

JAERI-M
83-110

重水素ターゲットの試作及び重水素の定量

1983年7月

星野 昭・磯 修一・伊藤光雄

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財團法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1983

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 梶高野高速印刷

重水素ターゲットの試作及び重水素の定量

日本原子力研究所東海研究所原子炉化学部

星野 昭・磯 修一・伊藤光雄

(1983年6月24日受理)

FNS (FUSION NEUTRONICS SOURCE) の性能試験の中性子源として使用したチタン一
及びスカンジウム一重水素ターゲットの試作とその熱的安定性、重水素分析法の検討結果の報告である。

重水素ターゲットは銅板にチタンを蒸着させたものを重水素ガス 67 kPa ~ 80 kPa 中 400 °C で
2 時間加熱してつくった。また、スカンジウムの場合は 600 °C で加熱した。これら重水素ターゲッ
トは真空中で、チタンの場合は 400 ~ 570 °C で、スカンジウムの場合は 630 ~ 765 °C で重水素ガ
スの放出が起きた。

重水素の定量結果より求めたターゲットの D/Ti, D/Sc 原子比はそれぞれ 1.24, 1.29 であ
り、単位面積当たりの重水素量は 0.15, 0.21 mg/cm² であった。

Preparation of deuterium target and determination of
deuterium in the target

Akira HOSHINO, Shuichi ISO and Mitsuo ITO

Department of Chemistry, Tokai Research Establishment,

JAERI

(Received June 24, 1983)

Method of preparation of titanium- and scandium-deuterium target as source of 14 Mev neutrons for a performance test of "FUSION NEUTRONICS SOURCE" in JAERI and analytical method for these targets by inert gas extraction are described in this report.

Copper titanium coated target was heated to 400°C for a period of two hours under 67-80 kPa of deuterium atmosphere, and in the case of copper scandium coated target, 600°C. The deuterium absorbed by titanium or scandium was determined by heating to 1000°C under a stream of argon, 100 ml/min, and using thermal conductivity detector.

Analytical results of deuterium for titanium- and scandium-deuterium targets were 0.016 ± 0.0004 w/o and 0.022 ± 0.0009 w/o (sample base), respectively, and corresponded to the atom ratios of deuterium to titanium and scandium; 1.24 and 1.29, repectively.

Thermal behavior of the targets under a vacuum, calibration curve of deuterium, temperature of gas extraction and recovery of deuterium from titanium are also described.

Keywords: Deuterium, Target, Titanium, Scandium, Determination

目 次

1. まえがき	1
2. 重水素ターゲットの製作	1
2.1 円板形重水素ターゲット	1
2.2 半球形重水素ターゲット	2
3. 分析方法	3
3.1 分析装置	3
3.2 分析操作	3
4. 分析法の検討	4
4.1 検量線及び空試験値	4
4.2 インパルス加熱炉及び抽出温度の設定	4
4.3 重水素ガスの放出挙動	4
4.4 ガス抽出温度	5
4.5 ガス抽出率	5
5. 分析結果	6
6. むすび	6
謝辞	7
参考文献	7

CONTENTS

1. Introduction	1
2. Preparation of deuterium target	1
2.1 Disk target	1
2.2 Spherical target	2
3. Analytical method	3
3.1 Apparatus	3
3.2 Procedure	3
4. Experiments for development of the method	4
4.1 Calibration curve and blank value	4
4.2 Impulse furnace and control of extraction temperature	4
4.3 Release of deuterium from the targets	4
4.4 Temperature of gas extraction	5
4.5 Recovery of deuterium from titanium	5
5. Results of analysis for deuterium in the targets	6
6. Afterword	6
 Acknowledgment	7
References	7

1. まえがき

本報告は核融合炉物理研究室のF N S パーフォーマンステストに使用した 14MeV中性子源の重水素ターゲットの試作とその分析法の検討結果をまとめたものである。

D - D 反応による中性子源として、チタンやジルコニウム、イットリウムなどの水素化物のほか希土類元素の水素化物のターゲットも検討されている。これらは通常バッキング材といわれる銅あるいはその合金に前記金属を数～10数ミクロンの厚さで蒸着させ、それに重水素ガスを吸収させてつくられている。

重水素を吸収した金属蒸着膜の機械的性質やバッキング材との密着性は蒸着させた金属と重水素との原子比、いわゆるD/M比に依存する。従って重水素ターゲットのキャラクタリゼーションを行ううえでD/M比を求めることは欠かすことができない。また、重水素ターゲットの単位面積当たりの重水素量はターゲットの寿命や価格とも関連してくる。

いうまでもなくD/M比や単位面積当たりの重水素をきめるためにはターゲットの重水素量を測定する必要がある。その方法の一つとして、重水素ガス吸収前後のターゲットの重量変化を測定し、その重量増を以って重水素量とする“重量法”がある。これは絶対測定法であるという点で重要な方法であるが、小形ターゲット（例えば30mm ϕ ）では重量増が1 mg以下と少なく、重水素ガス以外のガス（吸収系内の残留ガスなど）によっても重量変化が起るなどの問題がある。一方、重水素ターゲットの分析法としては検討されていないが、金属材料中の不純物水素の定量法として普及している方法にガス分析法がある。これは試料中の水素を水素ガスとして抽出・定量する方法で信頼性も高い。水素の抽出には“真空抽出法”と“不活性ガス雰囲気抽出法”的2法があるが、ダイナミックレンジを広くとれること、NSRR燃料やLOCA時模擬燃料被覆管の水素分析^{1), 2)}で用いたことのある後者を重水素ターゲットの分析法として検討することにした。

ここで検討したのは重水素ターゲットについてであるが、得られた経験・知見はトリチウムターゲットの分析にも反映できると考える。

2. 重水素ターゲットの製作

銅のバッキング材にチタンあるいはスカンジウムを蒸着させたものに重水素ガス(99.5 D%)を吸収させて重水素ターゲットをつくった。なお、この報告では重水素ガスを吸収させる前のものを“ターゲット基盤”といい、重水素ガスを基盤に吸収させたものを“重水素ターゲット”ということにした。また、ターゲット基盤にはFig.1に示す2種類の形状があり、それぞれ円板形(Fig.1のTarget “B”), 半球形(Fig.1のTarget “A”)と呼ぶことにした。

2.1 円板形重水素ターゲット

直径30mm ϕ 、厚さ1.06mmの銅板に直径20mm ϕ でチタンもしくはスカンジウムをそれぞれ厚さ6.5, 12.2 μ で蒸着させたターゲット基盤にFig.2の装置を用いて重水素ガスを吸収させた。操作

1. まえがき

本報告は核融合炉物理研究室のF N S パーフォーマンステストに使用した 14 MeV 中性子源の重水素ターゲットの試作とその分析法の検討結果をまとめたものである。

D-D 反応による中性子源として、チタンやジルコニウム、イットリウムなどの水素化物のほか希土類元素の水素化物のターゲットも検討されている。これらは通常バックギング材といわれる銅あるいはその合金に前記金属を数～10 数ミクロンの厚さで蒸着させ、それに重水素ガスを吸収させてつくられている。

重水素を吸収した金属蒸着膜の機械的性質やバックギング材との密着性は蒸着させた金属と重水素との原子比、いわゆる D/M 比に依存する。従って重水素ターゲットのキャラクタリゼーションを行ううえで D/M 比を求めるることは欠かすことができない。また、重水素ターゲットの単位面積当たりの重水素量はターゲットの寿命や価格とも関連してくる。

いうまでもなく D/M 比や単位面積当たりの重水素をきめるためにはターゲットの重水素量を測定する必要がある。その方法の一つとして、重水素ガス吸収前後のターゲットの重量変化を測定し、その重量増を以って重水素量とする“重量法”がある。これは絶対測定法であるという点で重要な方法であるが、小形ターゲット（例えば 30 mm φ）では重量増が 1 mg 以下と少なく、重水素ガス以外のガス（吸収系内の残留ガスなど）によっても重量変化が起るなどの問題がある。一方、重水素ターゲットの分析法としては検討されていないが、金属材料中の不純物水素の定量法として普及している方法にガス分析法がある。これは試料中の水素を水素ガスとして抽出・定量する方法で信頼性も高い。水素の抽出には“真空抽出法”と“不活性ガス雰囲気抽出法”的 2 法があるが、ダイナミックレンジを広くとれること、NSRR 燃料や LOCA 時模擬燃料被覆管の水素分析^{1), 2)} で用いたことのある後者を重水素ターゲットの分析法として検討することにした。

ここで検討したのは重水素ターゲットについてであるが、得られた経験・知見はトリチウムターゲットの分析にも反映できると考える。

2. 重水素ターゲットの製作

銅のバックギング材にチタンあるいはスカンジウムを蒸着させたものに重水素ガス (99.5 D%) を吸収させて重水素ターゲットをつくった。なお、この報告では重水素ガスを吸収させる前のものを“ターゲット基盤”といい、重水素ガスを基盤に吸収させたものを“重水素ターゲット”ということにした。また、ターゲット基盤には Fig. 1 に示す 2 種類の形状があり、それぞれ円板形 (Fig. 1 の Target “B”)、半球形 (Fig. 1 の Target “A”) と呼ぶことにした。

2.1 円板形重水素ターゲット

直径 30 mm φ、厚さ 1.06 mm の銅板に直径 20 mm φ でチタンもしくはスカンジウムをそれぞれ厚さ 6.5, 12.2 μ で蒸着させたターゲット基盤に Fig. 2 の装置を用いて重水素ガスを吸収させた。操作

の概略を記す。

はじめに油回転ポンプと水銀拡散ポンプにより系内を 0.13×10^{-5} kPa に排気する。重水素ガス “貯蔵剤”として使用する金属ウランターニング（約 50 g あらかじめ希硝酸で表面の酸化皮膜を除いておく）の入っている石英管の「コック A」を閉じ、金属ウランを 150 °C に加熱する。「コック B」を排気側に対して閉じ、液体窒素で冷却してあるモレキュラーシーブ 5 Å を通して系内に重水素ガスを 6.7 ~ 8.0 kPa 充填する。重水素ガスの充填圧は水銀マノメータで読みとる。「コック B」を開じ、「コック A」を開き、系内の重水素ガスを金属ウランに吸収させる。同様の操作を繰り返し、もう一度重水素ガスを吸収させ、「コック A」を閉じ、室温になるまで金属ウランを放冷する。

円板形ターゲット基盤を反応管に入れ、系内を再び 0.13×10^{-5} kPa に排気する。反応管を 100 °C に加熱し、反応管の内壁や基盤表面に付着している水分を除く。「コック B」を開じ、「コック A」を開く。ウランを徐々に 500 °C になるまで加熱する。水銀マノメーターの読みが所定の圧力（通常 6.7 ~ 8.0 kPa）になったら「コック A」を開じ、金属ウランを放冷する。

反応管をチタンターゲット基盤の場合は 400 °C で、スカンジウムターゲット基盤では 600 °C で 2 時間加熱して重水素ガスを吸収させる。

系内に残留している重水素ガスをウランに吸収させるためウランを 150 °C に加熱し、「コック A」を 5 分間開き、再び閉じる。

このようにしてできた重水素ターゲットは分析の直前までこの状態のまま真空中に保管しておく。

2.2 半球形重水素ターゲット

直径 230 mm φ、厚さ 0.7 mm の半球形の銅板に外径 220 mm φ、内径 76 mm φ のドーナツ状にチタンを蒸着させたターゲット基盤 (Fig.1) に重水素ガスを吸収させた。これは円板形ターゲット基盤 (30 mm φ) と比較して直径が 230 mm φ と大きいので 2.1 の装置及び操作によって重水素ガスを吸収させることができなかった。このため直径 260 mm φ、長さ 450 mm の大形アンプル状のガラス容器にターゲット基盤と重水素ガスを密封し、これを電気炉に入れて加熱する方法を採用した。

密封方法を Fig.3 に示す。まずガラス加工旋盤を用いて直径 260 mm φ のパイレックスガラス管 (デュア瓶用素材) で底部にフックをつけた “A” のようなアンプル状容器をつくる。この胴部を切断し、ターゲット基盤を入れ (ダミー試料を同時に入れる。5 参照), 切断部を溶接する。溶接の際、ターゲット基盤が加熱されて酸化するのを防ぐため、ガイド管を用いて容器のくちからヘリウムを 200 ml/min で流して冷却する。溶接が終ったあとも容器が室温になるまでヘリウムを流しておく。

つぎに Fig.2 の反応管の部分にこの容器を溶接し、2.1 の操作に準じて重水素ガスを充填する。容器のくちを溶封し切り離す。容器全体を電気炉 ($100.0 \times 80.0 \times 80.0$ mm) に入れ、450 °C で 2 時間加熱する。

できあがった重水素ターゲットは容器に入れたまま保管しておく。

3. 分析方法

3.1 分析装置

国際電気株式会社製の酸素・窒素同時定量装置を水素定量用に改良し、分析に用いた。主な改良点はつきの通りである。

- 1) 酸素分析で一酸化炭素、水素を酸化するために取付けてある酸化銅管を取除く。
- 2) ガスクロマトグラフ分離管の充填剤をシリカゲルからモレキュラーシーブ 5 Åにかえる。
- 3) キャリヤーガスをヘリウムからアルゴンにかえる。

水素分析用に改良後の装置の概略を Fig.4 に示す。キャリヤーガスのアルゴンは 800°C に加熱したジルコニウムを通り、不純物として混入している酸素が除去される。黒鉛るつぼ内の試料はインパルス加熱炉で所定の温度（通常 1,000°C）に加熱される。試料中の重水素は重水素ガスとして抽出され、キャリヤーガスによってモレキュラーシーブ管（加熱中に黒鉛るつぼより抽出される一酸化炭素、窒素と重水素ガスを分離する）を経て熱伝導度型検出器に入る。検出器には記録計と積分計が接続されており、重水素ガスが一酸化炭素、窒素と分離されていることを記録計で確認し、抽出された重水素ガス量を積分計のカウント数で読みとる。

3.2 分析操作

- 1) 円板形重水素ターゲットを鋏で約 $4 \times 4\text{ mm}$ に切断する。あらかじめアセトンなどの有機溶媒で鋏を洗浄しておく。この際、ピセンセットで重水素ターゲットや試料片を取り扱い、直接手で触れないようにする。
- 2) 分析装置のキャリヤーガスを 100 ml/min に調節し、ジルコニウム管を 800°C に加熱する。
- 3) インパルス加熱炉に空の黒鉛るつぼを入れ、 300 A で 1 分間加熱する。5 分後の積分計のカウント数を読みとり、空試験値とする。
- 4) 試料を別の黒鉛るつぼに入れ、3)の条件で抽出した重水素ガスのカウント数を読みとる。
- 5) 空試験値で補正したのち、あらかじめつくってある検量線を用いて重水素ガスを定量する。
- 6) ガスタイルトシリング（ハミルトン製）を用いて重水素ガス（ 99.5 D\% 以上） $0.05 \sim 0.15\text{ ml}$ を階段的に採取し、重水素ガス量とカウント数の関係線をつくり、これを検量線とする。

4. 分析法の検討

4.1 検量線及び空試験値

重水素ガス $0.05 \sim 0.15 \text{ ml}$ ($0.0082 \sim 0.025 \text{ mg}$, 25°C) を採取してつくった検量線の1例を水素の検量線と共にFig.5に示す。熱伝導度型検出器の出力はキャリヤーガスの熱伝導度と測定しようとしている気体のそれとの差で増減する。 27°C におけるアルゴン、重水素ガス、水素ガスの熱伝導度 λ_A , λ_D , λ_H はそれぞれ 4.257 , 33.47 , $44.63 \text{ cal/sec} \cdot \text{cm} \cdot {}^\circ\text{C}$ である。重水素及び水素とアルゴンとの熱伝導度の差の比すなわち $(\lambda_D - \lambda_A) / (\lambda_H - \lambda_A)$ を求めると 0.72 となる。これは水素ガスと比較して重水素ガスの感度が低いことを意味している。一方、両者の検量線の勾配の比を求めるとき 0.69 となり、前記の計算値とほぼ一致する。

重水素ガスを測定する場合、重水素ガスを用いてつくった検量線を用いるのが普通であるが、検量線の勾配から求めた値と熱伝導度から求めた値と一致することから実用的には水素ガスの検量線を用いて上記の値 (0.69) で補正すれば重水素ガスを測定できる。

重水素ターゲットの分析試料 ($4 \times 4 \text{ mm}$) 1個より抽出される重水素ガスのカウント数はおよそ 80 であり、空試験値は 5 カウント程度であった。従って S/N 比は 16 となり、分析試料は $4 \times 4 \text{ mm}$ 程度あれば充分であった。

4.2 インパルス加熱炉及びガス抽出温度の設定

試料の加熱に用いたインパルス加熱炉の構造をFig.6に示す。試料を入れる黒鉛るつぼは上下2つの水冷銅電極に挟まれており、両電極に数ボルトの交流電圧をかけると黒鉛るつぼに数 100 A の電流が流れ、瞬時に $\sim 3,000^\circ\text{C}$ に加熱される。

上下電極のうち、下部のものはカップ状の構造をしているため加熱中の黒鉛るつぼを炉の外から見ることができず、従って光高温計でるつぼ温度を測定できない。このため、あらかじめ融点のわかっている金属をインパルス加熱炉で1分間加熱し、溶融前後の電流値から黒鉛るつぼ温度を推測することとした。この方法でつくった電流値と黒鉛るつぼ温度との関係線をFig.7に示す。

以後の検討において黒鉛るつぼ温度をガス抽出温度といい、それは電流値で設定することとした。

4.3 重水素ガスの放出挙動

重水素ターゲットの重水素を定量するためにはまずガス抽出温度を決定する必要がある。抽出温度は重水素ターゲットからのガス放出温度と裏腹の関係にあるのでおおよその抽出温度の見当をつけるため熱分析法によって重水素ガス放出プロファイルを調べることとした。熱分析装置にはカーン熱天秤 (R-100型) を用い、円板形重水素ターゲットの熱重量分析 (TGA) を行った。熱天秤の炉内を $0.13 \times 10^{-5} \text{ kPa}$ 以下に排気後、昇温速度 $4^\circ\text{C}/\text{min}$ で加熱したときのチタン及びスカンジウムー重水素ターゲットの重量変化、炉内圧、温度をFig.8, 9に示す。

チタンー重水素ターゲットの場合 (Fig.8), $400 \sim 570^\circ\text{C}$ にかけて第1段階の減量があり、

それに伴って炉内圧の急激な上昇があることからこの温度領域で重水素ガスの放出があることがわかった。ついで570～720°Cにかけてゆるやかな減量と圧力上昇があり、720°C以上で重量が安定する温度領域に入った。一方、スカンジウム一重水素ターゲットの場合（Fig. 9），室温より630°Cにかけて圧力変化の大きな山があるが、重量変化を伴わないことから重水素ターゲットとは関係のない炉内吸着ガスの離脱と考えられた。ついで630～765°Cにかけて鋭い圧力上昇を伴った重量減があり、765°C以上で重量が安定する温度領域に入った。これらの結果から、チタン及びスカンジウム重水素ターゲットのガス抽出温度は少なくともそれぞれ720, 765°C以上にする必要があることがわかった。

一方、これらの熱分析結果を重水素ターゲットの熱的安定性という観点から見ると、両重水素ターゲットをそれぞれ400, 600°C以下に保っておけば重水素放出は起らないことになる。しかし、今回試作した円板形重水素ターゲットを“FNS”でオンビーム状態に置き、赤外線受光式の温度プロファイル測定装置でターゲット表面温度を測定するとチタン一重水素ターゲットでは120°Cより、^{3) 4)}スカンジウムでは380°Cより重水素ガス放出が起ったと報告している。この差異は重水素ターゲットを製作するうえでも今後の検討課題となろう。

4.4 ガス抽出温度

ガス抽出過程の黒鉛るつぼ温度を測定できないので抽出温度を電流で設定した（4.2参照）。従ってここでいう抽出温度は電流と温度の関係線（Fig.7）より求めたものである。

チタン一重水素ターゲットの分析試料を3の方法に準じて800～2000°Cで分析した結果をTable 1に示す。チタン中の水素を定量する場合、抽出温度をその融点（1812°C）以上にするとチタンの蒸気によって一度抽出された水素が再吸収されるゲッターリング現象が起る危険がある。このような場合は金属浴を用いてガス抽出を行う必要がある。しかし、重水素ターゲットではTable 1からもわかるように2000°Cでガス抽出を行っても分析が低値を示すことがなかった。これはバッキング材である銅がガス抽出過程で金属浴と同じ作用をし、ゲッターリング現象が起ることを抑制していると考えられた。

チタン中の水素の拡散速度は他のガス成分、例えば酸素や窒素と比較して速いので、あえて融点以上に加熱（融解抽出法）しなくとも、固相から水素を抽出することができる。このことから、チタン一重水素ターゲット試料のガス抽出温度を1,000°Cにきめた。

スカンジウム一重水素ターゲット試料の場合、780～1100°Cで重水素ガスを定量的に抽出できることがわかり、ガス抽出温度を1,000°Cときめた。

4.5 ガス抽出率

分析試料から重水素を定量的に抽出できる温度範囲よりガス抽出温度をきめた4.4の実験結果だけでは、試料中に存在していた重水素の全量が抽出できたかどうかがわからない。このため、別的方法で試料からの重水素抽出率を検討する必要がある。

一般にガス抽出率を検討するためには分析試料と同じ種類の金属に分析の対象となる気体を吸収させ、その時の重量増と気体を吸収させた金属試料の分析結果とが比較される。この方法で重水素タ

ゲットのガス抽出率を検討しようとすると、パッキング材に蒸着しているチタンは $20\text{ mm}\phi \times 6.5\ \mu$ であるため重水素ガスを吸収させてもその重量増が少ない。このため、実際の試料と形状は異なるが粒状チタンで抽出率を検討することにした。

粒状チタン（約 $3\text{ mm}\phi$ ） 10 g をFig.2の装置を用いて 53.3 kPa の重水素ガス中で 400°C 、1時間加熱した。この時の重量増は 57.0 mg あった。ついでこの $60\sim80\text{ mg}$ を秤りとり、重水素ガスを定量した。結果をTable3に示す。粒状チタンの重量増より算出した重水素含量が 0.57% であったのに対し、定量結果は $0.55 \pm 0.04\%$ （n=5）であり、その抽出率は $97.0 \pm 6\%$ になった。粒状チタン（ $3\text{ mm}\phi$ ）と比較して重水素ターゲット試料のチタンは $6.5\ \mu$ と薄く、ガス抽出が容易であることを考えあわせると実際の試料の抽出率は前記の値を上回っていると考えられた。

5. 分析結果

チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットの重水素定量結果をTable4~6に示す。

円板形チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットではそれぞれ $0.016 \pm 0.0004\text{ w/o}$ （C.V.% = 2.5）、 $0.022 \pm 0.0009\text{ w/o}$ （C.V.% = 4.1）であった。半球形チタンー重水素ターゲットはダミー試料の分析結果から推測したものである。

重水素ターゲットのD/M比を求めるためには重水素定量結果のほかにチタンあるいはスカンジウムを別の方法で定量しておく必要がある。ここではこれらを定量していないので円板形重水素ターゲットのパッキング材（ 1.06 mm ），蒸着金属の厚さ（ 6.5 及び $12.2\ \mu$ ）からD/T_i, D/S_cを算出するとそれぞれ 1.24 , 1.29 となった。また、同様にして計算した単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。

6. むすび

- 1) FNSのパフォーマンステストに使用するチタン及びスカンジウムー重水素ターゲットを試作すると共にその重水素定量法を検討した。
- 2) 热分析結果から試作したチタン及びスカンジウム重水素ターゲットは真空中でそれぞれ 400 , 570°C まで重水素ガスの放出がなかった。
- 3) 重水素定量法におけるガス抽出温度を 1000°C に決定し、この温度でのガス抽出率は 97% を上回ると考えられた。
- 4) 分析結果から計算した重水素ターゲットのD/T_i, D/S_c比はそれぞれ 1.24 , 1.29 であり、単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。
- 5) D/M比を正確に求めるためには重水素の定量法のほか、重水素ターゲットのチタン及びスカンジウム定量法を確立しておく必要がある。
- 6) ここで検討したガス抽出条件はチタン及びスカンジウムートリチウムターゲットにも適用できると考える。

ゲットのガス抽出率を検討しようとすると、パッキング材に蒸着しているチタンは $20\text{ mm}\phi \times 6.5\text{ }\mu$ であるため重水素ガスを吸収させてもその重量増が少ない。このため、実際の試料と形状は異なるが粒状チタンで抽出率を検討することにした。

粒状チタン（約 $3\text{ mm}\phi$ ） 10 g をFig.2の装置を用いて 53.3 kPa の重水素ガス中で 400°C 、1時間加熱した。この時の重量増は 57.0 mg あった。ついでこの $60\sim80\text{ mg}$ を秤りとり、重水素ガスを定量した。結果をTable3に示す。粒状チタンの重量増より算出した重水素含量が 0.57% であったのに対し、定量結果は $0.55 \pm 0.04\%$ （n=5）であり、その抽出率は $97.0 \pm 6\%$ になった。粒状チタン（ $3\text{ mm}\phi$ ）と比較して重水素ターゲット試料のチタンは $6.5\text{ }\mu$ と薄く、ガス抽出が容易であることを考えあわせると実際の試料の抽出率は前記の値を上回っていると考えられた。

5. 分析結果

チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットの重水素定量結果をTable4~6に示す。

円板形チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットではそれぞれ $0.016 \pm 0.0004\text{ w/o}$ （C.V.% = 2.5）、 $0.022 \pm 0.0009\text{ w/o}$ （C.V.% = 4.1）であった。半球形チタンー重水素ターゲットはダミー試料の分析結果から推測したものである。

重水素ターゲットのD/M比を求めるためには重水素定量結果のほかにチタンあるいはスカンジウムを別の方法で定量しておく必要がある。ここではこれらを定量していないので円板形重水素ターゲットのパッキング材（ 1.06 mm ），蒸着金属の厚さ（ 6.5 及び $12.2\text{ }\mu$ ）からD/Ti, D/Scを算出するとそれぞれ 1.24 , 1.29 となった。また、同様にして計算した単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。

6. むすび

- 1) FNSのパフォーマンステストに使用するチタン及びスカンジウムー重水素ターゲットを試作すると共にその重水素定量法を検討した。
- 2) 热分析結果から試作したチタン及びスカンジウム重水素ターゲットは真空中でそれぞれ 400 , 570°C まで重水素ガスの放出がなかった。
- 3) 重水素定量法におけるガス抽出温度を 1000°C に決定し、この温度でのガス抽出率は 97% を上回ると考えられた。
- 4) 分析結果から計算した重水素ターゲットのD/Ti, D/Sc比はそれぞれ 1.24 , 1.29 であり、単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。
- 5) D/M比を正確に求めるためには重水素の定量法のほか、重水素ターゲットのチタン及びスカンジウム定量法を確立しておく必要がある。
- 6) ここで検討したガス抽出条件はチタン及びスカンジウムートリチウムターゲットにも適用できると考える。

ゲットのガス抽出率を検討しようとすると、バッキング材に蒸着しているチタンは $2.0\text{ mm}\phi \times 6.5\text{ }\mu$ であるため重水素ガスを吸収させてもその重量増が少ない。このため、実際の試料と形状は異なるが粒状チタンで抽出率を検討することにした。

粒状チタン（約 $3\text{ mm}\phi$ ） 1.0 g をFig.2の装置を用いて 5.33 kPa の重水素ガス中で 400°C 、1時間加熱した。この時の重量増は 5.70 mg あった。ついでこの $6.0 \sim 8.0\text{ mg}$ を秤りとり、重水素ガスを定量した。結果をTable3に示す。粒状チタンの重量増より算出した重水素含量が 0.57% であったのに対し、定量結果は $0.55 \pm 0.04\%$ （n=5）であり、その抽出率は $97.0 \pm 6\%$ になった。粒状チタン（ $3\text{ mm}\phi$ ）と比較して重水素ターゲット試料のチタンは $6.5\text{ }\mu$ と薄く、ガス抽出が容易であることを考えあわせると実際の試料の抽出率は前記の値を上回っていると考えられた。

5. 分析結果

チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットの重水素定量結果をTable4～6に示す。

円板形チタン及びスカンジウムー重水素ターゲットではそれぞれ $0.016 \pm 0.0004\text{ w/o}$ （C.V.% = 2.5）、 $0.022 \pm 0.0009\text{ w/o}$ （C.V.% = 4.1）であった。半球形チタンー重水素ターゲットはダミー試料の分析結果から推測したものである。

重水素ターゲットのD/M比を求めるためには重水素定量結果のほかにチタンあるいはスカンジウムを別の方法で定量しておく必要がある。ここではこれらを定量していないので円板形重水素ターゲットのバッキング材（ 1.06 mm ），蒸着金属の厚さ（ 6.5 及び $12.2\text{ }\mu$ ）からD/Ti, D/Scを算出するとそれぞれ 1.24 , 1.29 となった。また、同様にして計算した単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。

6. むすび

- 1) FNSのパフォーマンステストに使用するチタン及びスカンジウムー重水素ターゲットを試作すると共にその重水素定量法を検討した。
- 2) 熱分析結果から試作したチタン及びスカンジウム重水素ターゲットは真空中でそれぞれ 400 , 570°C まで重水素ガスの放出がなかった。
- 3) 重水素定量法におけるガス抽出温度を 1000°C に決定し、この温度でのガス抽出率は 97% を上回ると考えられた。
- 4) 分析結果から計算した重水素ターゲットのD/Ti, D/Sc比はそれぞれ 1.24 , 1.29 であり、単位面積当りの重水素量は 0.15 , 0.21 mg/cm^2 であった。
- 5) D/M比を正確に求めるためには重水素の定量法のほか、重水素ターゲットのチタン及びスカンジウム定量法を確立しておく必要がある。
- 6) ここで検討したガス抽出条件はチタン及びスカンジウムートリチウムターゲットにも適用できると考える。

謝 辞

本実験を進めるうえで欠かすことのできなかった重水素ガス吸収装置、大形ガラスアンプルの製作ならびにターゲット基盤の封入に御尽力いただいた原子炉化学部分析センター木村喜久雄、小原和弘の両氏に、また、ターゲット基盤を提供いただいた核融合炉物理研究室に心から感謝の意をここに表します。

参 考 文 献

- 1) 星野昭, 磯修一, 塩沢周策: 所内資料 (1975)
- 2) 古田照夫, 上塙寛, 川崎了, 星野昭, 磯修一: JAERI-M 8497 (1979)
- 3) 草野譲一, 大山幸夫, 池田裕二郎他: 原子力学会分科会講演要旨集, B-20 (1981)
- 4) J. Kusano, Y. Oyama, Y. Ikeda, et al. : JAERI-M 82-114, 177 (1982)

謝 辞

本実験を進めるうえで欠かすことのできなかった重水素ガス吸収装置、大形ガラスアンプルの製作ならびにターゲット基盤の封入に御尽力いただいた原子炉化学部分析センター木村喜久雄、小原和弘の両氏に、また、ターゲット基盤を提供いただいた核融合炉物理研究室に心から感謝の意をここに表します。

参 考 文 献

- 1) 星野昭, 磯修一, 塩沢周策: 所内資料 (1975)
- 2) 古田照夫, 上塙寛, 川崎了, 星野昭, 磯修一: JAERI-M 8497 (1979)
- 3) 草野譲一, 大山幸夫, 池田裕二郎他: 原子力学会分科会講演要旨集, B-20 (1981)
- 4) J. Kusano, Y. Oyama, Y. Ikeda, et al. : JAERI-M 82-114, 177 (1982)

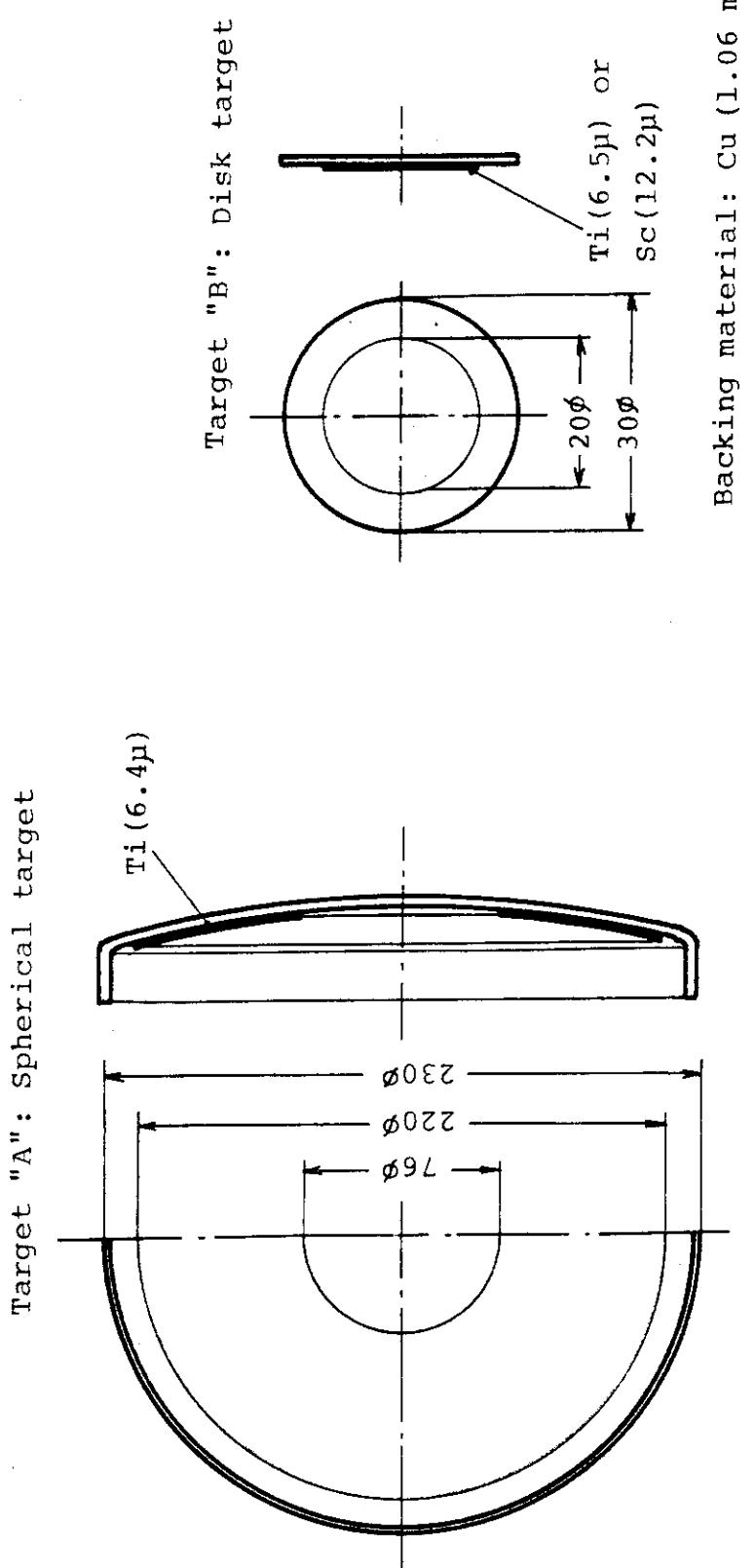


Fig. 1 Titanium & scandium coated targets

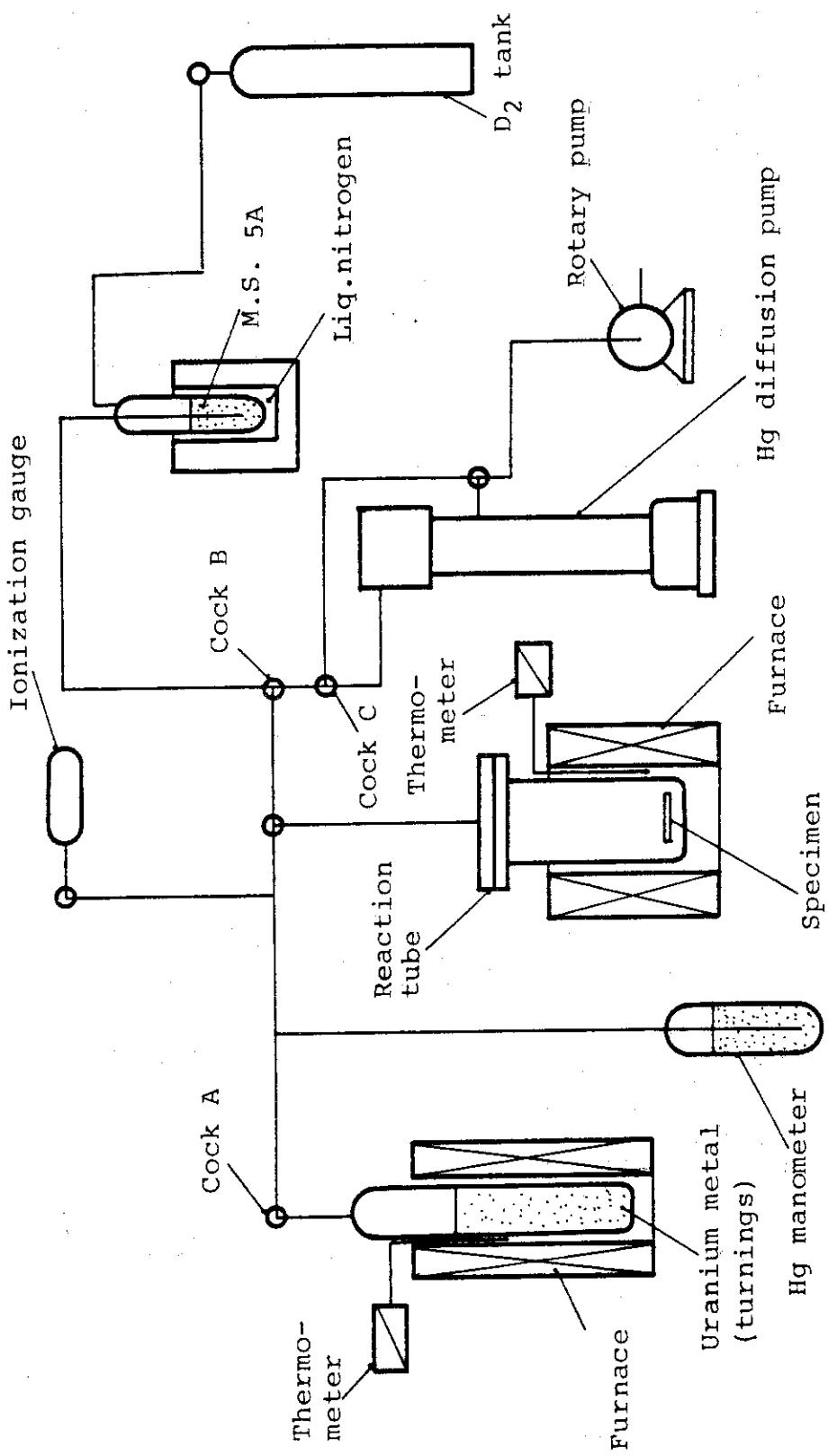


Fig. 2 Apparatus for preparation of deuterium-titanium and -scandium targets

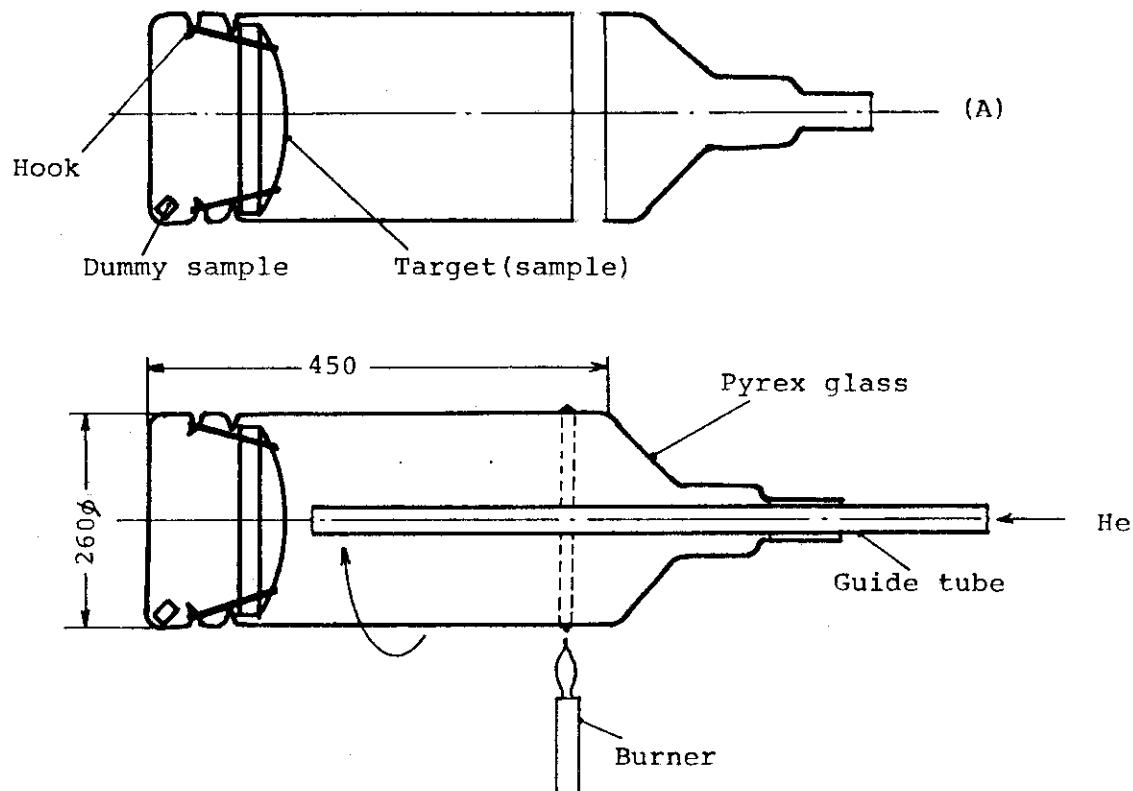


Fig. 3 Preparation of deuterium-titanium spherical target

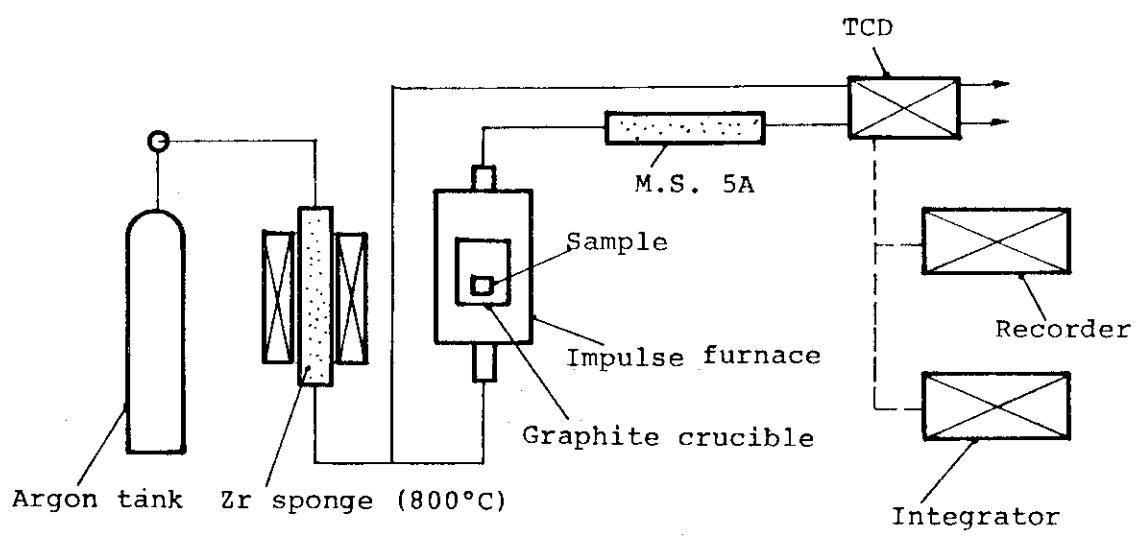


Fig. 4 Apparatus for determining deuterium in target by impulse heating-thermal conductivity method

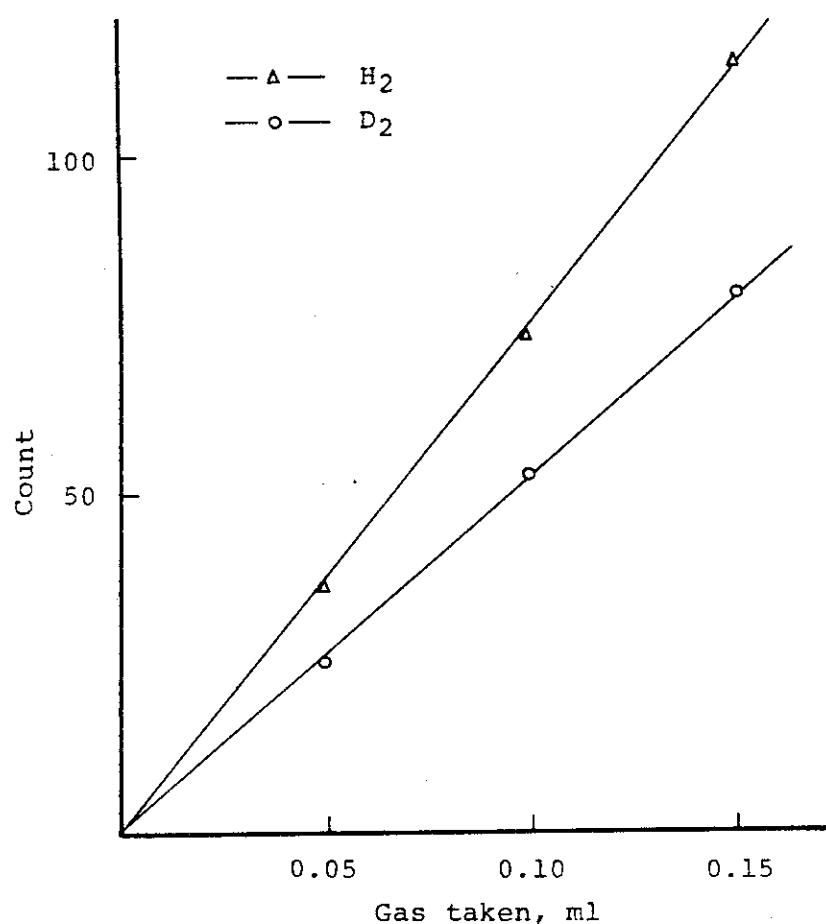


Fig. 5 Calibration curve of deuterium gas

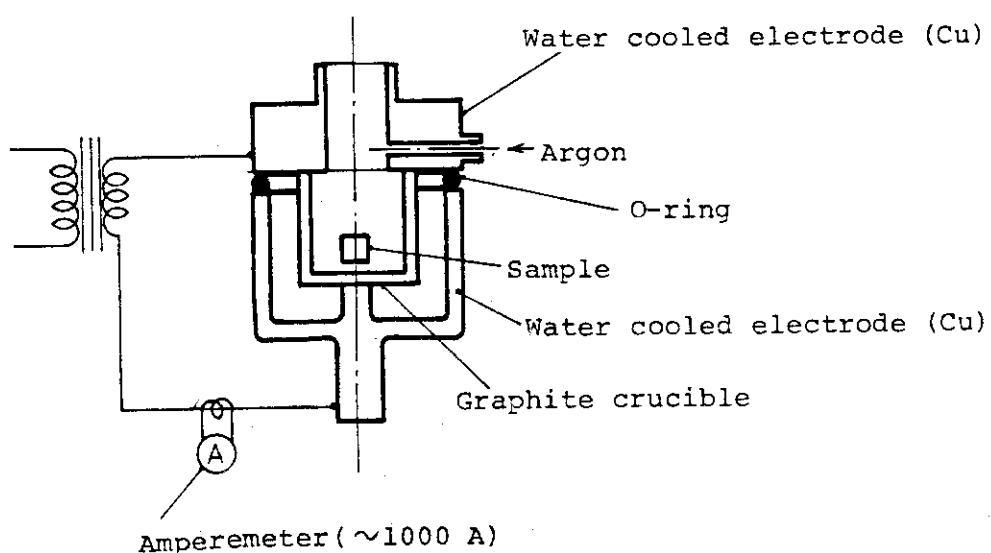


Fig. 6 Impulse furnace

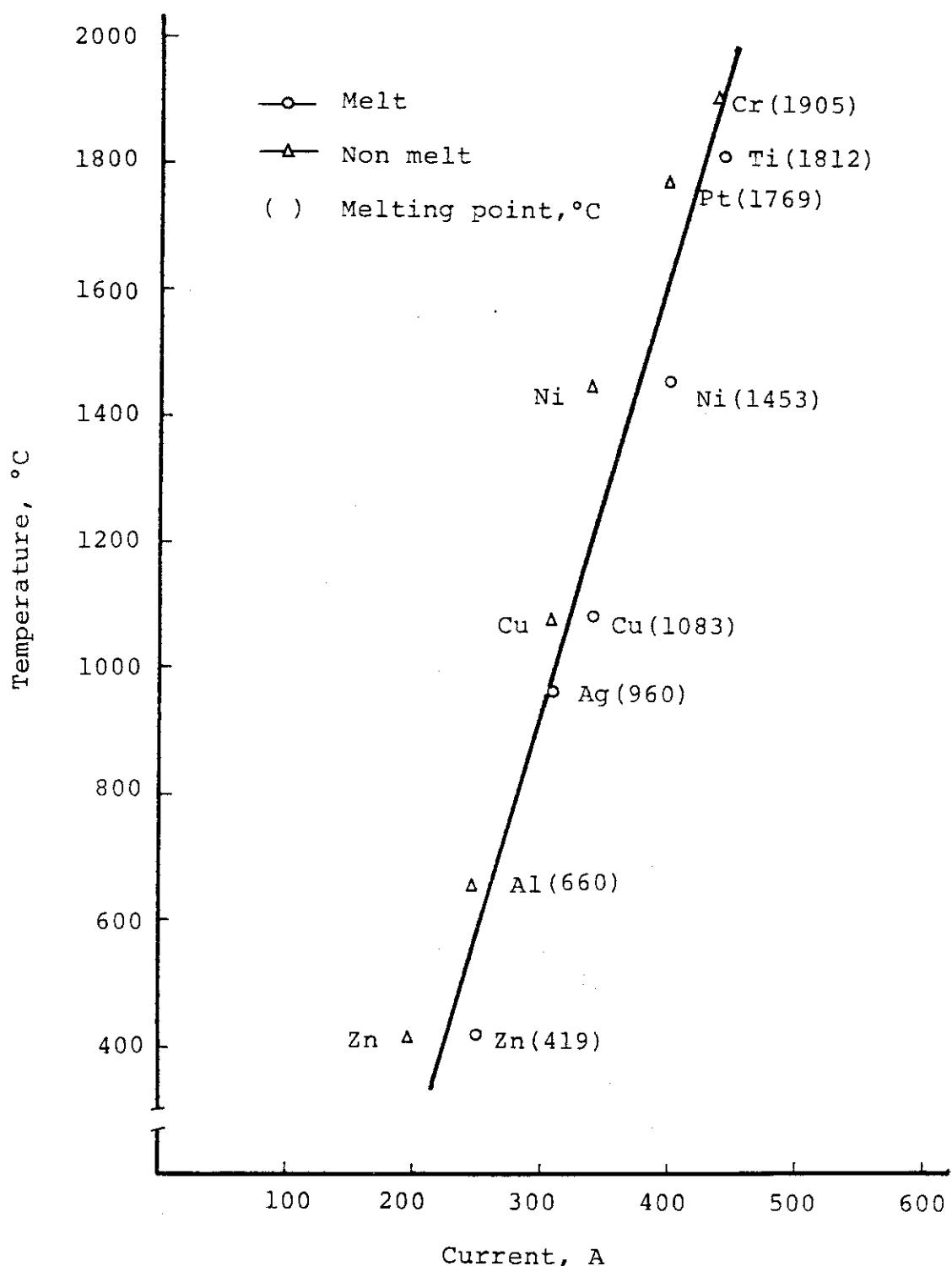


Fig. 7 Current-temperature curve

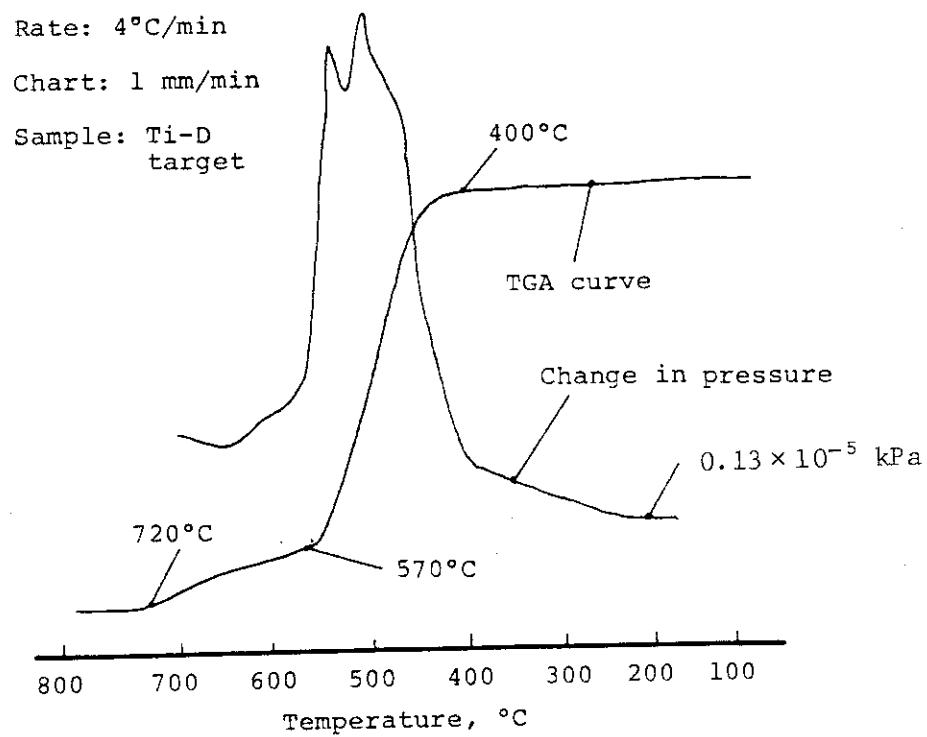


Fig. 8 TGA of deuterium-titanium target

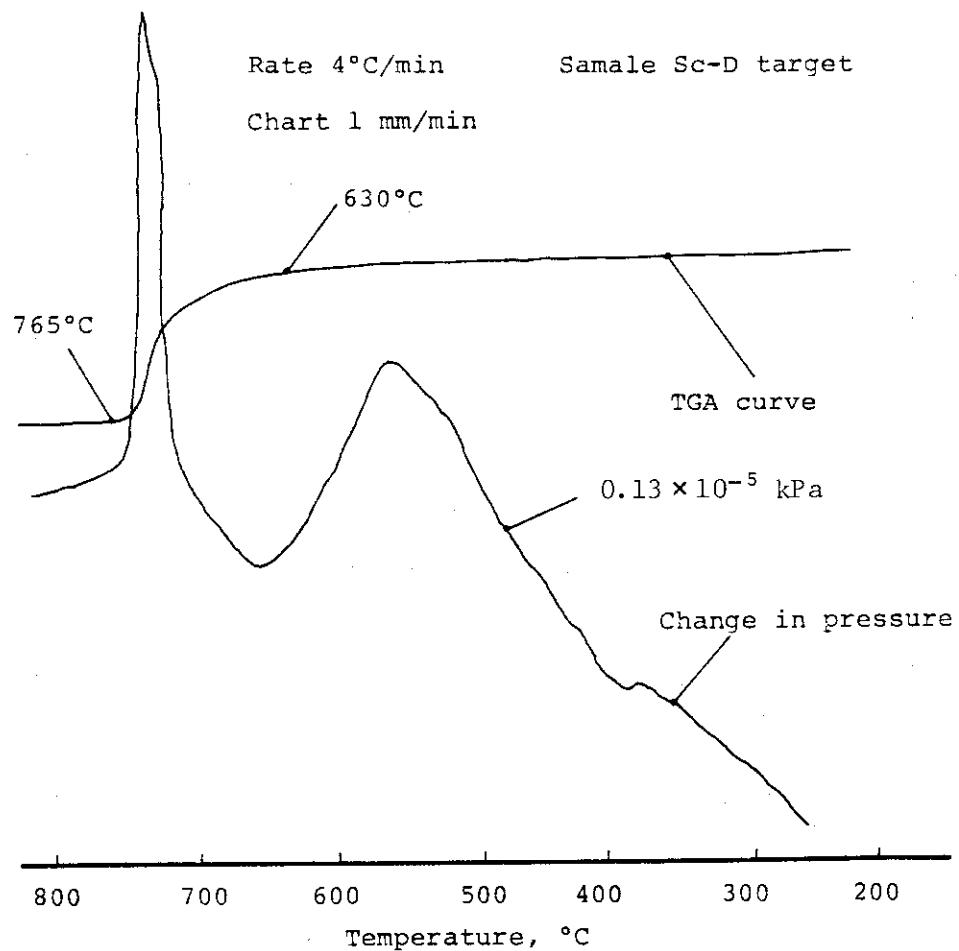


Fig. 9 TGA of deuterium-scandium target

Table 1 Relation between extraction temperature and analytical results of deuterium in deuterium-titanium target

Current (A)	Sample (mg)	D ₂ (ml)	D ₂ (mg)	D ₂ (w/o) *	Average
280 (800)	123.9	0.12	0.020	0.016	
	146.4	0.14	0.023	0.016	0.016
310 (1000)	169.0	0.16	0.026	0.015	
	117.1	0.12	0.020	0.017	0.016
380 (1500)	136.1	0.14	0.023	0.017	
	122.2	0.13	0.021	0.017	0.017
440 (1950)	142.4	0.14	0.023	0.016	
	114.9	0.12	0.020	0.017	0.017
500 (>2000)	161.9	0.17	0.028	0.017	
	177.5	0.17	0.028	0.015	0.016

Sample: Ti-D target, 80.0 kPa 400°C, 2.0 hr.

() : Temperature(°C) estimated by using current-temperature curve

* sample base

Table 2 Relation between extraction temperature and analytical results of deuterium in deuterium-scandium target

Current (A)	Sample (mg)	D ₂ (ml)	D ₂ (mg)	D ₂ (w/o)*	Average
260(650)	89.5	0.11	0.018	0.020	
	117.2	0.11	0.018	0.015	0.018
280(780)	166.0	0.23	0.038	0.023	
	241.0	0.37	0.060	0.025	0.024
300(920)	103.6	0.16	0.026	0.025	
	90.9	0.14	0.023	0.025	0.025
310(1000)	124.1	0.17	0.028	0.023	
	143.3	0.19	0.031	0.022	0.023
330(1100)	93.7	0.13	0.022	0.023	0.023

Sample: Sc-D target, D₂ 66.7 kPa 600°C, 2.0 hr.

() : temperature (°C) estimated by using current-temperature curve

* sample base

Table 3 Recovery of deuterium in titanium

Sample (mg)	Determined (mg)	w/o	Recovery (%)
73.5	0.44	0.60	105
62.5	0.32	0.51	90
73.6	0.38	0.52	91
64.0	0.38	0.59	104
83.8	0.45	0.54	95
		0.55 ± 0.04	97 ± 6.0

Calculated deuterium content: 0.57 w/o
 Extraction temperature: 1000 °C

Table 4 Analytical results of deuterium in deuterium-titanium target

Current (A)	Sample (mg)	D ₂ (ml)	D (mg)	D (w/o)*	Average
310 (1000)	93.7	0.093	0.015	0.016	0.016 w/o
	129.4	0.13	0.021	0.016	
	90.9	0.090	0.014	0.015	Std. dev.
	92.6	0.094	0.015	0.016	± 0.0004
	78.4	0.077	0.013	0.016	C.V. 2.5%
	74.3	0.076	0.012	0.016	

80.0 kPa 400°C, 2.0 hr.

() : Temperature (°C) estimated by using current-temperature curve

Titanium: 6.5 μ

* Sample base

Table 5 Analytical results of deuterium in deuterium-scandium target

Current (A)	Sample (mg)	D2 (ml)	D2 (mg)	D2 (w/o)*	Average
300 (1000)	152.1	0.21	0.035	0.023	0.022 w/o
108.6	0.15	0.025	0.023		
85.7	0.11	0.018	0.021	Std. dev.	
90.9	0.12	0.020	0.022	±0.0009	
130.4	0.18	0.030	0.023	C.V. 4.1%	
80.9	0.10	0.017	0.021		

66.7 kPa 600 °C, 2.0 hr.

() : Temperature (°C) estimated by using current-temperature curve

Scandium: 12.2 μ

* Sample base

Table 6 Analytical results of deuterium in deuterium-titanium spherical target

Current (A)	Sample (mg)	D ₂ (ml)	D ₂ (mg)	D ₂ (w/o)*	Average
310 (1000)	112.4	0.16	0.025	0.022	0.024 w/o
	121.3	0.18	0.030	0.025	
	114.2	0.17	0.028	0.025	Std. dev.
	92.3	0.14	0.023	0.025	± 0.001
	103.2	0.15	0.025	0.024	

80.0 kPa 450°C, 2.0 hr.

() : Temperature (°C) estimated by using current-temperature curve

Titanium: 6.5 μ

* Sample base