

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 α 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 と比べて短いので、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³⁾⁴⁾。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

性質は3.5MeV α 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 α 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

*材料開発工学専攻

**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 μm であった。再び電解研磨し、ゲージ長 5.3mm、幅 1.2mm、厚さ 150~180 μm の試片とした。

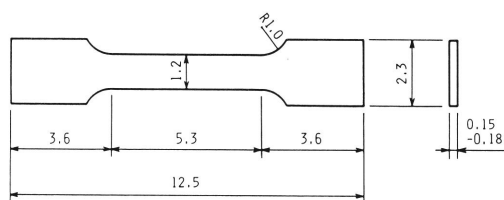


Fig. 1 Shape and size of tensile specimens (unit: mm).

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表面に照射した。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⁸⁾で計算された鉄中の He イオンの飛程は 0.27 μm 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^{-3} /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。

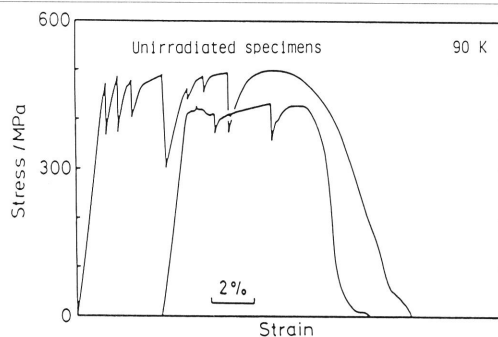


Fig. 2 Stress-strain curves of unirradiated specimens.

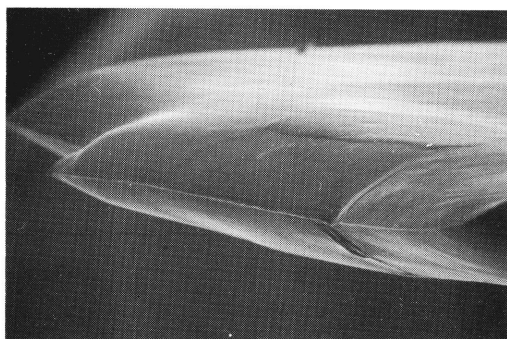


Fig. 3 A typical example of scanning electron micrographs showing the ductile failure of unirradiated specimens.

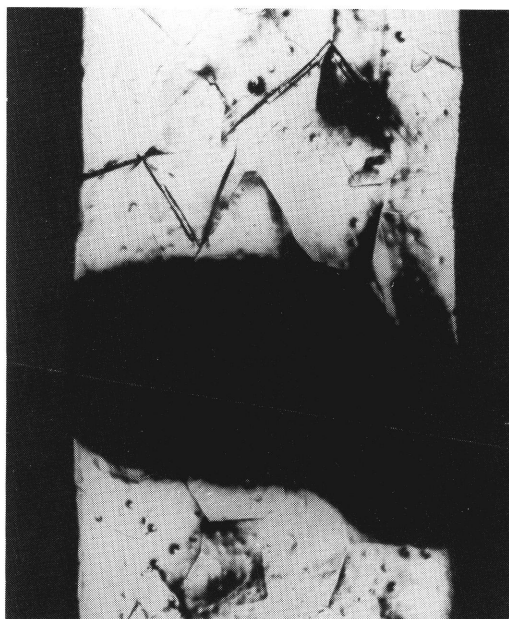


Fig. 4 A typical example of optical micrographs showing fine slip lines and twins formed on the wide surfaces of unirradiated specimens.

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

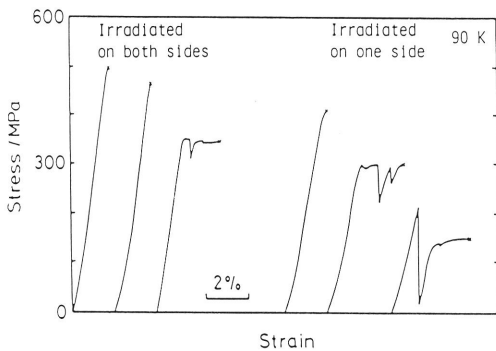


Fig. 5 Stress-strain curves of specimens irradiated on both sides and ones irradiated on one side.

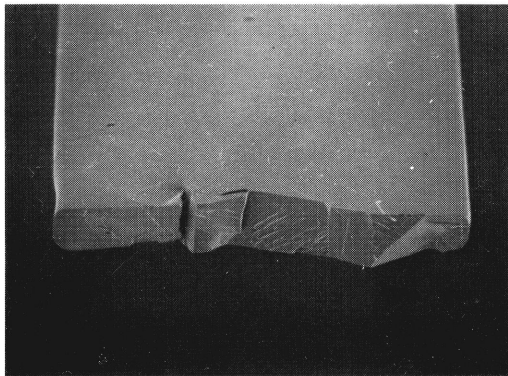


Fig. 6 A scanning electron micrograph showing an example of brittle fracture surfaces of irradiated specimens.

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

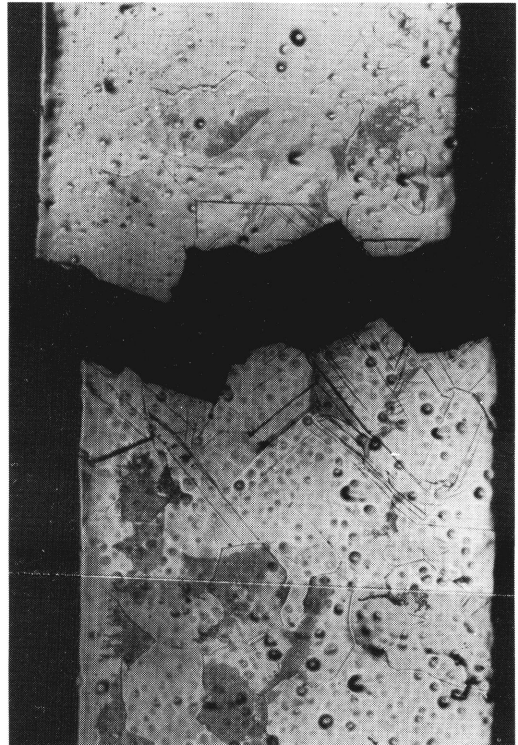


Fig. 7 A typical example of optical micrographs showing the brittle fracture of specimens irradiated on both sides. The fracture is associated with the formation of twins but no slip lines are formed.

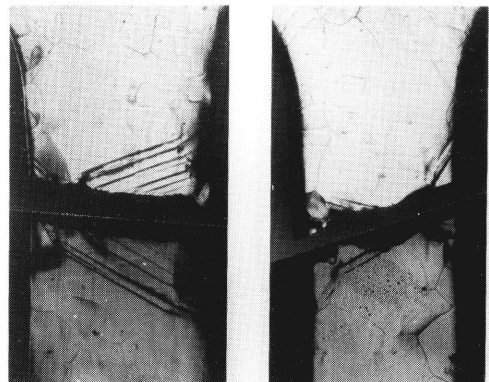


Fig. 8 Optical micrographs showing a set of un-irradiated and irradiated surfaces of a specimen irradiated on one side, which fractured after a strain of about 2%. The fracture is associated with the formation of twins.

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 照射試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 Mazey 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ことが考えられる。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従できず、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 1×10^{21} ions/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 90 K 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。

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.
- 2) 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 (Jlich, 1976) p. 391.
- 5) R. M. Latanision and J. T. Fourie, "Surface Effects in Crystal Plasticity" (Noordhoff, Leyden, 1977).
- 6) 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・譽田・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).
- 11) D. J. Mazey, B. L. Eyre, J. H. Evans, S. K. Erents and G. M. McCracken, J. Nucl. Mater., **64**, 145 (1977).