

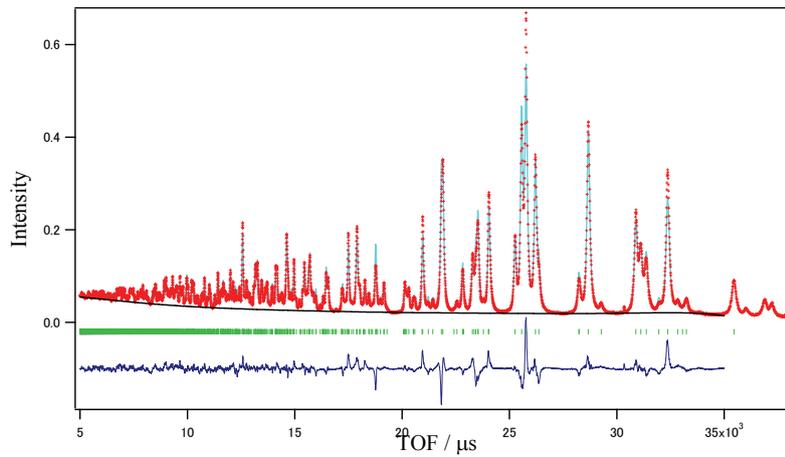
 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2010年2月12日
課題番号 Project No. 2008G0033 実験課題名 Title of experiment Zr合金酸化膜中の水素の構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 栄藤 良則 所属 Affiliation 日本核燃料開発株式会社	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 様 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL-20 実施日 Date of Experiment 2009年11月10日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

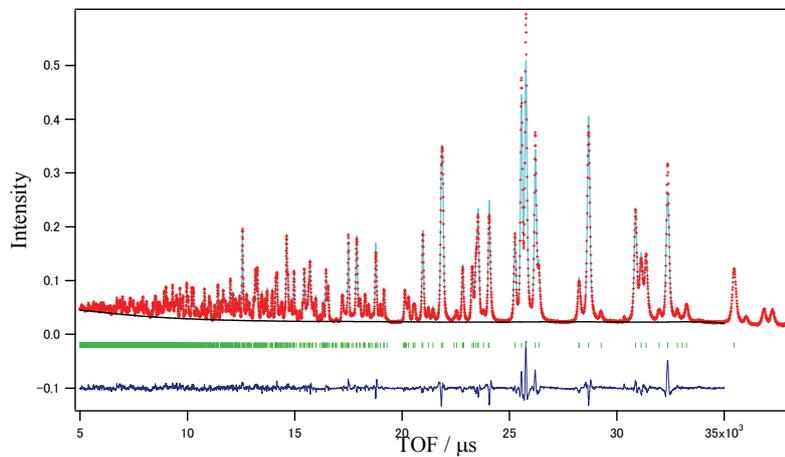
1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. 1. Zr <sub>2</sub> ZrO <sub>2</sub> 粉末 (純 Zr を 530°C 重水蒸気中で酸化させたもの) 2. STD-ZrO <sub>2</sub> 粉末 (試薬) 3. Zry-2-ZrO <sub>2</sub> 粉末 (ジルコニウム合金を 530°C 重水蒸気中で酸化させたもの)
--

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons. ・実験方法 BL-20(iMATERIA)において、上記3種類のZrO <sub>2</sub> 粉末試料の中性子回折試験を行った。試料は6mmφのバナジウム製容器に封入して試験に供した。試験時間はそれぞれ124分、86分、48分であった。 ・結果 図1(1)~(3)に、各ZrO <sub>2</sub> 粉末の中性子回折データについてZ-Rietveldにより解析した結果を示す。本試験では、従来に比べて非常に早く、十分な強度の回折データを取得することができた。解析では、単斜晶ZrO <sub>2</sub> (m-ZrO <sub>2</sub> )、正方晶ZrO <sub>2</sub> (t-ZrO <sub>2</sub> )、Zr、ZrD <sub>2</sub> 、ZrD <sub>1.66</sub> の5相について解析を実施したが、いずれの場合もm-ZrO <sub>2</sub> 単相で解析した場合に試験結果と計算結果が良く一致したことから、試料の純度は高かったと考えられた。また、ジルコニウム合金から作製したZrO <sub>2</sub> 粉末は、回折強度が弱く、ピークがブロードになっていることから、結晶子径が他の試料よりも小さいと考えられた。これまでの解析では重水素由来のピークは検出されていないことから、重水素がZrO <sub>2</sub> 格子中の周期的な位置に存在している可能性は低いと考えられた。ただし、スペクトルを詳細に調べると、図2(1)および(2)に示すようにTOF値で30×10 <sup>3</sup> 、34×10 <sup>3</sup> μs近傍に微弱なピークが検出されており、これらは今回着目した5相やバナジウム以外に由来するものであることから、この微弱なピークについて詳細に評価することができれば新しい知見が得られる可能性が考えられた。
--

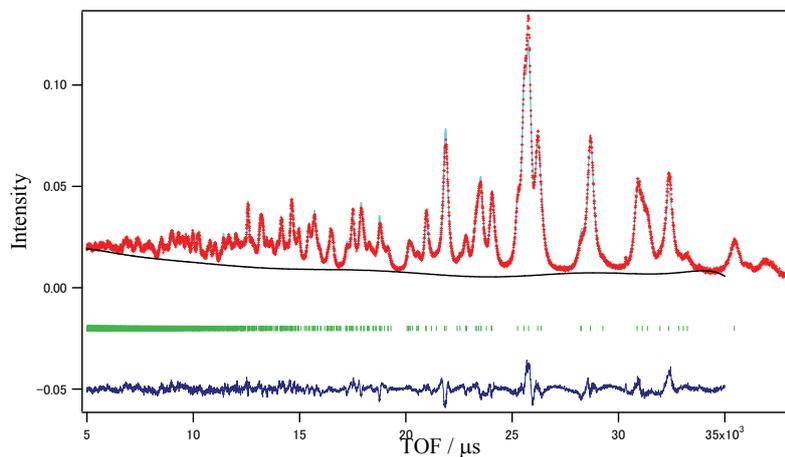
## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)



(1) Zr-ZrO<sub>2</sub> 粉末



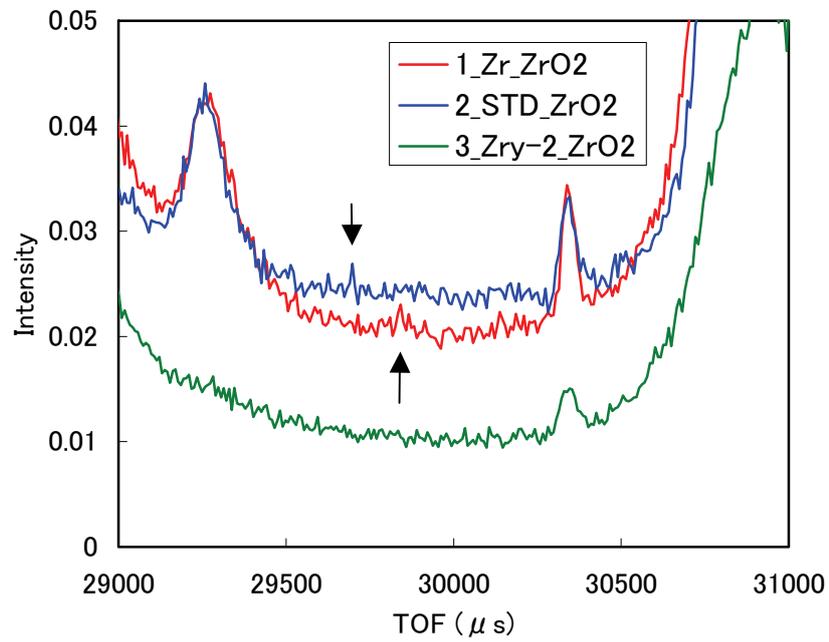
(2) STD-ZrO<sub>2</sub> 粉末



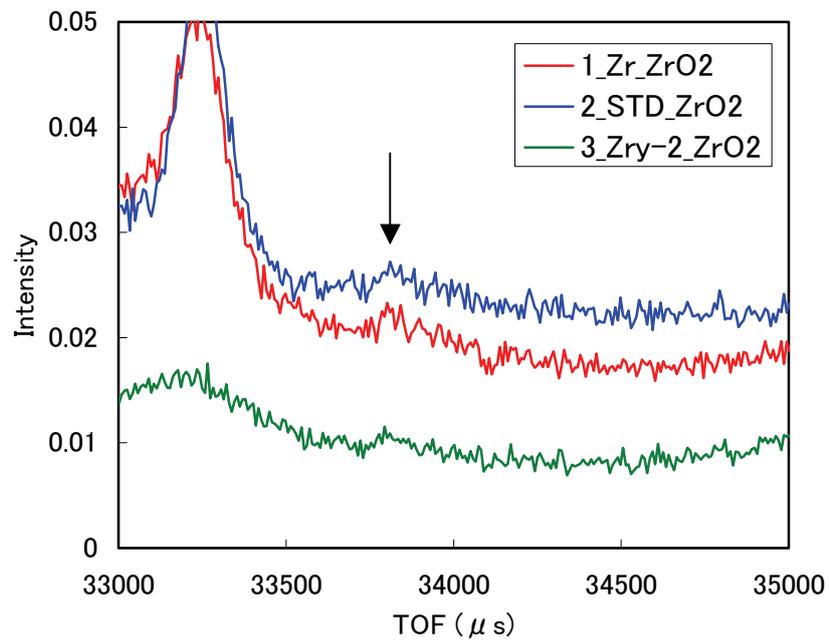
(3) Zry-2-ZrO<sub>2</sub> 粉末

図1 各種 ZrO<sub>2</sub> 粉末の中性子回折データについての Z-Rietveld による解析結果

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)



(1)  $\text{TOF} = 30 \times 10^3 \mu\text{s}$  近傍



(2)  $\text{TOF} = 34 \times 10^3 \mu\text{s}$  近傍

図2 各種 ZrO<sub>2</sub> 粉末の中性子回折データにおける微弱なピーク