アルミ合金製超高真空表面分析ステーション

堀 洋一郎*・野田 信明*・赤石 憲也*・宮原 昭*

(昭和60年5月17日 受理)

An Ultrahigh Vacuum Surface Analysis Station
constructed with Aluminum Alloy Materials

Yōichirō HORI, Nobuaki NODA,
Kenya AKAISHI and Akira MIYAHARA

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

(Received May 17, 1985)

A surface analysis station was designed and constructed to carry out a TEXTOR-Japan collaboration research plan on plasma wall interaction in TEXTOR tokamak. A large part of the vacuum vessel of the station was made of A6063 aluminum alloy and the vacuum system consists of a sputter ion pump with titanium getter, a turbomolecular pump and an oil rotary pump. Ultimate vacuum pressure less than 3×10^{-7} Pa was achieved routinely after baked out at maximum temperature of 120°C for 15 hrs. For in-situ AES observation of sample surfaces, a CMA and an ion-etching gun are installed in the station. A total of 12 samples can be installed and each sample can be transferred to analysis position and plasma boundary by a manipulator and a transporter. The station was applied to investigate the wall surface due to in-situ carbon coating. In this paper an actual performance of the station is described, and some experimental data on AES observation are introduced. The problems necessary for technical improvement are pointed out and discussed.

1. 結 言

プラズマ・核融合実験装置におけるプラズマ壁相互作用研究の一手段として表面分析ステーション(SAS)の利用がある。従来からみられるSASは、主としてプラズマ不純物の捕集とその元素分析および炉壁候補材料に対するプラズマ照射効果の観察等に役立てられて来ている¹⁾。最近では境界層におけるイオン温度の測定、炉壁材料における水素の深さ方向濃度分布測定等のために活用されている。

今回著者等は、TEXTOR²⁾における放電洗浄法の評価に関する国際共同研究を行なう目的からその場オージェ電子分光分析が可能なアルミ合金製超高真空SASを製作し、1985年1月14日から3月26日までの期間TEXTORにおいて実験研究を行なった。逐次表面分析を行

なうためSASは据置き型とした。TEXTOR国際共同研究は、日本やUSA等からの研究課題の提案が受け入れられると、それに必要な実験設備は提案者側が準備する事が義務となっている。従来SASに対しては、接続対象であるプラズマ実験装置が一般的に 10^{-6} Paの程度以下の到達圧力を達成しているため、それとの整合上同等かそれ以上の超高真空条件を満たす事が要求されている。そのため高温(200°C~300°C)のベーキングが可能なステンレス鋼でSASを製作する事が常識であった。しかし最近我国において石丸等³⁾に始まるアルミ合金材料の超高真空機器への応用のための技術開発が進展した結果、アルミ合金製超高真空装置がユーザーに提供されるようになって来ている。今回のSASもこうした真空技術の背景があつてアルミ合金材料で製作された。SASは西ドイツまで空輸されたが、アルミ合金材料の軽量性の長所が運搬においてばかりでなく、現地におけるトカマクとの連結工事においても遺憾なく発揮された。また

* 名古屋大学プラズマ研究所(〒464 名古屋市千種区不老町)

低温度のベーキングによる短時間の脱ガス処理で容易に 10^{-7} Pa の到達圧力を達成し得た点でもアルミ合金材料は優れた特長をみせた。

ここでは TEXTOR 共同研究の目的から製作されたアルミ合金製の SAS について報告し、TEXTOR において SAS を運転した結果指摘された技術的対策等について言及する。また SAS により得られたオージェ分析の結果についても簡単に報告する。

2. TEXTOR 共同研究課題

TEXTOR の共同研究のための著者等の提案は、新しい放電洗浄法を TEXTOR トカマクを使って確立する事であった。現在有力な真空壁の放電洗浄法には、高周波重畳グロー (RG) 放電洗浄法と電子サイクロトロン共鳴 (ECR) 放電洗浄法がある。前者は TEXTOR において⁴⁾、後者は理化学研究所において⁵⁾それぞれ開発されて来ている。どちらの放電形式もプラズマから供給される水素原子イオンの化学反応性によって炉壁表面の C や O を除去する。しかし RG 放電洗浄では $10^{-2} \sim 10^{-1}$ Pa の低圧水素ガス中で放電を維持するため陽極電圧を 500 eV 以上にとるので、壁面に入射するイオンは数 100 eV のエネルギーを有し、スパッタリングによる壁表面損傷が予想される。一方 ECR 放電洗浄では、2.45 GHz のマイクロ波と 850 ガウス程度のトロイダル磁場を用いるいわゆる無電極放電を採用している。この場合壁面に入射する粒子エネルギーは高々 30 eV であり⁶⁾、Bohdansky 等⁷⁾の理論値によると水素ではスパッタリングのエネルギーしきい値を越える事は出来ない。洗浄プラズマ中の C や O 等の不純物粒子ではスパッタリングのしきい値を越えたエネルギーを有する可能性があるが、この場合でもスパッタ率は RG 放電洗浄の場合に比べて桁違いに小さい⁶⁾。一方プラズマ中の金属不純物を低減する目的から、最近のトカマクではリミターの低 Z 化が図られているが、放電洗浄中の壁面スパッタリングは低 Z リミター表面上への壁材金属粒子の堆積を引こす事が予想される。実際に大型トカマクの一つである JET* ではグラファイトリミター上へのニッケル堆積が観察されており⁸⁾、上述のような理由からトカマク放電とともに JET で採用している RG 放電洗浄もその原因の一つと考えられる。このような仮説の正しさを確認するために、理研における共同実験によりグロー放電と ECR 放電について比較した結果、以上の仮説がほぼ正しい事を立証している⁹⁾。

以上のような考察と立証実験から、RG 放電洗浄と

ECR 放電洗浄の併用案が生まれて来た。つまり両洗浄法の特長をうまく整合させる事で効果的な洗浄法の処方箋を確立しようというものである。このような研究課題を TEXTOR において展開するためには、真空を破らずに壁面を刻明に観察する必要がある。このためにその場 AES 観察の可能な SAS を構想した。

3. SAS の設計と製作

1985 年 5 月に名古屋で「第 6 回制御核融合装置におけるプラズマ表面相互作用に関する国際会議」が開催された機会を利用して、TEXTOR の当事者である J. Winter, F. Waelbroeck を交えた SAS 構想に関する会合を設けた。両者から要請された SAS に対する仕様は、①装置は簡潔にまとめられたものである事、TEXTOR では炭素コーティングによるライナー表面の改質 (surface modification) に関する研究を進めているので、②その場表面分析器を装備し、さらに③プローブ試料を 600°C まで加熱出来る機能を有する事であった。この会合の後 SAS の仕様を決定した。TEXTOR において接続すべき真空ポートの図面、ライナーヤリミターまでの距離、SAS の設置スペース等について現地の機械担当者テレックスを用いて接触した。Fig. 1 に SAS の概観を示し、以下に仕様の概要を述べる。

今回製作した SAS は、表面分析のために AES 分析器とエッチングイオン銃を装備し、プローブ試料をトラス内に設置するための X 軸駆動機構、合計 12 個のプローブ試料の収納可能な試料ホルダー、これらに対して試料の着脱をし分折時に試料の位置決めを行なうためのマニピュレーターおよび真空排気系から構成されている。CMA (円筒鏡型オージェ電子エネルギー分析器) へのトロイダル磁場の影響を考慮して、トラス内のプラズマ境界層から分析室までの試料の駆動距離は約 1.8 m とした。SAS の到達圧力は 10^{-7} Pa 台とし、そのための主排気用真空ポンプとしてスパッタイオンポンプ ($20 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ for H_2) とチタンゲッターポンプ (1 Torr- $\text{l}/30 \text{ s}$ pulse) を使用する。さらに SAS は放電洗浄中 $10^{-1} \sim 10^{-2}$ Pa の水素雰囲気さらされるので粗引き系はターボ分子ポンプ ($150 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$) で強化する。排気試験で得られた排気曲線の例を Fig. 2 に示す。最高 120°C での 15 時間のベーキングの後 3×10^{-7} Pa の到達真空度を得ている。SAS の総内表面積は約 $1.9 \times 10^4 \text{ cm}^2$ で脱ガス率は約 $2.8 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ である。この脱ガス率は高温で長時間ベーキングした後のステンレス鋼のそれと匹敵する。Fig. 2 は圧力 5.3×10^{-7} Pa における残留ガス分析の結果である。到達圧力を支配する主要な気体は水素と水蒸気である事がわかる。試料表面のイオンエッチングの

* Joint European Torus

Fig. 1 Schematic view of SAS connected to TEXTOR tokamak.

Fig. 2 Pumping curve of SAS after baked out for 15 hrs.

Fig. 3 RGA spectra in SAS at 5.3×10^{-7} Pa.

際の導入不活性ガスの純化にはバルクゲッターポンプ（非蒸発性ゲッターポンプ）を採用した。プローブ試料の形状は10 mm×10 mm×35 mmの中空角柱で、マニ

ピュレーター操作によって先端面および側面のAES観察とイオンエッチングが可能である。試料をX軸駆動機構に取り付けた際に中空部分には加熱用ヒーターが装着され、TEXTOR内のプラズマ境界層においても試料

Fig. 4 Cross section of sample heater with a probe sample.

加熱が可能である。Fig. 4 に試料とヒーターの概略を示す。ヒーター線には直径0.5 mm、長さ1 mのタングステン線を用い、セラミック製のボビンに巻きつけてある。ヒーターの最大電力は200 W で試料表面の温度を800°C以上に加熱する事が出来る。

時間的な制約から国内での立上げ試験では、 3×10^{-7} Pa の到達圧力と800°C以上の加熱機能を確認するに止まった。SAS をユーリッヒ原子力研究所に搬入してからも約1週間試験運転を行ない、十分な真空条件が達成されている事がTEXTORの真空表面担当者より認められてトーラスとの連結が行なわれた。

4. その場 AES 観察

当初前述のような著者等の研究課題で実験開始を予定していた。しかしTEXTORではICRF加熱実験とインコネルライナー表面上へのその場炭素コーティングによる表面改質の実験が最優先で行なわれており、著者等が期待するパラメータでのトカマク運転時間の割当をもらう事は非常に困難であった。従って第1回目の共同研究としては主として炭素コーティングの実験に対してその場AES観察の立場から協力する事にした。

Winter等によるTEXTORにおけるその場炭素コーティングの概要は次のようである。トーラス容器の2ヶ所からベローズ駆動によりグロー放電用の陽極棒を挿入し、これに1 kVの直流電圧と13.6 MHzの高周波を印加し、接地したインコネルライナー等装置第一壁との間でグロー放電を行なう。高周波の重畳は 10^{-1} Pa程度のガス圧下で放電を維持するためのものである。放電ガスが水素100%の時には壁の放電洗浄が実行されるが、これに10~15%のメタンガスを混合すると第一壁上に炭素被膜が形成される。膜の成長速度は放電電流密度約 $10 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ に対して毎分約1原子層である。

Fig. 5 Changes of atomic composition on Inconel surface situated at the liner position obtained by AES analysis.

トカマクにおける不純物制御の観点から真空壁を低Z材料でコーティングする考え方はここ数年来提唱されて来ている。村上等¹⁰⁾のTiCその場コーティングの開発研究もその一例である。Winter等は300~500 Åの非晶質炭素膜を第一壁表面に形成した後、ICRF加熱プラズマやオーム加熱プラズマ等との相互作用を調べているが、膜の損傷について関心を持っていた。著者等は①炭素被膜の形成、②プラズマ照射による損傷、③軽、重元素不純物の膜上への堆積等に関して多くの実験結果を得た。ここで得られた結果の例を示す。

Fig. 5 はインコネル試料について、RG放電洗浄、炭素コーティング、トカマク放電、RG放電洗浄の逐次経

Fig. 6 Comparison of metal deposition on graphite samples exposed to RG-DC of pure H_2 for 6 hrs. and ECR-DC of pure D_2 for 5 hrs. at the limiter position.

過にともなう表面原子組成比の変化をAESで追った結果である。30分間の含メタン放電で形成された炭素コーティング膜を、合計134回のトカマク放電（1回の放電時間は約3秒）にさらしても下地のインコネルが露出する事はなく、ライナーの位置では炭素被膜は容易に損傷されない事がわかる。またこの炭素膜は水素100%のRG放電洗浄によって除去出来る事がstep⑨前後の比較で示されている。

Fig. 6は放電洗浄時のグラファイト試料上への金属不純物の堆積を比較したものである。試料はリミター半径の位置に設置した。重水素100%のECR放電洗浄に約5時間さらした試料では全く金属の堆積がみられないのに対して、軽水素100%のRG放電洗浄に約6時間さらした試料上では、最大約4%の鉄と約1%のニッケルが検出された。TEXTORではその場炭素コーティングが採用されている事実等から決定的な考察は難しいが、実験結果は明らかにグロー放電洗浄におけるリミター表面の金属不純物による汚染の可能性を示している。

5. SASの問題点と改善策

約2ヶ月半のSASの運転中幾つかの故障が発生した。改良策を要する主要な故障は、X軸駆動機構におけるワイヤーの断線とカム軸のかじりつきである。これらはいずれも真空摩擦のため潤滑性が失われた事に起因している。現地での故障発生を未然に防げなかったのは、日本で十分な試運転と調整を行なう時間が得られなかった事情による。また今回の様な仕様に基づく試料駆動機構の製作は未経験であり、駆動部の設計において、摩擦

や熱変形に対する考慮が不十分であった事も一因である。真空中での反復駆動や加熱実験の熱負荷サイクルを十分再検討した上で、部品の材質やはめあい公差の変更、プーリーの新設等の改善策を進めている。これら真空中の機械的な駆動系に関する技術の完成は今後の課題として残されている。

6. 結 論

国際共同研究のためのSASを製作し、TEXTORトカマクでの実験に使用した。アルミ合金材料を用いたSASはその真空特性において十分満足出来るものであった。その場AES分析の手段はTEXTORにおける第一壁の炭素コーティングの評価研究のために十分役立てる事が出来、所期の目的を達する事が出来た。SASの機械的な機能および設計思想は十分評価すべきものがある。しかし真空中での機械的な摺動部分に対して十分な信頼性を持たせる事が今後の技術的課題として残されている。

最後に装置の設計製作に御尽力下さった日本真空技術(株)の中田裕之助氏、天野繁氏、現地での修理に御協力いただいた同社海外事業部の西堀峯夫氏ならびにユーリッヒ原子力研究所の伴野達也氏に謝意を表する。

尚この研究は日本学術振興会事業、TEXTOR国際共同研究として行なわれたものである。

〔文 献〕

- 1) 毛利 衛, 山科俊郎: 真空, 24 (1981) 533.
- 2) 宮原 昭: 真空, 27 (1984) 6.

- 3) H. Ishimaru, T. Momose, K. Narushima, H. Mizuno, H. Watanabe, T. Kubo, H. Yamaguchi, M. Kobayashi and G. Horikoshi: *IEEE Trans. Nucl. Sci.* **ns-30** (1983) 2906.
- 4) J. Winter, F. Waelbroeck, P. Wienhold, H. G. Esser, L. Koenen, M. Braun, B. Emmoth, H. E. Saetherblom: *J. Nucl. Mater.* **128 & 129** (1984) 841.
- 5) Y. Sakamoto: *Proc. 9th Intern. Vac. Congress* (1983) 716.
- 6) 坂本雄一: 核融合研究 **53** (1985) 7.
- 7) J. Bohdanský and J. Roth: *Appl. Phys.* **51** (1980) 2861.
- 8) K. J. Dietz, D. Bartlett, G. Baemmel, K. Behringer, E. Bertolini, C. Best, R. J. Bickerton, F. Bombi, A. Boschi, M. L. Browne, M. Bruzati, A. Bulliard, D. Campbell, P. J. Carolan, R. Clausen, J. Christiansen, P. Chuilon, J. G. Gordey, A. Costley, L. de Kock, D. F. Duechs, G. Duesing, R. D. F. Emery, W. W. Engelhardt, T. Eriksson, M. J. Forrester, C. Froger, K. Fullard, A. Gibson, R. Gill, A. Gondhalekar, C. Gowers, B. J. Green, J. Hemmerich, M. Huart, C. A. Hugenholtz, M. Huguet, O. N. Jarvis, B. E. Jensen, H. Krause, P. Kupschus, J. Last, E. Lazzaro, G. M. McCracken, G. Magyar, F. K. Mast, M. Mead, P. L. Mondino, P. Morgan, A. W. Morris, L. Nichesson, H. Niedermeyer, P. Noll, J. Paillere, N. J. Peacock, M. Pick, C. Raymond, P. H. Rebut, R. Ross, G. Sadler, V. Schmidt, F. C. Shueller, K. Sonnenberg, M. F. Stamp, C. A. Steed, A. Stella, P. E. Stott, D. Summers, A. Tanga, P. R. Thomas, E. Usselman, P. van Belle, H. van der Beken, J. E. van Montfort, F. Waelbroeck, J. A. Wesson, T. Winkel, J. Winter and J. Zwart: *J. Nucl. Mater.* **128 & 129** (1984) 10.
- 9) 堀洋一郎, 壁谷善三郎, 野田信明, 赤石憲也, 宮原 昭, 大山 等, 坂本雄一: 核融合研究 **54** (1985) 463
- 10) 村上 義夫: 真空 **26** (1983) 489, 494.