ステンレス鋼における炭素イオンの 飛程の測定

浜田 省三*, 沢井 友次*, 白石 健介*

(1984年 4月19日 受理)

Measurement of Mean Projected Range for Carbon Ion Irradiated into Stainless Steel

By Shozo HAMADA,
Tomotsugu SAWAI and Kensuke SHIRAISHI

KEYWORDS: stainless steel-316, carbon ions, mean projected range, etching, damage distribution, electron-microscope observation, cross sections, E-DEP-1 code, dislocation loops, irradiation, radiation damages

イオン照射した金属材料内に生じる損傷の分布は一樣でなく、入射イオンの平均飛程近傍で最大となる。高速増殖炉や核融合炉に用いられる材料の中性子照射損傷を模擬する高エネルギーの重イオン照射実験で照射欠陥を電子顕微鏡で観察する場合、この損傷の大きい領域の試料表面からの距離を精度よく評価することが要求される。しかし、高エネルギーイオン照射によって金属中に生じる照射欠陥の深さ分布に関する理論的な計算結果について、実験による検証はほとんどなされていない。したがって、高エネルギーのイオンを照射した金属中に生じる照射欠陥の分布に関する実験結果の解析を行うには、実験的に入射イオンの金属中の平均飛程を精度よく求めておく必要がある。

深井ら⁽¹⁾⁽²⁾は、高エネルギーのHeイオンのステンレス鋼中の平均飛程は、照射試料の入射ビームに平行な断面を化学エッチングすることによって比較的簡単に精度よく測定できることを報告している。不活性ガス原子であるHeを室温でステンレス鋼に照射した場合、入射Heのほとんどが入射イオンの停止位置にとどまっていた、照射後の熱処理によってその位置に転位ループや気泡が電子顕微鏡で観察されるようになる⁽³⁾⁽⁴⁾。この試料を化学エッチングすると、照射欠陥の存在する領域が試料表面の腐食線として観察される。この化学エッチングを利用して入射イオンの平均飛程を測定する方法は、不活性ガスイオンばかりではなく、一般の高エネルギー重イオン照射の場合にも適用

できることを確かめるために、Cイオンをステンレス鋼に照射して、その平均飛程を化学エッチング法によって測定し、計算で求めた値と比較・検討した。

照射試料には標準の316ステンレス鋼(C: 0.058%)を用いた。直径10mm、厚さ0.2mmの平板試料の表面をエメリーおよびアルミナ粉末(0.3 μ m)で研磨した後、真空中で1,323 K、30min間の溶体化処理後に水冷した。表面を電解研磨した試料を原研のタンデム加速器を用い

て、40 MeVのC⁴⁺を2.4 mA/m²のビーム電流で1.5 $\times 10^{20}$ ions/m²まで照射した。この照射は後述の高エネルギー側に拡張した計算コードE-DEP-1によれば、7.0 $\times 10^{-5}$ dpa/sの最大損傷速度、2.7 dpaの最大損傷量に対応する。試料はMo製のキャップで上から抑えつけているだけで強制冷却していない。ビーム電流-試料温度の校正曲線から求めたビーム加熱による試料温度は573~673 Kである。

照射した試料は低速回転ダイヤモンドソーで約3 mm幅に分割し、厚さが3 mmになるまでNiメッキを施した。さらに、ダイヤモンドソーを使って入射面に垂直に0.2 mm厚の薄片を切り出し、その断面を機械研磨して塩化第一銅を飽和させた王水で化学エッチングした。この薄片を電解研磨してJEM-200A電子顕微鏡で観察した。また、損傷および入射イオン分布の計算には、入射イオンの阻止能にZieglerの値⁽⁵⁾を用い、高エネルギー領域まで拡張したE-DEP-1コードを用いた。入射イオンに平行な試料横断面の光学顕微鏡組織および計算による損傷と入射イオンの深さ分布を、それぞれPhoto. 1およびFig. 1に示す。Photo. 1では、入射面に平行な2本の黒い線が入射面から18~19 μ mの距離に観察される。この平行線の中心線の入射面から測った距離18.5 μ mは、計算による40 MeV CイオンのFe中における平均飛程18.7 μ mとよく対応している。なお、この方法で求めるCイオンの入射面からの腐食線までの距離の誤差は、主として試料とNiメッキ層との界面が化学腐食によって広く見えることによるもので、1 μ m以下である(Photo. 1)。

Photo. 1で観察される2本の平行線を含む領域の透

* 日本原子力研究所(Japan At. Energy Res. Inst.)

過電子顕微鏡組織をFig. 2のaに示す。この図では、照射欠陥の集合体が入射面から18.5 μm の位置をほぼ中心線として0.7 μm の幅の領域で観られる。この照射欠陥集合体の大きさは、観察位置による変化は少なくとも30nm程度である。この照射欠陥集合体は、22 MeVのCイオンを316ステンレス鋼に673~873Kで照射し

Photo. 1 Microstructure on transection of Type 316 stainless steel irradiated with 40 MeV C ions to 1.5×10^{22} ions/ m^2 at ambient temperature

Fig. 1 Depth dependence of displacement damage and injected ion distribution for 40 MeV C ions injected into amorphous iron

た Williams の場合⁽⁶⁾⁽⁷⁾と同様、格子間原子の集合した転位ループであると考えられる。Fig. 2のaに観られる転位ループの大きさの場所による変化は少ないので、ループの数密度の深さ分布は照射によって生成する格子間原子の分布を近似していると考えてよい。実際、Fig. 2のbに示すように、転位ループの数密度の深さ分布と計算で求めた損傷曲線とは定性的にはよく一致している。なお、光学顕微鏡で観察された2本の平行な腐食線を含む領域を走査電子顕微鏡のTOPO像(凹凸像)で観察すると、この2本の腐食線にはさまれた領域は周囲に比べて凹んでいることがわかった。

Fig. 2

以上の実験結果から、光学顕微鏡組織の2本の平行線とFig. 2のaの転位ループが高密度で観察される領域とは対応しており、転位密度の高い領域が化学エッチングによって選択的に腐食され、凹んだ状態となると考えられる。

Heイオン照射の場合は、注入イオンが電子顕微鏡組織の発達に直接関係しており、腐食線は試料中にHeがある程度以上の濃度で存在する領域を示している⁽¹⁾⁽²⁾。すなわち、Heイオン照射した試料で観察される2本の腐食線の中心線は入射Heの平均飛程に対応する。これに対して、Cイオン照射の場合、照射後の

炭素濃度はピーク位置で0.08%で、照射前の炭素量0.058%に比べてそれほど大きくない。また、炭化物が容易に形成されるほど照射温度も高くないので、電子顕微鏡で観察される転位ループの分布は直接試料に入射したCイオンの分布を示すものであるとは考えられない。さらに、電子顕微鏡で観察される転位ループの数密度の試料表面からの深さに対応する変化が、計算で求めた損傷曲線とよく対応している (Fig. 2 b)。

これらのことから、この実験で観察された腐食線はCイオンによって格子位置からはじき出された原子(dpa)の分布に直接関係していると考えられる。はじき出し損傷速度の大きな領域は、他の領域に比べて、照射欠陥集合体が形成され易い上に照射量も多くなるので、この領域に限って照射欠陥集合体が電子顕微鏡で観察されるようになる。本実験の条件では、はじき出し損傷率が $\sim 5 \times 10^{-6}$ dpa/s より大きい領域で照射量が0.1 dpa程度になると転位ループが電子顕微鏡で観察されることを示している (Fig. 1 および 2)。この場合、腐食線の入射面からの距離は、厳密には平均飛程には対応しないが、平均飛程と損傷のピーク位置との差は計算によって補正することができる。さらに、本実験の条件では、Fig. 1 に示したように、Cイ

オンの平均飛程は18.7 μm であるのに対して、Cイオンによる損傷曲線のピーク位置は試料表面から18.6 μm の距離にある。したがって、本実験で観察された腐食線の中心線は、Cイオンの平均飛程をよく近似しているといえる。

以上により、Cイオン照射したステンレス鋼の横断面の腐食線を観察することによって、Heイオン照射の場合と同様にCイオンのステンレス鋼中の平均飛程を精度よく求められることがわかった。また、この方法によって測定した40 MeVのCイオンのステンレス鋼中の平均飛程は18.5 μm で、Zieglerの阻止能を用いた計算で求めた平均飛程18.7 μm とよい一致を示すことが確認された。

— 参 考 文 献 —

- (1) 深井勝磨, 白石健介: 原子力誌, 25[2], 123 (1983).
- (2) SHIRAISHI, K., FUKAI, K.: *J. Nucl. Mater.*, **117**, 134 (1983).
- (3) MAZEY, D.J., FRANCIS, S.: *AERE-R 7934*, 257 (1975).
- (4) SHIRAISHI, K., FUKAYA, K., FUKAI, K.: *J. Nucl. Mater.*, **119**, 268 (1983).
- (5) ZIEGLER, J.F.: "Handbook of Stopping Cross-Sections for Energetic Ions in all Elements", (1980), Pergamon Press, N.Y.
- (6) WILLIAMS, T.M.: *J. Nucl. Mater.*, **79**, 28 (1979).
- (7) *idem: ibid.*, **88**, 217 (1980).

○日本金属学会セミナー・拡散の基礎と応用○

協 賛 本会, ほか21学協会

会 期 昭和59年11月21日(水), 22日(木)

会 場 東京大学医学部附属好仁会301号会議室
(東京都文京区本郷 東大医学部脇. 03-815-5411)

○プログラム○

第1日(11月21日) 9:40~17:20
開会挨拶 セミナー委員長 (東大工) 堂山 昌男
拡散入門(I), 理論の解説 (東北大工) 平野 賢一
同上(II), 実験方法の解説 (東北大工) 飯島 嘉明
金属中の拡散 (九工大) 大西 正巳
酸化物, 超イオン電導体などの拡散 (東工大) 後藤 和弘
第2日(11月22日) 9:20~17:20
半導体中の拡散 (九州芸工大) 吉田 正幸
エレクトロマイグレーションと
サーモマイグレーション (東北大金研) 小岩 昌宏
マイクロエレクトロニクスにおける
反応と拡散の諸問題 (日立中研) 岩田 誠一
クリープと拡散 (東北大工) 及川 洪
核融合炉材料における拡散の諸問題 (東北大金研) 諸住正太郎
(各講義時間には質疑応答時間10分を含む)
聴 講 料 (テキスト代を含む)
会 員 (協賛学協会員を含む) 18,000円, 非会員 30,000円
学生会員 6,000円, 学生非会員 14,000円

定 員 150名

申込要領 所定申込書に記入の上、聴講料を添え(現金書留、
為替、振替 仙台1-5592のいずれでもよい)お申込み下さい。

申 込 先 (〒980) 仙台市荒巻字青葉
日本金属学会 (0222-23-3685)

○第25回真空に関する連合講演会○

主 催 日本真空協会, 協 賛 本会, ほか19学協会

会 期 昭和59年10月29日(月)~31日(水)

会 場 大阪科学技術センター(大阪市西区御本町1-8-4)

一般講演分野 (1)真空(真空の物理, 排気, 真空計測, 質量分析),
(2)表面(表面物理, 表面化学, 表面分析), (3)薄膜(薄膜作
成, 薄膜の物性と応用(半導体関連を除く)), (4)粒子線,
プラズマ(作成, 計測, 応用), (5)半導体プロセス(エッチ
ング, MBE, MOCVD), (6)真空冶金(金属処理, 窒化, 炭
化), (7)真空化学(蒸留, 乾燥, 生体関連物質), (8)上記以
外の真空関連技術および応用

講演時間 1件10分あるいは15分

申込締切 8月10日, 予稿締切 9月20日(木) 必着

参 加 費 2,000円(予稿集とも)

懇 親 会 10月30日(火)夜, 同センター内小ホールにて開催

問合せ・申込先 (〒550) 大阪市西区江之子島2-1-53

大阪府立工業技術研究所内

日本真空協会関西支部(06-443-1121)