

# 討15 Nb その他のBCC金属の放射線損傷

東大工学部

井形直弘

§1序 鉄鋼の照射効果とBCC金属のそれとを比較することは次のような意味を有する。

① BCC金属では0の挙動が追跡出来ること。②室温はαFeにとつては回復のStage IIIの温度より上になるが BCC金属の多くにとつては Stage III 以下の温度に存在することなどである。こゝでは点欠陥の挙動、転位の緩和から照射硬化に至るまでの幾つかの問題点についてとりあげてゆくこととする。

§2 点欠陥の回復過程 回復過程としては $\sim 100^{\circ}\text{K}$ 以下に存在する Stage I,  $0.16 T_m$  ( $T_m$ :融点)に存在する Stage III ( $\alpha\text{Fe}$  では  $0.12 T_m$ ), 2つの Stage の間に存在する Stage II,  $0.22 T_m$ に存在する Stage IV ( $\alpha\text{Fe}$  では  $0.25 T_m$ ),  $0.30 T_m$ に存在する Stage V,  $0.35 T_m$ に存在する Stage VI に分けられる。

(i) Stage I について 電子線照射又は中性子線照射を行なった  $\alpha\text{Fe}$ , Ta, Nb, W 及び Mo について知られている。夫々の Stage I を比較して次のようなことが知られている。

① FCC 金属では Stage I の substage の幾つかは格子間原子(以下 I とする)及び原子空孔(以下 V とする)の再結合に反対した1つ以上の substage は I の自由な動きによると考えられているが、BCC 金属の場合 格子間不純物原子(以下 II とする)によつて Stage I が大きく変る。②  $\alpha\text{Fe}$  では  $\langle 110 \rangle$  対称を有する点欠陥が自由な動きを示すことが多くの実験から結論されており、W の内部摩擦の測定からも  $\langle 110 \rangle$  型 I の緩和が検出され、フィールドイオン顕微鏡(以下 FIM とする)でもたしかめられている。③ 回復はほぼ2次反転であるが、不純物原子によるトラップも含まれていると考えられる。図1は1例を示す。

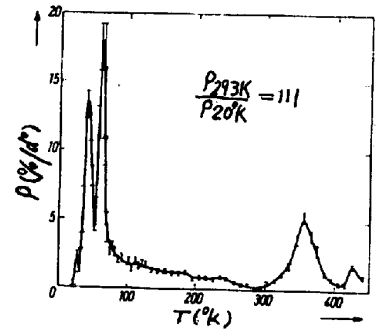


図1 電子線照射したNbの回復過程

(ii) Stage III この Stage は加工を行なった場合についても知られているが、II すなわち C, N 及び O に対して敏感である。図2はその例を示す。これら原子の固溶限の極めて小さい Mo, W では影響は極めて小。

電子線照射を行なった Mo 及び W の結果は次のようまとめられている。① 単一熱活性化過程であり intrinsic な点欠陥にもとづく ② この Stage では V は I より安定であつて I の動きが含まれている。③ 反転の次数はほぼ2であるが複雑である。④ については FIM によつて観察されている。

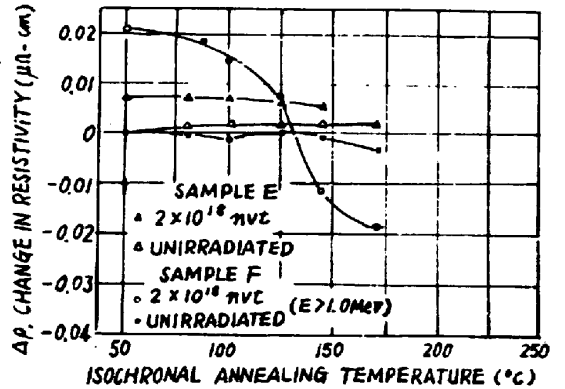


図2 <4ppm Oを含むE試料及び260ppm Oを含むF試料(共にNb)の中性子照射後の回復(Stage III)

C, N 及び O を固溶し得る Ta の電子線照射では次のようなことが明らかとなつてゐる。① Stage I に対する O の影響は大きい室温 (Stage IV) ではこの影響は元へ戻る。② O は Stage III ( $170^{\circ}\text{K}$ ) にはほとんど影響されない。Ni 300 は Stage I での  $\langle 100 \rangle$  型の I がまた Stage III では  $\langle 110 \rangle$  型の I が回復するとう解釈を与えている。更に

<100>型 I は一部は 20~40°K で消滅し一部は 0 によつてトラップせられて Stage IV まで残る。Stage III が 0 に依存しないこともこれによつて説明される。

(iii) Stage IV 中性子照射を行なった W の FIM による観察ではこの stage で原子空孔が消滅する。この減少と 1 次の反転とをこの活性化エネルギーとせると 3.3 eV となる。一方 He 急冷の実験から求めた原子空孔の形成エネルギーは 3.3 eV であり、両者の和 6.6 eV は自己拡散の活性化エネルギーに等しくなる。従つてこの stage は原子空孔の動きによる回復であると考えられる。急冷 Fe の場合 0.25 Tm での回復過程の活性化エネルギーは 1.1 eV であり、この場合も形成の活性化エネルギー 1.6 eV との和 2.7 eV はほぼ自己拡散の活性化エネルギーと一致する。

§3 転位の緩和過程と照射効果 Nb の転位の緩和ピークとしては低周波の場合 ~50°K に α ピーク, 100°K に β ピーク, (210°K に β ピーク), 743°K に 0 加エピーク, 813°K に N ピークが存在する。このうち中性子照射効果が知られているのは α ピーク及び β ピークである。中性子照射でバックグラウンドは増大するがこれは転位が増すためと考えられている。

(i) α ピーク 加工及び照射によつて α ピークが増大するのは転位が増加するためであり、このピークは転位の緩和であると考えられる。活性化エネルギーは 0.24 eV である。このピークは 100°C 以上の照射後焼なましにより

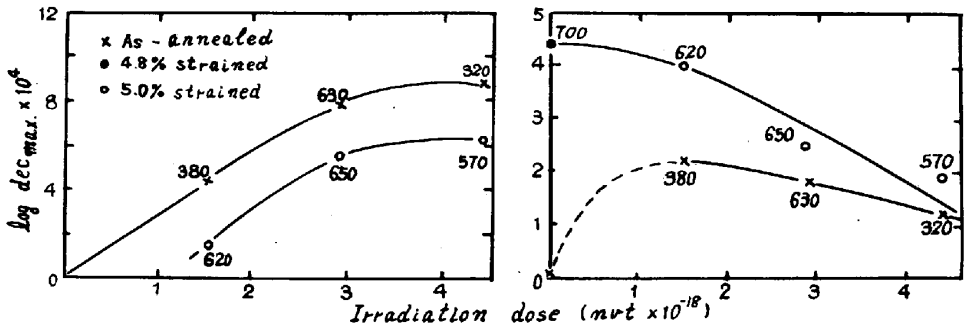


図3 Nbのαピーク及びβピークに及ぼす中性子照射の影響

減少するがこれは "Stage III" の回復にもとづくものであり I 又は 0 の拡散にもとづくくぎうけであると解釈される。このピークは Bordoni ピークあるいは Hasiguti ピークであると考えられる。

(ii) β ピーク このピークの照射量依存性は α ピークと異なること、最初転位密度大きい方が小さいこと、また転位ピークが減少する温度範囲で逆に増大することなどから、転位の緩和とは考えにくい。これは 65°C で動き得る点欠陥によつて形成された点欠陥複合体にもとづくものと考えられる。これらは 200°C 以上では分解消滅する。これが点欠陥にもとづくものであると考えると緩和の活性化エネルギー 0.47 eV は移動の活性化エネルギーより低いこととなる。これは I 又は V と 0 との複合欠陥にもとづくものと考えられる。

§4 転位の摩擦力 転位の速度の力依存性はエワチピットによつて定められており次のような形で定められている。

$$v = \left(\frac{\tau}{\tau_0}\right)^{m^*}$$

種々の条件下での  $m^*$  の値及び  $\tau_0$  の値を表1に示す。

また應力緩和の実験からも求め得る。

$$0 = \dot{\epsilon}_e + \dot{\epsilon}_p = \frac{1}{E} \frac{d\sigma}{dt} + 0.5 b \rho v$$

従つて  $\rho v$  は  $\frac{d\sigma}{dt}$  の測定より得られるが実験結果では  $\log \rho v$  が  $\frac{1}{E}$  に比例して減少しており次の形で整理できることを示唆している。(図4参照)  $v = v_0 \exp - \frac{D}{T}$

表1 Nb中転位の摩擦力

試料	温度°K	$m^*$	$\tau_0$ kg/mm <sup>2</sup>
非照射	300	15	4.4
"	194	15	12
"	77	18	63
" (j=xilt)	300	6.7	3.5
$1.6 \times 10^{19} n/cm^2$ (E>1MeV)	300	10	7.7
$8.3 \times 10^{19} n/cm^2$ (E>1MeV)	300	7	24

§5 電顕直接観察 中性子照射したNbにつき電顕直接観察を行なうと転位ループがみとめられる。このループは300°C以上に加熱するとサイズの小さい方は減少するが大きい方は増し、又その密度も16%程は増す。しかし400°Cに加熱する場合にはループは減少してくる。又転位ループの密度はある程度から飽和しはじめループサイズが大きくなってゆく。このことは転位ループの形成に不純物原子が寄与していることを示唆している。

図5は転位ループの照射後あるいは照射後焼鈍による分布変化を示している。

これら転位ループを含む結晶に変形を与えると転位の運動が局所的に進みchannelを形成するのがみとめられる。

図6はその一例である。

このchannelは粒界へ加転位及び他のchannelにステップをつくるかそこで通過する転位の本数は1000~5000位である。又channelを生ずる面は{110}でありその断面があらわれていると考えられる。また転位は奥層クワースをsweepする。

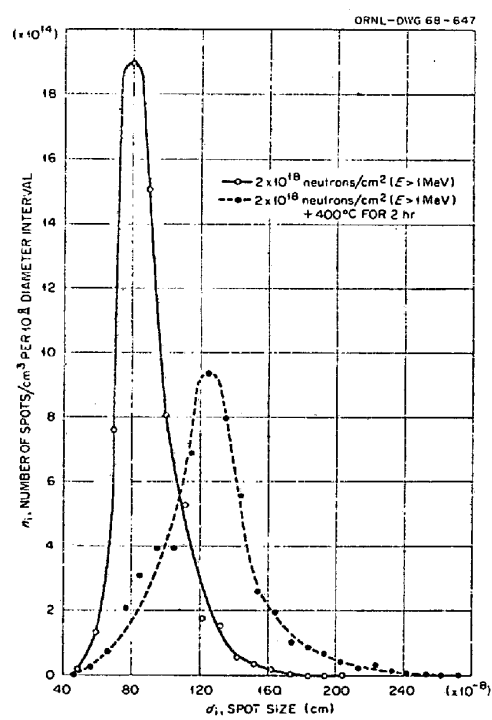


図5 照射後転位ループの分布

§6 照射硬化

(i) 硬化の温度依存性及び歪速依存性

高純度Nb単結晶に $1.1 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$ と $8.3 \times 10^{17} \text{ n/cm}^2$ 照射した場合硬化は<sup>主として</sup>athermal成分で生ずる。また活性化容積 $V^*$ (活性化面積 $A^*$ とすと $V^* = bA^*$ )は次式であらわされる。

$$\frac{V^*}{kT} = \left( \frac{\ln \dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}} \right)_T$$

$\dot{\epsilon}^*$ は有効力  $\dot{\epsilon}$ は歪速を示す。図7で見るとように $V^*$ は歪量と共に変らないが194°Kでは歪量と共に減少している。

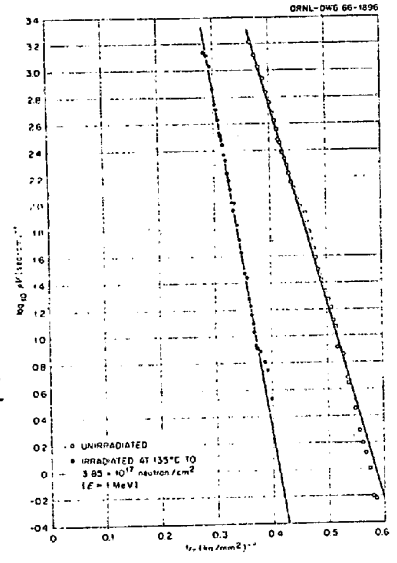


図4 照射したNbの片方緩和



図6 Nb(111)面で見とめられるchannel

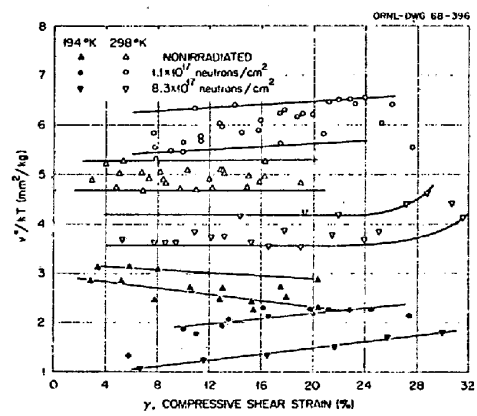


図7 照射したNb単結晶の活性化容積

(ii) 照射後燻なましの影響 図8 に示すように 200°C ~ 400°C で強度が増す。これは不純物原子が I 又は V の半位ループにトラップされるためにより強い barrier を形成するためと考えられている。C の拡散を考えた場合  $6.1 \times 10^{15}/cc$  の 93 Å 直径の欠陥に 60 ppm の C が析出するとすると欠陥当り 4000 とすることになる。従って析出原子数より次の式を用いて温度及び時間を推定することができる。

$$N(x) = 5.3 C_0 \left( \frac{ADx}{T} \right)^2$$

D は拡散定数である。コトレル雰囲気は 300°C 2 時間 で形成されることになり照射後燻なましの石炭化温度とほぼ一致する。

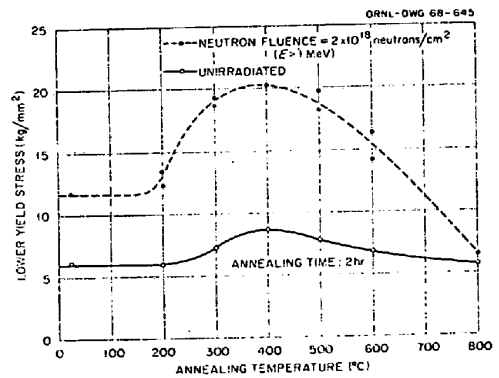


図8 Nbの降伏強度変化に及ぼす照射後燻なまし効果

(iii) 照射量依存性 図9 は Nb の照射硬化の線量依存性を示す。

硬化は中の空位に比例しているが  $10^{18} n/cm^2$  以上で slope はゆるやかとなる。これは真空欠陥クラスターが格子間不純物原子によって形成されそれがある照射量で exhaust するためであると考えられる。

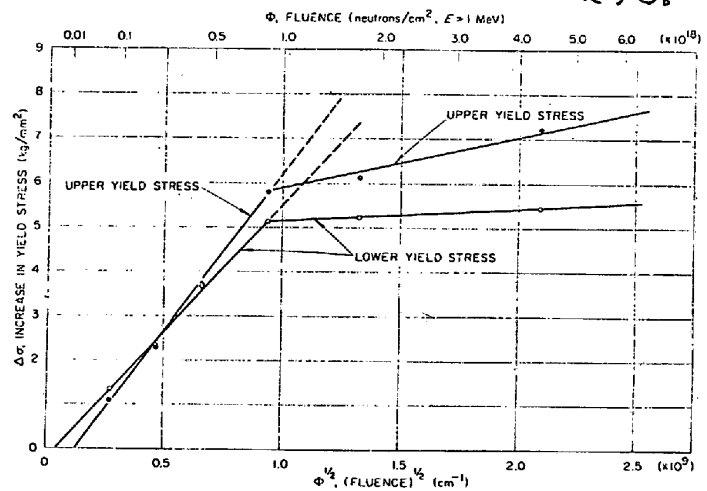


図9 Nb照射硬化の線量依存性

(iv) 照射硬化の機構 真空欠陥析出相の厚さを電顕で観測されている半位ループの半径 R とすると、

Kroupa and Hirsch の方法により

らせん半位に対する最大相互作用エネルギーは

$$E_{max} = \frac{1}{4} \mu b^2 R$$

$\mu$  はせん断弾性率である。これより  $F_{max} = \frac{1}{4} \mu b^2$  であるが降伏力の増加  $\Delta\tau$  は次のようになる。

$$\Delta\tau = \frac{\mu b}{4l}$$

ここで  $l$  は次のようにあらわされている。  $l = (\sum n_i d_i)^{1/2}$  ( $n_i$  は欠陥の数  $d_i$  はサイズ)

$$\therefore \Delta\tau = \frac{1}{4} \mu b (\sum n_i d_i)^{1/2}$$

また  $n_i$  は次のようにあらわされる。  $n_i = N \sigma_B \phi$

但し  $\sigma_B$  は線量  $\sigma_B$  は欠陥形成断面積  $\therefore \Delta\tau = \frac{1}{4} \mu b (N \sigma_B \phi \alpha)^{1/2}$

§7 結び 以上 Nb を中心とする BCC 金属の放射線損傷を概念的に述べたが幾つかの問題点が残る。それは合金鋼の場合も含めて C, N, O と真空欠陥より形成される複合真空欠陥<sup>空位</sup>半位ループが照射硬化において重要な因子であると言う点である。筆者らの Nb の電子線照射及び中性子低温照射の実験結果を通じて論じたい。

引用文献 §2 に関しては J. Nihouk, Interstitials and Vacancies in Metals, (1969) 839 より, §3 に関しては M.W. Stanley and Z.C. Szkopialek, J. of Nuclear Materials 23 (1967) 163 より, また §4 ~ §7 については ORNL-3949 (1966), ORNL-4195 (1967), ORNL-4246 (1968) ORNL-4334 (1969) を参照した。