JIPP T-IIU プラズマ照射試料中重水素 の昇温脱離法による分析*

佐竹 徹**・毛利 衛**・山科 俊郎**・野田 信明***
東井 和夫***・棚橋 秀伍***・藤田 順治***

(昭和59年12月3日 受理)

Deuterium Retention Studies of Amorphous Silicon Probe Exposed to
JIPP T-IIU Plasma by Thermal Desorption Spectroscopy

Tohru SATAKE**, Mamoru MOHRI**

Toshiro YAMASHINA**, Nobuaki NODA***, Kazuo TOI***,
Shugo TANAHASHI*** and Junji FUJITA***

(**Department of Nuclear Engineering, Hokkaido University,
Sapporo, 060 Japan)

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

(Received December 3, 1984)

1. 緒 言

微小面積試料からの微量放出気体検出が可能な超高真空昇温脱離装置 (TDS) を試作し、これを用いて JIPP T-IIU の重水素プラズマにさらしたアモルファスシリコン (a-Si) プローブ中の重水素分析への応用を試みた。これまでにプローブ中の水素分析に TDS が用いられ例はいくつかあるが、いずれも量的な測定だけであった^{1,2)}。本研究では量的な分析だけではなく、スペクトルのピーク温度も正確に測定し、プラズマパラメーターとの比較検討を行なった。その結果 TDS スペクトルのピーク温度がプラズマ温度と密接な関係があり、イオン温度の診断に利用できる可能性を見出した。また簡単な拡散モデルから、TDS スペクトルのピーク温度と打込まれた重水素の深さとの関係を導き、実験結果と傾向が良く一致することを確かめた。

2. 実験装置

Fig. 1 は TDS の概要を示す。本装置は試料準備室と測定室から成り、その間は $\phi 36$ mm のゲートバルブでしきられており、それぞれ 50 l/s と 110 l/s のターボ分子ポンプで排気される。測定室の到達圧力は 10^{-7} Pa 以下である。試料は $\phi 0.1$ mm の熱電対線を利用して石英管の中につり下げ、真空外部から赤外線反射炉 (真空理工 (株), RHL-E45P, コントロール; HPC-5000) により、一定の昇温速度 (精度: $\pm 2^\circ\text{C}$) で 1000°C まで加熱できる。放出気体は四重極質量分析計 (QMS) で検出される。測定室の容積は 1 l, H_2 の検出限界は 1×10^{11} molec/sec, バックグラウンドの小さい D_2 では 10^9 molec./sec である。試料を測定室に導入する時にはゲートバルブを開いておく必要があるが、この場合はゲートバルブ下部に設置した Oリングと試料導入棒のフランジによりシールされ、両室の圧力差は 10^3 Pa 以上に保たれる。

* 昭和59年10月31日 第25回真空に関する連合講演会において講演 (31 Ba-6)

** 北海道大学工学部 (札幌市北区北13条西8丁目)

*** 名古屋大学プラズマ研究所 (名古屋市千種区不老町)

Fig. 1 Apparatus of thermal desorption spectroscopy (TDS).

3. 実験方法

異なる条件の JIPP T-IIU 重水素プラズマにそれぞれ1ショットずつ照射した三種類の a-Si 試料の分析を行なった。a-Si は厚さ1 μm で30 μm の304SS上にコートしてあり、水素含有量は10 at. %である。a-Si をプローブに用いた理由は、水素に対して結合が強く拡散速度が小さく、また低Zであり均質な膜を得やすいからである。試料は5 mm $\times$ 5 mm の大きさに切断して分析した。昇温速度10°C/min で室温から700°Cまで昇温した。試料にプラズマから打込まれた元素は主にDであるが、バルク中にはもともと10⁸ 倍程度のHがあるので、脱離時には99%以上がHD になると考えられる。従ってHD に注目して測定を行なった。

4. 結果と考察

Fig. 2 はプラズマ照射 a-Si 試料の TDS スペクトルである。プラズマから試料が離れるにつれてHD の放出量(トラップされたDの量に相当)が減少し、壁側で一定となる。その量はイオンサイドが電子サイドの約2倍である。これらの結果は NRA の分析結果とも良く一致した³⁾。ピーク温度はサイドの違いやDの量に依存せず一定の値(664 K)を示した。AES 分析によると、イオンサイドにだけ10 at. % のTiが存在し、その他のFe, C, O の不純物量もサイドにより異なっている。従ってピーク温度は表面の性状には無関係であると考えられる。

Fig. 2 TDS spectra of a-Si probe exposed to JIPP T-IIU deuterium plasma. a) Ion side, b) Electron side.

Fig. 3 は TDS スペクトルのピーク温度とプラズマのイオン温度との関係を示す。イオン温度が高くなると、ピーク温度も高い方へ移動することがわかる。Fig. 2 の結果と合わせて考えると、HD の脱離は打込まれたDの表面での再結合あるいは脱離過程ではなく表面への拡散が律速と考えられる。拡散律速と仮定するとピーク温度から打込まれたDの深さを推定することが可能である。そのために打込まれたDの深さ方向の分布 $c(x, t)$ を次のように sine 関数で近似することにする。

$$c(x, t) = c_0 \cdot 4/\pi \cdot \sin \pi x/2d \cdot \exp(-\pi^2 Dt/4d^2) \quad (1)$$

Fig. 3 Peak shift of TDS spectra as a function of ion temperature in JIPP T-IIU plasma.

ここで c_0 は分布のピーク値 (深さ d の位置: a-Si 中への D の射影飛程に相当する), D は拡散係数で温度 T の関数であり,

$$D(T) = D_0 \exp(-E_d/RT) \quad (2)$$

D_0 : 拡散定数, E_d : 拡散の活性化エネルギー, R : 気体定数, で表わされる. 脱離速度 Q は試料の片面からの脱離だけと考えると,

$$Q = 1/2 \cdot D(\partial c/\partial x)_{x=0} = c_0 D/d \cdot \exp(-\pi^2 D t_p / 4 d^2) \quad (3)$$

となり, これから昇温を一定速度で行なう場合のピーク温度 T_p (時間 t_p) を求めると近似的に次式を得る.

$$d^2 = \pi^2 D_0 t_p / 4 \cdot \exp(-E_d/RT_p) \quad (4)$$

(4)式の D_0 として Si 中の D の値⁴⁾を, E_d に一次の脱離反応を仮定して求めた $T_p = 600$ K での値を入れて計算した結果を **Fig. 4** に示す.

Fig. 4 は **Fig. 3** と傾向が類似していることから d はプラズマのイオン温度に依存していることが分る. 一般に T_p から入射粒子の深さ d が求まれば, d から入射粒子のエネルギーを推定できる. **Fig. 5** は Si 中への D の射影飛程のエネルギーに対する値を LSS 理論から計算した結果である. 従って **TDS** スペクトルのピーク温度から入射粒子のエネルギーを推定でき, プラズマエッチでのイオン温度の診断に **TDS** が使用できると考えられる.

T_p とエネルギーの関係は, 既知のエネルギーを持つイオン照射試料からも校正できるので, この方法は拡散モデルの妥当性の確認と D_0 及び E_d を求める手段としても利用できると考えられる.

Fig. 4 Relation between peak temperature T_p and Projected range d of deuterium in the silicon probe calculated using a simple diffusion model.

Fig. 5 Projected range of deuterium in silicon as a function of incident deuterium flux energy calculated from LSS theory.

本研究は文部省科学研究費エネルギー特別研究 (核融合) の一環として行なわれたものである.

〔文 献〕

- 1) S. K. Erents and P. C. Stangeby: J. Nucl. Mater. **111/112** (1982) 165.
- 2) A. M. Razdow, E. S. Marmar, S. A. Cohen and H. F. Dylla: PPPL-1616 (1979).
- 3) T. Satake, M. Mohri, T. Yamashina, S. Amemiya, T. Katoh, N. Noda, K. Toi, S. Tanahashi and J. Fujita: J. Nucl. Mater. **128/129** (1984) 190.
- 4) B. L. Doyle: J. Nucl. Mater. **111/112** (1982) 628.
- 5) H. E. Schiøtt: Radiation Effects **6** (1970) 107.