

透過型電子顕微鏡による ガラス変質層の観察・分析

仕様書

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構

核燃料サイクル工学研究所

BE 資源・処分システム開発部

核種移行研究グループ

1. 件名

透過型電子顕微鏡によるガラス変質層の観察・分析

2. 目的及び概要

日本原子力研究開発機構（以下、機構）は、原子力発電環境整備機構との共同研究「ニアフィールドシステムの長期挙動評価及び核種移行挙動評価（2025年度～2027年度）」の一環として、「ガラス固化体の長期溶解挙動に係る長期試験データの取得に関する検討」を実施している。本件は、ガラス固化体の長期変質挙動に関する基礎データの取得を目的に、透過型電子顕微鏡によるガラス変質層の観察・分析を行うものである。

3. 作業実施場所

受注者側実施施設

4. 納期

令和9年1月29日

5. 作業範囲

- (1) 分析用切片試料の作製
- (2) TEM 画像の撮影
- (3) EDX 分析
- (4) 電子回折分析
- (5) 報告書の作成

6. 作業内容及び方法

(1) 分析用切片試料の作製

機構が支給する樹脂包埋ガラス試料6個から、冷却集束イオンビーム（Cryo-FIB）加工により、透過型電子顕微鏡分析用切片試料計9片を作製する。切片試料は、ガラス表面に直交する断面で、観察領域が $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ 程度となるように切り出すものとする。なお、1片の切片試料として図1の析出層からガラス母層が含まれる範囲で切り出すことを基本としつつも、変質層が厚く、1片の切片試料として切り出し可能な範囲を超える場合は、析出層を含む範囲と析出層以外のガラス母層までを含む範囲とを区別して切片試料を作製する。ここで、切片試料のうち、ガラス表面の析出層を含むものをAタイプ、それ以外のものをBタイプとする。Aタイプは6片、Bタイプは3片作製する。Aタイプ、Bタイプの試料選定については機構と協議の上、決定すること。切片試料の作製に当たって観察に必要な研磨等は受注者において実施し、Cryo-FIB加工領域については機構と協議の上、決定すること。研磨作業においては、ガラス変質等を避けるためラッピングオイル等を用いて研磨し、水を使用しないこと。Cryo-FIB加工時に観察箇所近傍にGaの堆積等が生じないように、空隙に樹脂を充填するなどの必要な処理を行う。また、Cryo-FIB加工においては、加工条件の最適化や保護膜形成により、切片試料

の変形や亀裂の発生を極力防止すること。

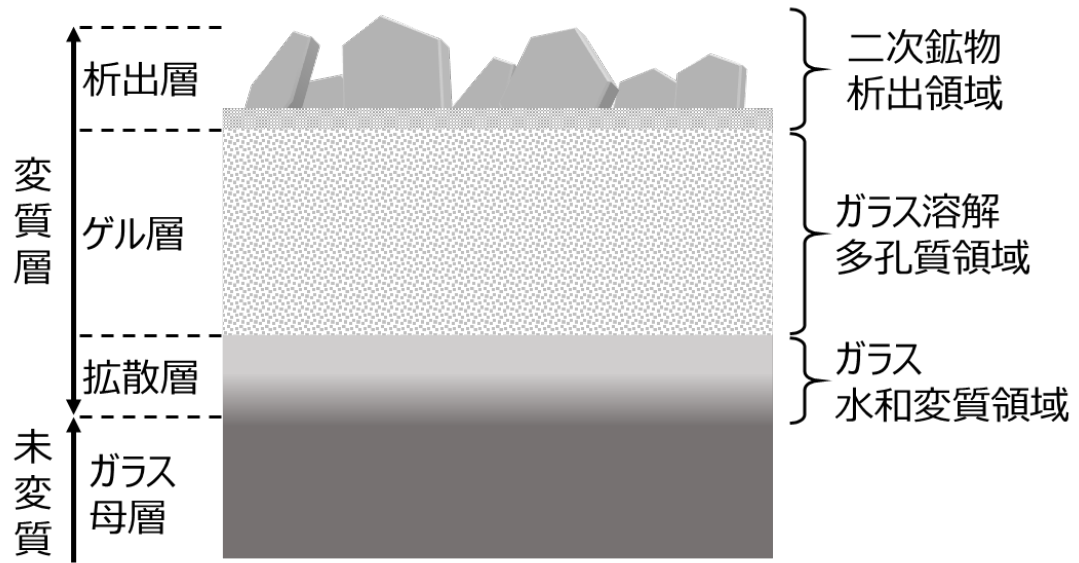


図 1. ガラス変質層の概略図

(2) TEM 画像の撮影

切片試料 A タイプと B タイプは、析出層の有無の違いがあるため、それぞれの分析項目・点数は下表に示すものとする。TEM 像の倍率の範囲は下表の倍率を目安とする。5 万倍以上の撮像箇所は低倍の TEM 像等をもとに機構が指定するものとする。

倍率	A タイプ	B タイプ
1~2 万倍	1 枚程度	1 枚程度
5~10 万倍	3 層×2 視野=6 枚程度	2 層×2 視野=4 枚程度
30~50 万倍	3 層×2 視野=6 枚程度	2 層×2 視野=4 枚程度
100 万倍以上	3 層×2 視野=6 枚程度	2 層×1 視野=2 枚程度
任意高倍率（ゲル層の多孔質状態が判別可能な TEM 像, defocus 像）	3 層×3 視野=9 枚程度	2 層×3 視野=6 枚程度

(3) EDX 分析

切片試料 A タイプと B タイプについて、それぞれ下表の条件でエネルギー分散型 X 線分光法（EDX）によるマッピング分析、定性分析及び定量分析を行う。分析箇所は低倍の TEM 像等をもとに機構が指定するものとする。分析対象元素は、C, O, Na, Mg, Al, Si, Cl, Ca, Fe, Zn, Zr, Mo, Te, Cs, Ce, Nd の 16 元素とする。

	A タイプ	B タイプ
定性分析及び定量分析	3 層×3 視野＝9 点程度	2 層×3 視野＝6 点程度
低倍元素マッピング (各層が全て入る倍率)	1 視野	1 視野
高倍元素マッピング (各層内の偏在元素の有無が判る倍率, 倍率は、機構と協議の上決定すること)	3 層×3 視野＝9 枚程度	2 層×2 視野＝4 枚程度

※EDX マッピングでは微量元素の濃度変化を確認できる積算信号量を取得すること

※EDX のデータ (マッピングを含む) については、元素ごとに CSV 形式でも提出すること。

※EDX 分析時の電子線等による変質が(2)の defocus 像や(4)の電子回折分析に影響しないよう、必要に応じてクライオホルダを使用するとともに、作業順序の検討を行うこと。

(4) 電子回折分析

切片試料 A タイプについて、変質層に含まれる結晶性の構成鉱物に関するデータを得るため、微小部電子回折分析を行う。分析箇所 (各試料 9 点程度) は低倍の TEM 像等をもとに機構が指定するものとする。微小部電子回折分析により回折パターンが得られたものを対象に鉱物の同定、結晶構造の解析を行うものとする。

※回折パターンを得る際は、すべての回折点の強度が可能な限り対称となるように結晶の方位を調整すること。

※また、結晶性の弱い箇所においては微小部電子回折の他に制限視野回折の取得も行い、得られたリングパターンを対象に鉱物の同定、結晶構造の解析を行うこと。

(5) 報告書の作成

上記(1)から(4)を取りまとめた報告書を作成する。報告書の提出部数・提出期限等は「8. 提出書類」に示す通りとする。更に、報告書の本文及び結果の根拠となる電子データ (TEM 像、分析データ等) を DVD-R 等のメディアにより提出することとする。なお、報告書の内容については提出前に機構と協議すること。

7. 支給物品及び貸与物品

支給物品：分析用ガラスを樹脂に包埋した試料 6 個

(10×10×1 mm 大のガラス試験片をエポキシ樹脂に包埋後、切断して
10×10 mm 面に直交するガラス切断面が見えている状態の試料)

貸与物品：なし

※支給物品については Cryo-FIB 切片試料を作製した後、機構に返却すること。返却する時期に関しては、機構と協議すること。

8. 提出書類

(1) 委任又は下請負届（機構指定様式）	作業開始 2 週間前まで	1 部
(2) 報告書	令和 9 年 1 月 29 日	1 部
(3) 電子データファイル	令和 9 年 1 月 29 日	1 部

（提出場所）

核燃料サイクル工学研究所 BE 資源・処分システム開発部 核種移行研究グループ
地層処分基盤研究施設

9. 検収条件

検収箇所における「8. 提出書類」に示す図書等の員数及び仕様に関する検査の合格をもって検収とする。

10. 特記事項

- (1) 本契約で使用する設備及び備品（リース物件を含む）については、すべて受注者側で用意する。
- (2) 納入物件の所有権及び著作権、その他この物件の使用、収益、処分（複製・翻訳・翻案・変更・譲渡・貸与及び二次的著作物の利用を含む）及び関連する技術情報に関わるものの権利は機構に帰属するものとする。但し、本契約遂行のために使用するもののうち、本契約締結以前から受注者が所有するものについては、その著作権は受注者に帰属するものとする。
- (3) 本件で知り得た情報等を機構に許可なく使用、公開すること及び第三者に伝達することを禁止する。
- (4) 本仕様書に記載の事項について、疑義が生じた場合は、機構と協議の上、その決定に従う。

11. 検査員

一般検査

管財担当課長

技術検査

核燃料サイクル工学研究所 BE 資源・処分システム開発部
核種移行研究グループリーダー

12. 産業財産権等

産業財産権等の取扱いについては、別紙-1「産業財産権特約条項」に定められたとおりとする。

13. グリーン購入法の推進

- (1) 本契約において、グリーン購入法（国等による環境物品等の調達の推進等に関する法律）に適合する環境物品（事務用品、OA 機器等）が発生する場合は、これを採用するものとする。
- (2) 本仕様書に定める提出図書（納入印刷物）については、グリーン購入法の基本方針に定める「紙類」の基準を満たしたものであること。

以上

産業財産権特約条項

(乙が単独で行った発明等の産業財産権の帰属)

第1条 乙は、本契約に関して、乙が単独でなした発明又は考案(以下「発明等」という。)に対する特許権、実用新案権又は意匠権(以下「特許権等」という。)を取得する場合は、単独で出願できるものとする。ただし、出願するときはあらかじめ出願に際して提出すべき書類の写しを添えて甲に通知するものとする。

(乙が単独で行った発明等の特許権等の譲渡等)

第2条 乙は、乙が前条の特許権等を甲以外の第三者に譲渡又は実施許諾する場合には、本特約条項の各条項の規定の適用に支障を与えないよう当該第三者と約定しなければならない。

(乙が単独で行った発明等の特許権等の実施許諾)

第3条 甲は、第1条の発明等に対する特許権等を無償で自ら試験又は研究のために実施することができる。甲が甲のために乙以外の第三者に製作させ、又は業務を代行する第三者に再実施権を許諾する場合は、乙の承諾を得た上で許諾するものとし、その実施条件等は甲、乙協議の上決定する。

(甲及び乙が共同で行った発明等の特許権等の帰属及び管理)

第4条 甲及び乙は、本契約に関して共同でなした発明等に対する特許権等を取得する場合は、共同出願契約を締結し、共同で出願するものとし、出願のための費用は、甲、乙の持分に比例して負担するものとする。

(甲及び乙が共同で行った発明等の特許権等の実施)

第5条 甲は、共同で行った発明等を試験又は研究以外の目的に実施しないものとする。ただし、甲は甲のために乙以外の第三者に製作させ、又は業務を代行する第三者に実施許諾する場合は、無償にて当該第三者に実施許諾することができるものとする。

2 乙が前項の発明等について自ら商業的实施をするときは、甲が自ら商業的实施をしないことにかんがみ、乙の商業的实施の計画を勘案し、事前に実施料等について甲、乙協議の上、別途実施契約を締結するものとする。

(秘密の保持)

第6条 甲及び乙は、第1条及び第4条の発明等の内容を出願により内容が公開される日まで他に漏洩してはならない。ただし、あらかじめ書面により出願を行った者の了解を得た場合はこの限りではない。

（委任・下請負）

第7条 乙は、本契約の全部又は一部を第三者に委任し、又は請け負わせた場合においては、その第三者に対して、本特約条項の各条項の規定を準用するものとし、乙はこのために必要な措置を講じなければならない。

2 乙は、前項の当該第三者が本特約条項に定める事項に違反した場合には、甲に対し全ての責任を負うものとする。

（協議）

第8条 第1条及び第4条の場合において、単独若しくは共同の区別又は共同の範囲等について疑義が生じたときは、甲、乙協議して定めるものとする。

（有効期間）

第9条 本特約条項の有効期限は、本契約締結の日から当該特許権等の消滅する日までとする。