

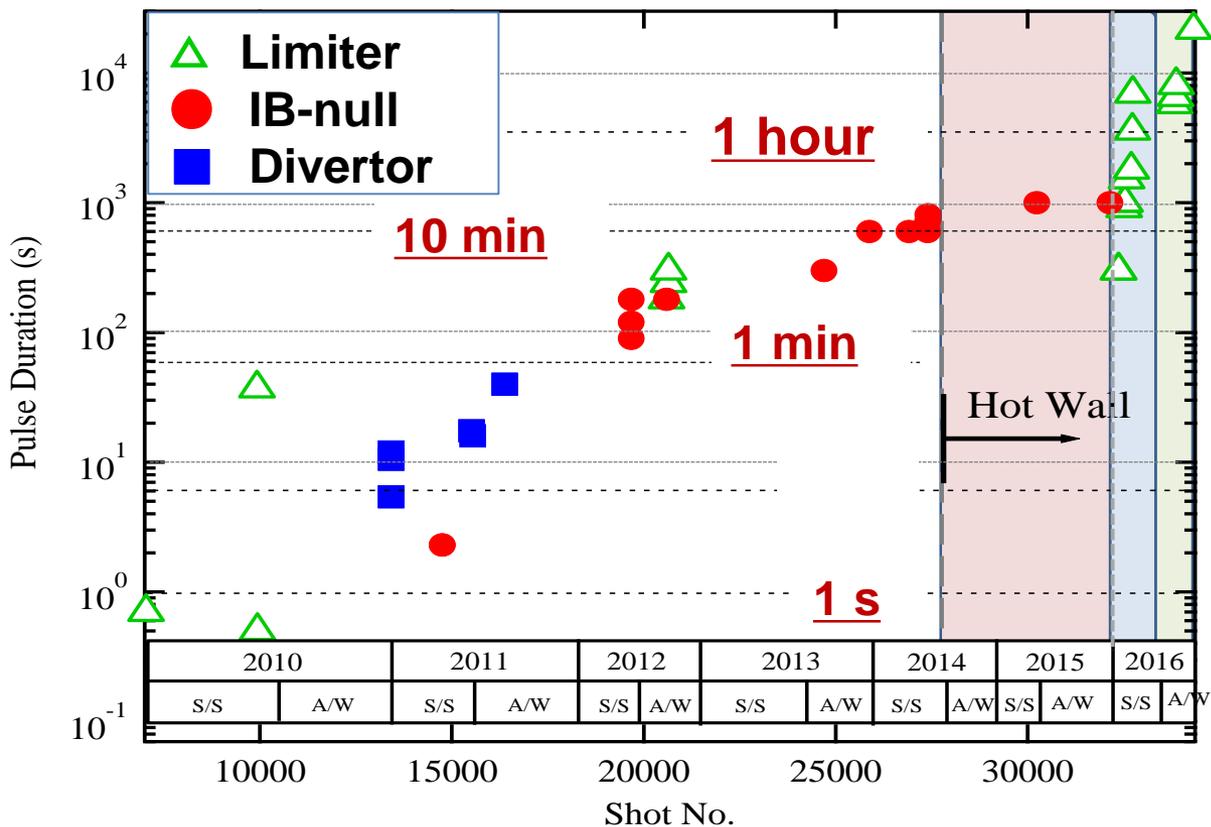
QUESTにおけるPWIの変遷とそれを踏まえた 次期高温W壁への提案



九州大学 応用力学研究所
吉田直亮、島袋 瞬、QUESTグループ

高温壁パネル設置後、長時間放電が飛躍的に進展

- プラズマ放電持続時間: キャンペーンを重ねる毎に伸長
- 低温壁(SUS316L、2014S/Sまで) **最長1000s**
- 高温壁化後: **リミター配位**に切り替えた2016年度以降、持続時間が一気に増加
 - 2016S/S: **1h55min** ($T_w=150^\circ\text{C}$)
 - 2016A/W: **6h** ($T_w=120^\circ\text{C}$)
 - 2018S/S: **55min** ($T_w=200^\circ\text{C}$)
 - 2018A/W: **96min** ($T_w=200^\circ\text{C}$)



- 2015A/W**
- Inboard-null 配位
 - 標準電流方向(時計回り方向 →)
 - 標準トロイダル磁場(↑)



- 2016S/S**
- **リミター配位**
 - 途中電流方向を一時反転
 - 標準トロイダル磁場(↑)



- 2016A/W-2018A/W**
- **リミター配位**
 - 標準電流方向(→)
 - **トロイダル磁場反転(↓)**

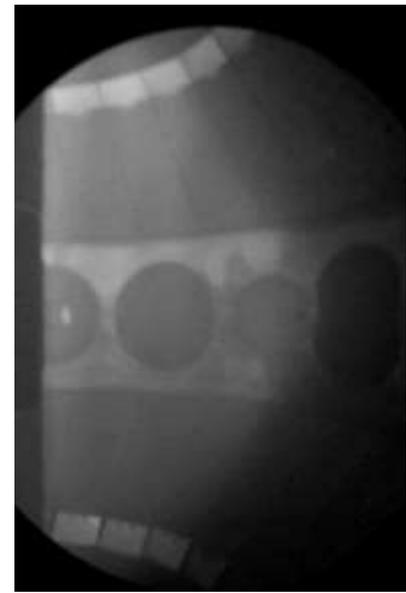
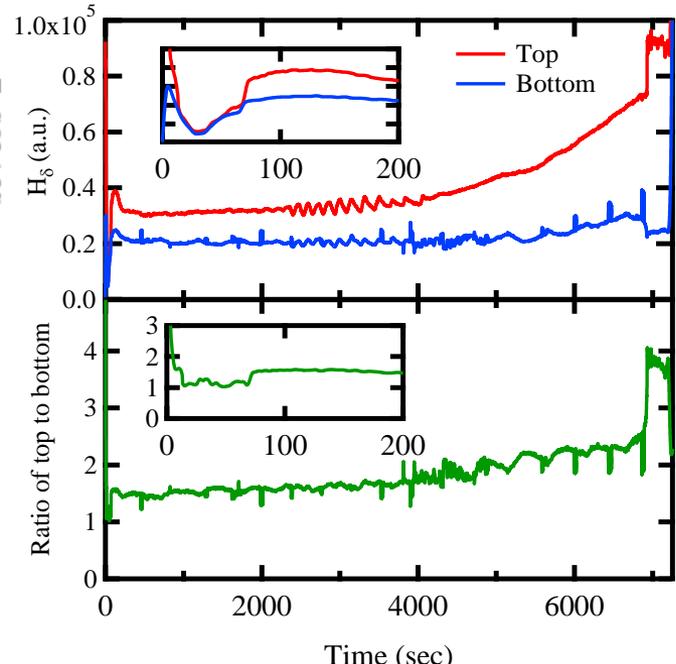
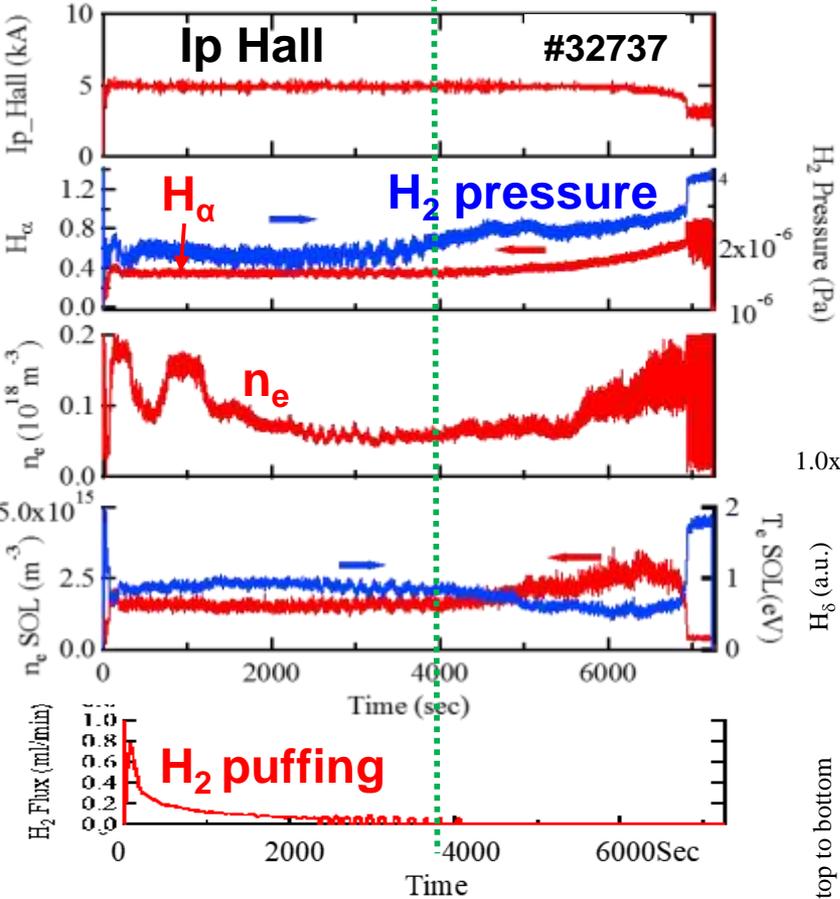
粒子バランスが崩れて放電停止 (例: 1時間55分放電、2016S/S)

粒子バランスの崩壊



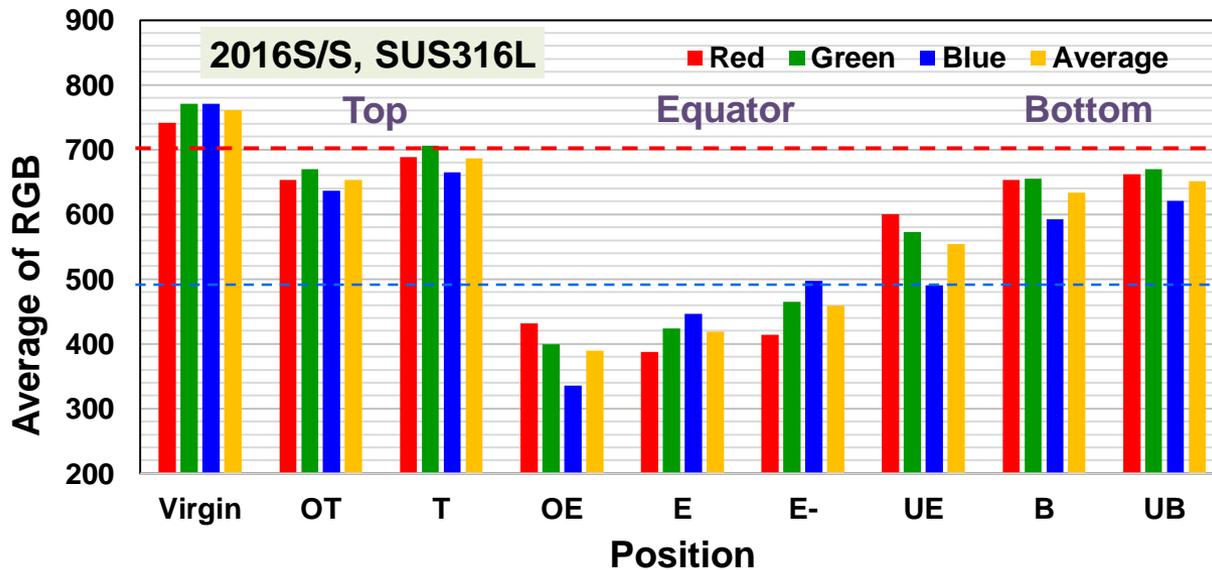
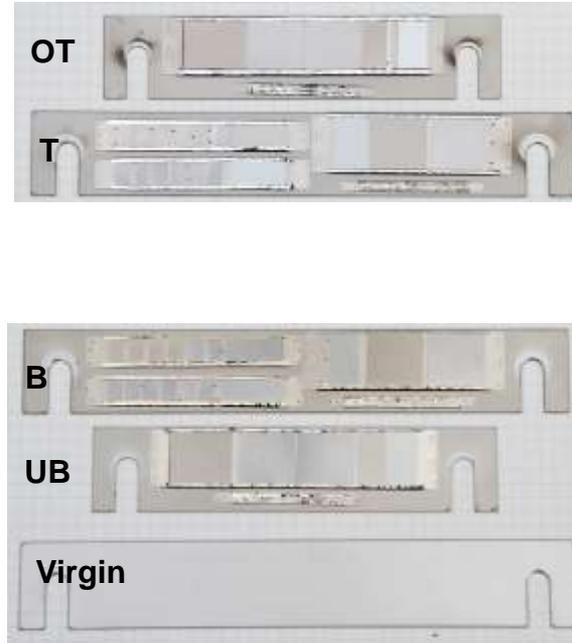
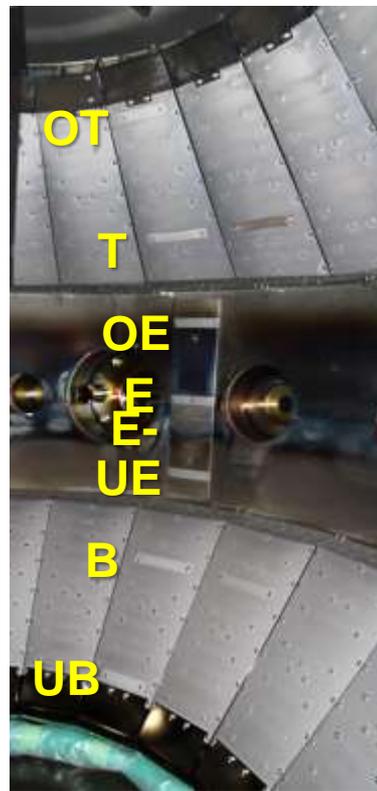
- 粒子バランスの変化: **3 Phase**に分別可能
- **Phase III**で過剰に放出される水素は何処から出てくるのか、制御できるのか?

- $\geq 70s$ で上側で $H\alpha$ 増大 i.e. 水素原子増大
- 特に、4000s以降 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
 ⇒ **粒子バランスが失われ放電停止**
- 壁への & 壁からの水素フラックス:
 上部壁 > 下部壁



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

2016S/S終了後の内壁



上部壁:

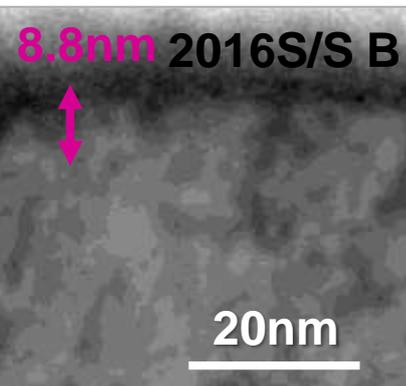
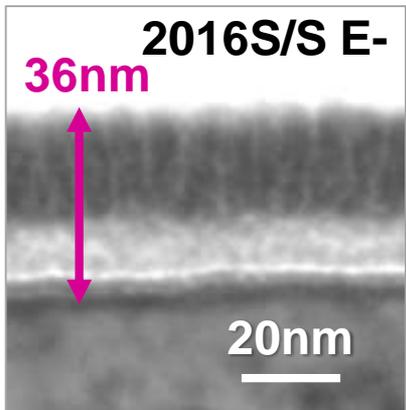
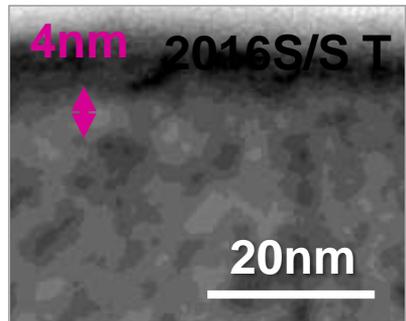
- ハイオンのフラックス高く、不純物が溜まり難い。不純物の堆積は僅か。

下部壁

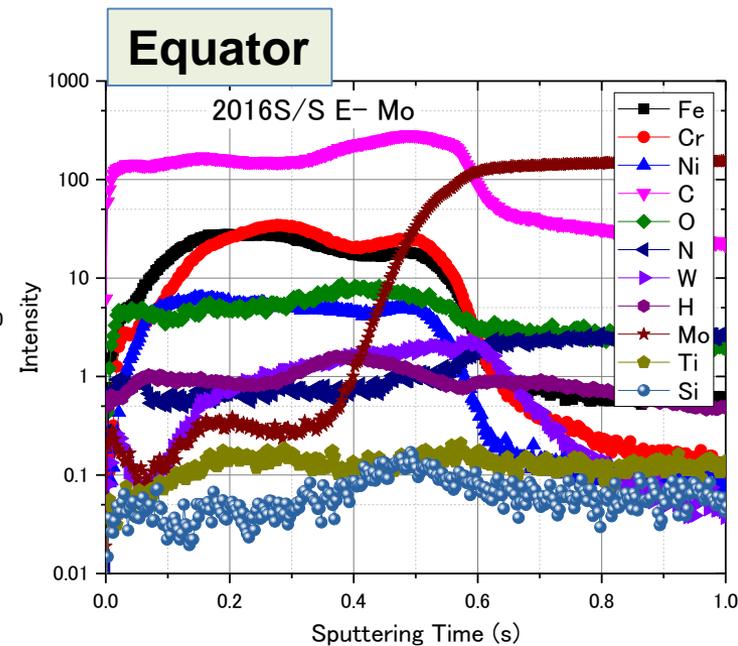
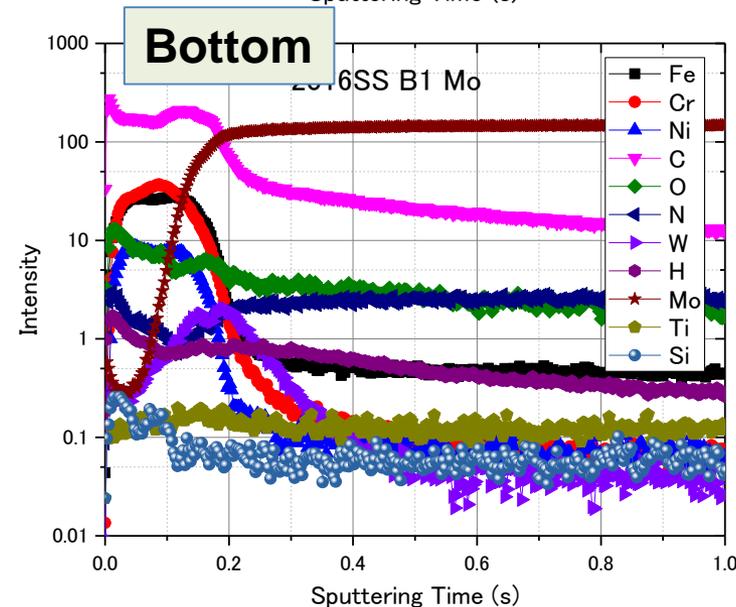
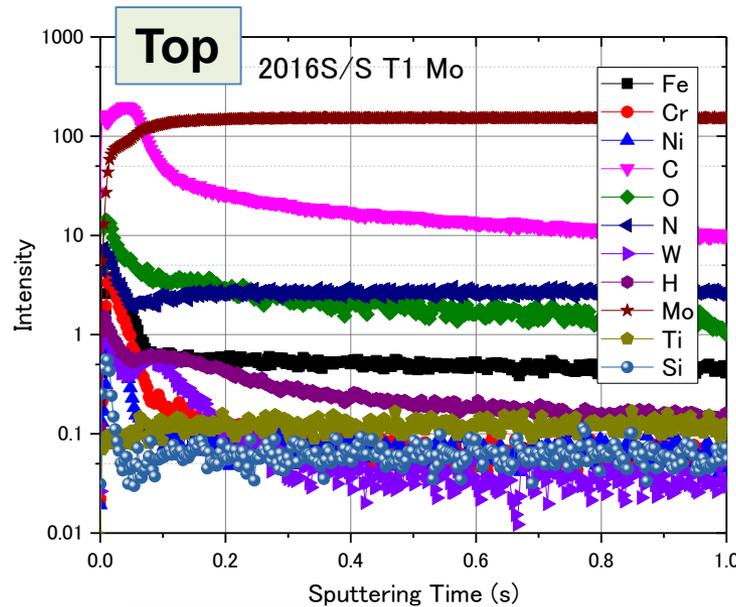
- 堆積ドミナント

2016S/S表面堆積層の構造と組成

断面TEM観察
(@NIFS)



GD-OESによる元素の深さ分布測定(富山大、波多野先生)

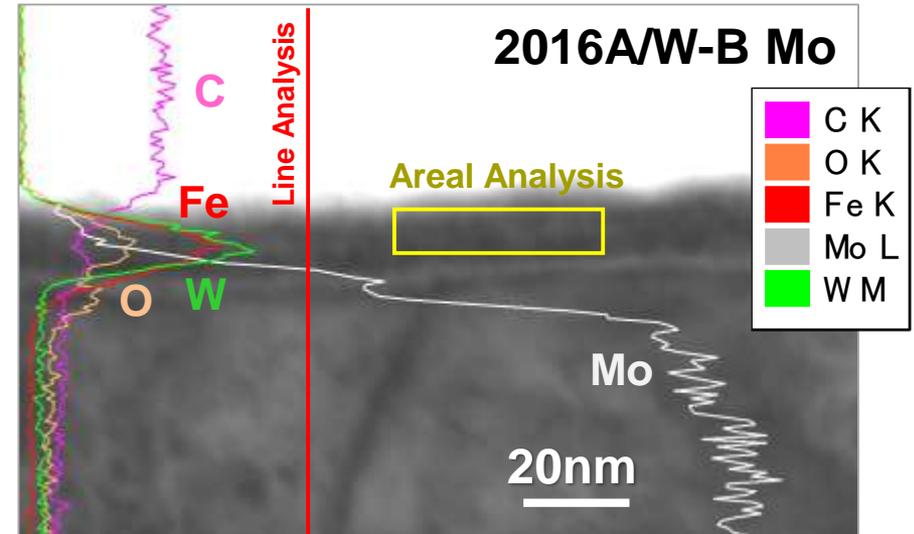
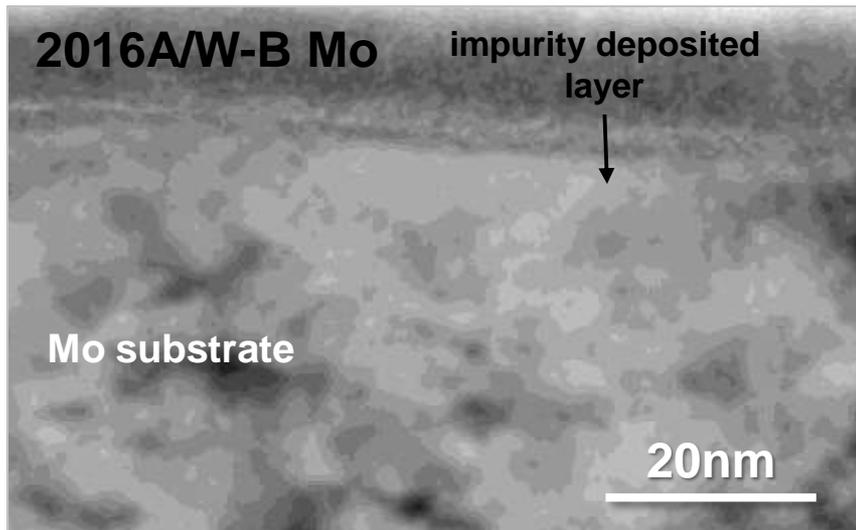


濃度への換算目安

Cr: 1.0 \Leftrightarrow 0.5 at% Cr
 Fe: 1.0 \Leftrightarrow 2 at% Fe
 W: 0.1 \Leftrightarrow 0.7 at% W

堆積不純物層の断面組織・組成の変遷

(NIFS 永田氏、時谷先生)



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

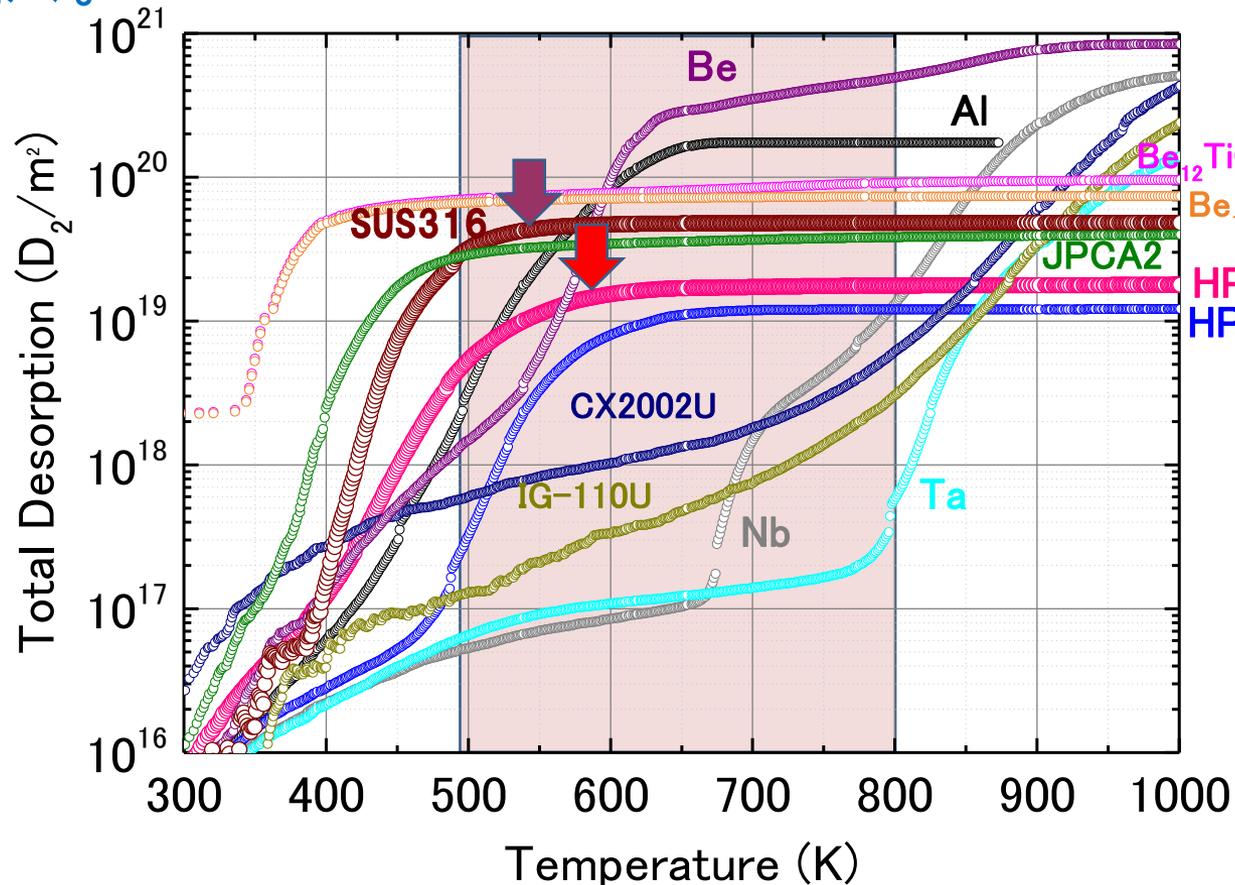
- 初期(2015SM)に多かったCはその後減少し2016A/Wでは<50at%
- 堆積層はナノ結晶の集合体で柱状に積み重なって成長。(含む炭化物、酸化物(XPS測定 Y. Oya))
- 内部は格子不整の多い構造
- これらの事から水素に対する保持・透過特性は初期のC膜とは大きく異なり、水素の吸蔵には大きな影響を与えなくなった。
- **水素の吸蔵・放出はAPS/Wの担当**

各種材料における注入重水素の熱放出 (TDS)

更に高い I_p の研究が進む中、長時間放電維持の観点からプラズマ対向材料に最も求められる特性:

運転温度領域で水素が捕捉され難いこと、異常な再放出が起こらないこと

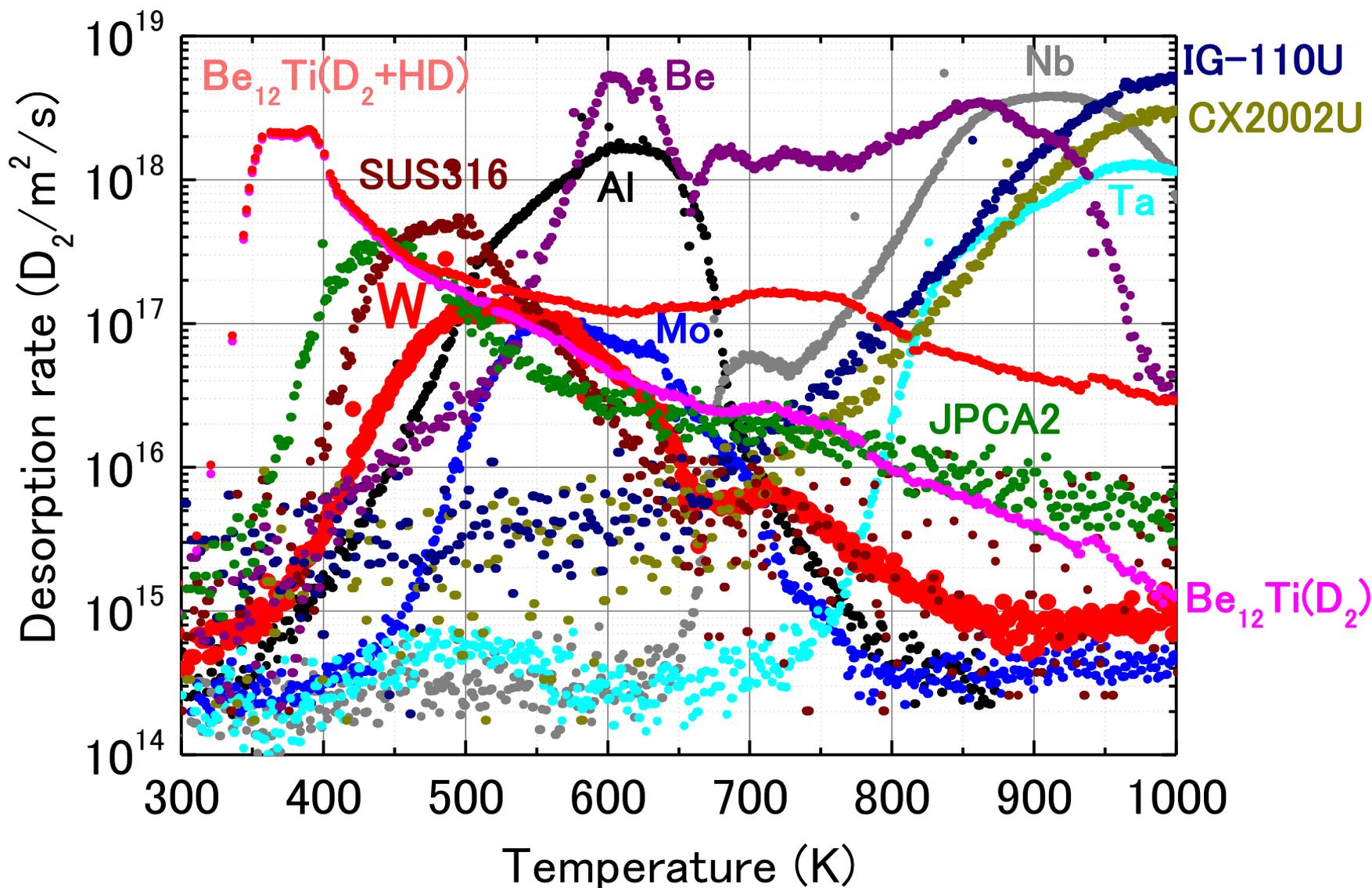
- 好ましい材料: **W, Mo, SUS**など⇒ QUESTでは核融合炉につながる**W**を採用
- 但し、**W**には色々な製造法で作られたものがあり、水素の吸蔵や熱放出特性は様々。



イオン注入: 室温
8 keV D_2^+ 、
 1×10^{21} ions/ m^2 、
 1×10^{18} ions/ m^2s 、

注入2時間後に測定、
(昇温速度: 1 K/s)

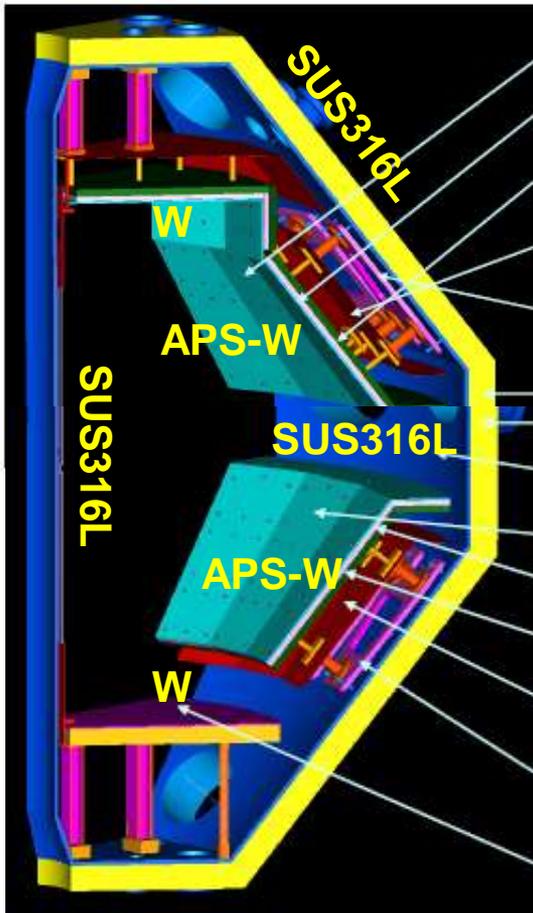
重水素を注入した各種材料からの重水素熱放出



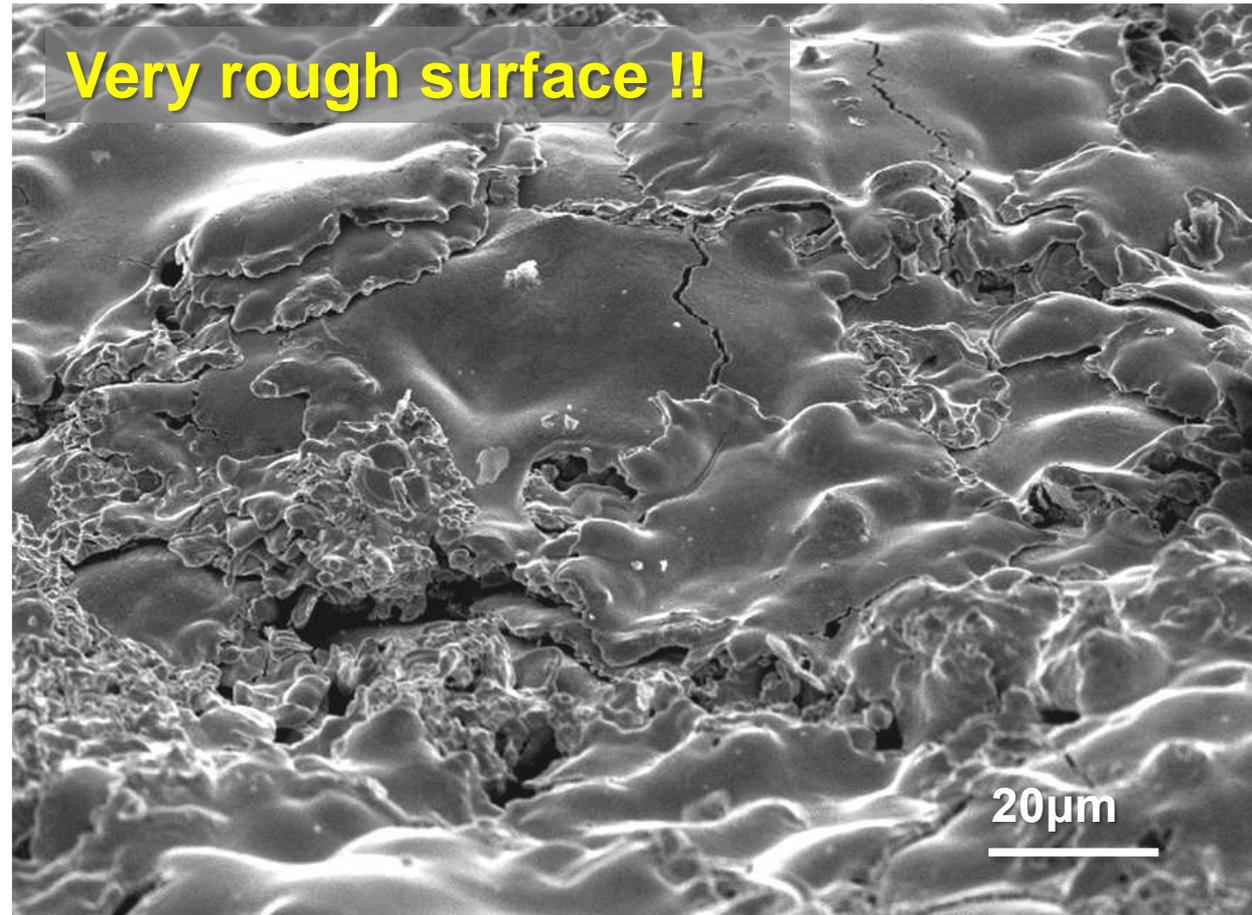
QUESTの高温壁パネル

- 2014年にAPS-W(大気圧プラズマスプレー溶射W)を被覆した高温パネルを容器内に設置、2014A/Wから高温壁実験を開始(200°C)

Hot wall panels



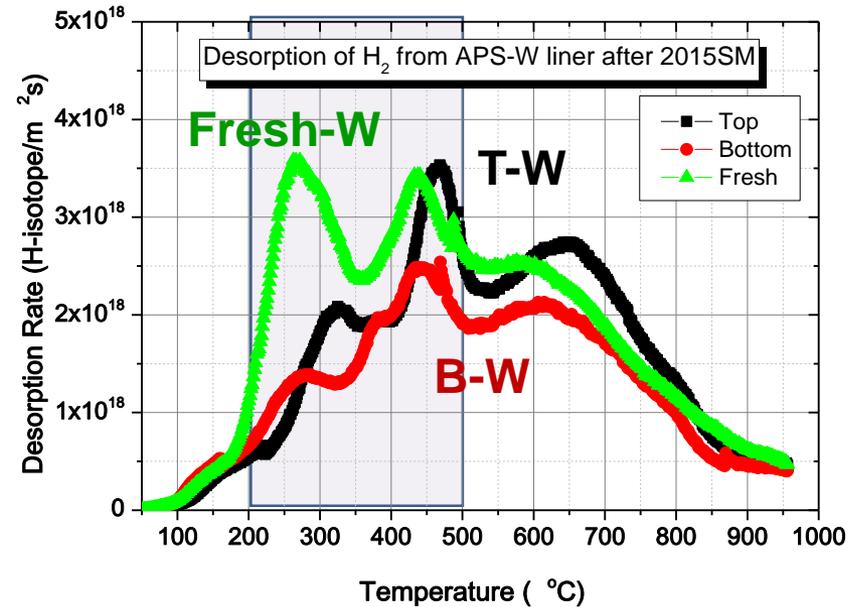
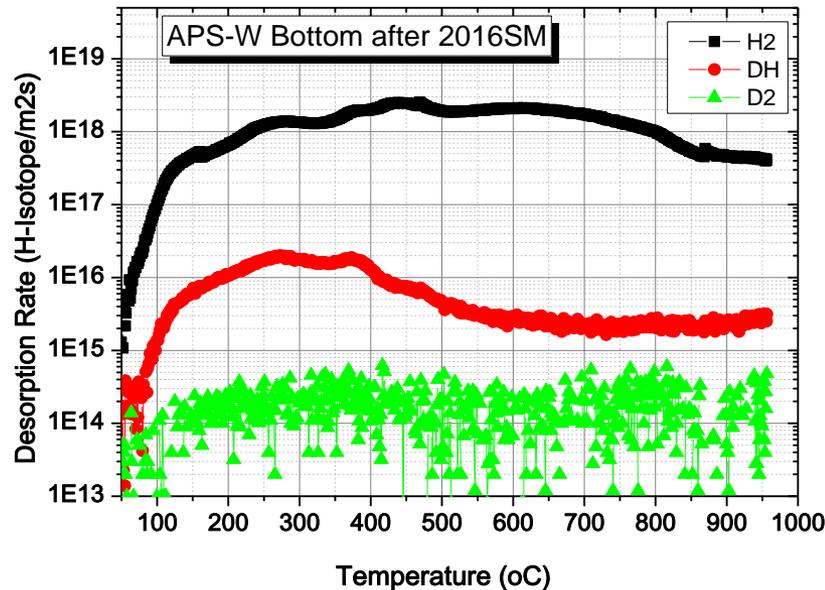
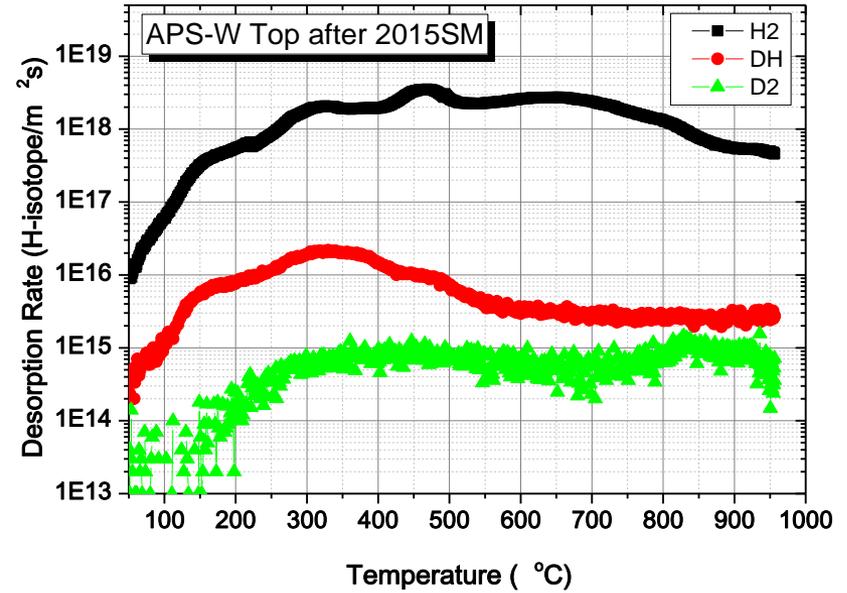
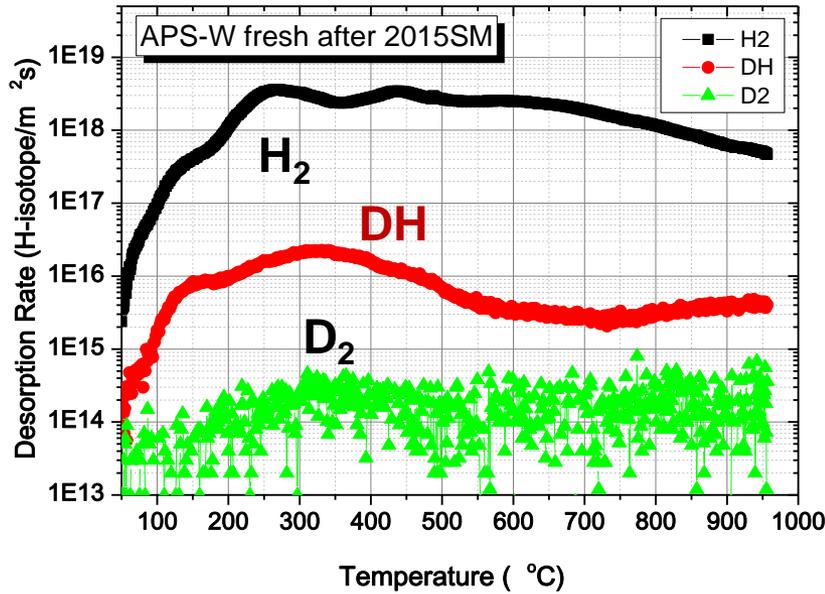
APS-W on SUS316L plate



2015AMまで使用したAPS/Wからの水素の熱放出

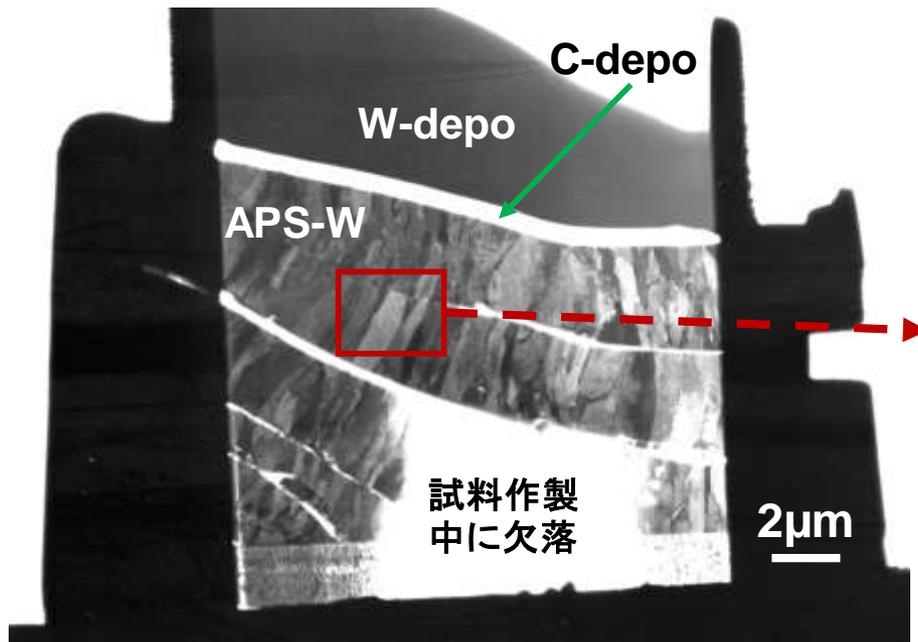
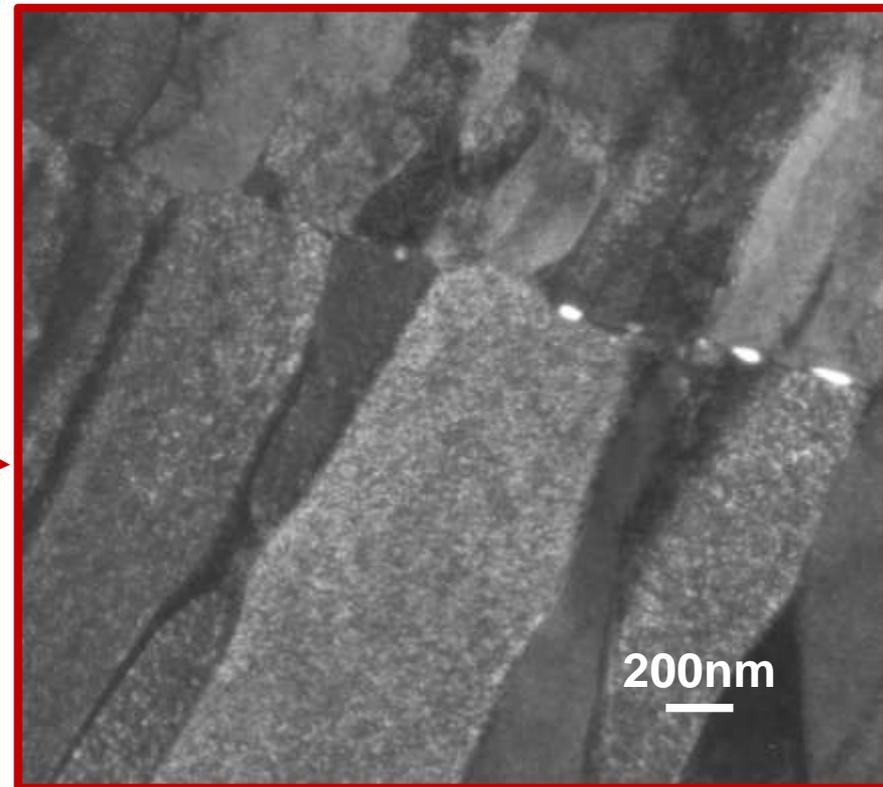
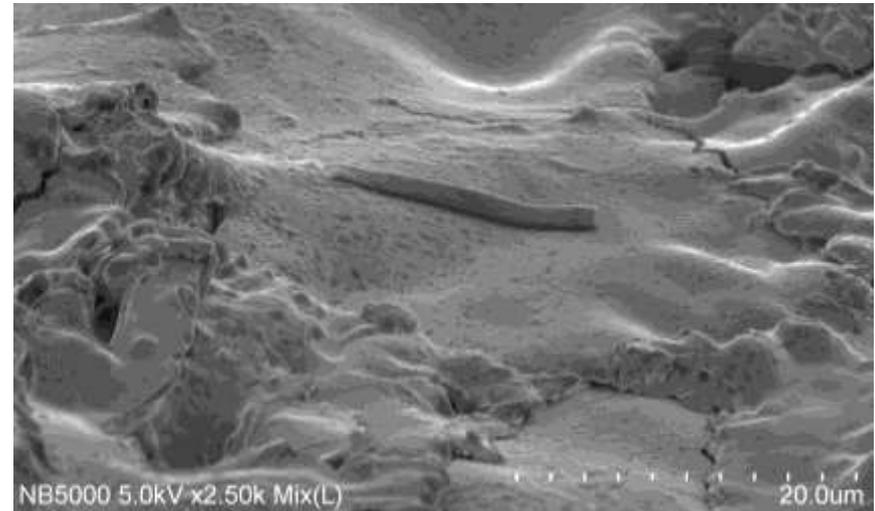
■ 大量の水素が高温まで放出し続ける。

(富山大 波多野先生)



APS-W/SUS316Lはなぜ水素の吸蔵量が多いのか？

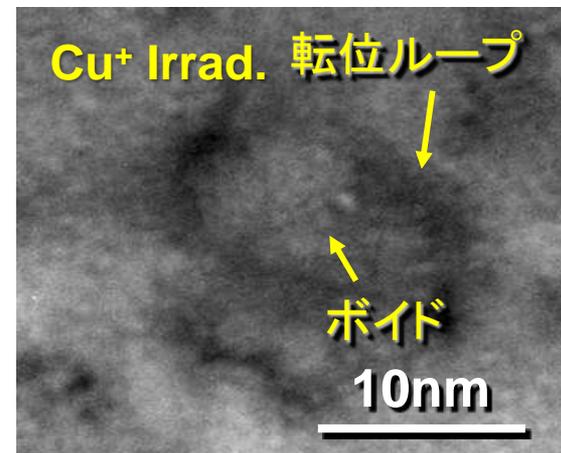
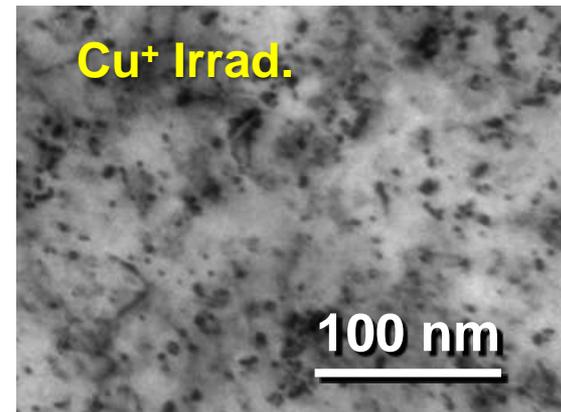
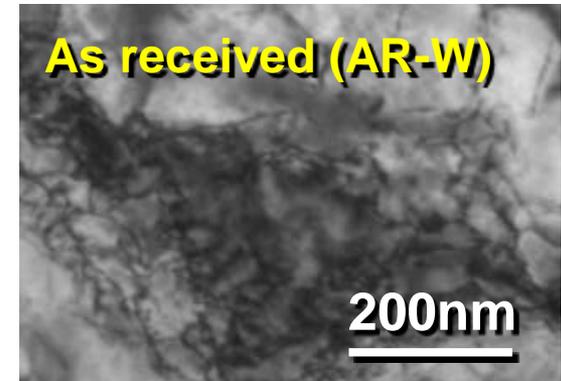
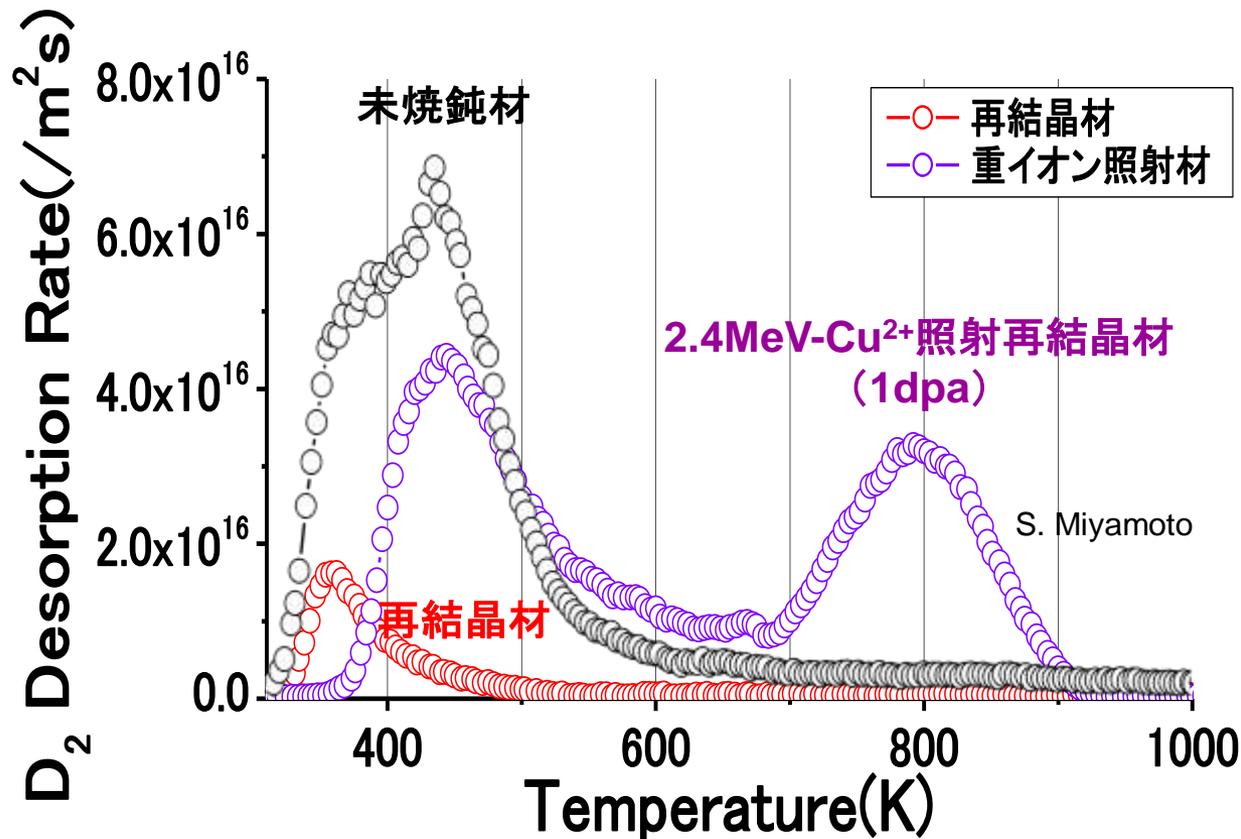
- Wの溶融粒子(直径数10 μm)を吹き付けて被覆。粒子は餅の様に広がって付着。
- 大気圧での溶射であるため、下地との接着が弱い。凝固粒子等の界面には大量のクラックや空洞(ポイド)。
- これらの欠陥が様々な捕捉エネルギーを持った水素捕捉サイトとなるため、水素は広い温度領域で放出されるのではないかと推測される。粒子バランスへの影響は広い温度範囲に渡って大きい。



各種処理したW材料からの注入重水素の熱放出

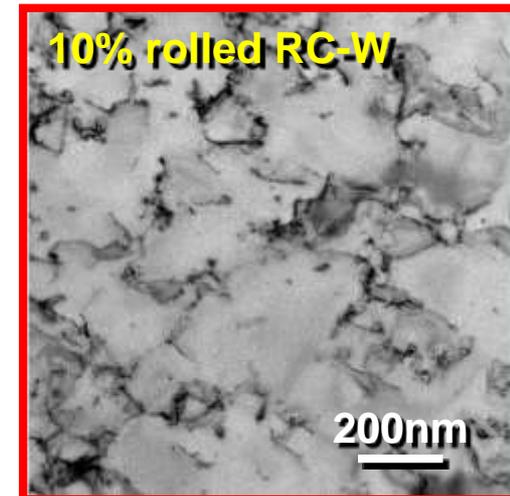
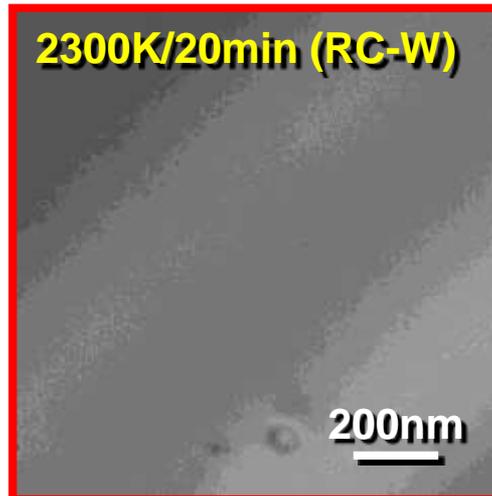
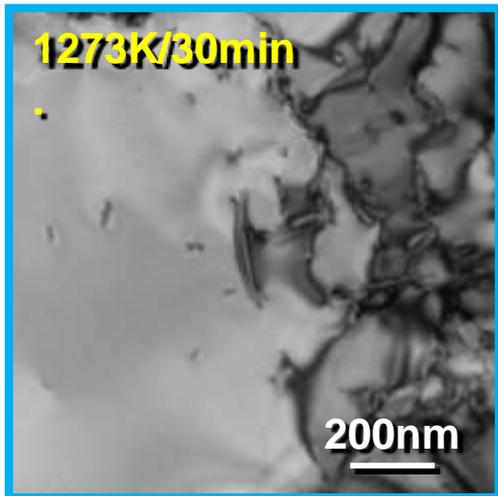
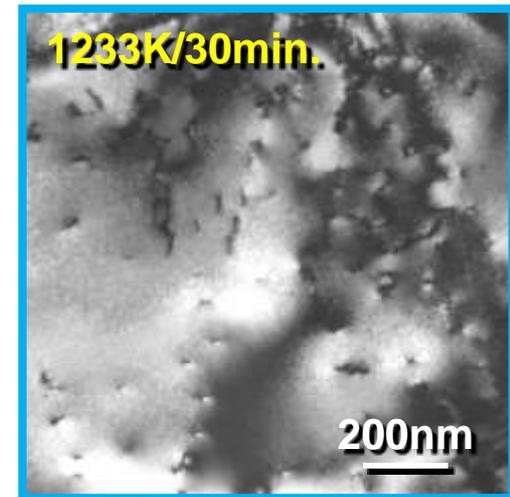
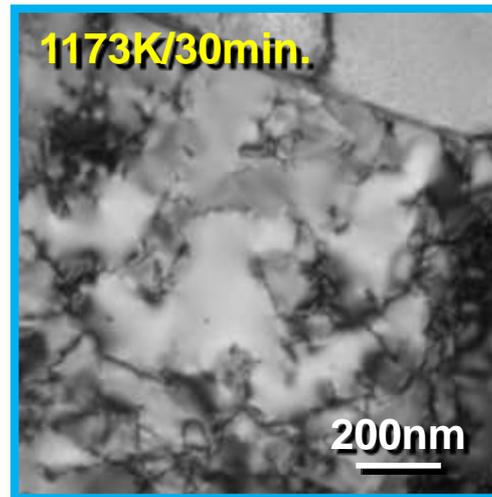
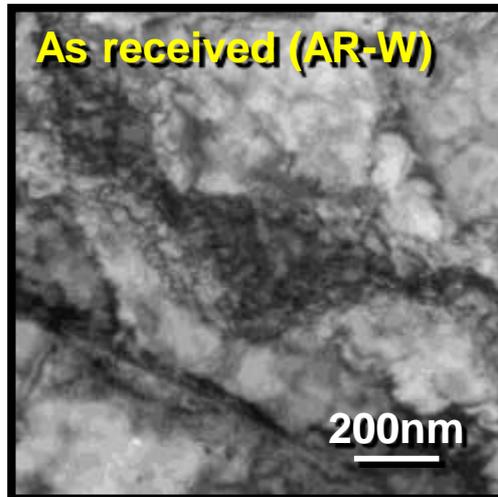
試料: W板材 (0.1mm^t, ニラコ)、未焼鈍材、再結晶材
重水素イオン注入: 2keV-D₂⁺、1.0x10²¹D₂⁺/m²、室温

- 330-700Kの熱放出: 転位、原子空孔
- 700-900Kの熱放出: ボイド

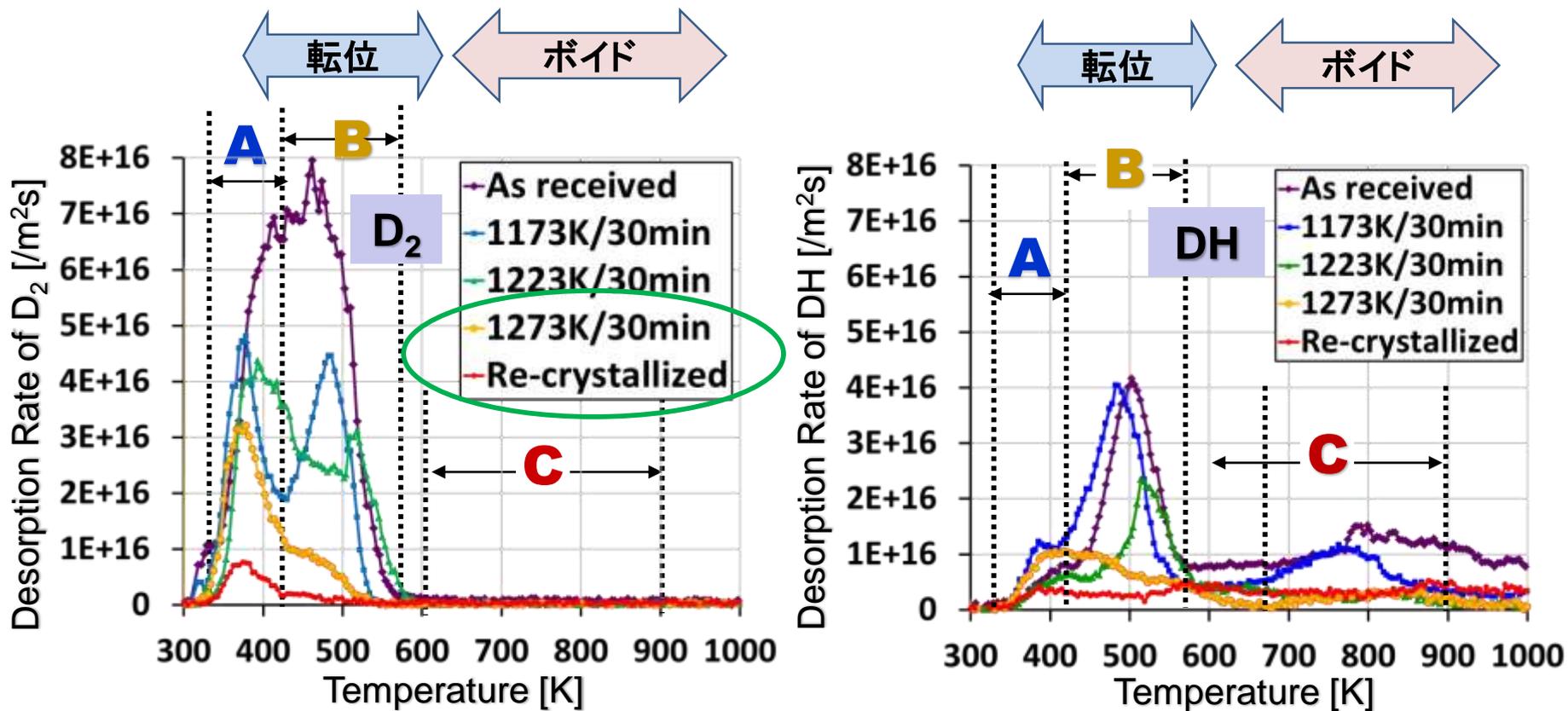


W薄板材 (0.1mm^t)の熱処理による組織の変化 (TEM写真)

- 受け入れ材 (冷間圧延材): 高密度の転位が残留 (激しい塑性変形)、ポイドは見られない。
- 1173K/30分焼鈍: 転位は大きく減少。1273K/30分焼鈍: 更に回復 (結晶粒径は変化無し)
- 再結晶材では格子欠陥はほぼ消滅。室温での10%圧延でタングルした転位が発生。
- これらの組織が異なるWに重水素イオンを照射しTDS測定。



注入重水素の吸蔵・放出 熱処理依存性⇒水素捕捉欠陥の特定



- 三つの放出ステージ **A、B、C**
- 捕捉サイトの回復には: $T > 1100\text{K} \rightarrow 673\sim 773\text{K}$ 程度で移動消滅する原子空孔そのものは残留無し。
- **ステージ A (330-420K):** $D_2 > DH$ 。1223Kまでの焼鈍では半分までにしか減少しない。捕捉サイト: 表面吸着、不純物+格子欠陥による捕捉 (候補: 転位、結晶粒界、原子空孔、微小空孔集合体、など)
- **ステージ B (420-580K):** $D_2 \sim DH$ 。このステージの捕捉サイトには環境から入り込んだ多くのHが予め捕捉されていると思われる。捕捉サイト候補: 加工時にできた格子欠陥、主に**転位**
- **ステージ C (600-900K):** $D_2 \ll DH$ 。焼鈍温度1223 K以上で消滅。捕捉サイト候補: **原子空孔集合体 (ボイド)**

重水素プラズマ曝露APS-W(高温)からの重水素の熱放出

名大 大野研

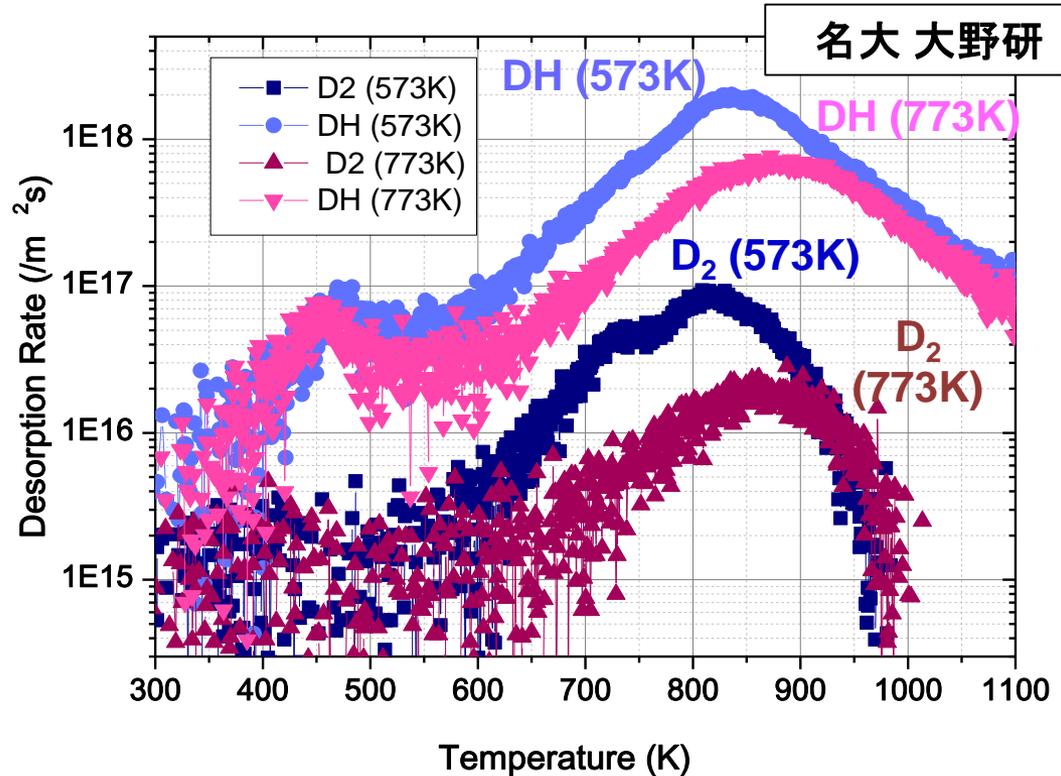
- 573K、773Kに保持したAPS-WにDプラズマを照射し、 D_2 およびDHの熱放出を測定。
- 9割以上はDHとして放出され内蔵H量が非常に多いこと示唆。

■ 573K照射:

- H同位体の放出は700K以上で急激に増加するため壁温度が上がり出すと放出が続く。
- →→粒子バランスへの影響が大きいことが予想される。

■ 773K照射:

- 吸蔵量は573K照射に比べ1/3程度に減少。また、放出ピークは810-850K近辺にあるため放電中に壁温度が上昇しても放出量が大きく増加することは無いであろう。
- 粒子バランスへの影響は多少少ないが影響は残るだろう。



■ 試料: APS-W/SUS316L

■ Dプラズマ照射条件

<試料1>

試料温度: 573K

エネルギー: 81eV

フルエンス: $3.5 \times 10^{25} D^+/m^2$

<試料2>

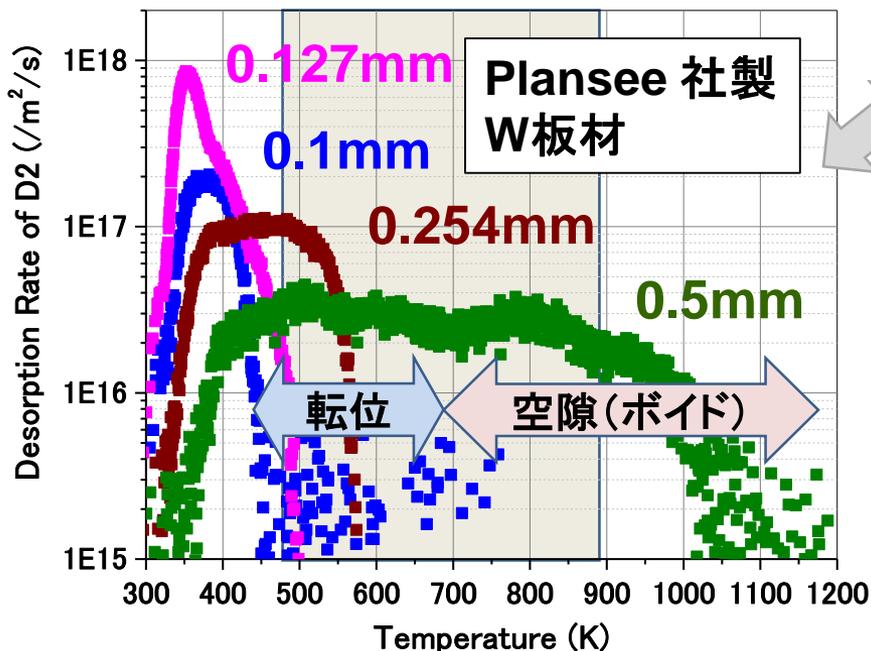
試料温度: 773K

エネルギー: 79eV

フルエンス: $5.7 \times 10^{25} D^+/m^2$

高温での水素吸蔵量の少ないW板材を探そう

製造法によって異なるD₂の 吸蔵・放出特性



◆**試料サイズ**
各厚さ×5×10mm

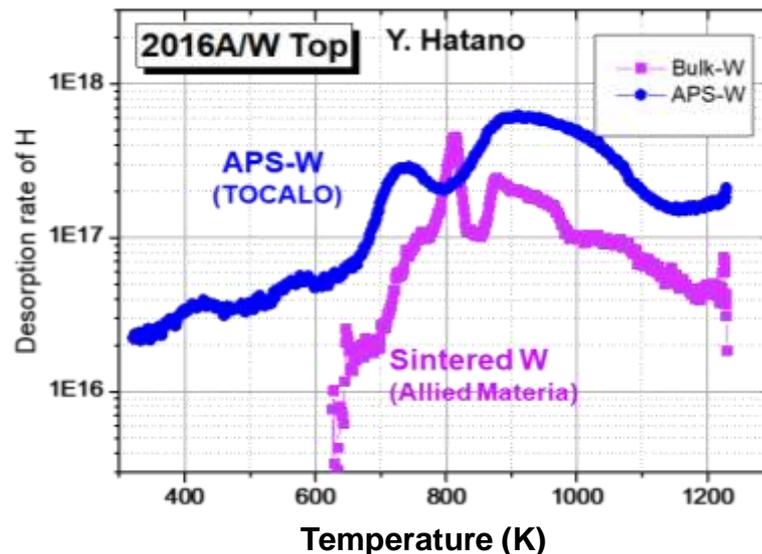
◆**TDS昇温速度**
1K/s(～1273K)

◆**照射条件**

イオン種: D₂⁺ 加速エネルギー: 3keV
照射フルエンス: 1 × 10²¹ D⁺/m²
試料温度: 300K

- 試料が薄いほど吸蔵したD₂すべてを放出する温度は低い。
- 高温壁温度773Kを考慮すると、**冷間圧延法で作製した厚さ0.254mm以下のWであれば、問題ないと考えられる。**

圧延方法	厚さ (mm)	フラックス (ions/m ² · s)	D ₂ 放出量 (ions/m ²)	D ₂ 放出の温度域(K)
冷間圧延	0.1	8.0 × 10 ¹⁶	1.8 × 10 ¹⁹	320-450
	0.127	1.4 × 10 ¹⁷	5.3 × 10 ¹⁹	320-500
	0.254	1.8 × 10 ¹⁷	2.2 × 10 ¹⁹	330-570
熱間圧延	0.5	1.1 × 10 ¹⁷	2.3 × 10 ¹⁹	330-1050



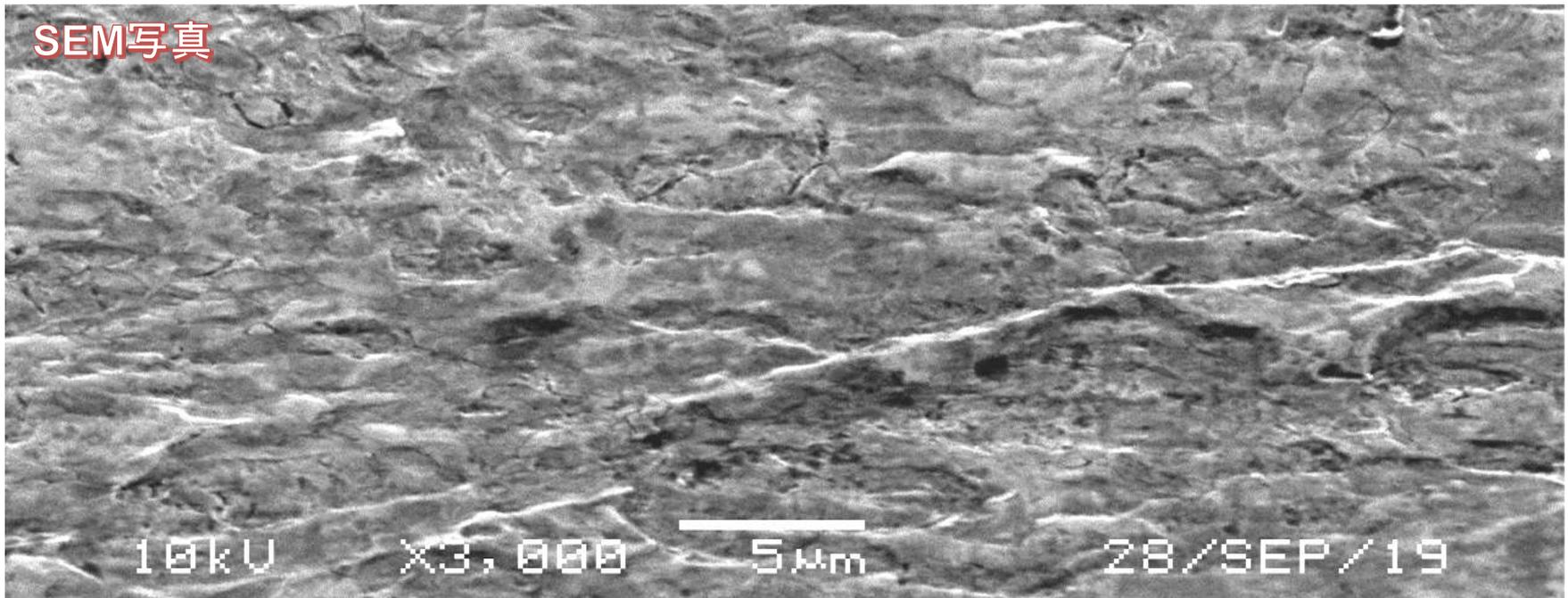
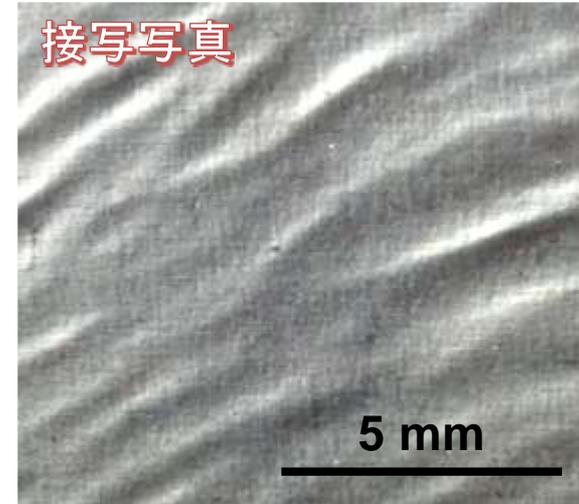
W(0.1mm^t)/SUS爆着クラッド材の表面状態

■ 機械特性

- 表面は波打っており、盛り上がった部分では接合していない。剥がれやすく、大きな問題点、要改良
- どの場所も表面には微細な剥離や亀裂が発生。

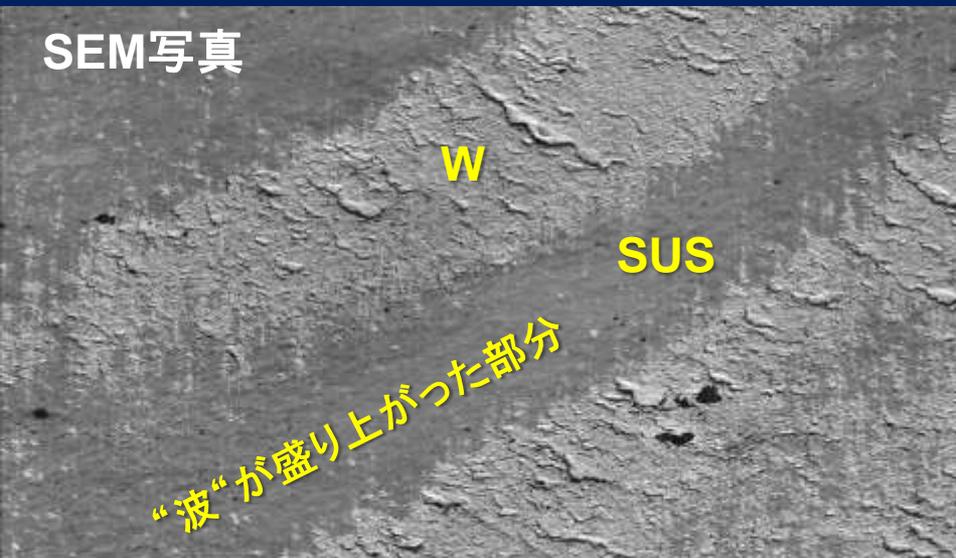
■ 真空特性

- 激しい衝撃により**大量の格子欠陥(転位、亀裂、ポイド等)**が発生し、**水素保持量、保持温度**が上がっているのではないかと接合していない場所の真空特性は？



W/SUS爆着クラッド材 剥離面の組織と接合状態

SEM写真



5.0kV x70 Mix(L)

500um

SEM写真



5.0kV x300 Mix(L)

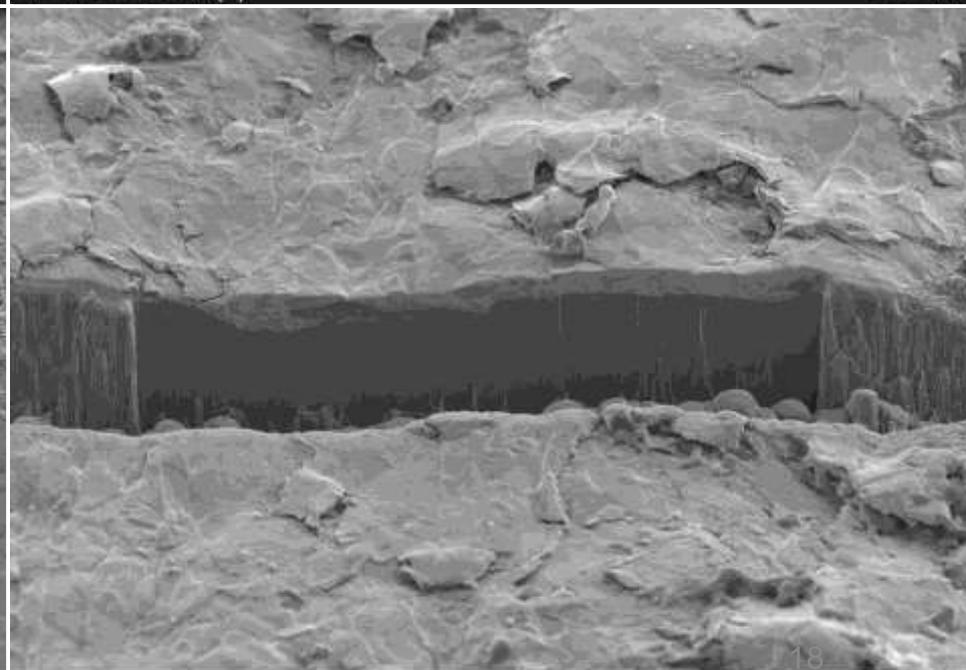
100um

SEM写真



5.0kV x300 Mix(L)

100um

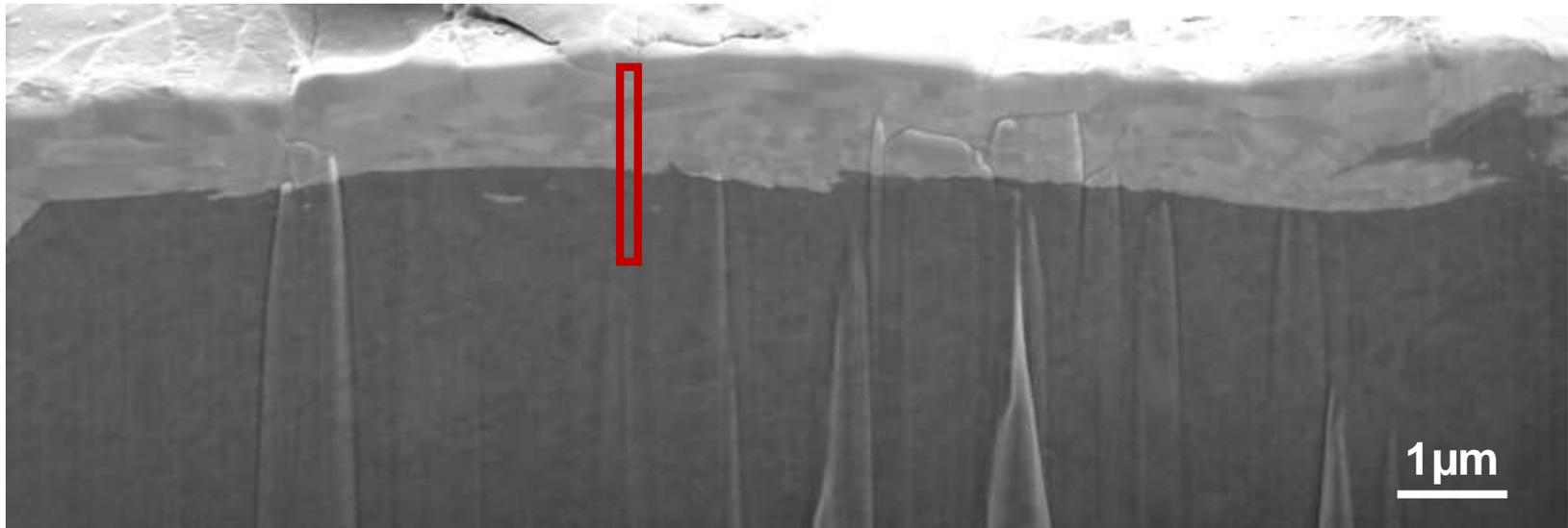
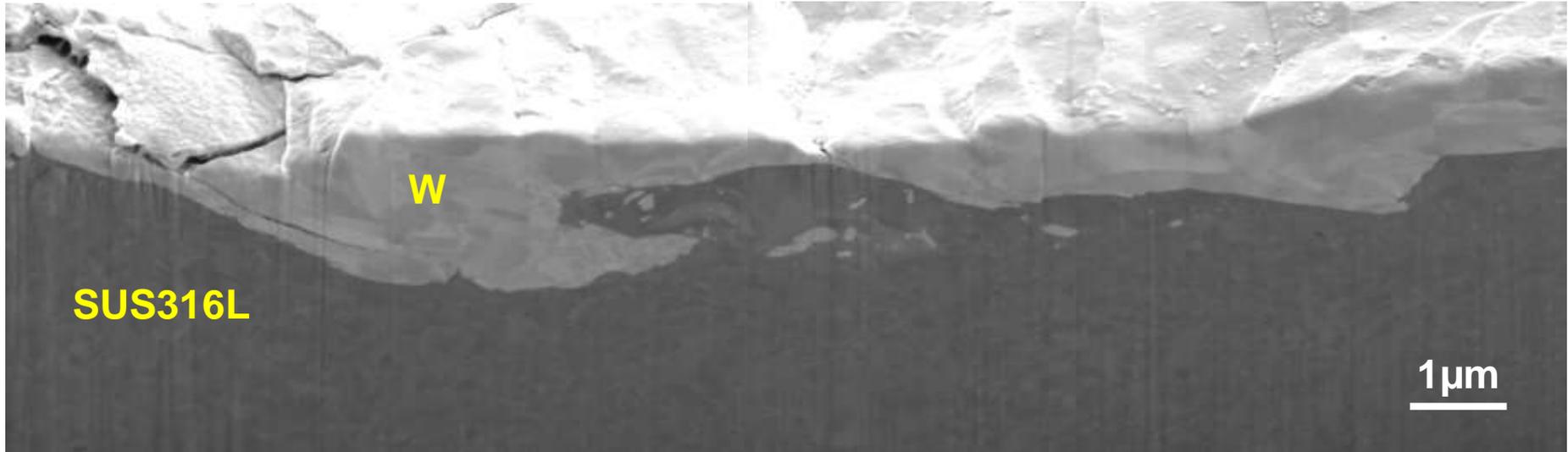


5.0kV x3.00k Mix(L)

10.0um

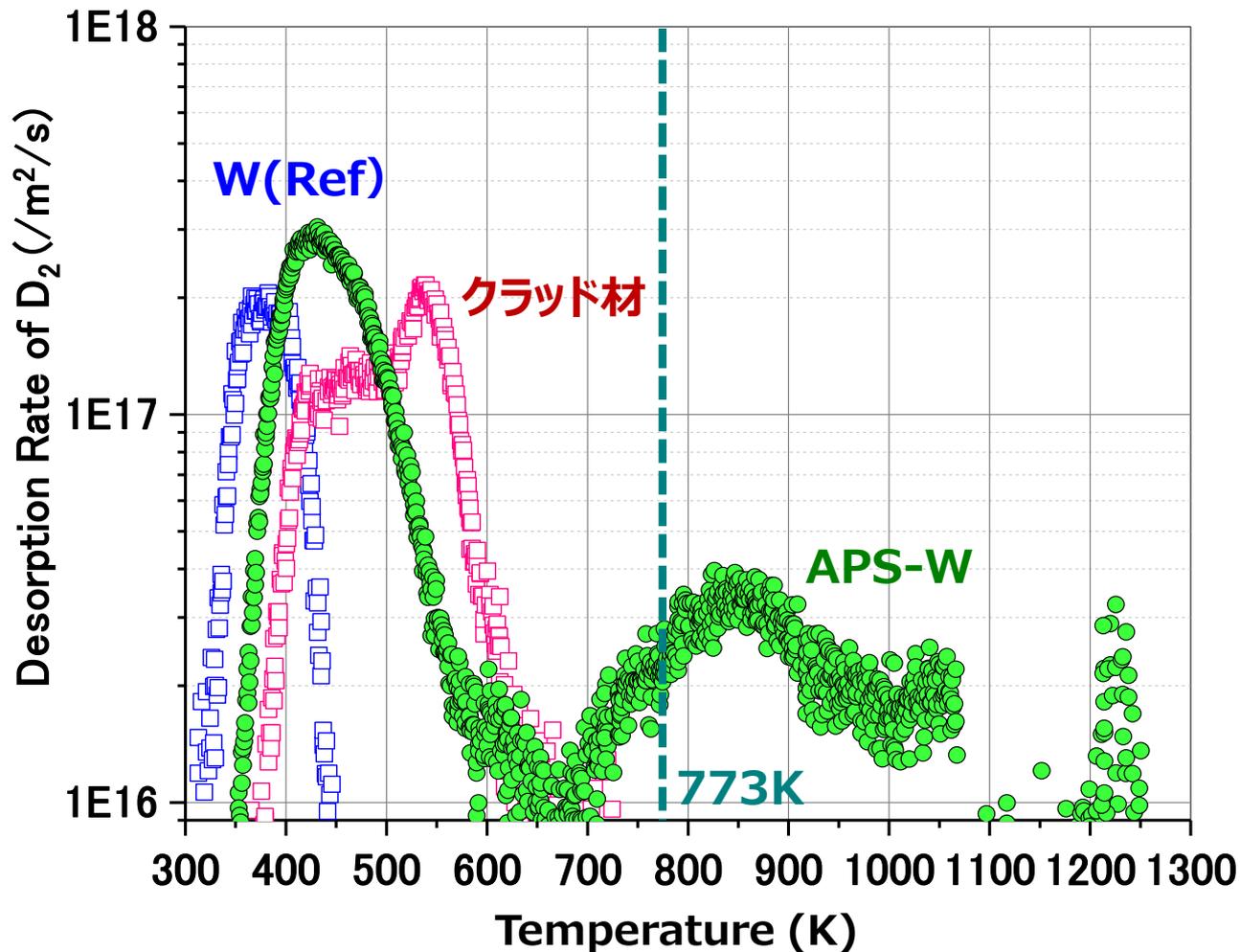
W/SUS爆着クラッド材剥離部の接合状態(拡大写真)

- 界面の接合状態は良さそう。TEM観察を計画中。
- 剥離はWの層間で発生。



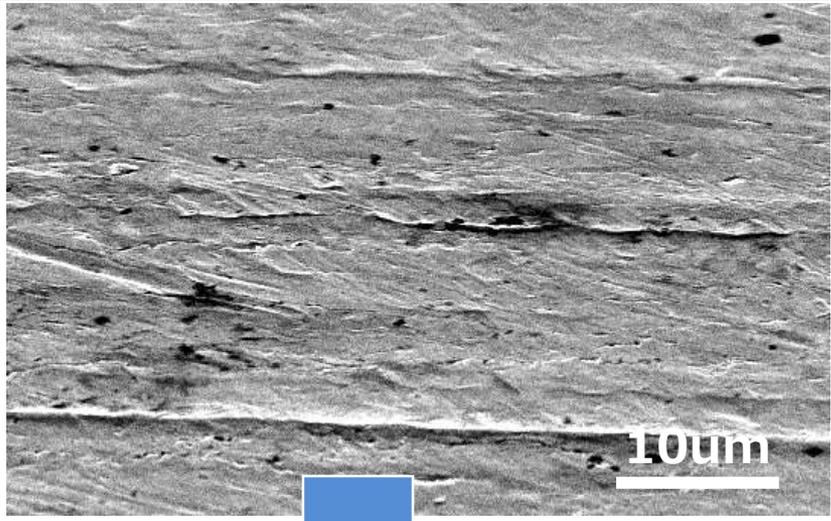
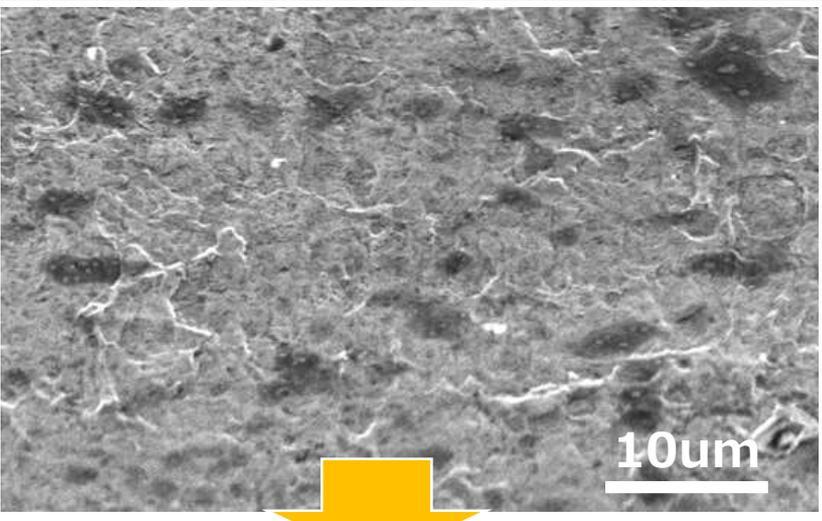
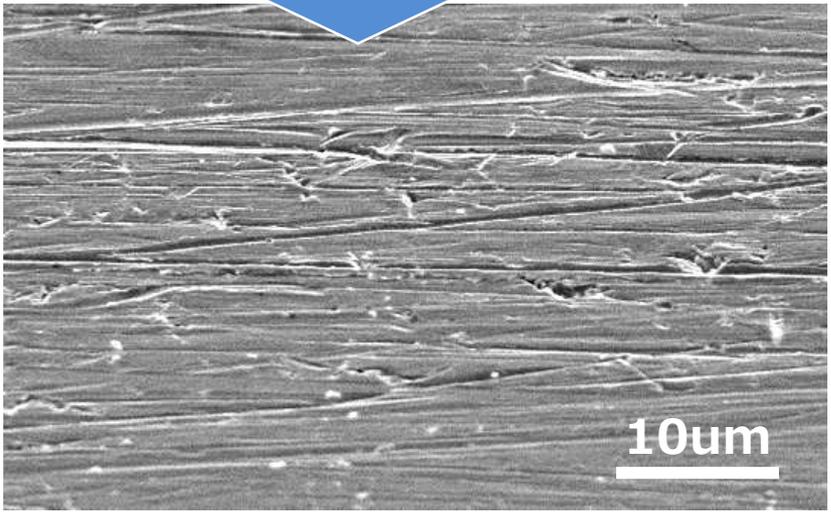
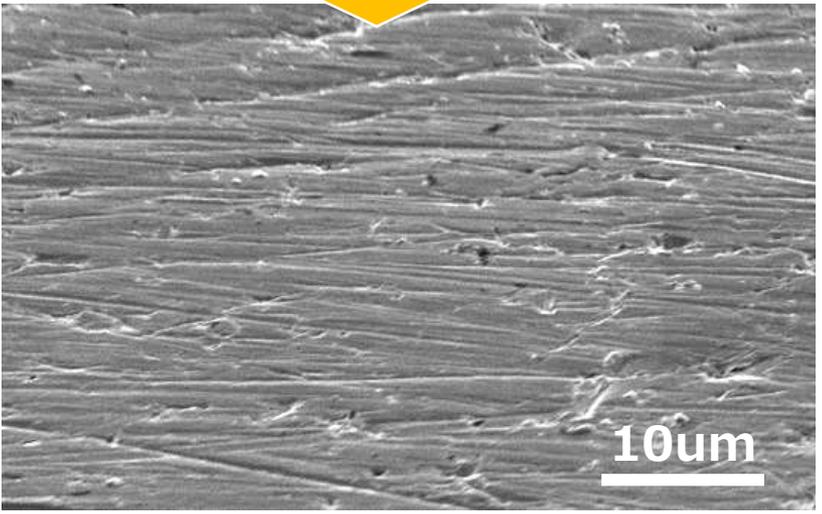
水素の吸蔵・放出に及ぼす研磨の効果

- 爆着接合によって転位による水素吸蔵が増加。
- ボイド等の空洞は発生しておらず、773K領域では使用できそう。
- 450-700K領域(転位からの放出領域)を減らしたい⇒表面研磨、歪取り焼鈍



爆着クラッド材の表面状態(#1000研磨前・後のSEM像)

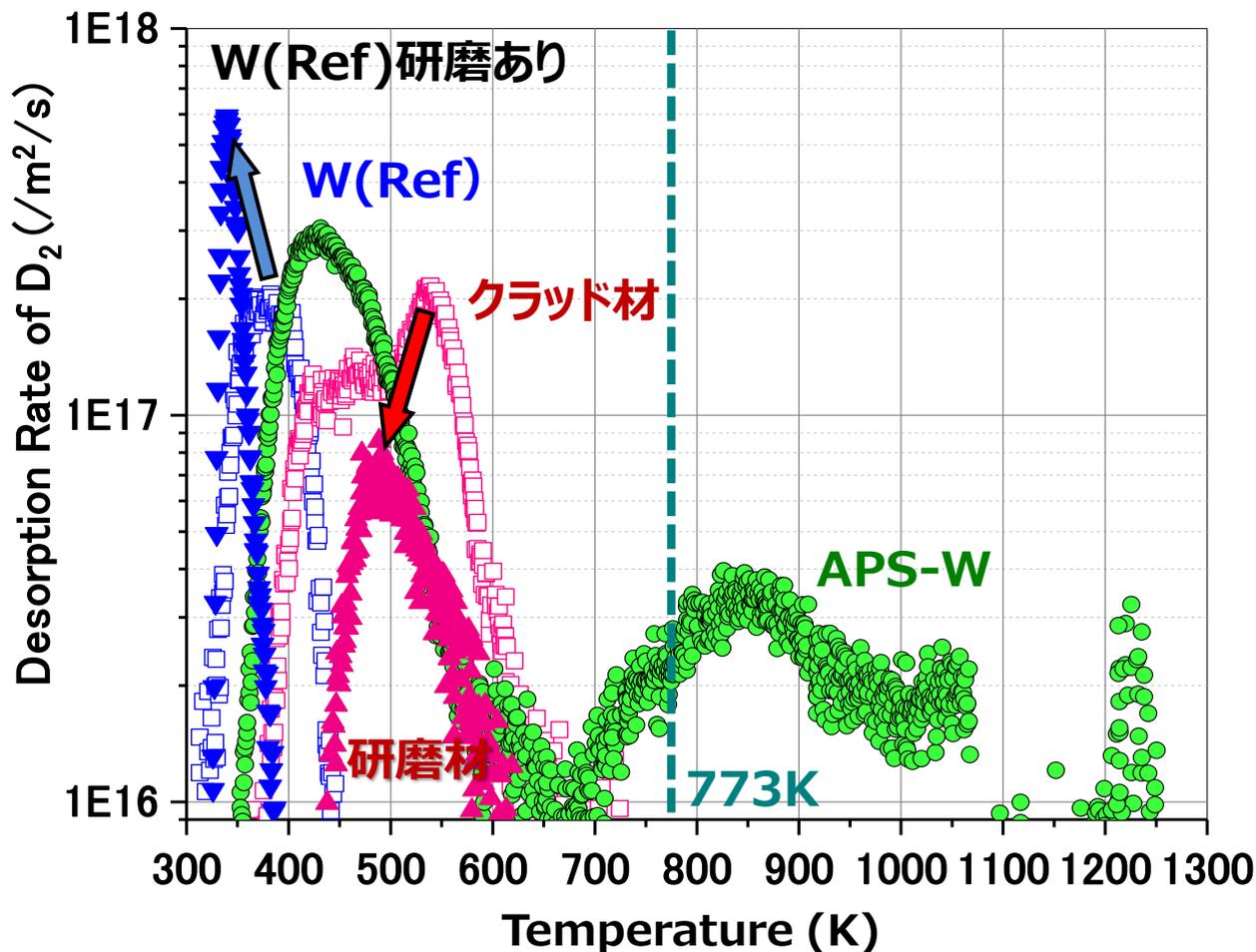
- 激しい変形により剥離しかけた部分を削ぎ落とすと水素の吸蔵・放出特性が良くなるのではないかと⇒⇒サンドペーパーで**表面研磨**(未爆着Wの表面状態と大差無し)

	W(0.1mm ^t)	W/SUS クラッド材
研磨前		
研磨後 (ペーパー千番)		

水素の吸蔵・放出に及ぼす研磨の効果

・・・#1000研磨前・後の吸蔵・放出特性比較・・・

- 研磨によってクラッド材の重水素吸蔵量がかなり減少。
- ⇒塑性変形の激しと思われる最表面層を落とすことによって爆着時に導入された転位をかなり取り除くことができた。
- 但し、研磨を行ってもW(Ref)と同等の性質とはならない。W層全体に変化が起こっている(近日中に断面のTEM観察を予定)
- 500-600K領域の水素放出をもう少し軽減できないか⇒歪取り焼鈍(1200K近辺)



(注意: 研磨したクラッド材: 重水素注入12日後にTDS測定、他のデータは2-3時間後に測定)

W/SUS爆着クラッド材の開発課題と他候補との比較

壁温度773Kにおいて水素が大量に吸蔵・放出され可能性は低く、下記の課題をクリアできれば、QUEST高温壁パネル表面被覆材として使用可能と考えられる。

開発課題

- ①接合性の向上(爆着条件の最適化、中間材としてCu等の使用、等)
- ②表面研磨に加え、歪取り焼鈍(1200-1300K)を行うことによって水素の吸蔵・放出特性を更に向上

QUEST用500°C高温パネルの候補材(吉田 私見)

材料	水素吸蔵・放出特性	接合性 機械特性	壁材としての耐熱負荷特性	炉への適用性	価格
W/SUS爆着接合材	○ ↑	△ ↑	◎	?	○
W/SUSろう付接合材	○ 要確認	◎	◎	○	?
W/SUS圧延圧着材	○ 要確認	○ 要確認	○ 要確認	?	?
Mo/SUS接合材	○	○	◎	△	○
SUS	◎	◎ 接合不要	◎	×	◎