

イオン照射した金属組織の異常分散 X 線小角散乱法による 定量化手法の高度化

Novel qualitative evaluation method of ion-irradiated metallic structure by anomalous small-angle X-ray scattering technique

山下 真一郎¹⁾ 金野 杏彩¹⁾ 井岡 郁夫¹⁾ 大久保 成彰¹⁾
Shinichiro YAMASHITA Azusa KONNO Ikuo IOKA Nariaki Okubo

¹⁾ 日本原子力研究開発機構

(概要)

本研究では、異常分散 X 線小角散乱法（以下、A-SAXS という）を用いた原子力用金属材料の局所領域の微細組織（特に Cr の相分離に着目）の評価技術を開発し、より高精度な微細組織の定量化を試みた。また、開発した評価技術の適用範囲を見極めるために、加速器を用いてイオン照射した金属材料の微細組織の観察結果と、A-SAXS を用いて得られた微細組織に関する評価結果を照合し、A-SAXS を用いて検出可能な微細組織の種類を明らかにした。

キーワード：異常分散 X 線小角散乱法、微細組織の定量化

1. 目的

加速器を利用した原子力材料の照射実験では、照射により形成する欠陥組織が、入射粒子の加速エネルギー及び材料表面からの深さ方向の距離に応じて材料内部で不均一な分布を持つ。このため、微細組織変化や局所領域の力学特性変化は、任意の深さにおける欠陥量を共通指標に相対比較で評価するのが通例であるが、本質的には欠陥分布密度が異なる状態の、任意の局所領域を平均化した評価となる。この評価は、これまでの類似研究の多くで採用された微細組織の定量化手法であるが、局所領域の任意性に起因した誤差がつきまとい、複数視野からの微細組織情報をもとに統計学的に整理したとしても定量精度向上には限界があった。そこで今回、観たい元素の吸収端を利用することで、その元素の構造情報を強調して評価することができる「元素選択型」の小角散乱法の特徴を有する異常分散 X 線小角散乱法（以下、A-SAXS という）に着目し、局所的な組織情報を評価するためのマイクロビーム光学系と A-SAXS を組み合わせた、新たな照射欠陥組織の局所的な定量評価手法の構築に取り組むこととした。

以上を踏まえ、本研究では、A-SAXS を用いた金属材料の局所領域の微細組織の評価技術を開発し、より高精度な組織定量化手法の構築を目的に、加速器を用いたイオン照射試験、及びイオン照射材の A-SAXS 測定と透過型電子顕微鏡（TEM）観察を行うこととした。

2. 実施方法

A-SAXS 測定のためのイオン照射材を作成するため、高崎のタンデム加速器を使用して 10.5 MeV の Fe イオン照射を行った。イオン照射に供した原子力用金属材料は、予め長時間熱時効を施した MA956 (Fe-20Cr-4.5Al-0.5Ti-0.5Y₂O₃) である。各イオン照射材は、照射後 A-SAXS 測定と TEM 観察に供した。

3. 結果及び考察、今後の展開等

右図に示すように、1000 時間熱時効した MA956 に対してイオン照射を実施した試料を A-SAXS 測定したところ、照射によって MA956 内部に分散する酸化物粒子の分布状態に変化が生じている可能性が示唆された。現状の測定精度はまだ改良の余地が沢山残されているが、A-SAXS 装置の更なる改良によって大幅な測定精度の向上が期待できることから、今後も引き続き、装置改良とイオン照射材を用いた評価を継続する方向で検討を進める。

4. 引用(参照)文献等

[1] A. KONNO et al, "Novel qualitative evaluation method of microstructure in ODS ferritic steel by anomalous small-angle X-ray scattering technique" *Proceedings of IGFRM19*, La Jolla Village, CA, USA, Oct. 27-Nov. 1, (2019).

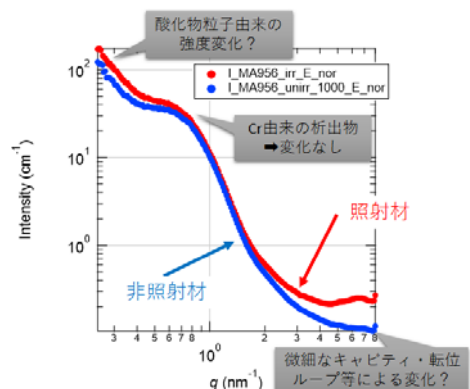


図 MA956 時効材に対するイオン照射前後の A-SAXS プロファイル
(イオン照射により酸化物粒子の分布状態に変化の兆しを確認)