

© 1992 ISIJ

 ////////////////
 寄 書
 ////////////////

中性子照射した Fe-12%Cr-15~30%Mn 三元合金の微細組織

宮原 一哉* · Frank A. GARNER*² · 細井 祐三*

Microstructure of Neutron-irradiated Reduced Activation Fe-12%Cr-15~30%Mn Ternary Alloys

Kazuya MIYAHARA, Frank A. GARNER and Yuzo HOSOI

1. 緒 言

核融合炉第一壁構造材料の最も有力な候補材料はオーステナイト系ステンレス鋼の SUS316 改良鋼であるが、Ni 及び Mo 等の含有元素の為、長年月にわたり誘導放射能が高く維持される。その為、近年、特に長期の誘導放射能の低減化を目指した低放射化鉄鋼材料として、Mo を W に置換した Cr-W フェライト鋼及び Ni を Mn で置換した Cr-Mn オーステナイト鋼の開発の可能性が多く研究者により検討されている¹⁾。著者らはその一環として、Cr-Mn オーステナイト鋼の研究を行なおうとするものである。本研究で 12%Cr 合金を供試材として選んだのは、イ)核融合炉の構造材料として、水冷あるいはヘリウムガス冷却を想定する場合、耐食性あるいは耐酸化性の観点から 10% 以上の Cr 濃度が望ましいと考えられること、また、ロ)高 Cr (15~16%Cr)-Mn 合金の高温加熱中には非照射、照射を問わず容易に σ 相の析出することが、細井ら²⁾³⁾及び高橋ら⁴⁾により報告されていることから Cr 濃度は 12% 位に抑えなければならないと考えられることによる。従って、著者らは 12Cr-(15~30) Mn 鋼の低放射化鉄鋼材料の開発にのぞみ、その基本合金である Fe-12Cr-(10~30) Mn 合金の中性子照射後の微細組織および相状態を調べる目的で研究を行った。

Fe-12Cr-(10~30) Mn 合金においても、非照射時に冷間加工と高温時効処理との組合せにより σ 相が形成されることが阿部ら及び細井らにより報告されているが²⁾⁵⁾、 σ 相、オーステナイト相 (γ 相)、フェライト相 (α 相) の 3 相の存在状態 (それぞれの合金においてどのような相が共存するか) に対する Mn の影響は明らかでなく、照射時のこれら 3 相の状態も明らかにされていない。そこで、本実験は照射時の α 、 γ 、 σ 相の相状態に対する Mn の影響を明らかにする目的で行った。また、Garner ら⁶⁾ は、Fe-Cr-Mn 三元系合金のスエリングに対し Mn は抑制する効果があることを密度測定から報告しているが、ボイド形成および分布等の微細組織に対する Mn の影響は明らかではなく、その観察も合わせて行った。

2. 実験方法

Fe-12Cr-(15~30) Mn 三元合金 (化学成分を Table 1 に示す) を 1373 K \times 3.6 ks \rightarrow WQ の溶体化処理後、3 mm ϕ TEM ディスク (透過電顕用試料) を切出し、米国の実験用高速増殖炉 FFTF の材料照射用集合体 MOTA にて 643, 679, 793 および 873 K でおよそ 40 dpa の中性子重照射 (中性子照射量; 9.6×10^{26} n/m² ($E > 0.1$ MeV)) を行った。その後、照射試料のボイドスエリングの測定、 α 、 γ 、 σ 相の同定及び分布状態の観察を

Table 1. Chemical Composition of Materials Used (mass %).

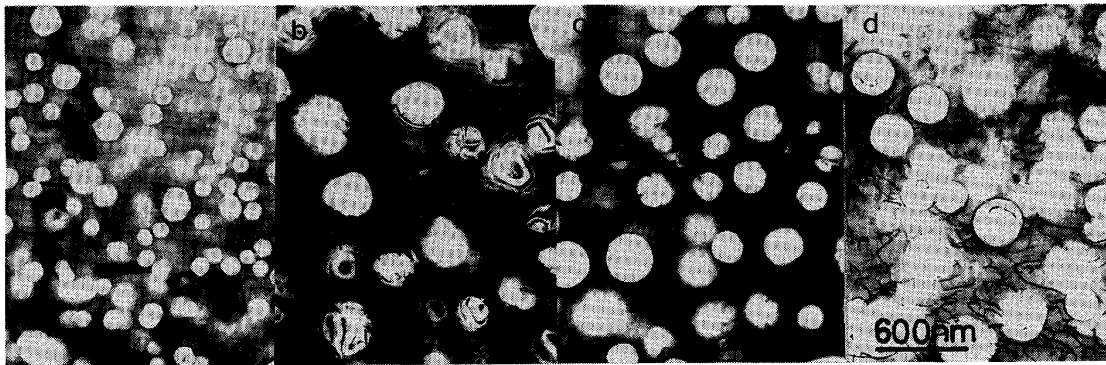
| Alloy | C | Si | Mn | P | S | O | N | Cr | W |
|--------------|--------|-------|-------|--------|-------|--------|--------|-------|-------|
| Fe-12Cr-15Mn | 0.006 | 0.009 | 14.74 | <0.003 | 0.009 | <0.001 | 0.0015 | 12.33 | <0.01 |
| Fe-12Cr-20Mn | 0.004 | 0.010 | 18.98 | <0.003 | 0.010 | <0.001 | 0.0010 | 12.28 | <0.01 |
| Fe-12Cr-25Mn | 0.003 | 0.030 | 25.31 | <0.003 | 0.012 | 0.0045 | 0.0024 | 12.23 | <0.01 |
| Fe-12Cr-30Mn | <0.003 | 0.011 | 29.72 | <0.003 | 0.013 | 0.011 | 0.0016 | 12.62 | <0.01 |

平成 3 年 11 月 25 日受付 平成 4 年 4 月 10 日受理 (Received on Nov. 25, 1991; Accepted on Apr. 10)

* 名古屋大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Nagoya University, Furo-cho Chikusa-ku Nagoya 464-01)

*² Department of Materials Science, Battelle Pacific Northwest Lab. USA

Key words: reduced radio-activation materials; Fe-Cr-Mn ternary alloy; alpha-phase-precipitation; sigma-phase; void swelling; neutron-irradiation; first wall materials.



a: 15%Mn alloy b: 20%Mn c: 25%Mn d: 30%Mn

Photo. 1. Voids formed in the Fe-12%Cr-15 to 30%Mn alloys neutron-irradiated at 873 K up to 40 dpa.

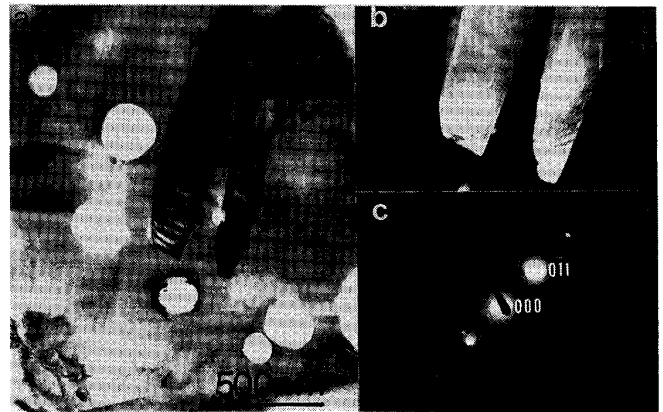
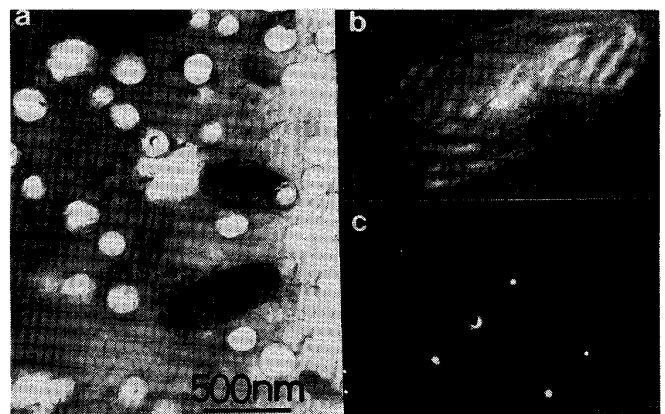
TEM 観察により行った。

3. 実験結果および考察

Photo. 1 に 873 K にておよそ 40 dpa 照射した Fe-12Cr-(15~30) Mn 合金中に形成されたボイド及びその分布を示す。15Mn 合金を除き全般的にボイドは非常に大きい(直径; 200~300 nm) ことが分かる。TEM 写真からのボイド径, 数密度測定により 873 K 照射におけるスエリングは, 15Mn 合金(以下では, 例えば Fe-12Cr-15Mn 合金を 15Mn と略して述べることにする)において, およそ 6%, 20~30 Mn 合金において 13~16% であり, 793 K 照射でも同様なスエリング挙動が見られた。しかし, 本実験ではスエリングに対する Mn の明瞭な抑制効果あるいは促進効果というものは認められなかった。

Photo. 2 及び 3 にそれぞれ 15Mn 及び 30Mn 合金の 793 K 照射の場合の組織を示す。島状あるいは棒状析出相が観察され, それらを含む制限視野回折では bcc 晶を示す回折像が得られた。その回折スポットの暗視野像から, 島状あるいは棒状析出相が bcc 相, 即ち α 相であることが分る。Garner らは Fe-10Cr-20Mn 合金の 793 K, 14 dpa 照射において, 同様な島状の α 相を観察したことを報告している⁶⁾ことを考慮すると, 793 K での照射では 15~30Mn 合金において α 相が形成されると考えられる。873 K 照射材については, 15Mn 合金においてのみ, 島状の α 相が観察された。

同様な観察を σ 相についても行った。873 K 照射では, 20Mn~30Mn 合金に σ 相析出が観察された。Photo. 4 及び 5 にそれぞれ 20 Mn 及び 30 Mn 合金中の σ 相の観察例を示す。 α 相と異なり; σ 相は非常に大きな析出相となっていて, 透過電顕観察下ではあまり頻繁には見られなかった。873 K 照射では 15Mn 合金において, また, 793 K 照射では 15, 25, 30Mn 合金において σ 相が認められなかったが, 一方, 著者らは非照射の Fe-12Cr-(5~30) Mn 合金について, 1373 K \times 3.6 ks の溶体化

Photo. 2. Blocky particles of α phase precipitation in the 15Mn alloy irradiated at 793 K.Photo. 3. Blocky particles of α phase precipitation in the 30Mn alloy irradiated at 793 K.

処理後, 50% 冷間加工, 773~923 K の時効処理により, 10%Mn 以上においては σ 相が形成されることを電解抽出残さの X 線回折により見出している²⁾³⁾。従って, 照射下での原子空孔濃度増加による拡散の促進をも考慮すると, 873 K, 793 K のいずれの照射温度においても,

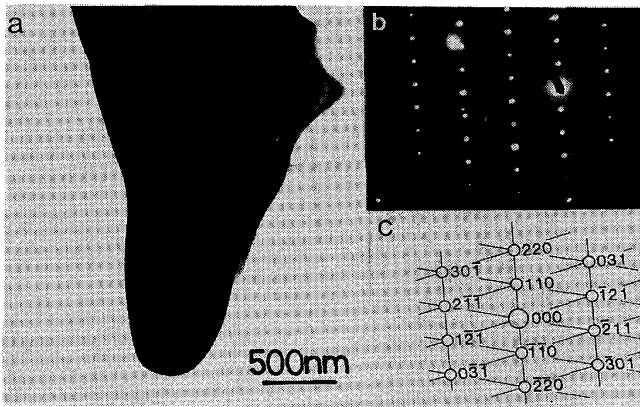


Photo. 4. σ phase formed in the 20Mn irradiated at 873 K.

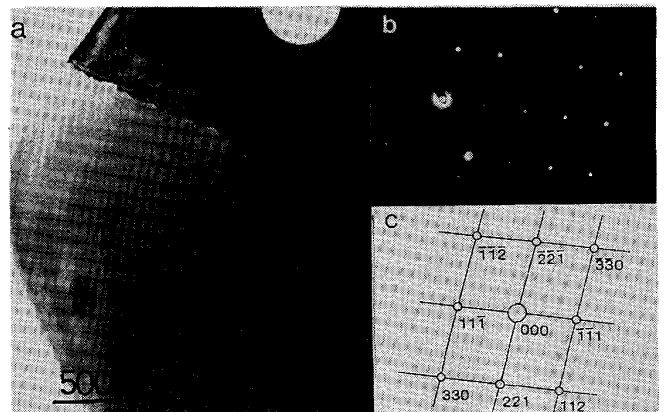


Photo. 5. σ phase formed in the 30Mn irradiated at 873 K.

15~30Mn 合金において σ 相は形成されていると考えられ、 α , γ , σ 相の共存状態は以下のように結論できると考えられる。

4. 結 論

(1) 15Mn 合金の 873 K 照射においてボイド径がやや小さくなる傾向が見られたが、その他の合金では、非常に大きな径 (200~300 nm) のボイドが形成されており、ボイド径、ボイド数密度に対し、Mn の顕著な影響は見られなかった。

(2) 873 K 照射では、15Mn 合金において γ 母相中に島状あるいは棒状の α 相が析出し、更に大きな σ 相が存在する 3 相共存状態であり、また 20Mn 以上の合金では γ 相と σ 相の 2 相共存状態であった。

(3) 一方、793 K 照射ではいずれの合金 (15~30Mn) においても α , γ , σ の 3 相共存状態である。即ち、793 K 前後の照射においては、Fe-Cr-Mn の三元系の Fe 側

附近での γ 相の安定性が失われ、 α 相領域が急激に広がっていると考えられる。

文 献

- 1) 昭和 63 年度文部省科研費核融合特別研究 (1) 報告書 “低放射化鉄鋼材料の照射効果”, 研究代表者 細井祐三 (1988, 3 月)
- 2) 岡崎義光, 宮原一哉, 細井祐三, 谷野 満, 小松 肇: 日本金属学会誌, **53** (1989), p. 502
- 3) Y. Okazaki, Y. Mochizuki, K. Miyahara and Y. Hosoi: Proc. Symp. on Reduced Activation Materials for Fusion Reactors ed. by R. L. Klueh et al., (1988), p. 80 [ASTM STP 1047]
- 4) H. Takahashi, K. Shiba, S. Nakahigashi, S. Ohnuki, H. Kinoshita and F. A. Garner: 同上, p. 93
- 6) F. A. Garner, F. Abe and T. Noda: J. Nucl. Mater., **155-157** (1988), p. 870
- 6) F. A. Garner, H. R. Brager, D. S. Gelles and J. M. McCarthy: J. Nucl. Mater., **148** (1987), p. 294