

QUEST実験に用いる電子顕微鏡試料の熱処理方法

島袋, 瞬
九州大学応用力学研究所

<https://doi.org/10.15017/7375862>

出版情報：九州大学応用力学研究所技術室 技術室報告. 7, pp.7-10, 2025-07. Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン：

権利関係：



QUEST 実験に用いる電子顕微鏡試料の熱処理方法

島袋 瞬

要 旨

高温プラズマ理工学研究センターでは、プラズマ境界力学実験装置（以下、QUEST）でプラズマの長時間定常放電を目的とした実験が行われている。プラズマが QUEST の第一壁に与える影響を調べるため、同箇所に電子顕微鏡試料を設置している。この内部組織を評価するためには、試料作製の工程で熱処理が必要であるため、本稿では電子顕微鏡試料に対する熱処理の方法や条件について説明する。また、プラズマ曝露した試料の観察結果を紹介する。

キーワード

タングステン 熱処理 QUEST 歪み取り 再結晶

1. はじめに

高温プラズマ理工学研究センターでは、QUEST によるプラズマの長時間定常放電を目的とした実験が行われている。この実験において、プラズマから放出される水素イオンが QUEST の第一壁（QUEST 真空容器内でプラズマに面する壁）に衝突して壁にどのような影響を及ぼすか、また装置内に存在する炭素などの不純物が放電後どのように壁に堆積するか、明らかにすることは重要である。そのため、実験キャンペーンごとに QUEST の第一壁に分析用の試料を設置している（図 1）。分析用試料は、主にタングステンなどの板材および電子顕微鏡試料である。

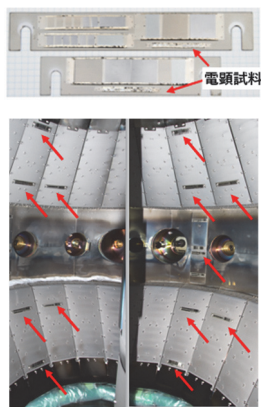


図 1 分析用試料（上）と
QUEST 第一壁に設置した様子（下）

電子顕微鏡試料は、試料サイズが 3mmΦ、厚さが 0.1mm 程度である必要があるため、冷間圧延されたタングステン（0.1mm 厚）を購入して試料を作製している。冷間圧延は常温で圧延する加工法で、表面酸化がなく、光沢があり、凹凸が少ないのが特徴である（図 2）。ただ、材料内部に転位と呼ばれる結晶構造における線状の欠陥が高密度で形成されるため（図 3）、この材料にそのままプラズマ曝露しても、プラズマによって形成された欠陥との区別がつかず、曝露前後での変化を観察することは難しい。

そのため、冷間圧延されたタングステンを 3mmΦ に打ち抜いた後、試料の転位を減少させることを目的とした熱処理を行っている。熱処理は、ある程度転位が減少する歪み取り処理と、ほぼすべての転位が消失する再結晶処理がある。これらの熱処理の後にツイングジェットによる電解研磨で薄膜化したものを電子顕微鏡試料としている。

QUEST 実験では、実験の目的に応じて第一壁に設置する熱処理した試料の種類を選択している。例えば、不純物の堆積を観察したい場合は歪み取り処理した試料（以下、歪み取り試料）を用い、微小な欠陥を観察したい場合は再結晶処理した試料（以下、再結晶試料）を用いている。

本報告では、電子顕微鏡試料の熱処理の方法や条件について説明し、最後に QUEST 実験でプラズマ曝露した試料の観察結果を紹介する。

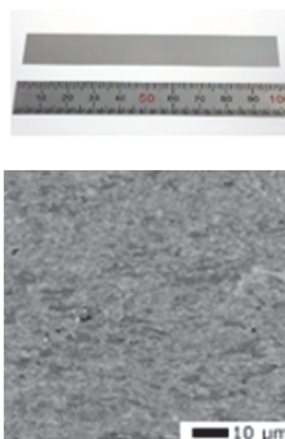


図 2 冷間圧延されたタングステンの外観（上）
と表面の SEM 像（下）

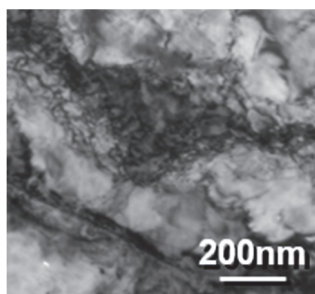


図 3 冷間圧延されたタングステン内部組織の
TEM 像

2. 熱処理方法について

タングステンの熱処理は、熱処理時の表面酸化を防ぐために真空下で行われるのが一般的である。当センターでは、真空焼鈍炉および真空通電加熱炉の 2 種類の熱処理装置を所有している。前者は歪み取り処理を、後者は再結晶処理を行う装置として使用しており、それぞれの装置による熱処理方法について説明する。

2-1. 真空焼鈍炉

真空焼鈍炉（図 4）での熱処理は、まず石英ボートに試料を置き、これを石英管内の先端部にセットして真空引きする。その後、石英管の先端部を焼鈍炉内の中心部に合わせ、加熱する。炉内の温度は温度コントローラーで制御でき、最大温度は 1,273K である。タングステンは 1,173K 以上で転位が減少するため、この装置では電子顕微鏡試料の歪み取り処理を行っており、一度の処理で電子顕微鏡試料を約 30 枚作製できる。



図 4 真空焼鈍炉

2-2. 真空通電加熱炉^[1]

真空通電加熱炉（図 5 左）での熱処理は、通電部にタングステンシートを設置してその上に電子顕微鏡試料をおき、真空引き後に通電加熱させる（図 5 右）。この時、タングステンシートと共に試料が加熱されて再結晶させることができる。真空焼鈍炉と異なり、温度コントローラーによる制御ではなく、スライダックで通電部の電圧を設定している。そのため、通電時の試料温度は定かではないが、処理後の結晶粒の大きさなどから通電時の温度を推測する。この装置では、一度の処理で電子顕微鏡試料を 10 枚作製できる。



図 5 真空通電加熱炉（左）と通電部（右）

3. 熱処理条件について

3-1. 歪み取り試料の熱処理条件

設定温度を 1,173K、1,233K、1,273K とした歪み取り試料の熱処理条件において、それぞれの温度下で 30 分間保持した時のタングステン内部組織の TEM 像を示す（図 6）。

冷間圧延されたタングステン（図 3）と比較して、熱処理によっていずれの条件も転位が減少していることが分かる。また、温度が高いほど、よ

り減少している。この結果から、QUEST の第一壁に設置する歪み取り試料の熱処理条件は、最も転位が減少する条件である温度 1,273K、処理時間 30 分としている。

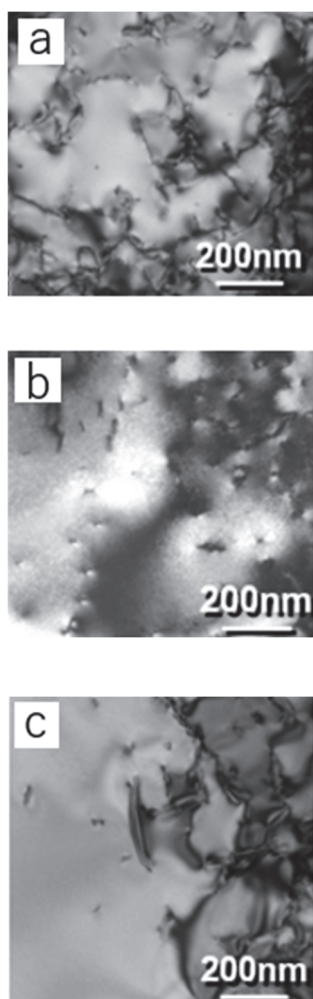


図 6 歪み取り試料の内部組織 (a: 1173K/30min
b: 1233K/30min c: 1273K/30min)

3-2. 再結晶試料の熱処理条件

タングステンは 1,573K 以上で再結晶化し、温度が高いほど結晶粒が大きくなる。ここで、真空通電加熱炉の電圧を 100V、120V、140V の値で設定し、それぞれ 20 分間保持した時のタングステン表面の SEM 像を示す (図 7)。結晶方位の違いによってコントラストが異なる像が見られ、すべての条件で再結晶化している。それぞれの条件において、結晶粒の大きさを比較すると、100V で 1~15 μ m 程度、120V で 5~30 μ m 程度、140V で 5~40 μ m 程度であった。したがって、通電時の温度は 100V で約 1,573K、120V で約 1,673K、140V

で約 1,773K と推測される²⁾。

この結果から、QUEST の第一壁に設置する再結晶試料の熱処理条件は、最も結晶粒のサイズが大きく、転位密度が小さいと考えられる条件である電圧 140V、処理時間 20 分としている。ここで、再結晶した試料は内部にほとんど転位を含まないことが見て取れる (図 8)。

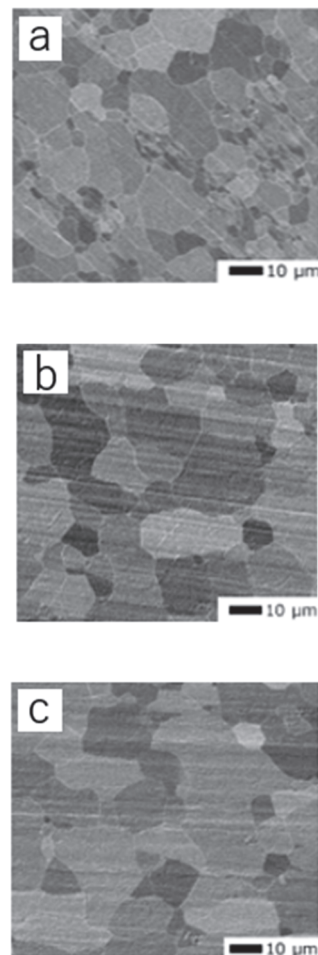


図 7 再結晶試料の表面 (a: 1173K/30min
b: 1233K/30min c: 1273K/30min)

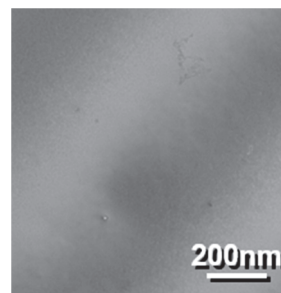


図 8 再結晶試料 (140V/20min) の内部組織

4. QUEST 実験でプラズマ曝露した後の

歪み取り試料および再結晶試料の組織変化

QUEST 実験でプラズマ曝露した歪み取り試料の組織の一例を示す(図 9)。転位と比べてコントラストの低い縞模様が見られる。この回折像から、格子の歪みは小さく、表面直下で面上に析出した炭素の可能性はある。

次に、上記とは異なるプラズマの条件で曝露した再結晶試料の内部組織の一例を示す(図 10)。この像に見られる複数の転位は、プラズマ中の一部のイオンが試料に衝突したことで形成されたと考えられる。

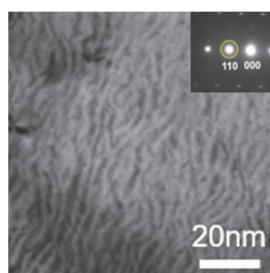


図 9 プラズマに曝した歪み取り試料の組織

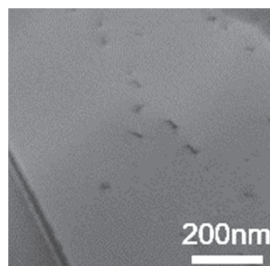


図 10 プラズマに曝した再結晶試料の組織

5. まとめ

本稿では、QUEST の第一壁に分析用の試料として設置している電子顕微鏡試料の熱処理の方法および条件について紹介した。また、電子顕微鏡試料を QUEST 実験でプラズマに曝露した後の変化の様子から、プラズマの条件次第で試料に及ぼす影響が異なることを示した。つまり、第一壁においても当該試料と同様、第一壁表面での炭素の析出およびイオンが衝突することによる転位が生じていることを示唆している。

プラズマと第一壁の相互作用を明らかにすることは、プラズマの長時間定常放電に関する物理特性を理解する上で重要であるため、今後も熱処理した電子顕微鏡試料を QUEST に設置し、観察・分析を支援する予定である。

参考文献

- [1] 宮本好雄：真空蒸着装置によるタングステン再結晶処理，九州大学応用力学研究所技術職員技術レポート，14，13-14，2013.
- [2] K.Tsuchida, et.al., Nucl. Mater. Energy 15 (2018) 158-163.

謝辞

吉田直亮名誉教授には、電子顕微鏡試料の観察および像の解釈などについてご指導いただきました。この場をお借りして御礼申し上げます。