JIPPT-II U の ECR 放電洗浄実験*

石部行雄**・石井成行**・岡崎清比古**・大山 等**
 坂本雄一**・矢野勝喜**・野崎 正**・荒谷美智**
 林 茂樹**・矢野倉実**・河野 功**・野田信明***
 東井和夫***・棚橋秀伍***・赤石憲也***・大久保邦三***

(昭和58年12月23日 受理)

ECR Discharge Cleaning in the JIPP T-IIU Torus Device

Yukio ISHIBE**, Shigeyuki ISHII**, Kiyohiko OKAZAKI**,
 Hitoshi OYAMA**, Yuichi SAKAMOTO**, Katsuki YANO**,
 Tadashi NOZAKI**, Michi ARATANI**, Sigeki HAYASHI**,
 Minoru YANOKURA**, Isao KOUNO**, Nobuaki NODA**, Kazuo
 TOI Sugo TANAHASHI Kenya AKAISHI***, and Kunizo OKHBO***

(**The Institute of Physical and Chemical Research, Wako-shi, Saitama 351)

(***Institute of Plasma Physics, Nagoya University, Nagoya 464)

(Received December 23, 1983)

1. はじめに

著者等の一部は電子サイクロトロン共鳴 (ECR) 放電洗浄 (DC) を開発し、すでに JFT-2¹⁾ (原研) JIPPT-II²⁾ (名大プラ研) および TEXTOR³⁾ (西ドイツ) など、で実機実験を実施してきた。その主要な成果として、1) AES の観察で、洗浄後の第一壁面は原子的清浄面となる。2) 洗浄後のトカマク放電プラズマの純度は、 $Z_{eff} \approx 1$ で表わされるような、不純物の少ないプラズマが生成される、などを達成した。しかし放電洗浄中の過程は直接測定が困難であるため、不明な事が多い。JIPPT-II U ではステンレス鋼製真空容器が新しく設置されたので、ECR 放電洗浄実機実験によって、次の問題の解明を試みた。1) 大気に曝された表面を放電洗浄し、その放出ガスの種類を同定して、表面有機物等の除去機構を明らかにする。2) 清浄化した表面を大気に曝した場合、洗浄効

果が記憶されるかどうかを、ラザフォード散乱法で、表面軽元素の depth profile を測定し、検討した。

2. 実験方法

Fig. 1 に実験装置の概要を示す。プラズマ生成はヘリカルランチャー HL から、2.45 GHz の μ 波を導入し、共鳴磁界875 G、水素圧力 4×10^{-4} Torr の条件で連続運転した。プラズマ電子密度・温度の分布は可動ラングミューア探針で測定した。生成ガスの測定は RGA で質量 50 までを連続観測した。ラザフォード散乱測定に関しては、タンタル板上にステンレス鋼、陽極酸化銅試料を取付け、ゲートバルブを通して、プラズマに曝し、その後、大気中に取り出して測定した。

2-1 放電洗浄に関する測定結果

運転中のプラズマパラメータは最大電子密度 10^{10} cm^{-3} 、密度分布の半値幅は約 150 mm で、これはトラス装置小直径の $\frac{1}{4}$ に当り、このプラズマ領域はトラス装置中心軸の内側領域に一致する。電子温度は $2 \sim 5 \text{ eV}$ で、これらの測定値と水素圧力から、H 原子の壁への粒

* 昭和58年11月1日 第24回真空に関する連合講演会で講演 (1Aa-7)

** 理化学研究所 (埼玉県和光市広沢)

*** 名古屋大学プラズマ研究所 (名古屋市中千種区不老町)

Fig. 1 Schematic diagram of experimental arrangement MP: movable probe, MC: microwave generator, HL: helical launcher, G: gas inlet, RGA: residual gas analyser. SP: surface probe.

子束密度はおおよそ $10^{15} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$ と計算された。

残留ガス分析値で、放電洗浄中に放出するガスのマススペクトルの測定値を **Table 1** に示す。この値はバックグラウンドを差し引いたものである。**Fig. 2** には放電洗浄中の代表的マスの時間経過を示した。各ガスのクラッキングパターンとの比較により、 CH_4 , H_2O は簡単に同定される。質量24以上に関しては、複数のガスが相互に影響し合うこととクラッキングパターンの資料不足から、親分子の同定はできていない。**Fig. 2** の44は勾配が他と違うと云う理由から CO_2 と見做される。

2-2 ラザフォード散乱表面測定

試料は約60時間放電洗浄後一旦大気に出し、線型加速器 (RILAC) で軽元素の深さ分析を行った。**Fig. 3** に測定装置を示す。入射 Ar^{4+} イオンエネルギー 42 MeV、電流 10 nA である。イオンはターゲット原子と衝突し、Rutherford 散乱する。この測定では入射粒子の散乱ではなく、ターゲットからの反跳粒子を検出する。反跳粒子のエネルギーは衝突に関係する粒子の質量、入射エネルギー、反跳角、および散乱の深さ等で一義的に決まる。反跳粒子は2つの検出器 SSD_1 と SSD_2 で検出し、特定エネルギーに対応する粒子数が計測される。1 ~ 20 μm のアルミホイルで SSD_2 を覆うと、重元素がさえぎられ、軽元素が高感度で測定される。測定値と計算結果の対比により、表面反跳粒子の種類が固定され、またスペクトルから深さ情報が得られる。この実験では SSD_1 と同時計測する SSD_2 で計測される粒子のうち、Ar 粒子計測値で測定値を規格化し、個々の測定値の比較を行った。測定結果を **Fig. 4** (ステンレス鋼)、**Fig. 5** (陽極酸化銅) に示す。横軸チャンネル数は粒子エネルギーに対応し、右に向かって高くなり、リニア目盛りである。図

Table 1 Out-put signals of observed mass of desorbed gases by ECR-DC.

M/e	$\times 10^{-9} \text{ A}$	M/e	$\times 10^{-9} \text{ A}$	M/e	$\times 10^{-9} \text{ A}$
12	5.5	24	3.0	37	1.0
13	5.5	25	6.4	38	2.0
14	10.2	26	62.3	39	7.9
15	66.0	27	18.4	40	3.8
16	82.2	28	106.2	41	8.6
17	11.6	29	11.0	42	4.2
18	31.7	30	3.3	43	2.9
19	1.3	31	0.9	44	17.3
...	...	...	...	45	1.0

Fig. 2 Time sequence of the mass spectra of desorbed gases by ECR-DC.

中(b)は60時間 ($\text{H-dose} \times 10^{20} / \text{cm}^2$) の洗浄試料、(a)は洗浄しない比較試料である。また、同定された軽元素をスペクトル上に示した。**Fig. 5** のステンレス鋼の酸素のプロファイルには殆んど差異は認められない。**Fig. 6** 陽極酸化銅の場合には、プラズマに当たった試料(b)の酸素計測値は平均20%低く、検出酸素のエネルギー差から、洗浄の影響は1500 Å以上に達していた。陽極酸化銅の色は(a)は黒色(b)は銅色と視察によっても明確に区別された。

3. 考 察

組立直後で、比較的有機物で汚染されていると考え

Fig. 3 Experimental apparatus for the measurement of the Rutherford forward scattering.

られる表面の放電洗浄を行い、汚染物質がどのような分子として除かれるかを、質量分析計の測定とガスのクラッキングパターン表とを比較して、放出ガスの同定を試みた。従来の放電洗浄¹⁾で測定された放出ガス CH_4 , H_2O , CO , CO_2 の外に、質量数 24~45 の範囲に、有機物の汚染に起因すると考えられる一連のピークを観測した。それを炭化水素系列のガスと比較したが、完全な一致を示すものはなかった。今後、表面処理や洗浄溶媒物質を含め、再検討する。

われわれは表面を大気に曝すことと、放電洗浄とを交互に繰り返し実行することで、放出ガス量が初期に較べて減少することを経験している。これを表面軽元素の変化として確認するため、放電洗浄が(有)・(無)の試料をラザフォード散乱法で比較測定した。放電洗浄効果が残る場合としてはプラズマによる酸素脱離量が大气開放によるガスの表面収着量よりも多い場合である。これを還元の深さと再酸化の厚みの差と考えて測定した。金属酸素結合力が小さい程還元深さは大きくなり、再酸化の厚みは酸化物の性質と時間によるであろう。ステンレス鋼では差が認められなかったのは、放電洗浄後2ヶ月間大気に曝したことによるかもしれない。約 $1\mu\text{m}$ の厚みに陽極酸化した銅では同じ洗浄時間で $1500\text{\AA}$ 以上の深さまで、 CuO から Cu_2O への変化が見られた。酸素との結合力が銅ではステンレス鋼および水素原子に比べて小さいことによるとして理解される。

4. 結 論

放電洗浄中の放出ガスから、有機物等に起因する放出

Fig. 4 Depth profile of light elements on the stainless steel surface obtained by the Rutherford forward scattering. a: before cleaning, b: after cleaning

Fig. 5 Oxygen depth profile of the anodic oxidized copper obtained by the Rutherford forward scattering.
a: before cleaning b: after cleaning

分子を調べた。質量24~44までの範囲に可成りの強度の信号が得られた。これらのスペクトルを示す親分子を同定するまでには至らなかった。

放電洗浄した表面を大気に曝した後で、洗浄効果の記憶が残るかどうかを、ラザフォード散乱測定で調べた。今回の測定条件のもとではステンレス鋼では記憶は残らず、陽極酸化銅では明確に認められた。これらは金属と酸素結合力の大小および大気酸化時間による表面再酸化厚みの差として説明できる。

謝 辞

この実験の実行には名古屋大学プラズマ研究所藤田順治教授の御支持に依ることが多かった。記して、感謝の意を表する。

〔文 献〕

- 1) Y. Sakamoto, Y. Ishibe, K. Yano, H. Oyama, et al.: J. Nucl. Mater. **93 & 94** (1980) 333.
- 2) Y. Sakamoto, Y. Ishibe, S. Ishii, K. Okazaki, H. Oyama, K. Yano, et al.: J. Nucl. Mater. **111 & 112** (1980) 485.
- 3) S. Ishii, K. Okazaki, Y. Sakamoto and K. Yano: Jpn. J. Appl. Phys.: **22** (1983) L403.