

669.14.018.29: 621.039.53: 620.187.3: 539.125.504

276 (1959)

- 3) ASTM, Spec. Tech. Rep., 341(1963)
- 4) ~6) 原子炉用 A302 鋼の研究 I~III 報.

(128) 照射済 A-302 B 鋼の電子顕微鏡観察

(原子炉用 ASTM A-302 B 鋼の研究—V)

日本原子力研究所 工博 長崎隆吉
八幡製鉄所, 技術研究所

工博○長島 晋一・土生 隆一
八幡製鉄, 技術開発部長 谷 泰治

Transmission Electron Microscopy of the Neutron Irradiated A-302 B Steel.

(Studies on a reactor vessel steel ASTM A-302 B—V)

Dr. Ryukichi NAGASAKI, Dr. Shin'ichi NAGASHIMA
Ryuichi HABU and Taiji NAGATANI.

1. 結 言

前報に述べたように^{1)~4)}, 鉄鋼材料に対する中性子照射の影響に関しては, すでに多くの照射実験がおこなわれているが^{5)~7)}, 中性子照射が与える影響を物理冶金的立場から解析した研究はあまり多くない。^{8)~11)}

高速中性子を照射すると, 鋼材の種々の性質が変化し, 一般に強度が増加し, 同時に脆化する。

このような機械的性質の変化は, 高速中性子が格子原子と衝突してできる点欠陥によつて引き起こされるものである。実用鋼では, 照射によつてできた欠陥と相互作用の強い溶質原子が含まれているので, 中性照射の影響は, 複雑である。

面心立方格子を持つ金属, 特に銅では, 焼入れや中性子照射によつてできた点欠陥の集合体や転位ループが電子顕微鏡によつて直接観察され, 確認されている。

一方, 体心立方格子の金属では, 従来このような研究は少なく, 鉄では, 転位ループが中性子照射によつてできるとする説と¹²⁾¹⁴⁾, 観察されないとする説があり¹³⁾, 確定的でない。中性子照射後の電子顕微鏡観察の結果も研究者によつて相反する結論がなされており, 鉄鋼材料では, 中性子照射によつて生じる機械的性質の変化に対応する欠陥の確認は, まだなされていないとすることができる。それで本実験では中性子照射による機械的性質の変化と, それに対応した照射欠陥の直接観察および炭化物の析出過程に対する中性子照射の影響を明らかにするために, ASTM-A-302 B 鋼を中性子照射し, 電子顕

微鏡による薄膜の透過観察と引張試験を並行させておこなった。

2. 実験および結果

実験に使用した鋼材は ASTM-A302 B 鋼にニッケルを添加し, 低温特性の向上をねらつたもので, その成分は Table 1 に示した。この鋼材を Table 2 に示すような熱処理条件および照射条件で中性子照射した。中性子照射には原子力研究所の JRR-2 を利用した。中性子照射後, 鉄は高い放射能をおびるので, 照射後の取り扱いがなるべく容易になるように, 試験片はできるだけ小さくした。特に電子顕微鏡の薄膜試料は作業の性質上, 遠隔操作による作業が困難なため, できるだけ小さい試料を用いる必要がある。中性子照射後の機械試験の結果は, Table 3 に示した。よく焼鈍し, 1×10^{19} nvt 照射した場合には, 照射による強度の上昇が著しく, 照射効果が, はつきり認められる。しかし焼入れ後, 1×10^{17} nvt 照射した場合には, 機械的性質の変化は認められなかった。電子顕微鏡観察によれば, 中性子照射前の, 焼入れたままの組織は典型的マルテンサイト組織で, 微細なマルテンサイト晶から成り, 転位密度が非常に高い。これを 1×10^{17} nvt 照射し, 電子顕微鏡観察すると, 中性子照射後も転位密度が高く, 中性子照射中に焼鈍されて, 転位密度が低下することはない。さらに析出の起きたことが認められたが, この場合には析出物が小さく, 不規則に, 点状に分布している。一方, 焼入れ後, 中性

Table 1. Chemical Composition (w/o) of A-302 B.

Element	C	Si	Mn	P	S
A302 B	0.14	0.22	1.40	0.011	0.010

Element	Cr	Ni	Mo	Al
A302 B	0.06	0.76	0.55	0.014

Table 2. Heat treatments and irradiation condition.

Heat treatment	Irradiation condition	
	Temperature	total dose (>1MeV)
Quenched from 930°C	150°C	1×10^{17} nvt
Annealed at 700°C for 4 hrs	50°C	1×10^{19} nvt

Table 3. Effect of neutron irradiation on mechanical properties of A-302 B.

Heat treatment	Total dose nvt (>1MeV)	Vickers hardness(20 kg)		0.2% yield stress(kg/mm ²)	
		pre-irrad	post-irrad	pre-irrad	post-irrad
Quenched from 330°C	1×10^{17}	429	435	108	107
Annealed at 700°C for 4 hr	1×10^{19}	286	306	54	84

子照射せず、照射条件と同じ熱履歴だけを与えたものでは、析出物は大きく、板状で地鉄と一定の方位関係を満足した Widmanstätten 状の分布を示す。これらの試料を 400°C で加熱して炭化物を、さらに析出させた場合にも同様な析出物の分布の差が認められる。なお焼入れままでは、転位などの欠陥の密度が高いため、中性子照射によつて欠陥ができ、それがもし観察可能であつても、密度の高い転位の像に妨げられて観察不可能である。したがつて、照射効果に対応した照射欠陥を直接観察するためには、よく焼鈍した転位密度の低い試料を用いる必要がある。Fig. 1 に示したのは 700°C で 4hr 焼鈍した場合の組織である。観察される転位線は直線的で、安定な転位網を形成している。転位網は転位の最も安定な配列状態であり、再結晶が起きる程度の温度で焼鈍した際観察されるものである。このように配列した転位は、照射後観察される転位を考察する際に重要である。つまり、網目状の配列を示す転位は、照射以前の焼鈍過程ですでに存在していた転位で、照射中および照射後に、なんらかの原因によつてできた転位ではないことを示している。Fig. 2 は 700°C で 4hr 焼鈍し、 1×10^{19}

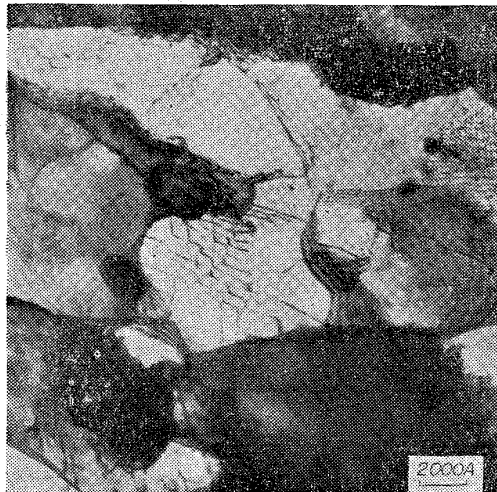


Fig. 1. Electron micrograph of the annealed A-302B steel at 700°C for 4hr.

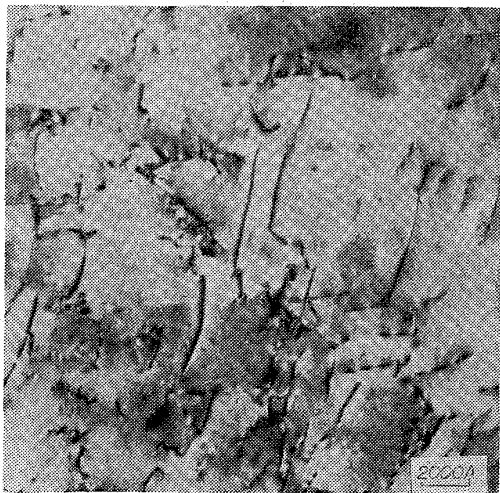


Fig. 2. Electron micrograph of the annealed and neutron irradiated A-302B steel.

nvt 照射した場合に見られる。転位線はスムーズな直線で、一部で網目状の分布を示している。したがつて、この転位は照射以前から存在していた転位であると推定される。転位以外に特別のものは観察されなかつた。しかし Table 3 に示したように、中性子照射によつて機械的性質は明らかに変化している。それにもかかわらず、照射効果を説明するような組織上の変化は、なにも観察されなかつた。

3. 考察および結論

中性子照射、または焼入れによつてできた空孔や格子間原子などの点欠陥は凝集して転位ループやヘリカル転位などを形成することが銅やアルミニウムの電子顕微鏡観察によつて確かめられている¹⁶⁾。しかし、同じ面心立方格子を持つニッケルでは照射による転位ループなどはできないことが確認されている¹⁷⁾。純鉄中の空孔は -50°C 付近で十分動くことと推定され、格子間原子はそれよりも低い温度で動くことと信じられている¹⁸⁾。したがつて、鉄でも室温付近で十分に中性子照射すれば、できた点欠陥が凝集し、銅と同様に点欠陥の集合体や転位ループが観察されるはずである。 1×10^{19} nvt の照射によつてできる frenkel 欠陥の濃度は、 9×10^{-3} と推定される。銅では、frenkel 欠陥の濃度が 10^{-4} 程度でも転位ループが観察されている¹²⁾。したがつて、 1×10^{19} nvt の照射をすれば、鉄でも転位ループが観察されなければならない。しかし、鉄ではこのことはまだ確認されていない。Iyre¹³⁾ は純鉄を照射して電子顕微鏡観察し、小さい黒点ができることを確認している。WHELAN は、この小さい黒点は、微小な析出物であり、鉄など体心立方格子を持つ金属では、転位ループは観察されないと主張している¹⁵⁾。しかし BIRKE と RALL は ASTM-A-212B 鋼を中性子照射することにより、転位密度が 10^8cm^{-1} から 10^{10}cm^{-1} 上昇したと報告している¹⁴⁾。この現象を彼らは、“照射によつてできた点欠陥がジョグに吸収され、転位ループとなり、ループが大きく成長する結果、転位密度が上昇する”，と説明している。筆者らの実験結果によれば、このような事実はなく、観察される転位はスムーズな直線で、安定な網目状の分布を示し、それが照射以前から存在していたことを意味している。実用鋼のように、空孔と相互作用の強い¹⁰⁾炭素原子が含まれている場合には、空孔は炭素原子と結合して歪エネルギーを減少させるので動きにくくなる。そのため、実用鋼では、転位ループが空孔を吸収して大きく成長するとは考えられず、実際そのような事実は観察されなかつた。しかし、中性子照射によつて、機械的性質は大きく変化しているのだから、照射によつて、転位の運動を妨げるような欠陥ができていることは明らかである。したがつて、鉄鋼材料の照射効果に寄与している照射欠陥は電子顕微鏡でも確認できないような小さい欠陥であると推定される。変位スパイクの起きた所では、欠陥の密度が高く、欠陥と炭素原子の相互作用が強いので、変位スパイクの起きた所は、炭化物の析出の核になりやすい¹⁹⁾。照射によつてできた空孔と炭素原子が結合すれば、動きにくくなるので、組織学的意味での析出は遅れる¹¹⁾。照射した場合、照射しなかつた場合に比較して、析出が遅れ、その大きさや形、分布が変化するのは以上のような理由に

539.537:539.42:669.141.24:669.14.018.27

よるものと思われる。

文 献

- 1) ~4) 原子炉用 A-302B 鋼の研究 I~IV 報.
- 5) ASTM Special Technical Report, 208 (1956).
- 6) ASTM Special Technical Report, 276 (1959).
- 7) USAED Conference. Report, TID-7588.
- 8) H. WAGENBLAST & A. C. DAMASK, J. Phys. Chem. Solids, 23 (1962), p. 221
- 9) F. E. FUJITA & A. C. DAMASK, Acta Met., 12 (1964), p. 331
- 10) R. A. ARNDT & A. C. DAMASK, Acta Met., 12 (1964), p. 341
- 11) H. WAGENBLAST & A. C. DAMASK, Acta Met., 12 (1964), p. 347
- 12) M. J. MAKIN, A. D. WHAPHAM & F. J. MINTER, Phil. Mag., 6 (1961), p. 465
- 13) B. L. IYRE, Phil. Mag., 7 (1962), p. 2107
- 14) A. J. BIRKLE & W. RALL, Trans. Met. Soc. Amer. Inst. Min. Met & Pet. Eng., 230 (1964), p. 156
- 15) M. J. WHELAN, Electron Microscopy and Strength of Crystals, (1961), p. 39, Interscience Publisher, New York.
- 16) G. THOMAS & J. WASHBURN, Rev. Mod. Phys., 35 (1963), p. 992
- 17) G. H. F. WILSDORF, Phys. Rev. Lett., 3 (1959), p. 173.
- 18) W. C. LESLIE, J. I. MICHALAK & F. W. AUL, Iron and its Dilute Solid Solutions. (1957), Interscience Publisher, New York.
- 19) J. FLEEMAN and G. J. DIENES, J. Appl. Phys., 26 (1955), p. 652

(129) 引張試片に対する衝撃および静的特性の研究

(鉄鋼の切欠および平滑試片における熱処理温度と衝撃性質の関係—I)

東北大学, 金属材料研究所

○廉 永 夏

Studies on the Impact and Static Characteristics for Tensile Specimen.

(Relations of heat-treated temperature and impact properties for both notched and un-notched specimen of the steels—I)

Yung-Ha YUM.

1. 結 言

鉄鋼材料の衝撃荷重に対する熱処理温度の影響と衝撃性の関係を, 特に切欠および平滑試片について考察した。

本研究は, (i) 衝撃引張り, (ii) 衝撃単純曲げ, (iii) 衝撃片持曲げ, などの一連の衝撃実験の一部として実施した。これらの研究に共通した内容は従来の衝撃研究と次のような相違がある。

(1) 多くの衝撃研究は, 焼なましした試片を使って, 靱性から脆性に移り変わる, 遷移点を知るため, 低温における衝撃値を測定するものが多かったが, 本研究では, 焼入れ, 焼もどし後, 常温での熱処理温度と衝撃性質を考察した。

(2) 普通の衝撃試験では, 標準切欠試片を使用している。しかし実際の構造物の中には, 平滑構造物が多いので, 切欠および平滑試片に対する衝撃特性を考察した。

(3) 動的荷重に対する衝撃性質と, 静的荷重の機械的性質を比較するため, 静的試験も行ない, 相互関係を考察した。

2. 実 験 方 法

2.1 試 片

本実験の衝撃と静的引張りに使用した試片は, バネ鋼と軟鋼である。その化学成分と, 機械的性質は, Table 1 に示した。ここで KA と MA は平滑試片, KB と MB は切欠き試片である。

抗張試片は 6.4φ, 標点距離は 45mm で, 切欠試片の平行部直径は 8.5mm である。切欠きは中央に, 55°V 型溝を切り, 溝の深さは 1.05mm, その溝底の半径は 0.25mm とした。バネ鋼は 820°C, 軟鋼は 890°C

Table 1. Chemical composition and mechanical properties of the specimen.

Material	Chemical composition (%)					Mechanical properties*		
	C	Si	Mn	P	S	Tensile stress	Elongation (%)	Hardness H _B
Spring steel (K A. K B)	0.79	0.14	0.59	0.027	0.032	78**	18	172
Mild steel (M A. M B)	0.18	0.23	0.55	0.010	0.037	43**	27	134

* Annealed at 830°C and 890°C respectively.

** Tensile stress unit kg/mm²