

14MeV中性子照射された高純度鉄及びモリブデン単結晶の塑性挙動及びその焼鈍効果

青野, 泰久
九州大学応用力学研究所 : 助手

蔵元, 英一
九州大学応用力学研究所 : 教授

吉田, 直亮
九州大学応用力学研究所 : 教授

<https://doi.org/10.15017/4743832>

出版情報 : 応用力学研究所所報. 65, pp.365-381, 1987-12. 九州大学応用力学研究所
バージョン :
権利関係 :



14 MeV 中性子照射された高純度鉄及び モリブデン単結晶の塑性挙動 及びその焼鈍効果

青 野 泰 久* 蔵 元 英 一†
吉 田 直 亮‡

概 要

室温, 473 K, 673 K で 14 MeV 中性子照射された高純度鉄, モリブデン単結晶の塑性変形挙動が詳細に調べられた。鉄については, 照射後の低温変形から特に室温照射において形成される欠陥は転位運動の熱活性化に大きな影響 (降伏応力-温度曲線上のこぶ, 活性化面積-応力曲線上のピークの抑制) を及ぼすことがわかった。さらにどの照射温度でも降伏応力は非照射試料のそれ以上の内部応力を有することが明らかにされた。照射後焼鈍では 700 K の回り及び 950 K の回りで欠陥の大きな回復が見られ, 1073 K でも照射効果は残存し, 原子炉照射鉄よりも耐焼鈍性が大であった。モリブデンについては, 290 K 変形においてどの照射温度でも大きな上降伏点をもつ不均一変形が特徴的であり, 均一変形領域では照射温度の増加と共にすべり面は交差すべりによる最大せん断応力面から非照射の ($\bar{1}01$) 面に近づく傾向を与えた。焼鈍により, 原子空孔の回復 (~500 K) に対応して室温照射試料は 500 K 付近で軟化から硬化に転ずる挙動を示した。

Key words: fusion neutron irradiation, irradiation hardening and softening, plastic deformation, high-purity iron and molybdenum, isochronal annealing

1. 緒 言

核融合炉壁材 (第1炉壁材, 構造材) は, 炉内のプラズマから発生する高エネルギーの 14 MeV 中性子, 電子線, 種々のイオン粒子等により重照射損傷を受ける。その中でも本研究においては 14 MeV 中性子による照射効果が注目された。

* 九州大学助手, 応用力学研究所

† 九州大学教授, 応用力学研究所

‡ 九州大学教授, 応用力学研究所

従来の中性子照射の材料強度への影響は原子炉構造材が主であり、多くの研究が報告¹⁾されているが、照射導入構造欠陥の影響を分離して行なわれた基礎的研究は、使用する試料の純度の向上が困難であったため、現実には遂行が困難であった。例えば使用された鉄鋼材料にしても純鉄と称する単結晶²⁾³⁾にしても現在の目から見れば、不純材としか言えず、照射中、その後の焼鈍過程で形成される欠陥は、不純物原子と構造欠陥との複合体を多く含んでいる。

本研究では 14 MeV 中性子照射の塑性変形への影響が高純度鉄、モリブデン単結晶において調べられた。これらの材料は、鉄鋼材料に対する基本材、及び高融点金属の代表例でもある。

2. 実験方法

2.1 試料作製

照射、非照射試料として使用された鉄、モリブデン素材は JM 社製の純金属である。これらはさらに純度を上げるため水素ガス雰囲気及び真空中で帯溶融精製された。これらの純化の詳細は他の文献を参考されたし⁴⁾⁵⁾。純化鉄はさらに最終径 0.3 mm ϕ まで線引き加工され、一度窒化後歪焼鈍法により単結晶化された。最終の水素純化⁴⁾後の鉄の試料寸法は 0.20~0.25 mm ϕ 、12 mm 長さであった。モリブデンについては、帯精製後の単結晶ロッドから切断後、機械的次いで化学、電解研磨により 0.25~0.30 mm 角、12 mm 長さの寸法に仕上げられた。これらの単結晶試料の純度は残留電気抵抗比表示で $\sim 4,000$ (鉄)、 $\sim 6,000$ (モリブデン) であった。図 1 にはこれら試料の引張軸結晶方位が示されている。鉄の方位は $47^\circ \leq \lambda \leq 41^\circ$ 及び $0.5^\circ \leq \chi \leq 3^\circ$ にあり、又モリブデンについては $\lambda = 48^\circ$ $\chi = 30^\circ$ である。それぞれの最大応力せん断応力面は ($\bar{1}01$) 及び反双晶面の ($\bar{2}11$) である。ここで λ 値は $[111]$ すべり方向と引張軸方向とのなす角度であり、 χ 値は $[111]$ 晶帯上にある ($\bar{1}01$) 面と最大せん断応力面とのなす角度を示す。

2.2 RTNS-II 照射

D-T 核融合中性子 (14 MeV) による照射は Lawrence Livermore National Laboratory (米国) でなされた。この中性子発生装置の詳細については他の文献を参照されたし⁷⁾。本研究において、純アルミニウム箔製の容器に納められた照射試料は以下の照射条件のもとで照射された一室温 (2.7×10^{21} n/m²)、473 K (2.4×10^{21} n/m²) 及び 673 K (2.1×10^{21} n/m²)。照射後試料は九州大学 RI 総合実験所で引張変形された。

2.3 引張変形及び照射後等時焼鈍

今回の試料は非常に細く、又一部の試料については変形後さらに高温で焼鈍されるため、試料のチャッキングには細心の注意が払われた。図 2 に引張変形治具の概略図が示されている。まず試料を曲げずに上下のつかみに固定するために、初め上部つかみに固定し、ロッドにピン止めした後、クロスヘッドを上昇させることにより下部つかみ中に試料を挿入し固定するという方法がとられた。この時、高純度の試料につかみ表面からの汚染を防ぐため又、適度のつかみ状態とするために同じ純度の圧延加工された 0.7 mm 厚の鉄あるいはモリブデン薄板がつかみ表面に取り付けられた。これらの板は圧延加工

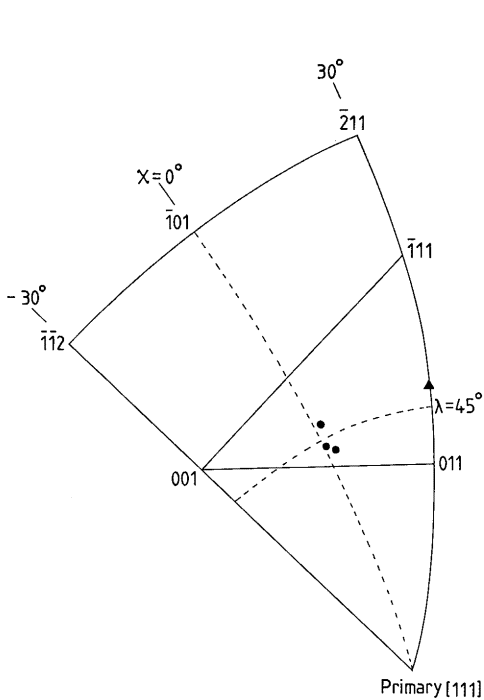


図1 使用された鉄(●), モリブデン(▲)単結晶方位。

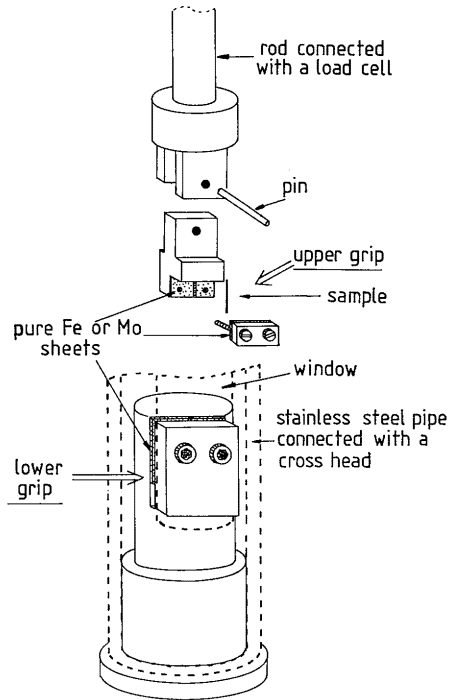


図2 細い試料の引張変形のための変形治具の概略図。上部つかみに固定された試料はステンレスパイプに開けられた窓を通して、ロッドにセットされる。

(加工硬化させるため) 後, 同じ寸法のステンレス試料と共に固定することにより, それら表面に試料寸法と同じ溝が形造られた。その後薄板は化学, 電解研磨等により表面が清浄された。

試料の有効ゲージ部分は 5 mm, つかみ部分は各 3 mm で引張歪速度 $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で変形された。各々の変形において降伏点直後に歪速度変化試験が 10 倍比で行なわれ, 歪速度感受性や活性化面積等のパラメーターが測定された。降伏応力の温度依存性実験に関しては 77 K から 373 K の温度域でなされた。

等時焼鈍実験においては, 真空中度 $6 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 中で試料が 20 分間焼鈍された。焼鈍は 290 K から 1073 K の温度域で 50 K 間隔でなされ, 目的の温度での最終焼鈍までには試料は 290 K から各温度で順次焼鈍された。

2.4. 変形後試料の表面観察

照射によるすべり形態の変化, 特にすべり面の変化を追究するために光学顕微鏡を用いた表面観察が行なわれた。すべり面の決定は X 線解析を併用して二面解析法でなされた。

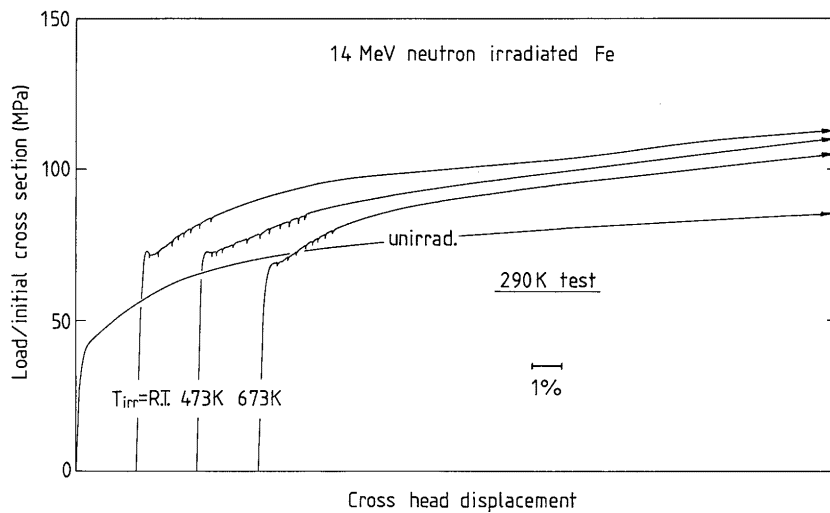


図3 290 K おける鉄の応力-歪曲線.

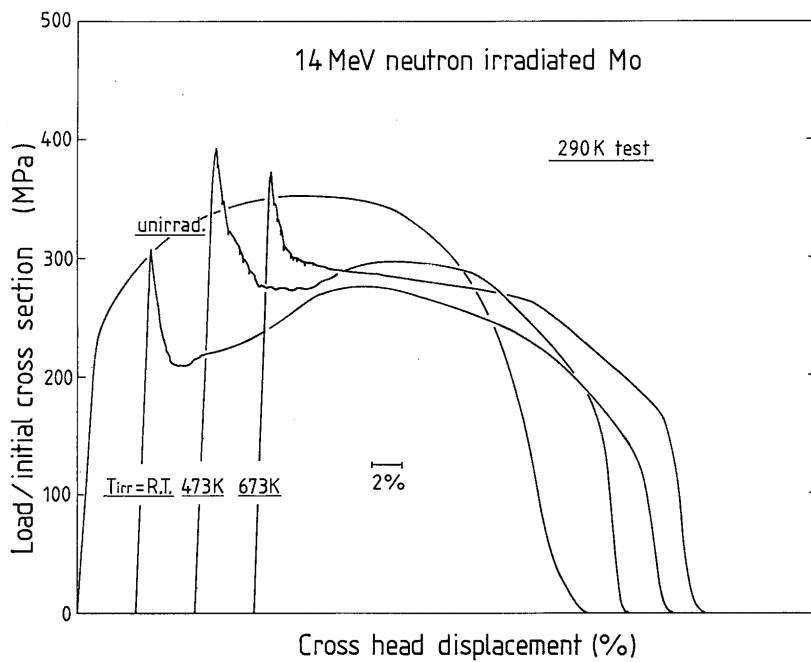


図4 290 K におけるモリブデンの応力-歪曲線.

3. 実験結果

3.1 290 K における応力-歪曲線

図 3, 4 に鉄及びモリブデンにおける 290 K での応力-歪曲線が示される。まず鉄においては、非照射試料は降伏点降下を伴わないスムーズな双曲線であったが、照射試料はいずれの照射温度におけるものでも小さな降伏点降下を示し、変形初期には小さなセレーションが発生した。照射試料は、照射硬化を示しており、室温、473 K 照射の降伏応力は非照射鉄よりも約 2 倍ほど高い。673 K では硬化量は若干低下する。伸びは非照射鉄で 32.4%，照射鉄の室温、473 K 及び 673 K でそれぞれ 64.7、60.7 及び 61.3% であった。290 K 変形では照射により伸びが約 2 倍ほど増加することがわかる。しかし 200 K 以下の変形においては、変形温度の低下と共に伸びは急速に小さくなった。

他方モリブデンにおいては、照射試料は非照射のものに比べて初期変形の様相が全く異なる。いずれの場合にも大きな降伏点が現われ、473 K、673 K 照射温度のものはその後の応力低下時に小さなセレーションを示した。下降伏点は、室温、473 K のもので 3%～3.5% 歪の間に位置するが、673 K のものはその後の流動応力は正の加工硬化を示さなかった。伸びは照射試料において若干小さかった。破断は全ての試料で 100% 断面収縮の延性破壊であった。3% 歪量での応力の照射効果は、室温照射においてのみ軟化を示し、他は硬化であった。

3.2 290 K におけるすべり帯の形態

3.2.1 照射鉄

室温照射鉄に対し初期変形中に発達するすべり帯の様子は図 5 に示すように 2.4% まで変形した試料に対して調べられた。すべり線は試料全長に対し局在化しており、不均一変形様相を呈していた。より大きな歪のところでしか確認できない微細、均一すべりの非照射鉄とは対照的な照射鉄のこの特徴は、

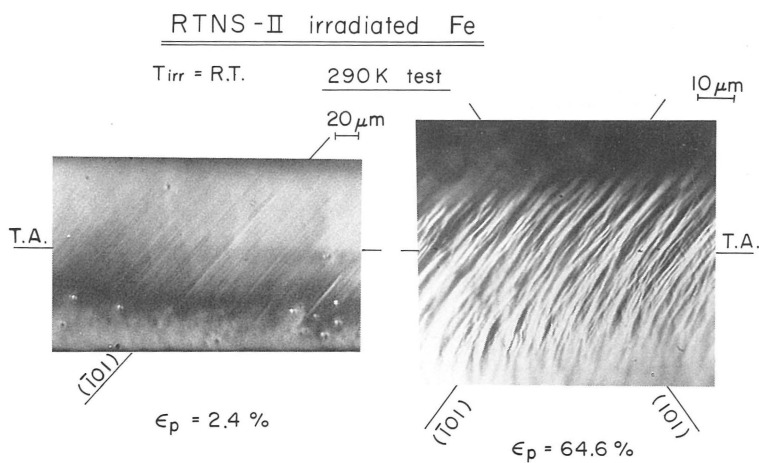


図 5 室温照射鉄の 290 K 変形におけるすべり線の形態写真。

照射導入欠陥によるすべりの起り難さと関連して、応力-歪曲線上に現われるセレーションとの密接な関係が指摘され得る。セレーションの発生は多くのすべりが局所的に同時に集中して起ることから説明されよう。破断後の観察は試料全面を覆う粗いすべり線を示した。すべり面は変形初期で $(\bar{1}01)$ 面が主であったが、高歪では共役すべり面の (101) 面のすべり線が若干確認された。しかし全体の変形を通じては $(\bar{1}01)$ 面すべりが支配的であるようだ。

3.2.2 照射モリブデン

図6には室温照射モリブデンの290 K変形の初期段階でのすべり帯の発達を示されている。前節でモリブデンの場合は大きな上降伏点を示したが、これは不均一変形に起因するリュージェス帯の発達と密接に関連する。図中の引張塑性歪0.6% (上降伏点直後) ではすべり線は両つかみから発達しており、発達状況は等価ではなく、試料全長に対するすべりの占有率はそれぞれ8%, 30%程度である。すべりは、すべり帯の先端では $(\bar{1}01)$ 面か $(\bar{2}11)$ 反双晶面で起るが、よく発達したすべり帯内では主として $(\bar{2}11)$ 面上であるように見受けられる。しかし、詳細な観察は $(\bar{2}11)$ 面すべりは2つの主すべり系 $(\bar{1}01)[111]$,

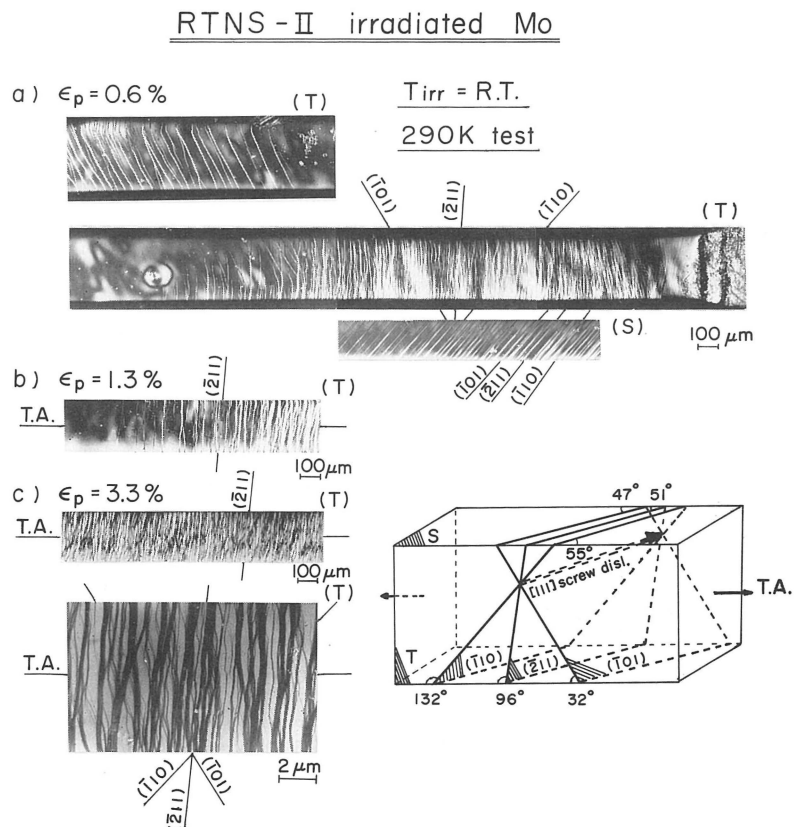


図6 室温照射モリブデンの290 Kにおけるすべり帯の発達写真。

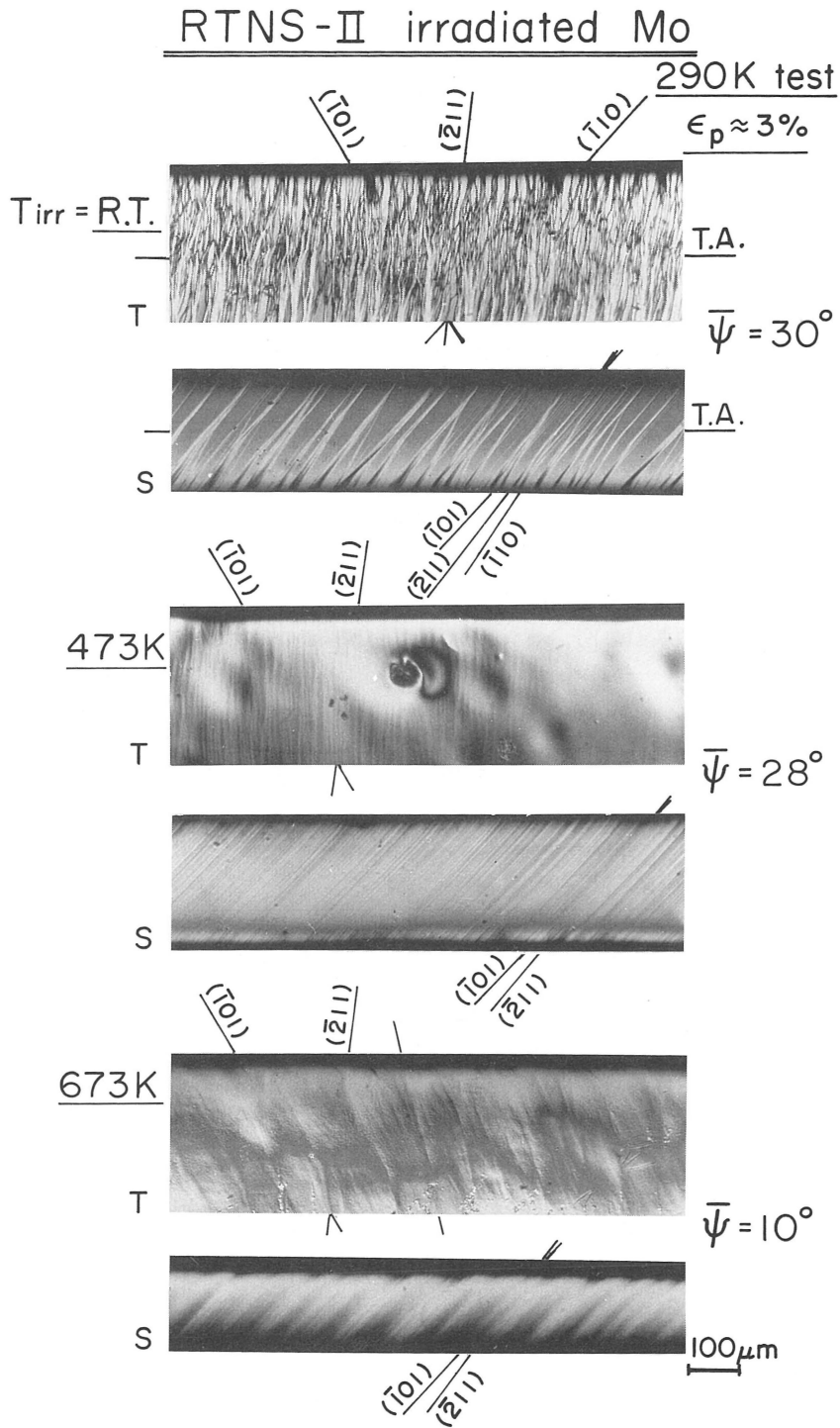


図7 各照射温度のモリブデンにおける 290 K 変形 ($\approx 3\%$) 後のすべり線の形態写真。

($\bar{1}10$)[111] の基本からなる交差すべりであることを示した。図中でも ($\bar{2}11$) 面のすべり線から枝分れしている ($\bar{1}01$) 面のすべり線が確認され得る。

変形量が 1.3% まで増加するとすべりの占有率は全体で 70% まで増加した。すべりが完全に試料全長を覆うのは 3.3% 付近と考えられ、それはほぼ応力-歪曲線の下降伏点に相当する。先にも述べたように均一変形（正の加工硬化域）が起る歪の所ではすべりは交差すべり面の ($\bar{2}11$) 面であった。

異なる照射温度の試料に対し、それぞれ下降伏点近くの 3% 歪のところですべり線の形態が図 7 に示される。前述の室温照射に対比して照射温度が上昇するにつれ、すべり線は 473 K ではより微細となり、又 673 K では個々のすべり線の微細度はさらに上昇したが、集団的なすべり帯の発達によって試料表面は起伏状を呈した。各照射温度に対するすべり面は室温で ($\bar{2}11$) 面 ($\bar{\phi}=30^\circ$)、473 K で $\bar{\phi}=24^\circ$ 及び 673 K で $\bar{\phi}=10^\circ$ であった。ここで非結晶学的すべり面に対してパラメータ ϕ が使用されたが、この角度は ($\bar{1}01$) 面と実際に観察されるすべり面とのなす角であり、平均のすべり面は $\bar{\phi}$ で表示された。

3.3 照射鉄における降伏応力の温度依存性

異なる照射温度で導入される照射欠陥の特性が降伏応力の温度依存性（図 8）において調べられた。非照射鉄は 340 K 以下で強い温度依存性を示し、その特徴は 3 つの領域に分けられた。これは温度依存性曲線が一つの変曲点（180 K）をもつ非一様な曲線であるからである。つまり 200 K の回りに“ごぶ”

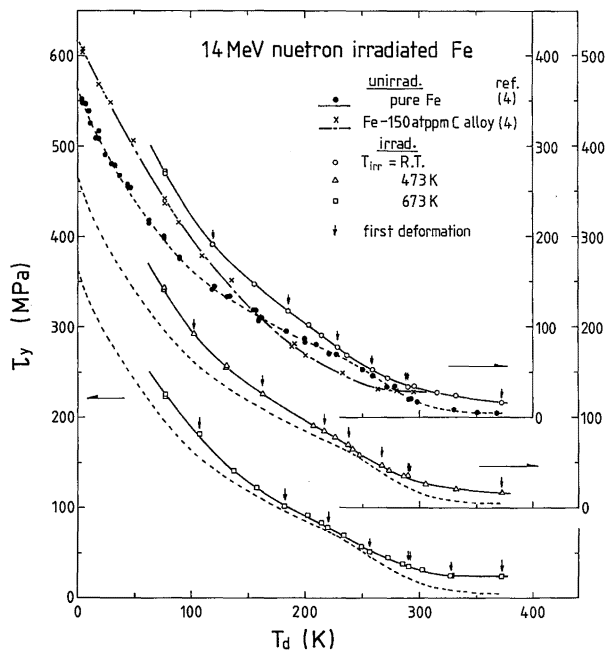


図 8 各照射温度の鉄における降伏応力の温度依存性。各試料は低温側に向けて数回連続変形されているが最初の変形は↓の印で示される。

が現われる。領域Ⅰは $T_d \leq 150$ K で低温での急速な降伏応力の上昇を示す所であり、領域Ⅱはこぶの低温側で温度依存性の低下を示す所である。領域Ⅲは 340 K 以上の非熱的領域（降伏応力の温度依存性が弱く、剛性率のそれに比例する領域）より温度の低下と共に降伏応力が増加する所である。これに対し照射温度が室温である試料では非照射試料に現われるこぶの規模は縮少し、150 K から 220 K の領域で降伏応力の温度感受性は一定となる。この点に関して 473 K, 673 K と照射温度が増加する場合には、再びこぶが認められるようになる。しかしながら測定温度を通してすべて照射試料は硬化を示した。この特徴は参照の鉄炭素合金のそれとは異なる。後者の場合は、降伏応力の温度依存性が単調減少関数であり、又そのためにこぶの現われる領域で軟化が起き、両側の温度域では硬化する。照射欠陥の振舞は炭素のそれとは異なることが理解される。

3.4 活性化面積の応力依存性

図 9 にすべりの熱活性化過程における活性化面積が応力の関数と示される。我々の前の研究⁴⁾で示されているように、降伏応力の温度依存性の非一様性は、活性化面積の応力依存性においても認められる。非照射試料におけるこぶの位置は図 9 中の活性化面積のピーク位置に一致する。照射試料においても図 8 中の照射温度に依存したこぶの出現性の程度は図 9 中の活性化面積のピークのそれに十分対応する。ピーク位置は、照射温度に依存せず $\sigma_y \sim 80$ MPa ($T_d \sim 210$ K) で、非照射の場合よりもより高温、低応力側にある。変曲点の位置（図 8）もこれに対応する。現在の照射欠陥（量）は炭素に比べて非一様性の抑制にはより効果的でないようだ。

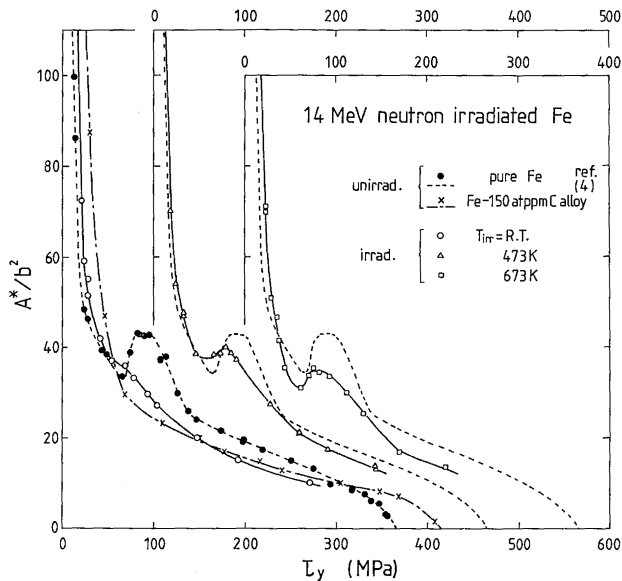


図 9 各照射温度の鉄における活性化面積の応力依存性。

3.5 290 K 変形における歪速度感受性あるいは活性化面積の歪量依存性

290 K におけるすべり (運動転位) の熱活性化過程の歪量依存性が調べられた。ここでは、その素過程を表示するパラメーターとしての歪速度感受性あるいは活性化面積が用いられた (図 10)。通常非照射鉄ではそれらパラメータの歪量依存性は低歪領域では認められない。同様に図に示されるように、照射鉄においても若干の $\Delta\tau$ 値の増加が認められるが、 $\gamma=0.4$ までの歪量ではほとんど一定であると言える。他方、すべての試料で高歪側で $\Delta\tau$ 値の低下が起るが、それは非照射において、より早い段階で起り、又その程度はより大きい。ここで低歪側だけを見ると熱活性化過程は歪量に依存しないと言える。

3.6 降伏応力及び歪速度感受性の等時焼鈍効果

3.6.1 照 射 鉄

290 K 変形における降伏応力 σ_y 、歪速度感受性 $\Delta\tau$ の等時焼鈍効果が図 11 及び 12 に示される。いくつかのデータ点は 1 本の試料の連続変形 (各 1% 以下の変形量) によって得られた。この場合は前の変形の若干の加工硬化の寄与が差し引かれている。連続変形はせいぜい 3 回までであった。連続変形された試料の結果とフレッシュな試料を用いた結果との比較からは、それらの差異は見い出されず、高温での焼鈍に関して懸念される加工硬化の熱的回復の寄与 ($T \geq 600$ K⁹⁾) は現在の変形量では無視され得た。室温照射に於いての図 11 において照射したままの試料は、降伏応力の増加 (硬化) として約 18 MPa が示され、硬化量は 2 倍となった。又歪速度感受性も 1.7 倍ほど照射によって増加した。

焼鈍温度が約 530 K まで増加する間に、硬化量の変化は見られないが、 $\Delta\tau$ は 400 K から徐々に 20% ほど増加した。さらに焼鈍温度が増加するに従い、降伏応力の硬化量は 700 K 及び 950 K の回りで 2 段

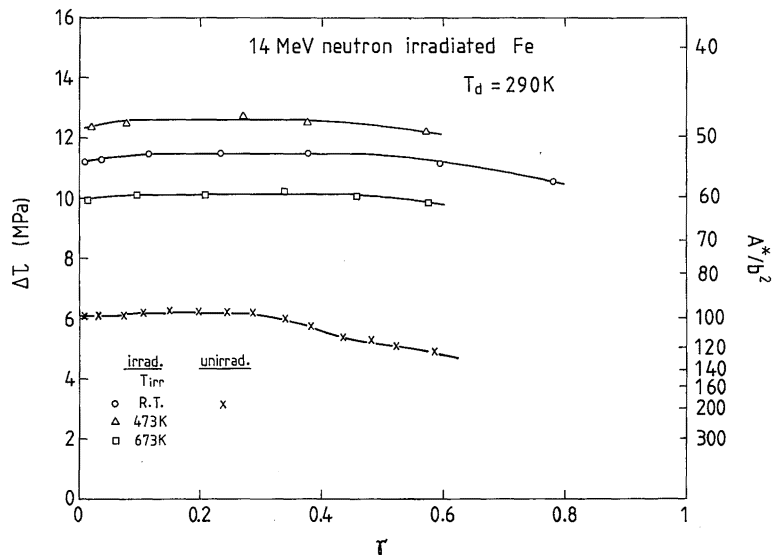


図10 290 K 変形における各照射温度の鉄に対する歪速度感受性 ($\Delta\tau$) 及び活性化面積 (A^*) の歪量依存性。

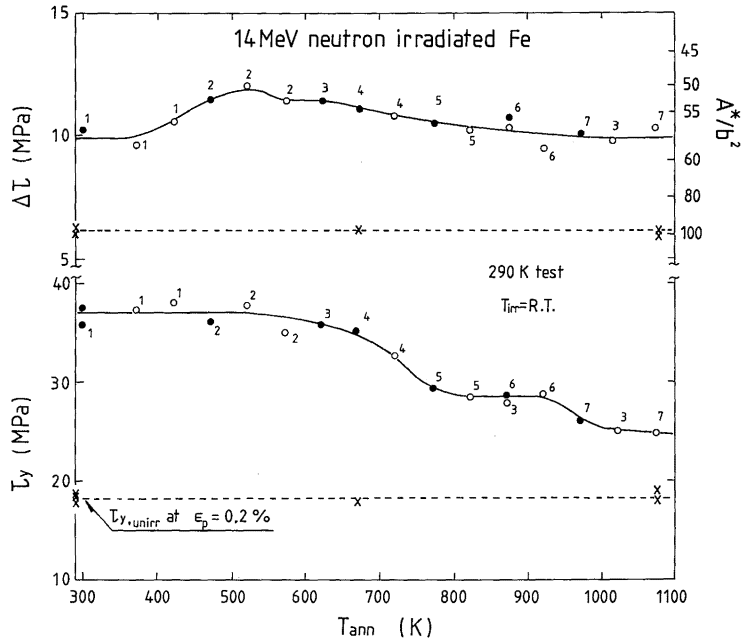


図11 290 K 変形における室温照射鉄の降伏応力，歪速度感受性の等時焼鈍曲線。図中の番号は同一試料であることを示しており，各試料は連続変形されている。黒印は高温に向けて連続変形された最初の結果を示す。非照射試料の結果はフレッシュな試料によるものである。

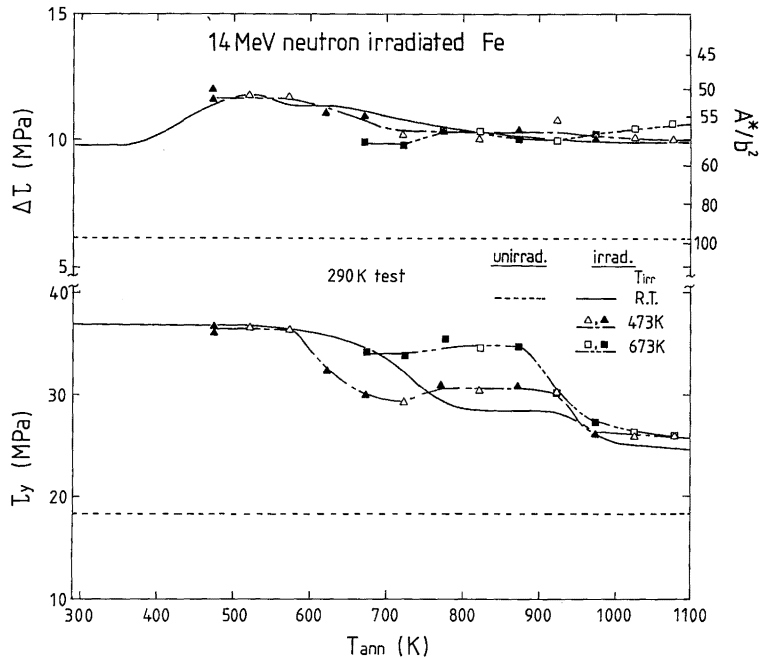


図12 290 K 変形における各照射温度の鉄の降伏応力，歪速度感受性の等時焼鈍曲線。他の表示は図11と同じ。

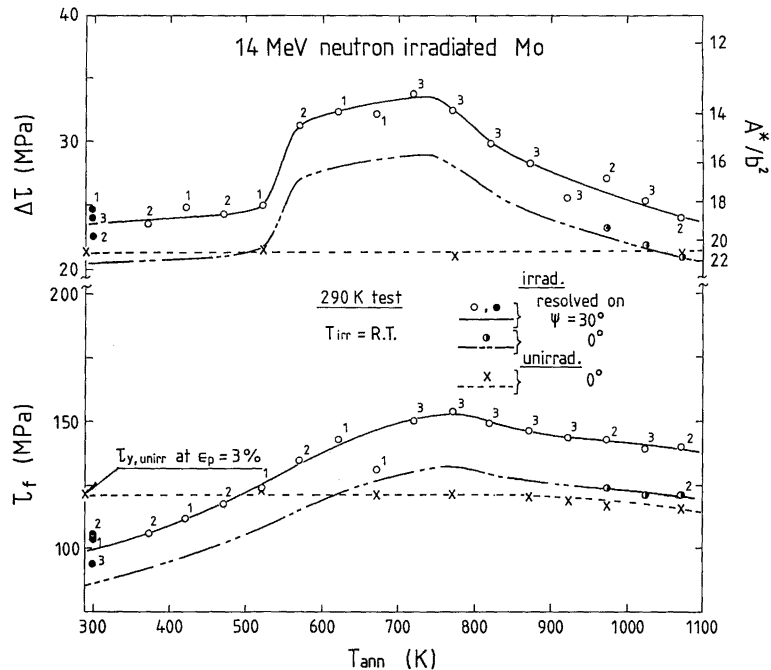


図13 290 K 変形における室温照射モリブデンの流動応力，歪速度感受性の等時焼鈍曲線．図中の表示の一部は図11に従う．

階に恒って減少した．700 K での照射硬化の回復が大きい．1073 K までの焼鈍においても非照射に比して約 30% の硬化が残存した． $\Delta\tau$ においてはゆるやかな減少が見られるが，やはり 1073 K で照射したままの状態と同程度の増加が残った．

473 K 及び 673 K 照射鉄の結果は室温照射の結果と共に図 12 に示されている．473 K 照射では低温側の降伏応力の回復段階は室温照射のそれよりもより低温に位置 (600 K) していた．高温側の第 2 番目の回復段階は照射温度の増加に対してわずかずつ低温側にシフトした．また照射温度の増加は，2 つの回復段階間の温度域で，ほぼ温度依存性のない一定の値を示したが，降伏応力の増加を導いた．歪速度感受性は 473 K 照射では 600 K 付近で若干の減少を示したが，それ以上の温度ではほぼ一定であった．他方 673 K 照射に関しては逆に焼鈍温度の増加に対し徐々の増加を示した．すべての照射に対し 1073 K では残存する効果は明らかである．

3.6.2 照射モリブデン

照射鉄での変形方法とは異なりモリブデンの場合には等時焼鈍実験に使用される試料は各照射温度に対して 3 本ずつのため，より多くの回数の連続変形が行なわれた (例えば図 13 を見よ)．さらに第 1 回目の変形は 3% まで変形 (均一変形を期待するため) されたものであり，当然，高温での多数回変形後の試料の加工硬化は大きく，先に述べたように，高温でのその熱的回復の寄与 ($T \geq 800$ K⁹⁾) は降伏，流

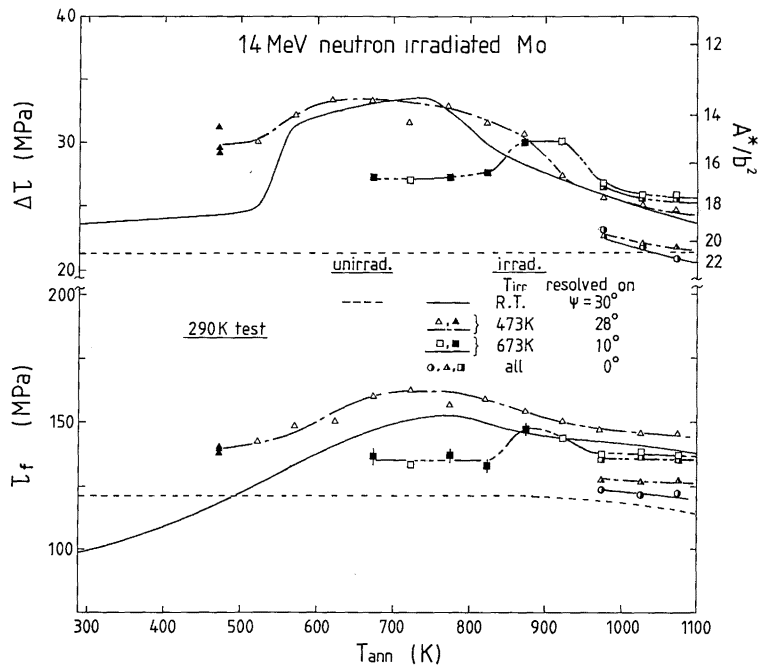


図14 290 K 変形における各照射温度のモリブデンの流動応力, 歪速度感受性の等時焼鈍曲線。

流動応力の焼鈍効果を調べる場合十分考慮されねばならない。

各照射温度に対する流動応力 τ_f , 歪速度感受性 $\Delta\tau$ の焼鈍温度依存性が図 13, 14 に示される。各照射温度におけるそれらの依存性には鉄の場合以上に相関性が見い出される。図 13 の室温照射の結果では、分解せん断応力面として (101) ($\psi=0^\circ$) 及び $(\bar{2}11)$ ($\psi=30^\circ$) が使用された。これは 3.2.2 節で述べられたように焼鈍前のすべり面は $\psi=30^\circ$ であったが、焼鈍温度の増加は欠陥の回復、それら濃度の減少を導くことが考えられ、より高温では非照射試料の $\psi=0^\circ$ に近づくと考えられたからである。流動応力は焼鈍温度の増加と共にほぼ 750 K をピークに増加しつづけ、それ以上の温度では徐々の減少が起った。増加過程での流動応力の照射軟化は約 500 K で硬化に変わった。これには 473 K 照射での無焼鈍試料におけるすべり面 $\psi=28^\circ$ が考慮されている。 $\Delta\tau$ の急速な増加は 550 K の回りで起った。550-750 K 間では $\Delta\tau$ の増加は非常にゆるやかであった。もしより高温の 1073 K で、すべり面は $\psi=0^\circ$ に復帰すると考えるならば照射効果はほとんど消失することになる。

473 K 照射試料では流動応力の振舞いは室温照射のそれによく似ていたが τ_f , $\Delta\tau$ の双方のレベルはいずれもより高かった。ただ高温での $\Delta\tau$ の大きな減少は室温のそれよりもより高温で起った。673 K 試料では 2 つの測定量とも 820 K ぐらいまで一定であったが、その後の 900 K 付近での増加が顕著であった。減少温度は室温、473 K のものに比してより高温であった。 $\psi=0^\circ$ でもって分解した値により高温域の結果を比較してみると、 τ_f は照射温度の増加と共に増加し、1073 K までの測定で残留する照射効果は

それに比例して大きかった。 $\Delta\tau$ では、673 K 照射試料のみが残存量が大であった。

4. 考 察

4.1 照 射 鉄

鉄鋼材料の核分裂中性子による原子炉照射の研究は緒言の中でも述べたように数多くあるが、純鉄単結晶を用いた研究の数は限られる。しかし現在に到るまで高純度($RRR_H > 3000$)試料による照射導入構造欠陥の塑性変形への影響(高温域における)を調べた例はないように思われる。従来の鉄鋼材料はもとより低純度の鉄単結晶においては常温照射中に移動可能な原子空孔(1-interstitial model)を支持するとすれば中性子照射鉄では原子空孔は185 K 付近で移動)がガス不純物と複合体を形成したりあるいは照射後焼鈍中にそれらのより複雑な複合体を形成するために、鉄母原子のみから構成される構造欠陥の生成は難しく、その塑性への影響を調べるといった基本的研究の実現はより困難であった。

しかし本研究では核分裂中性子($E > 0.1$ MeV)とは異なるがそれよりもより高いエネルギーを持つ14 MeV 核融合中性子照射の塑性への影響が高純度鉄単結晶試料($RRR_H \sim 4000$)を用いて調べられた。ここでまず我々のグループにおいて先に得られた多結晶の結果¹⁰⁾と本研究の単結晶の結果について述べて見る。室温照射の多結晶では290 K 変形において照射硬化が起り始めるまでに潜伏期間があり、それは約 2×10^{21} n/m²まで続く。単結晶ではほぼ同じ照射量の結果は本研究で示されているように2倍ほどの硬化を示す。このことは、取りも直さず多結晶では結晶粒界あるいはより低温(~ 800 K)での再結晶化による不十分な転位の回復に起因する粒内の残留転位における部分的な欠陥吸収が起ることに関連しているように思われる。つまり多結晶では欠陥濃度はより低い。さらに単結晶と多結晶では変形様式が異なり、単結晶のより単純なすべり系による変形から照射効果としての可動転位と照射欠陥の相互作用の詳細を追究することは、上述の懸念と相まってより正確な照射欠陥に関する情報を得ることができると考えられる。

異なる照射温度で形成される欠陥の性質は降伏応力の温度依存性(図8)、活性化面積の応力依存性(図9)からうかがい知ることができる。室温照射では非照射試料に現われる曲線上のこぶ、ピークは十分に抑制されているが、より高い照射温度では、それらの特性を有している。それらの抑制は、こぶやピークの出現が可動するらせん転位(BCC 金属の低温変形を支配する)に対する格子からの抵抗であるパイエルズ障壁の特殊性(我々はこの鉄のポテンシャルは2つの極大を持つタイプであると考えている⁴⁾)に由来することを考えて、ポテンシャルを効果的に乱す歪場のより大きな欠陥に依るものとする。14 MeV の高いエネルギーの中性子によってできる欠陥構造はカスケード構造であり、又すでに形成された自己格子間原子(I)や原子空孔(V)は室温以上の照射温度では移動可能であるため、IやVのクラスターや転位ループが形成されているはずである。蔵元等の陽電子消滅の研究¹¹⁾によれば14 MeV 中性子鉄においてはIのクラスター、その成長した転位ループ、マイクロボイドの存在が室温、473 K 照射で形成されることが指摘された。したがって室温照射試料では、他の高温照射以上に欠陥の濃度が高く、かつ欠陥の成長の不十分な微小欠陥であるIやVのクラスターが数多く存在していると考えられ、これらの持つより大きな歪場がらせん転位の熱活性化運動に効果的に影響を与えているものとするのはよ

り合理的である。もちろん室温照射でもカスケードに由来するボイドの形成が起り得る¹²⁾。すべての試料において降伏応力が増加している理由は、転位が熱的に乗り起えることのできない内部応力の増加を生む欠陥の存在に由来すると考えられる。これがどのような性質の欠陥に相当するかは、正確に断言できないが、蔵元らの研究¹¹⁾¹²⁾に従えば、長範囲の応力場を持ち得る転位ループが十分考えられる。

他方焼鈍温度の増加は、欠陥の熱的不安定性を助長し分解、新しい欠陥の生成といった進展を起し、最終的にはすべての欠陥は消失してしまう。図 11, 12 で変形挙動から見た欠陥の回復過程が示された。回復は 2 段階であるがこれらがどのような欠陥の回復に対応するかは現在の所不明である。しかし 550 K の回りでマイクロボイドの大きな回復が起る¹¹⁾¹²⁾ことから、それ以上のより高温で安定である I あるいは V の転位ループのある規模のものが分解、回復する可能性は指摘され得る。さらに現在の測定上限の 1073 K まで残留する照射効果は、核分裂中性子照射鉄では見当らない²⁾。図 15 に示すように原子炉照射純鉄では照射効果は 900 付近で消失する。14 MeV 中性子照射鉄のこの特徴がどのような耐焼鈍性をもつ欠陥に起因するかは、次の 2 点に集約される。つまりより高い PKA のエネルギーによって生ずるカスケード構造に起因する欠陥、そして核反応生成物と原子空孔との複合体¹¹⁾。

すでに示されたように図 15 には核分裂、核融合中性子照射の降伏応力の硬化成分の等時焼鈍曲線が比較されている。ガス不純物を多く含む鉄は 610 K で大きな回復が見られ、原子空孔の不純物からの離脱として説明される。より不純物量の少ない北島の結果と 14 MeV 中性子のものとを比較してみると、共に 2 段階の大きな回復が認められるがそれらの温度は異なり、前者においてはより低温に位置する。諸

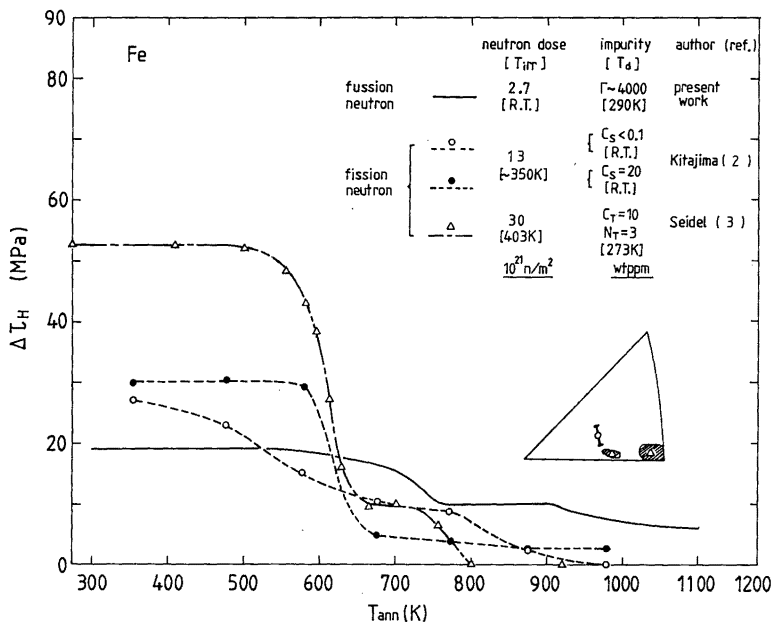


図15 照射硬化の等時焼鈍曲線における核分裂、核融合中性子照射間の比較。
C_sは固溶している炭素量、C_T、N_Tは炭素、窒素の総量を示す。

言にも述べたように原子炉照射の塑性への効果も現在の研究と同様に高純度鉄単結晶の使用により再チェックされるべきであり、その時には正確な核分裂中性子と核融合中性子照射効果間の相違が明らかにされ、14 MeV 核融合中性子照射効果の実体の解明が進むものとする。

4.2 照射モリブデン

モリブデンの場合には 290 K の変形で、図 4 に示されたように大きな上降伏点を呈するが、それはその非熱的依存性の変形が始まる 460 K⁶⁾ よりもより低温に相当するため(鉄の 200 K ぐらいに相当)不純物(現在においては照射欠陥)の導入が巨視的降伏前における転位の運動を抑制する可能性を与える。つまりこのような例は、低温で転位(この場合は巨視的降伏前の変形を支配すると考える非らせん転位)が不純物障害物を熱的に乗り越え難い時に起るもので、それはより強固な障害物と考えられる。このような初期変形の起り難さはすべての照射温度で起ることから 673 K までの高温の照射温度でも十分な濃度と強固な欠陥が存在し得ることが暗示される。

図 14 で示されたように室温照射試料は降伏応力の回復として 500 K, 700 K で回復段階を示した。軟化から硬化に転ずる 500 K 回復は、蔵元等の核分裂中性子照射 (20 K) 試料の陽電子消滅測定¹²⁾の結果における V の回復段階 480 K に十分相当することから V の移動による欠陥の性質の変化、つまり移動する V と、反応した I ループの分解成長及び V の集合体の形成から引き起されるものとする。回復後のこれらの欠陥はらせん転位の熱活性化運動に敏感に影響を与えることは歪速度感受性の増加から知ることができる。700 K 以降の広範囲の回復は 473 K 及び 673 K のより高温照射でも生じている。同様にこの回復過程に対する陽電子消滅からの情報¹²⁾は転位ループ、マイクロボイドの熱的回復を示す。ここでは、我々は変形された試料の加工硬化の熱的回復を考慮しなければならないが、それらの変化は約 900 K 以上の温度域で起り、測定範囲内でその減少は欠陥の回復に対する考察に影響を与えるほどでもない。それは、また歪速度感受性が歪量(可動転位密度)に依存しないという一般性からも確められる。1000 K 付近での照射効果の程度の判定は、より難しいが、前の結果の中でも述べたように、たとえすべり面を $\phi = 0^\circ$ と仮定しても照射温度の増加に依存してその効果は残存する。この依存性が何に由来するかは現在のところ不明である。

4. 結 言

高純度鉄、モリブデン単結晶試料に対して 14 MeV 中性子照射が異なる照射温度の室温、473 K, 673 K でなされ、それぞれの温度で形成される照射導入構造欠陥の塑性変形への影響及び等時焼鈍効果が調べられた。鉄においては照射後の 77 K までの低温変形実験から低温照射ほどすべり変形(らせん転位の運動)の熱活性化過程への影響が大大であり、非照射試料における降伏応力の温度依存性及び活性化面積の応力依存性に現われるこぶやピークが抑制された。これはより大きな歪場をもつ低次数の微少欠陥の濃度が低温照射ほど多く形成されていることを示す。又どの照射温度においてもある種の欠陥に起因する内部応力の増加が認められた。等時焼鈍実験からは 700 K, 900 K の回りに大きな降伏応力の回復が観察され、陽電子消滅測定の結果を参考に、転位ループの断続的回復と考えられる。さらに核分裂中性子

照射よりもより高温域まで照射効果が残ることから高エネルギーの 14 MeV 中性子照射では照射中あるいは焼鈍中に耐焼鈍性の欠陥が形成されるものと予測される。

モリブデンにおいては、いずれの照射温度においても強固な欠陥が形成されると見えて、290 K 変形の応力-歪曲線は大きな上降伏点を示した。また低温照射試料ほど照射効果は大きく、小歪量で降伏応力の軟化が観察され、又すべり面は交差すべりによる最大せん断応力面となった。室温照射の焼鈍曲線は原子空孔の移動する温度 (500 K 付近) で顕著な変化を見せ軟化から硬化に転じた。

参 考 文 献

- 1) D. R. Harries and B. L. Eyre, "Effects of Irradiation in Iron and Steels", Flow and Fracture of Metals and Alloys in Nuclear Environments, ASTM STP 380, Am. Soc. for Testing Materials (1965) 105-119.
- 2) K. Kitajima, "Neutron Irradiation Effects on the Plastic Properties of Pure Iron, Suppl. Trans. JIM (1968) 182-186.
- 3) G. P. Seidel, "Einfluss von Neutronenbestrahlung auf die plastische Verformung von Eisen-Einkristallen mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt", phys. stat. sol. 25 (1968) 175-188.
- 4) Y. Aono, K. Kitajima and E. Kuramoto, "Plastic Deformation of High-Purity Iron Single Crystals", Rep. Res. Ins. Appl. Mech., Vol. XXIX, No. 92 (1981) 127-193.
- 5) K. Kitajima, Y. Aono and E. Kuramoto, "Slip System and Orientation Dependence of Yield Stress in High-Purity Molybdenum Single Crystals at 4.2 K and 77 K", Scripta Met., 15 (1981) 919-924.
- 6) Y. Aono, E. Kuramoto, Y. Miyamoto and K. Kitajima, "Fundamental Aspect of Plastic Deformation in High-Purity Molybdenum Single Crystals", to be published.
- 7) C. Logan, J. Dini, W. Ludemann, B. Schumacher, E. Dalder, W. Kelley and G. Harter, "Development of Manufacturing Methods for 50 cm Diameter Neutron Source Targets for RTNS-II, J. Nucl. Mater., 103 & 104 (1981) 1551-1556.
- 8) E. Kuramoto, Y. Aono, M. Takenaka and K. Kitajima, "Positron Lifetime Measurement of Plastically Deformed Iron Single Crystals", J. Phys. Soc. Japan, 52 (1983) 1098-1101.
- 9) L. Stals and J. Nihoul, "The Recovery of Cold-Worked Molybdenum", Physica 42 (1969) 165-178.
- 10) T. Kinoshita, Y. Aono, E. Kuramoto and K. Abe, "The Effect of 14 MeV Neutron Irradiation on the Mechanical Properties of Fe and Stainless Steels", J. Nucl. Mater., 141-143 (1986) 893-898.
- 11) E. Kuramoto, Y. Takano, N. Kikuchi and M. Takenaka, "Positron Annihilation Lifetime Measurements of Irradiated Iron and Iron-chromium Alloys", J. Nucl. Mater., 141-143 (1986) 829-836.
- 12) 蔵元英一, 私信.

(昭和 62 年 6 月 3 日 受理)