

JAERI - M
89-092

UO₂における貴金属核分裂生成物の移行挙動

1. 試料調製とキャラクタリゼーション

1989年7月

村上 裕彦*・小川 徹・福田 幸朔
大稿 弘士**・高田 実**・諸住 高**

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1989

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 山田軽印刷所

UO₂における貴金属核分裂生成物の移行挙動

1. 試料調製とキャラクタリゼーション

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部

村上 裕彦*・小川 徹・福田 幸朔

大橋 弘士**・高田 実**・諸住 高**

(1989年6月29日受理)

SNAM法を応用して添加物 (Pd, Mo) 入りのUO₂ペレットを製造し, O/U比および密度を測定するとともに, 顕微鏡組織観察, EPMAによる析出物の同定を行った。添加したPdおよびMoについては, 析出物として良好な分布状態が得られていることを確認した。EPMA分析の結果, 所定の添加量において, PdとMoとを含む析出物の組成は一定ではなく, 両者を同時に含んだ合金相析出物, あるいは, それぞれ単独に近い析出物として存在していることが明らかになった。

Migration Behavior of Noble Metal Fission Products in UO₂

1. Sample Fabrication and Characterization

Hirohiko MURAKAMI^{*}, Toru OGAWA, Kousaku FUKUDA
Hiroshi OHASHI^{**}, Minoru TAKADA^{**} and Takashi MOROZUMI^{**}

Department of Fuels and Materials Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received June 29, 1989)

Uranium dioxide pellets containing Pd and Mo additives were fabricated by SNAM process. Characterization was carried out, including measurements of the O/U ratio and density of the pellets, identification of inclusions by ceramographic observations and EPMA analyses. The Pd and Mo additives were found to be distributed as fine inclusions. EPMA analyses showed that the composition of metallic inclusions was not uniform for a given amount of additives; Pd and Mo were present not only as alloys but also as almost elemental precipitates.

Keywords: Sol-gel Process, Noble Metal, Fission Products, UO₂

* Superconductivity Research Laboratory

** Hokkaido University

目 次

1. はじめに	1
2. 試料の調製	1
2.1 添加物入り重ウラン酸アンモニウム (ADU) の製造	2
2.2 試料ペレットの製造	2
3. キャラクターゼーション	2
3.1 O/U比測定	3
3.2 密度測定	3
3.3 組織観察	3
3.4 SEMおよびEPMA観察	3
4. まとめ	4
謝 辞	4
参考文献	4

Contents

1. Introduction	1
2. Preparation	1
2.1 Preparation of ADU with Additives	2
2.2 Fabrication of Pellets	2
3. Characterization	2
3.1 O/U Ratio	3
3.2 Density	3
3.3 Ceramography	3
3.4 SEM and EPMA	3
4. Conclusion	4
Acknowledgements	4
References	4

1. はじめに

高温ガス炉用 TRISO 被覆燃料粒子において、核分裂生成物のパラジウム (Pd) が炭化ケイ素 (SiC) 被覆層と反応し、被覆層の核分裂生成物保持機能を低下させる現象がある。この現象は高温ガス炉燃料において低濃縮ウラン燃料核を使いはじめた頃から燃料の寿命を決定する要因の一つとして注目されるようになった⁽¹⁾⁽²⁾。原研でも国産燃料の照射試験においてこの現象を確認している⁽³⁾。

炉の運転条件における Pd 平衡蒸気圧は比較的高く、燃料核から Pd は放出されやすいものと考えられる。高密度熱分解炭素 (PyC) 層中での Pd の拡散係数から判断して、この Pd は、ほとんど保持されることなく、高密度 PyC 層をも透過し、SiC 層内面に到達し、SiC 層を侵食する。この侵食作用は点食の形態をとり、反応領域を広げながら、SiC 層の内面から外側へ向けて進行してゆく。

炉外実験の結果によると、この主反応は



と推定され、SiC 層へ Pd が十分に補給されれば極めて速く、炉内条件では UO_2 燃料核からの Pd の放出によって律速されるとみられる。しかし、 UO_2 中の Pd の拡散係数の信頼すべき実測値は未だ報告されていない。そこで、 UO_2 における Pd の拡散係数の測定、およびこれに対する Pd と金属介在物を形成する Ru, Rh, Mo 等の影響を調べることを企画した。

本研究においては、 UO_2 における Pd の拡散を含む移行挙動を調べることを目的としているが、本報告ではその予備段階として、試料として使用する Pd を添加した UO_2 ペレットおよび Pd と Mo を添加した UO_2 ペレットの製造とそのキャラクターゼーションの結果について述べる。

2. 試料の調製

本研究では次の 3 種類の試料を調製した。

試料 A : 無添加 UO_2

試料 B : 1 at% Pd 添加 UO_2

試料 C : 0.5 at% Mo + 0.5 at% Pd 添加 UO_2

ここで、試料 A の無添加 UO_2 ペレットはその表面に Pd を蒸着し、 UO_2 内部への Pd 拡散移行を調べる拡散実験に供するためのものである。試料 B の Pd 添加 UO_2 は加熱による Pd の UO_2 外部への拡散移行および UO_2 内部での折出挙動を調べるためのものである。試料 C は Pd の UO_2 外部への拡散移行および UO_2 内部での折出挙動に対する Mo の影響を調べるためのものである。この場合、特に酸素ポテンシャルによって Mo の化学形態が異なるので、その影響を調べることとしている。

1. はじめに

高温ガス炉用 TRISO 被覆燃料粒子において、核分裂生成物のパラジウム (Pd) が炭化ケイ素 (SiC) 被覆層と反応し、被覆層の核分裂生成物保持機能を低下させる現象がある。この現象は高温ガス炉燃料において低濃縮ウラン燃料核を使いはじめた頃から燃料の寿命を決定する要因の一つとして注目されるようになった⁽¹⁾⁽²⁾。原研でも国産燃料の照射試験においてこの現象を確認している⁽³⁾。

炉の運転条件における Pd 平衡蒸気圧は比較的高く、燃料核から Pd は放出されやすいものと考えられる。高密度熱分解炭素 (PyC) 層中での Pd の拡散係数から判断して、この Pd は、ほとんど保持されることなく、高密度 PyC 層をも透過し、SiC 層内面に到達し、SiC 層を侵食する。この侵食作用は点食の形態をとり、反応領域を広げながら、SiC 層の内面から外側へ向けて進行してゆく。

炉外実験の結果によると、この主反応は



と推定され、SiC 層へ Pd が十分に補給されれば極めて速く、炉内条件では UO_2 燃料核からの Pd の放出によって律速されるとみられる。しかし、 UO_2 中の Pd の拡散係数の信頼すべき実測値は未だ報告されていない。そこで、 UO_2 における Pd の拡散係数の測定、およびこれに対する Pd と金属介在物を形成する Ru, Rh, Mo 等の影響を調べることを企画した。

本研究においては、 UO_2 における Pd の拡散を含む移行挙動を調べることを目的としているが、本報告ではその予備段階として、試料として使用する Pd を添加した UO_2 ペレットおよび Pd と Mo を添加した UO_2 ペレットの製造とそのキャラクターゼーションの結果について述べる。

2. 試料の調製

本研究では次の 3 種類の試料を調製した。

試料 A : 無添加 UO_2

試料 B : 1 at% Pd 添加 UO_2

試料 C : 0.5 at% Mo + 0.5 at% Pd 添加 UO_2

ここで、試料 A の無添加 UO_2 ペレットはその表面に Pd を蒸着し、 UO_2 内部への Pd 拡散移行を調べる拡散実験に供するためのものである。試料 B の Pd 添加 UO_2 は加熱による Pd の UO_2 外部への拡散移行および UO_2 内部での折出挙動を調べるためのものである。試料 C は Pd の UO_2 外部への拡散移行および UO_2 内部での折出挙動に対する Mo の影響を調べるためのものである。この場合、特に酸素ポテンシャルによって Mo の化学形態が異なるので、その影響を調べることとしている。

重ウラン酸アンモニウム (ADU) の製造から試料ペレットの焼結までのフローシートを Fig. 1 に示す。以下、ADUの製造と試料ペレットの製造に分けて述べる。

2.1 添加物入り重ウラン酸アンモニウム (ADU) の製造

試料Aの無添加ADUは、硝酸ウラニル水溶液を直接アンモニア水中に滴下することにより製造した。

試料B用ADUは、硝酸ウラニル水溶液に 1 at % Pd 相当分の硝酸パラジウムを添加し、これをアンモニア水中に滴下して製造した。

試料C用ADUは、硝酸ウラニル水溶液に 0.5 at % Pd + 0.5 at % Moに相当する硝酸パラジウムおよび金属モリブデン粉末を添加し、これをアンモニア水中に滴下して製造した。

試料B, C用ADUの製造には、酸素ゲッターあるいはFPゲッター添加物入り UO_2 核の製造に用いている方法⁽⁴⁾を応用した。硝酸パラジウムをそのまま硝酸ウラニル水溶液に溶かすと、かなりの量の不溶性残渣ができる。この不溶性残渣及び金属モリブデン粉末が沈殿分離することを防ぐために、試料B, C用ADUの製造では、硝酸ウラニル水溶液に粘結剤 (6 g / 1メートルズ 90HG*, 10 vol% 4 - HF**) を加えた。ただし、粘結剤の混入は、上記添加物を硝酸ウラニル水溶液中に分散させた後に行った。先に粘結剤を加えてしまうと添加物の分散が悪くなるためである。

2.2 試料ペレットの製造

上述の試料A～C用のADU沈殿をそれぞれ乾燥器内において120℃で5時間保持することにより脱水、乾燥した。次に、これらのADUをさらに水素気流中において800℃で1時間加熱し、 UO_2 までの還元と有機物の除去を行った。得られた UO_2 の粉末凝集体をメノウ乳鉢で粉砕し、この粉末を直径10mmのダイスに注入、片押しプレスで1.5 t/cm²の圧力で5分間、さらに裏返して同じ圧力で5分間プレスした。ペレットの焼結は4% H_2 -Ar雰囲気中で1600℃において4時間行った。

3. キャラクターゼーション

試料ペレットのキャラクターゼーションとして、試料の密度およびO/U比の測定および金属顕微鏡、SEMおよびEPMAによる表面観察を行った。これらの表面観察は、#400～#1200のエメリー布紙による研磨、ダイヤモンドペーストによる研磨およびバフ研磨を順次行って得た鏡面について行った。

* hydroxypropyl methyl cellulose

** tetrahydrofurfuryl alcohol

重ウラン酸アンモニウム (ADU) の製造から試料ペレットの焼結までのフローシートを Fig. 1 に示す。以下、ADUの製造と試料ペレットの製造に分けて述べる。

2.1 添加物入り重ウラン酸アンモニウム (ADU) の製造

試料Aの無添加ADUは、硝酸ウラニル水溶液を直接アンモニア水中に滴下することにより製造した。

試料B用ADUは、硝酸ウラニル水溶液に 1 at % Pd 相当分の硝酸パラジウムを添加し、これをアンモニア水中に滴下して製造した。

試料C用ADUは、硝酸ウラニル水溶液に 0.5 at % Pd + 0.5 at % Moに相当する硝酸パラジウムおよび金属モリブデン粉末を添加し、これをアンモニア水中に滴下して製造した。

試料B, C用ADUの製造には、酸素ゲッターあるいはFPゲッター添加物入り UO_2 核の製造に用いている方法⁽⁴⁾を応用した。硝酸パラジウムをそのまま硝酸ウラニル水溶液に溶かすと、かなりの量の不溶性残渣ができる。この不溶性残渣及び金属モリブデン粉末が沈殿分離することを防ぐために、試料B, C用ADUの製造では、硝酸ウラニル水溶液に粘結剤 (6 g / 1メトローズ 90HG*, 10 vol % 4 - HF**) を加えた。ただし、粘結剤の混入は、上記添加物を硝酸ウラニル水溶液中に分散させた後に行った。先に粘結剤を加えてしまうと添加物の分散が悪くなるためである。

2.2 試料ペレットの製造

上述の試料A～C用のADU沈殿をそれぞれ乾燥器内において120℃で5時間保持することにより脱水、乾燥した。次に、これらのADUをさらに水素気流中において800℃で1時間加熱し、 UO_2 までの還元と有機物の除去を行った。得られた UO_2 の粉末凝集体をメノウ乳鉢で粉砕し、この粉末を直径10mmのダイスに注入、片押しプレスで1.5 t/cm²の圧力で5分間、さらに裏返して同じ圧力で5分間プレスした。ペレットの焼結は4% H_2 -Ar雰囲気中で1600℃において4時間行った。

3. キャラクターゼーション

試料ペレットのキャラクターゼーションとして、試料の密度およびO/U比の測定および金属顕微鏡、SEMおよびEPMAによる表面観察を行った。これらの表面観察は、#400～#1200のエメリー布紙による研磨、ダイヤモンドペーストによる研磨およびバフ研磨を順次行って得た鏡面について行った。

* hydroxypropyl methyl cellulose

** tetrahydrofurfuryl alcohol

3.1 O/U比測定

試料A～Cの3種類から各1個のペレットについてO/U比を測定した。測定は、McNeillyとChikallaの方法によった⁽⁵⁾。すなわち、0℃で水蒸気を飽和させたAr+8% H_2 気流中で800℃、8hの加熱を行い、加熱前後の重量変化から二酸化ウランの定比性を求めるものである。加熱雰囲気酸素ポテンシャルは-101 kcal/mol O_2 と、定比 UO_2 の酸素ポテンシャルにほぼ等しい。したがって、加熱前後の重量の増減は、定比組成に到達する過程で試料が吸収あるいは放出した酸素量に相当する。

試料容器としては予め同雰囲気熱処理を施した白金ルツボを用いた。また、重量測定は電子天秤(Mettler製AE160型、再現性標準偏差0.1 mg)によった。加熱後の重量増加はTable 1に示す通りいずれの試料についても1 mg以下であったことから、一律に、O/U=2.00であったとすることができる。

3.2 密度測定

密度測定は各2個のペレットについて、n-ブチルアルコールを用いたアルキメデス法によって行った。結果はTable 1に示した。密度は無添加の試料Aが、添加物入りB、Cに比べ若干低い。ADUの製法が異なることにより恐らく UO_2 粉末の性状の異なったこと、また、添加物の存在による焼結促進効果などが理由として考えられる。

3.3 組織観察

試料ペレットの研磨面を金属顕微鏡で観察して、Fig. 2(a)～(f)のような結果を得た。これらの組織観察においても試料AはBおよびCに比べて気孔が多く、密度測定結果と良く一致する。金属析出物は大きさ5 μm 以下の白色のスポットとして見出された。その分散状態は試料B、Cとも良好であった。Moを金属粉末として添加した試料Cについても、金属析出物は粘結剤の効果により十分均一に分散していることが確認された。

3.4 SEMおよびEPMA観察

添加物を含む試料B、CについてSEM観察およびEPMA分析を行った。EPMA分析は試料研磨面に炭素を蒸着したものについて、Pdの $L\alpha_1$ ($\lambda = 0.4368$ nm)、Moの $L\alpha_1$ ($\lambda = 0.5407$ nm) およびUの $L\alpha_1$ ($\lambda = 0.911$ nm) の特性X線を用いて行った。

Fig. 3(a)～(d)はPdのみを含む試料BのSEM写真、EPMA線分析および面分析の結果を示す。2000倍のSEM像(a)ではPdの析出は識別できないが、面分析(c)の結果ではその分布状態が分かる。

Fig. 4(a)～(e)にPdおよびMoを含む試料CのSEM写真、EPMA線分析および面分析の結果を示す。この場合はSEM像(a)では約5 μm 径の析出物がやや暗色のスポットとして識別された。

面分析(c)~(e)の結果から、はっきりとその分布状態が観察される。さらに、線分析(b)の結果と併せて、この分析部位ではMoとPdとが合金を形成していることが分かる。一方、同一試料上のこれとは異なる分析部位 (Fig. 5) では、PdとMoとがそれぞれ単独に近い形で存在している析出物が認められた。ここでペレット焼成条件とした低い酸素ポテンシャル下では、Mo-Pd二元系の相平衡に関して UO_2 は不活性な媒質としてしか作用しないと考えられる。ここで、Mo-Pd合金析出物のみならず、Mo単体に近い析出物、Pd単体に近い析出物の計3種類が観察されたことは、この試料中においては、Mo-Pd二元系に関して相平衡が達成されていないこと、そして、この意味での平衡の達成にはさらに時間がかかることを、示すものと考えられる。

4. ま と め

SNAM法の原液調整技術を応用して添加物 (Pd, Mo) 入りの UO_2 ペレットを製造した。添加したPdおよびMoについては良好な分布状態が得られた。EPMA分析の結果、PdとMoとを含む析出物の組成は一定ではなく、両者を同時に含んだ合金相析出物、あるいは、それぞれ単独に近い析出物として存在していることが明らかになった。

謝 辞

EPMA分析は伊藤昭憲氏 (燃料開発研究室) の助力を得ました。深く感謝いたします。

参 考 文 献

1. T. N. Tiegs, ORNL/TM-7203 (1980).
2. R. L. Pearson et al., ORNL/TM-6991 (1980).
3. K. Minato et al., JAERI-M 84-002 (1984).
4. 村上 裕彦 他, 昭和 63 年日本原子力学会年会 (1988).
5. C. E. McNeilly and T. D. Chikalla, J. Nucl. Mater. 39(1971)77-83.

面分析(c)~(e)の結果から、はっきりとその分布状態が観察される。さらに、線分析(b)の結果と併せて、この分析部位ではMoとPdとが合金を形成していることが分かる。一方、同一試料上のこれとは異なる分析部位 (Fig. 5) では、PdとMoとがそれぞれ単独に近い形で存在している析出物が認められた。ここでペレット焼成条件とした低い酸素ポテンシャル下では、Mo-Pd二元系の相平衡に関して UO_2 は不活性な媒質としてしか作用しないと考えられる。ここで、Mo-Pd合金析出物のみならず、Mo単体に近い析出物、Pd単体に近い析出物の計3種類が観察されたことは、この試料中においては、Mo-Pd二元系に関して相平衡が達成されていないこと、そして、この意味での平衡の達成にはさらに時間がかかることを、示すものと考えられる。

4. ま と め

SNAM法の原液調整技術を応用して添加物 (Pd, Mo) 入りの UO_2 ペレットを製造した。添加したPdおよびMoについては良好な分布状態が得られた。EPMA分析の結果、PdとMoとを含む析出物の組成は一定ではなく、両者を同時に含んだ合金相析出物、あるいは、それぞれ単独に近い析出物として存在していることが明らかになった。

謝 辞

EPMA分析は伊藤昭憲氏 (燃料開発研究室) の助力を得ました。深く感謝いたします。

参 考 文 献

1. T. N. Tiegs, ORNL/TM-7203 (1980).
2. R. L. Pearson et al., ORNL/TM-6991 (1980).
3. K. Minato et al., JAERI-M 84-002 (1984).
4. 村上 裕彦 他, 昭和 63 年日本原子力学会年会 (1988).
5. C. E. McNeilly and T. D. Chikalla, J. Nucl. Mater. 39(1971)77-83.

面分析(c)~(e)の結果から、はっきりとその分布状態が観察される。さらに、線分析(b)の結果と併せて、この分析部位ではMoとPdとが合金を形成していることが分かる。一方、同一試料上のこれとは異なる分析部位 (Fig. 5) では、PdとMoとがそれぞれ単独に近い形で存在している析出物が認められた。ここでペレット焼成条件とした低い酸素ポテンシャル下では、Mo-Pd二元系の相平衡に関して UO_2 は不活性な媒質としてしか作用しないと考えられる。ここで、Mo-Pd合金析出物のみならず、Mo単体に近い析出物、Pd単体に近い析出物の計3種類が観察されたことは、この試料中においては、Mo-Pd二元系に関して相平衡が達成されていないこと、そして、この意味での平衡の達成にはさらに時間がかかることを、示すものと考えられる。

4. ま と め

SNAM法の原液調整技術を応用して添加物 (Pd, Mo) 入りの UO_2 ペレットを製造した。添加したPdおよびMoについては良好な分布状態が得られた。EPMA分析の結果、PdとMoとを含む析出物の組成は一定ではなく、両者を同時に含んだ合金相析出物、あるいは、それぞれ単独に近い析出物として存在していることが明らかになった。

謝 辞

EPMA分析は伊藤昭憲氏 (燃料開発研究室) の助力を得ました。深く感謝いたします。

参 考 文 献

1. T. N. Tiegs, ORNL/TM-7203 (1980).
2. R. L. Pearson et al., ORNL/TM-6991 (1980).
3. K. Minato et al., JAERI-M 84-002 (1984).
4. 村上 裕彦 他, 昭和 63 年日本原子力学会年会 (1988).
5. C. E. McNeilly and T. D. Chikalla, J. Nucl. Mater. 39(1971)77-83.

面分析(c)~(e)の結果から、はっきりとその分布状態が観察される。さらに、線分析(b)の結果と併せて、この分析部位ではMoとPdとが合金を形成していることが分かる。一方、同一試料上のこれとは異なる分析部位 (Fig. 5) では、PdとMoとがそれぞれ単独に近い形で存在している析出物が認められた。ここでペレット焼成条件とした低い酸素ポテンシャル下では、Mo-Pd二元系の相平衡に関して UO_2 は不活性な媒質としてしか作用しないと考えられる。ここで、Mo-Pd合金析出物のみならず、Mo単体に近い析出物、Pd単体に近い析出物の計3種類が観察されたことは、この試料中においては、Mo-Pd二元系に関して相平衡が達成されていないこと、そして、この意味での平衡の達成にはさらに時間がかかることを、示すものと考えられる。

4. ま と め

SNAM法の原液調整技術を応用して添加物 (Pd, Mo) 入りの UO_2 ペレットを製造した。添加したPdおよびMoについては良好な分布状態が得られた。EPMA分析の結果、PdとMoとを含む析出物の組成は一定ではなく、両者を同時に含んだ合金相析出物、あるいは、それぞれ単独に近い析出物として存在していることが明らかになった。

謝 辞

EPMA分析は伊藤昭憲氏 (燃料開発研究室) の助力を得ました。深く感謝いたします。

参 考 文 献

1. T. N. Tiegs, ORNL/TM-7203 (1980).
2. R. L. Pearson et al., ORNL/TM-6991 (1980).
3. K. Minato et al., JAERI-M 84-002 (1984).
4. 村上 裕彦 他, 昭和 63 年日本原子力学会年会 (1988).
5. C. E. McNeilly and T. D. Chikalla, J. Nucl. Mater. 39(1971)77-83.

Table 1 O/U ratio and density of pellets

Sample	Weight* (g)		O/U	Density (Mg/m ³)
	Before	After		
A	3.1335	3.1342	2.00	9.94 ± 0.01
B	2.9228	2.9234	2.00	10.34 ± 0.01
C	2.8428	2.8434	2.00	10.45 ± 0.01

* Weight before and after the heating at 800°C in Ar+8%H₂ saturated with H₂O at 0°C.

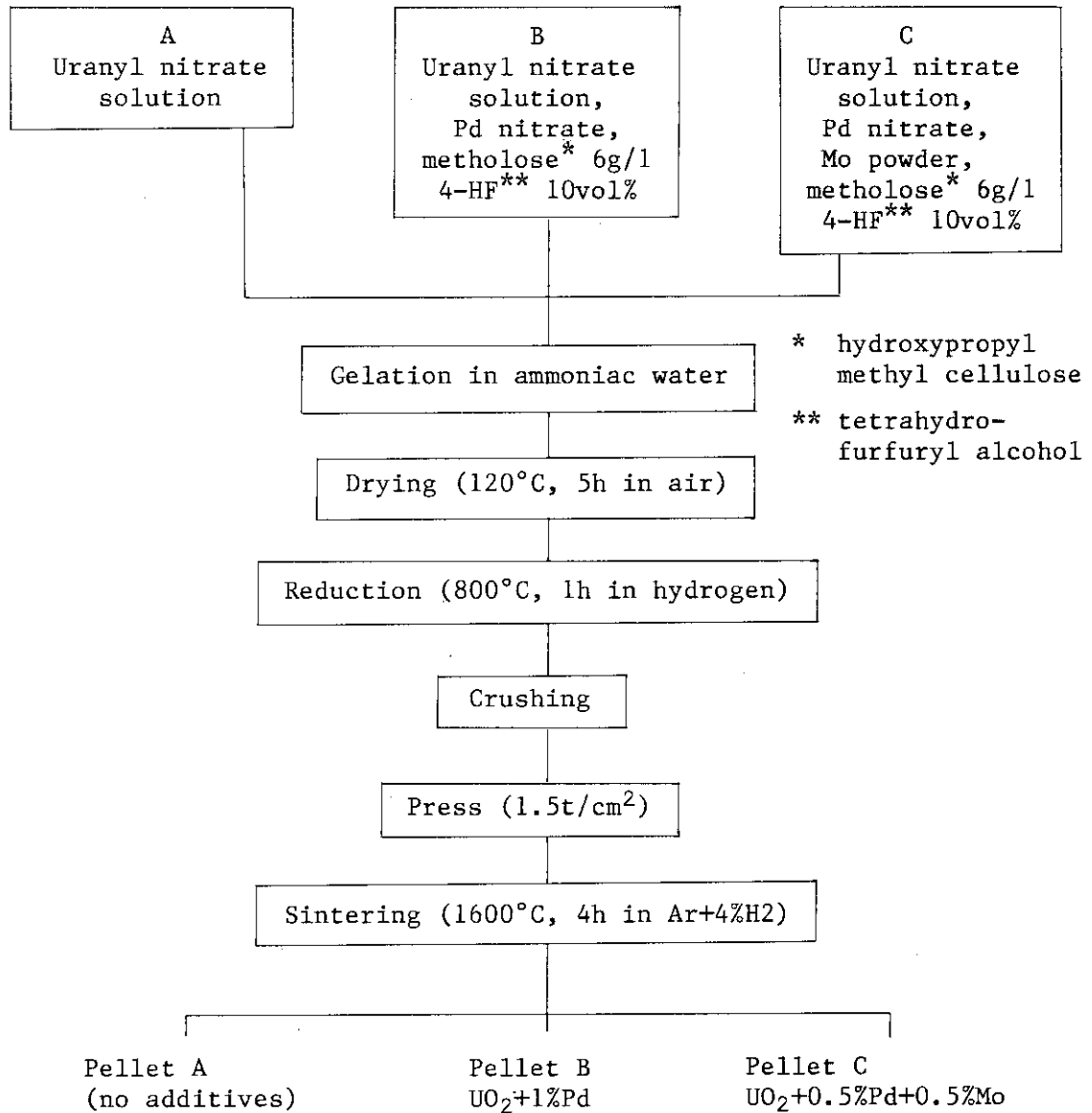
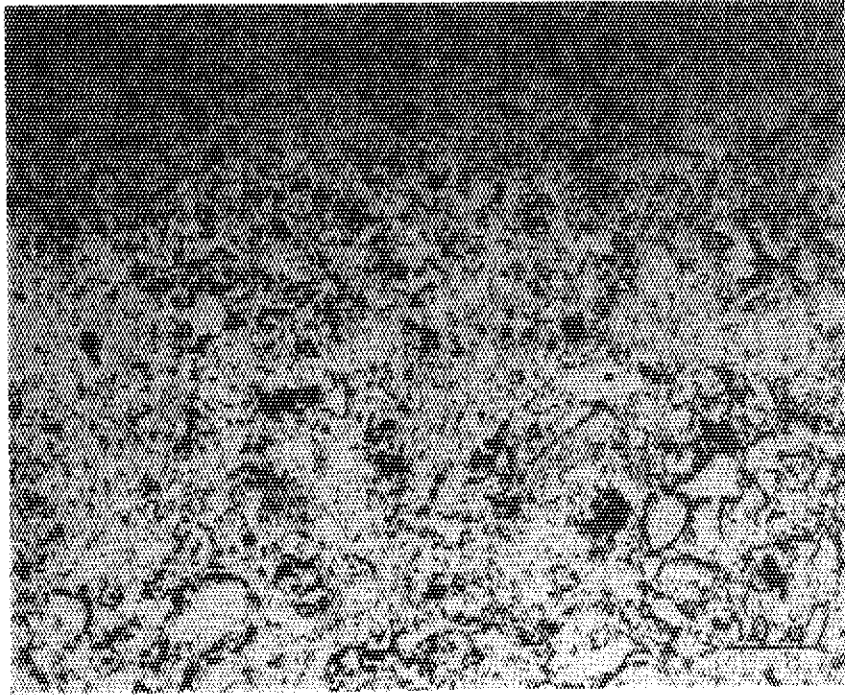
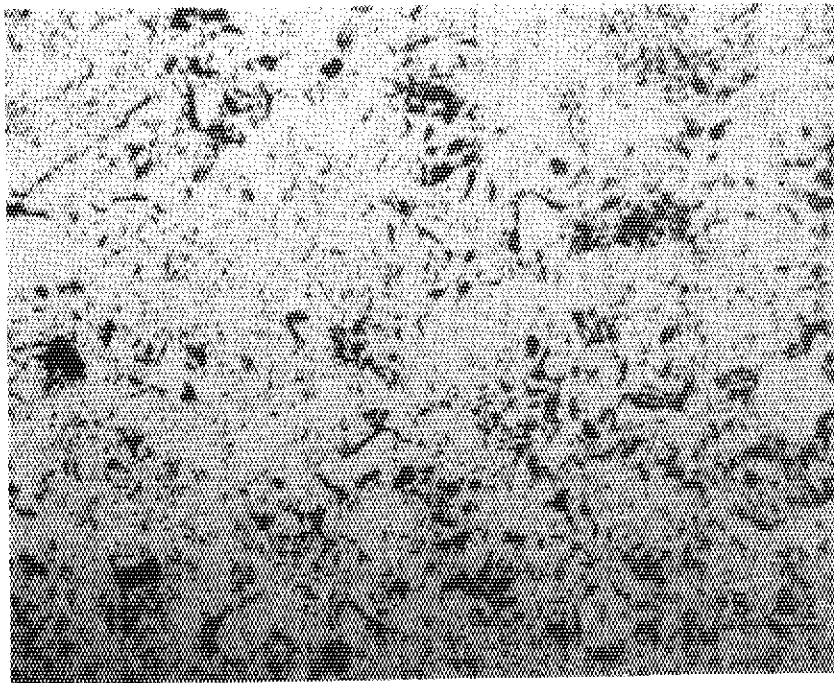


Fig. 1 Process flow of UO₂ pellet fabrication.

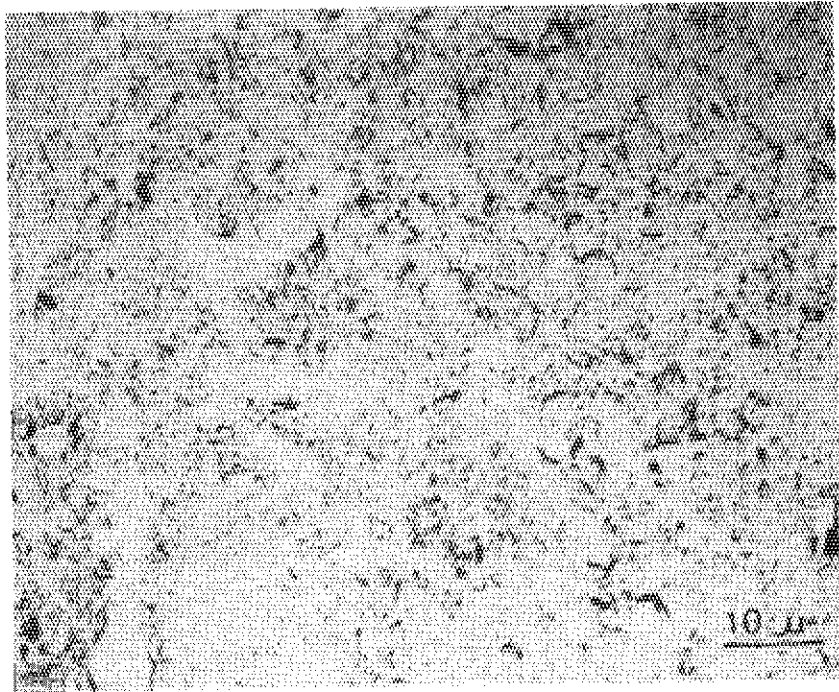


a

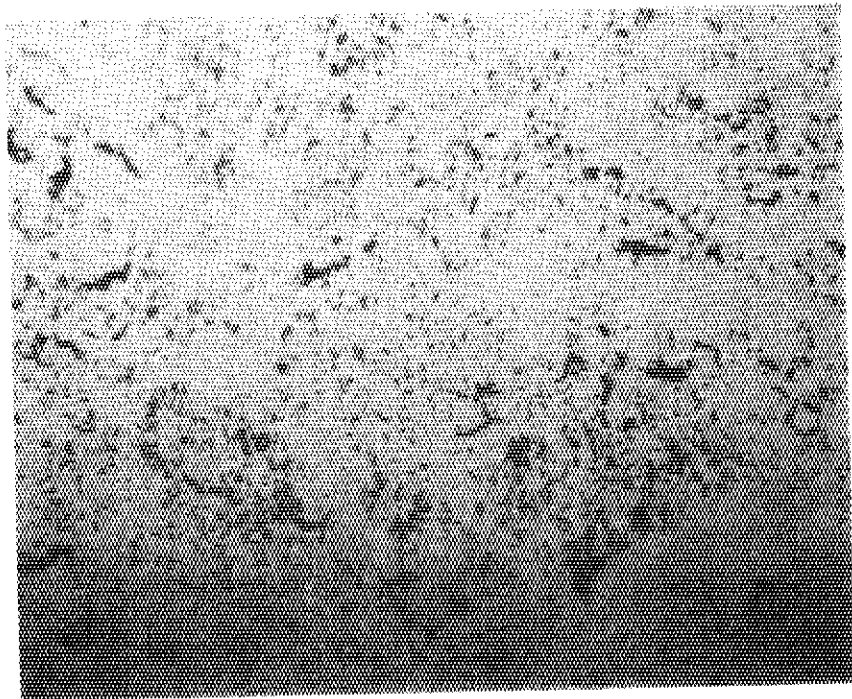


b

Fig. 2 Ceramographs of UO_2 pellets.
a,b: Sample A. c,d: Sample B.
e,f: Sample C.

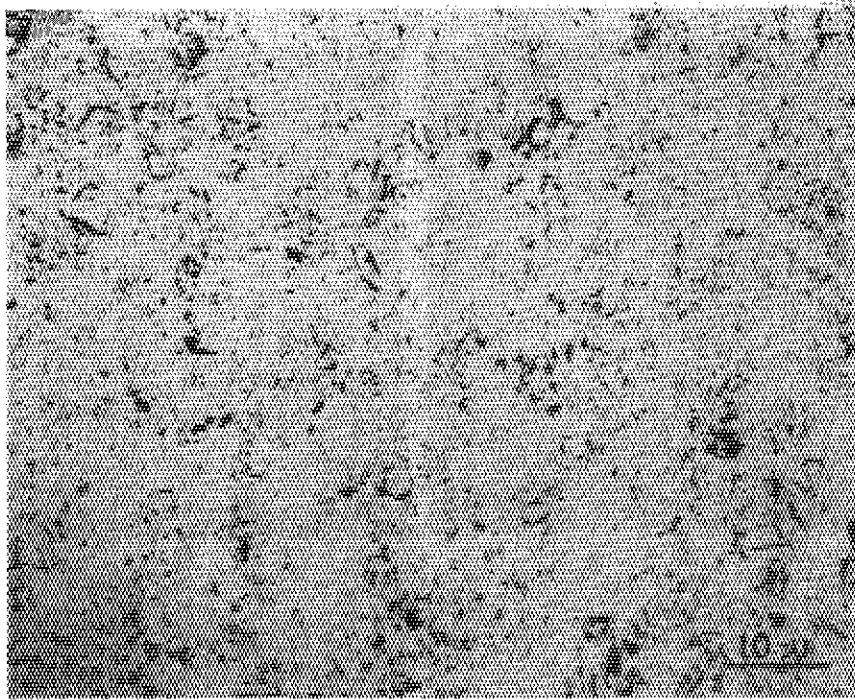


c

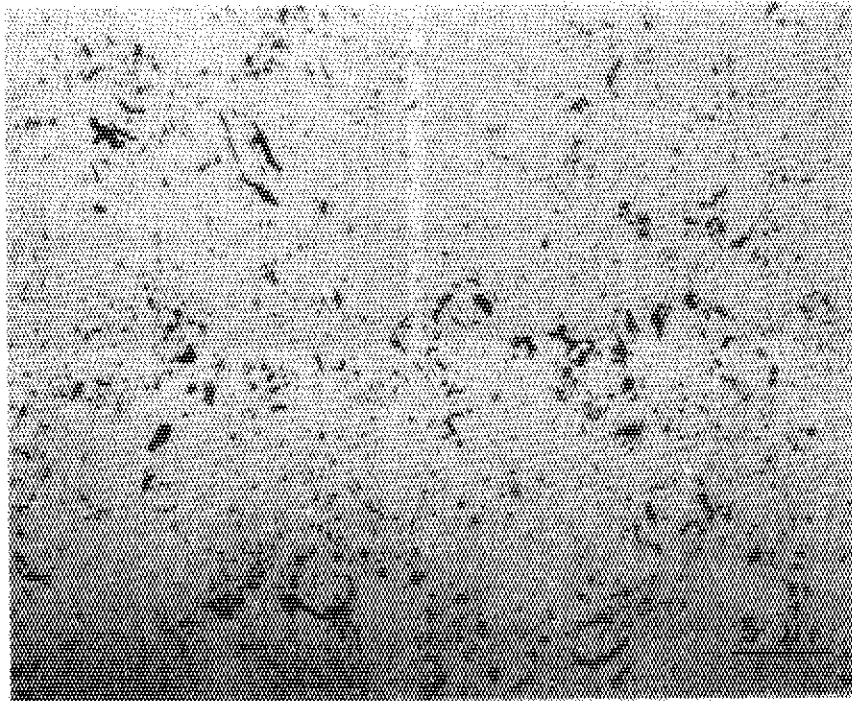


d

Fig. 2 (continued)



e



f

Fig. 2 (continued)

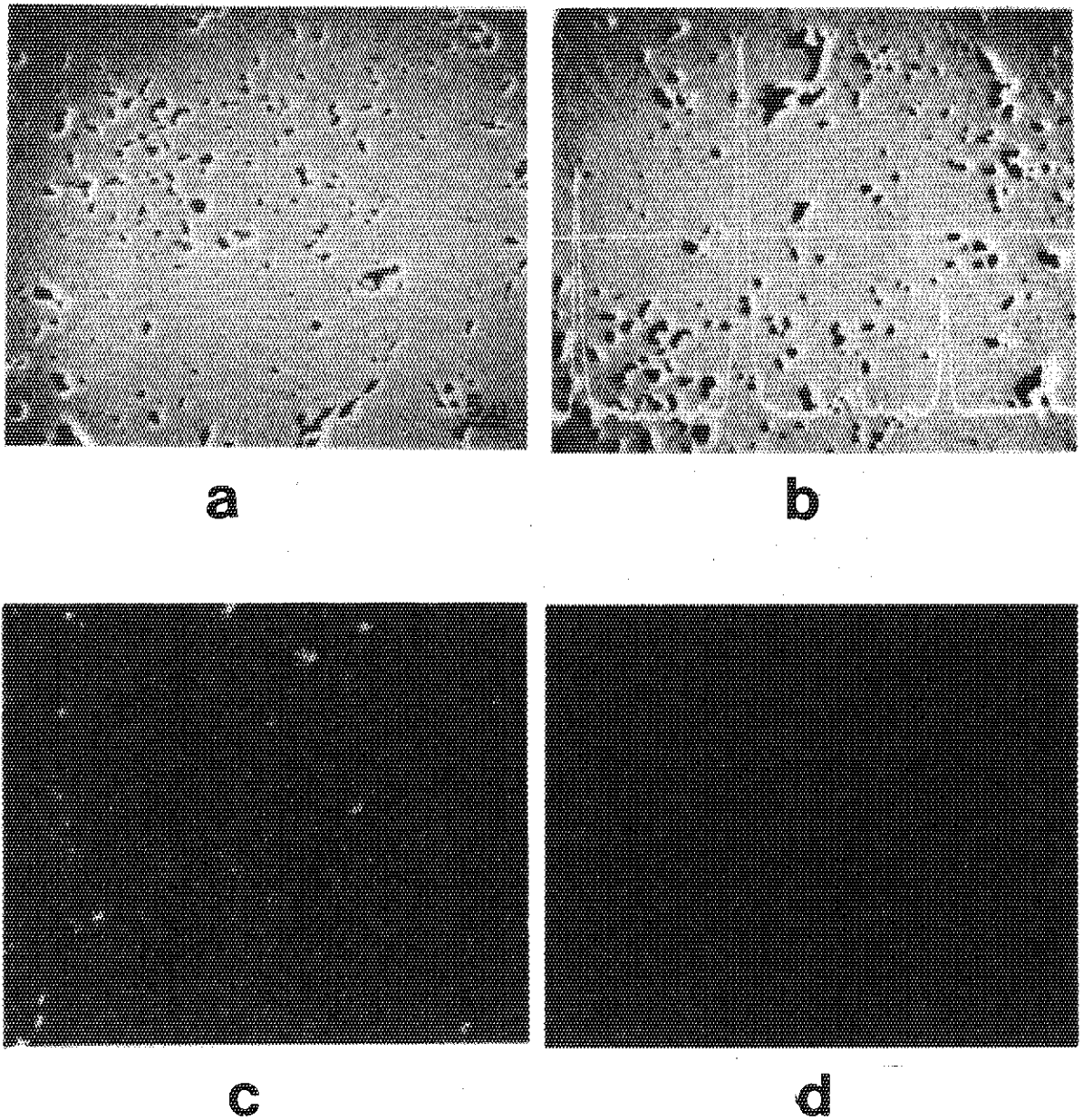


Fig. 3 Secondary electron and X-ray images of Sample B. (a) SEM, (b) line analysis with Pd-L α , (c) Pd-L α image, and (d) Mo-L α image.

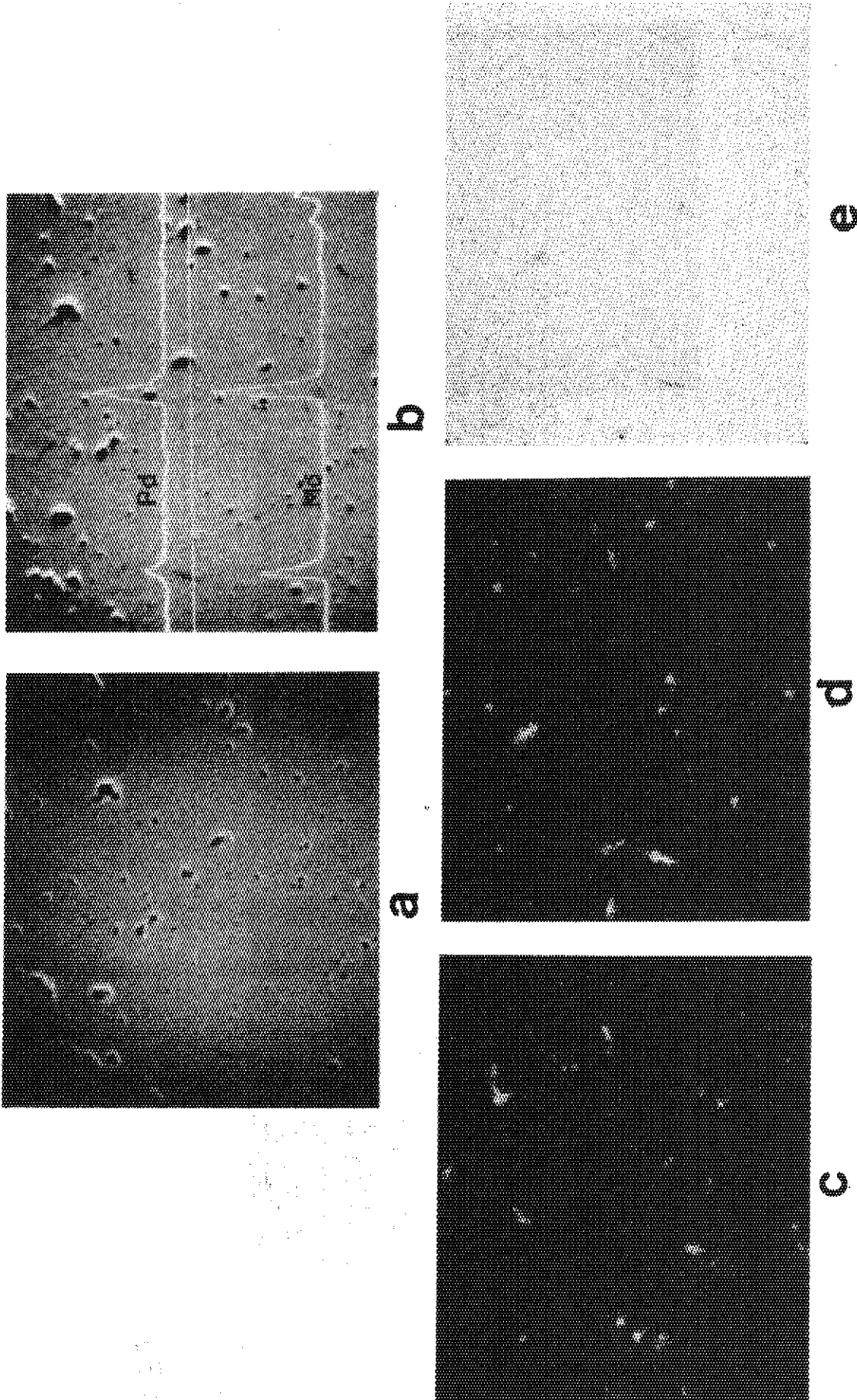
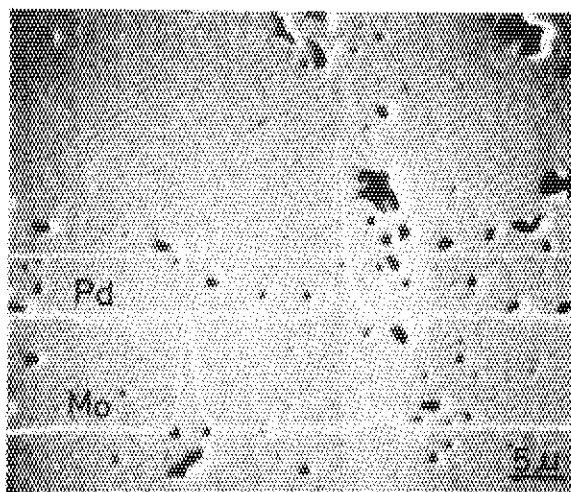
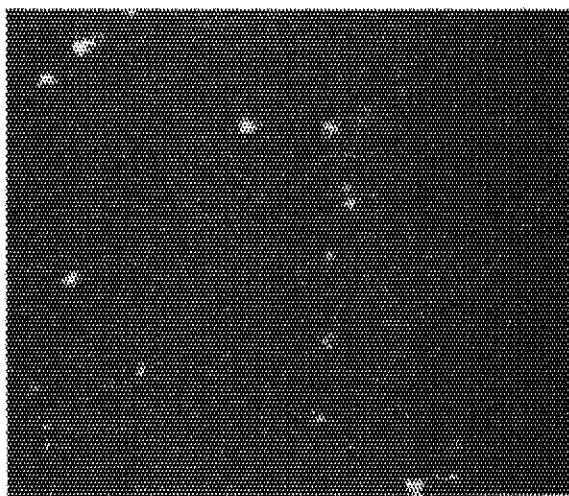


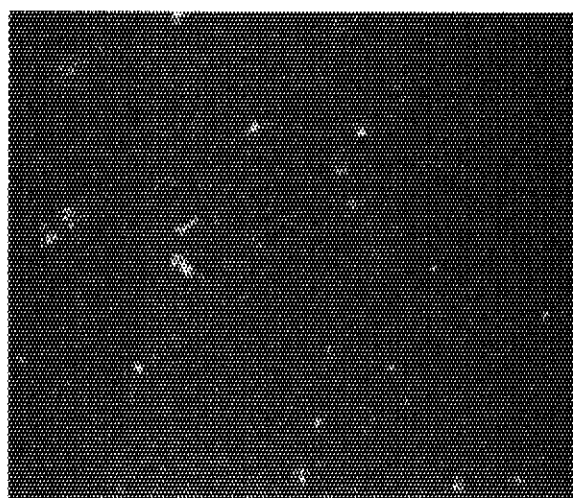
Fig. 4 Secondary electron and X-ray images of Sample C. (a) SEM, (b) line analysis with Pd-L α and Mo-L α , (c) Pd-L α image, (d) Mo-L α image, and (e) U-L α image.



a



b



c

Fig. 5 Secondary electron and X-ray images of Sample C, at a different position from that in Fig. 4. (a) line analysis with Pd-L α and Mo-L α , (b) Pd-L α image, and (c) Mo-L α image.