

タングステン表面でのバンドル状ナノ繊維構造の形成と
アーク誘起に関する研究

Study on formation of nano-tendrils bundles on tungsten surface
and its effects to arcing

名古屋大学大学院
工学研究科電気工学専攻
ZHANG Rongshi

目録

第1章 序論.....	1
1.1 エネルギー問題と核融合エネルギー.....	1
1.2 核融合炉ダイバータ.....	4
1.2.1 ダイバータ板の熱負荷問題.....	4
1.2.2 ダイバータ板の候補材料.....	6
1.3 プラズマ照射によるダイバータ板表面での構造変化.....	6
1.3.1 繊維状ナノ構造 (fuzz).....	7
1.3.2 ナノテンドリルバンドル(Nano-tendril Bundle, NTB).....	8
1.4 核融合炉内でのアーク.....	10
1.5 W 表面構造変化がアークに与える影響.....	12
1.6 本研究の目的と構成.....	14
参考文献.....	17
第2章 基礎理論と実験装置.....	19
2.1 プラズマ材料相互作用.....	19
2.1.1 シース.....	19
2.1.2 スパッタリング.....	20
2.2 材料からの電子放出.....	21
2.2.1 熱電子放出.....	22
2.2.2 電界電子放出.....	22
2.3 実験装置.....	23
2.3.1 直線型ダイバータ模擬装置 NAGDIS-II.....	23
2.3.2 電界電子放出装置.....	25
2.3.3 昇温脱離ガス分析(TDS)付き真空加熱炉.....	26
2.3.4 NTB 観察と計測用装置.....	27
参考文献.....	29
第3章 W 表面での NTB 形成に対する実験条件依存性.....	30
3.1 実験手順.....	30
3.2 W 表面での NTB 形成とその空間不均一性.....	32
3.3 NTB 数密度のパラメーター依存性.....	36
3.4 NTB の高さ、面積の成長.....	39

3.5	まとめ	45
	参考文献	46
第4章	NTBの電界電子放出特性に関する評価	47
4.1	実験方法	47
4.1.1	NTB試料の準備	47
4.1.2	電界電子放出特性の測定	48
4.2	NTBの形状	49
4.3	NTBの電界電子放出特性	51
4.4	電界電子放出特性に対する考察	54
4.4.1	電界電子放出特性測定前後のNTB構造変化	54
4.4.2	NTBの先端部の繊維形状	56
4.4.3	窒素割合による繊維形状の変化	57
4.5	まとめ	58
	参考文献	60
第5章	NTBによるタングステン表面でのアーク誘発	61
5.1	実験方法	61
5.2	NTB形成によるタングステン表面でのアーク誘発	62
5.3	アーク頻度の不純物ガス種依存性	64
5.4	アークによるNTBの形状変化	66
5.5	まとめ	68
	参考文献	69
第6章	アニーリング処理によるアークの抑制	70
6.1	実験方法	70
6.2	アニーリングによるNTBの構造変化	71
6.3	アニーリング処理によるNTBの電界電子放出特性変化	75
6.4	アニーリング処理によるアーク頻度の変化	77
6.5	まとめ	78
	参考文献	80
第7章	総括	81
7.1	不純物ガス添加Heプラズマ照射によるNTBの形成状況	81
7.2	NTBの電界電子放出特性に関する評価	82
7.3	NTB形成によるW表面でのアーク発生	82

7.4 アニール処理によるアークの抑制	83
7.5 今後の展望	84
参考文献	85
研究業績	86
謝辞	88

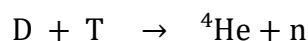
第1章 序論

1.1 エネルギー問題と核融合エネルギー

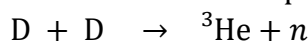
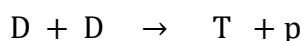
産業革命以来、工業が進化し、文明の飛躍的な発展に伴い、エネルギーの消費も過去より急激に増加し、今では電気は現代社会を支える不可欠なエネルギーとなっている。数百年に渡って、石油、石炭などの化石燃料を燃料とする火力発電は長い間主な発電方式として、世界の各国が使われてきた。しかし、21世紀に入ると、化石燃料の枯渇や環境悪化への懸念がますます注目されている。2015年に採択されたパリ協定において、二酸化炭素の排出削減や化石燃料を代替できる新しいエネルギー源の開発が重要な課題と位置づけられた。現在開発が進められ、実用化されている新エネルギー源として、風力発電、太陽光発電やバイオマス発電などが挙げられる。しかし、これらの発電方式では発電出力が不安定であり、供給できる電力が小さいために、化石燃料の代替エネルギーとして期待しづらい。第二次世界大戦後、原子力発電が世界中に幅広く応用され、フランスなどでは主要なエネルギーとして使用され、2020年には一次エネルギーの消費量の40%を占めるエネルギーとなっている[1]。原子力発電は火力発電を代替する最も有力な選択肢のひとつになっている。一方、原子力発電では施設の安全管理問題や核廃棄物の処理問題が無視できない。1986年のチェルノブイリ原発事故発生以来、各国が積極的に原子力発電所の安全基準を高めたが、2011年に福島原発事故が発生し、各国は原子力に関するエネルギー政策の見直しを余儀なくされた。ドイツでは2023年から国内すべての原子力発電所の運転を停止し、脱原発を実現した。日本でも、今後可能な限り原発依存度を低減することを方針としている[2]。よって、原子力発電による発電量は火力発電を代替できるほど大幅な増加は見込めないと考えられている。

エネルギー問題の打開策として期待されているのは核融合エネルギーである。核融合反応を起こさせるには、原子にクーロン斥力に対抗できるエネルギーを与えなければいけないため、極めて高い温度が必要になる。現時点で利用できる可能性のある核融合発電の燃料は主に重水素(D)、三重水素(T)、ヘリウム-3(^3He)である。考えられる核融合反応を以下に示す。

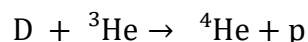
D-T 反応：



D-D 反応：

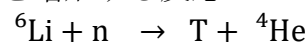


D- ^3He 反応：



n は中性子、p は陽子を示す。

加えて、リチウムで重水素を増殖する反応：



D-³He 反応は D-T と D-D 反応より高い温度が必要であるが、中性子を生成しないかつ放出されるエネルギーが高いなどの利点があり、第二世代核融合炉の燃料として見込まれている。

他のエネルギーと比べ、核融合エネルギーは下記のような特長を有する。

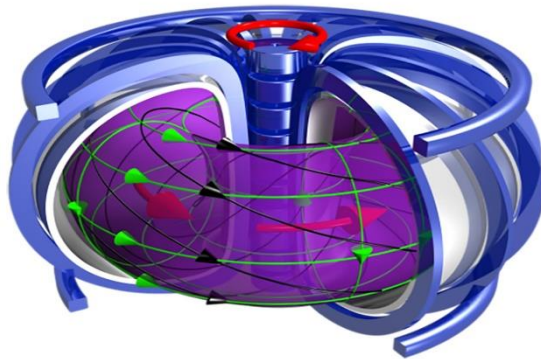
- 燃料である重水素が海水中に大量に存在するため、燃料がほぼ無尽蔵である。
- 核融合反応による二酸化炭素などの温室ガスの排出がない。
- 石油などの化石燃料と比べ、エネルギー密度が大きい。1 グラムの水素から 8 トン分の石油に相当する核融合エネルギーが得られる。
- 核融合反応の生成物は中性子とヘリウムであるため、原子力発電と違い、高レベル放射性廃棄物の排出をなくすることができる。

核融合エネルギーによる発電を使用するためには、核融合炉の設計が極めて重要である。その設計の目標の一つは高いエネルギーを有するプラズマを核融合炉内に閉じ込め、装置の内壁と接触させないことである。これを実現するために、様々な閉じ込め方法が提唱されてきたが、近年では磁場閉じ込め方式が主流となっている。

磁場閉じ込め方式の中に、トカマク方式とステラレータ方式(=ヘリカル方式)がある。図 1.1.1 に両者の模式図を示す[3]。トカマク方式はプラズマの周りにあるコイル状の電磁石で強い円形磁場(トロイダル磁場)を発生し、さらにプラズマ中に電流を流すことにより磁場(ポロイダル磁場)を発生させ、閉じた磁気面を形成し、プラズマを装置にドーナツ状に閉じ込める。現在運行中の核融合実験装置の中で、JT-60SA(日本)、EAST(中国)、DIII-D(アメリカ)、KSTAR(韓国)などがトカマク方式を採用している。ステラレータ方式では磁場コイルを螺旋状に曲げることで、ねじれた磁場を作り出すことができる。この方式では定常運転しやすい長所があるが、螺旋状のコイル自体の製作が難しいという短所もある。ステラレータ方式を採用する核融合実験装置は LHD(日本)、W7-X(ドイツ)などが存在している。

現時点において、最も実現に近いと考えられているのはトカマク方式である。核融合発電を実現させるために、中国、EU、インド、日本、韓国、ロシアとアメリカ、七つの国と地域が協力する大型国際プロジェクト ITER 計画がある。ITER はフランスで建設されているトカマク型の大型熱融合実験炉である。ITER では 2025 年に実験を開始する予定であり、エネルギー倍増率 10 以上を目指している。中長期計画として、2050 年前後に核融合発電の商用化の実現を図る。図 1.1.2 は ITER の断面図を示す[4]。ITER の主要なパラメーターは表 1.1 にまとめる。

(a)



(b)

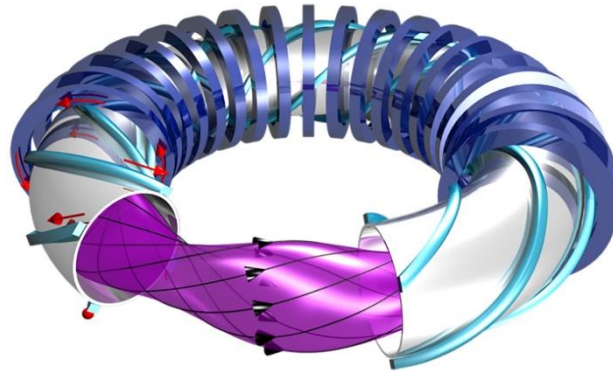


図 1.1.1 (a)トカマク方式の模式図 (b)ステラレータ方式の模式図 [3]

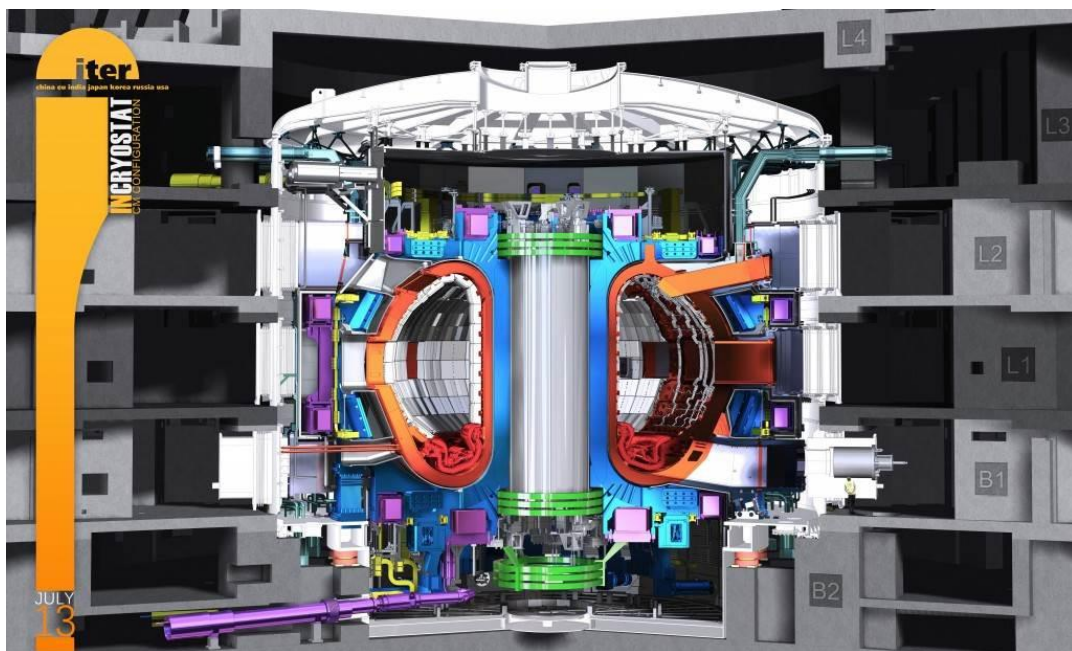


図 1.1.2 ITER の断面図 [4]

表 1.1 ITER の主要なパラメーター [4]

プラズマ点火時間	400 s
目標出力	500 MW
プラズマ半径	6.2 m
磁場強度	5.3 T
プラズマ電流	15 MA

1.2 核融合炉ダイバータ

1.2.1 ダイバータ板の熱負荷問題

前節で述べたように、ITER はトカマク型の核融合装置であり、真空容器の外にある磁場コイルおよびプラズマの中に電流を流すことで、閉じ込め磁場を生成する。生成された閉じた磁気面により、炉心にある高温炉心プラズマ(core plasma)を閉じ込める。装置下端に設置されたダイバータコイルに、プラズマ電流と同じ方向に電流を流すことにより、炉心プラズマ周辺に 8 の字状の開いた磁力線領域を形成する。この領域のプラズマを周辺プラズマ(edge plasma)と呼ぶ。8 の字状の磁力線が交差する点を X 点と呼び、X 点の下方をダイバータ領域(divertor region)と呼ぶ。磁力線に鎖交するように、ダイバータ板が設置される。

DT 核融合反応の生成物であるヘリウム (He) が炉心プラズマに留まってしまうと、水素プラズマを希釈し、核融合の反応効率を下げってしまうため、直ちに炉心プラズマから取り除く必要がある。ITER では炉心プラズマを周期的に炉心から吐き出すことで He を排気する ELMy H-mode を標準運転方式として採用する。この周期的に粒子とエネルギーを吐き出す現象を周辺局在化モード (Edge Localized Mode, ELM) と呼ぶ[5]。炉心プラズマから周辺に吐き出された高いエネルギーを持つ He プラズマは磁力線に沿って運搬され、最終的にダイバータ板まで到達し、中性粒子となった後に炉外に排出される。図 1.2.2 は ITER のダイバータ及びモノブロックの模式図を示す[6, 7]。

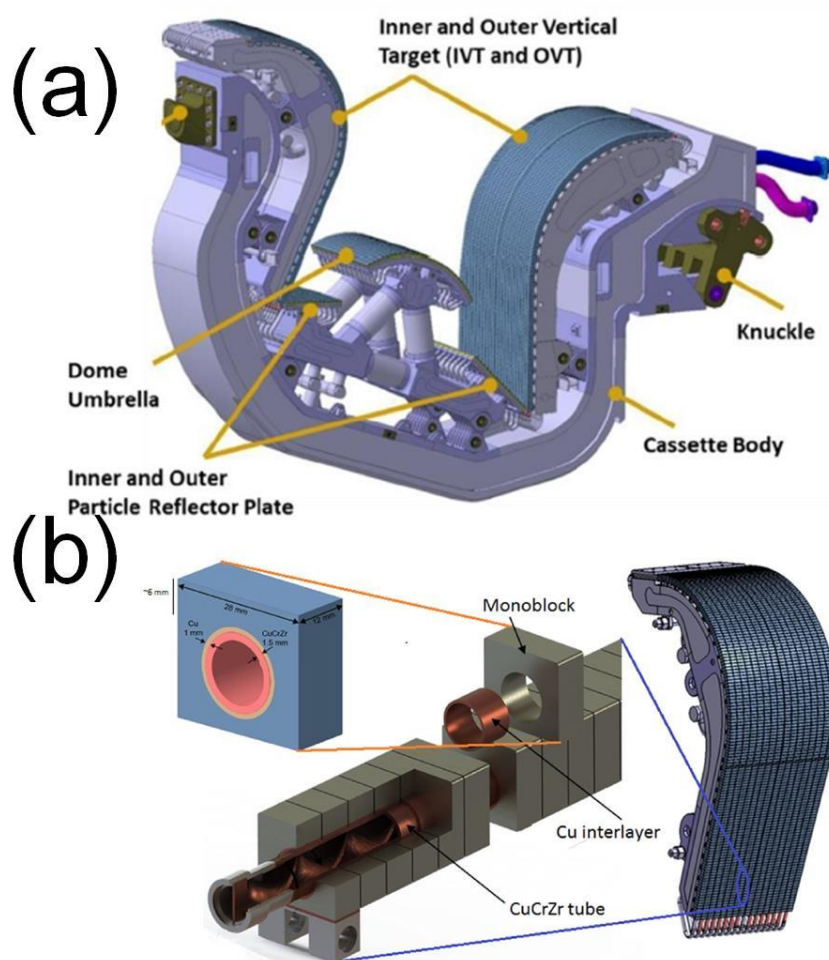


図 1.2.1 (a)ダイバータの模式図[6]
 (b)ダイバータ板及びモノブロックの模式図[7]

ダイバータ板は第一壁と違って、直接プラズマと接する部分であるため、高い熱負荷にさらされることが想定される。ITER のダイバータ板では定常運転時に 10 MW/m^2 と予想される[7]。さらに、非定常時には、ELM などによる間歇的に熱負荷が十分緩和されない場合、定常運転より 2 倍以上の熱負荷がダイバータに加わることがあり、ダイバータ板自体が溶融する可能性がある[8]。ダイバータの長寿命化の観点から、ダイバータへ流入する熱負荷を如何に低減するのが重要な課題の一つである。

ダイバータへの熱負荷を低減する方法について、プラズマがダイバータと接触する前の領域に、アルゴン(Ar)、ネオン(Ne)、窒素(N_2)などの中性ガスを導入し、放射冷却の増加により、プラズマを冷却させることが考えられている[9]。さらに、プラズマと中性粒子の相互作用により、体積再結合を促進し、ダイバータ板へ到達する前にプラズマを消失させる手法が考えられる。このような、壁と直接接触せず、壁から浮いている状態のプラズマをデタッチプラズマと呼ぶ[10]。

1.2.2 ダイバータ板の候補材料

ダイバータ板は膨大な熱負荷と高エネルギーを持つ粒子の衝撃を受けることによって、材料の損耗が生じてしまう。ゆえに、ダイバータ板は定期的に変換する必要がある。ダイバータ板の損耗速度を低減するために、適切なダイバータ材を選ぶことが重要である。ダイバータ材の損耗に関するいくつかの問題点を以下に簡略的に羅列する：

1. 熱負荷による材料の融解、蒸発
2. 高エネルギー粒子入射による表面近傍の原子のはじき出し損傷（スパッタリング）
3. トリチウム吸蔵による第一壁の放射化
4. 水素と化学反応することによる材料損耗

低 Z 材料は完全電離に要するエネルギーが小さいため、放射冷却効果は低く、仮に炉心へ混入された場合でも、炉心プラズマへの影響が小さいことから、過去にはダイバータ材として利用する考えがあった[11]。ITER 計画の初期段階では、耐熱性、耐磨耗性、導電性などを有する炭素繊維強化炭素複合材料（C/C 複合材）を使用することが検討されたが、炭素は水素と化学反応を起こすため、その損耗は極めて大きい。単純に化学スパッタリング率から C/C 複合材の損耗量を計算すると、ITER のダイバータでは1年間に1 m 以上の炭素材料が損耗される[12]。さらに、炭素が再堆積する際の水素吸蔵が大きいため、トリチウムの吸蔵による炉壁の放射化が問題視され、C/C 複合材により構成されるダイバータ板では長期の運転に適しないことが指摘されたことから、ダイバータ材としての使用は断念された。

現在、金属の中で最も高い融点を有するタングステン(W)をダイバータ材として使用する予定となっている[7]。W は高い耐熱性、低い水素吸蔵率と低いスパッタリング率などダイバータ材として好ましい性質から、ダイバータ材として選定される。その他、W の性質と類似するモリブデン (Mo)、タンタル(Ta) などの金属も、ダイバータ構成材料としての可能性が検討されている[13]。一方、これらの材料は高 Z 材料（原子番号の高い材料）であることから、スパッタリングなどにより炉心へ混入した場合、プラズマを冷却し、最悪核融合反応の停止に繋がる。軽水素や重水素が W のスパッタリングを起こすには数百 eV の入射イオンエネルギーが必要である。これに対して、He では ~ 120 eV の入射イオンエネルギーがあれば W にスパッタリングを起すことができる。Ne が W にスパッタリングを起す入射イオンエネルギーのしきい値はさらに低い ~ 30 eV である[14]。ELM の時、100 eV 以上の入射イオンエネルギーを持つイオンが炉心から漏れ出し、ダイバータにスパッタリングを起すことがある[15]。

1.3 プラズマ照射によるダイバータ板表面での構造変化

ダイバータ領域の粒子の 80%以上は水素同位体が占め、残りは $\sim 10\%$ の He、 $\sim 1\text{-}2\%$ の Ne、Ar、 N_2 などのプラズマ冷却ガス、及び僅かなダイバータ板や第

一壁から飛び出したと Be で構成される[9, 10]。この状況において、プラズマとダイバータ板材料との相互作用は複雑で、未解明な部分はまだ多く存在している。プラズマ-材料相互作用研究として、プラズマ照射に起因する材料表面の構造変化に関する研究が精力的に行われている。

炉心プラズマの温度は 10 – 20 keV だと想定され、これに対してダイバータ領域に流入するイオンは数十から数百 eV ほどの相対的に低いエネルギーを持つ[15]。しかし、このような低エネルギーでも、He は W へ侵入できる。さらに、He は自己凝集といった特殊な性質を持つため、バルク部分に安定的に残ることができる[16.17]。自己凝縮した He が W 金属の内部にクラスター(cluster)を形成し、ミクロンサイズのバブルを形成する [18]。バブルの発見を始め、プラズマ照射後の W の表面には、様々な構造変化が発見された。これらの表面構造変化は、材料の物性にも影響する。本節では本研究に深く関連する二つの W 表面構造、繊維状ナノ構造(fuzz)とナノテンドリルバンドル(Nano-Tendril Bundle, NTB)構造について述べる。

1.3.1 繊維状ナノ構造 (fuzz)

He プラズマの照射により、W の表面に繊維状ナノ構造 (fuzzy nanostructure, fuzz) という構造が形成可能であることが高村らの研究によって、初めて報告された[19]。fuzz 構造の断面 SEM は図 1.3.1 に示す。その後梶田らの調査によって、fuzz 構造の形成するためには入射イオンエネルギーが 20 eV 以上かつ W の表面温度が 1000-2000 K にある条件が必要であることが分かった[20]。Baldwin らによって、fuzz の成長速度が照射時間のルートに比例し、表面温度も成長速度に影響があることが分かった[21]。表面温度が 2000 K より高い場合、He は W 内部にクラスターを形成できないため、fuzz の形成は見られなかった。fuzz の形成条件は ITER の想定範囲内であるため、fuzz 構造は ITER のダイバータ運転時にダイバータ表面で生成される可能性があり、実際、Alcator C-MOD [22] 及び COMPASS[23]といった核融合装置のダイバータに生成される事例も報告される。W のみならず、Mo、Ta など、他のダイバータ候補材料の表面にも、fuzz の形成が確認されている[24, 25]。

fuzz の形成メカニズムはいくつか提案されてきた。Krasheninnikov らは粘弾性モデルを用いて基板の He バブルが W を押し上げて伸ばすと提案した[26]。高村らの実験では、ナノ構造の形成と金属の剛性率に関係があることを示唆する結果を得ていて、fuzz の形成は He バブルの移動や拡散が役割を果たすと述べた。図 1.3.2 は高村らが提案した fuzz 形成メカニズムのプロセスである[27]。一方、Martynenko らが表面拡散モデルを提案した。W 表面で結合の弱い W の吸着原子 (adatom) が表面に拡散、積み重なることで fuzz が形成されると述べた[28]。複数のシミュレーションを用いた原子の運動を求めて、fuzz 構造形成を再現も行われている[29]。

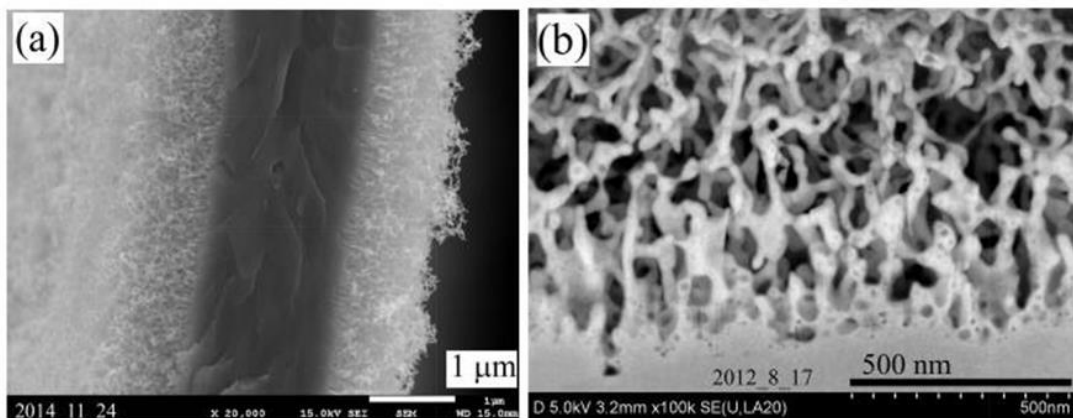


図 1.3.1 W 表面に形成する fuzz 構造 (a) : 試料断面の SEM 像 (b) : fuzz 断面の FE-SEM 像 [27]

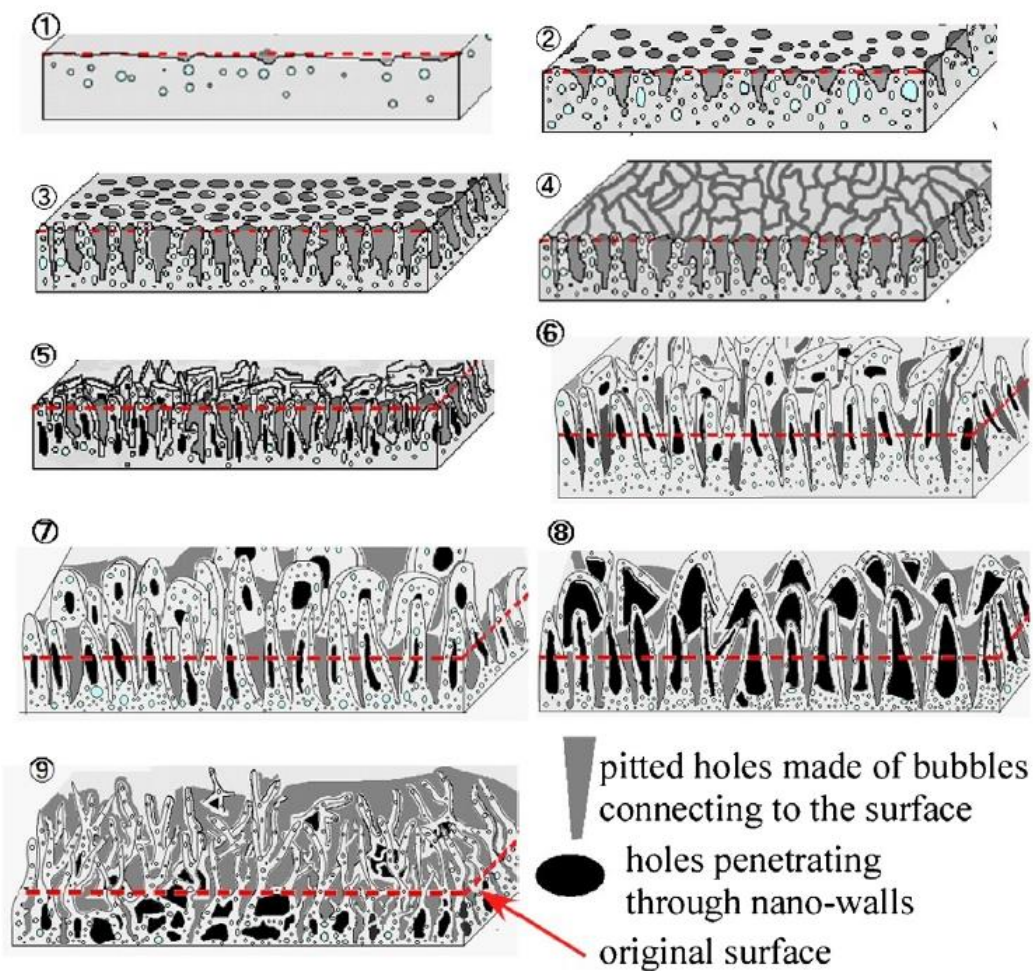


図 1.3.2 fuzz 構造の成長モデル[27]

1.3.2 ナノテンドリルバンドル(Nano-tendrill Bundle, NTB)

K.B. Woller らは RF の He プラズマを W へ照射し、初めて図 1.3.3 のような

バンドル状のナノ構造が W 表面に形成されることを発見した[30]。彼らはこの構造をナノテンドリルバンドル(Nano-tendrill bundle, NTB)と名づけた。この構造は W へ RF バイアスを印加し、イオンエネルギー分布の半値全幅が 70 eV 以上である場合に生成可能である[30]。その後、皇甫らが He プラズマの中に、数 - 数十%の N₂、Ar、Ne などの中性ガスを不純物として添加することで、直流プラズマでも NTB 構造を形成し、NTB の形成は W へ入射するイオンの入射エネルギーと He ガスに添加される不純物ガスの割合が重要なパラメーターであることを示した[31]。ダイバータ領域の環境において、80-90%の水素と~10%の He と~1-2%の中性冷却ガスの構成[9]から推定すると、NTB はダイバータ表面に形成可能な構造であることが分かった。

NTB 構造と fuzz 構造の違いは以下である：

1. fuzz 構造は通常表面に均一に分布する絡み合うようなナノ構造であるが、NTB はバンドル状の構造で、それぞれのバンドルが孤立して存在し、島状の構造である。
2. プラズマ照射によって fuzz の成長は、数 μm の厚みで飽和するが[32]、NTB は数十 μm の高さまで成長できる[33]。

fuzz 構造と似て、NTB 構造もイオンの照射量の増加につれ成長し、最後には飽和する[33]。表面温度も NTB の形成可否に影響する。fuzz は表面温度が 1000-2000 K の温度帯で形成可能だが、NTB はそれより狭い 1400-1600 K の温度帯でしか形成できない。

NTB の生成メカニズムについて、Woller らは He イオンの拡散距離と W 表面の吸着原子(adatoms)の移動距離が表面形態に大きく影響することを述べている[30]。一方、皇甫らの実験条件は He イオンや不純物ガスイオンによる W 材料のスパッタリングが存在するため、同氏らはスパッタリングと W 原子の再堆積が NTB の形成に寄与すると述べている。He プラズマの照射効果により、初期段階で何らかの原因で小さな突起状のナノ構造が形成し、突起周辺部の W 粒子がスパッタリングされ、突起に再堆積することにより fuzz 様の絡み合う繊維構造を形成しながら、adatom により大きく成長し、表面積の拡大によりさらなる再堆積を誘導するといった NTB の成長プロセスを提案した[33]。しかし、NTB 形成の初期段階に関する詳細は未だ明らかになっていない。Woller らは NTB 成長の W 結晶方位の依存性を実験で調べ結果、{101}面は{110}面より速く NTB が形成することを示した。一方{001}面には NTB が形成していない。彼らは W の結晶方位にも NTB の形成に影響することを述べ、W の adatom は{101}面と{001}面により大きな拡散率を持つため、NTB がより形成しやすいのではないかと議論している[34]。

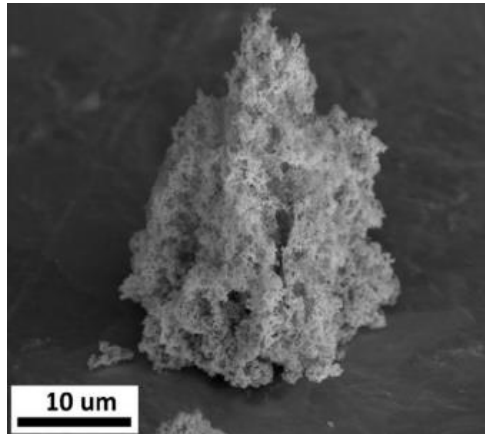


図 1.3.3 一個の NTB の拡大 SEM 像[30]

1.4 核融合炉内でのアーク

通常、ダイバータ板表面はプラズマに対して負の電位を持つ。これにより固体壁は電子を追い返し、イオンを引き込むことで、最後に電気的中性になり、流入する正味の電流は 0 に近づく。ダイバータ板の周辺に電界が存在し、この電界をシース電界と呼ぶ[35]。ELM の発生時など、高いエネルギーを持つ電子が多くダイバータ板に流入すると、固体壁の電位が深くなり、固体壁にブレイクダウンが発生し、多くの電子が放出される。電子放出により固体壁とプラズマの間の電位差が小さくなり、プラズマからより多くの電子が壁へ流入する。電子の運動により、プラズマと壁の間に閉じた電流ループが形成され、壁が陰極と陽極を兼ねる状況になる。この場合のアークを単極アークと呼ぶ[36]。アークの発生原理は一般的に繰り返し発生する爆発的な電子放出(explorative electron emission, ecton)のプロセスで説明される[37]。図 1.4.1 はその概略を示す。金属表面に微細な突起が存在する所に電界が集中し、ブレイクダウンにより金属が蒸発される。蒸発した金属原子がイオン化し、プラズマ雲になる。イオンの圧力で溶融した金属を押し出し、ドロップレットが飛び散る、これにより金属表面にクレーターが形成される。十数ナノ秒経過すると、プラズマ雲は拡散し、イオンの圧力が低くなり、クレーターの周辺に新しい突起が形成される。この新しく形成された突起から、また電界が集中し最初の過程を繰り返す。この繰り返し過程により、爆発的に電子が持続して放出されることで、ブレイクダウンからアークまで発展する。

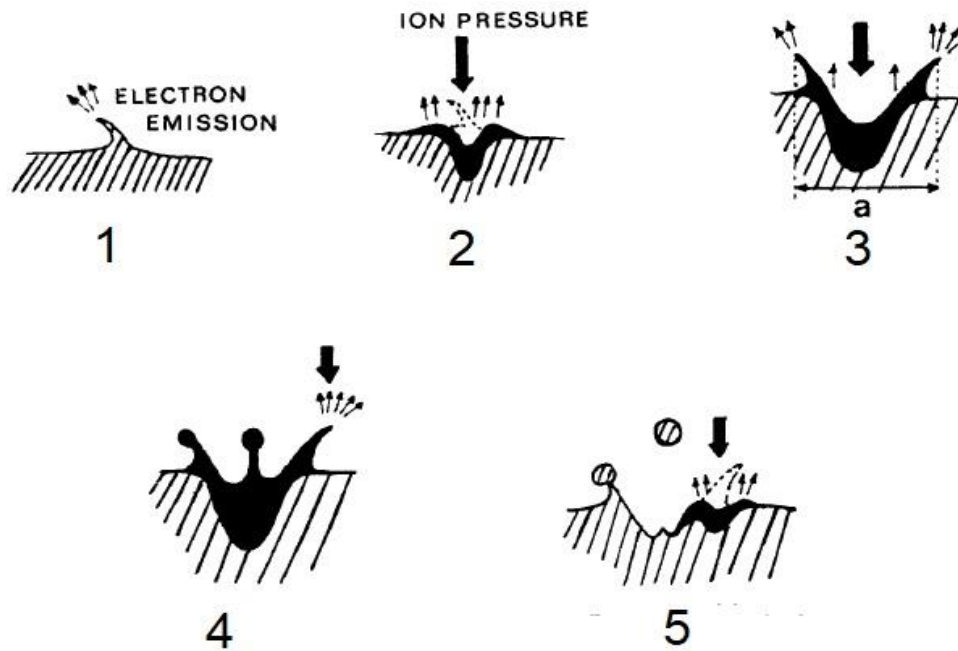


図 1.4.1 アーキングの発展過程とクレーター形成の概略[37]

今まで建設された核融合実験装置においてトカマク装置 DIII-D、ASDEX-Upgrade にアークの発生は確認され[38, 39]、ステラレータ装置 LHD、W7-X にもアークの発生が確認された[41]。アークの発生は常に金属溶融とドロップレット飛散を伴うことから、プラズマ対向壁の損耗を著しく増加させる懸念がある。アークによる損耗量を検証するために、核融合装置ではアークの関連実験が多数行われた。DIII-D での実験により、アークによる損耗量が全体の損耗量に占める割合は低いことが示唆された[39]。ASDEX-Upgrade での実験は、局所的な領域において、3 - 4 μm のタングステンコーティングはアークによって損耗され、その損耗量はスパッタリングを 7 倍ほど上回ることを示された。一方、装置全体から見れば局所で間欠的に発生するアークによる損耗量は、常時広域で発生するスパッタリングによる損耗量と比べて僅かな量であることが分かった[38]。しかし、前節で述べた fuzz 構造が形成される場合、アークによる損耗量が増加すると報告された[40]。LHD はステラレータ方式の核融合装置であるため、ELM のような間接的熱負荷が発生しないが、LHD の内部にアークによって侵食された痕跡が見られた[41]。この結果は定常プラズマ照射においても fuzz 上の点弧が可能であることを意味し、fuzz の形成がアークを点弧しやすくすることを示唆する。図 1.4.2 に試料の正味の損耗率から推定されるアークの損耗量の fuzz の厚みに対する依存性を示す。この結果から、fuzz の厚みが増えるほど、W の損耗量が増加することが報告されている[42]。

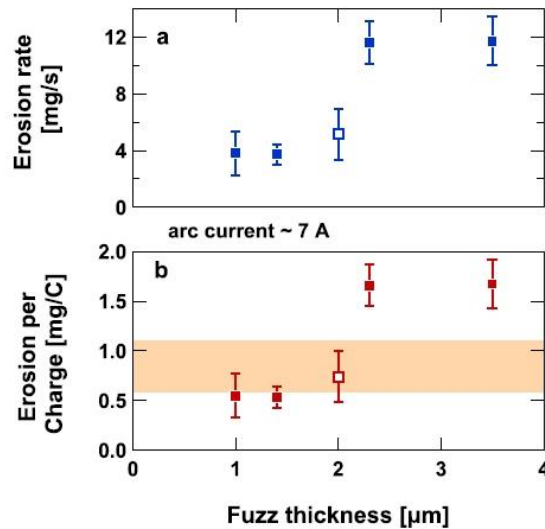


図 1.4.2 アークによる損耗率の fuzz 厚み依存性 [42]

1.5 W 表面構造変化がアークに与える影響

fuzz や NTB の形成によって、電界電子放出が増加する[43, 44]。電界電子放出はブレイクダウンの発生とアークの点弧に強い関連性を持つゆえ、これらの構造の形成はアークを誘発する可能性がある[44, 45]。図 1.5.1 (a) に fuzz 構造、loop 構造 (図 1.3.2⑦-⑧のような構造)、図 1.5.1(b)に NTB の電界電子放出特性を示す。fuzz 表面で電界電子放出が始まる電界しきい値は ~ 7 kV/mm であり、局所的な電界の集中を評価する電界集中係数 β は ~ 1000 である[44]。しかし、パルス熱負荷が印加される時、2 kV/mm 以上の電界があればアーク点弧が可能である[43]。梶田らは -50 V より深いバイアスを印加した状態でパルス熱負荷の入射によりアークを点弧させた[40]。パルス熱負荷の代わりに、パルスプラズマを fuzz に照射した際、 -70 V のバイアスでアークを点弧させた。パルス熱負荷がない場合、定常状態の He プラズマ照射により、 -400 V のバイアスを印加すると fuzz 上でのアークが観測された[46]。NTB では fuzz よりさらに低い ~ 1 kV/mm での電界で電子放出が可能である。電界集中係数は NTB の形に依存するが、fuzz の電界集中係数の数倍であることが分かった[44]。これは NTB がアークを点弧させるためのバイアしきい値は fuzz より高いことを示唆する。NTB の生成条件は fuzz の生成条件より狭い領域に存在するが[20, 30]、NTB からの電界電子放出が fuzz より容易なため、ダイバータ上でのアーキングを誘発するトリガーになる恐れがある。アークが頻発に発生すると、ダイバータ寿命の短縮や炉心への不純物侵入などの問題が起こる可能性がある。これまで、NTB 構造が形成された場合のアークの点弧条件は調べられていないため、それを正確に評価することが重要である。

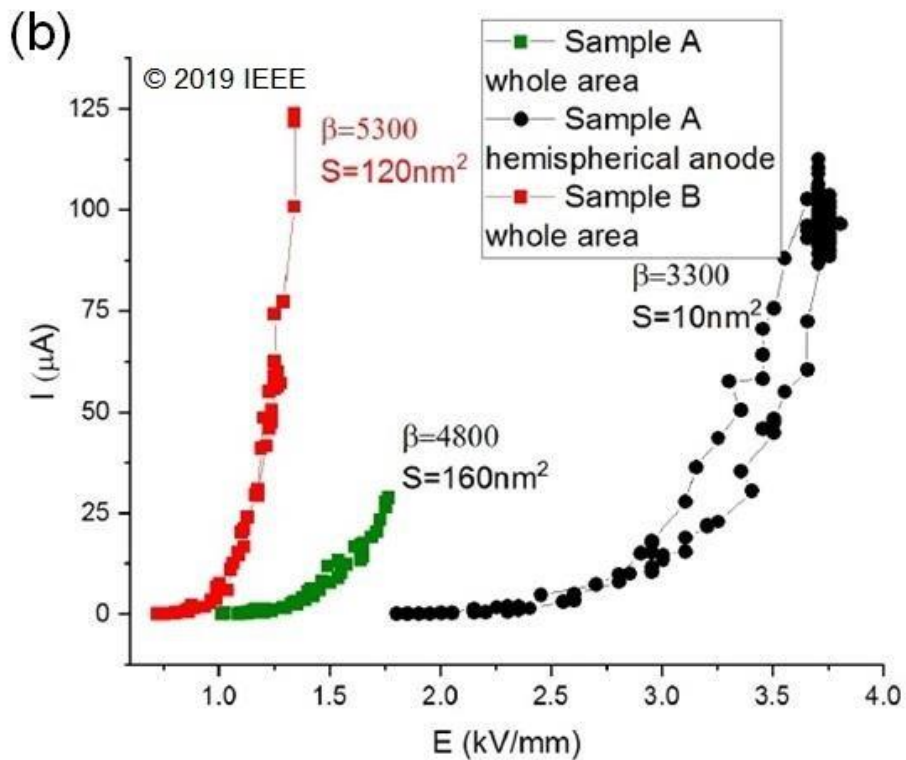
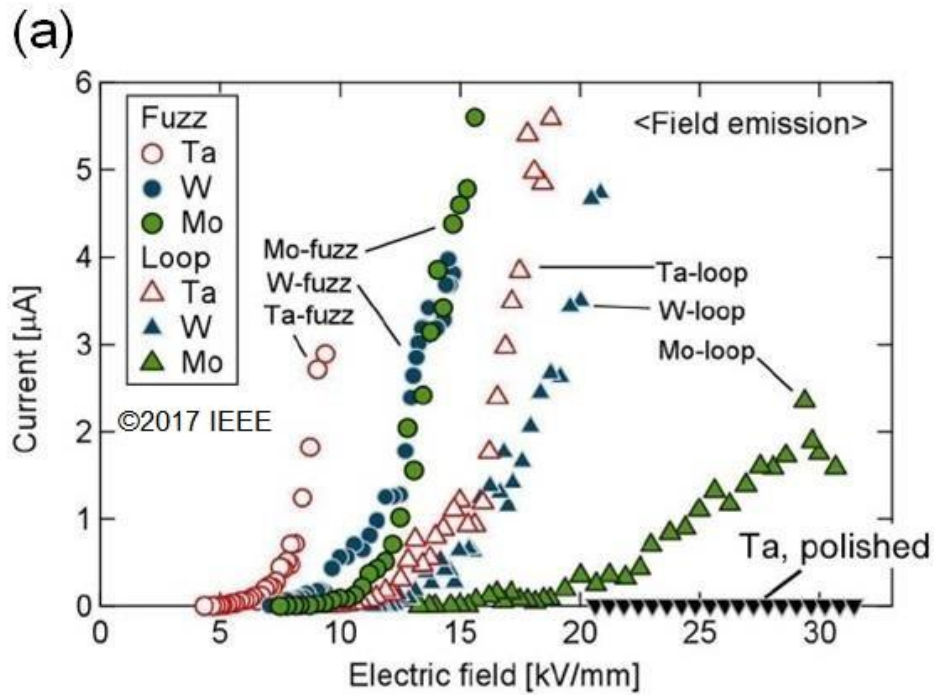


図 1.5.1 異なる表面の電界電子放出特性

(a) : fuzz、loop 表面[45] (b) : NTB 表面。Sample A と Sample B は W の NTB 試料[44]

fuzz や NTB のような構造が表面に形成されることにより、ダイバータ上で
のアークを誘発する恐れがあるため、その悪影響を低減する方法を考える必要
がある。近年、真空中で赤外線を用いて fuzz を加熱し、アニーリングすること

で fuzz が消失し、W バルク表面が回復される事例が報告された[46-48]。Wright らは機械研磨、レーザパルス照射及びアニーリング手法を用いて、fuzz の除去を試みた。その結果、1673 K の温度でのアニーリングは fuzz を完全に除去でき、最も良い効果を示した[48]。これらの結果から、fuzz が形成されても、He の少ないプラズマ、あるいは 20 eV より低いエネルギーを持つプラズマの照射効果によって、表面が回復される可能性を示した。同じ手法を用いて、NTB の除去を試みる価値があると考ええる。

1.6 本研究の目的と構成

本章を通して、核融合発電の重要性と将来性を述べつつ、核融合炉のダイバータ設計が直面している熱負荷問題、及びダイバータ板の構成材料である W への He 照射により形成される表面構造変化、特に中性不純物ガス添加により形成される NTB 構造について、その形成条件や形成に伴う材料の物理特性の変化、特に電界電子放出係数の増加について詳しく述べた。NTB の電界集中係数が大きく、電界電子放出の開始電界も低いことから、ダイバータ表面で発生するアークのトリガーになる可能性がある。ダイバータ上で発生するアークはダイバータの損耗を著しく増加し、材料の寿命を縮める。よって、NTB の形成機構の調査と NTB 構造が及ぼすアークの誘発効果の評価が極めて重要である。

本研究では、実際のダイバータ環境を模擬し、He プラズマとダイバータ材料である W の相互作用により形成される NTB 構造の数密度とサイズが照射条件に対する依存性を解明するとともに、NTB 構造の形成によるアークの発生条件と発生頻度を系統的に調査することを目的とし、研究を行なった。

将来核融合炉の運転中に形成されうる NTB 構造について、その形成状況とその形成がダイバータ板に及ぼす影響、特にアークの誘発効果を系統的に調査するため、本研究は以下四つの課題に基づき、実験を行なった。

課題①：W に形成される NTB の数密度と形状がプラズマ照射条件に対する依存性を明らかにする。

課題②：NTB 形成による電界電子放出特性の変化を理解する。

課題③：NTB 形成によるアーク誘発の可能性を調査する。

課題④：NTB によるアークの誘発を確認した上で、悪影響の抑制方法を提案する。

課題①は不純物ガス添加 He プラズマ照射による W 表面で形成される NTB の数密度や形状などの照射条件依存性を明らかにし、将来ダイバータ環境での NTB の形成状況を見積もるためのデータの取得を目的とする。NTB の形成のプラズマ照射条件依存性を明確にした後、NTB の形成がダイバータ表面の電界電子放出特性にどのような影響を与えるかを調査する必要がある。課題②は NTB 形成による電界電子放出特性の変化を調査し、その変化の NTB の形状に対する依存性を解明することを目的とする。NTB からの電界電子放出がアークを誘発する可能性があるとは指摘したが、NTB 構造上のアーク点弧条件はまだ調査されてないため、課題③はその明確化を目的とする。NTB 形成によるアークの誘発を確認した後、課題④において、アークの抑制を目的とし、NTB

形成による悪影響の低減方法の提案を目指す。

以上4つの課題を中心に研究を行う。図1.6.1に各課題に対し、それぞれ行われた実験内容を示す。本論文は全7章で構成されている。本章を通して、本研究の背景や目的を紹介した。第2章では本研究における重要な基礎理論、知識と本研究で主に使用した実験装置を紹介する。第3章ではNTB形成の空間不均一性とNTB数密度と形状のスパッタリング率依存性について調査し、異なる照射条件でのNTBの数密度や形状の変化を系統的に調査した結果をまとめる。これらの結果に基づき、プラズマ照射により形成されるNTBの数密度と形状などの情報を系統的に取得し、プラズマ照射条件に対する依存性を明らかにすることができる。第4章では異なる入射イオンエネルギーと不純物ガス割合で生成されたNTBの構造を分析し、その構造が電界電子放出特性へ与える影響について調査した結果をまとめる。これらの結果に基づき、NTBの形成による電界電子放出特性の変化を理解することができる。第5章では異なる不純物ガスが添加される場合のアーク発生頻度のバイアス依存性を調査し、そのアーク頻度がNTBの形成に対する依存性を明らかにする。これにより、NTBの形成によるアーク誘発の可能性を確認し、定量的評価することができる。第6章ではアニーリング手法を用いて、NTBの表面形状を変化させることでNTBからの電界電子放出を低減し、NTB形成によるアークの抑制を試る。最後に第7章を通じて、本研究の全体の内容をまとめ、今後の展望について述べる。

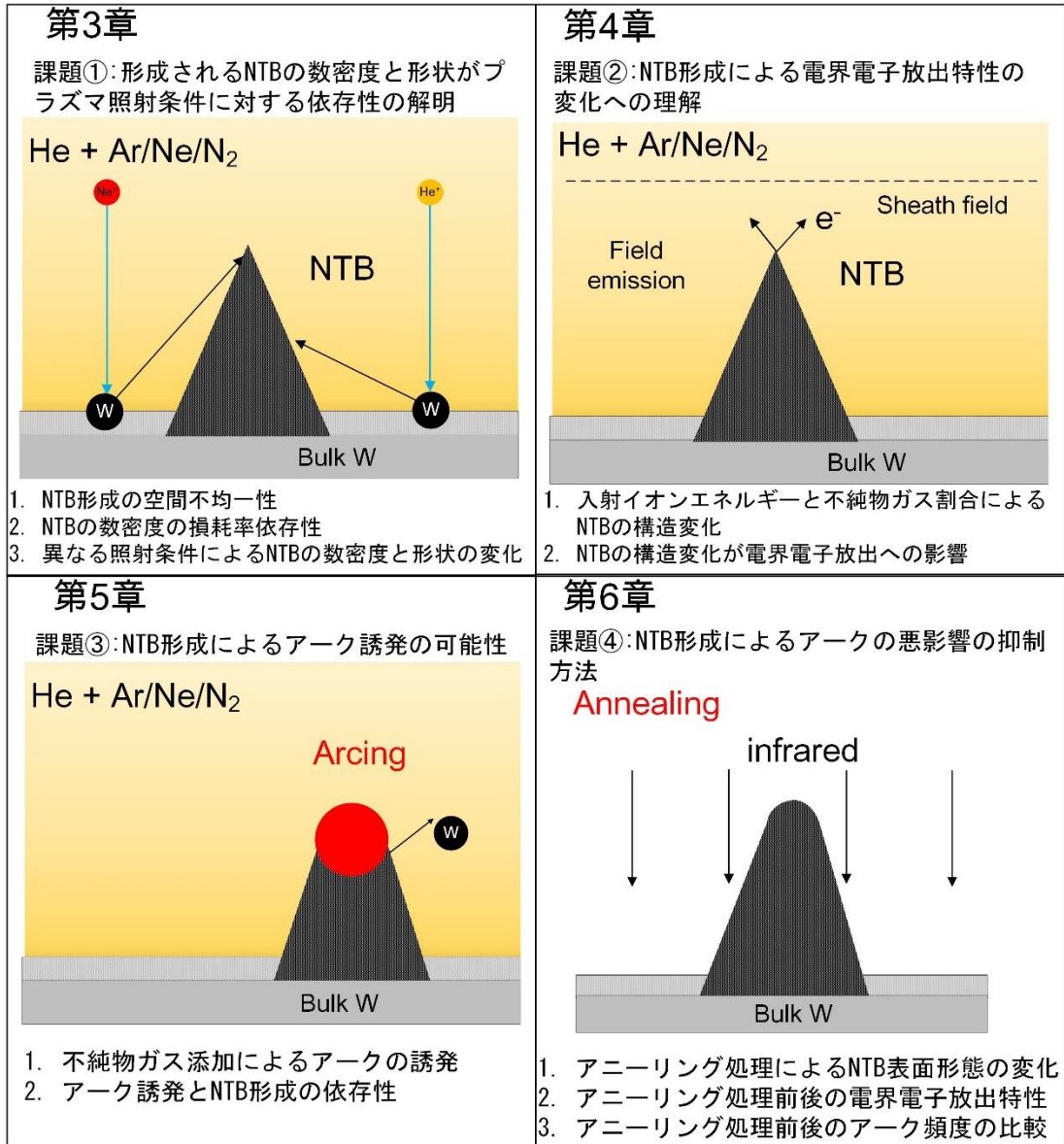


図 1.6.1 各章の内容を示す概略図

参考文献

- [1] フランス エコロジー移行省 「Chiffres clés de l'énergie Édition 2021 (2021 年エネルギー白書)」
- [2] 日本 経済産業省 「第 6 次エネルギー基本計画」
- [3] Wolfgang Picot, IAEA BULLETIN 62-2 (2021), Magnetic Fusion Confinement with Tokamaks and Stellarators.
- [4] ITER: <https://www.iter.org>.
- [5] J. Wesson: Tokamaks fourth edition, Oxford University Press (2011).
- [6] T. Hirai, S. Panayotis, V. Barabash *et al.*, Nucl. Mater. Energy **9**, 616-622 (2014).
- [7] X. Bonnin, R. A. Pitts, V. Knmarov *et al.*, Nucl. Mater. Energy **12**, 1100-1105 (2017).
- [8] R. Pitts, S. Carpentier, F. Escourbiac *et al.*, J. Nucl. Mater. **438**, S48-S56 (2013).
- [9] A. Loarte, B. Lipschultz, A. Kukushkin *et al.*, Nucl. Fusion **47**, S203 (2007).
- [10] D. Lumma, J. Terry and B. Lipschultz, Phys. Plasmas **4**, 2555-2566 (1997).
- [11] R. R. Parker, Fusion Eng. and Des. **39-40**, 1-16 (1998).
- [12] 田辺哲郎, 日本原子力学会の年会要旨集 **41**(1), KO21-KO24 (2003).
- [13] J. Brooks, L. El-Guebaly, A. Hassanein *et al.*, Nucl. Fusion **55**, 095005 (2009).
- [14] W. Eckstein, "Calculated sputtering, Reflection and Range Values", IPP 9/132 (2002).
- [15] G. De Temmerman, T. Hirai, and R. Pitts, Plasma Phys. Control. Fusion **60**, 044018 (2018).
- [16] A. Takayama, A. M. Ito, S. Saito *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **52**, 01AL03 (2013).
- [17] T. Tamura, R. Kobayashi, S. Ogata *et al.*, Model. Simul. Mat. Sci. Eng. **22**, 015002 (2013).
- [18] M.Y. Ye, S. Takamura and N. Ohno, J. Nucl. Mater. **241-243**, 1243 (1997).
- [19] S. Takamura, N. Ohno, D. Nishijima *et al.*, Plasma Fusion Res. **1**, 051 (2006).
- [20] S. Kajita, W. Sakaguchi, N. Ohno *et al.*, Nucl. Fusion **49**(9), 095005 (2009).
- [21] M.J. Baldwin and R.P. Doerner, Nucl. Fusion **48**, 035001 (2008).
- [22] G. Wright, D. Brunner, M. Baldwin *et al.*, Nucl. Fusion **52**, 042003 (2012).
- [23] M. Dimitrova, V. Weinzettl, J. Matejicek *et al.*, Journal of Physics: Conference Series **700**, 012008 (2016).
- [24] G. De Temmerman, K. Bystriv, J. J. Zielinski *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. A **30**, 041306 (2012).
- [25] S. Kajita, T. Ishida, N. Ohno *et al.*, Sci. Rep. **6**, 30380 (2016).
- [26] S. Krasheninnikov, Phys. Scr. **2011**, 041040 (2011).
- [27] S. Takamura and Y. Uesugi, Appl. Surf. Sci. **356**, 888-897 (2015).
- [28] Y. V. Martynenko and M. Y. Nagel, Plasma Phys. Rep. **38**, 996-999 (2012).
- [29] A.M. Ito, A. Takayama, H. Nakamura, Mater. Res. Express **10**, 125002 (2023).
- [30] K.B. Woller, D.G. Whyte, G.M. Wright, Nucl. Mater. Energy **12**, 1282-1287 (2017).
- [31] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, Nucl. Fusion **58**, 096022 (2018).
- [32] M.J. Baldwin, R.P. Doerner, D. Nishijima *et al.*, J. Nucl. Mater. **390-391**, 886-890 (2009)
- [33] D. Hwangbo, S. Kajita, H. Tanaka *et al.*, Nucl. Mater. Energy **18**, 250-257 (2019).

- [34] K. B. Woller, D. G. Whyte, and G.M. Wright, *J. Appl. Phys.* **129**, 115301 (2021).
- [35] 高村秀一、「プラズマ理工学入門」、森北出版株式会社 (2006).
- [36] A.E. Robson and P.C. Thonemann, *Proc. Phys. Soc.* **73**, 508 (1959).
- [37] B. Juttner, *Contribute to Plasma Phys.* **19**(1), 25-48 (1979).
- [38] S. Kajita, M. Fukumoto, M. Tokitani *et al.*, *Nucl. Fusion* **53**, 053013 (2013).
- [39] D.L. Rudakov, C.P. Chrobak, R.P. Doerner *et al.* *J. Nucl. Mater.* **438**, S805-S808 (2013).
- [40] S. Kajita, N. Ohno, N. Yoshida *et al.*, *Plasma Phys. Control. Fusion* **54**(3), 035009 (2012).
- [41] D. Hwangbo, S. Kajita, C. P. Dhard *et al.*, *Plasma Fuson Res.* **15**, 2402012 (2020).
- [42] D. Hwangbo, S. Kajita, S.A. Barengolts *et al.*, *Contrib. to Plasma Phys.* **58**, 608-615 (2018).
- [43] S. Kajita, N. Ohno, Y. Hirahata *et al.*, *Fusion Eng. Des.* **88**(11), 2842-2847 (2013).
- [44] D. Sinelnikov, D. Bulgadaryan, D. Hwangbo *et al.*, *IEEE Trans. Plasma Sci.* **47**(11), 5186-5190 (2019).
- [45] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *IEEE Trans. Plasma Sci.* **45**(8), 2080-2086 (2017).
- [46] S. Takamura, T. Miyamoto, T. Tomida *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **415**, S100 (2011).
- [47] G. De Temmerman, K. Bystrov, R. P. Doerner *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **438**, S78-S83 (2013).
- [48] G. M. Wright, G.G. van Eden, L.A. Kesler *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **463**, 294-298 (2015).

第2章 基礎理論と実験装置

2.1 プラズマ材料相互作用

本節では、本研究における重要なプラズマ材料相互作用について、基礎的な知識と理論を紹介する。特に、固体壁近傍にある電場が発生する領域“シース”とシース電場により加速されたイオンと固体表面の衝突により、表面近傍にある原子を弾き出す現象“スパッタリング”について紹介する。

2.1.1 シース

実験室で形成されるプラズマは明確な境界があるため、通常は固体壁と接することになる。その場合、イオンより質量の小さな電子が固体壁へ速く流入し、固体表面は負の電位となる。固体壁のマイナス電位は電子のさらなる流入を防ぐと同時に、イオンを引き込む。その結果、固体壁へ流入するイオンと電子が平衡状態になる。負の電位を持つ固体壁の近傍空間電荷層による電荷量が等しくする領域をシースと呼ぶ。

シースが安定に形成されるためには、イオンがシースへ流入する速度が一定のしきい値以上になる必要がある。シースが形成されるための条件をボーム条件と呼び、イオン速度のしきい値はイオン音速となる。

プラズマ本体とシース端の間に、プリ・シースと呼ばれる領域がある。プリ・シースは電気的中性であるが、両端に弱い電位差 ϕ_0 が生じ、この電位差によりイオンがイオン音速まで加速され、シースへ流入する[1]。

シースは電子を追い返し、イオンを引き込むことにより、固体壁へ流入する正・負の荷電粒子が平衡になる。この時固体壁に流れる正味の電流は 0 である。プラズマから固体表面に流入するイオン電流密度をシース端のプラズマ密度を用いて表すと

$$j^+ = en_s C_s \quad (2-1)$$

e は素電荷、 n_s はシース端のイオン密度、 C_s はイオン音速である。ボーム条件をイオン音速で表すと、

$$V_0 > C_s = \sqrt{\frac{k(T_e + T_i)}{m_i}} \quad (2-2)$$

V_0 はイオンの速度、 k はボルツマン定数、 T_e は電子温度、 T_i はイオン温度、 m_i はイオン質量である。

しかし、金属表面に深い負バイアスを印加する場合、シースポテンシャルは

深くなり、電子は追い返されて金属表面に到達できず、イオンのみが金属表面へ流入することになる。この場合、金属表面に流れ込む電流は0ではなく、正味の電流が流れる。この場合に生成されるシースは Child-Langmuir sheath と呼ぶ[2]。Child-Langmuir sheath の厚み s_{Child} は以下の式より計算できる。

$$s_{\text{Child}} = \frac{\sqrt{2}}{3} \lambda_{\text{Ds}} \left(\frac{2eV_{sh}}{kT_e} \right)^{\frac{3}{4}} \quad (2-5)$$

$$V_{sh} = \varphi_s - \varphi_b \quad (2-6)$$

$$\lambda_{\text{Ds}} = \sqrt{\frac{\epsilon_0 k T_e}{n_e e^2}} \quad (2-7)$$

V_{sh} はシース電圧であり、プラズマの空間電位(φ_s)とバイアス(φ_b)の差である。 λ_{Ds} はデバイ長、 ϵ_0 は真空の誘電率、 n_e はシース端の電子密度である。これにより、シースの厚みは印加するバイアスに依存することが分かる。

シース端の位置を0にして、金属表面の位置をシースの厚み s にすると、シース内における電位 φ 、電場強度 E と金属表面からの垂直距離 x の関係を

$$\varphi = -V_{sh} \left(\frac{x}{s} \right)^{\frac{3}{4}} \quad (2-8)$$

$$E = \frac{4}{3} \frac{V_{sh}}{s} \left(\frac{x}{s} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2-9)$$

で表すことができる。 $x = s$ の時、金属表面での電場強度 E_s は

$$E_s = \frac{4}{3} \frac{V_{sh}}{s} = \left(\frac{en_e}{\epsilon_0} \right)^{\frac{1}{2}} (8V_{sh}T_e)^{\frac{1}{4}} \quad (2-9)$$

により計算できる。固体表面へ入射するイオンのエネルギー E_i は

$$E_i = QV_{sh} \quad (2-10)$$

となる。 Q はイオンの電荷量である。

2.1.2 スパッタリング

エネルギーの高いイオンがダイバータ板に入射すると、入射するイオンの運動量を材料に与え、材料原子がはじき出される。はじき出された原子が他の材料原子と衝突し、さらに他の原子をはじき出す。このプロセスを衝突カスケード

ドと呼ぶ。 W をはじき出すための最小のエネルギーはシミュレーションにより 65.6 eV 程度であることが報告されている[3]。弾性衝突の場合、 W 原子に与えられる運動エネルギー E_k を以下の式で表す：

$$E_k = \frac{4m_w m_i}{(m_w + m_i)^2} E_i \cos^2 \theta \quad (2-11)$$

m_w はタングステンの質量、 m_i は入射イオンの質量、 E_i は入射イオンエネルギー、 θ は衝突の角度である[4]。

衝突カスケードの作用により、材料表面の原子に表面結合エネルギー以上のエネルギーを与えると、材料原子が表面から飛び出す。この現象を物理スパッタリングという。式(2-11)が示すように、材料原子、入射イオンはそれぞれ異なる質量を持っているため、材料によって、または入射イオンの種類によって、同じ入射イオンエネルギーの場合でも、スパッタリング率が異なる。イオンの入射角度もスパッタリング率に影響を与える。一般的に、入射イオンエネルギーがしきい値以下ではスパッタリングが生じない。しきい値エネルギーを超えると、スパッタリング率は入射エネルギーの増加により急峻に増加し、数百 - 数千 eV で最大となり、それ以上エネルギー高くなると、入射イオンが材料奥深くまで侵入し、標的原子が出にくくなることがある。入射イオンの質量が大きくなると、スパッタリングのしきい値は低くなり、スパッタリング率は高くなる。図 1.3.1 は入射角度が 0° の場合の、 W に対する各種のイオンのスパッタリング率を示す[5]。

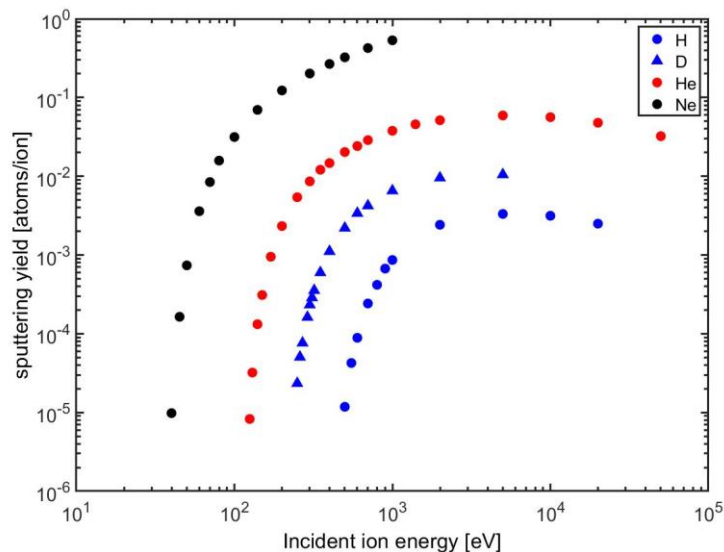


図 1.3.1 異なるイオンが W へ入射する時のスパッタリング率[5]

2.2 材料からの電子放出

固体から電子が飛び出す現象を電子放出と呼ぶ。固体の中の自由電子はエネルギーを得ることによって励起され、固体の外へ離脱することができる。電子放出するのに必要な最小エネルギーを仕事関数と呼ぶ[6]。電子放出の種類は

熱電子放出、電界電子放出、光電子放出、イオン衝撃による二次電子放出など色々あるが、本節は主に熱電子放出、電界電子放出について述べる。電子放出は金属表面で発生する単極アークと深く関係している。アーク放電の時、熱電子放出と電界電子放出が同時に発生する場合が多い。

2.2.1 熱電子放出

固体の温度が高くなる時、固体内部の自由電子がポテンシャル障壁を越えて飛び出す現象がある。この現象を熱電子放出と呼ぶ。熱電子の電流密度 j_c と固体温度の関係は Richardson-Dushman の式で表すことができる[7]。

$$j_c = AT^2 \exp\left(\frac{-W_f}{kT}\right)$$

$$A = \frac{4\pi m k^2 e}{h^3} = 1.2 \times 10^6 \text{ A/m}^2\text{K}^2 \quad (2-12)$$

A は Richardson 定数と呼ばれる。 W_f は固体の仕事関数、 T は表面温度である。

一方、熱電子を放出する材料に電界 E_{sk} を印加することで、ポテンシャル障壁が低くなり、熱電子の放出量が増加する。これをショットキー効果と呼ぶ。この場合、仕事関数の減少量は

$$\Delta W_f = \sqrt{\frac{e^3 E_{sk}}{4\pi \epsilon_0}} \quad (2-13)$$

式(2-13)は以下の形に変わる。

$$j_c = AT^2 \exp\left(\frac{-(W_f - \Delta W_f)}{kT}\right) \quad (2-14)$$

2.2.2 電界電子放出

高い電場が存在する場合、固体のポテンシャル障壁の幅が極めて薄くなり、トンネル効果により電子が放出される[6]。この電子が放出する現象を電界電子放出と呼ぶ。0 K における電界電子放出の電流密度 j_{FN} は Fowler-Nordheim の式で表される：

$$j_{\text{FN}} = \frac{e^3}{8\pi h W_f t^2(y)} E^2 \exp \left[-\frac{8\pi \sqrt{2m_e W_f^3}}{3heE} v(y) \right] \quad (2-15)$$

$t(y)$ 、 $v(y)$ は y に関する楕円関数であり、材料によって異なる[8]。 h はプランク定数である。電極の表面積 S 、電場強度 E を用いて、電界放出電流 I は

$$I = 1.54 \times 10^{-6} \frac{SE^2}{W_f t^2(y)} \exp \left[-6.83 \times 10^9 \frac{W_f^{3/2}}{E} v(y) \right] \quad (2-16)$$

により得られる。

電極の表面は平面でなく、fuzz や NTB のような凹凸構造を持つ場合、電界の分布が不均一になり、尖っている部分に電界が集中し、電界強度が高くなる。その時、局所的な場所に集中する電界を F とし、全体において平均的な電界を E とすると、その比例係数 β を電界集中係数と呼ぶ。

$$F = \beta E \quad (2-17)$$

電極に印加する電圧を V 、電極間距離を d とすると、以下の式が成立する。

$$\ln \frac{1}{V^2} = \frac{-BW^{3/2}d}{\beta} \frac{1}{V} - \ln \frac{d^2 W}{1.54 \times 10^{-6} S \beta^2} \quad (2-18)$$

ゆえに、 $1/V$ と $\ln \frac{1}{V^2}$ をそれぞれ x 、 y 軸でプロットすると、傾きにより電界集中係数が求められる。このプロットを Fowler-Nordheim プロット(F-N プロット)と呼ぶ。

2.3 実験装置

本節は実験で主に用いた実験装置を紹介する。

2.3.1 直線型ダイバータ模擬装置 NAGDIS-II

材料へのプラズマ照射実験は直線型ダイバータ模擬装置 NAGDIS-II を用いて行う。NAGDIS-II は全長 2.5 メートルで、放電部とプラズマテスト部から構成される。図 2.3.1 に NAGDIS-II の全体写真を示す。図 2.3.2 に装置の概略図を示す。

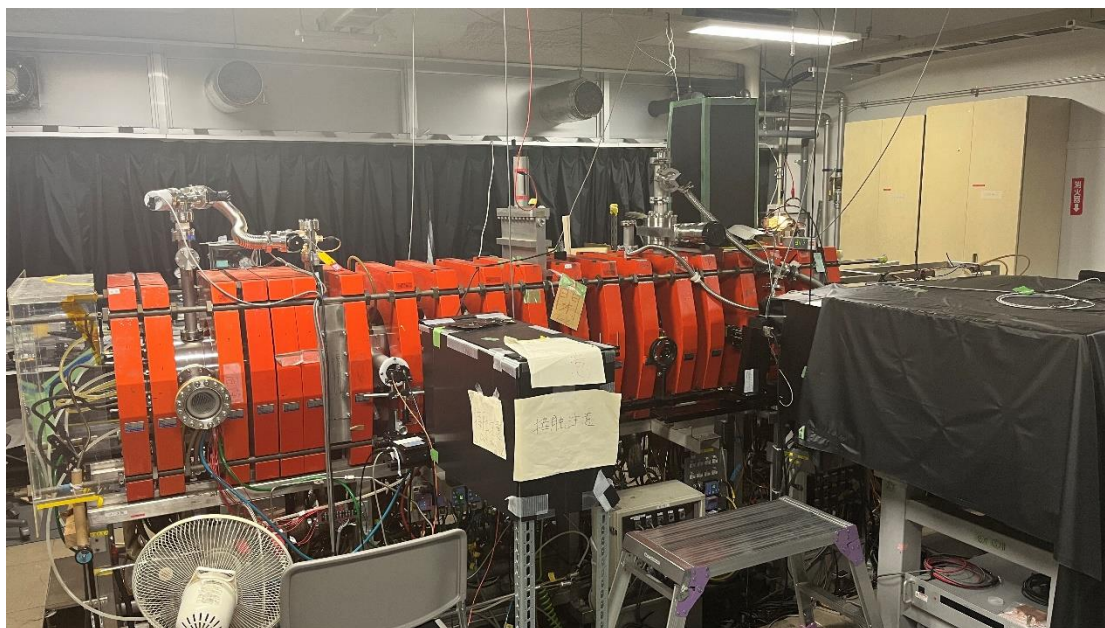


図 2.3.1 NAGDIS-II の全体像。各種計測機器が装着されている。

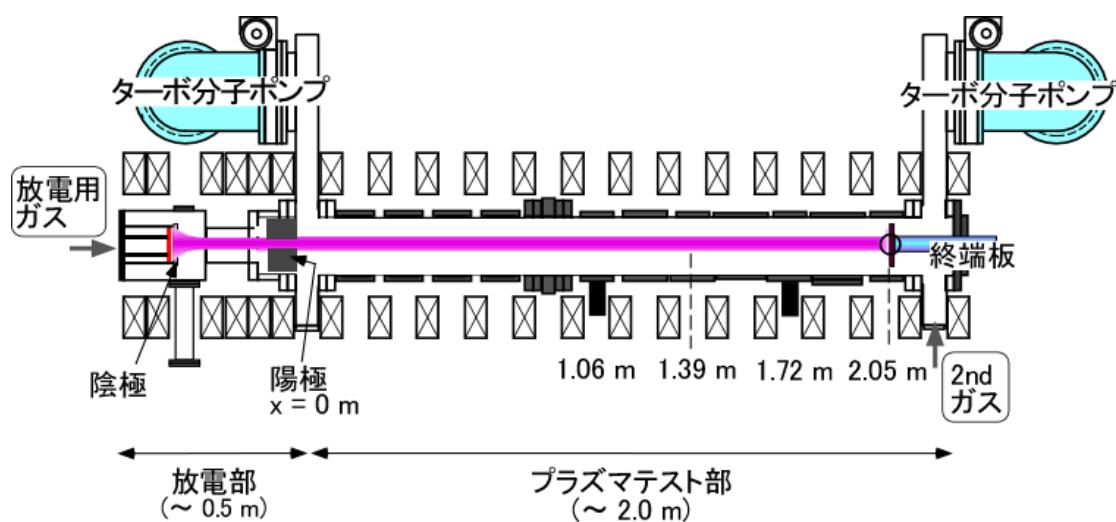


図 2.3.2 NAGDIS-II の概略図

装置は円筒状の真空容器をもつ。上流側と下流側には、排気速度が最大 2400 L/s のターボ分子ポンプを 2 台備える。これにより装置内部の背景真空度は 10^{-5} Pa 台となる。

放電部では傍熱型の LaB_6 陰極を使用する。主に使われる放電用ガスは H_2 、 D_2 、 He 、 N_2 、 Ne 、 Ar などがある。これらの単体ガス、または混合ガスでの放電が可能である。放電時カーボンヒーターによって LaB_6 を加熱させ、熱電子を放出させる。放出された熱電子は中間電極を通過し、放電用ガスと衝突することで、ガス分子または原子を電離し、放電させ、プラズマを生成する。装置の外に 20 個の電磁石コイルを装着している。これにより、上流側から終端板に向かう磁場を生成することができる。磁場の調整範囲は 0.025 T - 0.25 T であ

る。NAGDIS-II で生成される He プラズマの電子密度 $n_e \leq 10^{20} \text{ m}^{-3}$ 、電子温度 $T_e = \sim 3 - 5 \text{ eV}$ である。

NAGDIS-II の陽極から $\sim 1.4 \text{ m}$ の位置に、試料導入部が設置されている。導入棒と導入用プローブを用いて、金属試料を真空容器内に挿入することができる。図 2.3.3 に試料導入棒とプローブの写真を示す。試料導入プローブと試料導入棒はコネクタ(レモジャパン社製)で接続する。試料導入プローブはコネクタ、セラミック管と芯になる W ワイヤーで構成される。W ワイヤーの片方はコネクタと半田付けで繋ぎ、もう片方の先は輪の形に加工し、ネジで試料と繋ぐ。図 2.3.4 にその繋ぎ方の模式図を示す。これで試料導入棒と W 試料本体は電気的導通な状態になる。試料へのプラズマ照射実験を行う時、外付けの電源を用いて試料にバイアスを印加する。

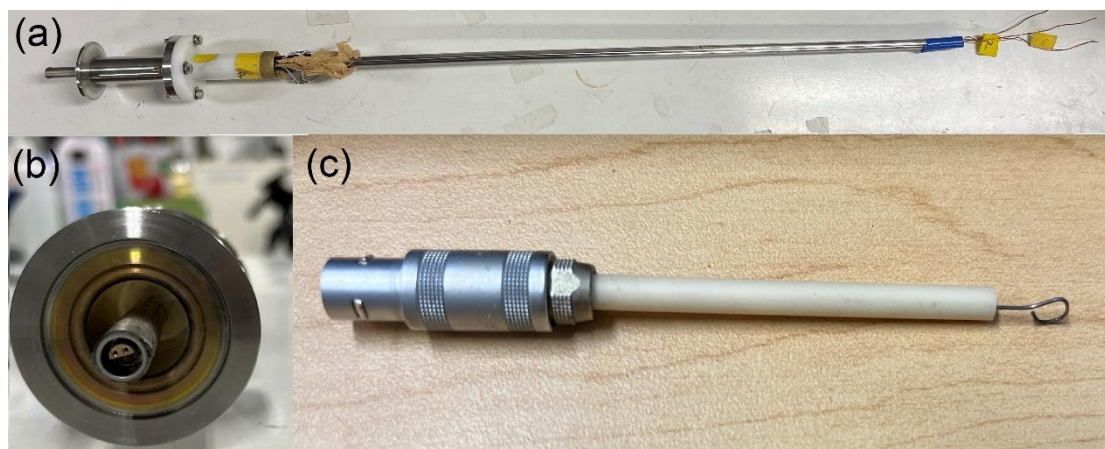


図 2.3.3 (a)試料導入棒。(b)導入棒とプローブを繋ぐコネクタ。(c)試料導入プローブ

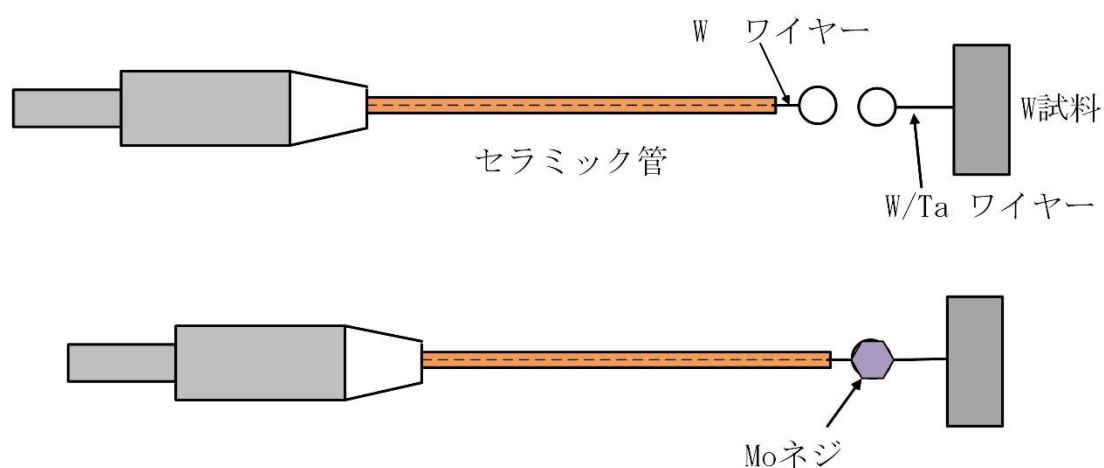


図 2.3.4 試料とプローブの繋ぎ方の模式図

2.3.2 電界電子放出測定装置

電界電子放出特性の測定は電界電子放出装置を用いて行う。図 2.3.5 (a) に

装置の全体図を示す。装置内部はポンプによって真空が保たれる。真空度は電離真空計で測定され、実験時、チャンバー内の真空度は 10^{-5} Pa 台である。チャンバー内部の写真を図 2.3.5(b)に示す。試料はカーボンテープでステンレス製の試料台に接着する。試料台の上に、銅製の平板が設置されている。試料の面と銅平板の面は平行である。試料台はネジ山が 0.5 mm のネジと接続される。ネジを調整することで試料台を垂直方向に移動し、試料と銅平板の距離を調整することができる。本研究において、試料と銅平板の距離は 1 mm にする。実験時、高電圧電源を用いて試料に負のバイアスを印加することで、試料と銅平板の間に高電場が生じ、この場合、試料が陰極となり、銅平板が陽極となる。銅平板は電流計と接続され、試料からの電界放出電流は電流計で測定される。

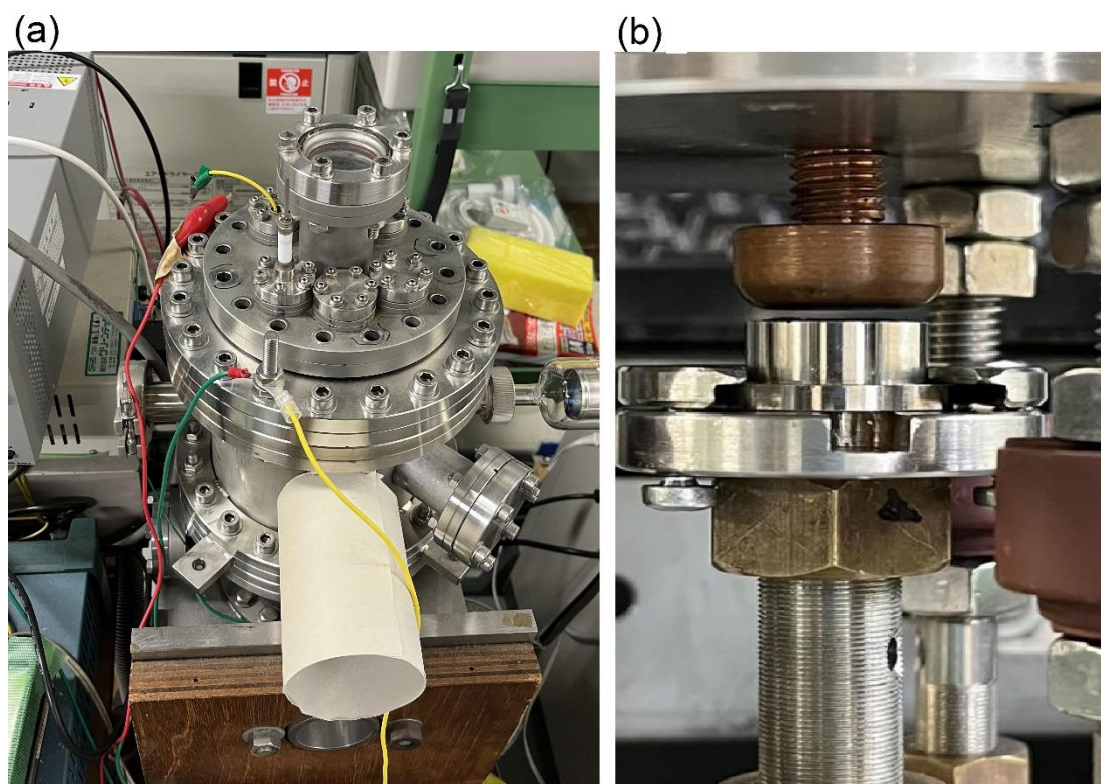


図2.3.5 (a)電界電子放出装置の外観図 (b)装置内にある試料ホルダー及び陽極の写真

2.3.3 昇温脱離ガス分析(TDS)付き真空加熱炉

アニーリング実験は TDS 付き真空加熱炉を用いて行う。図 2.3.6 に TDS 装置の外観図を示す。試料を高真空チャンバー内で加熱、昇温することができ、さらに、試料から脱離、発生するガス成分を検出することができる。室温から 1800°C の広範囲で昇温可能である。

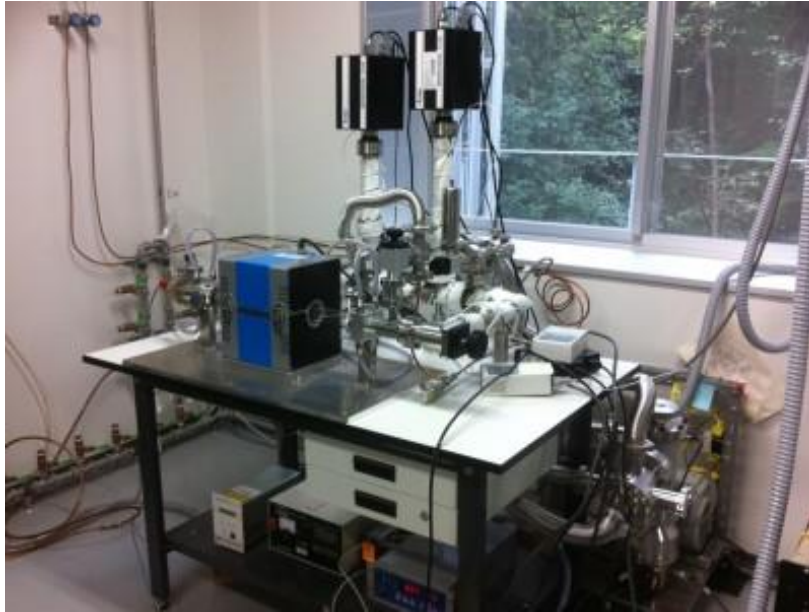


図 2.3.6 TDS 付き真空加熱炉の外観図

2.3.4 NTB 観察と計測用装置

走査型電子顕微鏡

走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)は、細く絞った電子ビームで試料表面を走査し、電子ビームによって励起された原子から放出された二次電子を二次電子検出器によって検出し、試料表面の拡大像を得る装置である。二次電子の脱出深さは数 nm かつエネルギーは数十 eV あるため、試料表面の形態を観察できる。放出された二次電子の数は試料表面の形状(傾斜角など)に依存するため、試料表面にある微細な凹凸構造も映し出せる。本研究では、名古屋大学 VBL 所有の Hitachi S4300 を用いて試料表面観察を行う。

共焦点レーザ顕微鏡

レーザ光が固体表面へ照射される時、レーザのエネルギーを吸収し、励起された電子が基底状態に戻るときに、余分なエネルギーを電磁波(蛍光)として放出する。通常の光学顕微鏡や電子顕微鏡では焦点から離れた位置の情報も検出でき、ぼやけた画像が出力されるが、共焦点レーザ顕微鏡(Confocal Scanning Laser Microscope, CLSM)はこの原理を利用し、光源であるレーザビームを用いて固体へ照射し、光源の焦点と蛍光の検出器の焦点があった表面の情報のみ検出する方式の顕微鏡である。図 2.3.7 にレーザ顕微鏡の光路図を示す。本研究では Keyence 社製の VK-9700 及び VK-X1000 を用いて、NTB の高さ、大きさ、空間位置などの三次元情報を測定する。

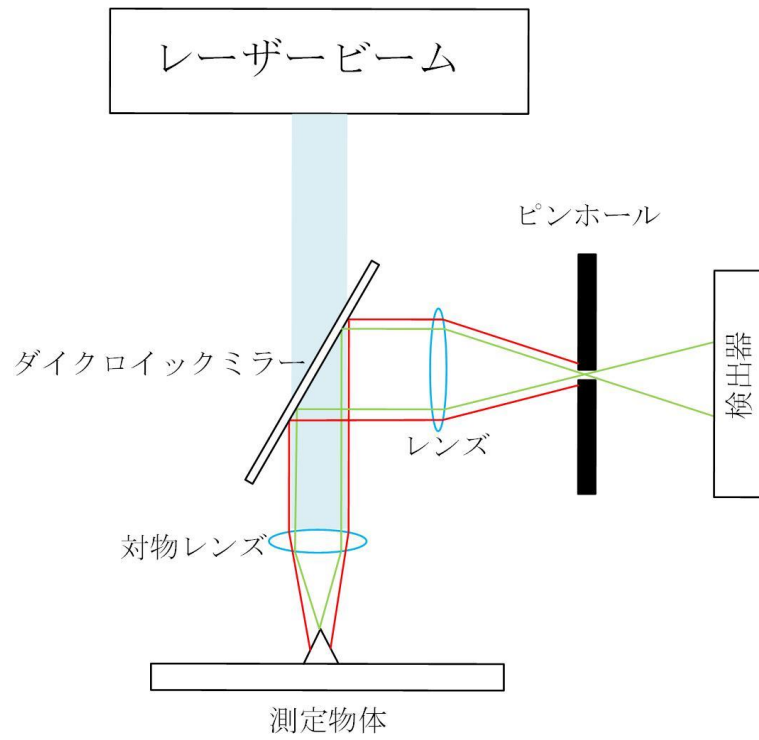


図 2.3.7 共焦点レーザー顕微鏡の原理図

参考文献

- [1] 高村秀一、「プラズマ工学入門、森北出版株式会社 (2006).
- [2] M. A. Lieberman and A. J. Lichtenberg, Principles of Plasma Discharges and Materials Processing, John Wiley & Sons (2005).
- [3] R. Stuart, M. Guinan and R. Borg, Radiation Effects **30**, 129-133 (1976).
- [4] 高村秀一、「境界領域プラズマ工学基礎」、森北出版株式会社 (2010).
- [5] W. Eckstein, "Calculated sputtering, Reflection and Range Values", IPP 9/132 (2002).
- [6] 吉原一紘、「入門固体表面を理解するための表面分析」、内田老鶴圃 (2003)
- [7] S. Dushman, Review of Modern Physics **2**, 381 (1930).
- [8] A. Anders, Cathodic Arcs, Springer, 2008.

第3章 W 表面での NTB 形成に対する実験条件依存性

第1章で述べたように、Neなどのガスを添加したHeプラズマ照射により、W表面でNTB構造が形成される。添加ガスの種類、その割合、または入射イオンエネルギーの変化によって、NTBの形成状況が変わると予想される。本章では不純物となるガス（以降不純物ガスと呼ぶ）としてN₂、Ne、ArをHeプラズマに添加した混合プラズマをW板へ照射してNTBを形成し、不純物ガス種、不純物ガス割合、入射イオンエネルギーを変化させた場合のNTBの数密度、またNTBの形状に対する影響について議論する。

3.1 実験手順

実験は直線型プラズマ生成装置NAGDIS-IIを用いて行った。図3.1.1に実験の概略図を示す。NAGDIS-IIのソース側からHeガスを注入し、エンド側からN₂、Ne、Arなどの不純物ガスを注入する。Heと不純物ガスはNAGDIS-IIのチャンバー内で混合され、0.1 Tの磁場中において、混合プラズマが生成される。プラズマの放電電流は15-20 Aである。ソース側から注入されるHeガスの流量を200 sccmで一定とし、エンド側から注入される不純物ガスの流量を3-40 sccmの間で調整することで、不純物ガスの分圧を調整する。ガス圧はバラトロン真空計で測定する。装置内のガスの全圧は0.6-0.8 Paであり、不純物ガスの分圧が占める比率を不純物ガス割合として定義する。不純物ガスを入れる前後のガス圧差から、不純物ガス割合を計算する。本実験において、添加される不純物ガス割合は1.5% - 22%の間に調整する。

W板(10 × 5 × 0.2 mm³, Nilaco社製)試料をプラズマ放電部から約1.4 m離れた位置に挿入し、プラズマ中心から上方に~12 mm離れた周辺部に設置する。試料の表面が磁力線と平行となるように設置する。そのため、試料両面共にプラズマの照射を受ける。両面を区別するため、ここでは観察窓に向かう面を表面(front side)、反対面を裏面(backside)と呼ぶ。試料が設置される位置のプラズマの典型的な電子温度と電子密度はそれぞれ~2 eVと~10¹⁸ m⁻³である。

直流電源を用いて試料に負のバイアスを印加し、試料に入射するイオンのエネルギーを調節する。試料位置でのプラズマの空間電位は~5 Vであり、印加電圧より遥かに小さいため、本実験において、試料に印加されるバイアスの絶対値と入射イオンエネルギーは等しいとする。バイアスを調節することで、入射イオンエネルギーを50 - 350 eVの範囲内で調整する。試料表面に形成したNTBはアークによって破壊されてしまうため、100 Ωのアーク抑制用抵抗を電源と試料の間に設置する。これにより、アークが発生した場合、回路の電流が上昇した結果、抵抗にかかる電圧が上昇し、試料にかかるバイアスが低下することでアークを停止させることができる。

試料表面温度は測定波長1.6 μmの放射温度計を用いて測定する。W板を測定する適切な放射率は0.3である[1]。表面温度の測定は試料挿入時に行う。Heプラズマの照射効果により、W表面に構造変化が生じ、放射率が上昇する事に

よって、表面温度が~150 K 下がることがある[2]。その場合においても、挿入時に測定された表面温度を基準値とする。試料とプラズマ中心の距離を調節することで、表面温度を 1400-1550 K の間に調整する。

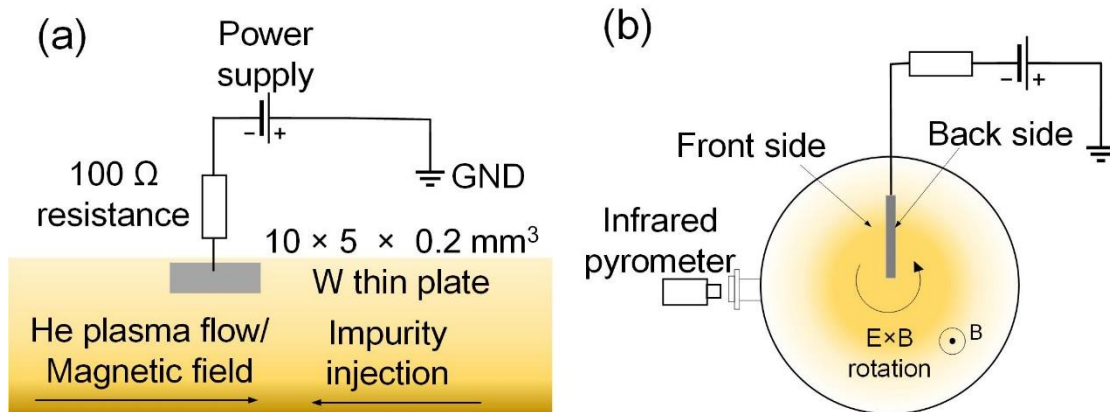


図 3.1.1 実験の概略図 (a)側面図 (b)断面図

プラズマ照射後、表面に形成された NTB 構造の形状は SEM を用いて観察する。NTB の高さ、大きさ、空間位置などの三次元情報は CLSM を用いて測定する。CLSM で取得したデータはソフトウェア ImageJ を用いて解析する。

図 3.1.2(a)に 18%の Ne を添加した He-Ne 混合プラズマ照射後の W 表面の SEM 像を示す。試料表面に存在する白い突起構造はプラズマ照射により形成された NTB 構造である。図 3.1.2(b)は(a)と同じ場所の表面高さプロファイルを示す CLSM 像である。色は各ピクセルの高さを示す。基板で形成された fuzz と区別するため、解析上、基準面より 6 μm より高い部分 (色が付いた部分) を NTB として判定し、それ以下の部分 (黒い部分) を基板として見なす。CLSM 計測時、NTB の尖った先端はノイズが大きく、最大高さは過大評価されやすいため、本研究は一つの NTB において、それを構成する各ピクセルの高さの平均値をその NTB の平均高さ(mean height)として定義する。NTB の大きさは基板に対する射影面積で表し、各ピクセルの面積の合計値で計算する。ノイズを含むことを回避するため、小さな構造を無視し、65 μm² (= 9 pixel² in CLSM) 以上の面積を持つ構造を一つの NTB としてカウントする。

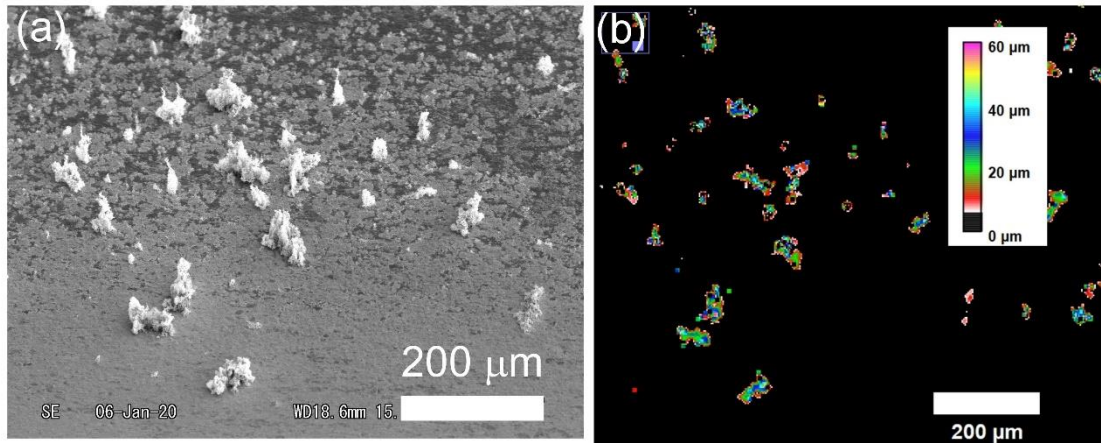


図 3.1.2 (a) : プラズマ照射後の試料表面の SEM 像 (b) : (a)の SEM が示す位置での CLSM 像、色は基準面からの高さを示す。

3.2 W 表面での NTB 形成とその空間不均一性

図 3.2.1 は入射イオンエネルギー250 eV において、18%の Ne を添加した混合プラズマ照射後の試料両面の SEM 像を示す。(a)は表面の SEM 像、(b)は裏面の SEM 像である。(c)と(d)、(e)と(f)はそれぞれ、(a)、(b)の一部を拡大した SEM 像である。(a)と(b)の中にある白い点状構造は NTB 構造である。NTB は試料両面のランダムな位置に形成した。しかし、試料の表と裏では、形成した NTB 構造の数は明らかに異なる。図 3.2.1 (a)に示したように、試料の表面では、左のエッジに近い部分に数個の NTB が形成し、それ以外の領域ではほとんど形成しなかった。これに対して、図 3.2.1 (b)に示したように、裏面ではエッジ周辺のみならず、試料中心部にも多数の NTB が形成されたことが分かった。下地の部分について、表面の下半分に図 3.2.1 (d)に示すような fuzz 構造が形成した。裏面では全面において、NTB の下地に薄い fuzz 層が形成した。

先行研究では、形成される NTB の数密度はイオン照射量に依存することが示されている[3]。本研究において、表面と裏面は照射時間は同じであるため、両面の NTB の数密度の違いは単位時間あたりの照射量、イオンフラックスが両面で異なることが原因として考えられる。

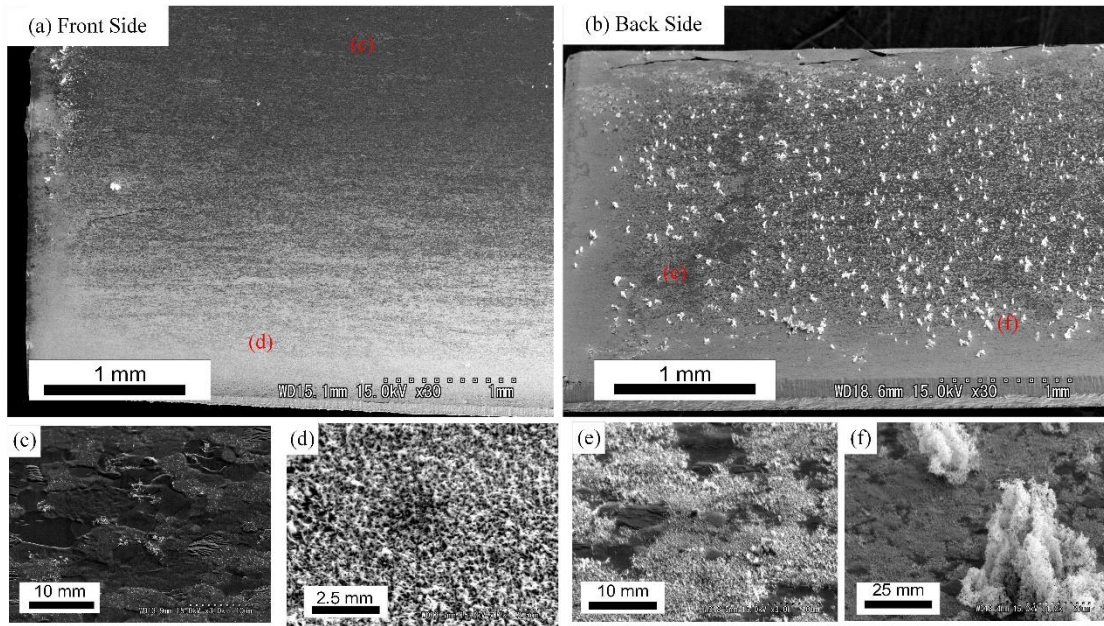


図 3.2.1 W 表面に形成した NTB 構造の SEM 像。(a)表面。(b)裏面。(c)、(d)は(a)の一部の拡大像、(e)と(f)は(b)の一部の拡大像

両面のイオンフラックスを比較するために、表・裏面に流入するイオン電流をそれぞれ測定した。図 3.2.2 (a)に実験の概略図を示す。2 枚の W 試料を BN スプレーにより接着し、両面を電氣的に絶縁する。二つの電源を用いて、2 枚の W 試料に同じ-110 V のバイアスを印加する。表面と裏面に流入するイオン電流から、それぞれのイオンフラックスが計算できる。表面と裏面におけるイオンフラックスを図 3.2.2(b)に示す。図 3.2.2(b)から、裏面に流入するイオンフラックスは $\sim 10^{22} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ であるのに対して、表面に流入するイオンフラックスは $\sim 6 \times 10^{21} \text{ m}^{-2} \text{ s}^{-1}$ となり、表面のイオンフラックスは裏面の約半分であることがわかった。両面における NTB の数密度の違いはこのイオンフラックスの不均一によるものだと考えられる。

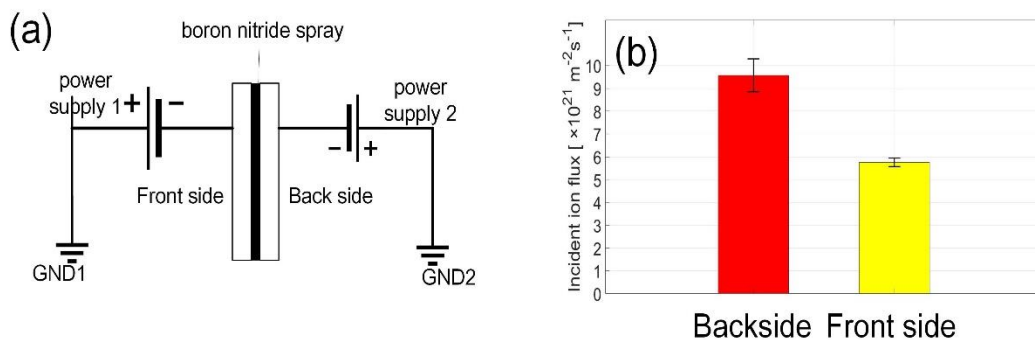


図 3.2.2 (a) 実験の概略図 (b) 両面に-110 V のバイアスを印加した時のイオンフラックス

両面におけるフラックスが不均一になる原因について考察する。NAGDIS-II で生成されるプラズマの空間電位は中心部が極小となる。先行研究[4]におい

てプラズマ柱の中心の空間電位は ~ 7 V、周辺部は ~ -3 Vであり、電界はプラズマ周辺部から中心部を向く方向となる。またプラズマフローと同じ方向の磁場により、図 3.1.1(b)に示すような $E \times B$ ドリフトが起き、周辺部のプラズマは反時計回りの方向に回転する[5]。その結果、裏面へ入射するイオンのフラックスは表面より高くなったことが考えられる。

上記の結果から、本実験系においては、NTB が試料の裏面に形成しやすく、表面に形成困難であることがわかった。そのため、今後、NTB に関するすべての測定や分析は裏面で形成される NTB に対して行うこととする。

面内においても、NTB の形成に不均一性が存在する。図 3.2.3(a)、(b)にそれぞれ 5.6%の Ar と N_2 を添加した混合プラズマ照射によって形成された NTB を示す。入射イオンエネルギーはともに 150 eV である。図 3.2.3(a)に示すように、下端部または右端部に形成された NTB は中心で形成されたものより若干大きいように見える。また、3.2.3(b)に示すように、試料中心部で形成された NTB の数は少なく、試料端部に大量の NTB が形成されている。同じ面内においても、試料端部で形成された NTB のサイズが大きい、あるいはその数が多いことから、端部で NTB の成長促進が起きていることが考えられる。

この現象を統計的に評価するために、CLSM を用いて試料全面をスキャンし、NTB の数とその面積を測定した。ソフトウェアを用いて、 10×5 mm² の試料の上端部から下端部まで長さ 10 mm、幅さ 0.2 mm の区間を 25 個分割し、それぞれの範囲内の個々の NTB の面積の合計値 S_{total} を解析した。図 3.2.3 (c)と(d)に S_{total} と上端部から離れた距離 d の関係を示す。図 3.2.3(c)に示すように、 d が大きくなるにつれ、 S_{total} が徐々に増加する傾向が見られる。さらに、下端部まで近づくと、 S_{total} は 3×10^4 μm^2 から 8×10^4 μm^2 まで急激に上昇する。図 3.2.3(d)では、 d が 0-4.8 mm の間、 S_{total} は 1×10^4 μm^2 以下であるが、 $d = 4.8 - 5.0$ mm の区間では、 S_{total} が突如 6×10^4 μm^2 まで増加する。NTB の面積の合計値の変化から、特に下端部で NTB の成長が促進されていることがわかった。

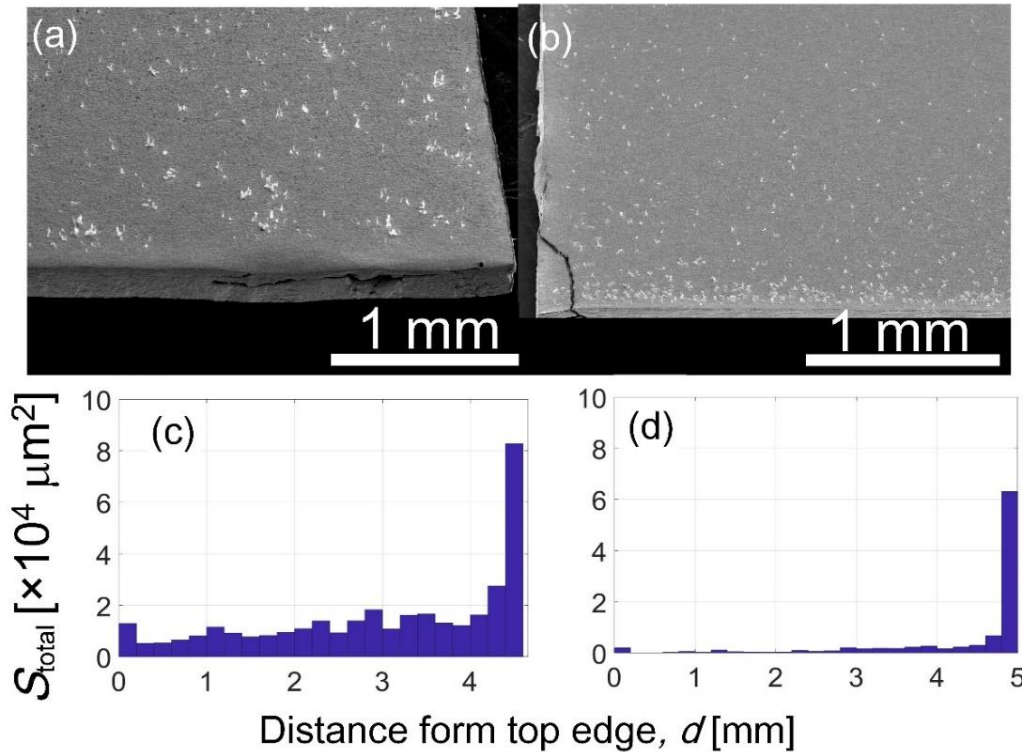


図 3.2.3 (a) Ar、(b) Ne を添加したプラズマで照射した W の表面 SEM 像。
 (c)、(d)はそれぞれの条件における NTB の総面積と上端部からの距離の関係

NTB の成長促進現象の原因について考察する。試料はプラズマの周辺部に設置したため、下端部は上端部よりプラズマ柱の中心との距離が近い。よって、試料の下端に受けたイオンのフラックスは中心や上端より大きいことが考えられる。図 3.2.4 にラングミュアプローブを用いて測定されたイオンフラックスの分布を示す。プラズマ中心のフラックスは $\sim 3 \times 10^{22} \text{m}^{-2}\text{s}^{-1}$ があるが、中心から遠くなるにつれイオンフラックスが下がる。赤い枠はプラズマ照射時の試料位置を表す。試料の下端部のフラックスは $\sim 9 \times 10^{21} \text{m}^{-2}\text{s}^{-1}$ であるが、上端部のフラックスは $\sim 2 \times 10^{21} \text{m}^{-2}\text{s}^{-1}$ である。下端部のフラックスは上端部より 3 倍ほど高いことが分かった。下端部での高いイオンフラックスが NTB の形成を促進させた可能性が考えられる。図 3.2.1(a)の中に、試料の下半分にしか fuzz 構造が形成しなかったことにもイオンフラックスの分布によるものだと考えられる。もう一つ可能な原因は試料端部に起こる急遽なイオンフラックス勾配である。Baldwin らは PIC (particle-in-cell)シミュレーション手法を用いて、W のエッジ周辺に入射するイオンフラックスを計算した。その結果、エッジ近傍に入射するイオンのフラックスが平面より数倍大きくなることがわかった [6]。これら二つは図 3.2.1(a)や図 3.2.3(a)、(b)に示すような試料の端部に形成された NTB の成長促進現象の原因だと考えられる。

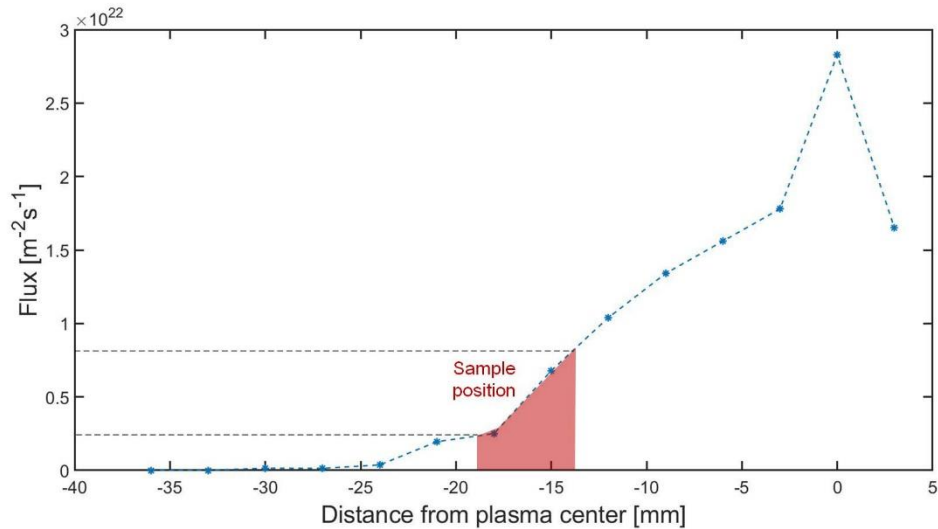


図 3.2.4 プラズマ柱におけるイオンフラックスの分布

3.3 NTB 数密度のパラメーター依存性

図 3.3.1 (a)-(c)に、異なる入射イオンエネルギー、不純物ガスの割合で形成された NTB の数密度を示す。(a)、(b)、(c)はそれぞれ Ne、N₂、Ar の不純物ガスを用いている。各試料へ入射するイオンの照射量は同じ $2.0 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ である。NTB が形成しなかった条件はクロスマーカー「×」で示し、NTB が形成した条件は数密度の小さい順からそれぞれ「▲」「■」「★」「●」で示す。図 3.3.1 から、添加された不純物ガス種、その割合また入射イオンエネルギーにより NTB の形成数が変わることが分かる。

入射イオンエネルギー(E_i)の効果に集中すると、不純物ガス種は Ne と N₂ の場合、NTB の最大数密度を得るための入射イオンエネルギーは 200 eV であるが、不純物ガス種が Ar だった場合、この値は 150 eV に下がった。NTB の最大数密度を得られる入射イオンエネルギーは He に添加される不純物ガス種によって異なり、Ar < Ne = N₂ の順となる。

入射イオンエネルギーだけではなく、不純物ガス割合も NTB の数密度に影響している。図 3.3.1(a)に示すように、入射イオンエネルギーは同じ 200 eV でも、Ne の割合が 8.1% から 14.8% まで増えると、NTB の数密度が増加している。不純物ガスが Ar の時もこれと類似する結果が得られている。図 3.3.1 (c)から、入射イオンエネルギーは同じ 150 eV でも、Ar の割合が 5.6% から 13% まで増えると、NTB の数密度が増加していることが分かる。一方、図 3.3.1 (b)から、入射イオンエネルギーは同じ 200 eV の場合、窒素の割合が 3% から 5.7% や 10.8% に増えたとき、NTB が形成しなかったことが分かる。

先行研究では、NTB の形成可能な条件と正味の損耗率の関係について調べた結果、スパッタリング率を反映する正味の損耗率が $0.1-2 \times 10^{-2}$ の間有的时候に NTB が形成可能であり[3]、スパッタリングが NTB の形成に対して重要であることが述べられている[7]。通常、入射イオンエネルギーまたは不純物ガスの割合が高くなると、加速した不純物イオンによる試料のスパッタリングが激しくなり、正味の損耗率が高くなる。よって、NTB の数密度は入射イオンエネルギー

一、不純物ガス種、また不純物ガス割合が共同で決めるスパッタリング率と関係していることを示唆する。

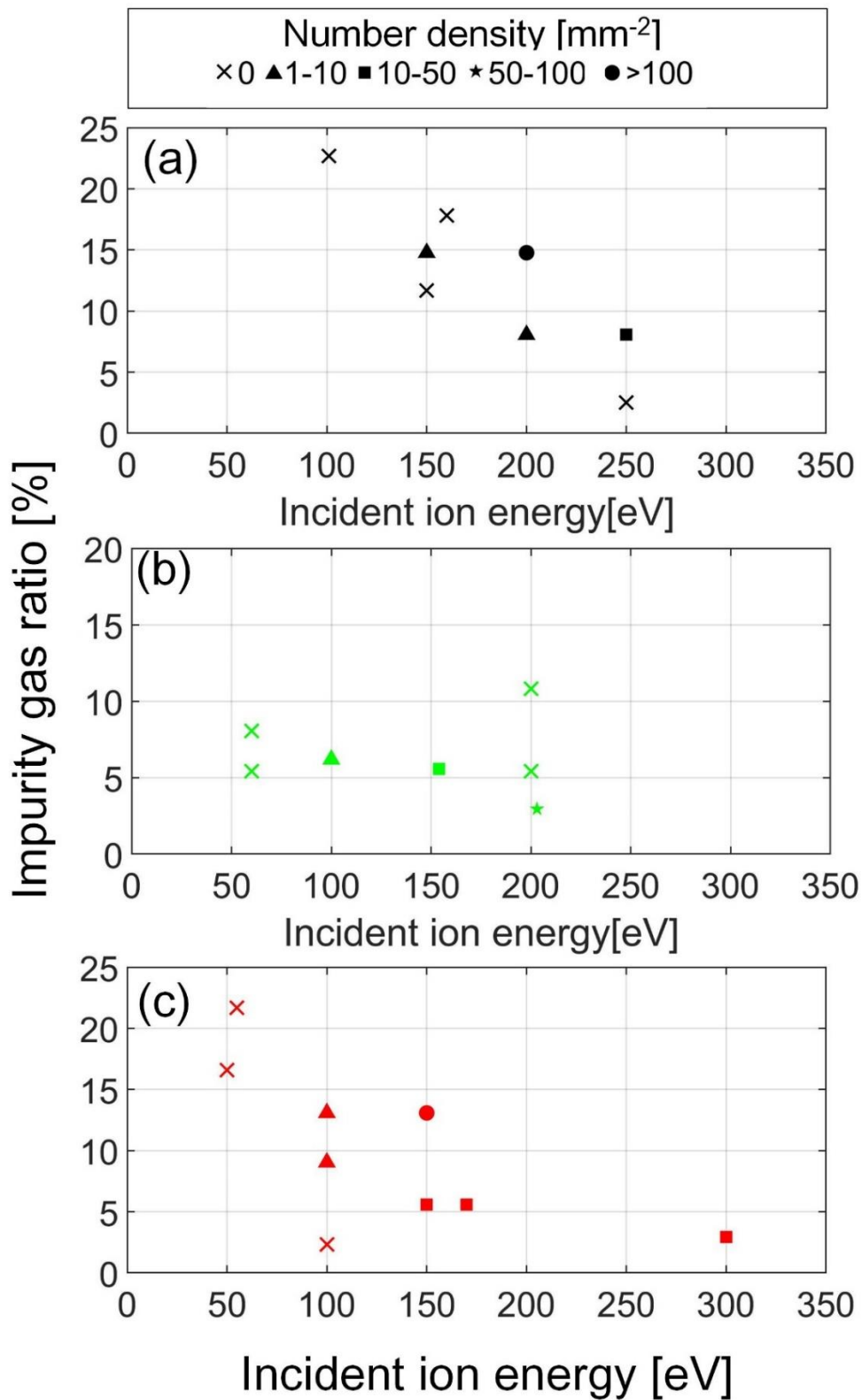


図 3.3.1 各照射条件における NTB の数密度。不純物ガス種はそれぞれ、(a) : Ne (b) : N₂ (c) : Ar である

試料の正味の損耗率と NTB の数密度の関係を調べるために、照射前後の試料の質量を電子天秤により測定し、式(3-1)[8]に従い、質量損失から損耗率 Y を計算する。

$$Y = \Delta m / 2m_W \Phi S \quad (3-1)$$

Δm は試料の質量損失、 m_W は W 原子の質量、 Φ はイオンの照射量、 S は試料片面の面積である。

図 3.3.2 に試料の正味の損耗率と形成された NTB の数密度の関係を示す。損耗率が $0.4 - 2 \times 10^{-2}$ の間で、不純物ガス種によらず、NTB の数密度は損耗率が上昇するにつれ増加する傾向が確認された。損耗率の上限と下限は参考文献 [3] を参考としている。先行研究では、初期成長した突起構造が NTB 形成のための核となり、スパッタされた W 原子が直線的に飛行してエッジや突起のある領域に再堆積し、NTB を構成するとのメカニズムが考えられている [7]。このメカニズムを用いて NTB の数密度と損耗率の依存性について考察する。

スパッタリングが激しくなると、NTB 形成するために不可欠な W 原子の供給が増加し、W 原子の再堆積量が増えることによって、NTB の形成が促進され、数密度の増加に繋がると考えられる。一方、図 3.3.1 (b) に示すように、窒素の割合が 3.0% から 5.6 または 10.8% に増加した場合、NTB が形成しなかった。この現象は窒素添加の時のみならず、Ar や Ne が添加された場合でも、割合が一定値を超えると NTB の形成が見られなかった。これは W 原子の再堆積や He 照射による線維化の効果より、不純物ガスによるスパッタリングが支配的になり、NTB 自身がスパッタされることが考えられる。先行研究により、スパッタリング率が一定のしきい値を超えると、fuzz の成長と損耗が競争となり、過度な損耗により、fuzz の成長が抑制されることがある [9, 10]。また矢嶋らにより、純 Ar のプラズマの W への照射では fuzz も NTB も形成されないことが分かっている [11]。本研究の場合では、多量の不純物添加により、過度な損耗環境となって NTB 構造の生成が抑制された、或いは核として形成された突起構造がスパッタされたことが考えられる。この現象は N₂ 添加の場合だけではなく、Ar、Ne の場合でも見られる。しかし、NTB 形成可否を決める正確な損耗率は未だに不明確であるため、今後調査する必要がある。

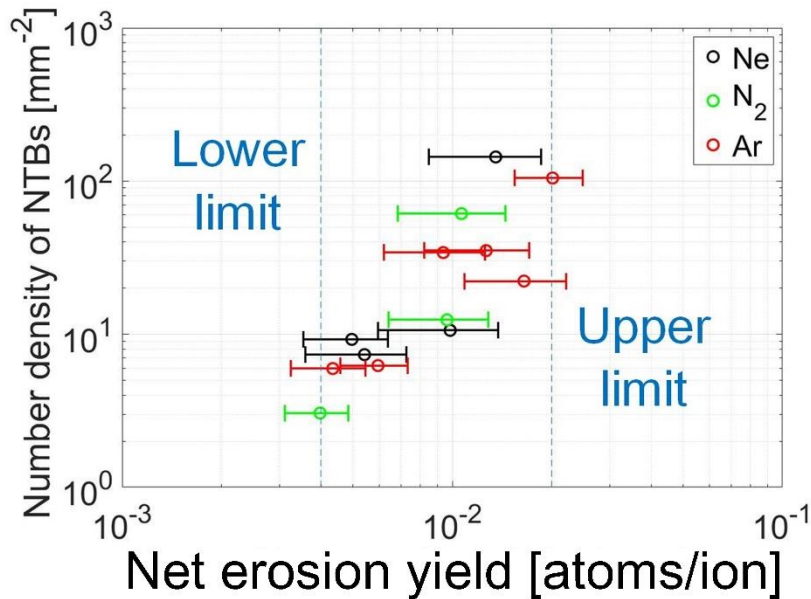


図 3.3.2 NTB 数密度の損耗率依存性

3.4 NTB の高さ、面積の成長

前節は入射イオンエネルギー、不純物ガス割合が NTB 形成の数密度に対する影響について議論した。本節はこれらのパラメーターが NTB の高さ方向と面積（半径）方向への成長に対する影響を調べる。

図 3.4.1(a)に三種の不純物ガスが添加された時に形成された NTB の平均面積と入射イオンエネルギーの依存性を示す。ここで示す NTB の平均面積は面内に形成された全ての NTB の面積の平均値である。入射イオンエネルギーが 100 eV の時、NTB の平均面積は $\sim 100 \mu\text{m}^2$ である。入射イオンエネルギーの増加に伴い、NTB の平均面積は $\sim 200 \mu\text{m}^2$ 付近まで増加する傾向が見える。入射イオンエネルギーが 200 eV 以上の時、NTB の平均面積が $\sim 800 \mu\text{m}^2$ まで急増した。また、平均面積とガス種に対する明確な依存性は見られない。先行研究において、スパッタリングと W 粒子の堆積量が一定のしきい値を超えると、数 μm の fuzz 層が急成長し、数 mm の厚みを有する巨視的な fuzz 構造、巨大 fuzz (large fiberform nanostructure, LFN)に成長することが報告されている[12]。これと類似して、NTB の形成や成長は一定のスパッタリングと再堆積が必要と考えられる。入射イオンエネルギーが 200 eV 以上の時、試料の正味の損耗率が 10^{-3} から 10^{-2} まで増加した[3]。スパッタリングの増加につれ、堆積できる W 粒子の供給が豊かになり、NTB の横方向での成長を促進させた可能性が考えられる。

入射イオンエネルギーのみならず、不純物ガスの割合も NTB の成長に影響する。図 3.4.1(a)に示すように、Ne が添加される時、入射イオンエネルギーが同じ 200 eV でも、NTB の平均面積は大きな隔りがある。不純物ガス割合が 8.1%から 14.8%まで増加した時、NTB の平均面積が $\sim 220 \mu\text{m}^2$ から $\sim 750 \mu\text{m}^2$ に、約 3 倍ほど増えたことが分かる。入射イオンエネルギーと不純物ガス割合ともにスパッタリングに影響するため、NTB の成長には入射イオンエネルギーと

不純物ガス割合の両方が重要であると考えられる。

図 3.4.1(b)に Ar が添加されたときに形成された個々の NTB の面積分布を示す。NTB の面積の増加につれ数が下がる傾向が見られ、面積分布のヒストグラムは傾いた形となる。これは面積の大きな NTB の数が面積の小さい NTB より少ないことを意味する。不純物ガス割合が同じ 13% で、入射イオンエネルギーが 100 eV と 150 eV の時、NTB の面積と数の関係は全体的に冪乗関係を示している。両者の傾きにそれほど大きな違いはないが、入射イオンエネルギーの上昇につれ、NTB の数が増えたことが分かる。300 eV の時、分布の傾きは緩やかとなり、面積が $10^3 \mu\text{m}^2$ 以下ではほぼフラットな形状であり、 $10^3 \mu\text{m}^2$ 以上から NTB の数がゆっくり下がる様子が見られる。

梶田らは Monte-Carlo 法により He プラズマ照射により形成された He バブルのサイズ-数分布をシミュレーションしている[13]。その結果、バブルの核形成 (nucleation) が起こり続ける状況であれば、最後にバブルのサイズ-数の分布が冪乗関係になる。核形成が不十分の時は分布がフラットまたは変曲点が存在する。入射イオンエネルギーが 100 eV と 150 eV の時、NTB の面積-数分布が冪乗関係になったことから、入射イオンエネルギーが低い場合、NTB の核形成が起こり続けていることを示唆する。300 eV の時に、フラットな分布と変曲点の存在から、高い入射イオンエネルギーにより NTB の核形成が制限されたことを示唆する。NTB の最大面積は入射イオンエネルギーの順に従う。300 eV では $10^4 \mu\text{m}^2$ 近くの面積を持つ NTB が形成されたが、150 eV では $10^3 \mu\text{m}^2$ 、100 eV ではさらに小さい $3 \times 10^2 \mu\text{m}^2$ が最大面積となった。このことから、入射イオンエネルギーを増やしていくと、NTB の核形成は抑制されるが、数少ない NTB の核が W 粒子の再堆積のターゲットになりやすく、NTB の面積成長を加速する効果があることを示唆された。

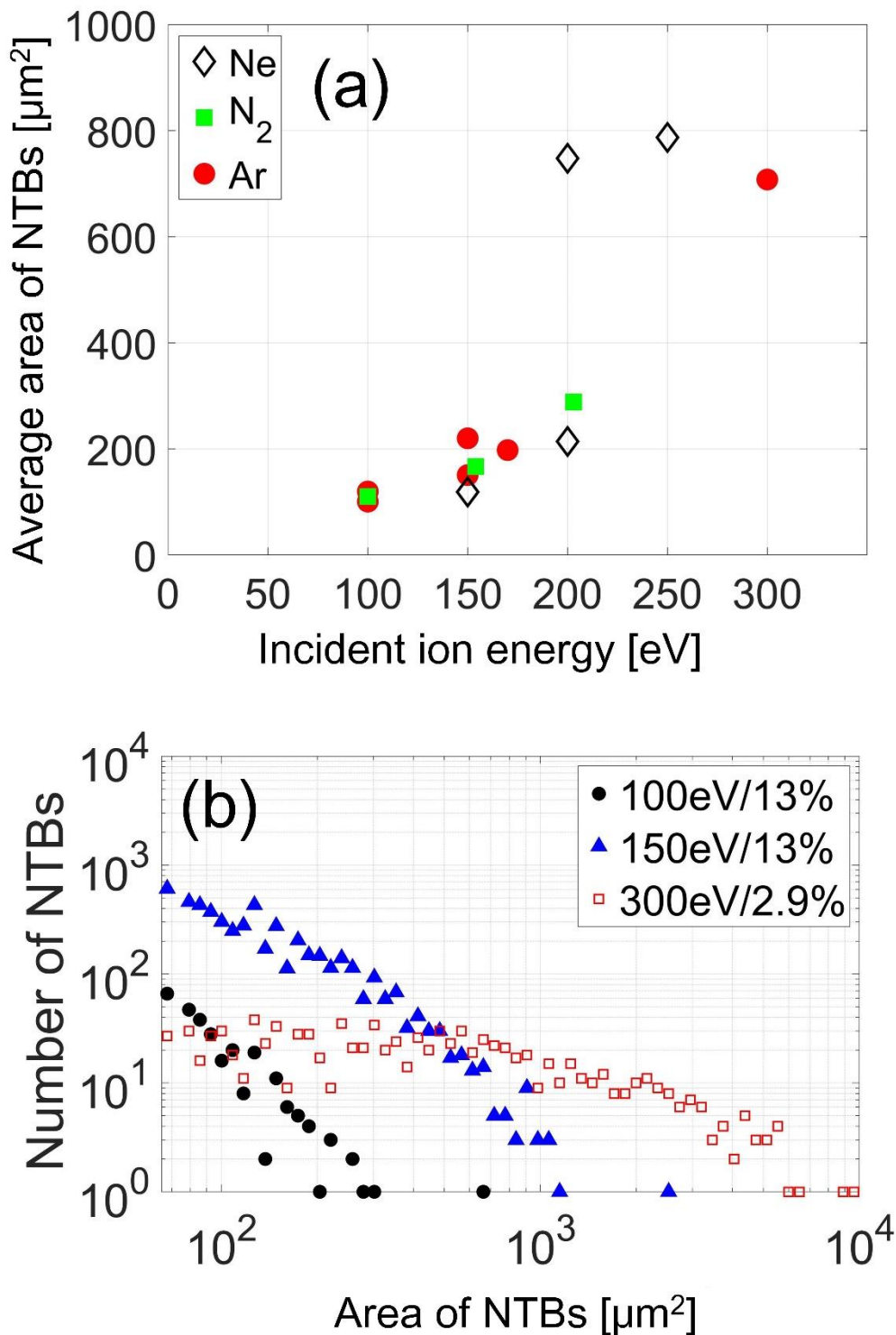


図 3.4.1 (a) : NTB 平均面積の入射イオンエネルギー依存性 (b):Ar 添加時、各条件で生成された NTB の面積分布

以上の情報をまとめ、NTB の成長方式をが考える。入射イオンエネルギーが比較的低い時、NTB の生成が支配的となり、核生成が起り続けることにより、プラズマ照射の初期段階で形成された NTB が十分なイオン照射量を受

けて、成長する。一方、入射イオンエネルギーが高い時、新たな NTB の生成速度が抑制され、少数の NTB の成長が支配的となる。NTB の核となる小さな突起の形成が不十分であるため、スパッタされた W 粒子が生成された NTB の上に付着しやすくなる。W 粒子の捕捉により、NTB がより大きく成長する。入射イオンエネルギーは 100 eV と 150 eV の場合、NTB の生成は起り続けることによって、面積分布全体が傾いている。それに対して、入射イオンエネルギーが 300 eV の場合、新しい NTB の生成が抑制される一方、激しいスパッタリングにより、W 粒子の供給がより豊富となる。その結果、NTB がより大きく成長したと考えられる。加えて、皇甫らが NTB 付近の W 粒子の line-of-sight 再堆積の確率を計算した結果、NTB の面積が大きくなると、NTB 周辺にスパッタされた W 粒子が NTB の上に付着する確率が大きくなることを指摘している[7]。これを考えると、大きい面積を持つ NTB はより周辺の W 粒子を捕捉しやすく、さらに面積が拡大するポジティブフィードバックとなる可能性が考えられる。

図 3.4.2(a)に三種の不純物ガスが添加された時に形成された NTB の平均高さの入射イオンエネルギー依存性を示す。不純物として Ar が使われる時、NTB の平均高さは入射イオンエネルギーの増加につれ上昇する傾向が見られる。Ne が使われる時、NTB の平均高さは 200 eV でピークが現れている。N₂ が使われる時、入射イオンエネルギーによらず、平均高さは~12 μm 付近で一定となる。平均面積と異なり、NTB の平均高さの入射イオンエネルギーに対する依存性は一律とは言えず、不純物ガス種によって傾向が異なる。前節で議論したように、異なる不純物ガス種が添加された時、スパッタリング率も異なることが予想される。ゆえに、NTB の成長方式も異なる可能性があると考えられる。Ne が添加された時と比べ、Ar や N₂ が添加された時に形成された NTB では高さは相対的に低いことが見られる。先行研究から、NTB の垂直方向の成長は重い不純物ガス種の添加によって制限される[7]。よって、NTB の高さ成長は重い Ar⁺や N₂⁺によって制限されている可能性が考えられる。

図 3.4.2(b)は図 3.4.1(b)と同じ試料の表面に生成された NTB の高さ分布を示す。Ar の割合が 13%で、入射イオンエネルギーが 100 eV と 150 eV の時、NTB の平均高さ分布は~10 μm にピークを持つ。二つの条件における高さ分布の形も似ており、二条件での NTB 生成と成長に共通点があることを示唆する。一方、入射イオンエネルギーが 300 eV の時、高さ分布のピークが~20 μm にシフトしている。高さが 30 μm 以下において、300 eV と 150 eV の高さ分布は大きく異なる。300 eV の高さ分布はフラットに近く、NTB の数も 150 eV より少ない。これは NTB の形成が制限された結果だと考えられる。高さが 30 μm 以上では、150 eV と 300 eV では分布の形は似ている。そして、NTB の高さの上限は同じ 50 μm である。先行研究でも、NTB の成長につれ、NTB の高さと半径の比で計算されるアスペクト比が下がる傾向が確認されている[7]。これは NTB の面積方向の成長より、高さ方向の成長がより制限されやすいためと考えられる。本実験において、デバイ長から計算されるシースの厚みは~100 μm である。NTB の高さ方向の成長が制限される原因について、図 3.4.3 が示すように、NTB が高く成長すると、先端部の形状によりシースが変形され、シース電界の形の変化によって、先端部がより激しいスパッタリングを受ける可能性があると考えられる。NTB の先端部がスパッタリングによる損耗を受け、高

さ方向へ更なる成長することが困難になるためと考えられる。

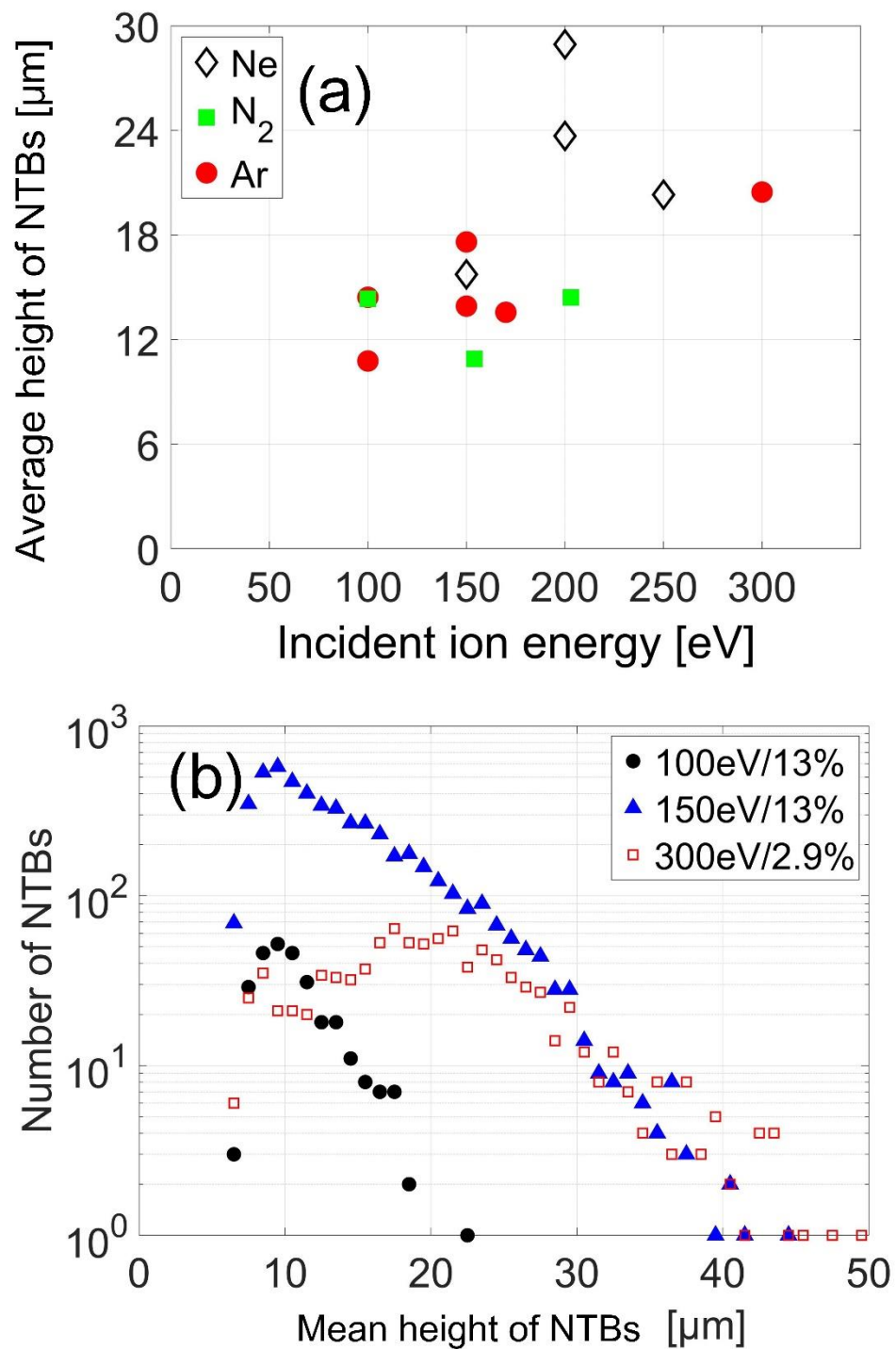


図 3.4.2 (a) : NTB 平均高さの入射イオンエネルギー依存性 (b):各条件で生成された NTB の高さ分布

NTBが小さい場合

NTBが大きい場合

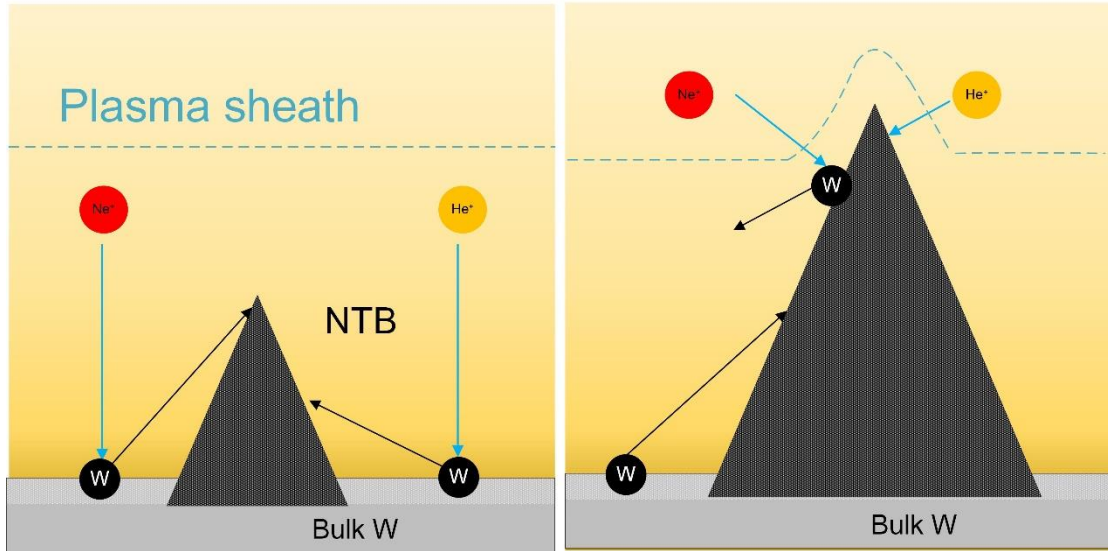


図 3.4.3 NTB の高さ方向の成長が制限される原因(概念図)

3.5 まとめ

本章は Ne、N₂、Ar を不純物ガスとして添加した He-不純物混合プラズマを W 板へ照射することで W 表面に NTB を形成した。SEM を用いて NTB の形成領域を観察するとともに、CLSM を用いて NTB の高さ、射影面積を含む三次元情報を取得した。W 試料の表面 SEM から、形成された NTB の空間分布が不均一であり、NTB は表面より裏面に形成しやすいことがわかった。これはプラズマの E×B ドリフトにより、試料裏面へ入射するイオンフラックスが表面より高いことに起因するものと考えられる。さらに、CLSM の観察結果から、同じ面内であっても、試料の端部に NTB が形成されやすいことがわかった。先行研究により、試料の端部へ入射するイオンフラックスは中心部より数倍高いことが示されている。したがって、NTB の空間分布の不均一の原因はイオンフラックス分布の不均一性によるものだと考えられる。

NTB の数密度は入射イオンエネルギーと添加される不純物ガスの割合、またその種類に影響される。しかし、これらの条件によらず、NTB の数密度は試料の正味の損耗率との間で相関関係が見られ、正味の損耗率が増えるにつれて形成される NTB の数密度が増える傾向が確認された。NTB の面積と高さの解析により、NTB の平均面積はガス種に依存せず、入射イオンエネルギーの増加によって増加する傾向が確認された。一方、平均高さには、入射イオンエネルギーに対する明確な依存性が見られなかった。個々の NTB 面積分布から、入射イオンエネルギーが増加すると、面積分布の傾きがフラットになり、分布に変曲点が見られることが確認された。これらのことから、入射イオンエネルギーは NTB の面積成長に対して支配的なパラメーターであることが示唆され、高い入射イオンエネルギーは NTB の核形成を制限する可能性を示した。

W 粒子のスパッタリング-再堆積過程が NTB の成長に寄与すると考えると、入射イオンエネルギーが低い場合、NTB 核形成が支配的となり、個々の NTB の成長に必要な W 粒子の供給が不足することにより、形成される NTB のサイズは小さくなる。入射イオンエネルギーが高い場合、新しい NTB の核形成が制限され、スパッタされた W 粒子に限られた数の NTB に再堆積し、付着することで、既に形成された NTB の成長、つまり面積方向と高さ方向への伸びが早くなるが、NTB の総数は少なくなる。一方、NTB の最大平均高さは入射イオンエネルギーの増加に対して~50 μm で飽和していたことから、NTB の高さ方向の成長はシースの厚みによって制限される可能性が考えられる。

参考文献

- [1] J. Gaspar, C. Pocheau, Y. Corre *et al.*, *Fusion Eng. Des.* **149**, 111328 (2019).
- [2] S. Takamura, T. Miyamoto, Y. Tomida *et al.* *J. Nucl. Mater.* **415**, S100-S103 (2011).
- [3] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *Nucl. Fusion* **58**, 096022 (2018).
- [4] N. Ohno, M. Seki, H. Ohshima *et al.*, *Nucl. Mater. Energy* **19**, 458–462 (2019).
- [5] S. Kajita, S. Kawaguchi, N. Ohno *et al.*, *Sci. Rep.* **8**, **56** (2018).
- [6] M.J Baldwin, R. Dejarnac, M. Komm *et al.*, *Plasma Phys. Control. Fusion* **59**, 064006 (2017).
- [7] D. Hwangbo, S. Kajita, H. Tanaka *et al.*, *Nucl. Mater. Energy* **18**, 250–257 (2019).
- [8] D. Nishijima, M.J. Baldwin, R.P. Doerner *et al.* *J. Nucl. Mater* **415**, S96-S99 (2011).
- [9] Y. Noiri, S. Kajita, N. Ohno, *J. Nucl. Mater* **463**, 285-288 (2015).
- [10] T.J. Petty, M.J. Baldwin, M.I. Hasan *et al.*, *Nucl. Fusion* **55**, 093033 (2015).
- [11] M. Yajima, M. Yamagiwa, S. Kajita, *Plasma Sci. Technol.* **15**, 282 (2013).
- [12] S. Kajita, S. Kawaguchi, N. Ohno *et al.*, *Sci. Rep.* **8**, 56 (2018).
- [13] S. Kajita, A. Ito, N. Ohno. *Phys. Lett. A* **381**, 2355-2632 (2017).

第4章 NTBの電界電子放出特性に関する評価

第3章では不純物添加 He プラズマ照射による NTB の形成について説明した。NTB の形成により、材料の様々な物理特性が変化する。特に第1章で紹介したように、電界電子放出特性の変化は W 表面でのアークの発生に繋がるため、NTB 形成による電界電子放出特性の変化を精査する必要がある。本章は異なる不純物ガス種を添加した He プラズマを用いて NTB を形成し、NTB 形成による電界電子放出特性の変化を調査する。NTB の電界電子放出特性と NTB の微細な構造の関連性について議論する。

4.1 実験方法

4.1.1 NTB 試料の準備

NTB 試料($10 \times 5 \times 0.2 \text{ mm}^3$)の作成は NAGDIS-II を用いて行なった。He プラズマに不純物ガスとして Ne、N₂、Ar を添加し、混合プラズマを W 試料に照射することで、NTB を形成させる。試料の設置や不純物ガスの導入などは 3.1 節と同じである。本実験において、Ne と Ar が使用される場合、装置の真空度は $\sim 0.5 \text{ Pa}$ である。N₂ が使用される場合のみ、真空度は $\sim 0.6 \text{ Pa}$ である。イオンの照射量は $2.5 \times 10^{25} \text{ m}^{-2}$ である。NTB の観察は SEM を用いて行い、形状についての分析は SEM と CLSM を用いて行う。各試料の照射条件は表 4.1 にまとめる。入射イオンエネルギー、不純物ガスの種類とその割合を変化させることで、形状の異なる NTB を形成させる。W1 は 15.8% の Ne 添加で形成した試料、W2 は 5.6% の Ar 添加で形成した試料である。W3、W4、W5、W6 は N₂ 添加で形成した試料で、N₂ の割合はそれぞれ 2.1%、3.0%、3.4%、5.7% である。プラズマ照射後、XPS 測定を用いて、窒化タングステンの形成有無を確認した。その結果は図 4.1.1 に示す。図 4.1.1 (a) に示すように、Ar と O のピークは検出されたが、N のピークは検出されなかった。これは窒化タングステンが形成されなかったことが分かった。

表 4.1 各試料それぞれの主な照射条件

サンプル名	入射イオンエネルギー(eV)	不純物ガス割合	不純物ガス種
W1	240	15.8%	Ne
W2	140	5.6%	Ar
W3	200	2.1%	N ₂
W4	200	3.0%	N ₂
W5	200	3.4%	N ₂
W6	200	5.7%	N ₂

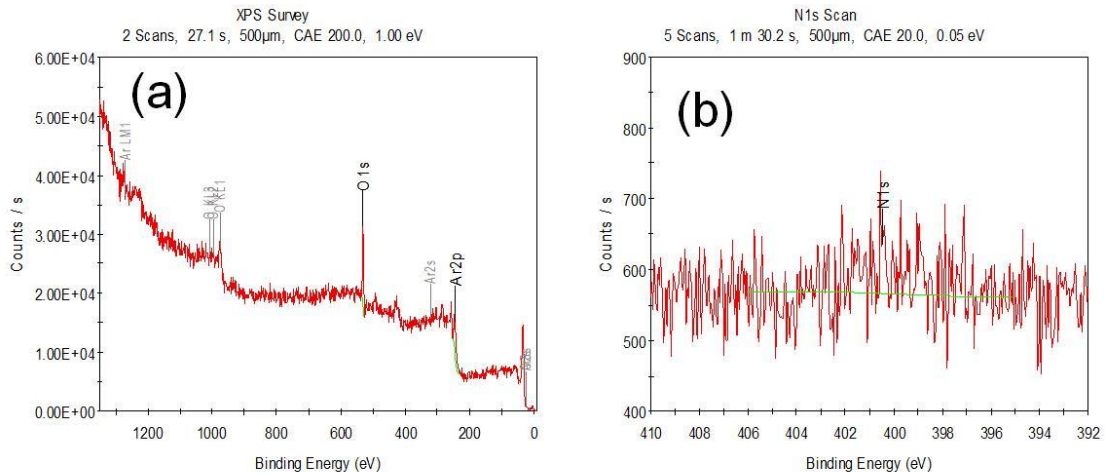


図 4.1.1 W4 表面の XPS。(a) : 広範囲のスペクトラム分布 (b) : N1s バンド帯付近の狭域のスペクトラム分布

4.1.2 電界電子放出特性の測定

プラズマ照射後、電界電子放出特性測定装置を用いて NTB の電界電子放出特性を測定する。図 4.1.2 に実験の概略図を示す。真空チャンバーの背景真空度は 10^{-5} Pa 台である。真空チャンバー内に試料台が設置され、試料台は外付けの高圧電源と接続される。NTB 試料を試料台にカーボンテープを用いて接着する。試料の上方 1 mm の位置に銅平板が設置される。高圧電源を用いて試料に負のバイアスを印加することで試料と銅平板の間に高電界を作る。この場合、試料が陰極になり、銅平板が陽極になる。両極間に流れる電界放出電流は外付けの電流計を用いて測定する。ブレイクダウンによる過電流を防ぐため、陽極と電流計の間に $1\text{ M}\Omega$ の抵抗が設置されている。

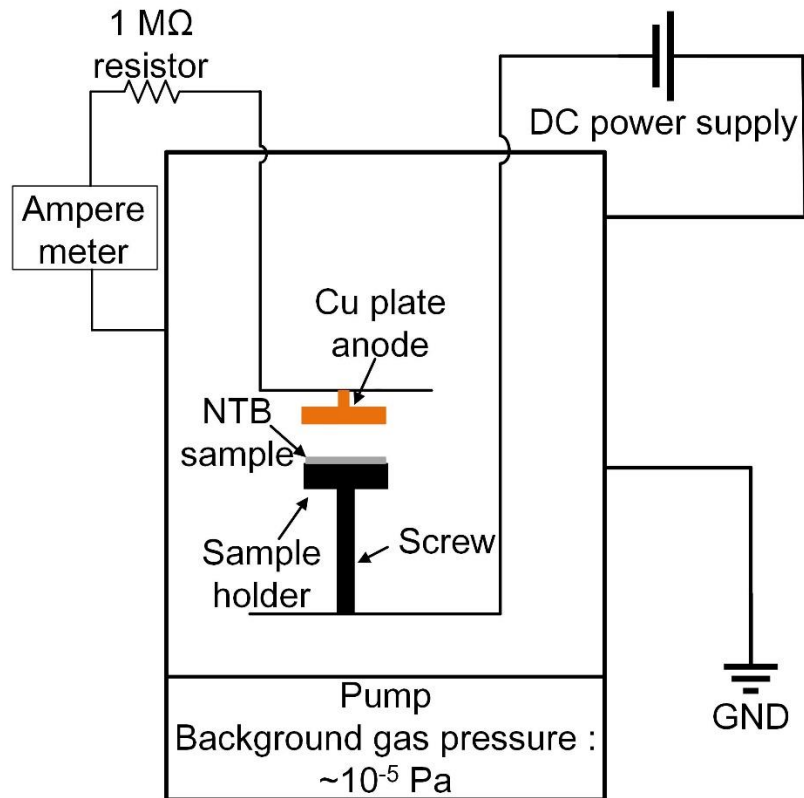


図 4.1.2 電界電子放出測定実験の概略図

4.2 NTB の形状

図 4.2.1 (a-d)に W1-W4 表面に形成された NTB の SEM 像を示す。灰色の部分はタングステン基板、白い多孔質な構造は NTB である。図 4.2.1(a)、半径が $\sim 30 \mu\text{m}$ の大きな NTB が一個存在し、その周りに複数の小さな NTB が存在する。図 4.2.1 (b)から、W2 表面に形成された NTB 構造は W1 に形成されたものより小さいことが分かる。W3 と W4 は同じ窒素不純物添加にプラズマ照射した試料である。図 4.2.1(c)と(d)に示すように、W3 と W4 に形成された NTB のサイズは W1 と W2 より比較的大きいことが分かる。前章でも議論したように、添加された不純物ガスの種類、その割合、また入射イオンエネルギーはスパッタリングと再堆積過程に影響することで、NTB の形成や成長に影響を与える。文献[1]では、NTB の形成の結晶方位依存性を調べた結果、 $\{101\}$ の結晶方向は NTB の成長に適し、この方向での NTB 成長が一番早いことが示されている。これは同じ表面に形成された NTB の形状に個体差がある理由の一つだと考えられる。

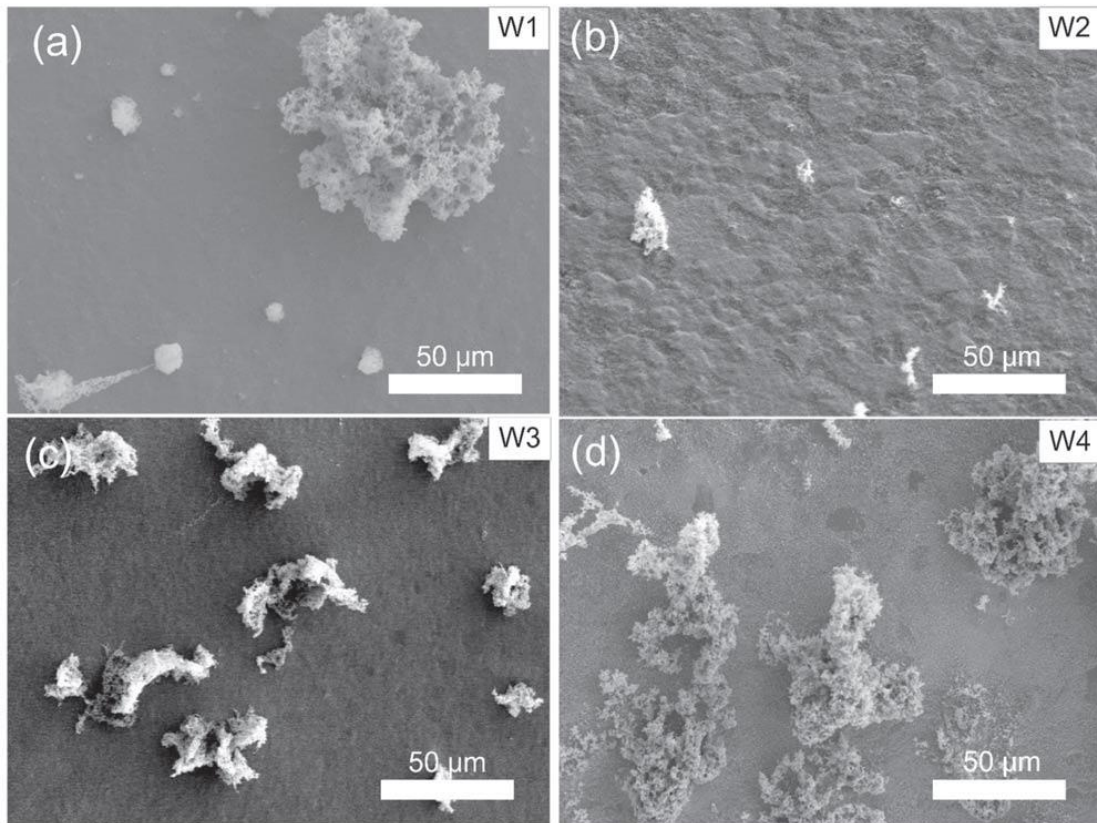


図4.2.1 W1-W4試料表面に形成されたNTBのSEM像 (a):W1 (b):W2 (c):W3 (d):W4。添加された不純物ガス種はそれぞれ(a):Ne (b):Ar (c):N₂ (d):N₂である。(b)は試料表面を45°斜めに撮ったもの、その他は0°に撮ったもの

NTBのサイズを統計的に測定するため、CLSMを用いて、NTBの高さと面積を測定した。図4.2.2(a-d)に、W1-W4に形成されたNTBの高さ分布と面積分布(右上の挿入図)を示す。図4.2.2(a)に示すように、W1に形成されたNTBは最も広い高さ分布を有し、NTBの最大高さは $\sim 55 \mu\text{m}$ である。一方、W2に形成されたNTBは最も少なく、高さも低いことがわかった。NTBの最大高さは $25 \mu\text{m}$ 未満である。この結果はSEM画像と一致している。W3とW4の照射条件はほぼ同じく、窒素不純物の割合のみ、W3がW4より僅か低いが、W3とW4に形成されたNTBのサイズ分布は大きく異なる。W4表面に形成されたNTBの数はW3の約2倍である。W3に形成されたNTBの高さもW4より広く、 $6-50 \mu\text{m}$ の範囲に分布する。面積分布について、W1、W3、W4の面積分布は類似形状を持ち、NTBの面積が $0-3000 \mu\text{m}^2$ の広い範囲に分布している。W2のみ、NTBの面積が $1000 \mu\text{m}^2$ 未満の狭い範囲に分布する。これはW2に形成されたNTBが他の試料と比べて小さいことを意味し、Arイオンによる高いスパッタリングがNTBの成長を制限することを示唆する。

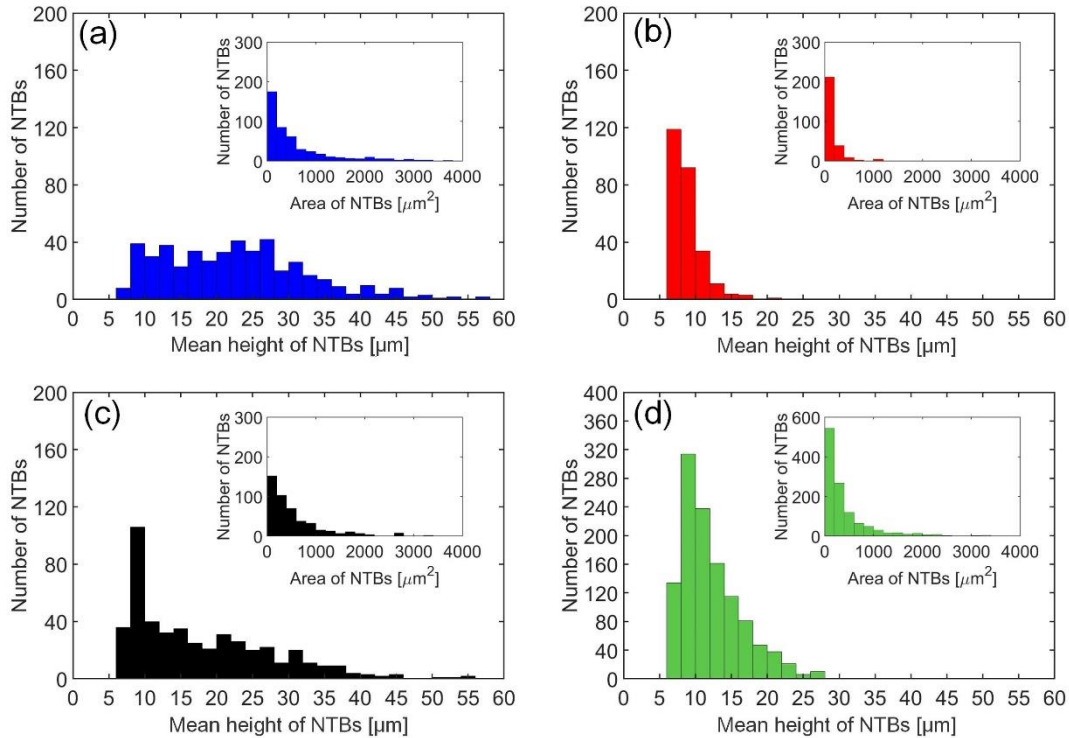


図 4.2.2. W1-W4 に形成された NTB の高さ分布。(a) : W1 (b) : W2 (c) : W3 (d) : W4。NTB の面積分布を右上の挿入図に示す。

4.3 NTB の電界電子放出特性

NTB の電界電子放出特性の測定結果について述べる。図 4.3.1 に W1 の典型的な電界と電界放出電流の経時変化を示す。印加される電界を徐々に上げることによって、試料から放出される電界放出電流も徐々に増加する傾向が見える。W1 の他に、W2、W3 もこれと似たような傾向が確認される。図 4.3.1 から、電界が 1500 V/mm を超えると、電界が急激に変化するスパイクがある。これは試料表面で局所的に生じたブレイクダウンによるものだと考えられる。先行研究[2]では、電界放出電流が 100 μA まで増加すると電界電子放出が不安定となり、ブレイクダウンが発生することが報告されている。今回の実験では、電界放出電流が約 40 μA から、ブレイクダウンの発生が確認された。先行研究より低い電流からブレイクダウンが発生した原因について、先行研究[2]にある照射条件と SEM を比較すると、W1 に形成された NTB の空孔率が先行研究より高い可能性が考えられる。電界放出電流によるジュール熱を受け、空孔率の高い NTB は熱伝導率が低く、温度が上昇しやすいため、ブレイクダウンがより発生しやすくなった可能性がある。ブレイクダウンの発生によって、NTB が破壊され、放出点がなくなることで電界放出電流が下落した。その結果、電界の上昇と減少時における放出点の数が異なるため、同じ電界においても、図 4.2.2 が示すように、上昇・減少時に電界放出電流の値が異なっている。電界電子放出特性の計算は、電界上昇時で得られたデータのみを用いた。

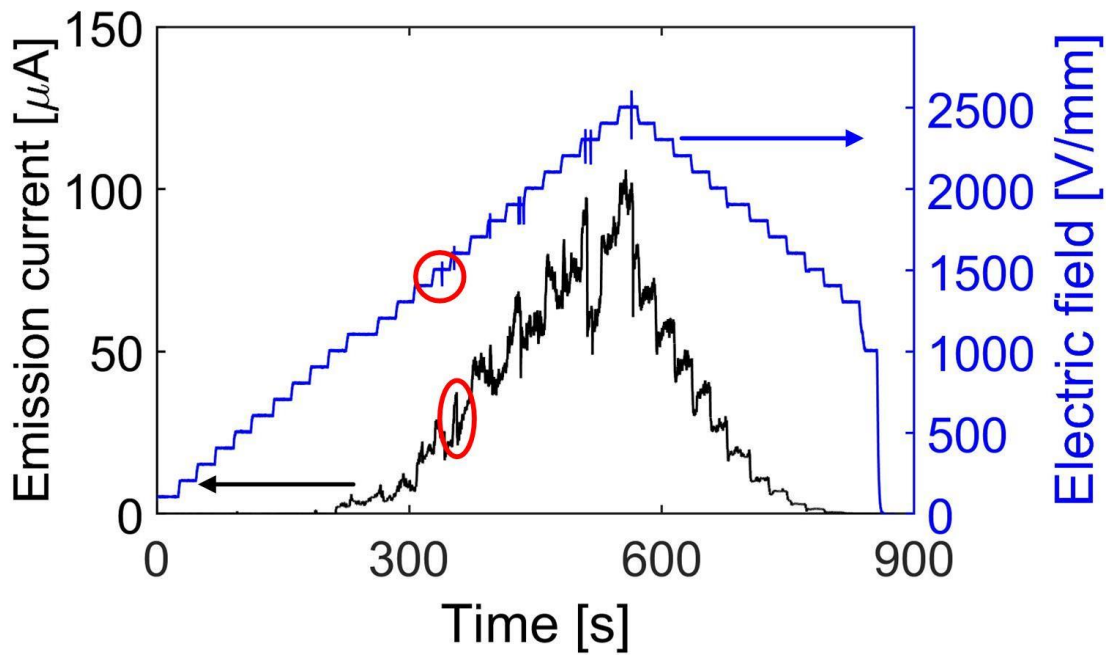


図 4.3.1 W1 からの電界放出電流の経時変化

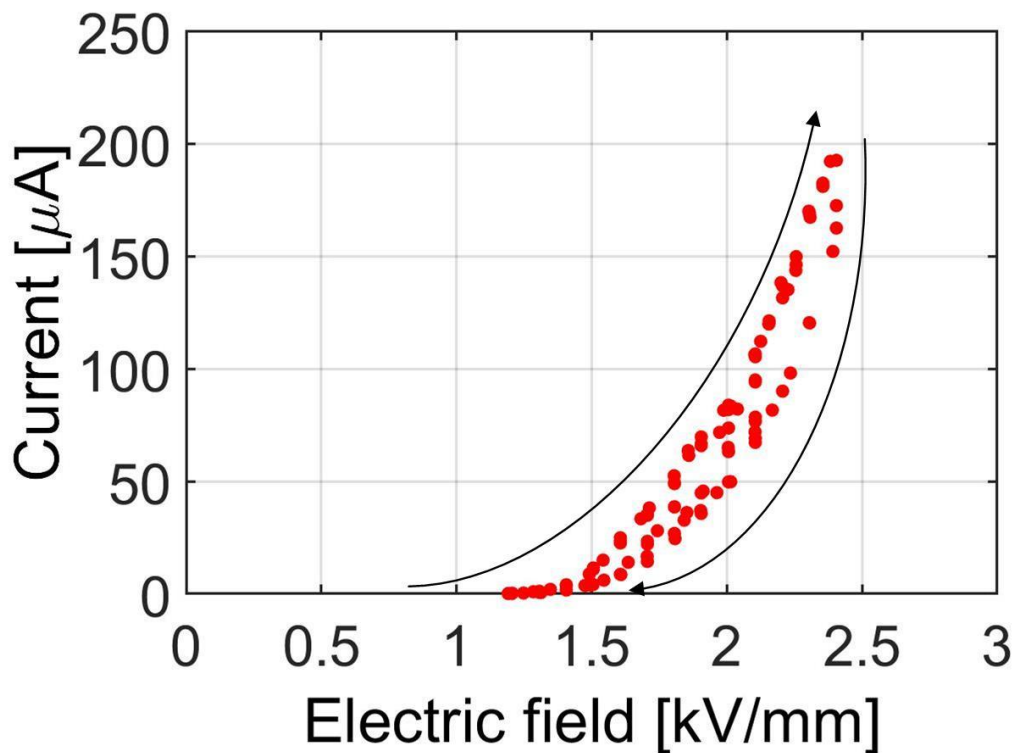


図 4.3.2 電界上昇時と減少時における電界放出電流の違い

図 4.3.3 に W1-W4 各試料の電界電子放出特性を示す。W1、W2、W3 における電界電子放出の開始電界は ~ 1 kV/mm である。W1 において、電界を ~ 2.5 kV まで上げると、電界放出電流が急激に ~ 100 μ A まで増加した。2.5 kV からさらに電界を上げると、電界放出電流が不安定となり、ブレイクダウンが頻繁に

起こった。一連のブレイクダウンに伴い、電界放出電流が $\sim 100 \mu\text{A}$ から $\sim 50 \mu\text{A}$ まで低減した。W2において、電界が $\sim 1.6 \text{ kV/mm}$ の時にブレイクダウンが起こり、電界放出電流が低下した。さらに電界を $\sim 4 \text{ kV/mm}$ まで上げると、電界放出電流が安定的に $\sim 150 \mu\text{A}$ まで増加した。W3とW4は同じ窒素添加Heプラズマ照射した試料であるが、両者の電界電子放出特性は大きく異なる。W3の電界電子放出特性はW2と類似し、 $\sim 1 \text{ kV/mm}$ から電界放出電流が徐々に増加し、 $\sim 3 \text{ kV/mm}$ にブレイクダウンが発生したことによって、電界放出電流が下がった。一方、W4では電界放出電流が他の試料より極めて低く、数 μA の電界放出電流しか検出されなかった。W4からの電界放出電流はW1-W3の僅か数%である。

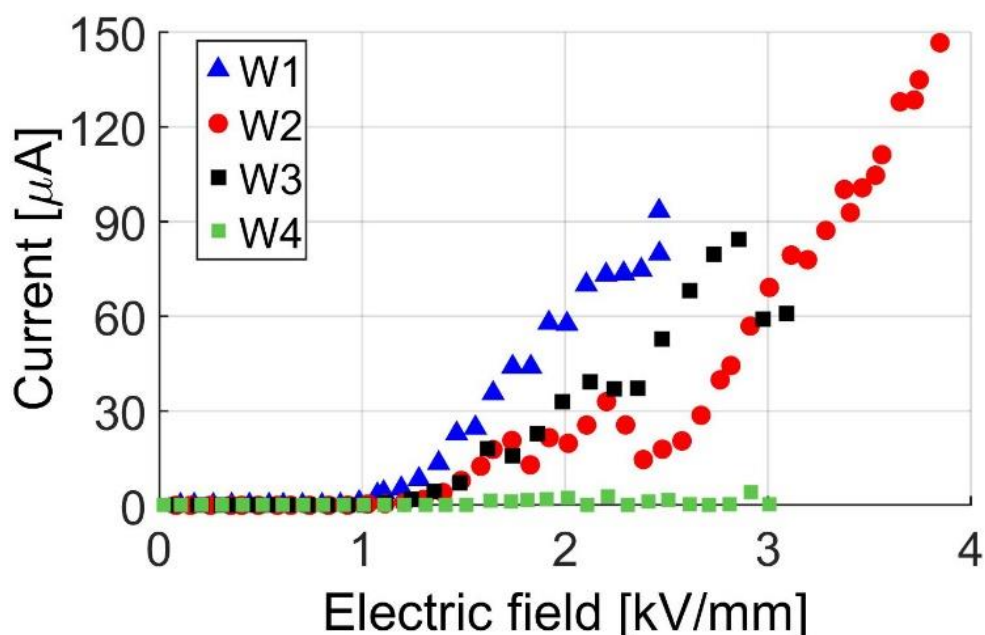


図4.3.3 電界放出電流が印加された電界に対する依存性。データ点は20秒ごとに取得された信号の平均値である。

電界集中効果を定量評価するために、式(4-1)のように、Fowler-Nordheim (F-N)の式[3]を用いて、電界増倍係数を計算した。

$$\log \frac{i}{E^2} = -5.85 - \frac{-2.82 \times 10^9 \phi^{\frac{3}{2}}}{\beta} \frac{1}{E} + \frac{4.39}{\phi^{\frac{1}{2}}} + \log \frac{S\beta^2}{\phi} \quad (4-1)$$

i は電界放出電流[A]、 E は試料に印加した電界[V/mm]、 ϕ はタングステンバルクの仕事関数で、本研究は参考文献[4]を参照し、4.5 eVを使用する。 S は実効放射面積[mm^2]、 β は電界増倍係数である。

図4.3.4にW1-W3のF-Nプロットを示す。1600 V/mmより低電界の時、データ点が直線に乗っている、電界が1600 V/mmより超えた場合、変曲点が現れ、データ点が直線から外れている。データ点がF-Nの式から外れる理由について、エミッターの温度、幾何形状、また局所的な仕事関数の変化などが挙げられる[5]。W1-W3の電界放出電流の経時変化から、3試料とも $\sim 1600 \text{ V/mm}$ の電界付近で、ブレイクダウンが発生した。よって、本研究において、ブレイクダウン

によるエミッターの幾何形状の変化はデータ点がフィッティングからずれた主な理由として考えられる。電界増倍係数の計算には、電界が1600 V/mmより低いデータ点のみを使用した。評価された電界増倍係数は、W1、W2、W3においてそれぞれ7900±800、6400±300、7500±590であった。エラー範囲を考慮すると、3試料とも電界増倍係数に明確な違いが見られなかった。

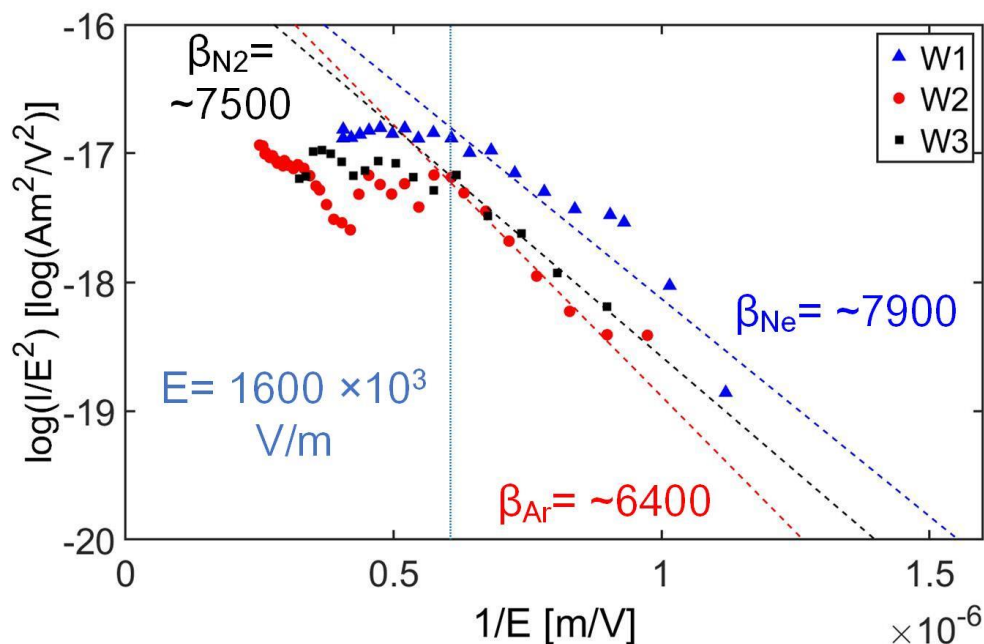


図 4.3.4 W1-W3 の F-N プロット。破線は直線フィッティングしたものである。青い点線はフィッティングに使われるデータの電界の上限を示す

4.4 電界電子放出特性に対する考察

4.4.1 電界電子放出特性測定前後の NTB 構造変化

先行研究では、NTB 構造は fuzz 構造より遥かに高い電界電子放出特性が示され[2, 6]、NTB は主なエミッターであることが明らかになった[2]。ゆえに、試料の電界電子放出特性は主に NTB の形状に依存すると考えられる。CLSM を用いて測定した NTB の高さ分布や面積分布について、W1-W3 それぞれ明確な違いが確認されたが、その電界電子放出特性に明確な違いは確認されなかった。したがって、NTB の電界電子放出特性は CLSM で測定された全体的のサイズではなく、先端部分の構造によって決まるものだと考えられる。前節でも述べたように、NTB の先端部分のファイバーは鋭く、レーザの光が反射しやすく、ノイズが大きいため、CLSM で NTB の先端部分の形状を計測することは困難である。CLSM の代わりに、SEM 画像を用いて、NTB の先端部分の形状について議論する。

図 4.4.1 に W3 試料が電界電子放出特性測定前後の表面 SEM 像を示す。図 4.4.1(a)に測定前の表面 SEM 像、図 4.4.1(b)に測定後の同じ場所での表面 SEM 像を示す。図 4.4.1(a)に示すように、W3 の表面に先細りの先端を持つ NTB が形成された。しかし、測定後、尖った先端部分が消え、NTB の本体部分のみが残っていることが分かった。NTB の形状変化は電界電子放出測定時に発生した一連のブレイクダウンによるものだと考えられる。電界放出電流が下落した理由は NTB の幾何形状の変化によるものだと考えられる。電界電子放出測定前後の NTB の形状変化から、NTB の先細りの先端部が主要な放出点であることを示唆する。先行研究において、NTB の先端に集中する電界強度、NTB 先端部分の温度が鋭さを表すアスペクト比に対する依存性について、有限要素法を用いてシミュレーションを行なった。その結果、ブレイクダウンが発生するとき、極めて短い時間内（数ナノ秒）に NTB の先端部分に温度が $\sim 4000\text{ K}$ まで急増することが可能であり、 1.9 kV/mm の電界においても、先端構造が破壊されることが示された[7]。このシミュレーションは本実験の結果と一致している。

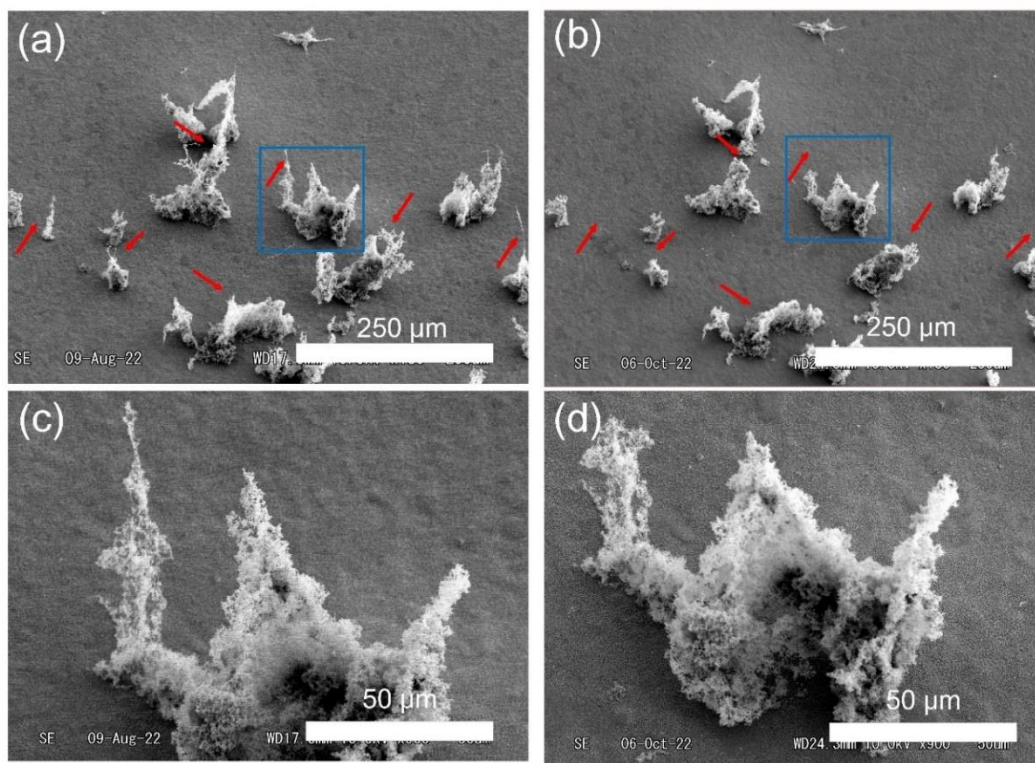


図 4.4.1. W3 表面に形成された NTB の SEM 像。(a) : 電界電子放出測定前の表面 (b) : 電界電子放出測定後の表面 (c) : (a)の一部を拡大したもの (d) : (b)の一部を拡大したもの。(a)と(b)、(c)と(d)はそれぞれ同じ位置、同じ倍率で撮ったもの。全ての SEM 像は 45° 斜めに撮ったもの

4.4.2 NTB の先端部の繊維形状

第3章で述べたように、スパッタリング率の変化によって、NTBの形状が変化することが予想される。NTBの先端部分の形状もスパッタリング率によって影響されることが考えられる。図4.4.2にW1-W4に形成されたNTBの先端部分のSEM像を示す。先端部分の繊維の長さとは幅さは図中に標記される。SEM像は45°斜めに撮った画像であるため、実際の繊維の長さはSEMで示すスケールの $\sqrt{2}$ 倍である。図4.4.2(a)に示すように、W1に形成されたNTBは先細りの先端を持っていることが確認できる。その先端の長さは $\sim 13.6\ \mu\text{m}$ で、幅は僅か $\sim 0.22\ \mu\text{m}$ である。図4.4.2(b)と4.4.2(c)に示すように、W2とW3に形成されたNTBも鋭い先端部を持つ。W2にあるNTBの先端部の長さは $\sim 24.5\ \mu\text{m}$ 、幅は $\sim 0.92\ \mu\text{m}$ である。W3のNTBの先端部の長さは $\sim 25.1\ \mu\text{m}$ 、幅は $\sim 0.70\ \mu\text{m}$ である。一方、W4に形成されたNTBでは、先鋭い先端部が確認されなかった。図4.4.2(d)に示すように、W4に形成されたNTBの先端構造はW1-W3にある構造より丸く短いように見える。SEM像から、先端部分の幅を分析することは難しいが、長さは $\sim 1.3\ \mu\text{m}$ であり、W1-W3にあるNTBと比べて、約十分の一の値である。W4に形成されたNTBの数は他の試料より約2倍であるにもかかわらず、表面からの電界放出電流は一番低いことから、先端の太く丸いNTBからの電界放出は非常に弱いことを示唆する。シミュレーションによると、繊維の長さとその半径の比であるアスペクト比がNTBの電界増倍係数に重要な影響を与える[7]。これはNTBの局所的な形状、特に先端部分の鋭さがNTBの電界電子放出能力を決める主因であることを示唆する。逆に、W1-W3にあるNTBの数密度、またそのサイズ分布に大きな違いは存在しているにもかかわらず、電界増倍係数に大きな違いはないことから、NTBの数、また全体的なサイズは電界電子放出特性に対する影響は制限的であることを示唆する。

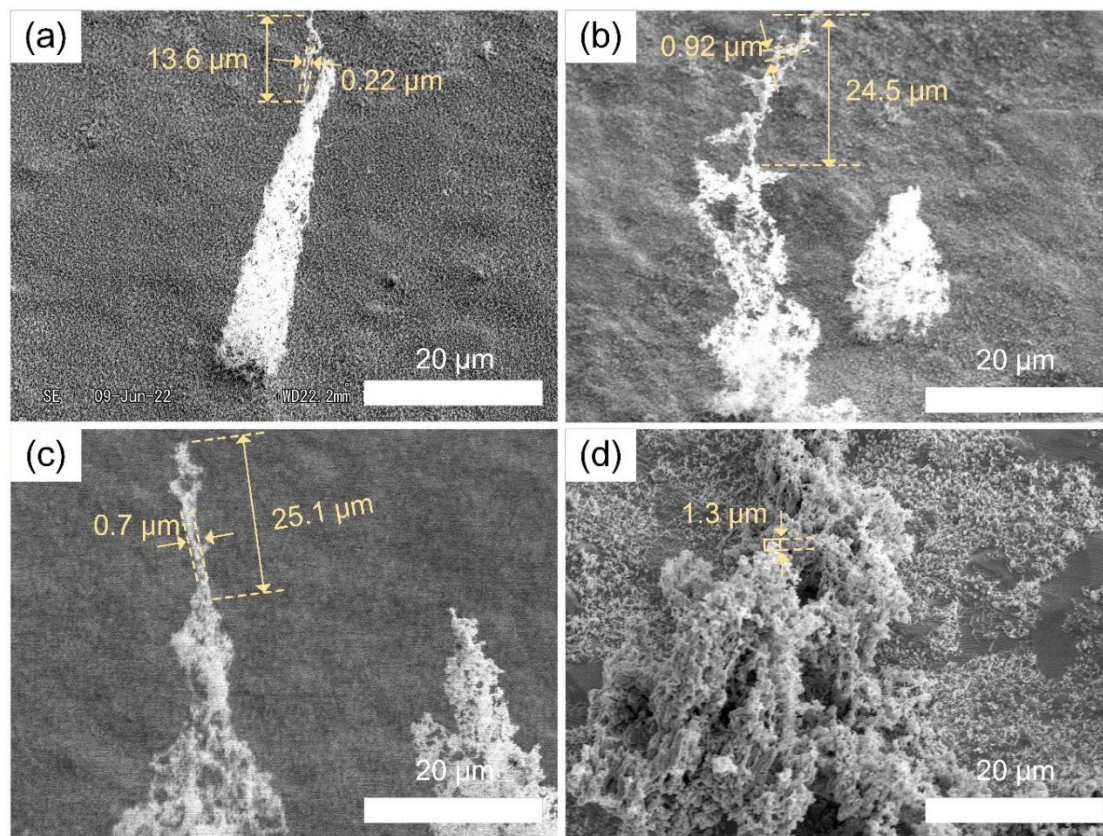


図 4.4.2 (a) : W1 (b) : W2 (c) : W3 (d) : W4 に形成された典型的な NTB の SEM 像。黄色の破線と矢印は NTB のファイバーの長さとし幅さを示すもの。

4.4.3 窒素割合による繊維形状の変化

図 4.4.3 に W3-W6 に形成された NTB の SEM 像を示す。四枚とも N_2 添加された He プラズマにより照射されたものである。図 4.4.3(a) に示すように、 N_2 の割合が 2.1%、3.0%、3.4%、及び 5.7% の場合、NTB のファイバーの典型的な太さはそれぞれ約 120nm、270 nm、300 nm、及び 440nm まで増加した。He プラズマに混入される窒素の割合が増加するとともに、NTB を構成する繊維の太さも増加する傾向が確認された。ファイバーの太さの増加は電界放出電流が低下する要因の一つとして考えられる。このような太く丸い先端構造は N_2 が混入された場合のみ観測され、Ne や Ar が混入された場合では、これと類似する構造が観測されなかった。原因について、 N_2 の割合が高くなるほど、W へのスパッタリング率が高くなることが予想される。高いスパッタリングが NTB の先端部分の成長が抑制され、先細りの先端構造が形成し難しいと考えられる。先行研究にある分光測定の結果から、窒素が混入されたプラズマの中に、 N^+ 、 N_2^+ 、および N^{2+} など多くの種類のイオンが共存する[8]。 N_2 の割合が僅かに変化しても、電離度に大きな影響を与えることができ、その結果、プラズマ中のイオンの割合が大きく異なる可能性が考えられる。将来的には、分光法とラングミュアプローブなどを用いて、プラズマ中のイオンの組成を詳しく調査する必要がある。

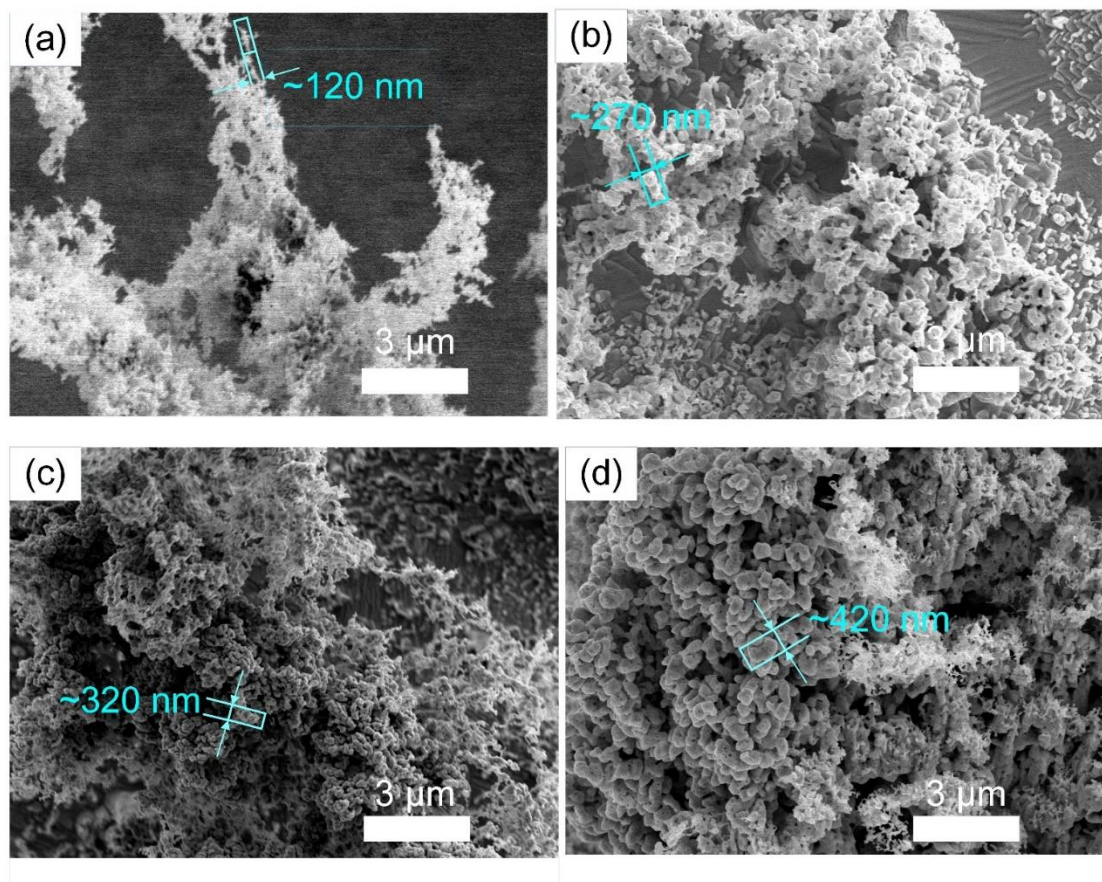


図 4.4.3 窒素添加で形成された NTB のファイバーの SEM 像。窒素の割合はそれぞれ(a) : 2.1% (b) : 3.0% (c) : 3.4% (d) : 5.7%。青い枠はファイバーの太さを示すもの

4.5 まとめ

本研究では、He に不純物ガス (Ne、Ar、N₂) を混入したプラズマを用いて、W に照射することで表面に NTB を形成させた。混入された不純物ガスの種類、その割合によって、形成された NTB のサイズと局所的な繊維構造は異なることが分かった。Ne 混入で形成された NTB は最も広い高さ分布を示し、一方 Ar 混入で形成された NTB は全体的に小さいことが確認された。N₂ が混入された場合、N₂ の割合によって NTB の形状が変化する。N₂ の割合が低くなると NTB の先端が鋭く、ファイバーも細くなることが確認され、N₂ の割合が増加すると NTB のファイバーが太くなり、先端部分も丸くなる傾向が確認された。

電界電子放出測定では、先細りの先端を持つ NTB の開始電界は約 1 kV/mm となり、Ne 不純物添加で形成された試料からの電界放出電流の増加速度は最も早いことが分かった。Fowler-Nordheim の式を用いて、Ne (W1)、Ar (W2)、N₂ (W3) 不純物添加で形成した試料それぞれの電界増倍係数を計算した結果、電界増倍係数はそれぞれ 7900±800、約 6400±300、約 7500±590 となった。この電界増倍係数は CLSM で測定した NTB の平均高さ、面積の分布と明確な依存性が確認されなかった。N₂ の割合の増加により、NTB の先端形状が変化し、電界電子放出特性も著しく変化した。W4 に形成された NTB は鋭い先端がほとんどなく、繊維の太さも太く、3 kV/mm の電界においても、僅か数 μA の電界放出電流の検出となった。電界放出測定前後の試料表面の SEM 像を比較することで、NTB の鋭い先端部分が測定時のブレイクダウンによって破壊されやすいことが分かった。このことは NTB の先端部分の形状、特に幾何的形狀が電界電子放出特性を左右する主因であることを示唆する。

NTB の先端部分の形状は W 原子のスputtering 率に依存し、不純物ガスの種類と割合を変えることで NTB の先端形状をコントロールすることも可能だと考えられる。N₂ の割合が高くなると NTB の先端が丸く、繊維の太さが太くなる傾向が確認された。これは高いスputtering が NTB の鋭い先端の形成を抑制する効果があることを示唆する。核融合炉内では、高いスputtering がダイバータ板の損耗を増加させる一方、NTB の形成の抑制や NTB の電界電子放出の低減などの効果も考えられるため、ダイバータ板表面でのアークの発生を低減する可能性がある。

今後は N₂ のみならず、Ar や Ne が添加される場合においても、不純物ガスの割合をコントロールすることで NTB の形状を調整する可能性を探索する必要があると考えられる。最終的に NTB の形状を決めるのは分子や原子ではなくイオンであるため、プラズマ中のイオンの組成を精査する必要性がある。将来的には、分光法やラングミュアプローブ測定などの方法を用いて、イオンの組成と NTB の形状の間の関係を詳しく調査し、最終的に NTB の形状を制御することが期待される。

参考文献

- [1] K.B. Woller, D. G. Whyte and G. M. Wright, *J. Appl. Phys.* **129**, 115301 (2021).
- [2] D. Sinelnikov, D. Bulgadaryan, D. Hwangbo *et al.*, *IEEE Trans. Plasma Sci.* **47**, 5186-5190 (2019).
- [3] R. H. Fowler, L. Nordheim, *Proc. Roy. Soc. A* **119**, 173–181 (1928).
- [4] G. Mesyats, *Cathode Phenomena In A Vacuum Discharge: The breakdown, The spark, And The Arc*, Moscow, Russia: Nauka, 24-43 (2020)
- [5] R. G. Forbes, “Tutorial lecture: Introduction to field electron emission and its theory” 2013.
- [6] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *IEEE Trans. Plasma Sci.* **45**, 2080-2086 (2017).
- [7] V. Kulagin, D. Sinelnikov, D. Bulgadaryan *et al.*, *Vacuum* **183**, 109799 (2021).
- [8] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *Nucl. Fusion* **58**, 096022 (2018).

第5章 NTBによるタングステン表面でのアーク誘発

第4章を通じて、NTBからは電界電子放出しやすいことが確認された。これにより、NTBがアークのトリガーになる可能性が示唆される。本章はArまたはNeを添加したHeプラズマ照射によって、NTBをタングステン表面に形成させ、その形成がタングステン表面でのアークの点火条件に対する影響を調査し、不純物添加により形成されるNTB構造のアーク誘発効果を評価する。

5.1 実験方法

図5.1.1に実験方法の概略図を示す。0.1 Tの磁場において、定常プラズマを生成させる。典型的な電子密度と電子温度はそれぞれ $\sim 10^{18} \text{ m}^{-3}$ と $\sim 3 \text{ eV}$ である。上流側からHeガスを流入させ、下流側からNeやArなどの不純物ガスを混入させる。Heの流量は200 sccmに固定し、Ar混入の場合、その流量は20 sccm、割合は14%である。Ne混入の場合、その流量は30 sccm、割合は19–20%である。

W試料($10 \times 10 \times 0.2 \text{ mm}^3$)を混合プラズマに挿入し、設置方法は第3章と同じである。外付けの電源を用いて試料に負のバイアスを印加する。試料の表面温度は放射温度計を用いて測定する。放射温度計の測定波長は $1.6 \mu\text{m}$ 、放射率は0.3に設定する。試料がプラズマに挿入される位置を調整することで、初期の表面温度を $\sim 1500 \text{ K}$ にする。プラズマ照射後、SEMを用いて試料表面を観察する。

プラズマ照射中、試料表面の電圧（以降、試料電圧と呼ぶ）と試料表面に流れる電流（以降、試料電流と呼ぶ）の経時変化をオシロスコープを用いてモニタリングする。アーク点火時、電子が放出されることによって、試料電圧と試料電流が大幅に変化する。図5.1.2にアーク点火時の試料電圧と試料電流の典型的な経時変化を示す。本研究では、試料電流が1 Aを超えるとアークが発生したと判定する。試料電流の経時変化から、プラズマ照射中のアーク発生頻度が計算される。

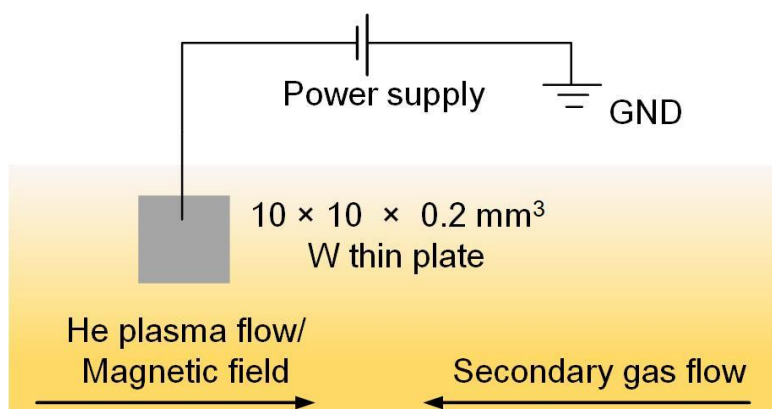


図 5.1.1 実験の概略図

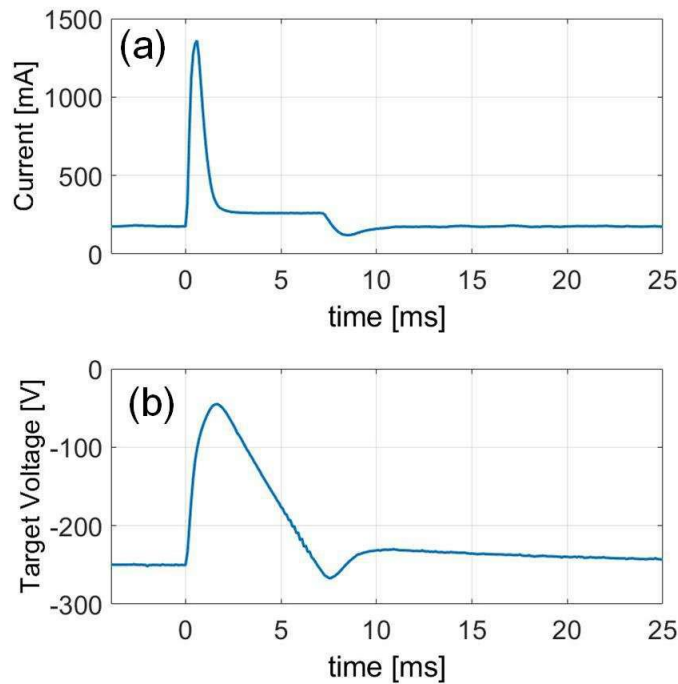


図 5.1.2 アーク点火時の典型的な試料電流・電圧 (a) : 試料電流 (b) : 試料電圧

5.2 NTB 形成によるタングステン表面でのアーク誘発

図 5.2.1 に Ne 不純物ガスを添加した He プラズマ照射後の W 表面の SEM 像を示す。入射イオンエネルギーは ~ 250 eV、Ne の割合は $\sim 20\%$ である。図 5.2.1(a) から、試料全面においてランダムな位置に NTB が形成される。この結果は第 3 章の結果と一致する。図 5.2.1(b) に一個の NTB を拡大した SEM 像を示す。NTB の根元にアーク痕と思われる痕跡が存在する。この痕跡から、NTB からアークが点火されたことが示唆される。先行研究により、バイアスが -300 V より深い場合でも、パルスレーザによる間接的熱負荷が加わらない時、fuzz 構造上ではアークが点火しなかった[1]。本研究では He に Ne を添加したことによって、W 表面でのアークの発生が容易になったことが分かる。これは表面での NTB 形成との関係は次のように考えられる。

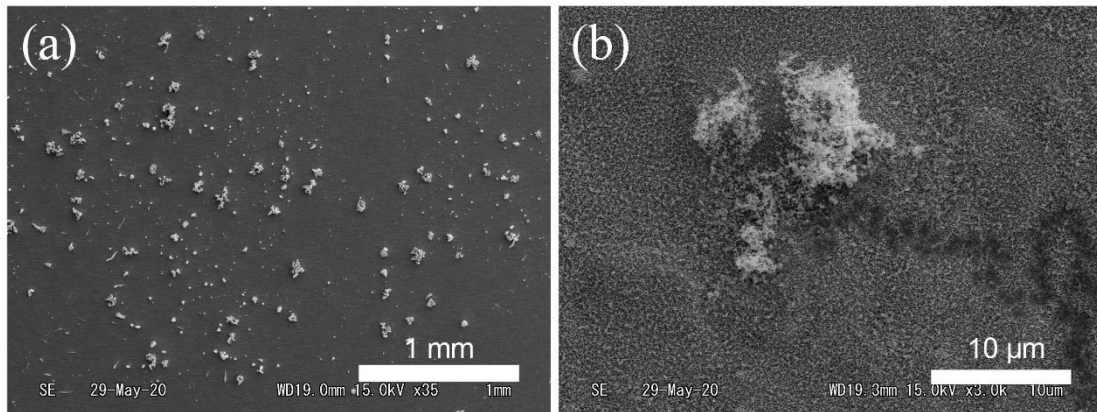


図 5.2.1 (a) : W 表面に生成された NTB (b) : 典型的な NTB から伸びるアーク痕

NTB の形成可能な条件から、同じ 150 eV の入射イオンエネルギーでも、He に Ne を添加する場合、スパッタリング率が足りないため、NTB の形成が難しい一方、Ar を He に添加することで W 表面に NTB を形成させることは可能である[2]。

アークの発生と NTB の形成の関連性を詳しく確認するために、二つの W 試料を用いて、それぞれ Ne と Ar 不純物ガスを混合したプラズマを照射した。試料に印加するバイアスは同じ -150 V であるため、入射イオンエネルギーは同じ ~150 eV と考えられる。図 5.2.2 にそれぞれの試料電圧の経時変化を示す。図 5.2.2(a)、(b)において、He へ添加した不純物ガスはそれぞれ Ar、Ne である。照射後の試料表面の SEM 像を図の左上に挿入している。図 5.2.2(a)に示すように、Ar が添加された場合、1 時間の間にアークが 4 回発生するとともに、W 表面での NTB 形成も確認された。一方、Ne が添加された時、1 時間のプラズマ照射中、アークは 1 回も発生しなかった。W 表面には NTB が形成されず、均一な fuzz 層のみが形成された。よって、アークの発生と NTB の形成が高い関連性を持つことが確認された。さらに、Ar が使用された場合でも、プラズマ照射の初期アークは 2000 s から発生し始めた。このことから、NTB の成長には一定のイオン照射量が必要と考えられる[3]。初期段階では NTB の形成に必要なイオン照射量が十分でないため、アークは発生しなかったと考えられる。

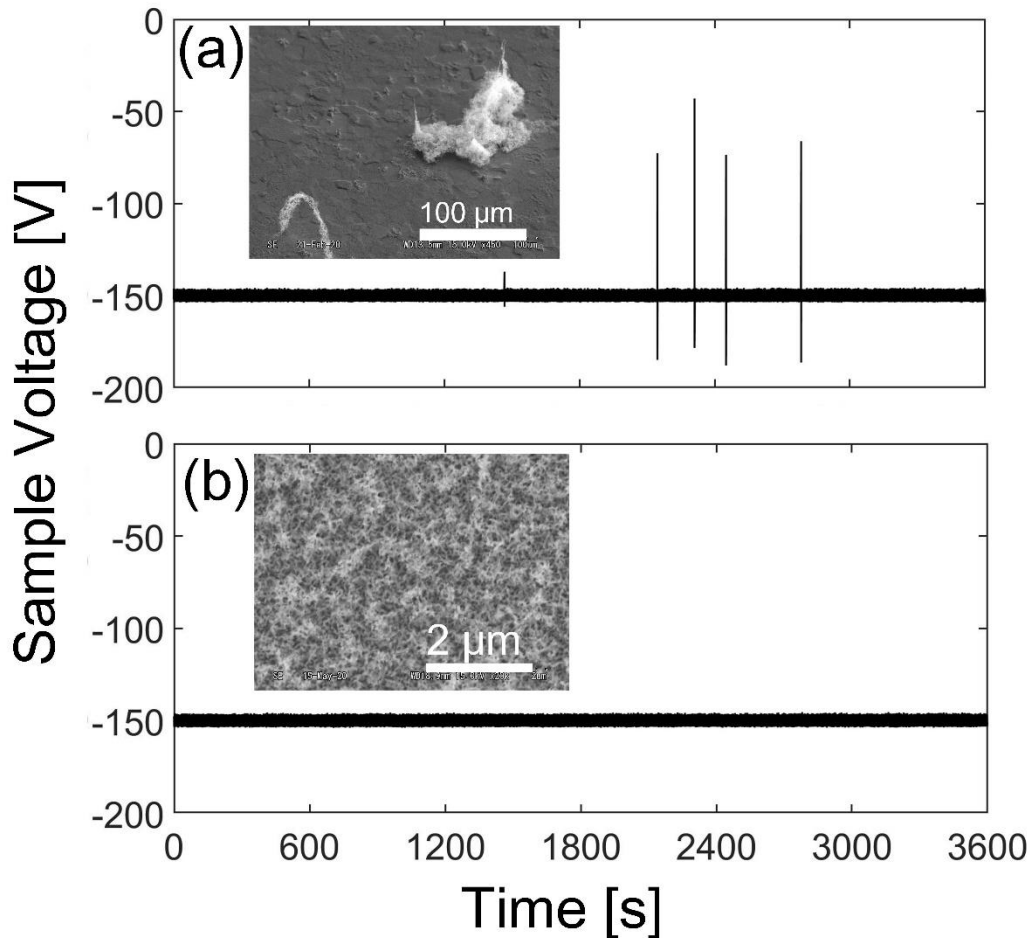


図 5.2.2 不純物ガスを添加した混合プラズマ照射中の試料電圧の経時変化。不純物ガス種は (a) : Ar (b) : Ne

5.3 アーク頻度の不純物ガス種依存性

図 5.3.1 に、異なるプラズマを用いて試料へ照射した場合の、アークの発生頻度のバイアス依存性を示す。アークの発生頻度は、1 時間のプラズマ照射期間において、発生したアークの回数の合計値として評価した。試料表面に NTB 構造のない平板 W へ純 He プラズマで照射した時、-150 V またはそれより深いバイアスを試料に印加した場合、アークの発生頻度は常に 0 であった。これは先行研究と一致する結果である[1]。Ne が添加された場合、-150 V ではアークは発生しなかったが、-200 V あるいは-250 V の時、アークの発生が確認された。また、アークの発生頻度はバイアスの増加につれ増加する。前節でも述べたように、アークの発生とともに、W 表面に NTB の形成が確認された。これに対して、Ar が He プラズマに混入された場合、-150 V のバイアスを印加することで、1 時間のプラズマ照射中にアークが 4 回発生した。

以上により、純 He プラズマ照射の場合、アークの発生頻度は 0 であることに対して、Ne や Ar などの不純物を添加することでアークの発生頻度が増加したことが確認された。アークの発生頻度が増加した原因について、前章に述べ

たように、NTB の形成によって、表面の電界電子放出が増加したことが一つの要因として考えられる。また、NTB が多孔質な構造であるため、熱電子放出の増加も要因として考えられる。よって、NTB の形成によって、ブレイクダウンやアークが発生しやすくなることが示唆される。

NTB のアーク誘発能力を評価するために、2 枚の W 板を用意し、同じ-250 V の電圧を印加し、He-Ne 混合プラズマを 1 時間照射した。電源と試料の間に 100 Ω のアーク防止抵抗を挟むことで、プラズマ照射中のアークを防止し、形成された NTB を保存させる。プラズマ照射後、2 枚の W 表面に NTB が形成された。その後、アーク防止抵抗を取り除き、2 枚の NTB 試料にそれぞれ-250 V と-100 V のバイアスを印加し、試料へ純 He プラズマ照射した。

その結果、図 5.3.1 の中にある空の丸で示されているように、純 He プラズマ照射の場合でも、-250 V のバイアスの条件で W 表面にアークが発生した。これより、W 表面でのアークは NTB の形成によって誘発されたものだと明らかとなった。先行研究により、レーザパルスによる間歇的熱負荷がない時、fuzz 表面に電界電子が放出する電界のしきい値は ~ 7 kV/mm である[4]。それに対して、前章に述べたように、NTB の場合では ~ 1 kV/mm の電界から電界放出し始める。これは NTB 表面でのアーク発生可能なバイアスしきい値は fuzz 表面より低い原因だと考えられる。一方、W 表面に NTB が存在しても、-100 V のバイアスではアークが発生しなかったことから、NTB 構造が形成されても、アーク点火可能な電位にしきい値が存在し、そのしきい値は-100 V から-150 V の間にあることを示唆する。

プローブ測定で得られたプラズマの電子密度 n_e と電子温度 T_e はそれぞれ 10^{18} m⁻³、3 eV である。このプラズマパラメーターを用いて、式(2-9)で試料表面のシース電場を計算すると、バイアス-250 V の時のシース電場は 1.18 kV/mm、-100 V の時のシース電場は 0.94 kV/mm である。-100 V のバイアスを印加する時、シース電場は NTB の電界電子放出のしきい値である 1 kV/mm より下回ることが分かる。また、バイアスが低い且つ純 He 照射のため、試料の表面温度は ~ 1300 K となり、他の照射条件より ~ 200 K 低いことになる。低いシース電場と低い表面温度によって、電界電子放出と熱電子放出両方が減少することが考えられ、これはアークが点火しなかった理由だと推測される。

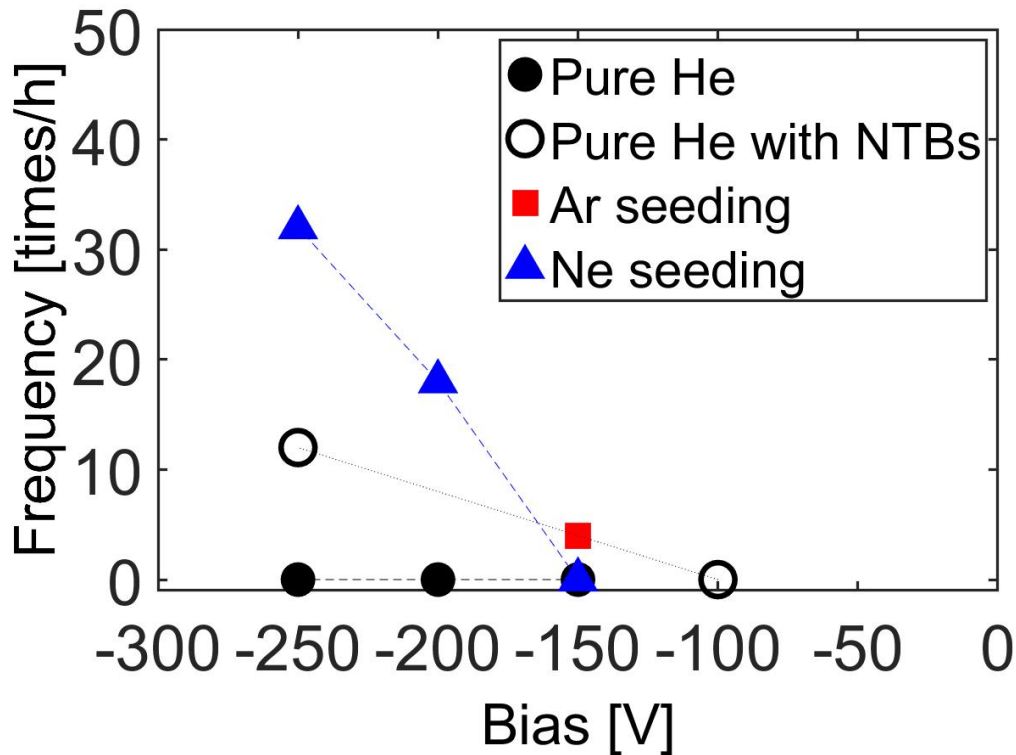


図 5.3.1 異なるプラズマで 1 時間照射の間に W 上で発生するアークの頻度
丸、四角、三角はそれぞれ純 He、He-Ar、He-Ne のプラズマ、空のマーカーは
表面に事前に NTB を形成した試料

5.4 アークによる NTB の形状変化

前節で述べた、W 試料へ He-Ne 混合プラズマを事前照射し、表面に NTB を形成させてから、純 He プラズマをさらに継続照射した試料について、その NTB の形状変化を詳細に議論する。

図 5.4.1 に試料の表面 SEM 像を示す。図 5.4.1(a)は He プラズマ照射前の試料表面の SEM 像である。図 5.4.1(b)は 5.4.1(a)の一部を拡大したものである。図 5.4.1(b)から、個々の NTB の形状はそれぞれ異なることが確認できる。図 5.4.1(c)に純 He 照射後の試料表面の SEM 像を示す。図 5.4.1(d)は 5.4.1(c)の一部を拡大したものである。図 5.4.1(a)と図 5.4.1(b)から、試料表面に形状の異なる NTB がランダムに分布されていることが確認できる。しかし、He プラズマ照射後、5.4.1(c)と 5.4.1(d)から、NTB の数が減り、鋭い先端部分もアークによって消えたことが分かる。第 4 章に述べたように、この構造変化は NTB からブレイクダウンやアークによって、NTB の鋭い先端が蒸発したものと考えられる。鋭い先端を失った NTB からは電界電子放出しにくく、アークの発生も難しいと考えられる。

図 5.4.2 に純 He 照射中の試料電圧の経時変化を示す。プラズマ照射の初期段階の 600 秒以内、アークが 8 回発生した。その後、600-3600 s の間に、アークが 4 回のみ発生した。アークの頻度が明らかに低下したことが分かる。この原因について、試料表面に存在する NTB がアークによって破壊され、純 He 照

射のため、新たな NTB も形成されない。その結果、NTB の数が減少し、残った NTB の形状も変化し、アークを誘発できなくなったと考えられる。

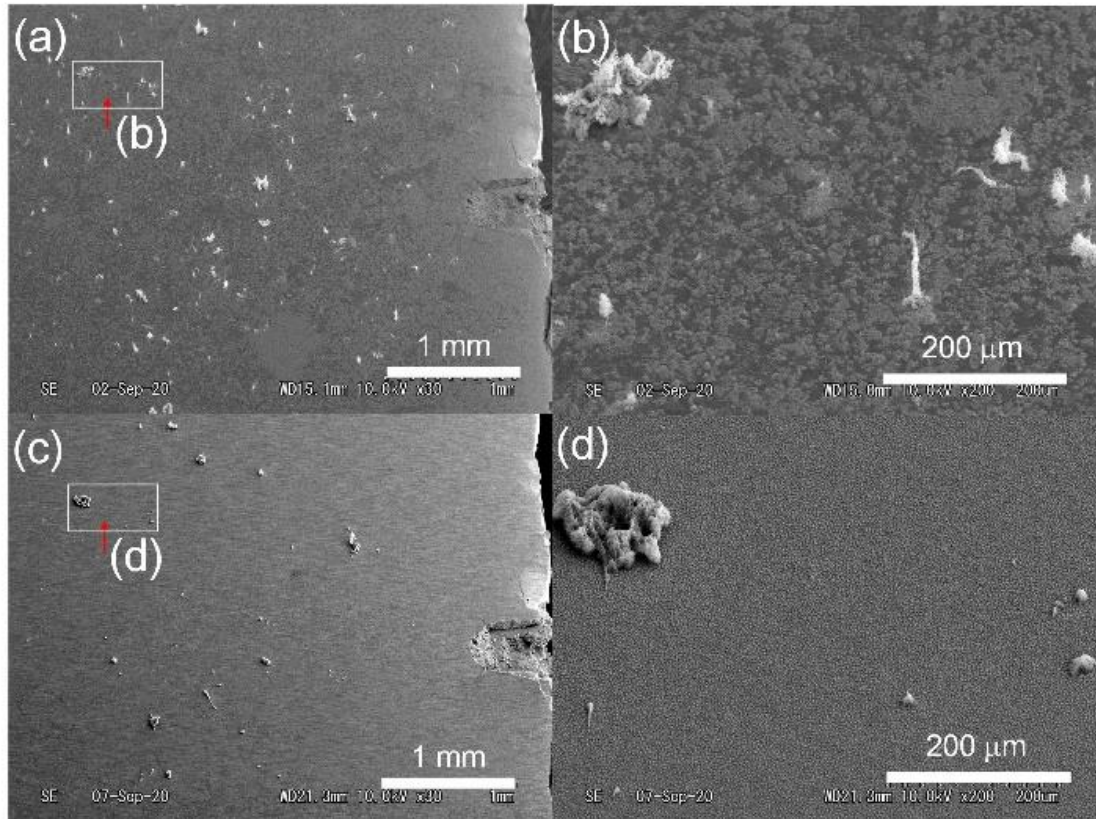


図 5.4.1 (a) : He-Ne 混合プラズマ照射後の W 表面(b) : W 表面の NTB(c) : 純 He プラズマ照射後の W 表面(d) : 変形された NTB(a)と(c)、(b)と(d)はそれぞれ同じ位置、同じ倍率で撮ったもの。(a-d)は全部 45° 斜めに撮った SEM 像である

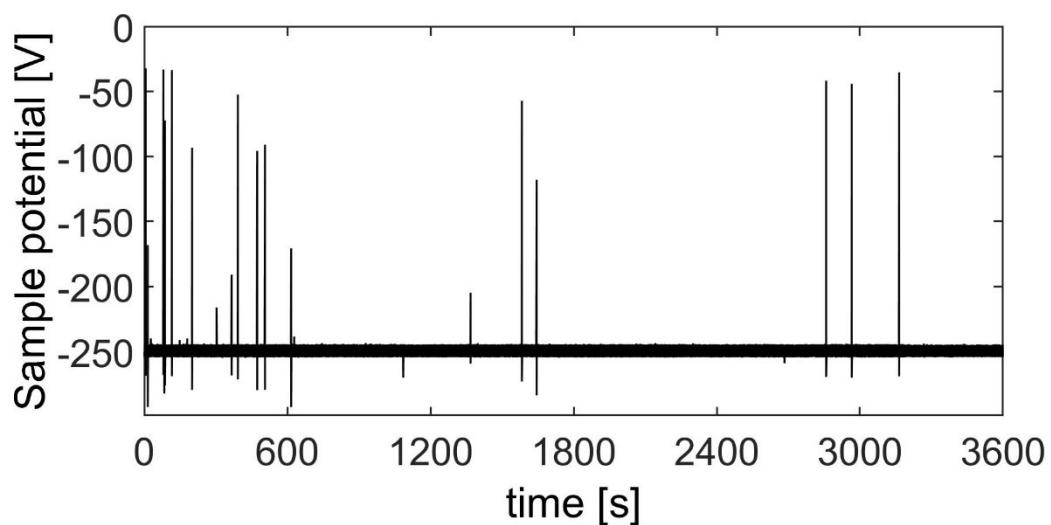


図 5.4.2 純 He 照射中の試料電位の経時変化

5.5 まとめ

Ne、Ar を不純物ガスとして添加した He プラズマを W へ照射することにより、W 表面にアークが発生した。アークの発生は W 表面での NTB 構造の形成と強い依存性を示した。不純物ガスを添加した場合の、アーク点火のバイアスしきい値を調べた。その結果、NTB 構造が形成された W 表面では、-100 V より深いバイアスを印加することでアークの発生が可能であることがわかった。このバイアスしきい値は fuzz 表面より高いことから、NTB が fuzz よりアークを誘発しやすいことを示す。アーク点弧後、NTB の構造も変化し、鋭い先端を持つ NTB がより破壊されやすいことが分かった。先細りの先端を持つ NTB が電界電子をより放出しやすく、アークのトリガーになりやすいことを示唆する。プラズマ照射中の試料電流の経時変化から、NTB が形成され続ける環境において、アークは絶え間なく発生し続ける。これに対して、新たな NTB の形成が抑制される環境においては、既存の NTB がアークによって破壊されるか、先端形状に変化によって、アークを誘発できなくなる。このことから、NTB の形成を抑制させる、または NTB の先端形状を変化させることで、アークを抑制できる可能性が示唆された。

参考文献

- [1] S. Kajita, Y. Noiri, N. Ohno, *Phys. Scr.* **90**, 095604 (2015).
- [2] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *Nucl. Fusion* **58**, 096022 (2018).
- [3] D. Hwangbo, S. Kajita, H. Tanaka *et al.*, *Nucl. Mater. Energy* **18**, 250-257 (2019).
- [4] D. Hwangbo, S. Kajita, N. Ohno *et al.*, *IEEE Trans. Plasma Sci.* **45**, 2080-2086 (2017).

第6章 アニーリング処理によるアークの抑制

第5章を通じて、NTBの形成がW表面でのアークを誘発できることを確認し、その誘発能力はNTBの形状、特に先端部分の形状と深く依存していることを確認した。本章ではアニーリング手法を用いて、NTBの形状を変化させることで、アークの抑制を試みる。

6.1 実験方法

NTB試料の製作はNAGDIS-IIを用いて行なった。プラズマは~82%Heと~18%Neの混合プラズマを用いてW試料へ照射することで、W試料にNTBを形成させる。W試料表面で形成されるNTBはSEMを用いて観察する。その後、表面にNTBが形成されたW試料にアニーリング処理を施す。アニーリング処理は赤外線真空加熱炉を用いて行なった。試料は加熱炉の真空容器内に設置し、赤外線で加熱する。真空加熱炉の昇温レートは2K/sである。図6.1.1にアニーリング処理の手順を示す。アニーリング処理は計3回分けて行なった。試料をそれぞれ1473K、1573K、1673Kまで昇温させてから、その温度で1時間維持し、アニーリング処理をする。アニーリング処理後、試料は10秒以内でアニーリング効果が起こらない1000K以下まで冷却される。SEM及びCLSMを用いて、アニーリング前後のNTBの形状変化を観察、測定する。試料の温度は熱電対によって測定される。

アニーリング処理後、試料の電界電子放出特性を測定する。電界電子法放出測定用の実験装置及び実験方法は4.1節に記載したものと同じである。比較するために、アニーリング処理を施したNTB試料と同条件で形成した未処理のNTB試料の電界電子放出特性も測定する。

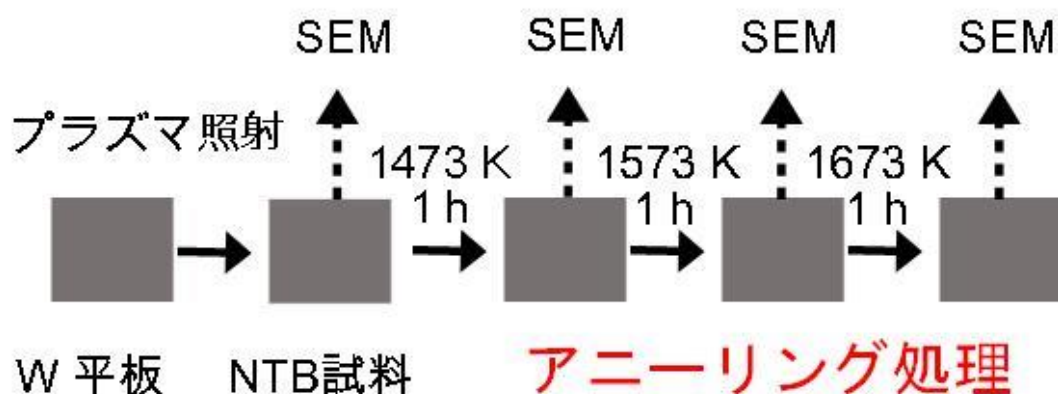


図 6.1.1 アニーリング処理の手順

6.2 アニーリングによる NTB の構造変化

He-Ne 混合プラズマ照射後、W 表面に NTB が形成された。図 6.2.1 (a)-(c)にアニーリング処理前の W 試料表面の SEM 像を示す。アニーリング処理後、NTB の表面形状が変化した。図 6.2.1 (d)-(f)に 1473 K アニーリング処理後の表面 SEM 像、図 6.2.1 (g)-(h)に 1573 K 処理後の表面 SEM 像を示す。図 6.2.1(a)にプラズマ照射により形成された NTB の典型的な形状を示す。図 6.2.1(b)は一個の NTB をピックアップし、拡大したものである。図 6.2.1(c)に基板の状況を示す。図 6.2.1(a-c)に示すように、ほとんどの NTB が先細りの先端を持ち、基板表面にも fuzz が形成された。

1473 K の温度で 1 時間アニーリングした後、図 6.2.1(e)に示すように、NTB が収縮した様子が見える。NTB の繊維が太くなり、繊維の先端も丸くなったことが分かった。図 6.2.1 に示すように、アニーリング温度を 1573 K に上げると、NTB の繊維の形状変化がより明らかになり、1473 K の時より繊維が太くなり、先端が丸くなっていることが確認できる。

基板上に形成した fuzz の形状についても、局所的な変化が見られる。図 6.2.1 (a)と(c)に示すように、アニーリング処理前、基板に均一な fuzz 層が形成されている。しかし、図 6.2.1 (d)に示すように、1473 K のアニーリング処理後、NTB の周辺に黒くなった領域が存在する。図 6.2.1(f)にその領域を拡大した SEM 像を示す。NTB を中心に、半径 $\sim 8 \mu\text{m}$ の範囲内の fuzz が完全に消失し、その外の部分に fuzz 層が残っていることが分かる。アニーリング処理によって、fuzz が消失する現象は先行研究[1]で報告されたが、このような局所的に fuzz が消失する現象は初めて確認された。アニーリング温度を 1573 K までさらに上げると、図 6.2.1 (f)に示すように、fuzz の消失する範囲は $\sim 8 \mu\text{m}$ から $\sim 15 \mu\text{m}$ まで広がった。一方、この現象は全ての NTB の周りに発生したわけではなく、一部の NTB の周辺でのみ発生した。また fuzz の消失範囲は一律ではないことに注意する必要がある。

図 6.2.2 に 1573 K アニーリング処理後の試料表面の一部を示す。図 6.2.2 (a, b)に示すように、サイズの大きい NTB の周辺で fuzz が消失し、小さい NTB の周辺では fuzz が残っていることが確認できる。図 6.2.2 (c, d)の拡大図に示すように、大きい NTB の周辺に存在した fuzz が完全に消失し、W 表面が滑らかになった。少し NTB から離れた位置においては、fuzz 層が表面に残っているが、アニーリングの影響によって、少し薄くなり、繊維が若干太くなる様子が見られた。

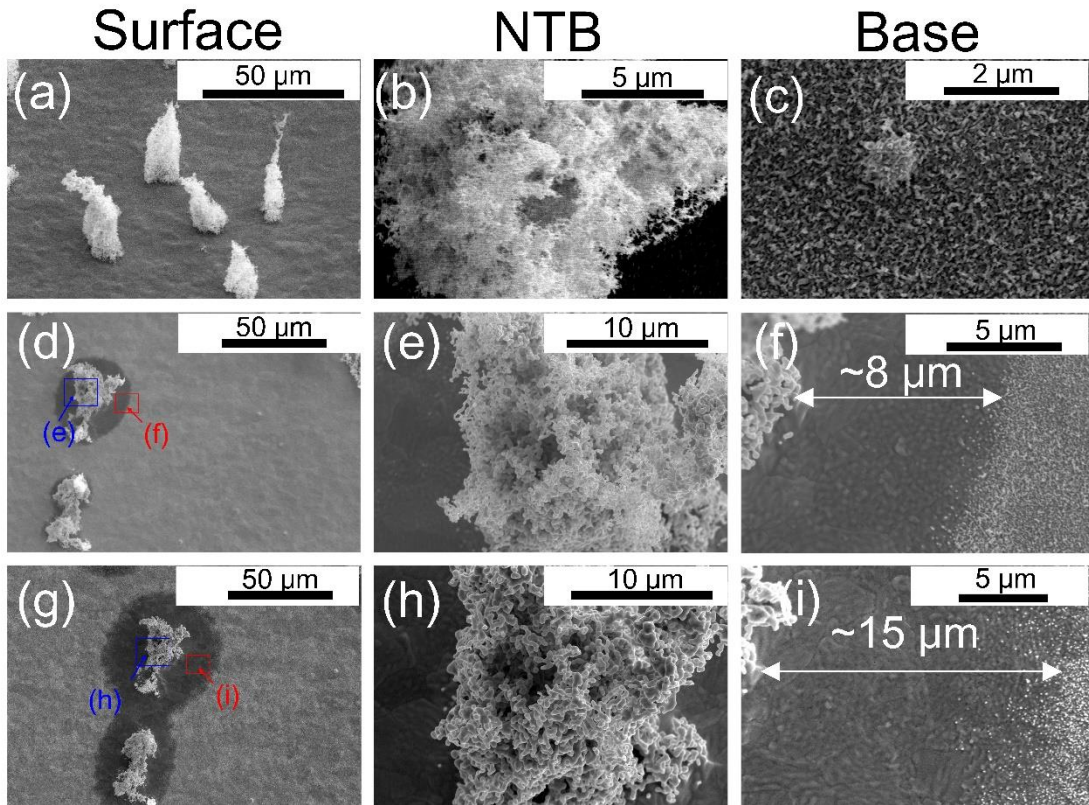


図 6.2.1 (a-c)プラズマ照射後の W 表面 SEM 像。(d-f)1473 K アニーリング処理の W 表面 SEM 像。(d)、(e)、(f)の位置と倍率はそれぞれ(g)、(h)、(i)と同じである。(a)は 45° で撮ったもの、その他は 0° で撮ったもの

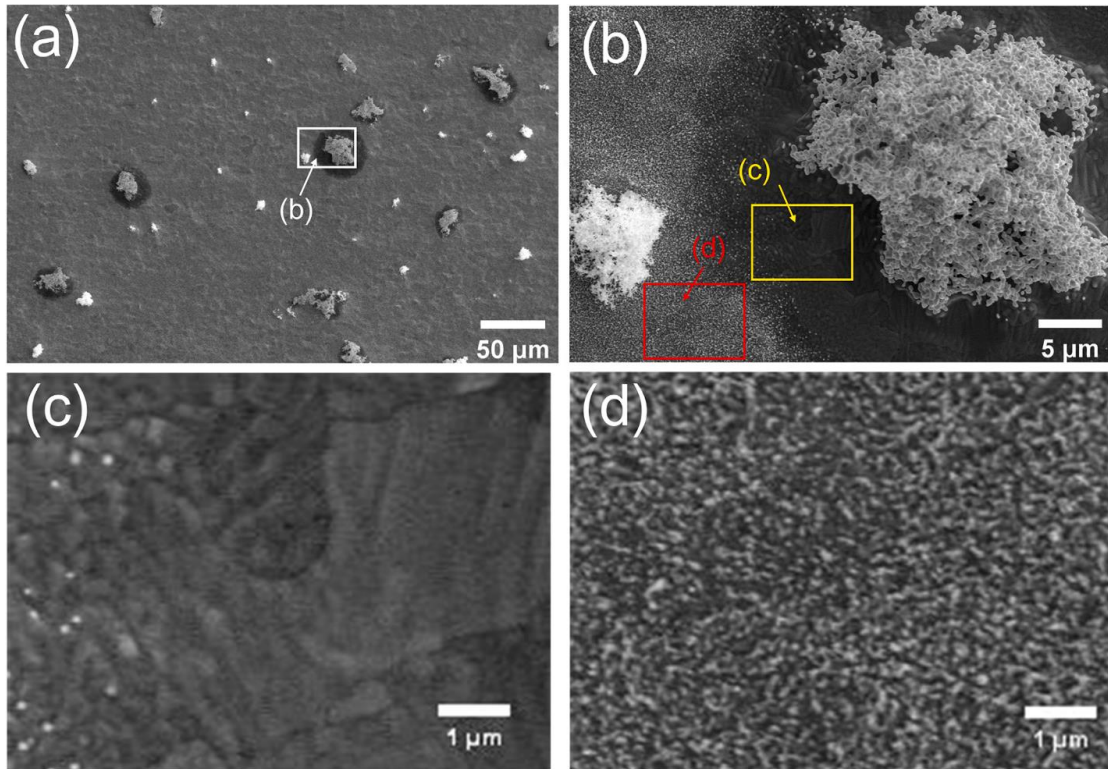


図 6.2.2 (a) : 1573 K アニーリング処理後の試料表面の SEM 像 (b) : (a)の一部の拡大図 (c)、(d) : (b)の一部の拡大図。(c)は滑らかになった表面、(d)は薄い fuzz 層が残った表面。SEM 像は全部 0° で撮ったもの

図 6.2.1 及び図 6.2.2 で示した、NTB を中心に fuzz が局所的に消失する現象について、二つの可能性が考えられる。一つは NTB 周辺のシース電場が変形することによって、イオンの入射が NTB へ集中し、NTB 周辺へのイオン入射が少なくなったことが考えられる。fuzz 層の厚みはイオン照射量に依存し、イオン照射量が少なくなると、fuzz 層も薄くなる[2]。NTB の周辺へのイオン照射量が相対的に少ないため、その部分で形成された fuzz 層の厚みが他の場所より薄くなり、同じアニーリングレートにおいても、より早く消失することが考えられる。この可能性について詳しく調べるためには、未照射の W 板の表面を研磨し、初期の表面凹凸を消し、プラズマ照射後の断面 FIB-SEM による fuzz の厚みを測定する必要がある。もう一つ考えられる可能性は、アニーリング時の NTB の周りに温度分布が存在することである。NTB はコーン状の構造であるため、加熱炉から放出した赤外線エネルギーを幾何学的により多く吸収するだけでなく、W 基板から反射されたエネルギーを吸収することができる。その上、NTB はポーラスな構造であるため、熱伝導率はバルク W より遥かに低いことが予想される。先行研究に、fuzz の熱伝導率はバルク W の $\sim 1\%$ であることが述べられた[3]。NTB は fuzz と同等かそれより低い熱伝導率であることが考えられる。その低い熱伝導率によって、NTB 本体の温度が上昇しやすく、NTB の周辺においても温度勾配が生じる可能性が考えられる。文献[4]に、NTB の温度を熱輸送計算し、サイズが大きい NTB の先端温度が、サイズの小さなものより上昇しやすいことが述べられている。これにより、NTB のサイズが大きくなるほど、本体温度がより高くなり、NTB 周辺にも高温にな

ることで、周りの fuzz がより早く消失した可能性が考えられる。

NTB の形状変化を詳しく分析するために、CLSM を用いて、NTB の高さ
と面積を測定した。図 6.2.3(a)と(b)にそれぞれ初期段階の NTB とアニーリング
処理後の NTB の面積と高さを示す。アニーリング処理前、面積と高さの分布の
ピークはそれぞれ $\sim 80 \mu\text{m}^2$ 、 $\sim 17 \mu\text{m}$ である。1473 K のアニーリング処理後、
NTB の面積と高さがわずかに減少した。分布の形は著しく変化していない。
アニーリング温度が 1573 K まで上昇すると、NTB のサイズ分布が大きく変化
した。面積が $200 \mu\text{m}^2$ を超える大きな NTB の数が減少し、面積が $80 \mu\text{m}^2$ から
 $100 \mu\text{m}^2$ の範囲にある NTB の数が増えた。高さ分布にも似たような動きがあ
り、高さのピークが $17 \mu\text{m}$ から $14 \mu\text{m}$ にシフトした。これはアニーリング処
理により、NTB のサイズが収縮したことを意味する。しかし、アニーリング温
度を 1673 K まで上げてても、NTB はさらに収縮せず、その高さ
と面積は 1573 K の時と明確な違いを示さなかった。

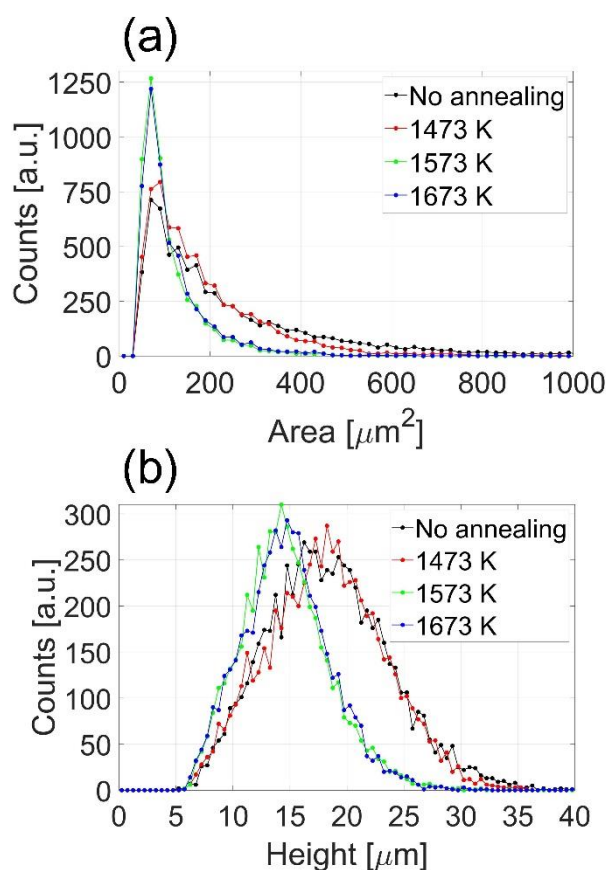


図 6.2.3 (a)NTB の面積分布 (b)NTB の高さ分布

アニーリングによる繊維構造の形状変化は繊維内部にある He バブルの挙動
と W アドアトムの表面拡散が重要な役割を果たす[5]。NTB 構造は fuzz より
ポーラスな構造のため、その繊維間の距離も大きい[6, 7]。ゆえに、W アドア
トムの移動は fuzz より時間がかかることが予想される。本研究のアニーリン
グ時間は 1 時間のみであるため、NTB の形状変化を生じるための W 原子の拡

散が十分ではないことを示唆する。アニーリング温度を 1573 K まで上げると、W 原子の拡散が早くなった結果、NTB の繊維に明確な形状変化が生じ、全体の高さや面積も縮小したことになる。一方、アニーリング温度を 1673 K まで上げても、NTB の高さや面積、または繊維の形状も明らかな変化がないことから、この温度でのアニーリングは NTB を完全に消すことができないことが分かった。総合的に考えると、NTB 構造を完全に消すためには、より長いアニーリング時間、或いはより高いアニーリング温度が必要であることが示された。今後 NTB に対するアニーリング効果を詳しく調査するには、NTB 繊維内部の He バルブの挙動を調べる必要があると考える。

6.3 アニーリング処理による NTB の電界電子放出特性変化

図 6.3.1 (a)と(b)にそれぞれ、未処理の NTB 試料と 1673 K アニーリング処理した NTB 試料について、印加電界とそれに伴う電界放出電流の経時変化を示す。図 6.3.1(c)に、印加電界に対する電界放出電流の E-I プロットを示す。図 6.3.1(c)から、未処理の NTB 試料の電界放出の開始電場は ~ 1.3 kV/mm であることが分かる。電界は 2.4 kV/mm の時、電界放出電流が急遽に ~ 180 μ A まで上昇した。その電場で 2 回大きなブレイクダウンが発生したとともに、電界放出電流も下落した。この電界放出電流は第 4 章で述べた Ne 試料の電界放出電流と一致している。一方、アニーリング処理後の NTB 試料では、電界電子放出特性は大きく異なっている。電界放出の開始電場が ~ 2.5 kV/mm に大きく上昇し、電界放出電流も未処理の試料と比べて低いことが分かった。6.5 kV の電界においても、処理後の試料からの電界放出電流は僅か ~ 8 μ A である。その後、ブレイクダウンの発生に伴い、電界放出電流が検出できないレベルとなった。これにより、1673 K でのアニーリング処理後、NTB はまだ試料表面に存在しているが、そのほとんどが電界電子放出できなくなったことが分かった。

電界電子放出しなかった理由について考察する。矢島らは W 上の fuzz にアニーリング処理を行い、TEM を用いて繊維の内部を観察した。図 6.3.2 にアニーリング温度による fuzz のファイバーの太さの変化を示す[8]。アニーリング温度の上昇につれ、fuzz のファイバーが明らかに太くなり、ファイバーとファイバーの統合が見られる。これらの繊維の構造変化によってファイバー先端部分のアスペクト比が低くなったと同時に、fuzz の空孔率も低くなったことが考えられる。図 6.2.1 が示すように、NTB にも fuzz と類似する傾向が存在する。Kugalin らによれば、NTB の先端部分のアスペクト比は電界倍増係数と深く関わり、アスペクト比が低いほど、電界倍増係数が小さいことが述べられている[9]。アニーリング処理によって、NTB の先端が丸くなり、繊維も太くなった。この形状変化により、NTB 先端部分のアスペクト比が減少し、電界電子放出しづらくなったことが考えられる。

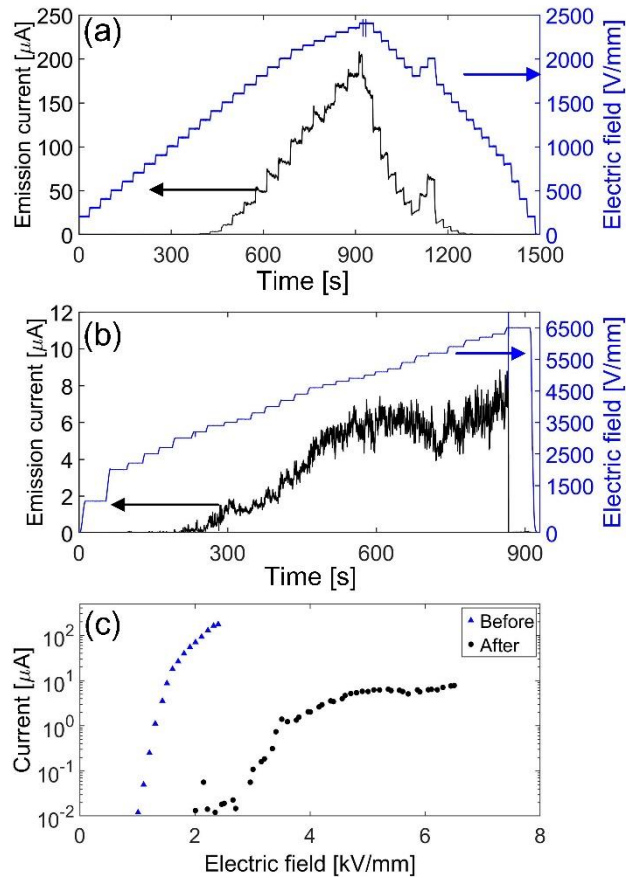


図 6.3.1 (a)未処理の NTB 試料の電界放出電流の経時変化 (b)アニーリング処理後の NTB 試料の電界放出電流の経時変化 (c)処理前後の試料の電界電子放出特性の E-I プロット

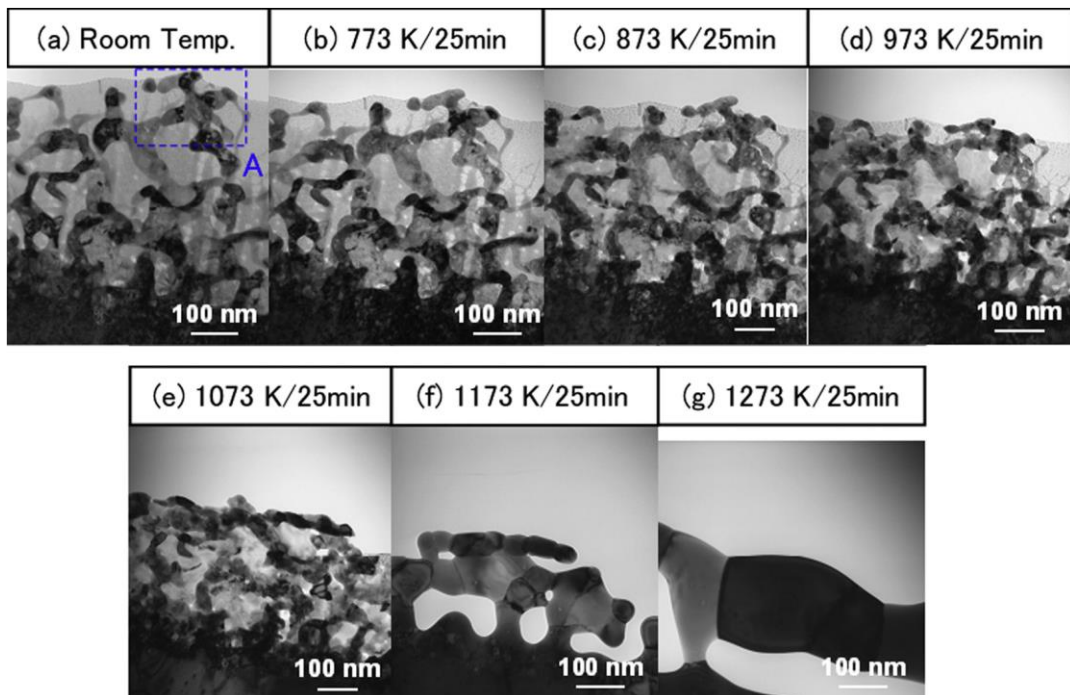


図 6.3.2 アニーリング温度ごとの fuzz の断面 TEM 像[8]

6.4 アニーリング処理によるアーク頻度の変化

アニーリング未処理と 1673 K アニーリング処理した 2 枚の NTB 試料について、純 He プラズマ照射による試料表面でのアークの発生頻度を計測した。実験方法は 5.1 節で述べた内容と同じである。試料に印加したバイアスはともに -250 V である。図 6.4.1 (a)と(b)にそれぞれ、未処理の試料と 1673 K アニーリング処理後の試料への純 He プラズマ照射中の試料電流の経時変化を示す。未処理の試料ではプラズマに挿入された直後からアークが発生した。30 分のプラズマ照射中に、計 7 回のアークが発生した。図 6.4.1 (c)にプラズマ照射後の試料表面の SEM 像を示す。試料の表面に He 照射によって形成された fuzz 層が観察され、fuzz 層に白い破線で示すようなアーク痕と思われる痕跡が観察された。第 5 章でも議論したように、He プラズマ照射によって、未処理の NTB 試料の表面にアークが発生することが再度確認された。これに対して、アニーリング処理後の試料では、プラズマ照射中において、試料電流はブレイクダウンなどによる小さなスパイクがあるが、1 A を超える大きなスパイクがなく、照射後の表面にアーク痕やクレターのようなアークの発生を示唆する証拠が見つからず、fuzz 層とアニーリング処理によって変形した NTB のみが観察された。この結果から、アニーリング処理は NTB のアーク誘発効果を低減することが示された。

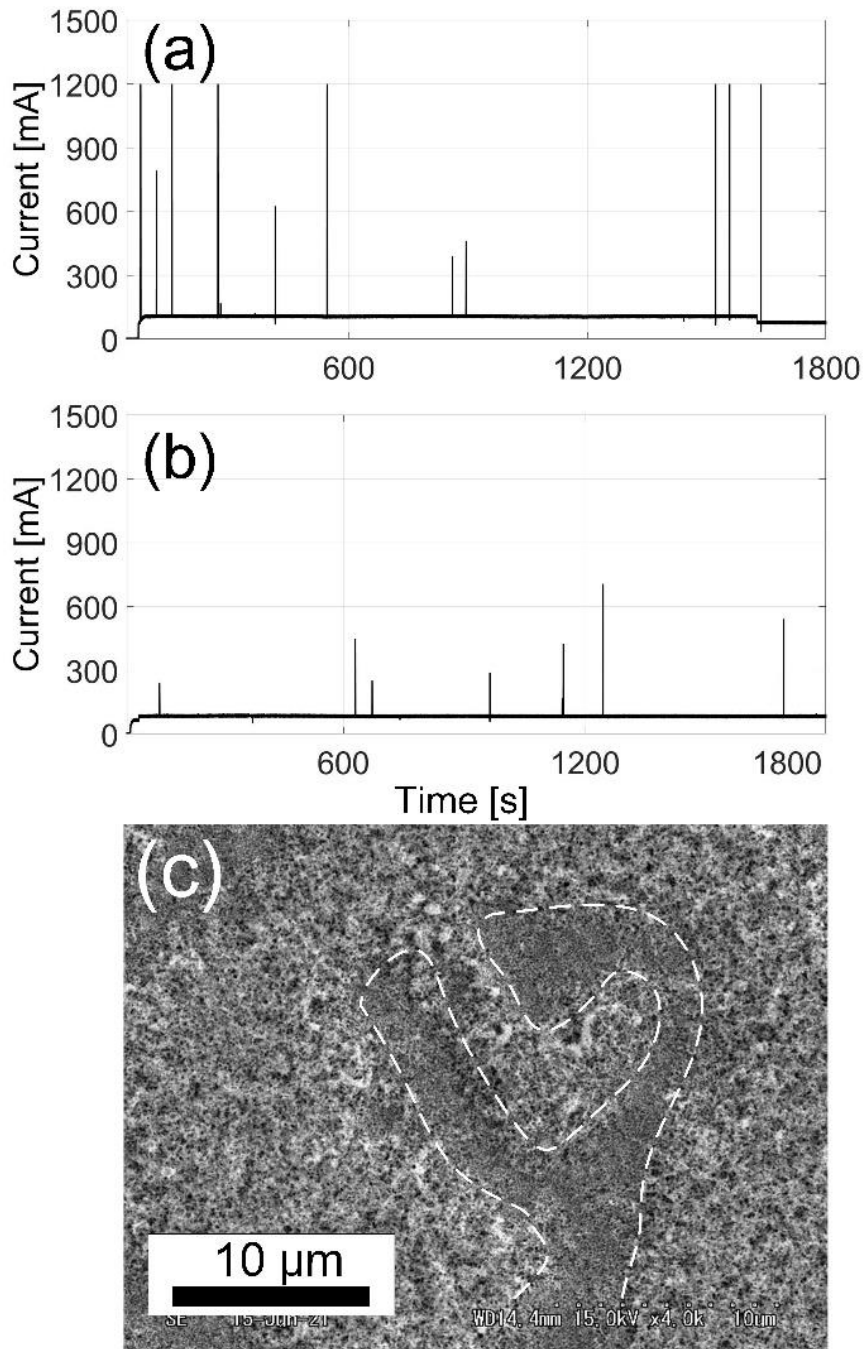


図 6.4.1 He プラズマ照射中の(a)：未処理 (b)：アニーリング処理後の試料電流の経時変化 (c)：未処理の試料表面の SEM 像、白い破線で示す位置はアーク痕

6.5 まとめ

本章はアニーリング処理による NTB の形状変化を調査した。NTB を 1473 K の温度で 1 時間アニーリングした結果、NTB が収縮し、NTB を構成する繊維が太くなったことが確認された。1573 K で 1 時間アニーリングした後、NTB

の高さと面積が大きく減少し、繊維の先端部分も丸くなることが確認された。1673 K のアニーリング処理後、NTB はまだ W の表面に存在し、fuzz のように完全に除去されないことが分かった。この結果から、NTB は fuzz より高い熱耐性を持ち、アニーリング処理は NTB の形状を変化させる効果はある一方、1673 K で1時間のアニーリングは NTB を完全除去するには足りないことが明らかになった。

アニーリング処理前後の NTB 試料の電界電子放出特性を測定した。アニーリング処理後、電界電子放出の開始電場は処理前と比べて大幅に増加し、~1.3 kV から 2.5 kV まで増加した。電界放出電流においても、未処理の試料と比べて、アニーリング処理後の試料からの電界放出電流は大幅に低下することが分かった。これはアニーリングによる NTB の形状変化、特に先端部分の繊維の形状変化によって、NTB の電界電子放出能力が低下したことを示唆する。アニーリングで処理された NTB はほとんど電界電子放出できず、放出点にならないことが分かった。電界電子放出の低下に伴い、-250 V のバイアスにおいても、アニーリング処理された NTB ではアークを誘発できないことが明らかになった。

NTB の形成はアークを誘発する可能性があり、ダイバータ板の損耗を増加させてしまう懸念がある。アニーリング処理は NTB 形成による悪影響を低減するための有用な方法であることを証明できた。ITER において、熱負荷に曝される時、ダイバータのモノブロックの温度が数百 K から~2000 K まで上昇することがある[10]。モノブロックのエッジ部分に形成された NTB がその高温によってアニーリングされ、その場所ではアークは引き起こされないと考えられる。一方、エッジから数 mm 離れた位置では、モノブロックの表面温度が 1500 K を下回ることもあることから、この部分に形成される NTB は十分にアニーリングされず、アークを引き起こす可能性を十分に注意する必要がある。

参考文献

- [1] G. M. Wright, G. G. van Eden, L. A. Kesler *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **463**, 294-298 (2015).
- [2] T. J. Petty, M. J. Baldwin, M. I. Hasan *et al.*, *Nucl. Fusion* **66**, 093033 (2015).
- [3] S. Kajita, T Yagi, K. Kobayashi *et al.*, *Results Phys.* **6**, 877-878 (2016).
- [4] Q. Xue, H. Tanaka, R. Zhang *et al.*, *Japanese J. Appl. Phys.* **62**, SN1105 (2023).
- [5] M. Yajima, N. Yoshida, S. Kajita *et al.*, *Plasma Fusion Res.* **11**, 1206125 (2016).
- [6] K. B. Woller, D. G. Whyte, and G. M. Wright, *Nucl. Fusion* **57**, 066005 (2017).
- [7] D. Nishijima, M. J. Baldwin, R. P. Doerner *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **415**, S96-S99 (2011).
- [8] M. Yajima, N. Yoshida S. Kajita *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **449**, 9-14 (2014).
- [9] V. V. Kulagin, D. N. Sinelnikov, D. G. Bulgadaryan *et al.*, *Vacuum* **183**, 109799 (2021).
- [10] J.P. Gunn, J. Bucalossi, Y. Corre *et al.*, *Nucl. Mater. Energy* **27**, 100920 (2021).

第7章 総括

核融合装置において、第一壁材料が D、T、He などのプラズマと相互作用することで、材料の表面に様々な構造変化が生じる。特に、ダイバータ領域では Ne、Ar、N₂ などのプラズマ冷却ガスが存在し、この混合プラズマがダイバータ材である W に照射することで、W の表面に Nano-tendril bundle (NTB) と呼ばれる構造が形成することが近年確認されている。本研究ではダイバータ環境における NTB の形成条件や各種依存性を把握し、その形成がダイバータ表面でのアーク発生に対する影響を解明することを目的とした。本研究は第1章で述べた四つの課題に基づいて、実験を行なった。それぞれの課題で得られた大きな成果について、不純物ガス添加 He プラズマ照射による NTB の形成状況 (第3章)、NTB の電界電子放出特性 (第4章)、NTB 形成によるアークの誘発 (第5章)、アニーリング処理によるアークの抑制 (第6章) の内容を以下にまとめる。

7.1 不純物ガス添加 He プラズマ照射による NTB の形成状況

第3章では、不純物ガス (Ne、Ar、N₂) が添加された He プラズマ照射によって、W 表面に形成される NTB 構造の位置やサイズの依存性を調べた。W 表面で NTB はランダムな位置に形成されるが、その空間分布には不均一性が存在する。試料の両面が同時に照射される条件でも、片面のみ NTB が形成されやすいことが分かった。先行研究ではイオン照射量が高いほど NTB の形成が促進される効果があることと、E×B ドリフトにより試料の両面でイオンフラックスの値が一致せず、面内においてもエッジ効果によって、試料の端部に入射するイオンフラックスは中心部より高いことを述べた。NTB の空間分布が不均一となる原因はイオンフラックスの分布が不均一であることが示唆される。ダイバータ板のモノブロックのエッジ部分にはイオンフラックスが集中する可能性があり、このような位置の NTB の形成には特に注意する必要があると考えられる。

NTB の形成数密度の照射条件に対する依存性を調べた。W 板に形成する NTB の数密度には W の正味の損耗率と正の相関関係が見られ、損耗率が増加すると形成できる NTB の数密度が増加する傾向が確認された。また、NTB の形成に適切な損耗率は $10^{-3} - 10^{-2}$ であることが分かった。W の損耗率は W に対するイオンのスパッタリング率を反映し、入射イオンエネルギーとプラズマの種類 (添加される不純物のガス種とその割合) によって決まるものである。よって、NTB の形成を防ぐには、ダイバータ領域に使用される不純物ガスの種類とその添加される割合を慎重に選ぶ必要がある。

W に形成される NTB の高さや面積の分布から、NTB の平均面積のガス種に対する依存性は見られないが、入射イオンエネルギーの増加により増加する傾向が示された。個々の NTB の面積分布では高い入射イオンエネルギーの場合、

分布に変曲点が存在することから、高い入射イオンエネルギーは W 原子の供給を増やし、NTB の成長を早める効果がある一方、NTB の核形成を抑制し、新たな NTB 形成を抑える効果があると考えられる。これらのことから、入射イオンエネルギーは NTB の面積成長に対して支配的なパラメーターであることが示唆される。しかし、NTB の高さ成長には明確なパラメーター依存性が示さず、平均高さが $\sim 50 \mu\text{m}$ 付近にあることから、シースの厚みが NTB の高さ方向の成長を制限する可能性が考えられる。

7.2 NTB の電界電子放出特性に関する評価

NTB の先細りの形状ゆえ、電界が NTB に集中しやすく、電界電子放出を増加する可能性がある。本研究は異なる不純物ガス種を添加することで形成された NTB の電界電子放出特性を評価した。形成された NTB の高さおよび面積は、添加されたガス種によって異なる分布を示した。NTB の形状によって、その電界電子放出特性が変化することが分かった。Ne 添加で形成された NTB 試料が一番低い電界放出の開始電場 ($\sim 1 \text{ kV/mm}$) を示したが、F-N プロットから計算された電界増倍係数はガス種によらず、電界放出が検出された NTB 試料の電界増倍係数は $\sim 6400 - \sim 7900$ の範囲に収まった。計算の誤差を考慮すると、電界増倍係数に明確な違いは確認されなかった。

電界電子放出測定前後の NTB 形状を比較することで、NTB の鋭い先端部分が測定中に発生したブレイクダウンによって破壊されやすいことが確認され、この部分が NTB の主な放出点となることが示された。N₂ が添加された場合、窒素の割合を変えることで NTB の先端形状が明らかに変化した。窒素の割合が増加すると、NTB のファイバーが太くなり、先端が丸くなる傾向が確認された。NTB の先端が丸くなると電界電子放出が著しく変化し、電界放出電流は先細りの先端を持つ NTB の数十分の一になることが分かった。ゆえに、CLSM で測定した NTB のサイズは電界電子放出特性に対する影響は極めて制限的で、局所的な先端部分のファイバー形状が NTB の電界電子放出特性に主な影響を与える可能性を示唆する。

NTB の先端部分の形状は W のスパッタリングに依存することから、不純物ガス種、その割合、また入射イオンエネルギーを調整することで、NTB の形状の制御が可能であると考えられる。N₂ の割合が増加すると先端が丸くなることから、高いスパッタリング率は鋭い先端の形成を抑制できることを示唆する。ITER では、高いスパッタリングがダイバータの損耗を増加させる一方、NTB の形成の抑制や NTB の電界電子放出の低減などの効果も考えられるため、ダイバータ板表面でのアークの発生を低減する可能性がある。

7.3 NTB 形成による W 表面でのアーク発生

第 5 章では、He プラズマへの不純物ガス添加がプラズマ照射による W 表面

でのアーク発生に及ぼす影響を調べた。純 He 照射では-300 V のバイアスが印加されても W 表面にアークは発生しなかったが、Ne や Ar の添加によって、-300 V より高い（入射イオンエネルギーの低い）バイアスでもアークの発生が確認された。アークの発生は NTB の形成と密接な関係を示した。純 He プラズマ照射の場合、同じ-250 V のバイアスにおいても、表面に NTB が存在する試料の表面にアークが発生し、W 板試料では表面にアークが発生しなかったことから、NTB 自体がアークを誘発する要因であることを確認した。また、NTB がアークを誘発できるバイアスのしきい値は-100 V 付近にあることが分かった。

アーク点弧後、NTB の形状変化が確認された。NTB の鋭い先端部分がアークによって破壊されやすいことから、これらの NTB はより大きな電界放出電子放出ができるため、アークを誘発する能力がより強いことが示唆される。プラズマ照射中における試料電流の経時変化から、NTB が絶え間なく出来続ける環境ではアークも絶え間なく発生し続けることができることが分かった。逆に、新たな NTB の形成が抑制される環境では、プラズマ照射の初期段階のみアークが発生し、その後 NTB 構造はアークによって破壊され、アークを誘発できなくなる。これにより、ITER ではプラズマを制御することでダイバータ上での NTB の形成を抑制する、或いは NTB の先端形状を鈍らせることでダイバータ表面でのアークを抑制することが可能だと思われる。

7.4 アニーリング処理によるアークの抑制

第 6 章では、アニーリング処理によって NTB のアーク誘発能力を低減させる可能性を調べた。NTB を 3 回に分けてそれぞれ 1473/1573/1673 K の温度で 1 時間アニーリング処理を行なった。アニーリングした結果、1473 K の温度でも NTB の収縮が確認され、電界電子放出特性に重要な NTB 先端部分のファイバーを太くするような形状変化が観察された。1573 K でのアニーリング処理後、NTB の収縮は明らかになり、全体の高さや面積が縮小することが確認された。1673 K でのアニーリング処理後、NTB のサイズは 1573 K と大差がなく、幾何形状にも 1573 K 処理後の形状と明らかな違いはなかった。これはアニーリング処理は NTB の形状を変化させる効果がある一方、計 3 時間のアニーリング処理では先行研究で fuzz が除去されたのと違い、NTB を完全除去はできないことが分かった。言い換えれば、NTB は fuzz より優れた熱耐久性があることを示した。

アニーリング処理後の NTB 試料からの電界電子放出電流が $\sim 100 \mu\text{A}$ から数 μA まで下がった。また、電界電子放出の開始電場も $\sim 1.3 \text{ kV}$ から 2.5 kV まで増加した。これはアニーリングで処理された NTB の電界電子放出能力は明らかに低下したことを示す。電界電子放出の低下はアニーリング処理による NTB の先端部分の形状変化が主な原因だと考えられる。電界電子放出の低下に伴い、-250 V のバイアスを印加しても、He プラズマ照射中に、処理後の試料表面ではアークが一回も起こらなかった。アニーリング処理によるアークの抑制は可能であることを証明できた。

7.5 今後の展望

これまでの研究結果を踏まえ、本研究の今後の展望について述べる。

NTB 形成メカニズムの解明

本研究の遂行により、W 表面での NTB 形成の照射条件に対する依存性を確認し、W 原子のスputtering と再堆積過程が NTB の成長に深く関与していることを明らかにした。現段階では NTB の形成メカニズム、特に初期段階の形成メカニズムは未だに不明である。W の再堆積の標的である初期段階の凹凸構造が NTB の形成起点となることが考えられるが、初期の凹凸はどこで、どのように形成できるかについて今後更に調査することが望ましいと考える。sputtering が存在する環境では表面での凹凸がより出来やすいと考えられるため、先行研究[1]と類似し、EBSD 手法を用いて、NTB の形成起点の結晶方位依存性を調べることを考えられる。また、イオン照射量の増加によって NTB の成長過程を観察することが形成メカニズムの解明に繋がると思われる。今後は少数の NTB に絞って、イオン照射量を少しずつ増やし、NTB の形状の経時変化を SEM などでお察することで NTB の成長過程の明らかにすることが望ましい。加えて、NTB の形成に不可欠な W 原子の供給源について、調査することが考えられる。具体的に、W の同位体である W^{182} と W^{184} を利用し、 W^{182} の基盤に W^{184} の膜を付けることで、プラズマ照射によって形成される W adatom と sputtering によってはじき出される W 原子、その両方の動きを調べることで W 原子の供給源を解明することが期待される。

イオン割合への精査

本研究では NTB の形成状況の照射条件依存性について調査し、不純物ガス割合と入射イオンエネルギーの両方が NTB の形成や成長に役割を果たすと述べた。不純物ガス割合は中性分子や原子の分圧によって計算されるものであるが、NTB 形成に実効するのは原子や分子ではなく、W へ入射するイオンである。この点を考慮し、今後は分光法やラングミュアプローブ測定などを用いて、プラズマを精査し、プラズマ中のイオンの割合を測定できると、NTB の形成条件をより正確に評価することが期待される。

プラズマパラメーターが NTB 成長やアーク点弧の影響

NTB 形成させるためのプラズマ照射実験において、プラズマパラメーターである電子温度と電子密度は実験日ごと小さな差が存在するが、基本的に固定と考えても良いものである。しかし、NTB の成長に深く関与するシースは電子密度と電子温度の変化によって変化する。第 2 章で紹介したように、電子温度が変化するとシースの厚みが変わり、NTB の高さ方向での成長に影響する可能性が考えられる。加えて、電子密度と電子温度が変化すると、同じバイアスにおいてもシース電場が異なる。これはアークの点弧条件にも影響することが考えられる。よって、今後は電子密度と電子温度を変化させ、これらのプラズマパラメーターが NTB 成長やアーク点弧条件に対する影響を調査する必要がある。

他の金属表面での NTB 形成可能性

本研究ではダイバータ板の構成材料であるタングステン表面での NTB 形成について詳しく調査した。しかし、ダイバータ板は長期にわたって、炉心からの三重水素の照射に晒されることで徐々に放射化になり、レニウムに化することが先行研究[2]により報告された。この状況を踏まえ、レニウムを含む他の金属（または合金）表面での NTB 形成可能性、またその形成可能な条件について調査する必要があると考えられる。

参考文献

- [1] K. B. Woller, D. G. Whyte, and G.M. Wright, J. Appl. Phys. **129**, 115301 (2021).
- [2] M. R. Gilbert and J.-Ch. Sublet, Nucl. Fusion **51**, 043005 (2011).

研究業績

本論文に関する学術誌

1. “Size distribution of nano-tendrils with various additional impurity gases”,
Rongshi Zhang, Dogyun Hwangbo, Shin Kajita, Hirohiko Tanaka, and Noriyasu Ohno
Nuclear Materials and Energy **25**, 100843 (2020).
2. “Enhancement of Arc Ignition on Tungsten in Helium Plasmas with Impurity Gases”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Hirohiko Tanaka, and Noriyasu Ohno
Plasma and Fusion Research **16**, 2405069 (2021).
3. “Changes in morphology and field emission property of nano-tendrils after high temperature annealing”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Dmitry Sinelnikov, Hirohiko Tanaka, and Noriyasu Ohno
Nuclear Materials and Energy **31**, 101178 (2022).
4. “Field emission properties of nano-tendrils formed via helium plasma exposure with various additional impurity gases”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Hirohiko Tanaka, Shuangyuan Feng, Noriyasu Ohno
Materials Research Express **10**, 054002 (2023)

本論文に関する国際会議発表

1. “The effect of incident ion energy on the growth of nano-tendrils under impurity-seeded helium plasma exposure”
Rongshi Zhang, Dogyun Hwangbo, Shin Kajita, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
International Conference on Materials and Systems for Sustainability 2019, Nagoya University, November 1–3, 2019, Poster 1073
2. “Enhancement of arc ignition on tungsten in helium plasmas with impurity gases”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
The 29th International Toki Conference on Plasma and Fusion, Ceratopia Toki, October 27–30, 2020, Poster 1-F4-17
3. “Size distribution of nano-tendrils with various additional impurity gases”
Rongshi Zhang, Dogyun Hwangbo, Shin Kajita, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
The 24th International Conference on Plasma Surface Interaction in Controlled Fusion Devices, Online, January 25–29, 2021, Poster MP1-046(B)

4. “Morphological changes of nano-tendrils by arcing and annealing”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Tatsuki Okuyama, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
Plasma-Facing Materials and Components for Fusion Applications 18, Online, May 17–21, 2021, Poster 181
5. “Deformation of nano-tendrils at high temperature by annealing”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
International Conference on Materials and Systems for Sustainability, Online, November 06, 2021, Oral 1075
6. “Suppression of arc ignition on nano-tendrils by annealing treatment”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Dmitry Sinelnikov, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
14th International Symposium on Advanced Plasma Science and its Applications for Nitrides and Nanomaterials, Online, March 06-10, 2022, Poster 1091
7. “Field emission property of nano-tendrils formed with various impurity gases”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Dogyun Hwangbo, Dmitry Sinelnikov, Hirohiko Tanaka, Noriyasu Ohno
The 25th International Conference on Plasma Surface Interaction in Controlled Fusion Devices, Online, June 13-17, 2022, Poster P301(J)
8. “Field emission current from protrusion structures formed by helium plasma with various impurity gases”
Rongshi Zhang, Shin Kajita, Hirohiko Tanaka, Dogyun Hwangbo, Yuta Yamamoto, Masayuki Tokitani, Noriyasu Ohno
30th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Okinawa, Japan, June 25-30, 2023, Poster C4-P-04

謝辞

本研究の遂行中、多くの方々に支えられました。この場を借りて、深く感謝申し上げます。

まず、名古屋大学工学研究科の大野哲靖教授に心よりの感謝の意を表します。祖国を離れ、日本へ留学してからの五年間、大野研究室での丁寧なご指導と親切な助言に恵まれました。大野先生のご指導のもとで研究を行えたことは幸運であり、この貴重な経験は私の人生における宝物です。

また、東京大学新領域創成研究科の梶田信教授にも心より感謝申し上げます。核融合分野の初心者である私を温かく迎え入れ、研究計画から発表方法まで細やかなご指導をいただきました。さらに、オランダ DIFFER 研究所との共同研究に参加させていただき、世界的な舞台で学ぶ機会を与えていただき、心より感謝しています。

自然科学研究機構核融合科学研究所の中村浩章教授にも深く感謝申し上げます。学会などでの貴重な助言は研究に大きな影響を与え、特に博士論文の執筆に関するご助言は貴重でした。

金沢大学電子情報通信学系の田中康規教授にも心より感謝申し上げます。田中教授のアーク放電現象や材料科学に関する卓越した知見は、論文の改訂において非常に有益でした。

名古屋大学未来材料・システム研究所の田中宏彦准教授にも心より感謝申し上げます。研究活動だけでなく、生活面においても絶え間ないご助言とサポートを賜り、深く感謝しています。

筑波大学数理物質系の皇甫 度均助教にも心より感謝申し上げます。実験のやり方から論文の作成まで細かく親切にご助言いただきました。真面目な先生として私を導き、頼もしい先輩として私に助けて、やさしい友人として私を支えていただきまして、深く感謝しています。

名古屋大学工学研究科の技術員 高木誠氏に心より感謝申し上げます。実験装置の設計、メンテナンス等ご協力を賜りました研究のみならず、生活面にも大変お世話になりました。犬山祭、浜石岳などがこれからも大切な思い出になります。

名古屋大学工学研究科大野研究室の秘書 奥優子氏に深く感謝申し上げます。煩雑な事務手続き等にご協力を賜りまして大変お世話になりました。

これまで関わってきた名古屋大学工学研究科大野研究室の学生・卒業生の皆様に感謝申し上げます。皆様のおかげで、研究面、生活面の様々な困難を乗り越えてきました。

最後に、常に私を支えていただきました両親に深く感謝申し上げます。無条件で私の選択を支持していただき、金銭面、精神面に支えていただきました。両親の支持と支援のおかげで、今誇らしい自分に成れました。

本研究の一部は日本学術振興会(22J13578)の補助により遂行されました。