

中性子照射ステンレス鋼の溶質原子クラスタ形成

Solute Cluster Formation in Austenitic Stainless Steel under Neutron Irradiation

藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii) *¹ 福谷 耕司 (Koji Fukuya) *¹

要約 軽水炉の炉内構造物に発生が懸念される照射誘起応力腐食割れのメカニズム解明には、中性子照射によるステンレス鋼のミクロ組織とミクロ組成の変化を把握することが重要である。本研究では、日本原子力研究開発機構の原子炉廃止措置研究センター管理区域内に設置されたアトムプローブを用いて、PWRで最大74dpaまで照射されたオーステナイトステンレス鋼のミクロ組成分析を実施した。照射量3dpaからNi-Siクラスタが高密度に結晶粒内に観察された。クラスタは直径が6～10nm程度の比較的大きなものと、直径が3～4nmの小さなものからなっていた。クラスタの大きさと数密度、平均組成は照射量11dpaと74dpaで同様であり、11dpa以上でクラスタの形成が飽和傾向にあることが示唆されたが、高照射量でのみMnとPが集積した大きなクラスタが存在した。直径が10nm程度でMnとPを含むクラスタはG相析出物に類似の構造であることが推察され、照射量11dpa以上でもクラスタの形成が生じていることが確認された。

キーワード 照射誘起応力腐食割れ, 炉内構造物, ステンレス鋼, アトムプローブ, 溶質クラスタ, G相析出物

Abstract Characterization of the microstructure and microchemistry of stainless steels irradiated by neutrons is important to understand mechanisms of radiation induced stress corrosion cracking in core internal materials of light water reactors. In this study, microchemical observations of SUS316 stainless steels irradiated in a pressurized water reactor were carried out using the atom probe tomography (APT) established at the radiation control area in the Fugen Decommissioning Engineering Center of Japan Atomic Energy Agency. The specimens were cold-worked SUS316 stainless steel, which was irradiated to 3, 11 and 74dpa at about 300°C. APT analysis confirmed that the clusters mainly enriched in Ni and Si were formed: small clusters with diameters from 3 to 4nm and large cluster with diameters from 6 to 10nm inside the grains of all specimens. The size, number density and average composition of Ni-Si clusters were similar in 11 and 74dpa specimens, suggesting that the cluster evolution tended to saturate above 11dpa while Ni-Si-Mn clusters were formed at higher doses.

Keywords irradiation assisted stress corrosion cracking, core internals, stainless steel, atom probe tomography, solute atom cluster, G-phase precipitate

1. はじめに

軽水型発電プラントの炉内構造物材料として使用されるオーステナイトステンレス鋼は、中性子照射によりミクロ組織やミクロ組成が変化し、照射誘起応力腐食割れ (irradiation assisted stress corrosion cracking, IASCC) の発生や靱性の低下を引き起こす場合がある。これまで、主として透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscopy, TEM) による照射ステンレス鋼の観察や分析が行

われ、転位ループやブラックドット、キャビティ、 γ' 析出物が形成すること、これらの大きさや密度は照射温度や損傷速度等の照射条件により影響を受けることが知られている。また、照射誘起偏析による結晶粒界でのニッケル (Ni) の濃化やクロム (Cr) の欠乏等に関しても多くの測定がなされ、ステンレス鋼の照射変化に関するデータベースが構築されている⁽¹⁾。

近年、原子レベルの空間分解能を有する質量分析法であるアトムプローブ (atom probe tomo-

*1 (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

graphy, APT) 分析が中性子やイオンで照射されたオーステナイトステンレス鋼に対して試みられ、溶質原子クラスタの形成や照射誘起偏析に関して報告されつつある^{(2)~(8)}。このうち、加圧水型原子炉 (pressurized water reactor, PWR) で照射されたステンレス鋼に対する APT 測定に関する報告は、Etienne らによるバップルフォーマボルト (15% 冷間加工 316 ステンレス鋼, 照射温度 360°C, 照射量 12dpa) の分析⁽²⁾ と Toyama らによる燃料ラッパー板 (304 ステンレス鋼, 照射温度 300°C, 照射量 24dpa) の分析^{(3),(4)} がある。Etienne らは、結晶粒内にシリコン (Si) が濃縮した領域と Ni-Si が濃縮したクラスタが形成していることを報告しており、フランクループや転位への Ni や Si の偏析による形成機構を指摘している。Toyama らは、Ni-Si が濃縮した析出物が TEM で観察されるフランクループの 10 倍の数密度で形成し、一部の析出物はマンガ (Mn) とリン (P) を含むことを報告している。ただし、Ni-Si クラスタは TEM では観察が難しく、また IASCC や脆化へ寄与が不明であり、より詳細な分析が求められている。さらに、照射ステンレス鋼の APT 測定データの数はまだ少なく、材料と照射条件も限られており、同じ材料で中性子照射量の異なるいわゆる照射量依存性を直接検討できるデータはない。

そこで、我々がこれまで IASCC 研究に用いてきた国内の PWR の燃料領域内で照射されたフラックスシムブルチューブ材を APT で分析して溶質原子クラスタの形成に対する照射影響を調べ、これまでに報告済みの TEM 観察による損傷組織⁽⁹⁾ と比較検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は中性子照射量の異なるフラックスシムブルチューブ材である。材質は冷間加工 SUS316 ステンレス鋼であり、材料組成 (wt.%) は Fe-0.04C-0.62Si-1.63Mn-0.022P-0.006S-12.6Ni-16.94Cr-2.22Mo である。照射条件は表 1 にまとめて示した通りであり、照射量は 3, 11, 74dpa の 3 条件である。なお、照射量 74dpa のデータについては既に報告済みである⁽¹⁰⁾。

表 1 研究に使用したシムブルチューブ材の照射条件

照射量 (dpa)	損傷速度 (dpa/s)	照射温度 (°C)
3	8×10^{-9}	324
11	2.8×10^{-8}	323
74	1.5×10^{-7}	305

2.2 分析

APT 測定には、日本原子力研究開発機構の原子炉廃止措置研究センターの管理区域内に開設された高経年分析室に導入された CAMECA 社製の LEAP3000XHR を用いた。測定はレーザーパルスモードで行い、試料温度は -238°C、レーザー出力は 0.3nJ、パルス周波数は 200kHz とした。

測定用の針状の試料は、集束イオンビーム (focused ion beam, FIB) 加工装置 (HITACHI 製 NB5000) を用いて作製した。FIB のマイクロサンプリング機構を用いて微小サンプル ($2 \times 2 \times 10 \mu\text{m}$) を切り出した後、タングステンニードルの先端に固定し、リング状にビームを走査して試験片を削り円錐状に加工した。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、APT では元素を決定する際に、イオンの質量/電荷比を用いる。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、質量数 58 の Fe と Ni が同じ質量/電荷比を持つことになり、データ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、同じ質量/電荷比を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ない。そこで本研究では質量数 58 の元素として取り扱った。なお、測定した試験片の数とイオンの総数はそれぞれ、3dpa 照射材が 5 個と 820 万イオン、11dpa 照射材が 8 個と 2640 万イオン、74dpa 照射材が 8 個と 2000 万イオンである。

3. 結果

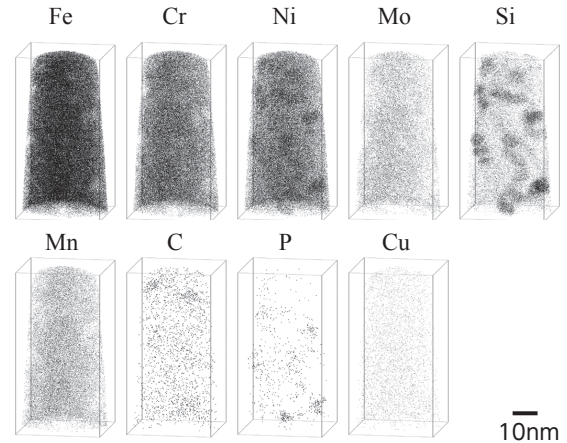
3.1 アトムプローブ測定

図1には、測定された原子マップの例を示した。母相には、NiとSiがともに集積した箇所が観察され、照射量3dpaからNi-Siクラスタが形成していることが分かる。また、測定したすべての試料に同様なクラスタが観察され、Ni-Siクラスタが高密度に結晶粒内に形成していることが分かった。なお、クラスタは直径が6~10nm程度の比較的大きなものと、直径が3~4nmの小さなものからなっており、照射量74dpaでは大きなクラスタの一部にMnとPの集積も認められた。

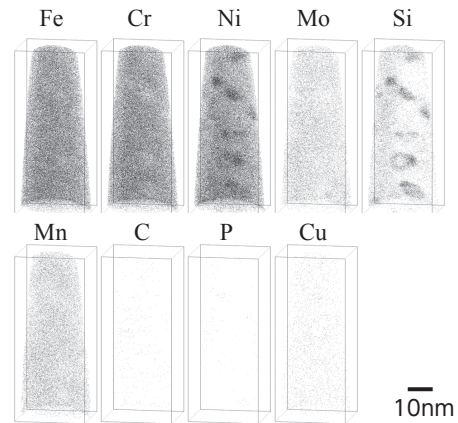
レーザーパルスモードによるアトムプローブ測定では、入射レーザーの熱影響によりSiやP等の軽元素が試料表面を拡散し密度分布を生じる場合があるが、今回の測定ではSiやPに特異な密度分布は観察されず、母相の組織が適切に測定されていると考えられる。また、FIB加工に使用したGaもほとんど検出されず、母相の組織が適切に測定されていると考えられる。

3.2 クラスタ解析

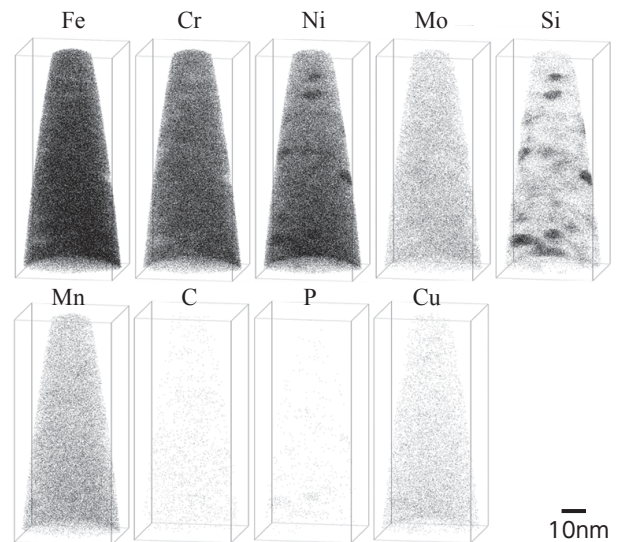
測定された原子マップに対して、マキシマム・セパレーション法に基づいた再帰的検索手法を用いてクラスタ解析⁽¹¹⁾を行った。本手法は、原子炉压力容器鋼に中性子照射により形成する直径数nmの溶質原子クラスタの抽出に用いられる方法である。この解析法では、クラスタのコアを形成する元素を定義し、与えられた距離内で隣接するコア原子でまずクラスタを抽出する。次に、各コア原子から与えられた距離内に存在するすべての原子（周辺原子）を抽出する。最後に、各周辺原子について、その原子から与えられた距離以内に存在するコア原子の数を調べ、これが与えられた個数に満たない周辺原子を取り除く。今回の解析では、Siをクラスタのコア元素と定義し、コア原子の抽出に用いるしきい距離には0.7nm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。なお、コア原子の抽出に用いるしきい距離については、0.5nmでは大きなクラスタを分割して抽出する傾向があり、小さすぎると判断された。また、0.6nmでは大きく明瞭なクラスタはほぼ的確に抽出できるが、小さなものや



(1) 3dpa, 324°C, 8×10^{-9} dpa/s



(2) 11dpa, 323°C, 2.8×10^{-8} dpa/s



(3) 74dpa, 305°C, 1.5×10^{-7} dpa/s

図1 中性子照射されたSUS316ステンレス鋼の原子マップの代表例

ディフューズなものが抽出されず、小さすぎると判断された。一方、より大きな値では複数のクラスタを一つのクラスタとして抽出してしまうため、今回の解析ではしきい距離を0.7nmとした。また、Si以外にNiも明確にクラスタに集積しておりコア原子であると考えられるが、ステンレス鋼の主要な成分元素であり濃度が高いためにコア原子と仮定してクラスタを抽出すると、Niの濃度揺らぎに起因した小さなクラスタが高密度に抽出されるとともに、複数のクラスタを一つのクラスタとして抽出してしまう傾向が強くなり適切なクラスタの抽出が不可能であった。このため、今回の解析ではコア原子をSiに限定してクラスタを抽出した。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SiもしくはNiが3個未満しかないものを取り除いた。

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、クラスタ内の元素の分布、クラスタの数密度を求めた。なお、クラスタの大きさとしてはギニエ半径 r_g をクラスタ半径とした。ギニエ半径はクラスタの回転半径 l_g を用いて次式で定義される。

$$r_g = \sqrt{\frac{5}{3}} l_g = \sqrt{\frac{5}{3}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \{(x_i - \bar{x})^2 + (y_i - \bar{y})^2 + (z_i - \bar{z})^2\}}{n}}$$

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領域の周辺部に位置するものを除外した。これは、測定領域の周辺部に位置するクラスタはその全体が含まれていない可能性があるためである。今回の解析では、クラスタの重心から測定領域の縁までの距離がそのクラスタの半径の1.0倍以上のものについてクラスタの直径を評価した。

図2には、クラスタのサイズ分布を示した。なお、クラスタの平均直径は、3dpa照射材では3.8nm、11dpa照射材では4.3nm、74dpa照射材では4.1nmであった。すべての照射量で直径が5nm程度を境にした2つのピークが認められた。抽出されたクラスタは直径5nm以下が多く、これ以上の大きさのクラスタは少ない。ただし、照射量の増加に伴いより大きなクラスタが存在するようになり、クラスタの成長が認められた。

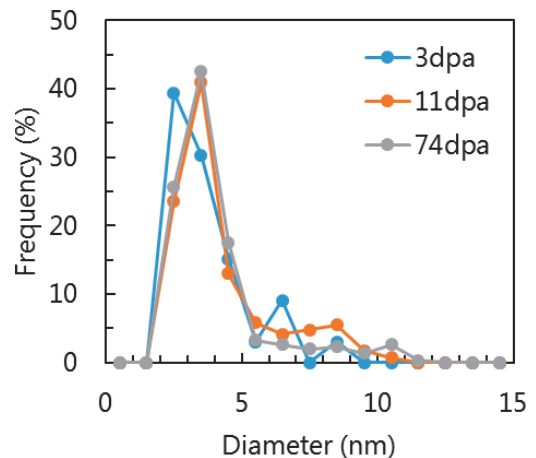


図2 クラスタのサイズ分布

表2にクラスタの数密度と平均組成のデータをまとめて示した。図3には、クラスタの数密度を全クラスタについて比較するとともに、直径が5nm未満のもの (Small) と5nm以上のもの (Large) に分けて示した。全クラスタの密度は3dpaから11dpaで増加しているが、11dpaと74dpaはほとんど同じある。大きいクラスタの密度は3dpa, 11dpa, 74dpaの順に小さくなり、反対に小さいクラスタはその順に大きくなっている。調べた3レベルの照射では、Ni-Siクラスタは11dpaまでは形成が進行するが、11dpa以上では形成が進行していないことが示唆される。この結果は、小さなクラスタ

表2 シンプルチューブ材のクラスタの数密度と平均組成

Specimen	Cluster	Number density ($\times 10^{23} \text{m}^{-3}$)	Average composition (at%)					
			Fe	Cr	Mn	Ni	Si	Mo
3dpa, 323°C	Small	2.6	55.1	12.9	0.7	19.4	10.8	0.7
	Large	3.3	45.0	9.7	0.9	29.4	14.1	0.5
11dpa, 323°C	Small	5.8	51.9	12.0	1.1	21.7	11.5	0.9
	Large	1.9	41.3	8.6	0.9	31.0	16.0	0.6
74dpa, 305°C	Small	6.8	53.5	11.6	1.2	21.6	10.7	0.8
	Large	0.9	44.2	9.4	2.0	28.5	14.4	0.8

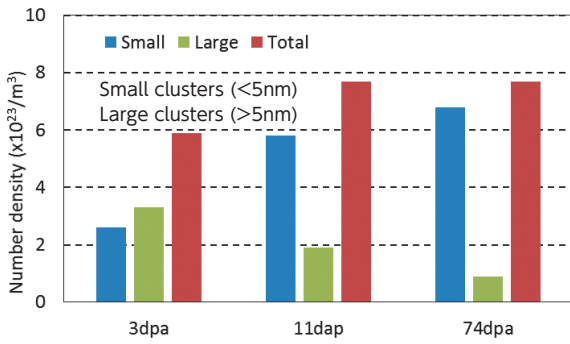


図3 クラスタの数密度の比較

は中性子照射により蓄積する照射欠陥と関係があること、大きなクラスタは照射初期（照射により形成した損傷組織が互いに影響を及ぼしあう分布状態にまで到達する時間）に形成したものが照射欠陥等との反応で再固溶して消失するプロセスがあることを示唆する。

図4にクラスタの平均組成を直径が5nm未満のものと5nm以上のものに分けて示した。組成はほとんど異なっておらず、ほぼ同じ組成のクラスタが生成していることが分かった。また、クラスタの直径と組成の関係を3dpa照射材と11dpa照射材について図5にそれぞれ示した。なお、74dpa照射材についての同様な整理の結果は既に報告済みであ

る⁽¹²⁾。直径が5nm未満のクラスタについては、組成のばらつきは大きい、その分布は正規分布に近いものであった。バルクの平均組成と比較すると、NiおよびSiがバルクの約2倍と7倍に集積していることが分かった。また、平均組成は照射によりNi濃度がわずかに増加する傾向が認められたが、Siなど他の元素についてはほぼ同じ濃度であった。一方、直径が5nm以上のクラスタについては、直径が大きくなるほどNiとSiの濃度は高くなり、FeとCrの濃度は低くなる傾向があった。また、Mnについては74dpa照射材でのみ一部のクラスタで高い濃度であった。

図6には、クラスタへの集積が認められたNiについてSiとの数の関係を示した。Niの数は、Siの数が増加するのに伴い照射量によらず一定の割合(Ni/Si=2)で増加する傾向があった。

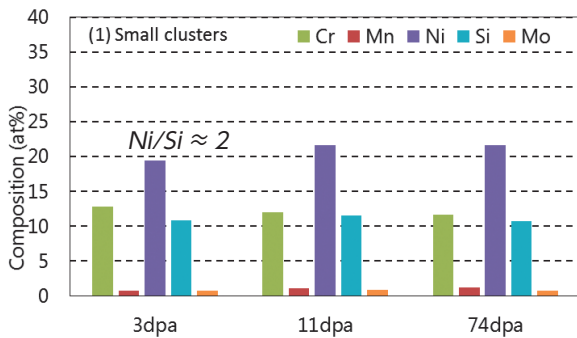
図7には、3dpa照射材で観察された大きいクラスタの内部の組成の変化の例を示す。このクラスタは直径が約8nmであり、中心付近はほとんどNiとSiのみでFeは含まれず、最中心はNiとSiの比はほぼ1となっている。クラスタはSiとNiの集積が核となって生成していることを示唆する。

4. 考察

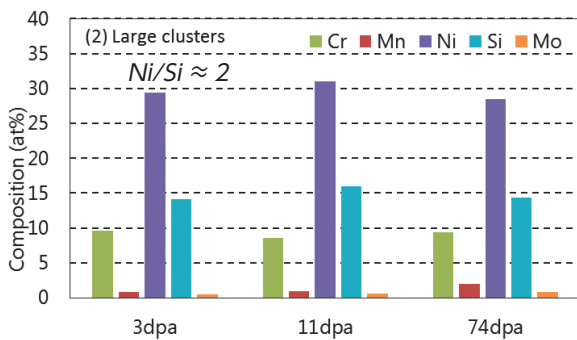
4.1 クラスタ生成

軽水炉で照射されたシングルチューブ材から照射量3dpa, 11dpa, 74dpaの材料をAPTで観察した結果、3dpa照射材からNi-Siクラスタの生成が確認された。ただし、照射温度と照射速度は表1に示したように若干異なっている。

図3に3dpa, 11dpa, 74dpa照射材の大小のクラスタと全クラスタの密度の比較を示したが、全クラスタの密度は3dpaから11dpaで増加しているが、11dpaと74dpaはほとんど同じである。大きいクラスタの密度は3dpa, 11dpa, 74dpaの順に小さくなり、反対に小さいクラスタはその順に大きくなっている。大小のクラスタの密度が入れ替わるように変化する傾向は、個々のクラスタが生成して成長するという考えでは説明できない。NiとSiの既存転位への偏析の進行とクラスタの判別の仕方が関係している可能性が考えられる。冷間加工による初期転位にNiとSiが偏析する初期段階には、転位周りに溶質濃度の高い場が形成される。一方、加工転位は近傍

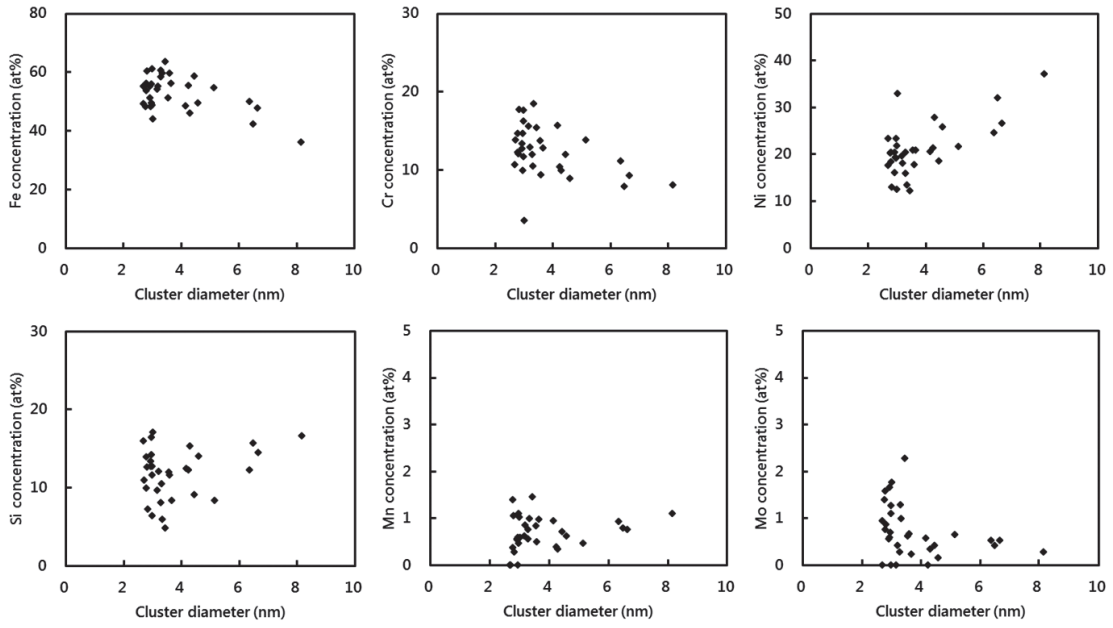


(1) クラスタ (直径 5nm未満)

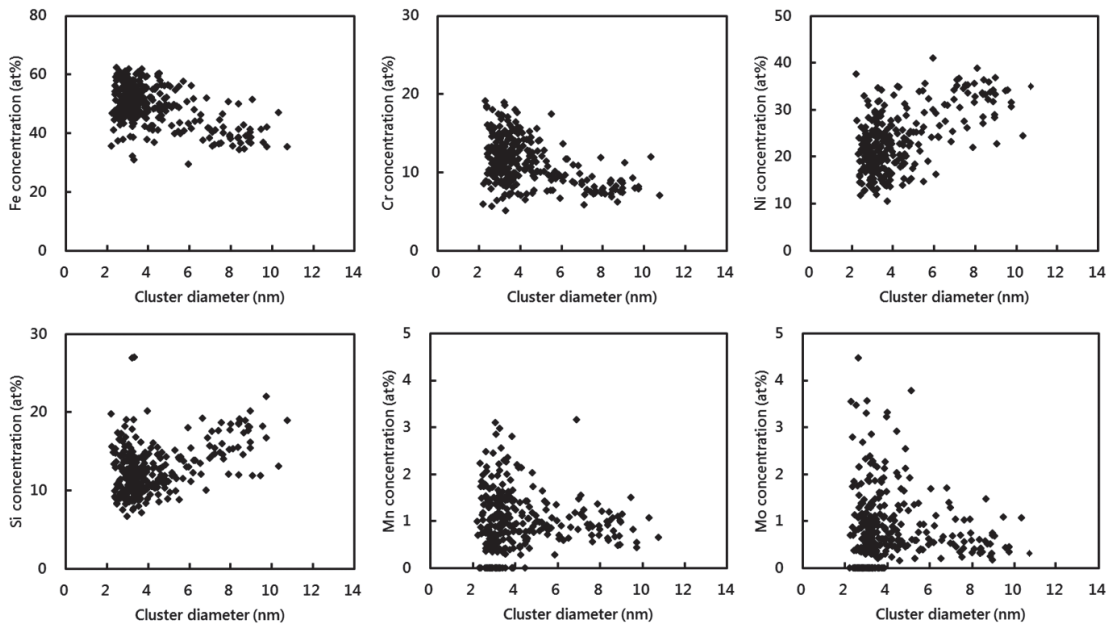


(2) クラスタ (直径 5nm以上)

図4 クラスタの平均組成の比較



(1) 3dpa照射材



(2) 11dpa照射材

図5 クラスターの平均組成の比較

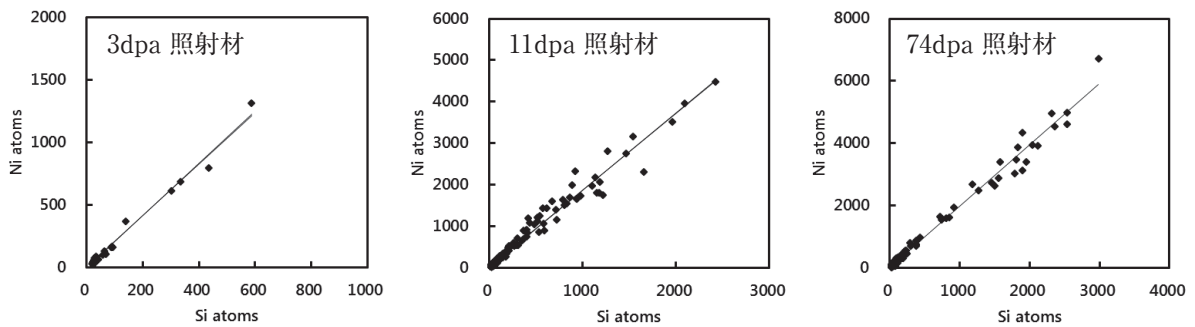


図6 クラスタへのSiとNiの集積の関係

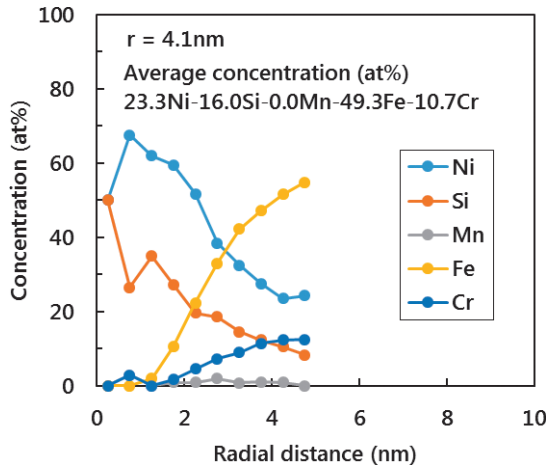


図7 3dpa照射材のクラスタの内部組成の例

でのカスケード損傷や転位ループとの相互作用などで消滅が進み、線状の転位は数dpa以上では電子顕微鏡でも明確には見られなくなる。このような転位組織変化の過程で、照射量が少なく転位の分解があまり進んでいない段階では、溶質クラスタが分断されないで大きいクラスタとして判定される可能性が高いが、照射が進んで転位の分断が進むとそのような大きく判定されるクラスタが減少しより小さいクラスタとして判定されるものが増加する可能性が考えられる。

一方、74dpa照射材では11dpaまでは見られないMnを含むNi-Si-Mnのクラスタが見られており、転位組織の変化に影響されないクラスタの組成の発達も起こっていると考えられる。Mnは粒界のようなシンクで減少するような元素であり、Ni-Si-Mnクラスタは単純なシンクへの偏析で生じるものではないと考えられ、照射誘起偏析以外のメカニズムで照射の進行とともに現れるクラスタと考えられる。そのメカニズムは熱力学的安定相の照射による変化などが考えられるが現状では不明であり、照射量の異なるデータをさらに得ることによりクラスタの発達の知見をさらに蓄積する必要がある。

本試料で観察されたNiとSiの濃化したクラスタと同様のクラスタは、軽水炉やそれに近い300°C付近で照射されたステンレス鋼で報告されている⁽²⁾⁻⁽⁸⁾。今回観察されたクラスタの形態やサイズは報告されたものに類似している。クラスタが結晶構造をもちどのような析出物と関係しているかはまだよく分かっていない。

また、軽水炉で照射されたステンレス鋼の低歪速度引張試験や定荷重試験からIASCC発生の特徴が調べられ、照射量が1~5dpaでIASCC感受性が現れることが明らかにされているとともに、IASCCが発生するしきい応力線図が照射量に対して求められており、約10dpaでは約900MPaであり、30dpaでは約450MPaまで低下し、それ以上の照射量ではほとんど低下しない⁽¹⁾。

クラスタが機械的性質やIASCC特性などの巨視的な性質への程度影響しているかはまだよく分かっていない。今後も多様な条件で分析を継続して、クラスタの性状とその影響を調べることは照射劣化機構の解明で重要である。

4.2 TEM観察組織との比較

今回分析した照射材は、TEM観察による内部欠陥の同定と定量化がなされており、転位成分としてフランクループとブラックドット、キャビティとしてHeバブル、析出物として γ' 相(NiとSiの化合物Ni₃Si)が報告されている⁽⁹⁾。表3にそのデータをまとめて示した。

アトムプローブ分析で観察されたクラスタが主としてNiとSiからなるので、 γ' 相(Ni₃Si)やG相(M₆Ni₁₆Si₇)との関係が示唆されるが正確な性状については報告されていない。クラスタのNiとSiの比率は約2であり、 γ' 析出物の3よりは小さい値である。また、TEM観察により γ' 析出物の回折斑点

表3 シンプルチューブ材の観察データ⁽⁹⁾

d : average diameter (nm), ρ : number density ($\times 10^{22} \text{m}^{-3}$)

Microstructure	3dpa, 293°C		4dpa, 323°C		11dpa, 323°C		74dpa, 305°C	
	d	ρ	d	ρ	d	ρ	d	ρ
Frank loop	10.7	2.5	12.2	1.5	12.4	2.3	12.1	2.0
Black dot	4.3	2.5	4.1	3.8	4.2	2.1	4.9	4.6
Cavity	0.9	36	0.9	21	0.9	50	1.1	40
γ' precipitate	ND	ND	3.1	<0.03	3.7	0.16	4.0	0.64

ND: not detected

位置で撮影された暗視野像から測定された析出物は、3dpaでは観察されず、11dpaと74dpaでは観察されている。ただし、数密度は今回アトムプローブ分析で得られたクラスタの数密度の1/100以下であり大きな違いがある。

シングルチューブ材では硬さデータが得られており、3dpaでは337、11dpaでは375、74dpaでは373であり、3dpaから11dpaでは硬化が進行するが、11dpa以上ではすでに飽和レベルに達している。この飽和傾向は転位ループの密度が飽和することが原因と考えられている。Ni-Siクラスタの密度の変化は硬さの変化と傾向が同じであるので、硬化に対して何らかの寄与をもつと考えられるが、転位ループの寄与との相対関係などは不明である。ただし、転位ループはシンクとして作用するため溶質元素の偏析が起これり“pure”な転位ループはおそらく存在しないと考えられる。これはNiやSiで“decorate”された転位ループがほとんどであることを示唆する。APT観察でもリング状のNiやSiの分布が多く認められている。これまでの照射欠陥の硬化因子の検討では、“decorate”された転位ループのような複合効果を加味すべき欠陥は機論されておらず、今後転位ループやクラスタの硬化因子を総合的に再評価する必要がある。ただし、アトムプローブ分析で観察されるクラスタとTEMで観察される損傷組織との対応が必ずしも明確ではないため、同じ硬化因子を見ている可能性もある。アトムプローブ分析で得られるミクロ組成とTEM観察によるミクロ組織の対応を明らかにするには、TEM観察した試料のアトムプローブ分析などの高度な実験によるデータで確認することが望まれる。

5. まとめ

アトムプローブ測定によりPWRで最大74dpa照射されたSUS316ステンレス鋼の溶質原子クラスタの形成を調べた。照射量3dpaからNi-Siクラスタが高密度に結晶粒内に観察された。クラスタは直径が6~10nm程度の比較的大きなものと、直径が3~4nmの小さなものからなっていた。クラスタの大きさと数密度、平均組成は照射量11dpaと74dpaで同様であり、11dpa以上でクラスタの形成が飽和傾向にあることが示唆されたが、高照射量でのみMnとPが集積した大きなクラスタが存在した。直径が10nm程度でMnとPを含むクラスタはG相析出物

に類似の構造であることが推察され、照射量11dpa以上でもクラスタの形成が生じていることが確認された。

文献

- (1) たとえば、福谷耕司、西岡弘雅、藤井克彦、“ステンレス鋼の軽水炉照射挙動”，INSS MONOGRAPHS No.4 2009.
O.K. Chopra, A.S. Rao, “A review of irradiation effects on LWR core internal materials - IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels”, Journal of Nuclear Materials 409 (2011) 235-256.
- (2) A. Etienne, B. Radiguet, P. Pareige, J.-P. Massoud, C. Pokor, “Tomographic atom probe characterization of the microstructure of a cold worked 316 austenitic stainless steel after neutron irradiation”, Journal of Nuclear Materials 382 (2008) 64-69.
- (3) T. Toyama, Y. Nozawa, W. Van Renterghem, Y. Matsukawa, M. Hatakeyama, Y. Nagai, A. Al Mazouzi, S. Van Dyck, “Irradiation-induced precipitates in a neutron irradiated 304 stainless steel studied by three-dimensional atom probe”, Journal of Nuclear Materials 418 (2011) 62-68.
- (4) T. Toyama, Y. Nozawa, W. Van Renterghem, Y. Matsukawa, M. Hatakeyama, Y. Nagai, A. Al Mazouzi, S. Van Dyck, “Grain boundary segregation in neutron-irradiated 304 stainless steel studied by atom probe tomography”, Journal of Nuclear Materials 425 (2012) 71-75.
- (5) P. Pareige, A. Etienne, B. Radiguet, “Experimental atomic scale investigation of irradiation effects in CW 316SS and UFG-CW 316SS”, Journal of Nuclear Materials 389 (2009) 259-264.
- (6) A. Etienne, B. Radiguet, N.J. Cunningham, G.R. Odette, P. Pareige, “Atomic scale investigation of radiation-induced segregation in austenitic stainless steels”, Journal of Nuclear Materials 406 (2010) 244-250.

- (7) Z. Jiao, G.S. Was, "Novel features of radiation-induced segregation and radiation-induced precipitation in austenitic stainless steels", *Acta Materialia* 59 (2011) 1220-1238.
- (8) Y. Chen, P.H. Chou, E.A. Marquis, "Quantitative atom probe tomography characterization of microstructures in a proton irradiated 304 stainless steel", *Journal of Nuclear Materials* 451 (2014) 130-136.
- (9) K. Fukuya, K. Fujii, M. Nishioka, Y. Kitsunai, "Evolution of microstructure and microchemistry in cold-worked 316 stainless steels under PWR irradiation", *J. Nucl. Sci. Technol.* 43 (2006) 159.
- (10) K. Fujii, K. Fukuya, "Irradiation-induced microchemical changes in highly irradiated 316 stainless steel", *Journal of Nuclear Materials* 469 (2016) 82-88.
- (11) 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.
- (12) 藤井克彦, 福谷耕司, "アトムプローブによる中性子照射ステンレス鋼のマイクロ組織分析", *INSS Journal*, vol.21, 2014, p.108.