

# 非線形超音波法による照射ミクロ組織変化の評価 - 原子炉容器鋼の照射組織変化 -

Evaluation of Radiation-induced Microstructural Change by Nonlinear Ultrasonic Method  
- Microstructural Evaluation in Reactor Vessel Steels under Irradiation -

小島 敦子 (Atsuko Kojima) \*<sup>1</sup> 藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii) \*<sup>1</sup>  
石田 仁志 (Hitoshi Ishida) \*<sup>1</sup> 川嶋 紘一郎 (Koichiro Kawashima) \*<sup>2</sup>

**要約** 原子炉容器の照射脆化評価に対する非線形超音波法の適用性の検討を目的に、5MeVの電子線を290℃で照射量0.022dpaまで照射した原子炉容器鋼(A533B鋼:0.16wt%Cu)に対して超音波非破壊材料評価法のうち水浸局部共振高調波法を用いた測定を実施した。電子線照射試料と非照射試料を測定した3次高調波像において、電子線照射試料で大きな振幅が得られた。3次元アトムプローブ(APT)測定の結果、電子線照射試料には、平均直径が2.0nmのCuを含む溶質原子クラスター、いわゆるCuリッチ析出物が高密度(照射量0.015dpaで $3.2 \times 10^{23} \text{m}^{-3}$ )に形成していた。3次高調波振幅に高エネルギー電子線照射の有無による差が認められたのは、Cuリッチ析出物の形成をとらえた結果と示唆される。

**キーワード** 非線形超音波法, 3次高調波, 照射脆化

**Abstract** The applicability of the nonlinear ultrasonic technique for evaluating irradiation embrittlement of reactor vessel steels was examined. The acoustic nonlinearity intensity maps of third local resonance harmonic imaging were measured for A533B steel of 0.16wt% Cu irradiated at 290°C to 0.022dpa by 5MeV electrons. The acoustic nonlinear intensity of the irradiated specimen was larger than that of the unirradiated one. Fine Cu-rich precipitates of 2nm diameter were observed in the irradiated specimen by atom probe tomography (APT). The number density of the precipitates was  $4.3 \times 10^{23} \text{m}^{-3}$  at 0.015dpa. The difference in acoustic nonlinear intensity between irradiated and unirradiated specimens indicates the sensitivity of ultrasonic nonlinearity to detection of microstructural changes such as Cu-rich precipitate formation in irradiated reactor vessel steels.

**Keywords** nonlinear ultrasonic technique, third harmonic wave, radiation embrittlement

## 1. はじめに

原子炉容器を構成する低合金鋼は中性子脆化などの事象により経年変化が生じるが、原子炉容器の健全性は原子炉容器と同一の材料から製作された監視試験片をあらかじめ炉内に装備し、計画的に取り出して破壊試験を実施することで確認されている<sup>(1)~(3)</sup>。しかし、原子力発電所の運転期間が認可により40年から60年へ延長された場合には、炉内に装備された監視試験片に不足が生じる可能性があり、使用済み監視試験片の再生などの研究が進められている<sup>(4)</sup>。また、監視試験片の脆化の非破壊

的な評価手法の研究も実施されている<sup>(5)~(11)</sup>。

原子炉容器の照射脆化を非破壊的に評価する試みは1990年代から行われ、電気抵抗法、熱起電力法<sup>(12)</sup>、超音波法等<sup>(13)</sup>が試みられてきた。線形超音波法では、欠陥部からの散乱波振幅が、粒界散乱ノイズあるいは異種材料界面の反射波振幅より十分大きい場合には欠陥を検出できるが、逆の場合は検出が困難である<sup>(14)</sup>。これに対して、非線形超音波法は、単一周波数の大振幅正弦波パルス波により励起される繰返応力が材料内の異質部・不健全部を揺り動かしたときに生ずる、正弦波からの波形のゆがみを高調波(入射周波数の整数倍)あるいは分調波(入射

\*1 (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

\*2 超音波試材料診断研究所

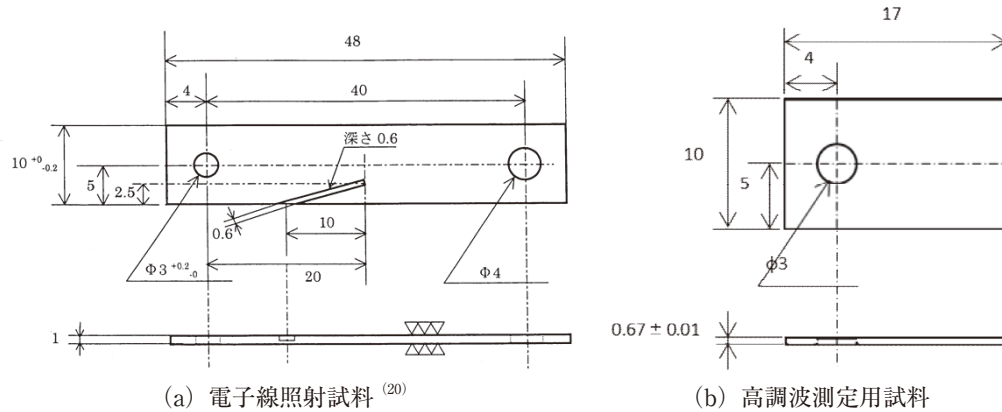


図1 試料形状

周波数の分数)として抽出し、その振幅を用いて欠陥を検出・評価する方法である。材料内不健全部あるいは部分接触面における引張側と圧縮側応力ひずみ応答の差が大きいほど、波形のゆがみが増大する<sup>(14)</sup>。材料変化に対する高調波の感受性に着目して、中性子照射された原子炉容器鋼に対する測定がMatlackらによりなされている<sup>(15)</sup>。この中で、照射量と照射温度、銅 (Cu) 含有量の異なる試料について2次高調波の振幅が測定され、照射量による振幅の増大とCu含有量の高い材料で大きな振幅が得られている。また、照射後の回復焼鈍と再照射によっても2次高調波の振幅が変化することが示されており、非線形超音波法により微細構造の変化を検出することが可能であると報告しているが、まだ研究例は少ない。

照射脆化の機構の理解については、ナノメートル (nm)・スケールの極めて微細な溶質原子クラスターの形成やマトリックス損傷と呼ばれる照射欠陥集合体の形成が照射脆化因子であり、材料組成や照射条件が異なる場合の照射マイクロ組織変化を把握して、それらの硬化への寄与度を明らかにすることが重要である。最近の研究から、3次元アトムプローブ (atom probe tomography, APT) 分析により、溶質原子クラスターとしてCu、マンガン (Mn)、ニッケル (Ni)、シリコン (Si) が集積したクラスターが形成されること、透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscopy, TEM) 観察により、マトリックス損傷として格子間原子型の転位ループが形成されることが明らかになっている<sup>(16)~(19)</sup>。また、溶質原子クラスターの組成が材料の組成に依存すること、形成したクラスターの体積率によって硬化量を比較的良好に整理でき、脆化の主要因は溶質原子クラスターの形成であると考えられることが報告されて

いる<sup>(18),(19)</sup>。

本研究では、高エネルギー電子線で照射された原子炉容器鋼について、照射に伴うマイクロ組織変化と硬さの増加を非線形超音波法のうち水浸局部共振高調波法による3次高調波の変化で検出することを試み、照射脆化評価に対する非破壊評価法としての非線形超音波法の適用性を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材には、Cu含有量が0.16wt%のA533B鋼を用いた。化学組成 (wt%) は、Fe-0.17C-1.45Mn-0.29Si-0.011P-0.55Ni-0.11Cr-0.50Mo-0.16Cuである。照射は5MeV電子で行い、照射温度は $290 \pm 5^\circ\text{C}$ 、損傷速度は $2 \times 10^8 \text{ dpa/s}$ 、最大照射量は0.022dpaである。電子線照射条件の詳細は前報<sup>(20)</sup>にまとめて示されている。図1(a)に示した寸法 $48 \times 10 \times 1 \text{ mm}$ の板状の試料の左側から、図1に示す $17 \times 10 \times 1 \text{ mm}$ の測定用の試料を切り出した。局部共振法では、板厚や試料表面の凹凸による影響を受けやすいため、測定用試料の両面を研磨紙で#1200まで研磨した後にDP-懸濁液 $15 \mu\text{m}$ で研磨し、板厚を $0.67 \pm 0.01 \text{ mm}$ とした。図1(b)に示す測定用の試料とした。

図1(b)に示した試料の左端からの距離に対する照射量の分布を図2に示す。左端から10mmの平均照射量は0.008dpaである。なお、図1(b)に示した試料面における短辺方向には照射量の分布はない。また、試料の厚さ方向での減衰は、厚さ1mmの場合、表面と裏面で約10%と見積もられる。

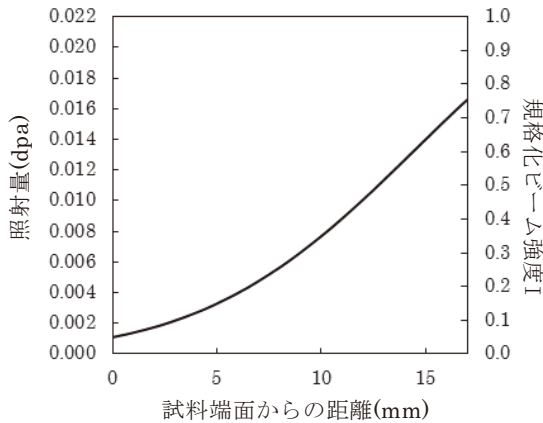


図2 高調波測定試料の照射量分布<sup>(20)</sup>

## 2.2 硬さ測定

硬さは、ミットヨ社製の微小硬さ試験機(HM-221)を用い、ビッカース硬さ試験により測定した。試験荷重は、0.5kgとした。電子線照射試料の照射量は図2に示したように、穴のない側の試料端面から離れるに従い小さくなる。ビッカース硬さ計測位置は、電子線照射試料において照射量が0.015dpa, 0.013dpa, 0.011dpa, 0.009dpa, 0.007dpaの5点の領域でそれぞれ5か所を測定した。なお、電子線を照射する際に固定ねじを差し込んでいた穴の周辺に関しては、電子線が当たっていないため測定箇所には含めなかった。電子線非照射のA533B鋼から切り出した非照射試料においても同様の場所を測定した。

## 2.3 APT測定

APTによる溶質原子クラスタの形成の測定は、電子線照射試料の0.007dpaおよび0.015dpaの照射領域に対して実施した。

APT測定には、日本原子力研究開発機構の新型転換炉原型炉ふげんの管理区域内にある高経年化分析室のCAMECA社製のLEAP3000XHRを用いた。測定は電圧パルスモードとレーザーパルスモードで行った。電圧パルスモードでは試料温度は-223℃、パルス比は0.2、レーザーパルスモードでは試料温度は-238℃、レーザー出力0.2nJ、パルス周波数は200kHzとした。測定用の針状の試料は、HITACHI製の集束イオンビーム(focused ion beam, FIB)加工装置(NB5000)を用いて作製した。集束イオンビーム加工装置を用いて、寸法 $2 \times 2 \times 10 \mu\text{m}$ の角柱状に切り出した微小サンプルを、タングステン

(W) ニードルの先端に固定し、リング状にビームを走査して円錐状に加工した。なお、加工の進行に伴いリングの大きさとイオンビームの強度と加速電圧を小さくすることで、加工ビームの影響を極力排除しつつ先端径 $0.1 \mu\text{m}$ の針状に加工した。

APT測定で収集したデータは、質量/電荷比ごとに元素の種類を決定した。なお、3次元像のz方向長さを最適化するために、電圧パルスモードではEvaporation Field = 33.0V/nmとImage Compression Factor = 1.20、レーザーパルスモードはEvaporation Field = 30.0V/nmとImage Compression Factor = 1.65を用いて画像処理を行った。

多くの元素において、質量/電荷比は元素固有の値となるが、いくつかの元素では、異なる元素が同じ質量/電荷比を持つ。鉄鋼に含まれる元素の場合、質量58のFeとNiが同じ質量/電荷比を持つことになり、質量/電荷比からは個々の原子がどちらの元素であるかを決定することは不可能である。バルクの平均組成を調べる場合には、質量/電荷比が持つ元素の濃度を同位体の存在比を基に配分することで値を求めることができるが、個々の元素の局所的な濃度変化を評価する場合にはこの方法は妥当ではない。そこで本研究では質量58の元素として取り扱った。

## 2.4 水浸局部共振高調波法

水浸局部共振高調波計測装置の構成を図3に示す。板厚により算出される共振周波数の縦波を水浸集束探触子により、水中に水平に置いた一定厚さの板状試料に垂直入射し、集束超音波ビーム径 $\times$ 板厚の局部領域だけに発生させた水平板面内の共振振幅についての分布を局部共振高調波像として可視化した。この方法は、引張塑性域や疲労き裂先端の塑性域等の可視化が可能である<sup>(21)</sup>。

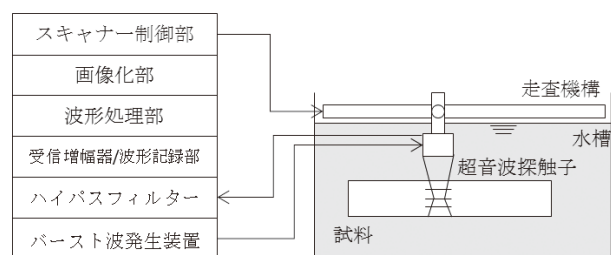


図3 水浸局部共振高調波計測装置の構成

水浸局部共振高調波法による局部共振高調波像の測定には、中心周波数30MHz、水中焦点距離60mm、素子径6mmの探触子、大振幅正弦波バースト波の発生装置にはRITEC社製のRPR-5000を用いた。また、基本波の1%程度の微弱な高調波成分を抽出するためにアナログハイパスフィルタを用い、3~100MHzの範囲で複数の遮断周波数を切り替えることができる。

### 3. 結果

#### 3.1 硬さ測定

測定領域ごとの硬さの測定結果を図4に示す。エラーバーは測定値の標準偏差である。電子照射試料の電子線照射領域の硬さ測定値は、非照射試料よりも大きい。測定された硬さの差はビッカース硬さ20 - 40であり、照射量の減少に伴い小さくなる傾向である。

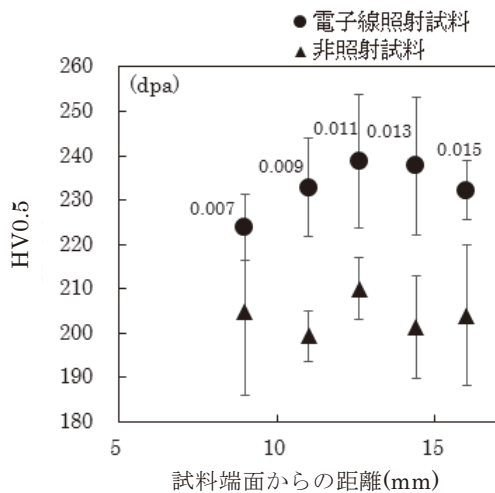


図4 硬さ分布

#### 3.2 APT測定

図5に、電子照射試料の0.015dpa照射領域で得られたCu, Ni, 58, Si, Mn, Pの元素マップの一例をそれぞれ示す。Cuが集積した箇所が観察され、Cuを含む溶質原子クラスタが形成していることが分かる。また、非常に高密度に溶質原子クラスタが形成していることが分かった。

測定された原子マップに対して、再帰的探索アルゴリズムに基づくクラスタ解析<sup>(22)</sup>を行った。本解

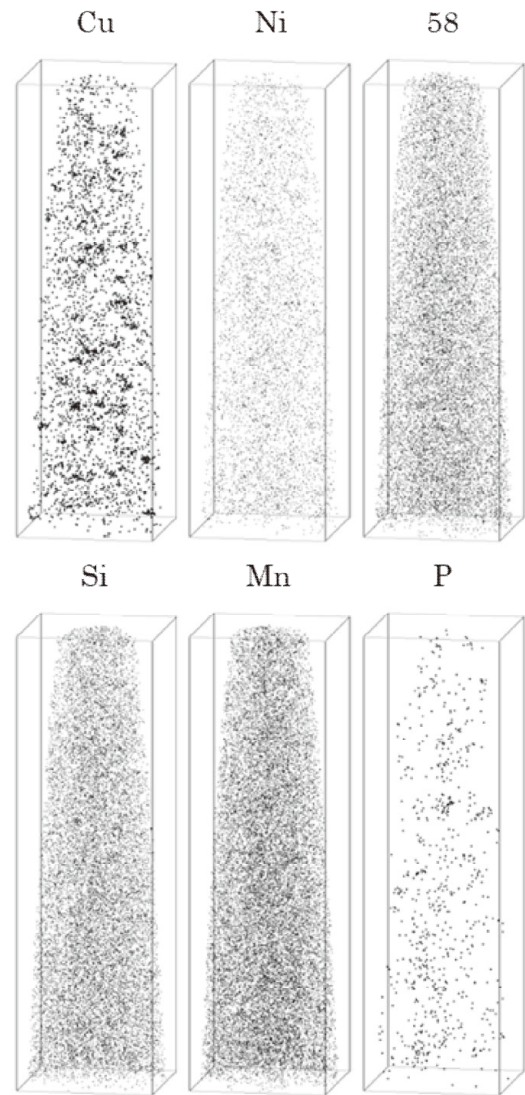


図5 0.015dpa照射領域の元素マップ

析は、クラスタのコアを形成する元素を定義し、クラスタのコアを抽出する。次に、クラスタを構成する各コア原子から設定した距離内に存在するその他の原子（周辺原子）を抽出する。最後に、各周辺原子について、その原子から一定の距離以内に存在するコア原子の数が設定した個数に満たないものを取り除く。今回の解析では、Cu, Ni, 58, Si, Mnをクラスタのコア元素と定義し、コア原子の抽出に用いるしきい距離には0.5nmを用い、コア原子が20個以上のものだけをクラスタとして取り扱った。また、周辺原子の抽出に用いるしきい距離には0.5nmを用いて周辺原子を含めたクラスタを抽出した。最後に、周辺原子のうち0.5nm以内にMn, Ni, 58, Si, Cuが3個未満のものを取り除いた。

クラスタの一部として抽出された原子を解析することで、クラスタの大きさと数密度を求めた。なお、

クラスタの数密度の算出には抽出された全てのクラスタを用いたが、直径の算出には測定範囲の境界周辺に位置するものを除外した。これは、測定範囲の境界周辺に位置するクラスタは、測定範囲内に一部しか含まれていない可能性があるためである。

電子線照射試料の0.007dpaの領域では、溶質原子クラスタの平均直径は1.9nmであり、数密度は $1.6 \times 10^{22} \text{m}^{-3}$ であった。また、0.015dpaの領域では、平均直径は2.0nmであり、数密度は $3.2 \times 10^{23} \text{m}^{-3}$ であった。なお、電圧パルスモードとレーザーパルスモードにおいて、平均直径と数密度の結果に相違はなかったため、合わせて結果を算出した。

### 3.3 水浸局部共振高調波法

#### (1) 基本波像と基本波波形の例

周波数25.75MHz、60サイクルのバースト波を照射し、30MHzハイパスフィルタを用い、励起電圧が78V、58V、38Vの条件で得られた基本波像と基本波波形の例を図6に示す。基本波波形は、それぞれの基本波像中の黄線の交点における波形である。入射共振周波数は、電子線照射部で振幅が最大となるように設定した。

基本波波形は、振幅低下前の左側が励起により共振した波形、右側部分が励起による共振終了後の自由振動の波形を示す。自由振動は、水による減衰のため、時間の経過とともに振幅が低下する。

基本波像は、各試料の水平板面内の位置により異なる共振振幅をもとに、その分布を図中のカラス

ケールにより振幅の大きさを色調に変換し表示したものである。中心から左側が電子線照射試料、右側が非照射試料である。励起による共振終了後の自由振動の波形において、電子線照射試料と非照射試料の違いを表示できるように、時間軸にゲートを設定し、その間の振幅値を表示したものである。いずれの励起電圧においても電子線照射試料の右側部分の振幅が非照射試料より有意に大きくなることはなかった。

#### (2) 3次高調波像と3次高調波波形の例

周波数25.80MHz、40サイクルのバースト波を照射し、50MHzハイパスフィルタを用い、励起電圧38Vの条件で測定した3次高調波像と3次高調波波形の例を図7に示す。3次高調波波形は、3次高調

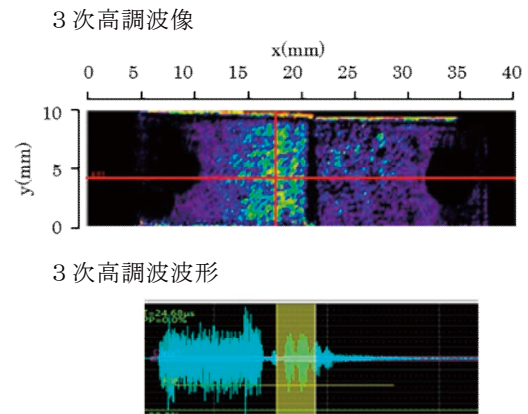


図7 共振周波数 25.80MHz、50MHzハイパスフィルタ使用による3次高調波像と3次高調波波形の例 (3次高調波像中の赤線の交点における3次高調波波形)

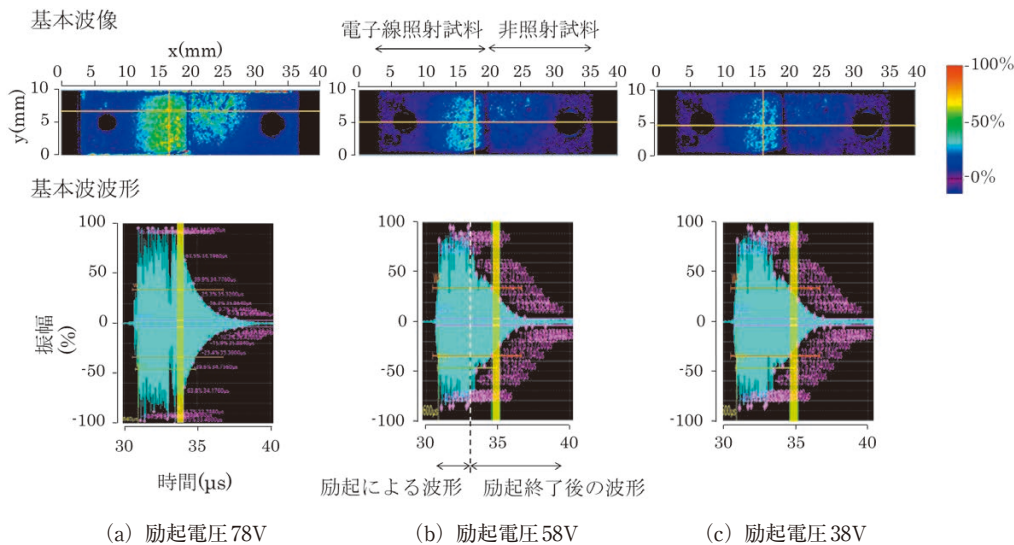


図6 共振周波数 25.75MHz、30MHzハイパスフィルタ使用による基本波像と基本波波形の例 (基本波像中の黄線の交点における基本波波形)

波像中の赤線の交点における波形である。3次高調波像においても、電子線照射試料の右側部分の振幅が非照射試料より有意に大きくなることが分かった。

(3) 3次高調波振幅の定量評価

解析の対象とした3次高調波像と3次高調波波形の例を、図8に示す。3次高調波波形は、3次高調波像中の赤線の交点における波形である。3次高調波像の各計測点の3次高調波について、減衰波領域の波形の面積を算出し、図1(b)に示した試験片の縦方向(y方向)について平均化して、電子線照射試料と非照射試料を比較した。図8の3次高調波像の左端を0として、照射量が増える方向(x方向)の各位置における減衰波の時間積分量の変化を、図9に

示す。減衰波の時間積分量算出には、y方向において100分割したうちの11~90行のデータを使用し、両端部のデータは除外した。電子線照射試料では、図2に示す局部共振高調波測定試料の照射量分布とよく相関する積分量の変化が得られた。また、非照射試料では一定の積分量が得られた。

4. 考察

電子線照射試料と非照射試料の3次高調波像で比較した結果、試料板厚から算出される最低次共振周波数4.30MHzの6次共振周波数25.8MHzを入射したとき、振幅に有意な差が認められた。しかし、3次高調波像では、各試料内の近接する測定点の間でも色調の変化が認められた。各測定点の振幅の大きさにばらつきがあると考えられ、振幅値のみの比較は難しい。そこで、電子線照射領域で共振する周波数では、非照射領域では共振継続時間が短くなることを考慮し、3次高調波像のy方向で平均した3次高調波の減衰波領域の時間積分を算出し、電子線照射試料と非照射試料で比較した。図8に示したように、減衰波の時間積分量を比較することで、高エネルギー電子線照射の有無で有意な差が認められ、定量的な評価ができる可能性が得られた。

また、高調波の減衰波領域の時間積分量が多く積算された電子線照射試料の領域では、電子線照射に伴う硬さの増加が認められ、直径が約2nmで数密度が $10^{23}m^{-3}$ 程度のCuリッチ析出物が形成していた。この結果から、3次高調波像に高エネルギー電子線照射の有無による差が認められたのは、Cuリッチ析出物の形成をとらえた結果であると考え

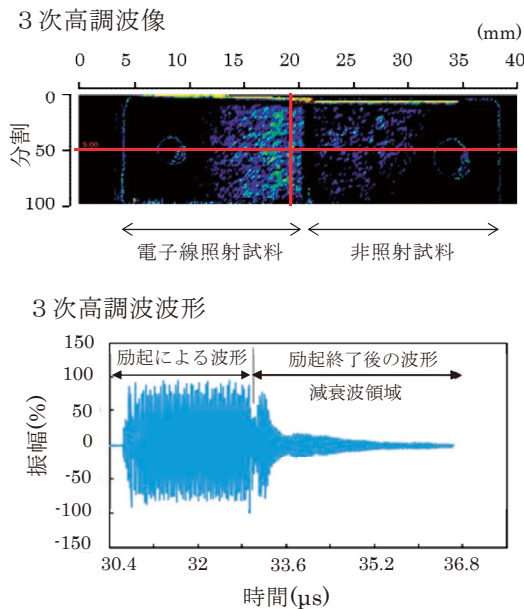


図8 解析対象の3次高調波像と3次高調波の例（3次高調波像中の赤線の交点における3次高調波）

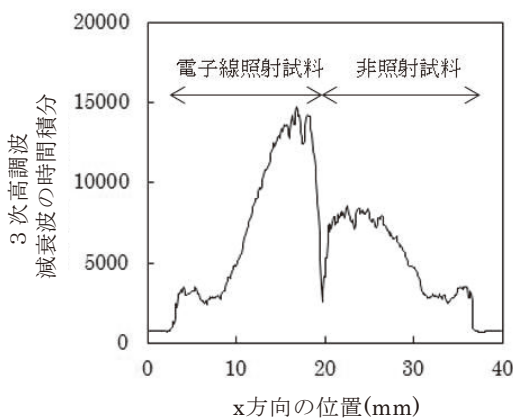


図9 y方向で平均化した減衰波の時間積分のx方向の位置による変化

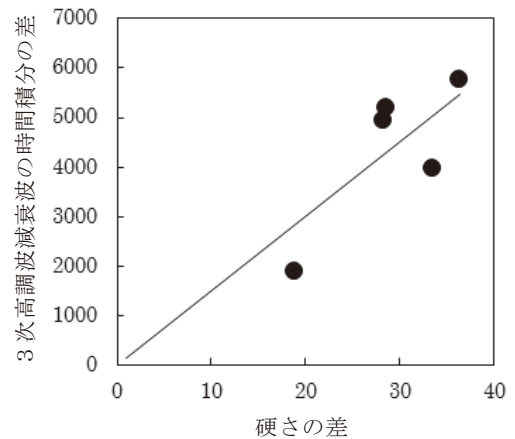


図10 硬さと3次高調波減衰波の時間積分量の電子線照射に伴う変化の関係

られる。

図10には、硬さと3次高調波の減衰波領域の時間積分量の電子線照射に伴う変化の関係を示す減衰波の時間積分量は、ビッカース硬さ試験を行った地点に対応する範囲で値を算出した。硬さの増加に伴い時間積分量の差も増加し、両者に相関が確認された。照射脆化は硬さと相関することから、3次高調波減衰波領域の時間積分量が照射脆化の要因となるミクロ組織変化の指標となる可能性が得られた。

## 5. まとめ

照射脆化評価に対する非線形超音波法の適用性の検討を目的に、電子線照射した原子炉容器鋼(A533B鋼:0.16wt%Cu)を供試材として、高エネルギー電子線照射試料と非照射試料について水浸局部共振高調波法による測定を行い、3次高調波の変化と照射硬化およびミクロ組織変化との関係を調べた。3次高調波振幅に原子炉容器鋼における高エネルギー電子線照射の有無による差が認められるのは、Cuリッチ析出物の形成をとらえた結果と示唆された。照射に伴うミクロ変化と硬さの増加を、水浸局部高調波法により評価できる可能性が得られた。今後、照射量の異なる試料に対して同様の測定を行い照射量の変化に伴う高調波振幅の変化を調べるとともに、溶質原子クラスター形成に伴う高調波の変化の機構を明らかにして、照射脆化評価への適用をさらに検討する計画である。

## 参考文献

- (1) (社)日本電気協会, 原子炉構造材の監視試験方法の概要, JEAC4201-2007 (2007).
- (2) (独)原子力安全基盤機構, 高経年化技術評価審査マニュアル 原子炉圧力容器の中性子照射脆化, JNES-SS-0507-04 (2011).
- (3) 例えば, (独)原子力安全基盤機構, 高経年化技術評価等報告に対する技術審査報告書(関西電力株式会社美浜発電所3号機)(2006).
- (4) (独)原子力安全基盤機構, 原子炉圧力容器監視試験片の再生に関する調査報告書, JNES-SS-0601 (2006).
- (5) 大岡紀一, 石井敏満, “原子炉容器用鋼材の中性子照射脆化の評価(特集 発電用原子炉の健全性評価)”, 非破壊検査, vol.52, No.5, May2003, pp.235-239 (2003).
- (6) 鎌田康寛, 高橋正氣, 荒克之他, “圧延及び熱時効したFeCuモデル合金の脆化と磁気特性”, 日本保全学会第2回学術講演会要旨集, pp.173-174 (2005).
- (7) 中東重雄, 程衛英, 志波光晴他, “材料劣化評価技術に関する研究 電磁気的手法による圧力容器鋼(SQV2A)の照射脆化度評価”, 溶接・非破壊検査技術センター技術レビュー, vol.2, pp.34-40 (2006).
- (8) M. Delnondedieu, J.F. Coste, H. Hegeman, et al., “GRETE project-Evaluation of non-destructive testing techniques for monitoring of material degradation,” Article presented at FISA 2003 symposium, Luxembourg, 10-13 November, (2003).
- (9) G. Dobmann, I. Altpeter, M. Kopp, “Nondestructive materials characterization of irradiated nuclear pressure-vessel steel samples by the use of micromagnetic techniques and in terms of mechanical properties,” Russian Journal of Nondestructive Testing, 42, pp.272-277 (2006).
- (10) B. Acosta, L. Debarberis, A. Rito, “Advances in the development of the “STEAM” thermoelectric method for radiation embrittlement assessment,” Proc. 4th International Conference on NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components, London, 6-8 December, (2004).
- (11) B. Acosta, F. Sevini, “Evaluation of irradiation damage effect by applying electric properties based techniques,” Proc. Nuclear Engineering and Design, 229, pp.165-173 (2004).
- (12) J.P. Massoud, J.F. Coste, J.M. Leborgne, “Thermal Aging of PWR Duplex Stainless Steel Components Development of a Thermoelectrical Thechnique as a Non-Destructive Evaluation Method of Aging,” Proc.7th International Conference on Nuclear Engineering, ICONE-7243 (1999).

- (13) S. Matsubara, Y. Kawaguchi, "Evaluation of Thermal Aging in Duplex Stainless Steel by nd Velocity Measurement of Surface Acoustic wave," Proc. The First International Conference on NDE in Relation to Structural Integrity for Nuclear and Pressurised Components," 1, pp.262-270 (1998).
- (14) 川嶋紘一郎, "水浸超音波法による材料表面近傍及び内部欠陥・異質部の可視化の現状" 非破壊検査, 66, pp.171-177 (2017).
- (15) K.H. Matlack, J.-Y. Kim, J.J. Wall, J. Qu, L.J. Jacobs, M.A. Sokolov, "Sensitivity of ultrasonic nonlinearity to irradiated, annealed, and re-irradiated microstructure changes in RPV steels," Journal of Nuclear Materials. 448, pp.26-32 (2014).
- (16) C. English, J. Hyde, "Recent progress in the understanding of RPV embrittlement," Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors, INSS, p.307 (2008).
- (17) M. Hasegawa, Y. Nagai, T. Toyama, Y. Nishiyama, M. Suzuki, A. Almazouzi, E. van Walle, R. Gerard, "Evolution of Irradiation-Induced Cu Precipitation and Defects in Surveillance Test Specimens of Pressure Vessel Steels of Nuclear Power Reactors: Positron Annihilation and 3 Dimensional Atom Probe Study," Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors, INSS, p.327 (2008).
- (18) N. Soneda, K. Dohi, A. Nomoto, K. Nishida, S. Ishino, "Microstructural analysis of RPV materials and development of mechanism-guided embrittlement correlation method," Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors, INSS, p.355 (2008).
- (19) K. Fukuya, K. Fujii, "A study of radiation embrittlement using simulation irradiation," Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors, INSS, p.371 (2008).
- (20) K. Fujii, K. Fukuya, N. Nakata, K. Hono, Y. Nagai, M. Hasegawa, "Hardening and microstructural evolution in A533B steels under high-dose electron irradiation," J. Nucl. Mater., 340, pp.247-258 (2005).
- (21) 川嶋紘一郎, "非線形超音波を用いた固体材料の非破壊評価 - 内部微細異質部の画像化 -", 非破壊検査, 62, pp.3-10 (2013).
- (22) J. M. Hyde, C.A. English, "An analysis of the structure of irradiation induced Cu-enriched clusters in low and high nickel welds," in: Proc. Mater. Res. Soc. Symp., vol. 650, 2001, p. R6.6.1.