

7P66 質量分析計を導入したイオン銃直結型透過型電子顕微鏡による プラズマ対向材料のガス放出挙動と微細組織変化の同時測定

Simultaneous measurement of gas desorption behavior and microstructural change in plasma-facing materials by using an in-situ TEM equipped with a mass spectrometer

澤江 伴弥, 杉本 有隆, 原 一智, 宮本 光貴

Tomoya Sawae, Yutaka Sugimoto, Kazutomo Hara 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

プラズマ対向材料中のガス保持, 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を行い, 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目指した.

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, ガス放出量の定量評価手法の確立, 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を構築した.

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評価を行った.

図1には室温で重水素照射 (3keV-D₂⁺) したベリリウムを TEM-QMS を用いて昇温した際の(a)ガス放出と(b)微細組織変化を観察した結果を示す.

ガス放出のグラフには 500 K 付近と 800 K 付近にピークが見られ, この結果は, 従来の TDS によりバルク試料により測定して得られた結果と一致していた. これは TEM 内の $\phi 3$ mm の小さな試料においてもガス放出を感度よく測定できることを示している.

微細組織変化の観察からは, 重水素およびヘリウム照射後の試料では, いずれもバブルの形成が見られ, ガス放出ピーク温度付近でその消失がとらえられた. さらに, 詳細な観察の結果, 図2に示すように重水素とヘリウムのバブル消失挙動には違いが見られた. 重水素は徐々にバブルの収縮が起こり消失するのに対し, ヘリウムはバブルの移動を伴い瞬間的に消失する様子がわかる. また, 重水素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, その後バブルが消失することがわかった. 一方, ヘリウム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.

これらの実験結果はTEM-QMSによりガス保持と微細組織変化を直接関連付けることで新たに得られた知見である.

本発表では, TEM-QMS 構築の際の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.

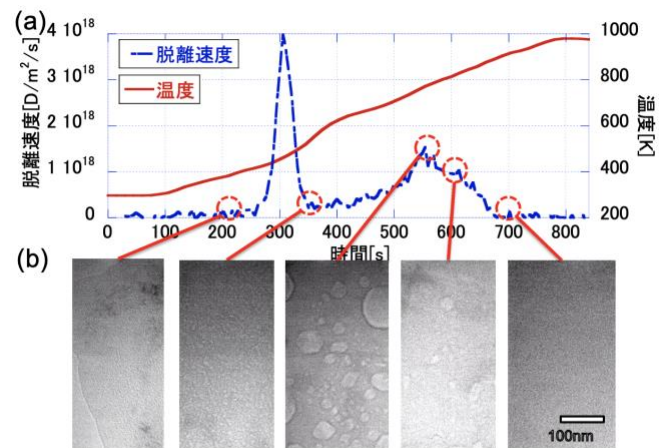


図1 室温で重水素照射後Be試料を昇温した際の
(a)ガス放出の時間変化と(b)微細組織変化

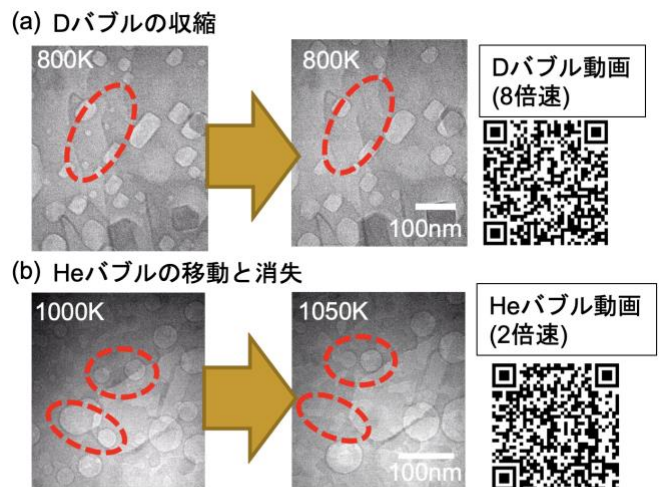


図2 イオン照射後Be試料を昇温した際の
(a)重水素バブル挙動と(b)ヘリウムバブル挙動