

イオン照射によるセラミックス強度の耐照射特性評価

Evaluation of Ion Irradiation Effect on Mechanical Properties of Ceramics

京都大学エネ科院生	池田 進一郎	Shinichiro IKEDA	Student
京都大学エネ理工研	檜木 達也	Tatsuya HINOKI	Member
韓国原子力研究所	朴 璟喚	Kyeong Hwan PARK	
京都大学エネ理工研	香山 晃	Akira KOHYAMA	Member

Strength of dense ceramics is basically determined by the defects near surface, while the damage introduced by the ion irradiation is also limited to the near surface. The purpose of this study is to establish the simple evaluation method of irradiation effect on mechanical property for ceramics by mean of flexural test after ion irradiation instead of neutron irradiation. Flexural strength of CVD-SiC following ion irradiation increased in all condition, although the strength and Weibull modulus decreased with increasing irradiation temperature up to 1273K. This tendency was also observed in fracture toughness by indentation test. It was revealed by SEM observation that the initial cracks propagation region of unirradiated sample almost corresponded to the damage area of the irradiated sample, and less cracks were observed in the irradiated sample than unirradiated sample. From these results, flexural test seems reasonable and consistent to evaluate mechanical property of β -SiC after ion irradiation.

Keywords: Irradiation Effect, Flexural Test, SiC, Mechanical Properties

1. 緒言

SiC/SiC 複合材料は高温環境において優れた物理・化学・機械特性を持ち、かつ優れた低放射化特性を持っていることから、高効率の核融合炉、先進核分裂炉用構造材料として期待されている。その実現にあたり、主要な構成要素である SiC の照射後の強度特性変化を把握することは重要であり、現在も研究が進められている。しかし従来の研究で用いられてきた中性子照射には莫大な時間とコストがかかる上、試料自体が放射化するなどの問題点があり、温度などの精密な制御も困難である。また SiC/SiC 複合材料は、1000℃を超える高温域での使用が期待されているが、そのような条件を満たす照射場は非常に限られている。一方でイオン照射は比較的簡便に行え、ターゲット材料が放射化しない、照射条件を精密に制御することができるなどの利点がある。なかでも本研究で利用した京都大学 DuET 施設においては、1500℃を超える超高温での精密な照射が可能である。このような背景から中性子照射材の代用としてイオン照射材を用いて照射後の強度

特性を評価する方法が必要とされているが、イオン照射では損傷領域が数 μm 程度の深さしかなく、マクロな強度評価を行うのは困難であるため、これまで押し込み試験などの限られた方法しか用いられていなかった。そこで高密度のセラミックスの強度が表面の損傷に依存することに着目し、イオン照射した SiC に対して照射面を引張側にして 3 点曲げ試験を行うことにより評価することを試みた。本研究ではこの手法を新たなマクロ強度評価法として確立し、SiC の強度特性に及ぼす照射効果の系統的かつ信頼性のあるデータを得ることを目的とする。

2. 実験方法

供試材は ROHM AND HASS 社製の超高純度 CVD-SiC で $1\text{mm}^{\text{w}} \times 1\text{mm}^{\text{t}} \times 24\text{mm}^{\text{l}}$ の試験片に加工し、京都大学 DuET 施設において、イオン種は 5.1MeV Si^{2+} 、温度は 600℃、800℃、1600℃、損傷量は試料表面で 2.1dpa ($2.1 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$, $E > 0.1\text{MeV}$) の条件でシングルイオン照射を行った。照射前後の試料に対し、デジタル万能材料試験機(インストロン製、Model 5581)を用いた 3 点曲げ試験を室温、大気中でスパン長さ 18mm、クロスヘッドスピード 0.5mm/min の条件で上述のように照射面が引張面になるように行った。試験本数は各条件とも 20 本以上でワイブル解析を用いて評価を行った。

連絡先:池田進一郎、〒611-0011 京都府宇治市五ヶ庄
京都大学エネルギー理工学研究所香山研究室
電話: 0774-38-3466
e-mail: shinichiro_ikeda@iae.kyoto-u.ac.jp

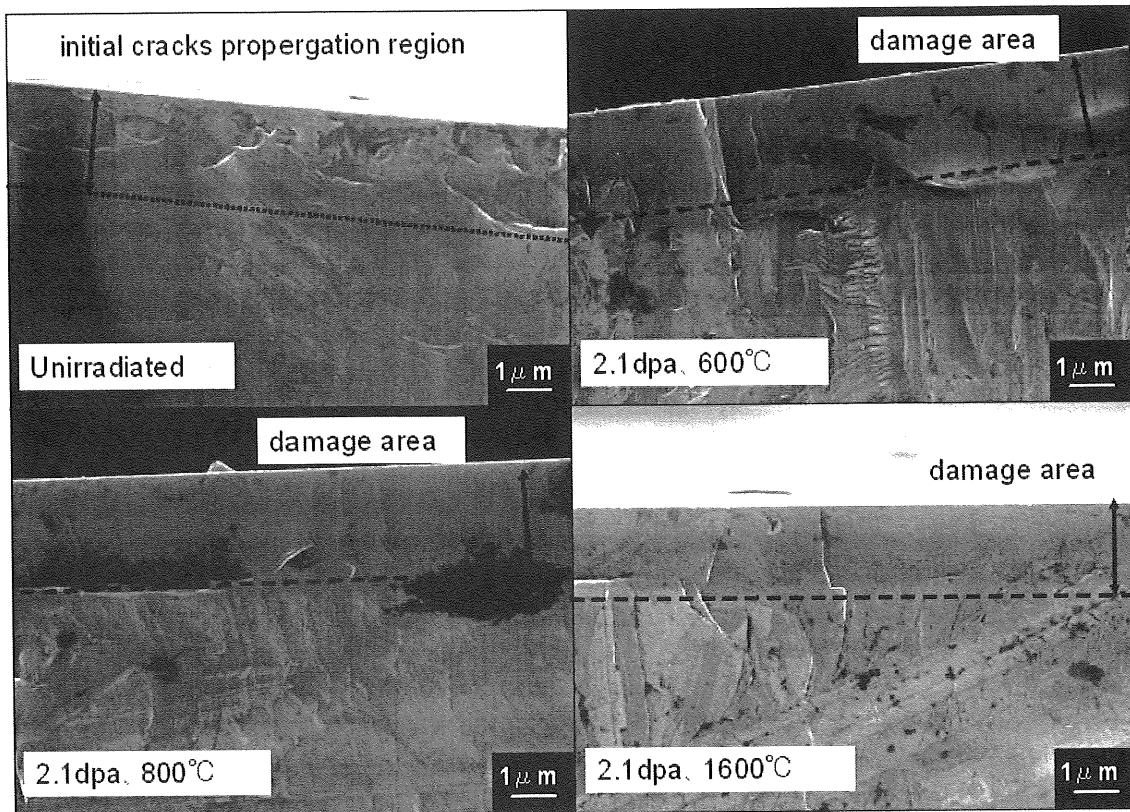


Fig. 1 SEM observation of fracture surface

同様に超微小押し込み試験機(エリオニクス製、ENT-1100a)を用いて押し込み荷重 5gf、加重保持時間 10s の条件で押し込み試験を行った。強度試験後は電界放射型走査電子顕微鏡(JSM-6700F、日本電子)により破面観察を実施した。

3. 実験結果

Table 1 Result of flexural test and nano-indentation test

	flexural strength (MPa)	hardness (GPa)	elastic modulus (GPa)
Unirradiated	789	35.9	410
2.1dpa, 600°C	1251	40.8	381.3
2.1dpa, 800°C	1092	41.4	395.3
2.1dpa, 1600°C	1421	37.0	407.2

Fig.1 は曲げ試験後の非照射材および各照射条件での試験片の破面である。非照射材で見られる初期亀裂の伝播領域は試料表面から 2.5μm 程度であった。これは照射材でも同様に、イオン照射による損傷領域内に収まる程度のものであることが観察された。このことからイオン照射を行った SiC のマクロな強度が損傷領

域内に収まる表面近傍で決定されることが示唆された。

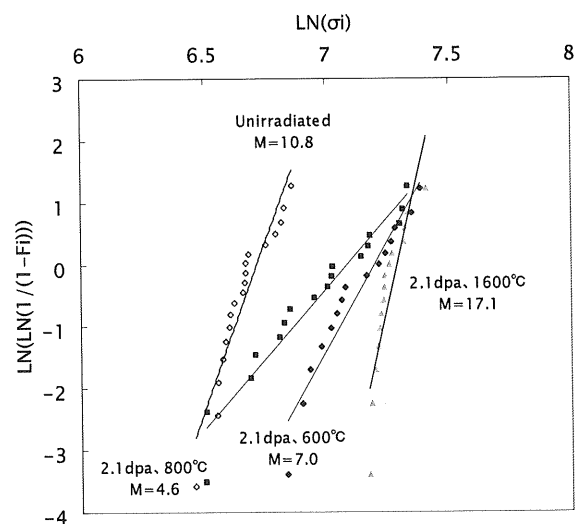


Fig.2 Weibull plot of flexural stress after ion-irradiation

Table 1 に非照射材、照射温度 600°C、800°C、1600°C 各条件でのイオン照射材の曲げ試験および超微小押し込み試験の結果を示す。また Fig. 2 は曲げ強度をワイ

ブルプロットしたものである。曲げ強度に関してはすべての照射温度で非照射材に比べ大きく上昇し、600℃と800℃を比較すると照射温度が高いほど強度、ワイブル係数ともに低くなった。

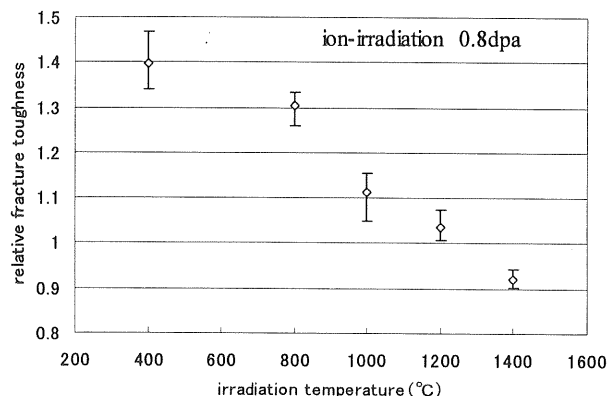


Fig.3 Fracture toughness after ion-irradiation

セラミックスの強度は基本的には表面の破壊靱性値に依存することからイオン照射後の押し込み試験による破壊靱性値の温度依存性を Fig. 3 に示す。破壊靱性値はイオン照射により大きく上昇し、照射温度が高くなるほど低下しており、これは600℃と800℃の曲げ試験の結果と比較して妥当なものであるといえる。また破面において照射材の初期亀裂が非照射材に比べて明らかに少なくこれが強度の上昇に寄与したと考えられ

る。1600℃という高温照射での大きな強度、ワイブル係数の上昇については破壊靱性値のデータがないこともあり明らかにはなっていないが、破面観察ではその初期亀裂が600℃と800℃と比べても少なく、これが最も高い強度を示した原因と考えられ、少なくともこの温度まで照射による劣化を示さないことが明らかになった。

超微小押し込み試験の結果、イオン照射により硬度は上昇し、弾性率は低下することがわかった。1600℃での照射では600℃と800℃での照射に比べ硬度、弾性率ともに非照射材の値に近づいた

4. 結論

破面観察や押し込み試験の温度依存性との類似性から、イオン照射材に対する曲げ試験を用いた照射後の強度特性評価法の有効性が示唆された。この方法を用いて1600℃という中性子照射では不可能な領域でSiCのマクロ強度に及ぼす照射効果を評価することができた。SiCはイオン照射後の強度が1600℃という高温での照射でも低下することなく非常に高い値を示し、核融合炉、先進核分裂炉材料として有望であるといえる。