

重照射した改良SUS316鋼における微細組織と 機械強度の相関



北海道大学大学院工学研究院

◎岡 弘、窪田 知宜、橋本 直幸 大貫 惣明



日本原子力研究開発機構 大洗研究開発センター

山下 真一郎

研究の背景

マルチスケールモデリングの観点から照射材料を見たとき、大きくは以下の2つの過程がある。

- ・ 照射欠陥クラスタの発達によるミクロ組織の変化を予測すること
- ・ ミクロ組織の変化から材料の機械的性質の変化を導出すること

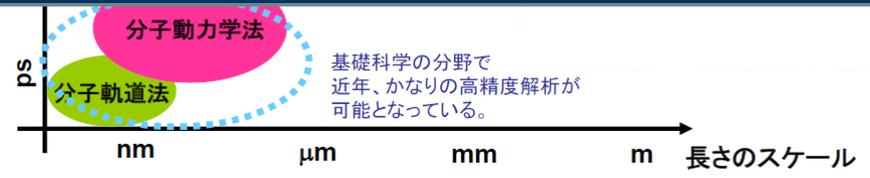
マルチスケールモデリングの概念 (第一原理計算から構造計算まで)

化学的な現象から、材料強度を予測する

この領域の研究は、工学的根拠

機械的性質変化のモデリング (圧力容器鋼における照射硬化の例)

高速炉燃料被覆管材料では、温度が広範なため、照射に伴う組織変化が多様かつ複雑となる（転位組織、多種類の析出物の形成状況の変化、転位ループ、ボイド等複数の照射欠陥クラスタ）ことから、先行例は殆どなく、学術的知見も非常に限定的である。



$$\Delta T_{MD} = \xi_{18} \cdot \sqrt{C_{MD}}$$

$\xi_1 \sim \xi_{18}$: one set of coefficients is determined.

$$\Delta T = \sqrt{(\Delta T_{SC})^2 + (\Delta T_{MD})^2}$$

Total shift is NOT a simple sum of the two contributions.

研究の目的

高速炉炉心材料の使用温度範囲における照射下強度特性変化と微細組織変化の相関関係をモデル化することを研究の目的とする。具体的には、PNC316の中性子照射後試験データ（強度および微細組織）の取得・整理、系統的かつ詳細な解析作業により、強度・組織相関のモデル化を実施する。

- ・ 照射挙動のモデル化を温度毎に分けて行い、照射後試験データとの照合によりモデルの妥当性を検討する。

PNC316被覆管の化学組成

■ 供試材の化学組成 (wt%)

化学成分[wt%]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
55MK	0.052	0.82	1.83	0.028	0.009	16.52	13.84	2.49
60MK	0.054	0.78	1.72	0.028	0.003	16.22	13.45	2.35
60MS	0.056	0.80	1.91	0.028	0.002	16.50	13.77	2.59
化学成分[wt%]	Co	B	N	Cu	Ti	V	Nb+Ta	
55MK	0.01	0.0031	0.003	0.01	0.080	0.01	0.079	
60MK	0.01	0.0039	0.009	0.04	0.078	0.01	0.080	
60MS	<0.01	0.0037	0.003	0.03	0.077	<0.01	0.091	

【熱処理条件】

55MK : 1080°C×1min. + CW20%

60MK : 1095°C×1min. + CW18%

60MS : 1080°C×1min. + CW20%

■ 中性子照射条件

Reactor/Rig	Dose ^{*)} (dpa)	Temp., °C
JOYO/CMIR	3.5-20.1 (17.5-100.5)	502 - 734

*) $\times 10^{26}n/m^2$ (E>0.1MeV)

■ 照射後試験

- ◆ 強度特性評価
(硬さ測定、引張試験)
- ◆ 組織安定性評価
(金相組織観察、TEM組織観察)

照射前後におけるPNC316の代表的TEM組織

As-received

■ 受入れまま材

- ・ 冷間加工による高密度の転位組織
- ・ 双晶を含む変形バンドあり

1 μ m

■ 低温照射材（500°C程度）

- ・ 高密度の転位組織、Frank loopのわずかな形成
- ・ 照射量増大に伴う析出物とポイド数密度の増大

■ 中温照射材（550~650°C程度）

- ・ 転位は回復傾向（高温・高照射量ほど低密度）
- ・ 照射温度上昇に伴う粒内・粒界析出、Voidの粗大化
- ・ 微細な針状析出物(Fe₂P)形成

■ 高温照射材（700°C以上）

- ・ 析出物の顕著な粗大化, 転位の回復, 結晶粒成長

83.5 dpa at 502°C

D.F.I.



100nm

1 μ m

101.0 dpa at 569°C

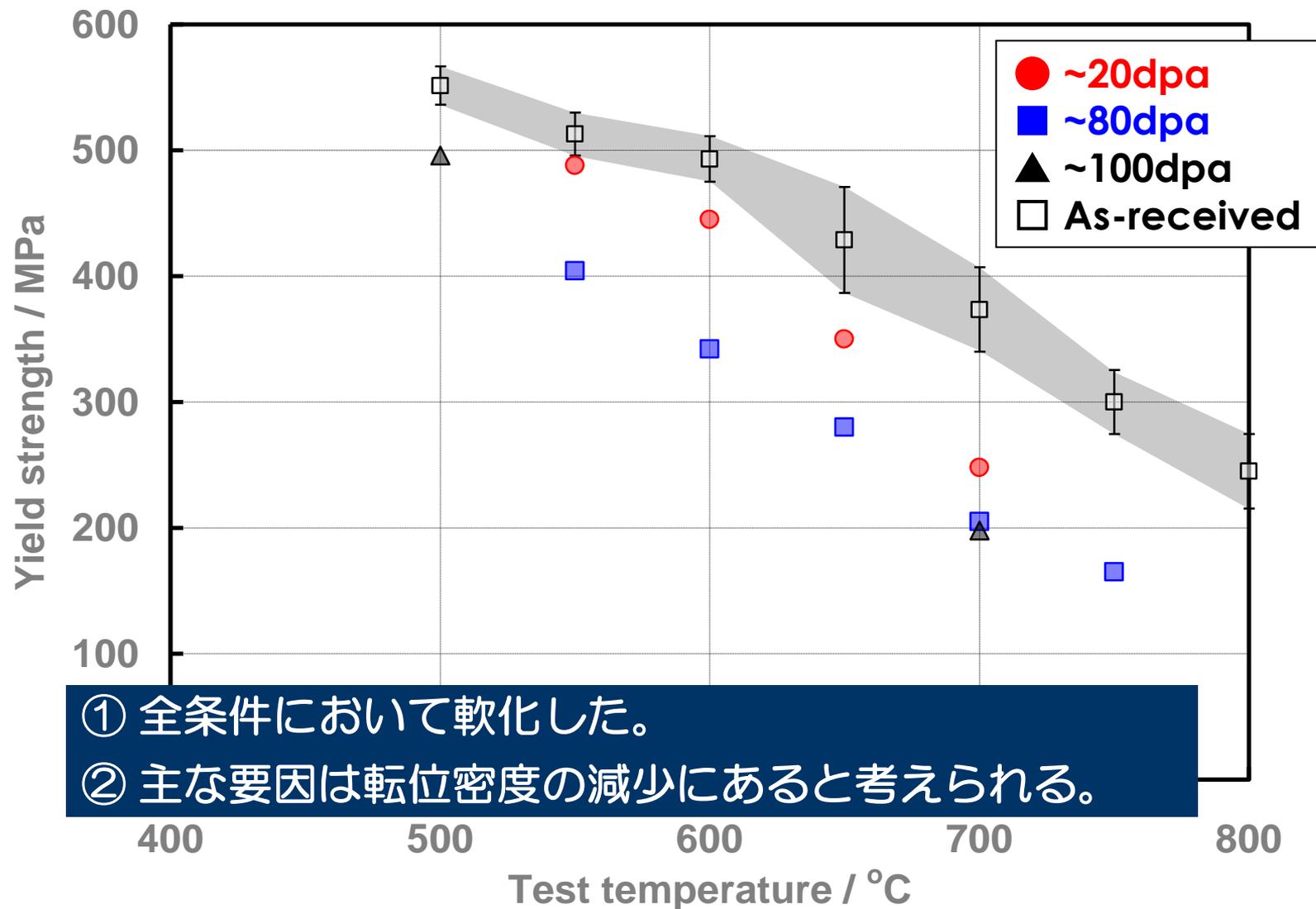
100nm

1 μ m

96.0 dpa at 628°C

1 μ m

照射温度と降伏強度の関係



強度・組織相関のモデル概要 (Orowanモデル)

Sum $\Delta\sigma_y = \Delta\sigma_p + \Delta\sigma_{needle} + \Delta\sigma_v + \Delta\sigma_d + \Delta\sigma_D$

Square-root of sum of squares $\Delta\sigma_y = \sqrt{(\Delta\sigma_p)^2 + (\Delta\sigma_{needle})^2 + (\Delta\sigma_v)^2} + \Delta\sigma_d + \Delta\sigma_D$

転位線

$$\Delta\sigma_d = M\alpha_2\mu b\sqrt{\rho_2} - M\alpha_1\mu b\sqrt{\rho_1}$$

結晶粒径 (Hall-petchの関係) $\Delta\sigma_D = k(d_2^{-\frac{1}{2}} - d_1^{-\frac{1}{2}})$

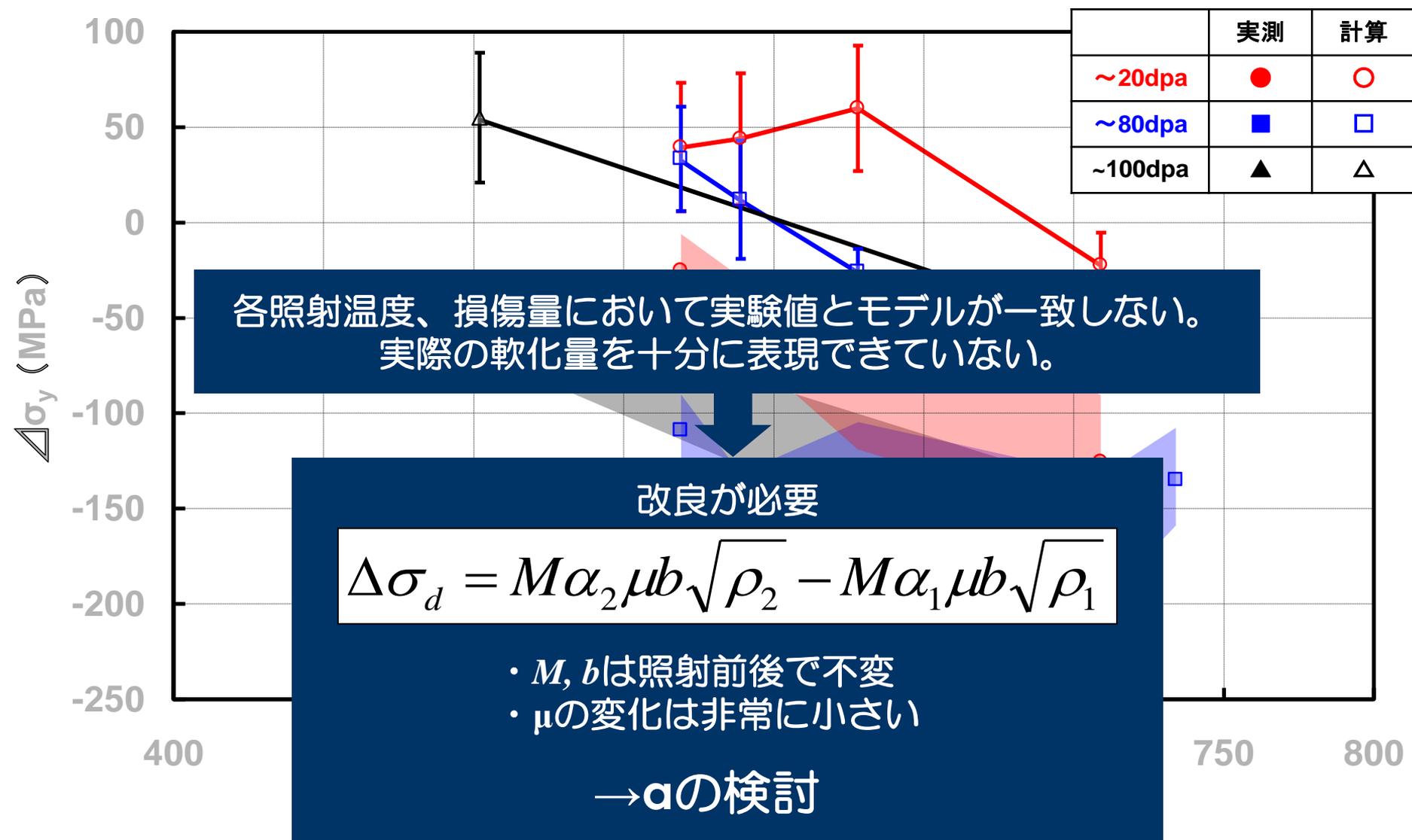
針状析出 (今回は短径を採用) $\Delta\sigma_{needle} = M\alpha\mu b(\sqrt{Nd})$

ボイド (今回は無視) $\Delta\sigma_v = M\alpha\mu b(\sqrt{Nd})$

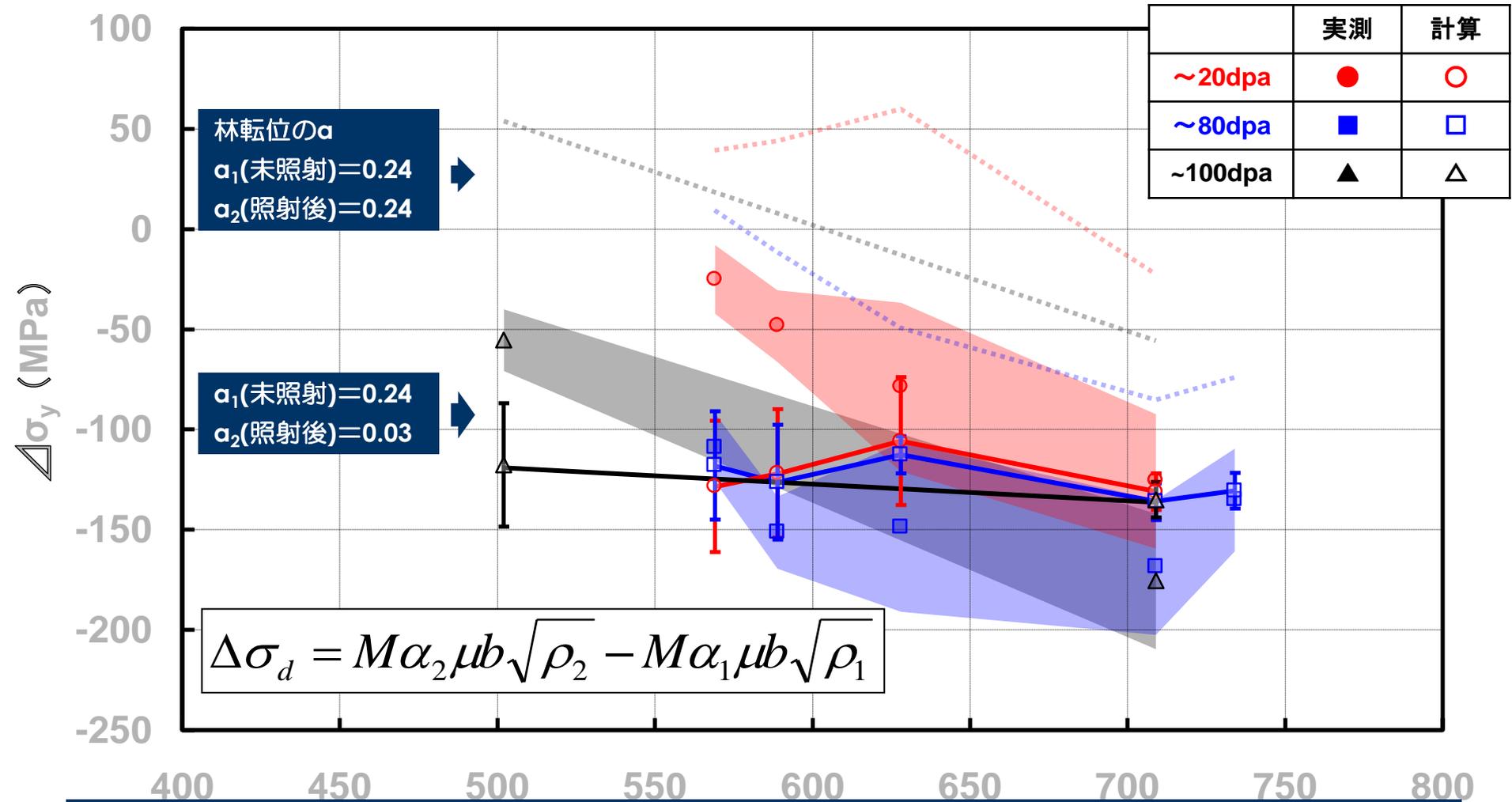
塊状析出 (今回は無視) $\Delta\sigma_p = M\alpha\mu b(\sqrt{Nd})$

.....

.....

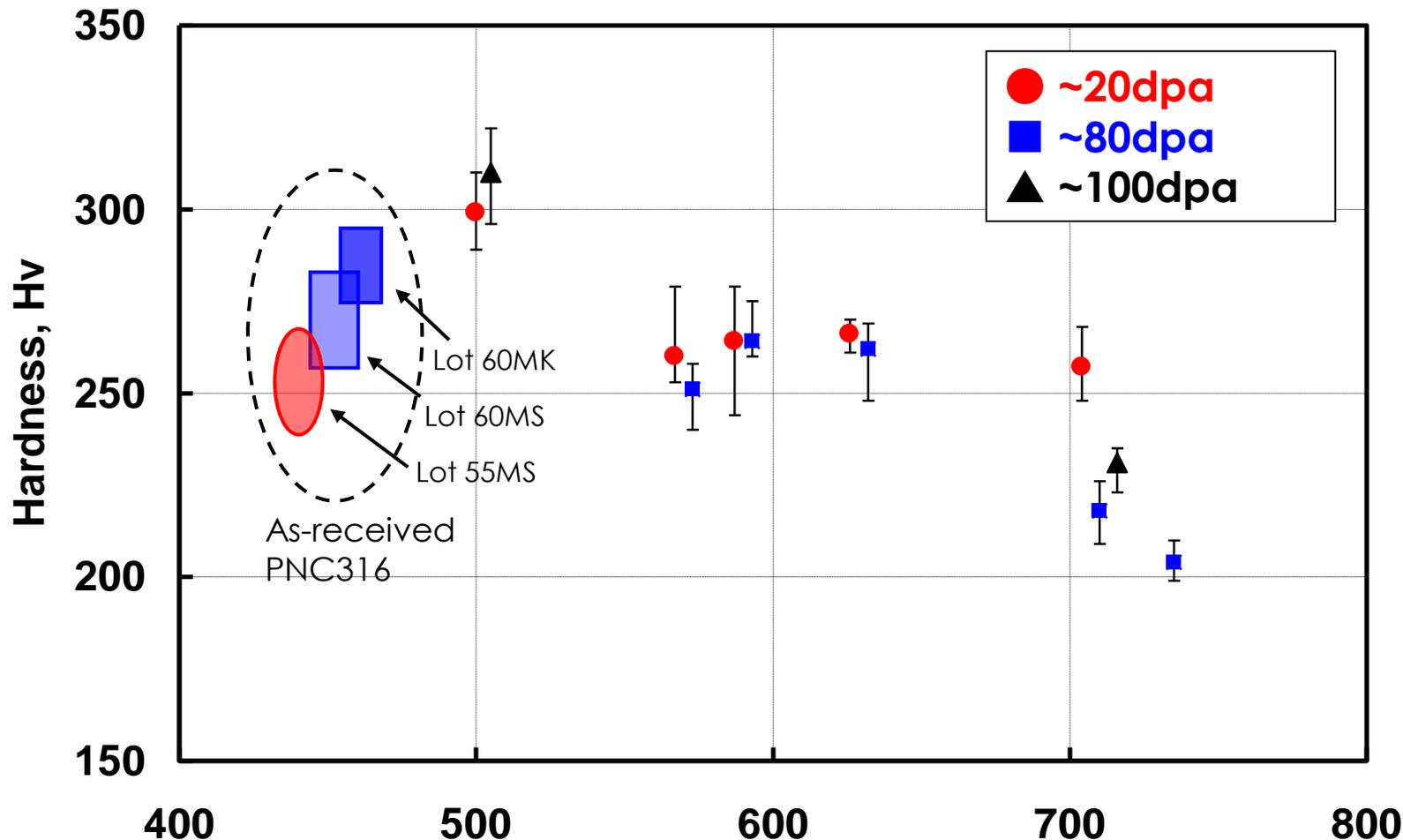
中性子照射材の実験値とモデルの比較 ($\Delta\sigma_y$ と温度)

中性子照射材の実験値とモデルの比較 (強度因子の考察)

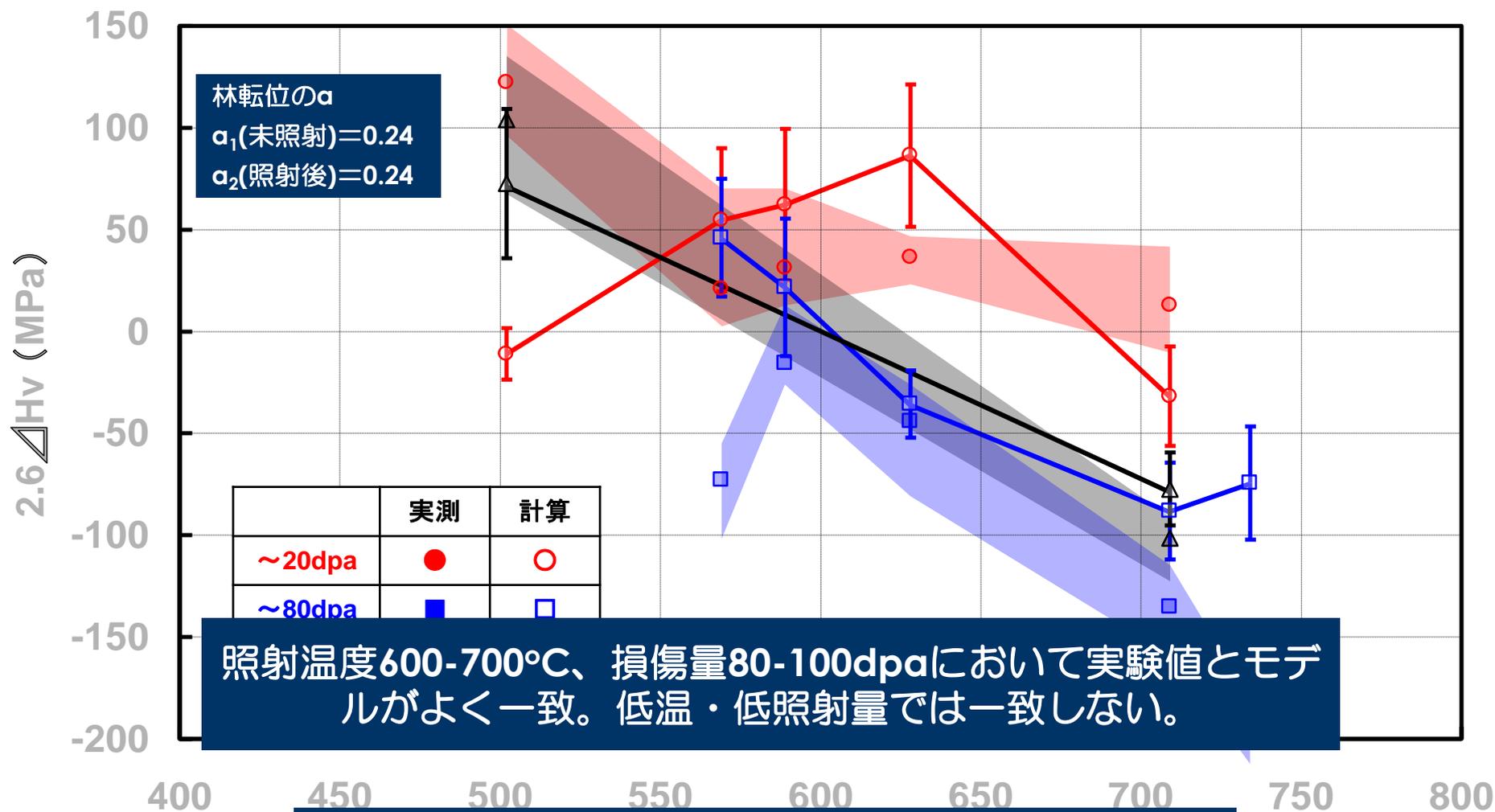


転位の強度因子 (α) が未照射、照射で変わる可能性を示唆している。

照射温度と硬さ ($T_{\text{test}} = \text{RT}$) の関係

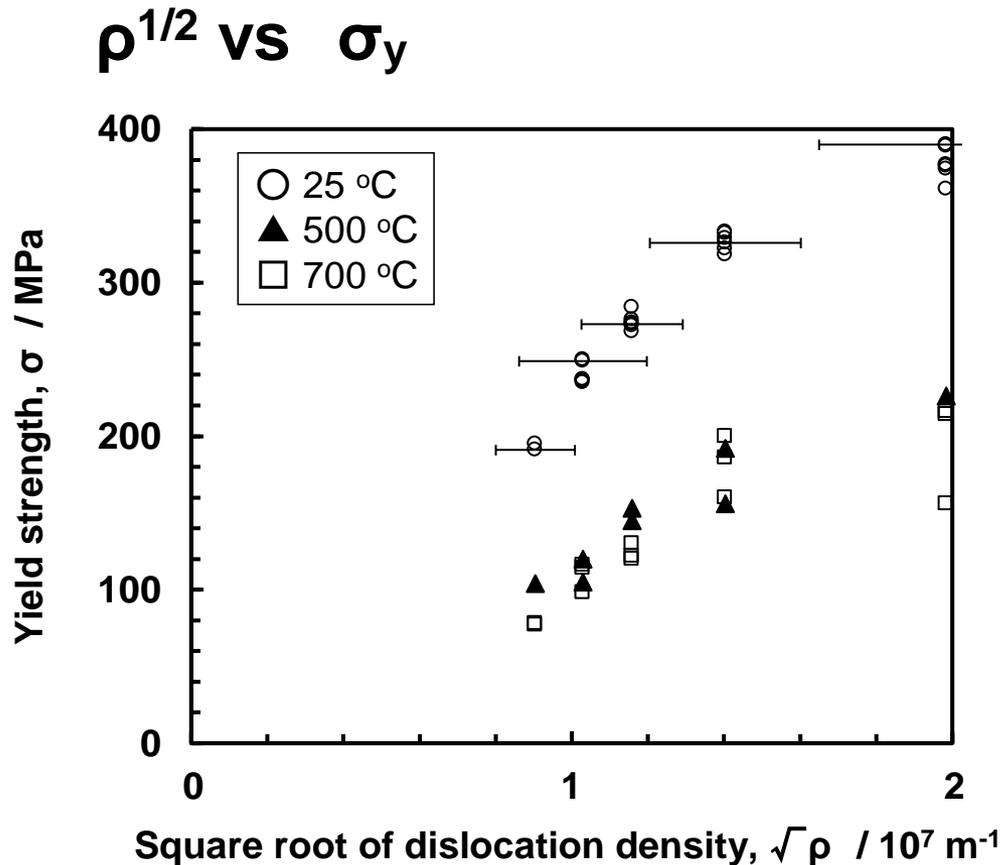


- ① 低温照射では硬化、中温照射ではやや軟化、高温照射では軟化した。
- ② 試験温度は室温である。

中性子照射材の実験値とモデルの比較 ($\Delta\sigma_y$ と温度)

転位の強度因子 α は試験温度に依存する？

冷間加工材 (PNC316) の転位密度と降伏応力の関係



Cold working ratio
0, 2.5, 5, 10, 15 %



5レベルの転位密度



25, 500, 700°Cでの降伏応力

Obstacle strengthen model

$$\sigma_y = \sigma_0 + M\alpha\mu b\sqrt{\rho}$$

σ ; yield strength

M ; Taylor factor, 3.06 *1

α ; barrier strength of obstacles

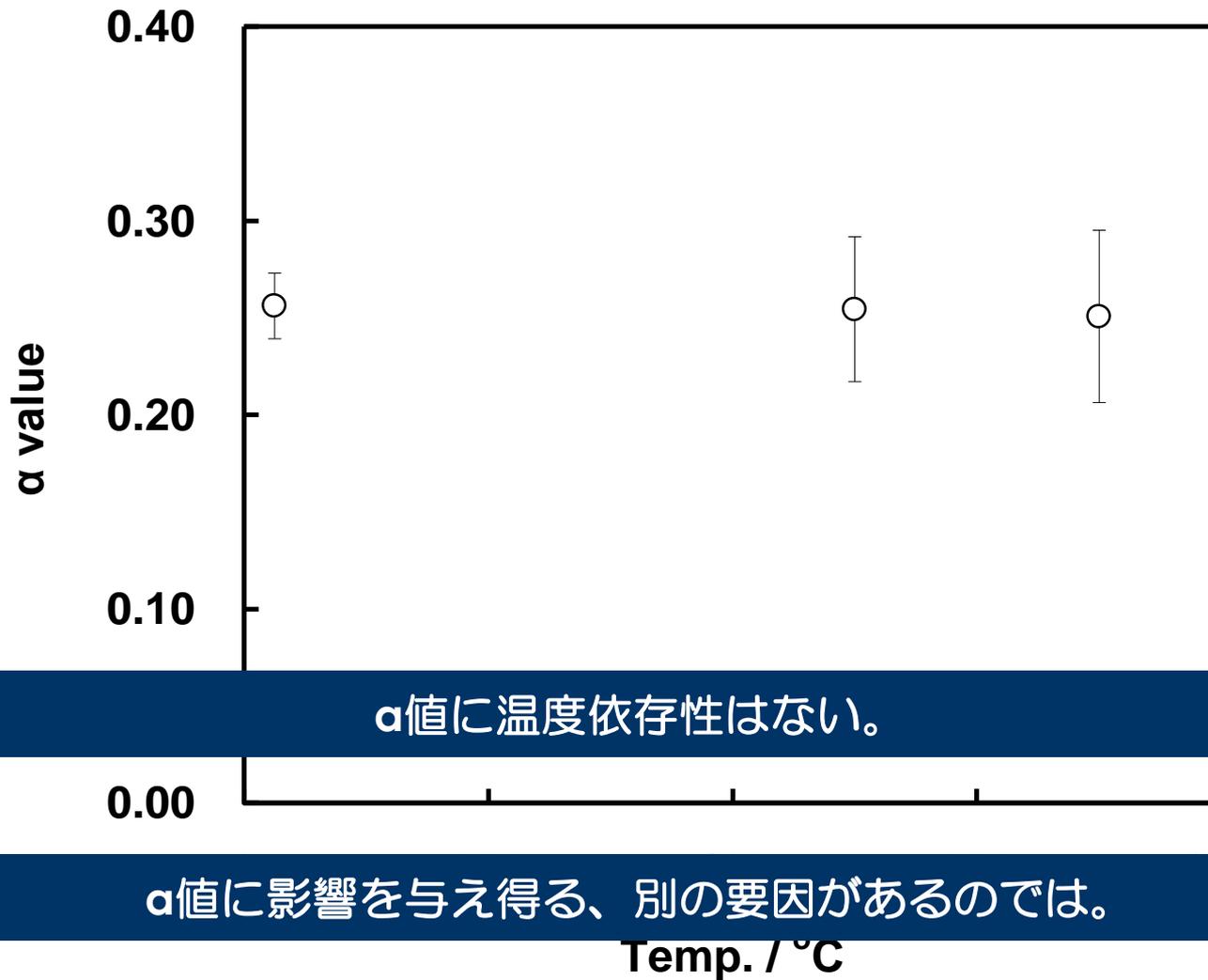
μ ; shear modulus of the matrix, 74 GPa *2

b ; Burger's vector of moving dislocation, 2.546 Å

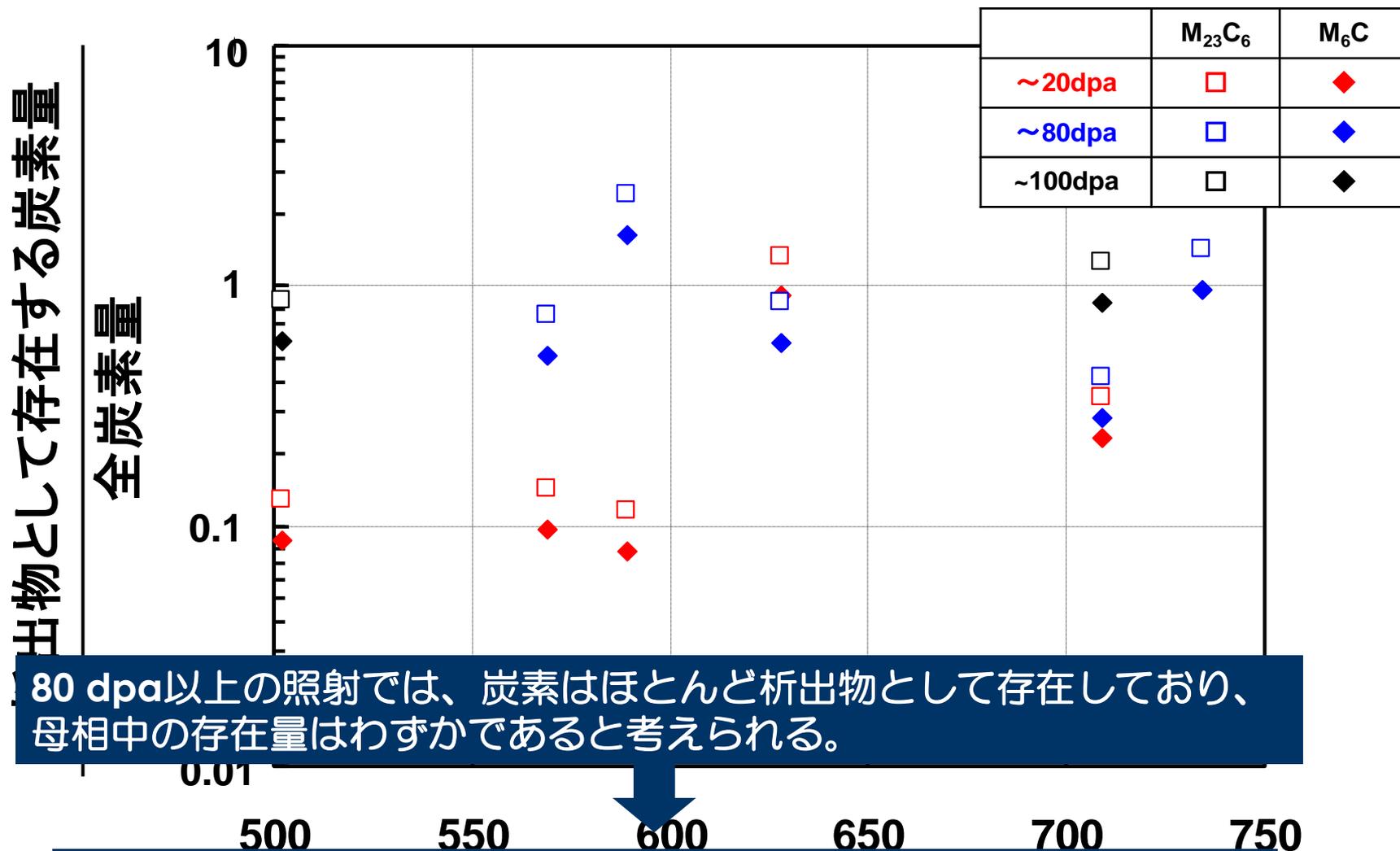
ρ ; dislocation density

*1; 加藤雅治 入門転位論 裳華房 *2; ステンレス鋼便覧 日刊工業新聞社

Bbarrier strength factor of obstacles, α , vs. Temp.



炭素固溶強化の喪失可能性 (アスペクト比1.0-1.5の析出を考慮)



80 dpa以上の照射では、炭素はほとんど析出物として存在しており、母相中の存在量はわずかであると考えられる。

炭素の固溶強化が失われている可能性。高温における固溶炭素量と α の関係解明が必要。

まとめ

■中性子照射データの豊富な改良SUS316鋼（PNC316鋼）を対象に、照射挙動のモデル化のための微細組織と機械強度のミクロ-マクロ相関評価を実施した。

- 微細組織は500°C近傍、550~650°C、650°Cの各温度域ごとに特徴づけられる。
- 本研究の照射条件では316鋼の降伏強度（ $T_{\text{test}}=T_{\text{irr.}}$ ）は低下した。硬さ（ $T_{\text{test}}=RT$ ）は高温照射にて低下した。
- 転位の強度因子 α が未照射、照射で変わる可能性が示唆された。
- 合金中の炭素は照射によってほぼ全て析出し、固溶強化への寄与を失うことが考えられる。
- 強度因子 α は温度依存しなかった。高温における固溶炭素量と α の関係を知る必要がある。

今後へ向けて（モデルの見直し）

	Solution hardening	Grain size	Dislocation	Small precipitate strengthening	Frank loop or black dot strengthening	Needle shape precipitate strengthening	Large precipitate strengthening	Void strengthening	...
$\sigma_{y,1}$	σ_{s1}	$kd_1^{-\frac{1}{2}}$	$M\alpha_{d1}\mu b\sqrt{\rho_1}$	$M\alpha_{sp}\mu b\sqrt{Nd}$	-	-	-	-	...
$\sigma_{y,2}$	σ_{s2}	$kd_2^{-\frac{1}{2}}$	$M\alpha_{d2}\mu b\sqrt{\rho_2}$	-	$M\alpha_{dc}\mu b\sqrt{Nd}$	$M\alpha_n\mu b\sqrt{Nd}$	$M\alpha_{lp}\mu b\sqrt{Nd}$	$M\alpha_v\mu b\sqrt{Nd}$...
$\Delta\sigma_y$	$\Delta\sigma_s$	$\Delta\sigma_D$	$\Delta\sigma_d$	$\Delta\sigma_{small\ precipitate}$	$\Delta\sigma_{defect\ cluster}$	$\Delta\sigma_{needle}$	$\Delta\sigma_{large\ precipitate}$	$\Delta\sigma_v$...

照射前 $\sigma_{y,1} = \sigma_P + \sigma_{s1} + kd_1^{-\frac{1}{2}} + M\alpha_{d1}\mu b\sqrt{\rho_1} + M\alpha_{sp}\mu b\sqrt{Nd} + \dots$

照射後 $\sigma_{y,2} = \sigma_P + \sigma_{s2} + kd_2^{-\frac{1}{2}} + M\alpha_{d2}\mu b\sqrt{\rho_2} + M\alpha_{dc}\mu b\sqrt{Nd} + M\alpha_n\mu b\sqrt{Nd} + \dots$

$$\Delta\sigma_y = \sigma_{y,2} - \sigma_{y,1}$$

■ 固溶強化量

■ 粒界強度の項 (再結晶粒界、析出を伴う粒界)

■ 固溶炭素の α への寄与

➡ 熱時効材の評価