

北海道大学工学部 ○前田久江 浜田弘一 廣田榮一 岡田亜紀良 石田巖

< 要 旨 >

Fe-Cr系合金の照射損傷の基礎過程を観察するために、超高圧電子顕微鏡により Fe-Cr希薄合金を473~723Kで電子線照射実験を行った。照射の経過とともに円形の転位ループが特異な櫛歯状の転位ループへ変化するのが観察された。この転位ループの性質およびその生成機構について考察した結果、これらの特異な組織の形成は転位ループにおける合金元素の濃度の局所的濃化によるものと考えられる。

1. 序論

原子炉材料や核融合炉材料は、中性子照射環境で用いられるため、そのような環境に耐え得る材料開発が必要である。しかし、原子炉を用いた試験では照射損傷速度が非常に遅く、材料の放射化などのため試験が容易でない。これらの研究には、種々の加速器や超高圧電子顕微鏡(HVEM)などを用いたシミュレーション照射による試験が有効である。また、HVEMの利用は短時間で大きな照射量が得られること、また照射過程で現れる変化を直接その場で観察することができるなどの利点がある。

電子線が材料中の原子に衝突すると、電子から与えられるエネルギーが十分におおきければ原子のはじき出しが起こる。一方、中性子線の場合には、はじき出された原子がさらに別の原子をはじき出し、連鎖的に衝突が起こる。電子線の場合には、1回のはじき出ししか起こらずそのとき一対の格子間原子と原子空孔対しか生じないため欠陥形成の素過程を観察することができる。これらの点欠陥は、再結合して消滅するもの、材料表面や結晶粒界などに拡散移動するものを除き、材料内部で欠陥集合体を形成する。これらの点欠陥の挙動は合金中の不純物元素や添加元素などの溶質原子や照射温度に左右され、形成される欠陥構造も異なってくる。

本研究は、核融合炉材料として有望な Fe-Cr系合金の照射欠陥構造の生成と発達の基礎的現象を調べるために、Fe-Crの希薄合金にHVEMを用いて電子照射を行い、導入される欠陥構造の発達の過程に及ぼす溶質原子の影響を見ることを目的として行った。

2. 実験方法

試料はFe及びFe-(0.05, 0.1, 0.2, 0.4)Crwt%の5種類である。これらの合金はAr雰囲気でのアーク溶解に

より作製し、水素雰囲気中で1100°Cで焼鈍したのち冷間圧延し、打ち抜きによって厚さ0.1mm×φ3mmと0.05mm×φ2mmの2種類の円板としさらに850°Cで焼鈍を行った。電子顕微鏡観察用試料は電解研磨により作製した。照射は超高圧電子顕微鏡を用いて行い、その場観察を行った。照射条件は、加速電圧は1000kV、で照射強度は 5×10^{22} electrons/m²·sec、照射温度は473~723Kである。また、照射後の観察は通常型 200kV透過電子顕微鏡を用いて行った。

3. 照射結果と考察

3.1 転位ループの成長過程

観察する面により多少の違いはあるが、一部を除いてほとんどの条件で図-1のような転位ループの成長が見られた。成長の過程の初期は、図1-(a)のような丸いループが発生し、それが図1-(b)のように方向性を持った四角形へとかたちを変え、さらに複雑な櫛歯状のものが成長し図1-(c)となった。

3.2 転位の性質

図-2より、形成されたループは格子間原子型転位ループであり、その縁が<100>の方向に平行な四角形で、{100}の面上にある。また、転位のバーガースベクトルは<110>の方向を向いており、またこの転位ループには積層欠陥がないことからバーガースベクトルは a<110>の完全転位のループであることが分かった。

3.3 転位ループの生成機構

本実験で見られたループの特徴は<100>方向に伸びた櫛歯状の形状をもつことである。これは、この照射温度で容易に移動する炭素や窒素などの不純物溶質原子と合金元素であるCrが転位の外周に結晶構造に依

存した方向性を持って集まり、それとともに転位ループが成長したことによると考えられる。

濃度による違いは次のようである。723Kで照射した場合に Fe-0.4%Crでは櫛歯状のループが形成されたが、Fe-0.05、0.2%Crの低濃度ではそれが見られなかった。このような櫛歯状の転位ループの生成・安定性を確認するために Fe-0.05%Cr試料をはじめに673Kで照射し櫛状の転位ループを形成させたあと(図3-a)、照射を中断し、723Kで600sec保持したが転位ループに変化は見られなかった(図3-b)。次にこの温度で再照射を行ったところ櫛歯状の部分消失すると同時に転位ループが成長するのが見られた(図3-c)。以上のような

な転位ループの成長過程、転位ループの形状及び消失の過程の観察から、照射初期には小さな円形の格子間原子型転位ループが(100)面上に形成されるが、照射の進行に伴い不純物および溶質原子が転位ループ周辺に集合するが溶質原子はループの $\langle 100 \rangle$ 方向に平行に濃化し、それとともに転位ループは櫛歯状に屈曲した形で拡大成長したものと考えられる。また櫛歯状の組織の発達は合金濃度に依存し、高濃度ほど高温まで安定性が高いことが確かめられた。このような特異な転位組織は、照射により導入される欠陥と、転位ループの生成・発達に伴う合金元素の局所的な濃度変化の現象であると考えられる。

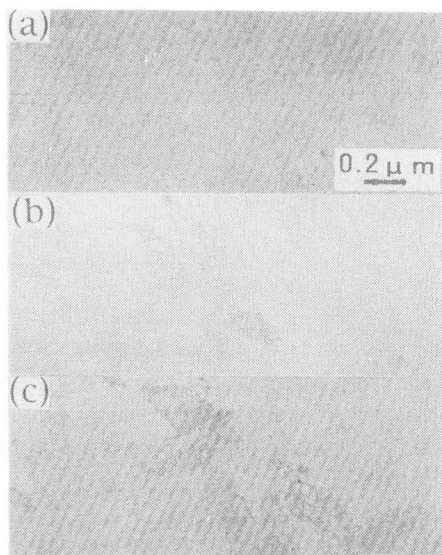


図1 Fe-0.05%Crの623Kにおける転位ループの発達過程

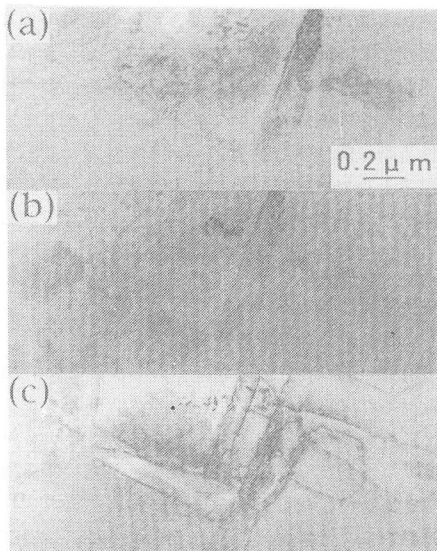


図3 Fe-0.05%Crに見られた転位ループ
a) 673Kにおける転位の導入
b) 723K x600sec焼鈍
c) 723K x400sec再照射

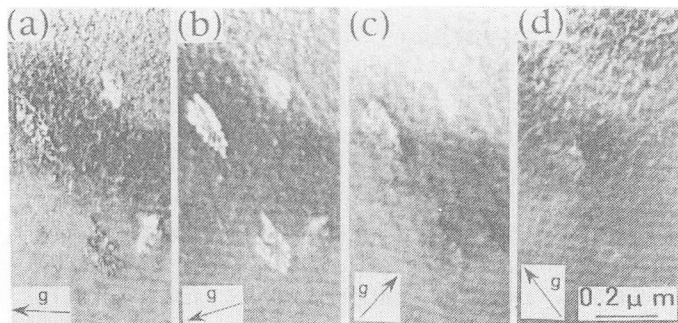


図2 バーガースベクトルの判定のためのTEM写真. Fe-0.4%Crを623Kで照射したもの
(a) $g = 2\bar{1}1$ (b) $g = \bar{1}01$
(c) $g = 1\bar{1}0$ (d) $g = 020$