

# 微小シャルピー試験片を用いた標準試験片試験特性 評価と照射脆化機構に関する研究

(先行基礎工学研究に関する共同研究報告書)

2004年4月



東北大学金属材料研究所  
附属量子エネルギー材料科学国際研究センター  
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](mailto: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-Ken 319-1184, Japan

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

東北大学

(TOHOKU UNIVERSITY)

2004

## 微小シャルピー試験片を用いた標準試験片試験特性評価と

## 照射脆化機構に関する研究

(先行基礎工学研究に関する共同研究報告書)

栗下 裕明<sup>1</sup>、山本 琢也<sup>2</sup>、鳴井 實<sup>1</sup>、吉武 庸光<sup>3</sup>、赤坂 尚昭<sup>3</sup>

## 要 旨

高速実験炉「常陽」で照射された高強度フェライト/マルテンサイト鋼 (PNC-FMS (2WFK、63WFS)) および酸化物分散強化型マルテンサイト鋼 (H35) のハーフサイズと微小サイズ (1.5 x 1.5 x 20 mm) 試験片について計装化シャルピー衝撃試験を行い、照射脆化を評価した。また、照射脆化に及ぼす熱時効と組織の効果を検討した。

次に、シャルピー衝撃試験における延性脆性遷移温度 (DBTT) に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果を解明するために、塑性拘束係数  $\alpha$  を次式で定義する。

$$\alpha = \sigma^* / \sigma_{y^*}$$

ここで、 $\sigma^*$  はへき開破壊の臨界応力、 $\sigma_{y^*}$  は DBTT におけるシャルピー衝撃試験と同一ひずみ速度での単軸降伏応力である。 $\sigma^*$  と  $\sigma_{y^*}$  を評価する方法を示し、その方法により 2WFK の試験片サイズ・ノッチ形状の異なる計 12 種類の試験片について  $\alpha$  を評価した。 $\alpha$  は試験片サイズを表す ( $A^*/b^2$ ) と次の関係にあることが示される。

$$\alpha = \alpha_0 - k (A^*/b^2)^{0.4}$$

但し、 $A^*$  は  $\sigma^*$  に対応する臨界面積、 $b$  はリガメントサイズである。また、 $\alpha_0$  と  $k$  は  $a/W$  ( $a$  はノッチ深さ、 $W$  は試験片の幅) に依存する定数であり、 $a/W$  が大きいほど  $\alpha$  は大きい。

---

1 東北大学金属材料研究所 附属量子エネルギー材料科学国際研究センター

2 カリフォルニア大学サンタバーバラ校

3 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 燃料材料試験部 照射材料試験室

Evaluation of Radiation Embrittlement by Charpy Impact Tests  
with Miniaturized Specimens

Hiroaki Kurishita<sup>1</sup>, Takuya Yamamoto<sup>2</sup>, Minoru Narui<sup>1</sup>,  
Tsunemitsu Yoshitake<sup>3</sup>, Naoaki Akasaka<sup>3</sup>

Abstract

Radiation embrittlement in high-strength ferritic/martensitic steels of 2WFK and 63WFS and oxide dispersion strengthened (ODS) martensitic steel of H-35 that were irradiated in the experimental fast reactor JOYO is evaluated by instrumented Charpy impact tests for miniaturized (1.5 x 1.5 x 20 mm) and half-sized Charpy V-notch (CVN) specimens. Effects of thermal aging and microstructural evolution during irradiation on radiation embrittlement are described.

Next, in order to clarify the specimen size effects on the ductile-to-brittle transition temperature (DBTT) in Charpy impact testing, a method to evaluate the plastic constraint loss for differently sized CVN specimens that may be responsible for the size effects is proposed and applied to 2WFK. In the method, the constraint factor,  $\alpha$ , that is an index of the plastic constraint is defined as  $\alpha = \sigma^*/\sigma_y^*$ . Here,  $\sigma^*$  is the critical cleavage fracture stress which is a material constant and  $\sigma_y^*$  is the uniaxial yield stress at the DBTT at the strain rate generated in the Charpy impact test. The procedures for evaluating each of  $\sigma^*$  and  $\sigma_y^*$  are described and the result of  $\sigma^*$  and  $\sigma_y^*$ , thus the value of  $\alpha$ , is presented for various types of miniaturized and full-sized CVN specimens of 2WFK. It is shown that there is the following relationship between  $\alpha$  and the specimen size factor,  $(A^*/b^2)$ .

$$\alpha = \alpha_0 - k (A^*/b^2)^{0.4}.$$

Here,  $A^*$  is the critical area for cleavage fracture and  $b$  is the ligament size.  $\alpha_0$  and  $k$  are constants depending on  $a/W$  ( $a$  is the notch depth and  $W$  is the specimen width).  $\alpha$  increases with increasing  $a/W$ .

---

<sup>1</sup> International Research Center, IMR, Tohoku University.

<sup>2</sup> Department of Chemical Engineering, UCSB.

<sup>3</sup> Oarai Engineering Center, Japan Nuclear Cycle Development Institute.

目 次

1. はじめに .....	1
2. 塑性拘束の定量的評価 .....	2
3. 実験方法 .....	4
3. 1 「常陽」照射材・熱時効材の計装化シャルピー衝撃試験 .....	4
3. 2 破面再構築法 .....	6
3. 3 塑性拘束の定量的評価法 .....	8
4. 結果および考察 .....	9
4. 1 「常陽」照射材の照射脆化 .....	9
4. 1. 1 高強度フェライト/マルテンサイト鋼 (PNC-FMS) .....	9
4. 1. 2 ODS マルテンサイト鋼 .....	11
4. 2 破面再構築法による破壊の微視的過程の評価 .....	12
4. 3 塑性拘束の試験片サイズ・ノッチ形状依存性 .....	13
5. おわりに .....	16
6. 謝辞 .....	18
7. 参考文献 .....	18

## 表・図目次

Table 1	Chemical compositions of high strength ferritic/martensitic steels of 2WFK and 63WFS and oxide dispersion strengthened (ODS) martensitic steel of H35. ....	21
Table 2	Neutron irradiation conditions for high strength ferritic/martensitic steels of 2WFK and 63WFS and oxide dispersion strengthened (ODS) martensitic steel of H35-LT and H35-TL. ....	22
Table 3	Specimen geometry of full-sized (CVN) and miniaturized Charpy V-notch (MCVN) specimens used. ....	23
Table 4	Values of DBTT, USE, $\Delta$ DBTT and $\Delta$ USE evaluated for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK. ....	24
Table 5	Values of DBTT, USE, $\Delta$ DBTT and $\Delta$ USE evaluated for half-sized Charpy specimens of 2WFK. ....	25
Table 6	Values of DBTT, USE, $\Delta$ DBTT and $\Delta$ USE evaluated for 1.5 mm MCVN specimens of 63WFS. ....	26
Table 7	Values of DBTT, USE, $\Delta$ DBTT and $\Delta$ USE evaluated for 1.5 mm MCVN specimens of H35-LT and H35-TL. ....	27
Table 8	Values of three parameters of $\sigma_{0.001}$ , $\sigma_{sat}$ and k in the constitutive equation as a function of test temperature and strain rate for unaged 2WFK. ....	28
Table 9	Values of DBTT for CVN and MCVN specimens with different V-notch sizes ( $\rho$ - $a$ - $\theta$ ) of unaged 2WFK. DBTT is defined here as the temperature where the absorbed energy for full size specimens is equal to 41J. ....	29
Table 10	Values of DBTT, $\sigma_y^*$ and $\alpha$ evaluated for CVN and MCVN specimens with different V-notch sizes of unaged 2WFK. ....	30

Fig. 1 Instrumented Charpy impact testing machine together with a specimen holder. The specimen holders for CVN and MCVN specimens are available. .... 31

Fig. 2 Flow chart and fracture surface topographic map for 1.5 mm MCVN specimens of unaged 2WFK Charpy impact tested at 133K ..... 32

Fig. 3 Total absorbed energy as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK irradiated in CMIR-5. .... 33

Fig. 4 Total absorbed energy as a function of test temperature for half-sized CVN specimens of 2WFK irradiated in MARICO-1 (a) and thermally aged (b). .... 34

Fig. 5 Dynamic bend yield strength as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK irradiated in CMIR-5. .... 35

Fig. 6 Total absorbed energy as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 63WFS irradiated in JOYO. .... 36

Fig. 7 Plots of total absorbed energy (a) and dynamic bend yield strength (b) against test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of H35-LT irradiated in CMIR-5. .... 37

Fig. 8 Plots of total absorbed energy (a) and dynamic bend yield strength (b) against test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of H35-TL irradiated in CMIR-5. .... 38

Fig. 9 Results of fracture reconstruction analysis of a 1.5 mm MCVN specimen of unaged 2WFK tested at -140 (a), -120 (b) and -100 °C.(c). Fracture maps are shown as function of notch opening displacement. .... 39

Fig. 10 Fractured area fraction and fracture rate as a function of notch opening displacement ( $\delta$ ) for 1.5 mm MCVN specimens of unaged 2WFK tested at -140, -120, -100 °C. Here, the value of  $\delta$  giving the peak of the fracture rate is the critical opening displacement. .... 42

Fig. 11 Comparison between the true stress-true strain curves calculated by eq.(3) (fit) and the power law relation and by experiment for miniaturized specimens of unaged 2WFK tested at 223 K and  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . ----- 43

Fig. 12 Comparison of load vs displacement curves recorded by Charpy impact tests at 213K for full-sized (a) and third-sized (b) specimens of unaged 2WFK with simulated curves based on the constitutive equation. ----- 44

Fig. 13 Comparison of load vs displacement curves recorded by Charpy impact tests at 193K for full-sized (a) and third-sized (b) specimens with simulated curves based on the constitutive equation for unaged 2WFK. --- 45

Fig. 14 Plot of stressed area, A, against stress,  $\sigma$ , ahead of the notch with different opening displacements,  $\Delta$ , simulated by 3D finite element analysis (FEA) with the constitutive equation for full sized (FS) and third sized (3rd) specimens of unaged 2WFK. ----- 46

Fig. 15 Comparison of strain hardening exponent, n, (a) and uniaxial yield strength,  $\sigma_y$ , (b) at room temperature obtained from 3D FEA simulation of experimental 3- point bend test results (Bending) and from experimental tensile test results (Tensile) for unaged 2WFK. ---- 47

Fig. 16 Plot of  $\alpha$  against specimen size parameter  $A^*/b^2$  for CVN and MCVN specimens with different geometries of unaged 2WFK.----- 48



## 1. はじめに

実用化段階の高速炉開発においては、経済性向上の観点から燃料の高燃焼度化が求められている。高燃焼度化を実現するためには、従来のオーステナイト鋼に比較して耐スエリング性能に優れた炉心材料（被覆管、ラップ管）を用いることが必要であり、このために核燃料サイクル開発機構（以下、「サイクル機構」と呼ぶ）では、耐スエリング性能と高温強度に優れた高強度フェライト/マルテンサイト鋼（PNC-FMS）および酸化物分散強化型（ODS）フェライト/マルテンサイト鋼を候補材料として高性能炉心材料の研究開発が進められている。しかしながら、フェライト/マルテンサイト鋼は照射により脆化することが知られており、フェライト/マルテンサイト鋼を高速炉炉心材料に適用するためには、その照射脆化挙動を評価し、さらに照射脆化機構を解明することが重要な課題である。また、フェライト/マルテンサイト鋼は、核融合中性子に対して優れた低放射化特性を有するため、核融合炉構造材料開発においても最重要な候補材料と位置づけられ、課題である照射脆化についての研究が精力的に行われている。

ところで、照射脆化挙動の評価において、シャルピー衝撃試験は破壊靱性試験に比べて小型の試験片を使用でき、また試験法が簡便であるために、現在でも広く用いられている。近年では、衝撃試験時の荷重と変位を計測することの可能な計装化シャルピー衝撃試験が多用されている。しかしながら、シャルピー試験片が小型とはいっても、標準サイズ（フルサイズ）試験片の寸法は10 x 10 x 55 mmもある。したがって、高速炉や核融合中性子源における限られた照射体積を最大限に活用し、また照射時の温度・中性子束の勾配を低減するためには、できるだけ寸法の小さい試験片を用いて照射脆化挙動を評価するための微小試験片技術の開発が必要である。

そこで本研究では、高性能炉心材料の候補材料であるPNC-FMSとODSマルテンサイト鋼について、その照射脆化挙動を評価する。すなわち、微小シャルピー試験片（1.5 x 1.5 x 20 mm）を作製して高速実験炉「常陽」の炉心材料照射リグCMIR-4、CMIR-5で高速中性子を照射し、計装化シャルピー衝撃試験を行う。また、照射脆化挙動は、照射中の熱時効の影響も受けるので、PNC-FMSのハーフサイズの試験片について、照射脆化に及ぼす「常陽」照射の効果と熱時効の効果を調査するとともに、照射脆化挙動と組織との関係を検討する。

一方、シャルピー衝撃試験では、照射脆化は照射による延性脆性遷移温度 (DBTT) のシフトとして評価される。しかしながら、シャルピー衝撃試験で得られる DBTT (以下、「シャルピーDBTT」と呼ぶ) は、物性値ではなく、試験片サイズの減少とともに低下し、また、試験片のノッチ形状にも依存することが知られている。すなわち、フルサイズ試験片より小型の微小試験片を用いて測定されたシャルピーDBTT は、試験片サイズ・ノッチ形状の効果を含んでいる。このシャルピーDBTT に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果については、これまでに多くの研究が行われ [1-9]、シャルピーDBTT と試験片サイズ・ノッチ形状の関係を表すいくつかの経験式が提案された。しかしながら、それらの関係式が有効である試験条件や試験材料 (材質) は限られており、一般性をもつ経験式は未だ得られていない。したがって、シャルピーDBTT と試験片サイズ・ノッチ形状の関係に対して一般性を与え得る、試験片サイズ・ノッチ形状の効果の本質に基づいたアプローチが必要である。

シャルピーDBTT に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果は、塑性拘束、および組織不均一性 (破壊をもたらす組織的に弱い個所の分布) に起因する統計的效果が試験片サイズ・ノッチ形状によって変化することから生ずる。本研究では、その中でより重要と考えられる塑性拘束の効果に的を絞り、塑性拘束を定量的に記述する方法を提案するとともに、その方法を上述の高強度フェライト/マルテンサイト鋼 (PNC-FMS : 鋼種 2WFK) の非照射材に適用し、塑性拘束がシャルピー試験片のサイズ・ノッチ形状にどのように依存するかを定量的に示す。

## 2. 塑性拘束の定量的評価

本章では、試験片サイズ・ノッチ形状の効果の原因と考えられる塑性拘束の試験片サイズ・ノッチ形状依存性を定量的に記述する方法について述べる。

シャルピーDBTT に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果は塑性拘束の立場から定量的に記述するために、塑性拘束係数、 $\alpha$ 、を導入する。 $\alpha$  は次式で定義される。

$$\alpha = \sigma^* / \sigma_y^* \quad (1)$$

ここで、 $\sigma^*$  はへき開破壊に必要な臨界応力 (臨界へき開破壊応力) であり、物性値とみな

される。 $\sigma^*$  は、臨界応力—臨界面積 ( $A^*$ ) モデル[10-12]に基づいた有限要素法解析により決定される。このモデルでは、Vノッチがへき開破壊に必要な臨界開口変位に達したときに、ノッチ先端ラインに垂直な平面内において $\sigma^*$  よりも高い応力が負荷された面積の平均値が $A^*$ に達する。この時、衝撃試験中に記録される荷重—変位曲線上では、荷重の急激な低下が観測される。そこで一般的には、この臨界変位を与えるまでの有限要素法解析から $\sigma^*—A^*$ を求めることができる。しかし、微小試験片においては、しばしば荷重—変位曲線上の臨界点の判読が極めて困難であり、そのような場合は、破面再構築法による破壊の微視的過程の調査、すなわち、破壊の発生・進行の時間的、空間的評価を行うことにより決定できる。[12]

一方、 $\sigma_y^*$  は、試験片のシャルピー—DBTT におけるシャルピー衝撃試験と同一ひずみ速度での単軸降伏応力 ( $\sigma_y$ ) である。ここで、DBTT は、臨界応力—臨界面積 ( $A^*$ ) モデルの前提である、ある量の塑性変形が生じた後、へき開破壊が生ずるときの温度として定義される。

以上において、いずれの試験片においても応力場は相対的に同じと考えられる（試験片の曲がり具合が同じ程度としている）。つまり、応力値は降伏応力に比例し、（たとえばピークが $3\sigma_y$ になること）、その応力が負荷する面積 $A$ は、試験片のサイズ（ここではリガメントサイズ $b$ ）の2乗に比例する。ただし、その相似形は $a/W$ や $\rho/W$ （ $a$ ：ノッチ深さ、 $W$ ：試験片幅、 $\rho$ ：ノッチ底半径）によって変わり得るので、ほぼ同じ値の $a/W$ と $\rho/W$ に対して比較する必要がある。言い換えると、へき開破壊が起こる臨界条件では、ほぼ同じ値の $a/W$ と $\rho/W$ に対し、 $A^*$ を $b^2$ によって規格化した値 ( $A^*/b^2$ ) は、 $\sigma^*$ を $\sigma_y^*$ によって規格化した値 ( $=\alpha$ ) の関数で表されると考えられる。すなわち、

$$A^*/b^2 = f(\alpha). \quad (2)$$

この関係式が求められれば、標準サイズ（フルサイズ）試験片に対する $\alpha_{full}$ は、微小試験片（サブサイズ試験片）の $\alpha_{sub}$  ( $=\sigma^*/\sigma_y^*(T_{sub})$ )、およびリガメントサイズ ( $b_{sub}$  と  $b_{full}$ ) から、この関係式を用いて評価できる。この関係式は試験材料の構成方程式に基づいたものであるから、他のフェライト鋼にも適用できるものと考えられる。また、この関係式により得られた $\alpha_{full}$ の値からフルサイズ試験片の $\sigma_y^*(T)$ が求まり、その材料の $\sigma_y$ の試験温度

依存性から、フルサイズ試験片の DBTT が得られることになる。

式 (2) の関係を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として明らかにするための具体的方法を以下に列記する。

① 有限要素法を用いた応力場解析により、フルサイズ試験片および種々のサイズ・ノッチ形状をもつ微小試験片について、シャルピー衝撃試験によりへき開破壊が生じるための臨界応力  $\sigma^*$  と臨界面積  $A^*$  (いずれも寸法・ノッチ形状に依存しない) を評価する。この有限要素法解析のためには、試験温度やひずみ速度依存性を記述する塑性変形の構成方程式が必要であり、したがって、広い試験温度範囲、広いひずみ速度範囲における引張変形挙動の測定が必要である。

② ノッチなし平滑曲げ試験片について、シャルピー衝撃試験と同一ひずみ速度での単軸降伏応力 ( $\sigma_y$ ) を試験温度の関数として評価する。シャルピー衝撃試験は基本的に 3 点曲げ試験と同一であるので、この評価のためには、引張試験と 3 点曲げ試験によりそれぞれの降伏応力と加工硬化指数を測定して、それらの相関式を構築し、さらにシャルピー衝撃試験と同一ひずみ速度への外挿が必要となる。

③ 計装化シャルピー衝撃試験により DBTT を試験片サイズ・ノッチの形状の関数として測定する。ここでは、先の DBTT の定義を満足するように、フルサイズ試験片において吸収エネルギーが 41J に対応する温度を採用する。

④ DBTT における  $\sigma_y$ 、すなわち  $\sigma_y^*$  を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として評価する。

⑤  $\alpha = \sigma^*/\sigma_y^*$  を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として評価する。

⑥  $\alpha$  の試験片サイズ・ノッチ形状依存性を調べ、式 (2) を定式化する。

### 3. 実験方法

#### 3. 1 「常陽」照射材・熱時効材の計装化シャルピー衝撃試験

計装化シャルピー衝撃試験に使用した高強度フェライト/マルテンサイト鋼 (PNC-FMS : 鋼種 2WFK、63WFS) および酸化物分散強化型 (ODS) マルテンサイト鋼 (H35) の組成を Table 1 に示す。これらはサイクル機構で開発されたものである。2WFK、63WFS および H35 から微小試験片を作製し、また 2WFK からハーフサイズ試験片を作製して、それぞれ高速実験炉「常陽」の炉心材料照射リグ CMIR 4~5、および MARICO-1 で高速

中性子を照射した。また、2WFK ハーフサイズ試験片については、照射中の熱時効の影響を調べるために、673~923Kで 519h および 3000h の熱時効を行った。これらの熱時効温度は、照射温度 (768、931K) をほぼカバーする。

微小シャルピー試験片の寸法は 1.5 x 1.5 x 20 mm (以下、「1.5mm 角」と呼ぶ) であり、H35 では、試験片の長軸方向が圧延方向に平行な試験片 (H35-LT) とともに、垂直な試験片 (H35-TL) も作製した。V ノッチ形状は 2WFK ではノッチ底半径 ( $\rho$ ) が 0.08mm と 0.02mm、ノッチ深さ (a) が 0.30mm と 0.45mm、ノッチ開き角 ( $\theta$ ) が 30 度であり、63WFS と H35 では  $\rho=0.08\text{mm}$ 、 $a=0.30\text{mm}$ 、 $\theta=30$  度である。これまでに「常陽」で照射された 1.5mm 角試験片の V ノッチ形状は、すべて  $\rho=0.08\text{mm}$ 、 $a=0.30\text{mm}$ 、 $\theta=30$  度であったので、この 2WFK の V ノッチ形状 ( $\rho=0.02\text{mm}$ 、 $a=0.45\text{mm}$ 、 $\theta=30$  度) の使用は初めてであり、従来の V ノッチよりも深く鋭い形状を有している。

照射条件を Table 2 に示す。2WFK では照射量が  $(0.53\sim 0.87) \times 10^{26} \text{ n/m}^2$  であるが、63WFS では照射量が  $5.7 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$  と 1 桁高い。これは、照射リグの違いによるものである (すなわち、2WFK では CMIR-5 で、63WFS では CMIR-4~5)。また、H35-LT、H35-TL では照射量  $(1.3\sim 1.8) \times 10^{26} \text{ n/m}^2$  であるが、これは同じ CMIR-5 でも 2WFK とは異なる装荷位置で照射されたためである。

これらの微小シャルピー試験片 (約 60 本) を東北大学金属材料研究所附属量子エネルギー材料科学国際研究センター (以下、「大洗センター」と略称する) 内のホットラボラトリー棟 (H 棟) に搬入し、鉛セル内で誘導放射能の計測と試験片の仕分け作業を行った。すべての試験片を 1 本ずつアセトンで洗浄し乾燥させた後、H 棟鉛セル内に設置された計装化シャルピー衝撃試験機により、スパン 12.5mm、試験温度 143~373K、速度 5m/s でシャルピー衝撃試験を行った。使用した試験機 [4] (大洗センターと東京衡機製造所で共同開発: 容量 100-kN、使用ロードワッシャー (圧電素子) 容量 50-kN、0.75-kN) と試験片ホルダーの写真を Fig. 1 に示す。試験温度の制御は、図の試験片ホルダー内に温度調節された冷媒体あるいは熱媒体を注いで試験片を直接、冷却あるいは加熱することにより行った。試験温度が室温以下の場合は液体窒素とイソペンタンの混合溶液に試験片を浸し、室温以上の場合は加熱したシリコンオイルに試験片を浸した。

計装化シャルピー衝撃試験により破断までの荷重-時間、および変位(たわみ)-時間の

関係を測定し、それから荷重-変位(たわみ)曲線を得た後、コンピュータ上で試験片の全吸収エネルギー、降伏荷重、最大荷重、脆性破壊開始時のたわみ量、および破断までの全たわみ量を試験温度の関数として求めた。そして、試験した各鋼種および各照射条件について、吸収エネルギー-試験温度曲線から上部棚エネルギー (USE) と DBTT を、降伏荷重-温度曲線から曲げ降伏応力-温度曲線をそれぞれ求め、それらの結果を非照射材の結果と比較し、照射脆化と照射硬化を定量的に評価した。

また、63WFS については、平成 12 年度までに大洗センターの受託研究としてかなりの照射後試験データが得られているので、同一鋼種で本研究と同じ試験片寸法 (1.5 mm 角、 $\rho = 0.08\text{mm}$ 、 $a = 0.3\text{mm}$ 、 $\theta = 30$  度) の「常陽」照射材 ( $(0.3\sim 8.7) \times 10^{26}\text{n/m}^2$ 、646~1000K) について、すべての結果を比較し、衝撃特性に及ぼす照射量と照射温度の効果を調べた。

一方、2WFK ハーフサイズ試験片 (「常陽」照射材と熱時効材) については、サイクル機構大洗工学センター照射材料試験施設のホットラボで計装化シャルピー衝撃試験を行った。スパンは 40mm、試験温度は 173~473K である。

### 3. 2 破面再構築法

破壊の発生・進行の時間的、空間的な評価を行い、へき開破壊が生ずるときの臨界ノッチ開口変位を決定するためには破面再構築法による破面の解析が必要である [10-14]。この破面再構築法を 2WFK 非時効材に適用するために解析用プログラムの開発を行ったが、以下にその概略について説明する。

破面再構築法には破面のトポグラフィックマップ (TM) 像の測定が必要であり、この測定のためにレーザーテック (株) 製の共焦点型レーザー顕微鏡を用いた。この共焦点型顕微鏡では、光路内にピンホールを置くことにより、焦点の合ったときに光量が最大となるように設計され、試料の高さ(Z)を  $\Delta Z$  ずつ変化させて像を撮ると、それぞれの高さで最大輝度を与える点の集合は、それぞれの合焦面で試料を切り取った図形となる。これを蓄積し、試料位置情報を含めて合成することにより 3次元画像が構築できる。TM 像は、この高さ情報を 256 階調の輝度情報に変換して表現したものである。

しかしながら、この共焦点レーザー顕微鏡では、十分な高さ分解能で測定可能な TM 像の最大サイズは  $240 \times 200 \mu\text{m}$  程度と極めて小さい。したがって、試験片破面を 2 軸方向

に移動しながら各位置で TM 像を撮影し、それらの連結合成により必要なサイズの TM 像を取得する作業が必要となる。そこで、まず、X 方向に  $200\mu\text{m}$ 、Y 方向に  $150\mu\text{m}$  ずつ移動して必要な数の TM 像を撮影した。このとき、各撮影位置における破面上の最も高い点と最も低い点が異なるために必要な Z 軸走査範囲が異なる。各 TM 像における高さ情報の分解能は、この Z 軸走査距離の 255 分の 1 であり、したがって高分解能撮影を行うためには、各撮影位置でそれぞれの走査範囲を設定する必要がある。また、この各 TM 像の撮影条件に基づいて、隣接像との連結部における高さ情報のつき合せを行い、高さ分解能や機械的精度により生ずる誤差が最小になるように、連結画像の高さ情報を修正する計算機処理を通して、精度の高い画像連結・合成を図らなければならない。そこで、この TM 画像連結・合成のために、K. Edsinger [13] が UNIX 用に作製した Assemble.c というプログラムをベースに、使用するシステムの画像形式と画像サイズなどに合わせて、また、PC 上での処理が可能ないように、新たなプログラムの開発を行った。

Fig. 2 は、フローチャート、およびプログラム開発用に使用したフェライト鋼 1.5mm 角微小シャルピー試験片の破面トポグラフィーの例である。対となる各破面上の高い点が明るく、低い点が暗く映っている。各画像は縦 11×横 8 の計 88 枚の画像が連結・合成されているが、上下左右の像との重ね合わせ部分では、高さ方向の不一致を最小限にするためのフィッティングにより、なめらかな繋ぎ目が得られている。

得られた一対の破面トポグラフィーを計算機に取り込み、破面对の位置合わせを行った後、曲げ変形によって生ずる非一様なひずみ分布を考慮した解析によって、破面上各点における破壊発生までの伸び変形量を計算する。ノッチのある開口変位に対して、破面上の各点において、未破壊であれば生ずるべき（各点での応力に対応する）変形量が求められる。その点の実際の変形量が計算した破壊発生までの伸び変形量を越えていれば未破壊、それに達していなければ既破壊として、既破壊点の分布を求めることができる。この既破壊点の分布をノッチ開口変位( $\delta$ )の関数として示したものが破面再構築図である。

さらに、この破面再構築図をもとに破壊が最も急速に進展する時点を評価するために、破面上の一定領域（ノッチ直前方の引張応力場領域）において、既破壊点の割合を求めた破壊進行度を  $\delta$  の関数として求める。それを  $\delta$  によって微分したものが破壊速度( $\mu\text{m}^{-1}$ )であり、それがピークを取る  $\delta$  を臨界開口変位とした。

### 3. 3 塑性拘束の定量的評価法

第2章で述べたように、 $\alpha$ を求めるためには計装化シャルピー衝撃試験、引張試験、3点曲げ試験を行うことが必要である。そのために、2WFKの非時効材から以下の試験片を作製した。

(1) フルサイズ試験片、および試験片サイズ・ノッチ形状の異なる計11種類の微小シャルピー試験片、

(2) 微小引張試験片 (ゲージ部:  $1.2^W \times 0.5^T \times 5.0^L$ mm、全体:  $4^W \times 0.5^T \times 16^L$ mm)、

(3) 微小3点曲げ試験片 (寸法:  $1.5^W \times 0.5^T \times 10^L$ mm)。

Table 3に(1)のシャルピー試験片サイズとVノッチ形状を示す。また、(2)および(3)の試験片は破断したフルサイズ試験片から作製したが、塑性変形の影響を無視できるように最も低い温度で試験したフルサイズ試験片から作製した。

計装化シャルピー衝撃試験には上述のH棟ホットセル内の計装化シャルピー衝撃試験機を、また引張試験と3点曲げ試験には、電気油圧式疲労試験機(島津サーボパルサー、容量50-kN、使用ロードセル5-kN)を用いた。以下にそれぞれの試験条件を示す。

#### ① 計装化シャルピー衝撃試験

温度: 137~300K、速度:  $5 \text{ ms}^{-1}$ 、スパン: フルサイズは40mm、1/3サイズは15mm、2.0mm角、1.5mm角、1.0mm角はいずれも12.5mm。

#### ② 3点曲げ試験

温度: 77~290 K、変位速度:  $0.0013 \sim 13 \text{ mms}^{-1}$ 、スパン: 7.07 mm。

#### ③ 引張試験

温度: 163~293 K、変位速度:  $0.005 \sim 50 \text{ mms}^{-1}$  (初期ひずみ速度:  $1 \times 10^{-3} \sim 10 \text{ s}^{-1}$ に対応する)。

一方、3次元有限要素法シミュレーション解析には、有限要素コードABAQUSを用い、シャルピー試験片の対称性に着目し、スパンの内側の試験片の1/4をモデル化した。また、シャルピー衝撃試験の解析には高速変形に対応する構成方程式を用いたが、慣性効果は無視して静的な取り扱いを行った。



#### 4. 結果および考察

##### 4. 1 「常陽」照射材の照射脆化

##### 4. 1. 1 高強度フェライト/マルテンサイト鋼 (PNC-FMS)

「常陽」CMIR-5で照射（照射温度 651K, 839K）した 2WFK 1.5 mm 角試験片について計装化シャルピー衝撃試験により得られた全吸収エネルギーの試験温度依存性を、非照射材の結果とともに Fig. 3 に示す。ここで、図の白マークと黒マークは照射温度も照射量もそれぞれ同じであるが、衝撃試験結果（USE と DBTT）にかなりの相違が認められる。これは V ノッチ形状の違いによるものと考えられる。すなわち、USE が高く DBTT が低いデータ（白マーク）は、ノッチ底半径が 0.08 mm、ノッチ深さが 0.30 mm の試験片についてのものであり、USE が低く DBTT が高いデータ（黒マーク）は、ノッチ底半径が 0.02 mm と小さく、ノッチ深さが 0.45 mm と深い試験片についてのものである。このようにノッチが深く鋭くなると DBTT が上昇し、USE が低下する結果は、すでに報告されている結果[6, 15]と同じ傾向を示しているが、従来の報告が非照射材[6]あるいは照射量の極めて低いフェライト鋼[15]についてのものであったのに対し、このように照射量の高いフェライト鋼について、初めてノッチ形状の効果が明らかにされた点は重要である。

Fig. 3 から評価した DBTT と USE の値、およびその照射による変化量 ( $\Delta$ DBTT と  $\Delta$ USE) を Table 4 に示す。但し、DBTT は、標準サイズ試験片の 41J に相当する温度を用いた。標準サイズの 41J は、1.5mm角試験片ではノッチ深さが 0.3 mm の場合 0.14 J に、ノッチ深さが 0.45 mm の場合 0.11J に対応する。2WFK では、いずれの照射温度 (651K、839K) でも DBTT の上昇が認められるが、2つの照射温度による差は小さいことがわかる。

これらの DBTT の上昇には、照射の効果とともに、照射時における熱時効の効果が含まれている可能性がある。そこで、2WFK ハーフサイズ試験片の「常陽」照射材と熱時効材について測定した吸収エネルギーの試験温度依存性を Fig. 4 に示す。また、Fig. 4 から評価した DBTT と USE、および  $\Delta$ DBTT と  $\Delta$ USE の値を Table 5 に示す。以下のことが明らかである。

脆化に及ぼす熱時効の効果は、673K では無視できるが、773K (500°C) では脆化をやや改善し、923K (650°C) では逆に脆化をかなり促進する。したがって、照射温度 768K

(495°C)における脆化の改善( $\Delta DBTT = -10K$ )は主に熱時効の効果によるものであり、照射温度 931K (658°C)における著しい脆化( $\Delta DBTT = 61K$ )には、熱時効による脆化の効果( $\Delta DBTT = 38K$ )が含まれている。その効果を差し引くと、照射温度 931Kにおける照射脆化は約 23Kとなる。この結果を、上述の 2WFK の 1.5 mm角サイズ試験片にあてはめると、照射温度 651Kの脆化( $\Delta DBTT = 35K$ )は照射脆化によるものであり、照射温度 839Kでの脆化( $\Delta DBTT = 45K$ )には、熱時効の効果が含まれていると考えられる。

矢野ら[16]は、2WFK ハーフサイズ「常陽」照射材におけるシャルピー衝撃特性( $\Delta DBTT$ と $\Delta USE$ )と組織の関係を調べるために、シャルピー衝撃試験後の組織を透過電子顕微鏡(TEM)により観察し、非照射材の組織と比較して以下の結果を得た。

1) 773K(500°C)照射材では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。一方、923K(650°C)照射材では、マルテンサイト組織の消失が顕著であった。この923K(650°C)照射材におけるマルテンサイト組織の消失は、比較材として用いた923K(650°C)熱時効材に比べて広範囲に見られたことから、照射下ではマルテンサイト組織の消失が促進されると考えられる。

2) 照射によるシャルピーDBTTの高温側へのシフトは、主にマルテンサイト組織の変化、すなわち、ラス幅の広がりやラスマルテンサイト組織の消失によって起り、また低温側へのシフトは主に転位の回復によって生ずるものと考えられる。

3) 照射によるUSEの低下は、析出物の粗大化等の析出挙動によって生ずるものと考えられる。

Fig. 5は2WFKの照射前後における動的曲げ降伏応力の試験温度依存性を示す。ここでは、通常のノッチ寸法( $\rho = 0.08$  mm、 $a = 0.30$  mm、 $\theta = 30$  度)をもつ1.5 mm角試験片についての結果を示した。照射温度の低い場合(651K)に照射硬化が認められるが、その照射硬化量は小さい。

Fig. 6は、63WFSについて得られた全吸収エネルギーの試験温度依存性を示す。63WFSでは、本研究と同じ試験片寸法(1.5 mm角、 $\rho = 0.08$  mm、 $a = 0.3$  mm、 $\theta = 30$  度)の「常陽」照射材についてこれまでに得られている結果も示した。63WFSでは、照射温度 646~1000K、照射量  $(0.3 \sim 8.7) \times 10^{26}$  n/m<sup>2</sup>における膨大なシャルピーデータ

が蓄積されていることがわかる。図から明らかなように、照射条件によりシャルピー衝撃特性が大きく変化しているが、よく観察すると、照射により衝撃特性が改善される (DBTT が低下する) グループと、逆に照射により衝撃特性が劣化する (DBTT が上昇する) グループに大別されることがわかる。その分類は主に照射温度によって決まり、照射温度が 650K~793K の場合には照射によって DBTT が低下し、とくに、750K 付近で照射された場合に DBTT の低下が顕著であるように思われる。一方、照射温度が 650K より低い場合 (646K) および 793K より高い場合 (794K~1000K) には、照射によって DBTT が上昇し、とくに、1000K で照射された場合に DBTT の上昇が顕著である ( $\Delta$ DBTT=95K)。この 1000K での顕著な脆化には、2WFK ハーフサイズの結果から、熱時効の効果がかなり含まれていると考えられる。但し、この DBTT が上昇する場合においても、USE は照射により増加する傾向が認められる点は重要である。また、照射温度が 793K と 794K では照射温度は変わらないにもかかわらず、それらの衝撃特性にかなりの差が認められるが、これは照射量の相違によると思われる。

Fig. 6 から 63WFS について評価した DBTT と USE の値、およびその照射による変化量 ( $\Delta$ DBTT と  $\Delta$ USE) を Table 6 に示す。この結果を 2WFK の結果 (照射条件がほぼ同じ結果) と比較すると、63WFS の方が 2WFK より照射脆化は小さいことがわかる。

#### 4. 1. 2 ODS マルテンサイト鋼

「常陽」CMIR-5 で 2つの温度 (667K, 818K) で照射した ODS マルテンサイト鋼の H35-LT と H35-TL について、計装化シャルピー衝撃試験により得られた全吸収エネルギーおよび動的降伏応力の試験温度依存性を、非照射材の結果とともに Figs. 7, 8 に示す。また、全吸収エネルギーの図から求めた DBTT と USE の値、およびその照射による変化量 ( $\Delta$ DBTT と  $\Delta$ USE) を Table 7 に示す。

H35 では 2WFK に比較して約 3 倍もの量の高速中性子の照射を受けているにもかかわらず、 $\Delta$ DBTT の値は H35 のほうが 2WFK よりやや小さく、照射による脆化が少ないことがわかる。また、H35 では照射後の DBTT の値そのものが 2WFK よりかなり低く、かつ、USE は照射により低下するどころか逆に上昇する傾向が認められる。とくに、試験

片の長軸方向が圧延方向に平行な H35-LT のほうが垂直な試験片 H35-TL よりも USE が低いのは照射前における結果と同じであり、非照射材の特性を反映したものと思われる。このような H35-LT と H35-TL の挙動の違いは通常理解とは異なるが、同様な結果は平成 12 年度受託研究の ODS 照射材（鋼種：1DS）でも得られている。このように異方が小さく、耐照射性に優れていることは、本 ODS マルテンサイト鋼の特徴であり、構造材料として好ましい特性である。

さらに、Fig.7(b)や Fig.8(b)からわかるように、H35 では 2WFK に比較して照射による硬化も小さい。このように、H35 が 2WFK に比較して照射脆化や照射硬化が小さいのは、H35 において高密度で存在する微細なナノ酸化粒子が照射欠陥の有効なシンクとして作用したためであると考えられる。

#### 4. 2 破面再構築法による破壊の微視的過程の評価

2WFK 非熱時効材の 1.5mm 角試験片について  $-140$ 、 $-120$ 、 $-100^{\circ}\text{C}$  でシャルピー衝撃試験した結果に対する破面再構築図を Fig. 9 a - c に示す。また、Fig.10 に、破壊進行度と破壊速度を開口変位の関数としてプロットした。Fig.10 から、それぞれの試験温度における臨界開口変位は、22、150、 $65\mu\text{m}$  と求められる。これらの臨界変位の大小は、各試験温度における吸収エネルギー（0.112, 0.176, 0.147 (J)）の大小ともはっきりと対応している。臨界変位が小さく吸収エネルギーも小さかった  $-140^{\circ}\text{C}$  と  $-100^{\circ}\text{C}$  の場合は、ノッチ前方の破壊が、試料の両側面までにわたってほぼ均一に進行しているのに対し、破壊発生の遅い  $-120^{\circ}\text{C}$  の場合は、両側面付近での進行は遅く、中央部に偏って進行していることがわかる。 $-100^{\circ}\text{C}$  に比べて  $-120^{\circ}\text{C}$  の破壊の発生が遅れて生じていることは、破壊の発生が、破壊の起点となる炭化物の分布状況などに強く依存した確率的現象であることによると考えられる。

したがって、今後、この手法を種々のサイズ・ノッチ形状の試験片に適用することにより、試験片サイズ・ノッチ形状による破壊進行の違いを把握することが期待される。また、この手法を、走査電子顕微鏡などによる破面観察と組み合わせることにより破壊起点の解明を進めることも可能であると期待される。

## 4. 3 塑性拘束の試験片サイズ・ノッチ形状依存性

へき開破壊が生ずるための臨界へき開破壊応力  $\sigma^*$  を評価するためには、試験材料について、有限要素法解析に用いる引張特性をひずみ速度および試験温度の関数として定式化する必要がある。すなわち、試験材料の引張特性を記述する構成方程式を求める必要がある。そこで、2WFK の非時効材（非照射材）について、試験温度とひずみ速度を広く変えて引張真応力－真塑性ひずみ曲線を測定した。その結果、任意の温度、ひずみ速度における引張真応力－真塑性ひずみの関係は次式により表されることがわかった。

$$\sigma = \sigma_{0.001} + \sigma_{\text{sat}} [1 - \exp\{-k(\epsilon_p - 0.001)\}]^{1/2}, \quad (3)$$

ここで、 $\sigma_{0.001}$  は 0.1% 塑性ひずみでの変形応力で、降伏応力として定義される。 $\sigma_{\text{sat}}$  は saturated hardening、 $k$  は rate constant である[17]。式 (3) により計算された応力－ひずみ曲線の一例を、 $n$  乗側で計算した応力－ひずみ曲線とともに Fig. 11 に示す。図の 2 つの計算曲線を比較すると、式(3)の計算曲線のほうが  $n$  乗側で計算した曲線よりも実験曲線の再現性においてやや優れていることがわかる。すなわち、 $n$  乗側では、加工硬化の中期にはやや高めに、飽和近くではやや低めに評価され、試験条件によっては、フィッティングの式と実験値が 5% 程度までずれるのに対して、(3)式によるとどの結果もほぼ 1% 以内の誤差で応力－ひずみ曲線を表現できた。

式(3)の 3 つのパラメーター ( $\sigma_{0.001}$ ,  $\sigma_{\text{sat}}$ ,  $k$ ) は次式で表される。

$$\sigma_{0.001} = \sigma_{\text{th}}(T^*) + \sigma_{\text{ath}}(T) \quad (4)$$

$$\sigma_{\text{sat}} = -1.05T + 600 \quad (5)$$

$$k = 2.380 \times 10^{-4} T^{1.998} \quad (6)$$

ここで、 $\sigma_{\text{th}}(T^*)$  は試験温度とひずみ速度に依存する有効応力成分、 $\sigma_{\text{ath}}(T)$  は剛性率の温度依存性を通してわずかに試験温度に依存する内部応力成分であり、それぞれ次式で表される。

$$\sigma_{\text{th}}(T^*) = 1253.6 [1 - (T^*/14990)^{1/2}]^2 \quad (7)$$

$$\sigma_{\text{ath}}(T) = 891(1 - 0.00028T) \quad (8)$$

$$T^* = T \ln(7.78e^{15}/\dot{\epsilon}) \quad (9)$$

これらのパラメータを整理した結果を Table 8 に示す。

Figs. 12, 13 は、フルサイズと 1/3 サイズ試験片について、それぞれ 213K と 193K で計装化シャルピー衝撃試験により実験的に得られた荷重—変位曲線とともに、上の構成方程式を用いた有限要素法解析により得られた荷重—変位曲線を比較して示したものである。実験曲線は構成方程式を用いた有限要素法解析によって、よく再現されることがわかる。

以上により、式 (3) の構成方程式が有効であることが示されたので、その構成方程式を用いて  $\sigma^* - A^*$  を決定する。そこで、有限要素法解析によりへき開破壊開始時におけるノッチ前方の応力分布を求め、それを基に  $\sigma - A$  曲線を求めた。フルサイズと 1/3 サイズ試験片について得られた例を Fig. 14 に示す。フルサイズ試験片では、LSE (下部棚エネルギー) 領域でノッチ開口変位に対する  $A$  の変化が大きく、吸収エネルギー—温度曲線に比べるとばらつきが大きくなった。しかしながら、各試験片に対し、そのようなばらつきは  $\sigma - A$  曲線の形状に影響を与えるほどには大きくないことがわかる。すなわち、それぞれの試験片形状に対して、どの試験温度の曲線も互いに交わることはない。これは、クラックの起点となる弱いサイトの試験片内での不均一な分布を反映していると考えられる。そこで、各サイズの試験片に対する 3 つの曲線を平均化し、平均化した曲線の交点が共通の  $\sigma^* - A^*$  に相当するとして求めた結果、試験片サイズに依存しないへき開破壊臨界応力  $\sigma^*$  および臨界面積  $A^*$  が以下のように評価された。

$$\sigma^* = 2400\text{MPa}, A^* = 0.0065 \text{ mm}^2$$

次に、ノッチのない平滑 3 点曲げ試験片について、シャルピー衝撃試験と同じ速度での単軸降伏応力を試験温度の関数として評価するためには、3 点曲げ試験により得られる降伏応力と引張試験により得られる降伏応力との関係をひずみ速度の関数として記述する相関式が必要となる。そこで、上述の構成方程式を用いて有限要素法解析を行い、2WFK 非時効材の 3 点曲げ試験による荷重—変位 (たわみ) 曲線をシミュレートした。その結果、3 点曲げによる降伏応力 ( $\sigma_y^b$ ) と引張による降伏応力 ( $\sigma_y$ ) の間、および 3 点曲げによる加工硬化指数 ( $n^b$ ) と引張による加工硬化指数 ( $n$ ) の間には、それぞれ次の相関式が成

り立つことが見出された。

$$\sigma_y^b = \sigma_y(0.82 + 1.16 n^t - 0.767 n^{t2}). \quad (10)$$

$$n^b = 0.0311 + 0.978 n \quad (11)$$

この詳細は別報に記す[18]が、実際に 2WFK 非照射材について広いひずみ速度範囲で 3 点曲げ試験と引張試験を行い、3 点曲げ試験結果に対して上の相関式を用いて引張試験での降伏応力と加工硬化指数を評価し、その値 (Bend) を実測した値 (Tensile) とともにひずみ速度に対してプロットした結果を Fig. 15 に示す。加工硬化指数は両者でかなり良く一致している。また、降伏応力をかなり拡大して示したが、低ひずみ速度領域ではかなりよい一致を示しているのに対し、高ひずみ速度領域では 3 点曲げ試験からシミュレートした降伏応力の方がやや高くなり、その差はひずみ速度の増加とともに増加する傾向がみられる。これは、さらに高ひずみ速度での曲げ試験結果に対して、曲げ試験片内部におけるひずみ速度の分布を考慮した FEM 解析が必要であることを示唆しているものと思われる。しかしながら、両者の差は大きくない。そこで、両者のデータの間に関係が成り立つと仮定し、3 点曲げ試験結果からシミュレーとした降伏応力 ( $\sigma_y$ ) を、ひずみ速度がシャルピー試験と同じひずみ速度の値へ外挿した。外挿すべきひずみ速度としてはノッチ前方におけるひずみ速度を用いるべきであり、その速度は  $10^3 \sim 10^4 \text{ s}^{-1}$  と評価されることから本研究では  $10^3 \text{ s}^{-1}$  を用いた。このようにして、ひずみ速度  $10^3 \text{ s}^{-1}$  における単軸降伏応力  $\sigma_y$  を試験温度の関数として求めた。

次に、DBTT を吸収エネルギーが標準サイズの 41 J になる温度として定義し、2WFK 非時効材の試験片サイズとノッチ形状の異なる多くのシャルピー試験片に対して求めた DBTT の値を Table 9 に示す。以上の結果から、 $\sigma_y^*$  が試験片サイズとノッチ形状の関数として評価される。

最後に、評価された  $\sigma^*$  と  $\sigma_y^*$  を式 (1) に代入すると  $\alpha$  が得られる。得られた  $\alpha$  を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として Table 10 に示す。また、その結果をノッチの形状に依存する  $a/W$  と  $\rho/W$  に分類し、 $\alpha$  を  $1/b^2$  に対してプロットした結果、 $\alpha$  は  $a/W$  には依存するが、 $\rho/W$  にはあまり強くは依存せず、ほぼ共通の曲線上に乗ることが分かった。 $\alpha$  を  $A^*/b^2$  に対してプロットした結果 Fig. 16 に示す。 $\alpha - A^*/b^2$  曲線は、 $\alpha$  が 1.9 ~ 2.6 の

範囲で次式の形に定式化でき、

$$\alpha = \alpha_0 - k (A^*/b^2)^{0.4} \quad (12)$$

$a/W$  について分類すると、 $\alpha - A^*/b^2$  曲線の半経験的な関係式として次式が得られる。

$$\alpha = 2.69 - 3.58(A^*/b^2)^{0.4} \quad \text{for } a/W = 0.15 \sim 0.20 \quad (13)$$

$$\alpha = 2.74 - 2.85(A^*/b^2)^{0.4} \quad \text{for } a/W = 0.30 \quad (14)$$

$\alpha$  は  $a/W$  が大きいほど大きい。これは、 $a/W$  が 0.15~0.30 の範囲ではノッチが深いほど  $\alpha$  が大きく、したがって塑性拘束が大きいことを示している。

ここで、 $\alpha$  の誤差を検討すると、 $\sigma^*$  の誤差が  $\pm 50 \text{ MPa}$  ( $\pm 2\%$ ) であり、また  $\sigma_{0.001}$  の誤差が  $\pm 20 \text{ MPa}$  ( $\pm 2\%$ ) と見積もられるので、 $\alpha$  の誤差は  $\pm 4\%$  となる。

以上の結果から、試験片寸法効果を定量的に記述するために必要な組成拘束係数  $\alpha$  を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として評価できること、両者の間には上式の関係が成り立つことが初めて示された。この式は半経験的な関係式であるので、その理論付けが必要であるが、同時に、さらに精度の高い関係式を得るために、 $\alpha$  の評価精度を高めることが必要である。また、この関係式は材質に依存しないと考えられることから、本研究では 2WFK 非時効材のみを対象にして評価を行ったが、実際に材質の異なる他のフェライト鋼についても  $\alpha$  の試験片サイズ・ノッチ形状依存性を評価して  $\alpha$  が材質に依存しないことを確認することが必要である。その結果、 $\alpha$  の試験片サイズ・ノッチ形状依存性を表す精度の高い関係式を用いて、照射脆化が大きな課題であるフェライト鋼に対し、非照射材、照射材を問わず、微小試験片のみのデータから、フルサイズ試験片のシャルピー-DBTT を求めることが可能になると考えられる。

## 5. おわりに

本研究は、フェライト/マルテンサイト鋼を高燃焼度高性能炉心材料あるいは核融合炉構造材料に適用する場合の最大の課題である照射脆化に関するものである。まず、その候補材料である高強度フェライト/マルテンサイト鋼 PNC-FMS (2WFS, 63WFS) と ODS フェライト/マルテンサイト鋼 (H35) を「常陽」により種々の条件で照射し、計装化シャルピー



一衝撃試験により照射脆化挙動を評価した。用いた試験片サイズは、微小試験片 (1.5 x 1.5 x 20 mm) とハーフサイズ試験片 (10 x 5 x 55 mm) である。その際、照射脆化に及ぼす (照射時の) 熱時効の効果、および組織の効果も検討した。

次に、シャルピー衝撃試験による照射脆化評価における大きな課題である、延性脆性遷移温度 (DBTT) に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果を解明するために、その原因である塑性拘束を定量的に記述する方法を提案するとともに、提案した方法を PNC-FMS (2WFK) の非照射材に適用し、塑性拘束と試験片のサイズ・ノッチ形状との関係を定量的に示した。得られた主な結果を以下に記す。

1) PNC-FMS (63WFS) では、照射温度 646~1000K、照射量  $(0.3\sim 8.7) \times 10^{26} \text{ n/m}^2$  における多くのシャルピーデータが蓄積され、かなり広い照射条件での照射脆化挙動が明らかになった。すなわち、照射脆化挙動は、DBTT が照射により低下する場合と逆に上昇する場合に大別されるが、これは主に照射温度に依存する。照射温度が 650~793K では DBTT が低下し、一方、照射温度が 650K より低い場合および 793K より高い場合には、DBTT が上昇し、とくに 1000K 照射での DBTT 上昇が顕著である。1000K 照射での DBTT 上昇には熱時効の効果もかなり含まれていると考えられる。但し、DBTT が上昇する場合でも、USE は照射により上昇する傾向がある。また、63WFS の方が 2WFK より照射脆化は小さい。

2) PNC-FMS (2WFK) の照射脆化に及ぼす熱時効の効果は、673K 照射では無視できるが、923K (650°C) では脆化をかなり促進する。また、773K 照射では逆に脆化をやや改善する傾向がある。

3) 比較的高照射量 ( $0.57 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ ) のフェライト鋼 (2WFK) において USE と DBTT に及ぼすノッチ形状の効果は大きい。これはフェライト鋼の非照射材や低照射量について従来得られている結果と基本的に同じである。

4) ODS マルテンサイト鋼 (H35) は、PNC-FMS (2WFK) に比べて照射による硬化と脆化が少ない。これは、ODS で高密度に存在するナノ酸化物粒子のシンクとしての効果によるものと考えられる。

5) シャルピー-DBTT に及ぼす試験片サイズ・ノッチ形状の効果を解明するために、サイズ効果の原因である塑性拘束を記述する塑性拘束係数  $\alpha$  を次式により定義し、試験片サイ

ズ・ノッチ形状の関数として評価する。

$$\alpha = \sigma^* / \sigma_y^*$$

ここで、 $\sigma^*$  はへき開破壊が生ずる臨界応力、 $\sigma_y^*$  はその材料の DBTT における、シャルピー一衝撃試験と同一ひずみ速度での単軸降伏応力である。

6)  $\sigma^*$  と  $\sigma_y^*$  を試験片サイズ・ノッチ形状の関数として評価するためには、破面再構築法による破壊過程の微視的観察、変形の構成方程式に基づく 3 次元有限要素法解析、3 点曲げ試験結果 (実験) から単軸降伏応力  $\sigma_y$  を評価する相関式の導出、シャルピー-DBTT の決定等が必要である。

7) PNC-FMS (2WFK) の非照射材における、試験片サイズに依存しないへき開破壊のための臨界応力  $\sigma^*$  と臨界面積  $A^*$  は、 $\sigma^* = 2400 \text{ MPa}$ 、 $A^* = 0.0065 \text{ mm}^2$  である。

8) 標準サイズおよび 11 種類の試験片サイズ・ノッチ形状の異なる微小試験片について評価した塑性拘束係数  $\alpha$  は、試験片サイズ因子である  $(A^*/b^2)$  と以下の関係にある。

$$\alpha = 2.69 - 3.58(A^*/b^2)^{0.4} \quad \text{for } a/W = 0.15 \sim 0.20$$

$$\alpha = 2.74 - 2.85(A^*/b^2)^{0.4} \quad \text{for } a/W = 0.30$$

但し、 $A^*$  はへき開破壊の臨界面積、 $b$  はリガメントサイズであり、また、 $a$  はノッチ深さ、 $W$  は試験片の幅である。この関係は、ノッチが深いほど  $\alpha$  が大きく、したがって塑性拘束が大きいことを示している。

9) 今後の課題は、この関係式に理論付けを行うこと、同時に、関係式の精度を高めるために、 $\alpha$  の評価精度を高めること、および、実際に材質の異なる他のフェライト鋼についても  $\alpha$  の試験片サイズ・ノッチ形状依存性を評価してその関係が材質にあまり依存しないことを示すことである。

## 6. 謝辞

本研究の一部にご協力いただいた東北大学 (現在、インドネシア国立原子力研究所、BATAN) Hadi Suwarno 博士に感謝する。

## 7. 参考文献

[1] G.E.Lucus, G.R.Odette, J.W.Sheckherd, P.McConnell, J.Perrin, ASTM STP888

(1986)305.

[2] B.S.Louden, A.S.Kumar, F.A.Garner, M.L.Hamilton, W.L.Hu, J. Nucl. Mater. 155 (1988) 662.

[3] D.J.Alexander, R.L.Klueh, ASTM STP1072(1990)179.

[4] H.Kayano, H.Kurishita, M.Narui, M.Yamazaki, Ann. Chem. Fr. 16 (1991)309.

[5] H.Kayano, H.Kurishita, A.Kimura, M.Narui, M.Yamazaki, Y.Suzuki, J. Nucl. Mater. 179 (1991) 425.

[6] H.Kurishita, H.Kayano, M.Narui, M.Yamazaki, Y.Kano, I.Shibahara, Mate. Trans., JIM, 34 (1993)1042.

[7] M.A.Sokolov, R.K.Nanstad, ASTM STP 1270(1996)384.

[8] G.E.Lucas, G.R.Odette, K.Edsinger, B.D.Wirth, J.W.Sheckherd, ASTM STP1270 (1996) 790.

[9] K.Do, N.Soneda, T.Onchi, H.Matsui, ASTM STP1428(2002)137.

[10] G.R.Odette, J. Nucl. Mater., 212-215(1994) 45.

[11] T.Yamamoto, G.R.Odette, G.E.Lucas, H.Matsui, J. Nucl. Mater. 283-287(2000) 992.

[12] T.Yamamoto, K.Yabuki, H.Matsui, G.R.Odette, G.E.Lucas, ASTM STP 1418(2001) 93.

[13] K.Edsinger, G.R.Odette, G.E.Lucas, Miniaturized Specimens for Testing of Irradiated Materials, P. Jung, H. Ullmaier, Eds., KFA Julich, Germany 1995, p.150.

[14] B.D.Wirth, K.Edsinger, G.R.Odette, G.E.Lucas, Effects of Radiation on Materials: 17th International Symposium, ASTM STP 1270, D.S.Gelles, R.K.Nanstad, A.S.Kumar and E.A.Little, Eds., American Society for Testing and Materials, Wes Conshohocken, PA, 1996, p 706.

[15] H.Kurishita, H.Kayano, M.Narui, M.Yamazaki, Sci. Rep. RITU. A40 (1994) 95

[16] 矢野康英他、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、JNC TN9400 2003-118, 2004.

[17] P.Spatig, G.R.Odette, G.E.Lucas, M.Victoria, J. Nucl. Mater. 307-311(2002) 536.

[18] T.Yamamoto, H.Kurishita, H.Swarno, in preparation

Table 1 Chemical compositions of high strength ferritic/martensitic steels of 2WFK and 63WFS and oxide dispersion strengthened (ODS) martensitic steel of H35.

鋼種(名称)	組成 (wt%)
PNC-FMS(2WFK)	11Cr-0.5Mo-2W-0.2V
PNC-FMS(63WFS)	11Cr-0.4Mo-1.7W-0.2V
ODS(H35)	11Cr-3W-0.1C-0.5Ti-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

Table 2 Neutron irradiation conditions for high strength ferritic/martensitic steels of 2WFK and 63WFS and oxide dispersion strengthened (ODS) martensitic steel of H35-LT and H35-TL.

鋼種	試験片サイズ(ノッチ)	照射リグ	照射温度	照射量 ( $E_n > 0.1 \text{ MeV}$ )
PNC-FMS (2WFK)	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	CMIR-5	651K	$0.57 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	"	839K	$0.53 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.02$ , $a=0.45$ , $\theta=30$ 度)	"	651K	$0.57 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.02$ , $a=0.45$ , $\theta=30$ 度)	"	839K	$0.53 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	10 x 5.0 x 55 mm ( $\rho=0.25$ , $a=2.0$ , $\theta=45$ 度)	MARICO-1	768K	$0.87 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	10 x 5.0 x 55 mm ( $\rho=0.25$ , $a=2.0$ , $\theta=45$ 度)	"	931K	$0.57 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
PNC-FMS (63WFS)	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	CMIR-4 & 5	782K	$5.7 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
ODS (H35-LT)	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	CMIR-5	667K	$1.3 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	"	818K	$1.8 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
ODS (H35-TL)	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	"	667K	$1.3 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$
"	1.5 x 1.5 x 20 mm ( $\rho=0.08$ , $a=0.30$ , $\theta=30$ 度)	"	818K	$1.8 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$

Table 3 Specimen geometry of full-sized (CVN) and miniaturized Charpy V-notch (MCVN) specimens used.

Specimen	Specimen Size	V-Notch Size ( $\rho$ /mm-a/mm- $\theta$ /degree)
Full Size	10 x 10 x 55 mm	0.25 - 2.0 - 45
3.3 mm 角	3.3 x 3.3 x 23.6 mm	0.08 - 0.50 - 30
"	"	0.02 - 0.50 - 30
"	"	0.02 - 0.65 - 30
2.0 mm 角	2.0 x 2.0 x 20 mm	0.08 - 0.40 - 30
"	"	0.02 - 0.40 - 30
"	"	0.02 - 0.60 - 30
1.5 mm 角	1.5 x 1.5 x 20 mm	0.08 - 0.30 - 30
"	"	0.02 - 0.30 - 30
"	"	0.02 - 0.45 - 30
1.0 mm 角	1.0 x 1.0 x 20 mm	0.05 - 0.20 - 30
"	"	0.02 - 0.30 - 30

Table 4 Values of DBTT,  $\Delta$ DBTT, USE and  $\Delta$ USE for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK.

照射条件	DBTT(K)	$\Delta$ DBTT(K)	USE(J)	$\Delta$ USE(J)
Unirr.	143	---	0.680	---
$0.57 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 651K	178	35	0.627	- 0.053
$0.53 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 839K	188	45	0.620	- 0.060
$0.57 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 651K	230	---	0.463	---
$0.53 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 839K	232	---	0.420	---



Table 5 Values of DBTT, USE,  $\Delta$ DBTT and  $\Delta$ USE evaluated for half-sized CVN specimens of 2WFK

照射条件	時効条件	DBTT(K)	$\Delta$ DBTT(K)	USE(J)	$\Delta$ USE(J)
Unirradiated		254		63.4	
$0.87 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ 768K		232	-22	62.1	-1.3
$0.57 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ 931K		350	96	37.4	-26.0
	Unaged	261		64.2	
	673K/519h	270	9	61.8	-2.4
	673K/3000h	273	12	58.4	-5.8
	773K/519h	257	-4	64.7	0.5
	773K/3000h	250	-11	61.5	-2.7
	923K/519h	288	27	55.0	-6.8
	923K/3000h	290	29	58.8	-3.0

Table 6 Values of DBTT,  $\Delta$ DBTT, USE and  $\Delta$ USE for 1.5 mm MCVN specimens of 63WFS.

照射条件	DBTT(K)	$\Delta$ DBTT(K)	USE(J)	$\Delta$ USE(J)
Unirr.	178	---	0.418	---
$0.3 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 646K	193	15	0.480	0.062
$0.5 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 650K	177	- 1	0.673	0.255
$1.4 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 667K	154	- 24	0.670	0.252
$4.4 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 753K	149	- 29	0.743	0.325
$4.5 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 793K	175	- 3	0.637	0.219
$7.7 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 794K	207	29	0.500	0.082
$8.7 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 896K	191	13	0.618	0.200
$7.4 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 1000K	273	95	0.485	0.067
$5.7 \times 10^{26}$ n/m <sup>2</sup> , 782K	167	- 10	0.654	0.236

Table 7 Values of DBTT, USE, DDBTT and DUSE evaluated for 1.5 mm MCVN specimens of H35-LT and H35-TL.

鋼種	照射条件	DBTT(K)	$\Delta$ DBTT(K)	USE(J)	$\Delta$ USE(J)
H35-LT	Unirr.	106		0.39	
"	$1.3 \times 10^{26} \text{ n/m}^2, 667\text{K}$	130	24	0.34	-0.05
"	$1.8 \times 10^{26} \text{ n/m}^2, 818\text{K}$	<100	< - 6	0.44	0.05
H35-TL	Unirr.	135		0.45	
"	$1.3 \times 10^{26} \text{ n/m}^2, 667\text{K}$	172	37	0.34	-0.10
"	$1.8 \times 10^{26} \text{ n/m}^2, 818\text{K}$	135	0	0.48	0.03

Table 8 Values of three parameters of  $\sigma_{0.001}$ ,  $\sigma_{sat}$  and  $k$  in the constitutive equation as a function of test temperature and strain rate for unaged 2WFK.

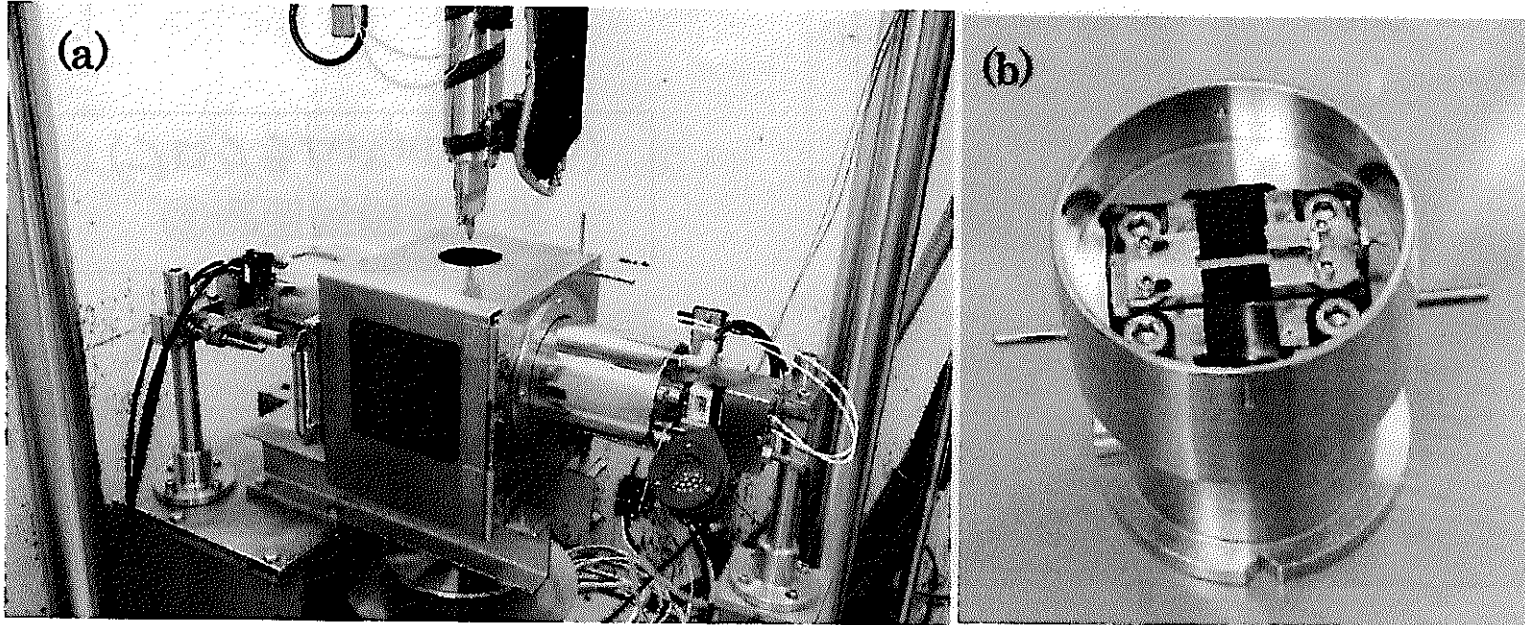
歪速度 $s^{-1}$	試験温度 T (K)	0.2%耐力 $\sigma_{0.002}$ (MPa)	加工硬化指数 n	飽和加工硬化 $\sigma_{sh,sat}$ (MPa)	硬化定数 k	0.1%耐力 $\sigma_{0.001}$ (MPa)
0.001	293	855	0.0629	279.05	16.97	829
0.01	293	856	0.0671	299.15	17.342	823.65
0.01	293	855	0.0669	296.78	19.05	820.24
0.1	293	868	0.0661	295.26	17.33	835.8
1	293	884	0.0677	312.21	17.473	850.3
10	293	896	0.0626	267.27	37.625	850.9
0.001	223	899.88	0.0678	343.08	12.246	869.8
0.01	223	911.71	0.0739	394.33	10.904	878
0.1	223	930.26	0.0678	397.21	9.3574	901.3
1	223	943.36	0.0664	359.85	11.882	910.18
10	223	953.34	0.0549	266.28	23.757	916.05
0.001	253	903.95	0.05998	359.3	9.5647	877.78
0.1	253	923.39	0.0643	359.33	9.6536	894.4
10	253	991.88	0.0572	318.56	14.456	942.77
0.001	193	958.5	0.0661	403.79	7.0532	937.6
0.1	193	953.6	0.0663	415.34	6.9831	927.5
0.1	163	1102	0.0627	432.88	6.5054	1021.2

**Table 9** Values of DBTT for CVN and MCVN specimens with different V-notch sizes ( $\rho$ - $a$ - $\theta$ ) of unaged 2WFK. DBTT is defined here as the temperature where the absorbed energy for CVN specimens is equal to 41J.

<b>Specimen Size V-Notch Size (<math>\rho</math>/mm-<math>a</math>/mm-<math>\theta</math>/degree)</b>	Full Size 0.25-2.0-45	3.3 mm 0.08-0.50-30	3.3 mm 0.02-0.50-30	3.3 mm 0.02-0.65-30	2.0 mm 0.08-0.40-30	2.0 mm 0.02-0.40-30
<b>DBTT (K)</b>	287	224	236	260	227	235
<b>Specimen Size V-Notch Size (<math>\rho</math>/mm-<math>a</math>/mm-<math>\theta</math>/degree)</b>	2.0mm 0.02-0.60-30	1.5 mm 0.08-0.30-30	1.5 mm 0.02-0.30-30	1.5 mm 0.02-0.45-30	1.0 mm 0.05-0.20-30	1.0 mm 0.02-0.30-30
<b>DBTT (K)</b>	240	178	198	212	150	181

Table 10 Values of DBTT,  $\sigma_y^*$  and  $\alpha$  evaluated for full size and miniaturized CVN specimens with different V-notch sizes of unaged 2WFK.

Specimen Size	V-Notch Size ( $\rho/\text{mm}-a/\text{mm}-\theta/\text{degree}$ )	DBTT (K)	$\sigma_y^*$ (MPa)	$\alpha$ (= $\sigma^*/\sigma_y^*$ )
Full Size	0.25-2.0-45	287	915	2.62
3.3 x 3.3 mm	0.08-0.50-30	224	998	2.40
3.3 x 3.3 mm	0.02-0.50-30	236	980	2.45
3.3 x 3.3 mm	0.02-0.65-30	260	948	2.53
2.0 x 2.0 mm	0.08-0.40-30	227	994	2.42
2.0 x 2.0 mm	0.02-0.40-30	235	982	2.44
2.0 x 2.0 mm	0.02-0.60-30	240	975	2.46
1.5 x 1.5 mm	0.08-0.30-30	178	1079	2.23
1.5 x 1.5 mm	0.02-0.30-30	198	1041	2.31
1.5 x 1.5 mm	0.02-0.45-30	212	1017	2.36
1.0 x 1.0 mm	0.05-0.20-30	150	1139	2.11
1.0 x 1.0 mm	0.02-0.30-30	181	1073	2.24



**Fig. 1** Instrumented Charpy impact testing machine (a) together with specimen holder (b).  
The specimen holders for CVN and MCVN specimens are available.

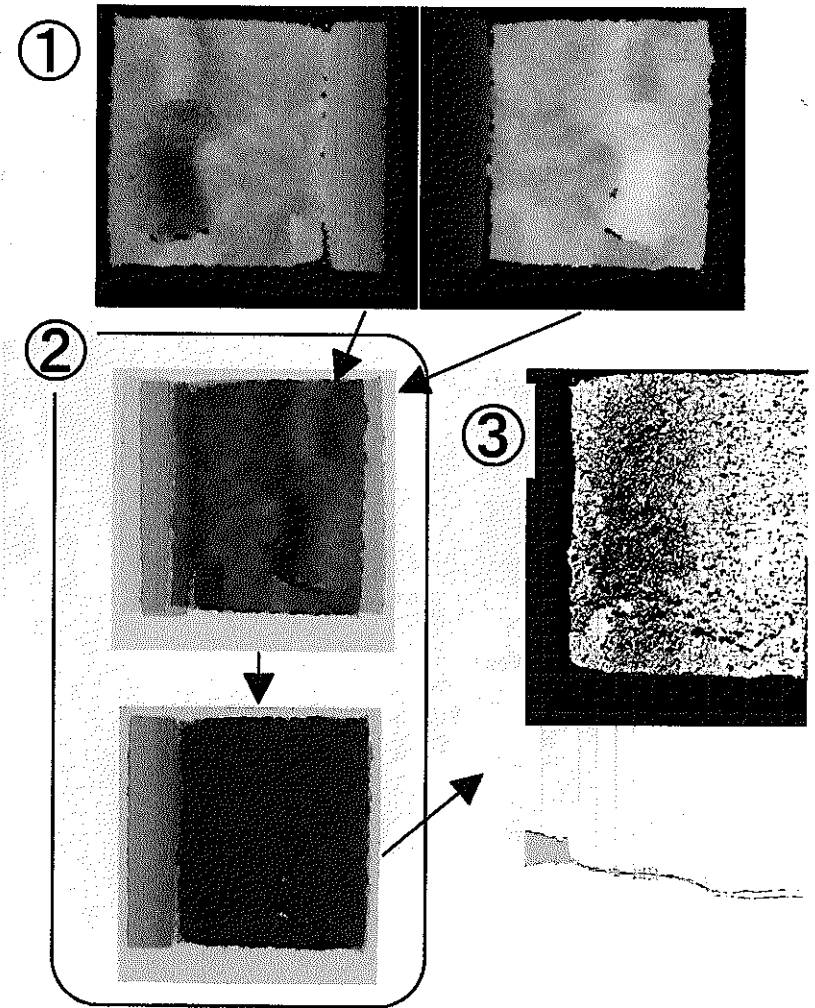
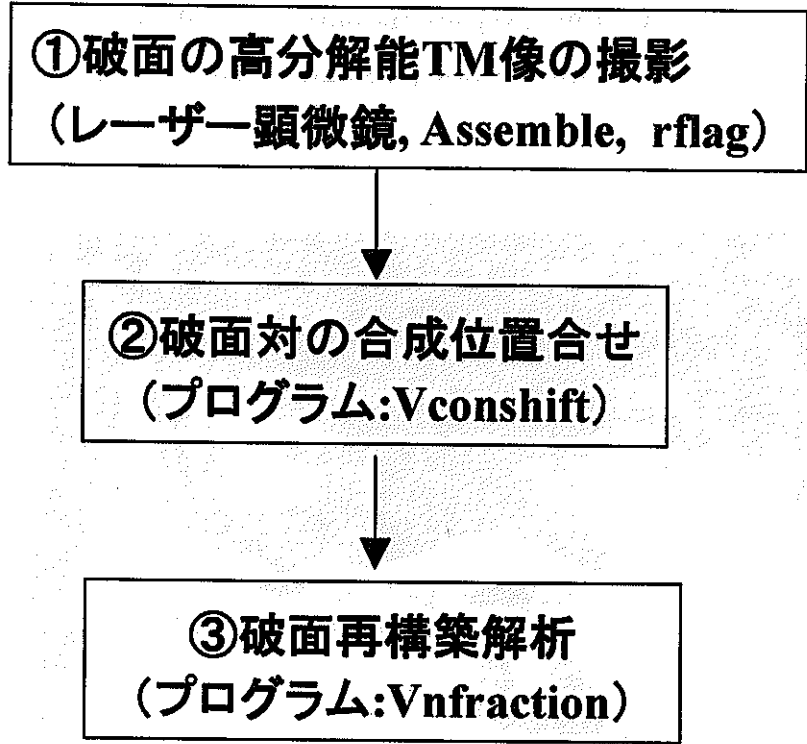


Fig. 2 Flow chart and fracture surface topographic map for 1.5 mm MCVN specimens of unaged 2WFK Charpy impact tested at 133K.



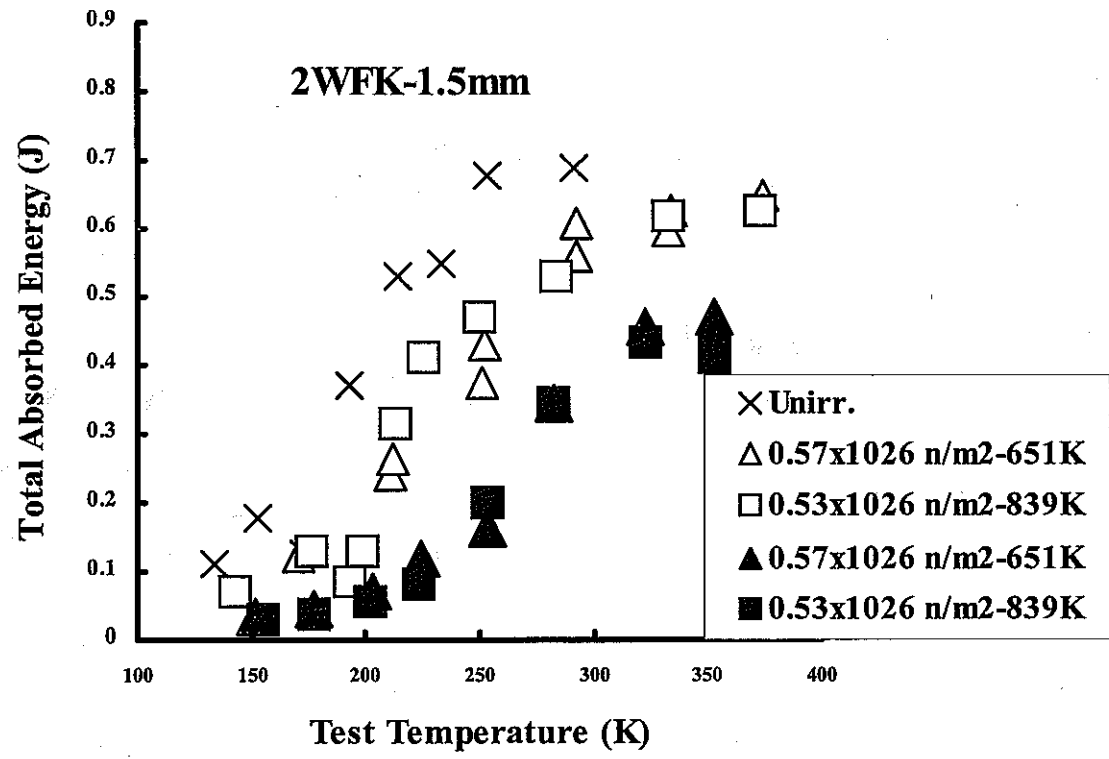


Fig. 3 Total absorbed energy as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK irradiated in CMIR-5.

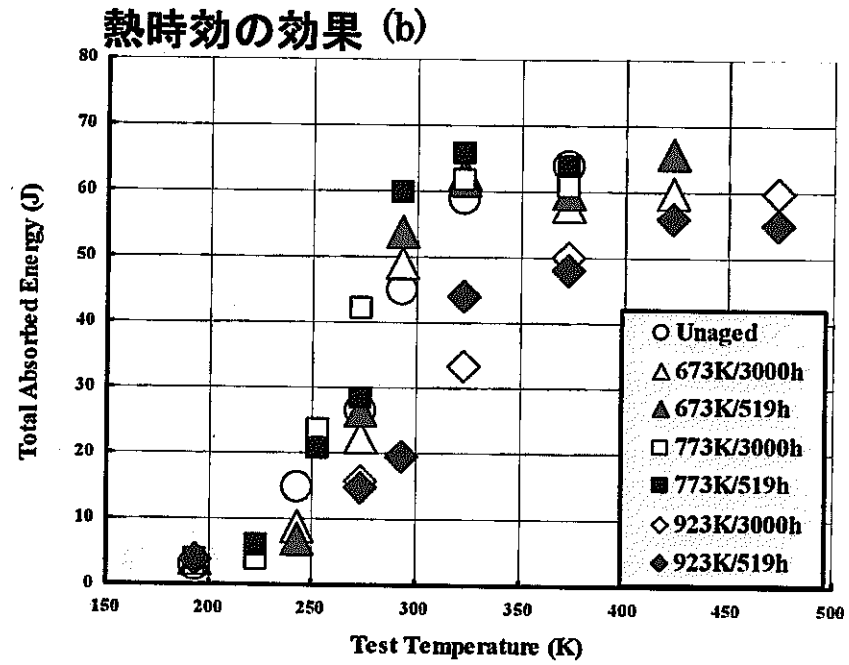
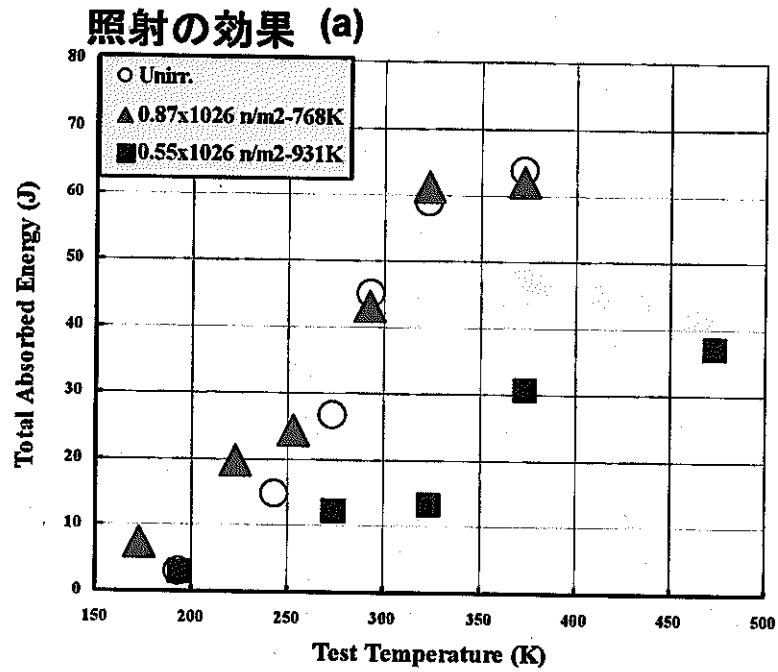


Fig. 4 Total absorbed energy as a function of test temperature for half-sized CVN specimens of 2WFK irradiated in MARICO-1 (a) and thermally aged (b).

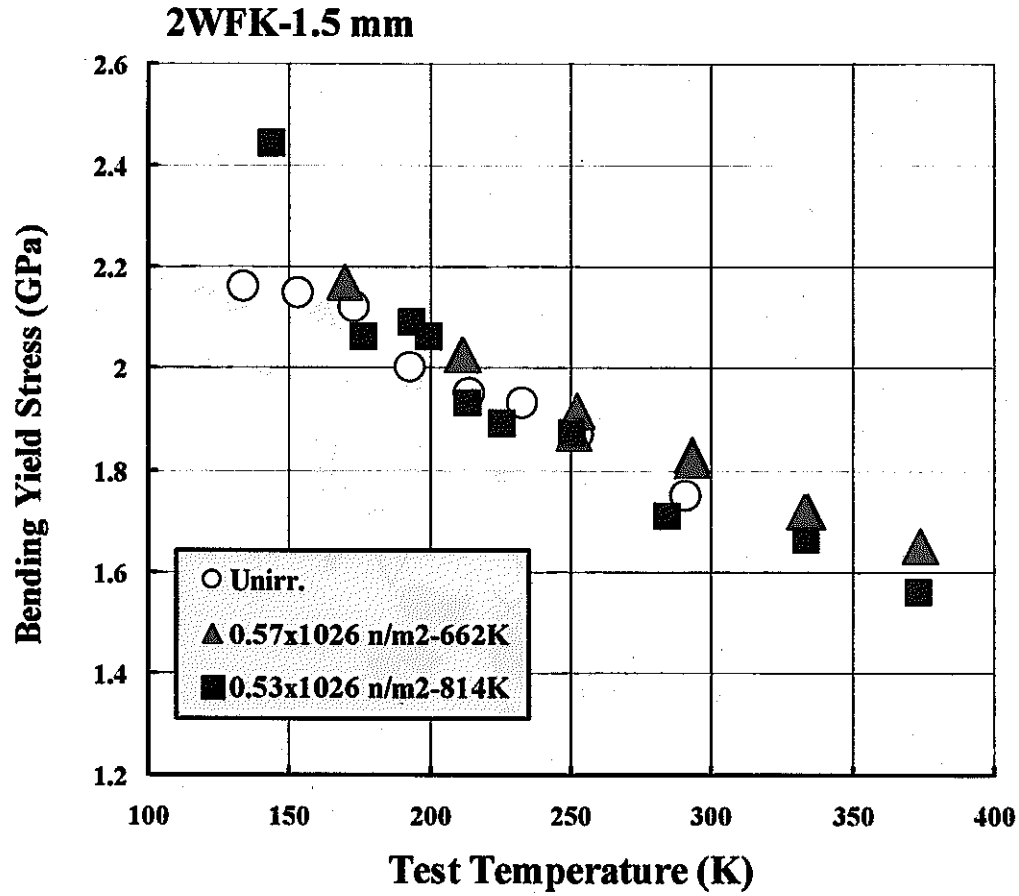


Fig. 5 Dynamic bend yield strength as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 2WFK irradiated in CMIR-5.

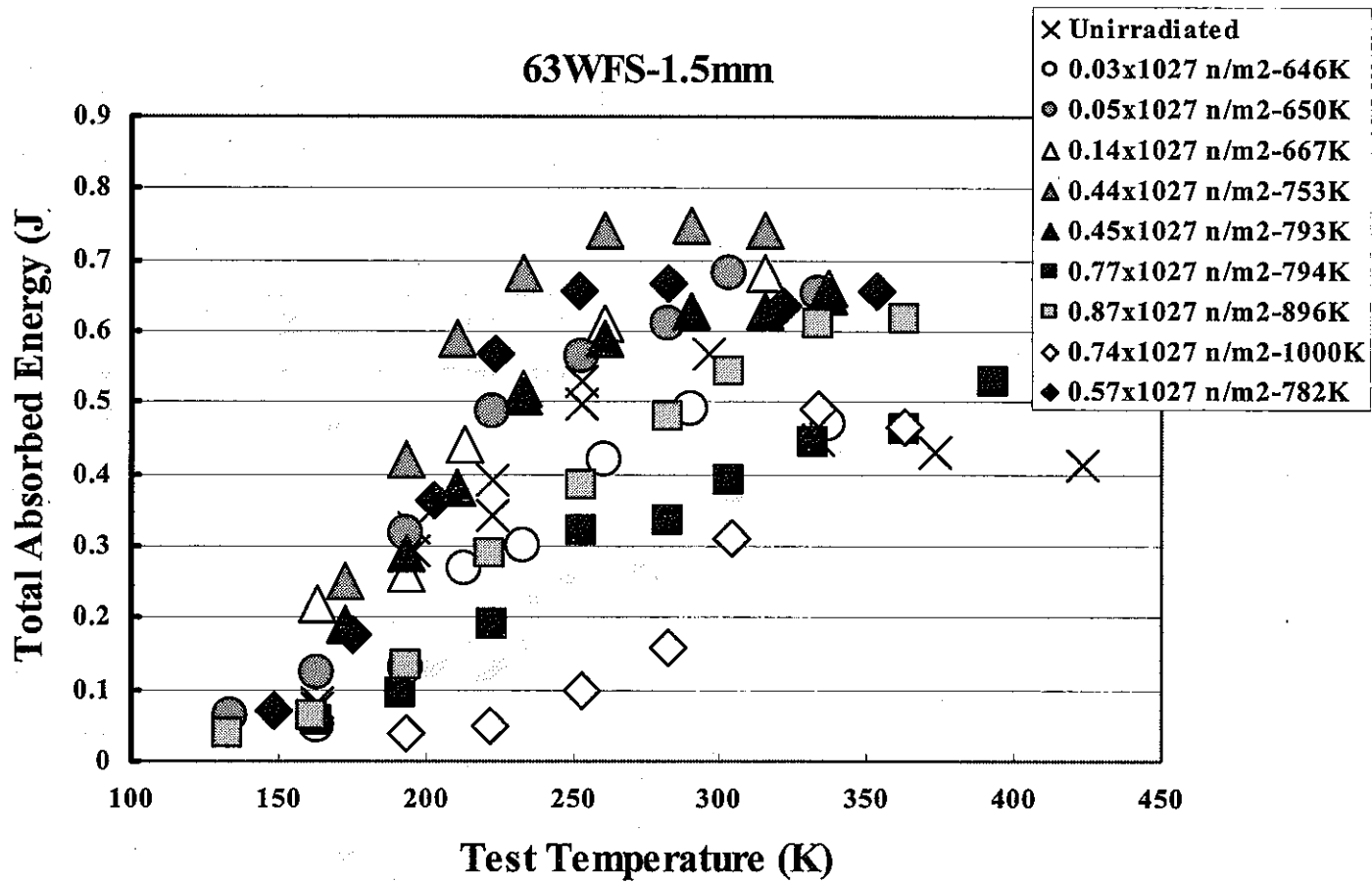


Fig. 6 Total absorbed energy as a function of test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of 63WFS irradiated in JOYO.

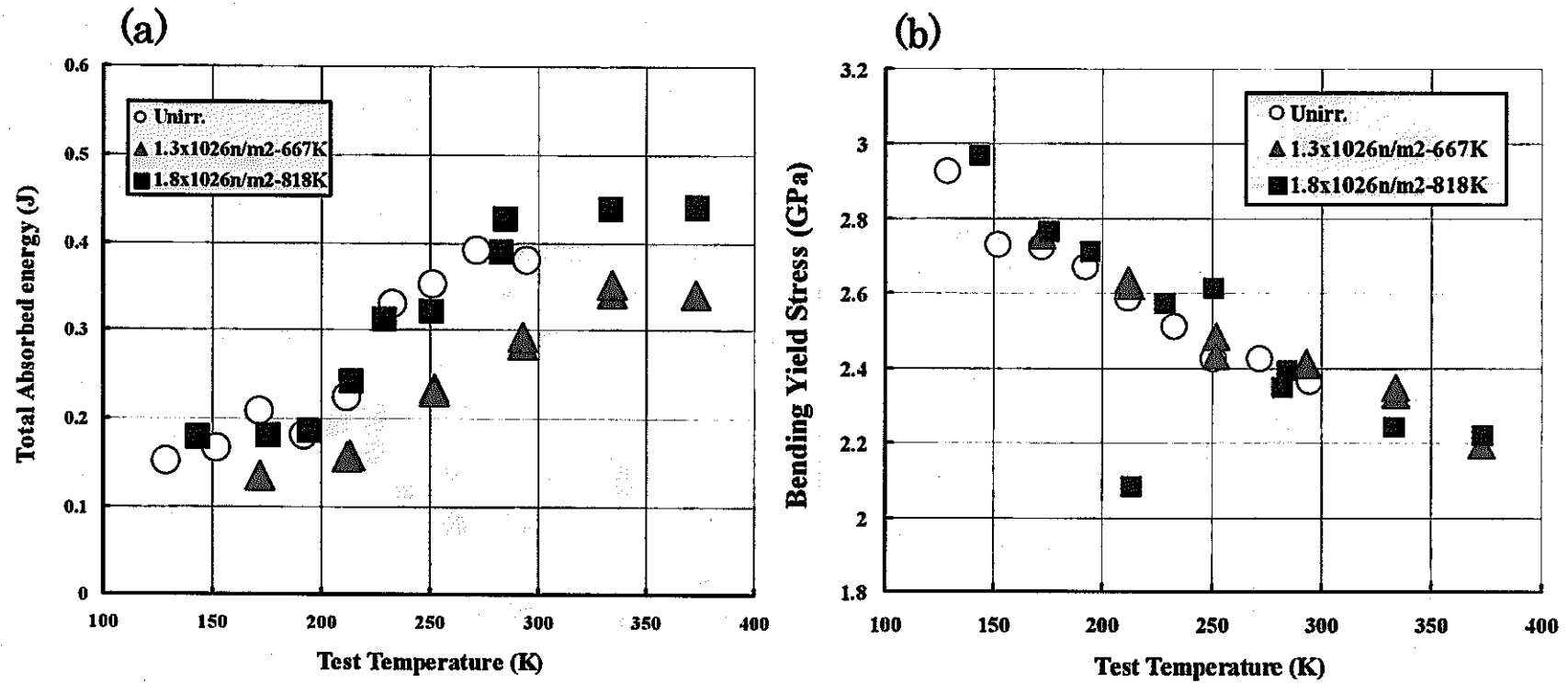


Fig. 7 Plots of total absorbed energy (a) and dynamic bend yield strength (b) against test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of H35-LT irradiated in CMIR-5.

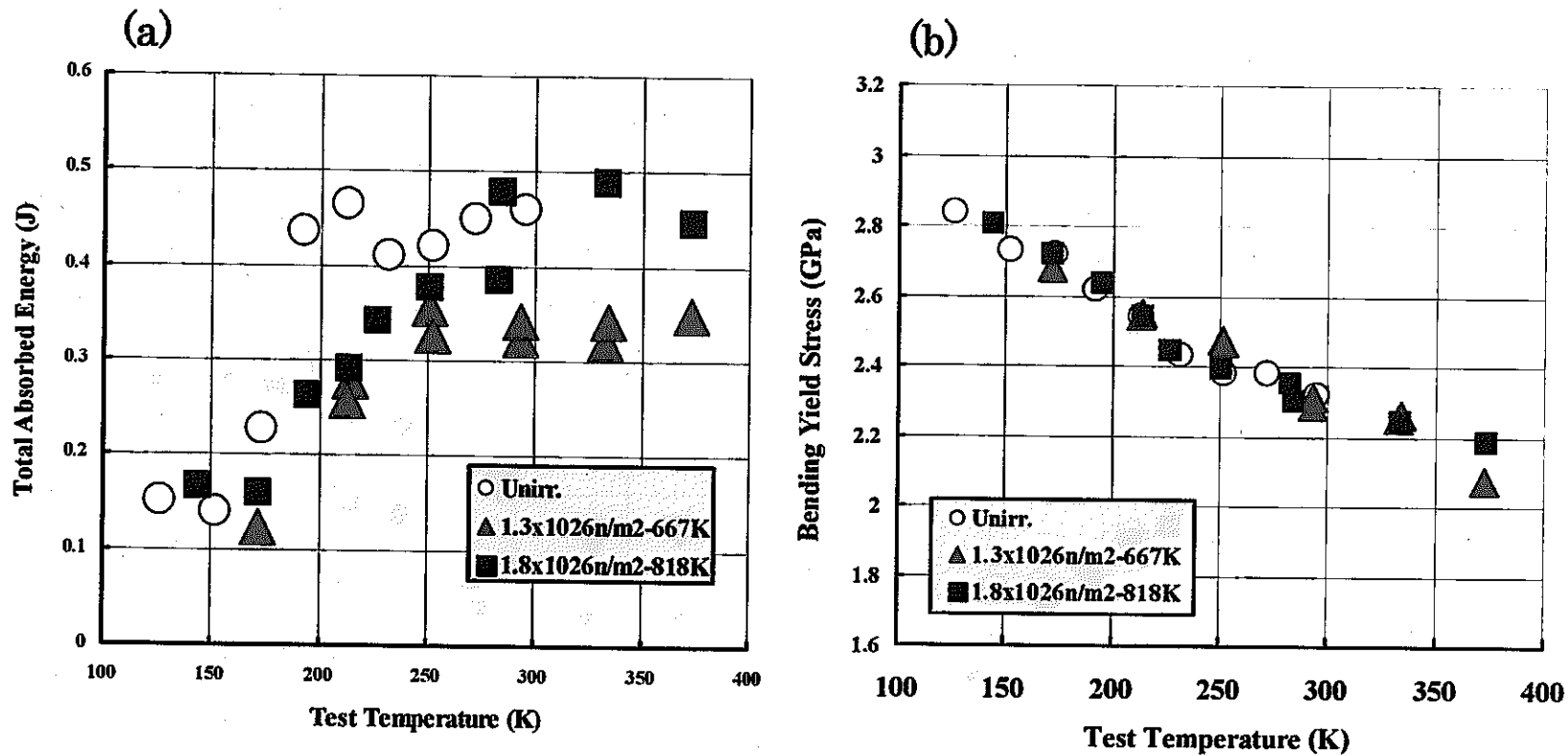


Fig. 8 Plots of total absorbed energy (a) and dynamic bend yield strength (b) against test temperature for 1.5 mm MCVN specimens of H35-TL irradiated in CMIR-5.

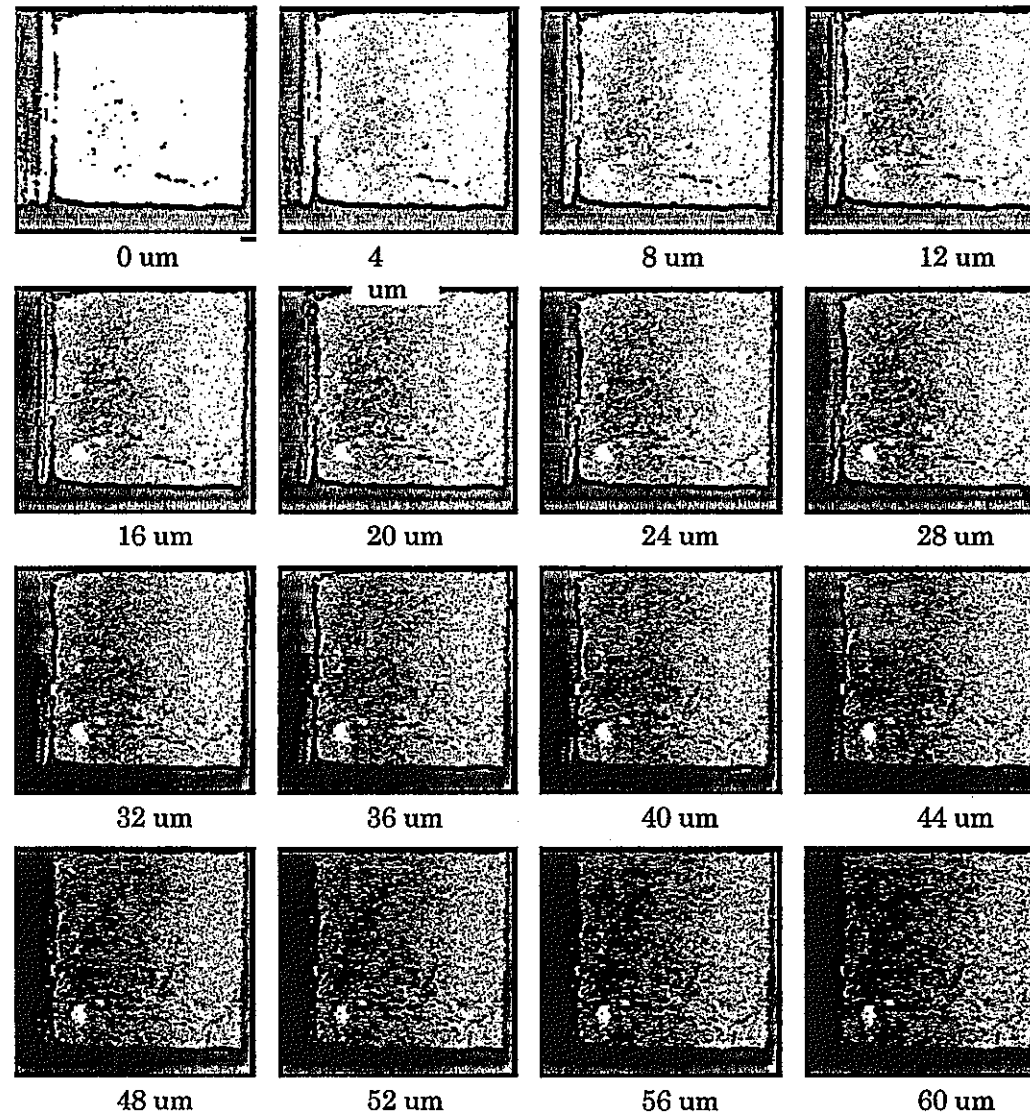


Fig. 9 (a) Results of fracture reconstruction analysis of a 1.5 mm CVN specimen of unaged 2WFK tested at -140 °C. Fracture maps are shown as a function of notch opening displacement.

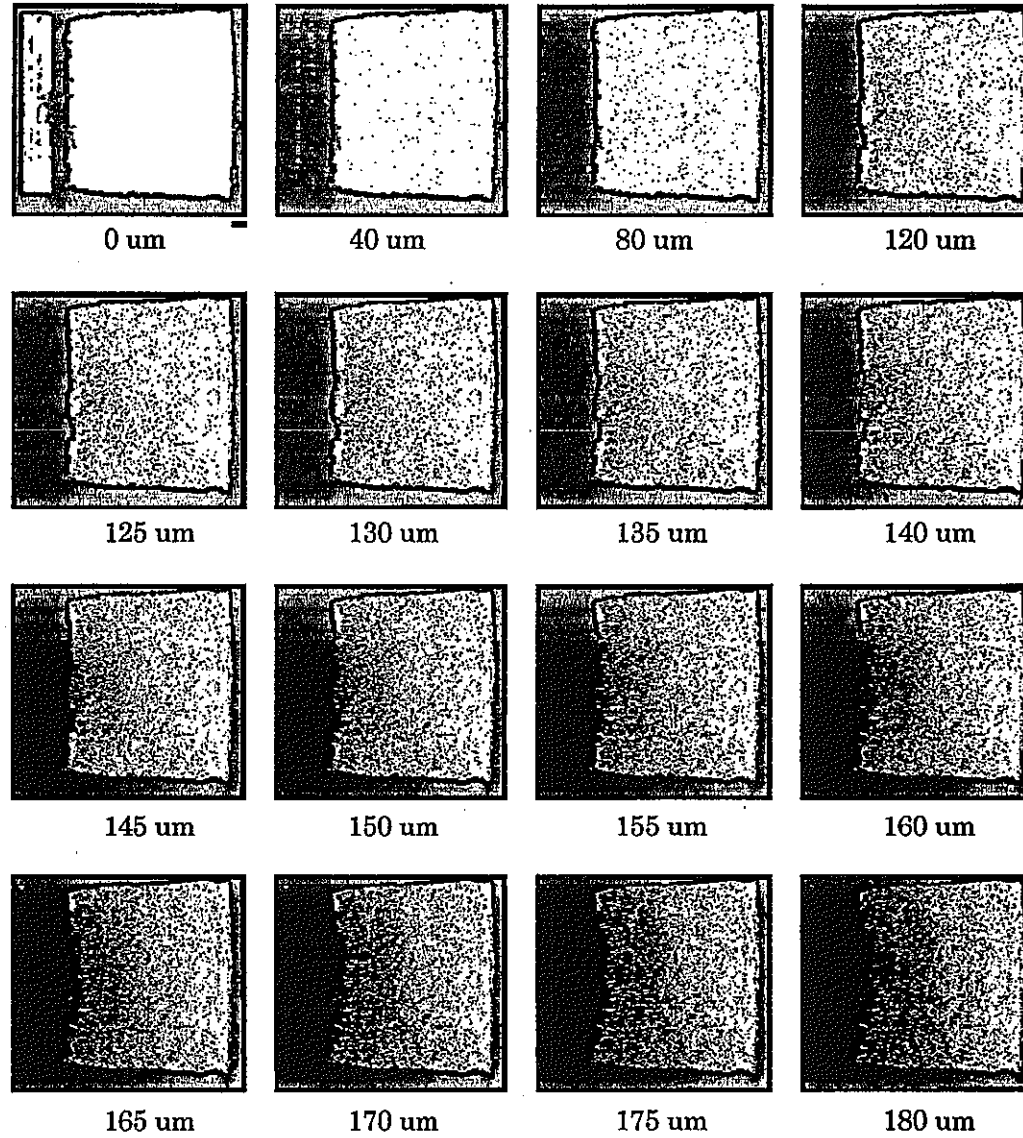


Fig. 9 (b) Results of fracture reconstruction analysis of a 1.5 mm CVN specimen of unaged 2WFK tested at  $-120^{\circ}\text{C}$ . Fracture maps are shown as a function of notch opening displacement.



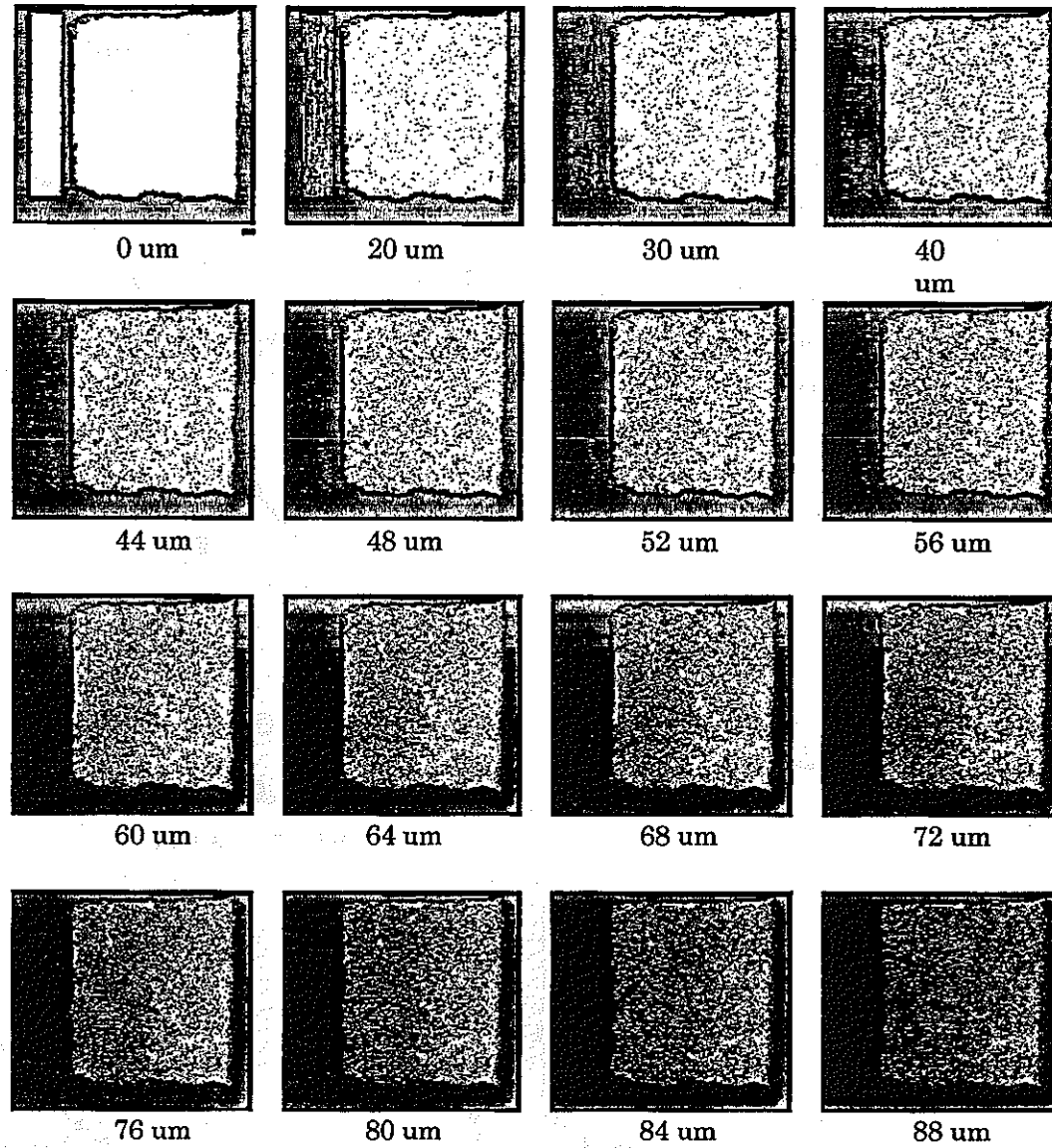


Fig. 9 (c) Results of fracture reconstruction analysis of a 1.5 mm CVN specimen of unaged 2WFK tested at  $-100^{\circ}\text{C}$ . Fracture maps are shown as a function of notch opening displacement.

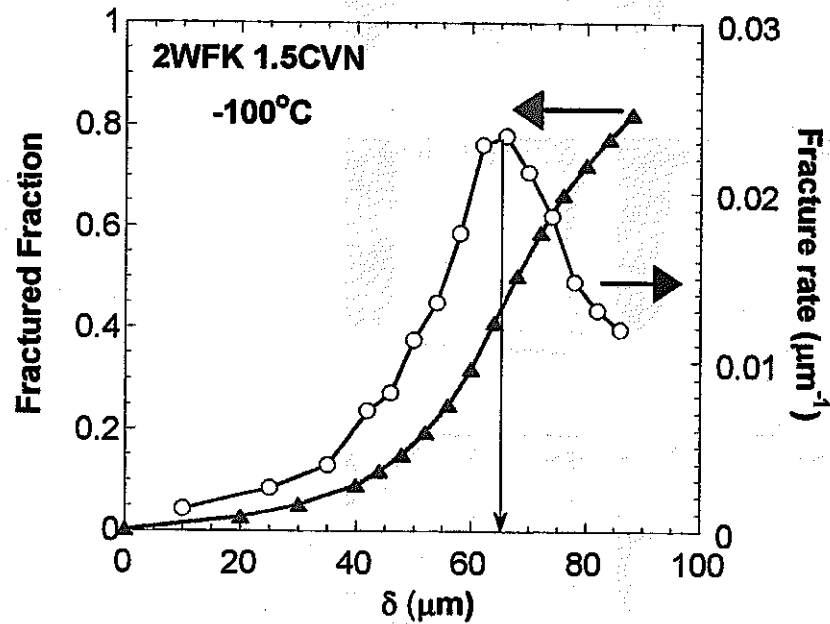
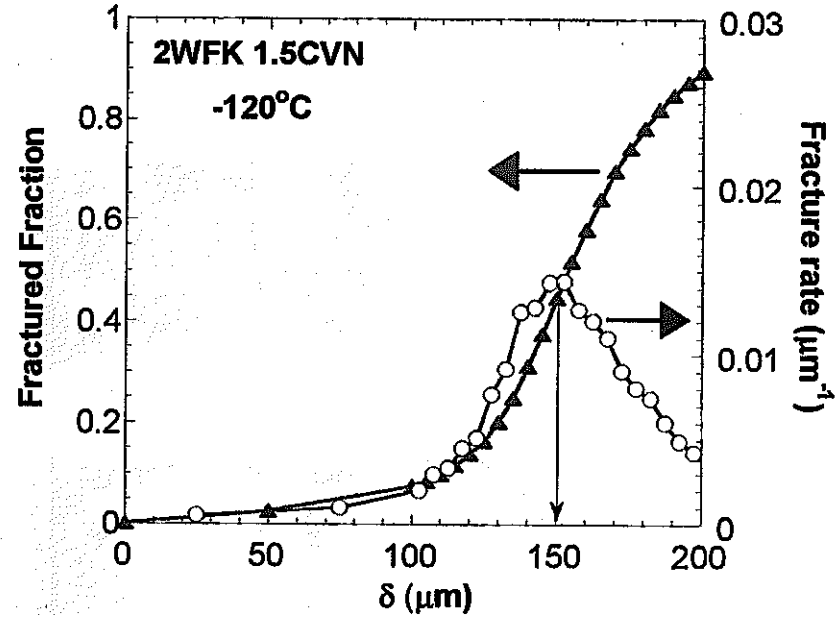
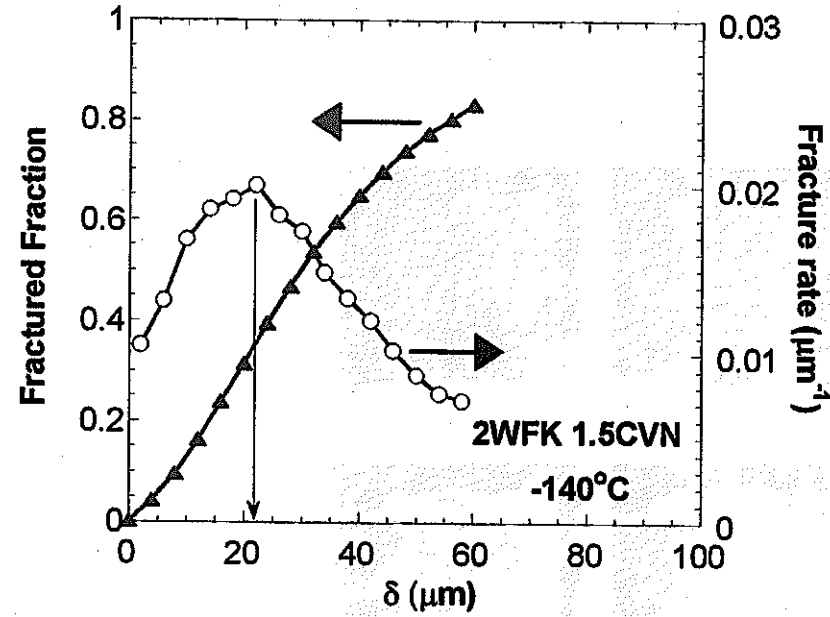
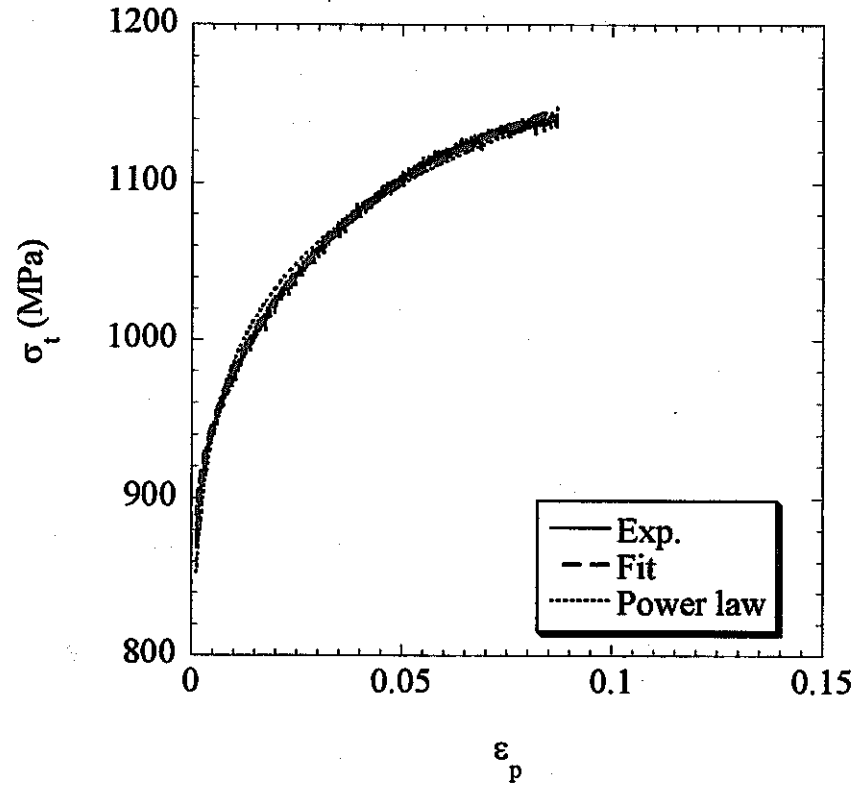


Fig. 10 Fractured area fraction and fracture rate as a function of notch opening displacement ( $\delta$ ) for 1.5 mm CVN specimens of unaged 2WFK tested at  $-140$ ,  $-120$ ,  $-100^\circ\text{C}$ . Here, the value of  $\delta$  giving the peak of the fracture rate is the critical opening displacement.



**Fig. 11** Comparison between the true stress-true strain curves calculated by eq.(3) (fit) and the power law relation and by experiment for unaged 2WFK specimen tested at 223 K and  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

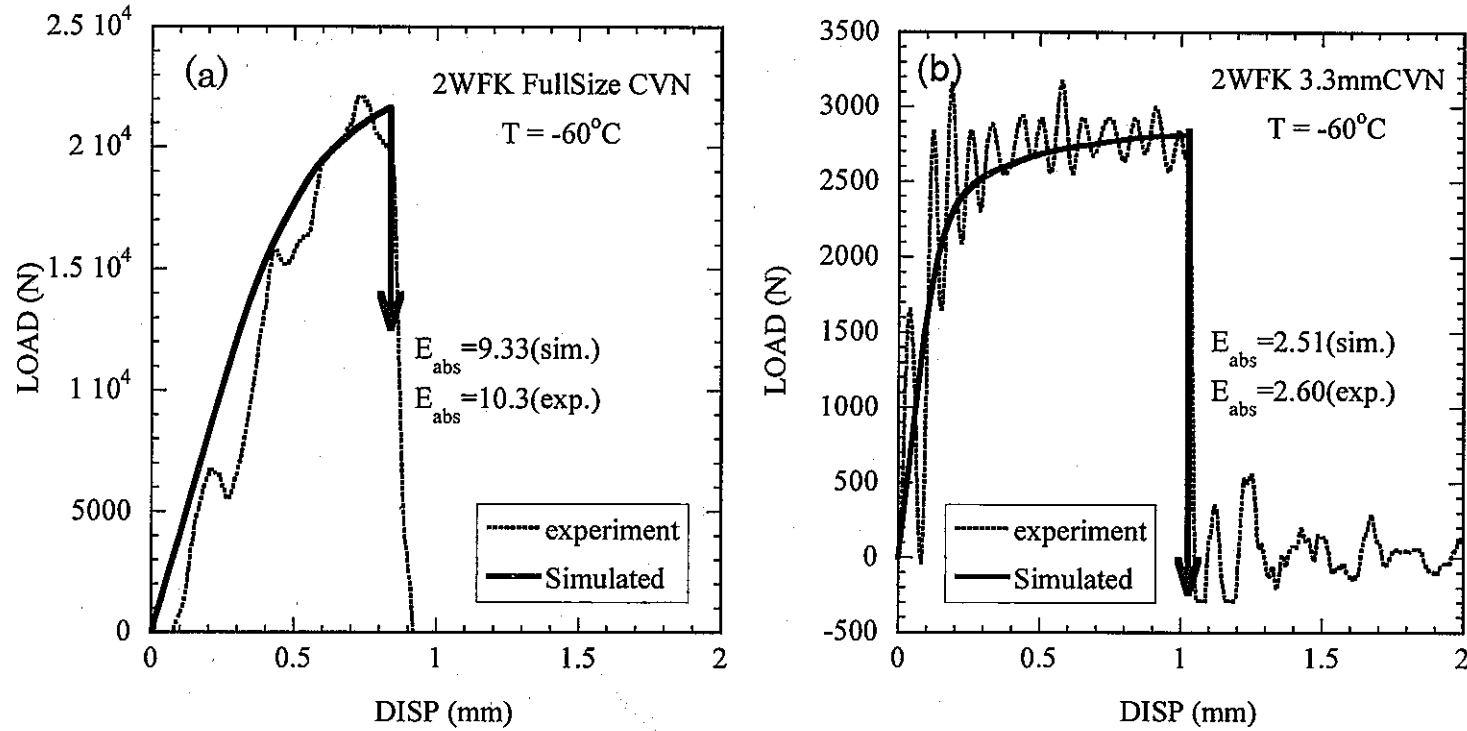


Fig. 12 Comparison of load vs displacement curves recorded by Charpy impact tests at 213K for full-sized (a) and third-sized (b) specimens of unaged 2WFK with simulated curves based on the constitutive equation.

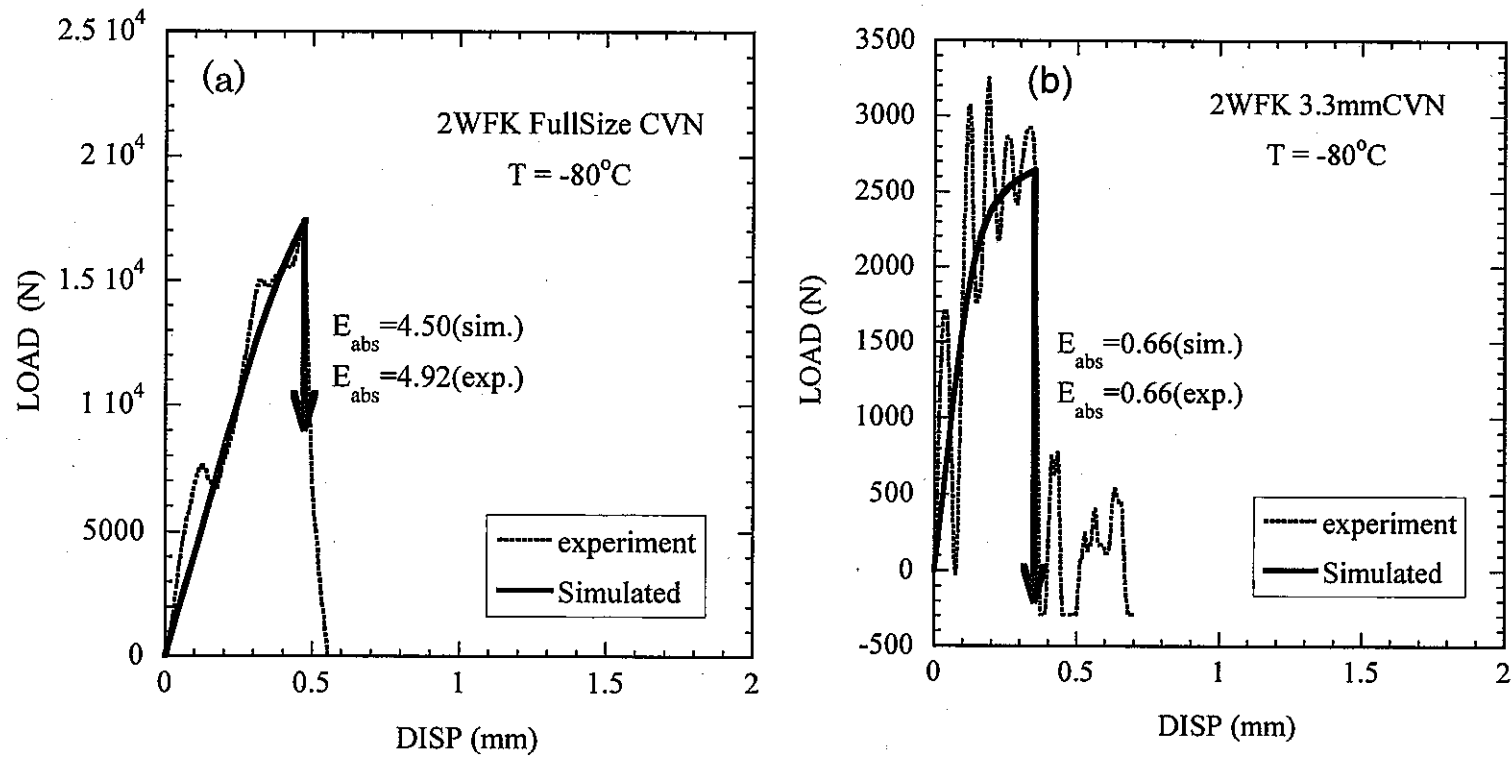


Fig. 13 Comparison of load vs displacement curves recorded by Charpy impact tests at 193K for full-sized (a) and third-sized (b) specimens of unaged 2WFK with simulated curves based on the constitutive equation.

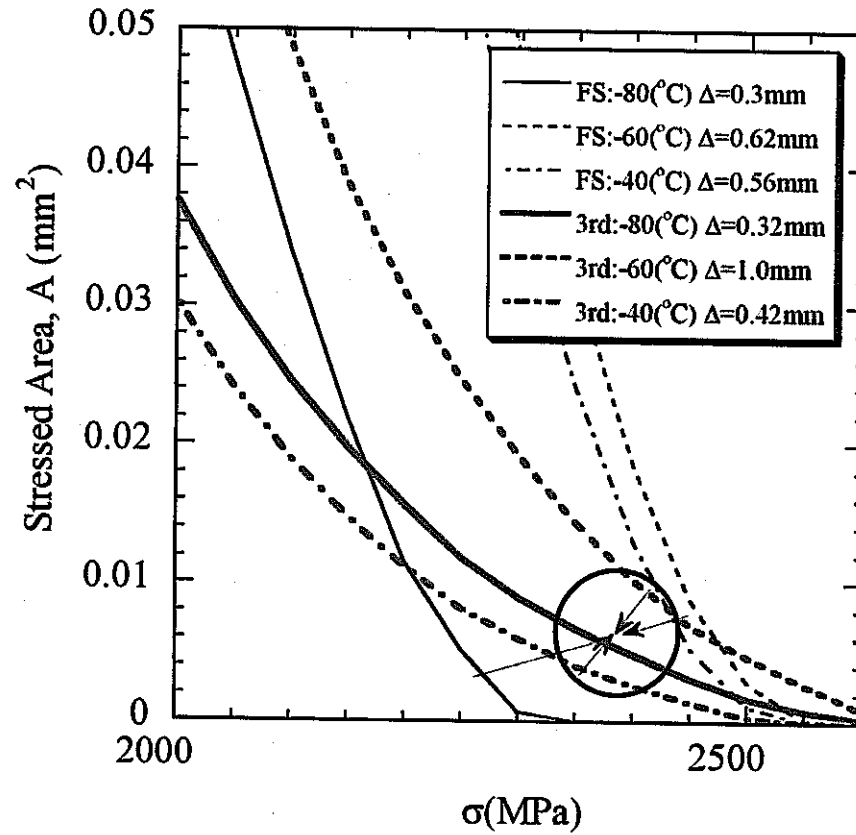


Fig. 14 Plot of stressed area,  $A$ , against stress,  $s$ , ahead of the notch with different opening displacements,  $D$ , simulated by 3D FEA with the constitutive equation for full sized (FS) and third sized (3rd) specimens of unaged 2WFK.

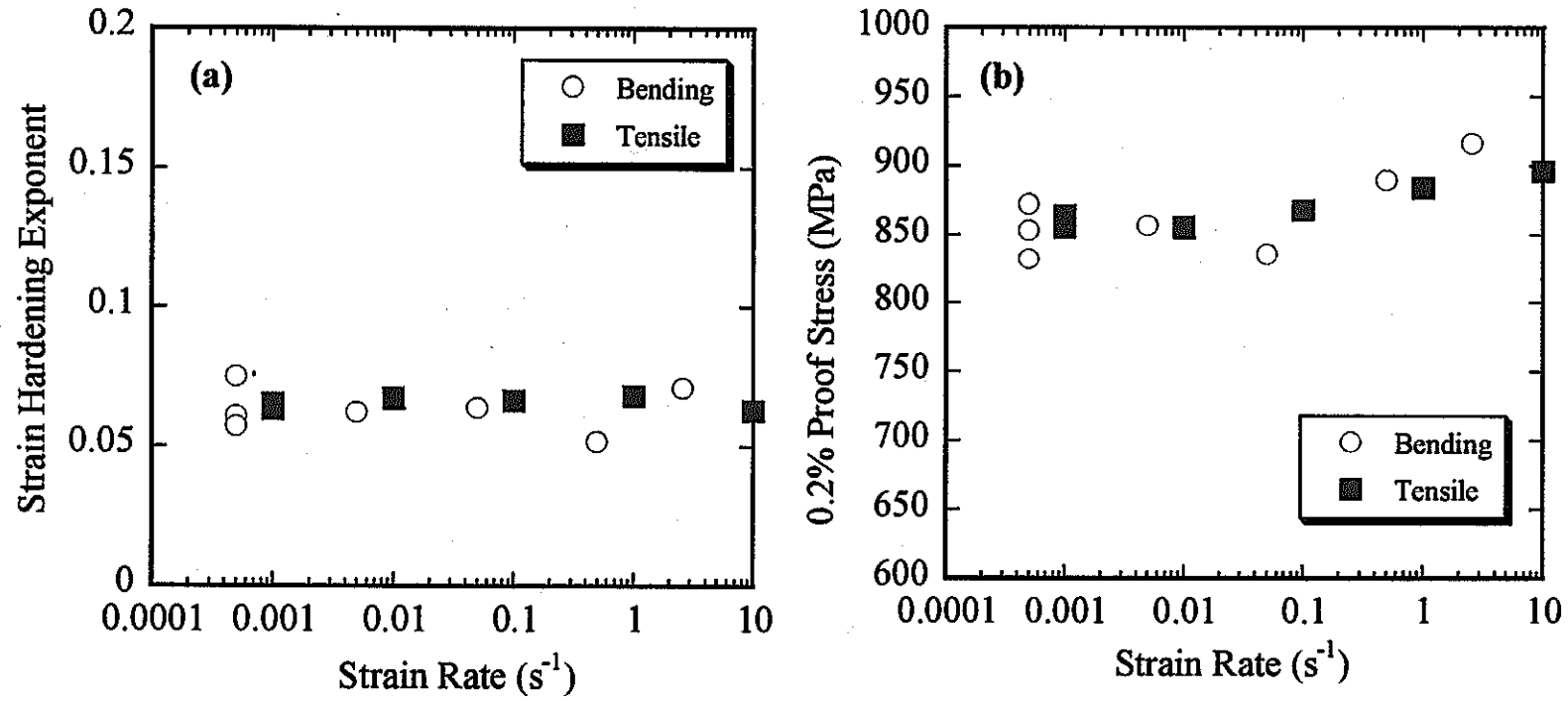


Fig. 15 Comparison of strain hardening exponent,  $n$ , (a) and uniaxial yield strength,  $\sigma_y$ , (b) at room temperature obtained from 3D FEM simulation of experimental 3-point bend test results (Bending) and from experimental tensile test results (Tensile) for unaged 2WFK.

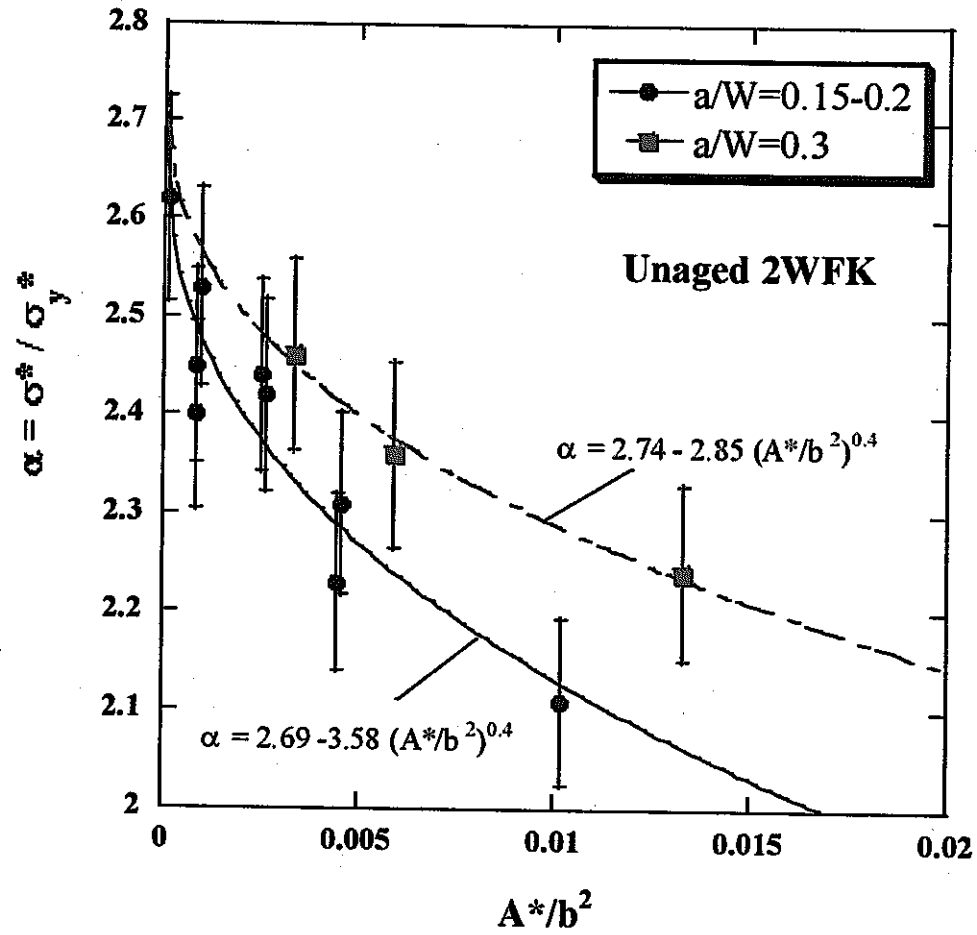


Fig. 16 Plot of  $\alpha$  against specimen size parameter  $A^*/b^2$  for CVN and MCVN specimens with different geometries of unaged 2WFK.