

イオン照射したステンレス鋼の 超微小硬さ試験における結晶方位依存性と圧痕下の組織

Crystallographic Orientation Dependence of Nanoindentation Hardness and Nanoindentation-induced Deformation Microstructure in Ion-irradiated Stainless Steel

三浦 照光 (Terumitsu Miura)*¹ 藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii)*¹
福谷 耕司 (Koji Fukuya)*¹ 高嶋 啓介 (Keisuke Takashima)*²

要約 イオン照射したステンレス鋼に超微小硬さ試験を適用する場合には、結晶方位依存性と圧痕形成によって硬さが評価される深さの範囲が問題となる。これらを調べることを目的とし、SUS316 ステンレス鋼の溶体化熱処理材に、300℃で最大10dpaまで2.8MeVFe²⁺イオンを照射し、電子後方散乱回折 (EBSD) 測定により試料表面の結晶方位を測定した後、パーコピッチ圧子を用いて押し込み深さを150nmに制御した超微小硬さ試験を行った。また、硬さの最小値を示した圧痕について、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて断面のマイクロ組織を観察した。超微小硬さは圧子と結晶粒の方位関係によって異なり、3つの圧子面垂線方向について平均したテイラー因子と相関があることがわかった。圧子によって導入された転位は、未照射では深さ1.5μmまで到達していたが、照射によって深さ1μmまでの領域に損傷組織が形成されるにつれて転位の運動範囲は縮小し、10dpa照射後では損傷領域内に転位運動が限定された。照射試料、未照射試料ともに圧痕により生ずる転位は表面から深さ1μmまでの領域で転位タングルを形成しており、押し込み深さ150nmでは、表面から深さ1μmまでの領域の硬さが測定されることがわかった。

キーワード イオン照射, ステンレス鋼, ナノインデンテーション, ミクロ組織, 結晶方位

Abstract Crystallographic orientation dependence of hardness and the range of depth for hardness evaluation are issues in nanoindentation hardness measurements for ion-irradiated stainless steels. To investigate these issues, nanoindentation hardness was measured for solution annealed SUS316 stainless steels irradiated by 2.8MeV Fe²⁺ ions at 300°C up to 10dpa at the damage peak depth using a Berkovich indenter so that the indent depth was set to 150nm after measuring the crystallographic orientations of grains by the electron backscatter diffraction (EBSD) technique. In addition, transmission electron microscope (TEM) observations were conducted for deformation microstructures under the indentations at which the smallest nanoindentation hardness was observed. It was shown that the nanoindentation hardness depends on the relation between the indenter and the grain orientations and is correlative with the Taylor factor averaged over three normal directions of the contact surfaces of the indenter in each grain. Dislocations generated by indentations glided to the depth of 1.5μm under unirradiated condition; whereas the area of dislocation gliding was reduced as the damage structures developed and limited within the damage region to 1μm depth after the irradiation to 10dpa. The hardness of the region within 1μm depth from the surface can be evaluated by the indentation to 150nm depth since dislocation tangling occurred in the region within 1μm depth for both unirradiated and irradiated conditions.

Keywords ion irradiation, stainless steel, nanoindentation, microstructure, crystallographic orientation

1. はじめに

イオン照射は、1MeV/amu以上の高エネルギー照射を除いて試料の放射化が生じない特性があり、また、照射中の試料温度や照射量などの制御が中性子照射に比べて容易にかつ高精度に行えるため、照射

による硬化や局所的な化学組成の変化などの材料特性への照射効果を調べる手法として広く利用されている。 (株)原子力安全システム研究所においても、照射誘起応力腐食割れや圧力容器鋼の照射脆化機構に関する研究として、HeやFe、Ni等のイオン照射を行い、変形機構や析出物、損傷組織形成についての

* 1 (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

* 2 福井大学大学院 修士課程

分析を行っている^{(1)~(4)}。これらのイオン照射では照射によって損傷が導入される範囲が表面から数 μm の深さに限定されるため、損傷領域の硬さの評価には試験荷重が小さく、サブミクロンオーダーの微小領域の硬さが測定可能な超微小硬さ試験機が用いられる。超微小硬さ試験は、イオン照射材のほか金属の結晶粒界近傍の硬さや薄膜の硬さ測定などの微小領域の硬さ測定にも用いられているが、圧子による変形領域が小さいため、多結晶金属材料に対しては結晶粒径よりも変形領域が小さくなり、測定結果が結晶方位による影響を受けることが知られている⁽⁵⁾。Tiについて硬さの結晶方位依存性を超微小硬さ試験によって調べた結果がMerson⁽⁶⁾らより報告されている。Mersonらはバーコピッチ圧子を用いてTiの各結晶粒の超微小硬さを測定しており、圧子の押し込み方向がすべり面と平行になるにつれて硬さが減少する傾向があり、すべり面に対して平行に圧痕を形成した場合では、垂直方向より圧痕を形成した場合に比べて硬さが約1/2になったことを報告している。同様の傾向は、Tiを用いた清水と多田⁽⁷⁾による実験でも報告されている。室温ではTiのすべり面は(0001)面と $\{10\bar{1}0\}$ 面しかなく、押し込み方向に対して(0001)面が傾くほどすべり系が活動し易くなるために超微小硬さが減少し、 $\{10\bar{1}0\}$ 面については6面あるために角度変化による影響が現れにくかったのではないかと清水らは推察している。イオン照射材のように損傷組織が形成された材料については、硬さと結晶方位の関係を詳しく調べた研究例はほとんど無い。

イオン照射材に超微小硬さ試験を適用する場合には、圧痕形成によって硬さが評価される深さと損傷領域深さの関係についても把握しておく必要がある。圧子の押し込み深さと硬さが評価される深さとの関係については、一般に広く用いられているビッカース硬さ試験と同様に、押し込み深さの約4倍の深さまでの硬さが評価されるとの報告がある⁽⁸⁾。また、圧痕の断面を直接観察した例としてTanigawaらの報告⁽⁹⁾がある。Tanigawaらはバーコピッチ圧子を用いて純鉄に超微小硬さ試験を実施し、圧痕断面の透過型電子顕微鏡(Transmission electron micro-

scope, TEM)観察から、300nm深さまで押し込んだ圧痕では塑性変形領域が深さ3 μm まで及ぶことを報告している。同材料に203, 317keVの He^+ イオンを照射し、600~800nm深さに500appmのHeを導入した後では、300nm深さの圧痕形成による塑性変形領域が800nm深さまでの領域に限定されることも報告されている。Tanigawaらは空孔と結合したHeが圧子によって導入された転位の運動を阻害することによって塑性変形領域が縮小したと考察している。圧子の押し込み深さと硬さが評価される深さとの関係は、損傷組織の有無によって大きく変化し、損傷組織を形成する欠陥の種類や大きさ、数密度に依存すると考えられる。

超微小硬さ試験における硬さの結晶方位依存性や押し込み深さと変形領域の関係についての研究報告は限られている。本研究では、イオン照射したステンレス鋼に超微小硬さ試験を適用する際に問題となる結晶方位依存性と圧痕形成によって硬さが評価される深さを調べるため、Feイオン照射したステンレス鋼に圧子の押し込み深さを一定に制御した超微小硬さ試験を行うとともに、圧痕断面のマイクロ組織をTEM観察した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材にはSUS316ステンレス鋼の溶体化熱処理材(1050 $^{\circ}\text{C}$ × 0.5h + 水冷)を用いた。表1に化学組成を示す。平均粒径は40 μm である。試料寸法は8 × 5 × 1mmであり、表面の加工層は湿式機械研磨とバフ研磨および電解研磨によって除去している。イオン照射は東京大学重照射研究設備(HIT)のタンデロン加速器を用いて行い、300 $^{\circ}\text{C}$ で2.8MeVの Fe^{2+} イオンを照射した。弾き出しエネルギーを40eVとして損傷計算コードSRIM-2006⁽¹⁰⁾を用いて評価した損傷のピーク深さは800nmであった。損傷ピーク深さの損傷速度を $5 \times 10^{-4}\text{dpa/s}$ とし、最大10dpaまで照射を行った。供試材や照射条件の詳細、照射後のマイクロ組織の観察結果については前報

表1 供試材の化学組成 (wt%)

Fe	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
balance	0.048	0.44	1.42	0.024	0.0005	11.05	16.47	2.08

(1) で報告している。本研究では試料の損傷量を損傷ピーク深さである 800nm 深さの値で定義する。

2.2 超微小硬さ試験

走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope, SEM, Carl Zeiss 社製 ULTRA55) および TSL 社製の電子後方散乱回折 (Electron backscatter diffraction, EBSD) 測定装置 OIM を用いて、試料表面の各結晶方位を測定した。電子ビームの加速電圧は 20kV, 走査間隔は 0.5~2 μ m とした。硬さ測定には超微小硬さ試験機 (株式会社エリオニクス社製 ENT-1100a) を用いた。圧子は、半頂角が 65° の三角錐形状であるバーコピッチ型とした。超微小硬さ試験における硬さは、押し込み深さから圧子の幾何形状に基づいて算出される圧痕の単位面積当たりの荷重で定義される。本研究で使用したバーコピッチ圧子の場合、超微小硬さ (H , GPa) は次式より算出される。

$$H = P/A = P/26.367h^2 \quad (1)$$

ここで P は荷重 (mN), A は押し込み深さ h (μ m) より算出される圧痕の表面積 (μ m²) である。圧子の方向は固定し、圧子の押し込み深さを 150nm に制御して未照射および 10dpa 照射試料の EBSD 測定領域における各結晶粒の超微小硬さを測定した。押し込み深さを 150nm に制御した場合、試料表面での三角形圧痕の一边は約 1 μ m となる。隣接する圧痕との塑性変形領域の重なりを回避するため、圧痕同士の間隔は 5 μ m 以上とした。同一粒内で 2~13 点硬さを測定し、各結晶粒での平均値を得た。硬さ試験後の表面を SEM 観察し、粒界より 2 μ m 以内に形成された圧痕については粒界の影響を反映していると考え、硬さの評価より除外した。

2.3 圧痕断面のミクロ組織観察

圧痕断面のミクロ組織観察は、未照射試料については超微小硬さの最小値を示した圧痕について行い、1, 10dpa 照射試料については未照射試料と同じ方位関係の結晶粒に形成した圧痕について TEM (HITACHI HF-3000) を用いて行った。硬さが最小となった圧痕では、圧痕形成時の変形抵抗が最も小さいことから、圧子による変形が最も広範囲まで及

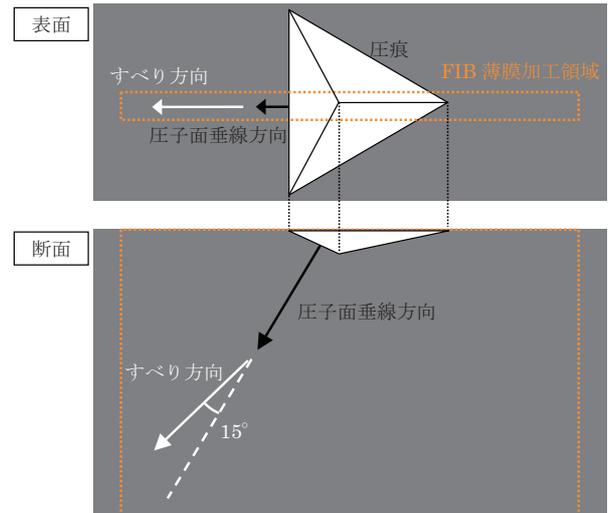


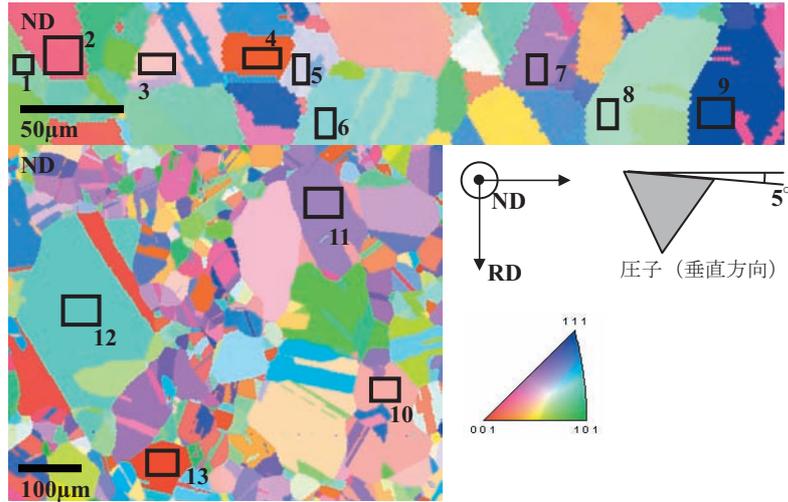
図1 圧痕断面観察用 TEM 試料の FIB 薄膜加工領域

んでいると考えられる。未照射試料で超微小硬さの最小値を示した圧痕では、圧子の最大荷重方向である圧子面垂線方向の一つが試料のすべり方向である [011] 方向の一つと水平方向で一致し、垂直方向では 15° 異なる方位関係にあった。TEM 観察試料は集束イオンビーム (Focused ion beam, FIB) 加工装置 HITACHI FB-2000A を用いて作製した。TEM 観察試料作製時のイオンビームから試料表面を保護するため、圧痕周囲 4 × 12 μ m の領域に W を厚さ 1 μ m まで堆積させた。FIB 加工によって深さ 10 μ m まで圧痕周辺の領域を切り出し、FIB 加工装置内のマイクロサンプリング機構を用いて Mo メッシュに固定した。薄膜加工は、図 1 に示すとおり、圧子面垂線方向と合わせた試料のすべり方向が薄膜と平行になり、圧痕の先端が薄膜の中心になるように TEM 観察試料の両面から行った。薄膜の厚さは 100nm とした。薄膜に残った FIB 加工によるダメージ層は極低エネルギー Ar イオンビームスパッタリング装置 (日本フィジテック GENTLE MILL) を用いて、1keV および 300eV の Ar イオンビームによるスパッタリングによって除去した。

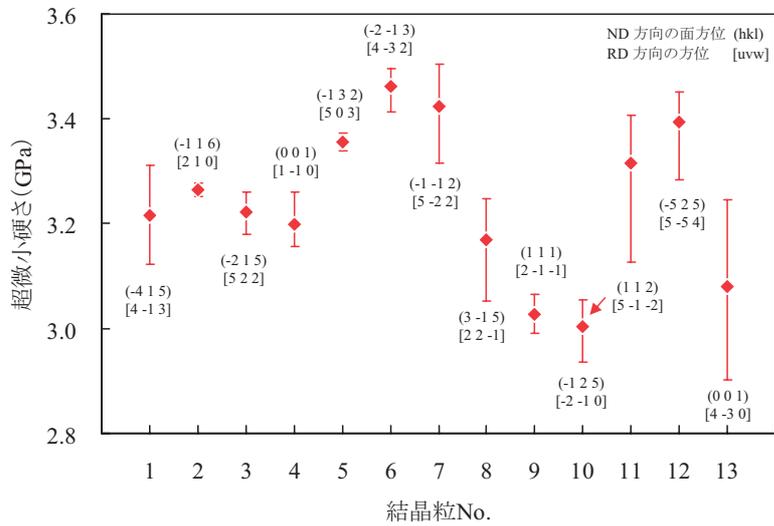
3. 実験結果

3.1 硬さ

図 2 および図 3 にそれぞれ未照射および 10dpa 照射試料について測定した結晶方位と超微小硬さを示す。各結晶粒の色は試料表面垂線方向の結晶方位を



※枠内は硬さ測定領域，数字は結晶粒No.を示す.



※赤矢印は断面観察を行ったデータ

図2 未照射試料の結晶方位と超微小硬さ

表しており，黒枠内が硬さ測定を行った領域である。硬さ測定結果の誤差範囲は各結晶粒で測定された超微小硬さの最大値と最小値であり，各結晶粒の方位は，試料表面垂線方向（ND 方向）の面方位（hkl）と EBSD 測定時の試料の傾斜方向（RD 方向）の方位 [uvw] で示す。断面観察は，未照射試料では No.10，10dpa 照射試料では No.19 の結晶粒について行った。超微小硬さは結晶粒ごとに異なっており，未照射試料では 2.9GPa~3.5GPa，10dpa 照射試料では 4.6GPa~5.4GPa の範囲で変化した。同一結晶粒内における硬さの違いは，最大で ±0.2GPa であった。10dpa 照射試料の No.19 の結晶粒で測定した硬さは，未照射試料と同様に最小値を示した。

3.2 圧痕断面のミクロ組織

図4~図6にそれぞれ未照射および1, 10dpa 照射試料の圧痕断面のミクロ組織を示す。図中の上段は $B = [\bar{1}12]$ ， $g = 1\bar{1}1$ の観察条件で撮影した明視野像を，下段は暗視野像を示す。圧痕直下の領域では，未照射，照射試料ともに圧痕形成によって歪んでおり，コントラストが変化していた。圧痕下では複数のすべり系が活動しており，圧痕形成によって導入された転位同士が転位タングルを形成していた。未照射試料では，圧痕形成によって導入された転位は深さ 1.5µm まで及んでおり，水平方向には圧痕中心から 1.5µm の範囲まで転位が見られた。圧痕形成に

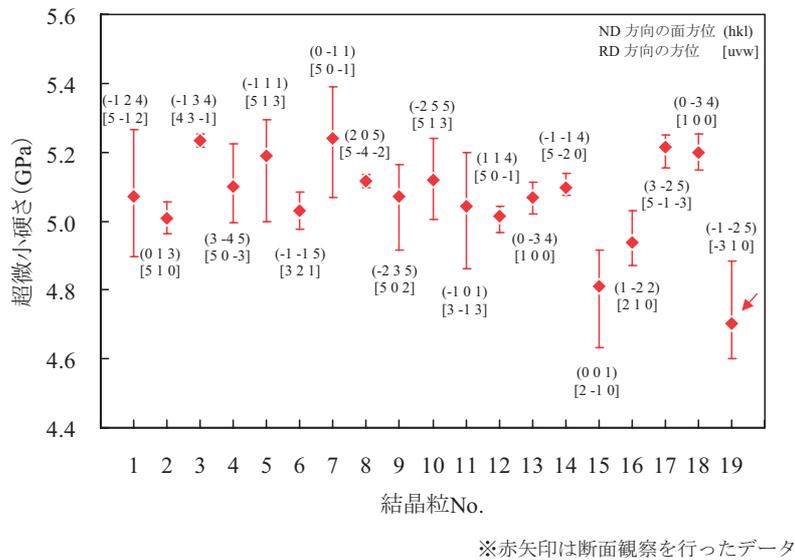
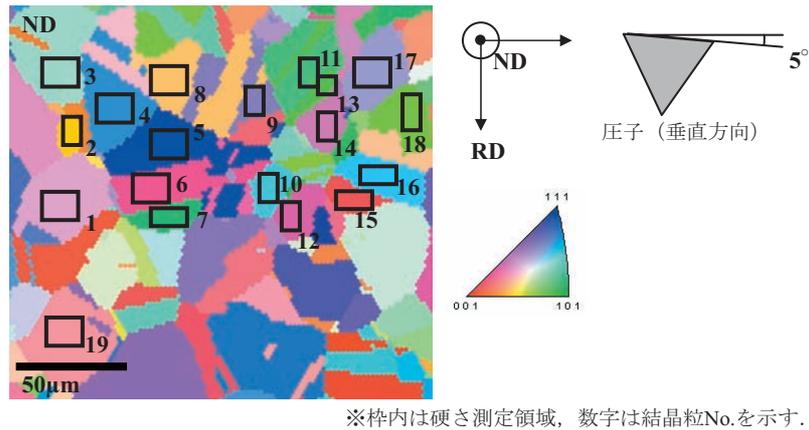


図3 10dpa 照射試料の結晶方位と超微小硬さ

よる塑性変形領域は押し込み深さを 150nm に制御した場合、水平および垂直方向に押し込み深さの最大 10 倍まで及ぶことがわかった。これは、Tanigawa らの報告⁽⁹⁾と一致する。また、転位タングルは表面から深さ 1μm までの領域で生じていた。転位タングルは変形抵抗となり、加工硬化の原因となることから、未照射試料で測定された超微小硬さは表面から深さ 1μm までの領域の硬さであることがわかった。転位は圧子面垂直方向に多く生じており、図中の圧痕右側に比べて約 1.5 倍の深さまで転位タングルが形成していた。1dpa 照射試料では、変形の大部分は損傷領域内で生じていたが、一部の転位は損傷領域を抜けて未照射領域まで到達していた。未照射試料と比べて、圧痕形成によって導入された転位が観察される範囲は減少していた。硬さに寄与する転位タングルは未照射試料と同様に表面から深さ 1μm まで

の領域で形成しており、特に圧子面垂直方向に多く観察された。また、試料表面の圧痕周辺では高さ 10nm 以下の微小な盛り上がりが生じていた。なお、10dpa 照射試料では未照射領域に転位が観察されたが、これらの転位密度が圧痕から離れた場所でも同じであることから、これらは圧痕形成によって導入された転位ではなく試料加工で導入された転位である。圧子による変形は損傷領域内でのみ生じていることがわかった。また、圧痕周辺では高さ 20nm の盛り上がりが生じていた。図 7 に入射電子の方向を $[\bar{1}12]$ 晶帯軸と合わせて撮影した 10dpa 照射試料の明視野像と圧痕周辺で測定した回折斑点を示す。図中の①の位置にて入射電子の方向を $[\bar{1}12]$ 晶帯軸と同じになるように TEM 試料の角度を調整している。回折斑点上の赤線は、①の位置で撮影した回折斑点における $[\bar{1}11]$ 方向を示している。圧痕直下で撮影

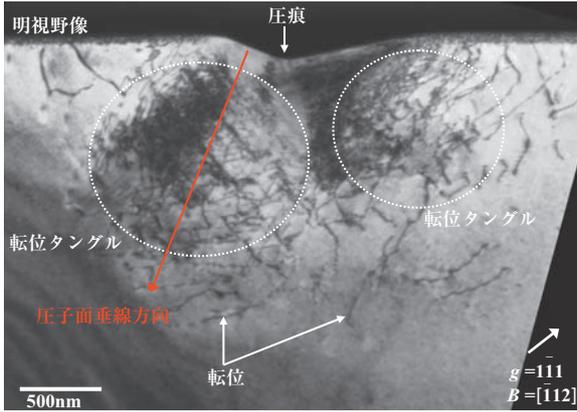


図4 圧痕断面のマイクロ組織 (未照射試料)

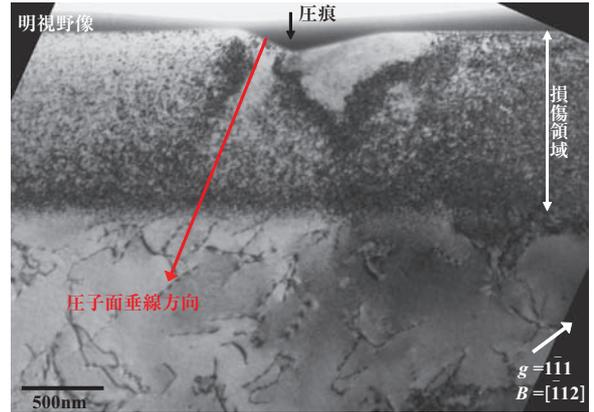
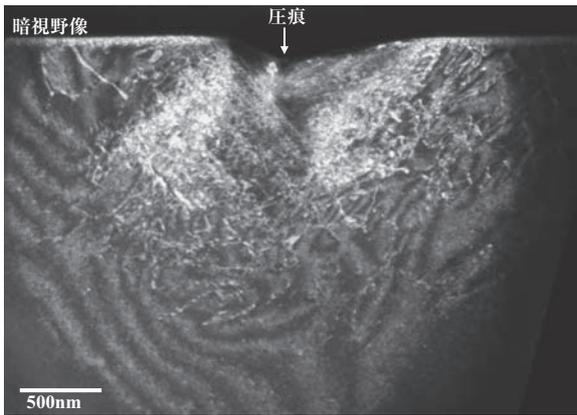


図6 圧痕断面のマイクロ組織 (10dpa 照射試料)

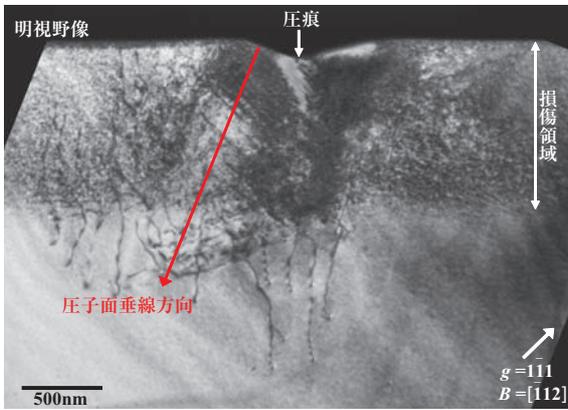
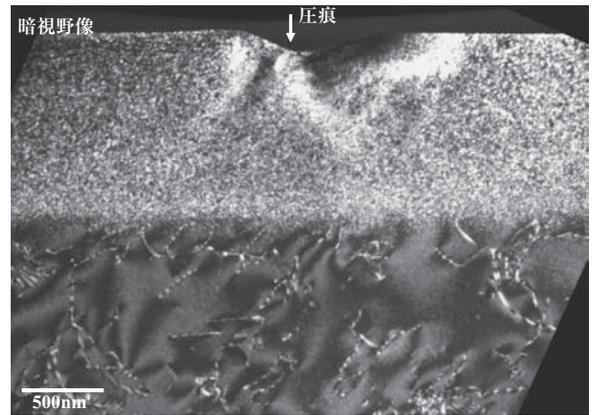


図5 圧痕断面のマイクロ組織 (1dpa 照射試料)

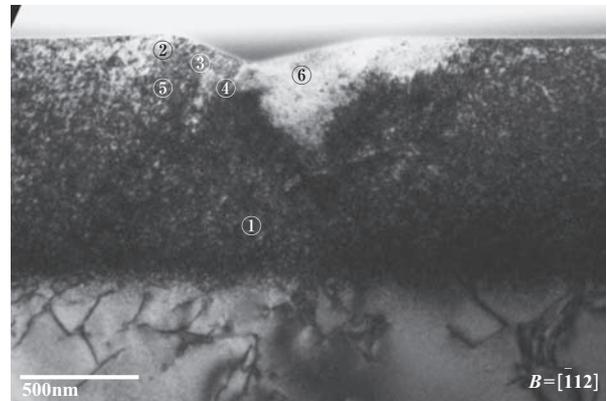
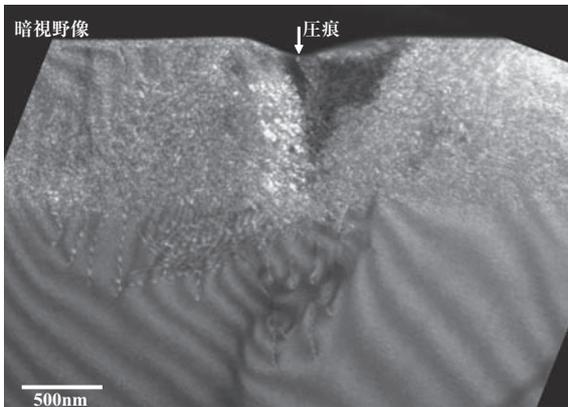
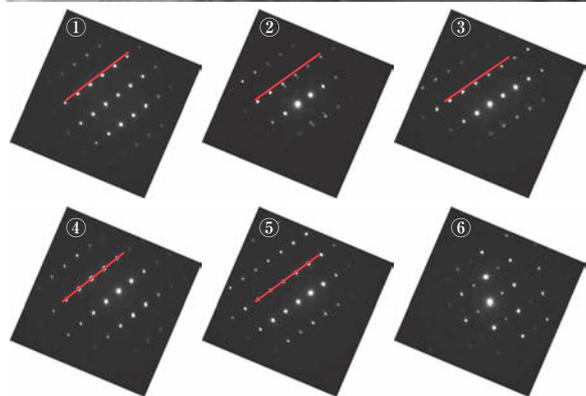


図7 圧痕直下での回折斑点 (10dpa 照射試料)



した回折斑点は、①の位置に比べてわずかに回転しており、特に③の位置では $[\bar{1}12]$ 方向を回転軸として 4° 回転していた。また、⑥の位置では結晶方位が $[\bar{1}12]$ 方向より外れており、結晶方位が異なるために周辺のコントラストが変化していた。圧痕直下では圧痕形成によって結晶方位が局所的に回転していることがわかった。

4. 考察

4.1 硬さの結晶方位依存性

本研究では押し込み深さを制御して超微小硬さ試験を実施していることから、各結晶粒で測定された超微小硬さの違いは圧痕を形成する際に必要な荷重の違いを意味する。供試材である SUS316 ステンレス鋼は面心立方構造 (FCC) であり、すべり方向は 12 方位存在する。これらのすべり方向に対して効率よく応力を負荷することができれば小さい荷重で圧痕を形成可能であり、超微小硬さが小さくなると考えられる。各結晶粒の圧痕形成にかかる荷重の違いは、各結晶粒でのすべり変形のし易さに依存すると考えられる。すべり方向と荷重方向の関係を示す指標としてはシュミット因子があり、荷重方向に対してすべり面とすべり方向が 45° の角度差を持つときにすべり方向に最大のせん断応力が働き、シュミット因子は最大値 0.5 を示す。シュミット因子は弾性的な変形や単結晶での塑性変形を考える際に良く用いられ、荷重方向に対してどのすべり系が最大のシュミット因子を持ち、最初に働く主すべり系であるかを考える指標となる。しかし、塑性変形が進むと転位タングルが形成されて加工硬化が生じ、主すべり系は徐々に変形が困難となり、シュミット因子が小さい 2 次すべり系でも変形が生じるようになる。塑性変形のし易さを表す別の指標として、多結晶での塑性変形を考える場合に用いるテイラー因子がある。多結晶では、粒界での変形拘束により、任意の形状に変形するためには各結晶粒で 5 つの独立した歪成分からなる変形を生じさせる必要がある⁽¹¹⁾。テイラー因子とは、結晶粒に生じる応力方向の変形を、5 つのすべり系を用いて各すべり系でのせん断歪増分の総和が最小となる組み合わせによって生じさせる場合の、せん断歪増分の総和を応力方向の歪増分で除した値として定義され、次式で表される。

$$M = \frac{\sum_{i=1}^5 d\gamma_i}{d\varepsilon}, \quad (2)$$

ここで $d\gamma_i$ はすべり系 i におけるせん断歪増分、 $d\varepsilon$ は応力方向の歪増分である。テイラー因子は、結晶粒と応力の方位関係にのみ依存する比例定数である。圧痕下では複数のすべり系の活動が確認されていることから、本研究ではシュミット因子ではなくテイラー因子を用いて超微小硬さの結晶方位依存性を検討する。FCC におけるテイラー因子は、 $[111]$ または $[100]$ 方向に応力が加わる場合に最大値 3.674 をとり、 $[100]$ 方向近傍で最小値 2.3 となる。また、全方位について平均をとると 3.06 となる⁽¹²⁾。結晶粒の変形に要する仕事量 (W) は次式で表される。

$$dW = \sigma d\varepsilon = \sum_{i=1}^5 \tau_i d\gamma_i, \quad (3)$$

ここで σ は応力、 τ_i はすべり系 i における臨界せん断応力である。各すべり系における臨界せん断応力が同じであると仮定すると、式 (2) および式 (3) より、次式が得られる。

$$\frac{\sigma}{\tau} = \frac{\sum_{i=1}^5 d\gamma_i}{d\varepsilon} = M, \quad (4)$$

テイラー因子が小さいと、すべり変形を生じさせるために必要な応力が小さくてすむため、超微小硬さは小さくなると考えられる。

圧子によって導入された転位や転位タングルの形成は、圧子面垂線方向に多く観察された。そのため、3 つある圧子面のそれぞれの垂線方向について単軸圧縮を行う場合のテイラー因子を算出し、3 面の平均値を用いて各結晶粒での超微小硬さの違いを整理した。テイラー因子の算出には EBSD 測定結果の解析に用いた TSL 社製ソフトウェア OIM Analysis Ver.5 を用いた。図 8 に、図 2 および図 3 で示した未照射および 10dpa 照射試料の各結晶粒での超微小硬さをテイラー因子で整理した結果を示す。図中には、線形近似より求めたトレンドラインを同時に示す。未照射および 10dpa 照射試料ともにテイラー因子の平均値が小さいと超微小硬さが小さくなる傾向が見られた。しかし、断面観察を行った最小の超微小硬さを示したデータなど、一部テイラー因子と超

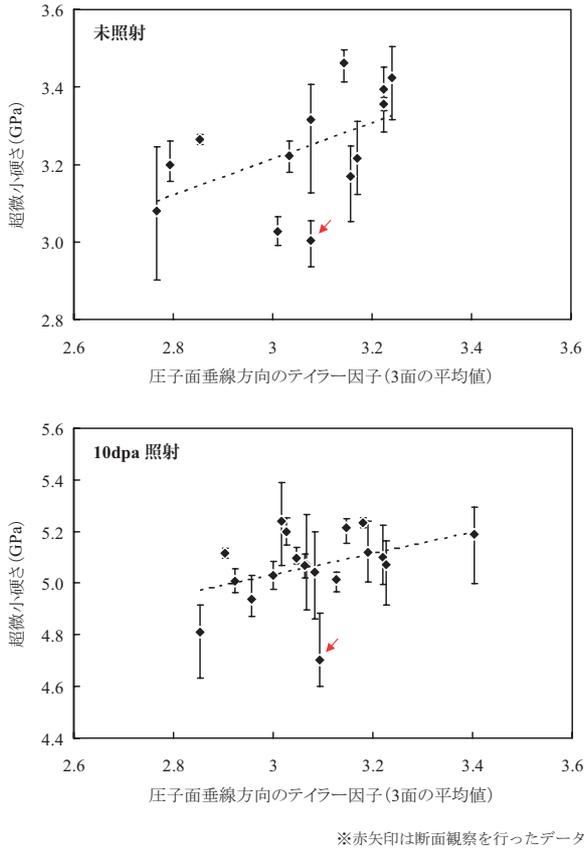


図8 各結晶粒の超微小硬さと圧子面垂線方向のテイラー因子の平均値の関係

微小硬さの傾向から外れるデータもあった。原因としては、テイラー因子の算出には各すべり系での加工硬化や双晶変形、局所的な結晶方位の回転といった実際の塑性変形で生じる要因を考慮していないことが影響しているのではないかと考えられる。例えば、加工硬化が生じやすいすべり系の組み合わせが選択されている場合、変形に要する応力が大きくなり、超微小硬さがテイラー因子から予想される値よりも大きくなる可能性が考えられる。また、圧痕直下の領域では局所的な結晶方位の回転が生じていたが、結晶方位が変化することで、実際に活動するすべり系の組み合わせが圧痕形成前の結晶方位から算出されるすべり系の組み合わせと異なる可能性が考えられる。10dpa 照射試料については、損傷組織形成の結晶方位依存性の影響も考えられるが、前報⁽¹⁾で確認している範囲では結晶粒ごとの損傷領域深さの違いは大きくないことから、各結晶粒での損傷組織の差は小さく、テイラー因子と超微小硬さの関係への影響は小さいと考えられる。

4.2 圧痕形成による変形領域と損傷組織の関係

超微小硬さの最小値を示した圧痕の断面では、水平方向および垂直方向に最大で押し込み深さの約10倍の範囲まで塑性変形領域が形成された。イオン照射によって損傷組織が形成されると塑性変形領域は減少し、10dpa 照射後では深さ約1 μ mの損傷領域内に変形が限定された。また、圧痕周辺では照射後に盛り上がりが生じた。

1dpa 照射試料では一部の転位が損傷領域を抜けて未照射領域まで到達していた。変形が損傷領域内に限定された10dpa 照射試料のマイクロ組織と比較すると、1dpa 照射試料のマイクロ組織では、損傷ピーク深さでのポイドの平均直径と転位ループの数密度については同程度であるが、転位ループの平均直径とポイドの数密度は約1/3となっている⁽¹⁾。塑性変形領域の縮小は圧子によって導入された転位の運動が損傷組織との相互作用によって阻害されるために生じており、欠陥の平均直径が大きく、数密度が多い10dpa 照射試料では1dpa 照射試料よりもすべりが阻害され、塑性変形領域がより縮小したと考えられる。損傷組織形成によるすべり変形抵抗の増加量を表す指標として、せん断強度の増加値がある。1, 10dpa 照射試料について、損傷ピーク深さのマイクロ組織からオロワンモデルを用いてせん断強度の増加値($\Delta\tau$)を計算した。せん断強度の増加値は以下の式より求めた。

$$\Delta\tau = \sqrt{(\Delta\tau_l)^2 + (\Delta\tau_v)^2}, \quad (5)$$

$$\Delta\tau_l = \alpha_l \mu b \sqrt{N_l d_l}, \quad (6)$$

$$\Delta\tau_v = \alpha_v \mu b \sqrt{N_v d_v}, \quad (7)$$

ここで $\Delta\tau_l$ と $\Delta\tau_v$ は転位ループおよびポイドによるせん断強度の増加値である。 N_l 、 N_v および d_l 、 d_v はそれぞれ転位ループとポイドの数密度および平均直径である。 α_l 、 α_v は硬化係数であり、欠陥の平均直径から判断してそれぞれ0.4と0.2とした⁽¹³⁾。 μ はせん断係数であり、76GPaとした。 b は転位のバーガースベクトルの大きさであり、0.255nmとした。損傷ピーク深さでのせん断強度の増加値は、1dpa 照射試料では170MPa、10dpa 照射試料では360MPaであり、約2倍の違いがあった。損傷量は深さ方向に分

布を持っており、供試材の照射条件では、表面近傍の損傷量は損傷ピーク深さの損傷量の約4割となり、損傷領域全体の平均損傷量は損傷ピーク深さの損傷量の約1/2となっている。5dpa以上照射するとマイクロ組織の発達飽和する傾向が見られている。10dpa照射試料では深さ200nmから1000nmまでの領域で損傷量が5dpa以上になっていることから、損傷領域の大部分でマイクロ組織の発達が飽和し、深さ方向に対するマイクロ組織の違いは小さいと考えられる。一方、1dpa照射試料ではマイクロ組織の発達が飽和しておらず、深さ方向にマイクロ組織が異なり、表面近傍や損傷領域下端ではせん断強度の増加値が損傷ピーク深さよりも小さくなっていると考えられる。損傷領域の大部分でマイクロ組織の発達が飽和している10dpa照射試料では圧痕形成による変形が損傷領域内に限定されたが、照射量が少なく、マイクロ組織の発達が飽和しておらず、せん断強度の増加値も小さい1dpa照射試料では圧子によって導入される転位の一部は損傷領域を抜けて未照射領域まで到達することができたと推察される。

照射後に圧痕周辺で盛り上がりが生じるようになった原因については、Alcaláらの報告⁽¹⁴⁾にある加工硬化指数の減少が考えられる。Alcaláらは、加工硬化指数が0.2よりも高い材料では圧子の押し込みによって圧痕周辺で沈み込みが支配的に生じるが、加工硬化指数が0.2よりも低い材料では盛り上がり支配的に生じることを報告している。照射に伴って加工硬化指数が減少することは一般的に知られており、1, 10dpa照射試料で形成された盛り上がりは照射によって加工硬化指数が減少したために生じたと考えられる。1dpaよりも10dpa照射試料の方が盛り上がり顕著に生じていたのは、照射が進むにつれて加工硬化指数がより減少したためであると推察される。

5. まとめ

最大10dpaまで2.8MeVFe²⁺イオン照射したSUS316ステンレス鋼に圧子の押し込み深さを一定に制御した超微小硬さ試験を行い、硬さの結晶方位依存性を調べるとともに、圧痕下のマイクロ組織をTEM観察し、圧痕形成によって硬さが評価される深さを調べた。

(1)超微小硬さは、未照射および10dpa照射後とも

に結晶粒ごとに異なり、圧子面垂線方向のテイラー因子の平均値と相関関係が見られた。

(2)超微小硬さの最小値を示した圧痕では、圧子による塑性変形は未照射では水平および垂直方向に最大で押し込み深さの約10倍の範囲まで及んだが、損傷組織が形成されるにつれて変形領域は減少し、10dpa照射後では深さ1 μ mまでの損傷領域内に変形が限定された。照射後では圧痕周辺に盛り上がりが生じるようになり、原因としては照射による加工硬化指数の減少が推察された。

(3)押し込み深さ150nmでは、加工硬化の原因となる転位タンゲルは照射、未照射ともに表面から1 μ m深さまでの範囲で生じており、測定される超微小硬さは深さ1 μ mまでの領域の硬さであることがわかった。

文献

- (1) 三浦照光, 藤井克彦, 福谷耕司, “イオン照射したステンレス鋼におけるすべりと損傷組織の相互作用”, INSS JOURNAL, Vol.15, P.188, (2008).
- (2) T. Miura, K. Fujii, K. Fukuya, Y. Ito, “Characterization of deformation structure using ion-irradiated stainless steels”, Journal of Nuclear Materials, Vol.386-388, P.210, (2009).
- (3) 藤井克彦, 福谷耕司, 大久保忠勝, “イオン照射された低合金鋼のマイクロ組織変化(2)”, INSS JOURNAL, Vol.15, P.172, (2008).
- (4) K. Fujii, K. Fukuya, “Characterization of defect clusters in ion-irradiated A533B steel”, Journal of Nuclear Materials, Vol.336, P.323, (2005).
- (5) 例えば, S. N. Luo, J.G. Swadener, C. Ma, O. Tschauner, “Examining crystallographic orientation dependence of hardness of silica stishovite”, Physica B, Vol.399, P.138, (2007).
- (6) E. Merson, R. Brydson, A. Brown, “The effect of crystallographic orientation on the mechanical properties of titanium”, Journal of Physics, Conference Series, Vol.126, 012020, (2008).

- (7) 清水一郎, 多田直哉, “純チタンにおける微小
圧痕形状に及ぼす結晶方位の影響”, 材料,
Vol.57, P.249, (2008).
- (8) 微少試験片材料評価技術の進歩, 日本原子力学
会「微少試験片材料評価技術」研究専門委員
会.
- (9) H. Tanigawa, S. Jitsuoka, A. Hishinuma, M.
Ando, Y. Katoh, A. Kohyama, T. Iwai,
“Effects of helium implantation on hardness of
pure iron and a reduced activation ferritic-
martensitic steel”, Journal of Nuclear
Materials, Vol.283-287, P.470, (2000).
- (10) J. F. Ziegler, J. P. Biersack, U. Littmark,
“The Stopping and Range of Ions in Solids”,
Pergamon, New York (1985).
- (11) 例えば, 講座・現代の金属学 材料編第11巻
金属加工, 日本金属学会.
- (12) G. Y. Chin, W. L. Mammel, “Computer
solutions of the Taylor analysis for axisymmet-
ric flow”, Transaction of the Metallurgical
Society of AIME, Vol.239, P.1400, (1967).
- (13) G. E. Lucas, “The evolution of mechanical
property change in irradiated austenitic stain-
less steels”, Journal of Nuclear Materials,
Vol.206, P.287, (1993).
- (14) J. Alcalá, A. C. Barone, M. Anglada, “The
influence of plastic hardening on surface
deformation modes around Vickers and spher-
ical indents”, Acta Materialia, Vol.48,
P.3451, (2000).