照射された低放射化フェライト鋼の 引張強度特性-硬さの相関

安堂正己 若井栄一 谷川博康 川崎 泰

日本原子力研究開発機構

J. Japan Inst. Metals, Vol. 72, No. 10 (2008), pp. 785-788
© 2008 The Japan Institute of Metals

Correlation Between Tensile Property and Micro-Hardness Irradiated RAF/M Steel

Masami Ando, Eiichi Wakai, Hiroyasu Tanigawa and Yasushi Kawasaki

Japan Atomic Energy Agency, Ibaraki 319-1195

Irradiation hardening and embrittlement due to high-dose neutron irradiation around 573 K are important issues on RAF/M steels. The purpose of this study is to examine a correlation between tensile property and micro-hardness in F82H steel using neutron and ion-irradiation. Neutron irradiation was performed in HFIR up to 8 dpa at 573 K. Ion irradiation experiment at ~573 K was carried out at the TIARA facility of JAEA. Relationship between the micro-hardness (H_m) and Vickers hardness (H_v) in F82H and its heat treatment variants was calculated by $H_v \approx 60 \times H_m$. The yield stress (σ_y) was evaluated by $\sigma_y = 3.2 \sim 3.4 \times H_v \times (0.1)^n$ (n : work hardening exponent) from this study. Following these equations, it can be estimated that the yield stress of irradiated F82H up to ~100 dpa at 573 K is about 1000 MPa.

(Received April 24, 2008; Accepted July 29, 2008)

Keywords: ferritic/martensitic steel, neutron irradiation, ion irradiation, irradiation hardening, hardness, yield stress

1. 緒 言

低放射化フェライト鋼 F82H 鋼は、核融合炉第一壁・ブランケット構造材料の第一候補材として開発が進められており、そのうち重要な項目のひとつである照射特性評価については、現在米国 HFIR 炉を用いた日米協力照射実験にて、重照射データの取得を進めているところである¹⁾。勿論、原子炉による照射実験、特に重照射領域でのデータ取得は、長い時間を要するため、最低限のデータ取得に限られる。よく知られているように、これまで材料照射研究は主に2つの方法、すなわち原子炉を用いた中性子照射²⁻⁴⁾、および加速器を用いた荷電粒子照射により行われてきた^{5,6)}。前者は照射体積に制限はあるものの、バルクの試験片を用いることが可能であるが、核融合炉などで必要となる照射量レベルに達するには数年が必要であること、照射後試験も含めたコストが非常に高いこと等があり、また照射条件についても、ある程度の誤差を排除できない。他方、数 MV クラスの加速器によるイオンビーム照射の問題点はその照射体積が圧倒的に小さいことであるが、多くの利点をもつため、従来のミクロ組織発達の研究に加えて、これらの強度特性を関連づける評価方法の確立が必要となってきた。現状では、この相関を得るために有効な手段は微小硬さ試験のみであるが、測定法の標準化などの整備も十分ではないことに加え、設計等が必要となる強度特性との対応関係を得ることも容易ではない。しかしながら、Fig. 1 に示すように照射前後で硬さ変化

と降伏応力変化の相関が得られれば、引張試験片以外の強度試験片からの降伏応力評価が可能となることや、様々な原子炉で照射された各種強度試験片の個々の照射後の強度特性変化の予備的な確認などにも有効であり、数少ない試験片から、非常に効率的にデータを評価できることになる。

核融合炉用構造材料の今後の開発において、原型炉の設計を十分満足するような照射データを取得することは、国際核融合炉材料照射施設 (IFMIF) でのデータ取得はもちろんのことであるが、原子炉照射によるデータ取得の他に、近年の計算材料科学の発展に伴い、モデリングとイオン照射実験からのデータ補完の努力が今後一層重要になってくる⁷⁾。例えば、照射硬化については、一般的な分散硬化モデル⁸⁾を用いて、降伏応力変化はミクロ組織変化の関数として近似評価できる⁹⁾。このため、硬さのみから正確な降伏応力を得ることが出来れば、任意の照射量での硬化挙動を精度よく評価できるため、硬化モデルの精度の向上も期待できる。

そこで本研究では、これまでに F82H 鋼を中心として実

Fig. 1 Schematic illustration of an outline of the experimental procedure in this study.

施した，イオン照射材の照射硬化挙動および中性子照射材による引張試験とビッカース硬さ試験の結果を基にして，これらの相関について明らかにすることを目的とした．

2. 実験方法

供試材は，日本原子力研究開発機構(原子力機構)において開発された低放射化フェライト鋼(F82H 鋼)である¹⁰⁾．受入材(As-received)に加えて Table 1 に示すような再熱処理を行った試料も含めて計 6 種類とした．これらの材料からイオン照射用試験片を作製した．試験片形状は， $3 \times 6 \times 0.7$ mm の小薄板状であり，長手側の面(6×0.7 mm)を照射面とし，機械研磨後，電解研磨により仕上げた．各試片に対し，原子力機構高崎量子応用研究所の TIARA 施設にて，F82H 鋼の主成分である鉄イオンビーム(10.5 MeV, Fe^{3+})を照射した．SRIM コードによって計算した損傷分布を Fig. 2 に示す．照射温度は 543 K および 633 K で，照射量は 3.3～100 dpa とした．これまでの照射温度依存性の結果から，いずれの温度でも顕著な照射硬化が生じることが分かっている¹¹⁾．照射後，各試片に照射面から微小硬さ試験を行った．試験機は CSIRO 社の UMIS-2000 を用い，押込み深さを約 400 nm として室温で 35 点ずつ測定した．なお微小硬さの解析には，Oliver らの評価方法を用いて，接触投影面積補正を行った¹²⁾．

中性子照射材は，F82H 鋼の微小引張試験片(SS-J3 型)であり，米国オークリッジ国立研究所の HFIR 炉に装荷された JP26 キャプセルにて照射された．照射温度は 573 K，照射量は最大で 8 dpa である．照射後，同所のホットラボラトリーにて，ビッカース硬さ試験(荷重：9.8 N，測定点：各 8 点)および，引張試験(温度：室温，ひずみ速度： $1.67 \times$

$10^{-3}/\text{s}$)を実施し，得られた結果について未照射材料との比較を行った．

3. 結果および考察

F82H 鋼の各種熱処理材，HIP 接合母材，改良材(Mod2)およびニッケル添加した F82H 鋼(1%，1.4%添加鋼)の未照射材についての微小硬さおよびビッカース硬さをまとめて Fig. 3 に示す．微小硬さは，押込み深さ 400 nm 付近での値を示しており，エラーバーは測定値の最大および最小を示している．標準偏差は約 ± 0.2 GPa である．特にイオン照射材の微小硬さ評価では，表面からの深さ方向に対して損傷勾配があるために，押込み量は非常に重要なパラメータとなる．これまでの研究の結果から，照射硬化の顕著な 573 K 付近では，押込み深さ 400 nm で，変形領域がちょうど損傷層内に収まることから，この条件で相互比較を行った¹¹⁾．この結果から次の近似式が得られた．

$$Hv \approx 60 \times Hm \quad (1)$$

ここで Hv はビッカース硬さ， Hm は微小硬さを示す．この時の誤差範囲は $\pm 12 Hv$ 程度となる．以後，微小硬さの結果については，式(1)で換算したビッカース硬さの値で示す．より高精度な換算には，組織構造に依存する圧痕サイズ補正等も必要と考えられるが，本研究で扱う F82H 鋼は，マルテンサイト単相であるため，ほぼ均一とみなし本研究では無視する．以上の結果を基に，これまで得られているデータを比較・検討した．

Fig. 4 は，熱処理条件を変えた 4 種類の F82H 鋼の，照射前後の降伏応力および硬さ値である．Fig. 4a)は，中性子照射前後の降伏応力を示している．573 K での照射後は，いずれも材料も大きな照射硬化が生じるが，熱処理によって初期の強度を下げた材料は，照射後も強度は低い傾向にある．また Fig. 4b)は，中性子照射前後でのビッカース硬さ，さらに，イオン照射材の微小硬さを式(1)にてビッカース硬さに換算してプロットした．エラーバーは，それぞれ測定値の最大および最小を示す．これによると，照射後の硬化挙動は中性子照射材でもイオン照射材でも一定の傾向を示して

Table 1 Heat treatment conditions of F82H.

F82H IEA: As-received F82H
F82H Std: As-received F82H + Normalizing 1313 K, 0.5 h; Tempering 1023 K, 1 h
F82H HT: As-received F82H + Normalizing 1313 K, 0.5 h; Tempering 1073 K, 1 h
F82H Mod1 A: As-received F82H + 1073 K, 0.5 h; 973 K, 1–10 h
F82H Mod1 B: As-received F82H + 1133 K, 0.5 h; 973 K, 1–10 h
F82H Mod1 C: As-received F82H + 1193 K, 0.5 h; 973 K, 1–10 h

Fig. 2 The depth profile of displacement damage in F82H steel.

Fig. 3 Relationship between micro-hardness and Vickers hardness of F82H and Nickel doped F82H before irradiation.

いる．これまでに F82H 鋼に対して，焼戻し温度の上昇によりマルテンサイト内の転位密度が低下することが報告されているが¹³⁾，本研究でも特に F82H IEA と F82H Mod1-A とを比較すると，ビッカース硬さ・微小硬さ共に，初期のマルテンサイトの転位密度変化が照射後の強度特性に強い影響を与えることがわかる．これらの結果より，ビッカース硬さ (Hv) と降伏応力 (σ_y) は以下の関係で示され，

$$\sigma_y = A \times Hv \times (0.1)^n \quad (2)$$

過去の報告¹⁴⁾と類似の関係である．ここで， A は，3.2～3.4 の値となり， n は加工硬化係数 ($0 < n < 1$) を示す．未照射の F82H 鋼では， n は約 0.1，8 dpa 照射後では 0.05 となることが今回の実験から得られており，照射量の増大と共に n は 0 に近づくものと考えられる．この時の誤差範囲は，約 ± 35 MPa となる．また引張強さについては，一般には，ビッカースのような角錐圧子による硬さ試験では，引張試験での 8% 真ひずみに相当するとされており¹⁴⁾，このときの関係式は， $\sigma_8 \approx 3 Hv$ と近似できる．この σ_8 は降伏応力よりもむしろ引張強さに近いとされ，本研究でも，照射・未照射材共に係数は 3 ± 0.3 という結果である．

Fig. 5 は，中性子照射材から得られた F82H 鋼の降伏応力およびビッカース硬さの照射量依存性であり，同時にイオン照射材の換算ビッカース硬さの照射量依存性であり，エラー

バーはいずれも測定最大および最小値を示す．中性子照射材については，高照射量までの照射が現在進行しているが，イオン照射材の結果 (> 3 dpa) では，照射量の約 1/2 乗で硬化が生じ，20 dpa 付近から硬化はほぼ飽和傾向を示す．高照射領域では，加工硬化指数は，おおよそ 0 と仮定すると，F82H 標準鋼での降伏応力は，1000 MPa 程度と見積もられる．Yamamoto ら¹⁵⁾により，中性子照射された低放射化フェライト鋼等の降伏応力変化と照射量依存性についてまとめたものが報告されており，それによると 30 dpa 付近では， $\Delta\sigma_y$ は約 420 MPa 増でほぼ飽和傾向となる．この結果から，高照射量での照射後の降伏応力は 1000 MPa 程度になると予想され，これは本研究結果とも，ほぼ一致している．

今後の課題として，微小硬さ試験によって導入された変形領域と降伏応力との対応付けを行い，微小硬さ試験のみで，降伏応力を見積る相関式を明らかにすることを試みる．この式が得られれば，照射履歴や材料の製造履歴が不明な場合でも微小体積サンプルのみで，降伏応力の見積りが可能となるため，非破壊検査方法のひとつとしても期待できる．

4. 結 論

本研究では，F82H 鋼のイオン照射材の微小硬さと，中性子照射材の引張強度とビッカース硬さの実験結果を基にして，その相関を明らかにした．

(1) 各種熱処理を行った 4 種の F82H 鋼より，本研究で得られた微小硬さ Hm とビッカース硬さとの相関は， $Hv \approx 60 \times Hm$ となることが分かった．

(2) 中性子照射材の，ビッカース硬さと降伏応力 σ_y の相関は， $\sigma_y = A \times Hv \times (0.1)^n$ となり，8 dpa までの中性子照射材では n はおおよそ 0.05 となった．ここで A は 3.2～3.4 である．

(3) 以上の近似式を用いると，中性子照射した 573 K の F82H 鋼の降伏応力の飽和値は，おおよそ 1000 MPa 程度と見積もられる．

本研究を進めるにあたり，原子力機構耐照射性原子力材料開発グループの實川資朗リーダー，澤井友次博士，高崎量子研究所の皆様，原子力科学研究所ホット試験課の皆様，さらにオークリッジ国立研究所の Roger E. Stoller 博士，Loy T. Gibson 氏およびボットラボラトリーの皆様には，多くのご助力・コメントをいただきました．皆様に感謝いたします．なお本研究の一部は，科学研究費補助金若手研究 (B) (課題番号 18760556) および日本原子力機構と米国エネルギー省との日米協力照射実験プログラムの支援により行われたものである．

文 献

- 1) S. Jitsukawa, A. Kimura, A. Kohyama, R. L. Klueh, A. A. Tavassoli, B. Schaaf, G. R. Odette, J. W. Rensman, M. Victoria and C. Petersen: J. Nucl. Mater. **329-333** (2004) 39-46.
- 2) H. Tanigawa, H. Sakasegawa, N. Hashimoto, R. L. Klueh, M. Ando and M. A. Sokolov: J. Nucl. Mater. **367-370** (2007) 43.

Fig. 4 a) Yield stress for F82H IEA and F82H Mod-1 variants irradiated at 573 K, b) The results of micro-hardness and Vickers hardness in F82H Mod-1 variants irradiated in TIARA and HFIR.

Fig. 5 Dose dependence of yield stress and Vickers hardness in irradiated F82H.

- 3) M. A. Sokolov, H. Tanigawa, G. R. Odette, K. Shiba and R. L. Klueh: J. Nucl. Mater. **367-370**(2007) 71.
- 4) E. Wakai, M. Ando, T. Sawai, H. Tanigawa, T. Taguchi, R. E. Stoller, T. Yamamoto, Y. Kato and F. Takada: J. Nucl. Mater. **367-370**(2007) 74-80.
- 5) H. Kishimoto, K. Yutani, R. Kasada, O. Hashitomi and A. Kimura: J. Nucl. Mater. **367-370**(2007) 179-184.
- 6) E. Wakai, M. Ando, T. Sawai, K. Kikuchi, K. Furuya, M. Sato, K. Oka, S. Ohnuki, H. Tomita, T. Tomita, Y. Kato and F. Takada: J. Nucl. Mater. **356**(2006) 95-104.
- 7) S. Jitsukawa, R. E. Stoller, F. W. Wiffen, H. Tanigawa, M. Ando and K. Suzuki: J. the Atomic Energy Society of Japan **49**(2007) 631.
- 8) E. Orowan: Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys, (Inst. Metals 1948) p. 451.
- 9) G. E. Lucas: J. Nucl. Mater. **206**(1993) 287.
- 10) K. Shiba, A. Hishinuma, A. Tohyama and K. Kasamura: Properties of Low Activation Ferritic Steel F82H IEA Heat, JAERI-Tech 97-038, JAERI, 1997.
- 11) M. Ando, H. Tanigawa, S. Jitsukawa, T. Sawai, Y. Katoh, A. Kohyama, K. Nakamura and H. Takeuchi: J. Nucl. Mater. **307-311**(2002) 260-265.
- 12) W. D. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res. **7**(1992) 1564.
- 13) N. Okubo, E. Wakai, S. Matsukawa, T. Sawai, S. Kitazawa and S. Jitsukawa: J. Nucl. Mater. **367-370**(2007) 107-111.
- 14) D. Tabor: *The Hardness of Metals*, (Clarendon Press, Oxford, 1951).
- 15) T. Yamamoto, G. R. Odette, H. Kishimoto, J. Rensman and P. Miao: J. Nucl. Mater. **356**(2006) 27-49.