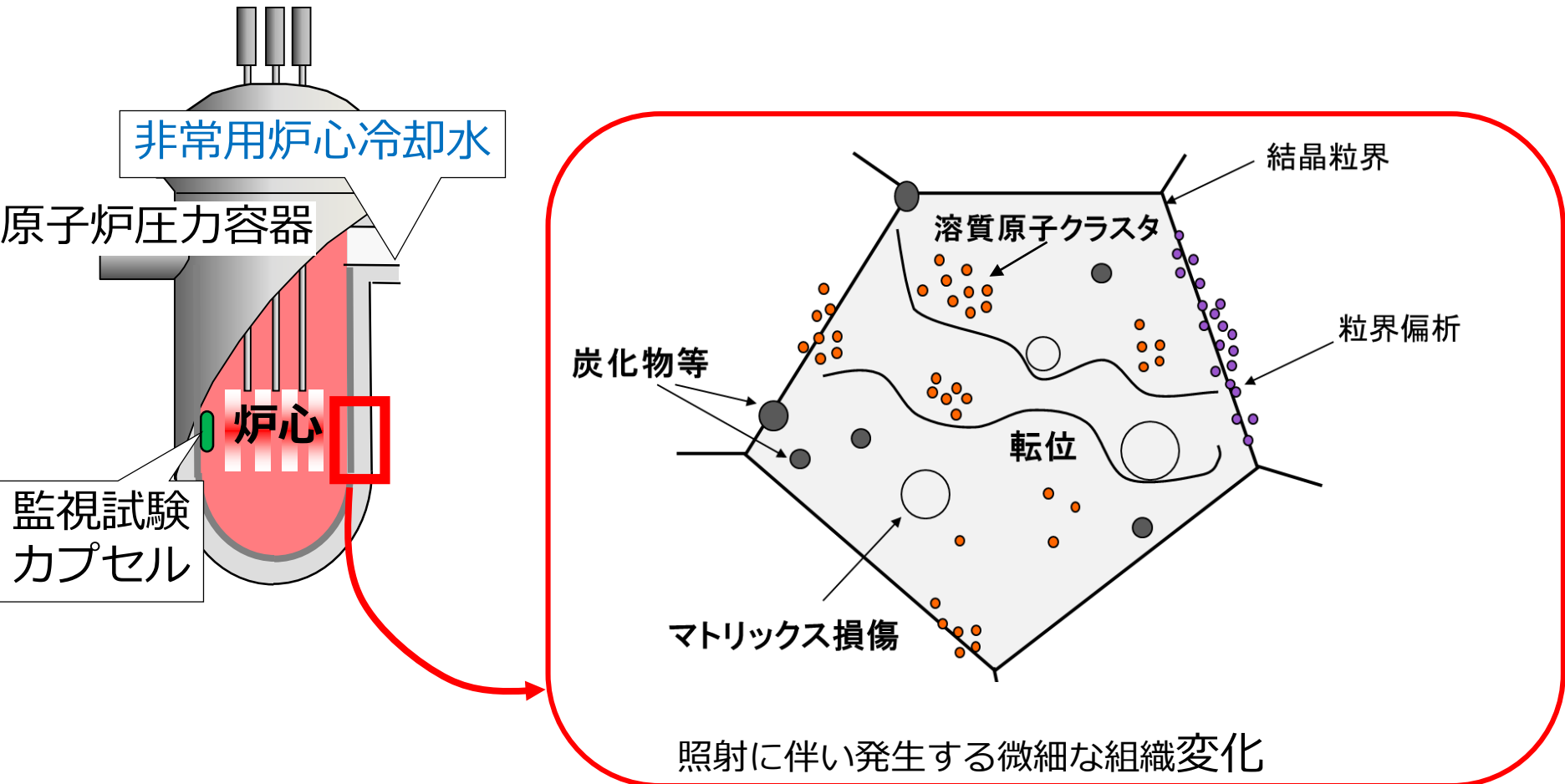
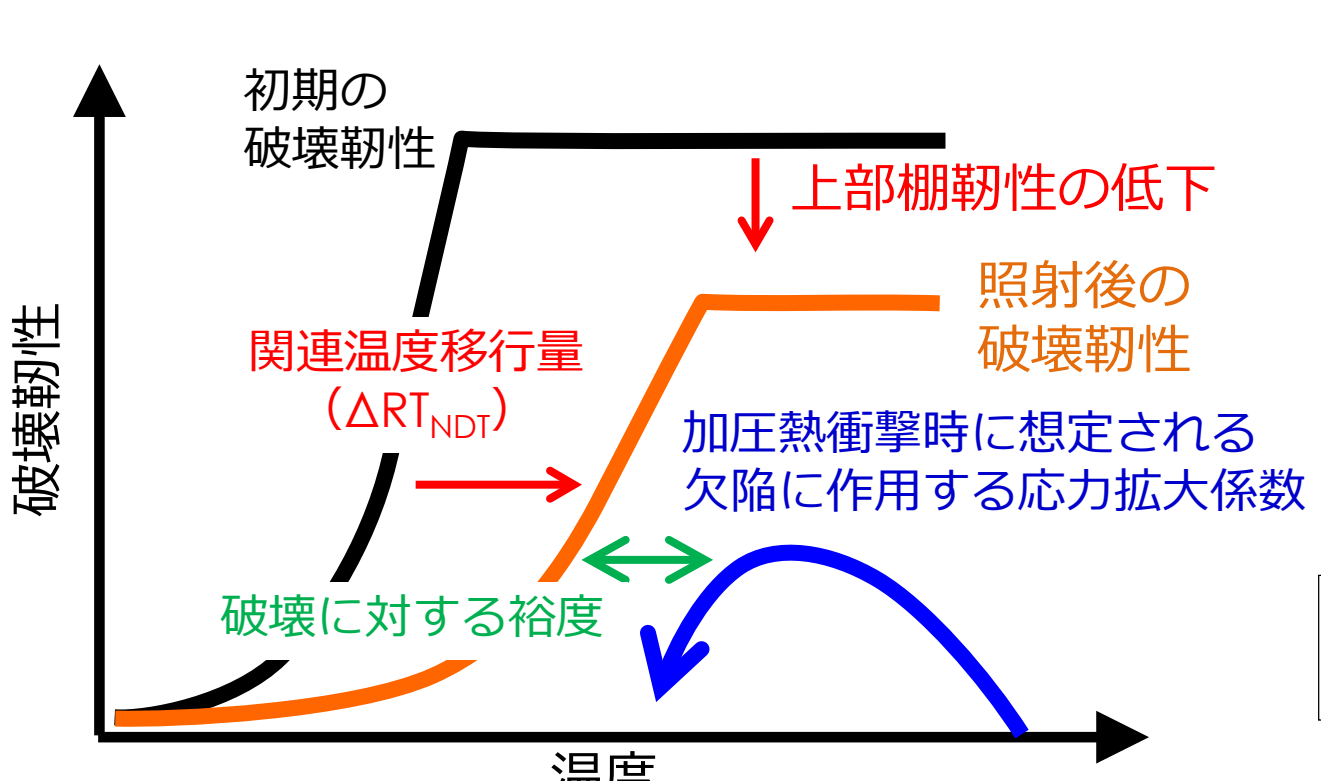


背景・目的

- 炉内での中性子照射により、原子炉圧力容器鋼に微細な組織変化が発生。
- Cu、Ni等の溶質原子がクラスタを形成することによる材料の硬化、Pの粒界偏析による粒界強度の低下 → 照射脆化。
- 原子炉の長期供用に伴う照射脆化の進行を評価するためには、高照射量領域における脆化メカニズムの理解が重要。

分析対象の中性子照射サンプル

鋼種	プラント ID	化学成分(wt%)					照射量 (×10 ¹⁹ n/cm ²)	ΔRT _{NDT} (°C)	APT	AES
		Cu	Ni	P	Si	Mn				
母材 (BM)	P4	0.16	0.61	0.01	0.29	1.41	3.4 5.6	72 99	○	○
	P6	0.03	0.57	0.007	0.23	1.39	6.3 9.0	32 51	○	○
	P9	0.13	0.58	0.014	0.2	1.45	4.7	88	○	○
	P16	0.068	0.59	0.009	0.25	1.35	5.8 9.2	46 61	○	○
	P17	0.037	0.62	0.003	0.31	1.5	9.5	61	○	○
溶金 (WM)	P4	0.14	0.8	0.012	0.38	1.22	3.4 5.6	77 106	○	○
	P12	0.13	0.85	0.011	0.28	1.3	3.5 6.5	64 77	○	○
	P7						10.0	94	○	○
比較標準材 (S1)	P16						5.8	69	○	○
	P24						3.1	39	○	○
		0.09	0.62	0.007	0.26	1.38	3.2	45	○	○
							5.9	79	○	○
	PLIM材						11.7 0	128 -	○	○



脆化予測法に基づいて関連温度移行量を予測し評価時期の破壊靱性値を評価

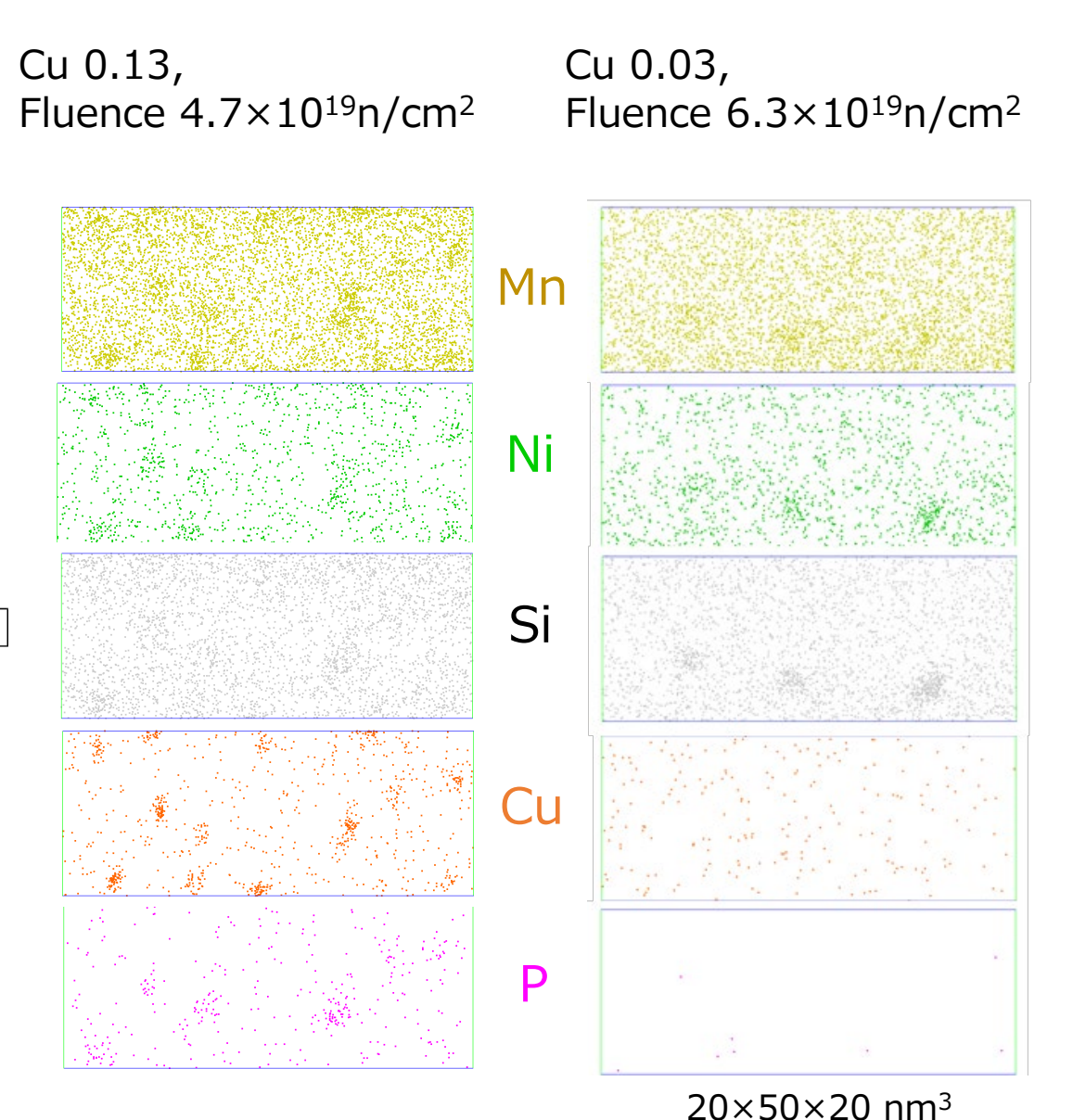
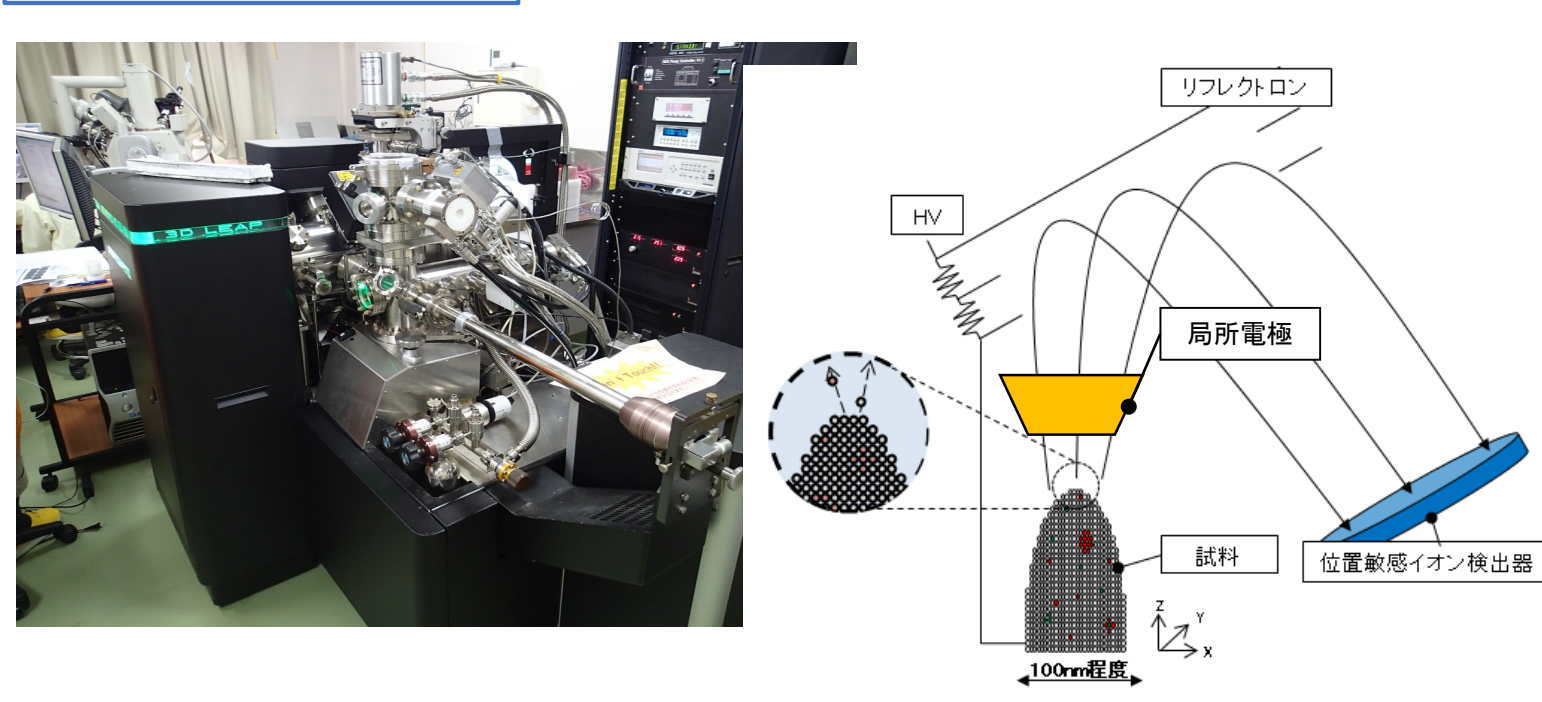
現行の健全性評価手法では、溶質原子クラスタやマトリックス損傷の脆化への寄与を考慮し、Cu、Ni含有量や照射量等をパラメータとした脆化予測法により、関連温度移行量 (ΔRT_{NDT}) を評価。

実機で高照射量まで照射された圧力容器鋼を用い、溶質原子クラスタの形成・成長やPの粒界偏析について調べ、既往知見にない脆化メカニズムの発現の有無を評価。

3次元アトムプローブ (3DAP) による溶質原子クラスタ解析

オージェ電子分光 (AES) によるPの粒界偏析量の分析

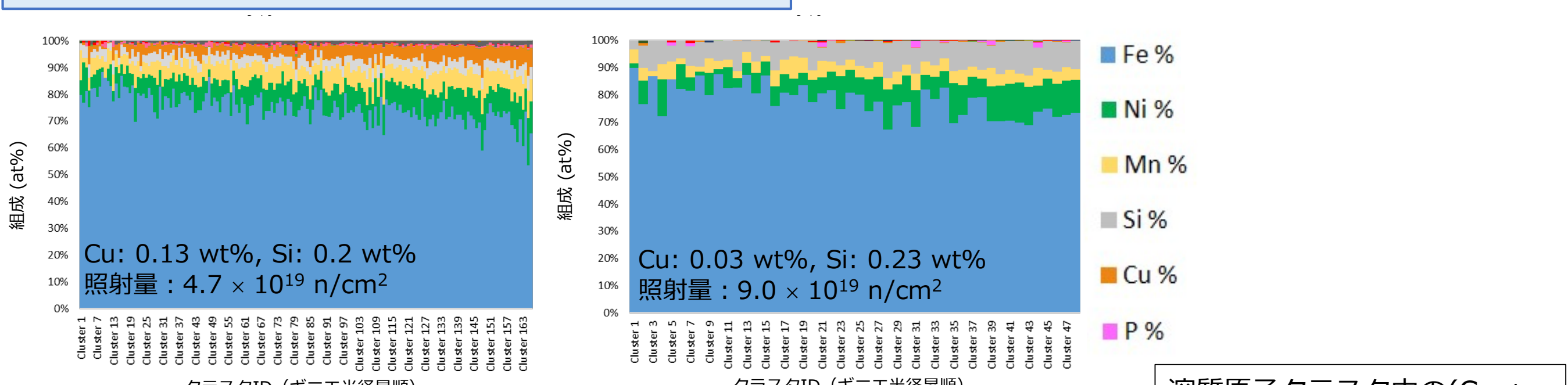
実験手法



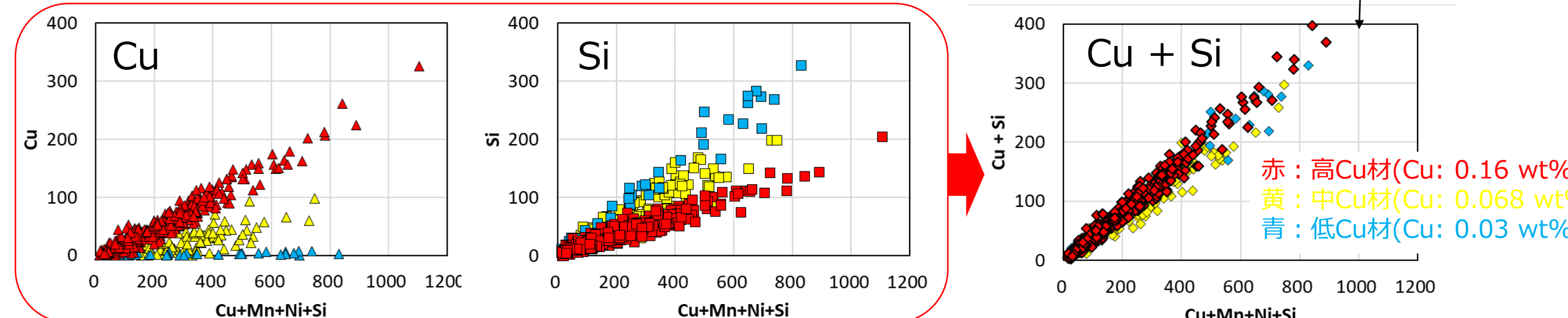
分析装置：エネルギー補償型アトムプローブ(LEAP4000X-HR)
 ● 試料作製法：集束イオンビーム
 ● パルスモード：電圧パルス、パルス比15%
 ● 測定温度：50K
 ● 解析ソフトウェア：IVAS ver 3.6.14
 ● 溶質原子：Mn, Ni, Si, Cu
 *1試験片あたり3サンプリング以上、3000万個以上の原子を測定

三次元アトムマップ例 (左:高Cu材、右:低Cu材)

溶質原子クラスタ内の各元素の比率

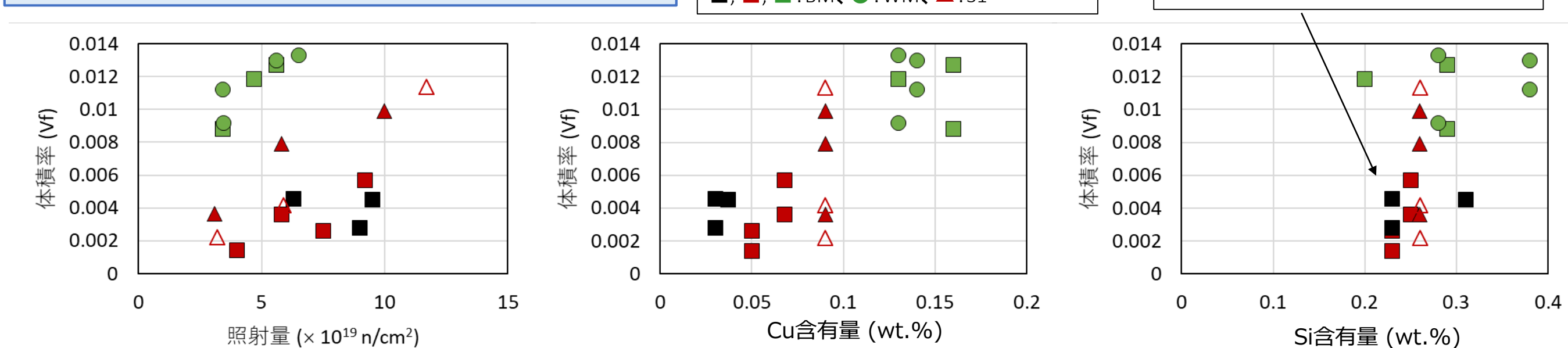


溶質原子クラスタ中に含まれる各元素の比率 (左:高Cu材、右:低Cu材)



溶質原子クラスタ内のCuとSiの原子数 ※溶質原子の総和(クラスタの大きさ)に対してプロット

溶質原子クラスタ体積率

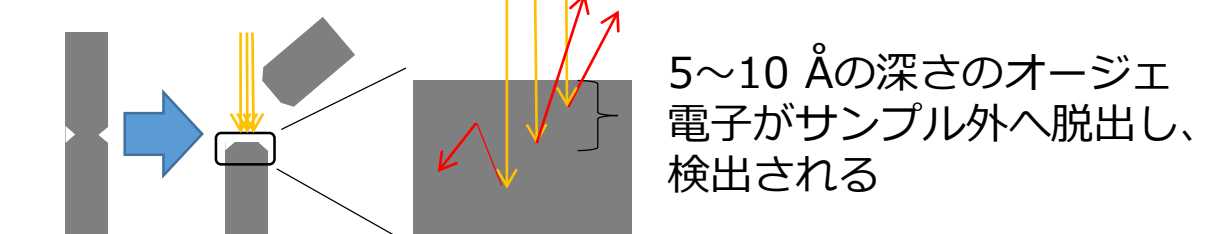


照射量、Cu含有量、Si含有量と溶質原子クラスタ体積率との関係

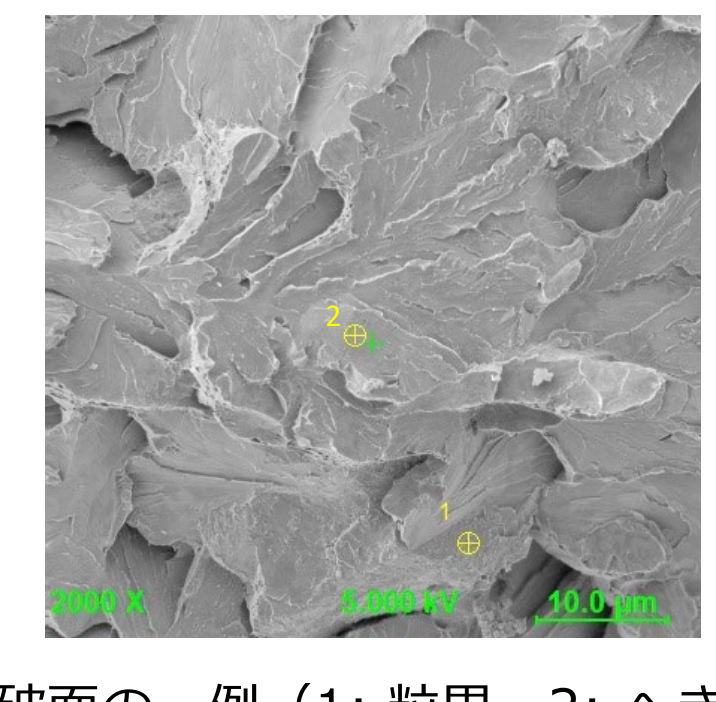
- 体積率はCu含有量と正の相関。同程度のCu含有量では、照射量と正の相関。
- Siの寄与は明には見られなかったが、低Cu材において、Siのクラスタ形成への寄与を示唆する結果。

- 現行の脆化予測法では考慮されていないSiが低Cu材の溶質原子クラスタ形成において重要な働きをしていることを示唆する結果を取得。
- 低Cu材において、クラスタ形成へのSiの寄与を示唆する結果。

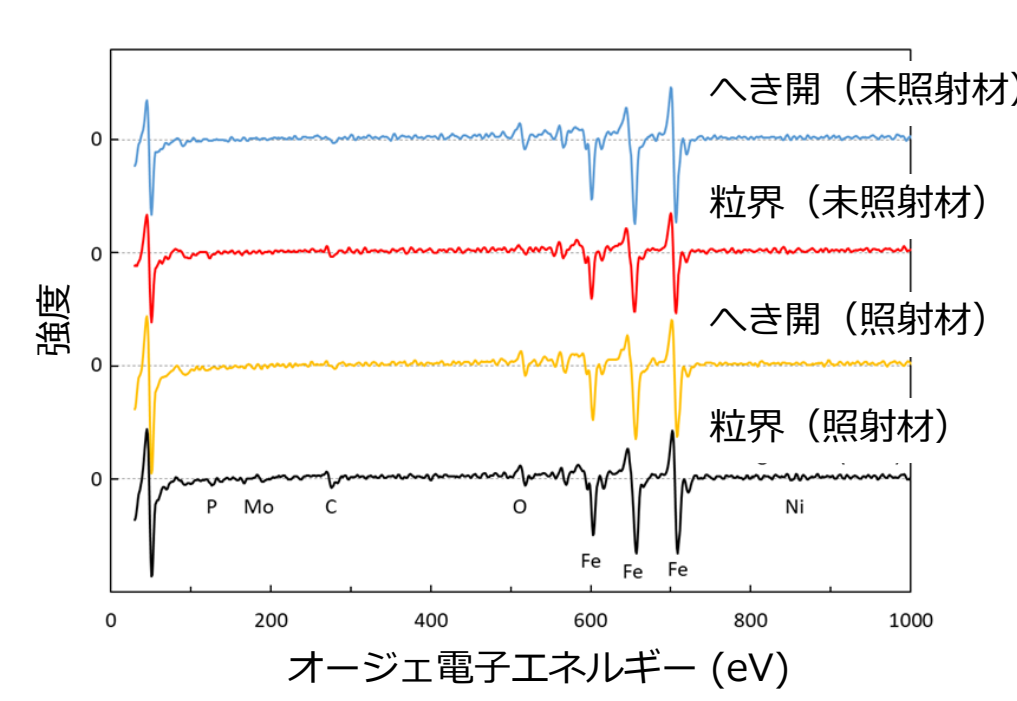
実験手法



分析装置：電界放出型オージェ電子分光分析装置(PHI-710)
 ● 破断条件：液体窒素温度 @<10-8Pa
 ● 分析条件：5keV, 10nA
 ● 視野：15~20個の粒界破面を分析

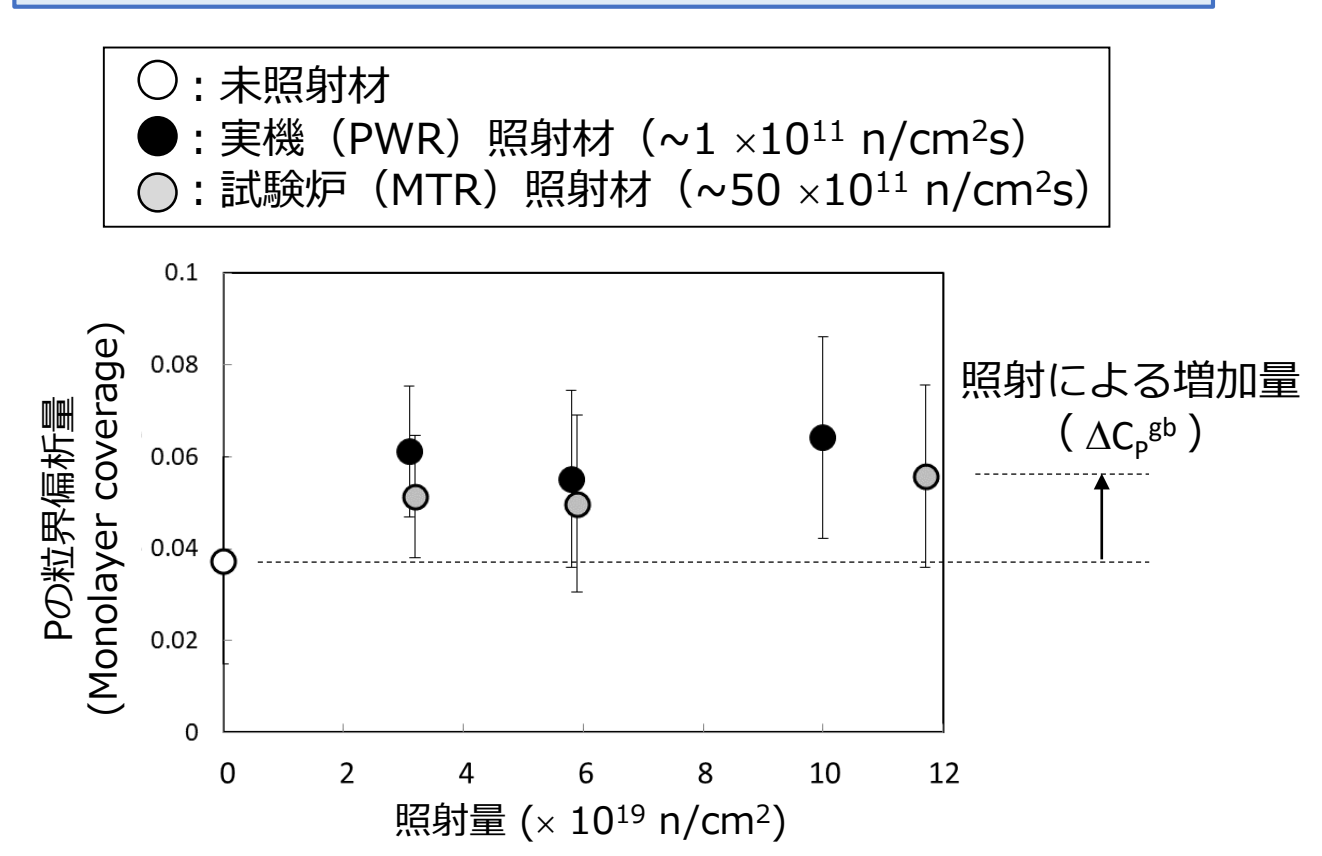


破面の一例 (1: 粒界、2: へき開)



オージェ電子スペクトル

Pの粒界偏析量の照射速度依存性

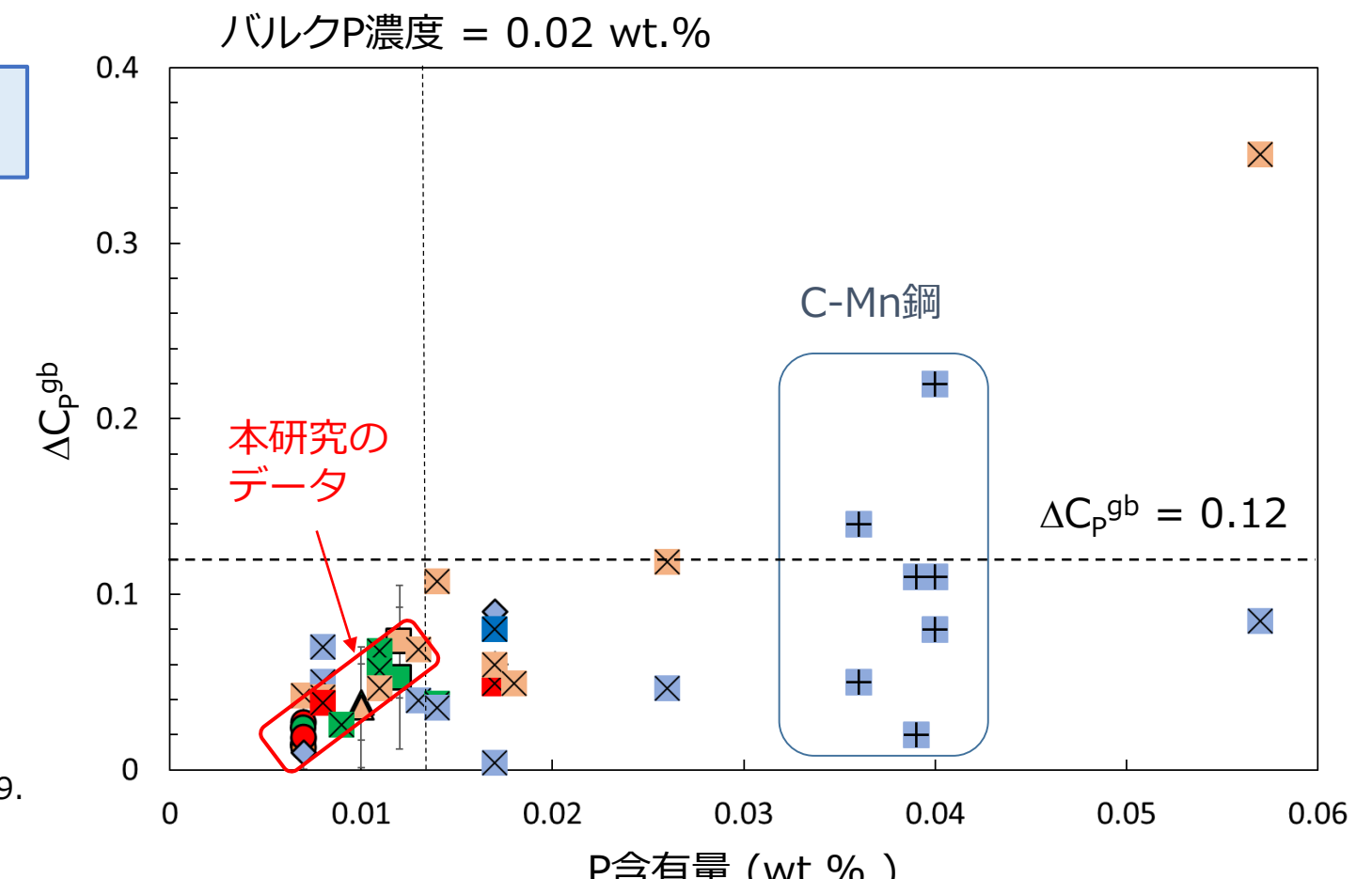


S1材 (P: 0.007wt.%) のPの粒界偏析

- 照射によりPの粒界偏析量は増加。
- 照射量の増加に伴う粒界偏析量の増加は見られず、ほぼ一定値。
- PWR照射材の方がMTR照射材よりPの粒界偏析量が若干高めに見積もられる傾向が示されたが、その差は軽微。

粒界脆化顕在化の可能性

凡例
 ● 今回取得データ
 ● S1 (P: 0.007)、▲: BM (0.01)、■: WM (0.012)
 過去のデータ
 ×: MnNiMo鋼 (母材、溶金) [1-4]
 ◆: MnNiMo鋼 (HAZ) [5]
 ⊕: C-Mn鋼 [6]
 照射量に応じて色分け
 (青: < 3.0 × 10¹⁹ n/nm², 緑: 3.1 - 6.0 × 10¹⁹ n/nm², 橙: 6.1 - 9.0 × 10¹⁹ n/nm², 赤: > 9.1 × 10¹⁹ n/nm²)



照射によるPの粒界偏析量の増加量 (ΔC_p^{gb}) とP含有量との関係

- 照射によるPの粒界偏析量の増加量 (ΔC_p^{gb}) の照射量依存性は小さく、材料のP含有量に依存。
- 本研究の実験結果は「P含有量0.02wt.%以下で、ΔC_p^{gb}が0.12を超えない範囲では粒界脆化が顕在化する可能性は低い」という既往知見[1]の範囲内。

- PWR照射材とMTR照射材との比較から、P含有量0.007wt.%の材料では、Pの粒界偏析量の照射速度依存性は軽微であることを確認。
- MTR照射材の結果を含む既往研究データとの比較により、今回分析した材料の範囲では、粒界脆化顕在化の可能性は低いと推察。

◆実機で高照射量まで照射された圧力容器鋼の微細組織変化を分析。
 ◆高照射量領域で特有の脆化メカニズムの発現は見られなかったが、現行の脆化予測法では考慮されていないSiの脆化への寄与を示唆する結果を取得。