

# イオン照射したステンレス鋼の変形挙動

## Characterization of Deformation Structure in Ion-irradiated Stainless Steels

三浦 照光 (Terumitsu Miura)\*<sup>1</sup> 藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii)\*<sup>1</sup> 福谷 耕司 (Koji Fukuya)\*<sup>1</sup>  
川岸 礼佳 (Ayaka Kawagishi)\*<sup>2</sup> 伊藤 慶文 (Yoshifumi Ito)\*<sup>3</sup>

**要約** 照射ステンレス鋼の変形の基礎的挙動を調べることを目的に、イオン照射した SUS316 と SUS304 ステンレス鋼を用いて、変形の局所化に対する損傷量、照射温度、変形温度および変形速度の影響と鋼種による変形挙動の違いを調べた。300、400 および 500°C で最大 20dpa まで 200keVHe<sup>+</sup> イオンを照射した SUS316 と SUS304 に、300°C と室温で変形速度  $10^{-4}$ /s と  $10^{-7}$ /s で 2% の塑性変形を加え、変形に伴い表面に現れるすべり線とその断面のマイクロ組織の変化から変形の局所化を評価した。転位ループと He バブルの発達により転位のすべり運動が阻害されすべり線間隔が広がることおよび He バブルが発達した領域ではナノ双晶を形成し変形が進行することが分かった。変形の局所化は変形温度や変形速度によって異なったが、変形速度による変形モードの違いは見られなかった。SUS316 と SUS304 の変形モードに差は見られなかったが、照射欠陥の数密度が少なく硬化量の小さい SUS304 ですべり線間隔が広がる傾向が見られ、変形の局所化は損傷組織のみならず、材料自身の積層欠陥エネルギー等の材料因子の影響も受けることが分かった。

**キーワード** イオン照射、ステンレス鋼、照射誘起応力腐食割れ、変形の局所化、マイクロ組織、変形モード

**Abstract** To investigate deformation structure in irradiated stainless steels, influences of irradiation doses, irradiation temperatures, deformation temperatures and deformation rates in SUS316 and SUS304 stainless steels on deformation localization and differences on deformation in both steels were investigated using ion-irradiated stainless steels. SUS316 and SUS304 specimens were irradiated by 200keV He<sup>+</sup> ions at 300, 400 and 500°C up to 20dpa at damage peak depth and were tensiled at deformation rates of  $10^{-4}$ /s and  $10^{-7}$ /s to 2% plastic deformation at 300°C and room temperature. The deformation localization was estimated by observations of slip lines on the surface and deformation microstructures. The slip line spacing widened in a consequence of preventions of dislocation sliding by developing dislocation loop and He-bubble structures. The deformation progressed with formations of nano-twin at the region where He-bubbles developed. The deformation localization depended on deformation temperatures and deformation rates, whereas deformation modes were not changed by deformation rates. Although deformation modes of SUS316 and SUS304 were the same, SUS304, in which the number density of defects was small and irradiation hardening was low, showed wider slip line spacing compared with that in SUS316, indicating that the deformation localization depends on material factors such as stacking fault energy as well as damage structures.

**Keywords** ion irradiation, stainless steel, IASCC, deformation localization, microstructure, deformation mode

## 1. はじめに

照射誘起応力腐食割れ (irradiation assisted stress corrosion cracking, IASCC) は、中性子照射による材料組成やマイクロ組織の変化に起因して発生する応力腐食割れであり、軽水炉の高経年化を考える上で重要な問題の一つである。IASCC に関する研究は 1980 年代中頃から本格的に行われており、粒界型の

割れとなること、発生のしきい中性子照射量があること等が明らかにされているがその発生機構については未だ不明な点が多い<sup>(1)(2)</sup>。近年、ステンレス鋼における IASCC の発生および進展には、照射に伴うステンレス鋼の変形の局所化による粒界への応力の集中が重要な役割を持つと考えられている<sup>(3)</sup>。照射ステンレス鋼では変形は転位チャンネルに集中しており、変形に伴い粒界に転位の蓄積が生じる。照

\* 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 現在 (株)東芝

\* 3 若狭湾エネルギー研究センター

射量の増加に伴って転位チャンネルの間隔が広がり、個々のチャンネルにおける変形量が増加するとともに粒界へ蓄積する転位が増加する。そのため、高照射量のステンレス鋼では粒界に対して部分的に高応力が発生し、粒界変形や酸化物層の破壊によって粒界割れの発生およびその進展が起これと考えられる。ステンレス鋼のIASCC機構を解明するためには、照射ステンレス鋼の変形挙動を把握し、変形の局所化と照射組織、変形条件との関係を解明することが重要となる。

照射された金属の変形挙動に関する研究は古くから行われているが、これらの多くは純金属の変形挙動に関する研究であり<sup>(4)</sup>、軽水炉の運転条件に該当した温度条件での実用ステンレス鋼の変形挙動についてはまだよく分かっていない。これまでに我々は軽水炉内で照射されたステンレス鋼を用いて変形挙動に関する研究を行い、粗大な転位チャンネルと粒界の相互作用によって粒界はく離が発生することを明らかにした<sup>(5)</sup>。照射ステンレス鋼の変形挙動を把握するためには中性子照射材を用いて照射条件や変形条件を幅広く変えて変形試験を実施することが最適であるが、中性子照射材では照射条件に限られる上、放射化した試料を用いた試験を数多く実施することは困難である。そのため、イオン照射のように照射量や照射温度を高精度かつ比較的容易に変えて実験が行えるシミュレーション照射は変形挙動の研究を行う上で有効であると考えられる。よって、イオン照射したステンレス鋼を用いて変形試験を実施し、照射ステンレス鋼の変形挙動についての基礎的な検討を合わせて進めている。

本研究では、イオン照射した SUS316 と SUS304 ステンレス鋼を用いて、照射ステンレス鋼の変形の局所化に対する損傷量、照射温度、変形温度および変形速度の影響を調べるとともに鋼種による変形挙動の違いを調べた。試料には 300, 400 および 500°C で 200keVHe<sup>+</sup> イオンを最大 20dpa まで照射した SUS316 と SUS304 を用いた。損傷領域のミクロ組織観察と硬さ測定を実施し、300°C と室温において変形速度 10<sup>-4</sup>/s と 10<sup>-7</sup>/s で 2% の塑性変形を加え、試料表面に生じたステップと断面のミクロ組織を観察した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材には溶体化熱処理 (1050°C × 0.5h + 水冷) を行った SUS316 と SUS304 を用いた。表 1 に化学組成を示す。SUS316 と SUS304 の平均粒径はそれぞれ 29 μm と 89 μm であった。供試材より作製した小型引張試験片の形状を図 1 に示す。試験片加工には放電加工を用いた。ゲージ部 (試験片中央の平行部) を SiC#1200 までの研磨と粒径 3 μm のダイヤモンドおよびコロイダルシリカによるバフ研磨で鏡面とした。最表面の加工層の除去は、40% 硫酸 + 60% リン酸溶液を用いた電解研磨により行った。

### 2.2 イオン照射

イオン照射には若狭湾エネルギー研究センターの 200kV マイクロ波イオン源イオン注入装置を用いた。照射は試験片のゲージ部片面にのみ行った。照射イオンは 200keVHe<sup>+</sup> イオンであり、弾き出しエネルギーを 40eV として損傷計算コード SRIM-2000<sup>(6)</sup> を用いて評価した損傷のピーク深さは 520nm であり、最大深さは約 800nm であった。また、注入 He 分布のピーク深さは 600nm であった。照射温度は

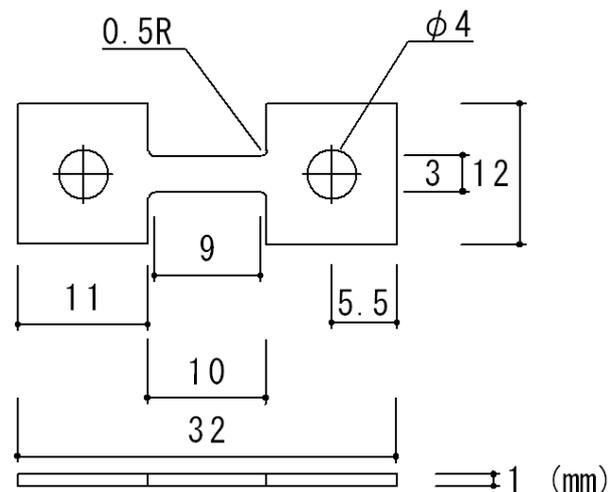


図1 小型引張試験片の形状

表1 供試材の化学組成 (wt %)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS316	0.048	0.44	1.42	0.024	0.005	11.05	16.47	2.08	balance
SUS304	0.040	0.31	1.59	0.031	0.001	9.21	18.34	0.37	balance

300, 400 および 500°C であり, イオンフラックスは約  $6 \times 10^{13}/\text{cm}^2/\text{s}$  とした. 損傷ピーク深さにおける損傷速度は  $1.7 \times 10^{-3}\text{dpa}/\text{s}$  である. 本研究では損傷量を損傷ピーク深さでの値と定義する. 照射条件を表 2 にまとめて示す.

表 2 照射条件

	照射温度 (°C)	損傷量 (dpa)
SUS316	300	0.1, 0.5, 2, 4, 20
	400	4
	500	4
SUS304	300	0.1, 0.5, 1, 2, 4, 20

## 2.3 照射後試験

### (1) 変形前のマイクロ組織観察

変形試験前の試験片断面および試験片表面より深さ 500nm におけるマイクロ組織を透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscope, TEM, HITACHI HF-2000) を用いて観察した. 断面観察した試料は, 300°C で 0.1, 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS316 である. 深さ 500nm での組織を観察した試料は, 300°C で 0.1, 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS316 と 500°C で 4dpa 照射した SUS316, 300°C で 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS304 である.

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. 断面観察では FIB 加工により試験片表面から  $4 \times 16 \times 10 \mu\text{m}$  の領域を, 深さ 500nm での組織観察では  $10 \times 15 \times 13 \mu\text{m}$  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, 厚さ  $15 \mu\text{m}$  の Mo メッシュに固定した. その後, TEM 観察用の薄膜を FIB 加工した. FIB 加工によ

るダメージ層の除去はフラッシュ電解研磨, または低エネルギー Ar イオンビームスパッタリング装置 (Technoorg Linda 製 GENTLE MILL) を用いて 1keV および 100eV の Ar イオンビームによるスパッタリングによって行った. 薄膜の厚さはマイクロディフラクション法と電子線で穴を開けた薄膜を傾斜させて観察し評価した.

### (2) 硬さ測定

損傷領域の硬さを評価するため, ナノインデンテーション装置 (株式会社エリオニクス製 ENT-1100) を用いた. 一般に硬さ測定では押し込み深さの約 4 倍の領域の硬さが評価されるが, ナノインデンテーションによる微小領域の硬さ測定でも同様であることが報告されている<sup>(7)</sup>. 押し込み深さを損傷領域深さの約 1/4 である 150nm とし, 試験片ごとに 40 点以上の測定を実施し, 平均値と標準偏差を得た.

## 2.4 変形試験

温度および雰囲気制御可能な引張試験装置 (株式会社島津製作所製 島津オートグラフ AG-100kNG および東伸工業株式会社製 アルゴン雰囲気中 SSRT 試験装置) を用いて, 大気中または Ar ガス雰囲気中において単軸引張試験を実施した. 塑性変形量は 2% とした. ゲージ部の変形量は試験前に硬度計を用いて形成した圧痕間隔の変化量から求めた. 変形温度は 300°C と室温とし, 変形速度は  $10^{-4}/\text{s}$  と  $10^{-7}/\text{s}$  とした. なお,  $10^{-7}/\text{s}$  の引張試験では試験時間が長いため, 試験片表面の酸化を防ぐために Ar ガス雰囲気中で行った. 変形条件を表 3 にまとめて示す.

表 3 変形条件

	照射温度 (°C)	損傷量 (dpa)	変形温度 (°C)	変形速度 (/s)	雰囲気
SUS316	300	未照射, 4	室温	$10^{-4}$	大気
		未照射, 0.1, 0.5, 2, 4, 20	300	$10^{-4}$	大気
	400	4	300	$10^{-4}$	大気
	500	4	300	$10^{-4}$	大気
	300	未照射, 0.1, 0.5, 1, 2, 4, 20	300	$10^{-7}$	Ar
SUS304	300	未照射, 0.1, 0.5, 1, 2, 4, 20	300	$10^{-7}$	Ar

## 2.5 変形後試験

### (1) 表面観察

変形試験後の試験片表面をデジタルマイクロスコプ（株式会社キーエンス製 VHX-200）を用いて観察し，表面に生じたステップの応力軸に対する角度と平均間隔を結晶粒ごとに測定し，100個の結晶粒での角度分布と平均間隔を得た。

### (2) 変形後のミクロ組織観察

TEMを用いて変形試験後の試験片断面のミクロ組織を観察した。観察した試料は，300℃，変形速度 $10^{-4}/s$ と $10^{-7}/s$ で変形させた未照射および300℃で0.1, 0.5, 2, 4および20dpa照射したSUS316と300℃，変形速度 $10^{-7}/s$ で変形させた未照射および300℃で0.1, 0.5, 2, 4および20dpa照射したSUS304である。TEM観察は試験片表面より応力軸に対してほぼ垂直な表面ステップを選び，前述のFIB加工法でTEM観察試料を作製して行った。

## 3. 実験結果

### 3.1 変形前のミクロ組織

図2に300℃で0.1, 0.5, 4および20dpa照射したSUS316の変形前の断面のミクロ組織を示す。表面から深さ約700nmまでの領域に見られる細かな黒い点はイオン照射による損傷を示しており，転位ループとブラックドットと呼ばれるループ状および

点状の像を示す点欠陥集合体である。また，キャビティの発達も観察された。試験片表面より深さ約100nmまでに見られる損傷はFIB加工によるダメージである。0.1dpaと0.5dpa照射したSUS316では試験片表面より深さ500nmを中心に損傷組織が発達しており，損傷ピークの深さが500nmであることが分かる。4dpa照射したSUS316のTEM写真では回折条件がブラッグ条件から少し外れており，全体的にコントラストが薄くなっている。この写真では深さ400nmから600nmの領域で周囲の損傷組織に比べてコントラストが薄くなっているが，これは照射したHeがこの深さに蓄積しているためである。SRIM-2000を用いて計算した損傷ピーク深さと注入Heピーク深さはそれぞれ520nmと600nmであり，計算結果と観察結果はよく一致している。

図3および図4に変形前の深さ500nmにおけるミクロ組織を示す。図3は300℃で0.1, 0.5, 4および20dpa照射したSUS316と500℃で4dpa照射したSUS316であり，図4は300℃で0.5, 4および20dpa照射したSUS304である。図3および図4の上段および中段はそれぞれ $1\mu m$ のアンダーフォーカスおよびオーバーフォーカスで撮影したキャビティの吸収コントラスト像であり，下段は(111)面上の積層欠陥に起因したストリークによる暗視野像であり，転位ループの像を示している。深さ500nmでは照射したHeが1dpaにつき約1at%蓄積しており，Heは空孔を捉えてバブルを形成する性質があることから<sup>(8)</sup>，観察されたキャビティはHeバブルであると考えられる。300℃で照射したSUS316では，大

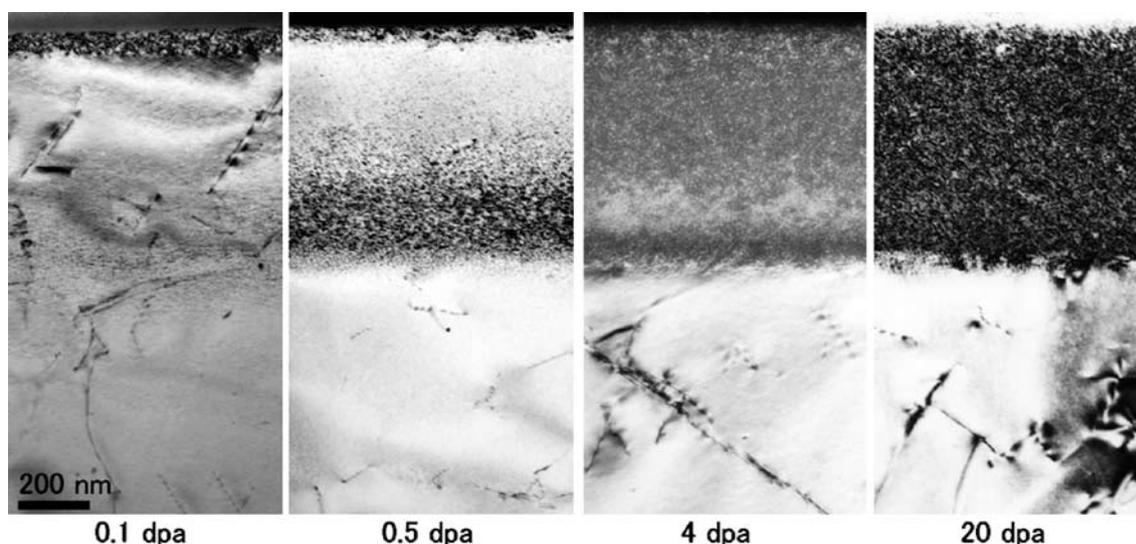


図2 300℃で照射したSUS316の変形前の断面のミクロ組織

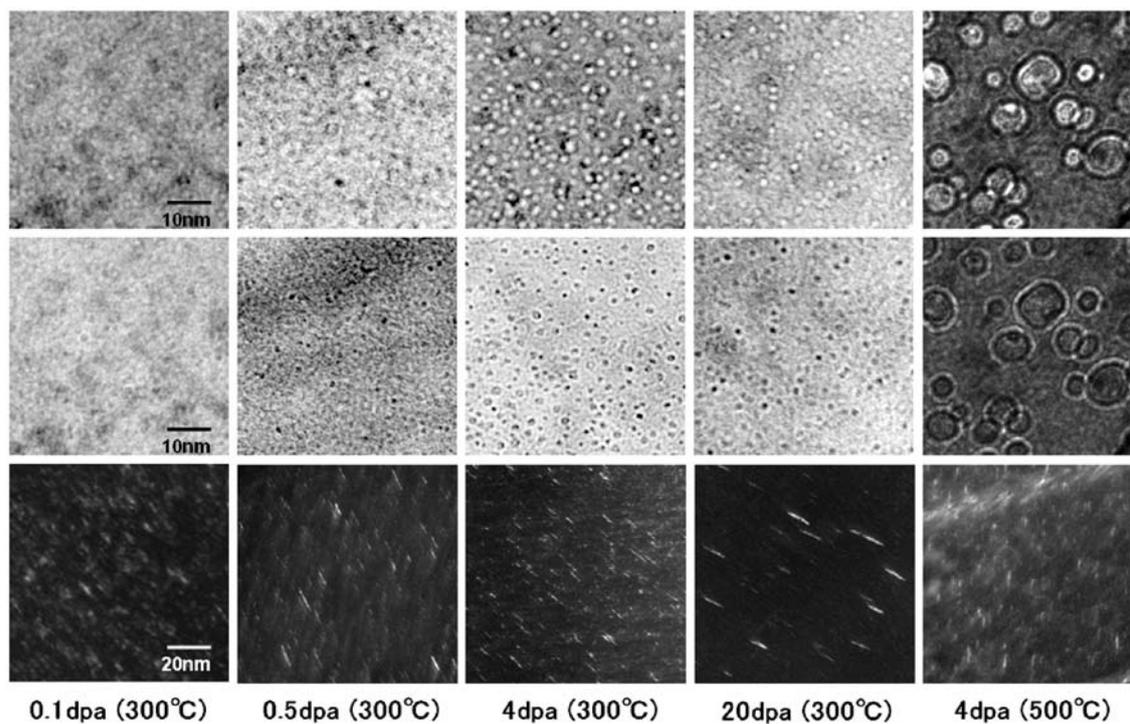


図3 300°Cおよび500°Cで照射したSUS316の深さ500nmにおけるマイクロ組織  
 (上段：アンダーフォーカス像, 中段：オーバーフォーカス像, 下段：(111) ストリークによる暗視野像)

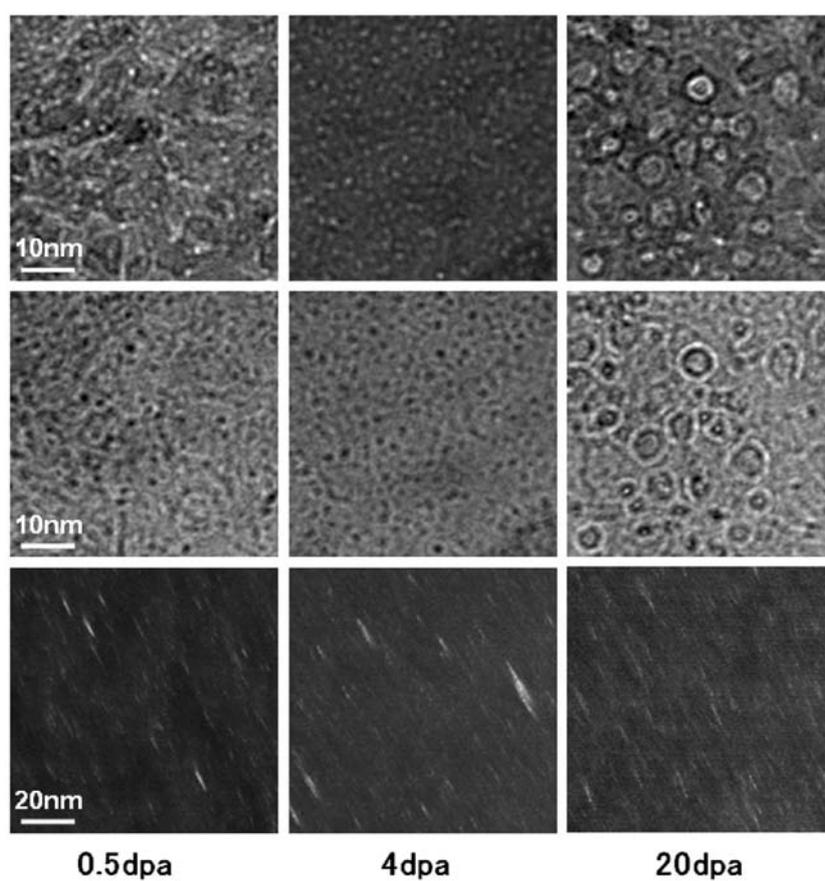


図4 300°Cで照射したSUS304の深さ500nmにおけるマイクロ組織  
 (上段：アンダーフォーカス像, 中段：オーバーフォーカス像, 下段：(111) ストリークによる暗視野像)

きさが1.5nm程度のHeバブルが高密度に発達しており、転位ループは最大で17nmのループが観察された。500℃で4dpa照射したSUS316では、Heバブルが成長し、10nm程度の大きさのHeバブルが観察されているが、転位ループの大きさは300℃と比較して大きな違いは見られない。SUS304では、4dpaまでは大きさ1nm程度のHeバブルが高密度に発達しており、20dpaではHeバブルが成長し7nm程度の大きさのHeバブルが観察された。また、転位ループは最大で大きさが20nmのループが観察された。

図5に深さ500nmのミクロ組織観察より測定した転位ループとHeバブルの平均直径と数密度を示す。300℃で照射したSUS316では、損傷量の増加に対して転位ループの平均直径は増加し、数密度は0.5dpa以上では減少傾向を示した。また、Heバブルの平均直径は変化しないが、数密度は4dpaまでは大きく増加し、20dpaでは減少した。500℃で照射した

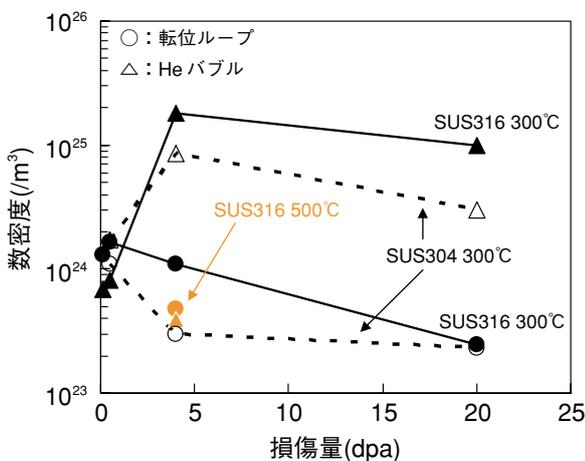
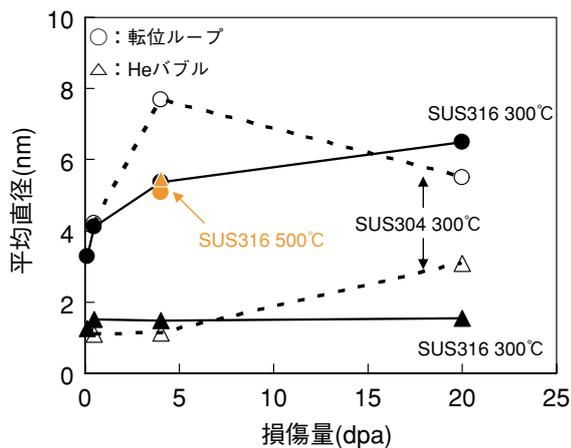


図5 深さ500nmにおける転位ループとHeバブルの平均直径と数密度の損傷量依存性

SUS316では、300℃に比べて転位ループの平均直径は変わらないが、数密度は減少し、Heバブルの平均直径は大きく増加するが、数密度は減少した。300℃で照射したSUS304では、転位ループの平均直径は0.5dpaから4dpaにかけて大きく増加したが、20dpaでは減少し、数密度は損傷量の増加に伴って減少傾向を示した。Heバブルの平均直径は4dpaまでは損傷量に対して変化しないが、20dpaでは大きく増加し、数密度は4dpaまでは損傷量の増加に伴って増加するが、20dpaでは減少した。

以上のTEM観察結果から、300℃で照射したSUS316とSUS304では、4dpaまでは転位ループがHeバブルよりも高密度に発達しているが、4dpa以上ではHeバブルが高密度に発達し、支配的な欠陥が損傷量の増加に伴って転位ループからHeバブルへと変化することが分かった。300℃から500℃への照射温度の増加に対する転位ループとHeバブルの平均直径と数密度の変化の傾向は、照射温度の増加に伴って照射欠陥のサイズが大きくなり、数密度が減少する傾向が見られるこれまでの知見と一致した。また、鋼種による違いとして、SUS304ではSUS316に比べて転位ループとHeバブルの数密度が少ない傾向があった。

### 3.2 硬さ

図6に300、400および500℃で照射したSUS316と300℃で照射したSUS304の損傷領域の硬さを示す。損傷量の増加に伴って、300℃で照射したSUS316では硬さが増加するが、硬さの増加は約

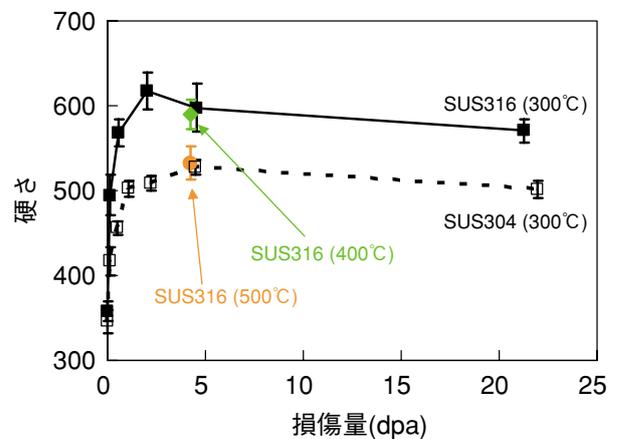


図6 SUS316とSUS304の損傷領域の硬さの損傷量依存性

2dpa で飽和した。照射温度の影響については、4dpa 照射した SUS316 において、400℃では 300℃とほぼ変わらないが、500℃では 300℃よりも硬さの増加量が小さくなった。SUS304 については、未照射での硬さは SUS316 と同じであり、損傷量の増加に伴って硬さが増加し、約 2dpa で硬さの増加は飽和した。飽和後の硬さの増加量は SUS316 に比べて小さくなった。

### 3.3 変形後の表面ステップ

図 7 に変形試験後の試験片表面の観察例を示す。図 7 の上段はデジタルマイクロスコープを用いて観察した試験片表面であり、下段は走査プローブ顕微鏡を用いて測定した試験片表面のステップである。変形後の試験片表面では各結晶粒でステップが生じており、その応力軸に対する角度は結晶粒ごとに異なった。表面ステップの間隔は同一粒内において数 100nm から数  $\mu\text{m}$  まで幅広く変化し、間隔が数  $\mu\text{m}$  の粗大なステップに間隔が数 100nm の微細なステップが付随して生じており、その高さは数 nm から数 10nm であった。

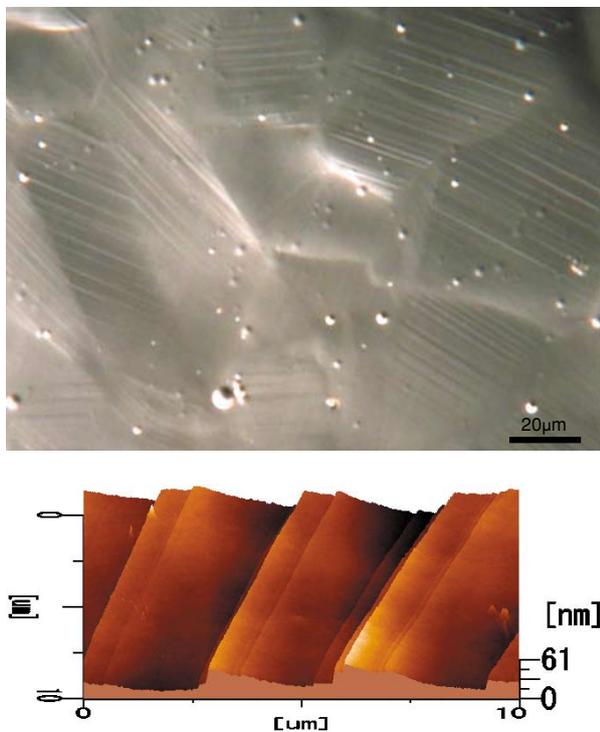


図 7 変形試験後の試験片表面の観察例 (SUS316, 4dpa, 変形速度:  $10^{-4}/\text{s}$ )  
(上: デジタルマイクロスコープ, 下: 走査プローブ顕微鏡)

変形試験後の 20dpa 照射した SUS316 と SUS304 ではゲージ部の一部で表面組織のはく離が観察された。ステップの角度と間隔の測定は組織のはく離していない表面より行った。SRIM-2000 を用いて計算した 20dpa 照射時の He 注入量は注入 He ピーク深さで 25at% であり、注入 He ピーク深さには高密度の He バブルが発達している。多量のガスイオンが照射された金属等では、ガス原子が表面直下に集合して表面近傍の組織をはく離させるプリスタリングが知られており、20dpa 照射した SUS316 と SUS304 で観察された表面組織のはく離は高密度の He バブルによるプリスタリングによって起こったと考えられる。変形試験後の 20dpa 照射した SUS316 と SUS304 でプリスターが観察され、SUS316 よりも SUS304 の方が広い範囲で表面組織のはく離が観察された。20dpa 照射した SUS316 と SUS304 の深さ 500nm のマイクロ組織では SUS316 に比べて SUS304 で He バブルが成長しており、はく離の範囲が SUS316 と SUS304 とで異なる原因として SUS316 と SUS304 の He バブルの発達の違いが考えられる。

図 8 に 300℃, 変形速度  $10^{-4}/\text{s}$  で変形させた未照射および 300℃で 0.5dpa と 20dpa 照射した SUS316 の表面に生じたステップの応力軸に対する角度分布を示す。表面ステップの角度分布は損傷量に依らず、45° 付近をピークとした同じ分布傾向を示した。また、他の変形条件で変形させた試験片で観察された表面ステップも、図 8 に示される角度分布と同じ分布傾向を示した。図 8 に一様な引張応力を加えた場合に表面で見られるすべり線の応力軸に対する角度分布の計算結果<sup>(9)</sup>を同時に示した。ステップ角度の

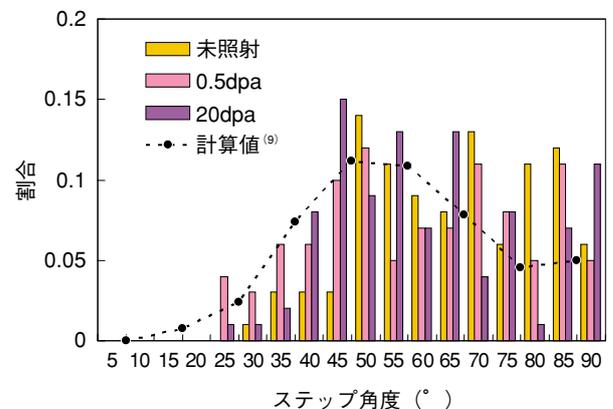


図 8 表面ステップの応力軸に対する角度分布  
(SUS316, 照射温度: 300℃, 変形温度: 300℃, 変形速度:  $10^{-4}/\text{s}$ )

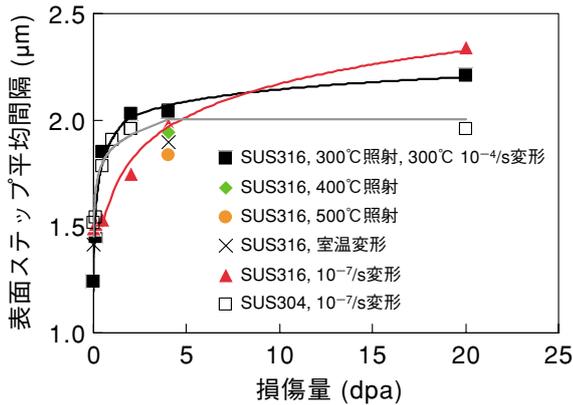


図9 各種条件における表面ステップ平均間隔の損傷量依存性

分布傾向はすべり線の角度分布の計算結果と比較的良好く一致している。本研究で観察された表面ステップはすべりによって生じたものであると考えられる。

図9に照射・変形条件ごとの表面ステップの平均間隔を示す。損傷量の増加に対して、300°C、変形速度 $10^{-4}/s$ で変形させた300°Cで照射したSUS316では、表面ステップ平均間隔は低損傷量から大きく増加し、20dpa程度の高損傷量では飽和傾向を示した。照射温度の影響については、300、400および500°Cで4dpa照射したSUS316では、照射温度の増加に対して表面ステップ平均間隔は狭くなる傾向が見られた。変形温度の影響については、300°Cと室温で変形させたSUS316では、室温変形での表面ステップ平均間隔は未照射ではより広くなるが、4dpa照射では狭くなる結果が得られた。変形速度の影響については、変形速度 $10^{-4}/s$ と $10^{-7}/s$ で変形させたSUS316では、変形速度 $10^{-7}/s$ での表面ステップ平均間隔は未照射ではより広く、損傷量の増加に対して緩やかに増加し、20dpa程度の高損傷量ではより広がった。鋼種による違いについては、変形速度 $10^{-7}/s$ で変形させたSUS316とSUS304では、SUS304の表面ステップ平均間隔は未照射でほぼ同じであるが、損傷量の増加に伴って低損傷量から大きく増加し、4dpaまではより広がるが、それ以上の損傷量では飽和してより狭くなった。

照射に伴う表面ステップ間隔の増加は損傷領域内でのすべりの間隔が増加し、変形が局所化していることを示している。表面ステップの測定結果から、損傷量の増加に伴って変形は局所化するが、高損傷量では飽和傾向が見られること、照射温度の増加によって局所化の度合いが小さくなること、局所化の

度合いは変形温度や変形速度によって変化し、SUS316とSUS304とでも異なることが分かった。

### 3.4 変形後のマイクロ組織

図10から図12に表面ステップの断面のマイクロ組織の例を示す。図10は300°C、変形速度 $10^{-4}/s$ で変形させた未照射および300°Cで0.5dpaと4dpa照射したSUS316であり、図11は300°C、変形速度 $10^{-7}/s$ で変形させた未照射および300°Cで0.5dpaと4dpa照射したSUS316であり、図12は300°C、変

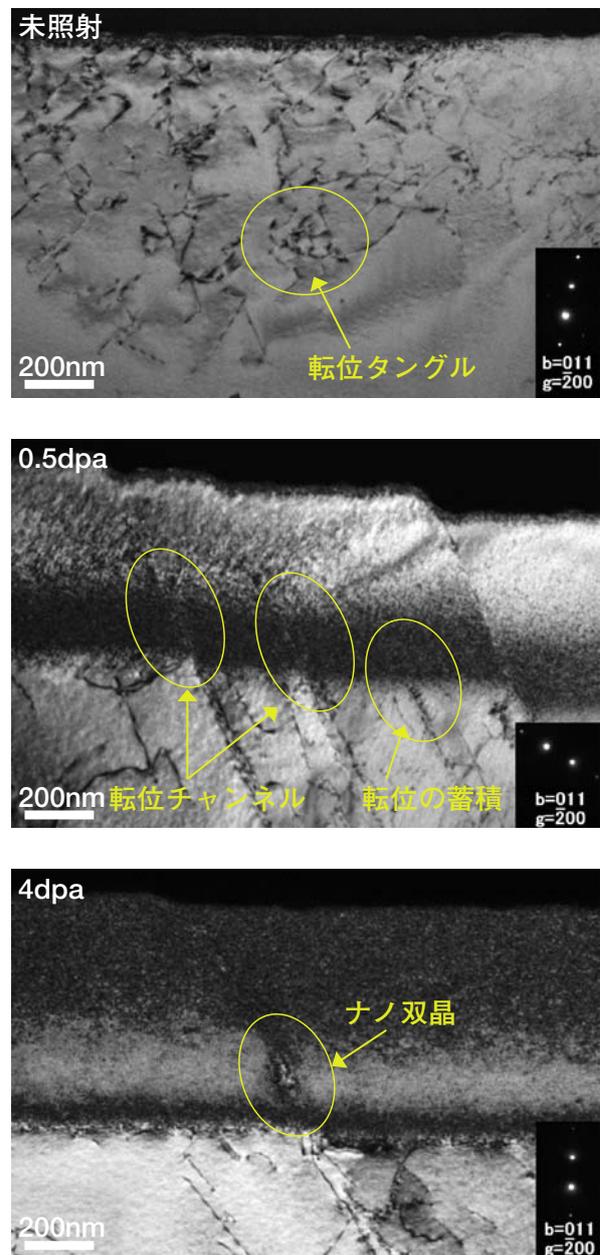


図10 変形後のマイクロ組織 (SUS316, 変形温度: 300°C, 変形速度:  $10^{-4}/s$ )

形速度  $10^{-7}/s$  で変形させた未照射および  $300^{\circ}C$  で  $0.5dpa$  と  $4dpa$  照射した SUS304 である。変形後の未照射および  $0.1dpa$  照射した SUS316 と SUS304 や  $0.5dpa$  以上照射した SUS316 と SUS304 の未照射領域では、転位のもつれ（転位タングル）や転位配列が形成された。 $0.5dpa$  以上照射した SUS316 と SUS304 では、損傷組織によって試料内部から表面への転位のすべり運動が阻害され、一部で転位の蓄積が観察された。 $0.5dpa$  と  $2dpa$  照射した SUS316 と SUS304 では、転位が表面まで到達した場所に転位チャンネルが形成された。転位チャンネルを詳しく

く見るため、図 13 に変形速度  $10^{-7}/s$  で変形させた  $2dpa$  照射した SUS316 の  $(111)$  面からの回折ストリークによる暗視野像を示す。転位ループの像は図中右上の電子回折図の赤色の丸枠で示した箇所に現れるストリークから結像して得た。転位が表面へ到達したすべり面では線状に転位ループの無い領域があり、転位のすべり運動によって転位ループが除去されていることを示しており、転位チャンネルが形成されていることが確認された。 $4dpa$  と  $20dpa$  照射した SUS316 と SUS304 では、損傷ピーク深さ近傍の He バブルが発達した領域でナノ双晶が形成さ

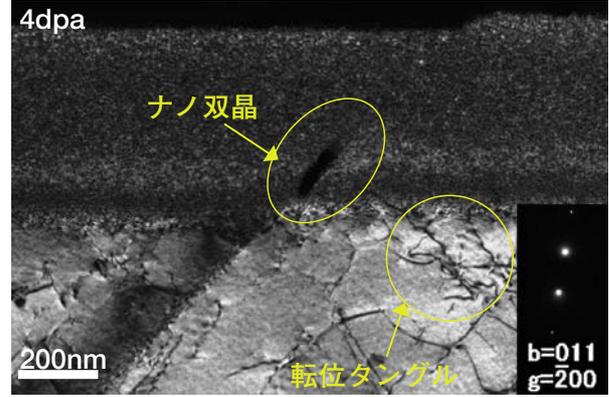
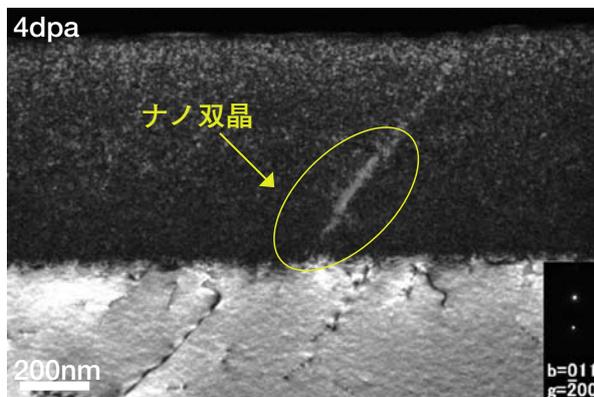
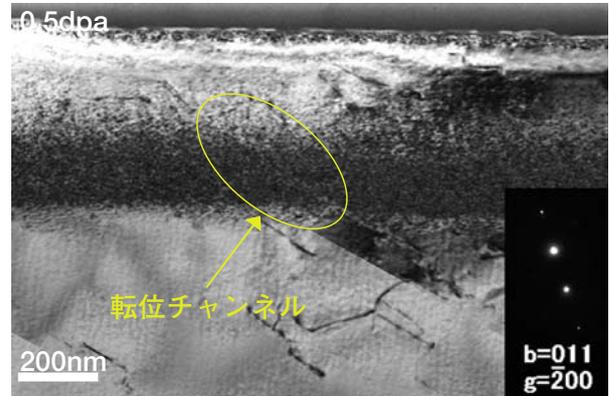
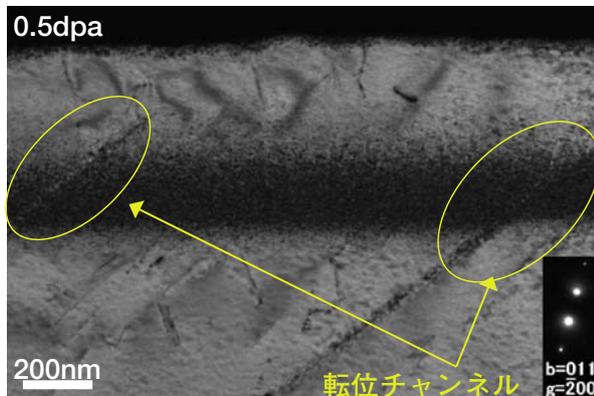
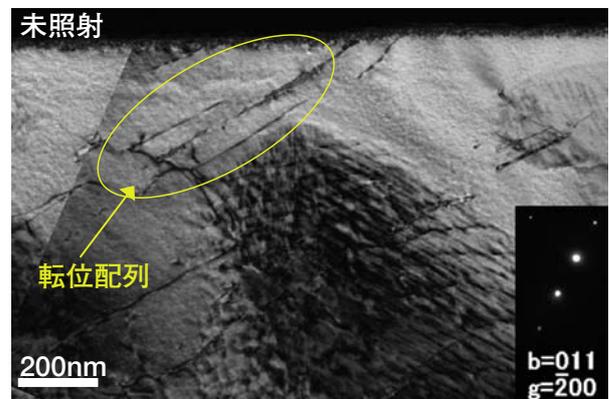
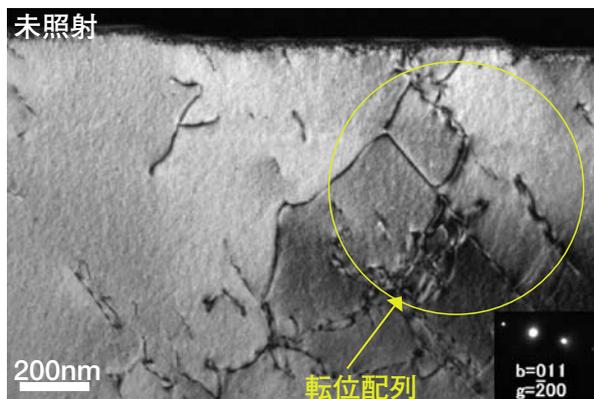


図 11 変形後のマイクロ組織 (SUS316, 変形温度:  $300^{\circ}C$ , 変形速度:  $10^{-7}/s$ )

図 12 変形後のマイクロ組織 (SUS304, 変形温度:  $300^{\circ}C$ , 変形速度:  $10^{-7}/s$ )

れた。また、表面近くでは転位チャンネルが形成された。ナノ双晶を詳しく見るため、図 14 に変形速度

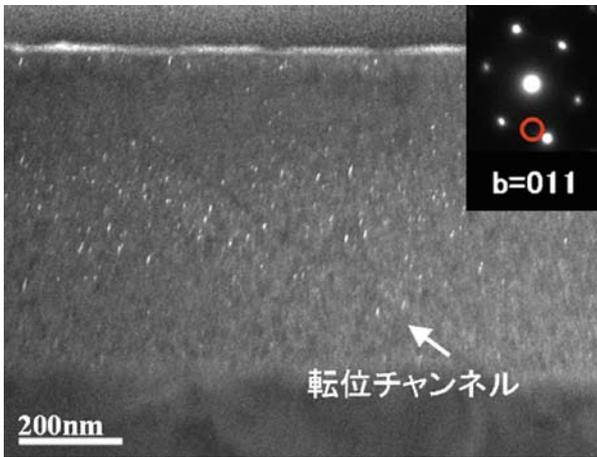


図 13 (111) ストリークによる暗視野像 (SUS316, 2dpa, 変形温度: 300°C, 変形速度:  $10^{-7}/s$ )  
※右上図中の丸枠内のストリークを結像

$10^{-4}/s$  で変形させた 20dpa 照射した SUS316 の変形マイクロ組織とその損傷ピーク深さ周辺の各場所で TEM の電子線を絞って得た回折斑点を示す。図中に黄色の丸枠で示している箇所のすべり面に沿った狭い領域で結晶方位が変化しており、ナノ双晶が形成されていることが確認された。また、20dpa 照射した SUS316 と SUS304 ではナノ双晶の形成位置が変形速度および鋼種によって異なり、変形速度  $10^{-4}/s$  で変形させた SUS316 では損傷ピーク深さよりも浅い位置、 $10^{-7}/s$  で変形させた SUS316 では損傷ピーク深さ近傍、 $10^{-7}/s$  で変形させた SUS304 では損傷ピーク深さよりも浅い位置に形成された。ナノ双晶の形成位置が変形速度および鋼種によって異なる原因については、今後の検討課題である。

以上の TEM 観察結果から、表面ステップはすべりによって形成されること、発達した転位ループと He バブルによって試料内部から表面への転位のすべり運動および転位チャンネルの進展が阻害され、

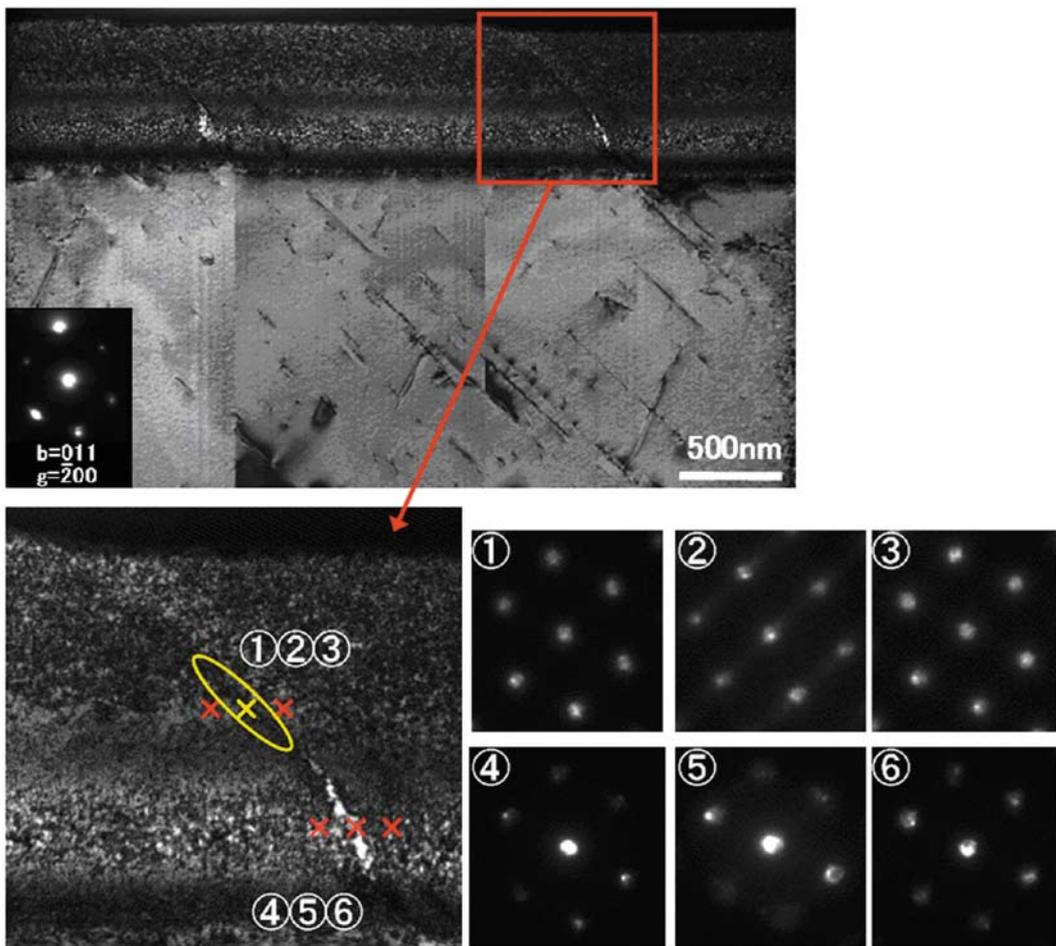


図 14 損傷領域内の各点における回折斑点 (SUS316, 20dpa, 変形温度: 300°C, 変形速度:  $10^{-4}/s$ )  
※左下図中の丸枠内では②と同じ回折斑点が観察された

損傷領域内でのすべり間隔が増加し、変形が局所化する事、He バブルが発達した領域ではナノ双晶を形成して変形が進行すること、変形モードは SUS316 と SUS304 とともに損傷量の増加に伴って一様な変形から転位チャンネルや双晶形成による局所的な変形へと変化すること、また、変形モードは変形速度によって変化しないことが分かった。

## 4. 考察

### 4.1 損傷組織、照射硬化および変形挙動の検討

本研究では、照射ステンレス鋼の変形の局所化に対する損傷量、照射温度、変形温度および変形速度の影響と鋼種による変形挙動の違いを調べた。本研究で得られた結果をまとめ、既存の報告と比較し、損傷組織、照射硬化および変形挙動について検討を行った。

300°Cで 20dpa まで 200keVHe<sup>+</sup>イオン照射を行った SUS316 と SUS304 では、損傷量の増加に対して損傷組織では転位ループと He バブルの平均直径が増加し、数密度は転位ループが減少、He バブルは増加する傾向が見られた。また、損傷領域の硬さは約 2dpa までは損傷量の増加に伴って増加し、それ以上の損傷量では飽和した。損傷領域における変形は発達した転位ループと He バブルによって阻害されて局所化し、変形モードが一様な変形から転位チャンネルや双晶形成による局所的な変形へと変化するとともに表面に生じるステップの間隔が増加した。表面ステップ間隔の増加は、高損傷量では飽和傾向を示した。他のイオン種による照射材や中性子照射材と異なり、本研究では He<sup>+</sup>イオンを照射に用いたために He バブルの発達が顕著であり、4dpa 以上の照射では転位ループよりも高密度に He バブルが発達した。転位ループの発達に対する He バブルの影響について、Lee らが報告している<sup>(10)</sup>。Lee らは 200°Cで 360keVHe<sup>+</sup>イオンと 3500keVFe<sup>+</sup>イオンを照射した SUS316LN ステンレス鋼の損傷組織を比較しており、Fe<sup>+</sup>イオン照射した SUS316LN に比べ、He<sup>+</sup>イオン照射した SUS316LN ではブラックドットと転位ループの発達が小さかった原因として、He<sup>+</sup>イオン照射では損傷速度や一次弾き出し原子の運動エネルギーが Fe<sup>+</sup>イオン照射よりも小さかったこと他に He バブルが格子間原子と空孔の再結合サイ

トとして機能することと転位の動きを留める働きがあることから、発達した He バブルによって転位ループとブラックドットの発達が阻害されたことを報告している。本研究では、300°Cで照射した SUS316 と SUS304 において、損傷量の増加に伴って高密度の He バブルが発達していることに対して、転位ループの数密度は減少しており、He バブルによって転位ループの発達が阻害された可能性が考えられる。損傷量の増加に伴うステップ間隔の増加は Cole らの実験でも観察されており、25°Cで変形させた 500°Cで 5MeVNi<sup>2+</sup>イオンを照射した SUS304L ステンレス鋼では、ステップ間隔は未照射と 1dpa 照射に比べて 5dpa 照射では増加したことが報告されている<sup>(11)</sup>。発達した転位ループと He バブルによって阻害されたすべりでは転位の蓄積が起り、応力が集中する。転位ループと He バブルの発達によって増加したせん断強度よりも応力が大きくなると、転位のすべり運動は再び進展する。転位ループは転位のすべり運動によって除去されるため、転位が表面まで到達した場所では転位ループが除去され、せん断強度が減少した領域、転位チャンネルが形成され、続く変形が転位チャンネルに集中ようになる。高損傷量では転位ループよりも He バブルが発達し、すべりの阻害に対する He バブルの寄与は大きくなる。He バブルは転位ループとは異なり、転位のすべり運動によってせん断されるが除去されないため、He バブルが発達した高損傷量の He イオン照射材ではすべりの進展に中性子照射材よりも高い応力が必要になり、双晶や積層欠陥が形成され易くなる<sup>(12)</sup>。観察された変形後のマイクロ組織をこれまでに報告されているステンレス鋼のデータとともにまとめて表 4 に示す<sup>(5)(11)~(14)</sup>。イオン照射材では表面近傍の損傷領域を除く大部分は未照射組織であり、試験片内部から表面への変形は極端に速い変形速度や低温を除いて転位のすべり運動によって始まり、表面近傍の損傷領域において転位チャンネルや双晶を形成して変形が進展する。中性子照射材では試料中にほぼ均一に損傷組織が発達しており、変形は開始時より高い応力が必要になり、転位チャンネルや双晶を形成して変形が開始される。このため、イオン照射材と中性子照射材の変形マイクロ組織を比較する際には組織の形成過程が異なることに留意する必要がある。表 4 に示される変形後のマイクロ組織では照射条件や変形条件は同じではないが、イオン照射材と中性子照射材ともに照射試料では変形マイクロ組

表4 変形後のミクロ組織の比較

報告者	材料	照射条件	照射温度 (°C)	変形温度 (°C)	歪速度 (/s)	変形量 (%)	変形後のミクロ組織
本研究	SUS316, SUS304	200keV He <sup>+</sup>	300	300	10 <sup>-4</sup> , 10 <sup>-7</sup>	2	未照射, 0.1dpa: 転位タンゲル, 転位配列
							0.5, 2dpa: 転位チャンネル 4, 20dpa: ナノ双晶, 転位チャンネル
西岡ら <sup>(6)</sup>	SUS316 (15%CW)	中性子	323 313	320 320	3.3 × 10 <sup>-4</sup> 6.7 × 10 <sup>-8</sup>	0.5 2, 3	35dpa: 双晶 4, 35dpa: 転位チャンネル, ナノ双晶, 双晶
							未照射: ネットワーク転位, 積層欠陥 1dpa: 転位すべり, 面欠陥, 双晶* 5dpa: 面欠陥, 双晶*
J. I. Cole, S. M. <sup>(11)</sup> Brummer	SUS304L	5MeV Ni <sup>2+</sup>	500	288	2 × 10 <sup>-4</sup> ~ 2.5 × 10 <sup>-6</sup>	5	1, 5dpa: 転位チャンネル
							未照射: ネットワーク転位, 積層欠陥 1dpa: 転位すべり, 面欠陥, 双晶* 5dpa: 面欠陥, 双晶*
T. S. Byun et al. <sup>(12)</sup>	SUS316LN	360keV He <sup>+</sup>	200	20 300	3 × 10 <sup>-3</sup> 3 × 10 <sup>-3</sup>	10 15	未照射, 0.0015 ~ 0.15dpa: 転位タンゲル, 積層欠陥 1.5, 15dpa: 双晶 未照射: 転位タンゲル
							6.9dpa: 双晶, 積層欠陥, マルテンサイト (ラス, レンズ) 7.4dpa: 転位チャンネル, 双晶**, 積層欠陥, マルテンサイト (ラス, レンズ)
橋本ら <sup>(13)</sup>	J316	中性子	330	室温	4 × 10 <sup>-4</sup> , 4 × 10 <sup>-6</sup>	記述無し 記述無し	未照射, 1.5, 7.5dpa: ナノ双晶
							Up to necking Up to necking
C. Bailat et al. <sup>(14)</sup>	SUS316L, SUS304L	中性子	277	277	1.5 × 10 <sup>-4</sup> 1.5 × 10 <sup>-4</sup>	Up to necking Up to necking	未照射: ナノ双晶 1.5dpa(SUS316L): ナノ双晶 1.5dpa(SUS304L): 転位チャンネル
							未照射: ナノ双晶 1.5dpa(SUS316L): ナノ双晶 1.5dpa(SUS304L): 転位チャンネル

\* 歪速度 2.5 × 10<sup>-6</sup>/s では双晶は観察されなかった  
\*\* 歪速度 4 × 10<sup>-6</sup>/s では双晶の数は少なくなかった

織として、変形温度が室温近くでは双晶の形成が見られるが転位チャンネルの形成が見られず、300℃近くでは転位チャンネルと双晶またはそのどちらかの形成が見られ、転位チャンネルは低温では形成されにくいことが分かる。

照射温度の影響については、300℃から500℃での照射温度の増加に対してSUS316の損傷組織ではHeバブルの平均直径が増加し、転位ループとHeバブルの数密度は大きく減少した。また、照射硬化量が減少し、ステップ間隔が狭くなった。照射温度の増加は、照射によって生じる点欠陥の移動度を上昇させ、格子間原子と空孔の再結合確率や格子欠陥での消滅確率を上昇させるとともに点欠陥集合体への吸収確率を上昇させるため、結果として欠陥の成長と数密度の減少が起こる。本研究で見られた照射温度に対する転位ループとHeバブルの変化も、転位ループのサイズが増加しなかったことを除いて、既存の知見と一致している。転位ループのサイズが増加しなかった原因として、Heバブルによって転位ループの発達に阻害されたためではないかと考えられる。照射硬化およびステップ間隔の増加は損傷組織の発達に起因するため、照射温度の増加による欠陥の減少に伴い、硬化量は減少しステップ間隔は狭くなった。

変形温度の影響については、300℃での変形に比べて室温変形では、ステップ間隔は未照射のSUS316ではより広く、4dpa照射したSUS316ではより狭くなった。ByunらによるSUS316LNを-150℃から400℃で変形させた実験では、200℃と400℃で15%の塑性変形を加えた未照射のSUS316LNでは転位タンゲルが変形後に観察されたが、室温で15%の塑性変形を加えたSUS316LNでは転位タンゲルの他に積層欠陥が観察された<sup>(12)</sup>。室温変形後に積層欠陥が観察されたことから、室温変形では200℃と400℃での変形に比べて交差すべりや転位の上昇運動が起こり難しくなっていることが分かり、変形温度の低下に伴って転位のすべり運動が阻害され易くなり、すべり間隔が広くなると考えられる。本研究では室温変形させたSUS316のマイクロ組織観察は実施していないが、Byunらの結果より、室温変形させた未照射のSUS316では300℃での変形に比べて転位のすべり運動が阻害され易くなっており、ステップ間隔が広くなったと考えられる。同様に4dpa照射したSUS316についても変形温度の低下に伴って転位のすべり運動が阻害され易くなることから、ステップ

間隔は室温変形でより広くなると考えられるが、実験結果では狭くなっており、原因については今後の検討課題である。

変形速度の影響については、SUS316のステップ間隔は変形速度によって異なり、低損傷量では変形速度が速い方が、高損傷量では変形速度が遅い方がより広い間隔を示した。また、損傷量の増加に伴って一様な変形から転位チャンネルや双晶形成による局所的な変形へと変化したSUS316の変形モードは変形速度によって変化しなかった。Coleらによる実験では、変形速度 $2.5 \times 10^{-4}/s$ での変形後には双晶の形成が観察されたが、 $2.5 \times 10^{-6}/s$ での変形後には双晶は観察されなかったことが報告されている<sup>(11)</sup>。また、橋本らの実験では、330℃で変形させた330℃で7dpaまで中性子照射したJ316ステンレス鋼の変形モードは、変形速度が $4 \times 10^{-4}/s$ と $4 \times 10^{-6}/s$ でも双晶と転位チャンネルが観察されているが、変形速度 $4 \times 10^{-6}/s$ の変形では双晶の形成数が減少したことが報告されている<sup>(13)</sup>。Byunらは変形モードと応力の関係をまとめ、変形温度の低下や損傷量の増加、変形速度の増加によって変形に必要な応力が増加することにより、変形モードが双晶変形へと変化することを報告している<sup>(12)</sup>。本研究では変形速度による変形モードの変化は見られなかったが、本研究での照射・変形条件では $10^{-4}/s$ から $10^{-7}/s$ の変形速度の変化による変形挙動への影響は変形モードが変化するほどは大きくなかったと考えられる。

鋼種による違いについては、300℃で照射したSUS316とSUS304では、SUS316に比べてSUS304の転位ループとHeバブルの数密度は少ない傾向があり、20dpa照射時のHeバブルの平均直径は大きくなった。また、損傷領域の硬化量はSUS316に比べてSUS304の方が小さかった。ステップ間隔は4dpaまではSUS304が、20dpaではSUS316がより広くなった。基本的な変形モードはSUS316とSUS304とでは同じであった。275℃から290℃で中性子照射したSUS316とSUS304では転位ループのサイズと数密度に鋼種による明確な違いは見られないことが報告されているが<sup>(15)</sup>、材料組成の違いは照射の際のカスケード構造に影響を与えるとともに点欠陥と結合する合金元素の種類や数密度が変化することから<sup>(8)</sup>、点欠陥の消滅および集合に影響を与え、結果として点欠陥集合体のサイズと数密度が変化することが考えられる。本研究では、転位ループとHeバブルの数密度がSUS316に比べて少ない傾

向が見られた SUS304 では、損傷組織の発達に起因する照射硬化量も SUS316 に比べて小さくなった。また、277°C で中性子照射した SUS316L と SUS304L を室温変形させた際の降伏応力は SUS304L よりも SUS316L の方が高くなることが報告されており<sup>(14)</sup>、鋼種によって照射による機械的性質の変化が異なることが示される。SUS316 と基本的な変形モードが同じであり、欠陥の数密度が SUS316 に比べて少ない SUS304 では、損傷組織の発達に起因するステップ間隔の増加量も SUS316 に比べて減少すると考えられるが、実験結果では SUS304 の方が 4dpa までは広いステップ間隔を示した。一般に金属の強度や変形挙動に対しては結晶粒径の大きさが影響することが知られている。本研究で使用した SUS316 と SUS304 の結晶粒径はそれぞれ 29  $\mu\text{m}$  と 89  $\mu\text{m}$  である。300°C、変形速度  $10^{-7}/\text{s}$  で変形させた未照射の SUS316 および SUS304 で測定したステップ間隔の平均値は約 1.5  $\mu\text{m}$  であり、粒径はその約 20 倍以上であった。未照射の SUS316 と SUS304 のステップ間隔がほぼ同じであることから、照射した SUS316 と SUS304 に見られたステップ間隔の差は結晶粒径の違いに起因するものではないと考えられる。また、微細粒鋼などの極端に結晶粒径が小さい場合では結晶粒界が欠陥の消滅サイトとして機能するために損傷組織の発達が結晶粒径によって異なるが<sup>(16)</sup>、本研究で使用した SUS316 と SUS304 の結晶粒径は十分に広いため、損傷組織の発達に対する結晶粒径の影響は無いと考える。金属の変形挙動は積層欠陥エネルギーによっても異なることが知られている。面心立方金属では転位は 2 本の半転位に分かれた拡張転位となり、積層欠陥エネルギーが小さいほど 2 本の半転位間の距離、すなわち拡張転位の幅は広がる。らせん転位は刃状転位や混合転位と異なり交差すべりを行うことが可能であるが、拡張転位が交差すべりを行うためには 2 本の半転位がもとの転位に収縮しないと不可能であるため、積層欠陥エネルギーが小さい金属では交差すべりが起こり難くなり、転位のすべり運動は転位が拡張した面内に限定される傾向が強くなる<sup>(8)</sup>。また、刃状転位や混合転位が上昇運動を行う際にも拡張転位からもとの転位に収縮しなくてはならない。よって、積層欠陥エネルギーが小さい金属では、照射欠陥によって転位のすべり運動が阻害された場合に交差すべりや上昇運動によって欠陥を迂回することが難しくなり、変形が阻害され易くなり局所化の傾向が強くなると考えられる。

SUS316 と SUS304 の積層欠陥エネルギー  $\gamma$  ( $\text{mJ}/\text{m}^2$ ) を下記の式<sup>(17)</sup>を用いて計算した。

$$\gamma = -53 + 6.2C_{\text{Ni}} + 0.7C_{\text{Cr}} + 3.2C_{\text{Mn}} + 9.3C_{\text{Mo}}, \quad (1)$$

ここで、 $C_{\text{Ni}}$ 、 $C_{\text{Cr}}$ 、 $C_{\text{Mn}}$  および  $C_{\text{Mo}}$  はそれぞれ供試材中の Ni、Cr、Mn および Mo の wt% である。積層欠陥エネルギーは SUS316 で  $50.9 \text{mJ}/\text{m}^2$ 、SUS304 で  $25.5 \text{mJ}/\text{m}^2$  であった。また、積層欠陥エネルギーより計算される拡張転位の幅  $w$  を下記の式<sup>(18)</sup>より計算した。

$$w = \frac{Gb_b^2}{8\pi\gamma} \cdot \frac{2-v}{1-v} \left[ 1 - \frac{2v}{2-v} \cos 2\varphi \right], \quad (2)$$

ここで、剛性率  $G$  は 76 GPa であり、半転位のバーガースベクトルの大きさ  $b_b$  は 1.47 nm、ポアソン比  $\nu$  は 0.33 とし、もとの転位のバーガースベクトルと転位線との角度  $\varphi$  は、もとの転位がらせん転位である場合は  $0^\circ$ 、刃状転位である場合は  $90^\circ$  となる。拡張転位の幅はもとの転位がらせん転位である場合に最も狭く、刃状転位である場合に最も広がる。SUS316 と SUS304 の拡張転位の幅は、それぞれ 1.93 nm (らせん転位)、3.99 nm (刃状転位) と 3.86 nm (らせん転位)、7.97 nm (刃状転位) であった。積層欠陥エネルギーの小さい SUS304 では、照射欠陥によってすべり運動を阻害された転位が欠陥を迂回して変形を進展させることが難しくなり、結果として SUS304 の変形は SUS316 よりも局所化し、ステップ間隔は広がったと考えられる。このことから、変形の局所化は損傷組織のみならず、材料自身の積層欠陥エネルギー等の材料因子の影響を受けると考えられる。

## 4.2 損傷組織と硬さとステップ間隔の関係

照射による損傷組織の発達に伴って、損傷領域は硬化し、損傷領域内での変形が局所化したことから、損傷領域の硬さの増加量と表面ステップ間隔は転位ループと He バブルの平均直径と数密度から計算されるせん断強度の増加値に対して相関があると考えられる。一般に損傷組織の硬さは照射欠陥の平均直径と数密度の積の平方根に比例するが、損傷組織が深さ方向に異なる損傷領域の平均的な硬さに対しては、特定の深さでの転位ループと He バブルの平均直径と数密度は直接には対応しないと考えられる。一方、試料内部からのすべりが最もせん断強度の高

い損傷ピーク深さの近傍で阻害されていることから、表面ステップ間隔は損傷ピーク深さにおける転位ループと He バブルの平均直径と数密度に対して対応すると考えられる。損傷ピーク深さを基準として、損傷領域の硬さ、表面ステップ間隔と転位ループと He バブルの平均直径と数密度との関係を検討した。

300℃で 0.1, 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS316 と 500℃で 4dpa 照射した SUS316, 300℃で 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS304 の深さ 500nm における転位ループと He バブルの平均直径および数密度から、Orowan モデルを用いて照射欠陥によるせん断強度の増加値を計算し<sup>(8)</sup>、それぞれの試験片で測定した損傷領域の硬さの増加量および表面ステップ平均間隔と比較した。せん断強度の増加値の計算には以下の式を用いた。

$$\Delta\tau = \sqrt{(\Delta\tau_i)^2 + (\Delta\tau_b)^2}, \quad (3)$$

$$\Delta\tau_i = \alpha_i G b \sqrt{N_i d_i}, \quad (4)$$

$$\Delta\tau_b = \alpha_b G b \sqrt{N_b d_b}, \quad (5)$$

ここで  $\Delta\tau$  は転位ループと He バブルによるせん断強度の増加値であり、 $\Delta\tau_i$  と  $\Delta\tau_b$  はそれぞれ転位ループと He バブルによる寄与分であり、転位ループと He バブルの数密度  $N_i$ ,  $N_b$  および平均直径  $d_i$ ,  $d_b$  から計算した。硬化係数  $\alpha_i$ ,  $\alpha_b$  は欠陥の平均直径から判断してそれぞれ 0.4 と 0.2 とし<sup>(19)</sup>、転位のバーガスベクトルの大きさ  $b$  は 0.255nm とした。

図 15 に 300℃で 0.1, 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS316 と 500℃で 4dpa 照射した SUS316, 300℃で 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS304 の転位ループと He バブルによるせん断強度の増加値に対する損傷領域の硬さの増加量を示す。300℃で照射した

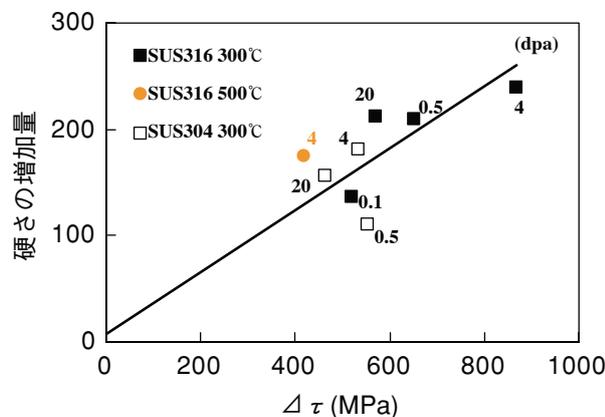


図 15 転位ループと He バブルによるせん断強度の増加値と損傷領域の硬さの増加量 (照射温度：300℃および 500℃)

SUS316 の硬さの増加量はせん断強度の増加値の増加に伴って増加し、比例関係が見られる。500℃で 4dpa 照射した SUS316 のデータも図中に同時に示した 300℃で照射した SUS316 のトレンドラインに沿っており、300℃で 4dpa 照射した SUS316 に比べて硬化量とせん断強度の増加値が小さい。SUS304 については、せん断強度の増加値に対する硬さの増加量は SUS316 のトレンドラインに沿っており、SUS316 に比べて同じ損傷量でも硬化量とせん断強度の増加値が小さい。この結果から、照射に伴う損傷領域の硬化は損傷組織の発達と対応しており、損傷ピーク深さの損傷組織で整理可能であることが分かった。これは、損傷ピーク深さのせん断強度の増加値と損傷領域の平均的な硬さが対応しているのではなく、損傷ピーク深さと硬さを評価した領域での平均的なせん断強度の増加値が損傷量に対して相対的に同じであったためであると考えられる。

図 16 に 300℃、変形速度  $10^{-4}/s$  と  $10^{-7}/s$  で変形させた未照射および 300℃で 0.1, 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS316 と 300℃、変形速度  $10^{-7}/s$  で変形させた未照射および 300℃で 0.5, 4 および 20dpa 照射した SUS304 の転位ループと He バブルによるせん断強度の増加値に対する表面ステップ平均間隔を示す。SUS316 では変形速度  $10^{-4}/s$  と  $10^{-7}/s$  とともに 4dpa までは表面ステップ平均間隔はせん断強度の増加値の増加に伴って増加し比例関係を示しているが、20dpa では図中に同時に示した 4dpa までのデータによるトレンドラインから外れている。4dpa までのせん断強度の増加値の増加に対するステップ間隔の増加量は変形速度  $10^{-7}/s$  に比べて  $10^{-4}/s$  の方が大きく、損傷組織の発達に伴って変形速度

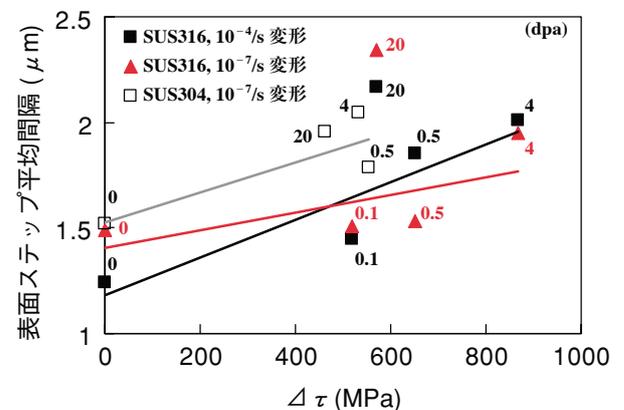


図 16 転位ループと He バブルによるせん断強度の増加値と表面ステップ平均間隔

$10^{-4}/s$ でのステップ間隔がより広くなる傾向が見られるが、その差は小さい。SUS304については、表面ステップ平均間隔はせん断強度の増加値の増加に伴って増加している。20dpa 照射を除き、SUS304では SUS316 に比べて同じせん断強度の増加値に対してより広いステップ間隔を示す傾向が見られる。

20dpa 照射した SUS316 のデータが 4dpa まで照射した SUS316 のデータと大きく異なる原因として、20dpa 照射した試験片では注入 He ピーク深さ近傍に発達した高密度の He バブルによって注入 He ピーク深さのせん断強度は 4dpa までの照射試験片とは異なり損傷ピーク深さよりも高い可能性が考えられる。4dpa までのデータから考察すると、SUS316 と SUS304 とともに表面ステップ間隔の増加は、損傷ピーク深さでの転位ループと He バブルによるせん断強度の増加と対応しており、表面ステップ間隔は損傷ピーク深さでの損傷組織によって整理可能であることが分かった。また、積層欠陥エネルギーの小さい SUS304 では SUS316 に比べて変形が阻害され易く、同じせん断強度の増加値に対して SUS316 よりもステップ間隔が広くなったと考えられる。

## 5. まとめ

200keVHe<sup>+</sup>イオン照射した SUS316 と SUS304 ステンレス鋼を用いて行った損傷組織の観察、損傷領域の硬さ測定、表面ステップの角度と間隔の測定および変形後のミクロ組織の観察から、変形の局所化に対する損傷量、照射温度、変形温度および変形速度の影響と鋼種による変形挙動の違いを調べ、以下の結果を得た。

- (1) 300℃で 200keVHe<sup>+</sup>イオン照射した SUS316 と SUS304 では、損傷量の増加に伴って、損傷領域では転位ループと He バブルが発達するとともに硬化し、転位のすべり運動が阻害されることによってすべり間隔が広くなることが分かった。また、変形モードは一様な変形から転位チャンネルや双晶形成による局所的な変形へと変化した。
- (2) 300℃から 500℃の照射温度の増加に伴って、SUS316 の損傷領域では He バブルのサイズが大きくなり、転位ループと He バブルの数密度が減少するとともに硬化量が減少し、損傷領域内でのすべり間隔は狭くなることが分かった。
- (3) 300℃から室温への変形温度の低下に伴って、未照射の SUS316 ではすべり間隔が広くなり、4dpa 照射した SUS316 では狭くなった。
- (4)  $10^{-7}/s$  から  $10^{-4}/s$  への変形速度の増加に伴って、SUS316 では損傷組織の発達に対してすべり間隔がより広くなる傾向が見られたが、その差は小さかった。また、SUS316 の変形モードは変形速度によって変化しなかった。
- (5) SUS316 に比べて SUS304 では転位ループと He バブルの発達が小さい傾向があり、照射硬化量も小さくなった。SUS316 と SUS304 の基本的な変形モードに差は見られなかったが、SUS304 では損傷組織の発達に対して SUS316 よりもすべり間隔が広くなることが分かった。

## 文献

- (1) 塚田隆, “照射誘起応力腐食割れ (IASCC) の研究動向”, 金属 Vol.73, No. 8, pp.750-753 (2003)
- (2) 福谷耕司, “照射誘起応力腐食割れ (IASCC) の機構研究の現状”, 金属 Vol.73, No. 8, pp.754-759 (2003)
- (3) G.S. Was, “Recent Development in Understanding Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking”, *Proc. of 11<sup>th</sup> Int. Conf. Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems*, pp.965-985 (2003).
- (4) 例えば, 北島貞吉, 篠原和敏, “転位チャンネルリングの立場から見た結晶塑性 中性子照射を中心として”, 日本金属学会会報, 第 15 巻, 第 11 号, pp.675-684 (1976).
- (5) 西岡弘雅, 福谷耕司, 藤井克彦, 橋内裕寿, “中性子照射されたステンレス鋼の変形挙動”, *INSS JOURNAL*, Vol.13, p.147, (2006).
- (6) J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark, “The Stopping and Range of Ions in Solids”, Pergamon, New York (1985).
- (7) 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.
- (8) 例えば, 講座・現代の金属学 材料編第 8 巻 原子力材料, 日本金属学会.
- (9) 釜谷昌幸, 福谷耕司, 北村隆行, “3 次元多結晶による照射誘起応力腐食割れ発生駆動力の評

- 価”, 日本機械学会 2006 年度年次大会, 予稿.
- (10) E.H. Lee, J.D. Hunn, T.S. Byun, L.K. Mansur, “Effects of helium on radiation-induced defect microstructure in austenitic stainless steel”, *Journal of Nuclear Materials*, 280, pp.18-24 (2000).
- (11) J.I. Cole, S.M. Bruemmer, “Post-irradiation deformation characteristics of heavy-ion irradiated 304L SS”, *Journal of Nuclear Materials*, 225, pp.53-58 (1995).
- (12) T.S. Byun, E.H. Lee, J.D. Hunn, “Plastic deformation in 316LN stainless steel characterization of deformation microstructures”, *Journal of Nuclear Materials*, 321, pp.29-39 (2003).
- (13) N. Hashimoto, S.J. Zinkle, A.F. Rowcliffe, J.P. Robertson, S. Jitsukawa, “Deformation mechanisms in 316 stainless steel irradiated at 60° C and 330° C”, *Journal of Nuclear Materials*, 283-287, pp.528-534 (2000).
- (14) C. Bailat, A. Almazouzi, N. Baluc, R. Schäublin, F. Gröschel, M. Victoria, “The effects of irradiation and testing temperature on tensile behavior of stainless steels”, *Journal of Nuclear Materials*, 283-287, pp.446-450 (2000).
- (15) S.M. Bruemmer, E.P. Simonen, P.M. Scott, P.L. Andresen, G.S. Was, J.L. Nelson, “Radiation-induced material changes and susceptibility to intergranular failure of light-water-reactor core internals”, *Journal of Nuclear Materials*, 274, pp.299-314 (1999).
- (16) 鹿野文寿, 土屋由美子, 斎藤宣久, 大川雅弘, 柴山環樹, “耐照射・耐食性を向上させた結晶粒微細化ステンレス鋼による原子炉材料の開発”, まてりあ, 第 45 巻, 第 3 号, pp.219-221 (2006).
- (17) R.E. Schramm, R.P. Reed, “Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels”, *Metallurgical transactions A*, 6A, pp.1345-1351 (1975).
- (18) 標準金属工学講座 9, 改訂金属物理学序論, 幸田成康, コロナ社.
- (19) G.E. Lucas, “The evolution of mechanical property change in irradiated austenitic stainless steels”, *Journal of Nuclear Materials*, 206, pp.287-305 (1993).