

ノート

Zr-V-Fe ゲッターによるトリチウムガスの吸蔵および再放出

芦田 完・市村 憲司・松山 政夫
井上 直哉・渡辺 国昭・竹内 豊三郎

富山市五福3190
富山大学トリチウム科学センター

Absorption and Desorption of Tritium by a Zr-V-Fe Getter

Kan ASHIDA, Kenji ICHIMURA, Masao MATSUYAMA,
Naoya INOUE, Kuniaki WATANABE and Toyosaburo TAKEUCHI

Tritium Research Center, Toyama University, Gofuku 3190, Toyama, Japan

(Received January 14, 1983)

Development of tritium handling techniques is of great importance for thermonuclear fusion experiments. In such experimental devices, tritium will be stored in some suitable getter materials, released to gas phase due to heating and recovered again by the getter after use. From this viewpoint, we examined absorption and desorption of tritium by a getter material (Zr-V-Fe) delivered from SAES Getters using a mass spectrometer. Tritium amounted to 5Ci was stored in the getter of 300mg (Zr-V-Fe) at room temperature after activation at 780°C in vacuo (7×10^{-5} Torr). The tritium began to appear in a gas phase in a measurable level at around 200°C, however, most of the tritium appeared in the gas phase as HT. Raising the temperature resulted in an increase in the T_2/HT ratio due to the increase in the tritium pressure. The tritium released in the gas phase could be efficiently recovered by the getter at room temperature. The tritium pressure decreased below 1×10^{-9} Torr. The pumping speed was estimated to be as large as 8cc/sec·mg. It was revealed that hydrogen in HT was due to an exchange reaction between the released tritium and residual hydrogen.

大量のトリチウムを取扱う場合には、その使用方法のみならず、貯蔵および回収方法が放射線管理上極めて重要な問題である。この対策として従来はUゲッターが用いられてい

だが、最近では活性化の容易なZr系合金の使用も検討されている¹⁾。本実験では、バルクゲッターポンプ用に最近開発された Zr-V-Fe 合金について、主としてトリチウムの吸蔵と再放出の過程および再放出されたトリチウムの純度を、無担体で総量 5Ci のトリチウムガスを使用して、質量分析器により測定した。

その結果、このゲッターの活性化は他の吸蔵材に比べて極めて簡単であり、またゲッターからのトリチウムの再放出はゲッターの温度を調節することにより容易に制御できること、さらに再放出されたトリチウムの純度も高いことが知られた。

使用したトリチウムガスは New England Nuclear 社製のプレーカブルシール付ガラスシリンダー内に封入されたものである。このトリチウムガスは無担体で、総量 5Ci である。

ゲッター材として SAES GETTERS 社製の ST707(Zr-V-Fe) を用いた。このゲッター材は、Cu-Ni 合金の基板（幅30mm）の両面に圧着されており、基板を含む全体の厚さは 0.2~0.4mm、基板に圧着されているゲッター材自体の平均重量は 30mg/cm² であった。以後、この圧着体を単に「ゲッター」と呼ぶ。2.29g のゲッター（ゲッター材自体の重量は約 300mg）を、メタルバルブおよびパリアブルリークバルブを介した石英管に入れ、活性化した後トリチウムガスを吸蔵させた。活性化のために、 7×10^{-5} Torr の真空中で、780°C、30分間加熱した。この後、室温まで冷却し、5Ci のトリチウムガス容器のプレーカブルシールを鉄心により開封し、ゲッターに吸蔵させた。このトリチウムを吸蔵させたゲッターを以後「T₂/Getter」と略記する。

Fig.1 は、この T₂/Getter からのトリチウムの再放出および吸蔵の測定に用いた装置の概略である。装置はステンレス製で、オイルフリーの超高真空装置である。150°C で、15時間ベークした後の到達圧力は 5×10^{-9} Torr 以下である。この装置には、磁場偏向型の質量分析計と、BA 型電離真空計が取り付けられている。質量分析計の水素に対する感度は、BA 型電離真空計により校正した。この際、BA 型電離真空計の水素に対する相対感度も合わせて補正した²⁾。装置を 5×10^{-8} Torr まで排気した後、T₂/Getter を室温から 600°C までの温度に加熱し、気相に脱離してきたトリチウムガスの圧力および組成を質量分析計により測定した。なお、質量分析計の検出器として Faraday-Cup を用いた。また、T₂/

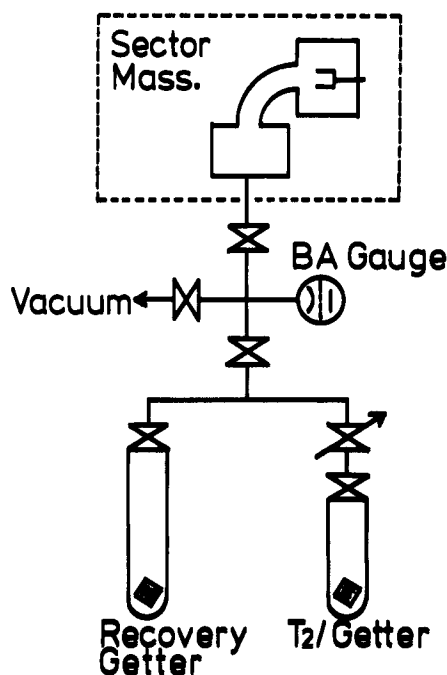


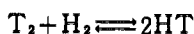
Fig.1 Experimental apparatus

Getter から気相に放出させたトリチウムは、連続的に回収用ゲッターによって排気した。

Fig.2 は T_2 /Getter を 540°C に加熱した場合に放出された気体の質量スペクトルの一例である。質量スペクトル中には、 T_2^+ ($M/e=6$)、 HT^+ ($M/e=4$) の他に、 $M/e=3$ および 2 のピークが観測された。 $M/e=2$ のピークは装置内の残留水素によるものである。 $M/e=3$ のピークの一部は、 T^+ によるものであるが、重水素ガスの質量スペクトルの測定結果によれば、 D^+ と D_2^+ の強度の比 $I_{D^+}/I_{D_2^+}$ は約 $1/14$ であり、この値がトリチウムについてもあてはまるとすると、 $M/e=3$ のピークは T^+ としては大きすぎる。これらのことを考慮すると、 $M/e=3$ のピークは主として

${}^3\text{He}^+$ によるものと考えられる。 ${}^3\text{He}$ は、トリチウムの β^- 崩壊による生成物であり、トリチウムガスを購入した時点で既にシリンダーの気相に存在し、これが、 T_2 /Getter の作製時に石英管内に封じ込められたものと考えられる。

Fig.2 に示した質量スペクトルから得られた T_2 、 HT および H_2 に対するピーク強度の比率は、 $T_2:HT:H_2=120:40:3$ で、これは、



の平衡反応を考えた場合の 540°C における平衡値にほぼ等しく、他の温度における比率も同様であった⁹⁾。したがって、 HT は主として真空装置内の残留気体である軽水素と T_2 /Getter から脱離してきたトリチウムとの交換反応によって生成したものと結論できる。この交換反応は、ゲッター表面および真空容器表面で起きていると考えられるが、どちらの寄与が大きいかは現在のところ不明である。質量スペクトルの測定後、 T_2 /Getter からのトリチウムの供給を止めると、気相のトリチウムは回収用ゲッターにより排気され、 T_2^+ および HT^+ のピークは質量スペクトルから消失した。他方、 $M/e=3$ 、および 2 のピーク高さはほとんど変化しなかった。質量分析計のトリチウムに対する感度が重水素のそれと同じであるとすると、気相のトリチウムの分圧は 10^{-9} Torr 以下である。さらに、このゲッターの H_2 および D_2 に対する排気速度の測定結果は、それぞれ 14 および $10\text{cc/sec}\cdot\text{mg}$ で、排気速度の比は、 H_2 と D_2 の質量比の平方根の逆数に等しい。トリチウムについても、この関係が成り立つとすれば、トリチウムに対する排気速度は約 $8\text{cc/sec}\cdot\text{mg}$ 程度と考えられる。

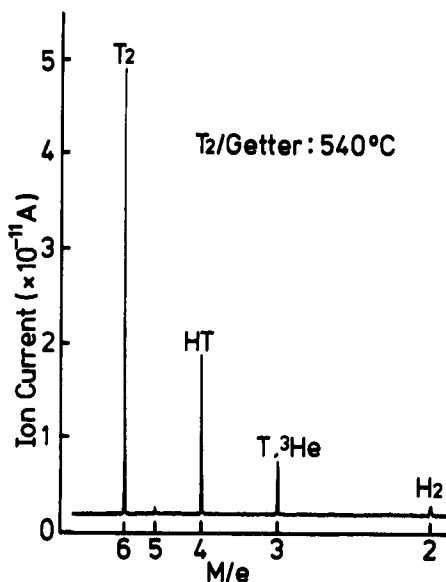


Fig.2 Mass spectrum of tritium released from the T_2 /Getter at 540°C .

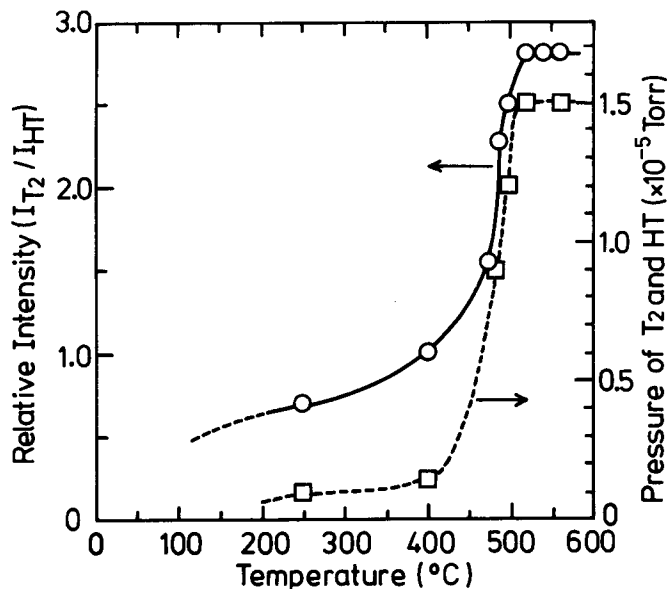


Fig.3 Relative intensity and pressure vs temperature of the T_2 /Getter

Fig.3 は、 T_2 /Getter を様々な温度に加熱したその時に得られた質量スペクトルより得られた T_2 と HT のピーク強度の比と、トリチウム (T_2 , HT) の圧力を T_2 /Getter の温度に対してプロットしたものである。なお、トリチウムの圧力は、質量分析計のトリチウムに対する感度と重水素に対するそれが同じであるとして計算により求めた換算値である。Getter に吸蔵されていたトリチウムは、約 200°C から気相に放出され始めるが、その放出速度は遅く、系内でのトリチウムの分圧は 1×10^{-6} Torr 程度にしかならない。放出速度は、400°C 以上の温度で急激に速くなり、系内の圧力も増加する。なお、500°C を越すと、圧力は 1.5×10^{-5} Torr 以上となったので、これ以上の温度ではバリアブルリークバルブを調節して圧力を 1.5×10^{-5} Torr に保った。他方、 I_{T_2} / I_{HT} の比は T_2 /Getter の温度が 400°C 以下では 1 未満であるが、温度の上昇とともに増加し、500°C 以上では約 2.8 の一定値を示した。この比率の変化は、測定系内の圧力の変化に良く一致しており、トリチウムの分圧に依存している。この結果も先に述べた平衡反応により説明できる。したがって、 H_2 の残留ガス圧を更に下げるか、トリチウムの分圧を上げることにより、更に高純度の T_2 を得ることが出来る。

以上の結果をまとめると次のようになる。

- (1) 本実験で使用した Zr-V-Fe 合金の Getter は、他の水素吸蔵材に比べ活性化が容易であり、かつ水素同位体に対する排気速度が大きい。更に、500°C 程度の加熱により再放出も容易に起きる。したがって、トリチウムガスの貯蔵・回収材として有効であると思われる。

- (2) 本実験で得られた T_2 の純度は最高75% (HT:25%) 程度であるが、この際の不純物は主として系内の残留水素と T_2 との交換反応により生成する HT である。したがって、系内の残留水素圧を更に下げるにより、さらに高純度の T_2 ガスを得ることができる。

文 献

- 1) for example, C.Boffito, B.Ferrario, P.della Porta and L.Rosai, J. Vac. Sci. Technol., 18 (1981) 1117.
- 2) F.Nakao, Vacuum **25** (1975) 431.
- 3) W.M.Jones, J. Chem. Phys., **16** (1948) 1077.