

放射線量と磁性量の低減を目的としたTEM試料の作製

島袋, 瞬
九州大学応用力学研究所

<https://hdl.handle.net/2324/1929692>

出版情報：九州大学応用力学研究所技術職員技術レポート. 18, pp.27-29, 2017-10. Research
Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン：

権利関係：

放射線量と磁性量の低減を目的とした TEM 試料の作製

島袋 瞬

要旨

原子炉圧力容器鋼の照射脆化機構を解明する手法として、透過型電子顕微鏡（以下 TEM と記す）を用いた組織内部の観察が行われる。また、エネルギー分散型 X 線分光分析（以下 EDS と記す）によって組織中の元素の分布を解析する。一般的に原子炉圧力容器は鉄系の実用鋼であり、廃炉となった物は放射化している。そのため、試料を観察する際に磁性や放射線の影響により、TEM や EDS の分析を行うことが困難である。本技術レポートでは、磁性量や放射線の量を減らすための試料作製方法とその結果について報告する。

キーワード

原子炉圧力容器鋼・放射線量・磁性量・TEM・ARM・EDS

1. はじめに

自身が派遣されている核融合工学部門渡辺研究室では、原子炉圧力容器鋼の照射脆化機構の解明に関わる研究を行っている。照射脆化機構を解明するために、TEM を用いて、内部組織の観察を行っている。また、馬出アイソトープ実験センターに設置している原子分解能分析顕微鏡（以下 ARM と記す）も使用している。ARM は EDS により試料中の元素の分布を解析することもできる。

2016 年度に 3 種類の原子炉圧力容器鋼の試料（厚さ約 0.2mm、縦 10mm、横 10mm）が搬入され（図 1）、内部組織の観察を行うこととなった。原子炉圧力容器鋼は、中性子やガンマ線の影響により放射化しているため、取り扱いには注意が必要である。移送時は、図 2 のような鉛製の試料搬入ケースに封入して外部に放射線が漏れないようにする。

このような試料を TEM で観察するには、厚さ 0.1~0.2mm、3mmφ に加工し、ツイジェットによって中心部を薄膜化する方法がある。しかし、放射化した試料においては、そのサイズにおいても放射線量は無視できない。試料を取り扱う時に手や顔を近づけてしまうことは避けられないため、人体への影響を考慮すると、放射線量は少ない方がよい。また、放射線量が多いと EDS による解析にも悪影響がある。原子炉圧力容器鋼は鉄系の実用鋼であることから、強磁性を示すため、TEM で観察する際に試料付近で電子線が磁性により曲げられてしまう。そのため、照射軸の調整が難しく、観察が極めて困難である。放射線量や磁性量を低減させることにより、これらの問題を解決できる試料作製方法を次に示す。

2. 試料作製方法

TEM で試料の内部組織を観察する際は、試料ホルダーの仕様により、試料を 0.1~0.2mm、3mmφ のサイズにするのが一般的である。しかし、前項で述べたように、放射化した鉄系の実用鋼では、観察が難しい。試料の放射線量や磁性量を低減させるには、試料を機械研磨で薄くし、体積を小さくすることが効果的であるが、それだけでは不十分である。そのため、後述の工程を加えることによって、さらに体積を小さくすることができ、観察が可能となる。その工程の概要と模式図（図 3）を示す。まず初めに、原子炉圧力容器鋼の試料（厚さ約 0.2mm、縦 10mm、横 10mm）を 2mmφ に打ち抜く。次に厚さ 0.2mm の非磁性材（SUS316L）を用意し、3mmφ に打ち抜く。さらにその中心部を 2mmφ で打ち抜いてドーナツ型の外枠を作製する。試料の



図 1 3 種類の原子炉圧力容器鋼の試料



図 2 原子炉圧力容器鋼の試料搬入ケース

打ち抜きには、ニューメタルズ社製の打ち抜き器を使用した。そして、その外枠の中心部に 2mmφ の原子炉圧力容器鋼の試料をはめ込む。ここで注意しなければならないのは、ドーナツ型の外枠と原子炉圧力容器鋼の試料のはめ込み方である。ドーナツ型の外枠は打ち抜き時の衝撃により反りが発生する。反りの凸部を上向きにしてはめ込むことで、原子炉圧力容器鋼の試料とドーナツ型の外枠は外れにくくなる。これは反りの凸部を下向きにしてはめ込む時と比べて、それぞれが接触する箇所の面積が大きくなるためだと考えられる。また、試料の厚さが 0.15mm 未満だと接触する箇所の面積が小さくなることから試料をはめ込んでも外れてしまうため、0.2mm の厚さが必要である。はめ込むときは真鍮などの板材で試料を挟み、手で体重をかける程度の力で押す。ハンマーで叩くなどして、過度の力をかけてしまうと、試料に転位が入る恐れがある。

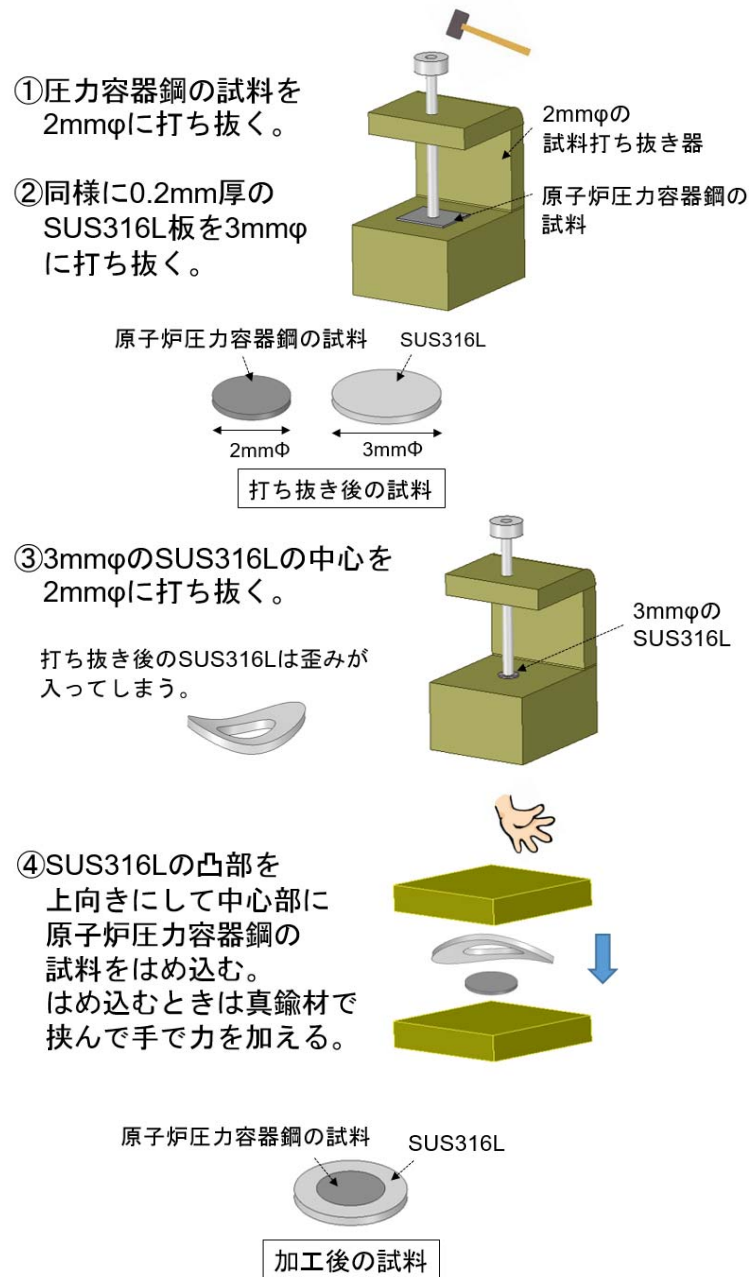


図 3 試料作製方法の模式図

このように作製することで、試料は 3mmφ のサイズを保ちつつ、原子炉圧力容器鋼の試料の体積を小さくすることができる。はめ込み後は、試料を TEM で観察するために、ツイングジェットによる薄膜化を行う。ツイングジェットで使用する装置は、Struers 社製のテヌポール-5 である。この試料のツイングジェットは、過塩素

酸 50ml とメタノール 950ml の混合液、電圧 25V、温度-40℃の条件で行った。また、洗浄はエタノールで行った。

図 4 は、ツイングジェット後の写真である。ツイングジェットによって薄膜化され、中心付近に穴が開いているのが分かる。

ここで、外枠の SUS316L は、事前に 0.2mm 厚の板材の表面をリン酸 25ml、クロム酸 200ml、精製水 40ml 混合液で化学研磨後、1050℃、30 分の熱処理を行った。また、SUS316L を外枠に用いた理由は、鉄が主成分であるため、ツイングジェット時に原子炉压力容器鋼の試料と同時に化学反応が起こるからである。仮に研磨液と反応しない材料を外枠に用いれば、試料に電流が流れず、化学反応が起こらないため、ツイングジェットを行うことができない。

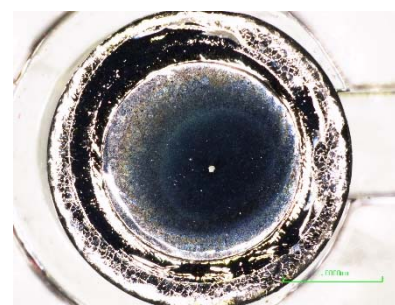


図 4 ツイングジェット後の試料

3. 放射線量の測定と TEM 観察画像

本手法で作製した 3 種類の試料（サンプル A,B,C とする）を線量計で測定し、原子炉压力容器鋼の試料が従来の 3mmφ で作製した場合と比較した（図 5）。3mmφ の試料の線量は、加工前の試料（厚さ約 0.2mm、縦 10mm、横 10mm）の線量を測定し、体積比から算出した。サンプル A,B は、元々線量が低く、バックグラウンドと同等ということもあり、0.5μS/h の減少であった。サンプル C は、サンプル A,B と比較して線量が高く、本手法により 6.6μS/h の減少が見られ、その効果を確認した。

また、TEM で撮影したサンプル A の画像を示す（図 6）。強磁性の 3mmφ の試料では、TEM の画像を取得することが困難であるが、今回作製した試料では、画像の取得に成功した。また、照射脆化機構を解明するために重要なデータとなる転位を観察することができた。さらに EDS による元素マッピングに成功し、転位近傍に銅のクラスターが形成されていることを確認した。サンプル B,C においても同様に画像の取得、EDS による元素マッピングに成功した。

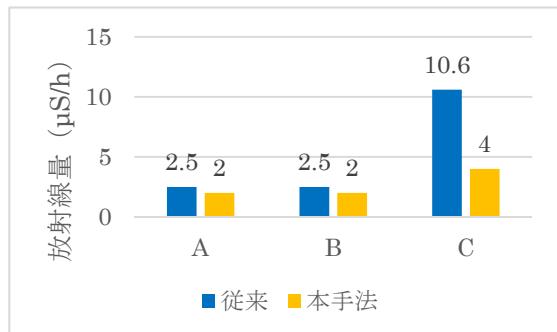


図 5 従来の手法と本手法における放射線量の比較

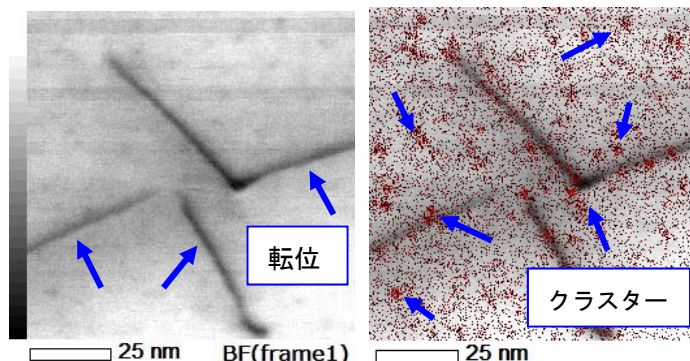


図 6 サンプル A の TEM 画像（左）と EDS による元素マッピング（右）

4. まとめ

本手法による試料作製によって、原子炉压力容器鋼試料の放射線量と磁性量を低減させ、TEM 画像の取得と EDS による元素マッピングに成功した。今回は、比較的放射線量が少ない試料を用いたが、核融合炉の試料においては、その 100~1000 倍と高い放射性を示すため、本手法がより効果的なものになると考えられる。

謝辞

今回、試料作製の機会を与えて頂いた核融合力学部門の渡邊英雄准教授と日頃からご指導頂いている荒木邦明技術職員に御礼申し上げます。