

Diffraction selected on-zone STEM による原子炉圧力容器鋼中の転位ループ観察

Dislocation loops observation in a reactor pressure vessel steel by diffraction selected on-zone STEM

*小塚 雅也¹, 宮原 勇一¹, 小林 知裕¹

¹電中研

筆者らが考案した簡便かつ選択的な STEM 観察手法である Diffraction selected on-Zone STEM (DsoZ-STEM)によって原子炉圧力容器鋼中の転位ループ観察を行い、従来手法と比較した。

キーワード：原子炉圧力容器鋼、STEM、転位ループ、回折コントラスト

1. 緒言

原子炉圧力容器鋼が中性子照射されることで形成する転位ループは脆化の因子の一つとされており、その数密度等の評価には透過電子顕微鏡(TEM)による観察が必要である。従来から広く用いられてきた Weak beam dark field TEM (WBDF-TEM)法には、干渉縞による微細な転位ループの数え落とし、精緻な試料傾斜操作による観察効率の低さという主に2つの課題がある。筆者らは、干渉縞の抑制と精緻な試料傾斜操作の省略を可能にする新たな観察手法 Diffraction selected on-Zone Scanning TEM (DsoZ-STEM)法を考案し、純アルミ単結晶中の転位ループ観察の観察例を示した^[1]。DsoZ-STEM 法では晶帯軸入射の収束電子線回折(CBED)パターンから対物レンズ絞りで回折ディスクを選択し暗視野の STEM 像を得るため、転位ループ観察の高精度化と効率化が期待できる。本研究では、原子炉圧力容器鋼中の転位ループ観察における DsoZ-STEM 法の選択的観察の可否を検討した。

2. 実験

Cu 濃度及び Ni 濃度がそれぞれ 0.06 mass%及び 0.59 mass%の原子炉圧力容器鋼に対して 4 keV のアルゴンイオンを入射角度 4° で室温照射したものを観察対象とし、同一視野を DsoZ-STEM 法と WBDF-TEM 法とで観察、比較した。

3. 結果及び考察

得られた DsoZ-STEM 像の例を環状明視野 STEM(ABF-STEM)像とともに図1に示す。観察された転位ループは直径 5 nm 以下と極微細であったが、特定の菊池線を含む回折ディスクによって得られた DsoZ-STEM 像では転位ループが選択的に強調されることが確認できた。原子炉圧力容器鋼中であっても DsoZ-STEM 法による転位ループの選択的観察が可能であることが示唆された。発表では、WBDF-TEM 法との比較結果も示す。

参考文献

[1] M. Kozuka et al., Phil. Mag. Lett. 104 (2024), 2321134.

*Masaya Kozuka¹, Yuichi Miyahara¹ and Tomohiro Kobayashi¹

¹CRIEPI

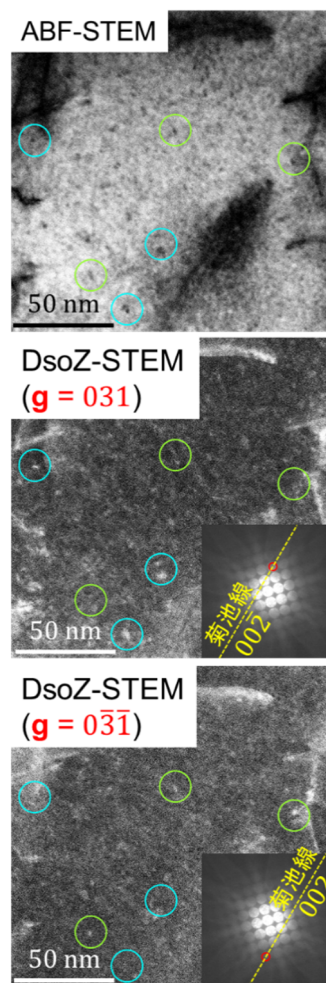


図1 [100]晶帯軸入射での ABF-STEM 像と対応する DsoZ-STEM 像の例。回折図形内の赤円は選択した回折ディスクであり、像内の青、緑の円はそれぞれ $g = 031$ 、 $g = 0\bar{3}1$ の DsoZ-STEM 像で強調された転位ループである。