グラファイト中の不純物組成と含有量の測定*

久保田 雄輔**・赤石 憲也**・浅野 正裕**・渡辺 伸二**

(受付1989年12月4日, 掲載決定1990年3月3日)

Measurement of Impurity Type and Concentration in Graphite using the Thermal Desorption Method

Yusuke KUBOTA**, Kenya AKAISHI**, Masahiro ASANO** and Shinji WATANABE**

(National Institute for Fusion Science, Nagoya 464-01, Japan)

(Received December 4, 1989, Accepted March 3, 1990)

グラファイト材やカーボン複合材は、多孔質構造のため不純物ガスを吸着し易く、真空中では逆にその不純物を放出するので色々なトラブルの原因となる事が多い。そのため核融合炉壁材料のような高真空中で使用するグラファイト材料等には、あらかじめハロゲン、超音波洗浄あるいは脱ガス処理などの純化处理を施し、不純物のガス放出が少なくなるようにしているが、この純化处理が不完全な場合は塩素ガス自身がグラファイト材に残る。そこで今回は洗浄剤を使って超音波洗浄したグラファイト材に洗浄剤成分がどの程度残留するのか Fig. 1 に示す1400°Cまで加熱可能な昇温脱離装置¹⁾を使って測定した。又、グラファイトに付着した油に対する洗浄剤の除去効果も測定したのでこれらの結果について報告する。

実験に使用したサンプルは標準的な等方性グラファイトである IG-110U で、10×10×50 mm の直方体である。各サンプルに最初から吸着しているガスの影響を取り除くため、あらかじめ1400°Cで加熱・処理した。サンプルが冷却した後洗浄剤を使って10分間超音波洗浄を施した。使用した洗浄剤は一般的に使われるアセトン、エタノール、エーテル、フレオン、トリクロロエチレン、純水そして純水+20%中性洗剤の7種類であった。なお、溶剤は不純物の少ない特級品を用いた。又、サンプル中の洗浄剤を気化させるため、大気中にて150°Cで2時間の加熱処理を行った。その後サンプルを昇温脱離

装置の加熱炉に入れ、昇温速度が10°C/min. そして最高加熱温度が1400°Cの加熱パラメーターで脱離曲線とその間の放出ガス量を測定した。

Table 1 に各洗浄剤を使った場合のサンプルからの放出ガス量を示しているが、純水の場合がガス放出量が最も少なく、フレオン、エーテル、アセトン、エタノール、トリクロロエチレン洗浄剤の場合と続き、純水に20%の中性洗剤を混合した洗浄剤の場合がガス放出量が最も多い。その放出量は純水の場合に比較して20倍にもなっていて中性洗剤はグラファイトの洗浄剤としては不

Fig. 1 Block diagram of the thermal desorption spectrometer incorporating a data acquisition system.

* 平成元年10月26日 第30回連合講演会で講演

** 核融合科学研究所 (〒464-01 名古屋市中千種区不老町)

Table 1 Total amount of desorbed gas from the graphite samples cleaned with various cleansers

Cleanser name	Sample weight (g)	Released amount of gas (Torr·l/g)
Acetone	8.46	0.0102
Ethanol	8.23	0.0126
Ether	8.67	0.0099
Freon	8.30	0.0054
Trichloroethylene	8.24	0.0129
De-ionized water	8.43	0.0049
Water+neutral cleanser	8.43	0.0800

Fig. 2 Thermal desorption curves for total and main partial pressures from the graphite samples cleaned with freon.

適当であることを示している。また、フロン洗浄剤を使った場合、ガス放出量は純水の場合について少ないが、**Fig. 2** に示すように主要な放出ガスに関する脱離曲線において真空材料にとって有害な塩素の放出が水素と反応した塩酸の形²⁾ ($M/e=36, 38$) で1400°Cまで続いて観測されることから洗浄剤として適していないと考えられる。このような塩素の放出はトリクロロエチレンの場合にも観測される。しかし、これらの洗浄剤を使わない場合に於てもグラファイトによっては1200°C以上の高温領域において塩素放出が観測される事もある。**Fig. 3**～**6**にエタノール、アセトン、エーテルそして純水の場合の全圧と主要な分圧の脱離曲線を示すが、純水とエーテルの場合は他の洗浄剤の場合に比較して、低い温度でガス放出が終了してグラファイト中のそれら洗浄剤成分の脱離の為に活性化エネルギーが低いことを示している。

次にやはり1400°Cまでの脱ガス処理したIG-110Uグラファイトに約100 mgのロータリー油を超音波洗浄器を使って浸み込ませ、洗浄剤を使った超音波洗浄により

Fig. 3 Thermal desorption curves for total and main partial pressures from the graphite samples cleaned with ethanol.

Fig. 4 Thermal desorption curves for total and main partial pressures from the graphite samples cleaned with acetone.

Fig. 5 Thermal desorption curves for total and main partial pressures from the graphite samples cleaned with ether.

その油分を除去する実験を行い、洗浄剤の違いによる油分の除去率の違いを測定した。その除去された油の量

Fig. 6 Thermal desorption curves for total and main partial pressures from the graphite samples cleaned with water.

は、 $1\mu\text{g}$ まで計測可能な精密天秤により洗浄の前後におけるサンプルの重量差を求めることにより得た。

Table 2に示すように純水の場合には10%と除去率をもっとも低く、ほとんど油に対する除去効果はなかった。しかし、純水に20%の中性洗剤を混合した洗浄剤の場合は25%に、更に同洗浄剤で温度を 70°C と高くした場合には39%に除去率は増加した。純水の場合とは反対にエーテルの場合は、油分の除去率が84%と高く、除去効果が高い事を示している。

これらの結果より総合的にみてグラファイトの洗浄剤としてはエーテルが最も優れていると思われる。又、純水は油分の除去に関する能力は低いが、グラファイト中に残留しにくいという利点があるので加工粉の除去が目的の場合には、純水でも洗浄剤として充分使用できるものと思われる。なお、金属やセラミックに対し同様に洗浄剤を使って超音波洗浄を行った後に不純物測定を行ったが、どの洗浄剤の場合でも材料中に特に残留成分は存在していなかった。

Table 2 Efficiencies of the various cleansers for the reduction of rotary pump oil in the graphite samples

Cleanser name	Ratio of eliminated oil (%)
Acetone	54
Ethanol	40
Ether	84
Freon	67
Trichloroethylene	78
De-ionized water	10
Water+neutral cleansr	25 (at RT)
"	39 (at 70°C)

ここで、純水と他の洗浄剤のグラファイト中における残留性の相違について考える。グラファイト中での洗浄剤の残留性の相違は、洗浄剤と材料の結合力の違いによるほか表面張力の違いが影響していると考えられる。水の表面張力が約73に対しエーテル、フロン、アセトン等の溶剤は17~25と小さく、その分だけ洗浄剤がグラファイトの奥に浸透するので材料との反応率も増加し、結果として加熱しても容易に脱気しない事になる。それに対し水は表面張力が大きいのでグラファイトの内部に浸透することが出来ず表面付近だけに滞在する。そのためグラファイトを加熱すると、他の洗浄剤に比較して気化温度が高いにもかかわらず、直ちに脱気する事になる。この水と他の溶剤の浸透力の相違は油の除去に関しては逆に作用するものと思われる。

〔論 文〕

- 1) 久保田雄輔, 宮原 昭: プラズマ研究所内報 IP-PJ-DT-139 (1988).
- 2) 久保田雄輔, 赤石憲也, 相良明男, 宮原 昭: 真空, 32, (1989) 502.