

ヘリウムプラズマ照射による表面損傷構造形成と材料損耗

Impact of helium plasma exposure on surface damage formation and erosion

坂本隆一¹, Elodie Bernard², Arkadi Kreter³, Céline Martin⁴
 Ryuichi Sakamoto¹, Elodie Bernard², Arkadi Kreter³, Céline Martin⁴

¹ 核融合科学研究所, ²CEA, ³Forschungszentrum Jülich, ⁴Aix-Marseille Université
¹NIFS, ²CEA, ³Forschungszentrum Jülich, ⁴Aix-Marseille Université

金属材料中のヘリウムは原子空孔などとの相互作用が強いために、微細損傷組織形成や水素吸蔵におよぼすヘリウム照射影響が大きいことが知られており、核融合反応によりヘリウム灰が生じる核融合炉やヘリウム放電実験を想定している ITER の初期実験フェーズにおいては、ヘリウムの照射影響は重要な課題である。DEMO の第一壁を想定した温度領域 (< 800 K) におけるタングステンのヘリウム照射影響を調べるために、トーラス装置 (LHD) や直線プラズマ装置 (PSI-2) を用いてヘリウムプラズマ照射実験を行い、その微細損傷組織形成を電子顕微鏡や共焦点レーザ顕微鏡などを用いて分析した結果を紹介する。これまで、タングステンのヘリウム照射影響の典型的な例として、ファズ構造の形成が広く調べられてきているが、本研究で対象としている温度領域はファズ形成の閾温度以下であり、多くの実験はなされてきていない。

1 表面損傷構造

ヘリウムによるタングステンのスパッタリングの閾エネルギー (~ 110 eV) よりも低いエネルギー領域において、ヘリウムプラズマを照射束 $\sim 1 \times 10^{22}$ / m^3/s で、最大 3×10^{26} / m^3 までの照射を行った。ヘリウムプラズマ照射の初期の段階では、ヘリウムナノバブルが形成し、照射量が 3×10^{23} になるとバブルが成長、合体して表面に貫通したホール構造を形成する。 10^{25} / m^3 になると、結晶方位依存性をもつ波状表面構造が形成される。EBSD (電子後方散乱回折法) による結晶方位同定と SEM (走査型電子顕微鏡) による表面損傷組織を比較することにより、Fig. 1 に示すように波状表面構造の表面は、照射前の結晶方位に依らず常に {100} 面を向き、そのエッジは <100> 方向に整列する傾向にある。したがって、Fig. 2 に示した模式図のように、照射前の結晶粒が {100} 面の場合、波状表面構造は形成されず、結晶方位が {100} 面から傾くと、表面が {100} 面になるように波状表面構造が形成され

るようになる。結晶方位の {100} 面からの傾きが大きくなるにつれて、波状構造の勾配が急峻になる。波状表面構造の波高は、結晶方位に依らずプラズマの照射影響深さと同程度の 8 ~ 10 nm であり、結晶方位が {100} 面から傾くほど間隔が狭い波構造となる。

比較のため、水素プラズマ照射実験も行い、表面損傷組織形成に及ぼすヘリウムと水素の影響の違いを調べた。Fig. 3 に示すように、バブルとホール構造の形成はヘリウムが含まれている照射でのみ形成されるのに対して、波状表面構造は、水素のみのプラズマ照射でも形成され、ヘリウムプラズマ照射特有の現象ではないことを明らかにした。

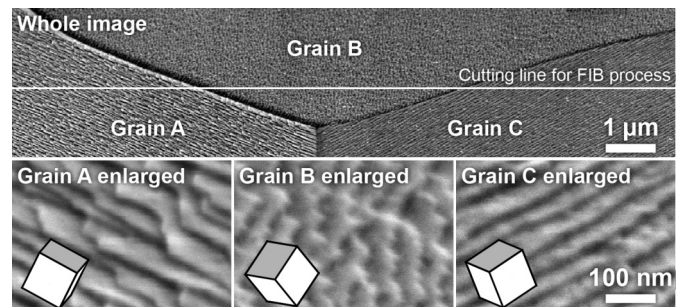


Fig. 1: ヘリウムプラズマを 1×10^{26} / m^3 まで照射したタングステンに形成される波状表面構造の SEM 画像。下の 3 つの図は各結晶粒の拡大写真。EBSD で同定した結晶方位を立方体で表している。

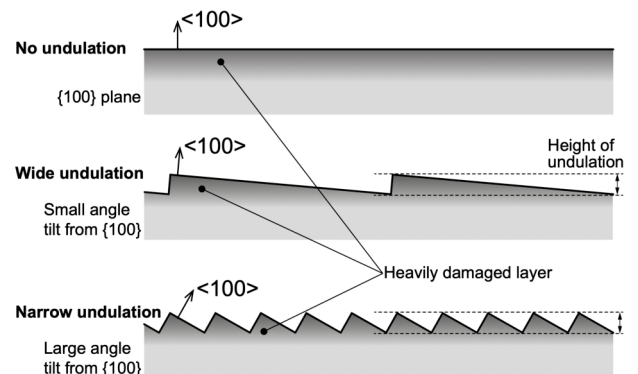


Fig. 2: 波状表面構造の結晶方位依存性の模式図. [1]

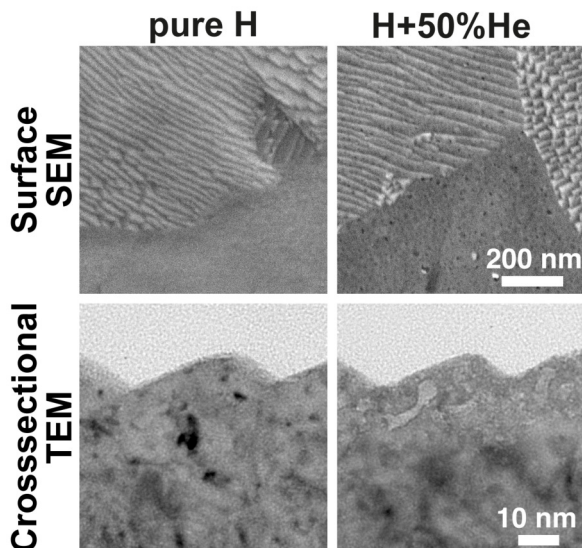


Fig. 3: 表面損傷構造に及ぼすヘリウムの照射影響. SEM 画像（上段）の黒い小さい点はホール構造, TEM 画像（下段）の白いコントラストはバブルを示す.

2 表面損耗

スパッタリングの閾エネルギーよりも低いエネルギーのヘリウム照射においても, 明確な損耗が観測された. Fig. 4 に SEM による表面構造, EBSD による結晶方位マップ, CLM (共焦点レーザ顕微鏡) による表面段差マップを比較する. 結晶粒ごとに表面高さが異なり, 損耗速度には結晶方位依存性があることが示された. 結晶方位マップにおいて, 赤色で示される $\{100\}$ 面が, 表面段差マップでは最も表面高さが低く, 損耗速度が速いことを示している. 表面段差マップから各結晶粒の平均的な表面高さを求め, 各結晶粒の結晶方位の $\{100\}$ 面方位からの傾き角に対してプロットしたものを Fig. 5 に示す. $\{100\}$ 面方位からの傾き角が大きくなるにつれて結晶粒表面の高さは高くなる明確な傾向があり, 最大の段差は 200 nm にもなる.

さらに, 精密天秤で照射前後の質量差を測ることにより, グローバルな損耗量の評価を行なった. Fig.

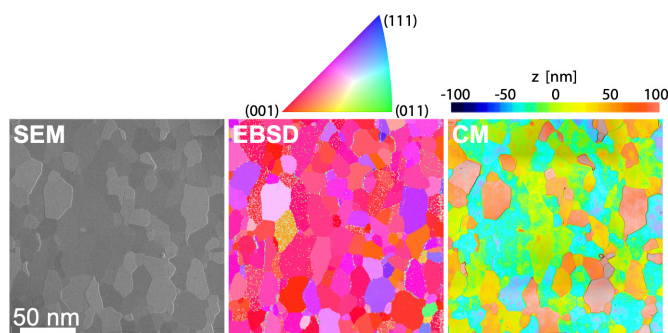


Fig. 4: ヘリウムプラズマ照射した試料の表面構造 (SEM), 結晶方位 (EBSD), 段差 (CLM) の比較. [1]

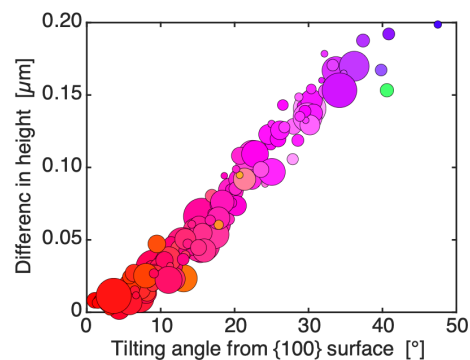


Fig. 5: 結晶粒の表面高さの結晶方位依存性. [1]

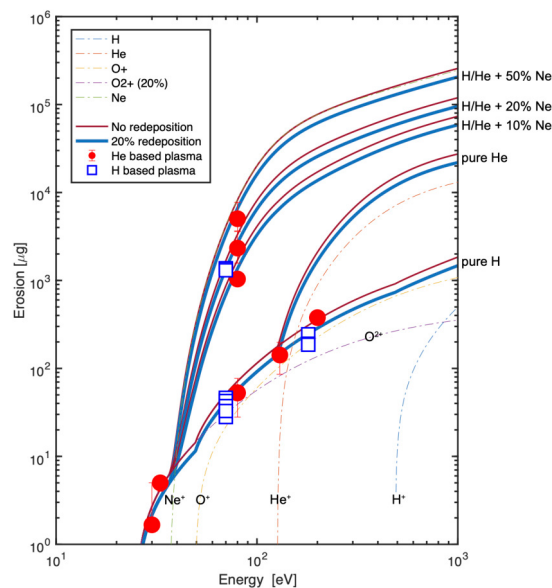


Fig. 6: プラズマ照射によるタングステン損耗量の入射エネルギー依存性.

6 にプラズマ照射前後の試料の重量変化から求めた損耗量の入射エネルギー依存性を示す. 赤●はヘリウムプラズマ照射, 青□は水素プラズマ照射による損耗量を示す. タングステンのスパッタリングの閾エネルギーはヘリウムでは 110 eV, 水素では 500 eV 程度と知られているが, 閾エネルギーよりも低いエネルギー領域でも有意な損耗が生じている. これらは, 0.1 % の酸素不純物によって引き起こされていると考え, その損耗に対する寄与をプラズマ構成原子ごとに, 細い一点鎖線で示した. また, 太い実線は, それらを足し合わせた損耗量を示している. 実験結果は, 水素プラズマ照射, ヘリウムプラズマ照射共に太い実線と一致しており, これらの低エネルギー領域においては, 主動作ガス以外の微量な不純物が損耗を支配していることが示唆される.

[1] R. Sakamoto et al., Physica Scripta T170 (2017) 014062. <http://doi.org/10.1088/1402-4896/aa93a2>