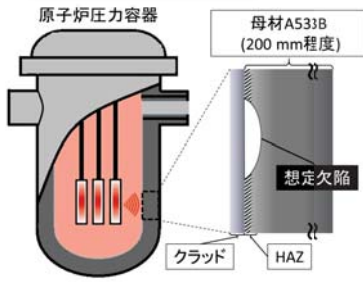


原子炉压力容器オーバーレイクラッドの材料劣化評価

安全研究センター 材料・構造安全研究ディビジョン
材料・水化学研究グループ

背景・目的



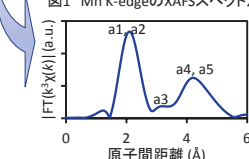
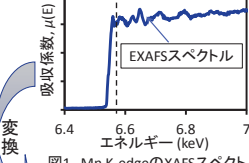
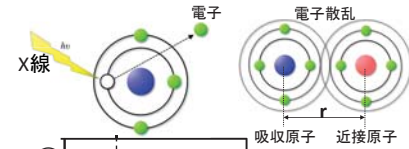
原子炉压力容器(以下、压力容器)の内面には、母材の耐食性を確保するためのステンレス鋼が肉盛溶接されている(以下、クラッド)。また、溶接時の入熱により、低合金鋼(母材)のクラッド近傍には様々な組織が不均質に分布する溶接熱影響部(以下、HAZ)が形成される。压力容器の健全性評価においてはクラッド下の母材表面に欠陥を想定するため、温度や照射によるクラッド及びHAZの微細組織変化を明らかにし、それらが機械的性質に及ぼす影響を把握する必要がある。そこで、クラッドの熱時効材について、3次元アトムプローブ法に加えX線吸収微細構造(EXAFS)を用いて微細組織変化を、また、イオン照射したクラッド下の母材について、HAZ組織と硬さ変化の関係を調べた。

X線吸収を用いたクラッド熱時効材の微細構造解析

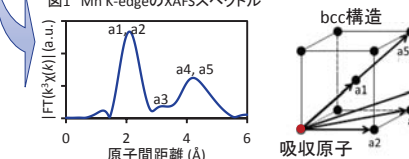
原理

広域X線吸収微細構造 (EXAFS: Extended X-ray absorption fine structure)

照射したX線のエネルギーにより内殻電子が励起され、放出された電子が周囲の原子によって散乱される電子と干渉することでEXAFS振動が出現する。



- ピーク位置 → 原子間距離
- 振幅 → 結晶構造ひずみ (デバイワラー因子)



EXAFS振動解析により取得できる情報

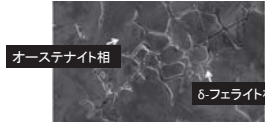
- 原子間距離, r
- 結晶構造
- 配位原子の同定
- 配位数

試料

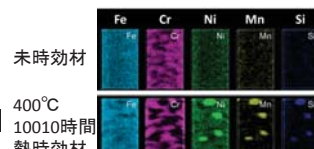
表1 クラッド化学組成 (wt.%)*

C	Si	Mn	P	Cu	Ni	Cr	O	Fe
0.022	0.53	1.34	0.01	0.020	11.79	22.34	0.017	Bal.

δ-フェライト相含有率: 8%程度



- 図3 クラッド表面のSEM観察結果
- δ-フェライト相内では熱時効によりG相と呼ばれるNi-Si-Mn析出物の前駆体が生成。Crはスピノードル分解が見られた。
 - オーステナイト相内における組織変化はない。



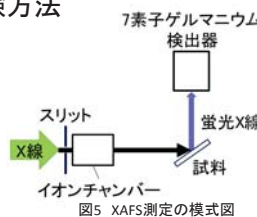
- 図4 アトムプローブ観察結果*
- EXAFS測定では析出物の構成元素であるMn周辺の結晶構造の変化についてより詳細な情報を取得

*T. Takeuchi et al. (2014) J. Nucl. Mater., 452, 235-240

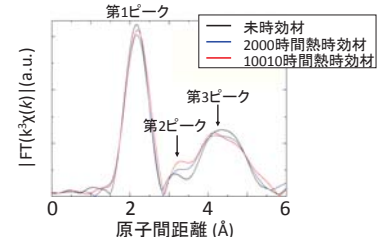
試験方法

測定条件

施設: KEK フォトンファクトリー BL27B
対象元素: Mn K-edge 6539 eV (X線吸収端エネルギー)
雰囲気: 大気中室温
手法: 蛍光法



EXAFS測定結果



- 第1ピークが示す配位数、原子間距離が熱時効により増大
- 第2~3ピークにかけての形状が熱時効により変化

bcc構造からfcc構造への変化

表2 第1ピーク解析から求めた配位数、原子間距離、デバイワラー因子

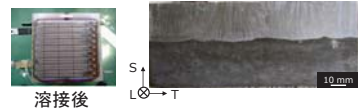
	配位数	距離 (Å)	DW因子 (Å ²)
未時効	6.7	2.50	0.0044
2000時間熱時効	7.5	2.52	0.0058
10010時間熱時効	7.6	2.53	0.0053

- Mn周辺では析出物生成に伴う構造変化により配位数や原子間距離が変化することが新たにわかった。

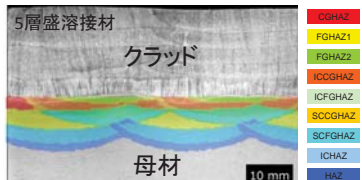
溶接熱影響部 (HAZ) のイオン照射による硬化

試料

低合金鋼A533B材にクラッドを5層溶接した材料



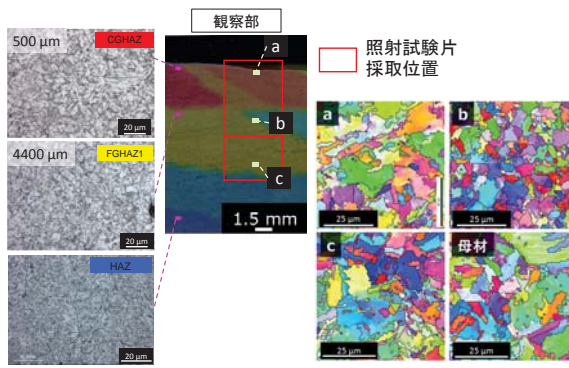
FEMによるHAZ組織分布解析



熱履歴によりHAZ組織を分類
CGHAZ: Coarse grain HAZ, FGHAZ: Fine grain HAZ
ICCG(FG)HAZ: Inter-critically reheated CG(FG)HAZ
SCCG(FG)HAZ: Sub-critically reheated CG(FG)HAZ

- 多層溶接では熱影響が重なる領域があるため熱温度分布による組織の種類が多く複雑になる。

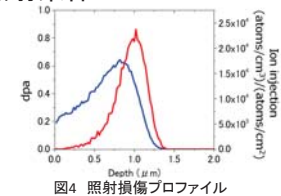
HAZ組織観察



- 金相観察及び結晶粒観察から粒径の変化はFEM解析結果と同様の傾向を示した。
- FEM解析でFGHAZに分類されている領域cの粒径はクラッドから離れるほど大きくなりHAZ(水色)の組織は母材とほぼ同じであることを確認した。

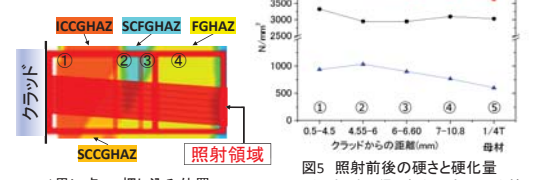
イオン照射条件

照射施設: 東京大学 HIT
2.8 MeV Fe²⁺イオン照射
目標照射温度: 290°C
目標損傷量: 0.5 dpa@600 nm
照射速度: 9.09 × 10⁻⁵ dpa/s



ナノインデントー硬さ測定

試験荷重: 押し込み深さ200 nm程度
母材は照射領域中央部で100点測定



- 黒い点: N押し込み位置
- 硬さ: CGHAZ > FGHAZ > 母材
- 母材及び熱影響部いずれの場合も照射による硬化が生じた。
- FGHAZ領域の一部でCGHAZ領域より硬化量が大きい。

まとめ

- 熱時効したクラッドの微細組織観察に対してEXAFSを適用し、Mn原子周辺では配位数や原子間距離の変化をとらえることができた。このように元素選択的に局所構造情報が得られるEXAFSの特徴を生かし、今後は照射による構造変化等の解明に適用する予定である。
- クラッドによるHAZについて、FEM解析と金相観察により組織分布を明らかにするとともに、HAZの各組織と母材におけるイオン照射による硬化量を評価した。HAZにおける一部組織では、母材より硬化量が大きい傾向が見られた。今後は、微小試験片による破壊靱性評価技術等により、HAZの各組織における詳細な破壊靱性値の中性子照射による変化を調査する予定である。

原子炉圧力容器オーバーレイクラッドの材料劣化評価

日本原子力研究開発機構 安全研究センター
材料・構造安全研究ディビジョン 材料・水化学研究グループ

1. 背景・目的

原子炉圧力容器（以下、圧力容器）の内面には、母材（低合金鋼）の耐食性を確保するためのステンレス鋼が肉盛溶接されています（以下、クラッド）。また、溶接時の入熱により、低合金鋼のクラッド近傍には様々な組織が不均質に分布する溶接熱影響部（以下、HAZ）が形成されます。圧力容器の健全性評価において想定される欠陥の位置にはクラッド及び HAZ が存在するため、温度や照射によるクラッド及び HAZ の微細組織変化を明らかにし、それらが機械的性質に及ぼす影響を把握する必要があります。そこで、クラッドの熱時効材について、広域 X 線吸収微細構造（以下、EXAFS）を用いて微細組織変化の分析を行っています。また、イオン照射したクラッド下の母材について、HAZ 内の組織と硬さ変化の関係を調査しています。

2. 実施内容

(1) X 線吸収を用いたクラッド熱時効材の微細構造解析

クラッドが長時間高温にさらされると δ フェライト相で Cr のスピノーダル分解が進行すると同時に、Ni, Si, Mn などの溶質原子が凝集し、Ni-Si-Mn 析出物の前駆体を形成することが知られています。そこで、Ni-Si-Mn 析出物周囲の結晶構造や形成過程を詳細に評価するため Mn 原子を対象とした EXAFS 測定を実施しました。クラッドの加速熱時効材では、EXAFS スペクトル解析から Mn 原子と隣接原子との原子間距離や配位数が変化し、結晶構造が bcc 構造から fcc 構造に変化することがわかりました。これらの変化は析出物生成に伴う構造の変化を示唆します。このように EXAFS 測定では対象とする元素を選択して周囲の結晶構造等の情報が取得できます。また X 線の照射領域が比較的大きいため、材料全体の平均的な情報を得ることができます。これらの特徴を生かして、今後は照射による微細組織構造変化の解明とともに機械的特性との関係を明らかにする手段の一つとして適用する予定です。

(2) 溶接熱影響部（HAZ）のイオン照射による硬化

HAZ 内の組織の違いによる照射硬化感受性への影響を明らかにするため、イオン照射前後の硬さ変化と微細組織変化の分析を行っています。有限要素法による伝熱解析結果と金相観察結果を対応させることで、粗粒域熱影響部（CGHAZ）や細粒域熱影響部（FGHAZ）等の HAZ 内の組織分布を明らかにしました。また、イオン照射による硬さ変化と組織分布を対応させ、HAZ 内の各組織における硬化量を評価しました。その結果、母材に比して全体的に HAZ の硬化量が大きい傾向が見られました。今後は、HAZ 内の組織によって照射硬化量に変化が生じる原因を調べる一方、微小試験片を用いた破壊靱性試験を行い、HAZ 内の各組織における破壊靱性値の取得および中性子照射による HAZ の破壊靱性値の変化を調査する予定です。