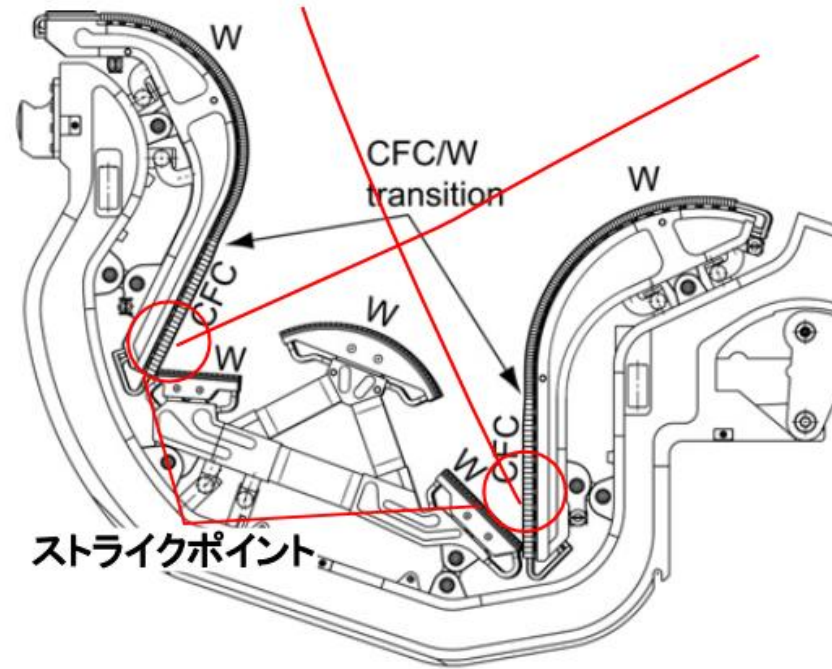


タングステンナノ構造の炭素堆積へ与える影響

大阪大学 大学院工学研究科
濱地 志憲

研究背景(1)

- ITER第一期ではC・W併用ダイバータの使用が予定
- ⇒炭素材の共堆積によるT吸蔵が問題



ダイバータ内でも場所によって条件が大きく違う

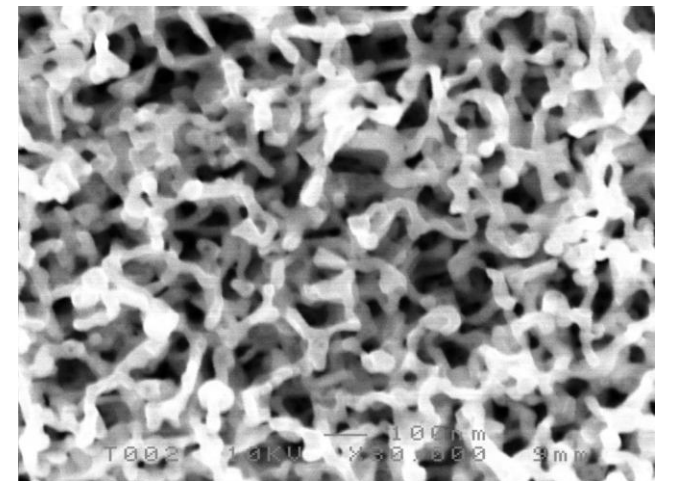
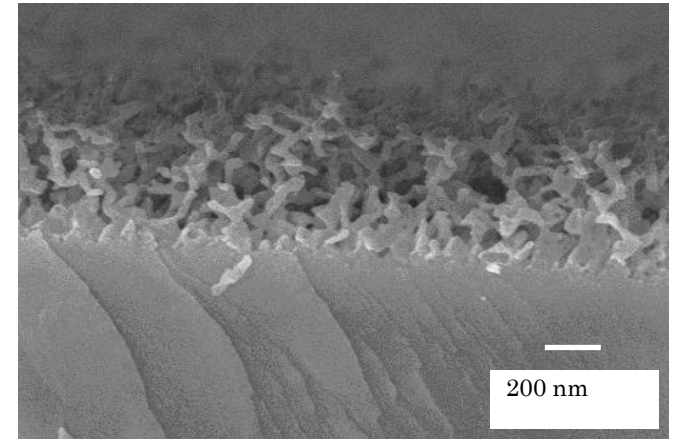
ストライクポイント	低入射エネルギー	高フラックス
支持部など	高入射エネルギー	低フラックス

イオン入射による材料の変質も

様々な条件での検証が必要

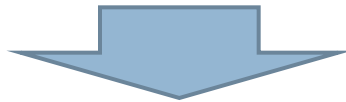
研究背景(2)

- W材料へのHeイオン照射によってfuzzと呼ばれるナノ構造物が形成(温度 >1100 K以上)
- fuzzの形成条件や損耗などに対する知見は増加しつつあるが、fuzzが炭素堆積に与える影響に対する研究は十分なされていない



研究目的

Wナノ構造(fuzz)の炭素堆積に与える影響の調査



- トカマク環境(TEXTOR)、C・D混合イオンビーム照射(HiFIT)、マグネトロンスパッタリング法による炭素堆積の実験を行い、プラズマやビーム中の炭素濃度、入射粒子エネルギー、試料温度などがfuzz上への炭素堆積特性(水素吸蔵量、膜構造)に与える影響を調べる

実験方法概要

fuzz試料作成

NAGDIS-1
(名古屋大学)
ECRプラズマ装置
(大阪大学)

TEXTOR (ドイツ)

リミッターに試料を固定

D₂放電

入射イオンエネルギー :

~500eV(プラズマ中心に近い方が高い)

D・C混合イオンビーム照射

使用装置 HiFIT

炭素割合 1.0~3.0%

入射イオンエネルギー

約150eV

マグネトロンスパッタリング

D₂放電

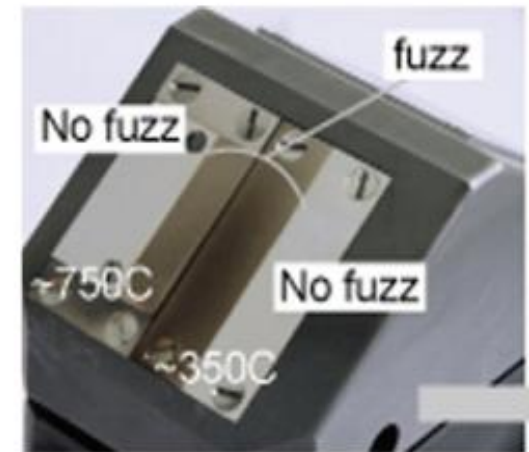
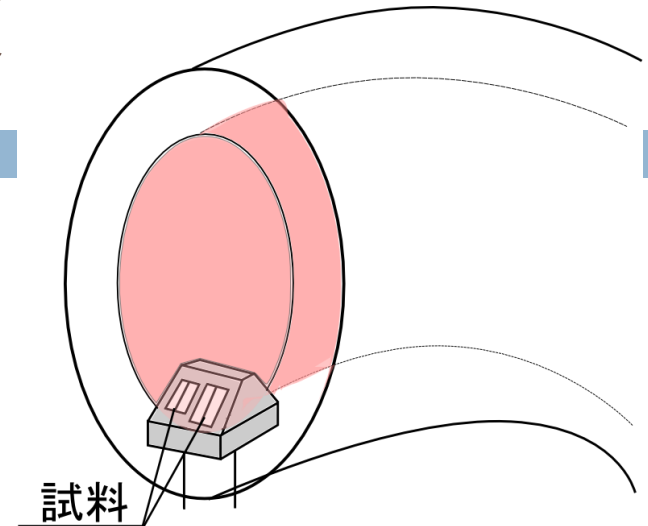
入射炭素は中性粒子が主
炭化水素分子の入射も

FE-SEM表面観察

ラマン分光測定

TEXTOR テストリミター実験

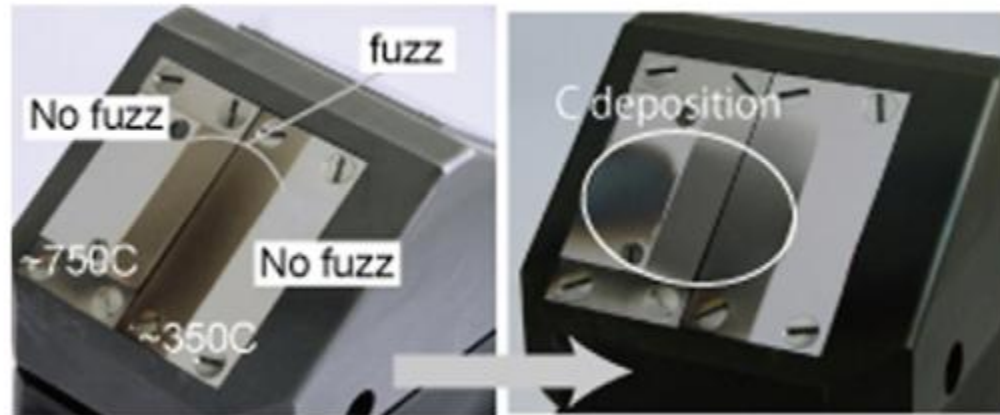
- TEXTORのリミッター(CFC製)上に平板、fuzzWを設置、エッジプラズマに接触
- 放電中の試料温度は350°Cのものと外部加熱により750°Cの二種類
- それぞれfuzz表面、平板表面を持つ
- 試料はNAGDIS-1で作成



試料温度
右 350°C 左 750°C

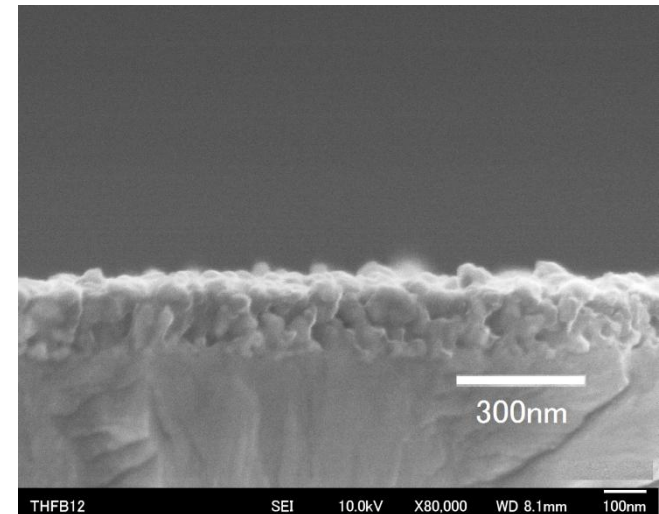
Fuzz上への炭素堆積(TEXTOR)

- 高温、低温ともに平板Wでは堆積層が形成されず、一方fuzzWでは堆積層の形成が確認



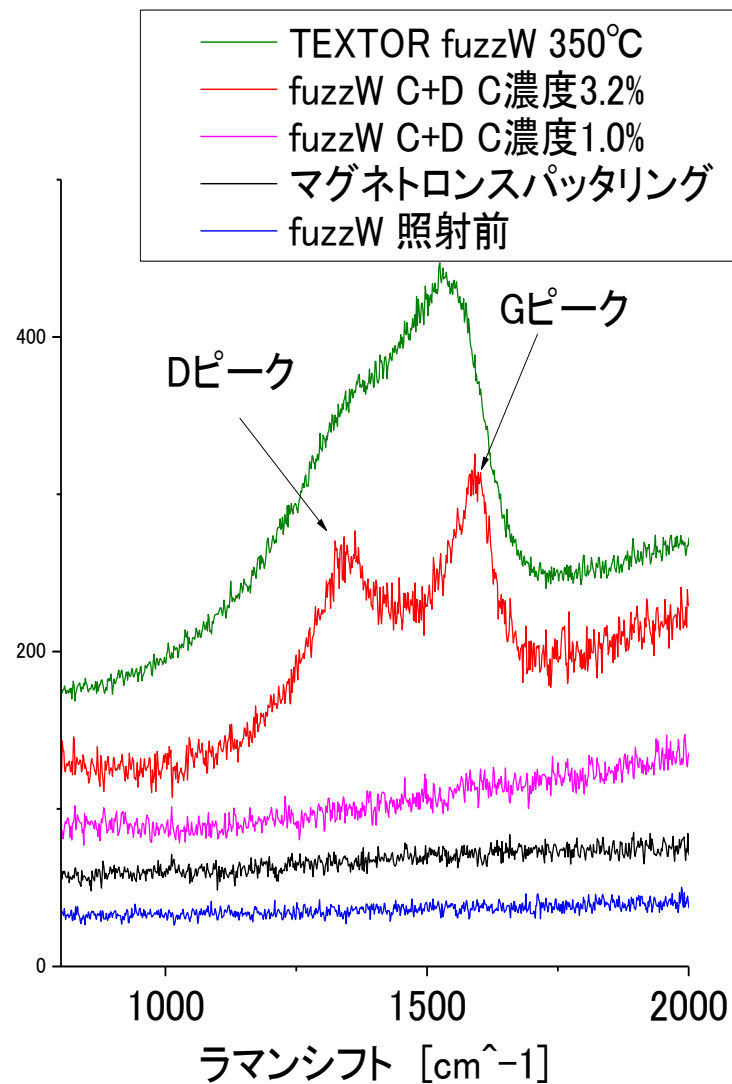
fuzzによって炭素堆積層の形成が促進

Fuzzの大部分が損耗し、その上に炭素堆積層が形成



ラマン分光測定

- 固体試料にレーザーを入射するとエネルギーの一部が格子振動の励起に吸収され周波数シフトが起こる(ラマン散乱)
- GピークのFWHM_G、G、Dピークの強度比 $I(D)/I(G)$ から結晶構造が、フォトルミネッセンス信号(スロープ部)から重水素・炭素の原子数比を見積もることが可能



ラマン分光測定 (TEXTOR試料: 350°C)

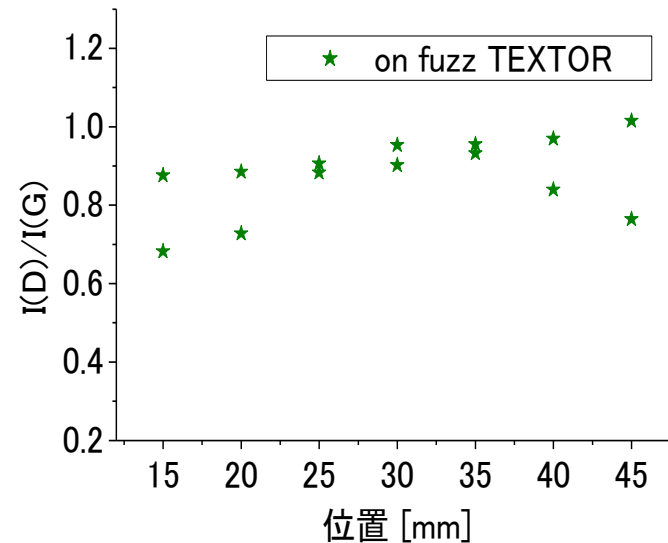
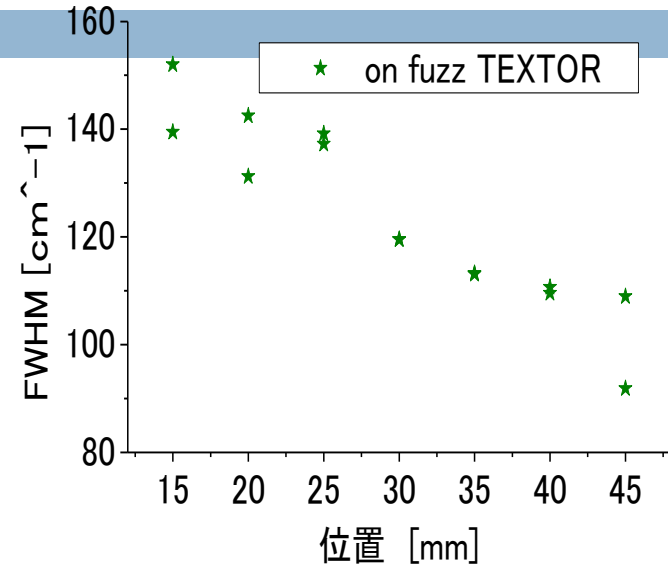
□ FWHM_G

□ プラズマ中心に近い
程 (エネルギー高い)
半値幅が広い

□ イオンエネルギーと
膜構造の関係を示唆

□ I(D)/I(G)

□ 一定値に近い



三次元構造には変化があるが
平面構造は大きく変わらない

HiFIT (イオンビーム照射実験) 概要

□ 定常粒子束イオンビーム照射装置 (HiFIT)

試料はECRプラズマ照射装置で作成

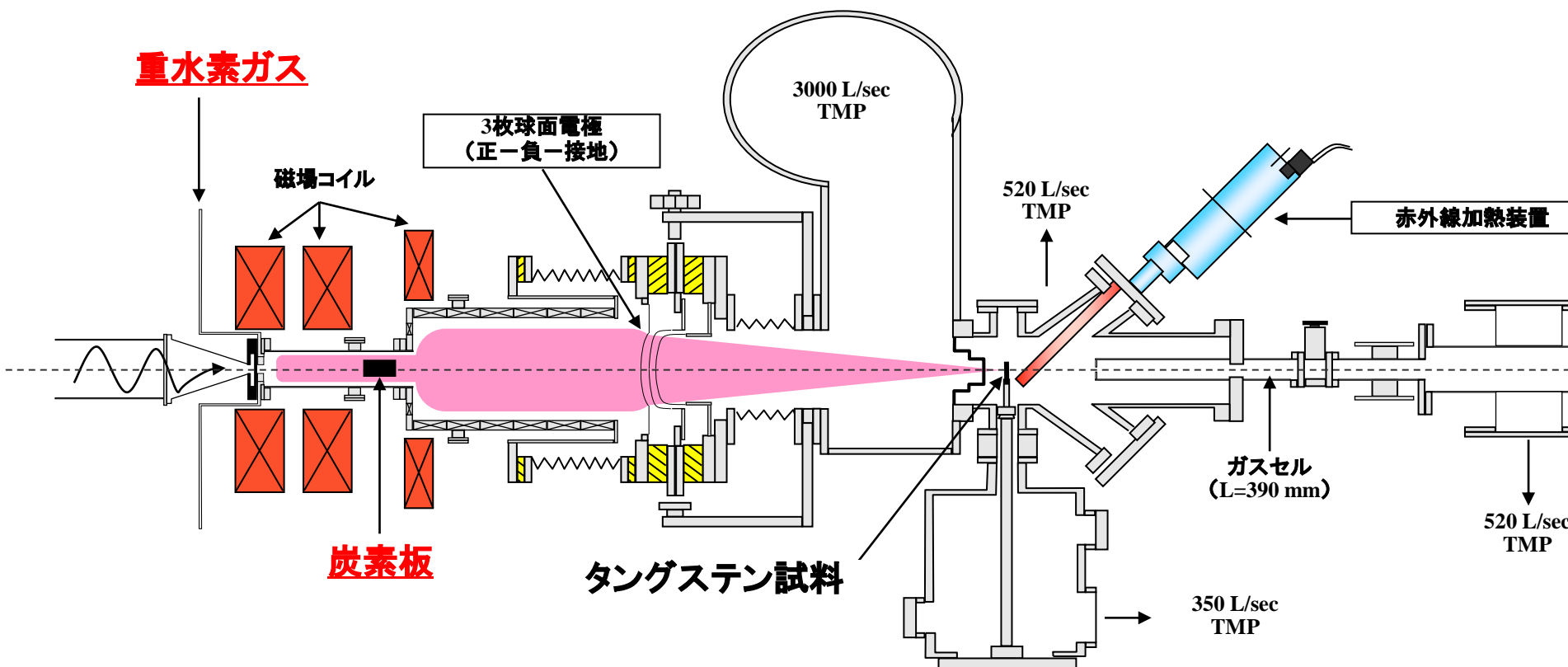
■ 重水素と炭素の同時照射実験

エネルギー: 150eV ($D^+ + C^+ \rightarrow W_{fu}$)

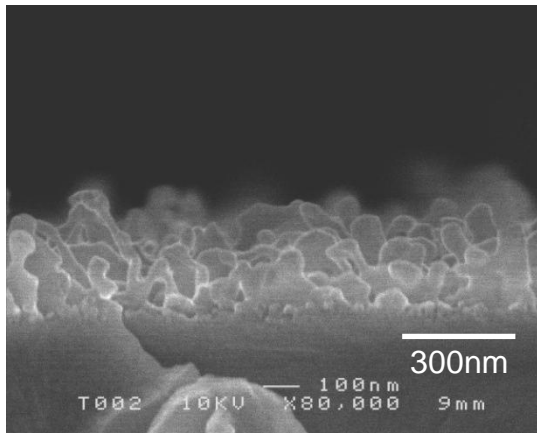
フルエンス : $1.4 \times 10^{24} / m^2$

温度: 200°C、450°C

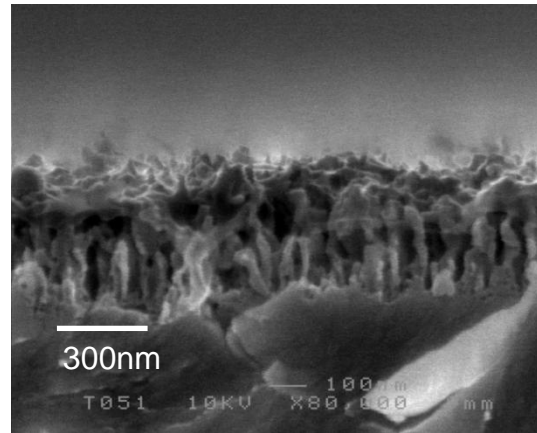
炭素濃度: 1% ~ 3%



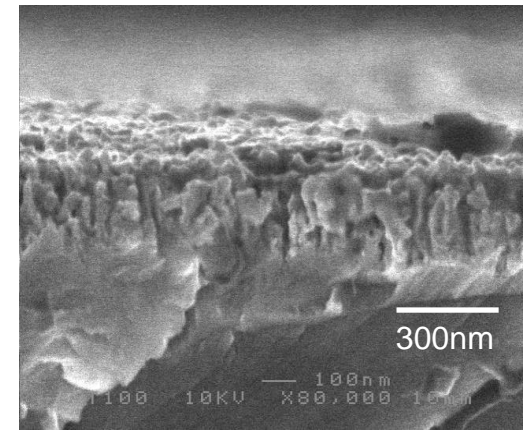
炭素堆積(HiFITイオンビーム実験) (450°C)



炭素濃度:1.0%



炭素濃度:1.8%



炭素濃度:3.2%

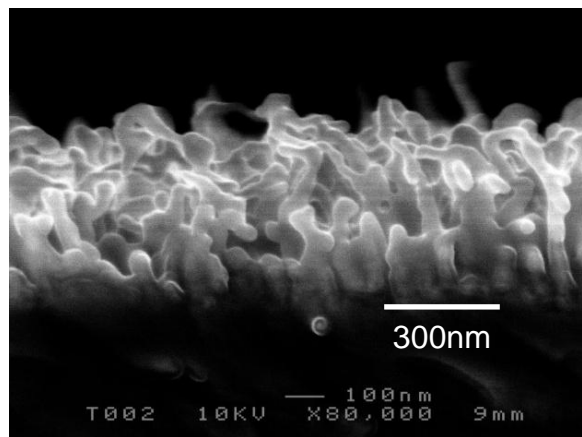
炭素濃度1.0%

fuzzの表面に炭素が堆積している

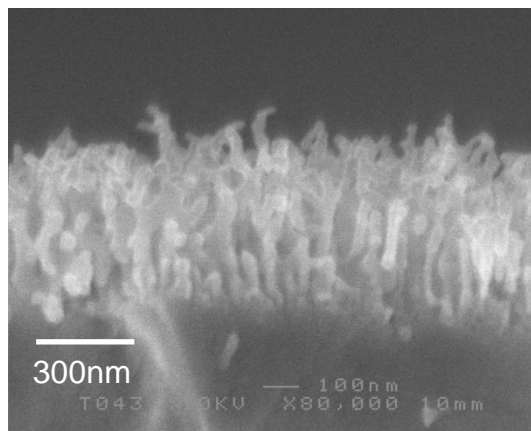
炭素濃度1.8%、3.2%

fuzzの一部が損耗、炭素が上面を覆うように堆積

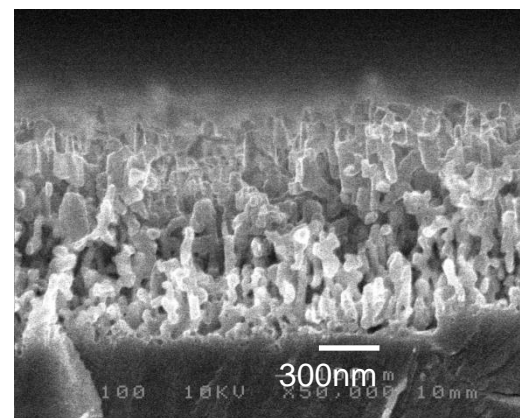
炭素堆積(HiFITイオンビーム実験) (200°C)



炭素濃度:1.0%



炭素濃度:1.5%

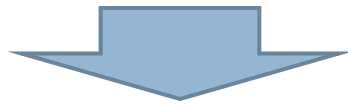


炭素濃度:3.1%

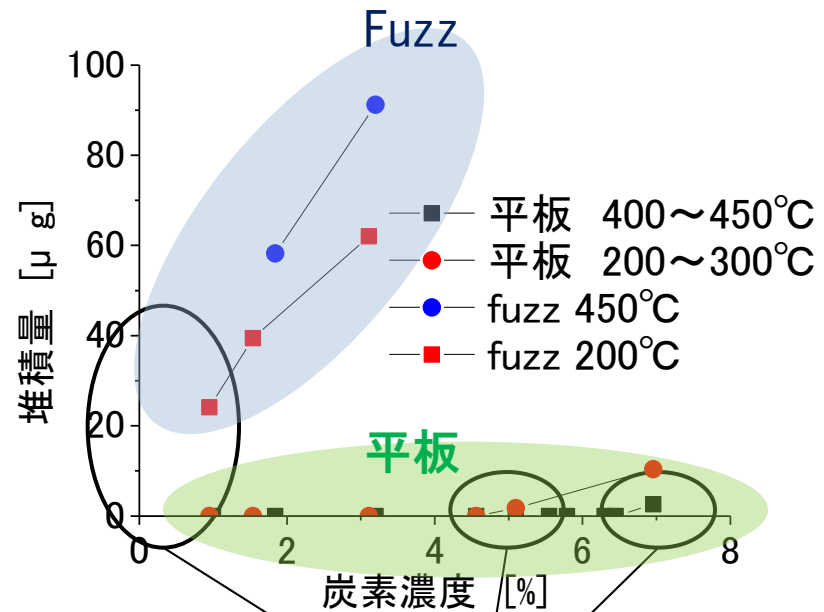
**高濃度(3.1%)の場合でも、450°Cの場合と比較して、炭素堆積層がFuzzを覆うほど成長していない
450°Cに比べfuzzの損耗は少ない**

炭素堆積量と炭素濃度の関係(HiFIT)

- Fuzz上では炭素堆積層の形成の閾値は1.0~1.84%の間にあることがわかる
- これは平板の場合の6%以上という閾値に比べて低い



TEXTOR実験と同様にFUZZ上では炭素堆積層の形成が促進



堆積の閾値

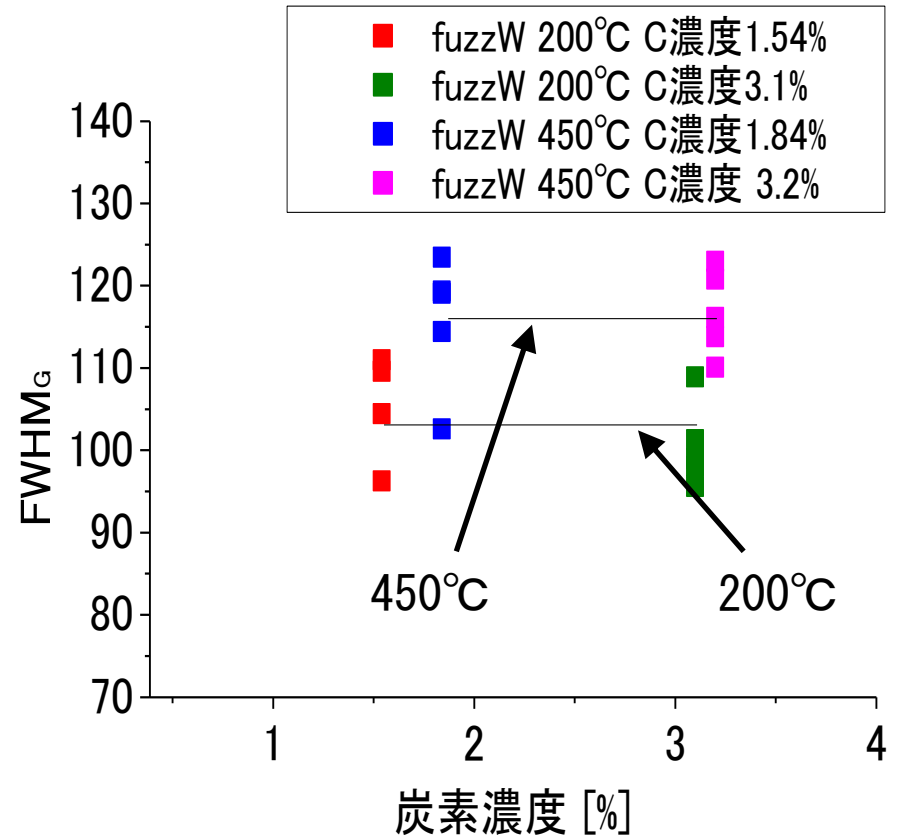
炭素堆積層ラマン分光測定 (HiFIT実験)

- 炭素濃度が変化しても同じ試料温度ではFWHM_Gが一定



結晶の三次元構造は温度に依存

一方でI(D)/I(G)は温度、炭素濃度に単純な相関を示さなかった

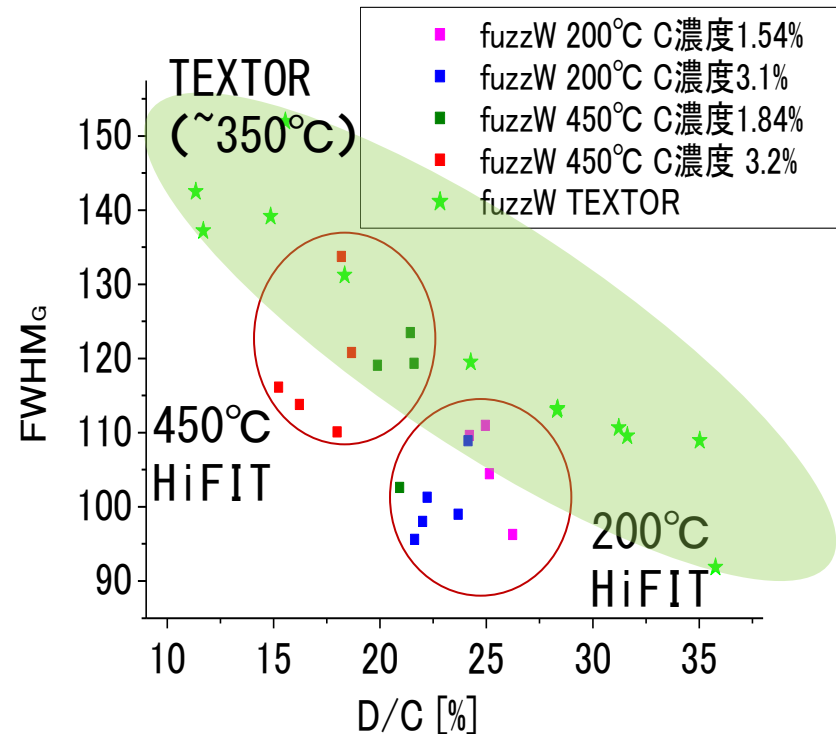


FWHM_Gと重水素吸蔵量(D/C)の関係

- 炭素堆積層のD/C比をCasiraghiらによる次式を用いて算出

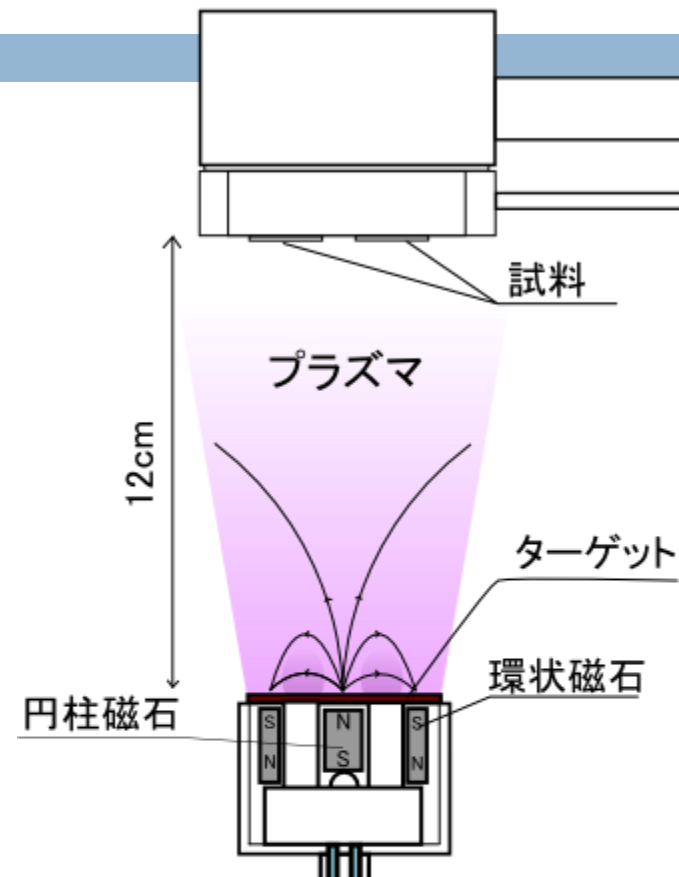
$$H[\text{at. \%}] = 21.7 + 16.6 \log \left\{ \frac{m}{I} (G) \right\}$$

- 200°Cの試料が450°Cの試料と比較してD/Cが高い
- 同一の試料温度では炭素濃度が低いほど重水素吸蔵量が高い
- 重水素吸蔵量の増加とFWHM_Gの減少が対応



マグネトロンスパッタリング成膜実験

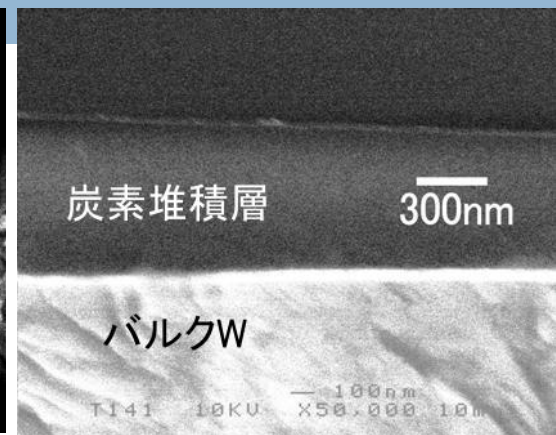
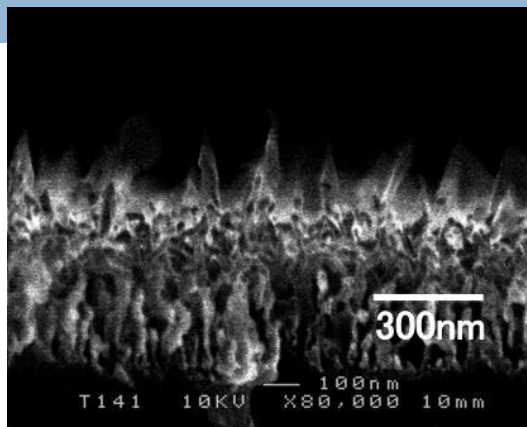
- 永久磁石の磁場でプラズマをターゲット付近に集中させ、スパッタリングされたターゲット粒子を試料表面に堆積させる
- 入射イオンのエネルギーは数eV以下（炭素イオンによるWの物理スパッタリング閾値以下）で、高ガス圧なため入射粒子の中性粒子率が高く、炭化水素分子としての入射も存在
- 実験はD₂雰囲気、Ar雰囲気（それぞれ60mTorr）で行った。



放電電圧 ~300V
放電電流 200mA
直流放電

炭素堆積(マグネトロンスパッタリング)

- 平板W上には600nm程度の堆積層が見られたが、fuzzW上には明確に堆積が見られなかった



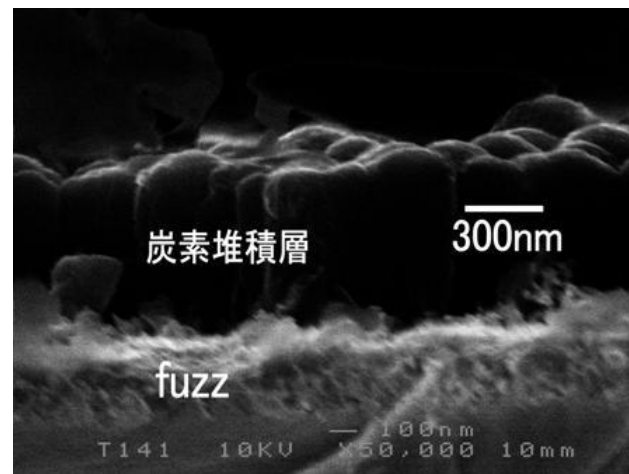
- Arプラズマでの実験では平板と同等の炭素堆積が見られた



Fuzz上では化学損耗が促進
炭素堆積層の形成が阻害

D2 放電実験 左fuzzW

右flatW



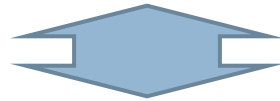
Ar放電実験

結果 (1)

- 試料温度が高いほど炭素堆積層への重水素吸蔵量が少ない(HiFIT, TEXTOR)
- プラズマ中心から離れるにつれて、 FWHM_G は減少(TEXTOR)→入射エネルギーの減少に伴い FWHM_G が増加
- 試料温度が同じであれば、炭素濃度が低いほど重水素吸蔵量は多い(HiFIT)
- FWHM_G の減少と重水素吸蔵量の増加が対応(HiFIT、TEXTOR)

結果 (2)

- TEXTOR, イオンビーム照射実験ではそれぞれfuzzによる炭素堆積の促進が確認された



- マグネトロンスパッタリング実験ではfuzzによる炭素堆積の阻害が確認された

入射炭素のエネルギー、状態(イオンor中性粒子)、試料温度の違いが影響

Fuzzによる炭素堆積の阻害には化学損耗が影響



ありがとうございました