

Niイオン照射したHT-9とMA957の超微小押込み試験による強度測定

Ultra-Micro-Indentation Tests of HT-9 and MA957 irradiated by Ni ions

鈴木敬愛*・稲村元則**・太田丈児*・秀 耕一郎***

Takayoshi SUZUKI, Motonori INAMURA, Joji OHTA and Koichiro HIDE

1. はじめに

原子炉・核融合炉材料の機械的性質は主として中性子による照射によって大きな影響を受ける。したがって、照射損傷の研究においては、照射材の強度変化の測定が重要な課題となっている。しかし、中性子照射実験は、長期にわたる炉内照射と多額の費用、試料の放射化など多くの困難をとまう。そこで中性子照射を模擬する加速試験として重イオンによる照射実験が行われる。重イオン照射によるシミュレーション試験では照射損傷領域が試験片表面層に限定され、試験片にも寸法制限が生じるため従来の試験法とは異なった微小試験片を用いた試験法の確立が必要とされてきた。

筆者らは、試料表面から深さ $1\mu\text{m}$ 以下の浅い層で強度評価を行う超微小押込み試験機(Ultra-Micro-Indenter)を開発した¹⁾。この装置は、ダイヤモンド圧子を試料表面からゆっくと押込み、荷重と押込み深さの変化を連続データとして記録する装置で、負荷荷重は 10mgf から最大 1500mgf まで、圧子の変位(押込み深さ)を 5nm の分解能で測定する。また、圧子の押込み後の除荷過程の記録も同様に行うことができる。

さらに、筆者らはこの試験機によって得られる荷重 F 押込み深さ d の連続データから、硬度(引張強度)とヤング率を算出する方法を確立した²⁾。この超微小押込み試験法を重イオン照射されたSUS316鋼に適用して、表面から $1\mu\text{m}$ 程度の浅い領域に形成された損傷域の強度測定を行った結果、イオン照射材の強度測定が可能であることが実証された³⁾。

本報は、高速増殖炉(FBR)用の材料として検討されているフェライト/マルテンサイト鋼HT-9と酸化物分散強化型合金MA957についての実験結果の報告である。実験は、重イオン加速器によるNiイオン照射を受けた試

料について行われたもので、上述の超微小押込み試験法によって必要な精度の強度測定が可能であることを示すことが第一義の目的であり、シミュレーション実験としての重イオン照射の問題点や妥当性に関する検討はさしあたって本報の範囲ではない。

2. 実験方法

実験に用いたHT-9, MA957の試料は、電力中央研究所より提供された。試験片は、 $\phi 3.0 \times t 0.2\text{mm}$ の電子顕微鏡観察用の試料サイズで、表面をエミリー紙—バフ研磨(裏面はエミリー紙研磨のみ)によって鏡面に仕上げた。

重イオン照射は、東京大学原子力研究総合センターの重照射研究施設(HIT, 東海村)によって行われた。

4MeV Ni^{3+} イオンによる照射量 200dpa 、照射温度は 525°C であった。この照射温度は高速増殖炉(FBR)の材料としての使用条件を考慮したものである。 300dpa の照射に要した時間は約 50hr であった。

超微小押込み試験は文献¹⁾で詳述した装置を用いて行われた。圧子の押込みは 100mgf/sec の速さで行い、最大荷重 1000mgf に到達した後、 1sec 保持して後、押込み時と同じ速さで圧子の引抜き(除荷)を行った。この全過程における荷重と圧子の変位を連続記録した。

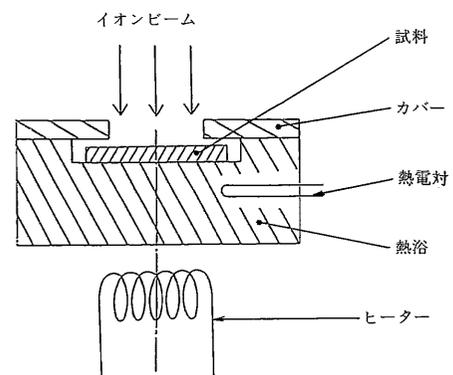


図1 試料ホルダー

*東京大学生産技術研究所 第1部

**日本たばこ産業(株)生産技術研究所(元受託研究員)

***電力中央研究所

HT-9やMA957にとって、ここでのイオン照射の条件はきわめて苛酷なものである。すなわち、525°Cの照射温度は、試料に組織変化と、それに伴う軟化をもたらす可能性がある。また、多量のイオン照射の際には試料表面のビーム加熱も起こりうる。イオン照射装置の試料ホルダーは図1のような構造で、試料の周縁部分は試料ホルダーの治具に隠れてビームは中心部分だけを照射する。そこで、強度測定はビームに照射された中心部と照射されていない周縁部の両方について行った。また、比較のために非照射材についての測定も行った。

3. 実験結果と考察

HT-9, MA957鋼の超微小押込み試験の結果、荷重 F と押込み深さ d の関係を図2と図3に示す。いずれの場合もNiイオン照射による押込み挙動の変化は、先に報告したSUS316の測定結果³⁾と比較すると小さいように見える。文献²⁾で詳述した解析法に従って、図2, 3のデータを F/d と d の関係に直すと図4および図5のようになる。押込み過程における直線部分の勾配が強度パラメータ B である。 B はピッカース硬度 H_V ないし引張強度 σ_B と次の関係にある

$$B(\text{GPa}) \approx 0.287 \cdot H_V \approx 89 \cdot \sigma_B(\text{GPa}) \quad (1)$$

図4, 5から求めた、それぞれの場合の B の値と(1)式から推定される H_V および σ_B を表1にまとめて示す。HT-9の引張強度⁴⁾は常温で約800MPaであり、超微小押込み試験で推定した値(約700MPa)にほぼ一致する。したがって、表1に掲げた非照射材に対する σ_B の値はHT-9およびMA957の室温強度をほぼ正確に与えるものといえる。

Niイオン照射実験による強度変化は、SUS316の実験

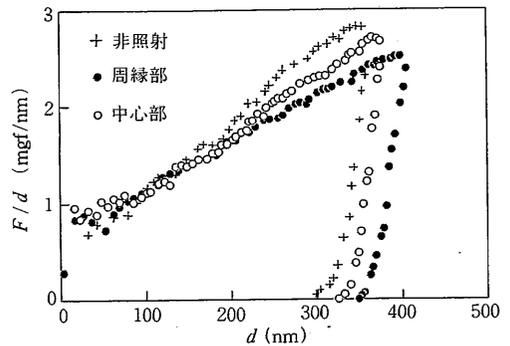


図4 F/d と d の関係 (HT-9)

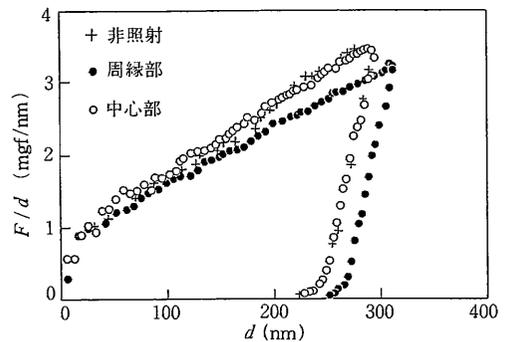


図5 F/d と d の関係 (MA957)

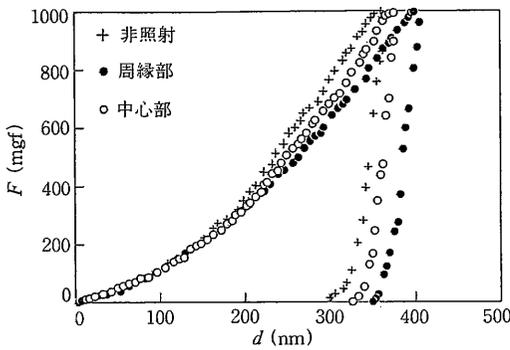


図2 荷重 F と押込み量 d の関係 (HT-9)

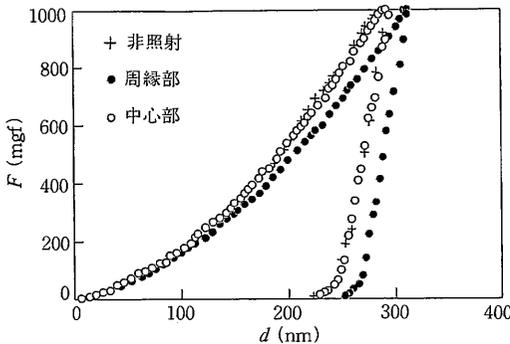


図3 荷重 F と押込み量 d の関係 (MA957)

表1 実験結果のまとめ: 超微小押込み試験による強度パラメータ B , および(1)式から求まるピッカース硬度 H_V と引張強度 σ_B .

		非照射試料 (室温)		照射試料 (525°C)	
			周縁部 [*]	中心部 ^{**}	
HT-9	$B(\text{GPa})$	63	49	55	
	H_V	220	170	190	
	$\sigma_B(\text{MPa})$	700	550	610	
MA957	$B(\text{GPa})$	95	79	90	
	H_V	330	280	310	
	$\sigma_B(\text{MPa})$	1070	890	1010	

*イオンビームからマスクされている

**イオンビームに照射される

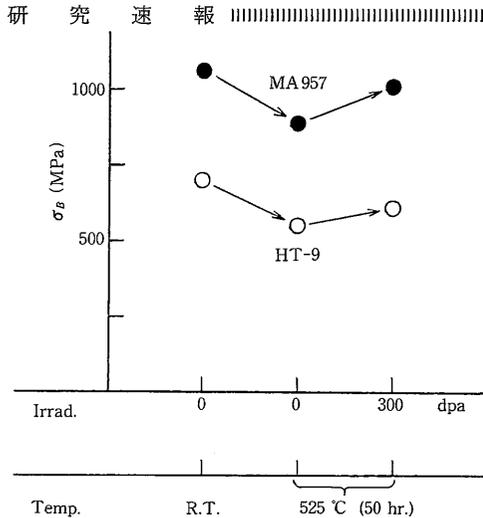


図 6 HT-9およびMA957の引張強度に対する熱履歴とNiイオン照射の効果

結果³⁾と著しく異なる。SUS316(溶体化処理材)の室温強度(約450MPa)は30dpaのNiイオン照射(300°C, 400°C)によって800MPaに上昇した。HT-9に対するNiイオン照射(525°C, 300dpa)の効果は、これに比べてきわめて小さく、かつ若干(約10%)の強度低下をもたらす。照射温度525°CはHT-9の組織の安定性が問題となる領域である。温度による効果と照射による効果を区別するために、押込み試験は試料の中心部分と周縁部分とで行われた(図1参照)。中心部はNiイオンの照射を受けるが、周縁部はビームから遮閉されていて温度だけが同じ525°Cにあると考えられる。照射試料周縁部に対する図4および表1の結果は、525°C, 50hrの熱処理によってHT-9の室温強度が約20%低下することを示している。同じ条件で、300dpaのNiイオン照射が加わると室温強度は約10%上昇したわけだから、結局熱履歴も照射も受けない場合に比べて約10%の強度低下となる。このような引張強度 σ_B の変化を模式的に描くと図6のようになる。

酸化物分散強化型フェライト鋼MA957の室温強度はHT-9よりかなり高く、1GPaを上回る。しかし、熱履歴とNiイオン照射による強度変化は表1および図6に見るようにHT-9の場合ときわめてよく似ている。MA957においても525°C, 50hrの熱処理は約18%の強度低下をもたらす。300dpaの照射は12%の強度上昇をもたらす。

原子炉(FBR)材料として強度を考えると、問題となるのは、室温強度よりむしろ使用温度(すなわち照射温度)における強度である。一般に、引張強度は高温になるほど低下する。HT-9の強度の温度依存は室温から

300°C付近まではゆるやかで、400°Cを越えると急激に低下する⁴⁾。非照射材の525°Cにおける引張強度は400~500MPaと推定されるが、長時間(数年間)この温度に保持すればさらに低下することもありうる。

一方、照射による強度の変化量は高温になるほど小さくなると考えれば、HT-9の場合でも、MA957の場合でも高温における σ_B の変化(上昇)は300dpaまでの照射で100MPaを上回ることはないであろう。

結局、HT-9とMA957の強度に対するNiイオン照射の効果は、オーステナイト系SUS316に比べてはるかに小さく、10%ないし100MPa程度であるが、照射温度が500°Cを上回る場合には熱による軟化が無視できない問題となるであろうことが結論できる。長時間の高温使用によってどの程度の組織変化と強度の低下が生じるかは、これらのフェライト系材料をFRBに使用するために検討すべきことである。

なお、イオン照射による損傷の深さはHT-9でもMA957でも1 μ m程度であるので、SUS316の押込み試験³⁾で見たように押込み深さが400nm程度を越えるとBの値に変化が現れると期待される。しかしながら、図4, 5に明瞭な変化が見えないのは、照射による強度変化が小さいことと、照射温度が高いために損傷(欠陥)の拡散が広い範囲に及んだためと考えられる。

4. お わ り に

超微小押込み試験法を、重イオン照射されたフェライト/マルテンサイト鋼HT-9と酸化物分散強化型合金MA957について適用した。その結果、HT-9, MA957いずれにおいても525°C, 300dpaに達するNiイオン照射が室温強度にもたらす変化は10%程度にとどまることが明らかとなった。したがって、これらのフェライト系合金鋼はFRB材料として有望であるといえる。しかし、この室温強度の変化は、525°Cに約50時間保持したことによる軟化を含んでおり、FRB材料としてより長時間の高温使用に耐えうるか否かは今後の検討課題である。

(1990年11月28日受理)

参 考 文 献

- 1) 稲村元則, 鈴木敬愛: 生産研究 42 (1990) 115.
- 2) 稲村元則, 鈴木敬愛: 生産研究 42 (1990) 257.
- 3) 鈴木敬愛, 稲村元則, 太田丈児, 秀 耕一郎: 生産研究 42 (1990) 287.
- 4) J.L. Straalsund and D.S. Gelles: HEDL-SA-2771 (1983).