

研究種目：若手研究（スタートアップ）

研究期間：2009～2010

課題番号：20860091

研究課題名（和文） ODS鋼の3次元元素分布解析による強化機構の解明

研究課題名（英文） The study on the strengthening mechanism of ODS steel by the analysis of 3D elemental distribution

研究代表者

野際 公宏 (KIMIHIRO NOGIWA)

独立行政法人 日本原子力研究開発機構・安全研究センター・研究員

研究者番号：80465989

研究成果の概要（和文）：酸化物分散強化型（ODS）鋼は、その優れた高温強度特性から、高速増殖炉炉心材料や核融合炉構造材料として有望視されている。この ODS 鋼の実用化に際して、安定した材料特性を得ることが課題となっており、微細組織と強度特性との関係の定量的な理解が重要となっている。とりわけ9Cr-ODS鋼においては残留 $\alpha$ 相と $\alpha'$ 相との2相化により、優れた高温強度特性を持つことがこれまでの研究により明らかとなっている。本研究では、透過電子顕微鏡による観察とレーザー補助3次元アトムプローブによる分析法を併用した実験評価により、ODS鋼の高温強度特性に対して重要な因子であるナノメートルサイズの酸化物分散粒子の分散状況の構造評価を行い、ODS鋼の強化機構を微細組織の観点から定量的に解明することを目的とした。この結果、各相とも酸化物粒子のサイズは約3nm以下と同程度であったが、数密度は $\delta$ 相の方が $\alpha'$ 相よりも4倍ほど多く、これらの結果は機械特性試験の結果ともよく一致するものであった。このことから、9Cr-ODS鋼の優れた高温強度特性は $\delta$ 相における酸化物粒子の高密度分散が寄与していることが、本研究におけるナノスケールの微細構造解析から明確に示された。

研究成果の概要（英文）：Oxide dispersion strengthened (ODS) steels have been considered as attractive candidate materials for fusion reactor blankets and advanced fast reactor fuel cladding tubes, owing to their excellent high-temperature mechanical properties and high swelling resistance. Understanding the quantitative interaction between oxide dispersion state and mechanical properties is important in clarifying the effects of manufacturing conditions. Previous studies have revealed that 9Cr-ODS steel has excellent high-temperature strength as a dual-phase steel consisting of residual- $\alpha$  ferrite and  $\alpha'$  martensite. Its superior mechanical property results from a high number density of small oxide particles dispersed in the matrix. In this study, we investigate the nanometer-scale microstructure of a ODS steel by atom probe tomography and TEM. It was revealed that the nonstoichiometric clusters have almost the same chemical composition and that their mean size was about 3 nm in each phase. On the other hand, the number density of the residual- $\alpha$  phase was about four times higher than that of the  $\alpha'$  phase. These results are in good agreement with those of mechanical property tests, and demonstrate that one reason for 9Cr-ODS steel having excellent high-temperature strength is the dense distribution of the oxide particles in the residual- $\alpha$  phase.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,330,000	399,000	1,729,000
2009年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,130,000	639,000	2,769,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：酸化物分散強化型鋼，3次元アトムプローブ，超短パルスレーザー

1. 研究開始当初の背景

酸化物分散強化型（ODS）鋼はその優れた高温強度特性から、高速増殖炉炉心材料や核融合炉構造材料として有望視されている。このODS鋼の実用化に際して、安定した材料特性を得ることが課題となっており、微細組織と強度特性との関係の定量的な理解が重要となっている。とりわけ高速増殖炉炉心材料として実用化が進められている2相9Cr-ODS鋼においては2相化により高温強度が向上することが明らかとなっており、各相における微細構造評価が望まれている。しかしながら、従来の透過電顕やX線回折といった手法では、微細組織が複雑であることや酸化物粒子が数nmオーダーと微小サイズであることから、各相ごとに酸化物粒子の分散状況を定量的に捉えるのは困難であった。

2. 研究の目的

高速増殖炉炉心材料として実用化研究が進められている2相9Cr-ODS鋼について、レーザー補助3次元アトムプローブおよび透過電子顕微鏡観察を併用し、それぞれの観察結果から得られる酸化物粒子およびナノクラスターの素性について明らかにする。また得られた微細構造に関する評価結果と機械的性質とを比較検討することにより、2相9Cr-ODS鋼における強化機構をナノスケールの微細組織構造から明らかにすることを目的とする。

3. 研究の方法

高速増殖炉炉心材料や核融合炉構造材料として有望視されているODS鋼について、3次元アトムプローブおよび透過電子顕微鏡

観察を併用した分析評価を行い、それぞれの観察結果から得られる酸化物粒子およびナノクラスターの素性について明らかにする。特に高速増殖炉用実用化研究が進められているODS鋼は、マルテンサイト( $\alpha'$ )相と残留フェライト( $\delta$ )相の2相鋼であるが、残留フェライト相の体積率が大きいほど高温強度特性が高いことが明らかとなっている。しかしながら、ODS鋼が持つ強い磁性や内部ひずみのため、各相における酸化物粒子の分散状況の定量評価は通常のTEM観察では困難であった。一方で、これまでに単相のODS鋼では、TEMと3次元アトムプローブのそれぞれの分析評価により観察される酸化物粒子とは素性が異なることが指摘されていた。本研究では3次元アトムプローブによる分析評価では、従来型の電圧パルスの代わりにレーザーパルスを用いることにより、分析成功率の向上を図る。また「TEM-3DAP供用試料ホルダー」を用いて、2相ODS鋼の分析評価を実施し、各相における酸化物粒子の分散状況から、ODS鋼における粒子硬化機構の定量的な検討を行った。

4. 研究成果

レーザー駆動3DAPにおけるレーザー照射条件の最適化を行うと共に、測定領域の相の判別方法についての検討を行った。本研究では、各相に含まれるクロム濃度が異なることに着目し、レーザー補助3DAPにより得られた分析結果について、クロム濃度により測定領域の相の判別が可能であることを確認した。これにより各相における酸化物粒子の

分散状況およびその組成構造などの情報を定量的に得ることが可能となった。

TEMにより観察される酸化物粒子の数密度は $10^{22}\text{m}^{-3}$ のオーダーであり、3次元アトムプローブによる分析結果と比較して2桁程度低いものであった。アトムプローブで検出される酸化物粒子の多くは非化学量論的な組成であり、母相の鉄を多く含むクラスター状のものであったことから、これらの酸化物粒子では通常のTEM観察では検出が困難であることが、両分析法による結果が異なる原因であると考えられる。

3DAPによる分析結果では、各相とも酸化物粒子のサイズは約3nm以下と同程度であったが、数密度は $\delta$ 相の方が $\alpha'$ 相よりも4倍ほど多く、これらの結果は機械特性試験の結果ともよく一致するものであった。このことから、9Cr-ODS鋼の優れた高温強度特性は $\delta$ 相における酸化物粒子の高密度分散が寄与していることが、本研究におけるナノスケールの微細構造解析から明確に示された。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

- ① K. Nogiwa, A. Nishimura, A. Yokoyama, S. Ohtsuka, T. Kaito, M. Inoue, T. Ohkubo, K. Hono, Characterization of the microstructure of dual-phase 9Cr-ODS steels using a laser-assisted 3D atom probe, J. Nucl. Mater., 査読有, To be published.
- ② 野際公宏, レーザー補助3次元アトムプローブによる酸化物分散強化型鋼の微細組織解析, 日本金属学会 会報「まてりあ」, 査読無, 47, 2008, pp.626-626

[学会発表] (計2件)

- ① K. Nogiwa, “Characterization of the microstructure of dual-phase 9Cr-ODS steels using a laser-assisted 3D atom probe, 14<sup>th</sup> International Conference on Fusion Reactor Materials, September 6-11, 2009, Sapporo, Japan.
- ② 野際公宏, “レーザー補助3DAPによる燃料被覆管用9Cr-ODS鋼のナノ組織解析”, 日本金属学会, 2009年3月29日, 東京工業大学, 岡山キャンパス

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

野際 公宏 (NOGIWA KIMIHIRO)