

JAERI-M  
84-181

2MVバンデグラフ加速器用  
小型イオン照射装置

1984年10月

鈴木 建次・片野 吉男・有賀 武夫  
白石 健介

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。

入手の問合わせは、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、お申しこしてください。なお、このほかに財団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）で複写による実費頒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 Division, Department  
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,  
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1984

---

編集兼発行 日本原子力研究所  
印刷 日立高速印刷株式会社

2MVバンデグラフ加速器用小型イオン照射装置

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部

鈴木 建次・片野 吉男・有賀 武夫・白石 健介

(1984年9月11日受理)

エネルギーの高いイオンで照射した材料における照射損傷領域の組織観察法は材料の照射損傷を研究する上で有用な手段である。組織変化に及ぼす照射量の影響を解明するために、均質かつ時間的に安定なプロフィールを有するイオンビームが必要となる。2MVバンデグラフ加速器のセンターダクトにおけるイオンビームは上述の条件を比較的容易に満し得るけれども、装置の設置に対する許容空間は少ない。このため、大型装置と同様に排気、試料の加熱およびイオン電流密度の計測などができる小型イオン照射装置を製作し、本装置を用いて照射した材料の照射条件を検討した。その結果、本試作の小型イオン照射装置を用いて、目標とする照射条件のもとで材料の照射が可能であることを確かめた。

JAERI-M 84-181

Miniaturized Target Chamber for 2MV Van de Graaff Accelerator

Kenji SUZUKI, Yoshio KATANO, Takeo ARUGA and Kensuke SHIRAISHI

Department of Fuels and Materials Research,

Tokai Research Establishment, JAERI

( Received September 11, 1984 )

A miniaturized target chamber was constructed in attachment to the center duct of the 2MV Van de Graaff accelerator for use in investigations on irradiation damage of structural materials by means of electron microscopy. The chamber was aimed chiefly to have high performance similar to that of large-sized chambers, especially in measurements of irradiation temperature and ion-current density. A preliminary performance test shows that the specimens can be irradiated with ions accelerated by the 2MV Van de Graaff under well-controlled conditions in the miniature target chamber.

Keywords : Miniaturized Target Chamber, 2MV Van de Graaff Accelerator,  
Beam Condition, Ion-irradiation, Microstructural Observation,  
Irradiation Damage

## 目 次

1. はじめに .....	1
2. イオン照射装置の設計 .....	1
2.1 加速器の概要 .....	1
2.2 ダクトの選択 .....	2
2.3 照射装置について .....	3
3. 真空系の予備実験 .....	7
4. 本装置の概要とその特性 .....	10
4.1 本装置の概要 .....	10
4.2 試料ホルダーの組み立て手順 .....	10
4.3 測定系の概要 .....	10
4.4 液体窒素トラップの効果 .....	12
4.5 加熱方法と温度制御 .....	12
4.6 ターゲット電流の測定 .....	13
4.7 照射量と注入量の計算 .....	14
5. 本装置を用いて得られた結果 .....	24
5.1 室温照射実験 .....	24
5.2 高温照射実験 .....	24
5.3 組織観察 .....	25
5.4 ビーム加熱による試料の温度上昇 .....	25
5.4.a 計算値 .....	25
5.4.b 実測値 .....	28
6. 本装置の改造に関する検討 .....	34
6.1 排気方法 .....	34
6.2 ターゲット電流の測定 .....	34
6.3 ビーム加熱による試料の温度上昇 .....	35
参考文献 .....	36

## Contents

1. Introduction .....	1
2. Design philosophy for the target chamber .....	1
2.1 Outline of 2MV Van de Graaff accelerators .....	1
2.2 Selection of duct .....	2
2.3 Chamber body .....	3
3. Preliminary experiments on vacuum system .....	7
4. Outline and its performance of apparatus .....	10
4.1 Outline of apparatus .....	10
4.2 Assembly method of specimen holder .....	10
4.3 Outline of the measurement systems .....	10
4.4 Effects of chilled trap on pressure in the chamber .....	12
4.5 Heating system and temperature control .....	12
4.6 Measurement of target current .....	13
4.7 Calculations of dpa and helium concentration .....	14
5. Results obtained by the use of the miniature target chamber .....	24
5.1 Irradiation at room temperature .....	24
5.2 Irradiation at elevated temperature .....	24
5.3 Microstructure observation .....	25
5.4 Increment of specimen temperature due to beam heating .....	25
5.4.a Calculated value .....	25
5.4.b Experimental value .....	28
6. Future investigation of the modified target chamber .....	34
6.1 Evacuation method .....	34
6.2 Measurement of target current .....	34
6.3 Increment of specimen temperature due to beam heating .....	35
References .....	36

## 1. はじめに

高エネルギーのイオンで照射した材料の組織変化を透過電子顕微鏡 (TEM) により直接観察することは材料の照射効果を研究する上で有用な手段である。この場合、イオン照射による格子欠陥および入射原子の導入方法は材料の照射損傷領域における組織変化に大きな影響を与える。したがって、照射後に行う TEM 観察で得られた結果を解析するためには適確な照射条件を設定する必要がある。すなわち、TEM 観察する薄膜試料を研究目的のために設定した条件で照射することが必要であり、得られた結果を解析する上でも照射条件の設定は重要である。

原研 2 MV バンデグラフ加速器を用いて高温でヘリウムおよびアルゴンイオンを照射したニッケルおよびモリブデン並びにヘリウムイオンおよび窒素イオンを照射したステンレス鋼において、照射温度および照射量は TEM 観察により得られた組織変化 (気泡およびボイドなどの分布) に影響を及ぼすことが報告されている<sup>(1~5)</sup>。したがって、設定した条件で照射するために、照射試料の組織変化に影響を及ぼす照射温度および照射量を正確に測定できるイオン照射装置が必要である。今回、2 MV バンデグラフ加速器用イオン照射装置について製作したので、主として照射温度および照射量の正確な測定に関する観点から装置製作における各段階で生じた問題の解決について実際に行った作業の流れに従って記すことにした。

## 2. イオン照射装置の設計

### 2.1 加速器の概要

小型イオン照射装置を設置する 2 MV バンデグラフ加速器の概要図を Fig. 1 に示す。加速器室のイオン源で発生したイオンはそれに続く加速管で所定のエネルギーまで加速され、イオンビームとして下方のマグネット室へ進む。マグネット室のフォーカスリングおよび静電 Q レンズで集束されたイオンビームはスリットを経て 90° 分析マグネットで水平方向に曲げられ、コロナスリットを通過し、ビームシャッターを開くことにより右隣のターゲット室に進む。ターゲット室に入ったイオンビームはターゲット室の Y ステアラーと東-西ステアラーまたは 5 方向マグネットで①から⑤までの 5 つのダクトのいずれかに進むように曲げられる。Fig. 1 の④ダクトを例にとると、5 方向マグネットでこのダクトに曲げられたイオンビームは磁気 Q レンズで集束された後、X-Y ステアラーで垂直および水平方向に調整を受けてターゲット位置に達する。実際には、ビーム経路の終点となるターゲット位置にイオン照射装置を設置し、装置内の試料にイオンビームを入射するように上記の 5 方向マグネット、磁気 Q レンズおよび X-Y ステアラーで調節することになる。従来から 2 MV バンデグラフ加速器建家にイオン照射装置を搬入し、磁気 Q レンズによりターゲット位置でイオンビームを集束できる④ダクトに主

## 1. はじめに

高エネルギーのイオンで照射した材料の組織変化を透過電子顕微鏡 (TEM) により直接観察することは材料の照射効果を研究する上で有用な手段である。この場合、イオン照射による格子欠陥および入射原子の導入方法は材料の照射損傷領域における組織変化に大きな影響を与える。したがって、照射後に行う TEM 観察で得られた結果を解析するためには適確な照射条件を設定する必要がある。すなわち、TEM 観察する薄膜試料を研究目的のために設定した条件で照射することが必要であり、得られた結果を解析する上でも照射条件の設定は重要である。

原研 2 MV バンデグラフ加速器を用いて高温でヘリウムおよびアルゴンイオンを照射したニッケルおよびモリブデン並びにヘリウムイオンおよび窒素イオンを照射したステンレス鋼において、照射温度および照射量は TEM 観察により得られた組織変化 (気泡およびボイドなどの分布) に影響を及ぼすことが報告されている<sup>(1~5)</sup>。したがって、設定した条件で照射するために、照射試料の組織変化に影響を及ぼす照射温度および照射量を正確に測定できるイオン照射装置が必要である。今回、2 MV バンデグラフ加速器用イオン照射装置について製作したので、主として照射温度および照射量の正確な測定に関する観点から装置製作における各段階で生じた問題の解決について実際に行った作業の流れに従って記すことにした。

## 2. イオン照射装置の設計

### 2.1 加速器の概要

小型イオン照射装置を設置する 2 MV バンデグラフ加速器の概要図を Fig. 1 に示す。加速器室のイオン源で発生したイオンはそれに続く加速管で所定のエネルギーまで加速され、イオンビームとして下方のマグネット室へ進む。マグネット室のフォーカスリングおよび静電 Q レンズで集束されたイオンビームはスリットを経て 90° 分析マグネットで水平方向に曲げられ、コロナスリットを通過し、ビームシャッターを開くことにより右隣のターゲット室に進む。ターゲット室に入ったイオンビームはターゲット室の Y ステアラーと東-西ステアラーまたは 5 方向マグネットで①から⑤までの 5 つのダクトのいずれかに進むように曲げられる。Fig. 1 の④ダクトを例にとると、5 方向マグネットでこのダクトに曲げられたイオンビームは磁気 Q レンズで集束された後、X-Y ステアラーで垂直および水平方向に調整を受けてターゲット位置に達する。実際には、ビーム経路の終点となるターゲット位置にイオン照射装置を設置し、装置内の試料にイオンビームを入射するように上記の 5 方向マグネット、磁気 Q レンズおよび X-Y ステアラーで調節することになる。従来から 2 MV バンデグラフ加速器建家にイオン照射装置を搬入し、磁気 Q レンズによりターゲット位置でイオンビームを集束できる④ダクトに主

として装置を設置してイオン照射実験を行って来た<sup>(6)</sup>。

## 2.2 ダクトの選択

ターゲット位置にイオンビームを集束するためのQレンズおよびX-Yステアラーは②と④のダクトにあり、①、③および⑤のダクトにないので、5つのダクトの配置は③のダクトを中心として幾何学的にも機能の面でも全く左右対称であることがわかる。したがって、装置を設置するために、③、④および⑤のダクトについて検討を行えば十分であると考えた。

5方向マグネットで③から⑤までのダクトにイオンビームを導くので、中央のダクト③から④および⑤の順で離れる程、ビームラインの曲げ角は増大する。また、一定の曲げ角を得るための5方向マグネットにおける負荷はイオンの原子量と加速電圧に比例し、上限を有する。したがって、 $H^+$ 、 $D^+$ および $He^+$  などのような原子量の小さい軽イオンでは、どのダクトでも5方向マグネットの負荷は上限値までに到らないので、加速電圧を上限の2MVまで設定できる。しかしながら、 $C^+$ 、 $N^+$ 、 $O^+$ 、 $Ne^+$  および  $Ar^+$  などのような原子量の大きい重イオンにおいて幾何学的な曲げ角の大きい⑤のダクトでは、5方向マグネットの負荷は上限値を越えるために加速電圧を上限値まで増加し得ないので、⑤のダクトを検討の対象から外し、③と④のダクトについて装置を設置するための選択を検討した。

90°分析マグネット で一定のエネルギーを有するイオンのみが水平方向に曲げられて、コロナスリットを経てビームシャッターに至る。シャッター電流はシャッターにおける単位時間当りのイオン数と価数の積である。一般に、イオン数の面密度で照射量を表すので、シャッターにおけるイオン数が一定であるならば照射面積の増加に伴って照射量は減少する。一定の試料面積に均一なイオン照射をするためには、イオンビームを一点に集束し、一定の面積内に走査するビームスキャニング法が考えられる。④のダクトではX-Yステアラーと試料の間にビームスキャナーを付設した上で以下のようなビーム導入が考えられる。まず、Yステアラーと5方向マグネットでイオンビームを④のダクトに導入し、磁気Qレンズを用いてイオンビームを試料上一点に収束した後にX-Yステアラーでビームの位置を決定する。このようにして得られたビームスポットをスキャナーにより試料上に走査し、一定の試料面積に理想的な均一照射が可能となる。しかしながら、現状ではビームスキャナーの付設が不可能であるので、最終的に本小型イオン照射装置を設置するために③のダクトを選択することにした。③のダクトでは5方向マグネットを用いずにイオンビームを導入し、QレンズおよびX-Yステアラーもなく、90°分析マグネット で曲げられたままのビームラインを使用することになる。したがって、上述のような収束したビームラインを用いることができないので、マグネット室の静電Qレンズによる調整のみでそれほど収束していないビームをスリットで制限して、ターゲット位置に置かれたビューア上でイオンビームの強度観察を行った。なお、その際にビームラインについて上下および左右を調整するためのYステアラーおよび東-西ステアラーをほとんど用いなかった。このビューアにおけるビーム観察によって、比較的ビーム変動が少なく、 $1\text{ cm}^2$  程度の面積でほぼ均一な照射ができることがわかった。したがって、5方向マグネット、磁気QレンズおよびX-Yステアラーなどを用いず、ビームラインにスリットを設けるのみでビー

ムスキヤニング法に匹敵する精度の照射ができるので、③のダクトの簡便な使用方法は照射損傷を研究するためのイオン照射に適していると判断した。

### 2.3 照射装置について

原研2MVバンデグラフ加速器を利用するイオン照射において、照射温度および照射量の計測可能なイオン照射装置の系統図をFig. 2に示す。このイオン照射装置は主に真空系、ビーム系および加熱系から構成される。真空系と加熱系の間には加熱による装置の真空漏れ発生の可能性が存在するので、輻射熱を防ぐために反射板の設置および装置の冷却設備を考慮しなければならない。イオン照射による材料の損傷は試料表面の近傍で生じ、雰囲気の影響を受けやすいので、高真空はイオン照射にとって不可欠な条件となる。また、装置へのイオンビームの導入に際して入射ビームの散乱<sup>(7)</sup>を防ぐ観点からも高真空が必要である。ビーム系と加熱系の間にはビーム加熱による試料の温度上昇を考えねばならない。ビーム系ではイオンビームの電流値およびビームプロファイルのほか、照射量に直接関係する試料電流を正確に測定しなければならない。加熱系については加熱方法と温度制御の問題がある。加熱方法は真空系に影響を及ぼすことに注意を要する。試料の温度はビーム系および加熱系からの熱量により定まるので、試料の温度制御は試料と同一条件で照射しているダミー試料の温度を加熱系の温度調節計にフィードバックする方式がよい、試料ホルダーの冷却は高温におけるイオン照射実験の効率に影響を与えるので、冷却方法の検討には注意を要する。

バンデグラフ加速器における典型的な装置の一例としてPackanら<sup>(8, 9)</sup>によるイオン照射装置を挙げる。彼らの報告書によるとこの装置について真空系、電子銃加熱、試料ホルダー、温度制御およびビーム制御の5項目に渡って詳細な検討が行われ、Fig. 2の系統図に挙げた要求を満足し、正確な照射温度および照射量を精度よく計測できるようになっている。さらにこの照射装置は9個の試料を装備した6個のホルダーを有し、真空を破ることなしに試料ホルダーの交代ができ、連続照射を行えるので、試料交換に伴う作業時間の短縮による照射実験における効率の向上が配慮されている。同様に原研2MVバンデグラフ加速器における④のダクトを用いたイオン照射装置<sup>(6)</sup>でも、4個のホルダーを付設することにより、照射実験の効率を上げるようにしている。しかしながら、Packanらの装置ではベローズによる平行移動のみで試料ホルダーをビーム位置に合わせるのに対して、この装置では試料ホルダーの前面に設置した加熱炉に4つのホルダーをそれぞれ回転および水平移動により嵌入するので、ビーム位置に合わせる事が難しくなっている。

これら大型装置と逆に小型で単一の試料ホルダーのみを装備するイオン照射装置が桐谷ら<sup>(3)</sup>により考案された。試料は予め透過電子顕微鏡で観察可能なように薄膜としたニッケルおよびモリブデンであり、軽イオンのプロトンおよびヘリウムイオン並びに重イオンのアルゴンイオンによる照射実験に用いられた。用いたイオンのエネルギーがMeV程度であるため、重イオンの場合には損傷分布の深さと注入イオンの飛程がこれら観察可能な試料の膜内にあり、薄膜試料をそのまま試料ホルダーに置いて損傷組織を全て膜内に納めることができる。しかしながら、軽イオンの場合には損傷組織および注入イオンの分布が観察可能な試料厚さを越えて深く

なるため、楔状すなわち刃状に勾配のついた二枚の試料を交叉かつ極めて接近させて配置し、イオンビームが入射側のマスクとなる試料の場所によって異なる経路を通過した後本試料となる第2の試料に入射することにより、本試料の端に沿った観察に適した場所に損傷組織が生じるような工夫をしている。さらにこの装置では、照射試料の直前に可動なシャッターあるいはスリットを取付け、有効長さ2mmの単一な試料上で10以上の異なる条件でイオン照射ができるようになっている。試料ホルダーが単一であるので、この装置では真空を破らずに試料交換ができない。したがって、例えば組成の異なった試料の照射でなくても、試料の照射面積を大きくしたり、照射量以外の条件を変えた照射試験をする際には効率が悪くなる。

上に述べたイオン照射装置の長所を取り入れ、Fig. 2 に示した要請に合った装置を作製するために、Fig. 3に示すようなイオン照射の実験手順を検討した。高温でのイオン照射実験は排気、加熱、照射、冷却および試料交換の5つの過程に、室温でのイオン照射実験は排気、照射および試料交換の3つの過程に分けられる。 $t_0$ ,  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$ および $t_4$ をそれぞれ排気、加熱、照射、冷却および試料交換に要する時間とすると、照射実験に要する総時間 $t$ は

$$t = \sum_{i=0}^2 (t_{2i} + At_{2i+1}) \quad (1)$$

となる。この式で、 $A = 1$ は高温でのイオン照射実験に、 $A = 0$ は室温でのイオン照射実験に対応する。照射実験の総時間を短縮することは実験の効率を上げることに直接関係するけれども、これはイオン照射装置の設計に際してFig. 2 に示した実験上の要請と関連させて考慮すべき事柄である。

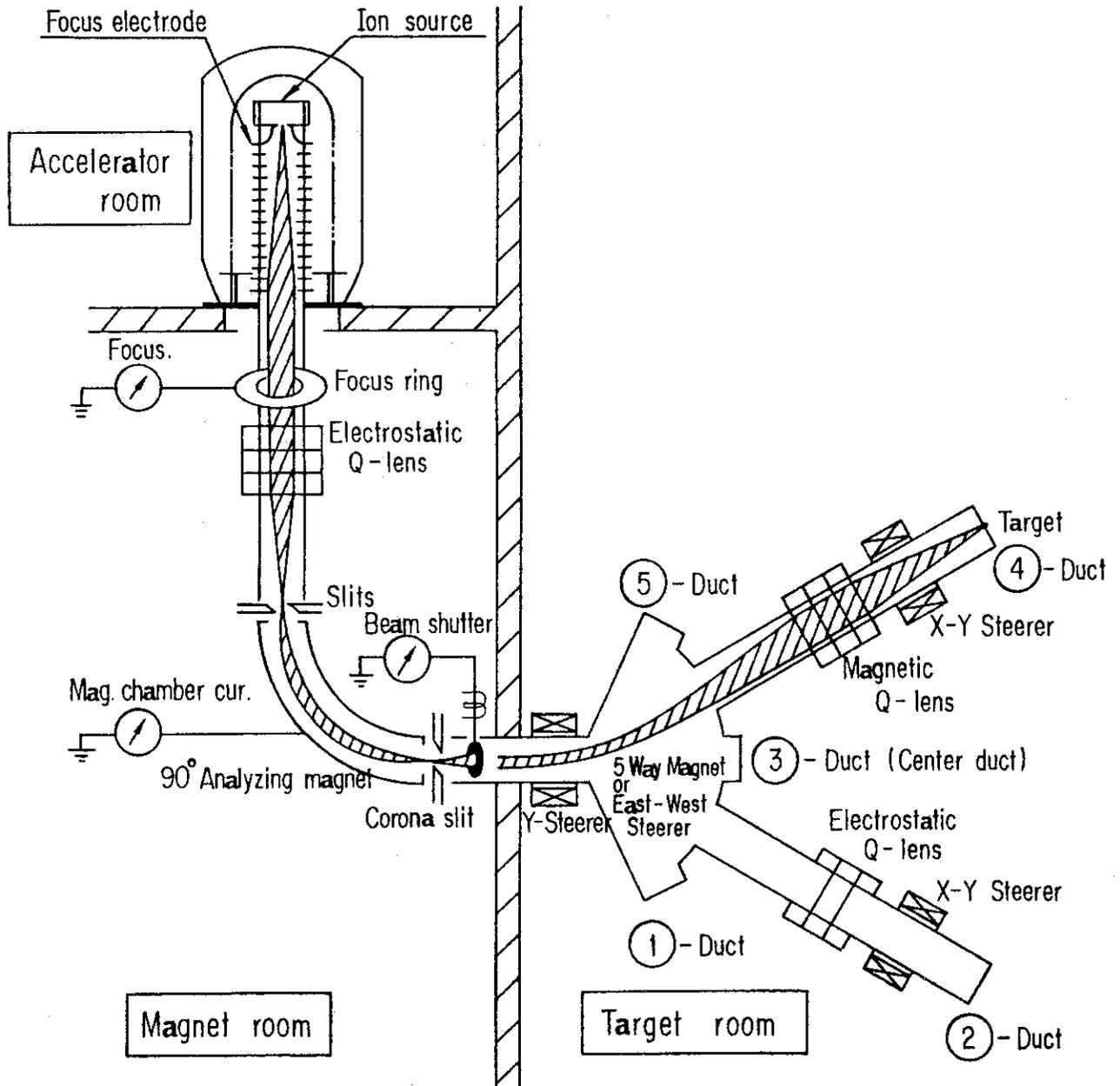


Fig. 1 Schematic drawing of the 2MV Van de Graaff accelerator and its beam line to the radiation damage target at ④ - duct.

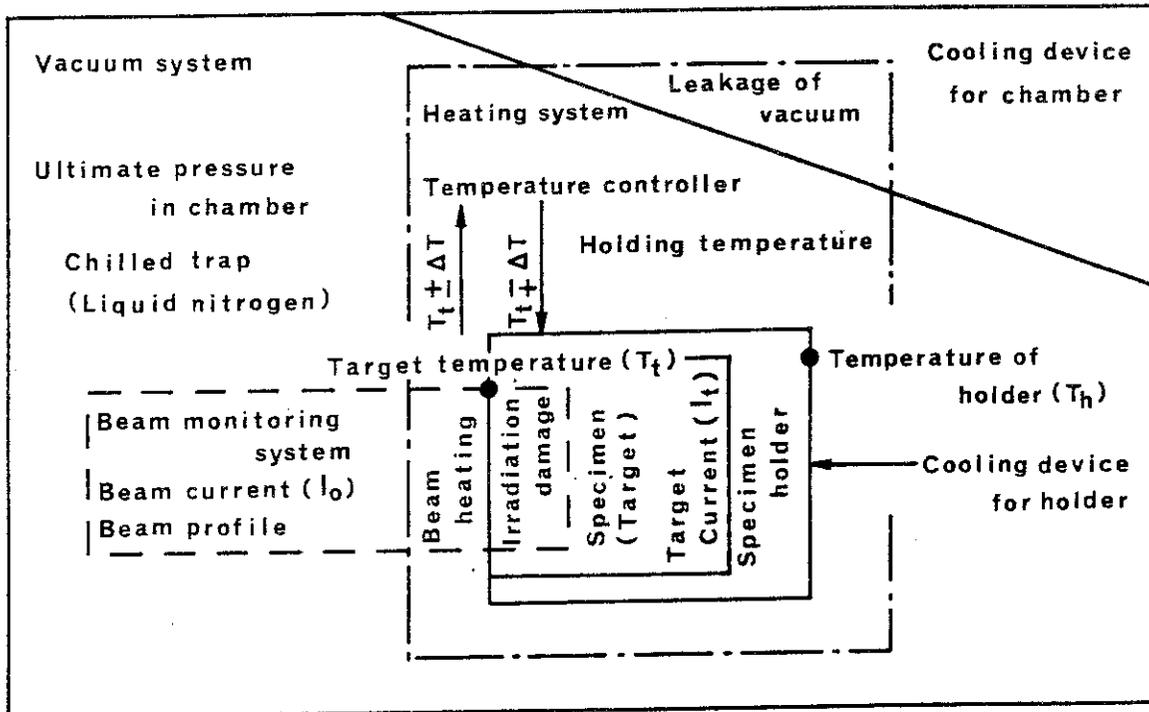


Fig. 2 Block diagram of ion-irradiation target chamber.

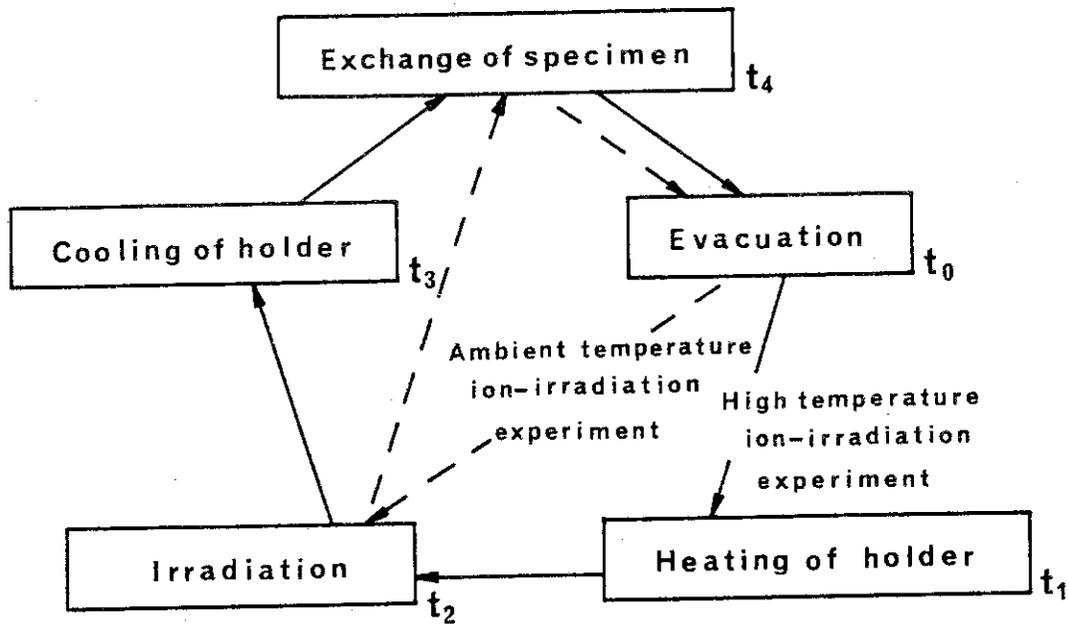


Fig. 3 Procedure of ion-irradiation experiment.

### 3. 真空系の予備実験

2MVバンデグラフ加速器におけるビーム特性の観点から③のダクトにイオン照射装置を設置すると、このダクトでは装置に対する設置面積が45cm×80cmであり、許容面積が少ないので、装置を小型にせざるを得ない。試料ホルダーも複数にはできないので、試料交換の度に真空を破らざるを得なくなる。したがって、照射実験の時間を律速するのは排気過程となり、排気に要する時間( $t_0$ )の短縮化を図らねばならない。時間 $t'$ および $t''$ における容積 $V$ を有する容器の圧力をそれぞれ $P'$ および $P''$ とし、ポンプの実効排気速度および到達真空度をそれぞれ $Se$ および $P_{min}$ とすると排気に要する時間は

$$t_0 = t'' - t' = \frac{Se}{V} \ln \left( \frac{P' - P_{min}}{P'' - P_{min}} \right) \quad (2)$$

となる(7, 10~13)。なお、 $\frac{P' - P_{min}}{P'' - P_{min}}$ は圧力比率である。したがって、排気速度 $Se$ を一定とするポンプを用いた場合には、排気容積 $V$ が小さいものほど短時間の排気で所定の圧力比率になるので、設置面積の制限から要請された装置の小型化による損失は排気時間の短縮化により実験効率の向上という形で補われることになる。

小型化のため、装置本体に排気装置を設けず、5方向マグネットの排気装置を用いて排気時間の検討を行う目的で容積325.8mℓの小型イオン照射装置を作製し、2MVバンデグラフ加速器の③のダクトに設置して装置内の全圧を測定した。拡散ポンプ作動直後に測定を開始した照射装置内の全圧 $P$ を回転ポンプ作動直後から測定した排気時間 $t_0$ の関数としてFig. 4-aに示した。なお、同図の照射装置図における×印は測定に供した熱陰極電離真空計の位置を示す。

バルブを開いて照射装置を5方向マグネットの油拡散ポンプに直結した時点すなわち図中矢印で示すように油拡散ポンプの始動直後から全圧 $P(t_0)$ は約10分間にわたって急激に減少し、その後減少率は緩慢になり、排気時間の増加に伴って全圧 $P(t_0)$ の減少率は飽和する。Fig. 4-aの排気曲線より次式を用いて装置内の全圧 $P$ における排気速度 $S$ を求め、Fig. 4-bに示す。

$$\frac{dP}{dt} = -\frac{S}{V} P \quad (3)$$

なお、排気速度 $S$ は簡単のためにリーク量 $Q$ および到達真空度 $P_{min}$ を省略した。

Fig. 4-aの全圧 $P(t_0)$ が急激に減少する $10^{-4}$  Torrの領域で排気速度 $S(P)$ はほぼ一定の約 $80 \text{ mℓ} \cdot \text{min}^{-1}$ であるけれども、 $P(t_0)$ の減少率が緩慢になる $10^{-5}$  Torrの領域ではほぼ $0 \text{ mℓ} \cdot \text{min}^{-1}$ に近づく。したがって、Fig. 4-aにおける排気曲線上300min(5時間)以上で $6.5 \times 10^{-6}$  Torrの飽和値が現われることになる。

実際の真空系における動的特性は真空容器内に発生するガスを考慮しなければならない(10,11)。すなわち、

$$\sum_{i=1}^5 Q_i - (P - P_{min}) Se = V \cdot \frac{dP}{dt} \quad (4)$$

ここで、 $Q_1$ : 漏れ

$Q_2$ : 真空容器内壁からの吸着気体放出

$Q_3$ : 真空容器壁の内部からの拡散および透過による気体の放出

$Q_4$ : ポンプ系より真空容器への逆流気体の量

$Q_5$ : 系内に実験者がもち込んだ機構から発生する気体の量

である。容器内の圧力に比して $P_{\min}$  が極めて小さいことを考慮し、 $dP/dt$  は $P \cdot Se/V$  および $\sum_{i=1}^5 Q/V$  に較べて小さいので省略すると、

$$P = \frac{\sum_{i=1}^5 Q_i}{Se} \quad (5)$$

となる。すなわち、容器内に発生するすべてのガスが排気速度と釣り合って圧力 $P$ が決まり、この $P$ が実際の装置の到達真空度となる。したがって、排気時間の短縮化を考える際に $Q_1$ の吟味を必要とする。装置設計において $Q_1$ 、 $Q_3$ および $Q_4$ は本質的な問題でないので、残りの $Q_2$ および $Q_5$ について検討を加えた。例えば、高温でイオン照射するために試料ホルダーをヒーターで加熱すると蒸発による放出ガスおよび輻射熱により装置の内壁から放出ガスが生じるので、 $Q_2$ と $Q_5$ が増加することになる。そこで、高温における照射実験で排気時間を短縮する目的で $Q_2$ および $Q_5$ を小さくするために試料ホルダーの周囲に液体窒素トラップを付設することにした。

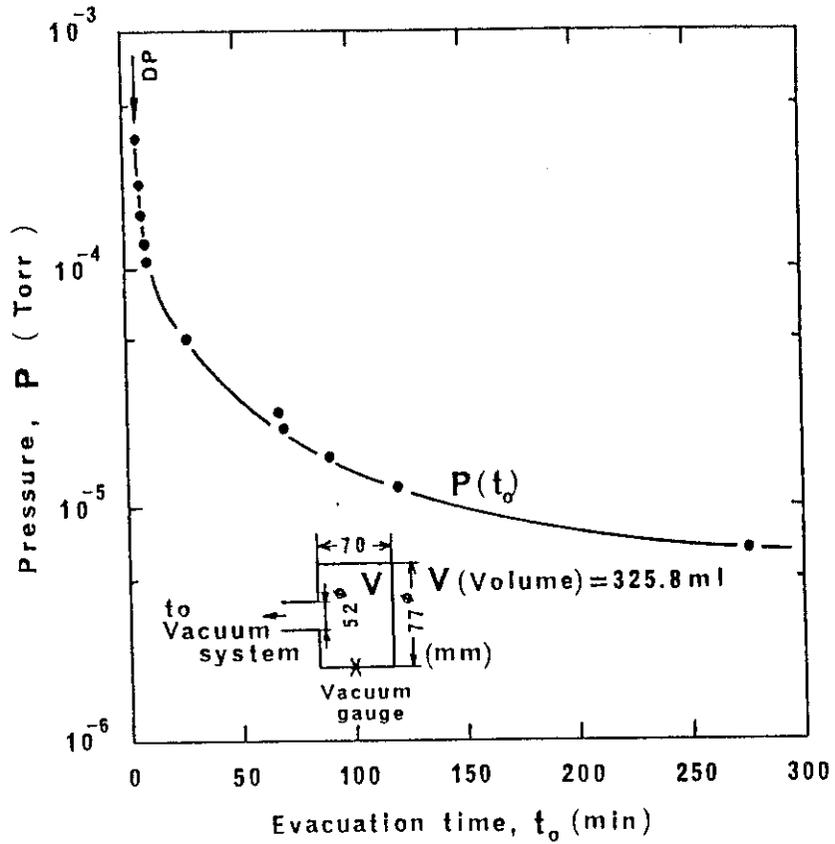


Fig. 4-a Pressure ( P ) in the chamber as a function of evacuation time (  $t_0$  ).

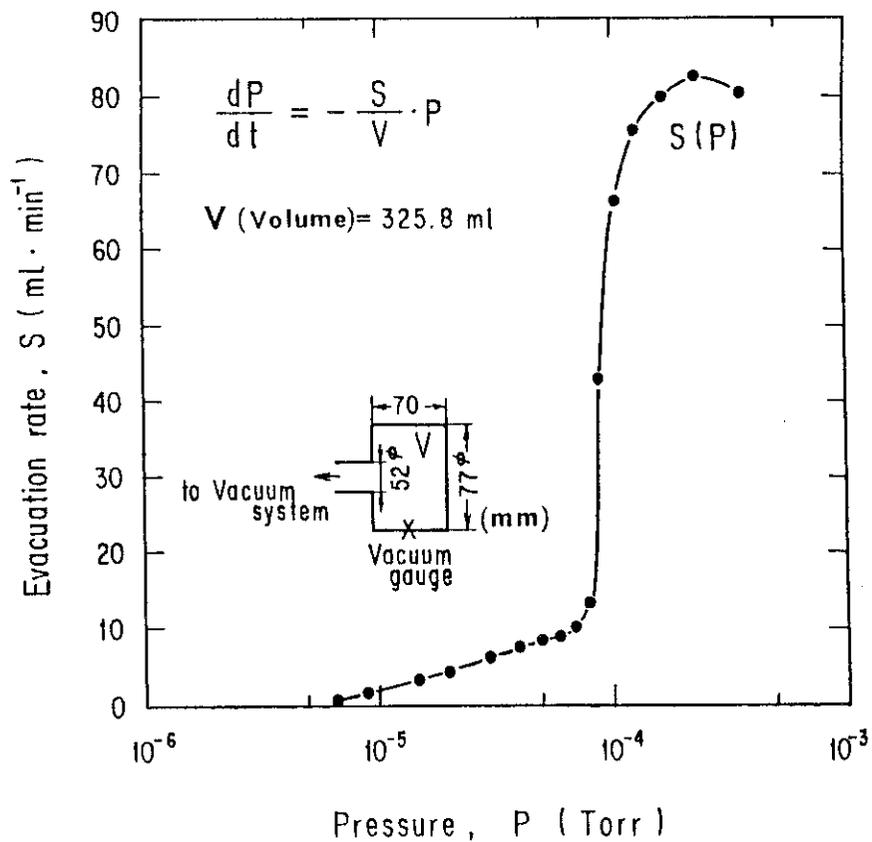


Fig. 4-b Evacuation rate ( S ) as a function of pressure ( P ) in the chamber.

## 4. 本装置の概要とその特性

### 4.1 本装置の概要

前章までに述べた検討に基づいて作成したイオン照射装置の外観および断面図をそれぞれ Fig. 5 および 6 に示す。装置本体はその軸を水平に置いた直径 16 cm の円筒であり、イオン加速器のダクトと連結するために軸を共有するように直径 6 cm の円筒が付いている。これらの図で装置本体の軸に対して垂直に付設している円筒 1 は液体窒素トラップであり、2 の位置で装置内の真空度を測定した。また、3、4 および 6 はそれぞれビームアライメントに用いるエンドビューア、スリットおよびホルダー温度並びにターゲット電流の測定用端子である。なお、Fig. 5 においてスリット、電流測定用端子、装置本体の冷却設備およびヒーターのリード線をそれぞれ 5、6、7 および 8 で示した。さらに、Fig. 6 の 5 は試料を加熱する際に生じる輻射熱を遮蔽し、装置本体の過熱を防ぐ目的で付設した 2 枚の円筒状の反射板である。

### 4.2 試料ホルダーの組み立て手順

試料ホルダー部の組み立て手順を Fig. 7 における各写真 a、b、c および d で示す。この図の 4、6、7 および 8 はそれぞれスリット、試料ホルダーの組み立て用工具、装置本体の冷却設備およびヒーターのリード線である。また、試料周りを構成する部品の押え板、タンタルリボンヒーター、試料ホルダーおよび反射板を写真 a の 1、2、3 および 5 で示す。なお、2 のタンタルリボンヒーターは通常写真 b のように試料ホルダー 3 の周囲に固定されていて、試料交換時にも写真 a のようにこれを取外さない。この試料ホルダーにおける試料交換の手順は以下のとおりである。試料を写真 a の試料ホルダー 3 に置き、押え板 1 で写真 b のように固定する。さらに写真 c で示すように反射板 5 で押え板 1、タンタルリボンヒーター 2 および試料ホルダー 3 を覆い、その周囲に残りの反射板 5 を写真 d のように配置することにより試料ホルダーへの試料の取付けが終了する。これら取付け過程に先立つ試料の取外しについて取付け過程と全く逆に写真 d、c、b および a の順序で行い、このような過程を経て試料ホルダーにおける試料交換過程が完了する。

次に試料ホルダー部を写真 d の 6 に示すつづら折りの金属ベルトで照射装置本体に固定し、排気過程に移行する。なお、このベルトは照射装置本体への試料ホルダー部の脱着が簡便なので、本装置に採用することにした。

### 4.3 測定系の概要

Fig. 2 における測定系に関する概念図を具体化した測定装置の外観とブロックダイヤグラムとを Fig. 8 に示す。この図の写真における番号 1、2、3、4、5、6、7 および 8 はそれぞれ真

空表示計、レコーダー、温度調節計、サイリスター、電流計、電圧計、スライダックおよび摺動抵抗器である。これらの計器類を写真に示すようにラックに組み込み、2 MV バンデグラフ建家への測定系の搬入を容易にすることに努めた。なお、上述の番号はブロックダイヤグラム上の番号に対応している。また、ブロックダイヤグラムに示すピコアンメーターは左の写真で示すラックに組み込まれていないけれども、ラックの搬入の際にこれを写真上1の真空表示計の上に置いてスリット電流 $I_{s\ell}$ の測定に使用するものである。

イオン照射中に測定する量は主として照射装置内の圧力 $P$ （真空度に相当）、スリットおよびターゲット電流（ $I_{s\ell}$  および  $I_t$ ）並びに温度調節計により制御された試料ホルダー温度（ $T_h$ ）の三つの量であり、これら $P$ 、 $I$  および  $T$  に留意して照射実験を行う必要がある。照射試料は電子顕微鏡観察に供するので、照射中の試料表面における汚れを極力回避しなければならない。すなわち、2 MV バンデグラフ加速器を用いてイオン照射すると、加速電圧の関係より損傷領域は試料表面近傍に限られるので、コンタミネーションにより電子顕微鏡で観察する損傷組織が著しく影響を受けることが予想される。したがって、装置内の到達真空度が問題となり、照射中 $P$  および  $P$  の変動を測定することにより到達真空度およびその変動がわかり、照射環境の監視を行うことができる。また、 $P$  の時間依存性より到達真空度までの排気時間 $t_0$ がわかるので、排気系の排気速度が評価でき、室温照射および高温照射においてそれぞれ次の段階（照射過程および加熱過程）を開始する目安として $P$ の測定値を用いることができる。Fig. 8 において熱陰極電離真空計（WI-T型、日本真空技術製）により $P$ を測定し、真空表示計1に示すとともに2のレコーダーに記録して照射中の装置内の環境を監視した。ターゲット電流 $I_t$ より照射量を求めるので、照射中の $I_t$ およびスリット電流 $I_{s\ell}$ をブロックダイヤグラムのピコアンメーターまたは2 MV バンデグラフ加速器建家の電流積算計で測定し、レコーダー2に記録した。1および2の作動電圧はAC 100 V である。本装置では高温イオン照射における照射温度 $T_t$ を直接求めることができないので、ホルダー温度 $T_h$ より換算して求めることにした。すなわち、Pt-Pt・13wt%Rh 熱電対により検出した熱起電力を $T_h$ としてレコーダー2に記録するとともに、3の温度調節計にフィードバックして、 $T_h$ を自動的に一定に保つように加熱回路を制御する。なお、温度調節計の作動電圧はAC 100 V である。加熱回路の構成は入力電圧AC 200 V のスライダック7から4のサイリスターおよび8の摺動抵抗を経て、電流計5を介してヒーターに至るようになっている。なお、タンタルリボンヒーターの抵抗が約1.5  $\Omega$ と小さいので、温度制御を容易にするために摺動抵抗をヒーターと直列に配線し、負荷抵抗を増加させた。6の電圧計はヒーター端子間電圧を表示するものである。5の電流計および6の電圧計の表示に留意しながらスライダック7の出力電圧を上げ、所定の温度に達した後、上述のように3の温度調節計による自動制御に移行することにより高温での照射に先だつ加熱保持の操作を行うことになる。なお、Fig. 8 における真空表示計の右側に示すように測定系のラックにアルコール乾球温度計を付設して照射中の室温の変化を測定し、得られた結果を照射温度の室温補正に用いた。

#### 4.4 液体窒素トラップの効果

本小型イオン照射装置は単一の試料ホルダーにせざる得ないので、照射実験中に試料交換を頻繁に行わねばならない。したがって、照射実験に要する総時間に占める排気時間が増加することになるので、排気速度を増加しなければならない。このことは照射装置の小型化を要請することにもなる。このような状況下において排気速度を増加する目的で液体窒素トラップを付設した。

液体窒素トラップを作動させた時と作動させない時の照射装置の容器（容積：2646.9mℓ）内における圧力（真空度）の時間変化をFig. 9に示す。なお、図中の点線で示す曲線はすでにFig. 4で示した5方向マグネットの排気装置を用いた予備実験用容器（容積：325.8mℓ）内の圧力の時間変化である。排気時間はいずれも回転ポンプ始動直後からの経過時間であり、曲線はいずれも拡散ポンプ作動直後から測定した結果である。拡散ポンプ始動直後、予備実験の容器と同様に液体窒素トラップを作動しない場合の照射装置内の圧力は減少する。しかしながら、照射装置の容積 $V_2$ が予備実験に用いた容器の容積 $V_1$ の約8倍であるので、300分排気後の圧力は約 $3 \times 10^{-5}$  Torrに留まり、予備実験で用いた容器の圧力約 $7 \times 10^{-6}$  Torrまで到らない。一方、排気後約100分経過した時点（ $5 \times 10^{-5}$  Torr）で液体窒素トラップを作動すると装置内の圧力はその後約10分間で $10^{-6}$  Torr域の真空となり、排気時間300分で約 $5 \times 10^{-6}$  Torrの真空になる。液体窒素トラップ作動時まで液体窒素トラップの有無にかかわらず同一の圧力であったけれども、それ以後の排気時間では液体窒素を作動した場合の装置内における圧力は常に作動しない場合よりも低い。したがって、所定の圧力で比較すると、液体窒素トラップを作動した場合の排気時間がより短くなるので、液体窒素トラップ付設により排気過程に要する時間の短縮化が計られた事になる。しかしながら、上述のように液体窒素トラップを付設しても、約 $5 \times 10^{-6}$  Torrの真空に到るために300分の排気時間を要する。したがって、5方向マグネットの排気装置以外の排気系をイオン照射装置に直接付設して排気時間を短縮化する余地があるものと考えられる。

#### 4.5 加熱方法と温度制御

温度調節計による制御上の問題から試料の加熱方法はヒーター加熱とした。ヒーター用材料としてモリブデン、タンタルおよびタングステンなどの高融点金属の使用が考えられる。それらの一定蒸気圧、例えば $10^{-5}$  Torrに対するモリブデン、タンタルおよびタングステンの平衡温度はそれぞれ1923, 2407 および2554℃であり、それらの順序はモリブデン、タンタルおよびタングステンの融点（それぞれ2622, 2996 および3382℃）の順序に対応している<sup>(7)</sup>。したがって、ヒーター用金属としてタングステンの選択が考えられるけれども、タングステンは加工性が悪く、リボンヒーターの作製が困難であるので、蒸気圧および加工性の点からタンタルを本イオン照射装置に使用することにした。Fig. 10にタンタルヒーターを用いた場合のターゲット温度( $T_t$ )と試料ホルダー温度( $T_h$ )との関係を実線で示す。なお、点線は参考のために示したPt-13wt%Rh熱電対の起電力(E)と温度(T)との関係曲線である。今回の

照射実験では試料ホルダー温度 ( $T_h$ ) を実測した上でこれを温度調節計で制御し、測定値  $T_h$  から Fig. 10 の曲線関係を用いてターゲット温度  $T_t$  を求めた。

#### 4.6 ターゲット電流の測定

照射試料へのイオン照射量および注入量を求めるためのターゲット電流 ( $I_t$ ) を測定する方法を Fig. 11 に示す。イオンビームはビーム電流  $I_s$  で  $90^\circ$  分析マグネットに入り、そこで設定したエネルギーを有するイオンとそれ以外のエネルギーを有するイオンとに分けられる。前者はシャッターでシャッター電流  $I_{sh}$  として測定され、後者はマグネットチェンバー電流  $I_c$  となり、照射中にイオン源から加速管を経て  $90^\circ$  分析マグネットまでの加速器側におけるビーム電流の状態の目安となるものと考えられる。シャッターを開くことによりイオンビームはその先に進み、スリットを経てターゲットに至る。スリットおよびターゲットにおいてそれぞれスリット電流  $I_{st}$  およびターゲット電流  $I_t$  を測定する。同図の写真は 1 と 2 でそれぞれ押え金とスリットを示す。上下の写真でスリットの表および裏の面を示す。押え金およびスリットの裏面において黒い影の部分は照射面を示し、押え金の影からスリットおよび内部の反射板について幾何学的な配置を調整した上でビーム位置を確認した。

照射中高真空度が保たれると、イオン源からターゲットまでの経路で入射ビームの散乱が少なく、ターゲット電流  $I_t$  が増大し、照射速度が大きくなり、所定の照射量までの照射時間 ( $t_2$ ) の短縮化が計れる。また、後述の高温イオン照射においてビームの経路の高真空を保持することによりスリットとターゲットとの間のビーム電流の減衰を防止できるので、スリット電流  $I_{st}$  を用いて照射中のターゲット電流  $I_t$  の変動を正確に監視できる。

熱電子放出が問題にならない温度範囲におけるターゲット電流  $I_t$  の測定方法は以下のとおりである。前提条件として入射面でビームの強度が一定であるならば、ターゲット電流  $I_t$  を測定することにより照射量および注入量を求めることができる。しかしながら、一般に物質をイオンビームで照射すると、Fig. 11 で示すように 2 次電子に代表される荷電粒子の放出が生じるので、それらの電荷により見かけのターゲット電流の増減が現われる<sup>(14)</sup>。したがって、荷電粒子の中で支配的な 2 次電子の放出を防ぐために同図に示したようにサプレッサーによりターゲットに対して内部の反射板に負電位をかけた。ターゲットから飛び出る 2 次電子のエネルギーはほとんど  $5\text{ eV}$  より小さいけれども、そのエネルギー分布は数  $100\text{ eV}$  まで広がっている。実際には  $100\text{ eV}$  以上のものは 2 次電子の全放出量の  $0.1\%$  よりも少ないので<sup>(14)</sup>、本装置のサプレッサーは  $0$  から  $-180\text{ V}$  までの連続かつ可変な電位領域を有するものとし、約  $-70\text{ V}$  のサプレッサー電位の下でターゲット電流  $I_t$  を測定することにした。

$2\text{ MV}$  バンデグラフ加速器におけるターゲット電流  $I_t$  はおよそ  $0.1$  から  $0.4\ \mu\text{ A}$  の範囲であり、サプレッサー電位 ( $E_s$ ) を  $-70\text{ V}$  に設定する時に図中  $R_{in}$  で示した内部の反射板とターゲットとの間における電氣的絶縁が問題となる。 $I_t = 0.2 \sim 0.4\ (\mu\text{ A}) = 2 \sim 4 \times 10^{-7}\ (\text{A})$  であり、 $E_s = 70\text{ (V)}$  を次式、

$$R_{in} = \frac{E_s}{I_t} \quad (6)$$

に代入すると  $R_{in} = 175 \sim 350$  (M $\Omega$ ) が得られる。したがって、70 (V) の電位差に対して内部の反射板とターゲットとの間における抵抗が 175 ~ 350 (M $\Omega$ ) 程度であると、サプレッサー電位によりターゲット電流  $I_t$  と同じオーダーの電流が逆向きに流れ、ターゲット電流にそれが重畳されるので、見かけのターゲット電流  $I_t$  が減少することになる。これらの電氣的絶縁に注意する必要があるので、サプレッサー電位 (約 -70 V) 程度の電位差により電氣的絶縁の破壊を起さない材料で内部の反射板と試料ホルダーとの間を絶縁した。

高温照射におけるターゲット電流  $I_t$  の測定は以下の考え方に従った。固体の導体または半導体を高温に熱すると、固体内の電子が次式の放射電流密度で外部に放出される<sup>(15)</sup>。

$$i_s = A \cdot T^n \cdot \exp(-e\phi/kT) \quad (7)$$

ここで、 $e\phi$ 、 $k$  および  $T$  はそれぞれ固体表面から 1 個の電子を取り出すのに必要な仕事量 (仕事関数)、ボルツマン定数および絶対温度である。 $n$  は金属および半導体でそれぞれ 2 および 5/4 であるので、金属に関して (7) 式は次のようになる。

$$i_s = A \cdot T^2 \cdot \exp(-e\phi/kT) \quad (8)$$

A の理論値は

$$A = 4\pi m e k^2 h^{-3} = 120 \text{ (A} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{deg}^2) \quad (9)$$

であるけれども、実験値と一致しない<sup>(15)</sup>。A および  $\phi$  は物質とその表面状態ことに不純物質の混在によって影響を受けるものと考えられる。したがって、高温に試料を加熱しながら照射する場合にはイオンビームが試料に衝突する際に放出する 2 次電子の他に上述のように試料を加熱することによる熱電子の放出が問題となる。このような熱電子による漏洩電流乃至熱起電力あるいは電磁誘導起電力の妨害のもとで、室温における照射と同様に試料に当たるイオンビーム電流について直接測定することの困難さはすでに報告されているので<sup>(6)</sup>、今回のイオン照射装置においてもこのような系の擾乱状態でのターゲット電流  $I_t$  の測定を諦め、後述のように高温照射中のターゲット電流  $I_t$  をスリット電流  $I_{s,l}$  より見積り、またターゲット電流の変動  $\Delta I_t$  をスリット電流の変動  $\Delta I_{s,l}$  によって監視することに留めた。

#### 4.7 照射量と注入量の計算

本イオン照射装置では、ターゲット電流 ( $I_t$ ) の測定値から以下のように照射量および注入量を求めることにした。一価の  $Z^+$  イオンの電荷は  $1.60219 \times 10^{-19}$  C (=  $1.60219 \times 10^{-13}$   $\mu$ C)<sup>(16)</sup> であるので、1 秒間に 1  $\mu$ A を示したターゲット電流中に  $Z^+$  イオンは

$$\begin{aligned} Z^+ \text{イオンの個数} &= \frac{1 \text{ (}\mu\text{A} \cdot \text{s)}}{1.60219 \times 10^{-19} \text{ (C)}} = \frac{1 \text{ (}\mu\text{C)}}{1.60219 \times 10^{-13} \text{ (}\mu\text{C)}} \\ &= 6.24146 \times 10^{12} \text{ (個)} \end{aligned} \quad (10)$$

存在する。したがって、ターゲット電流  $I_t$  ( $\mu$ A) で入射面積  $S$  ( $\text{cm}^2$ ) の試料における単位体積

当りのイオン束密度 $I_r$ は

$$I_r = \frac{I_t}{S} \left( \frac{\mu A}{\text{cm}^2} \right) = \frac{I_t}{S} \left( \frac{\mu C}{\text{cm}^2 \cdot s} \right) = 6.24146 \times 10^{12} \\ \times \frac{I_t}{S} (Z^+ \text{ ions} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}) \quad (11)$$

である。このイオン束密度で時間 $t_2$ (s)の間照射した時の注入量 $I$ は

$$I = I_r \times t_2(\text{s}) = 6.24146 \times 10^{12} \times \frac{I_t \cdot t_2}{S} (Z^+ \text{ ions} \cdot \text{cm}^{-2}) \quad (12)$$

となる。これらイオンの注入量の試料中における割合（注入濃度）について以下に示すように平均濃度 $\bar{C}$ と最大濃度 $C_{\max}$ との二つの表示が考えられる。

まず、ターゲット物質中において、注入したイオンの深さ分布がガウス分布に従い、その標準偏差（ストラグリング）を $\sigma$ (cm)とすると、 $2\sigma \times S$ ( $\text{cm}^3$ )の円板中にイオン注入量の68.26%が含まれるので、円板中のイオン数 $N_i$ は

$$N_i = 6.24146 \times 10^{12} \times i \cdot t_2 \times 0.6826 \quad (\text{個}) \quad (13)$$

となる。さらに、物質の密度、原子量およびアボガドロ数をそれぞれ $\rho$ ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )、 $M$ および $N_A = 6.022 \times 10^{23}$ とすると、円板中の原子数 $N_a$ は

$$N_a = \frac{S \cdot 2\sigma \cdot \rho}{M} \cdot N_A = \frac{S \cdot 2\sigma \cdot \rho}{M} \times 6.022 \times 10^{23} \quad (\text{個}) \quad (14)$$

であるので、円板中の平均注入濃度 $\bar{C}$ (appm)は

$$\bar{C}(\text{appm}) = \frac{N_i}{N_i + N_a} \times 10^6 \approx \frac{N_i}{\frac{N_i}{N_a} + 1} \times 10^6 = \frac{N_i}{N_a} \times 10^6$$

$$\left( \because \frac{N_i}{N_a} \ll 1, \quad * C(\text{appm}) = 10^{-4} (\text{at}\%) \right)$$

$$= 3.53738 \times 10^{-6} \times \frac{I_t \cdot t_2 \cdot M}{S \cdot \sigma \cdot \rho} \quad (15)$$

となる。

次に、規格化したガウス分布は

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma} e^{-\frac{x^2}{2\sigma^2}} \quad (16)$$

で表わされ、その確率積分は

$$F(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma} \int_{-\infty}^x e^{-\frac{x^2}{2\sigma^2}} dx \quad (17)$$

$$F(\infty) = 1 \quad (17')$$

である。分布の最大値は $f(0)=1/(\sqrt{2\pi}\cdot\sigma)$ となるので、 $I(Z^+\text{ions}\cdot\text{cm}^{-2})$ だけ注入したときの最大値を $f_i(0)$ とすると単純な比例関係、

$$F(\infty) : I \cdot S = f(0) : f_i(0)$$

から

$$f_i(0) = \frac{I \cdot S \cdot f(0)}{F(\infty)} = \frac{6.24146 \times 10^{12} \times I_t \cdot t_2}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma} \quad (18)$$

が得られる。物質の原子密度 $D_a$  ( $\text{Atoms} \cdot \text{cm}^{-3}$ )とすると最大注入濃度 $C_{\max}$  (appm)は

$$C_{\max} = \frac{f_i(0)}{f_i(0) + D_a \cdot S} \times 10^6 = \frac{\frac{f_i(0)}{D_a \cdot S}}{\frac{f_i(0)}{D_a \cdot S} + 1} \times 10^6 = \frac{f_i(0)}{D_a \cdot S} \times 10^6$$

$$\left( \because \frac{f_i(0)}{D_a \cdot S} \ll 1 \right)$$

$$\begin{aligned} &= \frac{6.24146 \times 10^{12} \times I_t \cdot t_2}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma \cdot D_a \cdot S} \times 10^6 \\ &= \frac{6.24146 \times 10^{12} \times I_t \cdot t_2}{S \cdot \sqrt{2\pi} \cdot \sigma \times 6.022 \times 10^{23} \times \frac{\rho}{M}} \times 10^6 \\ &= 4.13481 \times 10^{-6} \times \frac{I_t \cdot t_2 \cdot M}{S \cdot \sigma \cdot \rho} \end{aligned} \quad (19)$$

となる。

後述のごとく電子顕微鏡で照射損傷領域を観察するために必ずしも平均注入濃度 $\bar{C}$ を満足するような条件を有する試料が常に作成されるとは限らないので、定性的ではあるけれども、本装置を用いた場合の注入濃度として最大注入濃度 $C_{\max}$ を用い、注入濃度の目安とすることにした。2MVバンデグラフ加速器建家における電流積算計 $I_t \cdot t_2$  ( $\mu\text{A} \cdot \text{s}$ ) =  $I_t \cdot t_2$  ( $\mu\text{C}$ ) =  $10^2 \cdot P$  (パルス)の条件を用いてターゲット電流 $I_t$ を測定しているので、ターゲット電流 $I_t$ を用いた(18)式を $P$ および注入量 $I$ で表わすと、

$$C_{\max} = 4.13481 \times 10^{-4} \times \frac{P \cdot M}{S \cdot \sigma \cdot \rho} \quad (20)$$

となり、(12)式を(19)式に代入することにより、

$$C_{\max} = 6.62475 \times 10^{-19} \times \frac{I \cdot M}{\sigma \cdot \rho} \quad (21)$$

が得られる。逆に、(19)、(20)および(21)式よりそれぞれ次式を得る。

$$t_2 (\text{s}) = 2.41849 \times 10^5 \times \frac{S \cdot \sigma \cdot \rho \cdot C_{\max}}{i \cdot M} \quad (19)$$

$$P \text{ (パルス)} = 2.41849 \times 10^3 \times \frac{S \cdot \sigma \cdot \rho \cdot C_{\max}}{M} \quad (20)$$

$$I \text{ (Z}^+ \text{ ions} \cdot \text{cm}^{-2}) = 1.50949 \times 10^{18} \times \frac{\sigma \cdot \rho \cdot C_{\max}}{M} \quad (21)$$

(19)および(20)式からそれぞれ照射時間および照射パルス数を求めて、これらを電流積算計に設定して2MVバンデグラフ加速器におけるビームシャッターの開閉を行うことにした。

このような方法に基づく  $C_{\max}$  の計算値と E-DEP-81<sup>(17)</sup> の分布曲線から求めた  $C_{\max}$  とがよい一致を示すので、本装置では E-DEP-81 による分布曲線を利用してイオン注入濃度 (appm) および照射量 (dpa) を求めることにした。一例として、316ステンレス鋼に1.0 MeV のヘリウムイオンをターゲット電流 ( $1\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ) で3600sの間照射した場合の(21)式による  $C_{\max}$  は  $8.760 \times 10^3$  appm であり、E-DEP-81による分布曲線から求めた  $C_{\max}$  は  $8.759 \times 10^3$  appm である。316ステンレス鋼に1.0 MeV のヘリウムイオンを照射した際の E-DEP-81 から得られるデータの一例は次のとおりである。

Projectile : 1.0 MeV He<sup>+</sup>

Target : SUS 316

Chemical composition : Fe-16.9wt%Cr-13.9wt%Ni

Density ( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) : 8.030

飛程 R = 1.8080 ( $\mu\text{m}$ )

ストラグリング  $\Delta R = 0.1175$  ( $\mu\text{m}$ )

Peak of dpa/hr / ( $1\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) = 0.50 (at 1.7350  $\mu\text{m}$ )  
(0.50280D+00)

He appm/hr / ( $1\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) =  $8.759 \times 10^3$  (at 1.8100  $\mu\text{m}$ )<sup>R</sup>  
(0.87590D+04)

- 1 Chilled trap
- 2 Vacuum gauge
- 3 End viewer
- 4 Slit
- 5 to Slit current ( $I_{sl}$ ) measurement system
- 6 to Temperature controller and target current ( $I_t$ ) measurement system
- 7 Cooling device for chamber
- 8 Leading-in wire for heater

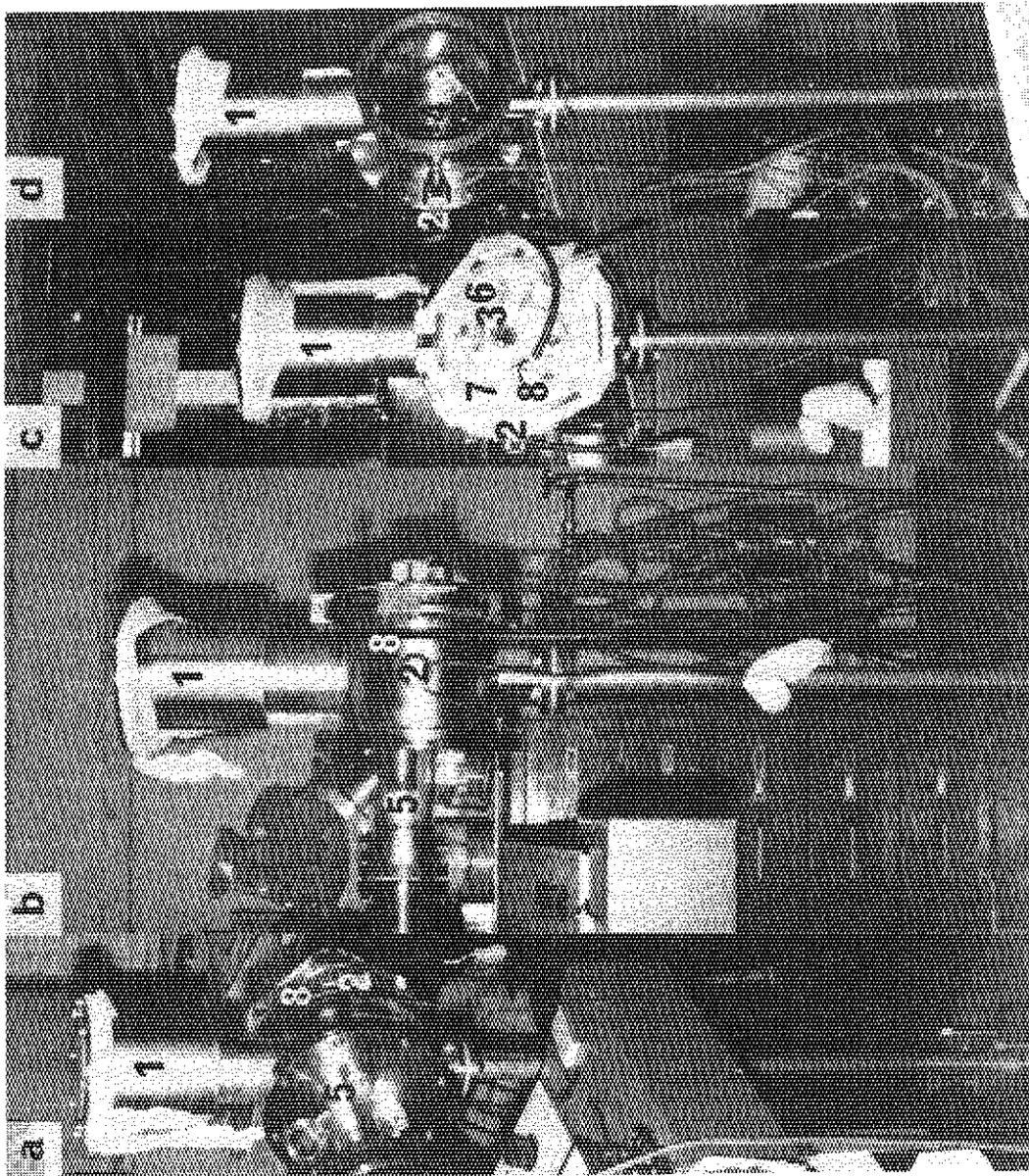


Fig. 5 Photographs of ion-irradiation target chamber.

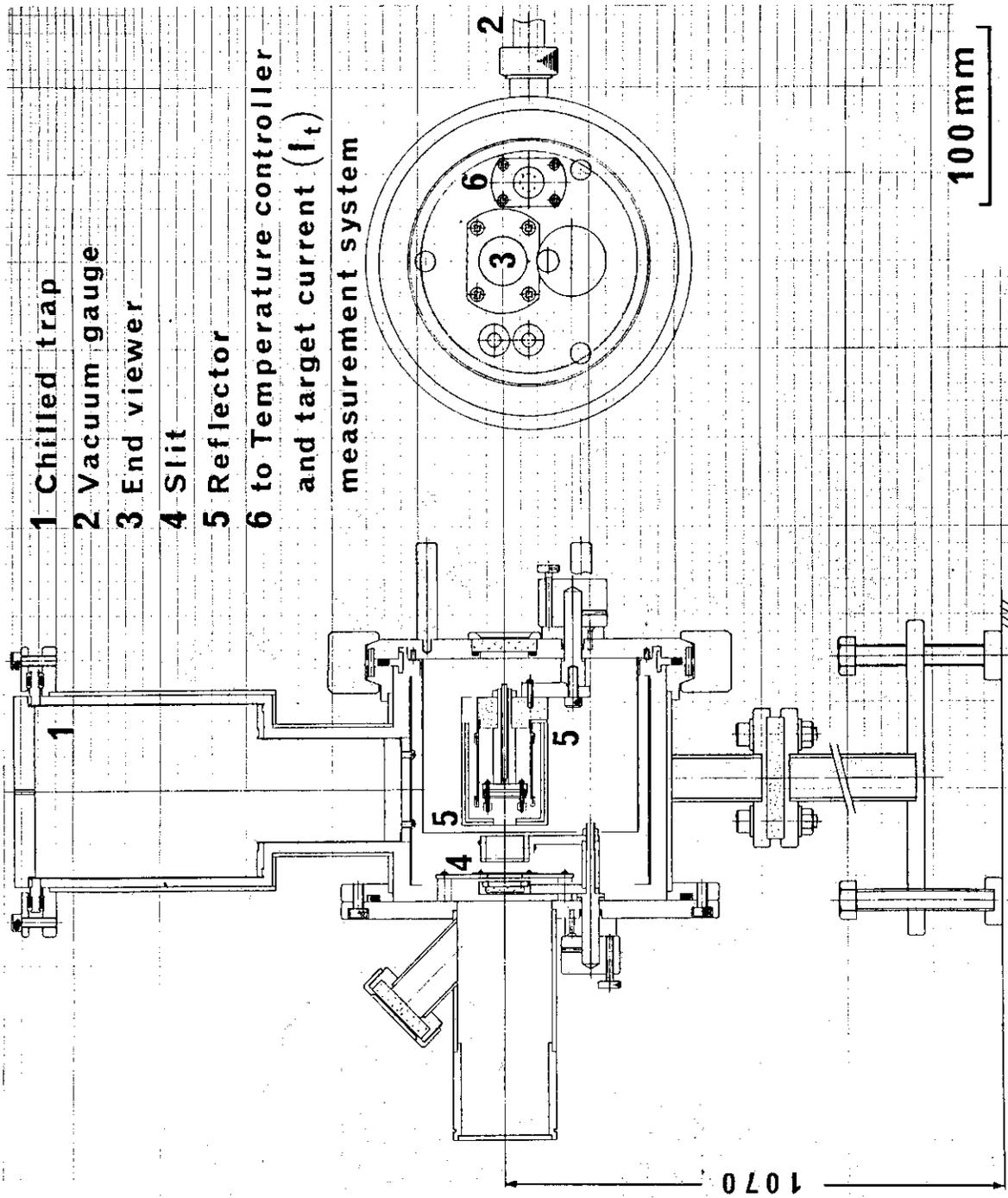


Fig. 6 Layout of ion-irradiation target chamber.

- 1 Face plate
- 2 Tantalum heater
- 3 Specimen holder
- 4 Slit
- 5 Reflector
- 6 Tools
- 7 Cooling device for chamber
- 8 Leading-in wire for heater

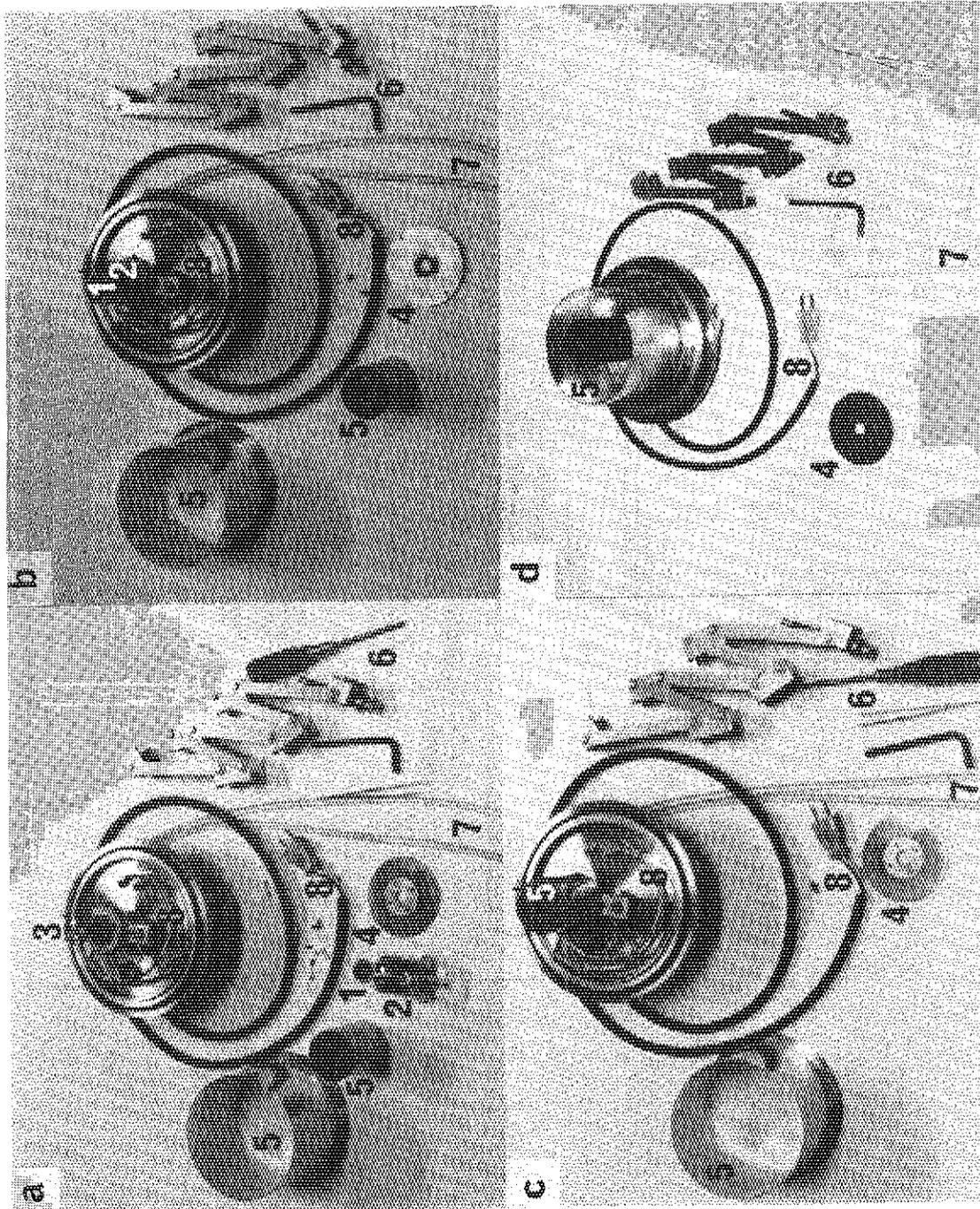


Fig. 7 Assembly method of specimen holder, a → b → c → d.



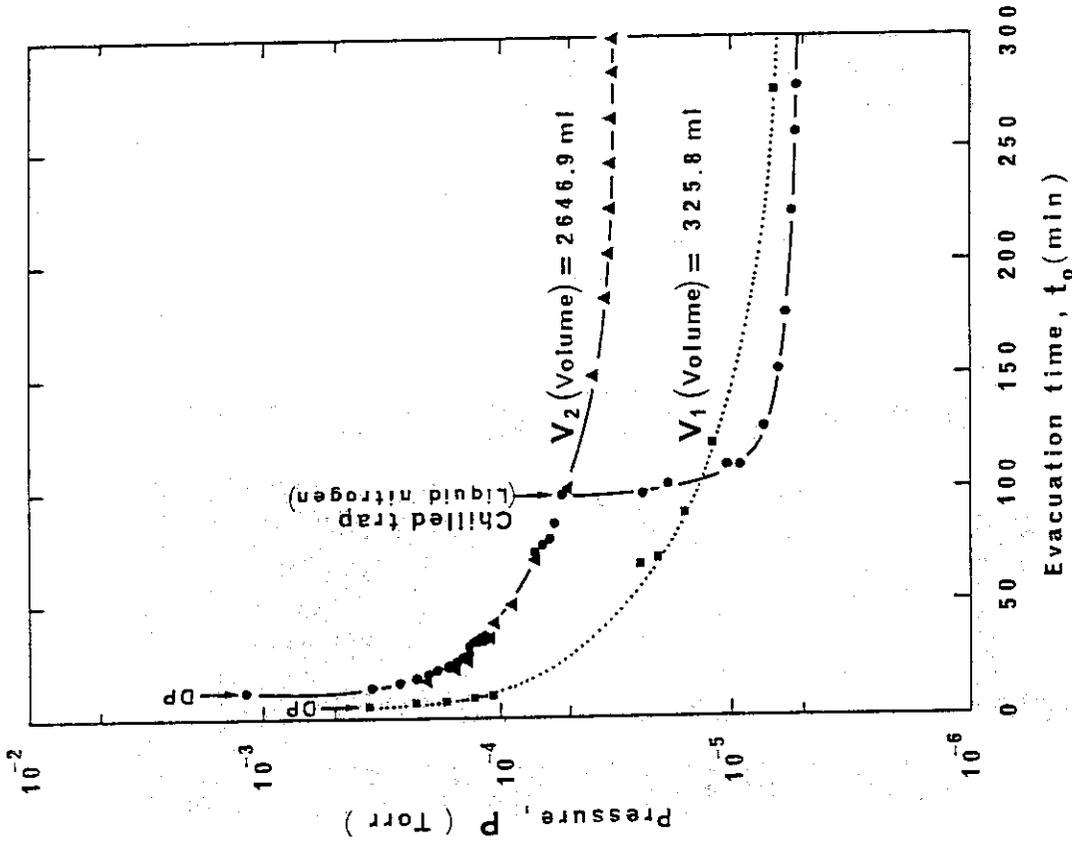


Fig.9 Effects of chilled trap on pressure ( P ) in the chamber as a function of evacuation time (  $t_0$  )

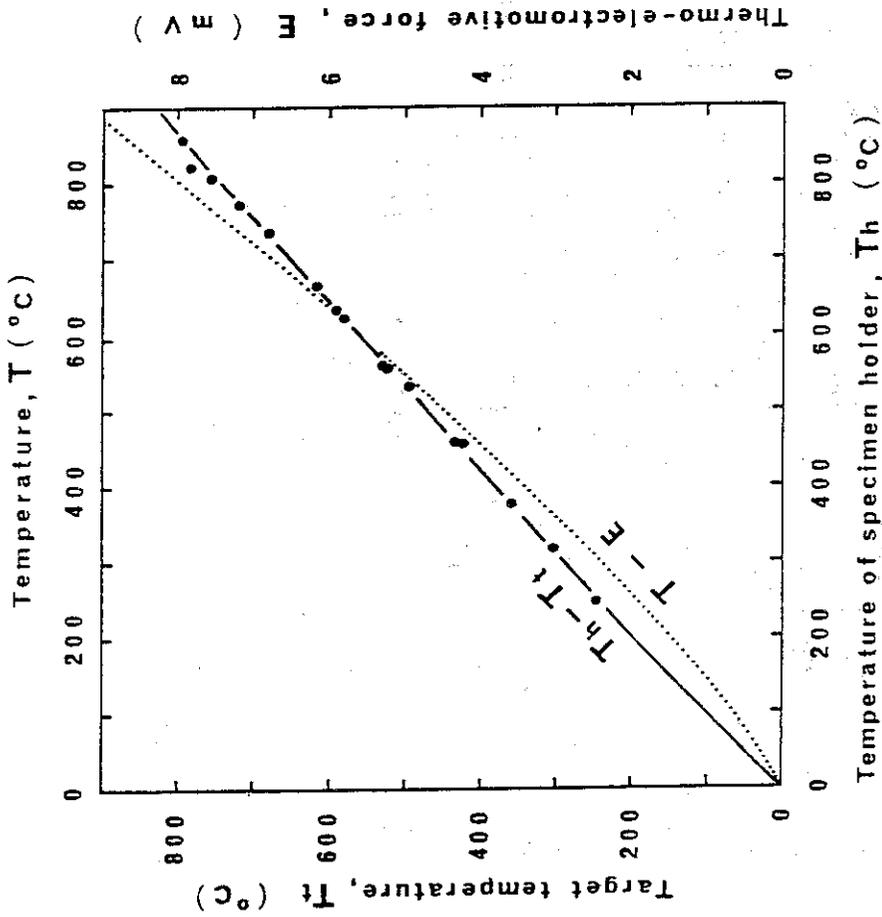


Fig.10 The relation of thermo-electromotive force ( E ) to temperature ( T ) and plot of target temperature (  $T_t$  ) vs. temperature of specimen holder (  $T_h$  )

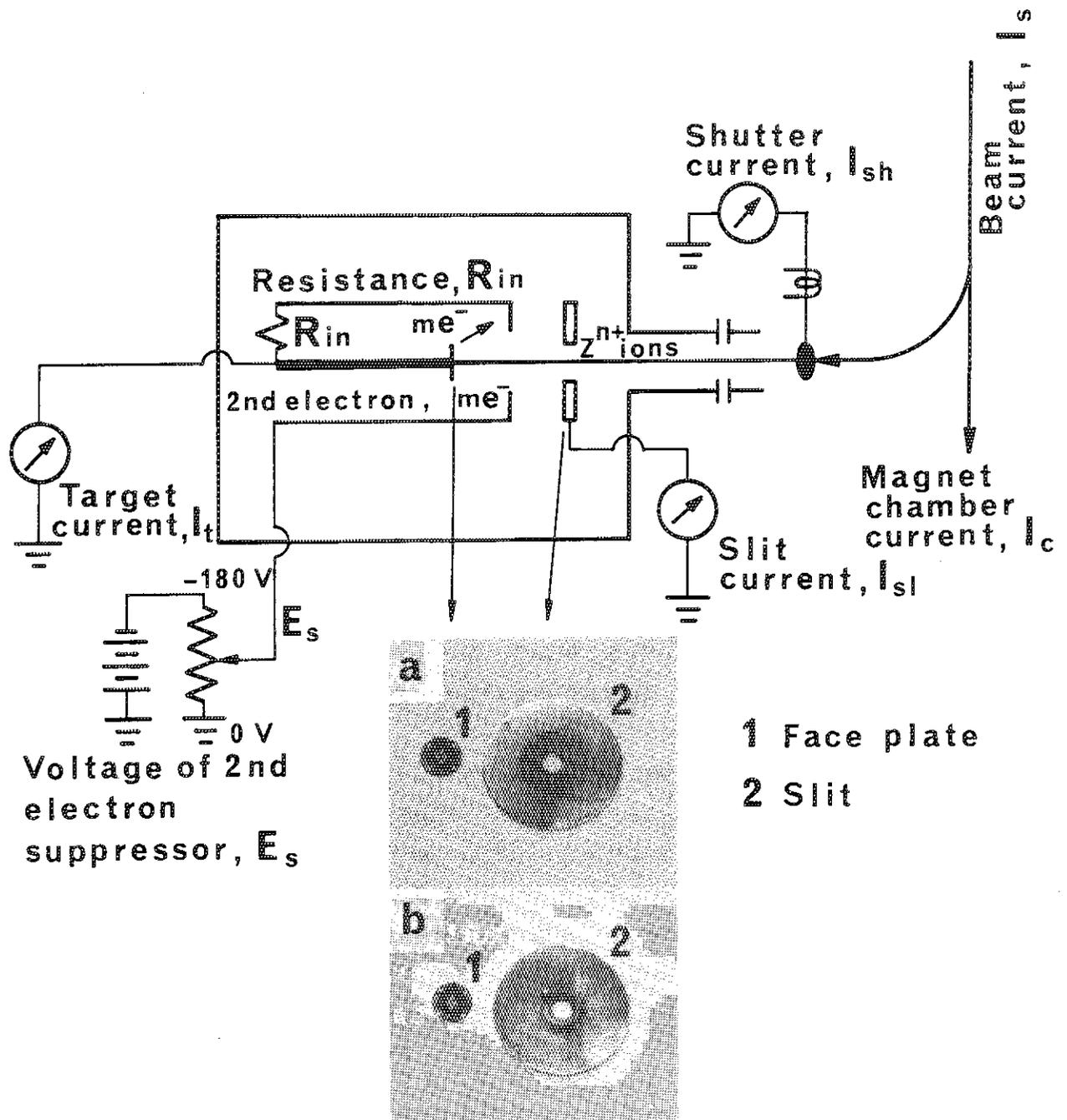


Fig. 11 Layout of beam monitoring system.

## 5. 本装置を用いて得られた結果

### 5.1 室温照射実験

以上のような検討を行った本装置を用いてイオン照射実験を行った。一例として、1050°Cで30分間熱処理した改良ステンレス鋼 (PCA: Fe-16 wt% Ni-15 wt% Cr-2.5 wt% Mo-1.8 wt% Mn-0.5 wt% Si-0.25 wt% Ti-0.06 wt% C-0.025 wt% P-0.004 wt% B)<sup>(18)</sup> に1.0 MeVのヘリウムイオンを熱電力放出が問題にならない室温(28.7°C)にて $1.1 \times 10^{12}$  (He<sup>+</sup> ions · cm<sup>-2</sup> · s<sup>-1</sup>)の照射速度で注入量 $4.6 \times 10^{15}$  (He<sup>+</sup> ions · cm<sup>-2</sup>) (注入濃度:  $1.7 \times 10^3$  appm, 照射量: 0.097 dpaに相当)まで照射した場合についてイオン照射装置内の圧力P(真空度)、スリット電流 $I_{sl}$ およびターゲット電流 $I_t$ を照射時間 $t_2$ に対して示したものがFig. 12である。照射開始前、圧力Pは $10^{-6}$  Torrの領域で減少し続けるけれども、照射開始に伴って一端 $10^{-5}$  Torrの領域まで急増した後、照射中 $3.5 \times 10^{-6}$  Torrまで減少し続ける。照射開始直後の圧力Pの増加はイオン照射により試料表面等に吸着したガスの放出によるものと考えられる。照射中、スリット電流 $I_{sl}$ およびターゲット電流 $I_t$ の変動は同図に示した程度であり、他の試料について行った照射実験におけるそれらの変動も同様の傾向を示した。

本装置を用い、熱電子放出が問題にならない室温で行ったすべての照射実験において、シャッター電流 $I_{sh}$ 、スリット電流 $I_{sl}$ およびターゲット電流 $I_t$ について測定した。 $I_{sl}$ と $I_{sh}$ および $I_{sh}$ と $I_t$ の間には強い相関関係は認められないけれども、スリット電流 $I_{sl}$ とターゲット電流 $I_t$ の間にはFig. 13の点線示すような比例関係が認められる。しかしながら、同図の $I_{sl}$ に対する $I_t$ のデータ点が少ないので、正確な相関関係は求められない。今後、これらのデータ点を充実させて以後に述べる熱電子が問題となる高温に試料を加熱しながら照射する場合のターゲット電流 $I_t$ を監視するためにスリット電流 $I_{sl}$ を使用する方向を目指したい。

### 5.2 高温照射実験

高温に試料を加熱しながら照射した場合の真空度、スリット電流および照射温度の変化も同様に求めてみた。一例として、1100°Cで30分間熱処理を施した改良ステンレス鋼(PCA)<sup>(18)</sup>に1.0 MeVのヘリウムを $2.0 \times 10^{12}$  He<sup>+</sup> (ions · cm<sup>-2</sup> · s<sup>-1</sup>)の照射速度で注入量 $7.3 \times 10^{15}$  (He<sup>+</sup> ions · cm<sup>-2</sup>) (注入濃度:  $2.7 \times 10^3$  appm, 照射量: 0.15 dpa)まで740°Cに保持して照射した場合の照射装置内の圧力P(真空度)、スリット電流 $I_{sl}$ および熱起電力E(照射温度に相当)を加熱( $t_1$ )、照射( $t_2$ )および冷却( $t_3$ )時間から成る照射実験時間に対して示したものがFig. 14である。なお、図中の熱起電力Eを用いて、Fig. 10から換算したものに室温を加えたものを照射温度とした。加熱前のターゲット電流 $I_t$ が高温照射中に測定したスリット電流 $I_{sl}$ を用いてFig. 13から求めたターゲット電流と良い一致を示したので、

これらの数値をもとに照射速度、注入濃度および照射量を求めた。装置内の圧力Pを $10^{-6}$  Torrにしてから、試料の加熱を開始した。加熱開始直後から圧力Pは急増し、 $10^{-5}$  Torr領域に至った後、再び $10^{-6}$  Torr領域まで減少し、その後の加熱中に変動を伴って恒温保時直前に $1.5 \times 10^{-5}$  Torrまで増加する。恒温保持中の圧力Pは僅かながら増加し続け、 $1.8 \times 10^{-5}$  Torrまで至る。冷却時には試料ホルダー温度 $T_1$ に対応する熱起電力曲線の減少に応じて $5 \times 10^{-6}$  Torrまで減少する。なお、イオン照射装置に液体窒素トラップを施したけれども、加熱および保持中にこの程度の圧力増加が認められる。加熱による圧力の増加はそれぞれの温度における放出ガスによるものと考えられ、保持中でも放出ガスによる圧力増加が続くことになる。

### 5.3 組織観察

今回作製したイオン照射装置を用いて、種々の材料にヘリウムイオンを照射した。一例としてFig. 12および14で示した条件で照射した改良ステンレス鋼(PCA)<sup>(18)</sup>について損傷領域を観察するために、入射面から約 $1.4 \mu\text{m}$ の深さまで電解研磨した後、背面研磨を施した試料を加速電圧200および1000 kVの電子顕微鏡(JEM-200AおよびJEM-1000)で組織観察した結果をFig. 15の写真aおよびbに示す。なお、別の機会に試料作成法の詳細を述べることにする。1100°Cで30分間熱処理後、740°Cで60分間1.0 MeVのヘリウムイオンを $2.7 \times 10^3$  appmまで注入した試料のマイクロ組織が写真aであり、1050°Cで30分間熱処理後、28.7°Cで72分間1.0 MeVのヘリウムイオンを $1.7 \times 10^3$  appmまで注入した後731°Cで72分間熱処理を施した試料のマイクロ組織が写真bである<sup>(19)</sup>。

### 5.4 ビーム加熱による試料の温度上昇

#### 5.4.a 計算値

ビーム加熱による試料の温度上昇分がFig. 15のaおよびbにおける試料温度に加算されていないので、照射中の試料温度はFig. 15で示したaおよびbの温度より高い可能性がある。したがって、以下に示す方法でビーム加熱による試料の温度上昇量を見積ることとした。厚さ $\delta$ の薄板における1つの面に熱流束 $\Delta Q$ を与えた時に入熱面の温度 $T_0$ およびそれに対する面の温度 $T_\delta$ を求めるための熱伝導方程式は次のとおりである<sup>(20)</sup>。dt時間に入熱面の $(dy \cdot dz)$ なる面積を通して入熱面を原点としてその法線方向xに流入する熱量は

$$dQ_1 = -\lambda (dy \cdot dz) dt \frac{\partial T}{\partial x} \quad (22)$$

で示される。ここで、 $(\partial T / \partial x)$ はx方向の温度勾配であり、比例定数 $\lambda$ は熱伝導率である。 $dQ_1$ は $(\partial T / \partial x)$ が負の場合に流れるものとして式を立てた。 $dx$ 離れた点の温度は $T + (\partial T / \partial x) \cdot dx$ であるから、その点の温度勾配は $\partial [T + (\partial T / \partial x) \cdot dx] / \partial x$ となる。したがって、 $dx$ 離れた断面を通じて流出する熱量は

$$dQ_2 = -\lambda (dy \cdot dz) \cdot dt \cdot \frac{\partial}{\partial x} \left[ T + \frac{\partial T}{\partial x} \cdot dx \right] \quad (23)$$

となる。次に、内部熱源による発生熱量を  $dQ_3$  とすると

$$dQ_3 = q (dx \cdot dy \cdot dz) \cdot dt \quad (24)$$

となる。ここに  $q$  は単位体積、単位時間当りの発熱量を示す。また、 $dt$  時間における温度上昇は  $(\partial T / \partial t) dt$  で示されるので、温度上昇に必要な熱量は

$$dQ_4 = C \cdot \rho \cdot (dx \cdot dy \cdot dz) \frac{\partial T}{\partial t} \cdot dt \quad (25)$$

である。ここに  $C$ 、 $\rho$  および  $(dx \cdot dy \cdot dz)$  はそれぞれ比熱、密度および微小体積を示す。したがって、流入および発生熱量は  $dQ_1 + dQ_3$  で示され、消費および流出熱量は  $dQ_2 + dQ_4$  で表わされるので、(22)、(23)、(24) および (25) 式より次式を得る。

$$dQ_1 + dQ_3 = dQ_2 + dQ_4$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda}{C \cdot \rho} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{q}{C \cdot \rho} = \alpha \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{q}{C \cdot \rho} \quad (26)$$

ここで、 $\alpha = \lambda / (C \cdot \rho)$  は温度拡散率である。簡単のために定常状態を考えると  $(\partial T / \partial t) = 0$  であるので、(26) 式は

$$\frac{\lambda}{C \cdot \rho} \cdot \frac{d^2 T}{dx^2} + \frac{q}{C \cdot \rho} = 0 \quad (27)$$

となる。表面からの熱流束  $\Delta Q$  を体積発熱  $\Delta Q / \delta$  とおくと<sup>(21)</sup>、(27) 式は

$$\frac{d^2 T}{dx^2} + \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} = 0 \quad (28)$$

となる。(28) 式を積分し、以下の条件の下に解くと、

$$\frac{dT}{dx} = - \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} \cdot x + a_1 \quad (29)$$

$\lambda$  熱面で放熱が生じないとすると、 $x = 0$ 、 $dT/dx = 0$  であるので、積分定数  $a_1 = 0$  となる。したがって、(29) 式は

$$\frac{dT}{dx} = - \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} \cdot x \quad (30)$$

となるので、(30) 式を積分することにより  $T$  は

$$T = - \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} \cdot \frac{x^2}{2} + a_2 \quad (31)$$

で示され、 $a_2$  は積分定数である。ここで、入熱面に対する面 ( $x = \delta$ ) の温度  $T_\delta$  は

$$T_\delta = - \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} \cdot \frac{\delta^2}{2} + a_2 \quad (32)$$

となるので、(31) および (32) より

$$T = T_\delta + \frac{\Delta Q \cdot \delta}{2 \cdot \lambda} - \frac{\Delta Q}{\lambda \cdot \delta} \cdot \frac{x^2}{2} \quad (33)$$

を得ることができ、入熱面 ( $x = 0$ ) の温度  $T_0$  は

$$T_0 = T_\delta + \frac{\Delta Q \cdot \delta}{2 \cdot \lambda}$$

となり、入熱面とそれに対する面との温度差 $\Delta T_n$ は

$$\Delta T_n = T_0 - T_\delta = \frac{\Delta Q}{2 \cdot \lambda} \cdot \delta \quad (34)$$

で示される。

熱伝導率 $\lambda = 16.2$  ( $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}$ )<sup>(22)</sup> の 316 系ステンレス鋼に 1 MeV のヘリウムイオンを電流密度  $0.2$  ( $\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ ) で照射すると、熱流束 $\Delta Q$ は

$$\begin{aligned} \Delta Q &= 1 \times 10^6 (\text{V}) \times 0.2 \times 10^{-6} (\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}) = 0.2 (\text{W} \cdot \text{cm}^{-2}) \\ &= 2 \times 10^3 (\text{W} \cdot \text{m}^{-2}) \end{aligned} \quad (35)$$

となるので、これらの値を(34)式に代入してこの場合の温度差 $\Delta T_{316}$ を求めると

$$\Delta T_{316} = 1.2 \times 10^{-2} (^\circ\text{C})$$

程度であり、入熱面とそれに対する面との温度差はほとんどない。したがって、入熱面と対する面における放熱の状態を知ることにより、入熱面近傍の損傷領域におけるビーム加熱による温度上昇を見積ることとした。

イオンビームを介して入熱面において熱流束を得た試料は押え金および試料ホルダーに接し、輻射伝熱および熱伝導の複合伝熱により放熱している。熱伝導における伝熱量は伝熱面積、温度差および熱伝達率に比例し、熱抵抗に反比例する。これらの諸条件は試料と試料ホルダーとの間の接触により変化し、試料の周囲におけるこれらの熱的諸条件は複雑であり、その取り扱いが困難である。したがって、今回は簡単のために試料が孤立して試料ホルダーに接触せず、輻射伝熱のみによって放熱する場合における流出熱量を見積り、その計算値と実際に試料を測定することにより得られた実測値とを比較検討することに止めた。

輻射伝導により流出する熱量 $Q$ をステファン・ボルツマンの法則<sup>(23)</sup>により、次式のように表わす。

$$Q = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T^4 \quad (36)$$

ここで、 $\varepsilon = 0.56$  は完全黒体の輻射率を 1 としたときの 316 系ステンレス鋼の固体面における輻射率 (または吸収率) の値である<sup>(24)</sup>。 $\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$  はステファン・ボルツマン定数である<sup>(25)</sup>。したがって、室温 $T_R$ における輻射伝熱を考えると、(36)式は

$$\Delta Q = \varepsilon \cdot \sigma (T_\delta^4 - T_R^4) \quad (37)$$

となるので、これより $T_\delta$ を求めると次式のようなになる。

$$T_\delta = \left( T_R^4 + \frac{\Delta Q}{\varepsilon \cdot \sigma} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (38)$$

したがって、輻射伝熱のみによる放熱を前提としたビーム加熱による温度上昇 $\Delta T'_n$ は

$$\Delta T_n' = T_\delta - T_R = \left( T_R^4 + \frac{\Delta Q}{\epsilon \cdot \sigma} \right)^{\frac{1}{4}} - T_R \quad (39)$$

で示される。例えば、試料電流  $0.1 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  でタンデム加速器により  $80 \text{ MeV}$  の  $\text{C}^{+5}$  および  $\text{C}^{+6}$  イオン並びに  $130 \text{ MeV}$  の  $\text{Cl}^{+9}$  イオンを  $316$  系ステンレス鋼に照射する際の  $\Delta T_n'$  は(39)式より室温  $25.4^\circ\text{C}$  を仮定すると、それぞれ  $962$  並びに  $1125^\circ\text{C}$  となり、試料の冷却を考慮する必要が生じる。

#### 5.4.b 実測値

平均室温  $25.4^\circ\text{C}$  で  $1.0 \text{ MeV}$  の炭素イオンおよび  $1.1 \text{ MeV}$  の窒素イオンを照射した  $316$  系ステンレス鋼におけるビーム加熱による試料の温度上昇量を(39)式に基づいて求めた。得られた結果を Fig. 16 に破線で示す。なお、 $\bullet$  および  $\circ$  印はそれぞれ  $1.0 \text{ MeV}$  の炭素イオンおよび  $1.1 \text{ MeV}$  の窒素イオンで照射した場合を示す。

$1.0 \text{ MeV}$  の炭素イオン照射の場合、電流密度  $0.122 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  ( $0.122 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$  の熱流束に相当)の温度上昇量は  $166^\circ\text{C}$  であり、電流密度の増加に伴って直線に急増し、 $0.195 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  ( $0.195 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$  の熱流束に相当)で  $215^\circ\text{C}$  まで増加する。また、 $1.1 \text{ MeV}$  の窒素イオン照射の場合、温度上昇量は同様に電流密度  $0.159 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  ( $0.175 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$  の熱流束に相当)において  $203^\circ\text{C}$  であり、電流密度の増加に伴って炭素イオン照射の場合と同様の傾きで急増し、 $0.209 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  ( $0.230 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$  の熱流束に相当)で  $234^\circ\text{C}$  に至る。輻射伝熱のみによる放熱を前提としたビーム加熱による試料の温度上昇量が照射後焼鈍等により求められた結果から予想される値よりも大きいので、本装置を用いて計算値と同一の条件で測定した実測値を Fig. 16 に実線で示した。なお、 $\bullet$  および  $\circ$  印をいずれも計算値と同様の意味で用いた。

$1.0 \text{ MeV}$  の炭素イオンを照射した場合の実測値は電流密度  $0.122 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  において僅か  $5^\circ\text{C}$  であり、電流密度の増加に伴って僅かに増加するに過ぎず、電流密度  $0.195 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  に至っても  $18^\circ\text{C}$  程度に止まる。また、 $1.1 \text{ MeV}$  の窒素イオンを照射した場合の実測値も同様に電流密度が  $0.159 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  から  $0.209 \mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$  に変化するとともに  $16^\circ\text{C}$  から  $30^\circ\text{C}$  まで増加するに過ぎず、上述の(48)式に基づく温度上昇の計算曲線と実測曲線との傾向に大きな相異があることがわかる。

Fig. 16 における輻射のみによる放熱を前提として計算したビーム加熱による温度上昇量の絶対値と実測値との間の差は複雑な様相を呈する試料と試料ホルダーとの間の熱伝導による伝熱量に対応するものと考えられる。また電流密度に対する計算曲線の勾配が実測曲線より大きいので、電流密度の増加に伴って全放熱に占める熱伝導の割合が大きくなるものと考えられる。なお、試料ホルダーに取り付けた試料を試料ホルダーとともに  $200^\circ\text{C}$  に加熱するためのヒーター電力は約  $48 \text{ W}$  必要であり、 $200^\circ\text{C}$  以上ではヒーター加熱による入熱量がビーム加熱による入熱量の約  $200$  倍もあるので、試料をヒーターで加熱しながら照射する時の照射温度に占めるビーム加熱の割合は室温照射と比較して問題にならない程小さいものと考えられる。したがって、Fig. 15 における a の照射温度についてビーム加熱による温度上昇量を加えずに  $740^\circ\text{C}$  を照射温度と見做し、一方、室温照射では Fig. 16 からビーム加熱による温度上昇

量として約 $19^{\circ}\text{C}$ を加えた $47.7^{\circ}\text{C}$ をFig. 15におけるbの照射温度と見積ることができる。しかしながら、いずれにしても照射中に試料と同一の照射条件に置れたダミー材料の温度を精度よく測定し、それを調節計にフィードバックして試料の温度制御を行うことにより、ビーム加熱による試料温度の上昇に関する問題を抜本的に解決することができると思われる。

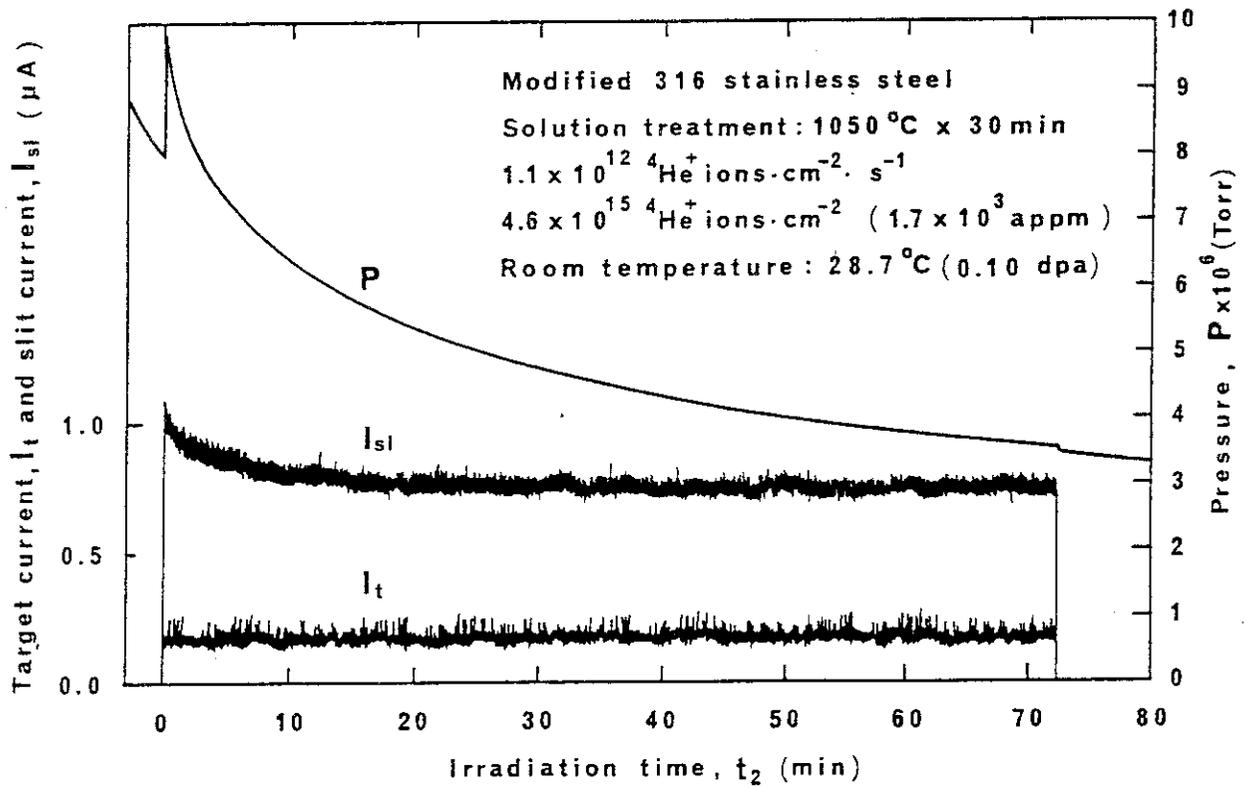


Fig. 12 Variation of pressure ( P ), slit current (  $I_{sl}$  ) and target current (  $I_t$  ) with irradiation time (  $t_2$  ) for modified 316 stainless steel.

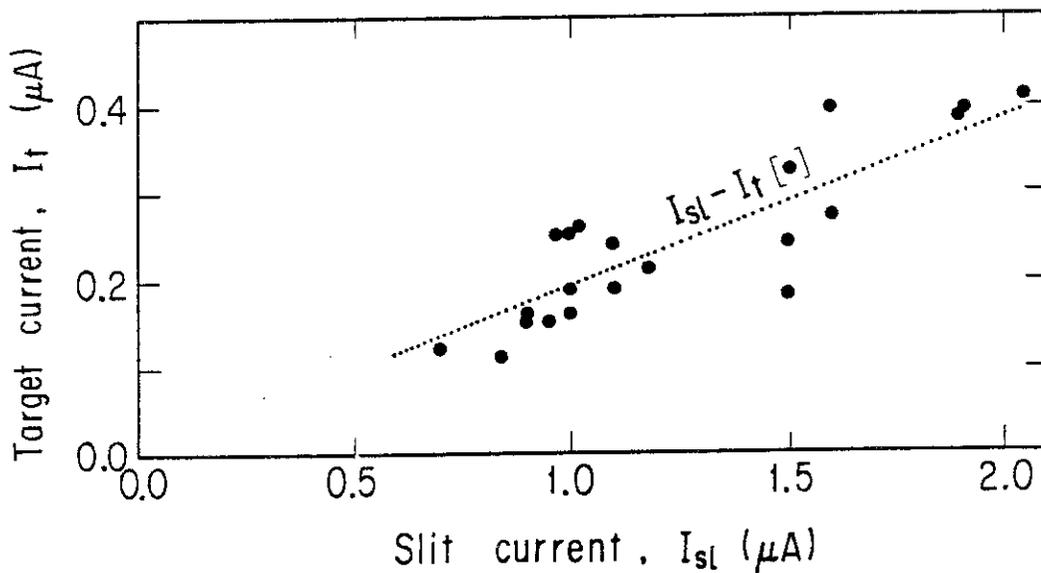


Fig. 13 The relation of slit current (  $I_{sl}$  ) to target current (  $I_t$  ).

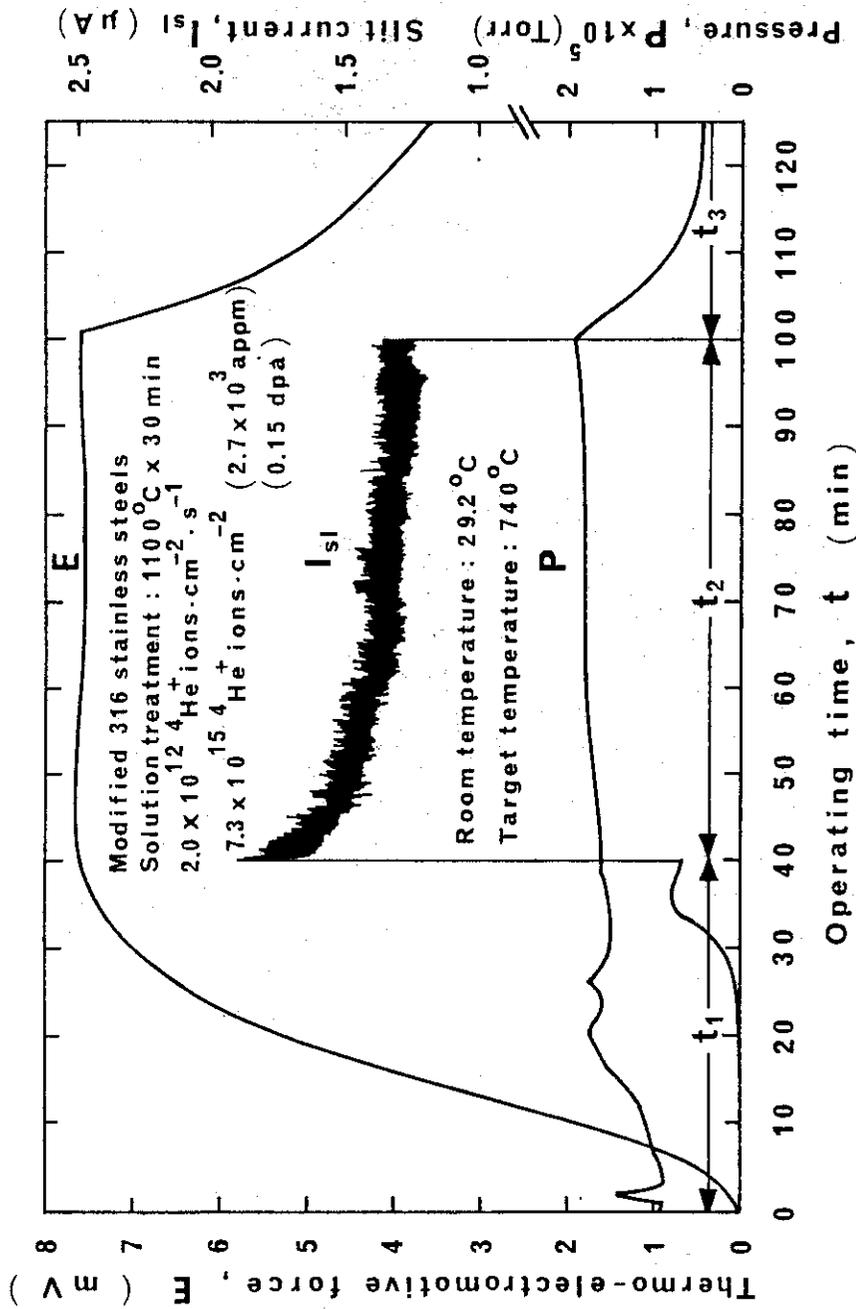


Fig. 14 Variation of thermo-electromotive force ( $E$ ), slit current

( $I_{sl}$ ) and pressure ( $P$ ) with operating time ( $t$ ) for modified 316 stainless steel.

$t_1$  : heating time,  $t_2$  : irradiation time and  $t_3$  : coling time.

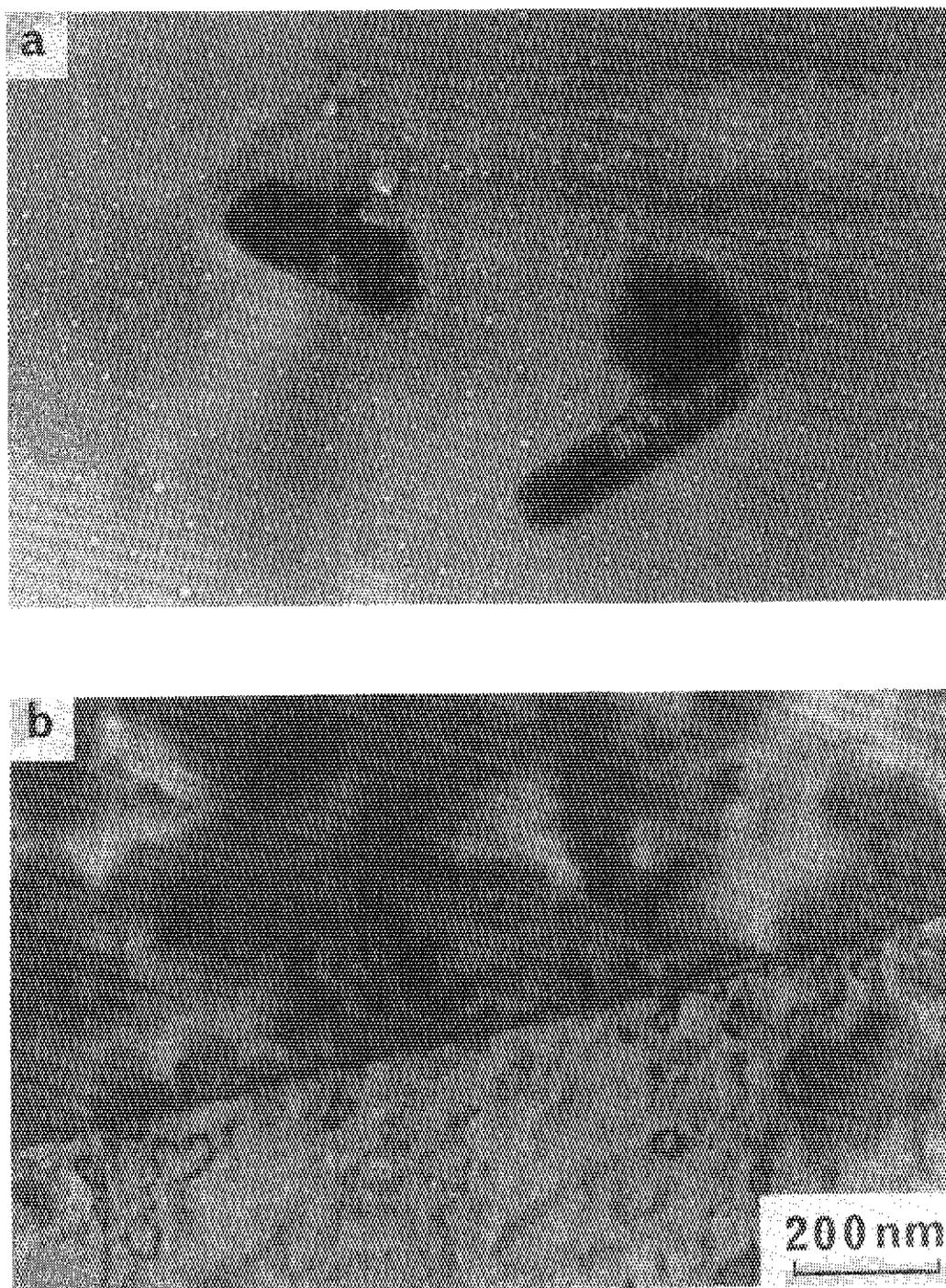


Fig. 15 Comparison of helium bubble distributions in modified 316 stainless steels after implantation.

a : Specimen annealed at 1100°C for 30 min and implanted with  $2.7 \times 10^3$  appm helium ( 0.15 dpa ) at 740°C.

b : Specimen annealed at 1050°C for 30 min, implanted with  $1.7 \times 10^3$  appm helium ( 0.10 dpa ) at 28.7°C and annealed for 72 min at 731°C.

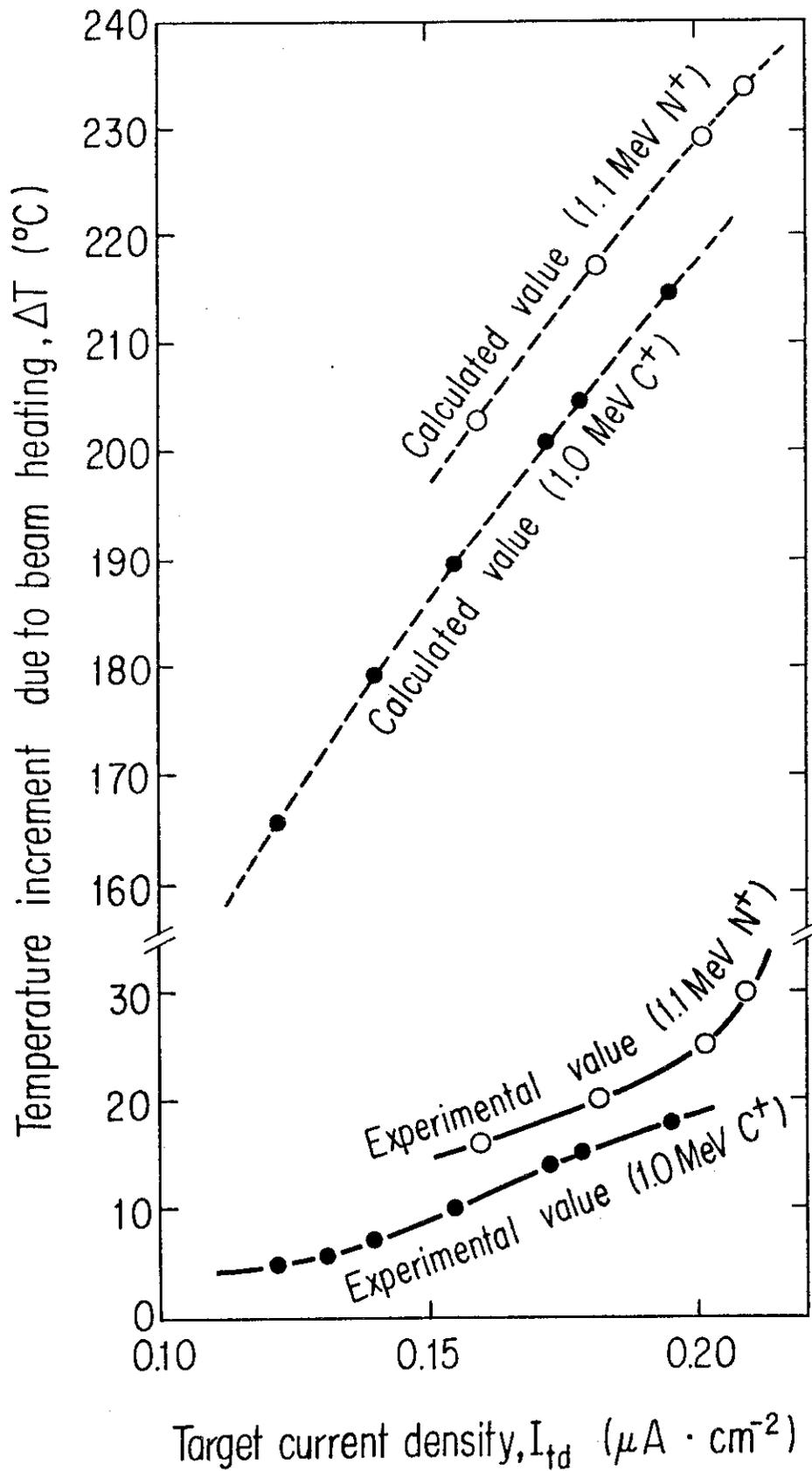


Fig. 16 Effect of target current density on increment of target temperature due to beam heating.

## 6. 本装置の改造に関する検討

今回製作したイオン照射装置を用いて設定した条件で照射した試料を電子顕微鏡観察することができた。しかしながら、すでに本文中の随処で述べたとおり、それでもなお残る本イオン照射装置に関する問題点（排気方法、ターゲット電流の測定およびビーム加熱による試料の温度上昇）を以下に述べ、今後の改造方針をまとめることにしたい。

### 6.1 排気方法

まず、Fig.9で述べたごとく、本装置の排気系は5方向マグネットの排気装置と付設した液体窒素トラップから成り立っている。しかしながら、約 $5 \times 10^{-6}$  Torrの真空に至るために約300分の排気を要し、照射実験に要する総時間に占める排気時間の割合が増加するので、実験の総時間もかなり大きい。したがって、照射効率の観点から照射実験に要する総時間を短縮化するために、上述の排気系以外に排気装置をイオン照射装置に直接設置して装置の排気速度を増加させることにより排気時間 $t_0$ の短縮化を図る必要がある。

### 6.2 ターゲット電流の測定

次に、Fig. 11に示したごとく2次電子放出を防ぐためにサプレッサーによりターゲットに対して内部の反射板に負電位を印加しながら正確なターゲット電流 $I_t$ を求めた。したがって、ターゲット電流測定中ターゲットと内部の反射板との間の電氣的絶縁を常に保たねばならない。しかしながら、高温に試料を加熱しながら照射する場合、装置内は高真空・高温になるので、イオン照射装置内部に存在する比較的蒸気圧の高い導電性の金属が碍子表面に凝着することにより碍子が汚れ、ターゲットと反射板との間にある碍子の電氣的絶縁が保たれなくなる。したがって、高温照射後に行った室温照射の際にターゲット電流の正確な測定に支障を来たすことが度々あり、碍子表面に存在するそれらの汚れの除去を余儀なくされた。ターゲットと内部の反射板との間の電氣的絶縁を常に保つために、例えば碍子に溝を設けるなどの工夫をしなければならない。また、本装置における試料ホルダーへの試料の固定方法は4本のネジを用いて4個の試料を押え金で均等に押すことのみであり、スペーサーおよびワイヤーガasket等の固定治具を用いないものであったので、照射中に試料のずれを生じることがあった。したがって、試料交換時間 $t_4$ の短縮化のために試料のずれ防止について何等かの手立を考えねばならない。さらに、試料の入射面における単位体積当りのイオンビーム電流 $I_t$ から照射量を求める際の前提条件として入射面でのビーム強度を一定であると仮定し、イオンビームのプロフィールについて何等検討を加えなかった。本装置の照射条件では常にビームを広げているので、イオンビームについて厳密な意味での均一性に若干の懸念が残る。今回とは逆にイオンビームを約3mmφのスポットまで集束して走査する方法も考えられる。しかしながら、イオンビームを試料の入

射面上で走査することは試料について入射面上の個々の点において断続的な照射モードで照射することを意味し、連続照射下における照射損傷の評価および損傷領域の組織観察という観点から、その照射速度および照射量の見積り並びに断続的な照射モードの組織変化に及ぼす影響等<sup>(26)</sup>の上で若干の問題が残るであろう。

### 6.3 ビーム加熱による試料の温度上昇

Fig. 16 に示したごとく、ビーム加熱により試料の温度は上昇するので、温度上昇の見積りと評価を行なわねばならない。輻射による放熱の他に熱伝導による放熱を取り入れた計算コードの開発を行い、これらの正しい評価を行うとともにそれらの目標値である実測値の正確な測定も必要となる。すなわち、照射中に試料と同一の照射条件に置かれたダミー材の温度を精度よく測定し、それを調節計にフィードバックして試料の温度制御を行うことが必要である。また、実際の作業工程の上で本装置における剥出しタンタルヒーターを二重石英円筒で被覆保護し、反射板とヒーターとの接触による過大電流の発生を防止すること、試料ホルダーの急冷方法を工夫することにより、試料を高温に加熱して照射した後に続く試料ホルダーの冷却時間 $t_3$ について短縮化を図り、照射効率を上げることおよび測定系の整備などが考えられ、それらを為し遂げることは照射実験を手際よくやるために必要な事柄であると思われる。

終りにあたり、本研究を遂行する機会を与えられた日本原子力研究所燃料工学部長岩本多實工学博士に厚く御礼申し上げます。また、ビーム加熱による試料の温度上昇量を見積るための熱計算について有意義な御助言を頂きました同所高温工学部高温熱工学研究室の関昌弘副主任研究員に心より御礼申し上げます。

## 参 考 文 献

- (1) 佐々木茂美, 岩瀬彰宏, 岩田忠夫, 吉田直亮, 桐谷道雄, 藤田英一: 日本金属学会春期大会講演概要, (1980年・4月), p. 112.
- (2) 佐々木茂美, 桐谷道雄, 岩瀬彰宏, 岩田忠夫, 田中誠, 藤田英一: 日本金属学会秋期大会一般講演概要, (1980年・10月), p. 159.
- (3) 桐谷道雄, 佐々木茂美: JAERI-M 9775(1976), p. 101.
- (4) 白石健介, 有賀武夫, 片野吉男, 浜田省三: 日本金属学会秋期大会一般講演概要, (1980年・10月), p. 165.
- (5) 片野吉男, 有賀武夫, 白石健介: 日本原子力学会昭和56年秋の分科会(1981年・10月), p. 165.
- (6) 有賀武夫, 深谷清, 曾根和穂: 私信, (1976).
- (7) 石井 博: 改訂真空技術, コロナ社, (1968).
- (8) N. H. Packan, R. A. Buhl: ORNL/TM-7276, (1980).
- (9) M. B. Lewis, N. H. Packan, G. F. Wells and R. A. Buhl: Nucl. Instr. and Meth. 167(1979), p. 233.
- (10) 上田良二: 真空技術, 岩波書店, (1955).
- (11) 熊谷寛夫, 富永五郎, 辻 泰, 堀越源一郎: 真空の物理と応用, 裳華房, (1970).
- (12) 富永五郎, 辻 泰: 真空工学の基礎, 日刊工業新聞社, (1964).
- (13) 石井 博: 真空ポンプ, 日刊工業新聞社, (1965).
- (14) Charles M. Mckenna: Ion Implantation Techniques, Editors: H. Ryssel and H. Glawischnig (Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1982), p. 73.
- (15) 例えば, 玉虫文一, 富山小太郎, 小谷正雄, 安藤鋭郎, 高橋秀俊, 久保亮五, 長倉三郎, 井上敏 編集: 岩波 理化学辞典, 第3版 岩波書店(1974), p. 1000. あるいは日本金属学会編 改訂3版 金属便覧, 丸善(1971), p. 980.
- (16) 東京天文台編: 理科年表, 丸善, (1976), 物9.
- (17) 有賀武夫: JAERI-M 83-226(1983), p. 1.
- (18) 白石健介: 日本原子力学会誌 25(1983), p. 617.
- (19) 鈴木建次, 片野吉男, 有賀武夫, 白石健介: 日本金属学会秋期大会(秋田)一般講演概要, (1983年・10月), p. 271. および鈴木建次, 片野吉男, 有賀武夫, 浜田省三, 白石健介: 日本金属学会春期大会(習志野)一般講演概要, (1984年・4月), p. 230.
- (20) 例えば, 松永省吾: 技術者のための熱工学演習, 日刊工業新聞社, (1960), p. 328. あるいは戸田盛和, 宮島龍興 編: 物理学ハンドブック, 朝倉書店, (1963), p. 157.
- (21) 関 昌弘: 私信
- (22) 例えば, 長谷川正義 監訳, 鈴木 充, 新部興治, 大塚孝一共訳, (著者C.A.ゾッフィー

- 著): ステンレス鋼入門, 特殊鋼倶楽部, (1969), p. 217.あるいは, 長谷川正義 監修  
: ステンレス鋼便覧, 日刊工業新聞社, (1973), p. 104.
- (23) 例えば, 松永省吾: 技術者のための熱工学演習, 日刊工業新聞社, (1960), p. 299.あ  
るいは戸田盛和, 宮島龍興 編: 物理学ハンドブック, 朝倉書店, (1963), p. 179.
- (24) 谷下一松 編: 熱工学ハンドブック, 山海堂, (1958), p. 159.
- (25) 東京天文台 編: 理科年表, 丸善, (1976), 物 10.
- (26) E. H. Lee, N. H. Packan and L. K. Mansur: J. Nucl. Mater., 117  
(1983), p. 123.