

薄片試料作製用冶具の製作と試料作製方法の紹介

牟田口, 嵩史
九州大学応用力学研究所

<https://hdl.handle.net/2324/1929680>

出版情報：九州大学応用力学研究所技術職員技術レポート. 18, pp.24-26, 2017-10. Research
Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン：

権利関係：

薄片試料作製用治具の製作と試料作製方法の紹介

牟田口 嵩史

要旨

応用力学研究所高温プラズマ理工学研究センターでは、QUEST 実験装置（九大プラズマ境界力学実験装置）を用いた様々な研究が行われている。筆者の長期派遣先研究室では、プラズマと QUEST 炉壁の相互作用（PWI：Plasma Wall Interaction）に関する研究を行っている。今回、QUEST 炉壁表面における特異な不純物堆積状況や、それに起因するプラズマとの相互作用を解明するため、表面状態詳細を総合的に調査することとなった。調査のために炉壁パネルを取り出し、様々な材料検査手法に応じた試料片が必要となる。また、検査によっては複数個の試料が必要となるため、試料を効率よく作製する必要があった。そこで、汎用フライス盤を用いて、効率的な薄片試料作製を可能にするため加工用の治具を製作した。本稿では、製作した薄片試料製作用治具の製作および治具を使用した試料片の作製手順について記す。

キーワード

QUEST・PWI・試料作製

1. はじめに

QUEST 実験装置では、プラズマ - 壁相互作用による対向材料表面への不純物堆積や水素放出特性などに関する実験が行われている。QUEST 実験装置の炉壁には、2014S/S キャンペーンまでは SUS316L を使用していたが、2014A/W キャンペーンよりプラズマ対向壁に APS-W 被膜 SUS316L（APS-W：大気圧中で W【タングステン】を溶射した表面被膜）が使用されている。新しい炉壁材での実験が進むにつれ、炉壁材表面に以前の炉壁材とは異なる特徴が見受けられた。そこで今回、炉壁パネルを取り外し、各種の材料検査手法を用いて表面状態詳細を総合的に調べることとなった。材料検査手法としては、SEM、FIB+TEM/EDS、GD-OES、XPS、TDS などがあるが、それぞれの手法に適したサイズや個数の試料を切り出す必要が出てきた。そこで、加工時間の短縮や量産効率の向上を図るため、汎用フライス盤を用いた試料製作ができる治具を製作することとなった。

2. 製作要件

試料片の製作は、プラズマに対向している表面を調べることが目的であるため、表面を汚さず傷つけず、表面状態の保持が必須である。表面状態の保持には試料温度も重要であり、加工の際には試料温度の上昇を 20℃～30℃に保つ必要がある。そのため、加工時の熱負荷が高く冷却水を用いる高速カッターやワイヤソーを使用することができない。また、炉壁パネルはいくつかの形に切断されるため加工の際には形状毎に確実に固定する必要がある。さらに検査の手法に合わせた大きさ、厚み、個数が必要となり効率的な試料作製が求められた。以上の事を勘案し、薄片試料作製用治具の製作において必要な要件を以下にまとめる。

- ① 試料表面の状態を保持し、汚れや傷をつけず加工する
- ② 試料への負荷は最小限にとどめる
- ③ 調査方法に合わせた形状に試料を加工することができる
- ④ 一度の加工で、できる限り多く試料を取れるようにする

3. 薄片試料作製用治具の製作

図 1 に構成部品概略図を示す。治具は直接試料材に触れるため、試料材と接触した際に傷がつきにくいよう真鍮を素材として選定した。製作要件①を満たすため、図 1 に示す治具ベース部に深さ 1mm 幅 90mm の溝を設け試料表面に接触しないようにした。製作要件②を満たすために、試料を 2 箇所上下から挟み込むようにして固定し、加工後に試料の薄くなった部分に負荷がかからないようにした。また、掴み代を 5 mm まで抑

え試料固定部をベース部の溝を用い可動させることで、幅 20mm～100mm までの試料を固定可能とし製作要件③④を満たすようにした。図 2 に製作した薄片試料作製用治具を示す。

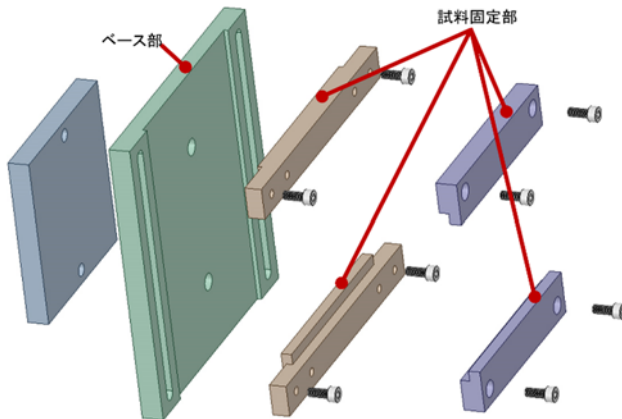


図 1 構成部品概略図

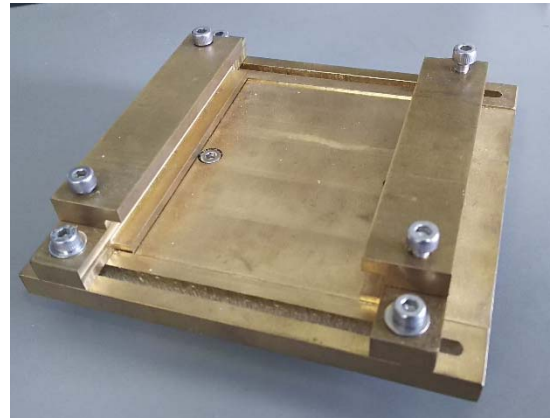


図 2 薄片試料作製用治具

4. 薄片試料作製方法

4-1. 試料表面の保護

治具に試料を取り付ける前に、試料表面を保護する必要がある。図 3 に試料表面保護の手順を示す。まず、治具固定部に接触する両試料側面に両面テープを貼る。次に、ラップを片側の両面テープに固定し、皺にならないようテンションを掛けながら試料表面を覆い反対側の両面テープに固定する。この時、試料加工中にラップを刃物に巻き込まないよう余分な部分はカットしておく。

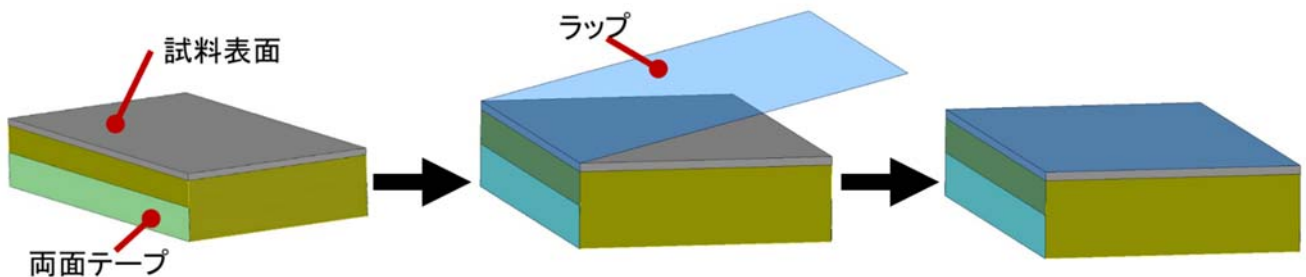


図 3 試料表面保護手順

4-2. 試料の切削

保護した試料表面を下にして治具に固定し、治具をフライス盤のテーブルに取り付ける。切削する面の広さに合わせ、出来るだけ少ない往復回数で切削できる径のエンドミルを選択する。切込み量は 0.2～0.5mm 程度とし、板厚 1mm～0.8mm まで切削する。試料片作成では切削油を使用できないため、試料の温度を確認しながら慎重に切削を行う。加工概略図を図 4 に示す。

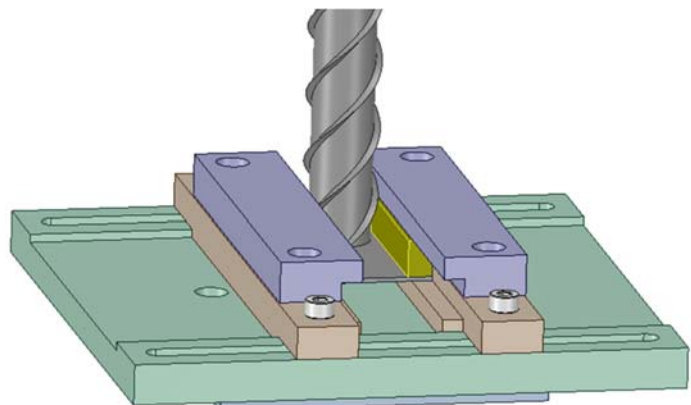


図 4 加工概略図

4-3. 試料片の切り出し

試料の厚い部分を切り落とし、薄い部分だけを残す。試料表面を保護するためラップを2周巻き付ける。その後、帯鋸盤を用いて分析装置の仕様に応じた大きさに切り出し、バリ取りを行う。

5. 作製した薄片試料から得られた研究データの紹介

今回作製した試料片表面を観察した様子(図5)から、試料表面の状態を良好に保ちながら加工できたことを確認した。製作した試料は、SEM、FIB+TEM/EDSなどの手法で調査され、堆積物の詳細な堆積状況(図6)や、その組成などのデータが得られた。

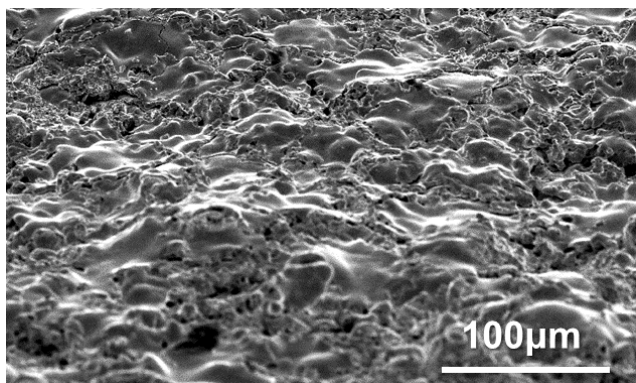


図5 試料表面の写真

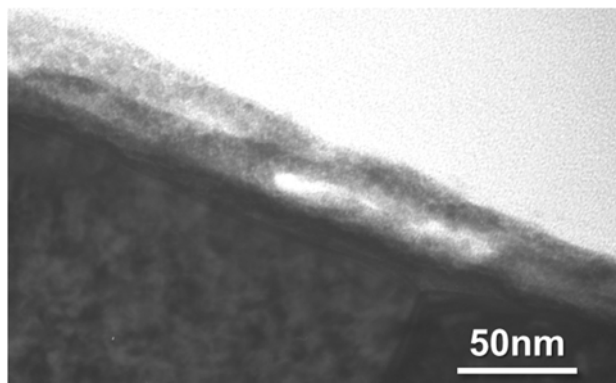


図6 試料断面のTEM写真

6. おわりに

今回製作した治具を用いて作製した試料片は、上記の通り問題なく分析に使用することができた。しかし、大きな試料を加工する際に固定用のナットがフライス盤のバイスに干渉する問題があった。今後は、干渉を取り除くとともに、バイスに取り付けたままでも試料の着脱が出来るようにするなど、改良を施す予定である。

謝辞

薄片試料作製用治具の製作の提案、および本稿の作成にあたり助言を頂いた応用力学研究所吉田直亮名誉教授に感謝いたします。