タングステンへの
水素・炭素混合ビーム照射実験
～結晶組織及び不純物の影響・炭素挙動～

大阪大学大学院工学研究科
電子情報エネルギー工学専攻
島田　朋尚

実験背景・目的

ITERでは、複数の材料を適材適所に使用する予定である。

ダイバータ　：　炭素　(strike point 付近)、タングステン　(baffle area ,side wall)
（第一壁　：　ベリリウム）

ダイバータ部では、放電時に炭素が損耗され、
不純物として水素と共にタングステンに混入することが考えられる。

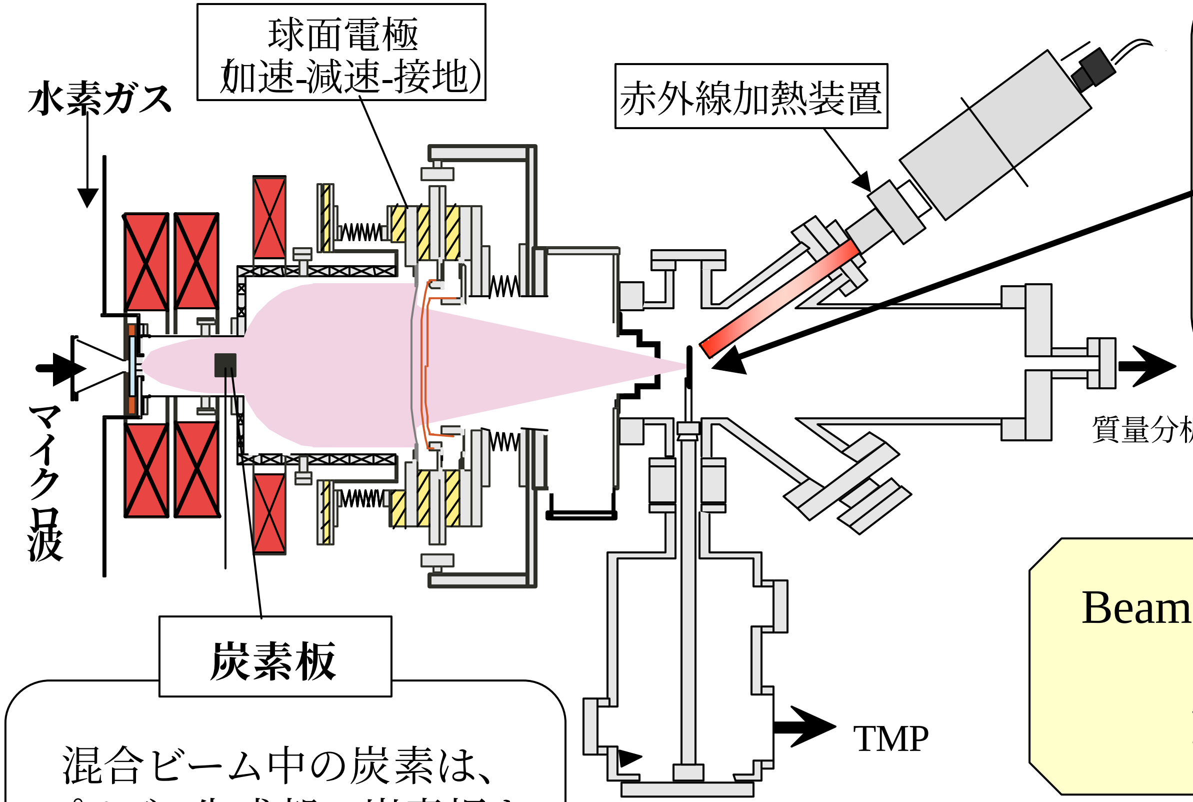
これまでにタングステン焼結材への水素・炭素混合ビーム照射実験を行った結果、
炭素不純物の割合により照射後の試料表面状態が大きく異なることが分かった。

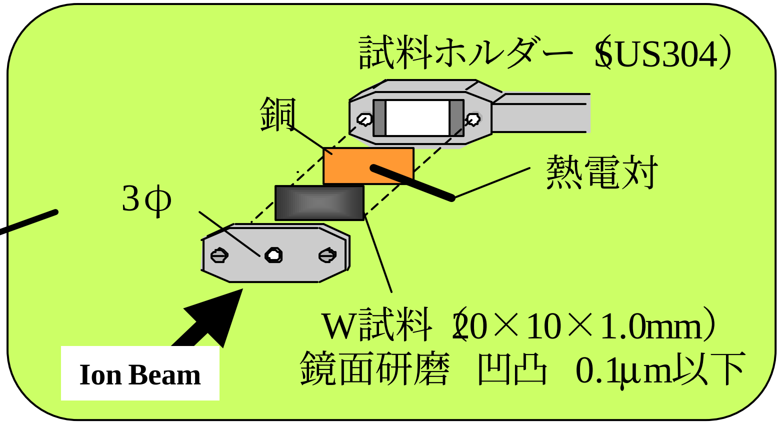
タングステンへの水素・炭素混合ビーム照射実験に関して、

結晶組織が異なる場合や不純物を添加した場合は？

試料表面での炭素挙動がブリスタ形成に与える影響は？

実験装置（HiFIT）及び実験方法





混合ビーム中の炭素は、
プラズマ生成部に炭素板を
設置することで生成

≪実験条件≫

Beam Energy： 1 keV （主に H_3^+）
Flux： ～4.0×10^{20} H^+/m^2s
Fluence： ～10^{25} H^+/m^2

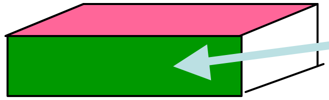
→ **第一壁でのイオン照射条件に近い**

炭素は、炭化水素イオン（CH_X^+ , $C_2H_X^+$）の形で照射される

ブリスタ形成における
結晶組織の影響

〜高純度タングステン〜

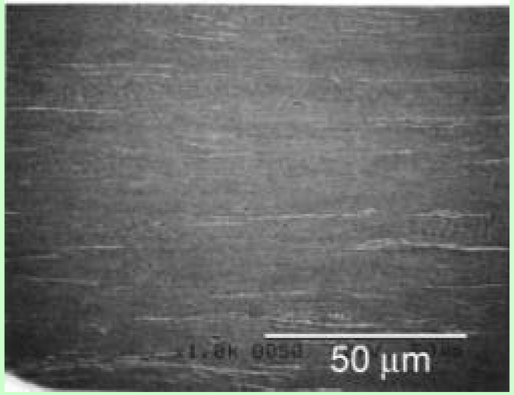
高純度タングステン材料組織 (結晶粒界)



観察面（緑色）

表面方向（桃色）

深さ方向

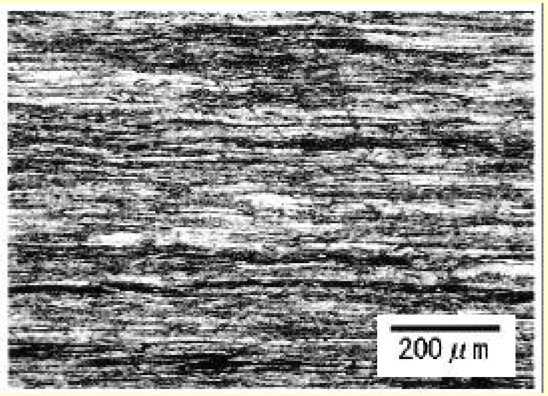


焼結材

熱処理無し

(ヒラコ製)

表面に平行方向に結晶粒が引き伸ばされた、幾層にも重なった層状構造



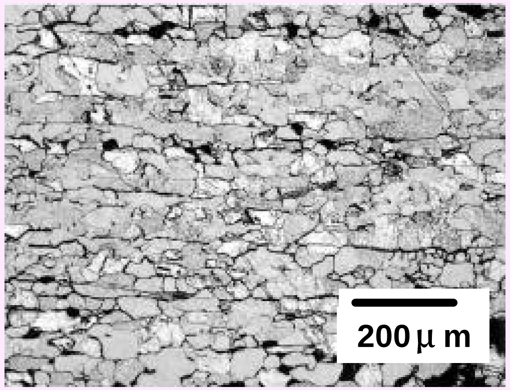
応力除去材

熱処理 ：水素炉中

900℃、0.5h

(アライドマテリアル製)

結晶粒が成長し、大きくなった層状構造



再結晶材

熱処理 ：真空中

1300℃、1 h

(アライドマテリアル製)

平均で20～30 ｍmの結晶粒が形成、層状構造は失われている

Supra-high temperature laboratory, Course of Electromagnetic Energy Engineering,
Graduate School of Engineering, Osaka University

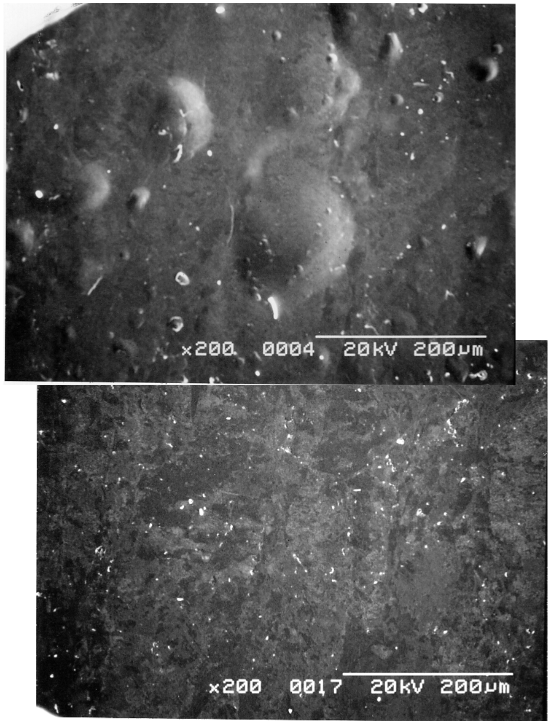
炭素不純物量依存性

0.8 %

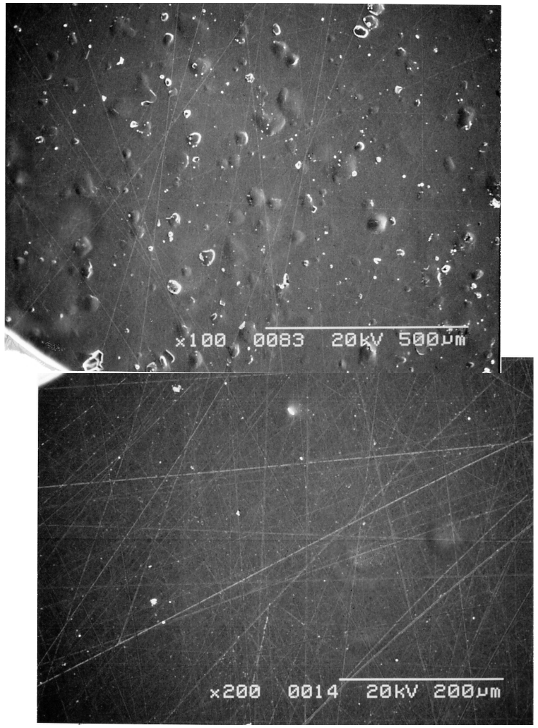
炭素不純物量

0.1%

W焼結材



W応力除去材



W再結晶材

照射量 :～1.0×10^{25} m^{-2}
試料温度：653K

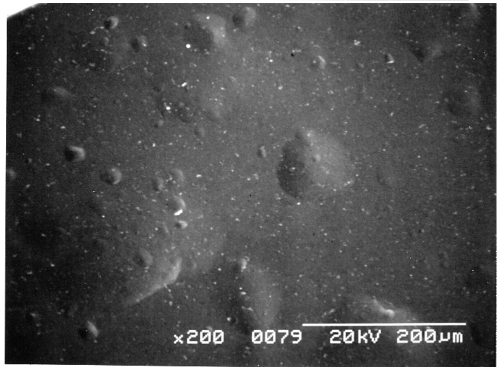
炭素不純物量の増加によりブリスタ形成が促進される。
焼結材、応力除去材、再結晶材 に共通して見られた。

照射量依存性

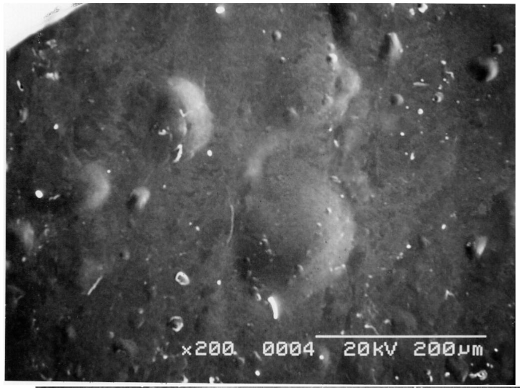
1 x 10^{25} m^{-2}

照射量

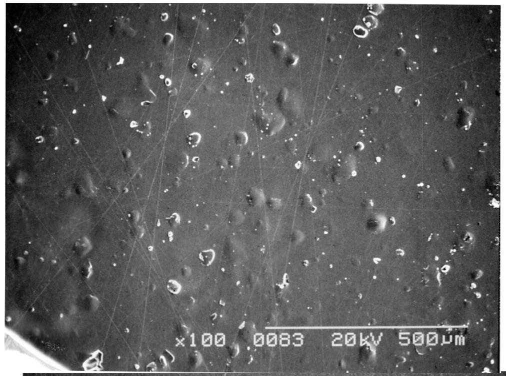
3 x 10^{24} m^{-2}

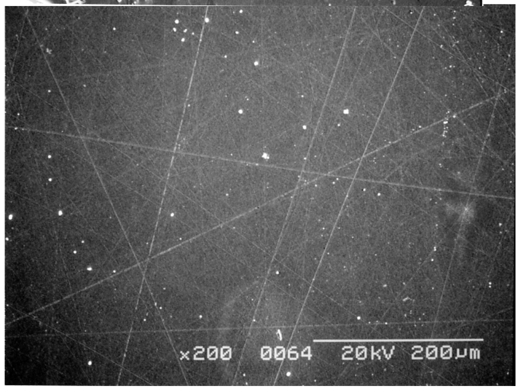


W焼結材



W応力除去材





W再結晶材

C: 0.7～0.8 %
試料温度：653 K

3x10^{24} m^{-2}：焼結材、応力除去材にブリスタが形成

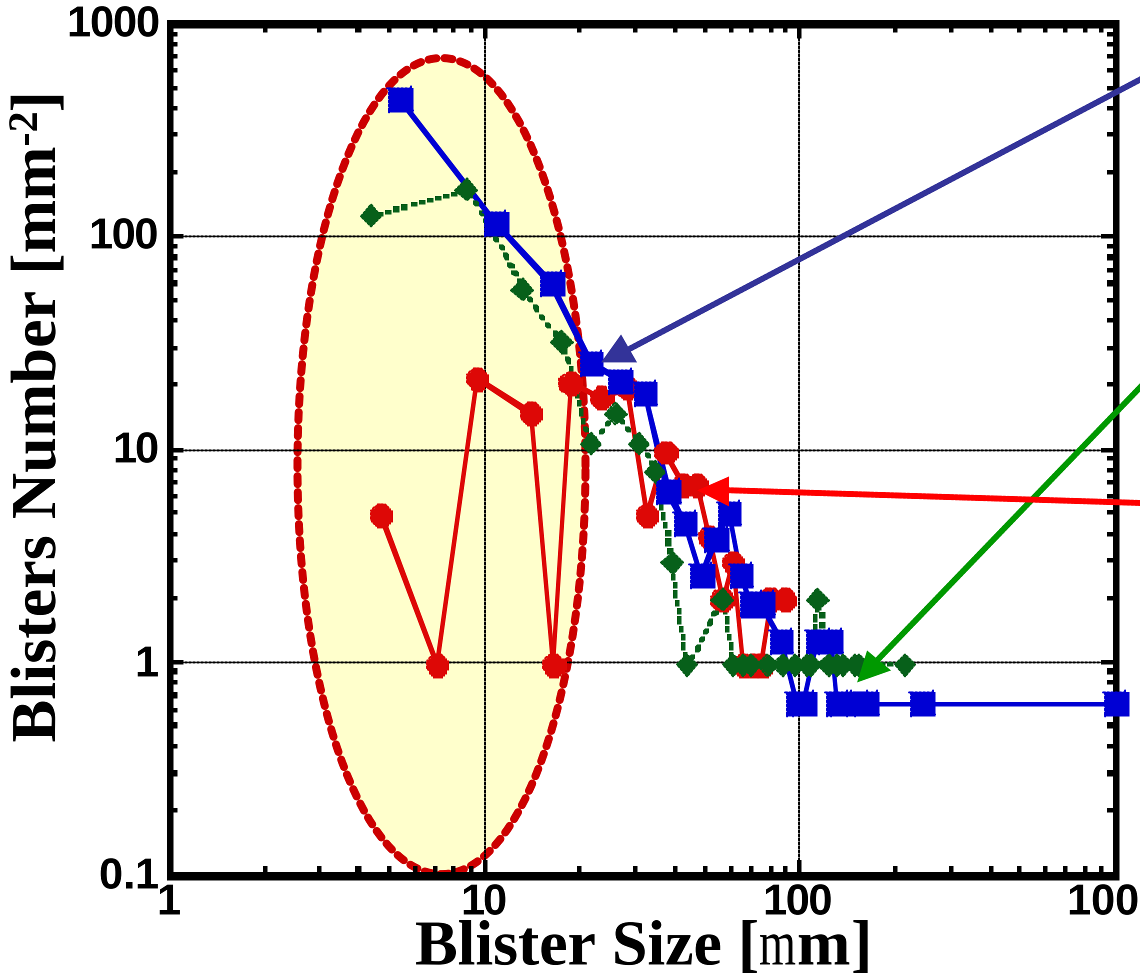
⇒10^{25} m^{-2}：再結晶材にもブリスタが形成される。

焼結材、応力除去材では、ブリスタの数、サイズともに増加する。

ブリスタのサイズ・数分布

≪Number of blister on the surface≫

（C：0.7～0.8 %、1.0×10^{25} m^{-2} 、653 K）



W焼結材

~717 blisters/mm^2

（ブリスタの最大サイズ：～1.0mm）

W応力除去材

~445 blisters/mm^2

（ブリスタの最大サイズ：～0.2mm）

W再結晶材

~144 blisters/mm^2

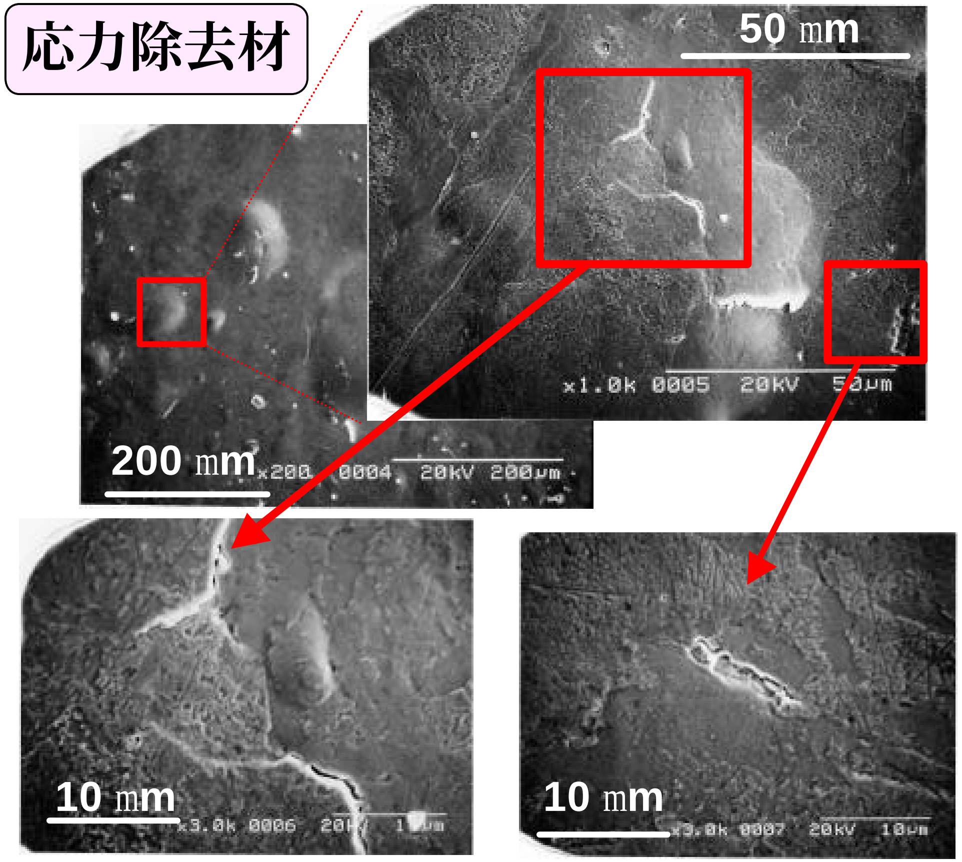
（ブリスタの最大サイズ：～0.1mm）

主に 1~10 mm 台のブリスタの数に差が生じる。

ブリスタの特徴的な現象 応力除去材、再結晶材）

C :0.7 %、1.0×10^{25} /m^2 、653 K

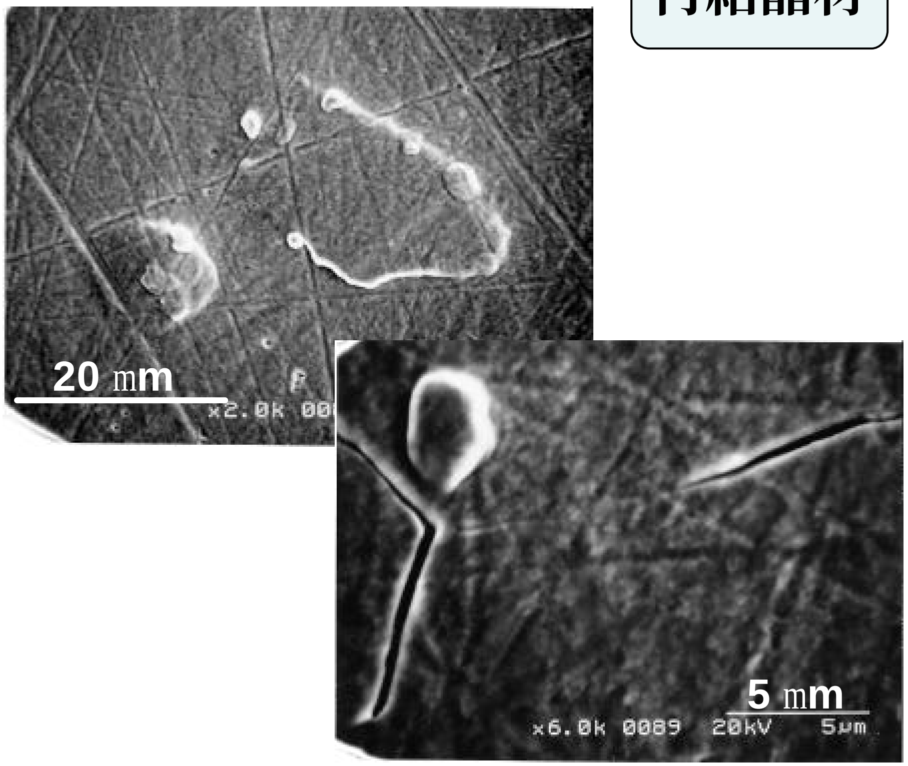
応力除去材



一部のブリスタに亀裂が生じた。

照射面にも亀裂が多数存在していた。

再結晶材



ブリスタの多くは数10 mmまで成長すると
亀裂が生じ、表面が剥離した。
→ 結晶粒の大きさにほぼ対応している

不純物ドーピングの効果

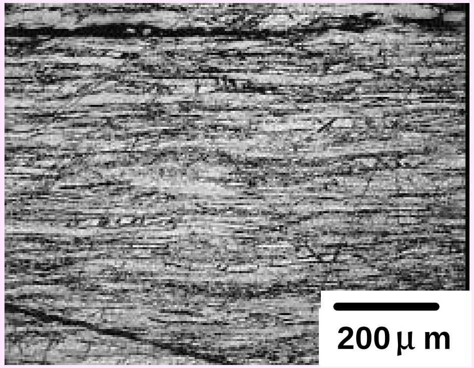
タングステン試料の結晶組織

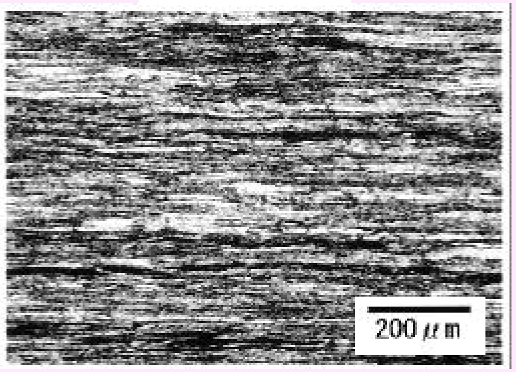
	高純度　W (99.95 at.% purity)	K-dope　W (28ppm)	La_2O_3-dopeW (0.96%)

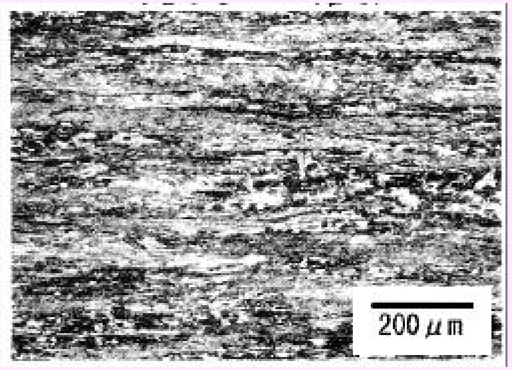
←Surface→ (depth)

応力除去材

熱処理
900℃、0.5h
(水素中)





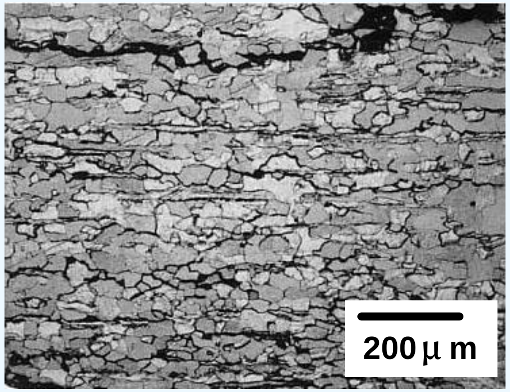


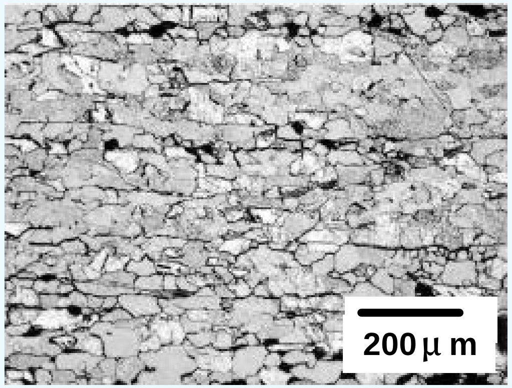
結晶粒が薄く平坦に重なり、
粒界が密となった層状構造

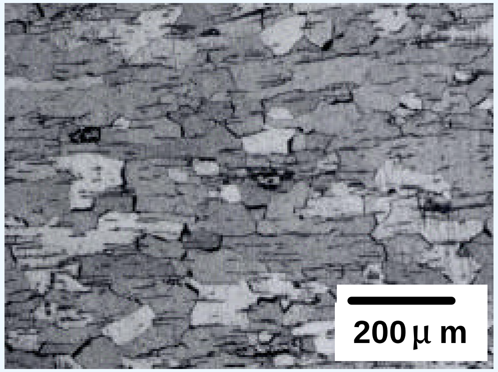
一部に層状構造の失われている部分がある構造

再結晶材

熱処理
1300℃ (高純度W)
1500℃ (dopeW)
1.0h
(真空中)

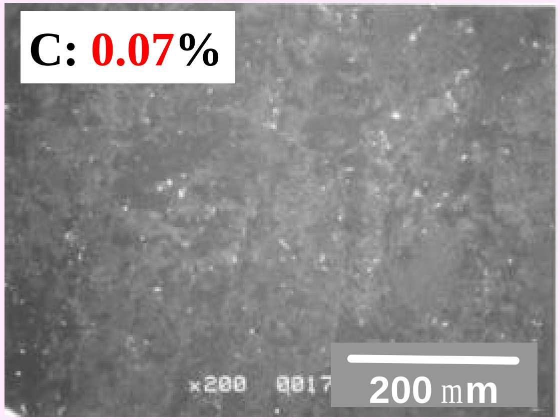
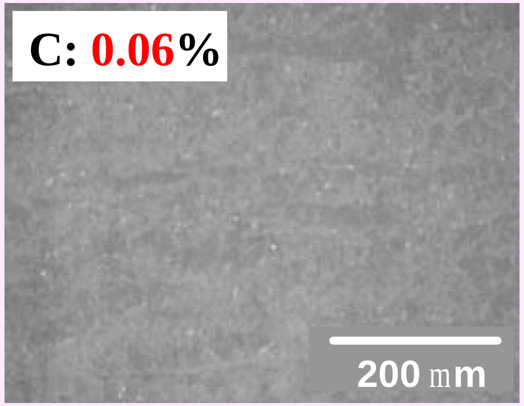
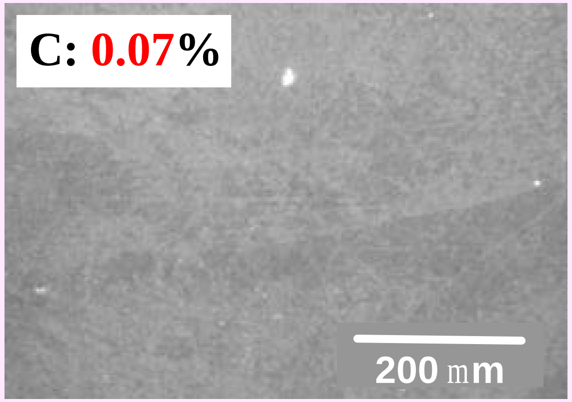
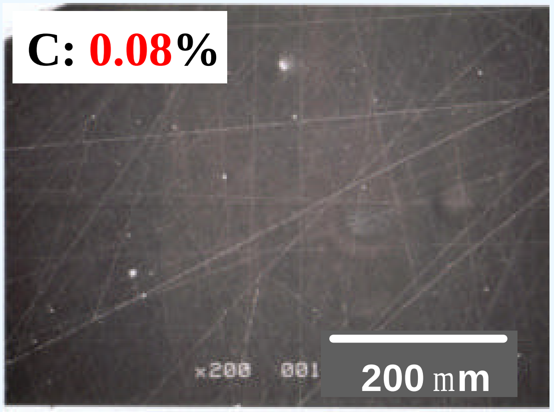
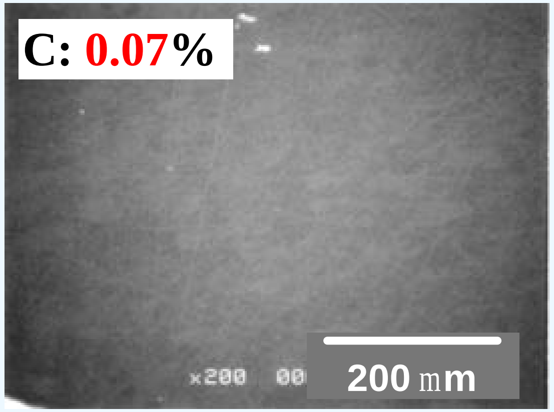
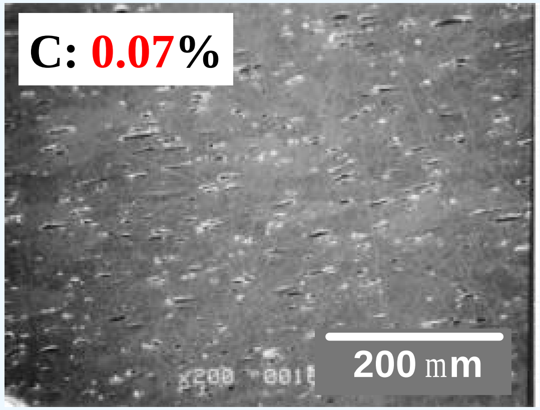






再結晶化により、結晶粒が10～50μm程度に成長
層状構造が失われた乱雑な構造

炭素不純物量依存性 C：0.1 %

	高純度 W	K-doped W	La_2O_3-doped W
応力除去材			
再結晶材			

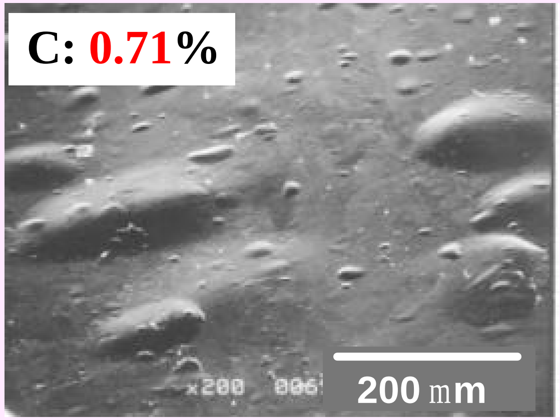
Fluence: ~1.0×10^{25} H^+/m^2
Temperature：653K

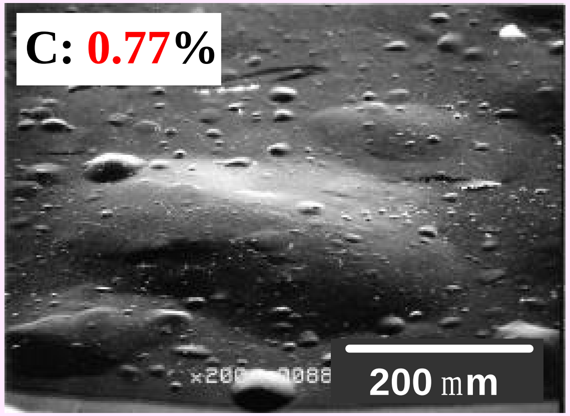
照射面には損耗の跡が見られるが、
ブリスタの形成は見られない
（La_2O_3-doped W再結晶材に亀裂 → 未照射試料にも存在）

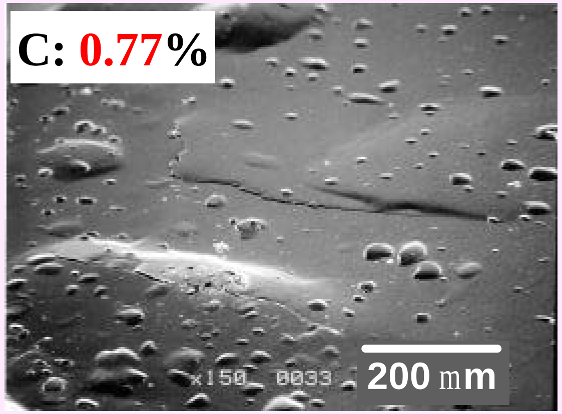
炭素不純物量依存性 C :0.8 %

高純度 W | K-doped W | La_2O_3-doped W

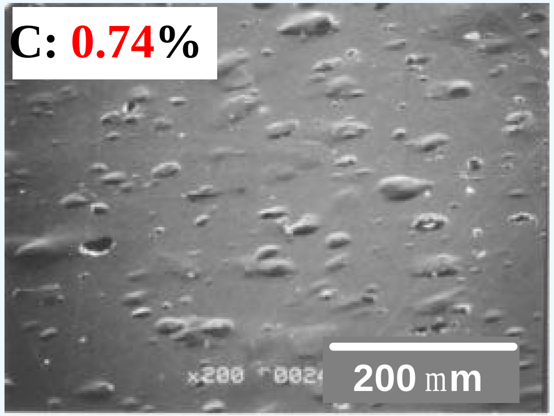
応力除去材

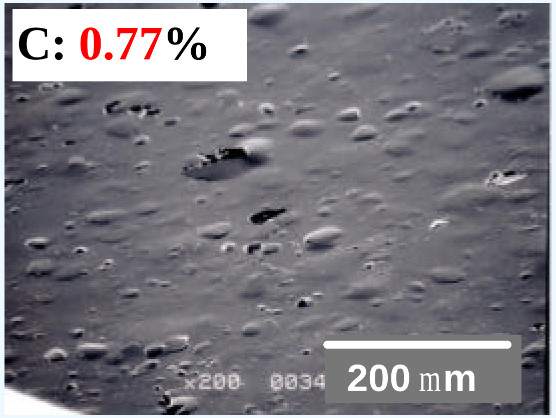


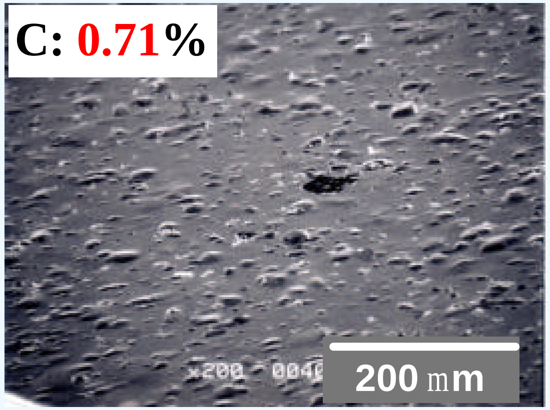




再結晶材







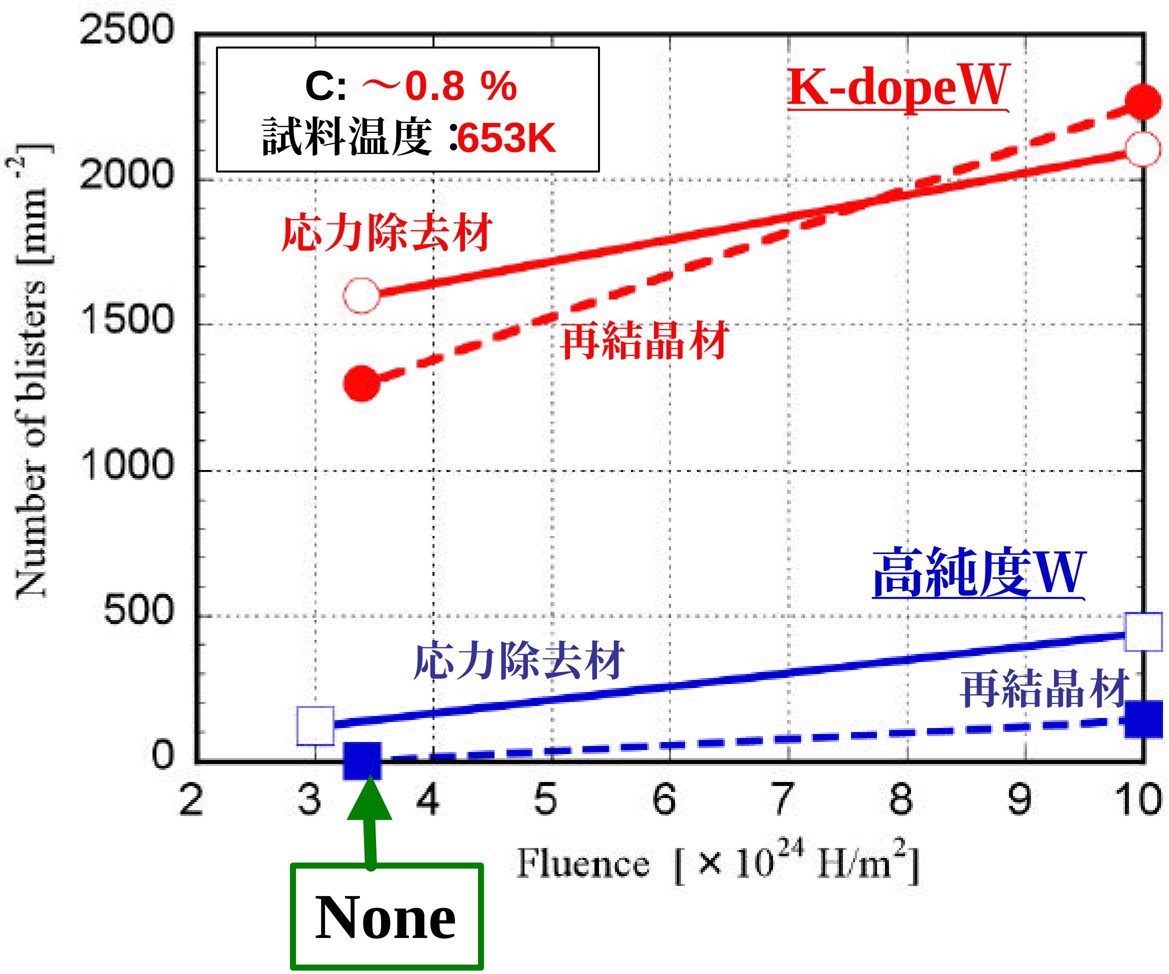
Fluence: ~1.0×10^{25} H^+/m^2
Temperature :653K

炭素不純物量の増加に伴い、ブリスタの形成が促進

すべての試料に共通してみられる。

ブリスタ形成の照射量依存性

<ブリスタの単位面積当りの個数>



DopeW (K-dopeW)では、高純度Wと比較してブリスタが形成されやすい

特に数mmサイズのブリスタが多数形成

応力除去材

照射量の増加と共に、
より多くのブリスタが形成される。

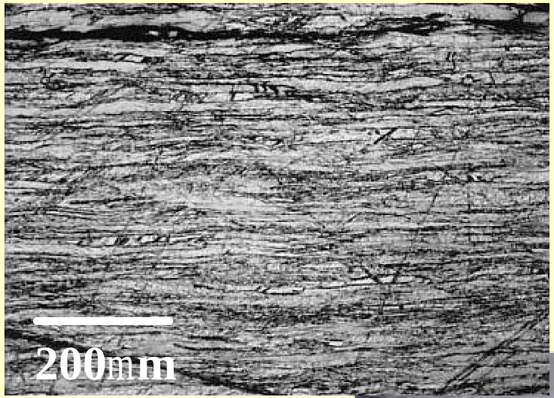
再結晶材

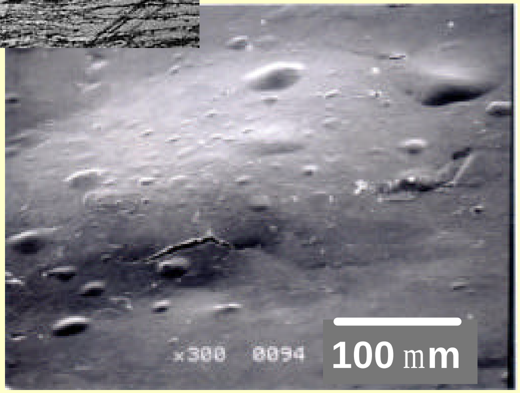
照射量の増加と共に、
より多くのブリスタが形成される。
ただし、ブリスタの増え方は
K-dope材の方が急峻である。

ブリスタの特徴　結晶組織　:層状)

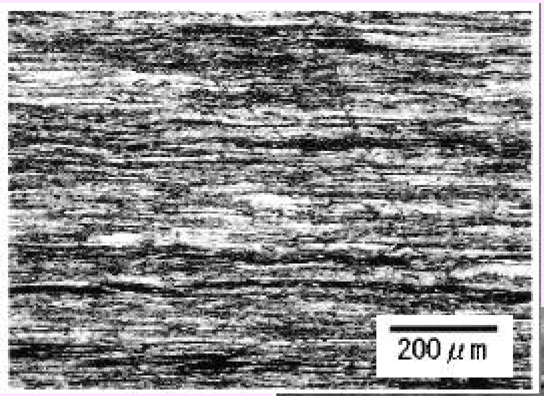
C：0.7 ~ 0.8 %、1.0×10^{25} m^{-2} 、653 K

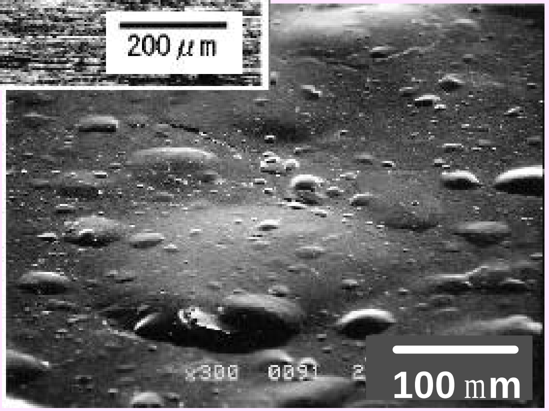
高純度W　応力除去材





K-doped W　応力除去材





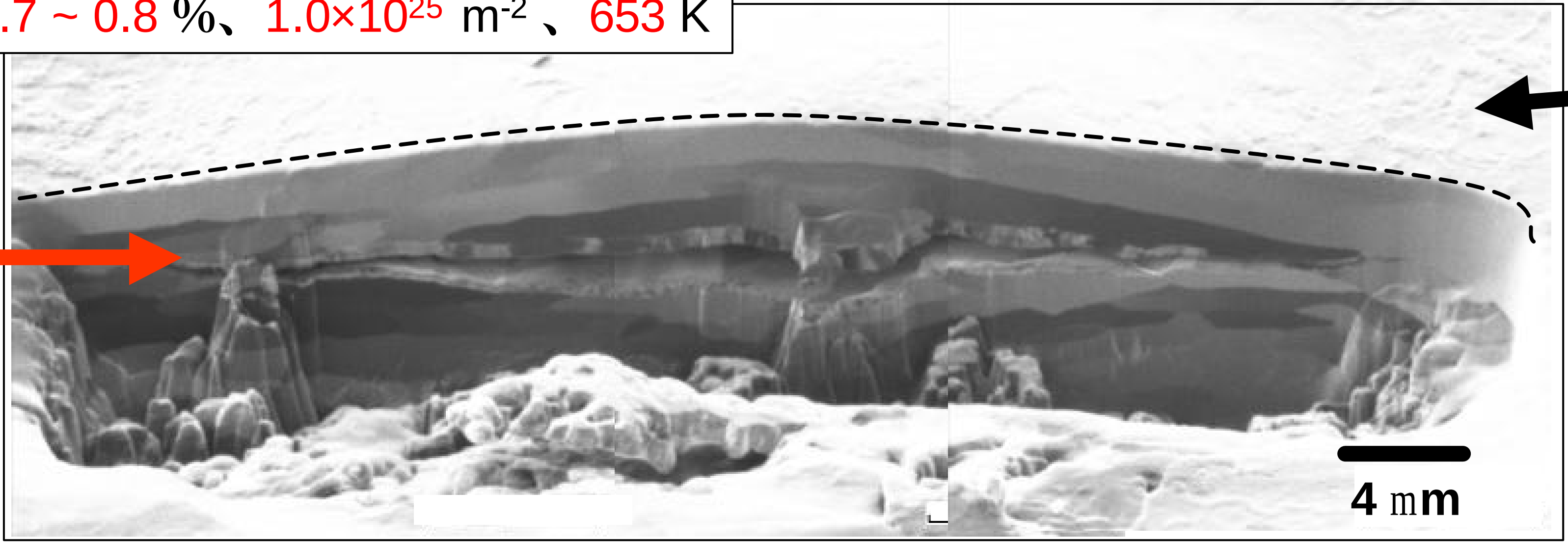
数mm ～ 数100mmサイズのブリスタが多数形成

ブリスタの形状は、円形でドーム型.

ブリスタ断面の観察 応力除去材）

C：0.7 ~ 0.8 %、1.0×10^{25} m^{-2} 、653 K

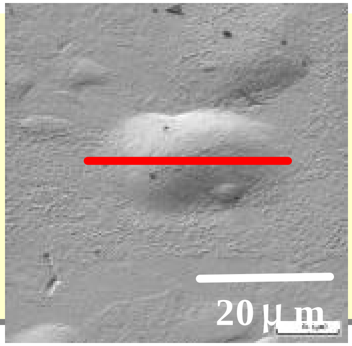
断面

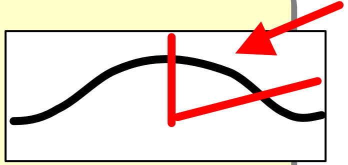


表面

数mm ～ 数100 mm サイズのブリスタが多数形成

ブリスタの形状は、円形でドーム型.





結晶粒界に入射水素が大量に補足される事で、粒界に沿って亀裂が形成

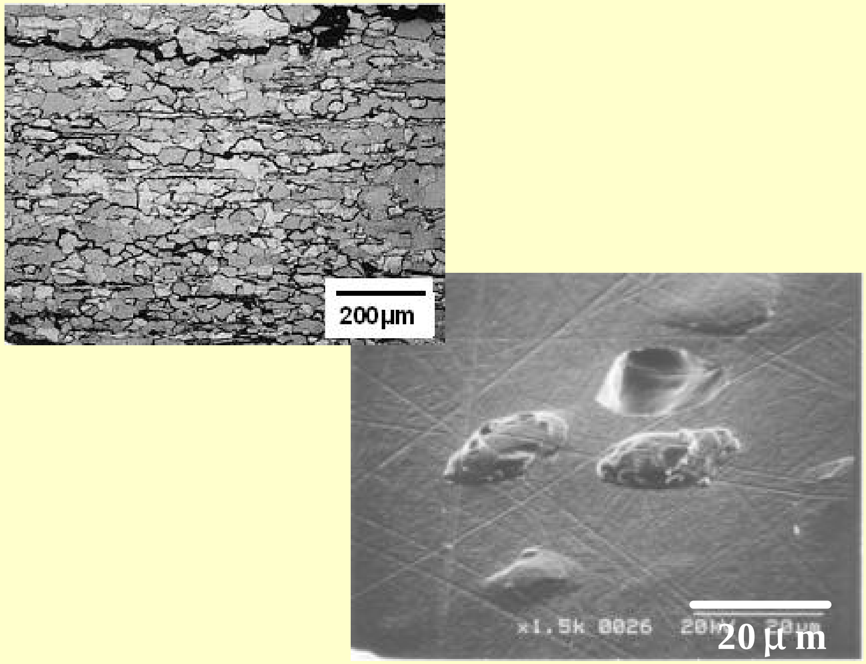
試料表面の塑性変形

Supra-high temperature laboratory, Course of Electromagnetic Energy Engineering,
Graduate School of Engineering, Osaka University

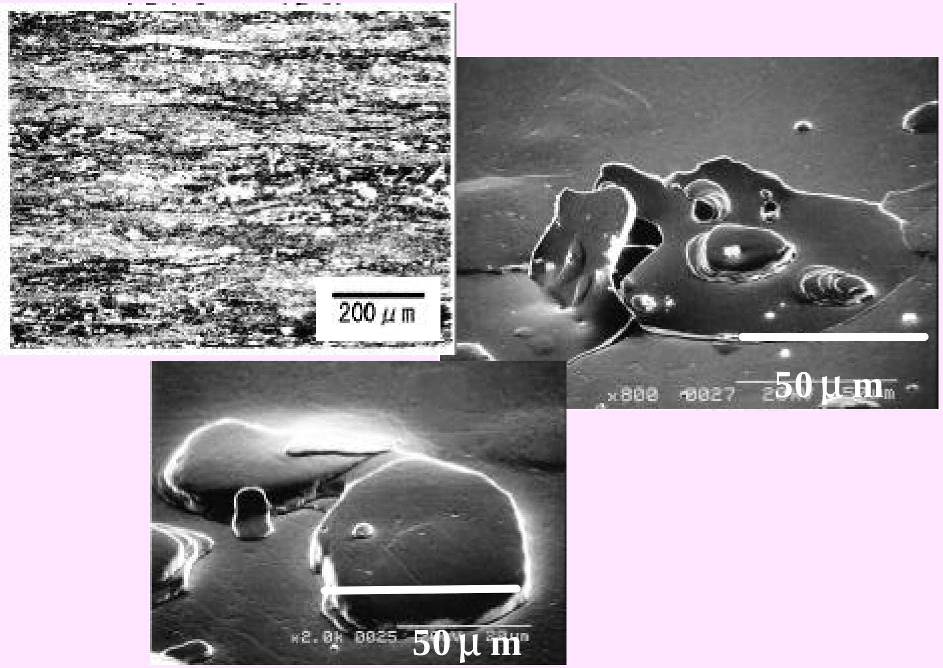
ブリスタの特徴（乱雑な結晶構造）

C：0.7 ~ 0.8 %, 1.0×10^{25} m^{-2} , 653 K

高純度W　再結晶材



La_2O_3-doped W　応力除去材

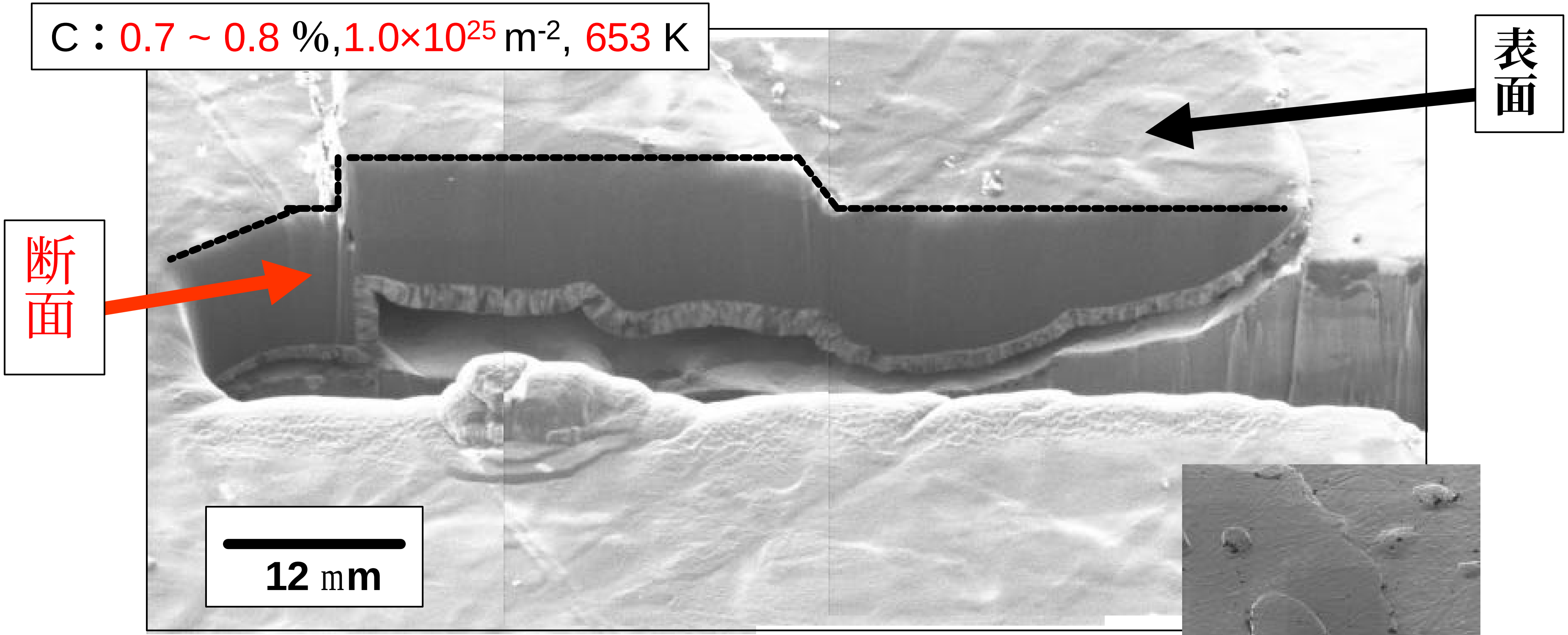


ブリスタは、台形型に盛り上がった形状

ブリスタのサイズは、20㎜～50㎜の範囲にほぼ揃っている

→ ブリスタのサイズと再結晶化した結晶粒のサイズが、50㎜前後とほぼ対応

ブリスタ断面の観察（再結晶材）



ブリスタを形作る厚い層が、断層の様に垂直方向にズレている

結晶粒自体が粒間の密着性を失い、持ち上がってブリスタを形成する

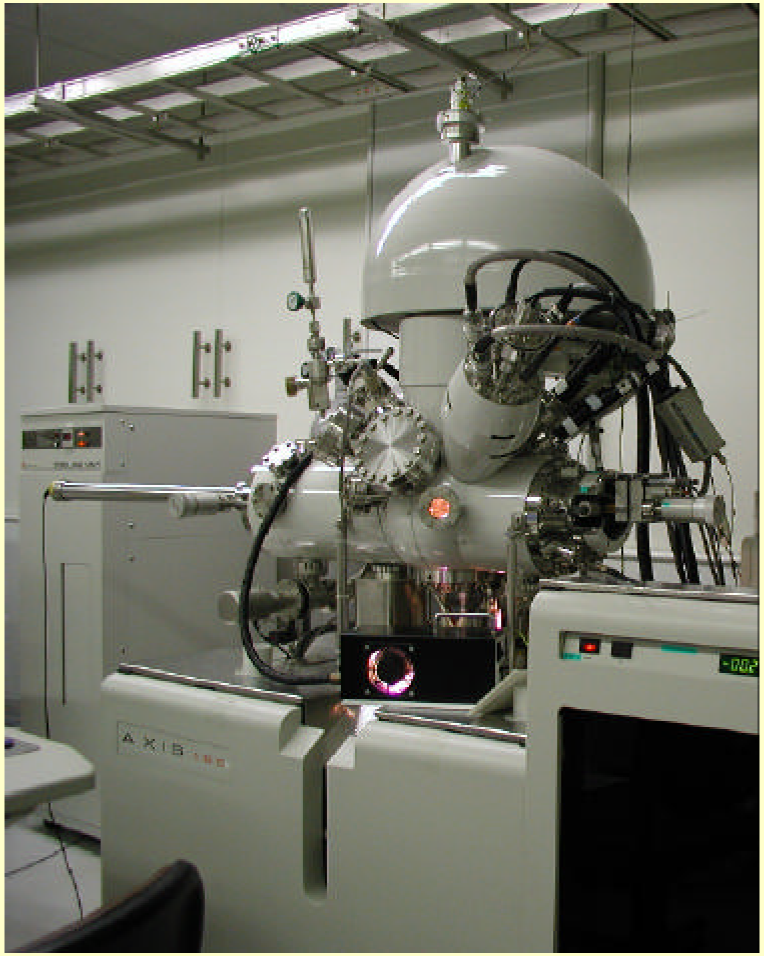
→ 台形型に盛り上がったブリスタ

Supra-high temperature laboratory, Course of Electromagnetic Energy Engineering,
Graduate School of Engineering, Osaka University

タングステン表面での炭素挙動

X線光電子分光装置　(XPS device)

AXIS - 165 (Kratos Co.)



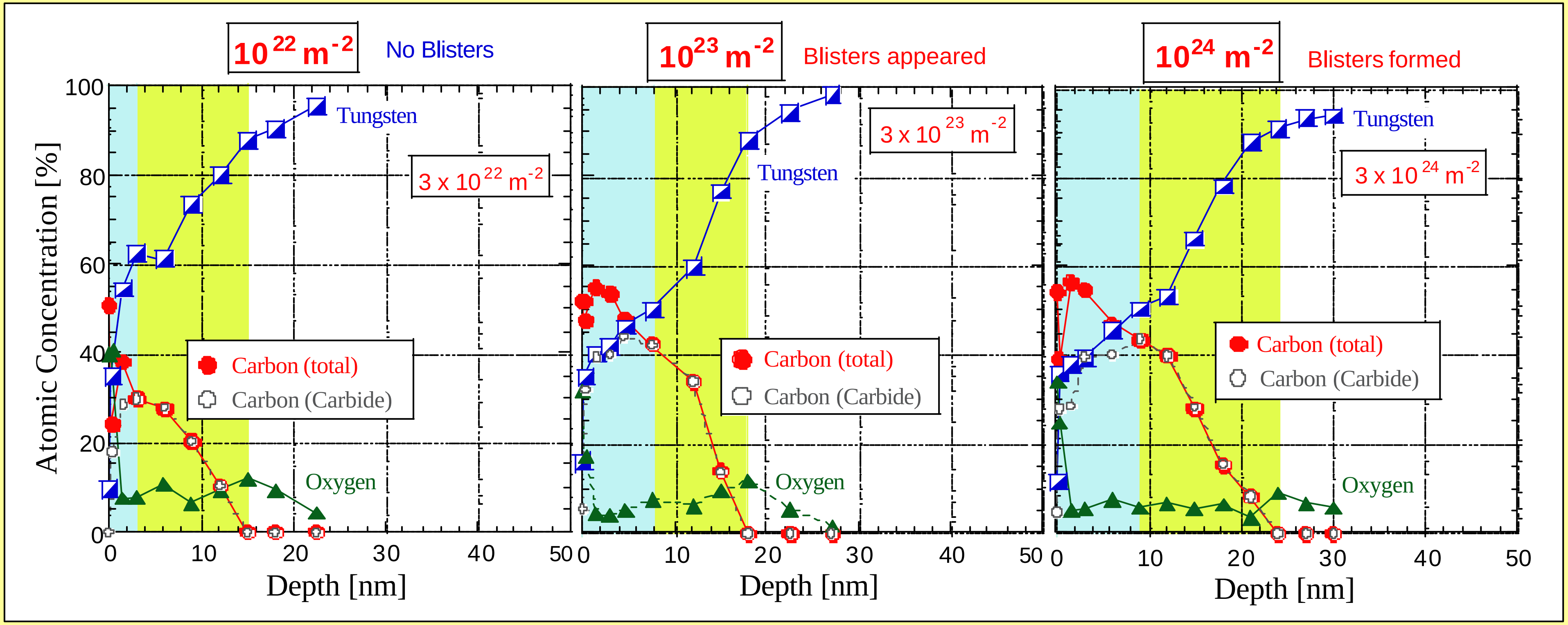
X-ray : Mg Kα
(Kinetic Energy : 1253.6 eV)
scanning area : 0.3 x 0.7 mm

Ar beam for etching
Beam Energy = 2.9 keV
Beam Current = 3 ~ 10 μA

表面分析結果

ビーム中の炭素の割合 ：0.8 %

試料温度 ：653 K



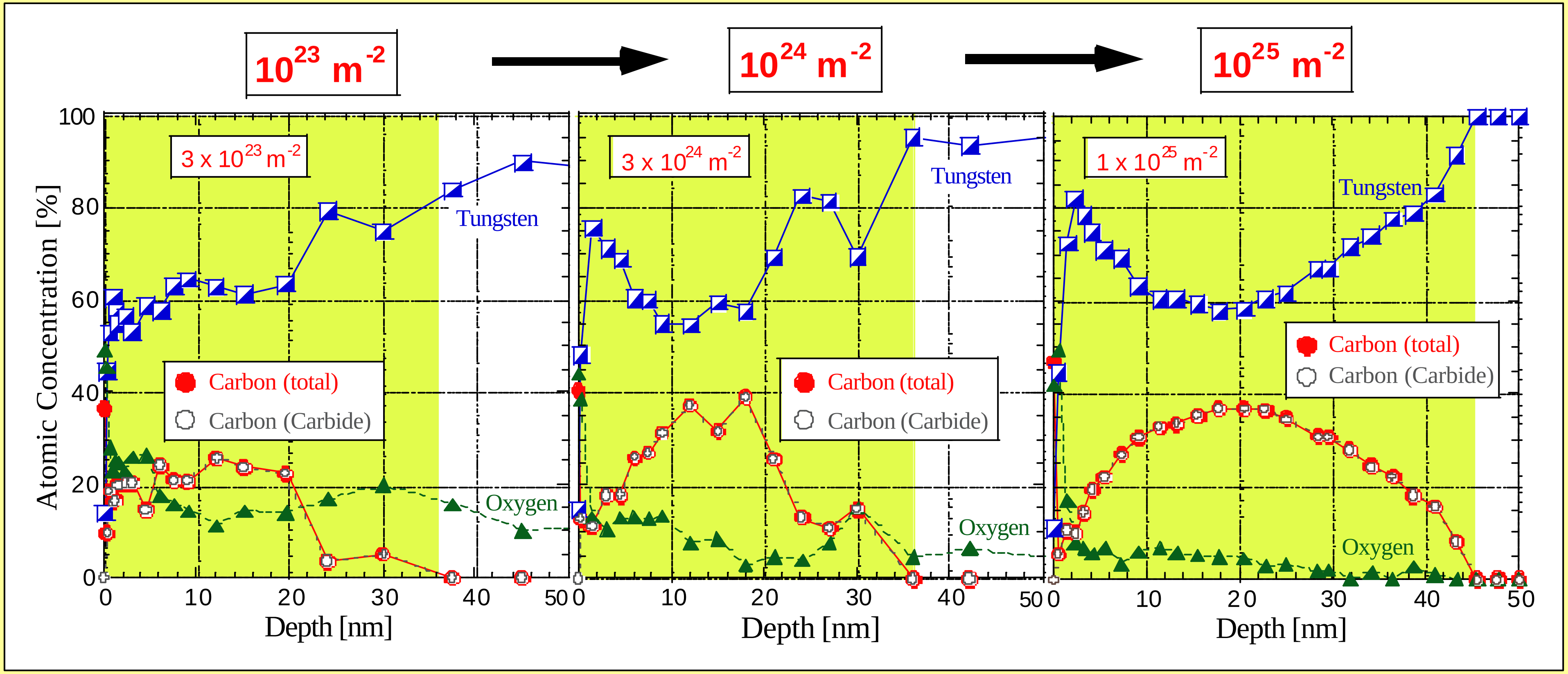
・表面層はグラファイトとWCの混層に覆われていた（Peak : 2 ~ 4 nm, 炭素の飛程に相当）

・照射量が10^{23} m^{-2} 台になると、表面層での炭素の割合が40%台から60%台に増えた

また、グラファイトとWCの混層が10 nm付近まで広がった

ビーム中の炭素の割合 ：0.1 %

試料温度 ：653 K



表面層 ：タングステンの中にWCが含まれる形で存在していた

炭素分布 ：表面から10～20 nm のところでピークを持っていた

照射量が増えると炭素は奥の層へ広がった（表面から30～40 nm まで分布）

まとめ

タングステンへの水素・炭素混合ビーム照射効果

・**結晶組織の違いにかかわらず、**混合ビーム中の炭素の割合が0.8 %の場合**ブリスタの形成が共通して見られた。**

・**結晶組織の違いが、形成されるブリスタの形状に影響を及ぼした**ことが考えられる。

層状な結晶組織を持った試料　：　***ドーム型***のブリスタが形成
不規則な結晶組織を持った試料　：　***台形状***のブリスタが形成（**結晶剥がれる**）

タングステン試料表面での炭素挙動

・試料表面での炭素挙動（元素構成）は、**ビーム中の炭素の割合、照射量に依存した。**

表面での水素の透過や拡散・再結合、吸蔵過程も変化することが考えられる。
炭素挙動は副次的にブリスタの発生の有無に影響を与えるのではないか？