

[24]全国共同利用研究成果報告

<https://doi.org/10.15017/4763148>

出版情報：全国共同利用研究成果報告. 24, 2021-03. Research Institute for Applied Mechanics,
Kyushu University

バージョン：

権利関係：



第一原理シミュレーションと数値計測による多粒子種プラズマの ポテンシャル形成の定量的理解

核融合科学研究所 ヘリカル研究部
沼波 政倫

研究の目的

磁場閉じ込めプラズマにおける輸送現象の物理的理解と定量的な予測は、炉性能の最適化のみならず、実際のプラズマ実験に対する物理の正確な理解に直結した、核融合研究における重要課題の一つである。一方で、位相空間上の分布関数の時間発展を解く運動論的シミュレーションは、第一原理的にプラズマ輸送現象を扱える強力な解析手法として広く用いられており、上述の輸送現象に対する理解の大きな助けになっている。特に、スーパーコンピュータを利用した研究が進展し、輸送フラックスや乱流スペクトルなどの実験結果を再現する結果も得られている。その中において、シミュレーション結果に対する定量的な議論を行うには、実際の実験観測とできる限り同じ条件下でデータ解析を行うこと、即ち、これまでに我々が実施してきた PCI 数値計測などの実験観測環境に即したデータ解析が重要となる。本研究では、数値計測手法[1]を応用し、近年の輸送研究で重要性を指摘されている電場やポテンシャル分布の輸送現象への影響について、精密な第一原理シミュレーションと数値計測による相互的な解析によって明らかにすることを目的としている。特に、多粒子種プラズマの輸送現象において、局所的なジャイロ運動論的乱流シミュレーションと大域的なドリフト運動論的新古典輸送シミュレーションを実験に即して、より正確に実行し、そこから得られる計算結果に対する数値計測を実施する。

研究方法

本研究課題では具体的な対象として、大型ヘリカル装置 (LHD) における不純物ホールプラズマに注目して、ジャイロ運動論に基づく局所的な乱流輸送コード GKV と、ドリフト運動論に基づく大域的な新古典輸送コード FORTEC-3D を用いた第一原理シミュレーションを実行し、その結果と実際の実験結果との比較解析を進める。当該の不純物ホールプラズマは、不純物炭素イオンの密度分布がコア領域で極端にホローになる現象を有したものであり、核融合炉の炉心性能を向上させ得るものとして、ここ十余りの間、多くの研究がなされてきた。最近の大規模シミュレーション研究によってようやく、第一原理の観点からその特徴的な分布の形成機構に対する説明がなされるようになり、乱流輸送による径方向内向きの粒子輸送と、正の両極性径電場を伴う新古典輸送による外向きの粒子輸送により、不純物ホール分布が維持されている可能性が指摘されている[2]。そこでここでは、シミュレーションで得られた新古典「熱輸送」フラックスと、実験観測における熱輸送フラックスから、乱流寄与分を見積もり、フラックスマッチングの手法を用いた詳細なジャイロ運動論シミュレーションを実行する。同時に計算される粒子輸送フラックスが、先に得られていた新古典計算での粒子輸送フラックスと定量的にバランスし得るかを確認し、さらに、乱流スペクトルや静電ポテンシャル分布のより詳細な計測に向けて、数値計測モジュールへと繋げて、定量的な知見を得る。

今年度の成果

FORTEC-3D コードによる新古典シミュレーションでは、磁気面平均量としてのポテンシャルと、磁気面平均からの変動量 (Φ_1 分布) を考慮した精密な計算が、4 粒子種 (電子、水素、ヘリウム、炭素) のプラズマに対して実行され、不純物ホールが形成される空間領域では、両極性条件を見たとし得る径電場は、符号が正 (電子ルート) の電場のみが存在していることが分かった[3]。その際の不純物炭素イオンの新古典粒子輸送は、径

方向に向かって外向きとなっている。そこで、この新古典シミュレーションで同時に決定される熱輸送フラックスおよび実験観測における熱輸送フラックスを用いて推定された乱流寄与分に対して、定量的に整合するプラズマ温度分布を求め、その分布の下で、ジャイロ運動論シミュレーションを実行した。その結果、熱輸送フラックスだけに整合条件を課しているにも関わらず、同時に計算される粒子輸送フラックスが、新古典計算のものとよくバランスすることが確かめられた(図 1)。この結果は、正の径電場と内向き乱流粒子輸送、および、外向き新古典粒子輸送によって不純物ホール分布が形成されるという第一原理計算に基づいた上述の説明を支持する重要な結果である。

一方、このような説明をより確固としたものにする上でも、数値計測手法によるポテンシャル計測は重要となる。数値計測手法は 3 次元オイラー座標系で適用される。昨年度は磁気座標系上で表された FORTEC-3D コードシミュレーションデータをオイラー座標系上へ変換するルーチンを作成した。このデータマッピング(図 2) を効率的に行うことで、時系列データに対しても高速な計算が可能となる。また、シミュレーションデータには実空間だけではなく、波数空間にスペクトル展開された形式のものもある。本年度はそれら複数のデータ形式に対応できるように汎用的なルーチンの設計を行った。

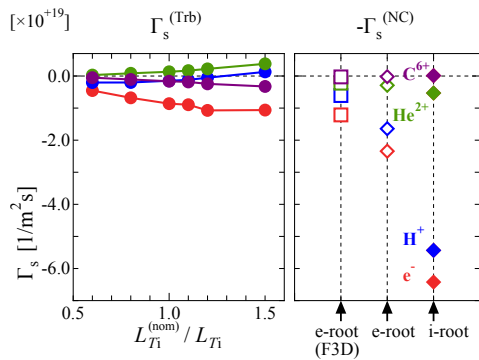


図 1 第一原理シミュレーションによる各粒子種の粒子輸送フラックス。負符号を乗じた新古典フラックス (右) において、大域的新古典計算の結果 (□印) と乱流フラックス (左) がよくバランスし得ることが分かる。

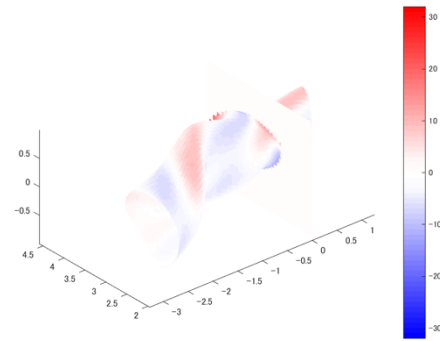


図 2 大域的新古典シミュレーションで得られたポテンシャル分布の 3 次元マッピング。

まとめ

本研究課題では、多粒子種プラズマにおけるポテンシャル形成と輸送現象の理解に向けて、第一原理に基づく大規模シミュレーションにより、特に不純物ホール LHD プラズマでの粒子輸送に着目して解析を進めた。当該プラズマでは、新古典および乱流による粒子輸送がホール分布構造の形成に大きく寄与し、その中で、径電場形成、即ち、ポテンシャル分布が重要な役割を担っていることが分かった。この結果に対して、定量的かつ直接的にデータ解析を行うため、HIBP 数値計測への適用を進めた。今後、実際の実験計測データとの比較も合わせ、多粒子種プラズマのポテンシャル分布の形成機構のさらなる解析を進める。

参考文献

- [1] N. Kasuya, *et al.*, Plasma Sci. Technol. **13**, 326 (2011).
- [2] M. Nunami, *et al.*, Phys. Plasmas **27**, 052501 (2020).
- [3] K. Fujita, *et al.*, Journal of Plasma Physics **86**, 905860319 (2020).

高エネルギーイオン照射法を用いた新奇二次元層状物質の創製

量子科学技術研究開発機構 高崎量子応用研究所 圓谷 志郎

1. 目的

グラフェンや六方晶窒化ホウ素 (*h*-BN) などの二次元層状物質は次世代のエレクトロニクスやスピントロニクス材料として注目されている [1]。さらに、欠陥導入やヘテロ原子のドーピングなどのナノ構造制御により、電子状態・物理的性質の制御が可能になると有望視されている。研究代表者らは、二次元層状物質とヘテロ原子との接合領域に高エネルギーイオンを照射することによるヘテロ原子のドーピング法を探索している [2,3]。同方法では、電子励起相互作用が支配的なエネルギー領域 (数 MeV) のイオンビームをヘテロ原子と二次元層状物質の界面に照射することで、電子励起後の緩和過程で空間的に近接し同様に励起状態にあるヘテロ原子との間で結合の組換え (置換) を生じさせ化合物を作製する (図 1)。本研究では、グラフェンの表面に気体分子を吸着させ、同界面に高エネルギーイオンを照射することでグラフェンに種々の異種原子をドーピングすることを目的とした。具体的には、窒素ガスおよび水をグラフェン表面上に吸着させ高エネルギーイオンを照射することで、それぞれ窒化グラフェンおよび酸化グラフェンの創製を試みた。本報告書では酸化グラフェンの研究成果について報告する。

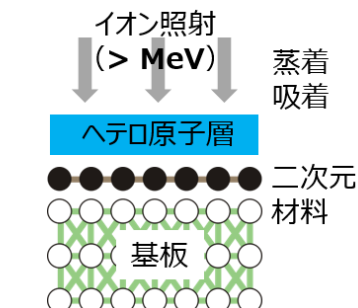


図 1 高エネルギーイオン照射による二次元層状物質へのヘテロ原子ドーピングの概念図

2. 実験方法

多結晶 Cu 基板上にメタン、水素ガスを前駆体とする化学気相蒸着法によりグラフェンを成長した [4]。同グラフェン/Cu をイオン照射槽に導入し、真空中において試料を液体窒素温度に保持し水分子を 200 Langmuir (1 Langmuir = 10^{-4} Torr-sec) 真空槽中に曝露することでグラフェン上に水分子を吸着した。試料を液体窒素温度に保持したまま高エネルギーイオン ($2.4 \text{ MeV } ^{63}\text{Cu}^{2+}$) を照射することでグラフェンへの水分子のドーピングを行った (図 2)。

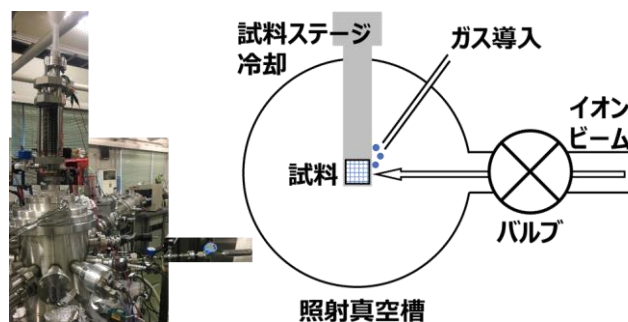
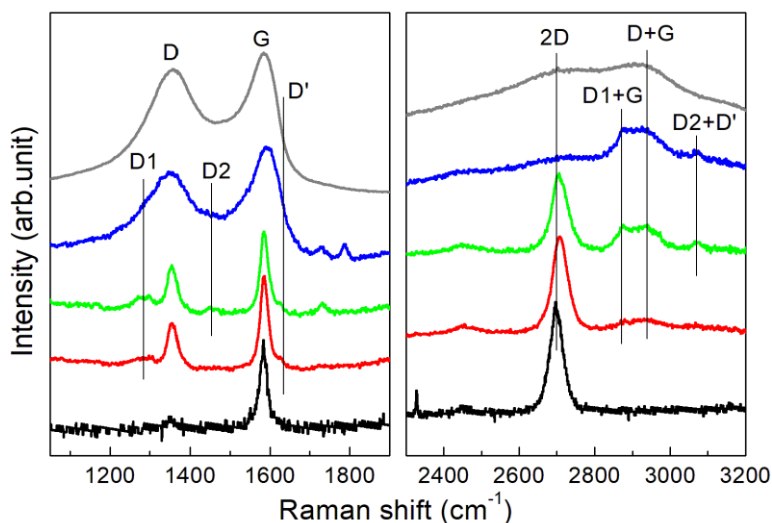


図 2 本研究で開発・製作したイオン照射槽

2)。照射量はグラフェンの原子数密度の 10 - 1% に相当する 10^{14} から 10^{13} ions/cm² を中心に検討した。イオン照射は九州大学応用力学研究所のタンデム加速器を用いた。照射後の未反応の水分子は試料を真空中で 100℃ まで昇温することにより除去した。イオン照射後のグラフェンの電子状態や原子構造は X 線光電子分光 (XPS) や X 線吸収端微細構造 (NEXAFS)、低速電子エネルギー損失分光 (LEELS)、顕微ラマン分光、第一原理計算により評価した。

図 3 イオン照射に伴うグラフェンのラマンスペクトルの変化。未照射グラフェン/Cu (黒)、 10^{13} (赤)、 5×10^{13} (緑)、 10^{14} ions/cm² (青) イオン照射 H₂O/グラフェン/Cu、酸化グラフェン (灰)。

3. 結果および考察

図 3 にイオン照射によるグラフェン

のラマンスペクトルの変化を示す。イオン照射の増大に伴いグラフェンの欠陥生成に起因する D バンド (1355 cm^{-1}) が増大することが分かった。さらに従来のグラフェンや酸化グラフェンでは報告されていないシャープな構造 (D1: 1283 cm^{-1} , D2: 1457 cm^{-1}) が観察された。 2871 cm^{-1} および 3078 cm^{-1} にそれぞれみられる構造が D1 + G および D2 + D' 由来と考えられることから、D1 および D2 はイオン照射によってグラフェン内に形成された構造に由来することが示唆される。これらの構造は照射量の増大にしたがってブロードな構造へと変化した。C 1s XPS スペクトル (図 4) において、 H_2O /グラフェンへのイオン照射により、酸化グラフェンにおいて顕著にみられるカルボキシル基やカルボニル基に由来する構造は観察されず、ヒドロキシ基由来の構造のみが現れることが分かった[5]。このため、高エネルギーイオンの照射量を制御することにより 1 原子層で連続したグラフェンのシートに特定の酸素官能基を任意に付与できる可能性を示すことができた。

本研究では、高エネルギーイオン照射下の非平衡励起反応場を利用することで、従来の化学的な合成手法では得られないヒドロキシ基などの特定の酸素官能基を有する 1 原子層の連続したグラフェンを創出することができた。本技術を発展させることで従来の手法では実現困難な二次元層状物質のドーピング状態および電子状態の幅広い制御に加えて、直進性の高いイオンビームの特徴を活かしてグラフェンや *h*-BN の微小領域に位置選択的なドーピングが可能になることも考えられる。これにより、ナノエレクトロニクスやスピントロニクスの技術に新たな進歩をもたらすことが期待される。

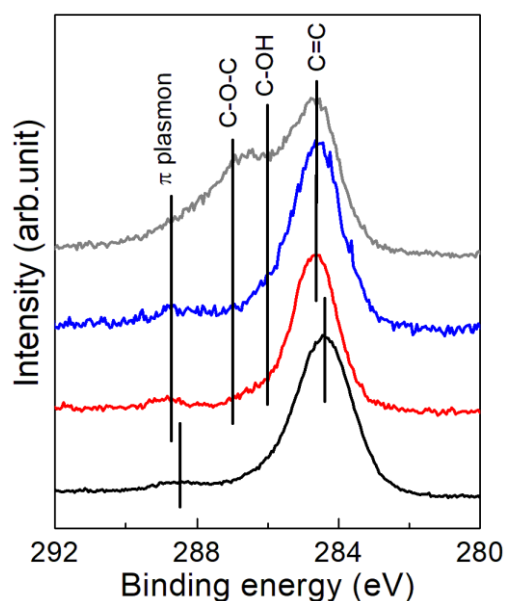


図 4 未照射グラフェン/Cu (黒), 5×10^{13} (赤), 10^{14} ions/cm² (青) イオン照射 H_2O /グラフェン/Cu, および酸化グラフェン (灰) の C 1s XPS スペクトル。

参考文献

- [1] K. S. Novoselov, Nobel Lecture, 106 (2010).
- [2] S. Entani, *et al.*, RSC. Adv. **6**, 68525 (2016).
- [3] S. Entani, *et al.*, Nanotech. **31**, 125705 (2020).
- [4] S. Entani, *et al.*, Appl. Surf. Sci. **475**, 6 (2019).
- [5] S. Entani, *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **57**, 04FP04 (2018).

研究組織

研究代表者:

圓谷 志郎 所属:量子科学技術研究開発機構

研究協力者:

水口 将輝 所属:名古屋大学大学院工学研究科

所内世話人:

渡邊 英雄 所属:九州大学応用力学研究所

成果報告

- 1) 圓谷志郎, 水口将輝, 渡邊英雄, 山崎雄一, 針井一哉, 大島武, 「高エネルギーイオン照射による酸化グラフェンの官能基制御」, 2021 年第 68 回応用物理学会春季学術講演会 2021 年 3 月.
- 2) Shiro Entani, Masaru Takizawa, Masaki Mizuguchi, Hideo Watanabe, Songtian Li, Hiroshi Naramoto, Seiji Sakai, Kazuya Harii, Yuichi Yamazaki, Takeshi Ohshima, “Heteroatom doping into two-dimensional materials by high-energy ion irradiation”, 4th QST International Symposium 2020 年 11 月.

収差補正機能付き分析電子顕微鏡による構造材料の高精度定量分析

公益財団法人若狭湾エネルギー研究センター 安永和史

1. 緒言

Zr 合金は軽水炉の燃料被覆管材料として用いられており、耐食性や機械的性質の向上を目的として Zr に Sn、Fe、Cr 等の元素が合計 2 wt.%未満添加されている。被覆管使用温度において Fe 及び Cr は Zr 中での固溶限が極めて低く、主として Zr(Fe, Cr)_2 系の析出物中に存在している。原子炉運転中には中性子により Zr 合金の構成原子が弾き出され、析出物においては Fe 原子の優先的な消失が生じ Zr 合金の耐食性等に影響を与える可能性がある。そこで、加圧水型及び沸騰水型の軽水炉で使用されているジルカロイ 4 (Zry-4) 及びジルカロイ 2 (Zry-2) 中に存在する Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の重イオン照射下での原子の弾き出し損傷に伴う挙動について、析出物の化学組成の変化の観点から調査した。

2. 実験方法

2 種類の Zr 合金は、試料厚 100 μm の板材を直径 3 mm の円盤形に打ち抜き、真空中において 630°C で 2h の熱処理した材料である。重イオン照射実験には九州大学応用力学研究所に設置されたタンデム型加速器を用い、試料温度 400°C、最大 30 dpa の弾き出し量まで 3.2 MeV の Ni イオンを照射した。照射後の試料は集束イオンビーム (Focused Ion Beam; FIB) 装置を用いて、重イオンの入射方向に垂直な方向から TEM 観察可能な断面薄膜試料に加工した。試料の微細組織観察には (公財) 若狭湾エネルギー研究センターに設置された透過型電子顕微鏡 (TEM、JEM-3000F、JEOL) を用い、走査透過型電子顕微鏡法・エネルギー分散型 X 線分光法 (Scanning Transmission Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy; STEM-EDS 法) により元素分布像を取得した。電子の加速電圧は 300 kV である。

3. 結果および考察

図 1(a) は Zr 原子の弾き出し閾エネルギーを 40 eV として SRIM コードを用いて計算した、3.2 MeV の Ni イオンが Zr に入射した際に誘起される弾き出し量の表面からの深さ依存性である。最大の弾き出しが生じる深さ領域での損傷量は 30 dpa である。図 1(b) は同一の条件で重イオン照射後の Zry-4 の断面微細組織の元素分布像であり、構成元素である Fe の分布を緑、Cr の分布を赤、Zr の分布を青に指定しそれらを重ね合わせた。重イオンは左方向から試料表面に垂直に入射している。明るい黄色で観察される楕円形状のコントラストは Zr(Fe, Cr)_2 系の析出物に対応している。両矢印で示した試料表面から深さ 2000 nm の領域にお

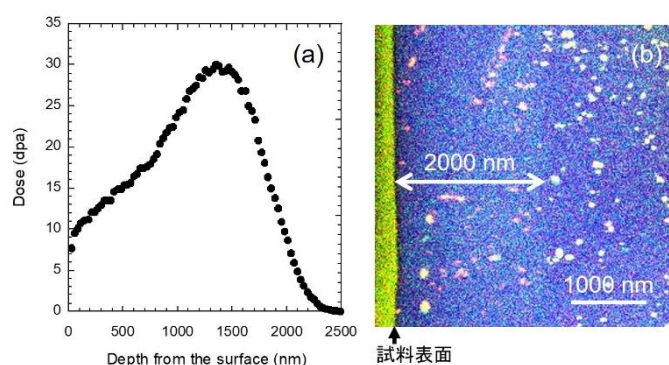


図 1 Zr に 3.2 MeV の Ni イオンが入射した場合に生じる弾き出し量の表面からの深さ分布(a)及び重イオン照射後の Zry-4 試料断面の元素分布像(b)。

いて赤みがかった析出物が観察されるが、これらは弾き出しにより化学組成が変化したこと、具体的には Cr 原子の Fe 原子に対する割合が増加したことを反映している。

図 2 は 12 dpa の弾き出しを受けた Zry-4 及び 17 dpa の弾き出しを受けた Zry-2 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の Fe 及び Cr の空間分布を示す元素分布像である。析出物は白矢印で指し示し、Fe の分布を緑、Cr の分布を赤で表示した。今回の重イオン照射条件において析出物中の Cr の分布は大きく変化しないため、Cr の分布像において測定した長軸の値を析出物の粒径として表示した。析出物中の Fe と Cr の分布及びコントラストを比較すると Fe の存在領域は小さく、コントラストは低い。弾き出し前の Fe 及び Cr の空間分布はほぼ同一または若干 Fe の分布の方が大きいことから、両合金と

もに弾き出しに伴い個々の析出物から Fe が消失したことが分かる。

図 3 は Zry-4 及び Zry-2 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の Fe の原子比 ($\text{Fe}/(\text{Fe}+\text{Cr})$) の弾き出し量依存性を示したもので、Fe の原子比及び弾き出し量ともに 5 dpa 刻みでグループ化して評価し、標準偏差を付して表示した。Fe の原子比の導出には、エネルギー分散型 X 線分光法により求めた個々の析出物中の Fe 及び Cr の原子濃度を用いた。Zry-4 及び Zry-2 の析出物中の Fe の原子比は、ともに弾き出し量の増加に対して一次関数的に減少している。Zry-2 と比較して Zry-4 中の析出物の Fe の原子比は、初期値が高く、さらにその減少率が低いことから 30 dpa の照射量まで高い値を維持した。すなわち、 Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の組成安定性は Zry-4 中の方が Zry-2 中よりも高いと考えられる。

弾き出し損傷に伴う Zr(Fe, Cr)_2 系析出物からの Fe 原子の消失は析出物の表面から進行するため、その表面積の総原子数（体積）に対する割合が高いほど消失速度が高いと考えられる。一般的に立体の表面積の体積に対する割合は粒径に反比例する。図 4 は Zry-4 及び Zry-2 中の未照射時における Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の粒径分布で、その平均粒径は 121 nm 及び 82 nm と評価された。よって Zry-2 中よりも Zry-4 中の析出物の平均粒径が大きな値をもつことは、析出物から Fe 原子が弾き出され母相中に移動する割合が Zry-2 中と比較して Zry-4 中では低下することに繋がり、弾き出し損傷下での高い組成安定性に寄与していると考えられる。

4. まとめ

Zry-4 及び Zry-2 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の弾き出し損傷に伴う化学組成の変化について調査した。両合金中の析出物ともに弾き出し量が増加すると Fe の原子比が一次関数的に減少した。Fe の原子比の減少率は Zry-4 中の析出物の方が Zry-2 中のそれよりも低く、Zry-4 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物は弾き出し損傷下で化学組成の安定性が高いことが判明した。

研究組織

研究代表者：安永和史（（公財）若狭エネ研）

研究世話人：渡辺英雄（九大応力研）

研究協力者：島袋瞬、牟田口嵩史（九大応力研）

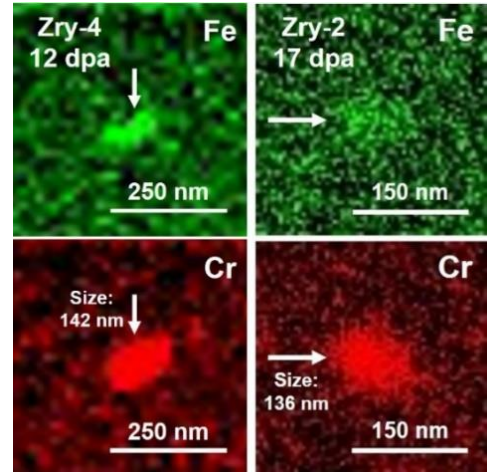


図 2 重イオン照射された Zry-4 及び Zry-2 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の Fe 及び Cr の元素分布。

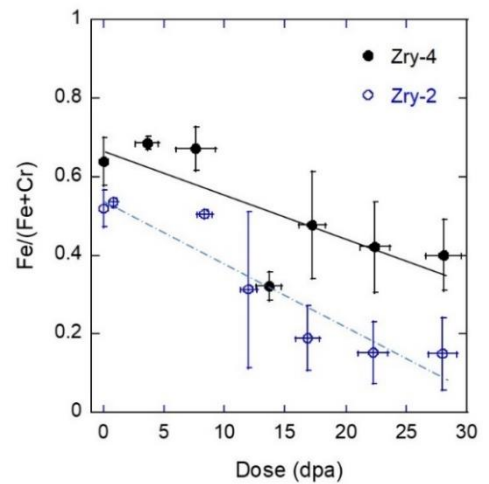


図 3 Zry-4 及び Zry-2 中の Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の Fe の原子比の弾き出し量依存性。

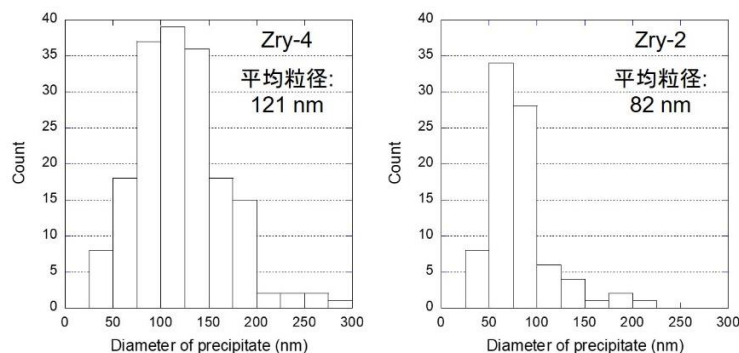


図 4 未照射時の Zry-4 及び Zry-2 中に存在する Zr(Fe, Cr)_2 系析出物の粒径分布。

セラミックス材料の照射欠陥形成およびその安定性

九大工 吉岡聰, 安田和弘, 鶴田幸之介 (院), 山本知一, 松村晶

1. 目的

酸化物セラミックスであるスピネル型構造 AB_2O_4 (A:2 価元素, B:3 価元素) は, A および B 元素の多様な組み合わせによって例えば電気伝導性, 磁性等の機能を発現する重要な材料群である. スピネル型構造では, カチオンが 4 配位の A サイトおよび 6 配位の B サイトを有し, アニオンである酸素が面心立方構造 (FCC) の副格子を形成している. スピネル型構造化合物のうち $MgAl_2O_4$ は, 低温域では Mg が 4 配位の A サイト, Al が 6 配位の B サイトを占める正スピネル構造であるが, 高温域では, 一部の Mg と Al がサイト交換をするカチオンの不規則配列を生じることが知られている. このようなカチオン不規則化は, 高速重イオン等の放射線照射誘起によっても生じることが報告されている. カチオンの不規則化は, スピネル化合物の機能性にも密接に関係するため, その制御が重要である. 材料の構造解析に重要な手法の一つに X 線吸収分光 (XAFS) 法があり, 配位環境や電子構造に関する情報を与えてくれる. XAFS 法では, 特に元素選択性に優れるため, スピネル型酸化物のようにカチオンを複数含む系では詳細な構造観察可能にする有効な手段である. そこで本研究では, 高速重イオン照射による $MgAl_2O_4$ スピネル中のナノ構造変化について, XAFS 法の XANES 領域とその理論計算により解析した¹⁾.

2. 実験方法

出発試料は, 多結晶体 $MgAl_2O_4$ (住友電工) を用いた. 高速重イオン照射実験は, 原子力機構東海センター, タンデム加速器内ビームライン H1 で行った. サイズ 10 mm^2 のイオンビームを真空, 室温下で試料表面に一方向から照射した. 照射するエネルギー及びイオン種を 100 MeV Xe として, 照射量による構造変化を観察するために, 2種の照射 3×10^{11} , 5×10^{11} , 1×10^{12} , 5×10^{12} , $1\times 10^{13}\text{ cm}^{-2}$ をそれぞれ施した. $MgAl_2O_4$ 試料中へのイオンの侵入長は, 固体物質への原子衝突シミュレーションプログラム (SRIM コード) により $15\text{ }\mu\text{m}$ 程度と見積もられている.

XAFS 測定は, 高エネルギー加速器研究機構, フォトンファクトリーのビームライン BL-11A で行い, Mg K-edge (1280 eV) 及び Al K-edge XANES (1550 eV) を蛍光法により測定した. 試料の X 線透過率は, 厚さ $10\text{ }\mu\text{m}$ で 0.001 程度まで減衰するため, XANES スペクトル信号は, イオン照射された領域から選択的に得られている.

3. 結果および考察

図 1 (a) にイオン照射した $MgAl_2O_4$ 試料及び非照射試料の Mg K-edge XANES スペクトルを示す. 照射量が比較的低い 3×10^{11} , $5\times 10^{11}\text{ cm}^{-2}$ 試料のスペクトルでは, 非照射試料から大きな変化が見られない. 一方, 高照射試料の $1\times 10^{13}\text{ cm}^{-2}$ では, 特徴的なピーク A, B, C の強度比が大きく変化し, さらにスペクトル全体が高エネルギー側にシフトしている. このような照射量に伴った変化を詳細に観察するために, 照射試料と非照射試料との間で差分し, その結果を図 1 (b) に示している. 低照射試料の差分スペクトルは, 変化の強度は小さく, Signal/Noise 比も低いものの, その形状は高照射試料のスペクトル形状と良く一致している. すなわち, イオン照射量が低い場合

から高い場合にわたって、局所構造変化は系統的であることを示している。

このような XANES スペクトル変化から局所構造変化を解釈を計算スペクトルにより行った。密度汎関数理論に基づく計算には、スピネル型構造 ($Fd-3m$) の primitive cell を $2 \times 2 \times 2$ に拡張した 96 原子のスーパーセルを用いた。スペクトル変化の起源となる局所構造について、カチオン Mg および Al の規則配列および不規則配列を想定した。計算では、初めに Projector-Augmented Wave (PAW) 法により原子配置の最適化を行い、得られた安定構造のもと full-potential linearized Augmented Plane Wave (APW) 法により Mg K-edge の理論 XANES を得た。図 2 に計算スペクトルの結果を示す。まず、規則モデルの Mg K-edge スペクトルが実験スペクトルでの非照射試料のスペクトルを非常によく再現している。次に、不規則化を想定したモデルからの Mg K-edges 計算スペクトルでは規則状態のスペクトルに比べピーク C の強度が著しく増加している。このような規則モデルのスペクトルから不規則化モデルのスペクトルへの変化は、実験スペクトルでの照射量に伴う変化の傾向と一致している。すなわち、実験スペクトルでのイオン照射量に依存した変化は、カチオンの不規則化に起因していることを示唆している。さらに図 2 (b) に示す不規則モデルと規則状態である正スピネルモデルのスペクトルの差分では、実験スペクトルでの照射試料、非照射試料の差分スペクトルをよく再現している。このような理論 XANES スペクトルによる解析によって、イオン照射を起源としてカチオン Mg および Al が不規則化し、さらに照射量の増加に伴って、不規則度が増加していることが示された。

(1) S. Yoshioka et al., *J. Am. Ceram. Soc.*, 103:4654–4663 (2020)

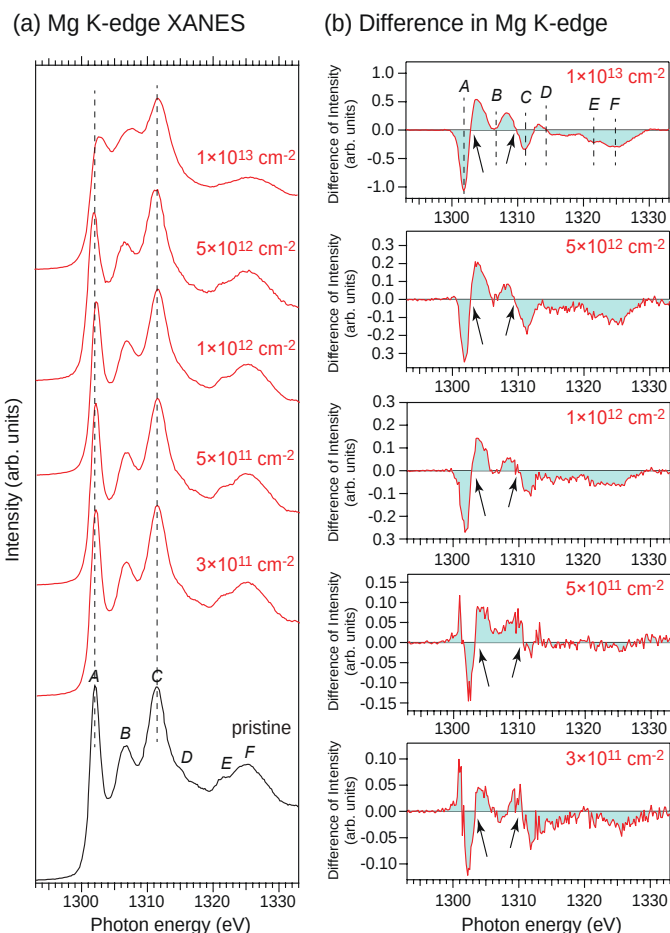


図 1 100 MeV Xe を照射した MgAl_2O_4 の (a) Mg K-edge XANES および (b) 非照射試料との差分スペクトル

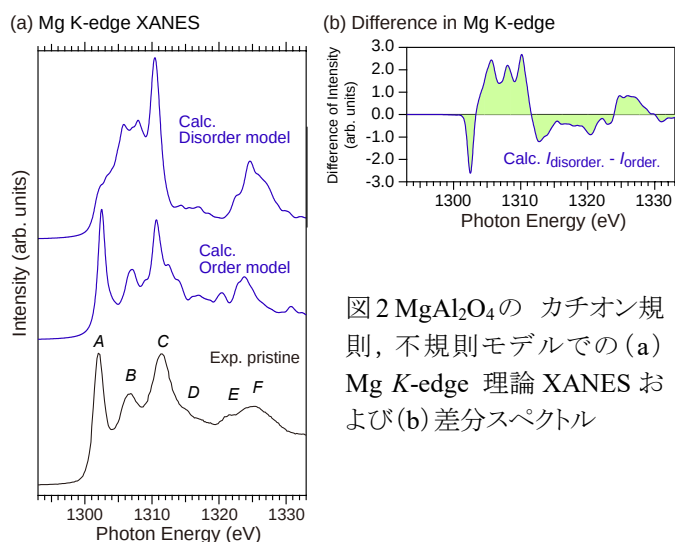


図 2 MgAl_2O_4 の カチオン規則、不規則モデルでの (a) Mg K-edge 理論 XANES および (b) 差分スペクトル

降着円盤と乱流輸送

国立天文台 町田真美

目的

原始星やブラックホールに対して質量が流れ込む降着円盤では、角運動量の輸送や磁場がダイナモ効果により非線形発展する過程が重要な問題として認識されている。これらの問題にアプローチする際に重要となるパラメータの一つとして、乱流や流れ場が有するヘリシティがある。本研究では、乱流プラズマのヘリシティの非線形発展や、対称性の破れに関する研究が進められている応用力学研究所のグループと協力することで、降着円盤における乱流輸送という難問に挑戦する。Magneto-Rotational Instability (MRI) 不安定性やその他の非理想 MHD 効果を含む不安定性を実験観測するために必要となるパラメーターの同定し、PANTA 等の装置を用いた実験観測的研究へと発展させることを目的とする。

結果

本年度は、原子惑星円盤を念頭に置き、プラズマと中性ガスが共存する系における乱流、運動量輸送、流れ構造形成の研究を進めた[1]。運動量を介して磁化プラズマと中性粒子ガスが結合する場合、磁化プラズマが有していた準2次元性質が保存されることがわかった。そのような場合に形成される特徴的な渦構造として、最小エントロピー状態における構造について解析を進め、プラズマ中の流れ構造や電場構造が中性粒子分布を変化させることで制御できる可能性

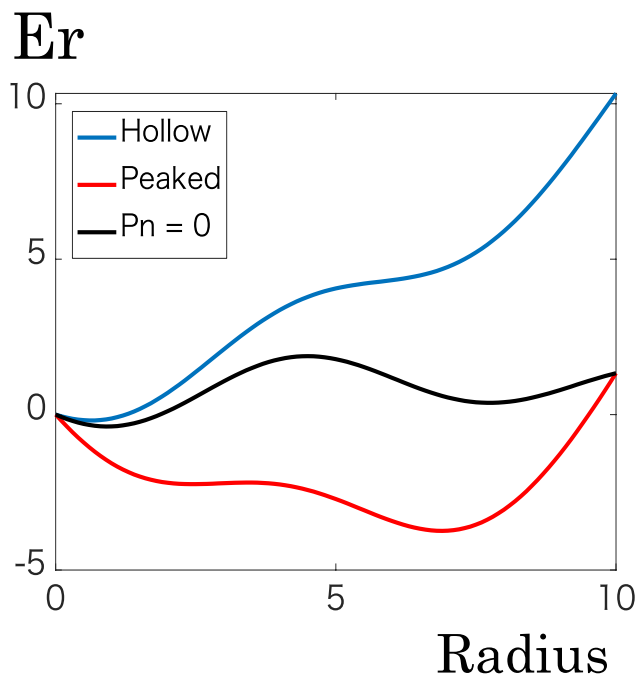


図1: 最小エントロピー状態における電場構造と中性粒子分布への依存性

を見出した(図 1)。

次に、降着円盤における MRI 乱流の持つダイナモ効果に関する考察を進めた[2]。通常平均場理論によると磁場が乱流起電力、特にアルファ効果によって増幅される。これらの磁場は異常抵抗によって散逸され、これらの釣り合いから最終的な磁場の強度が決まる。現状の数値実験では異常抵抗について簡約化されたモデルを用いている。このモデルについて、MRI 乱流から生じる異常抵抗を自己無撞着に取り入れること、または局所的に増幅された電流が駆動する微視的なプラズマ不安定性に起因する異常抵抗へと拡張できること、などを見出した。

原子惑星円盤やブラックホール周りの降着円盤など多様な円盤系が存在する。円盤系における乱流や輸送を包括的に理解するためには、MHD による MRI 乱流の他にさまざまな非 MHD 効果が重要となる。今回の研究では、中性粒子が存在する場合の流れ構造の形成に関する解析を進めた他、電子の微視的ダイナミクスに起因する異常抵抗について考察を深めることができた。多様な円盤系への応用の礎を構築することができた。

成果

1. Y. Kosuga, D. Aoki: ‘Minimum enstrophy flows in drift wave turbulence with neutral particles’ Plasma Phys. Control. Fusion **62** (2020) 105002
2. 町田真美、ブラックホール周辺のプラズマのダイナミクス プラズマ核融合学会第 24 回支部大会 2020.12.20 INV03

研究組織

町田真美(国立天文台)、小菅佑輔(九大応研)

金属間化合物合金における空孔型欠陥と水素原子の相互作用に関する研究

大阪府立大学工学研究科 堀史説

はじめに

材料中での水素原子は様々な構造材料で問題になり得る。特に核融合炉でのプラズマ相互作用では重要な問題の一つである。これは、水素による脆化やボイドスエリングなどの機械的強度において重大な劣化を引き起こすためである。加えて、熱伝導などの材料特性とも密接な関係を有しており、これらの相互作用について様々な研究が進められている。このような材料中の水素状態は他の元素に比べて非常に難しく、微量検出や欠陥との結合捕獲状態などの評価は限られた手法で特定のものに限られて来た。また、水素原子は結晶欠陥との相互作用や合金種に敏感に依存するなどその挙動は単純でない。このような格子欠陥に対しては、陽電子消滅法は原子レベルでの空孔の検出に優れており、局所的な電子密度分布の評価が可能である。これまでの研究で、空孔を含む合金に水素を注入した際に空孔内の電子状態の変化が陽電子消滅法によって観測されている。特に、近年体心立方格子(bcc)を有する金属での水素同位体の貯留が大きな問題になっており、タングステン中の空孔型欠陥に多量の水素が捕獲されるという報告もある。我々のこれまでの研究においても、bcc を基本構造とする金属間化合物で空孔への水素原子捕獲とその安定化が少しずつ明らかになって来た。中でも bcc 構造を基本とする規則構造の Fe-Al 合金では第一原理計算において単一空孔あたりに複数の水素原子を捕獲安定化する結果を得ており、これに対応する実験として、電子線照射によって空孔を導入した Fe-Al 合金の空孔が電気化学的手法による水素注入によって状態変化する挙動を陽電子で捉えている。しかし、同じ bcc 型の規則構造構造を有する Fe-Rh 合金においては必ずしも Fe-Al 合金と同様の大きな変化は観測されず、これは第一原理計算で空孔と水素の相互作用が Fe-Al 合金に比べて小さいという結果と良く対応していた。そこで、今回は特に Fe-Al 合金に焦点を絞り、電子線照射の有無による注入水素の挙動を調べるために、照射前後にそれぞれ電気化学的手法である電界水素注入法で水素を取り込んだ後の加熱による水素の放出挙動について調べた。

実験方法

試料はアーク溶解にて作成したの Fe-48at.%Al インゴットをおよそ 10 mm×10 mm×1 mm の板状に切出し表面を鏡面研磨したものを使用した。この試料を 3×10^{-4} Pa の真空中で 600℃、120 時間の焼鈍を行均一化熱処理した後にエックス線回折により B2 単相の試料を作成した。この合金に京都大学複合原子力研究所(KURRI)にて線形型電子線型加速器を用いて 8 MeV の電子線を照射温度 35～40℃で照射量 1×10^{18} e⁻/cm² の照射を行った。照射前後の試料に対し、チオシアン酸アンモニウム溶液を用いた電解水素チャージによる水素の注入を 0.3 A/cm² で 10 時間行った。これらの試料に対して、昇温脱離分析(TDA)測定により等時焼鈍による水素の放出挙動を調べた。昇温速度は 1 K/s で行い、四重極質量分析計を用いた水素量測定を行った。

実験結果

図1は未照射試料に水素チャージしたFe-Al合金のTDA水素放出スペクトルである。これは縦軸のスケールからも分かるように殆んど明確な放出ピークも見られないので、実際には水素は試料内部に残留していないと考えられる。一方、図2には2MeVで電子線照射した試料の水素放出挙動を、図1のデータと一緒にプロットしている。この図を見ると、未照射試料に比べて明らかに放出される水素が大量に存在していることがわかる。約350℃付近と520℃付近に2つの水素放出ピークが確認される。この試料のX線回折データからは照射前との変化は見られず、水素化物の形成は起こっていないことが示されている[1]。そのため、この試料内の水素は化合物を形成せずに、室温では放出されない程度の安定な位置に捕獲されていると考えられる。図3は同じく8MeVの電子線照射した試料の水素放出挙動である。2MeV照射と放出温度に違いが見られるが、水素を内部に捕獲していることがわかる。これまでの陽電子消滅測定の結果と比較して考えると、照射電子線のエネルギーが異なることで照射導入空孔が鉄空孔とアルミニウム空孔の比率が異なる結果が示されており、注入された水素を捕獲した空孔種が異なっているためであると考えられていた。実際の放出挙動にこのような違いが確認されたことで、空孔種に依存した水素原子の空孔への捕獲状態が異なることが示された。

謝辞：本研究は九州大学応力研の共同利用の助成を受けたもので、同研究所の大澤一人先生及び京大複合原子力研の徐ギョウ准教授との共同研究の一環として実施しています。実験、議論頂き有り難うございました。

研究組織：堀史説（大阪府大工学研究科）、Xu Qiu（京大複合原子力研）、大澤一人（九大応力研）

参考文献

[1] 平成28年九大応力研共同利用報告書 vol.20 p.158

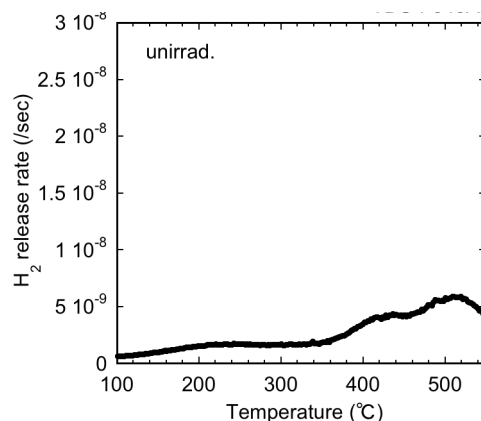


図1 未照射のFe-Al合金への水素チャージ後のTDAスペクトル

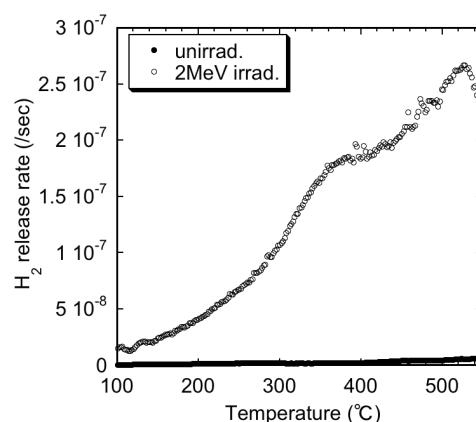


図2 2MeV電子照射したFe-Al合金への水素チャージ後のTDAスペクトル

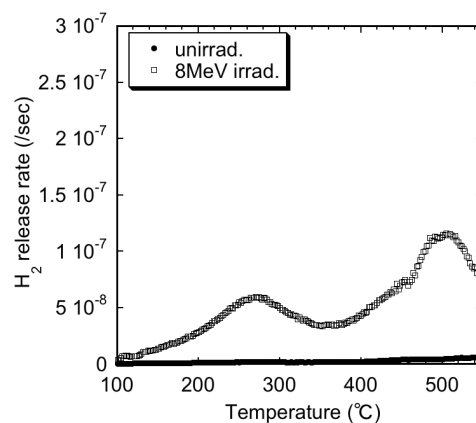


図3 8MeV電子照射したFe-Al合金への水素チャージ後のTDAスペクトル

高温プラズマ曝露炉内機器の表面変質と損傷に関する総合的研究

九州大学応用力学研究所 吉田直亮

1. 研究目的

高温プラズマ閉じ込め装置におけるプラズマ対向壁表面は、飛来するプラズマ粒子による照射損傷や壁表面から弾き出された原子の再堆積や侵入によって激しく変質する。この現象(プラズマ・壁相互作用、PWI)によって壁面の剥離や表面特性の劣化が起こりプラズマの性能にも悪い影響を及ぼすことが判って来た。

PWI によるプラズマ対向面劣化現象のメカニズムを明らかにし、それを抑制するための対応策を見出すことは、核融合炉実現に向けて現段階で取り組むべき重要な研究課題であり、本研究では昨年度に引き続き、当初の計画通り下記3課題を中心に研究を進めた。

課題1 QUEST 及び LHD における多様な PWI 現象の解明

課題2 QUEST 高温プラズマ対向 W 壁用ライナー材料の開発と評価

課題3 W 再堆積層の微細組織形成に及ぼす He プラズマ同時照射の影響

本報告では、各課題において得られた成果について述べる。

2. 課題1の成果

2.1 QUEST において壁から再放出される水素が長時間プラズマ放電に及ぼす影響とその抑制対策

QUEST における今期のキャンペーン(2020S/S-2)では放電持続時間が 6 時間(計画停止)の放電など数時間を超える超長時間放電実験が 1 ヶ月にわたり行われた。本研究では、各種のプラズマ曝露用試験片を壁面に固定し、それらが受けた PWI の影響(表面組織・組成、水素の吸蔵・放出特性、等の変化)を詳細に調べた。

プラズマとの相互作用が強い上部壁(T),下部壁(B)に取り付けた試験片への不純物の堆積は、放電時間が非常に長かったにも関わらず精々 8nm 程度でありプラズマによる照射損傷も軽微なこと(TEM 観察結果)からこれまでに無く PWI が抑制された優れた放電が行われたことが判る。図 1 の GD-OES データが示すように再堆積層においてはプラズマ対向材の構成原子である金属原子(Fe, Cr, Ni, W)の濃度が再び 50at%を超え、長時間放電が頻繁に行われた 2016A/W に匹敵する金属原子の割合に戻った。2016A/W での経験からこのような金属成分の多い堆積層で覆われた W を 200°C で H イオンに曝した場合、水素は殆ど保持されことなく素早く放出されることが判っており、粒子バランスの制御が容易になり安定な超長時間放電が達成できたものと思われる。

2.2 真空容器保護壁面への不純物堆積挙動から見た LHD 内の水素同位体残留機構

本研究では、LHD プラズマ対向壁の、どのような場所に、どのようなメカニズムによって、どれだけの水素同位体(T 等)が捕捉されるか、を明らかにすることを目的として、多数の試験片をプラズマ対向壁面上に固定し T が発生する D-D 放電が行われた C-19, C-20 及び C-21 のプラズマ放電に曝した。各キャンペーン終了後、試験片を取り出し、表面及び内部の変化、特に微視的な組織・組成変化、について TEM、SEM を用いて詳細に調べた。更にこれらの領域に滞留する T を IP 法により測定し、表面状態との関係を調べた。

ダイバータ材として等方性黒鉛を用いている LHD ではプラズマ対向面(SUS)に飛来し堆積する主たる不純物は炭素(C)であるが、堆積層の厚さは場所によって大きく異なる。主プラズマに近接する内側壁面はプラズマによって激しくスパッタされるため損耗ドミナントとなり、堆積層の厚さは数 nm 程度にとどまる。一方、主プラズマから遠い外側壁面でダイバータに近い領域ではダイバータ表面から直接飛来する C 原子や C-H 分子が多い上にプラズマによるスパッタリング損耗が期待できないため堆積ドミナントとなり、場所によっては図2に示すような桁違いに厚い堆積層で覆われる。IP 測定により T は炭素を主成分とする厚い堆積層に覆われた堆積ドミナント領域(壁面の約 50%)に局在することが判った。C と強く結合する水素同位体は一旦堆積層内に取り込まれると容易に分離・放出されることはなく安定に蓄積されるため除去は容易ではない。LHD では真空容器内に滞留

している T を除去するために H や He を用いたグロー放電洗浄 (GDC) が頻繁に行われているが、C が殆ど堆積していない損耗ドミナント領域では効果が有るものの、図2に示した様な堆積ドミナント領域では効果は限定的である。その上 GDC により主プラズマに近い領域で剥離・放出された SUS 微粒子が飛来し表面を覆うためむしろ T を DGC から“守る”結果になっている。ダイバータに炭素材を使用する限り大量の T の真空容器内滞留を抑えることは難しく安全管理上課題が残る。金属ダイバータであれば当然ながら T の容器内滞留量は桁違いに減少する。壁の温度を 200-300°C 程度に加熱できれば残留 T は更に減少するであろう

3. 課題2の成果

QUEST ではこれまでプラズマ対向壁ライナーの温度を 100-200°C 前後に保ち放電実験が行われてきたが、今後は温度を更に上げ核融合炉で想定される 500-600°C に保った状態での高温プラズマ定常放電実験が計画され、準備が始まっている。現在の QUEST では壁ライナーとして APS-W 被覆 SUS 板材が用いられているが、残念ながら APS-W は多くの空隙や亀裂を内包するため 500-600°C 温度領域で激しい水素の吸蔵・放出が起こり粒子バランスの制御が難しくなることが予想される。従って今後更に壁温度を上げて定常放電を実現するためには水素の吸蔵・放出量が十分少ない新たな W 接合 SUS ライナーに置き換え、粒子バランスの制御を容易にする必要がある。昨年度からメーカー、研究機関等の協力を得て目的に叶う W ライナー材の開発を進めており、本年度は提供された試作材の特性評価試験を行った。詳細は割愛するが、500-600°C 領域での水素吸蔵量や再放出量が目指すレベルにあるかどうかを調べた結果、接合方法によっては 600°C 領域での吸蔵・放出現象が顕著になった試作材も有ったが接合過程や表面仕上げ過程で発生する表面近傍の強変形層を除去することによって改善できることも明らかになって来た。今後も引き続き開発を進める。

4. 課題3の成果

長く続けて来た W における He プラズマ照射効果に関する共同研究をベースに、プラズマ・核融合学会年会において下記のシンポジウム (WEB 会議) を行った。多くの参加者を得て活発な議論が行われた。

プラズマ・核融合学会 第37回年会シンポジウム (2020.12.2 15:30-17:30)

「核融合炉においてヘリウムプラズマ-壁相互作用がもたらす問題点の整理と課題克服への対応」

1. 趣旨説明 吉田直亮 (九大)
2. 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 坂本隆一 (NIFS)
3. ヘリウム-タングステン共堆積層による構造・物性変化と核融合炉への影響 梶田 信 (名大)
4. シミュレーションで見られるファズ成長のスパッタリング・再堆積過程の重要性 伊藤篤史 (NIFS)
5. 表面／バルクに存在するヘリウムが水素同位体滞留に及ぼす影響 大矢恭久 (静岡大)
6. 核融合炉におけるヘリウムリサイクリングの影響と QUEST 実験 花田和明 (九大)
7. 総合討論

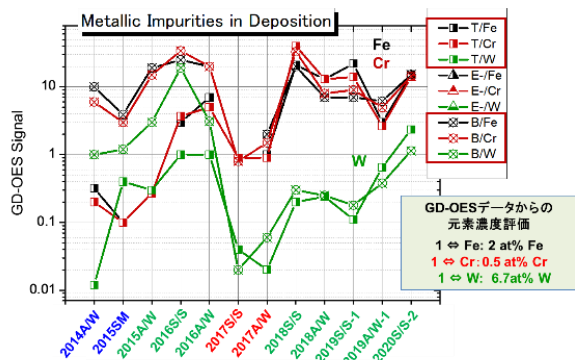


図1 QUEST における不純物堆積の変遷

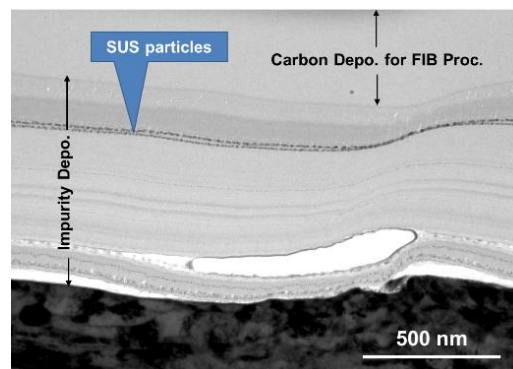


図2 LHD の炭素を主成分とする厚い堆積層 (C21)

タングステン合金の熱負荷特性に及ぼす添加元素の影響

京都大学複合原子力科学研究所
九州大学応用力学研究所徐 虬
徳永和俊

1. 目的

一般的に、タングstenは低温脆化、再結晶脆化及び照射脆化などの弱点で核融合炉プラズマ対向材として問題がある。近年、W-Y₂O₃合金が良い力学特性を示したため、注目されている。本研究では、W-Y₂O₃合金の高温プラズマ耐照射性を調べるため、イオン加速器—透過型電子顕微鏡システムを用いて、ヘリウムイオン照射中に組織変化のその場の観察を行った。

2. 実験方法

液相ドーピング法及び放電プラズマ焼結する方法（SPS）でタングsten合金 W-Y₂O₃ を作製した。作製途中に50%の冷間加工の工程を入れた。この合金から厚み0.1mm、直径3mmの試料を切り出した。その後、2%のNaOH溶液を電解研磨液として使って、透過型電子顕微鏡で観察ができる薄膜試料を作製した。電解研磨の電圧は約10Vであった。ヘリウムイオン照射は島根大学に設置されたイオン加速器—透過型電子顕微鏡システムで実施された。ヘリウムイオンのエネルギーは5keVで、ヘリウムフラックスは約 1.5×10^{18} He/m²であった。照射温度は773K、973Kと1173Kであった。

3. 実験結果と考察

図1に773K、973K及び1193Kでヘリウム照射下での損傷組織を示す。図の上から下までの照射温度はそれぞれ773K、973Kと1193Kであった。図に 4.5×10^{20} He/m²より低高いヘリウム照射量の組織写真だけを示した。いずれの照射温度においても 4.5×10^{20} He/m²まで照射すると、ヘリウムバブルの密度が最大になった。その後、ヘリウム照射量の増加と共に、ヘリウムバブルの密度が減少し、バブルのサイズが増加した。また、図に示したように、同じ照射量においては、照射温度の増加とともに、ヘリウムバブルの密度が減少し、サイズが増加した。照射による材料の体積の変化、即ちスエリングはバブルの密度とサイズの乗算である。照射温度の増加と共に、ヘリウムバブル形成によるスエリングは増加した。また、1173Kでヘリウム照射された純タングstenにおけるヘリウムバブルの形成に比べ、W-Y₂O₃合金の方がスエリングは低かった。これはナノ粒子Y₂O₃がヘリウムバブル成長を抑えたことを示唆している。

図に、黒い粒子がY₂O₃ナノ粒子である。しかし、高温においては、照射量の増加と共に、試料が変形したため、全く同じ場所でも組織観察が不可能であった。実際、図に示したY₂O₃ナノ粒子が違った場所にあったものであった。高温度でヘリウム照射中にY₂O₃ナノ粒子の成長、または縮小が観察されなかった。Y₂O₃ナノ粒子の熱安定性が高いと考えられる。

4. まとめ

液相ドーピング法及び放電プラズマ焼結する方法を用いて、W-Y₂O₃合金を作製した。この合金に対して、5keVのヘリウムイオン照射し、ヘリウムバブルの形成とスエリングの温度依存性を調べた。ヘリウムの照射温度が高くなると、ヘリウム照射によって形成されたバブルの密度が減少し、サイズが増加した。その結果、スエリングが増加した。純タングstenに比べ、W-Y₂O₃合金の方がスエリングは抑制された。これは添加したY₂O₃ナノ粒子がヘリウムバブルをトラップし、バブルの成長を抑えたと考えられる。

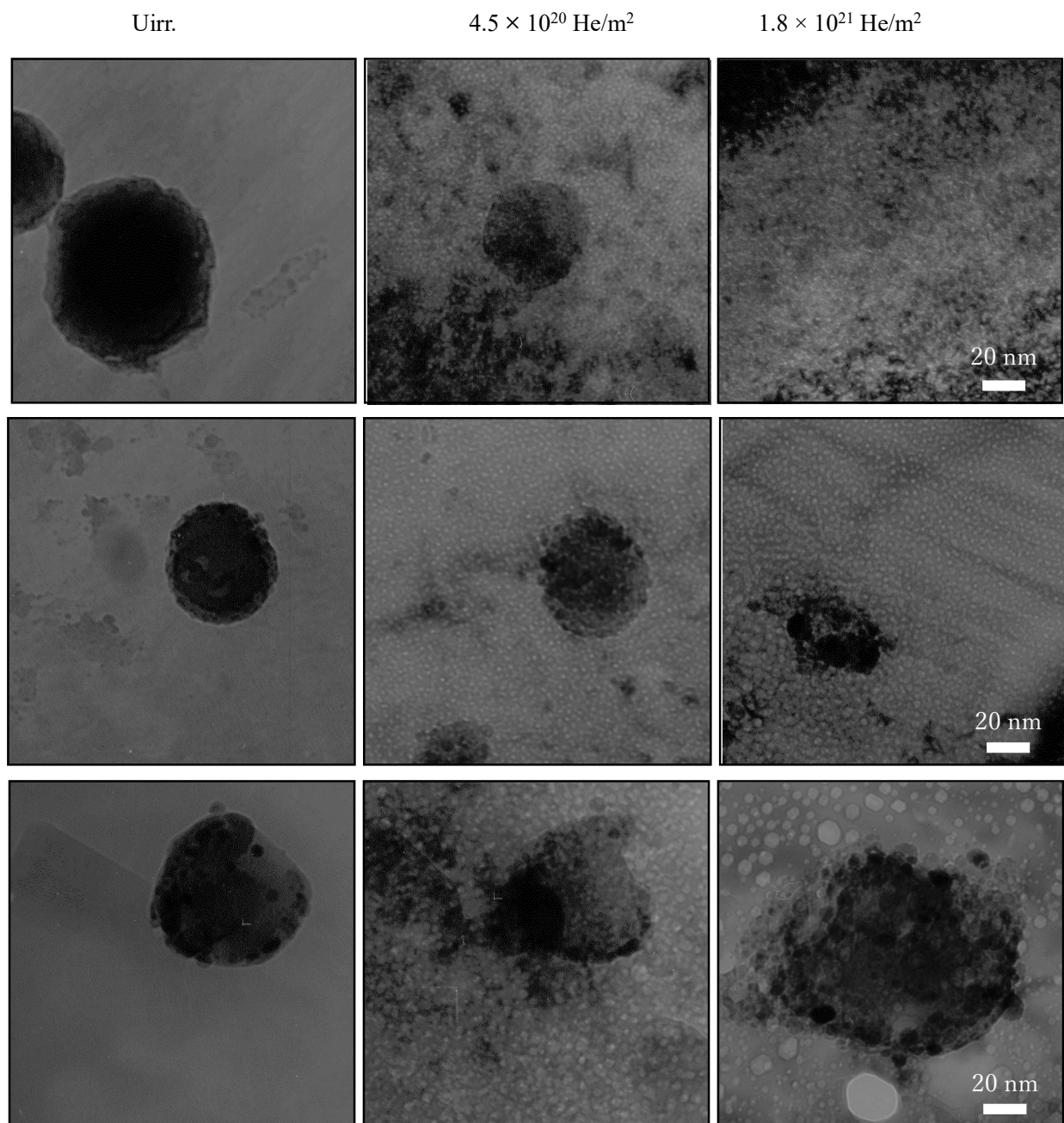


図1 各温度でヘリウムイオン照射した W-Y₂O₃ 合金におけるヘリウムバブルの形成の照射量依存性
(上部：773K、中部：973K、下部：1173K)

研究課題名：金属、合金および酸化物セラミックス中の水素同位体の溶解、拡散、放出挙動に関する研究
A study on dissolution, diffusion and desorption of hydrogen isotopes in metals, alloys and oxide ceramics

九州大学大学院総合理工学研究院
エネルギー科学部門 橋爪 健一

1. 目的

ステンレス鋼は一般工業製品の材料であるばかりでなく核融合炉真空容器の候補材である。真空容器はダイバータ材やブランケット材のように、高エネルギー、高フラックスの水素同位体の照射は受けられないと考えられるが、周辺のプラズマによる水素同位体の照射を受け、水素同位体の溶解、透過、リサイクリングなどは重要となると考えられる。本年度の研究では、一般ステンレス鋼として SUS304 を試料とし、水素同位体（重水素、D₂）を AC グロー放電プラズマにより注入し、照射した試料からの重水素の高温放出挙動を昇温脱離ガス分析装置 (TDS) を用いて調べた。さらに、拡散解析ソフトである TMAP-4 を用いて、SUS304 試料からの水素の放出挙動をシミュレートし、実験結果と比較した。

2. 実験

円板状の SUS304（約 6 mm ϕ , 193 μm^{t} ）を試料とし、#2000 の耐水研磨紙で研磨、洗浄後、 10^{-5} Pa 以下の圧力で真空焼鈍（1000 $^{\circ}\text{C}$ 、0.5 h）した。これらの試料を図 1 に示すグロー放電装置にセットし、低圧力（0.5 Torr）の重水素を AC グロー放電（60Hz, 1800V [1]）により室温で注入した。放電条件を表 1 に掲載する。注入時間は今回、1 時間と 100 時間の 2 種類とした。重水素注入を行った試料について TDS 装置（図 2、QMS: Inficon H200M）にて、昇温速度 0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ で 1000 $^{\circ}\text{C}$ まで試料を加熱し、D₂のスペクトルを測定した。

表 1 D₂ 交流グロー放電条件

D ₂ 圧力	0.5 Torr
放電電圧	1800 V
放電注入時間	1 h, 100 h
試料温度	室温

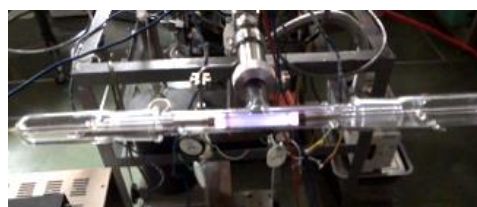


図 1 AC グロー放電注入装置



図 2 TDS 装置

3. TMAP-4 による TDS の水素放出シミュレーション

TMAP4 (Tritium Migration Analysis Program ver.4) を用いて、D₂の放出挙動を計算した。試料厚さを 193 μm 、水素が均一に金属に溶解している場合と表面付近のみに溶解しているという 2 種類の初期条件（総水素量は同じ）で、また、境界条件として表面水素濃度をゼロとして拡散律速で水素放出が起こるものとした。SUS304 鋼中の水素の拡散係数 ($D(\text{m}^2/\text{s}) = 8.25 \times 10^{-7} \exp(-E/RT)$)、 $E = 49.7 \text{ kJ/mol}$ [2] を使い、初期温度を 27 $^{\circ}\text{C}$ (300 K)、昇温速度 0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ として、水素の放出スペクトルを算出した。

4. 結果と考察

図 3 に、重水素注入前の試料と 1 時間、100 時間放電照射後の試料の写真を示す。研磨試料表面には一様な研磨傷が観察されるが、真空焼鈍後には、研磨傷は浅く、また、結晶粒が見られるようになり、1 h の放電注入後もこの状態は維持された。一方、100 h の長時間放電後は、放電領域の試料表面は金属光沢が消え、SEM 像では、放電による表面のスパッタエッチングを示唆する表面状態であった。図 4 に 1 h と 100 h 重水素注入の両試料からの D₂ の TDS 放出スペクトルを示す。1 h 注入試料では、240 $^{\circ}\text{C}$ 付近に最大ピークがあり、300 $^{\circ}\text{C}$ 程度に小さなピーク、さらに 500-600 $^{\circ}\text{C}$ にブロードなピークが見られる。

100 h 注入試料では、250℃と 350℃付近に小さなピーク、500-600℃にブロードなピークが見られる。両試料ともピークの高さは異なるものの、ほぼ同じ温度で D₂ の放出が見られる。一方、放出した総重水素量は、1 h 注入試料の方が大きく、100 h 注入試料では多量の水素を含む試料表面がエッチングによって除去された影響があると思われる。



図3 SUS304 試料表面（左：研磨表面、中：1 h 注入、右：100 h 注入）

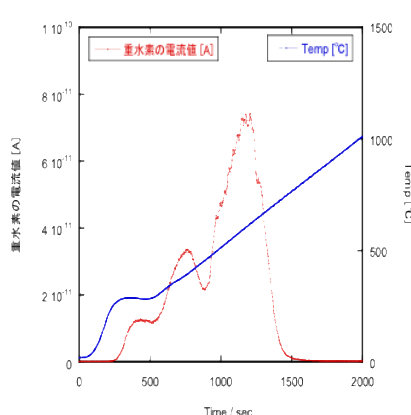
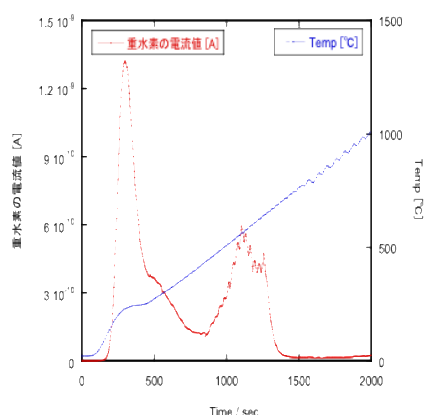


図4 TDS 結果 (D₂放出 左：1 h 注入、右：100 h 注入)

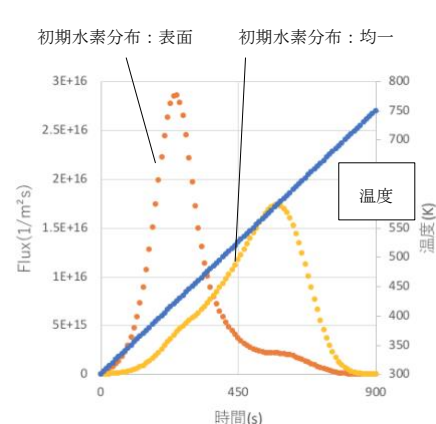


図5 TMAP-4 による水素放出解析

図5に、TMAP-4による水素放出の解析結果を示す。試料中の水素が表面に集中している場合の放出ピークは約 150℃に、試料に均一に分布している場合は 300℃程度にピークが生じ、これらのピークで全ての水素が放出される結果となった。TDS で得られた 250℃付近のピークは、TMAP-4 で試料表面に集中している時 (特に 1h 試料) に予測されるピークに相当すると考えられる。ピーク温度の解析結果は、TDS の結果よりも低めであるが、これは TDS の前に試料を大気に晒したため、試料表面に生じた酸化皮膜の影響があると思われる。また、TDS で得られた 350℃付近のピークは、試料内部に溶解した重水素のピークと考えられる。一方、TDS の 500-600℃のブロードなピークは、解析では得られていないことから、試料内あるいは試料表面に水素のトラップサイトが存在することを示唆している。

4. まとめ

SUS304 鋼に低 D₂ 圧力下で AC グロー放電を行って重水素を注入し、TDS 分析を行った。D₂ 放出温度は両試料とも 3つのピークが現れた。TMAP-4 のシミュレーション結果との比較から、定温側の 2つのピークは拡散律速で試料から放出されたもので、500-600℃の高温側のピークは水素のトラップサイトの存在を示唆するものであった。

5. 研究組織

九大総理工：橋爪健一 大学院生：Hossain Md Khalid、江副樹蘭、千野純敬、吉田淳一郎

九大工：門繁樹、池田亘輝、森永健太 九大応力研：渡辺英雄

参考文献 [1] K. Hashizume *et al.*, J. Nucl. Sci. Technol., 31 (1994) 1294.

[2] T. Tanabe *et al.*, JNM, 122&123 (1984) 1568.

高エネルギーイオン照射された酸化物絶縁被覆の微細構造における 熱処理による回復挙動

核融合科学研究所 菱沼 良光

1. 研究目的

液体金属や熔融塩を用いた核融合先進ブランケットの要素技術開発において、MHD による液体金属の圧損や透過によるトリチウム漏洩の抑制は大きな課題であり、その対策としてブランケット部材への酸化物被覆が検討されている。酸化物被覆層における中性子照射効果は、先進ブランケットを設計する上で、大変重要な因子である。しかしながら、酸化物被覆層の中性子照射効果の研究については、国内的に原子炉が停止している事情も然ることながら、大変手間がかかる上に長期間の照射時間を要する。

一方で、イオン照射は損傷領域が限定されるものの短時間で大きな照射量が期待できるとともに、実際の中性子照射における加速試験に相当するものである。酸化物被覆材の中性子照射効果を検討する上で、イオン照射実験からの知見は先進ブランケット設計に重要であると言える。これまで、九州大学応用力学研究所に設置されている重イオン照射が可能な高エネルギーイオン発生装置にて照射された酸化物被覆層の非晶質化とそれに伴う剥離強度の低下を明らかにした[1]。本研究ではイオン照射後の酸化物被覆層の微細組織における熱処理による回復挙動を検討する。

2. 実験方法

SUS316 基板(基板温度 500℃)に Y_2O_3 層を成膜した後、核融合研の MOCVD 装置にて $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS$ 二重被覆膜を成膜した。MOCVD 被覆は直径 10 mm、厚さ 1 mm の SUS 基板上に成膜し、その成膜条件は 500 °C の 3 時間とした。成膜された $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS$ 二重被覆膜における Er_2O_3 及び Y_2O_3 被覆の膜厚はおおよそ 800nm 及び 500nm であった。また、SUS 基板と Y_2O_3 中間層の界面には Fe と Y から構成される金属間化合物相 (Fe-Y-O) の生成が確認された。製作した $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS316$ 二重被覆材を九州大学応用力学研究所のタンデム型イオン加速器にて成膜表面に対してイオンビーム照射を実施した。なお、イオン源は 2.4 MeV の Cu^{2+} イオンとした。

イオンビーム照射前に Transport of Ions in Matter (TRIM)コードにて $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS$ における照射損傷速度を計算した。図 1 に TRIM 計算コードによる $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS$ 二重被覆膜における Cu^{2+} イオン照射損傷速度の深さ依存性を示す。本研究における照射損傷速度は Er_2O_3 層の中心付近である 1.44×10^{-5} dpa/sec と

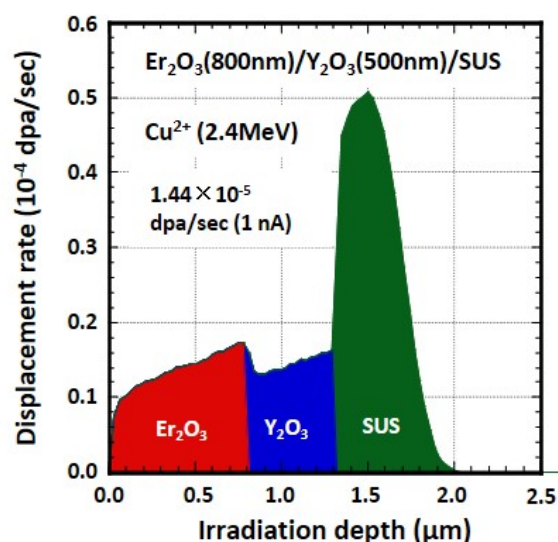


図 1 TRIM コードにて算出された $Er_2O_3/Y_2O_3/SUS$ 二重被覆層の Cu^{2+} イオン照射損傷速度の深さ依存性

し、室温にて 1.5 dpa 相当の Cu^{2+} イオン照射を実施した。照射損傷領域の微細組織の回復を目的として、Ar 雰囲気中にて 300°C 及び 500°C の 10 時間熱処理（ポストアニール）を実施した。

Cu^{2+} イオン照射前後の $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 二重被覆材の膜質変化の 1 つとして、酸化物被覆（ $\text{Er}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3$ ）と SUS 基板との間の剥離強度に注目したスクラッチ試験を実施した。スクラッチ試験は、日本工業規格（JIS）に認定されている被膜の機械試験法の 1 つである。一方、酸化物被覆層及び被覆層と SUS 基板界面の微細組織における Cu^{2+} イオン照射前後の変化については、集束イオンビーム加工機（FIB：日立製 NB-5000）にてサンプリング及び薄片化加工を行い、走査型透過電子顕微鏡（STEM：日本電子製 JEM-2800）にて検討した。

3. 結果と考察

室温での Cu^{2+} イオン照射後の酸化物層の剥離強度は照射前と比較して約 70% まで低下することが明らかになっている[1]。酸化物被覆層の長寿命化に向けて、 Cu^{2+} イオン照射後の酸化物被覆層の剥離強度の回復を狙い、300°C 及び 500°C の後熱処理を実施した結果、約 10% の剥離強度の回復が確認された。しかしながら、後熱処理温度の違いによる剥離強度の大きな差異は確認されなかった。

図 2 に 300°C 及び 500°C 後熱処理後の $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 二重被覆試料における $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 界面の断面 STEM 像を示す。過去の共同研究を通して、1.5 dpa 相当の Cu^{2+} イオン照射後において、 $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 基板界面に約 70 nm 程度のアモルファス相が生成したことはすでに報告している[1]。照射によって生成したアモルファス相の層厚に注目すると、後熱処理によって減少する傾向が見られた。また、後熱処理温度が 300°C であると約 54 nm に対して、500°C の後熱処理であると 32 nm と見積もられ、後熱処理温度が高くなるほどアモルファス相の層厚が減少していた。照射後の後熱処理による若干の剥離強度回復の要因の 1 つとして、 Cu^{2+} イオン照射にて生成したアモルファス相の一部が後熱処理によって結晶化されたためであると考えられる。現在、300°C 及び 500°C にて後熱処理後の $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 界面の元素分布解析を含めた詳細な微細構造変化について調査している。

参考文献

[1] Y. Hishinuma et al. "Microstructure and peeling behavior of MOCVD processed oxide insulator coating before and after ion beam irradiation", Nuclear Materials and Energy, vol.16, (2018), p.123-127

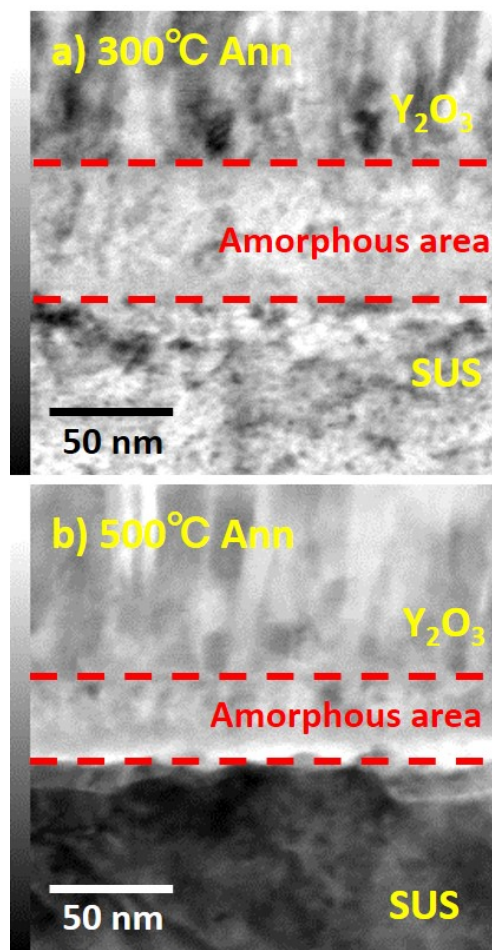


図 2 後熱処理後の $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SUS}$ 二重被覆膜における酸化物/SUS 基板界面の断面 STEM 像。a) 300°C 及び b) 500°C である。

トカマクプラズマにおけるジャイロ運動論解析による乱流輸送の定量化研究

核融合科学研究所 登田慎一郎

高温トカマクプラズマにおいて、乱流輸送を定量化するのが目的である。電磁的ジャイロ運動論解析により、微視的プラズマ不安定性を考察する。線形計算から不安定性の種類を調べ、不安定性の励起条件を評価する。そして非線形計算から不安定性の飽和レベルを決めることで、乱流輸送の絶対値を求める。研究対象とするプラズマ分布と磁場配位は、九州大学応用力学研究所でプラズマ実験が始まっている PLATO 装置 [1] で想定されるものである。

統合コード TASK を使って、PLATO 装置でのプラズマ分布や磁場配位が、予測されている [2]。昨年度は、このプラズマ分布や磁場配位を、プラトー装置で想定される一例として、線形ジャイロ運動論解析を行った。ここでは、GKV コード [3] を用いている。まず、径方向の点で、線形解析を行った。この時、角周波数の実数部分が正であり、モードは電子の反磁性方向に回転している。そして、密度勾配が大きいところで不安定性が起こっている。従って、径方向における大部分の領域で捕捉電子不安定性が励起していると考えられる。

今年度は、昨年度から行っていた非線形ジャイロ運動論解析を、さらに多くの径方向の点や、解析の際の入力の密度、温度勾配を変化させて、行った。径方向での点 $\rho (= r/a) = 0.65$ の規格化した電子、イオン衝突周波数は、 $\nu_{*e} = 0.21$ と $\nu_{*i} = 8.7$ である。ここで、 a はトカマクの小半径である。また、規格化した電子、イオン旋回半径は $\rho_e^* = 10^{-4}$ と $\rho_i^* = 10^{-2}$ 程度である。静電ポテンシャル揺動の時間発展を調べた。このとき、径方向の波数は $0.0 < k_x \rho_i < 2.0$ の領域でとってある。一方ポロイダル波数は $0.0 < k_y \rho_i < 1.0$ の領域でとっている。ここで、 k_y はポロイダル波数であり、 ρ_i はイオンの旋回半径である。そして、非線形計算結果の妥当性を示すために、自由エネルギーや衝突散逸項などからなるエントロピーバランス方程式 [4] を考察した。エントロピーバランス方程式の時間微分項は、ある時刻後は、非常に小さくなり、統計的に定常状態になる。 $\rho = 0.65$ で、定常状態においては、イオンの自由エネルギーの項は、イオンの衝突散逸項と 20% の誤差でバランスする。一方、電子の自由エネルギーの項は、電子の衝突散逸項と 25% の誤差でバランスする。しかしながら、図 1 で示しているように、径方向の多くの点で、静電ポテンシャル揺動の時間発展をみると、間欠的に振動している場合があり、明白な非線形飽和を見ることができない。ここで、 $\mathcal{T} = \sum_{\vec{k}_x, \vec{k}_y \neq 0} \langle |\tilde{\phi}_{\vec{k}_x, \vec{k}_y}|^2 \rangle / 2$ 、 $\mathcal{Z} = \sum_{\vec{k}_x} \langle |\tilde{\phi}_{\vec{k}_x, \vec{k}_y=0}|^2 \rangle / 2$ であり、 $\tilde{\phi}_{\vec{k}_x, \vec{k}_y}$ は静電ポテンシャル揺動を表す。

今後、明白な非線形飽和を得るために、波数モードをこれまでよりも多くとる。また、衝突項

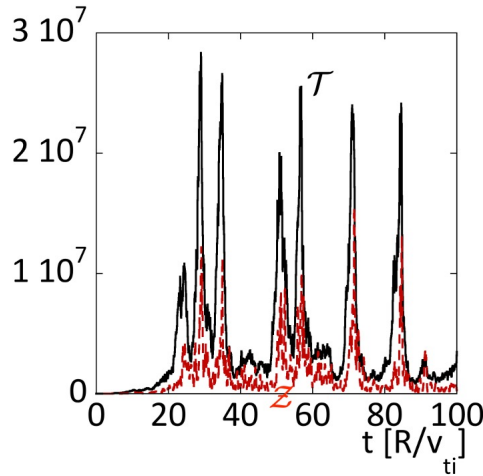


図 1: 静電ポテンシャル揺動の時間発展

モデルの改善を行う。プラトー装置で想定される不安定性が励起しているときに、ジャイロ運動論解析結果に基づいた粒子、熱乱流輸送モデルを提唱することが目的になる。その構築の際には、線形成長率に関する量 (混合長概算) や帯状流の線形応答についての特徴的な物理量を用いる [5, 6, 7]。線形計算結果によって、非線形計算結果を再現するモデルであり、計算コストを大幅に削減できる。また準線形モデルは、静電ポテンシャル揺動と温度（または密度）揺動の位相差を含んでいる。このモデルはプラズマ分布が、平坦になっている場合や、勾配が正になっている場合にも適用できる。そして、帯状流の励起条件や輸送に対する影響について、詳細に調べる予定である。

参考文献

- [1] A. Fujisawa, *AIP Conference Proceedings* **1993**, 020211 (2018)
- [2] N. Kasuya *et al.*, 第 16 回統合コード研究会 (2018)
- [3] T. -H. Watanabe and H. Sugama, *Nucl. Fusion* **46**, 24 (2006)
- [4] A. Ishizawa *et al.*, *Nucl. Fusion* **55**, 043024 (2015)
- [5] S. Toda *et al.*, *Phys. Plasmas* **26**, 012510 (2019)
- [6] S. Toda *et al.*, *Plasma and Fusion Research* **14**, 3403061 (2019)
- [7] S. Toda *et al.*, *J. Plasma Phys.* **26**, 815860304 (2020)

プラズマに対向した堆積層の動的水素リテンションに関する研究

京都大学大学院工学研究科 高木郁二

要旨：プラズマに暴露された対向材料中の水素リテンションを評価するため、重水素の再結合定数をイオン銃と加速器分析を組み合わせで測定した。注入イオンのエネルギーが高い方が再結合定数の見かけの活性化エネルギーは低くなる傾向があることが分かった。

1. 目的

プラズマ対向壁からの水素放出は、プラズマの長時間放電に大きな影響を及ぼす因子であり、その速度は再結合定数によって表される。本研究では、タングステンにおける重水素の再結合定数を、温度とイオン注入エネルギーを変えることによって系統的に調べ、機構を考察した。

2. 実験方法

再結合定数 k_r と放出量 R との間には

$$F = R = k_r C_s^2 \quad (1)$$

の関係がある。ここに C_s は固体表面近傍の水素濃度である。固体が厚かったり固体中の水素の拡散が十分遅かったりして固体を透過する水素の量が無視できる場合は、(1)式の左辺と中辺のように入射量 F と R が等しいと見なせる。イオン注入では電流量から F の値が測定できるので、加速器分析の一つである核反応法を用いて C_s を測定すると、(1)式から直接 k_r を求めることができる。

図1は本研究に用いた実験装置である。試料はニラコから購入した純度 99.5%、厚さ 0.1mm のタングステン板である。この試料をホルダーに装着して裏面から加熱し、表面に対して 45° 方向から重水素イオンを注入した。エネルギー範囲は 100eV~2000eV であった。イオン化断面積から推定されたイオン種は D_2^+ であり、典型的な入射量 F は $1.0 \times 10^{19} \text{ m}^{-2}$ であった。次に注入している状態で、表面に対して垂直に 1.3MeV の $^3\text{He}^+$ イオンビームを注入し、核反応 $D(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ によって放出される陽子(p)のエネルギースペクトルから試料表面近傍の重水素の深さ方向分布を得た。最大分析深さは $1.0 \mu\text{m}$ であった。

核反応による測定は非破壊的であるので、同一の試料で温度を何点か変え、それぞれの温度では十分な時間をおいてから測定するか、同じ温度で2回測定することによって系が定常であることを確認した。また、温度を変える際は一旦 673 K に加熱して試料中の重水素を放出させた。

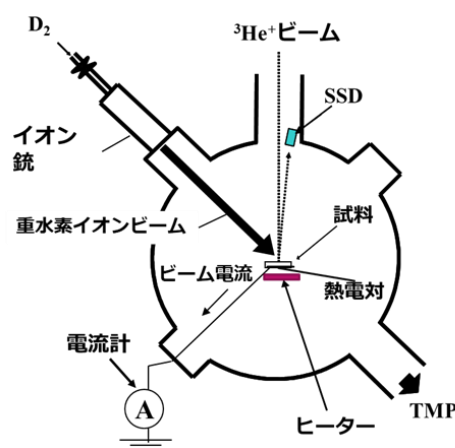


図1 核反応法とイオン銃を組み合わせた実験装置

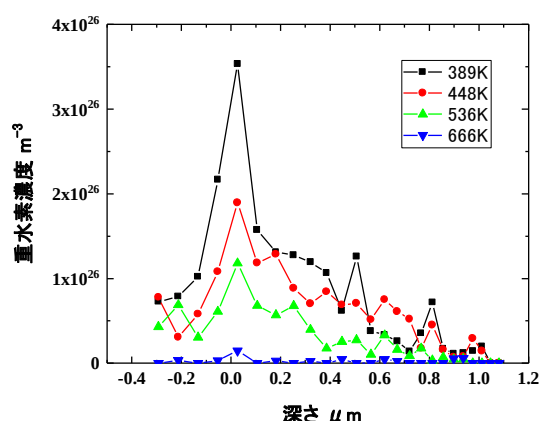


図2 500eV 注入での重水素の深さ方向分布

3. 実験結果

典型的な重水素の深さ方向分布を図2に示す。深さ0に見られるピークは表面に重水素が吸着しているためであり、測定系の分解能に応じて広がって見えている。また、 $0.5\mu\text{m}$ までは加工等に起因すると思われるトラップのために濃度が高くなっている。そこでこれらの影響が無い $0.5\mu\text{m}$ から $1.0\mu\text{m}$ の濃度の平均値を C_s とし、(1)式から k_r を求めた。その結果を図3に示す。

低温で再結合定数が直線から外れるのは、吸着している重水素の密度が高くなって、 k_r が単純なアレニウスの式で表せられなくなるためと考えられる。直線で表すことができる領域では、注入エネルギーによって k_r の値が大きく異なっているが、真空排気系にトラブルがあった試料W-05を除いては、無限大の温度でほぼ同じ値($4 \times 10^{-25} \text{ m}^4/\text{s}$)を示すように見える。従って、注入エネルギーは、表面からの放出過程における活性化エネルギーに影響を及ぼしていると考えられる。この理由としては、物理スパッタや化学スパッタによる表面の清浄化、弾き出しによる構造の変化などが考えられるが、注入エネルギーが高い方が傾きが小さい、つまり障壁が低いことと、タングステンは水素を発熱的に放出する性質があることを考え合わせると、化学的な相互作用よりも物理的(力学的)な相互作用の方が表面からの水素放出に影響を及ぼしている可能性が高い。

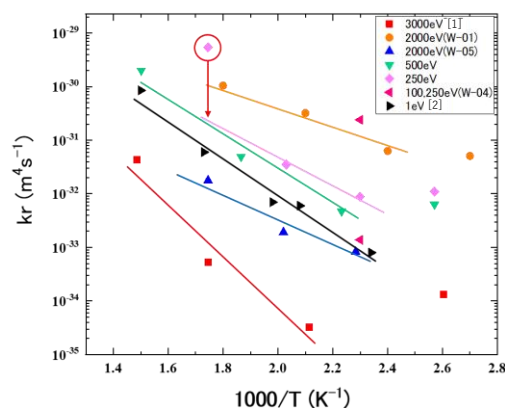


図3 再結合定数の温度依存性

4. まとめ

プラズマから飛来する水素粒子のエネルギーは幅が広い。本研究におけるエネルギーは100eVから2000eVであったので、今後は100eV以下のエネルギーでの再結合定数についての知見が必要である。前述の仮定が正しければ、エネルギーを低くしても再結合定数はあまり変わらないことが予想されるが、実験によって確認することが必要であろう。

学会発表

なし

研究組織

代表者	高木郁二	京都大学大学院工学研究科	教授
研究協力者	花田和明	九州大学応用力学研究所	教授
研究協力者	鈴木順也	京都大学大学院工学研究科	修士2年
研究協力者	内海宏一	京都大学大学院工学研究科	修士2年
研究協力者	高田 克	京都大学大学院工学研究科	修士1年

参考文献

- [1] Y. Furuta, et al., Nucl. Instr. Meth. B315 (2013) 121.
- [2] I. Takagi, et al., J. Nucl. Mater. 417 (2011) 564.

フッ化物熔融塩中での金属腐食制御に関する研究

九州大学大学院総合理工学研究院 片山一成

【緒言】

高温熱媒体である熔融塩は、太陽熱発電プラント、熔融塩原子炉、高温水素製造システムなどエネルギー利用分野への幅広い適用が期待されている。また、種々の金属に対する溶解性能が高く、分離抽出操作や、金属被覆技術へも利用されている。大量の熔融塩を用いたシステムの構築には、高温熔融塩循環技術の確立が必要であり、システムを構成する各機器の開発が望まれている。熔融塩利用の課題の一つは、金属材料の腐食である。リチウム含むフッ化物熔融塩を冷却材として用いる熔融塩炉では、リチウムと中性子との反応によりトリチウムが生成される。トリチウムの一部はフッ素と結合し、腐食性の強いフッ化水素として脱離するため、その挙動を把握して制御する必要がある。また、熔融塩への水素溶解度が低いことから、生成されたトリチウムの一部が金属配管を透過して外部に漏洩することが懸念される。そこで実効的な水素溶解度を低減するために、熔融塩にチタン等の水素吸蔵材料を添加する方法が提案されている[1]。先行研究では、チタン添加熔融塩に対して、水素含有ガスの吹込みにより、その有効性が示されている[2]。しかしながら、中性子照射により生成されたトリチウムに対するチタン添加の効果や、トリチウム放出化学形への影響については、評価されていない。本研究では、フッ化物熔融塩 FLiNaBe を試料とし、京都大学研究用原子炉にて中性子照射を行い、熔融塩中にトリチウムを生成させた。その後、九州大学において、照射試料を加熱し、トリチウム放出挙動を観測した。得られた結果から、トリチウム物質移動現象を考察し、フッ化トリチウムによる金属腐食について議論した。

【実験方法】

はじめに、フッ化物熔融塩 FLiNaBe 試料を作製した。アルゴン雰囲気グローボックス中において、 FLiNaBe の原材料である LiF 、 BeF_2 、 NaF 粉末を混合調整し、 Ni 製るつぼに入れ十分混合した。 Ni 製るつぼを SUS304 製ポットに設置し、ガス給排気ポート及び熱電対挿入ポートが供えられたフランジで密封した。ポットを覆うようにフレキシブルヒーターを巻き付けアルゴンガスでバブリングしながら、 600°C まで昇温し、一定時間温度を保持した。そして自然放熱し、常温に戻した。この過程を数回繰り返すことで熔融塩を攪拌混合した。自然放熱開始後の熔融塩温度の経時変化を観測し、温度降下の過程で FLiNaK の融点である約 455°C においてプラトー領域があらわれることを確認した。プラトー領域は、液相から固相への変相態が生じていることを示す。フッ化物熔融塩は、水蒸気を取り込む性質があるため、このアルゴンガスバブリングを繰り返すことで、水蒸気を除去した。水素吸蔵金属の添加によるトリチウム放出挙動への影響を調べるため、一部の試料には、 $0.5\text{wt}\%$ でチタン粉末を添加した。

次に中性子照射の準備を行った。作製した FLiNaBe 試料を Ni 製坩堝から取り出し、粒子状にして少量ずつ片封じ石英管(内径 4 mm, 長さ 7 mm)に真空密封した。なお、一部の試料はポリ袋に Ar 雰囲気で封入した。石英管に封入した試料の写真を図 1 に示す。

試料が封入されたポリ袋あるいは石英管を京都大学複合原子力科学研究所に移送し、中性子照射を行った。試料を緩衝材で包み、ポリエチレン製のカプセルに封入して、圧気輸送管を通じて炉心内部に送り、設定時間照射した後に炉外に取り出した。中性子フラックスは $5.5 \times 10^{12} \text{ n/s/cm}^2$ 、照射時間は 5 分とした。試料を一定期間 KUR で保管し、その後九州大学アイソトープ総合センター伊都地区実験室に輸送した。

トリチウム放出実験の装置概略図を図 2 に示す。中性子照射した試料を Mo 製のるつぼに充填し、るつぼを SUS316 製の配管継手を組み合わせた反応管内に設置した。反応管にアルゴンガスを流通させながら加熱しトリチウムを放出させた。温度は 600°C 、 650°C 、 700°C に段階的に昇温した。放出されるトリチウムは TF 、 HT 、 HTO の 3 つの形態であると考えられる[3]。

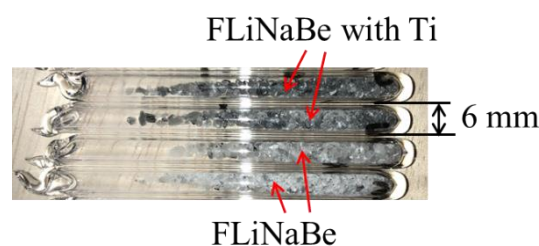


図 1 石英管に真空封入された試料

そのため、トリチウムの 3 つの化学形を分けて捕集した。まず、コイル状の銅配管を約-70℃に冷却するコールドトラップを設置し、内壁に水蒸気を凝集させることで HTO を捕集した。次に、水バブラー①で親水性の TF を捕集した。最後に、酸化銅ベッドで HT を親水性の HTO に酸化させて、水バブラー②で捕集した。水バブラー③は水バブラー②でトリチウムが回収されていることを確認するために設置している。水バブラー中の水を一定時間おきに 1cc ずつサンプリングし、トリチウム濃度を液体シンチレーションカウンタで測定した。これにより、TF 及び HT の放出量の時間変化が観測された。HTO については、コールドトラップへの貯め込み捕集であるため、試料の加熱を終了後に、室温まで昇温し、アルゴンパージによって、蒸発した HTO を新たに設置した水バブラーで捕集した。配管に付着したトリチウムを同位体交換を利用して回収するため、1% H_2/Ar ガスを酸化銅に流通させて、1% $\text{H}_2\text{O}/\text{Ar}$ に転換し、コールドトラップに導入した。

【結果及び考察】

図 3 にチタンを含む FLiNaBe からのトリチウム放出曲線、図 4 にチタンを含まない FLiNaBe からのトリチウム放出曲線をそれぞれ示す。トリチウムの多くは HT として放出され、一部が TF として放出されることがわかった。なお、HT のみならず T_2 として放出されている可能性もあるが、トリチウム濃度が低いため、不純物水素と結合することで多くは HT として存在していると考えている。FLiNaBe 中では、トリチウムは主に TF として存在していると考えられることから、FLiNaBe 自由界面から脱離した TF が金属を腐食し、表面にフッ化物層を形成するとともに、トリチウムを HT に変換したと考えられる。坩堝の材料である Mo はフッ化されにくい材料であることから、ステンレス鋼反応管の Cr や Fe がフッ化

されたものと考えられる。600℃での HT の上昇速度は、Ti を含む方が小さいことがわかった。これは、チタンによってトリチウムが吸収されることで、脱離速度が低下したと考えられる。200 分付近での急峻な上昇は、650℃に昇温したことにより Ti に捕捉されていたトリチウムが速やか脱離したのと考えている。

参考文献

- [1] A. Sagara et al., Fusion Engineering and Design, 89 (2014) 2114-2120.
- [2] J. Yagi et al., Fusion Engineering and Design, 98-99 (2015) 1907-1910.
- [3] Y. Edao et al., Fusion Science and Technology, 55 (2009) 140-151.

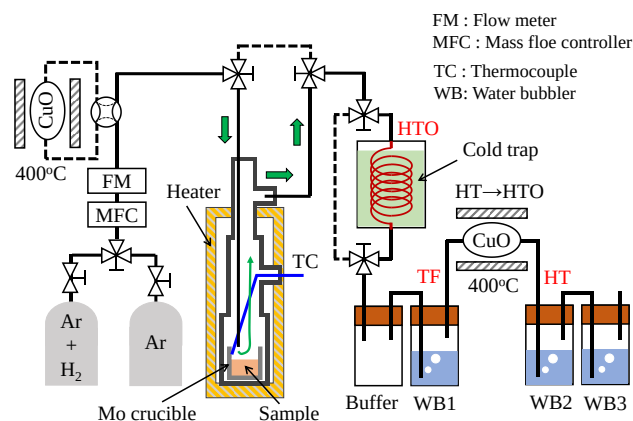


図 2 トリチウム放出実験装置概略図

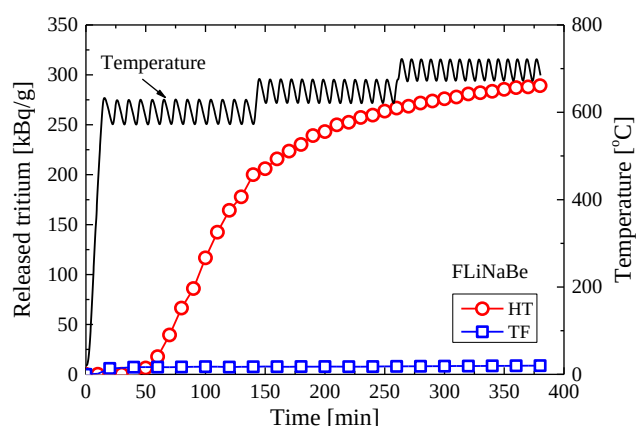


図 3 Ti を含まない試料からのトリチウム放出

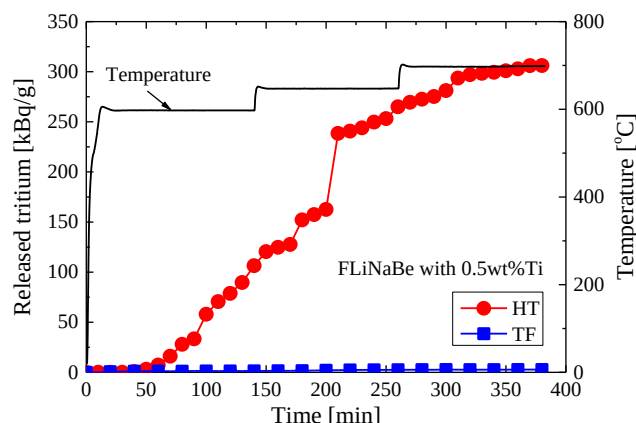


図 4 Ti を含む試料からのトリチウム放出

確率項を含むプラズマ乱流モデルの解析

Analysis of plasma turbulence model including stochastic terms

富山大学・教育学系 成行 泰裕

研究目的：

プラズマ乱流の性質を理解する場合、その乱流を形成している擾乱間の非線形相互作用の解明が重要になる。一方で、プラズマ中には速度分布に起因する微視的不安定性や熱的ノイズなどが存在するため、コヒーレントな波動間相互作用が卓越するとは限らない。

本年度も、昨年度と同様に粗視化スケールの揺動を確率項として含むドリフト波の捕捉モデル(M. Sasaki et al, 2017; 2018)を用いて、実空間・波数空間のエネルギー輸送の関係を議論する。

研究方法：

本研究の推進に当たっては、それぞれの研究グループが理論的・数値的に発展させた結果について、定期的に議論を行うことを基本としている。

研究成果：

本年度もドリフト波の捕捉モデル(M. Sasaki et al, 2017; 2018)[1,2]として用いられた wave-kinetic equation[3]を用いて議論を行った。昨年度と同様に、実空間(x)・波数空間(k_x)における波の作用の移流を表す項を除くと、波数空間の拡散項のみが有効な状況を考える。これは、拡散極限(diffusion limit)で近似できる擾乱と捕捉(trapping)をもたらす擾乱が共存している状況に相当する。数値計算には、wave-kinetic equation に対応する x, k_x の確率微分方程式を Euler-丸山法[4]を用いて解いている。測地線音波揺動は先行研究[1]と同様に単色で与えており、位相速度も先行研究[1]と同じ値にしている。初期値はすべての擬似粒子に対し $x=k_x=0$ とし、擬似粒子の数は 1000 個、 $\Delta t=10^{-5}$ である。本年度は主に、測地線音波揺動の振幅と波数(周波数)に対する依存性について議論を行った。

Figure 1(a)(b)は x, k_x それぞれの分散の時間発展を示している。まず、測地線音波揺動が存在していない場合(灰太線)、 k_x はブラウン運動(Wiener 過程)になる一方で、ドリフト波の分散性によって x にも拡散が生じていることが分かる。時間発展の初期に下に凸の曲線になるのは、 k_x の絶対値が小さい時は dx が k_x に比例するためである(Richardson 拡散)[5]。有限の測地線音波揺動振幅を与えた場合(黒破線)では、振幅が大きくなるにつれて k_x の分散の時間発展に長周期の振動が現れる。この振動は、有限の測地線音波揺動によって位相空間上に捕捉領域が生成されるため生じる。一方で、 x の拡散は振幅が大きくなるにつれ抑制されて、ある程度振幅が大きくなると捕捉の方が優位になる。また、灰点線は黒破線・灰太線よりも大きな波数・周波数を用いた場合を表している。 k_x の分散は同じ振幅の値を用い

た黒破線の場合(図中の*印)と同じようなトレンドであることが分かるが、 x の拡散には明らかな差があることが分かる。ただし、振幅の値を大きくしていくと、 k_x の分散の時間発展は波数・周波数に大きく依存するようになる。ノイズ強度への依存性について調べた昨年度の計算結果でも見られていたが、波数空間の分散は捕捉領域の生成に影響を受けて増減を繰り返すのに対し、実空間(x)の分散は比較的単調な時間変化の傾向を保っている。

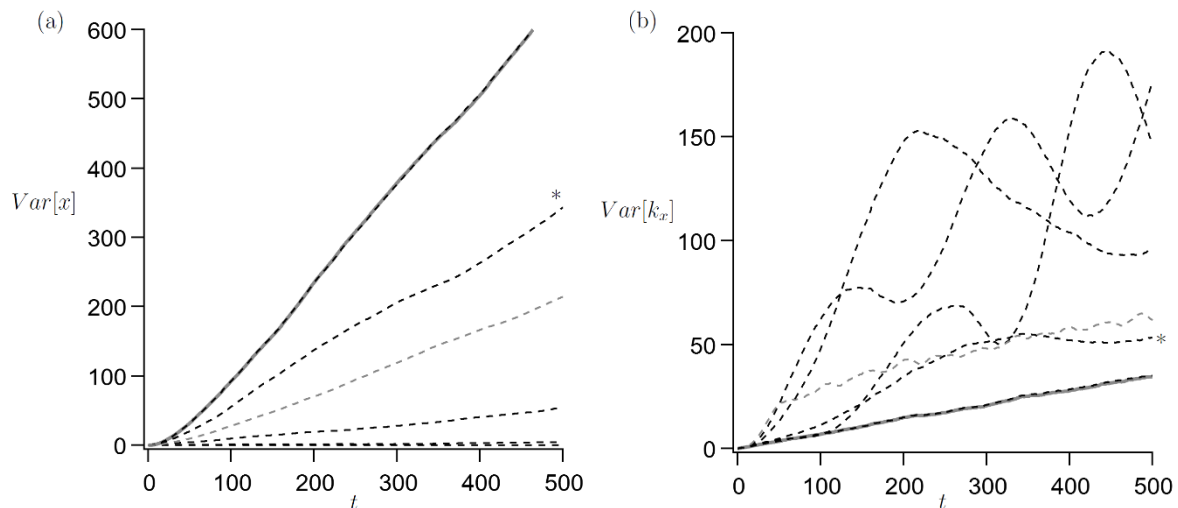


Figure 1 (a) x と (b) k_x の分散の時間発展。灰太線が測地線音波揺動が存在していない場合である。 x の拡散は揺動の振幅が大きくなるにつれて弱くなっている。*がついている黒破線は、灰破線と同じ大きさの振幅の場合である。

参考文献: [1] M. Sasaki et al, Sci. Rep., 7, 16767 (2017). [2] M. Sasaki et al, Phys. Plasmas 25, 012316 (2018). [3] P. H. Diamond et al, Plasma Phys. Control. Fusion, 47, R35–R161, (2005). [4] D. J. Higham, SIAM REVIEW, 43(3), 525–546 (2001). [5]e.g., 北原和夫, 非平衡系の統計力学, 岩波書店 (1997).

公表状況：なし

研究組織：

成行泰裕（富大・人間発達）、佐々木真（九大・応力研）、羽田亨（九大・総理工）

種々の熱入射法による材料表面の高エネルギー密度入射

損耗解析法の開発

糟谷 紘一^{A,B}, コチャエフ オレグ^B, 井澤 靖和^B, 徳永 和俊^C, 川路 均^D^A 応用ながれ研究所, ^B レーザー技術総合研究所, ^C 九州大学応用力学研究所,^D 東京工業大学フロンティア材料研究所

1. はじめに 過酷な条件下で使用する材料の諸特性を明らかにし、それらを生かした諸応用を提案し、これらの課題に関連する、最近の共同研究結果について、その概要を述べる。

2. 研究目的 九州大学応用力学研究所の材料加熱装置を用いて諸材料を加熱し、各種計測装置により、高温下での表面損耗量（喪失総質量）等を測定する。これらの結果を生かして、極限状態材料の損耗破壊監視計測法の確立を目指すことが、本共同研究の最終目標である。本研究では、近く再開する高熱流照射のために、関連計測装置の準備と新規な方法の調査・提案を行った。

3. 研究成果

3-1 非接触温度計の選定 産業用非接触温度計については、種々のものが広く販売をされているが、数多くの候補中から、今回は、オプテックス・エフエー社（OA社）の製品が、我々の目的には最適であると考えた。そこで、3台のデモ機を、順次送っていただき、性能調査を行った。東工大フロンティア材料研究所の真空蒸着装置の蒸着部には、透明ガラスのベルジャーが用いられている。この外部より、内部のタングステン加熱板の温度を加熱中に測定するためには、温度計の測定に使用する波長の最適な選定と、空間及び時間的にマッチした光学（レンズ）系を構成する必要がある。

デモ機温度計はOA社の設置型非接触温度計（金属・セラミック測定用）の3機種で、(1)GTL-1MH-SF, (2)GTL-1ML-CF2, (3)GTL-2MH-SFの各1台であった。それぞれの測定温度範囲と測定波長は+650から+1800℃と1.0ミクロン、+485から+1050℃と1.0ミクロン、+385から+1600℃と1.6ミクロンであった。各機種の最後のアルファベット文字は、温度計の焦点距離や視野を示す文字である。

3-2 非接触温度計による計測結果 蒸着装置にタングステンボートを装荷して、上記の(3)により温度測定をした時の実験装置配置写真を図1に示す。同写真中央右上のガラス容器の中に、細長いタングステンボートがあり、真空状態で加熱ができるようになっている。非接触温度計は容器のすぐ左側の茶色の台枠の上に置いてあり、ステンレスの筒状の物がそのヘッドである。左下小テーブルの上には、デジタル温度表示部があり、細いケーブルで温度計ヘッドに接続されている。温度計の制御と計測データ記録は、小テーブル上のPCで行う。温度測定結果の1例を図2に示す。横軸はタングステンの加熱電流値（最大値が50A）で、縦軸はタングステンの表面温度（最大値が1542℃）である。他の2機種の温度計による測定結果も、ほぼ同じ値の対応温度を示した。デモ機により温度測定ができることが分かったので、予算的に購入可能な1機種として、GTL-2MH-CF4を発注した。納期は2021年2月末で、この報告書の提出締切日とほぼ同じになっているので、用意ができ次第、温度測定に使用する予定である。

3-3 別の材料サンプル加熱法の提案と初期テスト 小サンプルの加熱法として、これまでに提案した方法とは異なる次の新しい方法がある。車のシガレットライターと車載用バッテリーをボタンスイッチ経由で接続し、短時間ライターを加熱する方法である。短時間の通電時間の選択により、シガレットライターを必要な温度にまで加熱することができる。この方法により加熱部の温度を、試しに測定してみたが、真空蒸着装置を使う場合と同様に、問題なく温度測定ができた。加熱するサンプルや実験条件にもよるが、このような方法でもサンプルの必要な温度加熱ができることが分かった。

3-4 分光計測法の準備 白色光源とファイバースコープ反射法で、サンプル表面からの反射光の分光測定ができるようになった。市販のファイバー結合型小型分光装置を用意した。分光器、3分岐入・反射ファイバー光プローブ、ハロゲン光源、分光器制御用パソコンを接続使用した。一例として、3-5 節（次節）のような、テストサンプル表面からの反射光を分光器により観測・解析した。

3-5 モスアイ石英板の反射測定 上記の測定方法により、モスアイ石英板の反射光測定を実施した結果を、以下に述べる。(1)正反射（垂直入射）の場合、かなり低い反射率が得られている。(2)斜入射（45 度入射）の場合、反射光はほとんど観測されなかった。(3)サンプルとプローブヘッド配置設定方法の改良を現在進めており、垂直入射の場合にも、より低い反射率が得られることが、期待される。

4. 検討 加熱電流値 50A で加熱中のタングステン板は赤熱状態であるが、加熱電源スイッチを遮断した直後の過渡的温度変化を計測した。小さい階段状の（ギザギザの）過渡的温度変化（図 3）が観測できたが、メーカーの技術者とも話し合ったが、今までのところその原因は不明であり、今後の課題である。

5. あとがき 今後、実験データの集積をさらに進め、本報告書では割愛した、レーザー励起超音波厚さ測定法、レーザー分光干渉法を含む先進計測法の厚さ可能範囲や精度について詳しく検討する。



図 1 ベルジャー内加熱タングステン板の非接触温度測定装置

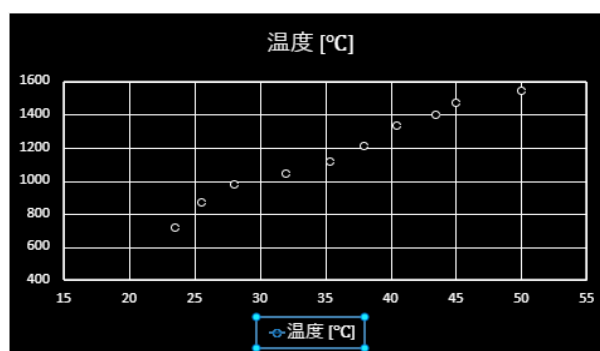


図 2 加熱電流変化による温度変化測定結果例

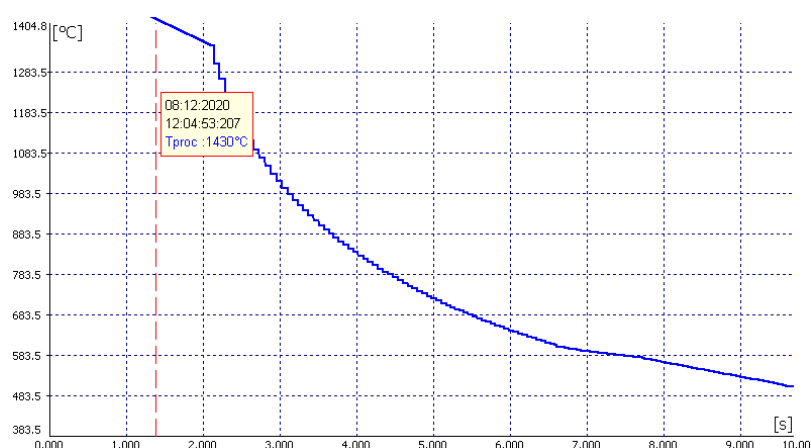


図 3 タングステン板の加熱電流急遮断時の過渡温度測定結果

6. 参考文献（国際会議報告予定）：K. Kasuya et al., Proc. XXIII Int. Symposium on High-Power Laser Systems and Applications, 20-24 September, Praha-Czech, 2 papers-submitted (2021).

2021/02/28 報告

直線プラズマ装置 PANTA における音速分子ビーム入射装置を用いた密度プロファイル制御

核融合科学研究所 小林達哉

1. 研究目的

九州大学応用力学研究所の直線プラズマ装置 PANTA には、主に計測ビームとして SMBI (Super Molecular Beam Injection, 超音速分子ビーム入射) 装置が導入されている。アルゴンプラズマ中に電離エネルギーの高いヘリウムの SMBI を入射することで、電子密度分布を維持したまま中性ガス圧のみを変化させることが可能となった。SMBI 入射後のプラズマ乱流の変化を観測し、その非線形過程を解明することが本研究の目的である。

2. 実験結果

PANTA は軸長 4m, 半径 5cm の円筒型磁場閉じ込めプラズマである。円筒の真空容器の片側底面で RF により生成されたプラズマを軸方向磁場で閉じ込める。64-channel 周方向プローブアレイと 5-channel 径方向プローブアレイ (tip 間隔 1cm) を用いて乱流を計測する。プラズマ生成部から 1375mm 離れた位置に SMBI 装置が取り付けられている。1 回の入射で、装置内に満たされている中性ガスと同程度の粒子数が供給される。

図 1 に SMBI 前後の、イオン飽和電流揺動の (a, b) 時空間スペクトル、および (c, d) 時空間バイスペクトルを示す。ここでイオン飽和電流は電子密度に比例すると考える。SMBI 前後で、揺動の時空間構造が変化していることが示されている。特にモード数 2, $f=10\text{kHz}$ を中心に広がっていた乱流構造が減少し、モード数 1, $f=4\text{kHz}$ の単一モードに揺動エネルギーが集中することがわかった。この原因を考察するため、乱流の非線形発展を促進する $m=-1$, $f=1-3\text{kHz}$ のモード (メディエーターモード) と各揺動成分のバイコヒーレンスを計算した (図 1 c, d)。その結果、SMBI 入射後は非線形結合度が顕著に弱まることが示された。SMBI 入射前は非線形発展に消費されていた揺動の自由エネルギーが SMBI 入射後は行き

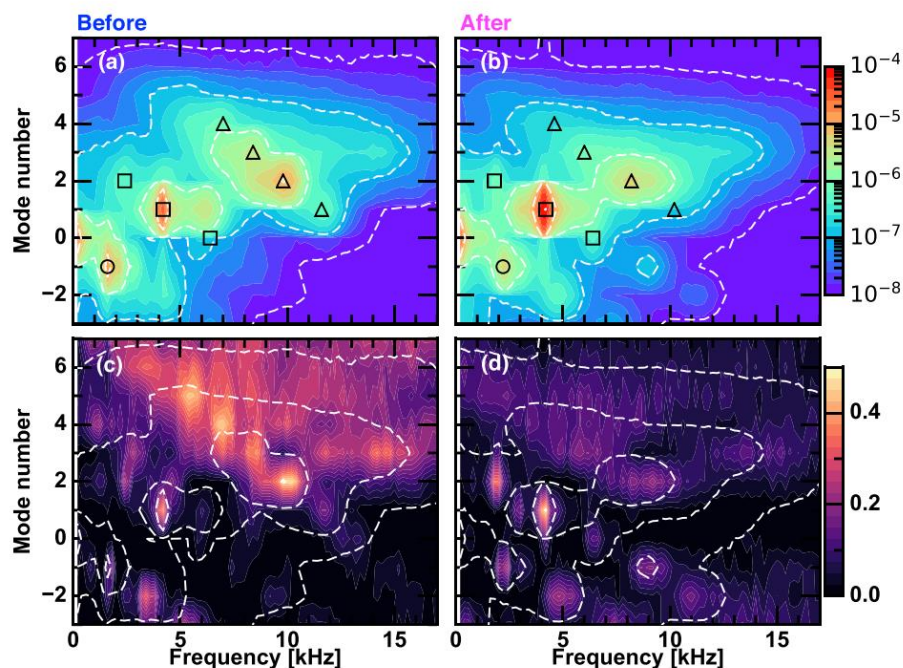


図 1. イオン飽和電流揺動の (a, b) 時空間スペクトル, および (c, d) 時空間バイスペクトル. 左が SMBI 入射前, 右が SMBI 入射後 [1].

場を失い, $m=1$ の揺動に集中したのだと考えられる.

3. まとめ

直線プラズマ装置 PANTA において中性ガスパフ装置を開発した. 密度分布を一定に保ったまま中性ガス圧を変化させることにより, 揺動の線形減衰機構がモードの非線形発展に与える影響を議論した. 高周波数揺動の非線型結合が弱められ, 低周波揺動にエネルギーが集中する様子が示された [1].

研究組織

稲垣滋 (九大応力研), 佐々木真 (九大応力研)

参考文献

[1] T. Kobayashi et al., Phys. Plasmas **27**, 062309 (2020)

構造材料の破壊特性に及ぼす内在水素の影響

Influence of Inherent Hydrogen on Fractural Properties of Structural Materials

茨城大学 車田 亮

1. 研究目的

核融合実験装置等の構造材料は、プラズマからの重水素やトリチウム等が材料内部に拡散するとともに、材料製造時の大気環境やタングステン材料の還元熱処理により、内在水素が材料中に保持されている。一方、構造材料のき裂進展や破壊には、応力腐食割れ（SCC）や活性経路割れ（APC）等がしばしば問題となり、その1つの要因として材料中の水素の影響が懸念されている。そこで、本研究では、構造材料（タングステン材料、低放射化フェライト鋼、ステンレス鋼等）の破壊特性（き裂発生やき裂進展等）が、材料中の内在水素によりどのように変化するかを調査することを目的とする。そのために、茨大の昇温脱離ガス分析装置（TDS）と、九大応力研のSEM・TEMの微細組織観察装置を共同研究に利用し、材料に関する豊富な知識と経験を共有しながら研究を推進する。

2. 実験方法

本研究では、繊維状組織を有する未再結晶材の純タングステン（以下、Fと記載する）及びほぼ等軸状組織を有する再結晶材の純タングステン（以下、EAと記載する）、銅を約10%含有する銅タングステン（以下、C10B2と記載する）、酸化セリウムを約1%添加したセリウム入りタングステン（以下、CeWと記載する）の4種類のタングステン材料を試料として用いた。各材料は、粉末状のタングステンをプレス成型、仮焼結、焼結した後、一部はスウェージ加工によって製造されている。再結晶材の純タングステン電極はスウェージ加工後に、約2,000℃の水素雰囲気中で熱処理されている。また、タングステン材料は、日本タングステン（株）が独自に開発したNDB法⁽¹⁾によって、銅製の支持部に接合されている。そのタングステン材料の先端部と銅製の支持部に埋まっている後端部について、それぞれ直径φ5mm、厚さ1mmの円板状試験片をTDS試験の試料とした。

TDS試験では、超高真空中にて試料表面の水分を飛ばすために、予備加熱として10℃/minの昇温速度で加熱して100℃で30分間保持した後、100℃/hの昇温速度で450℃まで加熱し、試料から放出される水素ガスを測定した。TDS試験後、室温まで冷却して再度同じ昇温速度で加熱し、放出される水素ガスを測定してバックグラウンドとし、放出総量から差引いた。

3. 実験結果及び考察

EAとFのTDS試験の結果を図1に、C10B2とCeWのTDS試験の結果を図2示す。各タングステン材料の先端部の試料のピーク温度を表1に示す。また、各試料の総水素放出量を図3に示す。

EA-topでは246℃付近と284℃付近にピークがみられた。246℃付近のピークは粒界にトラップされた水素であると考えられる。284℃付近のピークは粒内の転位や点欠陥にトラップされた水素が粒界に移動し、粒界に沿って放出されたものと考えられる。F-topでは244℃付近と285℃付近にピークが見られた。この2つのピークの温度はEA-topのピークの温度とほぼ一致しており、トラップサイトが同じであることを示している。水素の全放出量を比較すると、F-topの放出量は、EA-topの放出量の約3倍である。EAは水素ガス中で熱処理されているが、その熱処理中の水素は材料中に侵入せず、再結晶により加工時の転位や欠陥が消滅し、水素のトラップサイトが少なくなったものと考えられる。一方でFは製造時のスウェージ加工により材料中に多数の転位や欠陥が存在し、それがトラップサイトとなり多量の残留水素が存在したと考えられる。

C10B2-topでは235℃付近と265℃付近にピークが見られた。これらのピークはEA-topやF-topと比較して約15℃程度低い。C10B2は約10%の銅が添加されている。銅はタングステンに固溶せず、タングステンの粒界に銅の層として存在する。この銅層の影響で熱処理中に残留水素がより低温で放出されやすいと考えられる。また、C10B2-topの水素放出量はF-topと比較して小さい。これはタングステンの粒界に存在した

残留水素が熱処理中に銅層を通り自然放出され残留水素が少なくなったものと考えられる。CeW-top では 271℃付近と 301℃付近にピークが見られた。これらのピークはEA-topやF-topと比較して約20℃程度高い。CeW は約 1%の酸化セリウムが添加されている。タングステンの粒界に析出物や微細な空孔が多数存在し、それにトラップされた水素がより高温で放出されていると考えられる。CeW-top の水素放出量はF-topと同様に大きい。これは粒界析出物や空孔に多量の水素がトラップされていたためと考えられる。

さらに、4 種類のタングステン材料のいずれに関しても、電極先端部 (top) と比較して電極後端部 (bottom) の水素の放出がごくわずかである。電極の後端部は NDB 法⁽¹⁾によって銅製の支持部に接合されており、銅と密着しているため、熱処理中にその銅材を通して残留水素が自然放出されたものと考えられる。

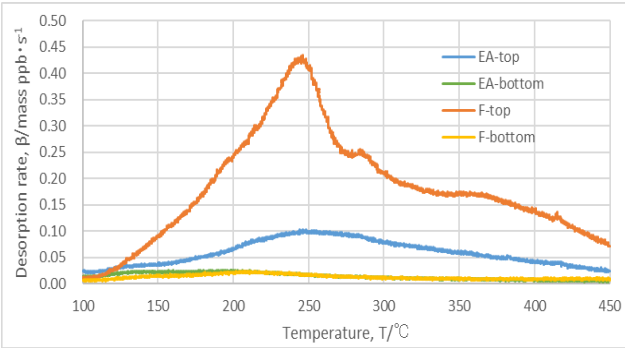


Fig. 1 TDS results of EA and F.

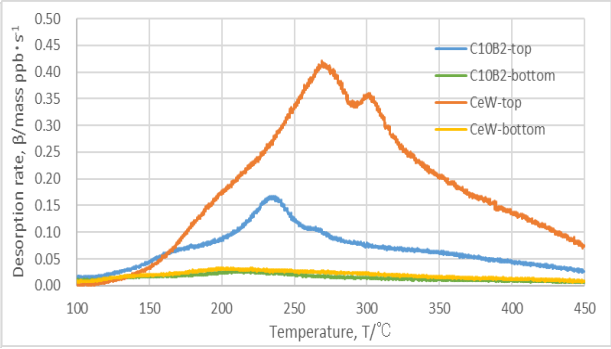


Fig. 2 TDS results of C10B2 and CeW.

Table 1 Peak temperatures in TDS test.

Trap site	Peak temperature, T _m /°C			
	EA	F	C10B2	CeW
Peak 1	246	244	235	271
Peak 2	284	285	265	301

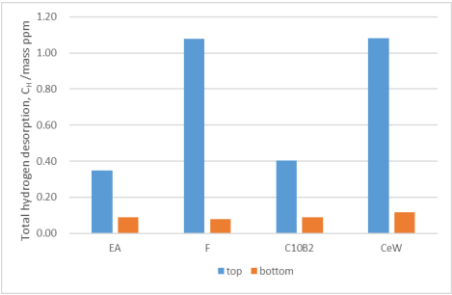


Fig. 3 Total quantity of hydrogen desorption.

4. まとめ

4 種類のタングステン電極について TDS 試験を行い、電極中の残留水素を測定した。その結果、タングステン材料の製造時（焼結や成形など）及び各種熱処理（再結晶化や接合など）等の影響で、再結晶材の純タングステン（EA）とセリウム入りタングステン（CeW）が残留水素量が多く、未再結晶材の純タングステン（F）と銅タングステン（C10B2）が残留水素量が少ないことが明らかとなった。今後、タングステン材料のき裂発生や進展（破壊特性）を繰り返し溶接試験で調査し、タングステン材料の破壊特性に及ぼす内在水素の影響を究明する予定である。

参考文献

(1) 日本タングステン株式会社, “タングステン/モリブデン系抵抗溶接電極特集号”, ニッタン技報, No. 36 (2006), pp. 2-10.
(2) 近松宏洋, 車田亮, 伊藤吾朗, 藤田貴弘, “タングステン電極の耐久性に及ぼす残留水素の影響”, 日本機械学会関東支部, 第 28 回茨城講演会講演論文集, (2020.8.21), CD-OS4-(1)-No.402.

タングステンの機械的特性評価と高熱流束材料への応用

茨城大学工学部 車田 亮

【目的】原型炉等のプラズマ閉じ込め装置のダイバータ板の表面材料には、スパッタリング特性や熱特性が良好なタングステン(W)が使用される計画である。しかし、Wは低温脆化、再結晶脆化、照射脆化等の問題がある。特に、脆性の性質を持つため、プラズマ閉じ込め装置のダイバータ板の表面材料においては、定常熱負荷やプラズマディスラプション時のパルス高熱負荷、さらに、プラズマ閉じ込め性能が良いELMs時の周期的な高熱負荷を受けた際の熱応力によりき裂発生による破壊が生じることが懸念されている。従って、脆性を克服した高靱性のタングステンを開発することが急務となっている。現状のWや今後開発される脆性を改善したW材がダイバータとして使用可能か否かを判断するためには、それぞれの材料固有の破壊に対する抵抗能力を評価する必要がある。その抵抗能力は破壊靱性とよばれ、疲労予き裂が導入され所定の形状を持つ試験片(破壊靱性試験片)に荷重を負荷していき、試験片が破壊せずに(すなわち、予き裂が進展開始せずに)耐え得る限界の応力拡大係数(試験片と予き裂の幾何学的形状が決まれば、公称応力の関数として与えられる)の値として実験的に求めることができる。延性を持つ金属では、引張疲労の負荷により容易に疲労予き裂を導入することが可能である。しかし、W等の脆性金属では、引張疲労で一旦き裂が発生すると、き裂は急速に進展して破壊に至るため、破壊靱性試験に不可欠な疲労予き裂を導入することができない。最近、九州大学応用力学研究所の材料グループなどにおいて、圧縮疲労と3点曲げ(3PB)疲労の2段階負荷方式による予き裂導入法が開発され、各種のW材に対して破壊靱性評価を行うと共に、材料組織学的な評価が進められている。本研究では、研究代表者が専門の機械工学分野の固体力学的な解析を進めることにより破壊靱性評価の精度を向上させ、さらに、破壊靱性などの機械的性質が高熱流束材料としての特性とどのような関連があるかを解明することを目的とする。

【実験及び解析】破壊靱性試験として成立するためには、導入する疲労予き裂の長さ、予き裂先端での塑性域の大きさ、試験片厚さ方向の予き裂長さの分布などがASTM (American Society for Testing and Materials)により定められた測定規格をクリアする必要がある。特に、現在進められてる圧縮疲労による疲労予き裂導入の方法では、予き裂前方の残留応力が破壊靱性の測定値に影響を与えることが予想されている。本研究では、破壊靱性試験片の形状、ノッチ(切り欠)の大きさや深さ、予き裂先端部分での塑性域の大きさを固体力学的に評価する。また、予き裂前方の残留応力の評価、及び測定に及ぼす影響を評価すると共に、残留応力の影響を無くすための予き裂伸延や試験が成立する小規模降伏条件の達成のための3点曲げ(3PB)疲労時の応力の振幅などの検討を行い、試験結果との比較を行う。また、電子ビームを熱源としたW材の熱負荷実験を行い、機械的性質と高熱負荷特性の関係を調べる。

本年度は、純Wの圧延材(ITERダイバータ仕様、応力除去処理材、形状:50 mm×50 mm×12.3 mm)から、片側切欠き付き微小3点曲げ試験片(幅5 mm、厚さ3 mm、長さ25 mm、切欠き(Uノッチ)の幅0.15 mm、深さ2 mm)をT-L(試験片長手方向:圧延方向に垂直、切り欠き:圧延方向に配向)の方位に切り出し、表面を機械研磨した。この試験片に対して、真空中で1800℃、1時間の再結晶熱処理を行った後、まず、試験片長手方向に2000N/100Nの1軸圧縮疲労を負荷してノッチ底から予き裂を導入し、電子線後方散乱解析(EBSD)を用いてミクロ組織観察を行なうことにより、き裂近傍の歪みについて調べると共に、固体力学的な評価・解析を行った。

【結果】図 1、及び図 2 に再結晶処理 W の未負荷材、及び圧縮疲労負荷材のノッチ底近傍の EBSD 観察結果を示した。応力負荷材には、ノッチ先端から $60\mu\text{m}$ 付近までの結晶粒にひずみと考えられ表面不整（たとえば、滑り変形跡）が観察される。また、繰り返し塑性域(d_c)は、下記で評価することができる。

$$d_c \cong \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K}{2\sigma_y} \right)^2$$

ここで、 ΔK は、応力拡大係数の振幅、 σ_y は、降伏応力である。本実験の圧縮疲労条件では、 d_c は $50\mu\text{m}$ 程度で、EBSD で観察された長さとはほぼ一致している。さらに、SEM 観察の結果からき裂は、ノッチ底から $253\mu\text{m}$ まで形成されていることがわかった。単調塑性域(d_m)は、

$$d_m \cong 4d_c$$

で表せることから、 d_c のほぼ 4 倍の程度までき裂が伝搬している。き裂は、弱いところ（この場合粒界）を伝播するため、また、W の再結晶粒界は非常に弱いためこのようなき裂が形成されたものと考えられる。

【まとめ】再結晶 W 材について、圧縮疲労によるノッチ底におけるき裂形成、及び伝搬に関して検討した。圧縮疲労により導入された予き裂は、単調塑性域(d_m)より長く、き裂先端は残留応力の域外と考えられ、そのため、小規模降伏条件を満足しているものと考えられる。今後、き裂長さと破壊靱性値との関係を明らかにする予定である。

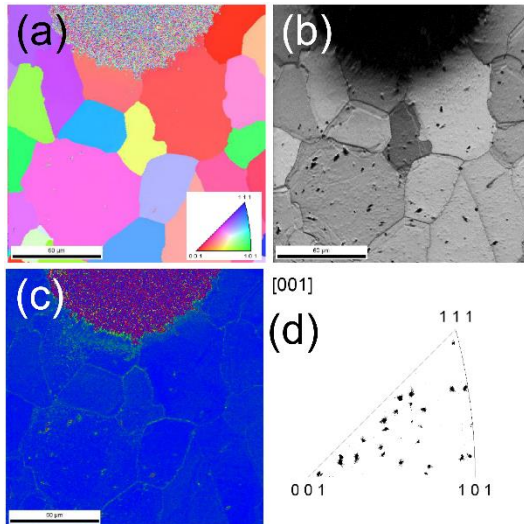


図 1 未負荷材のノッチ底近傍の EBSD 観察結果、(a)IPF map (ND 方向)、(b)IQ map、(c)KAM map、(d)逆極点図

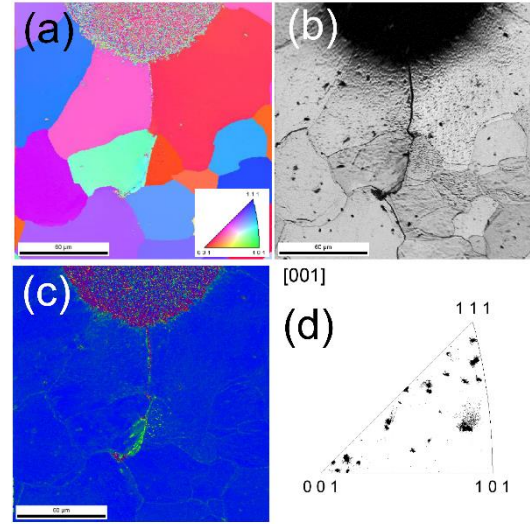


図 2 圧縮応力負荷材のノッチ底近傍の EBSD 観察結果、(a)IPF map (ND 方向)、(b)IQ map、(c)KAM map、(d)逆極点図

2020FP-19 ラジカル含有リチウム酸化物薄膜の水素吸収および放出過程

Hydrogen absorption and release processes for radical-induced lithium oxide films

名城大学理工学部 土屋 文

Bun Tsuchiya

Faculty of Science and Technology, Meijo Univ.

目的 安全でクリーンな水素酸素燃料電池は、火力発電や原子力発電に替わる発電機として世界的に大きな期待を寄せられている。本研究室では、リチウム酸化物薄膜を水素(H)供給源とした水素酸素マイクロ燃料電池の開発に取り組んでいる。これまで、本研究室では、リチウム酸化物一つである Li_2ZrO_3 は多量の水(H_2O)および H を吸収し、その吸収された H の解離温度は約 100°C 以下であることを発見した。しかしながら、このマイクロ燃料電池の開発を目指すためには、より低い温度で H を解離する H 供給源を必要とする。本研究では、イオン照射により Li_2ZrO_3 表面にラジカルを形成させ、H 貯蔵量の増加および H 解離温度の低下を目指す。特に、イオンビーム分析の一つである反跳粒子検出(ERD)法を用いて、 Li_2ZrO_3 表面に蓄積された H 濃度を測定し、また、九州大学応用力学研究所に設置された四重極型質量分析計(Q-mass)を用いた昇温ガス脱離(TDS)法により、H の解離温度を調べ、 Li_2ZrO_3 中の H 吸収および放出過程について明らかにすることを目的とした。

実験方法 これまでの研究成果に基づき、炭酸リチウム(Li_2CO_3)および酸化ジルコニウム(ZrO_2)粉末を 1100°C 以上の高温および空気雰囲気において焼結することによって、直径 8 mm、厚さ 1 mm のディスク状の Li_2ZrO_3 試料を作製した。 Li_2ZrO_3 試料の結晶構造、格子定数および体積密度はそれぞれ単斜晶(monoclinic)、 $a=c=0.541\text{ nm}$ 、 $b=0.903\text{ nm}$ および 3.46 g/cm^3 であった。この試料を約 $1\times 10^{-5}\text{ Pa}$ 以下の真空中で 350°C まで加熱して残留水素を取り除いた後、室温において片面のみに 10 keV の重水素(D_2^+)イオン(即ち、5 keV の D^+ イオン)を約 $5\times 10^{17}\text{ ions/cm}^2$ の照射量まで照射して、試料表面に電荷を帯びたラジカルを形成させた。次に、 20°C の室温および 30~55 %R.H.の相対湿度の空気(水蒸気)を真空装置へ約 $1\times 10^{-5}\text{ Pa}$ になるまで導入した後、精密電子天秤を用いた重量増加(WGM)法により各空気暴露時間における試料の重量およびイオンビーム分析を用いた ERD 法により試料中の H および D 濃度を測定した。

次に、水素吸収した試料を真空雰囲気においてセラミックスヒーターにより室温から $400\sim 500^\circ\text{C}$ までの各温度で 10 分間の等時加熱(isochronal annealing)した後、ERD 法により試料表面の水素濃度分布を測定し、試料からの水素放出量を求めた。また、TDS 法により、室温から 500°C まで 4 K/min の温度上昇速度で加熱し、放出ガス種の判別および各ガス種の解離温度を調べた。水素分子が試料から放出されていることを確認するとともに、生成された水素分子量から水素放出量を求めて、ERD 法によって求めた値と比較した。得られた結果から、表面改質された Li_2ZrO_3 の水および水素吸収、貯蔵および放出機構のメカニズムを明らかにした。

実験結果および考察 350°C で真空加熱および 5 keV の D^+ イオンが約 $5\times 10^{17}\text{ ions/cm}^2$ まで照射された Li_2ZrO_3 試料表面の SEM 像をそれぞれ図 1(a),(c)および(b),(d)に示す。粒径は約 $5\text{ }\mu\text{m}$ 程度であり、大きな気孔(pore)等は形成されていないことがわかる。また、図 1(b),(d)より、照射された粒子表面は活性化しており、ラジカルが形成されていると予測される。

次に、試料作製、 350°C の真空加熱、5 keV D^+ イオン照射および約 290 hrs の空気暴露時間後に測定された ERD スペクトルをそれぞれ図 2(a)および(b)に示す。横軸は反跳された H^+ および D^+ イオンのエネルギーに相当し、試料表

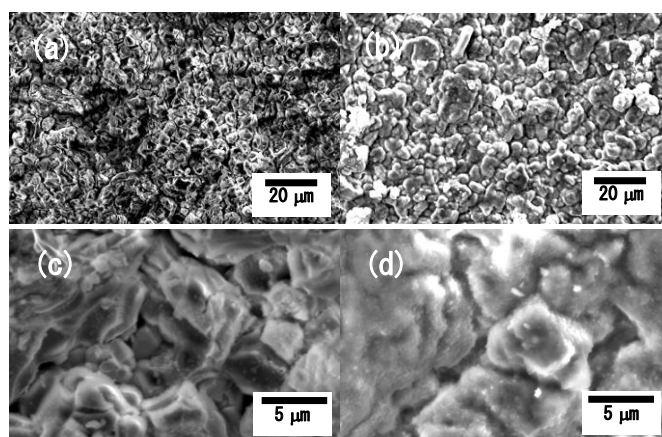


図1 (a),(c)真空加熱、(b),(d)約 $5\times 10^{17}\text{ ions/cm}^2$ まで 10 keV D_2^+ イオン照射された Li_2ZrO_3 試料表面の SEM 像。

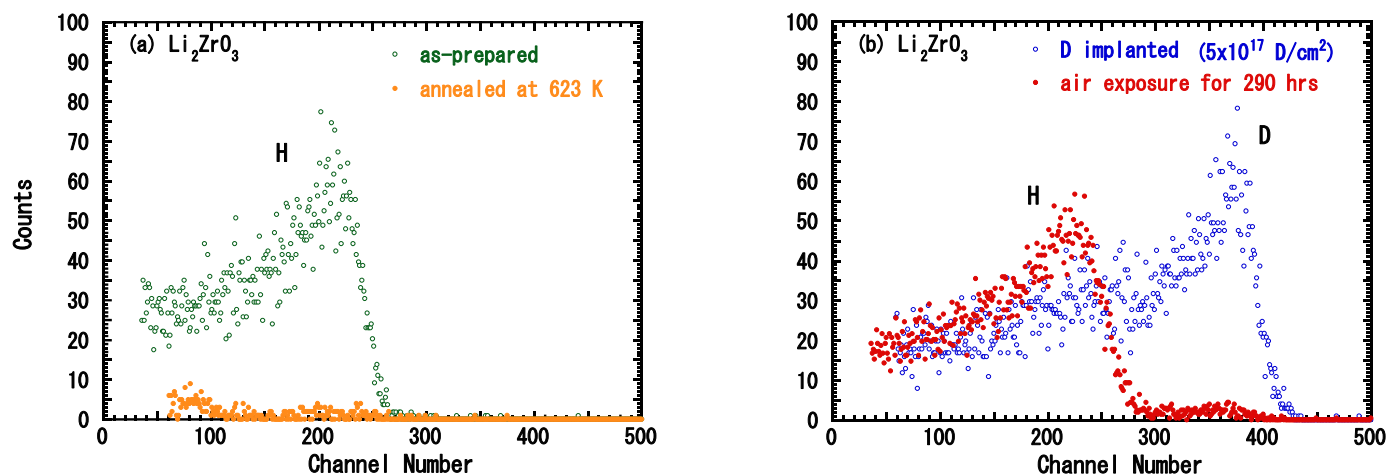


図2 (a) 試料作製および350℃の真空加熱、(b) 5 keV D⁺イオン照射および約290 hrsの空気暴露後に測定されたLi₂ZrO₃試料表面のHおよびD濃度分布(ERDスペクトル)。

面からの深さの情報を与える(測定限界深さ: 約400 nm)。縦軸は反跳された水素同位体(H⁺およびD⁺)イオンの個数であり、Li₂ZrO₃試料中のある深さに対するHおよびD濃度を表す。図2(a)より、多量のHが1100℃以上の焼結時に水と反応して吸収されていることがわかった。これらのHは、真空内で350℃の加熱によりほとんど放出されることもわかった。さらに、この試料に5 keVのD⁺イオンを約5×10¹⁷ ions/cm²まで照射すると、Dが試料作製時と同程度の量まで試料表面に蓄積されることが図2(b)よりわかる。この蓄積されたDの濃度は、空気暴露によりどの深さに対してもほぼ一様に減少し、それに対してH濃度が増加することが判明した。この水素同位体置換反応は、空気中の水蒸気がLi₂ZrO₃試料中へ吸収されることを示している。この水素同位体置換のメカニズムについては、空気中に含まれるH₂Oが室温で活性化された最表面においてHとOHに分解(常温水分解)し、バルク内へ拡散したHが捕獲されたDと置き換わると考えられる。

次に、精密電子天秤を用いて各空気暴露時間に未照射Li₂ZrO₃およびD⁺イオン照射Li₂ZrO₃試料の重量を測定した。試料の重量増加の割合は、両試料に対して空気暴露時間の増加とともに増加した。この重量増加の空気暴露時間依存性はH濃度増加の結果に対応しており、重量増加は大気中の水蒸気吸収が要因の一つであると考えられる。特に、D⁺イオン照射Li₂ZrO₃試料の重量増加の割合は、約2000 hrsで約9.5 wt%に達し、未照射Li₂ZrO₃試料の重量増加量の約3倍以上になることがわかった。従って、試料表面における水分解特性がイオンスパッタリング効果による表面改質によって向上されることが判明した。この重量増加は、D⁺イオンスパッタリングにより酸素欠損(即ち、酸素(O)空孔)を有するLi₂ZrO_{3-□}(□: 酸素不足比)層等のラジカル形成が生じ、H₂Oの解離速度だけでなく、バルク内へのHの移動速度および貯蔵量が増加したと考えられる。

次に、TDS法により、試料から放出されるガス種の判別を行った。H₂OだけでなくH₂が低温から放出されており、それらの放出量は、D⁺イオンスパッタリング効果により約一桁増加することがわかった。従って、表面改質はH₂Oを室温で分解してHを貯蔵する水分解特性を向上させ、約100℃以下の低温におけるH₂放出量を増加させることが明らかになった。さらに、CH₄、COおよびCO₂の他のガス種の吸収量も増加し、重量増加の要因であることも判明した。

まとめ D⁺イオンスパッタリング効果を利用したラジカル生成による表面処理を行い、室温におけるH₂O分解およびH透過能力を向上させ、Li₂ZrO₃試料の重量貯蔵容量を約3倍以上まで増加させることができた。また、ERD法およびTDS法を用いて、Hが室温で空気暴露されたLi₂ZrO₃中に貯蔵され、そのHが100℃以下で放出されることを確認し、Li₂ZrO₃のH吸収、貯蔵および放出機構のメカニズムを明らかにした。

遷移金属合金の照射による結晶構造・磁気変態の機構解明

岩手大学理工学部 物理・材料理工学科 鎌田康寛

目的

鉄-クロム-ニッケルを主成分とする鉄基 3d 遷移金属合金のオーステナイト系ステンレス鋼 (ASSs) は、耐食性に優れており様々な機器構造物で使用されている。その性質の理解にはナノスケールでの組織観察が不可欠となる。特定箇所の TEM 観察を行う場合の試料作製で集束イオンビーム (FIB) 装置の利用が有効であるが、その際の Ga イオン照射による損傷や組織変化に注意が必要である。代表的な ASS である SUS304 鋼は室温で準安定な fcc 構造をとるため、照射により構造相変態が生じる可能性がある。本研究では、SUS304 鋼に Ga イオン照射した際に生じる相変態の機構を調べるため、照射領域の表面および断面観察を実施し、変態量や Ga 濃度分布を調べた。母相と変態相の結晶方位関係を詳しく解析したところ、照射方向によりバリエーションが生じていることを見出した。それらの実験結果を踏まえて、照射による相変態の機構を考察した。

実験方法

材料は SUS304 鋼 (Fe-18Cr-10Ni) を用い、固溶化熱処理を行った後に機械研磨と電解研磨をしたものを用いた。FIB 装置を用いて 30 kV で $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ の範囲に Ga イオンを照射した。照射量を $0.8 \sim 8.0 \times 10^{16}$ ions/cm² で系統的に変化させ、照射方向を (001)_{fcc} と (111)_{fcc} の結晶粒に選んだ。従って 7 照射量、2 照射方向の組合せの 14 条件で実験を行った。Ga イオンの注入深さ分布を SRIM コードで計算したところ、表面から約 10 nm の地点に最も多く Ga が分布していた。表面組織観察は SEM-EBSD および EDS 分析を実施した。断面組織観察では、照射量 8.0×10^{16} ions/cm² の照射-非照射の境界部分について、表面保護のために Pt と Os を堆積した後に、マイクロサンプリング法で薄片試料を切り出した。薄片試料の観察部の厚さは約 140 nm とした。透過 EBSD 法による組織評価と、九大応力研の球面収差補正機能付き走査型透過電子顕微鏡 (日本電子(株)製 JEM-ARM200F) を用いた STEM-EDS 分析を実施した。

結果及び考察

Fig. 1 には、照射面の上面から組織観察した結果の例として照射量が 4.0×10^{16} ions/cm² 以上の (001)_{fcc} および (111)_{fcc} 照射領域の SEM 画像と EBSD 法により求めた相マップ、結晶方位マップを示す。相マップから、照射領域で bcc への相変態が生じており、その変態量は照射量の増加に伴い増えている。同一照射量で比較すると、(111)_{fcc} 照射の方が変態量が多い傾向が見られる。

Fig. 2 に (001)_{fcc} 照射領域の表面近傍の、透過 EBSD 法による断面観察の結果を示す。相マップから、一部の Ga 照射領域の表面直下に帯状の bcc 相が見られ、その結晶方位は Fig. 1 の結果と一致していることからこの帯状組織が照射による変態相と推定される。この変態相の厚さは約 96 nm であった。Fig. 3 に、(001)_{fcc} 照射領域の変態相近傍の Ga 濃度マップと線分析の STEM-EDS 分析結果を示す。Ga 濃度は試料表面から 10 nm 程度をピークに急激に減少し、70 nm より深い領域で 1 mass% 未満となる。Fig. 2 と 3 から、変態相は高 Ga 濃度の領域より深くまで広がっていることがわかった。

次に、EBSD 法による角度データから fcc と bcc の方位を解析し、最密面と最密方向の角度差に着目して結晶方位関係について整理した。その結果、bcc 相の方位関係は単一でなく分布 (NW~KS の方位関係) を持っており、さらにその分布が照射方向により異なることを見出した。NW の関係

($\{111\}_{\text{fcc}}//\{110\}_{\text{bcc}}$, $\langle 211 \rangle_{\text{fcc}}//\langle 110 \rangle_{\text{bcc}}$) の場合、12 種類の等価な方位関係が存在し、それらをバリエーションと呼ぶ。 $\{100\}_{\text{bcc}}$ の極点図を調べたところ、NW の関係の観点から考えると、全 12 種のうち、 $(001)_{\text{fcc}}$ 照射では 4 種類、 $(111)_{\text{fcc}}$ 照射では 3 種類のバリエーションが生じていることが確認された。

以上の実験結果に基づいて変態機構を考察する。注入された Ga の化学的効果を考えると、SUS304L 鋼に Ga を添加すると bcc の形成が促進される報告があり[1]、Ga は鉄系合金の bcc 相を安定化すると考えられる。しかし、断面観察から変態相が高 Ga 濃度でない領域まで広がっていることから、他の要因も考慮する必要がある。その要因として応力効果が挙げられる。断面観察で確認された Ga 濃度は最大で約 16 mass% (Fig. 3) であった。Ga が置換しているとすると、格子定数を 1%以上増加させる効果が見込まれる[1]。この応力効果が高 Ga 濃度領域の外側にも影響を与え、相変態を促進させた可能性がある。以上 2 つの効果で観察された変態挙動は概ね説明できるが、 $(001)_{\text{fcc}}$ と $(111)_{\text{fcc}}$ の照射方向による変態量の違いが説明できない。結晶方位関係解析の結果より、照射方向により異なるバリエーションの bcc が選択的に形成していた。そのことから、 $(111)_{\text{fcc}}$ 照射では特定の整合性の良い fcc-bcc 界面が広がりやすく、相変態に伴う界面エネルギーの上昇が抑制されたために変態が促進された可能性が考えられる。

まとめ

SUS304 鋼に系統的に照射量を変えた Ga イオンを照射して生じる変態挙動を詳しく調べた。母相-変態相の結晶方位関係とバリエーション選択則の照射方向による違いを見出した。照射による相変態の挙動を Ga の化学的効果、応力効果およびバリエーション選択の観点から説明した。

成果報告（学会発表）：

- ・鶴田華子，鎌田康寛，渡邊英雄，“Ga イオン照射したオーステナイト系ステンレス鋼における微細組織の断面観察”，日本鉄鋼協会 2020 年第 180 回秋季講演大会学生ポスターセッション，2020.9.16，オンライン
- ・及川涼一，中川一沙，清水一行，鎌田康寛，渡邊英雄，“Fe-Cr-Ni エピタキシャル合金薄膜の作製とその磁性に及ぼすイオン照射効果”，日本金属学会 2020 年秋期講演大会(第 167 回)，2020.9.15，オンライン

研究組織：鎌田康寛，清水一行，村上武，鶴田華子，中川一紗：岩手大・理工、渡邊英雄：九大・応力研

参考文献 [1] D.G. Kolman, J.F. Bingert and R.D. Field, *Metall. Mater. Trans. A*, **35A**, 3445-3454 (2004),

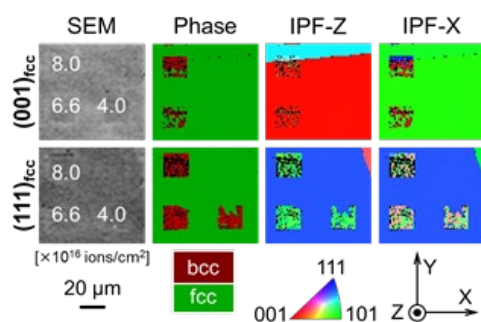


Fig. 1. 照射した SUS304 鋼の組織観察結果

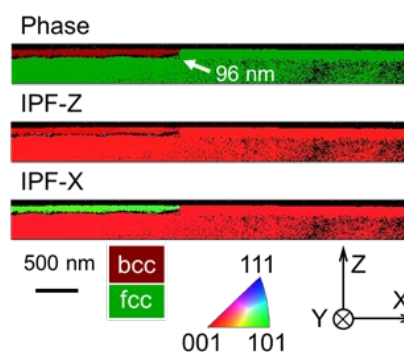


Fig. 2. 断面の組織観察結果

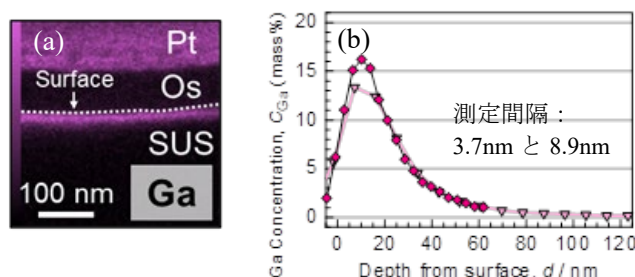


Fig. 3. STEM-EDS による断面の Ga 分析結果
(a) Ga マップと(b) 線分析

プラズマ乱流における非線形伝搬と、局地集中豪雨の統計解析への応用の研究

(Nonlinear Propagation Phenomena in Plasma Turbulence

and Its Application to Statistical Analysis of Localized Torrential Rainfall)

杉田 暁¹、佐々木 真²、荒川弘之³¹中部大学 中部高等学術研究所 国際GISセンター、²九州大学 応用力学研究所、³島根大学

序論

近年、乱流プラズマに外部から擾乱を印加することにより、プラズマの強い応答が非線形・非局所的に伝搬することが、実験[1]、及び非線形シミュレーション[2]で明らかにされた。この応答の非局所的かつ弾道的な伝搬過程は、広く自然科学、社会科学の分野において重要となる現象である。大気・海洋・土壌汚染に代表される環境問題や、伝染病の感染、各種災害時の正誤入り混じった情報など、リスクが相互に関連した事象や情報は、非線形的に、時空間的に波及・伝搬する特徴を有しているが、既存の古典的な拡散モデルでは記述できない現象であり、このような事象を理解し、共存し、持続可能な社会を構築することは、人類社会に課せられた大きな課題である。特に、平成26年8月に広島市を襲った豪雨に代表される、突発的な局地的大雨や集中豪雨、及びそれに伴う洪水・内水氾濫や、地すべり・土石流などの災害に、急激な状況変化への対応ができず、被害が生じる事例が増加している。近年整備されてきた、時空間に高分解能かつ国土全域を覆う気象データを利用して、局地的大雨や集中豪雨に関する知見を得、そのダイナミクスを理解することにより、減災に寄与することは重要である。

著者は、これまで核融合プラズマ乱流中で、乱流の塊（クランプ、ブロップ）が非線形的に伝搬し、非拡散的な輸送を駆動する現象について非線形シミュレーションと統計的解析手法を用いて研究を行ってきた[3]。また、地理情報システム／デジタルアースを利用した防災に関する研究を行い、気象と自然災害の重要性に着目している[4]。これらの経緯から、気象、特に局所的な集中豪雨に関しての実証的な統計的定量化、及び非線形ダイナミクスの統計的手法による定式化の可能性があるため、今回の研究対象の情報として選択した。

方法

本研究では、局地集中豪雨ハザードがもたらすリスクを評価するプラットフォームとして用いるための、ウェブGIS（Geographic Information System：地理情報システム）プラットフォームを中部大学国際GISセンターの所有するデジタルアースサーバ上に構築し、多様な空間情報と重畳して可視化するために、関連する各種データを登録した。今回の開発で登録したデータはリスト（表1）の通りである。

表 1 ウェブGISプラットフォームに登録したデータ一覧

	データ名	入手元
1	国勢調査(2015年) その1 人口等基本集計に関する事項 5次メッシュ(250mメッシュ)	e-Stat 地図で見る統計(統計GIS) https://www.e-stat.go.jp/gis
2	局地数値予報モデルGPV(LFM) 積算降水量	気象業務支援センター
3	国土数値情報 浸水想定区域	国土数値情報 http://nlftp.mlit.go.jp/ksj/gml/datalist/KsjTmplt-A31.html
4	淡色地図	地理院タイル https://maps.gsi.go.jp/development/ichiran.html
5	数値地図25000	同上
6	土地条件図(初期整備版)	同上
7	色別標高図	同上
8	陰影起伏図	同上
9	治水地形分類図 更新版(2007~2014年)	同上
10	治水地形分類図 初版(1976~1978年)	同上
11	明治期の低湿地	同上
12	令和元年10月の低気圧に伴う大雨 浸水推定段彩図 速報版 千葉県佐倉市周辺	同上
13	令和元年10月の低気圧に伴う大雨 浸水推定段彩図 速報版 千葉県茂原市・大網白里市周辺	同上
14	令和元年10月の低気圧に伴う大雨 浸水推定段彩図 空中写真判読版 一宮川水系(一宮川・豊田川・阿久川) 茂原駅周辺	同上
15	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 鳴瀬川水系(吉田川)	同上
16	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 阿武隈川水系(阿武隈川)	同上
17	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 信濃川水系(千曲川)	同上
18	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 久慈川水系(久慈川)	同上
19	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 那珂川水系(那珂川)	同上
20	令和元年台風第19号 浸水推定段彩図 川水系(入間川・越辺川・都幾川)	同上
21	令和元年8月の前線に伴う大雨 浸水推定段彩図	同上
22	平成30年7月豪雨 浸水推定段彩図(空中写真判読版) 高梁川(岡山県倉敷市など)	同上
23	平成30年7月豪雨 浸水推定段彩図(空中写真判読版) 肱川(愛媛県大洲市など)	同上
24	平成30年7月豪雨 浸水推定段彩図(速報版) 岡山県倉敷市(2018年7月7日時点)	同上
25	平成30年7月豪雨 浸水推定段彩図(速報版) 愛媛県大洲市(2018年7月7日時点)	同上

結果

構築したウェブGISプラットフォームは、以下のURLでユーザを限定して公開している (<http://de19.digitalasia.chubu.ac.jp/map/map/?cid=1&gid=0&mid=46>)。ウェブGISプラットフォームは、オプションとして、OGC (Open Geospatial Consortium) 標準のWMS (Web Map Service) プロトコルで配信されているGISデータを、URL (Uniform Resource Identifier) を指定して取り込むことができる機能、スクロールや拡大・縮小を連動して行える2画面表示の機能、局地数値予報モデルの降水予測を時刻に応じて表示するタイムスライダ機能を備える。図1、2に表示の例を示す。

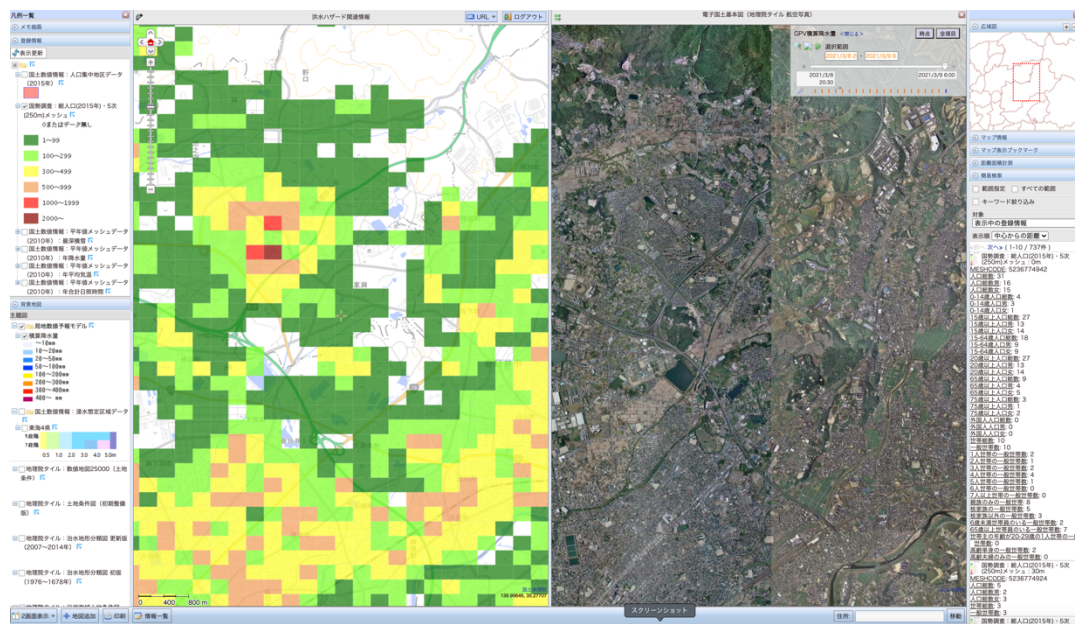


図1 愛知県春日井市の中部大学近くの人口分布と航空写真を2画面表示した表示例

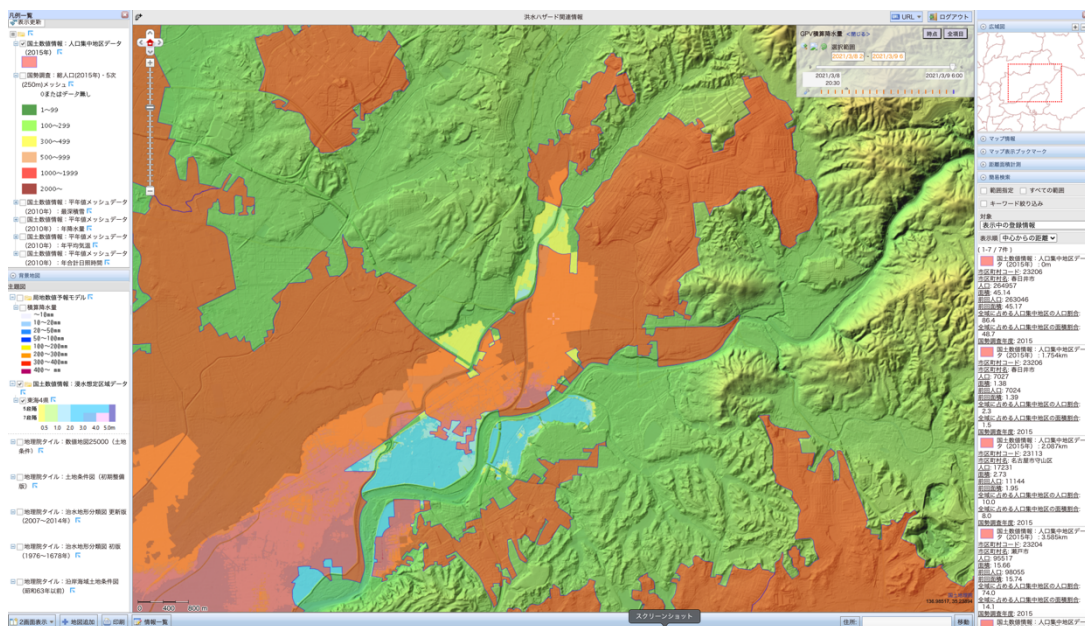


図2 中部大学近くの浸水想定区域図と人口集中地区を色別標高図・陰影起伏図に重ねた表示例

展望

本研究で構築したウェブGISプラットフォームと、降水の前線や局地集中豪雨の伝搬の性質（伝搬方向・伝搬速度）を、統合して解析することにより、具体的な応用を検討する。例えば、当該地域住民へのゲリラ豪雨対応のリードタイムを評価し、アラートに役立てることや、アメダス観測点等をモニタリングポイントとして、そこで大雨が観測された場合のその後の時間発展の予測を考慮したハザードマップ策定などに貢献することが考えられる。

謝辞

本研究は、九州大学応用力学研究所2020年度共同利用・共同研究2020 FP-21、中部大学問題複合体を対象とする共同利用・共同研究IDEAS201931、及び文部科学省私立大学戦略的研究基盤形成支援事業（S1201030）の助成を受けたものです。

参考文献

- [1] S. Inagaki, et al., Nuclear Fusion 53 (2013) 113006.
- [2] N. Kasuya, et al., Plasma Phys. Contrl. Fusion 57 (2015) 044010.
- [3] S. Sugita, et al., Plasma Fusion Res. 9 (2014) 1203044.
- [4] S. Sugita, et al., 5th Digital Earth Summit (2014) and 6th Digital Earth Summit (2016).

長時間放電におけるタングステン壁排気の物理素過程の解明と制御

九州大学応用力学研究所 中村一男

目的：QUEST および LHD における長時間放電を支配する壁排気について、タングステンに特化してその物理過程の解明と制御を目的とする。LHD におけるヘリウム長時間放電では、Phase 1 において高い正の排気率を示し、Phase 2 において負の排気率に転じ、Phase 3 において再び正の排気率が復活する。壁飽和と堆積層で解釈されている。QUEST における水素長時間放電では、Phase 1 において高い正の排気率を示し、粒子供給は時間とともに減少する。Phase 2 において粒子供給は停止したり再開したりを繰り返す。Phase 3 において粒子供給は全く行われなくなり、 $H\alpha$ 一定制御不可となる。高温壁における APS-W の壁排気で解釈されている。本共同利用研究では、APS-W の壁排気の物理素過程を解明するとともに、その制御の方法の探索を目的とする。

序論：タングステン (W) は高融点、高熱伝導度、低熱膨張率、高質量密度を有する耐熱材料である。Wコーティングは核融合炉における冷却配管、熱シールドなどの表面特性の改善に利用される。Wコーティングの技術として APS (Atmospheric Pressure Spray) と VPS (Vacuum Plasma Spray)がある[1]。溶射Wの壁排気の物理素過程を解明するには、溶射過程の解明、溶射Wの特性評価が必要である。溶射Wの熱的特性評価として、電子ビームを熱源とした熱負荷装置を用いた熱負荷実験、市販ソフトウェア ANSYS を用いた熱解析が共同利用研究でなされている[2]。また、タングステン (W) を ITER や原型炉のダイバータ板として使用する計画である。その使用に際しては破壊靱性の評価が必要である[3]。熱負荷実験後、破壊靱性実験後の試料の表面付着物の確認や損傷発生原因の推定のため、九州大学応用力学研究所では昇温脱離ガス分析(TDS: Temperature Desorption Spectroscopy)装置が活用されている[4-6]。本 TDS 装置における昇温加熱制御、ガス分析データの入出力、データ解析、解析結果表示は DOSV パソコンにて実行されているので、Windows10 パソコンに移行すべくハードウェアおよびソフトウェアを更新したので、その内容について報告する。

更新内容：TDS 装置のハードウェアでは、DOSV パソコンを Windows10 パソコンに更新し、PC カードバスおよび入出力カードを USB および入出力ユニットに更新した。また、入出力ユニット～中継器間の接続ケーブル、中継器も更新した。リレーボックスおよび加熱制御電源は更新していない。

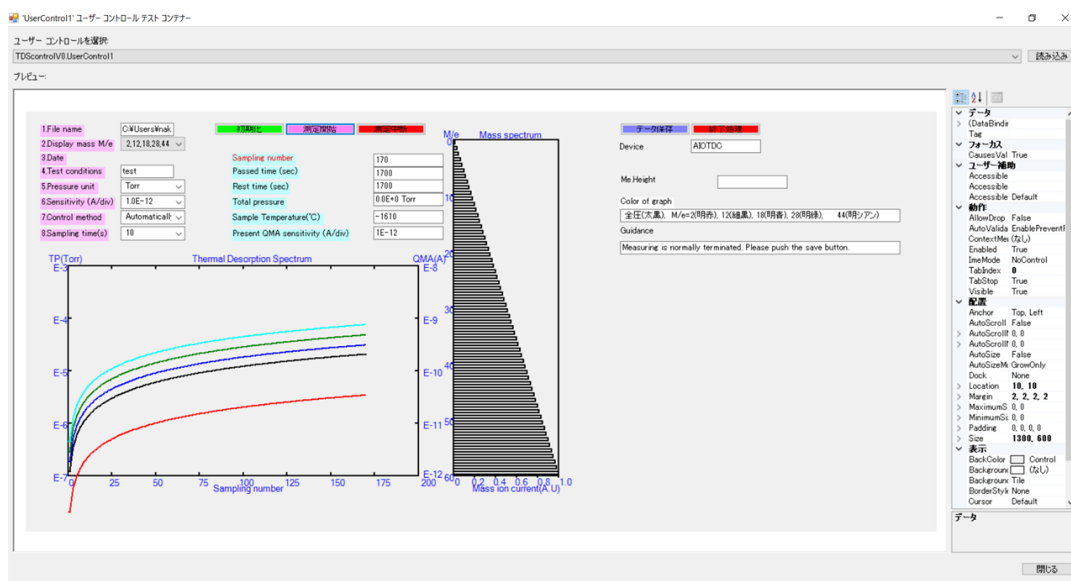


図 1. TDS コントローラのテストフォーム。

TDS 装置のソフトウェアでは、Visual Basic 6.0 から Visual Basic.NET に更新した。統合開発環境 IDE としては Visual Studio Community 2019 をインストールした。Visual Basic という意味で、フォーム上のボタンコントロール、ラベルコントロール、テキストボックスコントロールに関して変更はない（図 1）。しかし、実行環境が .NET Framework に変わるため、フォーム上のコントロールは新しく配置した。オブジェクト指向という意味では、グラフ描画およびデータ保存に関するクラス、オブジェクト、メソッド等の記述に注意した（図 2）。

（１）初期化：初期化の前に全画面表示とし、ファイル名、テスト条件を入力し、時間変化表示マス組合せ、初期電流感度、サンプリング時間などを選択する。入出力ユニットの初期設定をする。

（２）測定開始：170 周期に亘って QMA 電流、真空度、試料温度を測定して表示する。

- ・ QMA 電流はマス M を $M-0.5 \sim M+0.5$ と 0.1 ステップで変化させて最大値を採用している。
- ・ QMA 電流の仮数部が 9.6 以上または 0.96 以下のとき、次周期における電流感度の桁が切替る。
- ・ 前周期のマススペクトルは白色ペンで上書き描画することによりクリアして毎周期描画している。
- ・ 真空度の時間変化はグラフ表示しているが、試料温度はテキストボックスへの表示のみである。

（３）測定中断：170 周期に至る前に測定およびグラフ表示を中断する。

（４）データ保存：170 周期または測定中断までの測定データをテキストファイルに保存する。

- ・ Print 関数では行の末尾に改行が含まれないので、PrintLine 関数を採用している。

（５）終了処理：入出力ユニットの終了処理をする。

以上はすべてデバッグモードで試験しており、実行モードでの試験は次年度の課題である。

[1] O. Kovarik, P. Hausild, J. Siegl, T. Chraska, J. Matejcek, Z. Pala, M. Boulos: The influence of substrate temperature on properties of APS and VPS W coatings, Surface & Coatings Technology 268 (2015) 7-14.

[2] K. Tokunaga, T. Hotta, K. Araki, Y. Miyamoto, T. Fujiwara, M. Hasegawa, K. Nakamura, A. Kurumada, M. Tokitani, S. Masuzaki, K. Ezato, S. Suzuki, M. Enoda, M. Akiba: Thermomechanical Behavior of Plasma Spray Tungsten Coated Reduced-Activation Ferritic/Martensitic Steel, Journal of IAPS, Vol.24, No.2 (2016) 73-78.

[3] K. Tokunaga, S. Matsuo, H. Kurishita, T. Toyama, M. Hasegawa, K. Nakamura, Fatigue pre-cracking and fracture toughness evaluations in an ITER-grade rolled tungsten plate, The Nineteenth International Conference on Fusion Reactor Material (ICFRM-19), 2019.11.

[4] Gang Yao, Hong Yu Chen, Ming Qi Fu, Lai Ma Luo, Xiang Zan, Qiu Xu, Kazutoshi Tokunaga, Xiao Yong Zhu, Yu Cheng Wu, Deuterium irradiation resistance and relevant mechanism in W-ZrC/Sc2O3 composites prepared by spark plasma sintering, Progress in Nuclear Energy, 120, 103215, 2020.02.

[5] Gang Yao, Xiao Yue Tan, Lai Ma Luo, Xiang Zan, Yue Xu, Qiu Xu, Xiao Yong Zhu, Kazutoshi Tokunaga, Yu Cheng Wu, Influence of helium ion irradiation damage behavior after laser thermal shock of W-2%vol Y2O3 composites, Progress in Nuclear Energy, 121, 103241, 2020.03.

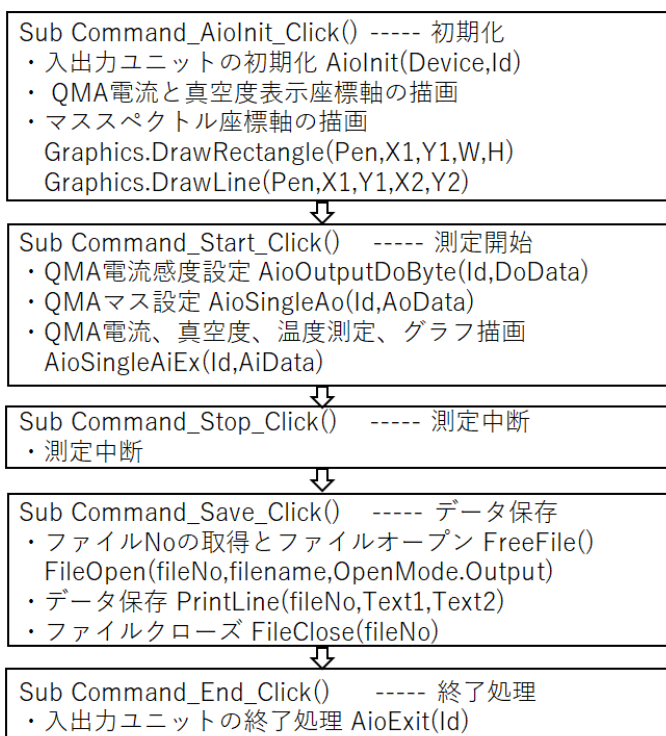
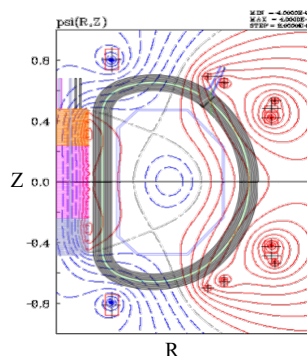


図 2. TDS 装置のソフトウェア。

トロイダルプラズマにおける非線形 MHD 現象の 3 次元構造シミュレーション解析

核融合科学研究所 ヘリカル研究部 佐藤雅彦

本研究では、トーラス装置 PLATO における MHD 安定性解析ツールの整備を進めている。本解析ツールでは、平衡モジュールである TASK/EQU モジュールと非線形 MHD シミュレーションコードである MIPS コードを用いている。昨年度においては、自由境界 MHD 平衡コードである TASK/EQU モジュールで PLATO トカマクプラズマの平衡を求め、その平衡を参照して固定境界平衡コードである TASK/EQ モジュールを用いて MIPS コードの入力ファイルの作成を行ってきた[1]。本年度においては、TASK/EQU から直接 MIPS コードの入力ファイルを作成できるように、インターフェースの整備を行なった[2]。図 1 に TASK/EQU を用いて求めた磁場配位と計算で使用したコイル電流を示す。使用したパラメータは PLATO で想定されている大半径 $R = 0.7$ m、小半径 $a = 0.2$ m、プラズマ体積 $V_p = 0.9$ m³、中心磁場 $B_t = 0.3$ T、電子温度 $T_e = 0.2$ keV、密度 $n = 1.0 \times 10^{19}$ m⁻³ を用いた。平衡計算の結果、プラズマ電流 40 kA、三角度 0.42、楕円度 1.7 の平衡磁場配位が得られた。



Coil name	Current (kA turn)
OH	-134
OHC	-100
D	-17
Q	50
H	-14
C	0
F1	-9
F2	-9

図 1. (左) PLATO 装置における MHD 平衡の磁場配位と (右) 使用したコイルと電流値。

得られた平衡に対し、非線形 MHD シミュレーションコード MIPS を用いて、MHD 不安定性の 3 次元シミュレーションを実施した。MIPS コードは、一流体モデルを初期値問題として数値的に計算するコードである。空間方向には (r, ϕ, z) の円柱座標系を用い、4 次精度の有限差分法を用いて離散化されている。また、時間積分は 4 次精度のルンゲクッタ法を用いて行っている。本解析では、異なるベータ値を持つ 3 つの MHD 平衡に対して解析を行なった。ここで、それぞれの中心ベータ値 β_0 は、1.5%, 1.6%, 1.8% である。本計算では $(128, 64, 128)$ のメッシュ数を用い、粘性係数、抵抗係数、熱拡散係数はそれぞれ $\nu = 10^{-5} v_a R_0$, $\eta = 10^{-5} v_a R_0$, $\chi = 10^{-7} v_a R_0$ を仮定した。ここで v_a はアルフヴェン速度である。

図 2 では、3 つの平衡に対する MHD シミュレーションから得られた全運動エネルギーの時間発展を示している。中心ベータ値 β_0 が大きいほど全運動エネルギーの線形成長率が大きくなっている。 $\beta_0 = 1.5\%$ と $\beta_0 = 1.8\%$ に対して、代表的なモードである $n=1$ モード（キンクモード）と $n=13$ モード（バルーニングモード）の摂動圧力成分の時間発展を図 3 に示す。ここで n はトロイダルモード数である。 $\beta_0 = 1.5\%$ では、 $n=1$ モードと $n=13$ モードはほぼ同じ線形成長率であるが、 $\beta_0 = 1.8\%$ では $n=13$ モードと比較して、 $n=1$ モードの線形成長率は小さくなっている。 $t = 250 \tau_a$ から $n = 1$ モードの成長率が増加しているが、これは、 $n=13$ モードを中心とした不安定なバルーニングモード間のモードカップリン

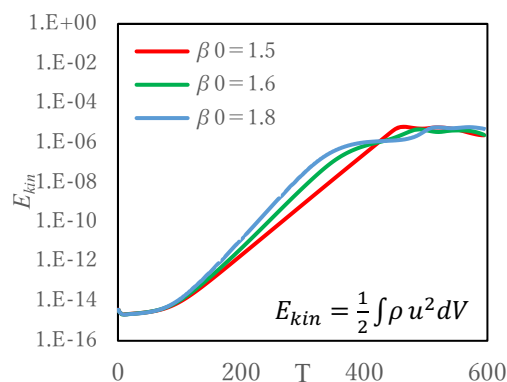


図 2 運動エネルギーの時間発展の中心ベータ値 β_0 に対する依存性。

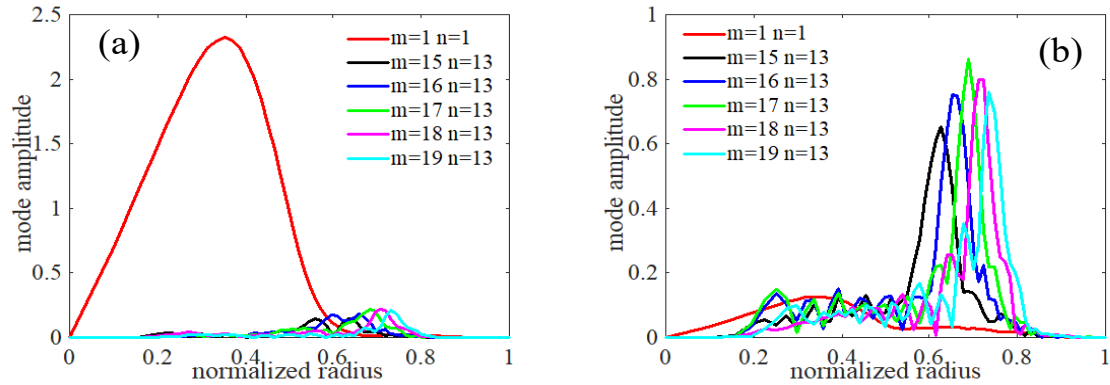


図 4 (a) $\beta_0=1.5\%$ ($t=370 \tau_a$)、及び、(b) $\beta_0=1.8\%$ ($t=300 \tau_a$)における $(m,n)=(1,1)$ モードと $n=13$ モードの摂動圧力の径方向分布。

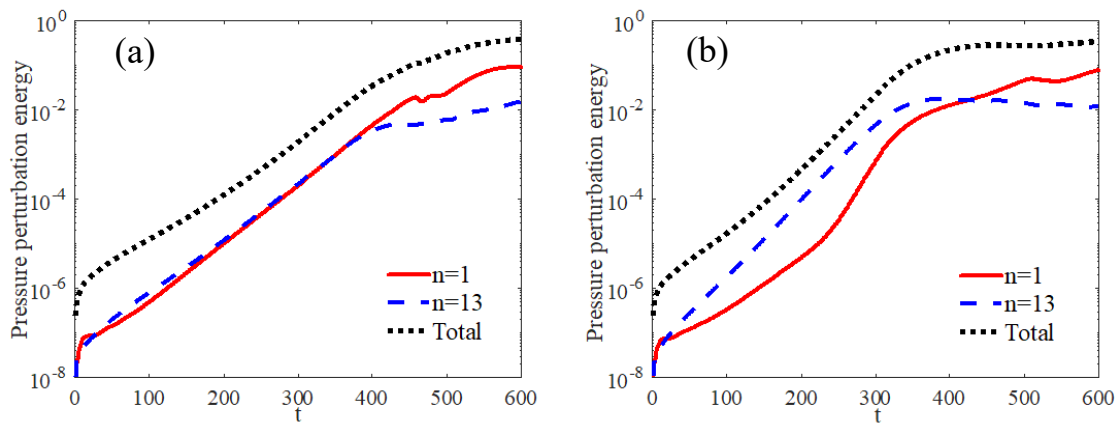


図 3 (a) $\beta_0=1.5\%$ 、及び、(b) $\beta_0=1.8\%$ の場合の $n=1$ 、及び、 $n=13$ モードの摂動圧力の時間発展。

グにより、 $n=1$ モードの成分が非線形的に生成されたためと考えられる。 $t > 300 \tau_a$ では再び $n=1$ モードの成長率は、 $t < 300 \tau_a$ で見られた線形成長率と同程度の成長率になる。この時、 $n=13$ のバルーニングモードは飽和状態になっている。したがって、 $t > 300 \tau_a$ での $n=1$ モードの成長は、非線形成長ではなく、線形不安定モードが再び見えてきたためと考えられる。図 4 は、 $\beta_0=1.5\%$ の $t=370 \tau_a$ 、及び、 $\beta_0=1.8\%$ の $t=300 \tau_a$ での $(m,n)=(1,1)$ モードと $n=13$ モードの摂動圧力の径分布を示している。 $\beta_0=1.5\%$ では、 $n=1$ モードの振幅は $n=13$ モードの振幅よりも大きく、 $n=1$ モードの構造はキンクモード構造を示している。一方、 $\beta_0=1.8\%$ では、 $n=1$ モードよりも $n=13$ のバルーニングモードの方が振幅が大きい。この時の $n=1$ モードのモード構造は、バルーニングモードによる非線形相互作用により、径方向に幅広い構造を形成している。

本年度においては、平衡コードと MHD コードのインターフェースの改良を行ない、昨年度の解析と同様に、バルーニングモードとキンクモードの非線形相互作用を確認することができた。今後は、PLATO 装置の様々なパラメータ領域に対する MHD 解析を進め、実験との比較・検証を進めていく。

[1] S. Tomimatsu, N. Kasuya, M. Sato et al., Plasma Fusion Res. **15** (2020) 1403052.

[2] 黒田侑、糟谷直宏、佐藤雅彦、他、プラズマ・核融合学会 九州・沖縄・山口支部 第 24 回支部大会 (2020/12/19-12/20) , 19pA03.

超臨界流体プラズマを用いた非平衡ナノ材料の合成方法の創製

東北大学未来科学技術共同研究センター 成 基明

1. 目的

気体と液体の境界を区分することができない超臨界流体では、これまでに知られていない化学反応が生じる革新的な反応場であり、近年多大な関心と研究が行われている。さらに、非平衡反応場である超臨界流体プラズマ反応場を利用した場合、プラズマ中で形成される活性種が、高密度・高拡散性を持つ超臨界流体中に供給されることで、平衡論から逸脱した物質合成や高速反応プロセスが行える。しかしながら、超臨界流体環境中におけるプラズマの生成、物性診断などに関してはまだ不足な点が多い。反応場のより精密な分析と制御は新規ナノ材料の創成に深く繋がる。そこで、本共同研究では、応用力学研究所の先端プラズマ物理の研究結果を通じ、超臨界流体プラズマプロセスの新しい可能性を開拓していく。

2. 実験方法

超臨界流体プラズマ反応場を研究するのに適切な反応系、物質を探索する。プラズマはイオン性ガスであり、様々な活性種を多く発生するため、これらが活躍できる金属の還元反応場に注目した。超臨界水の中での金属還元反応は、金属カチオンの還元ポテンシャルによって決定されるので、金属—金属酸化物の相平衡に注目した [1, 2]。

本実験では、まず、無プラズマ状態での研究を進めた。酢酸コバルト水溶液 (0.05-0.1 M) とギ酸を用いて金属コバルトの合成を行った。超臨界水中でのギ酸は、迅速な反応速度で分解され、水素を発生する還元剤の役割をする。金属の還元ポテンシャルは温度によって激しく変化するので、温度別の水素の還元力の変化を調べた [3, 4]。また、水素の還元力に直接的に影響を与えるパラメータを調べるため、反応器タイプ、反応時間、表面修飾材、pH 条件などについても検討を行った。

3. 実験成果

金属の還元反応に必要な還元剤の量を推定した。Ellingham 図から金属と金属酸化物との間の酸化還元反応の方向を決定する平衡係数は次のように得られる。



ここで、MeO は、金属酸化物、A は H_2 (g)、C (s) または CO (g) のような還元剤、Me は金属で、A' は H_2O (g)、CO (g) または CO_2 (g) のような酸化物を表す。K_{eq} は反応の平衡定数。

式 (1) で K_{eq} の値を求めれば、順方向の反応に必要な還元剤の量を推定できる。しかし Ellingham 図は、一般的に、各構成要素の溶媒効果は考慮されない。したがって、修正された HKF EOS (Helgeson、Kirkham および Flowers 状態方程式) モデル [3] を適用して超臨界水熱条件下で、各成分の溶媒効果を計算した。修正された HKF EOS は電解質、イオンと中性物質を含む各水溶性種の標準部分モル Gibbs 自由形成エネルギー ($\Delta \bar{G}_f^\circ$) の正確な値を提供する。各種の Gibbs 生成自由エネルギーを加算することにより反応の標準部分モル Gibbs 自由エネルギー ($\Delta_r \bar{G}^\circ$) を計算し、各温度別 K_{eq} の値を、次の式で求めた：

$$K_{eq} = e^{-\Delta_r \bar{G}^\circ / (RT)} \quad (2)$$

変更された HKF EOS を使用すると、超臨界条件でも反応平衡定数の正確な値を得ることができる。しかし、反応プロセスの多相効果 (multi-phase) などは考慮されなかった。ギ酸分解で得られた水素を使用するときは、ほとんどの水素ガスが加熱過程で分解されて、すぐに気象に移動するので、水溶液に溶解される水素の実質的な量、あるいは化学ポテンシャルは低い。したがって、この反応系での多相効果を適応するために PSRK EOS (Predictive Soave Redlich Kwong EOS) [4] を利用し水素対水の化学ポテンシャル(fugacity)から必要な水素の量を計算した。その結果を図 1 に示す。

水素のポテンシャルが十分にありコバルトが形成され始まる条件である、△の実験結果を基準にすると理想気体で計算した結果 (黒) は全く合わなかった。ここで、圧力の 2 条件に対し PSRK で計算した結果を黄線 (22.1 MPa) と赤線 (30 MPa) で示す。実験値は 22.1 MPa の条件で得られたので黄色の線とほぼ一致する結果を得られた。これは、超臨界水中での水素の還元ポテンシャルを PSRK でよく表現できたことになる。また、流通式反応器での合成結果、低量の水素でも反応が完了した結果が得られているので今後、細かい分析や関連研究が必要になると思う。

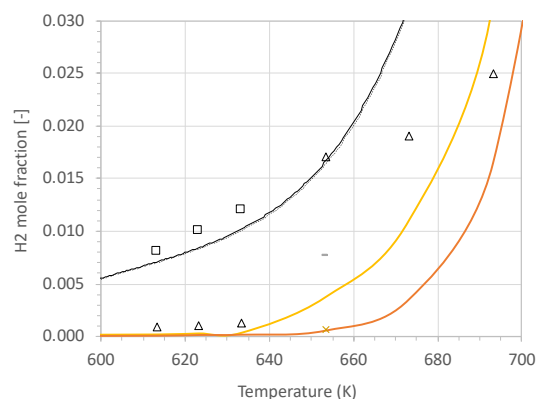


図 1 コバルト合成に必要な水素のポテンシャル。

□, 完全 Co 相; △, Co が見えた条件; -, pH 調整結果; ×, 流通式反応器; 黒線, Ideal gas law; 黄線, PSRK (22.1 MPa); 赤線, PSRK (30 MPa)。

4. 結論

プラズマ存在有無の超臨界水熱反応場を調べるため、金属コバルトの合成系を用いて水素の還元ポテンシャルを計算した。プラズマがない状態では HKF EOS と PSRK EOS を用いて表現ができた。今後、プラズマの効果に関して調べていく。また、反応器のタイプで大きな違いがあったので平衡論だけではなく速度論的な解析を伴う計画である。

5. 研究組織

東北大学未来科学技術共同研究センター：成 基明 (代表)

九州大学：文 賛鎬 (所内世話人)

謝辞

This work was supported by the Collaborative Research Program of Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University (2020 FP-24).

参考文献

- [1] Seong et al., *J. Supercritical fluid*, **60** (2011) 113–120.
- [2] Seong et al. *Dalton Transactions*, **43** (2014) 10778.
- [3] Tanger IV et al., *Am. J. Sci.*, **288** (1988) 19–98.
- [4] Holderbaum et al., *Fluid Phase Equilib.*, **70** (1991) 251–265.

プラズマ乱流の非線形発展に関する研究

法政大学 理工学部 電気電子工学科 西村征也

【研究目的】

天体近傍の宇宙空間や磁場閉じ込め装置においては、高温プラズマが背景磁場に磁化された状態にある。このような磁化プラズマにおいては、磁気流体力学的（MHD）不安定性が発生する。

地球磁気圏におけるプラズマは地磁気を介して電離層プラズマと結合している。電離圏におけるプラズマの揺らぎが磁気圏におけるアルフベン波を励起し、このアルフベン波が電離圏におけるプラズマの揺らぎを増幅する現象をフィードバック不安定性と呼ぶ。フィードバック不安定性はオーロラのカーテン状や渦巻き状の自発的な構造形成を説明するための理論である。

フィードバック不安定性における磁気圏モデルに対しては、インピーダンスモデル、MHD モデル、二流体モデル、ジャイロ運動論的モデル、ジャイロ流体モデルが使用されてきた。特に、ジャイロ運動論的モデルとジャイロ流体モデルは、磁気圏におけるアルフベン波を運動論的アルフベン波として表現するために導入されたものであり、有限イオンラマ半径効果や電子ランダウ減衰などの運動論的效果がフィードバック不安定性の線形安定性に大きな影響を与えることが明らかにされている。

本研究においては、磁気圏に対してジャイロ流体モデルを適用し、フィードバック不安定性の非線形シミュレーションを行い、フィードバック不安定性の非線形発達に対する運動論的效果の役割を明らかにすることを目的とするものである。

【研究方法】

我々の先行研究においては、磁気圏に対するジャイロ流体モデルを導出し、電離圏の二流体モデルと連立することで、フィードバック不安定性の線形安定性解析を行った。また、前年度までの研究において、初期値問題としてフィードバック不安定性の線形シミュレーションを行うコードの開発を進めた。

ジャイロ流体モデルは、運動論的效果を含んでおり、かつ、ジャイロ運動論的モデルよりも速度空間の自由度がないため、数値計算負荷が比較的小さい。従って、比較的少ない数値計算資源でフィードバック不安定性の非線形発達に対する運動論的效果を調べることができる。ただし、モデルに含まれるランダウクロージャには線形理論から導かれたものを使用するため、非線形ランダウ減衰などの効果を加味することはできない。それでも、電子ランダウ減衰の果たす役割についてある程度の物理的な特性を抽出することができることが期待される。

【研究結果】

本年度実施した研究について、以下の内容を報告する。

1. 非線形シミュレーションコードの開発

磁気圏のジャイロ流体モデルは、電子の連続の式、一般化されたオームの法則、ランダウクロージャモデル、アンペールの法則、ジャイロ運動論的準中性条件から構成される。磁気圏における磁束チューブを考え、磁力線に垂直な面内は周期境界、磁力線に沿っては電離圏との接続面と磁気赤道が境界となる状況を考えた。ただし、磁気圏における磁場はスラブ磁場によって近似し、平衡量の磁力線方向依存性やミラー力などは無視した。磁力線に垂直な方向の各波数に対する方程式を連

立して4次のルンゲクッタ法で解き、非線形項の計算は擬スペクトル法を用いた。磁力線方向の座標のメッシュに対してMPIを用いた並列化を行い、シミュレーションを実施した。ランダウクロージャモデルには、フィードバック不安定性の線形安定性解析によって求められた結果を使用した。

2. フィードバック不安定性の非線形シミュレーション

電離圏における $30\text{km} \times 30\text{km}$ の領域とそれに対応する磁気圏の領域に対してシミュレーションを実施した。磁気圏の物理量は磁気赤道におけるものを使用したが、スラブ磁場近似を用いているため、スケール長の差を加味するために、長さに関する量には実効値を用いた。磁力線に垂直な面内における正負を含む600個の波数に対して計算を行った。

図1に電離圏における渦度揺動の等高線図を示す。図1の左図は線形成長段階であり、筋状の構造が発生していることが分かる。図2の右図は非線形飽和段階であり、モード間結合によって筋状の構造が壊され、ひだを持つ複雑な構造が形成されていることが分かる。この複雑な構造は時々刻々と形状を変えるものであり、オーロラのひらひらと揺らめく現象に類似した性質を持つことが観察された。

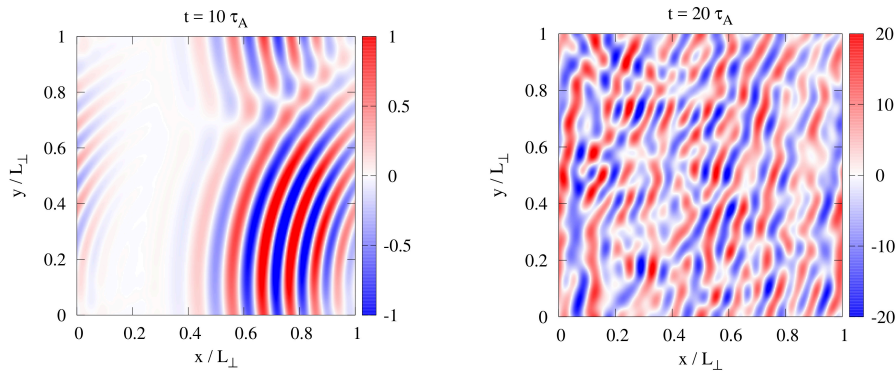


図1 渦度揺動の等高線図（左：線形成長段階、右：非線形飽和段階）

3. フィードバック不安定性の非線形飽和機構の特定

フィードバック不安定性の非線形飽和機構を調べるために、ジャイロ流体モデルに対するエネルギー保存則を導出した。その結果、磁気圏におけるエネルギーを変化させるのは、電離圏から磁気圏に向かって放出されるエネルギー流束 $S_\phi + S_{n_e}$ (S_ϕ はジュール加熱、 S_{n_e} は圧縮加熱) および電子ランダウ減衰によるエネルギー散逸 S_L であることが示された。

図2に非線形シミュレーションにおける $S_\phi + S_{n_e}$ 、 S_L 、およびそれらの和の時間発展を示す。図2から、非線形飽和段階においては、電離圏から磁気圏に向かって放出されるエネルギー流束と電子ランダウ減衰によるエネルギー散逸が概

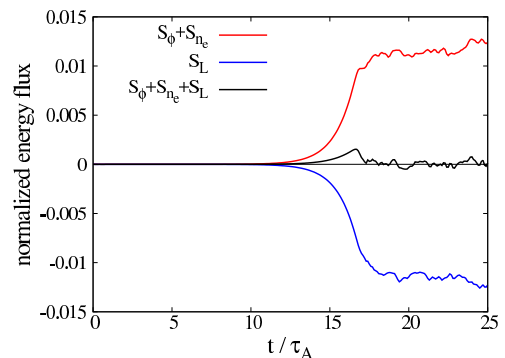


図2 エネルギー流束の時間発展

ね相殺していることが分かる。従って、非線形飽和機構は、電子ランダウ減衰によるエネルギー散逸であることが明らかになった。

【まとめ】

ジャイロ流体モデルを用いたフィードバック不安定性の非線形シミュレーションを行うためのコードの開発を行った。開発されたコードを用いて、フィードバック不安定性の非線形シミュレーションを実施し、線形成長の後に非線形飽和へと至ることが観察された。詳細な解析の結果、非線形飽和機構は電子ランダウ減衰によるエネルギー散逸であることが明らかになった。

非線形飽和状態におけるモード間結合の詳細や、ひらひらと揺らめく構造の時空間的な特徴について詳しく解析することが今後の課題である。

研究者情報： 西村征也

直線装置 PANTA における ITG 乱流輸送シミュレーション研究

量子科学技術研究開発機構 矢木雅敏

目的

九大応力研付属の直線装置 PANTA ではイオン温度勾配モード(ITG モード)の励起実験が検討されている。前年度の共同研究においては、ジャイロ流体モデルを非線形モデルへと拡張するため、離散ハンケル変換(DHT)を用いた定式化を検討した。検討の結果、DHT では、高速な変換が数値的に可能になる反面、空間点が非均質になるため、補間を導入する必要がある、その部分で、計算速度が律速されることが明らかになった。本年度は、この問題を回避するため、フーリエベッセル変換を用いた手法を再検討し、擬スペクトル法を用いた非線形モデルの定式化を行う。この定式化をこれまでに開発してきた線形コードに実装することで非線形シミュレーションが可能となる。コード開発を進め、直線装置における ITG 乱流輸送のシミュレーション研究を行い、実験比較を行うことを最終目標に設定した。

研究成果

離散ハンケル変換(DHT)を用いた擬スペクトル法の定式化では[1]

$$\left(\frac{1}{\hat{r}} \frac{\partial \phi}{\partial \theta}\right)_{i,j} = \sum_{m=-M/2}^{\frac{M}{2}-1} e^{im\theta_j} \frac{1}{\hat{a}^2} \sum_{l=1}^{L-1} \bar{\phi}\left(\frac{j_{m,l}}{\hat{a}}\right) \frac{im}{r_{*,i}\hat{a}} \frac{2J_m(j_{m,l}r_{*,i})}{J_{m+1}^2(j_{m,l})}$$

ここで、 $\hat{r} \equiv \frac{r}{\rho_s}$, $r_* \equiv \frac{r}{a} \in [0,1]$, $\hat{r} = \hat{a}r_*$, $\hat{a} = a/\rho_s \equiv 1/\rho_*$ である。また、 $r_{*,i} \equiv j_{m,l}/j_{m,L}$ で与えられる。

動径方向のメッシュ $r_{*,i}$ がフーリエモード数 m に依存してしまい、非均質になるため、分解能が十分担保されるかどうかはパラメータごとに確認する必要がある、汎用性が担保できない可能性がある。このため、フーリエベッセル変換を用いた擬スペクトル法の定式化を再検討した。

$$\phi(r, \theta) = \sum_{m=-M/2}^{\frac{M}{2}-1} e^{im\theta} \sum_{l=1}^{L-1} \frac{2}{J_{m+1}^2(j_{m,l})} \phi_m(j_{m,l}) J_m(j_{m,l}r)$$

とおくと逆変換は

$$\phi_m(j_{m,l}) = \int_0^1 r dr J_m(j_{m,l}r) \phi_m(r)$$

で与えられる。ここで

$$\phi_m(r) \equiv \sum_{l=1}^{L-1} \frac{2}{J_{m+1}^2(j_{m,l})} \phi_m(j_{m,l}) J_m(j_{m,l}r)$$

と定義した。 $r = n\Delta r$, $\Delta r = 1/L$ とすれば、以下で定義される関数を用いて

$$f_*(n) \equiv \begin{cases} \phi_m(n\Delta r), & n = 0, \dots, L-1 \\ 0, & n = L, \dots, 2L-1 \end{cases}$$

$$\hat{\phi}(l) \equiv \sum_{n=0}^{2L-1} f_*(n) n e^{i\frac{2\pi n l}{2L}}$$

が得られる。ここで、 $\hat{\phi}(l) \equiv \phi(l)/(\Delta r)^2$ とおいた。

$$\hat{\phi}_m(j_{m,l}) = \frac{1}{2L} \sum_{k=0}^{2L-1} \hat{\phi}(l\Delta r \sin\theta_k) e^{-im\theta_k} = \frac{1}{2L} \sum_{k=0}^{2L-1} \hat{\phi}(m_c(k,l)) e^{-i\frac{2\pi mk}{2L}}$$

ここで、 $l = 0, \dots, L-1$ であり、 $\theta_k \equiv \pi k/L$ である。

最近傍補間を用い、 $m_c(k,l)$ を評価する[2,3]。

(1) $l\Delta r \sin\theta_k \geq 0$ の時、 $0 \leq k \leq L$ となる。 $m_c(k,l)$ が $l\Delta r \sin\theta_k$ のよい近似となるような整数 $m_c(k,l)$ を探す。

$$d(k,l) = l \left(\frac{M}{N} \right) \sin\theta_k, \quad m_c(k,l) = \text{INT}(d(k,l) + \frac{1}{2})$$

(2) $l\Delta r \sin\theta_k < 0$ の時、 $L+1 \leq k \leq 2L-1$ となる。関係式 $\sin\theta_k = -\sin\theta_{2L-k}$ に注意すると $m_c(k,l) = M - m_c(2L-k,l)$

上記の数値アルゴリズムを用い、フーリエベッセル展開の変換プログラムを作成し、その動作確認を行った。

関数 $f(\zeta)$ を与え、 $\hat{F}_k(l) = \frac{1}{S} \sum_{j=0}^{S-1} \hat{\phi}(m_c(j,l)) e^{-2\pi i k j/S}$ を数値的に評価する。 $\hat{f} = \frac{\sin(n/Q)}{n/Q}$ とすると

$$\hat{F}_k(l) = \begin{cases} \frac{Q^2 \cos \pi k/2}{(1-W_l^2)^{1/2}} \frac{W_l^k}{[1+(1-W_l^2)^{1/2}]^k} & 0 \leq W_l \leq 1 \\ \frac{Q^2}{(W_l^2-1)^{1/2}} \sin(k \sin^{-1}(1/W_l)) & 1 \leq W_l \end{cases}$$

で与えられる。ここで $W_l = 2\pi l Q/N$ 。 $Q=5$ に対する $\hat{f}$ を図1に示す。図2に $k=0$ に対する $\hat{F}_0$ を示す($N=M=512$)。

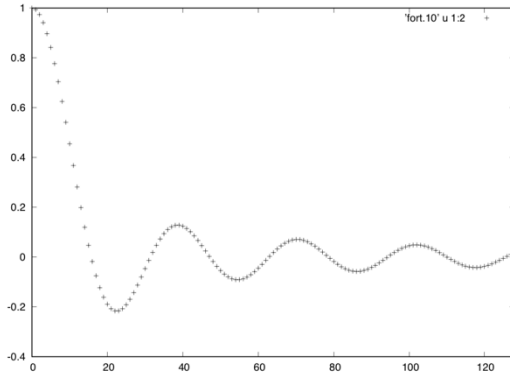


図1：sinc 関数 $\hat{f}$ の離散サンプル

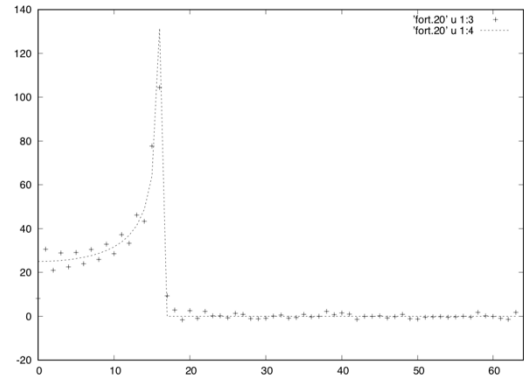


図2：sinc 関数のフーリエベッセル変換

現在、フーリエベッセル変換モジュールをシミュレーションコードに実装中であるが、擬スペクトル法の動作検証は今後の課題として残された。

参考文献

- [1] 矢木雅敏、共同利用研究成果報告書第 23 号、令和元年度九州大学応用力学研究所、P138-139。
- [2] S. M. Candel, Computer Physics Comm. 23 (1981) 343.
- [3] S. M. Candel, J. Comp. Phys. 44 (1981) 243.

研究組織

矢木雅敏(量研機構)、糟谷直宏(九大応力研)、佐々木真(九大応力研)、稲垣滋(九大応力研)、糟谷和賀子(応用流れ研究所)

プラズマプロセスを用いた薄膜作製による安価な水素脆化防止用材料作製

Preparation of low-cost hydrogen embrittlement resistance thin films by plasma process

佐世保高専, 川崎仁晴、中野堅太、須本航輝

National Institute of Technology, Sasebo College

H. Kawasaki, K. Nakano, K. Sumoto

1 概要

米国 Battele 研究所によれば、材料の破壊事故による損失は GDP の 4%にも上る[1]。なかでも、水素の侵入により構造物が脆く壊れる「水素脆化」は、日本のお家芸である自家用車や電車等に最も多く利用されている金属材料の最大の破壊要因であり、その損失は GDP の 1% (数兆円) 以上とも言われている。さらに地球温暖化防止に役立ち、かつ天候などに左右されない安定な電力供給源となり得る「水素エネルギー」関連機器は、常に高圧の水素ガスに晒されることが宿命付けられている。よって、これらの関連機器は耐水素脆化能力をもつ高価な金属を利用しなければならず、コスト高による水素エネルギー関連機器の普及を妨げる要因の一つとなっている。例えば、ステンレス鋼 SUS316L やアルミニウム合金 A6061-T6 などは耐水素侵入特性が良い等の理由で水素脆化が起こりにくいとされ、高圧水素タンク等の水素利用機器の金属材料候補材として挙げられているが、これらはコストが高い[2-5]。炭素鋼などの安価な材料で水素利用機器をつくり、表面のみに上述のアルミニウムなどでコーティングする研究が増えてきている。本研究では、プラズマプロセスを用いた薄膜作製とその効果について検討する。

2 実験装置

実験装置を図 1 に示す。成膜には通常の高周波マグネトロンスパッタリング薄膜作製装置を用いた。基板として S25C、SUS および分析用の Si 基板の 3 種類を用い、ターゲットとしてバルクアルミニウム、粉体アルミニウム、および粉体 NiO_2 と粉体 SUS の混合ターゲットとして成膜した[6,7]。成膜条件は、雰囲気ガスとして Ar、圧力を 10Pa とし、入力は 100W で成膜した。作製した薄膜は走査型電子顕微鏡 (SEM: エリオニクス ERA) により解析した。水素量の測定は水素浸漬チャージ法を用いた。

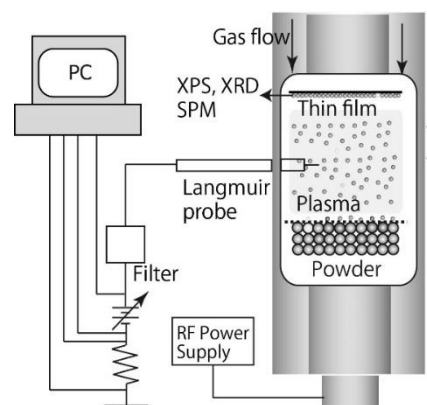


図 1 実験装置

3 実験結果

3.1 水素脆化防止薄膜の作製

図 2 に、バルクアルミニウムターゲットを用いて S25C 上に作製した薄膜の断面を走査型電子顕微鏡 (SEM: エリオニクス ERA) で観測した結果を示す。結果から、約 $40\mu\text{m}$ の均一な薄膜が作製されていることがわかる。また、水素浸漬チャージ法で水素を浸漬チャージさせた後、加熱によって素材から脱離した水素量を観測した結果、Al 薄膜中に水素がトラップされ、素材そのものには吸収されないことが分かる (図 2 赤線)。分析した結果 91%の水素がトラップされていることが分かった。粉体アルミニウムをターゲットとして用いて水素脆化防止効果を図 2 と同様な方法で調べた結果を図 3 に示す。図中の表面と断面の結果から分かるように、薄膜は詳細には铸造構造をして色粉とが分かる。この構造の上面から見た微粒子サイズ d と、柱の高さ (=膜厚) T の比 (T/d) と水素脆化防止効果との関係を同図に示している。結果から、水素脆化防止効果は T/d にほぼ比例して向上する事がわかる。

3.2 傾斜機能性薄膜の作製

S25C 上に薄膜を作製した場合、薄膜と基板との界面までに水素がトラップされていることが確認できた。同様に SUS 基板上に Al 薄膜を作製

したところ、水素脆化効果は小さく、基板と薄膜の界面の密着効果が小さいことが明らかになった。一方、ステンレス基板上に Ni や Ti 等を混合

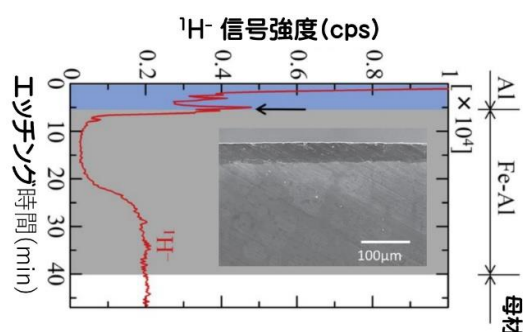


図2 S25C上に成膜したA6061膜のSEM像とSIMSによる解析結果

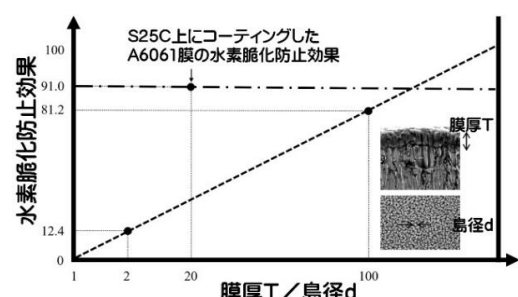


図3 水素脆化防止効果とT/dの関係

させることで水素脆性防止効果が増加することがこれまでの研究で分かっている[2-5]。そこで、NiO₂とSUSを混合させた粉体ターゲットを用いてNiがドーブされたSUS薄膜を作製した。このとき、数種類の混合比のターゲットを用いて薄膜中の組成比の制御を試みた。XPSで調べた膜中のNi/Feの比と、ターゲット中のNiO₂/SUSの比を図4に示す。図から作成した薄膜中のNiドーブ量は、ターゲットの粉体混合比にほぼ比例することが分かった。これを用いれば、複数のターゲットを利用することで、薄膜最表面と基板と薄膜の界面とで組成を変化させ、基板との結合力が強くなり水素脆化効果の大きい薄膜を作製できる可能性がある。

4. まとめ

粉体プラズマプロセスを用いた金属表面への水素脆化防止膜の作成を行い、その作製に成功した。作製した薄膜は水素脆化防止効果を持つことが分かった。今後はNiとSUSの混合比を変化させた傾斜機能性薄膜を作製し、作製と防止効果が

最適となる成膜条件の探求を行う予定である。

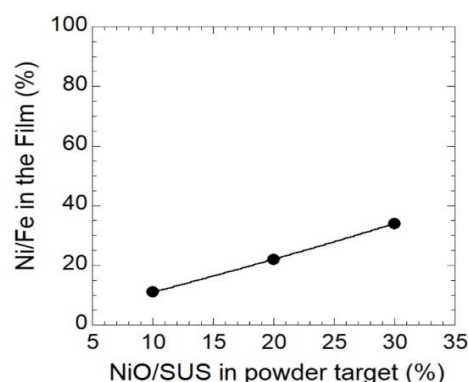


図4 膜中のNi/Feの比とターゲット中のNiO₂/SUSの比の関係

謝辞

この研究の一部は、本研究は、九州大学応用力学研究所の共同利用研究の助成、科学研究費補助金基盤（A）（No. 18H03848）および基盤（C）（No.23340181 and No. 16K04999）、畠山財団、加藤財団、大阪大学接合研究室、豊橋技術科学大学高専連携教育研究プロジェクト、名古屋大学低温プラズマ科学研究センターにおける共同利用・共同研究で行われた。関係各所に謝意を表する

参考文献

- [1] T. Matsuo, J. Yamabe, and S. Matsuoka, Int. J. Hydrogen Energy **39**, 3542 (2014).
- [2] K. Takai and R. Watanuki, ISIJ Int. **43**, 520 (2003).
- [3] H. Nishiguchi, R. Kondo, and T. Fukuda, Proc. Int. Hydrogen Conf. 199 (2012).
- [4] S. Matsuoka, O. Takakuwa, S. Okazaki, M. Yoshikawa, J. Yamabe, H. Matsunaga, Scripta Materialis **154**, 101 (2006).
- [5] Y. Ogawa, O. Takakuwa, S. Okazaki, K. Okita, Y. Funakoshi, H. Matsunaga, S. Matsuoka, Corrosion Science **161**, (2019).
- [6] H. Kawasaki, Y. Suda, T. Ohshima, Y. Yagyu, M. Shinohara, and T. Ihara, Jpn. J. Appl. Phys **58**, SAAD04 (2019).
- [7] H. Kawasaki, Y. Suda, T. Ohshima, Y. Yagyu, M. Shinohara, and T. Ihara, Jpn. J. Appl. Phys **59**, SAAC01, (2019).