

EDS トモグラフィを用いたフェライト相中の溶質原子クラスタ評価方法の検討

Consideration of an evaluation method of solution atom cluster in ferrite phase by EDS tomography.

*瀬戸 仁史¹, 橋内 裕寿¹, 山岡 鉄史², 豊田 哲也³

¹ 日本核燃料開発(株), ²(株)東芝, ³日立 GE ニュークリア・エナジー(株)

原子炉圧力容器鋼の照射脆化の要因とされる溶質原子クラスタの評価には3次元アトムプローブが用いられているが、より広範囲を分析可能な手法としてEDS トモグラフィに着目し、その適用性を検討した。

キーワード: 原子炉圧力容器、2相ステンレス鋼、照射脆化、溶質原子クラスタ、アトムプローブ、TEM、EDS トモグラフィ

1. 緒言

中性子照射を受けた原子炉圧力容器鋼において、微小な溶質原子クラスタの形成が照射脆化の主要因となることが知られている。これらのクラスタの評価には、3次元アトムプローブ(3DAP)が用いられているが、3DAPは1回の分析領域が比較的狭いことから、クラスタの形成状況によっては膨大な数の分析を行う必要が生じる可能性がある。また、試料を電界蒸発させ消費しながら分析するため、再分析が実施できない。一方、近年開発が進められてきたEDS トモグラフィは、3DAPと比較すると分解能は若干劣るものの、試料を消費することなく、かつ比較的広い範囲を分析可能である。

本研究では、溶質原子クラスタの評価におけるEDS トモグラフィの適用性を検討するため、3DAPとの比較試験を行った。

2. 試験方法および試験結果

中性子照射を受けた圧力容器鋼と同様にクラスタ形成を示すことが知られている2相ステンレス鋼熱時効材(材料:ASTM CF-8相当、時効熱処理:400°C×3000h)を供試材とした。供試材から、集束イオンビーム(FIB)試料加工装置によってフェライト相を含むようにEDS トモグラフィおよび3DAP分析用試料を採取・加工し、それぞれ分析を行った。EDS トモグラフィ分析には、日本電子製のTEM(JEM-2800)を用いた。3DAP分析には、CAMECA社製の3DAP(LEAP 3000X HR)を用いた。図1に溶質原子クラスタの評価結果を示す。EDS トモグラフィの分析体積は、3DAPの分析体積に比べて十分大きくなるよう設定した。EDS トモグラフィによって求めた数密度は3DAPによって求めた数密度と近い値を示しており、溶質原子クラスタの評価への適用性は十分に期待できると考えられる。また、前述の通りEDS トモグラフィは比較的広い領域を分析可能であり、評価対象材料のクラスタの数密度が小さく広範な領域の分析が必要となった場合には特に有効であると考えられる。

謝辞

EDS トモグラフィの実施にあたり、日本電子(株)の門井美純氏および青山佳敬博士に多大なご尽力を賜りました。厚く御礼申し上げます。

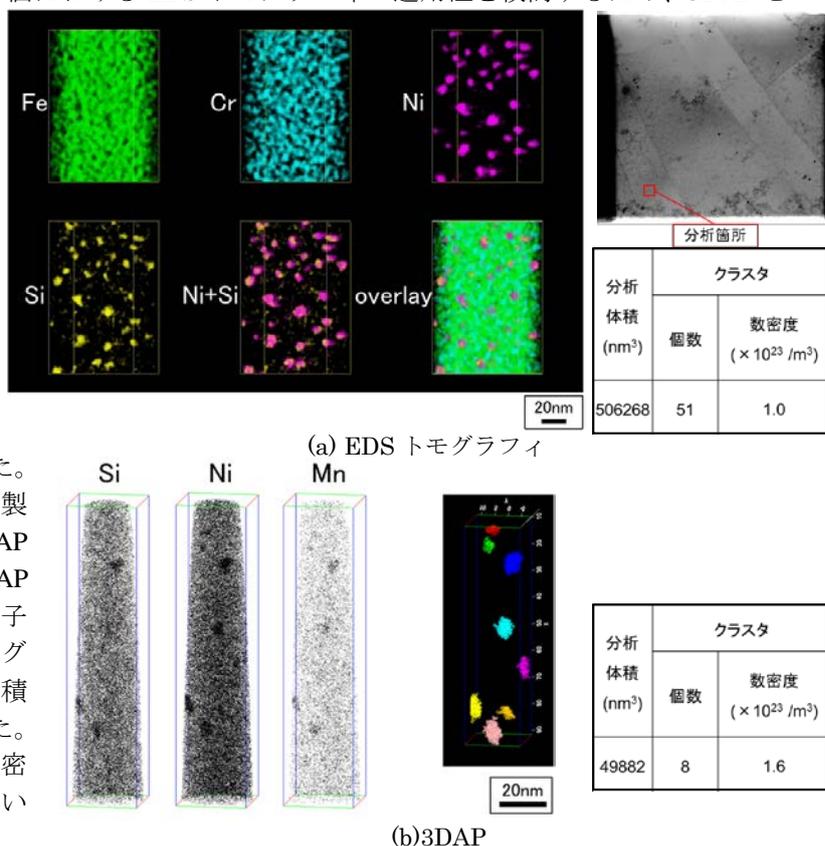


図1 溶質原子クラスタの評価結果

*Hitoshi Seto¹, Yuji Kitsunai¹, Tetsushi Yamaoka² and Tetsuya Toyota³

¹Nippon Nuclear Fuel Development Co., Ltd., ²Toshiba Corp. and ³Hitachi-GE Nuclear Energy, Ltd.