

ステンレス鋼亀裂先端部における応力印加下その場欠陥解析

(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) 前川雅樹 先端基礎研究センター

(研究開発期間) 平成 21 年度～22 年度

1. 研究開発の背景とねらい

ステンレス鋼は応力腐食割れ(SCC)により割れを生じ、予測寿命より早く劣化する。SCCは、ステンレス材中のクロムが炭化物を形成し、表面のクロム酸化物の不働態が破損することが原因とされている。しかし SCC 抑制に効果的な低炭素ステンレス鋼でさえ SCC の発生が発見され、そのメカニズムの解明が急務となっている。近年、分析透過電子顕微鏡による超高倍率観測より、非常に幅の狭い亀裂(タイトクラック)が発見されるなど[1]、SCC への新しい考え方が展開されつつある。本事業では、新たな視点から材料を解析する方法として空孔型欠陥を高感度に検出できる陽電子消滅法を適用する。我々のグループでは、陽電子ビーム径を数 μm へと収束する陽電子マイクロビーム技術の開発に成功した[2, 3]。これにより、従来の陽電子消滅法では適用不可能であった亀裂先端といった局所領域での測定が可能となった。本事業においては、ステンレス鋼の劣化最初期過程における格子欠陥の検出と評価を通じて、空孔型欠陥が亀裂の発生および進展に与える影響を明らかにすることを目的とする。

2. 研究開発成果

本事業は「高性能陽電子マイクロビーム技術および高度測定手法の開発」および、「低炭素ステンレス鋼の劣化最先端部に関する研究」から構成されている。平成 21 年度に高性能陽電子マイクロビーム技術および高度測定手法の開発を行った。これは応力印加その場測定法の開発と、高精度運動量分布計測回路の開発が含まれている。平成 22 年度には、開発した計測手法を活用し、低炭素ステンレス鋼の劣化最先端部に対して、実際のステンレス材を用いた応力印加下その場測定を行い、各種の条件下において発生した原子力材料の亀裂評価を実施した。

応力印加その場測定法の開発では、ステンレス薄片化試料を継続的に応力を印加できる治具に固定し、原子炉水環境を模擬した高温水中で腐食進展試験を行える装置を構築した。亀裂進展と陽電子マイクロビームによる空孔分布測定を交互に実施することにより、同一試料・同一部位の腐食による亀裂進展と空孔型欠陥の分布を連続観察する手法を確立した。高精度運動量分布計測回路の開発では、検出器 2 台の同時計数により電子運動量分布を高精度に計測できるシステムを開発し、欠陥モデルの理論計算との直接比較が可能により欠陥構造の推測が可能となった。

開発した計測手法を利用し、亀裂先端部における空孔の発生・分布に関するデータを蓄積した。ここでの空孔は、電顕で観察されるようないわゆるマイクロボイドなどではなく、もっと微細な単空孔程度のサイズのものである。これが直接的に評価された例はこれまでに無い。応力印加下での SCC 腐食進展および空孔分布観察では、亀裂の先端部に空孔濃度が上昇している領域が検出され、優先的な亀裂進展が見られた。電子運動量分布の詳細測定および第一原理計算による欠陥構造モデル計算との比較により欠陥構造の解析を行ったところ、導入されている空孔は単空孔サイズの微細な欠陥であることが判った(図)。これは、SCC の進展に空孔型欠陥が寄与しているということを示唆したタイトクラック理論を直接的に裏付ける重要な結果である。さらに空孔濃度は応力印加から開放されたあとでも上昇したままであることが新たに見出され、これは亀裂進展

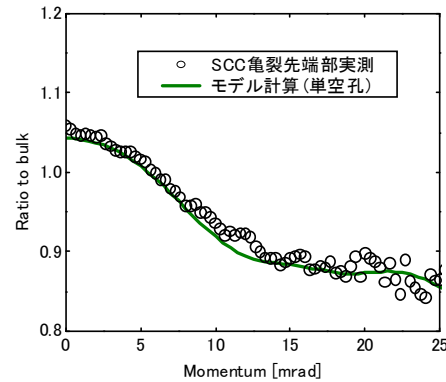
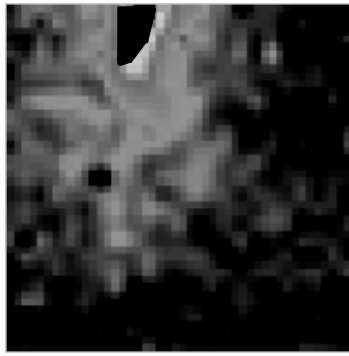


図 (左)SCC 亀裂先端に蓄積する空孔分布を陽電子マイクロビームで測定したもの。(右)亀裂先端付近の電子運動量分布測定結果と理論計算との比較。

に伴う塑性変形による組織変質が起こっていることが明らかとなった。参照試料との比較より、亀裂進展に伴う空孔の導入要因としては塑性変形誘起空孔であることが明らかとなった。蓄積している空孔濃度を推定したところ 3ppm という多量の空孔が生成していることが明らかになり、これは亀裂を進展させるのに十分であることから、単空孔程度の空孔型欠陥でも SCC 亀裂の進展に強く関係していることが明らかとなった。

腐食環境の違いが与える化学的な影響を調べるため、原子炉水環境模擬での亀裂進展試験を実施した。高温高压水を用いた腐食でも亀裂周囲の欠陥分布が観察され、欠陥構造も同様に単空孔であった。一方で、応力を印加せずに腐食だけを行った場合、ごく表面に空孔の発生が認められただけであり、亀裂進展には直接的には影響しないことがわかった。電子線照射により単原子空孔を導入しその回復挙動を調べたところ、塑性変形誘起空孔とほぼ同じ温度域で回復することが見出された。これは原子炉運転温度とほぼ一致することから、空孔の発生、集積、消失が十分に起こりうることを裏付けるものである。

以上より、空孔型欠陥が SCC 亀裂に与える影響としては材料要因が主要であり、特に亀裂導入による降伏応力以上のひずみ蓄積をもたらす塑性変形誘起空孔が支配的であることが明らかとなった。特に応力印加下での空孔の挙動が亀裂の進展に強く影響している。腐食のみでは空孔はごく表面のみにしか導入されず、化学的環境にはあまり影響されない。これらは陽電子マイクロビームを用いた空孔分布測定を行うことによってはじめて得られたこれまでにない知見である。

3. 今後の展望

空孔は応力勾配によって移動するが、その挙動は温度や内包する転位、粒界等により影響される。今後は応力場での空孔の挙動を粒内および粒界上で詳細に追跡することが出来るような、陽電子マイクロビームの高分解能化といった技術開発も重要になると考えられる。

4. 参考文献

- [1] M. Tsubota et al., Seventh International Symposium on Environmental degradation of Materials-Water Reactors, 519(1995).
- [2] M. Maekawa, R. S. Yu, and A. Kawasuso, Phys. Stat. Solidi(c) **6**(2007)4016-4019.
- [3] M. Maekawa, A. Kawasuso, T. Hirade and Y. Miwa, Mater. Sci. Forum **607** (2009)266.