

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 22 日現在

機関番号：14301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630432

研究課題名(和文) ナノインデンテーション法による硬さによらない照射硬化評価への挑戦

研究課題名(英文) challenge to evaluation of irradiation hardening without hardness tests by nanoindentation method

研究代表者

笠田 竜太 (Kasada, Ryuta)

京都大学・エネルギー理工学研究所・准教授

研究者番号：20335227

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究は、ナノインデンテーション法による「硬さによらない」照射硬化評価を目指す実験研究である。主な成果としては、マイクロピラー圧縮試験法によって、イオン照射材料の強度特性を硬さに拠らず直接的に評価するための基盤を構築した。また、ナノインデンテーション法によって単結晶材料のポップイン現象を調べ、臨界せん断応力に及ぼすイオン照射影響について検討した。更に、ナノインデンテーション硬さ試験法についても、イオン照射材料の硬さ評価法の諸問題を整理し、新たなピッカース硬さと直接比較可能な新たな解析法を提案した。

研究成果の概要(英文)：This is an experimental study which aims to evaluate irradiation hardening not by hardness but directly by nanoindentation. As a main achievement, micro-pillar compression test method was examined to evaluate mechanical properties of the ion-irradiated material. Also, the pop-in phenomenon of a single crystal material by nanoindentation was investigated to reveal ion-irradiation effect on the critical shear stress. In addition, a new analysis method for nanoindentation hardness test on ion-irradiated materials were proposed.

研究分野：エネルギー材料システム工学

キーワード：原子力材料 力学特性 照射硬化 ナノインデンテーション 超微小試験技術

1. 研究開始当初の背景

硬さとは大変便利な強度指標であるため、産業分野でも学術分野でも広く用いられている。硬さ試験の結果から引張強度特性を予測することもよく行われ、Tabor の関係、すなわち接触圧力が降伏応力の約3倍であるという関係がベースとなっている。Tabor の関係は決して経験論的な実験式ではなく、理論的な裏付けがある関係であるが、連続体塑性力学に基づけばマクロスケールモデルであり、照射材に対してもそのまま適用できるとは限らない。特に、イオン照射材に対するナノインデンテーション試験では、ナノ・メゾスケールの不連続な塑性力学を考慮する必要がある。申請者は、Nix と Gao が提案したメゾスケールの塑性力学に基づき、1 μm 深さ程度のイオン照射領域におけるバルク材料相当の硬さを導出可能な簡便かつ機構論的な新しい手法を示した [R. Kasada et al., Fusion Eng. & Des. (2011)]。しかし、ナノインデンテーション試験下の照射材におけるナノスケール深さ領域の挙動については、計測の困難さも有り、これまでは着目されてこなかった。一方、ナノインデンテーションによるナノスケールのポップイン現象に着目して、単結晶材料の臨界分解せん断応力を直接計測した例が報告されており [Y. Shibutani and A. Koyama, J. Mater. Res. (2004)] 精度の高い実験を行えば照射材の臨界分解せん断応力評価も可能になるかもしれない。更には、集束イオンビーム加工装置 (FIB) とナノインデンテーション法の組み合わせによるマイクロピラー圧縮試験のように、直接的に圧縮強度特性を評価可能な状況にもある。すなわち、ナノインデンテーション法による「硬さによらない」照射硬化測定の可能性が見えてきた。

2. 研究の目的

本研究では、イオン照射材の強度特性を、ナノインデンテーション法によって直接評価することに挑む。また、ナノインデンテーション法によるイオン照射材料の硬さ評価法を確立し、強度特性との相関について検討する。

3. 研究の方法

微小円柱試験片 (マイクロピラー) 加工には、集束イオンビーム加工観察装置 (FIB) FB-2200 (日立ハイテクノロジーズ) を用いて、加速電圧 40kV の Ga+イオンによって行った。微小円柱の直径と高さの比は、ASTM の金属材料の圧縮試験規格に倣い、1:2 とし、3種類の大さで検討した。マイクロピラー圧縮試験には、ナノインデンテーション装置である Nanoindenter G200 に、直径が 10 μm の平坦な底面を有するフラットパンチ圧子を装着して行った。試験温度は室温である。試験前後のマイクロピラーを走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察した。

4. 研究成果

図 1 に得られた公称応力-公称ひずみ曲線を示す。公称応力 σ_c 、公称歪み ϵ_c は以下の式から算出した。

$$\sigma_c = P/A_{top}, \quad \epsilon_c = x/L$$

P は荷重、 A_{top} は微小試験片の上底面積、 x は変位、 L は微小試験片の高さを示す。 W における試料 10 μm、3 μm、1 μm の微小円柱試験片への押し込み試験より得られた圧縮降伏応力はそれぞれ 2.162 ± 0.283 GPa、 2.532 ± 0.417 GPa、 5.389 ± 1.253 GPa であった。試験片寸法を小さくするにつれて降伏応力が増大する試験片サイズ効果が見られた。

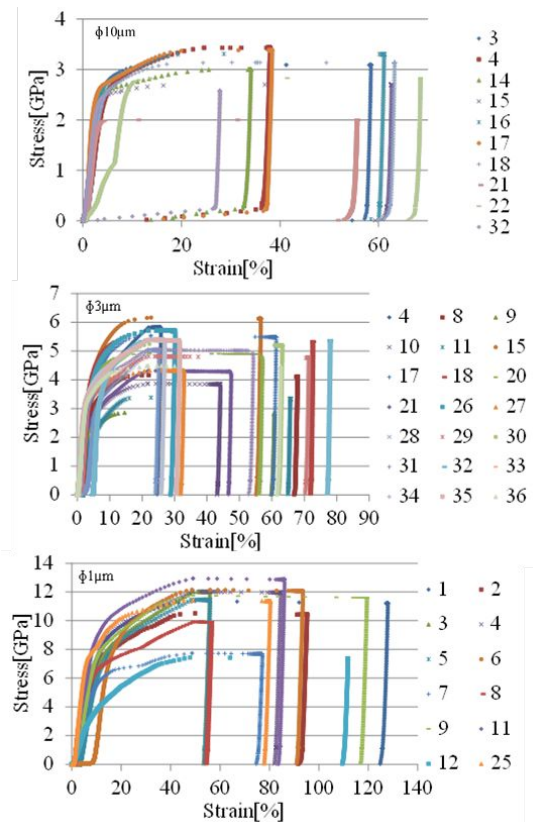


図 1 マイクロピラー圧縮試験によって得られた公称応力 - 公称ひずみ曲線。

図 2 に試験前後のマイクロピラーの SEM 写真を示す。 W に作成したマイクロピラーは、試験片軸方向に大きく二つに割れ、小さな割れも複数確認することができた。試験片軸方向は、 W 製造時に適用されたと考えられる熱間圧延方向と一致しており、圧延方向に伸びた結晶粒の層間に沿って脆性的に破壊していることが確認できた。また、図 1 の応力 - ひずみ曲線には、降伏後にひずみ (変位) が大きく増加するポップイン現象が見られ、少なくとも最終的な割れに繋がるようなき裂の発生は塑性変形開始後に生じていることを示唆している。一方、図 3 に、試料サイズごとの降伏応力のワイブルプロットを示すように、試料直径が増大するほどワイブルパラメータ m 値が大きくなる傾向を示した。このことは、試験片の微小化にともなう結晶方位異方性の影響が大きくなることや、脆性的

な結晶粒層間の微小な割れの発生が寄与していることを示唆しており、信頼性の高い結果を得るために、微小な試験片ほど多くの試験片を作成して圧縮試験を実施する必要があることを示している。一方、イオン照射材料についてはイオン照射領域が数 μm 程度の深さに限定されるため、今回の研究で用いた中では最大でも直径 $3\mu\text{m}$ の試験片を用いる必要があると考えられる。

今回の研究により、マイクロピラー圧縮試験によって得られた降伏応力の試験片サイズ効果については、ナノインデンテーション硬さにおいて見られるインデンテーションサイズ効果 (ISE) とは異なるサイズ依存性を有することが示された。ISE については微小圧痕の場合には幾何学的に必要な転位による強化分が無視できず硬さ値として増加することが、Nix と Gao によって塑性ひずみ勾配理論と結び付けられて説明されている。一方、今回のマイクロピラーにおけるサイズ効果については巨視的な塑性ひずみ勾配の影響は小さく、すべり変形に寄与する転位源のサイズと試験片のサイズの比の影響が大きいと考えられる。更なる検討が必要である。

試験技術的には、FIB による加工影響やテーパの影響について精査する必要があるものの、マイクロピラー試験によってイオン照射材の強度特性を直接的に評価することの見通しが得られた。

イオン照射材に対するマイクロピラー圧縮試験の結果や、ナノインデンテーション硬さ試験法を確立し、マイクロピラー圧縮試験結果と比較検討した結果については今後の論文において報告する。

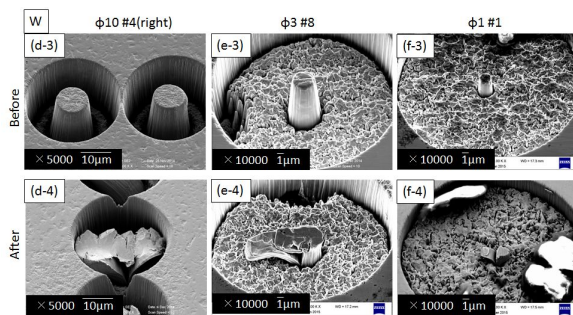


図 2 圧縮試験前後のマイクロピラーの SEM 観察結果。

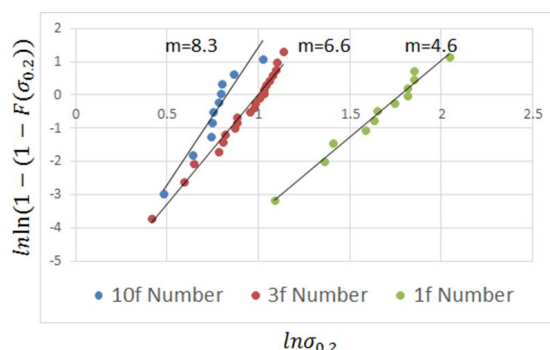


図 3 マイクロピラー圧縮試験によって得ら

れた降伏強度のワイブルプロット

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4件)

1. 笠田竜太、「原子炉・核融合炉材料の照射硬化評価のための硬さ試験とナノインデンテーション」、材料試験技術 Vol. 60 No. 1 2015年1月(解説論文) . 小特集「材料劣化と材料試験」
2. T. Miyazawa, T. Nagasaka, R. Kasada, Y. Hishinuma, T. Muroga, H. Watanabe, T. Yamamoto, S. Nogami, M. Hatakeyama, “Evaluation of irradiation hardening of ion-irradiated V-4Cr-4Ti and V-4Cr-4Ti-0.15Y alloys by nanoindentation techniques”, Journal of Nuclear Materials, 455 (2014) 440-444.
3. R. Kasada, S. Konishi, K. Yabuuchi, S. Nogami, M. Ando, D. Hamaguchi, H. Tanigawa, “Depth-dependent nanoindentation hardness of reduced-activation ferritic steels after MeV Fe-ion irradiation”, Fusion Engineering and Design 89 (2014) 1637-1641.
4. K. Yabuuchi, Y. Kuribayashi, S. Nogami, R. Kasada, A. Hasegawa, “Evaluation of irradiation hardening of proton irradiated stainless steels by nanoindentation”, Journal of Nuclear Materials 446 (2014) 142-147.

(学会発表)(計6件)

1. 笠田竜太、小西哲之、権 暁星、安堂正巳、谷川博康、「イオン照射材料におけるインデンテーション下での圧子接触面積に関する研究」、日本原子力学会 2015 春の学会、茨城大学日立キャンパス、2015 年 3 月 20 日
2. 笠田竜太、「原子炉・核融合材料の照射硬化評価のための硬さ試験とナノインデンテーション試験」、第 262 回材料試験技術シンポジウム、(独)産業技術総合研究所臨海副都心センター、2015 年 1 月 27 日、(依頼講演)
3. R. Kasada, “Estimation of Vickers hardness from nanoindentation hardness of ion-irradiated materials”, 12th

Japan-China Symposium on Materials for
Advanced Energy Systems and Fission &
Fusion Engineering, SHIZUOKA, JAPAN,
September 18, 2014 (Oral presentation)

4. 笠田竜太、「材料部会セッション：最新ナノミクロ分析技術の原子力材料への展開 (4) ナノインデンテーションによる材料強度評価」、日本原子力学会 2014 秋の学会、京都大学吉田キャンパス、2014 年 9 月 10 日 (招待講演)
5. 石井大貴、笠田竜太、小西哲之、「低放射化フェライト鋼の強度特性のひずみ速度依存性」、日本原子力学会 2014 年春の年会、東京都市大学世田谷キャンパス、2014 年 3 月 28 日
6. 笠田竜太、石井大貴、落合良介、小西哲之、濱口大、安堂正巳、谷川博康、「ナノインデンテーション法によるイオン照射材料の表面硬化特性評価」、日本金属学会春期講演大会、東京工業大学大岡山キャンパス、2014 年 3 月 21 日

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.atomic-energy.iae.kyoto-u.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

笠田 竜太 (KASADA Ryuta)

京都大学・エネルギー理工学研究所・准教授

研究者番号：20335227