九州大学学術情報リポジトリ Kyushu University Institutional Repository

低エネルギー He イオンを照射した純鉄多結晶の低 温脆化

中村, 祐三 九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻

北島, 貞吉 九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻

篠原, 和敏 九州大学工学部応用原子核工学専攻

轡田,政則 九州大学工学部応用原子核工学専攻

他

https://doi.org/10.15017/17677

出版情報:九州大学大学院総合理工学報告.9(1), pp.1-5, 1987-07-25.九州大学大学院総合理工学研 究科 バージョン:

権利関係:

低エネルギー He イオンを照射した純鉄多結晶の低温脆化

中 村 祐 三* ·北 島 貞 吉* ·篠 原 和 敏** 轡 田 政 則**·金 子 道 郎*** (昭和62年3月31日)

Low Temperature Embrittlement of Pure Iron Polycrystals Irradiated with Low Energy Helium Ions

Yuzo NAKAMURA, Sadakichi KITAJIMA, Kazutoshi SHINOHARA Masanori KUTSUWADA and Michio KANEKO

In order to make clear the effects of surface damage introduced by helium-irradiation on mechanical properties of BCC metals, polycrystalline plates of pure iron were irradiated with 100 keV He⁺ ions (the projected range = 0.2 % of the specimen thickness) to the dose of 1×10^{21} ions/m², and they were subjected to tensile tests at 90 K. The plastic behavior of irradiated specimens were compared with that of unirradiated ones. Irradiated specimens showed inter- and transgranular fracture with little plastic deformation by slip, while unirradiated ones deformed by slip to failure. The suppression of slip in irradiated specimens indicates that the surface damage makes the formation and operation of dislocation sources difficult. In addition to the suppression of slip, the decohesion of grain boundaries weakened by He atoms may be responsible for the low temperature embrittlement.

1. 緒 言

D-T核融合炉第一壁材料は、D-T反応で生じる 14MeV 中性子と 3.5MeV a 粒子の照射を受ける. 14MeV 中性子照射の場合,格子点原子との弾性,非 弾性衝突の平均自由行程が第一壁の厚さよりも長いの で、原子のはじき出しで生じる格子欠陥や (n, α) 反 応で生成される He 原子が材料内に均一に導入される. 一方, 3.5MeV α 粒子の固体内での飛程は数 μm とき わめて短いので、第一壁のごく浅い表面層に多量の格 子欠陥と He 原子が導入される. 固体内での He 原子 の固溶度は非常に小さいため1),表面層に打ち込まれ た He 原子は高密度の He 気泡として析出し²⁾, また He 注入層には表面に平行な圧縮応力(lateral stress) が形成される314).従って、第一壁材料の弾塑性的な 性質は He 注入層とこれより深い内部で著しく異なる と予想される.一般に結晶の塑性変形挙動はその表面 状態に大きく左右されるから5),第一壁材料の機械的

*材料開発工学専攻

性質は 3.5MeV a 粒子照射で導入される表面損傷の影響を受けて大きく変化することが予想される.しかし 従来第一壁材料の機械的性質の劣化に関しては中性子 照射についてのみ注意が払われ,He原子の影響につ いても (n, α) 反応で生成されるHe原子による高温 He 脆化に関して多くの研究がなされてきているもの の、3.5MeV a 粒子照射の効果は無視されてきた.従って,第一壁材料の機械的性質の劣化を予想する上で 表面層にのみHe原子を打ち込まれた材料の機械的性 質の変化を実験的に明らかにすることはきわめて重要 である.

本研究では,現在第一壁候補材料として有望視され ている高融点金属⁶⁾ やフェライト系ステンレス鋼⁷⁾ 等の BCC 金属の表面に He イオンを照射した場合の 機械的性質の変化を明らかにすることを目的として, 100keV He イオンを照射した純鉄多結晶の低温にお ける引張特性を調べた.

2. 実験方法

九大応力研より提供された純鉄多結晶を圧延して約 200 μmの厚さの板とした後,この板から図1に示す

^{**}工学部応用原子核工学専攻

^{***}工学部応用原子核工学専攻修士課程(現在新日鐵(株))

形状の引張試片を打ち抜いた. これらを9% CH₃COOH, 82% HClO₄, 9% CH₃OH の組成の電解研 磨液を用いて電解研磨した後, 1073Kの温度において 湿水素中で43ks 焼純し,続けて873Kで乾水素中で 26ks 焼純した. 焼純後の各試片の平均結晶粒径は約 200 μ m であった. 再び電解研磨し,ゲージ長5.3mm, 幅 1.2mm,厚さ150~180 μ m の試片とした.



Fig. 1 Shape and size of tensile specimens (unit: mm).

He イオン照射はディスクトロン型イオン加速器を 用いて行い、 1.3×10^{-4} Pa の真空中で 100keV He⁺ イ オンのみを 1×10^{21} ions/m² の照射線量まで試片の板 面に照射した. 照射中の試片温度は、同時に照射され るダミー試片に取り付けた熱電対によって測定され、 ビーム電流を調整して 473K を越えないようにした. TRIM コード⁸⁰で計算された鉄中の He イオンの飛程は 0.27 μ m であり、これは試片厚さの0.2%にすぎない.

照射による塑性変形挙動の変化を調べるために、板 の両面が照射された試片と片面のみが照射された試片 ならびに非照射試片を引張試験に供した.引張試験は 90Kの温度において歪速度 1.6×10⁻⁴/s で行った.破 断後,光学顕微鏡による表面観察と走査型電子顕微鏡 による破断部の観察を行い,塑性変形挙動と破壊の モードを調べた.

3. 実験結果

非照射試片の応力-歪曲線を図2に示す.この図か らわかるように,非照射試片は数回の応力変動を伴い ながら10%から16%程度伸びて破断に到っている.そ の破断部は図3に示すようにナイフエッジ状を呈して おり,非照射試片はすべり変形により延性破断したこ とがわかる.図4に試片表面の光学顕微鏡写真を示す. 試片表面には微細なすべり線が均一に形成しており, またゲージ長全体に渡って多数の双晶が形成していた. 応力-歪曲線上の応力変動はこのような双晶の形成に 起因すると考えられる.







Fig. 3 A typical example of scanning electron micrographs showing the ductile failure of unirradiated specimens.



Fig. 4 A typical example of optical micrographs showing fine slip lines and twins formed on the wide surfaces of unirradiated specimens.

両面照射試片と片面照射試片の応力-歪曲線を図5 に示す.図中左側3本の曲線が両面照射試片の応力-歪曲線であり,右側3本の曲線が片面照射試片の応力 -歪曲線である.いずれの試片も応力の立ち上がる最 初の直線領域からずれるとすぐに破断するか,僅か2 ~3%程度の伸びを示した後に破断している.両試片 ともにその破断部は,図6に示すような粒界と粒内の へき開面から成る脆性破面を呈しており,He照射試 片は粒界破壊とへき開破壊の混合モードで脆性破壊し たことがわかる.その破壊応力は,非照射試片の降伏



Fig. 5 Stress-strain curves of specimens irradiated on both sides and ones irradiated on one side.



Fig. 6 A scanning electron micrograph showing an example of brittle fracture surfaces of irradiated specimens.

応力と同程度かこれよりも低い値であった. 図7はほ とんど塑性伸びを伴わずに脆性破壊した両面照射試片 の表面の光学顕微鏡写真である. これからわかるよう に,破面近傍にのみ双晶の形成が認められ,すべり線



Fig. 7 A typical example of optical micrographs showing the brittle fracture of specimens irradiated on both sides. The fracture is associated with the formation of twins but no slip lines are formed.



Fig. 8 Optical micrographs showing a set of unirradiated and irradiated surfaces of a specimen irradiated on one side, which fractured after a strain of about 2%. The fracture is associated with the formation of twins.

— 3 —

は観察されなかった.図8に,2%程度伸びた後に脆 性破壊した片面照射試片の照射面と非照射面の光学顕 微鏡写真を示す。片面照射試片においても破面近傍に のみ多数の双晶が形成されていた.

以上述べたように,純鉄多結晶は飛程が試片厚さの 僅か0.2%である低エネルギー He イオン照射によっ て低温で著しく脆化することがわかった.更には,両 面照射試片と片面照射試片の破壊の様相に何ら違いが 認められなかったことから,両試片の脆性破壊は同じ 機構で起こったと考えられる.

4.考察

本実験で用いた照射条件では,He原子は試片厚さ の僅か0.2%の厚さの表面層に打ち込まれ,その濃度 は飛程の深さで約9at%にも達する.このような高い 濃度では,He原子は高密度のHe気泡として母相中 に析出することが多くの金属で観察されている²⁾.ま た,本研究者らは,Heイオンを照射した後にHeイ オンの理論飛程よりも深いところまで電解研磨によっ て表面層を除去した試片は,最早脆性破壊せずに非照 射試片と同じ塑性変形挙動を示すという結果を得てい る⁹⁾.従って,本実験で用いたHe照射試片は,表面 層にのみ多量のHe気泡が形成され,これより深い結 晶内部には照射によって何ら欠陥が導入されていない と考えられる.

He 照射試片では, すべり線が形成されずに双晶の みを伴って脆性破壊したことから, He 照射によって すべりによる変形が著しく抑制されたと考えられる.

一方, He 照射による表面損傷を受けていない非照射 試片では, 双晶の形成を伴いながらも降伏から破断に 到るまですべりによって変形している. 結晶のすべり 変形は次々と形成されていく転位源から運動転位が供 給されることによって進行するから, He 照射試片に おけるすべりの抑制は表面層に形成された高密度の He 気泡の存在によって転位源の形成・活動が困難と なったことを意味している. このことは, 転位源形成 過程において結晶自由表面が重要な役割を果たしてい ること, ならびに転位と He 気泡との相互作用力が比 較的大きいことを示唆している.

He 照射照片の脆化は上述のすべりの抑制に加えて, 脆性破壊をもたらすクラックの形成・伝播を考えなけ れば説明できない.すなわち,すべりが抑制されても 容易にクラックが形成されなければ He 照射試片の破 壊応力は非照射試片の降伏応力よりも高くなる筈であ るが、実際には He 照射試片の破壊応力は非照射試片 の降伏応力と同程度かこれより低い値である.このこ とは、He 照射試片では非照射試片の降伏応力以下の 応力で容易にクラックが形成され、これが急速に成長 することを示唆している. このようなクラックの形成 機構としては、He 照射試片の破面が粒界を含むこと から、粒界に沿ってクラックが形成した可能性が高い. Evans ら¹⁰⁾ と Mazev ら¹¹⁾ によれば、粒界は He 原子 を優先的に捕獲し、粒界上に大きな He 気泡が形成さ れることが報告されている. 従って, He 照射試片の 表面近傍では、粒界は多量の He 原子を捕獲してその 強度が非照射試片の粒界強度よりも著しく低下するた めに、粒界に沿って容易にクラックが形成されると考 えられる. 一度クラックが形成されると、前述したよ うにすべり変形が抑制されているために結晶の変形速 度は外部から付加される変形速度に追随できず、クラ ック先端でしか弾性エネルギーが解放されないので, クラックが急速に成長してこれを解放し脆性破壊に到 ると考えられる.

本実験結果は、BCC 金属が第一壁材料として用い られる場合に一つの問題となっている高温 He 脆化に 加えて、3.5MeV α 粒子照射による低温 He 脆化、す なわち、3.5MeV α 粒子照射による延性脆性遷移温度 の上昇という新しい問題点を提起するものである.第 一壁 BCC 金属材料を開発する上で、この低温 He 脆 化の機構は是非とも解明されなければならない.現在 のところ、He 照射純鉄多結晶の低温脆化は、He 照射 によるすべりの抑制と粒界割れの重畳作用で引き起こ されると考えているが、今後更に研究を進めて He 照 射 BCC 金属の低温脆化の機構を詳細に検討していく つもりである.

5. ま と め

純鉄多結晶板状試片に 100keV He⁺イオン (飛程= 試片厚さの0.2%)を1×10²¹ions/m²の照射線量まで 照射した.両面照射試片,片面照射試片ならびに非照 射試片を90Kで引張試験し,純鉄多結晶の低温変形に 及ぼす He 照射の効果を調べた.その結果,以下のこ とがわかった.

(1) 非照射試片は双晶の形成を伴いながらも降伏か ら破断に到するまですべりによって変形した.一方, He 照射試片はほとんどすべり変形を伴わずに脆性破 壊した.

(2) 両面照射試片と片面照射試片はいずれも粒界, 粒内破壊の混合モードで破壊し,破面近傍にのみ双晶の形成を伴っていた.それらの破壊応力は,非照射試 片の降伏応力と同程度かこれよりも低い値であった.

He 照射試片の低温脆化は, He 照射で導入された表面損傷によってすべりが抑制されたことと He 原子を 捕獲した粒界の強度が低下したことに起因して起こっ たと考えられる.

5. 謝辞

高純度鉄を提供していただいた九大応力研の蔵元研 究室の皆様に深く謝意を表する.

参考文献

1) W. D. Wilson and R. A. Johnson, "Interatomic Potentials and Simulation of Lattice Defects" (ed. by P. C. Gehlen, J. R. Beeler and R. I. Jaffee, Plenum Press, New York, 1972) p. 375.

- B. M. U. Scherzer, "Sputtering by Particle Bombardment II" (ed. by R. Behrisch, Springer-Verlag, Berlin, 1983) p. 271.
- 3) E. P. EerNisse and S. T. Picraux, J. Appl. Phys. 48, 9 (1977)
- 4) M. Risch, J. Roth and B. M. U. Scherzer, Proc. Int. Symp. on Plasma Wall Interaction (J lich, 1976) p. 391.
- 5) R. M. Latanision and J. T. Fourie, "Surface Effects in Crystal Plasticity" (Noordhoff, Leyden, 1977).
- R. E. Gold and D. L. Harrod, J. Nucl. Mater., 85 & 86, 805 (1976)
- 7) 福谷·寺澤: 日本原子力学会28, 1003 (1986).
- 8) J. P. Biersack and L. G. Haggmark, Nucl. Instr. Methods, $174,\,257\,\,(1980)$.
- 9) 中村・金子・巻田・篠原・北島:日本金属学会第100会大 会概要集(1987).
- 10) J. H. Evans, A. van Veen and L. M. Caspers, Rad. Effects, **78**, 105 (1983).
- D. J. Mazey, B. L. Eyre, J. H. Evans, S. K. Erents and G. M. McCracken, J. Nucl. Mater., 64, 145 (1977).