

# 炭素・タングステン混合堆積膜 の特性評価

大阪大学大学院工学研究科

上田研究室

和田隆明

# 研究背景

- 炭素とタングステンはともに核融合炉の炉壁材の有力な候補
  - ITERの第1期運転のダイバータは場所によって炭素とタングステンを使い分ける
- プラズマ壁相互作用により主にダイバータ材が損耗され、その後燃料の水素同位体と共堆積する
  - ITERでは炭素、タングステンと同時に共堆積する

炭素とタングステン、水素同位体の  
共堆積膜に関する系統的なデータはない

# 研究目的

- 炭素・タングステンと重水素の共堆積膜に関する系統的なデータの取得
  - タングステン含有率(XPS)
  - 炭素の結晶状態(ラマン分光)
  - 炭素とタングステンの結合状態(TDS)
  - 重水素の吸蔵量(TDS)

# 実験方法(1)

- マグネトロンスパッタリング法による成膜

ガス種 : Ar, D<sub>2</sub>

ガス圧 : 20mTorr

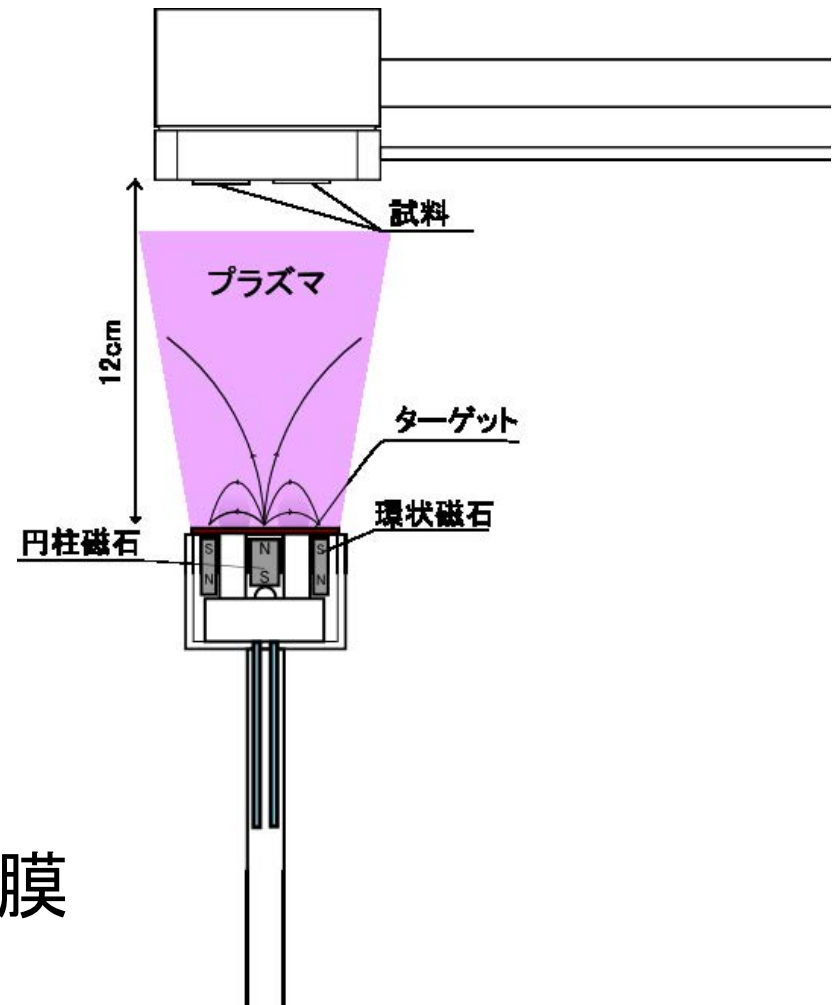
放電電圧 : 400~520V

放電電流 : 200mA

成膜温度 :  $\leq 60^{\circ}\text{C}$

膜厚 :  $\sim 500\text{nm}$

- Cターゲット上にW小板を載せてCと同時にスパッタさせてCとWの混合膜を成膜

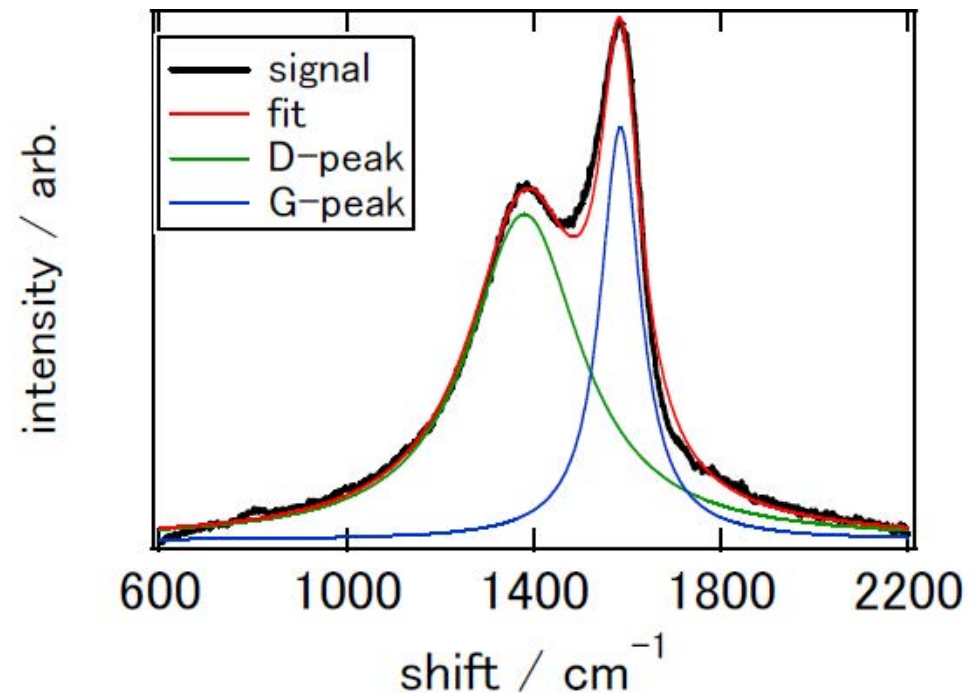


## 実験方法(2)

- 混合膜中のW割合を変化させるために、以下の手法を用いた。
  - 1: W小板の大きさを変える  
⇒ターゲット上での面積が大きくなるため.
  - 2: ArとD<sub>2</sub>の比率を変える  
⇒ArのほうがWのスputタ率が高いため.

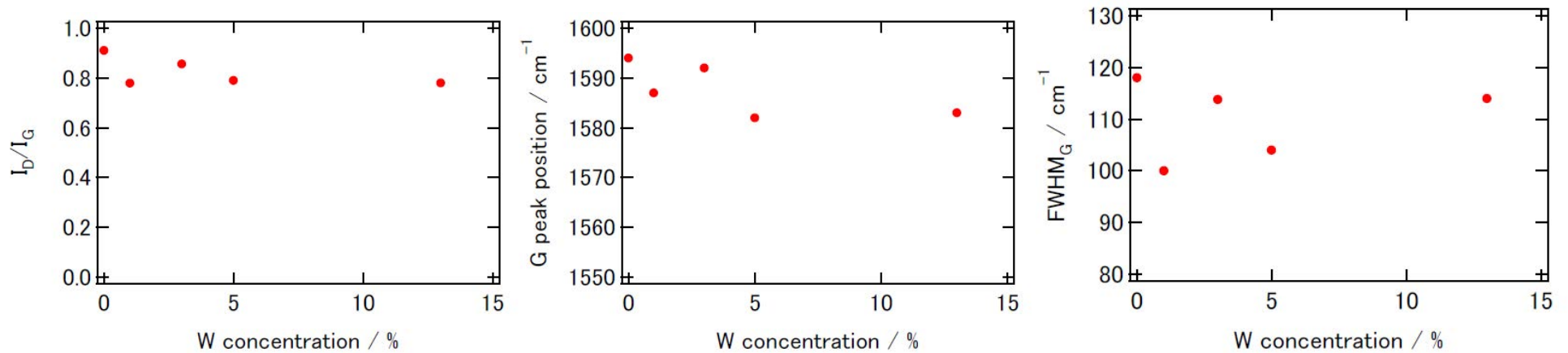
# ラマン分光

- 試料に対してレーザーを入射させ、散乱光の変化から試料の状態を測定する.
- 炭素のラマンスペクトルはGピーク( $1580\text{cm}^{-1}$ )とDピーク( $1360\text{cm}^{-1}$ )という2つのピークを持っており、ピーク強度比やGピーク位置、Gピーク半値幅などがパラメーターとなる.



# ピーク強度比

- ピーク強度比(左), Gピーク位置(中央)はともにsp2の結晶の増加とともに小さくなることから, 膜中Wが増えるとsp2結晶が増加していると考えられる. ただしその割合は小さい.
- Gピーク半値幅(右)はsp2結晶の重なり方がよいと小さくなる. 今回の結果はWの割合に関係なくばらばらの値を取っていることから, Wによる影響はないものと考えられる.



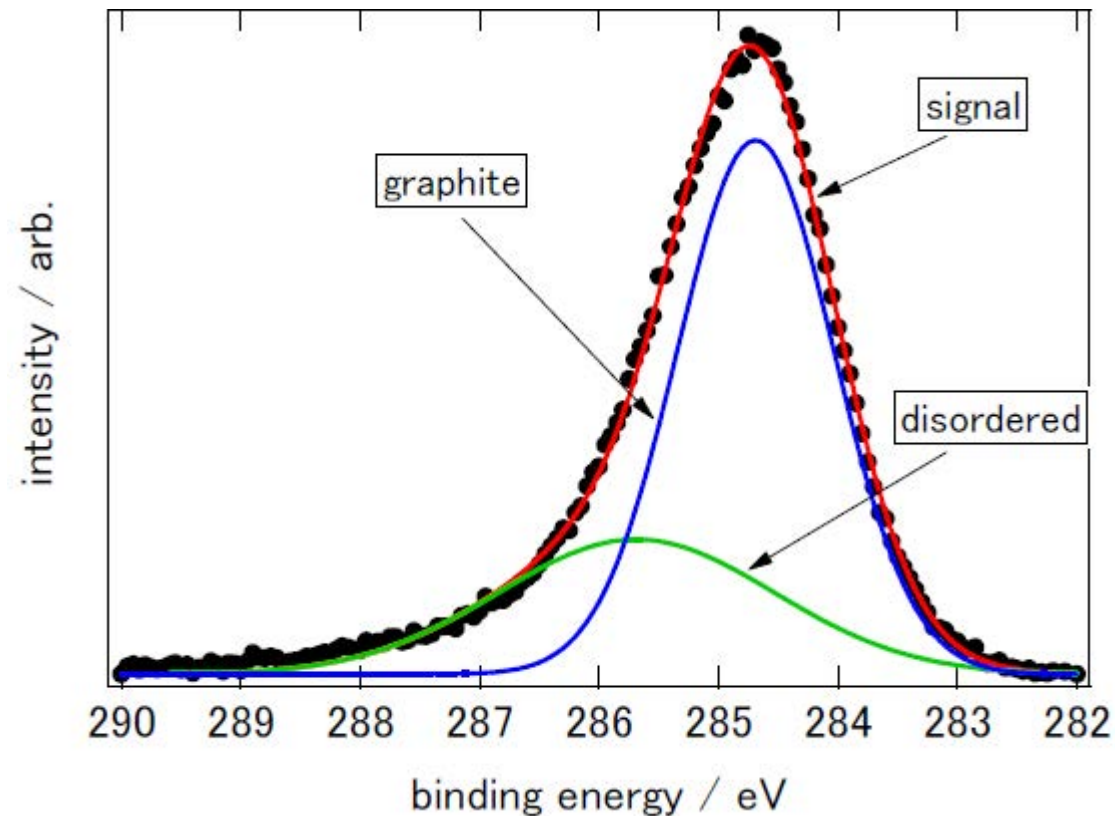
強度比

Gピーク位置

Gピーク半値幅

# XPS

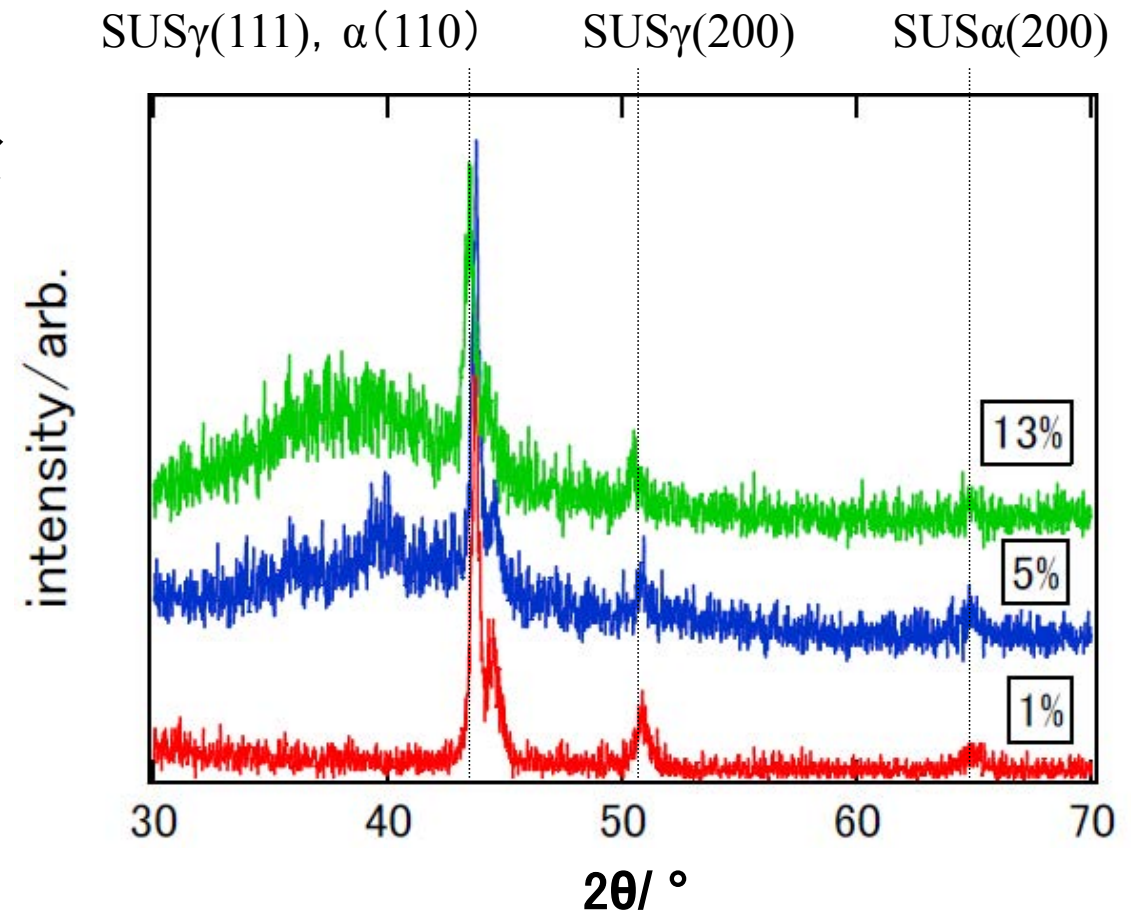
- C/W~90/10の混合膜のC 1s軌道のXPSスペクトルを示す.
- 2つのピークはsp<sup>2</sup>結合, 非晶質に基づくものであり, C-W結合に由来するピークは確認できない.





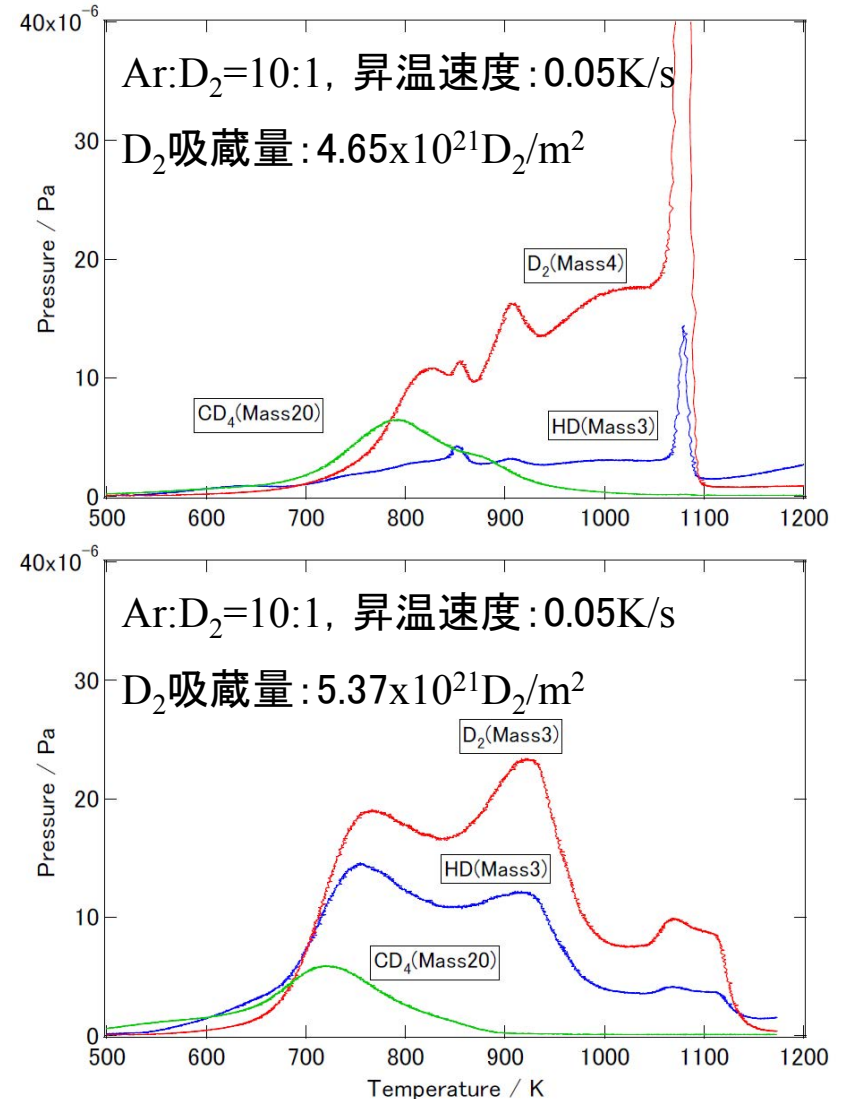
# XRD

- 混合膜のXRDスペクトルを示す.
- W含有量の増加とともに39度付近にブロードなピークが見られる.  $W_2C$ のピーク(002)の可能性はあるが, ブロードな理由はわかっていない.



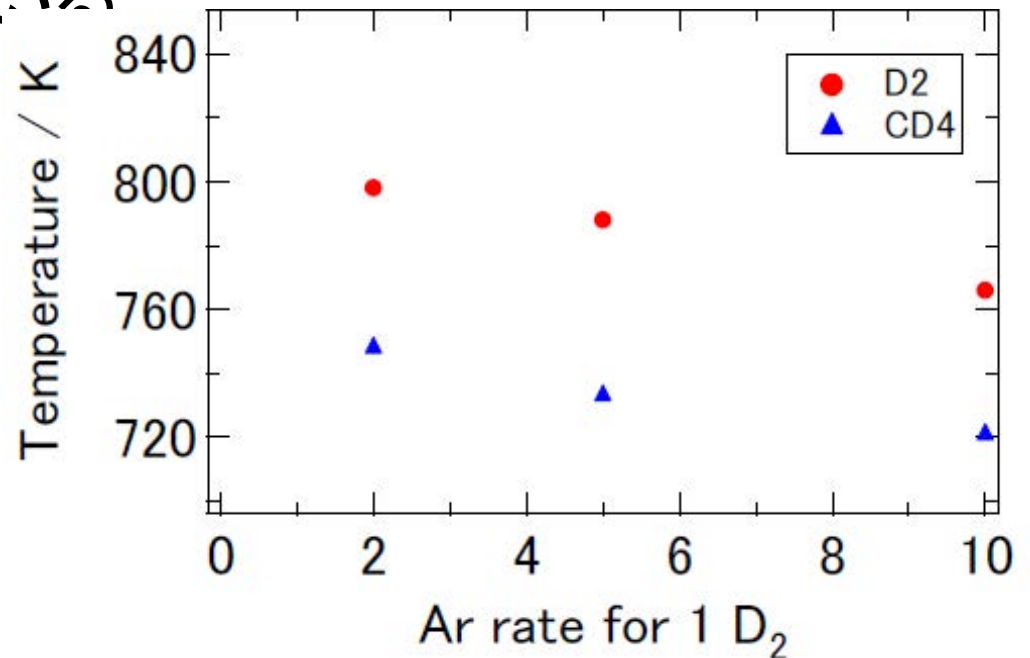
# C単体膜のTDSスペクトル

- C単体膜(上)とC/W~90/10の混合膜(下)のTDSスペクトルを示す.
- 単体膜ではD<sub>2</sub>, HDは多数のピークがあり, 解析が難しい. 一方, CD<sub>4</sub>は790K付近にピークがある.
- 混合膜では770K, 920K, 1070K付近にD<sub>2</sub>, HDのピークが, 720K付近にCD<sub>4</sub>のピークがある. CD<sub>4</sub>のピークは単体膜より低温側へシフトしていることが分かる.



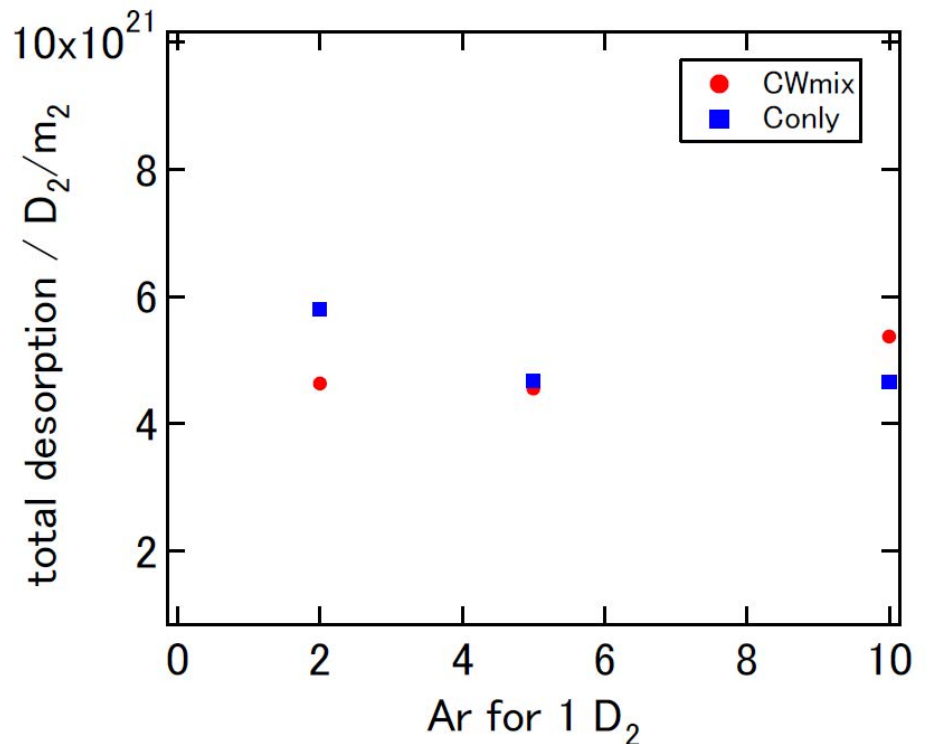
# TDSピーク位置

- 混合膜のD<sub>2</sub>の最初の放出ピークとCD<sub>4</sub>のピーク  
の位置を以下にまとめた.
- とともにAr割合の増加, 即ちWの増加とともに低温  
側へシフトしており, Wが存在することで捕獲エネ  
ルギーが小さくなっている  
可能性がある.



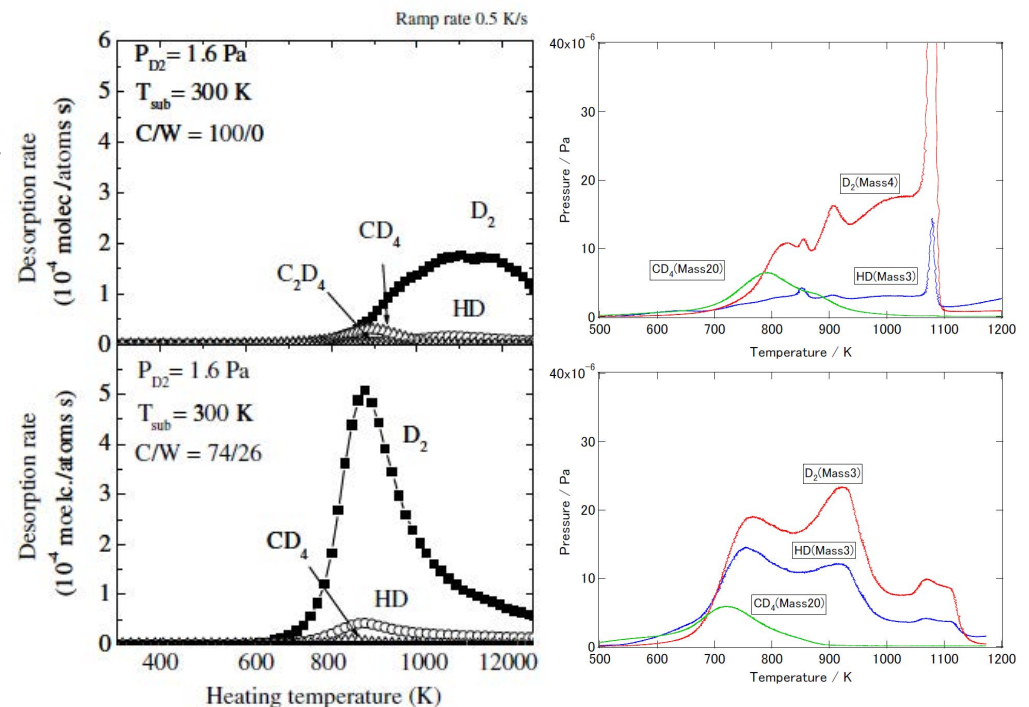
# D<sub>2</sub>放出量

- Arの比率に対するD<sub>2</sub>放出量を以下に示す.
- C単体膜とC/W混合膜では, TDSのスペクトル形状は異なっていたものの, 放出されたD<sub>2</sub>の総量という点では今回測定した温度域では明確な違いは見られなかった.
- また, ArとD<sub>2</sub>の比率に対する依存性も見られなかった.
- 膜中へ吸蔵されるD<sub>2</sub>の量が飽和していた可能性が考えられる.



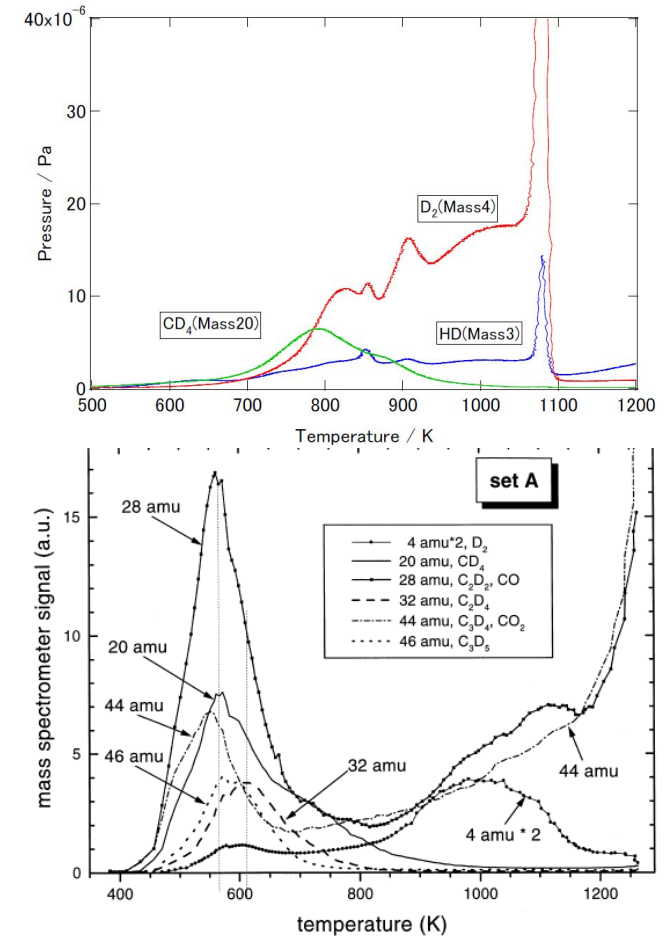
# TDS結果比較

- 吉田氏らによる実験のデータを示す。
  - D<sub>2</sub>中でのアーク放電による電極ダスト
  - ガス圧: 1.6Pa, 基板温度: 300K
- C/W混合膜, 単体膜ともにピークの形が大きく異なる。
  - 単体膜については10倍の速度で加熱しているために低温のピークが見えなくなっている可能性がある。
  - 混合膜はD<sub>2</sub>ピーク位置がこちらの2つめのピークと似ている。こちらの1つめのピークが何に起因するかはわかっていない。



# TDS結果比較

- 丸山氏らによる実験のデータを示す。
  - $\text{CD}_4$ プラズマによるプラズマ蒸着
  - ガス圧: 8Pa, 基板温度: 300K
- 高温でブロードなピークを持つ点はこちらの, あるいは吉田氏の実験結果と似ている. また, それより低い温度にも複数のピークが存在する可能性がある.



# まとめ

- C/W混合堆積膜ではC単体膜より環状構造の割合は増えているが、層構造にはあまり影響がないとみられる。
- CとWの結合に関しては現在までのXPS, XRDによる測定では確認できていない。
- $CD_4$ の放出ピークはC/W混合膜の方が低温側にあったことから混合膜のほうが捕獲エネルギーが小さいと考えられる。
- $D_2$ , HDのスペクトルはピークの数が多く、それぞれが何に起因するものなのか
- 吸蔵量にWの有無やガス比率による明確な差異が見られない原因として、吸蔵量が飽和している可能性が考えられる。今後 $D_2$ 分圧をさらに下げての成膜や測定を考えている。

# 今後の研究

- C-W間の結合が本当に存在しないのか, 手法も含めて再度検討する.
- TDSのD<sub>2</sub>などのスペクトルに存在する複数のピークがそれぞれ何に起因するものなのか明らかにする.
- これまで測定したサンプルではD<sub>2</sub>の蓄積量が飽和している可能性があるため, 成膜時のD<sub>2</sub>の分圧を下げるなどして再び成膜と測定を行う.