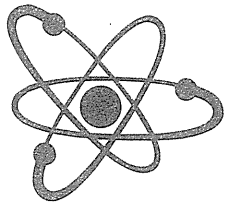


JNC TY9400
2004-026

JAERI-Research
2004-016



JP0550071



サイクル機構－原研 融合研究成果報告書
照射環境における原子炉構造材料の劣化現象に関する研究

2004年10月

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

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy
Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所と核燃料サイクル開発機構が発行する成果報告書です。

本資料の入手ならびに著作権利用に関するお問い合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課¹⁾、もしくは核燃料サイクル開発機構技術展開部技術協力課²⁾あてお申し越し下さい。

なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター³⁾で複写による実費頒布を行っております。

1) 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4

2) 〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49

3) 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4 日本原子力研究所内

This report is issued by Japan Atomic Energy Research Institute and Japan Nuclear Cycle Development Institute.

Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute¹⁾ or Technical Cooperation Section, Technology Management Division, Japan Nuclear Cycle Development Institute²⁾.

1) 2-4, Shirane, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1195, Japan

2) 4-49, Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1184, Japan

© Japan Atomic Energy Research Institute, 2004

© Japan Nuclear Cycle Development Institute, 2004

サイクル機構－原研 融合研究成果報告書
照射環境における原子炉構造材料の劣化現象に関する研究

星屋泰二¹⁾、上野文義²⁾、高屋茂³⁾、永江勇二³⁾、根本義之²⁾、三輪幸夫²⁾、
青砥紀身⁴⁾、塚田隆²⁾、阿部康弘⁵⁾、中村保雄⁵⁾、近江正男⁶⁾、齋藤順市⁷⁾、清水道雄⁶⁾

(2004 年 10 月 1 日受理)

要 旨

日本原子力研究所（原研）と核燃料サイクル開発機構（サイクル機構）は、平成 15 年度から、両機関の統合に向けた先行的取り組みとして、研究開発の効率的推進と研究の相乗的発展を目指す「融合研究」を開始した。本研究は、原子炉構造材料分野における両機関の共通課題と認められ、「融合研究」の一つとして選定された。本研究では、高速炉や軽水炉環境などの照射環境において生じる構造材料の照射劣化現象を対象とし、劣化機構の解明、劣化の早期検出及び評価方法の開発を目的としている。研究の実施に当たり、サイクル機構及び原研は、磁氣的検出方法に基づく劣化評価及び微量腐食特性に基づく劣化評価を分担して実施し、両者の結果を相互評価して、照射による劣化現象の検討を行うこととした。

平成 15 年度は、本研究に用いる照射材対応の遠隔操作型磁化測定装置及び微量腐食量計測装置の設計及び開発を各々行った。前者は、照射による材料劣化を検出するため漏洩磁束変化に着目して高感度の薄膜型フラックスゲートセンサーにより検出する装置であり、後者は同じく粒界の電気化学的腐食特性に着目して粒界腐食量を原子間力顕微鏡により検出する装置である。これらの装置は、ホットセル内への設置を前提に、耐放射線及び遠隔操作を考慮して設計・製作した。また、予備的検討として Ni イオン照射による劣化模擬材を用いた試験を実施した結果、粒界の腐食特性による劣化検出の可能性が示されたが、磁気特性の変化は検出できなかった。今後、両装置を用いて照射による材料劣化の研究を開始する予定である。

本報告書は、融合研究契約に基づき核燃料サイクル開発機構、日本原子力研究所が共同で実施した研究の成果である。

- 1) 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 照射施設運転管理センター 照射管理課
- 2) 日本原子力研究所 東海研究所 エネルギーシステム研究部 複合環境材料研究グループ
- 3) 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 要素技術開発部 新材料研究グループ
- 4) 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 要素技術開発部
- 5) 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 照射施設運転管理センター 燃料材料試験部
照射材料試験室
- 6) 日本原子力研究所 大洗研究所 材料試験炉部 ホットラボ課
- 7) 日本原子力研究所 大洗研究所 材料試験炉部

JNC-JAERI United Research Report

A Study on Degradation of Structural Materials under Irradiation Environment in Nuclear Reactors

T. Hoshiya¹⁾, F. Ueno²⁾, S. Takaya³⁾, Y. Nagae³⁾, Y. Nemoto²⁾, Y. Miwa²⁾,
K. Aoto⁴⁾, T. Tsukada²⁾, Y. Abe⁵⁾, Y. Nakamura⁵⁾, M. Ohmi⁶⁾, J. Saito⁷⁾, M. Shimizu⁶⁾

(Received October 1, 2004)

Abstract

Japan Nuclear Cycle Development Institute (JNC) and Japan Atomic Energy Research Institute (JAERI) have started a JNC-JAERI united research program cooperatively in fiscal year 2003, which has been aimed for efficient progress and synergistic effect on the research activities of both Institutes in order to lead the facing task of unification between JNC and JAERI. This study has been chosen one of the united research themes because it has been common objective for both Institutes in the research field of structural materials such as Fast Breeder Reactor and Light Water Reactors components. The purpose of the study is to clarify damage mechanism of structural materials under irradiation, and then to develop the methods for damage evaluation and detection in earlier stage of progressing process of damage along grain boundaries.

In fiscal year 2003, magnetic flux density distribution (JNC) and micro-corrosion (JAERI) measurement apparatus were newly developed and equipped in Hot Facilities in two Institutes, respectively. The former apparatus, supersensitive Flux Gate sensor was installed, could detect leaked magnetic flux from material damaged by neutron irradiation. The latter one, Atomic Force Microscope was installed, could detect grain boundary corrosion loss after an electrochemical corrosion test of irradiated material. These apparatus were designed and produced in consideration of radiation resistance and remote-controlled operation to equip in hot cells. As the results of preliminary studies using Ni ion irradiated specimen, damage detection by corrosion property in grain boundary was possible but magnetic property change could not detect. We will start the study on neutron irradiation damage by employing the two apparatus as the next step.

-
- 1) Irradiation and Administration Section, Irradiation Center, Oarai Engineering Center, JNC
 - 2) Research group for Reactor Structural Materials, Department of Nuclear Energy System, Tokai Research Establishment, JAERI
 - 3) Advanced Material Research Group, Advanced Technology Division, Oarai Engineering Center, JNC
 - 4) Advanced Technology Division, Oarai Engineering Center, JNC
 - 5) Material Monitoring Section, Fuels and Materials Division, Irradiation Center, Oarai Engineering Center, JNC
 - 6) Hot Laboratory, Department of JMTR, Oarai Research Establishment, JAERI
 - 7) Department of JMTR, Oarai Research Establishment, JAERI

目 次

1. 序論	1
2. 研究目的	3
3. 実験方法	5
3.1 供試材料	5
3.2 試験方法	5
3.2.1 微少粒界腐食量計測方法	5
3.2.2 磁化分布計測方法	5
3.2.3 イオン照射試験方法（共同試験）	7
4. 実験結果及び考察	9
4.1 微少粒界腐食量計測結果	9
4.2 磁化分布評価結果	9
4.3 イオン照射試験結果（共同試験結果）	10
4.3.1 磁化測定結果	10
4.3.2 磁気力顕微鏡観察結果	10
4.3.3 原子間力顕微鏡評価結果	10
4.4 遠隔操作型試験装置の整備	11
4.4.1 微少腐食量計測装置の開発	11
4.4.2 遠隔操作型磁化測定装置の開発	12
5. 結論	14
5.1 微少粒界腐食量計測による損傷の評価	14
5.2 磁気分布観察による損傷の評価	14
5.3 Ni イオン照射試験（共同試験）の評価	14
6. 今後の研究計画及び課題	15
6.1 微少腐食量計測による損傷の評価	15
6.2 磁化分布観察による損傷の評価	15
謝辞	16
参考文献	17
付録	
付録 A 研究成果一覧	45
A-1 原研所掌分研究成果	45
A-2 サイクル機構所掌分研究成果	45
付録 B 整備機器一覧	46
B-1 微少腐食量計測装置（原研）	46
B-2 遠隔操作型磁化測定装置（サイクル機構）	50

Contents

1. Introduction	1
2. Research Objectives	3
3. Research Procedures	5
3.1 Materials	5
3.2 Experimental Procedures	5
3.2.1 Grain boundary micro-corrosion measurement method (JAERI)	5
3.2.2 Flux leakage measurement method (JNC)	5
3.2.3 Ion irradiation experiment (JAERI and JNC)	7
4. Experimental Results and Discussion	9
4.1 Grain boundary micro-corrosion measurement (JAERI)	9
4.2 Flux density distribution (JNC)	9
4.3 Ion irradiation experiment (JAERI and JNC)	10
4.3.1 Flux density measurement	10
4.3.2 Magnetic force microscope observation	10
4.3.3 Atomic force microscope observation	10
4.4 Development of the remote-controlled apparatus	11
4.4.1 Micro-corrosion measurement apparatus (JAERI)	11
4.4.2 Remote-controlled magnetic flux density measurement apparatus (JNC)	12
5. Summary	14
5.1 Damage evaluation by micro-corrosion measurement (JAERI)	14
5.2 Damage evaluation by flux density distribution (JNC)	14
5.3 Damage evaluation of Ni ion irradiation test (JAERI and JNC)	14
6. Expected Research Tasks	15
6.1 Tasks for JAERI	15
6.2 Tasks for JNC	15
Acknowledgements	16
References	17

Appendices

Appendix A List of Achievements	45
A-1 List for JAERI	45
A-2 List for JNC	45
Appendix B List of prepared Equipments	46
B-1 List for JAERI	46
B-2 List for JNC	50

表一覧

表 3.2.1	供試材料の化学組成(mass%)
表 3.2.2	イオン照射条件
表 3.2.3	熱鋭敏化条件
表 3.2.4	定電位腐食試験条件

図一覧

図 1.1	日本原子力研究所及び核燃料サイクル開発機構間の融合研究の概要
図 2.1	中性子照射したオーステナイトステンレス鋼の粒界近傍元素分布
図 2.2	熱及び照射による鋭敏化現象の比較概念図
図 2.3	格子欠陥や元素の移動に基づく照射誘起偏析機構の概念
図 2.4	Type 304 及び 316 ステンレス鋼の IASCC 感受性の照射量依存性
図 3.2.2	面心立方晶 (FCC) 構造を基本とする合金の磁気変態及び構造変態に関する相平衡状態図
図 3.2.3	イオン照射試料作製法と照射損傷分布
図 4.1.1	イオン照射材の光学顕微鏡及び AFM 観察結果
図 4.1.2	イオン照射材の粒界腐食状況観察結果
図 4.1.3	鋭敏化材の光学顕微鏡及び AFM 観察結果
図 4.1.4	鋭敏化材の粒界腐食状況観察結果
図 4.2.1	クリープ損傷したステンレス 304 鋼材試験片の磁気光学効果顕微鏡像
図 4.3.1	イオン照射された試験片表面の漏洩磁束分布 (35dpa, 473K)
図 4.3.2	Ni イオン照射された試験片の磁気力顕微鏡像
図 4.3.3	腐食特性に及ぼす照射損傷と照射温度依存性
図 4.4.1	微少腐食量計測装置の構成図
図 4.4.2	カンチレバー交換機構概念図
図 4.4.3	微少腐食量計測装置のブロック図
図 4.4.4	微少腐食量計測装置の外観
図 4.4.5	試料台部の動作状況
図 4.4.6	光学顕微鏡モニタ画像 (視野範囲: 約横 530 μ m $\times$ 縦 400 μ m)
図 4.4.7	カンチレバー部の外観
図 4.4.8	VLSI Standards Inc.製標準段差試料 (段差 18nm) による精度検査結果
図 4.4.9	Ti スパッタコーティング試料による垂直分解能検査結果
図 4.4.10	遠隔操作型磁化測定システムの概要
図 4.4.11	核燃料サイクル開発機構照射材料試験施設(Materials Monitoring Facility(MMF)) 正面図
図 4.4.12	核燃料サイクル開発機構照射材料試験施設 (MMF) の材料試験用ホットセル
図 4.4.13	本体装置に取付けたフラックスゲートセンサー (MTI 製) 及び試験試料
図 4.4.14	本体装置に取付けた三種類のフラックスゲートセンサー

- 図 4.4.15 遠隔操作型磁化測定装置の正面図及び側面図
- 図 4.4.16 一様磁化した 304 ステンレス鋼試験片の漏洩磁束密度分布
- 図 4.4.17 フラックスゲートセンサーの残留ノイズ
- 図 4.4.18 制御盤内の磁気式エンコーダ用(X, Y, Z 軸)サーボアンプ
- 図 6.2.1 融合研究計画
- 図 6.2.2 高速実験炉（「常陽」）及び材料試験炉（JMTR）を用いた組合せ照射試験における He 生成量とはじきだし損傷の関係

Table captions

Table 3.2.1	Chemical compositions of applied material (mass%)
Table 3.2.2	Ion irradiation conditions
Table 3.2.3	Thermal sensitization conditions
Table 3.2.4	Constant potential electrochemical corrosion test conditions

Figure captions

Figure 1.1	Outline of the United Research between JAERI and JNC
Figure 2.1	Composition profiles across a grain boundary in a neutron-irradiated austenitic stainless steel
Figure 2.2	Comparison between thermal and irradiation sensitization phenomena
Figure 2.3	Representations showing defect flows and sink composition changes for mechanisms of radiation-induced segregation
Figure 2.4	Fluence dependences of IASCC susceptibilities in Type 304 and 316 stainless steels
Figure 3.2.2	Phase diagram during magnetic and structural transition on a FCC based alloy
Figure 3.2.3	Sample preparation and radiation damage profiles
Figure 4.1.1	Optical microscope and AFM images of ion irradiated specimen
Figure 4.1.2	Observation results of grain boundary corrosion in ion irradiated specimen
Figure 4.1.3	Optical microscope and AFM images of thermal sensitized specimen
Figure 4.1.4	Observation results of grain boundary corrosion in a thermal sensitized specimen
Figure 4.2.1	Polarizing microscope image of a creep-damaged type 304 stainless steel specimen
Figure 4.3.1	Magnetic flux density distribution on the surface of ion irradiated specimen (35dpa at 473K)
Figure 4.3.2	MFM images of an Ni ion irradiated specimen
Figure 4.3.3	Irradiation damage and irradiation temperature dependence on corrosion behavior
Figure 4.4.1	Schematic construction of micro-corrosion measurement apparatus
Figure 4.4.2	A schema of remote-controlled cantilever exchange system
Figure 4.4.3	Schematic drawing of the micro-corrosion measurement apparatus
Figure 4.4.4	Overview of micro-corrosion measurement apparatus
Figure 4.4.5	Overview of a specimen holder
Figure 4.4.6	An example image of optical microscope monitor ($530 \times 400 \mu\text{m}$ in field of view)
Figure 4.4.7	Overview of cantilever part in micro-corrosion measurement apparatus
Figure 4.4.8	Vertical accuracy inspection results using a surface topography standard of 18nm in vertical step height (made by VLSI Standards Inc.)
Figure 4.4.9	Vertical resolution inspection results using a Ti spatter-coated specimen
Figure 4.4.10	Schematic drawing of the remote-controlled flux density measurement system
Figure 4.4.11	Front view of the Materials Monitoring Facility (MMF) of JNC
Figure 4.4.12	One of hot cells for materials testing of the MMF facility (Hot Laboratory) of JNC

Figure 4.4.13 A FG sensor (MTI Co. Ltd) and a sample on main body

Figure 4.4.14 Three kinds of FG sensors attached to the main body

Figure 4.4.15 Front and side view of the remote-controlled flux density measurement apparatus

Figure 4.4.16 Flux density distribution of a magnetized type 304 stainless steel specimen

Figure 4.4.17 Residual noise distribution of a FG sensor

Figure 4.4.18 Servo amplitudes for magnetic encoders (X, Y, Z axis) in the control panel

Figure 6.2.1 Schedule of united research study

Figure 6.2.2 He generation versus displacement damage for coupling irradiations using JOYO and JMTR

1. 序論

核燃料サイクル開発機構（以下「サイクル機構」と略記する）では、経済性の向上に向け、60年を超える長寿命の高速炉（FBR）プラントが検討されており、その成立には、構造物に関する設計評価の高度化とともに、寿命中の損傷検知を高い信頼性を有しながら可能とするシステム整備が不可欠となる。一方、既存の非破壊検査技術は、微細な部分の検出性能を向上させることに主眼が置かれており、巨大人工物の不特定局部で進行する損傷の常時監視には不向きである。そこで、長寿命プラントの長期間健全性を確証するためには、高精度かつ高信頼性の広範な空間監視技術の開発を目指して、材料劣化機構の解明により得られた新たな知見に基づき、材料劣化による損傷発生の早期検出、損傷発生時期の高精度予測を実現することが急務となっている。

日本原子力研究所（以下「原研」と略記する）においては、軽水炉（LWR）構造材料の経年劣化現象の一つである照射誘起応力腐食割れ（IASCC）機構解明を重要課題と位置づけ、材料試験炉（JMTR）等で照射した試験片を用いた低ひずみ速度試験（SSRT）や、JMTR 炉内 IASCC 試験、試験後試料の電界放射型透過電子顕微鏡（FE-TEM）による組織観察等による分析など、実験を主体とした研究を行っている[1]。最近では、IASCC 発生・進展の機構解明に関する基礎的なアプローチとして、酸化皮膜構造の詳細な分析[2]や、定電位腐食試験と原子間力顕微鏡（AFM）を組み合わせた粒界腐食量測定に基づく腐食挙動の評価[3-6]を行って、ナノレベルの粒界劣化や腐食特性に関する研究を行っている。一方、近年、応力腐食割れ（SCC）対策用として開発された低炭素ステンレス鋼（Type 304L, 316L, 316NG）を使用した実機軽水炉プラントで SCC の発生が報告されている。これは従来理解されてきた SCC 発生・進展機構とは異なるものである可能性があり、従来のアプローチでは説明できないものである。この課題を解決するためにも、ナノレベルの粒界劣化や腐食特性等の研究を行い、従来の理解を含めた SCC 機構及び IASCC 機構を明らかにする必要がある。

以上の両機関の研究状況から、原研—サイクル機構の統合に向けた先行的取り組みである「融合研究」として、共通課題である「照射環境における原子炉構造材料の劣化現象に関する研究」を選定した。本研究は、両機関の研究資源を相互に有効活用して総合的評価を進めることにより、照射環境における材料劣化現象について現象論的及び機構論的理解に資する知見を取得することを目標とした。

融合研究全体の概要を図 1.1 に示す。本研究では、種々の条件の照射や高温ナトリウム及び高温高圧水環境等の履歴を受けた材料等を用い、サイクル機構及び原研の研究資源を相補的に有効活用して、FBR 及び LWR 構造材料の照射環境における劣化現象に関する詳細な分析・解析を行う。特に、き裂等の損傷発生に至る初期段階の粒界の劣化現象に着目し、劣化機構を解明するとともに、劣化予測、非破壊検出、加速試験技術開発のための基礎的知見を取得することを狙いとした。サイクル機構においては、上記において得られた知見を、これまで技術的難度が極めて高いことから解決が困難とされた、高信頼性と低コストの利点を有する革新的監視・劣化診断技術の開発に反映させ、材料劣化による損傷発生の早期検出、損傷発生時期の高精度予測等の技術開発に資する。一方、原研では、上記において得られた知見を、IASCC によるき裂先端及び粒界のナノレベルの腐食特性の評価に基づくき裂発生・進展機構の解明に反映する。本研究の成果は、IASCC 機構研究及び評価法の確立、非破壊検出方法の開発に発展させ、IASCC

に関する実機軽水炉構造材料の健全性維持・評価法開発を目指すこととする。

2. 研究目的

本研究では、照射環境における材料劣化現象について現象論的及び機構論的理解に資する知見を取得することを目標とする。そのため、実機炉材料の劣化を想定した種々の条件の照射や高温ナトリウム及び高温高压水環境等の履歴を受けた材料等を用い、粒界に着目し、き裂等の損傷発生に至る初期段階に現れるナノレベルの劣化現象を詳細に調べ、劣化機構を解明することを目的とした。

原研では、オーステナイト系ステンレス鋼を対象に、IASCC の原因の一つと考えられる照射誘起偏析(RIS)等の粒界の劣化現象の研究を進めてきた。中性子照射したオーステナイト系ステンレス鋼の粒界近傍の元素濃度分布の例を図 2.1[7]に示す。照射誘起偏析は、中性子照射やイオン照射を受けた粒界において、成分元素の原子半径の平均より大きい元素 (Oversize 元素) である Cr, Mo が欠乏し、原子半径の平均より小さい元素 (Undersize 元素) である Ni, Si, P が富化する現象である。これとよく似た現象に熱鋭敏化があるが、両者の違いは、図 2.2[8]の概念図に示すように、照射誘起偏析の場合は Cr 以外にも元素の欠乏や富化が生じるが、熱鋭敏化の場合は Cr 炭化物の析出による Cr 欠乏が主であること、偏析の幅が前者は数 nm であるのに対して後者は数十 nm と広いことである。この現象は、図 2.3[7]に示すように、照射により形成された原子空孔との位置交換による Cr, Fe, Ni 等の主要元素が移動する逆 Kirkendall 効果と、照射により形成された格子間原子と一緒に Si, P, Ni 等の比較的小さい元素が移動する機構の 2 つの機構によると説明されている。照射による粒界の劣化現象は、照射誘起偏析による粒界での局所的な化学組成変化の他に、照射欠陥の形成・集合によるミクロ組織の変化や、照射硬化による粒界及び粒界の機械的性質の変化等も考えられる。

粒界の劣化を検出する方法には、照射後試験片を用い、オージェ電子分光分析装置 (AES) や FE-TEM 等による粒界元素分布のミクロ分析、高温水中 SCC 試験 (SSRT や CT 試験) による IASCC 感受性評価、化学的再活性化率測定試験 (EPR 試験) やシュトラウス試験等の粒界腐食試験等が挙げられる。近年は、磁気的手法による鋭敏化評価方法[10]が提案されるなど、新しい手法が検討されている。このうち、EPR 試験に代表される電気化学的方法は、粒界の化学組成分布やミクロ組織変化を敏感に検出できる比較的簡便な方法であり、熱鋭敏化の評価に一般的に用いられている。照射材に対して EPR 試験を適用した場合は、粒界の他に粒内でも腐食が進み[11-12]、粒界のみの劣化を検出・評価することは難しい。そこで、不働態皮膜が安定に存在し、粒界のみを選択的に腐食できる不働態域の定電位に保持した腐食試験を行うこととし、粒界の腐食状況を AFM によって測定する、新しい材料劣化評価手法を開発した[3-6]。以上から、本研究では、本手法を中性子照射後試験片に適用し、照射環境下における粒界の劣化を検出・評価し、劣化機構解明に資する知見を得ることを目的とした。

そのためには、遠隔操作型の腐食試験装置と AFM をホットセル内に設置する必要がある。よって、まず、遠隔操作型の AFM と腐食試験装置を開発するとともに、コールド試験が可能なイオン照射材や熱鋭敏化材等を用いて基礎的なデータを取得することを当初の目標とした。

なお、ステンレス鋼の IASCC 発生のしきい値は、照射後試験片を用いた SSRT 等の結果に基づき、はじき出し損傷量で 1dpa ($7 \times 10^{24}\text{n/m}^2$ ($E > 1\text{MeV}$)), $1.5 \times 10^{25}\text{n/m}^2$ ($E > 0.1\text{MeV}$)) 以上と言われている。特に、沸騰水型軽水炉 (BWR) 条件 ($E > 1\text{MeV}$) における IASCC 発生のしきい値は、SUS304 では約 $5 \times 10^{24}\text{n/m}^2$ 以上、SUS316 では約 $1 \times 10^{25}\text{n/m}^2$ 以上である (図 2.4 参照[9])。したがって、本研究に用いる照射後試験片は、 1dpa 程度の照射を受けた材料を中心に選定することとする。

サイクル機構では、FBR の寿命・余寿命診断法開発の一つとして、構造材料の長期間健全性確証技術の開発に取り組み、長時間クリープ・クリープ疲労による粒界劣化機構の解明や検出・評価法の開発を進め、特にステンレス鋼材を中心とする高温構造物の高温クリープ特性データベースを構築するとともに、それらの機構解明に係わる重要な知見を蓄積してきた。

FBR 条件の高温環境では、クリープ負荷を受ける構造材料の結晶粒界において、応力の負荷と高温での欠陥移動に伴い、炭化物の析出やキャビティの生成が促進され、強磁性相の生成等粒界の挙動が大きく変化する。これに伴い、ステンレス 304 鋼の結晶粒界近傍では、マトリックスと比較して、漏えい磁束密度が大きく変化することが新たに見出され、ステンレス構造材の余寿命診断に適用しうる可能性を提示したことから、磁気特性と結晶粒界挙動との関係が大きく見直される契機となった[13-15]。

こうした、結晶粒界と磁気特性の関わり以外にも、マトリックスにおける局所的な組織変化と磁気特性変化については、多方面から指摘されており、組織変化との関わりに関する大きな問題が未解決のままである。

一方、照射環境に晒される構造材料の場合には、上記の問題以外に、照射効果がさらに重畳した複合効果の存在が予想されるものの、照射効果と磁気特性の関係については、照射後試験対応の評価装置が世界的にも未だ整備されていないことから明らかなように、イオン照射材に関する照射誘起マルテンサイト変態の発生に関する報告を除けば、系統的理解は進んでいない。

本研究では、上記の手法を中性子照射後試験片に適用し、照射環境下における粒界を含めた特性劣化を検出・評価し、劣化機構解明に資する知見を得ることを目的とした。研究を進めるにあたり、当初の目的として、中性子照射材の評価を対応可能とする磁気測定法の開発の一環として磁化特性試験装置の開発に取り組むとともに、コールド試験が可能なイオン照射材や熱鋭敏化材等を用いて基礎的なデータを取得することから着手した。

3. 実験方法

3.1 供試材料

本研究において用いる供試材料は、FBR 及び LWR 構造材料に共通するオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304、SUS316、SUS316FR) を基本としている。

3.2 試験方法

3.2.1 微少粒界腐食量計測方法

本試験に用いた供試材料及び試料は、既報[3-6]にて用いたものである。

本研究において整備した、微少腐食量計測装置を用いる最初の試験として、基礎的なデータを取得するために、既報の追試として実施した。以下、試料調製の条件等、概略を示す。

実験に用いた材料は Fe-18Cr-12Ni 合金の固溶化熱処理材 (SUS304 鋼とほぼ同組成の高純度材料) である。化学組成を表 3.2.1 に示す。この供試材料に劣化損傷を与えるために行ったイオン照射条件と熱鋭敏化条件を表 3.2.2 及び表 3.2.3 にそれぞれ示す。表 3.2.3 中の EPR value は電気化学的再活性化率と呼ばれ、粒界腐食感受性の程度を示すものである。イオン照射した試料は TEM 観察用のディスク型であり、図 3.2.3 に示すようにイオン照射を行い、照射損傷のピークとなる面を表出させて試験面とした。劣化損傷を与えた試料の粒界腐食特性は、不働態域での定電位腐食試験により評価した。その腐食条件を表 3.2.4 に示す。この条件は、不働態皮膜が生成せず、元素偏析等の電気化学的不均一性を反映して緩やかに腐食されるものである。

腐食試験後の試料は、微少腐食量計測装置を用いた光学顕微鏡観察及び原子間力顕微鏡 (AFM) 観察に供し、粒界の腐食状況を検討した。

3.2.2 磁化分布計測方法

ステンレス鋼材を対象として、磁気法を用いた相変態 (FCC から BCC 格子へ) に関する機構解明を考察するにあたり、支配的因子について検討した。その可能性としては、

- (1) 温度変化に伴う相変態 (規則相変態、マルテンサイト変態)
- (2) 応力誘起変態
- (3) 磁場誘起変態
- (4) 磁場によるバリエーション再配列

が考えられる。

最近 Castan ら[16]により強磁性体である Ni_2MnGa 合金 (FCC、Heusler 型構造) について Mean-Field Model を用いて解析した結果によれば、ハミルトニアンは、弾性項、磁性項、磁気弾性相互作用項からなると仮定している。

$$H^* = H_{MT}^* + H_m^* + H_{\text{int}}^*$$

(H_{MT}^* :弾性項、 H_m^* :磁性項、 H_{int}^* :磁気弾性相互作用項)

$$H_{MT}^* = - \sum_{\langle i,j \rangle} \sigma_i \sigma_j - K^* \sum_{\langle i,j \rangle} (1 - \sigma_i^2)(1 - \sigma_j^2) \quad (\text{deg-BEG (Blume-Emery-Griffiths) model [17]})$$

条件 : $i=1, 2, \dots, N, \quad \sigma_i = 1, 0, -1$
 $\sigma_i = 0$ (undistorted phase)
 p fold degenerate 縮退 $p \geq 1$
 $\sigma_i = \pm 1$ (distorted phase)

$$H_m^* = -J_m^* \sum_{\langle i,j \rangle} S_i S_j \quad (J_m^* > 0, S_i = 1 \text{ (up spin)}, S_j = -1 \text{ (down spin)})$$

$$H_{\text{int}}^* = -U^* \sum_{\langle i,j \rangle} S_i S_j [\sigma_i^2 (1 - \sigma_j^2) + \sigma_j^2 (1 - \sigma_i^2)] \quad (-J_m^* < U^* < 0)$$

系の規則状態は Occupation number N_σ^S に依存 ($\sigma = -1, +1, 0$ $S = +, -$)

$$\varepsilon = \frac{\sum \sigma_i}{N}, \text{ tetragonal distortion} \quad (\varepsilon = 0: \sigma_i = +1, -1)$$

$$q = \frac{\sum \sigma_i^2}{N}, \text{ phonon amplitude}$$

$$N_1^+ + N_1^- + N_0^+ + N_0^- + N_{-1}^+ + N_{-1}^- = N \quad (N: \text{格子点の数})$$

$$N\varepsilon = \sum_i \sigma_i = (N_1^+ + N_1^-) - (N_{-1}^+ + N_{-1}^-)$$

$$Nq = \sum_i \sigma_i^2 = N - (N_0^+ + N_0^-)$$

$$Nm = \sum_i S_i = N_1^+ + N_{-1}^+ + N_0^+ - N_1^- - N_{-1}^- - N_0^-$$

$$Nm_0 = \sum_i (1 - \sigma_i^2) S_i = N_0^+ - N_0^-$$

$$Nm_1 = \sum_i \sigma_i S_i = (N_1^+ - N_1^-) - (N_{-1}^+ - N_{-1}^-)$$

$$S/k_B = \ln \left(\frac{N!}{N_1^+! N_1^-! N_{-1}^+! N_{-1}^-! N_0^+! N_0^-!} P^{(N_0^+ + N_0^-)} \right) \quad P: \text{縮退因子}$$

$$T^* = k_B T / zJ \quad (Z: \text{配位数}), \quad m_1 = [\varepsilon(m - m_0)]/q$$

ε, q, m, m_0 の関数として、自由エネルギーを表わすと、

$$\begin{aligned} F^* = & -\left[\varepsilon^2 + K^* (1 - q)^2 + J_m^* m^2 + 2U^* m_0 (m - m_0) \right] \\ & + T^* \left[(q + \varepsilon) \ln \left(\frac{q + \varepsilon}{2} \right) + (q - \varepsilon) \ln \left(\frac{q - \varepsilon}{2} \right) \right. \\ & + (q + m - m_0) \ln \left(\frac{q + m - m_0}{2} \right) + (q - m + m_0) \ln \left(\frac{q - m + m_0}{2} \right) \\ & \left. + (1 - q + m_0) \ln \left(\frac{1 - q + m_0}{4} \right) + (1 - q - m_0) \ln \left(\frac{1 - q - m_0}{4} \right) - 2(1 - q) \ln \left(\frac{p}{2} \right) - 2q \ln q \right] \end{aligned}$$

$$\varepsilon = \frac{T^*}{2} \ln \frac{q + \varepsilon}{q - \varepsilon} \text{ で整理すると、}$$

$$\left[K^*(1-q) + T^* \ln \left(\frac{p}{2} \right) \right] = \frac{T^*}{2} \ln \left(\frac{(q+\varepsilon)(q-\varepsilon)(q+m-m_0)(q-m+m_0)}{q^2(1-q+m_0)(1-q-m_0)} \right),$$

$$J_m^* m + U^* m_0 = \frac{T^*}{2} \ln \frac{q+m-m_0}{q-m+m_0},$$

$$U^*(m-2m_0) = \frac{T^*}{2} \ln \frac{(q-m+m_0)(1-q+m_0)}{(q+m-m_0)(1-q-m_0)}$$

これら三つの式から求めた系の規則度及び温度と平衡相との関係を図 3.2.2 に示す。

上図の縦軸は、規則度のパラメータ、横軸は温度の規格値である。高温から温度低下すると、常磁性の立方晶(PC)からフェロ磁性の立方晶(FC)に磁気変態する。さらに低温まで低下すると、立方晶は、臨界温度において単純立方晶($q=1/2$)と平均的立方晶($q \neq 1/2$)に分岐する。ここで、平均的立方晶は、 $q < 1/2$ の正方晶的変調モード(q^-)と $q > 1/2$ の面心立方晶的変調モード(q^+)に分かれる。前者の正方晶は、マルテンサイト変態の前駆変態(FMPT)に相当しており、更なる温度低下により、マルテンサイト変態によりフェロ磁性の正方晶(FMT)に変態する。これらの状態図から、温度低下とともに、Paramagnetic cubic (PC)→Ferromagnetic cubic (FC)→(fcc like modulation (q^-) または、tetragonal like modulation (q^+) (FPMT))→Ferromagnetic Martensitic (Tetragonal) phase (FMT)の変態過程からなるフォノン分散、磁気変態、構造変態に関連した相平衡関係が得られる。また、図中の下図には、規則度と K 値すなわち四重相互作用(biquadratic interaction)の規格値(交換相互作用 J で除した商)の関係を示す。図中の実線は、2 次の相変態、点線は、一次の相変態、黒丸は、臨界点を示しており、各相の平衡状態と温度の関係が把握できる。

Ni_2MnGa 合金は、FCC ベースの Heusler 型規則構造合金であり、ステンレス鋼と同様に考えることはできないものの、磁気法による相変態過程を追跡するうえで、規則度との相関を把握することが、変態機構の支配因子を推測する際に重要となることを示唆している。これらの検討結果から明らかなように、磁化分布測定には、相変態挙動及び組織変化の関わりが不可欠である。

本試験において用いた未照射試料測定用の磁化測定には、ホールセンサーよりも磁化測定感度に優れた薄膜型フラックスゲート (FG) センサー (寸法 $3\text{mm} \times 3\text{mm}$) を採用した[13]。FG センサーは、SQUID センサーに比べ、磁化測定のための分解能は劣るものの空間分解能に優れることから、実用展開上の可能性を考慮して同センサーを選定した。

磁化測定方法は、FG センサーを用いて試料表面を XY 方向に走査し、試料から生じた漏洩磁束密度の空間分布を測定するものである。得られる測定精度は用いる FG センサーに依存し、(株)島津製作所製の高精度型 FG センサーの場合には、分解能は 50nT である。測定に当たり、センサーの移動に伴う地磁気の影響を低減するために、センサーを固定し、測定試料を駆動する方式を採用した。さらに磁束密度分布を測定するため、試料表面からの距離 (リフトオフ距離) をパラメータとして 0.5mm から変化させ、試料表面からの漏えい磁束密度分布を求めた。

なお、測定前には、残留磁化を除去するための消磁処理 ($1\text{T} \times 5\text{min}$) を実施した。測定には、消磁前、消磁後、着磁後の磁束密度分布を各々測定し、それらの挙動を比較した。

3.2.3 イオン照射試験方法（共同試験）

ステンレス鋼の粒界近傍特性に着目し、磁気特性及び腐食特性に及ぼすイオン照射効果をもとにナノレベルでのイオン照射誘起腐食挙動を明らかにすることを目的として、原研高崎研 TIARA 施設で照射されたイオン照射済試料を用いた共同試験を計画した。

(1) 供試材（原研担当）

本試験に用いたイオン照射済み試料は、上記 3.2.1 に示したのと同じである。すなわち、表 3.2.1 に示す Fe-18Cr-12Ni 合金の固溶化熱処理材（SUS304 鋼とほぼ同組成の高純度材料）を用い、表 3.2.2 に示す条件でイオン照射を行ったものである。

(2) 試験概要

- ・ 磁気光学測定（サイクル機構担当）
磁化測定及びカー効果顕微鏡により、磁気光学測定を実施する。
- ・ 磁気力顕微鏡（MFM）測定（サイクル機構担当）
磁気力顕微鏡を用いて、粒界近傍の磁気特性変化を測定する
- ・ 電子線後方散乱（EBSP）測定（原研担当）
粒界近傍の性状を電子線後方散乱により評価する。
- ・ 原子間力顕微鏡（AFM）測定（原研担当）
原子間力顕微鏡を用いて粒界近傍の腐食量を評価する。

4. 実験結果及び考察

4.1 微少粒界腐食量計測結果

定電位腐食試験後のイオン照射材と熱鋭敏化材の粒界の腐食状況を、微少腐食量計測装置を用いて観察した。

図 4.1.1 にイオン照射材の光学顕微鏡像及び AFM 像を示す。イオン照射材の粒界腐食は、所々に溝状を示すが、主として段差状である。

図 4.1.2 に粒界の形状を測定した結果を示す。結晶方位によって腐食の程度は異なるが、段差は概ね 100 nm であった。

図 4.1.3 に熱鋭敏化材の光学顕微鏡像及び AFM 像を示す。熱鋭敏化材の粒界腐食は、粒界近傍の Cr 欠乏層で優先的に生じる。よって、腐食状況は、Cr 炭化物の形状を反映した溝状であり、段差状は見られなかった。

図 4.1.4 に粒界の形状を測定した結果を示す。粒界の腐食量は、幅は $1\mu\text{m}$ 以下、深さは最大約 20 nm 度であった。

以上の結果から、イオン照射材は結晶粒そのものの腐食が生じており、その方位に応じて腐食量が異なるため粒界では主として段差が生じていると考えられる。今回の実験では見つからなかったが、同じ試料には溝状に腐食した粒界も見つかっている[4-6]。一方、熱鋭敏化材は、Cr 炭化物の周囲の Cr 欠乏層が選択的に腐食しており、結晶粒そのものの腐食は見られなかった。この差は、イオン照射により結晶粒そのものが腐食されやすくなっていることを示すものと考えられる。

4.2 磁化分布評価結果

本年度は、ステンレス鋼の磁気特性に及ぼす影響のうち、最も大きいと予想される応力負荷効果を把握するために、磁気光学効果顕微鏡（カー効果顕微鏡）用の応力負荷試験装置の製作を行った。

装置仕様は、以下の通りである。

- ・測定モード : 定歪速度モード、応力緩和モード、クリープモード
- ・試験モード : 引張試験、圧縮試験、三点曲げ試験
- ・駆動方式 : ステッピングモーターによる右ネジ左ネジ同時駆動方式
- ・引張・圧縮速度 : $0.01\text{ mm/min} \sim 100\text{ mm/min}$ (可変)
- ・引張・圧縮距離 : 100 mm
- ・負荷荷重範囲 : 1~1000 N
- ・荷重測定精度 : $\pm(0.03\%\text{FS} + 1\text{ digit})$
- ・試料形状 :
 - 引張試験片 : 長さ 80mm × 最大幅 3mm (2~3mm) × 最大厚 3 mm (1~3mm)
 - 圧縮試験片 : 10mm × 10mm × 4mm 厚
- ・標点間距離 : 40mm (拘束間距離 : 治具分を除く)
- ・加熱温度範囲 : 室温から 870K (4.9V、300W、0.8mm 厚 ニクロムヒータ使用)
- ・試験雰囲気 : 大気中及び不活性ガス中 (ガス気流中)
- ・装置外形 : 410mm 長 × 206mm 横 × 78mm 高

平成 16 年度は、引張試験片拘束治具の支持特性、恒温槽の恒温特性を確認した後、磁気カー効果顕微鏡に取付け、引張試験片を用いた機能試験を実施する予定である。

このほか、10mm 角形状で 6mm 角の試料挿入孔を設けた応力負荷用治具と試験片（幅 2mm、厚さ 1mm、長さ 6mm）を組合わせ、両者の熱膨張差を利用して加熱冷却によって簡易的に試験片への応力負荷が可能となる微小試験片応力負荷治具及び方法を考案し、特許出願した[18]。

図 4.2.1 は、永江らによって得られた、大気中、温度 923K、定応力負荷（88MPa）条件でクリープ試験後の SUS304 鋼材に関する磁気カー効果顕微鏡観察結果である。クリープ破断時間は約 9000 時間である。磁気カー効果顕微鏡像では、磁性相は、色の濃い領域として示される。

図から明らかなように、結晶粒界三重点など応力集中部に多くの磁性相が存在することがわかる。クリープ損傷は、(1) $M_{23}C_6$ 型炭化物あるいは σ 相の成長、(2)結晶粒界の弱結合化とその近傍での(3)キャビティの生成・成長に起因することから、磁性相の生成が、クリープ損傷機構と密接に関連することを報告している[19]。

4.3 イオン照射試験結果（共同試験結果）

4.3.1 磁化測定結果

磁化測定結果を図 4.3.1 に示す。測定には、島津製作所製の高感度フラックスゲート（FG）センサー（分解能：50nT）を用いて試料表面の XY スキャンによる磁化測定を実施した。試料脱磁処理後の着磁処理は、0.1T の条件で実施した。なお、FG センサーと試料表面とのリフトオフ距離は、0.5mm である。図中の白線は、試料形状寸法を示す。

測定の結果、走査表面全体及び照射領域について磁束密度の有意な変化は、観察されず、測定センサーに関するバックグラウンドノイズの範囲内であることがわかる。

4.3.2 磁気力顕微鏡観察結果

イオン照射材料について室温で測定した磁気力顕微鏡観察結果を図 4.3.2 に示す。磁性体探針のリフトオフ条件は、50nm である。

供試材の照射条件は、照射温度 475K、損傷量 35dpa までの Ni イオン（12MV）照射である。また、探針の走査範囲は、10 μ m 平方である。

測定の結果、試料表面から数 μ m 内側に小さな白点が確認されるものの、占有領域が小さいことから、相変態に伴う磁性相生成に起因するか否かの詳細は現在のところ不明である。

4.3.3 原子間力顕微鏡評価結果

根本らにより報告された、原子間力顕微鏡（AFM）を用いた測定結果[5]から求めた腐食量結果から、図 4.3.3 に示すように照射温度及び損傷量の増加とともに、Ni イオン照射による腐食量は、増大することが判明した。

現在のところ、磁化測定、磁気カー効果顕微鏡及び磁気力顕微鏡観察において、イオン照射材に関して、損傷に起因する有意な変化は確認されていない、これらの観察では、測定センサーの空間分解能等の制約等により、イオン照射により表面近傍に生成した欠陥集合体に対応した情報は現在のところ得られていない。

考えられる原因と今後の対策は、次の通りである。

- (1) 照射野の制限……………裏面研磨により作製した全面照射済試料の作製（試料作製法の検討）
- (2) 損傷の回復……………照射温度の選定（低照射温度試料の選択）
- (3) 損傷量の増大……………損傷量の選定
- (4) 添加元素効果……………SUS304 系合金の選定（磁化測定感度の向上）

4.4 遠隔操作型試験装置の整備

平成 15 年度では、中性子照射材の照射損傷を評価するための装置整備を進めた。まず、照射損傷を受けた材料の腐食特性に基づき損傷の評価を行うための微少腐食量計測装置を原研大洗研究所 JMTR ホットラボ施設に整備し、まず未照射試料に関する試験を開始した。一方、照射損傷を受けた材料の磁気特性変化に着目し、損傷部位の検出評価、予測診断に適用するための磁化測定装置をサイクル機構大洗工学センター照射材料試験施設(MMF)に搬入するとともに、16 年度からの本格運用に向けた整備を開始した。以下に、その概要を述べる。

4.4.1 微少腐食量計測装置の開発

(1)装置概要

本装置は、照射後試料を用い、腐食試験によって粒界を腐食させ、その腐食量をナノスケールで計測するための装置である。市販の原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope, AFM) (走査プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscope, SPM) と呼ぶ) を使用し、試料のセッティング、観察視野の決定、測定が遠隔にて行えるように改造し製作したものである。

本装置は、図 4.4.1 に示すように AFM 部、光学顕微鏡部、試料台部、試料移動機構部、防振台部から構成される。平成 16 年度下期には図 4.4.2 に示すカンチレバー交換機構を追加し、ホットセル内に移設・設置して、中性子照射後試料の試験を開始する予定である。装置全体のブロック図を図 4.4.3 に示す。

AFM 観察手順の概略は、試料を装置にセットして固定し、光学顕微鏡にて AFM 観察視野を選んだ後、その視野の AFM 観察を行うという流れである。

(2)装置の特徴

装置全体の外観を図 4.4.4 に示す。

AFM 部は、エスアイアイ・ナノテクノロジー社製の走査プローブ顕微鏡 NANOPICS2100 型のヘッドユニット取り外して、新たに製作した装置フレームに取り付けた。

試料台部は、AFM に対する試料の傾きを、観察視野 $800 \times 800 \mu\text{m}$ に対して最大高さ $\pm 10 \mu\text{m}$ 以下に抑えるために、図 4.4.5 に示すように、樹脂埋めした試料を、試料押さえ板に押し付ける構造とした。また、電気化学的腐食試験に必要な導線が試料に取り付けてあっても、観察できる試料台の構造を工夫した。

試料移動機構部は、試料の XYZ の 3 軸移動を行うもので、AFM でのナノスケールの観察に対応し、分解能は XY 軸 $0.3 \mu\text{m}$ 以下 / Z 軸 $0.5 \mu\text{m}$ 以下、位置決め精度は XY 軸 $5 \mu\text{m}$ 以下 / Z 軸 $30 \mu\text{m}$ 以下等の、高精度のものを採用した。

光学顕微鏡は、なるべく軽量とするため、10 倍の固定焦点の対物レンズを用いた。カラー CCD カメラの画像は、図 4.4.6 に示すように 14 インチ液晶 TV モニタ上で約 $530 \times 400 \mu\text{m}$ の範囲が観察でき、画像はパソコンにて保存可能である。

防振台部は、SPM に悪影響を及ぼす 5~20Hz の振動を防ぎ、同時に水平を維持するものである。固有振動数は 2~3Hz 程度である。

装置フレームは、試料と AFM 間の剛性と製作精度を確保するため、アルミ合金の削り出し加工により製作した。AFM のカンチレバーの交換機構を追加するために、装置フレームに図 4.4.7 のような切り欠きを設けている。

(3)性能試験結果

微少腐食量計測装置の性能試験は、VLSI Standards Inc.製の18nmの標準段差試料を用いた精度検査と、Ti スパッタコーティング試料を用いた垂直分解能検査を行った。それぞれの結果を図4.4.8及び4.4.9に示す。18nmの標準段差に対する精度は±1nm以下、垂直分解能は2nm以下であった。従って、本研究に必要となる10nm程度の垂直分解能が十分確保されている。

4.4.2 遠隔操作型磁化測定装置の開発

(1)装置の特徴

遠隔操作型磁化測定システムの概略を図4.4.10に示す。本システムは、劣化に伴う損傷を受けた照射済試料から生じる漏洩磁束変化を捉えるためのFGセンサー及びXY二次元駆動ステージ（リフトオフ距離制御用にZ軸方向への駆動機構を付加）からなる本体測定部、X軸、Y軸、Z軸駆動のためのサーボモータ及び磁気式エンコーダ用制御系を含む制御部から構成され、核燃料サイクル開発機構の大洗工学センター内にある照射材料試験施設（MMF）（図4.4.11）に設置されている。

照射済試料、FGセンサーの交換及び磁化測定作業は、遠隔操作によってMMF内のホットセル（ホットセルへの試験装置設置例：図4.4.12参照）で実施されるため、使用機器には、照射済試料から放出されるCo-60等による高エネルギーガンマ線の影響を低減するための対策、センサー着脱性の検討など、遠隔操作に関わる様々な工夫がなされている。

図4.4.13には、試料、FGセンサー及び本体測定部の位置関係を、図4.4.14には、用いた三種類のFGセンサー外観及び取付用治具を示す。本装置では、異なる3種類の分解能を有する小型FGセンサーが使用可能である。

供試材は、SUS304鋼材であり、用いたFGセンサーは、以下の3種類である。

住友特殊金属製平行型FGセンサー、形状1.0×0.3mm×0.9mm高さ、

低消費電力型3mW（電源電圧3V、励磁電流2mA）、分解能1μT

（株）島津製作所製、小型FGセンサー、分解能50nT

（株）エムティアイ製平行式FM-1400対応型F140204、形状7mmφ×24mm長、
分解能10nT

(2)機能試験結果

図4.4.15は、遠隔操作型磁化測定装置の外観を示す。本体に固定された各FGセンサーは、X、Y、Z軸方向に各々100mm駆動可能である。高感度型FGセンサーを用いて機能試験を実施した結果を図4.4.16に示す。用いた試験片は、SUS304を0.1Tにて5min間、一様磁化させたものを機能試験用試験片とした。図には、一様磁化に対応した漏洩磁束分布挙動が得られている。

(3)ノイズ確認試験結果

本装置は、ホットセル内で使用するため、種々のノイズの発生が予想された。主な要因は、ホットセル内と操作室を接続する長さ20mに至る信号ケーブルの長さ、コネクタ、カップラー類の使用、ホットセル内動力源、電源等によるノイズ源環境である。また、本装置では、試料駆動機構に磁気式エンコーダを用いたことが特徴である。光学式エンコーダは、ノイズの発生が少なく好適であるが、耐ガンマ線照射特性が低いため、ホットセル内での使用により機能低下が著しいことが判明している。このため、光学式エンコーダに代わるものとして磁気式エンコ

ーダを導入した。この磁気式エンコーダからのノイズを低減するために、トロイダルタイプの低騒音型コモンモードチョーク用コアフィルターを採用した。

図 4.4.17 に均一磁化した SUS304 試料を低感度型 FG センサーで漏洩磁束を測定（上図）した際の残留ノイズ測定結果を下図に示す。最大 4mV レベルの残留ノイズの発生を確認したことから、残留ノイズは、光学式エンコーダ使用の場合に比べ、若干大きいレベルに抑制されている。

図 4.4.18 は、制御パネル内の試料駆動用サーボモータ制御部を示す。この他、磁気シールド対策として、パーマロイ鋼板からなるシールドケースを使用し、外部ノイズの低減を行った。ホット試験においては、ホットセル内で発生する種々のノイズ源からの交流ノイズをさらに低減するため、電磁シールドとしてパーマロイ鋼板上にアルミ板を載せ、二層化させたシールドケースを使用した。

5. 結論

5.1 微少粒界腐食量計測による損傷の評価

定電位腐食試験後のイオン照射材と熱鋭敏化材の粒界の腐食状況を、微少腐食量計測装置を用いて観察した。その結果、イオン照射により結晶粒そのものが腐食されやすくなり、段差状を示す粒界が多く見られた。しかし、これまでの研究結果では、粒界性格との関係を調べた結果、ランダム粒界の一部は溝状に腐食されることが示されている[4,5,6]。また、熱鋭敏化材は、Cr 欠乏層が選択的に腐食されるが、粒界そのものの腐食は見られなかった。

5.2 磁化分布観察による損傷の評価

磁気カー効果顕微鏡観察により、クリープ損傷した SUS304 鋼材に関する結晶粒界近傍の応力集中した領域に生じた $100\ \mu\text{m}$ 弱レベルの磁性相を検出できた。損傷により生じた磁性相体積が小さい場合には、FG センサーに関する空間分解能の制限から、微細な磁性相を検出できない可能性があり、磁気力顕微鏡や振動磁力型磁束計 (VSM) による評価を組合せるとともに、応力分布の及ぼす影響を検討する必要がある。

5.3 Ni イオン照射試験（共同試験）の評価

原研 TIARA 施設において加速電圧 12MeV の Ni イオンで多重照射された Fe-18Cr-12Ni 試料について、磁化測定、磁気カー効果顕微鏡及び磁気力顕微鏡観察した結果、照射損傷に起因する有意な磁気的变化は確認されなかった。本試験では、照射領域が局所的に限定された断面研磨試料を用いたため、検出できなかった可能性がある。今後は、試料作製法及び照射条件を再検討し、系統的データを収集する予定である。

6. 今後の研究計画及び課題

6.1 微小腐食量計測による損傷の評価

現在、微小腐食量計測装置はコールド試料のみを対象に試験が行える状況であるため、種々のイオン照射材や熱鋭敏化材、あるいは機械加工等の変形を受けた材料を用いて、損傷と腐食特性との関係について、基礎データを蓄積するとともに、その傾向を把握する。また、次年度下期以降は、微小腐食量計測装置を完全な遠隔操作型に改造の上ホットセル内に移設し、中性子照射材を用いた微小腐食量計測に基づく損傷評価を開始する予定である。

6.2 磁化分布観察による損傷の評価

平成 14 年度後半から設備整備のための準備を開始した磁気特性を把握するための遠隔操作型磁化測定装置については、サイクル機構の照射材料試験施設（MMF）への搬入を終了し、コールドモックアップ試験を実施した。引き続き、測定に用いる FG センサーのバックグラウンドノイズを低減するための対策を検討し、磁化測定精度の向上を目指した改良を進めている。

平成 16 年度下期にはサイクル機構の高速実験炉「常陽」において中性子照射済のクリープ試験済試料に関する磁化測定試験実施等、本格的稼働に向けた整備を進め実機材に適用するとともに(図 6.2.1)、高速実験炉（「常陽」）、材料試験炉（JMTR）等、異なる特徴的照射場履歴を有する照射試験を組合せた「組合せ照射試験」計画（図 6.2.2）等を検討し、損傷速度、損傷量、温度、ヘリウム生成量等、照射パラメータに及ぼす影響について磁気特性変化をもとに評価する予定である。

謝辞

本研究の遂行に当たり、原研及びサイクル機構間の融合研究課題「照射環境における原子炉構造材料の劣化現象に関する研究」の実施にあたり、尽力された原研東海研エネルギーシステム研究部岩村公道部長、サイクル機構大洗工学センター要素技術開発部和田雄作部長（現照射施設運転管理センター副センター長）に深く感謝致します。

参考文献

- [1] 塚田隆：照射誘起応力腐食割れ(IASCC)と研究の動向、材料と環境、Vol.52、No.2 (2003)、pp.60-72
- [2] 根本義之、三輪幸夫、塚田隆、菊地正彦、辻宏和：ステンレス鋼における表面酸化皮膜の微細構造観察に関する検討、JAERI-Tech 2001-079、2001 年 12 月、日本原子力研究所
- [3] Y. Nemoto, Y. Miwa, T. Tsukada and H. Tsuji: AFM Evaluation of Grain Boundary Corrosion Behavior on Ion Irradiated Stainless Steel, Int. Symp. on Material Chemistry in Nuclear Environment (Material Chemistry '02), March 13-15, 2002, Tsukuba, (JAERI-Conf 2003-001), pp.397-404
- [4] 根本義之、三輪幸夫、辻宏和、塚田隆：イオン照射したステンレス鋼腐食挙動の原子間力顕微鏡による評価、第 12 回 MAGDA コンファレンス (大分) 講演論文集、2003 年 3 月 27-28 日、大分大学、pp.191-196 (2003)、日本 AEM 学会
- [5] Y. Nemoto, Y. Miwa, H. Tsuji and T. Tsukada: AFM Evaluation for Corrosion Behavior of Ion Irradiated Stainless Steel, 11th Int. Conf. on Nuclear Engineering (ICONE-11), Tokyo, JAPAN, April 20-23, 2003, ICONE11-36093
- [6] Y. Nemoto, Y. Miwa, Y. Kaji, H. Tsuji and T. Tsukada: Evaluation of Corrosion Behavior on Ion Irradiated Stainless Steel Using AFM, 11th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems-Water Reactors, Stevenson, Washington, August 10-14, 2003
- [7] S. M. Bruemmer, E. P. Simonen, P. M. Scott, P. L. Andresen, G. S. Was and J. L. Nelson: Radiation-Induced Material Changes and Susceptibility to Intergranular Failure of Light-Water-Reactor Core Internals, J. Nuclear Materials, Vol.274, (1999), pp.299-314
- [8] 塚田隆：IASCC 研究の現状と動向、日本原子力学会 水化学最適化研究専門委員会 構造材-水環境相互作用ワーキンググループ資料、平成 14 年 3 月 8 日
- [9] M. Kodama, R. Katsura, J. Morisawa, S. Nishimura, S. Suzuki, K. Asano, K. Fukuya and K. Nakata: IASCC Susceptibility of Austenitic Stainless Steels Irradiated to High Neutron Fluence, Proc. 6th Int. Symp. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, TMS, (1993), pp.583-589
- [10] 高屋茂、鈴木隆之、松本善博、出町和之、上坂充：磁気的手法による応力腐食割れの初期劣化評価、フォーラム保全学、Vol.1, No.4, pp.37-43, (2003)
- [11] T. Inazumi, G. E. C. Bell, P. J. Maziasz and T. Kondo: Radiation-Induced Sensitization of a Titanium-Modified Austenitic Stainless Steel Irradiated in a Spectral-Tailored Experiment, J. Nuclear Materials, Vol.191-194, (1992), pp.1018-1022
- [12] K. Kondou, A. Hasegawa, K. Abe, V. Kain and Y. Watanabe: Radiation-Induced Grain Boundary Segregation and its Corrosion Behavior in Hydrogen - Ion Irradiated Type 304 Austenitic Stainless Steel, Proc. 10th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, Lake Tahoe, Nevada, August 5-9, 2001, [CD-ROM]
- [13] Y. Nagae and K. Aoto: A study on the detection of creep damage in type 304 stainless steel based on natural magnetization, J. Applied Electromagnetics and Mechanics, Vol.15, pp.295-300, (2001/2002)
- [14] T. Hoshiya, S. Takaya, F. Ueno, Y. Nemoto and Y. Nagae : Damage Evaluation Techniques for FBR and LWR Structural Materials Based on Magnetic and Corrosion Properties along Grain Boundaries, The 8th IUMRS Int. Conf. on Advanced Materials (IUMRS-ICAM2003), October 8-13, 2003, Yokohama, Japan, Abstracts 1, Symposia: Category A & B, p.255 (No.B9-09-P52), (2003), MRS-J;

- Trans. MRS of Japan, 29, No.4 (2004) 1691-1693.
- [15] 星屋泰二、高屋茂、阿部康弘、青砥紀身、重藤好克、根本義之、上野文義：遠隔操作型磁化測定装置の開発、第 13 回 MAGDA コンファレンス（仙台）講演論文集、2004 年 3 月 26 日-27 日、東北大流体科学研究所、pp.143-146 (2004)、日本 AEM 学会
- [16] T. Castan and E. Vives: Modeling premartensitic effects in Ni_2MnGa : A mean-field and Monte Carlo simulation study, Phys. Rev. B 60, No. 10 (1999) 7071-7084.
- [17] E. Vives and T. Castan: Degenerate Blume-Emery-Griffiths model for the martensitic transformation, Phys. Rev. B53, No. 14 (1996) 8915-8921.
- [18] 星屋泰二、高屋茂、特許出願：微小試験片応力負荷装置及び方法、特願 2003-326758.
- [19] 永江勇二、JNC TN1400 2003-015、高温環境複雑人工物の損傷検出技術の開発、(2003).

Table 3.2.1 Chemical compositions of applied material (mass%)

C	N	Si	P	S	Ti	Mn	Cr	Ni	Al	Fe
0.003	0.0014	0.01	0.001	0.0014	0.01	1.36	18.27	12.27	0.16	Bal.

Table 3.2.2 Ion irradiation conditions

Items	Conditions
Ion irradiation facility	Takasaki Ion Accelerators for Advanced Radiation Application (TIARA)
Irradiation temperature	673 K
Irradiation damage	35 dpa
Irradiated ion	Ni ³⁺ (12 MeV)

Table 3.2.3 Thermal sensitization conditions

Items	Conditions
Heat treatment conditions	973K, 360 ks
Atmosphere	Argon gas
EPR value	15

Table 3.2.4 Constant potential electrochemical corrosion test conditions

Items	Conditions
Corrosive solution	H ₂ SO ₄ 0.5mol/l + KCSN 0.01mol/l solution (EPR solution)
Temperature	303 K
Potential	150 mV vs. Ag/AgCl (at passivation potential)
Immersion time	For ion irradiated specimen : 500 s For thermal sensitized specimen : 1000 s

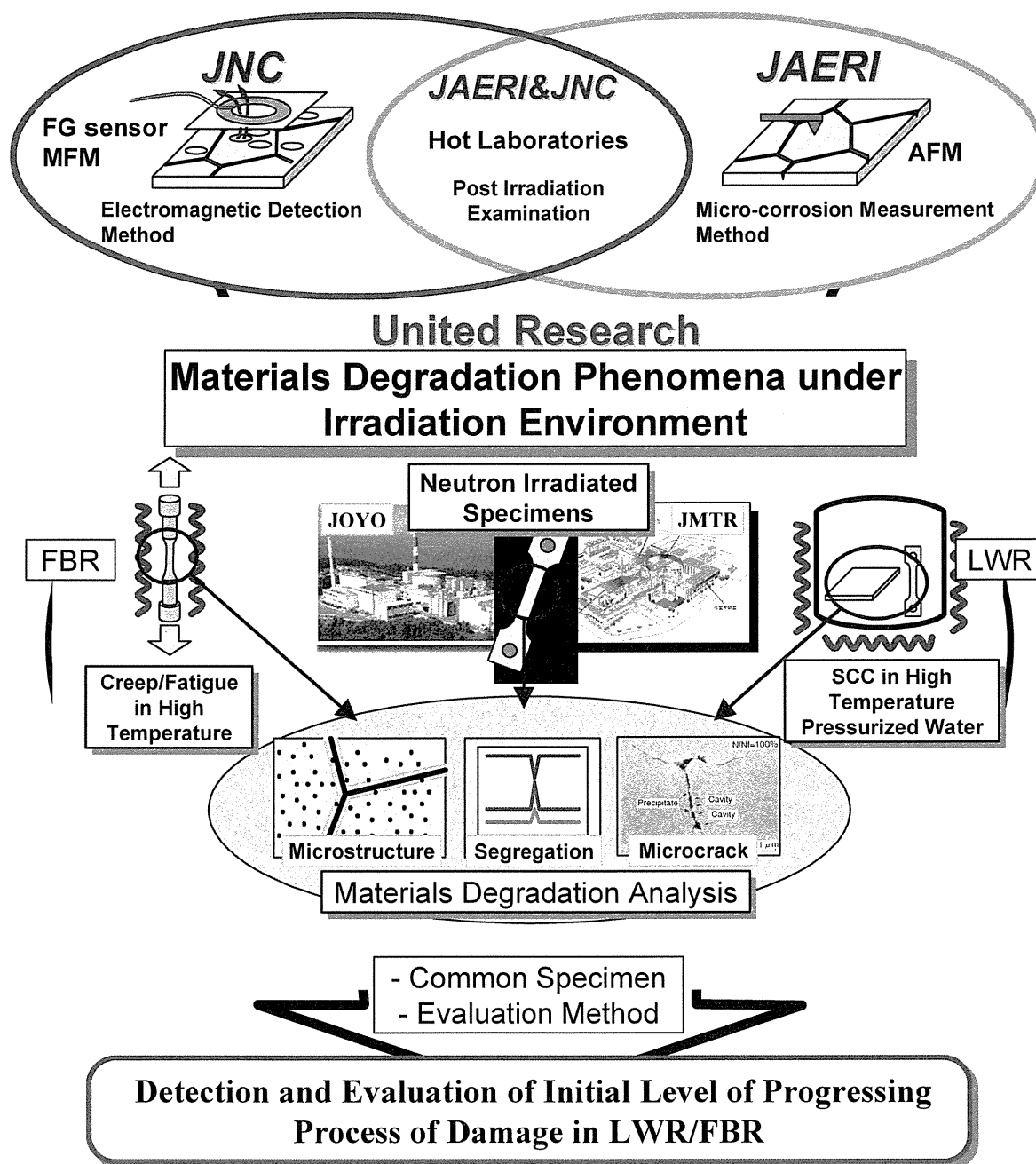


Figure 1.1 Outline of the United Research between JAERI and JNC

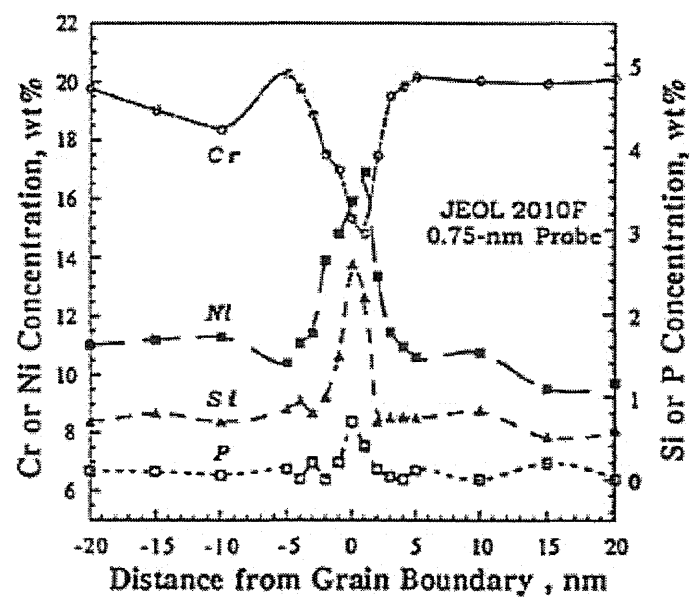


Figure 2.1 Composition profiles across a grain boundary in a neutron-irradiated austenitic stainless steel[7]

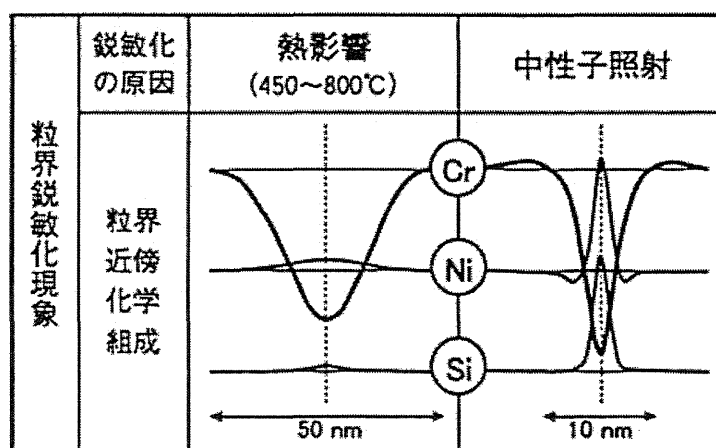


Figure 2.2 Comparison between thermal and irradiation sensitization phenomena[8]

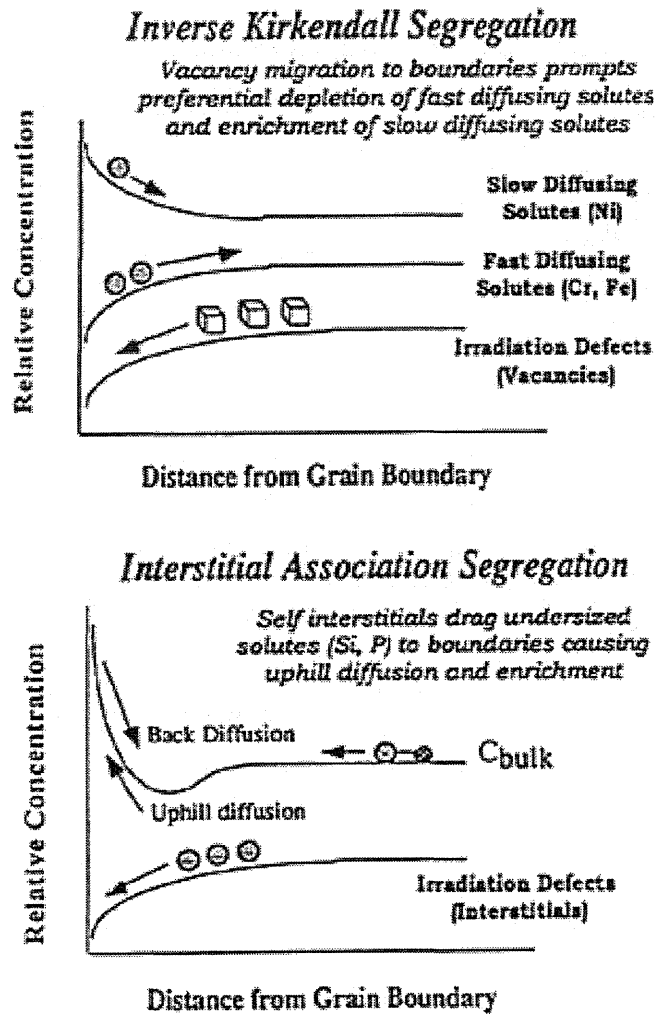


Figure 2.3 Representations showing defect flows and sink composition changes for mechanisms of radiation-induced segregation[7]

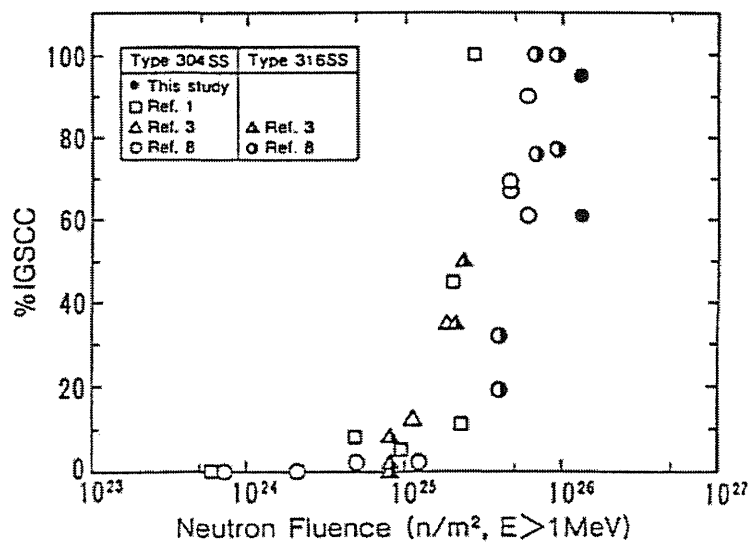


Figure 2.4 Fluence dependences of IGSCC susceptibilities in Type 304 and 316 stainless steels[9]

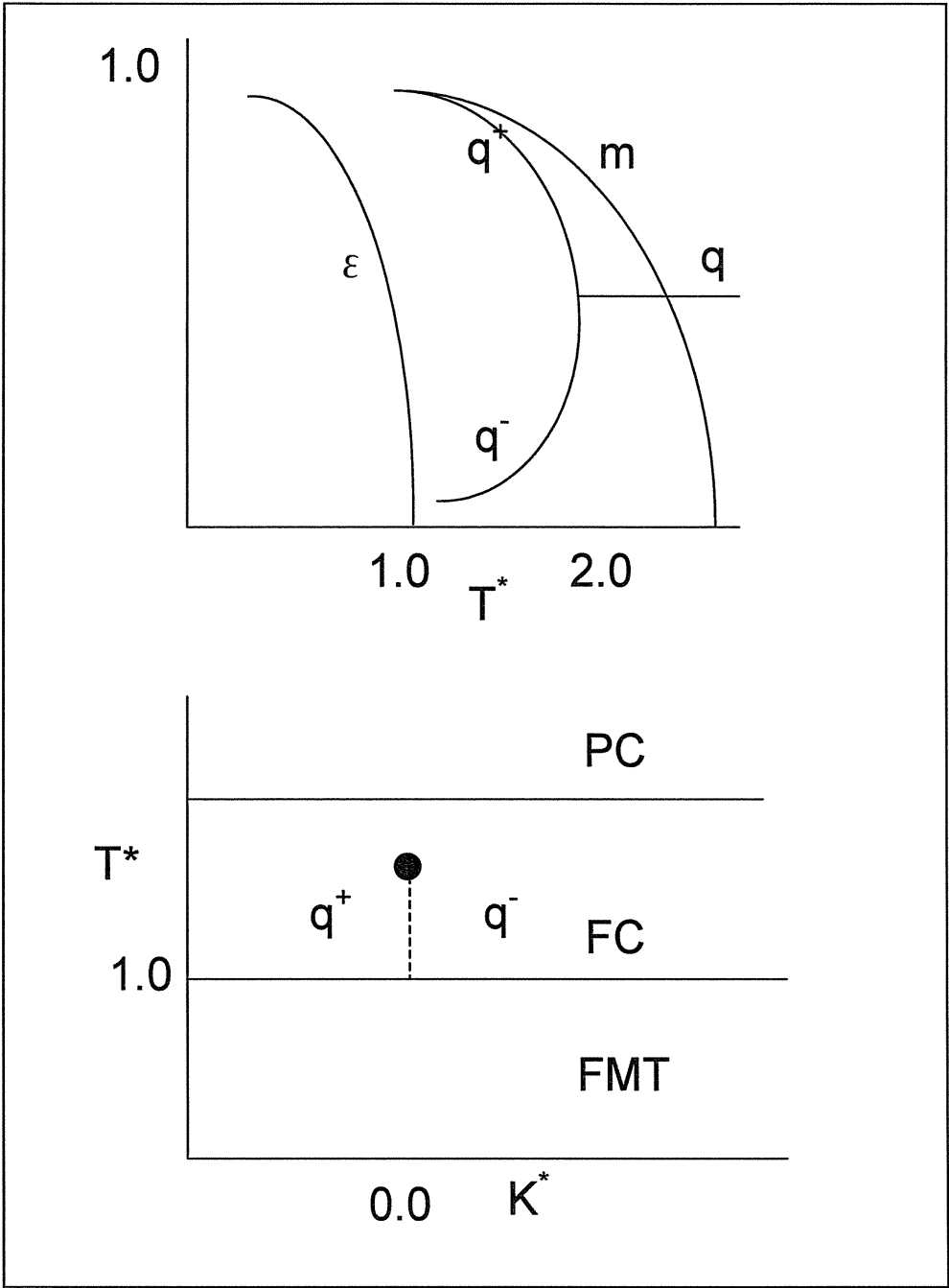


Figure 3.2.2 Phase diagram during magnetic and structural transition on a FCC based alloy

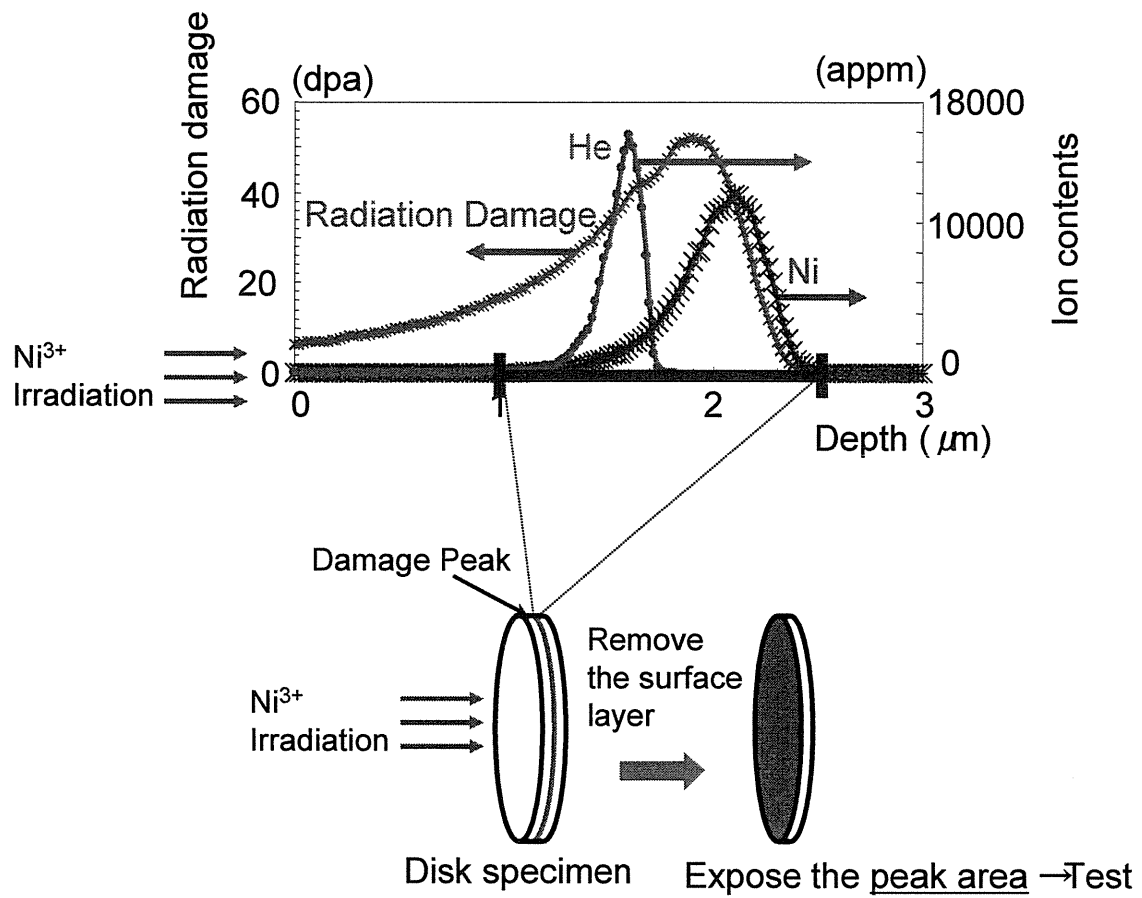
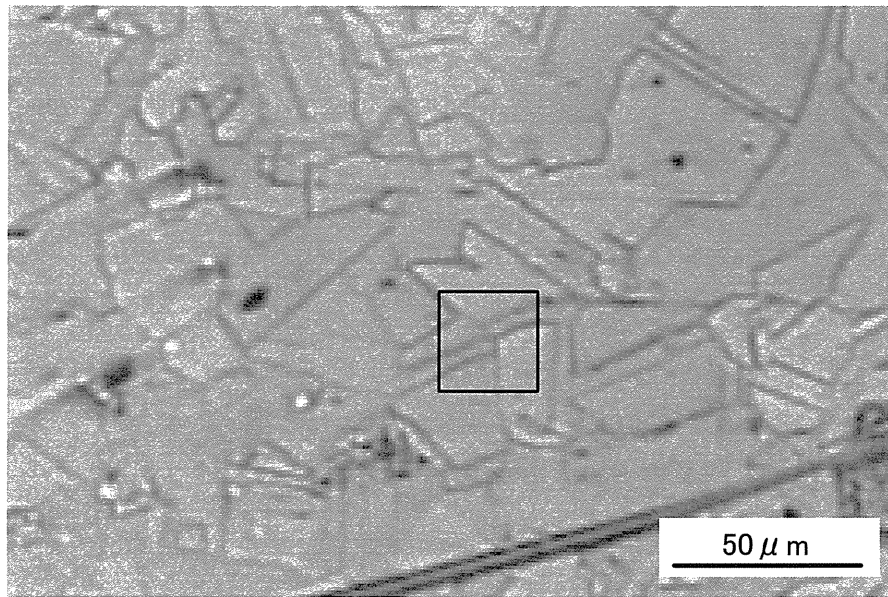
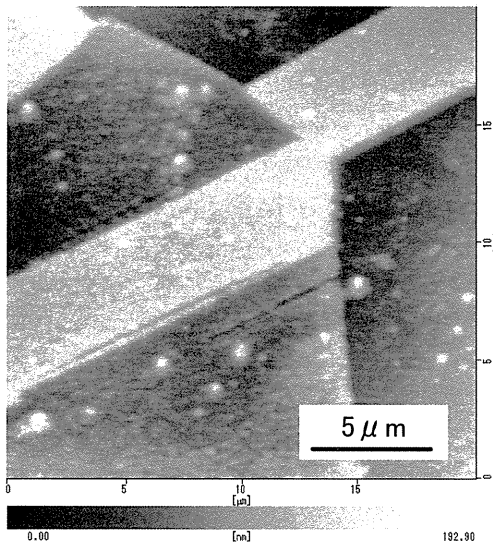


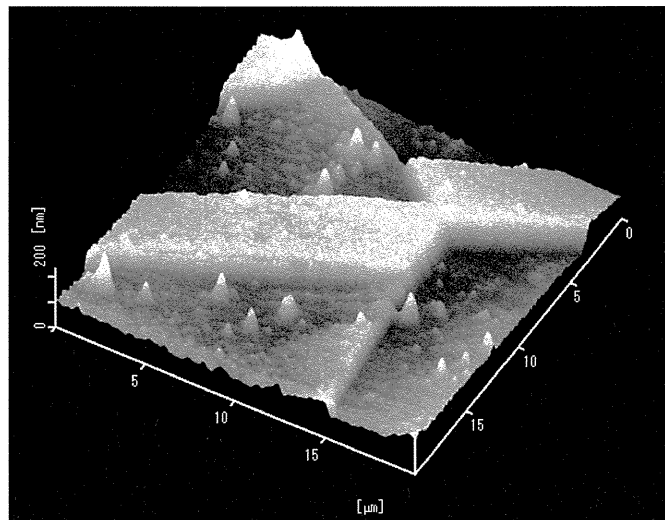
Figure 3.2.3 Sample preparation and radiation damage profiles



(a) Optical microscope image (hardcopy of monitor image)

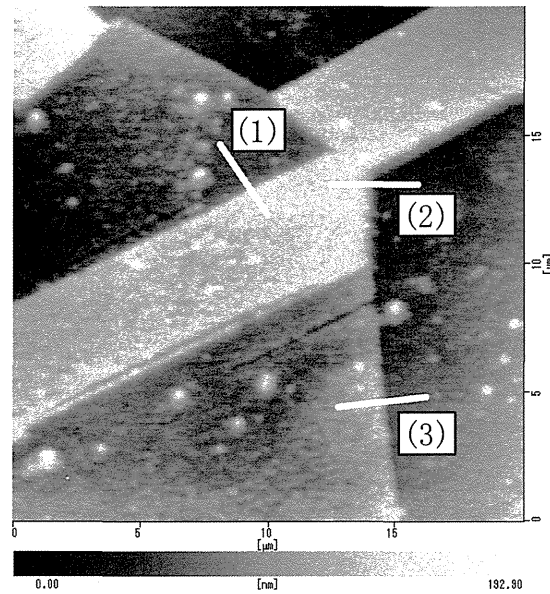


(b) AFM image of the surrounded area in (a)

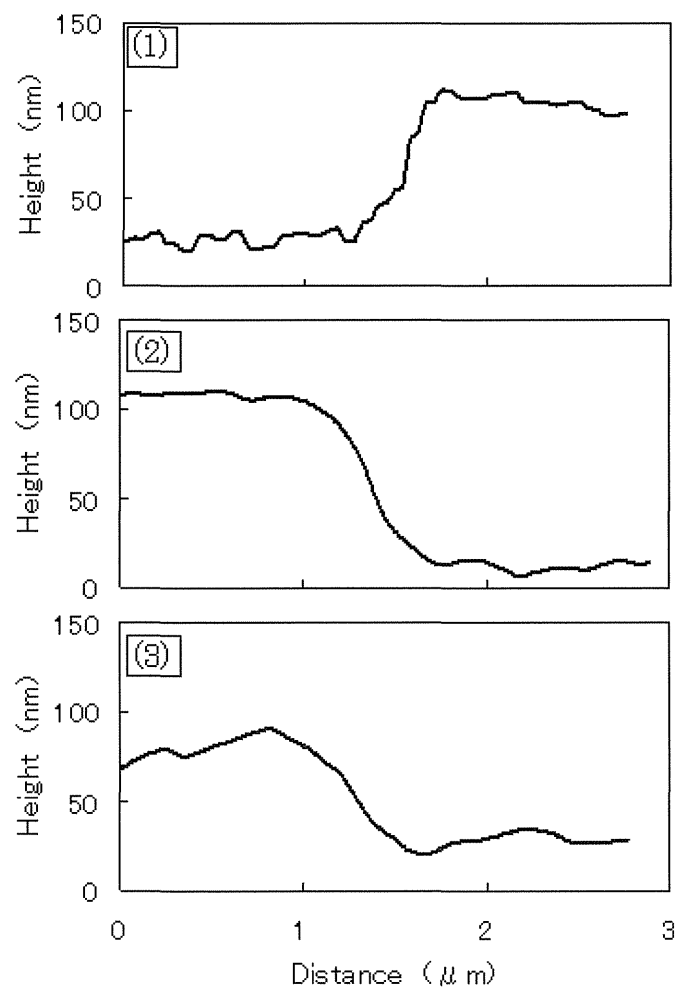


(c) AFM topographical image of (b)

Figure 4.1.1 Optical microscope and AFM images of ion irradiated specimen

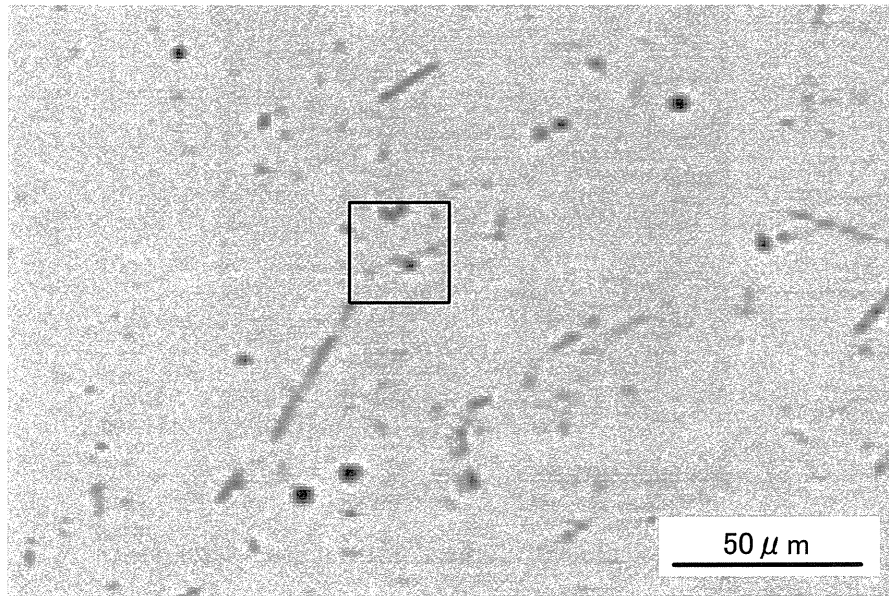


(a) Topographical measurement lines in grain boundaries

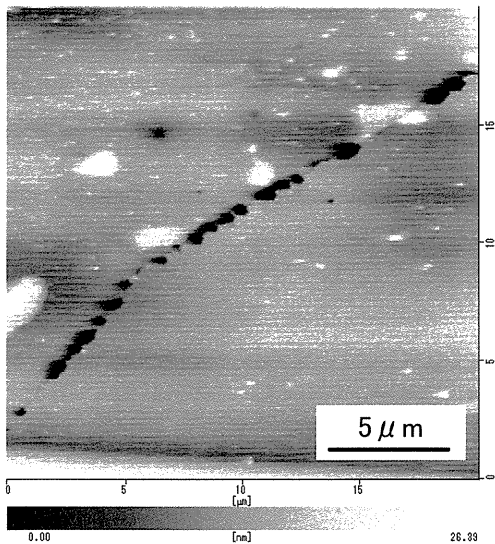


(b) Height distribution in the lines drawn in (a)

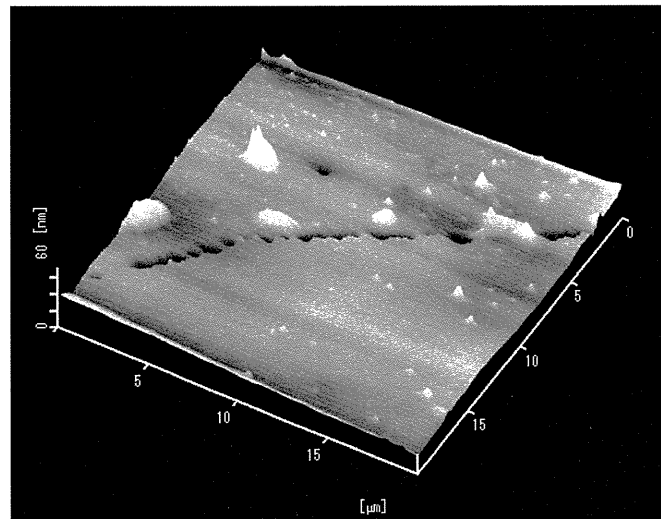
Figure 4.1.2 Observation results of grain boundary corrosion in ion irradiated specimen



(a) Optical microscope image (hardcopy of monitor image)

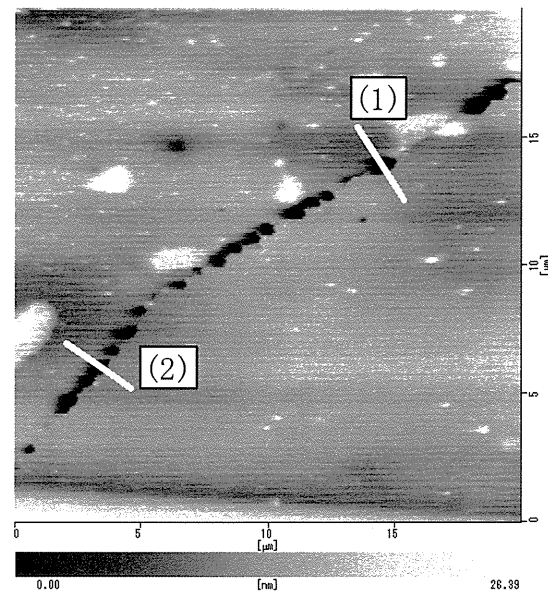


(b) AFM image of the surrounded area in (a)

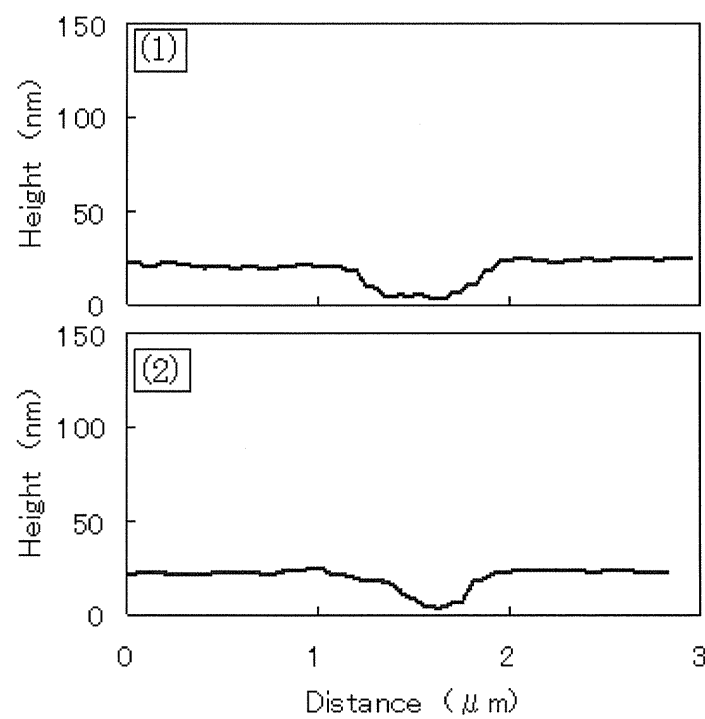


(c) AFM topographical image of (b)

Figure 4.1.3 Optical microscope and AFM images of thermal sensitized specimen



(a) Topographical measurement lines in grain boundaries



(b) Height distribution in the lines drawn in (a)

Figure 4.1.4 Observation results of grain boundary corrosion in a thermal sensitized specimen

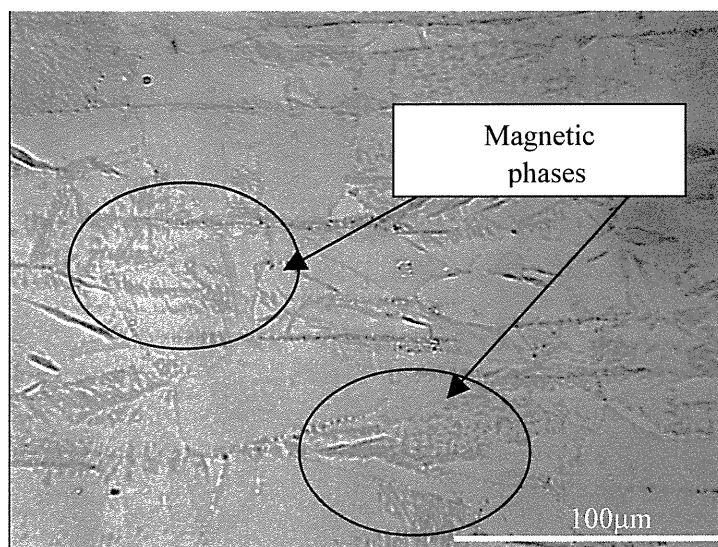


Figure 4.2.1 Polarizing microscope image of a creep-damaged type 304 stainless steel specimen

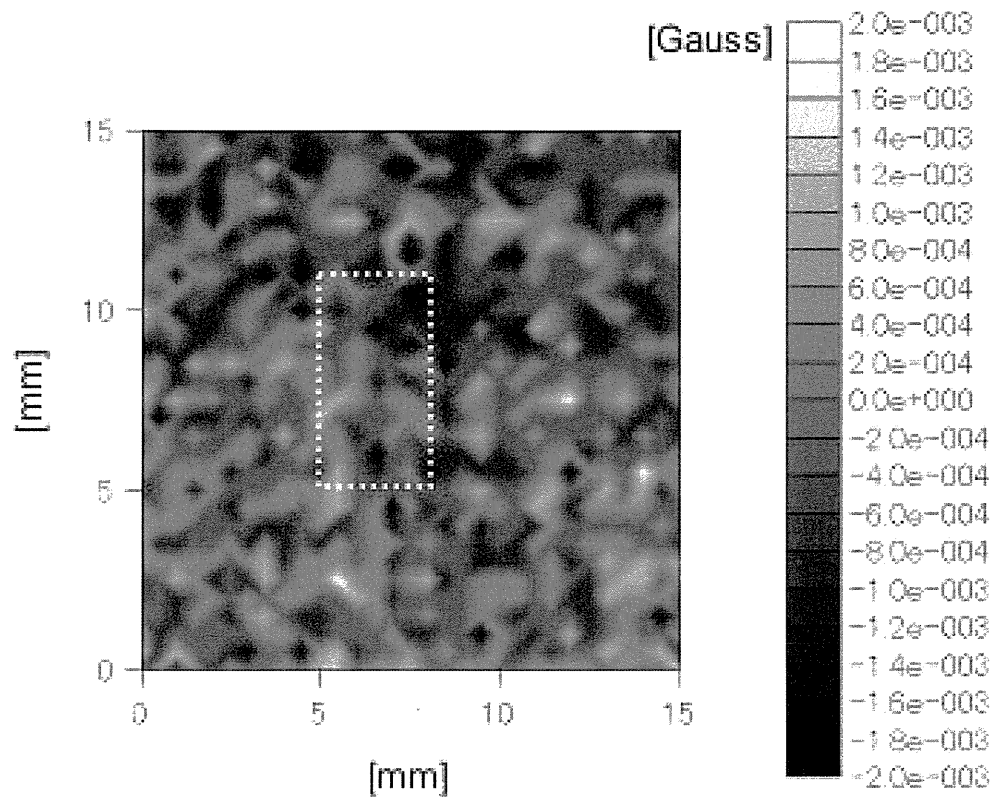


Figure 4.3.1 Magnetic flux density distribution on the surface of ion irradiated specimen (35dpa at 473K)

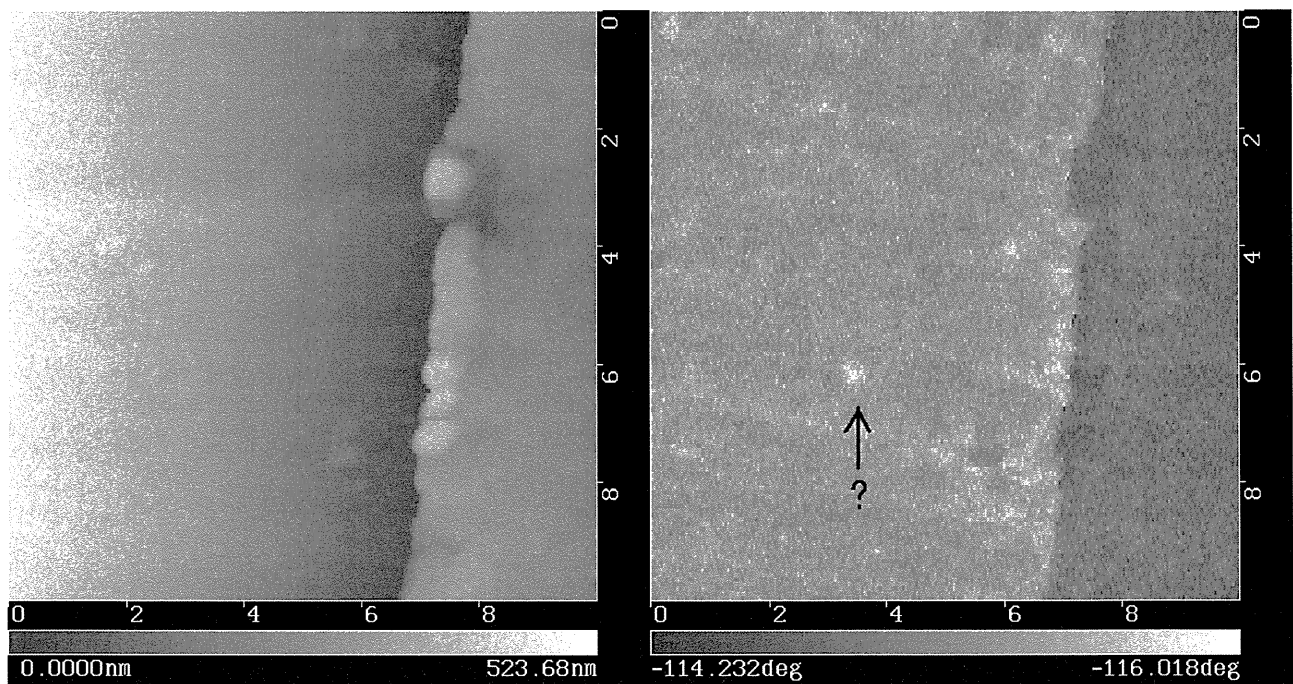


Figure 4.3.2 MFM images of an Ni ion irradiated specimen

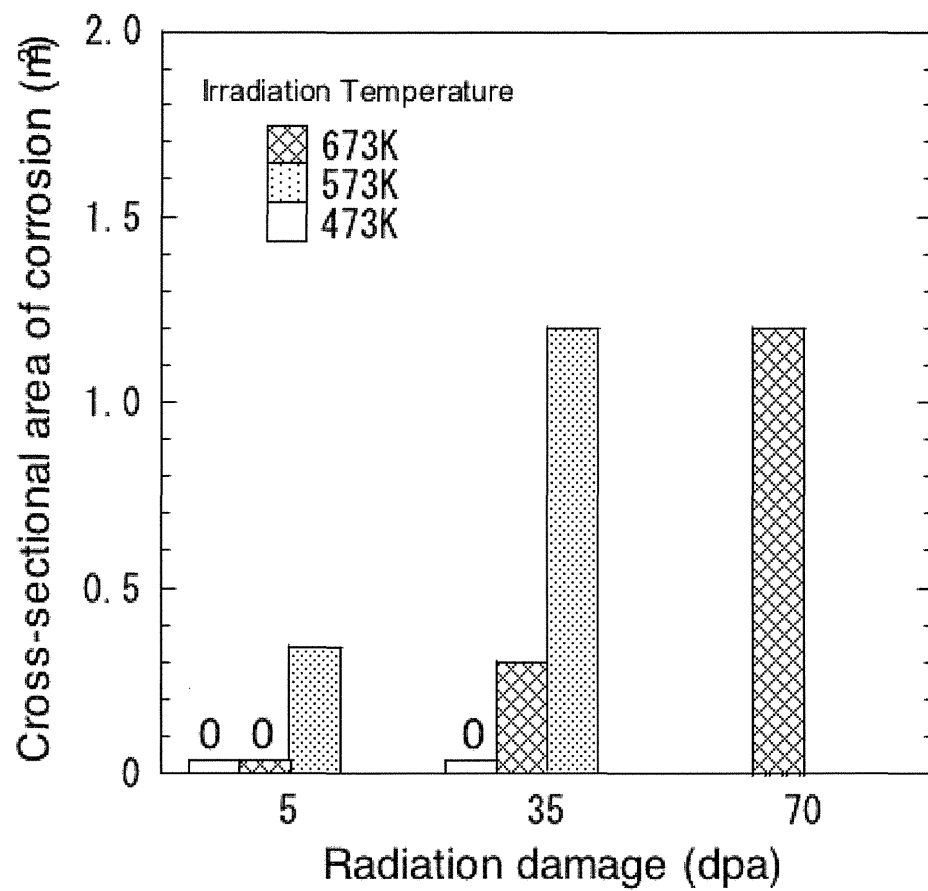


Figure 4.3.3 Irradiation damage and irradiation temperature dependence on corrosion behavior

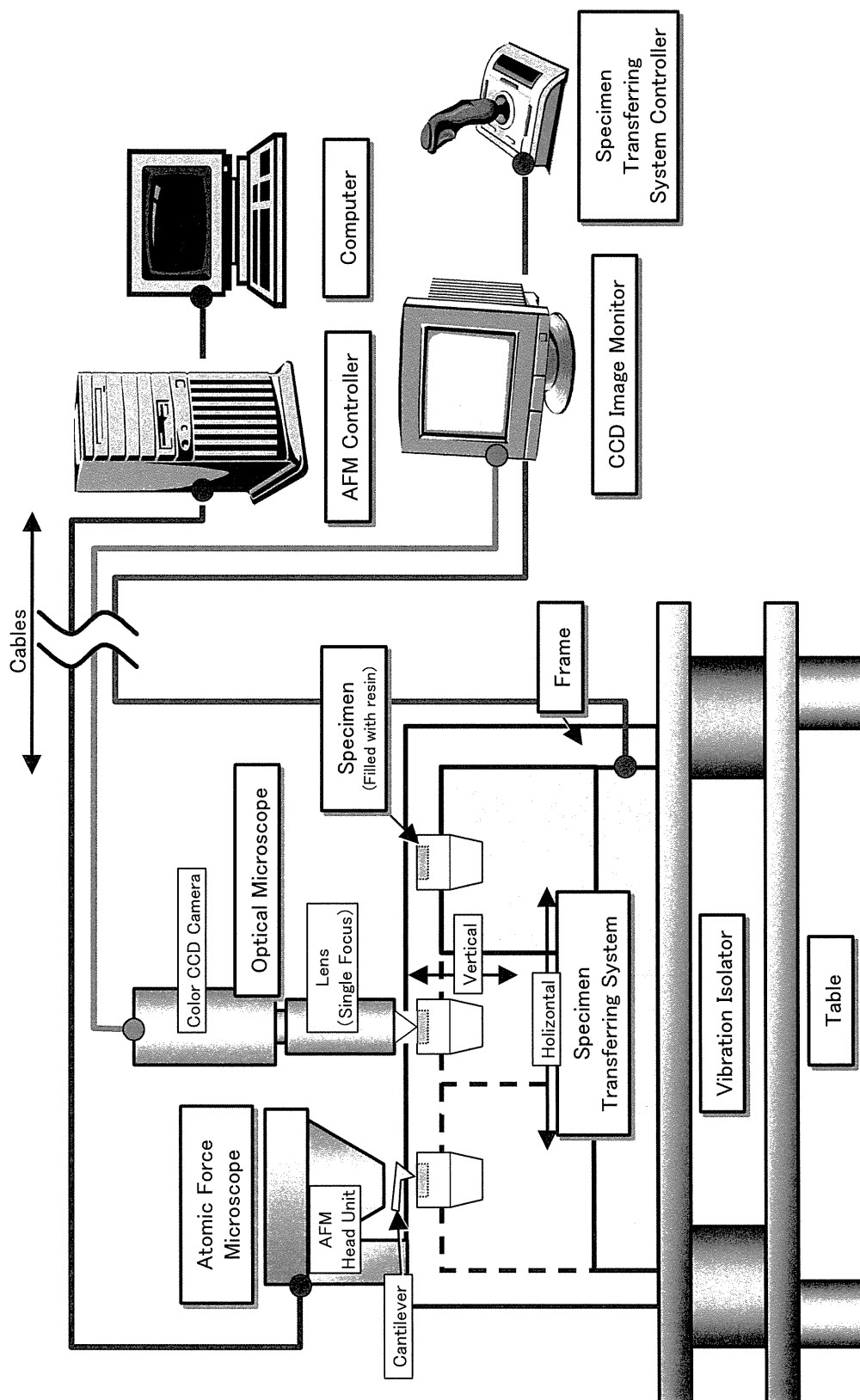


Figure 4.4.1 Schematic construction of micro-corrosion measurement apparatus

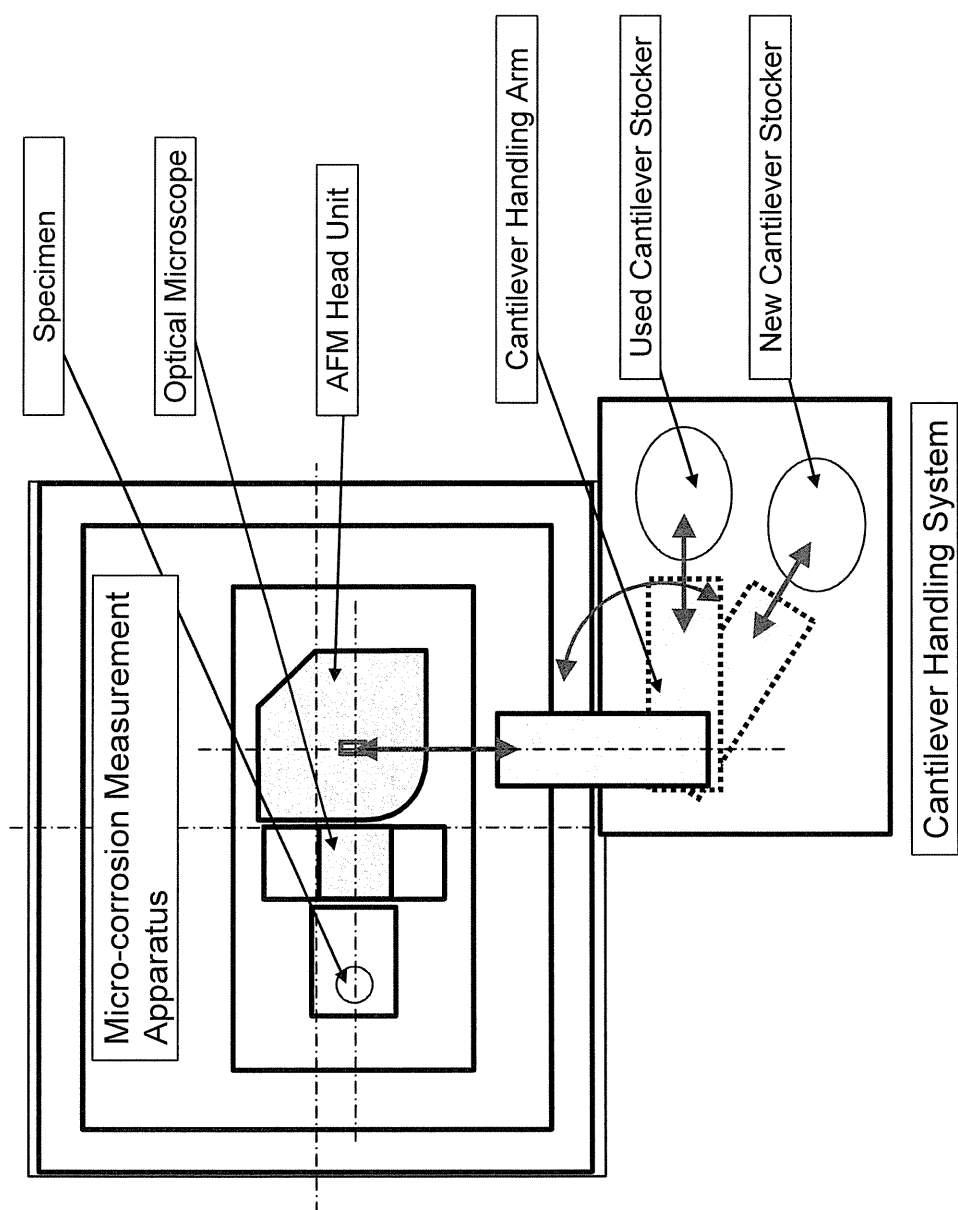


Figure 4.4.2 A schema of remote-controlled cantilever exchange system

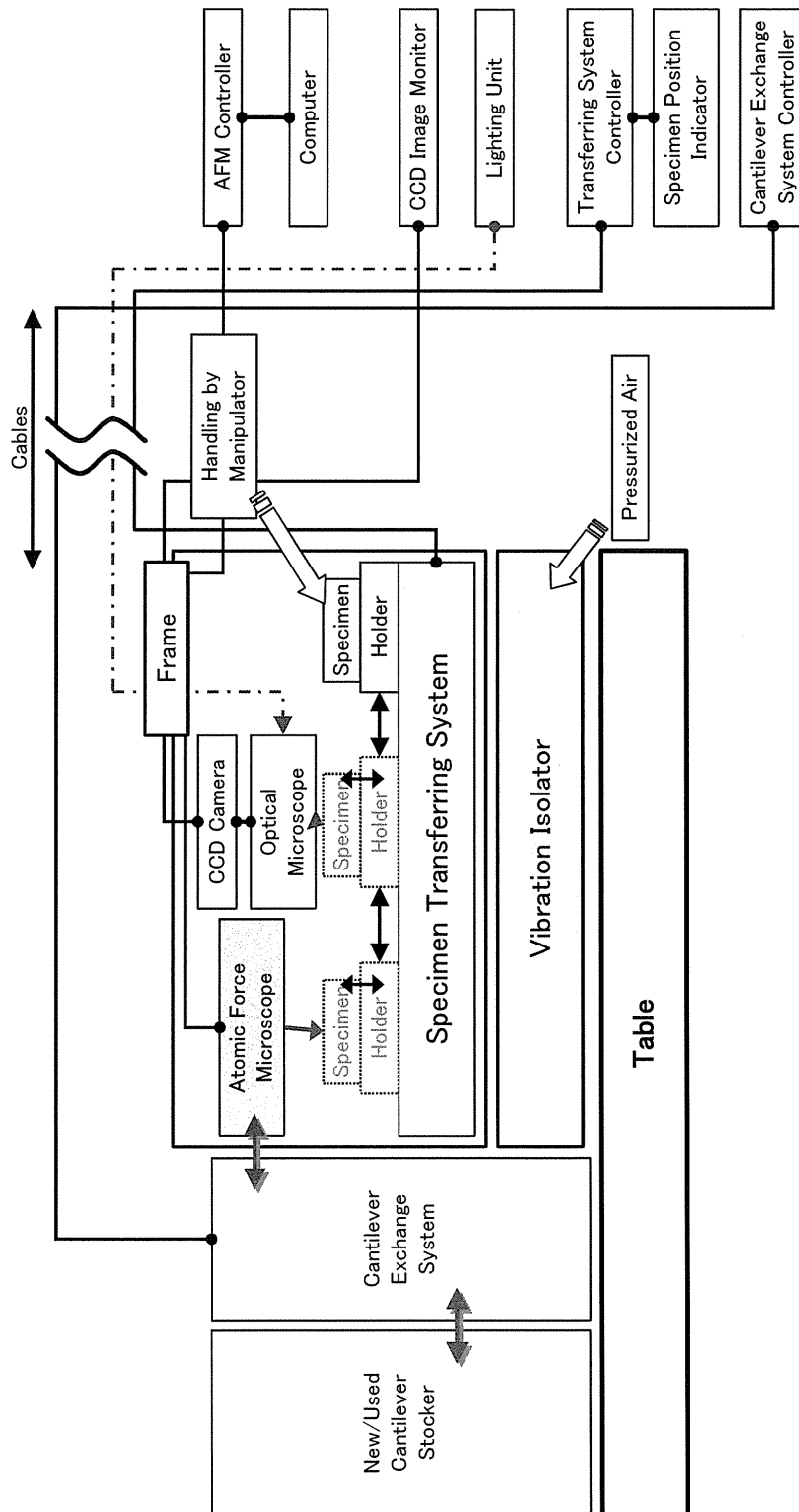


Figure 4.4.3 Schematic drawing of the micro-corrosion measurement apparatus

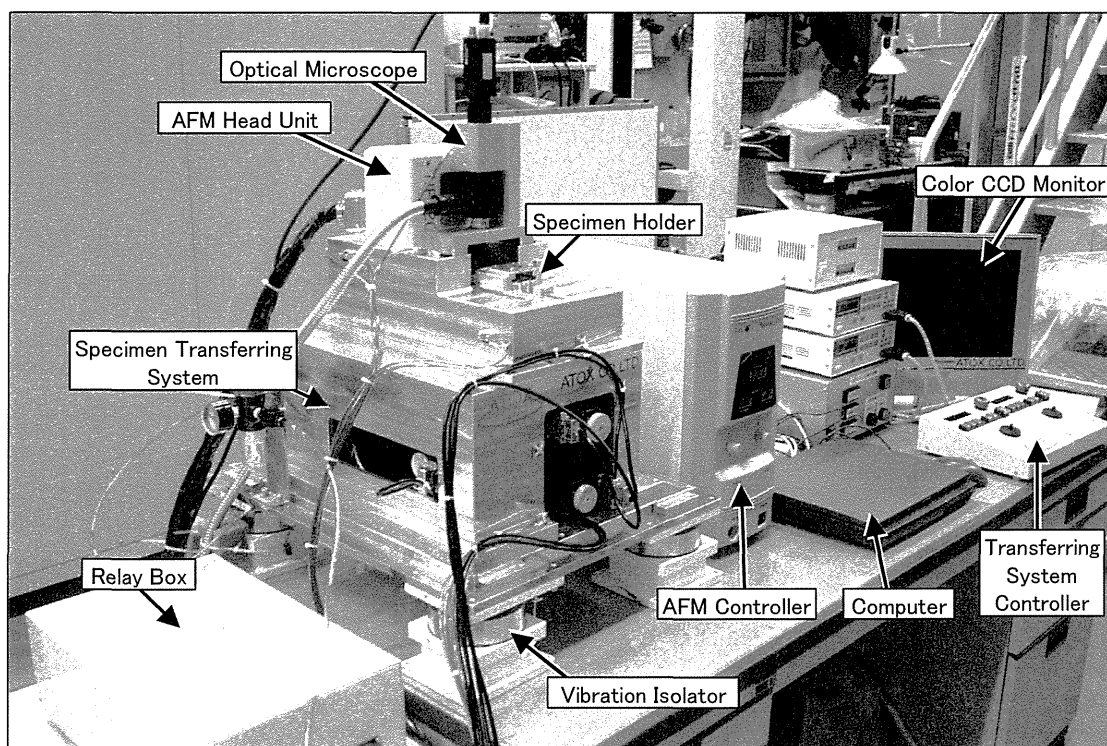


Figure 4.4.4 Overview of micro-corrosion measurement apparatus

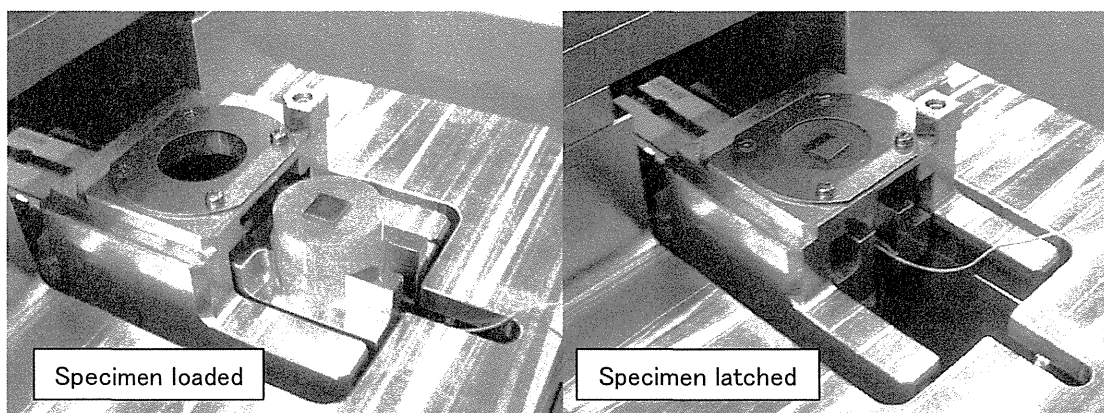


Figure 4.4.5 Overview of a specimen holder

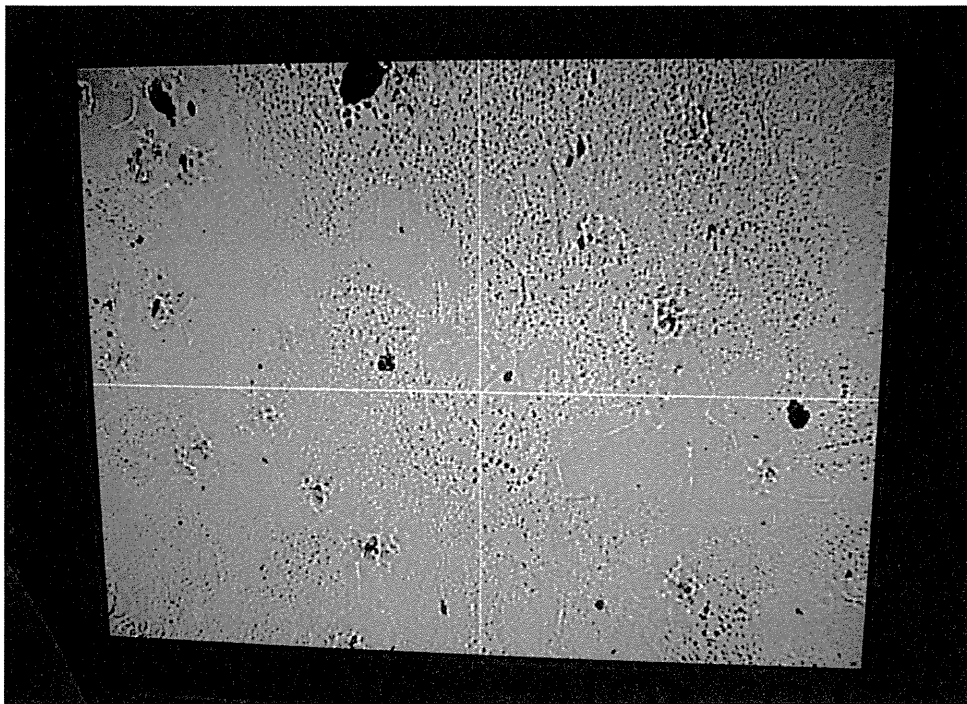


Figure 4.4.6 An example image of optical microscope monitor
(530x400 μm in field of view)

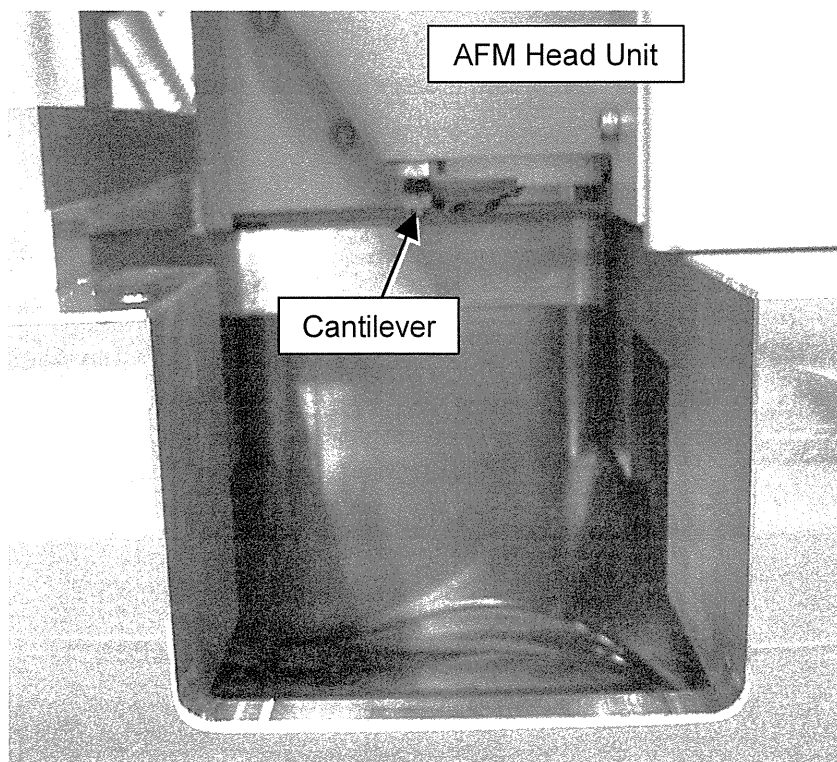
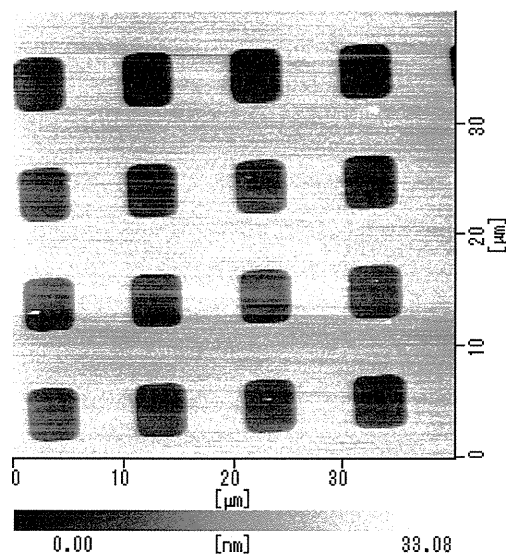
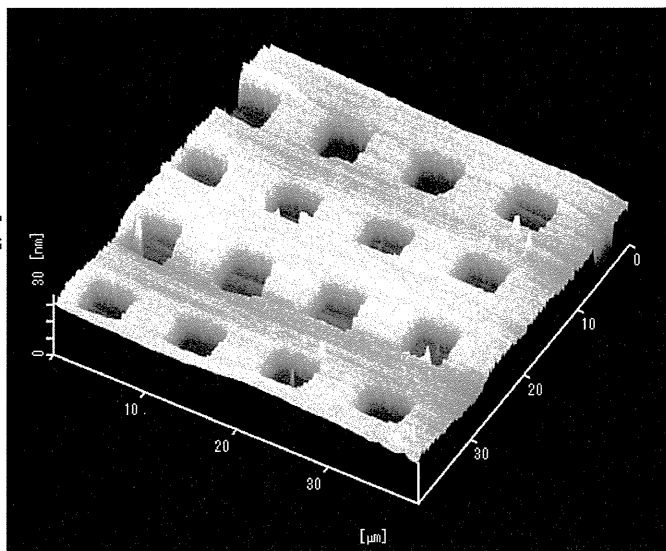


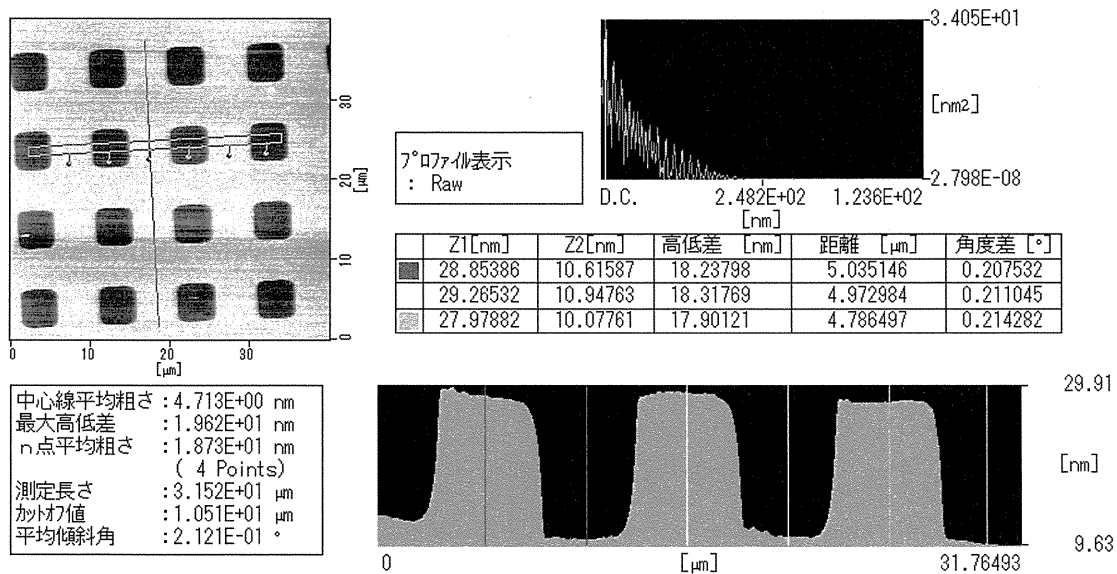
Figure 4.4.7 Overview of cantilever part in micro-corrosion measurement apparatus



(a) AFM image of standard specimen

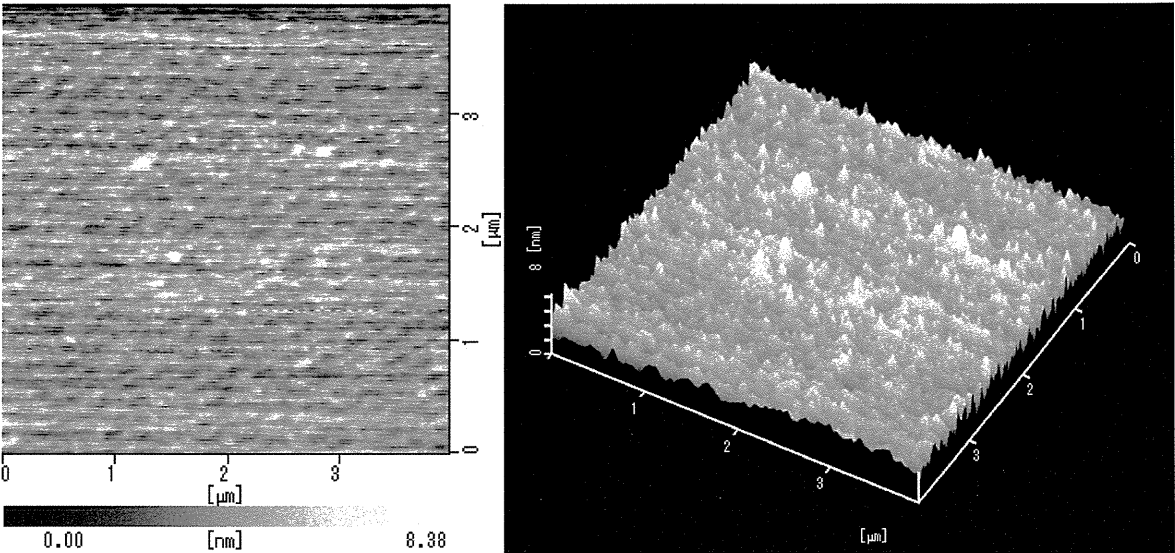


(b) AFM topographic image of (a)



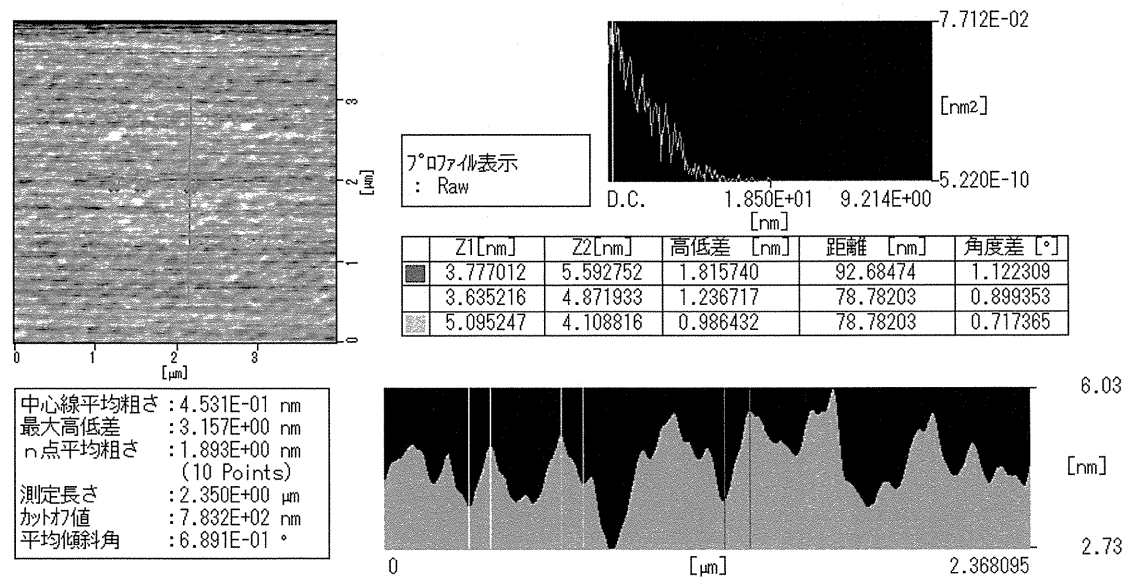
(c) Inspection results

Figure 4.4.8 Vertical accuracy inspection results using a surface topography standard of 18nm in vertical step height (made by VLSI Standards Inc.)



(a) AFM image of observed specimen

(b) AFM topographic image of (a)



(c) Inspection results

Figure 4.4.9 Vertical resolution inspection results using a Ti spatter-coated specimen

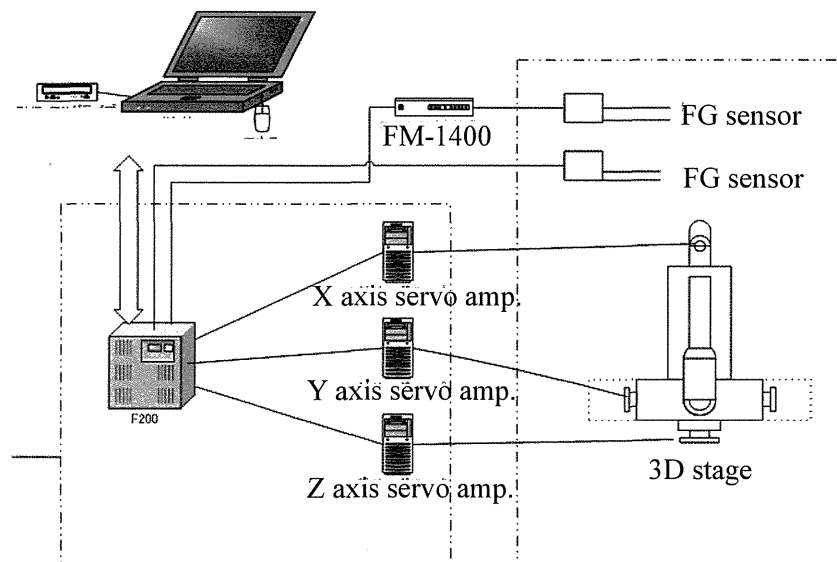


Figure 4.4.10 Schematic drawing of the remote-controlled flux density measurement system



Figure 4.4.11 Front view of the Materials Monitoring Facility (MMF) of the JNC

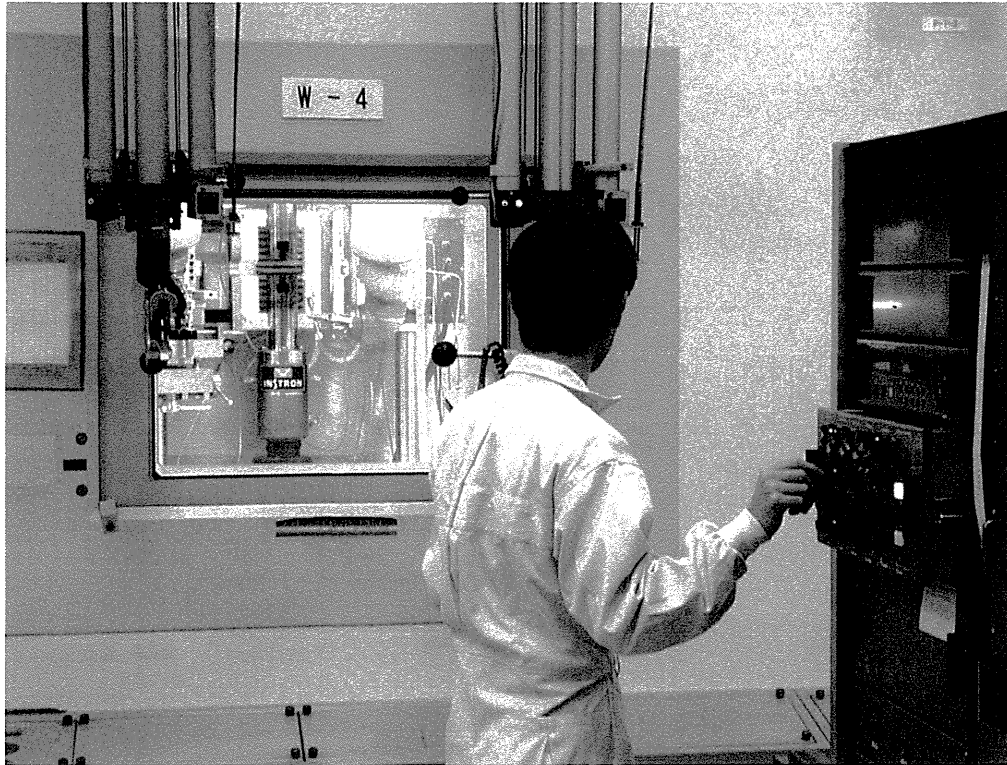


Figure 4.4.12 One of hot cells for materials testing of the MMF facility (Hot Laboratory) of JNC

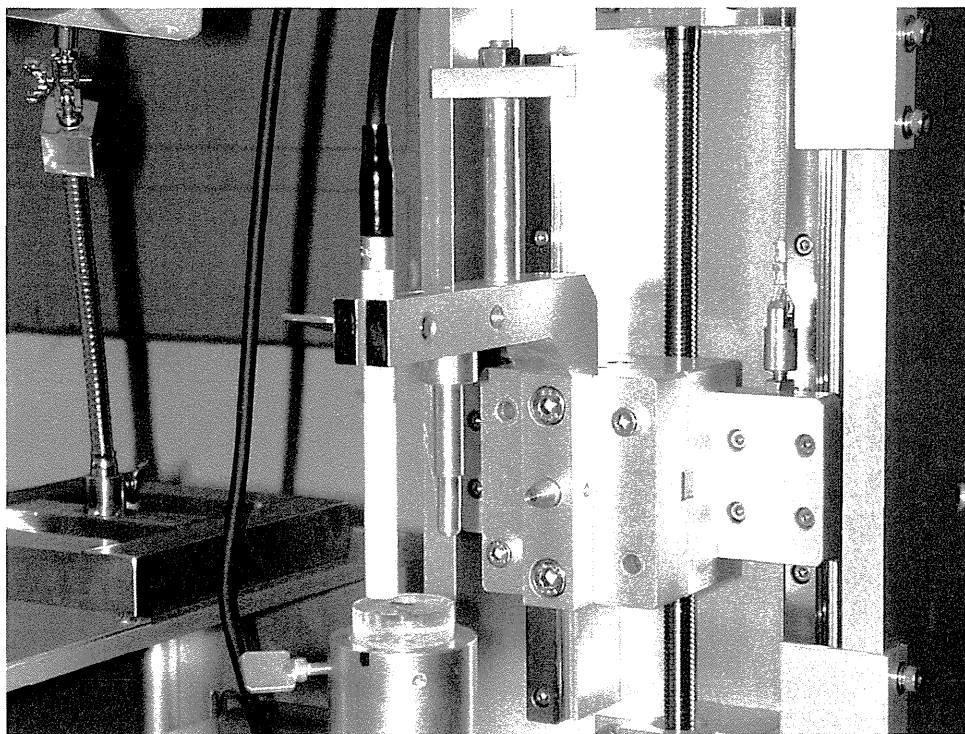


Figure 4.4.13 A FG sensor (MTI Co. Ltd) and a sample on main body

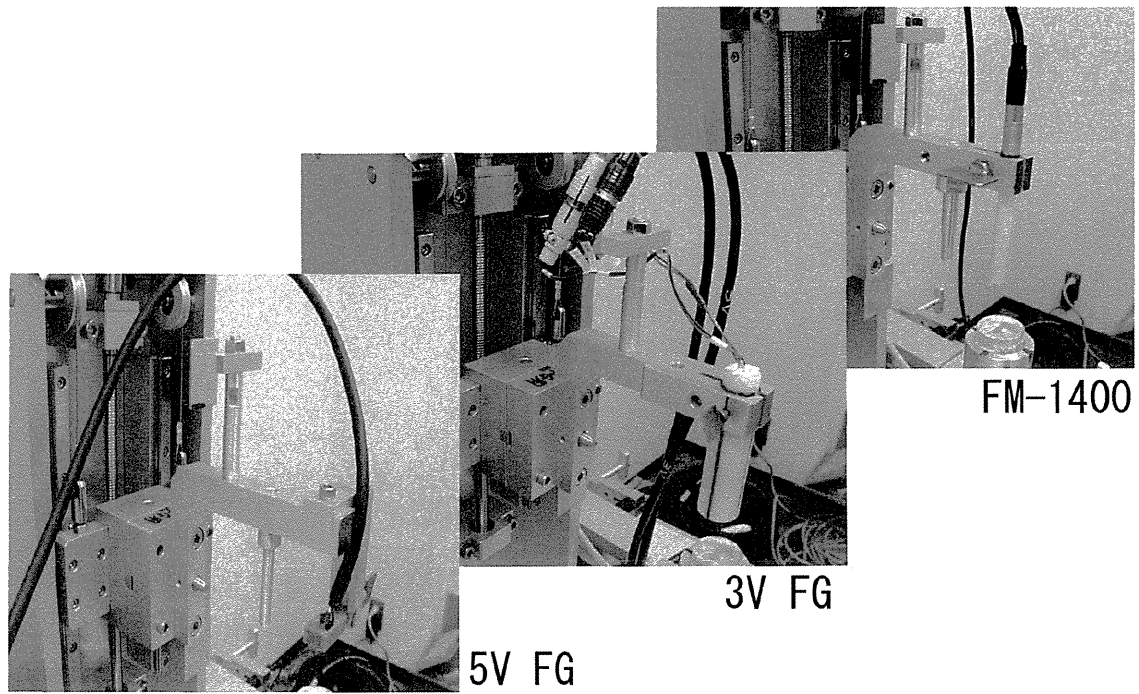


Figure 4.4.14 Three kinds of FG sensors attached to the main body

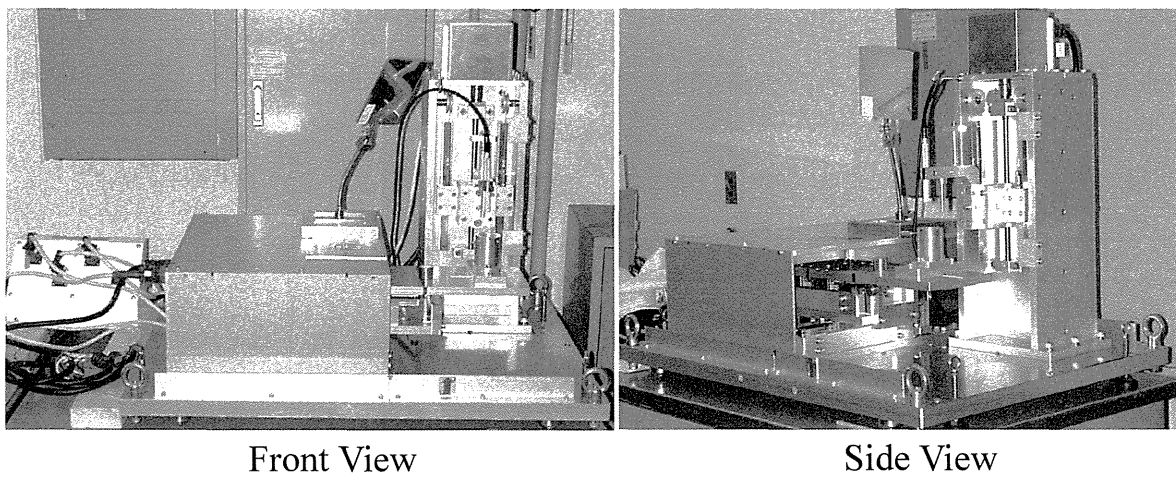


Figure.4.4.15 Front and side view of the remote-controlled flux density measurement apparatus

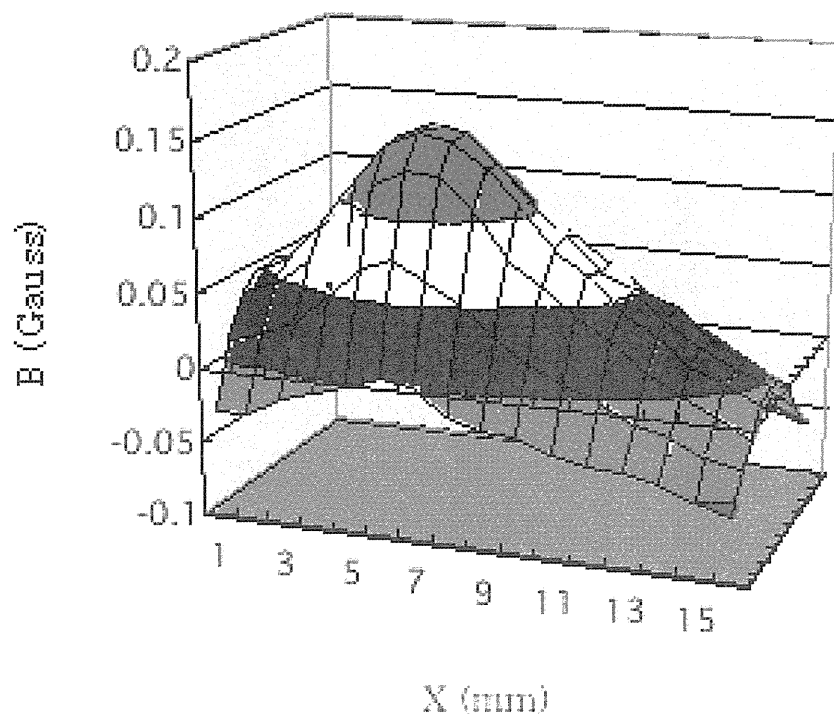


Figure 4.4.16. Flux density distribution of a magnetized type 304 stainless steel specimen

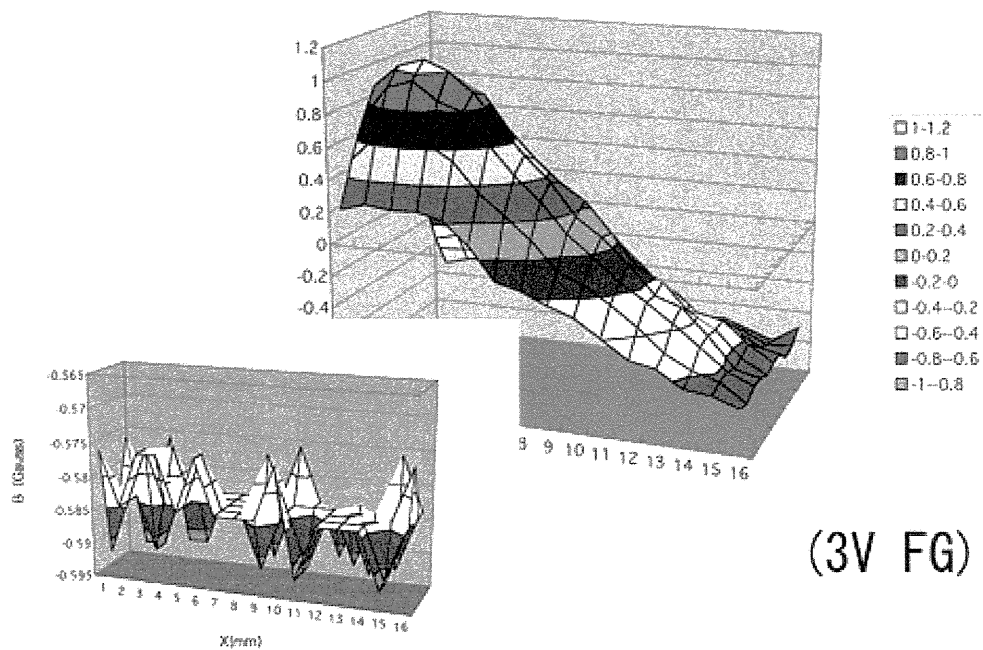


Figure 4.4.17 Residual noise distribution of a FG sensor

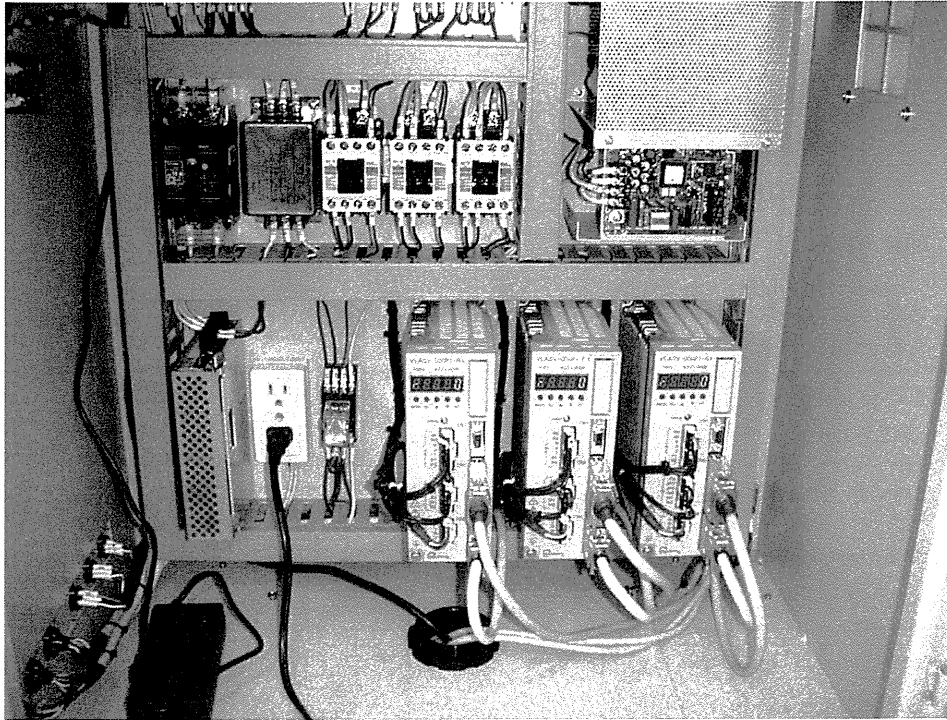


Figure 4.4.18 Servo amplitudes for magnetic encoders (X, Y, Z axis)
in the control panel

Items	H15	H16	H17
Basic research			
Development of the electro-magnetic apparatus			
Cold test / evaluation			
Hot test / evaluation			
PIE planning			
Irradiation Test			
Post Irradiation Examination			
Maintenance of Hot Cell			
Maintenance of Hot test apparatus			
Survey of other methods			
Manufacturing of aged samples			
Hot Test of aged samples (FBR plants)			

Figure 6.2.1 Schedule of united research

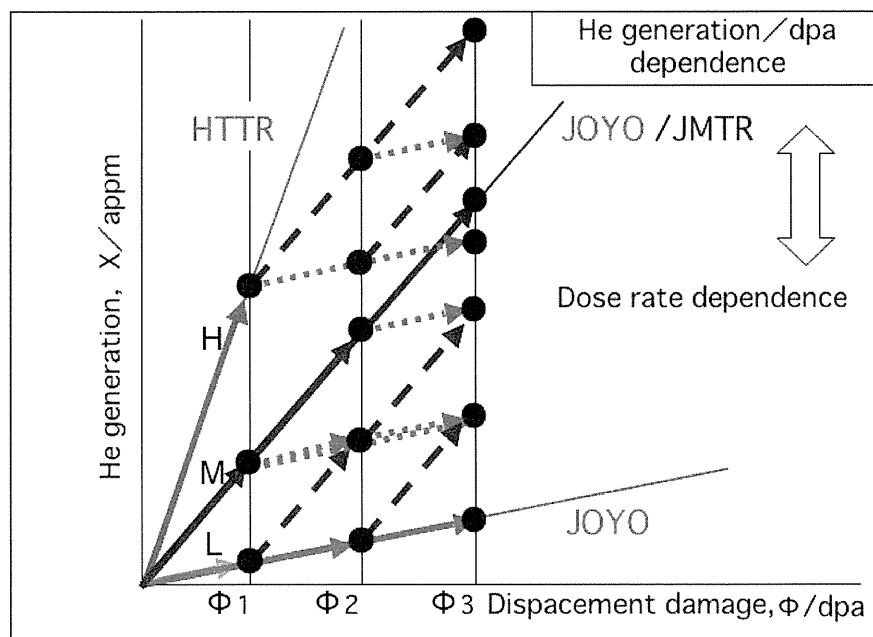


Figure 6.2.2 He generation versus displacement damage for coupling irradiations using JOYO and JMTR

付録

付録 A 研究成果一覧

A-1 原研所掌分研究成果

根本義之、三輪幸夫、辻宏和、塚田隆：イオン照射したステンレス鋼腐食挙動の原子間力顕微鏡による評価、第 12 回 MAGDA コンファレンス（大分）講演論文集、2003 年 3 月 27 日～28 日、pp.191-196、日本 AEM 学会、(2003)

Y. Nemoto, Y. Miwa, H. Tsuji and T. Tsukada : AFM Evaluation for Corrosion Behavior of Ion Irradiated Stainless Steel, 11th Int. Conf. on Nuclear Engineering (ICONE-11), April 20-23, 2003, Tokyo, Japan, No. ICONE11-36093, NACE/TMS, (2003)

Y. Nemoto, Y. Miwa, Y. Kaji, H. Tsuji and T. Tsukada : Evaluation of Corrosion Behavior on Ion Irradiated Stainless Steel using AFM, 11th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors, Stevenson, W.A., U.S.A., August 10-14, 2003, (2003), ANS/NACE/TMS, (2003)

A-2 サイクル機構所掌分研究成果

T. Hoshiya, S. Takaya, F. Ueno, Y. Nemoto, Y. Nagae : Damage Evaluation Techniques for FBR and LWR Structural Materials Based on Magnetic and Corrosion Properties along Grain Boundaries, The 8th IUMRS Int. Conf. on Advanced Materials (IUMRS-ICAM2003), October 8-13, 2003, Yokohama, Japan, Abstracts 1, Symposia: Category A & B, p.255 (No.B9-09-P52), (2003), MRS-J; Trans. MRS of Japan, 29, No.4. (2004) 1687-1690.

星屋泰二、高屋茂、阿部康弘、青砥紀身、重藤好克、根本義之、上野文義：遠隔操作型磁化測定装置の開発、第 13 回 MAGDA コンファレンス（仙台）講演論文集、2004 年 3 月 26 日-27 日、東北大学流体科学研究所、pp.143-146 (2004)、日本 AEM 学会

星屋泰二、高屋茂、特許出願：微小試験片応力負荷装置及び方法 特願 2003-326758

付録 B 整備機器一覧

B-1 微少腐食量計測装置(原研)

①概要

本装置は、照射後試験片の粒界劣化の機構研究に用いることを目的に、粒界劣化を腐食特性によって検出・評価するため、腐食試験後の試料粒界のナノスケールの腐食量を原子間力顕微鏡によって計測するための装置である。本装置は、大洗研究所ホットラボ課材料セル操作室内に設置し、次年度にホッとセル内に移設するまでの間にコールドランの一環として、鋭敏化材やイオン照射材等のコールド試料を用いた粒界劣化と腐食特性の検討を実施する。本装置により、照射損傷の腐食挙動に基づく評価法開発などの成果が期待できる。

次年度には、中性子照射後試験片についても同様の計測を可能とするため、カンチレバー交換の遠隔操作機構の追加等の改造及び本装置の JMTR ホットラボ鉛セル内への移設・設置を実施する予定である。装置の外観を図 B-1-1～B-1-3 に示す。

②仕様

本装置は、原子間力顕微鏡(AFM)部、遠隔操作型試料台部、遠隔操作型試料移動機構部、カラーCCD カメラ付き光学顕微鏡部、防振台部及び装置フレーム部から構成される。

1) 走査プローブ顕微鏡部

エスアイアイ・ナノテクノロジー社（旧名称：セイコー・インスツルメンツ社）製の NANOPICS2100 型原子間力顕微鏡のヘッドユニット取り外して使用した。装置完成後の精度は、VLSI Standards Inc.製標準段差試料（段差 18nm）による精度検査の結果、測定誤差 1nm 以内であることを確認した。また、垂直分解能は 1nm 以下の性能を有しており、測定条件の調整により、NANOPICS2100 の最高性能（カタログ値）である 0.3nm の分解能も発揮できるものとなった。

2) 遠隔操作型試料台部

樹脂に埋め込んだ試料（埋め込み後サイズ：30mm ϕ × 30mm）の試料を、マニプレータによって装着し、試料台に固定して、光学顕微鏡観察および AFM 観察ができるものとした。試料の AFM に対する傾きは、試料台に取り付けた固定板に試料を下から押し付けて固定することにより、AFM の許容する試料傾き（試料観察面最大 10×10mm のうちの観察視野 800×800 μ m に対して最大高さ±10 μ m 以下の傾き）の範囲内を確保するようにした。また、電気化学的方法による腐食試験のため、試料に導線を半田付けしたまま樹脂埋め込みした試料でも、本装置で観察することができるように設計した。試料台部の動作状況を図 B-1-2 に示す。

3) 遠隔操作型試料移動機構部

試料台部を光学顕微鏡観察位置、AFM 観察位置に移動し、かつ装置に対する試料高さの調整が 1 μ m 以下の精度で行えるものである。同一の観察視野の光学顕微鏡観察と AFM 観察を繰り返して行えるよう、以下の精度のものとした。

位置決め精度	X/Y 軸：5 μ m 以下	Z 軸：30 μ m 以下
分解能	X/Y 軸：0.1 μ m 以下	Z 軸：0.5 μ m 以下

繰り返し位置決め精度	X/Y 軸 : $0.3 \mu\text{m}$ 以下	Z 軸 : $6 \mu\text{m}$ 以下
バックラッシュ	X/Y 軸 : $0 \mu\text{m}$	Z 軸 : $5 \mu\text{m}$ 以下
最大移動速度	X/Y 軸 : 20mm/sec 以下	Z 軸 : 10mm/sec 以下
最小移動距離	X/Y 軸 : $0.1 \mu\text{m}$	Z 軸 : $0.5 \mu\text{m}$

4) カラーCCD カメラ付き光学顕微鏡部

AFM で観察する視野を予め決定するための光学顕微鏡である。対物レンズは 10 倍（固定）、14 インチカラー液晶モニタ上で約 $530 \times 400 \mu\text{m}$ の範囲（モニタ上の観察倍率は約 250 倍）が観察でき、画像はパソコンにて保存可能である。

5) 防振台部

AFM に悪影響を及ぼす 5~20Hz の振動を防ぎ、同時に水平を維持するためのもので、圧縮空気を常時供給して、空気ばねにより防振する。ただし、この防振台の固有振動数が、2~3Hz 程度であるため、この振動が発生した場合には防振できないことに注意が必要である。

6) 装置フレーム部

装置のフレームは、試料と AFM 間の剛性と製作精度を確保するため、アルミ合金の削り出し加工により製作した。塗装は実施されていないので、発錆の注意が必要である。

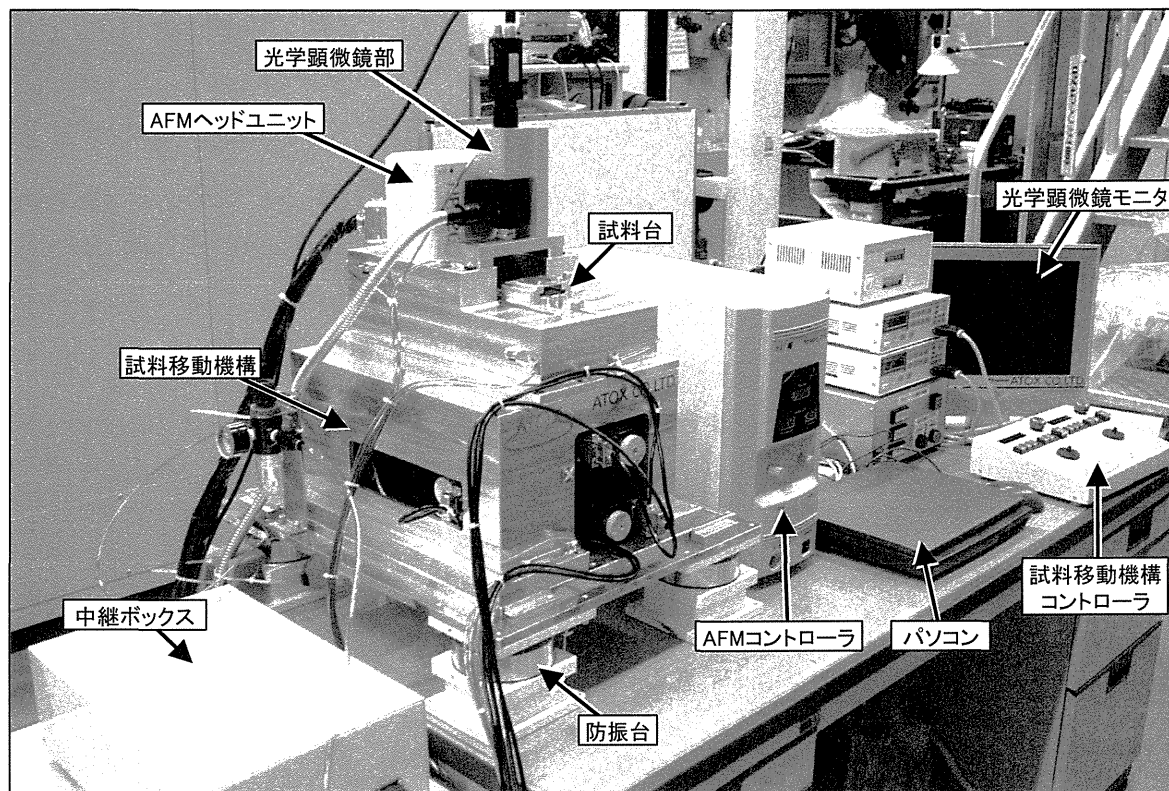


図 B-1-1 微少腐食量計測装置の外観(1)

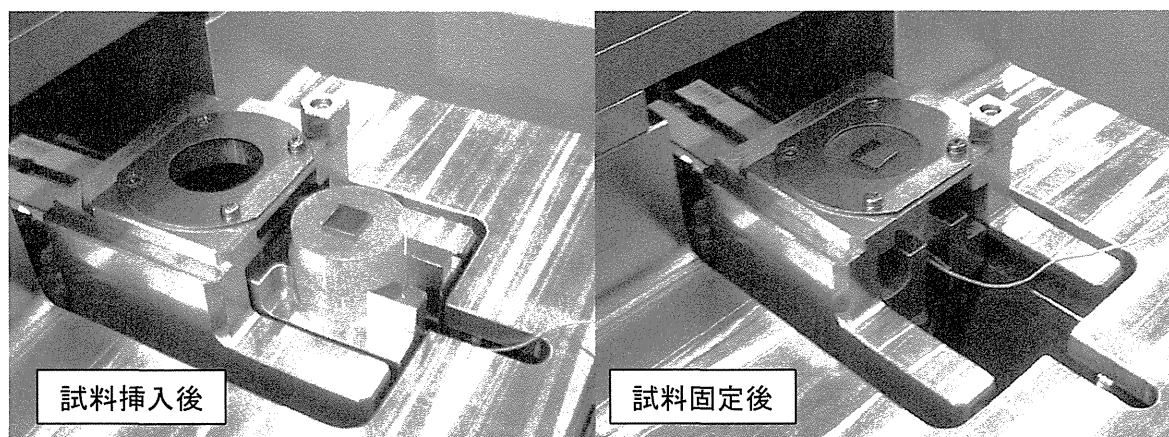
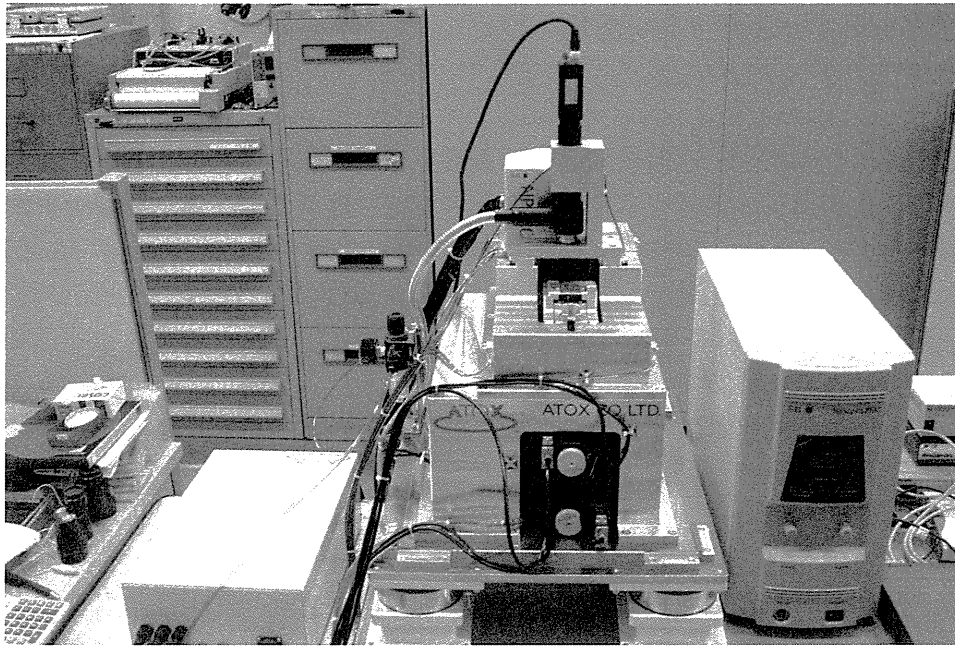
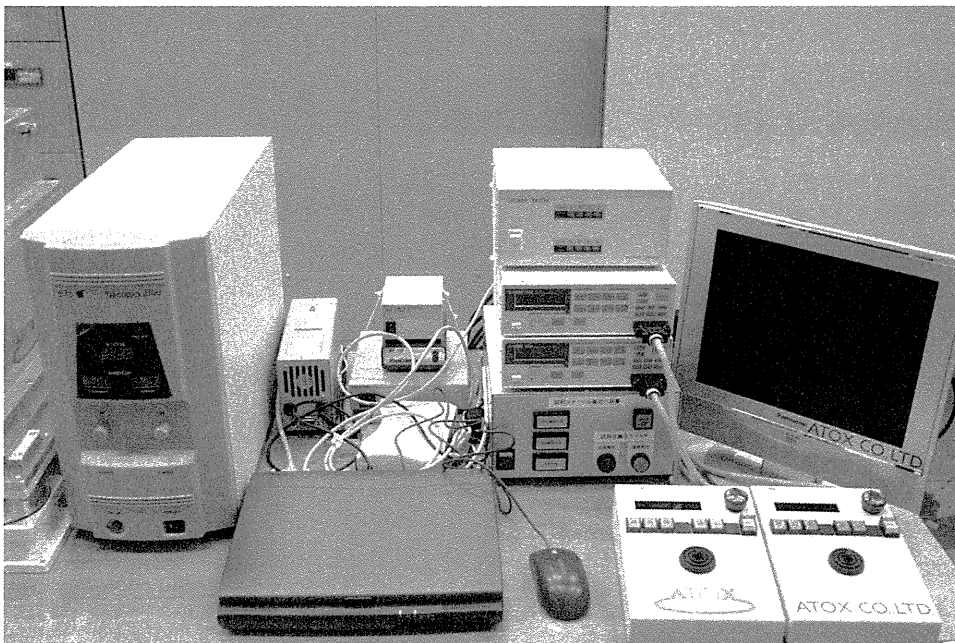


図 B-1-2 試料台部の外観及び動作状況



(a)微少腐食量計測装置本体正面



(b)コントローラ等正面

図 B-1-3 微少腐食量計測装置の外観(2)

B-2 遠隔操作型磁化測定装置(サイクル機構)

①概要

本装置は、損傷劣化を生じた照射済試験片の漏洩磁束特性変化を把握することを目的に、粒界近傍の磁化特性変化を検出・評価するため、空間分解能に優れたフラックスゲートセンサーを用いて試料表面を走査し、照射損傷領域からの漏洩磁束量を計測するための装置である。本装置は、核燃料サイクル開発機構大洗工学センター照射材料試験施設の工作セル内に搬入し、次年度から高速実験炉（JOYO）照射済材を用いた磁化特性変化を測定する。本装置により、照射損傷の磁気特性変化を利用した評価法開発などの成果が期待できる。

次年度には、中性子照射後試験片について本格的照射後試験を実施する予定である。装置の外観を写真 B-2-1 に示す。

②仕様

本装置は、フラックスゲート (FG) センサー及び XY 二次元駆動ステージからなる本体測定部、X 軸、Y 軸、Z 軸駆動のためのサーボモータ及び磁気式エンコーダ用制御系を含む制御部から構成される。

1) 本体測定部（図 B-2-1 参照）

本体測定部には、三種類の異なる分解能を有する FG センサーの装着及び脱着が可能である。

(a) 住友特殊金属製平行型 FG センサー

センサー方式 : 平行フラックスゲート方式

形状 : $1.0 \times 0.3 \text{ mm} \times 0.9 \text{ mm}$ 高

電源電圧 : 3V、励磁電流 2mA、低消費電力型 3mW

分解能 : $1 \mu \text{ T}$

有効測定範囲 : -1G～1G

(b) (株) 島津製作所製直交型 FG センサー

センサー方式 : 直交フラックスゲート方式、

形状 : $3.0 \times 1.0 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ 高、

電源電圧 : +5V 及び -5V

分解能 : 50nT

有効測定範囲 : -1G～1G

(c) (株) エムティアイ製平行式 FM-1400 対応型 F140204、

センサー方式 : 平行式 (MTI 式)

形状 : $7 \text{ mm } \phi \times 24 \text{ mm}$ 長

電源電圧 : AC100V

分解能 : 10nT

有効測定範囲 : -10G～10G

試料寸法 : 樹脂埋込後サイズ : $30 \text{ mm } \phi \times$ 高さ 20～30mm、

試料の位置決め方式 : レーザーポインタを用いた位置確認

リフトオフ距離 : 最小 2mm

専用セル内寸法 : 横 4500mm、奥行 2500mm、架台高 1300mm
 操作方式 : マニプレータによる試料装着、試料固定治具への固定

2) XY 二次元駆動ステージ

リフトオフ距離制御用に Z 軸方向への駆動機構を付加

XY ステージ走査範囲 : 100mm 角
 XY ステージ駆動速度精度 : $10\mu\text{m}$ 以下
 XY ステージ外形寸法 : mm × mm × mm

3) 着磁器 (図 B-2-2 参照)

試料を着磁するための着磁器である。

方式 : 永久磁石方式 (ホットセル内使用のため、同方式を採用)
 磁束密度 : 0.7T (gap: 30mm 間隔時)
 : 0.6T (gap: 60mm 間隔時)
 磁石間可変範囲 : 30~70mm (希望)
 重量 : 55kg 以内
 寸法 : 150mm 幅 × 270mm 高 × 170mm 奥行 (駆動用ハンドルを除く)
 磁石寸法 : NEO-47B 100mm 径程度

(構成部品)

マグネット : 永久磁石 NEO-47B
 ヨーク : SS41 Ni メッキ (梨地)
 試料保持台 : MC ナイロン製支持台
 マグネット保護ケース : 白アルマイト処理
 磁石駆動用ハンドル : 一式
 セル内移動用車輪 : 一式

遠隔操作仕様は、以下の通りである。

- ・ 縦置き型、回転ハンドル駆動方式
- ・ 車輪 (ストッパー) 付き
- ・ 遠隔操作による解体可能構造

4) 脱磁器

試料を脱磁するための脱磁器である。着磁または、自然磁化した試料の磁化を低減するために用いる。

ホーザン (株) 製 HC-33 型消磁器

最大磁束密度 : 68mT (50Hz)
 電源 : AC 100V 50/60Hz
 消費電力 : 100V 対応 60W (50Hz)
 重量 : 930g
 外形寸法 : 34mm × 59mm × 216mm

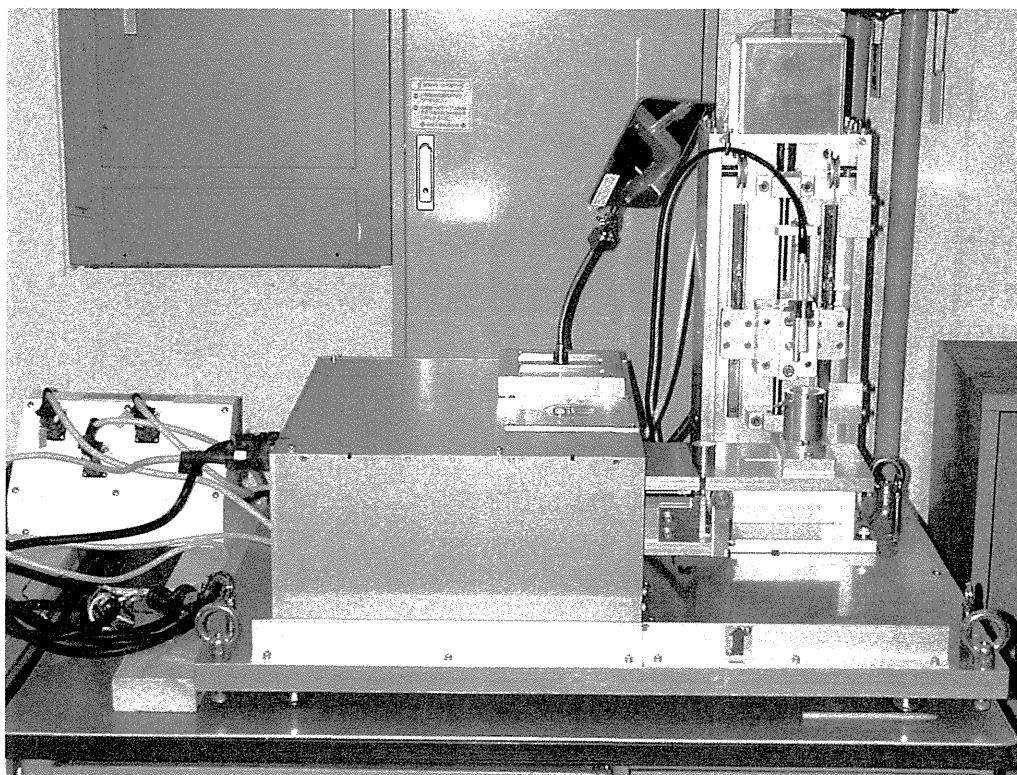
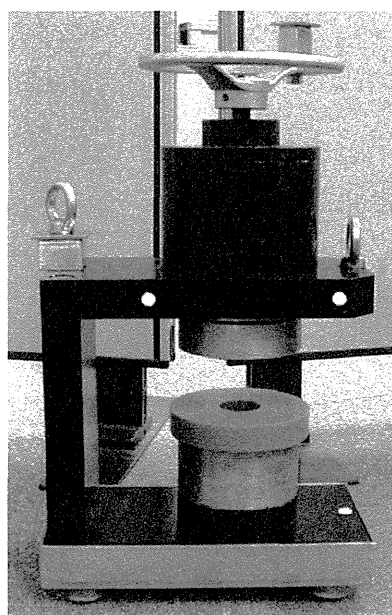
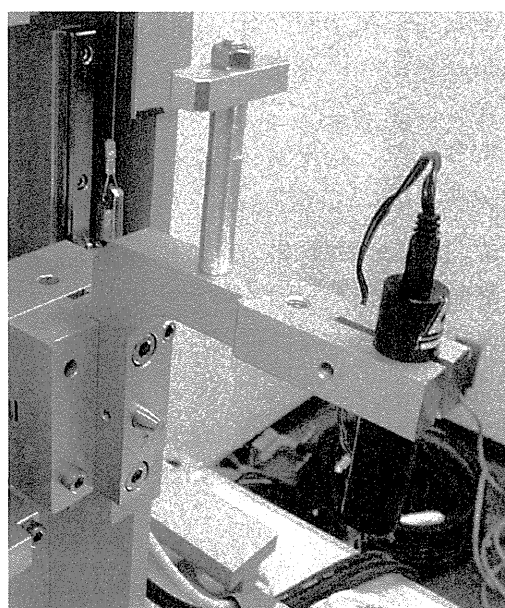


図 B-2-1 遠隔操作型磁化測定装置外観図



着磁器 (0.7T)



レーザポイント位置決め治具

図 B-2-2 着磁器及びレーザポイント位置決め治具外観図

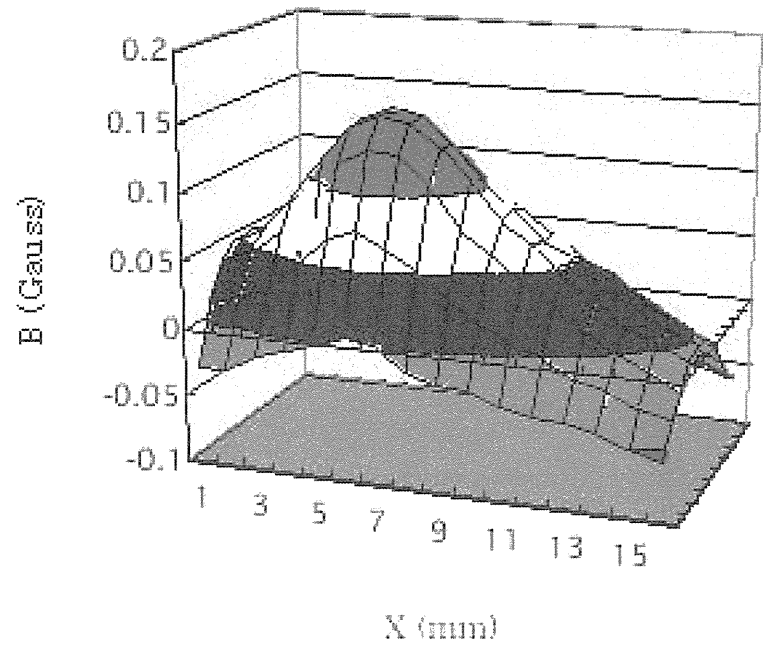


図 B-2-3 均一磁化させた SUS304 鋼材試料に関する漏洩磁束測定例

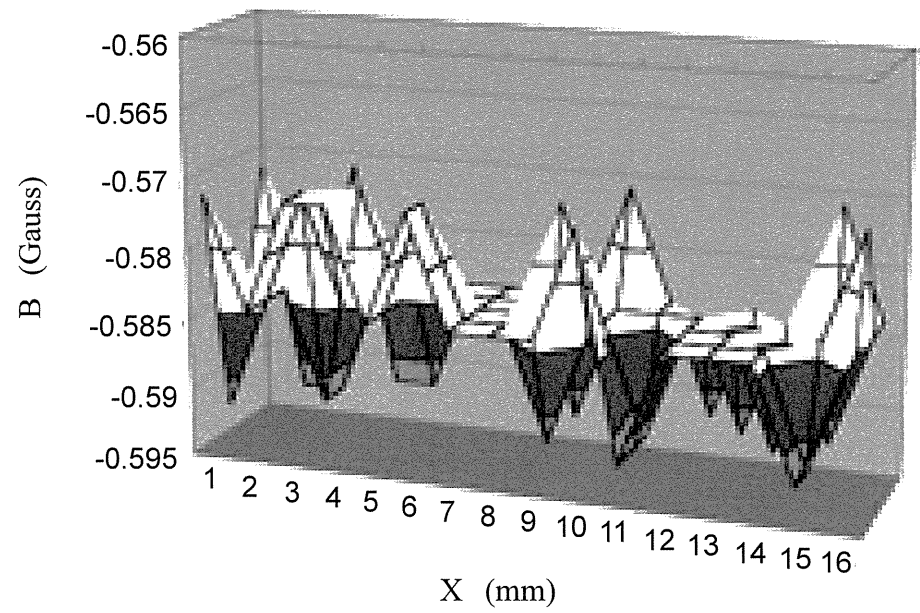


図 B-2-4 測定ノイズ測定例

This is a blank page.

国際単位系 (SI) と換算表

表 1 SI 基本単位および補助単位

量	名 称	記 号
長 さ	メ ー ト ル	m
質 量	キ ロ グ ラ ム	kg
時 間	秒	s
電 流	ア ン ペ ア	A
熱力学温度	ケ ル ビ ン	K
物 質 量	モ ル	mol
光 度	カ ン デ ラ	cd
平 面 角	ラ ジ ア ン	rad
立 体 角	ステラジアン	sr

表 3 固有の名称をもつ SI 組立単位

量	名 称	記号	他の SI 単位 による表現
周 波 数	ヘ ル ツ	Hz	s ⁻¹
力	ニ ュ ー ト ン	N	m·kg/s ²
圧 力 , 応 力	パ ス カ ル	Pa	N/m ²
エネルギー, 仕事, 熱量	ジ ュ ー ル	J	N·m
工 率 , 放 射 束	ワ ッ ト	W	J/s
電 気 量 , 電 荷	ク ー ロ ン	C	A·s
電位, 電圧, 起電力	ボ ル ト	V	W/A
静 電 容 量	フ ェ ラ ド	F	C/V
電 気 抵 抗	オ ー ム	Ω	V/A
コンダクタンス	ジーメンズ	S	A/V
磁 束	ウ ェ ー バ	Wb	V·s
磁 束 密 度	テ ス ラ	T	Wb/m ²
インダクタンス	ヘ ン リ ー	H	Wb/A
セルシウス温度	セルシウス度	°C	
光 束	ル ー メ ン	lm	cd·sr
照 度	ル ク ス	lx	lm/m ²
放 射 能	ベ ク レ ル	Bq	s ⁻¹
吸 収 線 量	グ レ イ	Gy	J/kg
線 量 当 量	シーベルト	Sv	J/kg

表 2 SI と併用される単位

名 称	記 号
分, 時, 日	min, h, d
度, 分, 秒	°, ', "
リットル	l, L
トン	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表 4 SI と共に暫定的に維持される単位

名 称	記 号
オングストローム	Å
バ ー ン	b
バ ー ル	bar
ガ ル	Gal
キ ュ リ ー	Ci
レ ン ト ゲ ン	R
ラ ド	rad
レ ム	rem

$$1 \text{ Å} = 0.1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$$

$$1 \text{ b} = 100 \text{ fm}^2 = 10^{-28} \text{ m}^2$$

$$1 \text{ bar} = 0.1 \text{ MPa} = 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Gal} = 1 \text{ cm/s}^2 = 10^{-2} \text{ m/s}^2$$

$$1 \text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10} \text{ Bq}$$

$$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$$

$$1 \text{ rad} = 1 \text{ cGy} = 10^{-2} \text{ Gy}$$

$$1 \text{ rem} = 1 \text{ cSv} = 10^{-2} \text{ Sv}$$

表 5 SI 接頭語

倍数	接頭語	記 号
10 ¹⁸	エクサ	E
10 ¹⁵	ペタ	P
10 ¹²	テラ	T
10 ⁹	ギガ	G
10 ⁶	メガ	M
10 ³	キロ	k
10 ²	ヘクト	h
10 ¹	デカ	da
10 ⁻¹	デシ	d
10 ⁻²	センチ	c
10 ⁻³	ミリ	m
10 ⁻⁶	マイクロ	μ
10 ⁻⁹	ナノ	n
10 ⁻¹²	ピコ	p
10 ⁻¹⁵	フェムト	f
10 ⁻¹⁸	アト	a

(注)

- 表 1～5 は「国際単位系」第 5 版, 国際度量衡局 1985 年刊行による。ただし, 1 eV および 1 u の値は CODATA の 1986 年推奨値によった。
- 表 4 には海里, ノット, アール, ヘクタールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- bar は, JIS では流体の圧力を表す場合に限り表 2 のカテゴリーに分類されている。
- EC 閣僚理事会指令では bar, barn および「血圧の単位」mmHg を表 2 のカテゴリーに入れている。

換 算 表

力	N (=10 ⁵ dyn)	kgf	lbf
	1	0.101972	0.224809
	9.80665	1	2.20462
	4.44822	0.453592	1

$$\text{粘 度 } 1 \text{ Pa} \cdot \text{s} (\text{N} \cdot \text{s/m}^2) = 10 \text{ P (ポアズ)} (\text{g}/(\text{cm} \cdot \text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St (ストークス)} (\text{cm}^2/\text{s})$$

圧	MPa (=10 bar)	kgf/cm ²	atm	mmHg (Torr)	lbf/in ² (psi)
	1	10.1972	9.86923	7.50062 × 10 ³	145.038
力	0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233
	0.101325	1.03323	1	760	14.6959
	1.33322 × 10 ⁻⁴	1.35951 × 10 ⁻³	1.31579 × 10 ⁻³	1	1.93368 × 10 ⁻²
	6.89476 × 10 ⁻³	7.03070 × 10 ⁻²	6.80460 × 10 ⁻²	51.7149	1

エネルギー・仕事・熱量	J (=10 ⁷ erg)	kgf·m	kW·h	cal (計量法)	Btu	ft·lbf	eV	1 cal = 4.18605 J (計量法) = 4.184 J (熱化学) = 4.1855 J (15 °C) = 4.1868 J (国際蒸気表)
	1	0.101972	2.77778 × 10 ⁻⁷	0.238889	9.47813 × 10 ⁻⁴	0.737562	6.24150 × 10 ¹⁸	
	9.80665	1	2.72407 × 10 ⁻⁶	2.34270	9.29487 × 10 ⁻³	7.23301	6.12082 × 10 ¹⁹	
	3.6 × 10 ⁶	3.67098 × 10 ⁵	1	8.59999 × 10 ⁵	3412.13	2.65522 × 10 ⁶	2.24694 × 10 ²⁵	
	4.18605	0.426858	1.16279 × 10 ⁻⁶	1	3.96759 × 10 ⁻³	3.08747	2.61272 × 10 ¹⁹	仕事率 1 PS (仏馬力)
	1055.06	107.586	2.93072 × 10 ⁻⁴	252.042	1	778.172	6.58515 × 10 ²¹	= 75 kgf·m/s
	1.35582	0.138255	3.76616 × 10 ⁻⁷	0.323890	1.28506 × 10 ⁻³	1	8.46233 × 10 ¹⁸	= 735.499 W
	1.60218 × 10 ⁻¹⁹	1.63377 × 10 ⁻²⁰	4.45050 × 10 ⁻²⁶	3.82743 × 10 ⁻²⁰	1.51857 × 10 ⁻²²	1.18171 × 10 ⁻¹⁹	1	

放射能	Bq	Ci
	1	2.70270 × 10 ⁻¹¹
	3.7 × 10 ¹⁰	1

吸収線量	Gy	rad
	1	100
	0.01	1

照射線量	C/kg	R
	1	3876
	2.58 × 10 ⁻⁴	1

線量当量	Sv	rem
	1	100
	0.01	1

(86 年 12 月 26 日現在)

サイクル機構―原研 融合研究成果報告書 照射環境における原子炉構造材料の劣化現象に関する研究