アトムプローブによる原子炉圧力容器監視試験片のミクロ分析

Atom probe tomography for surveillance specimens in the PWR and BWR pressure vessel steels

*山村一貴¹,福元謙一²,鬼塚貴志²

1福井大学大学院 2福井大学附属国際原子力工学研究所

本研究では、実機軽水炉で中性子照射された二種類の監視試験片についてアトムプローブ(APT)分析を行い、ミクロ組織分析を実施した。二種類の監視試験片でCu,Ni,Si,Mn,Pが集中したCuリッチクラスタが 観察され、Cuリッチクラスタの大きさと数密度が過去に報告されている文献データの傾向と一致している ことが確認された。

キーワード:アトムプローブ分析,照射脆化,監視試験片,Cu リッチクラスタ

1. 緒言

軽水型発電炉の原子炉圧力容器鋼の照射脆化は高経年化を考えるうえで、重要な項目の一つである。現 在考えられている照射脆化のメカニズムは、原子炉容器に使用されている A533B の低合金鋼の場合、ナノ メートル(nm)スケールの極めて微細な材料変化、例えば Cu リッチクラスタの形成や、Mn, Ni, Si が集中 したクラスタの形成、マトリックス損傷、P などの不純物の粒界への偏析によるものだと考えられている。 このため、実機の監視試験片のミクロ組織分析は照射脆化の進展の把握にとって非常に有用であり、予測 式が想定する脆化機構の連続性を確認するためにも高照射量領域までの実機材データの蓄積が重要になる。 そこで、今回は APT を用いて原子炉圧力容器監視試験片のミクロ組織分析を実施した。なお、本実習は資 源エネルギー庁の人財育成事業の一部として実施した。

2. 実験方法

分析を実施した材料は、関西電力美浜2号機と日本原子力発電敦賀1号機の原子炉容器監視試験片の一部である。中性子照射量はそれぞれ4.4×10¹⁹ n/cm²^[1]と9.4×10¹⁷ n/cm²^[2]である。 APT 測定には日本原子力研究開発機構の原子炉廃止措置研究センターの管理区域内に開設された高経年分析室に設置されている CAMECA 社製の LEAP3000XHR を用いた。測定は電圧パルスモードで行い、試料温度は50K (-223℃)とした。APT 測定用の針状の試料は、集束イオンビーム(focused ion beam, FIB)加工装置(HITACHI 製 nano-DUE'T NB5000)を用いて作製した。クラスタの解析には電力中央研究所が溶質原子クラスタの解析 に採用している再帰的検索手法^[3]を用いてクラスタ解析を行った。クラスタ解析では、コア原子の抽出に 用いるしきい距離には0.5nmを用い、コア原子が20個以上のものだけをクラスタとして取り扱った。周辺 原子の抽出に用いるしきい距離には0.5nmを用い、周辺原子の一部を取り除くしきい距離には0.5nm、最 低のコア原子数には3個を用いた。

3. 結果

図に原子マップの一例を示した。すべての試料で、Cu, Ni, Si, Mn, P が集中したクラスタ、いわゆる Cu

リッチクラスタの形成を確認した。また、Pが直線上に偏析してい る部分が見られ、その部分に Cu リッチクラスタも集中しているこ とを確認し、Cu リッチクラスタの大きさと数密度が過去に報告さ れている文献データの傾向と一致していることが確認された。

参考文献

[1] 原子力安全基盤機構 関西電力株式会社美浜発電所2号炉」2012年7月

[2] 原子力安全基盤機構 日本原子力発電株式会社敦賀発電所1号炉 2009年8月 [3] 電力中央研究所 研究報告:Q06019

*Kazuki Yamamura¹, Kenichi Fukumoto², Takashi Onitsuka²

¹Fukui Univ, ²Research Institute of Nuclear Engineering, University of Fukui



図 美浜2号の監視試験片の原子マップ

(40 x 40 x 170nm)