

# 核融合炉用バナジウム合金の液体金属環境下における機械特性変化

核融合科学研究所 室賀健夫、西村新、長坂琢也、田中照也、徐祺  
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

平成 17 年度は、高純度低放射化バナジウム合金の共通材料 NIFS-HEAT-2 を 973 K または 1073 K の液体 Li に 250 ~ 2000 hr 浸漬した試料について、化学分析、硬さ試験、室温 ~ 1073 K での引張試験を行った。液体 Li 浸漬により、バナジウム合金中の酸素濃度は低下したが、窒素濃度は増加した。特に高温 (973, 1073 K) での引張強度が低下することが明らかとなり、バナジウムの高温強度には窒素よりも酸素の寄与が大きいことが示唆された。窒素濃度の増加は粗大 (> 1  $\mu\text{m}$ ) な Ti-C-N 型析出物を増加させ

表 1 液体 Li 浸漬したバナジウム合金の不純物濃度  
( $t_{\text{Li}} = 0 \text{ h}$  が浸漬前、 $t_{\text{Li}} > 0 \text{ h}$  が浸漬後の濃度)

Exposure temperature, $T_{\text{Li}} / \text{K}$	Exposure time, $t_{\text{Li}} / \text{h}$	C, $C_{\text{C}} / \text{wppm}$	N, $C_{\text{N}} / \text{wppm}$	O, $C_{\text{O}} / \text{wppm}$	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

たことから、窒素が混入しても低数密度に析出して強度に及ぼす影響は小さいと考えられた。平成 18 年度はこのような不純物濃度と析出状態の変化がクリープ特性に及ぼす影響について明らかにするため、Li 浸漬後の試料についてクリープ試験を進めた。

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)  $\times$  5 (幅)  $\times$  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。表 1 に液体 Li 浸漬前後の不純物濃度を示す。浸漬後の試験片から、微小引張型試験片 (0.25  $\times$  4  $\times$  16 mm) を打ち抜き、クリープ試験片とした。クリープ試験は荷重 30-200 MPa、試験温度 973-1073 K を予定しているが、18 年度はまず、試験時間の短い高温 (1073 K)、高荷重 (100-200 MPa) の条件を中心とした。クリープ試験は真空中 (真空度  $10^{-4}$  Pa 以上) で行った。

## 3. 研究成果

図 1 に Li 浸漬前及び 1073 K で 428 h Li 浸漬後の試料におけるクリープ曲線を示す。それぞれの不純物濃度は表 1 の  $t_{\text{Li}} = 0 \text{ h}$  及び  $T_{\text{Li}} = 1073 \text{ K}$ ,  $t_{\text{Li}} = 428 \text{ h}$  で示されている。Li 浸漬により炭素、窒素濃度は倍程度に増加する一方で、酸素濃度は半分以下に低下している。図 1 において破線で示すように、最小クリープ速度を求めたところ、Li 浸漬後の試料は、浸漬前に比較して約一桁クリープ速度が大きかった。図 2 では、最小クリープ速度の荷重依存性を示す。図 1 で示した  $t_{\text{Li}} = 428 \text{ h}$  の試料は、Li 浸漬前に比較してクリープ速度が増加しているが、 $t_{\text{Li}} = 943 \text{ h}$ , 1443 h の試料は同様に酸素濃度が低下しているにもかかわらず、クリープ速度の上昇の程度は小さい。表 1 より、これらの試料では 2000 wppm 以上の窒素混入があることから、窒素濃度上昇とそれによる Ti-C-N 型析出物の形成は、引張強度には

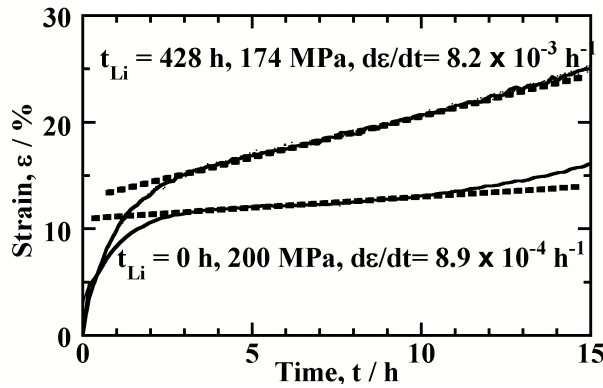


図 1 Li 浸漬前後のクリープ曲線

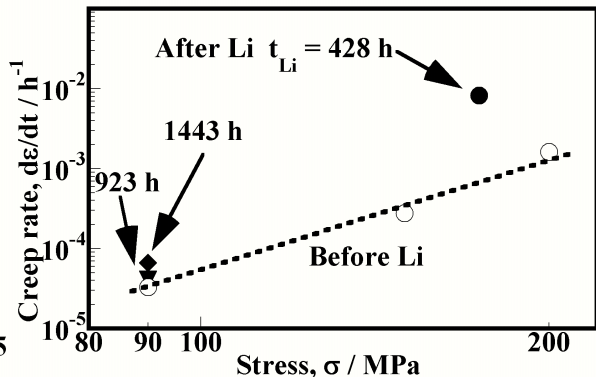


図 2 Li 浸漬による最小クリープ速度の変化

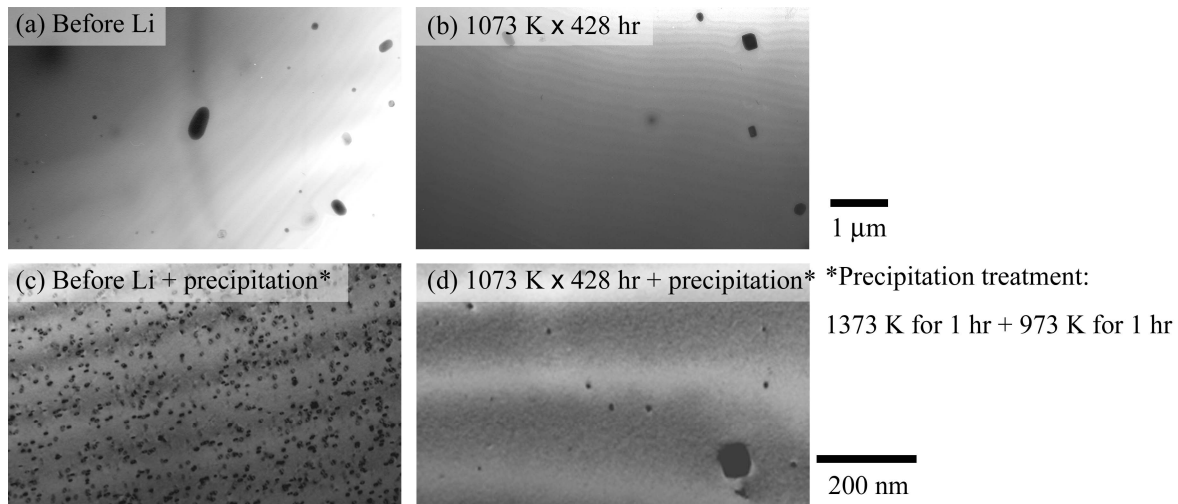


図 3 (a), (b) Li 浸漬前後の微細組織変化、及び(c), (d)析出処理後の微細組織

影響が小さかったが、クリープ強度には寄与する可能性がある。

図 3 (a), (b)に Li 浸漬前後 ( $t_{Li} = 428$  h) の微細組織観察結果を示す。微細組織では 100 nm 程度の微細な Ti-C-O 析出物と、1  $\mu$ m 以上の粗大な Ti-C-N 型析出物が観察された。比較的数量密度が大きく、より強度に寄与する可能性が高いのは Ti-C-O 析出物であるが、Li 析出前後の数量密度、析出形態の変化は不明瞭であった。この Ti-C-O 析出物を 1373 K 熱処理で分解し、さらに 973 K で均一に再析出させた場合の微細組織を(c), (d)に示す。Li 浸漬前の試料において、再析出した Ti-C-O 析出物の数量密度は  $2.3 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  であるのに対し、浸漬後の試料では  $8.0 \times 10^{18} \text{ m}^{-3}$  と一桁以上小さくなっていることが明らかとなった。このとき、再析出に寄与するのは、熱処理前の固溶酸素と Ti-C-O 析出物であり、Li 浸漬中の酸素除去によって、酸素による固溶硬化、析出硬化のいずれか、あるいは両方が低下したと考えられるが、両者を分離評価するのは今後の課題である。

#### 4. まとめと今後の予定

液体 Li 浸漬により、バナジウム合金中の酸素濃度は低下するが、窒素、炭素濃度は増加した。Li 浸漬中の酸素除去によって、酸素による固溶硬化、析出硬化のいずれか、あるいは両方が低下した。これに伴ってクリープ速度の増加が起きていると考えられる。窒素混入の大きな試料ではクリープ速度の上昇は小さく、窒素の寄与も明らかにする必要がある。まだ、クリープ試験データが非常に限られているため、今後はそれぞれの浸漬条件においてデータ取得をすすめる予定である。

#### 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.