

# 高分解能質量分析計を導入した TEM によるガス放出挙動と微細組織変化の同時観察 Simultaneous observation of gas desorption behaviors and microstructure changes by the TEM equipped with a high-resolution QMS

\*澤江 伴弥, 原 一智, 杉本 有隆, 宮本 光貴

Tomoya Sawae, Kazutomo Hara, Yutaka Sugimoto and Mitsutaka Miyamoto

島根大学大学院自然科学研究科

Department of physics and material science, Shimane University

## 1. はじめに

核融合炉材料中のガス保持, 放出挙動の理解は, 燃料密度制御や炉の安全性に関わる重要な課題である. これまで, 昇温脱離法 (TDS) によるガス放出挙動の測定や, 透過型電子顕微鏡 (TEM) による昇温時の微細組織観察を相補的に行い, ガス保持特性を微細組織変化と間接的に結びつけて理解してきた. 本研究では, 新たな試みとしてイオン銃直結型 TEM に四重極形質量分析計 (QMS) を導入した装置 (TEM-QMS) を構築し, 材料中の動的なガス放出挙動を微細組織変化と直接関連付けて評価することを旨とした.

## 2. TEM-QMS の構築

イオン銃直結型 TEM への QMS の導入にあたり, 脱離ガス分析が成立する十分なガス排気速度の確保, 残留ガスに対する QMS 検出感度の向上, TEM の像質に与える影響の最小化などの克服すべき課題が挙げられた. 各課題に対し, 条件の最適化や, 適切な機器を整えるなどの試行錯誤を行い, 直径 3mm の小さな TEM 試料においても十分な放出ガス検出感度を有する TEM-QMS の構築に至った. 発表では, それぞれの課題を整理し, その克服に向けた取り組みについても紹介する.

## 3. 結果・考察

本研究で構築した TEM-QMS を用いて, 重水素とヘリウムをそれぞれ照射したベリリウム試料の観察を行なった. 図には室温で重水素照射 ( $3\text{keV-D}_2^+$ ) したベリリウムを TEM-QMS を用いて昇温した際のガス放出(a)と微細組織(b)を観察した結果を示す.

ガス放出のグラフには二つ, 低温側 (~300K) と高温側 (~550K) にピークが見られた. この結果は, これまで

TEM と TDS で別々に計測して得られたものと一致しており, TEM 内の試料からもガス放出を感度よく測定できることがわかった.

それぞれのピーク前後の微細組織を観察したところ, 低温側のピークでは微細なバブルのわずかな成長が見られたのに対し, 高温側のピークでは, 放出の前後でバブルの著しい成長が見られ最終的にバブルが消失していく様子を捉えられた.

さらに, 詳細な観察の結果, 重水素の高温側でのガス放出とバブルの消失には若干のずれがあり, 先にガス放出が起こり始め, その後バブルの消失が起こったことがわかった. 一方ヘリウムを照射した試料に対して同様の実験を行ったところバブルはより高温まで残留しガス放出と同時にバブルの消滅が起こることが観察された.

このことから, 重水素に比べてヘリウムは安定してバブル内に存在しているという事実を TEM-QMS によって直接捉えることができた.

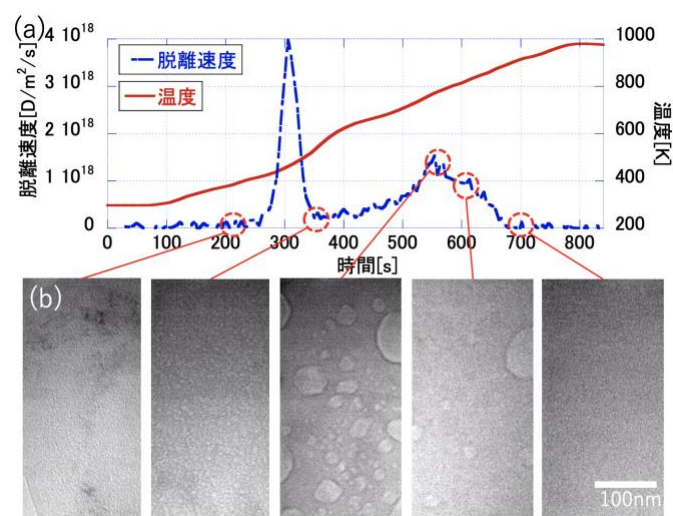


図 室温で重水素照射後Be試料を昇温した際のガス放出の時間変化(a)と微細組織変化(b)