

様式 I

博士學位論文調査報告書

論文題目

Evaluation of material properties of mechanically alloyed SUS304L with Zr addition (粉末冶金法で作製した Zr 添加型 SUS304L 鋼の材料特性評価)

申請者 Daniel Morrall

最終学歴

平成 31 年 3 月

京都大学大学院エネルギー科学研究科エネルギー変換科学専攻博士後期課程  
(卒業、修了、研究指導認定見込、研究指導認定退学等)

学識確認

平成 年 月 日 (論文博士のみ)

調査委員  
(主査)

京都大学大学院エネルギー科学研究科  
教授 木村晃彦

調査委員

京都大学大学院エネルギー科学研究科  
教授 星出敏彦

調査委員

京都大学大学院エネルギー科学研究科  
教授 今谷勝次

( 続紙 1 )

京都大学	博士 (エネルギー科学)	氏名	Daniel Morrall
論文題目	<b>Evaluation of material properties of mechanically alloyed SUS304L with Zr addition</b> (粉末冶金法で作製した Zr 添加型 SUS304L 鋼の材料特性評価)		
(論文内容の要旨)			
<p>本論文は、粉末冶金法で作製した Zr 添加型 SUS304L 鋼の材料特性評価を論じた結果をまとめたもので、7 章からなっている。</p> <p>第 1 章は序論で、原子力の安全・効果的な活用は今後の世界のエネルギーバランスにおいて重要であり、原子力発電プラントの安全性の向上に関連して、高温での高強度、耐食性および耐照射性に優れた革新的な原子力構造材料の開発が望まれるとしている。</p> <p>第 2 章では、研究の背景と目的が述べられており、オーステナイト系ステンレス鋼は、次世代原子炉の構造材料としての利用においては、応力腐食割れ (SCC) やボイドスウェリング (空隙による体積膨張) が懸念されているが、粉末冶金法による結晶粒の微細化や析出粒子の微細分散により、それらを抑制できる可能性のあることを指摘している。このような背景から、粉末冶金法で作製された Zr 添加型 SUS304L 鋼 (MA304LZ 鋼) の材料特性やイオン照射の影響を調べるのが重要であり、微細結晶粒からなり、酸化物粒子を含んだオーステナイト系ステンレス鋼の先進原子炉への適用性について検討する必要があると述べている。</p> <p>第 3 章では、MA304LZ 鋼の引張強度特性と微細組織の相関について調べており、室温における MA304LZ 鋼の降伏応力は、SUS304L 鋼の約 3 倍に達するが、伸びは約 1/3 に減少することが示されている。また、組織観察により、平均結晶粒径は SUS304L 鋼の約 30<math>\mu\text{m}</math> に対し、MA304LZ 鋼では約 0.4<math>\mu\text{m}</math> と二桁小さいことを示すとともに、析出物のサイズ分布はバイモーダルであり、不均一に分布する平均直径が 6 nm の析出粒子と均一に分布する直径が 20 nm 以上の析出粒子の存在が確認されている。これらの実験結果から、結晶粒径と強度の相関を示す Hall-Petch の式および点状障害物による転位障壁モデルに基づく Orowan 型の強化機構について検討した結果、MA304LZ 鋼における降伏応力の顕著な増大は、主に結晶粒の微細化によるものであると結論している。</p> <p>第 4 章では、MA304LZ 鋼中の析出物の同定について述べられており、抽出残渣法を用いた XRD、TEM/EDS および EELS の分析結果から、MA304LZ 鋼中に形成されている主な析出粒子は Zr 酸化物であると結論している。</p> <p>第 5 章では、300<math>^{\circ}\text{C}</math>/25 MPa の加圧水中および 500<math>^{\circ}\text{C}</math>/25 MPa の超臨界圧水中 (溶存酸素量: 8 ppm、1000 時間) における腐食挙動を調べた結果、SUS304L 鋼は加圧水中では腐食増量が小さく、優れた耐食性を示したが、超臨界圧水中では顕著な腐食増量を示し、その増量は放物線則に従うことが示されている。一方、MA304LZ 鋼は超臨界圧水中でも優れた耐食性を示しており、その理由として、結晶粒の微細化による Cr 原子の粒界拡散の促進と、Zr 添加</p>			

による酸素の捕獲機構が提案されている。また、EPR 試験による鋭敏化度の評価を行ったところ、いずれの鋼材も低い感受性を持つことが明らかとなった。さらに、MA304LZ 鋼においては、鋭敏化処理前に 1000°C、1 時間の焼鈍を行うと鋭敏化度が顕著に上昇することが見出されており、この現象の発現機構としては、焼鈍による再結晶が結晶粒度の増大をもたらすことによると結論している。

第 6 章では、イオン加速器を用いて、MA304LZ 鋼および従来材料である SUS304L と SUS316L 鋼に対し、6.4 MeV Fe<sup>3+</sup> を 500°C において 40dpa まで照射し、硬度及び体積膨張に及ぼす照射影響を評価している。その結果、MA304LZ 鋼の照射硬化量は、他の鋼に比べて顕著に小さいが、体積膨張はやや大きくなることを明らかにしている。照射硬化の原因としては、透過電子顕微鏡を用いた詳細な観察結果に基づき、イオン照射により形成された複雑な形状を持つ格子間原子クラスター（転位タングル）であるとしている。また、MA304LZ 鋼において照射硬化量が小さくなった要因は、当該鋼の平均結晶径が小さく、結晶粒界面積が増大し、易動度の高い格子間原子を多量に捕獲して、転位タングルの数が減少するためであると結論している。一方、MA304LZ 鋼において体積膨張が大きくなった理由としては、同様に格子間原子が結晶粒界に捕獲され、格子内の空孔数が格子間原子数に比べ、過剰になったためであると結論している。

第 7 章は、本論文のまとめと結論である。

(続紙 2)

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、粉末冶金法で作製した Zr 添加型 SUS304L 鋼(MA304LZ 鋼)の材料特性評価に関する研究の成果をまとめたものであり、得られた主な成果は次のとおりである。

1. MA304LZ 鋼の引張強度特性と微細組織について調べた結果、室温における MA304LZ 鋼の降伏応力は SUS304L 鋼の約 3 倍に達するが、伸びは約 1/3 に減少することを示した。また、MA304LZ 鋼の平均結晶粒径は SUS304L 鋼に比べ、二桁程小さく、MA304LZ 鋼では Zr 酸化物が形成されていることを明らかにした。

2. 結晶粒径と強度の相関を示す Hall-Petch の式および点状障害物による転位障壁モデルに基づく Orowan 型の強化機構について検討した結果、MA304LZ 鋼における降伏応力の顕著な増大は、結晶粒の微細化によるものであると結論した。

3. 300°C/25 MPa の加圧水中および 500°C/25 MPa の超臨界圧水中 (溶存酸素量: 8 ppm、1000 時間) における腐食挙動を調べた結果、SUS304L 鋼は超臨界圧水中では顕著な腐食増量を示したが、MA304LZ 鋼は超臨界圧水中でも優れた耐食性を示すことが判明した。また、その理由として、結晶粒の微細化による Cr 原子の粒界拡散の促進と、Zr 添加による酸素の捕獲という 2 つの機構が関与していることを提案した。

4. イオン加速器を用いて硬度及びボイドスウェリング (空隙による体積膨張) に及ぼす照射の影響を調べ、MA304LZ 鋼の照射硬化量は他の鋼に比べ顕著に小さいが、体積膨張はやや大きくなることを明らかにした。また、照射硬化は、イオン照射により形成された複雑な形状を持つ格子間原子クラスター (転位タングル) に起因し、体積膨張は空孔クラスターの形成によると結論した。さらに、MA304LZ 鋼において照射硬化量が小さくなった原因は、結晶粒界面積が増大し、易動度の高い格子間原子が粒界に多量に捕獲された結果、転位タングルの数が減少したためであり、体積膨張が逆に大きくなったのは、格子内の空孔数が格子間原子数に比べて過剰になるためであると結論した。

これらの研究成果は、酸化物分散強化鋼における高性能発現機構の解明、および先進原子炉や現在稼働中の軽水炉の事故耐性型燃料被覆管の開発にそれぞれ貢献することが期待される。

よって、本論文は博士 (エネルギー科学) の学位論文として価値あるものと認める。また、平成 31 年 2 月 28 日実施した論文内容とそれに関連した試問の結果、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。

論文内容の要旨、審査の結果の要旨及び学位論文の全文は、本学学術情報リポジトリに掲載し、公表とする。ただし、特許申請、雑誌掲載等の関係により、要旨を学位授与後即日公表することに支障がある場合は、以下に公表可能とする日付を記入すること。

要旨公開可能日： 平成 年 月 日以降