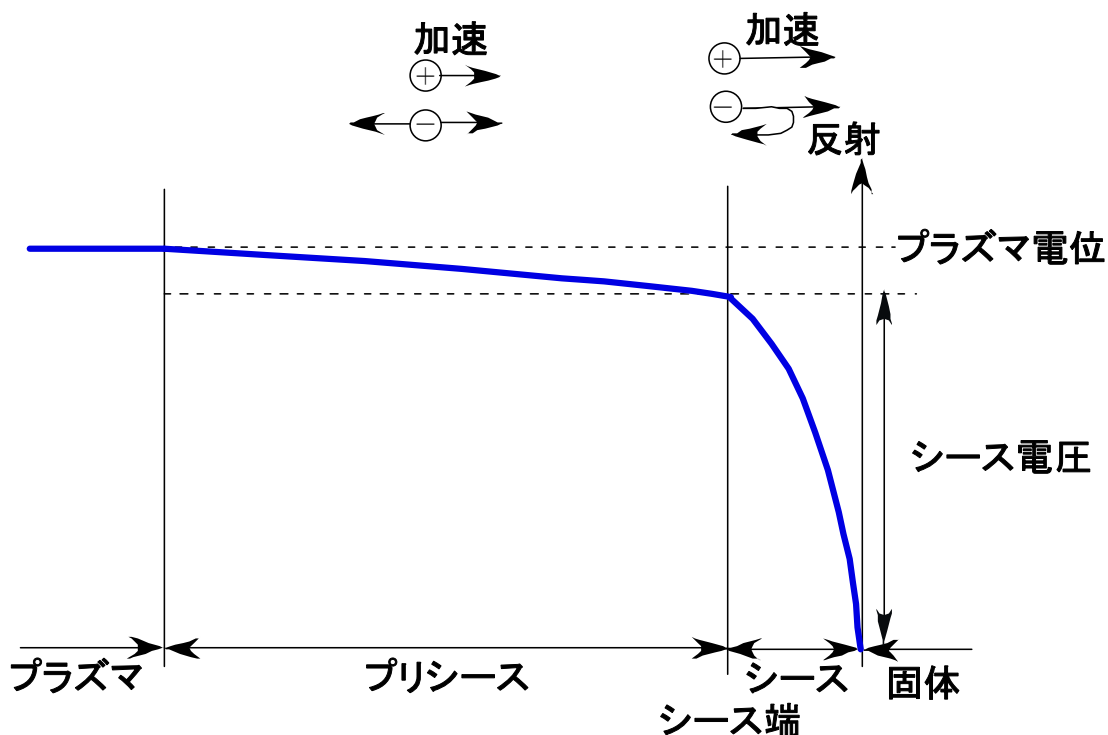


図. 2.1.1: 固体表面での電位分布

プラズマ中のイオンはシースおよびプリシースを通過する間に加速された後、固体表面に衝突する。したがって、シース電圧がイオン温度よりも十分大きいとして、実験では固体表面に衝突するイオンのエネルギーはプラズマ電位と固体表面の電位差によって求めている。

2.1.2 シングルプローブ計測

シングルプローブ計測とはプラズマ中に挿入したシングルプローブの電位を変化させ、それに応じたプローブに流れる電流を計測し、その電圧-電流特性からプラズマパラメータを計測する方法である。図 2.1.2 に一般的な回路構成、図 2.1.3 に得られる電流-電圧特性の波形を示す。

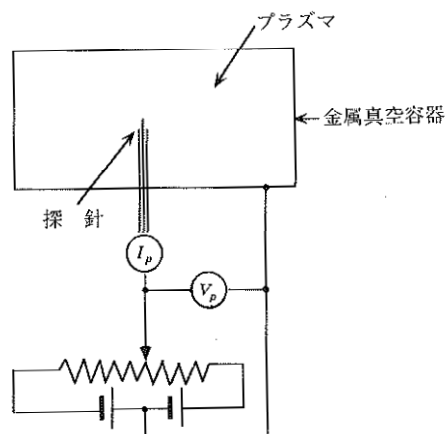


図 2.1.2: 一般的なシングルプローブ回路

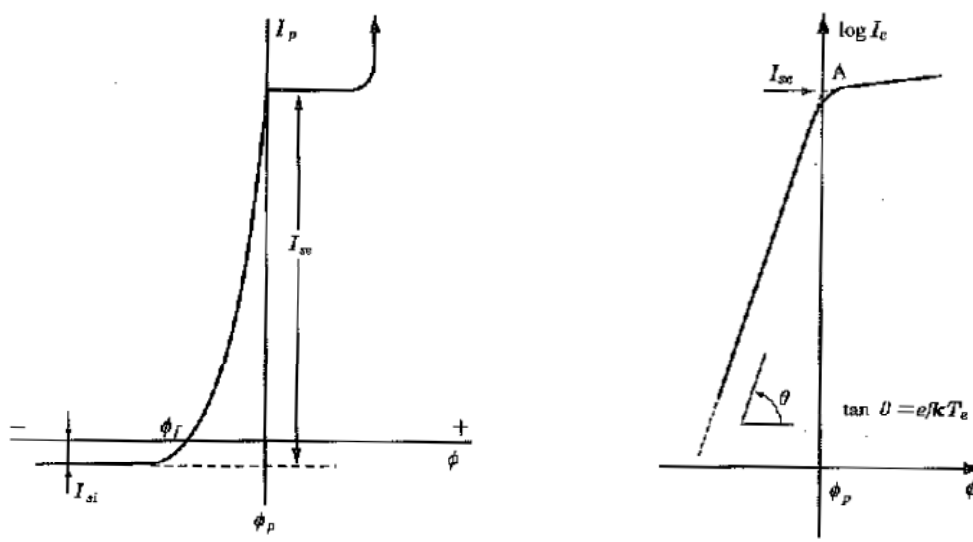


図 2.1.3: シングルプローブ電流-電圧特性

まず、プローブの電位 ϕ が負に深いときの電流がイオン飽和電流 I_{si} であり、

$$I_{si} = 0.61en_e C_s A, \quad (2.1.2)$$

と表すことができる。ここで、 A はプローブの電流捕集面積であるので、 I_{si} を測定することにより、電子密度 n_e を求めることができる。一方 ϕ が正で I_p が飽和している領域の電流が電子飽和電流 I_{se} であり、

$$I_{se} = \frac{1}{4} en_e A \left(\frac{8kT_e}{\pi m_e} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (2.1.3)$$

と表すことができる。電子温度 T_e は図 2.1.3 の右図のようにプローブ電流と電圧は方対数でプロットすると、その傾き θ より求められるので、こちらからも電子密度 n_e を求めることができる。

2.2 プラズマ材料相互作用

2.2.1 物理スパッタリング

エネルギーをもつイオンが固体中に入射したとき、イオンはその運動量を材料原子に与え、固体を構成する原子を表面からはじき出す。これをスパッタリング (Sputtering) 現象という。プラズマが壁となる固体に接するとき、プラズマ - 対向壁相互作用が起こるが、スパッタリングはプラズマ - 対向壁相互作用の基本的な現象の一つである。

物理スパッタリングは、入射イオンと材料原子との衝突によって材料原子間の結合エネルギー以上のエネルギーを材料原子に与え原子間の結合を断つことで、固体表面より原子をはじき出すことである。イオンの衝突により材料中から最初にはじき出された原子のことを一次はじき出し原子と呼ぶ。はじき出された原子が材料中の他の原子に衝突し、さらにその原子が他の原子に玉突き的に衝突する。これを衝突カスケードという。ここで、はじき出しが起こるために必要な入射粒子のエネルギーについて述べる。入射イオンと材料原子を剛体球とし弾性衝突を仮定して、入射イオンの質量を m 、材料原子の質量を M で表すと、正面衝突の場合に材料原子に与えるエネルギー E_p は入射イオンのエネルギー E に対して次式の関係がある。

$$E_p = \frac{4Mm}{(M+m)^2} E . \quad (2.2.1)$$

ここで E_p が材料原子の結合エネルギーよりも大きい場合にスパッタリングが発生するとする。陽子の質量を m_p とおくと、炭素 $M = 12m_p$ 、重水素 $m = 2m_p$ であるので式(2.2.1)に代入すると次式が得られる。

$$E_p \approx 0.490E, \quad (2.2.2)$$

より一般的な物理スパッタリングに必要な入射エネルギーの最小値 E_{\min} は次式

で与えられる。

$$E_{\min} = \frac{U_s}{\gamma(1-\gamma)}, \quad (2.2.3)$$

$$\gamma = \frac{4Mm}{(M+m)^2}. \quad (2.2.4)$$

ここで、 U_s は材料の表面結合エネルギーであり、一般に材料の昇華エネルギーが用いられる。炭素の場合は $U_s = 3.6 \text{ eV/atom}$ である。式(2.2.3)、(2.2.4)を用いると重水素イオンを入射する場合 $E_{\min} \doteq 14 \text{ eV}$ となる。

磁場閉じ込め核融合装置では、閉じ込められた中心部の高温プラズマから流出するプラズマの大部分は磁気ダイバータ配位によりダイバータ板に当てて制御している。したがってダイバータ板は激しい損耗を受け、固体原子が不純物としてプラズマに入る原因となる。このような損耗のうち基本的なものの一つがプラズマイオンによるスパッタリングである。また半導体などの固体材料の表面処理を行うために、イオンビームやプラズマの固体表面への照射が行われているが、この場合にもスパッタリングの知識が重要となる。

スパッタリングを表す物理量として、一個の入射イオンに対し、何個の固体原子が放出されるかを表す損耗率 Y [atoms/ion] が用いられる。一般には、入射イオンエネルギー E 、固体表面に垂直な方向から測った入射角 θ の関数として、次のように表される。

$$Y = Y(E, \theta). \quad (2.2.5)$$

また、固体原子が立体角 $d\Omega = \sin\theta' d\theta' d\Phi'$ 内に放出エネルギー $E' \sim E'+dE'$ の範囲で放出される場合の微分スパッタリング率 dY は、

$$dY(E, \theta; E', \theta', \Phi') = f(E, \theta; E', \theta', \Phi') d\Omega' dE', \quad (2.2.6)$$

となり、全スパッタリング率 Y は次式で表される。

$$Y(E, \theta) = \int_0^E dE' \int_0^{2\pi} d\phi' \int_0^{\pi} d\theta' \sin\theta' f(E, \theta; E', \theta', \Phi'). \quad (2.2.7)$$

物理スパッタリングの機構は次のように考えられる。固体表面に高エネルギーの入射粒子が入ると、固体内の標的原子と弾性衝突する結果、標的原子は入射粒子の運動量の一部を受け取る。標的原子の受け取った運動エネルギーが十分大きいときは、標的原子の元の位置からはじき出され、入射原子と同じよう

に他の標的原子との衝突を次々と起こす。このような固体内の衝突の連鎖は衝突カスケードと呼ばれている(図 2.2.1)。この衝突カスケードの発達した終端が固体表面に達したとき、表面結合エネルギーより大きい外向きの垂直速度成分の運動エネルギーをもつ標的原子が固体表面から放出されるものが物理スパッタリングによるスパッタ粒子となる。逆に試料内部へ粒子が潜り込む現象も存在する。この現象をノックオンという。

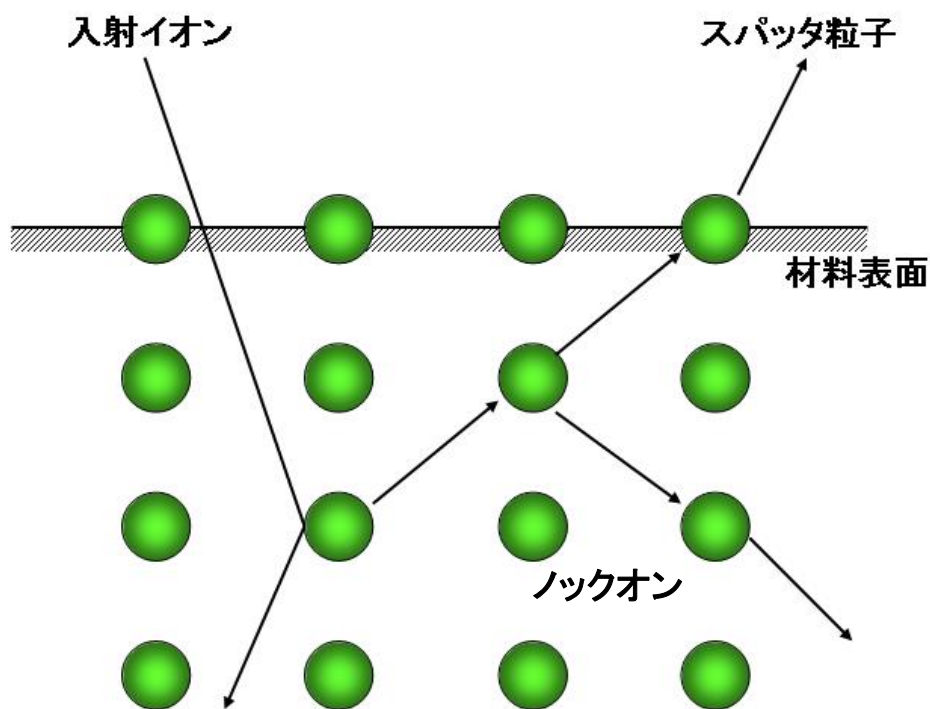


図. 2.2.1: 衝突カスケード(Collision cascade)

2.2.2 水素リサイクリング

核融合プラズマの閉じ込め領域から流出した水素同位体イオンは、主としてダイバータやリミタ、第一壁などの固体壁表面に吸着・捕捉される。これら水素の一部は、固体壁表面から中性粒子として再放出され閉じ込め領域内のプラズマに戻り、電子衝突による電離やイオンとの荷電交換反応により、再びイオンとなる。このように水素粒子が壁からプラズマに戻ることを通常「リサイクリング」と呼ぶ(閉じ込め領域から荷電交換衝突によって第一壁に到達し、再放

出される水素も一部がリサイクリングに寄与する)。プラズマへ流入する中性水素粒子の総数とプラズマから流出するイオンの総数との比がリサイクリング率である。ダイバータ排気のない状態では、ダイバータ板、第一壁表面での水素濃度の飽和のため、通常数十秒以上の長時間放電の後期にリサイクリング率は1になると考えられている。ダイバータ排気を行うときには1より小さいリサイクリング率での平衡状態が存在すると考えられている。固体壁表面の飽和水素濃度がプラズマや壁温度などに依存して変化するため、一旦平衡状態に到達した後も、これらの変化に伴ってリサイクリング率は別の平衡状態へ変化する。こうした動的挙動を支配する法則の理解や、特性時間に関するデータが今後の長時間放電では重要になる。

2.2.3 表面損傷の種類

以下材料がイオンや中性子照射により、材料が受ける表面損傷の種類をいくつか示す。

ブリスタリング(blistering)

図 2.2.2 に示したように、材料表面上にできたレンズ状の膨れをブリスタ(blister)と呼ぶ。この形成現象をブリスタリングと呼ぶ。

剥離(flaking)

ブリスタリングによって膨らんだ材料表皮が破裂し、表皮が剥がれる現象を剥離(フレーキング)と呼ぶ。図 2.2.3 に剥離の写真を示す。

スエリング(swelling)

材料表面に数 MeV 程度の高速の中性子やイオンが照射されると材料原子がはじきだされ空格子点(vacancy)ができる。これらが集合して数十 Å 程度の小空洞(void)を形成すると材料の体積が膨張する。これをスエリングと呼ぶ。この小空洞にヘリウムなどのガス原子が入ったものをバブル(bubble) (図 2.2.4)と呼ぶ。

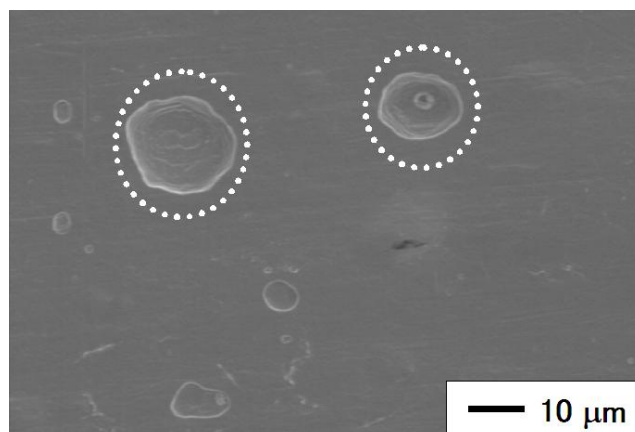


図 2.2.2: タングステン表面におけるプリスタの生成
照射条件 : 500 K、50 h、 $3.2 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$ 、80 eV、D プラズマ照射

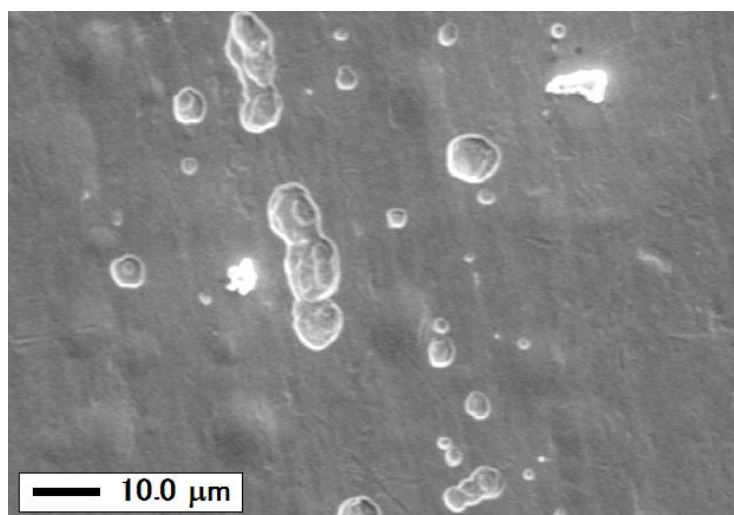


図 2.2.3: プリスタの剥離
照射条件 : 500 K、3 h、 $2.7 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ 、80 eV、D プラズマ照射

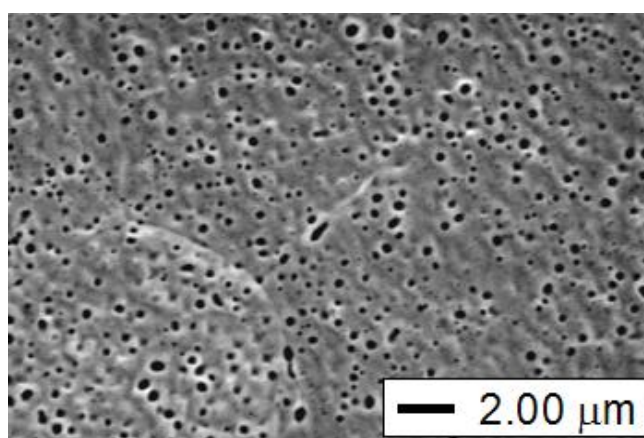


図 2.2.4: ヘリウムバブル・ホールの形成

2.3 壁コンディショニング法

核融合装置の真空容器壁には、物理的に吸着している H_2O 、ポンプ油や、化学的に吸着した水素同位体やステンレス表面の酸化皮膜層が不純物として存在している。一般的に物理吸着した不純物においては結合エネルギーが低いため、可能であれば真空容器を $100\text{-}300^\circ\text{C}$ 程度に加熱するベーキングを施して除去されるが、化学的に吸着した不純物はベーキングでは除去できない。そのためプラズマを用い高エネルギー粒子の衝撃によって壁から不純物をたたき出したり、化学的に反応させることで揮発性分子として気相に放出・除去する放電洗浄(壁コンディショニング)が用いられる。[2]

除去の過程で生成される揮発性分子がプラズマ中で解離・電離すると再び不純物が壁に付着してしまい不純物除去効率が下がるため、壁の洗浄では、弱电離・低密度のプラズマを生成して放電洗浄することが望ましい。放電形式としては、真空容器内部に陽極を配置し真空容器を陰極とした直流放電[3,4]、あるいは磁場存在下では電子サイクロトロン共鳴プラズマ(ECR プラズマ)[5,6]が用いられる。直流放電では真空容器を陰極とするため、壁全面に陰極降下部が現れる。これにより壁は高エネルギーイオン($200\sim 400\text{eV}$)の衝撃を受けることとなり、壁のコンディショニングが有効に行われる。また直流放電ではポート内部にも容易にプラズマが回り込み、ポート内のコンディショニングも可能となる。これらの利点から、核融合装置の放電洗浄には一般に直流放電が用いられる。これとは別に、トカマク型装置においては比較的プラズマ密度の低い短パルスのショットを繰り返すことによるコンディショニング(テイラー放電)[7,8]も行われている。

2.4 イオンビーム分析法

2.4.1 イオンビーム分析装置室のバンデグラフ加速器

図 2.4.1 に本研究で用いるバンデグラフ加速器の外観を示し、そのパラメータを表 2.4.1 にまとめた。バンデグラフ加速器は、絶縁性ベルトで電荷を集めることで静電的に高電圧を発生させ、この高電圧部分にあるイオン源で発生したイオン（本装置では H^+ , $^3He^+$ および $^4He^+$ ）を加速して取り出す。高電圧が発生するため、絶縁性ガスを充満させたタンクの中にイオン源とイオンを取り出す加速管が収められている。

図 2.4.2 は、イオンビーム表面解析装置のビームラインの配置である。バンデグラフ加速器から出イオンビームは、偏向電磁石(1)と(2)を用いて5つのビームラインの分析装置に導く。



図 2.4.1: バンデグラフ加速器 AN-2500

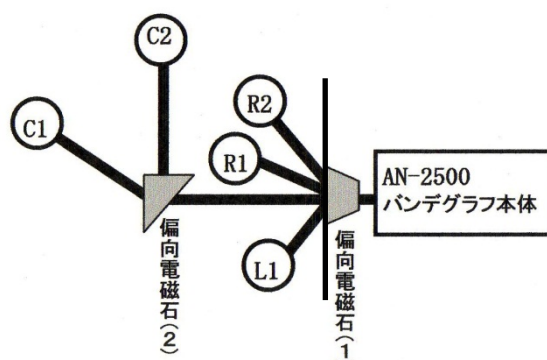


図 2.4.2: ビームラインの配置

表 2.4.1: バンデグラフ加速器 AN-2500 の性能

加速電圧	0.5 ~ 2.5 MV
電圧安定度	リップル ± 0.005 MV
イオンビーム電流	10~20 μA (H^+)
	10~30 μA (He^+)

2.4.2 イオン（荷電粒子）検出システム

本研究では、半導体検出器で散乱イオンなどの荷電粒子のエネルギーを計測し、そのエネルギー分布から試料の元素分析を行う。このイオンビーム分析法については後に述べる。ここでは、イオンなどの荷電粒子を検出する半導体検出器の動作原理と半導体検出器からの信号を計数するシステムについて述べる。

まず、半導体検出器の動作原理について述べる。図 2.4.3 は、表面障壁型 n 型シリコン半導体検出器の断面（上）とそのエネルギー状態図（下）である。この検出器は、イオン検出面として金薄膜電極が蒸着された n 型半導体が検出面の反対の面に信号出力電極を取り付けて金属製容器に納められている。金薄膜電極と信号出力電極の間にバイアス電圧を印加し、下図に示すように、電荷空乏層と呼ばれる半導体のバンド構造がエネルギー的に深さ方向に大きく傾いた領域を形成する。ここに、荷電粒子（図では α 粒子（ He^{2+} イオン））が入射すると、半導体中の電子にエネルギーを与えて電子・正孔対が生じるが、バイアス電圧のため、正孔は金電極側へ、電子は出力電極側へ移動し、電流信号が発生する。電子正孔対を生成するための平均エネルギーは小さいが、バイアス電圧を調整し、入射した荷電粒子のもつ運動エネルギーを十分吸収するだけの厚さの空乏層を形成しておくこと、出力される総電荷量（電流の時間積分）が荷電粒子の運動エネルギーに比例する。

つぎに、半導体検出器の出力を計数するシステムについて述べる。図 2.4.4 は、検出システムのブロック図である。荷電粒子検出器（Solid-State Detector : SSD）の出力信号は、前述の通り電荷量であるが、これを前置増幅器（Pre-Amplifier）で電荷量に比例した電圧信号に変換する。この電圧信号はかなり微弱であり、信号の立ち上がりは速いが、その立下りがかなり遅いので、増幅器（Amplifier）を用いてさらに電圧を増幅するとともに波形をパルス状に整形する。この電圧信号の電圧波高をマルチチャンネル分析器（Multi channel Analyzer : MCA）で分析する。MCA では、検出できる最高電圧を幅 ΔV の多数のチャンネルに分割し、チャンネル毎に設定された電圧 V から $V + \Delta V$ にある電圧信号に対してそのパルス数を記憶する。こうして入射荷電粒子の運動エネルギーに比例したチャンネル毎に入射粒子数を記録することができ、荷電粒子のエネルギー分布（エネルギースペクトル）を得ることができる。

図 2.4.4 中のテストパルサーは、荷電粒子検出器からの信号を模擬した正確なパルスが発生し、電氣的に MCA のチャンネルと総電荷量の関係を較正するのに用いる。また、荷電粒子検出器にはその信号出力電極に前置増幅器を通してバイアス電圧を供給する。

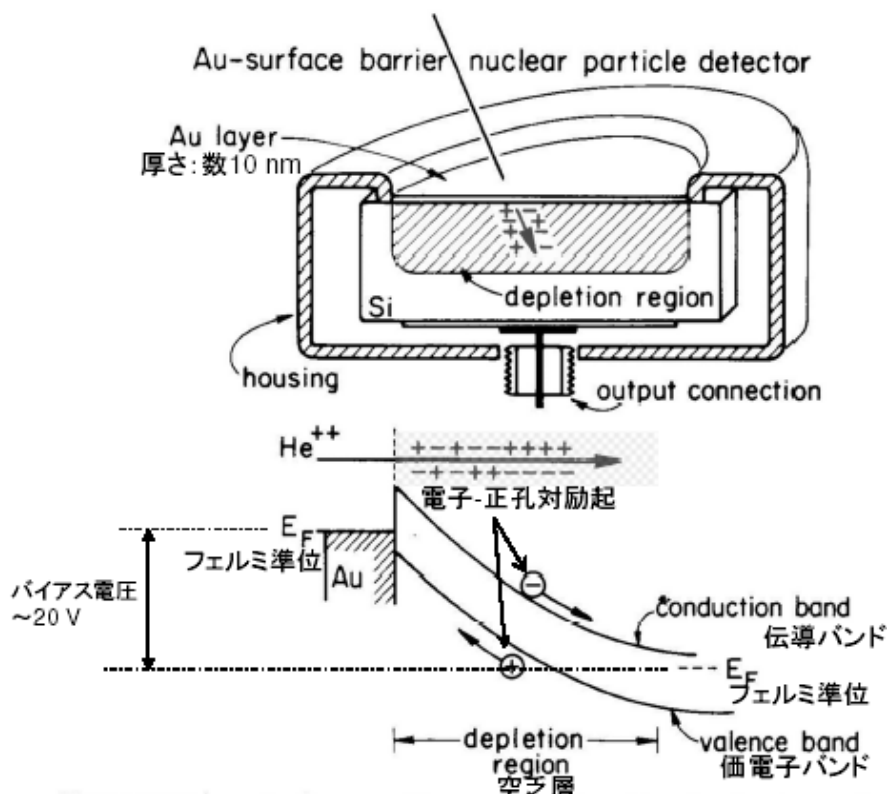


図 2.4.3: 表面障壁型半導体検出器の動作原理[12]

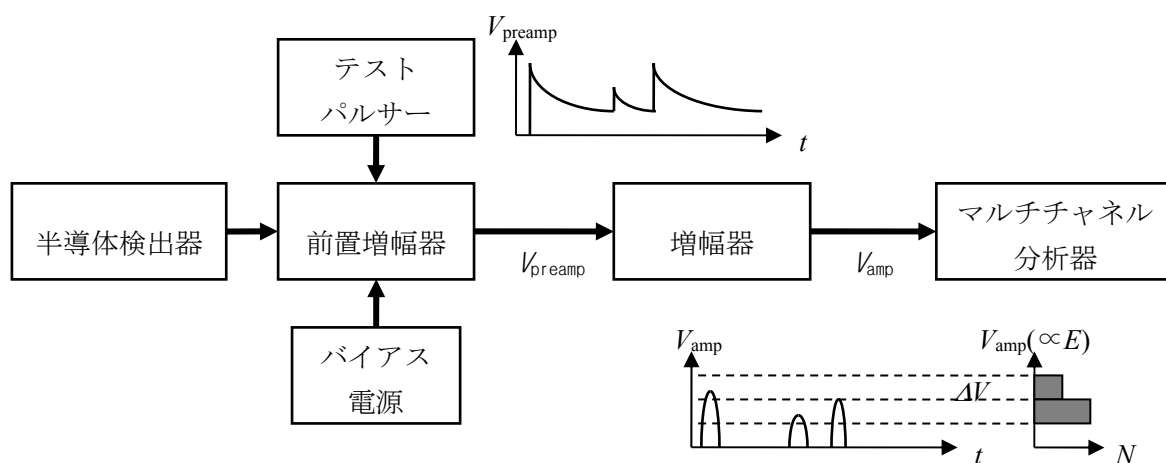


図 2.4.4: 荷電粒子のエネルギー分布を計測する検出システムのブロック図

2.4.3 ラザフォード後方散乱分光法(RBS)

入射イオンが標的原子核とのクーロン相互作用によって散乱されるラザフォード散乱を利用して元素分析や深さ分析する方法をラザフォード後方散乱分光法（Rutherford Backscattering Spectrometry, RBS法）という。RBS法では、図2.4.5のブロック図のように、バンデグラフ加速器から射出されたエネルギーと方向の良く揃ったMeVオーダーの陽子 H^+ やヘリウムイオン He^+ を偏向電磁石を用いてビーム方向を調節して試料に照射し、 90° 以上の散乱角で試料原子核から散乱（後方散乱）されたイオンを半導体検出器(SSD)で検出する。検出信号は前置増幅器(プリアンプ)及び増幅器(アンプ)を通して信号量を増幅し、マルチチャンネル分析器MCAでエネルギー分析され、図2.4.6のように、照射した $^3He^+$ が試料から後方散乱され、WやO等衝突した粒子に対応したエネルギーを減衰させてグラフのようなエネルギースペクトル（散乱イオンエネルギーに対する散乱イオン数の分布）が得られる。図の横軸のチャンネル数が散乱エネルギーに比例する。この図では α 粒子の検出も見られるが、これは試料中に吸蔵された重水素と $^3He^+$ が核反応したことによって生成されたもので2.5.4節で説明する。

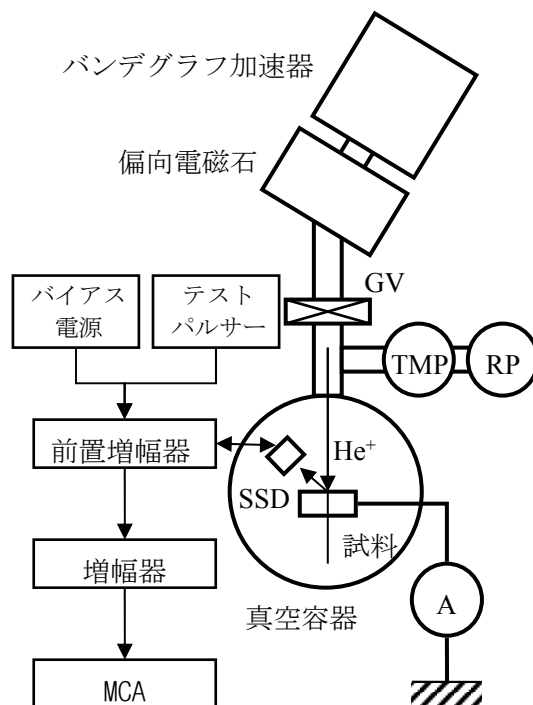


図2.4.5: RBS測定のパック図

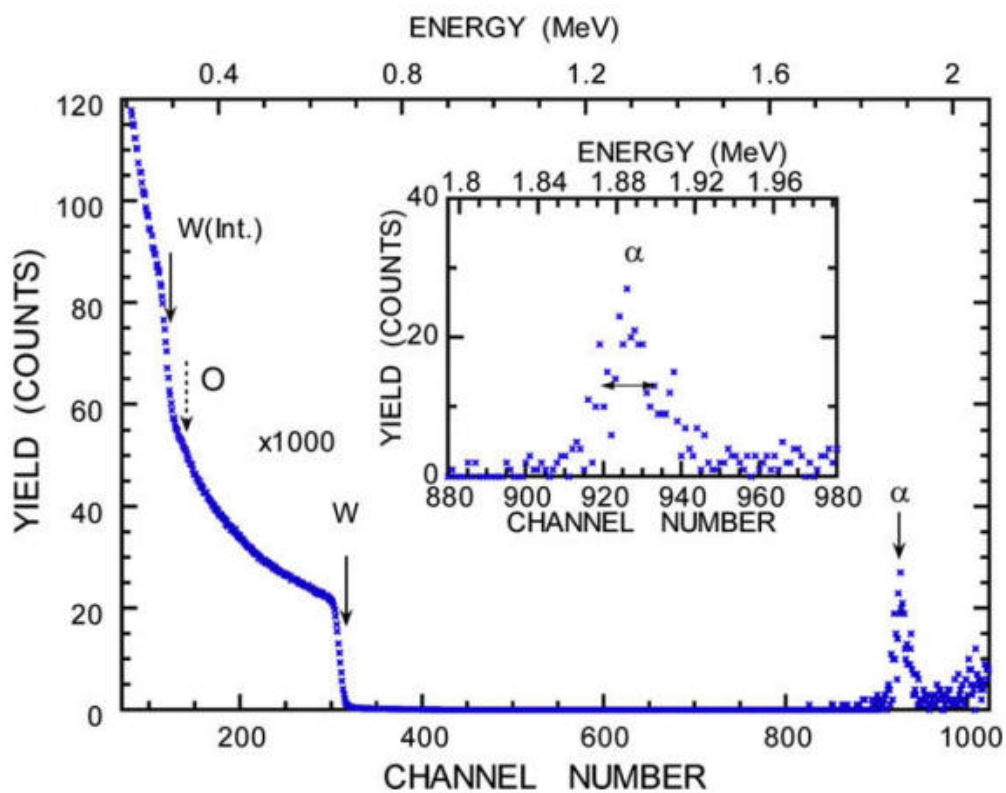


図2.4.6: 0.7 MeV の $^3\text{He}^+$ による WO_3 のRBS及びNRAスペクトル.散乱角 θ は 160°

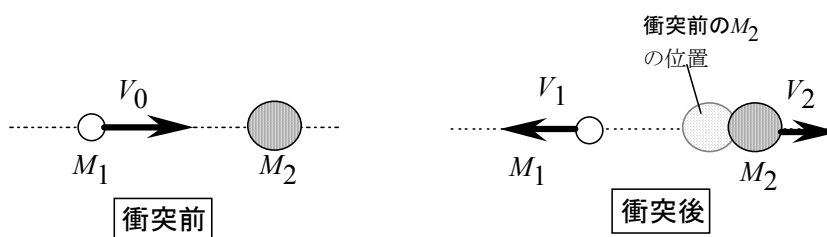


図2.4.7: 正面衝突前後の入射イオンと標的原子の運動

2.4.4 弾性衝突と非弾性衝突

ここでは、RBS法が試料の原子とほぼ正面衝突したイオンだけを検出することを用いてこの弾性衝突を2原子の正面衝突で近似する。衝突の前後で成り立つ運動量とエネルギーの保存則を書くと、

$$M_1V_0 = M_1V_1 + M_2V_2, \quad (2.4.1)$$

$$\frac{1}{2}M_1V_0^2 = \frac{1}{2}M_1V_1^2 + \frac{1}{2}M_2V_2^2, \quad (2.4.2)$$

である。ここに、 M_1 と M_2 はそれぞれ入射イオンと標的原子の質量、 V_0 は入射イオンの入射速度、 V_1 と V_2 はそれぞれ正面衝突後のイオンと標的原子の速度である。(2.4.1)と(2.4.2)式から V_2 を消去し、

$$V_1 = \frac{M_1 - M_2}{M_1 + M_2} V_0, \quad (2.4.3)$$

を得る。 $M_2 > M_1$ であれば、正面衝突後の入射イオンは入射した方向とは正反対の向きに跳ね返されることがわかる（後方散乱）。(2.4.3)式から、正面衝突後のイオンの運動エネルギー E_1 を入射エネルギー E_0 で表すと、

$$E_1 = \left(\frac{M_1 - M_2}{M_1 + M_2} \right)^2 E_0, \quad (2.4.4)$$

となる。入射エネルギー E_0 に掛かる因子 $\left(\frac{M_1 - M_2}{M_1 + M_2} \right)^2$ を k 因子と呼ぶ。

図2.4.6のスペクトルのように、試料のどの元素で後方散乱したかを識別できるのは、この k 因子で説明される。すなわち、入射イオンに He^+ （質量数4）を用いた場合、試料の $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ の構成元素Y、Ba、CuおよびOの質量数はそれぞれ88.9、137.3、63.5および16であるので、各々の元素で散乱されたイオンはエネルギーで明瞭に分離されて測定される。

(2.4.3)式で $M_2 \ll M_1$ としてみると、イオンは運動の方向を変えず、僅かに減速するだけである。しかし、電子は原子よりも高密度で固体中に存在するので、電子との衝突によるイオンの減速は無視できない。つまり、電子を蹴飛ばしながら固体中を進行するイオンは進んだ距離に比例してエネルギーを失う（非弾性散乱）。このため、試料の深いところで後方散乱したイオンの信号はRBSスペクトルの低エネルギー側に現れる。また、この電子との非弾性散乱と k 因子を考

慮すると、スペクトルが階段状になることがわかる。さらに、非弾性散乱を阻止能で取り扱えば、薄膜試料の膜厚の評価が可能となる。

2.4.5 核反応分析法(Nuclear Reaction Analysis: NRA)

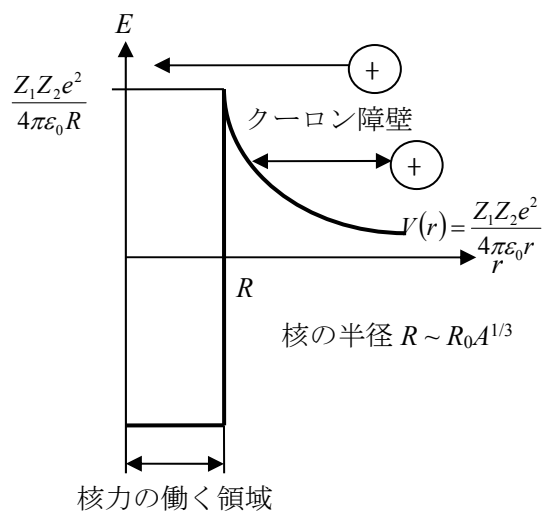
測定方法は、RBS法と同じであるが、核反応を伴った散乱を利用することで検出感度を格段に向上できる。ただし、散乱断面積 σ がラザフォード公式のように定式化されていないので、実験解析には専門知識が必要である。

Nuclear Reaction Analysis(NRA)分析法では、加速イオンとして、 H^+ 、 D^+ 、 $^3He^+$ 等の軽元素が利用される。NRA法の最大の利点は、他の手法では分析が難しい元素（水素、炭素、窒素、酸素等の軽元素）が定量分析できることである。以下、この分析法を簡単に説明する。

入射イオンの入射エネルギーが高くなり、標的原子核とのクーロン障壁を越えられるようになると、入射イオンは核力による引力が働く領域に侵入することができる（図2.4.9）。このようなイオン-核衝突では、(1) 弾性散乱、(2) 非弾性散乱（核反応）が起こる。(2)では、①核励起と γ 線の放出、②核融合、および、③核分裂が生じる。

本節でまず紹介する核反応分析法は、(2) を利用する元素分析法である。(1) の弾性散乱を利用する方法は非ラザフォード法(Non-Rutherford)と呼ばれるが、これについては後に簡単に紹介する。

NRA分析の簡単な例として、ヘリウムの同位体 $^3He^+$ を入射イオンとした水素同位体の重水素（ 2H 、 D もしくは d と表記）の深さ分析を示す。ここで利用する核反応は、 $D(^3He, p)^4He$ であり、 D 標的に 3He を衝突させた際、反応生成物 4He と陽子 p が放出される核反応である。この核反応を図示すると、図2.4.10となる。図の入射エネルギー E_0 として 3He と D との間のクーロン障壁を越えるのに必要な 0.7 MeV を仮定すると、生成核の運動エネルギー E_3 と E_4 は、出射角 $\theta = 160^\circ$ のとき、それぞれ 17 MeV と 2.45 MeV である。このように、衝突エネルギーがわずか 0.7 MeV であるにもかかわらず、核反応生成核の運動エネルギーが極めて大きいことは、核反応の前後での質量エネルギーの差（ Q 値という）によって説明される。



$$R_0 \approx 1 \text{ fm} = 10^{-15} \text{ m}$$

図2.4.9: クーロン障壁の模式図

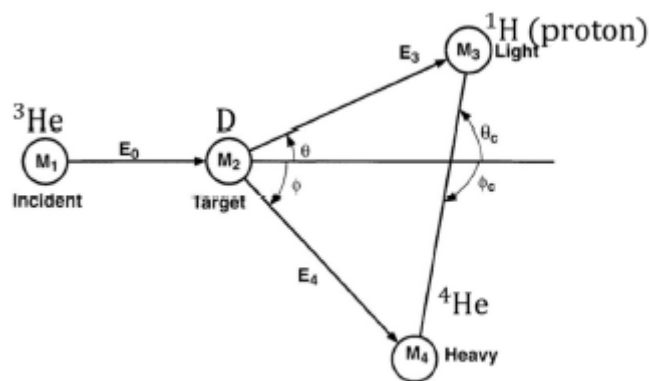


図2.4.10: D ($^3\text{He}, p$) ^4He 核反応前後の各粒子の運動

図では、 D_2 ガス圧 0.4 Torr と放電電圧 1.5 kV で放電時間 15min のプラズマに曝された酸化鉄 Fe_2O_3 試料に対して測定された NRA スペクトルが RBS スペクトルとともに示されている。この研究では、プラズマ放電電圧やプラズマガス圧等のプラズマパラメータを様々に変化させたときに Fe_2O_3 に吸蔵される D の量と深さ分布を評価している。

2.4.6 イオンビーム分析の原理

高速のイオンは物質中を通過する際に、電子及び原子核との衝突によってエネルギーを失う（エネルギー損失）。他方、物質はエネルギー付与を受け、その性質が変化する。さらに、物質中とどまった入射イオンも物質に影響を及ぼす。これらの過程は、イオン-固体相互作用と呼ばれ、イオンビーム分析イオンビーム物質改質、ビーム薄膜成長、癌粒子線治療などに広く応用されている。

(1) 2原子の弾性衝突、 k 因子および反跳エネルギー

図3-19のように2原子の衝突を考える。静止している質量 M_2 ($> M_1$) の原子に質量 M_1 の原子が入射エネルギー E_0 で入射し、ある散乱角 θ で弾性散乱された後のエネルギー E_1 は、

$$E_1 = kE_0, \quad (2.4.9)$$

$$k = \left[\frac{M_1 \cos \theta + (M_2^2 - M_1^2 \sin^2 \theta)^{1/2}}{M_1 + M_2} \right]^2, \quad (2.4.10)$$

で与えられる。(2.4.10)式で与えられる因子を k 因子と呼ぶ。 k 因子は、散乱角 θ と質量 M_1 および M_2 に依存するだけで、入射エネルギー E_0 には依存しない。 k の値は1より小さく、 M_2 の増加とともに増加する。この k 因子がRBS法によって元素分析する基礎を与える。他方、標的原子はイオンとの衝突で反跳エネルギー E_2 をもらう。この E_2 は、反跳角を ϕ （反跳角 ϕ は 90° 越えることはない）とするとき、 M_1 と M_2 の大小関係に依らず、

$$\frac{E_2}{E_0} = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} \cos^2 \phi, \quad (2.4.5)$$

で与えられる。この式を見ると、 E_2 は、 $\phi = 0$ （正面衝突）の時、最大値 E_{\max}

$$E_{\max} = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} E_0, \quad (2.4.6)$$

になることが分かる。これらの関係式は、運動量保存とエネルギー保存の法則だけから導かれ、2原子間の相互作用ポテンシャルがどのようなものであっても成り立つ関係式である。

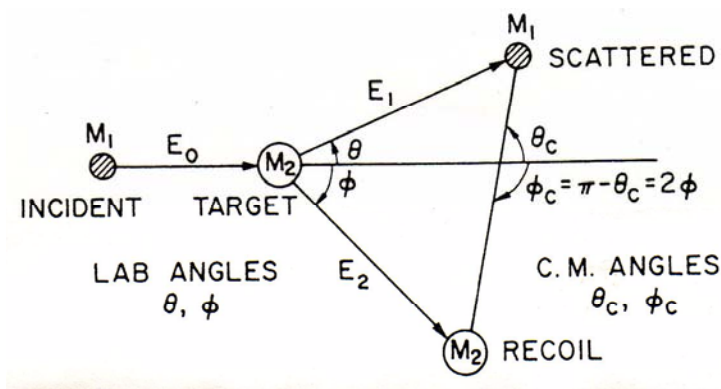


図2.4.11: 2原子衝突の運動パラメータの関係

(2) 弾性衝突における微分散乱断面積

微分散乱断面積とは、ある散乱角 θ への散乱のされやすさを定量的に扱うのに便利な物理量である。図2.4.12のように、静止している標的原子核に粒子密度 I_0 （単位面積当たりを通過した粒子数）のイオンビームが入射する場合を考える。このとき、半径 b （衝突径数という）幅 db のドーナツ状の面積に入射する粒子数は $2\pi I_0 b db$ である。このドーナツ状の部分を通じたイオンが散乱角 θ で立体角 $2\pi d\Omega$ のドーナツ状の方向へ散乱されたとする。この散乱過程で粒子数が保存することから、このドーナツ状の立体角への散乱イオン数は入射イオン数に等しくなければならない。すなわち、散乱角 θ 方向の単位立体角要素へ散乱される散乱粒子密度を $I(\theta)$ とすると、

$$2\pi I(\theta)d\Omega = 2\pi I_0 b db \tag{2.4.7}$$

が成り立たねばならない。ここに、 $d\Omega$ は単位立体角要素であり、散乱角 θ との間に $d\Omega = \sin\theta d\theta$ の関係がある。この式より、散乱粒子密度 $I(\theta)$ と入射粒子密度 I_0 との比をとると、

$$\frac{I(\theta)}{I_0} = \frac{b}{\sin\theta} \left| \frac{db}{d\theta} \right| \equiv \sigma(\theta) \tag{2.4.8}$$

である。ここで、絶対値をとるのは、この微係数が負になる場合があるからである（ラザフォード散乱では負）。この $\sigma(\theta)$ を微分散乱断面積と呼ぶ。微分散乱断面積は、面積の次元を持ち、イオンビームが標的原子によって散乱角 θ へ散乱される過程に対する標的原子の実効的な大きさを与えるものである。

$I(\theta)$ は散乱強度として実験で測定される量であるから、微分散乱断面積を実

測できる。理論的な $\sigma(\theta)$ の算出には、 $d\theta/db$ が計算できればよい。すなわち、衝突径数 b の関数として散乱角 $\theta(b)$ が解析的に求まればよい。RBS法で用いられる高速イオンと標的原子とのラザフォード後方散乱では、原子核の廻りにある電子の存在を無視することができ、イオンと標的原子の原子核同士のクーロン力による散乱で近似することができる。このクーロン力のポテンシャルは、核間距離を r として

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r}, \quad (2.4.9)$$

と表される。このポテンシャルから計算される微分散乱断面積は、ラザフォードの公式、

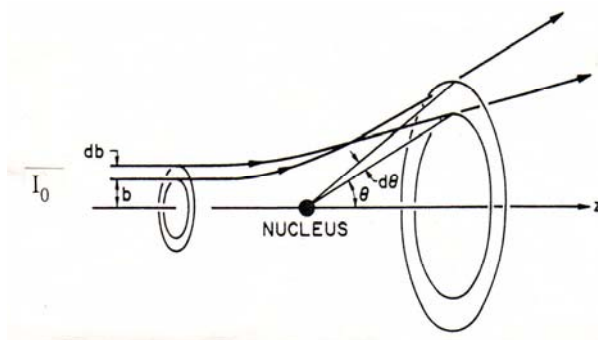


図2.4.12: 衝突径数と散乱角の関係

$$\sigma(E_0, \theta) = \left[\frac{Z_1 Z_2 e^2}{4E_0} \right]^2 \frac{4}{\sin \theta} \frac{\left\{ \cos \theta + \left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \sin^2 \theta \right]^{1/2} \right\}^2}{\left[1 - \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^2 \sin^2 \theta \right]^{1/2}}, \quad (2.4.10)$$

として知られている。ここで、 Z_1 、 Z_2 はイオンおよび標的原子の原子番号、 e は電子の電荷である。なお、 $e^2 = 1.44 \text{ eV nm}$ である。微分散乱断面積 $\sigma(E_0, \theta)$ は、 Z_1 および Z_2 のおおよそ2乗に比例し、散乱される前のエネルギー E_0 の2乗に反比例する。

(3) エネルギー損失、阻止能

高速のイオンは物質中を進行する際に電子励起（非弾性衝突）及び原子核との衝突（弾性衝突）によってエネルギーを失っていく。電子励起過程によってエネルギー損失する過程を電子的エネルギー損失、原子核との衝突によるエネルギー損失を核的エネルギー損失と呼ぶ。

物質中をほぼ直線的に進行するイオンのエネルギー損失を見積もるのに便利な量として阻止能(stopping power)がある。この阻止能は、 $S(E)$ 、または、 $-(dE/dx)$ と表記され、イオンが単位長さ dx 進む間に失うエネルギー $(-dE)$ として定義される。すなわち、阻止能 $S(E)$ はエネルギーを長さで割った次元をもつ（力の次元）。エネルギー損失の機構に応じて電子的阻止能および核的阻止能と呼ばれる。阻止能の大きさは、イオンの種類、物質の種類に依存するほか、同じイオンと物質の組み合わせでも、イオンの運動エネルギー E に依存する。核子あたり100 keV以上の高速イオンの場合は、核的阻止能は電子的阻止能に比べてはるかに小さく、無視できる。

この阻止能を使うと、エネルギー E_0 で物質に入射し、その物質中を距離 t だけ進行したイオンのエネルギー損失 E_{Loss} は

$$E_{\text{Loss}} = \int_0^t dx S(E(x)) \quad (2.4.11)$$

と表わせる。この式は、イオンが物質中を進行するにつれてイオンのエネルギー $E(x)$ が変化し、したがって、 $S(E)$ が x とともに変化して行くために複雑（積分方程式）であるが、もし、 $E_{\text{Loss}}/E_0 \ll 1$ （すなわち、 t が充分小さいとき）であるならば、(2.4.11)式は、

$$E_{\text{Loss}} \approx S(E_0)t \quad (2.4.12)$$

と近似できる。これを薄膜近似という。このような近似が許される場合は、 E_0 に対応する阻止能が既知ならば、イオンのエネルギー損失量から物質中でのイオンの進行距離 t を算術的に知ることができる。このことが、RBS法で元素の深さ分析が容易にできる理由である。

阻止能は、多くの物質に対して、実験的に知られ、数表になっている。ただし、任意の化合物にも適用できるようにするため、多くの場合、阻止能そのものではなく、阻止能断面積 $\alpha(E)$ として数表化されている。この阻止能断面積と

は、この量に原子数密度 N を掛けた量が阻止能になるように定義されている。すなわち、阻止能と阻止能断面積の関係は

$$S(E) = N\varepsilon(E), \quad (2.4.13)$$

である。原子数密度 N は、 N_A をアボガドロ数 (6.022×10^{23})、物質の質量密度を $\rho \text{ g/cm}^3$ 、原子量を A とすると、

$$N = \frac{N_A}{A} \rho, \quad (2.4.14)$$

である。

2.5 TMAP コード[13]

TMAP は、アイダホ国立工学環境研究所で Brad Merrill、James Jones らによって 1980 年代後半に、放射性同位体トリチウムの影響を安全に検証するために作成された数値計算コードである。このコードでは、固体内に侵入した粒子の拡散や分布などを模擬できる。最新版である TMAP7 では、固体内のトラップサイトを 3 種、拡散する粒子を 10 種まで指定することが可能である。TMAP において用いられているモデル式を以下に示す。

表面での解離及び再結合における平衡式は、

$$J_s = \sum_{m=1}^k a_{ms} J_m, \quad J_m = K_{d_m} P_m - \sum_{i,j} K_{r_m} C_i C_j, \quad (2.5.1)$$

となる。ここで、それぞれ J_s はガス中から表面への粒子 s の原子フラックス、 a_{ms} は分子 m 中の原子 s の数、 J_m は表面への分子 m の分子フラックス、 P_m は表面上での分子 m の分圧、 K_{d_m} は表面での分子 m の解離係数、 K_{r_m} 原子 i 、 j からなる分子 m の再結合係数、 C_i 原子 i の表面密度、 C_j 原子 j の表面密度である。材料中の表面での解離と再結合が平衡状態であるとき、シーベルトの法則より、

$$C_s = K_s P_m^{1/2}, \quad K_{d_m} = K_{r_m} K_s^2, \quad (2.5.2)$$

が成り立つ。ここで C_s は表面でのモバイル原子 s の密度、 K_s は溶解定数である。

材料中での原子 s の移動は、

$$\frac{\partial C_s}{\partial t} + \nabla \cdot J_s = S_s - \frac{\partial C_s^t}{\partial t}, \quad (2.5.3)$$

に従う。ここで、 S_s は原子 s のソース、 C_s^t はトラップされた原子 s の密度である。これらの式を用いて、材料中の粒子の拡散及び材料外部への放出量を計算し、材料中での粒子分布を評価する。入力する材料の物理定数として、拡散係数、再結合係数、溶解係数、解離係数、比熱容量、熱伝導率、熱拡散率をそれぞれ入力する。さらに、照射する粒子のフラックス、飛程、反射係数、材料温度、トラップ密度などを指定することで様々な照射環境に対応したシミュレーションを行うことが可能となっている。

第2章 参考文献

- [1] 高村秀一：「プラズマ工学入門」 森北出版株式会社 (1997).
- [2] V.L. Stout, T.A. Vanderslice, 'Scientific Foundations of Vacuum Technique' ed., S.Dushman, J.M. Lafferty 2nd ed., Chap. 9.
- [3] L. Winter, *et al.*, J. Nucl. Mater. **162-164** (1989) 713.
- [4] M. Saidoh, *et al.*, J. Appl. Phys. **32** (1993) 3276.
- [5] Y. Sakamoto, *et al.*: J. Appl. Phys. **19** (1980) 839.
- [6] N. Noda, *et al.*: J. Vac. Sci. **A1** (1983) 1430.
- [7] L. Oren, *et al.*: Nucl. Fusion. **17** (1977) 1143.
- [8] E. Hinnov, *et al.*: Plasma Phys. **20** (1978) 732.
- [9] J. L'Ecuyer, *et al.*: J. Appl. Phys. **47** (1976) 381.
- [10] F. Xiong, *et al.*: Nucl. Instr. Meth. **B27** (1987) 432.
- [11] W. E. Sweeney Jr., *et al.*: Phys. Rev. **182** (1969) 1007.
- [12] L.C. Feldman and J.W. May, Fundamentals of Surface and Thin Film Analysis, North-Holland, (1989).
- [13] G.R. Longhurst *et al.*, TMAP User's Manual, EFF-FSP 10315, INEEL (1992).

第3章 He プラズマ照射による W 材料の損傷

3.1 はじめに

タングステンはプラズマ対向材料として、近年最も注目されている物質である。何故タングステンの使用が有力視されているかという点、高融点(3700K)、低スパッタ率、低水素吸蔵などの点にある。それまでは、炭素などの低 Z 材が候補として上がっていたが、放射性同位体であるトリチウムを含む水素同位体の蓄積量が安全性から要請されている量のリミットを越えてしまう可能性が大きくなってきたからである。しかしながら、タングステン材料がプラズマ照射に対して全く問題が無いというわけではない。過去の研究結果から以下のような様々な知見が得られてきている。

1. 高融点(3700K)ではあるが、高温時には再結晶化にともなう結晶成長とその際におこる結晶粒界の脆化が起こる。これにより、非常に容易に表面の再結晶化部分が再結晶していない低温部分から剥がれ落ちるあるいは、粒界から発生した割れが低温部へ伝播することが懸念される。
2. 低温領域(~800K)における水素プラズマ照射により、ブリスタリングと呼ばれる材料表皮を水ぶくれのように持ち上げる現象が発生する。表皮を持ち上げる圧力が材料の破断応力を超えると、表皮ごと不純物として放出されることになる。
3. 低エネルギー(数十 eV)、高温領域(>1000K)におけるヘリウムプラズマ照射により、ヘリウムバブル・ホールや繊維状ナノ構造と呼ばれる表面の構造変異が生じることを確認している。この損傷の発生によっても、その後の連続したプラズマ照射により表面剥離が生じることによる不純物発生や、表面積増大による水素吸蔵量の増加などが危惧されている。

以上のように、プラズマ対向材料として有力視されているタングステンではあるが、プラズマ照射に対して完璧な性能を有しているわけではない。ITER ダ

イバータ環境のプラズマ照射において、表面にバブル・ホールや繊維状ナノ構造が生成されることが報告されており、入射イオンエネルギーと表面温度の関係図として図 3.1.1 のようにまとめられている[1]。ただし、その損傷の生成機構についても未知な部分が多い。そこで本章では、直線型ダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-II[2]を用いて、様々な製造法によって作成された異なる内部構造を有する複数種類のタングステン試料に対しヘリウムプラズマを照射し、それぞれの試料間の損傷の差異を確認し表面損傷の物理機構を探る。

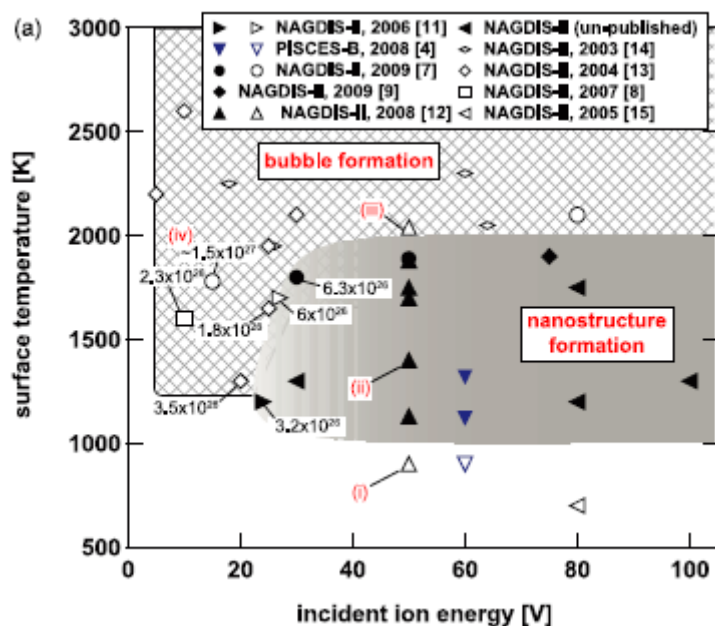


図 3.1.1: タングステン He 損傷の入射イオンエネルギー及び試料温度依存性[1]

3.2 節では、東北大学金属研究所の栗下によりの開発された超微細構造タングステン(UFG-W)を用いた結果について、3.3 節ではプランゼー社の開発した ITER grade タングステンを用いた照射実験結果について、説明する。超微細構造タングステン(UFG-W)は、タングステンに対し 0.8%ほどの TiC を添加して加圧焼結し製造されたもので、図 3.1.2 のように従来のタングステン(粒径：数 μm)と比較して、非常に細かい粒径の粒で構成されている[3]。タングステンに対してヘリウムプラズマを照射することによって生じる損傷であるヘリウムバブル・ホールは数 μm まで成長する。

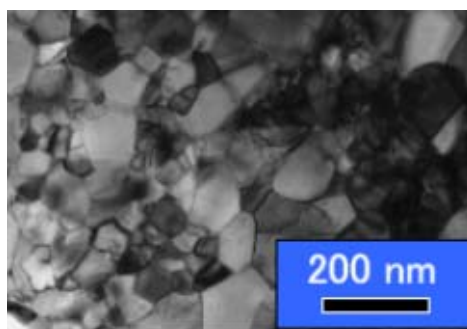


図 3.1.2: 超微細構造タングステンの断面 TEM 画像

ITER grade タングステンは、国際熱核融合実験炉 ITER の使用を考慮して作成されたものである。このタングステンは粉末焼結を用いて製造されたものであり、照射面に対して縦方向に層を有しており、照射方向に対して強い熱耐性及び熱伝導性、さらに粒子拡散性が高い構造となっている。さらに 3.4 節において ITER grade タングステンに対する結晶方位を考慮し、表面損傷の生成機構に関する追加実験を行った上で最終的に得られた表面構造と損傷に関する知見について記述する。

本章では、直径 10mm、厚さ 0.5mm の ITER grade タングステン試料を用いた実験の結果について説明する。この試料に対して耐水研磨紙とアルミナ粒子液を用いた手研磨を行った後、図 3.1.3 のように、スポット溶接を行い試料プローブに取り付けて図 3.1.4 のように実験装置に設置し、以降に示す照射実験を行った。その後走査型電子顕微鏡(SEM)や透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて試料表面の観察を行った。



図 3.1.3: タングステン棒に溶接した試料写真

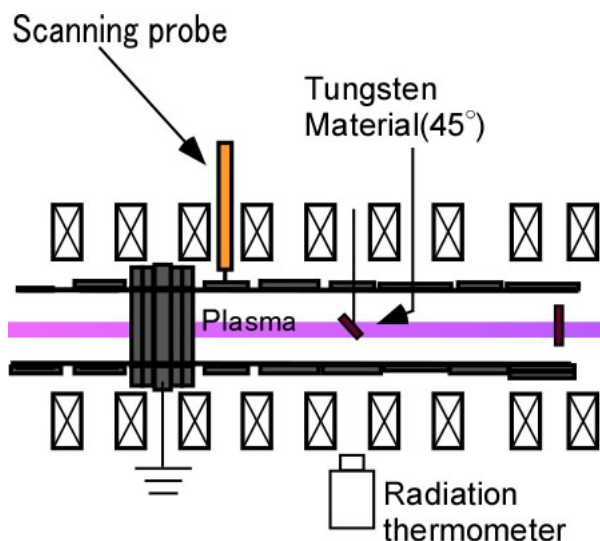


図 3.1.4: 実験配置図

3.2 超微細構造(UFG)タングステンを用いた照射実験

3.2 節では、直径 7 mm、厚さ 0.2 mm の超微細構造タングステン試料を用いた実験の結果について説明する。この試料に対して前節と同様手研磨を行った後、試料プローブに装着してヘリウムプラズマ照射実験を行った。

過去の実験結果及び ITER grade タングステンとの比較を行うため、高温領域 (1800K) で 5 分、30 分、2 時間の 3 回に分けてヘリウムプラズマ照射実験を行った。これらの照射条件を表 3.2.1 に、タングステン試料表面の SEM 像を図 3.8 に示す。

表 3.2.1: ヘリウムプラズマ照射条件

	(a)	(b)	(c)
試料温度	1800 K	1800 K	1800 K
入射イオンエネルギー	10eV	9eV	9eV
粒子束	$1.3 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$	$1.3 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$	$1.2 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$
照射時間	5 m (300 s)	30 m (1800 s)	2 h (7200 s)
照射量	$5.2 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$	$2.3 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$	$8.6 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$

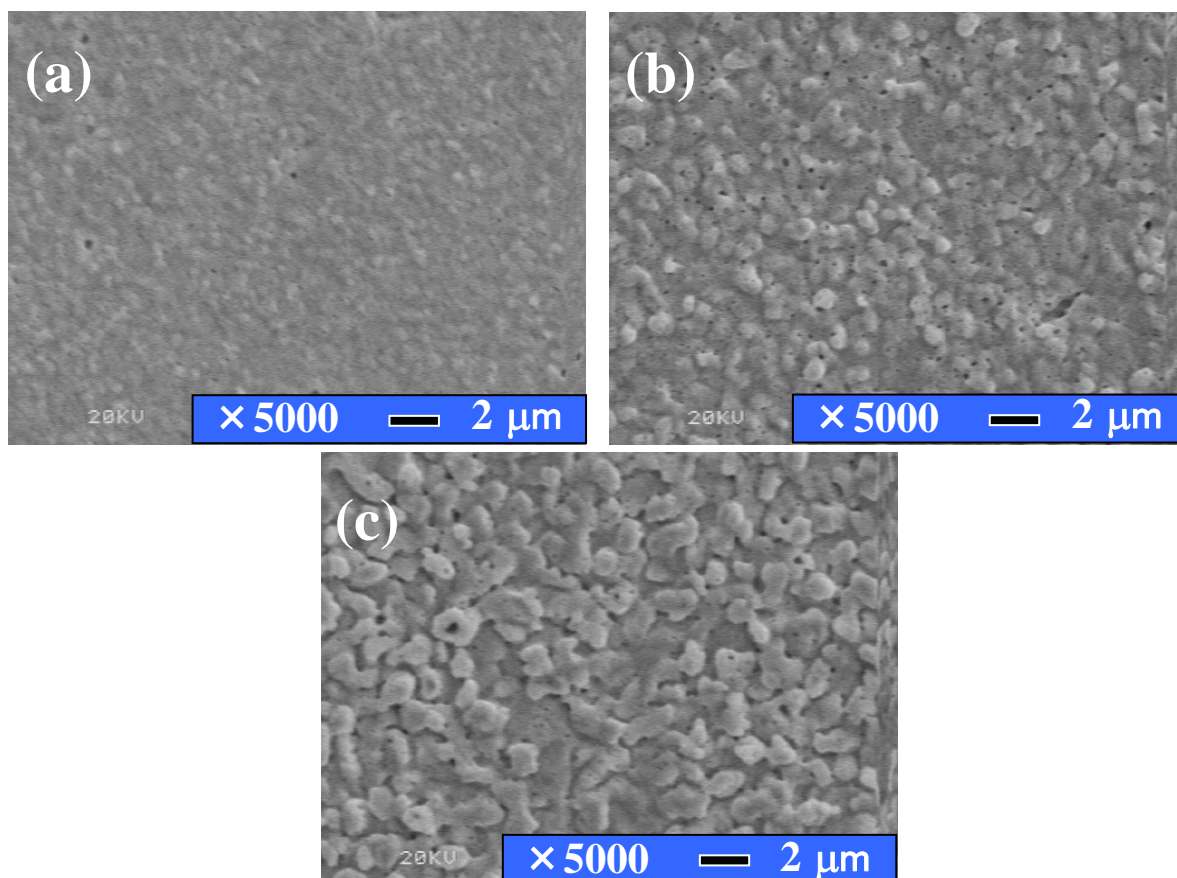


図 3.2.1: 照射実験後の UFG-W 試料表面 SEM 像

(a) 5 分照射後、(b) 30 分照射、(c) 2 時間照射後

図 3.2.1 において、それぞれ(a)は 5 分照射、(b)は 30 分照射、(c)は 2 時間照射後の試料表面 SEM 像である。図 3.2.1 より、表面は再結晶化による多数の結晶粒が見られ、ヘリウムバブルの形成も多く確認された。また、照射量が増加するにつれ、結晶粒の径が大きくなっており、再結晶が進んでいると考えられる。他に、損傷の激しい部分が局所的に確認された。これは、今回の実験で用いた超微細構造タングステンは微少の TiC を混ぜて製造されたものであるため、局所的に TiC の純度の高い部分が存在し、この TiC はタングステンよりも融点が低いので、プラズマ照射によって激しく損傷を受けたのではないかと考えられる。

次に今までに行った試料温度 1800 K よりもさらに高い 2050 K での照射実験を行った。このときの照射条件を表 3.2.2 に、タングステン試料表面の SEM 像を図 3.2.2 に示す。

表 3.2.2:ヘリウムプラズマ照射条件

試料温度	2050 K
入射イオンエネルギー	11 eV
粒子束	$1.9 \times 10^{23} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
照射時間	30 m (1800 s)
照射量	$3.3 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$

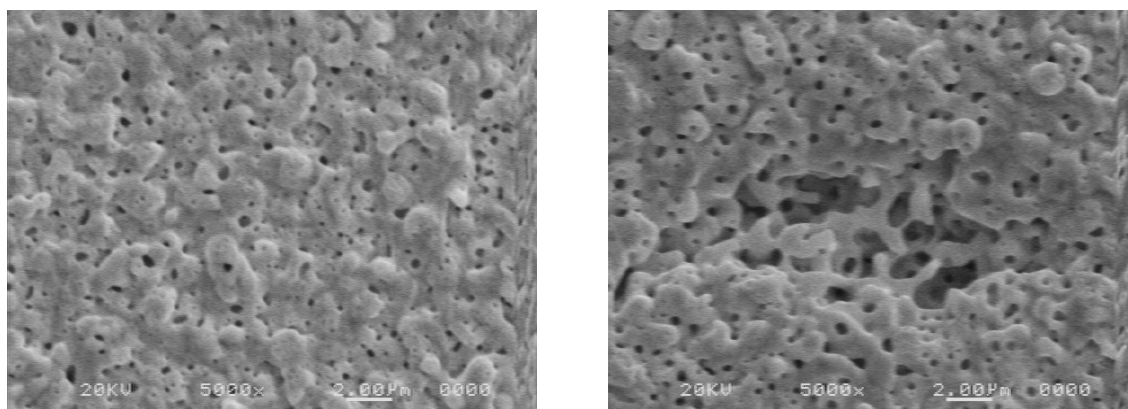


図 3.2.2: ヘリウムプラズマ照射実験後の UFG-W 試料表面 SEM 像

過去の研究結果から、ヘリウムバブル形成に関して照射温度に大きく依存することが確認されている。本実験では図 3.2.2 から、ヘリウムバブルが多数形成されており、 $1 \mu\text{m}$ オーダーまで成長していることが分かった。局所的に見られる損傷の激しい部分においても 1800 K での照射実験 (図 3.2.1(b₂)) に比べ、多孔構造の形成が著しい。次に、照射実験前後の試料断面の SEM 像を図 3.2.3 に示す。

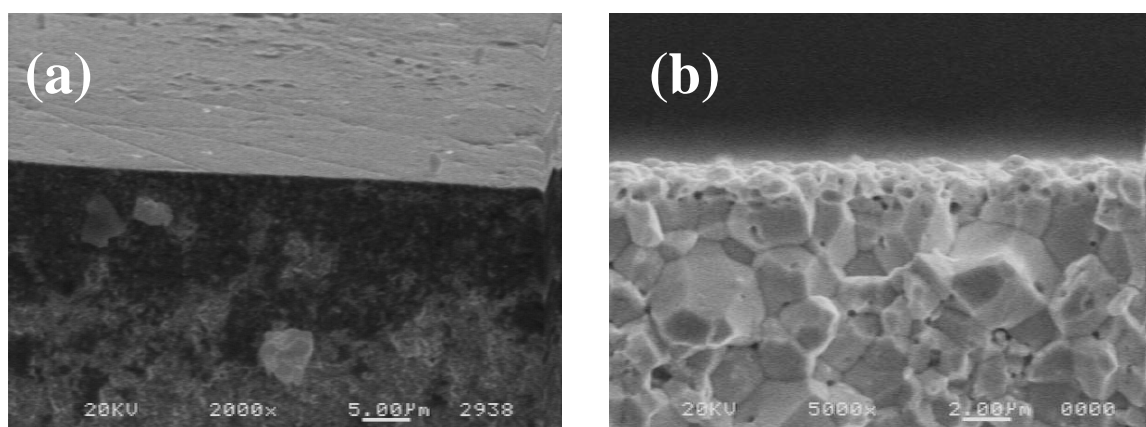


図 3.2.3: 照射実験前後における UFG-W 試料表面の断面 SEM 像

図 3.2.3 において、それぞれ(a)は照射実験前、(b)は照射実験後の SEM 像である。図から、試料の断面の様子が大きく変化していることが分かる。試料表面において照射実験前にはほとんど結晶粒が確認できないが、実験後では、 $1\mu\text{m}$ オーダーを超える結晶粒が多数確認できる。これはプラズマを照射したことによる結晶成長が原因であると考えられる。また、試料表面から深くなるにつれ、結晶粒の粒径が小さくなっていることが確認できる。

本節では超微細構造タングステンを用いた実験についての結果と考察を述べた。超微細構造タングステンの利点は、その超微細な結晶粒の構造により照射脆化を改善し、ヘリウム粒子が試料内部に侵入しても、結晶粒界に逃げバブルの成長を抑制することで、欠陥の蓄積を減らすことができることであった。しかし、 1800K 以上の高温領域での照射実験の結果、結晶粒の成長が発生しており、この超微細構造タングステンの利点が損なわれている可能性が高いことが示された。

3.3 ITER grade タングステンを用いた照射実験

3.3.1 ヘリウムプラズマ照射実験

過去の研究[4]より、タングステン試料のヘリウムプラズマ照射実験において、多孔構造の形成はヘリウムプラズマの照射量と密接に関係していることが分か

ってきた。そこで本研究では、多孔構造形成の照射量依存性を調べるため、30分、2時間、10時間の照射実験を行った。これらの照射条件を表 3.3.1 に、タンダステン試料表面の SEM 像を図 3.3.1-3 に示す。

表 3.3.1: ヘリウムプラズマ照射条件

	(a)	(b)	(c)
試料温度入射	1800 K	1800 K	1800 K
入射イオンエネルギー	10eV	11eV	10eV
粒子束	$1.3 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$	$1.3 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$	$1.3 \times 10^{23} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$
照射時間	30 m (1800 s)	2 h (7200 s)	10 h (36000 s)
照射量	$2.3 \times 10^{26} \text{ m}^{-2}$	$1.0 \times 10^{27} \text{ m}^{-2}$	$5.0 \times 10^{27} \text{ m}^{-2}$

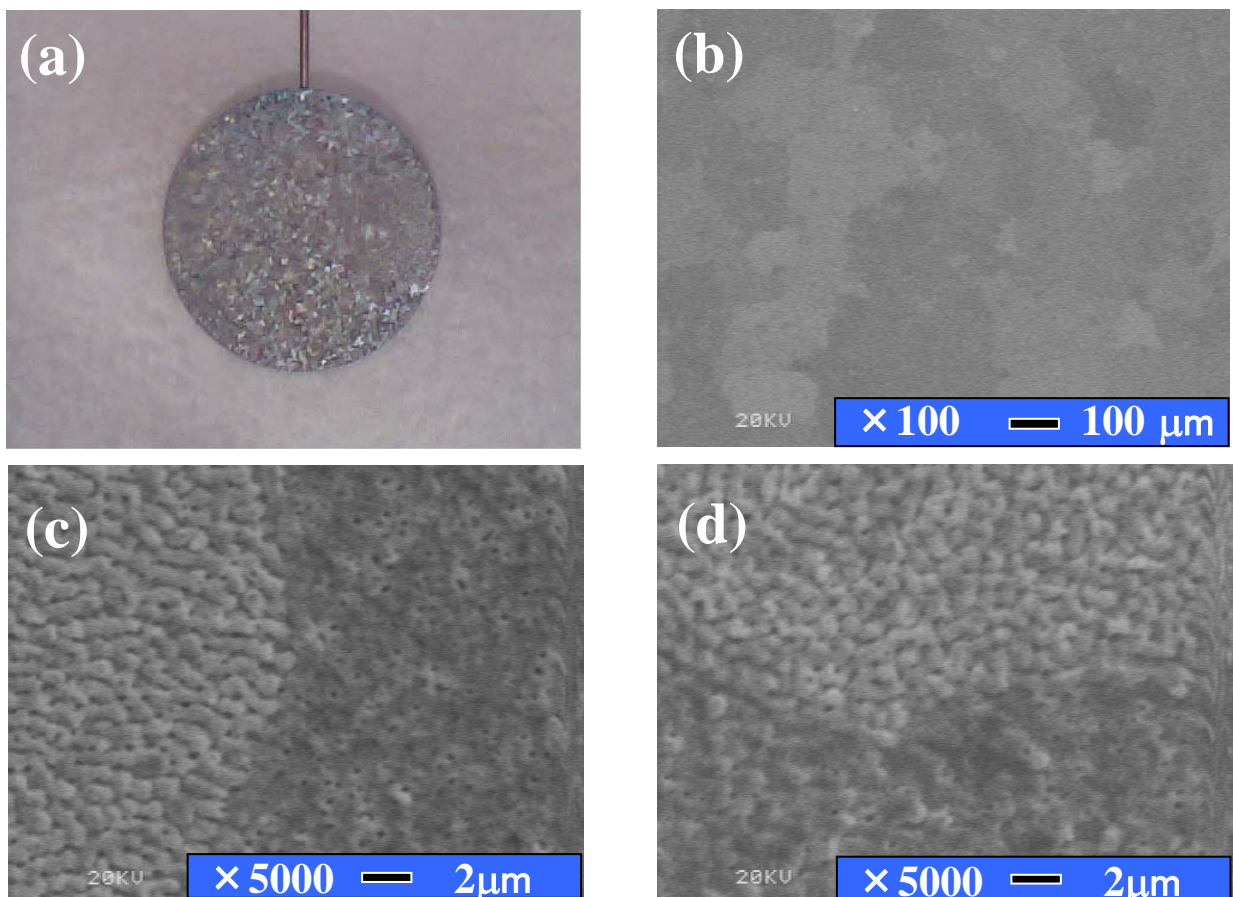


図 3.3.1: ITER grade W に対し He プラズマを 30 分照射した後の SEM 像

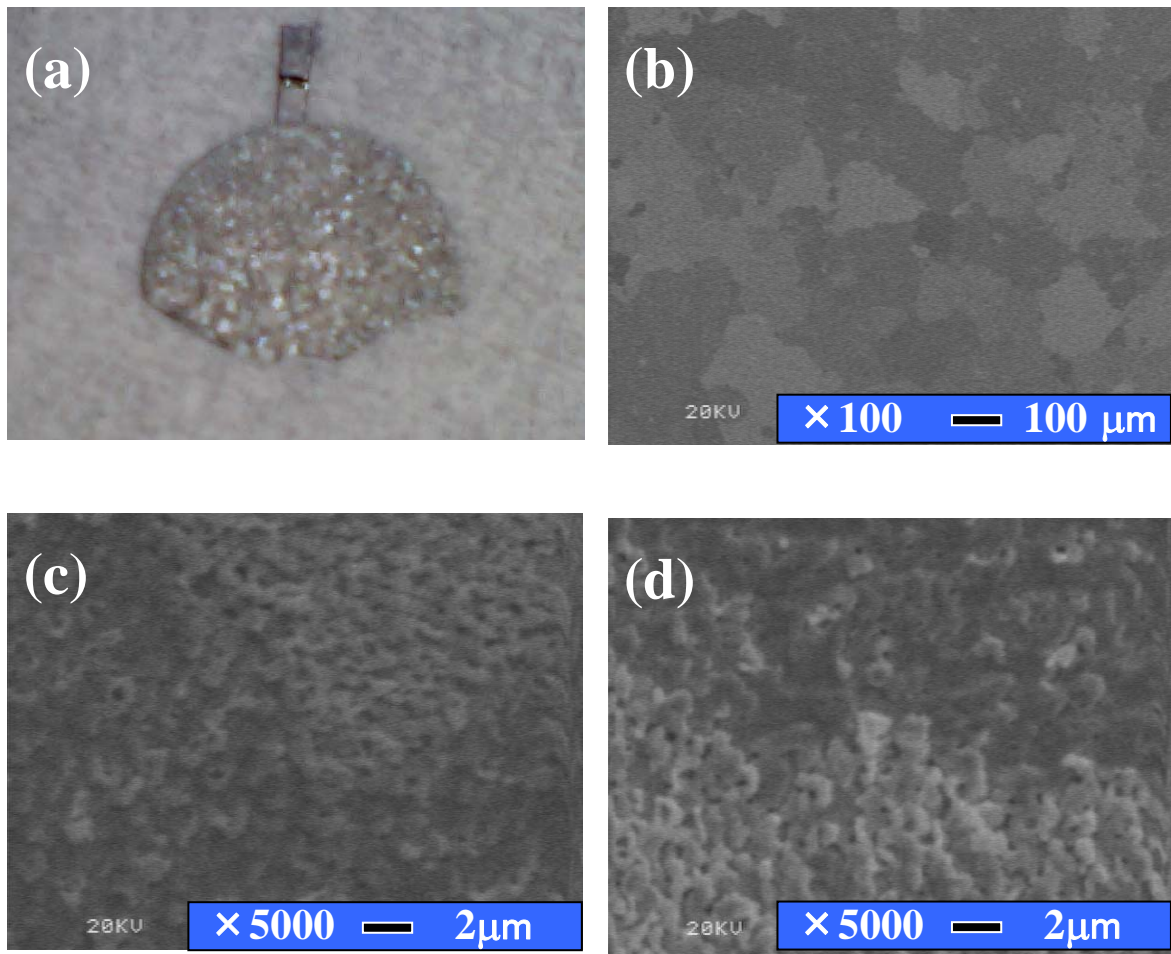
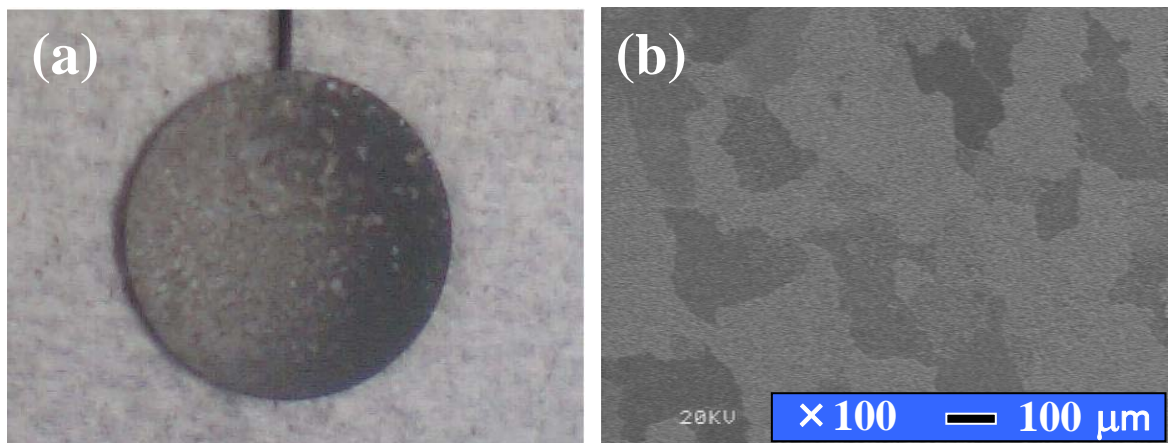


図 3.3.2: ITER grade W に対し He プラズマを 2 時間照射した後の SEM 像



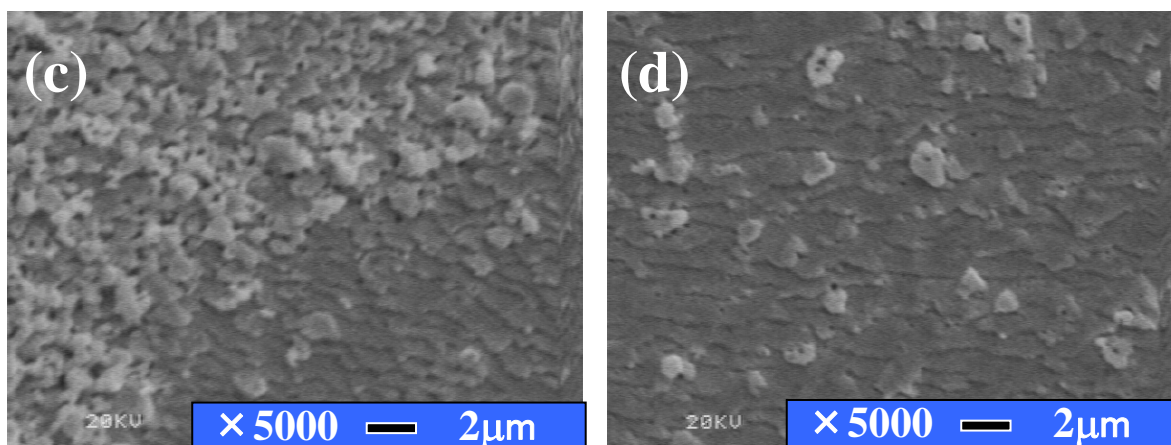


図 3.3.3: ITER grade W に対し He プラズマを 10 時間照射した後の SEM 像

それぞれ図 3.3.1 は 30 分照射、図 3.3.2 は 2 時間照射、図 3.3.3 は 10 時間照射後の試料表面 SEM 像である。これらの図からも分かるように、タングステン試料の表面状態が照射実験前と比べ波状構造の形成が確認されている。どの試料においても、斑状の損傷が形成されており、ヘリウムバブルなどの多孔構造の形成も確認された。図より照射量が増えるにつれ、この斑状の損傷がよりはっきりと確認できるようになっているが、この斑模様の一つ一つの大きさは、ほぼ変化していないことが確認された。また、試料表面を拡大した図 3.3.1-3.3.3(c) から、この斑模様は試料表面の損傷状態の激しさ(損傷の有無)によって出来ていることが分かった。ここで 30 分照射実験後の試料(a)の断面 SEM 像を図 3.3.4 に示す。

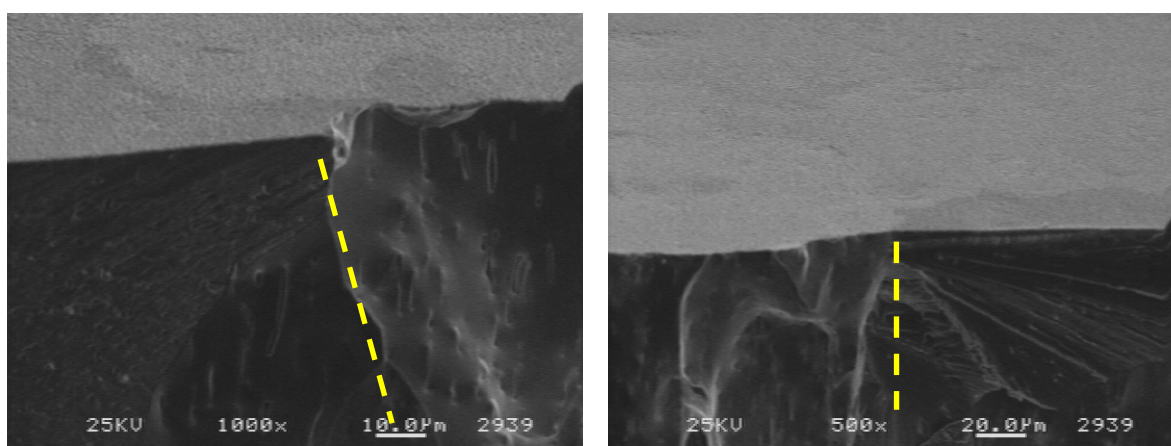


図 3.3.4: He プラズマ 30 分照射後の ITER grade W 試料断面 SEM 像

図 3.3.4 より、表面の斑模様の境界は試料断面にも連続的に見られ、図の斜線の部分で二つの層に別れていた。また、SEM 像上で試料表面が黒くみえる部分の断面は、表面に対して斜めの層を有しており、白くみえる部分の断面は表面に対して垂直な層を有していることが分かった。これらの結果から損傷の差異は、試料の結晶構造の違いによって発生するのではないかと考えられる。これを下図 3.3.5 のようなモデルを用いて説明する。

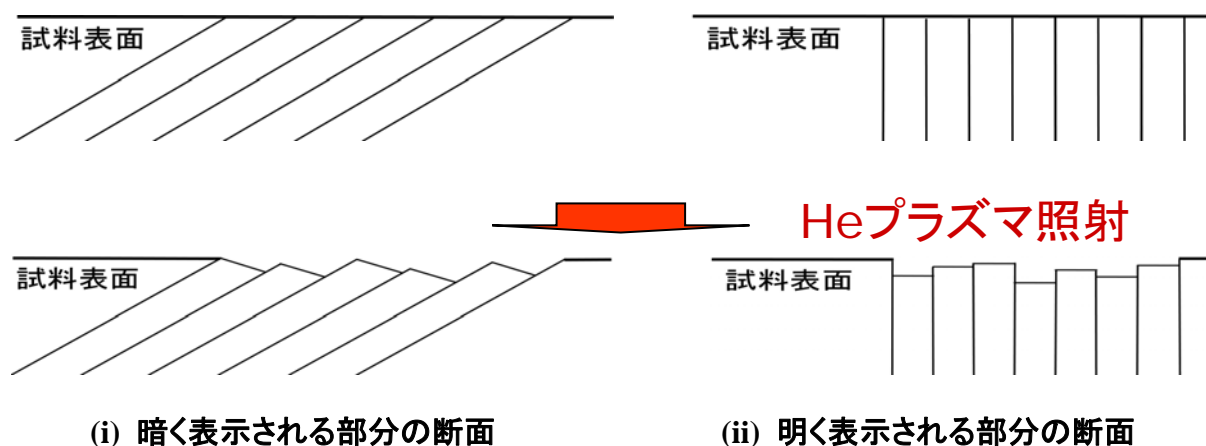


図 3.3.5: 照射実験前後の試料断面概略図

表面に対して斜めの層を有する結晶構造を持つ部分にヘリウムプラズマが照射されると、図 3.3.5 左下のように損傷を受ける。同様に縦の層を有する結晶構造を持つ部分は右下図のようになると考えられる。ここで SEM の特性から、試料に凹凸が存在する場合、その凹凸のエッジ部が急峻であるほど二次電子放出量が増加し、電子検出量の増加に伴い SEM 像上では明るく表示される。つまり図 3.3.5 のように、縦の層を有する結晶構造を持つ部分の方が、照射実験後により急峻なエッジが形成されるため、明るく表示されたのではないかと考えられる。しかしながら、これはまだ仮説であり、試料内部の結晶構造を計測する装置を用いてさらに詳しく調査する必要があると思われる。

また、ヘリウムバブルについて、過去の粉末焼結タングステンや単結晶タングステンのような照射量に依存してバブルの量や大きさが変化する傾向は見られなかった。これは本実験で用いた試料が図 3.3.5 のように損傷を受けていくと

仮定した場合に、バブルがその結晶構造の層以上の大きさに成長しないからではないかと考えられる。

3.3.2 長時間ヘリウムプラズマ照射実験

図 3.3.3 はヘリウムプラズマを 10 時間照射した試料の表面を撮影したものであるが、中央から右側にかけて黒色化していた。図 3.3.6 に黒色化した部分の SEM 像を示す。

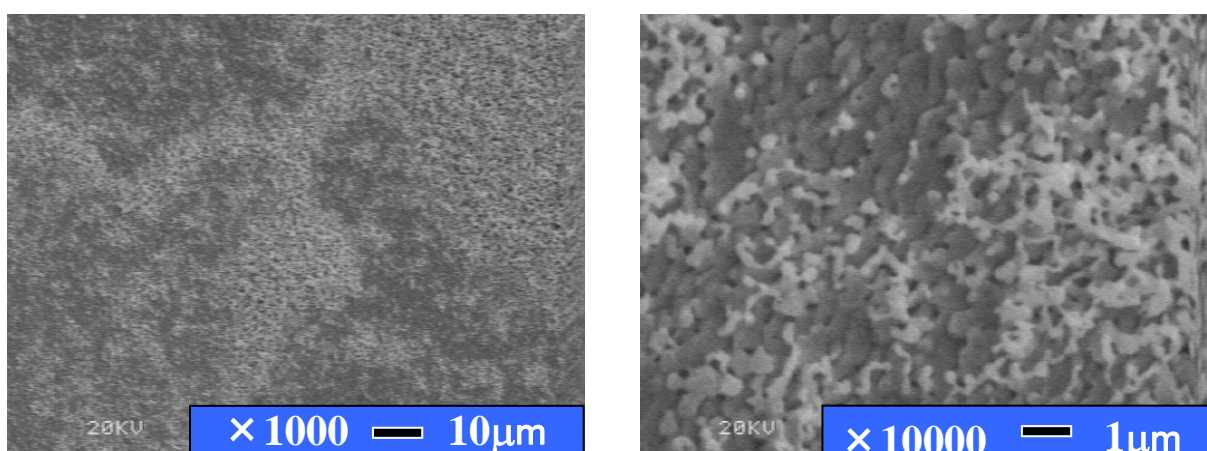
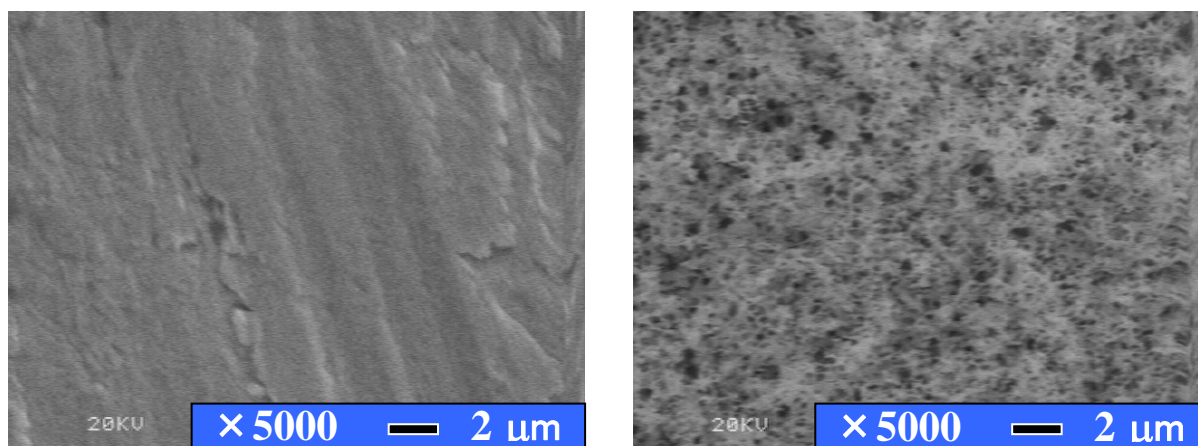


図 3.3.6: 黒色化した試料表面の SEM 像

本実験では、放射温度計を用いて試料表面の温度を測定するために、プラズマに対して 35°の角度をつけて真空容器内に設置した。このため、プラズマ照射によりタングステン試料が損傷を受け、表面から放出したタングステンがプラズマの下流にあたる試料表面右側に堆積した可能性が考えられる。核融合研究において、プラズマ中のダスト輸送の問題は極めて重要であり、この現象について今後さらに詳しく調査する必要があると思われる。

本実験のヘリウムプラズマ照射実験で用いた試料プローブのタングステン棒を観察したところ、黒くなっていることが分かった。10 時間照射実験で用いたタングステン棒の照射前後における表面の SEM 像を図 3.3.7 に示す。



(i) 照射前

(ii) 照射後

図 3.3.7: 照射実験前後のタングステン棒 SEM 像

図 3.3.7(ii)の図より、試料表面には繊維状のナノ構造の形成が確認された。この現象は過去のタングステン試料に対するヘリウムプラズマ照射実験でも発生しているが、詳しい形成機構についてはまだ解明されていないため、今後黒色化の原因究明が望まれる。

3.4 ITER grade タングステンにおける損傷と結晶方向依存性

3.4.1 損傷とヘリウム拡散

3.2、3.3 節で説明したように、損傷がヘリウム照射前の結晶構造に大きく影響することが判明した。その中でも ITER grade タングステンの実験結果に注目したい。3.3 節中で記述したようなモデルのように、結晶粒の差異により表面の損傷状態に影響が出るのであれば、ヘリウムバブル形成時間が結晶方位によって異なるという仮説が立つ。この特性時間を決める要素として以下の3つ過程が存在する。(i)ヘリウムの深さ方向への拡散、(ii)熱空孔の生成率、(iii)熱空孔の拡散である。これら3つのうち過程(ii)に関しては、熱空孔の生成率は物質の温度によって一定であると考えられているので、この表面構造の差異には起因してないと考えられる。さらに過程(iii)の議論については難しいが、おそらく、

過程(i)がヘリウムバブルの生成率に大きく影響を与えるのではないかとと思われる。例えば、ヘリウムの深さ方向への拡散が遅い粒界が存在すれば、ヘリウムプラズマ照射によりヘリウムの供給が定常的に行われた場合、表面領域のヘリウム濃度が飽和に向かうことによって、入りきれなかったヘリウムが表面から放出されることでヘリウムバブルの生成が抑制されることになる。一方で、深さ方向の拡散が速ければ、いわゆるチャネリング効果でヘリウムバブルの生成速度が上昇すると考えられる。特に、近年話題となっているヘリウムプラズマ照射によって生じる試料表面の繊維状ナノ構造はヘリウムバブルの形成によって生じると考えられており[5]、ヘリウムバブルの生成率が直接繊維状ナノ構造の生成率に影響すると推測される。

図 3.4.1 に 3.2 節で紹介したヘリウムプラズマを 2 時間照射した後の試料表面及び断面の SEM 及び TEM 画像を示す。図 3.4.1(a)の表面から九州大学吉田教授の協力の下、集束イオンビーム(Focused Ion Beam : FIB)と呼ばれるイオンビーム照射による原子のはじき出しで試料を削る手法によって、四角で囲まれた部分を切り出しその断面を TEM により観察した(図 3.4.1(b))。

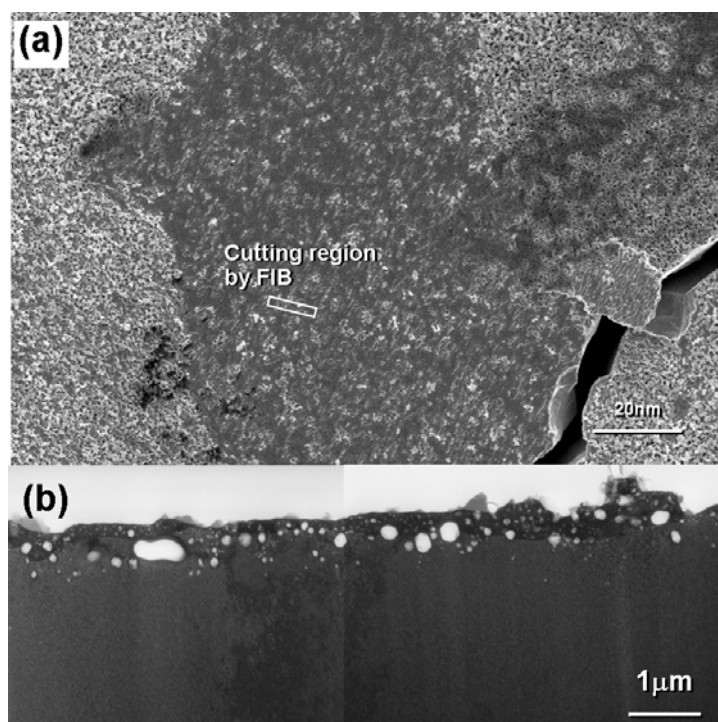


図 3.4.1: 照射実験前後における試料表面の断面像

この切り出した表面は、特に損傷が少なかった部分を選出している。表面の結晶方位を結晶方位解析装置(Orientation Imaging Microscopy :OIM)によって調査した。この装置は、数ミリメートルの広範囲をサブミクロン単位で方位解析でき、さらに結晶方位を色付けしマッピングすることによって結晶方位を像(方位像)として可視化することが可能である。その結果、この箇所は(1 1 0)面を向いていることが分かった。この結果を含めて新たに、直線型ダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-I[6]を用いて行った実験結果を含めて考察する。

3.4.2 結晶方位が損傷に与える影響

ITER grade タングステン試料に対し、3.4.1 節と同様にしてヘリウムプラズマ照射を行い、試料表面を SEM、結晶方向を OIM、断面を FIB 及び TEM を用いて観察した。まず、試料表面の各結晶粒ごとの結晶方位を図 3.4.2 に、そしてそれぞれの結晶方位に対する表面損傷の様子を図 3.4.3 に示す。

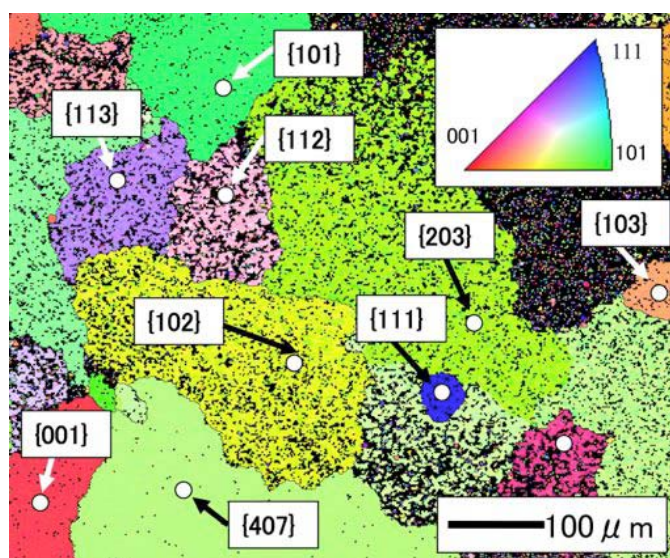


図 3.4.2: 試料表面の OIM 画像

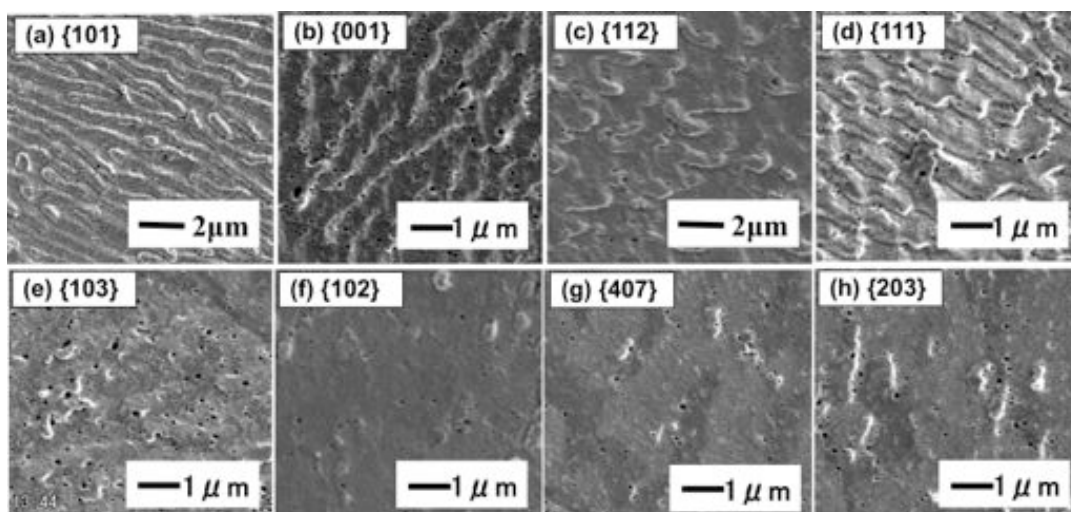


図 3.4.3: 図 3.4.2 でのそれぞれの結晶方位に対する SEM 画像

図 3.4.2 により、約 $100\ \mu\text{m}$ に成長した結晶粒はそれぞれ、異なる結晶方位を向いていることが分かる。図 3.4.3 から、 $\{101\}$, $\{001\}$, $\{112\}$, $\{111\}$ 方向を有する結晶表面においては波状の構造に変化していることが確認された。対して $\{103\}$, $\{102\}$, $\{407\}$, $\{203\}$ 方向を有する結晶では、大きな構造の変化がみられなかった。つまりこの表面においては、ヘリウムプラズマ照射の影響をあまり受けていないことが分かる。以上のように、この実験結果はヘリウムバブル形成及び表面状態の変化が結晶方位に大きく影響を受けていることを明確に示している。 $\{101\}$, $\{001\}$, $\{112\}$, $\{111\}$ の面が波状構造に変化し、 $\{103\}$, $\{102\}$, $\{407\}$, $\{203\}$ 面がほとんど変化しなかったことについて図 3.4.4 のようなモデルを用いて考察する。

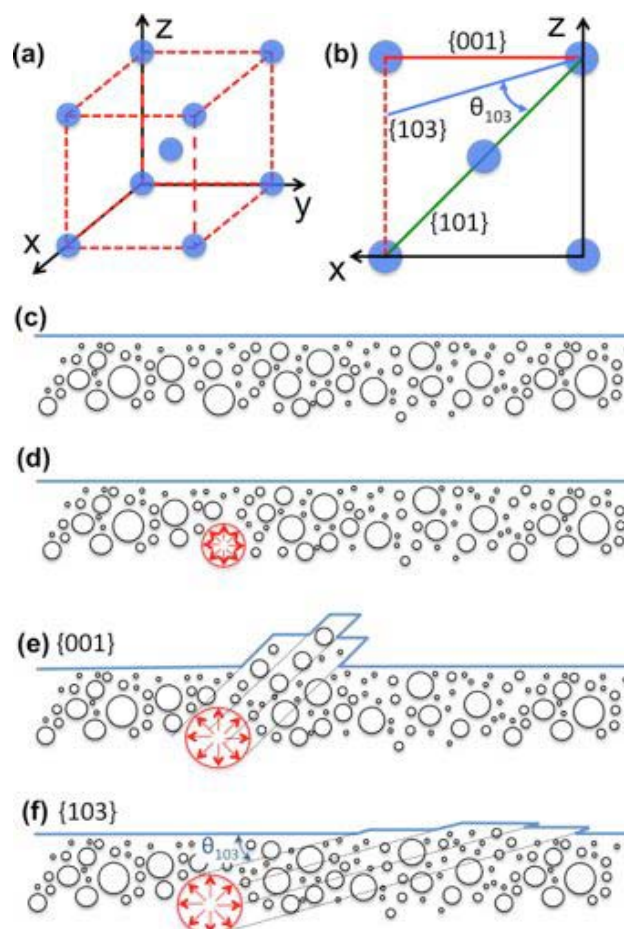


図 3.4.4: 結晶構造変化に関する仮定モデル

図 3.4.4(a)に示されるように、タングステンは体心立方(bcc)構造を取る。この構造を有する原子は、立方体形の単位格子の各頂点と中心に原子が位置している。(b)では3つの面 $\{101\}$, $\{001\}$, $\{103\}$ を示している。タングステン材料のすべり面は $\{101\}$ 面であることから、この $\{101\}$ 面は最も面密度が高いことがわかっている。ヘリウムバブルの形成は熱空孔とヘリウム原子の相互作用によって生じることから、この結晶面の面密度の大小が構造変化に大きく影響していることは想像に難くない。

以上のことから、波状構造の形成メカニズムは図 3.4.4(c)-(f)を用いて説明できる。(c)ヘリウムプラズマ照射中にヘリウム原子がタングステン中の熱空孔に捕捉されヘリウムバブルが形成される。(d)ヘリウムバブル中のヘリウムの圧力が

増大したタングステン格子に力を及ぼす。(e){101}のようなすべり面は面密度が最も大きいため、その方向においてはタングステン同士の結合エネルギーが大きくなりバブル内部のヘリウムの圧力が他の面より大きくなる。その結果{101}面に面した方向にすべり波状構造が形成される。{001}面のようなすべり面と表面との角度差が大きい場合は図のように急峻な波状構造が形成される。(f)対してすべり面と表面の角度差が小さい{103}面では、テラス状の緩やかな傾斜を生じるのみとなり、ほとんど表面変化が起きないと推測される。また、3.3節では、すべり面が表面に対して縦に走っている結晶においては、損傷が激しいのではないかとの考察であったが、結晶方位の調査によりプラズマ照射で図 3.4.3 の下部のような構造に変化し、表面の変形が少ない結晶であることが分かった。しかし、図 3.4.3(e)にもあるように、このような結晶の表面においては、ヘリウムバブル・ホールが多く確認できる状態になっており、バブル・ホールの凹凸によって SEM 画像では明るく観察された可能性がある。

3.5 まとめ

今回、直線型ダイバータ模擬試験装置を用いて製造法の異なる複数種類のタングステンに対してダイバータ環境を模擬した高密度の定常ヘリウムプラズマを照射し、その表面を SEM、TEM、OIM を用いて観察した。それぞれの試料においてヘリウムバブル・ホールの形成が確認された。特に超微細構造タングステンに関しては、ヘリウムバブルの大きさより小さな結晶を有することを特徴としていたが、高温下での照射実験により結晶成長し、結局ヘリウムバブルの形成が進んでしまう結果となった。しかし、結晶成長を生じない温度領域 (<1000K)ではヘリウムバブルの成長が進まないことが予想され、その温度下での照射実験を行うことが必要である。ITER grade タングステンにおいては、結晶粒によって表面損傷に差異が生じることが確認された。特にほとんど表面形状に変化が見られない箇所も存在することがわかった。さらに結晶方位を確認しながら表面損傷状態との比較を行った。その結果、結晶粒による差異は結晶方位による差異と一致することが判明した。つまりヘリウムプラズマ照射後における試料表面の構造変化が、ヘリウムの拡散やタングステン格子におけるすべり面の方向によって決定されると考えられる。

第3章 参考文献

- [1] S. Kajita *et al.*, Nucl. Fusion. **49** (2009) 095005.
- [2] D. Nishijima *et al.*, J. Nucl. Mater. **329-333** (2004) 1029-1033.
- [3] H. Kurisita *et al.*, J. Nucl. Mater. **377** (2008) 34-40.
- [4] N. Ohno *et al.*, Nucl. Fusion. **41** (2001) 1055.
- [5] M.J. Baldwin, R.P. Doerner, Nucl. Fusion **48** (2008) 035001.
- [6] S. Takamura *et al.*, J. Nucl. Mater. **196-198** (1992) 448-451.

第4章 高熱流プラズマ照射解析複合装置 PS-DIBA の開発

4.1 本装置の意義・目的

核融合装置において、周辺プラズマ領域におけるプラズマ壁相互作用に関する研究は核融合炉実現のための重要な課題の一つになっている。そこで、本研究では、プラズマ照射前後および照射環境下でのプラズマ壁相互作用をより詳細に調査するため、プラズマ照射装置とイオンビーム解析装置が一体となった装置を開発した。本装置では、ターゲット材料に対してプラズマを照射しながらイオンビームを用いて材料の組成変化を定量的に分析が可能である。さらに、持ち運びが可能な照射装置を開発した。本装置は、**Plasma Surface Dynamics with Ion Beam Analysis (PS-DIBA)**と名づけられた。本装置の特徴は以下の通りである。

- ・ 加速器に接続可能な小型真空容器。
- ・ 高熱流に耐えられる水冷式の陰極用真空容器。
- ・ 高密度プラズマを生成可能(ダイバータ模擬)。
- ・ プラズマ放電用ガス導入時にイオンビーム分析用のディテクター部が高真空であること。
- ・ 同じくプラズマ放電用ガス導入時に、イオンビーム源周りが高真空であること。

本章では、上記の特徴を考慮にいたした上で、新たに開発したプラズマ照射装置の概要について詳しく説明していく。

4.2 本装置の構成

4.2.1 本装置全体の構成

本装置の写真を図 4.2.1 に示す。本装置は、LaB₆ 製熱陰極と銅陽極を用いたプラズマ源、さらに磁場コイル、加熱・磁場・放電電源、試料チャンバー、半導体検出器、真空排気用のポンプ類を用いて構成されている。図 4.2.2 は上面から見た概略図である。次の節からそれぞれの具体的な構造について述べていく。装置自体の全体長は縦 1 m×横 0.8 m×1.5 m となっており、現在、本研究室所有の

ダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-I 及び II、T と比べても数分の一の大きさとなっている。この小型化に成功した大きな要因としては新しい設計を施した熱陰極の効果が非常に大きい。この熱陰極の詳細は 4.2.6 節に譲る。本体となる試料チャンバーは架台の上に設置してあり、装置全体を移動することも可能となっている。本体容器の中心に試料を設置する構造となっており、図 4.2.2 のように、プラズマ照射と表面解析用のイオンビームは、それぞれ垂直の方向から試料に入射する。そして、イオンビーム解析用の半導体検出器を試料近傍に設置している。

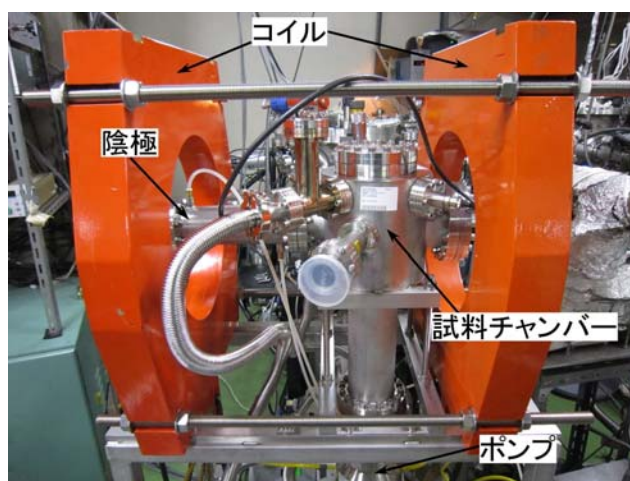


図 4.2.1: 装置外観図

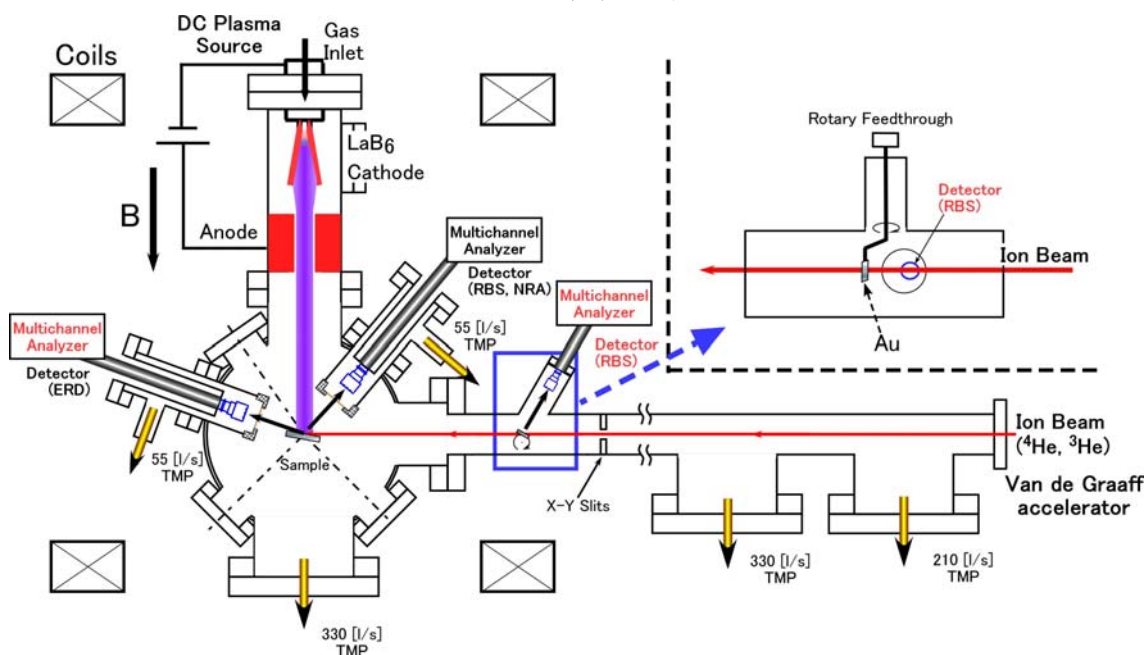


図 4.2.2: 複合装置全体概略図

図 4.2.2 の図面左部が開発したプラズマ照射装置であり、 LaB_6 陰極を用いた直流加熱放電による定常プラズマを照射することが可能である。対して図面右部側にバンデグラフ加速器が設置されており、ビームラインを通過して、試料(Sample)に照射できる構造となっている。また、図面左上部にイオンビームモニタリングシステムというビーム照射量の計測器が取り付けられている。試料は、本体容器の中心に設置する構造となっており、図 4.2.2 のように、プラズマ照射と表面解析用のイオンビームは、それぞれ垂直の方向から試料に入射する。そして、イオンビーム解析用の半導体検出器を試料近傍に設置している。この PS-DIBA 装置について次節から詳細に説明していく。

4.2.2 真空容器の構成

本体真空容器は直径 200mm、縦 200mm の円筒状の形をしており、上下に ICF152 フランジが 2 個、側面に ICF152 フランジが 1 個、ICF114 フランジが 2 個、ICF70 フランジが 6 個備え付けている。上部のフランジには試料導入用のマニピュレータ、下部には真空排気用の複合分子ポンプが取り付けられている。本体容器の側面には、プラズマ源真空容器、ビームラインと接合している(図 4.2.3)。側面の ICF70 ポートにディテクター用真空容器を取り付ける。一方は NRA 及び RBS で、もう一方は ERD に使用する予定である。ディテクターはこの真空容器の中に取り付け、本体側とディテクター真空容器の間をマイラー膜で区切り、別々のターボポンプで真空引きを行う。さらに、もう一つの ICF70 ポートには、プラズマパラメータ計測用のスキヤニングプローブが取り付けられている。差動排気の性能に関しては 4.2.4 節にて紹介する。本体容器は、架台からは独立しており、上下左右に 4 cm ほど駆動させて、ビーム照射位置の調整を行うことが可能である。

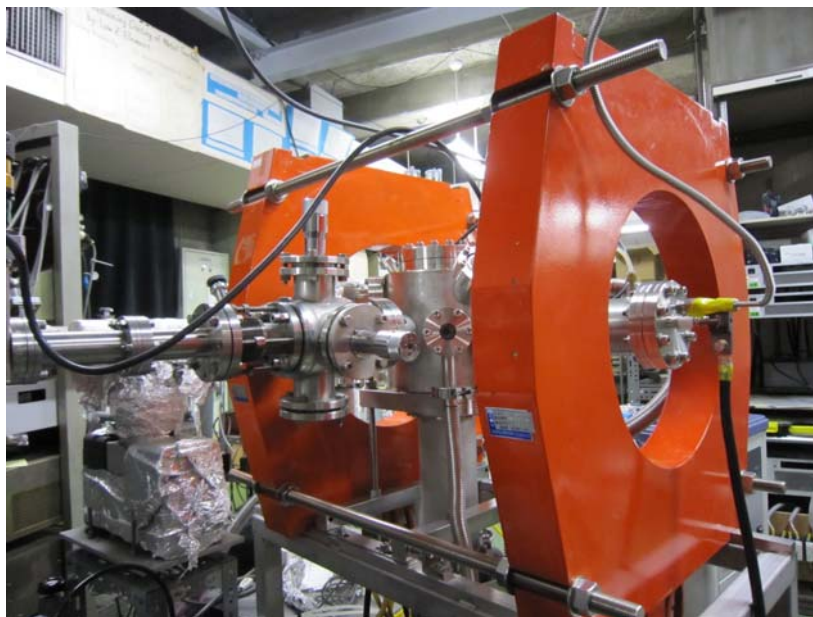


図. 4.2.3: ビームラインー本体真空容器接合部

4.2.3 真空排気システム

本装置で用いるターボポンプは大阪真空製で、440L/s(N₂時)の性能を有するものを本体容器下部側で1基、ビームライン側で1基、さらにビームライン側には210L/s(N₂時)のものを1基用いる。そして、イオンビーム分析に用いるディテクター用に55L/s(N₂時)のターボポンプを取り付けられている。今回用いるターボポンプは大気圧からの利用が可能であるが、それぞれのポンプ排気側にロータリーポンプ(EDWARDS)を用いてターボポンプ内を荒引きした後起動させている。真空計としては、大気圧～低真空側ではコンパクトロンゲージ、高真空側で電離真空型(イオンゲージ)を用いる。コンパクトロンゲージは本体容器で常時使用しているが、イオンゲージに関しては、本体容器、ディテクター真空容器、ビームラインの4カ所にゲージ球を取り付けられており、コントローラーからゲージ球への接続を付け替えてそれぞれの容器内真空度を計測する。本体容器およびビームラインの容積はととても小さいため、4つのターボポンプを用いて真空引きすることで十分高真空度を保つことができる。図4.2.4に本体容器を真空引きしたときの時間依存グラフを示す。実験開始に必要な真空度はおおよそ $\leq 10^{-4}$ Pa程度であるから真空引き開始から1時間程度で実験を開始することが可能である。

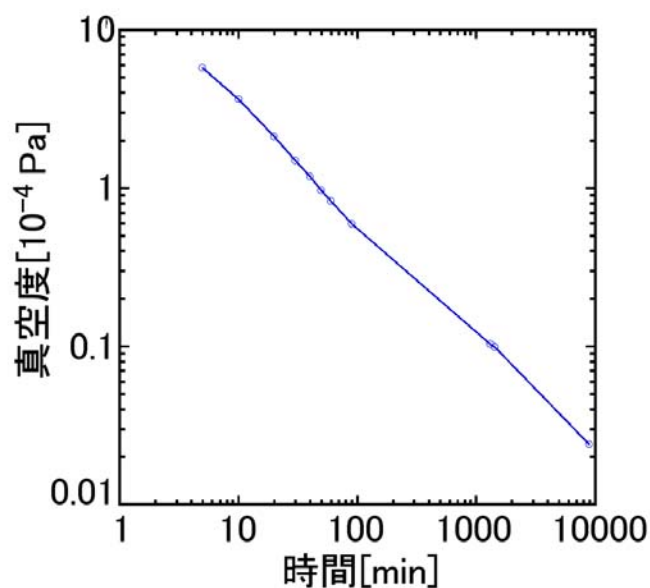


図 4.2.4: 本体容器真空度の時間依存性

4.2.4 ガス導入系

導入ガスの流量制御はマスフローコントローラ(HORIBASTEC.INC PAC-D2)、マスフローメータ(HORIBASTEC SEC-E40 標準流量レンジ 500 SCCM)を用いる。本装置のガス導入経路を図 4.2.5 に示す。本装置では、水素同位体吸蔵量計測の目的のため軽水素、重水素、材料の損傷を観察するためのヘリウムボンベが取り付けられている。本装置はプラズマ放電のガス導入時でもイオンビーム分析が行える環境にしておく必要がある。そのため、本体容器とディテクター真空容器、ビームラインで2種の差動排気を行っている。本体容器からガスを導入したときのビームライン側の真空度(図 4.2.2①)の推移を図 4.2.6 に示す。

プラズマ生成には本体容器側で 0.5~1.0 Pa 程度必要であるが、その程度の真空度でもビームライン側では $\sim 10^{-4}$ Pa を保っており、イオンビーム射出の動作には影響しないと思われる。また、ディテクター側の真空度は本体容器側のガス流量に関わらず 10^{-4} Pa 程度の真空度を保っていた。このように、各箇所差動排気することにより放電用ガス導入時のイオンビーム分析を可能にした。

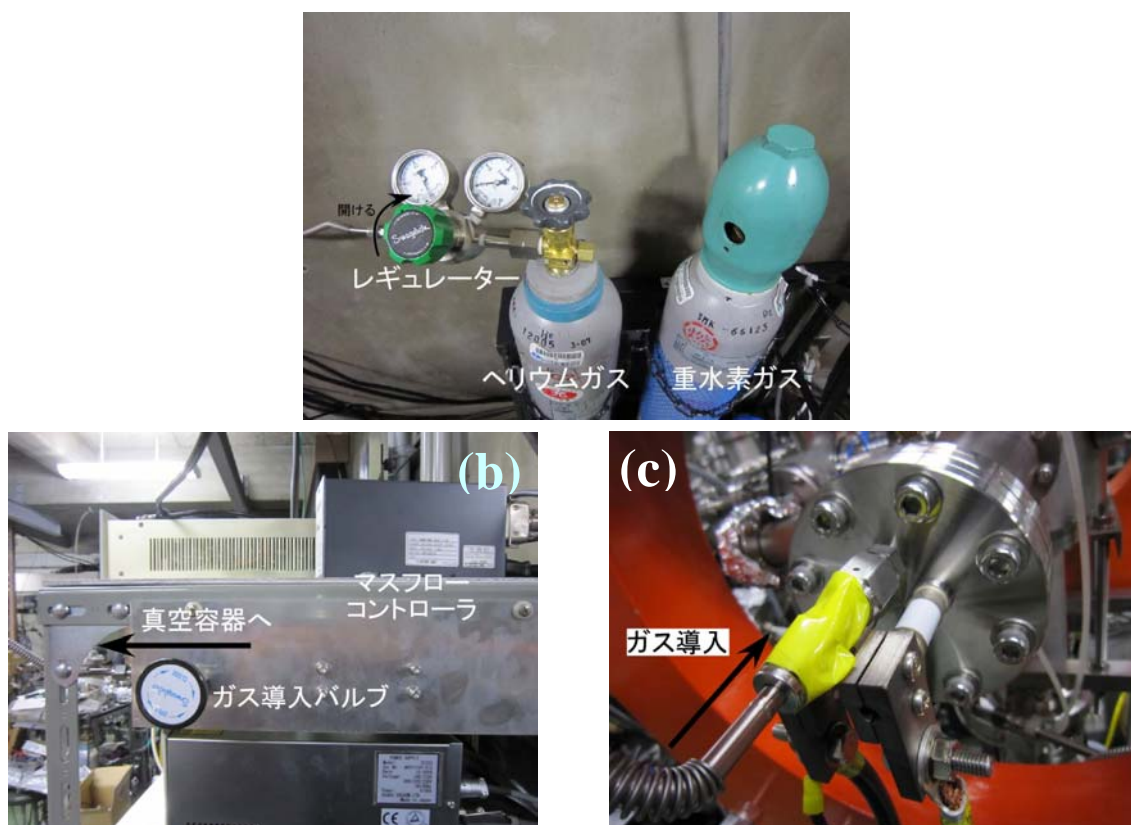


図 4.2.5: ガス導入経路((a)→(b)→(c))

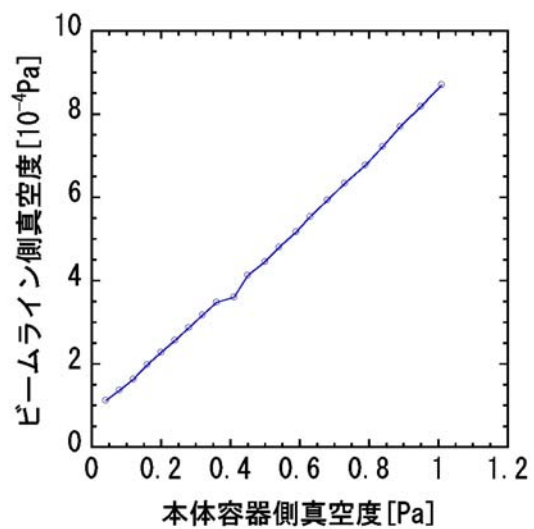


図 4.2.6: 本体容器—ビームライン真空容器真空度

4.2.5 プラズマ計測系

プラズマパラメータの計測にはスキヤニングプローブを設置した。現在は、本体容器側面にある ICF70 ポートの一つに取り付けられており、円筒真空容器の上下中心位置においてのみ測定している。計測手法は単針のみを用いる探単針法を用いている。プローブ針(タングステン)の直径、長さはそれぞれ 0.3 mm、1.0 mm の円筒である。スキヤニングプローブの写真を図 4.2.7 に示す。図 4.2.2 において、RBS, NRA 測定用ディテクター真空容器の設置場所からプローブを挿入しプラズマの計測を行った。

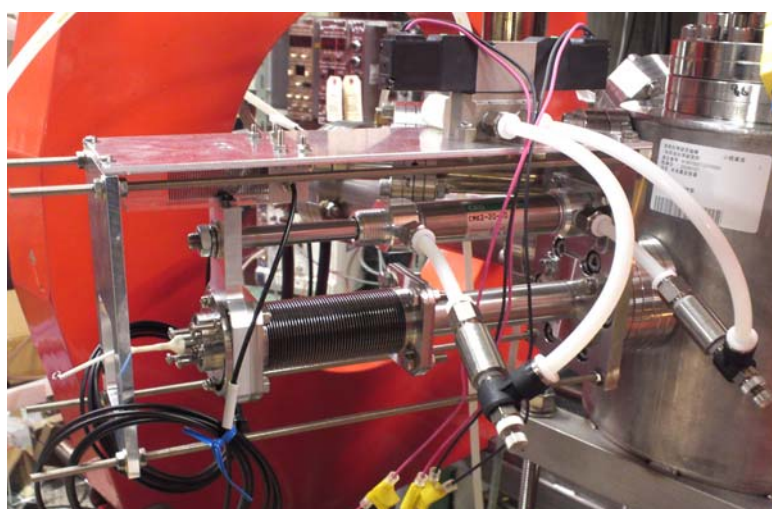


図. 4.2.7: スキヤニングプローブ

4.2.6 放電システムとその構造

放電部はフィラメント状の構造をした LaB₆ 製熱陰極フランジと水冷式銅製陽極付真空容器から構成される。本装置で使用する LaB₆ 製熱陰極は、本研究室で所有するトロイダルダイバータ模擬試験装置 NAGDIS-T にて問題となっていた加熱時における LaB₆ 陰極での温度分布の不均一性[1]を解決するために、LaB₆ 陰極接合部が特殊な構造を有している。NAGDIS-T では、LaB₆ 陰極と電極との接合部は Mo ボルトを用いて接合している。そのため、接合部の熱容量が増大し熱勾配が生じて、LaB₆ 陰極の破損につながる恐れがあると考えられていた。

そこで、本装置に用いる LaB₆ 陰極の接合部は Mo ボルトを用いずに、Mo 製のつなぎ端子に先を細くした LaB₆ 陰極を挟むことで反対側から押さえつけるよ

うな構造となる改良を行った。陰極部は図 4.2.8 に示すように、フィラメント状にして断面積を大きくした上下二枚構造の LaB₆ に電極から給電して直接加熱することで熱電子放出を起こす。陰極はプラズマ生成方向に向けて開けた状態で設置されている。これによって、陰極間にプラズマが局在することなく放射させることができる。この LaB₆ 陰極を用いて加熱試験を行ったときの温度分布を図 4.2.9、4.2.10 に示す(中心 0 mm)。また、図 4.2.11 に電流-電圧・温度特性を示す。

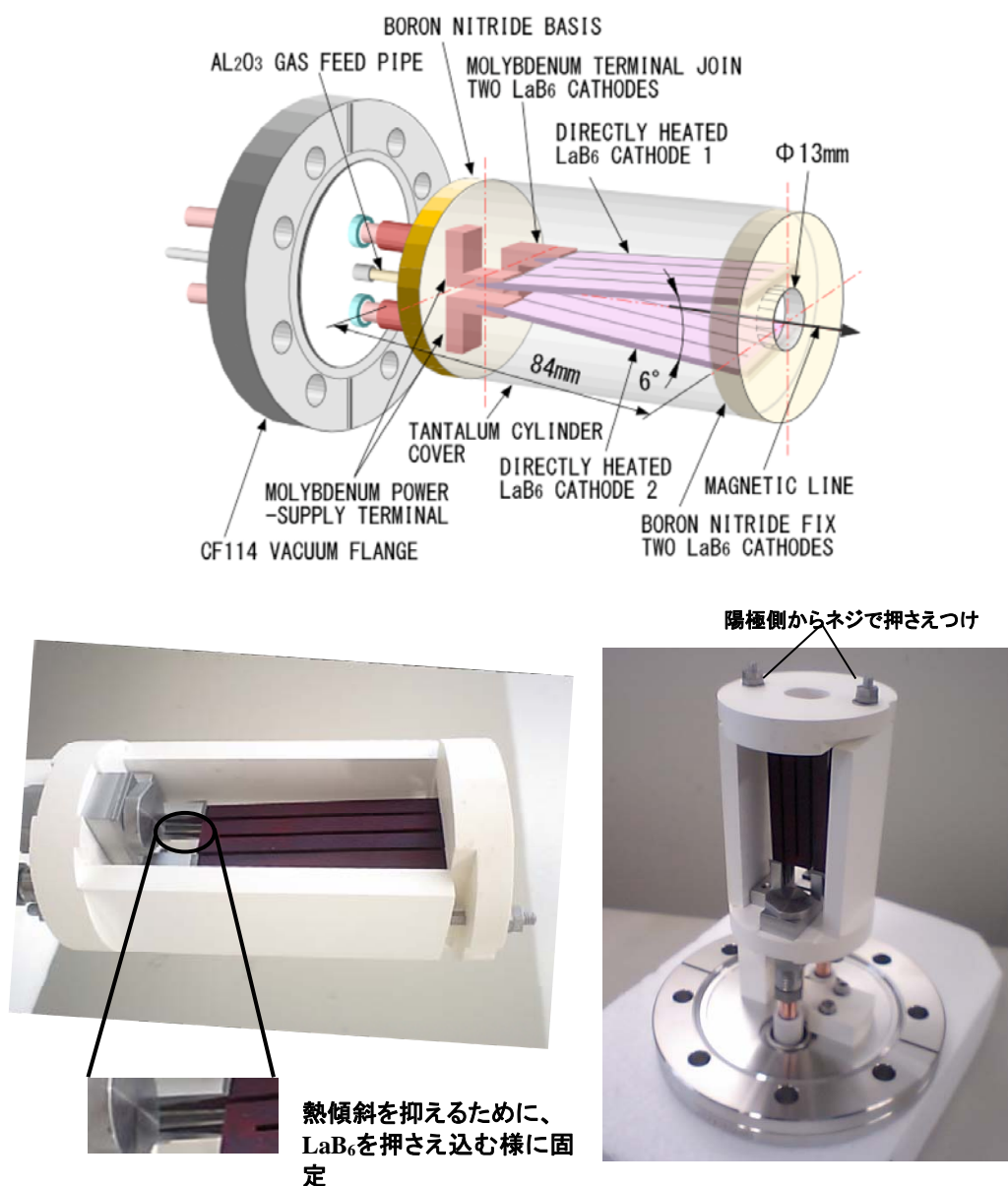


図. 4.2.8: LaB₆陰極フランジの構造と接合部拡大写真

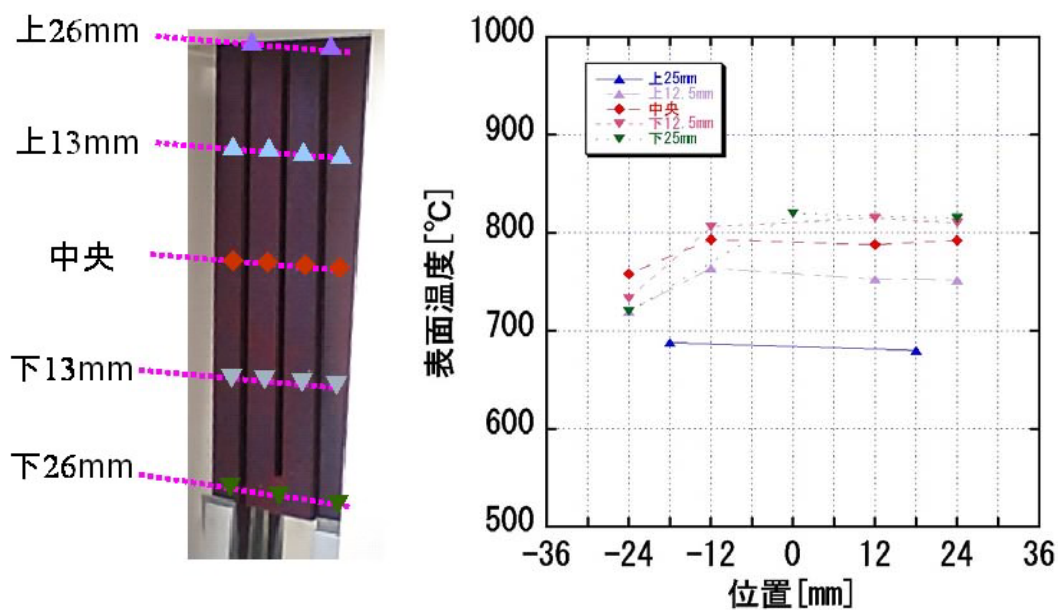


図. 4.2.9: LaB₆ 陰極の加熱特性(加熱電流 75 A)

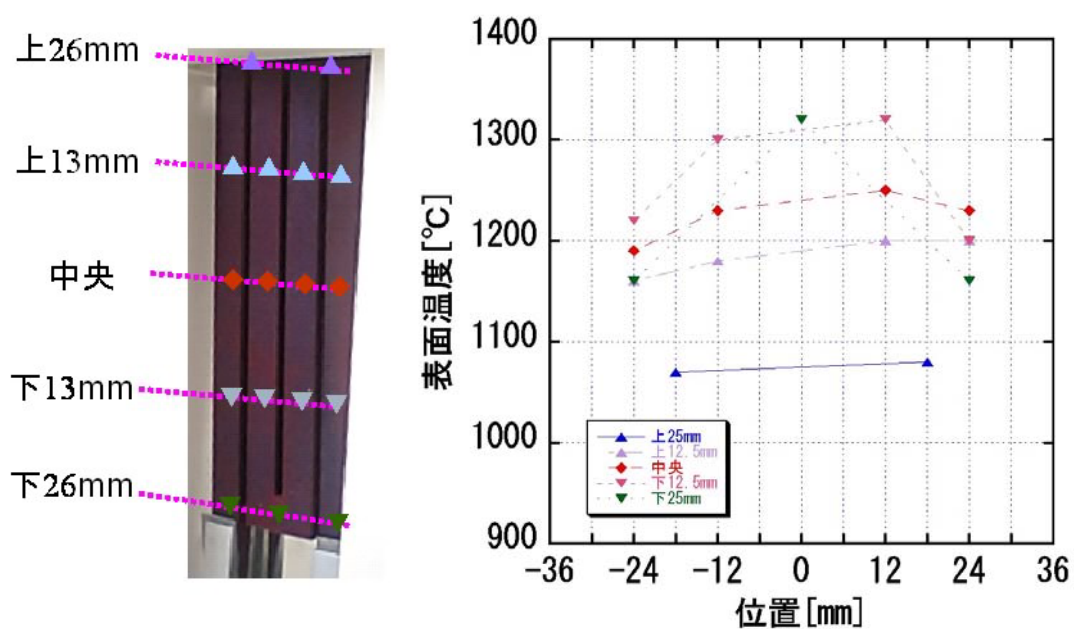


図. 4.2.10: LaB₆ 陰極の加熱特性(加熱電流 115 A)

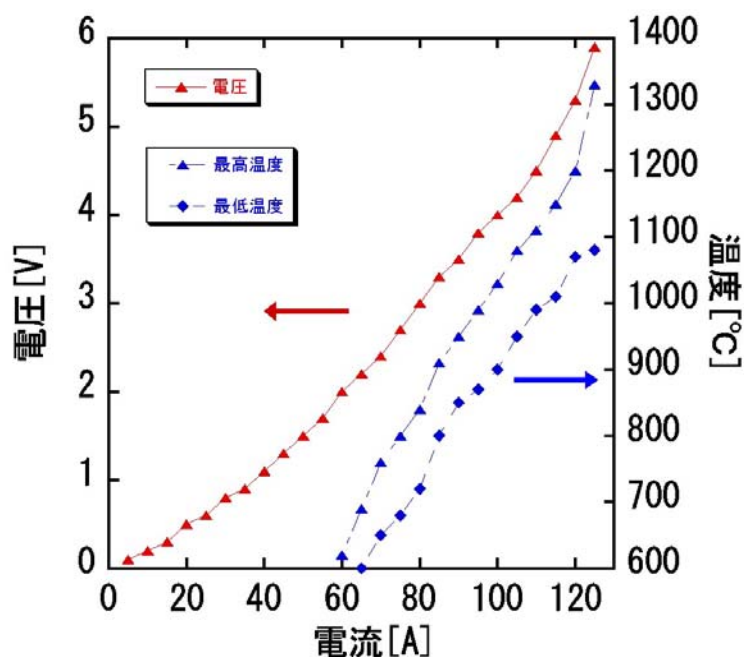


図. 4.2.11: LaB₆陰極の電流－電圧・温度特性

図 4.2.9 では、加熱電流 75 A 時のものである。この時点では、左右の温度差がとんど見られないが、BN 蓋接合部(上 26 mm)の温度のみ 100°C 前後低下している様子が伺える。図 4.2.10 は、加熱電流 115 A 時であり、75 A と比べ BN 蓋接合部と他部の温度差が 200°C 前後まで上昇している。さらに外側の温度も減少して左右で温度分布が生じている様子も観察された。各加熱電流値に対する加熱電圧及び表面温度を図 4.2.11 に示す。図のように、電圧-電流特性はほぼ比例しており、高電流側で温度差が大きくなっている様子が示されている。

NAGDIS-T 陰極の接合部では約 500°C ほどあった温度差が、高温時で約 150°C ほどまで抑えられていることが分かった。しかし、上部の窒化ホウ素(BN)を用いてネジで押さえつけられている箇所において、顕著な温度低下がみられた。最高温度との差は約 250°C にも達しており、その部分で接合部よりも熱容量が大きくなっていると思われる(図 4.2.12)。しかしながら、温度勾配は NAGDIS-T 陰極時に比べて小さくなっており、接合部の熱容量を下げることにより温度勾配を少なくすることに成功した。

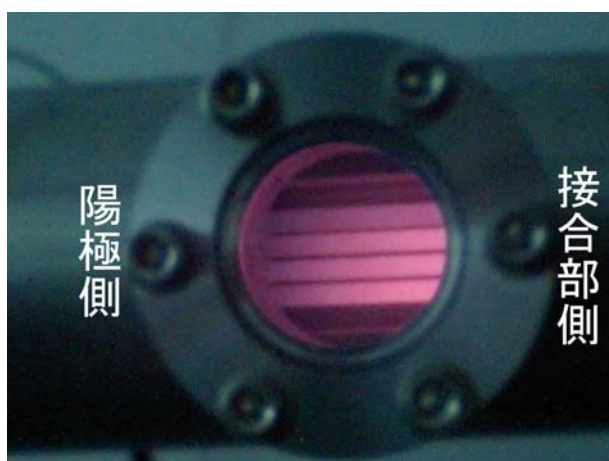


図. 4.2.12: LaB₆ 陰極加熱時の発光写真

プラズマ生成試験以降は、より真空容器に熱負荷がかかるため、図 4.2.9 のように LaB₆ 陰極の周囲を一部(温度測定のため)を除いてタンタル板で覆った。覆いが防熱の役割だけでなく熱の流出も防ぐため、プラズマ生成に必要な約 1500°C までの加熱に以前は 125 A の電流を必要としていたが、覆いをすることにより 115 A で目標の 1400°C まで加熱することができた。使用している LaB₆ は 1600°C 以上になると昇華するおそれがあるため、加熱は 115A まで行い、プラズマ点火後においては、プラズマの熱により陰極が加熱されるため、高密度プラズマ生成時、加熱電流を下げ、陰極の昇華を抑えることも考慮して実験する必要がある。

陽極付真空容器は、高熱流プラズマに耐えられるように水冷式の冷却機構を施してある。冷却には水温調節付きチラーポンプを用いている。チラーポンプ水冷チューブは磁場生成用コイル及びプラズマ終端部のエンドフランジにも接続されており、各部位の冷却を兼ねている。

4.2.7 空冷付駆動式試料台

本装置では、試料の温度コントロールが極めて重要である。そこで、本研究では、試料台として、空冷により温度調節可能な試料台を作成し、PS-DIBA に導入した。その概略図を図 4.2.13 に示す。

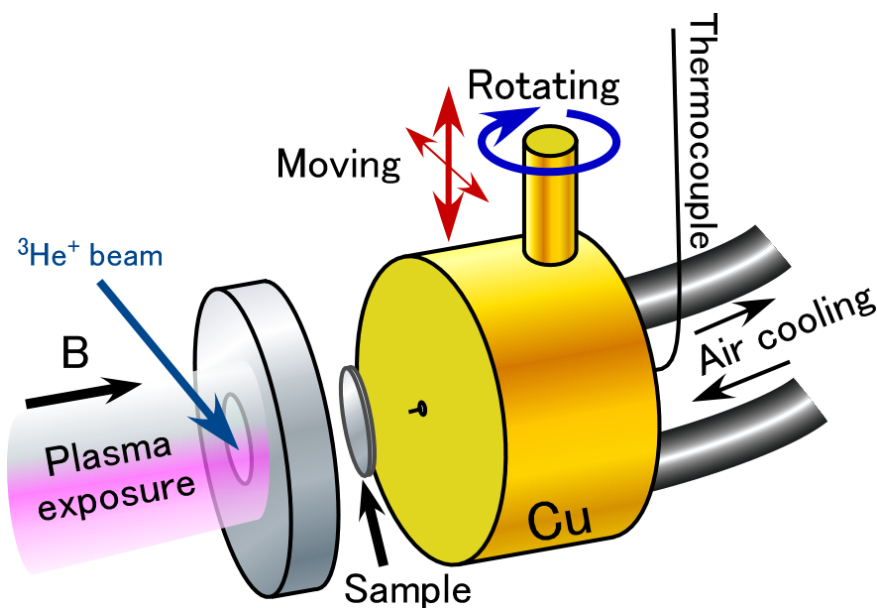


図. 4.2.13: 空冷式試料台概略図

図 4.2.13 に示されるように、銅製の台(φ40mm)に試料を設置し、Mo 製蓋によって台に取り付ける。銅台後方の穴から熱電対を接続し、試料裏面において温度を計測する。この銅台の中は空洞になっており、後方のチューブから空気を導入し、コンプレッサーによる空気流量調節により試料の冷却度合を調節し試料温度を精密にコントロールする。この試料台は、5 軸駆動マニピュレータに接続されており、上下左右ならびに回転することでイオンビーム照射位置の調整を行う。空冷用チューブはマニピュレータフランジの ICF34 接続のゲージポートに接続されている。銅製の台は、空冷チューブと溶接しており、チューブは絶縁用のガラスチューブで覆っている。このチューブはシールテープ及び針金で空冷チューブに巻かれている(図 4.2.14)。本試料台は、特に空冷を行うことを第一目的として開発されたため、試料台として大型となった。その結果、熱容量の増大による照射温度の低下やプラズマが試料台にて終端することによるプラズマ性能の劣化などが問題点として挙げられている。



図. 4.2.14: 空冷式試料台写真

4.3 イオンビーム解析環境の整備

プラズマ照射下でイオンビーム計測が可能な環境の実現にはいくつかの解決すべき課題が存在した。一つ目は、プラズマ放電時の低真空下における半導体検出器の動作環境の維持、第二にイオンビーム照射量のモニタリングである。

プラズマ照射時には放電用ガスを導入するためターゲット付近の真空度は ~ 1 Pa 程度に達する。この圧力下においては、イオンビーム計測用に導入する半導体検出器は放電を起し破損する恐れがある。さらに、高密度のプラズマ粒子負荷に晒されるため、検出器表面が劣化する可能性もある。このため、図 4.3.1 に示すように検出器とターゲットの間にマイラー膜(6 μm)、Al 膜(40nm)を設置した。

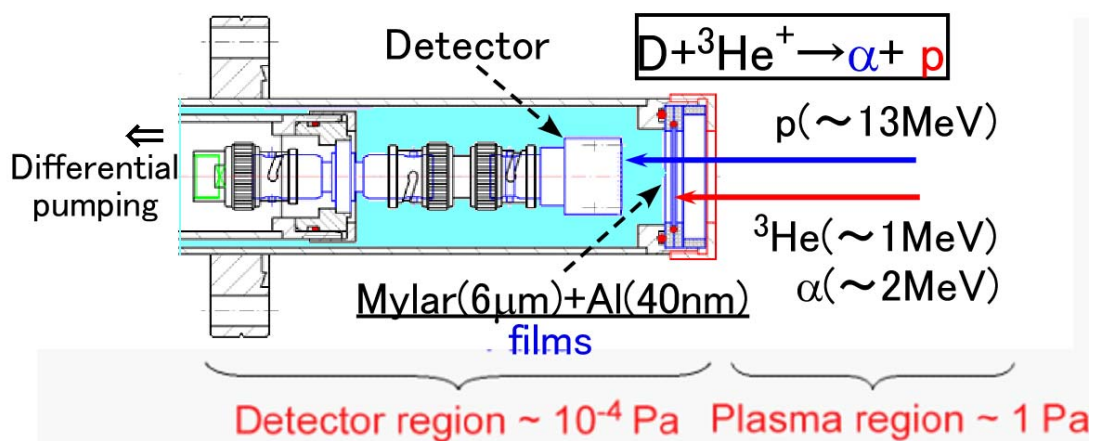


図. 4.3.1: 半導体検出容器概略図

図の右側は試料配置部であり、左の検出器側はマイラー膜を取り付けた容器に覆われており容器背面部からターボポンプで排気することで 10^{-4} Pa 程度の高真空状態が維持されている。また Al 膜によってプラズマ光を遮断し、またプラズマ粒子の流入を抑えることで、検出器の精度向上に貢献している。膜がない状態(a)では、核反応 $D(^3\text{He}, p)\alpha$ により生成された α 粒子及び W 表面を示す後方散乱された $^3\text{He}^+$ が検出されている。NRA においては、普通 α 粒子を計測することにより重水素吸蔵量を求めるが、マイラー膜を取り付けると図 4.3.2(b)のように2つの粒子は透過することができず検出が不可能となる。

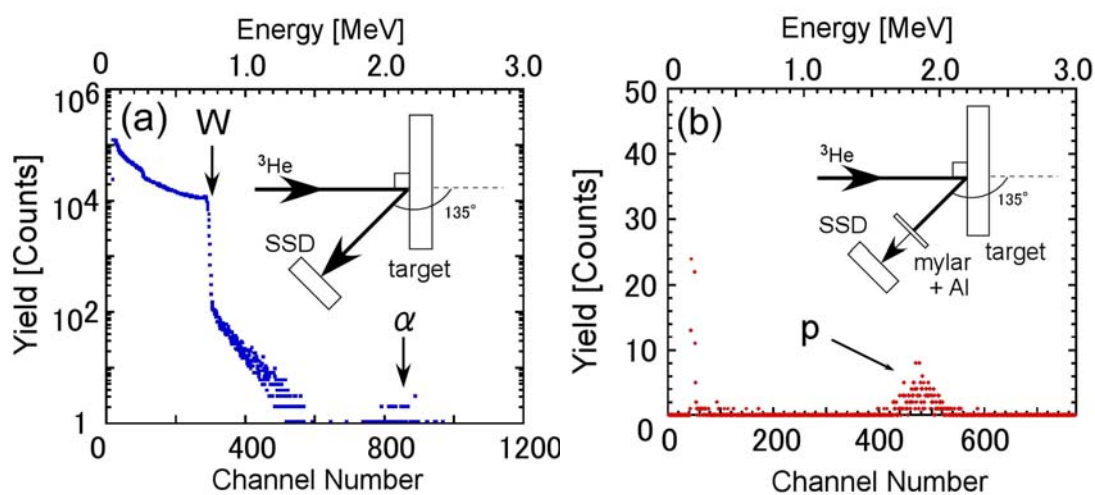


図. 4.3.2: 膜の有無による NRA 計測の差異

しかし、核反応によるもう一つの生成粒子であるプロトン(p)は高エネルギーで生成されるため膜を透過して検出器まで到達する。このプロトン粒子を検出することで重水素吸蔵量の測定が可能となる。

次に、イオンビーム解析を行う場合には、試料に入射したイオンビームの照射量を計測することが必要不可欠である。照射量計測は、イオンビームが試料に照射されたときに試料を流れる電流を計測することで算出される。しかし、ビーム電流は数 nA であり、プラズマ照射中、試料にはプラズマによる電流が数 mA 以上流れるため、ビーム電流の計測は不可能である。そこで、ビームラインにビーム照射量を計測するモニタリングシステムを構築することでこの問題を解決した (図 4.2.2 右上)。回転導入端子に取り付けた金(Au)をモーターで定常的に回転させて RBS を行う。ビーム計測時は、モニタで得られる RBS 収量とプラ

プラズマ未照射時のターゲットでのビーム照射量の比例係数を導出しておき、プラズマ照射時において、モニタでの RBS 収量をビーム照射量に較正している (図 4.3.3)。

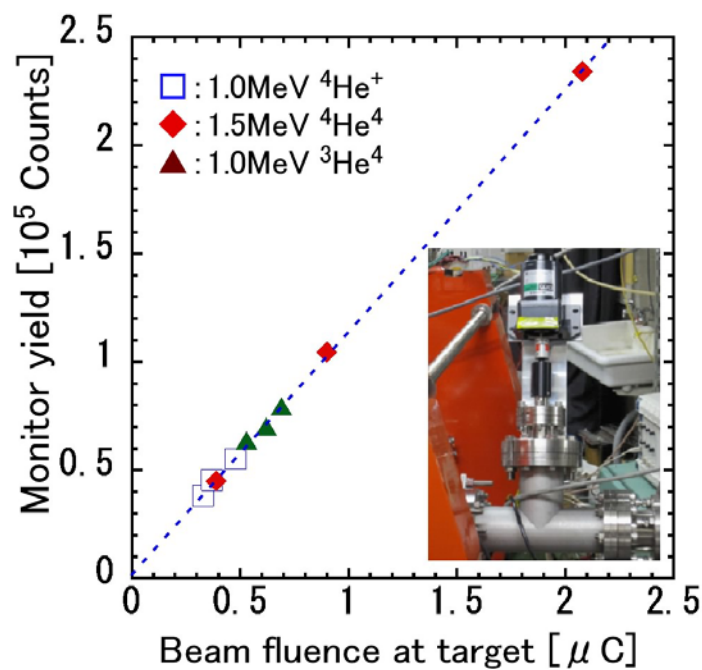


図. 4.3.3: モニタでの収量 - ビーム照射量依存性及びビームモニタ写真

図 4.3.3 に示されるように、RBS モニタ収量とビーム照射量は比例しており、その比例関係はビーム種及びエネルギーの変化に依存しない。この比例定数を用いて、RBS モニタ収量から実験におけるビーム照射量の較正を行う。

4.4 PS-DIBA のプラズマ性能

図 4.4.1-2 に開発した小型プラズマ源により生成した重水素及び軽水素、ヘリウムプラズマの電子密度 n_e , 電子温度 T_e 特性を示す。プラズマパラメータの計測は 4.2.5 節で説明したスキャニングプローブを用いて行った。図 4.4.1 は電子密度(a)・電子温度(b)の径方向分布を示している。このときの放電条件は、放電電力 P_d : 250 W、磁場 B : 10 mT、ガス圧 0.5 Pa である。このとき陽極径に相当する半値幅約 20 mm のプラズマ形成されていることが確認された。図 4.4.2 は放電電力依存性を示しており、プラズマの密度中心における電子密度(a)・温度分布(b)を計測した。

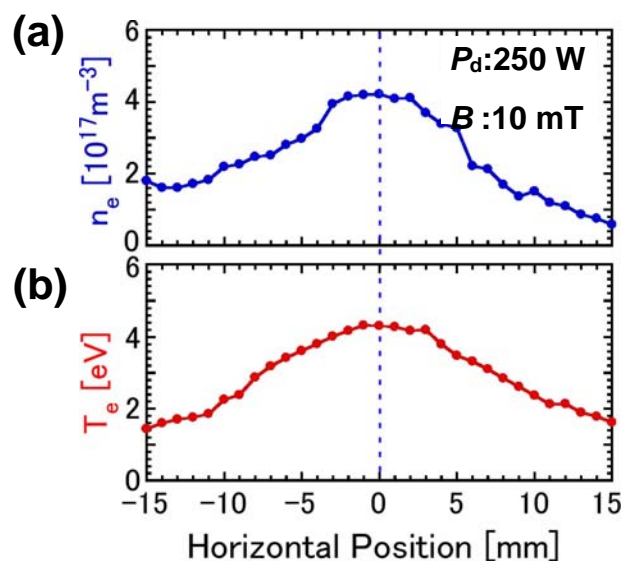


図. 4.4.1: 径方向の電子密度・電子温度依存性

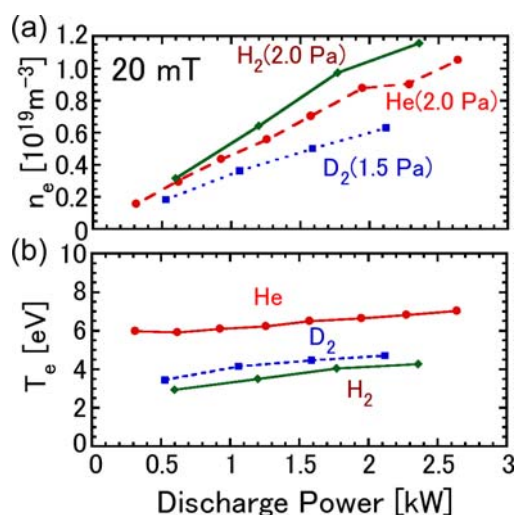


図. 4.4.2: 放電電力の電子密度・電子温度依存性

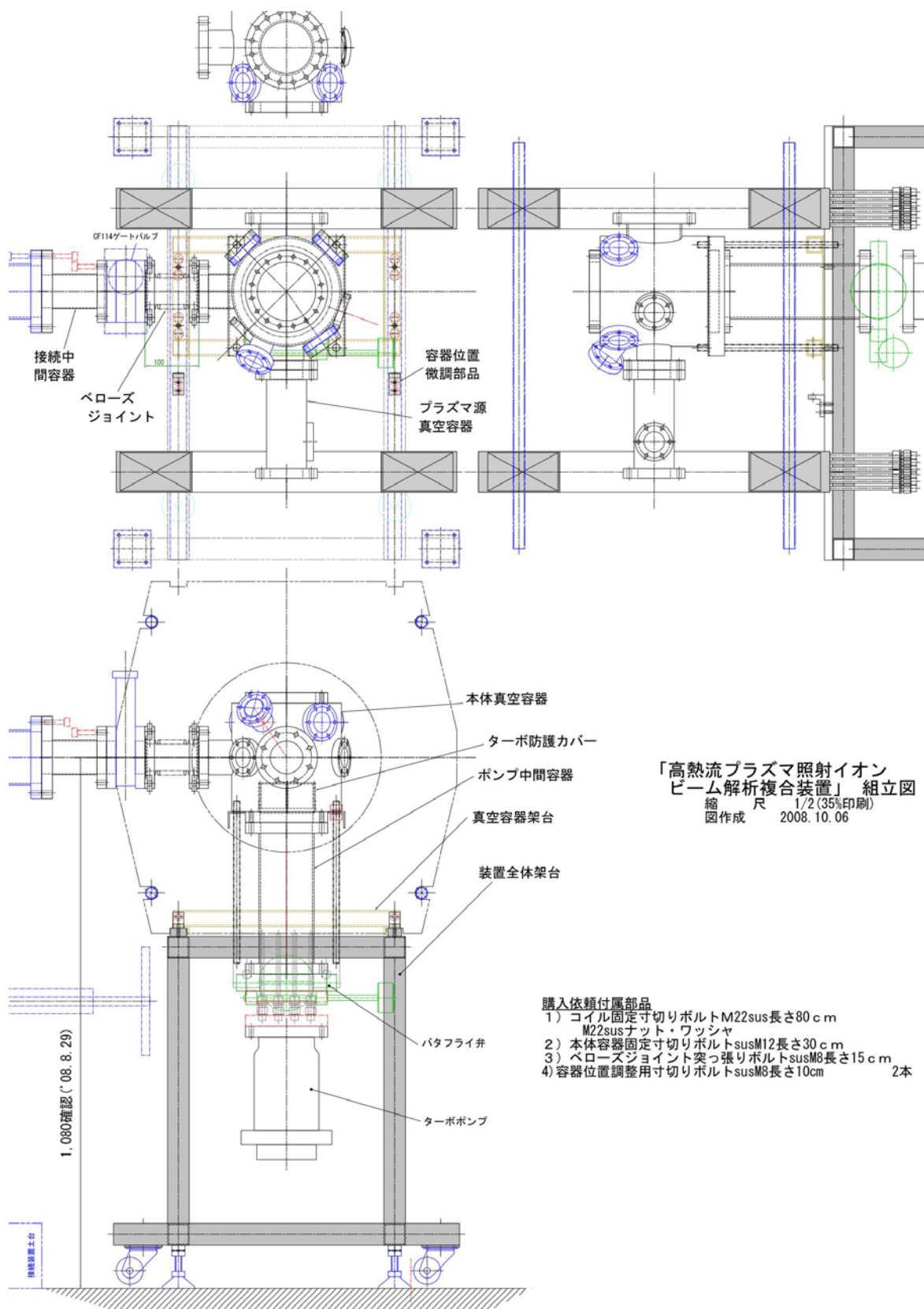
電子密度は放電電力にほぼ比例して増加しており、磁場を高めることによってより高い密度のプラズマが生成された。磁場 20 mT の特性において、電子密度はまだまだ上昇傾向にあり、現在は放電電源の定格電力に制限されており、より密度を高める余力があると考えている。電子温度に関しては、放電電力に対する依存性は弱く 5 eV 前後であった。放電電力約 1.8 kW で $5.0 \times 10^{18} \text{ m}^{-3}$ の高密度重水素プラズマの生成を実現した。軽水素およびヘリウムプラズマの場合においては 10^{19} m^{-3} を超える高密度プラズマの生成できることを確認した。

4.4 まとめ

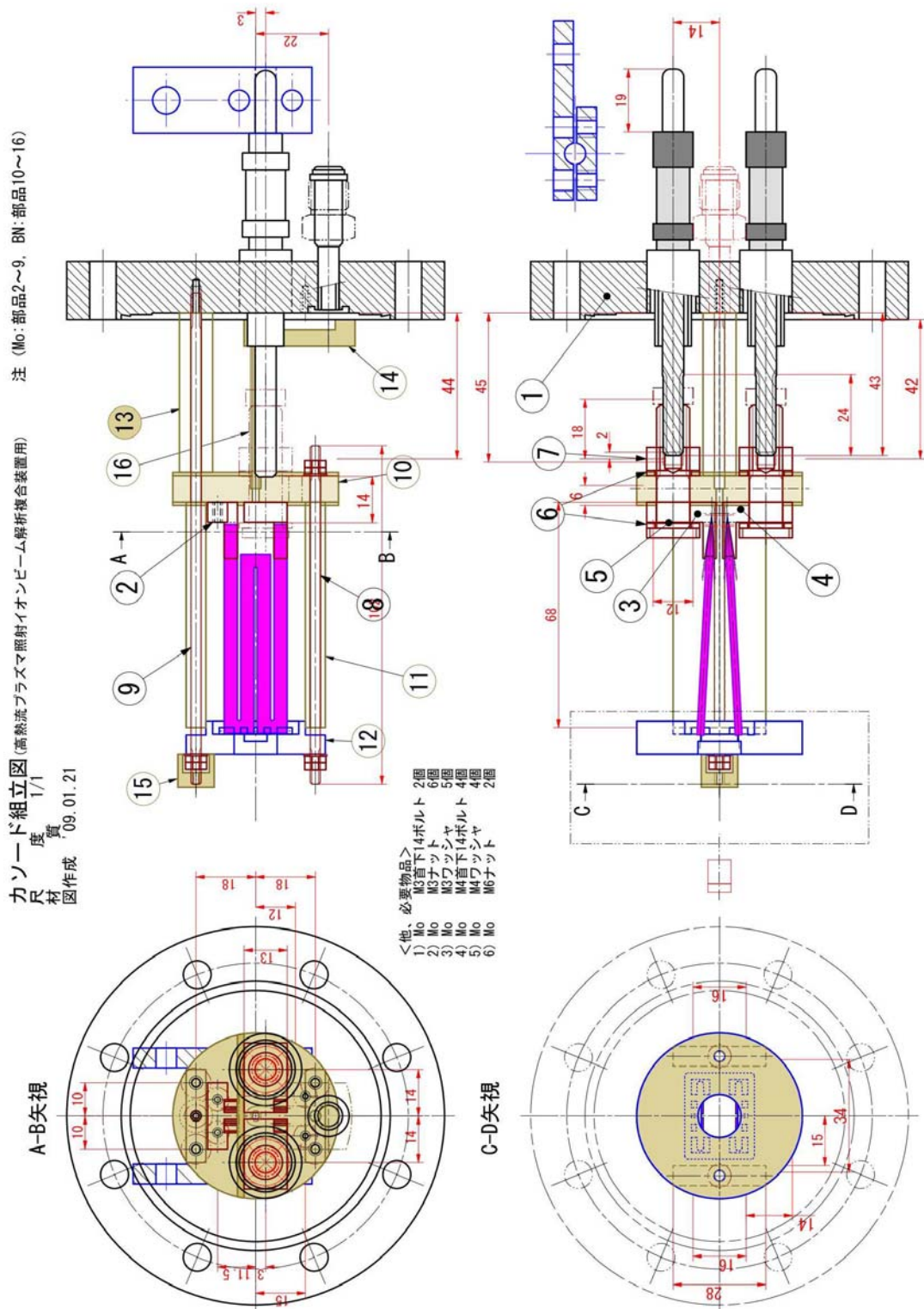
本章では、新たに開発した PS-DIBA 装置について説明した。真空容器、真空排気システム、ガス導入系、プラズマ計測系、放電部、磁場コイルについて記述し、本装置の特徴である小型 LaB₆ 陰極について詳細な説明を行った。本陰極は、陰極の抑え方を従来のボルト留めから BN による締め付けに変えたことにより、固定の不備などの懸念があったが問題なく使用に耐えうる構造であることがわかった。次に、イオンビームを用いたその場計測のための特徴的な真空容器、試料台の設計、真空差動排気システムについて説明した。本装置は、照射装置及びイオンビーム解析装置の双方の実験環境要件を満たす必要があるため、特徴的な設計が施されている。特に空冷付駆動式試料台は、イオンビーム解析に必要な微細な位置調整、ならびに温度調整用の空冷、熱電対が取り付けられている。プラズマ照射装置をイオンビーム解析環境に取り入れるため、その整備を行った。イオンビーム解析用半導体検出器の保護容器を作成し、プラズマ照射環境下での NRA 検出粒子の測定が可能となった。回転導入器と RBS 計測システムを複合したビームモニタをイオンビームラインに設置することで、プラズマ照射下におけるビーム照射量の測定に成功した。

次章では、本章で説明した新装置 PS-DIBA を用いた実験結果を示すとともに、シミュレーションなどのデータと比較しながら考察を行なっていく。

付録4.A プラズマ照射装置全体組立図



付録 4.C LaB₆ 製熱陰極フランジ設計図



第5章 PS-DIBA を用いた重水素吸蔵量その場計測

5.1 試料プローブを用いた重水素プラズマ照射中のその場計測

4.2.7 節で説明した空冷付駆動式試料台の開発が完了するまで、本装置において性能試験も兼ねて試料プローブを使い、直線導入器を使用して装置の真横から試料を導入しその場計測実験を行った。試料は第3章図 3.1 のようにプローブ棒の先に取り付けた。実験試料として ITER grade W 及び比較のため等方性黒鉛 (ETP-10) を用い、重水素プラズマを試料に照射し、プラズマ照射中及び照射後の重水素リテンション量の時間変化を NRA ($D(^3\text{He},p)\alpha$) によって計測した (図 5.1.1)。

等方性黒鉛 (ETP-10) への重水素プラズマ照射に関して照射時のパラメータは、放電電力 50 W、磁場 10 mT、ガス圧 0.48 Pa、照射時間 10800 s、試料表面温度 497 K、入射イオンエネルギー 17 eV、粒子束 $6.9 \times 10^{19} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$ 。NRA に用いたイオンビームのパラメータは、入射エネルギー 1.0 MeV、イオン種 $^3\text{He}^+$ 、ビーム電流 1~10 nA、計測間隔 1800 s である。イオンビームの飛程は、タングステンにおいて $1.2 \mu\text{m}$ 、等方性黒鉛において $2.5 \mu\text{m}$ となり、重水素吸蔵量はこの深さ方向の吸蔵量を積算して導出している。このとき、試料温度は試料への入射熱量と輻射熱のバランスから見積もった。プラズマ照射を開始すると、吸蔵量が大きく上昇し照射中の吸蔵量はほぼ変化せず一定の値を保っていた (図 5.1.1(a))。対してプラズマ照射を停止後は、プラズマ照射時から約 20% 減少しその後は時間経過により徐々に吸蔵量が減少していく様子が観察された。このプラズマ照射停止直後の吸蔵量の急激な変化は重水素の動的リテンション放出を示していると考えられる。その後の重水素吸蔵量の減衰時間は 31 h であった。

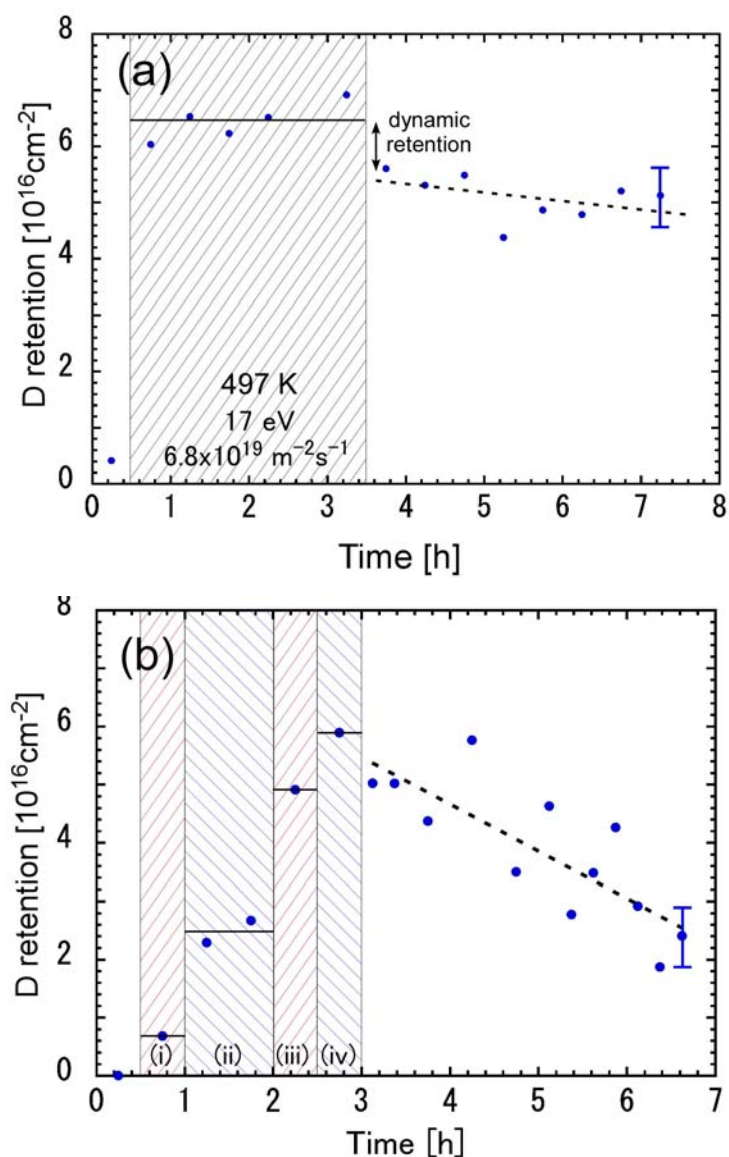


図. 5.1.1: (a)等方性黒鉛、(b)タングステン中の重水素吸蔵量時間変化[1]

次に ITER grade W の重水素吸蔵量の時間変化の結果を示す (図 5.1.1 (b))。この試料への重水素プラズマ照射に関して、放電電力及び試料バイアスを変化させることにより、照射プラズマパラメータを変化させて実験を行った。このときのパラメータは、放電電力 50, 250 W、磁場 100 G、ガス圧 0.48 Pa、照射時間 9000 s であり、試料表面温度 T_s 、入射イオンエネルギー E_i 、粒子束 Γ_i はそれぞれ、(i): $T_s = 1000 \text{ K}$, $E_i = 28 \text{ eV}$, $\Gamma_i = 2.9 \times 10^{20} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$, (ii): $T_s = 900 \text{ K}$, $E_i = 17 \text{ eV}$, $\Gamma_i = 2.9 \times 10^{20} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$, (iii): $T_s = 600 \text{ K}$, $E_i = 28 \text{ eV}$, $\Gamma_i = 6.8 \times 10^{19} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$, (iv) $T_s = 568 \text{ K}$, $E_i = 17 \text{ eV}$, $\Gamma_i = 6.8 \times 10^{19} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ である。試料表面温度に関して、(i)(ii)においては放射温

度計によって測定し、(iii)(iv)では炭素試料のとき同様見積もった値を示している。解析に用いたイオンビームのパラメータは炭素試料計測時と同じである。

図 5.1.1(b)(i)-(iv)から、重水素吸蔵量が照射プラズマのコンディションに大きく依存して変化していることが分かる。照射中の入射イオンエネルギーは 20~30 eV で変化させているが、吸蔵量への影響は小さいと考えられる。さらにプラズマ粒子束が減少しているにも関わらず吸蔵量は逆に増加している。入射イオンエネルギーや粒子束の変化に伴い試料温度が変化しており、以上の結果から吸蔵量は試料温度に強く依存していることが推察される。このような結果は静的な環境下ではあるが、過去の研究成果とも一致している[2]。このことから、吸蔵量計測において粒子束依存性などを調査する場合には試料温度の制御が特に重要であると考えられるが、今回の実験では低温領域 (>700 K) での試料温度計測が出来ておらず、熱量の入出量のバランスから見積もることで試料温度を導出しているため、正確な試料温度の計測が出来ていない。さらに、照射プラズマパラメータを変化させることで試料温度の制御を行っている。このことからダイバータ領域のプラズマを模擬するためには、新たに冷却機構を備え低温領域の計測が可能な試料台の作成が必要不可欠であることが再認識された。プラズマ照射停止後は、徐々に重水素吸蔵量が減少し、その減衰時間は 4 h であった。この値は炭素試料と比べて 8 倍ほど速い。さらに、粉末焼結 W に対して同様の実験を行ったところ、減衰時間は 40 h となった。以上の結果から、材料によってプラズマ照射停止後の重水素吸蔵量の減少速度に差が生じていると考えられる。ITER grade W は他 2 種の試料と異なり、試料表面に対して垂直方向に層を持つ結晶構造を有しており、試料内部に侵入した重水素原子が層方向に動きやすく、そのために試料から早く放出されることによって減衰時間が短くなったのではないかと考えられる。このように、試料の材質、または製造法によって吸蔵量の減衰時間が異なる場合があるため、プラズマ照射から長時間が経過した試料の吸蔵量測定に関して注意しなければならない。

5.2 空冷付試料台を用いた重水素プラズマ照射中のその場計測

前節では試料プローブを用いたその場計測結果について記述した。その結果、試料内部の重水素吸蔵量は少しの温度変化に大きく影響を受けていることが判

明した。つまり水素吸蔵量計測実験において、試料温度の制御を精密に行うことが極めて重要であるということである。本装置にて使用する新試料台は、試料背部において熱電対による温度計測を行い、その温度によって空冷の流入空気量を調節し温度を数 K 単位でコントロールすることが可能であり、水素吸蔵量を精密に計測する環境としては最適である。本節では、可動式空冷付試料台を用いて行ったその場計測結果を、ITER grade タングステン、等方性黒鉛(ETU-10) それぞれについて説明する。本実験に使用したイオンビームは、前節同様に 1.0 MeV の He^3 のイオンを用いており、プラズマは、粒子束を一定とした状態で実験を行った。入射イオンエネルギーは 10-30 eV となっている。つまり、本試料台を用いた実験においても、イオンビームの飛程が、タングステンにおいて 1.2 μm 、等方性黒鉛において 2.5 μm となり、重水素吸蔵量も深さ方向の吸蔵量を積算している。

5.2.1 等方性黒鉛における重水素プラズマ照射中のその場計測

試料に対して重水素プラズマを照射し、そのときの試料内部の重水素吸蔵量の時間経過を図 5.2.1 に示す。斜線部の時間帯において重水素プラズマを照射し、その間の試料温度は維持されるように空冷によって調節した。まず始めに、試料温度を 550K で維持し NRA によりその間の重水素吸蔵量を測定した。その後、プラズマ粒子束を下げて試料バイアスを空間電位より正にすることによって、試料へのプラズマイオンの流入を防ぐとともに、電子による加熱により試料温度の一定に保った。斜線部の吸蔵量を N_i :Total retention (トータルの吸蔵量)、照射停止後の吸蔵量を N_s :Static retention (静的吸蔵量)、その前後で減少した量を N_d :Dynamic retention (動的吸蔵量)として表記する。解析に用いるイオンビームの性能は前節と同様の、プラズマ粒子束を $\Gamma_D = 1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、 $0.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、 $0.5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ と変化させて実験を行い吸蔵量の比較を行った。試料温度を 550K から 50K ごと段階的に下げていき、低粒子束照射実験において最小で 350K までの重水素吸蔵量を測定した。このような実験を粒子束 $\Gamma_D = 1.2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ の他、 $0.7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、 $0.4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ のプラズマにおいても同様に行った。図 5.2.2 は図 5.2.1 の斜線部の吸蔵量推移を細かく示したものであり、プラズマ照射停止のタイミングは、図のように吸蔵量が飽和したところで行っている。

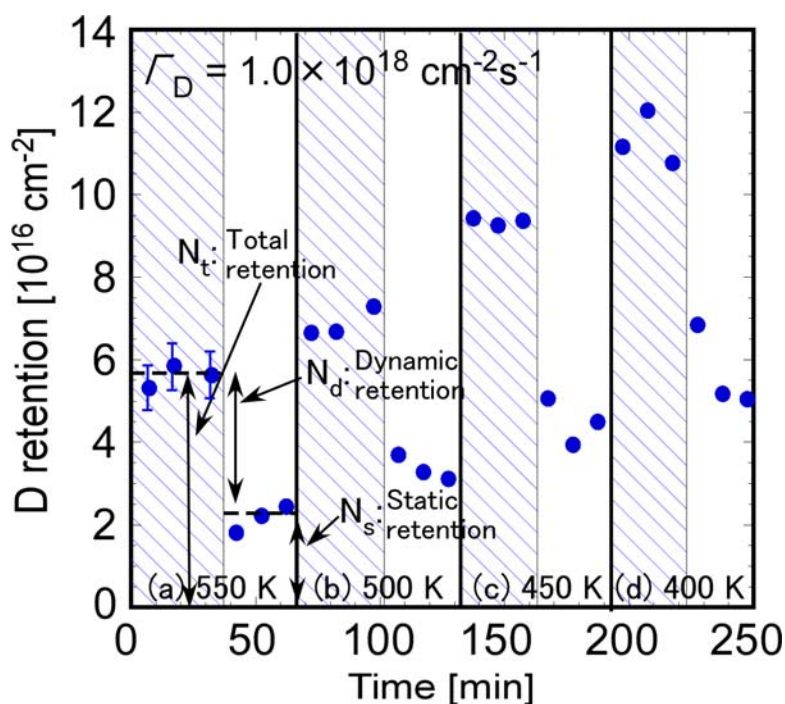


図. 5.2.1: 等方性黒鉛の重水素吸蔵量時間変化[3]

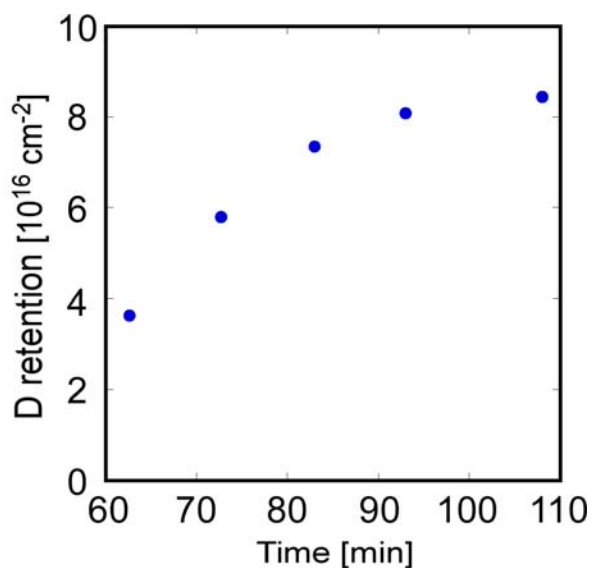


図. 5.2.2: プラズマ照射中の吸蔵量飽和(500 K)

図 5.2.1 より、プラズマ照射を停止すると同時に吸蔵量が大きく減少する様子が観察された。この前後で試料温度を維持し続けているため、プラズマ照射停止直後に内部を流動していた動的な水素粒子が拡散し、表面に達した粒子が再結合によって放出されていったと考えられる。試料温度を減少させていくと、

N_t 及び N_s の両者において吸蔵量が増加する様子が確認されている。これを温度をパラメータとして各粒子束の N_t , N_s を図 5.2.3 に示す。さらに N_d についても図 5.2.4 に示す。

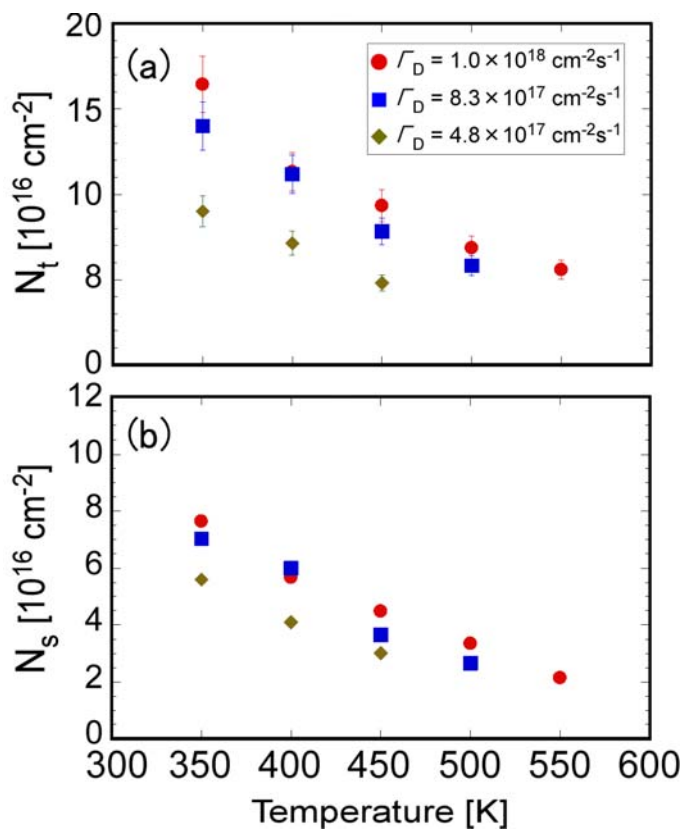


図. 5.2.3: プラズマ照射及び停止時の重水素吸蔵量

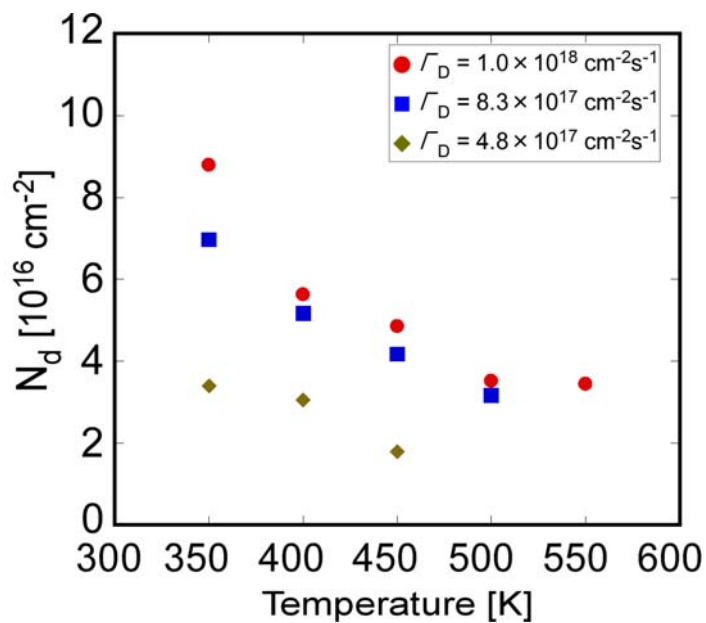


図. 5.2.4: 動的重水素吸蔵量の比較

図 5.2.3 より粒子束が減少するにつれ吸蔵量も減少していることが分かる。図 5.2.4 よりどの試料温度においても N_d 、つまり照射停止後の大幅な吸蔵量の減少が確認された。実験結果より N_d においても試料温度に対する依存性は N_t, N_s 同様に存在することがわかった。次に、プラズマ粒子束に対する N_d を試料温度ごとにプロットしたものを図 5.2.5 に示す。

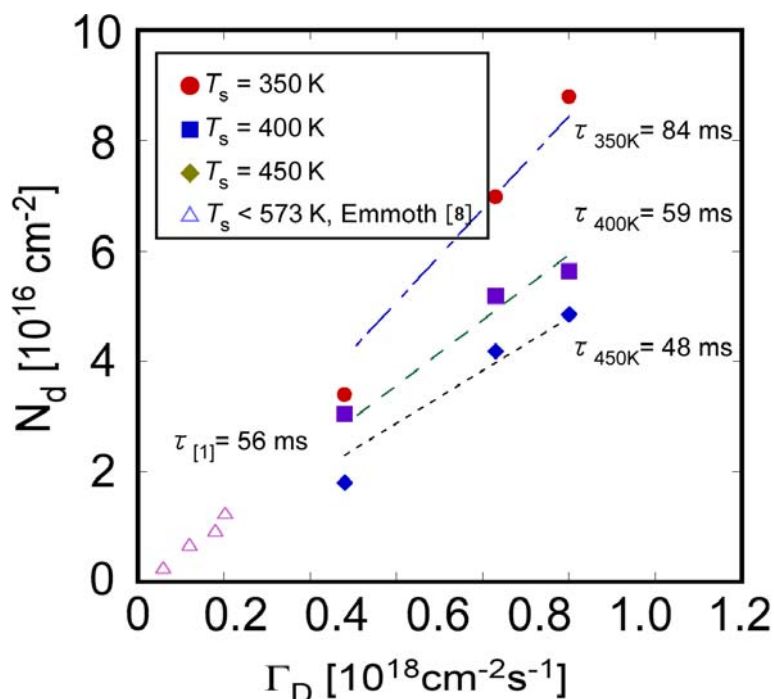


図. 5.2.5: 吸蔵された重水素粒子の放出時間

図 5.2.5 より、 N_d はプラズマ粒子束に対してほぼ比例していることが分かる。三角形の記号のは Emmoth の実験結果[4]を示している。図 5.2.1 において、各計測点の間隔は 600 秒であることから、動的な重水素粒子の放出はこの時間よりも短いことが分かる。Emmoth は式(5.1.1)を用いてその放出時間が 56 ms であると見積もっている。

$$\frac{dN_d}{dt} = \Gamma_D - \frac{N_d}{\tau}, \quad (5.2.1)$$

本実験においても上記の式を用いて見積もったところ、それぞれの放出時間は $\tau = 84$ ms (350K), 59 ms (400K), 48 ms (450K)であった。次世代核融合装置において、プラズマ対向材料が ELM のような間欠的熱負荷に曝された場合、動的リテンションや壁からの放出が問題となってくる。その場合に安定したプラズマを

維持するためには、この τ でのタイムスケールで燃料粒子を制御する必要があるということをこの実験結果は示唆している。

5.2.2 タングステンにおける重水素プラズマ照射中のその場計測

等方性黒鉛と同様にして ITER grade タングステンにおいて実施した。その結果を図 5.2.6 に示す。試料温度を 550K から 400K までの範囲で重水素吸蔵量を計測した。試料温度は、電子加熱と空冷によって制御している。5.2.1 節同様に、斜線部の吸蔵量を N_t :Total retention(トータルの吸蔵量)、照射停止後の吸蔵量を N_s :Static retention(静的吸蔵量)、その前後で減少した量を N_d :Dynamic retention(動的吸蔵量)として表記する。イオンビームの性能は前節同様にしており、プラズマ粒子束を $\Gamma_D = 1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}, 0.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}, 0.4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ と変化させて実験を行い吸蔵量の比較を行った。

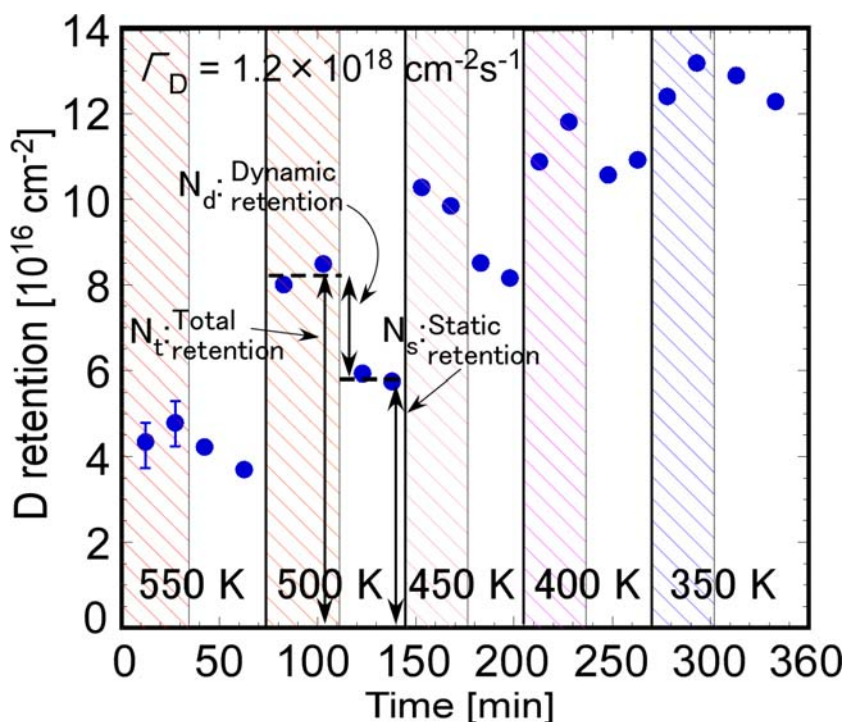


図. 5.2.6: タングステンの重水素吸蔵量時間変化

試料温度を 550K から 50K ごと段階的に下げていき、350K までの重水素吸蔵量を測定した。このような実験を粒子束 $\Gamma_D = 1.2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ の他、 $0.7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、

$0.4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ のプラズマにおいても同様に行っている。プラズマ照射停止のタイミングは、等方性黒鉛と同様図 5.2.2 のように吸蔵量が飽和したところで行っている。図 5.2.1 と比較すると明らかなように、プラズマ照射停止後の吸蔵量の減衰がほとんどみられなかった。とくに低温時においては、その差はほぼ誤差である。以上の実験結果について、 N_t , N_s , N_d をそれぞれの粒子束において各試料温度に対する吸蔵量を比較したものを図 5.2.7、図 5.2.8 に示す。

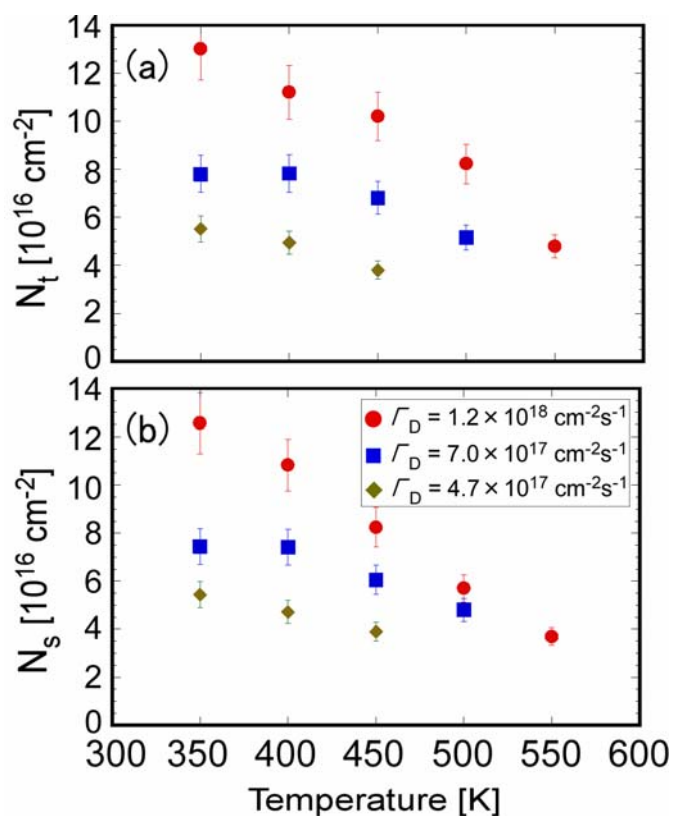


図. 5.2.7: プラズマ照射及び停止時の重水素吸蔵量

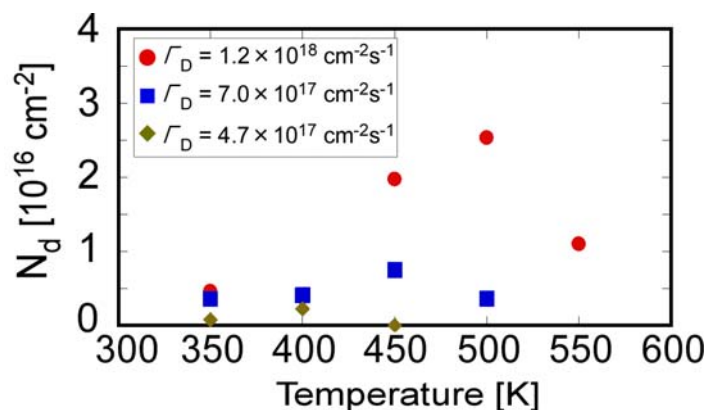


図. 5.2.8: 動的重水素吸蔵量の比較

N_t, N_s においては、粒子束の増加に伴い吸蔵量が増加している様子が見られる。この傾向は、等方性黒鉛においても見られている。この結果の粒子束が増大すると静的吸蔵量 N_s が増加するという事は、試料内部のトラップサイト(ポテンシャル)に捕捉された粒子の数が増加している可能性が高い。つまり、低粒子束では、試料内部のトラップサイト全てに粒子が捕捉されず、粒子束の増加によって、捕捉粒子が増大することが考えられる。または、照射するプラズマ粒子束増加のため、トラップサイトの数が増えたためその補足された粒子の数が増えた可能性もある。今回の実験では、プラズマ照射停止前に吸蔵量の飽和を待っているため、おそらく後者のトラップサイト増大が吸蔵量に影響を与えていると思われる。さらに、450K 以上の高温領域のプラズマ照射において N_d が増加する傾向がみられた。これは、試料温度が上昇することによって材料の拡散係数が増加し、照射停止後も温度が維持されていることから、プラズマ照射停止後材料から吸蔵されている粒子が多く放出されたと考えられる。このような高粒子束でのタングステンにおける動的吸蔵量データは未だ得られておらず、この結果はリテンション現象の解明に重大なインパクトを与える可能性がある。さらにタングステンと等方性黒鉛の N_s, N_d を比較したグラフを図5.2.9に示す。

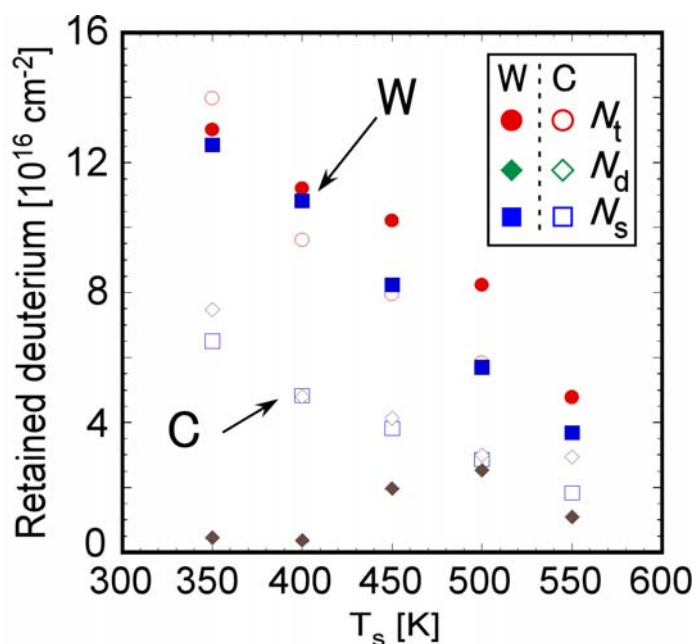


図. 5.2.9: タングステンと等方性黒鉛の吸蔵量比較

さらにタングステンと等方性黒鉛の N_t 、 N_s 、 N_d を比較したグラフを図 5.2.9 に示す。図から、 N_t 、 N_s においては、等方性黒鉛と比較してタングステンの方が吸蔵量が高くなるという結果が得られた。この結果は、過去の研究と異なっている[5]。本研究では、プラズマ照射停止後の NRA による計測間隔は 30 分行っている。しかし、5.1 節でも紹介したように、試料の NRA の飛程内の吸蔵量は時間経過とともに徐々に減少する様子が観察されている。しかもその減衰時間は等方性黒鉛の方が長いという結果から、この 30 分という計測時間の間においては、吸蔵量の減少が進む過渡的な状況であると考えられ、長時間放置後ではまた異なった結果が得られる可能性がある。また、本研究の吸蔵量計測は、タングステンで 1.2 μm 、等方性黒鉛で 2.5 μm の深さ方向の積分値を用いている。照射停止後において、試料深部より拡散してきた重水素粒子が NRA の計測領域に流入し、吸蔵量の低下を和らげる効果をもたらしている可能性も考えられる。その結果拡散係数の大きいタングステンでは吸蔵量の減少が抑えられる。いずれにしても今後プラズマ照射停止後長時間の計測を行い、吸蔵量の時間経過を比較することが重要である。次節では、吸蔵現象に大きく影響する材料の拡散係数及び再結合係数を本実験結果と比較しながら導出を試みる。

5.3 TMAP7[6]を用いた拡散係数・再結合係数の導出

TMAP7 は、照射粒子を及び標的試料を任意に設定し、試料内部における照射粒子の吸蔵量を時間スケールでのシミュレーションが可能なコードである。

本研究では、TMAP7 を用いて、照射粒子として重水素、標的試料としてタングステン、及び等方性黒鉛を指定しシミュレーションを行った。その際に、各材料の拡散係数、再結合係数、溶解係数、解離係数、比熱容量、熱伝導率、熱拡散率を入力しておく必要がある。標準ファイルとしてタングステンのデータが入力されているが、他の試料をシミュレーションする場合は、これらのデータが必要である。付録 5.A にタングステンに対する入力データを載せる。また、吸蔵量の変化に際して、拡散係数及び再結合係数以外のパラメータは、無視できるほどに小さいので、本研究ではこの 2 者のパラメータを変化させて実験と比較することにする。図 5.3.1 及び図 5.3.2 に拡散係数、再結合係数を変化させた時の吸蔵量(試料温度:500K)の変動について表したものを示す。

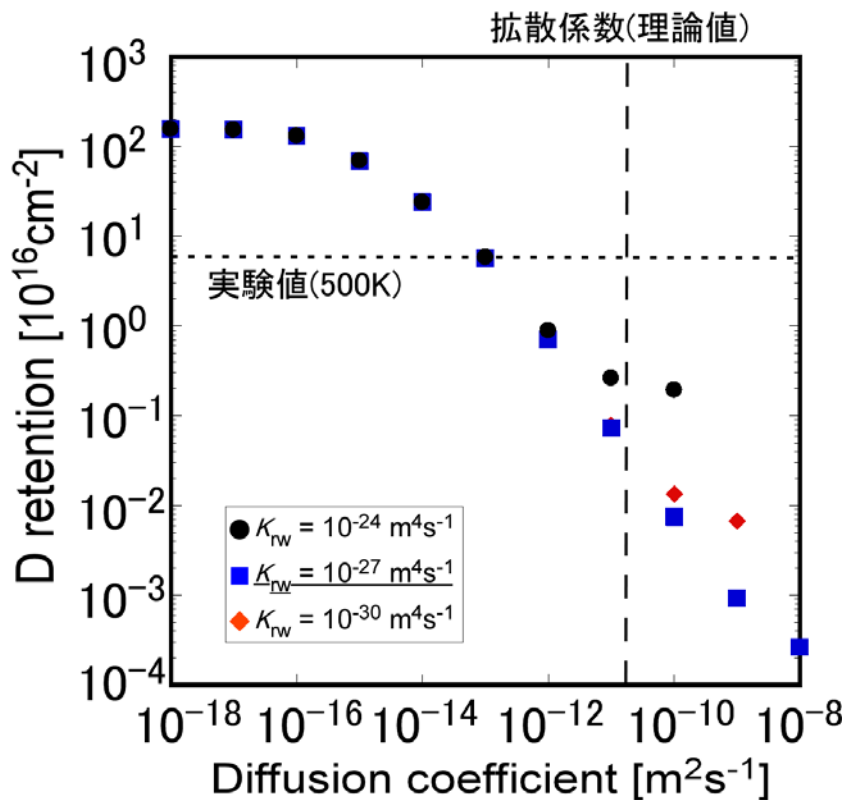


図. 5.3.1: タングステンにおけるシミュレーション結果(500K)

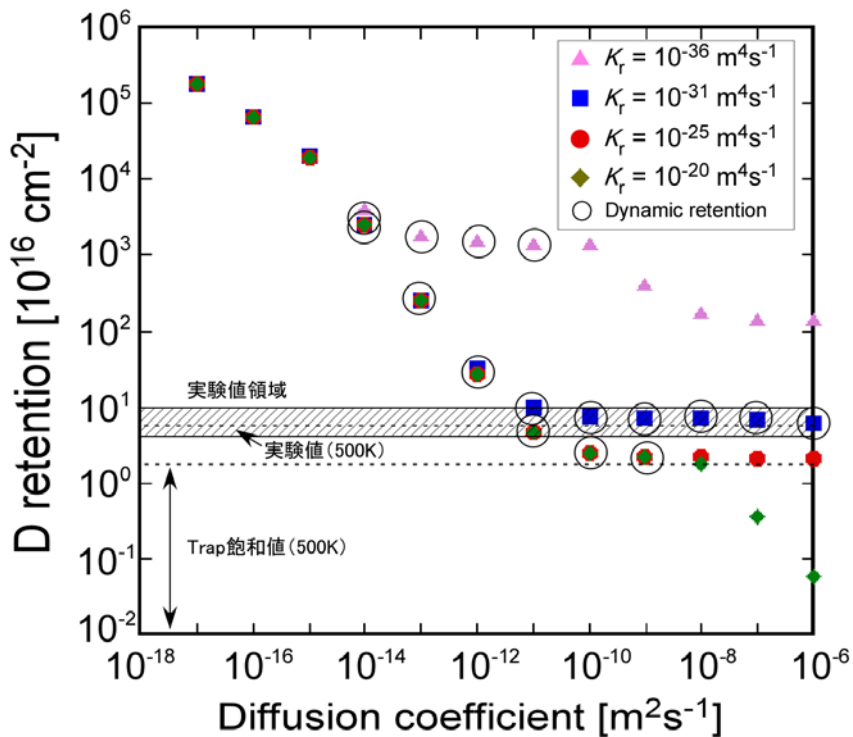


図. 5.3.2: 等方性黒鉛におけるシミュレーション結果(500K)

タングステンの拡散係数として実験によって得られている値は、 $\sim 10^{-11} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ (点線部)[5]、再結合係数については $\sim 10^{-27} \text{ m}^4\text{s}^{-1}$ (点線部)[7]である。対して、等方性黒鉛では、拡散・再結合係数は、それぞれ $\sim 10^{-13} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$, $\sim 10^{-27} \text{ m}^4\text{s}^{-1}$ [8]である。タングステンにおいては、本実験における拡散係数($\sim 10^{-13} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$)は理論値と比べ3桁程度小さく評価されていることがわかった。また実験値付近において、再結合係数はほとんど吸蔵量に寄与していないことがわかる。つまり、本領域において拡散速度のみによって、吸蔵量が大きく変化するということが考えられる。その結果、再結合が吸蔵量の変化にほとんど影響せず動的吸蔵量 N_d がほとんど計測できなかつたと考えられる。また図 5.3.2 より等方性黒鉛においては、実験値をシミュレーションすると、拡散係数($\sim 10^{-11} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$)、再結合係数($\sim 10^{-31} \text{ m}^4\text{s}^{-1}$)ともに理論値よりも大きくなるという結果が得られた。この結果と前節の放出時間を考えると、イオンビームの飛程が $2.5 \mu\text{m}$ であることを考慮して、プラズマ照射停止後に吸蔵量が 5 割程度減少することから、拡散係数の式を近似すると

$$D=1.3 \times 10^{-9} \exp(-0.08/kT), \quad (5.3.1)$$

が得られる。

また、再結合係数は次のように求められる。

$$K_r=7.4 \times 10^{-30} \exp(-0.15/kT), \quad (5.3.2)$$

以上のように実験結果とシミュレーションを比較することにより、試料の拡散係数や再結合係数を見積もることができる。

5.6 まとめ

新しく開発した高熱流プラズマ照射イオンビーム解析その場計測装置 PS-DIBA を用いて陰極の加熱試験及び重水素吸蔵量その場計測実験を行った。旧試料台及び新試料台双方において実験を行いタングステンと等方性黒鉛それぞれにおいて吸蔵量の比較を行った。試料温度依存性は両者とも同様の結果が得られたが、プラズマ照射停止後の吸蔵量の減少に関しては、タングステンではほとんど見られず、等方性黒鉛の方において顕著に見られる結果となった。また停止後の吸蔵量減少量はタングステンの方が速く、過去の静的吸蔵量におけるタングステンの低水素吸蔵という特徴を示す結果が得られた。また TMAP7 を用いたシミュレーションを行い実験結果と比較することにより拡散係数や再

結合係数の見積りを行った。本研究では、実験データとして動的リテンションが明確に計測できた等方性黒鉛においてのみ導出する結果となったが、より高温での実験を行うことによりタングステンにおいても同様の拡散・再結合係数の導出を行うことが今後の課題である。さらに、SUS など拡散の遅い試料を用いることにより、タングステンと同様にして金属試料での動的吸蔵量の明確な実験データを新たに計測する必要がある。

付録 5.A TMAP7 インプットファイル(タングステン)

title input

Deuterium implantation at 350K.

no damage

end of title input

\$ -----

main input

\$ -----

dspcnme=d,end

espcnme=d2,end

segnds=12,12,end

nbrencl=1,end

linksegs=1,2,end

end of main input

\$ -----

enclosure input

\$ -----

start bdry,1,end

etemp=const,350.0,end

esppres=d2,1.0,end

end of enclosure input

\$ -----

thermal input

\$ -----

start thermseg,end

delx=0.0,10*1.0e-9,0.0,end

tempd=12*350.0,end

tcon=equ,4,end

rhocp=equ,5,end

```

hsrc=const,0.0,srcpf,12*0.0,end
htrbcl=stemp,tabl,1,end
htrbcr=link,end
hgap=const,1.0e9,end
$
start thermseg,end
delx=0.0,10*1.194e-7,0.0,end
tempd=12*350.0,end
tcon=equ,4,end
rhocp=equ,5,end
hsrc=const,0.0,srcpf,12*0.0,end
htrbcl=link,end
htrbcr=stemp,tabl,1,end
end of thermal input
$ -----
diffusion input
$ -----
start diffseg,end
nbrden=6.28e28,end
concd=d,const,1.0e-10,end
$trapping=ttyp,1,tconc,const,0.014,tspc,d,alphr,equ,7
$          alpht,equ,8,ctrap,const,0.0,end
dcoef=d,equ,1,end
qstrdr=d,const,0.0,end
srcsd=d,tabl,2,srcpf,norm,1.0,0.21e-9,0.06e-9,0.0,end
difbcl=ratedep,encl,1,spc,d
          exch,d2,ksubd,equ,2,d,ksubr,equ,3,end
difbcr=link,d,solcon,equ,6,end
surfa=3.1e-4,end
$

```

```

start diffseg,end
nbrden=6.28e28,end
concd=d,const,1.0e-10,end
$trapping=ttyp,1,tconc,const,0.014,tspc,d,alphr,equ,7
$          alpht,equ,8,ctrap,const,0.0,end
dcoef=d,equ,1,end
qstrdr=d,const,0.0,end
srcsd=d,const,0.0,srcpf,12*0.0,end
difbcl=link,d,solcon,equ,6,end
difbcr=ratedep,encl,1,
    spc,d,
        exch,d2,ksubd,equ,2,d,ksubr,equ,3,end
surfa=3.1e-4,end
end of diffusion input
$ -----
equation input
$ -----
$ eq.1. Diffusion coefficient for D (m2/s)
y=2.9e-12*exp(-0.99/8.629e-5/temp),end
$ eq.2 Dissociation coefficient for D2
y=1.09e34*exp(-3.24/8.629e-5/temp),end
$ eq.3 Recombination coefficient for D2 (m4/s)
y=3.2e-15*exp(-1.16/8.629e-5/temp),end
$ eq.4 Thermal conductivity (W/m-K)
y=163.0-0.0739*temp+2.89e-5*temp**2-4.3e-9*temp**3,end
$ eq.5 Rho Cp (J/m3K)
y=(1930.-.0388*temp)*(131.+0.0226*temp-5.73e-6*temp**2+3.69e-9
    *temp**3),end
$ eq.6 Hydrogen solubility in tungsten (1/m3-Pa^1/2)
y=1.83e24*exp(-1.04/8.625e-5/temp),end

```



```

$ eq.7 Alphr for h in tungsten (1/s)
y=1.0e13*exp(-0.39/8.625e-5/temp),end
$ eq.8 Alphr for h in tungsten (1/s)
y=2.89e12*exp(-0.39/8.625e-5/temp),end
end of equation input
$ -----
table input
$ -----
$ table 1. Sample temperature history (K)
0.0,350.0,
5400.0,350.0,end
$ table 2. Implant flux history (D+/m2/s)
0.0,0.6e22,
3600.0,0.6e22,
3601.0,0.0,
5400.0,0.0,end
end of table input
$ -----
control input
$ -----
time=0.0,end
tstep=1.0,end
timend=5400.0,end
nprint=100,end
itermx=10000,end
delcmx=1.0e-7,end
bump=1.0e-2,end
bound=2.0,end
omega=1.3,end
damp=0.7,end

```

```
end of control input
$ -----
plot input
$ -----
nplot=1,end
plotseg=2,end
plotencl=1,end
dname=d,end
ename=d2,end
dplot=stemp,sconc,moblinv,sflux,trapinv,end
eplot=press,conv,diff,etemp,end
end of plot input
$
end of data
```

第5章 参考文献

- [1] M. Yamagiwa et al., *Physica Scripta*, **T145** (2011) 014032
- [2] Shu W M, Isobe K and Yamanishi T, *Fusion Eng. Des.* **83** (2008) 1044–8.
- [3] Y. Nakamura et al., to be published in *Journal of Nuclear Materials*.
- [4] B. Emmoth *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **241-243** (1997) 1022-1025.
- [5] Y. Ueda, 10th ISFNT 2011.
- [6] G.R. Longhurst et al., *TMAP User's Manual*, EFF-FSP 10315, INEEL (1992).
- [7] I. Takagi, *J. Nucl. Mater.* **417** (2011) 564-567.
- [8] 森田健治「黒鉛中の水素同位体の挙動と動的リサイクリングモデルおよび関連する拡散係数・再結合係数データベース <http://ci.nii.ac.jp/naid/10007761609>

第6章 総括

6.1 本研究のまとめ

第1章では、初めに現在のエネルギー事情、新エネルギー源に関する見解と核融合発電開発の位置付けについて述べた。特に現在主流となっている磁場閉じ込め核融合の概念やスクレイプ・オフ層及びダイバータを含む境界領域中の主要な要素について述べた後、プラズマ対向材料における様々な損傷についてまとめた。特にヘリウムプラズマ照射によって生じるヘリウムバブル・ホールや、水素同位体プラズマ照射による吸蔵現象について紹介した。次に水素同位体吸蔵現象の実験研究についてプラズマ照射環境下その場計測が可能な装置について重要な実験的知見について参照した。さらに材料表面損傷や水素同位体吸蔵現象において未解明、あるいは検証の乏しい研究課題について挙げた後、本研究の目的と意義を記した。

第2章では、プラズマ対向材料で生じる種々の現象についてまとめ、さらにその場計測装置で水素同位体吸蔵現象の解析に用いる、イオンビーム解析法、特に核反応分析法(NRA)及びラザフォード後方散乱法(RBS)について詳細にまとめた。最後に、材料内部の粒子の挙動を解析するシミュレーションコード TMAP について記述した。

第3章では、核融合炉のプラズマ対向材料として最も有力視されているタングステンについて、その損傷機構について調査を行った結果についてまとめた。異なる構造をもつ複数種類のタングステン試料に ITER ダイバータ環境の高密度低エネルギーヘリウムプラズマを照射することで、ヘリウムバブルが形成され、材料表面に様々な形状の損傷が生じた。超微細構造タングステンにおいては、試料温度の上昇による結晶成長を生じ、結晶粒の肥大化が発生した。ITER grade タングステンでは、表面の損傷状態に差異がみられることが分かった。OIM、SEM、TEM による材料表面観察により材料表面の結晶方位ごとの損傷状態を確認したところ、結晶方位によって明確に損傷形状に差異が生まれていることが明らかとなった。特にタングステンのすべり面である{101}面を基準として、ヘリウムバブルの内圧により表面近傍で格子のずれが生じ、表面状態に変化を生じているという結果を得た。

第4章では、開発した重水素プラズマの動的リテンションが計測可能な高熱流プラズマ照射-イオンビーム解析複合装置 Plasma Surface Dynamics with Ion Beam Analysis (PS-DIBA)について記述した。新たな直熱型熱陰極プラズマ源を製作し直流放電試験を行い、最大で $\sim 10^{19} \text{ m}^{-3}$ の高密度プラズマの生成を実現した。差動排気系及びビームモニタリング及び空冷付可動式試料台を含むイオンビームライン整備・調整を行い、放電時においても計測精度を落とすことなく NRA 計測が可能となった。

第5章では、本装置を用いて ITER grade W 及び等方性黒鉛へ重水素プラズマを照射しながら NRA 計測を行うことで、重水素の動的リテンション量を実験的に計測することに成功した。

空冷付試料台を用いて試料温度を一定状態に保ち重水素吸蔵量のその話計測実験を行った。タングステン及び等方性黒鉛において、重水素吸蔵量のプラズマ粒子束依存性及び温度依存性について計測を行った。さらに、プラズマ照射時及び停止の吸蔵量の比較を行い、動的吸蔵量の存在を確認した。また TMAP7 を用いたシミュレーションを行い実験結果と比較することにより拡散係数や再結合係数の見積りを行った。

以上のように、本論文では、これまで実験的検証なされていなかったタングステンにおける結晶方位と損傷の関係について調査し、試料損傷低減の可能性を見出した。また、動的環境下での PWI 研究を目的とした、高熱流プラズマ照射その場計測装置 PS-DIBA を開発した。本装置を用いることにより、今まで不可能であったダイバータ領域で発生する水素同位体リテンション現象について実験的に検証することが可能となった。プラズマ照射環境下における動的状況での PWI 問題は、核融合発電実現に向けて避けることの出来ないものであり、本装置により実験的計測が実現すれば、今後の PWI 研究を大きく進展させうると考えられる。

6.2 今後の課題

本研究の遂行により、タングステンの表面損傷の物理機構についての知見が新たに得られ、タングステン材料の結晶方位によって、損傷の度合を意図的に操作できる可能性を示唆する結果が得られた。特に波状構造の場合は、その箇

所の成長により繊維状ナノ構造の形成の進展が考えられ、その箇所剥離による不純物の形成や吸蔵量の増大など、プラズマ長時間放電に対する様々な悪影響となりえるため、その抑制を考える上でも重要な知見が得られたといえるだろう。さらにその場計測装置の開発により、ITER ダイバータ環境におけるプラズマ照射環境下での表面その場計測を行うことが可能となった。模擬装置は単純な系で柔軟に実験条件を変化させることができ、本装置の開発により、高熱流プラズマ照射環境において材料表面の解析をその場で行うことが可能となった。ダイバータ環境を網羅したプラズマ環境において、水素同位体吸蔵量のその場計測を行うことで、プラズマ点火中における炉壁の水素同位体吸蔵量の推測ができるようになり、核融合長時間保持のための燃料粒子供給の最適タイミングの模索などを行うことが可能となる。しかし、現時点において、試料台の大規模化が要因となりプラズマ性能の劣化が生じている。本装置の性能を最大限発揮するためには、試料台の小型化などを行なう必要がある。さらには、1 MeV を超えるイオンビームの照射に対する水素同位体吸蔵量への影響なども調査を行っておき、精度の高い計測手法を確立していくことが極めて重要である。そして、タングステンにおいて動的吸蔵量の温度分布の再現性の調査、吸蔵量の長時間計測や 600 K 以上の高温でのその場計測実験などを実施し、本研究で得られた結果についての理解をさらに進めていきたい。次に、開発した装置について新たに実施可能となったプラズマ壁相互作用研究についていくつか記述する。

6.3 本装置を用いた研究の展望

本研究で開発された高熱流プラズマ照射 - イオンビーム解析複合装置を用いることにより、今後さまざまな研究展開が期待される。下記にその一部を紹介する。

(1)金属材料中の重水素吸蔵量経時変化

拡散係数の小さい金属ターゲット (SUS316 等) に重水素プラズマを予照射し、RBS を用いて表面堆積物を、NRA を用いて重水素吸蔵量を調べる。特に照射終了後の重水素吸蔵量の経時変化に着目し、真空中の水素吸蔵量の時間変化を明らかにする。

(2)ヘリウム（ネオン）照射による壁コンディショニング模擬実験

重水素プラズマを予照射後、ヘリウム（ネオン）プラズマを一定時間照射し、重水素吸蔵の変化を調べる。プラズマ照射量を変化させて同様の実験を行い、ヘリウム（ネオン）プラズマ照射による重水素リテンション変化を明らかにする。さらに金属ターゲットのバイアス電圧を変化させ、重水素吸蔵の変化のネオンイオンエネルギー依存性についても調べる。

(3)炭素材料中の重水素-軽水素置換実験

炭素材に関する研究を行う。特に水素同位体の置換現象に着目した実験を行う。まず LHD で使用されている等方性黒鉛（イビデン）に重水素プラズマを一定量照射し、NRA を用いて重水素吸蔵量を調べる。その後、軽水素プラズマを照射し、その吸蔵量変化を ERD で、また重水素吸蔵量を NRA で計測し、炭素中での軽水素と重水素との置換現象を定量的に明らかにする。また深さ方向分布を得るためにアルゴンプラズマによるスパッタリングを併用しながら、ERD、NRA 計測を行い、重水素及び軽水素の深さ分布を明らかにする。

(4)ヘリウムバブル形成が金属材料中の重水素吸蔵特性に与える影響

金属ターゲット（SUS316、タングステン）にヘリウムプラズマを予照射し、ナノサイズのヘリウムバブルを表面付近に形成する。その後重水素プラズマを照射し重水素吸蔵量を調べ、ヘリウムプラズマ未照射試料の重水素吸蔵量と比較し、ヘリウムバブル形成が重水素吸蔵に与える影響について明らかにする。また重水素プラズマ照射後にヘリウムプラズマを照射しヘリウムバブルを形成し、その後重水素吸蔵量の経時変化を計測し、ヘリウムバブルが重水素吸蔵の経時変化に与える影響も調べる。

本装置を用いた実験は上記以外にも化学スパッタリングの経時変化特性やナノ構造の形成方向の検証など様々な実験に応用できる。これらの研究結果をもとに周辺プラズマ領域の物理を解明し、熱核融合炉の実現に貢献出来るもので

第6章 総括

あると期待して本論文を締める。

謝辞

本研究を遂行ならびに本論文の執筆にあたり、終始懇切な御指導と御鞭撻を賜りました名古屋大学 工学研究科 エネルギー理工学専攻 教授 大野哲靖博士に謹んで感謝の意を表します。

バンデグラフ加速器の使用ならびにイオンビーム解析において、多くの御助言と御協力を頂きました、名古屋大学 エコトピア科学研究所 准教授 松波紀明博士に心より感謝致します。

本研究を進めるにあたり、貴重な御意見を賜り支えて頂いた名古屋大学 エコトピア科学研究所 准教授 梶田信博士に心から感謝致します。

装置の設計や製作、加工において技術的な御助言と御協力を賜り、大変御世話になりました名古屋大学 工学部 技術補佐員、高木誠氏に心より感謝いたします。

本論文の作成にあたり、多くの御助言を賜りました名古屋大学 工学研究科 エネルギー理工学専攻 教授 吉田隆博士ならびに、筑波大学 数理物質科学研究科 物理学専攻 教授 坂本瑞樹博士に深く感謝いたします。

本研究を行う上で装置の組立を手伝って頂いた横地貴紀氏に感謝いたします。また、プラズマ実験を行うに際し多大なご支援を頂きました中村祐貴氏、金子達也氏に深く感謝致します。

日頃より多くの御助言、御協力を頂きました柴田欣秀氏、田中宏彦氏、矢嶋美幸氏に深く感謝致します。そして研究の相談、研究室における日常生活に至るまで大変御世話になりました大野研究室の皆様に感謝致します。

最後に、生活面で大変御世話になり、また、長い学生生活の間、常に体調と生活の状況を気遣って支えてくれた家族の皆様に心から感謝致します。

本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金（特別研究員奨励費 No.24）の補助により遂行されました。

2013年2月

著者

研究業績

本論文に関する学術論文

第3章

1. "Helium bubble formation on tungsten in dependence of fabrication method"
M. Yamagiwa, S. Kajita, N. Ohno, M. Takagi, N. Yoshida, R. Yoshihara, W. Sakaguchi, H. Kurishita, Journal of Nuclear Materials **417** (2011) 499 - 503.
2. "TEM observation of the growth process of helium nanobubbles on tungsten: Nanostructure formation mechanism" S. Kajita, N. Yoshida, R. Yoshihara N. Ohno, M. Yamagiwa, Journal of Nuclear Materials **418** (2011) 152 - 158.
3. "Influence of crystal orientation on damages of tungsten exposed to helium plasma"
N. Ohno, Y. Hirahata, M. Yamagiwa, S. Kajita, M. Takagi, N. Yoshida, R. Yoshihara, T. Tokunaga, M. Tokitani, to be published in Journal of Nuclear Materials.

第4章

4. "In situ measurement of hydrogen isotope retention using a high heat flux plasma generator with ion beam analysis"
M. Yamagiwa, Y. Nakamura, N. Matsunami, N. Ohno, S. Kajita, M. Takagi, M. Tokitani, S. Masuzaki, A. Sagara and K. Nishimura, Physical Scripta **T145** (2011) 014032.

第5章

5. "Study of hydrogen isotopes Behaviour in carbon based materials with in-situ ion beam analysis under plasma exposure"
Y. Nakamura, M. Yamagiwa, T. Kaneko, N. Matsunami, N. Ohno, S. Kajita, M. Takagi, M. Tokitani, S. Masuzaki, to be published in Journal of Nuclear Materials.

以上の研究論文に基づき、本博士学位論文が執筆された。

本論文に関する国際会議

第3章

1."Helium bubble formation on tungsten in dependence of fabrication method"

M. Yamagiwa, W. Sakaguchi, S. Kajita, N. Ohno, M. Takagi, The 2nd International Conference on Plasma Nanotechnology & Science, January 22-23, 2009, Nagoya, Japan, P-26.

2."Helium bubble formation on tungsten fabricated with different methods and development of high heat plasma generator with ion beam analysis"

M. Yamagiwa, W. Sakaguchi, S. Kajita, N. Ohno, M. Takagi, N. Matsunami, H. Kurishita, M. Tokitani, S. Masuzaki, 14th International Conference on Fusion Reactor Materials, September 06-11, 2009, Sapporo, Japan, P2-061.

第4章

3."In-situ measurement of hydrogen isotope retention using ion beam analyses during plasma exposure"

M. Yamagiwa, Y. Nakamura, N. Matsunami, N. Ohno, S. Kajita, M. Takagi, M. Tokitani, S. Masuzaki, A. Sagara and K. Nishimura, 13th International Workshop on Plasma-Facing Materials and Components for Fusion Applications, March 09-13, 2011, Rosenheim, Germany, O-07.

第 5 章

4."Evaluation of deuterium dynamics in materials with device of plasma surface dynamics with ion beam analysis (PS-DIBA)"

M. Yamagiwa, Y. Nakamura, N. Matsunami, M. Takagi, N. Ohno, S. Kajita, M. Tokitani, S. Masuzaki, A. Sagara, Plasma Conference 2011, November 22-25, 2011, Kanazawa, Japan, 24P057-P.