

© 1990 ISIJ

寄書

α 粒子照射した 316 ステンレス鋼の 微細組織, 強度及び破壊挙動

宮原一哉*・坂本康裕*²・茅野秀夫*³・細井祐三*

Microstructure and Mechanical Properties of an α -particle Irradiated Type 316 Stainless Steel

Kazuya MIYAHARA, Yasuhiro SAKAMOTO, Hideo KAYANO and Yuzo HOSOI

1. 緒 言

核融合炉照射環境では, 14 MeV 中性子と材料構成原子核との (n, α) 反応により He が 1 dpa 当たりおよそ 20 appm 生成される. そのため実験炉あるいは商用炉の第一壁構造材料中では He がヘリウムバブルとして, 数百あるいは数千 appm 蓄積し材料の微細組織および機械的性質に大きく影響すると考えられる. 高温引張りあるいはクリープにおいては, 数 10 appm の He の存在下でも粒界破壊を引き起こす場合のあることが報告されている. しかし, 高濃度に He が存在する場合の微細組織, 材料の変形, および破壊挙動に対する He の影響についてはなお十分には解明されていない点が多い. そこで本研究ではこれらの点を調べることを目的とした.

2. 実験方法

実験に供した材料は SUS 316 鋼 (27.5 μm 厚, 0.05 mass% C (以下 mass% を略す), 10.41 Ni, 16.86 Cr, 1.06 Mn, 0.031 P, 0.005 S, 0.28 Cu, 2.23 Mo, 0.066 N)

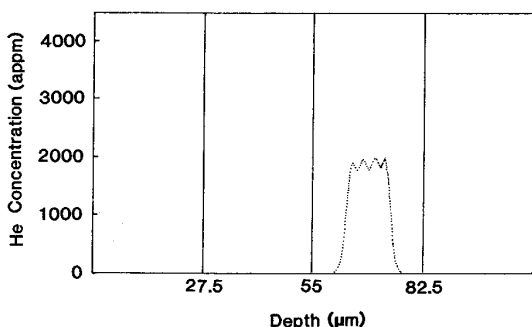


Fig. 1. Helium deposition depth profile in the specimen (4 specimens are stacked).

の箔片試料である. この試料の平均オーステナイト粒径は 30~40 μm である. これを 1373 K に 3.6 ks 保持後水冷の溶体化処理を行い, $\phi 3$ mm ディスク, 極微小引張試験片¹⁾を作成した. その後試料中に He を注入するために, 東京大学原子核研究所の SF サイクロトロンにより 30 MeV α 粒子照射を行った. He 注入の際アルミフォイルをディグレーダーとして使用し, Fig. 1 に示すように 4 枚重ねた 27.5 μm 厚の試料のビーム側から数えて 3 枚目の試料におよそ 2000 appm He が注入されるように照射を行った. He の一様注入領域の厚さは計算上 (E-DEP-1 にて) 16 μm である. 試料は水冷ホルダー上に設置し 30 MeV α 粒子照射 (電流密度; 2 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$) を行ったが, 試料とホルダーの密着性のずれのため照射温度は 673 ± 50 K になっていると推定された²⁾. He 注入領域のヘリウムバブル形成・分布を調べるため照射試料の透過電顕観察を行った. また, 照射および非照射試料の室温および 773 K での引張試験を Ar 雰囲気中にて, 歪み速度 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で行い, 破面の走査電顕観察を行った.

3. 実験結果及び考察

2000 appm He を注入した SUS 316 鋼箔試料のヘリウムバブルの形成分布状態を Photo. 1 に示す. (a), (b) より, 粒内に比べ粒界により径の大きいバブルが密に形成する傾向が認められた.

Fig. 2 に粒内及び粒界近傍にあるバブル径の分布を示す. 粒界近傍にあるバブルの平均径が粒内のバブルの平均径より大きく, また, バブル数密度は粒界近傍においてより大きいことがわかる. ただし, 粒界近傍にあるバブルの径及び数密度は, 写真乾板上に投影した粒界像上にあるバブルについて測定を行った.

平成元年 10 月 25 日受付 (Received Oct. 25, 1989)

* 名古屋大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Nagoya University, Furo-cho Chikusa-ku Nagoya 464)

*² 名古屋大学大学院 (Graduate School, Nagoya University)

*³ 東北大学金属材料研究所 工博 (Institute for Materials Research, Tohoku University)

Key words: type 316 stainless steel; α -particle irradiation; helium embrittlement; high temperature strength; fracture behavior.

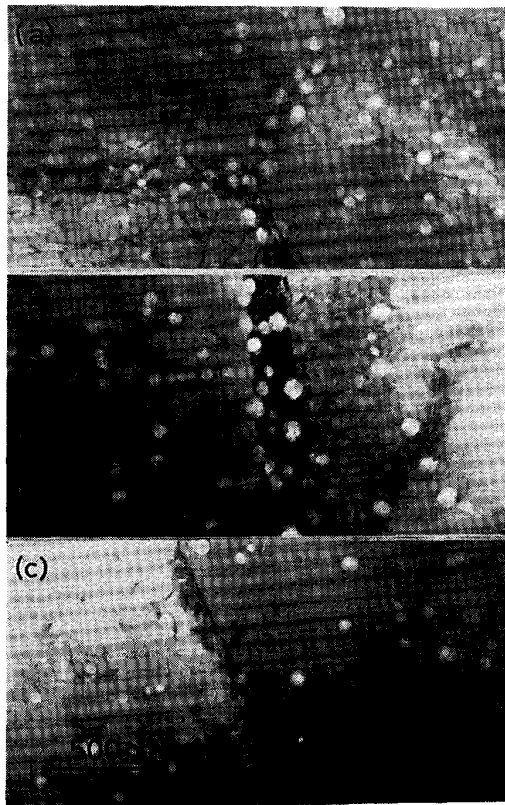


Photo. 1. Helium bubble formation and distribution in the specimen irradiated with α-particles of a fluence of $2.3 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ (2 000 appm He).

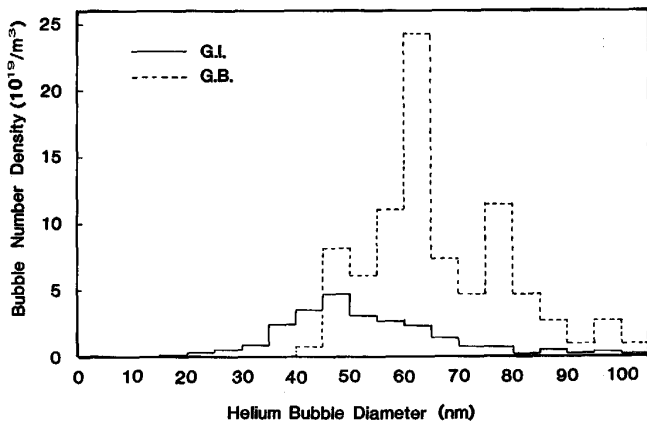


Fig. 2. Size distribution of helium bubble in the grain interior and at the grain boundaries of He-deposited specimen.

ヘリウムバブルの成長は、以下の考察からいわゆる Gas-pressure driven 型の成長を起こしている と推定される。すなわち、ヘリウムバブルの内圧 (p) と表面張力 (γ) との釣合いを考えると(1)式が成り立つ。

$$p = \frac{2\gamma}{r} \dots\dots\dots(1)$$

ここで r はバブルの半径とする。また、バブル内容積

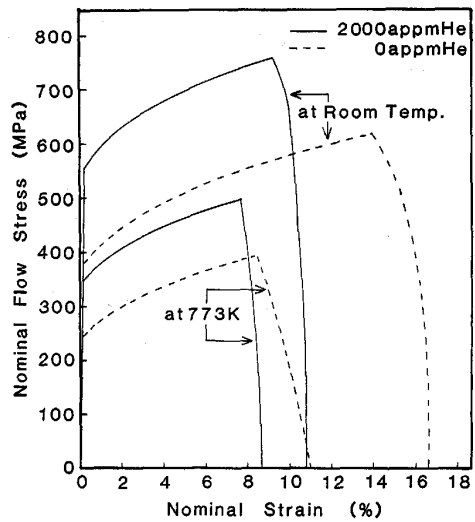


Fig. 3. Stress-strain curves of the He-deposited and non-deposited specimens tested at room temperature and 773 K.

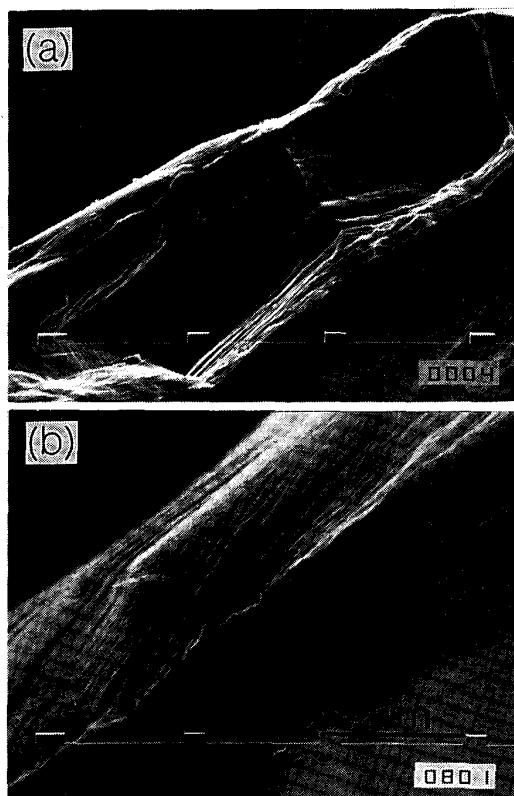
を V , バブル内のヘリウムガスを理想気体とすると、

$$n = \frac{8\pi r^2 \gamma}{3RT_{irr}} \dots\dots\dots(2)$$

が成り立つ。ここで、 n はバブル内のヘリウム原子の数、 T_{irr} は α 粒子照射温度 (K) とする。従って、注入した α 粒子の全個数 N は $\sum n$ で求められる。

Fig. 2 のヒストグラムで得た値を(2)式に代入し、 $T_{irr} = 673 \text{ K}$ として注入した α 粒子数 N を算出すると $N = 3.3 \times 10^{17}$ 個となる。ただし、バブルの表面張力 γ の値としては $1.0 (\text{J}/\text{m}^2)$ を用いた³⁾。一方、照射時のビーム電流積算値より、注入した α 粒子の全数 N を算出すると $N = 2.3 \times 10^{17}$ 個となり、測定誤差を考慮すると、この二つの値はほぼ一致している。なお、本照射実験では、照射損傷ピーク値は E-DEP-1 による計算でもおよそ 0.1 dpa (Threshold energy; 40 eV) と見積もられ、照射欠陥生成量が小さいので、いわゆる Bias driven 型のキャビティー成長は考えにくい。ただし、上の考察では、一般に He は金属材料中では非固溶性であると考えられている⁴⁾ ので、固溶 He を考慮しなかった。また n 個の He 原子が m 個の原子空孔 (V) と結合し He_nV_m の状態でマトリックス中に存在する可能性があるが、これの分解温度及び移動エネルギーのデータが無いので、ここでは、これらが移動合体することがバブル成長の一過程であると考え、バブル内以外のマトリックス中には He 原子はほとんど存在しないと仮定した。

Fig. 3 に 2 000 appm He を注入した試験片および α 粒子未到達試験片 (引張試験片を 4 枚重ねて照射した際のビーム入射側から数えて 4 枚目の試験片。以下、He 非注入試片と呼ぶことにする) の室温及び 773 K での引張試験における応力-歪み線図を示す。実線が He 注入



(a) Intergranular ductile fracture of the specimen with the irradiation of an α -particle fluence of $2.3 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ (2000 appm He), tested at room temperature.

(b) Transgranular ductile fracture of the specimen irradiated with α -particles of a fluence of $2.3 \times 10^{17}/\text{cm}^2$ (2000 appm He), tested at 773 K.

Photo. 2. Fracture surface of the specimen.

試験片，破線が He 非注入試験片を表す。He 注入試験片では He 非注入試験片に比べ，室温および 773 K のいずれの試験温度においても強度の増加と延性の低下が認められる。強度の増加の原因は (1) バブルによる硬化，(2) 約 0.1 dpa の照射損傷による硬化，(3) 照射欠陥と不純物ガス原子との結合した複合欠陥による硬化等が考えられる。

Photo. 2 に引張試験後の破面の走査電顕写真を示す。2000 appm He を注入した試験片では所々に Photo. 2(a) に示すような粒界破断が認められた。一方，2000 appm He を注入した試験片の 773 K における引張試験では粒内の延性破断により破壊した (Photo. 2(b))。He 非注入試験片では，室温でも 773 K においても粒内延性破断を示した。

316 鋼に He を注入し，その後の破壊挙動を調べた研究報告はいくつかなされており，SHINNO らは He を 10 appm 注入した場合，1023 K での高温引張試験において粒界破断をすること⁵⁾，また YAMAMOTO らは He を 50 appm 注入した改良 316 鋼 (JPCA) は 923 K におけるクリープ試験において粒界破断をすることを報告してい

る⁶⁾。一方，IGATA らは 800~1600 appm He 注入し，室温にて引張破断させた場合，800 appm He 注入材は粒内延性破断であるが，1600 appm He 注入材は部分的に粒界破断を示したことを報告している⁷⁾。本実験の結果は室温での破断様式は IGATA らの結果と一致するが，高温での破断様式は SHINNO らの結果と一致していない。この不一致の一つの原因として，SHINNO らおよび YAMAMOTO らの試験温度が本実験の試験温度 773 K に比べて高いこと，また歪み速度が小さいことが挙げられる。すなわち，(1) 本実験に比べ彼らの実験では He が転位との相互作用の下で拡散しやすくなり粒界への集積し，粒界の結合力が粒内に比べ相対的に弱まり粒界破断が起きたこと，(2) TRINKHAUS らのいうように高温では応力下でバブルの粗大化が促進し粒界破断が起きたこと⁸⁾，(3) また，MANSUR らの指摘のように⁹⁾ He による延性劣化には歪み速度の影響が非常に大きいこと等が原因として上げられるが，今後さらに詳細な検討を要する。また，高濃度に He を注入した場合，室温でも粒界破断しやすくなることも，今後解決すべき 316 鋼の重要課題である。

4. 結 論

(1) 粒内に比べ，粒界近傍により大きい径のヘリウムバブルが高密度に形成された。本実験では内圧と表面張力との釣り合いの下で，いわゆる Gas-pressure driven 型のバブル成長をしたと考えられる。

(2) α 照射によりヘリウムバブルを形成させた 316 鋼では強度の増加と延性の低下がみられ，室温での引張試験では部分的な粒界破断の起こることが確かめられた。しかし 773 K においては粒界破断は認められなかった。

文 献

- 1) K. MIYAHARA, Y. OKAZAKI, M. MOCHIZUKI, Y. HOSOI and H. KAYANO: *J. Nucl. Mater.*, **155-157** (1988), p. 1054
- 2) The Proc. 4th Intern. Conf. on Fusion Mater. (1989) Dec., 印刷中
- 3) S. I. MAYDET and K. C. RUSSELL: *J. Nucl. Mater.*, **82** (1979), p. 271
- 4) W. G. WOLFER, C. D. van SICLEN, S. M. FOILES and J. B. ADAMS: *Acta Metall.*, **37** (1989), p. 579
- 5) H. SHINNO, H. SHIRAIISHI, R. WATANABE, H. KAMITSUBO, I. KOHNO and T. SHIKATA: *J. Nucl. Mater.*, **97** (1981), p. 291
- 6) N. YAMAMOTO, H. SHIRAIISHI, H. KAMITSUBO, I. KOHNO and T. SHIKATA: 同上, **133-134** (1985), p. 493
- 7) N. IGATA, K. MIYAHARA, C. TADA, D. BLASL, S. HAMADA, T. SAWAI, H. KAYANO and Y. HOSOI: 同上, **141-143** (1986), p. 543
- 8) H. TRINKHAUS and H. ULLMAIER: 同上, **155-157** (1988), p. 148
- 9) L. K. MANSUR and M. L. GROSSDECK: 同上, **155-157** (1988), p. 130