核融合炉内材料表面へのカーボンコーティング*

雨宮 進**・天野 大三**・山崎 勝彦**
長谷川 猛**・加藤 敏郎**

(受付1988年12月12日, 掲載決定1989年2月4日)

Carbon Coating on Surface of Fusion Reactor Materials

Susumu AMEMIYA**, Daizo AMANO**, Katsuhiko YAMAZAKI**,
Takeshi HASEGAWA** and Toshio KATOH**

(Department of Nuclear Engineering, Nagoya University, Nagoya)

(Received December 12, 1988, Accepted February 4, 1989)

1. はじめに

核融合実験装置では、プラズマ閉じ込め容器やリミタ
その他炉内材料表面はプラズマ粒子の衝撃を受ける。近
年プラズマ温度の上昇に伴い、第一壁へ衝突するプラズ
マ粒子のエネルギーが増加し、スパッタリング等により
第一壁材が金属不純物としてプラズマ中に混入し、放射
損失の増大とプラズマの冷却を引き起こしている。放射
損失量は粒子の原子番号 (Z) の自乗にほぼ比例するた
め、第一壁の低 Z 化は放射損失を低減させる有効な方
法として注目されている。

カーボンコーティング法 (カーボニゼーション) は、
第一壁の低 Z 化の方法の一つとして TEXTOR, JIPPT-
IIU, ヘリオトロン E 等の装置で採用され金属不純物の
抑制に大きな効果を上げている^{1,2)}。

この方法は、トーラス内に炭化水素ガスを導入し、第
一壁を陰極としてグロー放電を行うことによって第一壁
表面を炭素膜で覆うものである。炭化水素ガスを用いる
ため膜中に多量の水素が含まれ、主放電時にその水素が
再放出されプラズマ密度制御が困難になる。このことは
コーティング時に壁温を上げられない我国の装置では特
に問題となっている^{3,4)}。またトーラス内に一様な膜が
得られなかったり、膜の耐久性等多数の問題を有してい
る⁵⁾。

本研究では、カーボンコーティング法の確立を目指す

基礎研究の一環として、多くの装置で炉内材料として使
用されている SUS304, 黒鉛, 石英ガラス, 銅, アルミ
ニウムを基板として用い、炭素膜をコーティングし、そ
れらの表面形態, 成膜速度, 基板との密着性, 電気伝
導, 対プラズマ特性として水素プラズマによる損耗率,
膜中水素濃度分布を調べた。

2. 実 験

2.1 炭素膜作製

2.1.1 基板

基板には、トーラス構造材としてステンレス鋼
(SUS304), リミタ及び黒鉛タイルを張った第一壁とし
て黒鉛 (東洋炭素 ISO-880U), 観測窓として石英ガラ
ス, ICRF アンテナとして銅, また低放射化材料として
アルミニウムを選んで用いた。

SUS304, 黒鉛, 銅, アルミニウムは15 mm×15 mm
のサイズにし、前処理として鏡面研磨, アセトン中で超
音波洗浄, 黒鉛については純水中で超音波洗浄を加え,
その後200°Cで20分間加熱乾燥を行った後 Fig. 1 に示す
装置の陰極上へ配置し, 20分間の水素放電洗浄を行っ
た。

石英ガラスについては, 15 mm×5 mm のサイズに
し, 前処理としては鏡面研磨を除き他と同様に行った。

2.1.2 成膜

基板を陰極上に配置し放電洗浄を行った後, 一度油拡
散ポンプを用いて 10^{-4} Pa 以下まで排気し油回転ポンプ
と窒素トラップに切り換え0.5 Pa 以下に排気したところ

* 昭和63年11月10日 第29回真空に関する連合講演会で講演 (10P-5)。

** 名古屋大学工学部原子核工学科 (名古屋市千種区不老町)

Fig. 1 Schematic diagram of carbon coating apparatus.

ヘメタンまたはメタンと水素の混合ガスをバリアブルリークバルブを介して6~10 Paまで導入し、冷陰極グロー放電させ基板上に炭素膜を得た。

本研究において作製した炭素膜の成膜条件を Table 1 に示す。JIPPT-IIU やヘリオトロン E 等の装置でのコーティング条件に近づけるため、放電ガスにメタン、放電様式に冷陰極グロー放電を選んだ。

2.2 炭素膜の評価

2.2.1 膜の表面形態

成膜直後に肉眼での観察と、SEM 像による観察を行った。

2.2.2 成膜速度

成膜時間と基板上的炭素量より成膜速度を求めた。

炭素量の測定は、成膜時間が1時間以下のものについては、成膜前後の質量差による測定では誤差が大きいため、名古屋大学3.75 MV ヴァンデグラフ加速器からの1 MeV 重水素ビームを用いて $^{12}\text{C}(\text{d}, \text{p})^{13}\text{C}$ 核反応法により求めた。またこの時同時に膜中の酸素量も $^{16}\text{O}(\text{d}, \text{p})^{17}\text{O}$ 核反応法により求めた。

成膜時間が1時間を超すものについては、成膜前後の質量差が十分秤量できるため、感量10 μg のセミマイクロバランスを用いて求めた。

2.2.3 密着性

粘着テープを膜表面に張り付け、引き剥がした時に基板から膜が剥離するかどうかを試験した。

2.2.4 電気伝導

Table 1 Carbon coating condition

gas species, pressure	methane, 6.5 Pa
discharge voltage	1000~1200 V
discharge current	5 mA
current density	100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$
substrate temperature	~70°C

Table 2 Discharge condition of H_2 plasma

	A	B	C
base pressure (Pa)	$<1 \times 10^{-4}$	$<5 \times 10^{-5}$	6×10^{-6}
H_2 pressure (Pa)	10	10	2.6
voltage (V)	800	300	300
current (mA)	10	10	30
current density ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	200	12	6

Fig. 2 Schematic diagram of ERD apparatus.

基板と膜表面との抵抗を測定した。

2.2.5 水素プラズマによる損耗率

水素を用いグロー放電をさせ、陰極上に炭素膜を配置することにより膜を水素プラズマにさらした。用いた水素プラズマは、水素ガス圧、放電電流、電圧等が異なる3種類のものを用いた。それらをA, B, C としそれぞれの放電条件を Table 2 に示す。

照射水素量は放電時間と放電電流から求め、損耗量はプラズマにさらす前後の炭素量の差から求めた。

2.2.6 膜中水素濃度分布

Fig. 2 に示す装置を用い、ヴァンデグラフからの2 MeV ^4He ビームを用いERD (Elastic Recoil Detection) 法により水素濃度分布を求めた。

測定したサンプルは、同一条件下で同時に作製した2つのものを用い、一方は無処理、他方はHe放電にさらした。He放電は、ガス圧3.5 Pa、電流30 mA、電圧300 V、電流密度約25 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ で、膜に照射されたHeのフルエンスは、 $2.8 \times 10^{17} \text{ atoms}/\text{cm}^2$ であった。

3. 結 果

3.1 膜の表面形態

SUS304, アルミニウム上の膜は基板全体に様で、膜厚により汗渉色から黒色へと変化した。

石英ガラス上の膜は様ではなく、膜中心付近が薄くなっていた。

銅への成膜では、炭素は析出するが膜状になりにくく SEM 観察より、幅 $10\mu\text{m}$ 程度の細長い帯状のものの集合であった。

3.2 成膜速度

SUS304, 黒鉛, アルミニウムへの成膜速度は同一条件下で同じであった。絶縁物である石英ガラスへの成膜速度は基板の場所により異なるが平均すると、導体である SUS304, 黒鉛等に比べ $2/3$ 程度であった。Table 1 に示す成膜条件下では、導体、絶縁物への成膜速度はそれぞれ $8 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^2 \cdot \text{min}$, $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^2 \cdot \text{min}$ であった。

3.3 密着性

SUS304, 黒鉛, アルミニウムへの膜の密着性は非常に良く、粘着テープによる剥離試験では剥離しなかった。しかし SUS304 への約 $5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^2$ 以上の厚い膜では、大気にさらすことにより膜の縁から $0.1 \text{ mm} \times 0.05 \text{ mm}$ 程度の破片となり飛び散るように剥離した。同様の厚い膜を乾燥保存すると、剥離速度が遅くなることから、大気にさらすと剥離するのは大気中の水分によるものであると思われる。

石英ガラス上の膜は粘着テープによる剥離試験で容易に剥離した。

3.4 電気伝導

膜が数百 nm と薄いため、測定端子に力を加えることにより抵抗値が変化し、定量的な測定は不可能であったが全ての膜について絶縁性であった。

3.5 水素プラズマによる損耗率

条件 A, B の水素プラズマに炭素膜をさらした場合の損耗率は 0.2, 条件 C でさらした場合は炭素量の変化が検出限界以下であったため損耗率は 0 となった。以上のように 2 種類の結果が出た原因としては、条件 A, B では水素プラズマ中に数%の酸素が混入したため損耗率が大きくなったと思われる。

3.6 膜中水素濃度分布

ERD により得られたスペクトルを Fig. 3 に示す。

これより、膜中水素は深さ方向にほぼ均一に分布しており、成膜後 He 照射された膜の表面付近の水素が減っていることが分かった。

Fig. 3 Hydrogen concentration profile of carbon films by ERD. (a) as coated. (b) after irradiation with He plasma.

4. ま と め

成膜速度は、導体と絶縁物で異なり、絶縁物へのものが導体へのものの $2/3$ 程度となった。

密着性は、SUS304, 黒鉛, アルミニウムへは非常に良く、石英ガラスへは悪いという結果を得た。

これらのことから、炉内材料へのカーボンコーティングを考えた場合、石英ガラスは観測窓等に用いられるため、炭素が石英ガラスにコーティングされることはプラズマ観測の支障となるため望ましくない。しかし速度は遅くとも膜が形成され、しかもその膜は剥離しやすい。プラズマ放電等により膜が剥離して真空槽を汚すことが心配される。このため観測窓等にはコーティングされないような処置が必要である。

水素プラズマによる損耗率の測定より、プラズマ中に数%程度の酸素が含まれていると損耗率は極端に大きくなり、膜の寿命が短くなることがわかった。

膜中水素濃度分布測定より、He 照射をすると膜表面付近の水素濃度が低くなることから、He 照射は低水素濃度膜の作製に有効であることがわかった。

【文 献】

- 1) J. Winter: J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 131-144.
- 2) N. Noda et al.: J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 709-712.
- 3) 雨宮進 et al.: 真空, **30** (1987) 359.
- 4) N. Noda et al.: Nucl. Inst. and Meth. **B23** (1987) 544-548.
- 5) K. Okazaki et al.: J. Nucl. Mater. **145-147** (1987) 761-764.