

JAERI-M

8 2 4 8

U-Pu炭化物系燃料用試料表面処理装置

1979年5月

福島 奨・荒井康夫・半田宗男・大道敏彦・塩沢憲一

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

U-Pu 炭化物系燃料用試料表面処理装置

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部

福島 奨・荒井 康夫・半田 宗男

大道 敏彦・塩沢 憲一⁺

(1979年4月19日受理)

U-Pu 混合炭化物系燃料物質を対象としたEPMA分析用試料表面の酸化膜除去および導電性物質による被覆処理装置を製作した。本装置ではPuを安全に取扱うことに加えて、つぎのような新しい性能を開発した。

- (1) 不活性ガス雰囲気中でイオンエッチングおよびイオンコーティングまたはイオンエッチングおよび真空蒸着のような除去および被覆処理操作が行えるので、空気中の酸素、水分による試料分析面の酸化は阻止できる。
- (2) 非導電性でしかも熱伝達の悪い樹脂埋込み試料においてもイオンエッチング処理ができる。
- (3) 上記イオンエッチング処理の際にも試料の温度上昇はほとんどないので、試料の変質がない。

⁺ 大洗研究所プルトニウム技術開発室

Apparatus for Surface Treatment of U-Pu Carbide Fuel Samples

Susumu FUKUSHIMA, Yasuo ARAI, Muneo HANDA, Toshihiko OHMICHII
and Ken'ichi SHIOZAWA⁺

Division of Nuclear Fuel Research,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received April 19, 1979)

Apparatus has been constructed for treating the surface of U-Pu carbide fuel samples for EPMA. The treatment is to clean off oxide layer on the surface, then coat with an electric-conductive material. The apparatus, safe in handling plutonium, operates as follows.

- (1) To avoid oxidation of the analyzing surface by oxygen and water in the air, series of cleaning and coating, i.e. ion-etching and ion-coating or ion-etching and vacuum-evaporation is done at the same time in an inert gas atmosphere.
- (2) Ion-etching is possible on samples embedded in non-electric-conductive and low heat-conductive resin.
- (3) Since the temperature rise in (2) is negligible, there is no deterioration of the samples.

Keywords: Uranium-Plutonium Carbide Fuel, Ion-Etching, Ion-Coating, Vacuum-Evaporation, Surface Treatment, Glovebox, Inert Gas Atmosphere

+) Plutonium Fuel Technology Section, Oarai Research Establishment

目 次

1. まえがき	1
2. 装置の基本設計	1
2.1 装置本体	1
2.2 グローブボックス	2
3. 装置の製作	3
3.1 装置本体	3
3.1.1 試料処理室	3
3.1.2 試料昇降機構部	4
3.1.3 真空排気系	5
3.1.4 操作系および安全警報系	5
3.2 グローブボックス	6
3.2.1 グローブボックス本体	6
3.2.2 給排気系	7
3.2.3 安全警報系	7
3.3 配置	8
4. 性能試験	8
4.1 装置本体	8
4.1.1 一般性能	8
4.1.2 加速電圧とイオン電流との関係	9
4.1.3 イオンエッチングおよびイオンコーティング速度	9
4.1.4 イオンエッチング用バスケットの効果	10
4.1.5 試料温度	10
4.1.6 表面処理にともなうPu 損失量の評価	11
4.2 グローブボックス	12
5. あとがき	12

Contents

1.	Introduction	1
2.	Design Philosophy of Apparatus	1
2.1	Apparatus	1
2.2	Glovebox	2
3.	Construction of Apparatus	3
3.1	Apparatus	3
3.1.1	Vacuum Chamber	3
3.1.2	Sample Elevator	4
3.1.3	Vacuum System	5
3.1.4	Control and Alarm System	5
3.2	Glovebox	6
3.2.1	Glovebox	6
3.2.2	Ventilation System	7
3.2.3	Safety and Alarm System	7
4.	Performance Tests	8
4.1	Apparatus	8
4.1.1	General Performance	8
4.1.2	Relationship between Accelerate Voltage and Ion Current	9
4.1.3	Ion-Etching and Ion-Coating Rate	9
4.1.4	Effect of Basket for Ion-Etching	10
4.1.5	Sample Temperature during Treatment	10
4.1.6	Estimation of Pu Loss during Treatment	11
4.2	Glovebox	12
5.	Summary	12

目 次

図 1	試料処理室および試料昇降機構部	1 4
図 2	金属蒸着用アタッチメント	1 5
図 3	カーボン蒸着用アタッチメント	1 5
図 4	イオンエッチング — イオンコーティングおよびイオンエッチング — 真空蒸着用上蓋交換方法	1 6
図 5	試料部および金属バスケット	1 6
図 6	真空排気系, ガス供給系およびグローブボックス給排気系フローシート ...	1 7
図 7	グローブボックス	1 8
図 8	グローブボックス等の配置	1 9
図 9	イオンエッチング処理時 (2 極間距離 2 5 0 mm) のアルゴンガス圧力 (Torr) に対する加速電圧とイオン電流の関係	2 0
図 1 0	イオンコーティング処理時のアルゴンガス圧力 (Torr) に対する加速電 圧とイオン電流の関係	2 0
図 1 1	イオンエッチング処理時の 2 極間距離に対するイオン電流変化	2 1
図 1 2	タンタルのイオンエッチング処理 (加速電圧 4 K V, イオン電流 6 m A) 時のエッチング深さの時間変化	2 1
図 1 3	白金イオンコーティング処理 (加速電圧 4 K V, イオン電流 7 m A) 時の 被膜厚さの時間変化	2 1
図 1 4	イオン電流 4 m A 時の加速電圧に対する各種金属のイオンエッチング速 度変化	2 2
図 1 5	加速電圧一定 (3 K V) 時の銀のイオンエッチング速度のイオン電流変 化	2 2
図 1 6	イオン電流一定 (4 m A) 時の銀のイオンエッチング速度の加速電圧変 化	2 3
図 1 7	一定イオン電流 (3 m A) によるイオンエッチング処理時の加速電圧に 対する試料の温度変化	2 3
図 1 8	一定イオン電圧 (3 K V) によるイオンエッチング処理時のイオン電流 に対する試料の温度変化	2 3
写真 1	試料表面処理装置外観	2 4

1. ま え が き

原子炉燃料の研究開発にとって、X線マイクロアナライザ（EPMA）、走査電子顕微鏡（SEM）、光電子分光（ESCA）などの表面分析装置は有力な武器である。原研大洗研究所の燃料研究棟においても昭和52年に液体金属冷却高速増殖炉用U、Pu混合炭化物系燃料物質を対象としたEPMAの整備をすすめた¹⁾。しかし、EPMAで得られる情報は試料表面から数 μm までのきわめて浅い領域に限られる²⁾。しかも、その情報量は表面に近いほど大きい。一方、U、Pu炭化物は化学的にきわめて活性で、固形状のものでも空気中の酸素、水分と容易に反応して表面に酸化膜を形成する。このような試料表面の酸化は、汚れの付着と同様に炭化物の酸素、炭素などの組成元素を定量する場合に精度上きわめて大きな影響を与える。また、裸の試料では電子線照射にともなって試料からPu汚染がEPMA系内に拡大する。このようなPu汚染は装置の分解保守の必要性を考慮すると極力阻止することが望まれる。

以上の理由から、EPMA用分析試料は、その表面の酸化膜、汚れおよび吸着ガスを除去し、引続き酸化とPu汚染拡大防止を目的に導電性物質で被覆する必要がある。しかも、このような表面処理を高純度不活性ガスまたは高真空中で雰囲気を破らずに連続してすすめることが、酸化防止上有効になる。また、一般にPu含有試料は寸法が小さいので、表面処理前のグローブ作業による機械研磨を容易にするため樹脂埋込み試料が対象になる。このため試料は見掛け上非導電性でしかも熱伝達が悪くなる。このような樹脂埋込み試料においてもイオンスパッタリングによる表面処理ができしかも試料の温度上昇を最小限に抑えて試料の変質を阻止する必要がある。しかし、このような2つの特別な機能を備えたPu含有試料表面処理装置は市販されていないし、また少なくとも本邦では製作の経験がない。

燃料研究棟では、EPMAの整備と平行して上述のような新しい機能とPuを取扱う上での安全性を十分に備えた試料表面処理装置を設計、製作した。装置は昭和53年7月に原子力安全局の施設検査を受け、同年8月53安（核規）第194号をもってPuの取扱いが認可された。

本報告は、装置および同格納グローブボックス（以下GBと略す）の製作並びに性能試験結果について述べる。

2. 装置の基本設計

本装置は以下にのべるような基本的考えに基づいて設計した。

2.1 装置本体

試料表面処理のうち表面の汚れ、酸化層の除去には、加速した陽イオンを試料表面に衝突させてスパッタリングを起し除去する、いわゆるイオンエッチング法を採用する。これは組織観

1. ま え が き

原子炉燃料の研究開発にとって、X線マイクロアナライザ（EPMA）、走査電子顕微鏡（SEM）、光電子分光（ESCA）などの表面分析装置は有力な武器である。原研大洗研究所の燃料研究棟においても昭和52年に液体金属冷却高速増殖炉用U、Pu混合炭化物系燃料物質を対象としたEPMAの整備をすすめた。¹⁾しかし、EPMAで得られる情報は試料表面から数 μm までのきわめて浅い領域に限られる。²⁾しかも、その情報量は表面に近いほど大きい。一方、U、Pu炭化物は化学的にきわめて活性で、固形状のものでも空気中の酸素、水分と容易に反応して表面に酸化膜を形成する。このような試料表面の酸化は、汚れの付着と同様に炭化物の酸素、炭素などの組成元素を定量する場合に精度上きわめて大きな影響を与える。また、裸の試料では電子線照射にともなって試料からPu汚染がEPMA系内に拡大する。このようなPu汚染は装置の分解保守の必要性を考慮すると極力阻止することが望まれる。

以上の理由から、EPMA用分析試料は、その表面の酸化膜、汚れおよび吸着ガスを除去し、引続き酸化とPu汚染拡大防止を目的に導電性物質で被覆する必要がある。しかも、このような表面処理を高純度不活性ガスまたは高真空中で雰囲気を破らずに連続してすすめることが、酸化防止上有効になる。また、一般にPu含有試料は寸法が小さいので、表面処理前のグローブ作業による機械研磨を容易にするため樹脂埋込み試料が対象になる。このため試料は見掛け上非導電性でしかも熱伝達が悪くなる。このような樹脂埋込み試料においてもイオンスパッタリングによる表面処理ができしかも試料の温度上昇を最小限に抑えて試料の変質を阻止する必要がある。しかし、このような2つの特別な機能を備えたPu含有試料表面処理装置は市販されていないし、また少なくとも本邦では製作の経験がない。

燃料研究棟では、EPMAの整備と平行して上述のような新しい機能とPuを取扱う上での安全性を十分に備えた試料表面処理装置を設計、製作した。装置は昭和53年7月に原子力安全局の施設検査を受け、同年8月53安（核規）第194号をもってPuの取扱いが認可された。

本報告は、装置および同格納グローブボックス（以下GBと略す）の製作並びに性能試験結果について述べる。

2. 装置の基本設計

本装置は以下にのべるような基本的考えに基づいて設計した。

2.1 装置本体

試料表面処理のうち表面の汚れ、酸化層の除去には、加速した陽イオンを試料表面に衝突させてスパッタリングを起し除去する、いわゆるイオンエッチング法を採用する。これは組織観

察のために組織を露呈する効果も兼ね備えている。試料表面被膜処理には、スパッタリングによって被膜材のターゲットから放出された原子をそれと対向して配置した試料表面に付着させる、いわゆるイオンコーティング法を採用する。その理由として、膜の厚さの調節が容易、膜と試料との付着力が強い、および凹凸部にも膜を形成するなどの特徴が挙げられる。³⁾ イオンエッチングおよびコーティング処理は、製作費が低廉な直流二極グロー放電によるアルゴンイオンを利用する。一方、スパッタリングイールドが小さいまたはスパッタされ難い物質（たとえば、炭素、アルミニウム）に対しては、真空蒸着法を採用する。

試料表面層除去後の酸化を防止するため、つぎの組合せ処理が不活性雰囲気中で連続して容易にできる。

- ① イオンエッチング——イオンコーティング
- ② イオンエッチング——金属真空蒸着
- ③ イオンエッチング——カーボン真空蒸着

試料は平面研磨するために熱および電気伝導性の悪い樹脂に埋込んだものが対象になるので、表面処理時の試料表面の熱損傷、帯電現象による処理障害の防止が重要になる。

装置のうちPu 汚染あるいはその恐れのある部分は、真空排気系を除きGB内に設置する。一方、非汚染系構成機器はできるだけGB外に設置するのが、保守および操作性上有効である。GB内に位置する機器は、グローブを介しての操作、保守が容易な構造および配置にする。また、事故の誘因になる恐れのある危険の要素は、GB内から排除されなければならない。たとえば、装置の表面温度はグローブ破損、火災を考慮して、最大熱出力時においても60℃以下に保持されるよう規定されている。

装置のうちGB外に位置する機器の冷却には、建屋の循環冷却水（約15℃）を直接使用する。しかし、GB内機器の冷却には、回路破損および保守時のGB内開放による冷却水のPu汚染を考慮して、専用の密閉型循環冷却水ポンプを設け、その回路は密閉系とする。

真空排気系のうち油回転ポンプは、設置床面積と製作費を節減するためにEPMA予備試料室と兼用になる。

事故に発展する恐れのある装置の異常現象は、すべて検知し通報すると同時にインターロックが作動して必要最少限の安全を維持する。また、誤操作による事故発生がない機構を採用することは、Puを取扱ううえできわめて重要である。

GBとその内装機器との組合せに伴う製作の複雑化を排除するため、両者間のとり合いはできるだけ簡単かつ少くすることが望ましい。

2.2 グローブボックス

燃料研究棟では、Puを包蔵するためにGBの性能はつぎのように規定されている。

- ① ボックス内圧力は作業環境に対して常時 $-30 \pm 2.0 \text{ mm Aq}$ を維持する。負圧破壊および超過警報設定圧力はそれぞれ-5および -5.5 mm Aq である。
- ② 気密度は $0.1 \text{ Box Vol \% / hr}$ 以下である。
- ③ GBの耐圧強度は $\pm 15.0 \text{ mm Aq}$ である。これは推定される最大負圧超過圧力が排気ダ

クト圧力（約 -130 mmHg ）に耐えるためである。

- ④ 装置を組込んだGBは、水平震度0.3Gの地震に対して破壊および転倒しない構造強度を有する。

- ⑤ 換気回数は10回/hr以上である。

炭化物系燃料物質は、前述したように空気中において酸化する恐れがある。しかし、粉末状を除く固形状のものは、空気中に長時間放置しない限り酸化はごく表面に限られる。EPMA対象試料は主として固形状のものであるので、GB雰囲気は空気の問題ないが、必要に応じて高純度アルゴンによるOnce-through置換ができる。これはGB内火災時には窒息消火の役目も兼ねている。

GBは、EPMAに試料を装荷するための「試料導入GB」¹⁾と連結ポートを介して連結する。GB給排気系は、両GBに対して並列に1系統のみ設ける。これは試料導入GBへのPu汚染の移行を阻止する目的で、定常時は試料導入GBに給気し、本GBから排気することによって風向を管理するためである。

3. 装 置

3.1 装置本体

装置本体は試料処理室、試料昇降機構部、真空排気系、操作系および安全警報系から構成されている。このうち試料処理室のみがGB内に組込まれており、他の構成系はGB外に設置してある。（写真1参照）

3.1.1 試料処理室

試料処理室は、図1に示すように上蓋付ガラス円筒（内径 200 mm ×高さ 360 mm ）と円筒型ガラスセパレータ（内径 150 mm ×高さ 150 mm ）の2室から構成されている。前者はステンレス鋼（SUS304）製ベースプレート（直径 350 mm ×厚さ 180 mm ）上に設置された気密構造である。円筒とベースプレートおよび上蓋との間の気密は、U字形ネオプレンパッキングによって保持されている。ベースプレートは、後述するGB床面に溶接でとりつけられた真空フランジにGB下側からOリングを介してとりつけられている。円筒は硬質ガラスであるが、さらにその外周りには破損防止のため多孔板（SUS304）製の保護カバーがとりつけられている。上蓋は開閉方式で、2式準備されており試料表面処理に必要な機構が組込まれている。1つはイオンエッチングとイオンコーティングの組合せ処理用である。エッチング用ターゲット（ $50\text{ mm}\phi$ ）とその周りに環状形のコーティング用ターゲットが、図1に示したように組込まれている。もう一つはイオンエッチングと真空蒸着の組合せ処理用で、エッチング用ターゲットと真空蒸着用アタッチメントが組込まれている。さらに、アタッチメントには図2および3に示すような抵抗加熱式金属蒸着用と放電式カーボン蒸着用の2組がある。これらアタッチメントはつまみ操作一つで蓋に対し装着および脱着ができる。このためタングステンバスケ

クト圧力（約 -130 mmHg ）に耐えるためである。

④ 装置を組込んだGBは、水平震度0.3Gの地震に対して破壊および転倒しない構造強度を有する。

⑤ 換気回数は10回/hr以上である。

炭化物系燃料物質は、前述したように空気中において酸化する恐れがある。しかし、粉末状を除く固形状のものは、空気中に長時間放置しない限り酸化はごく表面に限られる。EPMA対象試料は主として固形状のものであるので、GB雰囲気は空気の問題ないが、必要に応じて高純度アルゴンによるOnce-through 置換ができる。これはGB内火災時には窒息消火の役目も兼ねている。

GBは、EPMAに試料を装荷するための「試料導入GB」¹⁾と連結ポートを介して連結する。GB給排気系は、両GBに対して並列に1系統のみ設ける。これは試料導入GBへのPu汚染の移行を阻止する目的で、定常時は試料導入GBに給気し、本GBから排気することによって風向を管理するためである。

3. 装 置

3.1 装置本体

装置本体は試料処理室、試料昇降機構部、真空排気系、操作系および安全警報系から構成されている。このうち試料処理室のみがGB内に組込まれており、他の構成系はGB外に設置してある。（写真1参照）

3.1.1 試料処理室

試料処理室は、図1に示すように上蓋付ガラス円筒（内径 200 mm ×高さ 360 mm ）と円筒型ガラスセパレータ（内径 150 mm ×高さ 150 mm ）の2室から構成されている。前者はステンレス鋼（SUS304）製ベースプレート（直径 350 mm ×厚さ 180 mm ）上に設置された気密構造である。円筒とベースプレートおよび上蓋との間の気密は、U字形ネオプレンパッキングによって保持されている。ベースプレートは、後述するGB床面に溶接でとりつけられた真空フランジにGB下側からOリングを介してとりつけられている。円筒は硬質ガラスであるが、さらにその外周りには破損防止のため多孔板（SUS304）製の保護カバーがとりつけられている。上蓋は開閉方式で、2式準備されており試料表面処理に必要な機構が組込まれている。1つはイオンエッチングとイオンコーティングの組合せ処理用である。エッチング用ターゲット（ $50\text{ mm}\phi$ ）とその周りに環状形のコーティング用ターゲットが、図1に示したように組込まれている。もう一つはイオンエッチングと真空蒸着の組合せ処理用で、エッチング用ターゲットと真空蒸着用アタッチメントが組込まれている。さらに、アタッチメントには図2および3に示すような抵抗加熱式金属蒸着用と放電式カーボン蒸着用の2組がある。これらアタッチメントはつまみ操作一つで蓋に対し装着および脱着ができる。このためタングステンバスケ

ットの装着，その中への蒸着金属の装填およびカーボン電極棒の装着等の作業がグローブ操作の容易な位置でできる。2組の蓋は2本の支柱でそれぞれ支持されているので，図4に示すように蓋を回転するだけで容易に表面処理方式を選択できる。

ガラスセパレータは，電極-試料間以外の部分での無駄な放電および蒸着物質の室内諸機器への付着を最少限に抑えるためのものである。ガラス円筒とセパレータはとりはずしおよび洗浄が容易な構造である。

試料台，試料ホルダーおよびその周辺の詳細構造は，図1に示したとおりである。試料台は上蓋の電極，蒸着アタッチメントに対向してベースプレート中央部に位置し，後述する試料昇降機構の昇降軸上部先端に溶接でとりつけられている。また，試料台およびこれにねじ込みでとりつけられる試料ホルダーはいずれも銅製（クロムメッキ）で，二重管構造の昇降軸を経て冷却水により直接冷却される。見掛上熱伝達の悪い樹脂埋込み試料の表面処理にともなう表面温度上昇は，図5に示すように試料ホルダーの蓋を介して熱伝達により冷却する構造である。また，樹脂埋込み試料は見掛上非導電体であるので，イオンエッチング処理において試料表面にイオン蓄積による電荷が発生する。この電荷が後続イオンの進入を阻むためエッチングが進行し難くなる。このため試料表面の蓄積電荷を除去する目的で，図5に示したようなSUS 304鋼製の円筒型バスケットを使用している。この場合，バスケットは網の孔を通してイオンが試料表面に突入しスパッタリングを進行させる働きをする。また，導電性試料の場合にはイオンが試料表面に集束されるので，エッチング速度が増大する長所がある。

処理室内真空リークは，上蓋に設けられているリークバルブでGB内雰囲気直接室内に導入することによって行われる。

3.1.2 試料昇降機構部

イオンエッチングでは，低イオン電流で放電させることによって試料が受ける熱負荷を小さくする必要がある。一般に，グロー放電においては，電極間距離を大きくするほど高真空領域まで低イオン電流で放電を持続できる。一方，イオンコーティングの場合，試料は直接熱負荷を受けないので，試料とターゲットとの間隔は小さくするほど試料表面の被膜形成速度が増大することになる。また，真空蒸着においても同様であるが，発熱体からの輻射熱を考慮する必要がある。このようにイオンエッチング，イオンコーティングおよび真空蒸着の場合で，ターゲットまたは被膜材と試料との適正間隔は異なる。しかも，イオンエッチングと被膜の組合せ処理を不活性雰囲気を破らずに連続してすすめる必要がある。このため，上蓋と試料部の間隔を調節する試料昇降機構を試料処理室下GB外に設けている。試料昇降可能距離は約250mmで，GB外から回転ハンドルを操作することによって試料支持軸を上下に移動する構造である。この支持軸は外径15mmφで，試料部へ冷却水を送るため二重管構造になっている。試料処理室と支持軸との気密は，ウィルソンシール方式によって保持されている。しかし，昇降にともないウィルソンシール部の昇降軸を介して，Pu汚染が処理室からGB外昇降機構部へ移行してくる恐れがあるので，機構部は真空規格構造の気密箱内に格納している。この函はSUS 304製の円筒型（外型164mmφ×高さ410mm）で，内部機構観察用ガラス窓と保守用盲フランジ口（ともに100mmφ）を備えている。さらに，函内をGBと同圧にして常時負圧管理する

ためにHEPAフィルターを介して、GB本体とSUS304管(10mmφ)で連結している。フィルターは小型ガスライン用のもので、函内にくらべて汚染密度が高いGBからのPu汚染移行阻止を目的としている。

試料冷却用冷却水は、この函を中継して試料台昇降軸中に導入されるが、函内配管にはフレキシブル管を使用している。

本機構を設けた結果、試料台をガラス円筒上部まで移動できるので、試料ホルダーの装着、脱着操作が上蓋を開放するだけで可能である。

3.1.3 真空排気系

試料表面処理室は、図6に示すようなフローシートに基づいた油回転ポンプの組合せによって真空排気される。真空排気系はGB床下に設置されている。排気ダクトまでの全回路は、SUS304配管によって組立てられた気密構造である。

油回転ポンプは気密性に優れたヘリウム回収型を使用しており、その排気速度は約150ℓ/minである。油気による排気用HEPAフィルターが目詰りを防ぐため、ポンプ吐出口に耐圧(0.5kg/cm²G)かつ高気密(1×10^{-5} atm cc/sec)型のオイルミストトラップを設けている。油拡散ポンプは3インチ口径のSUS304製で、その排気速度は1ℓ/minである。ポンプにはGB内からPuで汚染した劣化油を容易に交換できるように、油抜きとりと注入を兼ねたSUS304配管(8mmφ)をGBとの間に設けている。一方、油回転ポンプへのPu汚染移行を阻止するために、油拡散ポンプと油回転ポンプとの間に特殊構造のHEPAフィルター⁴⁾を設けている。したがって、油回転ポンプはSUS304製受皿内に設置しているのみで、油交換などの保守作業時の対策をとくに考慮していない。しかし、ポンプ停止にともなう吸引側のリークは、万一の汚染拡大を考慮して排気ダクト雰囲気自動的に導入する方法を採っている。

真空度はピラニ真空計とペニング真空計の組合せによって $1 \times 10^{-5} \sim 1$ Torrの範囲で測定できる。両検出素子は外力による破損の恐れがない金属外套型である。

イオンエッチングおよびコーティング処理時の処理室内アルゴンは、小型ガスラインHEPAフィルターを通したあと真空排気系から導入される。フィルターは、万一のPu汚染の逆流阻止を目的としている。処理室内アルゴンの適正圧力は、ニードルバルブと真空排気主バルブの開度によって調節される。

3.1.4 操作系および安全警報系

操作系および安全警報系は、独立した移動式操作盤内にまとめて組込んでいる。設置床面積を節減するため定常時はGB下架台空間内に設置した状態で使用する。その大きさは巾650cm×奥行450cm×高さ400cmである。

(1) 操作系

操作系は真空排気操作部、高電圧操作部および蒸着操作部に区別されている。真空排気操作部には真空排気系操作スイッチ、ピラニおよびペニング真空計測定部が含まれる。高電圧操作部には、イオンエッチングおよびコーティング処理用高圧電源、同調節器、高電圧計、電流計お

よび放電時間調節タイマー（2段式0～30分，0～3時間）が組込まれている。高圧電源は直流0～6KVの範囲で連続可変で，最大使用可能放電イオン電流は10mAである。蒸着操作部には加熱電源，電圧調節器，電圧計および電流計が組込まれている。加熱電源は直流で，その電圧はDC0～10Vの範囲で連続可変である。しかも，最大使用可能電流は50Aである。

イオンエッチング，コーティングおよび真空蒸着の表面処理方式切換えは，差し込みによる電気回路選択方式である。この回路選択部は操作パネル内に組込まれている。

(2) 安全警報系

装置に発生したつぎのような異常現象は直ちに検出され，警報と同時にインターロックが自動的に作動して安全を確保する。これら警報はランプおよびブザーで現場表示されるが，現場が無人的場合にはさらに燃料研究棟集中監視盤に発信される。

① 過電流

イオンエッチング，コーティング処理および真空蒸着処理時に放電イオン電流および加熱電流がそれぞれ10mAおよび50Aを超えたとき，高圧および加熱電源は断になる。

② 冷却水断水

試料冷却用および油拡散ポンプ冷却用冷却水がともにまたは前者のみが断水または流量不足になったとき，高圧電源およびポンプヒータ電源はともに断になる。試料冷却用冷却水に異常があったとき，高圧電源のみ停止する。

③ 真空度低下

イオンエッチング，コーティング処理時に処理室内圧力が0.5 Torrを超えたとき，高圧電源は自動的に断となる。この場合，警報は発信しない。

その他，誤操作を防止するため油回転ポンプ，油拡散ポンプ，高圧電源および加熱電源の順序で作動するスイッチを採用している。また，表面処理方式の切換えは前述したように差し込みによる回路選択方式であるので，2つ以上の処理は同時に進行しない。しかも，切換え操作時の安全を考慮して，パネル蓋開放時は表面処理電源は稼動しない。

3.2 グローブボックス

3.2.1 グローブボックス本体

GB本体は図7に示すようなステンレス鋼板（SUS304，厚さ4mm）製両面操作型パネル構造である。大きさおよび形状は巾1.8m×奥行1m×高さ0.9m（内容積約1.6m³）の箱形で，いわゆる燃料研究棟で規格化している標準形の一つである。窓は厚さ10mmの透明アクリル板で，これに動燃Ⅱ型* 8インチグローブポートが両面合せて8双とりつけられている。ボックス側面には内径300mmのSUS304製物品搬出入用バックポート，その反対側面に試料導入GBとの連結ポート（内径300mm×長さ250mm）が溶接で取付けられている。試料導入GB連結ポートとの接続は，将来のクローズド法による切離し撤去を考慮して，ポート

* 米国ニューメック社規格のグローブポートを動力炉・核燃料事業団が改造したもので，グローブ締付け用Oリング溝2本と金属バンド溝1本を備えた黒色ペークライト製である。

中央での合せフランジ方式である。バックポートおよび連結ポートの内蓋は、カウンターバランス付のSUS304製で、閉時は気密が得られる構造である。通常GB付帯設備として電流導入端子(18芯)2式、予備口(呼び径2B, 2重盲フランジ付)3式および予備ガスノズル(ベローバルブ付)3式がボックス側面に設けられている。

装置とのとり合いとして、床面には試料処理室を組込むためSUS304製真空フランジ(内径260mm×外径410mm×厚さ22mm)が溶接で取付けられている。また、側面にはイオンスパッタリング用高電圧および真空蒸着用加熱電源の電流導入端子(1芯, 最大電圧12KV, 最大電流70A)4式が設置されている。さらに、本装置およびEPMA油回転ポンプ用特殊型HEPAフィルター⁴⁾2式が取付けられている。

GB架台は鋼鉄製で、その高さは立位作業に適した900mmである。装置本体、GBおよび架台は耐震を考慮して相互に固定された一体構造である。さらに、架台は6本のアンカーポート(M10×深さ60mm)で設置床に固定されている。

3.2.2 給排気系

給排気系は、図6に示したように試料導入GBと並列に1系列設けている。これは定常時に試料導入GBから本GB方向へ連結ポートを介して雰囲気気が流れるように、試料導入GBに給気し本GBから排気するためである。また、試料導入GBは内容積が約0.38m³と小さいため定常グローブ作業でGB圧力が -30 ± 20 mmAqを超える恐れがある。このため本GBと連結して見掛け上一台のGBとして大きな圧力変化を吸収する必要がある。

アルゴン供給回路を除く給排気系回路は、呼び径50AのSUS304管とこれに相当するバルブ類から構成されている。一方、Once-through 置換時のアルゴンは加圧(約0.5kg/cm²G)で供給さえるので、アルゴン供給回路は呼び径20Aの配管と圧力調節弁、オリフィス型流量計および電磁開閉弁から構成されている。給排気系および真空排気ダクト回路に設けられている4個のHEPAフィルターは、最大規格風量1.43m³/min(圧力損失25.4mmAq)のセルフコンテンド型である。これらフィルターの交換はグローブ付ビニールバックを使用し、クローズド方式である。

GB雰囲気気の流れ — アルゴン切換えには、瞬時に操作ができる2インチ口径の手動三方ボールバルブ(SUS304製)を使用している。また、ガス置換を促進するためGB内給気口にはSUS304管(呼び径50A×長さ700mm)に多数の小口径孔を開けた構造のガス拡散器が設けられている。

3.2.3 安全警報系

GBに発生した安全に係るつぎの異常は、直ちに検知され現場でランプとブザーで通報すると同時に燃料研究棟の集中監視盤に発信される。さらに、無人時は24時間監視体制にある中央警備詰所に発信される。

(1) GB負圧異常

GB負圧が破壊(-5 mmAq以上)および超過(-55 mmAq以下)になったとき警報を発信する。これら負圧異常は金属ダイヤフラム式上下限接点付微圧指示計(目盛範囲 $-150 \sim$

+50 mmHg) によって検出される。また、アルゴンによるガス置換時にGB負圧が-10 mmHg以上になるとアルゴン供給回路の電磁開閉弁が閉じて、負圧破壊を阻止する。この圧力調節は別の接点付微圧指示計によって行われる。これら警報は自己保持と自動復帰の選択ができ、定常時は前者に、無人時は後者に設定される。

(2) GB内温度異常

GB内温度が60℃を超えたとき2分以内に警報を発信する。温度検出素子は接点接触方式(密閉型)でGB天井中央部に設置している。

3.3 配 置

107号室におけるGBおよびEPMA等の配置は図8に示すように、作業順序およびEPMA本体へのPu汚染移行阻止を考慮している。また、GB等の周囲には作業スペース以外に非常時の避難路(巾1m以上)を確保している。さらに、限られた実験室の床面積を有効利用するために構成機器をつぎのように配置している。

- ① 試料表面処理装置の操作盤および真空排気装置は、GB下架台空間に設置している(図7参照)。
- ② 負圧警報指示計、負圧調節指示計、HEPAフィルター、背圧ダンパー、三方弁および警報盤などのGB付帯設備は、GB屋根上にまとめて設置している。
- ③ 真空排気系ダクト側HEPAフィルターは、実験室天井から吊下げによって設置している。
- ④ アルゴン供給系のうち圧力調節弁、流量計および電磁開閉弁は実験室壁にとりつけている。

GB内装置は定常および保守作業が容易にできるように、グローブが届く窓面から60cm以内に配置している。

4. 性 能 試 験

4.1 装置本体

4.1.1 一般性能

(1) 到達真空度

試料処理室の到達真空度は 3×10^{-5} Torr以下で、その所要時間は約15分であった。また、真空排気停止後の真空度の時間変化から計算された試料処理室の漏洩率は、 2×10^{-5} atm cc/secであった。

(2) 装置表面温度

試料表面処理(イオンエッチング、イオンコーティング、金属およびカーボン真空蒸着)時のGB内試料処理室外側表面温度は、アルメルクロメル熱電対によって連続測定した。この結

+50 mm Aq) によって検出される。また、アルゴンによるガス置換時にGB負圧が-10 mm Aq 以上になるとアルゴン供給回路の電磁開閉弁が閉じて、負圧破壊を阻止する。この圧力調節は別の接点付微圧指示計によって行われる。これら警報は自己保持と自動復帰の選択ができ、定常時は前者に、無人時は後者に設定される。

(2) GB内温度異常

GB内温度が60℃を超えたとき2分以内に警報を発信する。温度検出素子は接点接触方式(密閉型)でGB天井中央部に設置している。

3.3 配 置

107号室におけるGBおよびEPMA等の配置は図8に示すように、作業順序およびEPMA本体へのPu汚染移行阻止を考慮している。また、GB等の周囲には作業スペース以外に非常時の避難路(巾1m以上)を確保している。さらに、限られた実験室の床面積を有効利用するために構成機器をつぎのように配置している。

- ① 試料表面処理装置の操作盤および真空排気装置は、GB下架台空間に設置している(図7参照)。
- ② 負圧警報指示計、負圧調節指示計、HEPAフィルター、背圧ダンパー、三方弁および警報盤などのGB付帯設備は、GB屋根上にまとめて設置している。
- ③ 真空排気系ダクト側HEPAフィルターは、実験室天井から吊下げによって設置している。
- ④ アルゴン供給系のうち圧力調節弁、流量計および電磁開閉弁は実験室壁にとりつけている。

GB内装置は定常および保守作業が容易にできるように、グローブが届く窓面から60cm以内に配置している。

4. 性 能 試 験

4.1 装置本体

4.1.1 一般性能

(1) 到達真空度

試料処理室の到達真空度は 3×10^{-5} Torr 以下で、その所要時間は約15分であった。また、真空排気停止後の真空度の時間変化から計算された試料処理室の漏洩率は、 2×10^{-5} atm cc/sec であった。

(2) 装置表面温度

試料表面処理(イオンエッチング、イオンコーティング、金属およびカーボン真空蒸着)時のGB内試料処理室外側表面温度は、アルメルクロメル熱電対によって連続測定した。この結

果，最大出力時においても温度上昇は室温に対し最大 3°C であった。

(3) 試料昇降可能距離

GB外試料昇降機構部のハンドル操作によって試料処理室内で試料を上下できる最大距離は 250 mm であった。この結果，試料と対向電極との距離は $50\sim300\text{ mm}$ の範囲内で連続可変である。また，試料と蒸着金属およびカーボン放電部との間隔は $25\sim275\text{ mm}$ の範囲内で任意に調節できる。試料上下操作にともなう試料処理室の真空度($5\times10^{-5}\text{ Torr}$ 以下)の低下は認められなかった。

4.1.2 加速電圧とイオン電流との関係

(1) アルゴンガス圧力の効果

イオンエッチング(二極間距離 250 mm)およびイオンコーティング処理時における加速電圧とイオン電流との関係を試料処理室内アルゴンガス圧力に対して調べた。アルゴンは室内を $5\times10^{-5}\text{ Torr}$ 以下に真空排気したあと室内に導入し，その圧力は導入口付設ニードルバルブおよび真空排気主バルブによって調節した。その結果得られた加速電圧——イオン電流曲線を図9および10に示す。イオン電流は加速電圧とともに増大し，しかもアルゴンガス圧力が高くなるにしたがって加速度的に増大している。

(2) 二極間距離の効果

イオンエッチング処理において試料処理室内アルゴンガス圧力を一定にしたときの加速電圧とイオン電流との関係を二電極間距離に対して調べた。その結果は図11に示すように，イオン電流は二電極間距離が増大するにしたがって減少している。この減少傾向は加速電圧が増大するにしたがって加速度的に顕著になっている。

4.1.3 イオンエッチングおよびイオンコーティング速度

(1) イオンエッチングおよびイオンコーティングの時間依存性

イオンエッチング処理によって試料表面に付着する膜厚の時間変化を調べた。図12は加速電圧 4 KV ，イオン電流 6 mA のときタンタルで得られたイオンエッチング処理(二極間距離 250 mm)の結果を示す。また，図13は加速電圧 4 KV ，イオン電流 7 mA のとき白金で得られたイオンコーティング処理(ターゲットと被膜試料との距離 50 mm)の結果を示す。膜厚は付着が均一であると仮定して処理前後の被膜試料の重量変化から求めている。この2つの結果から，両処理において試料表面除去深さおよび被膜厚さは時間とともに直線的に増大することがわかる。

(2) イオンエッチング速度の加速電圧依存性

スパリッターリングイールド異なる物質のイオンエッチング速度と加速電圧との関係を一定イオン電流のもとで調べた。物質がスパッターリングで削られる量は，エッチング処理前後の重量変化(秤量最少感度 0.01 mg)から求めた。ついで，エッチングが試料表面で均一であると仮

定^{*}して試料が削除された深さに換算した。図14はスパッタリングイールドが異なる銀、銅、白金およびタンタル^{**}で得られたイオン電流4mAのときのイオンエッチング速度の加速電圧変化を示す。物質のイオンエッチング速度は加速電圧に依存して加速度的に増大し、しかもスパッタリングイールドが小さくなるにしたがって増大している。

(3) イオンエッチング速度のイオン電流依存性

イオンエッチング速度とイオン電流との関係を一定加速電圧のもとで調べた。イオン電流は試料処理室内アルゴンガス圧力を変えることによって調節した。図15は加速電圧が3KVのとき銀で得られた結果を示す。イオンエッチング速度はイオン電流に依存して直線的に増大している。

(4) 酸化膜除去効果

ウランのイオンスパッタリングイールド(0.85^{***})にくらべてイールドが僅かに小さい(0.65^{***})ジルコニウムを用いて、その表面に形成した酸化膜のイオンエッチングによる除去効果を調べた。酸化膜は空气中でジルコニウム板を加熱(300~700℃)することによって生成した。表面に形成した酸化物は ZrO_2 と仮定して、加熱前後の重量変化から酸化膜の厚さを推定した。膜厚が100, 450, 7,000Åのジルコニウム板を加速電圧4KVでそれぞれ35, 60, 120分間イオンエッチング処理した結果、黒色の表面酸化膜が除去され金属光沢が露出した。

4.1.4 イオンエッチング用バスケットの効果

樹脂埋込試料のような非電導状態にある試料のイオンエッチング処理において、3.1.1で述べた金属バスケットの効果について調べた。アルミナ製試料ホルダーに設置して見掛上非電導状態にある銀で得られた結果を図13および16に導電状態にある銀で得られた結果と比較して示した。この結果から金属バスケットを用いることによって非電導状態試料は導電状態試料とほぼ同じイオンエッチング速度で処理できることがわかる。

つぎに電導状態にある同一試料で、金属バスケットを使用した場合と使用しない場合のイオンエッチング速度の違いを調べた。この結果は図16に示したように金属バスケットを使用することによってイオンエッチング速度が10~15%増大している。これはスパッタリングに寄与するイオンが金属バスケットの網孔を通して試料表面に集束され、イオン密度が増大するためと考えられる。

4.1.5 試料温度

試料表面処理のうち試料の温度上昇が最大になるのはイオンエッチング処理である。このた

* 実際にはイオン電流密度の分布、スパッタ粒子放出角度の分布などが異なるため均一性はない。しかし、DC2極スパッタリングでは電極間距離およびイオン電流の条件を選ぶことによってある程度均一化を図ることができる。³⁾

** アルゴンイオン500eVでスパッタリングされたときの放出率⁵⁾ Ag: 3.12, Cu: 2.35, Pt: 1.40, Ta: 0.57

*** アルゴンイオン500eVでスパッタリングされたときの放出率である。⁵⁾

めアルミナ製試料支持台に設置して樹脂埋込みと同様に断熱状態にした試料を用いて、試料の冷却効果を調べた。試料には断面中心部に测温孔（ $1\text{ mm } \phi \times \text{深さ } 6\text{ mm}$ ）を設けた円柱状真鍮（ $10\text{ mm } \phi \times \text{高さ } 12\text{ mm}$ ）を用いた。試料温度はイオンエッチング処理1時間直後にアルメル-クロメルおよび銅-コンスタンタル熱電対（ $0.2\text{ mm } \phi$ ）を用いて試料中心部で測定した。この結果得られた試料温度を所定の試料ホルダーに設置して冷却した場合と冷却しない場合について図17および18に比較して示す。冷却しない試料の温度は加速電圧およびイオン電流に依存して増大している。一方、冷却している試料ではほぼ室温に保持されている。しかし、実際にはイオンスパッタリングが起っている試料表面では可成りの温度上昇が予想される。このため化学的に活性で組成変化の恐れのある試料では必要最少限の加速電圧とイオン電流でイオンエッチング処理をするのが望ましいと考えられる。

以上イオンエッチングおよびイオンコーティング処理の性能試験について述べたが、金属蒸着およびカーボン蒸着の性能試験では外観的に問題ないことが確認された。

4.1.6 表面処理にともなうPu損失量の評価

本装置では、イオンエッチング処理と被膜処理を雰囲気を破らずに連続して行うため、エッチングによって損失するPuを定量することができない。このため試料表面処理にともなう損失Pu量を評価する必要がある。

いま、円柱状（ $U_{1-y} \cdot Pu_y$ ）Cペレットを軸方向にイオンエッチング処理すると仮定する。また、試料が均一にエッチングされると仮定すると、エッチングと損失Pu量との関係は次式で与えられる。

$$\begin{aligned} \Delta W &= \frac{239y}{238(1-y) + 239y + 12} \times 13.6 \times 10^{-6} \left(\frac{R}{2} \right)^2 \pi t D \\ &= \frac{8.13 \times 10^{-6} \pi}{250 + y} y t R^2 D \end{aligned}$$

ここで、 ΔW = イオンエッチング処理によって損失するPu量（g）

t = イオンエッチング処理によって削られる試料の厚さ（ μm ）

D = ペレットの理論密度（%）

R = ペレットの直径（mm）

である。

Russell⁶⁾によると空気中における炭化物の酸化の進行は相対湿度に依存する。また、Matzke⁷⁾によると相対湿度30～90%の空気中に室温で1および6日間UCの単結晶を露出したとき、表面に形成する酸化膜の厚さは25～60 Åおよび33～85 Åである。したがって、機械研磨後表面を油性膜でコーティングするなどの簡便な酸化防止措置を施すことによって、焼結体においても酸化膜形成を数百Å以下に抑えることができると考えられる。

代表的な（U, Pu）Cペレット（20%Pu含有、理論密度90%、直径8mm ϕ ）を1 μm

エッチングするとき損失するPu量は(1)式によると約 1×10^{-4} gである。これは燃料研究棟における最少計量管理単位 10^{-2} g*を大きく下回るので、計量管理上問題になる損失量ではない。しかも、エッチングの深さは4.1.3で述べたように加速電圧、イオン電流および処理時間の適正な組合せによって任意に微調節できるので、損失Pu量を必要最少限に抑えることが可能である。

4.2 グローブボックス

(1) 溶接部

GB本体、給排気系および真空排気系配管の溶接部は、染色浸透探傷試験法(JIS Z 2343)によって調べた。この結果、溶接全線に欠陥がないことが確認された。

(2) 耐圧

GB本体の耐圧は、GB圧力を ± 150 mmAqに加圧および減圧して10分間保持後に外観検査および漏洩率を測定することによって調べた。この結果、いずれの場合も異常がないことが確認された。

(3) 漏洩率

GB本体(グローブポート蓋装着時)の漏洩率は大気圧比較法によって調べた。この結果、漏洩率は最大許容漏洩率(0.1 Box Vol %/hr)を下回る 0.02 Box Vol %/hrであった。一方、給排気系配管等の漏洩はアルゴンによる加圧(1 kg/cm² G)後の圧力の時間変化から調べた。さらに溶接部、パッキング部についてはソーブ試験によっても調べたが、発泡は認められなかった。

(4) 換気回数

空気雰囲気およびアルゴンによるOnce-through置換時のGB内換気回数は、ともに 20 回/hr以上であった。また、試料導入GBに空気およびアルゴンを供給し、連結ポートを介して本GBから排気する定常的換気においても同様に 20 回/hr以上確保されることが確認された。

(5) グローブボックス圧力

グローブ操作をしないときのGB圧力は、空気およびアルゴン雰囲気時ともに設定値 -30 mmAqに維持された。一方、グローブ操作をとまなう通常GB作業時のGB圧力変化は -30 ± 20 mmAq以内に調節された。

5. あ と が き

以上のべたように化学的に活性なPu含有物質を対象としたEPMA用分析試料表面の前処理装置を製作し、非放射性物質による性能試験の結果、つぎのような新しい機能および性能を有していることが明らかになった。

* 大洗研究所核燃料物質計量管理規則第3条(2)

エッチングするとき損失するPu量は(1)式によると約 $1 \times 10^{-4} \text{ g}$ である。これは燃料研究棟における最少計量管理単位 10^{-2} g^* を大きく下回るので、計量管理上問題になる損失量ではない。しかも、エッチングの深さは4.1.3で述べたように加速電圧、イオン電流および処理時間の適正な組合せによって任意に微調節できるので、損失Pu量を必要最少限に抑えることが可能である。

4.2 グローブボックス

(1) 溶接部

GB本体、給排気系および真空排気系配管の溶接部は、染色浸透探傷試験法(JIS Z 2343)によって調べた。この結果、溶接全線に欠陥がないことが確認された。

(2) 耐圧

GB本体の耐圧は、GB圧力を $\pm 150 \text{ mm Aq}$ に加圧および減圧して10分間保持後に外觀検査および漏洩率を測定することによって調べた。この結果、いずれの場合も異常がないことが確認された。

(3) 漏洩率

GB本体(グローブポート蓋装着時)の漏洩率は大気圧比較法によって調べた。この結果、漏洩率は最大許容漏洩率($0.1 \text{ Box Vol \% / hr}$)を下回る $0.02 \text{ Box Vol \% / hr}$ であった。一方、給排気系配管等の漏洩はアルゴンによる加圧($1 \text{ kg / cm}^2 \text{ G}$)後の圧力の時間変化から調べた。さらに溶接部、パッキング部についてはソーブ試験によっても調べたが、発泡は認められなかった。

(4) 換気回数

空気雰囲気およびアルゴンによるOnce-through置換時のGB内換気回数は、ともに20回/hr以上であった。また、試料導入GBに空気およびアルゴンを供給し、連結ポートを介して本GBから排気する定常的換気においても同様に20回/hr以上確保されることが確認された。

(5) グローブボックス圧力

グローブ操作をしないときのGB圧力は、空気およびアルゴン雰囲気時ともに設定値 -30 mm Aq に維持された。一方、グローブ操作をとまなう通常GB作業時のGB圧力変化は $-30 \pm 20 \text{ mm Aq}$ 以内に調節された。

5. あ と が き

以上のべたように化学的に活性なPu含有物質を対象としたEPMA用分析試料表面の前処理装置を製作し、非放射性物質による性能試験の結果、つぎのような新しい機能および性能を有していることが明らかになった。

* 大洗研究所核燃料物質計量管理規則第3条(2)

(1) イオンエッチング — イオンコーティング, イオンエッチング 金属蒸着およびイオンエッチング — カーボン蒸着の組合せ表面処理が不活性雰囲気中で連続してできる。この結果, 試料表面層を除去したあと空気中に露出することなく直ちに被覆できる。

(2) 機械研磨のために非導電性の樹脂に埋込んだ寸法の小さい試料についてもイオンエッチング処理ができ, しかも処理にともなう試料の温度上昇はほとんどない。

(3) 金属蒸着およびカーボン蒸着用アタッチメントは小型のカートリッジ式構造であるので, グローブ操作の容易な位置で蒸着物質の装荷などの準備作業が安全にできる。

(4) 試料表面除去処理にともなう損失 Pu 量は最少計量管理単位 (0.01 g) 以下である。

以上本装置の設計, 製作および性能について述べたが, 今後実際の試料である U , Pu 混合炭化物系燃料物質の $EPMA$ による分析に適した表面処理条件を決定する必要がある。

おわりに, 本装置を製作するにあたって終始ご指導をいただいた燃料工学部下川純一部長, 同プルトニウム燃料研究室渡辺斉室長に深く感謝の意を表します。また, 装置の詳細設計並びに製作を担当していただいたエイコー・エンジニアリング(株)の関係各位に厚く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 半田宗男, 大道敏彦, 塩沢憲一, 福島 奨, 荒井康男; 「プルトニウム燃料用しゃへい型 X線マイクロアナライザ」, JAERIに投稿中
- 2) 内山 郁, 渡辺 融, 紀本静雄; X線マイクロアナライザ, P. 19 (1975)
日刊工業新聞社
- 3) 細川直吉; 真空, 6, 211 (1971)
- 4) 半田宗男, 高橋一郎, 渡辺 斉; JAERI-M 7924 (1978)
- 5) L.I. Maissel; The Deposition of Thin Films by Cathodic Sputtering, Physics of Thin Films, vol III, edited by R. Thun, New York, Academic Press, 1966
- 6) L.E. Russel, B.T. Bradbury, H.J. Hedger, N. Parkinson, R.G. Sowden and M.B. Waldron; Monocarbides as reactor fuel, 3rd. Int. Conf. PUEA Geneva (1964), P. 154
- 7) H. Matzke; J. Appl. Phys., 40, 3819 (1969)

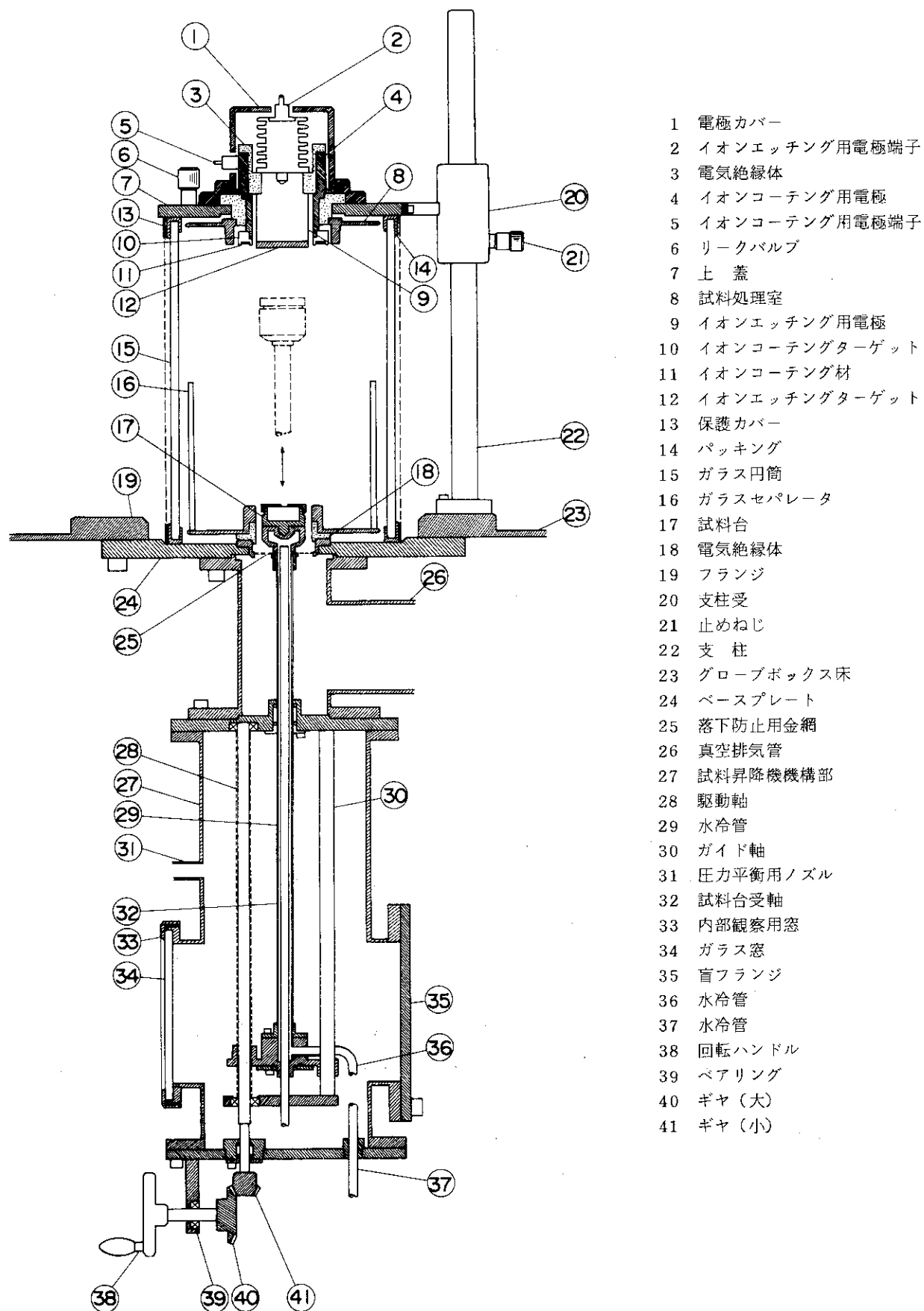
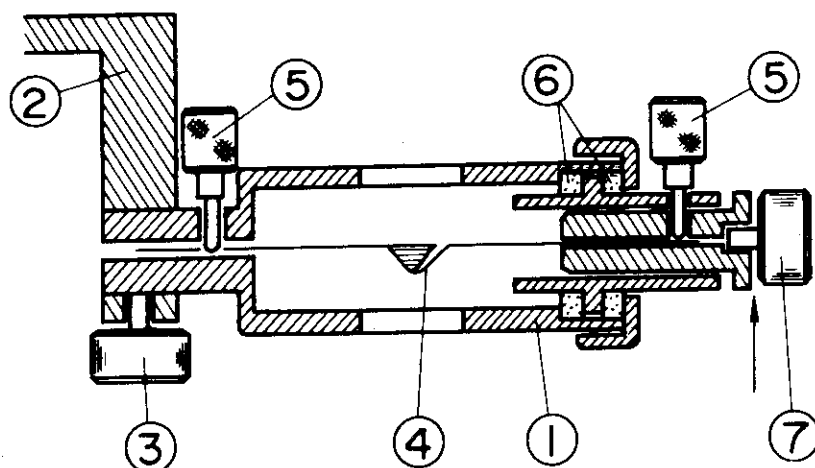
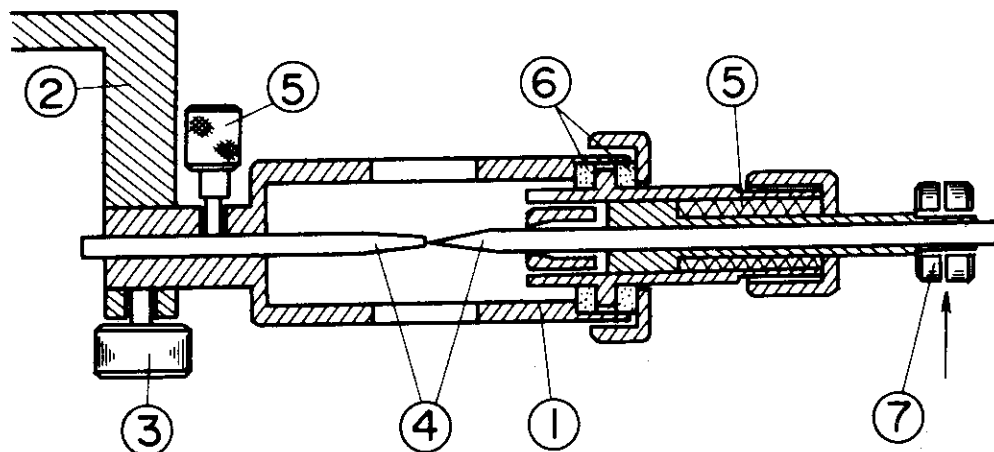


図 1 試料処理室および試料昇降機構部



- | | |
|---------------|----------------|
| ① アタッチメント | ⑤ バスケット固定ねじ |
| ② アタッチメント取付け部 | ⑥ 電気絶縁体 (アルミナ) |
| ③ アタッチメント固定ねじ | ⑦ 電流導入接続ねじ |
| ④ タングステンバスケット | |

図 2 金属蒸着用アタッチメント



- | | |
|--------------------|-----------------|
| ① アタッチメント | ⑤ カarbon電極棒固定ねじ |
| ② アタッチメント取付け部 | ⑥ 電気絶縁体 (アルミナ) |
| ③ アタッチメント固定ねじ | ⑦ 電流導入接続ねじ |
| ④ カarbon電極棒 (3mmφ) | |

図 3 カarbon蒸着用アタッチメント

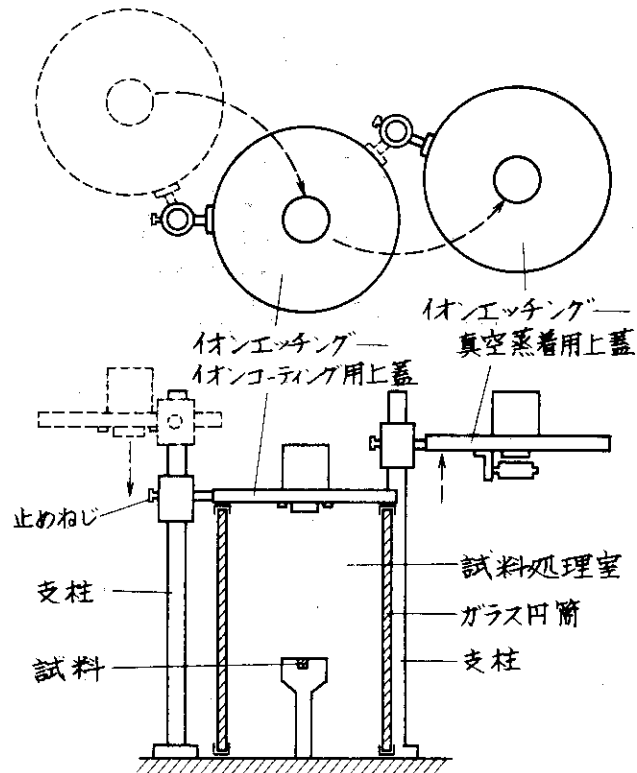


図4 イオンエッチング イオンコーティング及び
イオンエッチング 真空蒸着用上蓋交換方法

(プラズマ層)

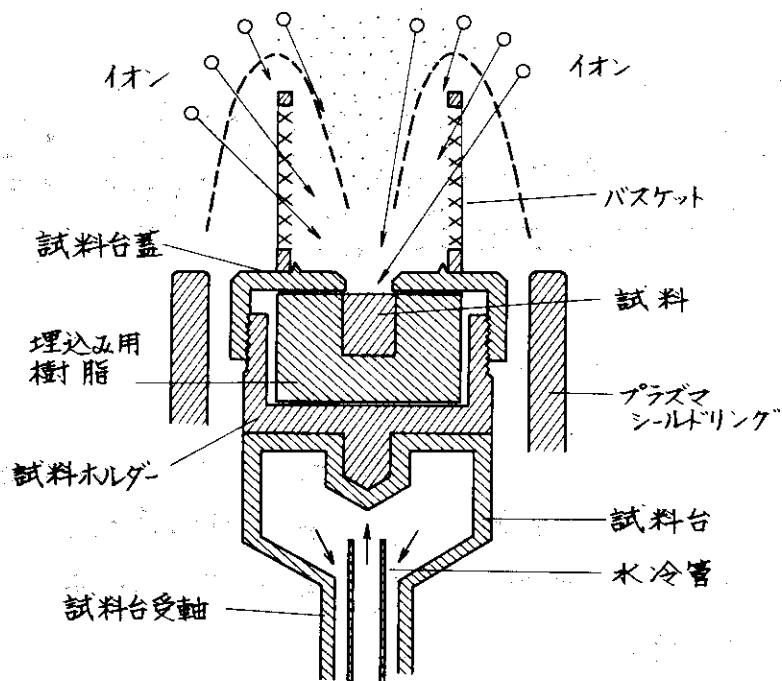


図5 試料部および金属バスケット

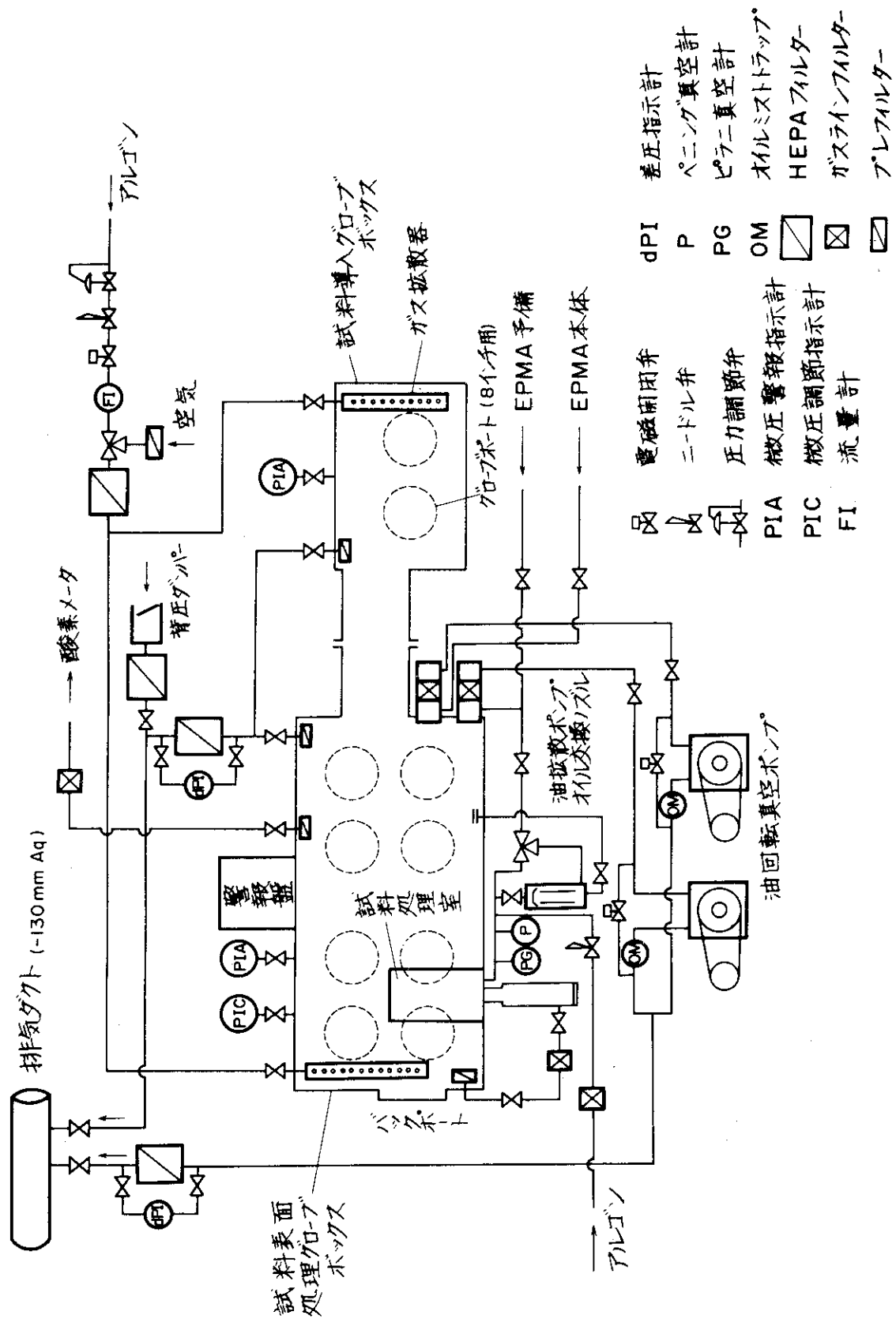
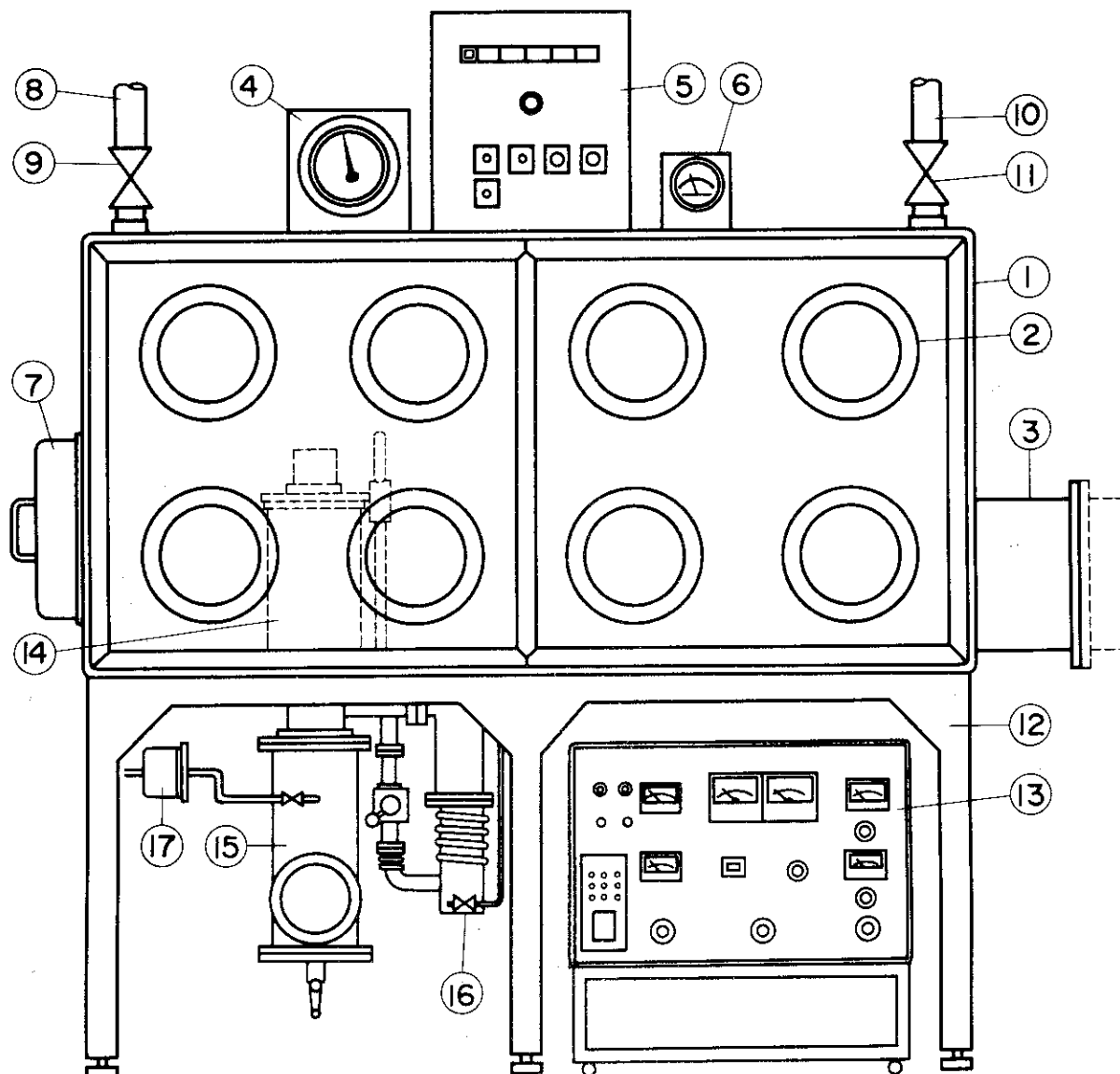


図6 真空排気系，ガス供給系およびグローブボックス給排気系



- | | |
|-------------------|---------------|
| ① グローブボックス | ⑨ 給気量調節バルブ |
| ② グローブポート | ⑩ 排気口 |
| ③ 連結ポート | ⑪ 排気量調節バルブ |
| ④ 微圧警報指示計 (PIA) | ⑫ グローブボックス 架台 |
| ⑤ 警報盤 | ⑬ 試料表面処理装置操作盤 |
| ⑥ HEPA フィルタ用差圧計 | ⑭ 試料表面処理装置処理室 |
| ⑦ バックポート (物品搬出入用) | ⑮ 試料昇降機構部 |
| ⑧ 給気口 | ⑯ 油拡散ポンプ |

図7 グローブボックス

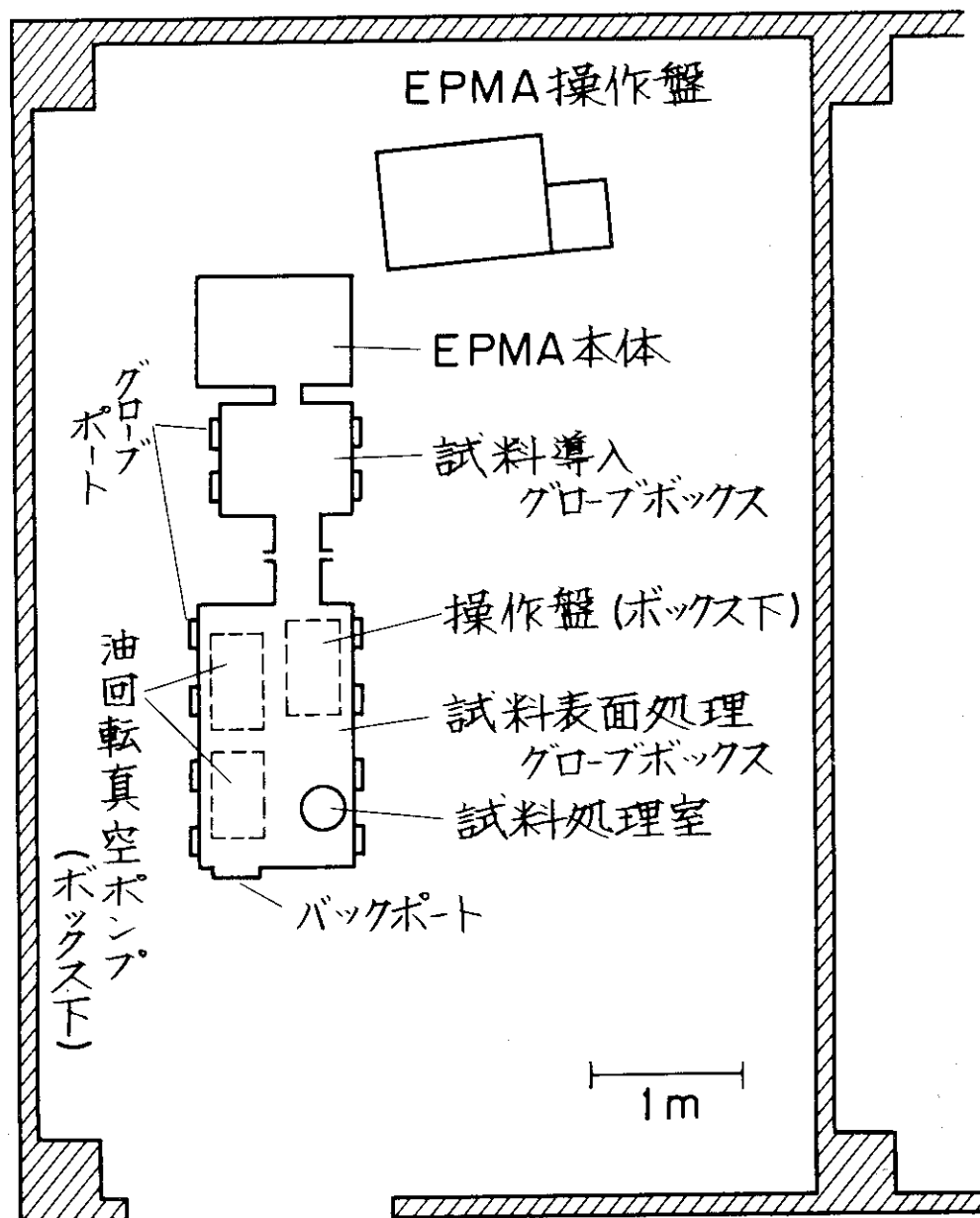


図8 グローブボックス等の配置

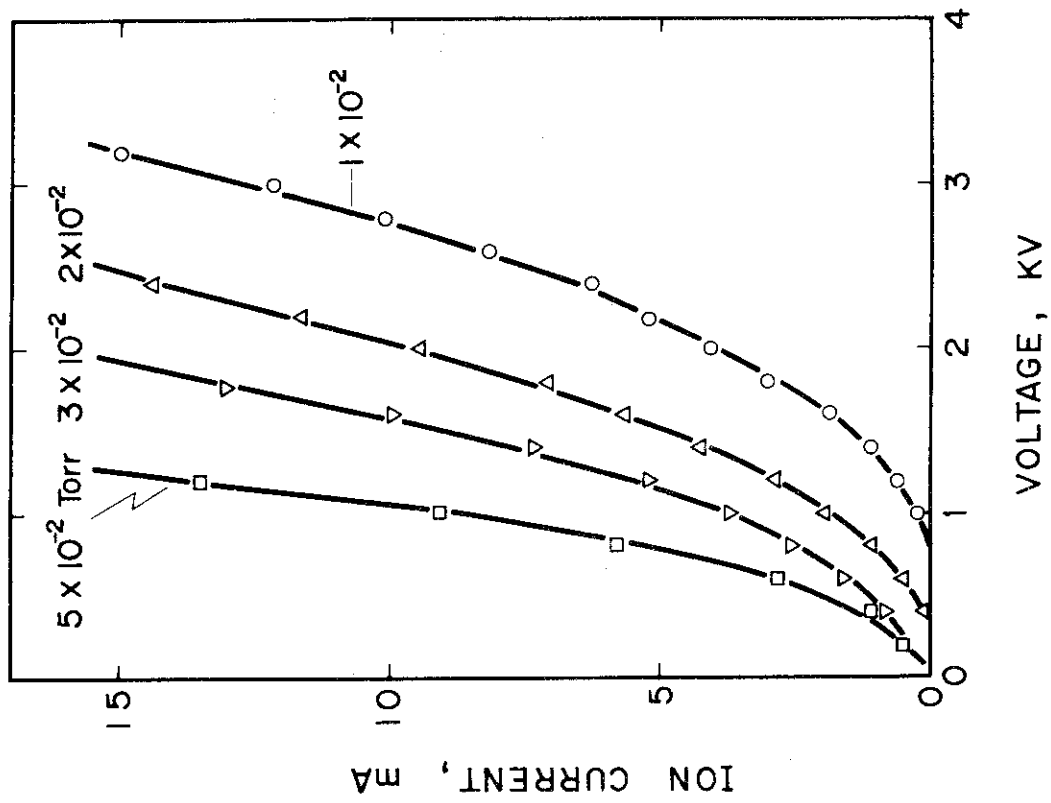


図 10 イオンコーティング処理時のアルゴンガス圧力 (Torr) に対する加速電圧とイオン電流の関係

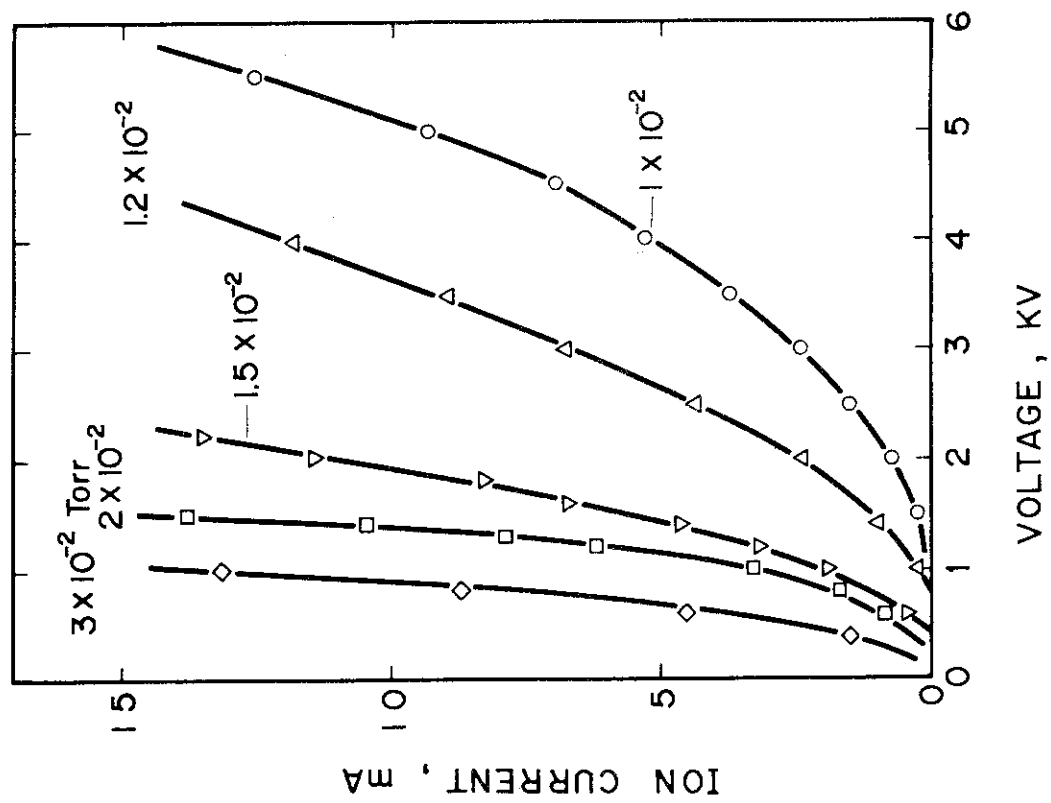


図 9 イオンエッチング処理時 (2 極間距離 25.0 mm) のアルゴンガス圧力 (Torr) に対する加速電圧

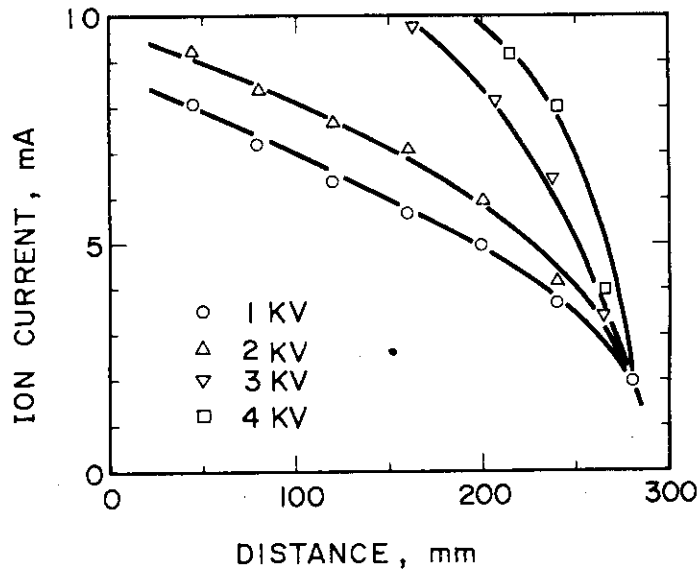


図 1.1 イオンエッチング処理時の2極間距離に対するイオン電流変化

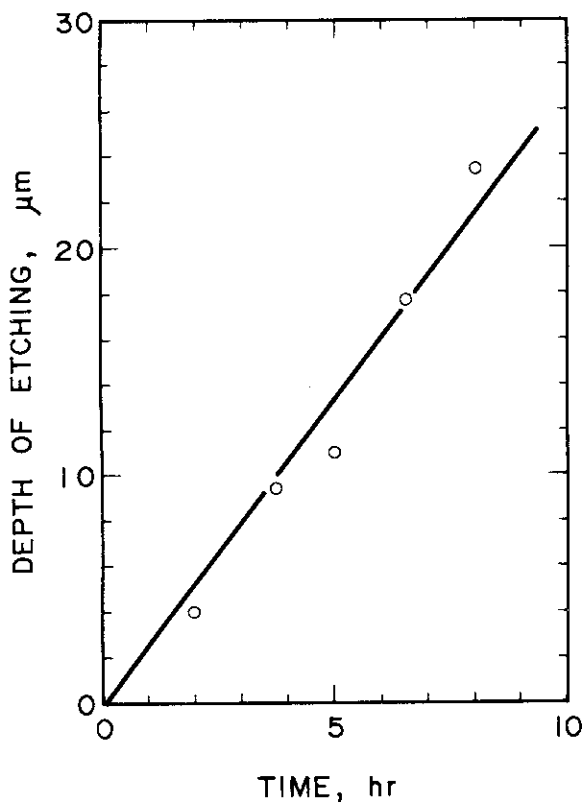


図1.2 タンタルのイオンエッチング処理
(加圧電圧 4 kV, イオン電流 6 mA)
時のエッチング深さの時間変化

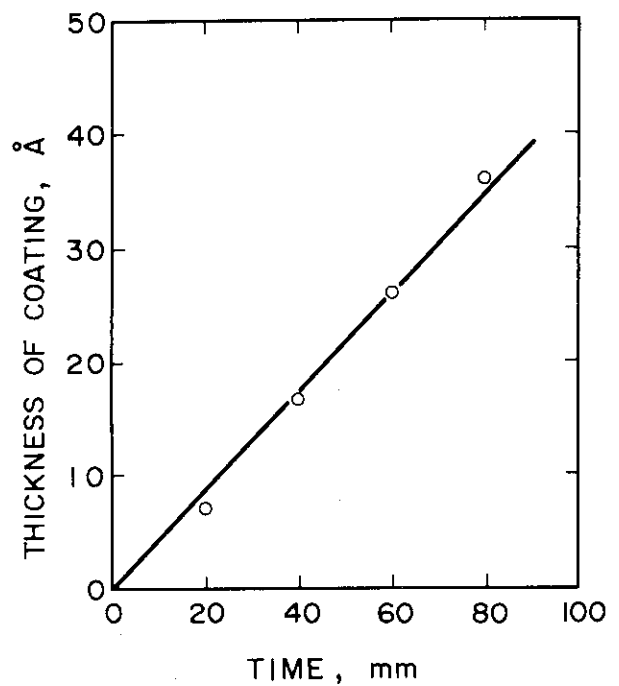


図 1.3 白金イオンコーティング処理 (加速電圧 4 kV, イオン電流 7 mA) 時の被膜厚さの時間変化

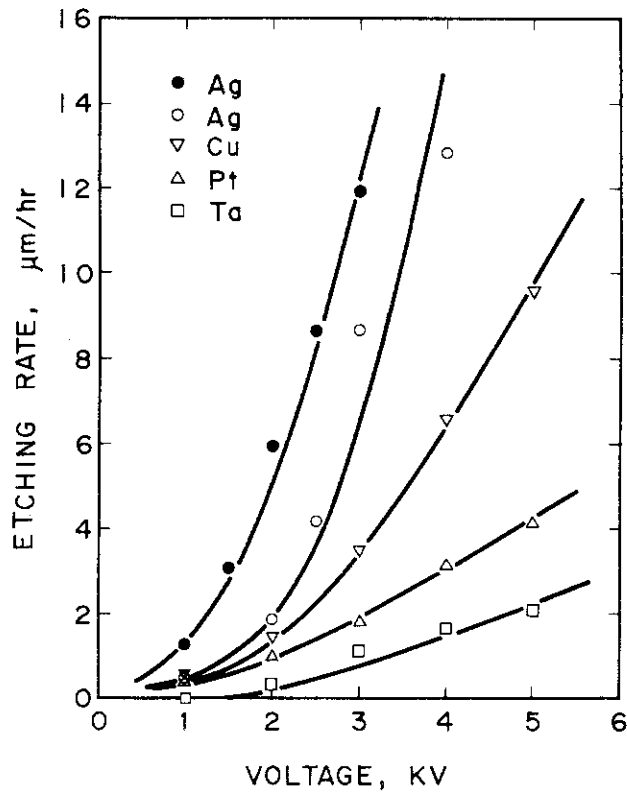


図14 イオン電流 4 mA 時の加速電圧に対する各種金属のイオンエッチング速度変化
●印は金属バスケットを使用した場合

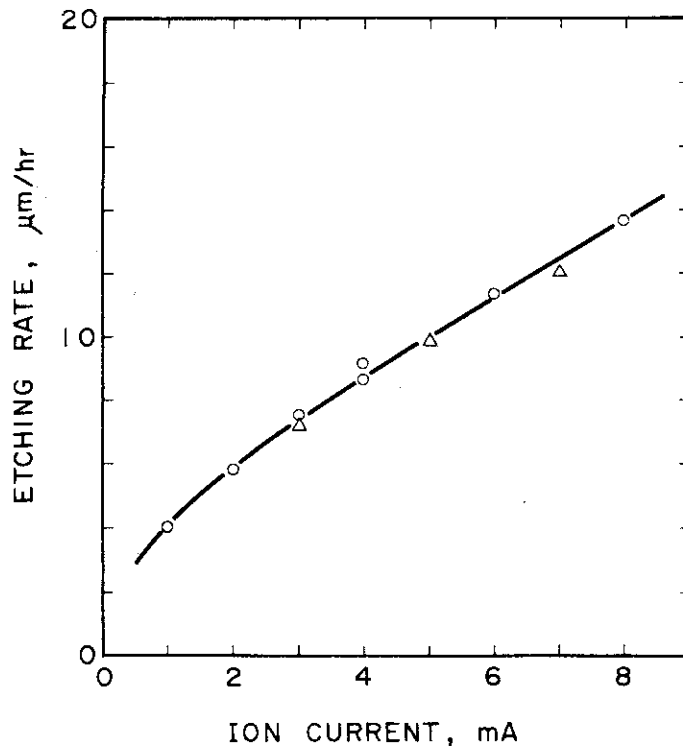


図15 加速電圧一定 (3 kV) 時の銀のイオンエッチング速度のイオン電流変化
○: 樹脂に埋込まない試料で, 金属バスケットを使用しない場合
△: 樹脂埋込み試料で, 金属バスケットを使用した場合

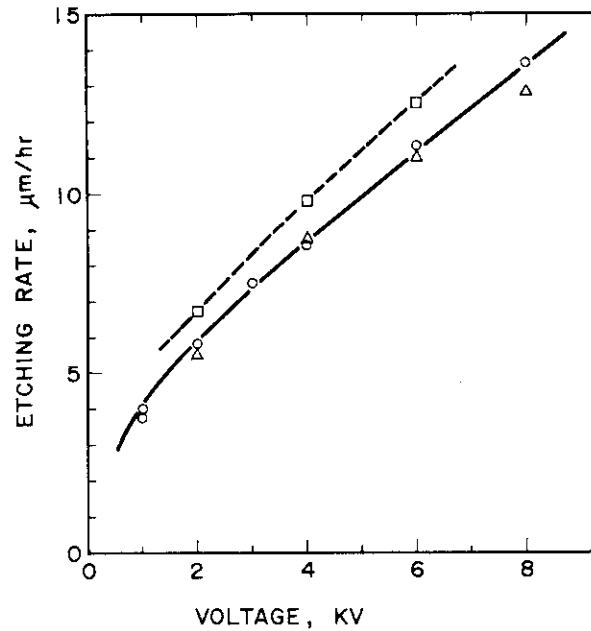


図16 イオン電流一定 (4 mA) 時の銀のイオンエッチング速度の加速電圧変化
 ○: 樹脂に埋込まない試料で, 金属バスケットを使用しない場合
 △: 樹脂埋込み試料で, 金属バスケットを使用した場合
 □: 樹脂に埋込まない試料で, 金属バスケットを使用した場合

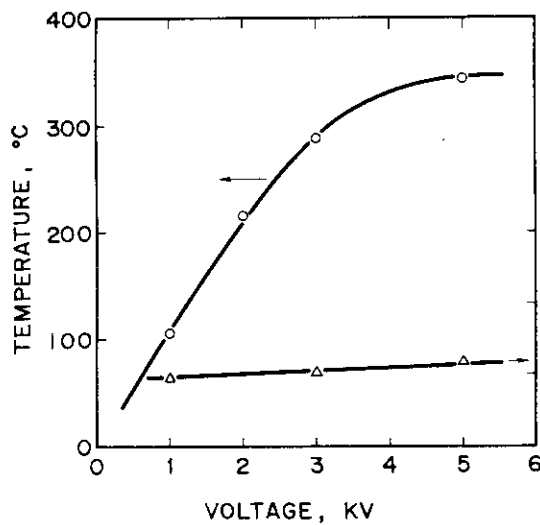


図17 一定イオン電流 (3mA) によるイオンエッチング処理時の加速電圧に対する試料の温度変化
 ○: 試料を冷却しない場合
 △: 試料を冷却した場合

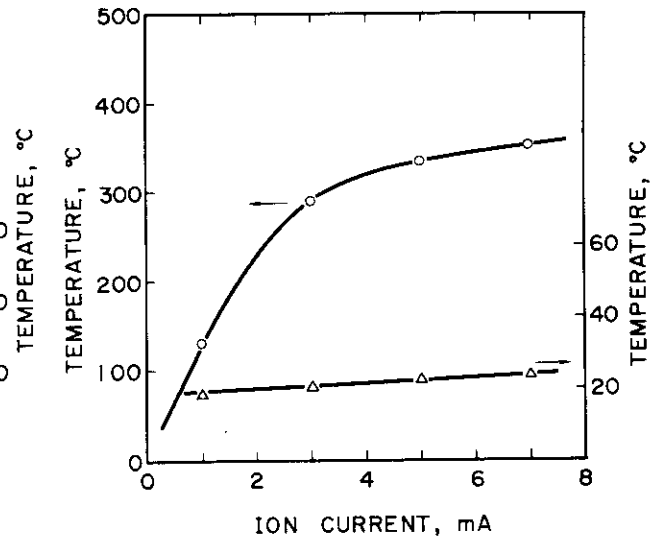


図18 一定イオン電圧 (3kV) によるイオンエッチング処理時のイオン電流に対する試料の温度変化
 ○: 試料を冷却しない場合
 △: 試料を冷却した場合

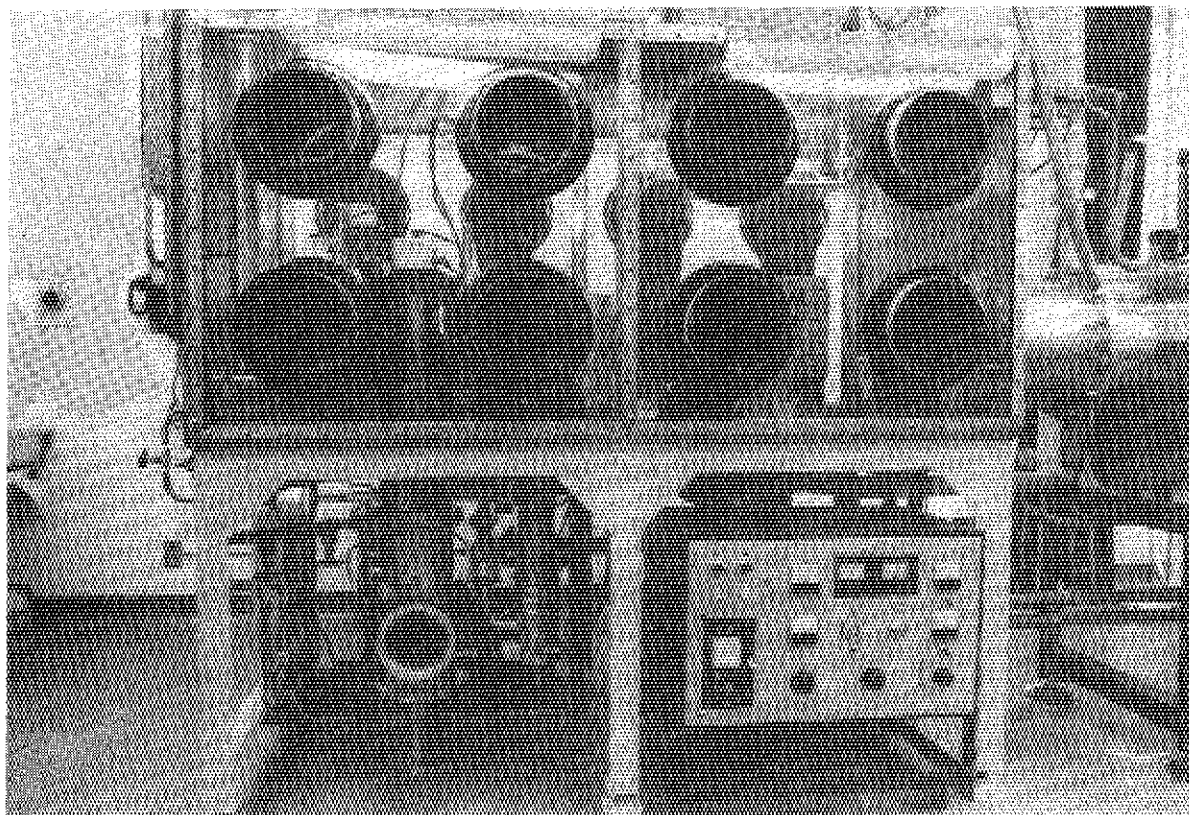


写真1 試料表面処理装置外観