

分析装置関連

~各種分析装置, ACT2, 加速器~



時谷 政行

1. 大型ヘリカル実験棟 地下1階分析エリア

- 小型走査型電子顕微鏡 (SEM)
- 集束イオンビーム/電子ビーム加工観察装置 (FIB-SEM)
- 透過型電子顕微鏡 (TEM)
- 昇温脱離ガス分析装置 (TDS)
- グロー放電発光分析装置 (GD-OES)

2. 総合工学実験棟

- イオンビーム加速器
- 超高熱負荷試験装置 (ACT2)
- 電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM)
- X線光電子分光分析装置 (XPS)
- 高温X線回折装置 (HT-XRD)

大型ヘリカル実験棟 地下1階分析エリア



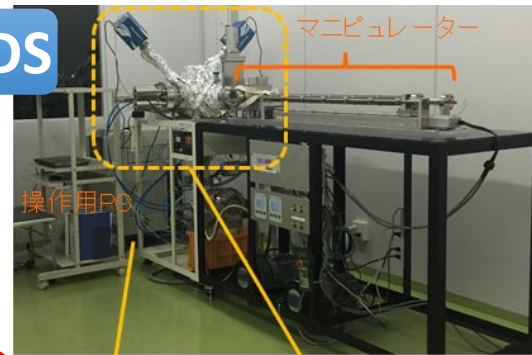
◆ 表面観察

GD-OES



◆ 深さ方向の元素分析

TDS



◆ 吸蔵ガス元素の定量評価

FIB-SEM



◆ TEM観察用薄膜試料の作成

TEM



◆ 内部微細構造解析

TEM, FIB-SEM

遠隔観察風景

- 年間稼働率: 30%

透過型電子顕微鏡
(TEM)



- 年間稼働率: 80%

集束イオンビーム/電子ビーム
加工観察装置(FIB-SEM)



技術サポート



- 試料作製・観察
- 保守

装置の特徴(TEM, FIB-SEM)

- 材料内部に形成された格子欠陥のサイズや密度, また, 析出物の構造と組成を原子レベルで観察できる. (TEM)
- TEM試料作成のためのナノレベル加工が可能. また, 組成分析や結晶方位像観察機能も備え, スパッタリング加工と組成・構造解析を組み合わせることで、深さ方向の連続構造解析が可能. (FIB-SEM)

維持費

- 100万円/年 (TEM)
- 300万円/年 (FIB-SEM)

ニーズ

- 共同研究者からの観察依頼が多い
6件/年 (TEM)
8件/年 (FIB-SEM)
- 民間との共同研究も受け入れ実績あり

将来計画

- 材料内部の微細構造を原子レベルで解析できる希少な装置であるため, 核融合分野だけでなく民間との共同研究も広く募集.

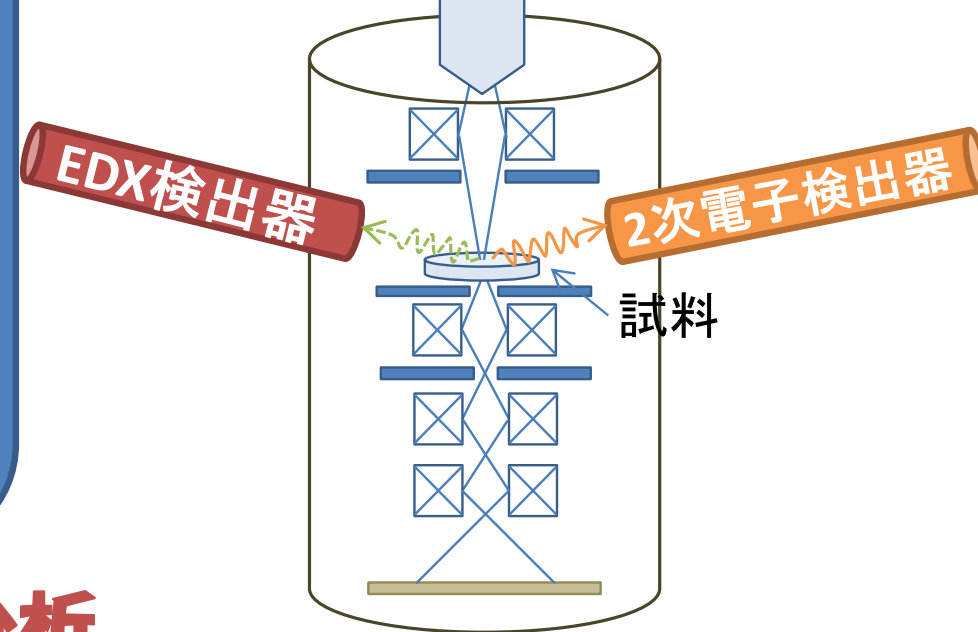


TEM: 日本電子製 JEM-2800

複数の像観察を一台のTEMで統合処理

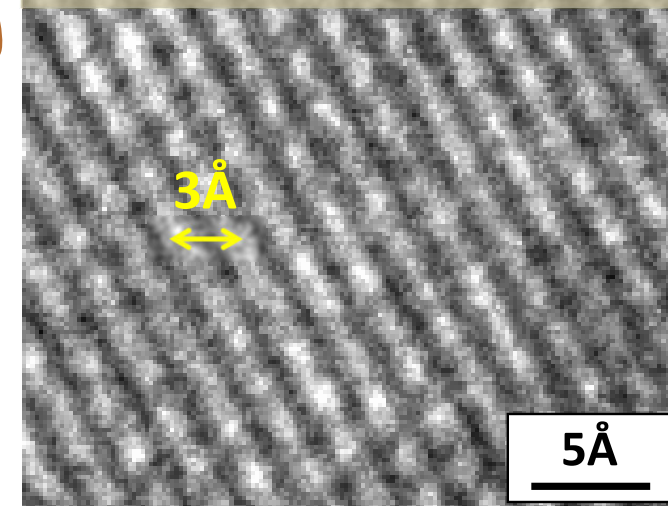
- TEM透過像
- STEM透過像
- 暗視野像
- 高角度暗視野像
- 2次電子像
- 組成像マッピング
- 3次元トモグラフィ

STEM機能付電子銃

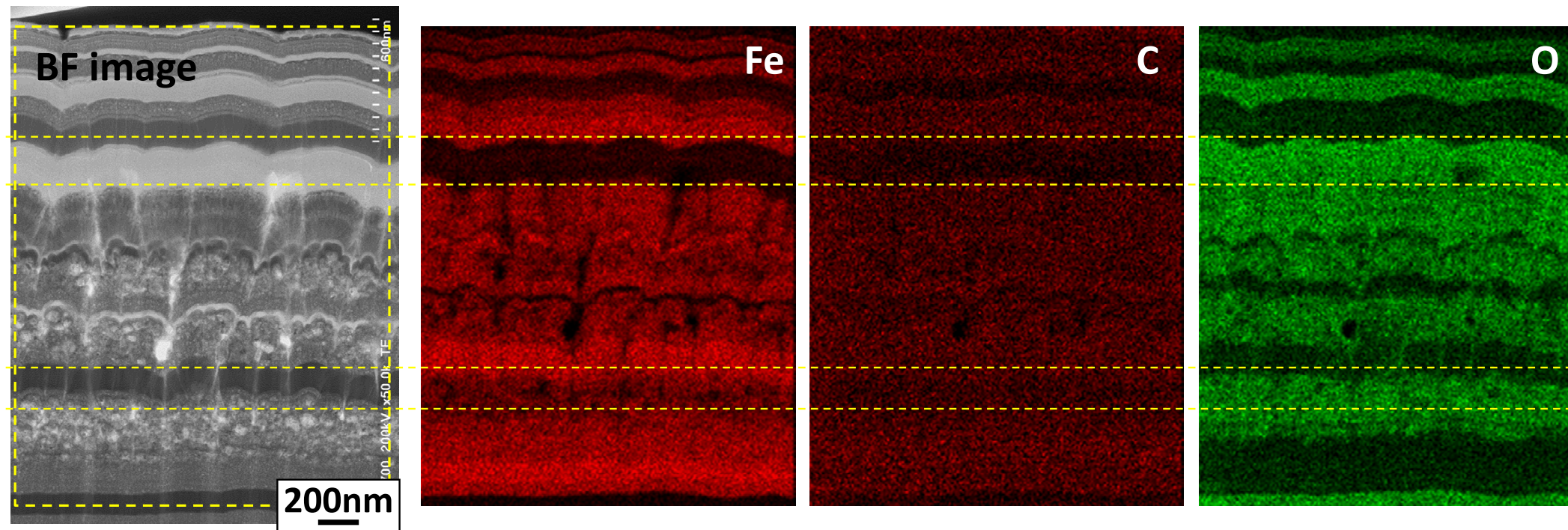


超高分解能TEM像

ステンレス鋼の格子像



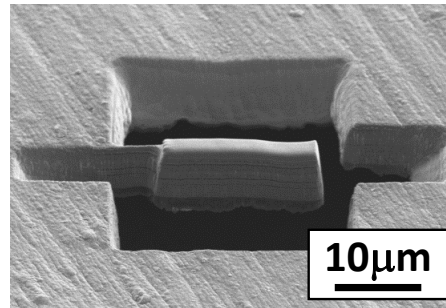
高分解能組成分析



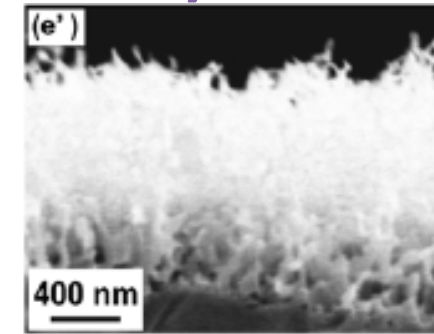
FIB-SEM: 日立ハイテク製 nanoDUE'T® NB5000

- ◆ Ga銃とFE電子銃のデュアルビーム仕様. EBSD, EDX検出器も備え, ナノ加工だけでなく, 組成や構造解析にも利用可能.
- ◆ Gaスパッタリング併用により, EBSDとEDXの深さ方向の連続測定が可能.

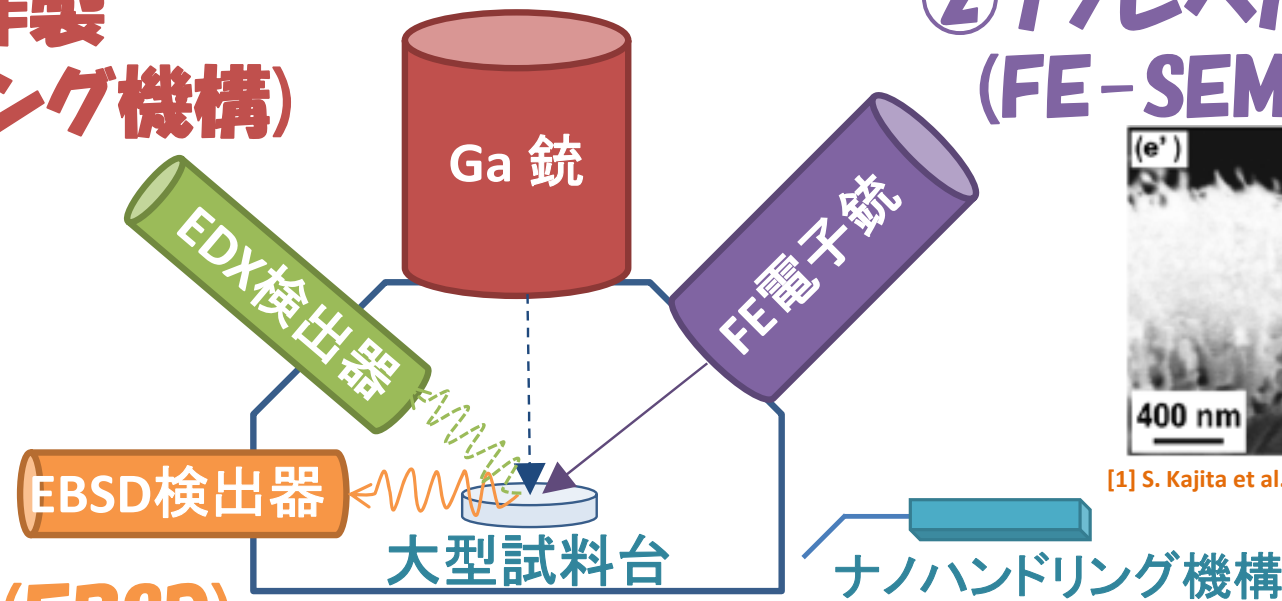
① 断面TEM試料作製 (FIB+ナノハンドリング機構)



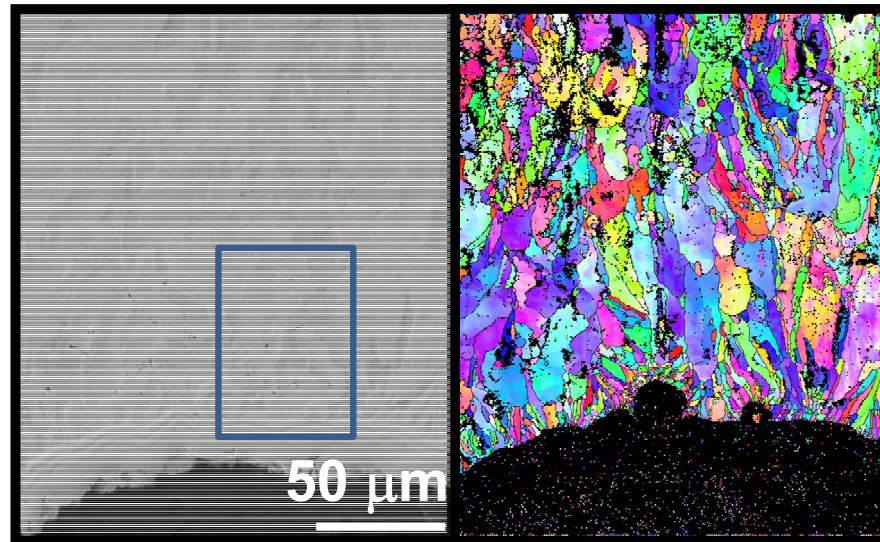
② ナノレベル表面観察 (FE-SEM)



[1] S. Kajita et al., Nucl. Fusion 49 (2009) 095005

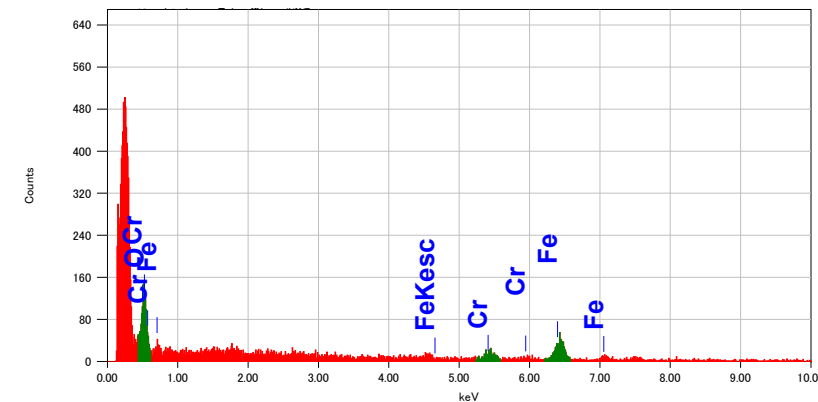


④ 結晶方位像観察 (EBSD) 表面



PLANSEE W/CFC 界面

③ 高分解能組成分析 (EDX)



- 年間稼働率:XX%

グロー放電発光分析装置 (GD-OES)



- 分析実施
- 保守

技術サポート

装置の特徴

- 物質(導電性、非導電性を含む)の**ナノオーダー深さ方向組成分析が可能**. 軽水素, 重水素を分離可能
- アノード径の選択により測定面積を変更可能.
- 破壊分析ではあるが, **測定時間が短い**ため, 簡易測定に利用する場合がある.

維持費

- 30万円/年

ニーズ

- **学生および共同研究者の利用あり**(名大、九大、静大、茨城大、IPP、ASIPPなど)

将来計画

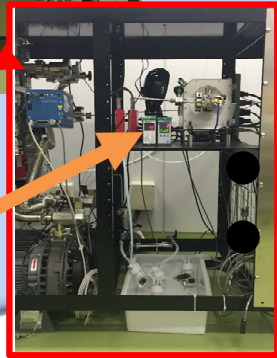
- ユーザーによる装置維持の予定. **複数のユニットでの利用が計画**されている.
- 核融合分野だけでなく**民間からの分析ニーズも期待**される.

- 年間稼働率: 50%

高温用昇温ガス脱離分析装置 (高温用TDS)



水素同位体 同時計測用 TDS装置(HI-TDS)



分析実施
保守

技術サポート

装置の特徴(高温用TDS, HI-TDS)

- 材料内部に捕捉されたガス元素の全量定量分析
高温用TDS: 1700 °Cまで昇温可能
HI-TDS: 900 °Cまで昇温可能. H、D、Tの同時計測が可能
⇒どちらの装置もHeとD₂の分離計測が可能

維持費

- 115万円/年

ニーズ

- 共同研究者からの測定依頼が多い. 8件/年

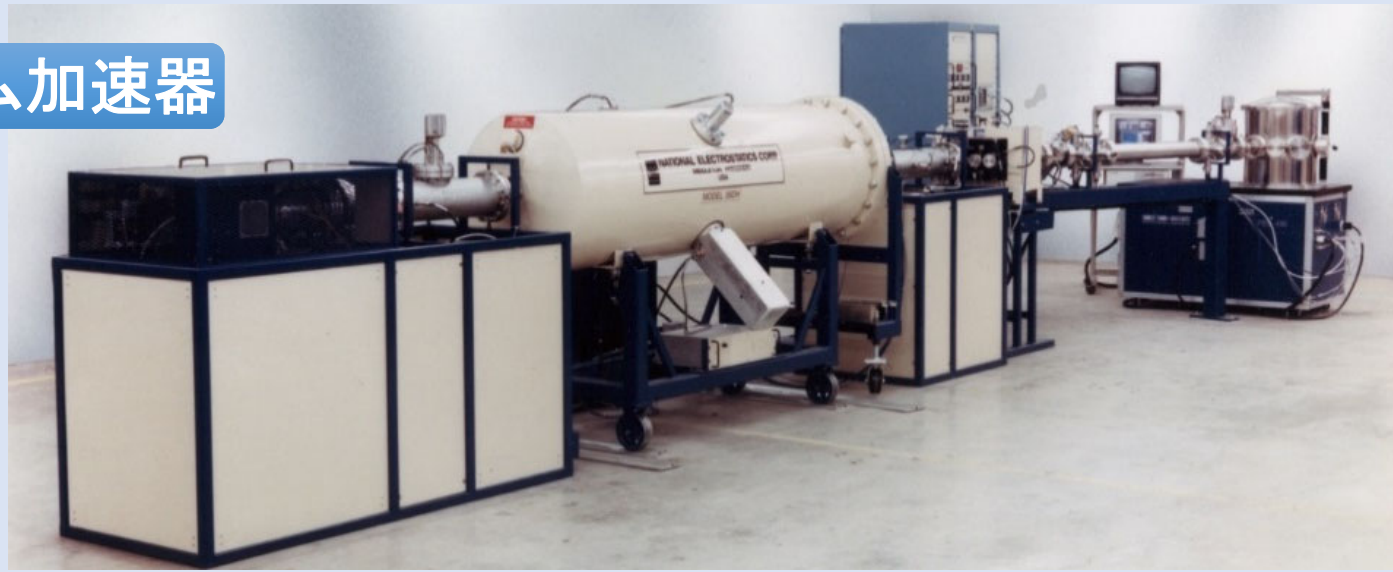
将来計画

- 高温用TDS: プラズマ又はイオン照射装置と組み合わせ、大気開放することなくガス元素の定量分析を可能とする. 酸化膜や表面汚染の影響を抑えたより高精度なプラズマ材料相互作用実験が可能.
- HI-TDS: 赤外線加熱炉(1400°C程度)を導入し、現在より高温まで昇温可能とする.
- 損傷及び堆積層形成試料の粒子捕捉特性研究に利用予定.

総合工学実験棟

大実験室

イオンビーム加速器



加熱圧縮機室棟

ACT2



分析室

XRD



XPS



FE-SEM



イオンビーム加速器

- 年間稼働率: 70%

タンデム加速器



技術サポート

- 運転+分析実施
- 保守

装置の特徴

- 水素(H)又はヘリウム(He)イオンを2~3MeVまで加速可能
- 非破壊で4種類の表面分析が可能
 - ①表面堆積元素の定量分析
 - ②捕捉粒子の定量分析
 - ③水素同位体の定量深さ分析
 - ④ppmレベルの微量元素の高感度分析

維持費

- 400万円/年

ニーズ

- 共同研究者からの分析依頼が多い
11件/年

将来計画

- 照射可能イオン種の追加(希望)
- 動的計測環境整備
- 照射損傷実験用ビームラインの増設
- マイクロイオンビームへの改造

イオンビーム加速器 (将来計画)

1) 照射可能イオン種の増加

- 希望照射イオンは窒素(N)又は酸素(O)
 - NRAによる分析対象元素の拡大
 - 酸素イオンを用いて弾性反跳粒子検出法(ERDA)を行えば、その他の装置では計測が難しいHeの深さ分布が得られる
- ⇒ 材料のH・He脆化のメカニズム、材料の変質評価等に応用可能

2) 動的計測環境整備

- 照射用イオン源(オメガトロン社製、 H^+ と H_2^+ 分離照射可能)を分析チャンバーに設置
- ⇒ 水素同位体および材料元素の動的計測環境を構築

3) 照射効果研究用ビームラインの増設

- 核融合炉用金属・セラミック材料への中性子照射効果模擬(照射損傷(金属、セラミック)、照射励起(セラミック電気・光学特性)による特性変化)
- 損傷速度: 0.04dpa/h、高温照射: 室温-750 °C
- 冷却機構搭載による低温照射も検討中



4) その他

- NRAを利用した重水素(D)、炭素(C)、Nの分析
- ⇒ 他の計測と組み合わせることで、窒化のメカニズム研究や水素及び炭素同位体計測が必要な研究に利用可能
- マイクロイオンビーム照射環境の構築
 - 大気圧環境下における分析環境の実現
- ⇒ 液体金属や生物系試料の分析も可能に

超高熱負荷試験装置(ACT2)

- 年間稼働率: 30%

超高熱負荷試験装置(ACT2)



技術サポート

- 熱負荷試験補助
- 有限要素法解析
- 保守

試験の例

約1000°C



維持費

- 50万円/年
- 運転準備・実施に人的資源が必要(1週間・人/試験~)

ニーズ

- 材料研究など多数の共同研究: 5件(2021年度)(2015年以降の終了済課題6件)
- 流体挙動(流動熱伝達)研究への応用
- 過去に産学連携の実績あり(医療機器開発)
- 研究所内でのLHD計画との連携あり
- 約20件/年程度の運転

装置の特徴

- 300kWの強力な電子ビームを50cmX50cmの走査範囲に定常で照射可能.
- 継手を利用したチャンバー内冷却配管により多様な試験体に対応可能
- 走査範囲制御による柔軟なサイクル試験が可能
- 熱負荷中の試験体の熱電対温度測定が可能
- 30 MW/m²超のダイバータ実規模熱負荷定常試験が可能で、共同研究に供される日本唯一の装置

将来計画

- リアルタイムひずみ計測システムの確立
- チャンバー冷却能力の改善(水冷チャンバー)による高出力定常運転
- 高温高圧水循環システム導入での原型炉指向研究の強化

電解放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)

- 年間稼働率: 30%

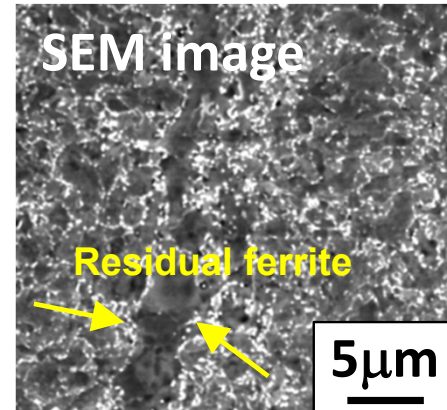
電解放出型走査電子顕微鏡(FE-SEM)

表面ナノ構造観察 9Cr-ODS



技術サポート

- 試料作製・観察
- 保守



材料の超高分解能観察が可能

装置の特徴

- SEM+EDS機能により、表面ナノ構造観察とナノ組成分析の高精度同時解析が可能。
- 長時間にわたって変動の無い安定した電流値で連続分析が可能。
- ダイバータ板などの大型サンプルがそのまま分析可能。
- 波長分散型X線分析装置(WDS)も備えており、化合物の定量分析も高精度に行える。

維持費

- 35万円/年

ニーズ

- 材料研究など多数の共同研究: 約10件
- 民間との共同研究も受け入れ実績あり

将来計画

- 材料表面の微細構造観察だけでなく、表面元素組成の定量分析も実施できる希少な装置である。核融合炉材料の分析に加え、大学や民間からの共同研究に広く利用予定。

XPS, XRD

- 年間稼働率: 30%

X線光電子分光分析装置(XPS)



高温X線回折装置(HT-XRD)



技術サポート

- 試料作製・観察
- 保守

装置の特徴 (XPS)

- 導電性物質の組成分析. Arイオン銃の併用により深さ方向分析が可能. 専用ソフトによる解析から、元素組成比の算出が可能.
- 化学結合状態の直接分析が可能.
- ナノオーダーの深さ感度を有する

装置の特徴 (XRD)

- 非破壊で結晶構造や化学状態の同定が可能.
- 室温~1500°Cまでの試料温度で測定可能であるため、温度変化に伴う相転移現象の測定も可能.

維持費

- XPS: 30~300万円/年「例年: イオン銃(Arガス)、フィラメント, 2-3年に1度: 信号校正(ボード経年劣化等に伴う校正・確認作業), 数年に1度: ポンプ交換
- XRD: X線管球(45万円)/2年, 装置メンテナンス(20万円)/3年程度, ICDD結晶データベース(170万円)/4年, 高圧電源ユニット(120万円)/10年

ニーズ

- 学生および共同研究者の利用あり(名城大、九大、ASIPP、島根大、NFRIなど) (XPS)
- 共同研究による利用が多い. 25件/年程度 (XRD)

将来計画

- ユーザーによる装置維持の予定. 複数のユニットでの利用が計画されている. (XPS)
- 制御プログラムの追加により「極点測定」や「応力・歪み測定」を可能とするアップグレードを計画している. (XRD)
- 両装置とも、核融合分野だけでなく民間からの分析ニーズも期待される.