

圧延した FeCu モデル合金の析出挙動と磁気特性の関係

Relation between Precipitation Behaviors and Magnetic Properties in Cold-rolled FeCu Model Alloys

鎌田康寛 高橋正氣 越後谷淳一 荒克之 菊池弘昭 小林悟 登澤雄介
岩手大学工学部附属金属材料保全工学研究センター

Yasuhiro KAMADA*, Seiki TAKAHASHI*, Junichi ECHIGOYA, Katsuyuki ARA*,
Hiroaki KIKUCHI*, Satoru KOBAYASHI, and Yusuke TOZAWA (Member*)

This study demonstrates the possibility of applying magnetic methods to pressure vessel surveillance at nuclear power plants. Magnetic hysteresis-minor-loop measurement and TEM observation were performed on thermally aged Fe-1.0wt%Cu model alloys. Minor loop parameters decreased with increasing aging time. The mechanism is discussed in terms of Cu precipitation behaviors of cold-rolled alloys.

Keywords: Magnetism, Minor-loop, Dislocation, Precipitation

1. 緒言

原子力発電プラントの運転期間延長に伴い、高経年化した機器構造物の維持管理や健全性評価に関する技術開発が求められている。特に、原子炉圧力容器の照射脆化を把握するために行われているシャルピー衝撃試験（破壊試験）について、炉内に装荷された監視試験片の不足が懸念されている。その対策技術の一つとして磁気的非破壊評価技術を提案する。

圧力容器鋼は中性子照射により転位ループや Cu 析出物などの損傷組織を形成する[1]。これらの格子欠陥の形成により脆化が進み、延性-脆性遷移温度 (DBTT) が上昇する。我々のグループは、圧力容器鋼の磁気特性について中性子照射中に連続的にその場計測することに成功している[2]。その中で照射量の増加に伴う硬化・脆化の進行に対して、磁気的物理量が減少する場合があることを明らかにした。この振る舞いは照射欠陥の形成に伴い、もともと存在した転位近傍の応力場が緩和されたと考えることで説明できる。この仮説を検証するために、冷間圧延により初期転位密度を高めた上で熱時効させた FeCu モデル合金を作製し、硬度・磁気測定、TEM による内部組織観察を行い、機械特性と磁気特性の相関メカニズムの仮説について検証を行った。

2. 実験方法

Fe-1wt%Cu 試料を 850°C で 5 時間均一化処理を施した後、水急冷して過飽和固溶体を作製した。この急冷材と、さらに 10%冷間圧延した圧延材の 2 種類の試料について 500°C で熱処理した。硬度測定用と磁気測定用（リング型：外径 18mm、内径 12mm、厚さ 2mm）の 2 試料を用意し、所定時間（10~2×10⁴分）の熱処理と、硬度・磁気測定を同一試料について繰り返し実施した。磁気測定では、試料に巻いた励磁コイルに 0.05Hz の三角波電流を流し、検出コイルに発生した誘導起電力を AD 変換器によりデジタル化して積分し、BH 曲線を測定した。解析にはマイナーループ法を用いた[3]。組織観察用に圧延率 40%の試料を別途作製し、代表的な熱時効時間で熱処理を行い、超高压電子顕微鏡を用いて Cu の析出挙動を調べた。

3. 結果及び考察

Fig. 1 に未圧延材、10%圧延材の硬度の 500°C 熱時効時間依存性を示す。未圧延材は時効時間とともに硬度が増加して約 500 分で最大となり、その後減少した。これは熱時効に伴う Cu 析出物の形成と粗大化によると考えられる。一方 10%圧延材では熱時効初期に硬度が増加後、緩やかとなり、100 分付近から硬度が再度大きく増加した後、約 500 分以降で減少した。即ち、熱時効時間に対して硬度が 2 段階で増加した。

TEM 観察の結果、熱時効前の組織は典型的な冷間圧延組織となっており、転位密度が高く圧延方向に伸び

連絡先：鎌田 康寛，〒020-8551 盛岡市上田 4-3-5，岩手大学工学部附属金属材料保全工学研究センター，e-mail: kamada@iwate-u.ca.jp

たセル組織を有することがわかった。短時間の熱時効後に数 nm の大きさの黒いコントラストが転位に沿って見られ、最初に転位上に Cu 析出物が形成した。さらに長時間熱処理した 2×10^4 分後では析出物の粗大化と fcc-Cu の形成を確認した。このとき転位上だけでなく Fe マトリックス中にも Cu 析出物が確認できた (Fig. 2)。

Fig. 3 に 10% 圧延材の磁気ヒステリシス・マイナーループ係数 W_F^0 の熱時効時間依存性に示す。10% 圧延材では熱時効によりマイナーループ係数が急激に減少した。他の係数 W_R^0 、 H_c^0 についても同様の傾向を示した。

圧延材で観察された硬度の 2 段階増加と、マイナーループ係数の熱時効初期の大きな減少は、Cu の析出挙動と密接に関連していると考えられる。圧延材では、熱時効初期に弾性エネルギーの高い転位上でまず Cu 析出物の核生成が起こり、転位が固着され、第一段階の硬度増加が生じたと考えられる。続いてマトリックス内で Cu 析出物の均一核生成が起こり、第二段階の硬度増加が生じたと考えられる。転位はそのまわりに応力場を有し、磁気弾性相互作用を通して磁氣的物理量に大きな影響を与える。転位上で Cu 析出物が形成すると、もともと存在した転位周りの応力場は緩和されると考えられる。その結果、熱時効初期において硬度の増加に対してマイナーループ係数 W_F^0 、 W_R^0 、 H_c^0 が大きく減少したと考えられる。

4. 結言

Fe-1wt%Cu 合金を圧延・熱時効した脆化模擬材を作製し、硬度・磁気測定を行った結果、中性子照射材で観察された硬度と磁氣的物理量の相反する変化を、模擬材を用いて再現することに成功した。さらにその現象を電子顕微鏡による直接観察に基づき、転位近傍での Cu 析出物の形成に伴う応力場の緩和効果として説明することができた。

謝辞

本研究は平成 17 年度原子力安全基盤調査研究「原子炉圧力容器鋼の磁氣的非破壊検査技術に関する研究」の成果の一部である。

参考文献

- [1] 福谷耕司, 大野勝巳, 中田早人, 原子炉圧力容器鋼の照射組織変化, INSS Monographs No.1, 2001, pp.1-5.
 [2] S. Takahashi et al., Journal Applied Physics, to be

published.

- [3] S. Takahashi and L. Zhang, Journal of the Physical Society of Japan, 73 (2004) pp.1567-1575.

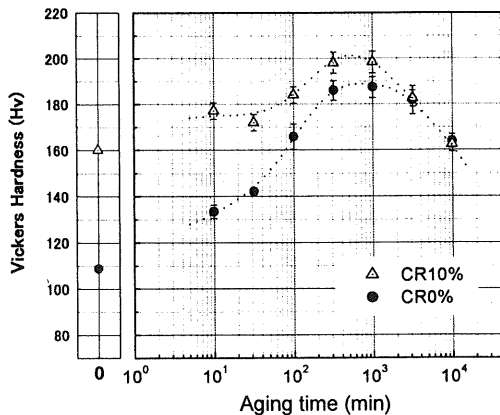


Fig. 1 Vickers hardness as a function of aging time.

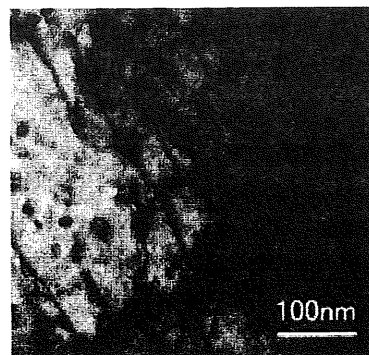


Fig. 2 TEM image of thermally aged cold-rolled FeCu alloy.

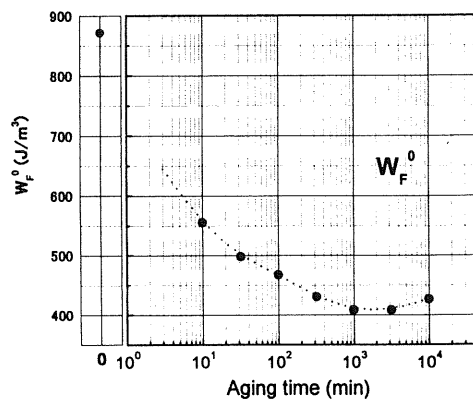


Fig. 3 Minor-loop parameter W_F^0 as a function of aging time.