

2018.7.20 九州大学応用力学研究所

**QUEST 10周年記念 研究会（第15回QUEST研究会）**  
**～これまでの歩みとこれからのへの期待～**

**長時間放電によるプラズマ対向壁の表面変質と  
それがプラズマ閉じ込めに及ぼす影響**  
**・・・変遷と展望・・・**

**吉田直亮**

応用力学研究所訪問研究員  
九州大学名誉教授

# はじめに

## 1. QUESTの目標: (準)定常放電 ( $I_p=100\text{kA}$ )

### ① プラズマ加熱法

### ② プラズマ・壁相互作用の抑制・制御、特に、粒子バランスの制御

- 放電停止の原因: 多くの長時間放電は粒子バランスが保てなくなり放電停止
- 粒子バランス、粒子リサイクリング: 対向面の材質や温度、構造に強く依存

## 2. QUESTプラズマ対向面材料の選択

粒子バランスが取りやすい、核融合炉開発への貢献の観点から

→ プラズマ対向壁面; タングステン、壁温度;  $300-500^\circ\text{C}$

## 3. 本研究の守備範囲: QUESTにおける壁サイドからのPWI研究

### ■ 粒子バランス制御法確立への貢献

→ 粒子バランス崩壊メカニズムの解明

(PWIによる表面変質、水素の保持・再放出特性等)

### ■ 粒子バランスを保つだけで定常放電が実現できるのか? その後に現れる未知のメカニズムは?

# 壁面変質の実験方法

1. 壁面全域のマクロな変質  
変色⇐写真撮影、色測定

2. 壁面に張り付けたプローブ試料  
を用いて詳細研究(マクロからミク  
ロ(原子レベル))

- ① SUS316L, W, Mo等の板材  
⇐ TDS, XPS, GD-OES,  
SEM, TEM/EDS
- ② 薄膜化試料 ⇐ TEM

3. 複数回のキャンペーンで使われた高温壁ライナーの詳細検査  
⇐ GD-OES, TDS, SEM, TEM/EDS



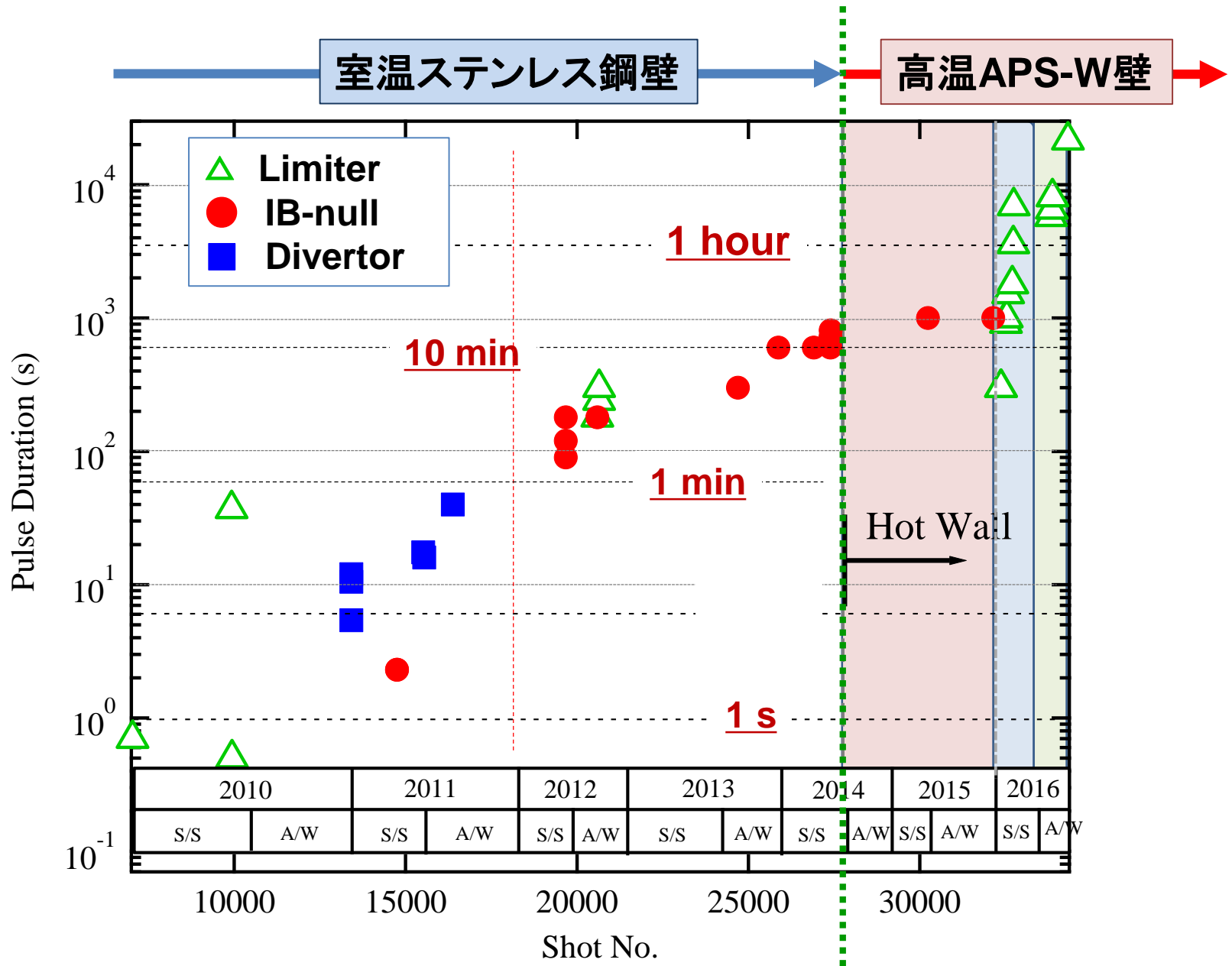
## 共同研究

TEM/EDS: NIFS(時谷先生、永田技術員)、

GD-OES: 富山大(波多野先生)、XPS: 静岡大(大矢先生)

TDS: 島根大(宮本先生)、名古屋大(大野先生)

# 長時間放電の進展



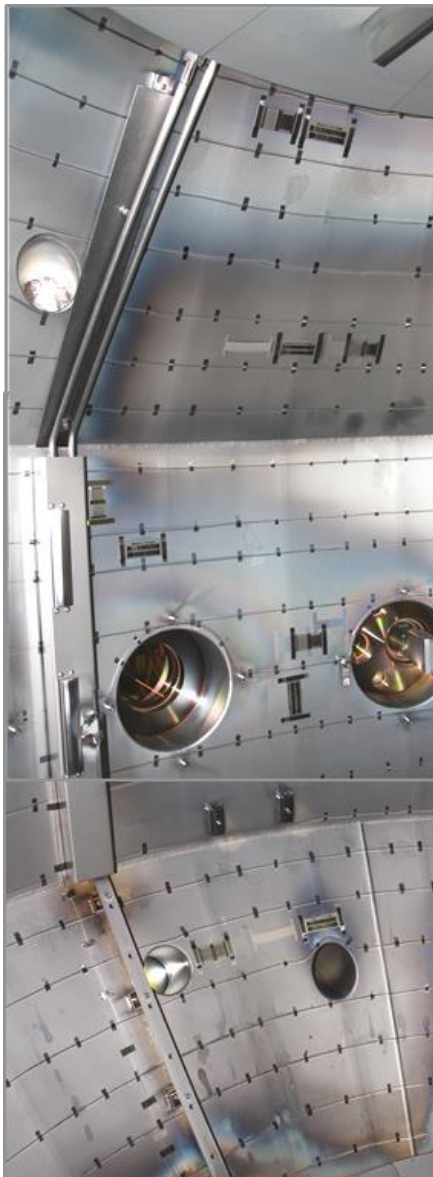
# QUESTプラズマ対向壁の変色(SUS低温壁)

- トロイダル方向にはほぼ一様
- ポロイダル方向の非一様性が明快に

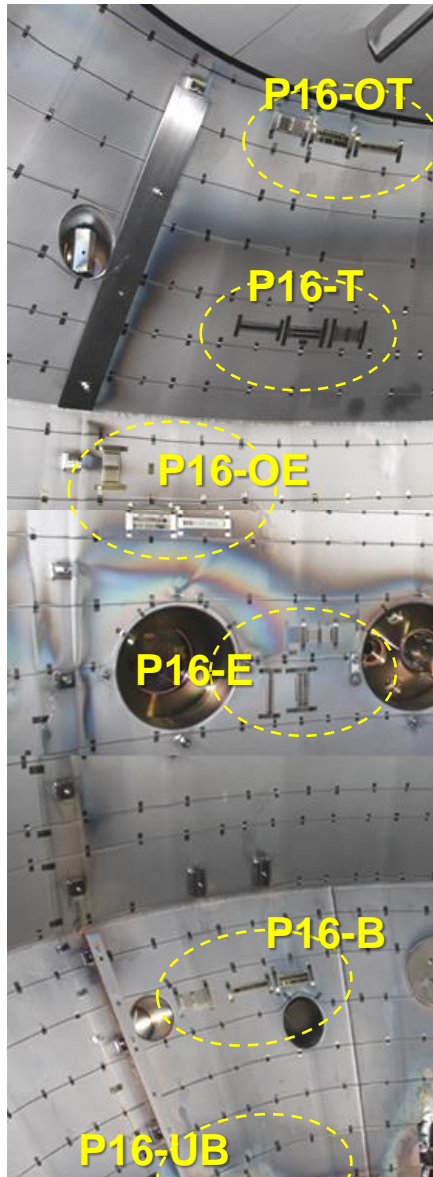
2012A/W



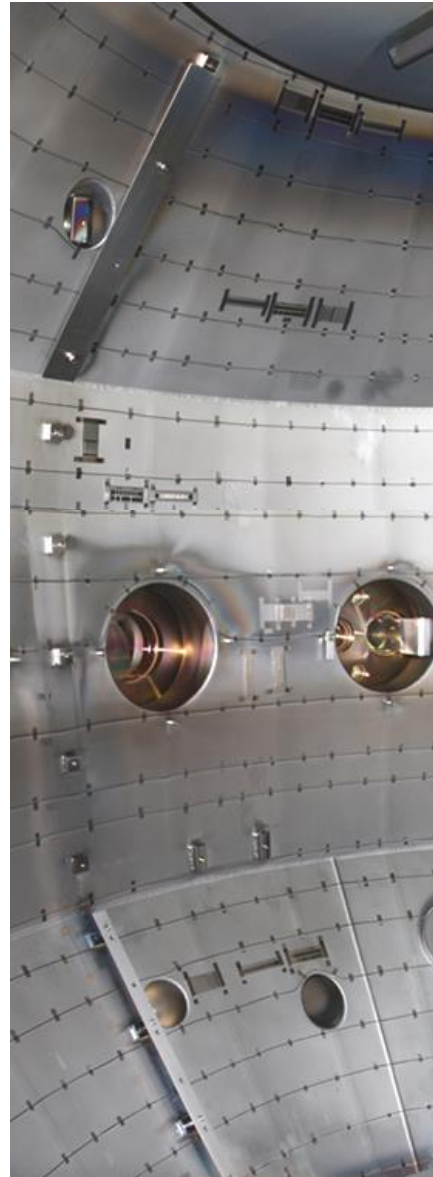
2013S/S



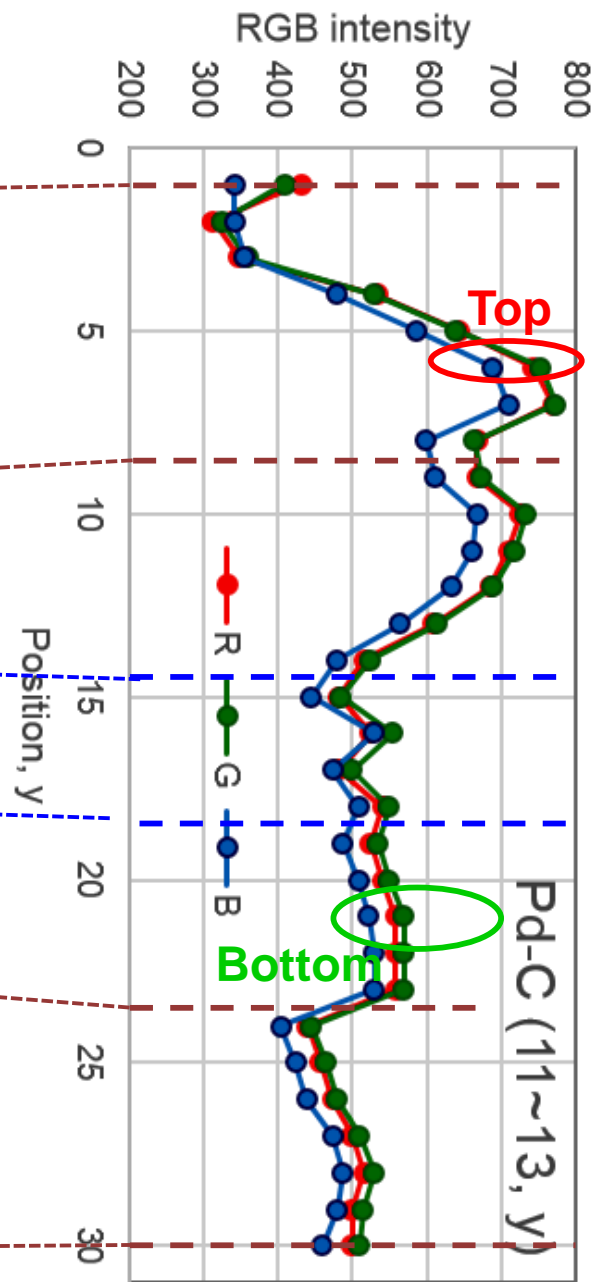
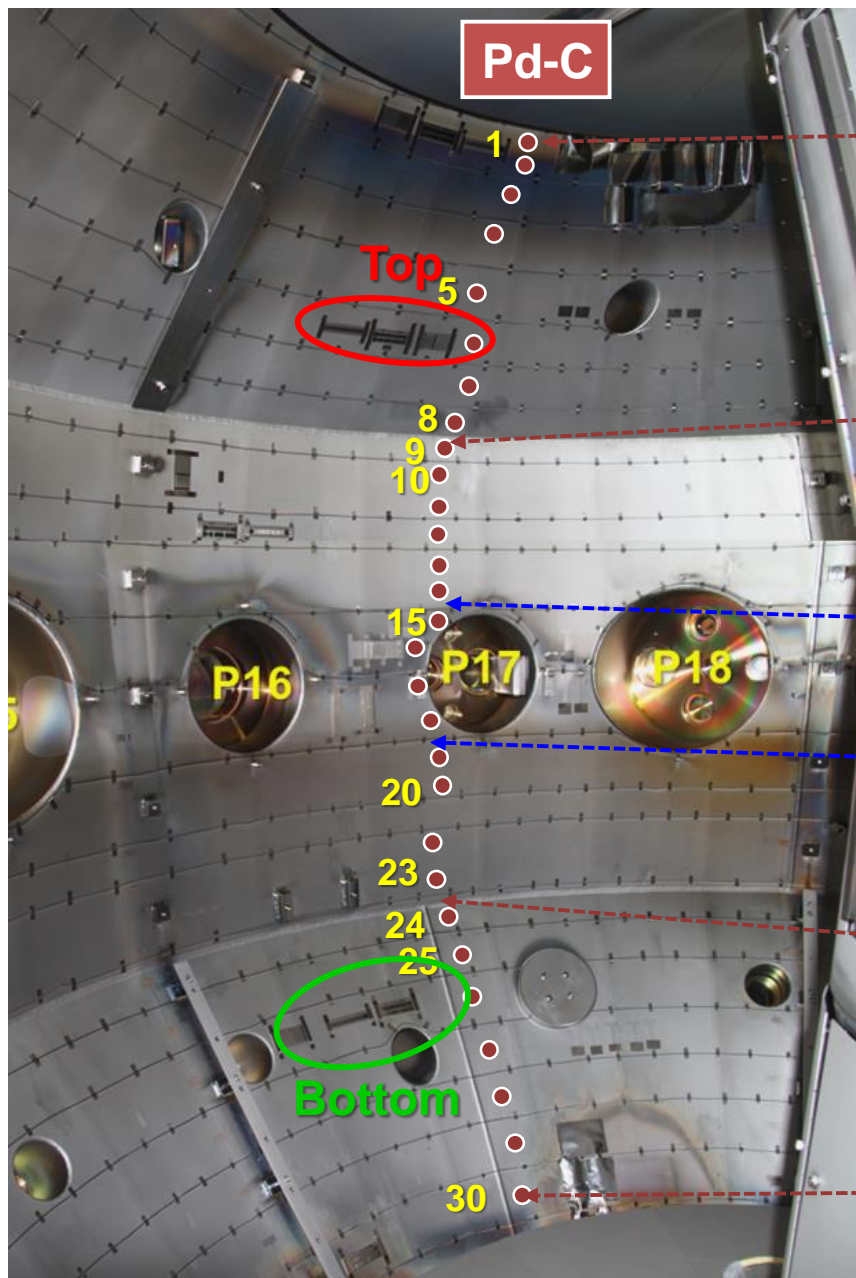
2013A/W



2014S/S



# RGBのポロイダル方向依存性 (Aft. 2014S/S)



↑ 金属光沢維持

赤道線

↓ 変色

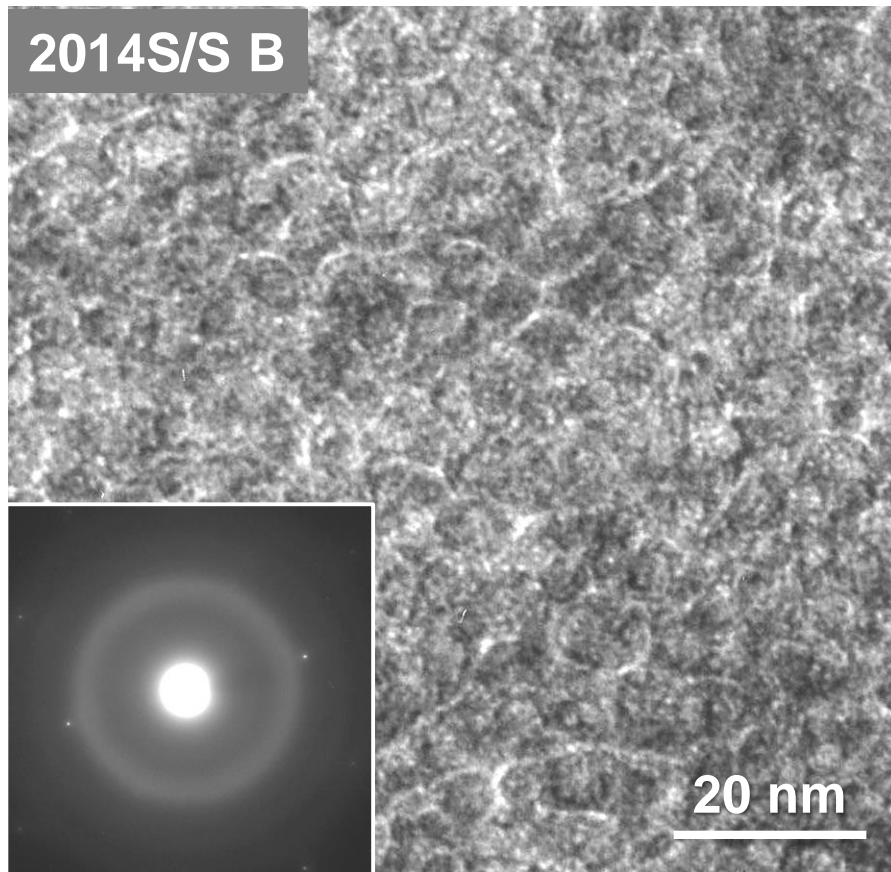
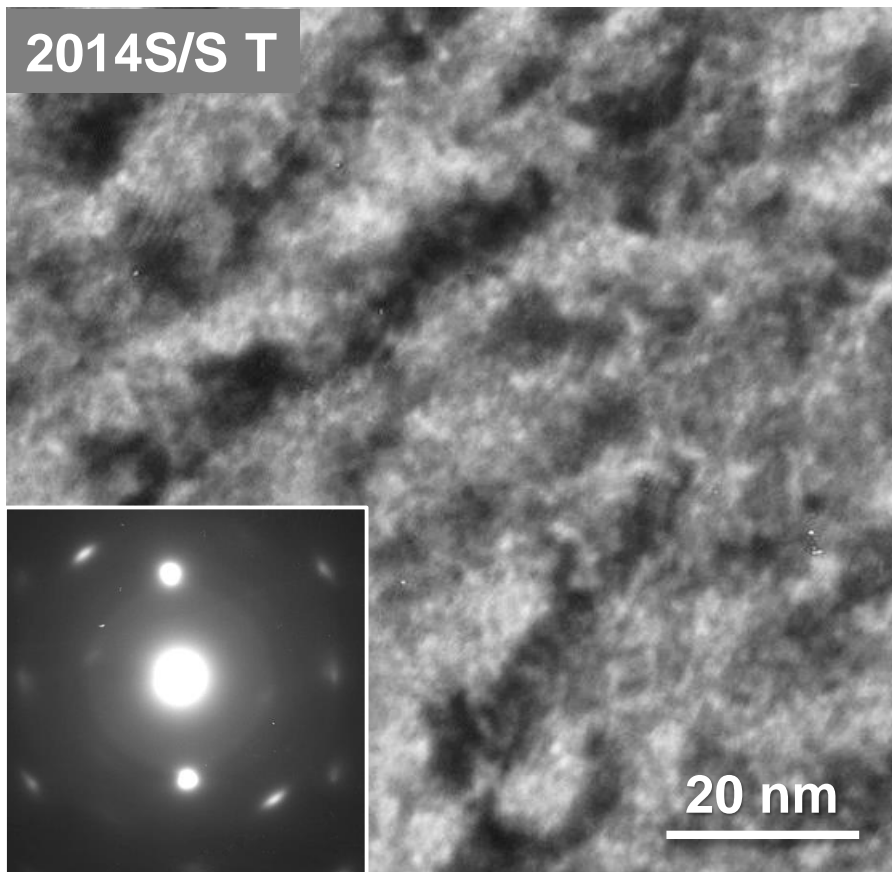
# 2014S/S T, B位置に置いたMo薄膜の損傷・変質組織(TEM写真)

## Top位置でのプラズマ照射効果

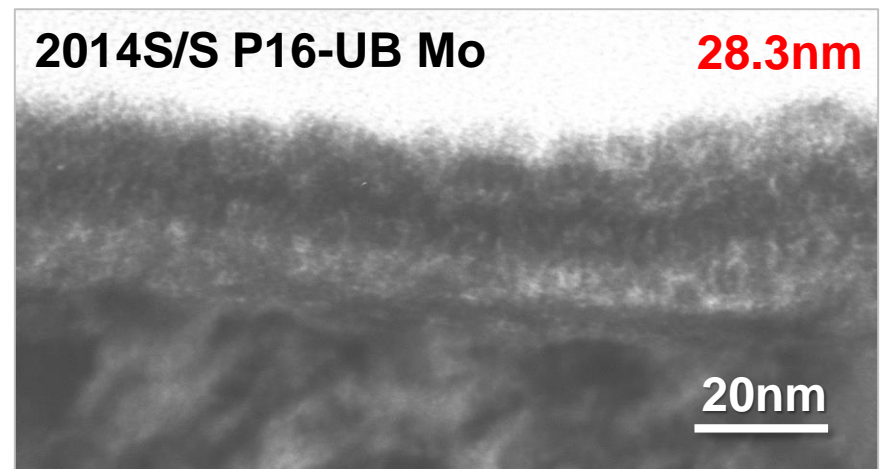
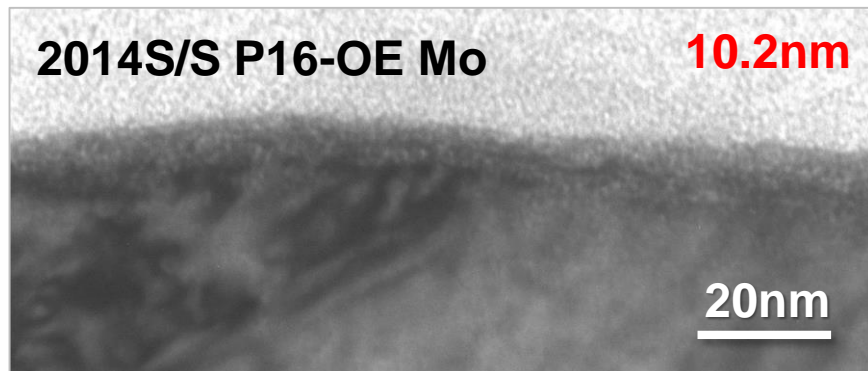
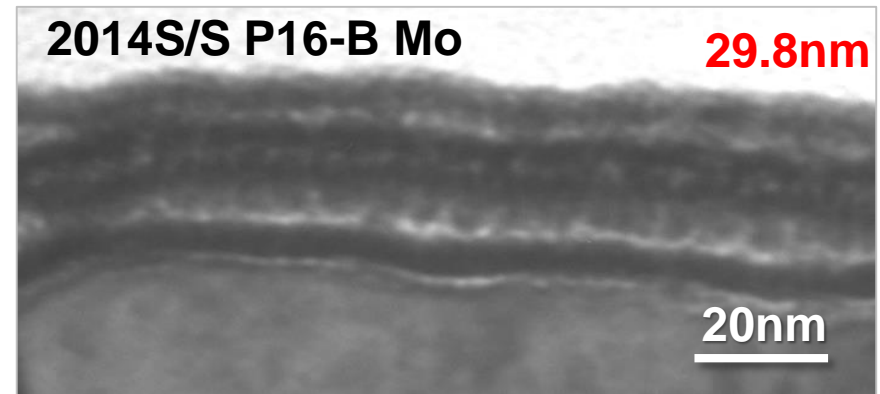
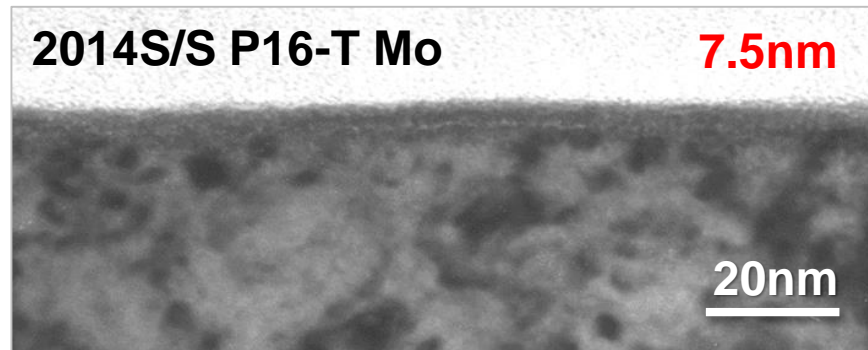
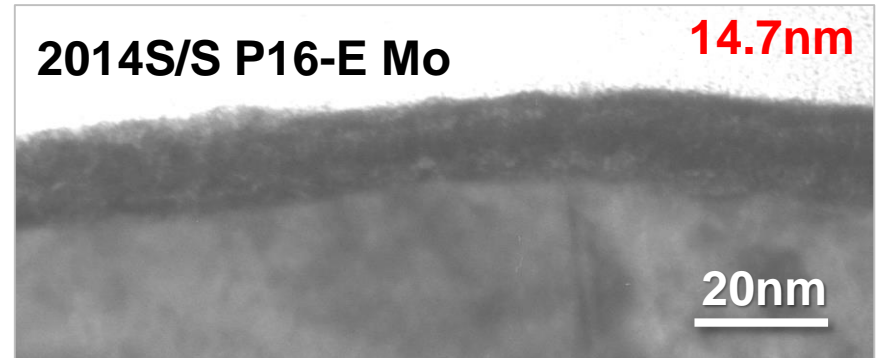
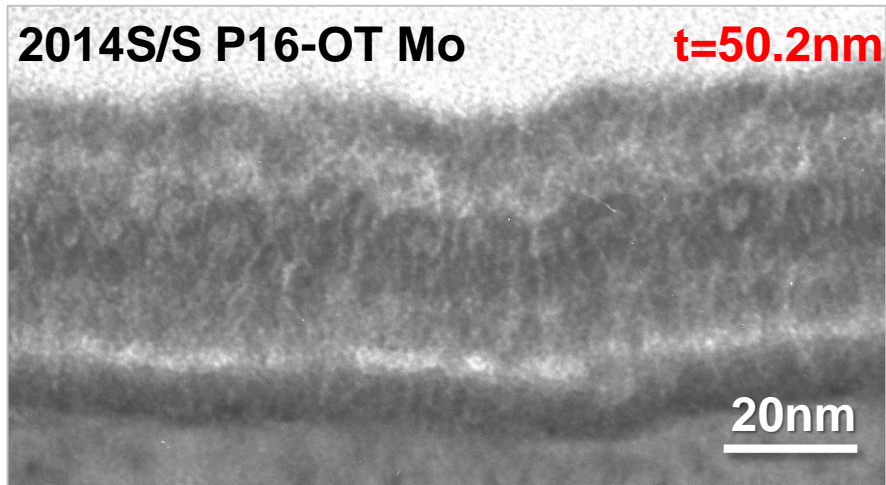
- プラズマによる照射損傷により微細な転位ループ(黒色の像)が多数発生。方向性を持って整列する傾向にある(Mo等で良く見られる現象)

## Bottom位置でのプラズマ照射効果

- ナノサイズの結晶粒+アモルファス粒子の集合体、柱状に堆積



# 2014S/Sプラズマ曝露Mo試料の断面組織





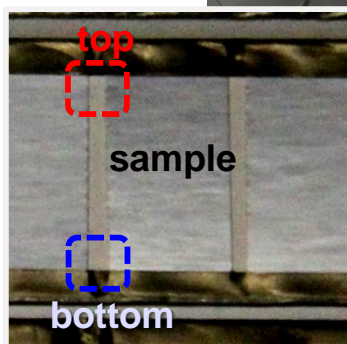
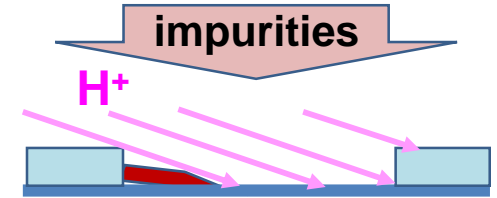
# 堆積ドミナントと領域(16P-E、赤道面)の表面変質の変動

- 2011S/S~: 金属不純物が増加
- 2012A/W: 2013SS: 金属、特に、Feの増加が顕著 ← ステンレスカバーが溶融\*(高速電子)
- 2013A/W: 一旦堆積層も薄くなり金属不純物の割合も減少(長時間放電が少なかった)
- 2014S/S: 再び金属、特にWが大幅に増加 ← ダイバータやリミターの激しいスパッタリング、長時間放電の進展

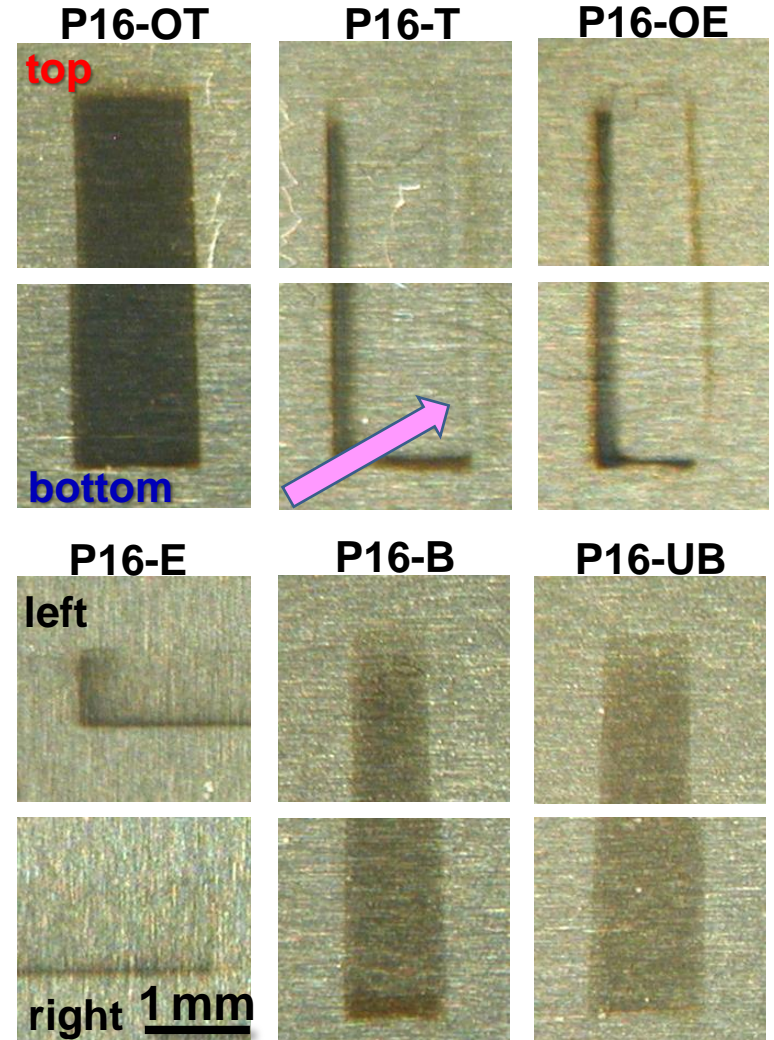
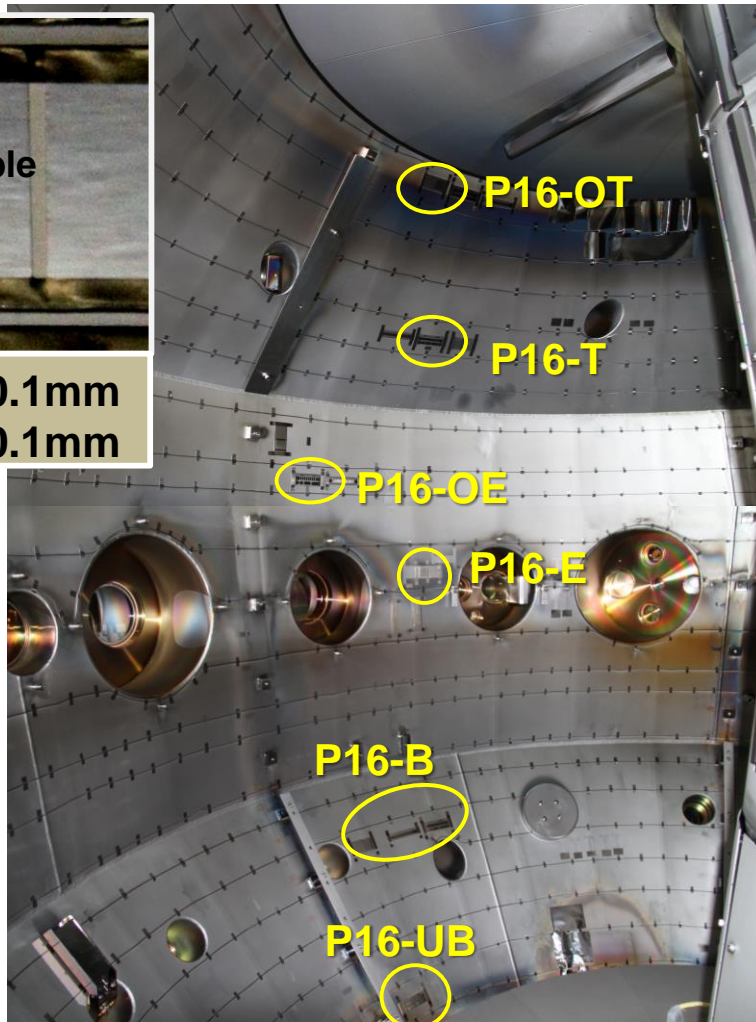
サイクル	色の 変化	XPS分析		GD-OES分析 (intensity)			TEM実測(16P-E)
		Fe(%)	W(%)	Fe	W	Sputtering Time (s)	Thickness (nm) <i>(rough estimation from sputtering time.)</i>
				(intensity)			
2009S/S		0	0	-	-	0.06	(5~6)
2009A/W		0	0	0	0	0.06	(5~6)
2010S/S		1.5	0	3.5	0	0.10	(10~11)
2010A/W							
2011S/S		1	8	1.8	0.25	0.08	(7~8)
2011A/W		1	6	4.0	0.80	0.07	(6~7)
2012S/S		9	<b>23</b>	11	2.5	0.10	11
2012A/W		<b>25 *</b>	16	10	2.0	0.40	21
2013S/S		<b>41 *</b>	10	20	0.5-2.0	0.35	17
2013A/W		4	9				
2014S/S		<b>24</b>	<b>36</b>	13	9	0.35	15

# 2014S/S 試料周辺の不純物堆積からプラズマの流れを推定

- 不純物の飛来: 壁全面ほぼ均一に飛来
- 上部壁: 方向性のある強いプラズマ照射により影となる凸部  
周辺部を除き不純物の大半はスパッタリングにより除去
- 下部壁: プラズマ粒子フラックスが低く、方向性も弱いため飛来不純物の一部は堆積し堆積膜は成長



試料厚: 0.1mm  
押金厚: 0.1mm

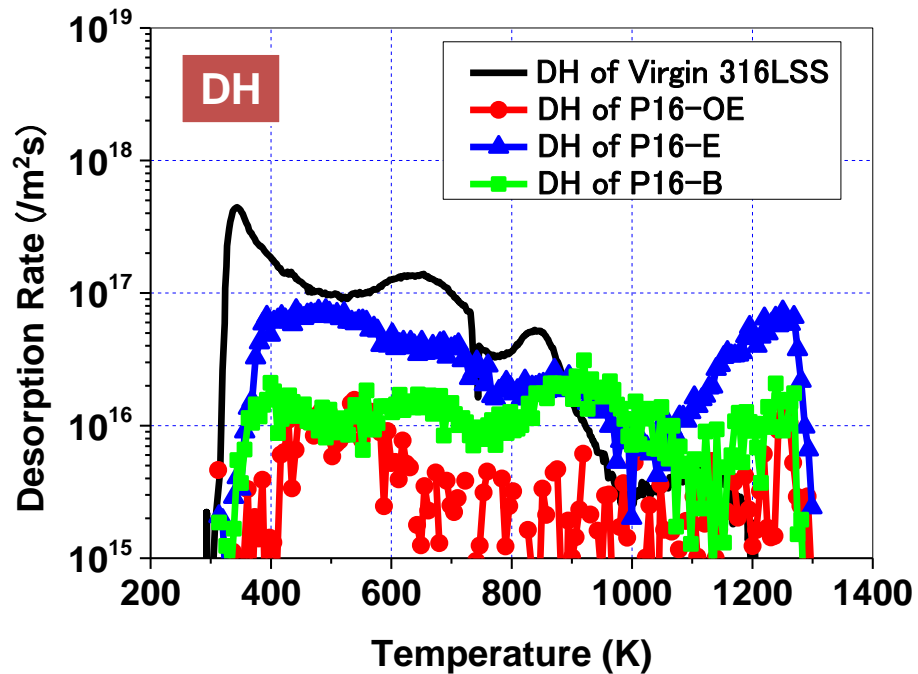
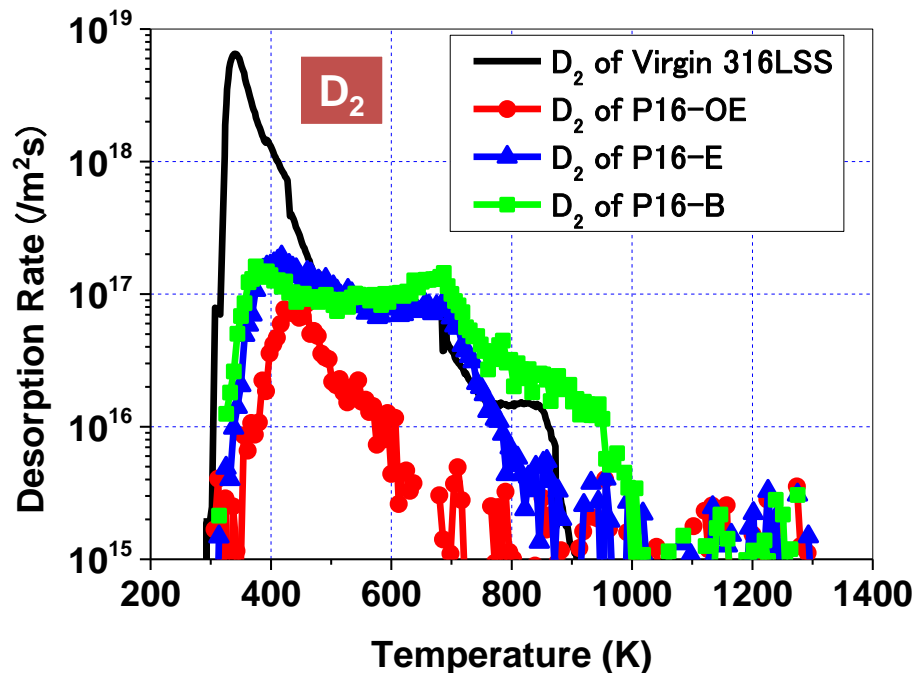
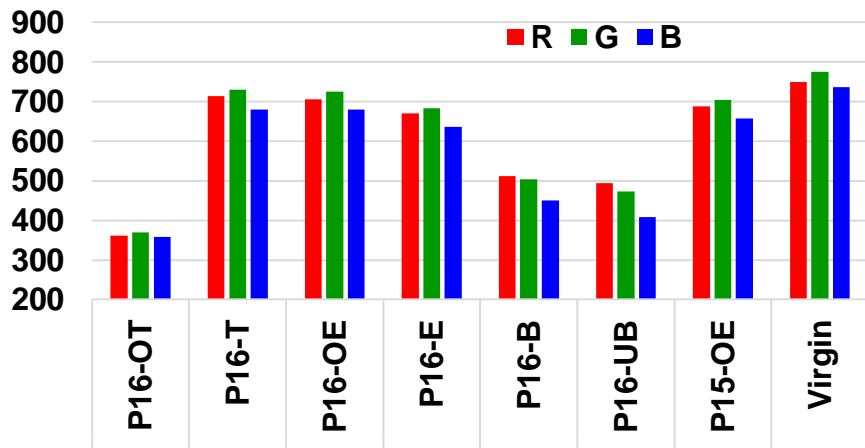
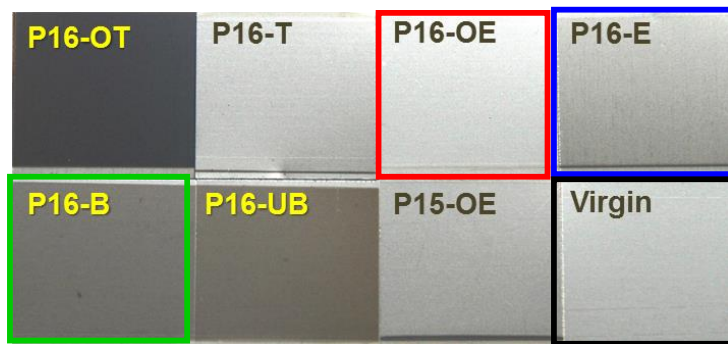


# 2014S/S-P16 316LSS

## 注入重水素の熱放出

重水素注入(九大): 1keV-D<sub>2</sub><sup>+</sup>, 3x10<sup>21</sup>  
 D<sub>2</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup> @ R. Temp.、TDS(名大大野研)

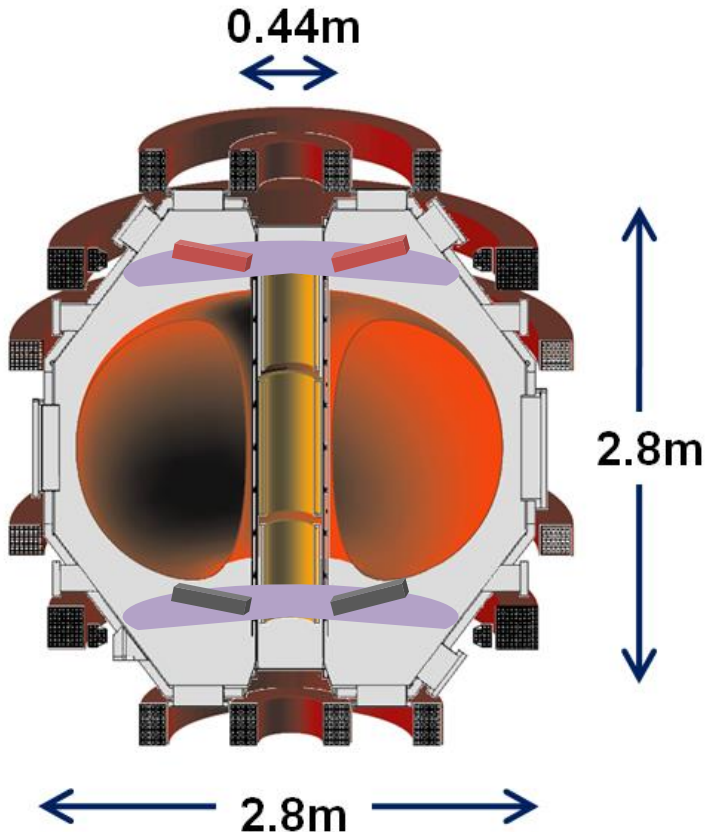
水素保持量が多く、また、室温-400Kの領域での放出が大きい堆積ドミナントな領域が粒子リサイクリング現象を支配



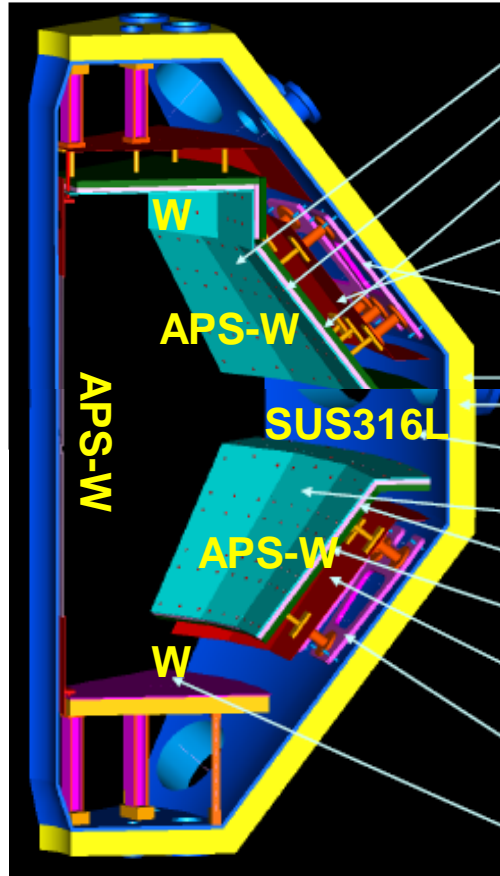
# 高温タングステン壁化・・・APS-Wライナーの設置・・・

- 2014S/S終了後、**高温ライナー(APS-W被覆SUS板)**を導入
- 2014A/Wキャンペーン以降、多くの放電は壁ライナーを**200°C**まで加熱した状態で行われている。最終的には**500°C**(将来の炉温度)を目指す。

球状トカマク QUEST



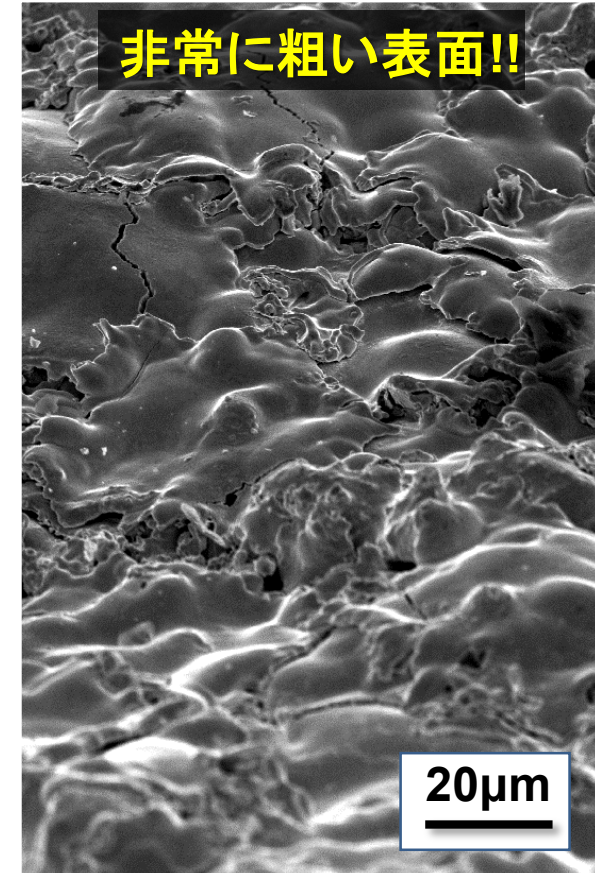
高温壁 APS-Wライナー



高温壁ライナーの  
プラズマ対向面

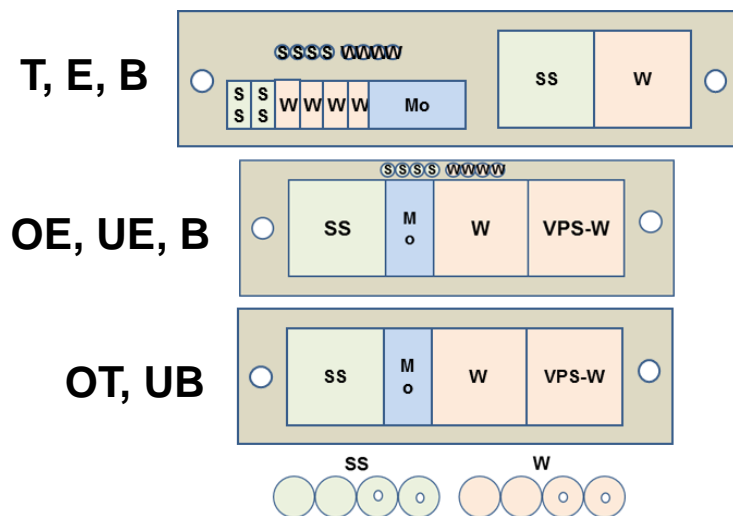
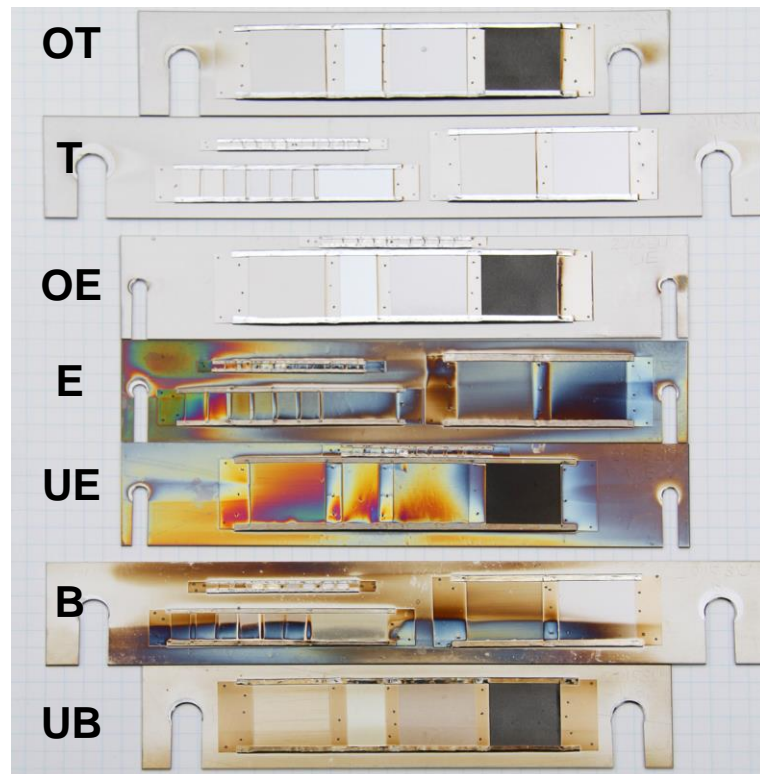
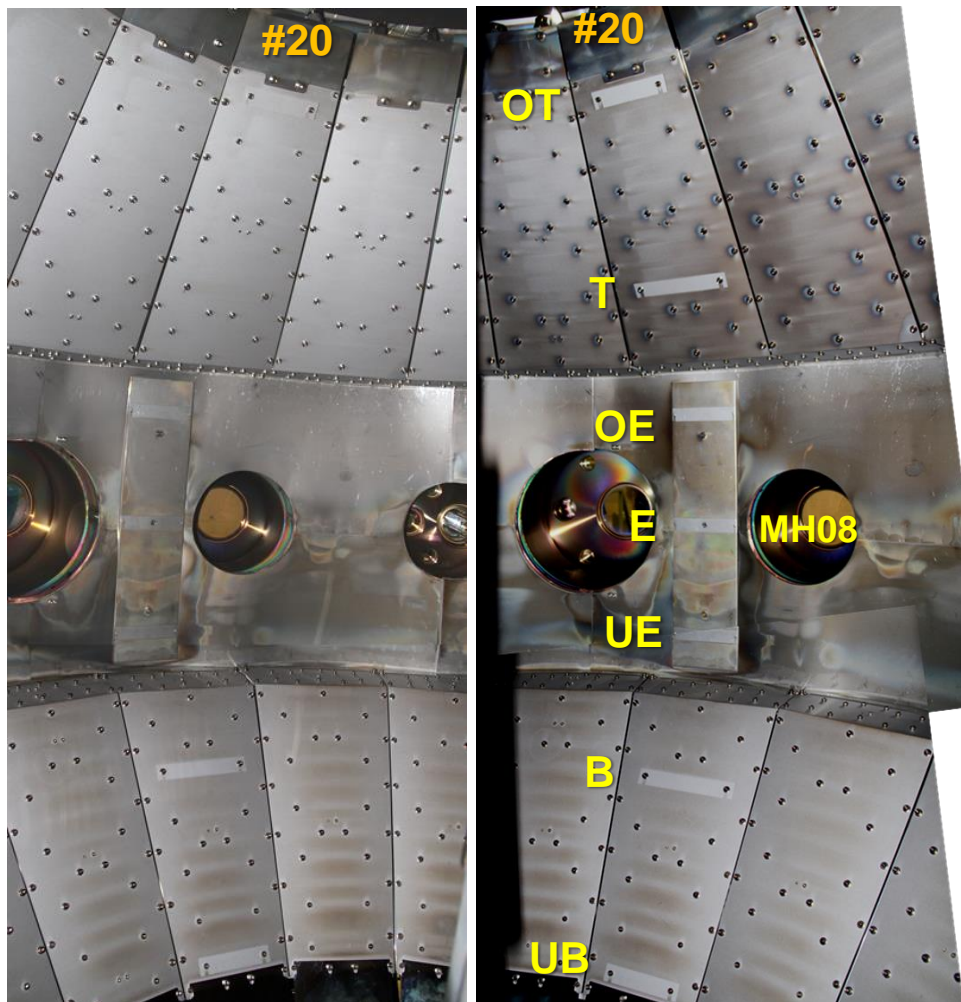
APS-W 被覆 SUS316L

非常に粗い表面!!



# 2015SM終了後のライナー面と設置したプローブ試料

- **上部壁面**: 左側; 金属光沢、右側; 変色、
- **赤道壁面**: 複雑なパターンを持った変色
- **下部壁面**: 全方向; 変色、ボルトの陰部分は変色弱
- 平面試料は2014S/Sまでと同様、**上部壁**; 損耗ドミナント、**赤道壁**、**下部壁**; 堆積ドミナント



# 閉じ込め条件により壁の色(不純物堆積)が変化

## Aft. 2015A/W

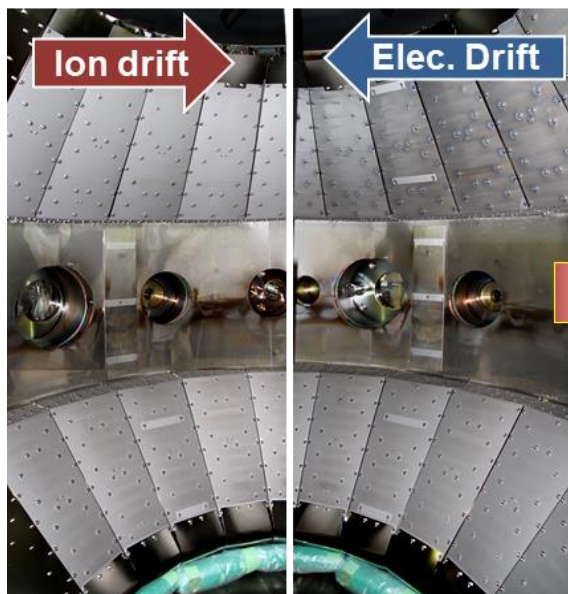
- Inboard-null 配位
- 標準電流(←←)
- 標準トロイダル磁場(↑)
- 放電時間 ≤ 1000s

## Aft. 2016S/S

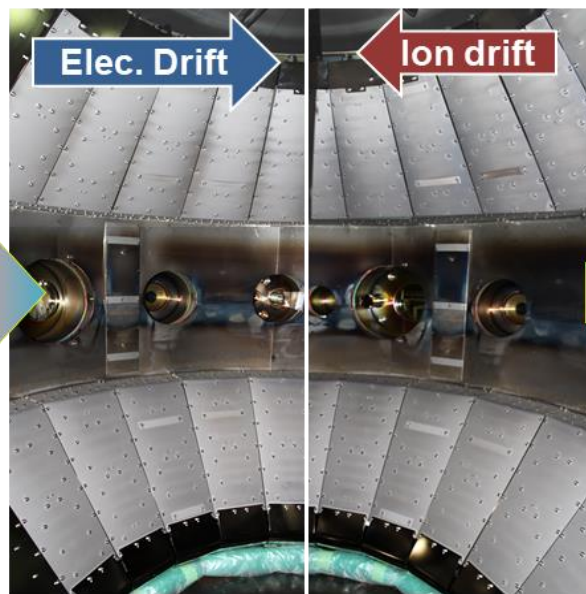
- リミター配位
- 途中、一時的に電流方向反転
- 標準トロイダル磁場
- 放電時間 ≤ 1時間55分

## Aft. 2016A/W

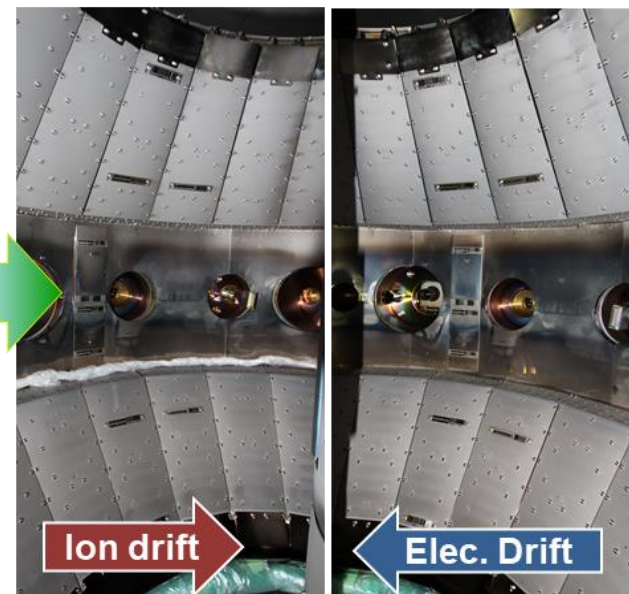
- リミター配位
- 標準電流方向
- 途中からトロイダル磁場反転
- 放電時間 ≤ 6時間



■ 上部壁左側の変色殆ど無し。



■ 上部壁右側の変色が薄くなる。

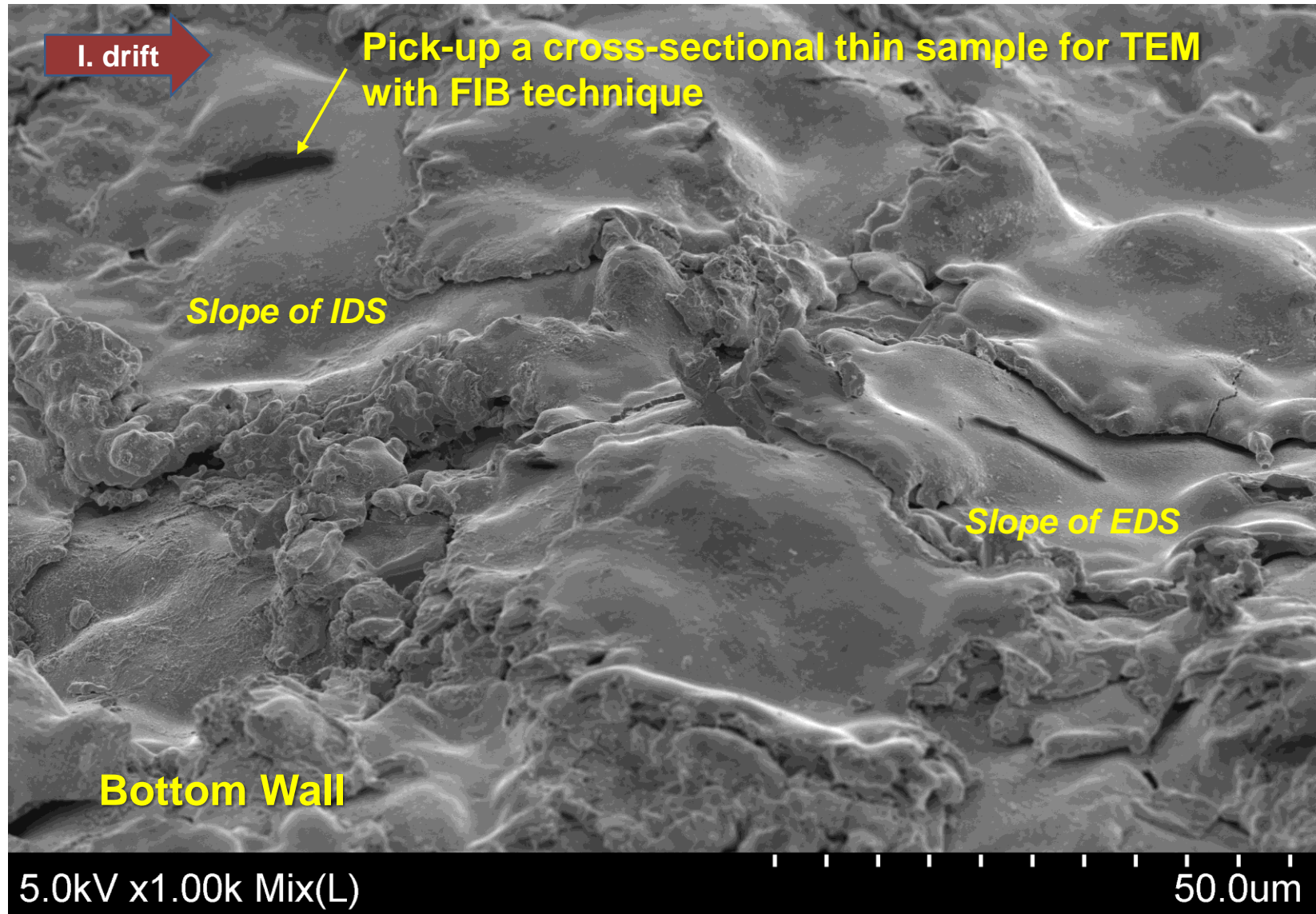


■ 上部壁面の変色が少し増加。

壁表面で何が起きているのか??

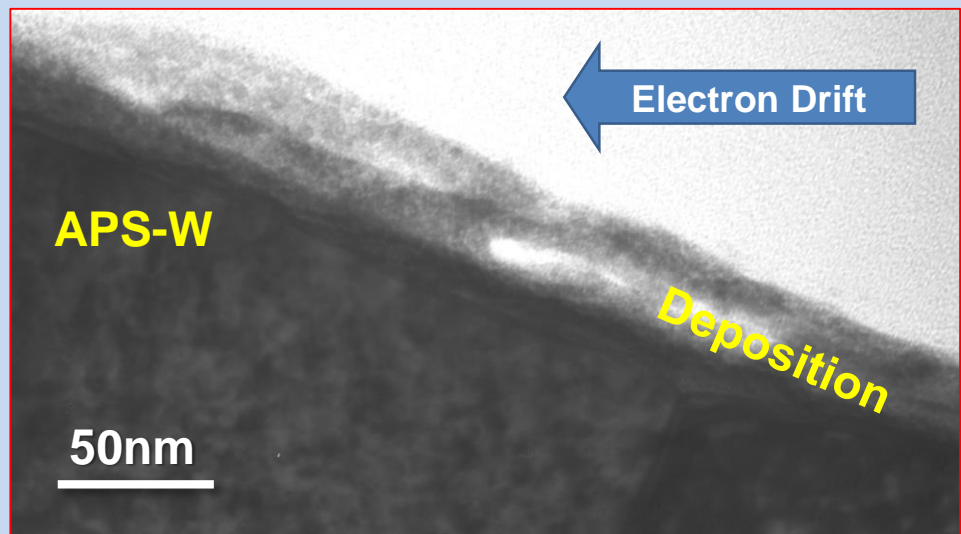
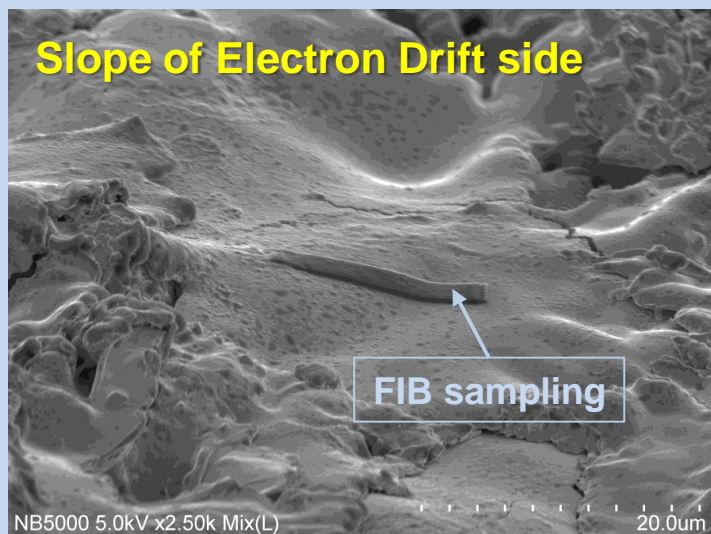
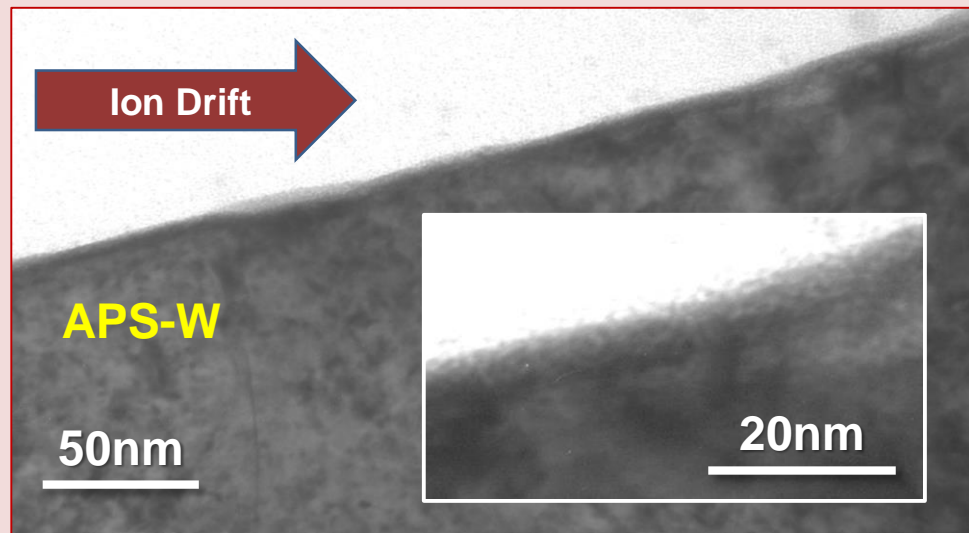
壁の色がなぜポロイダル位置や見る方向の依って異なるのか？  
FIB法を用いて薄膜試料を切り出し表面状態をSEM, SEM観察

## Surface Morphology of APS-W Wall in QUEST after 2015SM



# 2015SM後の上部壁面(APS-W)

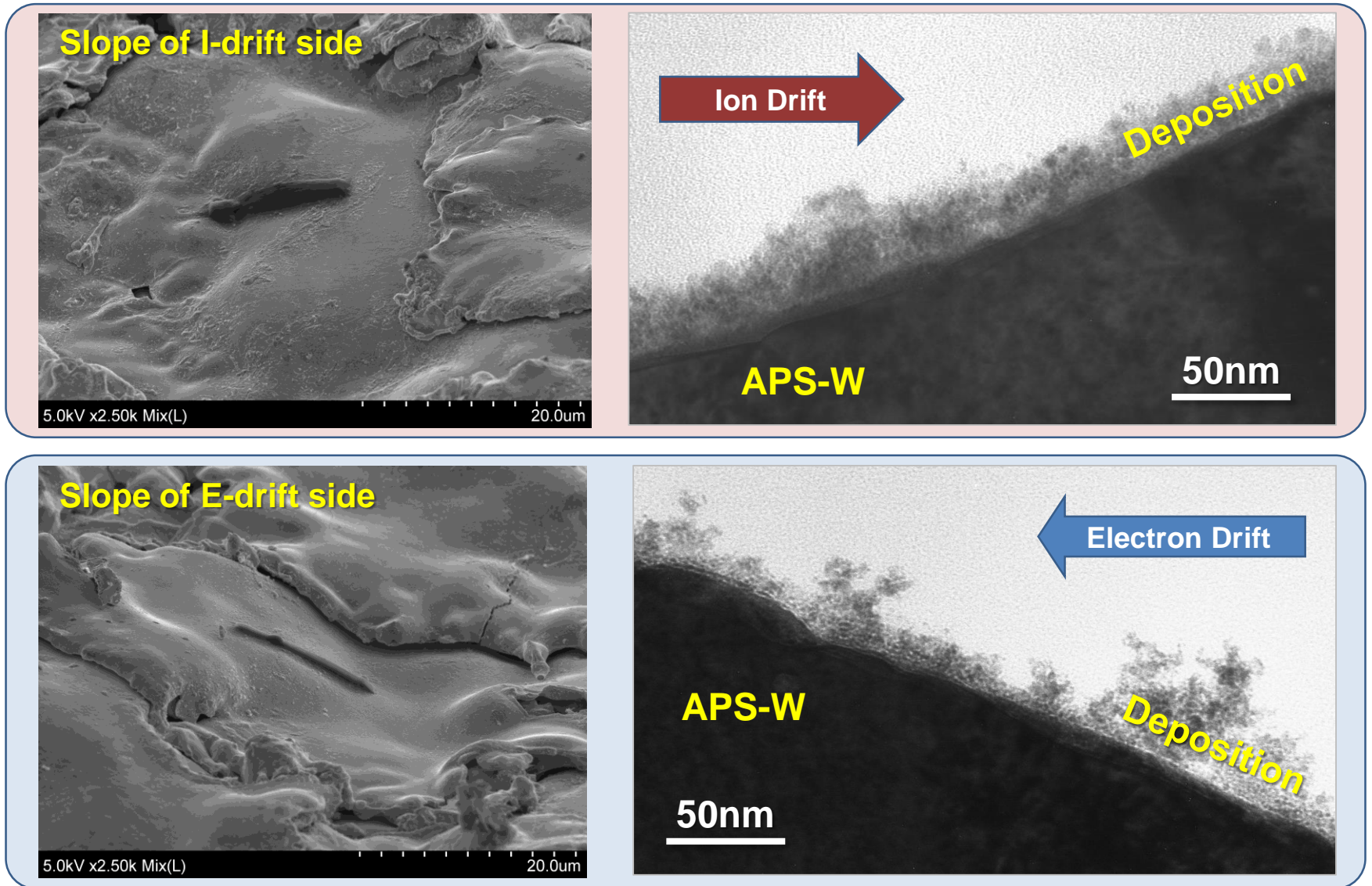
- Ion-drift 側の斜面: 損耗ドミナント、不純物堆積層厚さ ≤ 数nm
- Electron-drift 側の斜面: 不純物堆積層厚さ ≤ 40nm



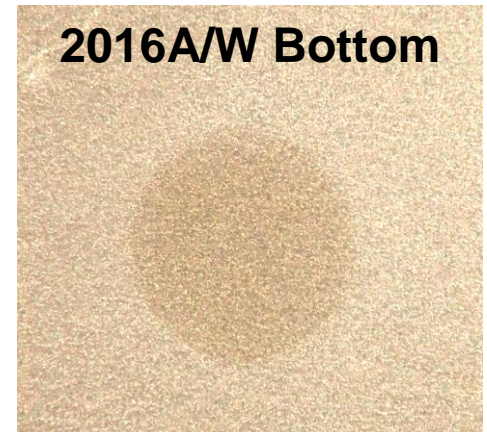
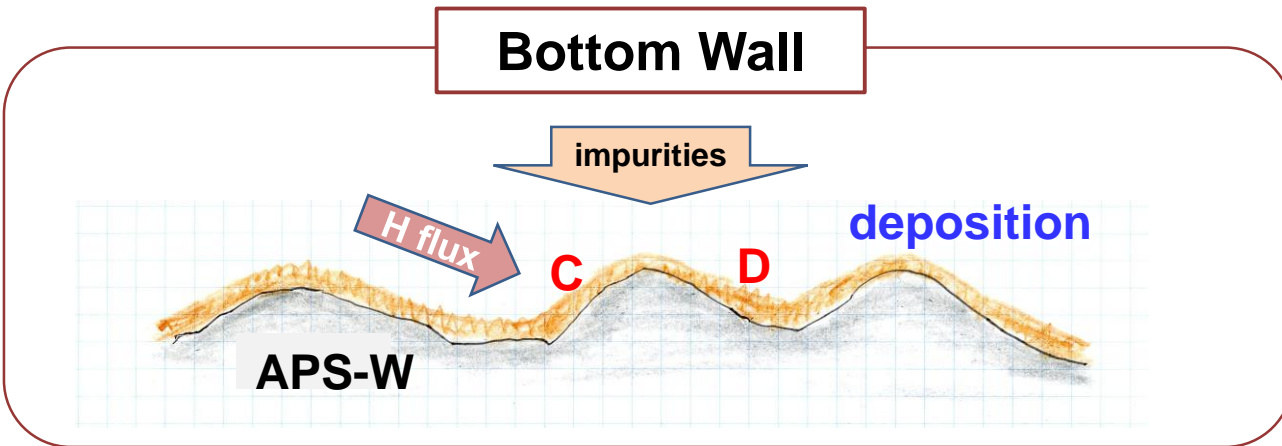
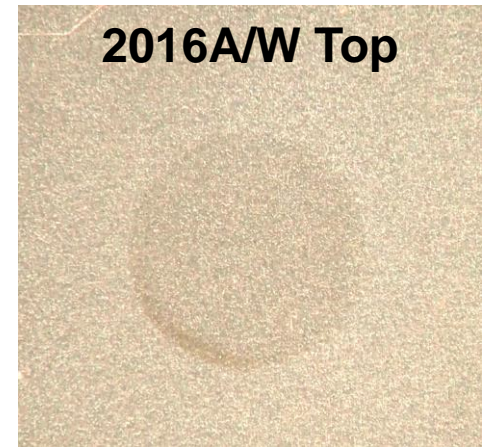
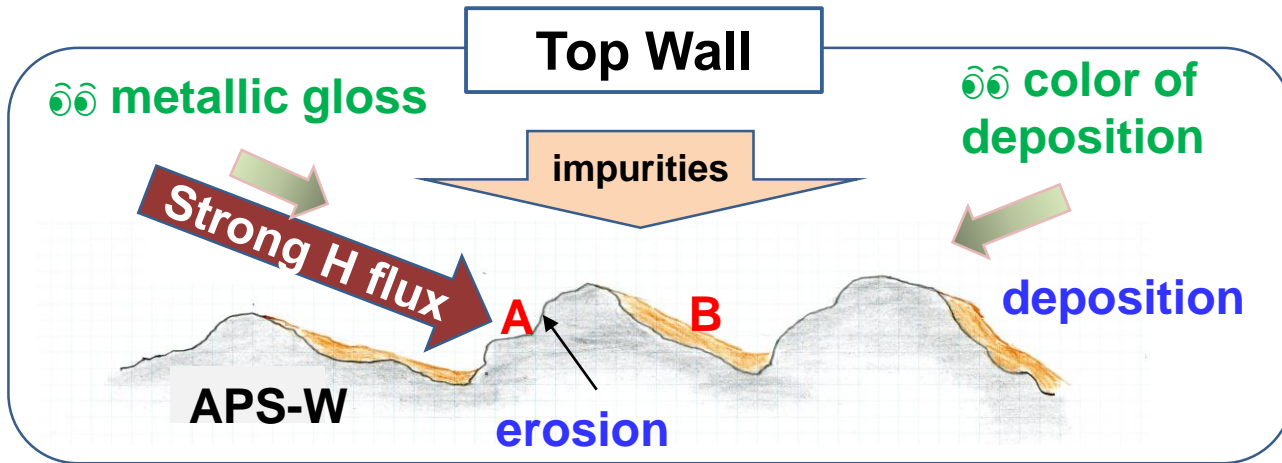


# 2015SM後の下部壁面(APS-W)

- 不純物は両斜面に堆積、厚さ  $\leq 40\text{nm}$



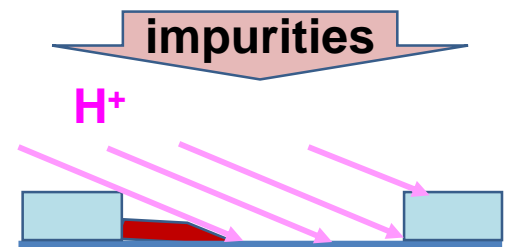
# APS-W凹凸面への不純物堆積(標準放電条件)



**標準放電条件:** A; 損耗, B, C, D; 堆積

**電流方向逆転条件:** A; 堆積, B; 損耗, C, D; 堆積

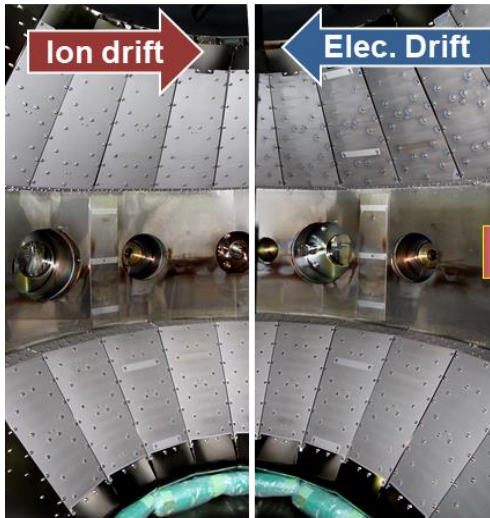
**トロイダル磁場逆転条件:** A, B; 堆積, C; 損耗, D; 堆積



# 閉じ込め条件により壁の色(不純物堆積)が変化

Aft. 2015A/W

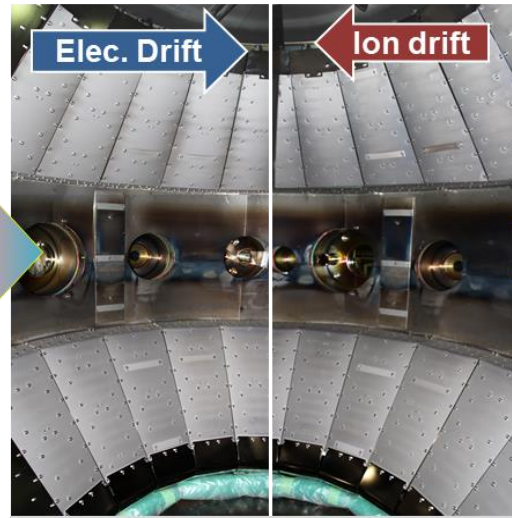
- Inboard-null 配位
- 標準電流(←←)
- 標準トロイダル磁場(↑)



■ 上部壁左側の変色殆ど無し。

Aft. 2016S/S

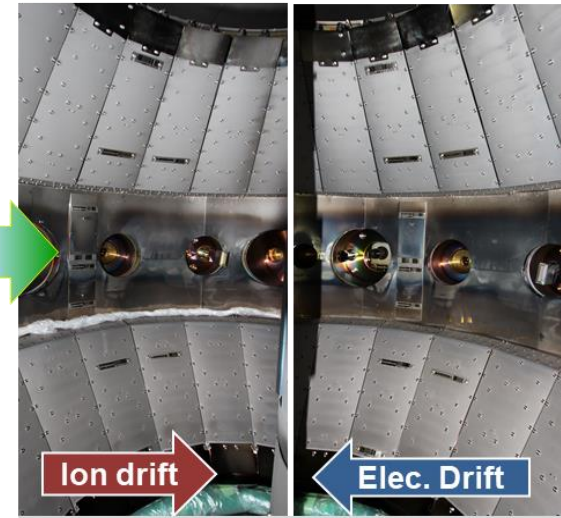
- リミター配位
- 途中、一時的に電流方向反転
- 標準トロイダル磁場



■ 上部壁右側の変色が薄くなる。

Aft. 2016A/W

- リミター配位
- 標準電流方向
- 途中からトロイダル磁場反転



■ 上部壁面の変色が少し増加。

■ 特異な不純物堆積の原因: 上下壁のプラズマ対向面(APS-W)が激しい凹凸を持つため

- 標準条件: ① 上部壁左斜面+水平面; 損耗ドミナント、② 上部壁右斜面; 堆積ドミナント
- ③ 下部壁全体; 堆積ドミナント

- 電流方向反転(2016S/S後半一時): ① 上部壁右斜面の堆積層は薄くなり、左斜面にも不純物が堆積、② 下部壁; 堆積ドミナント

- トロイダル磁場反転(2016A/W後半以降): ① 上部壁; 堆積ドミナント、② 下部壁左斜面+平滑面; 損耗ドミナント、③ 下部壁右斜面; 堆積ドミナント(堆積の詳細をTEM観察予定)

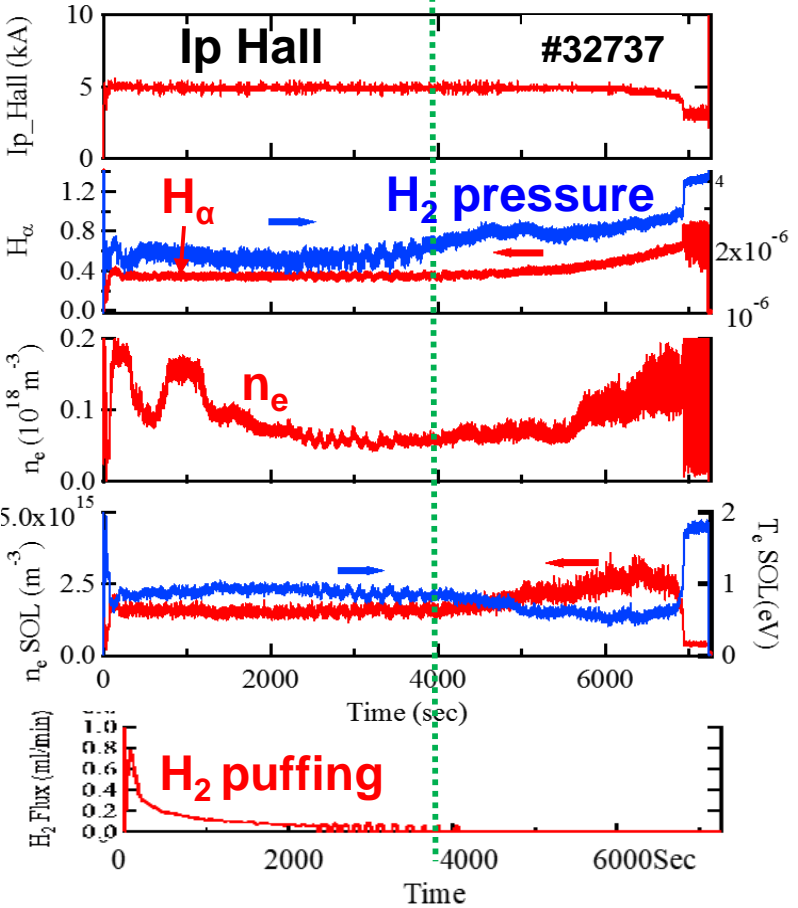
# 粒子バランスが崩れ放電停止 (1時間55分放電、2016S/S)

## 粒子バランスの崩壊



- 粒子バランスの変化: **3 Phase**に分別可能
- **Phase III** で過剰に放出される水素は何処から出てくるのか、制御できるのか?

- 70s程度までは上下の壁でH $\alpha$ の発光は対称
- $\geq 70s$ で上側でH $\alpha$  増大 i.e. 水素原子増大
- 即ち、上側壁において一旦溜まった水素の再放出が時間と共に増大  $\Rightarrow$  粒子バランスが失われ放電停止
- $\rightarrow$  水素出入り: 上部壁 > 下部壁



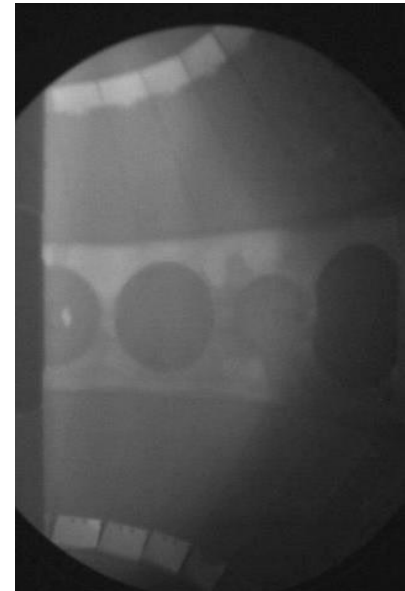
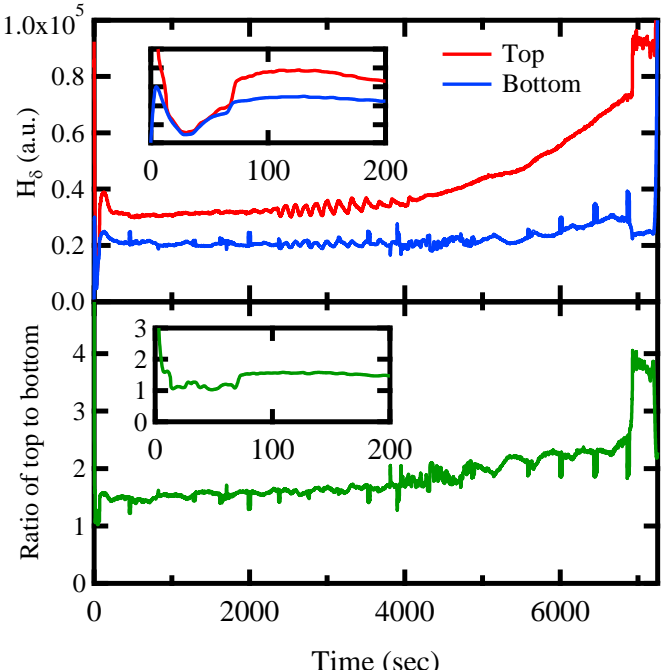
H $_2$  Pressure (Pa)

T $_e$  SOL (eV)

Ratio of top to bottom

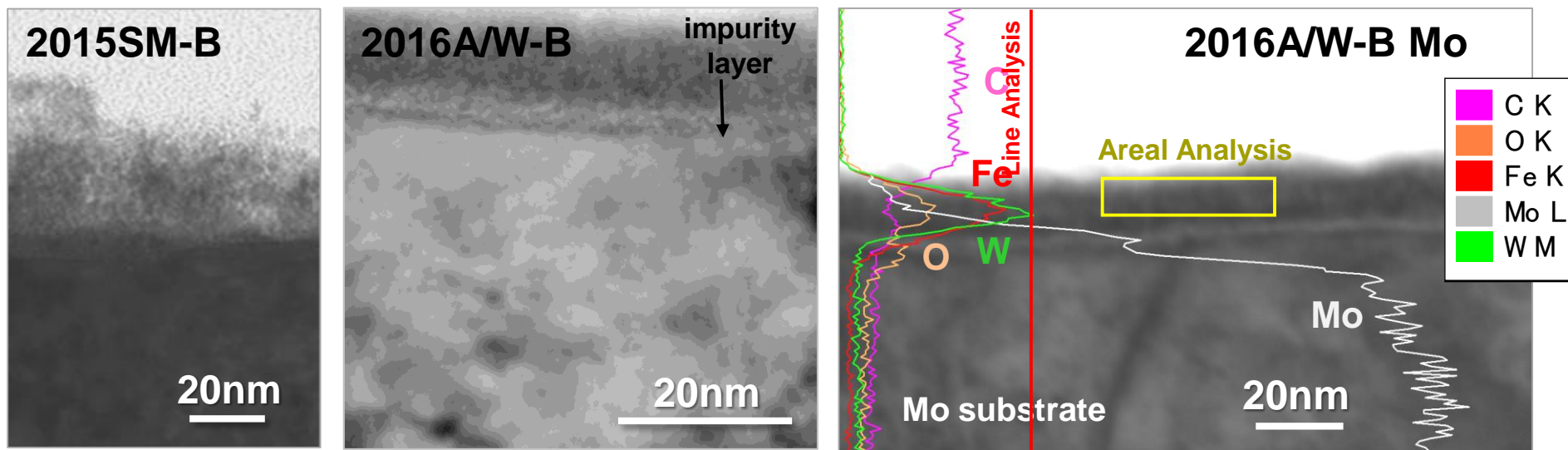
Time (sec)

- Phase I** : Wall pumping dominant
- Phase II** : Wall pumping & release
- Phase III** : Wall release



# 下部壁堆積不純物層の断面組織・組成 (2016A/W-B)

ポロイダル方向8カ所にMo試料を置き、PWIIによる断面の組成・組織を調査

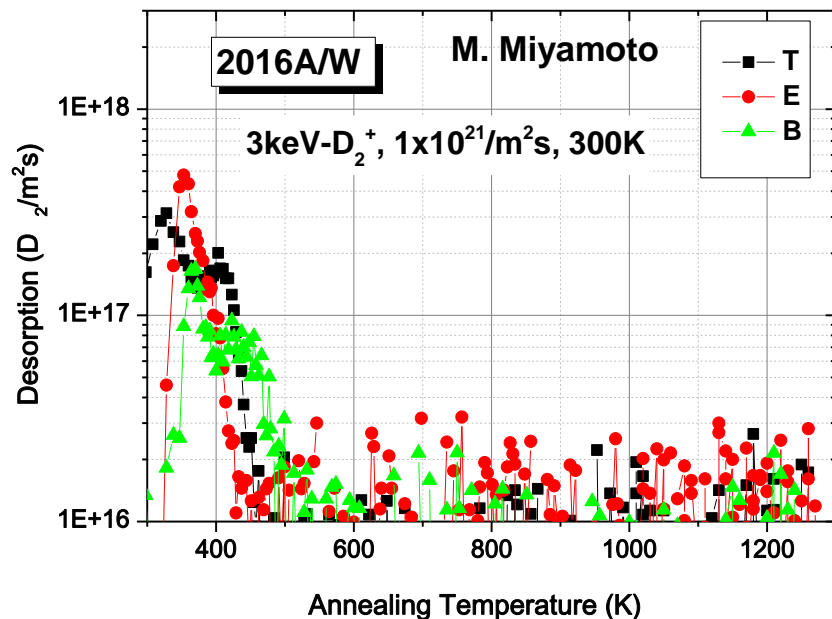
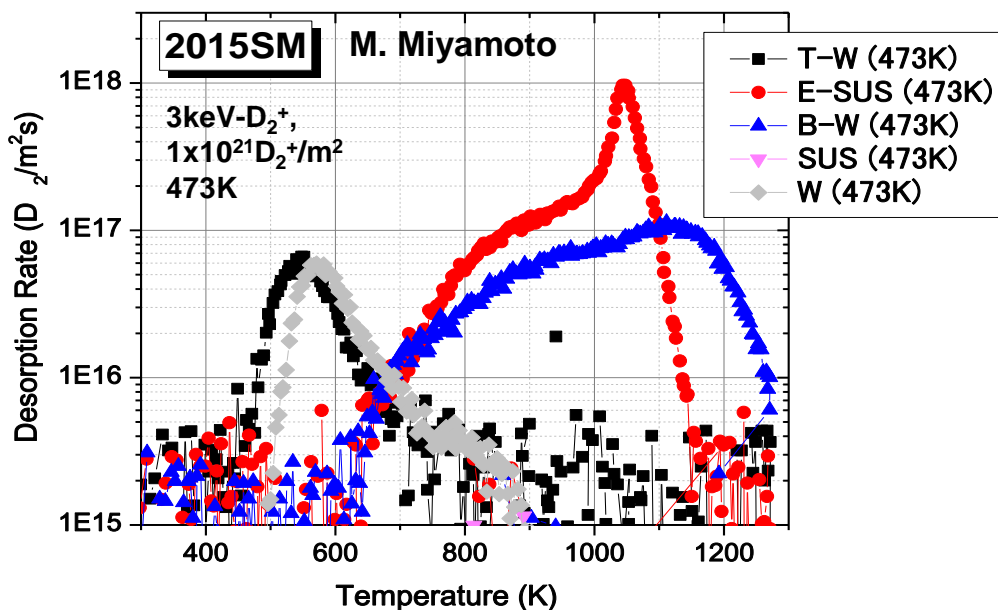


## 下部壁面堆積層の組成

element	atomic concentration (at%)			
	2015SM-B 15nm	2015A/W-B 11nm	2016S/S-B 16nm	2016A/W-B 12nm
C K	83.82	65.07	58.2	46.46
O K	11.92	7.27	8.81	15.2
Cr K	0.18	2.17	6.01	4.69
Fe K	1.1	9.01	17.1	16.06
Ni K	0.37	0.99	2.04	2.16
Mo L	0.91*	10.59	5.43	8.11
W M	1.69*	4.9	2.4	7.31
total	100	100	100	100

- 初期(2015SM)に多かったCはその後減少し2016A/Wでは<50at%
- 堆積層はナノ結晶の集合体で柱状に積み重なって成長。(含む炭化物、酸化物)
- 内部は格子不整の多い構造
- これらの事から水素に対する保持・透過特性は初期のC膜とは大きく異なることが想定される。

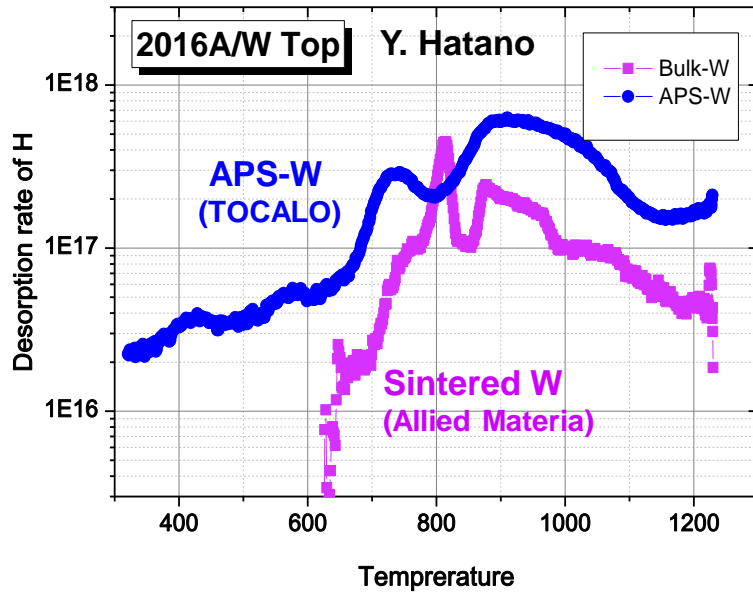
# プラズマ曝露高純度W材からの注入Dの熱放出



- 堆積層のC濃度が高い**2015SM-B, -E (C >80at%)**では注入Dはそれに強く捕捉され高温で放出、不純物が殆ど堆積しない**2015SM-T**では未曝露W(高純度、空洞殆ど無し)と殆ど変わらず550Kに放出ピーク。
- 金属不純物濃度が増加した**2016A/W (金属元素 ≥50at%)**では堆積層はCの特性を失い、Dの保持に殆ど関与しない。又、高純度Wでは水素の保持量も低く殆どが700K以下で放出。
- この材料をプラズマ対向材に用いると200°C以上では高い水素リサイクリングが期待できる。

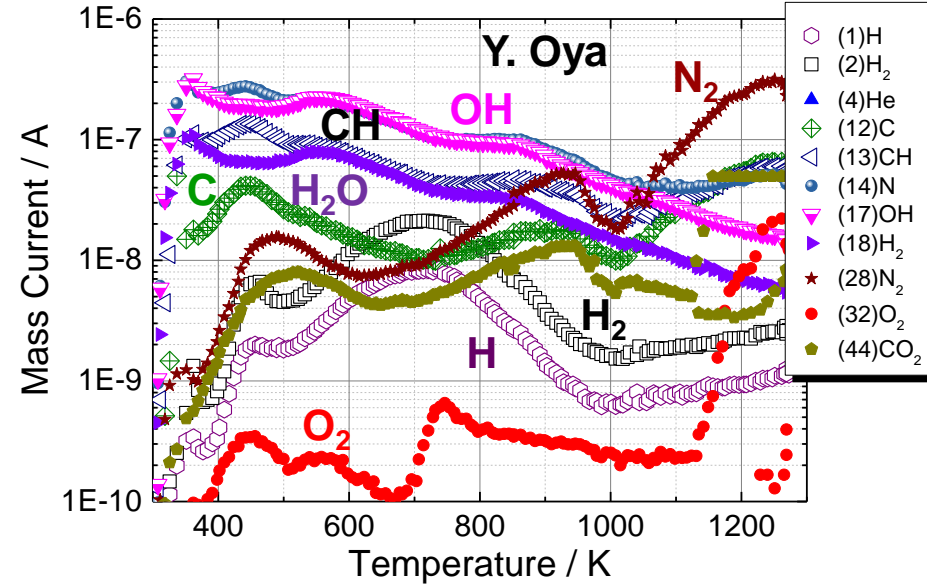
# APS-W(TOCALO)のガスの吸蔵・放出特性

プラズマ曝露APS-W(TOCALO),  
焼結W(Allied-Materials)からのHの熱放出



- Hの保持量が多く放電下(120-200°C)で多くのHを吸蔵・放出し長時間放電下で壁温度が多少上昇すると放出ドミナントに転じる可能性有り。

## APS-W/SUS(TOCALO)の真空特性



### 実験条件

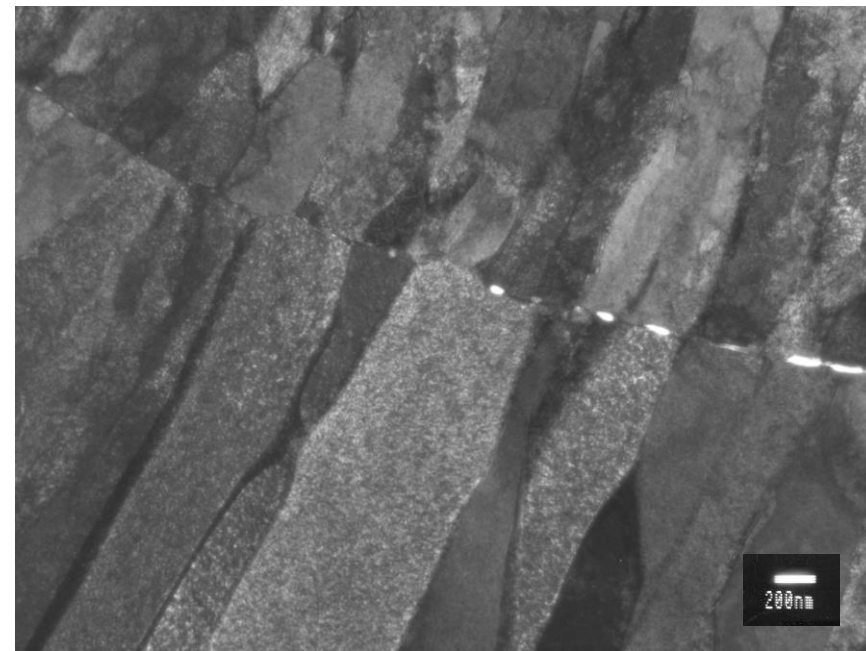
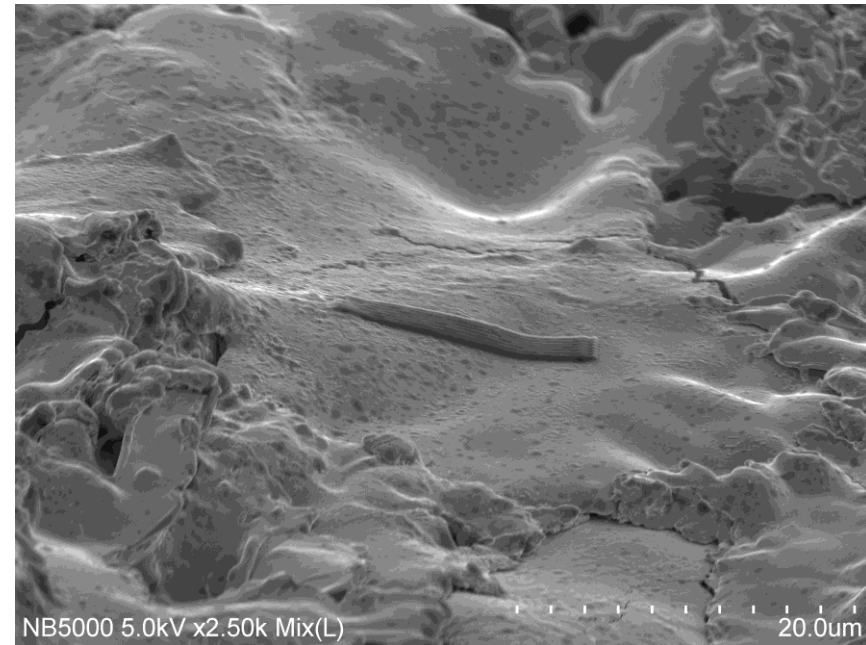
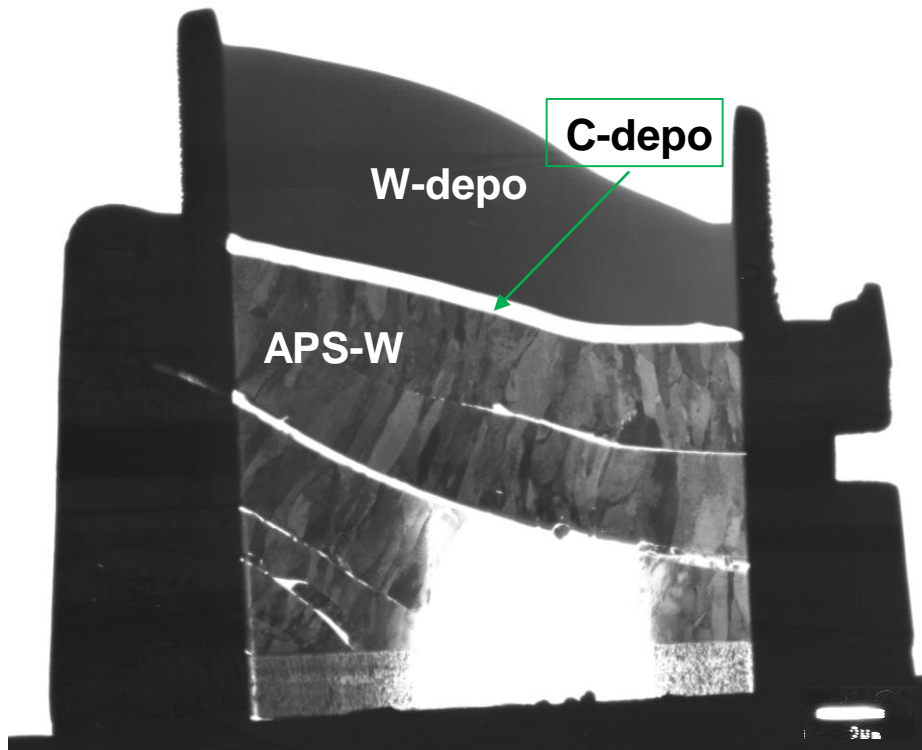
- 試料: APS-W/SUS
- TDS昇温範囲: R.T. - 1173 K
- 昇温速度: 0.5 K s<sup>-1</sup>

### 主な脱離ステージ

- 350 K付近: 水系
- 450 K付近: 窒素・炭化水素、炭素等
- 600 K付近: 水系
- 900 K付近: 炭化水素・窒素
- 1200 K付近: 二酸化炭素・酸素等

# APS-Wの断面組織

- Wの溶融粒子(直径数10 $\mu\text{m}$ )を吹き付けて被覆。
- 粒子は餅の様に広がって付着。
- 大気中での溶射であるため、下地との接着が弱い。凝固粒子の界面にはクラックや空隙。
- これらの欠陥が様々な捕捉エネルギーを持った水素吸蔵サイトとなる→→広い温度領域で放出。





# QUESTにおけるPWI に関する2018年度の研究

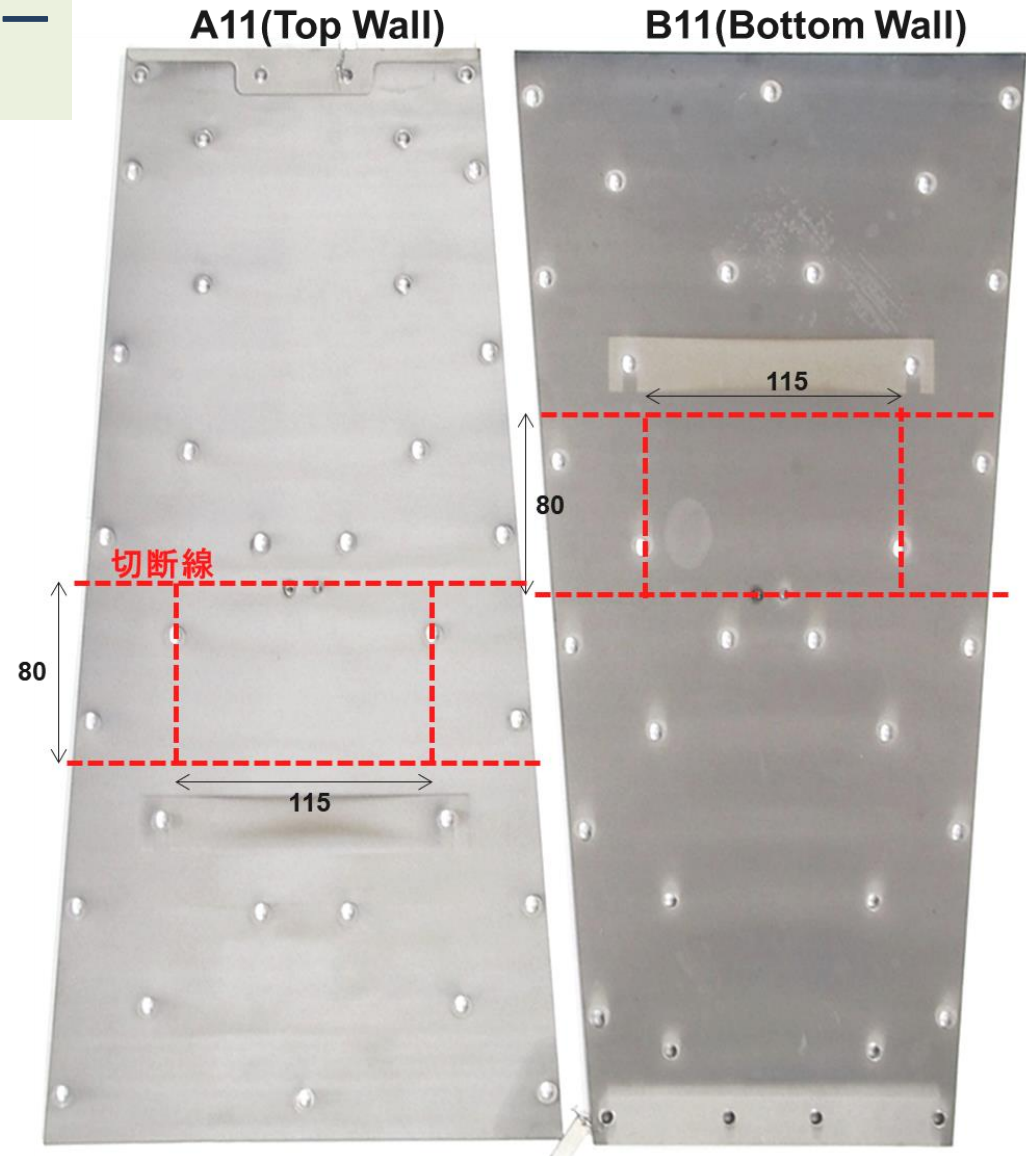
## APS-W被覆プラズマ対向ライナーにおけるHの吸蔵・放出特性評価

2017A/Wまで使用した実際の壁ライナーを試料として以下の点について研究

1. プラズマ対向面および直下の  
変質・堆積・・・→ SEM,  
TEM/FIB, **GD-OES**, etc
2. 水素吸蔵量評価・・・→ TDS
3. 水素同位体の吸蔵・放出特  
性・・・→ 重水素イオン照射、  
重水素プラズマ照射後の**TDS**,  
**GD-OES**

### 本共同研究の担当課題

上記計画のうち、**GD-OES測定**による堆積不純物や注入重水素の深さ分布の解明



## 考察・まとめ

- SUS低温壁でのキャンペーンでは下部壁に堆積した炭素を多く含む不純物層が水素リサイクリングを支配している可能性が高い。
- キャンペーンを重ねるに伴い堆積層の組成は大きく変わり金属が主な構成元素になると共に、構造もCを主成分とする非晶質から金属元素を多く含むナノ結晶の集合体となった。
- この堆積層はQUESTの運転温度領域で水素同位体を強く保持することは無いため、飛来し層内に侵入したHの多くは速やかに真空容器内に帰還するものと考えられる。即ち、堆積層に覆われるとW壁内に拡散・侵入するHのフラックスは抑制されることが期待される。
- 実際、1h55min放電(2016S/S)、6h放電(2016A/W)、55min放電(2018S/S)はいずれもプラズマ束が最も大きい壁面が全面堆積層で覆われた状態で行われたもので、壁(APS-W)内部でのH蓄積速度が抑制されその分粒子バランスを長時間保持できたのではないかと推論される。

## 今後の課題

- この推論が正しいかどうかを確認するために実際にQUESTで使用し続けてきたAPS-W被覆ライナーを上下一枚ずつ取外し、注入水素同位体の吸蔵・放出特性の詳細な調査やそれを支配しているメカニズムの研究に着手した。
- 一旦壁内に蓄積したHの再放出速度が上昇する原因としてまず考えられるのは連続的な運転に伴う壁表面温度の上昇である。現在、QUESTでは壁ライナーの高精度温度制御に向けての改造計画が進められている。また、最表面温度の直接計測も準備している。