

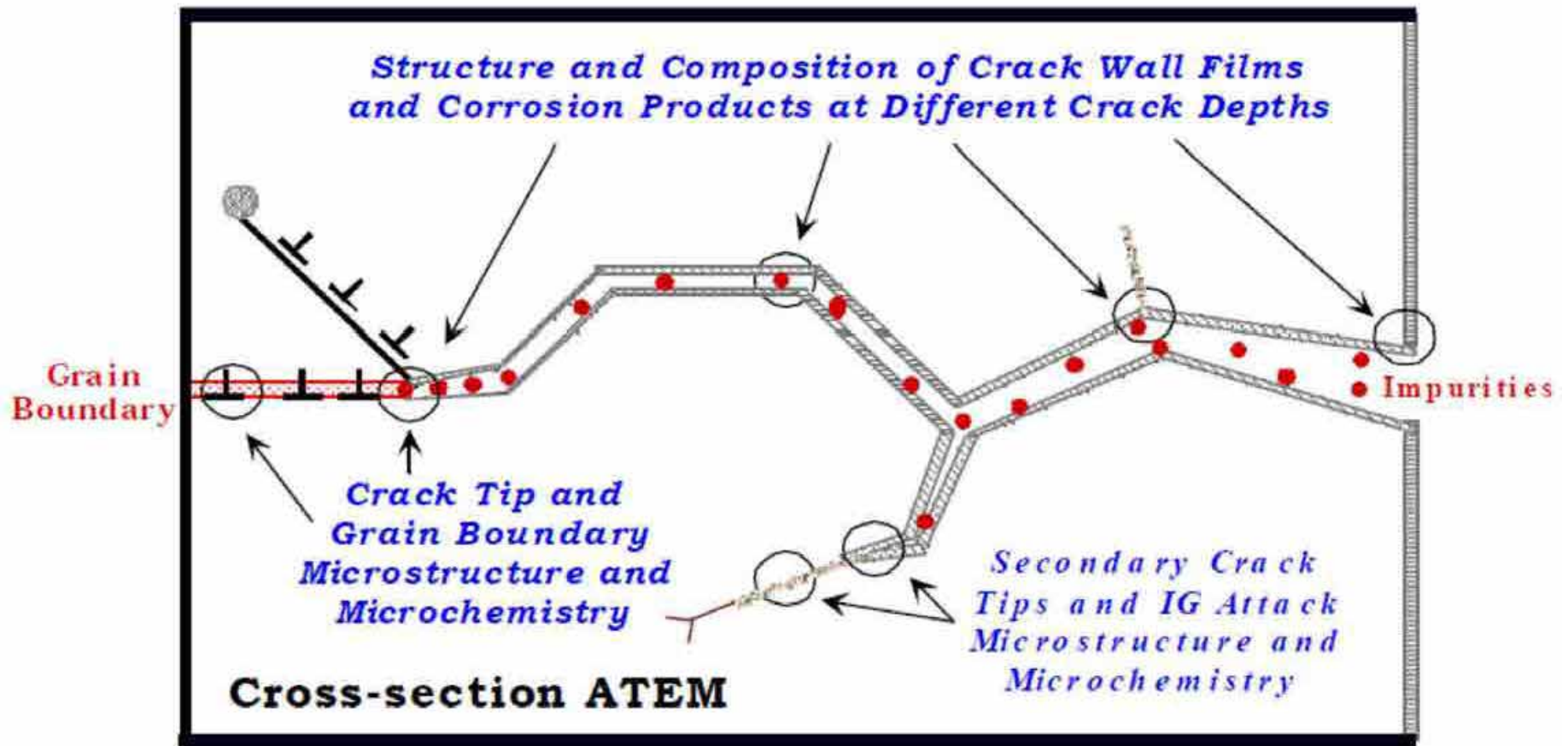
日本原子力学会「水化学部会」 第22回定例研究会
平成26年6月17日 電力中央研究所

TEMを用いたSCCき裂先端のミクロ分析

(株)原子力安全システム研究所
藤井 克彦

背景

SCCき裂を高分解能で観察・分析できれば、SCCメカニズムの
解明に向けた知見が得られるはず

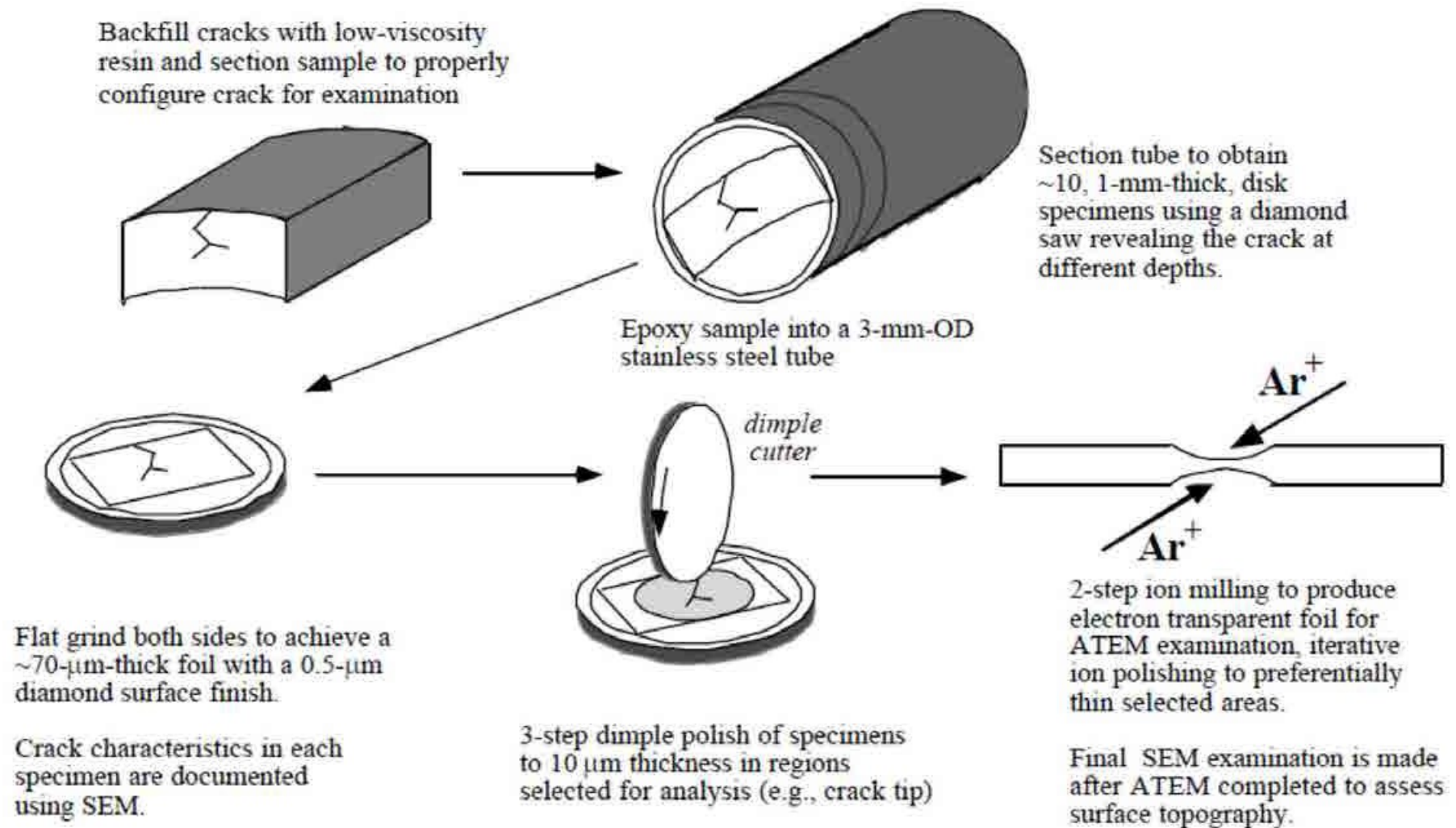


SCCき裂先端部のTEM分析－初期の取り組み－

2000年からTEMを用いたSCCき裂先端のミクロ分析が本格化

	供試材	SCC試験	TEM試料作製法
Bruemmer (PNNL)	SUS & 600合金	U-ベント (脱気)	・ イオンミリング
Fujii (INSS)	600合金	単軸定荷重 (溶存水素)	・ 集束イオンビーム (FIB)
Titchmarsh (Oxford)	600合金	単軸定荷重 (溶存水素)	・ 集束イオンビーム ・ イオンミリング

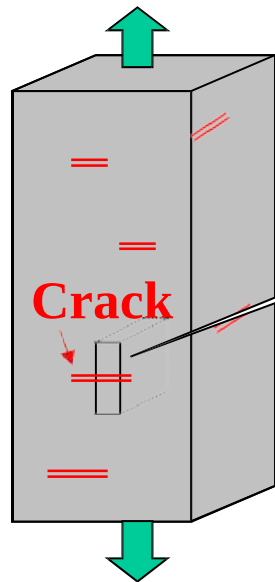
Bruemmerらによるイオンミリングを用いた試料作製法



どのき裂が観察できるかは運次第！選択性低い

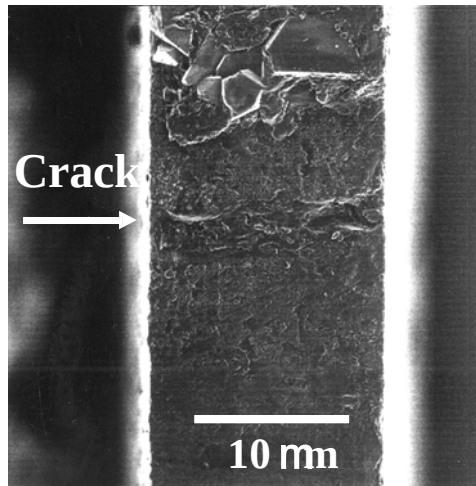
FujiiらによるFIBを用いた試料作製法

き裂の切出し

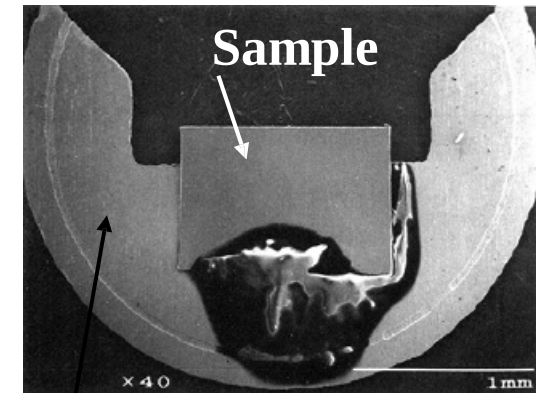


Cutting

Thinning

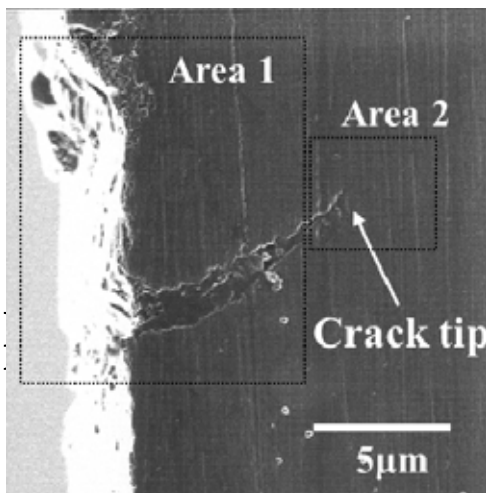


Mounting

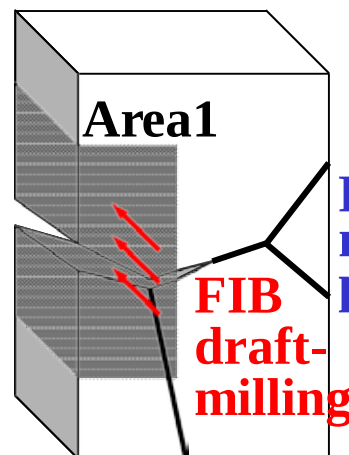


V-shaped grid

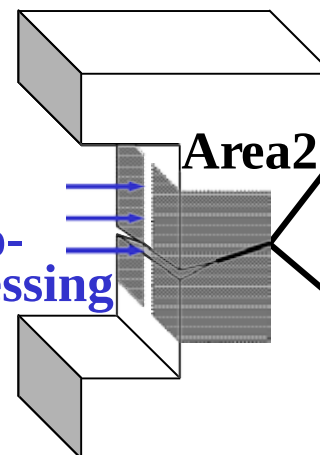
FIB微細加工



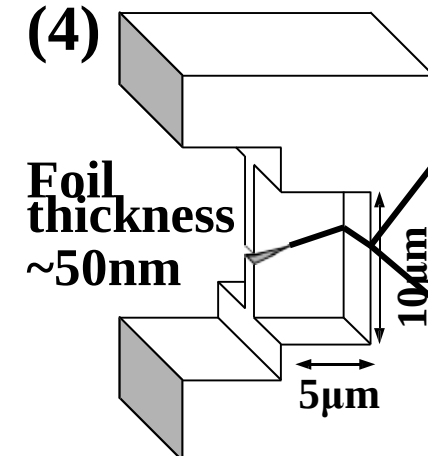
(2)



(3)

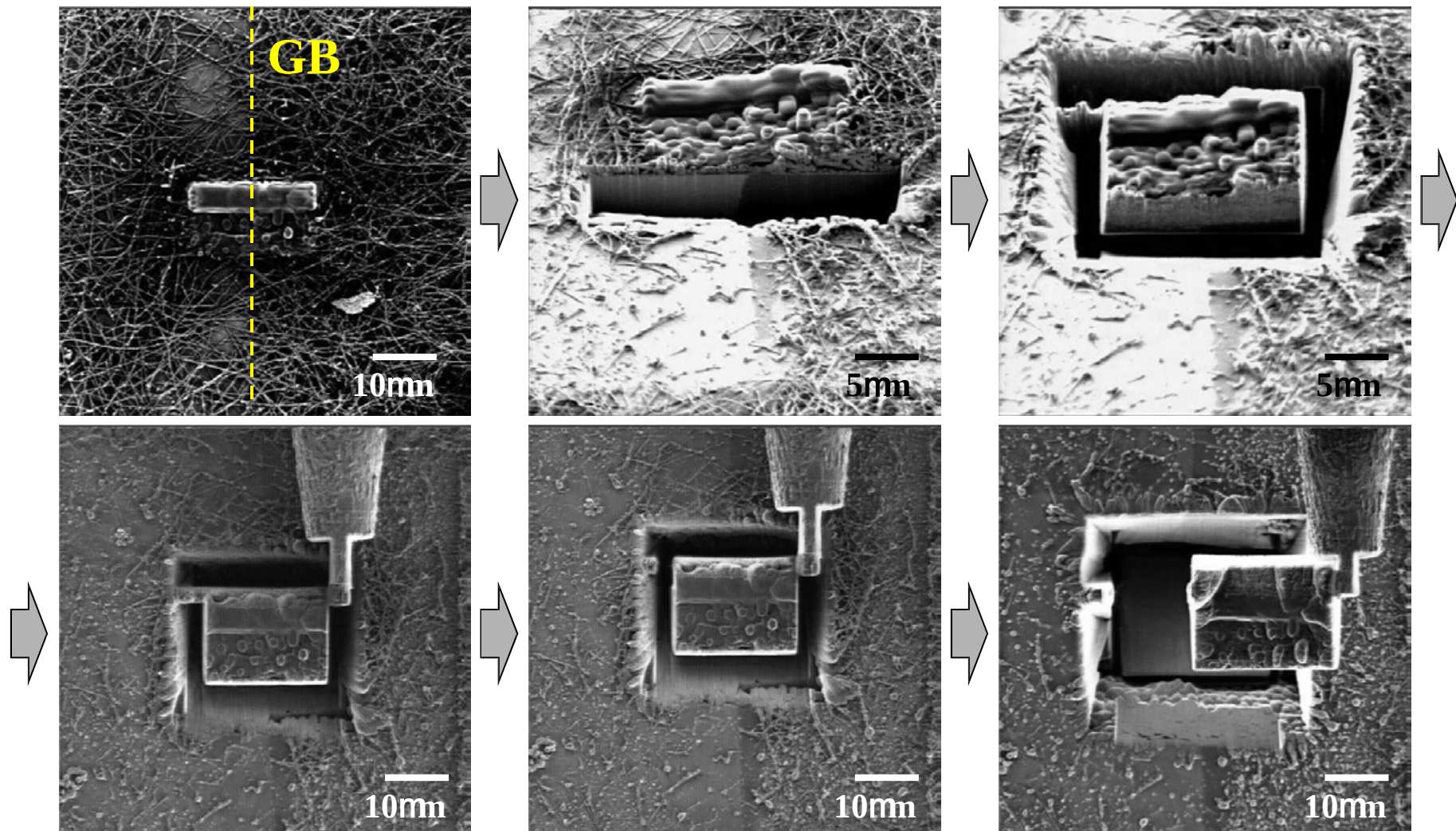


(4)



Micro specimen fabrication by FIB

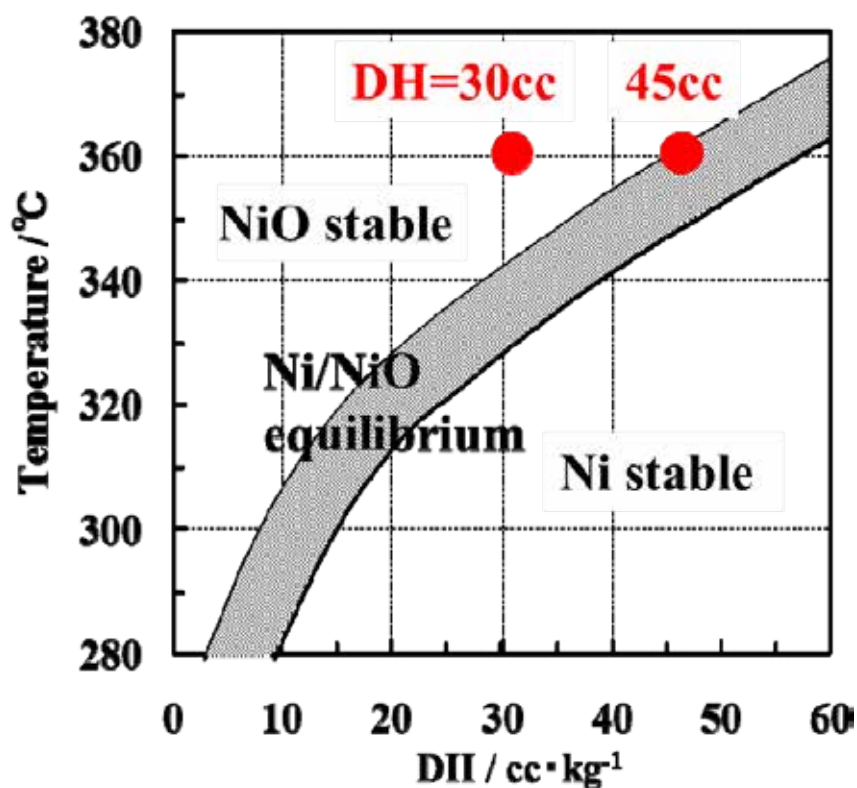
Preparation of micro specimen with a GB



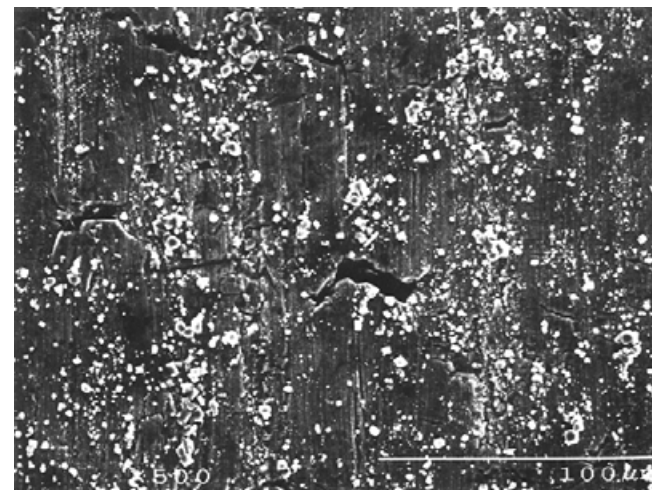
SCCき裂先端のTEM観察例

SCC test

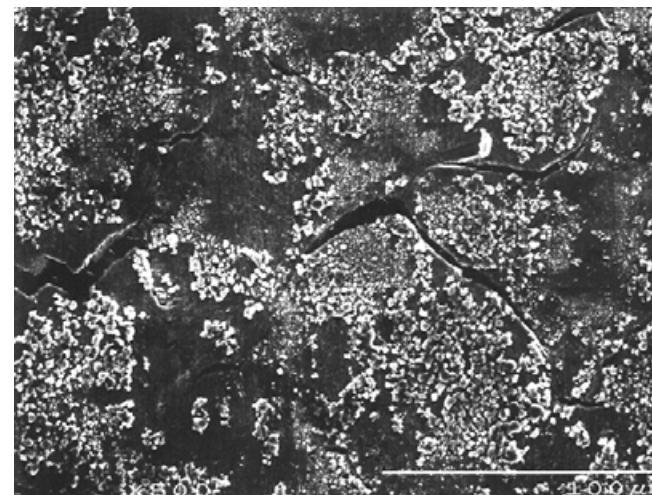
- Material: MA600
- Constant load uniaxial
- In simulated PWR primary water:
360°C, B 500ppm+Li 2ppm



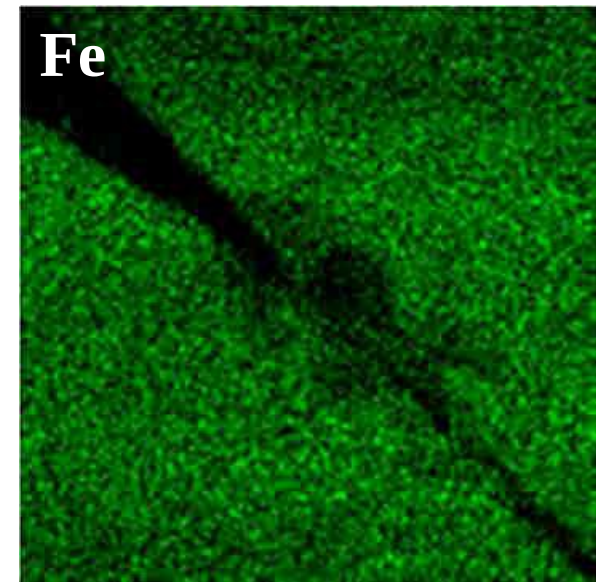
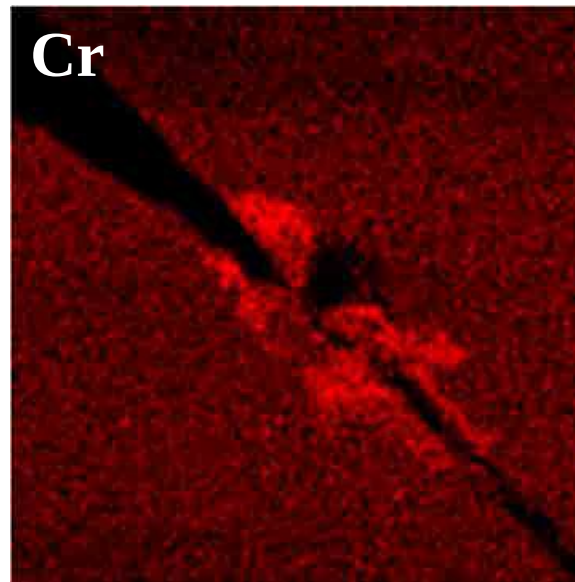
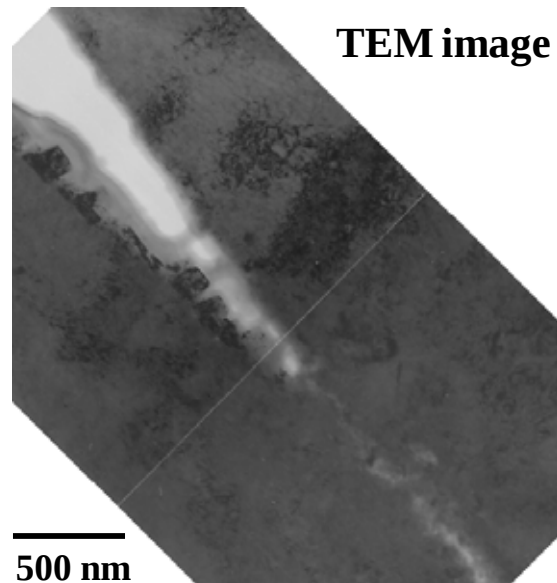
DH = 30 cc



DH = 45 cc



EDS elemental maps of crack tip (DH=30)



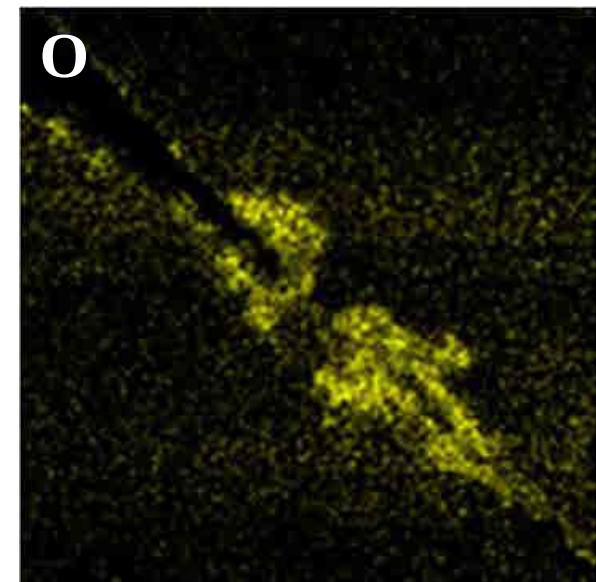
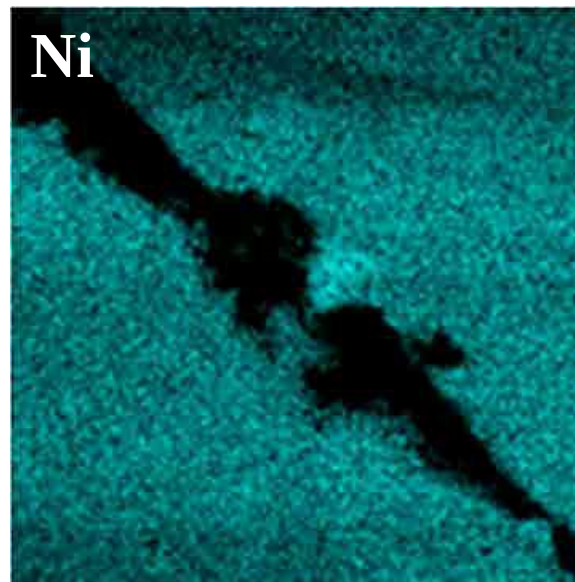
EDX Analysis

1. Crack Tip

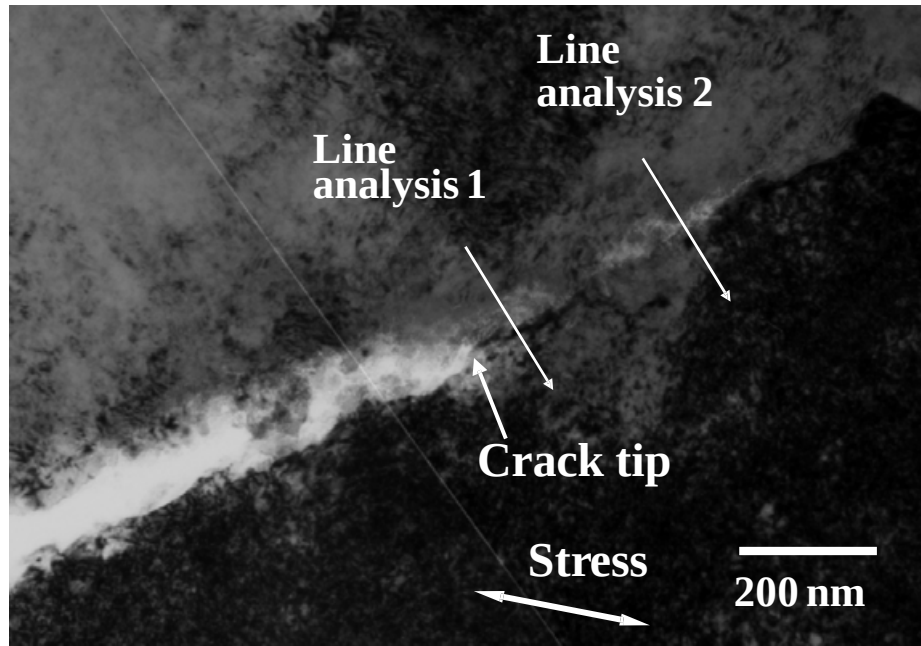
Region Cr-rich
oxide +
Non-oxidized Ni phase
→ Cr_2O_3 , $(\text{Cr, Fe})_3\text{O}_4$
Metal-Ni

2. Open Crack-wall Granular NiO +

Thin Cr-rich oxide layer



Crack tip region (DH=45)



Ø Crack Tip Region

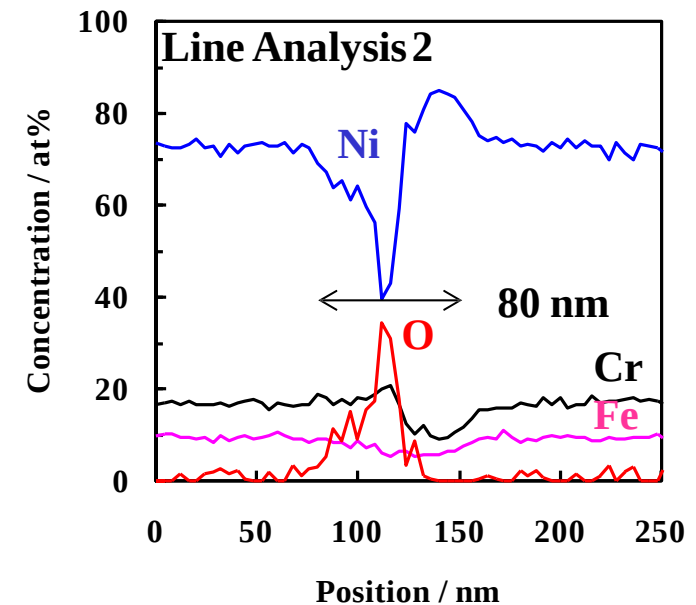
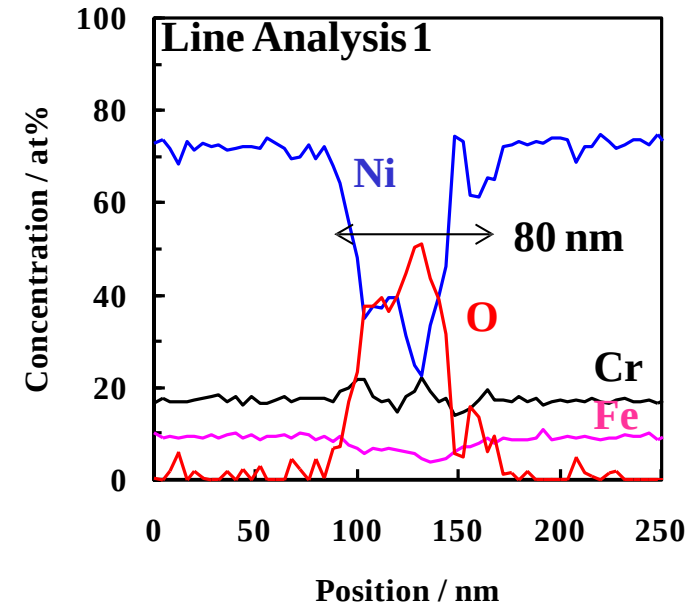
Cr rich oxides (Cr_2O_3 , $(\text{Cr, Fe})_3\text{O}_4$)

+ Metal-Ni phase

Ø Crack-wall

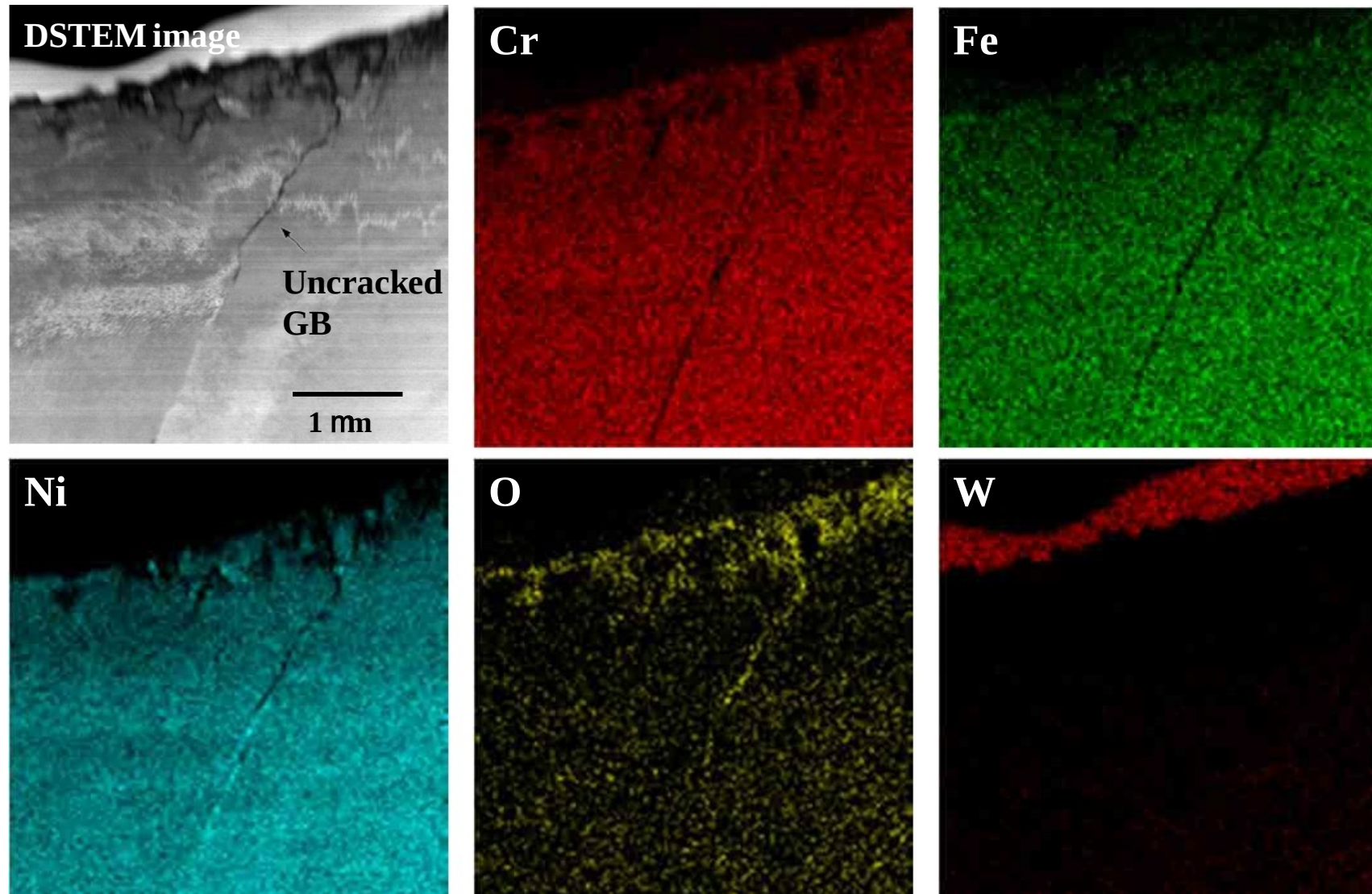
Thin Cr rich oxide layer

+ Metal Ni



Uncracked GB intercepted by surface (DH=30)

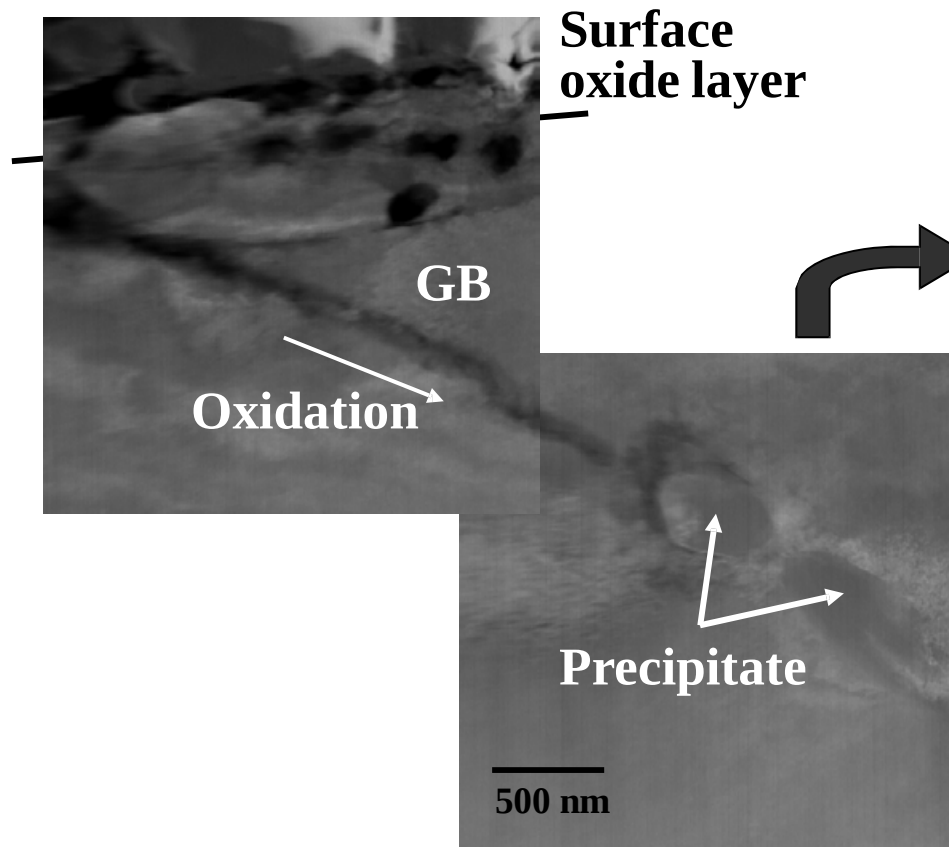
- The penetration of oxygen was detected at a depth up to about 3 mm along the uncracked GB.



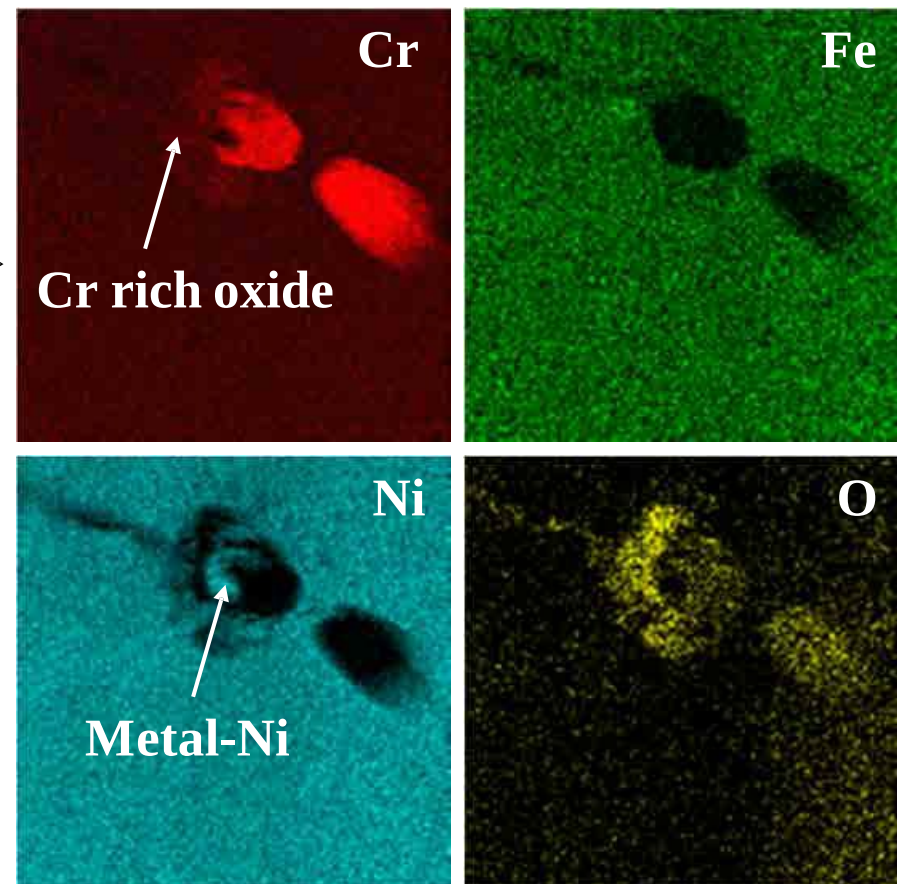
Interaction between GB oxidation and precipitate

- Ø GB oxidation proceeded along the interface between precipitate and matrix.
- Ø Precipitate would resist oxidation along GB.

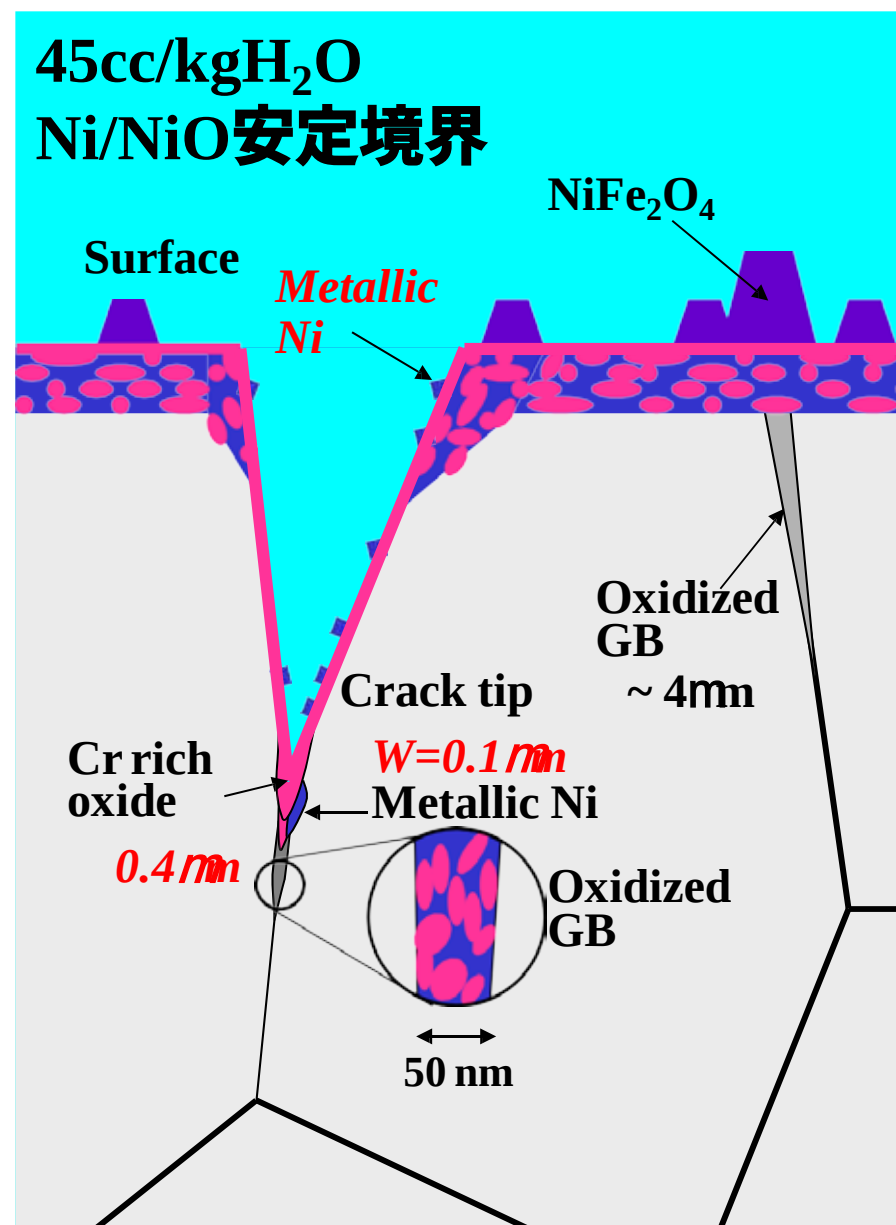
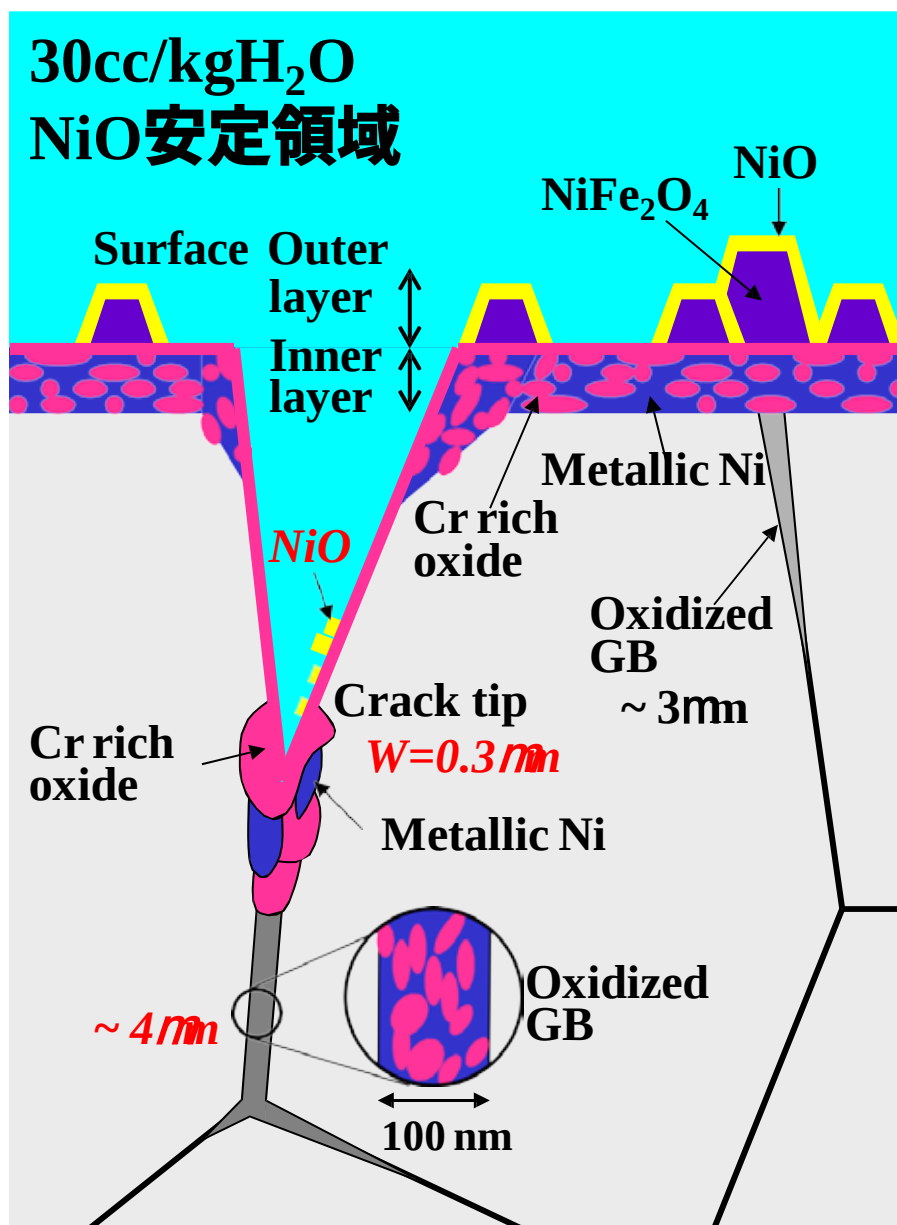
DSTEM image of uncracked GB



EDS elemental maps



溶存水素濃度による腐食組織の違い



まとめ

- ・ 集束イオンビーム加工装置 (FIB) & マイクロサンプリングシステムを利用することで、SCCき裂先端や酸化膜、特定界面 (接液面や結晶粒界、析出物 / 母相界面など) を分析電子顕微鏡用試料に加工し、ナノスケールでの評価が可能になっている。
- ・ き裂先端や酸化膜、結晶粒界の酸化の様子などが明らかになってきているが、観察例は限られており、さらなるデータの拡充が重要である。