

フェライト相中の溶質原子クラスタ定量評価に対する EDS トモグラフィの適用性の検討

Consideration of an applicability of EDS tomography to quantitative evaluation of solution atom clusters in a ferrite phase.

*瀬戸 仁史¹, 橘内 裕寿¹, 田中 重彰², 小島 亨司³

¹日本核燃料開発(株), ²東芝エネルギーシステムズ(株), 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、より広範囲を測定可能な手法として EDS (エネルギー分散型 X 線分光分析) 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、RPV、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(RPV)鋼や、中性子照射や長時間の熱に晒された 2 相ステンレス鋼等において、フェライト相中に微小な溶質原子クラスタが形成され、脆化の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 は測定可能な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測定を行う必要が生じる可能性がある。

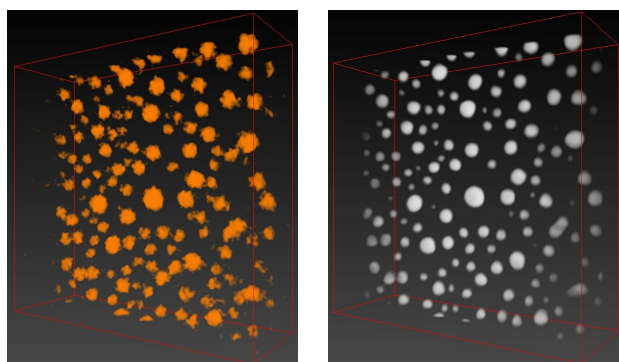
近年、材料内部の化学組成を 3 次元的に評価可能な手法として、EDS トモグラフィの開発が進められており、試料を消耗することなく、かつ比較的広い範囲を測定可能である。

本研究では、クラスタ定量評価に対する EDS トモグラフィの適用性について、検証試験を行った。

2. 試験方法および試験結果

EDS トモグラフィによって検出可能なクラスタのサイズおよびその妥当性を評価するため、金ナノ粒子に対して EDS トモグラフィ測定および STEM 観察を実施し、粒子径の頻度分布を求め比較した。測定／観察には日本電子製の透過型電子顕微鏡 JEM-F200 を用い、加速電圧 200kV で実施した。傾斜角度範囲は $\pm 60^\circ$ とし、STEM 像については 2° ステップ、EDS については 8° ステップで取得した。取得した連続傾斜像に対して、SIRT (Simultaneous Iterative Reconstruction Technique) 法を用いて 3 次元再構成を行った。

図 1 に得られた 3 次元再構成像を、図 2 に、金ナノ粒子の直径の頻度分布について、EDS トモグラフィの 3 次元再構成像から求めた結果と STEM 像から求めた結果との比較を示す。概ね同程度の結果が得られ、また、2nm 以上のサイズのクラスタであれば検出可能であることが示唆された。



(a) EDS トモグラフィ (b) STEM トモグラフィ

図 1 金ナノ粒子の 3 次元再構成像 (93×91×33nm)

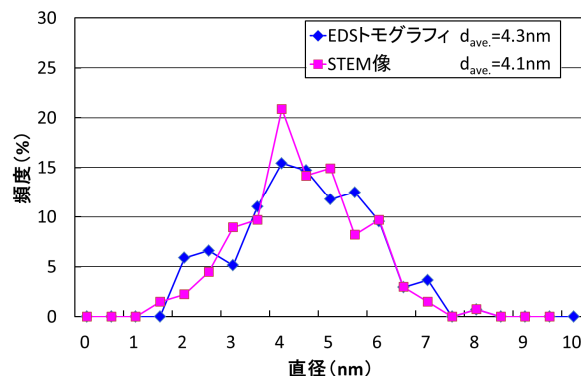


図 2 EDS トモグラフィおよび STEM 像から得られた金ナノ粒子の直径の頻度分布の比較

3. 結論

EDS トモグラフィによってナノサイズのクラスタの定量評価が可能である見通しが得られた。また、EDS トモグラフィの分解能と測定範囲は観察倍率によって大きく異なるため、測定対象が比較的大きい場合、さらに広範囲の測定が可能であり、様々な目的に利用できる技術であると言える。

*Hitoshi Seto¹, Yuji Kitsunai¹, Shigeaki Tanaka² and Ryouji Obata³

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