

ζ 因子法を用いた STEM-EDS マッピングによる 316 ステンレス鋼の照射誘起偏析の定量性

Quantification of radiation-induced segregation in type 316 stainless steel by STEM-EDS mapping using ζ -factor method

*宮原 勇一¹, 小塚 雅也¹, 小林 知裕¹

¹電中研

316 ステンレス鋼の照射材の結晶粒界を STEM-EDS マッピングで測定し、 ζ 因子法^[1]を用いて照射誘起偏析の定量分析を行った。粒界上で観測される偏析濃度と空間分解能の間には直線関係があり、空間分解能に応じた偏析濃度を推定し得る可能性が示された。

キーワード : 316 ステンレス鋼, 照射誘起偏析, ζ 因子法, STEM-EDS

1. 緒言

照射ステンレス鋼の照射誘起偏析量は、TEM-EDS、STEM-EDS やアトムプローブ (APT) 等で評価されるが、分析手法によって空間分解能が異なるため、その絶対値の比較には注意を要する。本報では、照射ステンレス鋼の同一結晶粒界を STEM-EDS と APT で評価し、空間分解能の影響を検討した結果を報告する。

2. 実験

STEM-EDS 分析試料は、PWR で 18.8 dpa 照射された 316 ステンレス鋼製のバップルフォーマボルトの高角粒界（方位差 48~52°）を FIB リフトアウト法で抽出し、試料取付部が単結晶 Si の Mo 製支持グリッドに取り付けることにより作製した。STEM-EDS 測定には、有効検出面積 100 mm² のシリコンドリフト検出器 2 本を有する日本電子製 JEM-ARM300F を用いた。STEM-EDS 測定および解析には日本電子製のソフトウェア ANALYSIS STATION を用い、加速電圧 300 kV で取得した特性 X 線データを ζ 因子法で解析した。

3. 結果

STEM-EDS マップ内で粒界傾斜の無い 5 つの領域で結晶粒界を跨ぐ濃度プロファイルを求め、プロファイルの移動平均を計算することで空間分解能を低下させた濃度プロファイルの評価も行った。空間分解能と粒界上で観測されるピーク濃度の関係を図 1 に示す。両者には直線関係があり、任意の空間分解能で得られる粒界ピーク濃度を推定できる可能性が示された。空間分解能をバーガースベクトルと同程度の 0.253 nm とした場合、STEM-EDS 分析結果と同一結晶粒界をアトムプローブ分析した結果 (Cr:9.63 wt%, Ni:30.6 wt%, Si:4.59 wt%) との差は、Cr で +2.77 wt%、Ni で同値、Si で -2.69 wt% となった。STEM-EDS 分析で Si の偏析濃度が過小評価される結果は、試料グリッドの取付部の材料に用いられる単結晶 Si に起因すると考えられる。

参考文献

[1] M. Watanabe and D. B. Williams., J. Microscopy, 2006, 221, Pt2, 89-109.

*Yuichi Miyahara¹, Masaya Kozuka¹ and Tomohiro Kobayashi¹

¹CRIEPI.

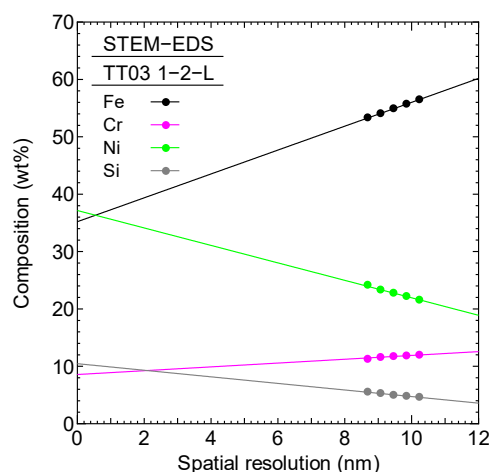


図 1 空間分解能と観察される粒界ピーク濃度の関係