

PNC-FMSの照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす
組織の影響評価
(研究報告)

2004年3月

核燃料サイクル開発機構
大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課
電話：029-282-1122（代表）
ファックス：029-282-7980
電子メール：jserv@jnc.go.jp

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2004

PNC-FMS の照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響評価
(研究報告)

矢野康英¹, 赤坂尚昭¹, 吉武庸光¹, 阿部康弘¹

—要旨—

実用化段階の高速炉においては、経済性の向上の観点から燃料の高燃焼度化が必要である。その高燃焼度燃料の炉心材料としては、耐スエリング性能に優れたフェライト系ステンレス鋼が有望である。そのため、サイクル機構では実用化段階のラップ管候補材として高強度フェライト/マルテンサイト鋼(PNC-Ferritic/Martensitic Steel; PNC-FMS)の開発を進めている。

PNC-FMS を高速炉炉心のラップ管に適用するうえで、高速中性子照射に伴う衝撃特性の低下、具体的には延性-脆性遷移温度(Ductile - Brittle Transition Temperature; DBTT)の上昇等が問題であり、その挙動評価が重要な課題となる。そこで、「常陽」MK-II 温度制御型材料照射装置(MARICO-1)で照射した PNC-FMS(2WFK)のシャルピー衝撃試験後の試験片について TEM による微細組織観察を行い、照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響を評価した。

本試験・評価で得られた主な結果は以下のとおりである。

- 1) 500°Cでは、照射材と熱時効材いずれにおいてもラスマルテンサイト組織に大きな変化は確認されなかった。しかし 650°Cでは、照射材において同組織の消失が顕著であり、熱時効材より広範囲に見られた。これより、高温照射下ではラスマルテンサイト組織の消失が促進すると推察された。
- 2) PNC-FMS 照射材のシャルピー衝撃試験における延性-脆性遷移温度(DBTT)は、ラスマルテンサイト組織の変化挙動(ラス幅の広がりやラスマルテンサイト組織の消失)に依存して高温側にシフトし、転位の回復により低温側にシフトすると考えられる。
- 3) PNC-FMS 照射材のシャルピー衝撃試験における上部棚エネルギー(USE)の低下には、析出変化挙動が大きく影響していると推察される。
- 4) 本照射条件範囲において、PNC-FMS の炉心材料の適用温度範囲(~550°C)である 500°C照射材の衝撃特性および組織は健全であった。今後、高照射量の試験データを拡充していくとともに、低照射量で得られた結果をもとに高照射量の組織変化挙動を類推し、その領域での衝撃特性変化を評価できる手法を確立していく必要がある。

The effect of microstructural change on the Charpy impact properties of the high-strength ferritic/martensitic steel (PNC-FMS) irradiated in JOYO/MARICO-1

Yasuhide Yano¹, Naoaki Akasaka¹, Tsunemitsu Yoshitake¹, Yasuhiro Abe¹

—Abstract—

It is well known that the irradiation embrittlement is one of the most important issues to apply ferritic steels for FBR core materials, although ferritic steels have been considered to be candidate core materials of the commercialized FBR core material because of their superior swelling resistance.

In order to evaluate the effects of microstructural changes during irradiation on the Charpy impact properties of the high-strength ferritic/martensitic steel (PNC-FMS), microstructural observations were performed with transmission electron microscopy on ruptured halves of the half-sized Charpy specimens of PNC-FMS irradiated in the JOYO/MARICO-1.

The results obtained in this study are as follows:

- 1) There was remarkable disappearance of the lath of martensite in the samples irradiated at 650°C, although there was no significant change in microstructures, especially the lath of martensite between the samples irradiated at 500°C and unirradiated. The disappearance of martensitic lath in the samples irradiated at 650°C was larger than that of the samples thermally aged at 650°C.
- 2) The ductile–brittle transition temperature (DBTT) of irradiated PNC-FMS is judged to increase with the disappearance of martensitic lath and to decrease with the recovery in dislocations.
- 3) The decrease in the upper shelf energy (USE) of irradiated PNC-FMS is significantly accompanied by the change of precipitation behavior.
- 4) The Charpy impact properties and microstructures of PNC-FMS irradiated at 500°C were superior under these irradiation conditions. In future, it is necessary to establish how to evaluate Charpy impact properties in a high fluence region, based on theoretical methods introduced from the data gained in low fluence experiments, in addition to expanding the data area widely.

1) Material Monitoring Section, Fuels and Materials Division, Irradiation Center, Oarai Engineering Center, Japan Nuclear Cycle Development Institute

PNC-FMS の照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響評価

目次

1. 緒言	1
2. 供試材	1
3. 照射試験	2
4. 試験方法	2
4.1 走査型電子顕微鏡観察	2
4.2 透過型電子顕微鏡観察	2
5. 試験結果	3
5.1 熱時効材の破面観察結果	3
5.2 熱時効材及び照射材の微細組織観察結果	3
5.2.1 ラスマルテンサイト組織	3
5.2.2 析出物	3
6. 考察	4
6.1 熱時効材及び照射材のシャルピー衝撃特性	4
6.2 DBTT 変化挙動に及ぼす組織の影響	4
6.3 USE 変化挙動に及ぼす組織の影響	5
7. 結言	6
参考文献	7
謝辞	7

表目次

表 2.1 PNC-FMS(2WFK)の化学組成(wt%)と熱処理条件	8
表 4.1 TEM 試料の MARICO-1 照射条件	8
表 4.2 TEM 試料の熱時効条件	8

図目次

図 4.1 シャルピー衝撃試験片の破面観察方向の模式図	9
図 4.2 シャルピー衝撃試験片からの TEM 試料採取位置の模式図	9
図 5.2-1 熱時効温度及び照射温度と析出物平均粒径の関係	10
図 5.2-2 熱時効材の析出物径と析出物数密度の関係	10
図 5.2-3 照射材の析出物径と析出物数密度の関係	11
図 5.2-4 500℃における析出物径と析出物数密度の関係	11
図 5.2-5 650℃における析出物径と析出物数密度の関係	12
図 6.1-1 500℃熱時効材と 500℃照射材の試験温度と吸収エネルギーの関係	12
図 6.1-2 650℃熱時効材と 650℃照射材の試験温度と吸収エネルギーの関係	13
図 6.2 各試料における DBTT 変化の関係	13
図 6.3-1 各試料における USE 変化の関係	14
図 6.3-2 TTP 線図と USE 変化の関係	14

写真目次

写真 1. 脆性温度領域における破面の SEM 像	15
写真 2. DBTT 近傍における破面の SEM 像	16
写真 3. 延性温度領域における破面の SEM 像	17
写真 4. 延性温度領域及び脆性温度領域における破面の拡大 SEM 像	18
写真 5. PNC-FMS(2WFK)受入材低倍組織	19
写真 6. 500℃熱時効材低倍組織	20
写真 7. 650℃熱時効材低倍組織	21
写真 8. 500℃照射材低倍組織	22
写真 9. 650℃照射材低倍組織	23
写真 10. 各試料のラスマルテンサイト組織の比較	24

1. 緒言

サイクル機構では、高速炉炉心材料としてこれまで以下の鋼種の開発に取り組んできた。

- ・PNC316、改良オーステナイト鋼(PNC1520 他)
- ・高強度フェライト/マルテンサイト鋼(PNC-Ferritic/Martensitic steel; PNC-FMS)
- ・酸化物分散強化型フェライト/マルテンサイト (Oxide Dispersion Strengthened Ferritic/Martensitic Steel; ODS F/M)鋼

炉心材料については当初、原型炉「もんじゅ」(取出平均燃焼度 8 万 MWd/t) を対象として、加工条件や微量添加元素を調整した改良 SUS316 鋼(PNC316)を開発した。さらに次のステップとして、実証炉から実用化段階を見通した炉心材料の開発を進めている。

高速炉の実用化に向けては、プラントの経済性向上の観点からより高い燃焼度を達成することが必要となっている。そのため、FBR サイクル実用化戦略調査研究(以下、FS)では、取出平均燃焼度を 15 万 MWd/t に設定している。

この場合の高速中性子照射量は、約 250dpa($\sim 5.0 \times 10^{27} \text{n/m}^2$)となる。そのため、これまでに開発した PNC316 鋼等のオーステナイト系ステンレス鋼では、耐スエリング性能の限界から、FS で設定した高燃焼度を達成することが極めて困難である。

実用化段階の高燃焼度を実現する炉心材料としては、耐スエリング性能の観点からフェライト系ステンレス鋼が有望である。そのためサイクル機構では、PNC-FMS さらには ODS F/M 鋼(12Cr フェライト系と 9Cr 系マルテンサイト系の 2 鋼種)の研究開発を進めている。

PNC-FMS に加えて ODS F/M 鋼の開発に取り組んだのは、前者の高温強度が実用化段階の被覆管で想定されている使用条件($\sim 700^\circ\text{C}$)を満足しないためである。そのため、PNC-FMS については現在、実用化段階のラップ管($\sim 550^\circ\text{C}$)として適用することが考えられている。一方、これらのフェライト系ステンレス鋼を高速炉炉心材料として適用するうえでは高速中性子照射に伴う材料の照射脆化が問題であり、その照射脆化挙動評価が重要な課題である。特に、PNC-FMS を実用化段階のラップ管として適用するためには、照射に伴う衝撃特性の低下、すなわち DBTT の上昇等を抑えることが重要である。

そこで、PNC-FMS の照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響を評価することを目的として、「常陽」MK-II 温度制御型材料照射装置 MARICO-1 で照射した PNC-FMS(2WFK)の JIS ハーフサイズシャルピー衝撃試験片(シャルピー衝撃試験後)の微細組織観察を行い、照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響について評価を行った。

2. 供試材

供試材には、PNC-FMS(鋼種 2WFK)を用いた。PNC-FMS は、サイクル機構が高速炉炉心材料用に開発したフェライト/マルテンサイト鋼である。本鋼は、Mo, W の固溶強化及び Nb, V の析出強化により高温強度を向上させている。また、被覆管では高温クリープ強度、ラップ管では短時間強度が重要となることから、PNC-FMS では被覆管及びラップ管それぞれに熱処理条件を設けており、平成 4 年に材料仕様が決まり、材料強度基準(暫定案)¹⁾が整備されている。

供試材に用いた 2WFK は、MARICO 照射用に平成 3 年度に(株)神戸製鋼所において製造された PNC-FMS ラップ管材の最新鋼種である。その基本目標成分は、11Cr-0.5Mo-2W-0.05Nb-0.2V である。本材料については、まず真空高周波炉溶解してインゴットを作製し、鍛造加工後 1100℃に加熱、熱間圧延を施した後、さらに最終熱処理として焼ならし処理(1050℃×1.5h, AC)と焼戻し処理(700℃×1h, AC)を施し、機械加工により試験片とした²⁾。2WFK の最終熱処理の焼ならし時間は、靱性の低下が懸念される δ フェライト相の低減を図るために、材料強度基準(暫定案)で定めているラップ管の熱処理条件(1050℃×10 分焼ならし+700℃×60 分焼戻し)よりも長くなっている。表 2.1 に本供試材の化学組成を示す。

照射材との比較のため、MARICO 照射用の 2WFK とロッドの異なる 2WFK を用いて熱時効試験(500, 650℃×3000h)を行い、熱時効材についてもシャルピー衝撃試験を実施した。

3. 照射試験

材料照射試験は、「常陽」MK-II 温度制御型材料照射装置 MARICO-1 にて行った。MARICO-1 は、「常陽」MK-II 炉心第 29~32 サイクルで照射された。装荷位置はすべて 3E3 であった(炉心装荷日：平成 6 年 6 月 16 日、取り出し日：平成 10 年 7 月 15 日)。MARICO-1 の最大高速中性子照射量は $4.4 \times 10^{26} \text{ n/m}^2 (E > 0.1 \text{ MeV})$ 、100MW 相当運転日数(Effective Full Power Days; EFPD)は 209.577EFPD であった³⁾。

4. 試験方法

4.1 走査型電子顕微鏡観察

熱時効材のシャルピー衝撃試験後の破面観察を SEM(HITACH S-570)と FE-SEM(JSE-6500F)により実施した。観察した試験片の衝撃試験温度は、650℃熱時効材、500℃熱時効材でそれぞれ(-80, 0, 100℃)と(-80, 50, 200℃)である。これらの衝撃試験温度は、脆性温度領域、延性-脆性遷移温度(DBTT; Ductile - Brittle Transition Temperature)近傍領域、延性温度領域にそれぞれ対応している。なお、本破面観察は先行基礎工学研究の一環で北海道大学にて実施した。SEM 観察方向の模式図を図 4.1 に示す。

4.2 透過型電子顕微鏡観察

照射材及び熱時効材のシャルピー衝撃試験後の試料について TEM 観察を実施した。本観察には、MMF 設置の TEM(JEM-4000FX)を用いた。なお、今回の観察はそれぞれの内部組織観察が主目的であるため、照射材および熱時効材のシャルピー衝撃試験後試験片の端部から TEM 試料を採取した。試料調整は、試料を厚さ約 200 μm まで両側から機械研磨し 3mm ディスクに打ち抜いた後、電解研磨を行った。TEM 試料の採取位置を図 4.2 に示す。また、TEM 試料の照射および熱時効条件を表 4.1 と表 4.2 にそれぞれ示す。

5. 試験結果

5.1 熱時効材の破面観察結果

500℃熱時効材および650℃熱時効材の脆性温度領域、DBTT近傍領域、延性温度領域の破面全体像を写真1~3に示す。また、脆性温度領域と延性温度領域における破面の拡大像を写真4に示す。

脆性温度領域では、破面が全体的に平坦であるのに対して、DBTT近傍領域、延性温度領域では破断面中央部が絞れていた。また、脆性温度領域では、全体的に劈開破面であった。一方、延性温度領域では、凹凸のディンプルパターンである延性破面と脆性破面である劈開破面が混在していた。どの温度域においても、明確な粒界割れ破面は観察されなかった。

5.2 熱時効材及び照射材の微細組織観察結果

5.2.1 ラスマルテンサイト組織

受入材、500℃熱時効材、650℃熱時効材、500℃照射材、650℃照射材の低倍組写真をそれぞれ写真4~8に示す。

受入材では、全体にラスマルテンサイト組織が観察された。

500℃熱時効材と500℃照射材では、ラスマルテンサイト組織に大きな変化は観察されず、受入材と同様の組織であった。ただし、受入材に比較して、いずれも転位の回復は進んでいる傾向がうかがえた。

650℃熱時効材と650℃照射材では、広範囲でラスマルテンサイト組織の消失が確認され、受入材、500℃熱時効材、500℃照射材の組織とは大きく異なっていた。また、650℃における熱時効材と照射材のラスマルテンサイト組織を比較すると、照射材のほうがその組織の消失領域が広範囲であった。

5.2.2 析出物

各供試材の析出物は、全体的にラス境界上に多数析存在していた。特に、650℃熱時効材及び650℃照射材ではラス境界上の析出物が粗大化しているように観察された。また、両供試材ではラスマルテンサイト組織が消失した領域での析出物の粗大化も一部観察された。

そこで、各供試材におけるラスマルテンサイト組織の析出物の大きさ、数密度を定量的に評価した。各供試材における照射温度および熱時効温度と平均析出物粒径の関係を図5.2-1に示す。また、熱時効材、照射材それぞれの析出物の粒径と数密度の関係を図5.2-2,図5.2-3に、500℃と650℃の各温度における熱時効材、照射材および受入材の同様の関係を図5.2-4,図5.2-5にそれぞれ示す。

受入材と熱時効材における析出物の粒径と数密度を比較すると、500℃熱時効材では、両者にほとんど変化がなかった。一方、650℃熱時効材では、析出物粒径は約1.5倍大きくなり、析出物数密度のピークも粒径増加の方向にシフトしていた。また、650℃熱時効材では、全体的に析出物の数密度が減少していた。析出物は、熱時効により650℃では粗大化し、500℃ではほとんど影響を受けない傾向を示した。

受入材と照射材の析出物粒径と析出物数密度を比較すると、500°C照射材は析出物粒径の大きさ、析出物数密度のピークも変化せず受入材と同様の挙動を示した。一方、650°C照射材の析出物粒径は約2倍大きくなり、析出物数密度は全体的に減少し、そのピークも顕著に粒径増加の方向にシフトしていた。

500°Cにおける熱時効材と照射材を比較すると、両供試材とも受入材に比較して析出物挙動に変化は見られなかった。一方、650°Cにおける熱時効材と照射材を比較すると、析出物の数密度はほぼ同様であったが、照射材のほうが平均粒径が大きく、かつ数密度のピークも粒径増加方向にシフトしていた。

6. 考察

6.1 熱時効材および照射材のシャルピー衝撃特性

先に報告した500°C近傍および650°C近傍のシャルピー衝撃試験における試験温度と吸収エネルギーの関係を図6.1-1、図6.1-2にそれぞれ示す⁴⁾。図中には熱時効材および照射材のDBTT及び上部棚エネルギー(USE; Upper Shelf Energy)の受入材に対する変化量を示した。

図6.1-1より、500°C近傍においては、照射材と熱時効材の両方でUSEに変化は見られなかった。一方、DBTTについては、受入材と比較し照射材、熱時効材の両方でDBTTが低温側にシフトし、衝撃特性の向上が見られた。このようなDBTTの低温側へのシフトは、海外のフェライト/マルテンサイト鋼であるGA3Xの450°C照射材でも報告されており⁵⁾、その材料に特有の照射温度範囲(450~500°C程)においては、衝撃特性が向上する方向に組織の調質が進行するためと理解されている。

図6.1-2より、650°C近傍において、熱時効材ではUSEの低下はほとんど見られなかった。しかし、照射材では顕著なUSEの低下が認められた。また、両方でDBTTの上昇が見られ、衝撃特性が低下していた。衝撃特性の低下は、熱時効材より照射材のほうがより顕著であった。

シャルピー衝撃特性の変化のうち、DBTTの500°Cにおける低温側へのシフトと650°Cにおける高温側へのシフト及びUSEの650°C照射材における顕著な低下に着目し、照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響について考察した。

6.2 DBTT変化挙動に及ぼす組織の影響

シャルピー衝撃特性における各供試材のDBTT変化を図6.2に示す。受入材に比較して、500°C熱時効材、500°C照射材では低温側にシフトし、650°C熱時効材、650°C照射材では高温側にシフトしていた。各温度におけるDBTT変化は、照射材のほうが高温側に大きかった。

500°Cにおける照射材と熱時効材の析出物挙動を比較する。受入材と比較して、500°C熱時効材、500°C照射材はともに析出物の粒径と数密度にほとんど変化がなかった。また、650°C熱時効材および650°C照射材の析出物は粗大化する傾向がうかがえた。

各供試材の析出物は、ラス境界上及び旧オーステナイト粒界上に多数存在していた。一方、熱時効材の破面観察から明確な粒界割れが観察されなかったことを考慮すると、析出物は粒界強度の低下には寄与していないと考えられる。したがってDBTT変化に及ぼす析出物の影響は小さい

と推察される。

そこで、ラスマルテンサイト組織の比較を行い、DBTT 変化に及ぼす影響について検討した。各試料のラスマルテンサイト組織を写真 9 に示す。受入材に比較して、熱時効材、照射材で転位の回復が進む傾向が見られたことから、組織の調質が進んだと考えられる。さらに、ラス幅に着目すると、受入材と 500°C 熱時効材では変化がないのに対して、500°C 照射材ではその広がりが見られた。650°C 熱時効材と 650°C 照射材ではラスマルテンサイト組織の消失が確認され、両者を比較すると、後者の消失領域が多く見られた。このラスマルテンサイト組織の消失をラス幅の広がりと考えると 650°C 照射材のほうが 650°C 熱時効材よりラス幅が広がっているといえる。

これらのことから、DBTT の低温側へのシフトは転位の回復に起因し、DBTT が高温側にシフトするのはラスマルテンサイト組織の変化挙動(ラス幅の広がりやラスマルテンサイト組織の消失)に起因すると考えられる。

過去に実施した PNC-FMS の 650°C 熱時効材のシャルピー衝撃試験において概ね 3000 時間以上で DBTT の上昇が飽和していたこと⁹⁾を考慮すると、650°C 照射材(5030h)と 650°C 熱時効材(3000h)における DBTT 変化の差は、熱時効効果の影響でなく照射効果の影響と考えられる。このことから、照射材のラスマルテンサイト組織の消失が熱時効材より広範囲であったのは、熱時効効果だけでなく照射による促進が寄与していると推察される。

6.3 USE 変化挙動に及ぼす組織の影響

次に、シャルピー衝撃特性における各供試材の USE 変化を図 6.3-1 に示す。受入材に比較して、500°C 熱時効材、500°C 照射材、650°C 熱時効材で変化がほとんど見られなかったのに対して、650°C 照射材では顕著な低下が認められた。

今回の観察においては、Laves 相等の析出物の同定および体積変化率等の定量評価を実施していないが、USE は M_6C 、Laves 相等の析出相が増量すると著しく低下する、との報告がある⁷⁾。そこで、FFTF/MOTA で照射した高照射(53.2~103.2dpa)の PNC-FMS(61FS)被覆管及び同材料の長時間時効材の析出挙動データから作成した TTP 線図⁸⁾を用いて今回の析出物を推定し、USE の変化挙動を評価した。TTP 線図と USE の変化 (ΔUSE) の関係を図 6.3-2 に示す。なお、今回の 650°C における熱時効材および照射材の観察でラスマルテンサイト組織の消失が生じていたことから、図 6.3-2 の TTP 線図は参考文献⁸⁾の原図のラスマルテンサイト組織消失温度より若干低く変更してある。

この図から、500°C 熱時効材および 650°C 熱時効材では、新たな析出物の形成はなく受入材と同様の析出物が存在していることが示唆される。また、500°C 照射材において Laves 相の形成が示唆されているが、この TTP 線図は FFTF/MOTA で照射した高照射量のデータを元に作成しており、今回のように 4.4dpa と照射量が少ない領域では、まだ Laves 相は形成していないと推察される。650°C 照射材では、2.8dpa と照射量が非常に少ないが、PNC-FMS の焼戻しが (700°C, 1h) の条件で行われていることと今回の照射温度が焼戻し温度に近い 654°C であり、照射時間が 5030h と長いことを考慮すると、熱時効による析出は飽和し、今回の少ない照射量においても照射誘起析出が生じると推察される。このことから、図 6.3-2 の TTP 線図は 650°C 照射材に適用できると考えた。したがって、650°C 照射材では照射誘起により USE の低下に寄与すると考えられる⁸⁾相

や Laves 相の形成が示唆される。

650°C熱時効材と 650°C照射材では、ラスマルテンサイト組織の消失が確認されている。しかし、前者の USE が受入材と比較してほとんど変化していないことを考えると、ラスマルテンサイト組織の消失の USE に及ぼす影響は小さいと推察される。

以上のことを考慮すると、PNC-FMS における USE の低下は、主に析出変化挙動の影響が非常に大きいと推察される。

7. 結言

「常陽」MARICO-1 で照射した PNC-FMS(2WFK)の JIS ハーフサイズシャルピー衝撃試験片について照射後シャルピー衝撃試験を実施した後、TEM による微細組織観察を実施して、PNC-FMS の照射後シャルピー衝撃特性に及ぼす組織の影響を評価して以下の結論を得た。

- 1) 500°Cでは、照射材と熱時効材いずれにおいてもラスマルテンサイト組織に大きな変化は確認されなかった。しかし 650°Cでは、照射材において同組織の消失が顕著であり、熱時効材より広範囲に見られた。これより、高温照射下ではラスマルテンサイト組織の消失が促進すると推察された。
- 2) PNC-FMS 照射材のシャルピー衝撃試験における延性-脆性遷移温度(DBTT)変化は、ラスマルテンサイト組織の変化挙動(ラス幅の広がりやラスマルテンサイト組織の消失)に依存し高温側にシフトし、転位の回復により低温側にシフトすると推察される。
- 3) PNC-FMS 照射材のシャルピー衝撃試験における上部棚エネルギー(USE)の低下には、主に粗大化等の析出物挙動が大きく影響していると推察される。
- 4) 本照射条件範囲において、PNC-FMS の炉心材料の適用温度範囲(~550°C)である 500°C照射材の衝撃特性および組織は健全であった。今後、高照射量の試験データを拡充していくとともに、低照射量で得られた結果をもとに高照射量の組織変化挙動を類推し、その領域での衝撃特性変化を評価できる手法を確立していく必要がある。

参考文献

- 1) 野村茂雄等, “高速炉用炉心構成要素用高強度フェライト/マルテンサイト鋼(PNC-FMS)材料強度基準 (暫定案)”, JNC ZN9410 92-110, (1992)
- 2) 岡田浩一他, “MARICO-1 照射用試験片の作製”, JNC ZN9450 94-004, (1994)
- 3) 「常陽」照射試験サイクル報 (第 32 サイクル), JNC TN9440 98-010, (1998)
- 4) 矢野康英他, “CMIR-5 及び MARICO-1 で照射した PNC-FMS 鋼及び ODS マルテンサイト鋼の照射後シャルピー衝撃特性評価”, JNC TN9400 2003-028, (2002)
- 5) H. -C. Schneider et al., “Embrittlement behavior of different international low activation alloys after neutron irradiation”, Journal of Nuclear Materials 295, p16-20, (2001)
- 6) 寺西洋志他, “新材料ラッパ管試作試験(I B)”, JNC ZJ9009 88-006, (1988)
- 7) 朝倉健太郎他, “V, Nb 添加 9%Cr フェライト系耐熱鋼のクリープ破断強度と靱性におよぼす Mo 量の影響”, 鉄と鋼 第 74 年(1988)第 10 号, p 2001-2008
- 8) Keiichiro Oka et. al., “Precipitation in Commercial Ferritic Steels under Neutron Irradiation and Long-Term Thermal Aging Conditions”, ^{21st}ASTM paper to be published

謝辞

本報告をまとめるにあたり御指導及び貴重な御助言を頂きました北海道大学大学院工学研究科大貫惣明教授に深く感謝します。また、本試験の熱時効材の SEM 観察、熱時効材の TEM 試料作製に多大なるご尽力を頂きました北海道大学研究生 岡桂一朗氏に深く感謝します。

表 2.1 PNC-FMS(2WFK)の化学組成(wt%)と熱処理条件

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	W	V	Nb	N	Fe
2WFK	0.12	0.05	0.60	0.003	0.001	0.39	11.1	0.49	2.08	0.21	0.047	0.05	bal.

焼ならし処理(1050°C×1.5h, AC)→焼き戻し処理(700°C×1.0h, AC)

表 4.1 TEM 試料の MARICO-1 照射条件

鋼種	キャプセル No.	試験片No.*	照射温度** (°C)	照射量*** (×10 ²⁶ n/m ²)	照射量**** (dpa)	照射時間 (h)	衝撃試験温 度 (°C)	
PNC-FMS	2WFK	1-C	L2WF05L	496	0.87	4.4	5030	50
		5-B	L2WF10L	654	0.55	2.8	5030	50

*)試料名は、L2WF05L,L2W10Lをそれぞれ500°C照射材、650°C照射材と呼ぶことにする。

**)照射温度は、TED 評価値とした。

***) E>0.1MeV

****) 照射量(dpa)は、1×10²⁶n/m²を5dpaとして換算した。

表 4.2 TEM 試料の熱時効条件

鋼種	試料名	熱時効温度 (°C)	熱時効時間 (h)	衝撃試験温度 (°C)	
PNC-FMS	2WFK	500°C熱時効材	500	3000	-20
		650°C熱時効材	650	3000	20
		受入材	-	-	18

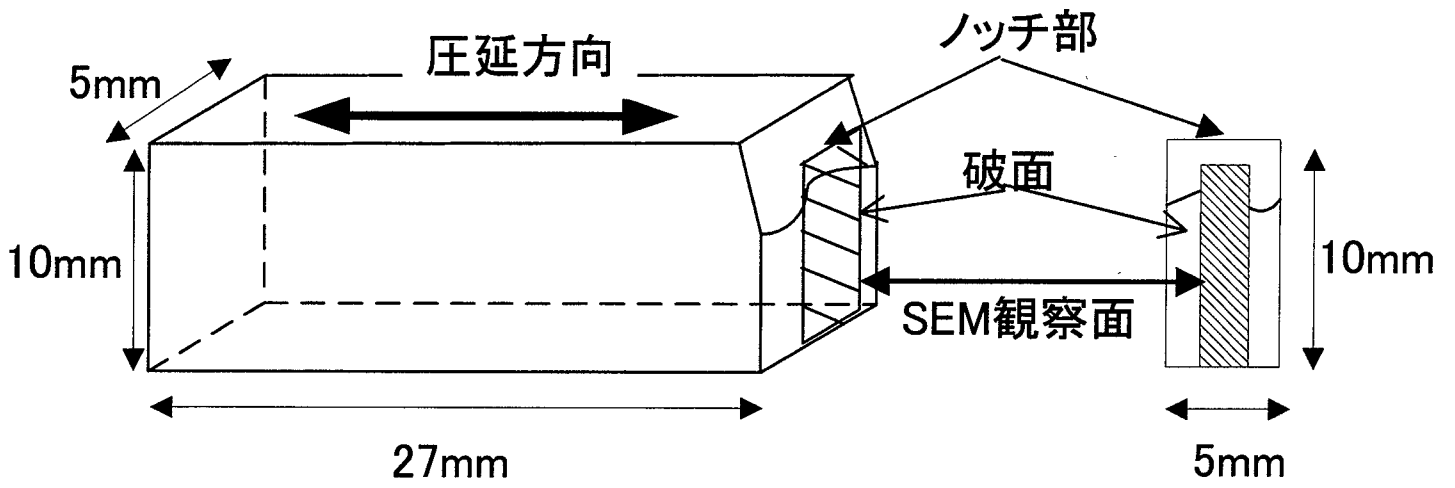


図 4.1 シャルピー衝撃試験片の破面観察方向の模式図

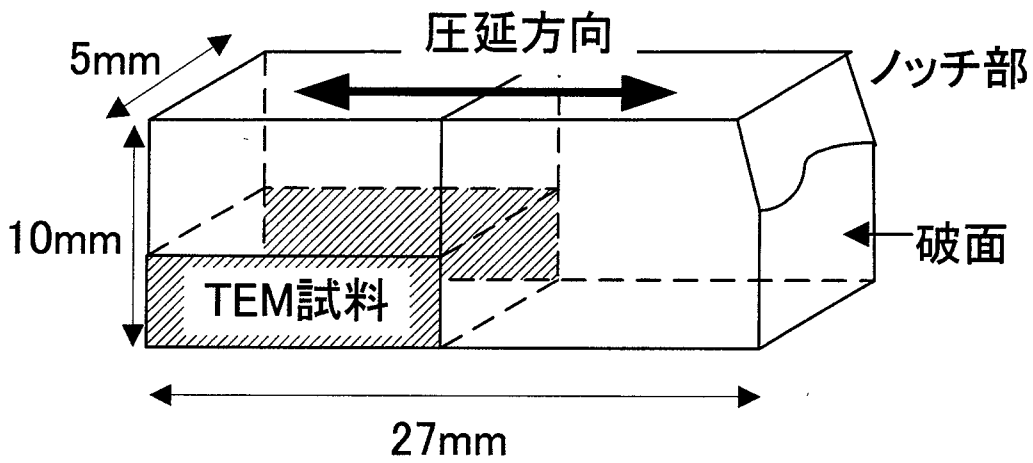


図 4.2 シャルピー衝撃試験片からの TEM 試料採取位置の模式図

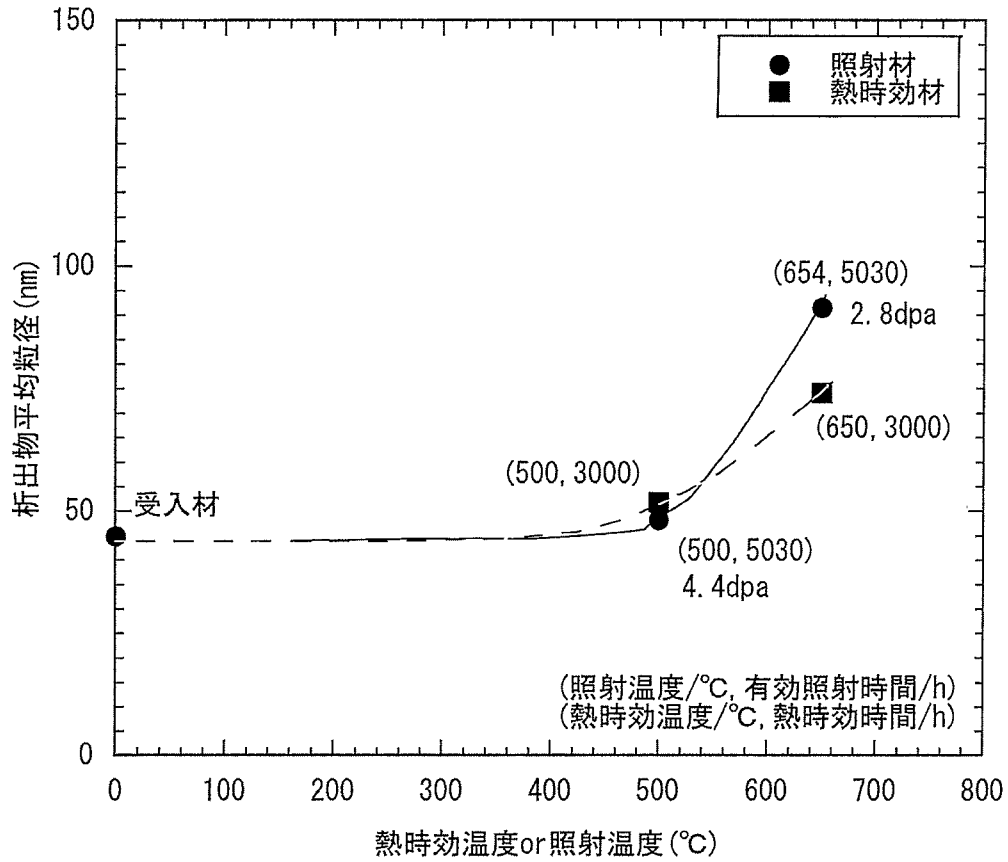


図 5.2-1 熱時効温度及び照射温度と析出物平均粒径の関係

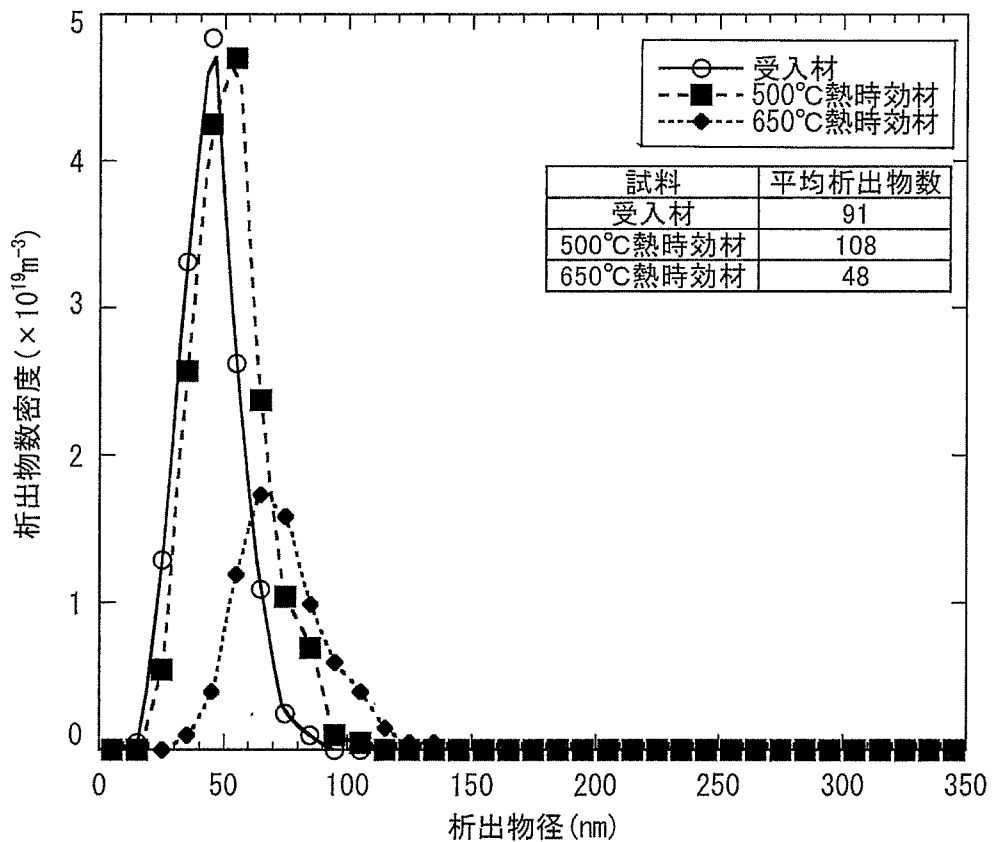


図 5.2-2 熱時効材の析出物径と析出物数密度の関係

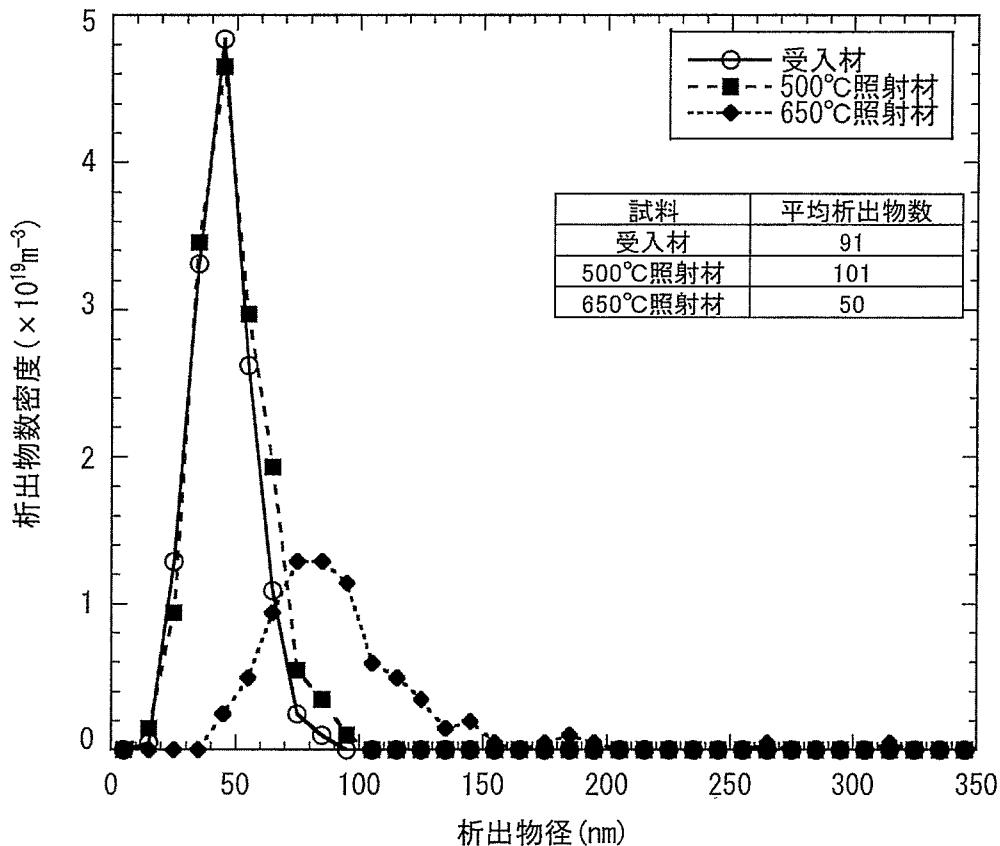


図 5.2-3 照射材の析出物径と析出物数密度の関係

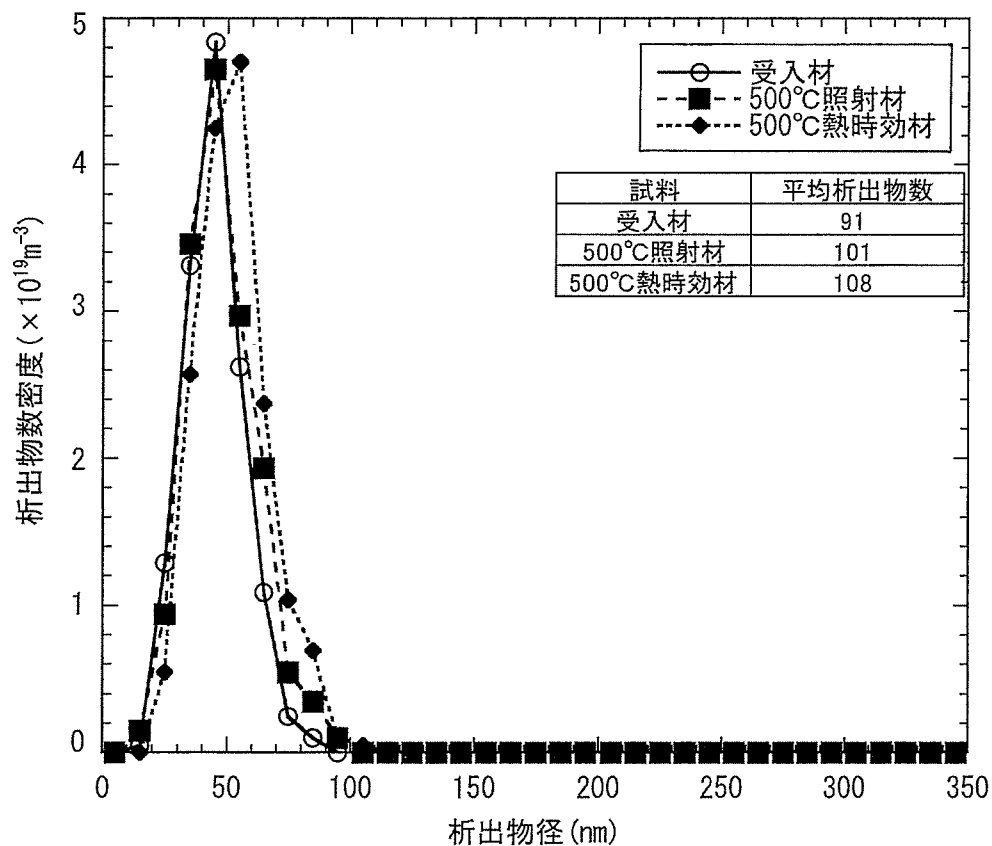


図 5.2-4 500°Cにおける析出物径と析出物数密度の関係

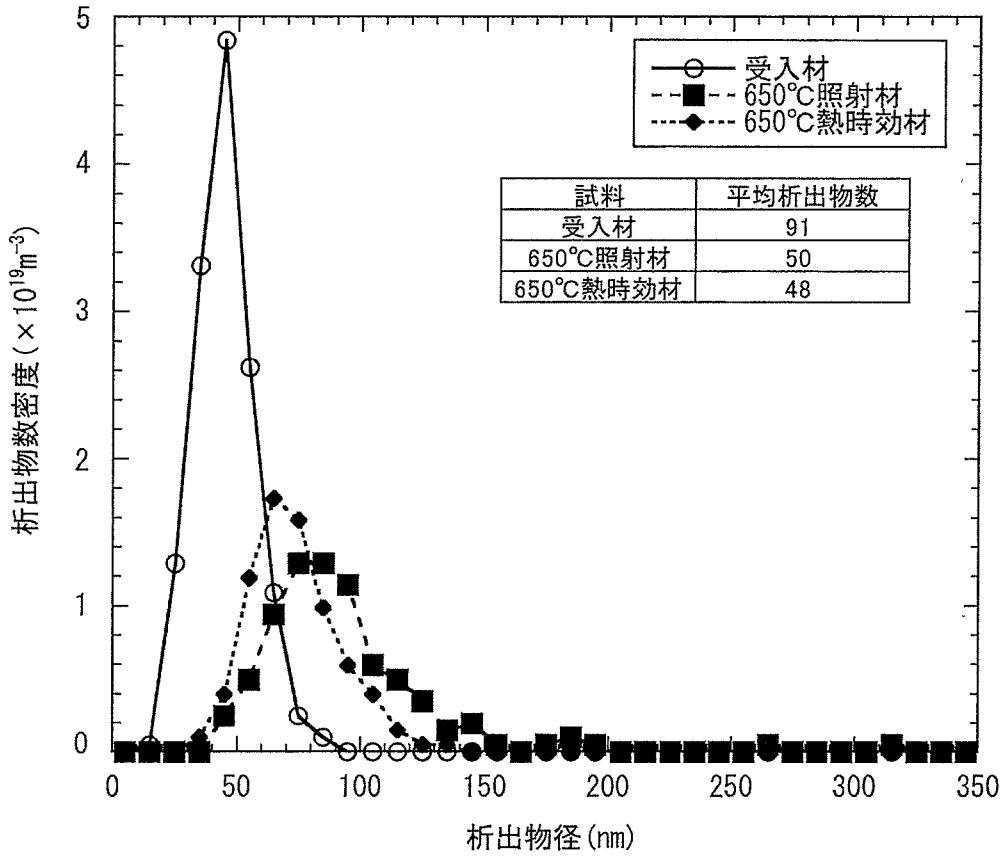


図 5.2-5 650°Cにおける析出物径と析出物数密度の関係

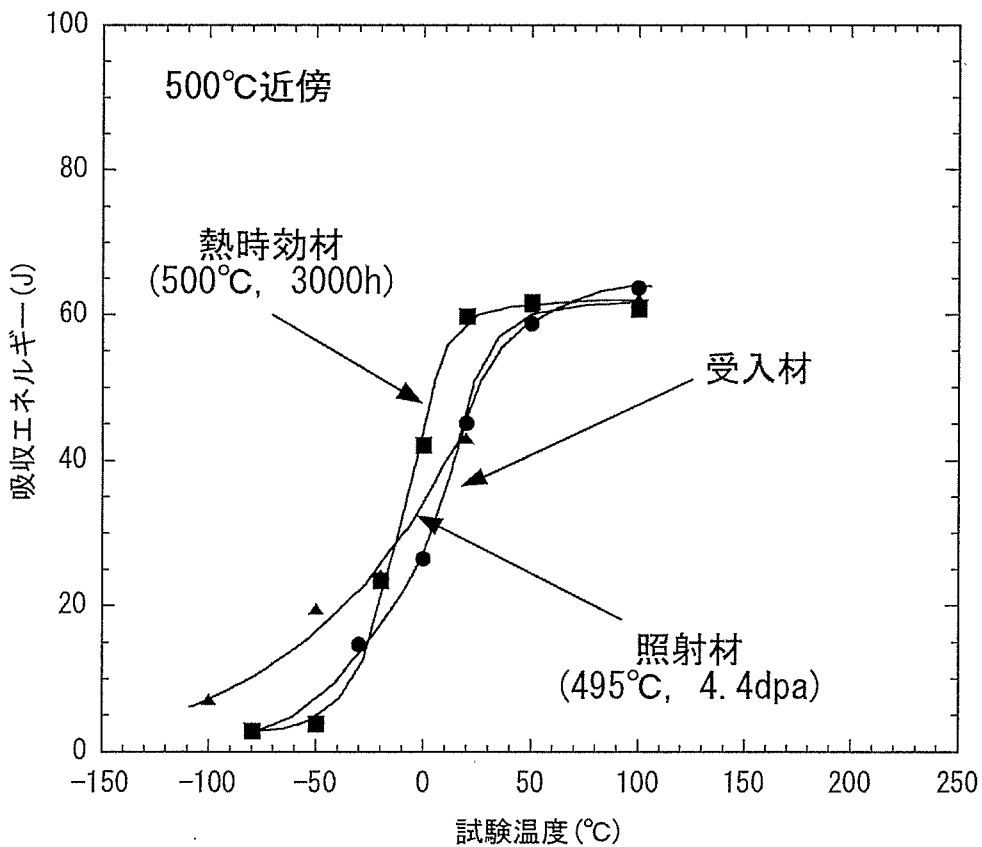


図 6.1-1 500°C熱時効材と 500°C照射材の試験温度と吸収エネルギーの関係

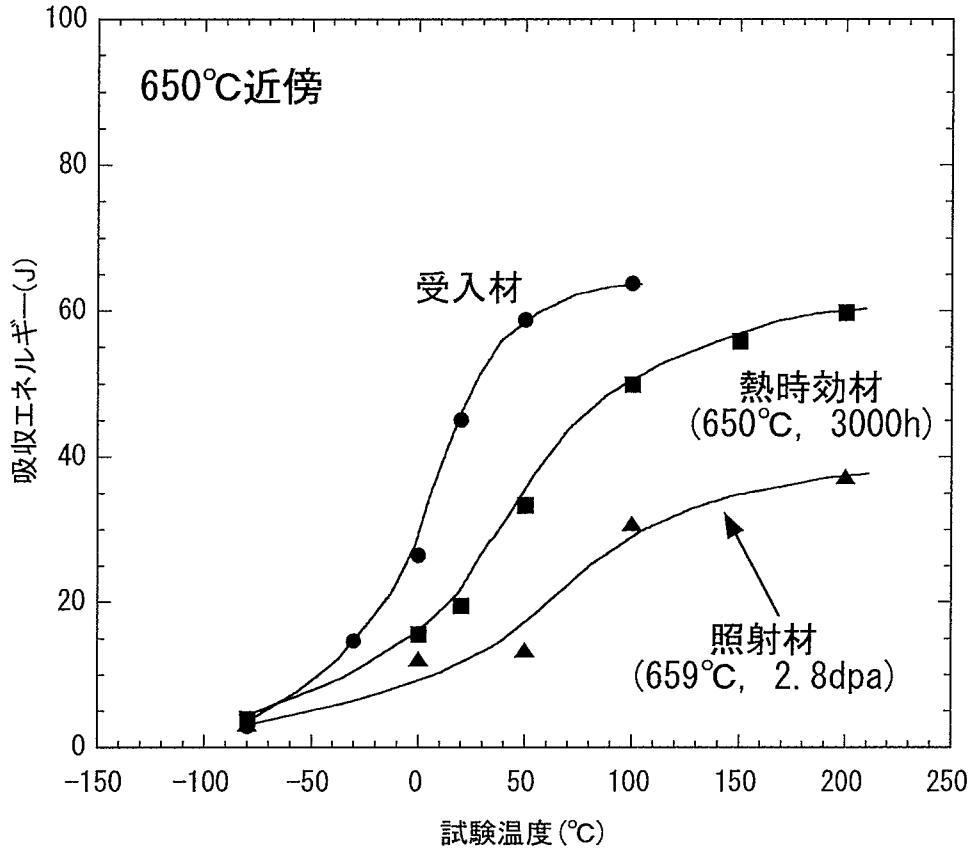


図 6.1-2 650°C熱時効材と 650°C照射材の試験温度と吸収エネルギーの関係

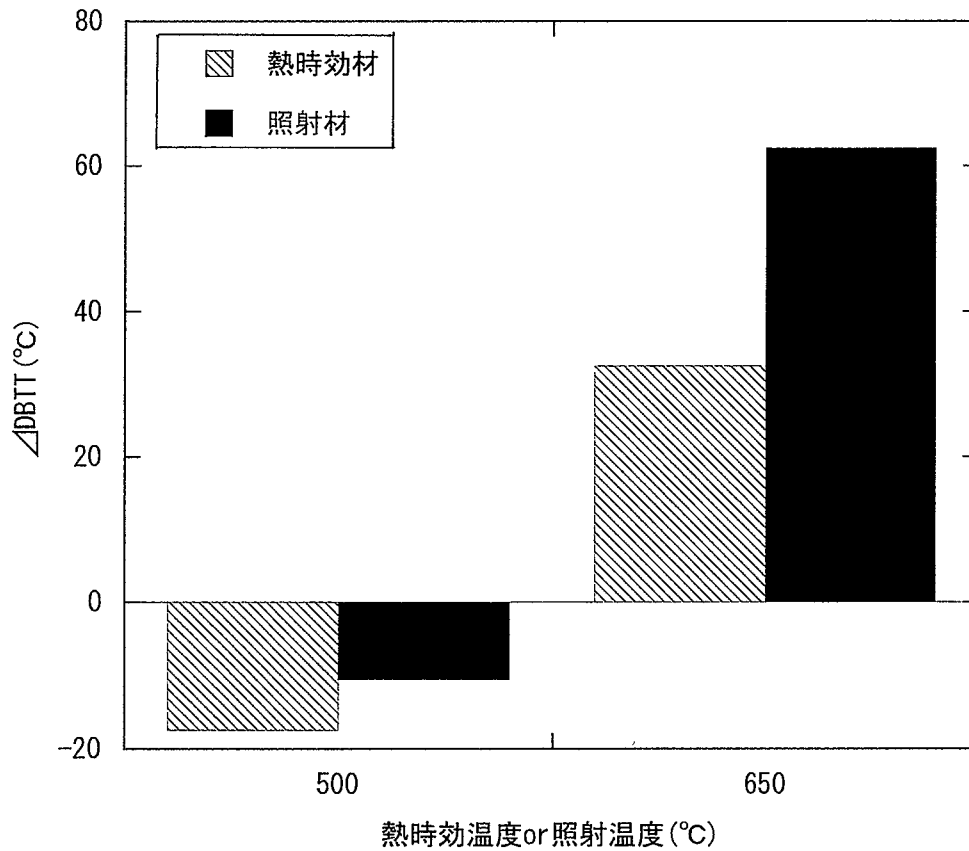


図 6.2 各試料における DBTT 変化の関係

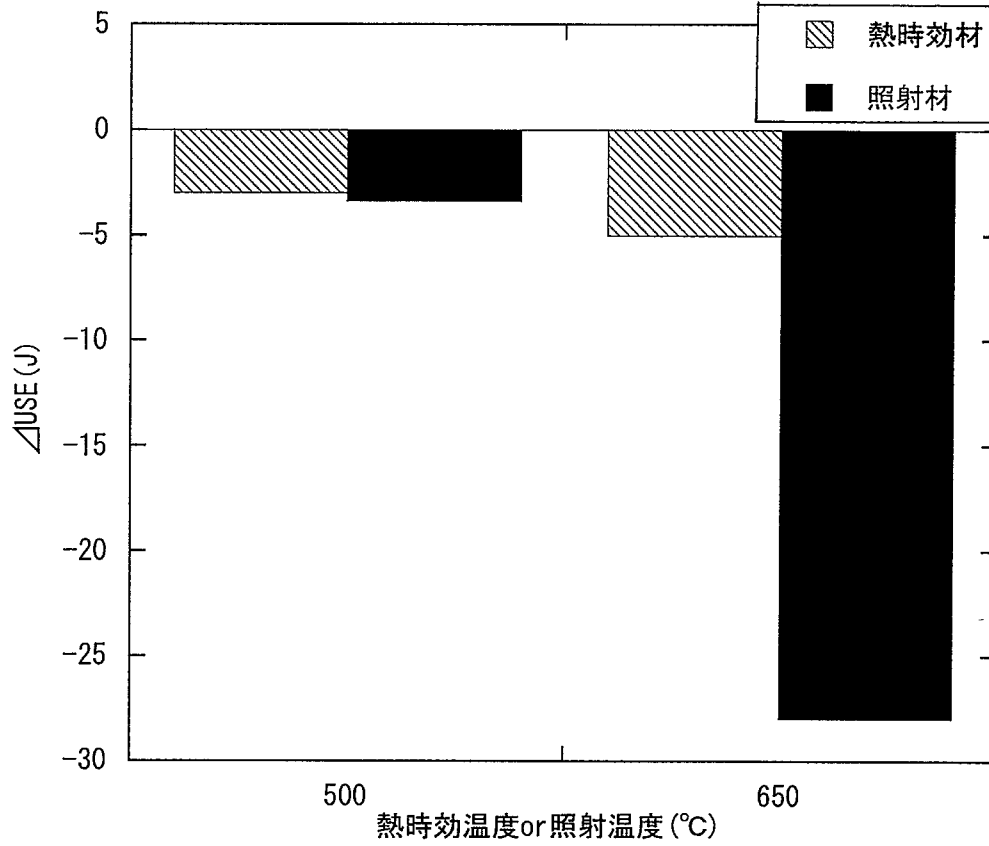


図 6.3-1 各試料における USE 変化の関係

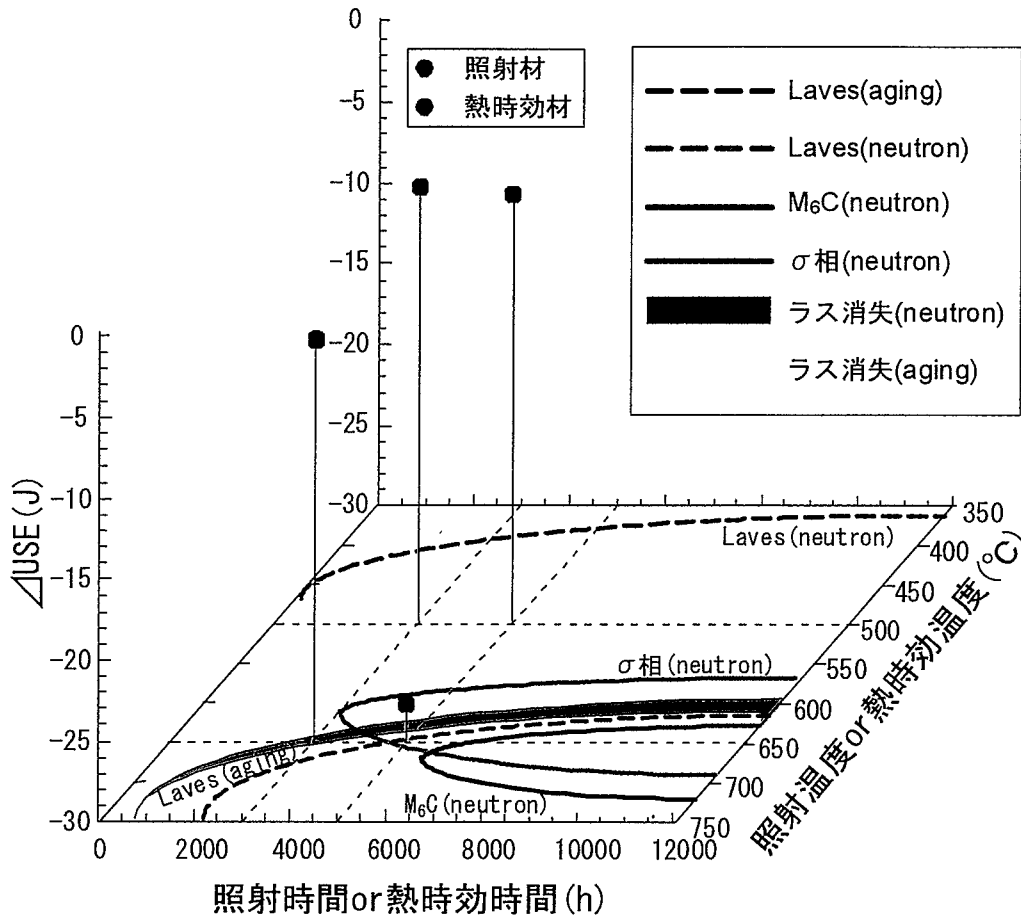
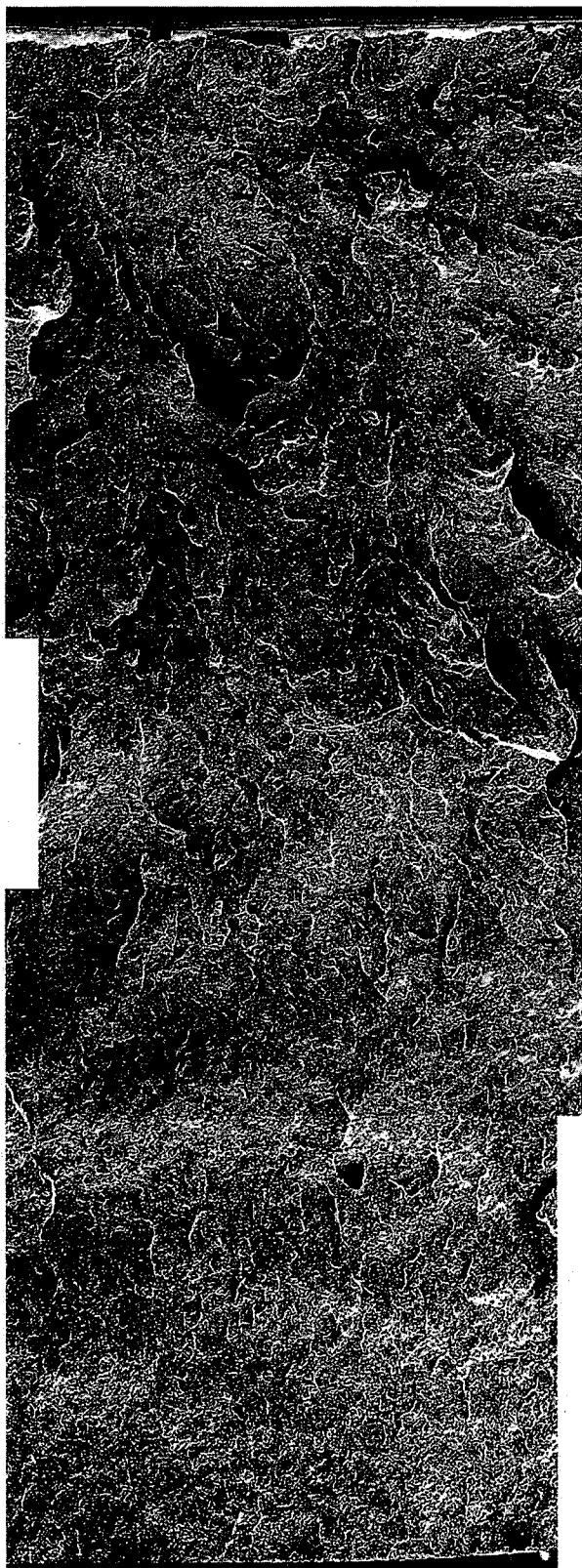
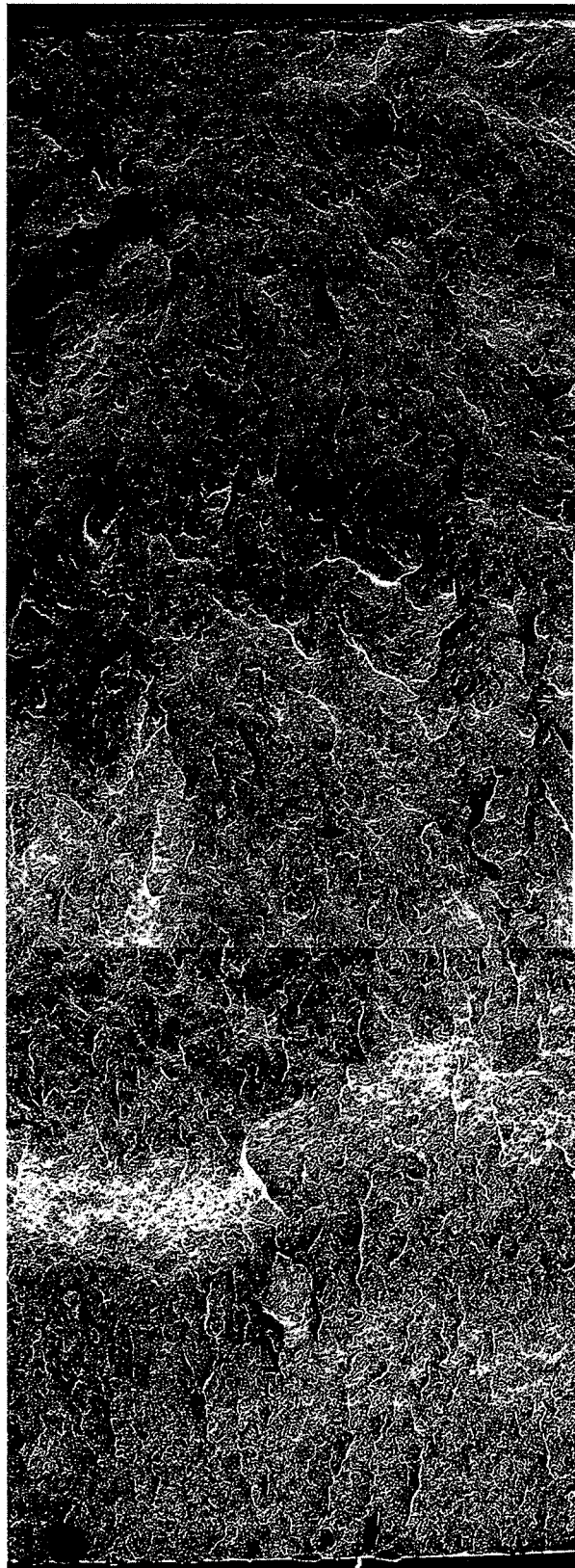


図 6.3-2 TTP 線図と USE 変化の関係



(a)

ノミ側

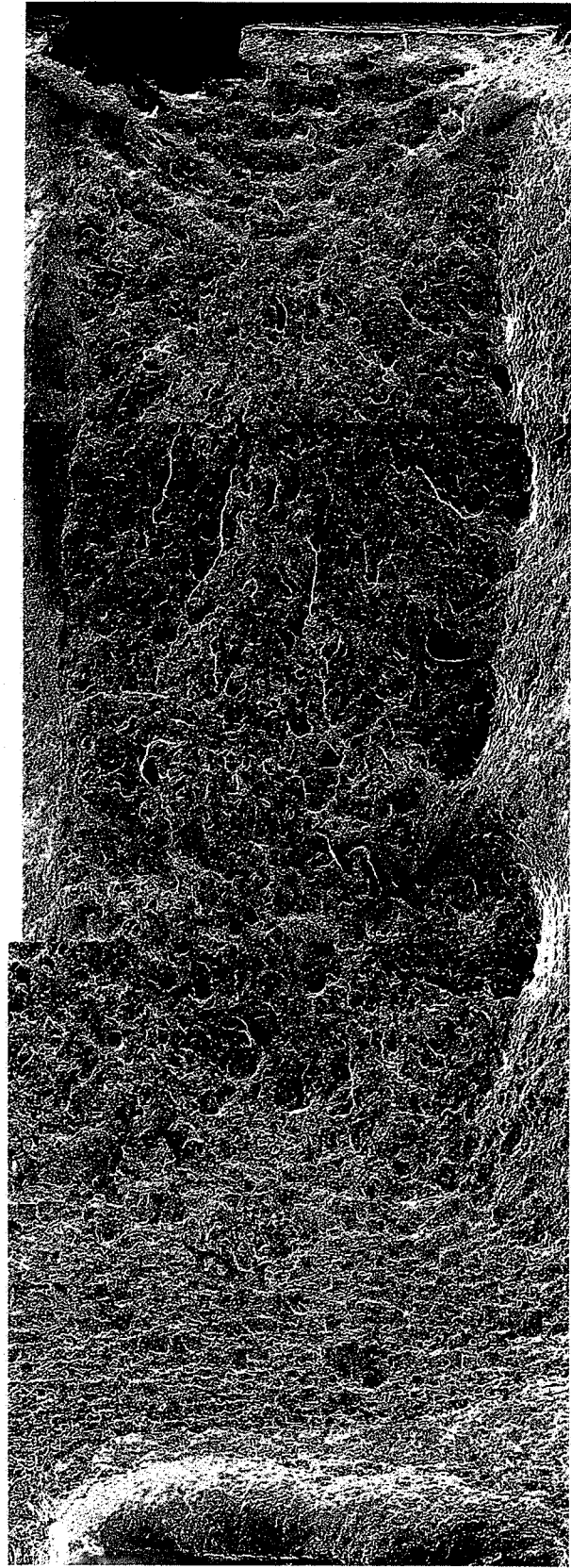
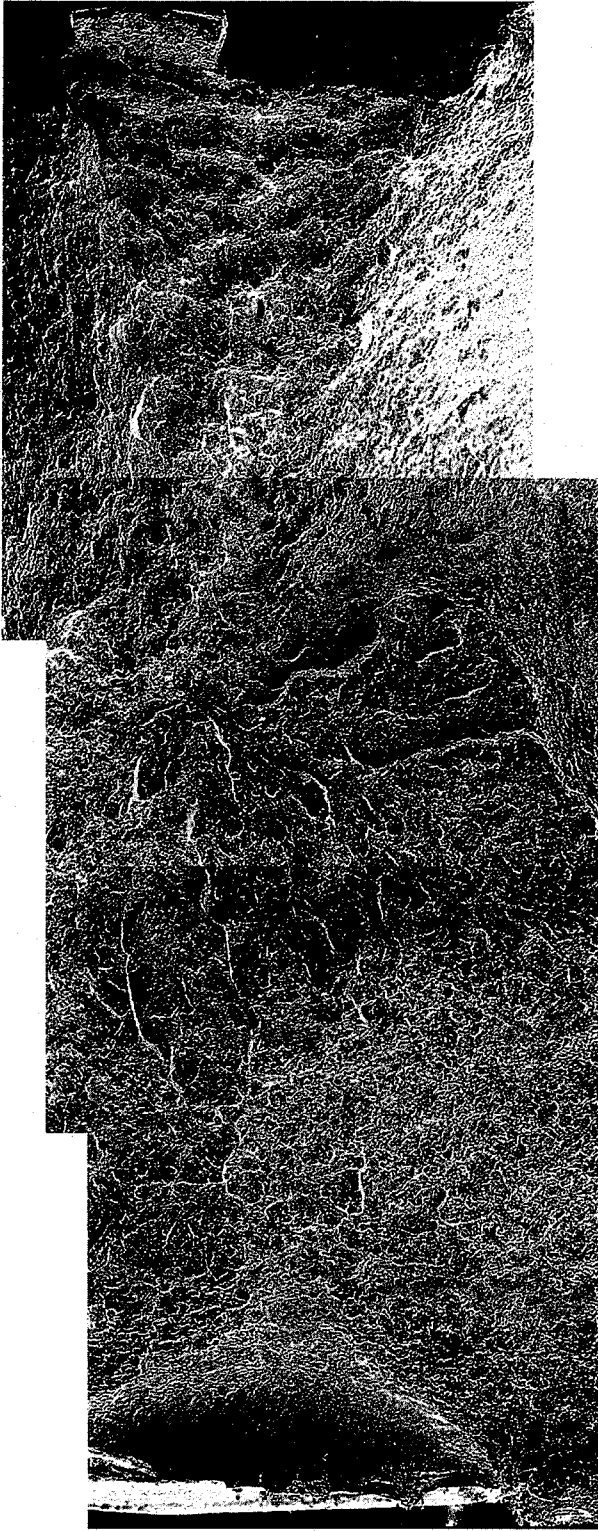


(b)

ノミ側

500 μ m

写真1. 脆性温度領域における破面のSEM像
(a)500°C熱時効材(試験温度-80°C), (b)650°C熱時効材(試験温度-80°C)



500 μ m

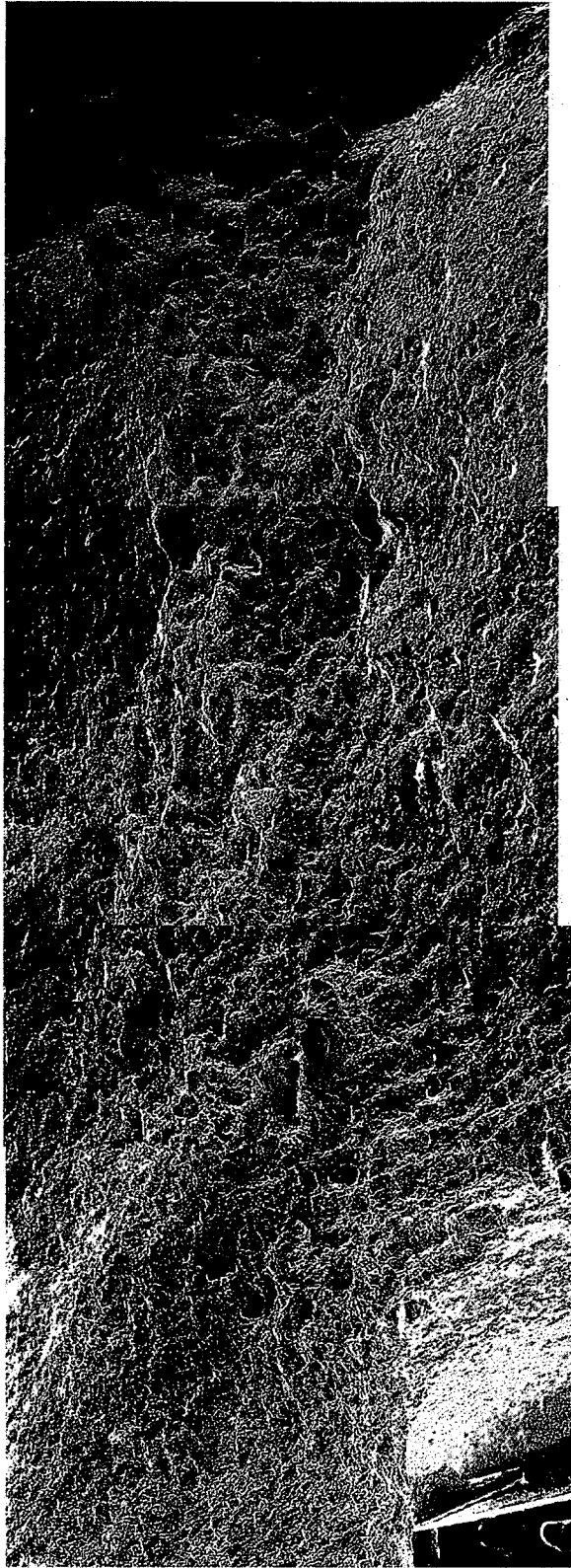
写真2. DBTT近傍における破面のSEM像
(a)500°C熱時効材(試験温度0°C), (b)650°C熱時効材(試験温度50°C)

(a)

ノッチ側

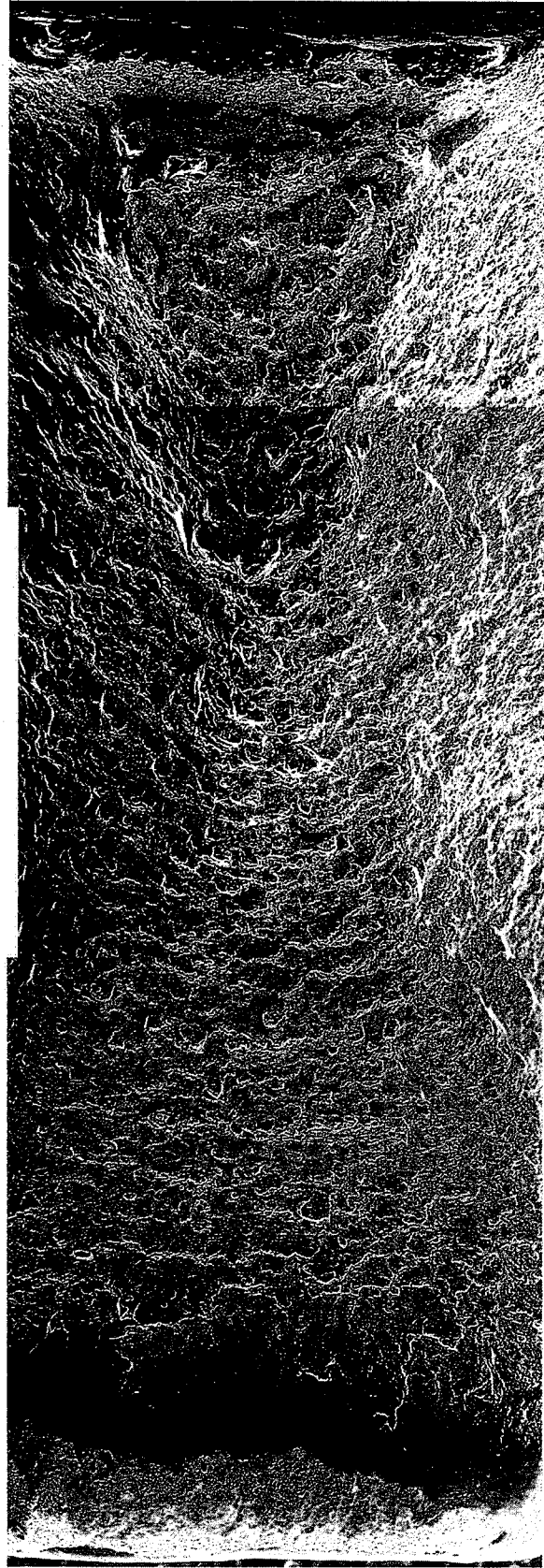
(b)

ノッチ側



(a)

ノミ側



(b)

ノミ側

500 μ m

写真3. 延性温度領域における破面のSEM像
(a)500°C熱時効材(試験温度100°C), (b)650°C熱時効材(試験温度200°C)

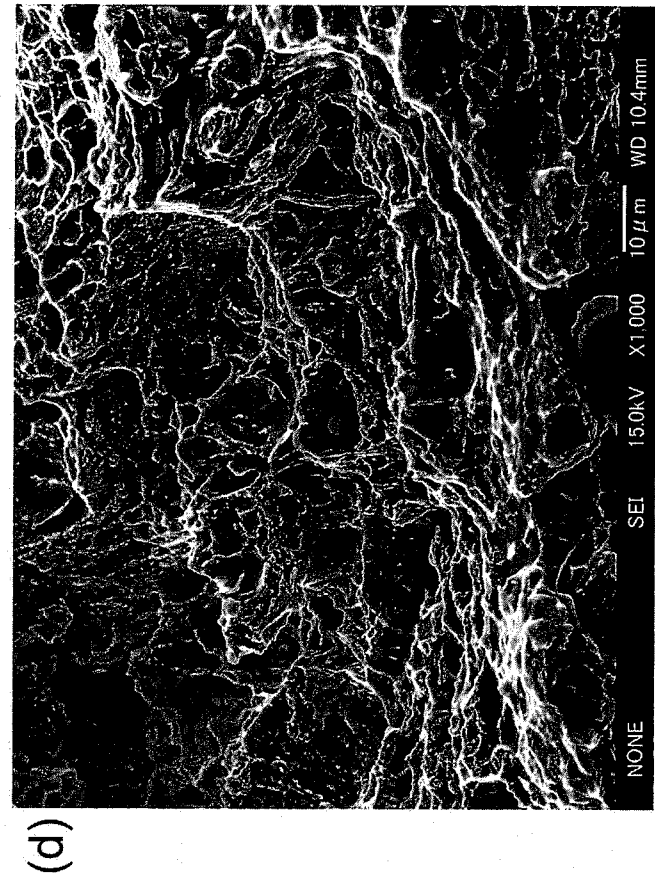
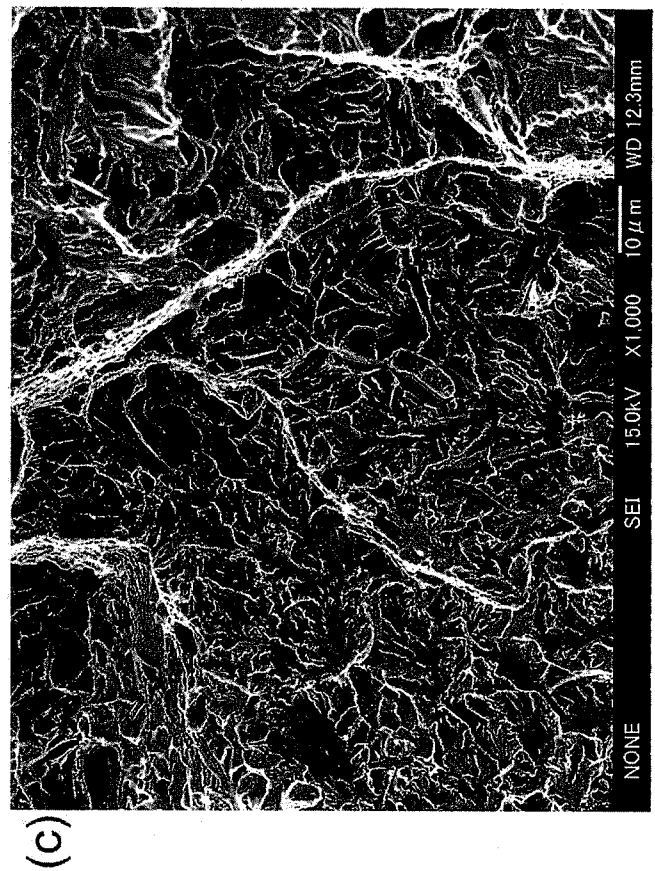
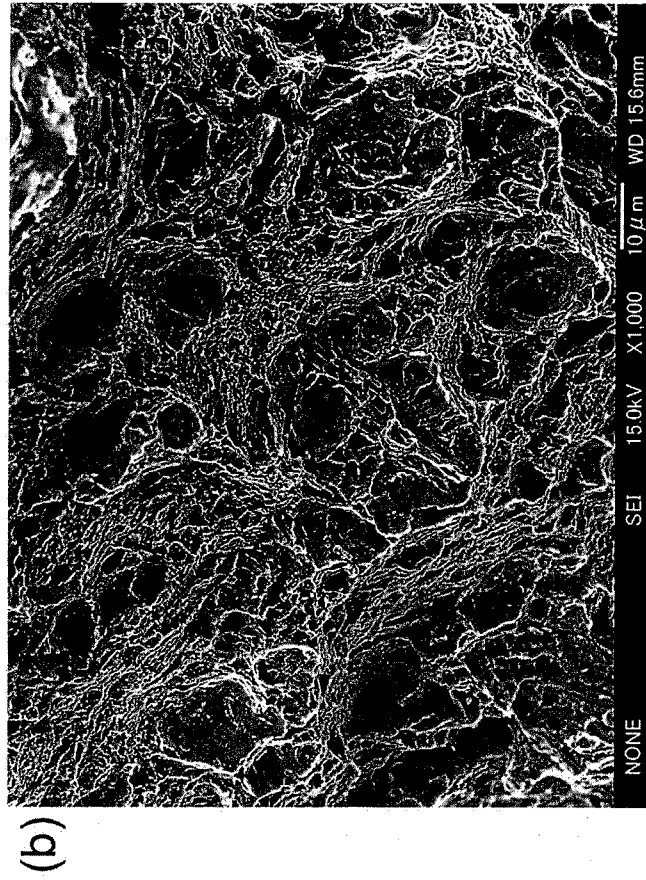


写真4. 延性温度領域及ひ脆性温度領域における破面の拡大SEM像
(a) 500°C熱時効材 (-80°C), (b) 500°C熱時効材 (100°C), (c) 650°C熱時効材 (-80°C), (d) 650°C熱時効材 (200°C)



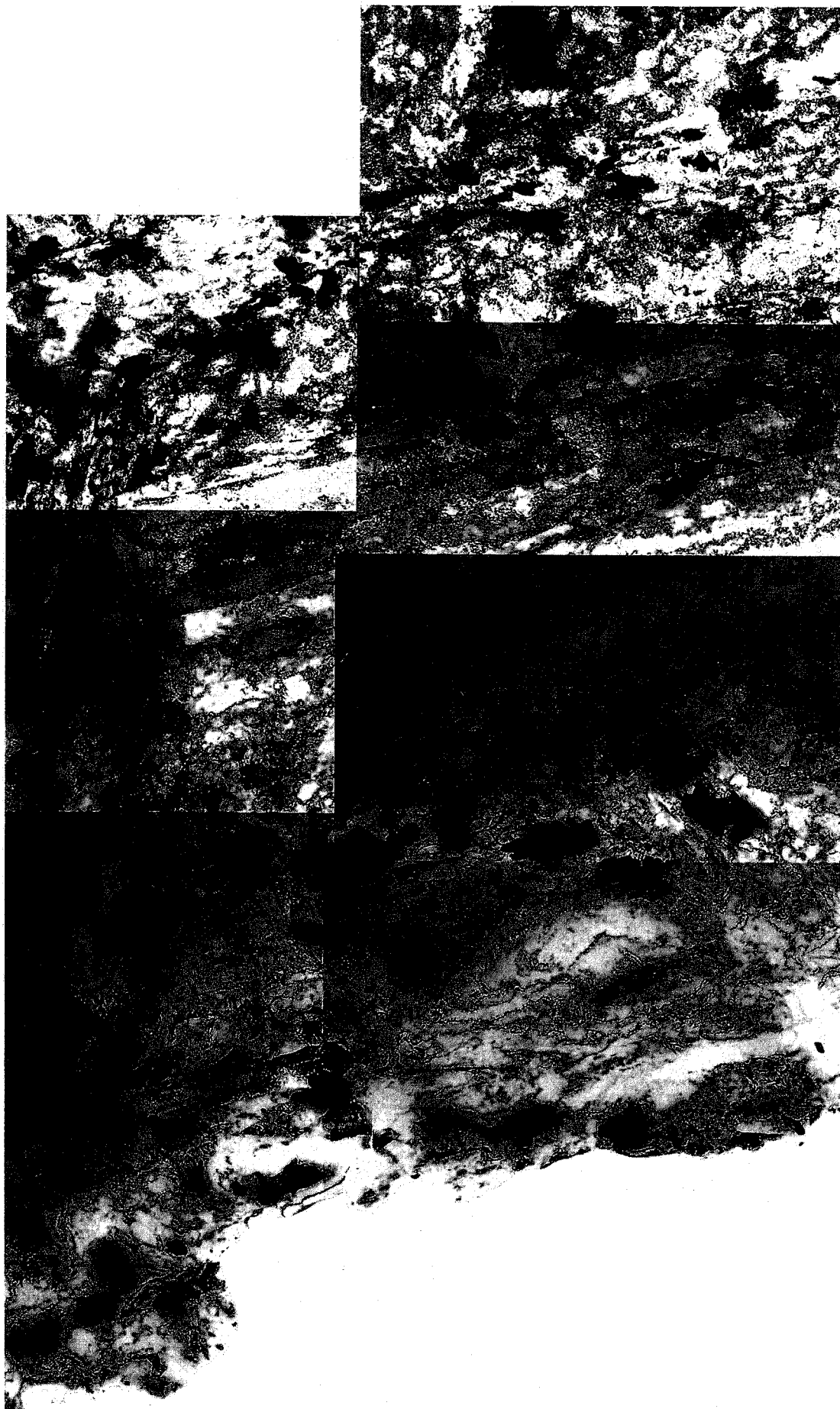
1 μ m

写真5. PNC-FMS (QWFK)受入材低倍組織



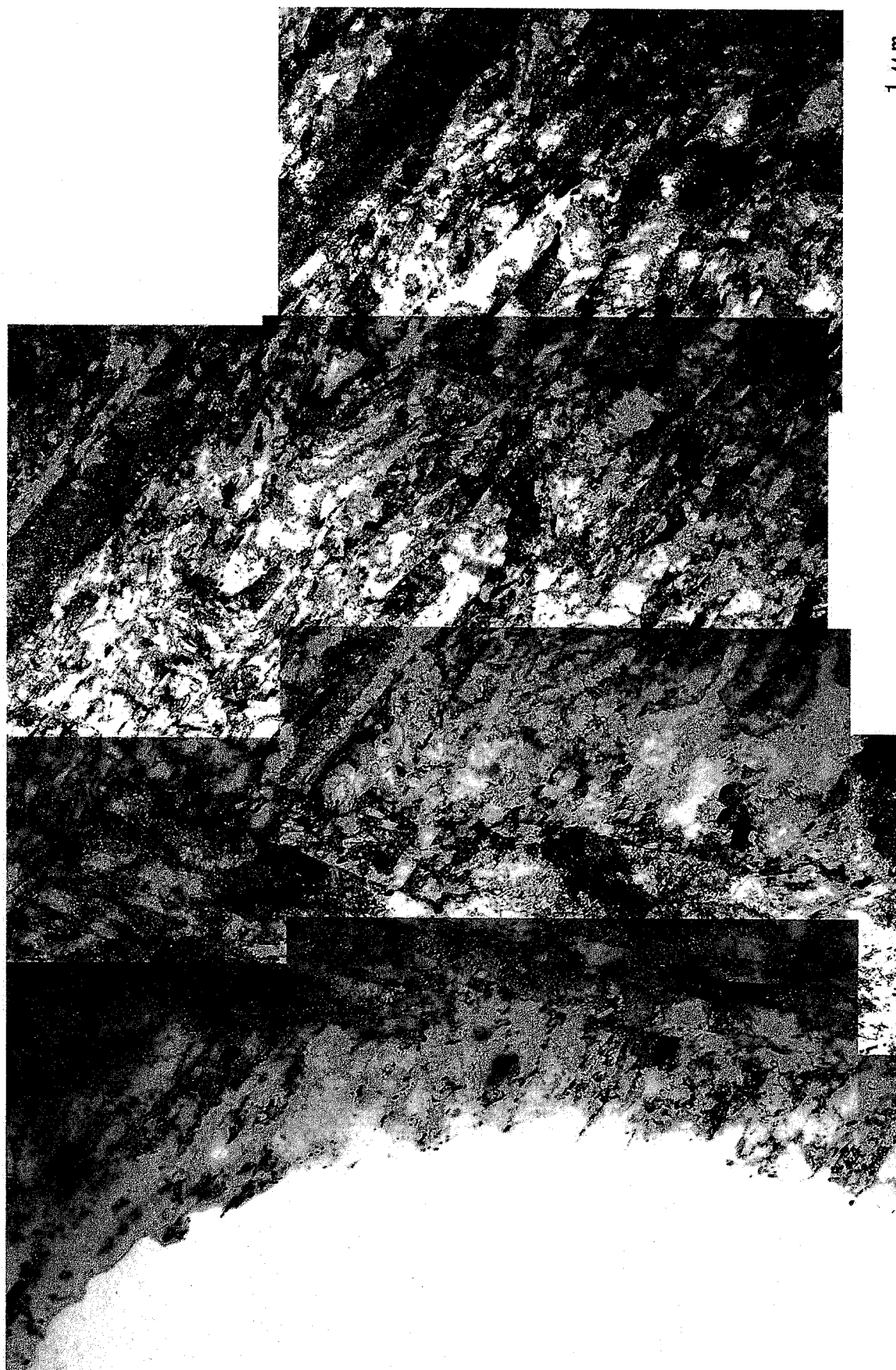
1 μm

写真6. 500°C熱時効材材低倍組織



1 μ m

写真7. 650°C熱時効材低倍組織



1 μm

写真8. 500°C照射材低倍組織



1 μ m

写真9. 650°C照射材低倍組織

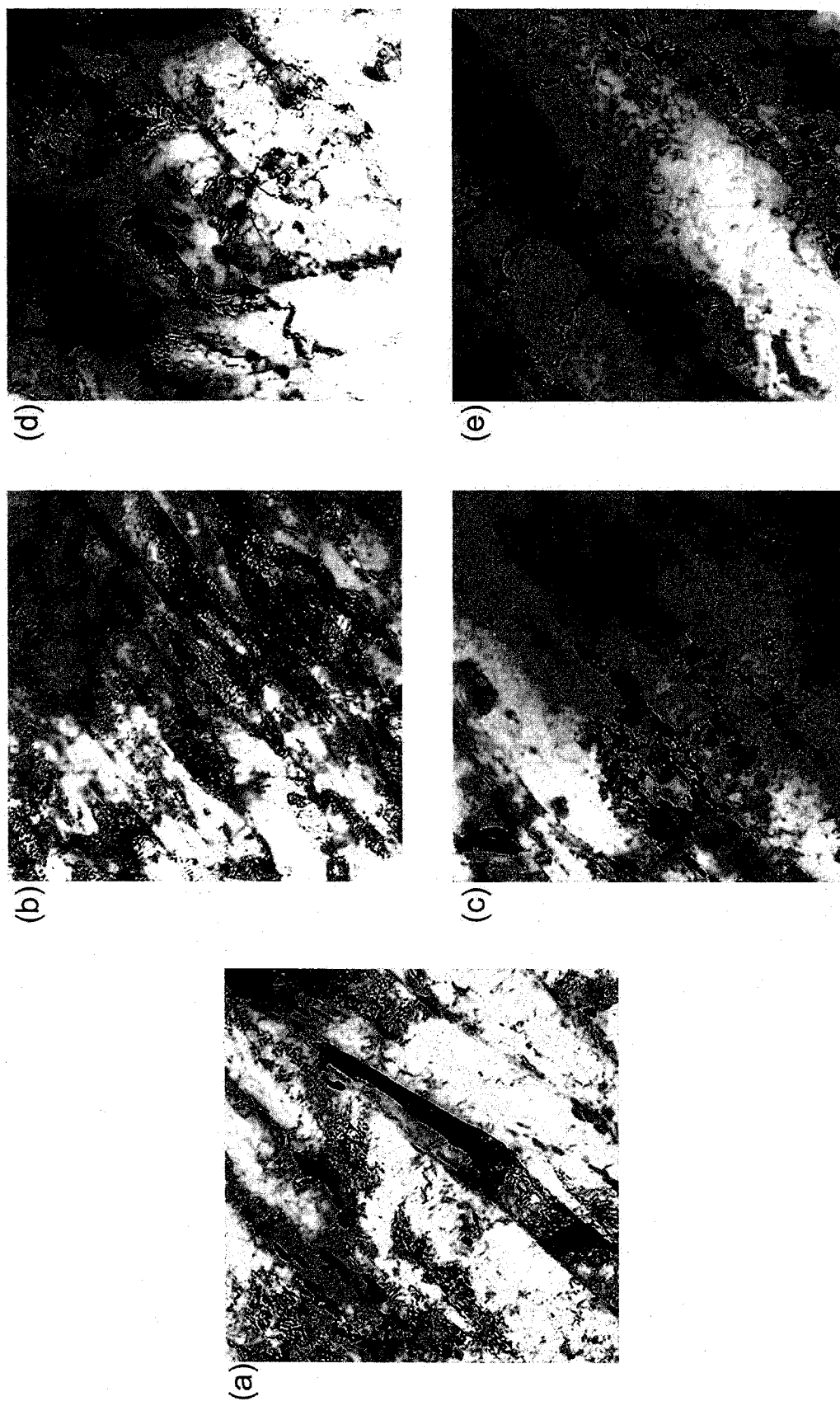


写真10. 各試料のラスマルテンサイト組織の比較
(a)受入材、(b)500°C熱時効材、(c)500°C照射材、(d)650°C熱時効材、(e)650°C照射材