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 (2) Zr イオン照射 Zr-0.5Nb 合金のアトムプローブ分析

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

(2) Atom probe analysis of Zr-0.5Nb alloy after Zr ion irradiation

*中森 文博1, 澤部 孝史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ナノスケールで明らかにするため、アトムプローブ法に よる3次元分布測定と組成分析を実施した。その結果、イオン照射による Nb および Fe-Cr ナノクラスターの 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、アトムプローブ

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ている。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 二元系合金のアトムプローブ分析を実施 し、Nb 分布および Nb 固溶濃度について評価した結果を報告する。

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、3 mm 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12 MeV 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. アトムプローブ分析

アトムプローブ分析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微小片を採取し、Ga イオンにより針状試料に加工した。イオン照射材では、 損傷ピーク位置付近の領域を観察するために、針状試料の先端が試料表面から深さ約 2 µm の位置となるよう に加工した。分析には LEAP5000XR (CAMECA)を用いて、レーザーパルスモードで実施した。

2-3. 照射による元素分布および Nb 固溶濃度の変化

未照射材の母相からは、Nb 以外に、僅かに不純物元素として含まれる Fe も検出された。検出された元素 は母相内で均一に分布していた。一方、イオン照射材では、楕円体状の Nb の濃化領域が確認された。これは 照射によって形成された Nb ナノクラスターと考えられ、大きさが 8 nm 程度であった。また Fe-Cr ナノクラ スターの形成も認められた。母相の Nb 固溶濃度は、各ナノクラスターを除去したアトムマップに存在する Nb が母相に固溶していると仮定して評価した。未照射材の Nb 固溶濃度はおよそ 0.4 at%であったが、イオン 照射材では 0.1 at%以下に減少し、イオン照射によって母相の Nb 固溶濃度が低下することがわかった。

^{*} Fumihiro Nakamori¹, Takashi Sawabe¹ and Takeshi Sonoda¹
¹CRIEPI.