生產研究 287

42巻5号(1990.5)

超微小押込みによる重イオン照射材の強度測定

Ultra-Micro-Indentation Tests of Heavy-Ion Irradiated Metals

鈴木敬愛*・稲村元則*・太田丈児*・香山 晃** Takayoshi SUZUKI, Motonori INAMURA, Joji OHTA and Akira KOHYAMA

1.まえがき

筆者らは、固体表面から深さ1μm以下の浅い層の強 度を測定する目的で、超微小押込み試験機(Ultra-Micro-Indenter)を開発した¹⁰. この装置は、ダイヤモン ド圧子を試料表面からゆっくりと押込み、荷重と押込み 量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(押込み量) の測定は5nmの分解能で行う.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出来る。

さらに、筆者らはこの試験機によって得られる荷重Fー押込み量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²⁰. すなわち、図1-(a) のようなF-d曲線を図1-(b)のようにF/d-dの関 係に引き直したとき、押込み(負荷)過程の勾配Bは、通 常のビッカース硬度 H_{ν} ないし引張強度 σ_{B} と

 $B(\text{GPa}) \simeq 0.287 H_{\nu} \simeq 89 \cdot \sigma_B \quad \text{(GPa)} \tag{1}$

の関係にあることが、実験的にも定性的考察からも示さ れた.

本報は、この超微小押込み試験法を重イオン照射を受けた金属の損傷域の強度測定に応用した結果の報告である。重イオン照射による照射損傷の研究は、原子炉・核融合炉材料の中性子照射による損傷を模擬するものとしてしばしば行われるが、重イオンの打込みによって形成される損傷域は表面から1µm程度の浅い領域に限られるために、強度に対する効果を測定することが従来不可能であった。上述の超微小押込み試験法によって、それが可能となる。

2.実験方法

超微小押込み試験法を重イオン照射材の強度測定に適 用するに当たって,SUS 316鋼を試料として選んだ.SUS

**東京大学工学部

316は高速増殖炉や核融合炉の炉壁の候補材料として,放 射線損傷の研究が多く行われているオーステナイト系の ステンレス鋼である。中性子照射による強度変化のデー タも発表されているので,中性子照射の模擬(加速)実 験としての重イオン照射実験を強度に対する効果の面か ら検討することができる。

試料は、溶体化処理したSUS 316鋼で、寸法は¢3.0× t0.2mmである。表面はバフ研磨一電解研磨によって鏡面 に仕上げた。



^{*}東京大学生産技術研究所 第1部

重イオン照射は、本学原子力研究総合センターの重イ オン照射施設(HIT, 東海)によって行われた。Niイオ ンによる照射量30dpa, 照射温度は300°Cおよび400°Cで あった。比較のために、非照射試料(コントロール試料) も用意した。

Niイオン照射によってSUS 316中に導入される損傷 (欠陥)の分布とNiの分布をTRIMコードによって計算 すると図2のようになる.欠陥の濃度は表面から 1 μ m 付近にゆるやかなピークを形成し、それより深い領域に 欠陥はほとんど形成されない.この損傷のピークより浅 い領域の強度変化を測定することが大きな課題である. 打込まれたNiは損傷ピークよりやや深いところに集中 するが、これはSUS 316の構成元素でもあるので、強度 に対する効果は小さいと考えられる.

押込み試験は文献1)に詳述した超微小押込み試験装 置によって室温で行われた。対稜角115°の三角錐ダイヤ モンド圧子を100mgf/secの速さで試料表面から押込み, 最大荷重1000mgfに到達した後,1 sec保持してから押込 み時と同じ速さで圧子の引抜き(除荷)を行った。押込 み一除荷の全過程において,荷重と圧子の変位を連続記 録した。

3.実験結果と考察

SUS 316鋼の超微小押込み試験の結果を図3に示す. Niイオン照射の効果は顕著であり,照射温度によっても 明らかな差が認められる.照射材において押込み量dは 最大で約400nmであったが,これは損傷ピークの深さよ りは浅い.

前報²で論じた方法(1節参照)にしたがって図3を $F \neq d - d$ の関係に引き直すと図4のようになる.非照射 試料(コントロール試料)においては、負荷過程のほぼ



図 2 Niイオン照射によるSUS 316の損傷分布およびNi分布. TRIMコードによる計算結果。点線は熱的拡散による分 布の変化を模式的に示す

全域にわたってF / dはdに対して直線的に増加する.そ の勾配B = 40 (GPa)から(1)式より, $H_{v} \sim 140$ および σ_B ~ 450 (MPa) を得る.これは溶体化処理したSUS 316の 強度として妥当な大きさである.したがって,ここで用 いた試料の硬度は表面のごく浅い領域 ($d \sim 50$ nm以下) を除けば深さによらず一定であったと言える.

Niイオン照射材のF/d-dの関係は極めて興味深い。 図4は、表面近くでの明らかな強度の上昇を示している。 300°C照射の場合でも,400°C照射の場合でも200nm以下 の浅い領域でB=70(GPa)となり、非照射材に比べて著 しく上昇している。(1)式からHv~250, σs~800MPa を得る。押込み量dの増加とともに照射温度の差が現れ る. 300°C照射の場合, Bはd~250nmまでほぼ一定のま まであるが、*d*~250nmのところで急激に低下し*d*> 250nmでBは非照射材のBの値に近い値になる。図4か ら求まるBの値をdの関数として模式的に描いたのが図 5 である。Bの低下が起こる深さ250nmは損傷ピークの 深さ約1µm(図2)の1/4の深さである。すなわち、圧 子の押込み量が250nmに達するまでは、イオン照射に よって硬化している領域(約1µm)の強度が圧子に加わ る荷重を支えるが、これを越えると下地の損傷を受けて いない(したがって硬化していない)部分の強度が圧子 を支えることになると見なすことができよう。

400°C照射の場合, F/d-dの関係は300°C照射の場合 と異なりゆるやかな曲線を描く. すなわちBは表面近く での値70(GPa)からdの増加とともに次第に減少して, 非照射材の値40(GPa)に近づく(図4).これは、400°C 照射では、導入された照射欠陥が熱的拡散による移動と 消滅を起こすために、欠陥の分布が図2の破線のような なだらかな形に変化するためであろう.

中性子照射したSUS 316の強度の測定は、多くの場合 照射温度(300°C以上)と同じ温度で行われているので(例 えば文献3)、4)参照)、ここで得られたNiイオン照射材 の室温強度と厳密に対比させることはできないが、およ そ以下のことが言える。一般に、中性子照射による(He の同時照射を含む場合も)降伏強度の上昇は10dpa程度 で飽和値に達する。その値、約800MPaは照射温度(=測 定温度)にも、試料の前処理条件にもほとんど依存しな い.引張り強度は1dpa程度の照射で飽和値に達し、その 値は降伏応力の飽和値とほぼ同じ(約800MPa)である。 したがって、30dpaのNiイオン照射は強度が飽和する領 域に入っていると考えられる。実際、超微小押込み試験 によって得られた引張強度(σ_B)の推定値800MPaは上述 の中性子照射による飽和強度と一致している。

以上のように,超微小押込み試験によってイオン照射 材の表面から1µm以内に形成された損傷域の強度を測







定することが可能となった.これにより,重イオン照射 が中性子照射のシミュレーション実験として一層の有効 性を発揮することになるであろう.また,この方法を蒸 着膜や酸化膜の強度測定や表面改質の研究に役立てるこ とも期待できる. (1990年2月26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.
- R.L. Fish, N.S. Cannon and G.L. Wire: ATSM STP 683 (1978) 450.
- K. Tangri and P. Schiller: J. Nucl. Mater. 155-157 (1988) 1296.