

アトムプローブ観察のための試料作製法および クラスター評価手法の開発

背 景

軽水炉圧力容器(RPV)鋼の中性子照射脆化は、ナノメートルスケールの溶質原子クラスター(以降、クラスターとする)の形成により生じることが知られており、脆化の評価と予測にはクラスターの適切な観察と評価が不可欠である。三次元アトムプローブ(3DAP)観察は、試料内の原子の三次元位置をサブナノメートルオーダーの空間分解能で測定でき、クラスター観察・評価の強力なツールである。しかしながら 3DAP 観察に必要な試料は、先端の曲率半径がおおよそ 50nm と非常に鋭利であると同時に表面が平滑な必要があり作製が非常に難しいこと、また観察により得られる 1 千万以上の大量の原子群からクラスターを適切に検出、評価する手法が必要なことが懸案であった。

目 的

アトムプローブによるクラスター観察のための、試料作製法およびデータ評価手法を開発する。

主な成果

1. 集束イオンビーム(FIB)^{*1} 装置を用い、材料の特定部位からの 3DAP 試料を採取、作製する手法を検討した。その結果、試料先端を 3DAP 観察に必要な形状に整形すると同時に、観察に必要な強度も確保できる加工制御手法を開発、さらに理論的に見積もったダメージ深さを基に Ga イオンビームの加速電圧制御を最適化することで、電解研磨法と同様のアトムプローブ観察可能となった(図 1)。これにより、損傷が表面に局在化したイオン照射材の 3DAP 観察適用の道が拓けた。
2. クラスターのように溶質原子が濃縮した領域は他と比較して溶質原子間距離が短い。これを利用し、互いに近距離に位置する溶質原子を再帰的に探索してクラスターを検出するアルゴリズム(再帰的探索アルゴリズム:RSA)によるクラスター評価プログラムを開発した。これによりアトムプローブデータからクラスターを検出し(図 2)、クラスターの大きさ、個数、数密度、体積率を定量的に求められるようになった。また、検出されたクラスター内部の溶質元素の分布を詳細に調べる手法とプログラムを開発した。RPV 鋼中性子照射材の試評価では、銅だけがクラスター内で小さく局在する傾向が見られるなど、クラスターを構成する溶質原子の挙動をこれまでよりも詳細に知ることが可能となった。
3. 溶質原子が濃縮した状態を評価するもうひとつの手法として、溶質原子間の距離の統計情報である空間分布関数(SDF)による解析手法を提案した。これにより RSA では検出できないクラスター形成、分解過程に見られるような溶質のわずかな濃縮も検出可能となった(図 3)。

今後の展開

開発した試料作製法ならびに解析手法を用いて RPV 鋼のクラスター観察と評価を進める。

主 担 当 者 軽水炉高経年化研究総括プロジェクト 照射脆化ユニット 主任研究員 野本 明義
軽水炉高経年化研究総括プロジェクト 照射脆化ユニット 主任研究員 西田 憲二

関連報告書 「軽水炉圧力容器鋼のアトムプローブ観察におけるクラスター評価手法の開発」
電力中央研究所報告:Q07405 (2008 年 3 月)

^{*1} :集束イオンビーム装置:細く絞ったイオンビームにより試料表面の原子をはじき出すことで加工する装置。加工の際に試料に導入されるダメージをいかに低減するかがポイントとなる。

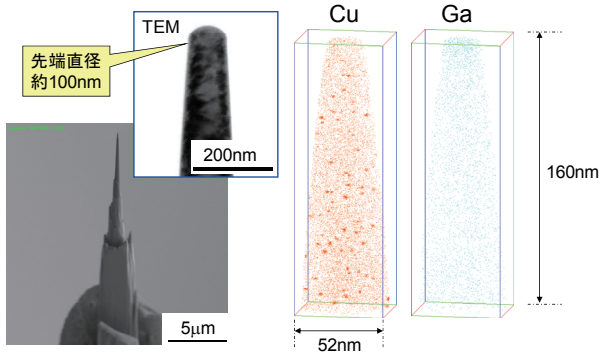


図1 FIB 法によって作製した高 Cu モデル合金熱時効材の 3DAP 試料と三次元アトムマップ

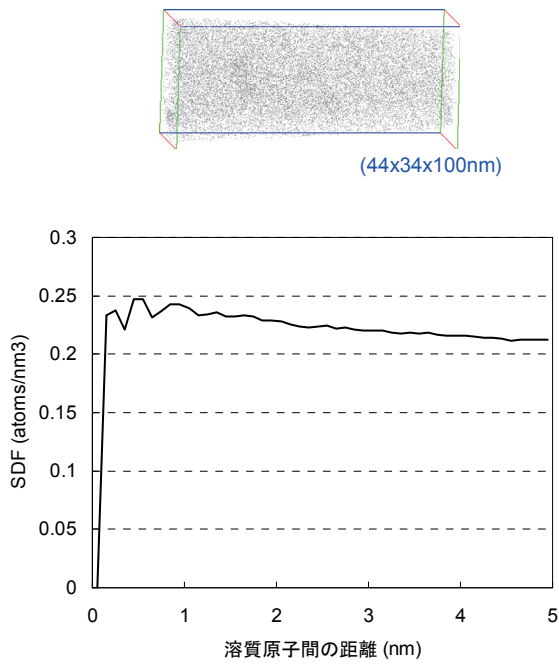
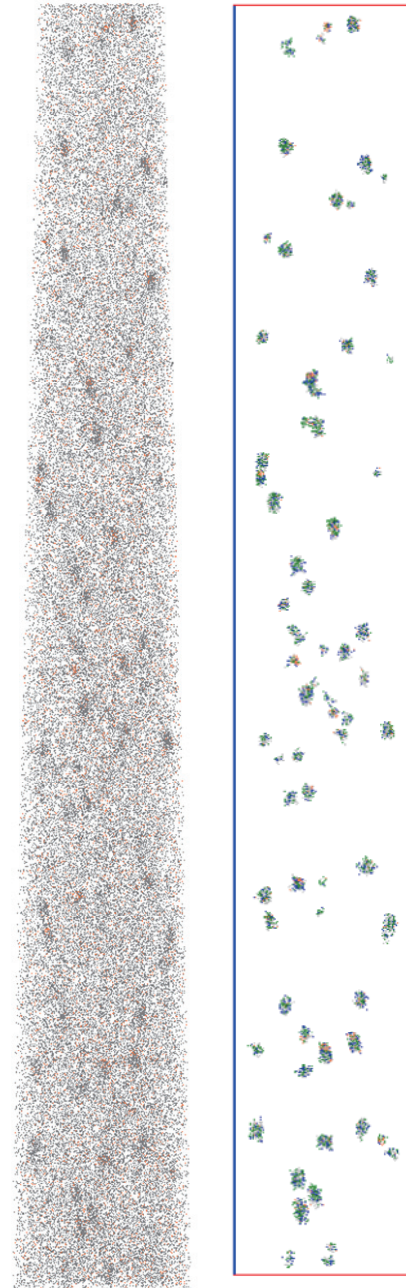


図3 RPV 鋼の Si 原子マップと SDF の一例

原子マップには Si の濃縮がわずかにみられる。右肩下りの SDF は、互いに近距離に位置する溶質原子が多いことを示しており、Si がわずかに濃縮していることを意味している。



(40x50x280nm, 1400 万原子)

図2 RPV 鋼中性子照射のクラスター検出の例

左:アトムプローブで得られる原子マップ

(●Cu 原子、●Si 原子)

右:RSA によるクラスター検出結果

(●Cu 原子、●Si 原子、●Ni 原子、●Mn 原子)