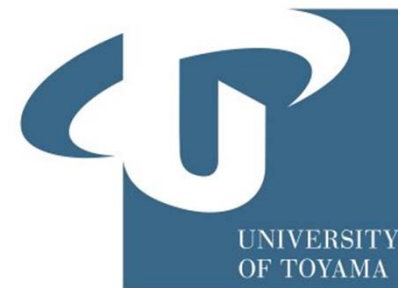


トリチウムを利用した核融合炉材料研究

富山大学水素同位体科学研究センター
松山政夫、波多野雄治



本日の内容

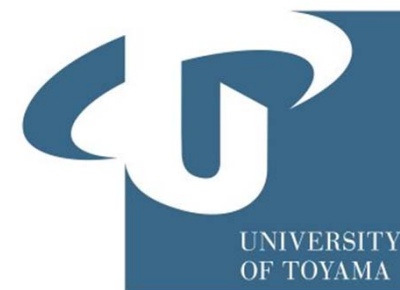
1. センターの紹介
2. プラズマ対向材料中のトリチウム挙動
分布観察、微量測定、定量評価
3. プラズマ対向材料中のトリチウム測定
4. グロー放電発光分析装置(GDOES)
5. まとめ

1. センターの紹介

国内大学では最大規模の多目的トリチウム実験室を有する。

一日最大使用数量 8 TBq (217 Ci)

年間許可使用数量 555 TBq (15 kCi)



1980年にトリチウム科学センターとして発足。2009年に耐震改修・機能改修を行い、管理区域空調設備等を一新。

特徴

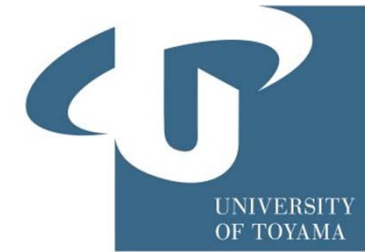
- (1) あらゆる化学形のトリチウムを利用可能。
- (2) ^{14}C も利用可能。
- (3) トリチウム測定装置、表面分析装置を管理区域内に設置。

定員：教授3、准教授3、助教1、技術職員2
ポスドク1

双方向型共同研究(12件)および一般共同研究(核融合以外・学内予算)(10件)を実施



主な研究課題



(1) トリチウム測定

- ✓ 熱量計によるトリチウム量の絶対測定
- ✓ β 線誘起X線計測法(BIXS)、イメージングプレート(IP)法、オートラジオグラフィ等による固体中のトリチウム分布測定(東北大)
- ✓ 廃液中のトリチウム濃度測定(BIXS、IP)

(2) 核融合炉材料中のトリチウム挙動(吸着、溶解・滞留、拡散、脱離)

- ✓ タングステン、鉄鋼材料、銅・銅合金、コンクリート etc.、照射損傷の影響等(北大、静大、名大、阪大、九大、NIFS、JAEA)
- ✓ トリチウム貯蔵材料、分離材料等
- ✓ トリチウム透過防止膜、吸着防止膜

(3) 一般材料科学へのトリチウム利用

- ✓ 水素分布の可視化・定量化による水素脆化研究(茨城大、上智大)
- ✓ プロトン導電体等のセラミックス中の水素挙動(静大、九大)

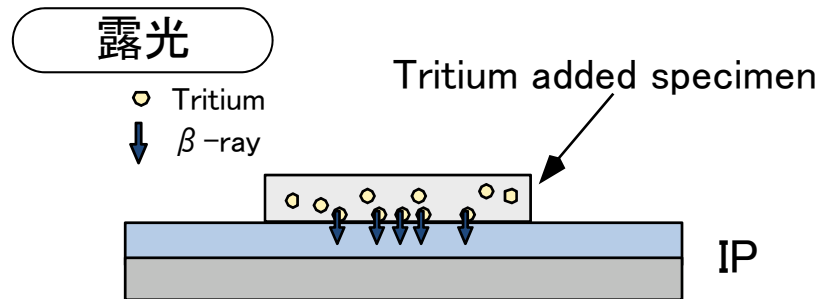
(4) 水素エネルギー関連の機能性材料の開発

- ✓ 燃料電池触媒、水素製造用光触媒、水素分離膜など

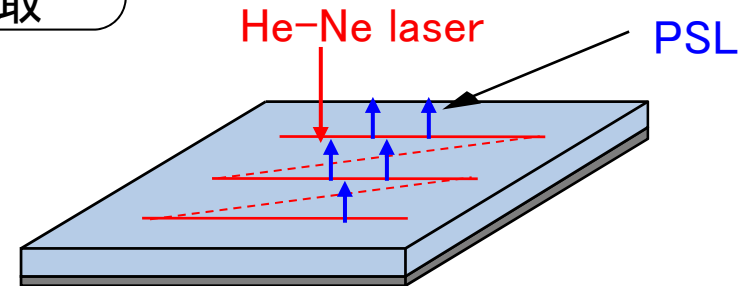
固体中の脱出深さ

β 線: 数百ナノ(高Z)~数ミクロン(低Z)、 β 線誘起X線: 10ミクロン(高Z)~数ミリ(低Z)

イメージングプレート(IP)法



読取

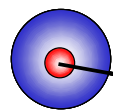


β 線誘起X線計測(BIXS)法

Interactions between β -particle and nucleus

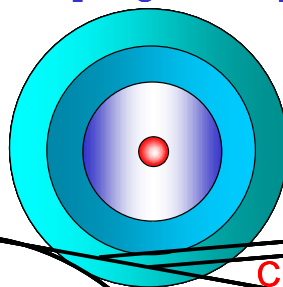
Tritium is unusual in not emitting a gamma ray in addition to the β -particle. No electromagnetic radiation comes from the nucleus.

[Tritium Atom]



β -particle

[Target Atom]

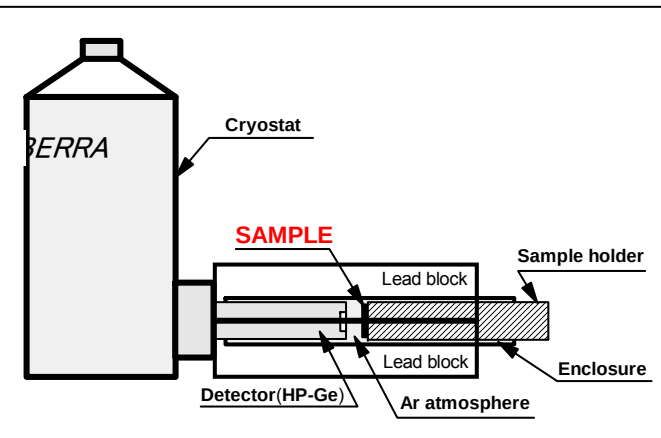


However, the β -particle produces radiation as it plows through the nearby matter. There are two kinds of radiation: **bremsstrahlung** and **characteristic X-rays**.

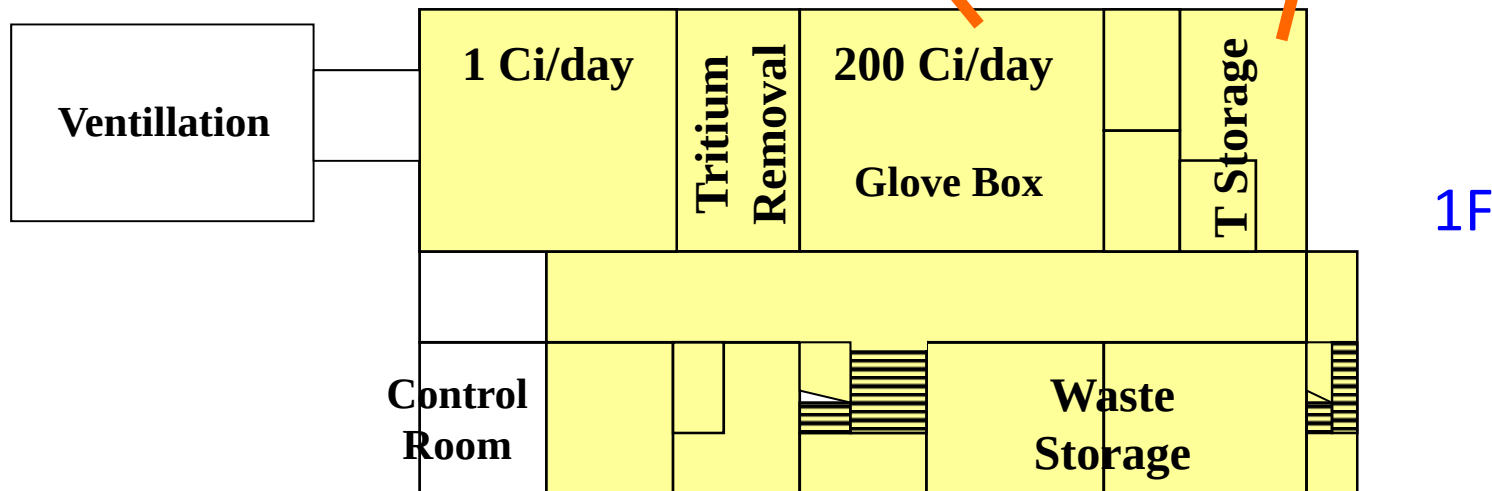
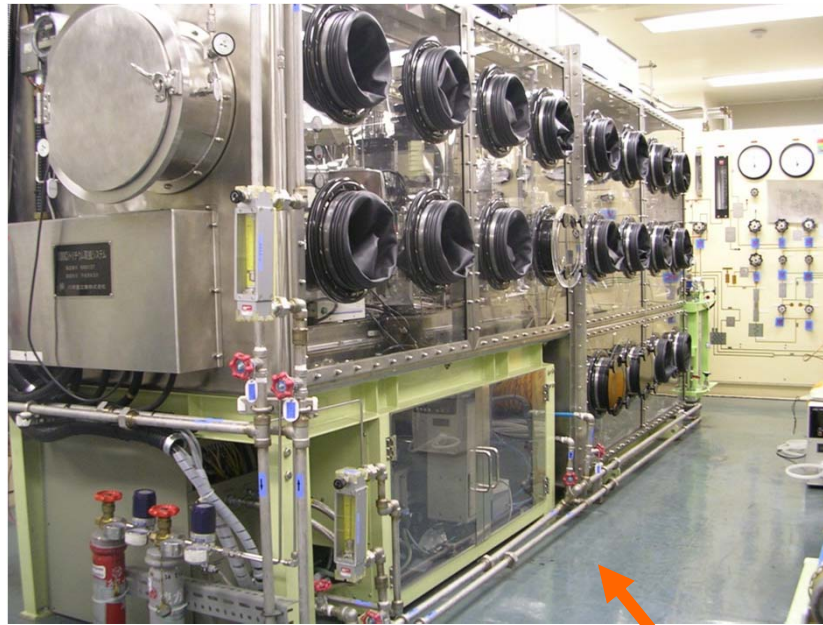
Characteristic X-rays

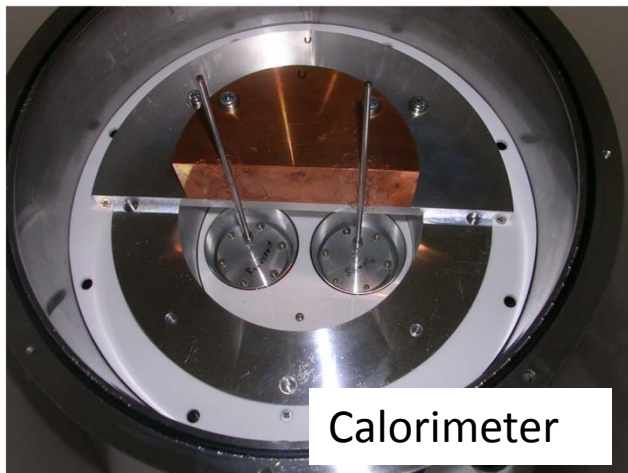
Bremsstrahlung X-rays

β -particle

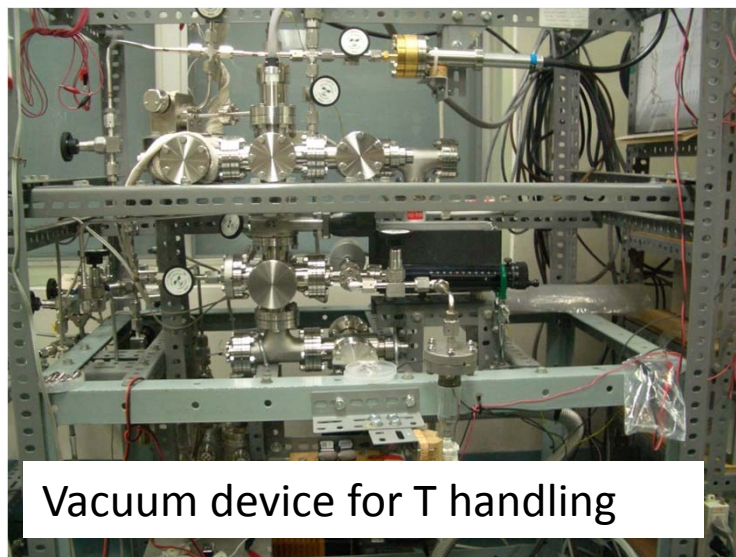


X線検出器:
高分解能半導体検出器
(Pure Ge, Si(Li)素子)





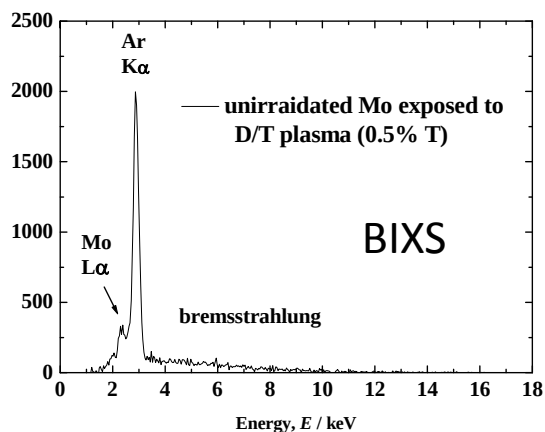
Calorimeter



Vacuum device for T handling



T getter

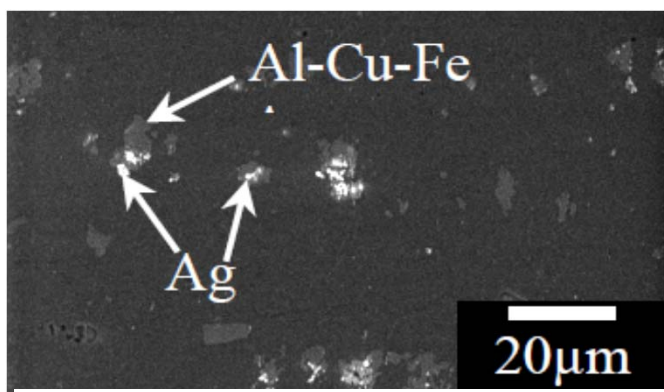


	5 Ci/day	5 Ci/day	5 Ci/day
	TDS Electrochem.	BIXS, Calorimeter	XPS, UPS
FE-SEM XRD Digital OM		LSC, Cutter Polisher	

Dark Room
IP Reader

2F

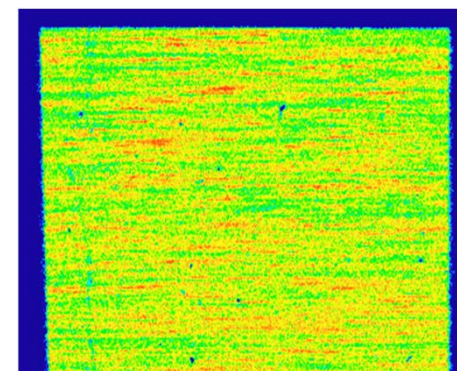
1 Ci/day



T autoradiography of Al alloy



LSC



IP image of V-4Cr-4Ti alloy

管理区域内にある装置

トリチウムガス曝露装置

トリチウムイオン照射装置

トリチウム測定: BIXS、IP etc

表面分析: X線光電子分析装置XPS

表面形態: FE-SEM、デジタル顕微鏡

結晶構造: X線回折装置

機器分析施設

グロー放電発光分析装置(GDOES)

ナノメートルの分解能で深さ方向
分布を迅速に分析

HとDの分離可能。

He検出可能。(九大応力研と共同)

管理区域外にある装置

水素吸蔵合金吸収・放出等温線測定
装置

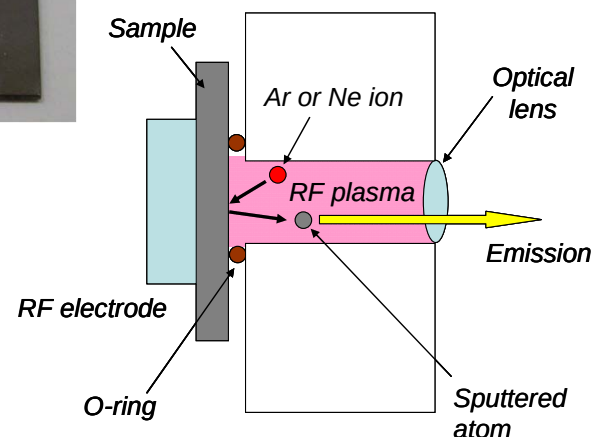
表面積測定装置(BET)

透過電子顕微鏡

オージェ電子分光分析装置

電気化学測定装置

成膜装置(板、微粒子)



2. プラズマ対向材料中のトリチウム挙動

分布観察、微量測定、定量評価

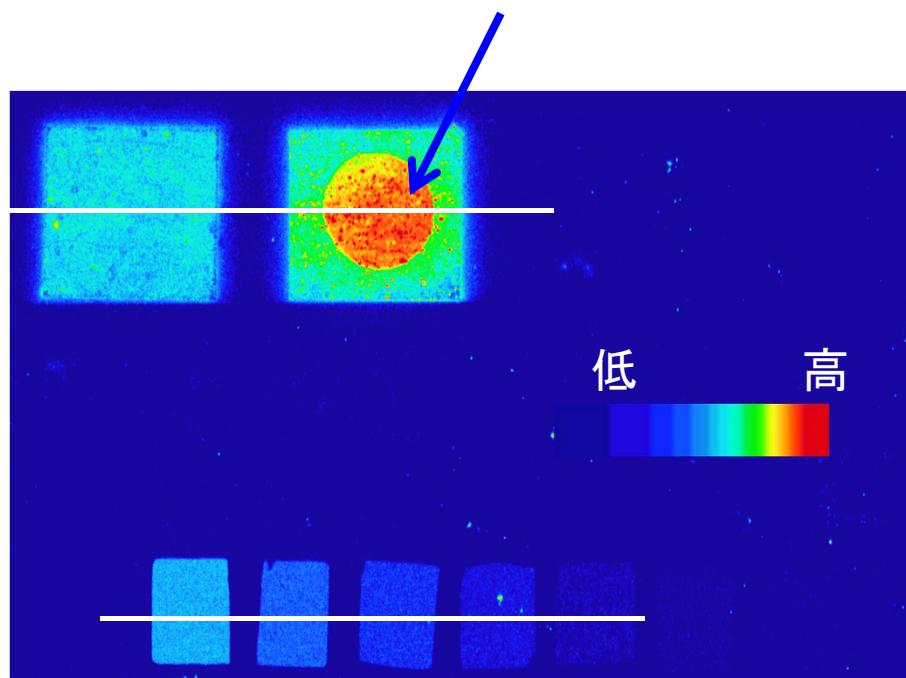
脱出深さ

β 線：数百ナノ(高Z)~数ミクロン(低Z)、 β 線誘起X線：10ミクロン(高Z)~数ミリ(低Z)

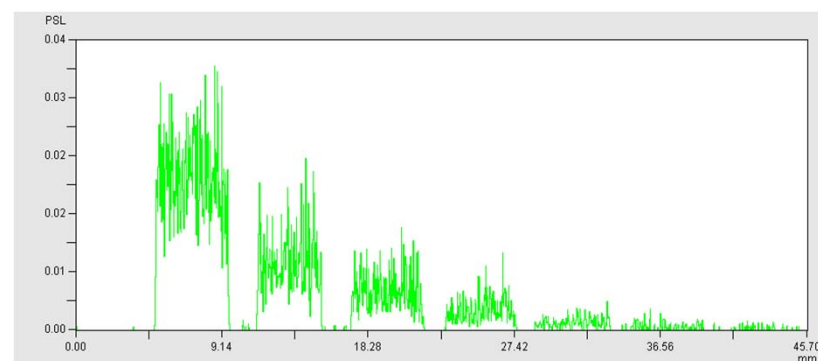
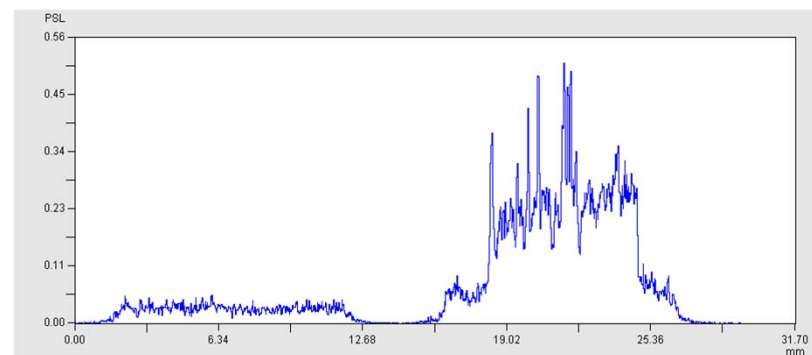
300°CでDTガスに曝露したタングステン試料の
イメージングプレート像

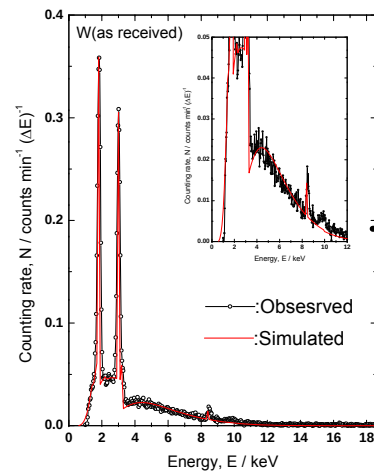
アリモフ、波多野、鳥養

20 MeV Wイオンで1 dpa程度まで照射損傷を導入した領域

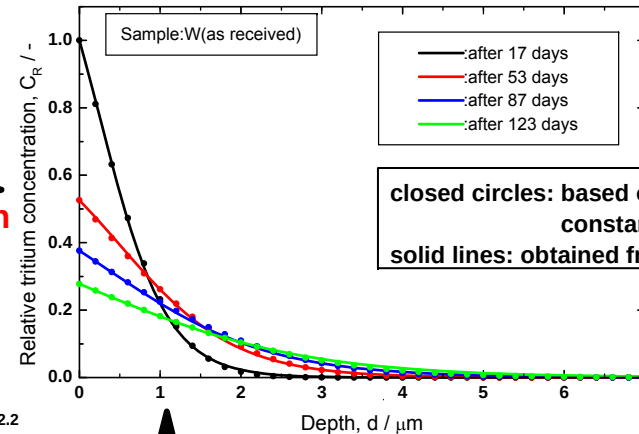


既知濃度のトリチウムで標識された
プラスチック試料片

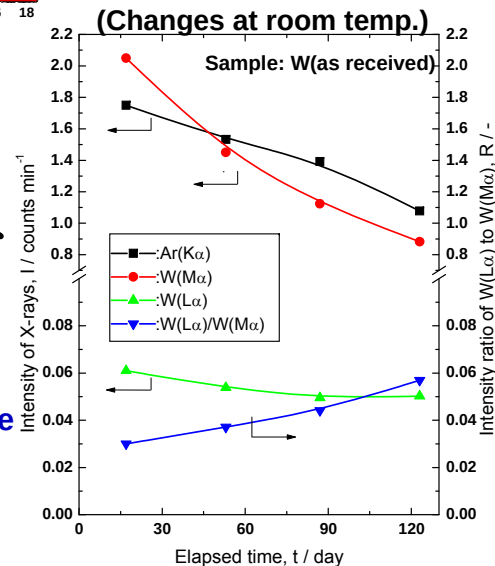




**Estimation of tritium
depth profiles in tungsten**



closed circles: based on the diffusion
constant ($D = 2.38 \times 10^{-15} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$)
solid lines: obtained from BIXS

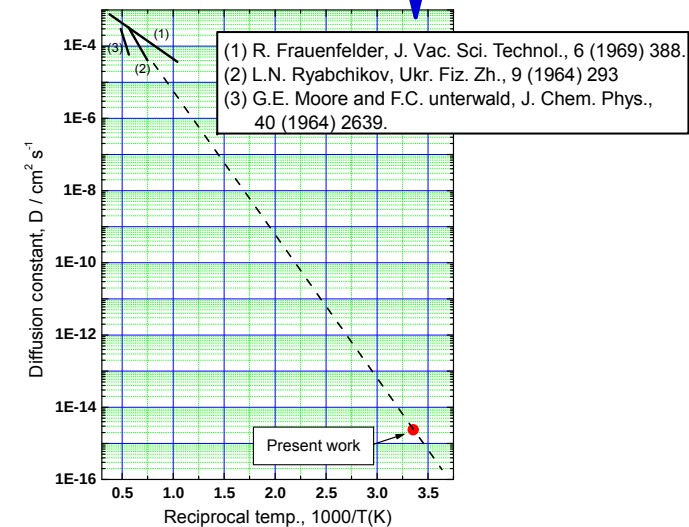


**Decrease in intensity
of three characteristic
x-ray peaks with time**

**Release from the surface
and/or diffusion into the
bulk**

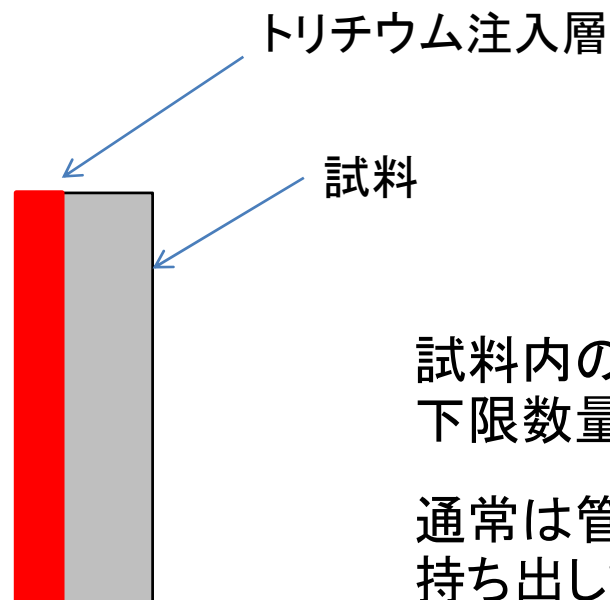
**Intensity ratios of W(Lα)
to W(Mα) increased with time**

**Diffusion of tritium
into the bulk**



Diffusion constant of tritium in tungsten

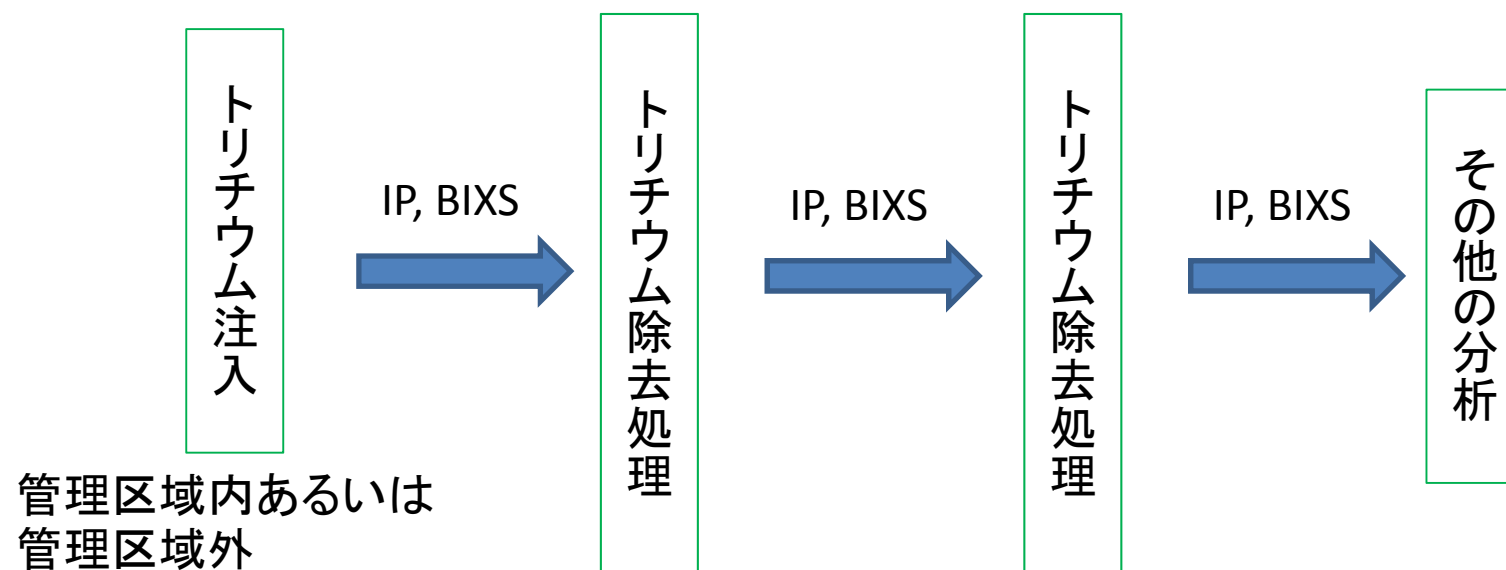
β線誘起X線計測法でトリチウムの深さ方向分布の経時変化を測定することで、室温におけるタングステン中の水素同位体の拡散係数を世界で最初に測定した例(九大応力研との共同研究)



トリチウムの下限数量
 1×10^9 Bq (1 GBq)

試料内のトリチウム量は多くの場合に
下限数量以下(数十MBq程度)

通常は管理区域内に置いておき、一時
持ち出しすることも可能。



3. プラズマ対向材料中のトリチウム測定

BIXS法やイメージングプレート法を使えば、 μm 程度の深さまでのトリチウムは検出できる。しかし、対象材料が中性子照射により放射化していたらどうなるか？



(1) 試料 純 Mo 板材

熱処理: $1200\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}$

中性子照射: 0.001, 0.01, 0.1 and 0.3 dpa

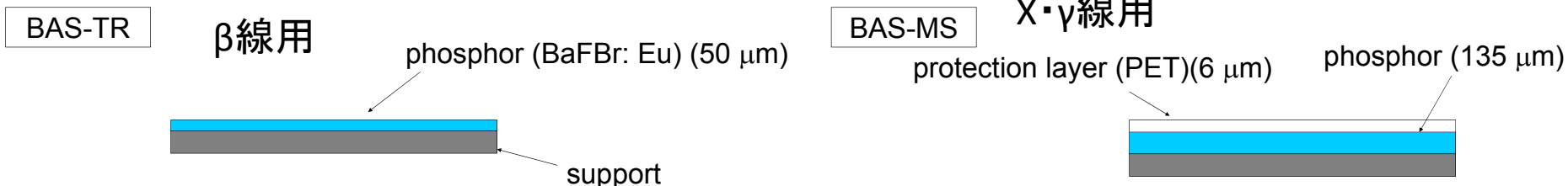
照射温度: $\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$

主な放射性核種はCo-60

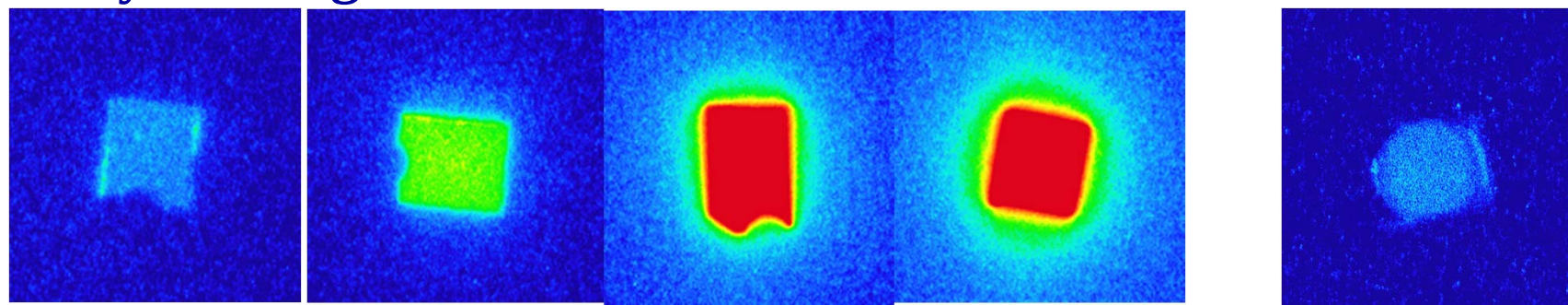
(2) 測定手順

非中性子照射材および 0.001 dpa 照射材を D-0.5%T プラズマに $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ で曝露
(D フラックス: $7 \times 10^{21}\text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$, D フルエンス: $5 \times 10^{25}\text{ m}^{-2}$)
トリチウムは表面近傍に局在

トリチウム測定 IP (β 線用、X・ γ 線用)、BIXS



X-ray IP images of n-irradiated Mo & unirradiated Mo + T



0.001 dpa

0.01 dpa

0.1 dpa

0.3 dpa

0.5% T

21.52

170.32

1263.71

3789.09

5.09

PSL/mm²/h

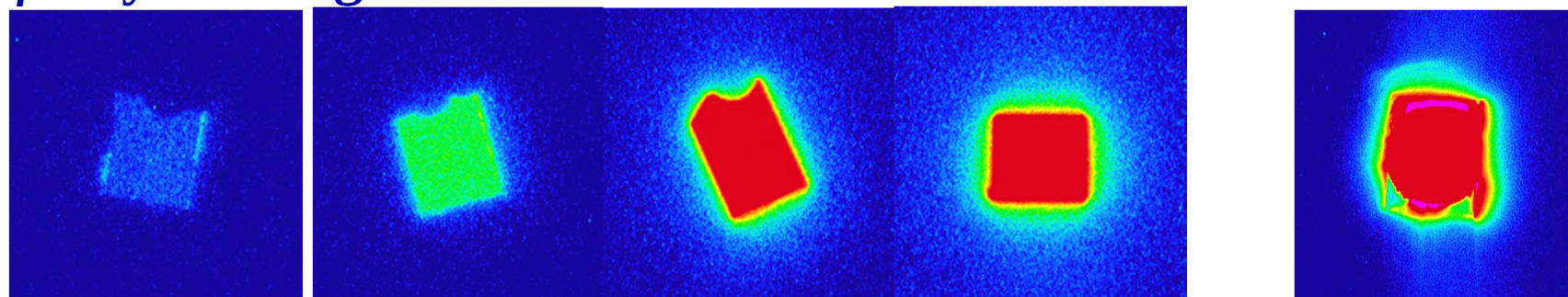
PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

β-ray IP images of n-irradiated Mo & unirradiated Mo + T



0.001 dpa

0.01 dpa

0.1 dpa

0.3 dpa

0.5% T

5.84

52.81

457.19

1333.03

4045.09

PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

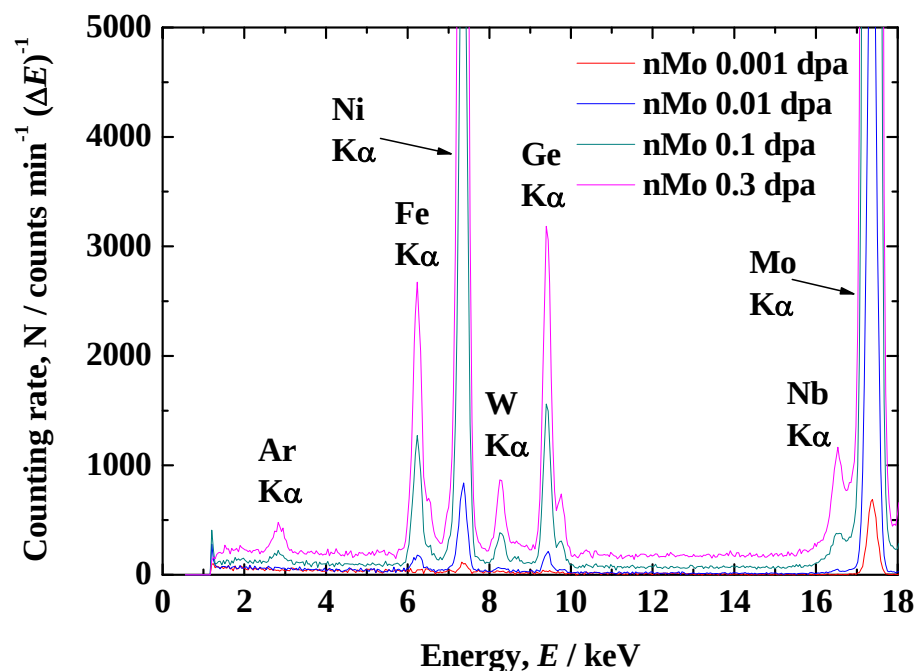
PSL/mm²/h

PSL/mm²/h

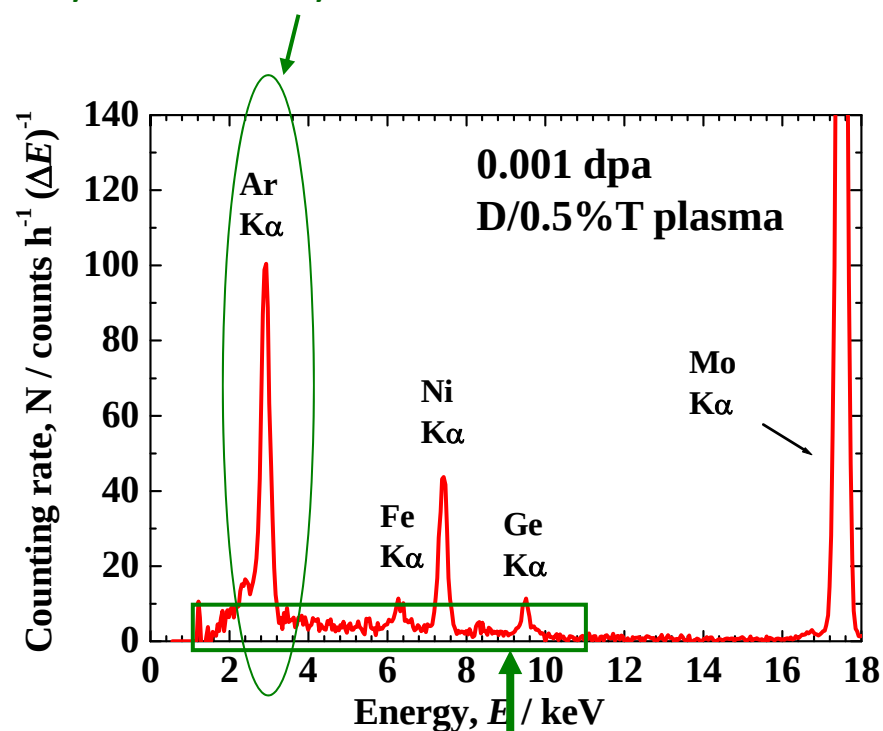
表面近傍に濃縮したトリチウムはIPで検出可能。β線誘起X線のIPによる計測は変換効率が低いこともあり困難。

BIXS

Ar K α X-rays induced by T on surface



X-ray spectra of n-irradiated Mo samples

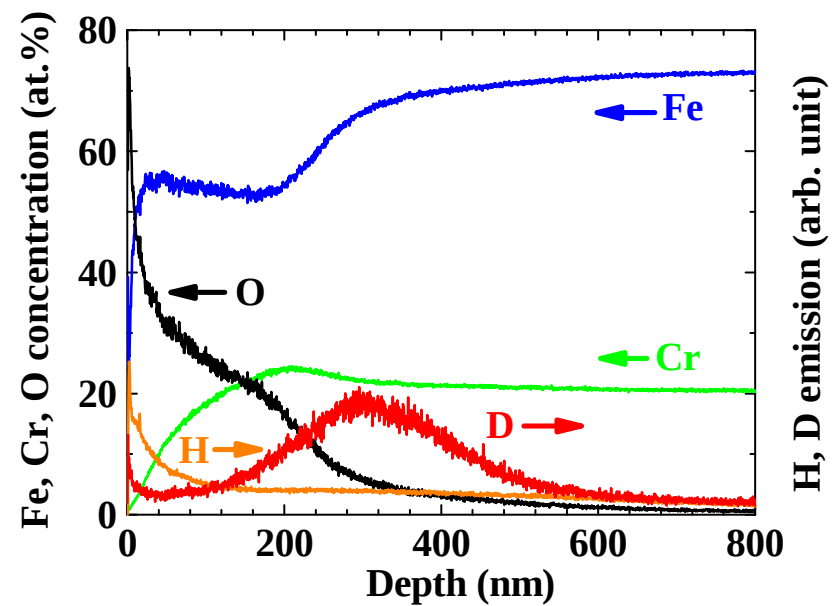
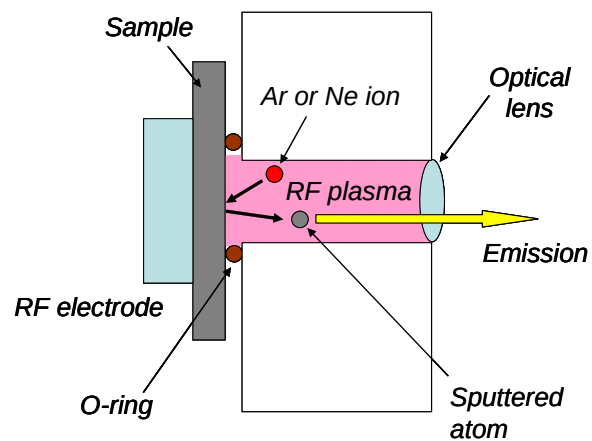


X-ray spectrum of 0.001 dpa Mo sample exposed to D/T plasma

Bremsstrahlung X-rays induced by T in bulk

BIXS法でエネルギー分解すれば、 β 線誘起X線の測定も可能であった。
より深部のトリチウムも検出につながる。

4. グロー放電発光分析装置(GDOES)



重水中で酸化したステンレス鋼表面の酸化膜中の重水素分布 (JAEAとの共同研究)

5. まとめ

- (1) 富山大学では、トリチウムガス曝露装置、イオン注入装置、各種測定装置を共同研究に供している。
- (2) トリチウムを用いることで、材料中の水素同位体分布を定量的に可視化でき、かつ微量を検出でき、蓄積、拡散、放出(除去)、透過の理解につながる。各センターで使用する材料中のトリチウム・水素同位体挙動に関する研究で連携していきたい。
- (3) β 線誘起X線計測法は放射化したプラズマ対向材料中のトリチウム測定に有望ではあるが、さらなる研究が必要。東北大との連携に期待。
- (4) D、Heの分布測定でも共同研究の実績がある。