

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 17 日現在

機関番号：14301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760715

研究課題名(和文)イオン照射法によるシリコンカーバイドの照射クリープ機構に関する研究

研究課題名(英文)Irradiation creep and the underlying mechanisms of ion-irradiated SiC

研究代表者

近藤 創介 (Kondo, Souske)

京都大学・エネルギー理工学研究所・特定助教

研究者番号：10563984

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)：シリコンカーバイドは高温強度特性に優れるため、原子炉材料としての使用が構想されている。課題は、中性子照射下で低温(400～)から照射クリープ変形をきたすことであり、これが炉の運転温度を制限する要因になりうる。しかし、提案者は、照射クリープが照射線量に対して敏感に反応する時期は、照射のごく初期のみでありそれ以降は飽和傾向を示すことを報告した。この温度では、照射で形成された5nm程度の格子間原子型の転位ループが支配的な損傷微細組織ですが、ループの優先形成結晶面の同定により、応力が緩和する方位に配列するを見いだしました。これは、安定な微細組織によりクリープも制限されることを示している。

研究成果の概要(英文)：Irradiation creep in SiC was studied by an ion-irradiation under various conditions. The tensioned surfaces of bent thin samples were irradiated with Si ions up to 3 dpa at 553K-1473K, which is referred to as a single-ion test. Additional He ions were irradiated simultaneously in the dual-ion test to study the effects of transmuted He on irradiation creep. Irradiation creep was found at >673K in the single-ion case, where a linear relationship between irradiation creep and swelling (C/S) was observed at 673-1073K for all stress levels. The proportional constant of the C/S relationship was strongly dependent on temperature and stress. On the basis of the TEM study, anisotropic distribution of SIA clusters was suspected to be the primary creep mechanism. For the dual-ion cases, irradiation creep was very limited at temperatures of 673-1073K. TEM study indicated that helium inhibited the stable growth of SIA clusters and prevented them from exhibiting anisotropic distribution.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・原子力学

キーワード：炭化ケイ素 照射クリープ スウェリング

1. 研究開始当初の背景

シリコンカーバイド (SiC) は高温強度特性に優れるため、原子炉材料としての使用が構想されている。課題は、中性子照射下で低温 (400 ~) から照射クリープによる変形をきたすことであり、これが炉の運転温度を制限する要因になりうる。

照射クリープに関しては 1977 年の Price による研究が最初であり、熱クリープが問題にならない温度域 (1000 以下) でも、照射クリープが発現すると報告されている。最近、提案者らや米国オークリッジ研究所によって中性子照射後のクリープデータが補足されたが、照射温度やはじき出し損傷量 (dpa: displacement per atom) に対するひずみの依存性など、実機での挙動を予測評価できるまでには至っていない。

2. 研究の目的

(1) 提案者は、照射クリープとスウェリングとの間に強い相互作用があると考えており、クリープひずみも損傷初期に飽和すると当初予測し、特に、ひずみとスウェリングの速度相関を明らかにすることを本研究の第 1 の目的とした。

(2) 提案者は、これまでの結果からこの積層欠陥ループの非等方な分布 (負荷応力によって引張応力が負荷されている格子面にループが形成されやすい) が照射クリープの主たる要因であると考え、これを透過電子顕微鏡観察 (TEM) によって確認し、照射クリープのメカニズムの主因を明らかにすることを第 2 の目的とした。

3. 研究の方法

照射クリープについて特に損傷初期のみ焦点を当て、スウェリングとの相関を明らかにし、その機構を知ることがまずは重要である。このためには、時間のかかる原子炉照射は必須でなく、むしろ、加速器による高精度 (照射温度、dpa 制御が容易) なイオン照射場 (京都大学 DuET 施設) がより適しているためこれを用いた。

従来はイオン照射下で応力を負荷することは、引張治具の真空容器への導入という大掛かりな手法に頼っていたが、提案者らは SiC 薄片を作成し、これを湾曲させて照射することにより、照射表面で最大 300MPa の応力負荷を負荷することに成功した。照射中に応力緩和が起これば、ホルダから取り外しても試料は曲がったままになる。この曲率を用いて応力がなしの試料 (すなわちスウェリングだけによる湾曲) を基準に照射クリープひずみ量を定義し、応力の依存性は試料厚を変えることで制御した。

4. 研究成果

(1) スウェリング - 照射クリープ相関
図 1 は各照射温度における、スウェリング

と照射クリープひずみの相関を示している。図中、対角に引かれた破線上では照射クリープは起こっていない (応力負荷の有無で照射後残留曲率が変化しない) ことを意味する。280 では照射クリープはほとんど起こらないが、400 以上では照射クリープが顕著に起こっていることがわかる。特に 1000 付近までは、照射温度の上昇とともに、ひずみ量も大きくなっている。それ以上の温度では熱クリープの影響が無視できないことや簿緯度スウェリングが顕著に発生するため、解釈がやや複雑になる。図 1 において特に注目すべきは、少なくとも 400 から 800 の温度範囲では、スウェリングと照射クリープひずみの間に線形関係があることである。この温度範囲での SiC のスウェリングは点欠陥の蓄積によるスウェリングと理解されており、0.1dpa 程度で飽和傾向を示す。すなわち、照射クリープも飽和傾向を示すことが明確となった。本研究で得られた結果は、0.01dpa 程度までは $10^{-5} \text{dpa}^{-1} \text{MPa}^{-1}$ 程度、1dpa 近傍では $10^{-7} \text{dpa}^{-1} \text{MPa}^{-1}$ 程度の照射クリープのひずみ速度に相当する。

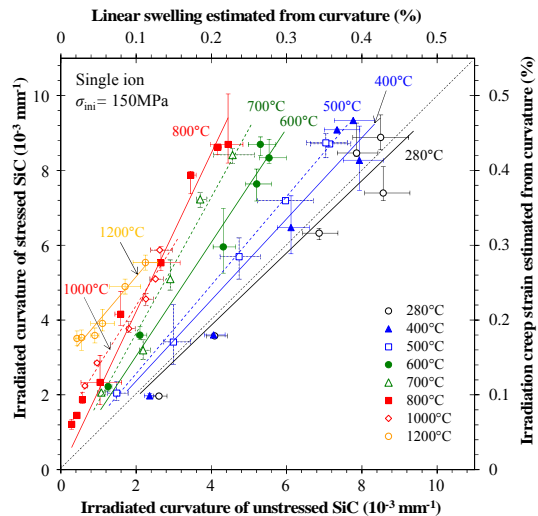


図 1

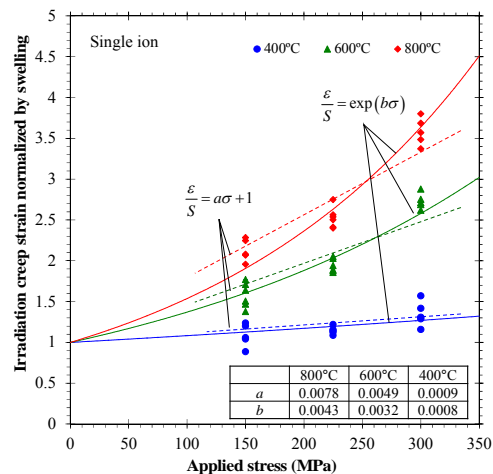


図 2

(2) 照射クリープひずみの応力依存性

図2にスウェリング量で基準化した照射クリープひずみの応力依存を示す。照射温度400において、高応力側でやや大きいひずみ量が認められるが、600以上で応力依存が顕著になっていることがわかる。本研究で得られた応力ひずみ量の関係は、線形関係よりもむしろ応力を指数とした相関関係の方が近似性は良いようである。広範囲の応力にわたったより詳細な解析が必要であるが、たとえば温度で決まる定数:bを用いて、 $1/S = \exp(b)$ の式でスウェリング量と照

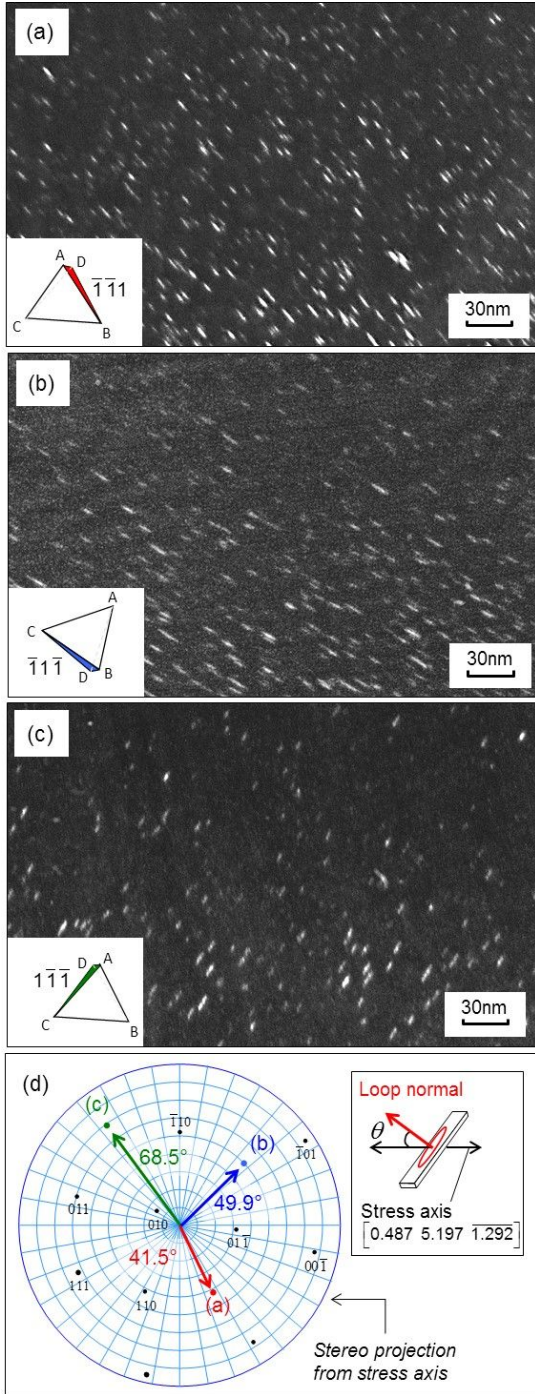


図3

射クリープひずみ量()を関係付けることが、本研究結果から簡易的には可能である。

(3) 照射クリープのメカニズム

図3に照射温度800、300MPaの負荷応力下で3dpaまで照射したSiC中に形成された微細組織の写真を示す。すべての写真は同一の結晶粒の同一の箇所を撮影しているが、電子線入射の条件が異なるため、各写真に結像されている欠陥(格子間原子型の転位ループ)はそれぞれ異なる結晶面に形成されたものである。各転位ループの面方位は各写真中の111四面体の着色部で示してあり、それぞれの応力軸との関係は図3(d)に示してある。図から、応力軸と相対角度が小さい結晶面、すなわち負荷応力の分解垂直応力が大きい結晶面に形成された転位ループの数密度が、他の結晶面に比べて大きいことがわかる。一方で、サイズは面方位に大きく依存しないこともわかった。これは、金属材料でもしばしば報告されている応力誘起優先核生成によると考えられるが、応力によって緩和された格子面に優先的に格子間原子が流入し、転位ループが核生成したためであろう。また、これがSiCの照射クリープの主要因の一つであると考えられる。

(4) 照射クリープへのヘリウム効果

図4にヘリウムを同時照射した場合の、スウェリングと照射クリープひずみの相関を示した。図から明らかなように、照射クリープはヘリウムにより抑制されているように見える。図5にヘリウム同時照射下で照射温度800、300MPaの負荷応力、3dpaまで照射したSiC中に形成された微細組織の写真を示す。これによれば、転位ループの成長はヘリウムにより抑制されており、方位依存も大きくないことがわかる。ここから、照射クリープの主因の一つである転位ループ形成の異方位性がヘリウムによって抑制が、ヘリウム同時照射下での照射クリープを抑制したことが示唆される。

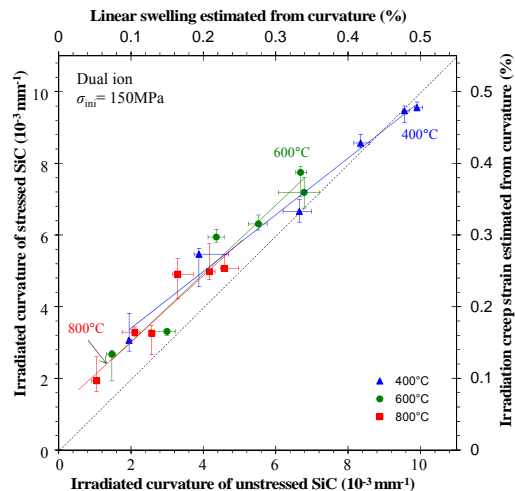


図4

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

S. Kondo, T. Koyanagi, T. Hinoki,
“Irradiation creep of 3C-SiC and
microstructural understanding of the
underlying mechanisms,” Journal of
Nuclear Materials, 査読有, Volume 448,
Issues 1-3, May 2014, Pages 487-496.
DOI: 10.1016/j.jnucmat.2013.09.004

〔学会発表〕(計 2 件)

近藤創介「Irradiation Induced Creep of
Silicon Carbide」The 4th Intl. Symposium of
Advanced Energy Science, 2013 年 9 月 30 日
~ 2013 年 10 月 2 日, 京都大学 .

近藤創介, 野中誠人, 檜木達也, 小沢和巳
「SiC/SiC 複合材料の低温高線量照射後の微
細組織変化」日本原子力学会 2013 年秋の大
会, 2013 年 9 月 3 日 ~ 2013 年 9 月 5 日, 八
戸工業大学 .

6 . 研究組織

(1) 研究代表者

近藤 創介 (KONDO, Sosuke)

京都大学・エネルギー理工学研究所・特定
助教

研究者番号：1 0 5 6 3 9 8 4