

## V合金イオン照射材の断面微細組織観察手法の開発

## Development of a microstructure observation method for ion irradiated V alloy

三浦 柊一郎<sup>1</sup>, 北村 嘉規<sup>1</sup>, 福元 謙一<sup>2</sup>, 長坂 琢也<sup>3</sup>  
 S. Miura<sup>1</sup>, Y. Kitamura<sup>1</sup>, K. Fukumoto<sup>2</sup>, T. Nagasaka<sup>3</sup>

1. 福井大, 2. 福井大原子力研, 3. 核融合科学研究所  
 1. Univ. of Fukui, 2. RINE/Univ. of Fukui, 3. NIFS

## 1. 目的・緒言

先進ブランケット材料の一つであるバナジウム合金に対してイオン照射試験が数多く行われてきたが、従来のイオン照射材電子顕微鏡 (TEM) 観察では薄膜観察であるため表面極近傍に損傷が集中するイオン照射材の TEM 観察例は少ない。近年、イオン照射材の損傷領域観察試料作製に集束イオンビーム装置 (FIB) が用いられるが FIB の Ga (ガリウム) イオン損傷により、明瞭な断面微細組織を得るに至らなかった。この課題を解決するため Ga イオン損傷による表面損傷層 (~20nm) を除去する必要があるが、ステンレス鋼や圧力容器鋼ではフラッシュ電解研磨法が用いられ、明瞭な断面微細組織観察が既に行われている。本研究ではバナジウム合金に対するフラッシュ電解研磨法を確立し、明瞭な断面微細組織観察を行うことを目的とした。

## 2. 実験

試料は核融合炉研究所から提供を受けた V-xCr-yTi (x = 4 to 12 wt.% and y = 0 to 4 wt.%) を用いた試料を 11.5mm×2.5mm×0.1mm の板材に加工し、1000°C, 2×10<sup>-4</sup>Pa の真空雰囲気中で 2 時間の焼鈍を行い、硫酸+メタノール溶液を用いて試料表面を電解研磨した。若狭湾エネルギー研究センターのタンデム加速器を用いて照射核種 He<sup>2+</sup>, 温度 500, 700°C, 加速電圧 2MeV, 平均電流値 2μA, ピーク位置での損傷量 0.54dpa の条件で照射試験を行った。

照射試料を FIB 装置 (JEOL 製 JIB4500) を用いて加工し、幅 20μm, 深さ 5μm, 試料厚さ 150nm の断面微細組織観察試料を表面から抽出作製した。用いたメッシュは Mo 製である。

FIB 加工を行った試料に対し、フラッシュ電解研磨を行い FIB による損傷を除去した。本研究ではビーカー法と呼ばれるフラッシュ電解研磨法を用いた。研磨溶液として硫酸+メタノール電解液を用いた。溶液温度を -40°C, 電圧を 10V とした。試料と電極の距離は 20mm とし、研磨時間は 0.4 秒とした。研磨後洗浄し、加速電圧 200kV で室温にて TEM 観察を行った。

## 3. 結果

図 1 に V-4Cr-3Ti 合金の He イオン照射材の断面観察結果を示す。試料表面から試料の内部に行くにつれて高密度で小さなループ上組織が粗大化していく様子が見られた。ループ上組織は {100} 面上に乗ったループであり Ti(CON) 析出物である。損傷ピーク位置であるおよそ 3μm 深さでは高密度の転位線による転位ネットワークが発生し、転位ネットワークとともに高密度の微小 He バブル (~5nm) が形成した。既に V-4Cr-, V-4Cr-0.1Ti, V-4Cr-1Ti など V-4Cr-xTi 合金の損傷組織観察について成功しており、当日はその詳細を報告する。

イオン照射材に対して超微小硬度試験による照射硬化量が測定されており、今後の研究では損傷組織と照射硬化量の相関について研究を行っていく予定である。本研究で確立したイオン照射材微細組織観察手法を用いてイオン照射を用いたバナジウム合金の材料評価が可能となった。

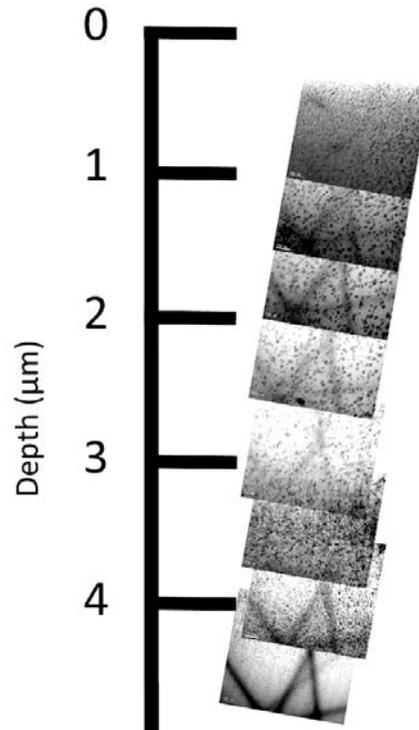


図 1 : He イオン照射した V-4Cr-3Ti 合金の断面組織観察による損傷組織の深さ方向分布