

昇温脱離装置の試料温度測定に係る改造

島袋, 瞬
九州大学応用力学研究所

<https://doi.org/10.15017/7183599>

出版情報 : 九州大学応用力学研究所技術室 技術室報告. 6, pp.11-13, 2024-07. Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン :

権利関係 :

昇温脱離装置の試料温度測定に係る改造

島袋 瞬

要 旨

昇温脱離装置（以下、TDS）によって試料を昇温加熱し、試料から放出されるガスを分析する際、試料温度と放出ガスの相関が重要なデータとなるため、試料温度を適切に測定する必要がある。派遣先研究室で所有している装置では、熱電対と試料を接触させて試料温度を測定できない構造となっていたため、装置を改造することによって試料温度の測定が可能となり、確からしいデータを取得できるようになった。

キーワード

昇温脱離装置（TDS） 試料搬送装置 熱電対 石英管温度 試料温度 重水素

1. はじめに

TDSは、真空中で金属材料等を昇温加熱した際に、材料表面および内部から放出されるガス種を四重極型質量分析計（以下、QMS）で同定することができる。また、標準リークのリークレートとQMSのイオン強度の関係から、放出されたガス種の定量を行うことができる。

この分析において、試料温度と放出ガスの相関が重要なデータとなるため、試料温度を適切に測定する必要がある。しかし、派遣先研究室で所有している装置は、熱電対と試料を接触させて温度測定できない構造となっていたため、加熱炉である石英管（試料近く）の温度を大気側から測定していた。

この制約により、石英管温度を試料温度とみなす必要があるため、両者に温度差が生じないように、分析時の昇温速度を0.1K/sとしていた。しかし、重水素照射した純タングステンの重水素放出スペクトルにおいて、初めの放出ピークが文献値（400-450K）¹⁾と異なり、500K付近で検出された。このことから、石英管温度と試料温度に乖離があることが示唆されたため、試料温度を測定できるように装置を改造することにした。

2. 改造前のTDSについて

2-1. 改造前のTDS実験の概要

まず、改造前のTDS実験の概要を図1に示す。

始めに、試料をロードロック側の試料搬送装置にセットした後、真空引きをする（図1上）。ロードロック側が高真空になった後、試料搬送装置を分析側の石英管内に移動させて試料を石英管内に置く（図1中央）。その後、試料搬送装置はロードロック側に戻し、分析側を昇温して試料からのガス放出を測定する（図1下）。

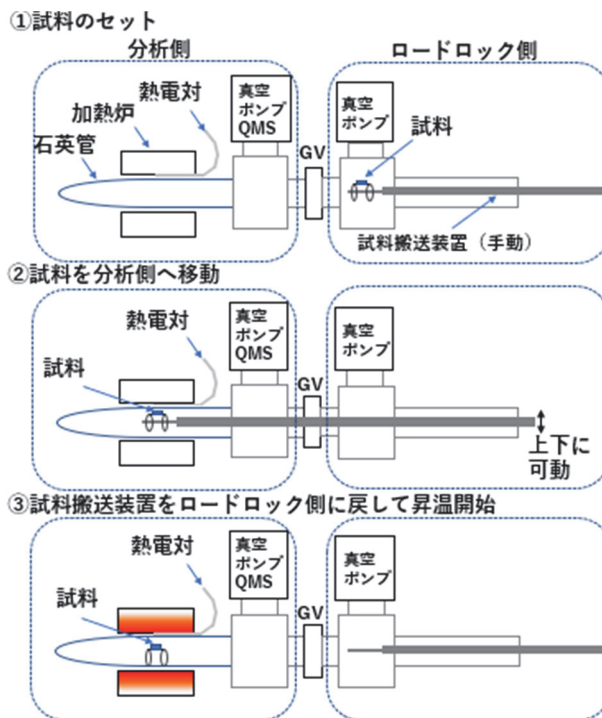


図1 改造前のTDS実験手順

前章で述べたとおり、この実験では試料の温度を直接測定することができず、大気側から石英管の温度を測定し、それを試料温度とみなしていた。

2-2. 問題点の確認

改造前の TDS で昇温した際に、試料温度と石英管温度にどのくらいの差があるか確認するため、石英管温度を測定する熱電対とは別の熱電対を用意して、これを純タングステン試料表面にスポット溶接で固定し、分析側のポートから挿入した(図2)。なお、この方法は、試料温度を測定できるものの、分析後に試料と熱電対を外す際、熱電対が断線するので、通常の使用には適さない。

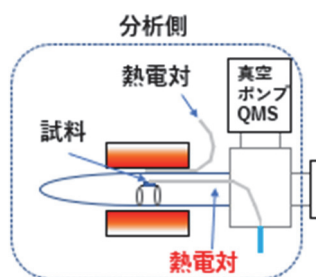


図2 改造前の TDS における試料温度測定

加熱炉を昇温速度 0.1K/s で室温から 1,273K まで昇温した結果を図3に示す。昇温から約 870K まで石英管温度と試料温度に差があることが分かる。したがって、約 870K 以下では石英管温度を試料温度としてみなすことはできない。

このことから、当該装置において重水素照射した純タングステンの重水素放出ピークが 500K で見られたのは、この温度差が要因であると考えられる。

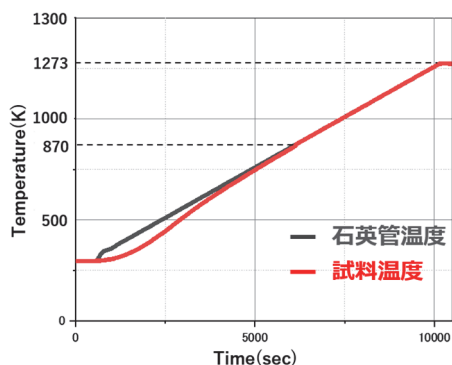


図3 昇温時の試料温度と石英管温度の差

3. TDS の改造について

試料温度を測定するためには、熱電対と試料が接触する構造にする必要がある。そのため、試料搬送装置の先端に試料ホルダーを固定し、試料搬送装置に熱電対を這わせ、熱電対の先端が試料と接触するように改造した(図4、図5)。また、試料搬送装置は従来の手動から、IAI製の電動アクチュエーターに置き換えた。

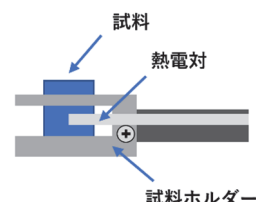


図4 試料搬送装置先端の改造

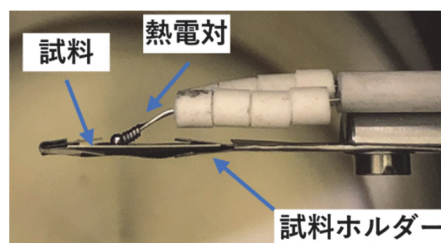


図5 上から見た試料搬送装置の先端

この改造において、装置の製作は業者に依頼し、TDS へのインストールは筆者らが行った。改造前後の装置の外観を図6に示す。

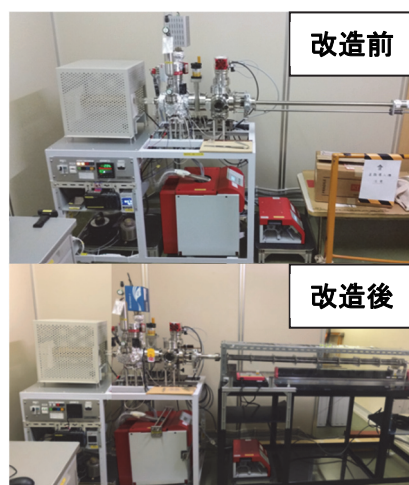


図6 改造前後の装置の外観

4. 改造後の TDS 装置について

4-1. 改造後の TDS 実験の概要

改造後の TDS 実験の概要を図 7 に示す。始めに、試料をロードロック側の試料ホルダーにセットし、熱電対の先端と接触していることを確認して真空引きをする (図 7 上)。ロードロック側が高真空になったら試料搬送装置を分析側の石英管内に移動させ、そのまま昇温を開始する (図 7 下)。そのため、試料と共に試料搬送装置の先端を加熱している点が改造前とは異なる。

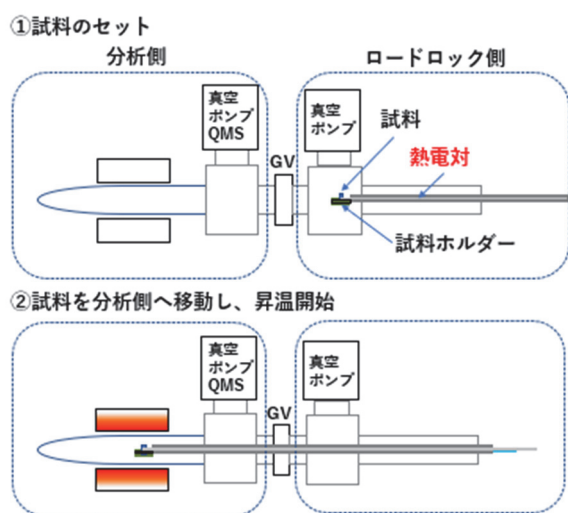


図 7 改造後の TDS 実験手順

4-2. TDS 分析によるデータの確認

改造前後における TDS 分析の確認として、 $10 \times 10\text{mm}$ の純タングステン (0.1mm 厚) に重水素照射 (加速電圧: 3kV、フルエンス: $1 \times 10^{21}\text{m}^{-2}$) を行った試料の分析結果を図 8 に示す。この実験における TDS の昇温速度は、改造前が 0.1K/s、改造後が 1.0K/s である。また、改造前は石英管温度を測定しているのに対し、改造後は試料温度を測定している。昇温開始から初めの放出ピークの温度に注目すると、改造後は文献値^[1] (400K-450K) と同等であり、改造前とは、約 80K の差があった。

なお、改造前後で放出スペクトルが異なるカー

ブを示しているが、今回の改造とは別の要因と考えられるため、本報告では触れない。

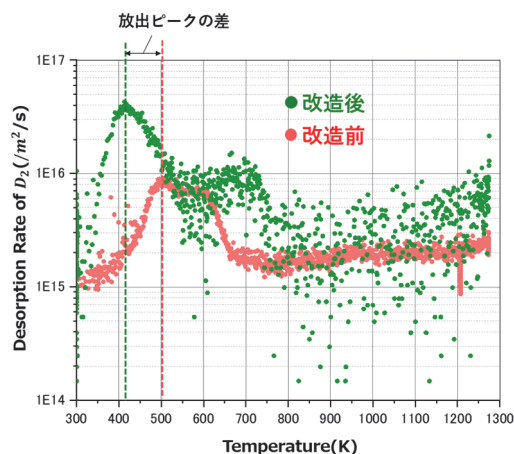


図 8 改造前後の TDS 分析における重水素放出スペクトル

5. まとめ

派遣先研究室で所有している TDS において、試料温度を正確に測定できていない問題があったが、試料と熱電対が接触するように改造することで、問題を解消できた。これにより、重水素照射した純タングステンの TDS 結果から、昇温開始から初めの放出ピークの温度が文献値^[1]と同等であることを確認した。

参考文献

- [1] 坂本隆一他：九州大学応用力学研究所所報 第 78 号, 173-183, 1995.

謝辞

TDS 改造についてご了承いただいた高温プラズマ理工学研究センターの出射浩センター長、TDS 改造および TDS データ取得にご協力くださった総合理工学府の大宅諒助教、試料搬送装置のインストール作業を支援してくださった技術室の牟田口嵩史技術職員に厚く御礼申し上げます。