

Fe-Mn合金の応力下での欠陥形成のその場観察

關, 人史
九州大学大学院総合理工学府

渡辺, 英雄
九州大学応用力学研究所

吉田, 直亮
九州大学応用力学研究所

<https://doi.org/10.15017/27098>

出版情報 : 九州大学応用力学研究所所報. 139, pp.141-144, 2010-09. Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University

バージョン :

権利関係 :

Fe-Mn 合金の応力下での欠陥形成のその場観察

關 人史*¹ 渡辺 英雄*² 吉田 直亮*²

(2009年7月30日受理)

In-situ observation of damage formation in Fe-Mn alloy

Hitoshi SEKI, Hideo WATANABE, Naoaki YOSHIDA

E-mail of corresponding author: seki@riam.kyushu-u.ac.jp

Abstract

PWR type nuclear reactor pressure vessels is added stress when it during operation. Therefore it is important to know the effect of irradiation brittleness of the material. To study the influence of the stress on the nuclear reactor pressure vessel steel, the sample was irradiated under applied stress by using a high voltage electron microscope. Fe-1.4(w %) Mn alloy was used in this study as model alloy of A533B steel. The influence of the damage formation process was discussed in this paper.

Key words: *pressure vessel steels, electron irradiation*

1. 緒言

地球温暖化の影響から発電時に温暖化ガスを生成しない原子力発電について見直されつつある。しかし原子力発電も住民の反対による立地上の問題、1基当たり数千億円かかるコスト上の問題から現存する原子力発電所の長期運転が余儀なくされている。そのために設置30年を超えるプラントに高経年化の問題が出てきている。2010年現在日本にある54基の原子力発電プラントのうち18基の原子力発電プラントが設備利用開始から30年を経過している。軽水炉の高経年化に伴い、応力腐食割れ、配線の劣化等が発生し、交換のすることの容易でない原子炉圧力容器では大きな問題が発生していると考えられる。中性子の影響により材料の硬化が進む現象を照射脆化と呼んでいる。照射脆化の原因となる照射欠陥としては、点欠陥集合体やCu析出物の存在が報告されている。しかし、これまでの研究の大半においてPWR圧力容器胴部に負荷されている応力の影響は考慮されておらず、正確な脆化機構を知るためには応力も加味し、損傷発達機構を考える必要がある。そこで本研究では、超高圧電子顕微鏡を用いて応力下でその場観察を実施し、応力が転位ループの核形成及び成長に与える影響について考察した。ここでは、超高圧電子顕微鏡を用いた引張試験の概要・実験結果、ならびに今後の研究予定について示す。

2. 実験方法

2.1 超高圧電子顕微鏡引張試験ホルダーの概要

今回用いた超高圧電子顕微鏡は、九州大学箱崎地区超高圧電子教室設置のJEOL-1250を用いた。Fig.1に超高圧電子顕微鏡加熱引張ホルダーの試験片装着部写真を示す。加熱引張ホルダーの最大引張可動範囲は0.0～2.0(mm)、引張速度は0.9($\mu\text{m/s}$)である。電子顕微鏡試験片設置部にある白金・白金13%ロジウム熱電対にて起電力を計測することによって試験片温度の観測を実施した。

シャフト部をモーターで回転させることにより試験片に荷重が負荷される仕組みになっている。

Fig.2, Fig.3に荷重及び変位の校正を行ったグラフを示す。荷重は歪ゲージの出力電圧と荷重の関係を実測することにより求めた。変位も同様に出力される電圧と変位の関係性から校正を行った。

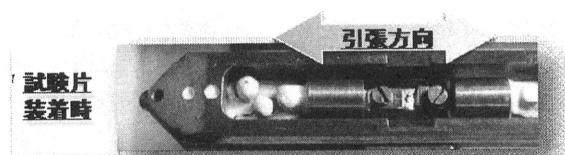


Fig.1 HVEM specimen holder used in this study

*1 九州大学 総合理工学府 院生

*2 九州大学 応用力学研究所

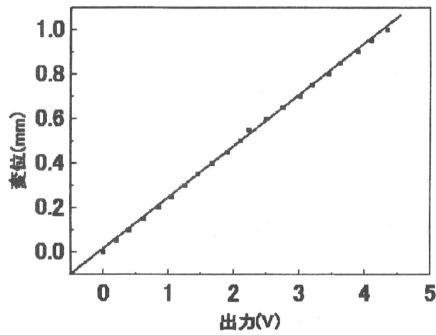


Fig.2 Relation of Displacement and output voltage

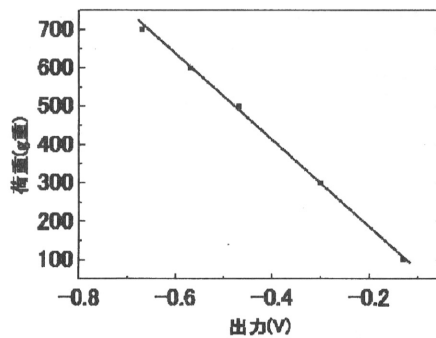


Fig.3 Relation of load and output voltage

2.2 超高压電子顕微鏡引張試験片の概要

Fig.4 に今回用いた試験片の SEM 画像を示す。試験片に用いた原子炉压力容器モデル合金として、これまでの研究から脆化への寄与が顕著である Mn を添加した Fe-(1.4wt%)Mn を用いた。試験片の寸法は縦: 2.0(mm) 横: 7.5(mm), 幅: 0.12(mm)の短冊状試料を用いた。

試験片の中央部には応力集中と薄膜化が確実に中央で起こるように、試験片の 2/3 の厚さまでディンプル処理 ($r=2.4\text{mm}$, $d=0.08\text{mm}$)を行い、中心をツイジェットにて薄膜化を施した。さらに、超高压電子顕微鏡内の試験片の向きを確認するために FIB を用いて $5 \times 10(\mu\text{m})$ の切り欠きを入れた。

中心を薄膜化しているため応力を負荷した際の試験片観測箇所付近での応力は複雑である。その為、試験片有効長部分の応力の分布を有限要素法を用いて解析を行った。試験片に 1.0(N)を負荷した際のシミュレーションの結果を Fig.5 に示す。

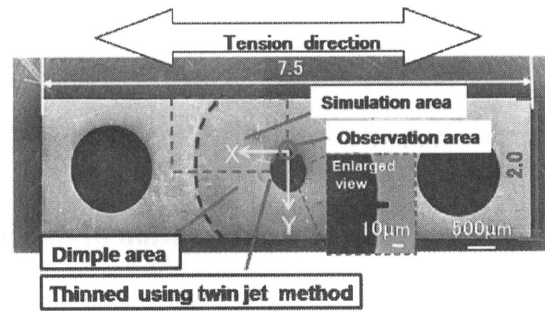


Fig.4 SEM image of the sample

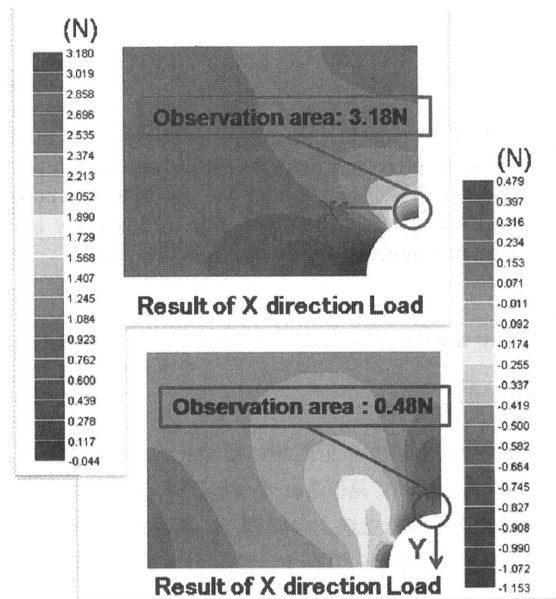


Fig.5 Result of FEM simulation

2.3 照射ならびに照射後解析の概要

電子線照射は、照射速度 $2.5 \times 10^{-4}(\text{dpa/s})$ で約 0.2(dpa)程度まで照射を行った。照射時の温度は室温と 573(K)で行ったが今回は紙面の関係上 573(K)の結果のみ記載する。変位量を 0.1(mm)ずつ変化させ 0.4(mm)まで変位量ごとに照射を実施し、その場観察を行った。試験片内における観測箇所については Fig.5 の X 方向に約3倍の最大荷重が負荷される箇所にて照射実験を行った。照射試験後は転位ループの数密度・サイズの成長を定量的に計測し、Orowan モデルを用いて硬度見積もりを行うことにより、応力が損傷組織に与える影響について考察を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 引張試験結果(荷重-変位曲線)

Fig.6 にホルダーを用いて得られた, Fe-1.4(w%)Mn の 573K での引張実験結果として荷重-変位曲線を示す. 荷重・変位曲線は荷重と変位の間に比例の関係性が見られ, 中心の薄膜化により単純な引張試験では材料の特性(弾性領域・塑性領域)の変化は見られなかった. 今後さらに定量性を高めるためにも, 薄膜部分における荷重・変位量を正確に求めていくことが必要である.

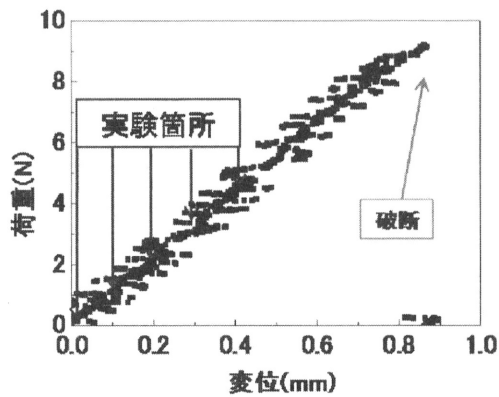


Fig.6 Load displacement curve

3.2 応力下におけるその場観察結果

Fig.7 に 573(K)における[100]方向からの応力下でのその場観察結果について示す. 応力の負荷により, 転位ループサイズの減少・数密度の減少が顕著にみられることが分かる.

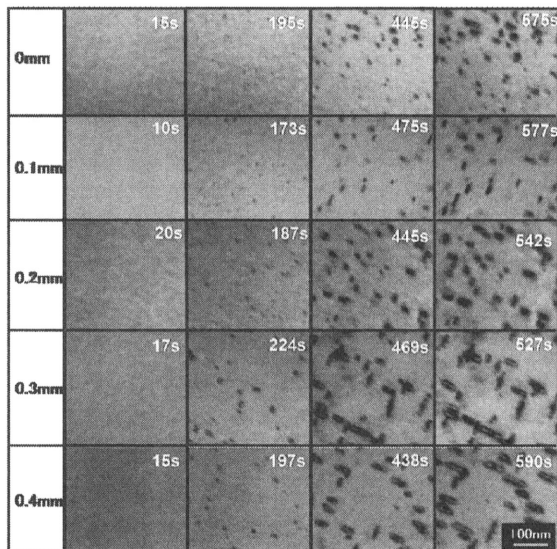


Fig.7 Result of high voltage electron microscope observation

3.3 応力下におけるその場観察からの定量的解析

3.2の応力下でのその場観察結果からFig.8に転位ループの数密度, Fig.9に転位ループのサイズの変化について定量的に計測した結果について示す. 数密度は荷重の負荷により減少し, 荷重値に依存していることがわかる. さらに転位ループのサイズは応力の負荷により成長し, 応力の負荷により転位ループサイズが約 2~3 倍程度の成長促進が確認された. さらに転位ループの数密度・サイズから(1), (2)式の Orowan モデルを用いて硬度的見積りを行った結果をFig.10に示す.

$$\Delta\sigma = M\alpha\mu b\sqrt{N}\cdot d \quad (1)$$

$$\Delta\sigma = \rho\cdot\Delta H_v \quad (2)$$

ここで, Nは転位ループ密度, dは転位ループのサイズ, μ は剛性率(= 80Gpa), Mは Taylor Factor(=3), bはバーガースベクトル(=0.25nm), α は欠陥の種類による定数(= 0.2), ρ は耐力・ビッカース硬度換算係数(= 3.79)を用い, 計算を行った. 応力場, 非応力場での大きな差異は見られなかったが転位ループ成長が時間経過とともに顕著であるため, 時間経過につれて応力場では非応力場と比較して硬度的上昇が起こっていることが確認された.

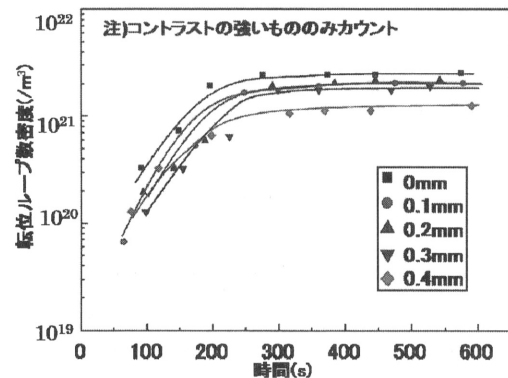


Fig.8 Time dependence of I-loop volume density

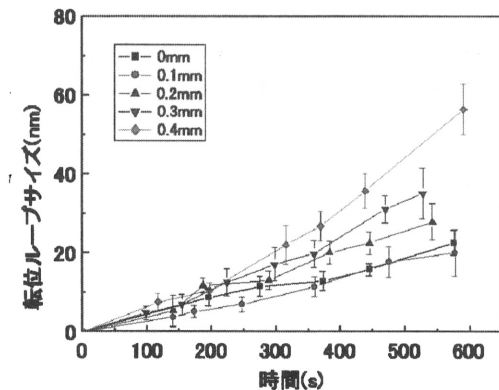


Fig.9 Time dependence of I-loop size

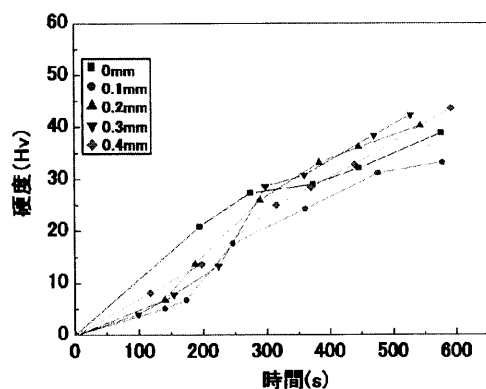


Fig.10 Estimate results of hardness by Orowan's equation

4. 結言

今回超高压電子顕微鏡と変位制御型の加熱引張ホルダーを用いて応力下でのその場観察実験を[100]方向から実施した。応力の負荷により転位ループの数密度の抑制傾向・成長の促進が確認されたが、今後これらの結果に加え転位ループの成長と応力方向との関係性、結晶方向と応力方向の関係性を議論していく必要があるが、薄膜試料への照射であるため表面効果(シンク強度)等も考慮に入れた上での実験考察が必要である。

5. 参考文献

- (1) S.B.Fisher, J.T.Buswell, Int. J. Pres. Ves. & Piping, **27** (1987) 91.
- (2) G.R.Odettee, G.E.Lucas: Radiation Effects and Defects in Solids, **144** (1998) 189
- (3) W.J.Phythian, C.C.English, J.Nucl:Master, **205**(1993) 162
- (4) H.Watanabe, S.Masubuchi, N.Yoshida: Master, **2**, **47** (2008) 620
- (5) H.Watanabe, T.Imamura, S.Masubuchi, N.Yoshida, Y.Kamada, S.Takahashi: Report of research Institute for Applied Mechanics, Kyusu University, **133**(2007) 161-165