

[2023202019]

## ボイドスエリング抑制を目指した ODS ハイエントロピー合金の研究開発 R&D of ODS high entropy alloys with superior void swelling resistance

岡 弘<sup>#,1)</sup>, 橋本 直幸<sup>1)</sup>, 新野拓夢<sup>2)</sup>

Hiroshi Oka<sup>#,1)</sup>, Naoyuki Hashimoto<sup>1)</sup>, Takumu Niino<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Faculty of Engineering, Hokkaido University, <sup>2)</sup> Graduate School of Engineering, Hokkaido University

### Abstract

High/medium-entropy alloys (H/MEAs) have been actively studied as nuclear reactor materials because they are expected to have severe lattice distortion and unique diffusion behaviors, and may have better irradiation resistance. The synergistic effect of transmutation gas atom and displacement damage on the mechanical properties and microstructure could be an issue in fusion reactor materials. In this study, oxide dispersion strengthened HEAs were developed to suppress void swelling by introducing a large amount of nanosized particle interfaces that serve as effective trap sites for gas atoms and point defects.

**Keyword:** Atomic displacement, Fuel cladding, Oxide dispersion strengthened (ODS) alloy, Particle interface, Sink site

### 1. 背景

次世代原子炉の炉心材料は、燃料の高燃焼度化により高中性子負荷に晒されることが想定され、中性子照射を長期間受けることによって生ずる体積膨張(キャビティスエリング)が課題となり得る<sup>[1]</sup>。本研究では、特異な材料特性を有し近年盛んに研究されている FCC 型ハイエントロピー合金(HEA)<sup>[2,3]</sup>を母材とし、照射による点欠陥の消滅場所(シンクサイト)となるナノサイズ粒子/母相界面を材料内部に高密度に分散する<sup>[4]</sup>ことで耐スエリング性を向上させた HEA を創製し(ODS-HEA)、種々の条件下でのイオン照射実験と照射後の微細組織観察により、キャビティ形成挙動に及ぼすナノ酸化粒子の影響を調査した。

### 2. 方法

ODS-HEA の母相である FCC 型ハイエントロピー合金  $\text{Cr}_{0.8}\text{FeMn}_{1.3}\text{Ni}_{1.3}$ <sup>[5,6]</sup>の粉末に対して  $\text{Y}_2\text{O}_3$  及び Ti を添加し、遊星型ボールミルにてメカニカルアロイングを行った後、1000 °C での放電プラズマ焼結 (SPS)により ODS-HEA バルク試料を得た。高崎量子応用研究所 TIARA にて 500 °C におけるトリプليون照射(10.5 MeV  $\text{Fe}^{3+}$ , 1.05 MeV  $\text{He}^+$ , 0.38 MeV  $\text{H}^+$ )を行った後、FIB 法にて薄膜試料を作製し、TEM にて試料表面から深さ 1~1.5  $\mu\text{m}$  の領域 (約 23 dpa に相当)に形成したキャビティの数密度およびサイズ分布を調査した。また、低温でのキャビティ形成挙動調査のため、300 °C でのデュアルイオン照射(8.0 MeV  $\text{Au}^{4+}$ , 0.6 MeV  $\text{He}^+$ )も別途実施した。金イオンの選択は、HEA 構成元素との化学的相互作用を避け、かつ、大きな核的損傷による中性子照射模擬性を期待してのことである。Fig. 1 にデュアルイオン照射における SRIM シミュレーション結果を示す。試料表面からは十分離れ、ヘリウムイオンが均一に分布し、かつ、注入された Au の濃度が低い領域(深さ 0.3~0.5  $\mu\text{m}$  の領域; 約 50 dpa に相当)を観察範囲とした。なお、 $\text{He}^+$ 及び  $\text{H}^+$ の照射においては、エネルギーゲイグラーを用いて深さ方向に均一に分布するよう注入した。

### 3. 結果

$\text{Y}_2\text{O}_3$  無添加試料(0Y)、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  のみを添加した試料(0.5Y)、及び  $\text{Y}_2\text{O}_3$  と Ti を添加した試料(0.5Y0.2T)について、その微細組織を TEM にて詳細に解析し比較した。いずれの材料も 1  $\mu\text{m}$  以下の微細結晶粒組織を有し、0.5Y 及び 0.5Y0.2T にはナノサイズの酸化粒子が分散していた。0.5Y0.2T におけるナノ粒子は、0.5Y に比べて微細かつ高密度であった。また、すべての試料に比較的粗大な介在物である CrMn 酸化物の形成が確認された。トリプليون照射後の微細組織を比較したところ、いずれの試料にもキャビティの形成が確認され、キャビティは母相に形成した微細なもの(10 nm 未満)、介在物に隣接して形成した粗大なもの(30 nm 以上)、及びナノ粒子に隣接したものの 3 つの形態を確認した。またナノ粒子に隣接したキャビティの大きさは、ナノ粒子サイズと比例関係にあることがみとめられた。本照射条件下における 0Y、0.5Y、0.5Y0.2T のスエリングはそれぞれ 0.75%、0.25%、0.08% であり、HEA においてナノ粒子の分散によりスエリングを低減可能であることがわかった。また、0.5Y0.2T において最もスエリングが抑制された要因は、ナノ粒子の分散状態が最も微細であったために、ナノ粒子に隣接したキャビティの成長が抑えられたことによるものと考えられ、スエリング抑制にはナノ粒子の微細化が有効であることを示唆している。

Fig. 2 に 300 °C におけるデュアルイオン照射後の 0Y の微細組織を示す。300 °C による照射では、微細なキャビティが形成したものの、その数密度は非常に低かった ( $10^{21} \text{m}^{-3}$  以下)。また、キャビティはナノ粒子に隣接した形態のみ確認され、母相内や介在物付近での形成は確認できなかった。さらに、比較材として照射した 316L 及び HEA 溶解材ではキャビティを確認できなかった。このことは、既存 FCC 合金である 316 ステンレス鋼と同様、HEA においてスエリング挙動に温度依存性があることを示している。

[2023202019]

## 参考文献

- [1] J.L. Straalsund et al., J. Nucl. Mater. 108–109 (1982) 299.
- [2] C. Li et al., J. Nucl. Mater. 527 (2019) 151838.
- [3] C. Parkin et al., Acta Mater. 198 (2020) 85–99.
- [4] S. Ukai, J. Nucl. Mater. 307–311 (2002) 749–757.
- [5] N. Hashimoto et al., J. Nucl. Mater. 566 (2022) 153767.
- [6] H. Oka, N. Hashimoto, Materia Japan. 62 (2023) 164–168.

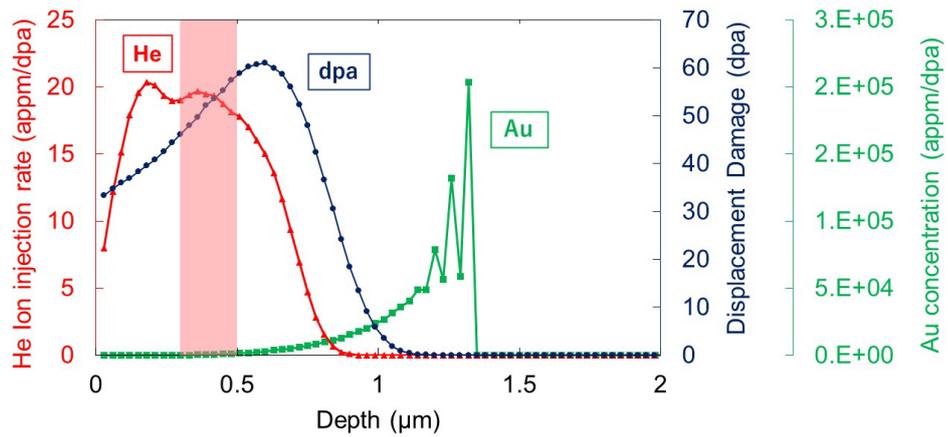


Fig. 1 Depth profiles of displacement damage and Helium by 8.0 MeV Au<sup>4+</sup> and 0.6 MeV He<sup>+</sup>.

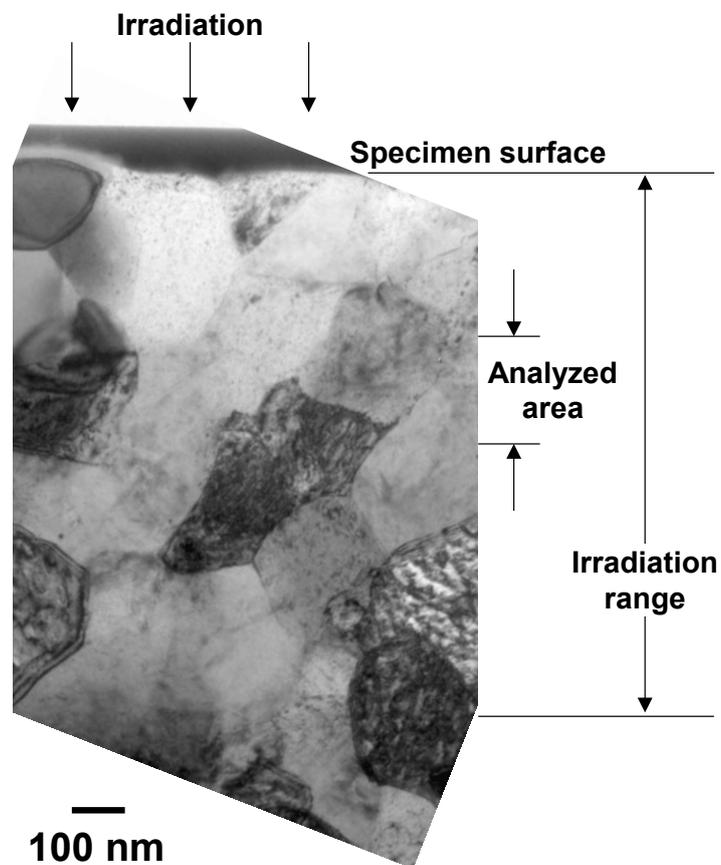


Fig. 2 Cross section of ODS-HEA irradiated by 8.0 MeV Au<sup>4+</sup> and 0.6 MeV He<sup>+</sup> up to about 50 dpa at 300 °C.