

## 透過型電子顕微鏡によるヘリウム照射材の微細組織 観察

岩切, 宏友  
九州大学応用力学研究所

吉田, 直亮  
九州大学応用力学研究所

<https://doi.org/10.15017/26808>

---

出版情報 : 九州大学応用力学研究所所報. 129, pp.155-164, 2005-09. Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン :

権利関係 :

## 透過型電子顕微鏡によるヘリウム照射材の微細組織観察

岩切 宏友\*<sup>1</sup> 吉田 直亮\*<sup>1</sup>

(2005年7月29日受理)

## In-situ Transmission Electron Microscope Observation of Material Irradiated with Low Energy Helium Ions

Hiroto Iwakiri and Naoaki Yoshida

E-mail of corresponding author: iwakiri@riam.kyushu-u.ac.jp

## Abstract

In-situ transmission electron microscopy (TEM) study was performed to investigate the microstructural changes in tungsten during low energy He<sup>+</sup> ion irradiations in electron microscope linked with an ion accelerator.

The irradiations were carried out with 8keV and 0.25keV He<sup>+</sup> ions at 293K, 873K and 1073K. In the case of 8keV irradiation, irradiation induced vacancies act as nucleation site for dislocation loop and helium bubbles. Accordingly, such defects were formed even at the higher temperature regimes. With increasing the irradiation temperature, the growth rates of dislocation loop and helium bubble rise remarkably. Though no vacancies are produced during 0.25keV irradiation, helium platelets, interstitial loops and helium bubbles were formed. Impurity atoms may act as trapping centers of He atoms, which form bubbles by ejecting W atoms from their lattice site.

**Key words :** Helium, Ion Irradiation, Radiation Effects, TEM, Microstructure

## 1 緒言

核融合プラズマ対向材料がプラズマ粒子と相互作用をする状況について考えたとき、炉心プラズマは高エネルギーに加熱されるものの、周辺プラズマ粒子の多くは1keV以下の低エネルギーである。このように、諸々の極限環境下での材料のイオン照射損傷過程におけるミクロ構造を原子レベルの電子顕微鏡で観察し、解明することは核融合炉材料の健全性評価や、新材料開発の基礎資料を得る上で重要な研究の手段である。

本研究ではヘリウムイオン照射による微視的な損傷過程を明らかにすることを目的として、イオン照射装置を連結した透過型電子顕微鏡を用いヘリウムイオン照射下における欠陥挙動のその場観察を行った。試料は焼結タングステンの焼鈍材及び一部単結晶タングステンをを用いて行った。照射エネルギーは8keV及び0.25keVである。このときの損傷深さ分布とヘリウムの飛程をTRIM codeによって計算したものを図1にそれぞれ示す。0.25keV照射ではヘリウムは試料内に

注入されるがはじき出し損傷は引き起こさない。

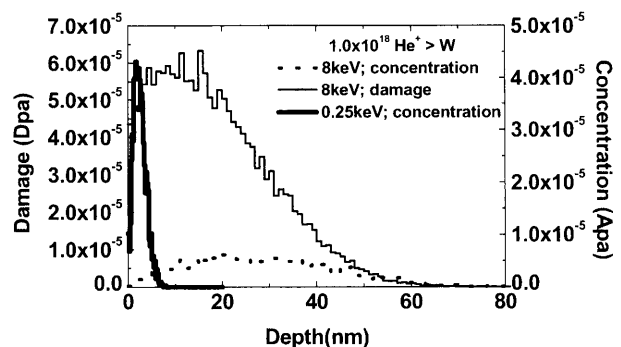


図1 タングステンに8keV及び0.25keVのヘリウムイオンを照射した時のTRIM codeによって計算した損傷深さ分布とヘリウムの飛程 (ED=44eV)

## 2 実験方法

純度99.95%、厚さ0.1mmの焼結タングステンシート((株)ニラコ製)を試料として用いた。このシー

\*1 九州大学応用力学研究所

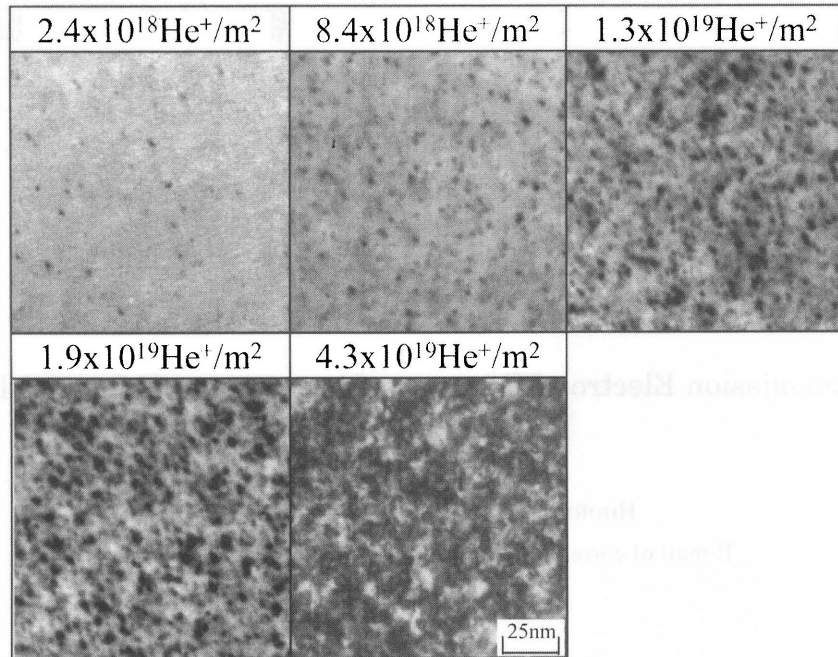


図 2 300K で 8keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程 (低照射領域)

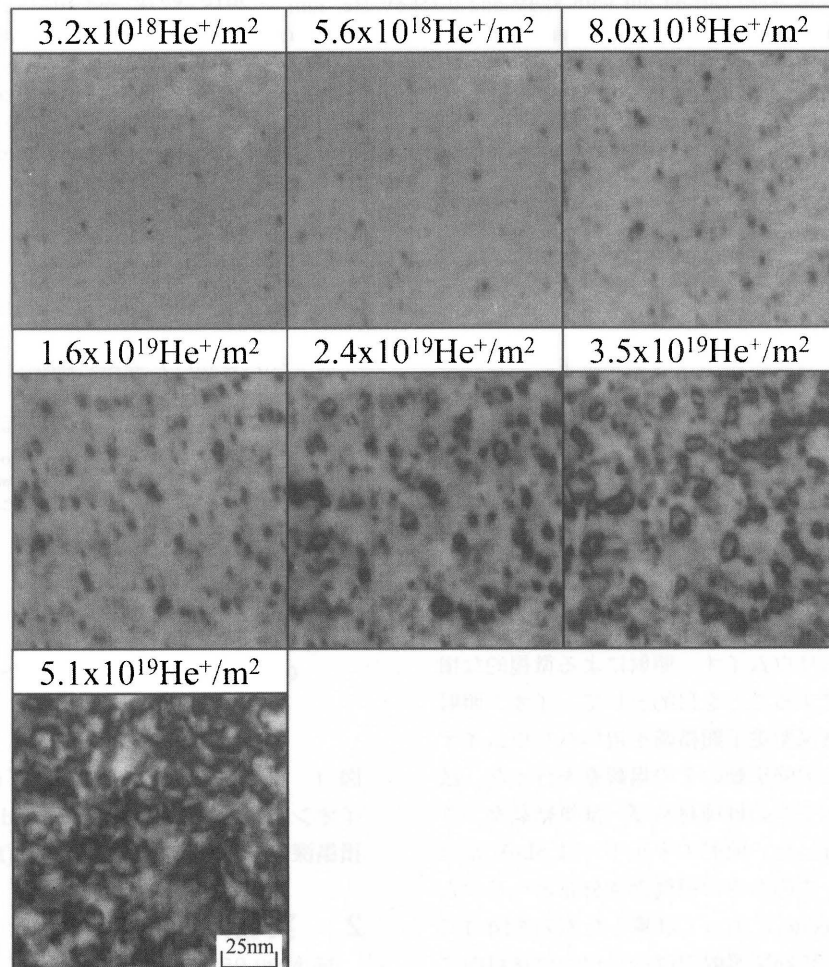


図 3 873K で 8keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程 (低照射領域)

トを 3.0 mmφ のディスク状に打ち抜き、2000 番のサンドペーパーで予備研磨を行った。その後、真空中 ( $5 \times 10^{-4}$  Pa 以下) で 2000 K 以上に通電加熱したモリブデンボート上で 300 秒以上焼鈍し、結晶粒を十分に成長させた (約 20  $\mu\text{m}$ )。これらの試料をツイングジェット研磨法により TEM 観察が可能な程度に薄膜化し、TEM 鏡筒内に組み込まれたデュオプラズマトロンイオンガンにより、8keV 及び 0.25keV のエネルギーを持つ  $\text{He}^+$  を照射し、損傷過程を連続的に直接電顕観察した。標準的な照射強度は  $1 \times 10^{18}$  ions/ $\text{m}^2$  程度である。また照射温度はそれぞれ、300 K, 873 K ならびに 1073 K で行った。

### 3 実験結果

#### 3-1 8keV- $\text{He}^+$ 照射後の損傷組織

##### 3-1-1 低照射領域における損傷組織観察

8keV のヘリウムイオンを 300K, 873K および 1073K で照射した際の損傷組織の発達過程を図 2、図 3 及び図 4 にそれぞれ示す。常温照射の場合、照射量が  $2.4 \times 10^{18}$  ions/ $\text{m}^2$  程度に達すると転位ループが観察された。さらに照射量の増加とともに転位ループの面密度は著しく増加し、 $1.3 \times 10^{19}$  ions/ $\text{m}^2$  程度に達すると、密度はほぼ飽和した。このときの飽和密度は  $2.5 \times 10^{16}$  / $\text{m}^2$  程度であった。ループ密度が飽和する前後から個々のループの成長は顕著となり、 $4.3 \times 10^{19}$  ions/ $\text{m}^2$  程度照射するとループは直径 5 nm 程度に成長し、ループ間の相互作用によるタングリング (合体成長等により複雑に絡み合った転位組織) も観察されるようになった。

照射温度が高い場合 (873 K, 1073 K) においても格子間型の転位ループが観察され、照射量に伴いその密度は増加していくが、照射温度が高いほど転位ループの飽和数密度は低かった。300K, 873 K, 1073 K 照射における転位ループの面密度変化を照射量に対してプロットしたものを図 5 に示す。転位ループが発生する臨界照射量と密度が最大になる照射量に関しては照射温度による違いは少ない。一方照射温度が高いほど転位ループが急激に成長する。転位ループが成長する過程は二通りあり、格子間原子の吸収による場合と、ループ同士の合体による場合とがある。873 K 照射ではループが 10 nm 程度まで成長した後、タングリングが観察されるようになる。1073K 照射では転位ループは極端に巨大化していき、 $5.0 \times 10^{19}$  ions/ $\text{m}^2$  程度照射した段階では 50 nm を超える大きな転位ループが絡み合った複雑な組織を示すようになった。

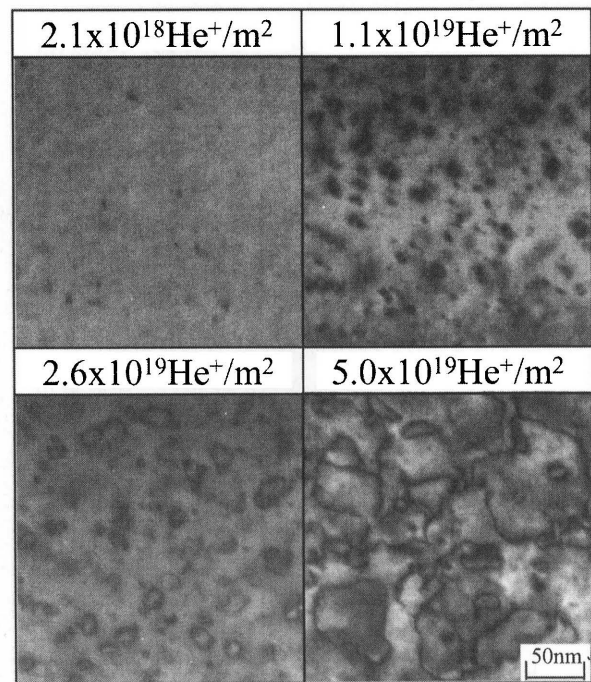


図 4 1073K で 8keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程 (低照射領域)

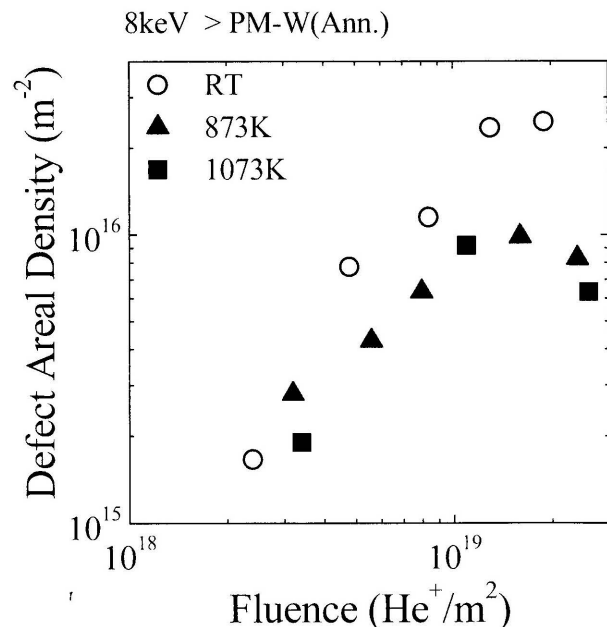


図 5 8keV 照射によって焼結タングステンに形成される転位ループの面密度の照射量依存性

### 3-1-2 高照射領域におけるバブルの観察

高照射領域では全温度帯においてヘリウムバブルが観察された。高照射領域における損傷組織をボイドコントラスト条件で観察し、照射温度で比較したものを図 6 に示す。293 K 照射では照射量が  $2.0 \times 10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> 程度に達すると、直径 2 nm 程度の高密度のヘリウムバブルが観察されたが、照射量が増加し、 $8 \times 10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> に達してもバブルのサイズにさらなる変化は観察されなかった。一方 873 K 照射では、照射量が  $1.5 \times 10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> に達すると格子状に配列した直径 2 nm 程度のバブルが観察され、照射量が増加するに従いそれぞれのバブルは成長し、さらに近接したバブルと合体することによりさらに成長し、照射量が  $8.0 \times 10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> に至るとバブルの直径は 10 nm 程度に達した。また 1073 K 照射では照射量が  $5.0 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> 程度で 2 nm 程度の高密度のヘリウムバブルが生じ、照射量が  $3.6 \times 10^{20}$  ions/m<sup>2</sup> に達すると 20 nm を超える大きなバブルと、5 nm 程度のバブルが同時に観察されるようになった。

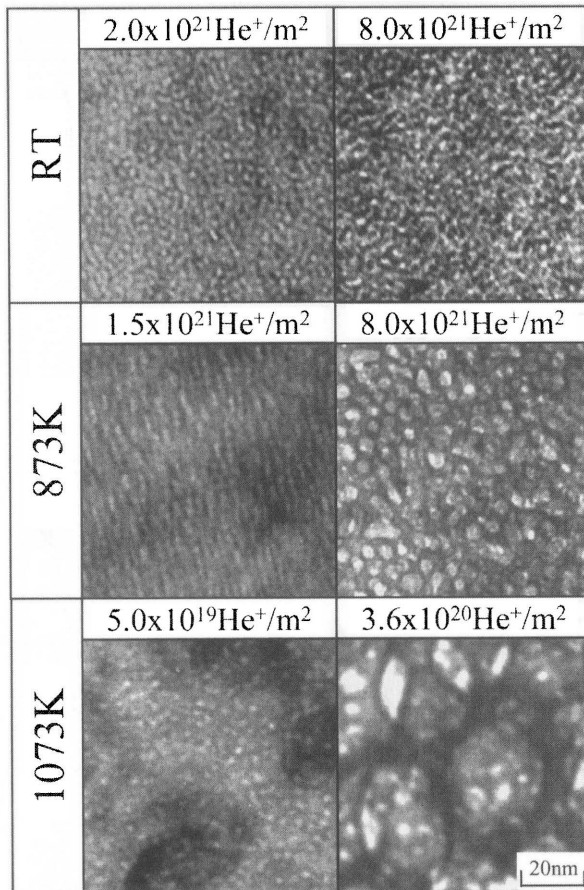


図 6 8keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程 (高照射領域)

### 3-1-3 照射後の昇温実験

図 7 は 8keV-He<sup>+</sup> の 300 K 照射により形成された

転位ループの照射後焼鈍による組織観察を、また、この転位ループの性質に及ぼすヘリウムと水素の影響を比較検討するため、8keV-H<sup>+</sup> の 300 K 照射によってタングステン中に形成された転位ループの照射後焼鈍による組織変化[1]も併せて示す。これらの試料はヘリウムを  $2.5 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup>、水素では  $6.1 \times 10^{20}$  ions/m<sup>2</sup> それぞれ照射した試料であり双方とも十分な転位ループの形成が見られた。水素照射材では 873 K、20 分の焼鈍で大部分の転位ループは消滅した。ヘリウム照射材では 1373 K で 1 時間焼鈍しても転位ループの回復はほとんど見られず、さらに高密度のキャビティが新たに形成された。

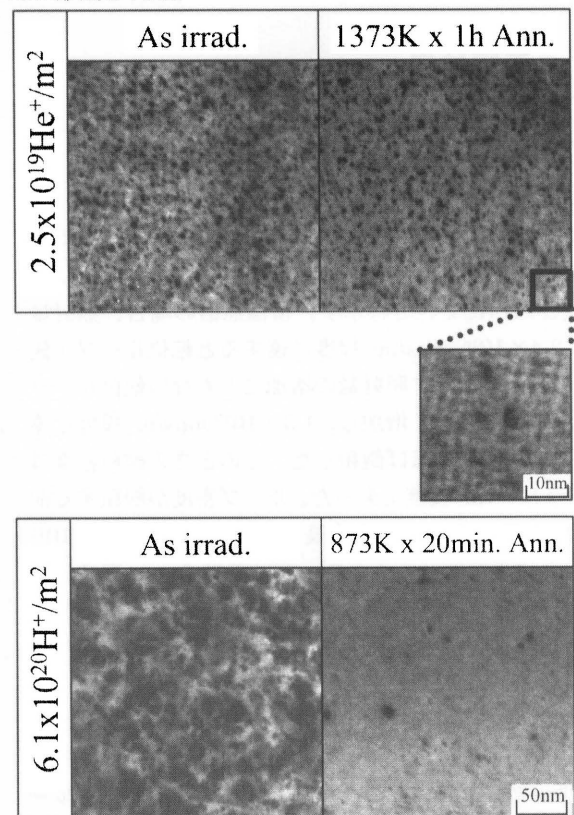


図 7 8keV のヘリウムイオン並びに水素イオンを常温で照射されたタングステンにおける昇温前の組織と昇温後の組織

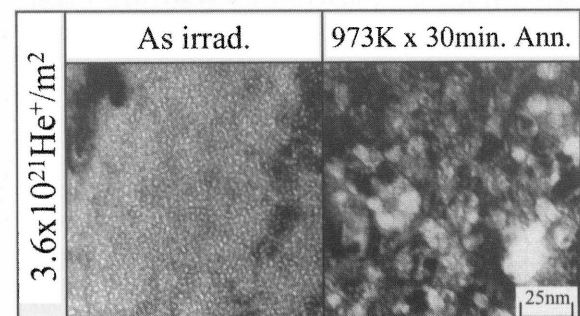


図 8 8keV のヘリウムを常温で照射されたタングステンにおける昇温前の組織と昇温後の組織

図 8に 8keV-He<sup>+</sup>の 300 K 照射により形成されたヘリウムバブルの照射後焼鈍による組織変化を示す。973 K で 30 min 間加熱することにより、一部でバブル同士の合体が観察されたが、合体したものの以外のバブルに変化は見られなかった。

### 3-2 0.25keV-He<sup>+</sup>照射後の損傷組織

#### 3-2-1 低照射領域における損傷組織観察

図 9に 0.25keV-He<sup>+</sup>を常温で照射したときの低照射領域における損傷組織の発達過程を示す。照射量が  $8.0 \times 10^{18}$  ions/m<sup>2</sup> 以下では欠陥は観察されないが、照射量が  $1.4 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> 程度に達すると、ループ状のコントラストを示す直径 3 nm 程度の欠陥が突如として高密度に観察されるようになった。このようなドット状欠陥形成過程は 8keV 照射のときと大きく異なっている。比較のため、8keV と 0.25keV のヘリウムイオン照射下で形成されるドット状欠陥の面密度の照射量依存性を図 10に示す。この欠陥は始めはコントラストが非常に弱く、動力学的回折条件に近い時にしか観察されないが、照射量が  $3.2 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> 程度まで照射量にともないコントラストが強くなっていった。このとき数密度及びサイズの有意な変化は認められなかった。0.25keV 照射では弾き出しによる格子間原子の導入が行われず、またこの欠陥の性質が一般の転位ループの形成・成長過程と大きく異なることから、この欠陥はヘリウムの板状析出物と考えられる。

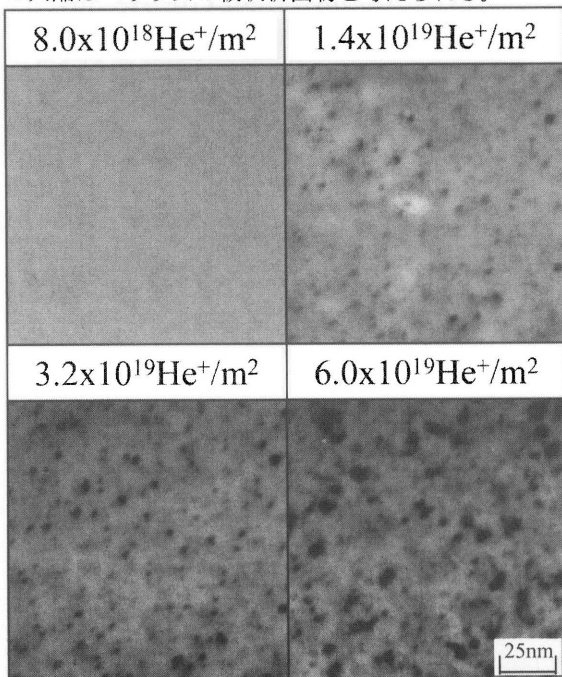


図 9 室温で 0.25keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程

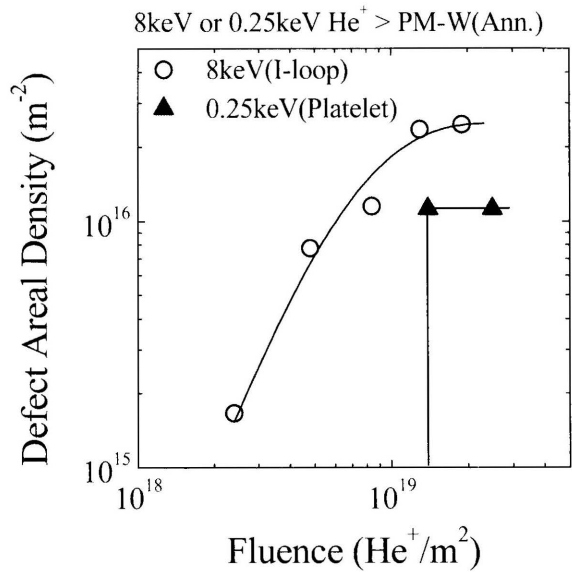


図 10 8keV と 0.25keV のヘリウムイオン照射下で形成されるドット状欠陥の面密度の照射量依存性

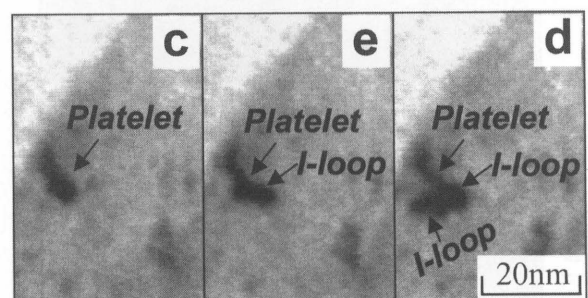
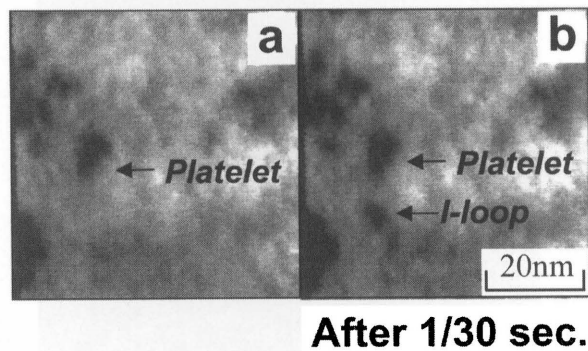


図 11 ビデオカメラによる”パンチアウト”過程の観察

照射量が  $5 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> を超えると、ヘリウム板状析出物とほぼ同サイズの格子間型の転位ループがこの欠陥の近傍に形成された。この現象の動的挙動を詳細に追うため、CCD カメラを用いた連続的な観察を行った。この結果を図 11に示す。図 11(b)において、板状析出物の近傍に新しい転位ループの形成が見られる。図 11(b)は図 11(a)から 1/30 秒後の写真であるので、

この欠陥は板状析出物より瞬時に生み出されたものだと考えられる。この欠陥をP型ループと呼ぶことにする。板状析出物は複数個のP型ループを周辺に形成する場合もあり、この様子を図 11(c)(d)(e)に示す。板状析出物はP型ループを2~3個まで形成し、その後変化がなくなる。

図 12に 0.25keV-He<sup>+</sup>を照射したときの損傷組織の発達過程を高照射領域まで示す。ヘリウム板状析出物は高温領域における照射でも観察されている。照射温度が 873 K では依然として高密度に形成されるが、1073 K ではその密度は急激に低下した。293 K 照射においてはパンチアウトによって生成された転位ループも、上昇運動によって表面に抜けるものをのぞき、そのサイズ等に変化は見られないが、873 K 並びに 1073 K 照射においてはこのループは形成後、しばらくは照射量にともない成長した。

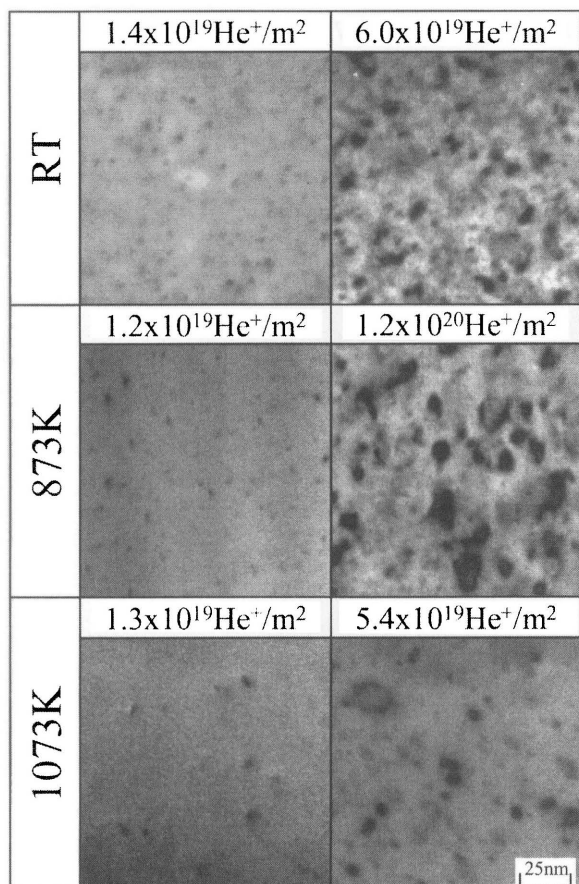


図 12 0.25keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程

### 3-2-2 高照射領域におけるバブルの形成

高照射領域では 8keV 照射と同様に全温度帯においてヘリウムバブルが観察された。高照射領域における損傷組織をポイド条件で観察し、照射温度で比較したものを図 13に示す。293 K 照射では照射量が 5.0×

10<sup>20</sup> ions/m<sup>2</sup>程度に達すると、直径 2nm 程度のヘリウムバブルが観察され、その後照射量が増加してもバブルサイズはそれほど変化しなかった。また、このときの面密度は 8keV 照射と同様に極めて高く、有為な測定は困難であった。873K 照射では、照射量が 1.9×10<sup>20</sup> ions/m<sup>2</sup> に達するとヘリウムバブルが観察されるようになるが、このときの面密度は 8keV 照射のものよりも低かった。さらに照射量が増加すると、一部で合体成長が見られた。また 1073 K 照射では照射量が 1.1×10<sup>20</sup> ions/m<sup>2</sup> に達するとバブルが観察されるようになったが、その面密度は 873 K までと比較して低かった。

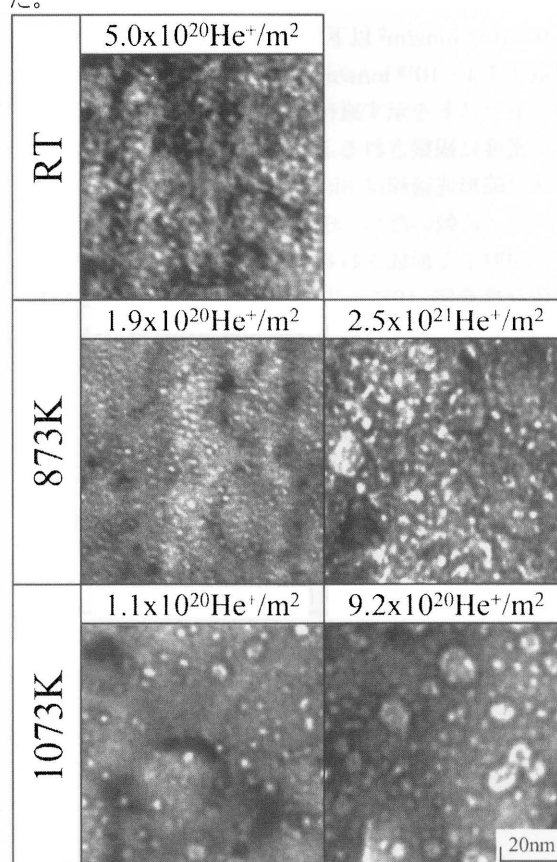


図 13 0.25keV のヘリウムイオンを照射した焼結タングステンにおける損傷組織の発達過程

## 4 考察

### 4-1 ヘリウムによる転位ループの形成促進効果

結晶中にヘリウムが導入されるとヘリウムクラスター(ヘリウムと原子空孔の複合体)が形成され、格子間原子の安定なトラッピングサイトとなり、それが速やかな転位ループの核形成を促すことが示唆されていたが [2][3]、ここでは本研究の結果に基づいて、さらに発展した議論を行う。

8keV のヘリウム照射によって結晶中に格子間原子、

原子空孔、ヘリウムが導入される。ひとつの原子空孔はヘリウム原子を複数個捕獲することができるので、まず単空孔型クラスターである  $\text{He}_n\text{V}$  複合体が形成される。しかしながら  $\text{He}_n\text{V}$  複合体が格子間原子を捕獲すると格子間原子と原子空孔が再結合して、ヘリウムは再び格子間に追い出されてしまうことが示されており [4][5]、この状態のままでは転位ループの核にはなりにくい。単空孔型クラスターが格子間原子と結合せずにヘリウムを断続的に捕獲していき、 $n$  がある程度（6個程度）大きくなると、トラップミュージーション [6] を起こし原子空孔を放出することによって複空孔クラスター、つまり  $\text{He}_n\text{V}_2$  複合体が形成される。 $\text{He}_n\text{V}_m$  ( $m \geq 2$ ) 複合体は格子間原子と再結合は起こさずに安定に存在しうる [7] ので、格子間原子はこれによる歪場に捕獲され得る。しかしながら転位ループの密度は照射量が  $1.3 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> 程度で最高値に達し、その後、密度の増加は見られず、さらに高照射領域では転位ループよりも著しく高密度のヘリウムバブルが形成されるので、ある程度以上大きくなった  $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体は、転位ループの核にはなり得ずに3次元状のバブルなると考えられる。このため、転位ループの核として機能する  $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体は  $m$  の小さいものに限られる。このように照射初期の段階で  $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体はループの核になるものとバブルの核になるものの二種類に分離すると考えられる。

ヘリウム照射では  $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体が転位ループの核となり、転位ループの熱的安定性に大きな影響を与える。水素照射では照射温度が 873 K 以上になると、転位ループはほとんど形成されない [8] が、ヘリウム照射では 1073K という高温照射においても、依然として高密度の転位ループの形成が行われる。 $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体は熱的に非常に安定であることが昇温脱離装置を用いた各種の実験によって明らかにされており [9] [10]、タングステン中においては昇温速度が 40 K/sec で解離温度は 1490 K 以上にもなる [11]。さらに  $\text{He}_n\text{V}_m$  複合体と格子間原子の結合力もかなり強いものであると本実験結果から推測される。このような事情から、ヘリウム照射下では転位ループの核が高温領域まで安定に形成され、高温照射においても依然として高密度の転位ループの形成が行われるのだと考えられる。

#### 4-2 8keV 照射におけるバブルの形成

8keV 照射において、照射量が増加すると高密度のヘリウムバブルが観察されるようになり、温度に強い依存性が見られる。293 K 照射では空孔がほとんど動かないため、ヘリウムバブルはガス駆動によって成長する。つまりヘリウムを次々に捕獲していき、始めのうちはトラップミュージーションにより格子位置の

原子を押し出して空孔を獲得することにより、ある程度以上大きくなると格子間原子型の転位ループをバブル周辺に発生させることにより [12]、空孔の流入がなくても非熱的に成長していく。照射量が  $2 \times 10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> に達し、直径 2 nm 程度のバブルが高密度に観察されるようになった後、バブルサイズの有意な変化は見られなくなる。これは極めて密集して形成されるバブル同士の相互作用、もしくはバブルが成長する過程で周辺に放出していった転位ループとの相互作用が大きくなり、その結果バブルの成長が妨げられることが原因であると考えられる。

照射温度が 873 K の場合、まず整列したバブルが形成される。このような整列したバブルは金属材料において一般的な現象であり、主に数 10keV のヘリウムイオンを  $0.2 T_m$  ( $T_m$ : 融点温度) 程度の温度で照射した場合に観察されている [13]。バブルが整列する機構はバブル同士の弾性相互作用等が考えられているが [14]、明確にはされていない。バブルが整列するとブリスタリングやフレイキング等の剥離現象が促進されると考えられている [15][16]。300 K、873 K 照射とも、バブルが電子顕微鏡により、明確に観察可能になる (直径 2nm 程度) 照射量は 873 K 照射の方が若干速いものの  $10^{21}$  ions/m<sup>2</sup> 程度であるが、1073 K 照射ではこれらに比べて極めて低く、 $5 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> 程度の照射量で観察されるようになる。タングステンにおける原子空孔の活性化エネルギーは 1.8 eV [17] であり、293 K では実効的には移動しない。一方 1073K では極めて大きな移動度を持ち (ジャンプ頻度;  $3.6 \times 10^4$ /s)、バブルはバイアス駆動、即ち弾き出しによって導入された空孔を優先的に吸収していくことによって成長するために、バブルの成長速度は極めて早いものとなる。873K においては計算上では空孔はある程度の移動度を持つが、1073K に比べると 1/100 程度であり (ジャンプ頻度;  $4.2 \times 10^2$ /s)、さらにバブルの成長速度を考慮に入れるとバイアス駆動による効果は小さい温度領域だと考えられる。したがって 873K 照射では始めのうちはガス駆動によって成長するが、ある程度大きくなったところで空孔供給の効果が顕在化し、バブル同士の合体等が生じた結果、高照射領域では 293 K と大きく異なった組織を示すようになると考えられる。

#### 4-3 ヘリウム板状析出物の形成と動的挙動

極低エネルギーのヘリウム照射によって形成されるヘリウム板状析出物の動的挙動が電子顕微鏡によって詳細に観察された。8keV と 0.25keV のヘリウムイオン照射下で形成されるドット状欠陥の面密度を比較したものを図 10 に示す。この欠陥は形成当初においては動力学的回折条件に近いところでのみはっきりとし



たコントラストを示し、したがってこの欠陥の格子歪みは転位ループと比べてかなり小さい。その後照射量の増加にともない欠陥の密度やサイズは有意に変化しないが、欠陥自体のコントラストは強くなっていき、格子間型の転位ループ以上の強いコントラストを有すようになる。即ち照射量の増加にともないこの欠陥は格子歪みが増加していく。その後近傍に格子間型の転位ループを複数個形成する。これら一連の現象は以下のように解釈される。まずヘリウムとの相互作用を有する不純物を核として、ヘリウムが格子間に板状に集合していき、ある程度のサイズに達すると今度は板状析出物に対し垂直な方向、つまり格子間を押し広げる方向に析出していき、それにともない板状析出物が形成する歪み場が強くなっていく。ヘリウム板状析出物は、低温で形成されるバブルと同様に、非常に強い圧力を有することが Finnis 等による分子動力学法を用いた計算によって示されており(18)、その圧力に起因したパンチアウトにより周囲に転位ループを形成する。板状析出物はパンチアウトを 2~3 回起こし、近傍に格子間型の転位ループを形成するが、その後安定化する。Evans 等による照射後の電子顕微鏡観察において [19]、モリブデン中に形成されたヘリウム板状析出物の厚さは 1 nm 程度であると報告されているが、これは本研究における、強いコントラストを有す後期型板状析出物に匹敵するものだと推測される。さらに、Evans 等が観察した板状析出物は原子面 3 層程度に相当することになるので、本研究で示された、一つの板状析出物に対して 2~3 回のパンチアウトまでしか起こりえないことと辻褃があう。板状析出物が無数にパンチアウトを繰り返し、3 次元的に成長することはないと考えられる。

極低エネルギーの水素照射によっても水素の板状析出物と考えられる弱いコントラストを有す欠陥が観察されており [20]、これは本研究における初期型のヘリウム板状析出物と近いものであると考えられる。しかしながらそれから先の挙動はヘリウム照射と水素照射で著しく異なる。水素照射においてはコントラストの増加や、パンチアウト等の現象は観察されていない。

#### 4-4 極低エネルギーヘリウム照射下における欠陥の核形成

弾き出し損傷を引き起こさない極低エネルギーのヘリウム照射において、照射量が増加すると板状析出物に加えてヘリウムバブルも形成される。これらの欠陥の核発生機構等について議論する。J. H. Evans 等によりモリブデンにおいて観察されている板状析出物は空孔を核として形成されたものである。すなわち予照射により空孔を導入し、その後はじき出しの閾エネ

ルギーを下回ったエネルギーによって追照射を行うことによって形成されたものである。本研究においては弾き出しを引き起こす予照射は行っておらず、潜在的な捕獲サイトとしての空孔はほとんど存在しないが、使用したタングステンの純度は 99.95%程度であり、試料中には十分な不純物が存在する。Kolk 等はタングステン中における数種の置換型不純物とヘリウム一個との解離エネルギーを昇温脱離実験 [21] に基づいて求めている。ヘリウムの解離エネルギーは不純物の種類によって異なるが、Kolk 等の実験の範囲内における最高値は 1.25eV 程度 (Cu の場合) と見積もられている。これは空孔とヘリウムの解離エネルギー 4.0eV に比べてかなり小さいものの、温度が比較的低い場合には十分な結合力を有す。さらに空孔と同様に一つの不純物が複数のヘリウムを断続的に捕獲して高次のクラスターを形成することも示されている。これは不純物を核として集合したヘリウムがトラップミュージーションを引き起こしたことが原因であり、このような不純物は板状析出物のみならずバブル等の核としても機能すると考えられる。

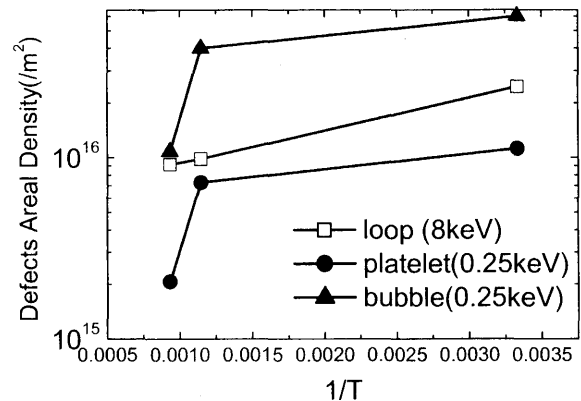


図 14 8keV 照射並びに 0.25keV において形成される飽和欠陥密度と照射温度との関係

図 14 に 8keV 照射並びに 0.25keV において形成される飽和欠陥密度と照射温度との関係を示す。8keV 照射と対照的に、0.25keV 照射では照射温度が 1073K になると飽和欠陥密度は急激に低下する。これは低温領域では多くの種類の不純物がバブル等の核となり得るが、温度の上昇に伴いこの機能を有す不純物の種類、すなわちトラッピングサイトの総数は減少していき、特に 1073K においてその影響が顕著に現れ、トラッピングサイトとして機能する不純物はごく限られたものとなり、結果的に欠陥密度が低下することが原因であると推測される。一方 8keV 照射ではより結合力の強い空孔が核となり、高温においても捕捉効果を失わず、1073K でも顕著な密度の低下は見られない。

不純物を核とした欠陥形成機構を裏付けるために、高純度の単結晶タングステンに対する 0.25keV のヘリウム照射実験を行った。照射条件は  $1.7 \times 10^{20}$  ions/m<sup>2</sup>, 873 K で行った。このときの損傷組織を図 15 に示す。比較のため、焼結タングステンにほぼ同様の条件で照射したときにおける損傷組織の写真(図 13 より)も併せてある。これにより、高純度材において、バブル密度が顕著に低下していることが明白である。これらの結果は 0.25keV 照射における不純物を核とした欠陥形成機構を裏付けるものである。

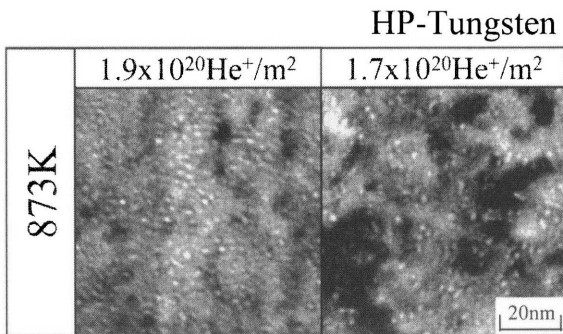


図 15 0.25keV ヘリウム照射された高純度タングステンにおける損傷組織

パンチアウトによって形成された転位ループ (P 型ループ) は常温照射では成長しないが、高温照射では成長する。この原因について考察する。0.25keV 照射によって形成されるバブルは空孔の導入がないため、温度によらず非熱的に成長する。すなわち核形成後トラップミューテーションをくり返し、周囲に原子を押し出して空孔を獲得していくことにより成長していく。この過程が P 型ループの挙動に影響を及ぼしている可能性がある。Wilson は経験的ポテンシャルを用いた分子動力学法により、トラップミューテーション後放出された格子間原子はヘリウムクラスターの周辺にとどまることを示している[22]。この計算は常温を仮定しており、常温では P 型ループが成長しないことを説明できる。一方、照射温度が高い場合は、P 型ループは形成後しばらく成長するので、格子間原子の供給が行われていることになる。格子間原子の供給源の一つとして、ヘリウムクラスターの成長過程において発生する格子間原子があげられる。すなわち、ヘリウムクラスターと結合せずに格子間に放出された格子間原子が、P 型ループに吸収されるということである。他の可能性として、転位ループの合体等も考えられる。

0.25keV 照射においては不純物が板状析出物並びにバブル、双方の核としての役割を果たすが、バブルの数密度のほうがかなり大きい。図 16 はそれぞれの照射温度における板状析出物とバブルの面密度を比較したものである。照射温度によらず、それぞれの面密度

の比はほぼ一定であり、約 1:5 である。したがって不純物を核として形成されるこれらの欠陥は、照射初期に確率的に板状析出物になるものとバブルになるものの二種類に分離するが、バブルになるものが大半を占め、その比率は温度に依らない。

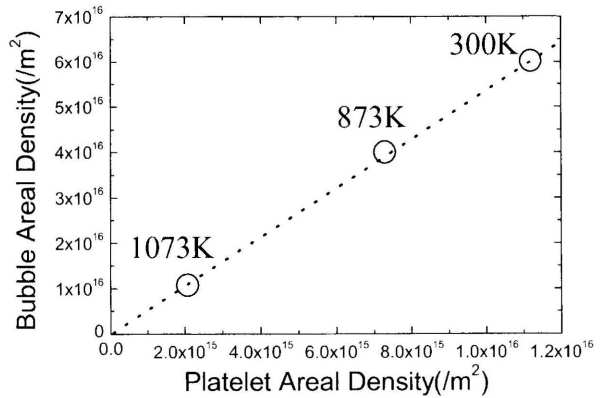


図 16 0.25keV ヘリウム照射された焼結タングステンにおける板状析出物とヘリウムバブルの密度

#### 4-5 欠陥の熱的安定性と昇温効果

ヘリウム照射によって形成された転位ループは熱回復しにくい。図 7 で示したように、1373 K で一時間焼鈍しても転位ループはほとんど消失しない。この現象は以下のように解釈できる。電子線や重イオン、水素照射等では、昇温により試料内の空孔が自由に動けるようになると、それが格子間原子型の転位ループと対消滅し、転位ループは熱回復する。一方、ヘリウム照射材では原子空孔はヘリウムクラスターに優先的に吸収されるため、格子間型の転位ループとの反応は生じにくい。これは、ヘリウムクラスターの密度がループよりも高く、さらに高い圧力を有しているためだと考えられる。このため転位ループは回復しにくく、高密度のキャビティが形成される。さらに、ヘリウムクラスターが直接転位ループの移動(上昇運動等)を妨げることも原因になっている可能性がある。

#### 参考文献

- [1] R. Sakamoto, T. Muroga and N. Yoshida, *J. Nucl. Mater.*, 220-222 (1995) 819
- [2] 吉田直亮 蔵元英一 北島 徳、九州大学応用力学研究所所報 57 (1982) 577
- [3] P. B. Johnson, D. J. Mazey and J. H. Evans, *Radiation Effects* 78 (1977) 147
- [4] W. TH. M. Buters, A. Van Veen and A. Van Den Beukel, *Phys. Stat. Sol. (a)* 100 (1987) 87
- [5] K. Farrell, *Radiation Effects* 53-54 (1980) 175
- [6] L. M. Caspers, A. Van Veen and T. J. Bullough,

- Radiation Effects 78 (1983) 67
- [7] M. I. Baskes, R. H. J. Fastenau, P. Penning, L. M. Caspers and A. Van Veen, *J. Nucl. Mater.* 102 (1981) 235
- [8] R. Sakamoto, T. Muroga, and N. Yoshida, *J. Nucl. Mater.* 220-222 (1995) 819
- [9] E. V. Kornelsen and A. A. Van Gorkum, *J. Nucl. Mater.* 92 (1980) 79
- [10] D. J. REED, *Radiation Effects* 31 (1977) 129
- [11] G. J. van der Kolk, K. Post, A. van Veen, F. Pleiter and J. Th. M. de Hosson, *Radiation Effects* 84 (1985) 131
- [12] H. van Swygenhoven and L. M. Stals, *Radiation Effects* 78 (1983) 157
- [13] P. B. Johnson and D. J. Mazey, *J. Nucl. Mater.* 218 (1995) 273
- [14] P. B. Johnson, D. J. Mazey and J. H. Evans, *Radiation Effects* 78 (1977) 147
- [15] J. H. Evans, *J. Nucl. Mater.* 68 (1977) 128
- [16] J. H. Evans, *J. Nucl. Mater.* 76&77 (1978) 228
- [17] R. W. Balluffi, *J. Nucl. Mater.*, 69&70 (1978) 240
- [18] M. W. Finnis, A. van Veen and L. M. Caspers, *Radiation Effects* 78 (1983) 121
- [19] J. H. Evans, A. van Veen and L. M. Caspers, *Radiation Effects* 78 (1983)
- [20] 坂本隆一、九州大学大学院総合理工学研究科高エネルギー物質科学専攻博士論文 (1995)
- [21] G. J. van der Kolk, A. van Veen, L. M. Caspers and J. Th. M. de Hosson, *J. Nucl. Mater.*, 127 (1985) 56-66
- [22] W. D. Wilson, *Radiation Effects* 78 (1983) 11