

超微小引張試験による中性子照射ステンレス鋼の粒界破壊特性の評価

Characterization of grain boundary fracture in
neutron-irradiated stainless steel by micro tensile test

三浦 照光 (Terumitsu Miura)*¹ 藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii)*¹
 西岡 弘雅 (Hiromasa Nishioka)*¹ 福谷 耕司 (Koji Fukuya)*¹
 橘内 裕寿 (Yuji Kitsunai)*²

要約 超微小引張試験法を用いて、軽水炉で高照射されたステンレス鋼の破壊特性を調べた。損傷量 74dpa まで照射された SUS316 ステンレス鋼とその未照射材より、単一の結晶粒界を含む超微小試験片を集束イオンビーム加工により作製し、室温で引張試験を実施した。照射材では 2 本の試験片のうち 1 本の粒界部で脆性的な破壊が生じ、未照射材では結晶粒界の近傍が延びて延性破壊するのみであった。破面を走査型電子顕微鏡で観察した結果、脆性的に破壊した照射材では平滑な破面と破面内にステップを確認した。断面を透過型電子顕微鏡で観察した結果、この照射材では結晶粒界が剥離する破壊が生じたことを確認した。高照射材では、粒内で生じた双晶変形によって粒界にひずみが集中することで粒界に作用する力が増し、粒界破壊が生じることが示唆された。

キーワード 中性子照射, ステンレス鋼, 粒界破壊, 超微小引張試験

Abstract Characteristics of grain boundary fracture in stainless steel highly irradiated in a light water reactor was investigated by the micro tensile testing method. Micro tensile specimens containing a grain boundary were machined by the focused ion beam (FIB) technique for SUS316 stainless steel irradiated to 74dpa and then tensioned at room temperature in the FIB system. Brittle-like fracture occurred in one of two irradiated specimens, whereas fully ductile fractures occurred with high elongation in unirradiated specimens. From fractography by scanning electron microscopy, flat fracture surfaces and steps were observed on the irradiated specimen that had brittle-like fracture. Cross-sectional microstructural observation by transmission electron microscopy revealed that the grain boundary was fractured in this irradiated specimen. It was found that the grain boundary in highly irradiated stainless steel was fractured by stress concentration at the grain boundary due to accumulation of strain originating from twin deformation in the matrix.

Keywords neutron irradiation, stainless steel, grain boundary fracture, micro tensile test

1. はじめに

照射誘起応力腐食割れ (irradiation assisted stress corrosion cracking, IASCC) は高温高压水中で中性子照射されたステンレス鋼に生じる粒界割れである。ステンレス鋼は燃料集合体の保持や冷却水流路の形成を担う炉内構造物に多用されており、IASCC は軽水炉の主要な高経年化課題の一つに位置付けられる。加圧水型軽水炉 (pressurized water reactor, PWR) で

は 1988 年にフランスのブジェ発電所のバツフルフォーマボルトで最初の破損事例が報告されており、IASCC の発生条件や発生メカニズムについて研究が行われている⁽¹⁾。

応力腐食割れ (stress corrosion cracking, SCC) のメカニズムは環境、材料および応力に発生要因が分けられるが、IASCC ではこれらの 3 要因にそれぞれ照射影響が重なり、事象としてはより複雑なものとなっている。メカニズムとしては照射による材質変化が重

* 1 原子力安全システム研究所 技術システム研究所

* 2 日本核燃料開発株式会社

要視されており，例えば結晶粒界では照射により導入された点欠陥の拡散移動により，不純物元素の偏析や核変換により生じた H や He 原子の集積，キャビティの形成等の多様な変化が生じる．これらの結晶粒界のミクロ組織と組成の変化は，結晶粒界の結合力を低下させ，粒界割れを起し易くさせると推測される．しかし，結晶粒界のミクロ組織や組成が粒界結合力や破壊特性（様式や応力）に及ぼす影響は良く分かっていない．近年，照射材特有の転位チャンネル変形によって結晶粒界に局所的に高い応力やひずみの集中が生じ，IASCC が発生するメカニズムが提案されている^{(2)~(4)}．照射ステンレス鋼の粒界結合力や破壊特性を明らかにすることは，IASCC の発生メカニズムを理解し，予測する上で重要である．

最近，我々は多結晶材料の個々の結晶粒界のミクロ組織や組成と破壊特性との関係を調べる手法として，集束イオンビーム（focused ion beam, FIB）による加工を用いた超微小引張試験法を開発した⁽⁵⁾．この手法は，電子顕微鏡を用いてミクロ組織と組成を明らかにした結晶粒界から，単一の結晶粒界を含む超微小試験片を FIB 加工により作製し，引張試験を実施するものである．この手法を用いて，結晶粒界のミクロ組織や組成が破壊特性に及ぼす影響を検討することが可能である．これまでに，Fe-Mn-P 合金の結晶粒界での P 偏析⁽⁵⁾や 600 合金の粒界酸化⁽⁶⁾が粒界破壊を促進することを明らかにしている．

本研究では，超微小引張試験法を照射ステンレス鋼に適用し，破壊特性を調べることを目的とした．軽水炉内で 74dpa まで照射された SUS316 ステンレス鋼に対して室温で超微小引張試験を実施し，破面および断面を詳細に観察した．

2. 試験方法

2.1 供試材と照射条件

供試材には PWR で炉内計装用シングルチューブとして使用された冷間加工 SUS316 ステンレス鋼とその未照射材を用いた（以下，照射試料，未照射試料とする）．表 1 に化学組成を示す．平均粒径は約 10 μm で

ある．このチューブ材は 1038~1177°C で溶体化処理された後，最終冷間引き抜きで肉厚を 15% 薄くする加工を受けている．試験に用いた領域の照射量は 74dpa であり，照射中の温度は 305°C，損傷速度は 1.5×10^{-7} dpa/s であった．供試材より 2×2×1mm の試料を 1 個ずつ切断し，試料表面を機械研磨と鏡面研磨まで仕上げた．なお，供試材の機械的性質やミクロ組織，結晶粒界の組成については報告済みである^{(7)~(9)}．

照射試料については試料加工から以下に述べる試験の全てを日本核燃料開発株式会社のホットラボ内で実施し，未照射試料については INSS 内で実施した．

2.2 試験対象とする結晶粒界の選定

試料表面 300×300 μm の範囲について，電子後方散乱回折（electron backscatter diffraction, EBSD）により結晶粒界の位置と性格を特定した．装置は TSL 社製 OIM（orientation imaging microscopy）を用いた．EBSD の測定間隔は 1 μm とした．図 1 に EBSD 測定で求めた照射試料と未照射試料の粒界マップを示した．3 色の線は結晶粒界の位置を示しており，粒界性格ごとに色分けした．

長さが 15 μm 以上の真っ直ぐなランダム粒界を EBSD 測定結果に基づき 5 粒界選択した．選択した結晶粒界の端に 4×4×4 μm の溝を FIB 加工装置 HITACHI FB-2100 を用いて加工し，試料を傾斜させて結晶粒界の断面の走査イオン顕微鏡像（scanning ion microscope image, SIM 像）を観察した．SIM 像では結晶方位の異なる場所が明暗の違いとして現れるため，結晶粒界を明確に確認することができる．試料表面に対する結晶粒界の角度を SIM 像より測定し，粒界面の垂直方向に引張応力を加えた場合の隣接する結晶粒のシュミット因子の最大値を各粒界について計算した．引張応力 σ が負荷されると，すべり面上のすべり方向にはせん断応力 τ が働き，このせん断応力により塑性変形が生じる．せん断応力は $\tau = \sigma \cos \lambda \cos \theta$ で表され，ここで，引張軸がすべり面の法線方向となす角度 θ およびすべり方向となす角度 λ によって幾何学的に決まる $\cos \lambda \cos \theta$ がシュミット因子である．

表 1 供試材（SUS316）の化学組成（wt%）

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.04	0.62	1.63	0.022	0.006	12.61	16.94	2.22	balance

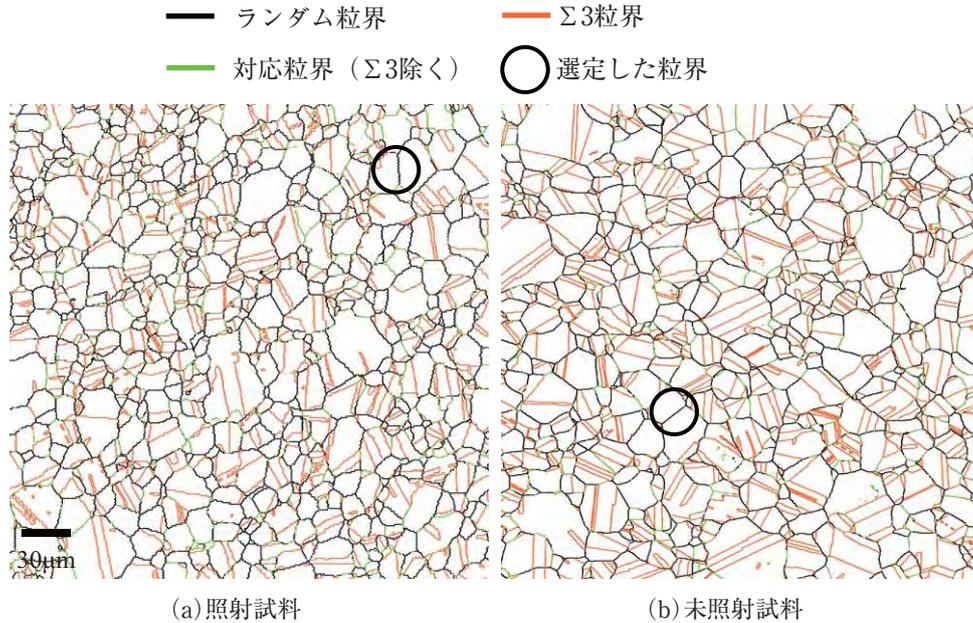


図1 EBSDによる試料表面の粒界マップ

シュミット因子は0から0.5の値を取り、角度 θ および λ がともに45度の時に最大となる。FCC金属ではすべり方向は12あり、シュミット因子が最大のすべり方向からまず塑性変形が生じるので、シュミット因子の最大値が小さい結晶粒ほど同一の引張応力に対して塑性変形が起こりにくい。試験片が塑性変形すると、粒内で延性破壊して破壊特性に及ぼす結晶粒界のマイクロ組織と組成の影響を評価できないことがあるため、試験片の塑性変形を最小化する目的で隣接粒のシュミット因子の最大値が小さい結晶粒界を試験対象として選定した。照射試料については、方位差32度、隣接結晶粒のシュミット因子の最大値が0.44と0.47のランダム粒界を試験対象とした。また、未照射試料については、方位差31度、隣接結晶粒のシュミット因子の最大値が0.41と0.45のランダム粒界を試験対象とした。選定した結晶粒界の位置を図1中に○で示した。

2.3 超微小試験片の作製

試験対象として選定した結晶粒界を含む $15 \times 15 \times 15 \mu\text{m}$ の領域をFIB加工により切り出し、超微小試験片をFIB加工により作製した。図2に試験対象として選定した照射試料の結晶粒界のSIM像と超微小試験片の作製位置を示した。また、図3に超微小試験片の形状を示した。結晶粒界は試験片の中央に引

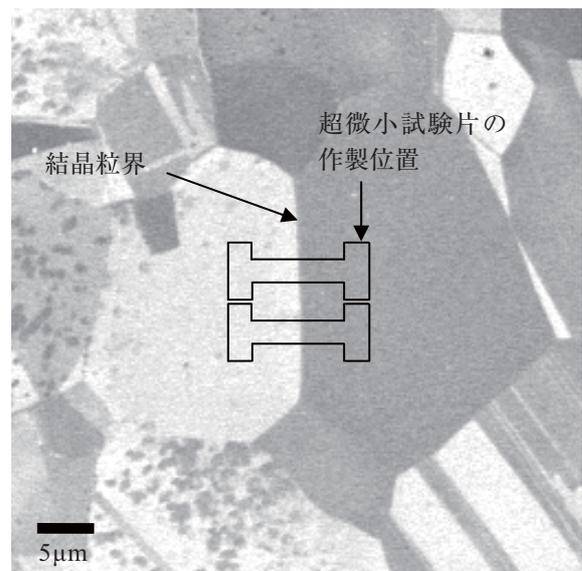


図2 試験対象として選定した結晶粒界のSIM像と超微小試験片の作製位置（照射試料）

張軸に対して垂直に配した。試験片の結晶粒界には試験片側面よりノッチを導入し、断面積 $1 \mu\text{m}^2$ の結晶粒界に応力が集中して粒界破壊が生じ易いようにした。試験片は照射試料、未照射試料ともに2本ずつ作製した（以下、照射試験片および未照射試験片）。

2.4 FIB 装置内引張試験

FIB 装置内にて、超微小試験片の下端を Si 製のカンチレバーに、上端を 3 軸駆動マイクロサンプリグプローブに W (タングステン) デポジションにより固定した。図 4 に試験片固定時の SIM 像を示した。マイクロサンプリグプローブを手動操作により平均 $0.1\mu\text{m/s}$ の移動速度で画面上方に動かし、試験片が破断するまで引張試験を行った。試験片にかかる荷重は、カンチレバーのたわみとバネ定数より算出した。なお、カンチレバーは FIB 加工で作製され、超微小硬さ試験機でバネ定数を決定した。照射試験片に用いたカンチレバーのバネ定数は 1300N/m であり、未照射試験片に用いたものは 1160N/m である。荷重と試

験片の伸びを算出するため、試験中の SIM 像を録画し、試験片の形状変化とカンチレバーのたわみを記録した。SIM 像のスキャン速度は毎秒 10 コマである。

2.5 破面と断面の観察

破壊形態を調べるため、試験片の破面を走査型電子顕微鏡 (scanning electron microscope, SEM) で観察した。また、FIB 加工により試験片を薄膜化し、断面のマイクロ組織を透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscope, TEM) で観察した。装置は、HITACHI SU-70 および HF-2000 を使用した。

3. 試験結果

3.1 FIB 装置内引張試験

図 5 に照射試験片 1 本目の引張試験中の SIM 像を示した。破断の直前にはノッチに挟まれた試験片中央部 (以下、ノッチ部) が絞られており、試験片は塑性変形を伴って破断した。図 6 に荷重と試験片の伸びとの関係を示した。伸びは試験片の全長の変化より算出しており、データは破断 0.1 秒前までのものである。図中にて同一の伸びに複数の荷重がプロットしてあるのは、SIM 像の分解能が $0.03\mu\text{m}$ であることによる。この試験片は $0.19\mu\text{m}$ 伸びた後に破断した。

他の試験片を含め、試験片の塑性変形はノッチ部に集中して生じた。塑性変形と応力との関係を評価するため、引張試験中の SIM 像より図 7 に示したノッチ幅とリガメント幅を測定し、次式で定義するノッチ部の

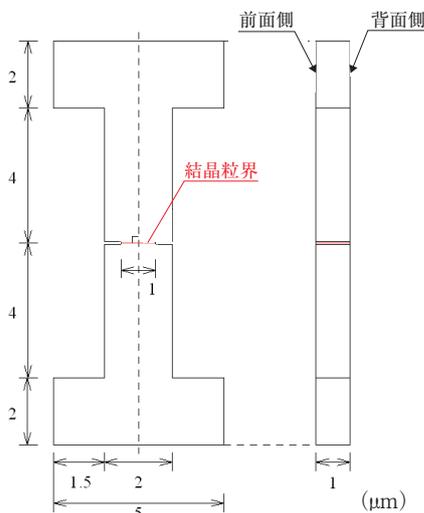


図 3 超微小試験片の形状

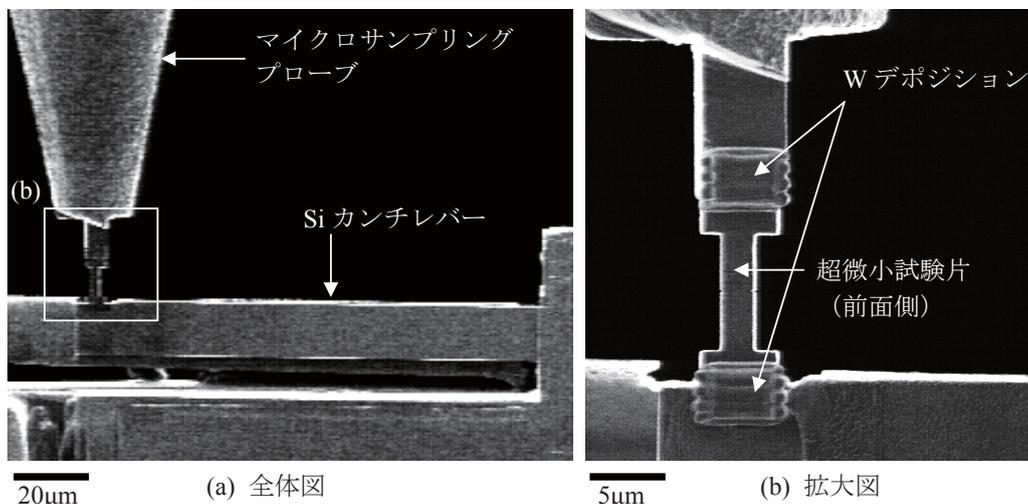


図 4 FIB 装置内引張試験

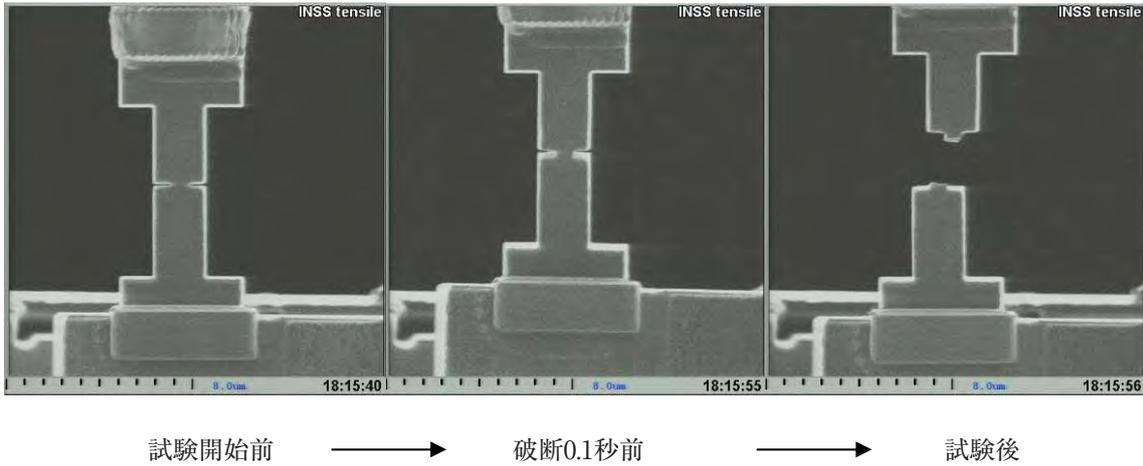


図5 引張試験中のSIM像（照射試験片1本目）

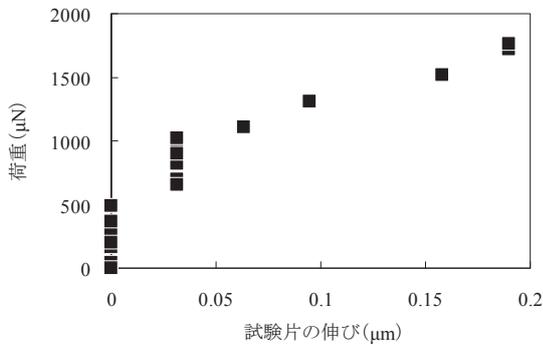


図6 荷重と試験片の伸び（照射試験片1本目）

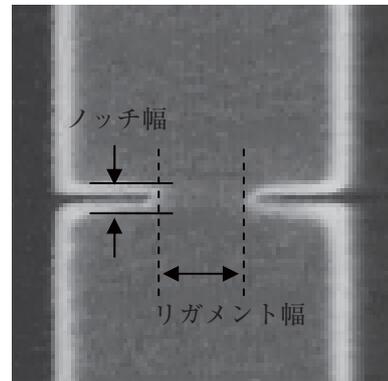


図7 ノッチ幅とリガメント幅の測定箇所

伸び $H(t)$ とリガメント幅の変化 $W(t)$ を求めた。

$$H(t) = \frac{h(t) - h_0}{h_0} \times 100 \quad (1)$$

$$W(t) = \frac{w(t) - w_0}{w_0} \times 100 \quad (2)$$

ここで、 $h(t)$ および h_0 は時間 t および試験開始前のノッチ幅であり、 $w(t)$ および w_0 は時間 t および試験開始前のリガメント幅である。また、荷重を試験開始前のノッチ部の断面積で除した平均応力 $\sigma(t)$ を次式で定義した。

$$\sigma(t) = \frac{L(t)}{S_0} = \frac{L(t)}{w_0 \times d_0} \quad (3)$$

ここで、 $L(t)$ は時間 t における荷重である。 S_0 は試験開始前のノッチ部の断面積であり、試験開始前のリガメント幅 w_0 と試験片の厚さ d_0 から求めた。 d_0 は破面のSEM観察時に試験片の未変形部位より測定した。なお、ノッチ部では応力集中によってノッチ先端で最大

の応力値となる応力分布が生じているが、ここではノッチ部は一様に塑性変形しているを見なし、平均応力を用いて塑性変形と応力の関係を評価した。図8に平均応力とノッチ部の伸びおよびリガメント幅の変化との関係を示した。照射試験片では、破断0.1秒前までにノッチ部が60%~90%伸び、リガメント幅が5%減少した。未照射試験片については、破断0.1秒前までのノッチ部の伸びは60%~100%であり、リガメント幅の減少は20%であった。未照射試験片の方がより絞られてから破断したが、伸びについては照射試験片と未照射試験片で同程度であった。平均応力は照射試験片の方が未照射試験片よりも高い傾向があった。なお、試験片の変形速度はノッチ部の伸びで換算すると $4 \times 10^{-2} \sim 1 \times 10^{-1} / \text{s}$ であった。

3.3 破面の SEM 観察

図9に照射試験片の破面のSEM像を示した。照射試験片の1本目は比較的平滑な破面を呈しており、粒界破面と推測された。試験片の上部、下部のそれぞれで2方向のステップが破面に認められており、上部、下部ともに2つのすべり面で塑性変形が生じたことを示す。破面に認められたステップの方向は試験片上部と下部で一致しておらず、それぞれが異なる結晶粒であること、すなわち破面が粒界面であることを示唆する。試験片のノッチ部では試験片前面側と背面側が比較的絞られており、ノッチがないために塑性拘束が弱く、優先的に塑性変形が生じたと考えられる。破面で

測定したノッチ部での試験片厚さとリガメント幅はそれぞれ0.89 μm と0.67 μm であり、試験開始前と比較してそれぞれ30%と16%減少していた。リガメント幅が図8に示す5%よりも減少していたのは、破断0.1秒前から破断時にかけてさらにノッチ部が絞られたためと考えられる。

照射試験片の2本目では、1本目よりもノッチ部の試験片前面側と背面側が大きく絞られており、粒界破面を示唆する平滑な破面は確認されなかった。ノッチ部には介在物が確認され、エネルギー分散分光法 (energy dispersive spectroscopy, EDS) で分析した結果、MnとSが検出され、MnSと推定された。MnSの周囲にはき裂が観察された。介在物は一般的

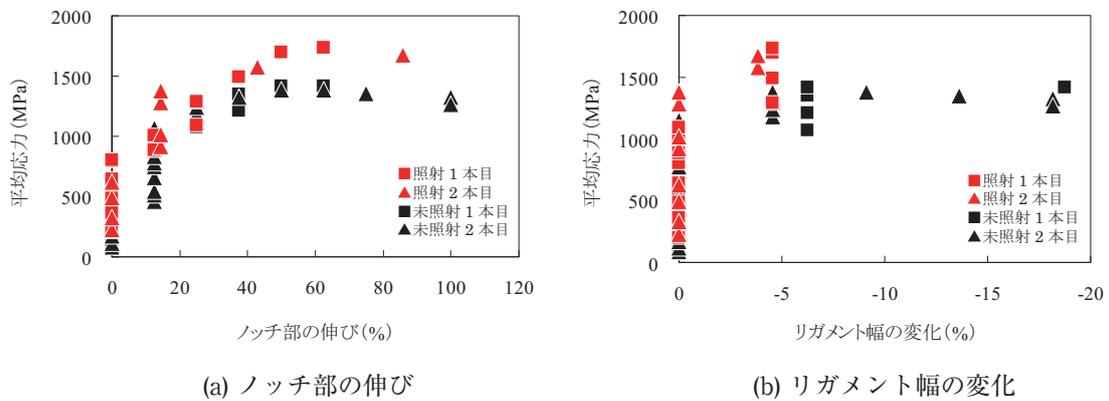


図8 見かけの応力とノッチ部の伸びおよびリガメント幅の変化との関係

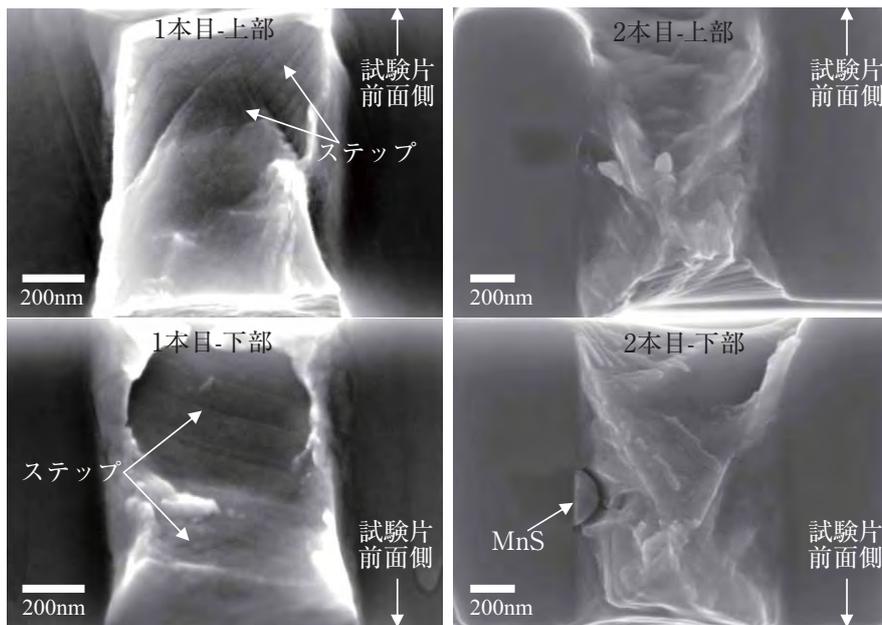


図9 破面のSEM像 (照射試験片)

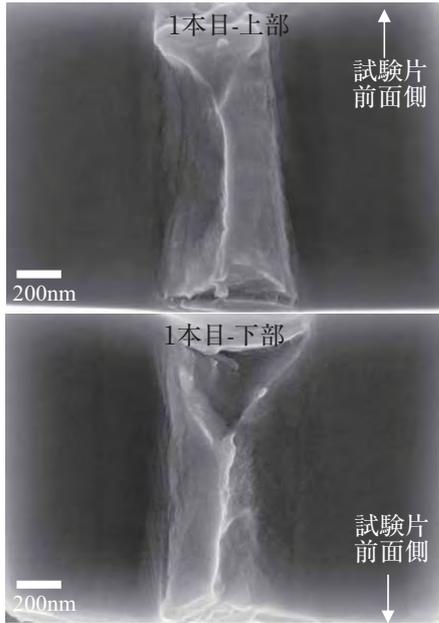


図10 破面のSEM像（未照射試験片）

には母相との整合性が悪く、変形を受けた際にき裂が生じて応力集中箇所となり易い。MnSの周囲で生じたき裂が応力集中箇所となることで塑性変形が助長され、粒内が延性破壊して粒界破面が生じなかった可能性が考えられる。

未照射試験片については2本ともノッチ部が側面側から大きく絞られており、最終破断部が線状になるまで伸びて破断した。図10に未照射試験片の1本目の破面のSEM像を示した。粒界破面を示唆する平滑な破面は確認されなかった。

3.4 断面のTEM観察

図11に照射試験片の1本目の断面の明視野像を示した。観察は試験片の側面側から行ったが、転位組織を明確に観察するために試験片を側面方向から試験片長手方向におよそ30度傾け、 $B=[011]$, $g=200$ の2波条件で観察した。線状の黒いコントラストは変形双晶であり、破面下 $1\mu\text{m}$ までの領域で観察され、破面に近いほど変形双晶の密度は高かった。すべりや転位チャンネルは確認されなかった。試験片上部、下部のそれぞれに方向の異なる変形双晶が2種類ずつ確認された。これは2つのすべり面で双晶変形が生じたことを示しており、破面に観察されたステップのすべり面と対応した。破面近傍に結晶粒界は確認されなかった。破面から粒内方向に10nmの範囲で2箇所EDS分析を実施した。図12にEDS分析箇所と結果を示した。

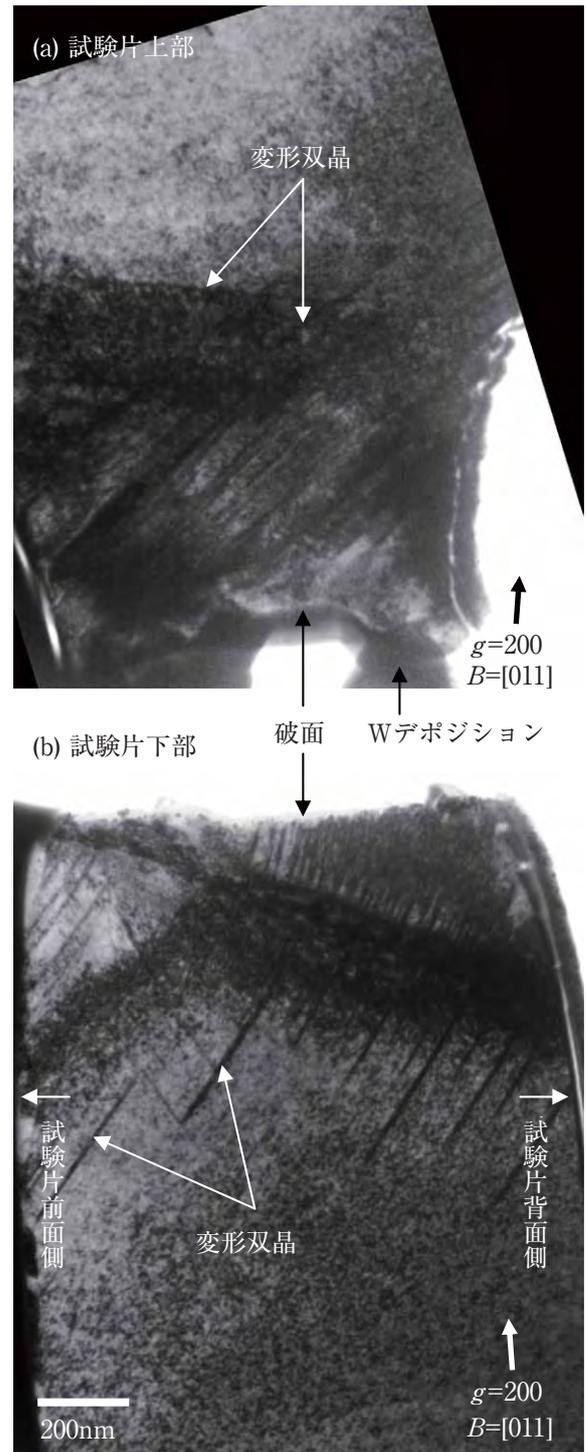


図11 照射試験片1本目の断面の明視野像

破面でCrの減少とNiの濃化が認められ、報告済みである73dpa照射した供試材での照射誘起偏析による粒界組成の変化⁽⁸⁾と対応した。TEM観察とEDS分析の結果、破面は全面粒界であると結論された。

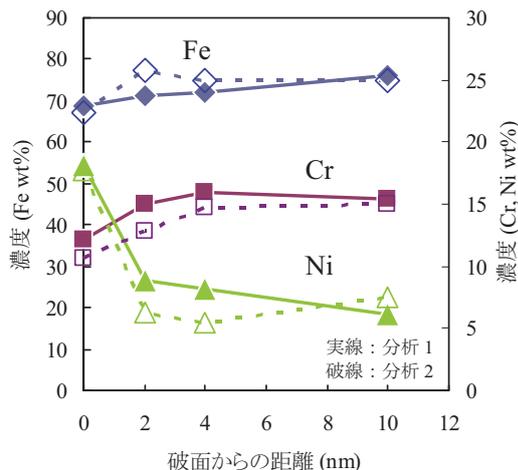
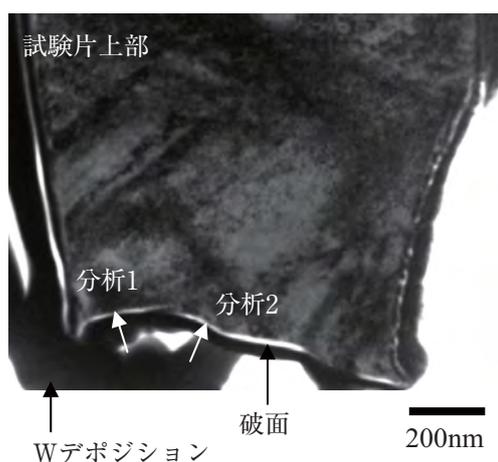


図12 EDS分析箇所と破面近傍のFe, Cr, Ni濃度分布(照射試験片1本目, 試験片上部)

4. 考察

4.1 超微小試験片の引張特性

本研究で用いた超微小試験片は一般的な試験体系で使用される試験片と比較してサイズが著しく小さく、結晶粒界も一つのみを含む双結晶試料である。試験片サイズや結晶粒界が降伏応力などの機械的性質に影響することはよく知られており、例えば、試験片サイズが100 μm オーダー以下に減少すると、降伏応力や強度が通常の試験で用いられるmm オーダー以上の試験片と比較して増加する⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。これは試験片サイズが減少することによって試験片内に含まれる転位源や欠陥が減少するためであり、試験片サイズが1 μm オーダーになるとmm オーダーの試験片と比較して強度が15倍に増加した例もある⁽¹¹⁾。また、多結晶材料では結晶粒ごとに变形し易い方向が異なっているため、結晶粒ごとに応力とひずみが連続するように結晶粒界で变形が拘束される。この結果、単結晶材料に比べて多結晶材料では初期の加工硬化が大きくなる等、変形抵抗が大きくなり、降伏応力の増加や伸びの減少が生じる⁽¹²⁾。超微小試験片では結晶粒界が一つしかないため、多結晶材料で測定される降伏応力や伸びとは異なる引張特性となる。

巨視的な試験体系で使用される試験片とは異なる超微小試験片の引張特性を評価するため、表2に超微小引張試験の結果を、表3に本試験で用いた供試材の巨視的な試験体系での引張試験結果⁽⁷⁾⁽⁹⁾をまとめた。未照射試料について比較すると、超微小引張試験では破断までの平均応力の最大値はおよそ1400MPaであ

り、試験片は粒内で延性破壊し、ノッチ部の伸びは最大60%、100%であった。なお、リガメント幅の変化については、ノッチを導入した側面方向と試験片前面および背面方向では絞りの程度が異なっていたため、検討からは除外した。巨視的な引張試験では、超微小引張試験と試験条件が異なるが、引張強さは465MPaであり、超微小引張試験と同じく粒内で延性破壊し、破断伸びはおよそ25%であった。平均応力の最大値が引張強さに比べて大きいのは、試験片のサイズが小さいこととノッチを導入したことによって塑性拘束が生じているためと考えられる。ノッチ先端近傍では応力三軸度が高いために塑性拘束が強く、単軸の引張試験で測定される降伏応力以上の応力が塑性変形を生じさせるために必要になり、延性破壊する材料の場合はより大きな応力を負荷することができる。ノッチ部の最大伸びが破断伸びよりも大きいのは、超微小試験片が双結晶試料であるためと考えられる。以上のように、超微小試験片では引張強さに相当する平均応力の最大値や伸びが巨視的な引張試験に比べて大きくなる特徴がある。

照射試験片を超微小引張試験した結果、平均応力の最大値はおよそ1700MPaであり、試験片は粒界で破断し、ノッチ部の伸びは最大60%であった。ノッチ部にMnSが確認された2本目の照射試験片については、MnSが延性破壊の要因となった可能性が考えられることから検討から除外した。図8に示したように、平均応力は最大値も含めて照射試験片の方が未照射試験片よりも高くなっており、照射硬化によって変形抵抗が増加している影響と考えられる。巨視的な引張試験で測定された破断伸びは未照射試料ではおよそ

表2 超微小引張試験データ

試験片	試験温度	変形速度* (/s)	平均応力の最大値 (MPa)	最大伸び (%)	破面形態
未照射	室温	5×10^{-2}	1420	60	延性
		4×10^{-2}	1380	100	延性
74dpa 照射	室温	6×10^{-2}	1730	60	粒界
		1×10^{-1}	1680	90	延性

*ノッチ部の伸びから算出

表3 供試材の引張試験データ⁽⁷⁾⁽⁹⁾

試験片	試験温度	変形速度 (/s)	引張強さ (MPa)	破断伸び (%)	破面形態
未照射	320℃	1.1×10^{-4}	465	24.7	延性
			465	26.8	延性
73dpa 照射	室温	1.1×10^{-4}	1190	7.1	40%混合破面**

**破面の40%が粒界とディンプルの混合破面

25%, 73dpa 照射試料ではおよそ7%であったが, 照射試験片のノッチ部の伸びは未照射試験片と同程度の値を示した。これは, 照射試料の破壊には結晶粒界の存在が強く寄与しており, 結晶粒界を多く含む巨視的な試験体系では未照射試料に比べて破断伸びが大きく減少するが, 結晶粒界が1つの双結晶試料では高照射されていても良く伸びることを示していると考えられる。

4.2 破壊の様式と応力

室温にて超微小引張試験を行った結果, 2本の照射試験片のうち1本で粒界破面が確認され, 未照射試験片では2本とも延性破面のみ確認された。高照射材では, 単一の結晶粒界に引張応力がかかることで結晶粒界が剥離するような破壊現象が生じることが確認された。粒界破面を呈した照射試験片の破面下では変形双晶が密に生じており, 破断直前の試験片の結晶粒界にはひずみが集中していたと推測される。結晶粒界にひずみが集中すると結晶粒界に作用する力が増すため, この粒界破壊はひずみの集中によって結晶粒界に作用する力が粒界の結合力を上回ったことで生じたと推察される。

粒界破面を呈した照射試験片の破断までの平均応力の最大値はおよそ1700MPaであった。この値は荷重を試験開始前のノッチ部の断面積で除した値であるが, ノッチ部の断面積はノッチ部の伸びに伴って減少する。破断時の応力をより正確に評価することを目的

として, 試験中の断面積変化を考慮した平均応力 $\sigma_i(t)$ を次式で定義し, 算出した。

$$\sigma_i(t) = \frac{L(t)}{S(t)} = \frac{L(t)}{S_0(1+0.01 \cdot W(t))(1+0.01 \cdot W(t) \cdot 1.8)} \quad (4)$$

ここで, $S(t)$ は試験中の時間 t におけるノッチ部の断面積である。ただし, 時間 t におけるノッチ部での試験片厚さが分からないため, ノッチ部の断面積変化を正確に計算することは出来ない。そこで, 破面で測定したノッチ部での試験厚さとリガメント幅が試験開始前に比べてそれぞれ30%と16%減少していたことから, 試験片厚さがリガメント幅の変化 $W(t)$ に伴ってその1.8倍減少すると仮定して断面積変化を計算した。ただし, 試験片前面側と背面側は塑性拘束が弱いいため, 試験初期の段階から大きく絞られていた可能性がある。試験初期の段階で既に試験片厚さが30%減少していたと仮定すると, 平均応力は最大でおよそ40%過小評価していることになる。本計算における平均応力の誤差は, 最大で40%である。図13に粒界破面を呈した照射試験片の1本目について, 断面積変化を考慮した平均応力とノッチ部の伸びとの関係を示した。平均応力とノッチ部の伸びはほぼ直線関係にあり, 破断0.1秒前の平均応力はおよそ2000MPaであった。

超微小試験片の引張特性は巨視的な試験体系で使用される試験片とは異なるため, 照射試験片の1本目の破断時の応力を2000MPaとすると, この値の強弱を

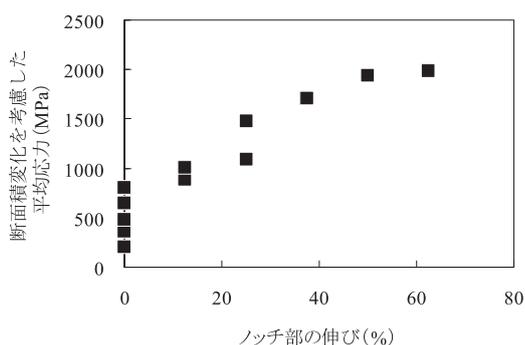


図13 断面積変化を考慮した平均応力とノッチ部の伸びとの関係（照射試験片1本目）

議論するには同スケールの試験体系で相対比較を行う必要がある。これまでにINSSで実施した超微小引張試験のうち、試験片のサイズと形状が類似したものとしては粒界酸化した600合金の試験がある。酸化した結晶粒界の破断時の平均応力はおよそ200MPa⁽⁶⁾であった。正確な比較を行うにはノッチ効果の評価などのより詳細な検討が必要であるが、本試験での破断時の応力2000MPaはこの値と比較して著しく大きい。これは、74dpaまで照射されても、酸化した結晶粒界ほどには粒界割れが起こり易くならないことを示唆する。今回の試験では1本ではあるが、照射試験片で結晶粒界が破断し、破壊の様式と応力を評価することができた。今後はさらにデータを拡充して検討を行う予定である。

5. まとめ

超微小引張試験により74dpaまで照射されたSUS316ステンレス鋼の破壊特性を調べた。照射材では1本の試験片で粒界破壊が生じたが、未照射材では粒内で延性破壊するのみであった。変形組織を観察した結果、この粒界破壊は粒内で双晶変形が生じてひずみが粒界に集中することで粒界に作用する力が増し、粒界の結合力を上回ることによって生じたと推察された。また、試験片の破断時の応力は高い値が得られ、74dpaまで照射されても容易に粒界割れが起こるようになるわけではないことが示唆された。

文献

(1) P. Scott, "A review of irradiation assisted stress corrosion cracking", Journal of Nuclear

Materials, Vol.211, P.101, (1994).

(2) G. S. Was, Z. Jiao, J. T. Busby, "Recent Developments in Understanding the Mechanism of IASCC", Proc. of Int. Symp. Research for Aging Management of Light Water Reactors, 8-1, (2007).

(3) H. Nishioka, K. Fukuya, K. Fujii, Y. Kitsunai, "Deformation structure in highly irradiated stainless steels", Journal of Nuclear Science and Technology, Vol.45, P.274, (2008).

(4) 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).

(5) K. Fujii, K. Fukuya, "Development of Micro Tensile Testing Method in an FIB System for Evaluation Grain Boundary Strength", Materials Transactions, Vol.52, P.20, (2011).

(6) K. Fujii, T. Miura, H. Nishioka, K. Fukuya, "Degradation of grain boundary strength by oxidation in alloy 600", Proc. of 15th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, TMS, P.1447, (2011).

(7) K. Fukuya, M. Nakano, K. Fujii, T. Torimaru, "IASCC susceptibility and slow tensile properties of highly-irradiated 316 stainless steels", Journal of Nuclear Science and Technology, Vol.41, P.673, (2004).

(8) K. Fukuya, K. Fujii, M. Nishioka, Y. Kitsunai, "Evolution of microstructure and microchemistry in cold-worked 316 stainless steels under PWR irradiation", Journal of Nuclear Science and Technology, Vol.43, P.159, (2006).

(9) K. Fukuya, H. Nishioka, K. Fujii, M. Kamaya, T. Miura, T. Torimaru, "Fracture behavior of austenitic stainless steels irradiated in PWR", Journal of Nuclear Materials, Vol.378, P.211, (2008).

(10) M. Lederer, V. Gröger, G. Khatibi, B. Weiss, "Size dependency of mechanical properties of high purity aluminum foils", Materials

Science and Engineering A, Vol.527, P.590,
(2010).

- (11) D.M. Dimiduk, M.D. Uchic, T.A. Parthasarathy, "Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals", *Acta Materialia*, Vol.53, P.4065, (2005).
- (12) 例えば, 辛島誠一, "金属工学シリーズ 4 金属・合金の強度", 日本金属学会.