

1. はじめに

1. Introduction

西島大輔

NISHIJIMA Daisuke Center for Energy Research, University of California, San Diego (原稿受付:2017年7月21日)

プラズマ-壁相互作用が核融合炉の性能/運転に大きく 影響を与えることが広く認知されてきている.複雑なプラ ズマ-壁相互作用を理解するためには,プラズマ対向材料 表面の分析が必須である.現状の核融合装置では,通常, プラズマ対向材料の表面分析は実験サイクル(数ヶ月程 度)後にタイルを取り出して行われている.しかし,実験 期間中に装置を大気解放することなく,その場診断により 表面分析を行うことができれば,プラズマ-壁相互作用の より良い理解につながり,研究を加速させることができる と期待される.さらに,国際熱核融合実験炉ITER 以降の D-T プラズマ運転を行う装置では,材料の放射化の影響の ために,タイルの取り出しがより制限されることが予想さ れる[1].そのため,将来の核融合炉のプラズマ対向材料 の表面分析には,その場診断が必要不可欠になると考えら れる.

このような背景のもと、2015-2016年度において、本学会 に専門委員会「プラズマ対向材料表面のその場診断」(主 査:西島)が設置され、各種のその場診断法に関して調査 を行った.本小特集はこの専門委員会の活動をもとに企画 された.ここでは、専門委員会において調査された診断手 法の中から、以下の手法に関して紹介する.

- ・レーザー誘起ブレークダウン分光法(第2章)
- ・レーザー超音波法(第3章)
- ・色分析法(第4章)
- ·光反射率法(第5章)

さらに、プラズマ対向材料表面のその場診断手法ではない が、プラズマ-壁相互作用に影響を与える水素原子の ・透過プローブ法(第6章) による壁面入射束のその場診断に関しても紹介する.

また,イオンビーム法(核反応分析法)については,最近の本誌小特集[2]において解説されているので,そちらを参考にしていただきたい.

上に挙げたこれらの手法にはそれぞれ,長所と短所があ る.例えば,再堆積層の診断では,その膜厚や組成(水素 同位体を含む)が重要な物理量である.色分析法や光反射 率法では比較的簡単に膜厚を評価することができるが,組 成を知ることはできない.一方,レーザー誘起ブレークダ ウン分光法では組成分析は容易である(校正曲線が必要な い)が,膜厚を計測するには校正曲線を作成する必要があ る[3].また,材料中の水素同位体計測では,レーザー誘 起ブレークダウン分光法は基本的には割合のみを得ること ができるのに対して,イオンビーム法(核反応分析法)で は絶対量を計測することができる.一方,深さ分解能や計 測時間,簡便さの点ではレーザー誘起ブレークダウン分光 法に利点がある.

このようにそれぞれの手法には一長一短があるので,核 融合炉でのプラズマ対向材料表面のその場診断では,いく つかの手法を相補的に組み合わせて使用することで,プラ ズマ対向材料表面をより詳しく診断することができると考 えられる.

ここで、核融合炉でのその場診断をより容易にするツー ルとして、ロボットアームを提案したい.将来の核融合炉 では、炉内の遠隔保守のために、ロボットアームの使用が 考えられているが、ロボットアームをその場診断にも利用 できれば、例えば、色分析器を使用する色分析法も適用で きるようになるし、レーザー誘起ブレークダウン分光法の

Center for Energy Research, University of California, San Diego, La Jolla, CA 92093-0417, USA

author's e-mail: dnishijima@eng.ucsd.edu

場合には、受光系をプラズマ対向材料の近くに設置するこ とができ、信号強度や信号対雑音比を格段に向上させるこ とができると期待される.また、光反射率法においても、 計測ポートの制約がなくなり、垂直入射光・反射光を使え ることになるので、解釈が容易になる.

統計をとったわけではないが,筆者の個人的な感覚とし て,プラズマ-壁相互作用に関連する主な国際会議におい て,最近,プラズマ対向材料表面のその場診断に関する研 究発表が増えてきていると感じる.ただ,その多くはヨー ロッパや中国からのものなので,本小特集によって,その 場診断の重要性を広く知っていただき、この分野の研究が 日本でもさらに活発になれば幸いである.

参 考 文 献

- [1] V. Philipps et al., Nucl. Fusion 53, 093002 (2013).
- [2] 大野哲靖, 松波紀明:プラズマ・核融合学会誌 90,59 (2014).
- [3] D. Nishijima *et al.*, Spectrochimica Acta Part B 136, 34 (2017).



2. In-Situ Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS) Diagnostics of Plasma-Facing Material Surfaces in Fusion Devices

西島大輔

NISHIJIMA Daisuke Center for Energy Research, University of California, San Diego (原稿受付: 2017年 6 月17日)

レーザー誘起ブレークダウン分光法(LIBS)は、リモートセンシングが可能で、組成分析を得意とする.こ れらのLIBSの長所は、核融合炉での複雑なプラズマ – 壁相互作用を理解する上で非常に有効であると考えられる.本章では、将来の核融合炉でのプラズマ対向材料表面のその場診断に向けたLIBSの研究開発の現状について述べる.

Keywords:

laser-induced breakdown spectroscopy, plasma-facing material, plasma-material interaction

2.1 LIBS の概要

レーザー誘起ブレークダウン分光法(LIBS)は、レー ザーを利用した分光手法の一つとして、1960年代には研究 が始まり、1990年代中頃から特に活発に研究が行われてき ている[1].そのため、2000年代に入りいくつかの教科書 的な本やレビュー論文が出版され、基礎から応用まで幅広 く解説されている[1-5].

核融合分野でのプラズマ対向材料表面分析を目的とした LIBS の研究開発は、10年ほど前からかなり活発になって きている.これは、国際熱核融合実験炉ITERを含めて、将 来のDEMO炉や発電炉においては、プラズマ対向材料のタ イルを容易に取り出して分析することがより困難になるこ とから[6]、プラズマ対向材料のその場診断の重要性が認 識されてきたことによるものと考えられる.さらに、核融 合装置での複雑なプラズマ - 壁相互作用を理解する上で、 プラズマ対向材料のその場診断は現在運転中の閉じ込め装 置においても非常に有効であると考えられる.

LIBS の基本原理は前述の参考文献[1-5]に詳しく解説さ れているので,ここでは簡単に説明する.図1に示される ように,測定対象(固体・液体・気体)に短パルスレー ザー光(ナノ秒レーザーが広く使われているが,ピコ秒や フェムト秒レーザーも使われる)を照射し,プラズマを発 生させる.そのプラズマの発光線(スペクトル線)から測 定対象の粒子種を特定したり,さらに組成比を導くという 比較的単純なものである.

本章では、これまでカリフォルニア大学サンディエゴ校 (UCSD) で行ってきた LIBS の研究成果を中心に、信号増



図1 LIBS の概略図.

幅,組成分析,そして材料中のガスリテンション計測に関 して紹介する.

2.2 信号増幅

核融合炉では、遠隔操作のロボットアームが使えない場 合、集光レンズをターゲット近くに配置することが難しい ため、信号強度が弱くなることが予想される.また、信号 強度を上げるために中性ガス圧を最適化することが困難で あることも予想される.信号増幅の方法としては、ダブル パルス(DP)法が一般的に広く研究・使用されている. DP-LIBS にはいくつかの配位があるが[2]、collinear 配位 が核融合装置の幾何学的制約上、最も適していると考えら れる.この配位では、2本のレーザー源から、ある時間差 をもった2つのレーザーパルスが、最終的に同じ光路で

Center for Energy Research, University of California, San Diego, La Jolla, CA 92093-0417, USA

author's e-mail: dnishijima@eng.ucsd.edu

ターゲットに入射する(ダブルパルスレーザーを使用する 場合は、2つのレーザーパルスを同じ光路にする調整が不 要になる).これまで、DP-LIBSはバルク材[1,2]や数μm 程度の厚い膜[7]に対して適用され、シングルパルス(SP) と比較して信号増幅が得られているが、より薄い膜(数百 nm以下)に対する有効性は最近まで調べられてこなかっ た.しかしながら、核融合炉においては、そのような薄膜 がプラズマ-壁相互作用によりタイル上などに再堆積層と して形成されるので、LIBSの重要な計測対象である.

そこで、モリブデン(Mo) 基板上に作成された膜厚約 60 nm(アブレーションレート~250 nm/shot よりも薄い) のタングステン(W)薄膜を用いて、SP-LIBS と DP-LIBS の比較を行った[8].使用したレーザーは、2台のQス イッチ Nd:YAG レーザーで、レーザーの波長(λ_L)は 1064 nm、パルス幅(Δt_L)は約5 ns である.レーザーエネ ルギー E_L は、SP-LIBSでは E_L =115 mJと230 mJ, DP-LIBS では1発目と2発目で同じ $E_{L1} = E_{12} = 115$ mJを用いた. また、1発目と2発目の時間差 Δt_{12} は5.32 µsとした.真空 容器へのガス入射は行わず、周辺中性ガス圧(P)は 5 mTorr である(ロータリーポンプのみのため).図2に WI429.4 nm 発光線スペクトルの比較を示すが、DP-LIBS では、SP-LIBSに対して信号増幅を得ることができなかっ た.これは、DPの1発目でW薄膜がアブレーションされ てなくなり、2発目は Mo 基板を照射するためである.

このような薄膜計測における DP-LIBS の致命的な欠点 を克服するために,空間オフセットダブルパルス (SODP: spatially-offset double pulse) LIBS 法を新たに開発した [8]. この手法は,試料上で1発目と2発目のレーザー照 射位置にずれ (ΔL_{12})を数 mm 程度もたせることを除いて DP-LIBS と同じであるが,この照射位置のわずかなずれに より,図2に示されているように,SODP-LIBS を用いると



図2 Mo上に堆積したW薄膜(厚さ約60 nm)のSP-LIBS (*E*_L = 115 mJ, 230 mJ), DP-LIBS(*E*_{L1} = *E*_{L2} = 115 mJ, *Δt*₁₂ = 5.32 μs), SODP-LIBS(*E*_{L1} = *E*_{L2} = 115 mJ, *Δt*₁₂ = 5.32 μs, *ΔL*₁₂ ~ 1.5 mm)によるWI 429.4 nm 発光 線スペクトルの比較(参考文献[8]の図2を引用). *P* = 5 mTorr. SODP-LIBS が発光強度, *S/B* 比ともに一番 高い.

信号が増幅され、さらに*S*/*B* (signal to background) 比も 改善される. 図2では、 $\Delta t_{12} = 5.32 \,\mu s$ でSP-LIBS (*E*=115 mJ)と比較して2倍程度の信号増幅を得たが、 $\Delta t_{12} = 1.32 \,\mu s$ では約5倍の増幅が得られている.SODP-LIBS による信号増幅の物理機構の詳細に関しては、参考 文献[8]を参照されたい.

上記のW薄膜の深さ方向分布計測では、DP-LIBSでは観 測されないWとMo基板の遷移が、SODP-LIBSを用いると 明確に観測される.また、 $\Delta L_{12} = 1 - 4 \text{ mm}$ の範囲におい て、信号強度は ΔL_{12} に対して非常に弱い依存性を示すの で、核融合炉での実際の使用に際して、レーザー照射位置 の正確な調整が要求されないという利点もある.

2.3 組成分析

LIBSによる組成分析では、校正曲線を用いる calibration 法と校正曲線を用いない calibration-free (CF) 法[9,10]が ある. calibration 法では、組成の異なる reference 試料をい くつか用意し、発光強度比を組成比などに対してプロット し校正曲線を作成する必要がある.一方、CF 法では、校正 曲線を作成する必要がないため、核融合炉における計測に おいては大きな利点となる.以下では、CF法の基本原理と 実際の計測例に関して述べる.

まず,前提として,(1)レーザー誘起プラズマの組成が アブレーション前の試料の組成とほぼ同じで,(2)プラズ マが局所熱平衡(LTE: local thermodynamic equilibrium)にあり,(3)光学的に薄い(吸収が無視できる),な どがある.(1)は通常LIBSで用いられるレーザーエネル ギーではよく成り立つ.(2)に関しては,ポピュレーショ ン分布がボルツマンプロットに従う場合,プラズマがLTE 状態にあるということが言える.(3)は組成比の小さい不 純物の発光線や,組成比が大きくても振動子強度が大きく ない発光線では成り立つであろう.

発光線(上準位kから下準位iへの遷移)の発光強度 $I_{ki} = A_{ki}N_k$ は、LTE状態において、

$$\frac{N_{\rm k}}{N_{\rm s}} = \frac{g_{\rm k}}{Z_{\rm s}(T)} \exp\left(-\frac{E_{\rm k}}{k_{\rm B}T}\right) \tag{1}$$

であることから,

$$I_{\rm ki} = A_{\rm ki} N_{\rm s} \frac{g_{\rm k}}{Z_{\rm s}(T)} \exp\left(-\frac{E_{\rm k}}{k_{\rm B}T}\right)$$
(2)

と書ける. ここで, A_{ki} は自然放出係数, N_k は k 準位のポ ピュレーション密度, N_s は粒子 s の密度, g_k は k 準位の統 計重率, $Z_s(T)$ は粒子 s の状態和(温度 T の関数), E_k は k 準位のエネルギー, k_B はボルツマン定数である. A_{ki} , g_k , $Z_s(T)$, E_k などの必要な原子分光データは, ほとんど の原子の場合, NIST のデータベース[11]で入手すること ができる.

式(2)において,密度 N_s の代わりに粒子sの組成比 $c_s = N_s/N_t$ (N_t は全粒子種の密度)を用いると,実際に計測 される発光強度 I_{ti}^m は式(2)より,

$$I_{\rm ki}^{\rm m} = Fc_{\rm s}A_{\rm ki}\frac{g_{\rm k}}{Z_{\rm s}(T)} \exp\left(-\frac{E_{\rm k}}{k_{\rm B}T}\right)$$
(3)

となる. F は N_t や観測体積などを含むパラメータで, 個々の要素を個別に決定する必要はなく, 後述のように F として値が決定される.

式(3)を変形し、対数をとると、

$$\ln\left(\frac{I_{\rm ki}^{\rm m}}{g_{\rm k}A_{\rm ki}}\right) = \ln\left(\frac{Fc_{\rm s}}{Z_{\rm s}(T)}\right) + \left(-\frac{E_{\rm k}}{k_{\rm B}T}\right) \tag{4}$$

となり, $y = a_s + bE_k$ の形で表すことができ,各粒子のボル ツマンプロットからT(傾きbの逆数)と切片 a_s が決定される.定義から,

$$c_{\rm s} = \frac{Z_{\rm s}(T)}{F} \exp \left(a_{\rm s}\right) \tag{5}$$

であり、全粒子種の組成比の和は1であるから、

$$\sum_{s} c_{s} = \frac{1}{F} \sum_{s} Z_{s}(T) \exp(a_{s}) = 1$$
(6)

となり, $Z_s(T)$ と a_s は既知であるのでF が求められる. F が決定されれば,式(5)から c_s を導出することができる.

参考文献[9,10]などでは、中性原子と一価のイオンを別 の粒子と考え、その和をある元素の割合としているが、筆 者の経験上、中性原子のみを考慮して導出した組成比で も、他の手法で得られた組成比と良い一致を示す.

次に、CF-LIBS を用いた実際の計測例[12]を紹介す る.使用したレーザーは、QスイッチNd:YAGレーザーで、 $\lambda_L = 1064 \text{ nm}, \Delta t_L \sim 5 \text{ ns}, E_L = 115 \text{ mJ}$ である.試料は W-Reの合金で、レニウム(Re)の割合(c_{Re})はEDX(エネル ギー分散型X線分析)による分析から $c_{\text{Re}} \sim 3.3 \text{ at}%$ である. Re は中性子照射によるWの核変換の主要な生成物であり



図3 レーザー誘起 W-3.3%Re プラズマから得られた WIと ReI のボルツマンプロット (参考文献[12]の図6を引用). *P*_{Ar} = 0.3 Torr.

[13], W 中の Re の割合をその場計測することが可能にな れば,中性子照射による W の損傷程度や中性子照射量を見 積もることができると期待される.

図3に周辺アルゴンガス圧 P_{Ar} =0.3 Torrでのレーザー誘 起 W-3.3%Re プラズマから得られた WIと ReIのボルツマ ンプロットを示す.純Reプラズマでは,波長350nmから 1000 nm の範囲で21個の発光線を同定しボルツマンプロッ トを作成することができたが、W-3.3%Re プラズマの場合 には、上記の波長範囲で最も発光強度の強い Re I 488.9 nm 線のみが利用可能であることがわかった[12]. そのため, 温度は WIのボルツマンプロット(使用された発光線は参 考文献[14]を参照)から得た値をReIに適用した.ま た、ReIの原子分光データはNIST[11]には掲載されていな いので,別のデータベース[15]を使用した. CF-LIBS で得 られた c_{Re} の P_{Ar} 依存性を図 4 に示す. P_{Ar} <10 Torr では EDX 分析と良い一致を得ることができたが、 $P_{Ar} \ge 10$ Torr では、ReI 488.9 nm と同じ波長の Ar II 488.9 nm 発光線の 影響が無視できなくなり、cRe が正確に計測できなくなっ ているので注意が必要である.

2.4 ガスリテンション計測

核融合炉内のトリチウム(T)リテンション量の正確な 評価は安全性の観点から非常に重要であり、LIBSを用い た材料中の水素同位体リテンション計測に関する研究が行 われているので紹介する.

オランダの DIFFER では、直線型の Pilot-PSI 装置に LIBS システムを設置している. Mo 基板上の厚さ 2 μ m の W層及び W とイットリウム (Y)の混合層に、ネオン (Ne) を含む重水素 (D) プラズマを照射した後、Nd:YAG レー ザーを使って試料のその場計測を行っている[16]. 充分な D_a の信号強度を得るために、 $P_{Ar} = 0.9$ Torr で計測を行い、 定性的に二次イオン質量分析法 (SIMS: secondary ion mass spectrometry) と一致する結果を得ている.



図4 W-3.3%Re 合金の CF-LIBS 解析結果(参考文献[12]の図7 を引用). c_{Re} が P_{Ar} に対してプロットされ, P_{Ar} < 10 Torr で EDX 分析と良い一致を示す.

イタリアの ENEA では, Mo 基板上に厚さ 1.5-1.8 μ m の 79%W-19%Al-2%D の混合堆積層 (アルミニウム Al はベ リリウム Be の代わり)を作成し, Nd:YAG レーザーを使っ た DP-LIBS により解析を行っている[17]. ここでは, ア ルゴンガス等を入射することなく, $P \sim 4 \times 10^{-5}$ Torr の低 ガス圧下で実験を行っている.そのため,信号強度は弱く なっている.それでも,SP-LIBSと比較して,DP-LIBS でより高い信号強度が得られている.さらに,CF-LIBS により約 1.5% という Dの割合を導出しており,SIMS で得 られた値(約2%)と良く一致する.

次に、ヘリウム (He) の計測に関して述べる. He は D-T 核融合反応により生成され、核融合反応が起きているプラ ズマには常に存在する不純物である. そして W を He 含有 プラズマに照射すると、表面近傍に高密度の He バブル層 (厚さ20-30 nm 程度)が形成され、W中の水素同位体リテ ンションが大きく低減されることがわかっている[18]. こ のように、He はプラズマ - 壁相互作用に大きな影響を与 える.

我々のグループでは、Qスイッチ Nd:YAG レーザー ($\lambda_L = 1064 \text{ nm}, \Delta t_L \sim 5 \text{ ns}, E_L = 230 \text{ mJ}$)を用いて、He プラズマに照射されたW試料のSP-LIBS分析 ($P_{Ar} = 1 \text{ Torr}$)を行い、He I 587.5 nm 発光線の検出に成功 した[19].深さ分布計測を行うと、WやArの発光線の強 度は1ショット目から3ショット目まで変化はなかった が、He I 発光線は1ショット目のみで観測された.これは、 前述のようにHe バブル層が表面近傍(20-30 nm)に局在 していることと対応する.また、CF-LIBSによりW中のHe の割合の導出を試みたが、上手くいかなかった.これは、 観測したHe 発光線の励起エネルギー(約23.1 eV)が高く、 LTE 状態にないためであると推測される.その後、W中の He リテンション量に対する校正曲線が作成可能であるこ とを実験的に明らかにしている.

2.5 まとめ

以上,簡単ではあるが,核融合炉でのプラズマ対向材料 表面のその場計測に向けた LIBS の研究開発の現状を述べ た.この分野では,特にヨーロッパと中国において研究が 活発に行われており,実験室だけでなく,イタリアの FTU トカマク [20] や中国のEASTトカマク [21] において実際 にLIBS計測が行われている.日本においても,将来の核融 合炉での LIBS の使用を見据え,またプラズマ-壁相互作 用研究をさらに進展させるためにも,既存の閉じ込め装置 への LIBS システムの早期の導入が期待される.

謝 辞

ここで紹介した研究の一部は、U.S. Department of Energy Grant No. DE-FG02-07ER54912及び核融合科学研究所 LHD 計画共同研究 NIFS14KOBF027の支援により行われた.

参考文献

- [1] A.W. Miziolek *et al., Laser-Induced Breakdown Spectroscopy* (*LIBS*) (Cambridge University Press, Cambridge, 2006).
- [2] R. Noll, *Laser-Induced Breakdown Spectroscopy* (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2012).
- [3] D.A. Cremers and L.J. Radziemski, Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy, Second Edition (John Wiley & Sons, Ltd, West Sussex, 2013).
- [4] D.W. Hahn and N. Omenetto, Appl. Spectroscopy 64, 335 A (2010).
- [5] D.W. Hahn and N. Omenetto, Appl. Spectroscopy 66, 347 (2012).
- [6] V. Philipps et al., Nucl. Fusion 53, 093002 (2013).
- [7] S. Almaviva et al., Fus. Eng. Des. 96-97, 848 (2015).
- [8] D. Nishijima *et al.*, Spectrochimica Acta Part B 124, 82 (2016).
- [9] A. Ciucci et al., Applied Spectroscopy 53, 960 (1999).
- [10] E. Tognoni et al., Spectrochimica Acta Part B 65, 1 (2010).
- [11] A. Kramida *et al.*, and NIST ASD Team (2016). NIST Atomic Spectra Database (version 5.4), [Online]. Available: http://physics.nist.gov/asd [Wed Jun 14 2017]. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD.
- [12] D. Nishijima *et al., submitted to* Spectrochimica Acta Part B (2017).
- [13] M.R. Gilbert and J.-Ch. Sublet, Nucl. Fusion 51, 043005 (2011).
- [14] D. Nishijima and R.P. Doerner, J. Phys. D: Appl. Phys. 48, 325201 (2015).
- [15] 1995 Atomic Line Data (R.L. Kurucz and B. Bell) Kurucz CD-ROM No. 23. Cambridge, Mass.: Smithsonian Astrophysical Observatory. https://www.cfa.harvard.edu/ amp/ampdata/kurucz23/sekur.html
- [16] K. Piip et al., J. Nucl. Mater. 489, 129 (2017).
- [17] S. Almaviva *et al.*, Phys. Scr. T167, 014043 (2016).
- [18] M. Miyamoto et al., Nucl. Fusion 49, 065035 (2009).
- [19] D. Nishijima et al., Phys. Scr. T167, 014032 (2016).
- [20] G. Pucella et al., Nucl. Fusion 55, 104005 (2015).
- [21] P. Liu et al., Fus. Eng. Des. 118, 98 (2017).

• 小特集 プラズマ対向材料表面のその場診断

3. レーザー超音波法によるその場診断

3. Laser Ultrasonics as a Method for In-Situ Material Monitoring Diagnostic

LEE Heun Tae, 安藤颯介 LEE Heun Tae and ANDO Sosuke 大阪大学大学院工学研究科 (原稿受付:2017年8月24日)

磁場閉じ込め核融合装置において、プラズマ対向材料のその場計測システムが運用されれば、運転中のコン ポーネントの状態を把握でき、その場で対策を取ることでコンポーネントの損傷を抑えることが可能となる. レーザー超音波法は非破壊、非接触方式であり、この要求を満たす可能性を持つ. 高温環境下でのその場診断へ の導入をめざし、核融合炉に使用されるタングステン材料の特性評価のために、レイリー波による W モノブロッ ク表面亀裂、先進タングステン繊維複合材料の機械特性について評価を行った.

Keywords:

laser, ultrasonics, tungsten, mechanical properties, non-destructive testing

3.1 はじめに

磁場閉じ込め核融合装置において、ダイバータの主な機 能はプラズマの純度を保った状態でパワーを排出すること である.よって、ダイバータプラズマ対向機器(コンポー ネント)は、極端な繰り返し熱負荷環境下で使用される. ITER では、タングステン(W)ダイバータコンポーネント は10 MW/m² で5000サイクル,20 MW/m²で300サイクル の負荷に耐えなければならない[1]. 高熱負荷テストの結 果では、このような高負荷によって W コンポーネントの再 結晶化や亀裂の形成を引き起こすことが示されている[2]. ITER では10⁵パルス後における W コンポーネントの深さ 2mm までの再結晶化や深さ1mm までの亀裂進展が見込 まれている[3]. 再結晶化は材料強度の低下を引き起こし, 亀裂のエッジは溶融されやすくなる.これまでの研究では ミクロ構造の変化や亀裂形成は、高熱フラックス試験後に 行われる W コンポーネントの破壊検査によって決定づけ られてきた.これは高コストであるとともに、時間や労力 を要する方法である.一方,ミクロ構造の発展や亀裂形成 のその場、非破壊、リアルタイム計測は、コンポーネント 試験を迅速に行うと同時に、必要とされる時間依存データ を提供することができ、これは結晶粒や亀裂成長に関する 各種動力学モデルのベンチマークデータ取得にも有用であ る. 実際の装置内においてもこのような計測システムが運 用されれば、運転中のコンポーネントの状態を把握でき、 その場で対策を取ることでコンポーネントの損傷を抑える ことが可能となる.

レーザー超音波法[4,5]はこの要求を満たす可能性を持つ.これは放射線,高温環境においては理想的である非破壊,非接触方式であり,通常の超音波法と異なりレーザー

は材料中の超音波の発生と検出双方に使用される.反射波 の到達時間から波速度が求められ,これから結晶構造と密 度の情報が得られる.また,パルス信号強度の減衰は結晶 粒界における波動散乱に依存するため,これにより結晶粒 の体積またはサイズの情報を得ることができる.そして, 表面破壊による亀裂は表面波とその反射,透過特性を利用 して特徴づけられる.この方式は基礎研究[6]および産業 界[7]において,鉄鋼製品の冶金過程制御や[8],航空宇宙 材料の特性評価[9]に利用されている.レーザーの使用に より,容易な計測の自動化やデータ解析とともに高速ス キャンと高スループットが可能になる.

更に、タングステン固有の脆性を克服するため、いくつ かの先進タングステン合金[10]とタングステン複合材料 [11]が開発されてきている.通常、新規材料の各種材料試 験にはそれぞれに特有の試料形状などが規定されている が、これら先進材料は量産化されていないため、材料試験 の効率が劣る.レーザー超音波は試験材料の形状が限定さ れないため、金属や合金の製造パラメータを見積ることに 用いられてきており[12]、先進タングステン材料の開発に とっても理想的な方法になりうると言える.

これまで我々は,高温環境下でのその場診断への導入を めざし,レーザー超音波法による各材料状態に対するデー タベースの構築に取り組んできた.次節からは,レーザー 超音波をタングステンコンポーネントやタングステン材料 の特性評価に応用するための我々の最新の成果を紹介す る.まず,レーザー超音波測定法に関する簡潔な解説を示 す.次に,レイリー波によるWモノブロック表面亀裂の評 価について述べ,先進タングステン繊維複合材料の機械特 性について示す.最後に,将来の展望と今後の課題で締め

Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita, OSAKA 565-0871, Japan

author's e-mail: heunlee@eei.eng.osaka-u.ac.jp

くくる.

3.2 レーザー超音波法の原理

この方法は、パルスレーザーで材料に超音波を発生さ せ、干渉計と接続された2つ目のレーザーにより波を検出 する方法である.これは非破壊,非接触である性質上,広 い温度範囲にわたって同一の試料で測定ができる.パルス レーザーの強度が低いとき,照射部分が熱膨張することに よって照射表面に垂直成分と水平成分の熱応力が発生す る.このような領域を熱弾性モードという.一方でレー ザーの強度が材料のアブレーション閾値を超えた場合、照 射部分がアブレーションを起こすことで垂直成分の応力が 発生する. このような領域をアブレーションモードとい う.この節では、レーザーを金属に照射した際の熱弾性応 力の発生原理について述べる[4]. 簡単のため1次元のモ デルでレーザーが固体に照射する様子を説明する.まず半 無限平面 (z=0)の材料表面がレーザーの作用により温度 上昇する場合を考える. 簡略図を図1に示す. レーザー照 射により温度上昇 ðT(z,t) が生じ,初期応力,その他の物 理的制約がないと仮定すると,材料表面に対して深さ方向 に対する歪み ε₂₂ は式(1)で与えられる.

$$\varepsilon_{zz} = \frac{\partial u(z,t)}{\partial z} = \alpha \delta T(z,t) \tag{1}$$

ここでu は微小変位のz成分, α は線熱膨張係数を表す.また、1次元モデルであるため表面に対して水平方向の歪み は発生しないものとする.つまり、 $\varepsilon_{xi} = \varepsilon_{yi} = 0$ であり表面 に対して縦波(L波: Longitudinal wave)が波面を垂直方 向にして伝搬する.横波(S波: Shear wave)はこの場合 発生しない.

次に,局所的にレーザーにより加熱した場合を考える. 簡略図を図2に示す.

この場合は照射部以外に応力が影響し,応力-歪みの関係は以下の式(2)のように示される.

$$\sigma_{zz} = (\lambda + 2\mu) \varepsilon_{zz} - 3B\alpha \delta T \tag{2}$$

ここで, $B = \lambda + \frac{2}{3}\mu$ は弾性体の体積弾性率, $\lambda \ge \mu$ はラメ 定数を表す.また,運動方程式は式(3)で示される.



$$\rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = (\lambda + 2\mu) \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} - 3\mathbf{B}\alpha \frac{\partial T}{\partial z}$$
(3)

ここでは、表面に対して垂直方向への外部制約を考えな いため応力は $\sigma_{zz} = 0$ (z = 0) である.しかし、z = 0 での表 面に対して垂直方向の熱弾性応力は発生し、その応力によ る歪みは熱応力運動方程式を解くと式(4)のように求めら れる.

$$\varepsilon_{zz(z=0)} = \frac{3Ba\partial T}{\lambda + 2\mu} \tag{4}$$

よって、その応力による表面隆起は式(5)で示される.

$$u = \frac{3B\alpha}{\lambda + 2\mu} \delta z \delta T \tag{5}$$

ここで、 δz は温度上昇があった深さのことを表しており、図2の場合定数を仮定する.温度上昇は付与されたエネルギー密度 $\delta e = \delta E/A$ に関係し、式(6)の様に表される.

$$\delta T = \frac{\delta e}{\rho C \delta z} \tag{6}$$

ここで, *ρ* は密度, *C* は比熱容量を表す. したがって, 式 (5)に上式と 3**B** = 3λ+2μ を代入すると以下の式(7)が得 られる.

$$u = \left(\frac{3\lambda + 2\mu}{\lambda + 2\mu}\right) \left(\frac{\alpha}{\rho C}\right) \delta e$$
$$= 2 \left(\frac{\alpha}{\rho C}\right) \delta e \tag{7}$$

このように材料表面から表面に対して垂直な方向に熱応 力が発生するため、同方向にひずみが生じ、材料内部を弾 性波である縦波と横波が伝搬する.実際には、レーザー径 が超音波伝播経路より十分小さい場合、3次元モデルが必 要になることに注意する[13].

単パルスレーザーで弾性波励起した弾性波は、レーザー 干渉計を用いて検出される.本研究では、レーザドップラ 振動計[14]を用いて実験を行った.振動計は、表面変位と 速度をそれぞれ±75 nm と±3 m/s の範囲で測定可能であ る.変位および速度の値はドップラーシフトの位相及び周



波数変調により測定される.実験の測定例を図3に示し, その計測波形データを図4に示す.

試料厚さの間を伝播する弾性波の到達時間差から弾性波 速度を決定する. 試料の厚さはマイクロメーターで測定可 能である. 図4は熱弾性モードに対応しており,照射した レーザーによってアブレーションが起こっていない. この 場合,縦弾性波(L波)の到達が負のパルスとして観測され る. 正と負のパルスは,振動計ヘッドに対して近づいたり, 遠ざかったりする動きを意味している. 負のパルスは体積 膨張を表しこれは振動源での表面境界条件による震央の位 置関係で起こりうるよく知られている現象である[4]. 横 弾性波(S波)の到達は正のパルスとして観測される.

3.3 Wモノブロック表面亀裂に対する検査

近年の高熱流束試験によると,EUが供給するタングス テン部材に対して 20 MW/m²の繰り返しの熱負荷によっ て,頻繁にモノブロック中央に大きな亀裂が発生すること が明らかとなった.亀裂の断面観察によって,負荷面から 亀裂が広がっていることがわかった.これは,Wのような 脆性材料では特に亀裂が成長しやすく,亀裂を早期に検出 することが重要であることを示している.また,亀裂成長 モデルを評価するためには,繰り返しのパルス熱負荷によ る亀裂の深さを知ることが必要である.そのため,高熱流 束試験でリアルタイムの亀裂検出及び亀裂深さの評価を行 う非破壊試験が必要となる.

本研究では、レーザー超音波法を用いて表面破壊亀裂を 検出し、マクロクラックの存在するWモノブロックの亀裂 深さを評価した.実験ではモノブロック表面において表面 レイリー波を励起した.レイリー波は表面弾性波の一種で あり、進行方向に水平方向(縦波)と垂直方向(横波)の 変位がある.一般に波長と同じ深さまでの範囲に90%以上 のエネルギーが集中するので、レイリー波の波動エネル ギーの深さ分布はその波長によって変化する.まず、レイ



図4 熱弾性モードの変位の時間変化の典型的な測定波形デー タ.

リー波の反射波を観測することで亀裂の有無が確認でき る. また, 伝搬しているレイリー波の周波数依存性を見る ことによって表面の構造を知ることができる. 材料表面に 亀裂が存在する場合,高周波の波は亀裂部分において反射 するが、低周波の波は透過する. そのため亀裂において反 射したレイリー波を観測することで、亀裂の深さを測定す ることができる.実験では、亀裂の深さと反射波の関係を 得るために深さの異なるスリットが入った6つの W 試料 に対して,パルスレーザーを照射し,振動計で変位を計測 した. 図5にあるようにパルスレーザーと振動計の間の距 離を1mm, 振動計とスリットの間の距離を1mmとしてス リットにおいて反射するレイリー波を比較した.このと き、計測したレイリー波の第一波(R)と反射したレイリー 波(RR)による変位の計測結果を図6(a)に示した.一般 に均質媒質中で弾性レイリー波の速度は、縦弾性波速度の 半分程度であり、Wの縦弾性波速度は 5000 m/s 程度であ る.よってW表面で1mmの距離をレイリー波が伝播する 時間は 0.4 µs 程度である. また熱弾性モードでは, 照射部 から表面外側方向に応力が発生するとともに中心が隆起す るため、伝搬するレイリー波は下方向のパルスとなる. 図6(a)の反射レイリー波を見るとスリットが深くなるほ ど、パルス幅が大きくなり低周波成分を多く含んでいるこ とがわかる.このように反射したレイリー波のパルスにつ いて1usの幅で切り取り、FFTにより得た振幅の周波数特 性のグラフを図6(b)に示した.波形を切り取るためにハ ミング窓関数を用いた. また比較のためスリット深さ 0.4 mm におけるレイリー波の第一波について同様にして 周波数特性を示した. 第一波の周波数特性を見るとパルス レーザーによって約7 MHz 以下までの広帯域の周波数の レイリー波が励起されていることがわかる.一方で反射波 は約2.5 MHz 以下において1mm 以下のスリットではス リットが浅くなるほど振幅が小さくなっており、スリット の深さによって低周波の波の反射率が変化していることが



図5 実験装置の概略図. パルス幅 10 ns の Nd:YAG レーザーを シリンドリカルレンズを用いて線状に集光して試料に照射 し、レーザー振動計で表面変位を計測する. フォトディテ クターは、変位計測のトリガー信号として用い、ショート パスミラーの位置変えることで2つのレーザーの位置を調 整する. 試料を固定するステージは X, Y, Z の3方向と2 回転方向の調節ができ、レーザー照射位置と入射角度を調 整するために用いている.



図6 (a)レーザー超音波により0.4~6 mmの異なる深さのス リットを持ったW標準試料に伝播させたレイリー波(R)と スリットでの反射波(RR),バルク中を伝播し,レーザー 照射裏面で反射した縦弾性波(L)による変位の計測結果. (b)それぞれの深さのスリットで反射したレイリー波の振 幅の周波数特性(点線).比較のために0.4 mmのスリット における入射レイリー波の振幅の周波数特性を実線で表示 している.(c)スリット深さに対するレイリー波の反射率 の計算結果.1 mm以下のスリット深さのプロットに対し て線形近似を行い点線で示している.

わかった.次にこのグラフにおいて 15 MHz 以下の第一波 の振幅の面積 S_R と反射波の振幅の面積 S_{RR} を計算し,反射 率 R を以下の式(8)で定義し,スリットの深さに対する反 射率を図 6 (c)に示した.

$$R\left[\%\right] \equiv S_{\rm RR}/S_{\rm R} \times 100\tag{8}$$

次に亀裂の入った W モノブロックと亀裂の入っていな いWモノブロックの2つの試験片に対して、スリット実験 と同様にして、 亀裂形状の測定を試みた. 亀裂に沿った方 向(冷却管方向)に1-9mm まで1mm 間隔でスキャンし て測定を行った.測定波形を横軸を時間,縦軸を亀裂方向 のスキャン位置として振動計で測定した変位を2次元カ ラーマップに表示したグラフを図7(a)(亀裂なし)と(b) (亀裂あり) に示した. このグラフにおいて約 0.5 µs に負パ ルス(黒色)で観測されたレイリー波の第1波の最大振幅 を-1として全ての変位データを規格化している.7.5 µs に存在する負方向のパルスは、試料端で反射して観測され た反射波であり、スキャン位置にかかわらず一様に存在し ている.また亀裂ありの試験片でのみ6µs付近にパルス波 形がみられ、これが亀裂で反射した波である.この波形を 見るとスキャン位置によって波形が異なり、1-6mm 程度 ではピークが大きいのに対して、7-9mm では大きなピー クはあまり見られない. これは深さなどの亀裂形状による 影響であると考えられ、スキャン開始位置の側の側面から 見える亀裂は冷却管まで到達しているのに対し、終了位置 の側面の亀裂深さは3mm 程度であることから, 亀裂深さ が深いほど振幅が大きくなっていることが推測できる. さ らにこのグラフにおいて、反射波部分を1µsで切り取りハ ミング窓を用いて FFT を行った. 亀裂がある試験片では、



図7 (a) 亀裂の発生していない W モノブロックと(b) 亀裂を有 する W モノブロックに対して、伝播するレイリー波(R)と 亀裂で反射したレイリー波(RRc)、試料端で反射したレイ リー波(RRe)による表面変位の2Dカラーマップ、縦軸は 測定した冷却間方向の位置であり、カラーマップはレイ リー波の第1波によるパルスのピークを-1で規格化して 表示している。

反射波のパルスピークが大きい3~5 mm の位置において のみ1-1.5 MHzの波の振幅が存在する.一方でその部分で は、0.5 MHz 以下の波の振幅が小さくなっており、周波数 がシフトしていることがわかる.これは、完全に閉じてい る亀裂でレイリー波が反射する場合、入射方向の振動と反 射方向の振動で、亀裂面同士の相互作用の働き方が異なる ため、反射波に高調波が含まれることが原因であると考え られる.また亀裂の面で反射する波と先端で反射する波の 周波数が異なることによるものである可能性もある.

3.4 タングステン繊維強化タングステン[15]

応用工学の分野において、部材の設計と解析を可能にす るためには、材料の機械的特性を特徴づけることが必要と なる.一般に、均質等方性材料に対して、複合材料の機械 的特性を統一的に記述することは容易ではない.構造材と して適用するために、複合材の有効性を評価する際に最も よく特徴づけられる特性は引張強さである. 核融合研究に おいて、最も高い粒子負荷と熱負荷を受けるダイバータ領 域でのタングステン(W)プラズマ対向材に代わる材料とし てタングステン繊維強化タングステン (W_f/W) が開発され ている[11]. W_f/W の熱処理能力を評価するためには,熱 機械特性を知ることが必要となる.具体的には,弾性定数 とその温度依存性は熱応力に影響を及ぼすため、部品設計 においてこれらの値が必要となる. 複合材では, 熱機械特 性は幾何学的形状に大きく依存し, 密度の違いなどといっ た製造過程の影響を大きく受ける.結果として,実験室段 階での試料の機械試験は誤った部材性能の評価をもたらす 可能性がある、そこで、部品の幾何的形状に近い形で複合 材料の試験を行うことが重要となる.したがって、W_f/W のような先進材料の機械的特性を非破壊かつ高温領域で、 実験室規模から部品サイズのスケールまで適用でき、高い 空間分解能と時間分解能をもち、低コストで拡張可能な方 法を用いて特徴付ける必要がある.

本実験では、以下の4つの異なる試料を用いた.(1)純 W 試料(焼結温度1800℃, 圧力 50 MPa),(2)純W(焼結 温度2000℃, 圧力 60 MPa),(3)繊維-母材間に厚さ1µm の酸化イットリウム(Y₂O₃)で処理をしたマルチファイ バーW_f/Wコンポジット試料,(4)繊維-母材間のインター

フェイスに厚さ 2.5 μm の酸化イットリウム (Y₂O₃)で処理 をしたマルチファイバー W_t/W コンポジット試料.ファイ バーの体積分率は約30%で、顕微鏡で観察するとランダム な方向にファイバーが配置されている. 4つの試料 (SPS W) はユーリヒ総合研究機構で放電プラズマ焼結法 (Spark Plasma Sintering, SPS) で作成された. この作成プ ロセスの詳細については Ref[16]を参照されたい. 全ての 試料は,厚さが5mm程度でΦ20mm半円板状で理論的密 度の約95%である. 試料の平均密度はアルキメデス法を用 いて測定した.比較のために、日本のALMT 社製の Φ 20 mm 円板状, 99.99% 純度多結晶 W 試料 (Ref W) も使 用した. 試料の厚さは、デジタルマイクロメータを用いて 25℃で測定した値を使用し、その誤差は 0.0005 mm であ る.SPSW 試料は研磨されておらず,厚さのばらつきは測 定器の誤差より1-2桁大きい.図8では測定したS波速 度とL波速度の関係をプロットしている.

Ref-Wにおいて, L波とS波速度はそれぞれ5227±5m/s と2870±12m/sである.この値は文献値[17]と非常によく 一致する.Ref-Wのエラーバーは測定と解析における誤差 を意味する.一方でSPS純W試料の弾性波速度は系統的に 遅い値となっている.4つのSPS-W試料のエラーバーは9 回の測定点の標準偏差を意味する.この大きなエラーバー からSPS-W試料の非均質性が測定と解析に起因する誤差 にたいして非常に大きいということがわかる.図8におい て黒点線で示したように,L波速度とS波速度には線形相 関がある.一般に,音波の速度は弾性率の平方根と密度の 逆数に比例する.これは,密度が大きくなると音波の速度 が低下することを意味している.しかし実際には,本研究 や他の多くの研究においてこれと異なる結果が得られてい る.これは,弾性率は密度に比較的強く依存し,弾性率が 大きくなることで音波速度が速くなるためである.

本実験では試料の種類が限られているが,弾性波速度測 定において密度や空孔率の影響を完全に考慮するために は、さらに多くのデータが必要である.また、W_t/W 複合材 の平均弾性波速度は純 W と非常に近い値を示しているが、 その標準偏差は純 W よりも大きい.Y₂O₃ インターフェイ



図8 すべての材料について縦弾性波速度に対する横弾性波速度 のプロット. Ref-W のエラーバーは、測定と解析の誤差を 表している.その他の試料のエラーバーは標準偏差を表し ている.差し込み図には、顕微鏡で観察した複合材料にお ける2つの異なる厚さの酸化イットリウムコーティングの 違いを示している.写真の黒い部分がイットリウムコー ディングである. スの厚さが 2.5 μ m の複合材の方が厚さが 1 μ m のものと比 べて弾性波速度は全体的に速くなっている. 図 8 中に顕微 鏡で観察した 2 つの厚さのコーティングの様子を示した. このように、1 μ m厚さのインターフェイスの方が均一性が なく、母材部分と繊維部分の接着がうまくいっていないこ とが速度が減少した一つの要因であると考えられる.一方 で Y₂O₃ の弾性波速度はタングステンよりも速い(L 波は 6931 ± 65 m/s と S 波は 3712 ± 49 m/s[18])という事実か ら、インターフェイスの Y₂O₃ 中では弾性波速度の低下は おこらないと考えられる.

粉末冶金で作成された材料では,弾性率は密度や多孔質 構造,マイクロクラック,残留応力,異方性,粒界の状態, 原子間距離,不純物濃度といった様々な要因に依存する. 古典弾性論から,等方均質材料では2つの独立な弾性定数 が存在する.したがって、もし密度 ρ がわかっていれば縦 弾性波と横弾性波から関係式を用いて、5種類全ての弾性 率が求まる(体積弾性率,剛性率,ヤング率,ポアソン比, ラメ定数等).簡単のため、W_f/W 複合材を近似的に等方性 材料として考えて上述の式を用いて弾性率を計算した. こ れは Y₂O₃ の弾性波速度は W よりも速く, 大きな遅れは発 生しないという予測に基づいている.繊維部分での減衰, 分散,ガイド波などの異方性媒質における弾性波伝播の複 雑な影響を考慮する必要があることは明らかであるため, 今後の研究での検討が期待される.異方性材料での弾性波 伝播の定量的な記述は本論文の範囲外である。したがって 計算された値は近似的なものではあるが,結果から定性的 な一般化ができる.結果から,弾性率は一般に, Ref-Wの 約80-90%の値であることがわかる.

3.5 **今後の展望**

本章では磁場閉じ込め核融合装置において,プラズマ対 向材料のその場診断への導入をめざし,レーザー超音波法 による各材料状態に対するデータベースの構築のうち,熱 負荷による効果の例をいくつか紹介した.タングステンは 本質的に脆弱な材料であるが,核融合炉では水素同位体, ヘリウム,そして中性子といった粒子種に晒される.これ ら3種類の粒子はタングステンのような金属の脆性を増加 させることで知られている.このような影響は核融合炉の 安全運転の可能性を狭めてしまう.次のステップとして, 粒子および熱負荷双方でタングステン材料の応答を評価す る必要がある.また,将来的には実際のトカマク及びリニ アプラズマ装置内におけるレーザー超音波法の計測システ ムの運用を目標としている.

謝 辞

ここで紹介した研究の一部は, JSPS 科研費 JP26820397, および京都大学エネルギー理工学研究所共同研究 ZE28A 18, ZE29A16 の支援により行いました.

参 考 文 献

- [1] T. Hirai et al., Nucl. Mater. Energy 9, 616 (2016).
- [2] S. Panayotis et al., Nucl. Mater. Energy, in press (2016).

- [3] G. De Temmerman (private communications).
- [4] C.B. Scruby, and L.E. Drain, *Laser Ultrasonics: techniques and applications*, IOP publishing (1990).
- [5] 荻博次:金属 76,671 (2006).
- [6] Y. Sugawara et al., Phys. Rev. Lett. 88, 185504 (2002).
- [7] 落合 誠:東芝レビュー 61,44 (2006).
- [8] M. Militzer et al., Materials Science Forum, 753, 25 (2013).
- [9] M. Choquet *et al.*, Rev. Progress Quantitative Nondestructive Evaluation 14A, 545 (1995).
- [10] H. Kurishita et al., J. Nucl. Mater. 377, 34 (2008).

- [11] J.W. Coenen et al., Fusion Eng. Des., in press (2016).
- [12] M. Sano et al., Procedia Engineering 81, 1414 (2014).
- [13] J.D. Aussel et al., Ultrasonics, 26, 245 (1988).
- [14] http://www.polytec.com/jp
- [15] H.T. Lee et al., Physica Scripta T170, 014024 (2017).
- [16] Y. Mao et al., Physica Scripta T170, 014005 (2017).
- [17] R. Lowrie and M. Gonas, J. Appl. Phys. 38, 4505 (1967).
- [18] O. Yeheskel and O. Tevet, J. Am. Ceram. Soc. 82, 136 (1999).

• 小特集 プラズマ対向材料表面のその場診断

4. 色分析による堆積層膜厚のその場診断

4. Evaluation of Deposition Layer Thickness by Color Analysis

本島 厳 MOTOJIMA Gen 核融合科学研究所 (原稿受付:2017年8月20日)

プラズマ - 壁相互作用によりプラズマ対向壁上に形成される堆積層は、粒子吸蔵に重要な役割を担っている と考えられる.プラズマ対向壁の粒子吸蔵を理解するためには、堆積層が形成される場所および量を広範囲で同 定することが重要になってくる.そこで、本章では、堆積層の膜厚をプラズマ対向壁の広範囲にわたり評価可能 なカラーアナライザーを使った色分析手法を紹介する.

Keywords:

color analyzer, reflection coefficient, deposition layer, wall retention

4.1 はじめに

磁場閉じ込め核融合実験装置において燃料粒子制御を行 うためには、プラズマ対向壁の粒子吸蔵は重要な課題であ る. 核融合科学研究所の大型ヘリカル装置(LHD)で は、イオンサイクロトロン加熱と電子サイクロトロン加熱 による総加熱パワー1.2 MW,48分間の長時間ヘリウム放 電において、グローバルな粒子バランス解析が行われ、燃 料粒子の動的な壁粒子吸蔵特性が見出されている[1].ま た,この動的な壁粒子吸蔵特性は、プラズマ対向壁である ダイバータ板(炭素)と第一壁(ステンレス鋼)それぞれ の粒子吸蔵に対する温度依存性から説明可能であることが わかってきた[2-4]. この放電では、燃料粒子の60%が壁 に吸蔵されており, 試料解析によると吸蔵量は炭素を主成 分とする堆積層の膜厚に対し、線形に増加していることが 示された[4]. すなわち、堆積層が粒子吸蔵に重要な役割 を担っていると考えられ、壁の粒子吸蔵を理解するために は、堆積層が真空容器の「どこに」に「どれだけ」分布し ているのか広範囲で同定することが重要になってくる. 堆 積層の膜厚評価には,真空容器内部の長期設置試料が威力 を発揮するところであるが、試料の解析に時間を要するこ と、また、真空容器内には限られた枚数の試料しか設置で きないことを考えると、試料を用いてすべてのプラズマ対 向壁の堆積層の膜厚を評価することは現実的ではない. そ こで,新たに考案されたのが色分析である.これまで, TEXTOR-94 や ASDEX-U で 色分析が行われてきた [5, 6]. これらの装置では、堆積層の膜厚を評価するため に色の色相が測定された。測定には、TEXTOR-94では CCD カメラが用いられ, ASDEX-U では撮像カメラが用い られた.このように、カメラを使った堆積層の膜厚評価は

過去に報告事例はあるものの、測定領域が限定されるほ か,真空容器内の広範囲な領域まで拡張しにくいという問 題がある.また、金属のような光沢がある対象物を色分析 する場合,鏡面反射による反射光が強くなるため,セン サーの位置によっては鏡面反射の影響を強く受け、正確に 対象物の色分析を行うことができない場合もある. そこ で,本章では,広範囲な領域まで堆積層の膜厚を評価可能 なカラーアナライザーを使った色分析法を LHD に適用し た例を紹介する. 色分析から堆積層膜厚を評価するには, 図1に示すような4つの過程を経ている.過程1はカラー アナライザーによる色分析である.過程2では、色分析測 定が物理的意味において反射率測定と等価であることを示 し、過程3では、反射率と堆積層膜厚との関係が単層膜モ デルで説明可能であることを示す. 最後の過程4で, 得ら れた色分析結果から堆積層の膜厚を評価する.本章では, それぞれの過程に沿って説明する.

4.2 コンパクトカラーアナライザーについて

LHD の真空容器第一壁における広範囲な堆積層膜厚評 価には、常陸金属製のコンパクトカラーアナライザー(型



National Institute for Fusion Science, Toki, GIFU 509-5292, Japan

author's e-mail: motojima.gen@lhd.nifs.ac.jp

番:DM-1)を用いた[7].カラーアナライザーの写真を 図2 (a) に示す. このアナライザーの大きな特長として内 部にLEDの積分球を有していることが挙げられる.積分球 の内部構造を図2(b)に示す.LEDから発した光は拡散板 によって均質な標準光として対象物に入射される. その 後、対象物から反射された正反射光と拡散光を含んだ光を フォトダイオードセンサーが捉え,赤 (615 nm),緑 (540 nm), 青 (465 nm) に中心ピークを持つ, いわゆる R, G, B (Red, Green, Blue) の3つの特定の光の強度として 値を出力する. なお, このカラーアナライザーは R, G, B のほか、色相、彩度、明度も測定することができる. カラー アナライザーの仕様を表1に示す.カラーアナライザーは 軽量かつ小サイズで,ユーザーに使いやすい仕様になって いるため、プラズマ実験終了後に大気開放された真空容器 内へ持ち運ぶことが容易である.また,計測時間も3秒程 度で,短時間で多点計測が可能となっている. さらに,内 部メモリを有しているため、データの連続保存が可能で、 充電バッテリーを持っているため AC 電源が不要である.



図 2 (a)常陸金属製カラーアナライザー(型番:DM-1)と(b)積 分球の内部構造.

表1 カラーアナライザー DM-1の仕様.

| 計測データ | RGB (赤,緑,青) HSV (色相,彩度,明度) | | |
|--------|-------------------------------|--|--|
| 測定部直径 | Φ 8.1 mm | | |
| 積分球内径 | $\Phi47~\mathrm{mm}$ | | |
| 光源 | 白色 LED | | |
| RGB 階調 | $0 \sim 1023$ | | |
| 重量 | $\sim 160 \text{ g}$ | | |
| 計測時間 | 3秒 | | |
| 記録 | USB メモリ(内部装備) | | |

ここで、カラーアナライザーの精度を評価するために、あ らかじめR,G,B値がわかっている約400枚の色見本帳 (DIC カラーガイド第19版 PART1, 3) を用いて較正を 行った[8]. 較正結果の概要を以下に示す. R, G, B 値に はそれぞれオフセットが存在しており、その値はほぼ同様 である. また, R, G, B 値にはそれぞれ同様の感度特性を 有しており、値が大きい場合に感度が良く、値が小さい場 合に感度が悪い. ここで, R, G, B 値を平均した値を RGB 値と定義する. RGB 値が高いことは, 白色に近いことを示 しており、RGB 値が低いことは黒色に近いことを示してい る. すなわち, 色が白い場合に感度が良く, 黒い場合に感 度が悪いことになる.このことは、一般的に人間の眼と同 様で、白色よりは黒色の方が色の違いを見分けることが困 難だと言える. 堆積層評価の観点からは, RGB 値が低い領 域まで感度がある方が望ましく、今後、カラーアナライ ザーのさらなる開発が期待される.

4.3 実験結果

4.3.1 カラーアナライザーで測定した RGB 値と反射率の 等価性について

さて、ここでカラーアナライザーによって測定された RGB 値の物理的意味を考える.カラーアナライザーは4.2 節で述べたように、対象物の反射光の反射強度を、特定の 可視領域の波長を分光してRGB値で表したものであり,特 定の波長とはいえ対象物の反射率を反映していると考えら れる. そこで, LHD の真空容器内に取り付けられた長期設 置試料を用いて,反射率と RGB 値の相関を調べた.長期設 置試料はステンレス基板からなり、トロイダル1セクショ ンの第一壁上に、トーラス内側から外側まで様々な場所に 置かれ、1サイクル実験中プラズマに曝露されている(設 置位置は図6(b)を参照).実験終了後大気開放された後 に取り出したこれらの試料の光反射率スペクトルを分光エ リプソメーターによって評価した. 試料は同時に, RGB 値をカラーアナライザーによって測定した. 図3に RGB 値と反射率の関係を示す. なお,反射率は,光反射率スペ クトルから赤 (615 nm),緑 (540 nm),青 (465 nm)の各 波長の反射率を平均した値を用いた.参考までに,曝露さ



図 3 カラーアナライザーで測定された RGB 値と分光エリプソ メーターで測定された反射率との関係[9].

れていない試料についても同じグラフにプロットしてい る.反射率と RGB 値は線形の関係を示しており,カラーア ナライザーで測定した RGB 値は反射率を反映しているこ とがわかる.なお,測定対象の表面粗さも RGB 値に影響を 与える可能性が考えられるが,透過型電子顕微鏡 (TEM)観察による試料の断面を見ると表面粗さは100 nm 以下と可視光波長よりも低いので,表面粗さの影響は小さ いと考えられる.

4.3.2 TEM 断面観測による堆積層の膜厚評価

前節で、カラーアナライザーによって測定された RGB 値は反射率と等価であることが確認できたが、反射率から 堆積層の厚さを推定するためには、それらの関係を明らか にしておく必要がある.長期設置試料を集束イオンビーム (FIB) により断面を切り出し, TEM 観測して長期設置試 料の堆積層の膜厚を評価した.図4に各試料の TEM 画像 を示す.いくつかの試料では堆積層の界面を同定すること が困難なものがあるほか, FIB で切断する際の試料の表面 損傷を防ぐため, 試料表面にタングステンを蒸着してい る.2nmから1400 nmの間で様々な堆積層の膜厚が観測で きている. また, TEM 画像からは, 堆積層中の指向性を 持った構造や基板のブリスタリングなど興味深い特徴が見 られているが、本章では堆積層の膜厚にのみ触れることに する. 図5に TEM 画像から評価した膜厚とカラーアナラ イザーおよび分光エリプソメーターによる反射率の関係を 示す.

4.3.3 実験結果と単一層膜モデルとの関係性

堆積層の膜厚と反射率との関係を議論するため、ここで は単層膜モデルを考える.単層膜モデルでは、大気層、堆 積層、基板層という単純な3層モデルを仮定しており、反 射率*R*は下記のように表すことができる.

$$\phi = \frac{2\pi N_{\rm f} \, d \, \cos \theta}{\lambda},\tag{1}$$

$$r = \frac{r_0 + r_1 \exp(i2\phi)}{1 + r_1 r_0 \exp(i2\phi)},$$
(2)

$$R = |r^2| \tag{3}$$

ここで ϕ , λ , θ はそれぞれ, 位相差, 入射する光の波長 および光の入射角を示す. また, $N_{\rm f}$, d は堆積層の屈折率 と膜厚を示す. r は入射光に対する反射光の電場割合を表 し, r_0 , r_1 は大気層-堆積層境界, 堆積層-基板層境界にお



図4 長期設置試料の TEM 断面画像[9].

けるフレネルの反射係数である.この簡単なモデルでは、 反射率は堆積層の膜厚に非線形に依存していることがわか る. なお, 光の偏光に関して, S波とP波の割合は1:1と 仮定した.また、堆積層の屈折率は分光エリプソメーター の測定結果をもとに n = 1.24, k = 0.98 とした. また, 基板 のステンレス試料の屈折率は*n* = 1.5, *k* = 2.9 とした. 単層 膜モデルによる堆積層の膜厚と反射率の関係を図5に実線 で示している. 膜厚が 10 nm から 100 nm までの範囲では, 反射率に明確な膜厚依存性が確認できる。ここで、単層膜 モデルの反射率に対する膜厚依存性について見てみる. 膜 厚が 10 nm-100 nm の間では反射率に依存性が見られるも のの, 膜厚が10 nm以下もしくは100 nmを上回ると依存性 が弱くなる.これは、膜厚が薄いと基板の反射率が、膜厚 が厚いと堆積層の反射率が支配的になるためと考えられ る.この単層膜モデルに見られる依存性は、カラーアナラ イザーおよび分光エリプソメーターによる反射率の実験結 果と同様な依存性となっている.ゆえに、反射率と堆積層 の膜厚の関係性は単層膜モデルで説明可能であると言える.

4.3.4 ヘリカルコイル上の第一壁反射率分布と膜厚分布 評価

上記に示した長期設置試料が設置されている同じトロイ ダルセクションのヘリカルコイル上の第一壁に関して,大 気開放後にカラーアナライザーを用いて反射率を測定し た.該当するステンレス保護板の枚数は530枚に及んだ.ま た,2回測定することにより再現性を確認した.図6(a)に 反射率測定結果を示す[9].トーラス外側では,ほとんど の保護板のRGB値は低くなっており,反射率は低い.一 方,トーラス内側ではダイバータ板近くを除いてRGB値は 高く,反射率は高くなっている.わかりやすくするため, 図6(b)に測定されたステンレス第一壁の展開図を示す. これらの結果は,トーラス外側では堆積が優位で,トーラ ス内側では損耗が優位であることを示唆している.堆積層 の反射率は損耗と堆積のバランスによって決まっており, そのバランスはプラズマからの距離のほか,ダイバータ板 からの視野に大きく依存すると考えられる.実際にRGB



図5 単層膜モデルによる堆積層の膜厚と反射率の関係[9].



図6 (a)測定された反射率の測定結果を示した CAD 図、(b)展開図、および(c)反射率測定から評価した堆積層膜厚分布[9].

値はステンレス板がプラズマに近いほどRGB値が高く,プ ラズマから遠いほど低い結果が得られている[8]. このよ うな保護板とプラズマ間の距離と反射率との関係性も興味 深い. 詳細は文献[8]を参照されたい. カラーアナライザー で測定した反射率を使い、また、堆積層の膜厚が単一層膜 モデルに従うとしてヘリカルコイル上の堆積層の膜厚分布 を評価した.図6(c)に反射率測定から評価した堆積層膜 厚分布を示す.反射率測定から予測した通り、トーラス外 側では、堆積優位であることがわかる一方、トーラス内側 ではダイバータ板近くを除いて損耗優位であることがわか る. 堆積層分布の比率はというと, 膜厚 10 nm が37%, 10-100 nm が44%, 100 nm よりも厚い領域は19%を示し, 測定したトロイダル1セクションのヘリカルコイル第一壁 の60%程度は堆積層で覆われていることがわかる.そし て、この領域が粒子の壁吸蔵に重要な役割を示しているこ とを示唆している.この実験結果を使って、グローバル粒 子バランス解析との定量比較も行っているので、詳細は文 献[2]を参照されたい.

4.4 まとめ

本章ではカラーアナライザーを使った色分析法を紹介 し、色分析によりプラズマ対向壁に形成された堆積層の評 価が可能であることを示した.一例として、LHD のヘリカ ルコイル上の第一壁を色分析し、トーラス内外側での堆積 層の膜厚分布が異なっていることを示した.このように色 分析は、プラズマ対向壁の表面分析を行う上で有用である ものの、現在の方法では、カラーアナライザーを真空容器 内に持ち込んで測定する必要があるため、厳密な意味にお いてその場診断とは言えないかもしれない.しかしなが ら、色分析から堆積層の膜厚評価をする原理を使って、そ の場診断計測として応用できる可能性がある.例えば、カ ラーアナライザーをロボットアームに持たせて遠隔操作を すれば今のままでもその場診断が可能である.カラーアナ ライザーを使った色分析法は,LHD だけではなく,すでに 九州大学のQUESTや筑波大学のGAMMA10でも行われて いるほか,マックスプランク研究所のW7-X でも行われる 予定になっており,装置間比較も可能になってきている. 今後,異なる材料の対向壁による色分析により,プラズ マ-壁相互作用の理解を促進できるものと考えられる.

謝 辞

本章の執筆に当たり,色分析の手法について検討段階か ら実施に至るまで様々な場面で議論させていただいた,九 州大学名誉教授 吉田直亮教授に感謝いたします.また, カラーアナライザーを開発された株式会社本田技術研究所 松本謙司氏に様々な助言をいただきました.ここに感謝い たします.本研究は,核融合科学研究所共同研究(NIF-SUMPP003-1)の支援を受けて実施されました.

参考文献

- [1] G. Motojima et al., J. Nucl. Mater. 463, 1080 (2015).
- [2] G. Motojima *et al.*, "Global particle balance and its relationship with the plasma wall interaction emerging in long pulse discharges on the Large Helical Device", IAEA-FEC 2016 EX/P8-3.
- [3] M. Oya et al., accepted in J. Nucl. Mater.
- [4] M. Tokitani et al., J. Nucl. Mater. 463, 91 (2015).
- [5] R. Pugno et al., J. Nucl. Mater. 390-391, 68 (2009).
- [6] P. Wienhold et al., J. Nucl. Mater. 241-243, 804 (1997).
- [7] 常陸金属ホームページ http://www.hitachikinzoku.info
- [8] G. Motojima et al., Plasma Fus. Res. 10, 1202074 (2015).
- [9] G. Motojima *et al.*, J. Nucl. Mater. **12**, 1219 (2017).



5. Diagnostics for Plasma-Facing Materials using Optical Reflectivity Measurements

宮本光貴,田中徳人 MIYAMOTO Mitsutaka and TANAKA Norihito 島根大学大学院総合理工学研究科 (原稿受付:2017年8月11日)

将来の核融合炉においては、燃焼プラズマを定常的に取扱い、壁材料は多様な粒子負荷および過酷な熱負荷 に絶え間なく曝されることが予想される.そのため、時々刻々と変化していくプラズマ対向材料の表面特性を実 時間で正確に把握しておくことが、プラズマ制御と炉の安全性維持に極めて重要である.本研究では、プラズマ と対向材料の相互作用において鍵となる材料表面近傍の損傷程度と不純物堆積量を炉内でも簡便に評価するその 場診断手法として光反射率測定を提案した.ここでは、実験室規模で行ったイオン照射下における光反射率のそ の場測定測や、大型のプラズマ閉じ込め装置において本手法の有効性を検証した結果を説明する.

Keywords:

plasma-surface interaction, optical reflectivity, microstructure, defects, impurity depositions

5.1 研究の背景と目的

核融合炉研究において、プラズマとそれに対向する材料 との相互作用(PSI)は、プラズマの閉じ込めおよび材料の 損耗・劣化の両側面に係わる深刻な問題であり、炉の実現 には、PSIの十分な理解が不可欠である.これまで、現象の 解明のために,国内外の大型プラズマ閉じ込め装置を用い た材料照射実験や、個々の素過程を理解するための実験室 実験が相補的に行われており、 プラズマによる材料変質 と、それがプラズマに与える影響に関して多くの成果があ げられている[1-4].しかし、こうした材料照射実験の多 くは、照射後の試料分析がほとんどで、過渡的現象の後に 残存する静的照射効果に関連したものが主である. さら に,現行のプラズマ閉じ込め装置による短パルス的な水素 放電を対象とした研究が大半を占めている.一方,将来の 核融合炉においては、燃焼プラズマを定常的に取扱い、壁 材料は反応生成物の高エネルギーヘリウムや中性子を含む 多様な粒子負荷および過酷な熱負荷に絶え間なく曝される ことが予想される. そのため, 燃焼プラズマを定常的に取 り扱う核融合炉においては、時々刻々と変化していくプラ ズマ対向材料の表面特性を実時間で正確に把握しておくこ とが、プラズマ制御と炉の安全性維持に極めて重要である.

本研究では、PSI において鍵となる材料表面近傍の損傷 程度と不純物堆積量を炉内でも簡便に評価するその場診断 手法として光反射率のその場測定を提案するとともに、大 型のプラズマ閉じ込め装置において本手法の有効性を検証 することを目的とした.

5.2 イオン照射下のその場測定

5.2.1 イオン照射下その場測定装置

水素同位体およびヘリウムの2重イオンビーム照射下に おける材料表面の光反射率変化を調べるために,図1に示 すような装置を構築した.本装置により,室温から1000 K 程度の試料に対し,と1~5 keVの重水素イオンとヘリウ ムイオンの同時照射下での光反射率その場測定が可能と なった.当初は光源に波長λ=670 nmの半導体レーザーを 用いた実験を行っていたが,その後,スーパーコンティ ニュアム白色光源(λ:450~2000 nm)を用いることで,波 長依存性の計測も可能とした.

5.2.2 イオン照射下における光反射率変化

図2にステンレス試料における波長 670 nm のレーザー 光の反射率のヘリウム照射量依存性を示した[5].光反射



Department of Material Science, Shimane University, 1060 Nishikawatsu, Matsue, 690-8504, Japan

author's e-mail: miyamoto@riko.shimane-u.ac.jp



図 2 He⁺照射下における SUS の光反射率変化[5].

率は照射量の増加に敏感に反応し、10²³ He/m² 程度の非常 に高い照射量まで線形的に減少し続けるため、反射率によ る材料劣化評価が広範囲で測定できると考えられる. それ ぞれの試料の表面組織観察からは,スパッタやブリスター の形成およびその剥離によると思われる凹凸が観察された が、この表面粗さのみから反射率を見積もると、実験で得 られた反射率の減少量と比較して、非常に小さな値となる 事が明らかになった[5,6].これは光反射率が試料最表面 の形状だけでは決まらないことを意味している. さらに, 反射率の減少は、必ずしも入射イオンエネルギーの順番に 対応しておらず、特定のエネルギーに対して極大となって いる.これは、レーザー侵入領域、つまり反射に寄与する 深さ領域(波長 670 nm レーザー光の場合は約 15 nm)に分 布する欠陥量に依存すると理解された.したがって,光の 波長を変化させ、その侵入深さを調整することで、損傷の 深さ分布も評価可能となることを示している.

図3には、室温で3keVの重水素とヘリウムイオンを単 独および同時照射したモリブデン試料の光反射率変化を照 射量の関数として示した[7].いずれの場合においても反 射率は10²³ ions/m²以上の高い照射量に至るまで単調に減 少している。特にヘリウムイオン照射下での反射率減少は 重水素照射時と比較して著しく大きく、同時照射では両者 の中程度であることがわかる。また、同時照射した試料の 反射率変化を、ヘリウムのみの照射量に対してプロットす ると図中の破線のようになり、ほぼヘリウムイオン単独照



図 3 3 keV-D⁺₂, He⁺の単独/同時イオン照射下における Mo の 光反射率変化[7].

射時の反射率変化と同様になる.これは、反射率劣化には ヘリウム照射が主要な役割を担うことを示している. TEM 観察においては、ヘリウムイオン照射による微細な 高密度バブルの形成が確認され、試料表面直下の著しい損 傷が反射率劣化の要因となっていると考えられた.

5.3 LHD プラズマ曝露による光反射率変化 5.3.1 プラズマ曝露試料の表面組織

本研究では、光反射率測定のプラズマ対向材料その場診 断への適応を念頭に、大型ヘリカル装置 LHD の真空容器 内に長期据置したプラズマ曝露後の試料分析を行った[8]. 図4には、これらの試料の外観(上列)と FIB 加工による 断面微細組織観察の結果(下列)の一例を示す.プラズマ 曝露後の試料では、目視においても、設置個所に依存した 金属光沢の減少や着色が見られ、試料の表面分析から炭素 を主成分とした金属元素を含む堆積層の形成が確認され た.

図5には、これらの試料において分光エリプソメーター (λ:240~820 nm)を用いて測定した反射率スペクトルを 示した.図中には断面 TEM 組織観察から得られた堆積層 膜厚をあわせて示している.堆積のほとんどない損耗優位 な試料においては明瞭な波長依存性はなく、広波長域にわ たる緩やかな反射率の減少が観察された.一方、堆積優位 の試料においては、堆積層の増加に伴い、反射率は著しく



図4 LHD プラズマ曝露したマテリアルプローブ試料の外観(上列)と、FIB 加工後の断面微細組織(下列)[8].



図5 LHD プラズマ曝露した SUS 試料の光反射率スペクトル [8].

Special Topic Article

減少し,光学干渉に起因すると思われる特徴的な波長依存 性が表れているのがわかる.

5.3.2 損耗優位の試料における損傷評価

先に述べたように、堆積層のほとんど形成されない試料 (Ero-1, 2)では、光反射率スペクトルの変化に明瞭な波長 依存性はなく、広波長域にわたる緩やかな反射率の減少が 観察された.同様の光反射率スペクトルの減少傾向は、ヘ リウムイオン照射したステンレス試料においても見られて おり、図6に示すように、LHD装置内2か所に設置した試 料の光反射スペクトルは、それぞれ10²¹および10²²He/m² の3keV-He⁺を照射した試料により比較的よく再現するこ とができた.したがってLHDの損耗領域でプラズマに曝 された各ステンレス試料においては、それぞれイオン照射 した試料と同程度の損傷が形成したと考えることができる.

本研究では、ヘリウムにおける損傷程度をさらに定量的 に評価するために、分光エリプソメーター(λ :240~ 820 nm)を用いて測定した光学定数(n, k)を単純な損傷 モデルから再現することを試みた.まず、図7(a)に示す ように、ヘリウム照射で特徴的な欠陥であるヘリウムバブ ルは真空と同じ光学定数($n \sim 1$, $k \sim 0$)をもつ空隙とし、 損傷層を均一な厚さt nm、空隙率pの単層膜と仮定した. tおよびpをフィッティングパラメータとして光学定数の 再現を試みた結果の一例を図7(b)に示す.LHDの損耗領 域でプラズマに曝された各ステンレス試料(Ero-1, 2)に おいて得られた結果を表1に示す.こうして得られた値 は、TEMにより観察された損傷程度と概ね一致するもの であり、光学定数による評価の妥当性を示している.

5.3.3 堆積優位の試料における堆積層膜厚の評価

損耗優位の試料とは対照的に,堆積優位の試料では反射 率の減少に特徴的な波長依存性がみられ,その傾向はイオ ン照射した試料では再現することができなかった.損傷程 度の評価と同様に,分光エリプソメトリー測定による光学 定数の波長スペクトルから堆積層膜厚の単層膜モデルを用 いて見積った.ここで,堆積層は,炭素とステンレスの構 成元素からなる混合物として,炭素の含有率λ,堆積層膜 厚tnmをフィッティングパラメータとして光学定数の再 現を試みた.図8には,様々な堆積層膜厚を有した試料に



図 6 損耗条件下でLHDプラズマに曝したSUS試料,および室温 で He⁺照射した SUS 試料の光反射率スペクトル[8].

おいて,フィッティングにより得られた堆積層膜厚と,実際の試料の断面 TEM 観察から計測された堆積層膜厚の関係を示した.光学測定結果から見積もられた堆積層膜厚が,実測値に比較的良い一致を示していることがわかる.また,一部の試料においては,両者に相違が見られるが,これは,堆積層直下の試料表面近傍に欠陥を多量に含む損傷層が形成していること(図8(A))や,光の侵入長を大



図7 損耗条件下で LHD プラズマに曝した SUS 試料に用いた フィッティングモデルの模式図(a)と光学定数のフィッ ティングの結果[8].

表1 損耗条件下で LHD プラズマに曝露した SUS 試料の光学定 数から得た損傷層の厚さと空隙率.

| | 損傷層の厚さ <i>t</i> | 空隙率 p |
|----------------|-----------------|-------|
| Ero-1 (LHD-3O) | 6.7 nm | 70% |
| Ero-2 (LHD-5O) | 9.1 nm | 68% |



図8 堆積条件下で LHD プラズマに曝した SUS 試料表面に形成 した堆積層の光学定数から見積もった膜厚と断面観察 (FIB-TEM)から測定した膜厚の関係. 幅に超える厚さの堆積層ができていること(図8(B))に 起因していた.

5.3.4 LHD グロー放電下の光反射スペクトルのその場測定

本研究ではさらに、LHDにおける光反射スペクトル計測 を用いたプラズマ対向材料のその場診断手法の適応性を検 証するために、炉内に設置されたコーナーキューブミラー [9]による光反射率スペクトルのその場測定を実施した. 図9(a)に、水素グロー放電下で測定した反射率の時間変 化をいくつかの波長に対して示した.縦軸は相対光反射率 を示しており、測定開始時の光反射率で規格化した値と なっている.光反射率が時間に対して振動する様子が確認 できるが、これは堆積層の膜厚増加に伴う光学干渉に起因 している.膜厚変化に伴う光反射率の振動は、実験室実験 からも確認されており、振幅回数がわかれば膜厚の推定が 可能となると考えられる.簡単のため均一な堆積層がコー ナーキューブミラー上の一面にのみ形成したと仮定する と、光反射率は、堆積層膜内での多重反射・多重干渉を考 慮して以下のように与えられる[10].

$$R = \frac{r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos 2\delta}{1 + r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos 2\delta} \tag{(1)}$$

ここで, r_1 , r_2 はそれぞれ堆積層表面,および堆積層と基 板との界面における振幅反射係数,20は光が堆積層内を1 往復した時の位相変化を示し、 δ は位相膜厚と呼ばれる. **図9**(b)には、上式より得られた光反射率(λ =780 nm)の 膜厚依存性を示した.なお、実時間測定で得られた光反射 率変化に一致するように、膜厚のメモリ幅(横軸)を調整 してプロットしている.両者の比較から、堆積層の膜厚を 見積もることができる.ただし、本評価は光学定数が既知 の堆積物が形成した試料における理想的な反射を仮定して おり、今後、実際のミラー材の分析等を行うことで精度の 評価やモデルの改善が求められる.

5.4 まとめ

本研究では、実験室規模での基礎実験において、試料表 面の光反射率変化を、損傷の程度や不純物堆積層の形成量 と対応付けて整理した.また、光反射率測定によるその場 診断手法の大型装置への適応を検証するために、LHDにお いて光反射率スペクトルの実時間測定を行い、実機環境下 においても有意な変化が測定可能であることを示した.光 反射率測定は、きわめて簡便な材料表面の診断手法として 期待できるが、①損耗と堆積のいずれか一方が優位に生じ ていることが精度を確保するうえで重要であり、②不純物 堆積層が形成する環境下では、その組成、あるいは光学定 数がある程度分かっている必要がある、また当然ながら③ 適応範囲は用いる光の侵入長程度(通常~100 nm)に限ら れる、といった制限がある.そのため、光反射率測定を用



図 9 水素グロー放電下で測定した光反射率の時間変化(a)と計 算による光反射率(λ = 780 nm)の膜厚依存性(b)[8].

いたその場診断では、本小特集で取り上げられている他の 診断手法を相補的に用いることで、より精度の高いプラズ マ対向材料表面のその場診断の実現が期待される.また、 大型装置に適応した場合、局所的な光反射率測定によりリ アルタイムで得られる情報と炉内プラズマ性能の変化との 相関を見出し、炉の運転に如何に貢献できるデータを提供 していくかが課題となる.

謝 辞

ここで紹介した研究の一部は,核融合科学研究所 LHD 計画共同研究 NIFS11KOBF021, NIFS14KOBF027, およ び JSPS 科研費 JP22760657, JP25630420の支援により行い ました.

参考文献

- [1] J. von Seggern et al., J. Nucl. Mater. 313-316, 439 (2007).
- [2] A. Litnovsky et al., J. Nucl. Mater. 415, S289 (2011).
- [3] J. Likonen et al., Phys. Scr. T159, 014016 (2014).
- [4] M. Miyamoto et al., J. Nucl. Mater. 337-339, 436 (2005).
- [5] H. Urabe *et al.*, J. Nucl. Mater. **386-388**, 1038 (2009).
- [6] H.E. Bennett, J. Opt. Soc. Am. 53, 1389 (1963).
- [7] K. Ono et al., J. Nucl. Mater. 463, 952 (2015).
- [8] M. Miyamoto et al., Nucl. Mater. Ener. 9, 132 (2016).
- [9] T. Akiyama *et al.*, Nucl. Fusion **52**, 063014 (2012).
- [10] E. Hecht, Optics, 4th edition, (Addison-Wesley, 2002).

小特集 プラズマ対向材料表面のその場診断 6. 透過プローブによる水素原子の壁面入射束のその場診断

6. In-Situ Diagnostics of Hydrogen Atom Flux to Plasma-Facing Wall Using Permeation Probe

高木郁二, 図子秀樹¹⁾,花田和明¹⁾ TAKAGI Ikuji, ZUSHI Hideki¹⁾ and HANADA Kazuaki¹⁾ 京都大学大学院工学研究科,¹⁾九州大学応用力学研究所 (原稿受付:2017年 8 月18日)

プラズマ領域から飛来する水素原子のフラックスを測定する手法として、金属中の水素の透過現象を利用した透過プローブを紹介します。透過プローブは小型で構造が単純であり、取り付け位置の制限が少なく可動化が容易であること、固体中の拡散現象を利用しているにも拘わらず応答時間を0.1秒以下に設計できること、出力信号から水素原子の入射フラックスへの換算が簡単であることなどが特徴です。九州大学 QUEST では透過プローブを複数箇所に常設し、プラズマのモニターやデータ解析に用いています。

Keywords:

plasma driven permeation, atomic hydrogen, palladium-copper, recombination, QUEST, hydrogen recycling

6.1 はじめに

透過プローブとは聞き慣れない言葉かもしれませんし, まだまだ一般的ではありませんが,タイトルにあるよう に,水素原子の入射フラックスを測定する装置です.一般 に水素原子の密度は Ha 線の強度から推定しますが,粒子 の方向はわかりませんし,空間の分布を知ることは容易で はありません.透過プローブはこれらの弱点をかなり補う ことができます.本章では透過プローブの原理と簡単な経 緯,性能などの基本的な事項について説明し,最後に具体 例を紹介します.

6.2 透過プローブの原理

透過プローブは,金属中の水素の透過現象を利用して, 水素原子と水素分子が混在している相から水素原子だけを 選別します.図1の透過プローブの概念図をご覧ください.真空配管の片方に金属薄板を気密に取り付け,ヒー ター(図には示していません)で加熱します.もう片方に 例えば四重極質量分析計(残留ガス分析計)などの水素分 子検出器と真空ポンプを接続します.これだけです.重要

> 金属薄板 水素分子検出器 真空配管 真空ポンプ

図1 透過プローブの概念図.

Kyoto University, KYOTO 615-8540, Japan

なポイントは2つ,(A)熱平衡状態では,金属中の水素は 原子の形で存在し,気相中の水素は分子の形で存在する, と(B)気相中の水素分子は金属表面で容易に原子に解離し ない,です.

図2に示すように、金属中の水素はいくつかの過程を経 て透過します.(A)の理由により、水素分子は金属表面で 解離して原子になってからでなければ内部に入ることがで きません.金属中を拡散し、反対側の表面に辿り着いた原 子は、相手となる原子を見つけて再結合し、分子となって から気相中に放出されます.分子なので、水素「分子」検 出器で検出します.(B)の理由により最初の過程は極めて 起こりにくく、結果として水素分子は容易には金属中を透 過しません.水素ガスボンベの圧力が見る間に下がるよう なことはないわけです.とはいえ、水素は他のガス分子に 較べると格段に透過しやすい元素であるため、例えばトリ チウム(水素の同位体で放射性)など僅かの漏えいも許さ れないような場合には注意する必要があります.

気相中の水素が原子である場合,解離過程を必要とせず 表面に付着しますので,透過はとても起こりやすくなりま



 図2 金属中の水素透過の諸過程.(1)分子の解離,(1)原子の 付着,(2)原子の溶解,(3)拡散,(4)表面への移動,(5)原 子の再結合と分子の放出.

e-mail: takagi@nucleng.kyoto-u.ac.jp

す。例えば水素分子の解離確率が10-6であり、水素原子の 付着確率が1であったとすると、同じフラックスという条 件下では、水素原子として金属に入射した方が水素分子の ときよりも10⁶倍も透過量が多くなり得ます.このため, 図3[1]に示すように、水素分子の透過への寄与は無視で きるほど少なくなります.

いくつか気になる点について補足しておきます. ここで 言う水素分子とは、周囲の温度と熱平衡にある水素の分子 であり, 原子とは中性原子 (H⁰) と原子イオン (H⁺) の総 称です.水素分子イオン(H⁺など)は、金属表面で容易に 解離するほどの運動エネルギーを持っていれば水素原子 と、そうでなければ水素分子と見なします.また、清浄な 金属表面では水素分子の解離確率は1に近いほど高い場合 がありますが、プラズマ実験装置の雰囲気ではそのような 状態は無いと考えられます. 図2(5)に示した再結合過程 は、表面に存在する原子どうしとは限らず、表面直下の金 属内部に存在する原子でも起こる可能性がありますが [2], ここでは一般的に起こりやすいと考えられる過程に 絞っています[3].

上に述べたような水素原子が入射することによる金属中 の透過現象を、プラズマ誘起透過 (Plasma driven permeation (PDP))と言います. PDP はロシア[4]とドイツ[5]の 研究グループがほぼ同時期に研究を始めたようですが、水 素ガスを「活性」にすると透過量が増えることは50年以上 前から知られていました[6]. PDP はプラズマ - 壁相互作 用の研究を行うようになった1970年代末から注目されるよ うになった現象であり、直ぐに透過プローブとして利用し ようと発想された[7]ようですが、実際にプラズマ実験装 置に応用したのは Shmayda ら[8] でした.

Shmayda らのプローブは原理的には図1と全く同じで す. プローブの材質は純鉄で厚さは0.125 mm, 面積 450 mm², 動作温度200℃でした. プローブ自体は比較的小 さいことが分かると思います.

6.3 プローブの性能

6.3.1 応答速度

透過プローブは市販されていませんので、自作される方 のために設計の考え方を説明します.

Shmaydaらの透過プローブの優れている点は,応答速度 です.厚さが0.125 mmの鉄中を水素が拡散するには随分 と時間がかかるのではないかと思われるかもしれません が、200℃の純鉄中の水素の拡散係数は4×10⁻⁹ m²/s もあ ります[9]. 常温の水に溶解している分子の拡散係数は 10⁻⁹ m²/s 程度ですから、それよりも速く拡散するわけで す.ここで,拡散係数をD,金属の厚みをLとすると, L²/D は時間の次元をもちます. 拡散係数をタイムラグ法 と呼ばれる,透過流量の時間遅れτから求める方法では,

$$\tau = L^2/6D \tag{1}$$

と表されるので、この値を応答時間と定義しますと、 Shmayda らのプローブでは $\tau = 0.65$ s となります. 実際の データ[8] では、放電を開始してから 0.4 s 程度で透過フ

ラックスが急激に増加しており, τ は時間応答の目安にな ることが分かります. 0.4 s や 0.65 s という値は、他のプラ ズマ計測法に較べると遅いかもしれませんが、固体中の物 質移動を利用した方法としてはかなり速いと言えます.

6.3.2 入射フラックスへの換算

透過プローブで最も重要なのは、透過フラックスを入射 フラックスに換算することです. 簡単のために定常状態を 考えることにします. 定常状態は τ の数倍の時間が経過す れば達成されていると考えて差し支えありません.

図4に示すように、金属に入射し付着する水素原子のフ ラックスを F とします.水素は入射した側からも分子と なって放出されるので、このフラックスをR, 裏面に透過 するフラックスを「とすると、収支は

$$F = R + J \tag{2}$$

です. また, J はフィックの第一法則から,

J

$$J = D(C_{\rm u} - C_{\rm d})/L \tag{3}$$

と表されます. ここで Cu と Cd はそれぞれ, プラズマ側と 透過側表面近傍の水素濃度です. さて,水素は2原子分子 なので、図2に示したように2つの原子が結合して分子と なってから気相に放出されます. したがって, プラズマ側 のRも透過側のJもそれぞれの水素濃度の二乗に比例する と一般に考えられており、この比例定数を再結合定数と呼 びます.プラズマ側と透過側の再結合定数をそれぞれ, ku $\mathcal{E}_{k_{\mathrm{d}}}\mathcal{E}_{\mathrm{d}}\mathcal{E}_{\mathrm{d}}$

$$R = k_{\rm u} C_{\rm u}^2 \tag{4}$$

$$J = k_{\rm d} C_{\rm d}^2 \tag{5}$$



図3 水素ガスのみ(5126)と同量の水素ガスを放電した場合 (5127)の透過プローブ出力例[1]. 放電がパルス状のため 透過は定常に達していない.





Special Topic Article

と表されます. これら4つの式から $R \ge C_u, C_d$ を消去すれ ば $J \ge F$ の関係が得られるのですが,以下のように条件を 選ぶと関係式は簡単になります.

図2(5)の再結合過程が他の過程よりも極めて遅いとき、金属中の濃度分布は図4の一点鎖線のようになり、濃度勾配は0になります。実際には0になれば式(3)から透過フラックスJも0になってしまいますので、0とみなすことができるほどDが大きい状態、と考えて下さい。このとき C_u と C_d は等しくなりますから、

$$F = (k_{\rm u} + k_{\rm d}) J / k_{\rm d} \tag{6}$$

となって、入射フラックス F と透過フラックス J は比例関 係にあり、容易に F が求められます.このような状態を再 結合律速といいます.もう一つ極端な状態は、**図2**(3)の 拡散過程が他の過程よりも極めて遅いときです.濃度分布 は**図4**の破線のようになり、透過側の濃度は0になりま す.実際には0とみなすことができるほど k_d が大きい状態 です.このとき一般には $F \gg J$ が成り立ちますから、

$$F = k_{\rm u} \left(IL/D \right)^2 \tag{7}$$

となって、この場合も容易に*F*を求めることができます.この状態を拡散律速といいます.

応答時間を短くしようとすると拡散を速くすることになり、その結果再結合律速の状態に近づきます.応答を遅くしたいという条件以外では、再結合律速になるように設計する方が利点が多いと言えます.

6.3.3 安定性

式(6)や式(7)でFを求めるためには再結合定数が既知 である必要がありますが,実際にはkuやkaはよくわからな いという問題があります. これには2つの理由がありま す.1つめは、再結合定数が現象論的な定数であることで す. 図2からわかるように再結合は通常は金属の表面で起 こりますから、水素の表面密度を変数として用いなければ ならないのに、式(4)や式(5)では表面直下の水素の濃度 を用いています.表面密度と水素濃度が比例する場合は再 結合定数は「定数」ですが、そうでない場合は濃度に依存 する係数になってしまいます(例えば[3]).したがって, 表面密度と水素濃度が比例する領域でプローブを動作させ る方が望ましいのですが、その領域を特定することは容易 ではありません. 再結合現象を構成する素過程, つまり **図2**(2)と式(4), (5)の各過程の速度定数がわからない ためです.そこで,再結合律速の状態下でFの値を変えて Jとの比例関係が保たれることを、実験によって確認する 必要があります. Shmayda らの用いた純鉄や、後で述べる PdCuでは再結合定数は「定数」と扱ってよいと思われます.

もう1つは図2(5)で示した再結合過程が表面の状態の 影響を受けやすいことです.表面に不純物が付着している と再結合の速度は遅くなることが知られていますが,例え ば250℃におけるNiやNi基合金での再結合定数は,測定者 によって7桁以上も異なっています[10].これは,用いて いる装置が異なっている,つまり,装置毎に金属表面の状 態が異なっているためです.Shmaydaら[8]は,この問題 を解決するためにプローブに水素原子を照射して表面を洗 浄し,表面の状態を一定に保とうとする装置を設置してい ましたが,効果の程は報告されていません.

別の解決方法としては、不純物の影響を受けない状態で 運転する方法が挙げられます.具体的には、プローブとプ ラズマとの間に遮蔽板を置き、プラズマから飛来した粒子 は1回は固体表面で反射しないとプローブに辿り着かない ようにします[1].不純物はほとんど反射しないためにプ ローブに到達できませんが、水素原子は水素原子のまま反 射する割合が比較的高い[11]ために、プローブとして機能 します.この方法によって60回の放電でも透過フラックス の変動を2.3%以内に抑え、数1000回の放電後でも機能を 維持することができました[12].プローブは直接プラズマ を見ていないため、入射フラックスを正確に測定するのは 困難ですが、モニターとして長期間使用するのであれば有 効な方法です.

他の方法として,不純物の影響を受けにくい金属を用い ることが考えられます.酸化されやすい鉄よりも貴で水素 を透過しやすい金属がよく,九州大学球状トカマク実験装 置 QUEST で最近使っている PdCu というパラジウム合金 は直接プラズマに曝されている場合でも安定に動作してい ます[13].ただし,これはプラズマ中の不純物が少ないこ とも一因です.

いずれの解決方法を採るにせよ,透過プローブは表面状 態の影響を受けやすいので,同一条件のプラズマに曝露す るとか,放電をしていないときに水素ガスに曝して透過フ ラックスを測定するなどして,定期的に校正することが必 要です.

6.3.4 感度

感度 S は J/F, つまり入射した水素原子のうち, 透過した水素原子の割合と定義します. 再結合律速と拡散律速ではそれぞれ,式(6)と式(7)より

$$S = k_{\rm d} / \left(k_{\rm u} + k_{\rm d} \right) \tag{8}$$

$$S = (D/L)^2 / (k_{\rm u}J)$$
 (9)

と表されますので、感度の観点からも再結合律速の方が有 利であることがわかります。再結合律速では感度はFに依 存しない定数ですが、拡散律速ではJ、つまりFに依存する からです。また、再結合律速では、例えば $k_u \ge k_d$ が等しいと、 これらの絶対値が未知であっても感度は $1 / 2 \ge$ いう明確 な数値で与えられます。一方、拡散律速では先に述べたよ うに $F \gg J$ であることが多いので、感度は高くありません。

6.4 プローブの具体例

透過プローブは応答速度が速い方がよいので,式(1)から拡散係数が大きく,薄い材料が有利です.また,拡散係数が大きいほど,厚みが薄いほど再結合律速になりやすいので,透過フラックスから入射フラックスへの換算が容易となり,感度も入射フラックスに依存しないなどの有利な点が重なります.純鉄はこのような条件を満たす金属ですが,先に述べたようにQUESTではPdCu合金をプローブ材として用いています[13].選択の理由は以下の通りです.

(1) 拡散係数が大きく,再結合律速になりやすい:200℃に おける重水素の拡散係数は8×10⁻⁹ m²/s[14]と純鉄に匹敵 します. このプローブの厚さは 0.02 mm なので,応答時間 は8msとかなり速い値になります.入射フラックスが 10²² H/m²s 以下であれば再結合律速とみなせます[14]. (2) 強度が高い:正確な強度は不明ですが、合金であるた め純パラジウムよりも強度があります. プローブの両側は 大気圧よりも十分低いので強度は不要と思うかもしれませ んが、排気の手順によっては大気圧程度の差圧がつくこと がありますし、校正する際に大気圧近い水素ガスを片方に 導入することもあります. (3)水素化物を形成しない:水 素化物を形成すると物性が変わってしまいます。純パラジ ウムは低温で水素化物を形成することがありますが, PdCu は形成しません.(4)比較的貴な金属なので不純物 の影響を受けにくい:純パラジウムや PdCu はガラス管内 で RF 放電によって生成した,おそらく多量の不純物を含 むプラズマ側と清浄な真空側での再結合定数が同じ [14,15]ですので,式(8)より感度は1/2となって定量測定 が容易になります.

図5にPdCuプローブの概念図と外観を示します.厚さ 0.02 mmのPdCu薄板を円筒状にし、両方の端面をフラン ジに接着しています.外側と内側の金属メッシュはプロー ブ全体の強度を確保するためです.最大直径は34 mmで全 長(フランジ端からコネクタまで)は200 mm,メッシュの 開口部を考慮した有効面積は4100 mm²です.この設計の 特徴は面積が比較的大きく、PdCuの面と接続配管が平行 になることです.図5(b)のような方向にフレキシブル チューブを接続すると、プラズマ実験装置の実験孔付近に 限らず、どこにでも設置することができます.直進導入機 や回転導入機と組み合わせれば、プラズマ実験装置の運転 中に移動させて入射フラックスの空間分布を測定すること も可能です.

QUEST では図6[16]に示すように4カ所に透過プロー ブ(図中ではPDPと表記)を設置しており,側面のPDP 6や7での入射フラックスは,底面のPDP4での値よりも 何倍も大きいことなど[16]がわかっています.この他にも いくつかの実験結果[17-19]が得られていますので,興味 のある方はご覧ください.

6.5 まとめに替えて

透過プローブは構造が単純で測定場所の制約を受けにく い,優れた水素原子フラックス測定方法です.ただし,6.3 で述べたように透過を支配する過程の一部は現象論的にし か理解されていません.装置での実測に頼ること無く透過 プローブを設計・利用するためには,透過を素過程から理 解する必要があり,そのための基礎研究が今後重要になる と思われます.

謝 辞

ここで紹介した研究の一部は,核融合科学研究所 LHD 計画共同研究 NIFS08KOBR002及び九州大学応用力学研究 所一般研究26FP-18の支援により行われました.



図 5 (a) QUEST に装着している透過プローブの外観と (b) 概念 図.



図6 QUESTで稼働している透過プローブ (PDP4~PDP7)[16].

参考文献

- [1] S.K. Sharma et al., Fusion Eng. Des. 85, 950 (2010).
- [2] P.M. Richards, J. Nucl. Mater. 152, 246 (1988).
- [3] M.A. Pick and K. Sonnenberg, J. Nucl. Mater. **131**, 208 (1985).
- [4] A.I. Livshits et al., Sov. Phys. Tech. Phys. 21, 848 (1976).
- [5] F. Waelbroeck et al., J. Nucl. Mater. 93&94, 839 (1980).
- [6] R.R. Heinrich et al., J. Electrochem. Soc. 112, 1067 (1965).
- [7] J. Winter et al., J. Nucl. Mater. 111&112, 243 (1982).
- [8] W.T. Shmayda et al., J. Nucl. Mater. 145-147, 201 (1987).
- [9] E.W. Johnson and M.L. Hill, Trans. Metall. Soc. AIME **218**, 1104 (1960).
- [10] I. Takagi et al., Fusion Technol. 25, 137 (1994).
- [11] I. Takagi et al., J. Nucl. Mater. 258-263, 1082 (1998).
- [12] S.K. Sharma et al., J. Nucl. Mater. 420, 83 (2012).
- [13] A. Kuzmin et al., Vacuum 129, 178 (2016).
- [14] M. Oonaka et al., Nucl. Mater. Ener. 9, 104 (2016).
- [15] I. Takagi, K. Moritani and H. Moriyama, J. Nucl. Mater. 313-316, 102 (2003).
- [16] A. Kuzmin et al., J. Nucl. Mater. 463, 1087 (2015).
- [17] H. Zhou, et al., J. Nucl. Mater. 463, 1066 (2015).
- [18] K. Hanada, et al., J. Nucl. Mater. 463, 1084 (2015).
- [19] K.Hanada, et al., Nucl. Fusion to be published.

●●● 小特集 プラズマ対向材料表面のその場診断

7.おわりに

7. Final Remark

相良明男 SAGARA Akio 核融合科学研究所 (原稿受付: 2017年 8 月31日)

その場診断は,環境保存(状態保存)がほぼ保証される ので,自然科学での「確かさ」は抜群である.その中でも, 実時間測定は「その瞬間」を捕らえることであるから,正 に現行犯逮捕で有り,その価値は自然科学でも最上級であ る.

その場診断の必要性はそれだけではない. 生体や何らか の稼働中システムなどの切り取れない対象,惑星探査のよ うに遠すぎて或いは近くてもマグマのように人間が接近で きない対象,ピラミッドのように巨大すぎて並のCT装置 に入らない物,等に対しては必須であろう. 他分野へアン テナを張れば,意外な診断技術の応用・創出が双方向で期 待できる.

実時間測定も機構解明目的のみではなく,フィードバック制御などの工学的要請には必須である.原子力分野で見れば,内科医の内視鏡にも似て,炉内のサービス中検査 ISI (In Service Inspection)の一環として必須となっている.

当該小特集では,特にプラズマ対向材料表面関連の現象 分析のための,その場診断法に主眼が置かれている.では 今後の<u>原型炉時代に向けての展開をどのように構想する</u> <u>か</u>.この点について,以下に筆者の研究例を紹介して考察 してみたい.

図1は、プラズマ崩壊要因としてのダスト発生のトリ





National Institute for Fusion Science, Toki, GIFU 509-5292, Japan

ガー同定を目的として、633nm レーザー反射・532nm レー ザー散乱法による炭素膜厚計測とその剥離ダスト発生の実 時間計測装置である[1].その結果(図2),He+CH₄ グ ロー放電による SUS 表面の炭素膜形成中は顕著な変化は 無いが,放電停止直後の数ミリ秒~2秒の間のみ高速 TV (250Hz) 画像中のダスト輝度 I_{hsTV} が跳ね上がり,DPSLL 散乱強度 I_{S} ピークとほぼ一致していることから,剥離ダス ト発生の瞬間を初めて捕らえた.

さらに予想外の結果として(図3),実験終了後の準静 的大気圧 P 導入の時に,He-Ne レーザー反射中心強度 *I*max とその周りの強度半値幅比 M で評価した膜変形度の変動 と,Is激増との間の顕著な同期を見出した.即ち,大気導入 も剥離ダスト発生原因になり得ることになり,その場診断 の重要性を意味する.



author's e-mail: akiosmuhlee@ybb.ne.jp

参考文献

 [1]相良明男:科研費「剥離ダスト発生の前駆過程の定量 化」2004-2005, https://kaken.nii.ac.jp/ja/grant/ KAKENHI-PROJECT-16560726/

∞ 小特集執筆者紹介 ∽∞ ∞∞ ∞



い.

にし じま だい すけ西島大輔

以上は一例だが、手持ちの装置で何が測れるか、ではな

く,機器の保全維持や寿命評価など「何のために測るのか」

の目的を先に設定し、それに切り込む複合的な実時間その

場診断法の開発が今後の展開の主軸になることを期待した

カリフォルニア大学サンディエゴ校 Project Scientist プラズマ - 壁相互作用を中心に研究 を行っています.写真はベリリウムを扱う際 の格好.2002年に名古屋大学大学院で博士(工

学)を取得後、日本を離れていつの間にか15年以上経過、ずっ と観たかったオーロラを昨年ようやくアラスカで観ることが できて、さらに今年はイースター島でモアイ像も見れました、地味に旅行先でマグネットを集めています。



Lee Heun Tae

大阪大学大学院工学研究科・電気電子情報工 学専攻・講師.2009年マックス・プランクプ ラズマ物理研究所・ミュンヘン工科大学大学 院・博士(工学).2005年トロント大学航空宇

宙学研究所・博士前期.専門は核融合炉材料中の水素同位体 挙動・イオンビーム分析・レーザー超音波計測法の応用.来 日9年目.最近娘の食べ物の準備で忙しい.



あん どう そう すけ安藤 颯介

大阪大学工学研究科電気電子情報工学専攻, 修士1年.研究分野はレーザー超音波を用い た核融合炉ダイバータ材料の非破壊・非接触 診断です.趣味はツーリングで,行き先を決め

ずに走るのがすきです.最近はバイクの調子が悪く悩まされています.目標はサーキット走行することです.



本島 厳

2008年京都大学大学院エネルギー科学研究科 博士課程修了,現在核融合科学研究所へリカ ル研究部准教授.固体水素による燃料粒子供 給からクライオポンプによる粒子排気に至る

まで,核融合プラズマにおける粒子バランスについて研究している.大学時代は硬式テニス部に所属.ラケット持参可能ですので,いつでもお声掛けください.



みや もと みつ たか宮本光貴

2004年九州大学大学院総合理工学府博士後期 課程修了.島根大学大学院総合理工学研究科 准教授.専門はプラズマ・壁相互作用.照射損 傷に関連した様々な現象に興味を持っていま

す. 最近は,子どもが野球を始めたため,ド素人ながら練習相 手や審判のお手伝いをやっています.久しぶりに新しいこと を始めて良い刺激になっています.



高木郁二

京都大学大学院工学研究科量子理工学教育研 究センター教授.やたら長いので京大 QSEC と略称しているが,認知度は高くない.専門は 核融合炉・原子炉材料中の水素挙動と照射欠

陥. 時々自分の専門を見失う. 50年モノのイオン加速器のお守 りもしている. 春先からぐずっていたが, 最近機嫌がなおって 放電しなくなったのでほっとしている.



さがら あき お相良明男

生まれは信州滋野村(今の東御市),上田高校 (真田信之居館跡)より名大原子核,プラズマ 研から NIFS に長く,昨春に定年退職.今は核 融合研と総研大の名誉教授,東北大特任(客

員), FEDエディター.専門は中性子工学と表面物理・イオン ビーム解析, ブランケット工学と炉設計, だがこれを機に別世 界へのワープも悪くない.