



JAEA-Technology

2006-010



JP0650362

反射電子像の画像解析による被覆管の水素濃度測定

Hydrogen Concentration Measurement in Fuel Cladding
by Backscattered Electron Image Analysis

小野澤 淳 原田 晃男 本田 順一 安田 良
仲田 祐仁 金澤 浩之 西野 泰治

Atsushi ONOZAWA, Akio HARADA, Junichi HONDA, Ryo YASUDA
Masahito NAKATA, Hiroyuki KANAZAWA and Yasuharu NISHINO

東海研究開発センター
原子力科学研究所
ホット試験施設管理部

Department of Hot Laboratories and Facilities
Nuclear Science Research Institute
Tokai Research and Development Center

March 2006

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

JAEA-Technology

本レポートは日本原子力研究開発機構が不定期に刊行している研究開発報告書です。
本レポートの全部または一部を複写・複製・転載する場合は下記にお問い合わせ下さい。
〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根2-4
日本原子力研究開発機構 研究技術情報部 研究技術情報課
Tel.029-282-6387, Fax.029-282-5920

This report was issued subject to the copyright of Japan Atomic Energy Agency.
Inquiries about the copyright and reproduction should be addressed to :
Intellectual Resources Section,
Intellectual Resources Department
2-4, Shirakata-shirane, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1195, JAPAN
Tel.029-282-6387, Fax.029-282-5920

©日本原子力研究開発機構, Japan Atomic Energy Agency, 2006

反射電子像の画像解析による被覆管の水素濃度測定

日本原子力研究開発機構 東海研究開発センター
原子力科学研究所 ホット試験施設管理部

小野澤 淳・原田 晃男・本田 順一・安田 良⁺・仲田 祐仁・金澤 浩之・西野 泰治

(2006年1月26日受理)

高燃焼度燃料において、燃料被覆管への水素吸収量の増加は被覆管の健全性を検討する上で重要な問題である。照射による被覆管への酸化膜の生成に伴って被覆管に吸収された水素は、固溶限を越えると水素化物として析出する。水素化物は、被覆管の半径方向温度分布等に沿って低温側の外周部に偏析、被覆管脆化を引き起こし、被覆管破損の際の起点となりうる。そのため、被覆管外周部などの局所的な水素濃度測定手法を照射後試験技術として確立することは、被覆管の安全裕度を知る上で非常に有効である。

スウェーデン・スタズビック社によって開発された反射電子像法は、走査型電子顕微鏡(SEM)によって撮影された反射電子像(Backscattered Electron Image: BEI)により被覆管中の水素化物を同定し、母材と水素化物の面積比から水素濃度を評価する手法であり、被覆管中の局所的な水素濃度測定に対して非常に有効な手法である。

このBEI法を燃料試験施設における照射後試験に適用するにあたり、試料調製法と反射電子像撮影条件、画像解析手法について改良を行った。また、これらの改良を加えたBEI法の有効性を確認するため、未照射試料を用いて高温抽出法(Hot Vacuum Extraction: HVE)と比較を行った結果、本手法がHVE法による水素濃度測定と同程度の信頼性を持つことが確認できたため、照射後試験への適用性についても期待ができる。

Hydrogen Concentration Measurement in Fuel Cladding
by Backscattered Electron Image Analysis

Atsushi ONOZAWA, Akio HARADA, Junichi HONDA, Ryo YASUDA+,
Masahito NAKATA, Hiroyuki KANAZAWA and Yasuharu NISHINO

Department of Hot Laboratories and Facilities
Nuclear Science Research Institute
Tokai Research and Development Center
Japan Atomic Energy Agency
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 26, 2006)

For high burn-up fuel, increasing of hydrogen absorption to the fuel cladding is serious problem from the viewpoint of keeping the integrity of fuel cladding. The hydrogen is absorbed to the fuel cladding with the formation of oxide layer during irradiation. When the hydrogen concentration exceeds the solid solubility limit, the excess hydrogen precipitates in a hydride phase. Those hydrides tend to precipitate in the outer circumference side because hydrogen has a characteristic to migrate to the low temperature side, and high concentration of hydride causes the fuel cladding embrittlement. Additionally, the migrated hydrides might become the initiation of fractures. Therefore it is important to evaluate hydrogen concentration at local area in claddings to confirm the safety margin of them.

A measurement technique for hydrogen concentration using Backscattered Electron Image analysis (BEI method) had been developed by Studsvik Nuclear AB, Sweden. The hydrides in claddings are identified using BEIs which are imaged with Scanning Electron Microscope (SEM), and the hydrogen concentrations are calculated from the area fractions of the hydrides in the matrix. The BEI method is very useful for the measurement of local hydrogen concentrations in fuel claddings.

In the Reactor Fuel Examination Facility, a sample preparation, imaging conditions of SEM and image analysis procedures for the BEI method were improved. In addition, the hydrogen concentrations obtained by the improved BEI method and Hot Vacuum Extraction (HVE) method were compared to confirm the reliability of the improved BEI method. The results showed, the improved BEI method has the same reliability as that of HVE method and can be applied for the Post-Irradiation Examination.

Keywords: Hydrogen Concentration Measurement, Backscattered Electron Image, Fuel Cladding, High Burn-up, Post Irradiation Examination

+ Policy Planning and Administration Department

目次

1. はじめに	1
2. 測定技術の概要.....	2
3. 測定技術の改良.....	3
3.1 試料研磨方法の検討	3
3.2 反射電子像撮影条件の最適化.....	3
3.3 撮影像の画像解析手法	4
4. 確認試験	5
4.1 試料	5
4.2 試料調製	5
4.3 測定方法	5
4.4 測定結果及び考察.....	6
5. まとめ	7
謝辞	7
参考文献.....	7

Contents

1. Introduction.....	1
2. Outline of Backscattered Electron Image Method	2
3. Improvement of BEI Method	3
3.1 Polishing Techniques for Observation Plane	3
3.2 Optimum Condition of Backscattered Electron Imaging	3
3.3 Image Analysis Technique for Hydride Area Fraction Measurement.....	4
4. Confirmation Test	5
4.1 Specimens.....	5
4.2 Preparation	5
4.3 Comparison of BEI Method and HVE Method	5
4.4 Results and Discussion.....	6
5. Summary	7
Acknowledgments.....	7
References	7

This is a blank page.

1. はじめに

軽水炉燃料の燃焼度増大に伴う被覆管の脆化には、被覆管外面酸化膜厚さの増加による被覆管への水素吸収が大きく関与していることが知られている。被覆管に吸収された水素は、水素固溶限を越えると水素化物として析出し、被覆管径方向の温度分布の影響により偏析することにより被覆管破損時の起点となりうる。そのため、被覆管外周部などの局所的な水素濃度を測定することが可能であれば、被覆管の健全性を評価するうえで非常に有効な知見を得ることできる。

スウェーデン・スタズビック社により開発された反射電子像法は、表面分析法の一つである反射電子像 (Backscattered Electron Image : BEI) により被覆管の水素化物を観察し、得られた水素化物領域の面積から水素濃度を評価する手法であり¹⁾、被覆管の局所的な水素濃度を測定する手法として注目されている。本稿では、この反射電子像法 (BEI 法) を燃料試験施設の照射後試験に適用するため、試験方法の改良を行い、未照射被覆管を用いた確認試験において、得られた水素濃度を従来の定量法である高温抽出法 (Hot Vacuum Extraction : HVE) と比較し、本手法の局所水素濃度測定法としての有効性を確認した。

2. 測定技術の概要

反射電子は、入射電子が後方背面に散乱され、試料表面から飛び出す電子であり、その強度は試料の実効原子番号に応じて大きくなる特性がある。すなわち、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて放出された反射電子を測定することにより、観察面の組成に準じた像を得ることができる。被覆管中の水素化物の場合、母相のジルコニウムの実効原子番号が40、水素化物($ZrH_{1.6}$)が16であるため、それぞれの相から放出される反射電子強度の差により母相と水素化物相は良いコントラストが得られ、実効原子番号の低い水素化物相は母相と比べ黒い像となって現れる。この黒い部分が計測面積に占める割合を画像解析により測定し、下記式(1)に導入することにより観察面の水素濃度を算出する。

$$Wt_H = Wt_\delta \cdot F \left(\frac{\rho_\delta}{\rho_{Zr} (1 - F) + \rho_\delta \cdot F} \right) \quad (1)$$

Wt_H = 水素濃度(ppm)

Wt_δ = δ 相水素化物中の水素濃度(17500ppm)

F = 水素化物部の面積率

ρ_δ = δ 相水素化物の密度(5.65g/cm³)

ρ_{Zr} = α 相金属の密度(6.54g/cm³)

式(1)は全ての水素化物は δ 相(62atm%H)であることを前提条件とし、水素化物中の水素量と比較して少量である母材中の固溶水素量(0.1ppm以下)を無視することにより、スウェーデン・スタズビック社により導出された式である。

本手法は、任意の領域の水素濃度が得られるため、被覆管の径方向水素濃度分布など局所的な水素濃度測定に適した手法である。また、測定に用いる試料は通常のSEM観察と同様の試料を用いるため、HVE法と異なり調製後の試料を破壊せずに繰返し測定が可能であり、他の表面観察、分析などと併用できる。

3. 測定技術の改良

BEI 法によって正確な水素濃度を測定するためには、観察面の水素化物を正確に画像化し、さらにその面積率を高精度で測定する必要がある。精度向上を目的とした試料研磨法、撮影条件の最適化及び画像解析法の改良について以下に述べる。

3.1 試料研磨方法の検討

通常の金相観察や SEM 観察の試料調製と同様に、耐水研磨紙での粗研磨の後、ダイアモンドペーストを塗布してバフ研磨を行い、BEI 法を用いて水素濃度を測定した。その結果、計測された水素濃度の一部が、予想した水素濃度と著しく異なった測定結果を示した。そのため、粗研磨 + バフ研磨を行った試料の表面状態を、レーザー表面顕微鏡を用いて観察したところ、図 1 に示す例のように、一部の試料の観察面に高低差約 $0.2\sim0.7\mu\text{m}$ の凹凸があることが分かった。

前述式(1)は、単一平面内に存在する水素化物の面積率より水素濃度を算出する計算式であるため、この例のように BEI 撮影を行う観察面に凹凸がある場合、本来の観察面に存在する水素化物からの反射電子だけでなく、より深部の平面内に介在する水素化物からの反射電子も同時に検出・画像化してしまうため、得られた像から測定される水素濃度も本来の観察面よりも深部の面に介在する水素濃度を余剰分として含んだ結果となり、誤差の要因となる。このため、正確な水素濃度の測定には可能なかぎり凹凸の無い単一観察面を調製する必要があり、母材、水素化物を均一に研磨し、平滑な観察面を調製する手法を検討した。

研磨剤や研磨時間を変えた数種の研磨条件で試料調製を行い、それぞれの試料表面をレーザー表面顕微鏡で観察した結果、前述の凹凸は耐水研磨紙での粗研磨の段階では生じず、その後のダイアモンドペーストでのバフ研磨の際に生成されること、ダイアモンドペーストによる研磨時間に応じて凹凸が増加することが確認された。これは、ダイアモンドペーストを用いたバフ研磨の際に、母材と水素化物の硬度差により比較的硬度の低い母材が優先的に除去され、水素化物が浮き出る形で残るためであると考えられる。一方、Ref.1 で使用している酸化物研磨剤（ストルアス製 OP-S）を用いたバフ研磨の場合には、研磨剤の液性によって母材よりも水素化物が優先して除去され、水素化物部が凹の形で母材との高低差が生じることが分かった。よってこれら 2 種類の研磨剤を用いたバフ研磨を組み合わせ、ダイアモンドペーストにて母材を中心に研磨後、凹になった水素化物を酸化物研磨剤で除去する手法にて観察面の研磨を行うこととした。改良研磨法の概説図を図 2 に示す。

これら 2 つの研磨剤による研磨時間を調整することにより、非常に平滑度の高い（最大高低差 $0.05\mu\text{m}$ ）観察面を作製することに成功した。

3.2 反射電子像撮影条件の最適化

調製後の試料表面の BEI を SEM ((株) 日本電子製 JXA-8800 : 半導体型反射電子検出器) にて撮影し、得られた BEI を画像解析する。画像解析により水素化物の面積率を正確に測定するためには、撮影された BEI において水素化物と母材との輝度の差（コントラスト）が明瞭であること、また、水素化物と母材の境界部が明確であることが望ましい。これらをふまえ、BEI 撮影の際の加速電圧、試料電流について撮影条件の最適化を行った。

試料電流値を一定にし、 15keV 、 20keV 、 25keV 、 30keV と 5keV ごとに加速電圧を変化させて同一試料の同一箇所の BEI 撮影を行い、得られた像の比較を行った。得られた像の一例と像の一部の輝度分布計測値を図 3 に示す。なお、 15keV 及び 20keV については、水素化物と母材とのコントラストが明瞭に得られなかった。図 3 の輝度計測位置における水素化物部と母材部と

のコントラストは、加速電圧 25keV で約 50（水素化物 90 母材 40）であるのに対し、加速電圧 30keV においては約 125（水素化物 175 母材 50）と 2 倍以上のコントラストが得られた。これより、水素化物と母材とのコントラストが明瞭な BEI を撮影するためには、加速電圧はより高いほうが効果的であることが判明した。このため、装置特性上の最大加速電圧である 30keV を使用して BEI 撮影を行うこととした。

次に試料電流の効果を確認するため、加速電圧を一定にし、 $1 \times 10^{-8}A \sim 8 \times 10^{-8}A$ と試料電流を変化させ、同一試料同一箇所の BEI 撮影を行った。加速電圧の場合と同様に、試料電流についても電流値の増加に伴い水素化物と母材とのコントラストが増加する傾向にあるが、加速電圧の効果と比較してコントラストの変化があまり顕著ではなかった。加えて SEM の特性上、試料電流の上昇に伴い走査ビーム径が拡大し点分解能が低下するため、後の画像解析を考慮して得られた像を比較し、試料電流値は $5 \sim 6 \times 10^{-8}A$ の範囲内で撮影を行うこととした。

3.3 撮影像の画像解析手法

前述のように、BEI は試料観察面から反射される電子の強度に応じたグレースケール像となり、水素化物は母材であるジルカロイ-4 と比較して輝度の低い黒色部分として判別できる。この黒色部分の計測面積に占める割合を画像解析で計測し、水素化物の面積率とする。

このような画像解析を行う際は、撮影したグレースケール像の任意の輝度をしきい値とし、しきい値よりも輝度の低い画素を測定対象として 2 階調化処理を施した後、測定対象の面積や形状を計測する手法が一般に多く用いられている。しかし、3.1 で調製した試料の BEI に対してこの手法を用いた場合、撮影した BEI 全体の明暗によりしきい値を調整する必要がある一方で、設定したしきい値に依存して計測される面積率が大きく変動してしまうため、個々の BEI に対する適切なしきい値を設定するのが非常に困難である。また、観察面には研磨で除去しきれなかつた研磨傷やピットが存在し、それらは BEI 上では水素化物と近い輝度、つまり黒色の画素として撮影されるのに加え、母材も白單一色で撮影はされず、撮影時のむらやノイズにより白からグレーの輝度幅を持った画素として撮影される。そのため BEI をそのまま 2 階調化処理を行なうと、画像解析では水素化物以外の研磨傷、ピット、母材の色むらなども水素化物として計測してしまい、これが面積率より算出される水素濃度の誤差要因となることが分かった。このため、3.1 の研磨法で調製した試料の水素濃度を BEI 法により正確に定量測定するためには、BEI 全体の明暗に影響を受けにくく、かつ研磨傷やピットを除いて水素化物のみを正確に抽出可能な画像解析法が重要である。

そこで、画像処理技術の一つである色域抽出を用いて水素化物の抽出を行った。色域抽出法の概説図を図 4 に示す。本手法は、任意の水素化物の中心部を基準画素、その画素の輝度を基準輝度として設定し、この基準輝度から一定の輝度幅内にある画素のうち、基準画素と連続した画素のみを抽出する手法である。また、色域抽出で除外の困難な研磨傷については、その直線的な形状より水素化物との判別が可能なため、色域抽出の処理対象外とした。この色域抽出を、撮影した BEI 中の独立した全ての水素化物に対して個々に施し、抽出された画素のみを水素化物として面積率を計測することにより、研磨傷やピット、母材の色むらを除いた水素化物のみを正確に計測することができ、また、各個の水素化物の中心画素を基準として処理を行うため、撮影された複数の BEI 間に明暗の差がある場合でも同一条件での画像処理が可能となった。

4. 確認試験

改良を行った BEI 法の信頼性を確認するため、水素吸収量の異なる 4 種の未照射ジルカロイ-4 被覆管の水素濃度測定を行った。得られた水素濃度を、水素分析手法として信頼性の高い HVE 法により得られた水素濃度と比較を行い、その精度を検証した。

4.1 試料

改良を行った BEI 法の確認試験のため、ジルカロイ-4 未照射被覆管（外径約 9.5mm、長さ約 200mm）を電気炉内の石英ガラス製反応管に装荷し、アルゴン+水素混合ガス気流中にて水素吸収を行い、ほぼ均一に水素化物を析出させた試料を作製した。水素濃度の違いによる BEI 法への影響を確認するために、吸収させる水素量を 200~2000ppm と変化させ、水素濃度の異なる 4 種の均一水素吸収管、S200（推定水素濃度 200ppm）、S400（同 400ppm）、S800（同 800ppm）、S2000（同 2000ppm）を作製した。

作製した被覆管を厚さ約 5mm で輪切り切断後、樹脂埋込みし、3.1 の研磨法にて鏡面仕上げ、カーボン蒸着を行い BEI 観察試料とした。

また、BEI 法で得られた水素濃度の確認を行うため、図 5 に示すように各試料ともに上記埋込み試料観察面と対面位置になる部分を約 1mm 程度輪切りにして採取し、HVE 法に用いる試料とした。測定には、LECO 社製水素分析装置 RH-404（分析精度±2%）を用いた。

4.2 試料調製

バフ研磨による研磨を長時間行うと、端部のだれやピットの増加等により観察面の平滑度をかえって劣化させてしまうため、ダイアモンドペーストと酸化物研磨剤での研磨時間はできるだけ短時間に抑える必要がある。そのため、前段階である耐水研磨紙による粗研磨は、通常よりも細目の耐水研磨紙#4000 まで粗研磨を行い、可能なかぎり研磨傷を除去した後に 3.1 節で述べたダイアモンドペーストと酸化物研磨剤による改良研磨法にてバフ研磨を行った。ダイアモンドペーストと酸化物研磨剤では研磨面の除去速度に差があり、また、試料の水素濃度により研磨時間も異なるため、ダイアモンドペーストによる研磨傷の除去と水素化物部の浮き出しを金属顕微鏡で確認した後、浮き出た水素化物を酸化物研磨剤にて母材と同じ高さまで徐々に研磨・除去した。前述の通り、この研磨工程ではより平滑度の高い観察面を得ることが重要であるため、金属顕微鏡により研磨面を繰返し観察し、水素化物が母材とほぼ水平になり表面の凹凸がなくなることにより、水素化物が観察されなくなった時点で、研磨を終了した。なお、ダイアモンドペースト、酸化物研磨剤それぞれの研磨時間は約 1~5 分の範囲内で調整をした。

4.3 測定方法

調製後の BEI 試料にカーボン蒸着を施し、SEM にて倍率 800 倍（撮影面積約 150 μm × 600 μm : 1 画素あたり約 0.16 μm ）で BEI 撮影を行った。撮影は以下に示すように 4 方向について行い、各領域における水素濃度を個々に測定した。HVE 試料についても同様に、輪切り試料を BEI 撮影位置と対応するように 4 分割し、それぞれを個々に測定した。

測定・比較方法の簡易図解を図 5 に示す。

【改良 BEI 法】

- ① 1箇所の撮影領域について、内周から外周にかけて連続的に BEI を撮影し、像を結合する。
- ② 結合した像全域を測定領域として画像解析し、水素濃度を算出する。

- ③ 同様の処理を 0° 、 90° 、 180° 、 270° の4方向について行い、それぞれの水素濃度を算出する。

【HVE法】

- ① 各 BEI 位置と対面位置を 0° 試料、 90° 試料、 180° 試料、 270° 試料として、重量が均等になるように輪切り試料を4分割する。
- ② それぞれの分割片を個別に水素濃度測定する。

4.4 測定結果及び考察

各 BEI 試料に対し改良研磨を施した後、撮影した BEI の一例とそれらの BEI から色域抽出を用いて抽出した水素化物を図 6 に示す。また、改良 BEI 法及び HVE 法により測定した各測定領域の水素濃度を表 1 に、それらの値をプロットした相関図を図 7 に示す。なお、図 7 における BEI 法と HVE 法による水素濃度測定値間の相関係数は 0.98 であった。

表 1 より、改良 BEI 法と HVE 法との平均値の差は、各試料の平均値の差が 4%～15% を示しており、加えて、図 7 において相関係数がほぼ 1 であることから、改良 BEI 法は約 100ppm～1700ppm の水素濃度範囲において、HVE 法と同程度の信頼性で水素濃度測定が可能であると考えられる。

各試料における標準偏差は、全ての試料において BEI 法の方が若干大きめの結果となった。原因としては今回 BEI を撮影した面積が、試料表面積（約 17mm^2 ）の約 2% であったため、周方向での水素濃度の変化が改良 BEI 法による測定値により顕著に現れたものと思われる。また、S2000 試料の標準偏差が他と比較して大きいが、HVE 法でも同様であるため、試料自体の周方向濃度変化が他の試料と比較して大きかったものと推測される。

5. まとめ

被覆管の局所水素濃度を測定する手法として注目されている、反射電子像の画像解析による水素濃度測定法（BEI 法）を、燃料試験施設における照射後試験に適用するために、試料調製法、BEI 撮影条件及び画像解析手法について改良を行った。

ダイアモンドペーストによるバフ研磨と酸化物研磨剤によるバフ研磨を組み合わせた研磨手法により、それぞれ単独でバフ研磨を行った観察面よりも、格段に平滑度の高い観察面に調製することに成功した。BEI 撮影条件は、加速電圧、試料電流を変化させて BEI 撮影を行い、得られた像及び像の輝度差を検討することより加速電圧 30keV、試料電流 $5 \sim 6 \times 10^{-8} A$ で撮影を行うこととした。また画像解析において、一般に多く用いられている 2 階調化処理とは異なる色域抽出法を用いて BEI 中の水素化物抽出を行うことにより、BEI 中に研磨傷やピットが多く存在する場合でも正確に水素化物のみを抽出することができ、撮影した複数の BEI 間の輝度差に影響を受けずに同一条件での画像処理が可能となった。

これらの改良を行った BEI 法により得られた水素濃度の信頼性を確認するため、4 種のジルカロイ-4 未照射被覆管に水素吸収させた試料の水素濃度測定を行い、得られた水素濃度を高温抽出法（HVE 法）による水素濃度と比較検討を行った。その結果、改良 BEI 法、HVE 法それぞれの手法による水素濃度は良好な一致を示し、両手法により得られた水素濃度間の相関係数も約 1 であり、改良 BEI 法により信頼性の高い局所水素濃度の定量測定が可能であることが確認された。

BEI 法は、任意の局所領域における水素濃度を正確に繰り返し測定できる点において、HVE 法より有効な水素濃度測定法である。ジルカロイ-4 未照射被覆管を用いた今回の試験によって、微小領域における水素濃度分布測定に有効な手段であることが確認されたことにより、改良 BEI 法が照射後試験においても十分な信頼性を持つことが期待され、今後、改良 BEI 法、HVE 法それぞれの手法で照射済試料を用いた水素濃度測定を行い、照射後試験への適用性について詳細な検討を行う予定である。

謝辞

本稿の執筆にあたり、多くのご助言及びご協力を頂きましたホット試験施設管理部 天野英俊部長、反射電子像の撮影にご協力頂いた実用燃料試験課の皆様、快く試料を提供して下さった原子炉施設安全評価研究ユニット/燃料安全評価研究グループ 杉山智之氏、富安邦彦氏をはじめ、関係諸氏に対して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) D. Schrire and J. Pearce, Scanning Electron Microscope Technique for Studying Zircaloy Corrosion and Hydriding, Tenth International Symposium, ASTM STP 1245.

表1 確認試験の測定結果

試料名	測定領域	BEI法			HVE法			平均値の差(%) BEI-HVE HVE
		水素濃度(ppm)	標準偏差	測定値	平均	水素濃度(ppm)	標準偏差	
S200	0°	133	37	141	141	159	20	3%
	90°	115				125		
	180°	121				117		
	270°	195				147		
S400	0°	312	29	287	287	329	18	-15%
	90°	251				358		
	180°	308				347		
	270°	277				319		
S800	0°	719	41	723	723	703	13	4%
	90°	676				688		
	180°	775				681		
	270°	720				710		
S2000	0°	1688	220	1501	1501	1747	162	-3%
	90°	1690				1610		
	180°	1268				1372		
	270°	1358				1480		

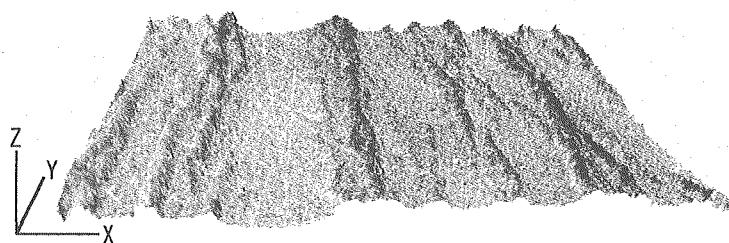


図1 レーザー表面顕微鏡による観察面の例

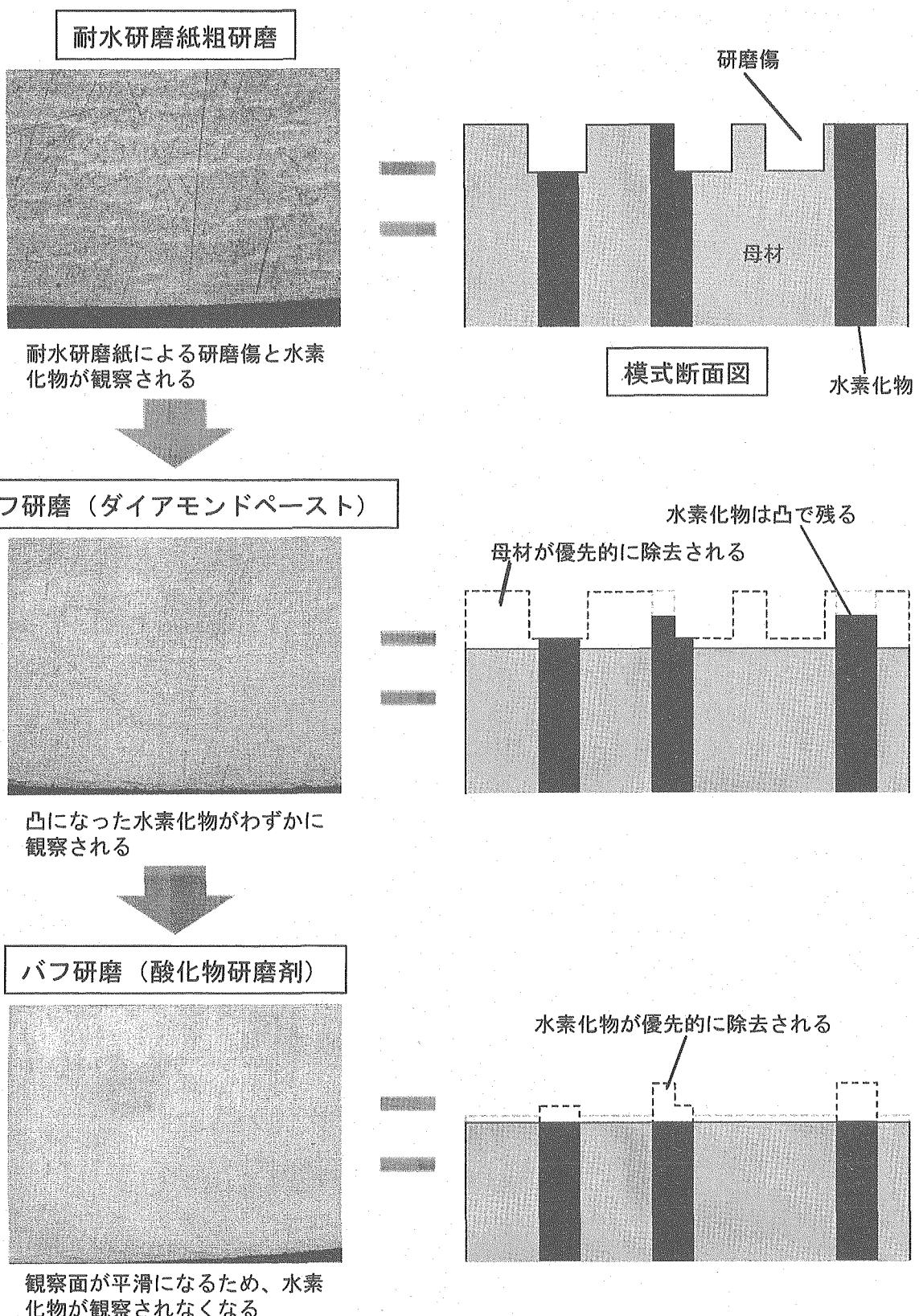


図2 改良研磨法 概説図

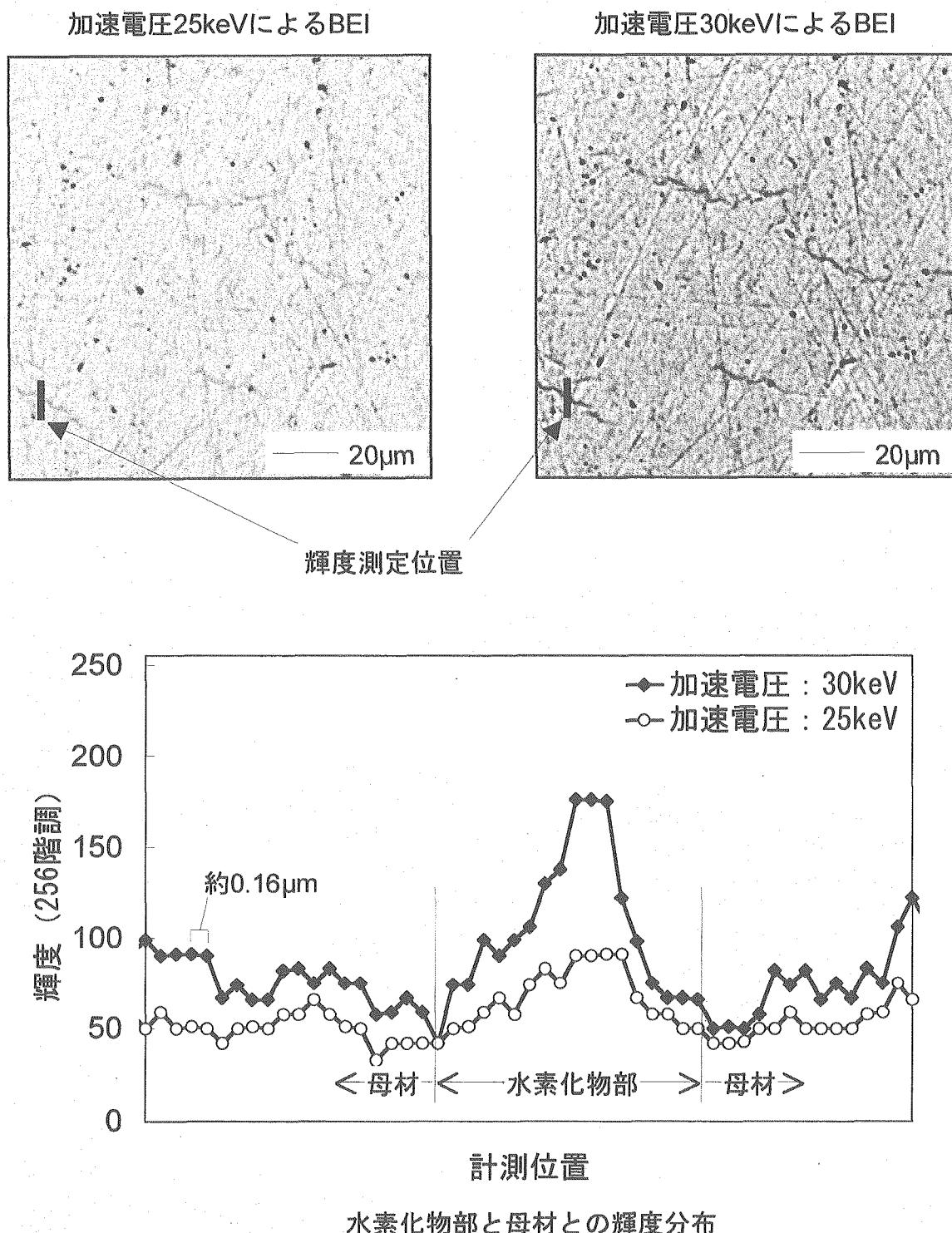


図3 加速電圧の違いによるBEIの差

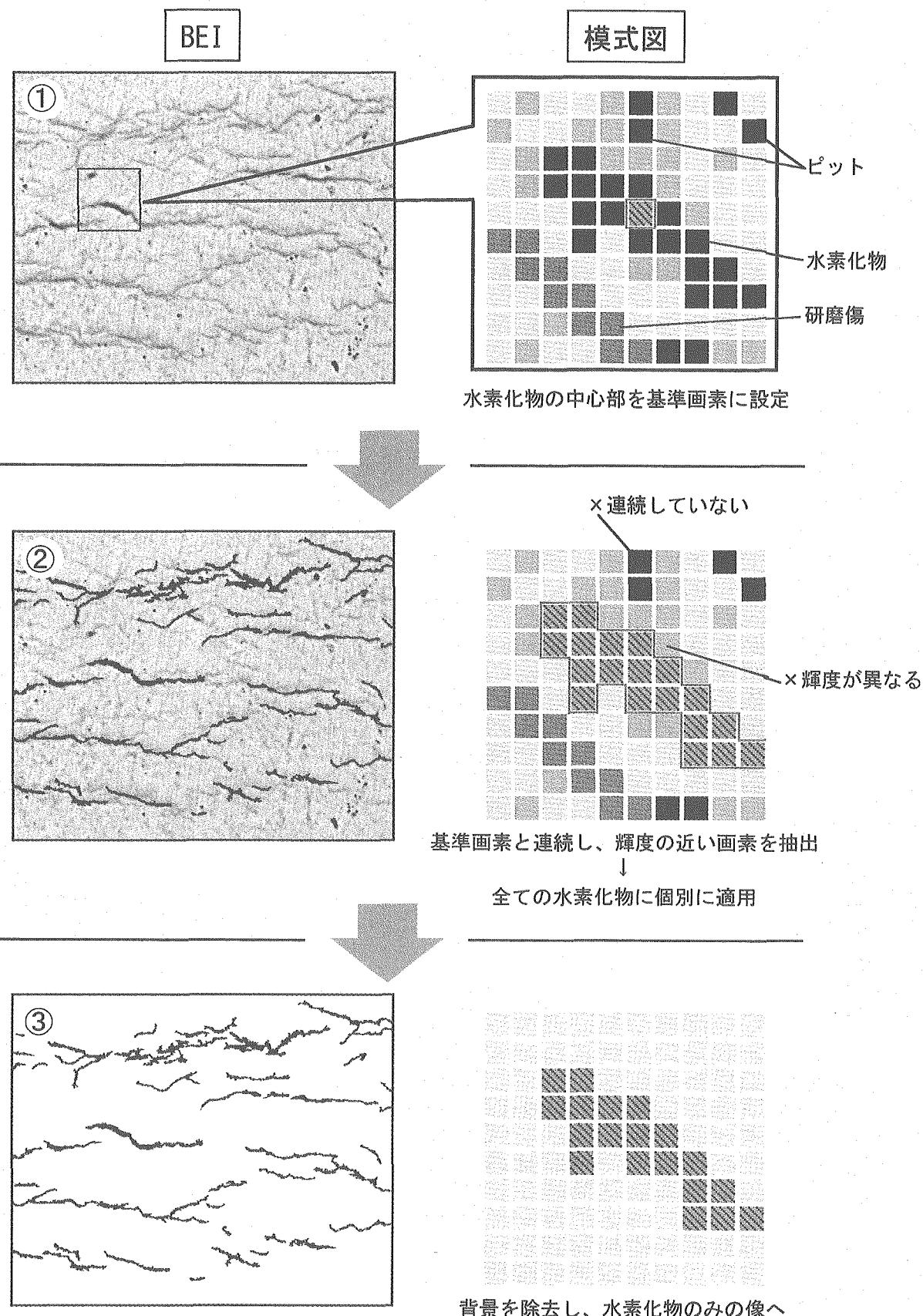


図4 色域抽出法 概説図

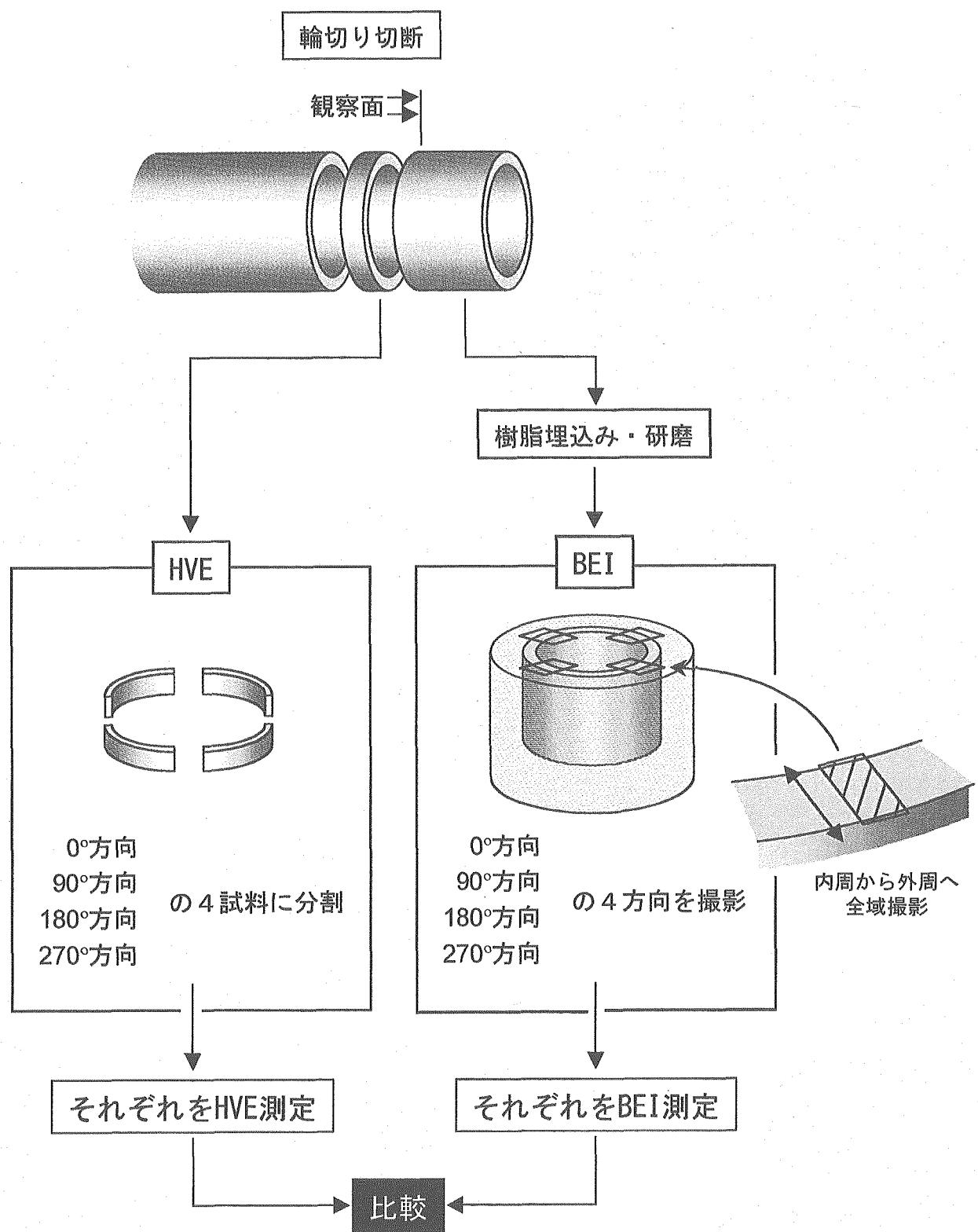


図5 確認試料の測定・比較方法概説図

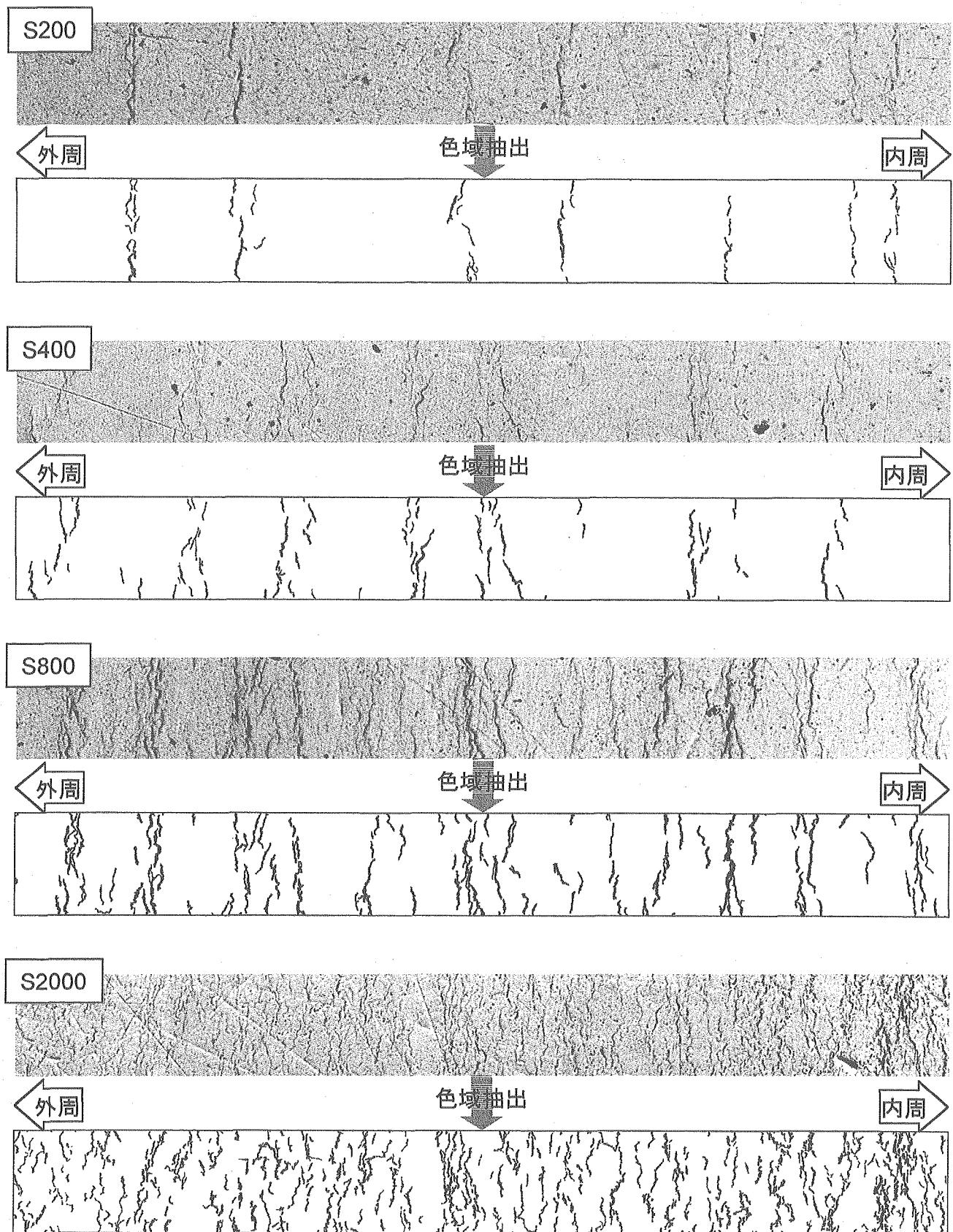


図6 反射電子像の一例（未照射均一試料）

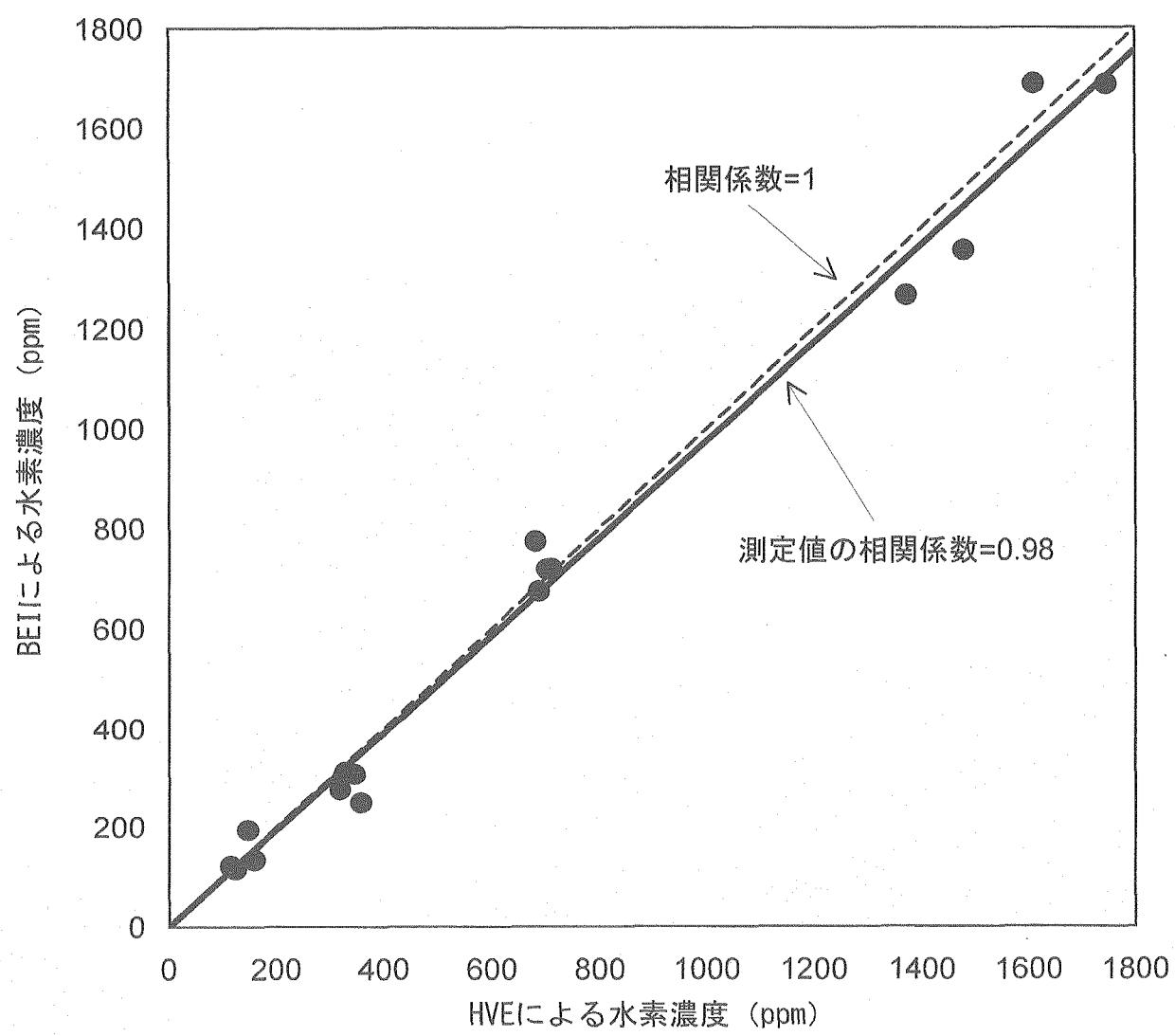


図 7 確認試料の測定結果相関図