

Nb 添加ジルコニウム合金の微細組織と元素分布に及ぼす照射の影響

(1) Zr イオン照射 Zr-0.5Nb 合金の TEM-EDS 分析

Evaluation of irradiation effects on microstructure and element distribution in Nb-doped Zr alloys

(1) TEM-EDS analysis of Zr-0.5Nb alloy after Zr ion irradiation

*澤部 孝史¹, 中森 文博¹, 園田 健¹

¹電力中央研究所

イオン照射による Zr-0.5Nb 合金の元素分布の変化を TEM-EDS 分析から調べた結果、イオン照射による析出物からの Fe の溶出、および針状 Nb ナノ粒子の形成が確認された。

キーワード：燃料被覆管、Zr-Nb 合金、イオン照射、照射損傷、TEM-EDS 分析

1. 緒言

国内外の PWR で使用されている Nb 添加 Zr 合金被覆管は、炉内での使用において従来ジルカロイ材と比較して水素吸収量が少ないことが知られる。この現象の科学的理解を深めるとともに照射下での挙動を推定するため、Nb 添加 Zr 被覆管の合金元素分布および照射欠陥等の微細組織を調査している。本発表では Nb 単体の照射挙動の理解を目的に、Zr イオンを照射した Zr-0.5Nb 二元系合金の TEM-EDS 分析により観察し、Nb 分布の照射による変化について報告する。

2. 実験と結果

2-1. 試料とイオン照射

ボタン溶融により作製した Zr-0.5Nb 合金の板材を機械研磨および化学研磨し、3mm 径のディスク型試料に打ち抜いた。量子科学技術研究開発機構の施設共用制度を用い、高崎量子応用研究所のイオン照射研究施設 (TIARA) にて、このディスク試料へ 12MeV の Zr イオンを照射した。照射温度は 400℃とし、最大損傷量が 10 dpa と 20 dpa の二つのイオン照射材を得た。

2-2. TEM-EDS 分析

TEM 観察用試料の作製には集束イオンビーム装置 NX2000 (日立ハイテク) を用い、未照射材およびイオン照射材の試料表面から TEM 試料を採取し、Ga イオンにより薄片化した。TEM-EDS 分析には ARM-300F (日本電子) を用い、試料表面から深さ 2-3 μm の最大損傷量領域を含む範囲を観察した。EDS 元素分析では、主成分の Zr、Nb に加えて、合金製造時の不純物として含まれる Fe、Cr を評価対象とした。

2-3. 照射による元素分布の変化

未照射材の母相には、Zr, Nb, Fe および Cr から構成される約 50 nm 径の析出物が観察された。Zr への固溶限は、Nb がおよそ 0.4-0.5 wt%であり、Fe と Cr は Zr にほとんど固溶しない。固溶限を超える Nb および不純物の Fe, Cr により析出物が形成されたと考えられた。イオン照射材では、析出物中の Fe の割合が減少した。一方、粒界の一部において Fe が検出され、照射により Fe が析出物から溶出したことを確認した。また、ジルコニウムの六方晶底面に沿って 5-10 nm 程度の針状 Nb ナノ粒子が観察された。10 dpa および 20 dpa イオン照射材との比較から、針状 Nb ナノ粒子の数は照射量とともに増加する傾向を確認した。

*Takashi Sawabe¹, Fumihiro Nakamori¹ and Takeshi Sonoda¹

¹CRIEPI.