

## SUS316Lのツインジェット試料作製

島袋, 瞬  
九州大学応用力学研究所

<https://doi.org/10.15017/4794804>

---

出版情報 : 九州大学応用力学研究所技術室 技術室報告. 4, pp.12-15, 2022-07. Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン :

権利関係 :

# SUS316L のツインジェット試料作製

島袋 瞬

## 要 旨

プラズマ境界力学実験装置 QUEST では、プラズマ壁相互作用の研究を目的として、第一壁に SUS316L 等のツインジェット試料を設置してプラズマに曝し、その後に透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察する。SUS316L のツインジェット試料作製の条件は文献などで既に示されているが、その条件で必ずしも光沢のある試料を作製できるとは限らず、条件調整が必要となることがある。本報告では、所望の試料を作製するための条件について紹介する。

## キーワード

SUS316L ツインジェット 電解研磨 TEM

## 1. はじめに

九州大学のプラズマ境界力学実験装置 QUEST では、プラズマ壁相互作用の研究を目的として、真空容器内の第一壁と呼ばれる、プラズマから一番近い壁に様々な試料を設置している。その試料の一つに、直径 3mm・厚さ 0.1mm の SUS316L のツインジェット試料がある。ツインジェットと呼ばれる電解研磨法を用いると、上記サイズの金属試料の中心付近に、直径 100 $\mu$ m の大きさの穴を開けることができる。この穴の周囲は、厚さが数十 nm に薄膜化されており、この領域のプラズマ照射前後における組織変化を透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察する。

SUS316L のツインジェット試料作製にあたり、条件 (電圧・噴射流量・溶液温度) は文献値<sup>[1]</sup>を参考にしているが、その条件で必ずしも光沢のある試料を作製できるとは限らず、条件調整が必要となる場合がある。その理由は断言できないが、リユースしている電解液の状態や実験室内の気温などが影響していると思われる。

本報告では、SUS316L のツインジェット試料作製で行った条件調整について紹介する。そして、試料表面が光沢となる条件およびその試料の TEM 像等を示す。

## 2. ツインジェットについて<sup>[2]</sup>

ツインジェットは、アノード電極となる PTFE

製ホルダーに試料をセットし、カソード電極に接続されたノズルから電解液を試料中心付近に向けて噴射して研磨する方法である (図 1)。試料の中心付近以外の部分は PTFE 製ホルダーに押さえつけられて保護されているため、研磨によって外形は変化しない。また、試料中心付近に穴が開いた瞬間、電解研磨装置に内蔵されている光センサーが反応し、研磨が自動停止する仕組みとなっている。

今回のツインジェット試料作製では、テヌポール-5 (図 2) と呼ばれる電解研磨装置を用いた。

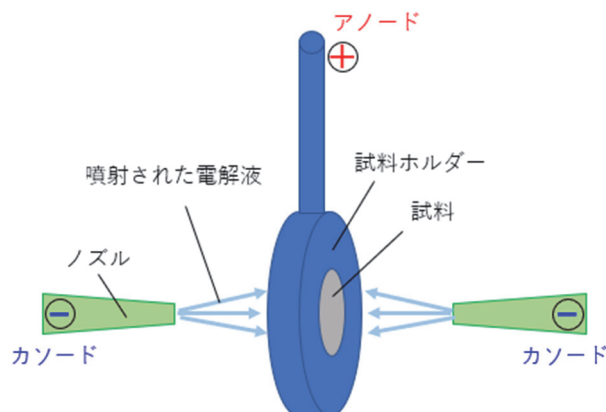


図 1 ツインジェットの概略図



図2 テヌポール-5の外観

### 3. ツインジェットによる条件調整

ツインジェットに用いる電解液は、酢酸 900ml、過塩素酸 60ml の混合液である。なお、この電解液は廃液抑制の観点から研究室内でリユースしており、これまで数百枚の研磨に使用したものである。また、実験室内をエアコンで 23℃に保ち、その環境下で試料作製を行った。

まず、文献の条件（表 1）で研磨した結果、試料表面に凹凸が見られた（図 3）。これは、ツインジェット条件が合っていないことで形成されたと考えられるため、電圧・噴射流量・溶液温度をそれぞれ変えて、再度試料を作製することにした。なお、噴射流量はテヌポール-5 装置で規定された 1~50 まで設定可能な値であり、一般的な流量 ( $\text{m}^3/\text{s}$ ) とは異なる。

表 1 文献のツインジェット条件

電圧	噴射流量	溶液温度
50V	25	23℃（室温）

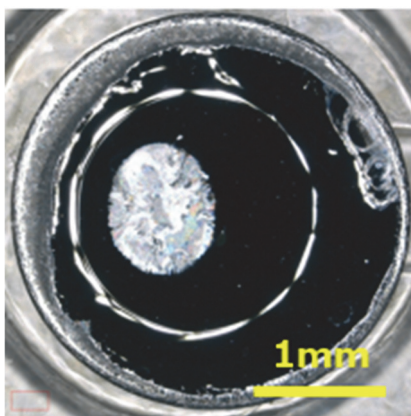


図3 ツインジェット試料（表1の条件）

次に、電圧を 50V→40V・60V にそれぞれ変えた所、同様の凹凸が見られた。また、噴射流量を 25→30・40 とした場合も同様であった。ここで、電解槽を氷水内に入れ、液温を 25℃→15℃とした所、凹凸の領域が小さくなった（図 4）。

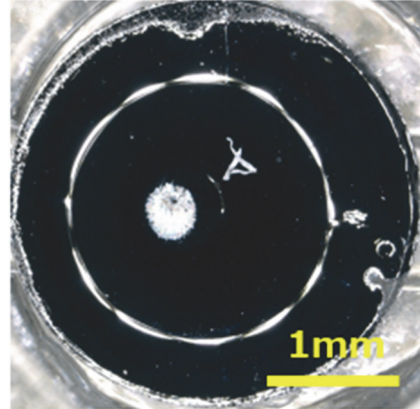


図4 ツインジェット試料（液温 15℃）

噴射流量および液温の微調整を行い、最終的に表 2 の条件において表面が光沢となる試料を作製できた（図 5）。

表 2 表面光沢となるツインジェット条件

電圧	噴射流量	溶液温度
50V	22-25	12-14℃

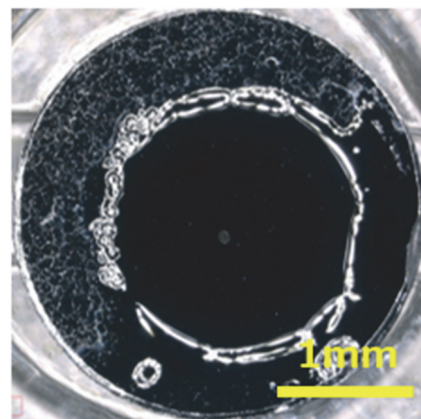


図5 ツインジェット試料（表2の条件）

### 4. SUS316L ツインジェット試料の仕上げ電解研磨

仕上げ電解研磨とは、ボルマン法と呼ばれる電解研磨を行うことによって、ツインジェット試料

の薄膜領域を仕上げる研磨のことである (図 6)。電解液は、リン酸 168ml、精製水 32ml、無水クロム酸 2g の混合液を用いた。また、研磨条件は、電圧 10V、溶液温度 23°C (室温)、時間 0.5 秒とした。

ツインジェット直後の薄膜領域における穴の大きさは直径約 100 $\mu\text{m}$  であるが、仕上げ電解研磨を施すことによって、直径約 200 $\mu\text{m}$  と大きくなる (図 7)。これにより、広い領域での TEM 観察が可能となる。また、同時に薄膜領域の試料厚さが厚くなるが、QUEST でプラズマに曝した試料は、その表面に不純物が堆積することがあるため、厚みがあることにより試料が壊れにくくなるという利点もある。

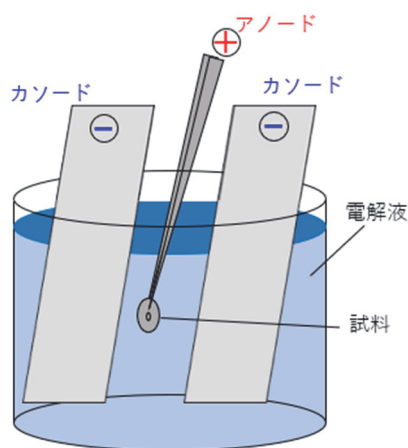


図 6 仕上げ電解研磨の概略図

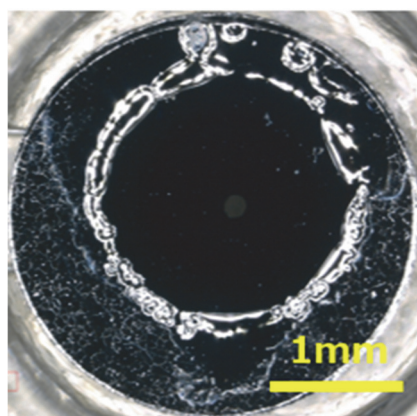


図 7 仕上げ電解研磨後のツインジェット試料

## 5. SUS316L ツインジェット試料の TEM 像

仕上げ電解研磨後のツインジェット試料を TEM 観察した (図 8)。この試料は事前に熱処理

(1000°C、1 時間) を施していたため、組織が回復し、ほとんど欠陥を含んでいないことが分かる。

一例として、この試料に He プラズマを照射したときの各照射量における組織変化を示す (図 9)。照射によって組織内に転位が生成されるが、照射量が異なると組織に違いが見られる。このように、試料をプラズマに曝して組織を観察することは、プラズマと材料の相互作用を理解する上で有効なデータとなる。

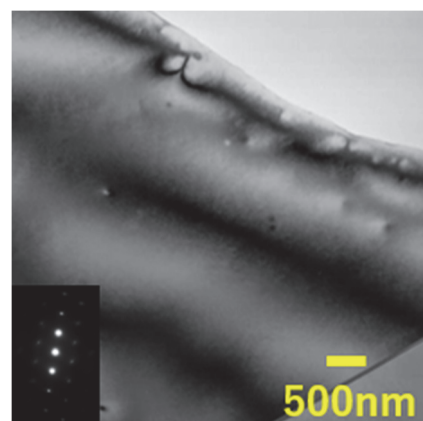


図 8 仕上げ電解研磨後の TEM 像

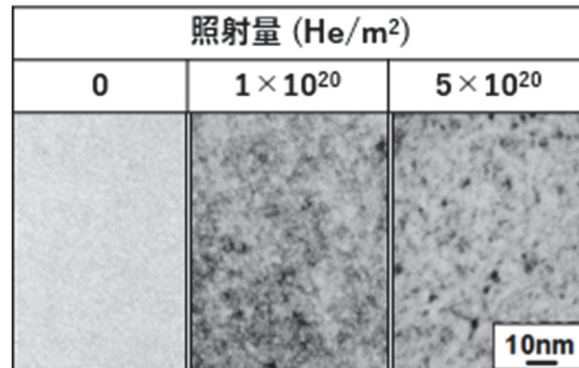


図 9 He 照射による組織変化

## 6. まとめ

本報告では、SUS316L のツインジェット試料作製における条件調整について紹介した。文献値をベースに、電圧・噴射流量・溶液温度をそれぞれ変更して、試料表面が光沢となるような条件を調べた。しかし、1 章で述べたように、リユースしている研磨液の状態や実験室内の気温などによって研磨条件が変わる可能性があることから、今後も条件調整は必要となるだろう。もし、その必要が生じた場合は、溶液温度が条件調整に大き

く影響するパラメータであることから、これを主に調整すればよいと思われる。

また、ツインジェット試料の薄膜領域を広げるため、仕上げ電解研磨について紹介した。そして、SUS316L ツインジェット試料の TEM 像において、未照射かつ熱処理を施した場合は欠陥をほとんど含まないが、He プラズマを照射すると、その照射量によって組織が変化することを示した。

## 7. 今後の課題

現在 QUEST において、SUS316L やタングステン (W) が主な研究対象であるが、今後は他の金属材料が注目される可能性がある。他の金属材料のツインジェット試料を作製する際も同様に、試料表面に影響するパラメータを把握して条件

調整を行う必要がある。

## 参考文献

- [1] 荒木邦明：金属系材料の表面観察用薄膜試料の作製手法，九州大学応用力学研究所技術職員技術レポート，vol.13, 39-42, 2012.
- [2] 小林千悟：TEM 試料作製Ⅲ 電解研磨，顕微鏡，Vol.42 , 198-201, 2007.

## 謝辞

吉田直亮名誉教授には、日頃から TEM 観察等についてご指導を賜っており、本試料作製の機会を与えて頂きました。この場をお借りして御礼申し上げます。