

重点産業利用課題報告書

実施課題番号：2007B1928

実施課題名：高温下における ODS 鋼ナノ粒子析出プロセス評価のための XRD および SAXS 同時その場測定

実験責任者所属機関及び氏名：日本原子力研究開発機構、菖蒲敬久

使用ビームライン：BL19B2

実験結果：

1. 目的

高速増殖炉の高燃焼度化および冷却材高温化に向けて開発された燃料被覆管用酸化物分散強化型 (ODS) 鋼について、分散強化の最も重要な因子であるナノサイズ酸化物粒子の析出・変態機構を明らかにするため、各試料のナノ組織の定量的な評価を行い、マトリックス効果や酸化物粒子の体積率およびサイズ分布を総合的に評価する。

2. 試験片

試料は、9Cr-ODS 鋼であり、表 1 に示す熱処理条件 (温度、時間) を変えたものを 13 種類程度用意し、それぞれ 2 つの測定を常温で行った。

表 1 原料粉末の熱処理および時間条件

ID	熱処理温度 ()	保持時間 (h)
HT1 ~ HT7	600、800、960、1100、 1150、1180、1200	4
TC1 ~ TC5	1150	1、2、8、15、30
MA	なし	なし

3. 実験

実験は、産業利用ビームラインの 1 つである、BL19B2 で行った。エネルギーは 30keV である。XRD 測定では大型デバイセラーカメラを、SAXS では 4 軸回折計を使用した 2 スキャンを行った。

4. 実験結果

4 - 1 . X R D

図 1 に熱処理温度の異なる 9Cr-ODS 鋼の XRD 測定結果を示す。酸化物が分散していない MA 材 (As received) では母材となるフェライトからの強い回折線のみが現れている。これに対して、酸化物が分散した試料ではさまざまな回折線が現れている。分散粒子の母相に対する体積率は 1% 程度であり、これまで回折法ではこれらの回折線はほとんど観測することができなかったが、放射光を使用することで今回始めて明確にすることに成功した。

図 1 より以下のことが明らかとなった。

1) 960 以下の材料で、 Cr_{23}C_6 炭化物が存在している

2) Y と Ti が混ざった酸化物、および TiC のいずれかは 960 以上の材料で存在している。ただし、これを同定することは本実験だけでは難しい。

一方、保持時間を変化させた場合については、保持時間の増加に従って若干の変化が見られたが、特に大きな変化は見つからなかった。

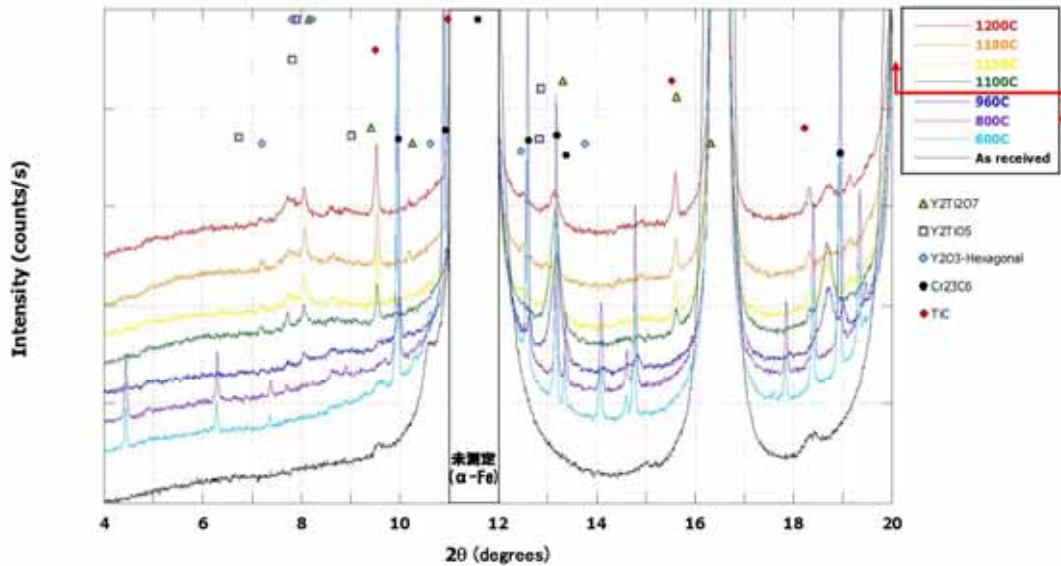


図 1 熱処理時間を変えた試料における XRD

4 - 2 . SAXS

図 2 に図 1 と同じ試料を用いて SAXS 測定した結果を示す。 $q > 1$ 付近に注目すると熱処理温度に対して明らかに異なる振る舞いを示している。特にまるで示した範囲は、XRD 同様 960 度以下と 1100 度以上で区分された範囲となり、やはりこれらの温度間で発生する酸化物の種類およびサイズが異なっていると考えられる。

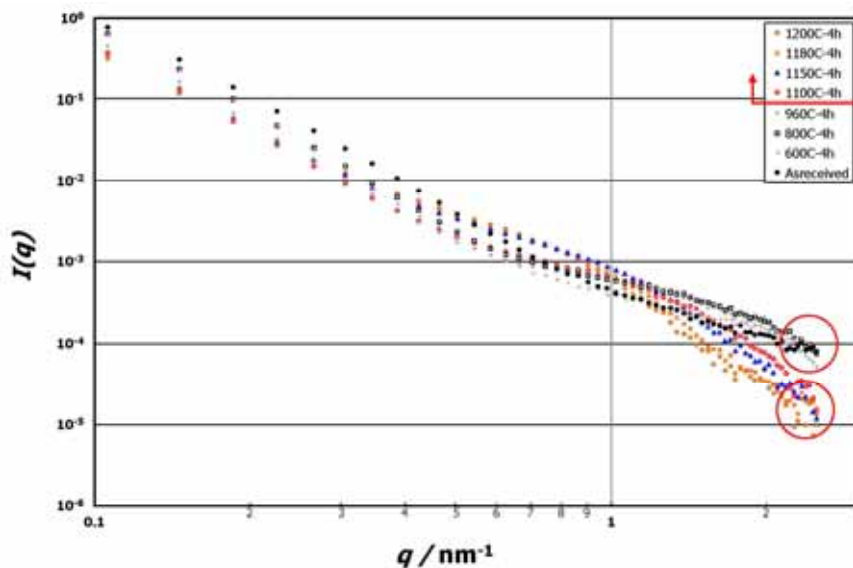


図 2 熱処理時間を変えた試料における SAXS

5. まとめ

XRD および SAXS の実験結果より、分散粒子の核生成と凝集粗大化に及ぼす温度と時間の影響を精緻に予測できる可能性があることが判明した。

今後は、昇温過程におけるその場観察測定を XRD と SAXS 同時に行うことで上述をより明確にする予定である。