バナジウム合金の溶接性に及ぼす不純物及び溶接後熱処理の影響

核融合科学研究所　　室賀健夫、西村新、長坂琢也、田中照也
東北大学金属材料研究所　二田伸康、松井秀樹

1. はじめに

バナジウム合金は低放射化特性、高温強度特性及び照射特性に優れることから、核融合炉ブランケット構造材料として期待されている。バナジウム合金を用いた先進ブランケットではエネルギー変換効率を大きくするため、液体金属リチウムを冷却材に用いている。一方で、原子炉照射試験では、照射場の温度均一性を保つため液体金属ナトリウムが熱媒体として使用される場合がある。このような液体金属環境下では、炭素、窒素、酸素などの不純物の移動が液体金属とバナジウム合金との間で起こり、その変化量は無視できないレベルである。このような液体金属中での不純物移行とそれに伴う組織・強度・照射特性変化の機構を解明することが本研究の目的である。

2. 研究経過

高純度低放射化バナジウム合金の共通材料 NIFS-HEAT-2 を試料として用いた。0.25（厚さ）×5（幅）×25（長さ） mm の板状試験片を 973 K または 1073 K の液体 Li に 250〜2000 hr 浸漬した。浸漬後の試験片から、微小引張試験片（0.25×4×16 mm）、電子顕微鏡試料（0.25×φ3 mm）を打ち抜き、残材を化学分析用の試料とした。微小引張試験片のゲージサイズは 0.25×1.2×5 mm である。引張試験は室温〜1073 K で真空中（真空度 10-4 Pa 以上）で行った。他に浸漬試験片断面の硬さ試験、電子顕微鏡（SEM, TEM）による微細組織観察を行った。

3. 研究成果

表1に液体Li浸漬前後の不純物濃度を示す。浸漬試験ごとに使用した Li の純度が異なったためバッチの ID も示した。Li のバッチが異なるとバナジウム合金の不純物濃度変化も異なったが、全体として図 1 に示すような傾向が得られた。浸漬温度 973 K, 1073 K ともに数 100 から 1000 wppm 以上の非常に大きな C, N 混入が起こった。O 濃度は 973 K では低下しなかったが、1073 K では半分以下まで低下した。

図 2 に 1073 K で Li 浸漬したバナジウム合金の引張強度の試験温度依存性を示す。C, N, O はバナジウムにおいて浸入型に固溶した場合、顕著な固溶硬化を示す。しかし、本研究では大きな C, N 混入にもかかわらず、試験温度室温、773 K では強度の上昇は見られず、むしろ 973, 1073 K の高温で O 濃度低下によると考えられる強度低下の影響が強いことが明らかとなった。

図 2 に 1073 K で Li 浸漬したバナジウム合金の引張試験における伸びを示す。伸びは Li 浸漬により低下するものの、全ての条件において一様伸びで 6.5 %、全伸びで

表 1 液体 Li 浸漬したバナジウム合金の不純物濃度

（t_{Li} = 0 hr が浸漬前、t_{Li} > 0 hr が浸漬後の濃度）

Exposure temperature, T_{Li} / K	Exposure time, t_{Li} / hr	C, C_C / wppm	N, C_N / wppm	O, C_O / wppm	Li batch ID
	0	62	84	158	
973	255	142	342	142	#5
	499	280	1000	171	#6
1073	260	238	884	51	#2
	428	130	143	66	#1
	943	477	2273	29	#2
	1443	505	2317	79	#3
	1963	797	3420	47	#4

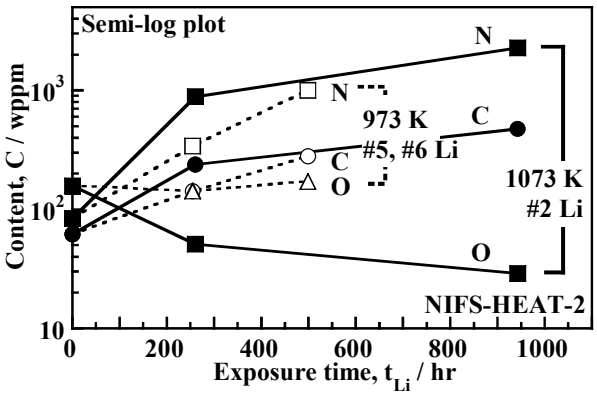

図 1 Li 浸漬による不純物濃度変化

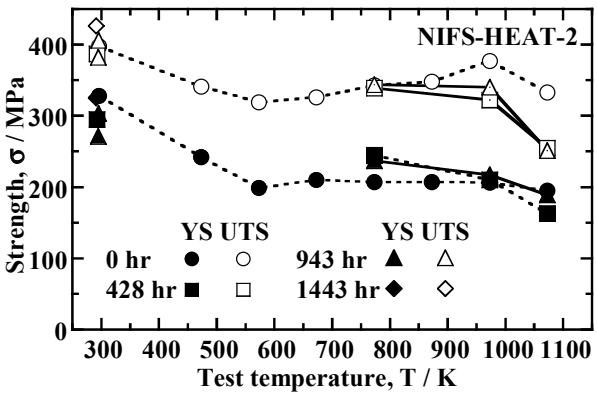

図 2 Li 浸漬(1073 K)による引張強度変化

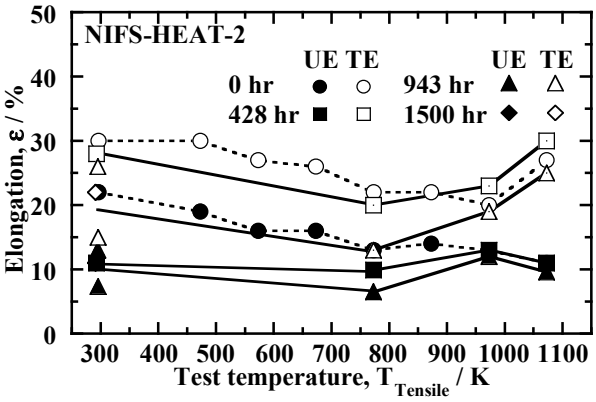

図 3 Li 浸漬(1073 K)による伸びの変化

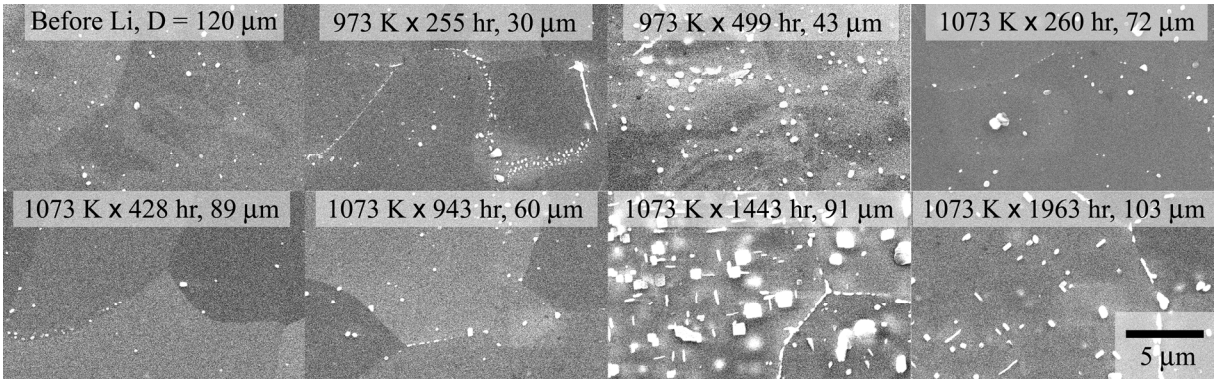

図 4 Li 浸漬後の Ti-C-N 型析出物分布（D は観察位置の試験片表面からの深さを示す）

13 %以上であった。これは構造材料としては十分な値であり、バナジウム合金と液体リチウムの良好な共存性が示された。

図 4 に SEM による微細組織観察の結果を示す。図で観察されているのは、Ti, C, N を主成分とする fcc 構造の析出物（Ti-C-N 型）であり、この数密度、サイズが Li 浸漬により大きくなった。TEM 観察によると、さらに微細な Ti-C-O 型の析出物も観察されたが、もともと数密度が小さいため、分布の変化は小さく不明瞭であった。

以上から､液体リチウムからバナジウム合金に移行した C, N は Ti 析出物として固定されるために、引張強度に大きな影響を及ぼさないと考えられる。一方、973 K 以上での強度低下は O 濃度の低下が原因と考えられるが、これが固溶 O の低下によるものか、Ti-C-O 型析出物が関与しているのかを明らかにしていくのが今後の課題である。

4. まとめと今後の予定

液体 Li 中ではバナジウム合金に比較的大量の C, N 不純物混入が起こるが Ti 析出物として固定されるために引張特性への影響は小さい。一方、不純物 O 濃度は減少し、これが高温での強度低下を招いていると考えられる。今後は、液体リチウム浸漬試料の他に、熱処理で Ti-C-O 型析出量を調整した試料を作製し、同様の引張試験をする。さらにクリープ試験も行い、O 不純物の固溶、析出が高温での変形に及ぼす影響を明らかにしていく予定である。

5. 発表（投稿）論文

[1] T. Nagasaka, T. Muroga, M. M. Li, D. T. Hoelzer, S. J. Zinkle, M. L. Grossbeck, H. Matsui, Tensile property of low activation vanadium alloy after liquid lithium exposure, Fusion Eng. Des. 81 (2006) 307-313.

バナジウム合金の低温照射脆性要因としての転位チャネリング発生機構の解明

福井大　福元謙一、　東北大金研　二田伸康　松井秀樹

１．　はじめに

バナジウム合金で比較的低温領域（＜200-300℃）での中性子照射による低温脆化を引き起こす原因として高密度欠陥集合体形成によって生じる転位チャネルの形成が挙げられる。転位チャネル形成に関しては多くの研究例があるが、欠陥集合体の掃去過程に関する十分な説明は未だなく、転位チャネル形成過程を直接とらえた報告例は全くない。本研究では著しい照射硬化と転位チャネリングが報告されている中性子照射した V-Cr-Ti 合金のすべり帯の表面ステップに関する測定と内部組織観察を行う。またイオン照射材に超微小硬さ試験を行い、変形試験後表面粗さ測定からチャネリング形成臨界条件について調査する。これらの測定実験から転位チャネルの発生成長過程を詳細に調べ低温脆化の機構を解明することを目的とする。

２．　研究経過

【中性子照射試験】V-4Cr-4Ti合金とV-3Fe-4Ti-0.1Si合金の微小引張試験片（SSJ）を用い、照射はATR（228℃、4.7dpa）で行った。照射後焼鈍試験は大洗センターホットラボ棟内の真空焼鈍炉を用いた。焼鈍温度は500,600,700℃にて各１時間、$<1\times10^{-4}$Paの真空度で行った。焼鈍後引張試験を行い、破断部近傍と未変形部のTEM組織観察を東北大金研大洗センターおよび東北大金研アルファ放射体実験室で行った。

【イオン照射試験】V-4Cr-4Ti 合金の TEM 試料（1000° C、2 時間焼鈍）を用いて、若狭湾エネルギー研究センターのマイクロ波イオン源イオン注入装置にて 190keV He イオン照射を行った。損傷量として試料表面から深さ約 600nm でおよそ 0.1dpa（dpa：格子原子あたりのはじき出し原子数）であった。照射温度は 100, 200, 300° C で行った。照射後試験として原子力安全システム研究所の超微小硬度装置エリオニクス社製 ENT- 1100 を用い、超微小硬度測定を行った。また硬さ試験後の変形表面観察を福井大学地域共同センター内の走査型プローブ顕微鏡およびレーザー共焦点顕微鏡で行った。

３．　研究成果

【中性子照射試験】V-Fe-Ti合金は500℃焼鈍から照射硬化の低下が観察された。一方均一伸びの回復は600℃以上の焼鈍温度でないと生じないことがわかった。700℃でV-Fe-Ti合金で完全に回復したがV-Cr-Ti合金は若干の照射硬化が認められるものの大きく強度は回復していた。TEM観察から 600℃以上での欠陥集合体数密度の極端な低下と緩やかな成長が見られた。200℃照射材で観察される高密度黒点状の組織から転位ループおよび粗大な転位網組織へと変化していった。しかしながら 500℃では損傷組織は焼鈍によっても大きく変化せず、破断部位では転位チャネルと思われる変形組織観察が見られた。また欠陥集合体数密度、サイズと転位チャネル発生の有無について整理したところ、$10^{23}/m^3$の数密度以上、4nm以下の平均サイズの欠陥集合体形成の場合に転位チャネリングの発生が認められた。この結果から損傷組織変化から転位チャネリング発生の有無の臨界条件が得られたと考えられ、バナジウム合金の脆化挙動を予測する上で一つの指針として利用が可能であると考えられる。

【イオン照射試験】超微小硬度試験から全ての照射条件で照射硬化が見られたが最大で 50%程度の照射硬化であり、バナジウム合金で見られる著しい照射硬化程硬度の増大は認められなかった。照射表面への硬さ試験後の圧痕観察ではレーザー共焦点顕微鏡では表面に変形時に形成されるすべり帯と思われる表面段差形状が観察された。このすべり帯の拡がりは照射材と比べて非照射材で圧痕から離れた領域で広く形成されていた。照射材では圧痕の稜面からすべり帯が形成され大きな拡がりを示さなかった。このすべり帯の形状を AFM で詳細に観察したところ、非照射材では段差が 10nm 以下であったのに対し、照射材では 50nm 程度の段差であった。この傾向は 100-300℃の照射材全てで認められた。この段差の存在は転位チャネリングの発生を示していると考えられるが局所領域 TEM 観察を行っていないためステップ発生要因の同定はなされていない。重照射材での同様の試験を継続して行い TEM 観察による転位チャネリングの有無と表面形状の関係について明らかにしてゆく。

４．　ま と め

核融合炉構造材料としての低放射化バナジウム合金の低温照射脆化の発生要因となる転位チャネリング発生機構を解明するため中性子照射を行い、照射後焼鈍後の機械的性質試験からの引張試験と内部組織観察を行った。またイオン照射後の超微小硬度試験と原子管力顕微鏡による表面形状観察を行った。中性子照射後焼鈍試験から転位チャネル発生のための欠陥集合体分布による形成臨界条件が明らかになった。イオン照射後試験から転位チャネルによる表面粗大すべり帯形成を示すステップが照射材表面に観察され、転位チャネル形成研究に対してイオン照射試験が有効であることを見いだした。

５．　発表（投稿）論文

Inner structure of dislocation channels in neutron-irradiated V-(Fe, Cr)-Ti alloy、K. Fukumoto, M. Sugiyama and H. Matsui, ICFRM-12 (to be sumitted in J. Nucl. Mater.) 【Field Number: 13】