

学 位 論 文 題 名

Correlation of microstructure and nano-mechanical
property in ion-irradiated Fe based alloys

(イオン照射した鉄基合金の微細組織とナノ強度の相関)

学位論文内容の要旨

Ferritic/martensitic steels, which have excellent irradiation damage resistance, are candidates for fusion reactors. However, irradiation causes undesirable material degradation such as irradiation hardening, which may make their use impossible at low temperatures. Irradiation hardening is believed to be due to defect clusters, dislocation loops or lines, voids and bubbles, and other changes, which are produced by energetic neutron-atom collisions and nuclear transmutation reactions. To simulate high energy neutron irradiation, high energy self-ions have been employed. This thesis focused on that the correlation of microstructure and nano-mechanical property in ion-irradiated Fe based alloys.

In chapter 1, the background of the development of ferritic/martensitic for fusion reactor utilization was described. And the main purposes are the hardening mechanism in ferritic/martensitic steels; the irradiation resistance of ODS steels which contain stability of oxides, radiation hardening and defect cluster formation and diffusion; and the correlation between microstructure and nano-hardness in ion irradiated material.

In chapter 2, the experiment procedures were introduced. Firstly, the reason for selected target materials which contained both model alloy and commercial ferritic/martensitic steel was explained. TIARA facility, an ion accelerator, as the main way to investigate and/or simulate the high energy neutron irradiation was introduced. Moreover, post irradiation experiment was explained in detail in two parts. One is the microstructure observation, in the case of ion irradiation, thin foils used for TEM observation was prepared by using focused ion beam technique and low energy argon ion milling. The other is assessment of irradiation hardening using nano-indentation test.

In chapter 3, Fe-8Cr model alloy was irradiated in the TIARA facility with 10.5 MeV Fe³⁺ ions and/or 1.05 MeV He⁺ ions at 100-300 °C to 0.1-10 dpa. Irradiated specimens were characterized using transmission electron microscopy and nano-indentation technique. Visible defect clusters were not detectable by TEM for dose below 0.1 dpa, whilst, spatially heterogeneous dislocation loop rafts were visible for dose of 10 dpa in single ion irradiation. On the other hand, these loop rafts were impeded in dual ion irradiation with the implantation

of helium atoms at 10 dpa. Ion irradiation led to hardening as a function of increasing dose.

Furthermore, Log-Log plots of irradiation hardening at 100, 250 and 300 C which were fit to the dose dependence of irradiation hardening using $\Delta H \propto (\text{dpa})^n$, indicated that the decrease of n values with decreased temperature are due to a tendency towards saturation in irradiation hardening. On the other hand, irradiation induced hardness change at 300 C for pure iron and F82H steel has also presented in comparison. Furthermore, to understand the relationship between nano-hardness and microstructure, the unirradiated Fe-8Cr alloy was investigated. Tensile test, Vickers hardness, nanohardness and TEM observation were used.

In chapter 4, a commercial ferritic/martensitic ODS steels, F82H-ODS, was investigated. Specimens were irradiated to 20 dpa with different temperatures. The effect of martensitic structure with high dislocation density on the evolution of irradiation defects was investigated. Defect clusters formed near intrinsic dislocation lines were confirmed. On the other hand, the stability of oxide particles under neutron irradiation is the key point in this part. And there is slight decrease of oxide particles under the irradiation with the dose of 20 dpa.

In chapter 5, moreover, the 316-ODS, high Chromium-ODS were rented in comparison with F82H-ODS. Three types of ODS steels were irradiated to 20 dpa with 250 and 380 C As it mentioned above, post-irradiation experiment was carried out in two parts. Microstructure was observed by TEM technique, and the irradiation hardening was investigated by nano-indentation. All three steel showed increase in the hardness after the ion irradiation were detected. Meanwhile, F82H-ODS showed the lowest radiation hardening, which suggests that this steel has the better radiation resistance. The difference of original microstructures in three steels should be response for this hardness change.

In chapter 6, to found the relationship between irradiation hardening and microstructure, suggested disperse obstacle model was applied. Three factors, means the thickness effect on the fine defects observation, nano-hardness change and dispersed barrier model were discussed.

Finally, the important findings in the present study on ion irradiation on the evolution of the microstructure and nano-hardness change were summarized in chapter 7. Irradiation hardening is induced mainly by defect clusters, which were small size dislocation loops. ODS steels have good hardening resistance, oxide particles have slight decrease after ion irradiation. Moreover, oxide particles restricted the formation of defect clusters. Dispersed barrier hardening model was used, that the difference between measured and calculated hardening can be solved when small size defects and barrier strength can be considered together.

学位論文審査の要旨

主 査 教 授 大 貫 惣 明
副 査 教 授 鵜 飼 重 治
副 査 准教授 柴 山 環 樹

学 位 論 文 題 名

Correlation of microstructure and nano-mechanical property in ion-irradiated Fe based alloys

(イオン照射した鉄基合金の微細組織とナノ強度の相関)

本研究は、核融合炉第一壁構造材料として考慮されているフェライト鋼の照射損傷を高エネルギーイオン照射によって模擬し、微細損傷組織と機械的性質の相間をモデル実験から検討したものである。本論文は7章で構成されている。

第1章は諸言であり、核融合炉第一壁構造材料での高エネルギー中性子による照射損傷を概括し、照射による体積変化、クリープに加え、照射硬・脆化が重要なことを指摘した。特に、照射硬化については照射損傷組織と機械的性質の関係を知ることが重要であることを指摘した。その解決のために、高エネルギーイオン照射による組織変化とナノ硬度の関係を示すことを本研究の目的としている。

第2章は研究の方法を述べている。本研究では100℃から400℃で10MeVFeイオンを照射し、約2ミクロン深さまで損傷を起こし、透過電子顕微鏡観察とナノ硬度測定をおこなった。研究の対象はFe-Crフェライト系モデル合金、候補材料であるF82H鋼、F82H-ODS鋼のほか計3種のODS鋼である。さらに極端な条件を検証するために、一部についてはHeを含む同時照射と温度変動照射も行っている。

第3章はFe-Crフェライト系モデル合金のイオン照射の結果と考察を述べている。10dpa以内でも照射硬化量は照射量のべき乗則に従い、指数は低温で小さく、高温で大きくなることから、欠陥の重なりによる点欠陥の消滅は低温で優勢なことを示した。損傷組織の観察によると、微小転位ループである欠陥クラスターが形成され、照射量とともに成長した。Heが存在する場合、硬化量は変わらないものの欠陥クラスターは微小で高密度になる。このナノ硬度と降伏応力の関係を得るために、別途に引張試験を行い、その相間を検討した。さらにOrowanモデルにより実測値と計算値を比較した結果、計算値が25から35パーセント低かったことから、透過電子顕微鏡の測定限以下の微小欠陥の寄与を指摘した。

第4章はF82H鋼とF82H-ODS鋼のイオン照射の結果と考察を述べている。両者の照射硬化量を比較した結果、ODS鋼の照射硬化量は20から25パーセント減少することから、その耐照射硬化性を実証した。組織観察によると欠陥クラスターはODS粒子近傍に優先的に形成されることから、粒子界面が点欠陥の再結合サイトとして働くことを示した。Orowanモデルにより実測値と計算値を比較した結果、計算値が20から50パーセント減少し、透過電子顕微鏡の測定限以下の微小欠陥の寄与であるとした。

第5章は316-ODS鋼と12Cr-ODS鋼のイオン照射の結果を述べている。F82H-ODS鋼に比べ

て、316-ODS 鋼と 12Cr-ODS 鋼の照射硬化量は大きいことより、F82H-ODS 鋼は耐照射性に勝っていることを示している。

第 6 章は総合考察であり、バリア強度因子である α と欠陥クラスターのサイズと数について議論し、測定限以下の微小欠陥の寄与を考察している。

第 7 章は結論である。本研究の範囲では、照射硬化は微小な転位ループである欠陥クラスターにより生じること、ODS 鋼は耐照射硬化性があること、照射硬化量の実測値と計算値の相違は主として測定限以下の微小欠陥によること、などを示した。

これを要するに、著者は、フェライト鋼のモデル合金と ODS 鋼を対象としてイオン照射を行い、そのナノ硬度と欠陥組織から照射硬化量を評価できることを示した。これらの結果は、従来は難しかった核融合炉材料の損傷評価法に対して道を開くもので、材料工学の発展に貢献するところ大なるものがある。よって著者は、北海道大学博士 (工学) の学位を授与される資格があるものと認める。