

NATIONAL INSTITUTE FOR FUSION SCIENCE

平成6年度 核融合科学研究所共同研究 [研究会]
「金属系高熱流束材料の開発と評価」成果報告書

"Research and Development of Metallic Materials for Plasma Facing
and High Heat Flux Components"

研究会代表 阿部 勝憲 (東北大学・工学部)

所内世話人 野田信明

K. Abe and N. Noda (Eds.)

(Received - Nov. 10, 1994)

NIFS-PROC-20

Nov. 1994

RESEARCH REPORT NIFS-PROC Series

This report was prepared as a preprint of work performed as a collaboration research of the National Institute for Fusion Science (NIFS) of Japan. This document is intended for information only and for future publication in a journal after some rearrangements of its contents.

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to the Research Information Center, National Institute for Fusion Science, Nagoya 464-01, Japan.

平成 6 年度 核融合科学研究所共同研究 [研究会]

「金属系高熱流束材料の開発と評価」

成果報告書

研究会代表 阿部勝憲（東北大学・工学部）
所内世話人 野田信明

1994, 11
核融合科学研究所

Research and Development of Metallic Materials for Plasma Facing and High Heat Flux Components

Editors

ABE, Katsunori* and NODA, Nobuaki**

*** Department of Nuclear Engineering, Tohoku University**

**** National Institute for Fusion Science**

Abstract

This is a report of the meeting on research and developments of high Z metallic materials for plasma facing and high heat flux components, held at NIFS on March 8, 1994.

Recent progress in research and developments of high Z metallic materials for plasma facing and high heat flux components is summarized. The following eight topics are included:

- o Recent experiment using high Z metals as plasma facing materials
- o High Z diverter in helical system
- o Hydrogen ion irradiation of tungsten
- o Helium ion bombardment of molybdenum
- o Thermal shock experiment of molybdenum
- o Recent progress in fabrication of high Z materials
- o Mechanical properties of molybdenum
- o Neutron irradiation damage of molybdenum

Keywords: Plasma Facing Materials, High Heat Flux Materials, High Z Materials, Molybdenum, Tungsten, Refractory Metals

目次

まえがき	1
研究会プログラム	2
研究発表	
1. プラズマ対向材料としての高Z金属の実機による最近の研究成果 大阪大学・工学部 田辺哲朗	3
2. ヘリカルシステムにおける高Zダイバータ 核融合科学研究所 野田信明	24
3. タングステンの水素イオン照射 九州大学応用力学研究所 室賀健夫	32
4. モリブデンのヘリウムイオン衝撃 東北大学・工学部 長谷川晃	52
5. モリブデンの衝撃試験の最近の成果 九州大学・工学部 吉田直亮	66
6. 高Z金属材料製造に関する最近の成果 東北大学・金属材料研究所 栗下裕明	91
7. モリブデン合金の機械的性質評価に関する最近の成果 岡山理科大学・理学部 平岡 裕	100
8. モリブデンの中性子照射研究の最近の成果 東北大学・工学部 阿部勝憲	110
9. 総合討論	120

まえがき

研究会代表
所内世話人

阿部 勝憲
野田 信明

高融点合金を含む金属系の材料はその優れた高温特性からプラズマ対向材料や高熱流束構造材料として検討されてきた。高Z材料としての制約があるにも関わらず、今後熱負荷の増大とともに高融点金属基の高熱流束材料がますます重要なと考えられる。

実験炉、実証炉、動力炉を展望した場合、核融合プラズマの高出力を実現するには高熱流束機器材料の開発が鍵を握ると考えられる。長期的な見地から高融点金属の表面特性、バルク特性および照射効果を含めた諸特性を総合的に研究してそれらの使用条件を吟味し、さらに優れた材料開発やそれに基づく機器設計に結び付けることが必要である。

本研究会は、この大きな目標のための第一歩として、主に高融点金属の高熱流束材料について、プラズマ対向材料としての実機実験やヘリカルシステムへの応用の可能性、また特にモリブデン合金に関する合金製造や種々の評価研究に関する最近の研究成果を集中的に討論することを目的に企画された。

核融合科学研究所共同研究会
「金属系高熱流束材料の開発と評価」

開催期日 : 平成 6年 3月 8日(火)
開催場所 : 核融合科学研究所 8階 大会議室

プログラム

13:00-13:10	開会挨拶	東北大工 阿部勝憲
13:10-13:40	座長 プラズマ対向材料としての高Z金属の実機 による最近の研究成果	九大応力研 吉田直亮 阪大工 田辺哲朗
13:40-14:10	ヘリカルシステムにおける高Zダイバータ	核融合研 野田信明
14:10-14:40	タンクステンの水素イオン照射	九大応力研 室賀健夫
14:40-15:10	モリブデンのヘリウムイオン衝撃	東北大工 長谷川晃
15:10-15:20	— 休憩 —	
15:20-15:50	座長 モリブデンの衝撃試験の最近の成果	阪大工 田辺哲朗 九大応力研 吉田直亮
15:50-16:20	高Z金属材料製造に関する最近の成果	東北大金研 栗下裕明
16:20-16:50	モリブデン合金の機械的性質評価に関する 最近の成果	岡山理科大 平岡 裕
16:50-17:20	モリブデンの中性子照射研究の最近の成果	東北大工 阿部勝憲
17:20-17:50	総合討論	座長 核融合研 野田信明
18:00-	懇親会	

1. プラズマ対向材料としての高Z金属の実機による最近の研究成果

大阪大学・工学部 田辺哲朗

1. はじめに

高Zは高温使用に耐えるという特性故に、初期のプラズマ核融合研究ではプラズマ対向材として使用された。しかし不純物としてプラズマ中心に混入した高Zイオンが、大きな輻射損失をもたらしプラズマ加熱が困難になったため、その後は低Z材を使うようになり、現在の大型トカマク装置では、JT-60でのTiC/Moを除いて使われた例はない。ところがプラズマ特性が核融合プラズマに近づくにつれ、プラズマ対向壁への熱負荷が非常に大きくなり、低Zプラズマ対向壁の蒸発や損耗が無視できなくなってきた。またD-T反応が壁材の寿命を大きく制限することも分かってきた。このためITERのEDAにも見られるように再び高Z材が注目を集めている。しかし高Z材は大型の装置で使用された経験もなく、またそれが本質的に持つ大きい輻射損失の可能性が、直ちに現在の大型装置での高Z材の使用をためらわせている。このため高Z材とプラズマとの相互作用に関する基礎的なデータを蓄積することが急務となっている。

高Z材は、プラズマ対向壁としてだけではなく、それをささえ冷却可能にするプラズマ対向機器の構造材としての役割を果たすことも可能である。それ故ここでは単にプラズマ対向材としてだけではなく、プラズマ対向要素としての利用も考慮して高Z材の最近の実機での研究状況を紹介する。

2. プラズマ対向壁およびプラズマ対向機器としての高Z材の得失

プラズマ対向材として必要な性質、スパッタ率、蒸発、放射損失などについて言及し、つづいてプラズマ要素材として必要な性質、耐熱衝撃、高温強度、高熱匀配、冷却材との両立性等について実機で使用する観点から考察した。

3. 高熱負荷試験（プラズマ対向要素として）

最近行われたNB-I、電子ビーム、レーザー、あるいは実機での熱負荷あるいは熱衝撃試験を振り返ると、多結晶の高Z材では、やはり再結晶による粒の粗大化と粒界割れが問題となっている。しかし高温で作動させれば破壊は避けられる可能性も強い。粒界割れを防ぐために単結晶を使って成功している例もある。合金化も一つの方法であるが、高温での使用を考えると添加元素の選択的な蒸発やそれに伴う変質が危惧される。高Zをアーマーとして使用する場合、あるいは低Z材料をアーマーとして高Z材に取り付ける場合、いずれも接合と接合部分の熱衝撃に対する応答は大きな問題である。

4. 電総研RFPプラズマ実験装置(TPE-1RM15)におけるリミッタ実験

最近行われた電総研RFPプラズマ実験装置(TPE-1RM15)によると黒鉛リミッタをMoリミッタにかえる事によりプラズマ性能が著しく向上した。これはRFPで使用された黒鉛

よりMoの熱伝導率が高かったため。Moリミッタ表面温度が黒鉛のそれよりもかなり低かったことによると思われる。Moがプラズマに混入したことによる影響は殆ど見られなかった。しかしMoが融点を超えて加熱された場合、Moだけでなく多量の酸素が放出され、プラズマに大きな影響を与えた。

5. TEXTORにおける高Z (Mo, W) リミッタ試験

IEA協定のもとに日欧協力によって独国TEXTORで高Zリミッタ試験が行われた。リミッタを抵抗加熱のプラズマ、NBI加熱のプラズマ、共に様々な密度あるいは温度を持ったプラズマにさらし、リミッタ自身のプラズマから受ける影響、粒子及び熱負荷、それによるスパッタリング、熱負荷に対するリミッタそのものの熱機械的応答、プラズマへの影響等が調べられた。その結果、プラズマ中へのMoあるいはWの混入はともにプラズマ中の不純物(C, O)によるスパッタリングが原因であることが分かった。抵抗加熱の場合はプラズマ密度が高くなるとプラズマ中心からの高Zの放射損失によるプラズマの不安定性が発生したが、NBI加熱の場合はプラズマへの影響は軽微であった。20Mw/m²を超える熱負荷によりMoリミッタ表面は融解したが、この場合でも、リミッタ表面から蒸発したMo原子は直ちにプラズマ中心に入ることはなく、プラズマへの影響は軽微であった。

TEXTORではこのリミッタに比べ黒鉛で作られた主リミッタの方がはるかに大きいので、単純な比較は難しいが、高密度の抵抗加熱プラズマの場合を除けば、高Zの使用が懸念していたようなプラズマ加熱を困難にすることは無いと考えられる。この研究は今後さらに引き続いて行われるので成果が期待される。

6. まとめと今後の課題

従来から言われているように高Z材が使われるにはプラズマセンターへの蓄積を避けねばならない。このためには、発生をおさえる、炭素や酸素等プラズマ中の不純物の低減化をはかる、エッジ温度を下げる等の方策をとる一方、発生した不純物輸送過程の解明と制御が必要である。また水素のリサイクリングについては高Zの特性はまだあまり分かっていない。高Z材をプラズマ対向材として使用可能にするためには、実験室ベースの基礎的研究、中小型のプラズマ実験装置を使った研究、ダイバータシミュレータのような装置を使った実験等を通じてさらにデータを蓄積する必要がある。

材料としてみた場合、プラズマ対向材としてアーマーの様な形で使用するならば冷却をどうするか特に接合、溶接をどの様にし、それが熱衝撃にどの様に耐えるかが、大きな問題である。また高温での使用であるため、接合材や冷却チャンネル材料との相互拡散等の問題も発生する。プラズマ対向材との一体型も含めプラズマ対向要素として(Mo、WよりNb、Taの方がbetter)考えるとやはり再結晶化が非常に大きな問題で、粒界強化で対応できるか、合金化か単結晶化か、高純度化など課題は多い。合金化は魅力が大きいが、プラズマ対向材として高温での使用を考えると、添加元素の蒸発などによる改質が問題となろう。冷却材との両立性、腐食は今後の研究を待たざるをえない。高Z材を構造材料として使用する場合その重さをどう克服するかも考慮する必要があるかも知れない。

プラズマ対向材料としての高Z金属の実機による最近の研究成果

大阪大学・工学部 田辺 哲朗

1. 序論

2. 高熱負荷試験

3. 電総研逆磁場ビンチプラズマ実験装置におけるリミッタ実験

4. TEXTORにおける高Zリミッタ実験

5. まとめ

1. はじめに

過去の経験 (PLT: X ばつ JT-60: ○ まる) ?

プラズマ対向材として

スパッタ率

蒸発

放射損失

高密度ダイバータ

放射冷却のため不純物が必要?

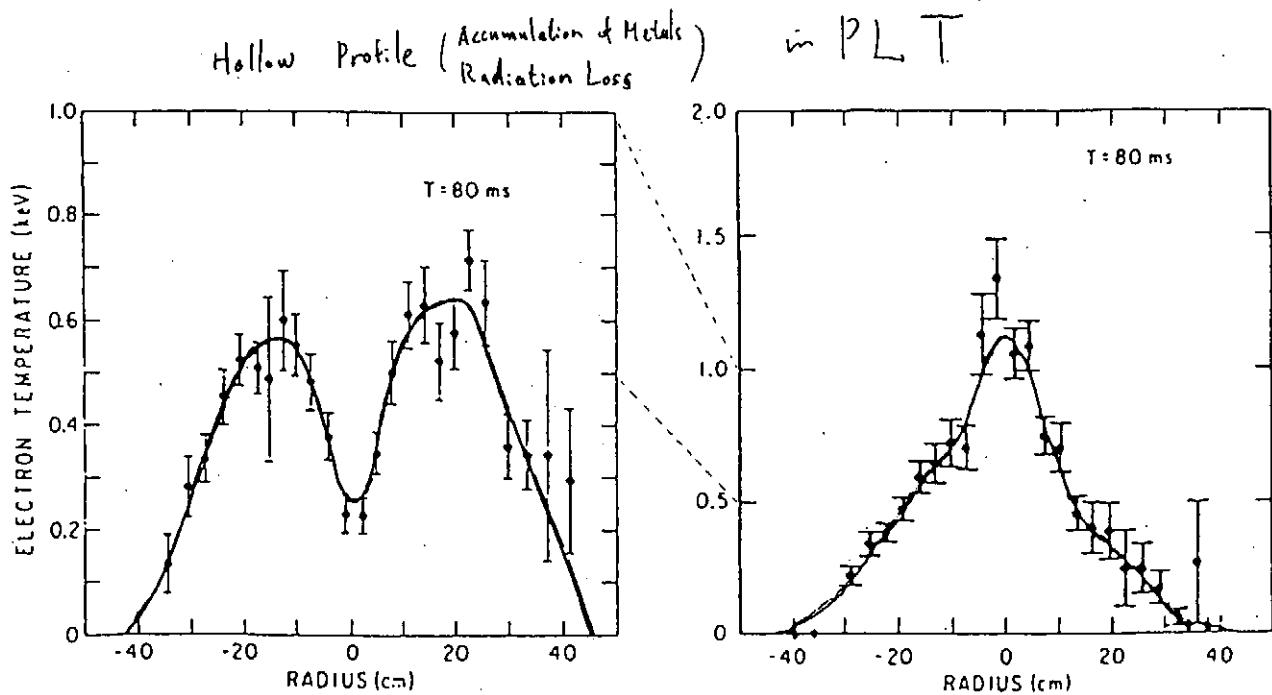
プラズマ要素材として

耐熱衝撃

高温強度

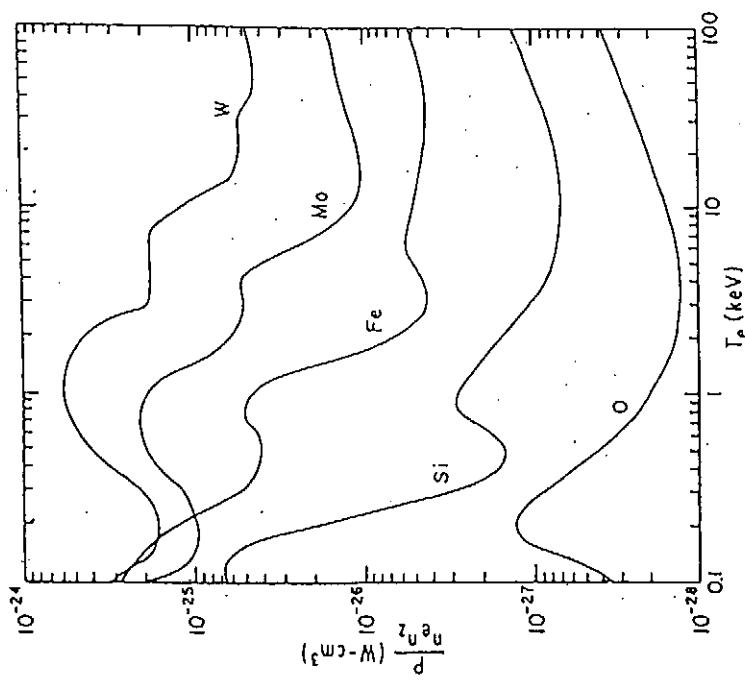
高熱勾配

冷却材との両立性



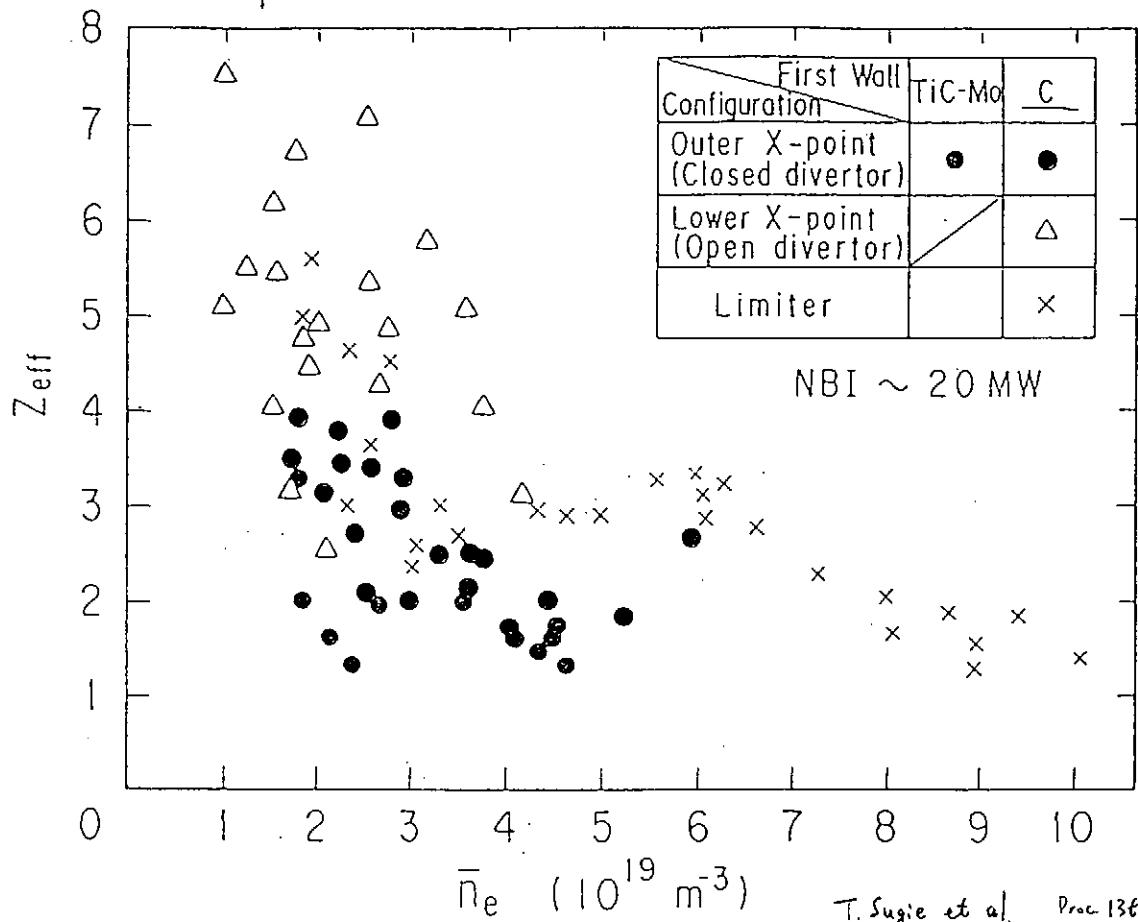
R.J. Havryluk et al.

Nucl. Fusion 19(1979) 1307



第1図 各種不純物イオンの放射冷却率(コロナ平衡)

Comparison of Z_{eff} in JT-60



T. Sugie et al. Proc 13th Conf.
Plasma Phys. Control. Nuclear Fusion Reactor
Washington, 1990

Energy dependence of physical sputtering of W
(ROTH et al.)

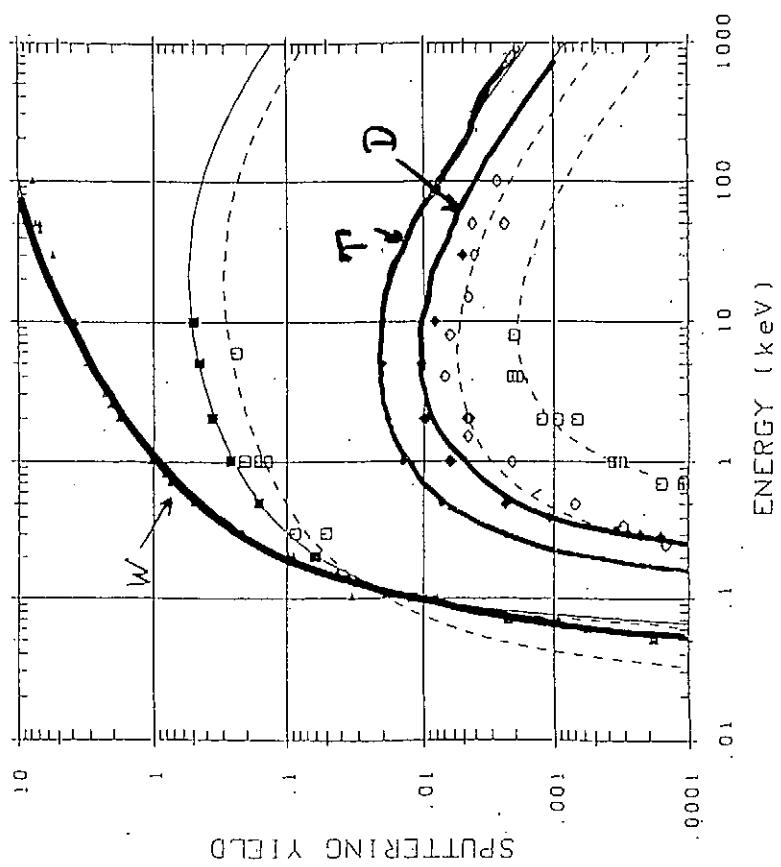


Fig. 45: Energy dependence of the sputtering yield of W with H, O, T, C and D. The data with C were measured at temperatures $> 1200^\circ\text{C}$ to avoid build-up of carbon layers. The data are partly published in [35,41,45,53,62,63].

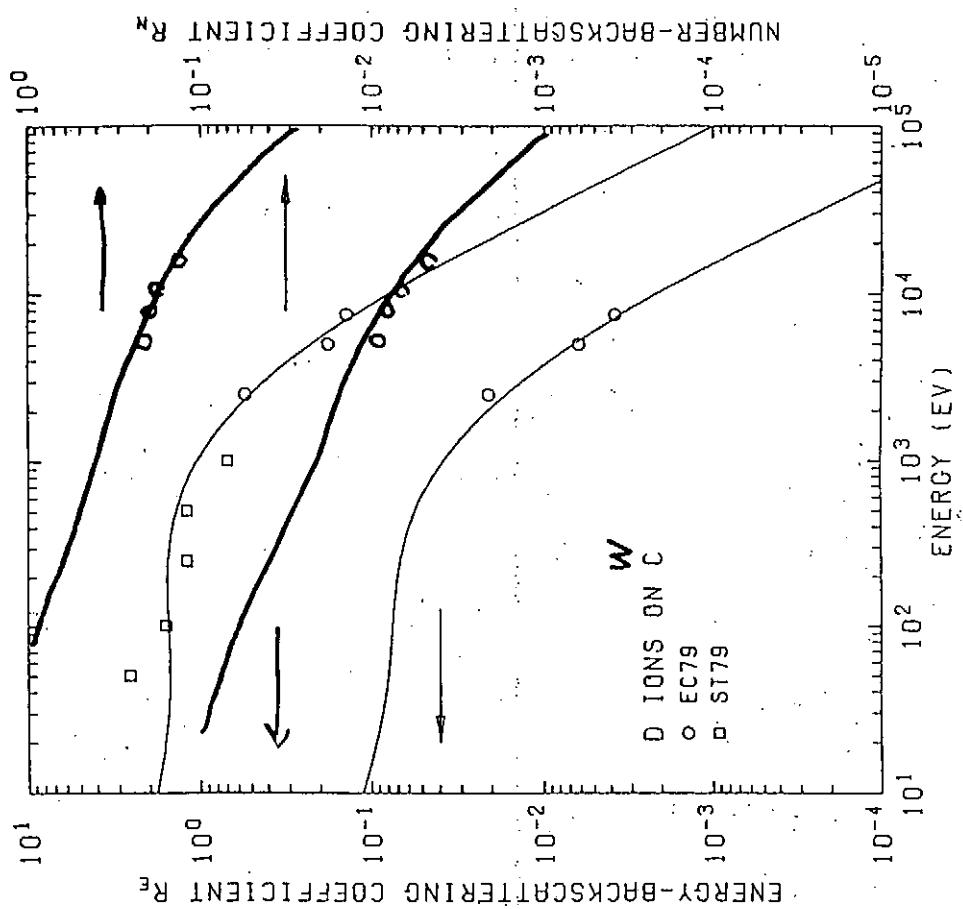


Fig. 16. R_N and R_E of D ions on ^{6}C .

DATA ON THE BACKSCATTERING COEFFICIENTS
OF LIGHT IONS FROM SOLIDS

IPPA-AM-18

Tatsuo TABATA, Rinsuke ITO, Yukikazu ITIKAWA
Norio ITOH and Kenji MORITA

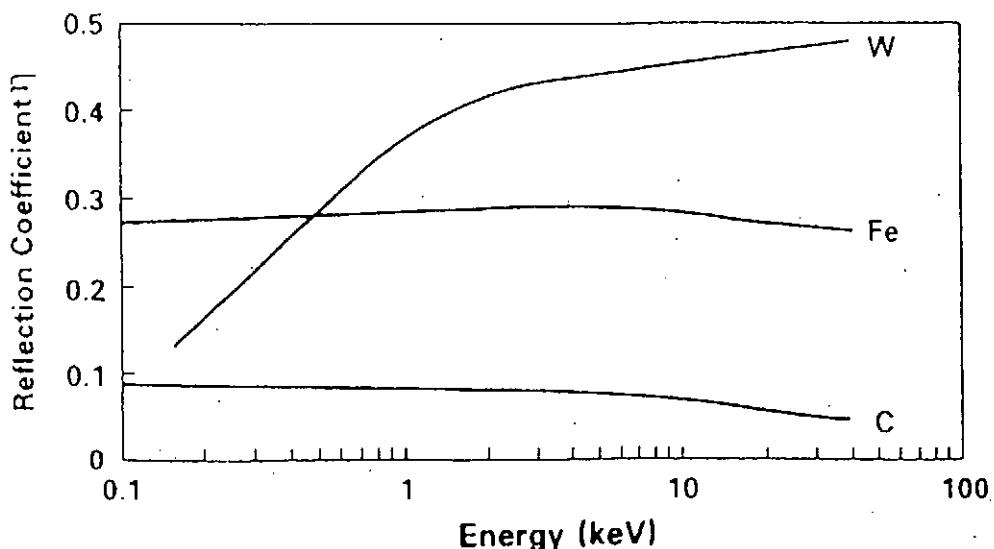


FIG. 3. Reflection coefficient as a function of incident electron energy. Composite of data from Hunger and Kruchler [15], Sternglass [19] and Bronshtein and Segal [11].

2. 高熱負荷試験（プラズマ対向要素として）

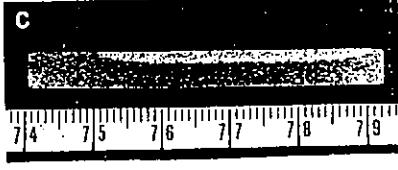
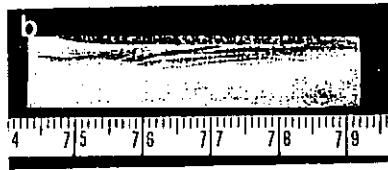
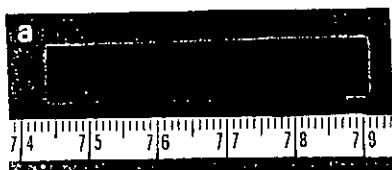
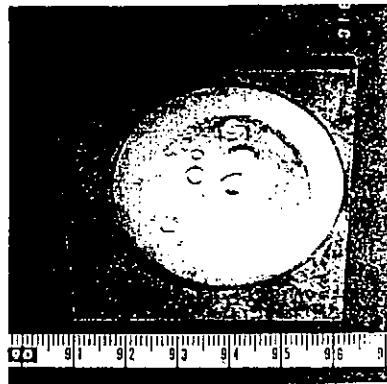
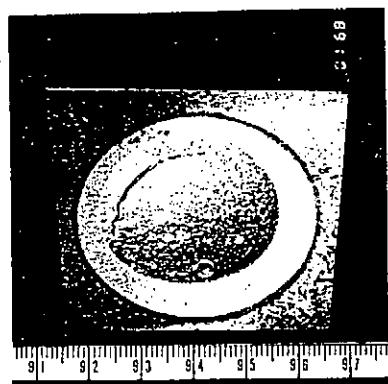
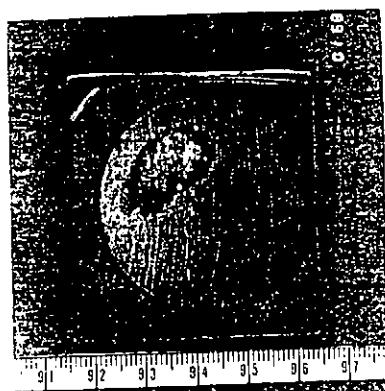
試験装置：NB I、電子ビーム、レーザー、実機

多結晶の場合、再結晶による粒の粗大化と粒界割れが問題
高温で作動させれば破壊は避けられる？

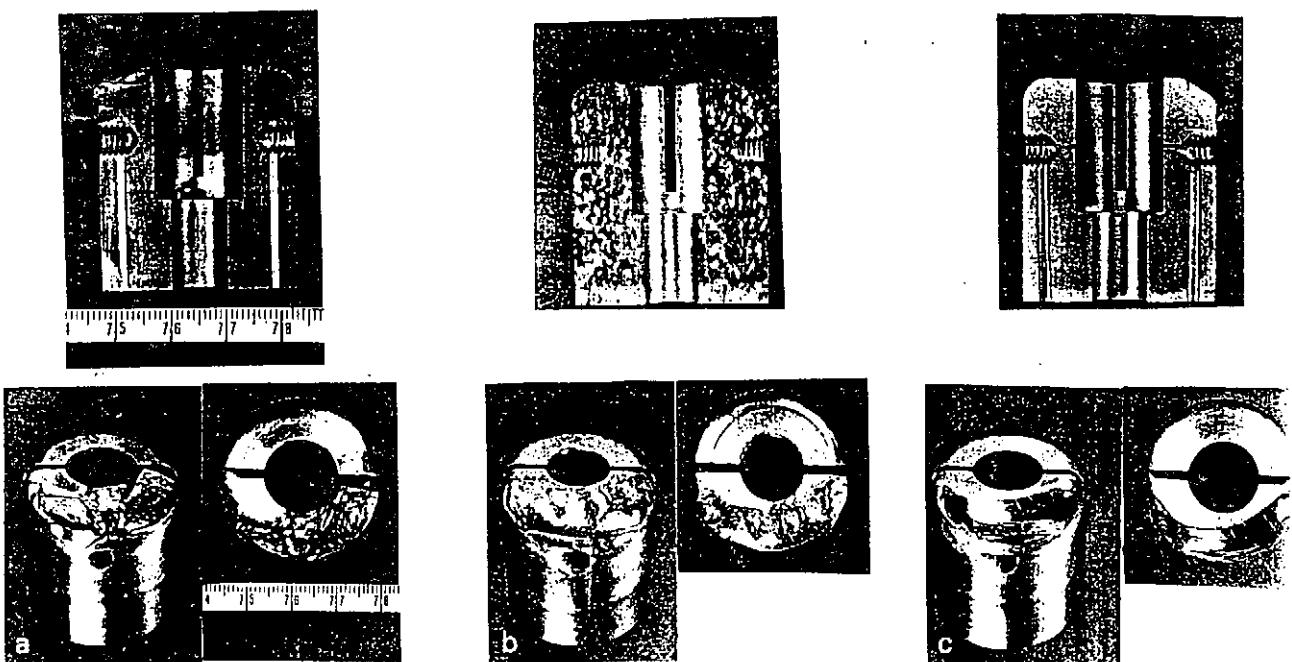
改良

単結晶 or 合金 or 高純度化？

NUMA [1261] 2



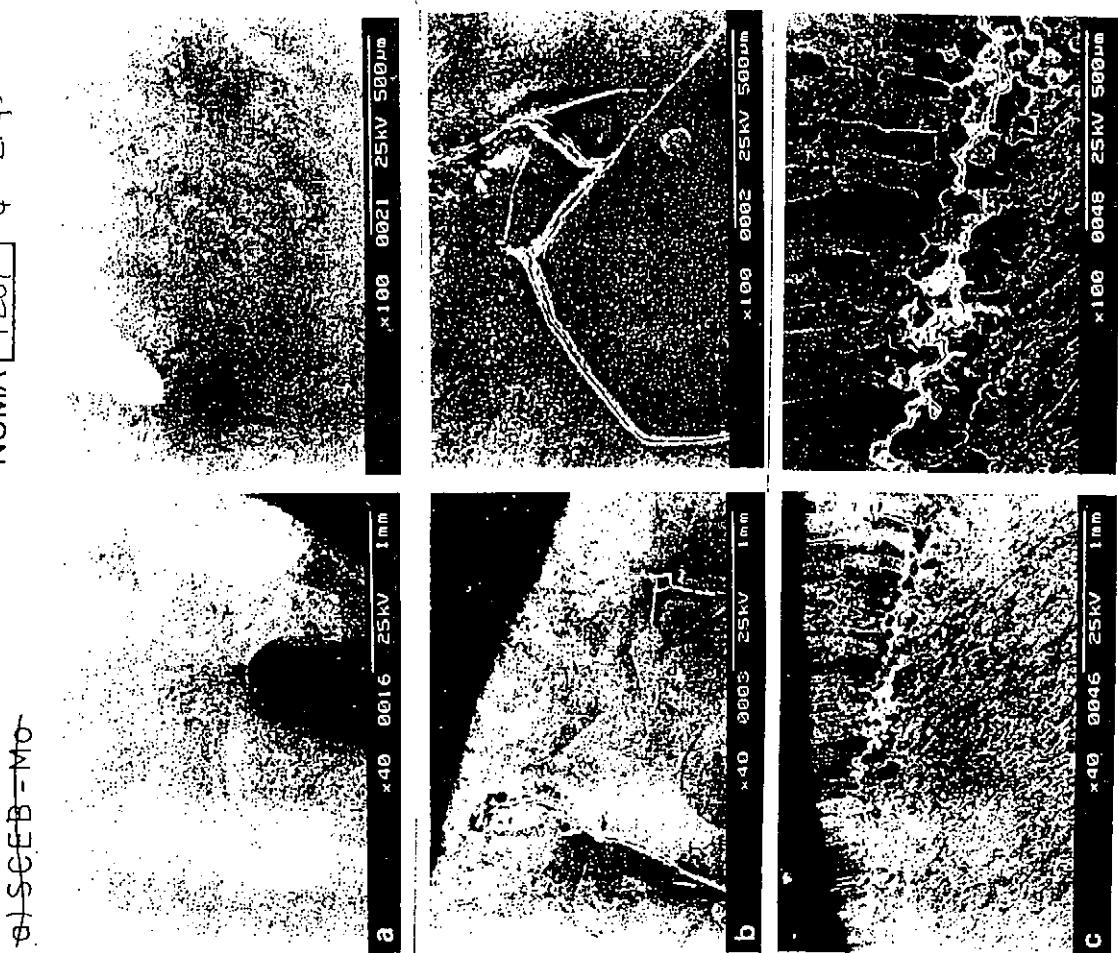
60°
Δ
zuricht



NUMA [1261] 3

557 △

NUMA [1261] 4 Δ75

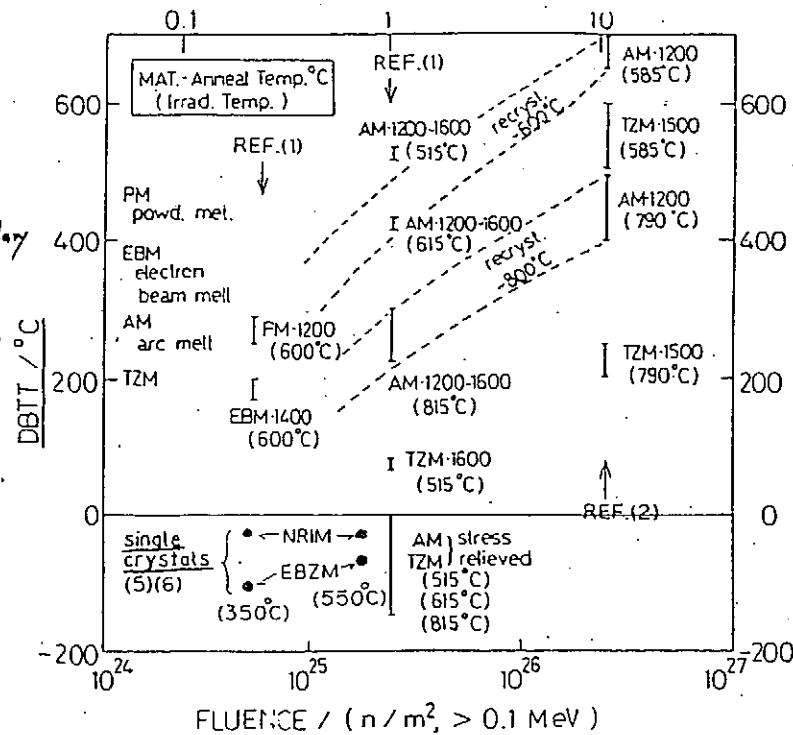


Powder Met.
 Crack
 Along Grain Boundary

D B T T

Ductile Brittle Transition Temp.

Machined or worked
above DBTT

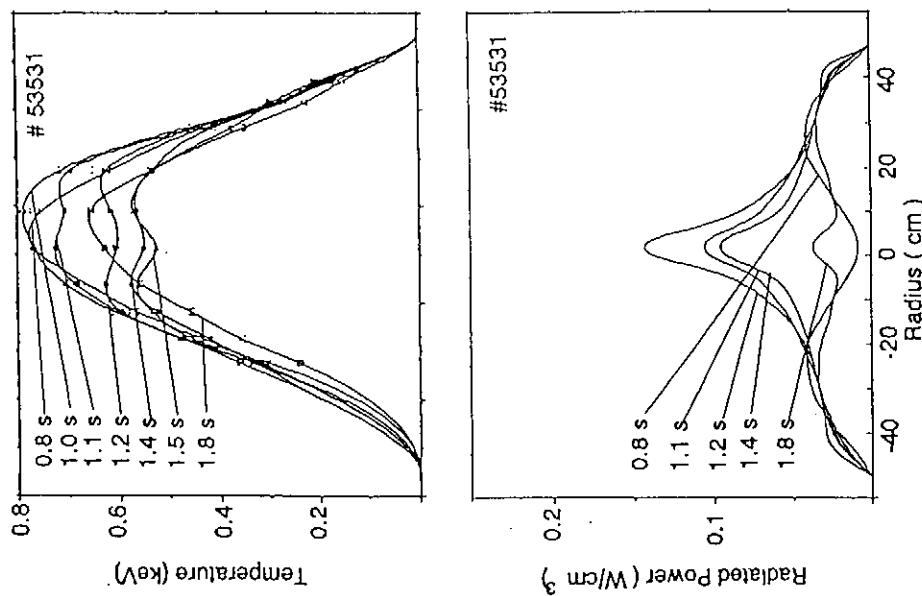


FLUENCE / ($\text{n/m}^2 > 0.1 \text{ MeV}$)
Neutron Irradiation

Summary of DBTT vs neutron fluence in molybdenum
irradiated at high temperatures.

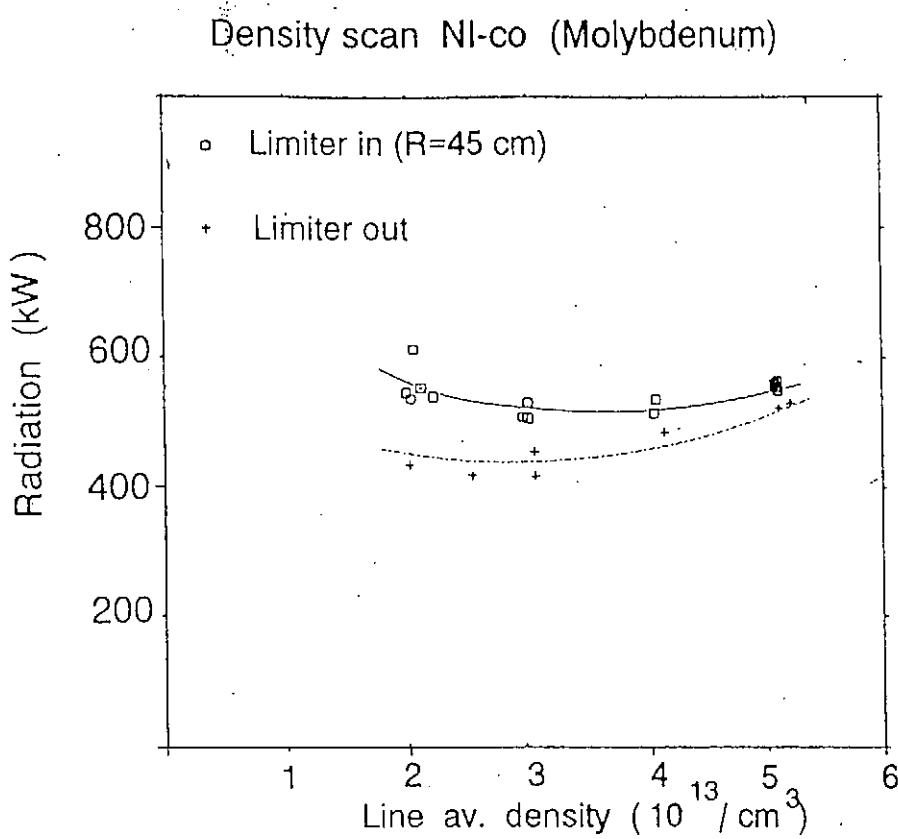
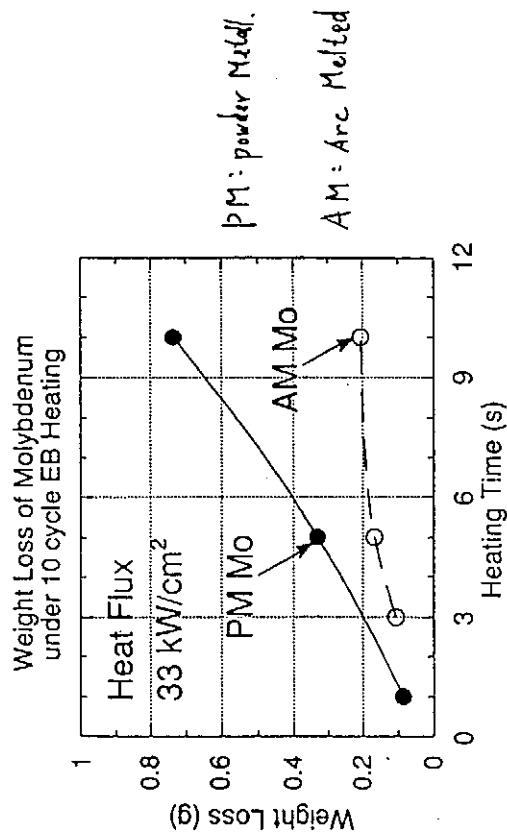
Abe (Tohoku Univ.)

J.Nucl.Mater. 133&134(1985)



Weight Loss of PM- and AM-Molybdenum
under 10 cycle Heating.
(Weight Loss vs. Heating Time)

In case of 10 s heating, weight loss of PM-Mo is about 4 times larger than AM-Mo.



H. Nakamura et al.
to be published

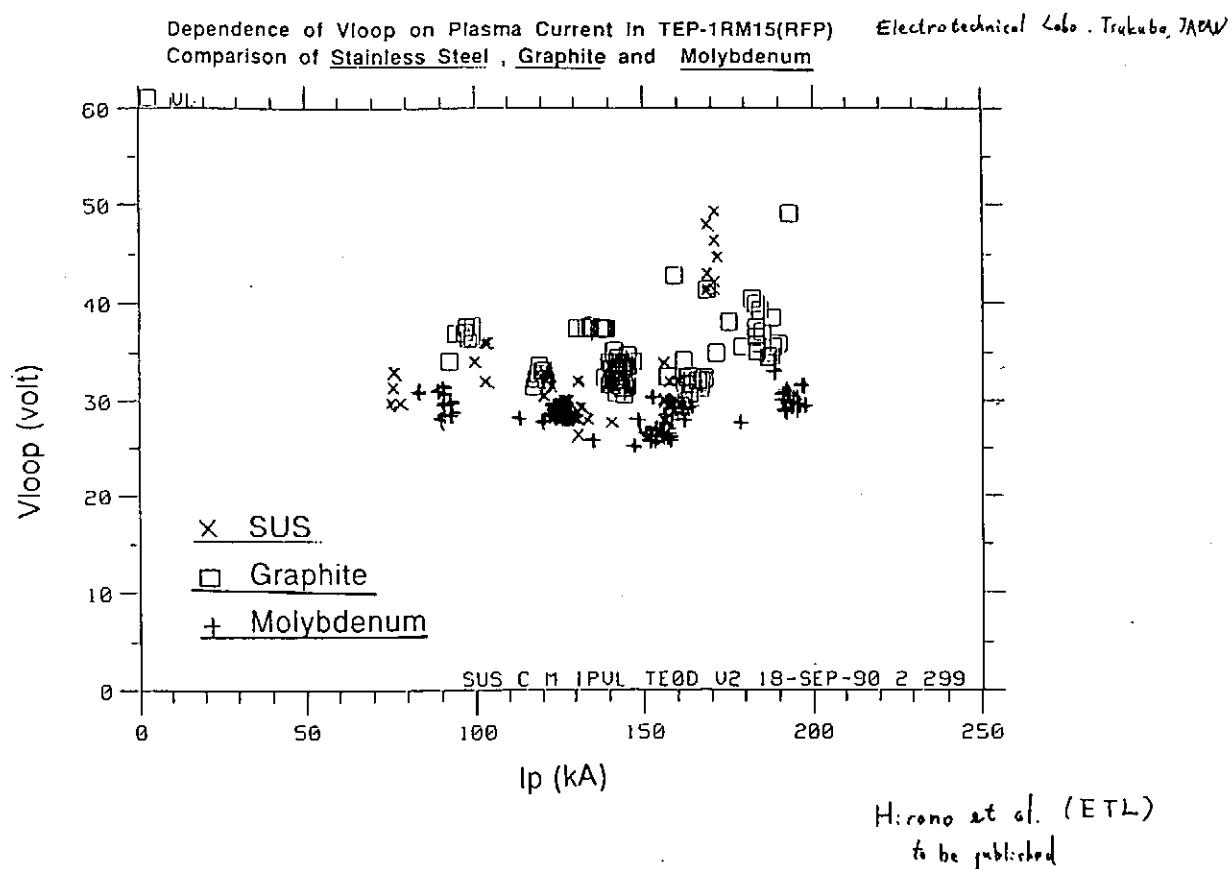
3. 電総研RFPプラズマ実験装置(TPE-1RM15)におけるリミッタ試験

黒鉛リミッタをMoリミッタにかえる事によりプラズマ性能が向上

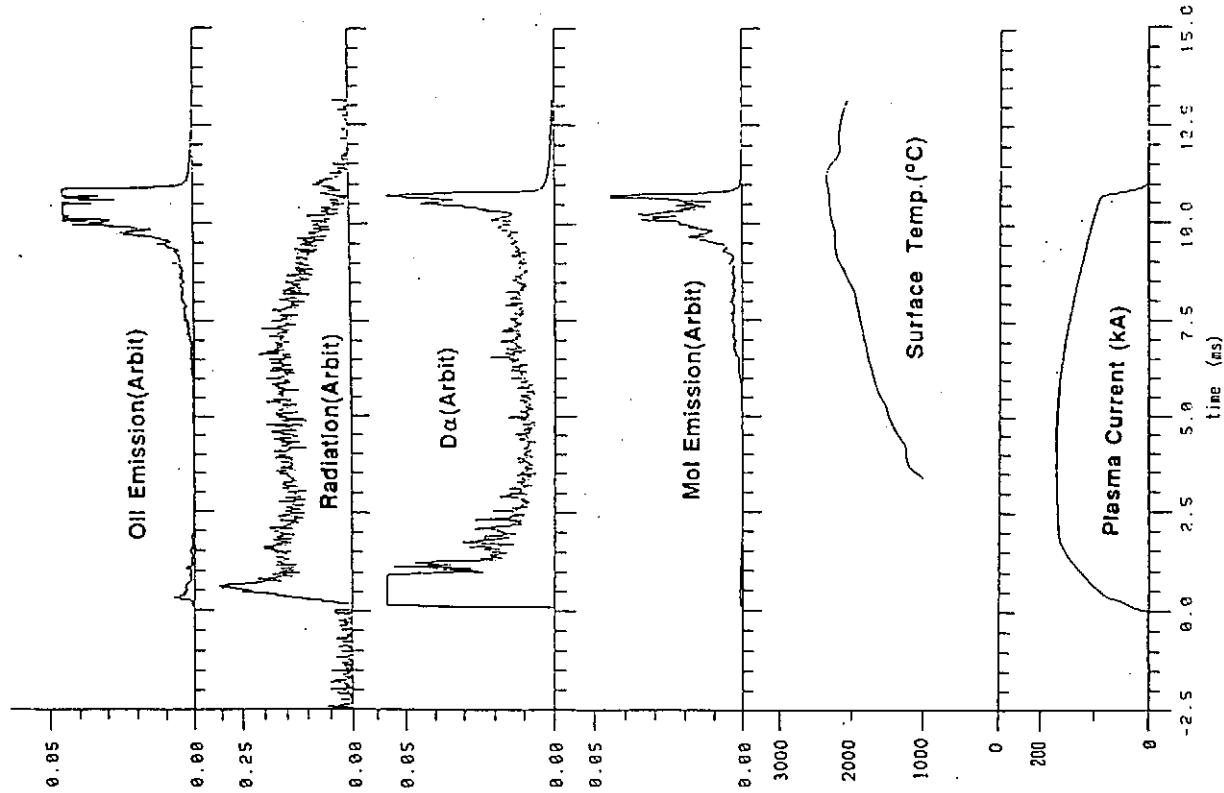
RFPで使用された黒鉛よりモリブデンの熱伝導率が高かった。

Moの蒸発 < 黒鉛の昇華（含照射誘起昇華）

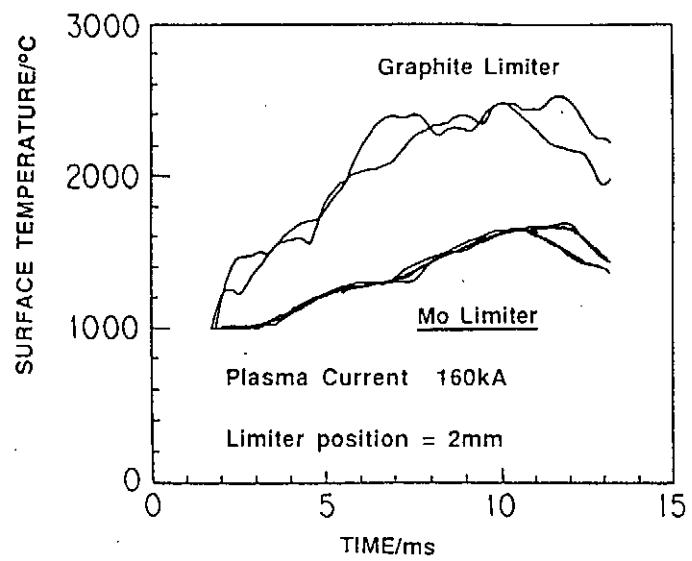
融点近くで多量の酸素が放出された



TPE-1RM15 with Mo movable Limiter
Limiter position = 8mm



TPE-1RM15 (RFP in ETL)



Hirono et al.

12

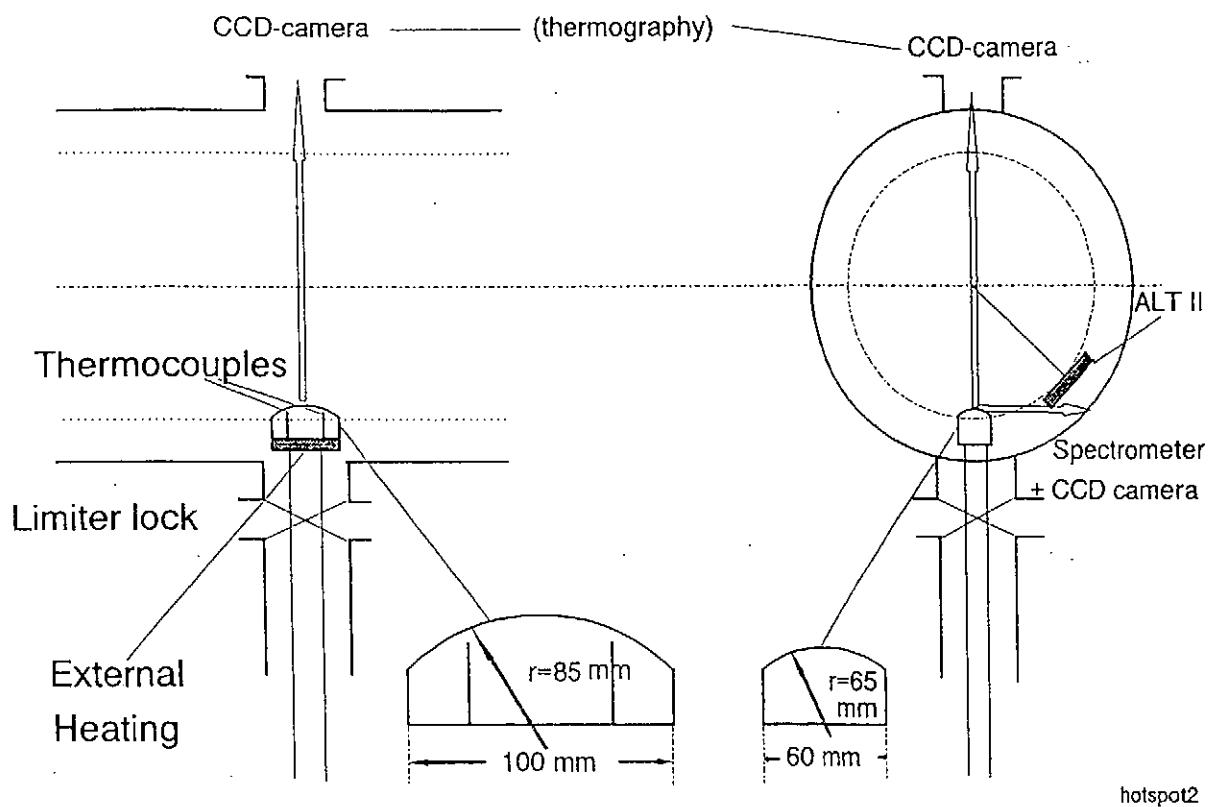
Experimental sequence

1. Ohmic condition(not discussed here)
2. NBI heated condition (NBI-coinjection , 0.3-2.3 sec, 1.3MW)
 - Radial scan of Mo limiter test,
 $r = 47\text{-}44\text{cm}$ with $n_e = 2.5 \cdot 10^{13} / \text{cm}^3$
 - Density scan
 $r = 44.5 \text{ cm}$ with $n_e = 1.5\text{-}3.2 \cdot 10^{13} / \text{cm}^3$

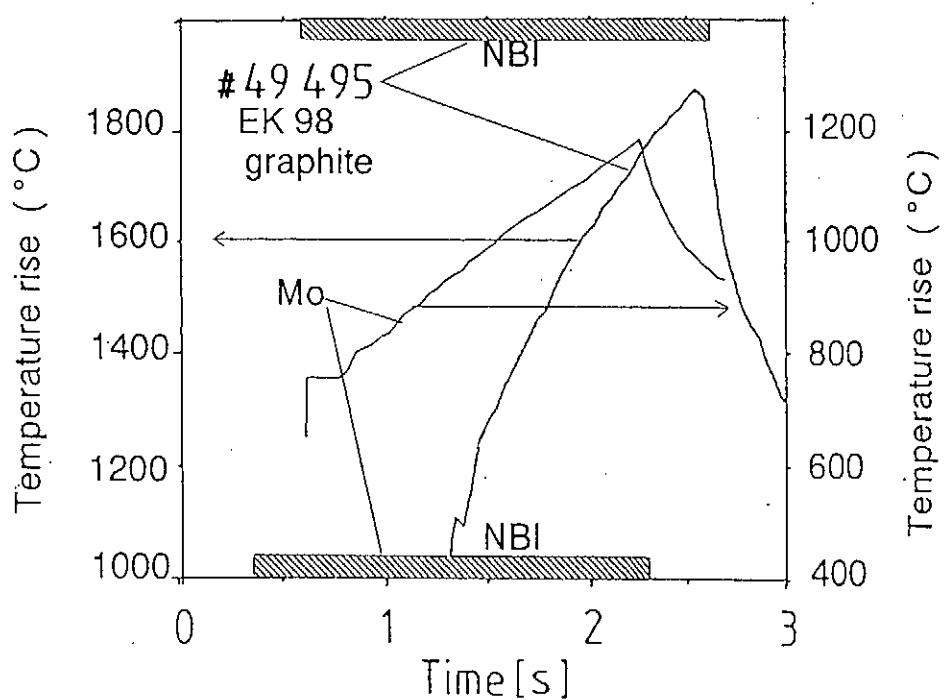
Main Diagnostics:

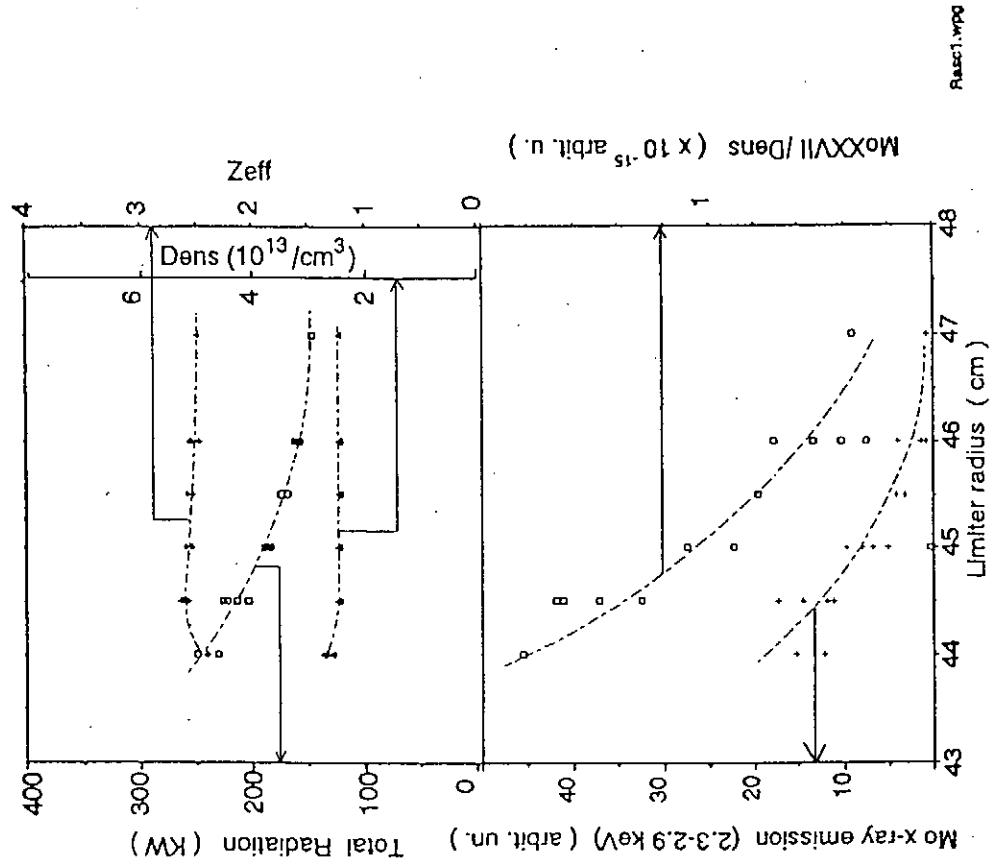
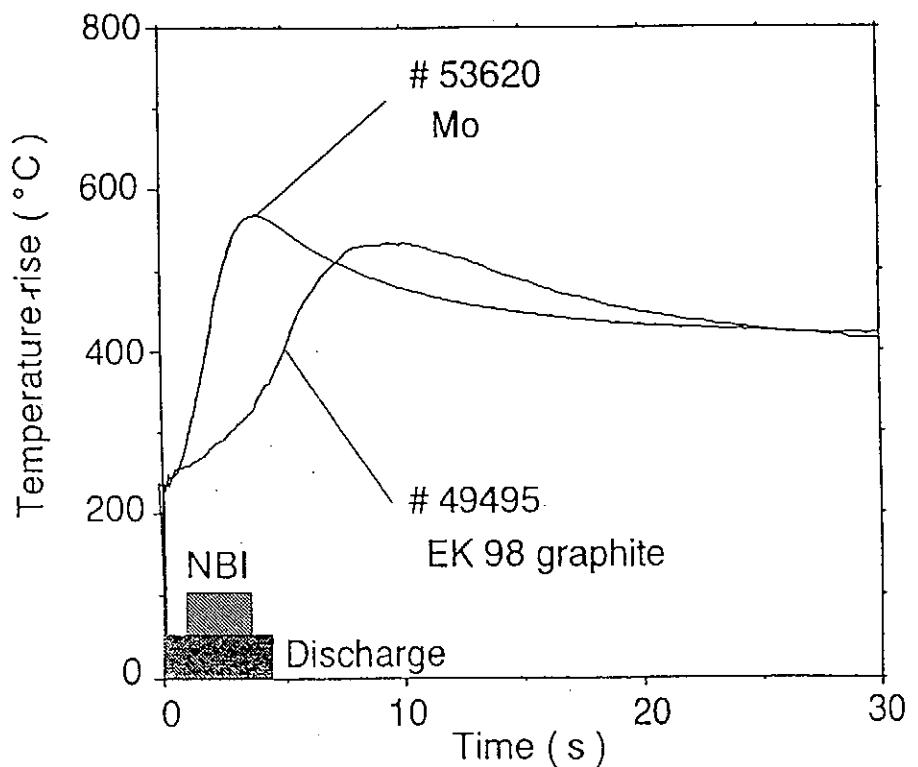
(in addition to routinely used diagnostics like Ne, Te, Zeff etc.)

- IR-Thermography with CCD-camera for surface temperature
- Thermocouples for calorimetry
- Local impurity spectroscopy(Mo XIV)
- Spread-spectrometer(Mo XXVII and MoXXXII)
- Impurity collection in the SOL at $r = 47\text{cm}$
- Soft X-rays
- Te and Ne in the edge using beam-techniques
- Total and local radiation

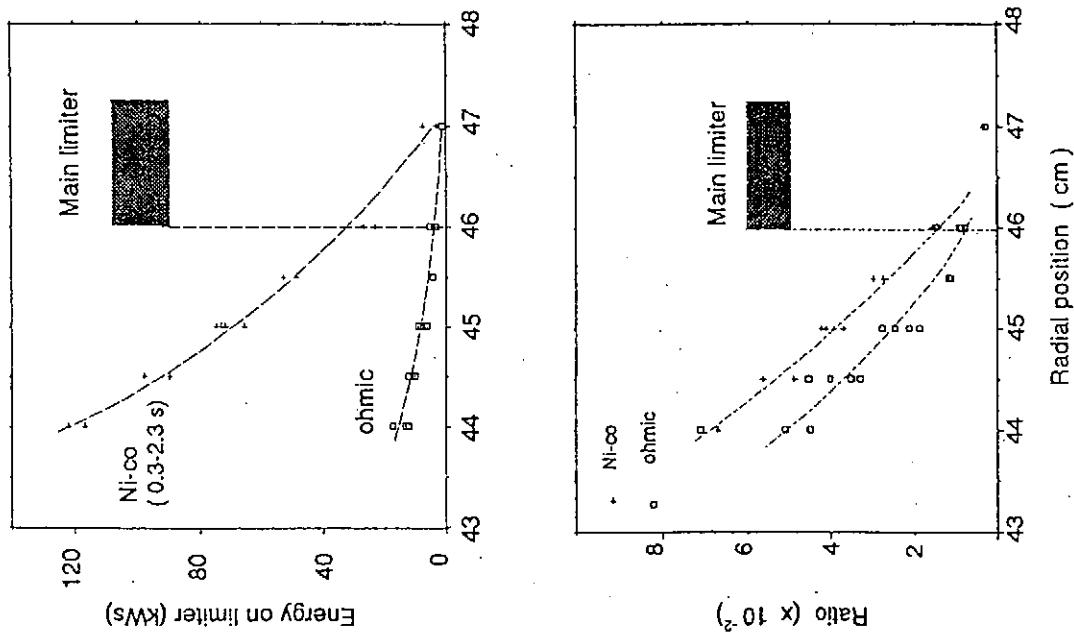


Comparison surface temperatures Mo and C : deposited energy 85kWs

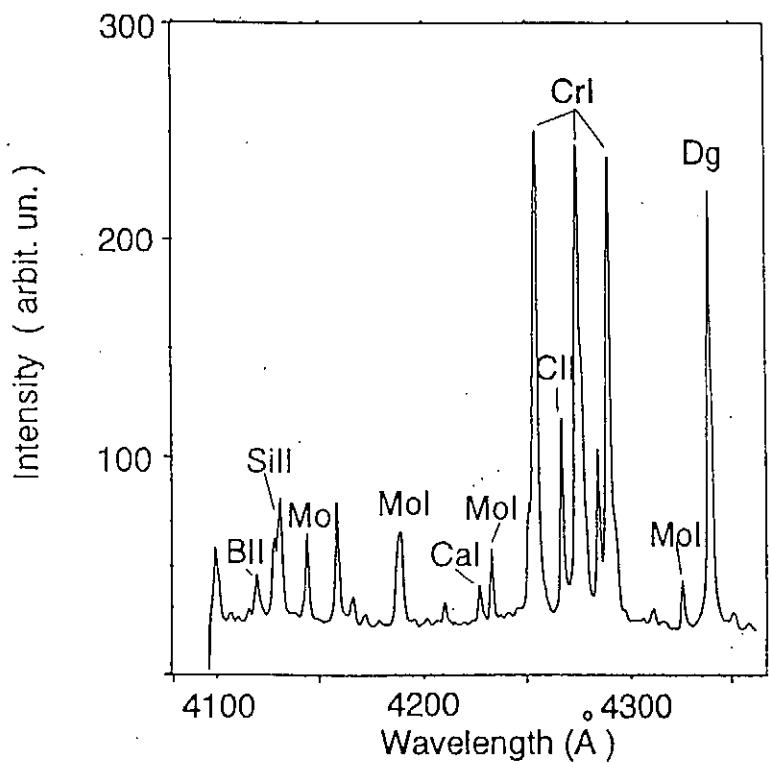




podept

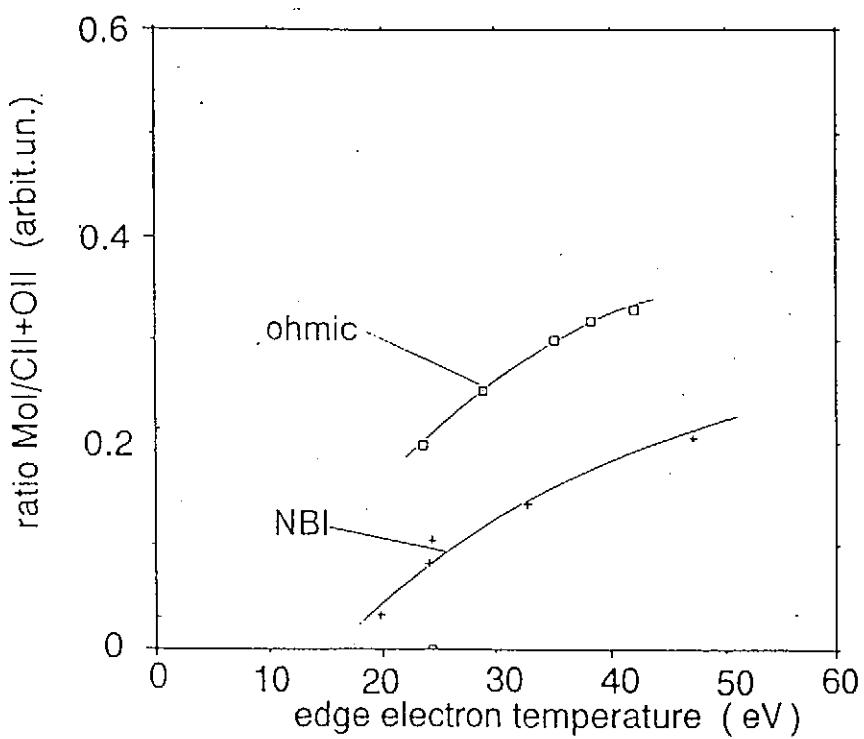


Emission spectra in front of the Mo limiter

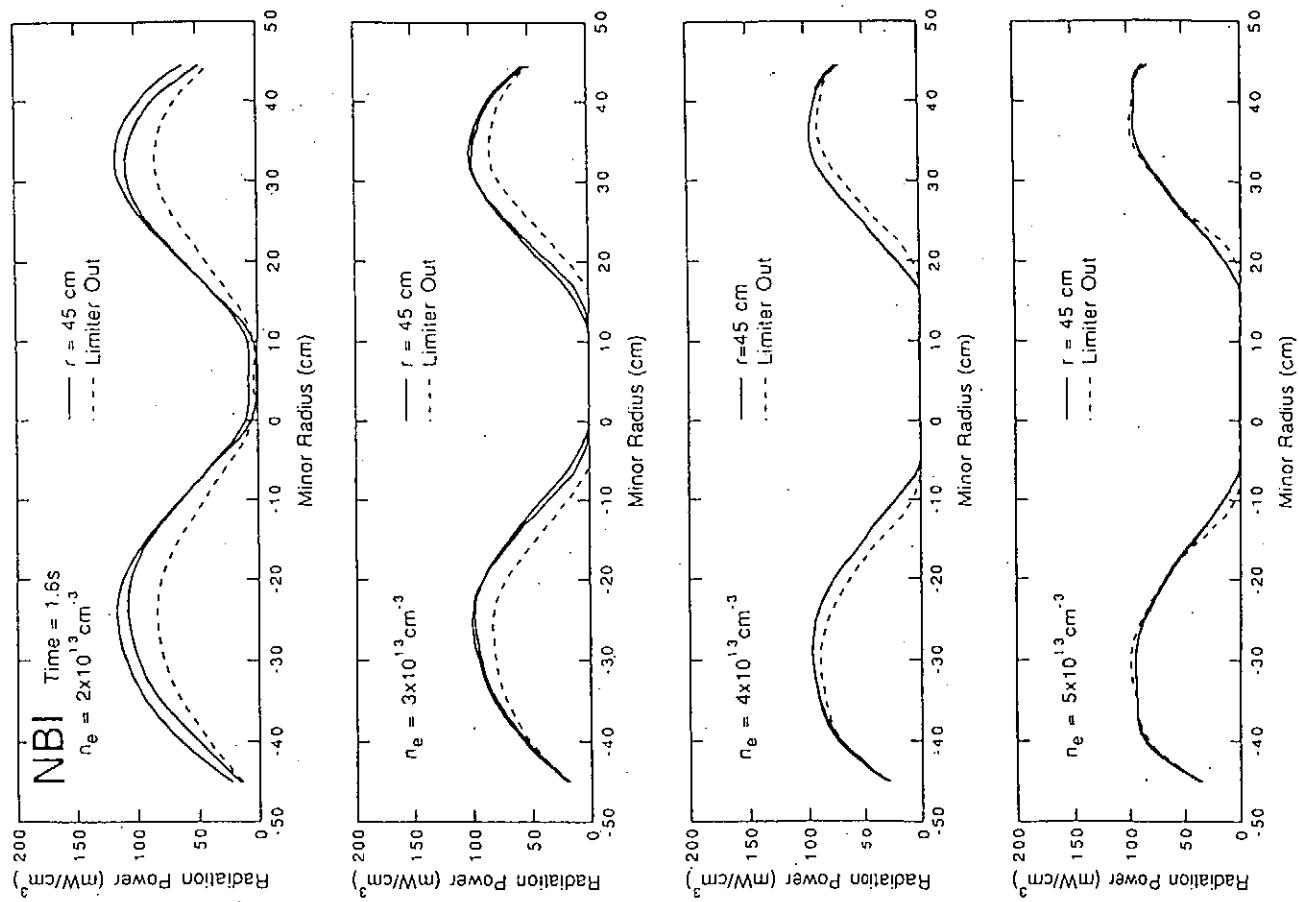


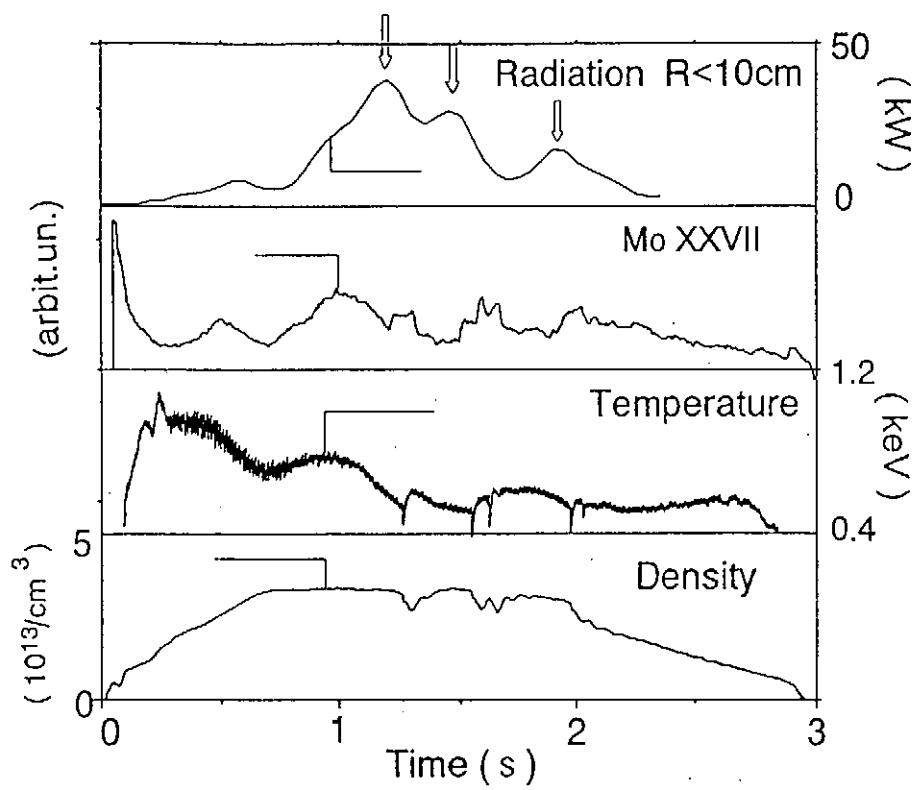
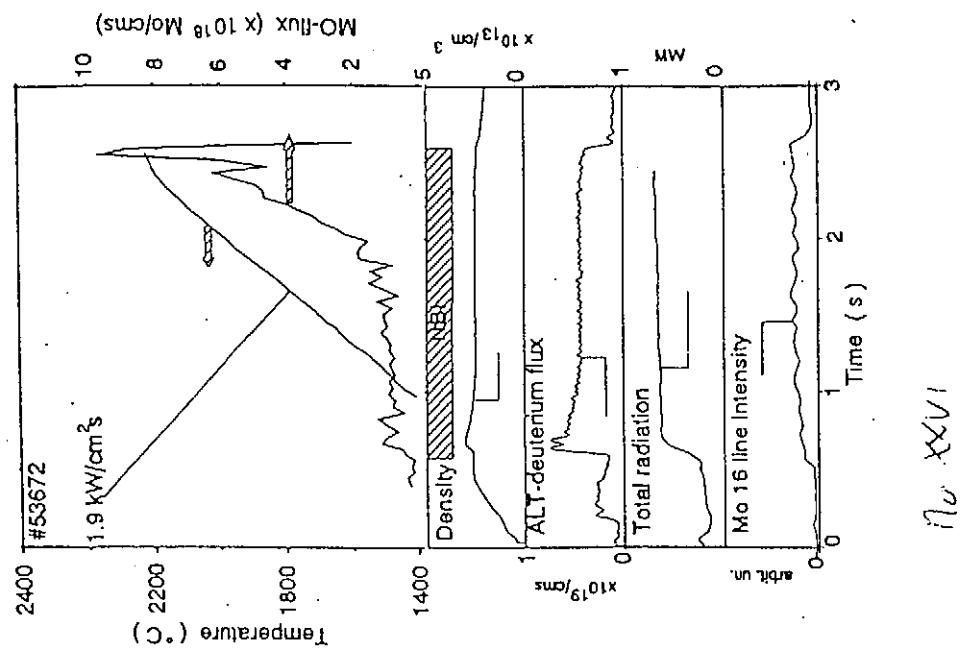
Mol line intensity vs edge Te

Density scan ohmic and NBI



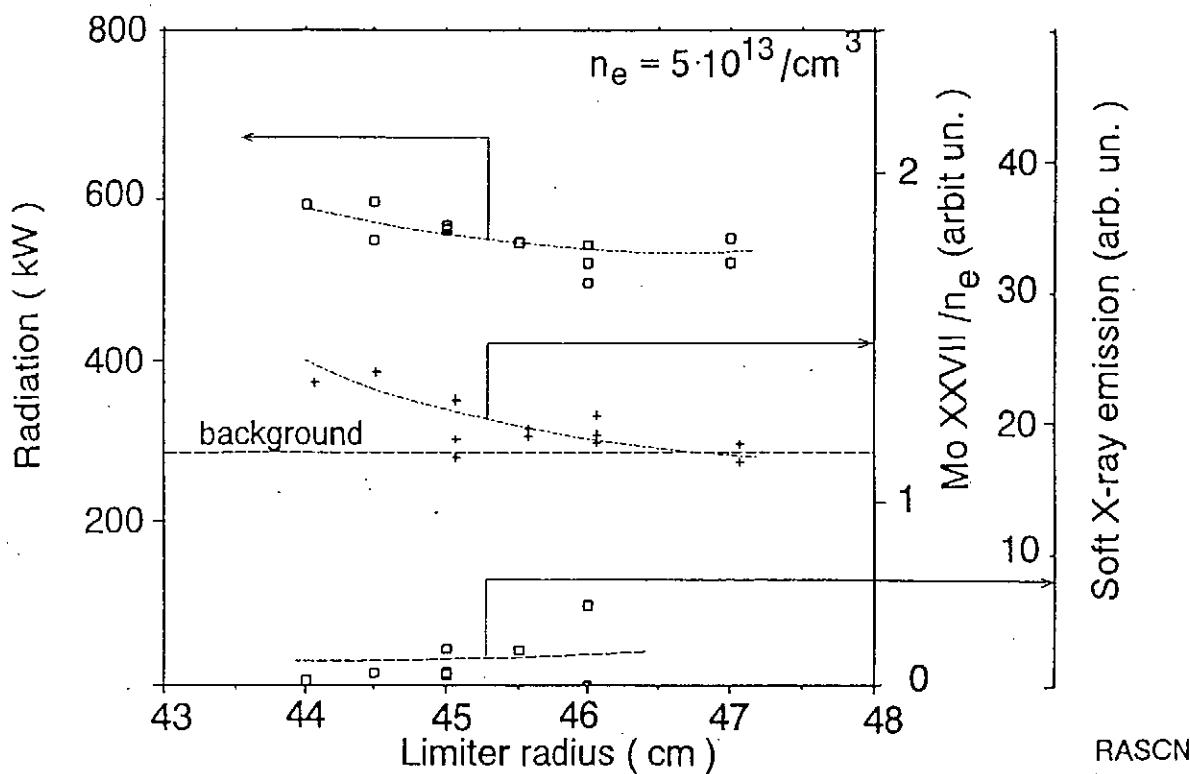
MOIDE4





53531R.p

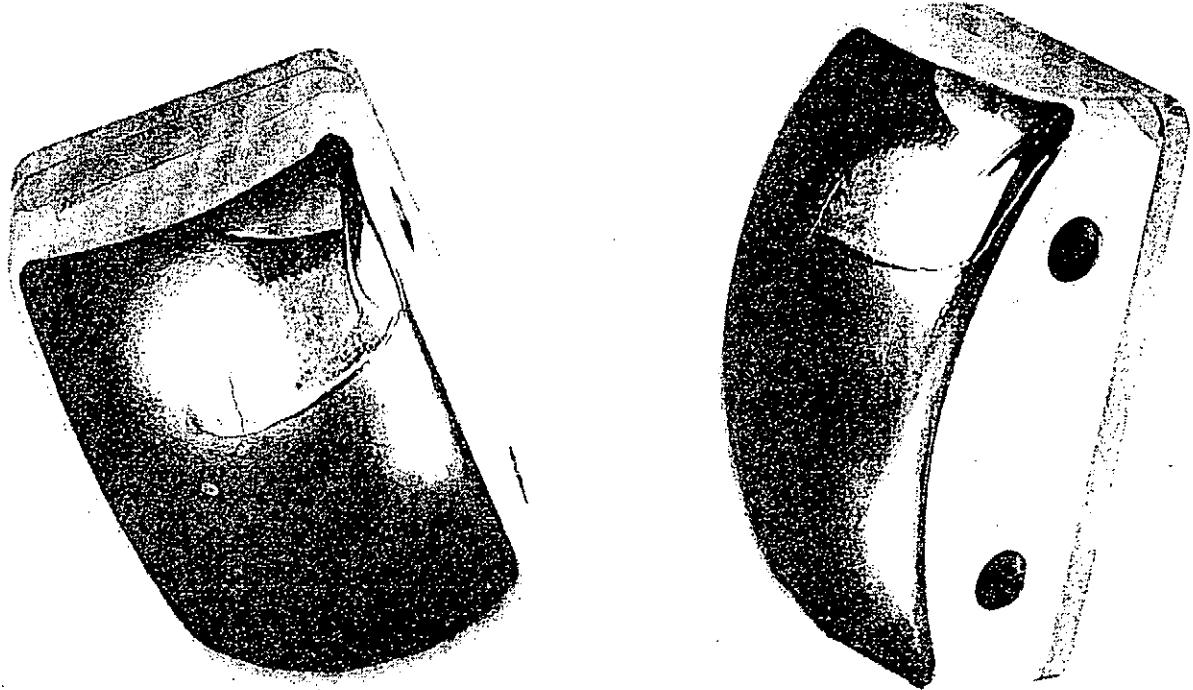
Fig. 9



RASCNI1

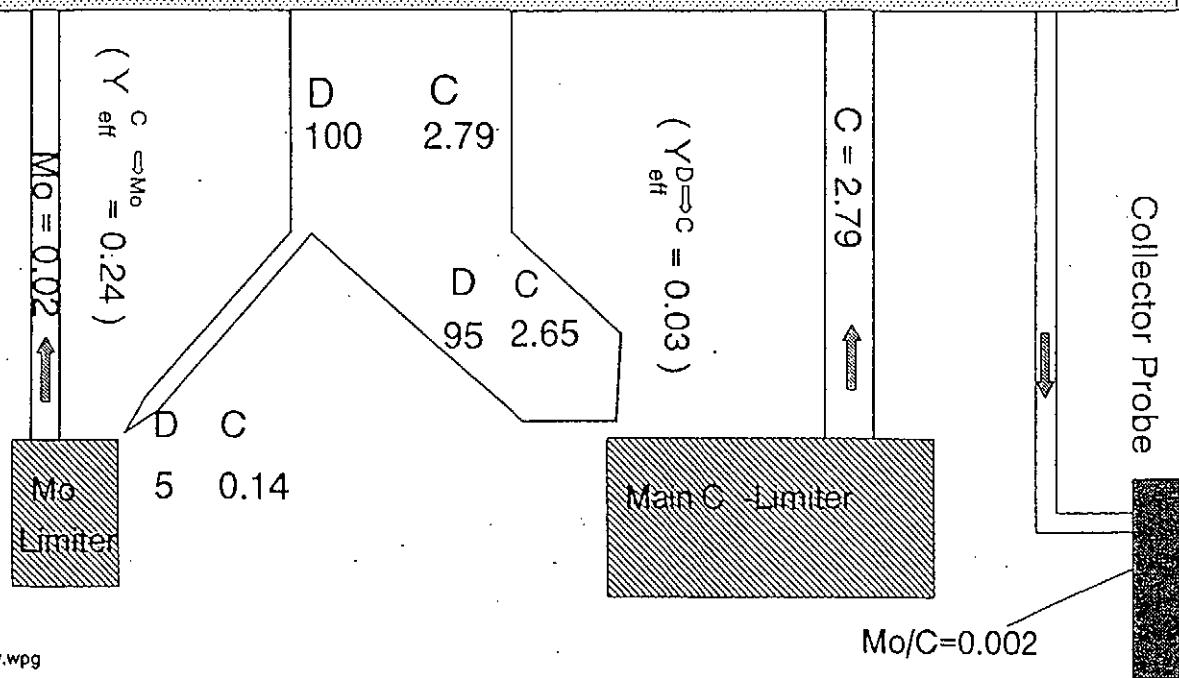
Fig 11

Photograph of Mo limiter after the experiments



Boundary Layer

$$D = 100 \quad C = 2.79 \quad Mo = 0.02 \quad Mo/C = 0.007$$



oview.wpg

Summary

- Power loading: maximal power loading of about 20 MW/m² for 2 sec. Maximal ratio of relative convective power about 8%. Maximal surface temperatures 2600 °C (partly melting, melting temperature 2617 °C).
- impurity production: Mo release is dominated by physical sputtering of carbon and oxygen impurities. The ratio of C/Si/B/Mo in redeposited layers is about 100/5/1/0.1-1. Relative Mo release increases with decreasing density and increasing edge temperature.
- impurity concentration and plasma response:
No observable increase of Zeff even under strongest Mo-release. (Zeff < 0.2 Mo < 0.1 % in center). The maximal Mo/D ratio in redeposited layers is about 0.06 %.
- radiation: Mo impurity radiation leads to a clear increase of radiation loss. Taking literature data on radiation loss, a Mo-concentration of about 0.02% is calculated for ohmic conditions at n_e = 2.5E¹³/cm³, with a nearly uniform distribution in the plasma.

At a critical density near $3 \cdot 10^{13}/\text{cm}^3$ and ohmic conditions, an instability develops characterized by strong increase of Mo-impurity radiation in the center-peaked radiation profiles and hollow temperature profiles.

- Under NBI-heating conditions, the Mo-impurity concentrations, calculated from differences in radiation profiles, are peaked at the outer regions of the plasma with smaller concentrations in the center compared to similar ohmic conditions. No instability could be observed under different densities and with the limiter at $r = 44\text{cm}$ leading even to partly melting of the surface.
- A similar radiation behaviour is observed for W
- The difference between the Mo-concentration and the radiation profiles between ohmic and NBI-heated conditions leading to the instability under ohmic conditions results from different transport properties of the sputtered Mo (and not from different strength of the Mo-source).

5.まとめと今後の課題

- 高Z材が使われるにはプラズマセンターへの蓄積を避けねばならない。
発生をおさえる
不純物の低減化
エッジ温度を下げる

不純物輸送過程の解明と制御が必要
- 実機での経験
- プラズマ対向材として
冷却をどうするか
接合、溶接、合金化
- プラズマ対向要素として (Mo,WよりNb,Taの方がbetter)
再結晶化をどうするか
単結晶 or 合金 or 高純度化?
粒界強化?
冷却材との両立性、腐食
重さをどう克服するか

2. ヘリカルシステムにおける高Zダイバータ

核融合科学研究所研

野田信明

ヘリカル型装置の話の前に、なぜ今高Z材対向材料をとりあげるのかについて簡単に述べたい。まず、基本的な必要性と魅力は、以下のようにまとめられる。

- (1) 炭素、ベリリウム等の低Z材料で、将来100%保証できる見通しがない。
- (2) スパッタリングのエネルギーしきい値が高く、スパッタ率の絶対値も低い。
- (3) 電離の平均自由行程が短いことと相まって、正味損耗が小さい。

また、系統的な研究立ち上げに、今がちょうどよい時期であることの理由は、

- (4) 炉心プラズマで臨界条件が達成され、次のステップとして炉としての技術的な成立を、総合的に検討することが求められている、
- (5) 低Z材、特に炭素材の、プラズマとの相互作用に関する部分について、相当のデータの蓄積ができ、ひとつの段階がほぼ終わった、
- (6) 周辺プラズマ測定手段が格段に進歩し、10年以上前にモリブデン、タンゲステンが用いられていた時期にはなかった、固体表面近傍のプラズマデータが得られるようになっている、

などである。これまでの20年は、「一瞬出もよいから、炉心相当の高温プラズマ発生を達成する」ことに力点をおかれてきており、タンゲステン、モリブデン使用の中止、炭素、ベリリウム、ボロンの採用は、すべて炉心プラズマに基準を置いて判断されてきたわけである。今の時期に、もう一度材料評価の原点に立ち戻ることは時宜にかなうものと思う。

次に、トカマクと比較した場合の、ヘリカル型装置のダイバータの特長を次に述べる。ヘリカル型装置の磁場配位は、一断面を取ってみると、トカマクのダブルヌル型配位に似ているように見える。しかし、大きな違いは、

- (1) トカマクのダイバタレグのストライキングポイントがほぼ一平面上にのるのでに対し、ヘリカル型のそれは立体的であり、3次元構造をしていること、
- (2) トカマクの磁力線がストライキングポイントでトロイダル方向を向いているのでに対し、ヘリカルではそれがほとんどポロイダル方向に走ること、
- (3) ディスラプションや逃走電子による、応力、熱集中の心配がないこと、

の3点である。特に(2)は、トカマクの様な段差による熱集中の心配がないので、重要である。

大型ヘリカル装置では、上記の2つの特長から、連続板のダイバータ板でなく、円筒型のバーを螺旋状にならべる、"Helically Running Cylindrical Bar Array"という形のダイバータ板を採用している。当初の実験は、炉心プラズマに重点を置くことから、はじめはアーマー材として炭素材料を選んでいる。高Z材ダイバータ板は、実験の後半に導入することが考えられる。小型のモジュール式リミター実験から入り、最終的には、Cylindrical Barのアーマーすべてを高Z材に置き換えることも考える。

高Z材対向壁の最大の問題の一つは、プラズマへの壁材原子混入と、それによるプラズマ特性劣化である。この問題は、プラズマ装置を用いた実験がトカマク装置でもヘリカル装置でも精力的に行なわれる必要がある。材料研究の分野では、これと平行して、以下の疑問に答える様な研究を系統的に行なう必要があろう。

- (1) 炭素材は中性子照射に弱いことが指摘されているが、高Z材はこの問題でどのくらい楽になるのか？ 照射環境下での寿命は何で決まり、どれくらいと考えればよいか？
- (2) 炭素に比べ、トリチウムインベントリーはどのくらい減少するか？
- (3) アーマーから冷却管とを、同一材料で一体にできないか？ できないとすれば、ヒートシンクと冷却管にどんな材料を用い、どのような接合法が可能か？
- (4) 寿命を決める要因として、どのようなことが考えられるか？ それについて、寿命はそれぞれどれくらいか？、どれくらいにできるか？
- (5) 低放射化はどこまで考慮する必要があるか？

具体的にはまだほかにもあるかも知れないが、DEMO炉以降を想定し、材料研究の現状と、今後の計画を議論する必要があろう。

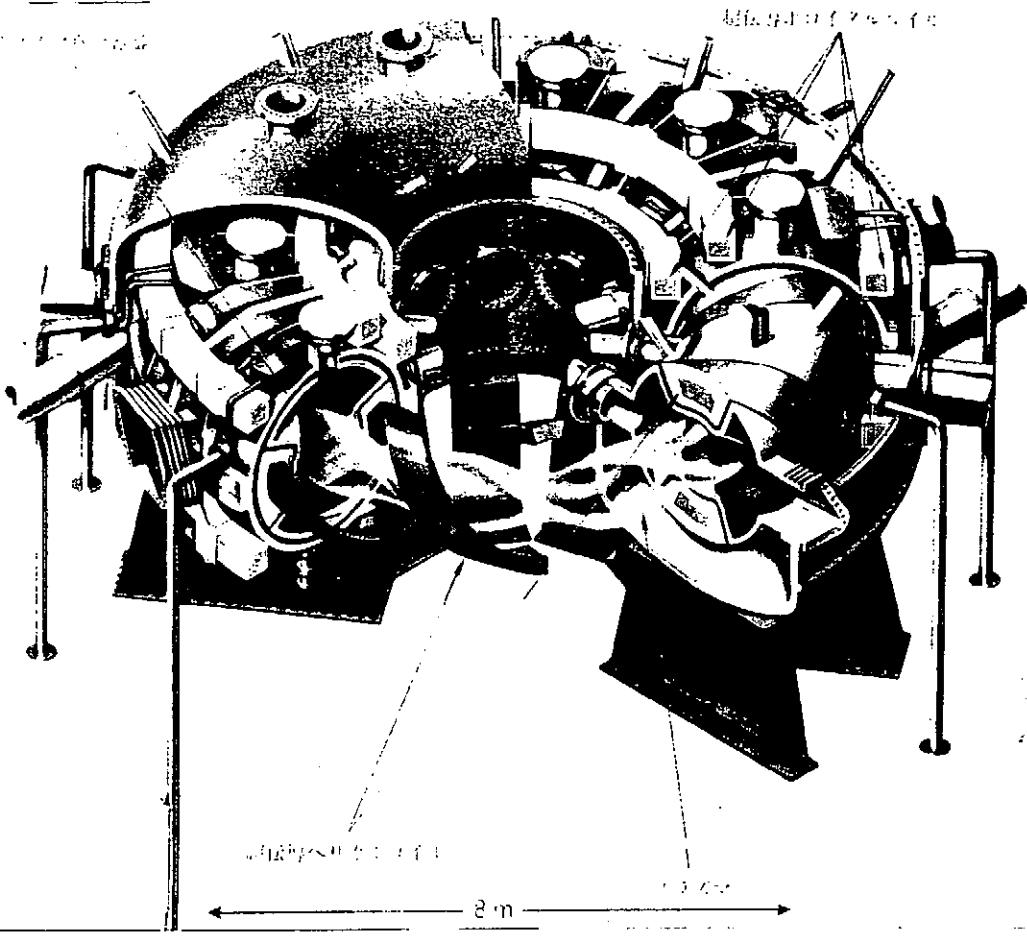
ヘリカル型装置と LHD

ヘリカルシステムにおける高Zダイバータ

94年3月8日 核融合科学研究所 畠田信明

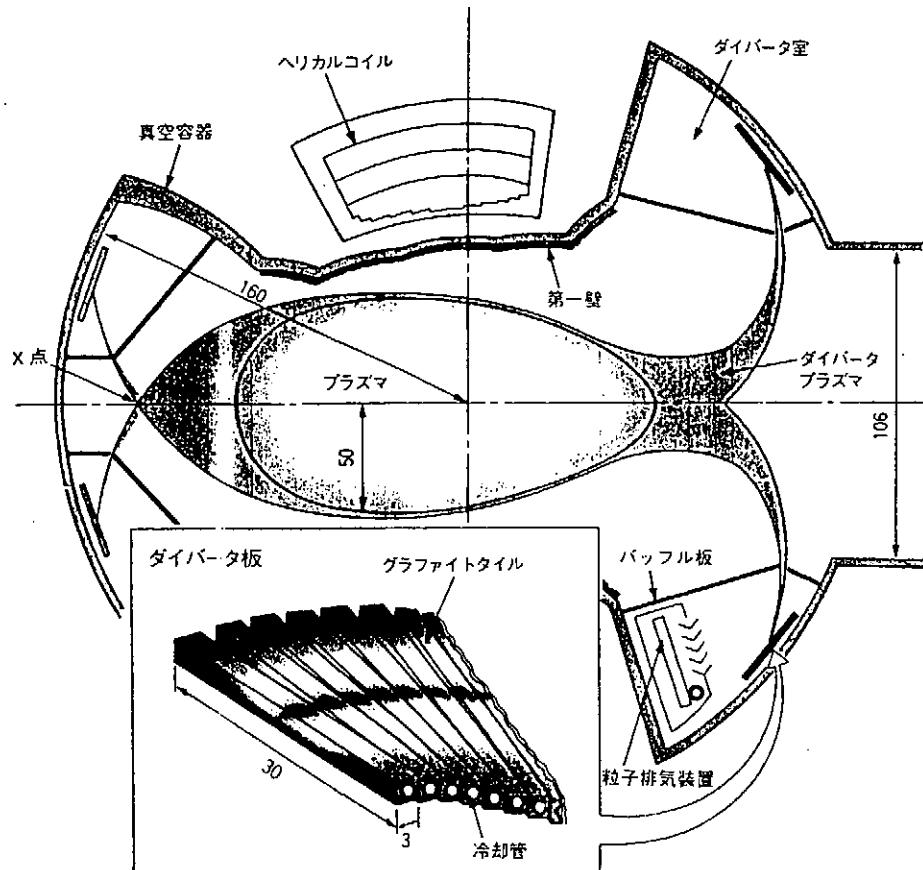
- トカマクと比較して
 - ・ディスラッシュションなし
耐電磁応力、逃走電子の心配不要
 - 1. ヘリカル型装置と LHD
 - ・定常運転が容易
 - ・構造が複雑（立体制ダイバータ）
 - ・炉心プラズマ実験がまだ必要
閉じ込め則、ベータ限界
 - 2. ヘリカル型装置におけるダイバータ
 - 3. ヘリカル型装置における不純物研究
 - 4. プラズマサイドでの研究課題のまとめ
 - 5. 材料研究者への質問、問題提起
- ⇒ LHD 炉心プラズマ実験
定常実験
ヘリカル炉の技術課題

◆大型ヘリカル装置本体



2. ヘリカル型装置におけるダイバータ

- 耐電磁応力、逃走電子の心配不要
- ポロイダル磁場 ⇒ トロイダル磁場
- 構造が複雑（3次元的）
- 全長が長い LHD 40m × 4本
JT-60 10m × 2本
- 負荷分布が不均一



大型ヘリカル装置ポロイダル断面図

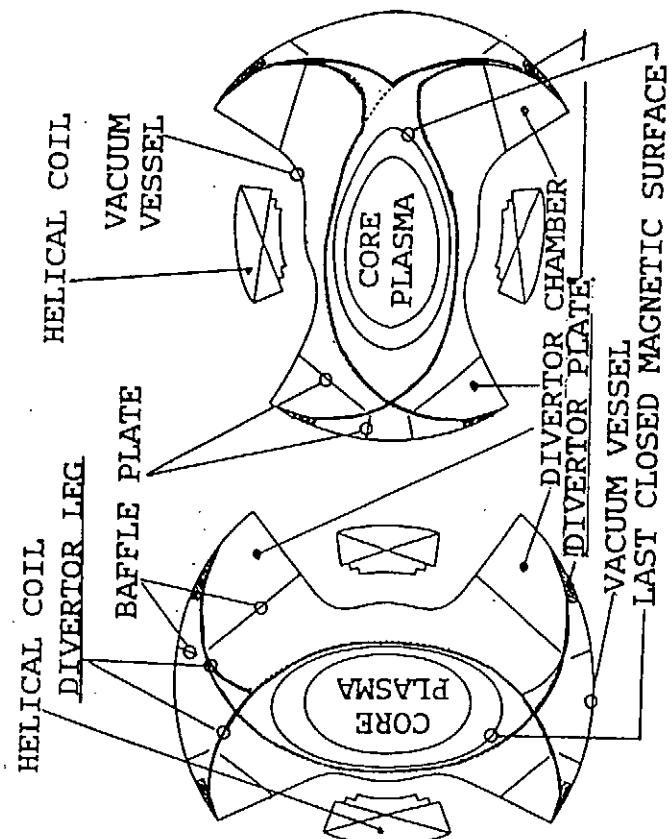


Fig. 1 Cross sectional view of the LHD device
Torus axis is on the left hand side.

真空容器、第一壁、ダイバータ板基本構想

Closed Diverter

ダイバータ室排気

ダイバータ板

炭素材アーマー + 金属ヒートシンク (冷却ア管)
(冶金接合) + 強制水冷

(option)

- 炭素・ボロン複合バルク材アーマー
- 重金属アーマー
- ベリリウムアーマー?

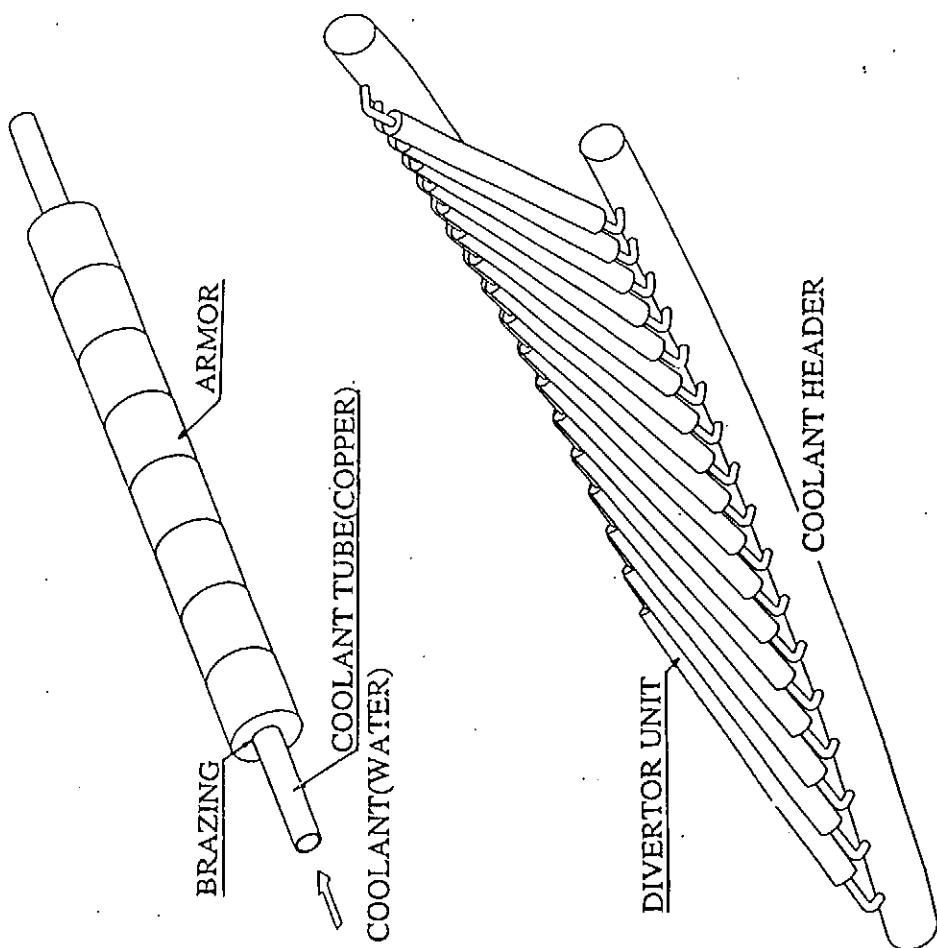
- 金属ヒートシンクなし

第一壁

ステンレス鋼壁 + 強制水冷

(option)

- ボロニゼーション (ダイバータ板を含む)
- 黒鉛材アーマー + 水冷
(冶金接合)
- 黒鉛材アーマー
+ ボロニゼーション
- 炭素・ボロン複合材
- ベリリウム?



3. ヘリカル型装置における不純物研究

4. プラズマサイドでの研究課題のまとめ

不純物許容濃度

周辺電子温度

トカマク炉と変わらない

トカマクにくらべて

粒子閉じ込め時間が長い？？

① 炉心における不純物輸送

② ダイバータへの負荷分布

③ 周辺プラズマ温度と制御

5. 材料研究者への質問、問題提起

対向壁材として高 Z 材料は

低 Z 材料にくらべて

① 中性子照射に対し、どのくらい有利？

② トリチウムインベントリーでは

どのくらい有利？

③ 低放射化はどの程度考慮が必要？

④ 热伝導率、表面 - 冷却材間距離、

運転温度と熱膨脹、熱応力、

損耗からの推定寿命

⑤ アーマーと冷却管の間の接合

もしくは一体構造

⑥ 総合的にみた寿命評価、交換頻度

3. タングステンの水素イオン照射

九州大学応用力学研究所 室賀健夫、吉田直亮
九州大学大学院 坂本隆一

1. 緒言

核融合プラズマ対向材の受ける負荷は、粒子負荷（水素同位体、ヘリウム、中性子）、熱負荷（パルス、定常）および不純物堆積に大別される。このうち水素粒子負荷の効果は以前からさまざまな研究が行われてきた。水素粒子負荷を与える方法としてプラズマシミュレータを用いる方法とイオンガンによる方法がある。前者は高フラックスが得られ、実機の複合効果を再現できるという特徴があるが、制御性に問題がある。一方イオン照射は制御性が高くその場実験や制御された変動、複合実験への発展が容易であるが、低エネルギー高フラックスビームを得るのが難しかった。

核融合炉の周辺プラズマ領域は、中心プラズマより温度がはるかに低く、ほとんどが1 keV以下の低エネルギー粒子である。しかし従来の多くのPWI研究においてはビーム量の多い数keV以上のイオンが用いられてきた。水素照射による注入飛程、弾き出し損傷量、スパタリング率などの基礎過程は強いエネルギー依存性を持つことから、材料への水素照射効果も強いエネルギー依存性を持つことが予想される。したがって、低エネルギーイオンによる照射研究は、従来のデータの位置付けのためにも重要である。

電子顕微鏡とイオン発生装置を組み合わせたその場観察は、組織変化の時間依存性を理解する上で、急激な変化を捕える上で、さらに条件変動への応答を知る上で極めて有効な手段である。しかし低エネルギー水素イオン照射のその場観察の例はこれまでになかった。これはおもに、低エネルギー水素イオンを電子顕微鏡内に引き込むことが不可能だったためである。我々は、高フラックスの低エネルギー水素イオンビームの照射が可能な電子顕微鏡を作製し、特に金属材料での照射その場観察実験を行っている。今まで主にモリブデンに関し行ってきたが、最近タングステンの実験を開始したので、モリブデンの結果と比較しながら報告する。

2. 実験方法

実験装置はディオプラズマ型イオン源と分析マグネット、レンズ、偏向系からなる照射装置と電子顕微鏡を組み合わせたもので、イオン引き出し時に最高10keVまで加速し、集束、分析、偏向後試料直前で減速することにより、ビームの減衰を最小限におさえている。本装置により、0.2keVの水素イオンで $1 \mu A/2mm \phi$ の到達電流を得ている。

試料は帯溶精製単結晶モリブデン、99.99%高純度単結晶タングステンおよび99.9%焼結タングステンを用いた。

3. 結果

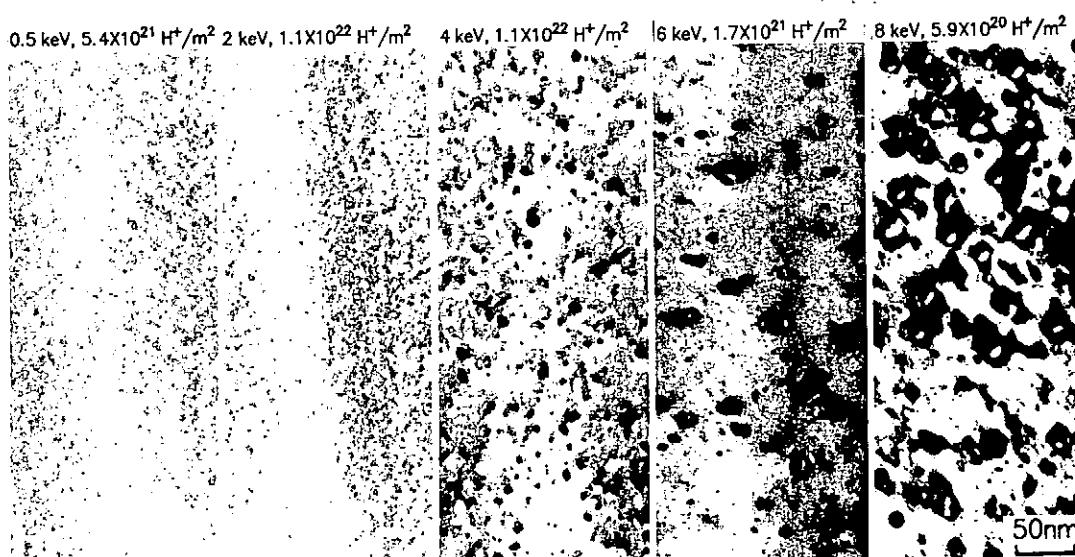
モリブデンの照射組織の照射温度、水素イオンエネルギー依存性を調べ、次のことが明らかになった。

- (1) 室温では4 keV以上の場合は転位ループの形成、成長、合体がおこり、0.5 keV以下では水素の集合体が発生する。2 keVではこれらが混在している。
- (2) 照射後昇温すると転位（ループ）は873Kまで変化がないが、水素集合体は徐々に消滅する。
- (3) バブルは573K以上で発生する。高エネルギーほど形成、成長が早い。
一方高純度タンゲステンの組織変化はモリブデンより以下のように少なかった。
 - (1) 転位ループが発生する最低エネルギーが高い（4keV付近）
 - (2) 473K以上では発生した転位ループが表面に抜けるため、転位密度が上昇しない。
 - (3) 照射後昇温によりかなり低温で（373-573K）ほとんどの欠陥が消滅する。
 - (4) 水素集合体（らしき）像は極限られた範囲でのみ観察される。
しかし焼結タンゲステン材は、発生ループ密度が高く、高温でもループが発生し、照射後昇温で生き残る欠陥量も多く、高純度タンゲステンに比べ組織変化が大きかった。

4. 今後の方針

タンゲステンとモリブデンの差、およびタンゲステンの純度による差は、それぞれ弾き出しのしきいエネルギーの差と不純物による欠陥（格子間原子、転位）のトラップにより定性的に説明できるが、定量的に理解するためには、深さ方向の物質移動も考慮した解析が必要である。また水素が実際どれだけここに蓄積しているかを、他の水素分析や昇温放出実験との比較により明らかにする必要がある。現在、高精度の水素放出測定装置を製作中である。

また将来の核反応炉では、中性子の照射が加わるため、高エネルギー弾き出し損傷の同時発生効果が加わる。この研究を目的とし、高エネルギー重イオン（はじき出し損傷形成）と低エネルギー水素イオンの同時照射実験を計画している。またこの予備実験として、重イオン予照射試料の低エネルギー水素イオン照射効果の研究を行っている。



高純度タンゲステンの水素イオン照射組織のイオンエネルギー依存性（室温）

核融合科学研究所研究会
「金属系高熱流束材料の開発と評価」
1994年3月8日

タンクスチーンの水素イオン照射

九大応力研 室賀健夫

発表内容

1. プラズマ対向材料の水素粒子照射効果
2. 低エネルギーイオン照射電子顕微鏡
3. 実験方法と結果
モリブデンの照射効果のまとめ
タンクスチーンの照射効果
4. まとめ
5. 今後の方針

1. プラズマ対向材料の水素粒子照射効果

プラズマ対向材料の損傷

粒子負荷 (水素同位体、ヘリウム、中性子)

熱負荷 (パルス、定常)

不純物堆積

水素粒子負荷効果の研究法

プラズマ装置 (シミュレータ) による照射

高フラックスが得られる

実機の複合効果が再現できる

制御性、その場実験に難

水素イオン照射

制御性が高い

その場実験、複合実験へ発展可

低エネルギー高フラックスビームは難しい

低エネルギーイオン照射の必要性

周辺プラズマ領域ではほとんどが1keV以下の水素

従来多くのPWI研究水素イオン照射は数keV以上のイオンが用いられてきた

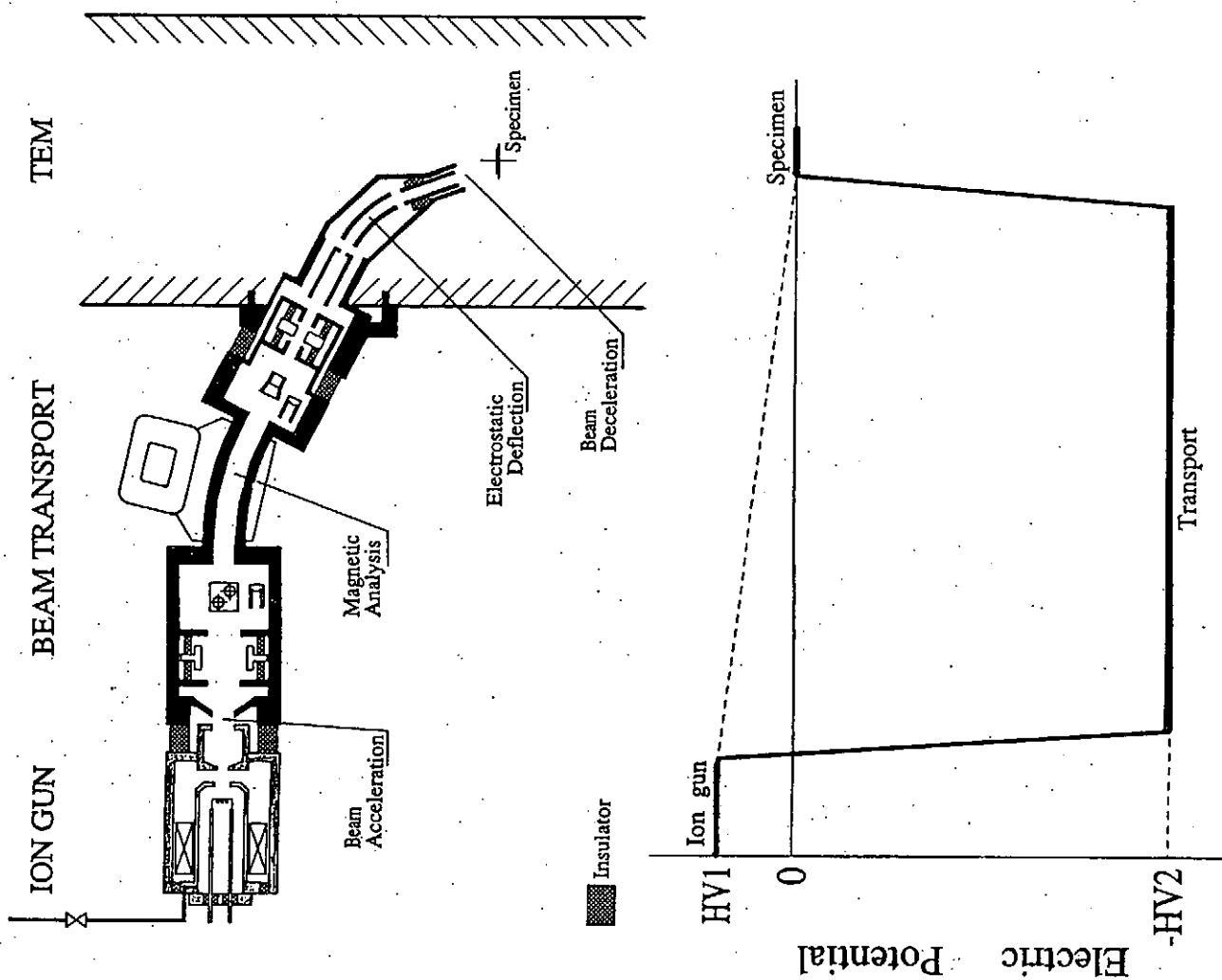
水素照射効果は強いエネルギー依存性をもつ

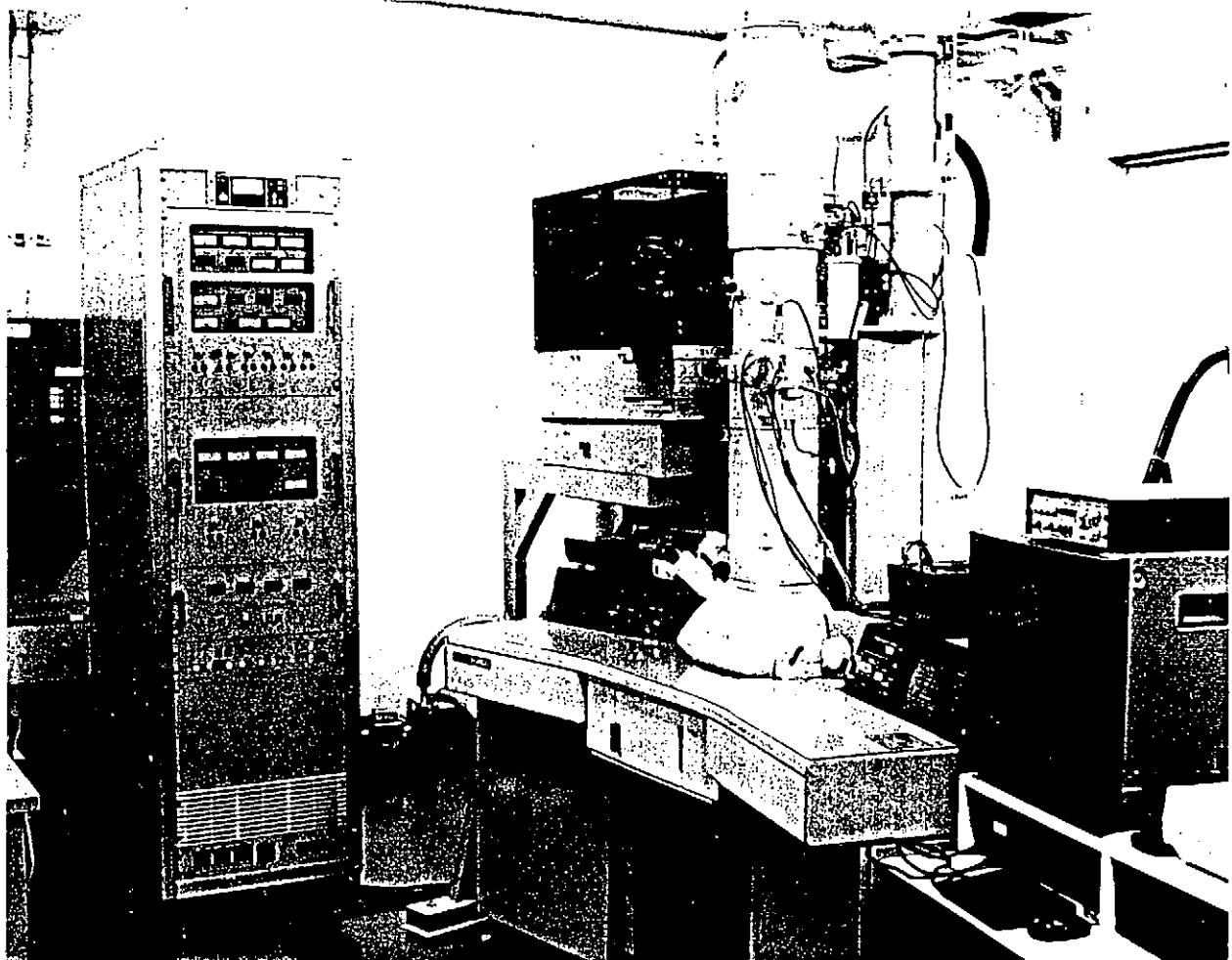
飛程分布、はじき出し損傷量、スパタリング
水素保持量、保持形態、組織変化、透過放出

2. 低エネルギーイオン照射電子顕微鏡

イオン照射の電子顕微鏡その場観察
組織変化の時間依存性を理解する
急激な変化を捕える
同一欠陥の変化を知る
条件変動への応答を知る

低エネルギーイオン照射電子顕微鏡の技術的課題
真空、振動、分解能
鏡筒内の放電
減速イオンの対物磁場によるドリフト





3. 実験方法

試料

帶溶精製高純度単結晶モリブデン

99.99%高純度単結晶タングステン

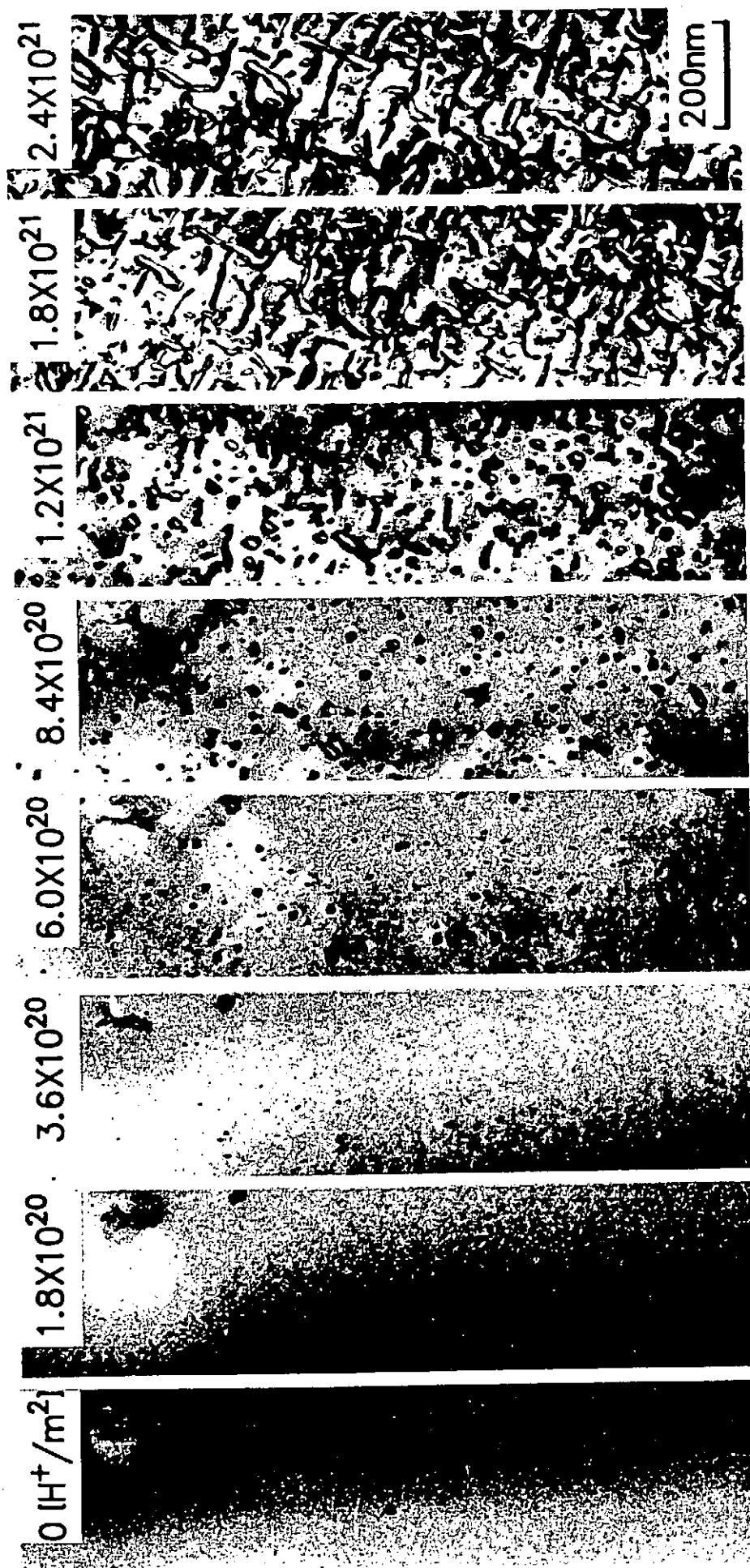
99.9%焼結タングステン（高温粒成長処理）

イオン照射

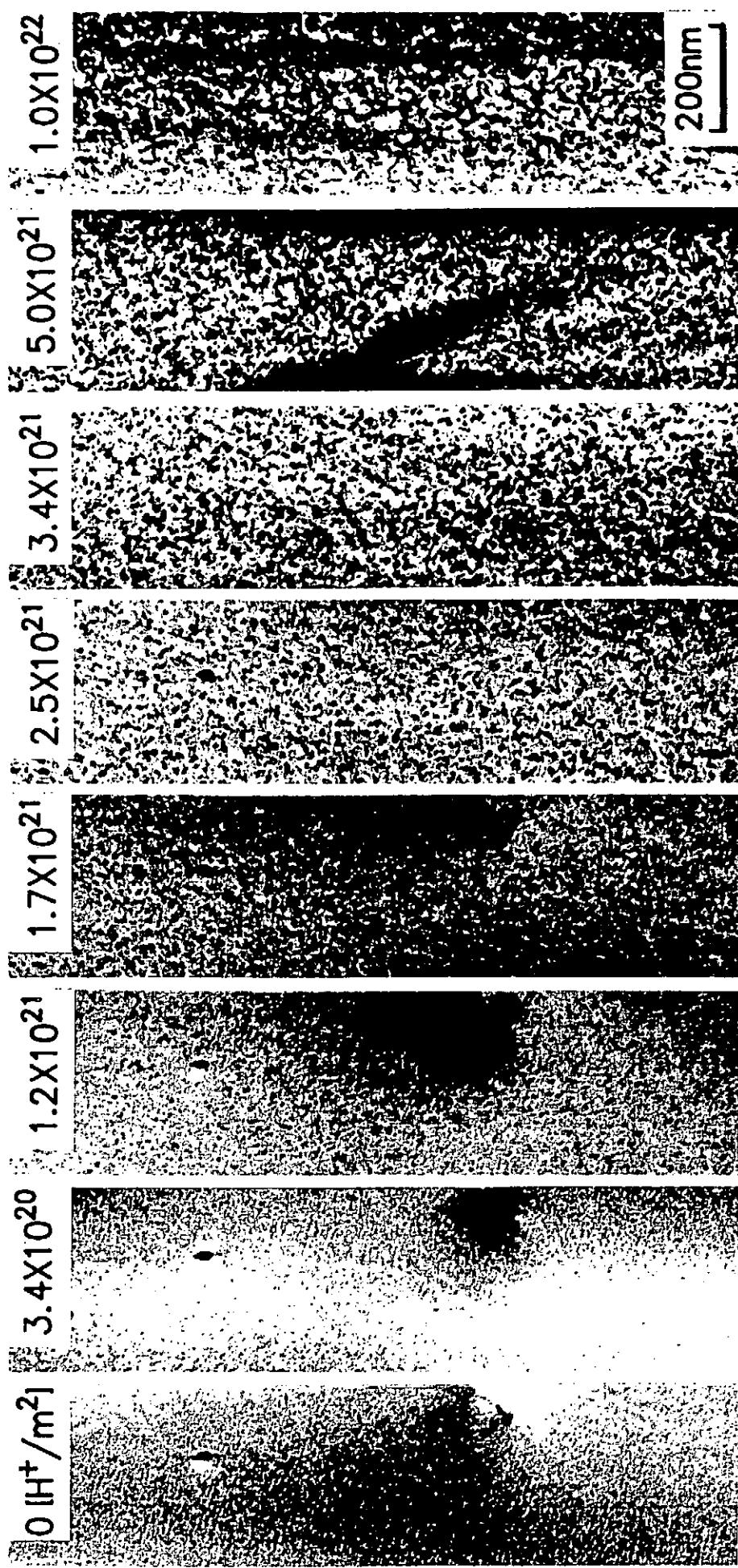
0.5 ~ 8 keV H⁺ イオン

室温~1073K

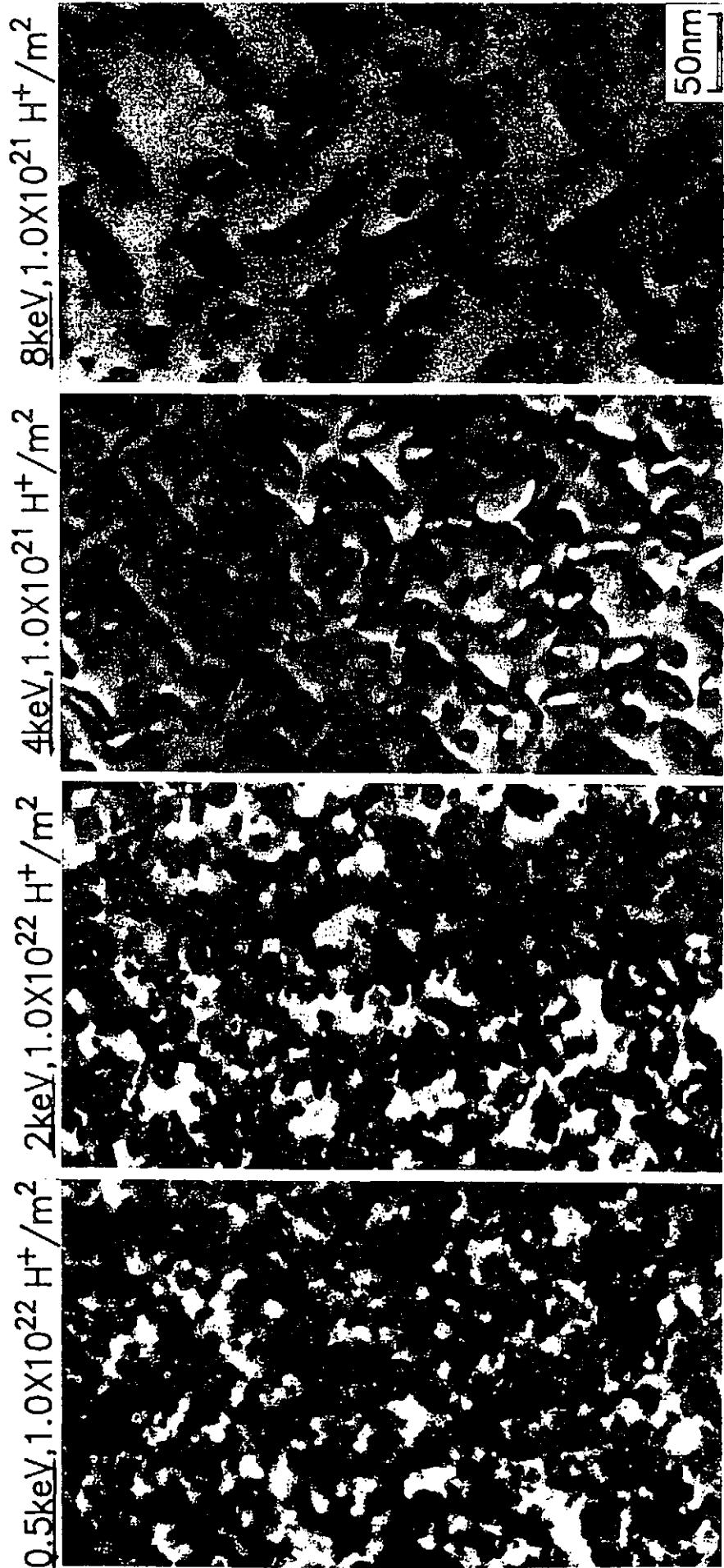
Mo, irradiated with $8.0 \times 10^{18} \text{ H}^+ / \text{m}^2 \cdot \text{s}$) at R.T.



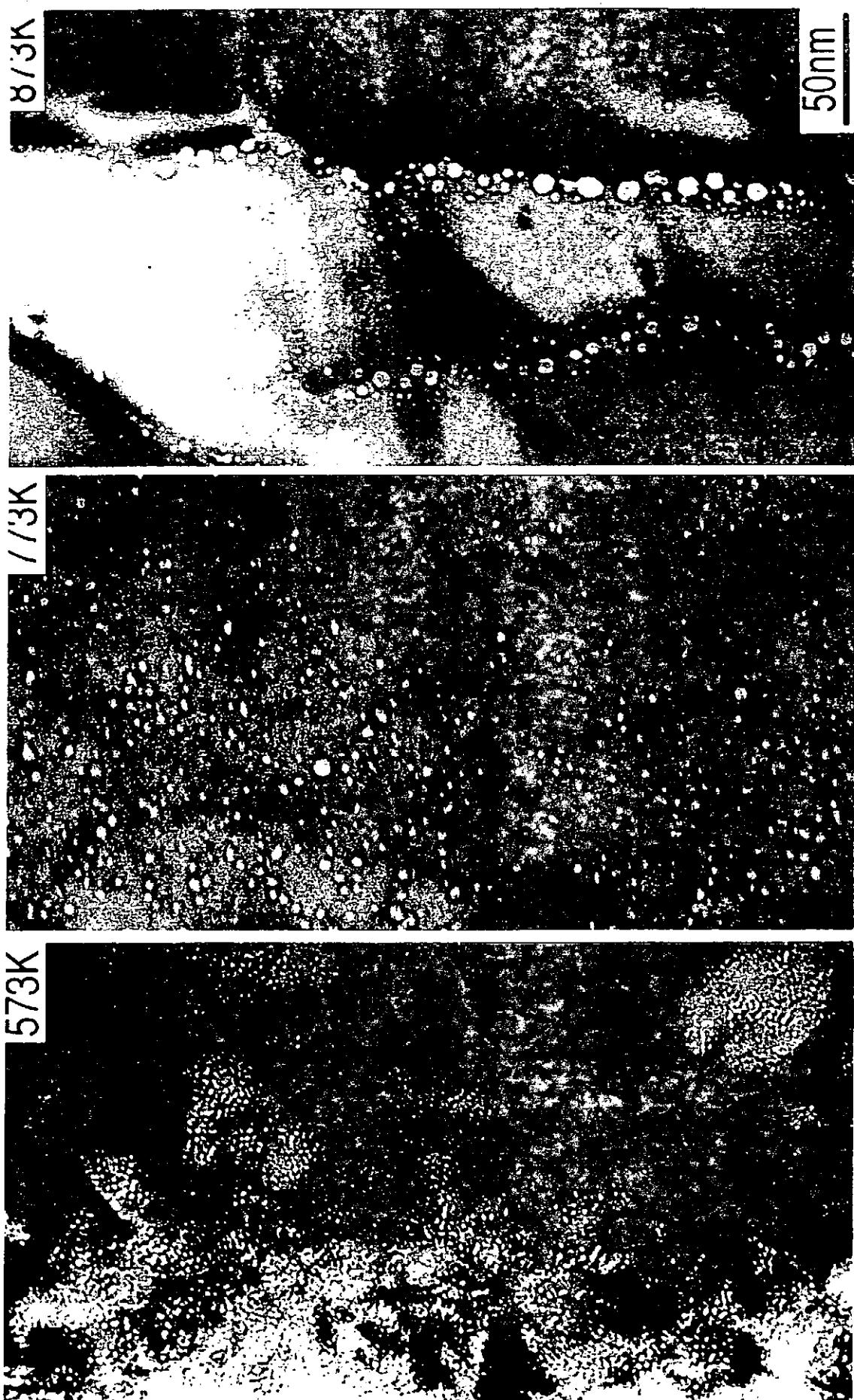
Mo, irradiated with $0.5[\text{keV}] \text{ H}^+(2.8 \times 10^{18} [\text{H}^+/\text{m}^2 \cdot \text{s}])$ at R.T.



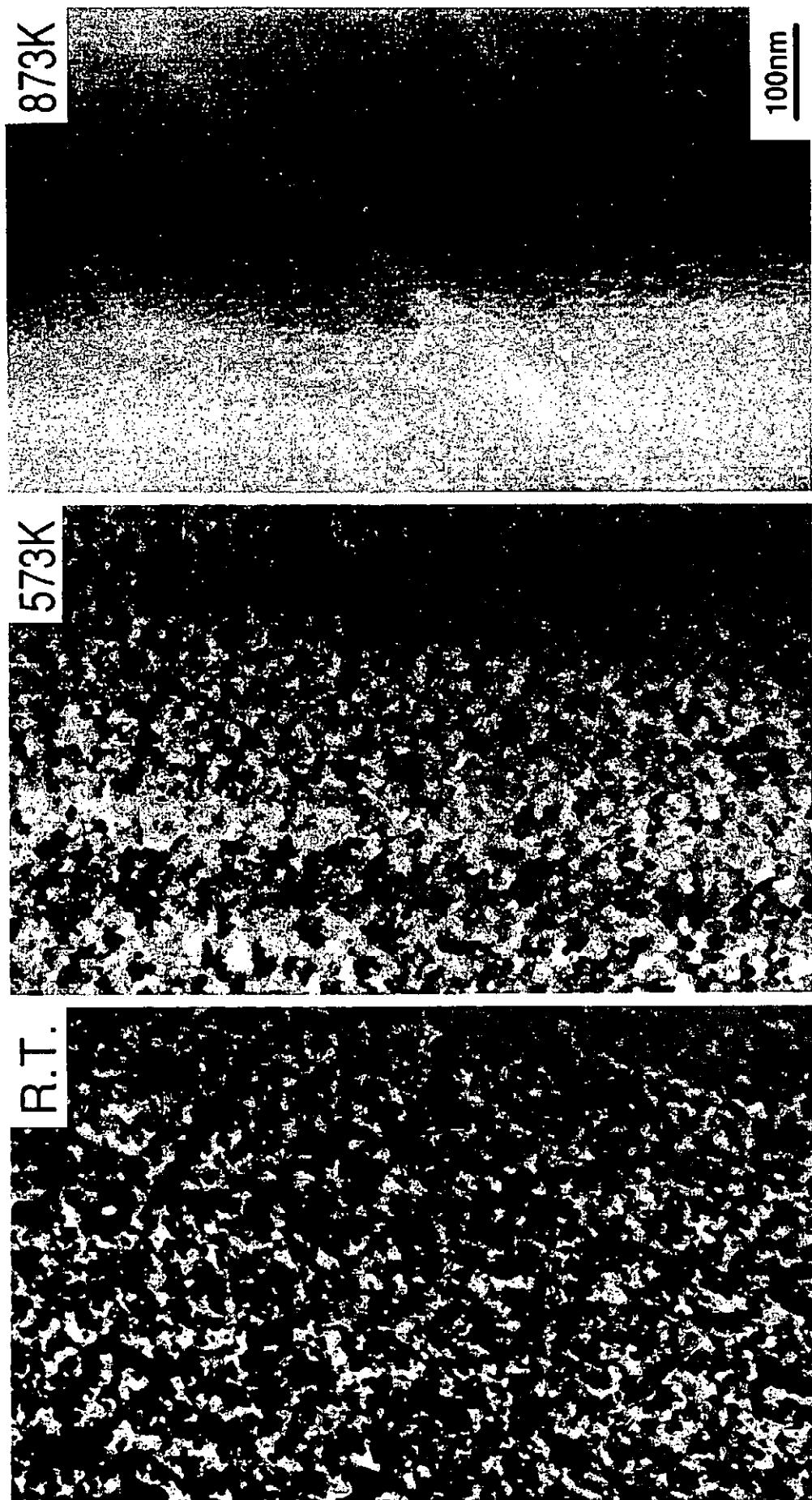
Mo, irradiated with H^+ at R.T.



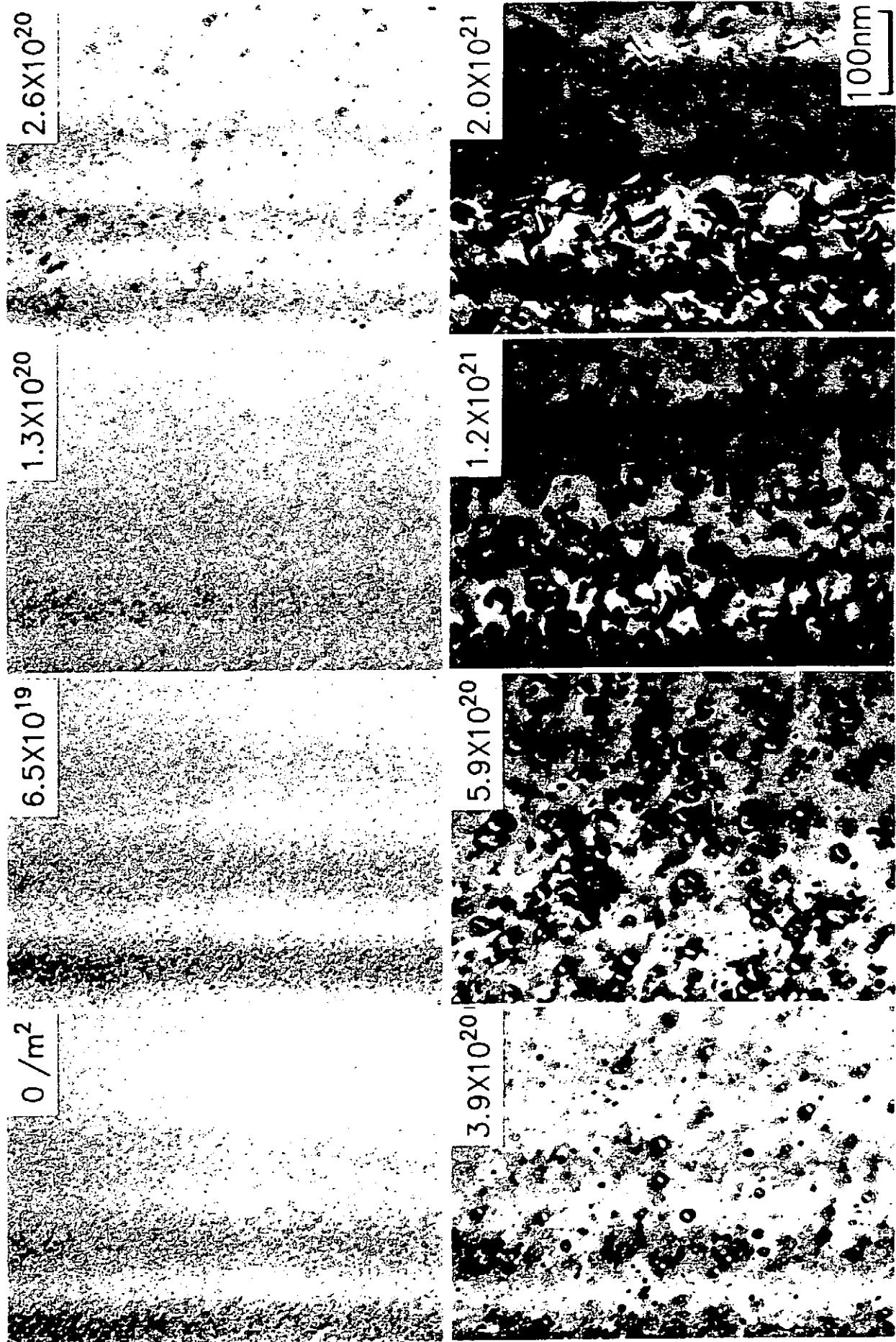
Mo, irradiated with $8.0 \text{ keV} \text{ H}^+$ to fluence $3.6 \times 10^{22} [\text{H}^+/\text{m}^2]$



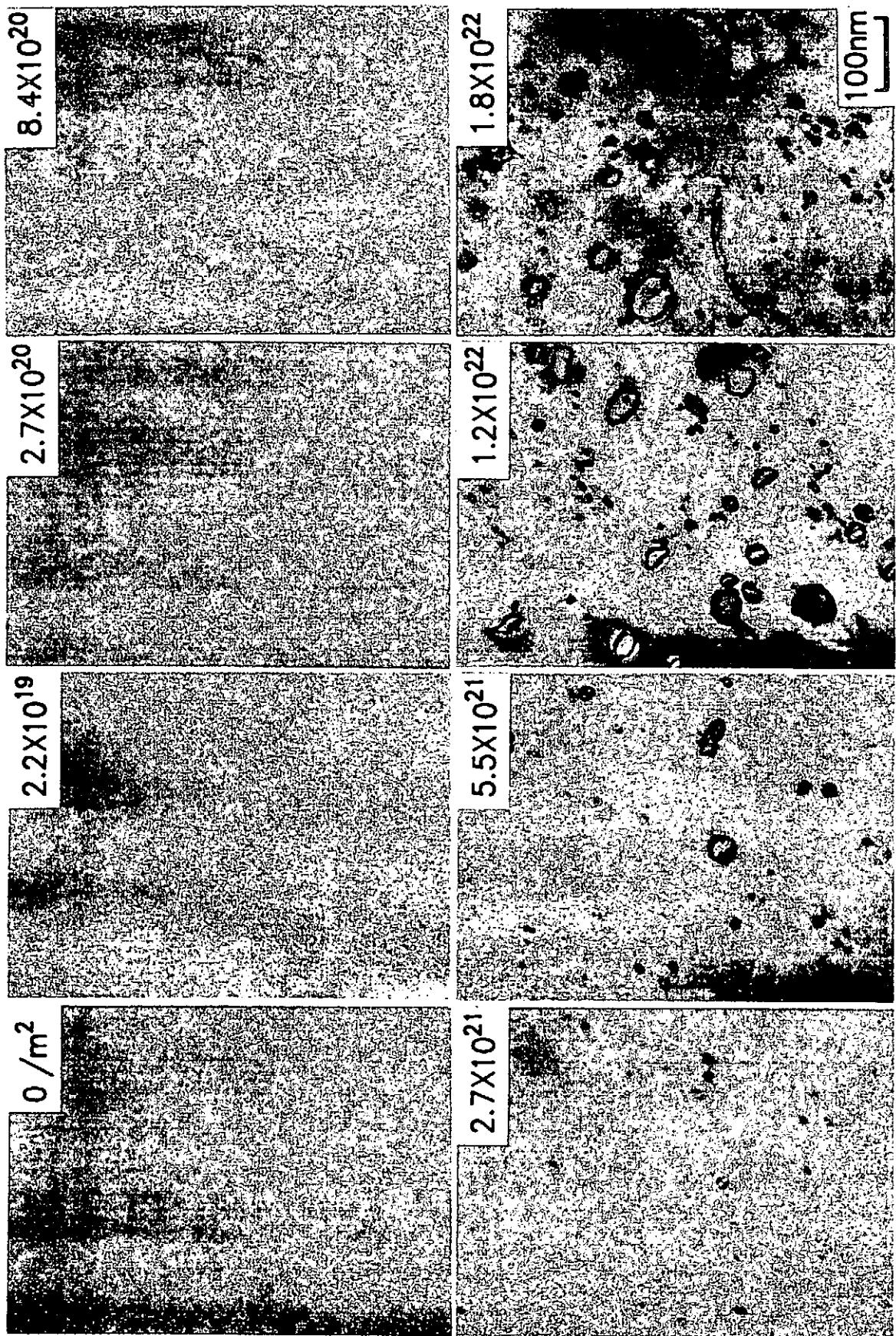
Mo, irradiated with $0.5[\text{keV}] \text{ H}^+$



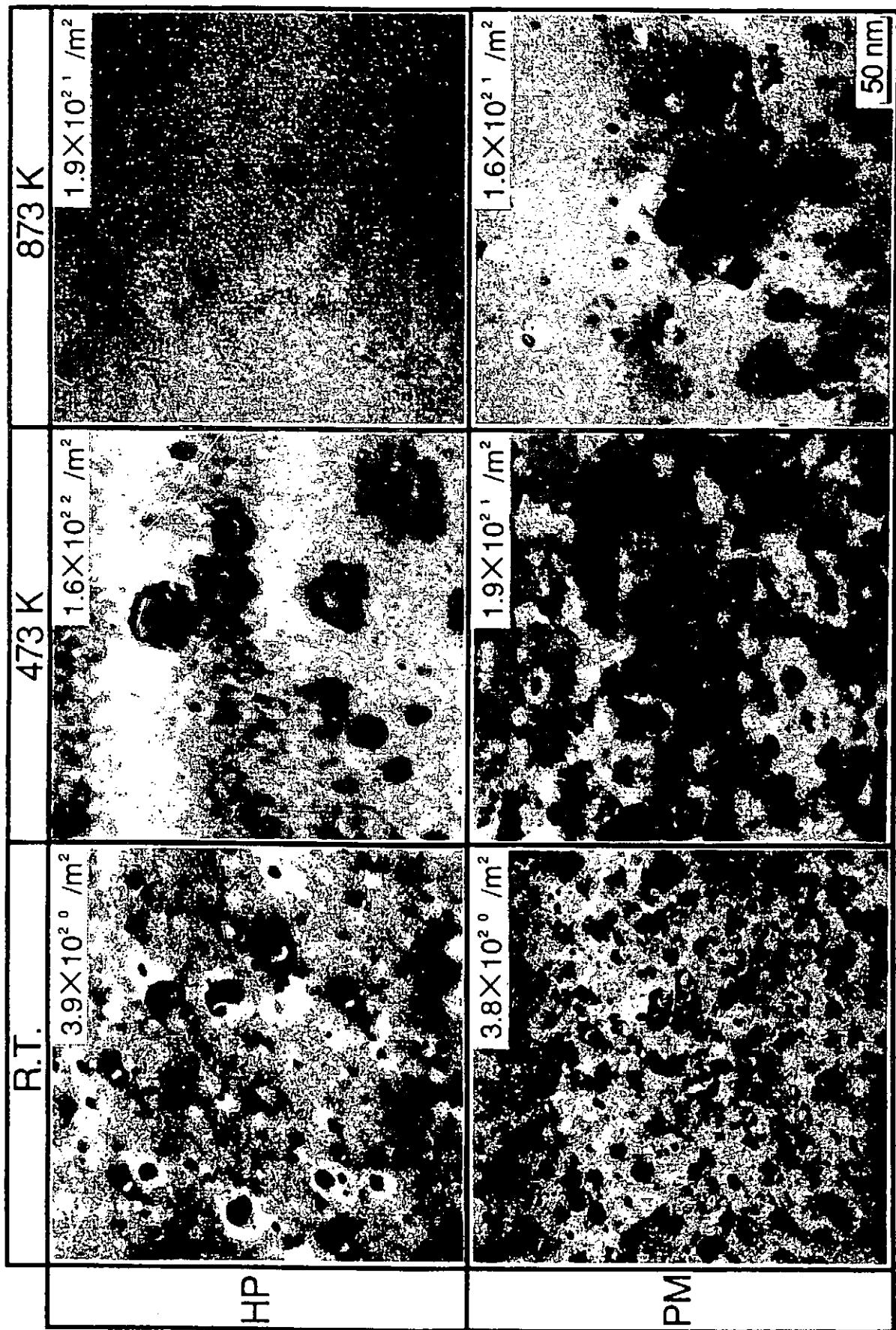
W, irradiated with $8\text{keV H}^+(6.5 \times 10^{18}/\text{m}^2/\text{s})$ at R.T.



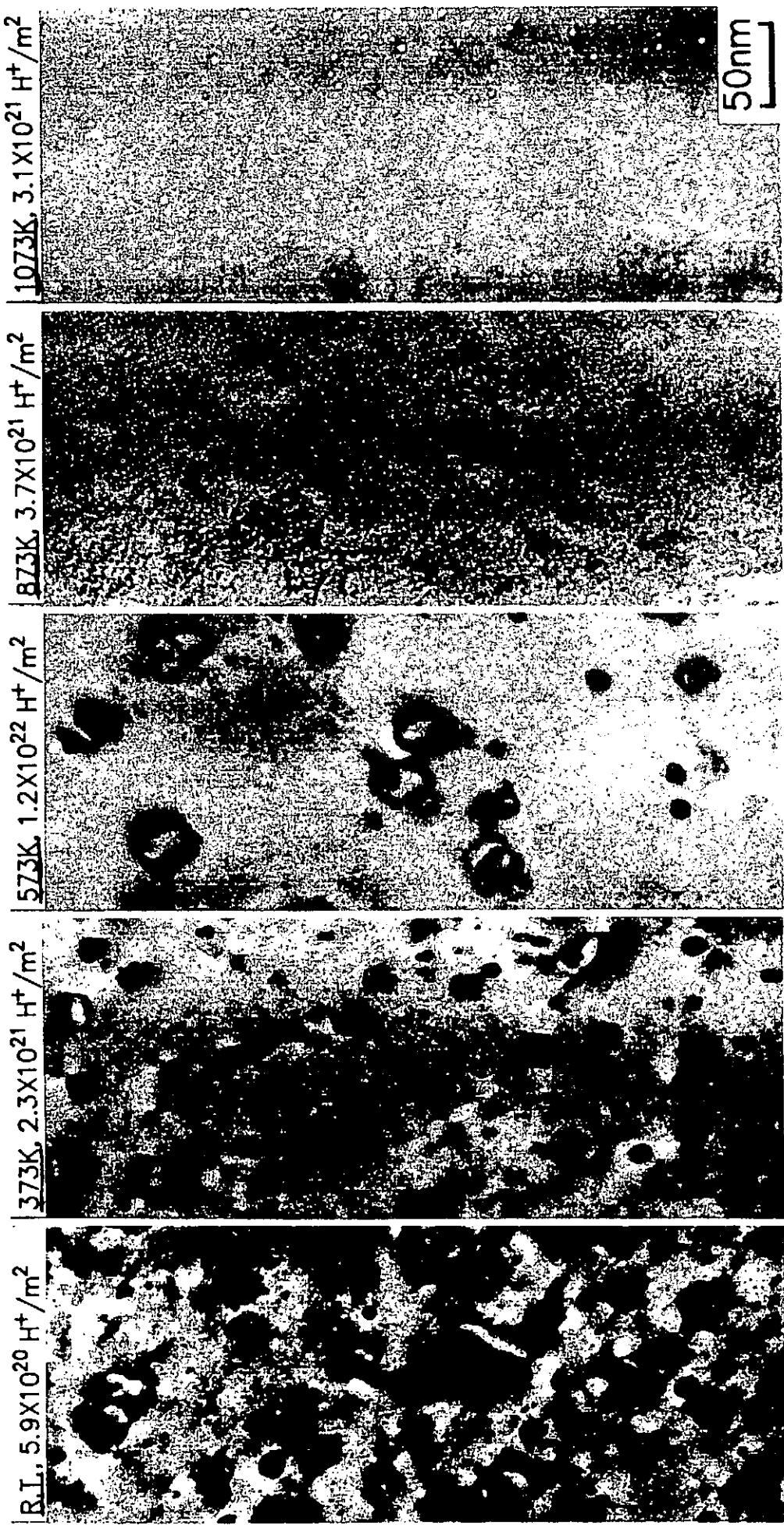
W, irradiated with 8keV H⁺($4.6 \times 10^{18}/m^2/s$) at 573K

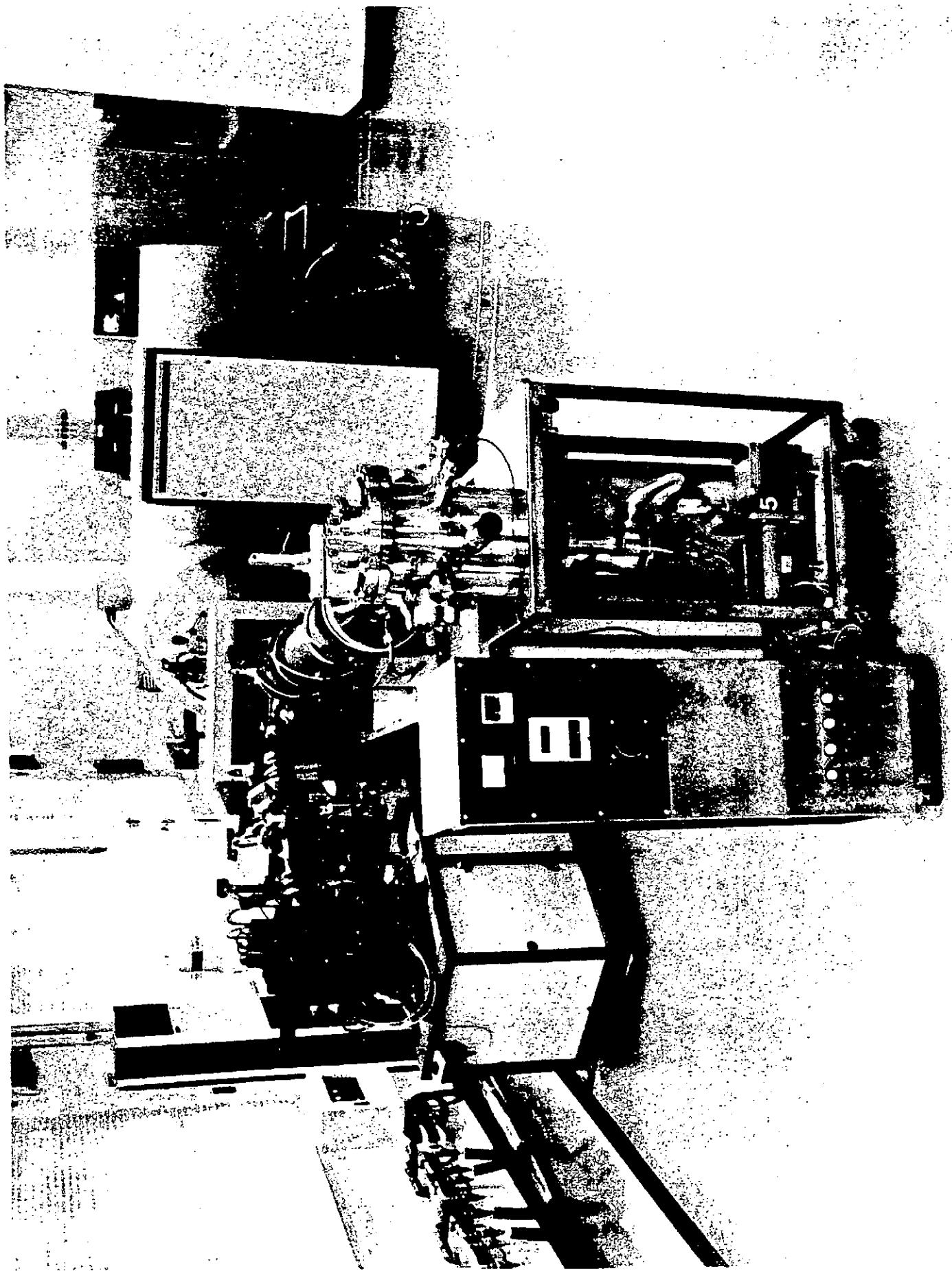


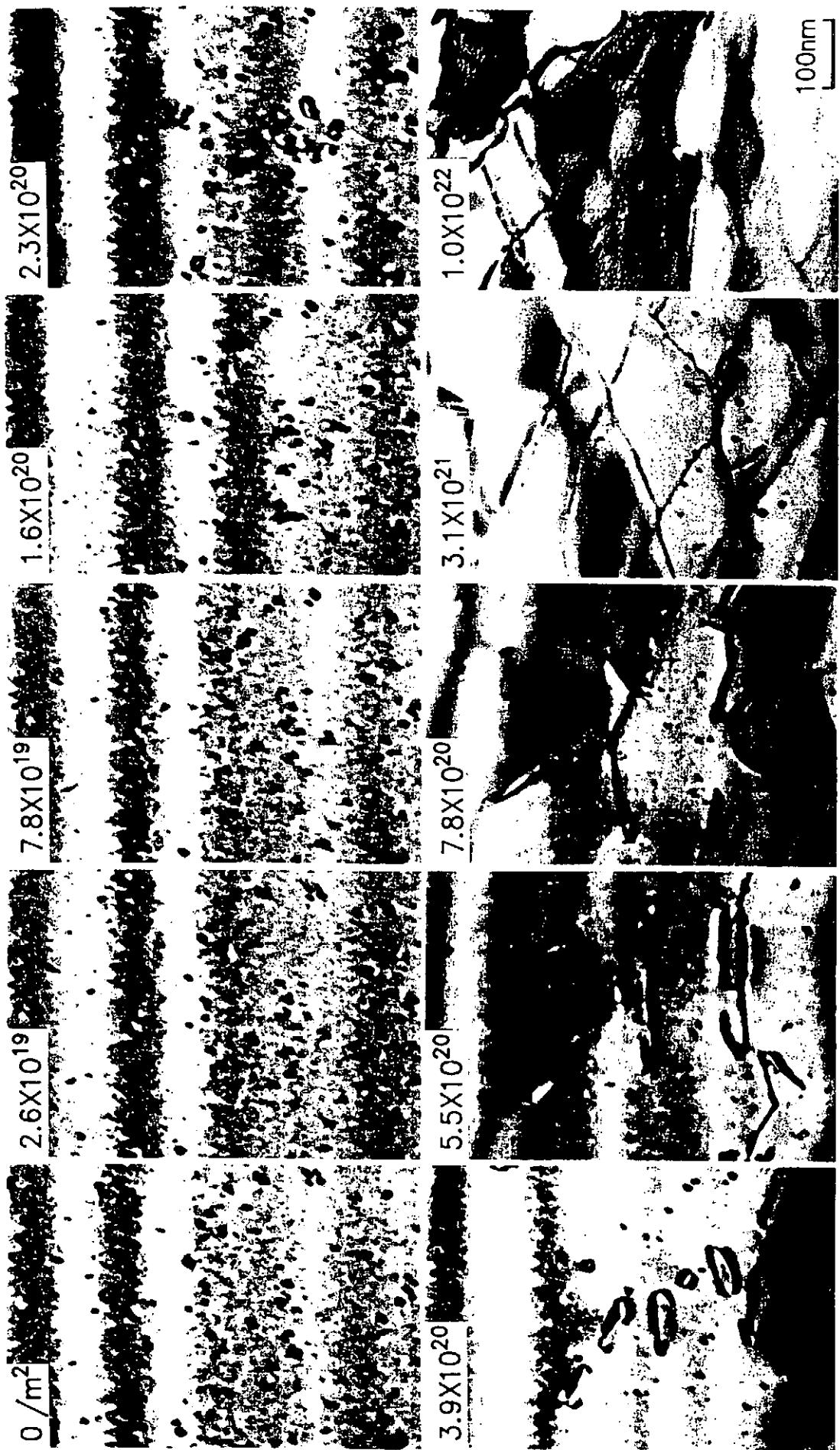
W, irradiated with 8 keV H⁺



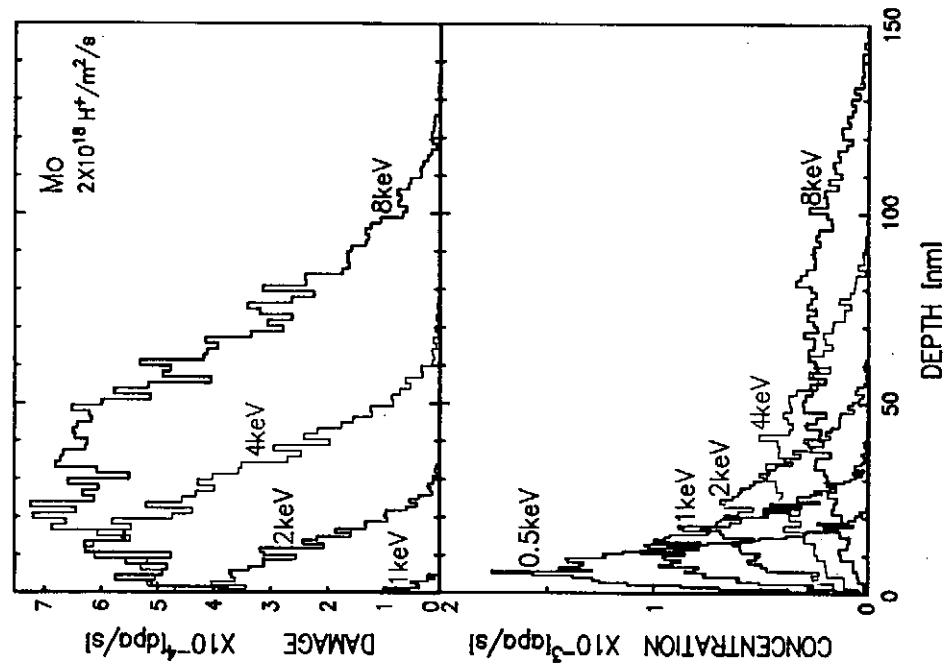
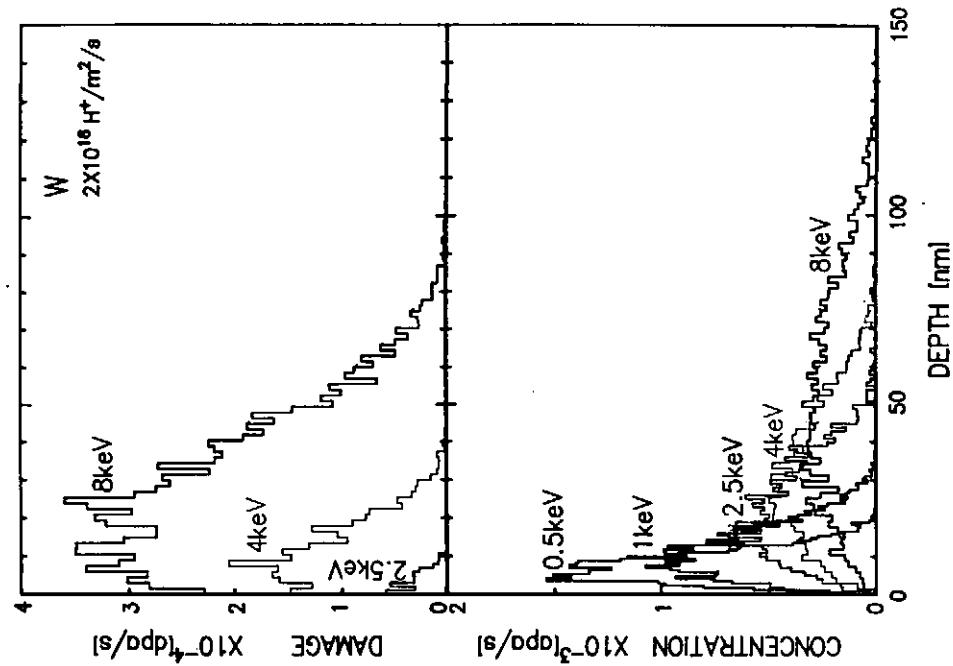
W, irradiated with 8keV H⁺







Mo, irradiated with 8keV H⁺(2.6X10¹⁸/m²/s) at 873K
after 4MeV Ni³⁺ irradiation at R.T.



	Mo	W
M	95.94	183.85
E_d	35 eV	44 eV
$E_H = \frac{E_d}{\frac{4M}{(M+1)^2}}$	860 eV	2050 eV

Threshold energy for atomic displacement

M : Target mass

E_d : Displacement threshold energy

E_H : Displacement threshold energy for hydrogen ions

4. まとめ

タンクステンの低エネルギー水素イオン照射による組織変化はモリブデンに比べて少ない

転位ループの発生する最低エネルギーが高い
発生転位が表面に抜ける
水素集合対（らしい）欠陥の発生する条件がせまい
昇温すると比較的低温で回復する

タンクステンの純度が低いと、組織変化が顕著になる

発生転位ループ密度が高い
高温でも転位ループが発生する
照射後アニールで残る欠陥が多い

5. 今後の方針

組織変化と水素保持量の関係

昇温組織変化と水素放出量の相関
試料純度による水素保持量の差

水素蓄積、組織変化に及ぼす中性子照射効果

低エネルギー水素、高エネルギー重イオン同時照射
によるシミュレーション
予照射効果の研究が進行中

4. モリブデンのヘリウムイオン衝撃

東北大学・工学部
東北大学大学院

長谷川晃、阿部勝憲
小室 肇司

1. はじめに

モリブデンは高温における機械的強さや、高融点、高熱伝導などの熱的特性の良いこと、板材や大型部材等が作れるなど製造法がある程度確立していることなどの理由から、核融合炉のダイバーダやリミタなどの高Z高熱流束材料の候補の一つとして検討されている。しかし、核融合炉環境下では、高い熱流束に対する熱特性とともに、核融合プラズマからの中性子照射による照射損傷や核変換によって生ずるヘリウムなどのガス原子の効果、プラズマからの水素（重水素）、ヘリウムなどのイオン照射による表面の損耗およびこれらの複合的効果を評価する必要がある。

本研究においては、このようなガス原子イオンの照射を伴う高熱流束環境下におけるモリブデンの表面損耗特性を調べるために、プラズマからのイオンに比べるとエネルギーの高いヘリウムイオンビームを用いて、これを高い電流密度で照射することで得られる高熱流束（最大 9 MW/m^2 ）とヘリウムガス原子の複合条件を用いて、モリブデンの表面損傷の挙動と耐熱特性を調べることを目的として行った。

2. 実験方法

本研究では、東北大学工学部のダイナミトロン型加速器により発生・加速されたヘリウムイオンビームを用いた。照射エネルギーは 3 MeV で最大電流密度は $3 \mu\text{A/mm}^2$ であった。 3 MeV のヘリウムのモリブデン中の飛程は $5 \mu\text{m}$ である。核融合炉環境下における数百 eV 以下のエネルギーのイオンによる損傷領域の深さ（ 1 nm 程度）と比較するとはるかに大きいが、表面の熱流束や負荷時間（ $1 \sim 1000$ 秒）はほぼ同程度である。このような照射条件下では、損傷領域の深さが大きくなることで、材料因子依存性や照射粒子依存性をより顕著にすることことができ、高熱流束と多量のヘリウムの複合環境下におけるモリブデンの表面損傷と熱特性の基本的な挙動を調べることができる。

照射に用いたヘリウムイオンビームは、直径 3 mm のグラファイトスリットによりビーム中心部の強度分布の均一な領域を取り出して試験片に照射した。これによりビームプロファイルによる影響を小さくし、ビームの位置、形状、照射面積の安定化をはかり、照射条件を再現性よく制御した。

照射試料は、市販の焼結モリブデン棒から熱処理条件を調整し、受取まま(AR)材、応力除去熱処理(SR)材、再結晶(SR)材の3種類を作製した。AR材は温間線引きのままの加工組織、SR材は $925^\circ\text{C} \cdot 15$ 分の熱処理により約 $2 \mu\text{m}$ の粒径と粒内に転位を含む微細粒組織、R材は $1200^\circ\text{C} \cdot 1$ 時間の熱処理で再結晶した約 $20 \mu\text{m}$ の比較的粗大な粒組織を持つ。試験片は直径 9 mm 厚さ 2 mm の円板で、照射面を機械研磨と電解研磨で平滑化後に熱処理を行って照射試験片とした。これらを水冷式ターゲットホルダにインサム半田を用いて固定し、 $1 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ の真空中で照射した。この照射中に照射領域の試験片表面の平均温度を赤外線放射温度計で測定し、表面温度特性を調べた。

照射後、走査型電子顕微鏡(SEM)による表面観察により、表面の損耗を観察した。

3. ヘリウムイオン衝撃による熱特性の挙動

ヘリウムイオン照射開始直後に、熱入力と冷却が平衡に達し、試料の表面温度は10°C程度上昇する。この状態がある時間持続し、その後表面温度は急激に上昇する。この照射開始から段階的な温度上昇の始まるまでの時間を「潜伏期間」とし、その間の照射量を「潜伏照射量」と定義した。この温度上昇挙動をそれぞれの時点におけるSEM観察の結果を比較すると、潜伏期間内では表面の変化は全く観察されないが、温度上昇が始まると表面にプリスターの形成が観察され、照射量の増加によりプリスタが成長し、プリスタの破裂さらに剥離へと表面の損傷は進行する。これに対応して表面の平均温度が段階的に上昇していき、数百°Cでほぼ一定になる。ことが分かった。このような温度上昇は、照射表面下のヘリウムイオンの飛程近傍におけるプリスター形成による熱伝導低下に起因するものと考えられる。SEM観察によるとプリスタスキンに溶融部分が見られ、融点に達するような局部的な温度上昇が生じたことが分かったが、温度測定が照射領域の平均値をとっているために数百度Cでほぼ一定値になったものと考えられる。また温度上昇によるプリスタ成長の促進なども考えられ、ヘリウム等のガス原子のプリスター形成により、剥離などの表面損傷が高熱流束条件下では促進される可能性が考えられる。

また潜伏照射量はイオンの粒子束にも依存し、粒子束が大きくなるほど潜伏照射量は低下した。この場合、粒子束の変化は熱流束の変化を伴うが、これにともなう潜伏期間中の表面温度は数°C程度であり、熱流束変化の影響よりもイオン照射量の変化に伴う損傷速度(DPA/sec)の効果によるものと考えらる。

4. 表面損傷に及ぼす材料因子の影響

R材、SR材、AR材の潜伏照射量の挙動を調べると、R材では全ての実験条件下で温度上昇とプリスター発生が観察されたが、AR材やSR材では高い照射量のものでも表面温度の上昇(プリスターの核発生)が観察されなかったものがあり、冷間加工による転位など欠陥のシンクとなるような材料因子の導入によりプリスター発生に抑制的な効果を及ぼすことが分かった。

5. まとめ

高エネルギーへリウムイオン照射により、高熱流束とガス原子の複合環境下におけるモリブデンの表面損傷過程を表面温度の測定から調べた。その結果、以下のことが明かとなった。

- (1)照射中にプリスター発生に先だって表面温度の上昇が見られた。
- (2)表面の温度上昇までに温度一定の潜伏期間が存在し、その期間中の照射量は粒子束密度が上昇するほど小さくなつた。
- (3)プリスター発生に対しては、冷間加工で導入された転位による抑制効果が見られ、材料因子による表面損耗の抑制が可能と考えられる。

平成6年3月8日
核融合科学研究所共同研究・研究会
「金属系高熱流束材料の開発と評価」

モリブデンのヘリウムイオン衝撃

【背景】

モリブデンは核融合炉のダイバータやリミタ等の高Z高熱流束材料として検討されている。高熱流束負荷条件では材料の損耗、溶融、および脆化に対する特性が重要である。

【目的】

モリブデンの高熱流束負荷条件における挙動を調べるために製法の異なる2種類のモリブデンに高エネルギーイオンビーム衝撃試験を行い、
・それらの熱的挙動
・表面形状の変化を調べる。

東北大・工 長谷川 晃
東北大・工 阿部 勝
東北大・院 小室 憲
東北大・院 穀司

背景

核融合炉第一壁等の高熱流束、粒子線照射環境
↓
高熱負荷 + ガス原子蒸射
(He)
材料表面の健全性が重要
粒子照射による損傷
ブリスタリング
臨界照射量の測定
形状、数密度の測定

材料因子依存性、粒子束依存性の研究は少ない

目的

高乙高熱流束材料の候補材としていくつかの優れた特性を持つモリブデン(Mo)のイオンビーム衝撃特性、特に以下に示す基礎的なブリスタリング特性について調べる

- ①照射中の試料表面温度の変化とブリスタリングとの対応を調べる
- ②ブリスタリング特性の材料因子依存性について調べる
- ③ブリスタリング特性の照射粒子束依存性について調べる



粒子線による熱負荷と粒子の同時効果
が材料におよぼす影響＝イオン衝撃特性
を調べるためにダイナミックロジン加速器
を用いて実験を行う。

★イオン衝撃特性

材料の表面現象 ブリスタリング、フレイキング
クラッキング
溶融
・粒子照射
・高熱負荷
スパッタリング、浸食
熱衝撃、熱疲労
機械的性質の変化
材料組成変化

- ★高乙高熱流束材料候補としてのMo
- ・高い高温強度特性
 - ・熱処理や単結晶化などで材料特性が変化せられる。
 - ・加工性がある
 - ・比較的入手しやすい

核融合炉第一壁
高エネルギーイオン加速器
電子、イオン等の照射
高熱負荷

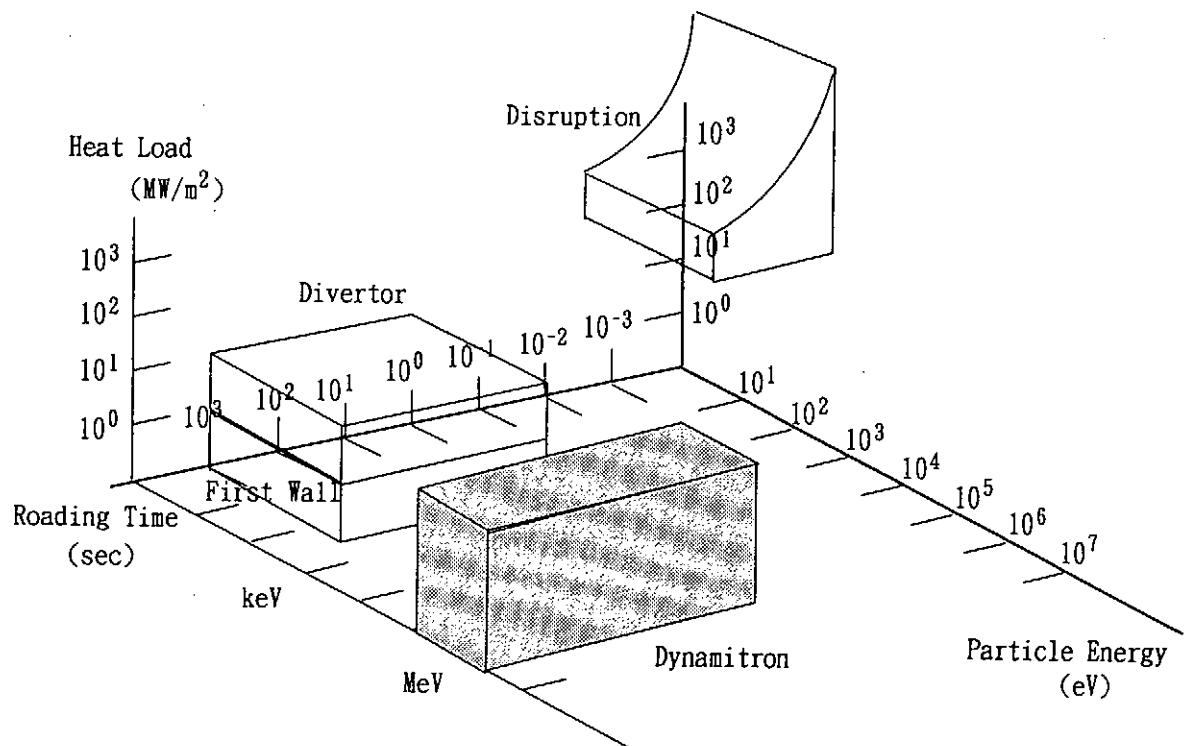
○耐熱性、耐熱衝撃、熱疲労特性
○粒子線に対する特性
候補材料
黒鉛、C/Cコンポジット、Be等低Z材料
Mo, W, V, TiC等高Z材料

要素材料の健全性評価が重要

手法	電子ビーム	プラズマ負荷	加速器照射
例	JBIS (原研)	JT-60 (原研)	ダイナミトロン加速器

特徴

- ・高熱負荷 (200 MW/m^2)
- ・パルス～連続
- ・照射が任意
- ・ディスラプション
- ・(中性子、イオン)
(高熱負荷)
- ・熱負荷模擬
- ・熱の影響のみ
- ・熱負荷と粒子の同時効果を評価

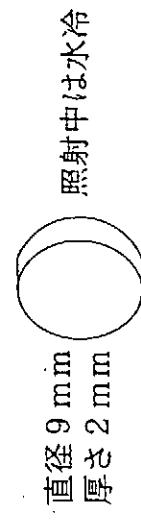


【実験方法】

試料

焼結Mo
(P/M-Mo)
受け取りまま材 (AR材)
応力除去熱処理材 (SR材)
再結晶材 (R材)

単結晶Mo
(EBZM-Mo)
電子ビーム溶融法で製作



本研究で使用する
 $H\alpha$ のエネルギー
= 3.0 MeV

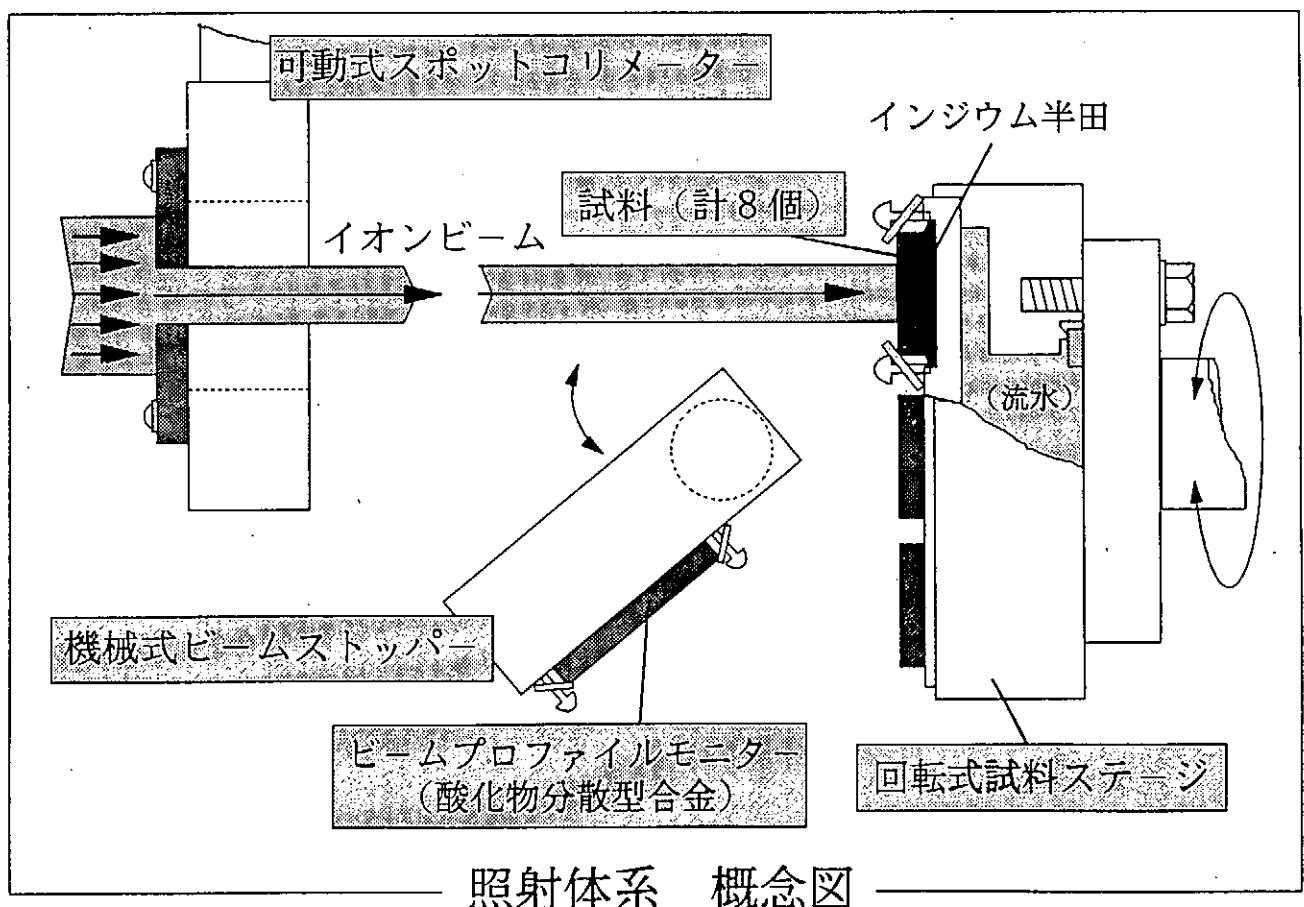
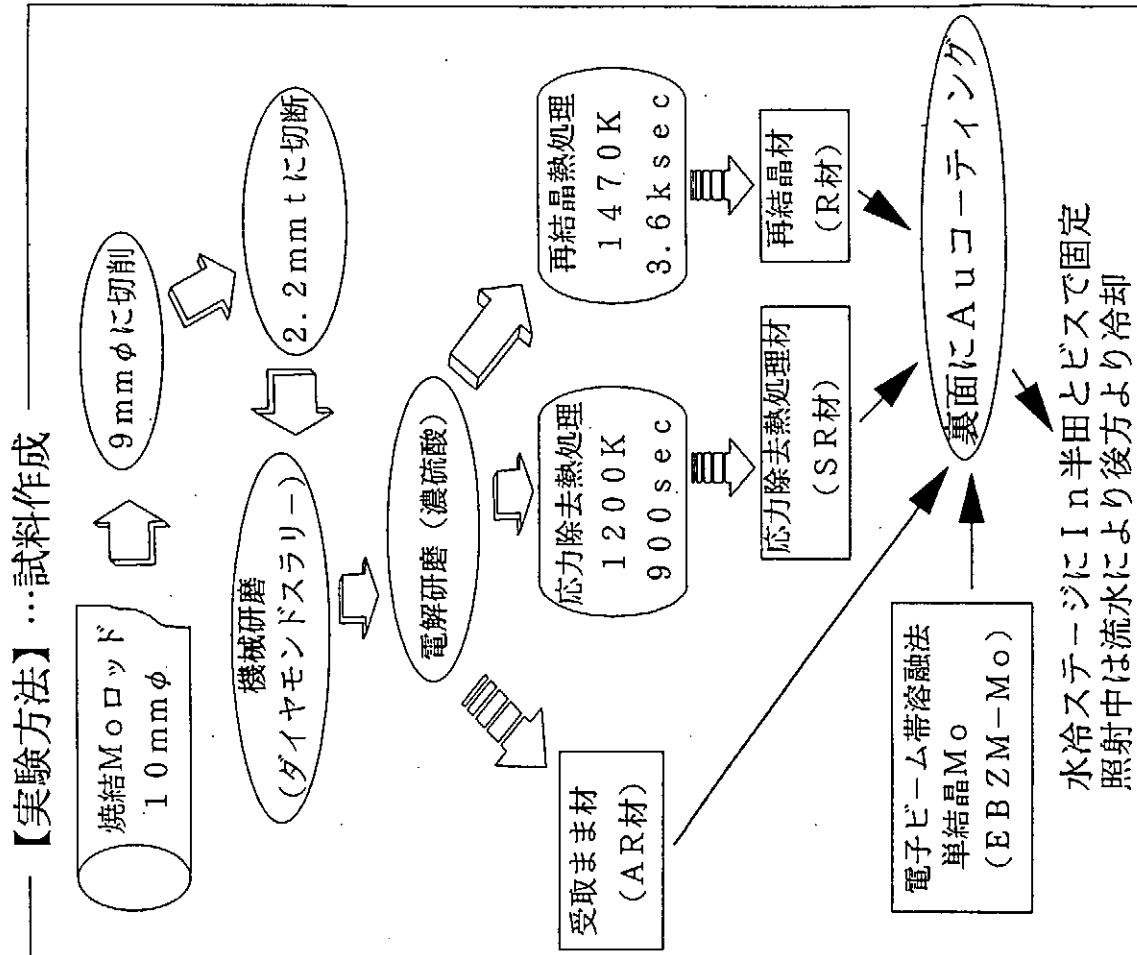
核融合炉ダイバータに入る粒子
(α) の平均的エネルギー
(数百 eV ~ 数十 keV) より高い

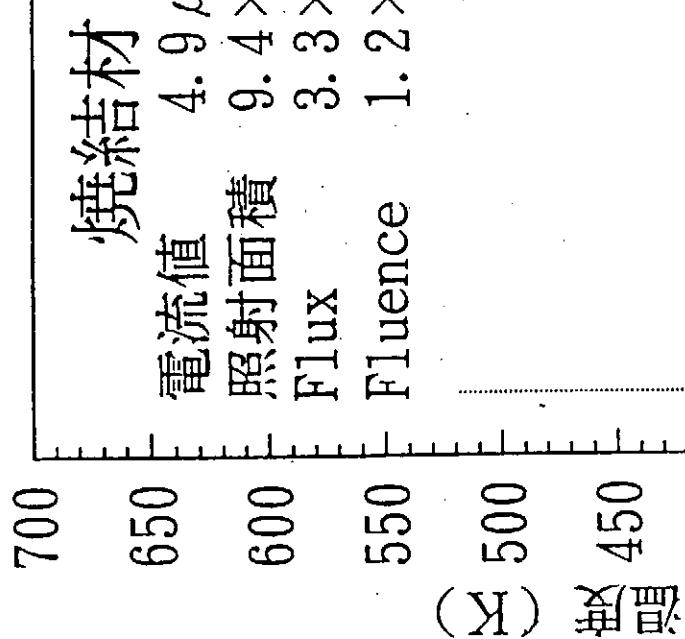
《理由》

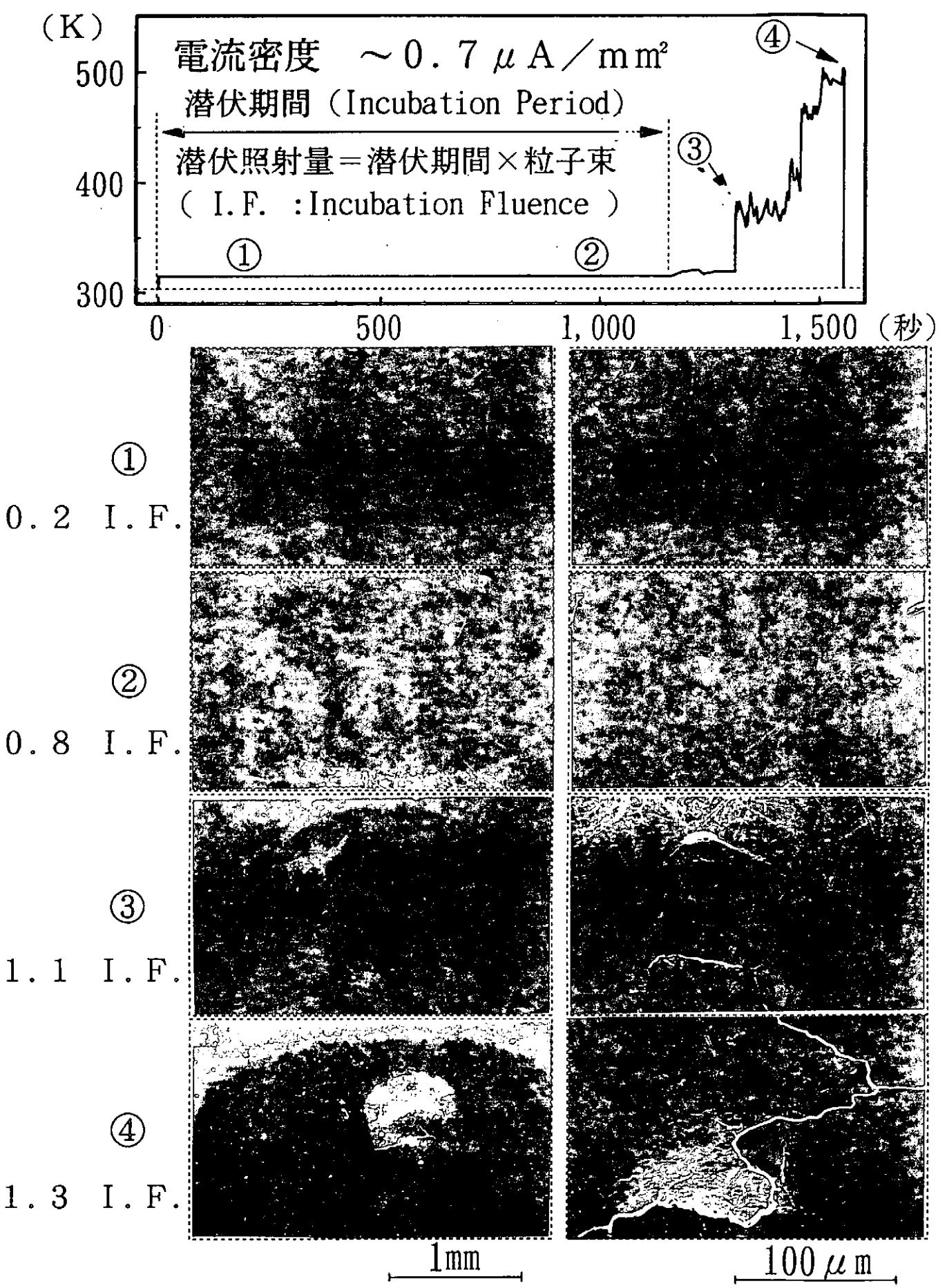
1. 高い熱負荷を与える (本研究では最大 9 MW/m^2)
2. 注入深さを深くし、発生するブリスターを大きくする
→ 材料因子依存性や、照射粒子依存性をより顕著にして
本的な性質を理解する

観察

- 照射中 赤外線放射温度計による表面温度測定
ビデオカメラによる観察
- 照射後 走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察
(JSM-5300)



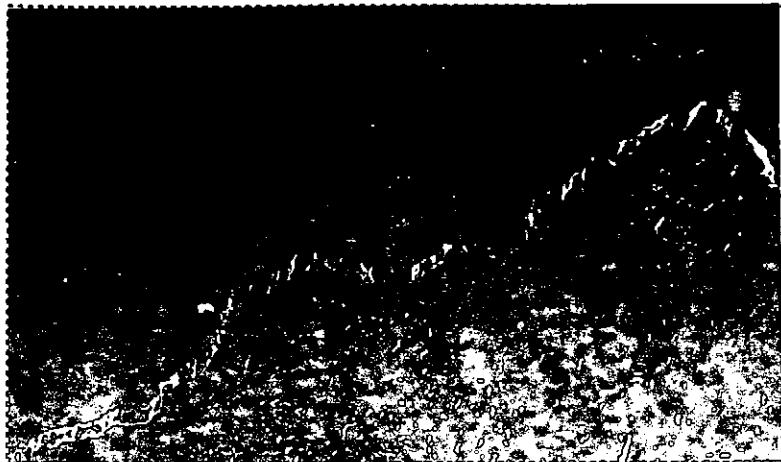




【照射後のSEM観察】

P/M-Mo AR材

粒径 3.5μm

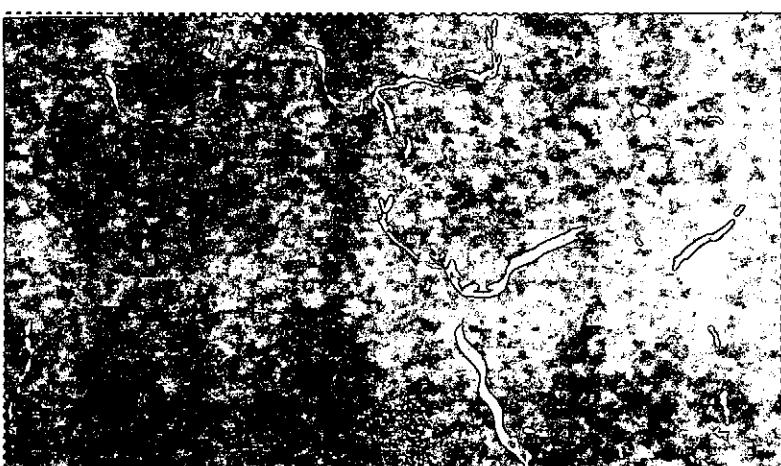


ブリスタリング

粒界に沿ったクラック
粒界割れによる開口部

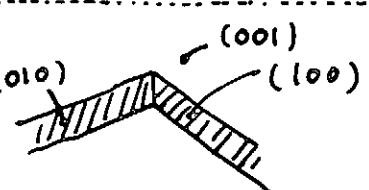
P/M-Mo R材

粒径 77μm



ブリスタリング

粒界に沿ったクラック
粒界割れによる開口部



EBZM-Mo



ブリスタリング

へき開 ($\{100\}$) 割れ

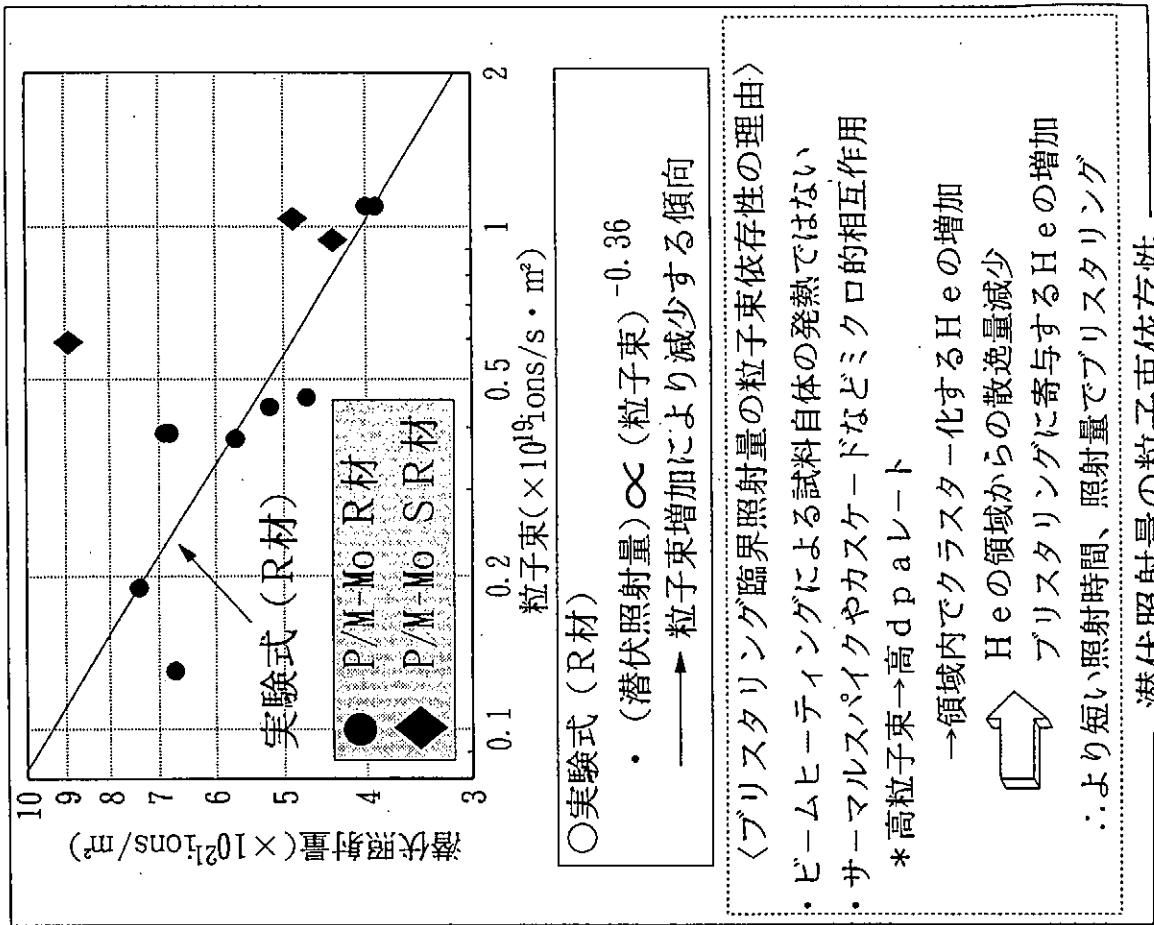
部分的に溶融のあと

(高熱負荷による)

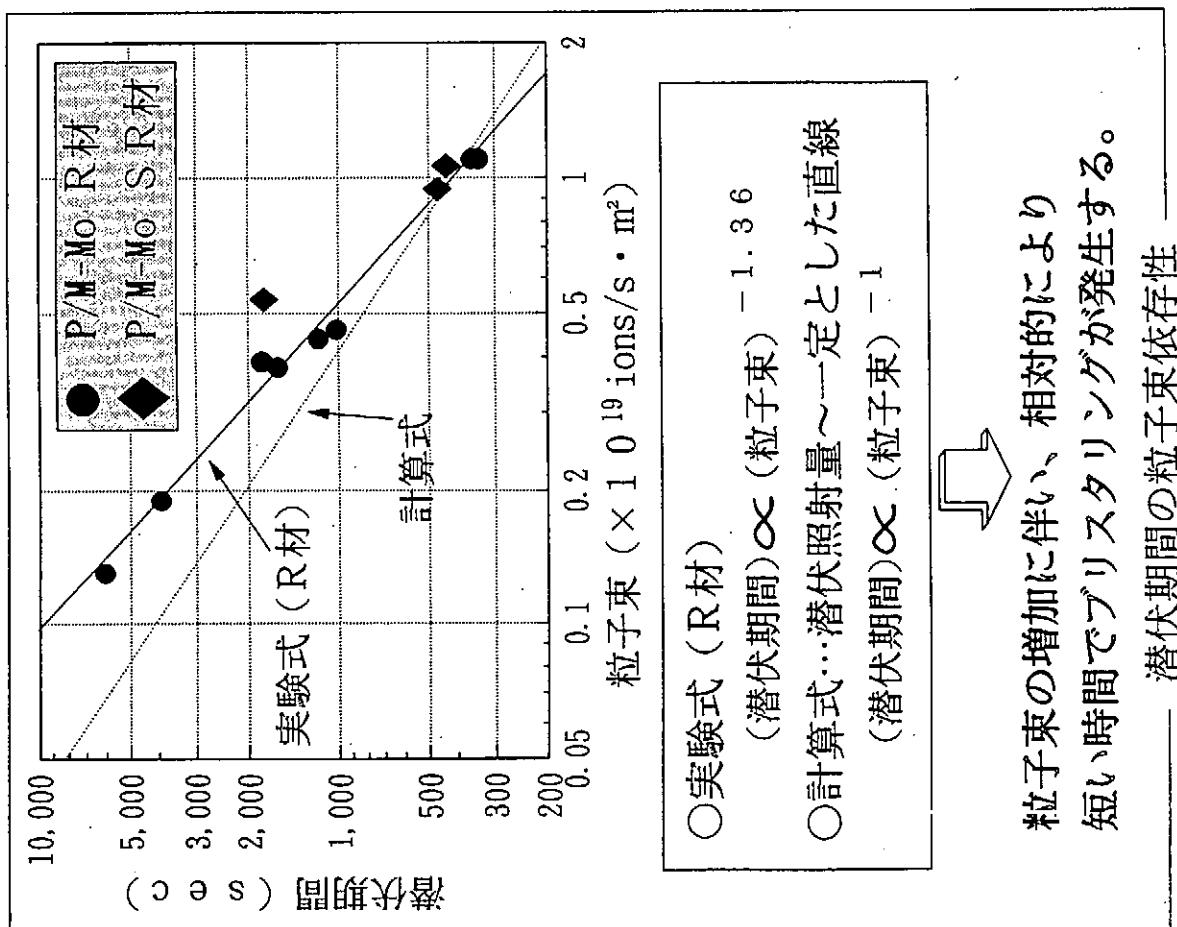
第二層のブリスタリング

(高照射量によるもの)

100 μm

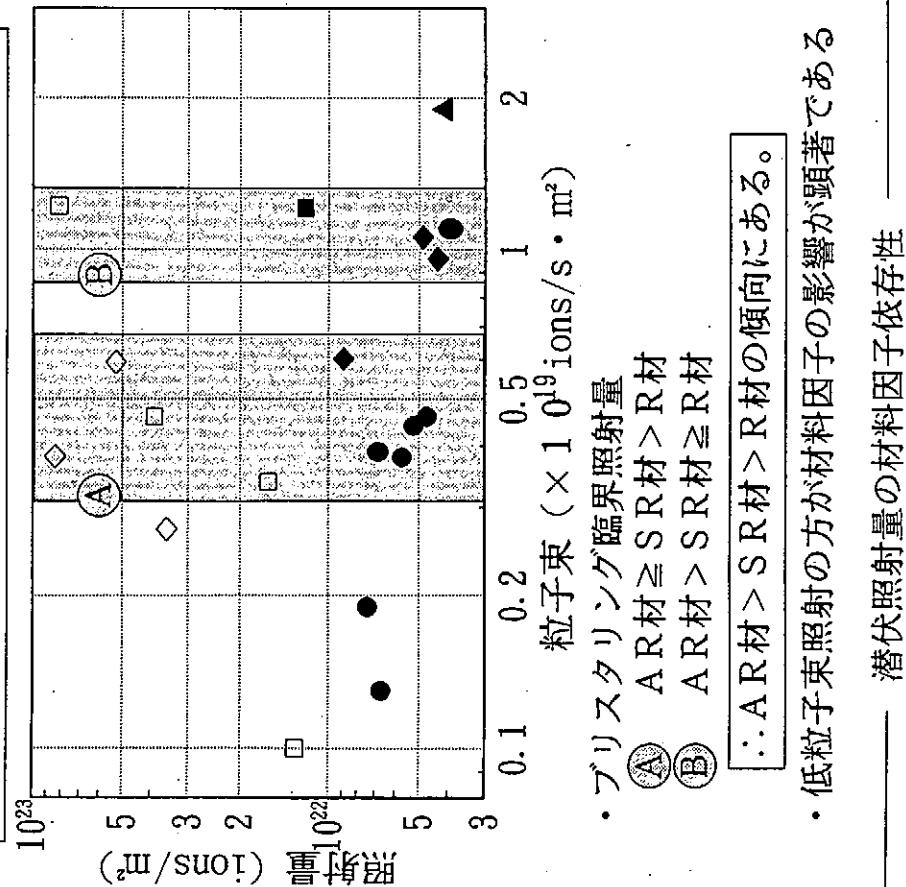


- 実験式 (R材)
- (潜伏照射量) \propto (粒子束) -0.36
- 粒子束增加により減少する傾向
- 〈プリスターリング臨界照射量の粒子束依存性の理由〉
- ・ビームヒートティングによる試料自体の発熱ではない、
- ・サーマルスパイクやカスクードなどミクロ的相互作用
- * 高粒子束 → 高 $d_{p\alpha}$ レート
- 領域内でクラスター化する He の増加
- ↑ He の領域からの散逸量減少
- プリスターリングに寄与する He の増加
- ・より短い照射時間、照射量でプリスターリング
- 潜伏期間の粒子束依存性



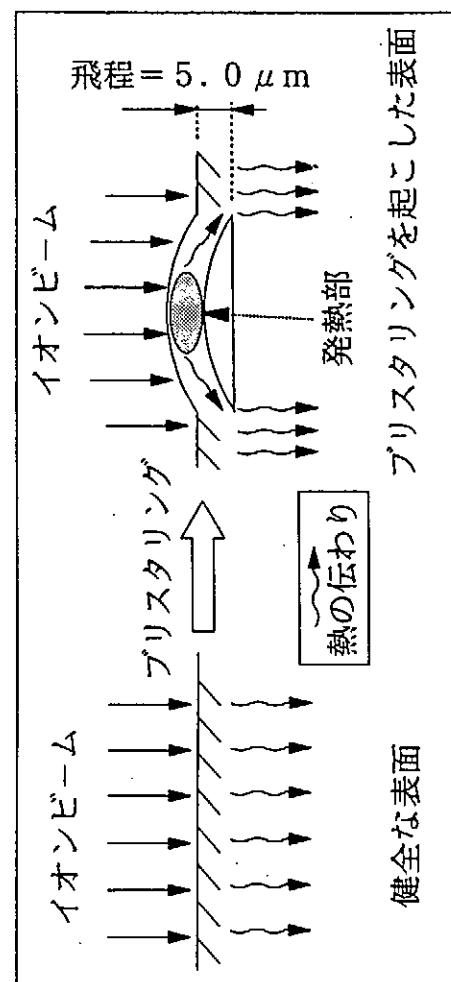
- 実験式 (R材)
- (潜伏期間) \propto (粒子束) -1.36
- 計算式…潜伏照射量へ一定とした直線
- (潜伏期間) \propto (粒子束) -1
- ↓
- 粒子束の増加に伴い、相対的により短い時間でプリスターリングが発生する。
- 潜伏期間の粒子束依存性

M₀のイオンビーム衝撃実験



①照射中の試料表面温度変化

- 温度上昇までの潜伏期間 \rightarrow その後の段階的温度上昇
 - 温度上昇 \rightarrow プリスタリングの発生に対応 (局所的な熱伝導の悪化と発熱)
- 潜伏照射量 = プリスタリング臨界照射量
- 潜伏期間中は高粒子束による高熱負荷下 (9 MW/ m^2) でも数十K程度の温度上昇しかしない。
- プリスタリングによる温度上昇
 - \longrightarrow 溶融、剥離、クラック形成

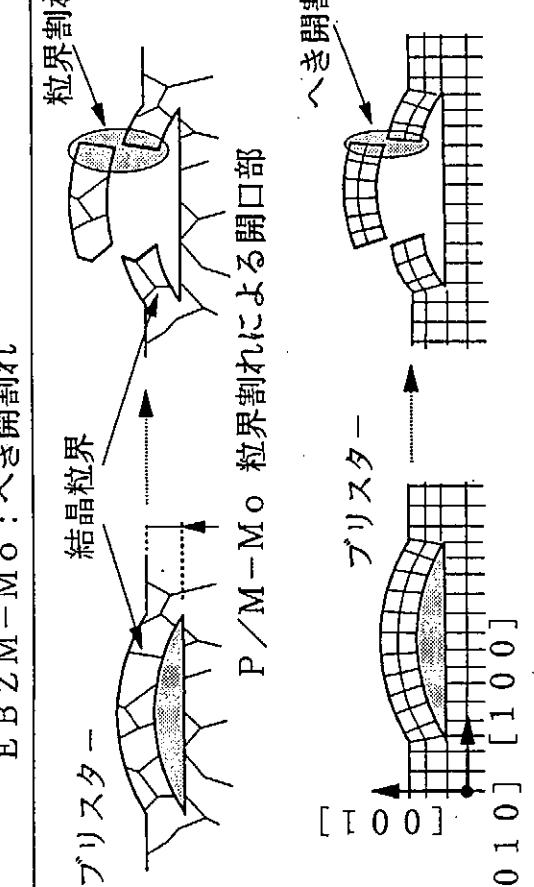


②材料因子依存性

同一の供試材に異なる照射前処理
→ プリスタリング特性が変化

○臨界照射量

- P/M-M₀: AR材 > SR材 > R材
プリスタリング特性に機械的性質、粒径
転位等の欠陥密度に対する依存性がある
- P/M-M₀とEBZM-M₀で、プリスタリングに伴う
破壊（開口部生成、クラック）の様式が異なる
P/M-M₀: 粒界割れ
EBZM-M₀: へき開割れ



③粒子束依存性

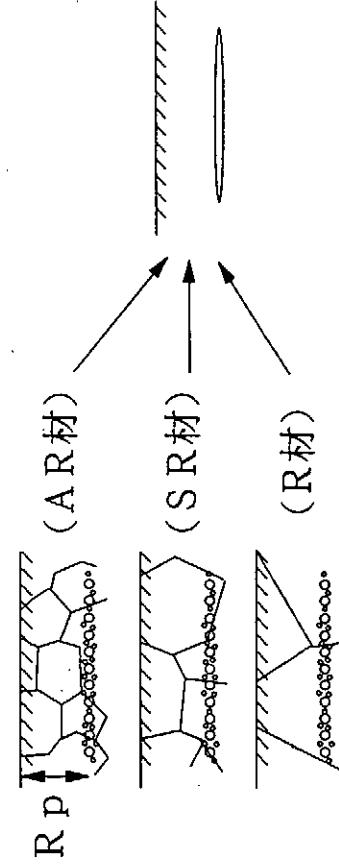
- 粒子束増加に伴って潜伏期間の短縮、
潜伏照射量（プリスタリング臨界照射量）の減少
R材で顕著だが、他の材料も高粒子束照射の方が
プリスタリングしやすい傾向にある。

【考察 材料間の差異】

②結晶粒径の違いによる差

試料	平均粒径(μm)
AR材	3.5
SR材	5.5
R材	7.7

- Heの粒界拡散
- レンズ型バブル形成に及ぼす影響



③転位組織等材料の微視的組織の差

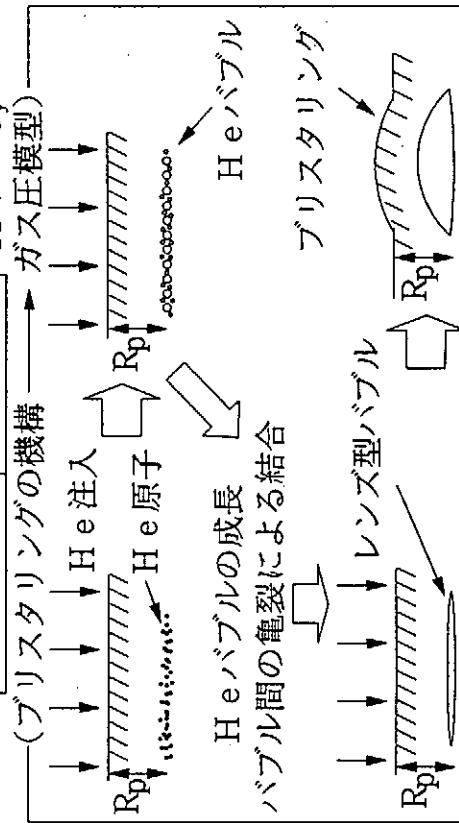
転位密度
AR材 > SR材 > R材

- Heの転位に沿う拡散
- Heバブル形成、成長過程に及ぼす影響

【考察 材料間の差異】

①焼結Moの機械的性質による差
・ビックアース硬さ(非照射)

試料	H V
A R材	210
S R材	



(仮定) レンズ型バブルの形状、大きさが材料によらず一定
→ レンズ型バブルの内圧Pが以下の式を満たせば
プリスターリングが発生する

$$C \left(\frac{P}{\sigma_y} \right)^2 = 1$$

C : 定数
P : 内圧
 σ_y : 降伏応力

内圧Pが $P \cdot (v - m b) = m k T$ を満たせば

m	C'	σ_y	m	$H e$ 原子数	
C	:		C'	:	定数

従って、A R材及びS R材はR材よりも
プリスターリング臨界照射量がが高い

結論

1. イオンビーム衝撃下の表面温度の段階的上昇は、プリスターリングに伴う熱伝導の悪化による。高熱流束下でもプリスターリングを起こさなければ表面の健全性は保たれるが、プリスターリングによって溶融やクラック等の損傷が促進される。

2. プリスターリング特性には材料因子依存性がある。
焼結Moを熱処理すると、処理温度の上昇につれプリスターリングしやすくなる。特に再結晶処理で顕著である。
焼結Moと単結晶Moではクラックや開口部の様式が異なる。
焼結Moでは粒界割れ、単結晶Moではへき開割れが支配的である。

3. プリスターリング特性には照射粒子束依存性がある。
イオンビーム衝撃実験を行う際には、照射粒子束についても考慮にいれる必要がある。

5. モリブデンの衝撃試験の最近の成果

九州大学応用力学研究所 吉田直亮、室賀健夫、
徳永和俊、加藤高史
松本謙司

現在、世界の3大トカマクではプラズマ対向材料としてC/C複合材やBeなどの低Z材料が使用されている。また、現在工学設計が進められている次期装置ITERでも同様の材料が有力な候補として検討されている。しかしながら、黒鉛などの炭素系材料はD-T中性子照射による熱伝導度の急激な低下、熱負荷・粒子負荷による激しい損耗、結晶構造に起因する高いトリチウム吸収など、多くの問題が予想され、ITERの高性能段階やその後に来るデモ炉での高熱流束機器材料として十分な特性を備えているとは言い難い。従って、これらに替わりうる次世代の材料として、耐熱負荷特性・対粒子負荷特性に優れたWやMoなどの高Z金属材料が再度検討され始めている。

本発表では、先ずTRIAM-1MおよびJT-60で使用されたMoリミターおよびMoダイバータの損傷検査結果を紹介することにより、実機における高Z熱流束機器材料の材料学的な問題点について議論する。さらに熱衝撃による材料損傷の総合的評価を目的として行った電子ビーム熱負荷実験について述べる。

1. 実機における高Zプラズマ対向材料の問題点

(a) TRIAM-1MのMoリミターの損傷

TRIAM-1Mでは、焼結Mo製の固定ポロイダルリミターを用い、LHCDによる長時間放電実験が実施された。その一部、特に中央部は、水平方向に変位したプラズマとの直接的な接触により熱的な影響を強く受けており、激しい損傷が観察された。最も激しいところでは、放電毎に繰り返される熱負荷($10\text{MW}/\text{m}^2$ 、数100秒間程度と評価)により、表面層の溶融が起こり、表面から内部に向けて大小の多数の亀裂が発生していた。亀裂は結晶粒界に沿って伝搬しており、粒界脆化が材料の健全性を損なう大きな問題であることを示している。また、溶融した表面から深さ $200\sim500\mu\text{m}$ の領域には、表面にほぼ並行な亀裂が粒界破断により発生していることが確認された。これらの亀裂は表面からの熱が材料内部へと拡散することを妨げるもので、健全な状態に比べ表面温度の上昇が著しく、耐熱性が劣化していることを示唆している。熱負荷が繰り返されると亀裂により分離された領域内で溶融・凝固を繰り返し、徐々に凹凸の激しい構造になり、益々耐熱特性が劣化することになる。

(b) JT-60のTiC被覆Moダイバータの損傷

JT-60における初期段階での放電実験で使用されたTiC被覆Moダイバータ板では、配列の幾何学的な不均一性に起因する局所的な極めて高い熱負荷($140\sim200\text{MW}/\text{m}^2$)が起こり、それによってエッジ部が溶融し、表面に平行な深さ3cmにおよぶ大きな亀裂が発

生した。室温以上では韌性を持った良質のMo焼結材が用いられていたにもかかわらず、受熱面の近傍ではTRIAM-1Mの場合と同様、結晶粒が成長し、粒界に沿っての脆性破壊が起こっていた。溶融は一部亀裂面まで達していたが、それを越えて進行することは無かった。このことは亀裂により熱の拡散が阻害されたことを示すもので、亀裂の発生を押さえることが耐熱性を維持する上で重要であることを示している。

実際のダイバータ板をモデルとし、パルス熱負荷による温度上昇および内部応力を3次元有限要素法により解析した結果、受熱領域の境界に沿って発生する高い引張応力により平行亀裂が誘発されることが示された。

上記の実機部品の検査結果は、焼結Mo材では高い熱負荷($10\sim数10\text{MW/m}^2$)により「加熱→再結晶→粒界脆化→亀裂→溶融、蒸発」のプロセスを経て損傷が進行することを示してある。従って、高熱流束材料としてMoを使用する場合、長期にわたり健全性を確保するためには、高い融点(2617°C)を有するにもかかわらず、最高到達温度を再結晶温度($1000\sim1100^\circ\text{C}$)以下に制限する必要がある。Moの持つ高融点の特徴を生かしさらに高い温度で使用するためには、適切な合金化を行い、再結晶後も脆化しない、あるいはより高い再結晶温度を持つ新しいMo材料を開発する必要がある。

2. 热衝撃による材料損傷

九州大学応用力学研究所強磁場プラズマ・材料実験施設の超高真空電子ビーム熱負荷実験装置を用いて、焼結Mo、焼結W及びC/C材(CX2002U)について $13\sim110\text{MW/m}^2$ 、30秒の熱負荷試験を行い、表面温度上昇、真空中度劣化、損耗、表面損傷等を計測することによって、熱衝撃による材料損傷の総合的評価を試みた。

焼結Moにおいては、最高到達表面温度が 1500°C に達する照射(21MW/m^2 、30秒)では表面近傍で結晶粒の成長と塑性変形が起こり凹凸の激しい形状を呈した。照射を10回繰り返すとその傾向はさらに激しくなることが確認された。実機で見られた表面下での亀裂の発生の前駆現象とも考えられることから、照射をさらに繰り返した場合どのような現象に発展していくのか、耐熱特性はどうなるのか、詳しく調べていきたい。

熱流束が 55MW/m^2 を越えると、30秒間の照射中に表面温度が融点に達し、真空中度の急激な劣化や多量のMoの放出が観察された。熱流束がさらに増加すると、損耗量が急激に増加し試料表面に窪みが認められるようになった。

焼結Wもほぼ同様な変形・溶融現象を示すが、焼結Moに比べ約1.5-2倍の熱流束に耐えられることが確認された。

C/C材の損耗は金属材料に比べ異なった熱流束依存性を示した。すなわち、損耗は比較的低い熱流束(28MW/m^2)から観察され始め、 50MW/m^2 以上で急激に増加した。この原因として、

- (1) 炭素繊維を固めた不均質なC/C材では、繊維の1本1本で熱の拡散が違い到達温度が異なるため、低熱流束域でも一部の繊維は高温に達し蒸発が起こる。
 - (2) 热流束の高いところでは熱応力による破壊が起こり炭素が塊となって放出されるため損耗量が急激に増加する。
- などが考えられる。

Mo の熱衝撃試験の最近の成果

九州大学応用力学研究所

吉田直亮、室賀健夫、
徳永和俊、加藤高史
松本謙司

《内容》

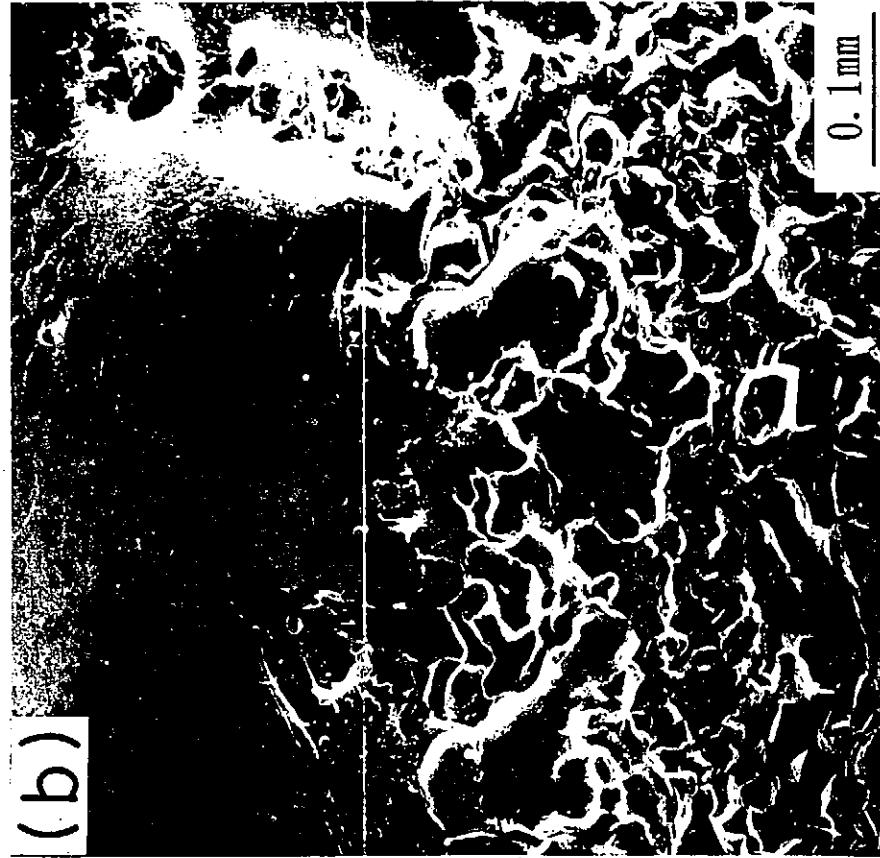
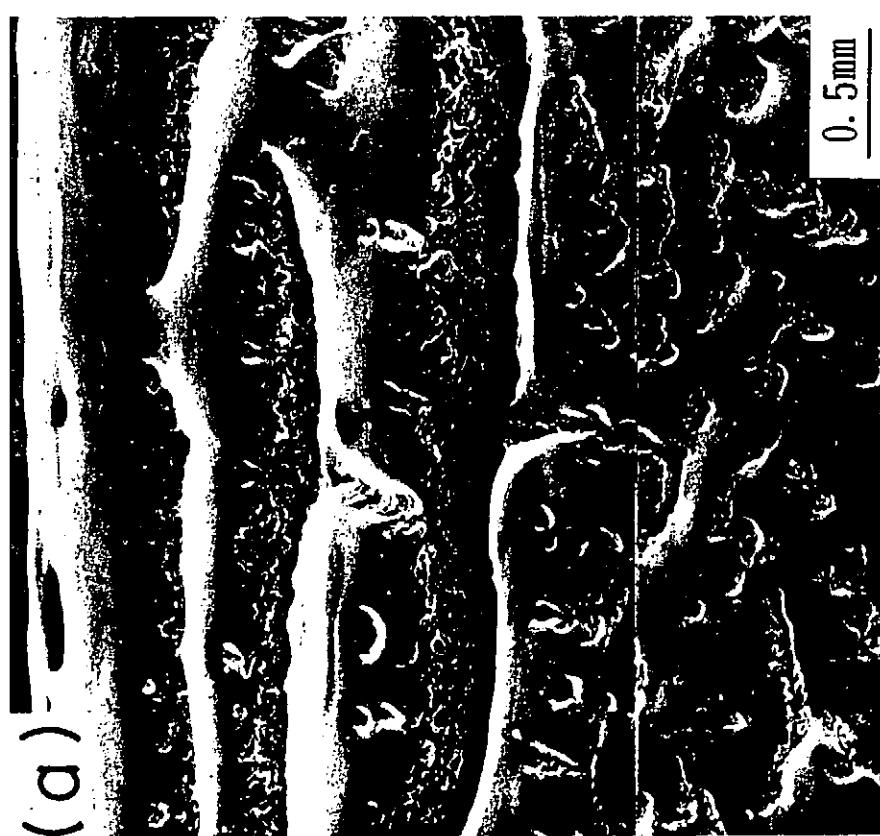
(1) 実機における高Zプラズマ対向材の問題点
TRIAM-M、JT-60

(2) 電子ビーム熱負荷実験
熱衝撃による表面損傷とガス・粒子放出

TRIAM-1M Moリミターの損傷

(内側リミター、電子サイド)

- * 長時間放電下で使用 ($10\text{MW}/\text{m}^2$ 程度、数100秒)
- * 表面層の溶融と粒界破断による亀裂の発生

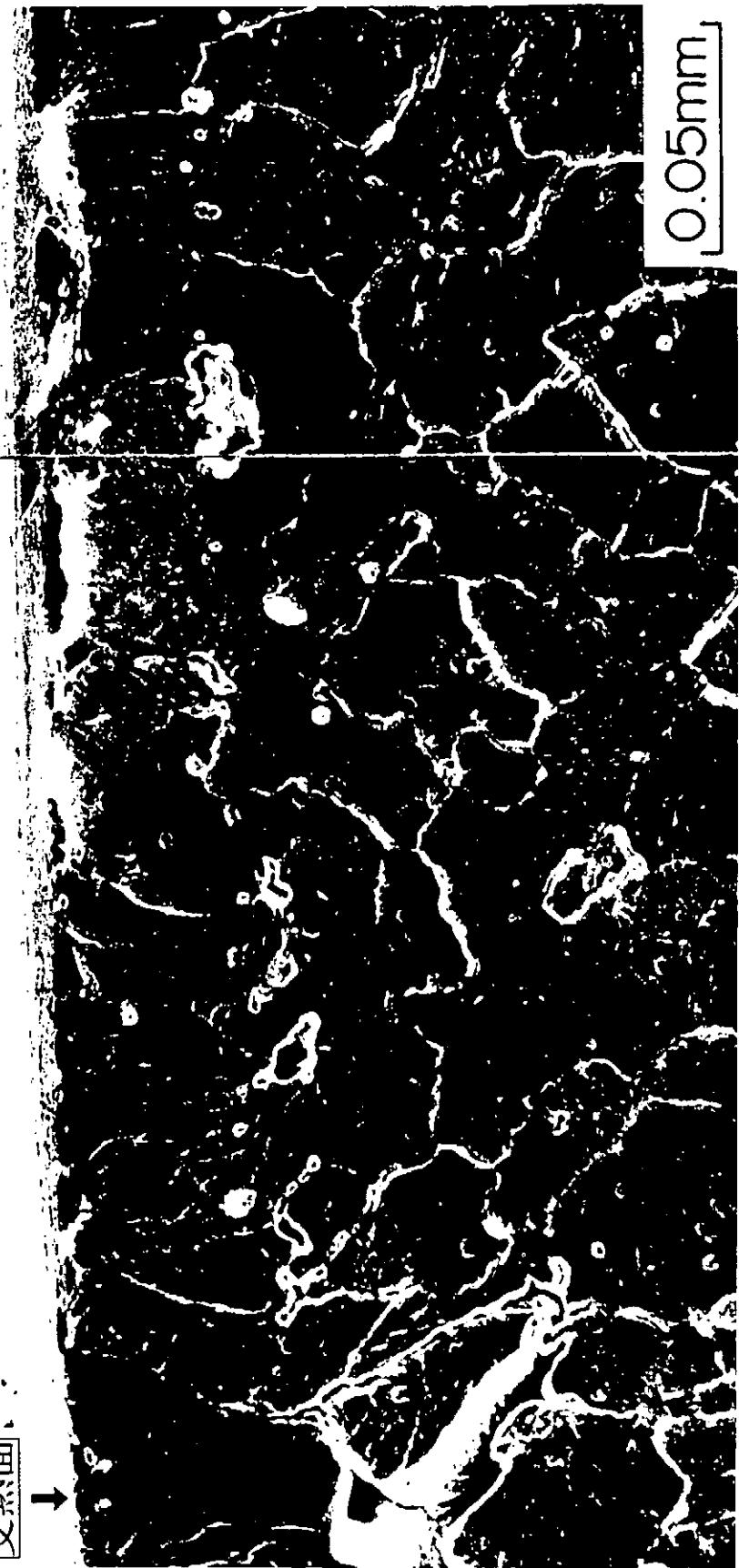


TRIA M-1M Moリミター損傷部の断面

(内側リミター、電子サイド)

- * 表面層で再結晶、結晶粒成長.
- * 受熱面（上面）に平行な亀裂（粒界破断）や空洞が発生.
⇒ 热伝導の低下 ⇒ 耐熱衝撃性の劣化（溶融、蒸発、破壊）.

受熱面
↓



TRIM-1M304SSリミターの 表面形状変化(イオンサイド)

* 繰り返しパルス熱負荷により表面が凹凸化(亀の子状の亀裂と表面溶融が原因)



耐熱衝撃性の劣化

真上からの観察



斜め上からの観察



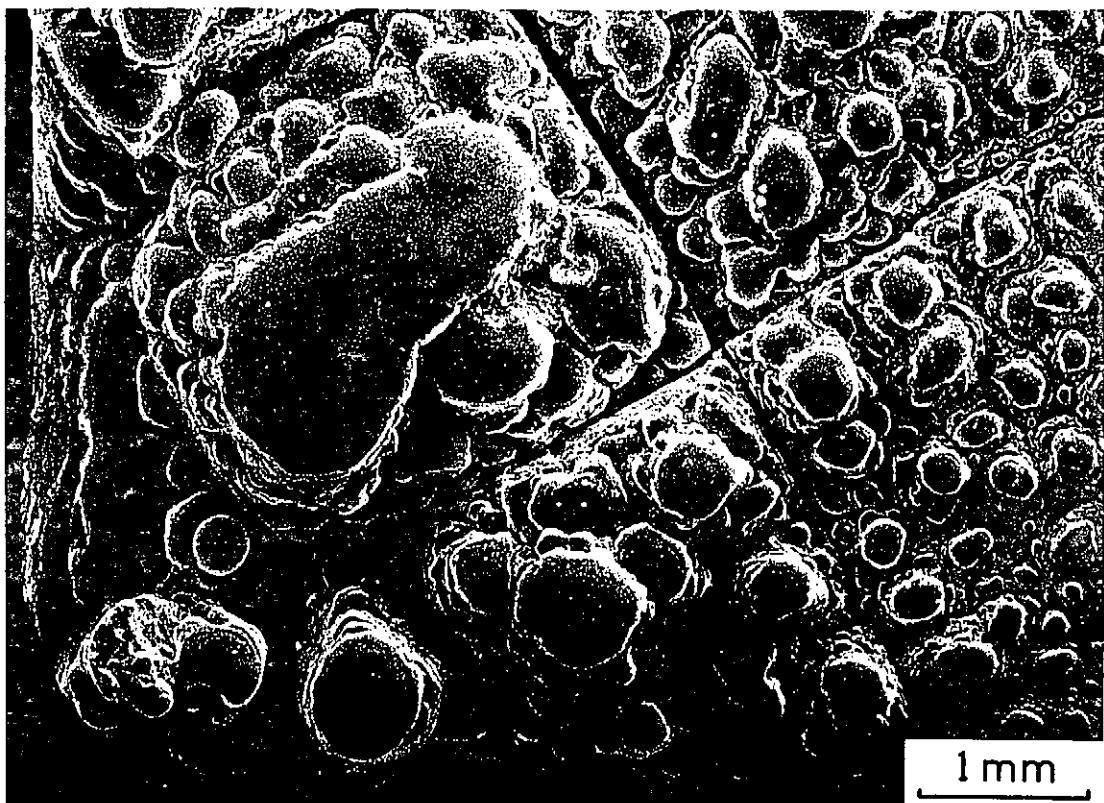
0.1 mm

0.1 mm

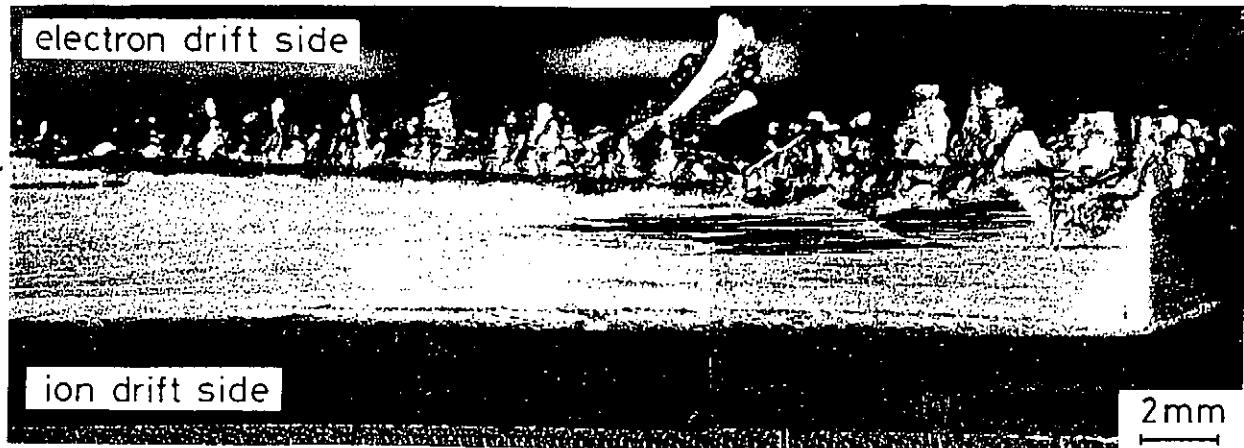
TRIAM-1 焼結Moリミターの損傷

(抵抗加熱、乱流加熱放電 70,000回、電子サイド)

上面からの観察

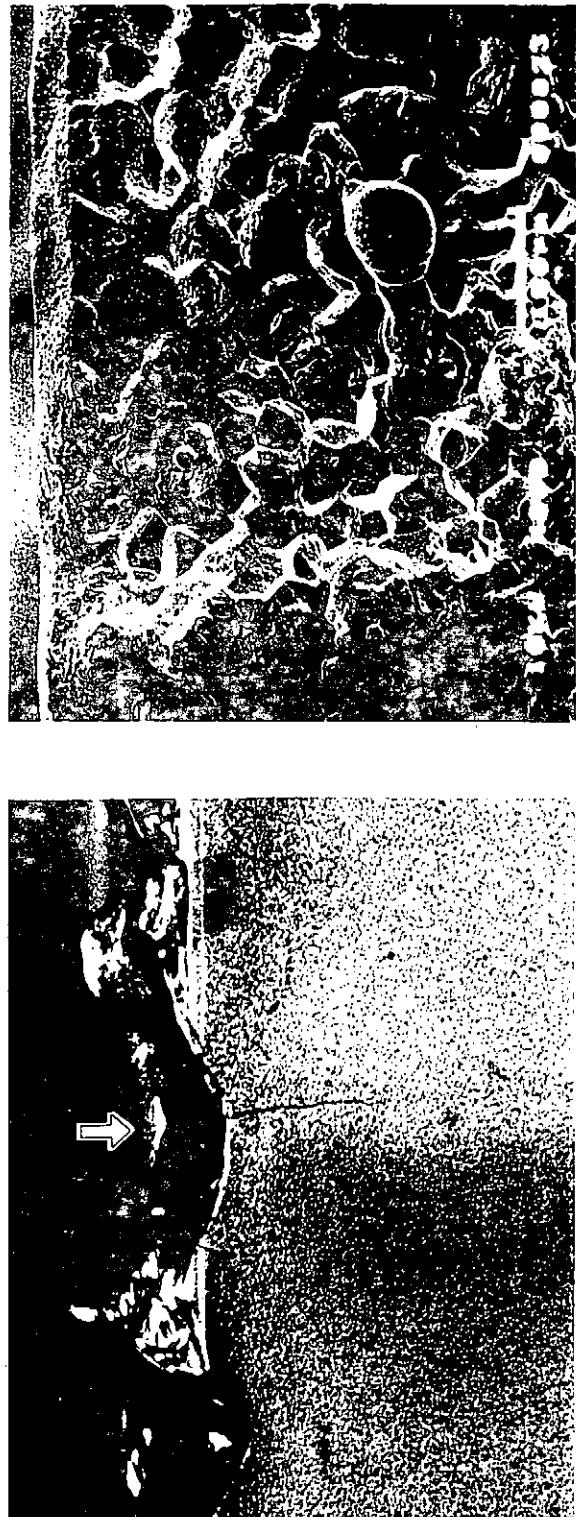


側面からの観察

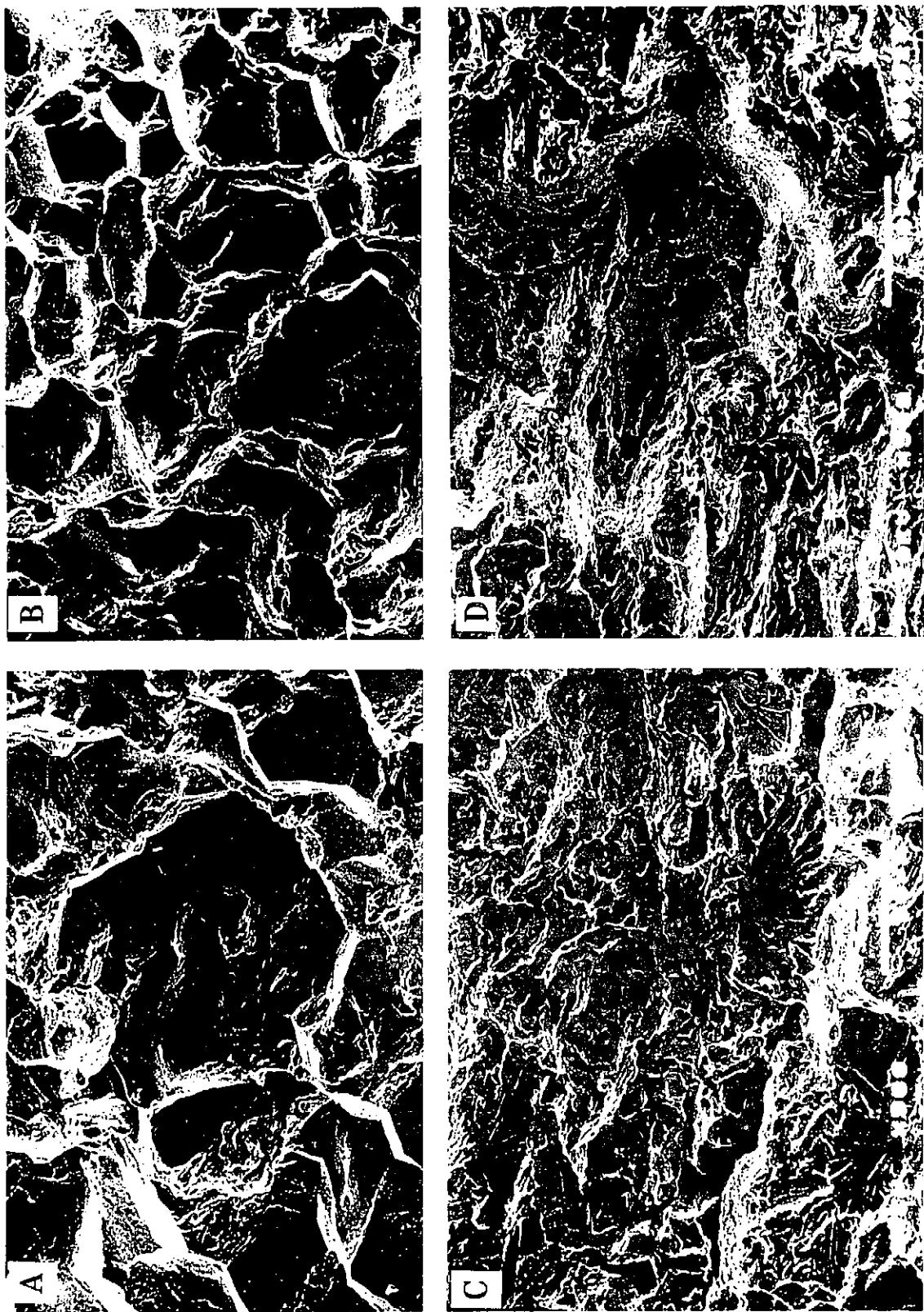


TiC/Moダイバーク高受熱部に発生した 水平亀裂の破断面

- * 上部が溶融欠損し、下側破断面が見える（左図矢印）
- * 結晶粒が成長し、粒界破断を起こしている（右図）



TiC/Moダイバータに発生した縦亀裂（拡大写真）



JT-60 TiC/Mo DIVERTOR (5U-18)

Top Surface



- high HF concent.
at the edge
 - top surface:
 $13 - 20 \text{ MW/m}^2$
 - front surface:
 $140 - 200 \text{ MW/m}^2$
- melting at the edge
- large crack parallel to the top surface
 - initiation of crack
intergranular fracture

Front Surface



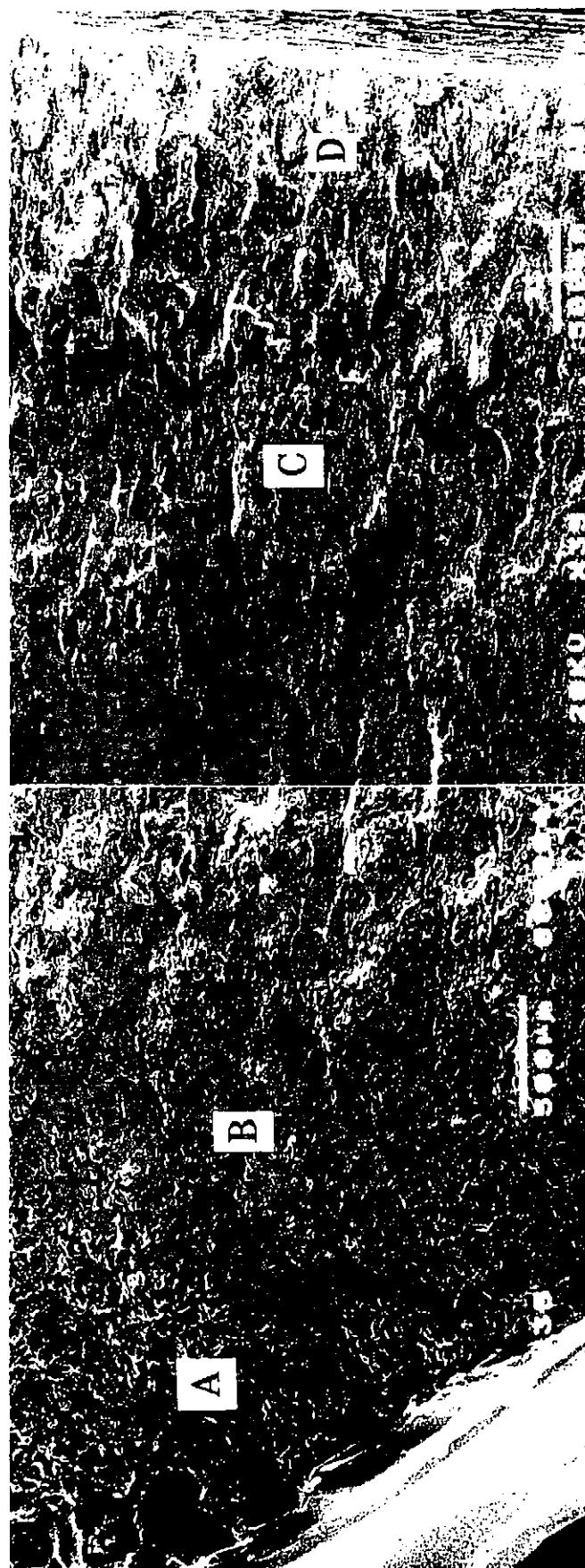
JT-60 TiC/Mo LIMITER



- Melting and Alloying (Mo-Ti (-C))
- Intergranular fracture

TiC/Moダイバータに発生した縦亀裂表面の SEM写真（低倍率）

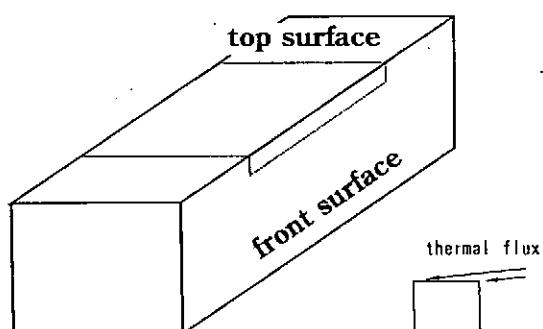
- * 溶融欠損部直下では延性破断（左側）。
- * 溶融欠損部（受熱部）に近いところでは粒界破断（A, B）。
- * 遠いところでは複雑な粒内破断（C, D）。



3D FEM THERMAL STRESS ANALYSIS

(W.X. Wang et al.)

Block Subjected to Local Thermal Shock



Properties of Mo

Density kg/mm ³	Coeff. of thermal expansion 1/°C	Heat conductivity cal/(mm sec °C)
1.022×10^{-5}	5.1×10^{-6}	3.29×10^{-2}
Specific heat 59cal/(kg °C)	Young's modulus 3.3 × 10 ¹¹ kgf/mm ²	Poisson's ratio 0.30

TEMPERATURE VARIATION

($E_f = 200 \text{ MW/m}^2$, $E_t = 20 \text{ MW/m}^2$, $t = 0.2 \text{ sec}$)

Finite Element Meshes

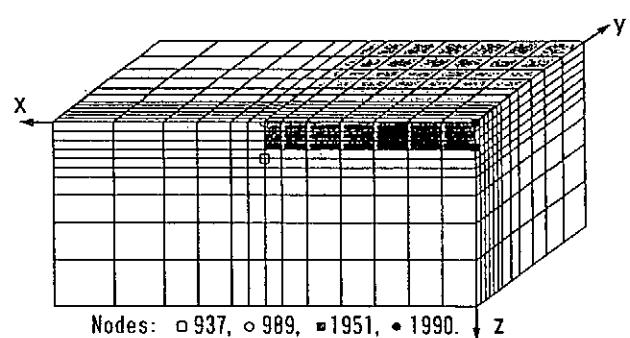
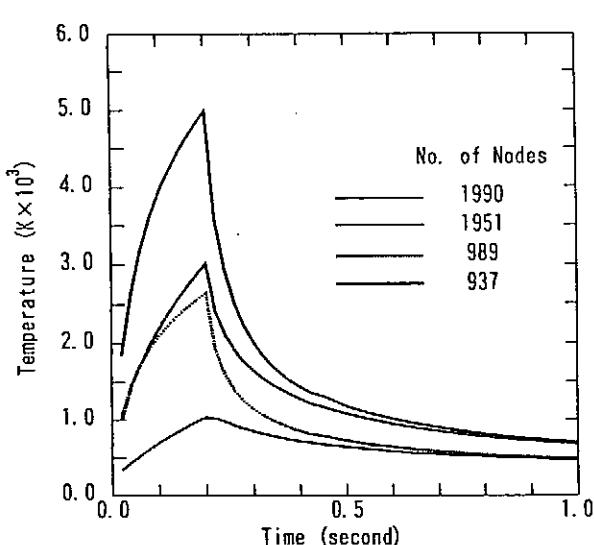


Fig.2 Finite element meshes of size: $50 \times 25 \times 20 \text{ mm}$, elements: 1560, nodes: 2002, deep shadow area: $25 \times 3 \text{ mm}$ and impinging energy flux = 200 MW/m^2 , light shadow area: $25 \times 25 \text{ mm}$ and impinging energy flux = 20 MW/m^2 .

TEMPERATURE DISTRIBUTION

($E_f = 200 \text{ MW/m}^2$, $E_t = 20 \text{ MW/m}^2$, $t = 0.2 \text{ sec}$)

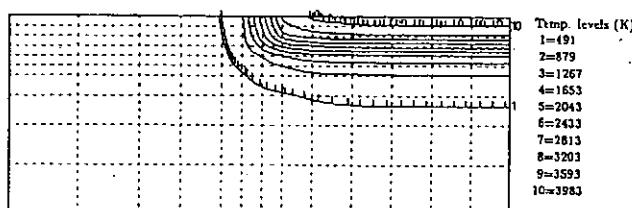
$z=0.5 \text{ mm section (T.S.)}$



$x=0.5 \text{ mm section}$



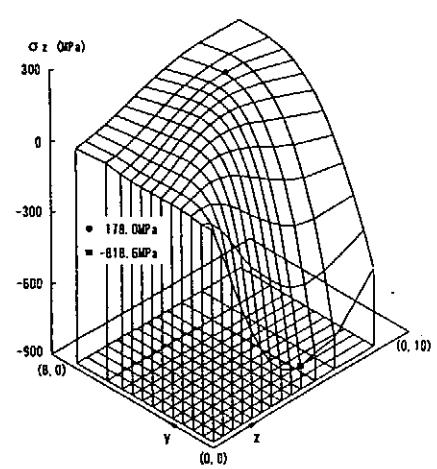
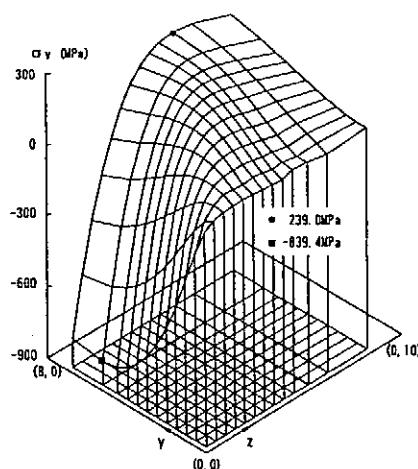
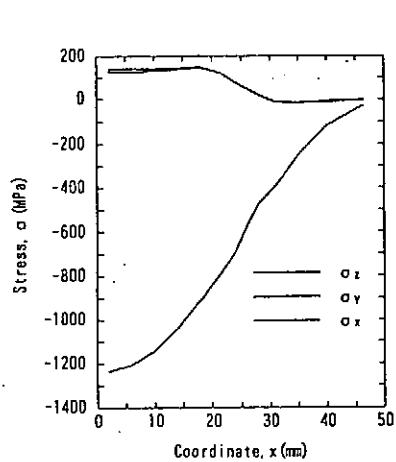
$y=0.5 \text{ mm section (F.S.)}$



ELASTIC THERMAL STRESS ANALYSIS

Thermal Stress Distribution

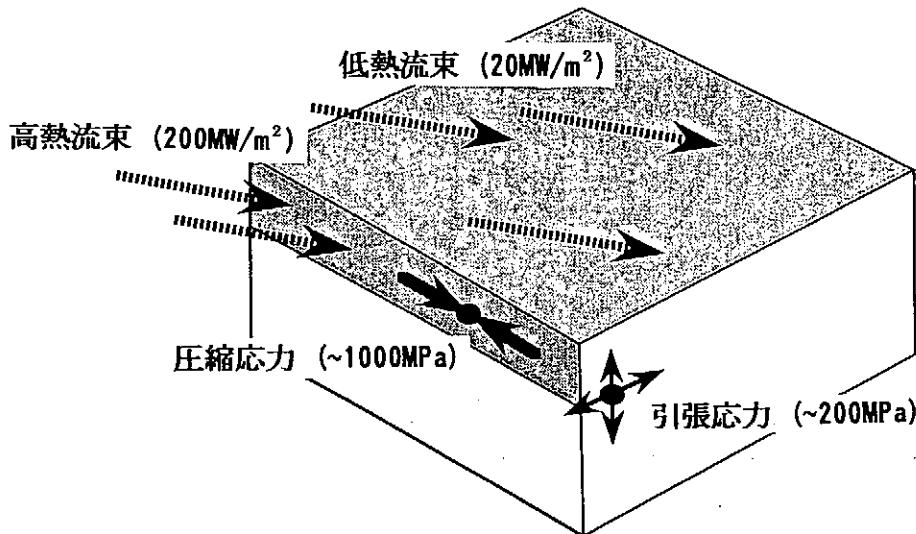
($E_f = 200 \text{ MW/m}^2$, $E_t = 20 \text{ MW/m}^2$, $t = 0.2 \text{ sec}$)



along x direction
 $y=z=2.5 \text{ mm}$

distribution on the symmetry section
of $x=0$

パルス熱負荷による応力の発生



焼結Moリミター及びダイバータの熱負荷による 損傷プロセスと問題点

(1) 損傷プロセス

温度上昇 → 再結晶 → 粒界脆化 → 脆性破壊 → 热伝導劣化
→ 热衝撃特性の劣化 → 溶融、蒸発、破壊の増長

熱衝撃性能パラメータ

$$F = \delta k / E \alpha \quad [\begin{array}{l} \delta : \text{引張強度} \\ E : \text{ヤング率} \end{array} \quad \begin{array}{l} k : \text{熱伝導度} \\ \alpha : \text{線膨張率} \end{array}]$$

(2) 問題点

* 再結晶、結晶粒成長による粒界脆化（再結晶温度：1000-1100°C）

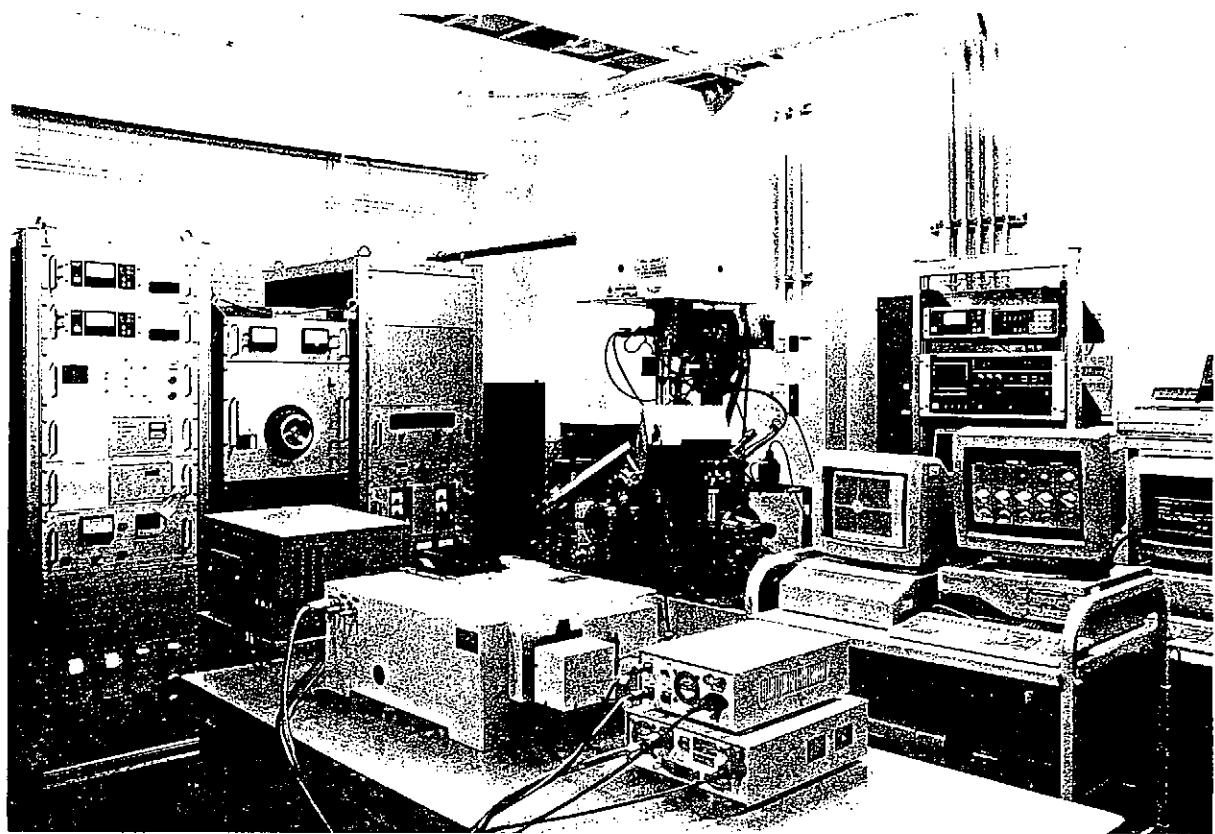
(3) 対策

- * 韌性の高い材料の開発
- * 再結晶温度の高い合金の開発
 - T Z M : 1300-1400°C
 - T E M : 1200-1800°C (再結晶材の耐対衝撃性も良好)
 - 分散強化合金 : 1600-2000°C

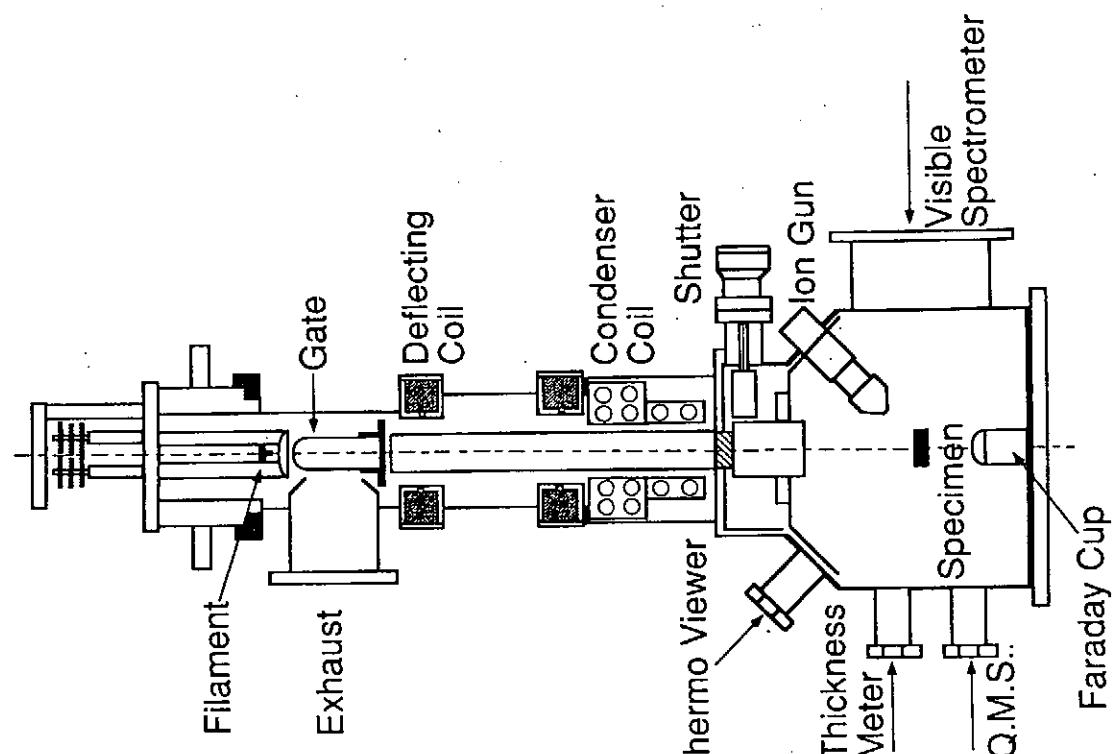
超高真空電子ビーム熱負荷装置の主な性能

電子銃	
電子ビーム源	熱電子放出型電子銃
ビームエネルギー	最大 20keV
ビーム量	最大 150mA
最大ビーム出力	3kW
ビーム径	1mm ϕ ~ 20mm ϕ
ビーム密度	$\sim 3500(\text{MW}/\text{m}^2)$
照射時間	0.1s ~ ∞ s
真空系	
到達真空度	$5 \times 10^{-6}(\text{Pa})$
使用排気装置	500(l/sN ₂)TMP : 照射室 150(l/sN ₂)TMP : 電子発生室
真空容器内径	300mm
試料ホルダー	
強制冷却型	水圧 (2~3kg/cm ² G) 流量 20(l/min)
加熱型	室温 ~ 600°C

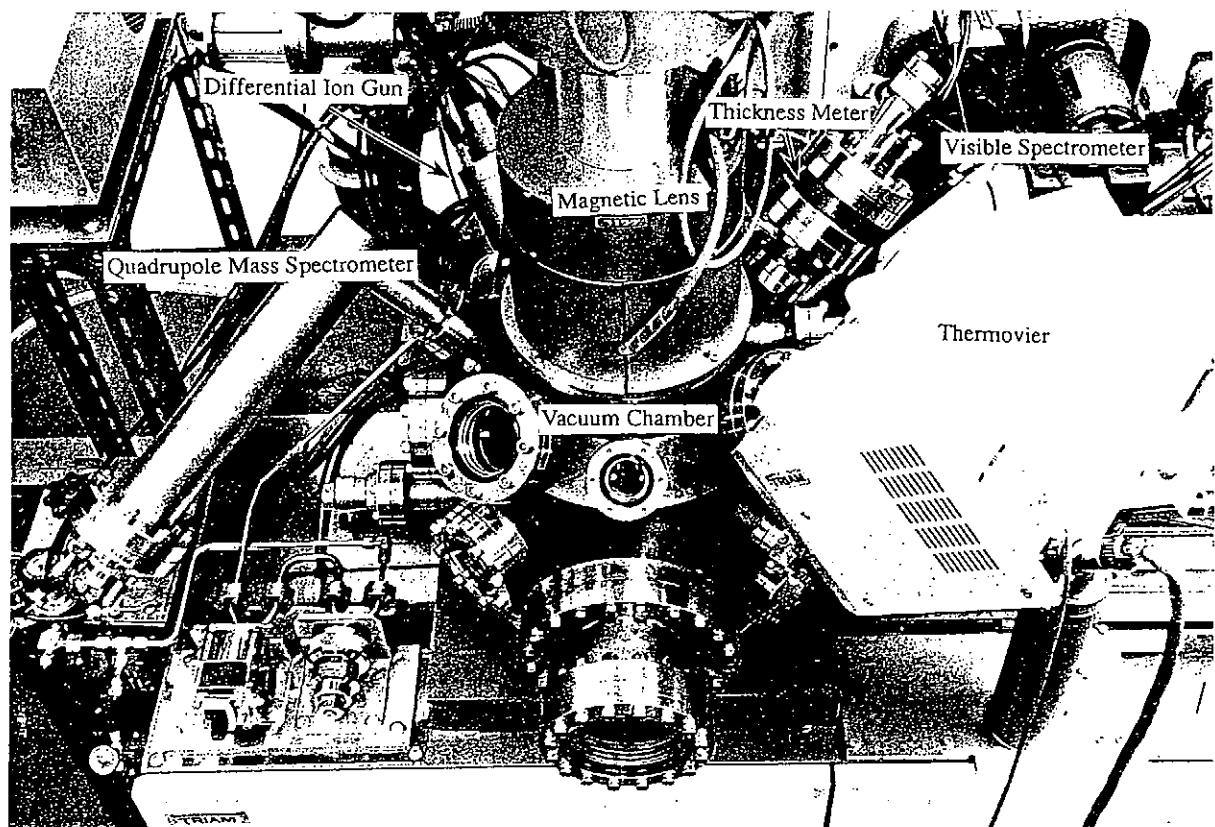
超高真空電子ビーム熱負荷装置



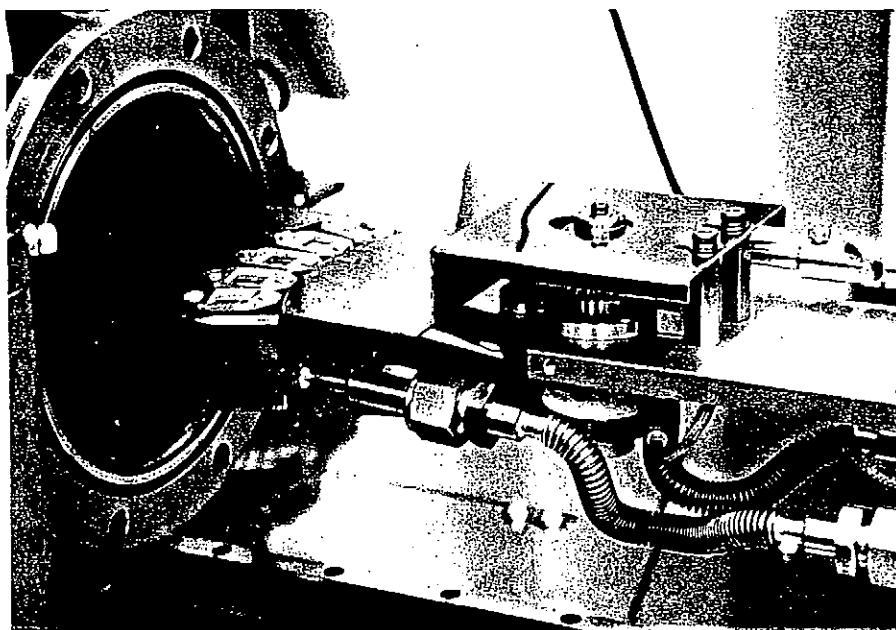
超高真空電子ビーム熱負荷装置の
構成概略図



超高真空電子ビーム熱負荷装置



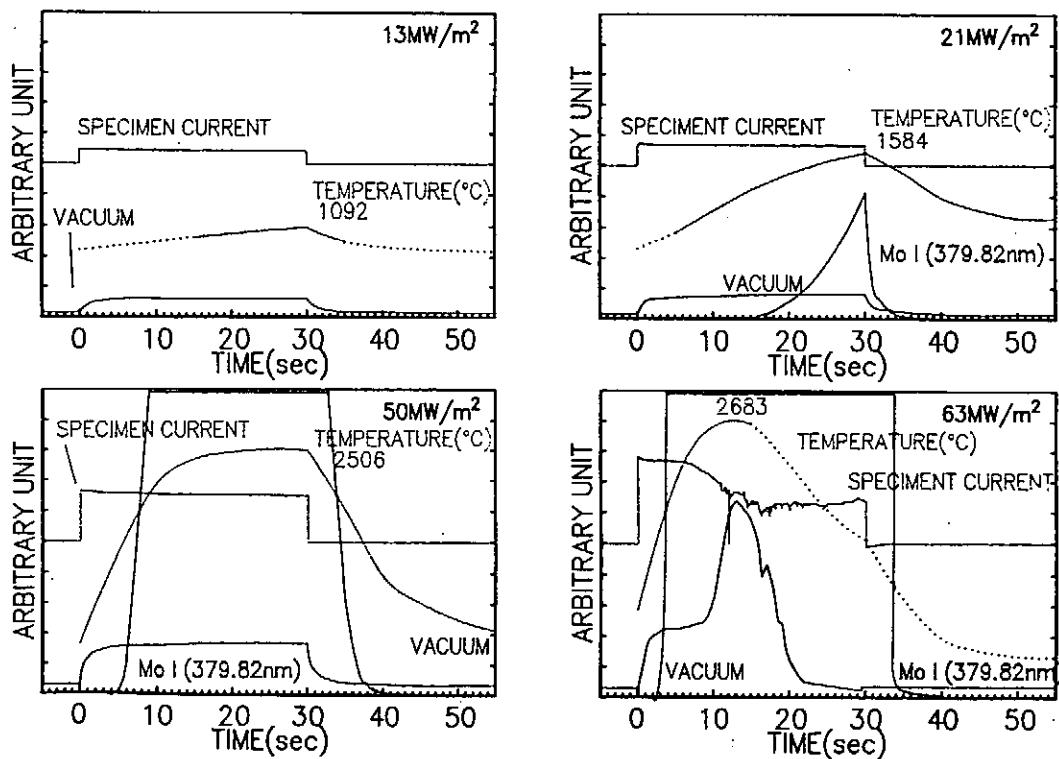
強制冷却型試料ホルダー



- ▲ 試料個数：
5 個
- ▲ 試料サイズ：
20x20mm
- ▲ 冷却水圧：
2-3kg/cm²G
- ▲ 流量：
20 l/min

電子ビーム照射時のオンライン計測データ

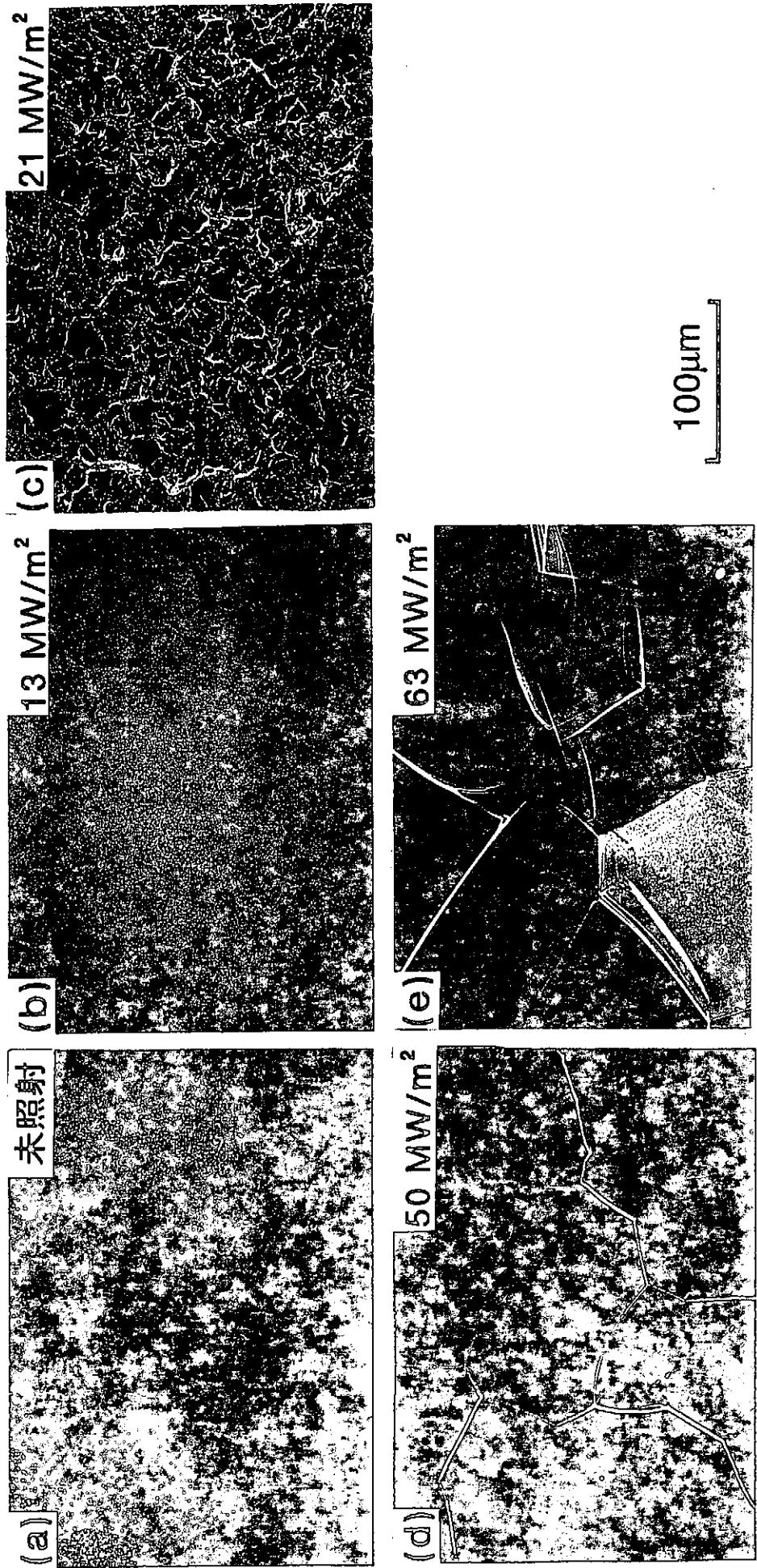
(焼結Mo、20keV、30秒、13~63MW/m²)



電子ビーム照射による焼結Moの損傷

(20keV、30秒)

- * 21MW/m^2 (表面温度 1600°C) で表面の凹凸化と損耗が起ころ。
- 凹凸の成因： 热衝撃による塑性変形（圧縮応力）か。] ……これから課題
- 損耗の機構： 凸部の異常温度上昇か。
- * 50MW/m^2 以上では融点に達し、蒸発、液滴の放出が起り、激しく損耗する。



電子ビーム照射による焼結Ni表面の變化

(20keV、10秒、1回照射)

4.2MW/m²



4.6MW/m²

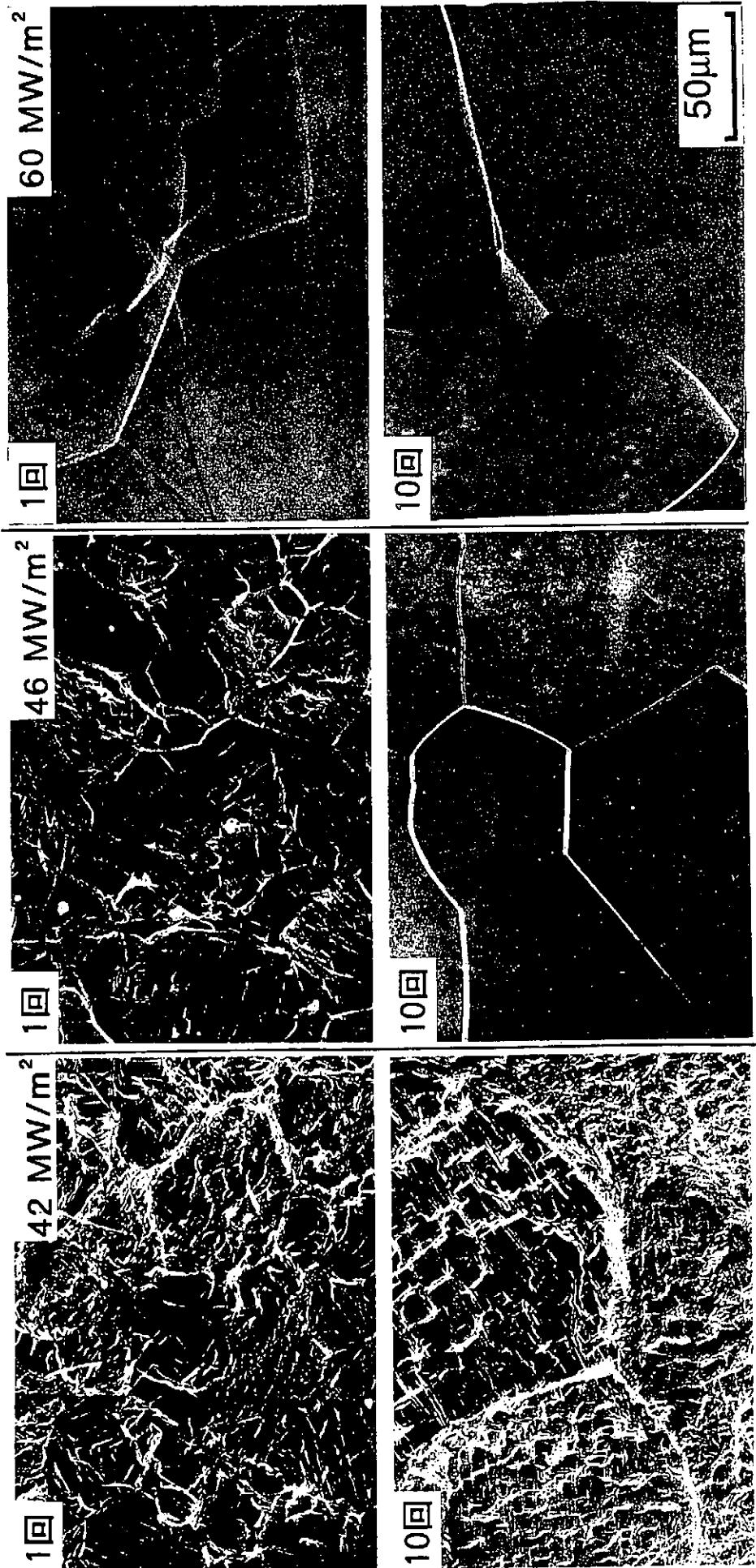


50μm

繰り返し照射による焼結Moの耐熱衝撃性の劣化

(20keV, 10秒, 1回 (上段), 10回 (下段))

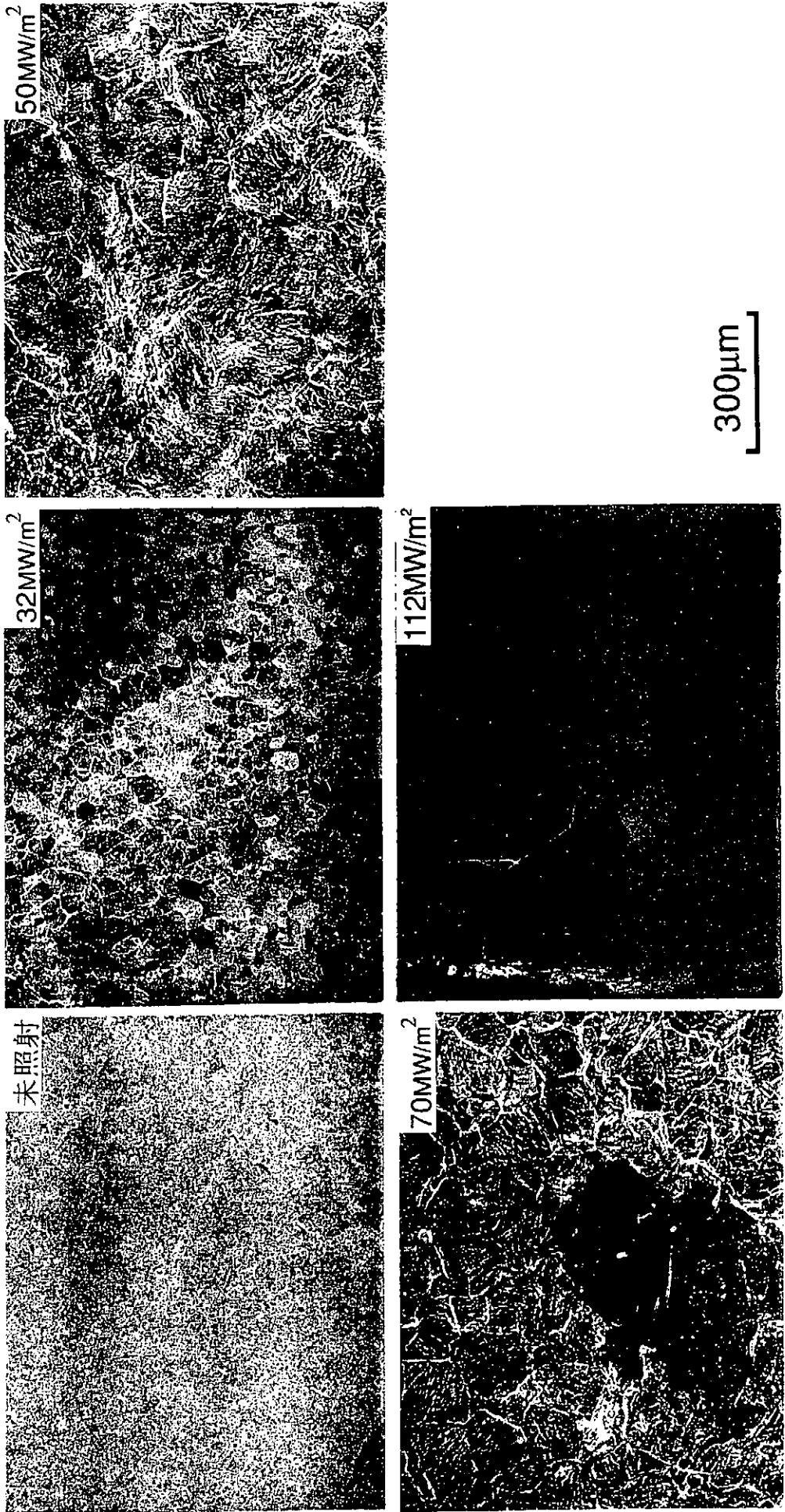
* 繰り返すことにより、結晶粒成長 (42MW/m^2) と、凹凸から溶融への変化 (46MW/m^2) が起こる。



電子ビーム照射による焼結Wの損傷 (20keV、30秒)

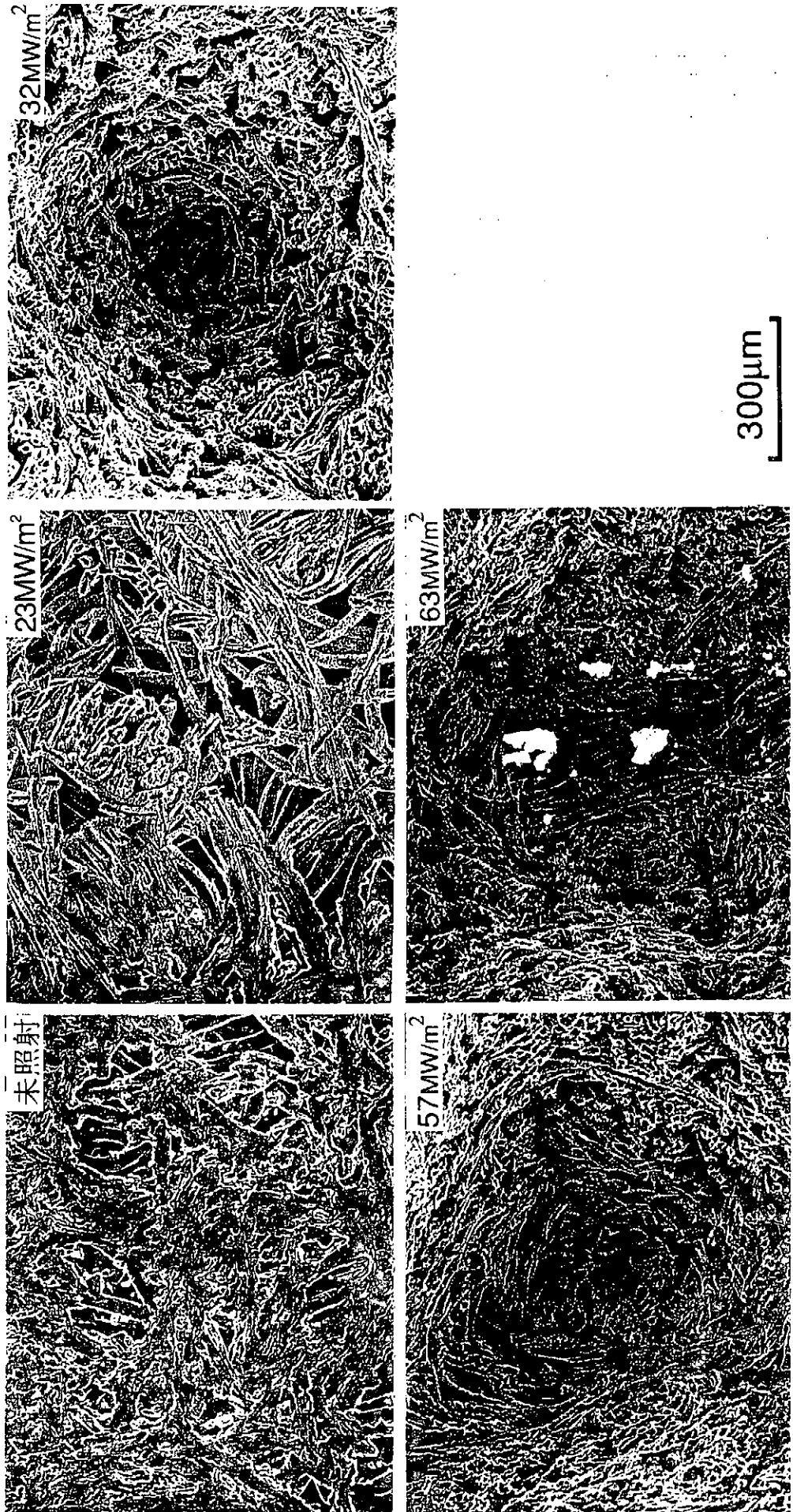
* Moに比べ約1.5倍の熱負荷に耐える。

- 32MW/m^2 (最高 1980°C) で表面の凹凸化と損耗が起ころ。
- 70MW/m^2 以上で融点に達し、蒸発、液滴の放出が起こり、激しく損耗する。



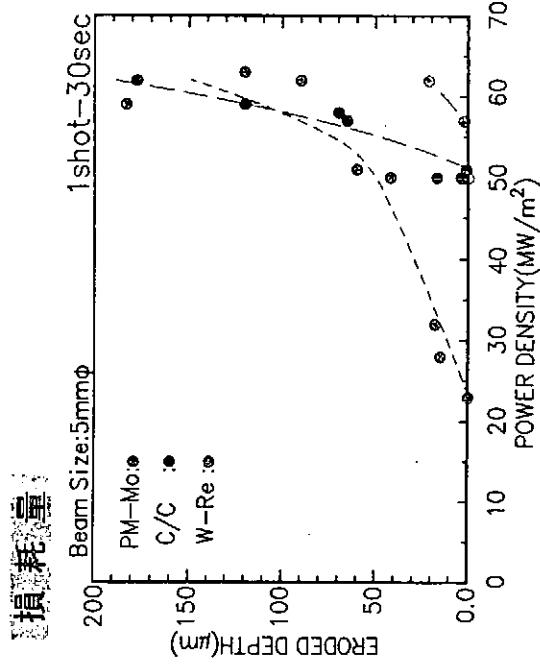
電子ビーム照射によるCX-2002Uの損傷 (20keV、30秒)

- * 23MW/m^2 (最高 1423°C) でファイバーの端部や表面が損耗。
 - ファイバーは端部などミクロには熱の拡散が非常に悪い部分があり、熱流束の低い所から大きな損耗が起ころるものと考えられる。

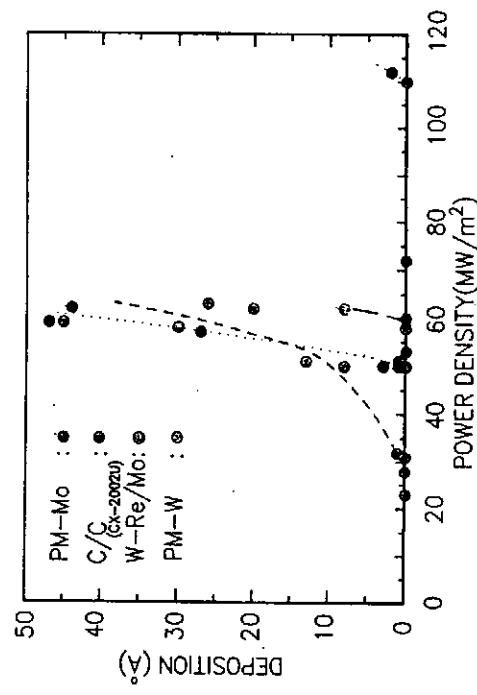


各種材料の損耗量の比較

(電子ビーム照射: 20keV、30秒、ビーム径 5mmΦ)

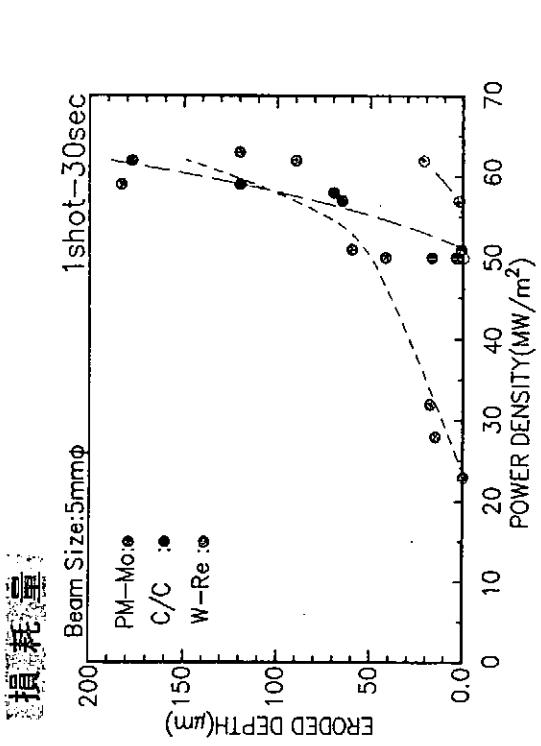


付着量

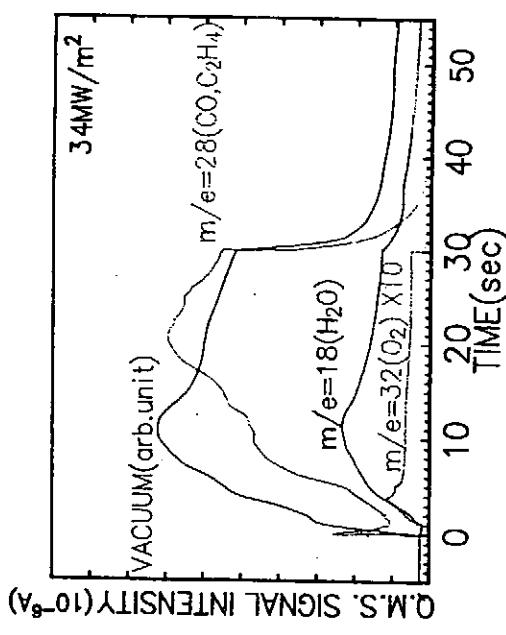
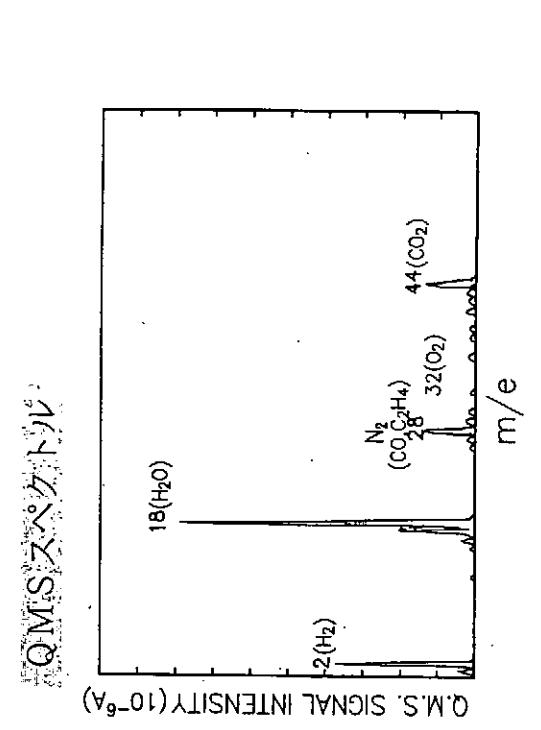


焼結Moからのガス放出

(電子ビーム照射: 20keV、30秒、ビーム径 5mmΦ)



放出ガス量の時間依存性(非蒸融時)



ま　と　め（1）

- (1) 長パルス熱負荷下の不純物発生の観点から評価すると、健全なMo材料では炭素系材料の約2倍の熱流束に耐えられる。Wは更に約1.5倍高い熱流束に耐えられる。
(ただし、限界熱流束値は冷却条件によって大幅に異なる。)
- (2) 表面温度が再結晶温度を超えるような熱衝撃が加えられる場合、表面近傍で大きな塑性変形と結晶粒成長が起こる。
- (3) 塑性変形は表面の凹凸化（滑り線）を招き、量は少ないものの、低熱負荷での異常蒸発の原因となる可能性があり、検討する必要がある。

ま　と　め（2）

- (4) 再結晶による粒界脆化が起こると、繰り返される熱衝撃により亀裂が発生し、材料の健全性（耐熱衝撃特性）が損なわれる。
- (5) 亀裂は熱の拡散を阻害するため、周辺の部分的な表面温度の上昇を招く。部分的な溶融が繰り返されると、表面張力により徐々に盛り上がっていく。これにより耐熱衝撃特性は益々劣化する。（定量的な評価が次の課題）
- (6) 再結晶温度の高い材料、再結晶後も韌性の保たれる材料の開発が必要である。ただし、熱伝導度が大幅に低下してはならない。

6. 高Z金属材料製造に関する最近の成果

東北大学金属材料研究所 栗下裕明、茅野秀夫
東北大学大学院 橋内裕寿
岡山理科大学・理学部 平岡 裕
東京タンクスステン(株) 武部克嗣

1. はじめに

核融合炉で最も過酷な環境に晒されるプラズマ対向材料として最近再び、モリブデン(Mo)やタンクスステン(W)等の高Z金属材料が注目されている。しかし、これらの材料は一般に韌性に乏しく、特に再結晶材では極めて脆いため熱負荷によって再結晶が生じると容易に脆化すること、また中性子照射によって著しく脆化することが大きな問題とされている。そこで筆者等はこれらの問題克服を目指した高Z金属材料の開発研究に平成4年度から着手した。材料開発研究に対する大学の役割は、まず問題となる諸特性のメカニズムを明らかにし、次にそれらに基づいて材料開発の指針と方策を示し、さらに実際に実験室規模での材料の製造、評価を行って、その方策の有効性を実証することであろうと考えられる。本講演では、そのような立場から筆者等がMoについて行った研究の成果を紹介するが、Moを最初に取り上げたのは、韌性低下のメカニズム等の基礎データが比較的豊富であること、したがって目標とする高Z金属材料の開発に有利であり、そこで示された開発方針、製造方法はW等の他の高Z金属材料の開発に適用可能と考えたことによる。

2. 開発方針と製造方法

開発における具体的な課題として、照射前の韌性向上、再結晶脆化の防止（したがって再結晶温度を高めること）、照射脆化の防止、の3つを取り上げた。照射前の韌性を高めるためには、本来弱い粒界を強化することが必要である[1]。また再結晶温度を高めるためには、粒界が移動しにくく、高温で安定な組織を導入することが必要である。さらに照射脆化を防ぐためには、照射による組織変化を極力抑えることが必要で、そのためには照射欠陥の有効な消滅サイト（シンク）を多量に導入することが必要である。ところで、本来弱い粒界を強化するためにはTiCの添加が有効である[1, 2]が、TiCはさらに粒界移動を妨げる効果をもつ。また、TiCとMoの界面は照射欠陥のシンクとして作用する。このようにTiCの添加は上記すべての要件をほぼ満たすことになる。したがって材料開発の鍵は、如何にして微細なTiCを粒界に均一に分散させるか、また粒界及び転位等のシンクを多量に導入できるかにかかっていると考え、このためメカニカルアロイシング(MA)法[3]により原料粉末を作製した。ただし、MA時の粉碎によって現れる新生面は表面エネルギーが高く不純物と極めて反応しやすいので、ガス不純物の影響を強く受ける高Z金属材料の作製に際してはMA処理中だけでなくMA前後における雰囲気の管理が重要である。それ故、粉末の処理は雰囲気を制御した特製のグローブボックス内で行い、また粉末の成形にはHIP(熱間等方プレス)を用いた。さらに、熱間鍛造、熱間圧延、冷間圧延により板材とし、板材から切り出した試験片について特性評価を行った。

3. 韌性に優れたMo合金の開発

照射前の韌性が最も優れているMo合金は米国で20年以上も前に開発されたTZM合金である。そこでTZM合金よりもさらにDBTTの低いMo合金を開発することを目的

とし、合金組成、MA条件、加工条件を系統的に変えてMo合金を作製した。その結果、衝撃試験（3点曲げ）により評価したDBTTが約-50°Cと、TZM合金のDBTTより約30°C低いMo合金が得られた。しかもこの合金は衝撃強度がTZM合金よりもかなり高い。衝撃試験を用いた理由は、得られるDBTTが静的試験に比べて安全側（高温側）であること、静的試験では明瞭でなかった材料間のDBTTの相違が衝撃試験では極めて明瞭に現れること[4]である。またTZM合金では酸素濃度が極めて低いレベルに抑えられているのに対し、本合金の酸素濃度はTZM合金に比較するとかなり高かった。このように酸素濃度が高いにも関わらずDBTTの低い合金が得られたことは重要な成果であるが、一方、酸素濃度の低減により本合金の韌性はさらに向上することが期待される。

4. 再結晶特性に優れたMo合金の開発

作製したMo合金の結晶粒は高温加熱後も極めて微細で、組織観察による再結晶特性の評価は困難であったので、ビッカース微小硬さの温度変化から再結晶特性を評価した。すなわち1000~2000°Cの各温度で1時間真空焼鈍した合金試料について室温で微小硬さを測定してその温度依存性を調べた。その結果、2000°Cでの焼鈍後においてほぼ完全な再結晶が認められ、したがって本合金の再結晶温度は極めて高いことが判明した。ちなみに、TZM合金の再結晶温度は約1400°C、また再結晶温度が最も高いと報告されているMo合金のそれは約1700°Cであり、本合金よりもかなり低い。

5. 耐照射特性に優れたMo合金の開発

中性子照射実験を最近開始したが、本合金の耐照射特性についての結論を得るためににはかなりの期間が必要である。しかし、照射前の試料を400kV透過分析電子顕微鏡により観察した結果では、結晶粒径が数nm~数百nmと微細であり、TiCと推定される微細な粒子（平均直径約20nm）と転位が多数認められたことから、照射による組織変化は小さく、耐照射特性に極めて優れているものと予想される。

6. まとめと今後の計画

最終的な結論は今後の熱負荷実験や重照射実験の結果を待たねばならないが、以上の結果により基本的には目標とする高Z金属材料の製造方法が確立されたものと考えられる。現在、上述した酸素濃度低減による更なる韌性の向上、再結晶しても脆化しない合金の開発、及びTiCよりも熱的安定性に優れた炭化物分散Mo合金の開発研究を進めている。これらの成果が得られた段階で次のW合金の開発研究に着手する計画である。

7. 文献

- [1] H. Kurishita and H. Yoshinaga: Mater. Forum, 13 (1989), 161.
- [2] H. Kurishita, M. Asayama, O. Tokunaga and H. Yoshinaga: Mater. Trans., JIM, 30 (1989), 1009.
- [3] J. S. Benjamin: Met. Trans., 1(1970), 2943.
- [4] H. Kurishita, H. Kayano, M. Narui, Y. Hiraoka and K. Takebe: Proc. 3rd Japan Int. SAMPE Symp. Advanced Materials, ed by T. Kishi, N. Takeda and Y. Kagawa,

「高Z金属材料の製造に関する最近の成果」

東北大金研 粟下裕明, 茅野秀夫
東北大院 橋内裕寿
岡山理大理 平岡裕
東京タンクステン(株) 武部克嗣

課題 (M_o, W)

- ①熱負荷による脆化（再結晶脆化）の克服
- ②中性子照射による脆化の克服
市販 M_o や W 合金：低レベルで著しい脆化
- ③照射前の韌性の向上

本日の講演

M_o についてこれまで得られた成果

合金開発に必要な基礎的データが豊富
→目標とする材料開発の方法確立に有利
その製造方法は他の材料に適用可能

課題解決策

- ①再結晶脆化の克服 → 再結晶温度を著しく高める
(再結晶しても脆化しない)
- ②照射脆化の克服 → 照射欠陥のシンクの多量導入
- ③照射前の韌性の向上 → 本来弱い粒界を強化する

T i C

- ① 粒界の移動を抑制 → 再結晶温度を著しく高める
- ② T i CとM oの界面：照射欠陥の有効なシンク
- ③ T i C：粒界を強化

課題解決策

- ① 再結晶脆化の克服 → 再結晶温度を著しく高める
(再結晶しても脆化しない)
- ② 照射脆化の克服 → 照射欠陥のシンクの多量導入
- ③ 照射前の韌性の向上 → 本来弱い粒界を強化する

★これらの全てがT i Cの添加により満たされる。

合金開発の鍵

微細なT i Cを粒界に均一に分散

- ① T i Cの微細化、混合化
- ② 結晶粒の微細化：粒界を増加
(シンク密度の増加)



メカニカルアロイニング(MA)による

原料粉末の作製

- ★MA時の粉碎により現れる新生面は表面エネルギーが高く不純物と反応しやすい
→ MA時、前後の雰囲気の管理が重要
→ 粉末処理：雰囲気制御G B
粉末成形：H I P(熱間等方プレス)

I. 照射前の韌性の優れたMo合金の開発

①目標

T Z M (現在最もDBTTの低いMo合金)
よりもさらにDBTTの低い合金の開発

②DBTTの評価

衝撃試験 (3点曲げ試験, 5 m/s)

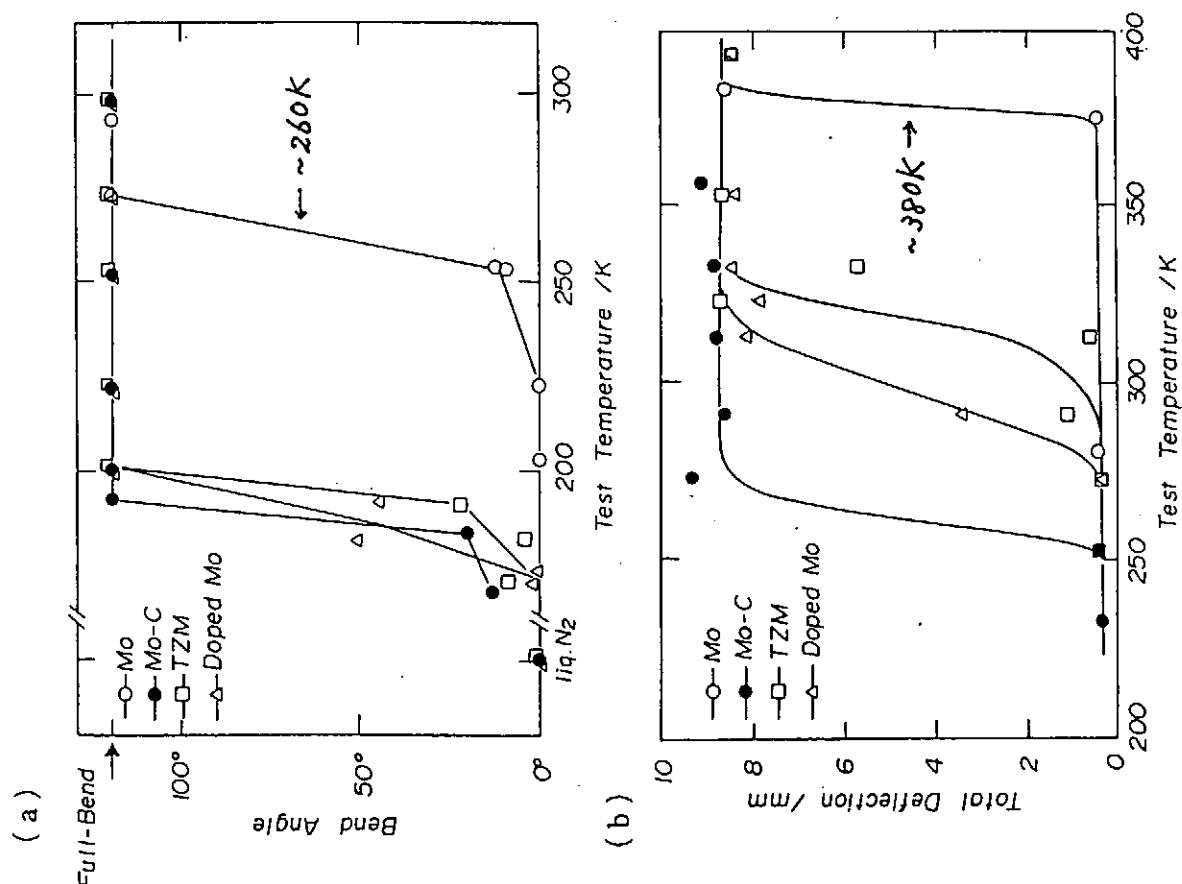


図1 Mo合金の延性と試験温度の関係。 (a) 静的試験, (b) 衝撃試験。

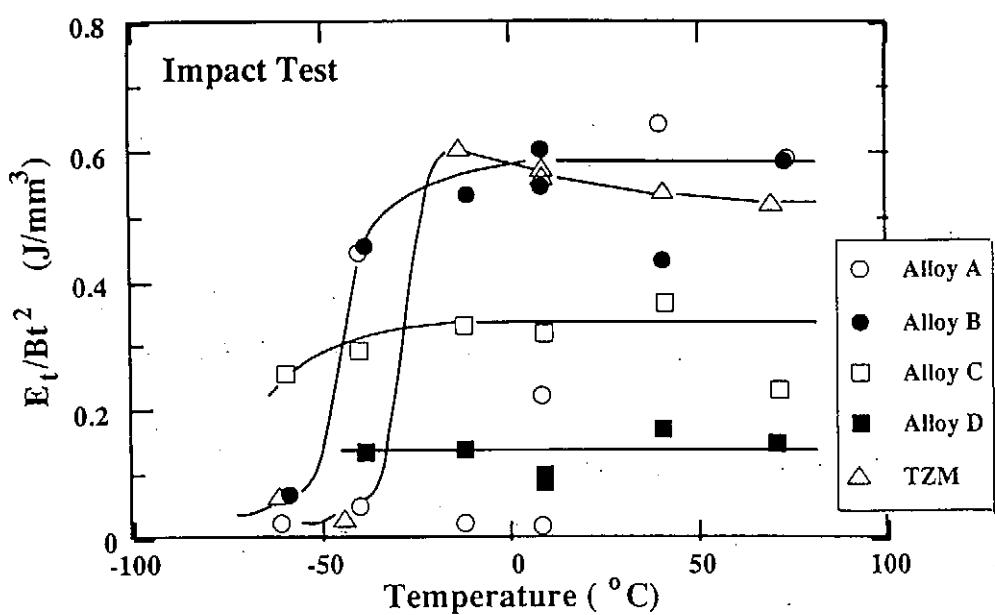
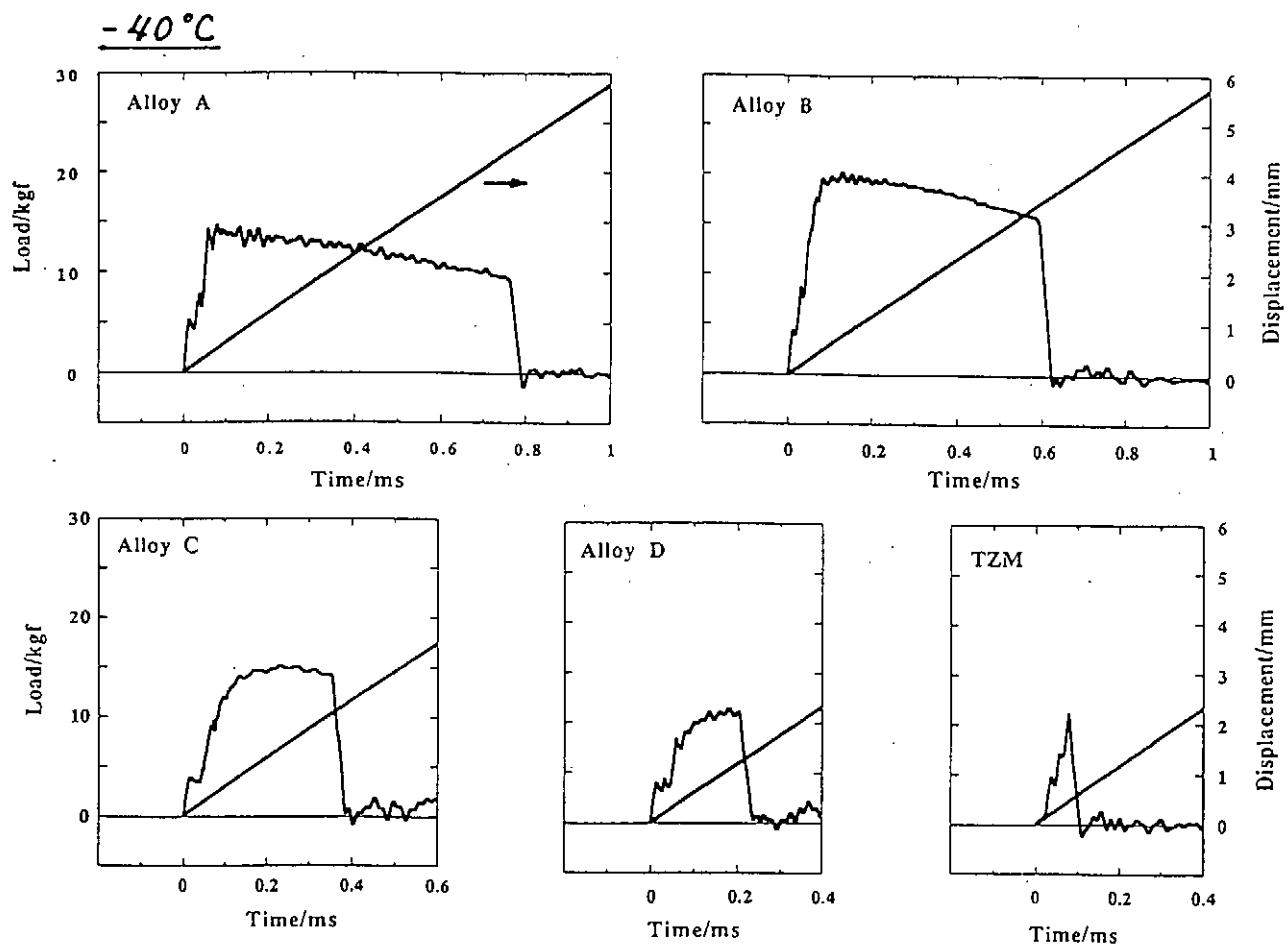


図. 規格化全吸収エネルギーの温度依存性



★酸素不純物は粒界脆化を助長する

★酸素不純物濃度

T Z M : 2 5 w t p p m

本合金 : 1 桁以上高い



酸素濃度が高いにも関わらず低い D B T T

酸素濃度低減による更なる韌性向上の期待

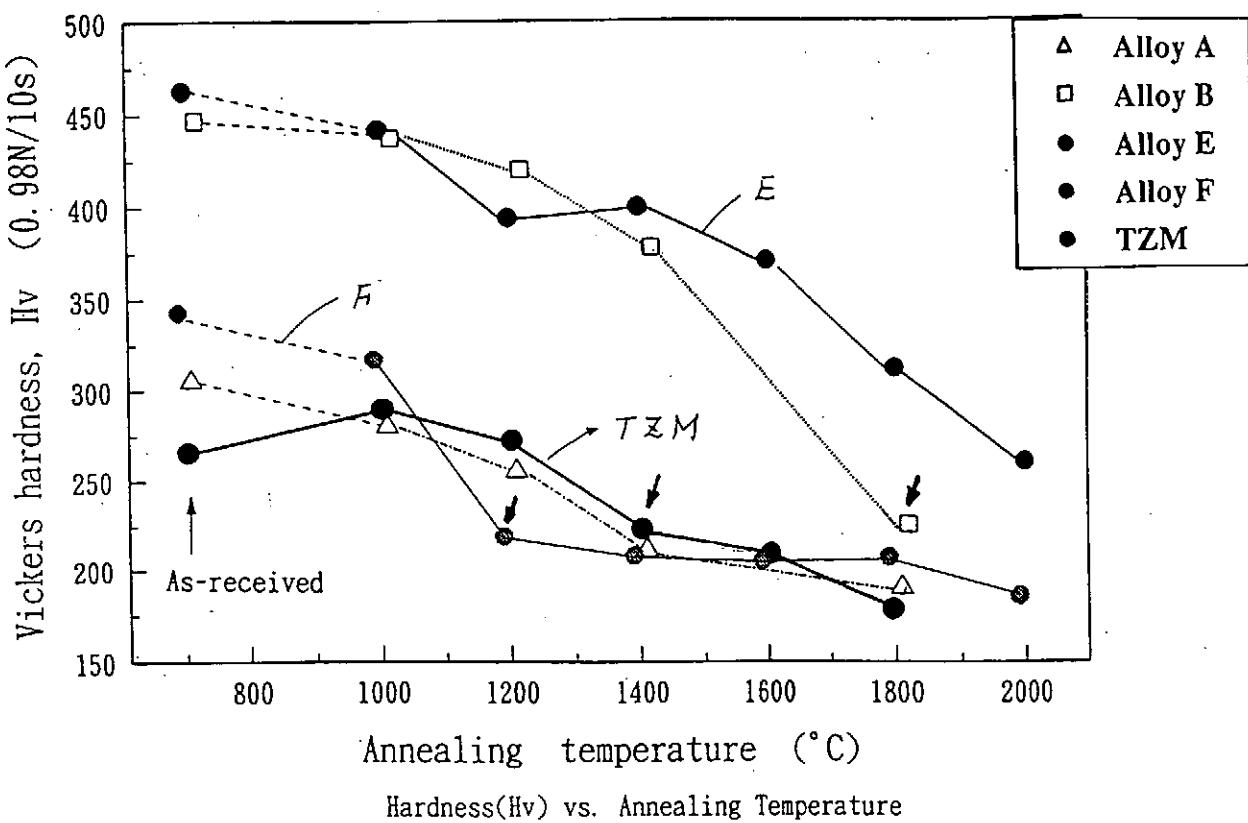
II. 再結晶温度の極めて高いM_o合金の開発

再結晶温度の評価

微小硬さの焼鈍温度依存性

1 0 0 0 ~ 2 0 0 0 °C の各温度で

1 時間保持後, 室温で微小硬さ測定



III. 耐照射特性に優れたMo合金の開発

最近（本年1月）照射実験を開始
 JMTT : $10^{19} \text{ n}/\text{cm}^2$
 $10^{20} \text{ n}/\text{cm}^2$

JOYO照射（本年計画）

$10^{21} \text{ n}/\text{cm}^2$
 $10^{22} \text{ n}/\text{cm}^2$

結論を出せるのはかなり先

照射前の組織観察（400kVTEM）
 多数のシングル（粒界、転位、TiCと
 推定される粒子）の存在

↓
 照射による組織変化は小さく、
 耐照射特性に優れると期待。

まとめと今後の計画

★（最終的な結論は今後の熱負荷実験や重照射実験の結果を待たねばならないが）基本的には目標とする高融点高Z金属材料の製造方法が確立されたものと考えられる。

現在：①酸素濃度低減による更なる韌性の向上。
②再結晶しても脆化しない合金の開発。
③TiCよりも熱的安定性に優れた炭化物分散Mo合金の開発。



W合金の開発に着手

7. モリブデン合金の機械的性質評価に関する最近の成果

岡山理科大学・理学部 平岡 裕

1. はじめに

代表的な高融点金属の一つであるモリブデンの問題点は、低温において材料が著しくもろくなることである。このような低温せい性の改善策として、まず結晶粒界を強くすることが挙げられる。つぎに、実用性に難点があるが、結晶粒界の存在しない材料すなわち単結晶化が抜本的な解決策として挙げられる。

本稿では、まず最初に一般に用いられる材料は多結晶組織であることを鑑み、いかにして粒界あるいはマトリックスの強さを見積もることができるかについて述べる。このような評価を行うことにより、より優れた材料を研究開発するための有益な知見を得ることが可能となる。つづいて、微小試験片を用いた衝撃試験によるモリブデンの強度特性および延性の評価について述べる。微小試験片を用いることは、試験に必要な材料のサイズ面での制約が軽減できること、および特に照射後試験における誘導放射能が低減化できることなどの利点がある。

2. 多結晶材料における粒界およびマトリックスの強さの見積もり

引張試験あるいは曲げ試験により、材料の強度特性（降伏強度、引張強度、破断強度）および延性（全伸び、曲げ角）を求めることができる。これらのデータを用いて、多結晶材料の低温における強度特性および延性を代表する量として、臨界応力 (σ_c) および臨界温度 (T_c) を定義する。 T_c および σ_c 値は、降伏強度と破断強度がちょうど等しくなる点として実験的に求めることができる。 σ_c 値は微小き裂が発生しそれが粒界あるいはマトリックスを通って伝ばすための応力である。また T_c 値は延性がほとんどゼロになる温度であり、無延性遷移温度あるいは延性-せい性遷移温度 (DBTT) とも呼ばれている。

ここで多結晶材料に対して、見かけのマトリックスの強さ (σ_{ig}) は一定で、見かけの粒界の強さ (σ_{ig}) だけが増加するような場合を想定する。これにより、破断面に占める粒界破面の割合すなわち粒界破面率 (PIF) は相対的に減少することが期待される。ところで、いろいろな条件で炭素添加を行った多結晶モリブデンに対して実験的に σ_c と PIF 値を求め両者の相関性を検討した結果、ほぼ直線関係が成り立つことが明らかにされた。この場合、炭素が微量（数10ppm）であるために上述したような想定が成り立つことを考慮すれば、PIF 値がゼロになる時の σ_c 値はき裂がマトリックスだけを通って伝ばすための応力すなわち見かけのマトリックスの強さに対応することが示唆される。また、実験値 σ_c そのものは見かけの粒界の強さに対応することが示唆される。以上のような前提のもとに、任意の合金の σ_{ig} および σ_c 値は以下のとおり見積もることができる。まず実験値 (σ_c および PIF) を PIF - σ_c 相関図にプロットし、その点を通ってしかも多結晶モリブデンに対する直線に平行な直線を引く。これ

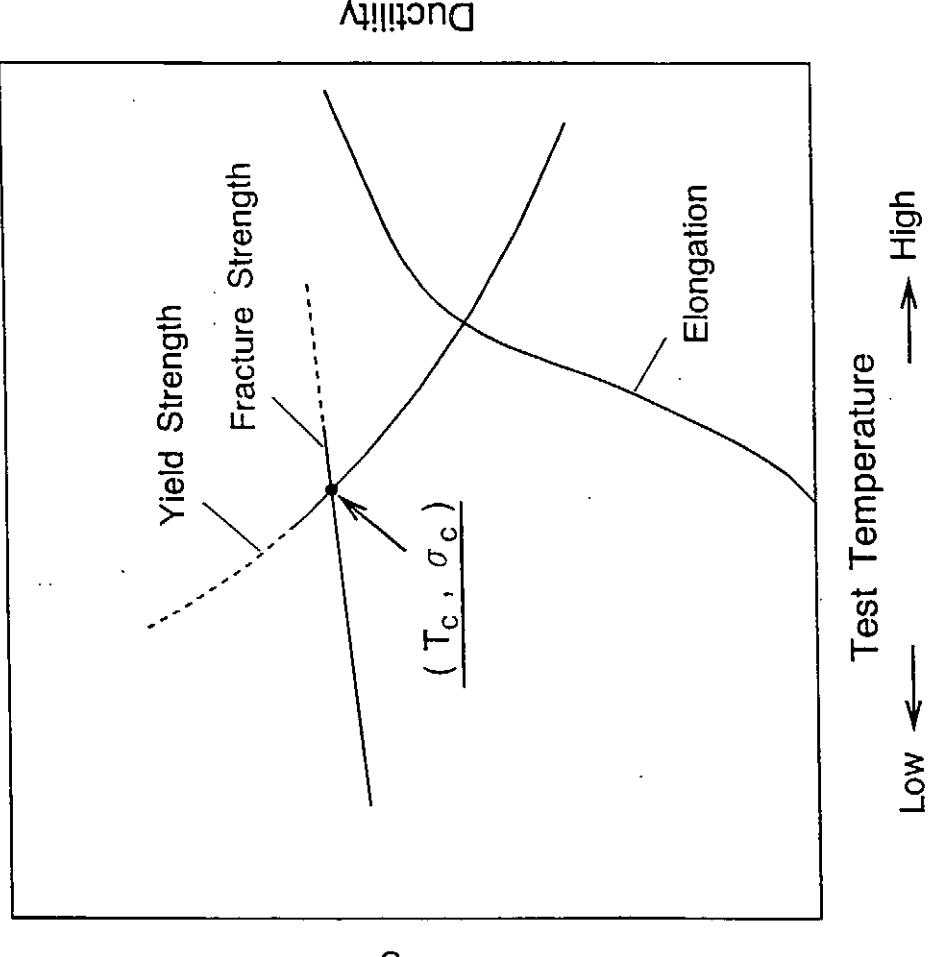
により、その合金の見かけの粒界およびマトリックスの強さが見積もられる。

3. 微小試験片を用いた衝撃試験による材料評価

シャルピー衝撃試験は材料の破壊靱性を評価するための簡便かつ有効な手段である。しかしながら、モリブデンなどもろい高融点材料に対して、微小試験片を用いた衝撃試験のデータはほとんどない。ここでは、再結晶させた各種モリブデン合金の幅1mm、厚さ1mm、長さ20mmのノッチ無し微小試験片を作製し、それを用いて衝撃試験を行った。解析結果をまとめると以下のとおりである。第一に、試験片サイズが小さいために計算された全吸収エネルギーの絶対値が小さくまたバラツキもあるが、静的曲げ試験などと同様に明瞭な延性-ぜい性遷移挙動が認められた。第二に、衝撃試験により決定されたDBTT値（全吸収エネルギーが下棚エネルギーに等しくなる温度）は、静的曲げ試験の値に比べて全体的に90~175K高温側に移行した。これは、主としてひずみ速度の増加（約 10^5 倍）により説明された。第三に、材料間におけるDBTT値の差は静的曲げ試験の場合に比べて顕著であった。両試験法における材料の破壊機構そのものは変わらないものと仮定して、このような違いは衝撃試験による降伏強度の温度依存性に材料間の差が見られなくなったことおよび材料の組織の違いにより解釈できた。以上により、微小試験片を用いた衝撃試験は、モリブデンの材料評価を行う上でひじょうに有効な手段であることが結論される。

4. 最後に

多結晶材料における粒界およびマトリックスの強さの見積りに関して、Mo-Re合金ではうまく適用できることが明らかにされている。現在、Mo-Ti合金などの他の合金系に適用し、モリブデンの低温における強度特性・延性に及ぼす添加元素の効果について詳細に検討を行っている。また微小試験片を用いた衝撃試験に関して、現在メカニカルアロイング法を利用して作製したMo-TiC合金などの開発合金の材料評価を進めている。さらに衝撃試験および静的曲げ試験における破壊機構と材料の組織、粒界の強さなどの関連性についても検討を行っている。



Schematic drawing of temperature dependence in yield and fracture strengths and ductility (elongation), and definition of critical stress and critical temperature

モリブデンのせい性改善

(1) 結晶粒界自体の強化
① 化学組成制御

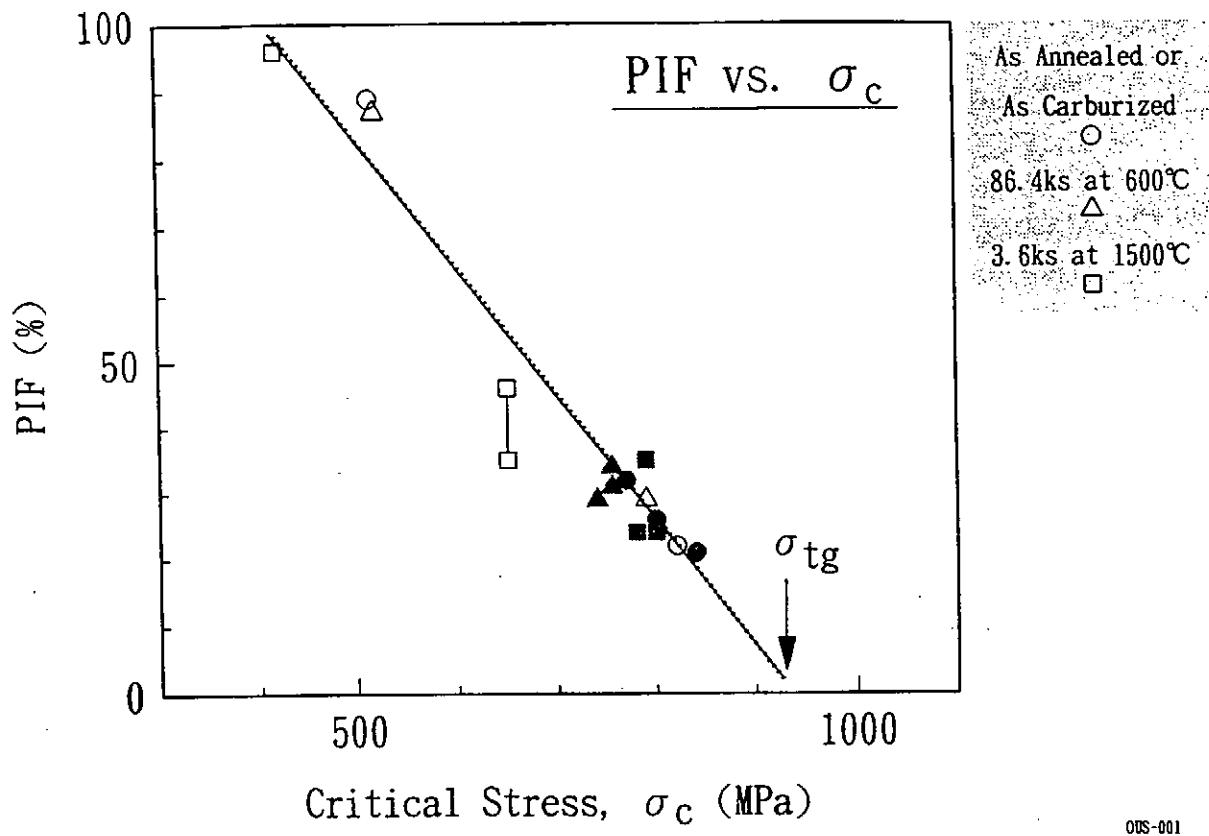
有害元素の除去・無害化
適当な元素の添加

② 組織制御
結晶粒微細化
析出物分布

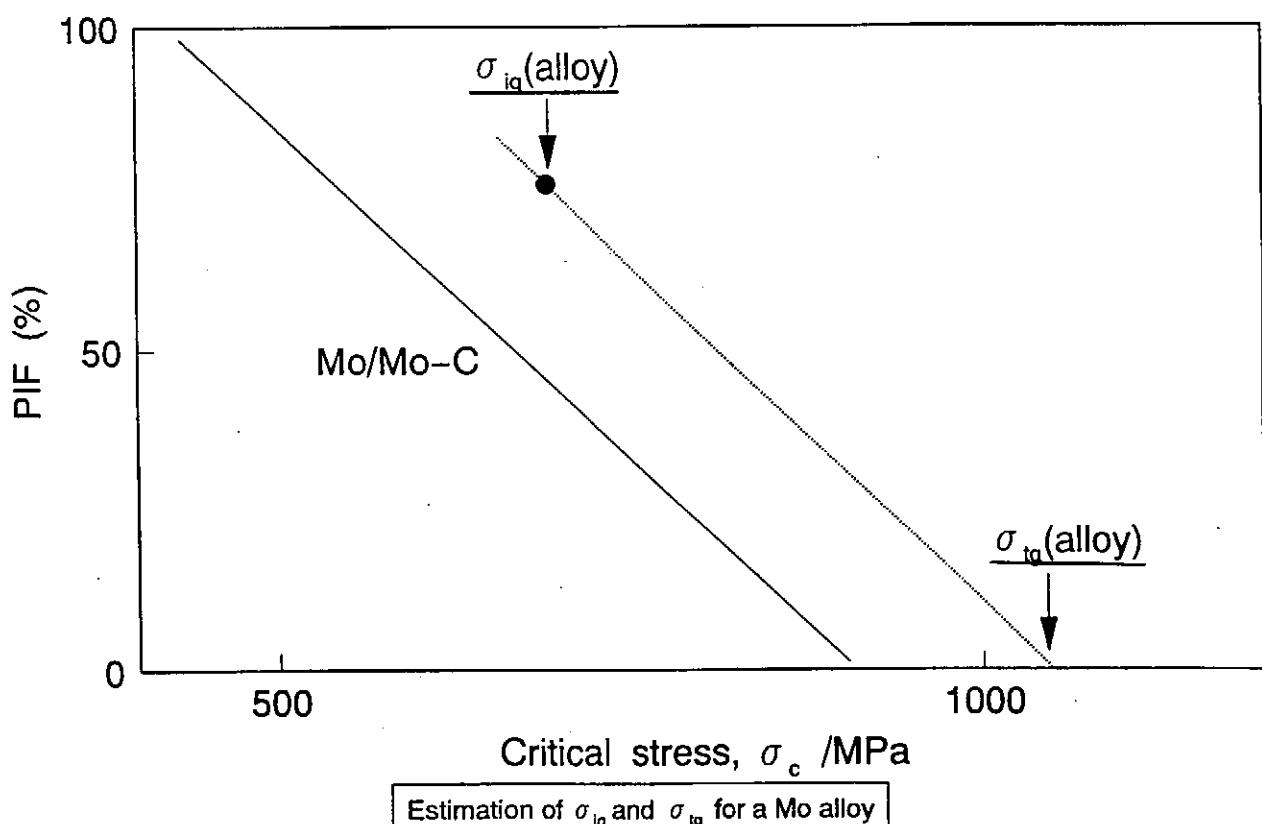
(2) 結晶粒界をなくす

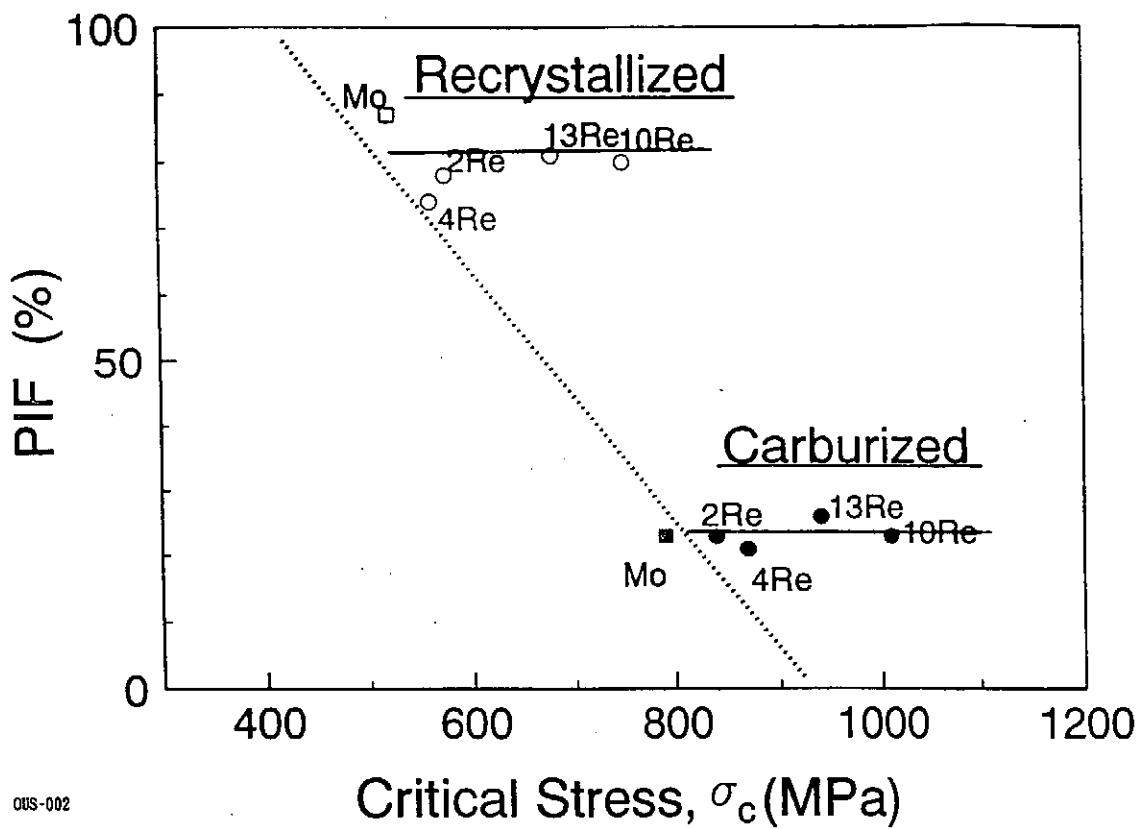
→ 単結晶化

- ① 溶融法
- ② 二次再結晶法



OOS-001





- (1) 試験片形状・寸法
1 × 1 × 20 mm (ノッチなし)
- (2) 热处理条件
R : 2073 K × 3.6 ks
HA : 2373 K × 3.6 ks
C : R + 浸炭処理 (1773 K)

- (3) 衝撃試験
東北大金研附属試験炉利用施設
計装化衝撃試験機
温度 : 195 ~ 359 K
クロスヘッド速度 : 約 5 m/s
- (4) 静的曲げ試験
インストロトン型試験機
温度 : 77 ~ 300 K
クロスヘッド速度 : 0.017 mm/s

- (5) 破面観察

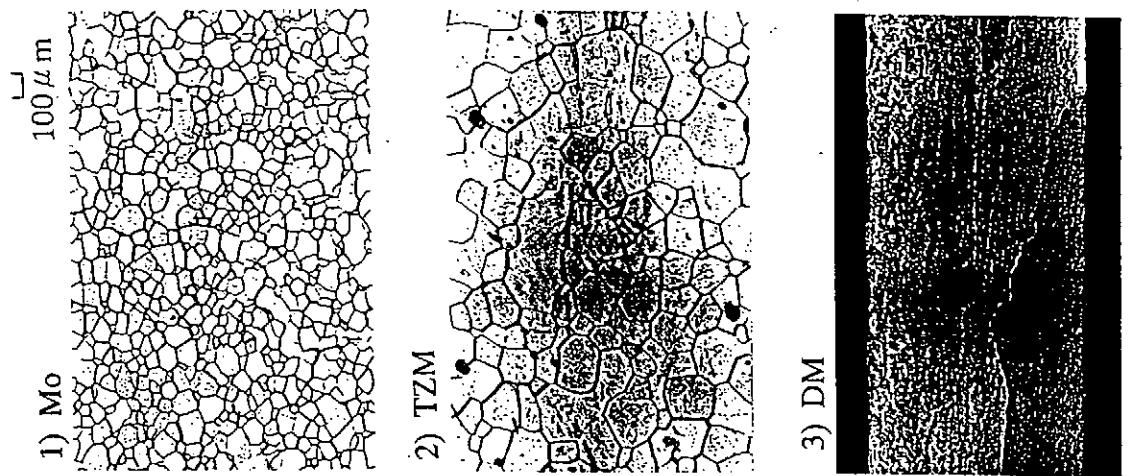


Fig.1 Typical grain structures after the complete recrystallization of Mo, TZM and DM.

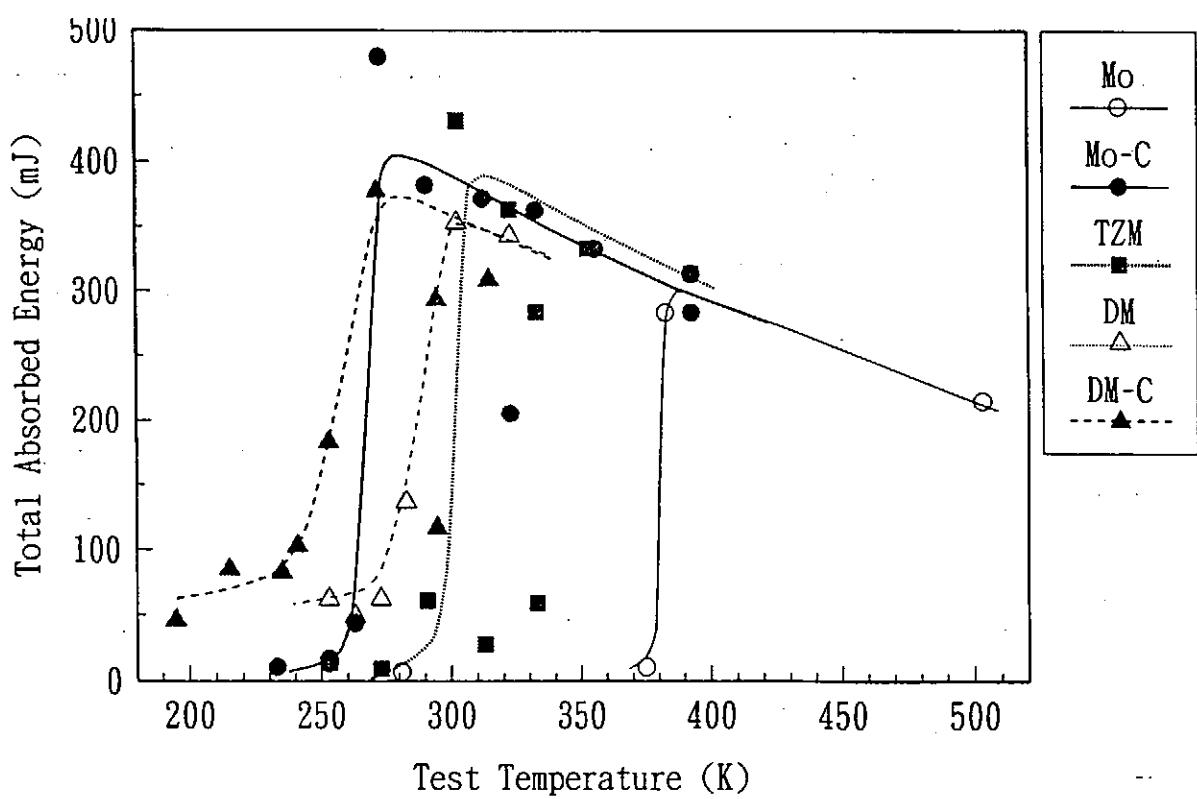


Fig.2 Total absorbed energy vs. test temperature by the impact test.

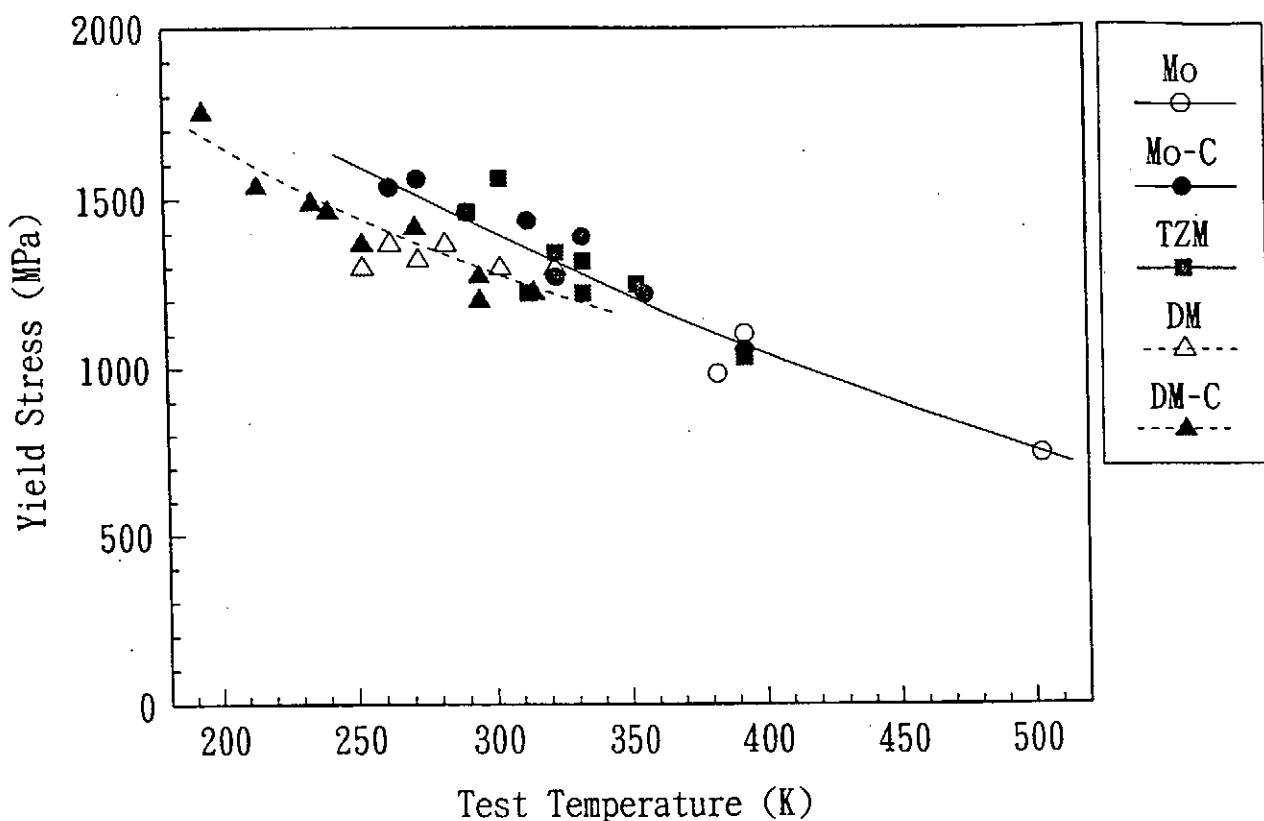


Fig.4 Yield stress vs. test temperature by the impact test.

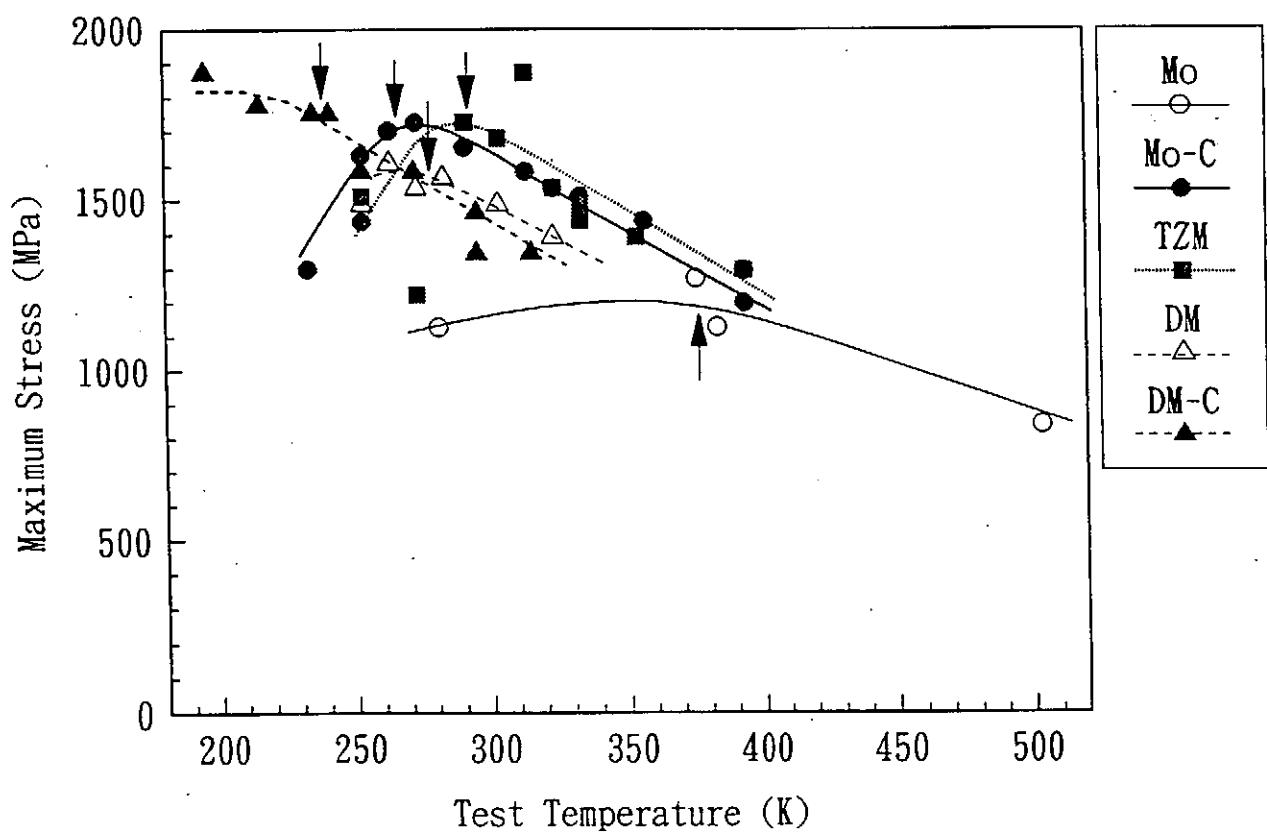


Fig.5 Maximum stress vs. test temperature by the impact test.

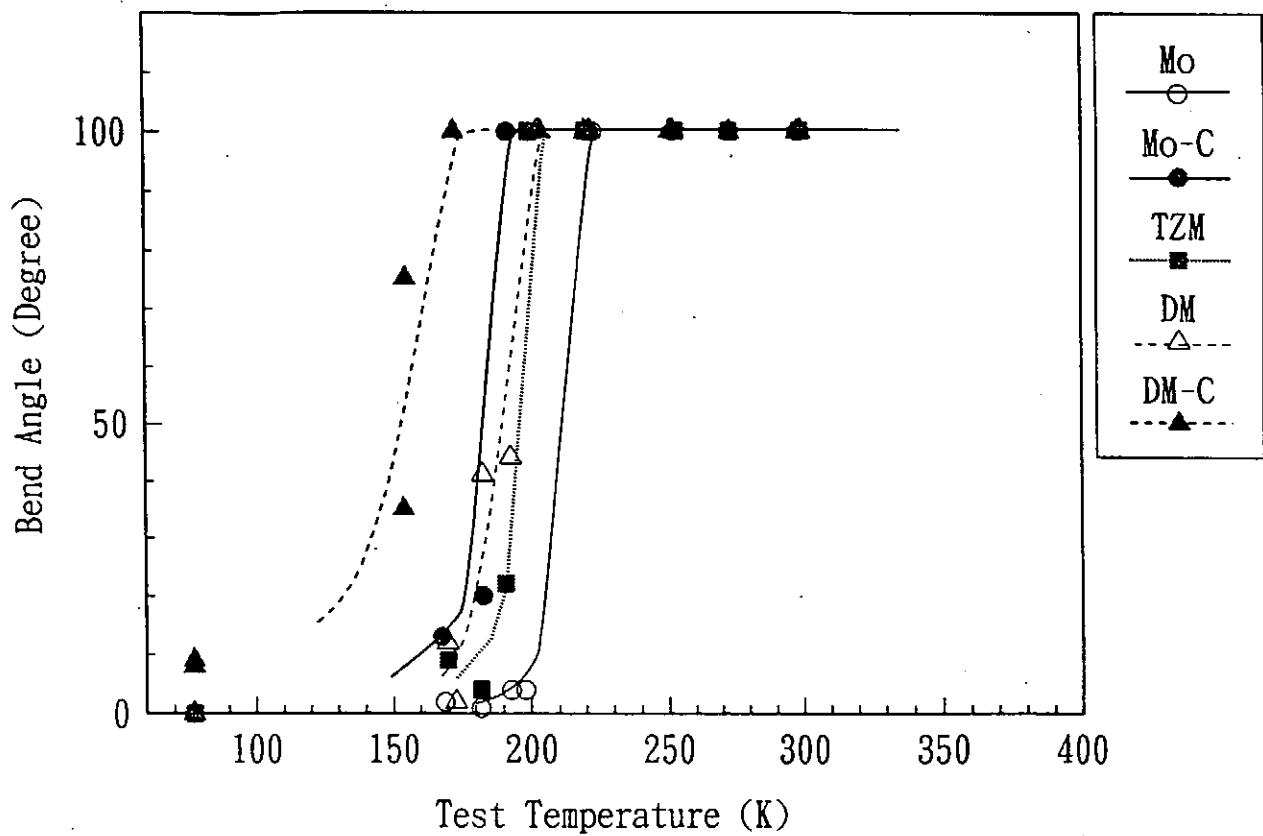


Fig.6 Bend angle vs. test temperature by the static bend test.

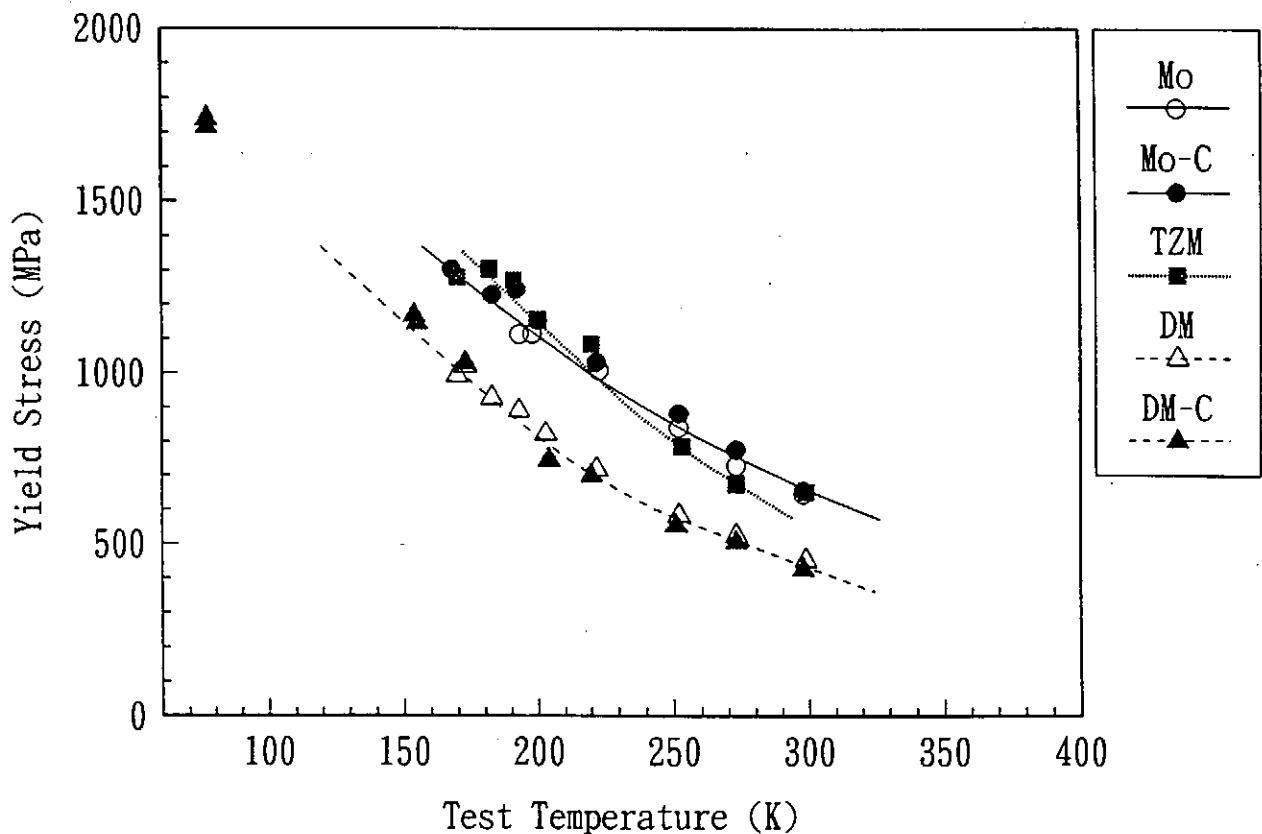


Fig.7 Yield stress vs. test temperature by the static bend test.

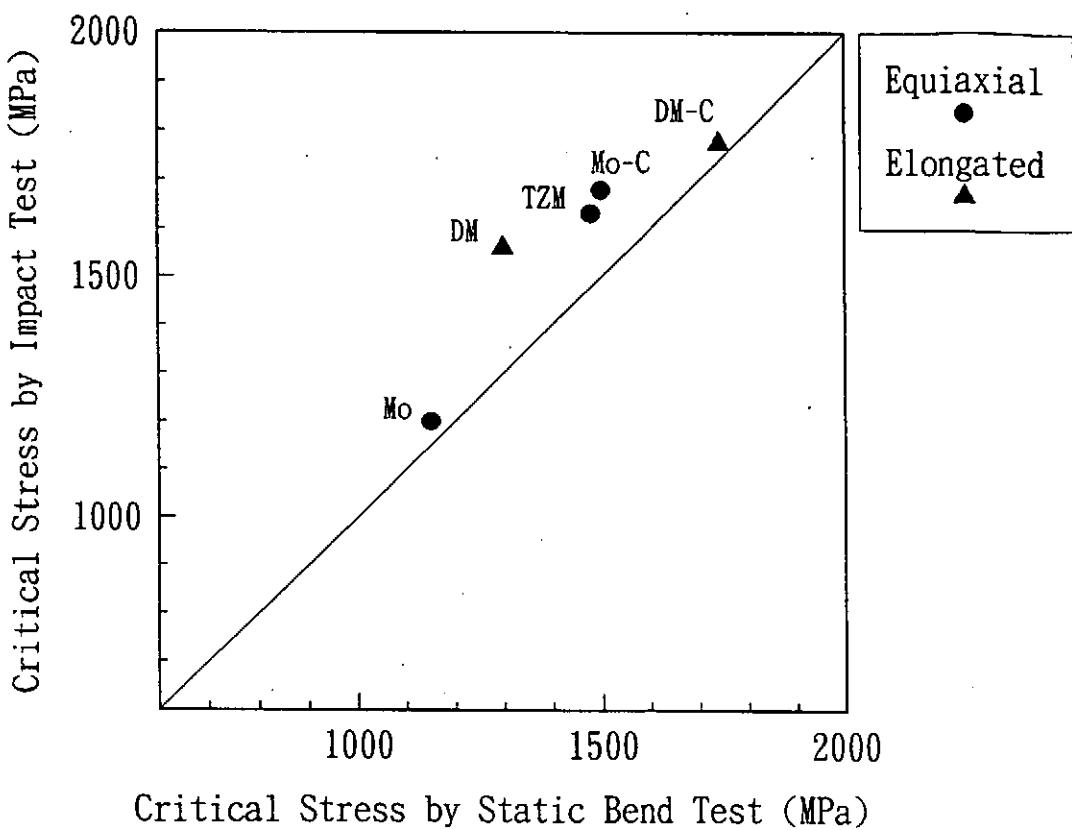


Fig.10 Relationship between the critical stress by the impact test and the critical stress by the static bend test.

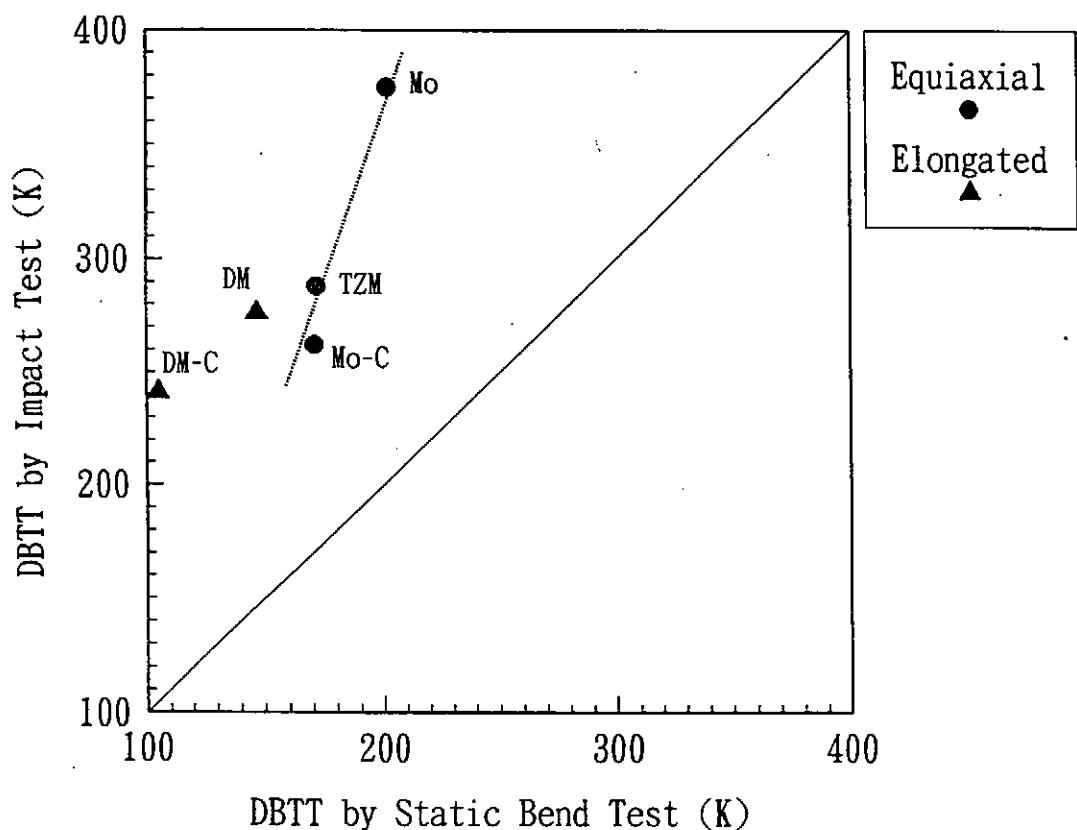


Fig.11 Relationship between the DBTT by the impact test and the DBTT by the static bend test.

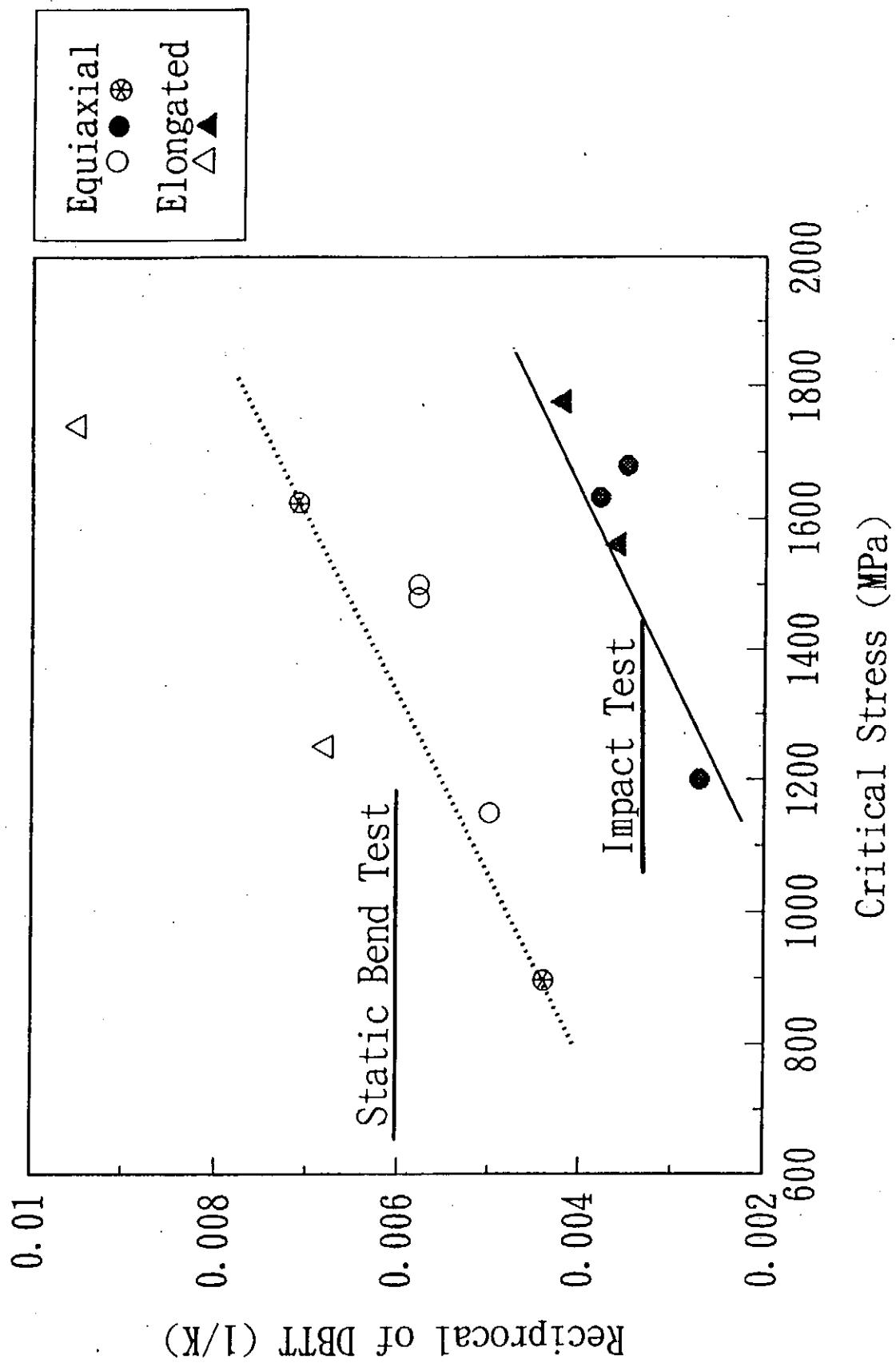


Fig.12 Plots of reciprocal of DBTT against the critical stress determined by the impact test and by the static bend test.

8. モリブデンの中性子照射研究の最近の成果

東北大・工学部 阿部勝憲、佐藤 学

長谷川晃

東北大・大学院 上田一潔

1. はじめに

VIIa族金属のモリブデン(Mo)とタンゲステン(W)は融点が高く、高温強度、熱伝導性、熱疲労特性、スパッタリング特性およびディスラプション時の溶融抵抗が優れていることから金属系の高Zダイバータなど高熱流束材料の候補である。高熱流束材料としての使用条件は、核融合炉としての一般条件である中性子負荷、高温環境、熱や電磁力などによる応力負荷などの他に、プラズマ対向材料の場合には水素(H, D, T)及びヘリウムイオンや電子といった荷電粒子照射環境が、ヒートシンク材料の場合には冷却材との両立性といった環境条件が問題となる。また材料特性に係わる課題としては、溶接・接合方法、熱衝撃・熱疲労、照射脆化とこれらの特性を改善するための高純度溶解材・単結晶・複合材料の作製、熱処理条件の最適化、Mo-Re合金・W-Re合金の最適化などの問題がある。

これまで金属材料を核融合炉などの中性子照射環境下で用いる場合に重要と考えられてきた問題として照射脆化とスエリングがある。Moの場合、中性子照射によるDBTTの上昇が問題視されてきたが脆化特性は不純物濃度や熱処理条件に著しく依存することが最近の研究の結果明らかになってきており、材料の使用環境を考慮した製造法・熱処理の最適化により脆化抑制が可能になりつつあると考えられる。ボイド形成によるスエリングについてはMoは従来比較的低スエリング材料であると考えられてきており、これらに対する加工、添加元素などの材料学的因子の影響も研究されている。さらにMoの場合特徴的なのはボイド格子の形成が見られることである。ボイド格子の形成機構としてはこれまで静的モデルや動的モデルがいくつか提案してきたが、いまだ確立されたものにはなっていない。しかし、ボイドの中性シンクとしての特徴から、ボイド格子の形成によってスエリングが飽和することがMoの低いスエリング特性をもつ原因と考えられている。

2. 中性子重照射したMoの照射脆化と熱処理の影響

われわれはこれまで日米協力によるFFTF/MOTAを用いたMo、TZM(Mo-0.048%Ti-0.10%Zr-0.013%C)合金、Mo-Re合金の重照射(最大30dpa)を行い、照射後曲げ試験と電子顕微鏡観察によりMoの照射脆化を調べてきた。特に脆化に及ぼす熱処理の影響を調べるために再結晶材(R材)と応力除去熱処理(SR材)の2種類の試料を作製し照射を行ってきた。R材の粒径は約20μm、SR材の粒径は約2μmとなるように熱処理温度を調整して試料を作製している。ここでは中性子重照射したTEM用3mmφ×0.25mm厚の円板試料を用いて、室温で行った微小曲げ試験による結果について述べる。

Moの曲げ試験の応力-たわみ曲線に示すように、R材においてはいずれもほぼ直線的で

脆的に破壊したのに対し、SR材では延性を示した。走査電子顕微鏡による破面観察の結果、R材では粒界破面が観察され、SR材では熱処理前の加工時に導入されたと考えられる試料の表面と平行な層からなる層状組織が観察された。一方SR材の800°C照射では再結晶が生じ粒成長が見られた。このことから再結晶が生ぜずSR材の微細粒組織が保たれた場合には、重照射後にも延性を示すことが明かとなった。またTZMでは炭化物の微細粒子が存在するためMoにくらべ再結晶温度が高くなるため、MoのSR材の800°C照射では再結晶化によって延性が低下したのに対し、微細粒組織が保たれ大きな延性を示したと考えられる。

3. Mo-Re合金の照射

Mo-Re合金は5wt%と41wt%のRe添加材のR材とSR材のそれぞれをFTF/MOTAにより最高30dpaまで照射した。Moでは照射によりボイド格子が観察されたのに対し、Mo-5Reおよび41Reとともに析出が観察されボイド格子は観察されなかった。Mo-5Reの析出は直径が10nm長さ100nm程度の針状の小さな析出であるのに対し、41Reでは直径100nm程度の大きな析出となり、さらに析出物同士がつながって網目状の組織となっているのが特徴である。ビッカース硬さ測定では特にMo-41Reの析出による非常に大きな照射硬化が観察された。室温での微小曲げ試験の結果、5ReではTZMやMoと同様にSR材の方が照射による延性の低下が少なかったが、41Reでは析出が大きくなる高温照射条件下ではSR材でも延性がほとんど見られなかった。

またReは高エネルギー中性子照射によって核変換をおこしてオスミウム(0s)になることが予想されていたが、照射したMo-5Re材の透過電子顕微鏡観察による析出物へのX線分析によって0sが検出され核変換が確かめられた。Mo-Re合金も固溶効果によりTZMと同じく再結晶温度が上昇するため、高温照射でのSR材の再結晶抑制効果が期待されるが、核変換による0sの影響などを調べていく必要がある。

以上のことからReの添加による延性低下の抑制効果が得られたが、Reの添加量によっては照射誘起析出による照射硬化が非常に大きくなることから、Re量と熱処理条件の最適化が必要と考えられる。

4.まとめと今後の課題

FTF/MOTAを用いて照射したMoおよびMo合金の曲げ試験の結果、応力除去熱処理によりMoの中性子照射脆化を克服できることが分かった。またRe添加により照射による延性低下の抑制効果が認められたが、照射誘起析出による影響を考慮するとReの添加量には上限があることが分かった。

今後の課題として、熱処理条件の最適化、応力除去処理を適用できない溶接部などの対策、Mo-Re合金のRe濃度の最適化、ボイド格子による損傷自己修復作用の研究や照射効果および非照射でのMoの脆化に影響する因子、例えば不純物濃度や熱処理条件を重視したデータベースを整備していくことが重要であると考えられる。

高熱流束材料としての使用条件と材料課題

核融合科学研究所 研究会 1994.3.8

「金属系高熱流束材料の開発と評価」

「モリブデンの中性子照射研究の最近の成果」

東北大・工 阿部 勝憲

協力 上田一潔
佐藤 学
長谷川 晃

高融点

高温強度

熱伝導特性

熱疲労特性

低スパッタリング

溶融抵抗

1. 高熱流束材料としての使用条件と材料課題

2. 中性子照射効果に関する従来の研究
照射脆化、スエーリング、ポイド格子

3. 重照射研究の最近の成果—I
照射脆化と熱処理

4. 重照射研究の最近の成果—II
Mo-Reの照射

- 5.まとめと今後の課題

——Vla族金属のモリブデン(Mo)とタンクステン(W)——

——高熱流束材料としての使用条件
H-, D-, T-, He-イオン; 電子 (プラズマ対向材料)
中性子負荷
高温
応力
冷却材との両立性 (ヒートシンク材料)

——材料課題

——溶接・接合方法
熱衝撃・熱疲労
照射脆化
高純度溶解材、単結晶、複合材料
熱処理条件の最適化
Mo-Re合金、W-Re合金の最適化

中性子照射効果に関する従来の研究

照射脆化
DBTTの上昇
著しい材料・熱処理依存性

スエリング
比較的低スエリング
材料学的因素の寄与

ボイド格子
形成機構（静的モデル、動的モデル）
中性シンクとしての役割
スエリングの飽和

中性子重照射したMo,TZM 合金の
照射脆化と熱処理の関係

材料： P/M Mo、 TZM
R、 SR材

照射： FFTF/MOTA
～ 30 dpa

結果：

(1) 応力除去熱処理材では室温で曲げ
変形できる。

(2) 再結晶熱処理材では粒界破壊と
へき開破壊をする。

したがって、重照射条件でも熱処理の最適化に
より照射脆化を克服。

まとめ

中性子重照射したMo-Re合金の 照射誘起析出と照射硬化・脆化

1. 重照射条件でも最適な熱処理を選ぶことにより照射脆化を克服できる。
2. Mo-Re合金においては照射量に対応してRe濃度の上限値がある。

材料： Mo-5Re、 Mo-41Re
R、 SR材

照射： FFTF/MOTA
～ 30 dpa

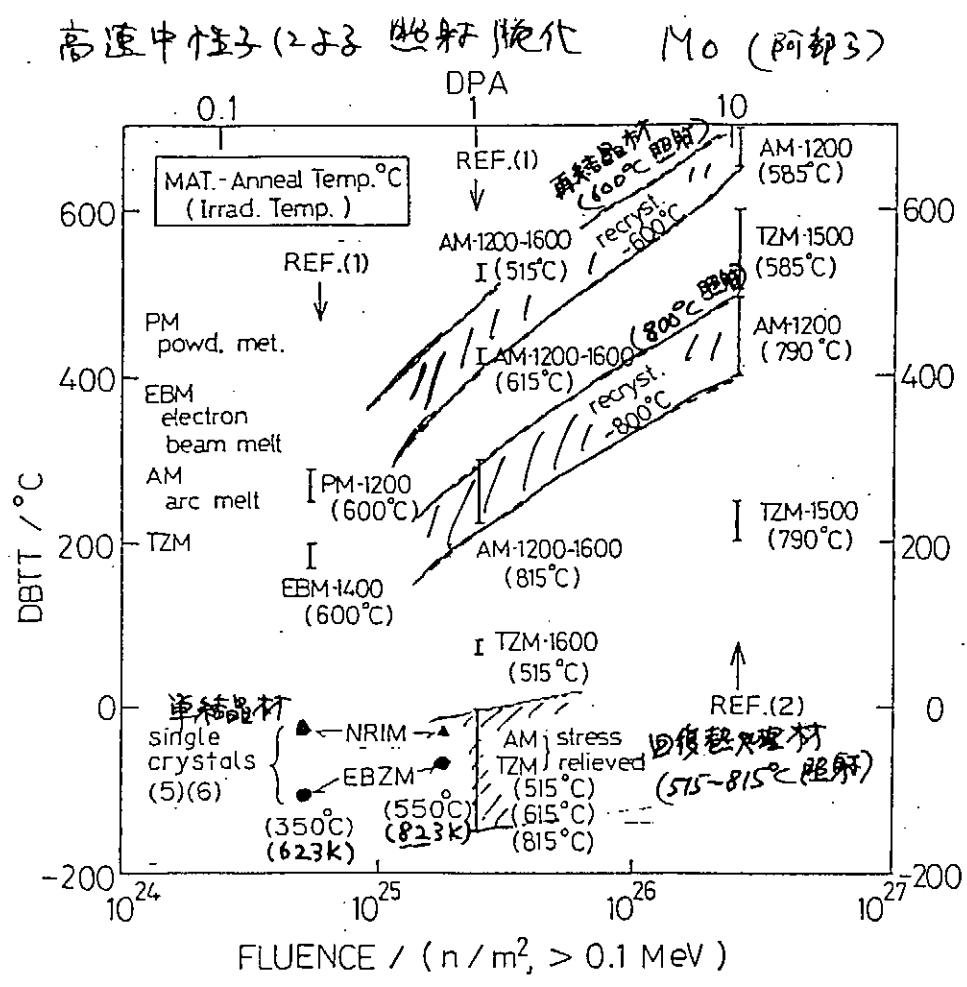
結果：

- (1) 照射誘起析出
 - (2) 照射硬化（主として析出硬化）
 - (3) 核変換によるOs
- したがって、Re量の最適化 ($\ll 41\text{Re}$) と適切な熱処理が必要。
4. データベース整備

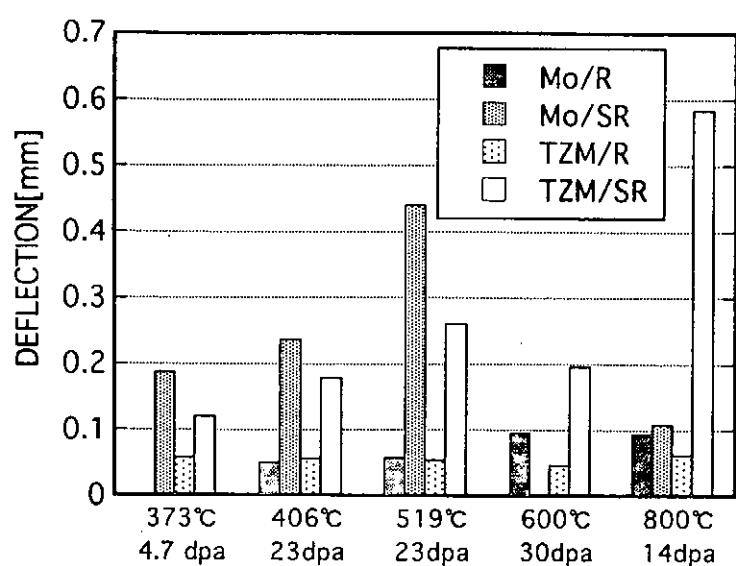
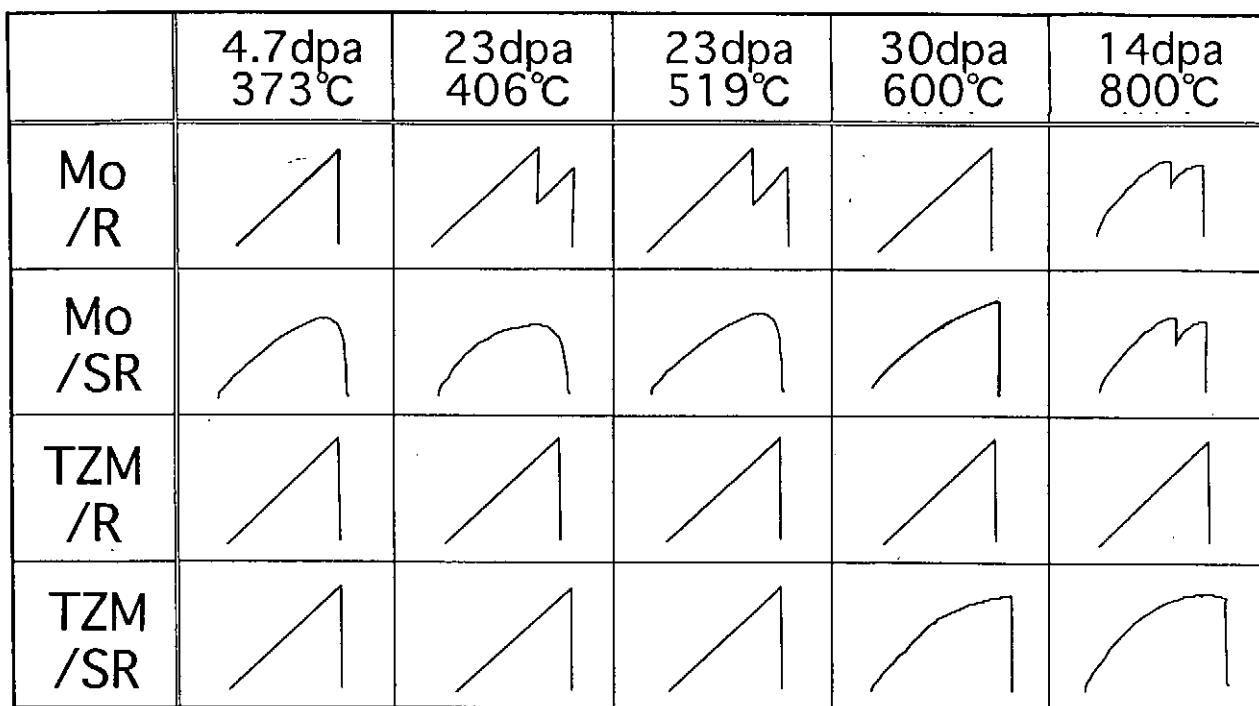
◎ FFTF サイクル11/MOTA 2A

◎ 照射条件 ヘリウム雰囲気で照射

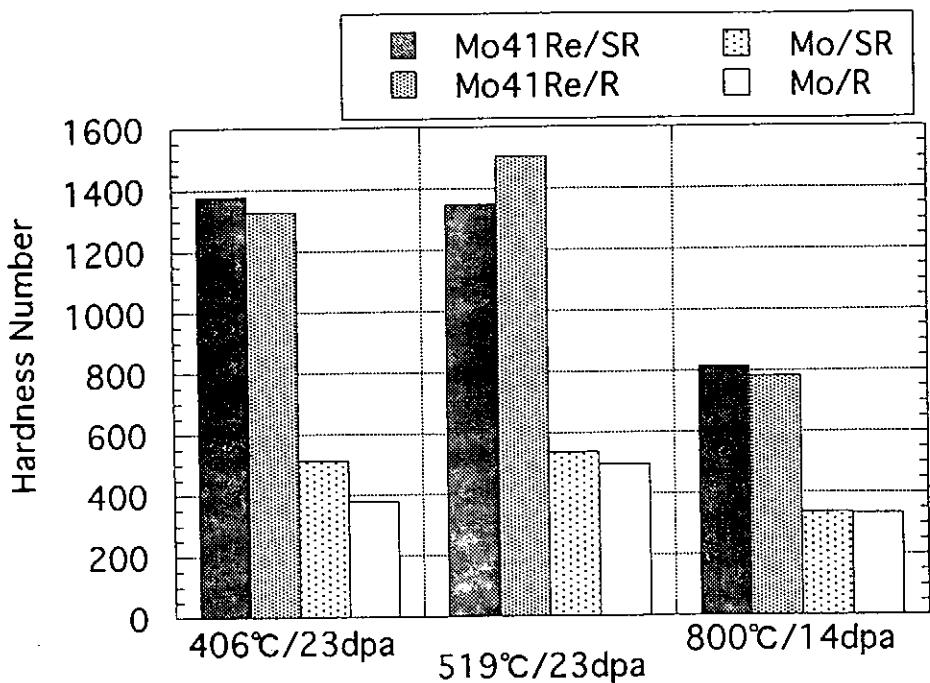
照射温度 / °C	照射量 ($E_n > 0.1 \text{ MeV}$) / 10^{26} m^{-2}	損傷量 / dpa
373	1.58	4.7
406	6.94	23
519	6.94	23
600	10.02	30
800	4.08	14



【たわみ-荷重曲線の模式図】



Maximum bend deflection of neutron irradiated Mo and TZM alloy



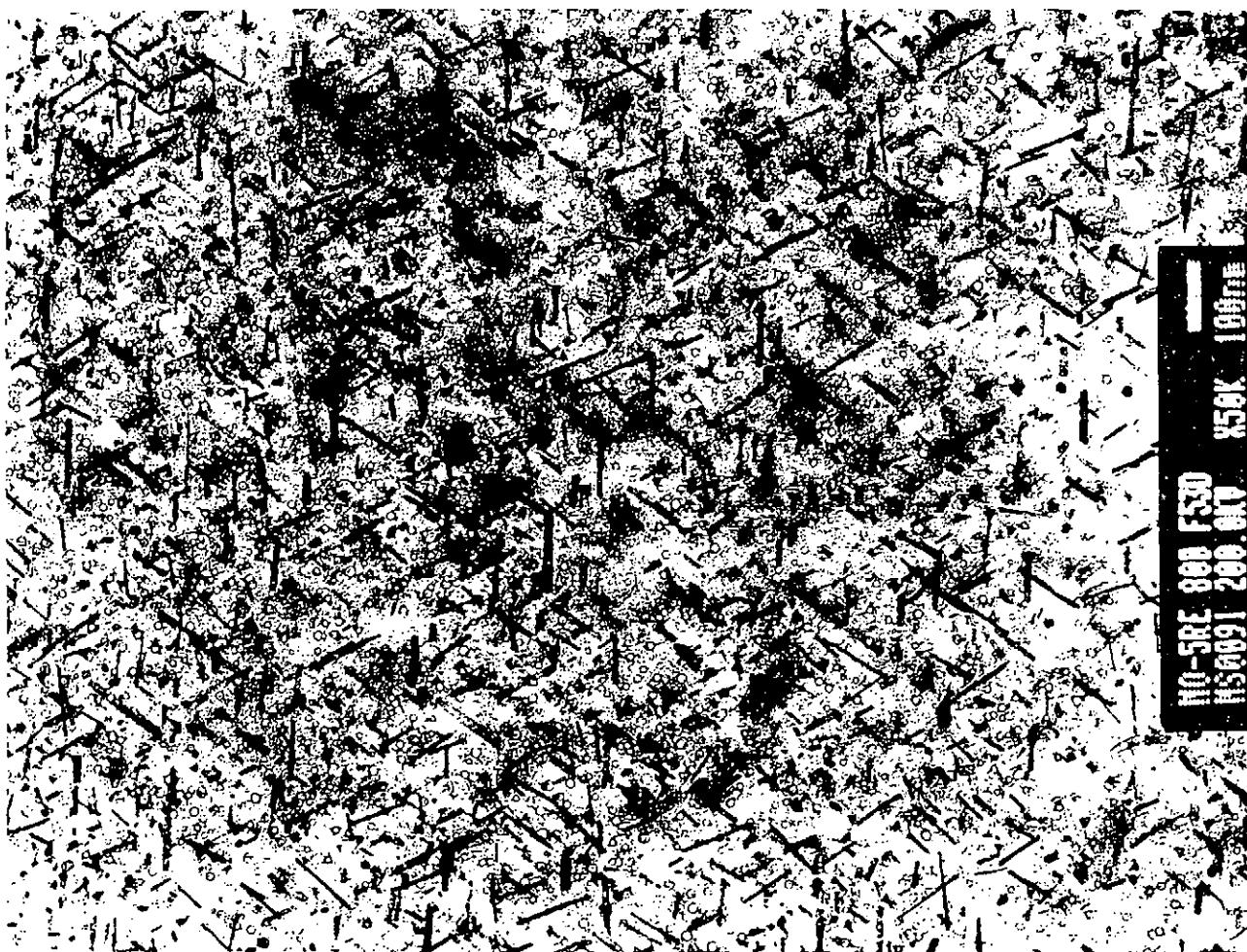
Vickers hardness of neutron irradiated Mo and Mo-41Re alloy

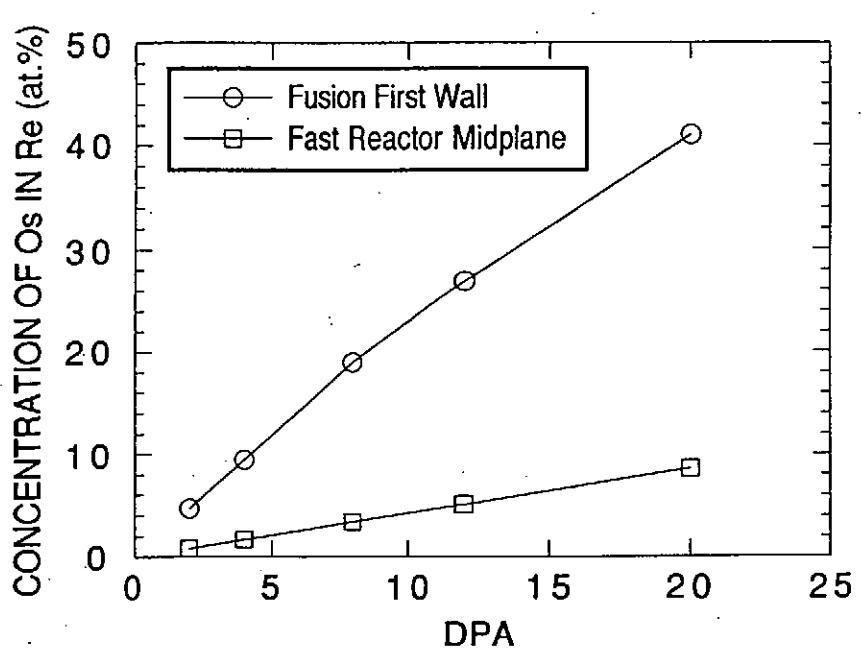




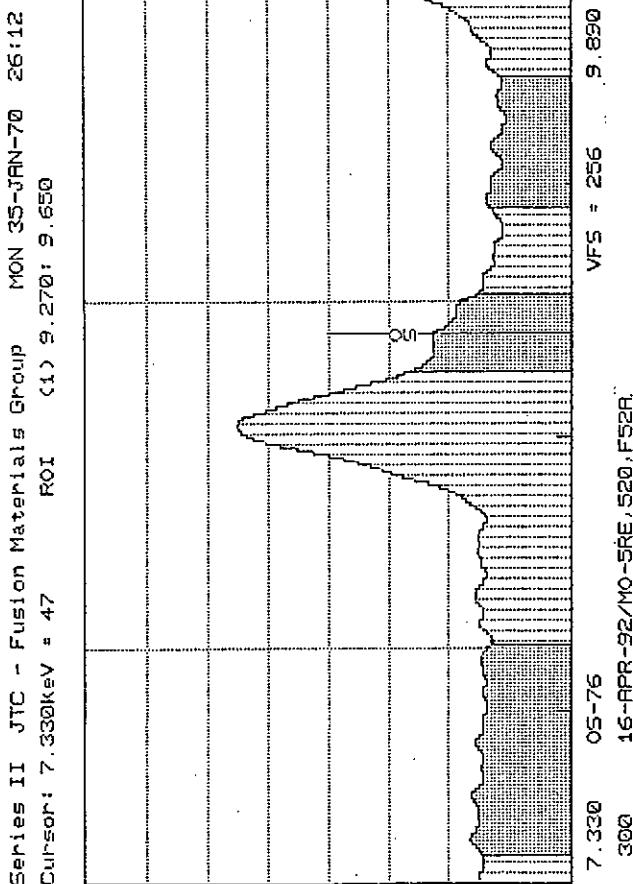
NO - SITE 800 FGD
HS0678 200.000 X50K 16mm

NO - SITE 800 FGD
HS0691 200.000 X50K 16mm





(Greenwood, 1993)



X-ray spectrum extracted from Mo-5Re alloy
irradiated with fast neutrons at 792 K and 23 dpa
(Abe and Satou, 1993)

9. 総合討論とまとめ

1. 全体として

プラズマ対向特性からバルク材特性にわたる広い材料特性について、および材料開発と照射効果も含めて総合的に検討したことは極めて有意義であった。例えば種々の特性において材料の再結晶挙動が重要な役割を果たすことと、再結晶しにくい材料を開発する可能性があることなど、今後より一層密接に研究が進むことが期待される。プラズマ対向材料としての実機条件における経験および高熱流束構造材料としての高熱負荷特性・伝熱特性の評価が重ねられ、それらの詳細な解析から材料開発へ適切な指針が出されること、また材料開発・評価側から使用条件への注文や将来の材料開発の展望が示されることが重要である。これらの活動を着実に進めることは世界的にみても特色があることで、核融合炉の研究・開発に不可欠と考えられる。

2. 次回以降の課題

- (1) プラズマ実験と材料側の研究をより有機的に結び付けるために、次回はプラズマ実験側よりメモ形式で宿題テーマを提出し、それに対する回答を含めた討論・発表を企画することとした。
- (2) 高Z材料と低Z材料を定量的に比較検討して長期的な高熱流束機器・材料の開発につなげていくこととした。
- (3) 今回はモリブデンを主体としたが、研究成果がそろった適当な機会にタンゲステンについて討論することとした。

(阿部 勝憲)

Publication List of NIFS-PROC Series

NIFS-PROC-1 *U.S.-Japan on Comparison of Theoretical and Experimental Transport in Toroidal Systems Oct. 23-27, 1989 Mar. 1990*

NIFS-PROC-2 *Structures in Confined Plasmas -Proceedings of Workshop of US-Japan Joint Institute for Fusion Theory Program- ; Mar. 1990*

NIFS-PROC-3 *Proceedings of the First International Toki Conference on Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion -Next Generation Experiments in Helical Systems- Dec. 4-7, 1989 Mar. 1990*

NIFS-PROC-4 *Plasma Spectroscopy and Atomic Processes -Proceedings of the Workshop at Data & Planning Center in NIFS-; Sep. 1990*

NIFS-PROC-5 *Symposium on Development of Intense Pulsed Particle Beams and Its Applications February 20 1990; Oct. 1990*

NIFS-PROC-6 *Proceedings of the Second International TOKI Conference on Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion , Nonlinear Phenomena in Fusion Plasmas -Theory and Computer Simulation-; Apr. 1991*

NIFS-PROC-7 *Proceedings of Workshop on Emissions from Heavy Current Carrying High Density Plasma and Diagnostics; May 1991*

NIFS-PROC-8 *Symposium on Development and Applications of Intense Pulsed Particle Beams, December 6 - 7, 1990; June 1991*

NIFS-PROC-9 *X-ray Radiation from Hot Dense Plasmas and Atomic Processes; Oct. 1991*

NIFS-PROC-10 *U.S.-Japan Workshop on "RF Heating and Current Drive in Confinement Systems Tokamaks" Nov. 18-21, 1991, Jan. 1992*

NIFS-PROC-11 *Plasma-Based and Novel Accelerators (Proceedings of Workshop on Plasma-Based and Novel Accelerators) Nagoya, Japan, Dec. 1991; May 1992*

NIFS-PROC-12 *Proceedings of Japan-U.S. Workshop P-196 on High Heat Flux Components and Plasma Surface Interactions for Next Devices; Mar. 1993*

- NIFS-PROC-13 『NIFS シンポジウム
「核燃焼プラズマの研究を考える—現状と今後の取り組み方」
1992年 7月 15日、核融合科学研究所』
1993年 7月
NIFS Symposium
"Toward the Research of Fusion Burning Plasmas -Present status and Future strategy-", 1992 July 15, National Institute for Fusion Science; July 1993 (in Japanese)
- NIFS-PROC-14 *Physics and Application of High Density Z-pinches,*
July 1993
- NIFS-PROC-15 岡本正雄、講義「プラズマ物理の基礎」
平成5年度 総合大学院大学
1994年 2月
M. Okamoto,
"Lecture Note on the Bases of Plasma Physics"
Graduate University for Advanced Studies
Feb. 1994 (in Japanese)
- NIFS-PROC-16 代表者 河合良信
平成5年度 核融合科学研究所共同研究
研究会報告書
「プラズマ中のカオス現象」
"Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences"
Report of the meeting on Chaotic Phenomena in Plasma
Apr. 1994 (in Japanese)
- NIFS-PROC-17 平成5年度NIFSシンポジウム報告書
「核融合炉開発研究のアセスメント」
平成5年11月29日-30日 於 核融合科学研究所
"Assessment of Fusion Reactor Development"
Proceedings of NIFS Symposium held on November 29-30, 1993 at National Institute for Fusion Science" Apr. 1994
(in Japanese)
- NIFS-PROC-18 *"Physics of High Energy Density Plasmas Produced by Pulsed Power"* June 1994
- NIFS-PROC-19 K. Morita, N. Noda (Ed.),
"Proceedings of 2nd International Workshop on Tritium Effects in Plasma Facing Components at Nagoya University, Symposium Hall, May 19-20, 1994", Aug. 1994