

氏 名	ご とう よし たか 後 藤 純 孝
学位(専攻分野)	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	論 工 博 第 3534 号
学位授与の日付	平 成 12 年 7 月 24 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 4 条 第 2 項 該 当
学 位 論 文 題 目	Defect Formation and Chemical Sputtering of Graphite due to keV-Energy Hydrogen-Ion Irradiation (keV エネルギー水素イオン照射によるグラファイトの欠陥生成および化学 スパッタリング)
論文調査委員	(主 査) 教 授 今 西 信 嗣 教 授 東 邦 夫 教 授 福 山 淳

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、制御熱核融合反応試験装置のプラズマ対向壁材料に関し、黒鉛の水素イオン照射による欠陥生成および化学スパッタリング損耗機構の実験的・理論的解析結果、および黒鉛の対水素プラズマ特性を改善する目的で新たに開発した表面 B_4C 転化黒鉛材料の水素ビーム照射特性および熱物性評価結果を纏めたものであり、7章からなっている。

第1章は序論であり、制御熱核融合反応実験装置のプラズマ対向壁材料に要求される諸条件、トカマク型装置のプラズマ閉じ込め性能とプラズマ対向壁材料の変遷、プラズマと黒鉛炉壁表面との相互作用における問題点、黒鉛表面の水素イオンビーム照射に関する従来の研究、ならびに本研究の目的について述べている。

第2章では、まず、keV エネルギー領域の水素イオンを照射した黒鉛の結晶性を反射型高速電子線回折法および高分解能透過型電子顕微鏡による観察をもとに評価している。水素イオンを照射した気相成長黒鉛繊維の(002)格子像観察から、層面方向の平均結晶サイズの照射温度および照射量依存性を明らかにし、欠陥焼鈍の活性化エネルギーを推定している。また、黒鉛層間距離 d_{002} が、非照射試料の値である0.34 nm から0.38, 0.41-0.43, 0.47および0.69 nm へ離散的に増大することを見出し、それぞれ黒鉛層間位置への低濃度の水素捕捉、高濃度の水素捕捉、メチル基の捕捉および炭化水素分子の捕捉により説明されると述べている。

第3章では、まず、エネルギー1—6 keV の重水素およびヘリウムイオンを室温で照射した高配向黒鉛へき解面のX線光電子分光をおこない、C1s内殻準位に起因する光電子スペクトル線のピーク位置の入射イオン種および照射量依存性から、欠陥生成によるシフト量を-0.3 eV, 重水素捕捉によるシフト量を0.5 eV と評価している。また、照射温度が453 K 以上では、照射温度が高いほど高結合エネルギー側へのシフト量が減少し、600 K 以上では非照射黒鉛を基準として低結合エネルギー側へのシフトを示した。453—723 K 領域における捕捉重水素密度に比例したエネルギーシフト量の照射温度依存性と高分解能透過型電子顕微鏡観察で得た結晶サイズの照射温度依存性との間に良い相関性が認めれたことから、高温照射での捕捉重水素密度の減少は、照射促進欠陥焼鈍効果によるとの解釈を示している。

次に、入射エネルギー1—6 keV の水素イオンを照射した気相成長黒鉛繊維のフーリエ変換赤外分光により、照射温度373—923 K における水素イオン注入層には、 $-CH_3$, $>CH_2$ および $=CH$ -グループに加え、 $>CH$ -グループが形成されることを述べている。また、水素イオン照射後の気相成長黒鉛繊維を等時焼鈍しフーリエ変換赤外分光を行った結果、keV エネルギー領域の水素イオン照射による黒鉛中のメタン生成は、 CH_3 ラジカルによる $>CH$ -グループの水素の引き抜き反応によるとの解釈を示している。

第4章では、1 keV 重水素イオンを300—1000 K において照射した熱分解黒鉛基底面の D_2 および CD_4 分子の熱脱離に関する昇温脱離スペクトル分析の結果について述べている。 D_2 分子の昇温脱離量の積分値は、照射温度の上昇と共に、300—623 K では緩やかに、また623—800 K ではやや急峻に減少するのに対し、 CD_4 分子については、より低い623—780 K で急峻な減少を示すことを見出した。照射温度の上昇と共に D_2 -昇温脱離スペクトルピークの位置は高温側にシフトするため、 D_2 の昇温脱離過程は脱捕獲・再結合律速であり、一方、 CD_4 -昇温脱離スペクトルピークは高温側が広い非対称性を示し、

またそのピーク位置は照射温度の上昇と共に低温側にシフトしたため、 CD_4 の昇温脱離過程は拡散律速であるとの解釈を示している。

第5章では、黒鉛基底面に対する keV エネルギー領域の水素イオン照射による化学的スパッタリング現象に関する解析的モデルを構築している。モデル化では、(i)化学スパッタリングにおける炭化水素分子の生成に寄与する主たる前駆体はメチルグループである、(ii)化学スパッタリング収率に対し主として寄与する炭化水素成分はメタンである、(iii)メタンは主に遊離 CH_3 ラジカルによる $>\text{CH}$ -グループの水素の引き抜き反応により生成する、(iv) $>\text{CH}$ -グループと CH_3 グループの密度は、それぞれ、空孔と格子間原子の密度に比例し、これらは照射中における欠陥生成速度と欠陥焼鈍速度のバランスで決まる、(v)メタンの放出過程は、水素イオン照射温度、入射粒子束、黒鉛の結晶方位等の諸条件に依存し、イオン注入層におけるメタン生成過程に支配されるか、あるいは、メタンのイオン注入層中の拡散速度と入射イオンによるメタンの解離速度との競合過程に支配されること、を前提条件としている。入射エネルギー 1 keV、入射粒子束 $1 \times 10^{16} - 1 \times 10^{23} \text{ H/m}^2\text{s}$ の水素イオン照射による黒鉛基底面の化学スパッタリング現象に関し、スパッタリング率の照射温度依存性、入射粒子束依存性、ならびにスパッタリング率のピーク温度の入射粒子束依存性について計算し、実験結果を良く再現し得ることを示している。

第6章では、大型トカマク装置 JT-60U のオープンダイバータ領域の内壁防護用アーマータイルとして新たに開発した B_4C 転化炭素繊維強化炭素複合材タイルの熱伝導率および比熱の温度特性、ならびに水素イオンビームを用いた対水素プラズマ特性に関する評価結果について述べている。厚さ $200 \mu\text{m}$ 以下の B_4C 転化層の 1 keV 重水素イオン照射による化学スパッタリング率を測定し、表面のボロン原子/炭素原子比が1.6の場合で、炭素繊維強化炭素複合材基材の測定値に比べ 50%低いことを示している。また、1 keV 重水素イオンを 473 K で照射した B_4C 転化層の D_2 -昇温脱離スペクトルの解析により、 B_4C 転化層からの重水素の昇温脱離開始温度は、炭素繊維強化炭素複合材に比べて約 200 K 低いことを明らかにしている。

第7章は、結論であり、本論文で得られた成果について要約している。

論文審査の結果の要旨

本論文は、制御熱核融合反応試験装置のプラズマ対向壁材料に関し、黒鉛の水素イオン照射による欠陥生成および化学スパッタリング損耗機構の実験的・理論的解析、ならびに黒鉛の対水素プラズマ特性を改善する目的で新たに開発した表面 B_4C 転化黒鉛材料の水素イオン照射特性および熱物性評価について、得られた結果をまとめたものであり、主な成果は次のとおりである。

1. keV エネルギーの水素イオンを黒鉛に照射した際の、層面方向の平均結晶サイズおよび層間距離の照射温度および照射量依存性を、反射型高速電子線回折像および高分解能透過型電子顕微鏡像の観察により求めた。
2. keV エネルギーの重水素およびヘリウムイオンを照射した高配向黒鉛へき開面の C 1s 内殻準位の光電子スペクトル線について、そのエネルギー値の変化量を X 線光電子分光法により測定し、室温照射の場合、変化量は欠陥生成では -0.3 eV 、重水素捕捉では 0.5 eV に達することを示した。また、高温照射では捕捉重水素密度が減少することを見出し、欠陥の焼鈍が照射により促進されると提案している。
3. 水素イオンを照射した気相成長黒鉛繊維をフーリエ変換赤外分光法により分析した結果、373—923 K の照射温度範囲では、水素イオン注入域に $-\text{CH}_3$ 、 $>\text{CH}_2$ 、 $=\text{CH}$ -および $>\text{CH}$ -グループが形成されることを見出した。また、等時焼鈍のデータと考えあわせ、黒鉛に水素イオンを照射した場合、 CH_3 ラジカルによる $>\text{CH}$ -グループの水素の引き抜き反応により、メタンが生成されることを明らかにした。
4. 重水素イオンを照射した黒鉛基底面から発生する D_2 および CD_4 分子の昇温脱離スペクトル分析から、 D_2 の昇温脱離過程は脱捕獲・再結合律速であり、 CD_4 の場合は拡散律速であることを明らかにした。
5. 水素イオン照射による黒鉛基底面からの化学的スパッタリングに関する解析的モデルを構築し、スパッタリング率の照射温度および入射粒子束依存性、ならびにスパッタリング率が最大となる照射温度の入射粒子束依存性は実験結果を再現し得ることを示した。
6. B_4C 転化炭素繊維強化炭素複合材タイルを新たに開発し、化学スパッタリング率および重水素の昇温脱離開始温度が

著しく改善されることを示した。

以上要するに、本論文は、制御熱核融合反応試験装置のプラズマ対向壁材料に関し、黒鉛の対水素プラズマ特性を改善する目的で、欠陥生成および化学スパッタリング損耗機構を詳細に調べ、基本的な知見を得たものであり、その成果は学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は、博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。また、平成12年6月21日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行った結果、合格と認めた。