

平成24年 7月24日(火)  
九州大学 応用力学研究所  
炉内構造材料の経年変化に関する研究集会

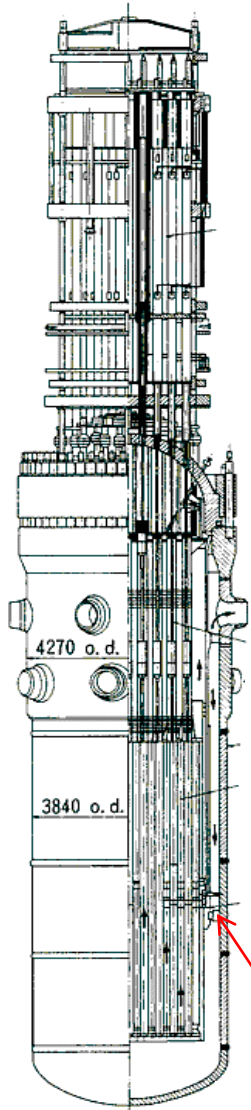
3次元アトムプローブ及び陽電子消滅による  
フィンランドLoviisa炉監視試験片のナノ組織解析

東北大学 金属材料研究所  
蔵本明, 野沢康子, 外山健, 永井康介, 長谷川雅幸

VTT(フィンランド)  
Matti Valo

# 旧ソ連型(東欧型)の原子炉压力容器鋼と日本の压力容器鋼との違い

## 旧ソ連型原子炉 VVER-440の原子炉容器

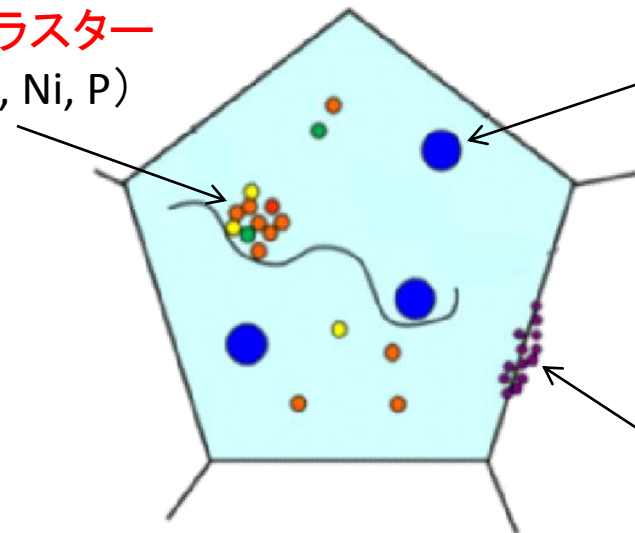


化学組成の例

	Cu	Mn	Si	Ni	P	Cr	Mo	V	Fe
旧ソ連 (1970 ~ 1980)	0.14	1.14	0.4	0.11	0.035	1.63	0.48	0.20	Bal.
日本 (1965 ~ 1980) (A533B)	0.16	1.30	0.30	0.68	0.015	0.17	0.53	-	Bal.

溶質原子クラスター  
(Cu, Si, Mn, Ni, P)

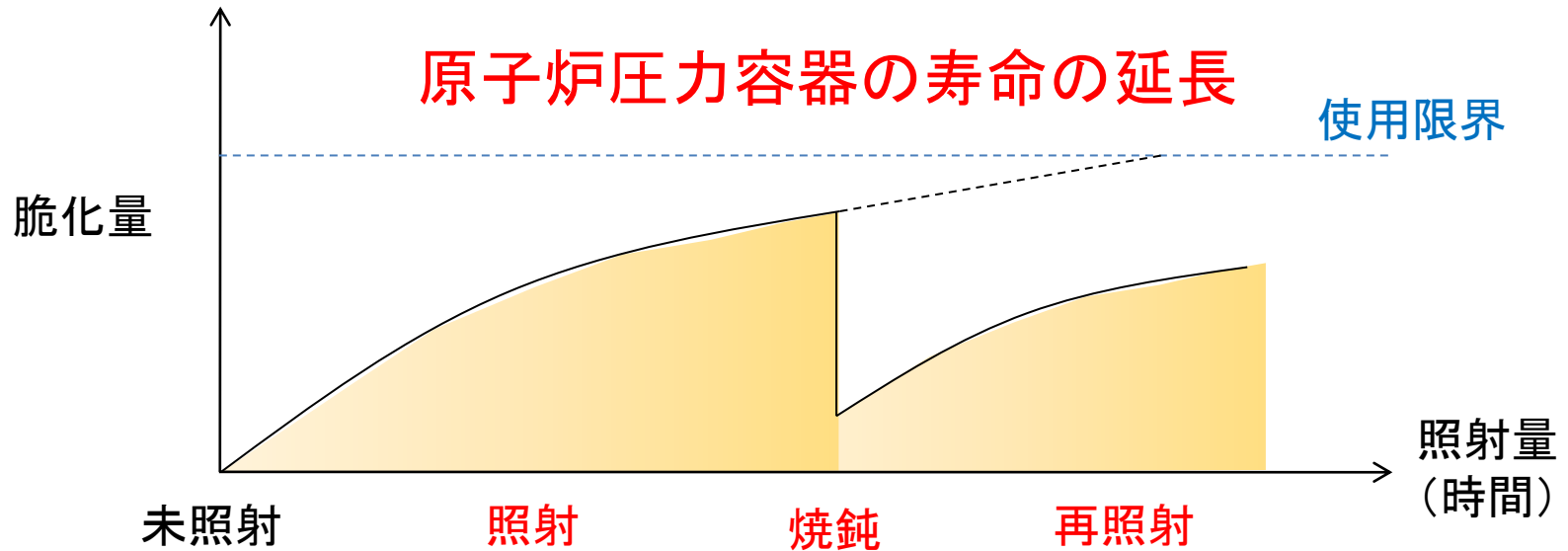
照射欠陥  
転位ループ  
空孔型欠陥



原子炉压力容器

P等の粒界偏析

# 原子炉压力容器のin-service annealing (その場焼鈍)



Loviisa原子力発電所  
VVER-440  
(フィンランド)



焼鈍で照射欠陥や溶質原子クラスターは怎么样了か？  
再照射で何が起きるか？

# 試料: Loviisa-1炉監視試験片

## VVER-440 (旧ソ連型の加圧水型の原子炉)

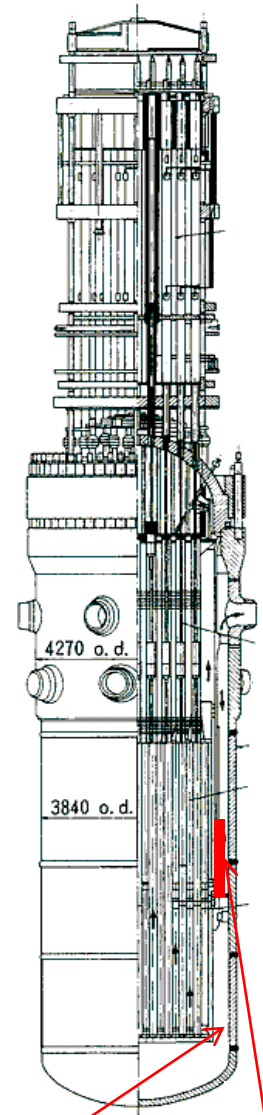
監視試験片の化学組成(wt.%)

Cu	Mn	Si	Ni	P	Cr	Mo	V	Fe
0.14	1.14	0.4	0.11	0.035	1.63	0.48	0.20	Bal.

state	照射 $\times 10^{19} \text{n/cm}^2$	焼鈍(475°C) h	再照射 $\times 10^{19} \text{n/cm}^2$
未照射	-	-	-
照射	2.5*	-	-
照射+焼鈍	2.5*	100	-
照射+焼鈍+再照射	2.5*	100	0.9**

照射速度:  $3.0 \times 10^{11} \text{ n/cm}^2/\text{s}$ ,  $E > 1 \text{ MeV}$

照射温度:  $270 \text{ }^\circ\text{C}$



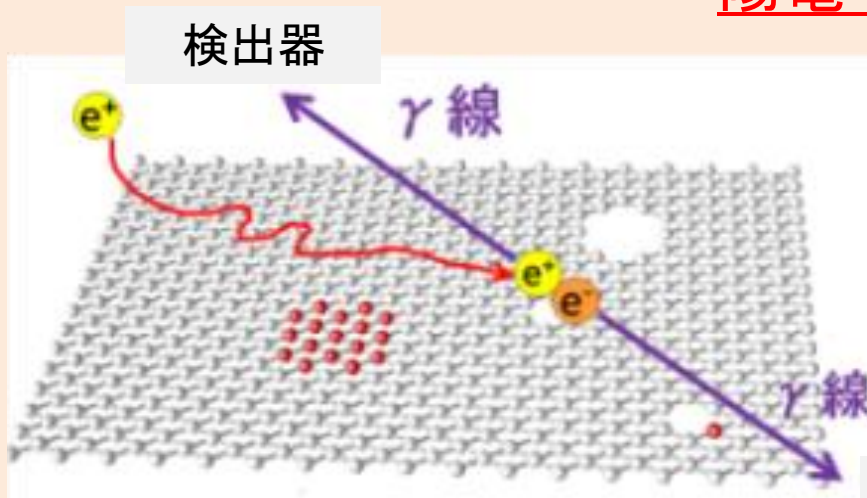
監視試験片

原子炉压力容器

VVER-440  
原子炉容器

# 照射誘起ナノ組織変化の観察手法

## 陽電子消滅

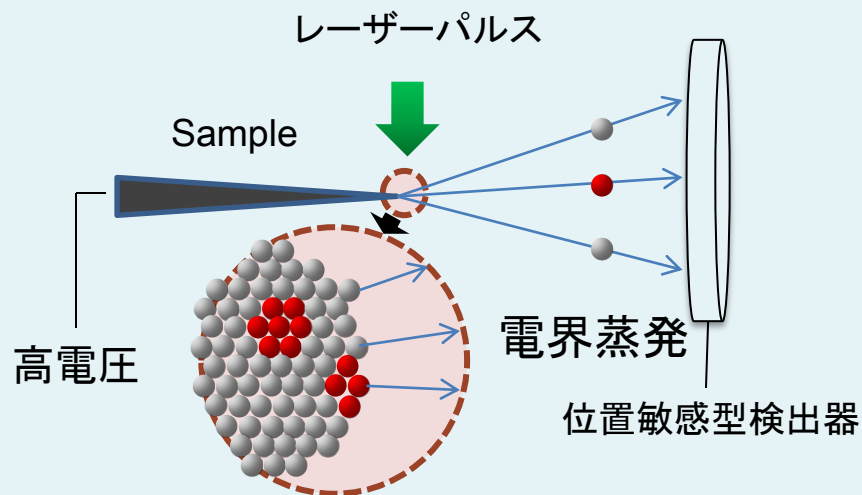


陽電子: 空孔型欠陥やCu析出物に敏感

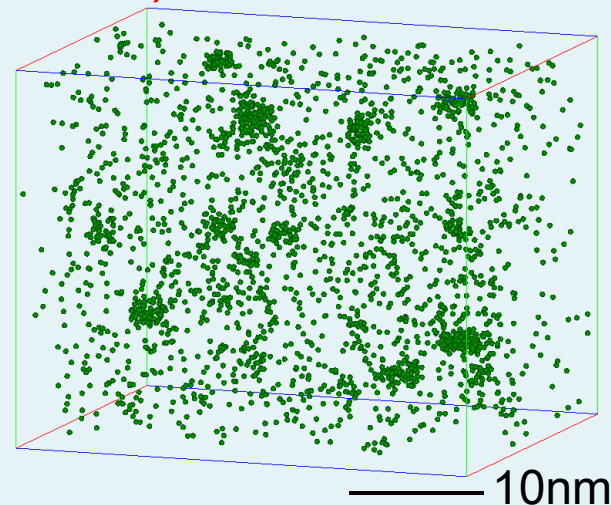
{ 欠陥のサイズ  
消滅サイトの元素分析 }

検出器

## 3次元アトムプローブ ( 3D-AP )

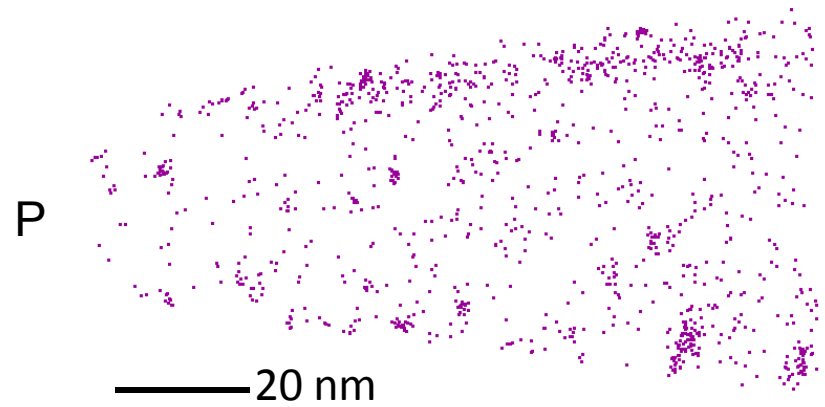
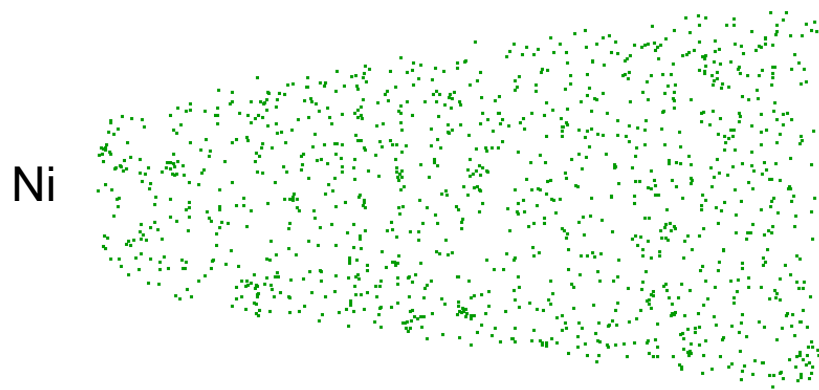
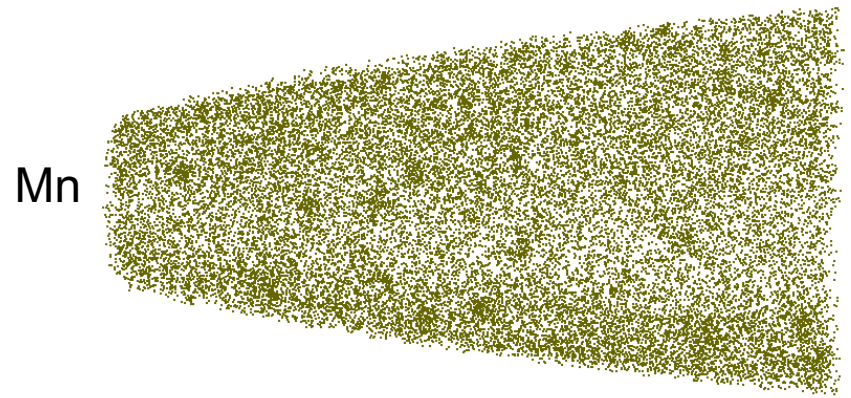
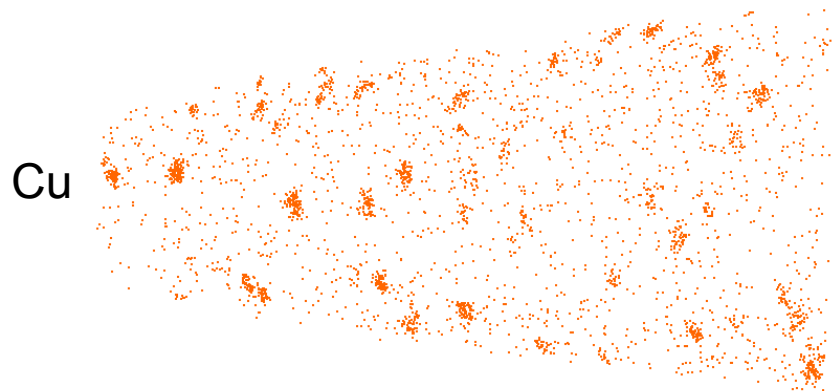


原子レベルの分解能で3次元の原子マップを作成



3次元アトムマップ

# 3D-AP観察 照射したまま

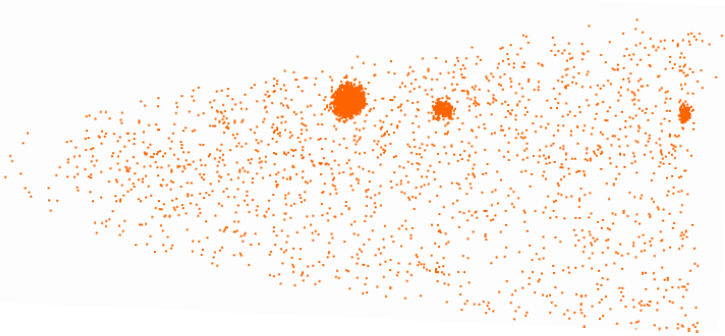


数密度  $3.8 \times 10^{23} / \text{m}^3$

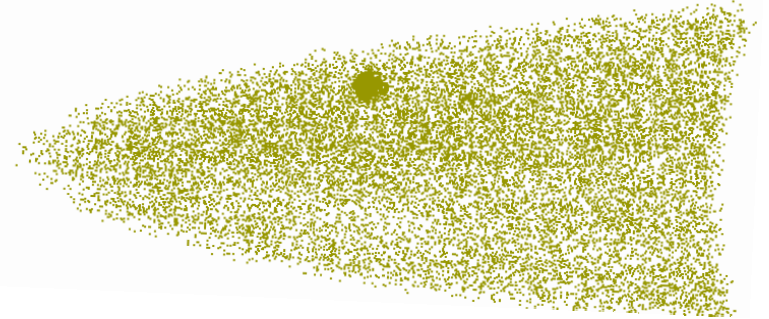
平均半径2.0nm

# 3D-AP観察 照射後焼鈍

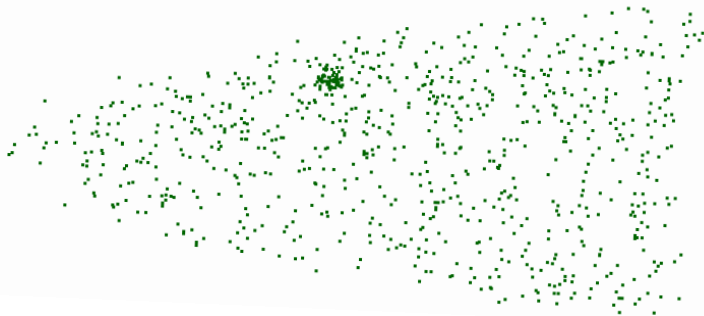
Cu



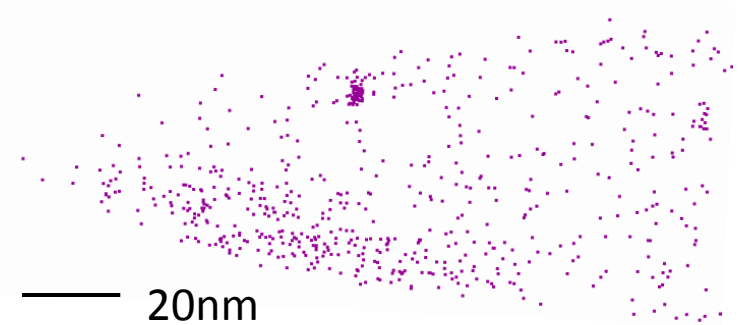
Mn



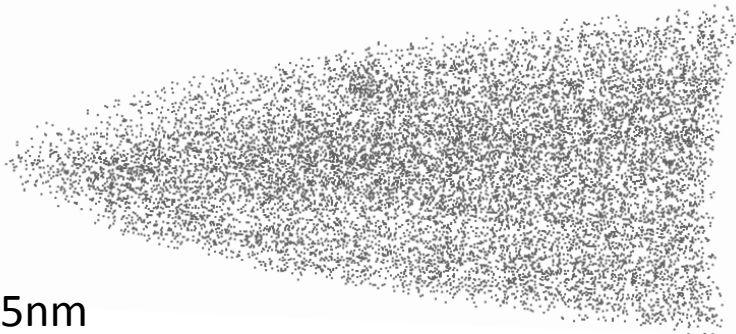
Ni



P



Si

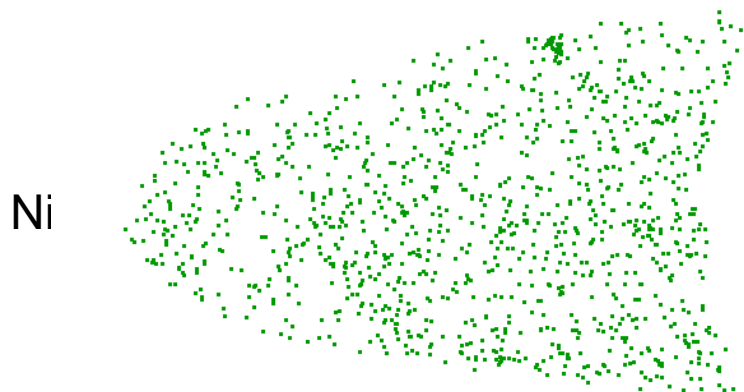
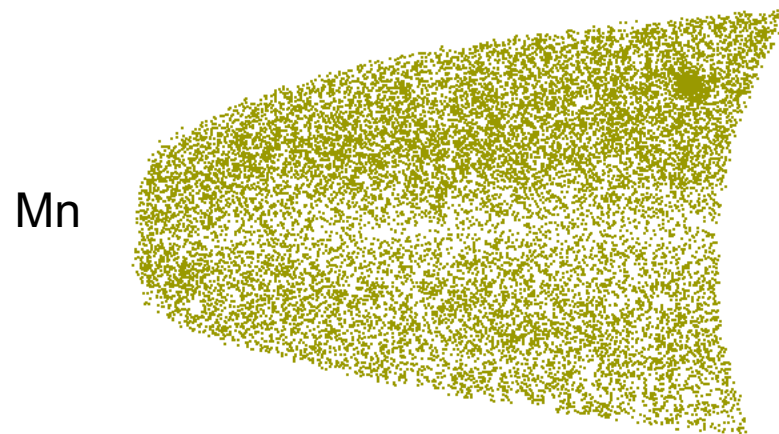
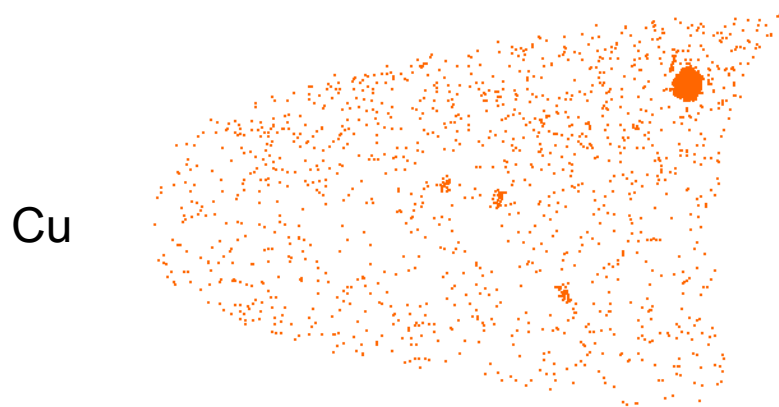


厚さ5nm

数密度  $2.2 \times 10^{22} / \text{m}^3$

平均半径2.6nm

# 3D-AP観察 再照射



厚さ5nm

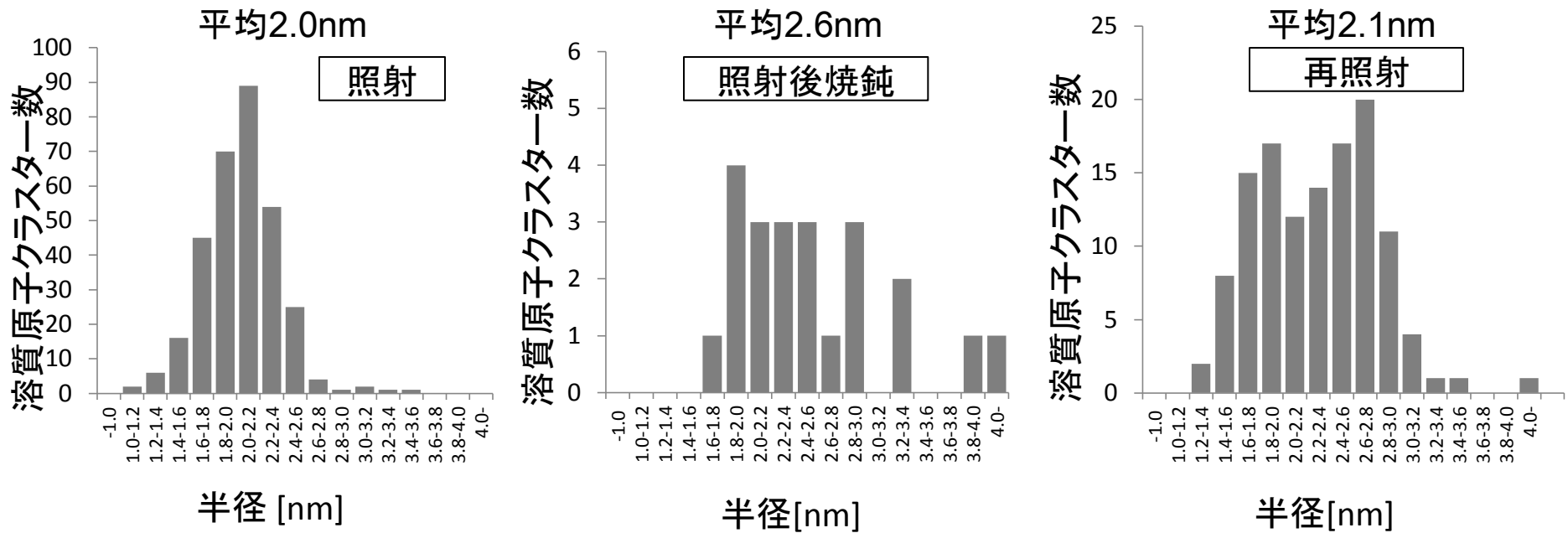
— 20nm

数密度  $6.3 \times 10^{22} / \text{m}^3$

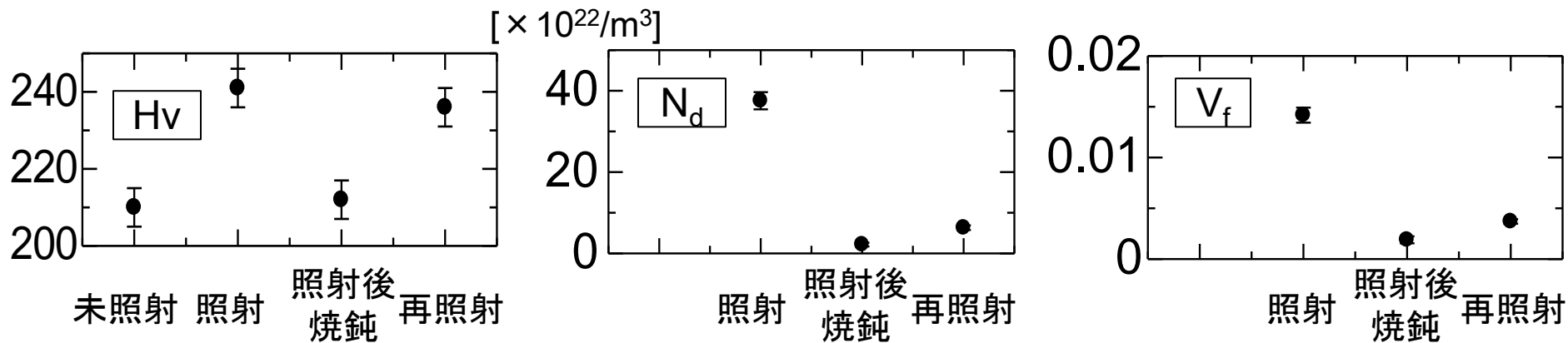
平均半径2.1nm

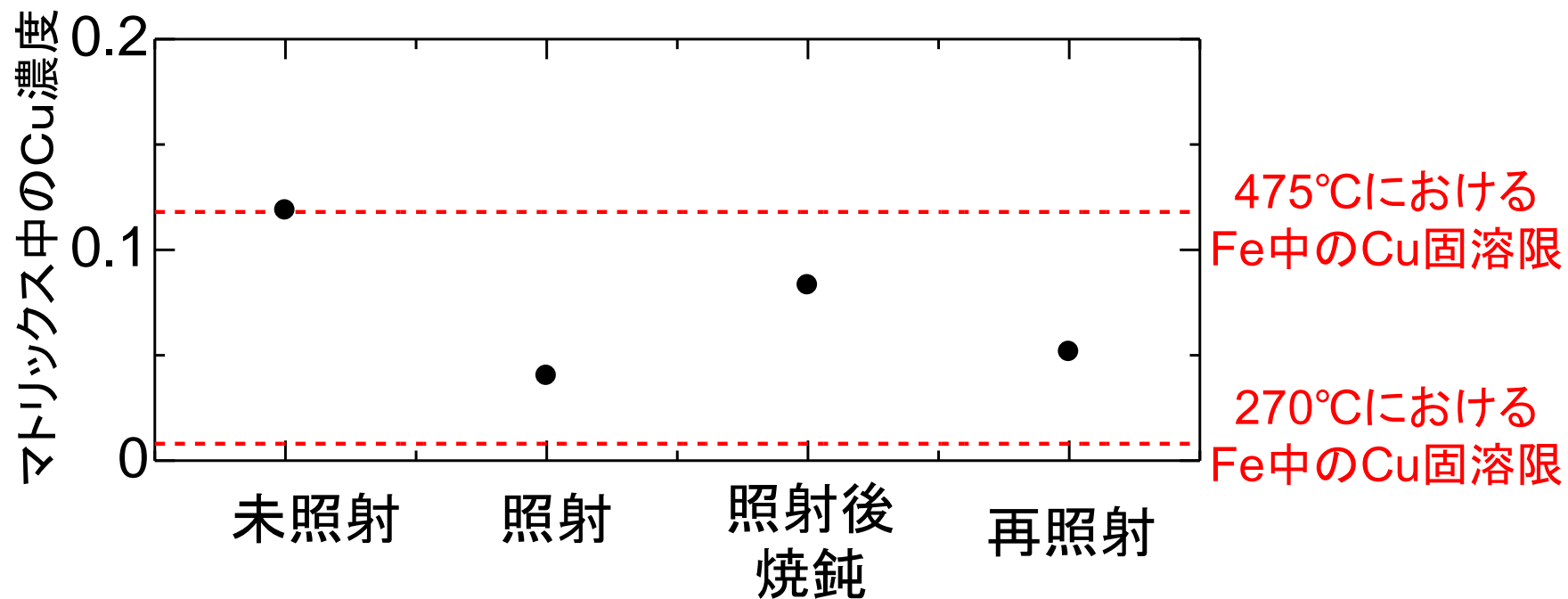


# 溶質原子クラスターの半径のヒストグラム



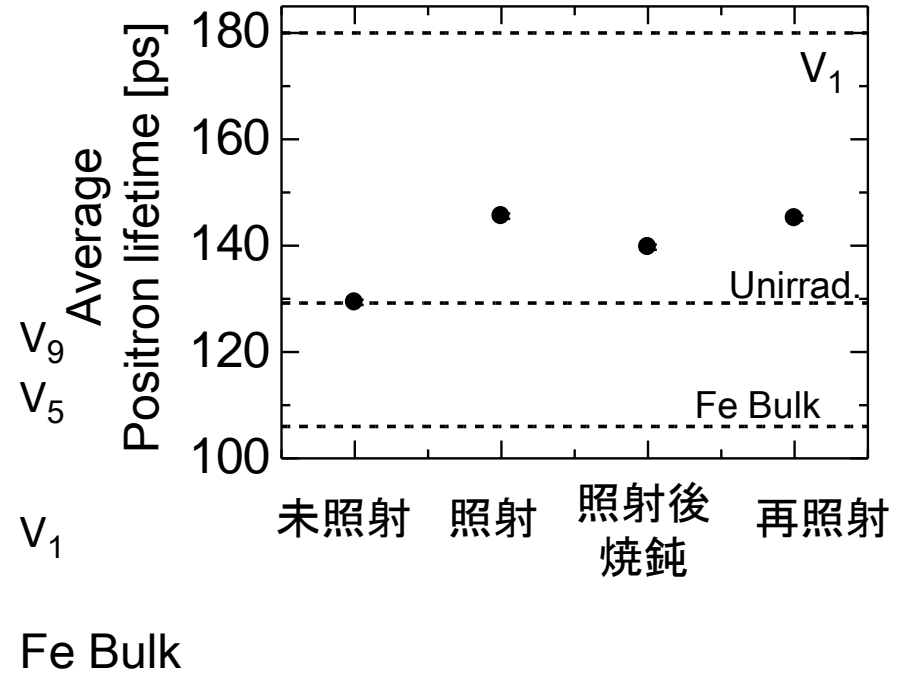
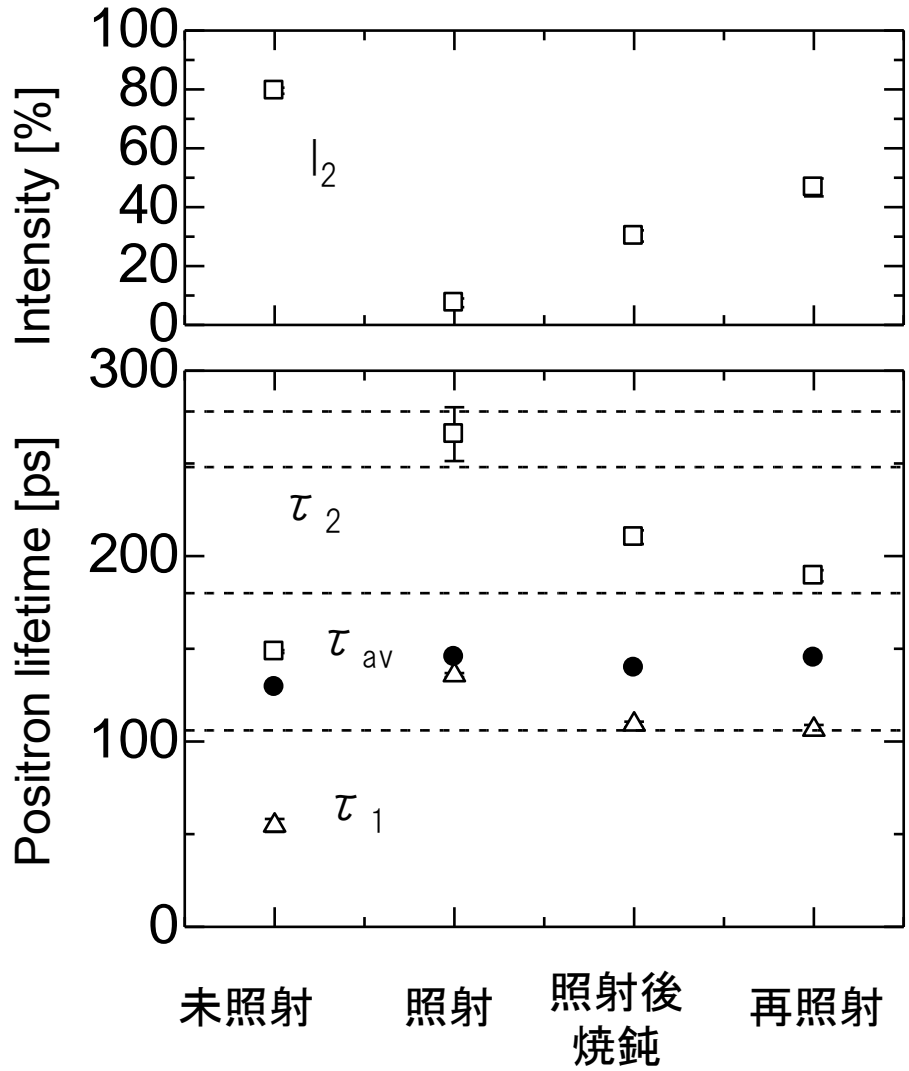
ビッカース微小硬度(Hv)、溶質原子クラスターの数密度( $N_d$ )、体積率( $V_f$ )





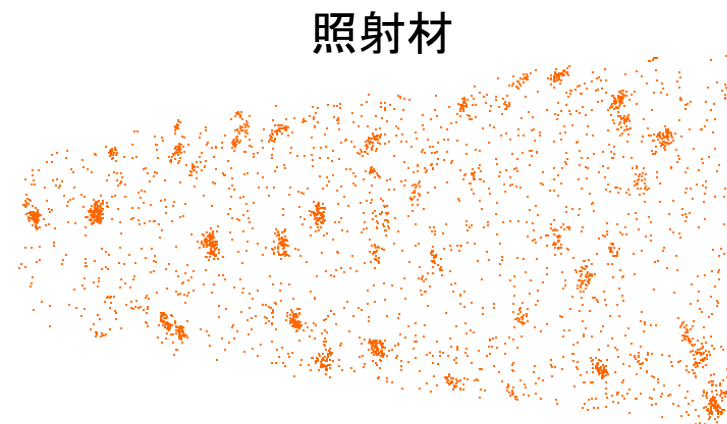
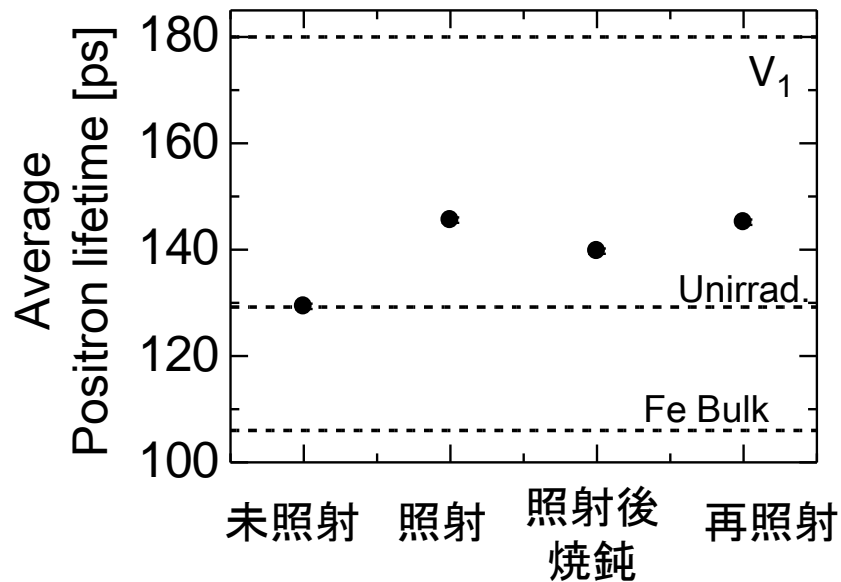
M. Perez, F. Perrard, V. Massardier, X. Kleber, A. Deschamps, H. De Monestrol, P. Pareige, G. Covarel, Phil. Mag. **85** 2197 (2005).

# Positron lifetime

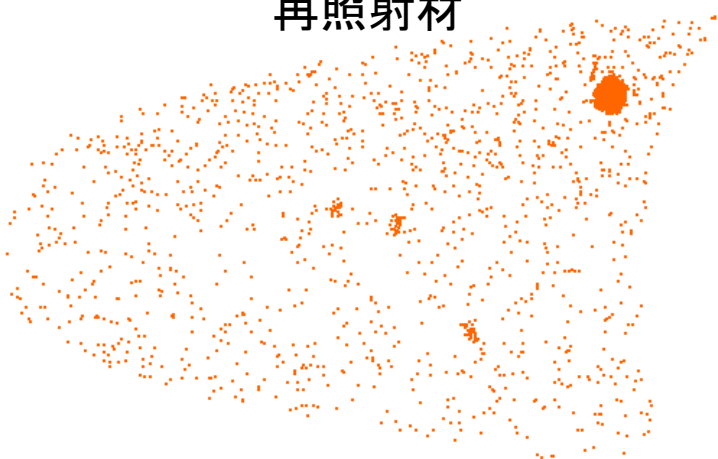


# Loviisa監視試験片(0.14Cu)

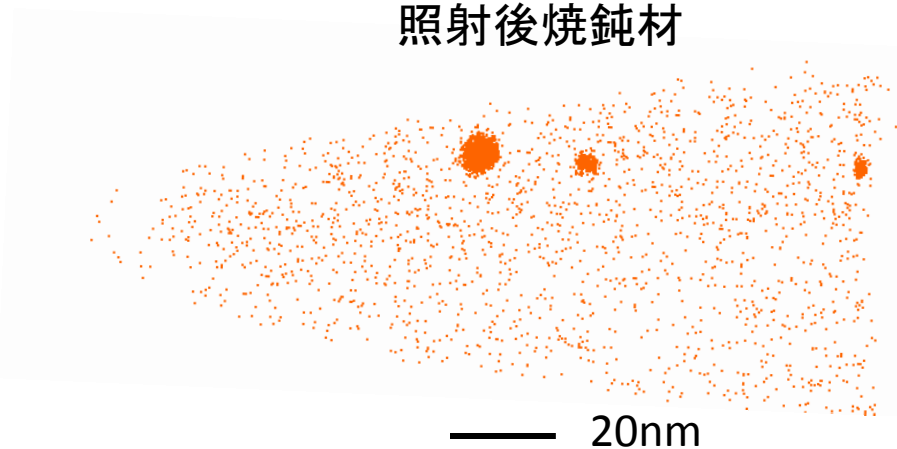
## 陽電子平均寿命の変化及び3D-APで観察したCuクラスターの変化



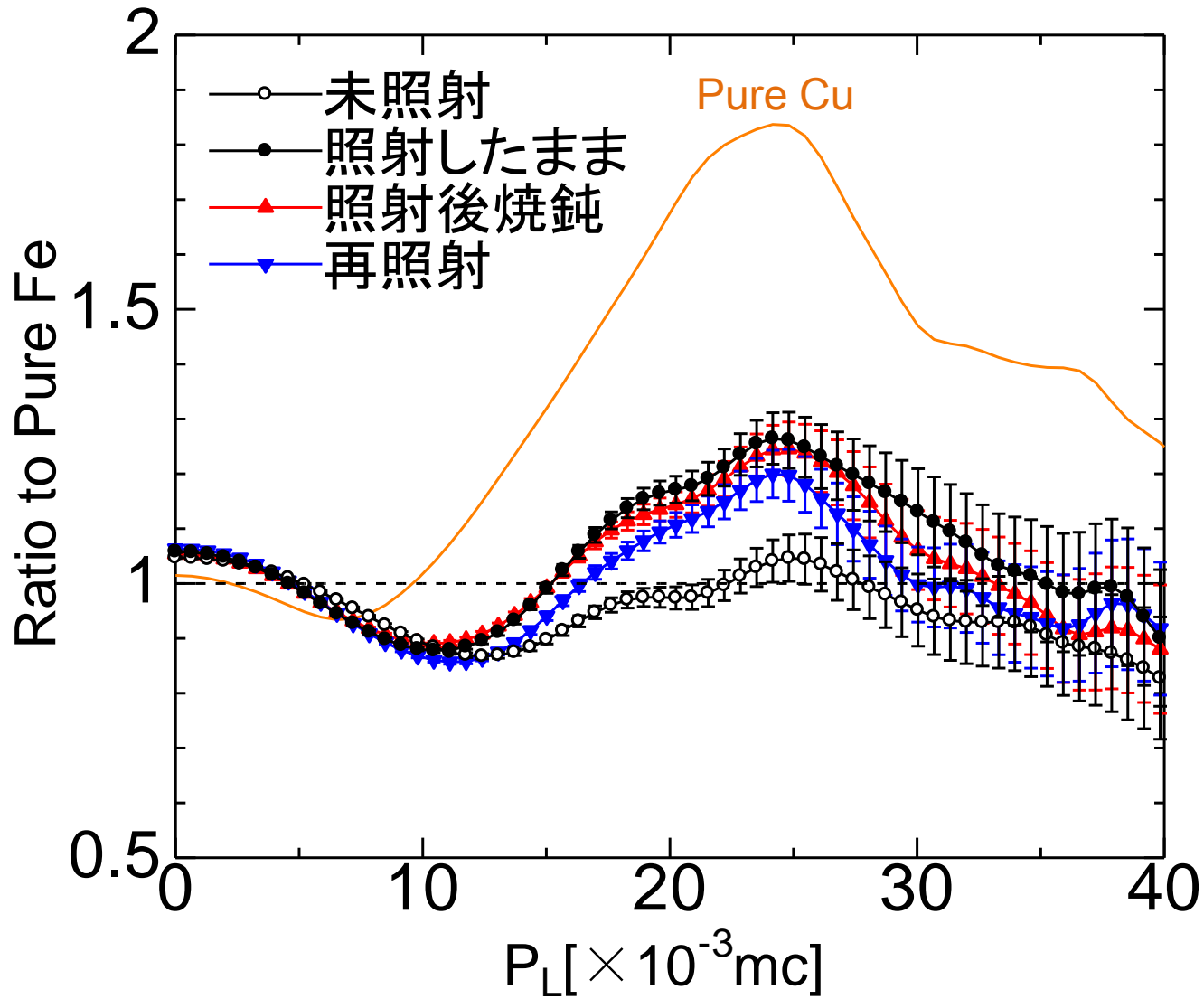
再照射材



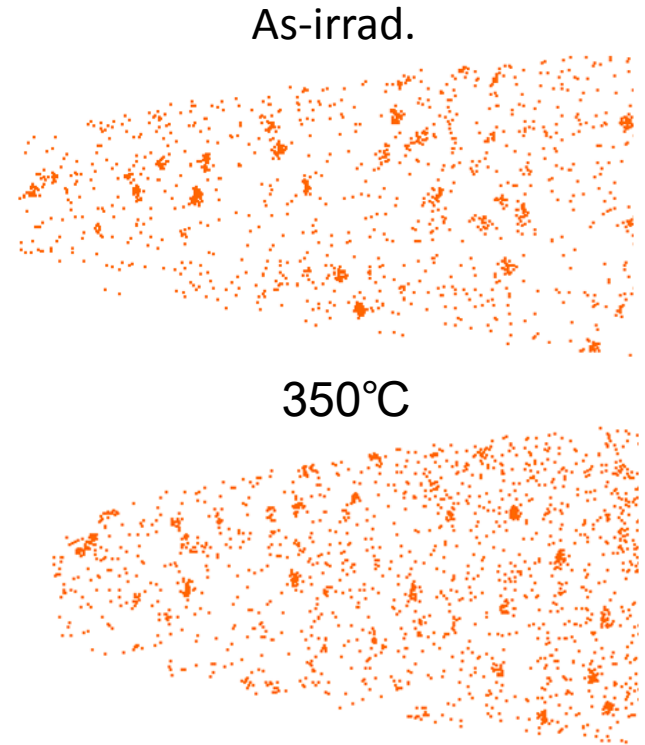
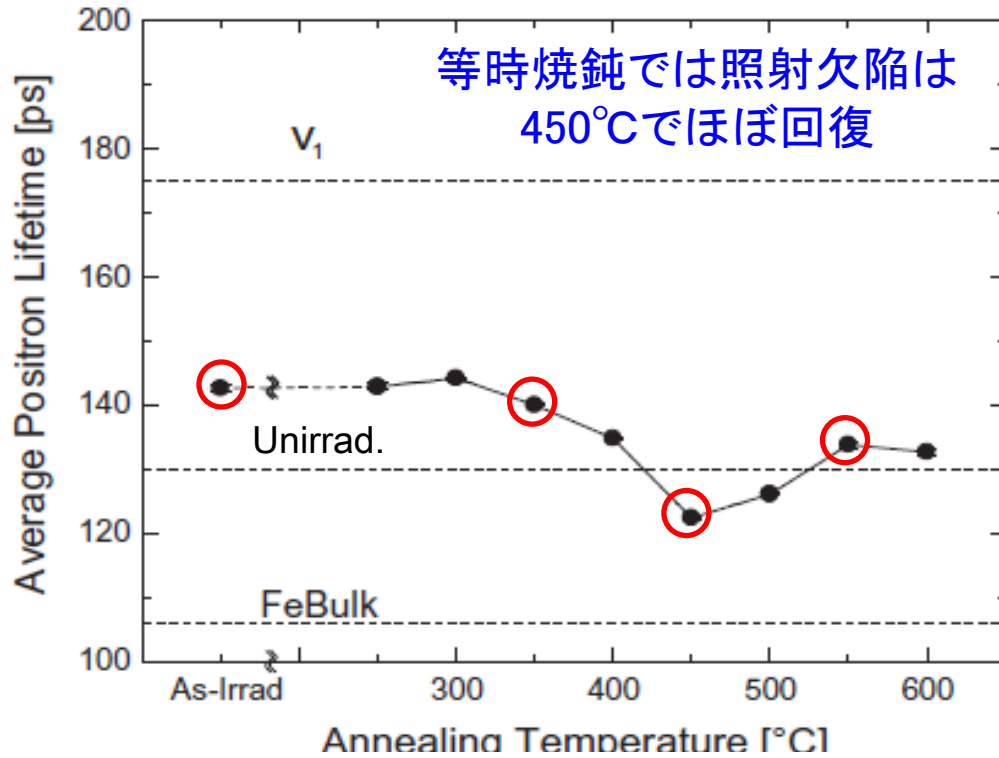
照射後焼鈍材



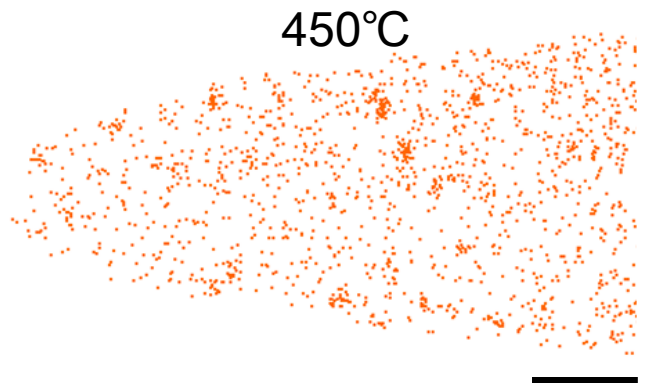
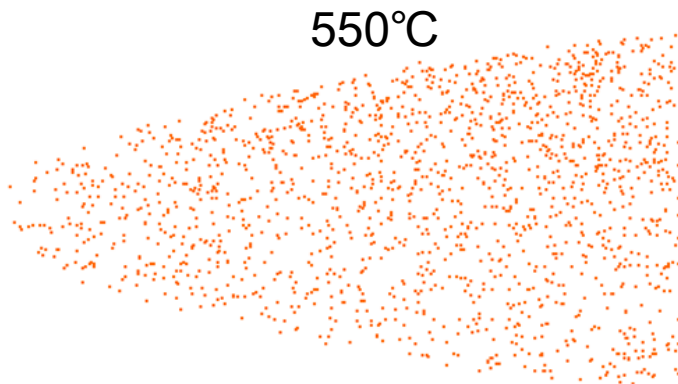
# CDB



JMTR照射( $3.9 \times 10^{19} \text{n/cm}^2$ )、A533B(0.16Cu) 30分等時焼鈍  
陽電子平均寿命の変化及び3D-APで観察したCuクラスターの変化



A. Kuramoto, T. Toyama, T. Takeuchi, Y. Nagai, M. Hasegawa, T. Yoshiie, Y. Nishiyama et al. / Journal of Nuclear Materials 425 (2012) 65–70



20nm

# まとめ

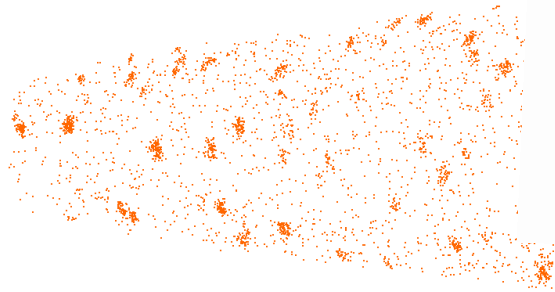
照射材



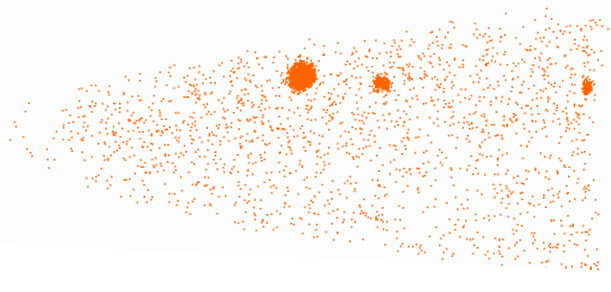
照射後焼鈍材



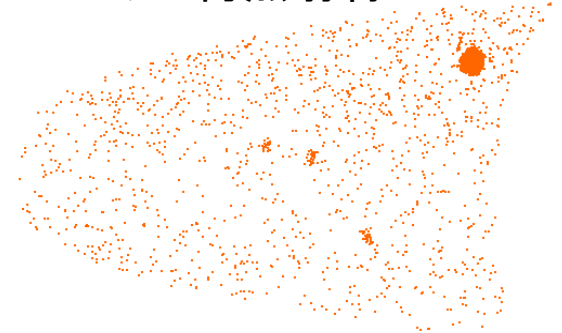
再照射材



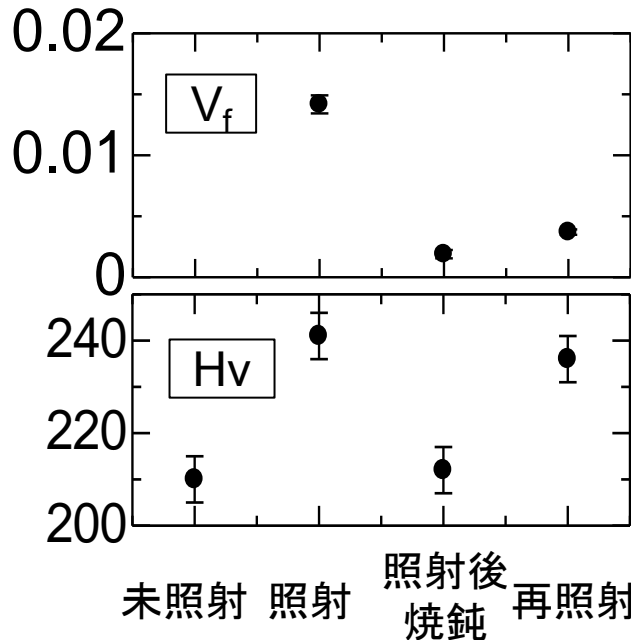
微細なCu富裕析出物



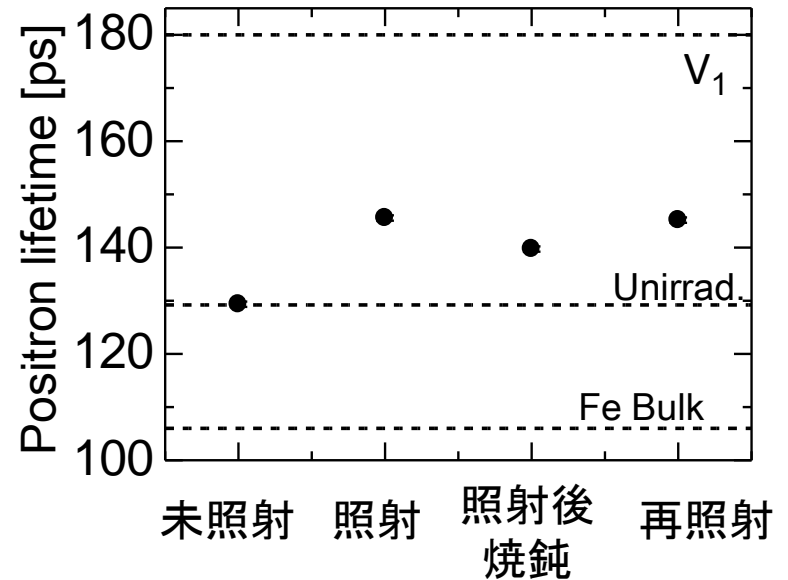
粗大化



粗大化した析出物  
+ 微細なCu富裕析出物



再照射後の硬化は  
Cu富裕析出物だけ  
では説明できない



# 東北大学 金属材料研究所 共同利用ワークショップのご案内

「より安全・安心な原子力のために材料  
研究ができることは何か？」

開催場所： 金属材料研究所 会議室

日時： 2012年11月8, 9日

特別講演(予定)： 北澤宏一先生

詳細は、後日ご連絡差し上げます。

広く、原子力および関連の材料研究者が集うワークショップです。

奮ってご参加ください。

旅費は100万弱を確保してあります(講演者、座長のみ)。

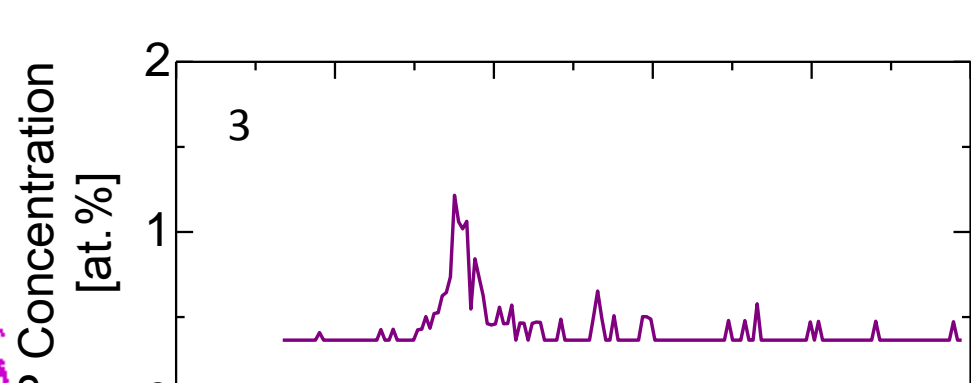
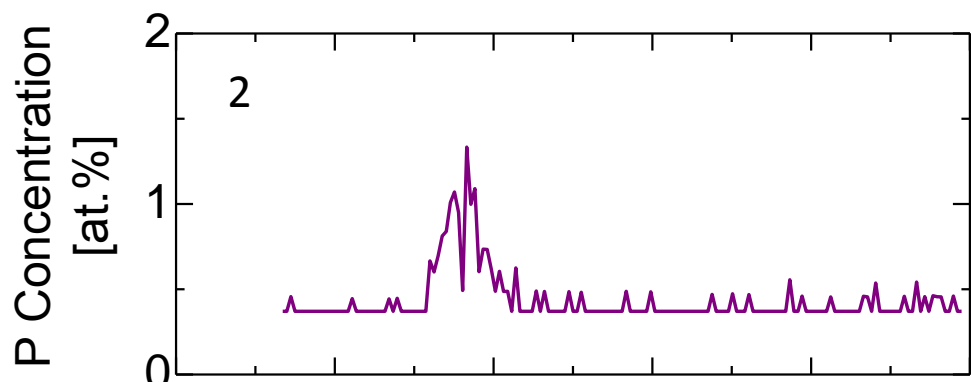
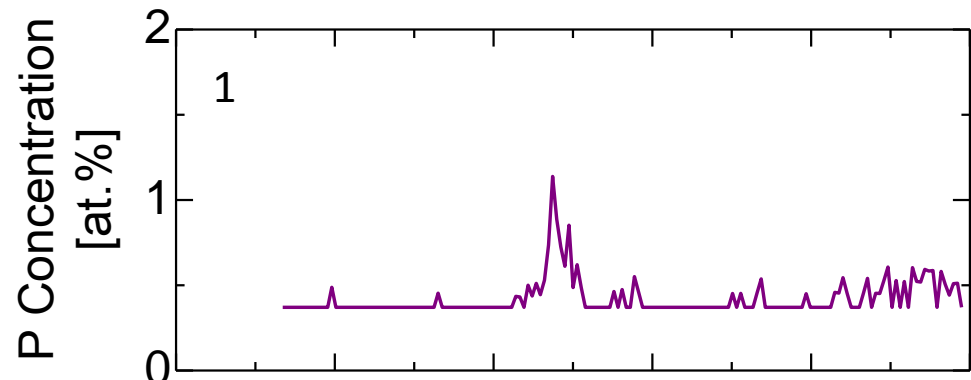
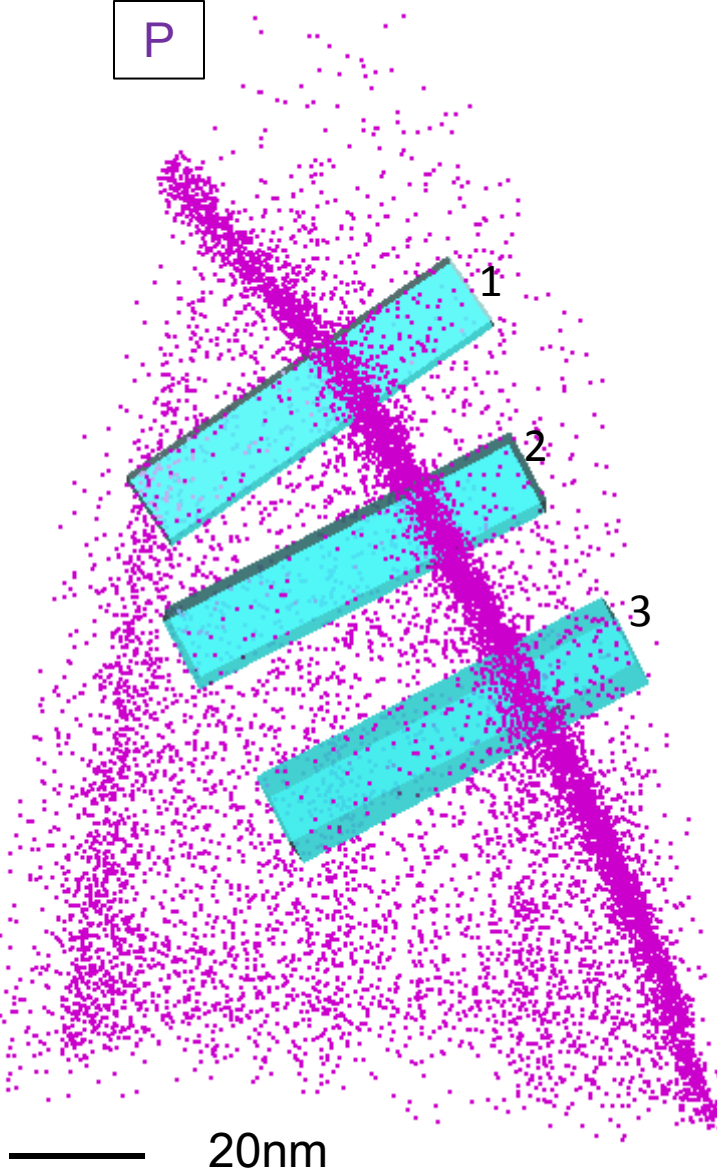




Unirrad

P

# Grain boundary segregation



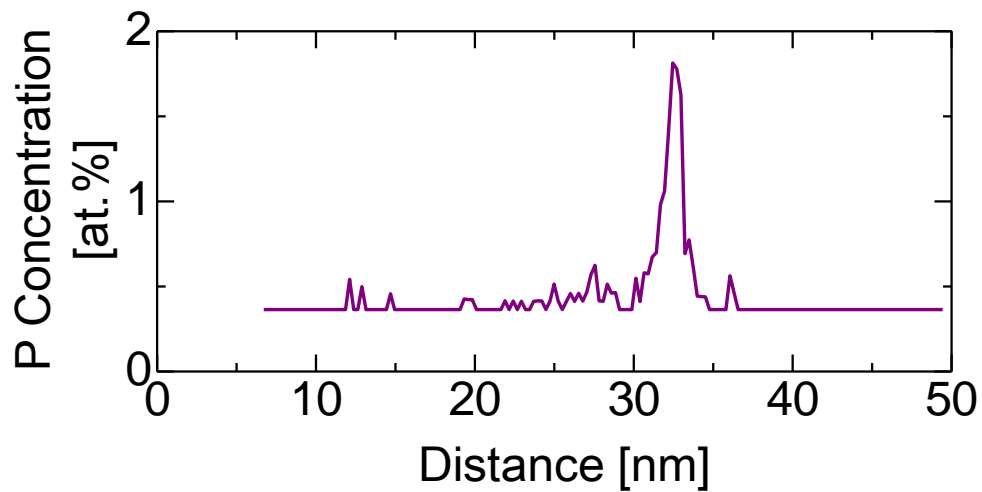
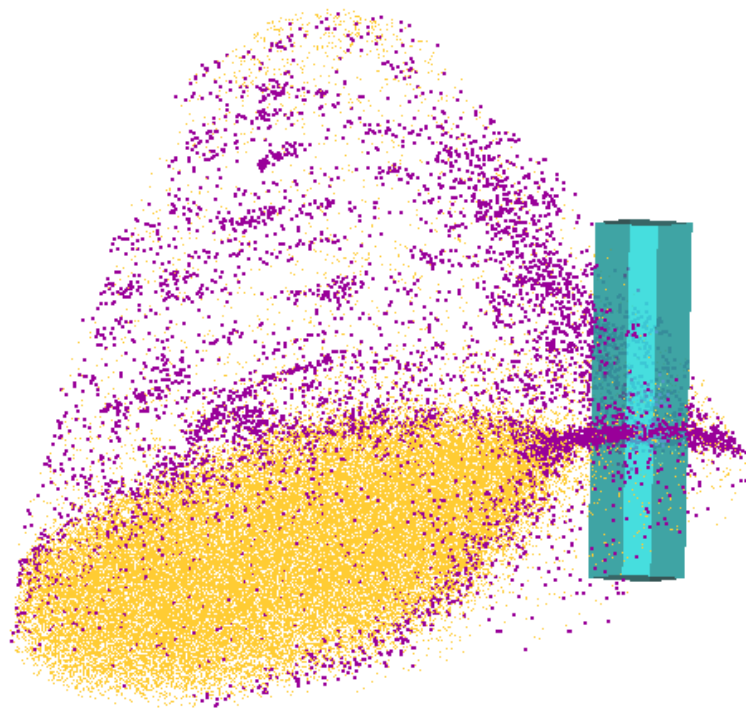
P Concentration [at. %]

Distance [nm]

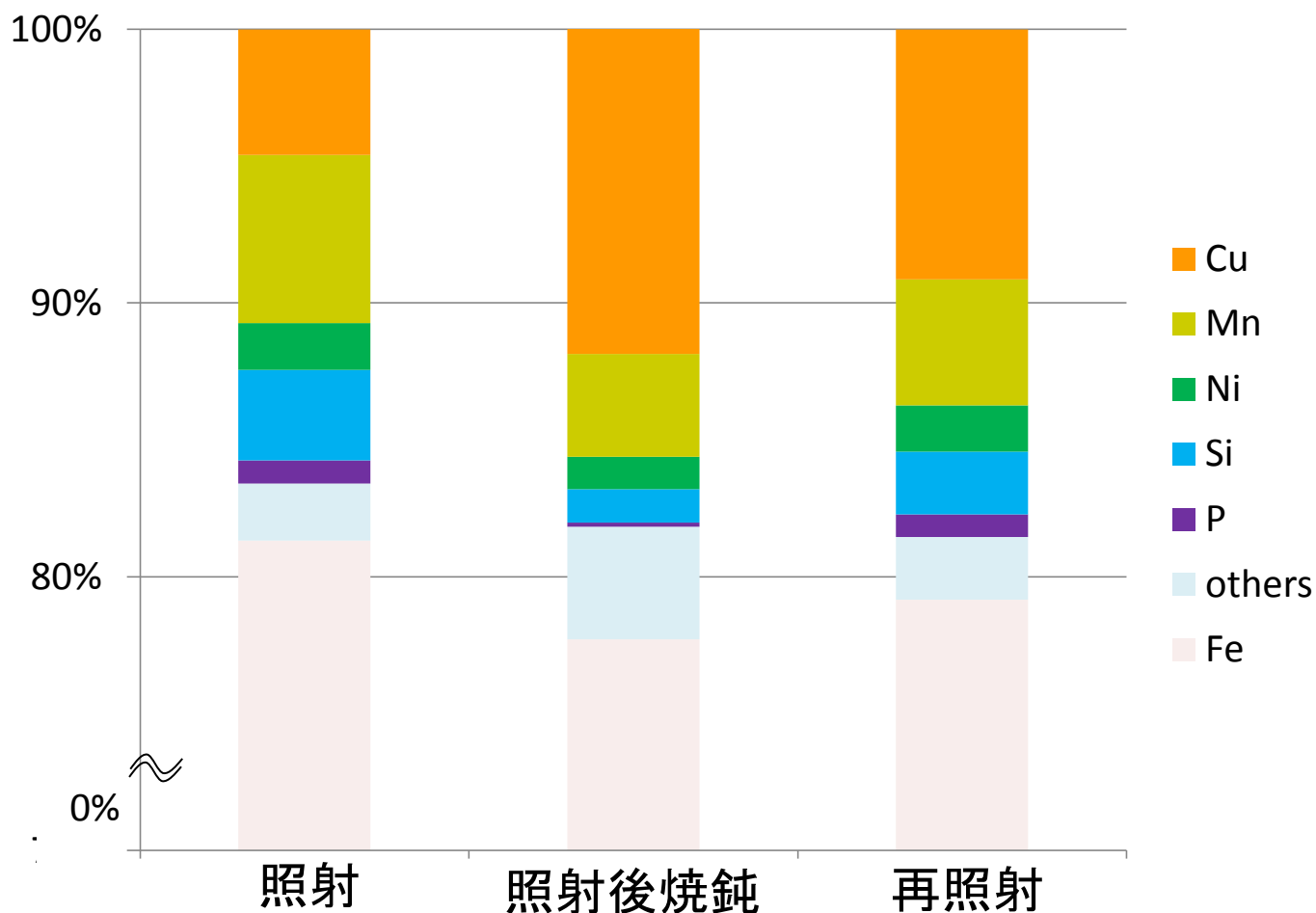
# Grain boundary segregation

I

P, C



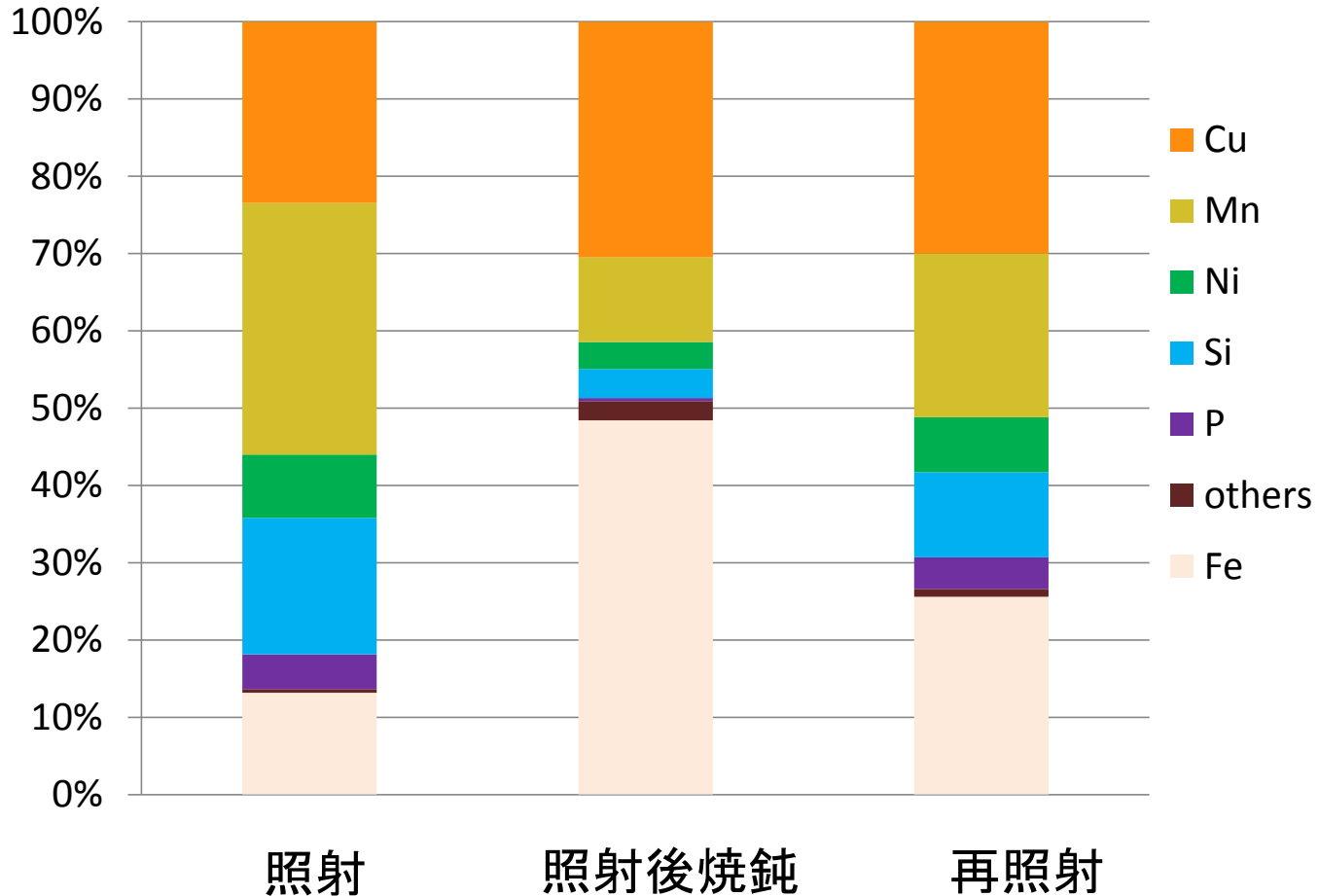
# Erosion法\*を用いた溶質原子クラスターの濃度解析



焼鈍により、Cu濃度が増加し、Si, Mn, Ni, Pが減少したことが分かる。

\*J.M.hyde, C.A.English, Mat. Res. Soc. Symp 650 R6.6.1 (2001)

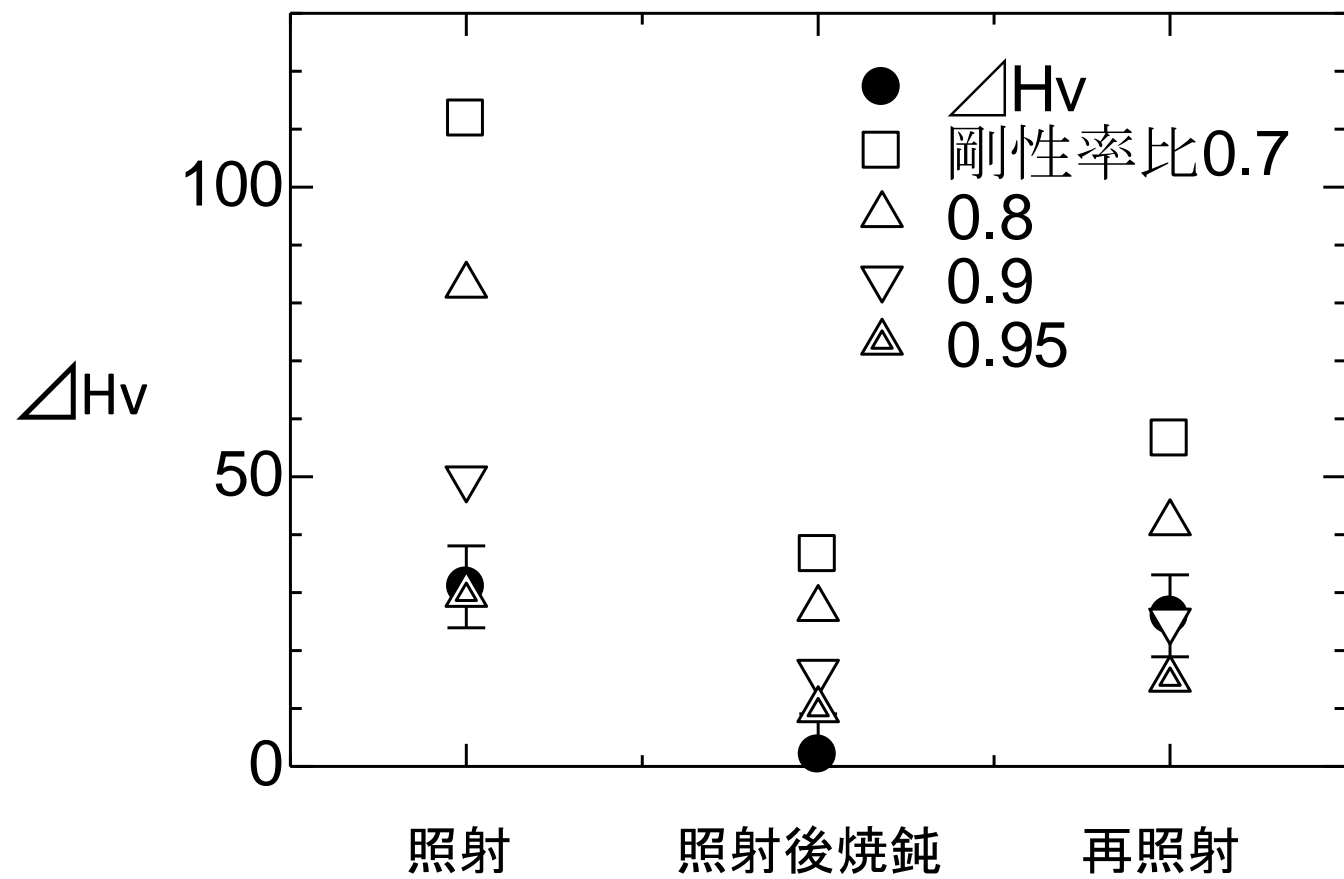
# Envelop法\*を用いた溶質原子クラスターの濃度解析



焼鈍により、Si, Mn, Ni, Pが減少したことが分かる。

\*M.K. Miller, Atom Probe Tomography, Kluwer Academic/Plenum Publishing, New York, 2000.

# Russell & Brownモデル\*を用いた硬化量( $\Delta H_v$ )の見積もり



\*K.C.Russell, L.M. Brown, Acta. Metall. **20** 969 (1972)

# Erosion法を用いた溶質原子クラスターの濃度解析

