STJ X 線検出器による耐熱鋼中の元素分析

Element analysis in heat-resistant steel using STJ X-ray detectors

産総研 ○藤井 剛，浮辺 雅宏，志岐 成友，大久保 雅隆

AIST °Go Fujii, Masahiro Ukibe, Shigetomo Shiki, Masataka Ohkubo

E-mail: go-fujii@aist.go.jp

火力発電プラント用のフェライト系耐熱鋼は、硼素、炭素、窒素などの軽元素を微量添加することで、機械的特性が飛躍的に向上することが知られているが、そのメカニズムは未知な部分が多い[1]。耐熱鋼の機械的特性はナノスケールの微細構造に関係しているため、微量軽元素が組織中でどのように分布しているかをナノスケールで評価しなければならない。走査型電子顕微鏡（SEM）の加速電圧を 1 kV 程度にすることで、数 nm の空間分解能が可能である。しかし、対象元素の特性 X 線は 1 keV 以下の軟 X 線領域にあるため、通常組成分析に用いられているシリコンドリフト検出器（SDD）のエネルギー分解能(50 eV 程度[2])では､耐熱鋼の主元素である鉄やクロムの L 線と添加軽元素の K 線を分離出来ない。そこで、SDD に比べて一桁程度高いエネルギー分解能（6.7 eV @ 400 eV）を達成している超伝導トンネル接合(STJ)の大面積(1 mm^2)アレイ検出器を開発した。低加速 SEM への搭載の前段階として、通常の SEM に STJ を搭載し [3]、耐熱鋼の元素分析を試みた。

加速電圧 5.0 kV で測定した耐熱鋼の二次電子像を図 1 に示す｡耐熱鋼表面に数μm サイズの白色や黒色に見える析出物が多数形成されている。STJ を用いて、黒色の析出物（Point 1）と析出物の無い部分（Point 2）の蛍光 X 線スペクトルを測定した｡測定した X 線スペクトルを図 2 に示す｡測定時間は 3600 秒、測定電流は約 10 nA である。各ピークの半値幅は約 10 eV であり、鉄、クロムの L 線と窒素、酸素の K 線を分離出来ている。また、Point 1 では、Point 2 に比べ、窒素、酸素の蛍光 X 線強度が強く、鉄の蛍光 X 線強度が弱いため、Point 1 の析出物が、窒素、酸素をより多く含む化合物であることがわかる。しかし、現在の SC-SEM は計測効率が低く、1 点当たりに非常に長い測定時間が必要であり、2 次元元素マッピングは困難である。今後、SC-SEM の光学系の改良により、計測効率を約 600 倍に向上させ、2 次元元素マッピングを行う予定である。また、低加速 SEM への搭載を進める予定である。

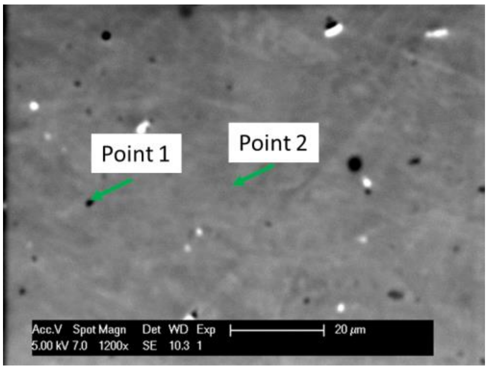

図 1. 二次電子像

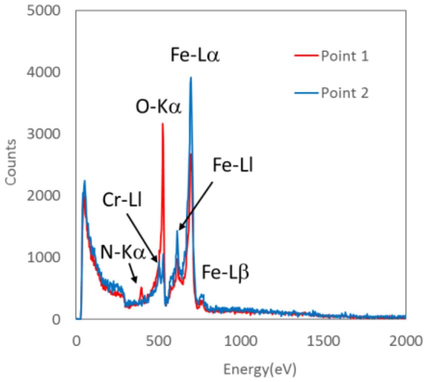

図 2. X 線スペクトル

参考文献 [1] M. Taneike, et. al.,, Nature, **424,** 294 (2003) [2] D.M. Schlosser, et. al.,, Nucl. Inst. Methods in Phys., **624,** 270 (2010) [3] G. Fujii, *et. al.*, submitted in X-ray spectrometry