

2011年3月7日

第14回若手科学者によるプラズマ研究会

炭素・酸素含有ボロン膜中における
水素同位体滞留挙動に
及ぼす不純物効果

静岡大・理・放射研
奥野大矢研究室
修士1年 松岡 和志

背景

プラズマの定常的運転実現

- 壁材である金属等の高Z粒子
- 第一壁や真空容器中に存在する不純物



プラズマへの
混入を低減



第一壁コンディショニング材としてホウ素の使用
(ボロニゼーション)

ホウ素の特性

低Z材, 高融点, 不純物捕捉能

背景

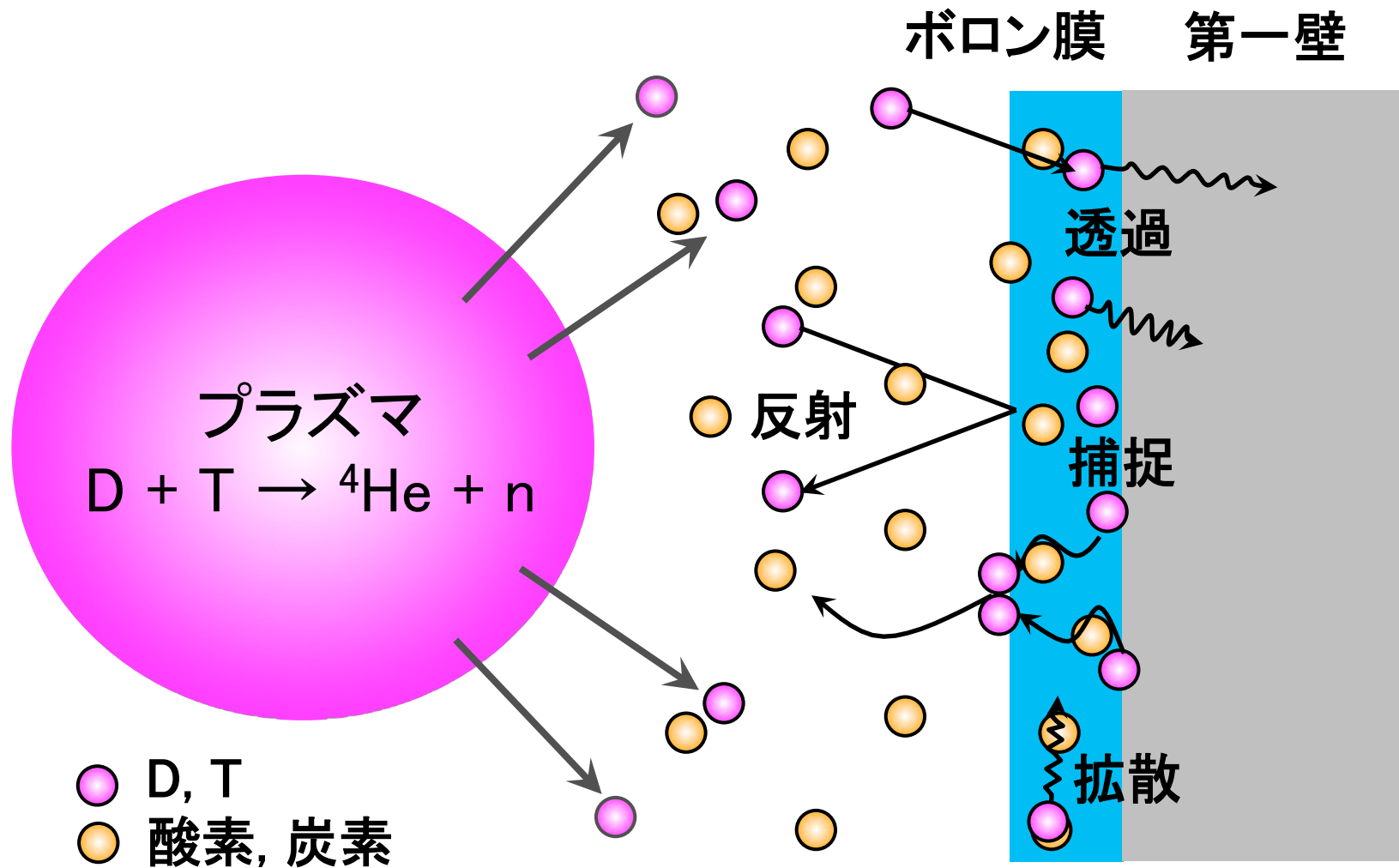


図 ボロニゼーションの概略図

本研究の流れ

ボロン膜中における 水素同位体滞留挙動に及ぼす不純物効果の解明

高純度ボロン膜

ボロンによる水素同位体の捕捉

炭素含有ボロン膜

- 炭素による水素同位体の捕捉
- 炭素濃度変化による膜の化学状態変化

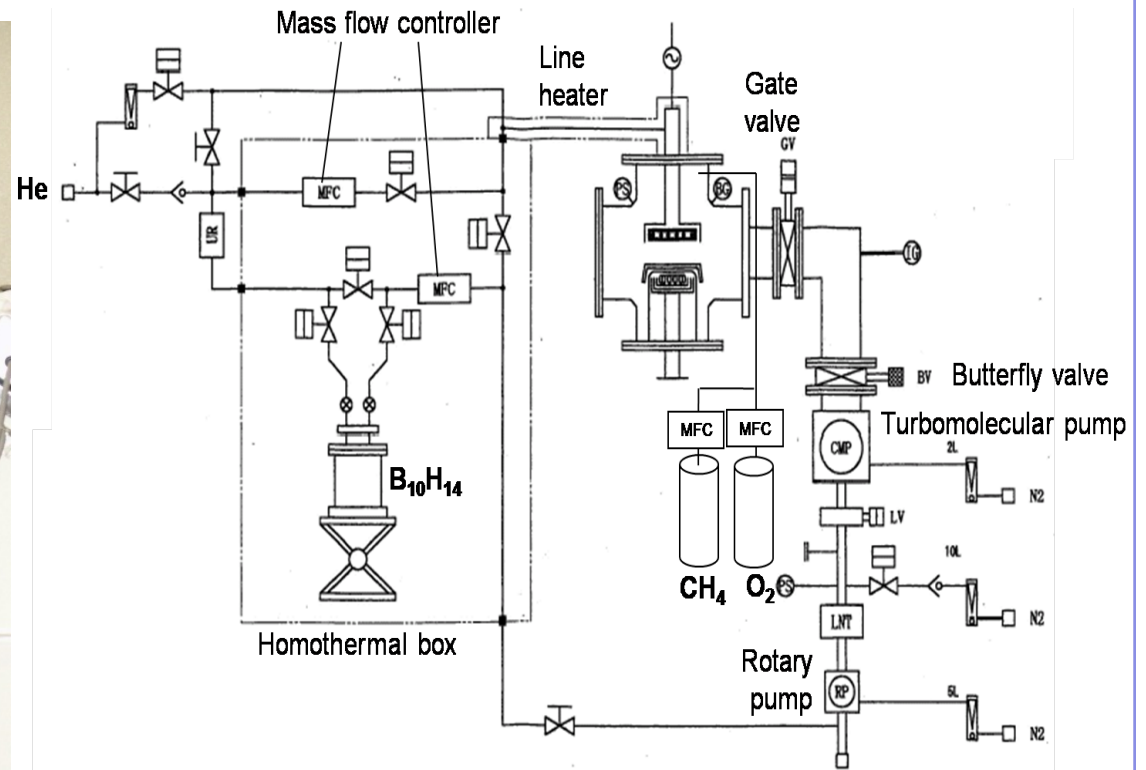
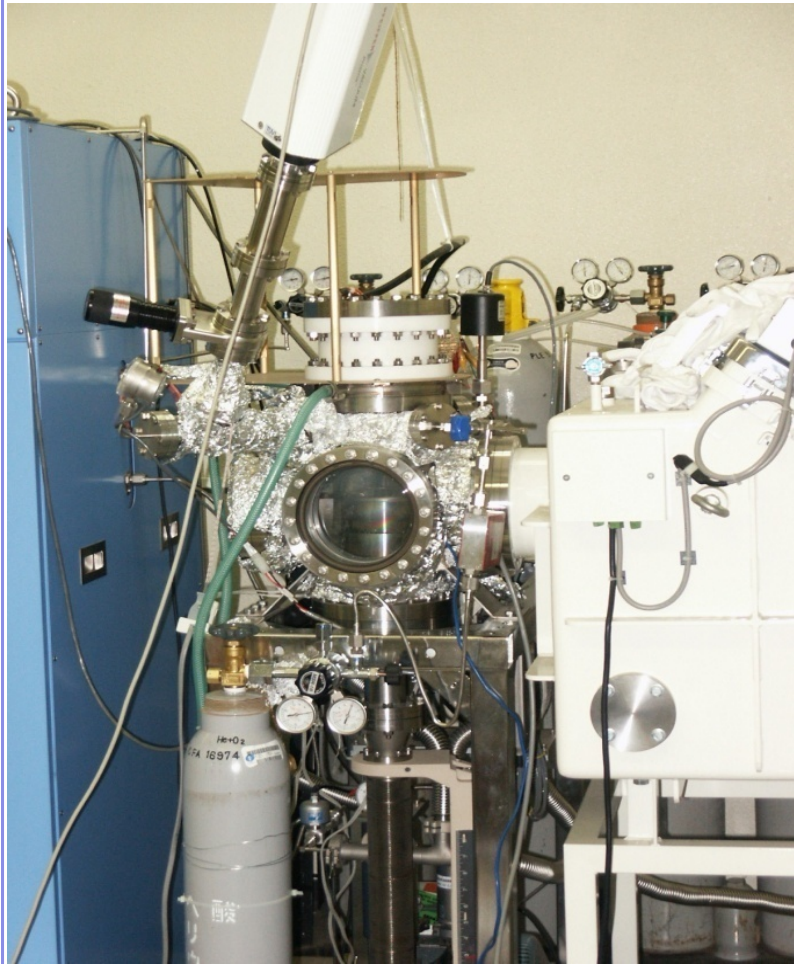
酸素含有ボロン膜

- 酸素による水素同位体の捕捉
- 酸素濃度変化による膜の化学状態変化

実機環境

炭素・酸素含有ボロン膜

ボロン膜の調製に用いたP-CVD装置



ガス種： B₁₀H₁₄, He, O₂, CH₄

図 P-CVD装置および概略図

各実験のフローチャート

P-CVDによる
試料成膜

蒸着基板: Si
・基板温度: 673 K ・圧力: 25.0 Pa

加熱処理

加熱温度: 1173 K
加熱時間: 10 min

XPS測定

X線源: Mg – K α 1253.6 eV

D₂⁺ 照射

照射エネルギー: 1.0 keV
イオンフラックス: 1.0×10^{18} D⁺ m⁻² s⁻¹
イオンフルエンス: 1.0×10^{22} D⁺ m⁻²
照射温度: R.T.

XPS測定

TDS測定

昇温速度: 0.5 K s⁻¹
昇温領域: R.T.–1173 K

結果 ～高純度ボロン膜～

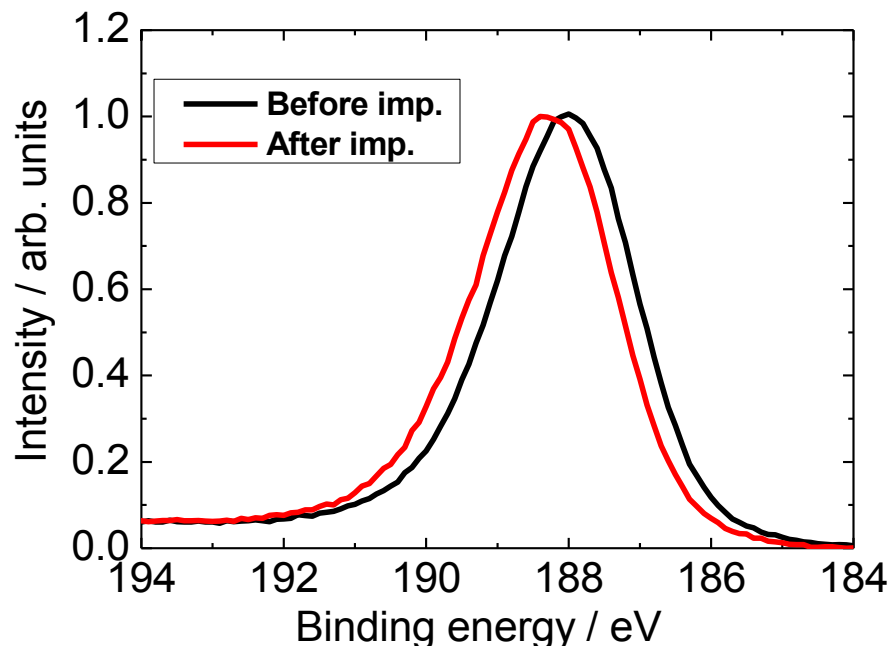


図 1.0 keV D_2^+ 照射前後の高純度ボロン膜におけるB-1s XPSスペクトル

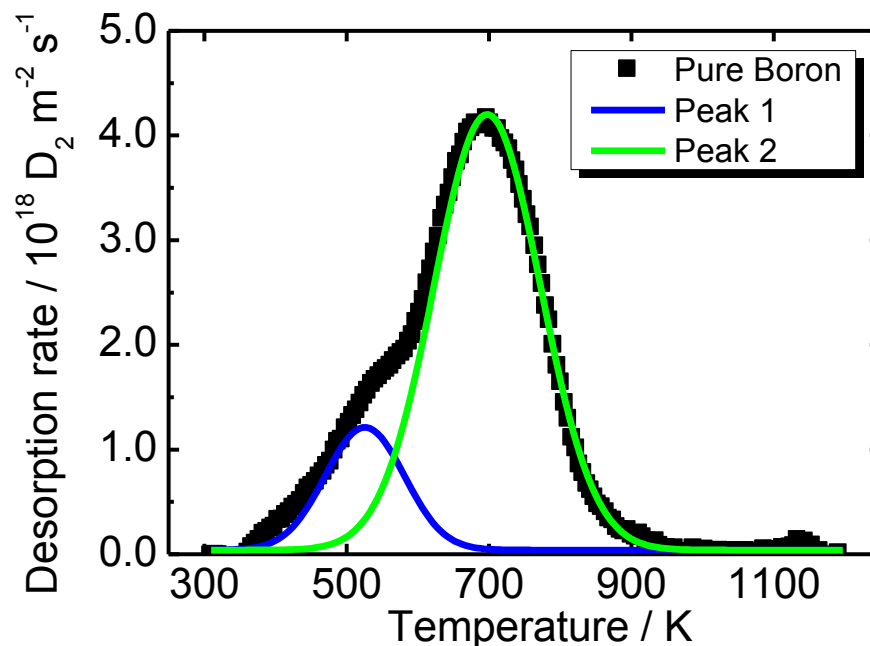


図 1.0 keV D_2^+ 照射した高純度ボロン膜の D_2 TDSスペクトル

TDS … 500 Kおよび700 Kに重水素放出ピーク
 XPS … 187.8 eVにB-B結合に起因するピーク [1]
 照射によりピークは高エネルギー側にシフト

ボロンと重水素の結合を示唆

Peak 1 : B-D-B結合 [2]

Peak 2 : B-D結合 [2]

[1] H. Kodama, et al., *J. Nucl. Mater.*, **337-339**, (2005) 649-653.

[2] A. Annen, et al., *Thin Sol. Fil.*, **300**, (1997) 101-106.

結果 ～炭素含有ボロン膜の化学状態評価～

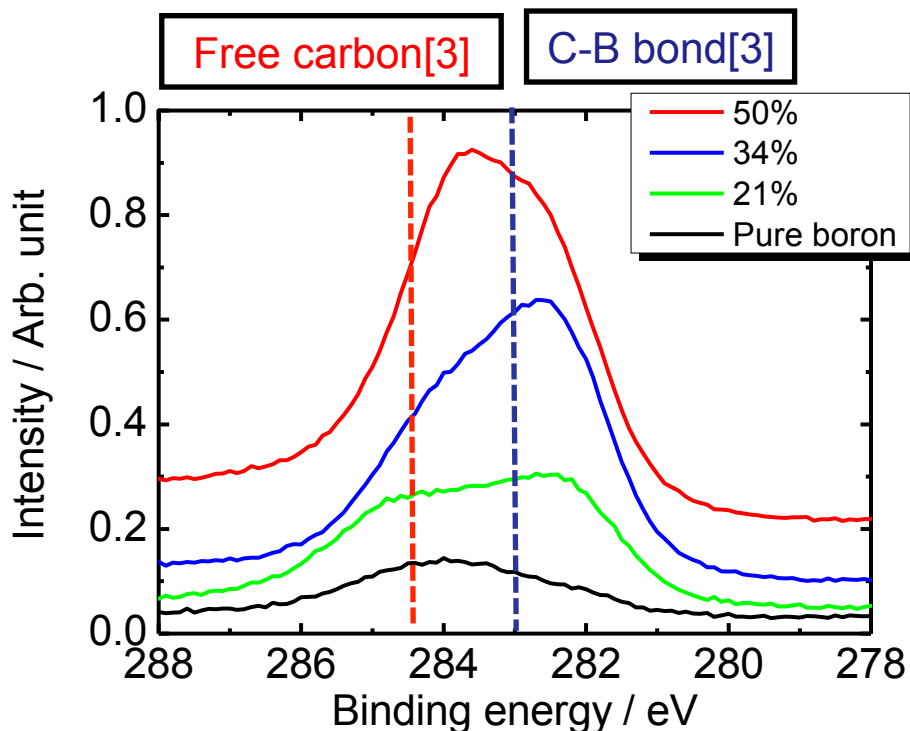


図 炭素含有ボロン膜における
C-1s XPSスペクトル

284.5 eV → Free carbon^[3]

283.0 eV → C-B bond^[3]

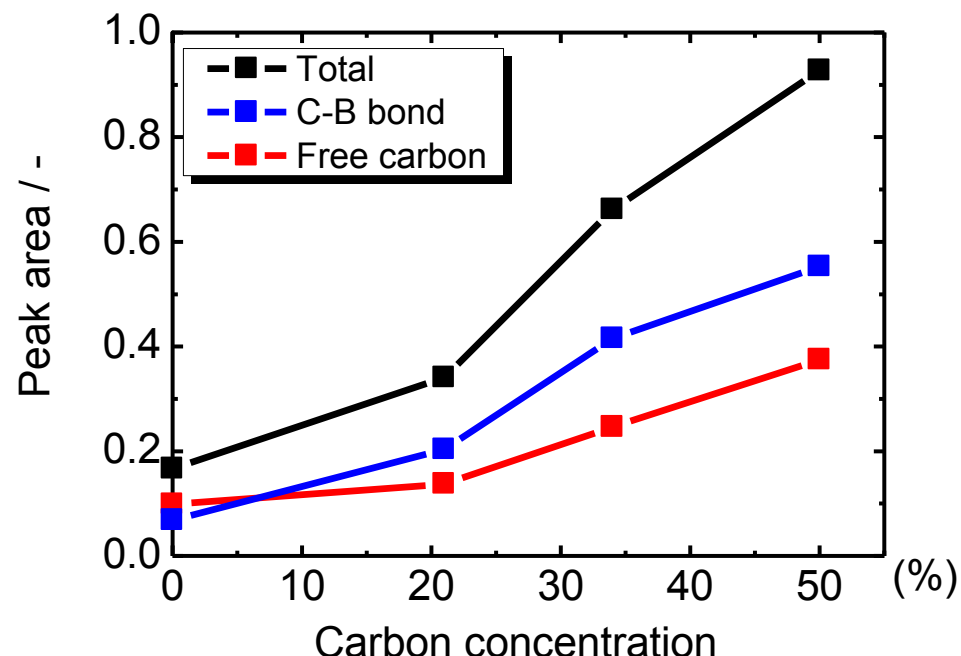


図 C-1s XPSスペクトル解析結果

ボロン膜中の炭素化学状態

- 主にC-B bond
- 炭素濃度増加に伴い
C-B、Free Cは同様に増加

結果 ～酸素含有ボロン膜の化学状態評価～

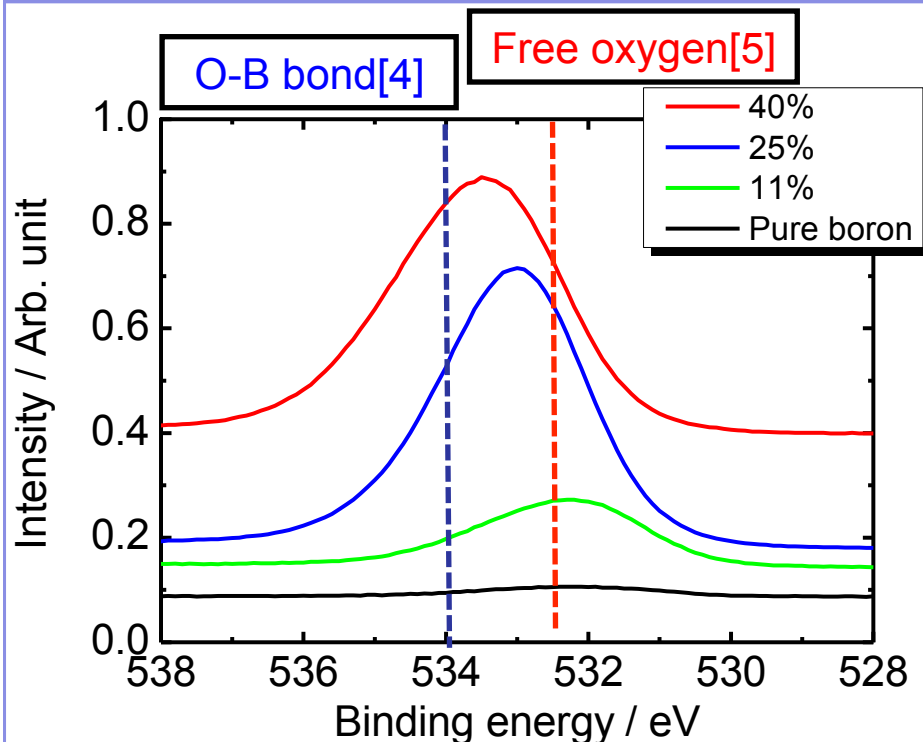


図 酸素含有ボロン膜における O-1s XPSスペクトル

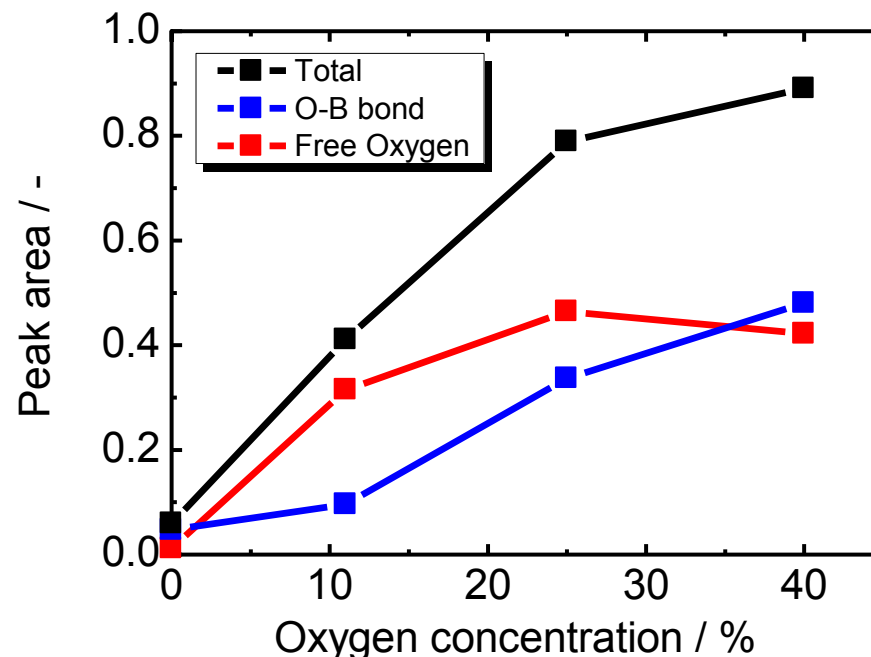


図 O-1s XPSスペクトル解析結果

ボロン膜中の酸素化学状態

532.5 eV → Free oxygen^[4]
534.0 eV → O-B bond^[5]

- 主にFree O
- Free Oは低濃度で飽和傾向
- 酸素濃度増加に伴いO-B bondの増加

結果 ～不純物含有ボロン膜中の重水素滞留量～

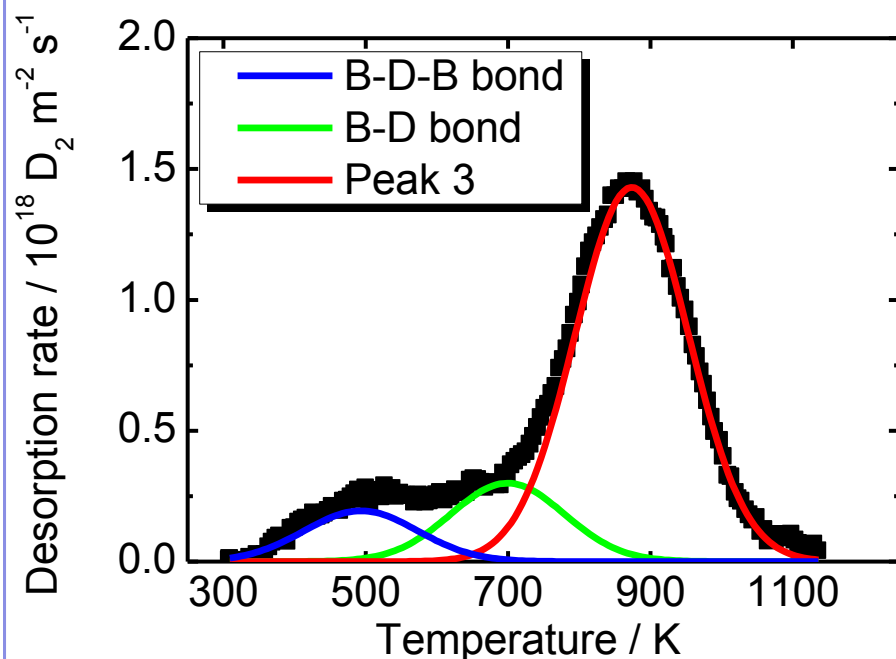


図 炭素36%含有ボロン膜における D_2 TDS スペクトル

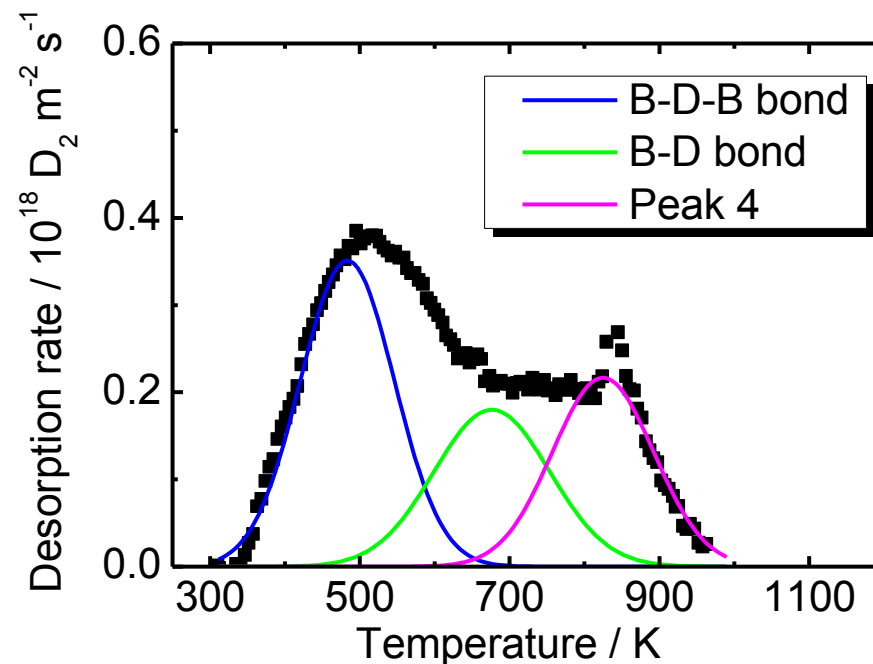


図 酸素25%含有ボロン膜における D_2 TDS スペクトル

高純度ボロン膜では
見られなかったPeak 3, 4の出現



ボロン膜中の**不純物に捕捉**
された重水素の放出と示唆

結果 ～不純物含有ボロン膜中の重水素滞留量～

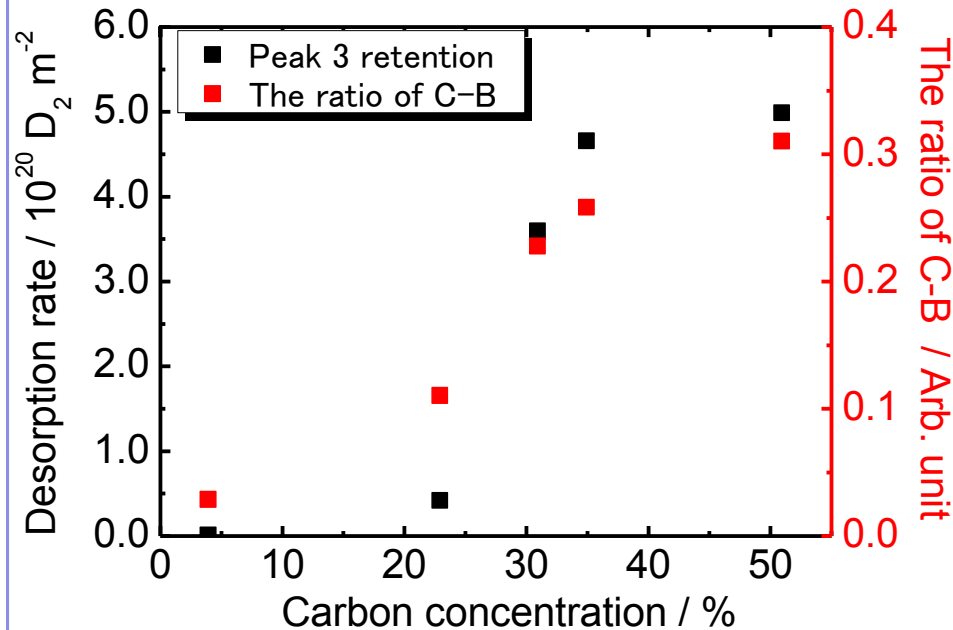


図 炭素含有ボロン膜におけるPeak 3の重水素滞留量とC-Bピーク面積

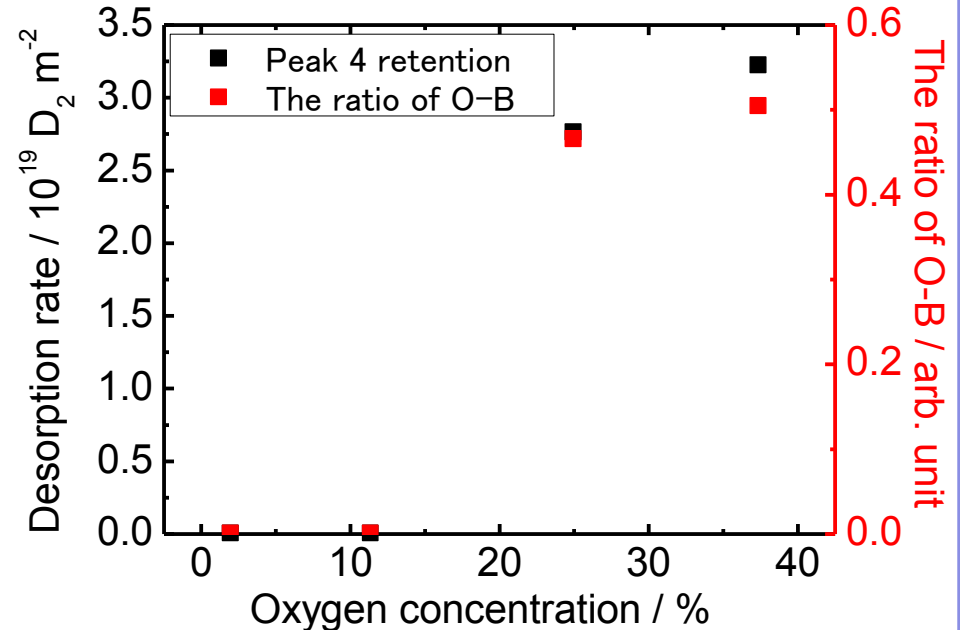


図 酸素含有ボロン膜におけるPeak 4の重水素滞留量とO-Bピーク面積

Peak 3, 4による滞留量

相関性

C-B, O-B bond量

Peak1 (500 K) : B-D-B
 Peak2 (700 K) : B-D
 Peak3 (900 K) : B-C-D
 Peak4 (850 K) : B-O-D

結果 ～不純物含有ボロン膜中の重水素滞留量～

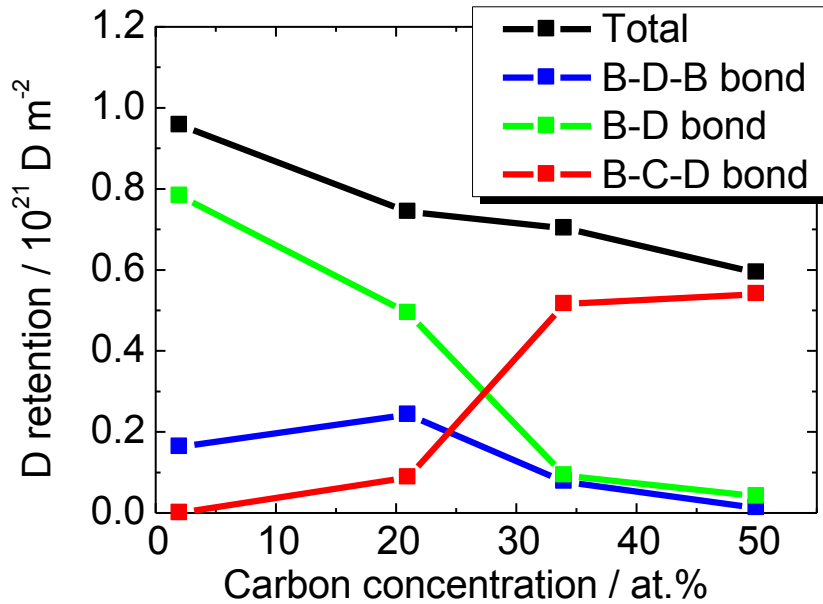


図 炭素含有ボロン膜における D₂ TDS スペクトル解析結果

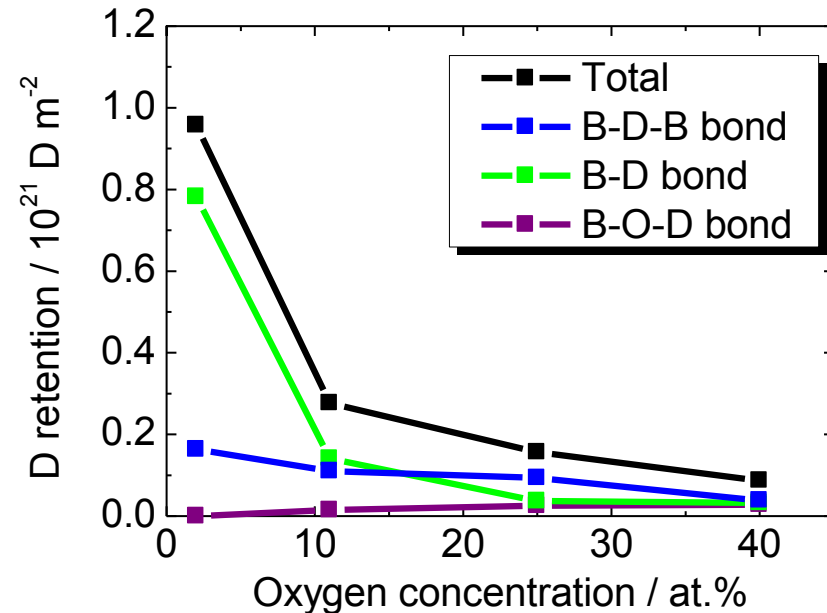


図 酸素含有ボロン膜における D₂ TDS スペクトル解析結果

- 不純物濃度増加に伴い不純物による水素同位体の滞留量は増加
- 不純物濃度増加に伴い全滞留量は減少

照射された重水素が膜中の Free carbon や Free oxygen と結合し CD_x または D₂O を形成し放出

結果 ～炭素・酸素含有ボロン膜中の重水素滞留量～

炭素・酸素20%含有したボロン膜

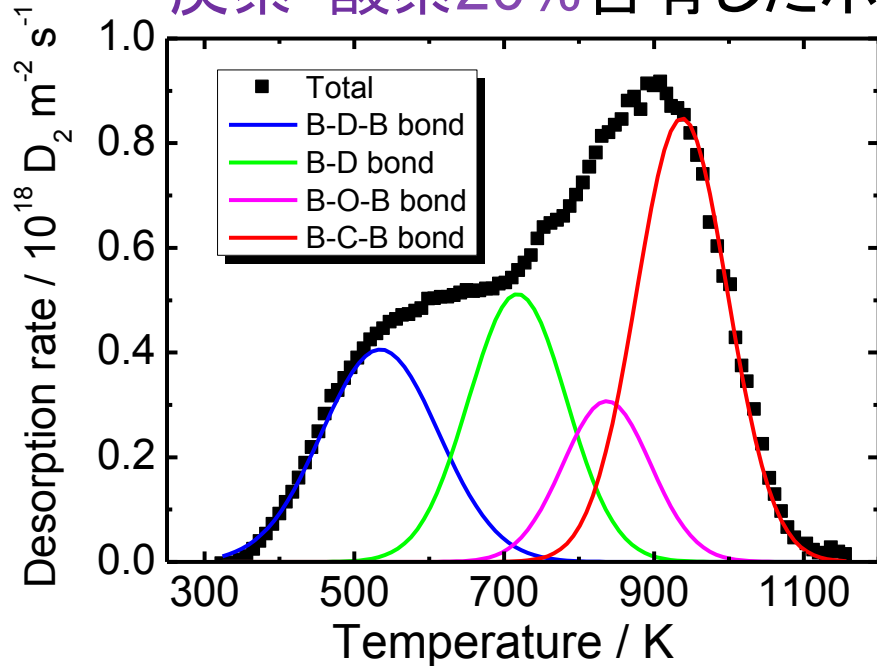


図 炭素・酸素含有ボロン膜における D_2 TDSスペクトル

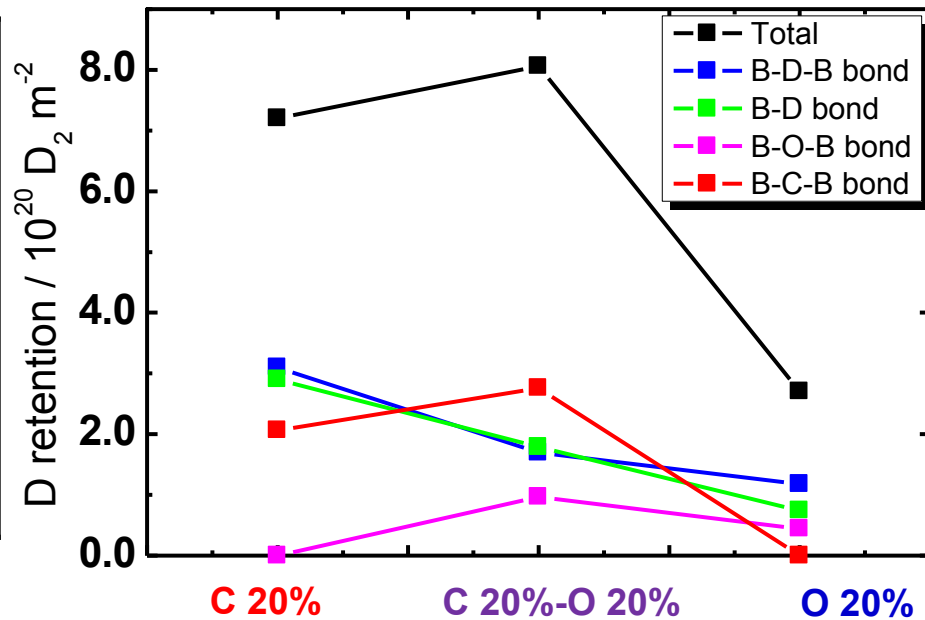


図 各種ボロン膜における重水素滞留量比較

B-C-Dおよび**B-O-D**の滞留量が
炭素・酸素含有ボロン膜において**増加**

B-D-Bおよび**B-D**の滞留量は
酸素含有ボロン膜よりも炭素・酸素含有ボロン膜において**増加**

結果 ～炭素・酸素含有ボロン膜中の重水素滞留量～

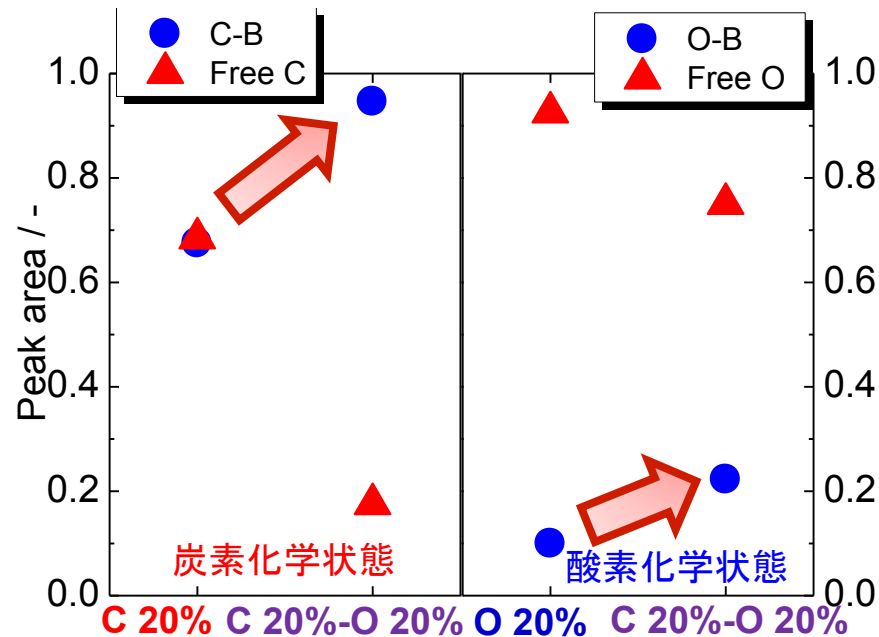


図 各種ボロン膜における不純物化学状態比較

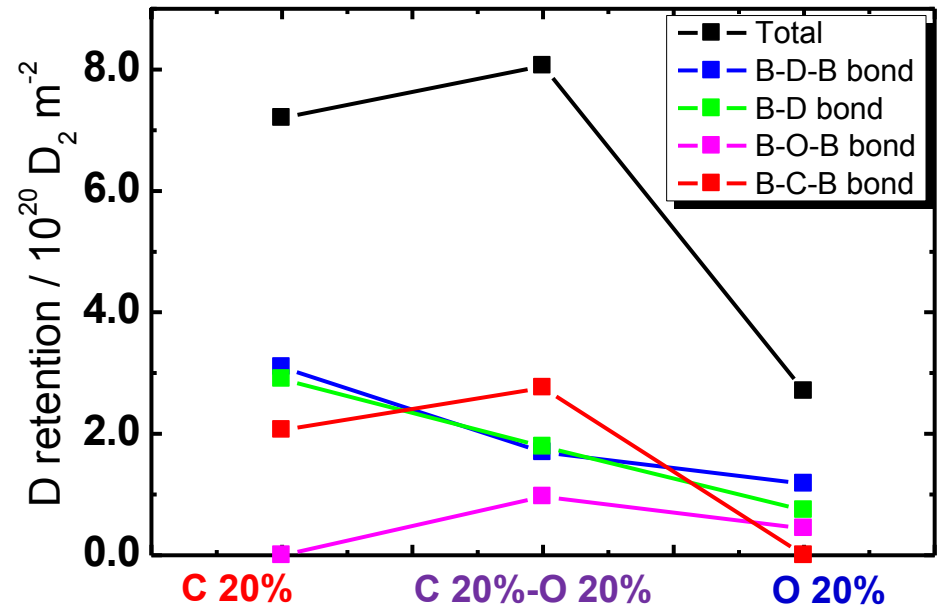


図 各種ボロン膜における重水素滞留量比較

**C-B結合、O-B結合の増加が
B-C-D、B-O-D による重水素滞留量の増加に影響**

**Free oxygenの減少が
B-D-B、B-D による重水素の滞留量の増加に影響**

結果 ～炭素・酸素含有ボロン膜中の重水素滞留量～

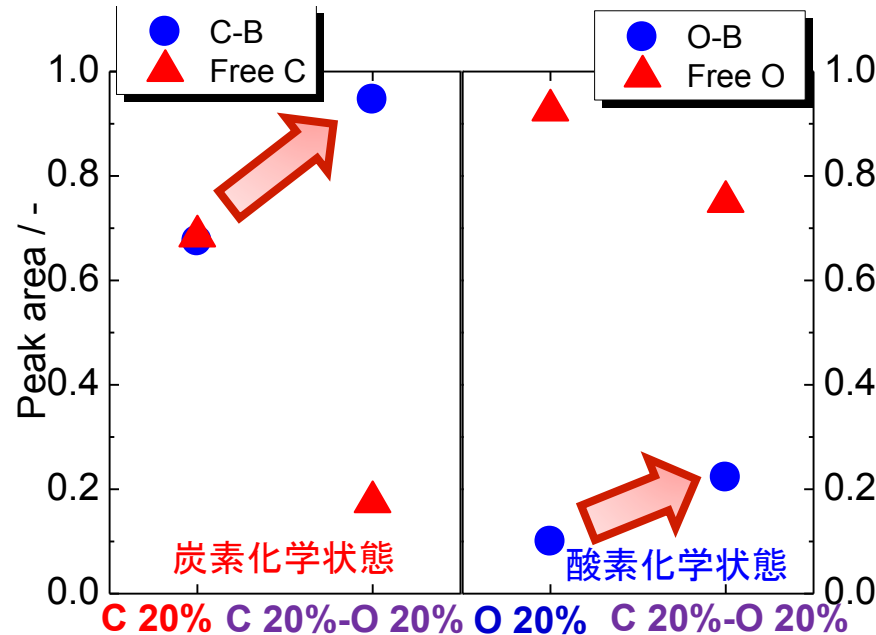


図 各種ボロン膜における不純物化学状態比較

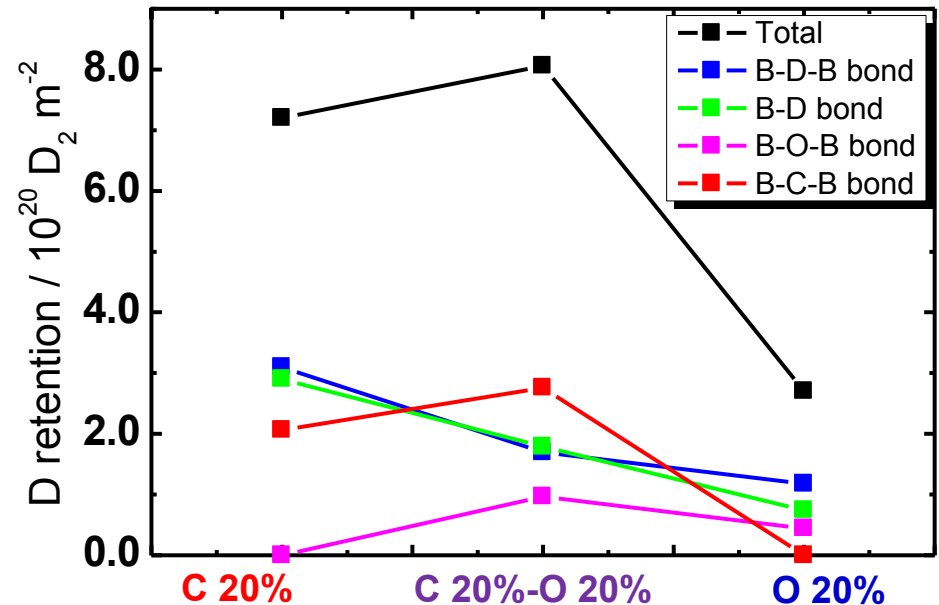


図 各種ボロン膜における重水素滞留量比較

炭素と酸素が共にボロン膜中に存在

膜中にFree atomとして溶存できる格子間が少なくなるため
C-B結合、**O-B結合**として存在しやすい

不純物による重水素滞留量の増加

まとめ

炭素・酸素含有ボロン膜中における
水素同位体滞留挙動に及ぼす不純物効果の解明

高純度ボロン膜

B-D結合およびB-D-B結合により捕捉

炭素含有ボロン膜

- C-D結合形成による捕捉
- 化学スパッタリングによる CD_x の放出

酸素含有ボロン膜

- O-D結合形成による捕捉
- 化学スパッタリングによる D_2O の放出

- 不純物による捕捉量はボロン膜中のC-B、O-B結合量に依存
- 化学スパッタリング効果は膜中のFree atom量に依存

まとめ

炭素・酸素含有ボロン膜中における
水素同位体滞留挙動に及ぼす不純物効果の解明

炭素・酸素含有ボロン膜

膜中のC-B、O-Bの増加



不純物による水素同位体
捕捉量の増加

膜中のFree Oxygenの減少



化学スパッタリングの減少
全滞留量の増加



炭素と酸素が共に含有されることにより不純物とボロンの
結合状態が増加、それに伴い不純物による重水素滞留量
が増加する。

今後の展望

膜中のボロン、炭素、酸素の濃度をパラメータとして成膜される膜の化学状態への影響および含有不純物が水素同位体の滞留に与える影響を詳細に解明する。

また、実機成膜試料と滞留量を比較検討することで実機における水素同位体滞留挙動を詳細に解明する。

現在・・・

膜元素組成比を実機に近づけて試料を成膜
滞留量、化学状態、膜構造に関して比較検討を行う