

ロジウム・ルテニウムへのヘリウム プラズマ照射による表面構造変化

野嶋 智宏

名古屋大学工学部 大野研究室

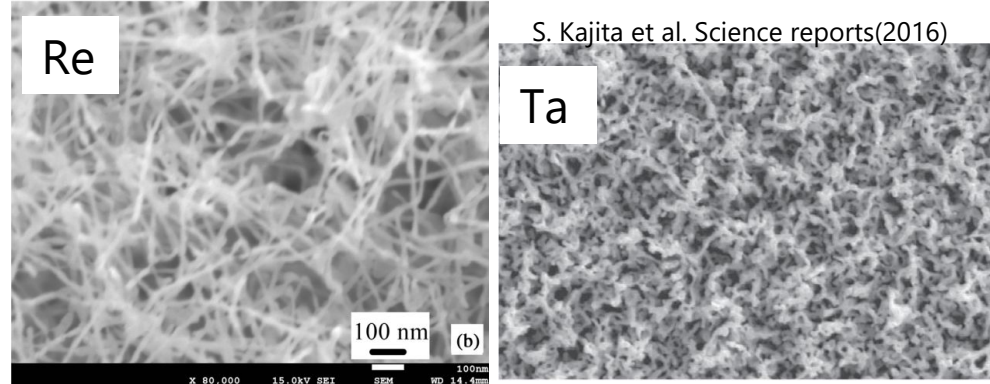
2017年第20回若手研究会

@那珂核融合研究所

ナノ構造の形成における剛性率の影響

ヘリウムプラズマ照射により**繊維状ナノ構造(Fuzz)**の形成

Fuzz形成メカニズム
物性値との関連の研究



Applied Surface Science 356 (2015) S. Takamura, Y. Uesugi

硬さ(剛性率)との関連

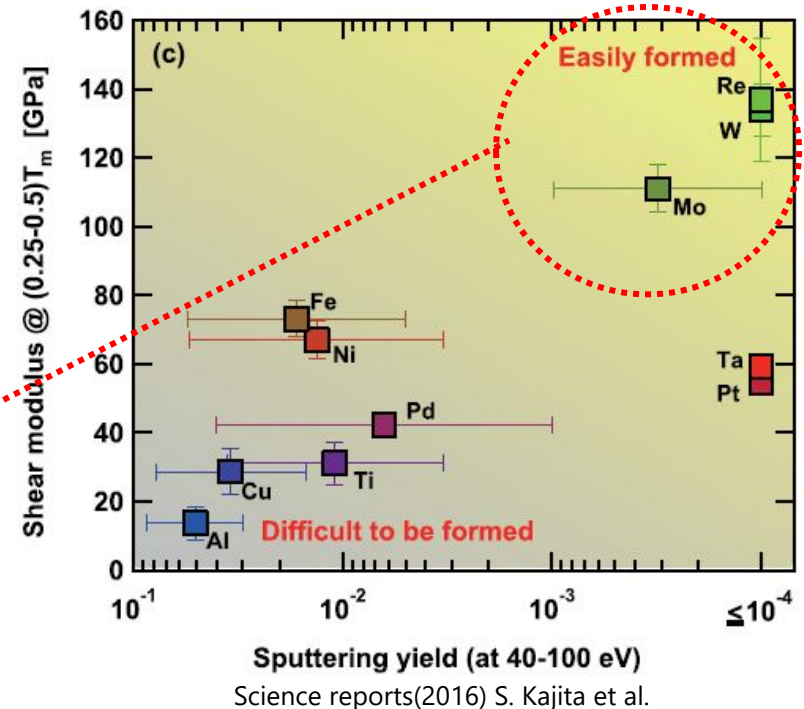
■ He密度集中によりせん断応力に対する降伏強度が低下する

R.D. Smirnov and S.I. Krasheninnikov Nucl. Fusion 53 (2013)

■ **剛性率**が大きいほど**繊維状ナノ構造**ができやすい

□ ギウム(Rh)・ルテニウム(Ru)は硬い金属

→ **照射によるナノ構造形成が予想される**



核融合炉における金属ミラー

Rhは核融合炉で金属ミラーとしての使用が検討されている

First Mirrors(FMs)

トムソン散乱計測での炉内からの散乱光を集光

→ **可視光応答が重要**

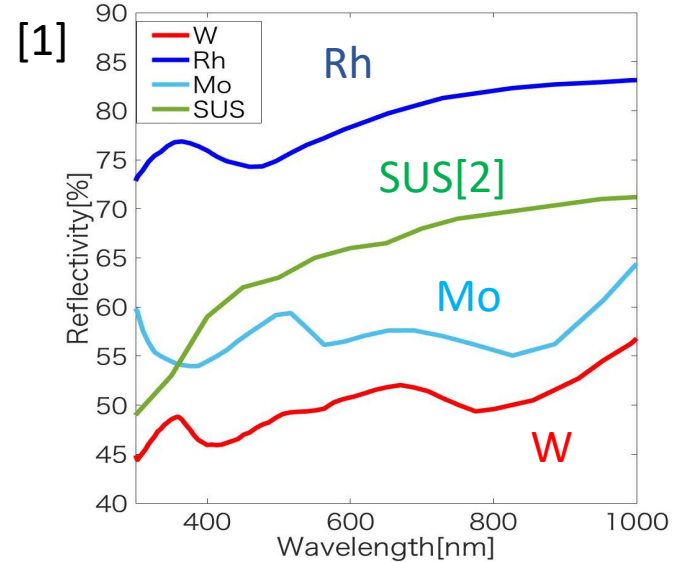
炉心プラズマの近くに設置されるため、様々な負荷が予想される

表面損傷や不純物堆積

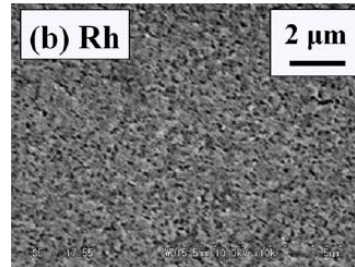
→ **反射特性の低下**

[3]佐伯 翼 H22
名古屋大学修士学位論文

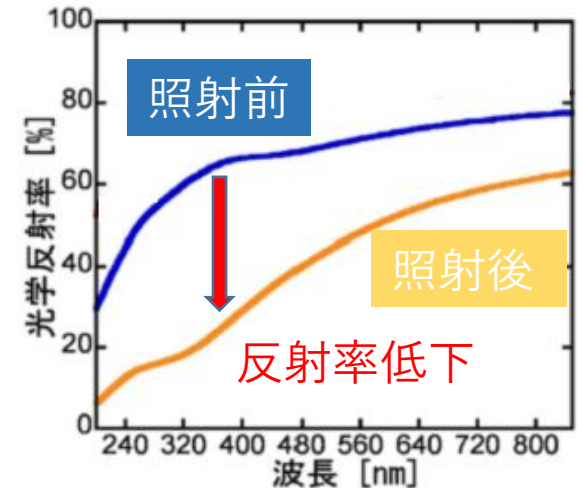
候補材
W
SUS
Mo
Rh



→ Rhの可視光応答が良い



ナノバブル損傷でも反射特性が低下する [3]
+ 膜厚~数十nm

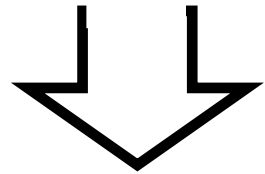


十分な膜厚でのRh損傷評価実験が必要

研究目的

ロジウム・ルテニウムへのヘリウムプラズマ 照射による表面構造変化の解明

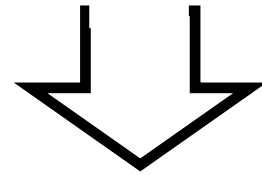
低温照射 (~600 K)



Rh

FMs環境模擬

高温照射



Rh Ru

ナノ構造の形成

目的

実験装置・実験手順

薄膜形成

プラズマ照射

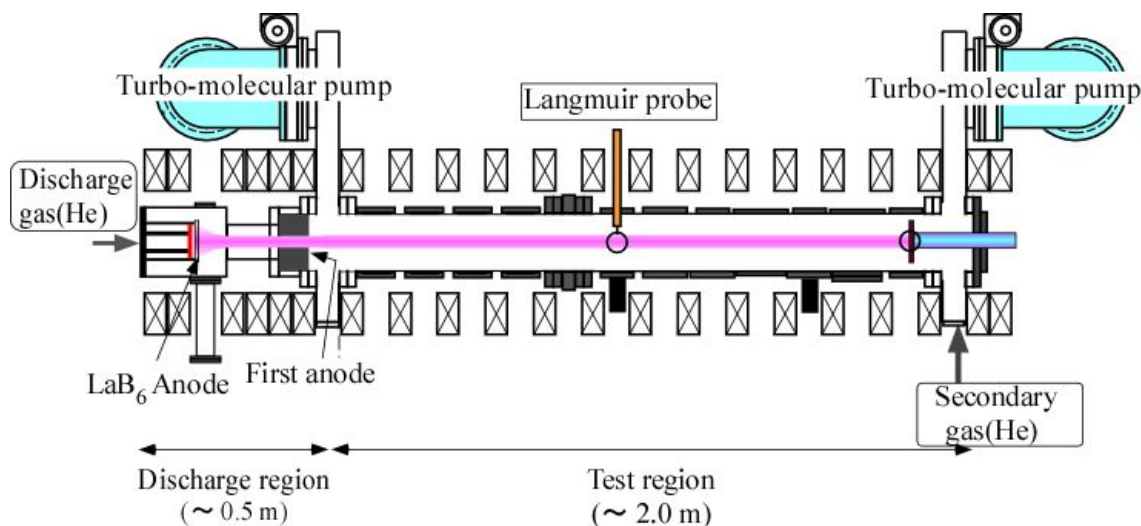
試料分析

■ マグネトロンスパッタリング装置

Ruは産総研で作製

Rhは本大学所有装置で作製

■ 直線型プラズマ発生装置 NAGDIS-II



電子密度
~ 10^{-19}m^{-2}
電子温度
~5eV

■ 走査型電子顕微鏡(SEM)

表面分析

■ 透過型電子顕微鏡(TEM)

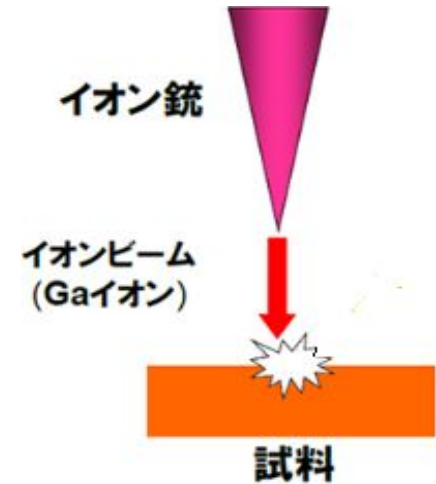
■ エネルギー分散型X線分析(EDS)

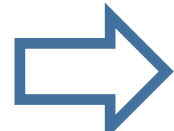
断面の元素分析・定量分析

断面分析手法

試料切り出し  FIB (集束イオンビーム)

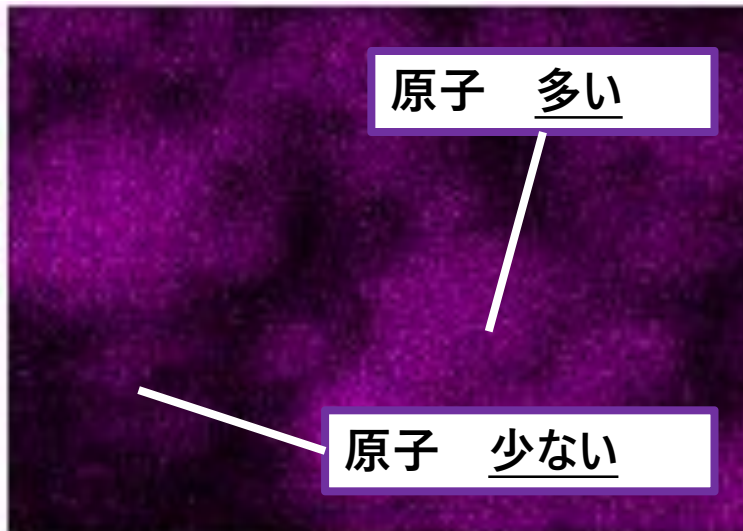
Gaイオンを高電圧で加速、エッチング作用を利用
表面構造を壊さないように、保護膜(カーボン)をつける



断面観察・元素分析  TEM/EDS

TEM 透過させた電子を検出することにより断面観察

EDS 一次線照射による特性X線をエネルギーで分光する



元素特定と定量分析が可能

+

色の濃淡で原子分布を表現可能

プラズマ照射条件

ロジウム(Rh)

- Rh/W試料(W基板 0.2mm、Rh膜厚 ~ 1 μm を想定)
- 1000K以下水冷台固定、Rh(1323K)はスポット溶接固定
- 放射率0.18で固定(測定波長1.6 μm)

低温照射

高温照射

温度[K]	エネルギー[eV]	フルエンス[m ⁻²]	フラックス[s ⁻¹ m ⁻²]
613	39	1.4×10 ²⁵	5.2×10 ²¹
973	47	1.1×10 ²⁶	4.1×10 ²²
1323	44	2.6×10 ²⁵	1.4×10 ²²

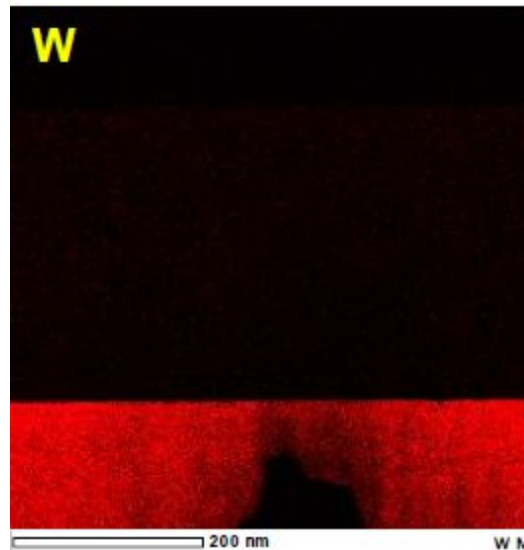
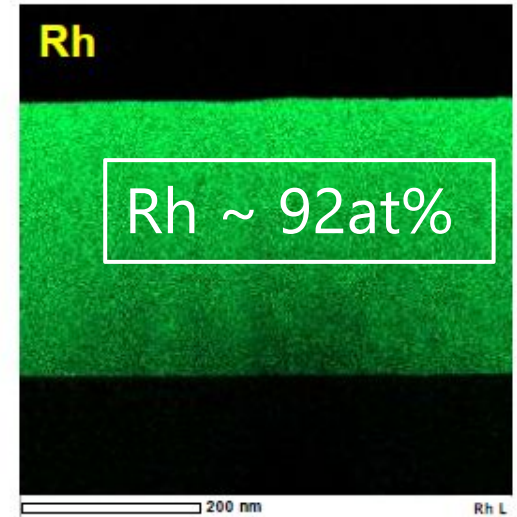
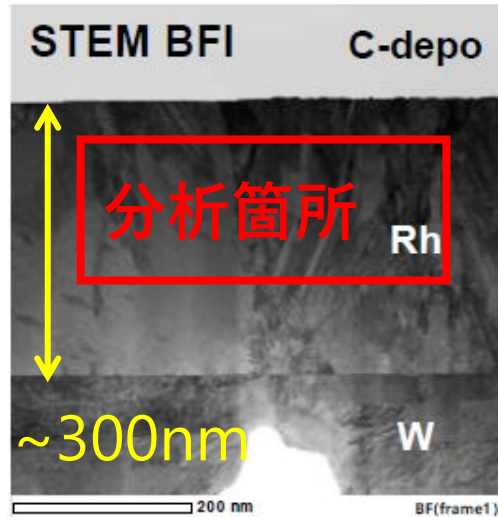
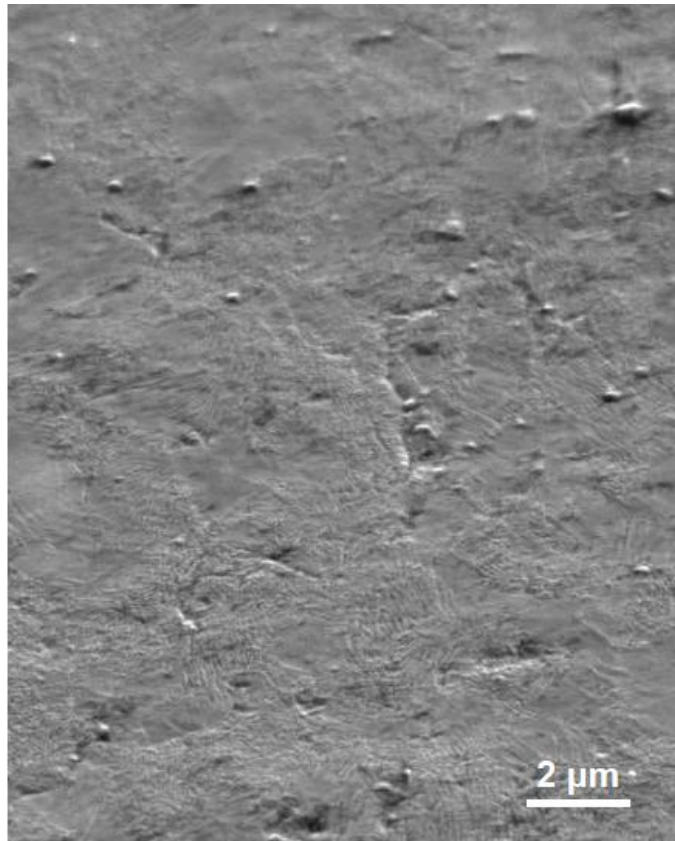
ルテニウム(Ru)

- Ru/W試料(W基板 ~ 0.2mm、Ru膜厚 > 1 μm 、11mm × 5mm)
- 放射率不明(測定波長1.6 μm) → 放射率0.15-0.25で温度誤差を表示

高温照射

温度[K]	エネルギー[eV]	フルエンス[m ⁻²]	フラックス[s ⁻¹ m ⁻²]
1110-1261	42	3.3×10 ²⁵	1.2×10 ²²

Rh未照射試料 - 照射後試料との比較のために



Rh膜厚 ~ 300nm

膜厚が想定よりも
薄い

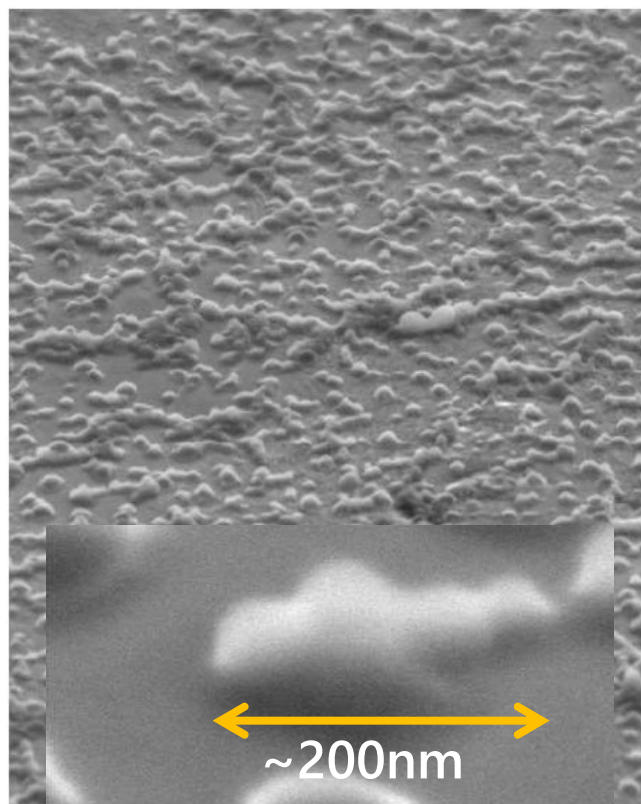
要因

膜厚は時間制御

→ レート測定値の誤差

膜厚が一様でない

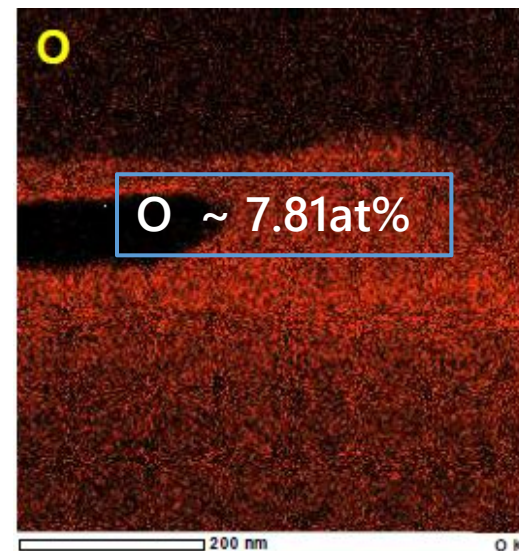
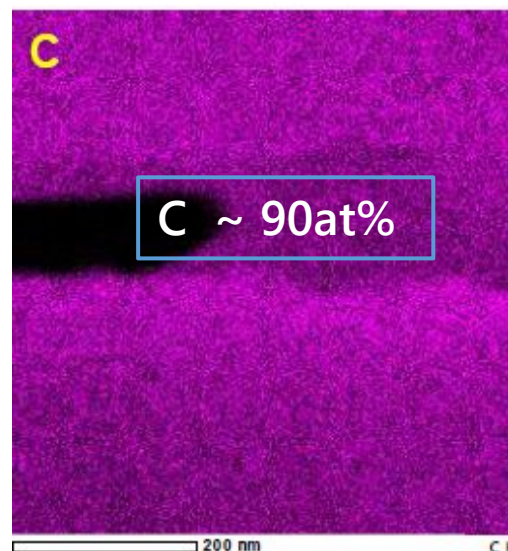
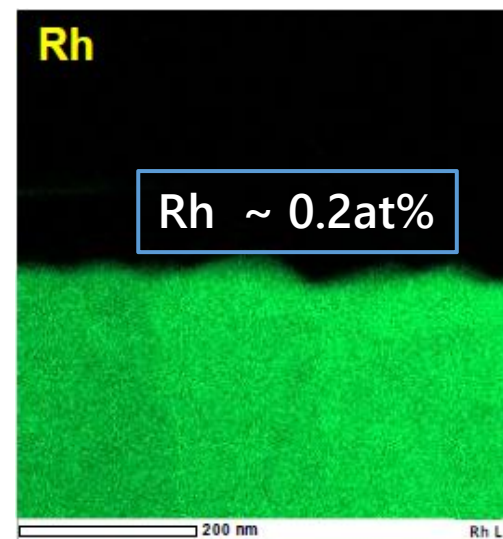
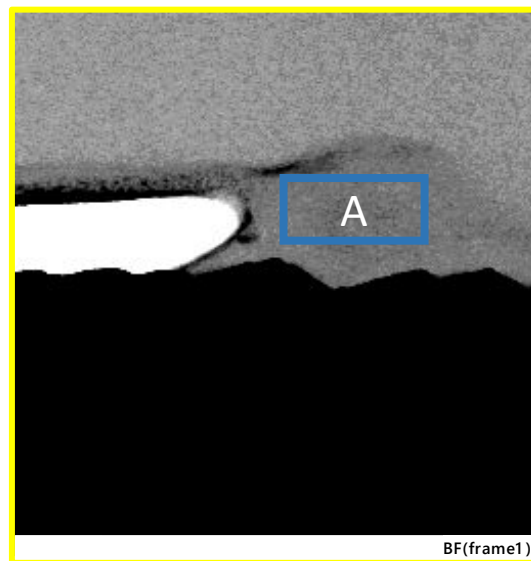
Rh(613K) - 表面に微小突起物



表面に微小突起物

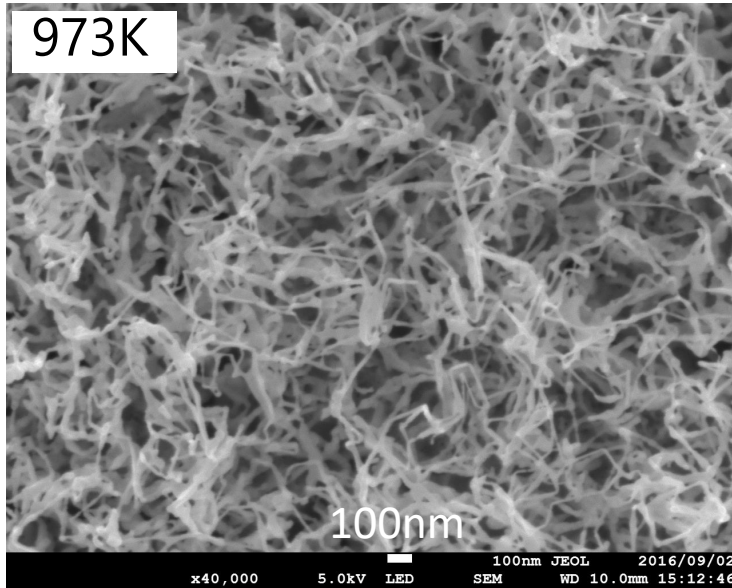
TEM/EDS分析

微小突起物は
カーボン



NAG-II照射時、試料保存中に付着した可能性

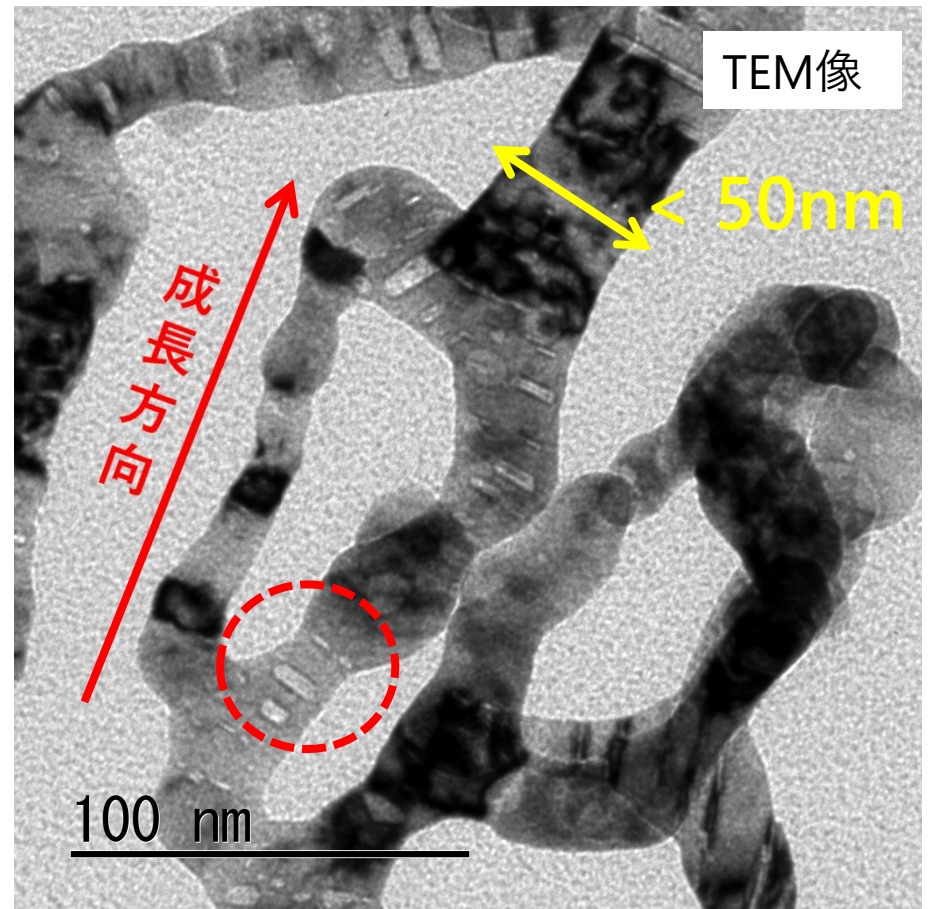
Rh(973K) - ファイバーに楕円状バブル



SEM

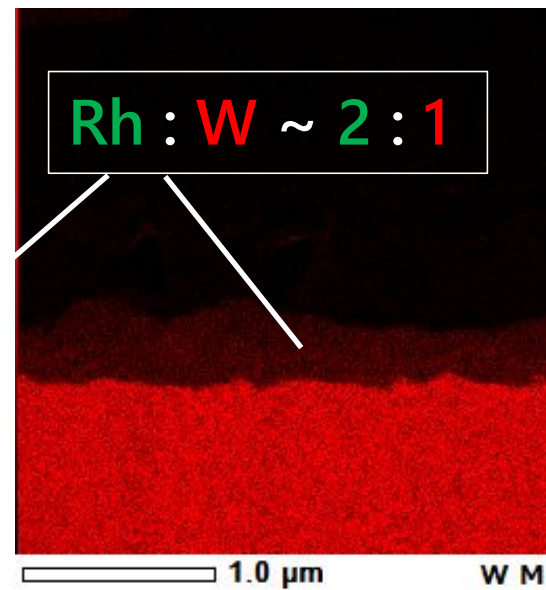
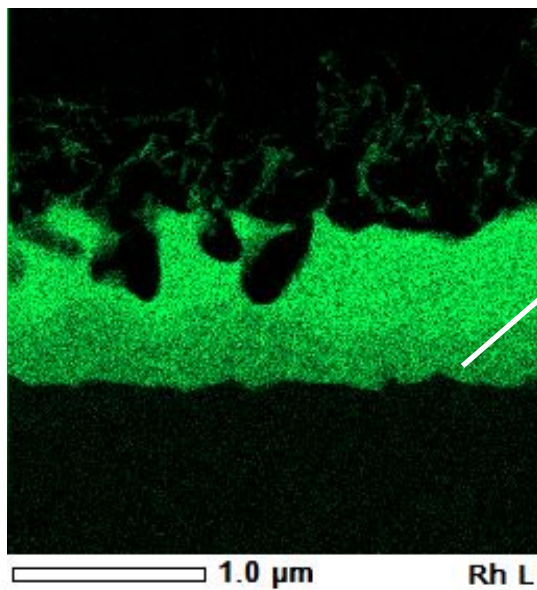
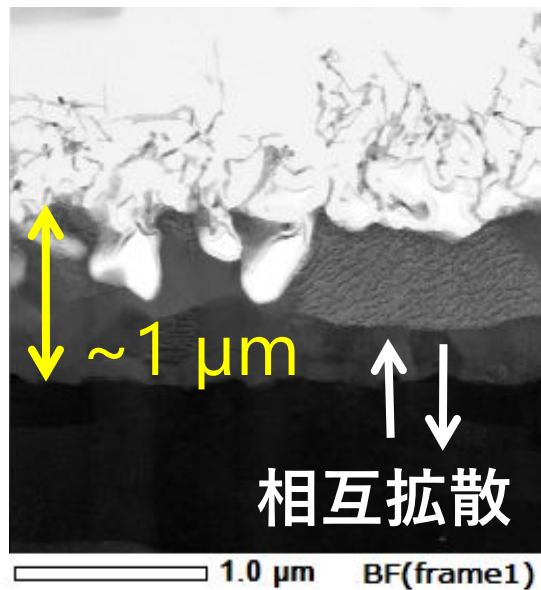
■ 繊維状ナノ構造の形成

TEM断面観察



- Fuzz成長方向に垂直方向のバブル
→fcc結晶の異方性?
- Fuzz径 < ~50nm

Rh(973K) - 断面の異なる3つの層が形成



膜厚

973K $\sim 1 \mu\text{m}$

未照射試料 $\sim 300\text{nm}$

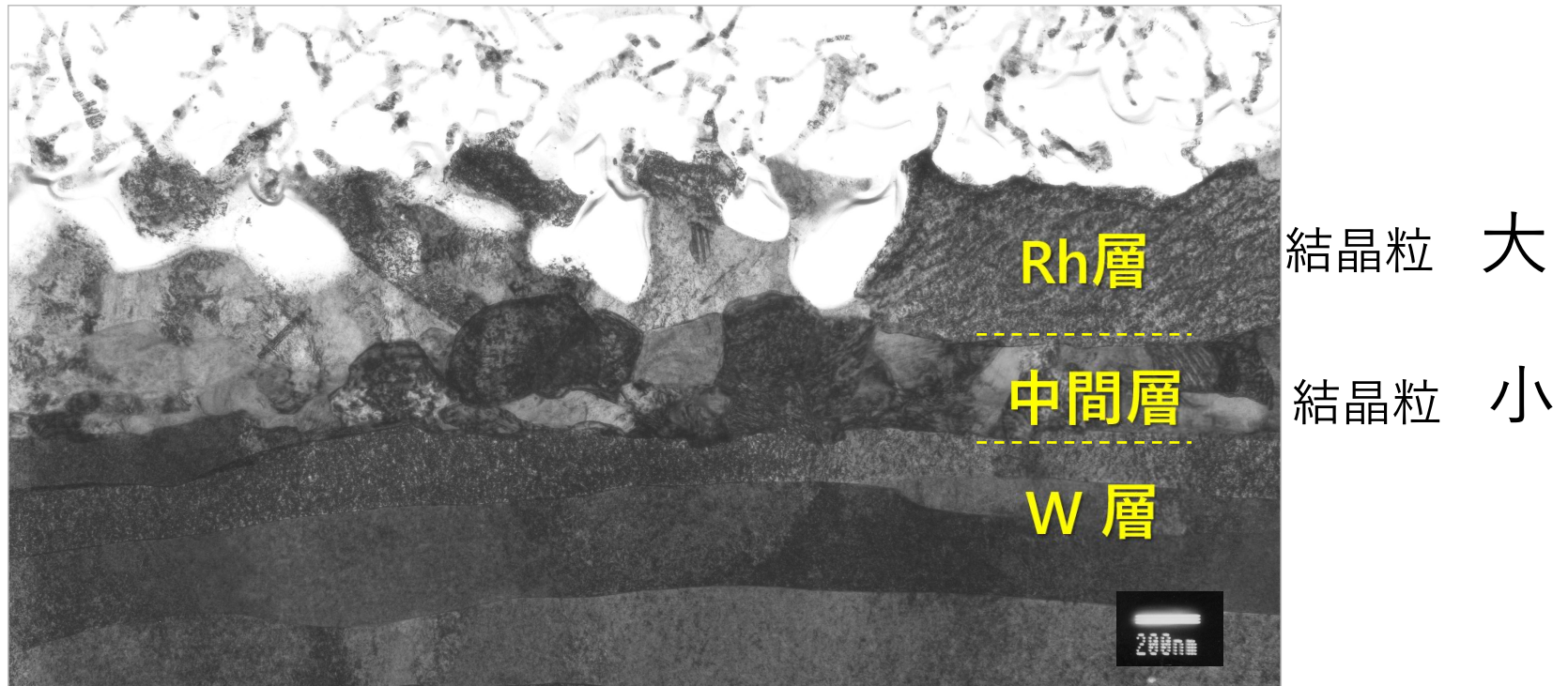
膜厚が一様でない

Rh/W境界で相互拡散

原子分布が異なる



Rh(973K) - 各層の形成要因の考察

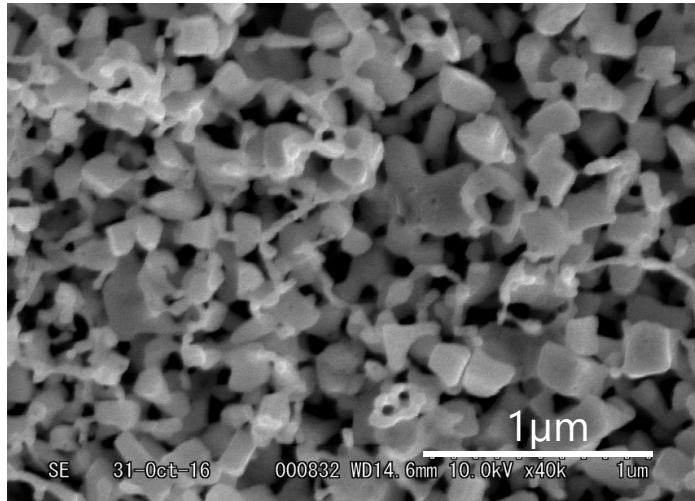


Rh層 不純物原子が少なく、結晶成長を阻害する要因が少ない

中間層 Rh : W ~ 2 : 1 で特殊な結晶構造を形成
W原子が不純物となり結晶成長を抑制

W層 温度(973K) < W再結晶温度(~ 1650K)
圧延加工時の断面を維持

Rh(1323K) - Rh層上からW-Fuzz形成

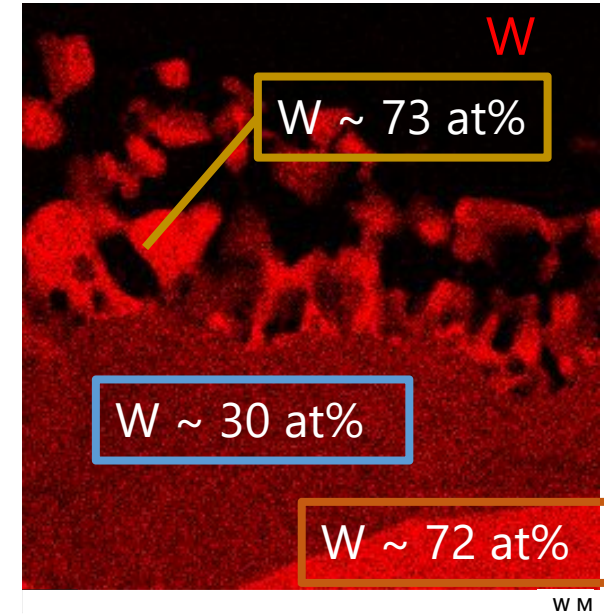
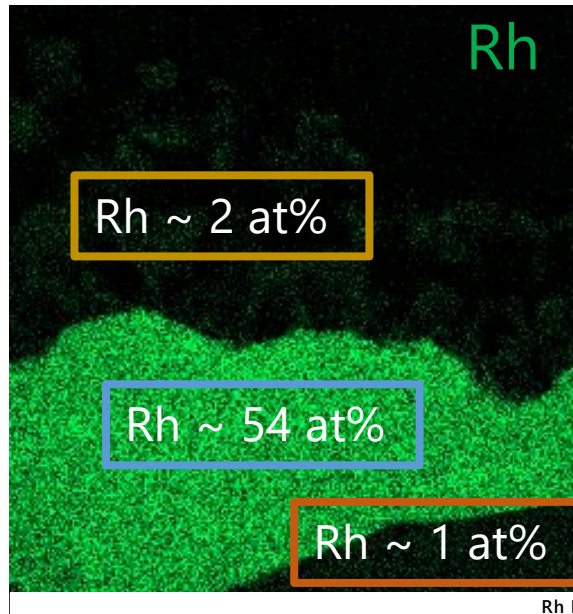
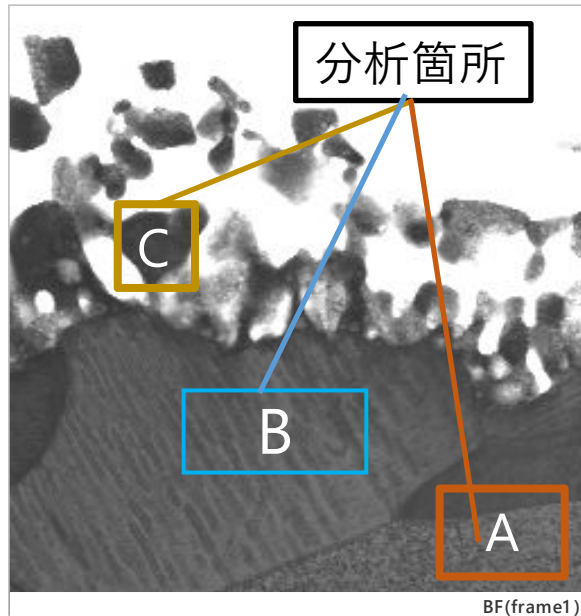


SEM

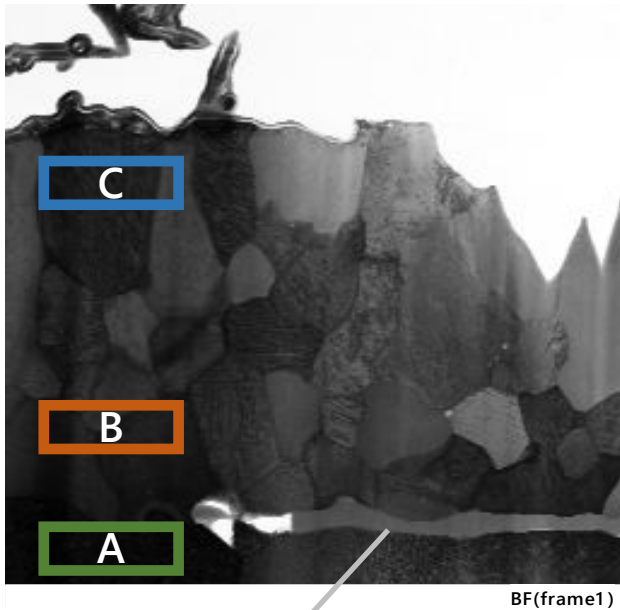
- 径の大きいFuzz
- 丸い構造と細長い構造が連なって形成

TEM/EDS

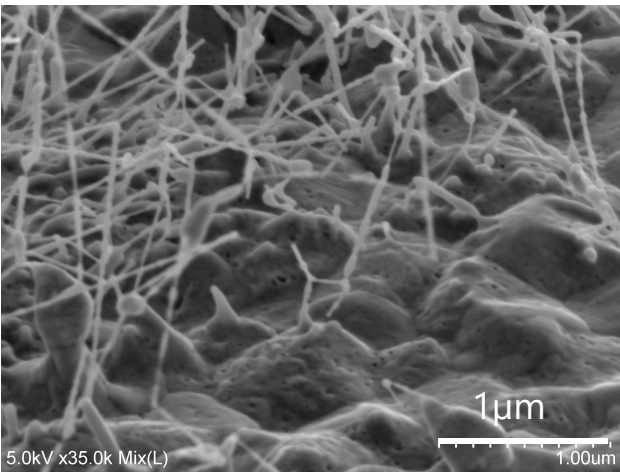
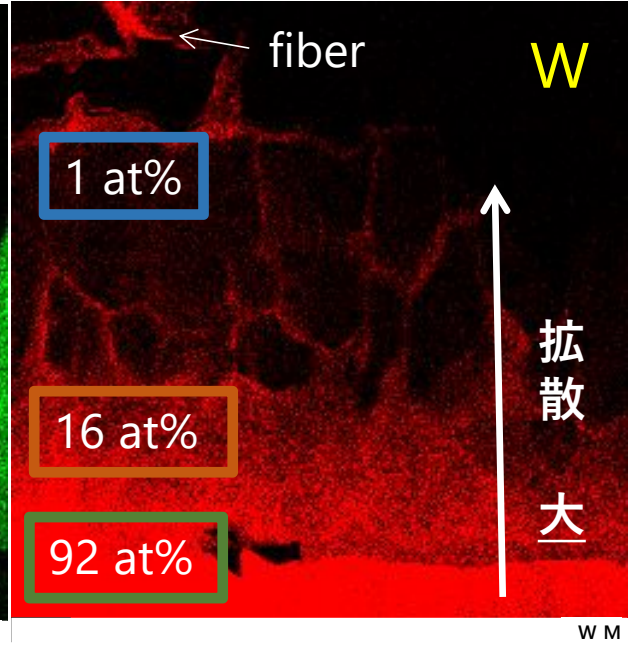
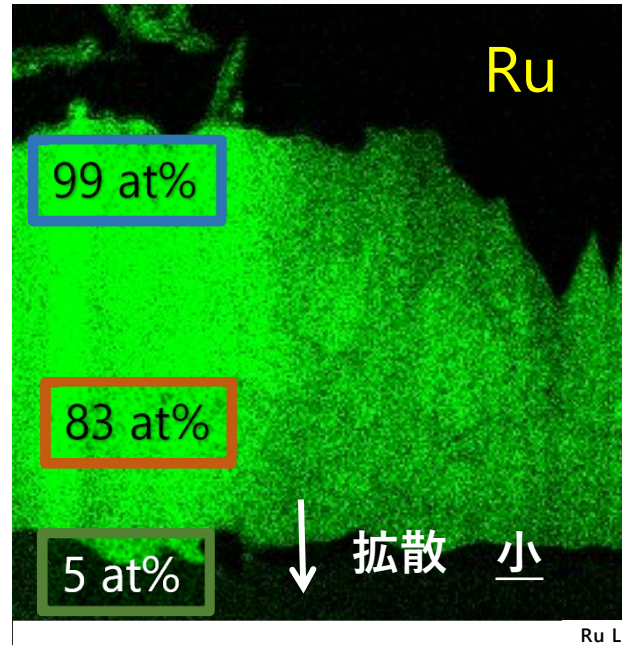
- Fuzz → **W主成分**
- Rhも少し含まれる
- 不純物Moを多く検出



Ru(1110K-1261K) - Ru-Fuzzの形成

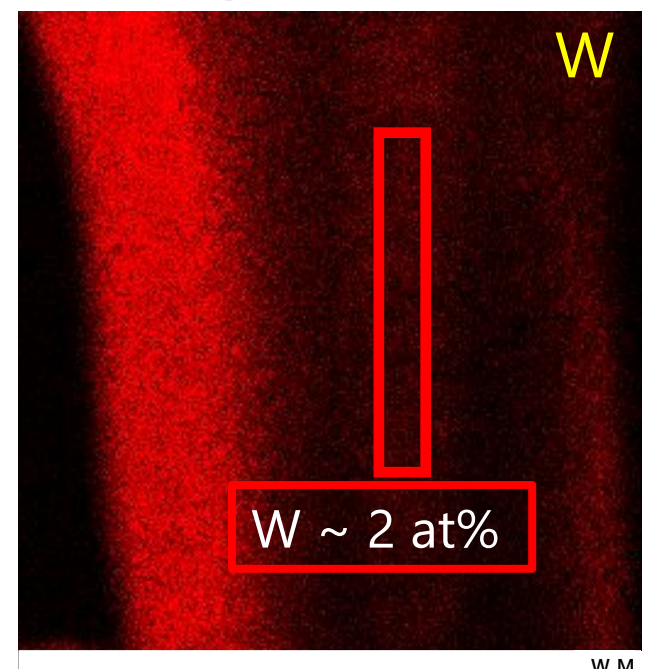
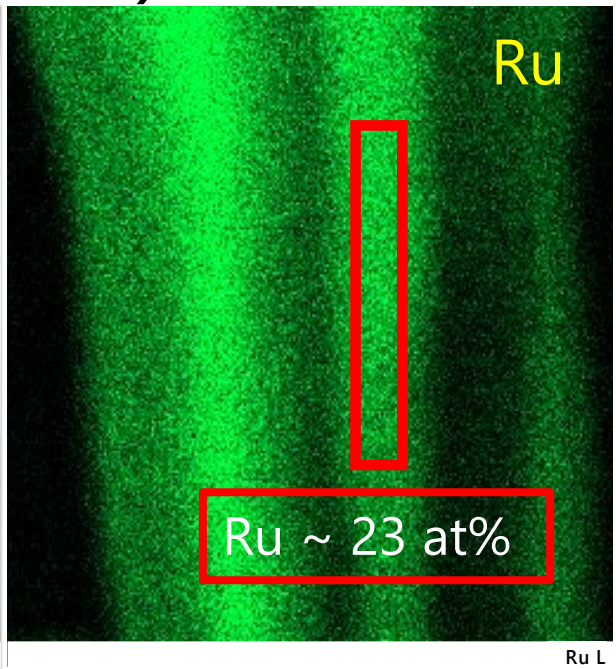
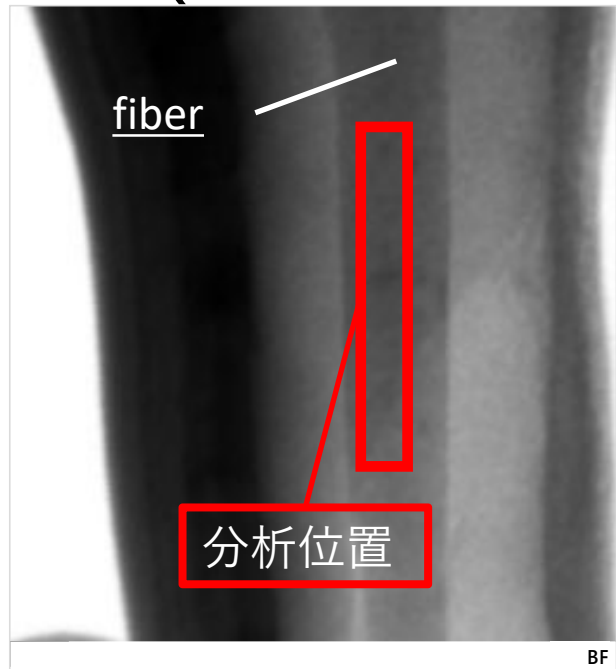


中間層

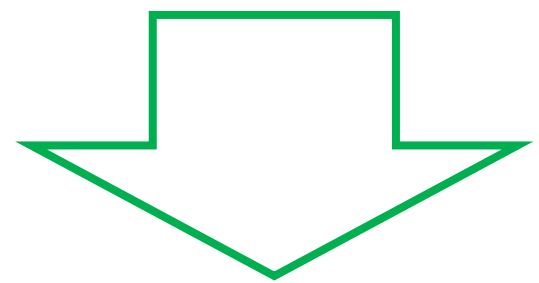
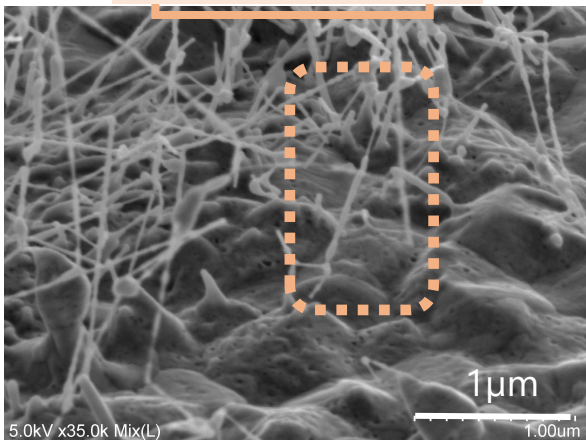


- Ru原子のW層への拡散は小さい
- 表面付近はRu ~ 99%
- 多くのW原子がRu層へ拡散→ファイバーまで到達
- 表面や結晶粒界で偏析 → 拡散のしやすさの差

Ru(1110K-1261K) - ファイバーのTEM/EDS分析



TEM/EDS分析



W原子は少ない

ファイバーの主成分はRu原子

- Ga(~ 12 at%)・Mo(~ 4 at%)・C(~ 58 at%、保護膜)がその他を占めるFIB加工時に付着した不純物

まとめ

- FMs模擬照射で繊維状ナノ構造形成は見られなかった
- Rh,Ruは繊維状ナノ構造を形成することが分かった
- 高温照射ではW基板の薄膜層への影響が大きい
貴金属を用いる際に薄膜形成は必須(コスト面)
➔ 薄膜試料を用いる上での基板選択の重要性が示唆された

今後の計画

- 今回のFMs模擬Rhの再現実験
- 広波長域での反射率計測
- 金属ミラーの更なる損傷評価実験 ➔ レーザー損傷評価