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

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 steal, 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.

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(µm/s)である.電子顕微鏡試験片 設置部にある白金・白金 13%ロジウムの熱電対にて起電力 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 超高圧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 用いた原子炉圧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=2.4mm,d=0.08mm)を行い,中心をツインジェットにて薄膜 化を施した.さらに,超高圧電子顕微鏡内での試験片の向 きを確認するために FIBを用いて5×10(µm)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 測個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 2.5×10⁴(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の見積もりを行った結果 を Fig.10 に示す.

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

$$\Delta \sigma = \rho \cdot \Delta H_{\nu} \tag{2}$$

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の 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

今回超高圧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

- 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