

## 実機プラント材料分析による原子炉容器照射脆化評価技術実習 (4) 透過電子顕微鏡観察実習

Evaluation technique training of reactor vessel irradiation embrittlement using actual plant material

### (4) Evaluation technique training of transmission electron microscopy

\*渡邊 英雄<sup>1</sup>, 福元 謙一<sup>2</sup>, 小林 知裕<sup>3</sup>, 西田 憲二<sup>3</sup>, 三浦 照光<sup>4</sup>, 山田 卓陽<sup>4</sup>

<sup>1</sup>九州大学, <sup>2</sup>福井大学, <sup>3</sup>電中研, <sup>4</sup>INSS

透過電子顕微鏡 (TEM) 観察に関する人材育成を実施した。TEM 試料作製については、集束イオンビーム (FIB) 加工法やそのダメージ層を除去するフラッシュ電解研磨法の実習を実施した。TEM 観察の基礎的な講義と実践を組み合わせた実習や、収差補正付き走査透過電子顕微鏡を用いた分析など、研究的要素を含む実習により人材育成を図った。

**キーワード**：原子炉压力容器、照射脆化、評価技術実習、人材育成、透過電子顕微鏡、

**1. 緒言**：原子炉容器照射脆化評価において、TEM 観察は压力容器の照射欠陥の評価などに用いられる重要な分析手法の一つである。TEM 観察技術は、設備を持たない研究者や技術者が理解を深めるのが難しい技術のうちの一つであり、また近年 TEM 試料作製方法の多様化が進み、その試料作製や観察のノウハウを持つ人材の育成が重要と考えられる。そこで、TEM 観察に関する実習を通じてその評価技術を有する人材育成を実施した。

**2. 実施内容**：5年間の取組の項目は、TEM 試料作製実習、基本的な TEM 観察の原理に関する講義及び TEM 観察実習、最先端の収差補正付き走査透過電子顕微鏡 (STEM) の原理に関する講義及び同観察実習とした。

TEM 試料作製実習では、特定の結晶方位から観察するための方法論として、事前の電子線後方散乱回折 (EBSD) 測定による結晶方位の同定、FIB 加工によるサンプリングと試料作製手順などの実習と解説を行った。また試料作製法ごとの利点や問題点なども解説した。FIB 加工法では、試料に FIB によるダメージ層が残るため、2年目にはそのダメージ層除去技術であるフラッシュ電解研磨法の実習も行った。

TEM 観察の原理に関する講義及び TEM 観察実習では、転位や転位ループ観察方法など TEM 観察における基礎の講義と実際に TEM を前にした TEM 観察実習を組み合わせ実施した。

収差補正付き STEM の講義と観察実習では、九州大学病院地区に設置された日本電子製 原子分解能分析電子顕微鏡 (JEM-ARM200F) を用いて、実機サーベランス試験片の高分解能分析を実施した。同装置は照射系球面収差補正装置を付属する STEM であり、試料に照射する電子プローブを鋭く細く高密度にすることにより STEM/EDS (Energy dispersive X-ray spectroscopy) による元素マッピングを高性能化した最先端の装置である。この装置を压力容器の照射により生成したクラスタ分析へ適用を試み、クラスタと転位との同時観察などへの展望を得るなど、研究的要素を含む実習となった。

**3. 結論**：原子炉容器照射脆化評価の基幹技術のうちの一つである TEM 観察に関する実習を、研究的要素を取り入れながら実施することにより、コンソーシアムメンバーを含む受講者の人材育成に貢献した。フラッシュ電解研磨法については、コンソーシアム内でも技術移転が進み TEM 試料作製技術が向上した。収差補正付き STEM を用いた組成分析により、実機サーベランス試験片中で形成された微小銅クラスタが確認された。

本実習は、経済産業省資源エネルギー庁の原子力の安全性向上を担う人材の育成事業により行われたものである。

\*Hideo Watanabe<sup>1</sup>, Kenichi Fukumoto<sup>2</sup>, Tomohiro Kobayashi<sup>3</sup>, Kenji Nishida<sup>3</sup>, Katsuhiko Fujii<sup>4</sup>, Terumitsu Miura<sup>4</sup>, Takuyo Yamada<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Kyushu Univ., <sup>2</sup>Fukui Univ., <sup>3</sup>CRIEPI, <sup>4</sup>INSS