

燃料デブリ分析のための超微量分析技術の開発 (8) 模擬燃料デブリの TEM を用いたナノ構造解析

Development of ultramicro analysis technology for fuel debris analysis

(8) Nanostructure analysis of fuel debris by TEM

*吉田健太¹, 嶋田雄介¹, 杜玉峰¹, 宮田穂高¹, 北垣徹², 池田篤史², 渡邊英雄³, 小無健司¹,
永井康介¹

¹東北大学, ²日本原子力研究開発機構, ³九州大学

燃料デブリの生成時の温度や酸素雰囲気の推定、および、燃料デブリの物性評価のために必要な構造・組成情報を取得することを目的として、燃料デブリ中の Fe 成分を含む析出相および相境界周辺の FIB-切片組織について、球面収差補正透過電子顕微鏡 (AC-TEM)によるナノスケールの分析顕微鏡法を検討した。

キーワード：模擬燃料デブリ, (Zr,U)SiO₄, 透過電子顕微鏡

1. 緒言 Molten corium-concrete interaction: MCCI 生成物の性状を正しく理解することは、燃料デブリの取り出しを始めるうえで重要である。我々は、3次元 SEM-FIB 観察法を(Zr, M)SiO₄ 模擬 MCCI 生成物(M; U, Fe, Al etc.)に適用し、サブミクロンスケールの構造解析を行ってきた。これまでに、一部の模擬 MCCI 生成物中に不均一に直径 10μm 程度の金属球 (ステンレス鋼由来) が生成し、その金属球がクラック形成に影響していることを見出した。本研究では、このステンレス鋼由来の金属球にナノスケールの分析顕微鏡法を適用し、燃料の含有可能性を確認するとともにマルチスケール分析顕微鏡法の燃料デブリ分析への最適化を行った。

2. 実験 実験試料には、(Zr,U)SiO₄ 模擬 MCCI 生成物 (CLADS JAEA 作製、Ar-5% H₂ 1400 度 50 時間焼成体など) を用いた。FIB によって金属球部分から選択的に剥片組織を切り出し、球面収差補正透過電子顕微鏡 (ARM 200F)によってナノ構造解析を行った。

3. 結果と考察

図 1(a)には、ZrSiO₄ 模擬 MCCI 生成物の低倍率 BF-STEM 像を示す。直径 10μm の金属球は数 100nm の多結晶体であった、また、母相結晶粒界近傍には、析出物があり図 1(b)や図 1(c)に示す特性 X 線分析の結果、Cr₂O₃ や ZrO₂ であることが分かった。さらに図 1(c)の Zr マップでは、ウランと固溶体を形成する Zr は、粒界だけでなく、粒内にも分布していることが示唆された。図 1(d)は図 1(a)の枠中で撮影された転位組織像であり、図 1(e)-(f)は[111]晶帯軸から撮影された原子構造像である。結晶粒内に張り巡らされた転位ネットワークおよび 900nm² 程度のブロック単原子空孔(図 1(f)中の

黒丸)やサブナノボイド (白丸) が存在することが分かった。発表では、U/(Zr+U)が 7mol%の(Zr,U)SiO₄ 模擬 MCCI 生成物についてのナノ構造解析結果も合わせて示す。

本件は、令和 2 年度-令和 3 年度文部科学省「英知を結集した原子力科学技術・人材育成推進事業」の研究 課題「燃料デブリ分析のための超微量分析技術の開発」の研究成果を含む。

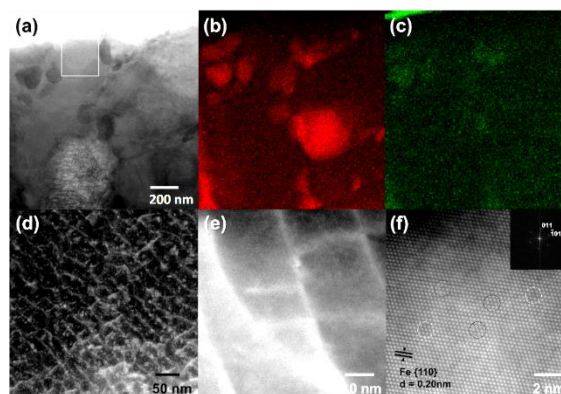


図 1 模擬 MCCI からの(a)BF-STEM, (b) Cr Map, (c) Zr Map, (d) WB-STEM, (e) & (f) HAADF-STEMs low & high mag.

*K. Yoshida¹, Y. Shimada¹, Y. Du¹, H. Miyata¹, T. Kitagaki², A. Ikeda-Ohno², H. Watanabe³, K. Konashi¹, Y. Nagai¹

¹Tohoku Univ., ²JAEA, ³Kyushu Univ.