

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 10 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23760803

研究課題名(和文)ナノレベル表面構造解析による照射下微小き裂発生機構解明と予兆検知・対策技術の開発

研究課題名(英文)Clarification of crack initiation mechanism under irradiation and fatigue and development of method for detecting and lengthening initiation life by nano-level analysis of surface morphology

研究代表者

野上 修平 (NOGAMI, Shuhei)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：00431528

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円、(間接経費) 1,020,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、低放射化フェライト鋼とその溶接部を対象に、照射損傷と疲労損傷によるき裂発生機構を究明し、き裂発生の予兆検知指標の開発と、発生寿命延伸のための対策技術の構築を目的とした。き裂発生サイトは特定の部位には限定されず、旧オーステナイト粒界、パケット境界、ブロック境界、ブロック内部の下部構造に区分され、結晶粒内が大半であった。照射損傷により発生寿命は短くなったが、発生サイトやその割合に変化はなかった。照射損傷の有無にかかわらず、旧オーステナイト粒界によるき裂成長の抑制効果が見出され、結晶粒径最適化と粒界存在確率の調整により、粒径を超える微小き裂の発生が抑制できる可能性が示された。

研究成果の概要(英文)：The objective of this study is to clarify the crack initiation mechanism under irradiation and fatigue damages in the reduced activation ferritic steel and its weld, and to develop the index for detecting the crack initiation and the method for lengthening the initiation life. It was clarified that the crack initiation occurred at the prior austenitic grain boundary, the packet boundary, the block boundary, and the inside of the block structure. Most of the crack initiation was observed in the matrix. The irradiation damage induced the shortening of the initiation life. No change of the initiation sites and their ratio occurred due to the irradiation damage. The suppression of the crack growth by the prior austenitic grain boundary was clarified regardless of the irradiation damage. Based on this result, the fatigue crack initiation under the irradiation damage would be suppressed by the optimization of the grain size and the probability of the existence of the grain boundary.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・核融合学

キーワード：低放射化フェライト鋼 溶接部 疲労 照射損傷 微小き裂発生 表面構造

## 1. 研究開始当初の背景

### (1) 学術的背景

ブランケットなどの核融合炉機器は、中性子照射下において動的応力負荷を受けるため、疲労き裂などの損傷の発生が懸念される。しかし、これらの機器は頻繁に交換できないため、微小き裂などの損傷発生の予兆を事前に検知し、損傷発生を抑制するための予防保全対策を施すことが必要である。

### (2) 国内・国外の研究動向及び位置づけ

疲労下での微小き裂発生の起源としては、主として固執すべり帯と材料表面における入込み・突出しの形成が考えられており、例えば Man らによって、その機構が詳細に報告されている。よって、固執すべり帯と入込み・突出しの形成素過程を解析することにより、微小き裂発生条件が見出せる可能性があると考えられる。

### (3) 着想に至った経緯

先行研究において代表者は、加速器イオン照射により照射損傷を導入した SUS316L オーステナイトステンレス鋼を対象に、固執すべり帯と入込み・突出しの形成による表面の幾何学的構造変化と微小き裂発生との関係を調査した。その結果、照射材では、照射誘起粗大すべりによる変形の局所化が生じ、例えば個別のすべり線同士の間隔が非照射材とは全く異なるのにもかかわらず、微小き裂発生時の各き裂発生サイトにおける突出し量は照射の有無に関わらずほぼ同一の値であることを明らかにした。さらに、機械研磨と化学研磨を相補的に適用した再生研磨を微小き裂発生以前の段階で施すことにより、微小き裂発生寿命の延伸が可能であることを明らかにした。

よって、多様な条件下におけるナノレベル表面構造変化と微小き裂発生の機構についての学理を究明することにより、複雑な微細組織を有する核融合炉用低放射化鉄鋼材料とその溶接部の照射下での微小き裂発生の予兆検知指標が見出せ、さらに、表面構造や内部組織に応じた再生研磨とすることにより発生寿命の延伸が可能であると考え、本研究の着想に至った。

## 2. 研究の目的

本研究では、核融合炉用低放射化鉄鋼材料とその溶接部を対象に、照射と動的応力負荷によるナノレベル表面構造変化と微小き裂発生の機構に関する学理を究明し、微小き裂発生の予兆検知に適用可能な指標の開発と、発生寿命延伸のための対策技術の構築を目的とした。

## 3. 研究の方法

本研究では、供試材として、日本原子力研究開発機構から提供を受けた低放射化フェライト鋼 F82H-IEA と、その電子ビーム溶接

材を使用した。ASTM intercept counting 法により測定した F82H-IEA の平均旧オーステナイト粒の結晶粒度は約 3.7 であり、粒径は約 100  $\mu\text{m}$  であった。

イオン照射実験は、東北大学ダイナミトロン加速器を用いて実施した。イオンは加速エネルギー 2 MeV のプロトン、照射損傷量は 0.5 dpa、照射温度は 250°C であった。既往研究における低放射化フェライト鋼の照射硬化量のはじき出し損傷量依存性を調査した結果、照射温度が 150~300°C の条件で照射試験を行った場合、30 dpa までは与えた照射量の対数に比例して照射硬化が生じることが明らかになった。本研究で行ったプロトン照射実験においても、従来の中性子照射後の結果と同様の照射硬化が生じたことから、試験片に対し適切に照射損傷が導入されたことが確認された。

本研究では、(株)インテスコ社製の電気モータ駆動式疲労試験機を用いて、室温大気中において、全ひずみ範囲 1.0%、ひずみ速度 0.01%/sec の条件で低サイクル疲労試験を行った。試験途中において逐次中断し、試験片表面の観察およびき裂長さなどの計測を実施した。観察および計測には、光学顕微鏡、走査電子顕微鏡 (SEM)、走査電子顕微鏡に付属する電子後方散乱回折装置 (EBSD) などを使用した。

## 4. 研究成果

### (1) 非照射材におけるき裂発生挙動

図 1 に、F82H-IEA 非照射材における微小き裂発生挙動の観察結果の一例および発生サイトの比率を示す。非照射材では、疲労寿命 (約 3000 サイクル) の約 20% 程度において、表面き裂長さが 10~30  $\mu\text{m}$  程度の疲労き裂の発生が観察された。また、発生したき裂近傍の領域を EBSD により解析することにより、発生サイトがそれぞれ旧オーステナイト粒界、パケット境界、ブロック境界、ブロック内部の下部構造の 4 つのサイトであることが同定された。それぞれの発生割合は旧オーステナイト粒界が約 9.5%、パケット境界が約 7.5%、ブロック境界が約 39%、ブロック内部が約 44% となり、全体の約 90% が結晶粒内の各構造および境界であることが分かった。この要因として、低放射化フェライト鋼を含む bcc 金属においては、引張圧縮繰返し負荷に伴う結晶粒内でのすべりが複雑になることにより、き裂発生に及ぼす試験温度やひずみ速度の影響が大きくなることが考えられる。本研究では室温大気中において比較的ひずみ速度が遅い条件で試験を行ったため、結晶粒内でのき裂の発生が多くなったと考えられる。

以上の結果により、低放射化フェライト鋼の非照射材におけるき裂発生サイトは、組織中の特定の部位には限定されることが明らかになった。

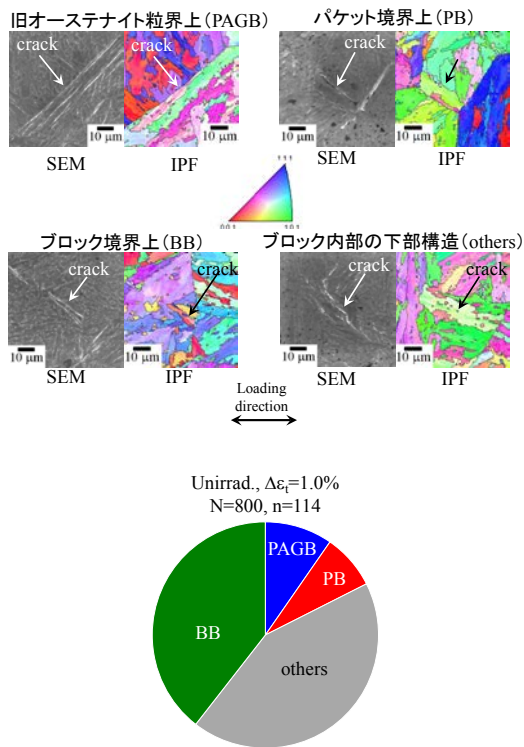


図 1. F82H-IEA 非照射材における微小き裂発生挙動

(2) き裂発生挙動に及ぼす照射損傷の影響

図 2 に、F82H-IEA イオン照射材における微小き裂発生挙動の観察結果の一例および発生サイトの比率を示す。イオン照射材では、非照射材においてき裂発生までに要した繰返し数の約 50%程度の繰返し数において、表面き裂長さが 10~30 μm 程度の疲労き裂の発生が観察された。また、発生したき裂近傍の領域を EBSD により解析することにより、発生サイトがそれぞれ旧オーステナイト粒界、パケット境界、ブロック境界、ブロック内部の下部構造の 4 つのサイトであることが同定された。また、それぞれの発生割合は旧オーステナイト粒界が約 8%、パケット境界が約 3%、ブロック境界が約 42%、ブロック内部が約 47%となり、イオン照射材においても全体の約 90%が結晶粒内の各構造および境界であることが分かった。

したがって、照射損傷より、き裂の発生サイトは変化しないが、き裂の発生は促進されることが分かった。この要因として、照射損傷により、照射硬化の発生に伴う負荷応力の増加と、不均一変形の発現が考えられる。以上の結果から、プロトン照射材においても、き裂発生に及ぼす試験温度およびひずみ速度の影響が大きいことが明らかとなった。

(3) 溶接材 (非照射) におけるき裂発生挙動

図 3 に、F82H-IEA 電子ビーム溶接材 (非照射) の金相組織観察結果の一例を示す。当該溶接部は溶金部 (WM)、粗粒熱影響部 (CG-HAZ)、細粒熱影響部 (FG-HAZ)、過熱影響部

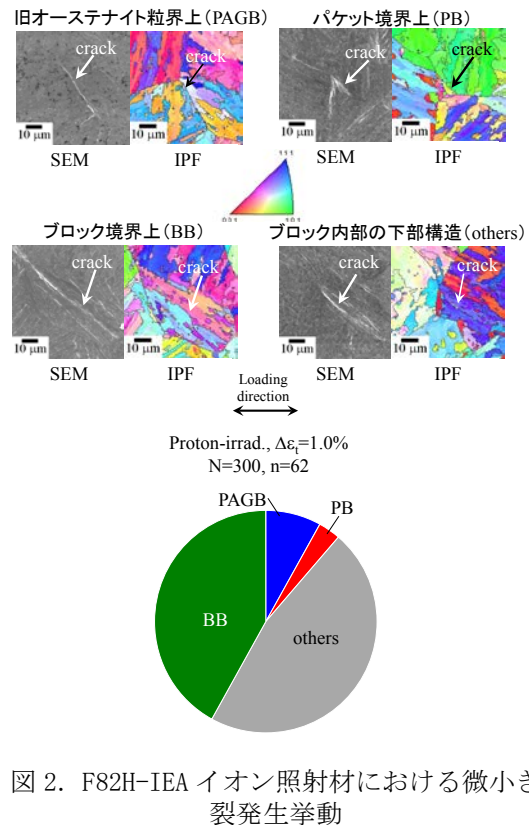


図 2. F82H-IEA イオン照射材における微小き裂発生挙動

(Tpd-HAZ)、母材 (BM) に区分され、それぞれの結晶粒径 (旧オーステナイト粒径) およびビッカース硬度は、80 μm および Hv240-270 (WM)、10 μm および Hv220-240 (CG-HAZ)、5 μm および Hv210-230 (FG-HAZ)、70 μm および Hv180-200 (Tpd-HAZ)、70 μm および Hv200-220 (BM) であった。

図 4 に、F82H-IEA 電子ビーム溶接材 (非照射) における疲労き裂発生挙動の観察結果の一例を示す。溶接材においては、硬さ (強度) の不連続度が最も高いことから疲労試験下において最もひずみの集中する、過熱影響部と細粒熱影響部の境界付近において、き裂の発生が確認された。また、き裂発生サイトなどの分析の結果、溶接材においても基本的な微小き裂発生の機構は母材と同等であることが明らかとなった。

(4) 寿命延伸対策技術

低放射化フェライト鋼では、照射損傷により微小疲労き裂の発生サイトやその割合は変化しないが、き裂の発生は促進されることが明らかになった。これらの要因としては、照射損傷により照射硬化が生じ、その結果として結晶粒内において不均一変形が発現したことが主として考えられた。よって、代表者の先行研究におけるオーステナイトステンレス鋼とは異なり、表面構造変化が主たる疲労き裂発生要因ではないことが示唆された。

これに基づき寿命延伸対策技術について検討した。図 5 および図 6 に、それぞれ



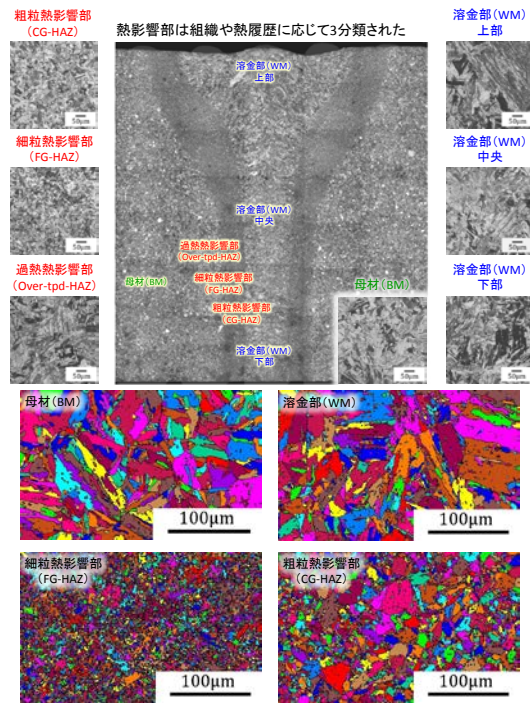


図 3. F82H-IEA 溶接材（非照射）の金相組織

F82H-IEA 非照射材における微小き裂経時観察結果の一例および微小き裂表面長と繰返し数の関係を示す。非照射材では、き裂の発生以降、繰返し数の増加に伴い、新たなき裂の発生、個々のき裂の成長とき裂同士の結合による成長、および旧オーステナイト粒界近傍におけるき裂の成長の停留挙動が生じることが観察された。個々のき裂の成長にはき裂先端近傍における塑性域がき裂の成長に寄与していると考えられ、一方でこの塑性域が旧オーステナイト粒界上において停留することがき裂の成長の抑制につながると考えられる。また、複数のき裂の先端がより近づいたときに、先端部分の応力集中がより顕著になることで結合が促進されることが考えられ、さらにこれは旧オーステナイト粒界がき裂の間に存在している場合においても有効であることが示唆された。以上に示したき裂の成長挙動は疲労寿命の約 80~90%まで継続され、最後の 10~20%の範囲において、一般的な疲労き裂の進展過程であるストライエーションの形成等が生じると考えられる。したがって、疲労き裂の発生以降の成長挙動は、疲労寿命の 80~90%程度までは 1 結晶粒または数結晶粒程度のき裂の成長が占めると言える。

このように、本研究により、低放射化フェライト鋼における疲労き裂成長挙動の特徴の一つとして、旧オーステナイト粒界による疲労き裂成長の抑制効果が見出された。この抑制効果は、照射損傷を導入したイオン照射材においても観察された。よって、旧オーステナイト粒径の最適化と粒界存在確率の調整により、粒径を超える微小き裂の発生が抑

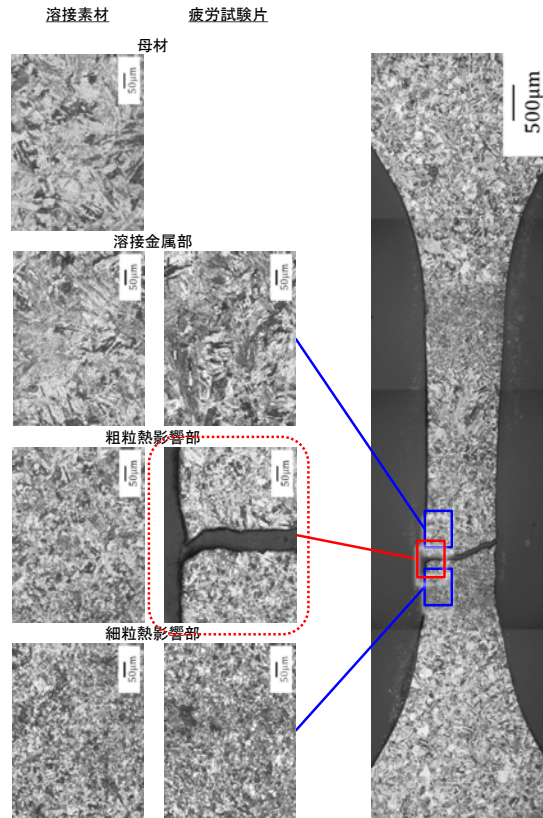


図 4. F82H-IEA 溶接材（非照射）における疲労き裂発生挙動観察結果

制できる可能性が示されたと考えられる。

#### (5) まとめ

本研究では、核融合炉用低放射化鉄鋼材料とその溶接部を対象に、照射と動的応力負荷によるナノレベル表面構造変化と微小き裂発生の機構に関する詳細な調査を実施し、その学理を究明し、微小き裂発生の予兆検知に適用可能な指標の開発と、発生寿命延伸のための対策技術の構築を目的として実施した結果、以下の知見を得た。

- ① 非照射材では、寿命の約 20%においてき裂発生が確認された。発生サイトは旧オーステナイト粒界、パケット境界、ブロック境界、ブロック内部の下部構造に区分され、発生割合としては結晶粒内の各部位が 90%以上を占めた。これより、発生サイトは組織中の特定の部位には限定されることが明らかになった。
- ② イオン照射材では、非照射材のき裂発生繰返し数の約 50%においてき裂発生が確認された。発生サイトは非照射材と変わりではなく、割合も同等であった。これより、照射損傷により発生サイトやその割合は変化しないが、発生は促進されることが明らかになった。この要因として、はじき出し損傷により照射硬化が生じ、結晶粒内において不均一変形が発現し

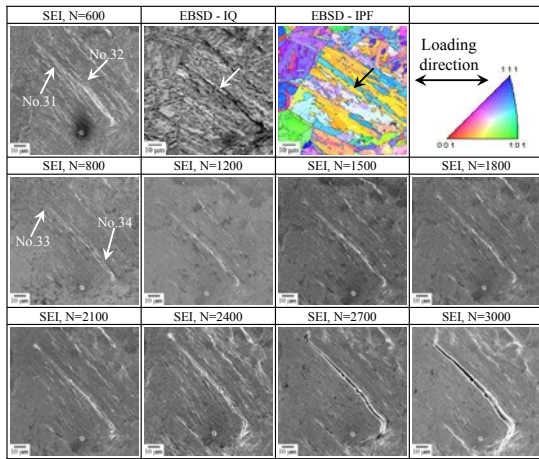


図 5. F82H-IEA 非照射材における微小き裂経時観察結果

- たことが主として考えられた。
- ③ 電子ビーム溶接材について評価した結果、溶接部は溶金部、粗粒熱影響部、細粒熱影響部、過熱影響部、母材に区分され、疲労下において最もひずみの集中する過熱影響部と細粒熱影響部の境界においてき裂発生が確認された。発生サイトなどの分析の結果、溶接材においても基本的なき裂発生機構は母材と同等であることが示唆された。
- ④ 低放射化フェライト鋼では、表面構造変化が主たるき裂発生要因ではないことが示唆された。これに基づき寿命延伸対策技術について検討した結果、旧オーステナイト粒界による疲労き裂成長の抑制効果が見出された。よって、結晶粒径最適化と粒界存在確率の調整により、粒径を超える微小き裂の発生が抑制できる可能性が示された。

研究目的の一つである、微小き裂発生の予兆検知に適用可能な指標の開発と、発生寿命延伸のための対策技術の構築という観点では、(4)の成果が得られたものの、技術としての確立という意味では十分ではなかった。これは、先行研究におけるオーステナイトステンレス鋼とは異なり、表面構造変化が主たる疲労き裂発生要因ではないことが主な原因である。よって、本研究で明らかにした低放射化フェライト鋼独自の疲労き裂発生メカニズムに基づき、それら技術開発の可能性の検討が今後必要とされる。

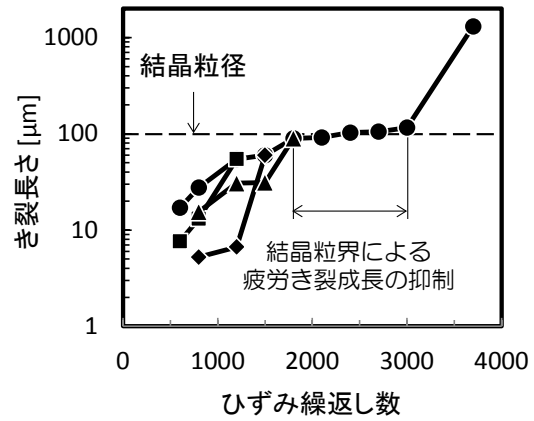


図 6. F82H-IEA 非照射材における微小き裂表面長と繰返し数の関係

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① S. Nogami, M. Takahashi, A. Hasegawa, M. Yamazaki, Effect of Helium on Fatigue Crack Growth and Life of Reduced Activation Ferritic/Martensitic Steel, Journal of Nuclear Materials, 査読有, 442 巻, 2013 年, S43-S47  
DOI:10.1016/j.jnucmat.2013.02.031

[学会発表] (計 8 件)

- ① 野上修平、長谷川晃、山崎正徳、微小き裂成長挙動に基づく低放射化フェライト鋼の疲労寿命予測手法の開発、プラズマ・核融合学会第 30 回年会、2013 年 12 月 6 日、東京
- ② 野上修平、宇佐美博士、福田誠、藪内聖皓、長谷川晃、谷川博康、低放射化フェライト鋼溶接継手における疲労破損挙動の解析、日本原子力学会 2013 年秋の大会、2013 年 9 月 5 日、八戸
- ③ 山本雄也、中井亮介、野上修平、藪内聖皓、長谷川晃、低放射化フェライト鋼の疲労き裂発生挙動に及ぼす照射損傷の影響、プラズマ・核融合学会第 29 回年会、2012 年 11 月 27 日、春日
- ④ 中井亮介、野上修平、藪内聖皓、長谷川晃、安堂正己、谷川博康、低放射化フェライト鋼の疲労き裂成長挙動に及ぼすヘリウムの影響、プラズマ・核融合学会第 29 回年会、2012 年 11 月 27 日、春日
- ⑤ S. Nogami, R. Nakai, K. Yabuuchi, A. Hasegawa, H. Tanigawa, M. Ando, Fatigue properties of helium-implanted F82H steel, NuMat 2012 The Nuclear Materials Conference, 2012 年 10 月 23 日、大阪
- ⑥ 中井亮介、野上修平、長谷川晃、谷川博康、濱口大、低放射化フェライト鋼の疲労特性に及ぼすヘリウムの影響、第 9 回

核融合エネルギー連合講演会、2012年6月28日、神戸

- ⑦ 山本雄也、佐藤佑毅、野上修平、長谷川晃、プロトン照射したステンレス鋼における繰返し応力負荷による微小き裂発生、日本原子力学会 2012年春の年会、2012年3月20日、福井
- ⑧ S. Nogami, Y. Sato, A. Hasegawa, Effect of Irradiation on Micro-Crack Initiation in Fatigued Austenitic Stainless Steel, ICFRM-15, 2011年10月20日、チャールストン、アメリカ合衆国

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

野上 修平 (NOGAMI, SHUHEI)

東北大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：00431528