

放射光を用いた FBR 炉心構造材料に関する研究

(受託者) 独立行政法人日本原子力研究開発機構

(研究代表者) 菖蒲敬久 量子ビーム応用研究部門

(研究開発期間) 平成 21 年度～22 年度実績

1. 研究開発の背景とねらい

エネルギー資源に乏しい日本において、高速増殖炉 (FBR) サイクル技術を確立することにより、長期的なエネルギー安定供給を確保することは国の存立基盤をなす重要課題である。この FBR における技術開発課題の 1 つとして、「高燃焼度化に対応した炉心燃料の開発」が掲げられ、炉心燃料被覆管の最有力候補材料として酸化物分散強化型フェライト鋼 (ODS 鋼) が提案されている。ODS 鋼は、高温・中性子照射環境下において高いクリープ強度特性および優れた耐照射特性をもつことから、炉心部における環境が最高温度約 700°C、はじき出し損傷量が最大で 250dpa の過酷な環境に対しても十分に耐えうることを期待されている。一方、これまでの研究の結果、ODS 鋼の高いクリープ強度特性は、ナノメートルからマイクロメートルサイズの酸化物粒子による分散強化 (析出強化) に起因し、酸化物粒子のサイズが小さく、数密度が多くなるほど強度特性は向上することがすることが引張疲労試験などの強度評価とそれら材料における TEM 写真、SEM 写真などから明らかになっている。ODS 鋼は、合金粉末 (Fe-Cr-W-Ti 系) と酸化物粉末 (Y_2O_3) を高エネルギーボールミル処理 (Mechanical Alloy 処理: MA 処理) し、回収した粉末 (MA 粉末) に熱間固化と冷間加工を付与して製品に加工するが、注目する酸化物粒子は MA 粉末のなかでは分解してフェライト鋼母相に半強固溶解した状態にあり、熱間固化過程における高温加熱時にナノサイズに析出すると考えられている。そこで本事業を実施する前に、熱間固化過程の温度と時間を制御して作成した ODS 鋼について、中性子小角散乱 (SANS) 実験や大型放射光施設 (SPring-8) を用いた放射光小角散乱 (SAXS) 実験を行った結果、ある温度領域より数ナノメートルの結晶粒が現れること、SPring-8 における X 線回折 (XRD) 実験の結果から、その結晶粒が Y-Ti-O で構成される酸化物であることを確認した。よって、ODS 鋼の製品性能は、熱間固化過程の温度と時間の履歴を最適化、言い換えれば、熱間固化過程の制御の良否で決まるといえる。

そこで本事業では、ナノサイズ酸化物粒子の析出・変態機構を明らかにするため、材料製造過程である高温中における XRD および SAXS 同時測定による評価技術を確立し、別途測定する X 線吸収微細構造 (XAFS) の結果と組み合わせて、各試料のナノ組織を定量的に評価する。その結果から相図を作成し、マトリックス効果や酸化物粒子の体積率およびサイズ分布を総合的に評価する。そして、ここで得られた知見を活用しつつ、これまでの機械特性試験や TEM 観察等の実測から ODS 鋼被覆管の高いクリープ強度特性および優れた耐照射特性に必要なとされる数ナノメートル程度の超微細酸化物粒子を一定に分散させることによって安定された品質の ODS 鋼被覆管の量産化が可能になると期待している。

2. 研究開発成果

本事業により、大型放射光施設 (SPring-8) 内原子力機構専用ビームライン BL22XU に XRD および SAXS を高温中で同時測定するための高温その場観察システムを導入した (図 1)。なお、本システムによる時間分解能は、計測される材料からのシグナルの強さに依存するが、システム自体の時間分解能は使用する Pilatus 検出器の仕様に従い、約 0.01sec である。本システムは SPring-8

の高輝度、高指向性などの特徴を生かしたシステムであり、鉄鋼材料を中心とした新材料開発、クリープ疲労などの材料評価等に大いに貢献できるシステムである。

熱処理条件により析出するナノサイズ酸化物粒子に関して、1000℃以上にならないと精製しないこと、析出する時間は温度の上昇により短くできることを明らかにした。そして析出する複合酸化物の種類は1150℃以下では Y_2TiO_5 、それ以上では $Y_2Ti_2O_7$ であり、析出する複合酸化物の割合は鉄に対して0.13%、粒子径は4.5nmより若干小さいサイズであることを明らかにした。図2は析出条件をまとめた相図であり、赤点は酸化物粒子が出始める温度と時間、黒線は酸化物粒子の量が増えなくなる温度と時間、青線は黒線で示した酸化物粒子量に対して90%の量に相当する温度と時間をそれぞれ表し、青線と黒線の間が最適析出条件となる。なお、1000℃以下でも酸化物生成を確認したが、これは製造容器内に含まれる残留酸素が原因であり、今回注目しているナノサイズ酸化物粒子と異なることを、本システムを利用することではっきりと区別することができた。そして、本結果は機械的特性を満足したOSD鋼に関して、TEM等の組織観察から得られた結果、および同試験片を用いたXRD、SAXSの結果を満足していることから、今回提案した相図中の最適析出条件で製作したODS鋼は機械的強度を満足するものと思われる。

ナノサイズ酸化物粒子の高温熱処理中の析出機構に関しては、MAによりアモルファス状態で合金中に一様に存在している Y_2O_3 と、Feに固溶状態で一様に存在しているTiが、高温熱処理により結合し、複合酸化物となると予想される。

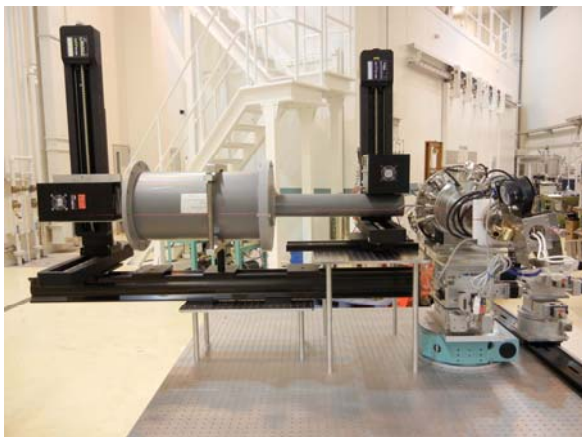


図1 同時測定システム

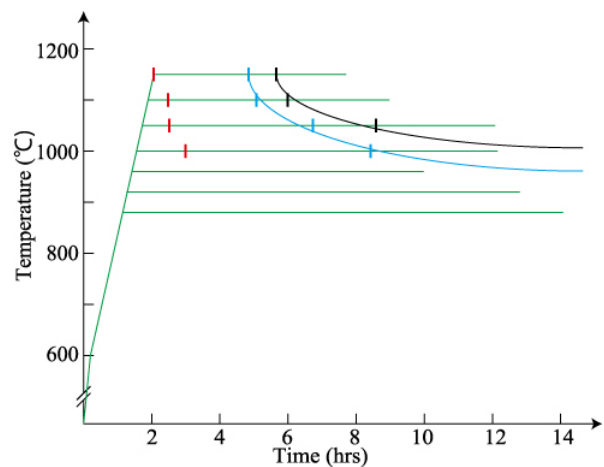


図2 相図

3. 今後の展望

本事業により温度と時間条件が異なってもナノサイズ酸化物粒子が生成される条件を提案できたことから、様々な事業所での製品製造が可能となり、安定したODS鋼の供給が確保されると期待している。

本事業で使用した電気炉で実施できなかった以下の点について、確認が必要である。

- 本事業では従来のODS鋼の製造工程に従った昇温条件により研究を実施したが、その条件を変えた場合でも同様のODS鋼が生成されるかどうか
- 降温条件に関して、一度できた複合酸化物が変化することはないことから、自然な速度での降温では全く問題ないが、急冷のような母材自体の組織に影響を及ぼす条件でも問題はないか