

NATIONAL INSTITUTE FOR FUSION SCIENCE

平成 8 年度核融合科学研究所共同研究
「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」研究会

NIFS Workshop on Application of Micro-Indentation Technique to
Evaluation of Mechanical Properties of Fusion Materials

研究代表者 栗下 裕明 (東北大学金属材料研究所)

所内世話人 加藤 雄大

H. Kurishita and Y. Katoh (Eds.)

(Received - Oct. 24, 1996)

NIFS-PROC-30

Nov. 1996

RESEARCH REPORT
NIFS-PROC Series

This report was prepared as a preprint of work performed as a collaboration research of the National Institute for Fusion Science (NIFS) of Japan. This document is intended for information only and for future publication in a journal after some rearrangements of its contents.

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to the Research Information Center, National Institute for Fusion Science, Nagoya 464-01, Japan.

NAGOYA, JAPAN

平成 8 年度核融合科学研究所共同研究
「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」研究会

1996年 10月 9日 於：核融合科学研究所

研究代表者 栗下 裕明（東北大学金属材料研究所）
所内世話人 加藤 雄大

Title: (NIFS Workshop on)
Application of Micro-Indentation Technique
to Evaluation of Mechanical Properties of Fusion Materials

October 9, 1996
National Institute for Fusion Science

Hiroaki Kurishita and Yutai Katoh, Eds.

Key words:

micro-indentation, small specimen testing technology,
mechanical property, irradiation damage,
structural materials, plasma facing materials

Abstract:

NIFS workshop on "Application of Micro-Indentation Technique to Evaluation of Mechanical Properties of Fusion Materials" were held in Toki on October 9, 1996, as a part of the activity of NIFS collaborative research on "Advanced Technologies for Small-Volume Mechanical Property Testing of Fusion Reactor Materials". The major topics at the workshop included the application of micro- (and nano-) indentation technique to evaluation of tensile stress-strain property, interfacial mechanical property of composite and joining materials and hardening of these layers in ion-irradiated materials. This report compiles the abstract and viewgraphs for each presentation.

平成8年度核融合科学研究所共同研究
「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」研究会（第1回）開催に当って

代表者 東北大学金属材料研究所（大洗） 栗下裕明

去る2月に開かれた某研究会の折りに、核融合科学研究所の加藤雄大博士（現在京都大学エネルギー理工学研究所助教授）から、核融合科学研究所共同研究として標記名称の研究会を設立したいので、その代表者になって欲しいとの依頼を受けました。私がこの数年間、機械的特性評価のための微小試験片技術（Small Specimen Test Technology）の開発に取り組んでいることによると思われますが、「国内に分散しているこの分野の研究者を組織し、その研究活動を高めるための良い機会である」と思い、快諾しました。

この研究会の主旨については加藤氏が次に述べますので省略しますが、微小試験片技術の確立は、よく知られていますように、原子炉や加速器を用いた材料照射損傷研究において照射温度や粒子束の効果を正確に把握するためにも、また核融合炉材料照射試験手段としての強力中性子源における照射体積の著しい制約に対応するためにも、不可欠となっています。中でも、押込試験は、最も寸法の小さな試験片を対象にできるばかりでなく、試験片表面近傍に限定された被照射損傷領域や粒界・異相界面等の局所領域の強度特性を測定し得る唯一の手段として、また非破壊的に、比較的簡便に測定できる手段として非常に期待されており、その利用はこれからますます増加するものと思われます。

しかし、押込試験では、圧子下の応力分布が複雑なため、押込試験から得られる情報と材料強度特性の対応について未だ不明の点が多く残されており、したがってその解決をはじめとする微小体積強度評価法の高度化が必要になりますが、最近の、圧子押込に伴う荷重と押込深さの計測技術の進歩と、それを駆使した精度の高い研究により、新たな展開が得られつつあります。その意味でも本研究会の設立は時宜を得たものであり、この研究会の活動を通して微小体積強度評価法の高度化が進み、さらには世界をリードする研究成果が誕生するように努力致したく、研究会を開くに当って講演者、参加者の方々に以下のことをお願いしました。

この研究会では、通常の学会講演のように「新しい研究成果を発表し、それについて議論する」だけでなく、押込試験を実際に行っておられる方々が「現在直面している課題を具体的に述べていただき、その解決に向けて参加者全員で議論し、知恵を出し合う」研究会にしたいと思います。そのためには、参加者の方々にそれらの課題をよく理解してもらい、自分の問題として考えてもらわねばなりません。そこで、講演者の方には、次の4つの事項を含む形で、わかりやすい講演をお願いします。

① 研究の最終目標、② その目標達成に必要な（必要と予想される）諸課題（解決済みの課題も含む）、③ それらの課題達成のためにこれまでに行った調査の内容、④ その結果、明らかにされたこと、及び現在直面している課題。

研究会の場ですぐに解決できる問題は少ないかも知れませんが、参加者の方はいずれも創意工夫しながら押込試験に取り組んでいますので、その解決に有用な情報を提供していただけたと思います。この研究会が、情報を活発に交換し合い、参加者全員で課題解決に努める有効な場になることを願っています。

研究会当日は、実際に押込試験による照射材料の強度特性評価に取り組んでいる大学の研究者を中心に、国内最大のメーカーである島津製作所（株）とアカシ（株）の技術者の方にも参加していただき（参加者は計24名に達しました）、昼休みを含む全ての休憩時間を返上しての講演発表と活発な論議が行われました。が、それでもなお、各講演で示された課題の解決に向けて議論し知恵を出し合うためには討論時間があまりに不足しており、残念でした。しかし一方、講演者のそれぞれの研究に対する熱い情熱が伝わり盛会で、得られた情報も少なくなく、研究会を開いて本当に良かったと思いました。研究会の開催に当りメンバーの選定や講演プログラムの立案等全てにわたってご尽力いただいた加藤氏、同じく核融合科学研究所の室賀健夫教授に、また本研究会に参加され、講演、議論して戴いた参加者の皆様に心よりお礼申し上げます。

来年度は、討論時間を十分に取り、また総合討論の時間も設けて、上に提案したことを実践したいと思いますので、ご協力のほどよろしくお願い申し上げます。

核融合科学研究所「被損傷材料の微小体積 強度評価法の高度化」共同研究及び研究会の主旨

加 藤 雄 大*（共同研究世話人・核融合科学研究所）

平成8年度の核融合科学研究所共同研究における大型ヘリカル装置計画・本体開発研究課題の一環として、標題の共同研究（代表：栗下裕明先生）が認められ、活動を開始いたしました。共同研究の目的は、（１）核融合炉装置開発研究に関わる微小試験片技術の役割及び微小試験片技術による材料強度評価法の現状と開発課題について整理し、材料研究者と核融合装置開発研究者との間で共通の認識を得ること、（２）微小試験片技術による核融合炉材料評価法について技術開発と評価を行うこと、そして（３）将来の大型ヘリカル装置定常運転時の炉内材料試験、さらには実現が待たれる14MeV強力中性子源を用いた照射実験等に備え、微小試験片を用いた強度評価法の実用性を可能な限り高めその適用の考え方を明確にすることと考えています。但し、微小試験片技術全般ではテーマとして大き過ぎ焦点が定まらない恐れがあるので、特に究極の微小試験片技術である微小押込み試験の応用研究に重点を置くものとなりました。また核融合科学研究所の共同研究である利点を活かし、大型核融合実験装置の利用や炉設計への具体的な貢献を睨んだ活動を行うことで特色を出したいと考えます。

本共同研究は当初より来年度への継続を予定しており、平成8年度の活動としては、個々の課題に即した実験研究の実施と平行して、微小押込み試験による材料強度評価法の現状の整理、研究開発課題の抽出ならびに今後の取り組み方の検討を計画しています。今回の研究会は後者の中心となるべき活動であり、結果として現状整理・課題抽出の部分でかなりの進展があったと思います。今後の活動として、研究開発課題に関する発展した検討、今後の方向性に関する議論、核融合装置設計・開発研究者との意見交換などを中心にしたと考えます。全体での議論の場として、平成9年度に再び研究会を実施する方針です。研究会とは別に、本共同研究参加者の電子メールによるメイリング・リストを設置しましたので、随時使用可能な電子会議システムとして積極的に御利用ください（nifs-sstt@jupiter.nifs.ac.jp）。

*現・京都大学エネルギー理工学研究所

目 次

研究会開催に当って	栗下裕明（東北大）	
主旨説明	加藤雄大（核融合研）	
押込試験による機械的特性評価の現状	栗下裕明（東北大）	1
微小球押込み試験法の変形・破壊研究への適用	山本琢也（東北大）	20
超微小硬度試験法による金属の引張特性評価とイオン照射金属への応用 轡田政則・安田和弘・垣内一雄・木下智見（九大）		34
（超）微小硬度計の脆性材料表面評価への応用	岡田亜紀良（北大）	37
島津ダイナミック超微小硬度計について	山本靖則（島津製作所）	52
SEM内微小押し込み試験機による CMC の界面強度評価 檜木達也・香山晃（京大）		59
繊維押込み試験による C/C 複合材料の界面強度評価	芹澤久（東大）	67
He イオン照射した SiC/SiC 複合材料の微小硬さ測定 長谷川晃・阿部勝憲・斎藤学（東北大）		79
（超）微小押し込み試験による炭素／銅 接合材の力学特性の評価 車田亮・奥達雄・今村好男・川又清弘（茨城大）		94
超微小押し込み試験法によるイオン照射領域の硬度評価 岩切宏友（九大）		114
デュアルイオン照射材の硬度評価	加藤雄大（核融合研）	132
軽水炉圧力容器鋼モデル合金の重イオン照射による硬化の評価 岩井岳夫（東大）		148
研究会プログラム		163
研究会参加者一覧		165

押込試験による機械的特性評価の現状

東北大学金属材料研究所(大洗) 栗下 裕明

I. 緒 言

押込試験の最大の特徴は、極めて局所的な領域(例えば、表面ごく近傍のイオン照射損傷領域、粒界・異相界面、薄膜等)における機械的特性に関する情報を得られることであり、また非破壊的に比較的簡便に試験を行えるため、効率的な評価を可能にすることである。したがって、押込試験により材料の機械的特性を高い信頼性をもって評価できるようになれば、材料照射損傷過程の解明をはじめとして、材料科学・材料工学の発展に大きく寄与するものと期待される。本講演では、まず押込試験の特徴と基礎事項に触れた後、押込試験による機械的特性評価の現状を紹介し、最後に押込試験法をさらに発展させるために必要な「温度可変多目的超微小押込試験機(仮名)」の開発を提案する。

II. 押込試験による機械的特性評価の現状

押込試験で用いる圧子は、相似(Linear)型と非相似(Nonlinear)型に大別される。前者にはビッカース、三角錐、円錐、楔型等の形状の圧子が、後者には球、シリンダー等の形状の圧子がある。いずれも長所と短所があるので、研究の目的に応じて使い分けることになる。

これらの圧子による評価が報告されている機械的特性には、弾性的性質(ヤング率、剛性率)、静的引張・圧縮特性(応力歪曲線、降伏強度、加工硬化指数、最大引張強さ、均一伸び、延性脆性遷移温度)、クリープ特性、疲労特性、破壊靱性(破壊靱性値)等があり、非常に多い。このことは押込試験の有用性を示しているので、金属についてこれまでに得られた機械的特性の主な例を紹介する。一方、押込試験による評価の多くは、経験式や弾塑性論的解析、さらにはやや大胆と思われるようないくつかの仮定に基づいており、ここで紹介する機械的特性の評価方法が、果たして信頼性の高い妥当なものであるか否かは、研究例が限られているために結論できないのが現状である。したがって、対象とする材料や試験条件を広く選択し、それぞれの評価方法の有効性と限界を示すことが、まず必要であると思われる。また、従来の評価方法とは異なる新しい評価方法の開発も必要である。

III. 温度可変多目的超微小押込試験機(仮名)の開発の提案

照射損傷の重要な問題に照射脆化がある。照射脆化は主として照射硬化により生ずるので、照射硬化の原因となる欠陥の性状を明らかにし、照射硬化の起こりにくい材料を開発することが必要である。そのためには、材料強度(変形応力)の試験温度依存性や変形速度依存性を調査し、変形応力の性格を明らかにすることが不可欠であり、したがって、試験温度や変形速度を広範囲に制御できる押込試験機が必要となる。しかしながら、最も微小な体積での強度評価を行える、荷重レベル数g以下の超微小押込試験機では、温度や速度を広範囲に制御できる試験機は国内では開発されておらず、この研究会での開発を提案したい。

押込試験による機械的特性評価の現状

東北大学金属材料研究所(大洗) 栗下 裕明

内 容

I. 緒言

押込試験の特徴

押込試験の基礎事項

II. 押込試験による機械的特性評価

III. 「温度可変多目的超微小押込試験機」開発の提案

I. 押込試験の特徴 [1]

1. 被試験体積が極めて小さい

→ ① 局所領域の特性評価

- 薄膜, 粒界, 損傷領域, 偏析領域等の特性:
- ・ Thin film technology, surface coatings, control of interfaces & fine composite phases: 他の試験方法では評価できない

② 微小試験片技術に最も寄与

2. 非破壊試験である

→ ① 1枚の試験片で繰り返し特性評価

- 試験片全領域の特性評価
- 均質な領域: f (試験温度, 照射, 焼鈍)

② 特性評価後の組織観察

- 組織と特性の最も厳密な対応付け

③ 再利用

- 同じ試験片で異なる照射場の効果

3. 簡便である

I. 押込試験の特徴 [2]

押込試験により評価可能な機械的諸特性

I. 弾性的性質

ヤング率 (E) *, 剛性率 (G)

II. 静的引張(圧縮)特性

- ① 応力歪曲線 ($\sigma - \epsilon$) *
- ② 降伏強度 ($\sigma_y, \sigma_{0.2}, Y$) *
- ③ 加工硬化指数 (n) *
- ④ 最大引張強さ (σ_u) *
- ⑤ 均一伸び (ϵ_u) *
- ⑥ 延性脆性遷移温度 ($DBTT, T_D$) *

III. クリープ特性 *

IV. 疲労特性 *

V. 破壊靱性

破壊靱性値

本講演: ★印のついたもの

I. 押込試験の基礎事項 [1]

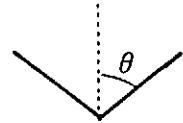
● Indenter (圧子)

① Linear indenter

圧子形状が相似 → 圧子下の平均歪みが押込深さによらず一定。

θ or α (semi-apex angle: 圧子頂角の $1/2$)

[$\theta \nearrow \rightarrow$ 押込に伴う荷重増加 $\nearrow \rightarrow$ 弾性変形と塑性変形の比を制御可能]



● Pyramids

Vickers (square-based: $\theta = 68^\circ$), Berkovich (triangular-based: $\theta = 57.5^\circ$)

● Cones

● Wedges (knife-edge indenter)

② Nonlinear indenter

圧子形状が非相似 → 圧子下の平均歪みが押込深さにより変化 → 応力-歪曲線

● Spheres

● Cylinders (flat indenter): 平均面圧 (mean contact pressure) が一定
大荷重が必要

● Solid of revolution

Paraboloid of revolution, Ellipsoid of revolution

I. 押込試験の基礎事項 [2]

- 硬さ (H) : Mean contact pressure (P_m)

$$P_m = P / A_p \equiv H$$

P : applied load,

A_p : projected area of indentation, 光顕, SEM

① 弾性体の A_p の評価?

② 超微小領域の A_p の評価?

右図 - 微小荷重での H_v , H_fC (Robert, 1986)

押込深さの測定

h (penetration depth, indentation depth)

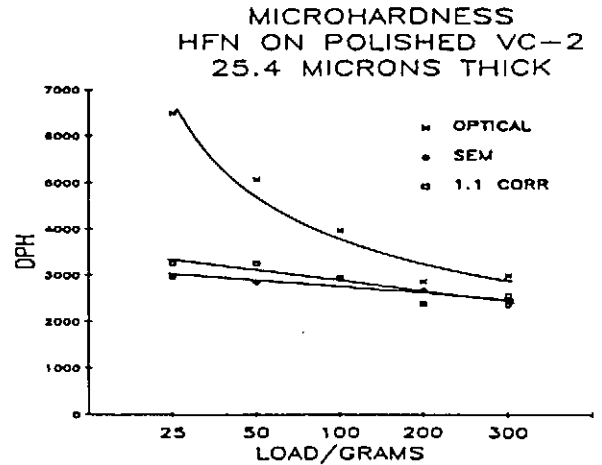
- 金属 : 加工硬化を伴う弾塑性体

$$h = h_e + h_p$$

h_e と h_p の分離

h_e : elastic displacement → 弾性定数

h_p : plastic displacement → 変形強度



I. 押込試験の基礎事項 [3]

- 試験片 : 弾性体 (ゴム), $h_e = h$

① Conical indenter : θ

$$P = 2 E^* h^2 \tan \theta / \pi$$

E^* : reduced or combined tip/substrate modulus

$$1/E^* = (1 - \nu_i^2)/E_i + (1 - \nu_s^2)/E_s$$

$$H = P/A_p = E^* \cot \theta / 2$$

$$(A_p = \pi a^2 = \pi h^2 \tan^2 \theta)$$

② Spherical indenter : R

$$P = (4/3) h^{3/2} R^{1/2} E^* : \text{Hertzian contact}$$

$$H = P/A_p = (4/3 \pi R^{1/2}) h^{1/2} E^*$$

$$(A_p = \pi a^2 = \pi h R)$$

③ Cylindrical flat indenter : R

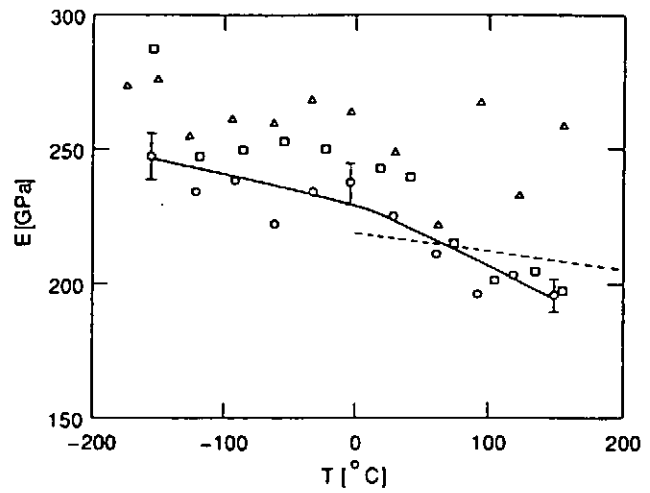
$$P = 2 E^* R h$$

$$H = P/A_p = 2 E^* h / \pi R$$

$$(A_p = \pi R^2)$$

② Jung et al. (1995)

- square-based diamond indenter
($\theta = 44.5^\circ, 68^\circ$)
 $E_t / (1 - \nu_t^2) = 10^{12} \text{ Pa}$
- $E^* = (dP/dh)(\pi/A)^{1/2}/2$
 $A = (2h_P \tan \theta)^2$
 $E^* = (dP/dh)(\pi)^{1/2} \cot \theta / 4 h_P$
- h_P : initial linear unloading を外挿
- 試験片: MANET II
 $\nu_s = 0.28 \rightarrow E_s$ の評価
- 非照射材(○)と照射材(△, □)の E_s
△: 中性子照射, 0.11 dpa
□: ヘリウム注入, 185 appm
実線は非照射材, 破線はその引張試験結果
(Ehrlich, 1986)
- ・ E_s はバルクの引張試験結果とよく対応。
- ・ E_s は θ に依存しない。
- ・ E_s は照射によってやや増加



I. 押込試験の基礎事項 [5]

応力緩和試験

① Gondi et al. (1991)

- Cylindrical flat indenter
($R = 0.4 \text{ mm}$)
alignment 工夫
- 変位速度: 0.1 mm/min
- 試験片: Al-99.8 % 圧延後焼鈍
- 荷重: 17 kg

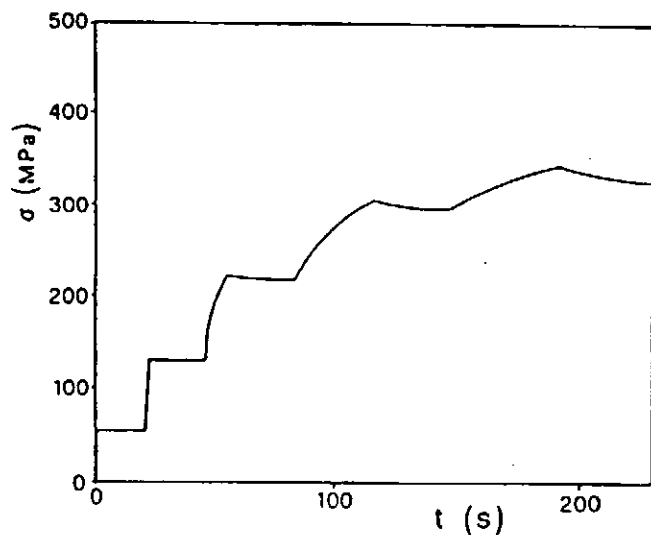


Fig. Representative curve for Al.

- 超微小体積の強度評価：Nano indenter (Ultra-micro hardness tester)

① Gerberich et al.(1996)

- Three-sided pyramid ($2\theta = 65^\circ$)
圧子先端は球近似 (tip radius $R = 66\text{nm}$)
- IBM continuous microindentation device
with atomic force microscope (AFM)
[分解能, $P : 0.1 \mu\text{N}$, $h : 0.1 \text{nm}$]
- Quasi-displacement control
($dh/dt = 1.5 - 5.0 \text{nm/s}$)
Load control $2 \mu\text{N/s}$ (0.2g/s)
- Typical load-displacement trace
(Fe-3wt%Si single crystal,
電解研磨：平均表面粗さ 4nm)
- Clear upper & lower yield points
Fit by Hertzian elasticity

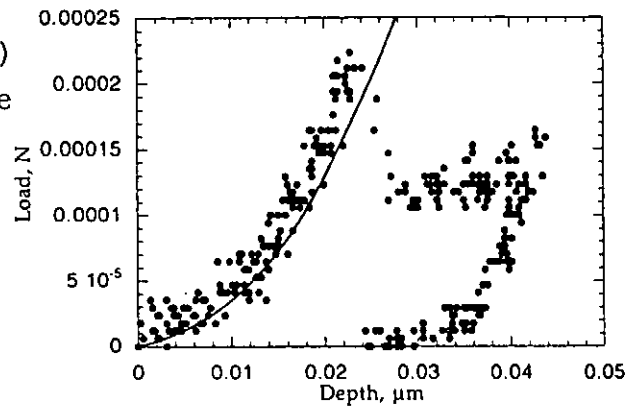


Fig. Typical load-displacement traces showing upper and lower yield points and a reasonable fit by Hertzian elasticity to the initial portion of the curves.

II. 押込試験による降伏応力の評価 [1]

① David Tabor (1951)

- For diamond pyramid indenter
 $DPH (H_v) \sim 3 Y_r$ (representative yield stress)
 $Y_r = \sigma_r$ at $\epsilon = \epsilon_0 + 0.08$ (ϵ_0 : prestrain) : 加工硬化しない場合有効
- For ball indenter
 $MH \sim 2.8 Y_r$
 $Y_r = \sigma_r$ at $\epsilon = 0.2(d/D)$
(d : diameter of permanent indentation, D : ball diameter)

引張試験により硬さは評価できるが、押込試験により降伏応力は評価できない。

② Cahoon et al. (1971)

Empirical equation: $\sigma_{0.2} = DPH(0.1)^{m-2}/3$ (m : Meyer hardness coefficient)

ビッカース圧子と球圧子を用いた2種類の押込試験のデータが必要。

II. 押込試験による降伏応力の評価 [2-1]

③ Robert et al. (1976)

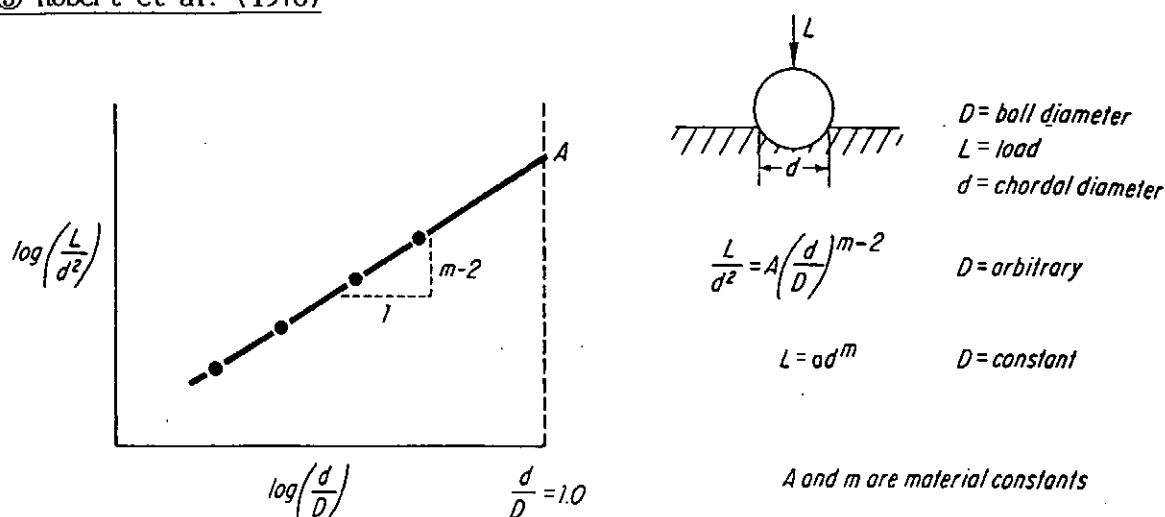


Fig. 1 - Meyer discovered this relationship in 1908. The authors directly related the material constant A to the 0.2% offset yield strength.

Hoyt (1924) : A gives the resistance to the metal to initial penetration.



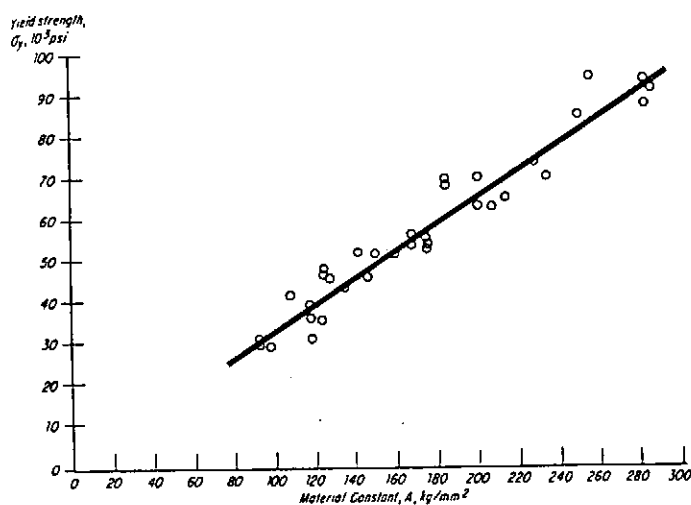
球圧子押込試験のみによる σ_y の評価

II. 押込試験による降伏応力の評価 [2-2]

③ Robert et al. (1976)

- 圧子 : 鋼球 ($D = 1.588\text{mm}$)
- 材料 : 鋼 34種類
熱間・冷間圧延材
(As-received)
- 試験片 : 長軸が圧延方向と平行(LT)
長軸が圧延方向と垂直(TL)
- $\sigma_{0.2}$: 室温引張での0.2%耐力
(LT 2本とTL 2本の平均)
- A : 球押込試験

$$\sigma_y = 325A \quad (R = 0.97)$$



II. 押込試験による降伏応力の評価 [3]

④ Jaramillo et al. (1986)

- 押込試験：楔型圧子 ($\theta = 30^\circ$, 幅 3 mm)
0.00125 mm·s⁻¹
- Ni-200 (99.5% Ni), 70/30 brass
(圧延材, LT, TL)
- 引張試験：室温, 10⁻³ s⁻¹

$$H = \frac{P}{A} = (3.6 \pm 0.2) \sigma_y + (1.459 \pm 130) \text{ (in MN/m}^2\text{)} \\ (R^2 = 0.857)$$

H vs σ_y plot : 原点を通らない。
($H \sim 3 \sigma_y = 3(\sigma_y + \Delta \sigma)$)

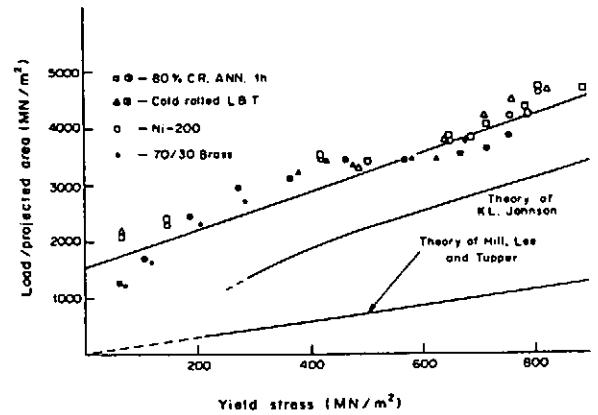


Fig. Load-projected area ratio vs yield stress experimentally determined for Ni-200 and 70/30 brass and theoretical predictions [7]. Black symbols: Ni-200; hollow symbols: 70/30 brass; Δ cold rolled, longitudinal; $\square$ cold rolled, transverse; $\diamond$ cold rolled and annealed for 1 h.

II. 押込試験による降伏応力の評価 [4-1]

⑤ Yasuda et al. (1992, 1994)

- 押込試験：triangular-based pyramid indenter ($2\theta = 115^\circ$)
DUH-50, 島津製作所 (株)
- 0.05 ~ 50 gf
- 0.13 ~ 6.4 × 10⁻¹ g/s
- 30 s 保持

$$H_{vm}(\text{kg/mm}^2) = \beta P/h^2$$

P : applied load

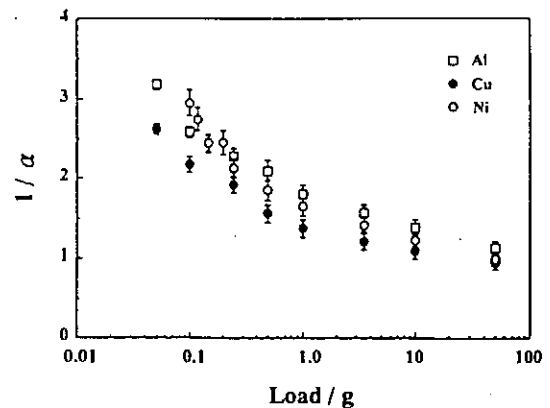
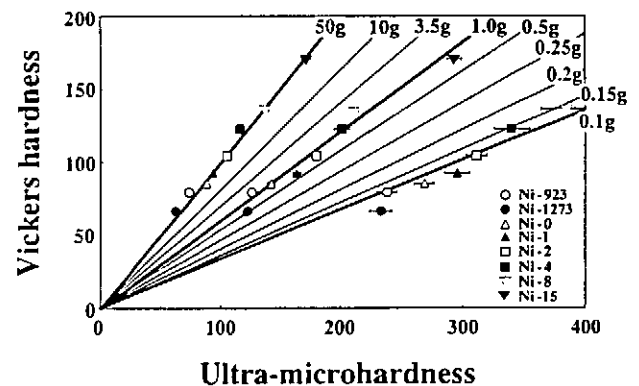
h : penetration depth under load

β : geometrical constant

[弾性緩和を考慮しない]

$$\sigma_{0.2} = 3.27 H_v(0.1)^n \quad (\text{前述}) \\ = 3.27 \alpha(P) H_{vm}(P)(0.1)^n$$

$\alpha H_{vm}(P)$ と加工硬化指数 (n) の評価が必要



⑤ Yasuda et al. (1992, 1994)

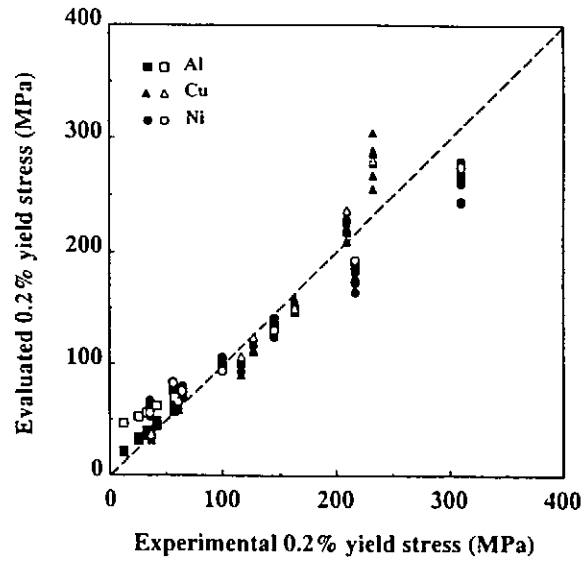


Fig. A comparison of $\sigma_{0.2}$ obtained by the ultra-microhardness (closed marks) or the Vickers hardness (open marks) tests and tensile tests. The broken line indicates a correspondence of $\sigma_{0.2}$ between both values of hardness tests and tensile ones.

⑥ Zeng et al. (1996): Vickers indentation for brittle materials

P vs h curves include much information on the material properties.

★ 3-dimensional FEM analysis

- Elastic analysis
- Elastoplastic analysis

For low strain hardening at large strain where sinking-in occurs,

$$P = 1.19 h^2 \sigma_y (1 + \sigma_u / \sigma_y) (\tan 22')^{-2} \{1 + \ln(E \tan 22' / 3 \sigma_y)\}$$

σ_y : engineering compressive yield stress

σ_u : compressive stress at 30% plastic strain

The curve fitting function $\rightarrow$ constants of σ_y , σ_u / σ_y

II. 押込試験による加工硬化指数 (n) の評価 [1-1]

⑤ Yasuda et al. (1992, 1994)

● Atkins & Shi (1989) : H_v の荷重依存性は加工硬化を反映。

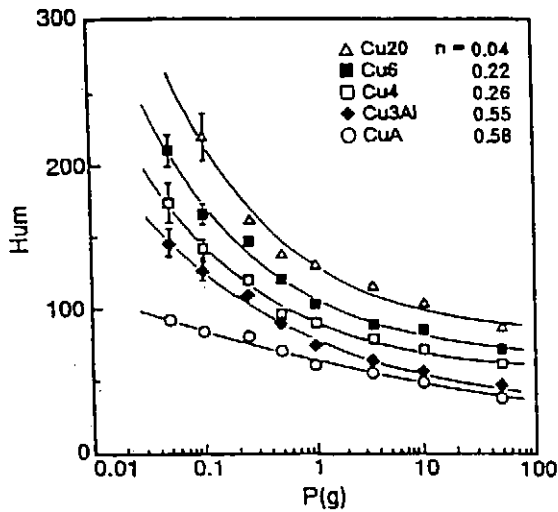


Fig. Examples of load dependence of H_{um} of CuA, Cu4, Cu6, Cu20 and Cu3Al specimens. The values of n were obtained by tensile tests.

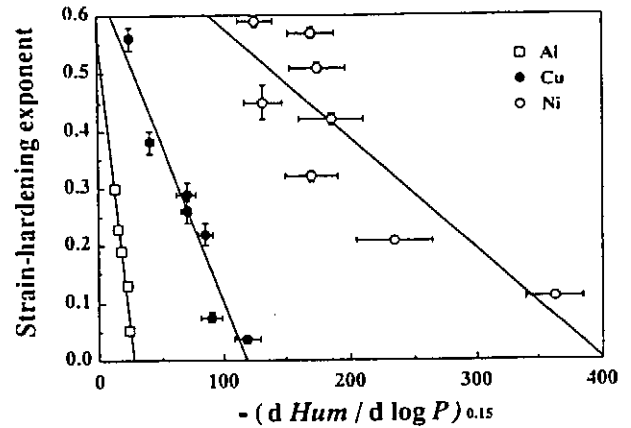


Fig. The relationship between the slope of H_{um} -log P curves, S , at a load of 0.15 g and the strain-hardening exponent, n , for nickel and aluminum together with copper [4]. The solid line is determined by the least squares method for Eq. (7).

II. 押込試験による加工硬化指数 (n) の評価 [1-2]

⑤ Yasuda et al. (1992, 1994)

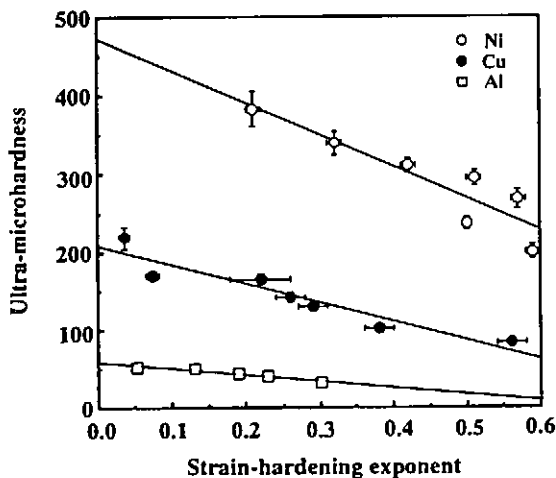


Fig. The relationship between the ultra-microhardness, H_{um} , at a load of 0.1 g and the strain-hardening exponent, n . The solid lines are determined by the least square method for Eq. (11).

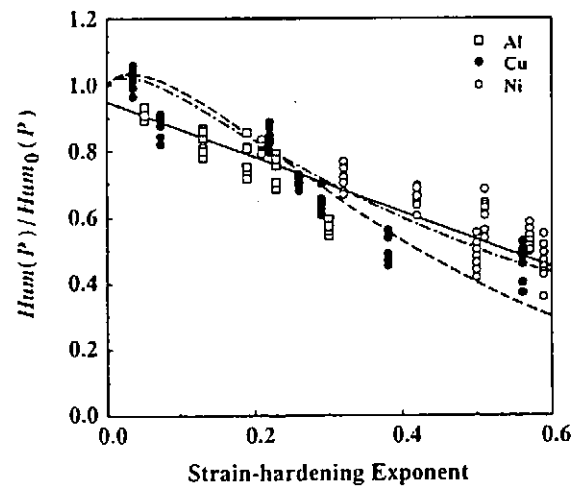


Fig. The value of $H_{um}(P)/H_{um0}(P)$ as a function of the strain-hardening exponent n for copper, nickel and aluminum. The value of $H_{um}(P)/H_{um0}(P)$ at a given n are obtained from measurements of H_{um} at various P . The solid, broken and dash-dotted lines correspond to Eq. (16), (15) and a modified constitutive equation (see text), respectively.

① Lucas et al. (1981~1984) [based on Tabor (1951, 1970), 下図]

● Ball indentation test

応力: $\sigma = P_m / \Psi = 4W / \pi d^2 \Psi$ (W: load, d: cordal diameter)

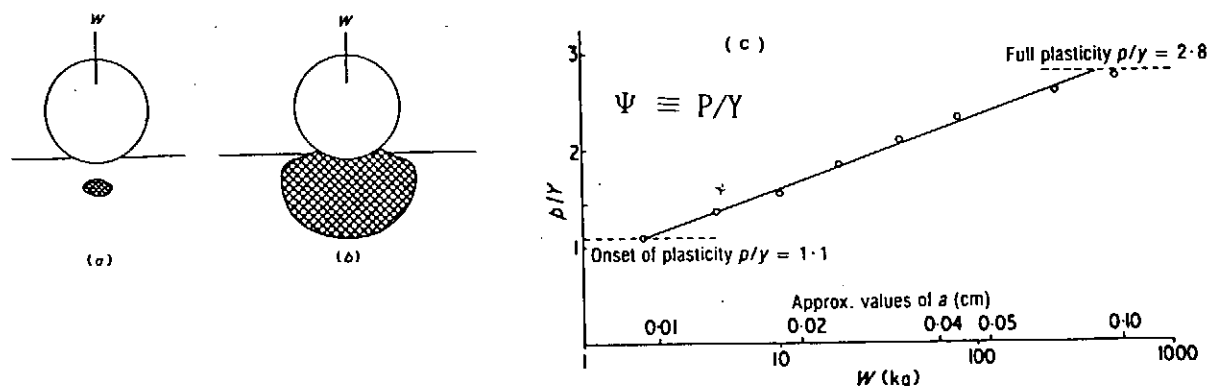


FIG. —Indentation of a rigid-plastic solid by a spherical indenter: (a) onset of plasticity below the surface at a contact pressure, p , of approximately $1.1Y$; (b) at a higher load, "full" plasticity is reached and the plastic flow extends to the free surface (at this stage $p \approx 3Y$). (c) mean indentation pressure, p , as a function of load, W , plotted as p/Y against $\log W$. The figure also shows that the radius, a , of the indentation increases by a factor of about ten as the deformation passes from the onset of plasticity to full plasticity. (The results are for a hard steel sphere 10 mm in diameter pressed into the surface of a fully work-hardened mild steel specimen of yield stress $Y = 77 \text{ kg/mm}^2$).

① Lucas et al. (1981~1984)

● Ball indentation test

応力: $\sigma = P_m / \Psi = 4W / \pi d^2 \Psi$

$$\Psi = \begin{cases} 1.07 & \phi \leq 1 \\ 1.07 + S \ln \phi & 1 < \phi \leq 26.2 \\ \Psi_{\max} & \phi > 26.2 \end{cases}$$

$$S = 0.53, \quad \phi = 0.43 \sigma_f / E \epsilon_p$$

$$\Psi_{\max} = 2.8,$$

$$K = 5.47 W [1/E_1 + 1/E_2],$$

E_1 = elastic modulus of the indenter,

E_2 = elastic modulus of the test material,

歪: $\epsilon = 0.2 d / D$

$$d = \left\{ \frac{0.5 K D [h_p^2 + (0.5d)^2]}{h_p^2 + (0.5d)^2 - h_p D} \right\}^{1/3}$$

$$\sigma = K \epsilon_p^n \rightarrow n$$

$$\sigma_{0.2} = K (0.002)^n$$

$$\sigma_u = K n^n$$

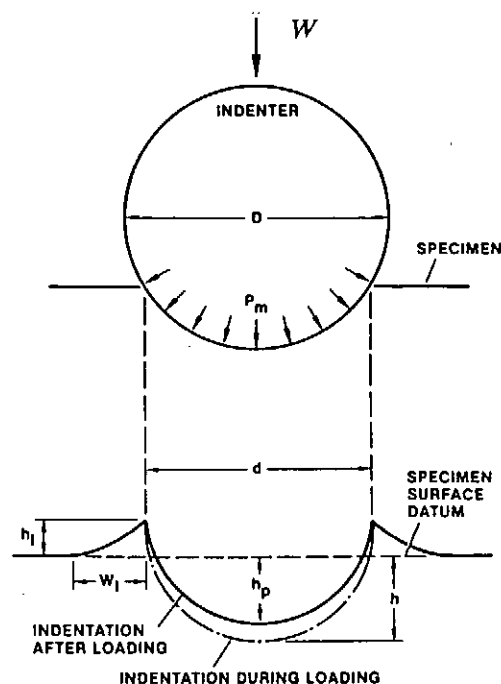


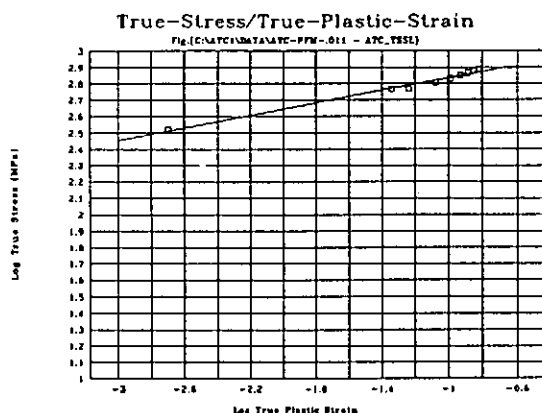
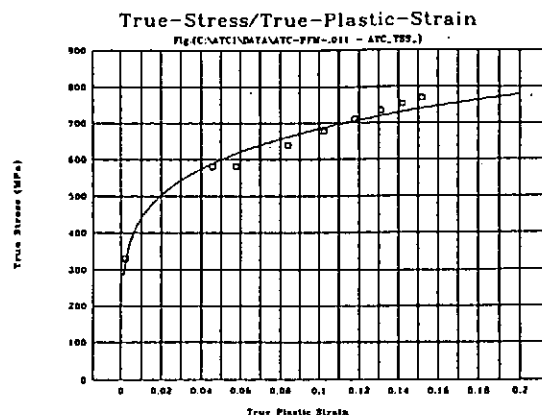
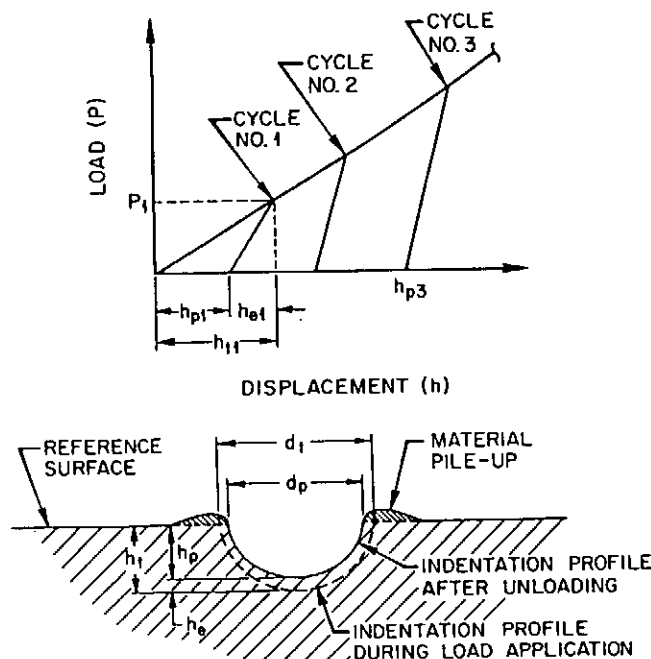
FIG. —Schematic illustration of the features of a ball indentation.

II. 押込試験による応力歪曲線の評価 [1-3]

② Haggag et al. (1989~1994)

● Ball indentation test の自動化

Automated Ball Indentation (ABI) Test



II. 押込試験による応力歪曲線の評価 [2-1]

③ Gondi et al. (1990~1994)

● 押込試験: cylindrical flat indenter

($R = 0.5 \text{ mm}$)

変位速度一定試験

負荷速度一定試験

荷重一定試験

右図: $q = P / \pi R^2$ vs $\delta (=h)$

$d\delta / dh = 0.1 \text{ mm/min}$

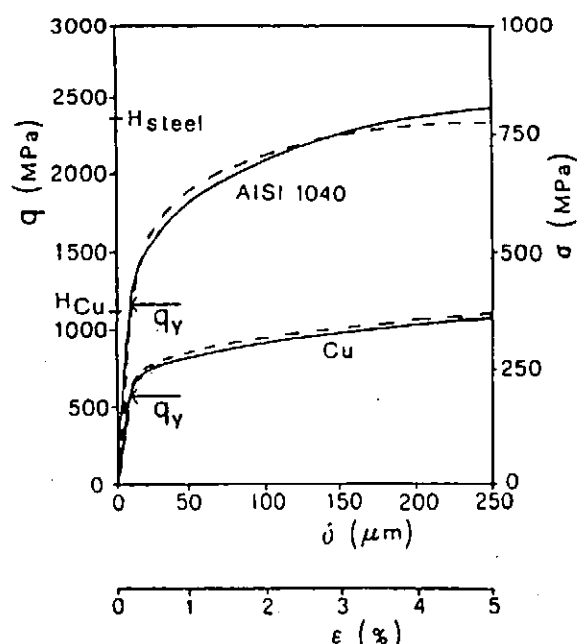
・試験片: AISI steel, 99.8% Cu

・実線: 押込試験

・破線: 圧縮試験

・ $q_y \cong 3\sigma_y$ (σ_y : 引張試験)

降伏応力に対応



③ Gondi et al. (1990~1994)

● 押込試験: cylindrical flat indenter

(圧子半径 = R)

均一な面圧 q の下での Z 軸に沿っての応力分布

σ_r, σ_z : Normal stress

τ : 45° shear stress

・ τ は $z^* = 0.6R$ で、最大値 $\tau^* = 0.3q$

$\tau^* = 0.3q \geq \sigma_y$ で変形開始

$$\tau = \frac{q}{2} \left[\frac{1-2\nu}{2} + (1+\nu) \frac{z}{(\rho^2 + z^2)^{1/2}} - \frac{3}{2} \left(\frac{z}{(\rho^2 + z^2)^{1/2}} \right)^3 \right]$$

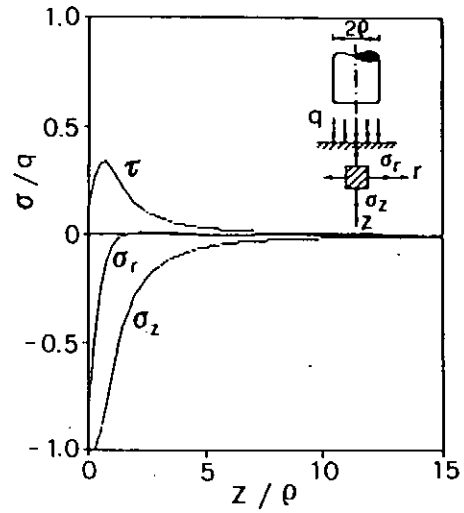


Fig. Trends of the normal (σ_r, σ_z) and 45° shearing stresses (τ) along the z -axis of the tested material for uniform load q applied by the cylindrical indenter sketched top right in the figure.

II. 押込試験による最大引張強さ (UTS) の評価 [1]

● UTS: 公称応力(工学応力)の最大値, σ_u

① David Tabor (1951)

$$\sigma_u = \left(\frac{H}{2.9} \right) (1-n) \left(\frac{12.5n}{1-n} \right)^n$$

$[\epsilon_u = n/(1-n)]$: 真歪み

② Cahoon (1972)

$$\sigma_u = \frac{H}{2.9} \left(\frac{n}{0.217} \right)^n$$

$[\epsilon_u = n]$: 真歪み

・ いずれも $\sigma = K \epsilon_p^n$ を仮定
・ H と n の評価が必要

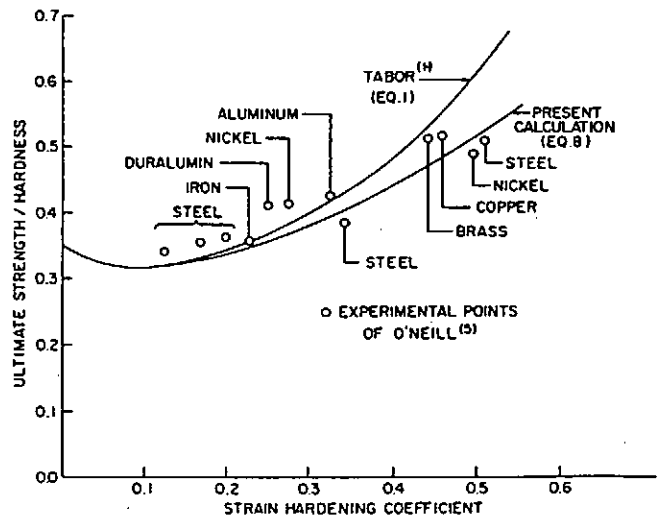


Fig. —Relation of ultimate strength to hardness and strain hardening coefficient.

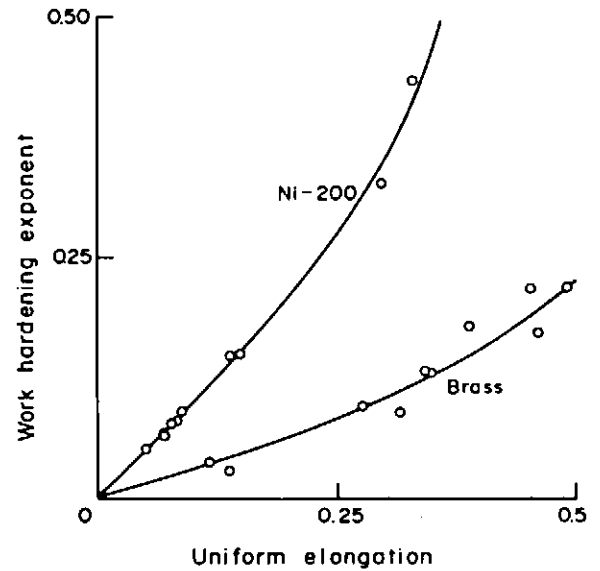
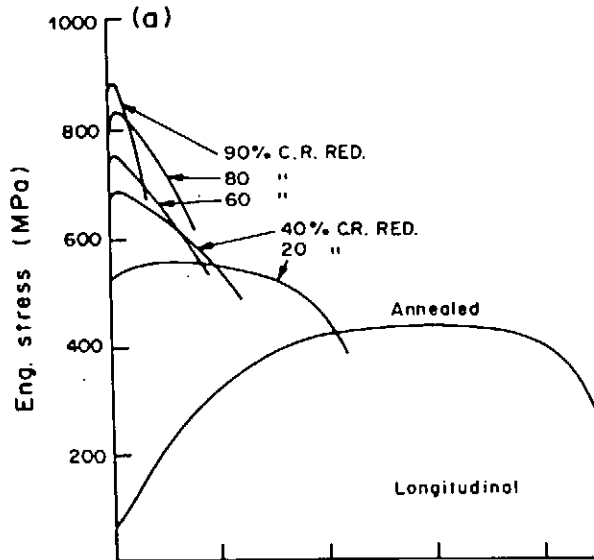
● 実験と結果との比較: 図1

II. 押込試験による均一伸びの評価 [1]

- $\epsilon_u = n$ ($\sigma = K \epsilon_p^n$ を仮定) : 加工硬化指数の評価 $\Rightarrow \epsilon_u$ 妥当性?

① Jaramillo et al.(1986)

- 加工度の異なる Ni-200 (99.5%Ni), 70/30 brass, ● 引張試験 : 室温, 10^{-3} s^{-1}



II. 押込試験による均一伸びの評価 [2]

① Jaramillo et al.(1986)

- Knife-edge indenter ($\theta=30^\circ$, 3mm幅)
- Pile-up 領域に注目 (Mayer et al., 1983)
- Ni-200 (99.5% Ni), 70/30 brass (圧延材, LT, TL)
- ϵ_u と h/r の関係 (実験式) 右図
(h : pile-up height, r : pile-up width)

$$\ln(h/r) = -(0.195 \pm 0.067) - (8.81 \pm 0.35) \epsilon_u$$

$$R^2 = 0.972$$

均一伸びが大きいく程, pile-up の幅が広くて pile-up の高さが低い。

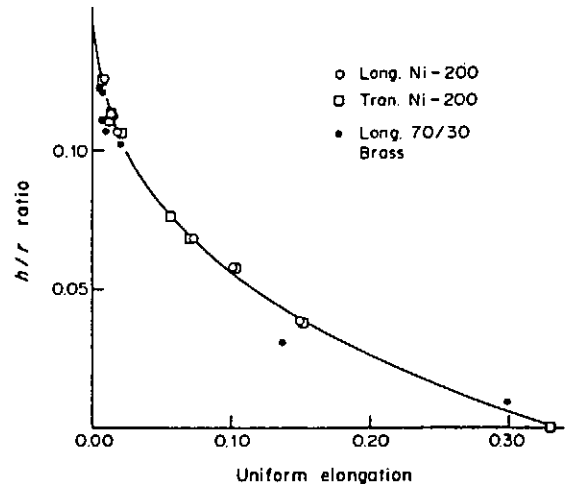


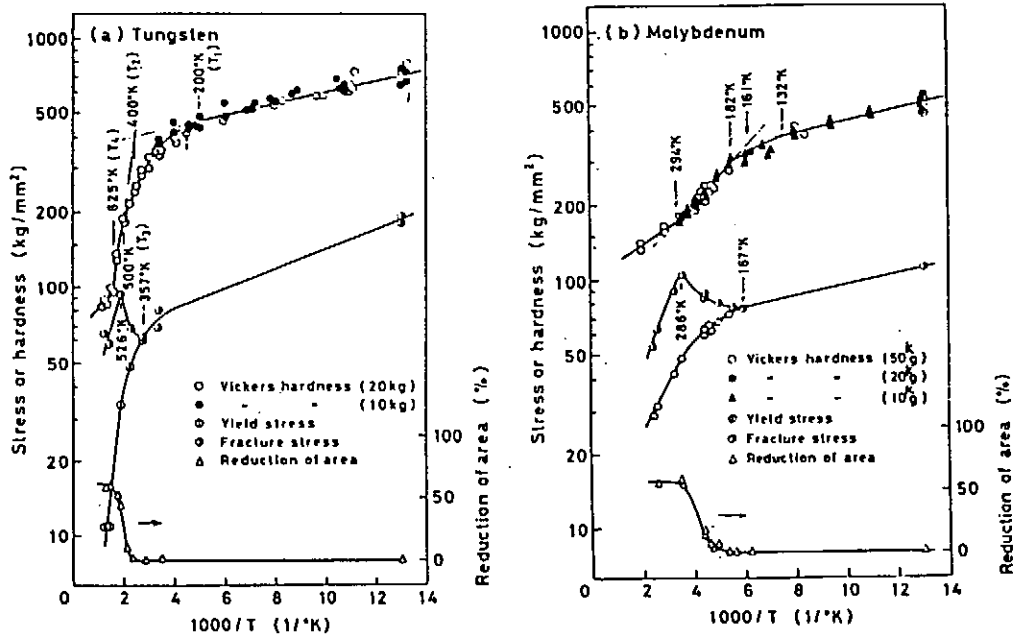
Fig. Ratio h/r vs uniform elongation u in Ni-200 and 70/30 brass (where h and r are height and width of pile-up region, respectively).

II. 押込試験によるDBTTの評価 [1-1]

- H_v の試験温度依存性と引張試験データ（降伏強度，破壊強度，断面収縮率）との比較
① Oku et al.(1970)

高融点金属 (W, Mo) : $H_v = 3 [\sigma + \Delta\sigma(0.08)]$

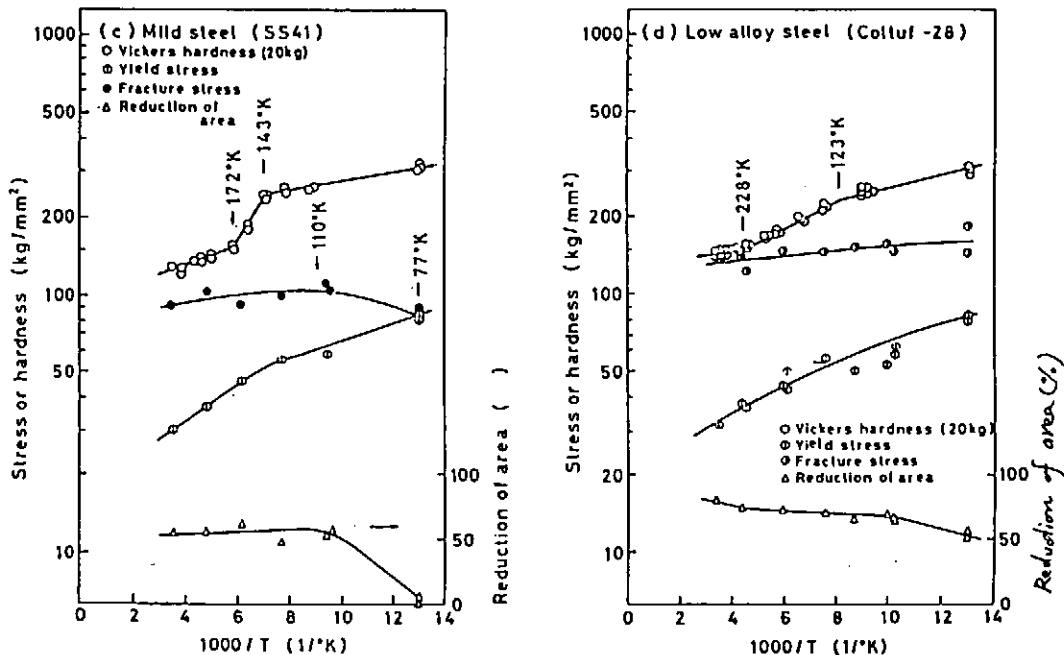
パイエルス応力大 $\rightarrow \sigma, > \Delta\sigma(0.08)$



II. 押込試験によるDBTTの評価 [1-2]

- H_v の試験温度依存性と引張試験データ（降伏強度，破壊強度，断面収縮率）との比較
① Oku et al.(1970)

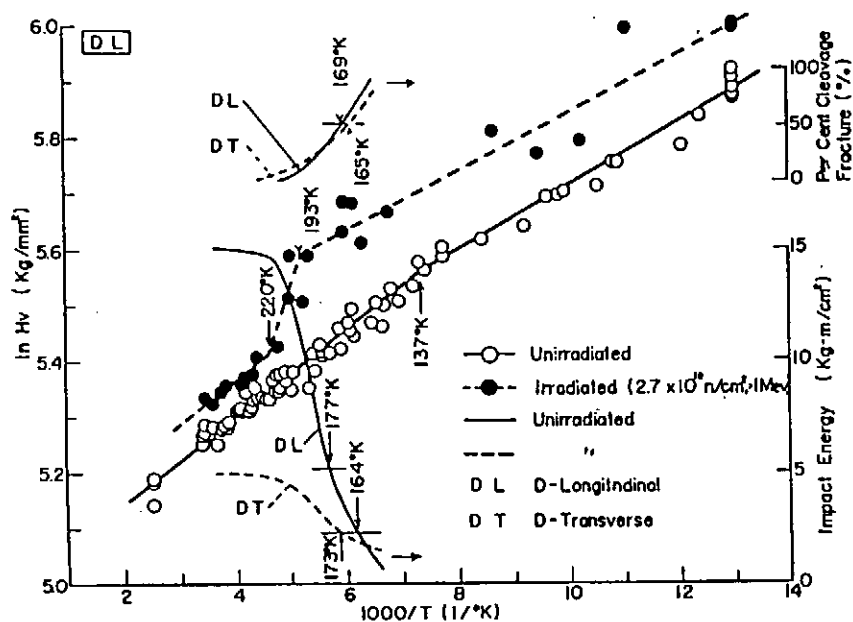
軟鋼，低合金鋼 : $H_v = 3 [\sigma + \Delta\sigma(0.08)]$, $\sigma, \leq \Delta\sigma(0.08)$



II. 押込試験によるDBTTの評価 [1-3]

- Hv の試験温度依存性とシャルピー衝撃試験データ（吸収エネルギー）との比較

① Oku et al.(1970) : 鋼

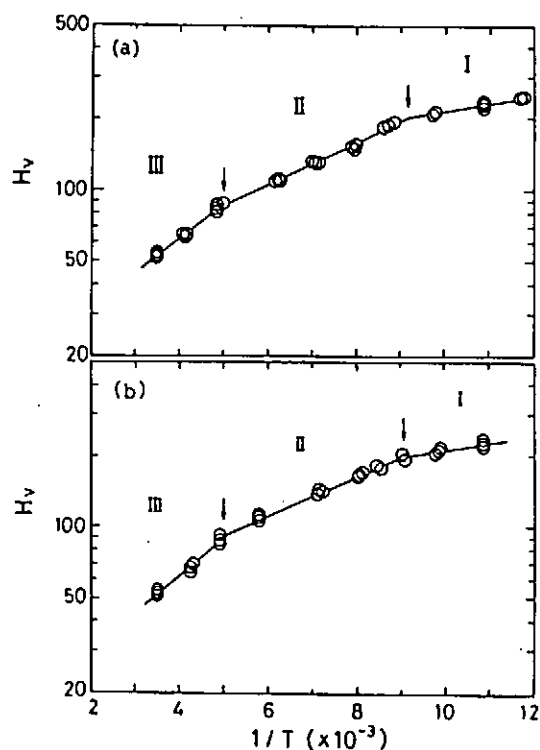


II. 押込試験によるDBTTの評価 [2]

微小ビッカース硬さの試験温度依存性
TEMディスク (φ 3 mm)

② Kurishita et al.(1991)

- Fe-0.22wt%Cu (圧力容器鋼モデル合金)
- 荷重: d (indentation diagonal) が 35~60 μm になるように選択。
- 図 (a) : 厚さ 70 μm
(b) : " 250 μm



$\Delta P_m / \Delta h$ (加工硬化率に相当) の温度依存性

③ Gondi et al.(1995)

- Cylindrical flat indenter
($R=0.5 \text{ mm}$, $dh/dt=0.1 \text{ mm/min}$)
- MANET: 厚さ10 mm
- シャルピー衝撃値の温度依存性と比較

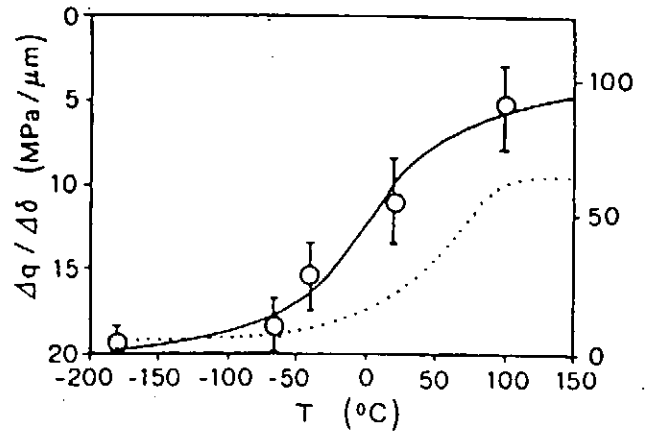


fig. Ductile to brittle transition. In dotted line the results of Charpy tests and in full line the average work-hardening (reversed scale) at the various temperatures.

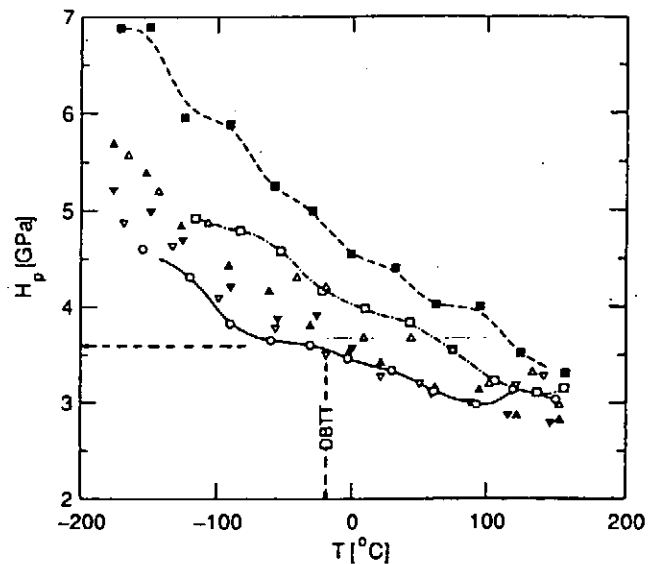
II. 押込試験によるDBTTの評価 [4-1]

超微小ビッカース硬さ($H_{0.05}$)の試験温度依存性

④ Jung et al.(1994, 1995)

- 圧子: Pyramids ($\theta = 44.5^\circ, 68^\circ$)
- 材料: MANET-II (12%-Cr martensite)
非照射材と照射材

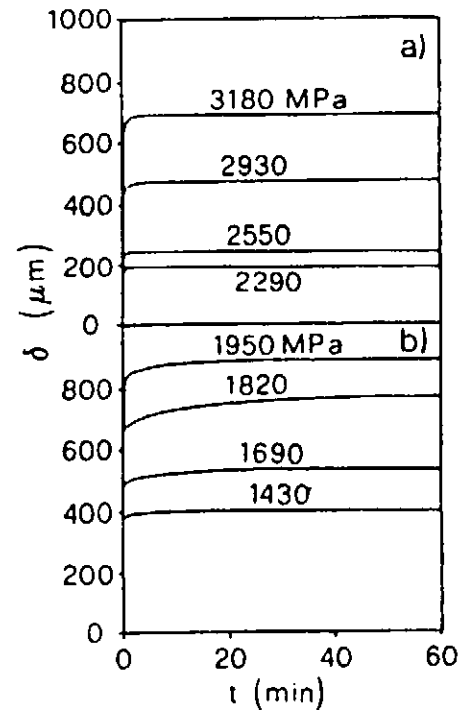
Fig. Microhardness versus temperature of MANET II unirradiated (○) and irradiated to displacement doses of $9.6 \cdot 10^{-4}$ (▼), $1.3 \cdot 10^{-2}$ (▲), and $1.1 \cdot 10^{-1}$ (■). Included are specimens which were homogeneously implanted with helium to atomic concentrations of 7.9 (▽), 36 (△) and 185 appm (□), corresponding to displacement doses of $5.4 \cdot 10^{-4}$, $2.5 \cdot 10^{-3}$, and $1.3 \cdot 10^{-2}$ dpa, respectively.



II. 押込試験によるクリープ特性の評価 [1]

① Gondi et al.(1995)

- Cylindrical flat indenter
($R=0.5$ mm)
 - AISI steel, Cu-99.8% (厚さ10 mm)
 - 荷重: 115~255 kg
- 右図



② Jung et al.(1995)

- 超微小荷重域: sharp indenter の使用
- 圧子: square based pyramid
($\theta = 44.1^\circ$)

③ Li & Warren (1993)

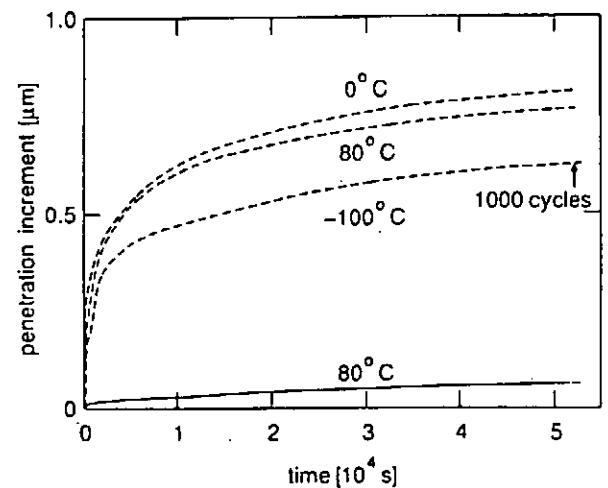
- Nano indentation creep model
(弾性応力以下)

II. 押込試験による疲労特性の評価 [1]

超微小荷重域: sharp indenter の使用

① Jung et al.(1994, 1995)

- 圧子: Pyramids ($\theta = 44.1^\circ$)
- 材料: MANET-II (12%-Cr martensite)
非照射材
- 荷重: 0.5 N
- 温度: -100°C , 0°C , 80°C
- 80°C でのクリープ曲線と比較



Ⅲ. 「温度可変多目的超微小押込試験機」開発の必要性 [1]

★ 必要な性能と理由

1. 試験温度を広い範囲で選択可能なこと。

例: $-196^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$

① 強度と組織の相関

変形応力(σ_t): 転位運動に対する抵抗応力

$$\sigma_t = \sigma_i + \sigma_e$$

σ_i : 長範囲の障害作用による変形抵抗

→ 温度にほとんど依存しない
(Gの温度依存性を通してのみ)

σ_e : 短範囲の障害作用による変形抵抗

→ 温度に強く依存する

σ_t の試験温度依存性の調査による
 $\sigma_i (= \sigma_s)$ と $\sigma_e (= \sigma_{th})$ の分離
→ 照射硬化の原因となる障害の決定

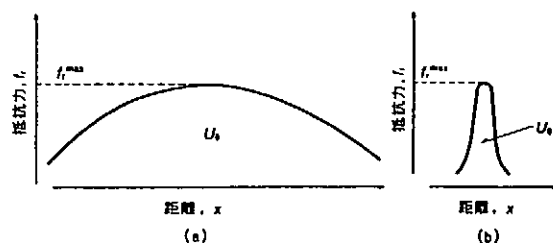


図 転位の運動に対する長範囲の障害(a)と短範囲の障害(b)

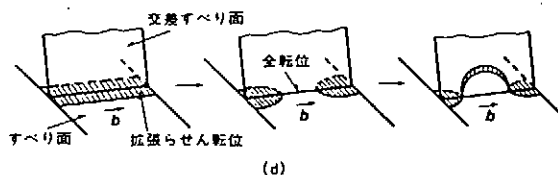
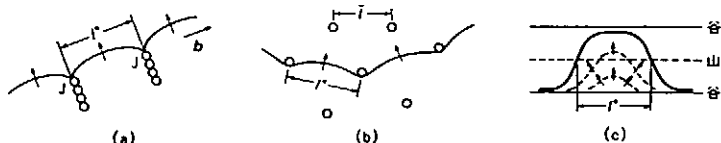


図 種々の熱活性化過程

Ⅲ. 「温度可変多目的超微小押込試験機」開発の必要性 [2]

★ 必要な性能と理由 (続き)

② DBTTの評価

- H, n の温度依存性

③ 降伏挙動の温度依存性

④ クリープ挙動の測定 (高温)

- 温度可変超微小押込試験機の例

右図: Jung et al. (1995)

2. 荷重制御, 変位制御が広い範囲で可能

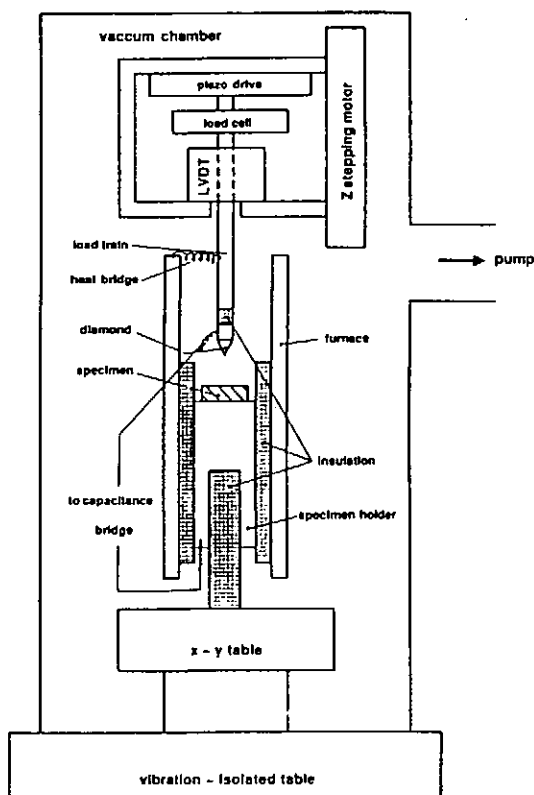
3. サイクリック試験, 及び

荷重・変位の急変試験が可能

これらの試験の可能な, 比較的大きな荷重
を対象とした押込試験機をすでに開発
[計装化万能押込試験機, Kurishita 等]



この技術を超微小押込試験機に応用したい



微小球押込試験法の変形・破壊研究への適用 東北大金研大洗 山本琢也

緒言：押込試験法によって微小領域の機械的特性を評価するための多くの研究の蓄積がなされてきた。その中でも微小球を用いたサイクル押込試験法は、応力-歪み曲線を求めることができるという大きな特長を持っている。本研究では、その特長を活かし、さらに発展させることにより、微小試験片の変形・破壊特性評価法を確立することが1つの目的である。と同時に、照射脆化の解明に欠かせない粒界と粒内等の局所的部分の変形・破壊特性評価を行う手法として、B I I F (Ball Indentation Intergranular Fracture)法を開発することを目的としている。

原理：微小球サイクル押込試験法では例えば直径0.4 mmの圧子を用いると数100 μ m程度の微小領域における変形特性(変形応力、加工硬化率)を評価できる。最近、同時に破壊特性(クラック生成と伝播、それに伴う応力低下、クラックが生ずる臨界歪み)を評価できる事が明らかにされた。これにより、微小試験片による変形・破壊特性評価はもちろんのこと、結晶粒径が数100 μ m程度の比較的粗粒の試料について粒内と粒界上でそれぞれ押込試験を行うことにより、粒内と粒界の変形・破壊特性を分離して評価することが可能となる。また、試料中には性格・構造の異なる種々の粒界が存在し、粒界の変形破壊特性は粒界の性格・構造に強く依存することが知られているが、同一試料中に存在する複数の粒界に対して押込試験を行うことにより、粒界の変形・破壊特性の粒界性格・構造依存性を明らかにすることも可能である。したがって、照射脆化という極めて重要な問題に対して、これらの特性を照射前と照射後について調べ、照射による粒内と粒界のそれぞれの変形特性と破壊特性の変化を明らかにすることは、照射脆化の機構解明に有効である。

実験：いずれも球圧子としては、超硬タングステンカーバイドの0.4mm径のものを使い、微小試験片による実験としては、Al-3Mg合金及びFe-Mn-Cu-C合金を用いて、同一試験片で押込試験と引張試験を行い、それぞれから求めた加工硬化指数、強度係数を比較した。また、クラック発生に伴う応力低下が起こる臨界歪みと、引張り試験における均一伸びや破断歪みとの関係を求めた。また、B I I F法の適用実験として、異なる振り角度を持つ3種類の100軸振り粒界双結晶Mo試料の非照射材を用いて、粒内と粒界において押込試験を行い、えられた加工硬化指数、強度係数及びクラック発生やそれに伴う応力低下を調べた。

結果：微小試験片実験では、幾つかの改良を施すことによって、押込試験で求めた加工硬化指数や強度係数の結果に良い再現性が得られ、引張試験から求めた加工硬化指数や強度係数ともよい一致が得られた。また、均一伸びは臨界歪みの5.59乗に、破断歪みは4.26乗にそれぞれ比例する事が示された。また、B I I F法実験では、粒界上と粒内とでの変形特性の違いをよく捕らえることができたと同時に、同一粒界上でも特性が一樣でないことがわかり、局所的な特性を評価することの重要性も示された。

微小球押込試験法の変形・破壊研究への適用

東北大 金研 大洗施設 山本琢也

1. 万能押込試験機の開発
2. 微小球押込試験による変形特性の評価の実際
3. 微小球押込試験の破壊特性評価への応用
4. 照射脆化機構解明のための粒界・粒内の変形・破壊特性評価法開発

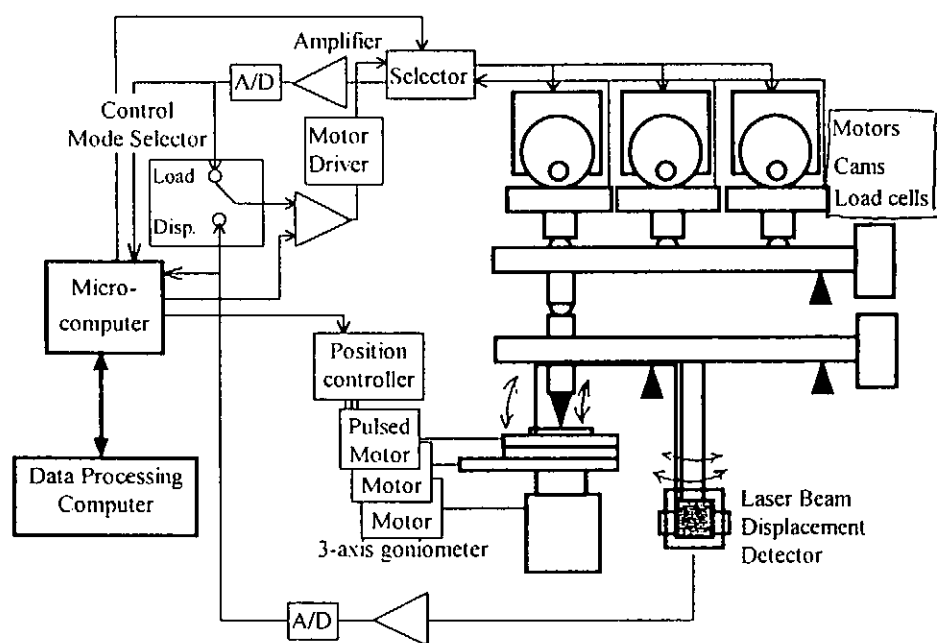
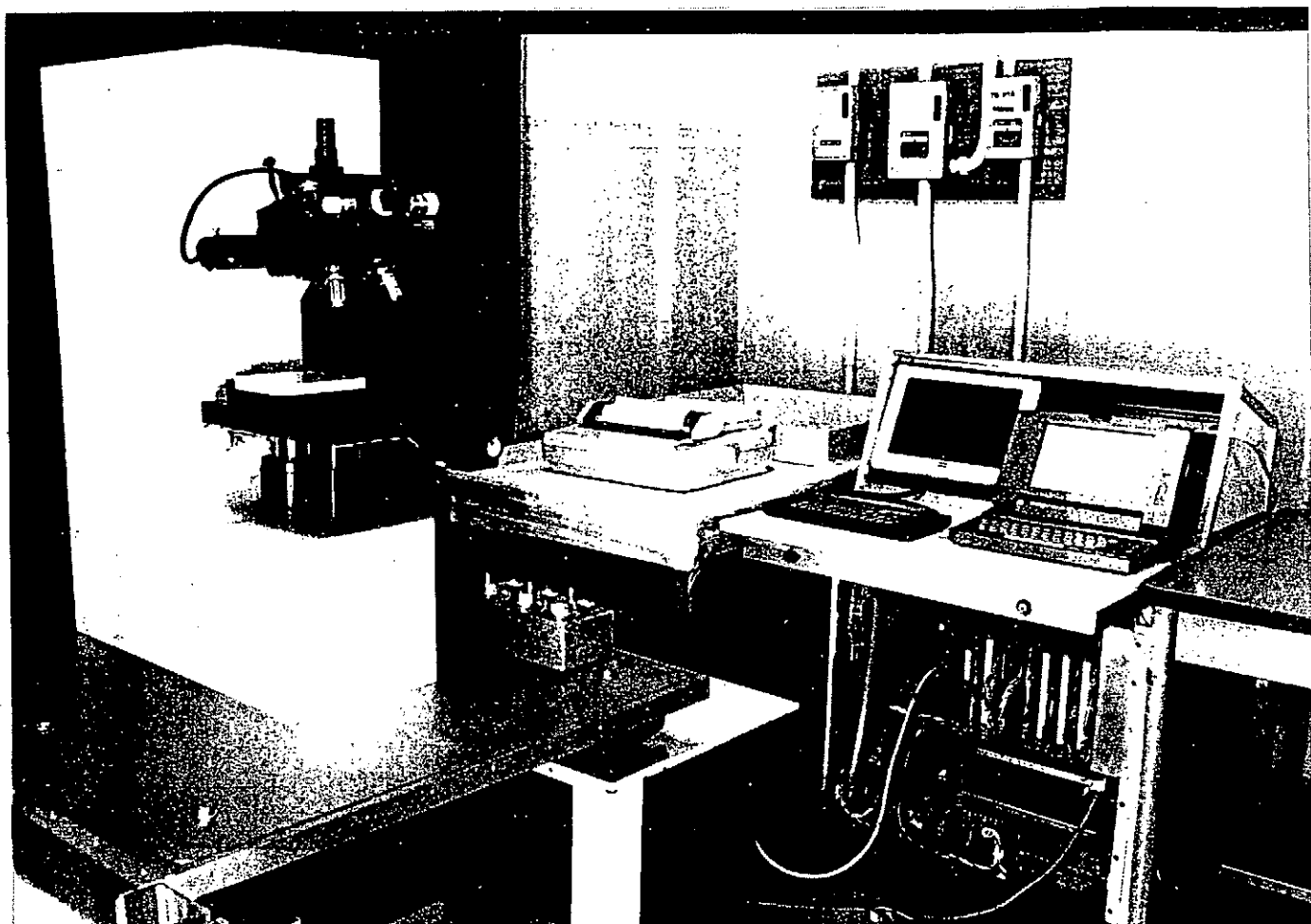
研究の背景

あらゆる目的に対応した計装化押込試験器の開発

特長を活かした測定に要求される性能

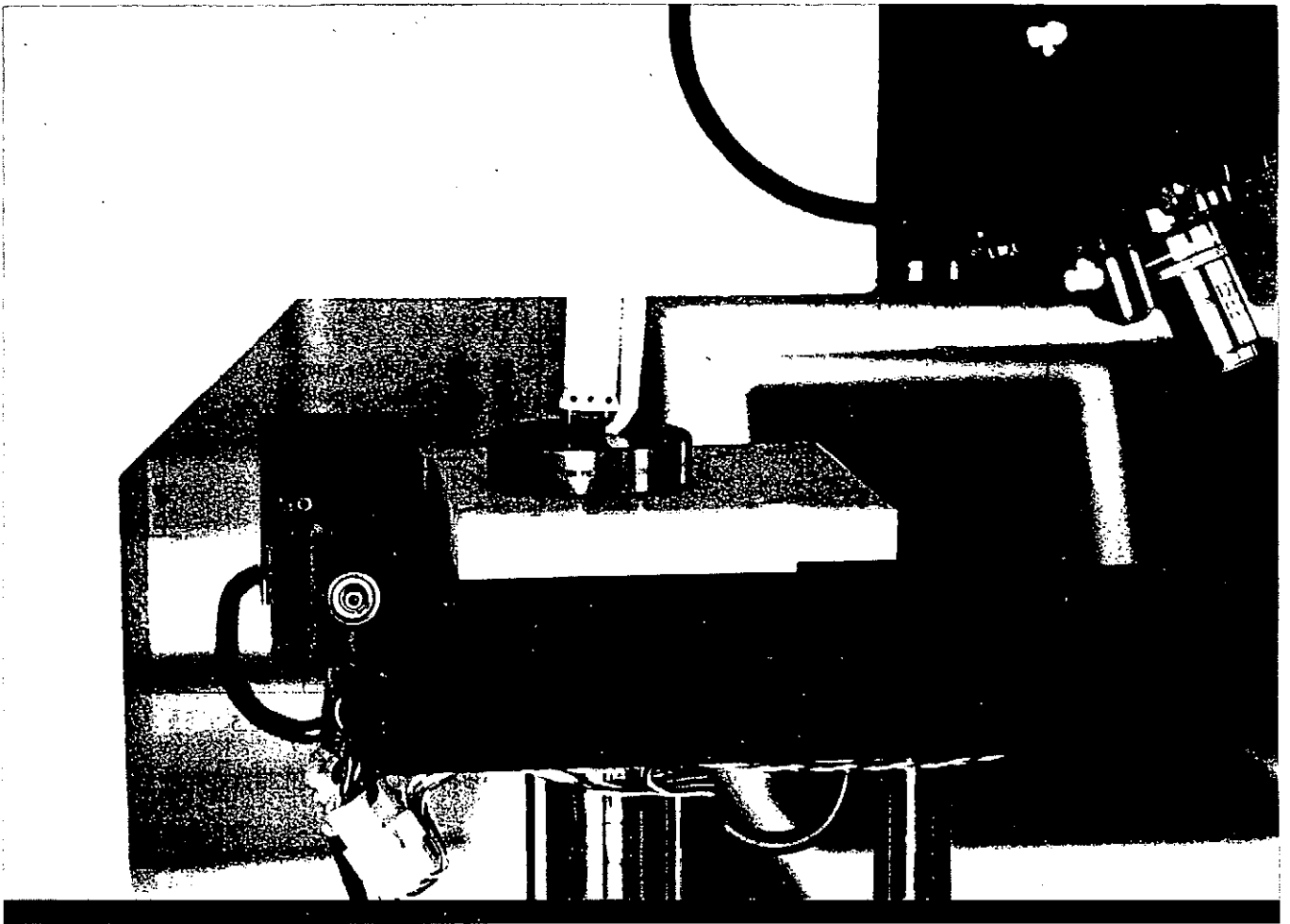
計測量：	荷重と押込み深さの精密計測，圧痕径
荷重範囲：	1gf以下～20kgf以上
圧子：	ビッカース、ボール、ヌープ (2個以上装着)
温度：	液体窒素温度～高温
押込み制御：	広範囲に、多様に制御 (プログラム、マニュアル制御)
データ処理	コンピューターに取込んで高速処理
測定方法：	各種硬さ試験、応力緩和試験、歪み速度急変試験、破壊靱性試験、クリープ試験、 <u>負荷除荷サイクル試験</u>

↓
{ 歪み率 - 歪み性係数
加工硬さ指数・硬度係数
材料定数 → 降伏応力



計装化万能押込試験機のブロック図

ke



微小球圧子サイクル押込試験による応力-歪み曲線評価の実際

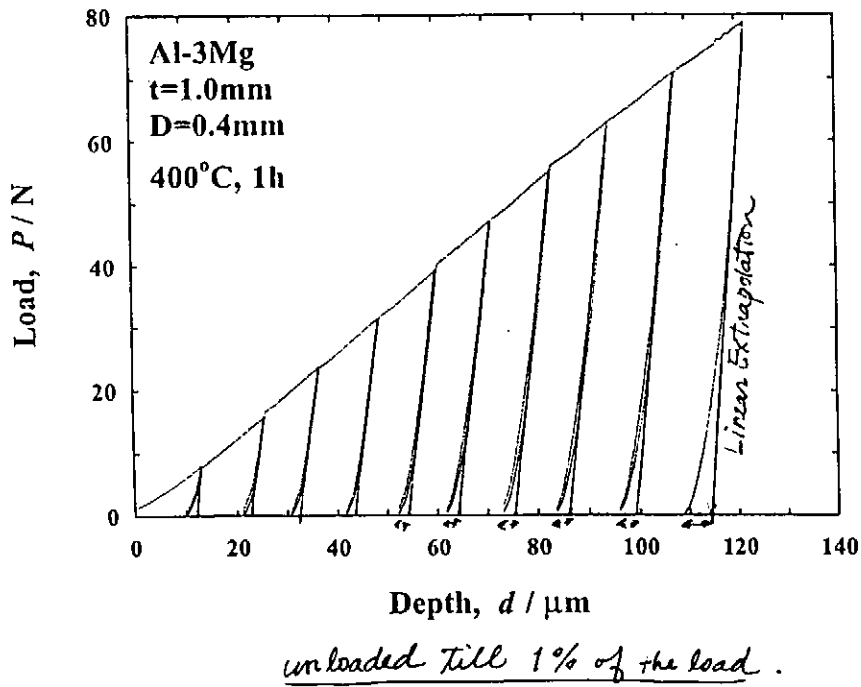
引張試験特性を押込試験から求める

課題： 押込データのばらつき
引張データとの不一致

原因： 試験機の剛性
試料の不安定性
高歪み領域での応力低下
＝クラック生成 → 破壊特性評価への応用

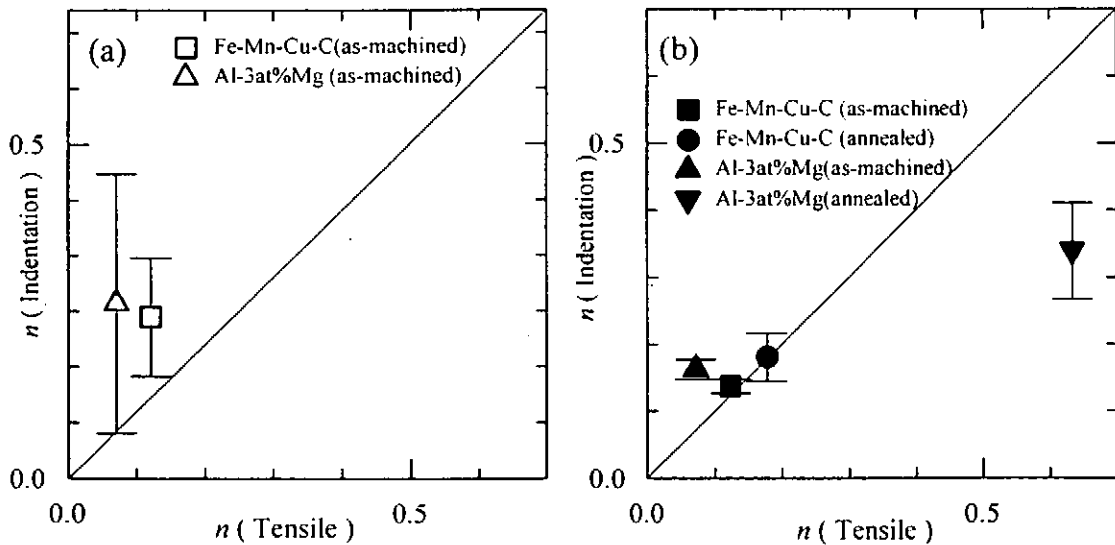
Important Factors for Reliable ABI Tests

2. Compensation of non-linearity in unloading curves.



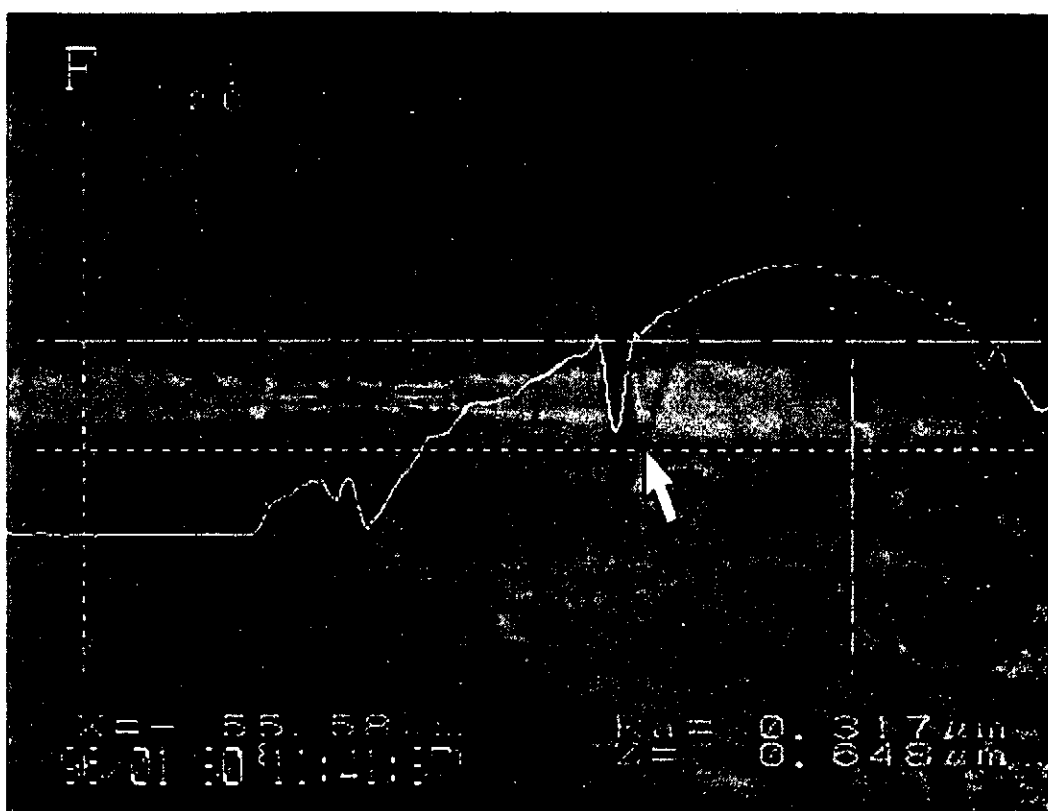
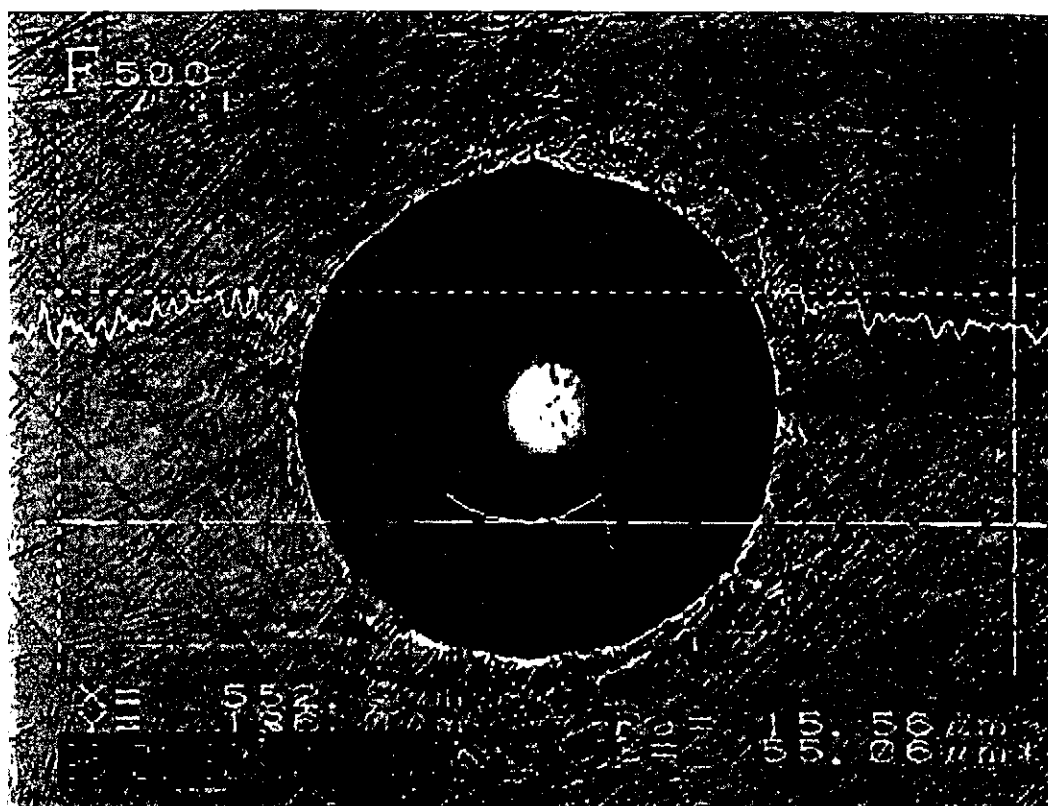
研究の背景

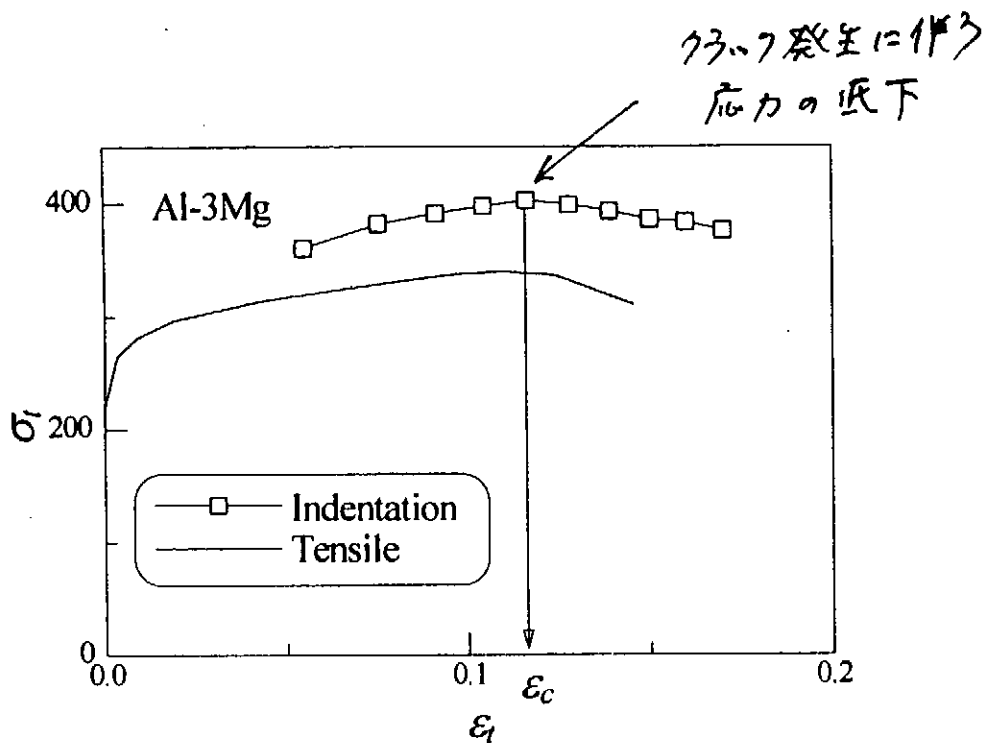
本装置を用いた球圧子サイクル押込試験による
応力ひずみ曲線評価技術の改良



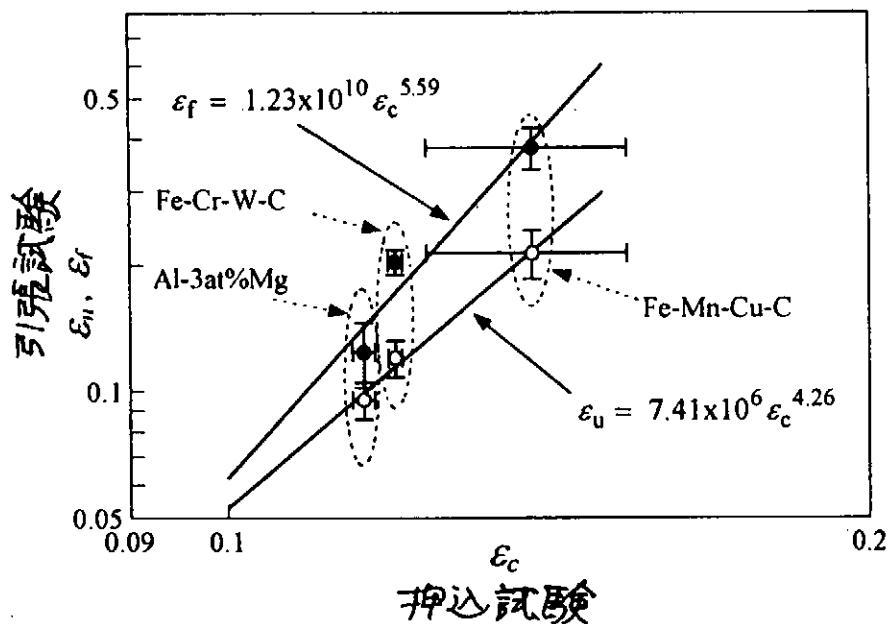
押込み技術改良前（左）後（右）の押込試験、引張試験から得られた加工硬化指数の比較

“金属試料にて初めて、圧痕周辺部にクラック発生を捉える”





True stress-true strain curves obtained in the cyclic ball indentation and tensile tests on Al-3at%Mg.



Correlation between the critical strain, ϵ_c , where stress decrease started and the uniform elongation, ϵ_u , or the fracture elongation, ϵ_f , in the tensile test.

B I I F 法の原理

(Ball Indentation Intergranular Fracture)

微小球圧子押込試験 → 微小領域における

- 変形特性(変形応力、加工硬化率)と
- 破壊特性(クラック生成と伝播、それに伴う応力低下、クラックが生ずる臨界歪み)

(1) 比較的結晶粒の大きな試料について粒内と粒界上で試験

⇒ 粒内と粒界上~~の~~の変形破壊特性を分離して評価

(2) 同一試料中に存在する性格・構造の異なる複数の粒界に対して押込試験

⇒ 粒界の変形・破壊特性の粒界性格・構造依存性



“照射脆化”

照射による粒内と粒界のそれぞれの変形特性と破壊特性の変化を明らかにすることは、照射脆化の機構解明に有効である。

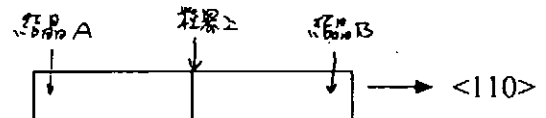
目的：Moの非照射材にB I I F法を適用し、その有効性や問題点を明らかにする。

実験方法

試料：

- 純Mo (10mm x 20mm 厚さ 1mm)
- 同上、熱処理材 (1850℃ 1時間)
- Mo双結晶 (浮遊帯溶融法により作成) 捩じり粒界角度 26°, 34°, 56° の3種 (1.5mm角 x 20mm) (九州大学吉永研究室より供与)

(表面：エメリー研磨#400～1200、バフ研磨)

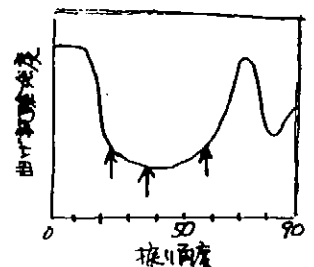


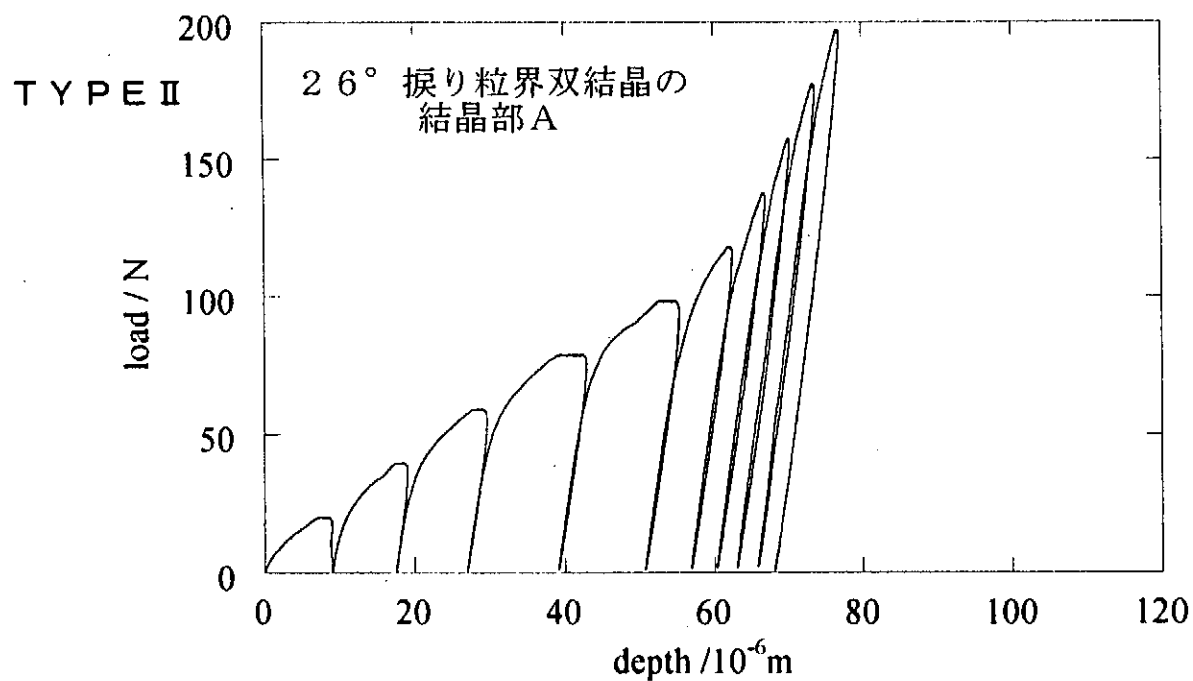
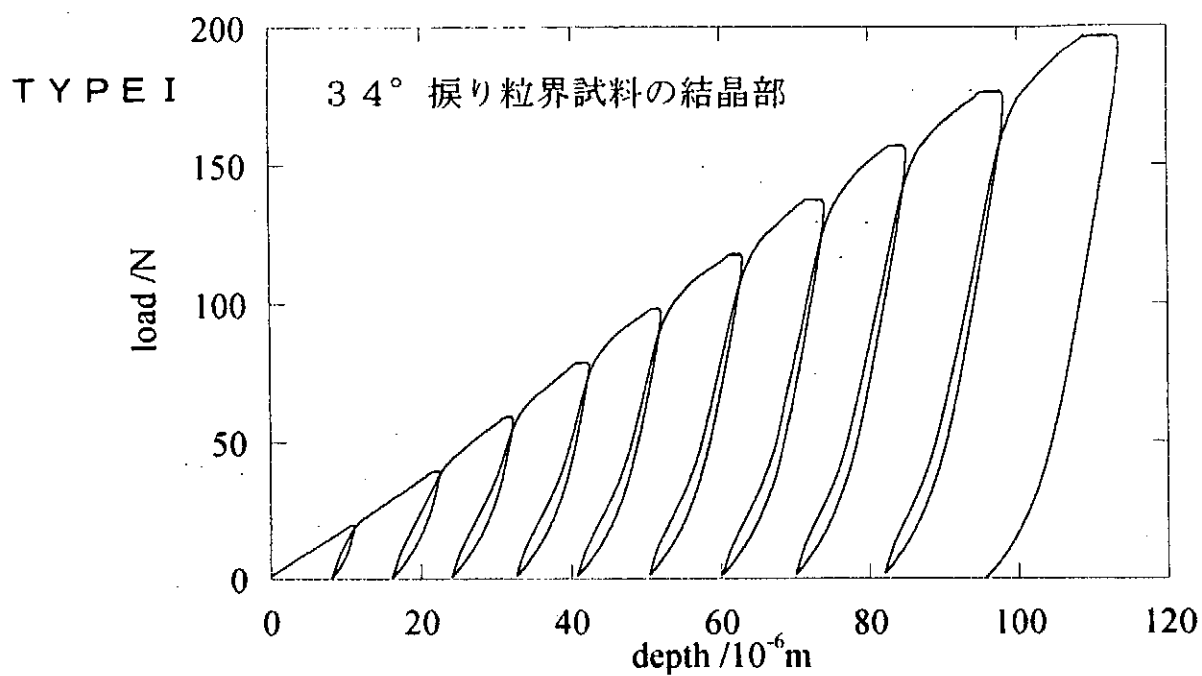
押込試験法：負荷－除荷サイクル試験

同一個所で荷重を増やししながら複数回の押込試験を行う。その都度、除荷により、塑性変形量 (深さ) を求めて、いくつかの経験式により、塑性変形量から圧痕径、圧痕径から真応力、真塑性歪みを求める。

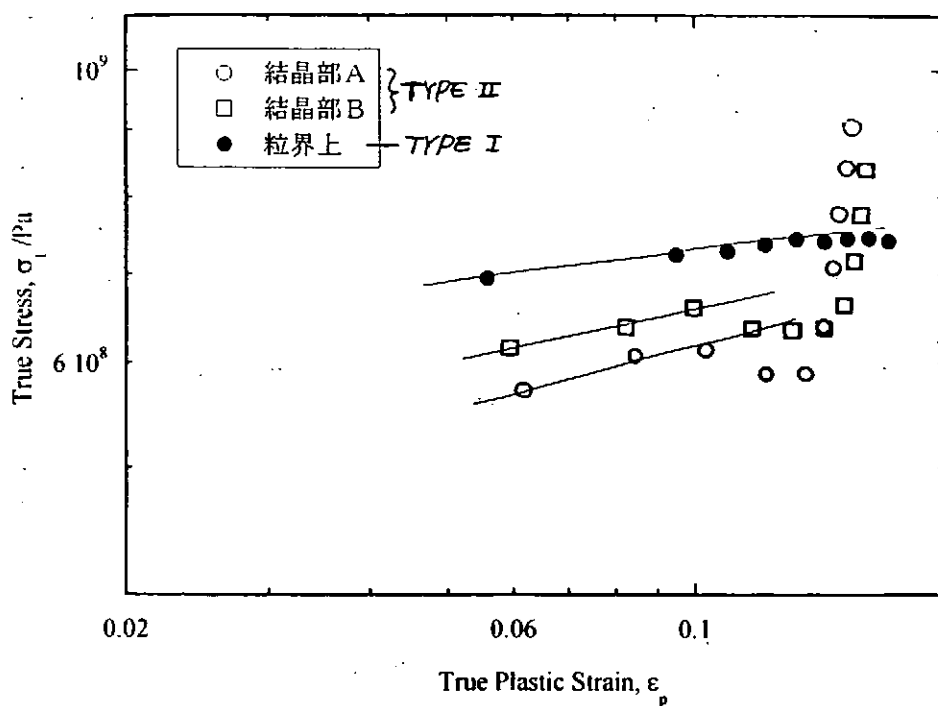
(圧子：超硬タングステンカーバイド球、直径0.4mm)

圧痕観察：光学顕微鏡、レーザー顕微鏡

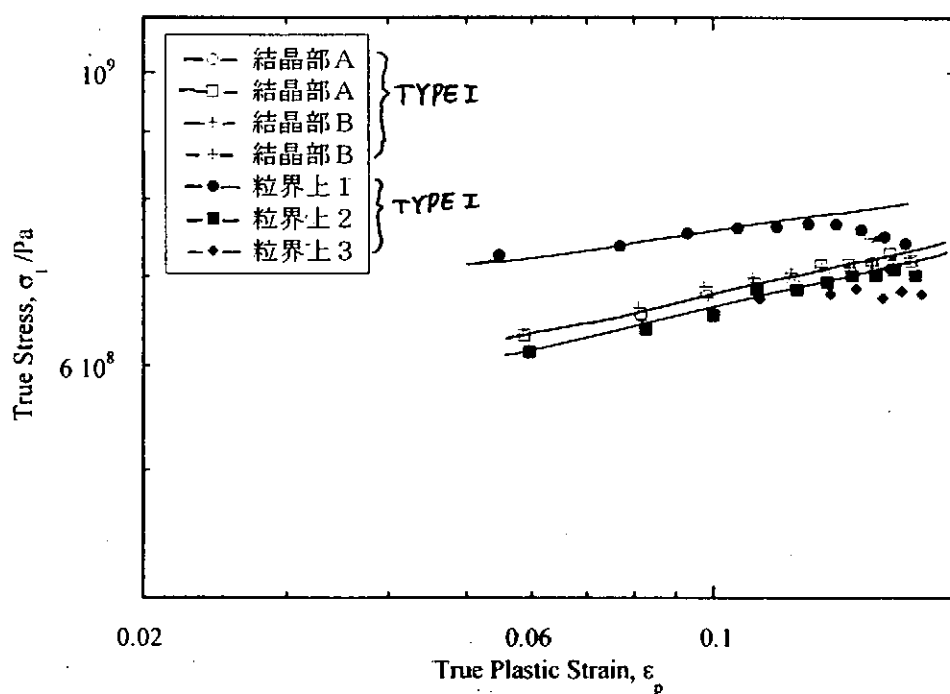




微小球圧子押込試験による荷重-変位曲線の
2種類の典型的な例

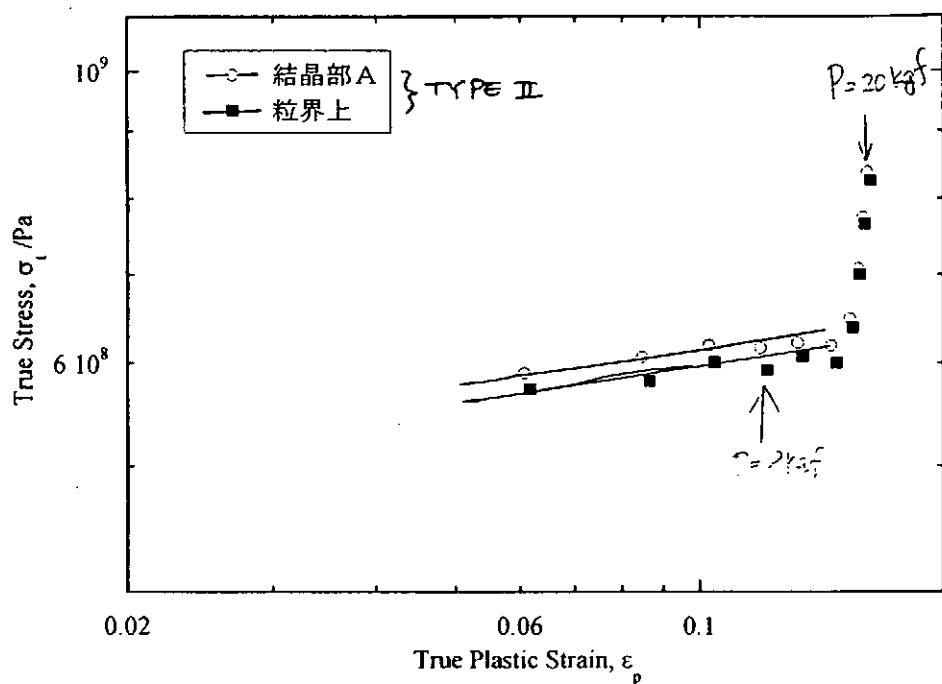


微小球押込試験による真応力-真塑性歪み曲線
 (26° 振り粒界双結晶の結晶部、粒界上)

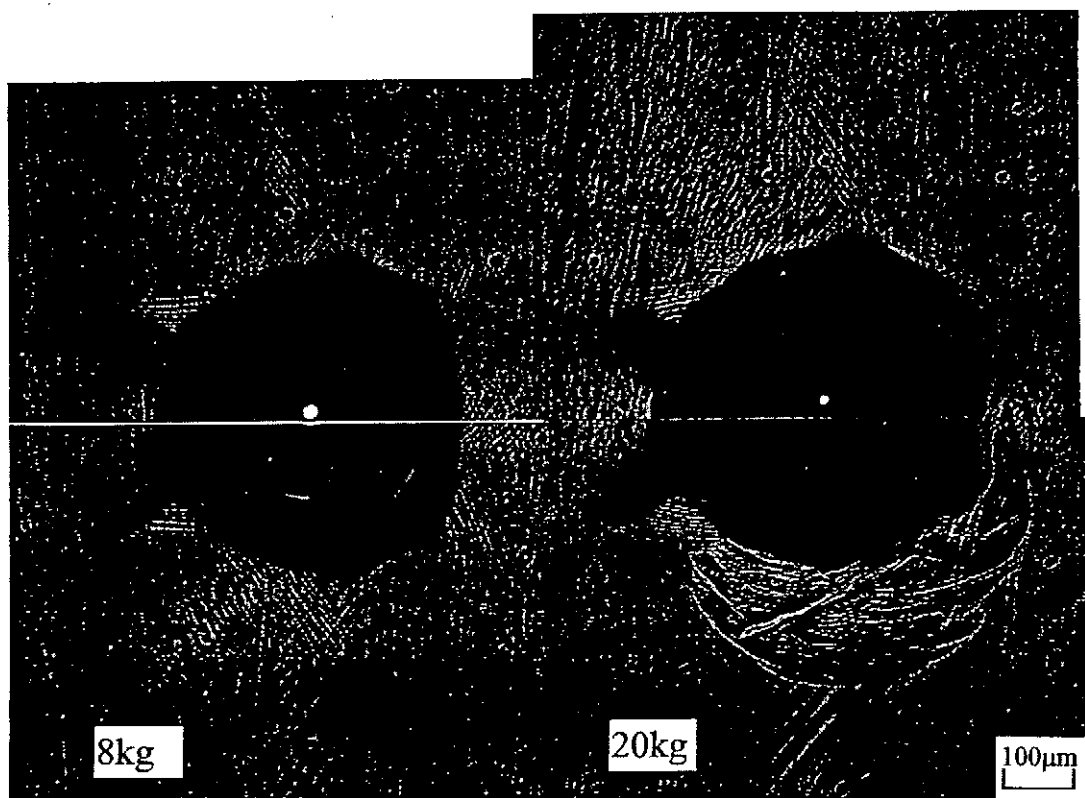


微小球押込試験による真応力-真塑性歪み曲線
 (34° 振り粒界双結晶の結晶部、粒界上)

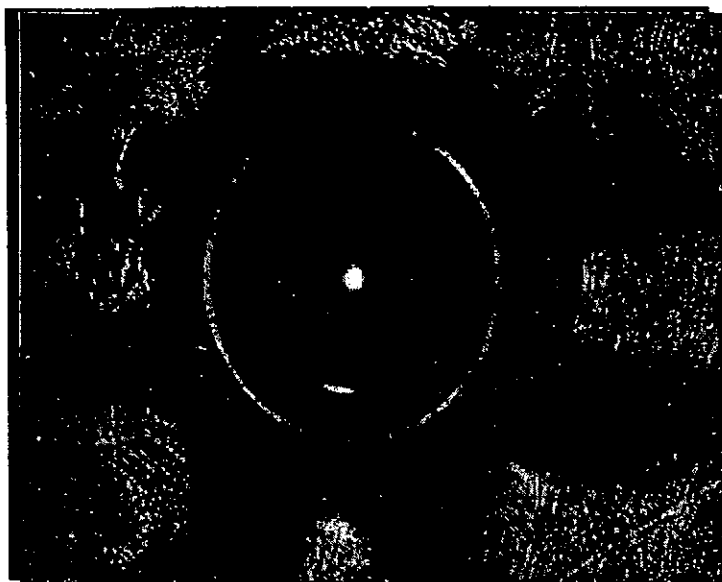
試料中最弱い



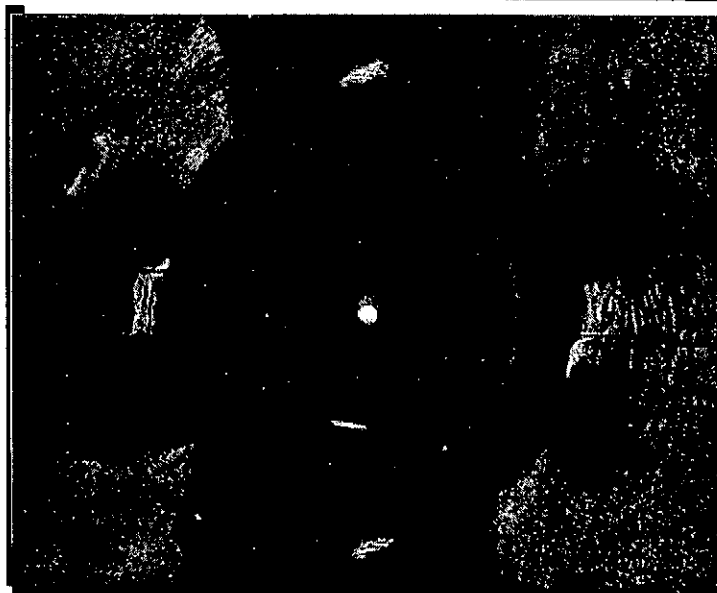
微小球圧子押込試験による真応力-真塑性歪み曲線
(56° 振り粒界双結晶の結晶部、粒界上)



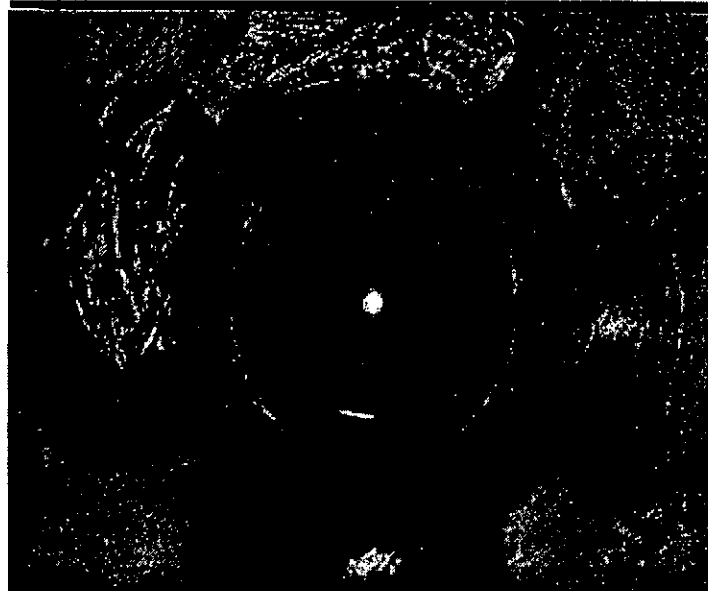
Mo 双結晶試料(TW-56°)の結晶 B の微小球圧痕 (圧子径 0.4mm)



単結晶A TYPE II



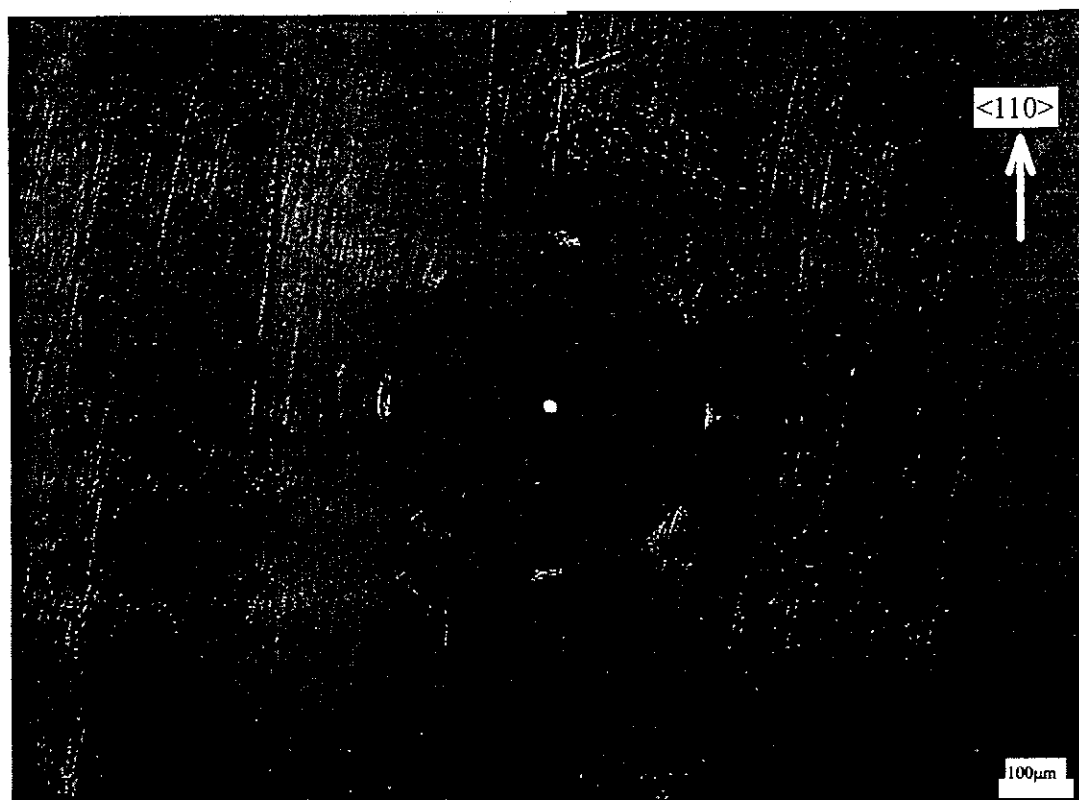
結晶粒界上 TYPE I



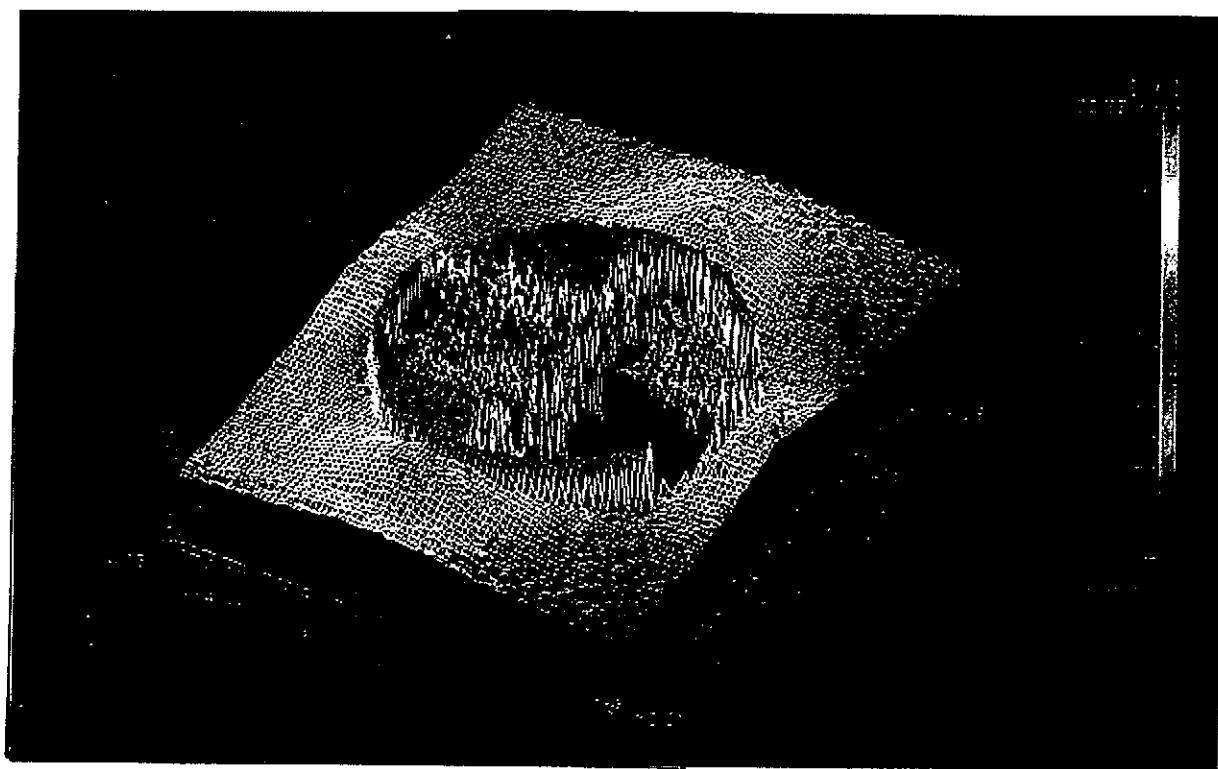
単結晶B TYPE II

100μm

26° 傾り粒界双結晶の各部の圧痕



Mo 双結晶試料(TW-34°)の結晶Bの微小球圧痕（径 0.4mm 荷重 20kg）



双結晶試料による微小球押込試験結果のまとめ

単結晶内

試料	応力歪み曲線の型	加工硬化指数	強度係数/MPa
2 6° A	Ⅱ	0.13	894
2 6° B	Ⅱ	0.14	855
3 4° A	I	0.135	925
3 4° B	I	0.13	928
5 6° A	Ⅱ	0.09	762

結晶粒界上

試料	応力歪み曲線の型	加工硬化指数	強度係数/MPa
2 6°	I	0.13	894
3 4°	I（一部応力低下）	0.06	870
		0.14	920
5 6°	Ⅱ	0.08	721

まとめ

万能押込試験機を開発し、これを用いて、微小球押込試験法により変形特性の評価を行う技術を確立し、さらに、破壊特性をも評価できることを示した。

そこで、これらの技術を応用して粒内と粒界の変形・破壊特性を分離評価する手法、B I I F法を提唱し、Mo双結晶などに適用し、粒界と粒内はもとより同一粒界でも位置による特性の違いがあることを明らかにした。

「超微小硬度試験法による金属の引張特性評価とイオン照射金属への応用」

九州大学工学部応用原子核工学科

○饒田政則、 安田和弘、 垣内一雄（院）、 木下智見

宮崎大学工学部応用物質工学科

（故）篠原和敏

【背景】

超微小硬度試験法は、簡便である上に $1\mu\text{m}^3$ 程度の微小体積の情報を与えるため、イオン照射材の力学的性質の評価法として有効な試験法である。しかしながら、角錐圧子を用いる場合、力学的性質を評価する上で必要とされる0.2%耐力、加工硬化指数等の引張特性を評価することは、不可能とされており、従来の研究は単に硬度の相対変化量を論じているだけである。これに対し、最近、安田らの研究により超微小硬度から0.2%耐力、加工硬化指数を評価することが可能となった。今回は、その評価法を紹介し、さらに高エネルギーイオンを照射した純銅に応用することを目的とする。

【評価法】

Cahoonによるとビッカース硬度(H_v)と0.2%耐力($\sigma_{0.2}$)は次式によって関係づけられている。[1]

$$\sigma_{0.2}[\text{MPa}] = 3.27 H_v(0.1)^n \quad (1)$$

ここで n は加工硬化指数である。従って、超微小硬度試験法のみから0.2%耐力を導くには、ビッカース硬度(H_v)と超微小硬度(H_{um})の相関を求め、さらに超微小硬度試験法から加工硬化指数(n)を評価することが必要となる。以下にその方法を簡単に述べる。

焼鈍および冷間加工した試料に対してビッカース硬度試験（荷重200g）、種々の荷重において超微小硬度試験をすると、図1に示すように、超微小硬度(H_{um})は、ビッカース硬度(H_v)に実験誤差範囲内で比例し、次式で表すことができる。

$$H_v = \alpha(P) H_{um}(P) \quad (2)$$

ここで $\alpha(P)$ は、荷重 P のみに依存し、金属に依存しない定数である。

さらに、超微小硬度(H_{um})を加工硬化指数 $n=0$ のときの超微小硬度(H_{um0})で規格化した値(H_{um}/H_{um0})を引張試験から得た加工硬化指数(n)に対してプロットすると、図2のようになり、両者の関係は金属に依存しないことが分かる。この関係を最小二乗法で直線近似すると次式が得られる。

$$\frac{H_{um}(P)}{H_{um0}(P)} = (0.95 \pm 0.01) - (0.83 \pm 0.03)n \quad (3)$$

この式を用いれば、いずれの金属においても超微小硬度試験法から加工硬化指数を評価することができる。

以上のことから、(1)式に(2)式および(3)式を代入することにより、超微小硬度試験法のみから加工硬化指数および0.2%耐力を評価することが可能である。[2]

【イオン照射材への応用】

〔実験方法〕

日本原子力研究所のタンデム加速器を用いて、純銅のバルク試料(1x1x20mm)に100 MeVの I^{7+} イオンを $5 \times 10^{16} \sim 5 \times 10^{18} \text{ ions/m}^2$ 、175 MeVの Ar^{8+} イオンを $1 \times 10^{16} \sim 2 \times 10^{17} \text{ ions/m}^2$ まで室温で照射した。図3に示す断面法を用いて硬度試料を作製した。超微

小硬度試験は、荷重0.1gで、試料と電着層界面から5度の角度で10 μ m間隔で行った。この結果、イオン侵入深さに沿って1 μ mの位置分解能で硬度測定を行うことができた。

【結果】

図4にTRIM-90を用いて計算した100MeVのI⁺イオンを照射した純銅のはじき出し原子数(dpa)をイオン侵入深さの関数として示す。イオンの最大飛程は8.0 μ m、最大損傷を与える深さは7.1 μ mである。図5に100MeVのI⁺イオンを照射した純銅の超微小硬度をイオン侵入深さの関数として示す。図中に示した破線はTRIMコードより計算したイオンの最大飛程8 μ mを示す。照射領域での超微小硬度は、非照射領域に比べて高い値を示し、照射硬化が起こっていることが分かる。図4と図5の比較から損傷量に応じて超微小硬度も高くなり、損傷量がピークの深さ付近において超微小硬度も最大になっていることが分かる。さらにこれらの超微小硬度の測定結果から先ほど紹介した評価法を用いて0.2%耐力を評価した。図6は、照射領域と非照射領域の0.2%耐力の変化量($\Delta \sigma_{0.2}$)をdpaの関数として示した。dpaが増加するに伴い0.2%耐力の変化量も増加し、0.1dpa以下の $\Delta \sigma_{0.2}$ を最小二乗法で近似すると、 $\Delta \sigma_{0.2}$ はdpaの0.78 $\pm$ 0.04乗に比例して増加していることが分かった。また、0.1dpa以上では $\Delta \sigma_{0.2}$ は約220MPaで飽和していることが分かる。これは、照射により導入される欠陥量が飽和するためだと考えられる。

【まとめ】

超微小硬度試験法から引張特性（0.2%耐力、加工硬化指数）を評価する方法を紹介し、その評価法を高エネルギーイオン照射した純銅に応用し、照射硬化量のdpa依存性を求めた。しかし、この評価法はFCC均一固溶体を前提にしており、今後、BCC、HCPおよびセラミクス等に関して研究する必要がある。さらに、照射硬化の機構を解明するために電子顕微鏡を用いた微細組織と対応させる必要がある。

【参考文献】

[1] J. R. Cahoon, et al. ; Metall. Trans. 2(1971)1979
 [2] K. Yasuda, et al. ; J. Nucl. Mater. 212-215(1994)1698

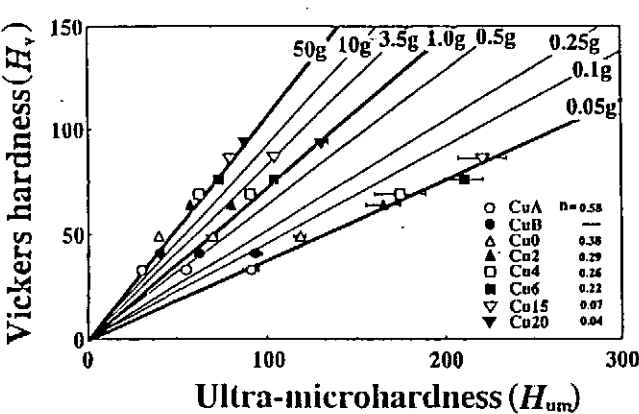


図1 超微小硬度(H_{um})とビッカース硬度(H_v)の関係

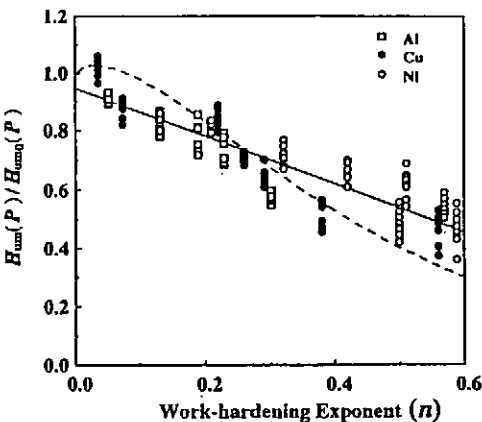


図2 H_{um}/H_{um0} と加工硬化指数の関係

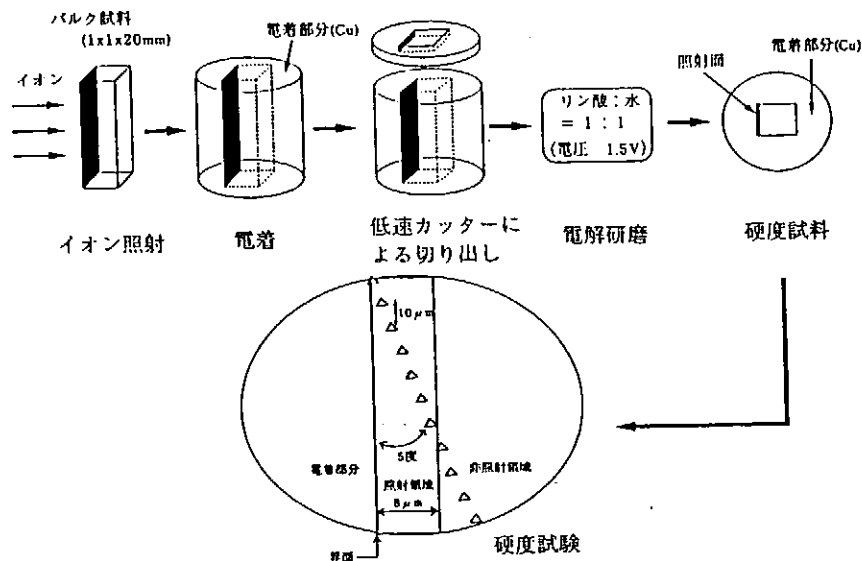


図3 断面法による硬度試料の作製方法

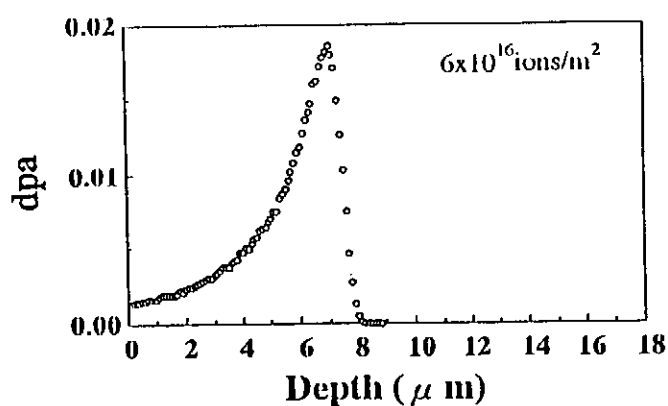


図4 TRIMコードより計算した100 MeVの I^{7+} イオンを照射した純銅のはじき出し原子数(dpa)の照射表面からの深さ分布

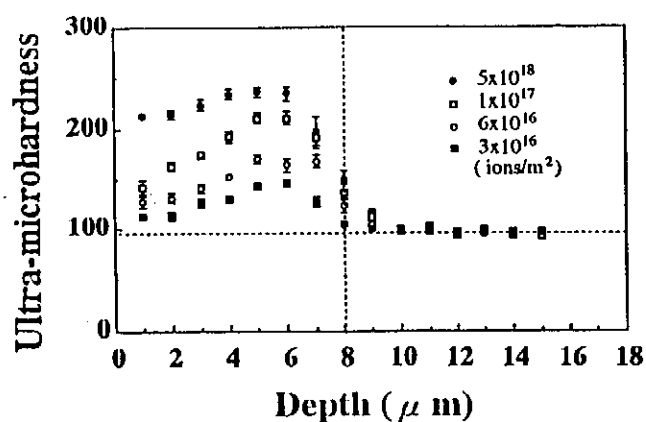


図5 100 MeVの I^{7+} イオンを照射した純銅の超微小硬度の試料表面からの深さ分布

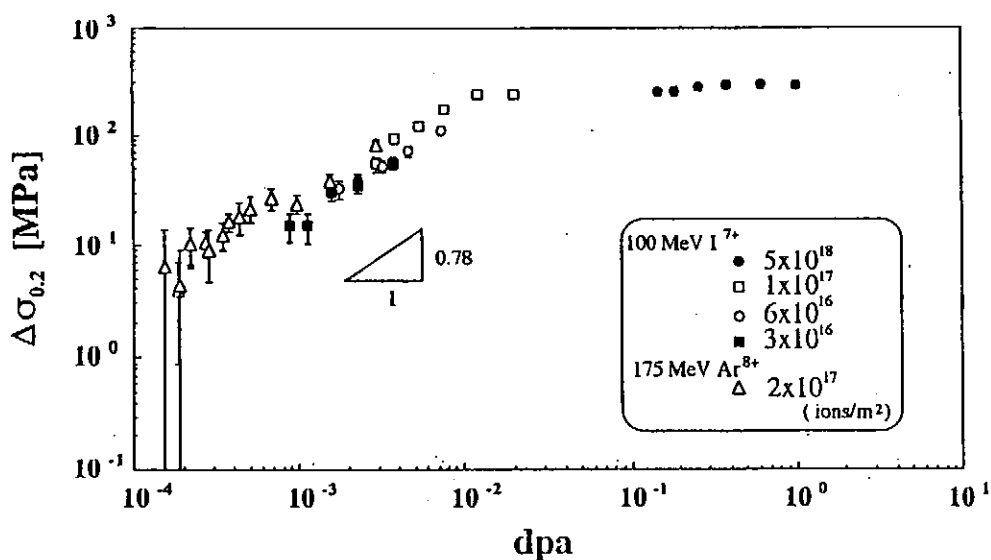


図6 照射領域と非照射領域の0.2%耐力の変化量のdpa依存性

(超)微小硬度計の脆性材料表面評価への応用

北海道大学工学部電子情報工学専攻

岡田 亜紀良

1) 超微小硬度計の応用

Mn-Zn フェライト単結晶精密仕上げ加工面の評価

2) マイクロヴィッカース硬度計と超音波顕微鏡の応用

WC焼結体表面のTiCコーティング層の密着性評価

目 標

超微小部分の機械的性質の定量的評価

非一様な機械的性質の分布の3次元マッピング

定性的な材料評価への応用；材料の破壊様式とその特徴

硬度計からの情報と組織との対応

微小硬度計の限界

圧子タイプの硬度計の宿命：

圧子により排除された部分の体積に応じた情報しか得られない

従って圧子進入方向の分解能が低い

荷重を計るタイプ（Nano-indenter）の感度の限度：

圧子の接触の瞬間の検出の困難さ

微小硬度計の有効利用のために

圧痕観察とフラクトグラフィー

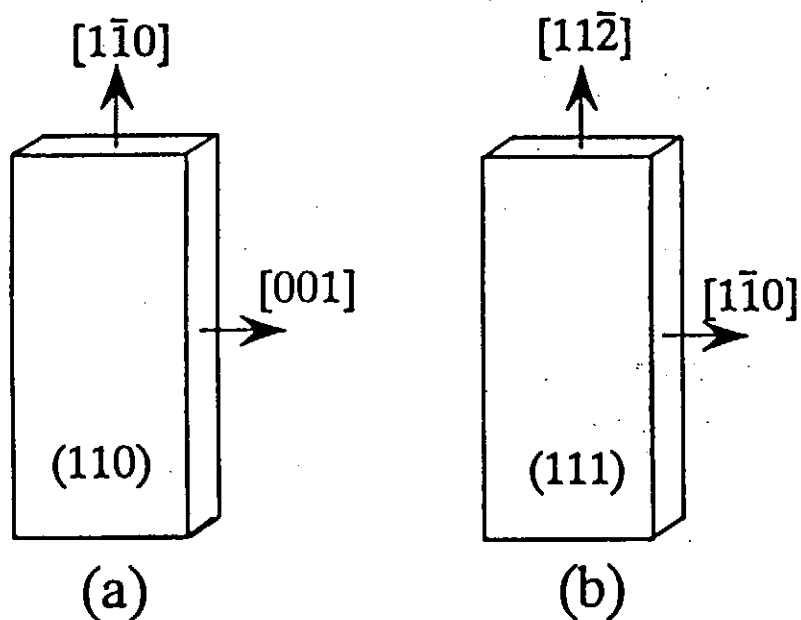
各種の微小部分の観察法、たとえば、超音波顕微鏡、STM、SEM、干渉顕

微鏡等との組み合わせ

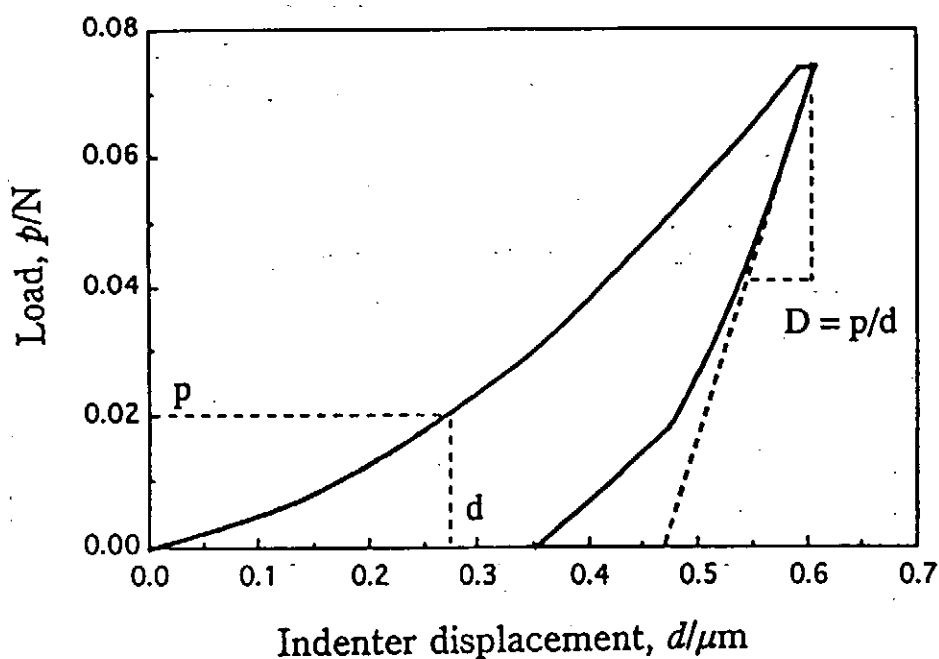
無歪切断法および無歪表面仕上げ法の開発

超微小硬度計の応用

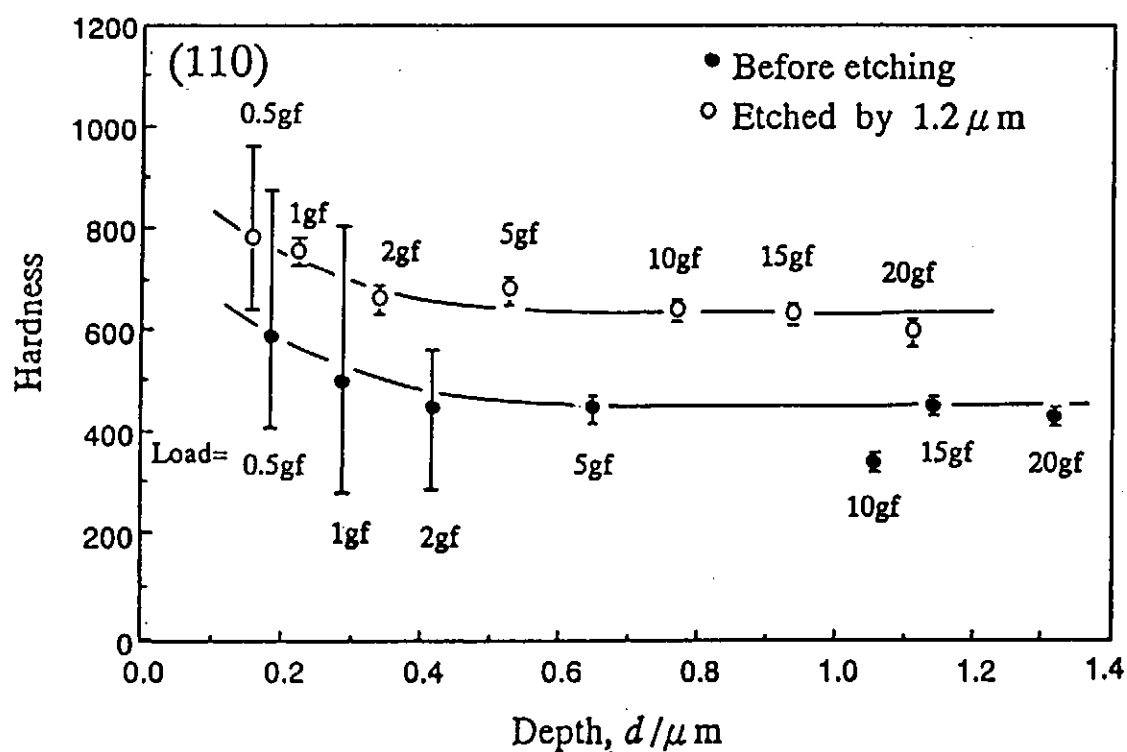
Mn-Zn フェライト単結晶の精密
仕上げ加工面の評価



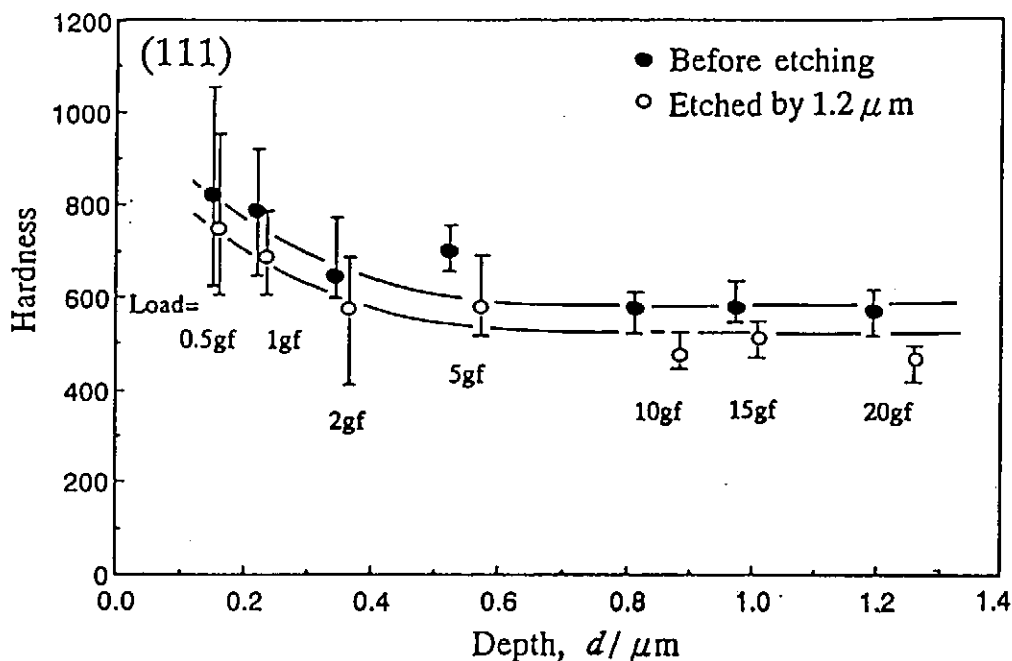
Crystal orientations of (110) (a) and (111) crystal(b).
Examinations were carried out on the (110) and (111) planes,
respectively.



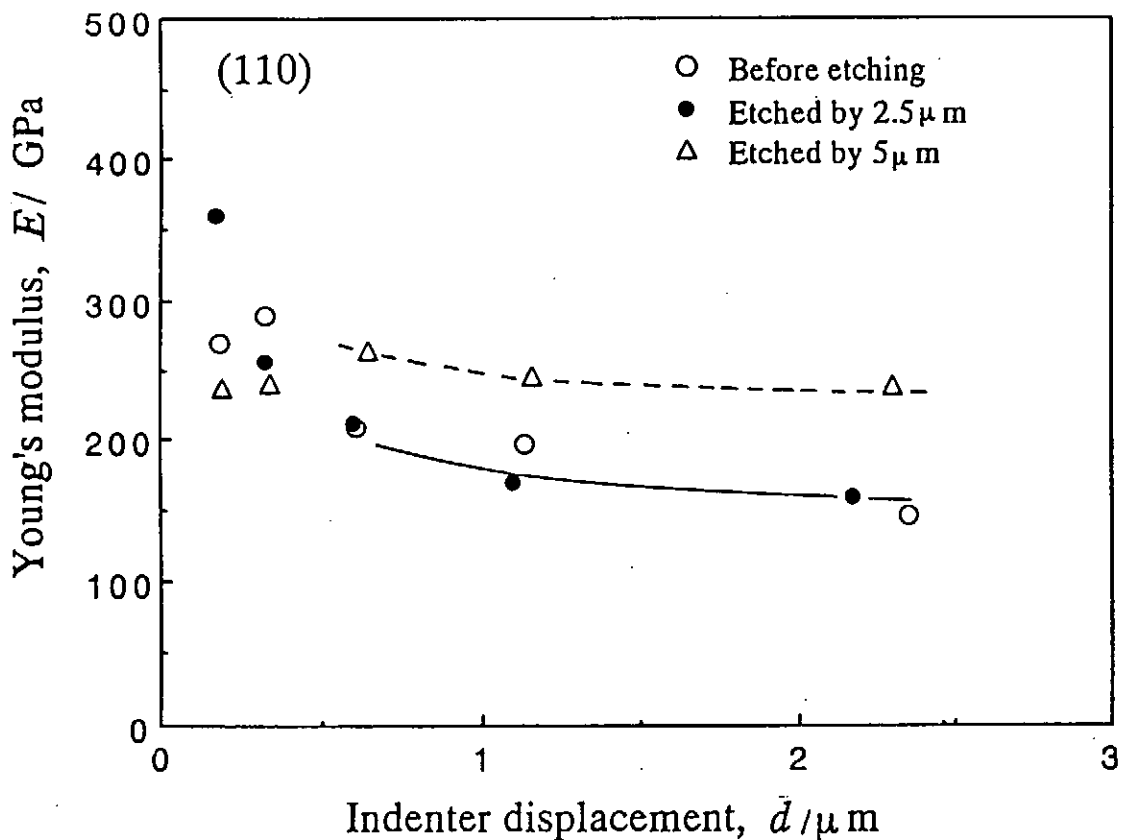
An example of the load-displacement curve of ultra-microhardness testing.



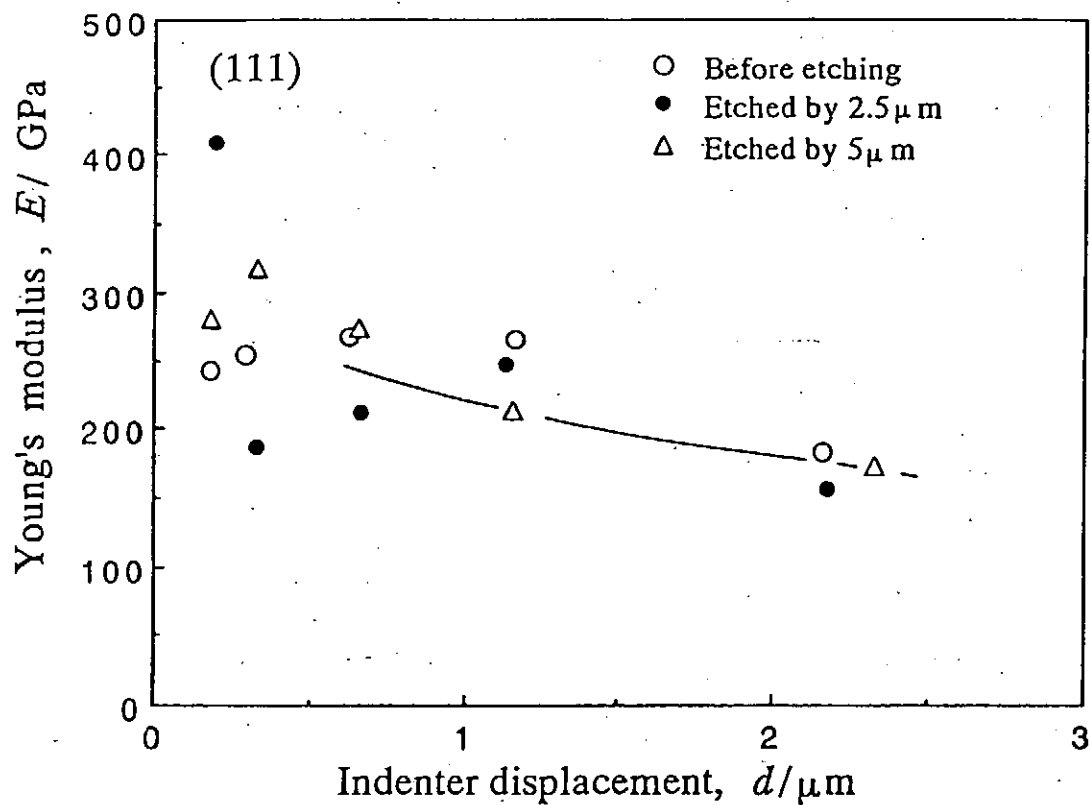
Variation of the ultra-microhardness with distance from the surface for the (110) crystal. Applied loads are 0.5, 1, 2, 5 and 10 gr.



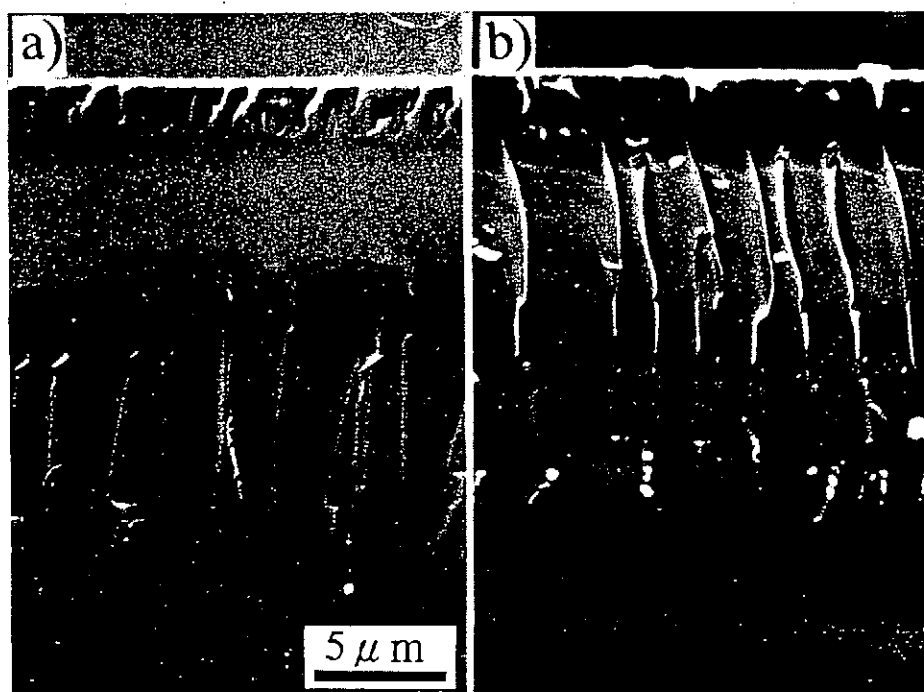
Variation of the ultra-microhardness with distance from the surface for the (111) crystal. Applied loads are 0.5, 1, 2, 5 and 10 gr.



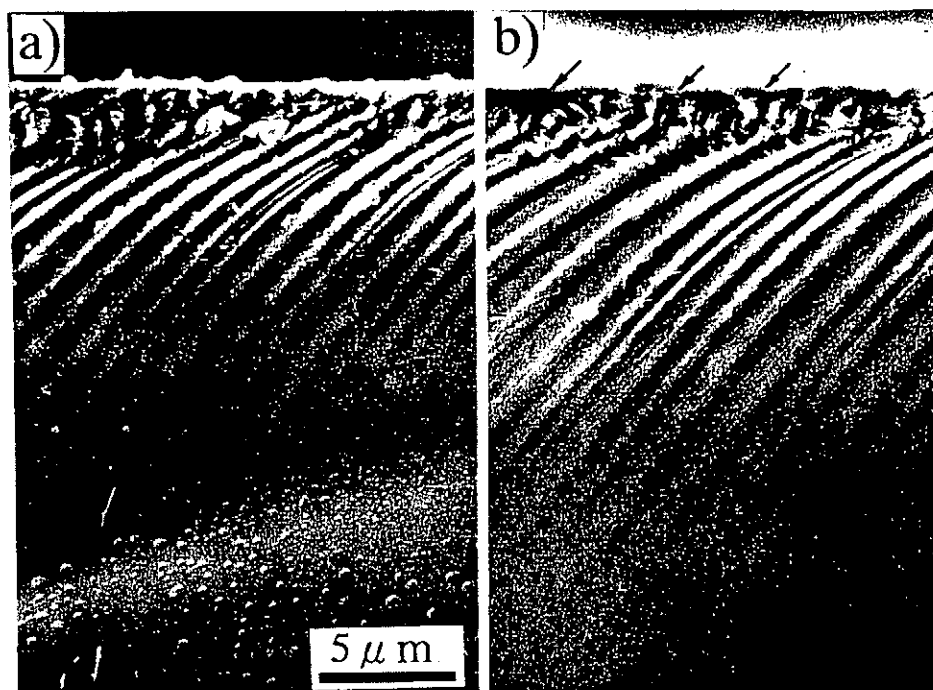
Variation of the Young's modulus with distance from the surface for the (110) crystal.



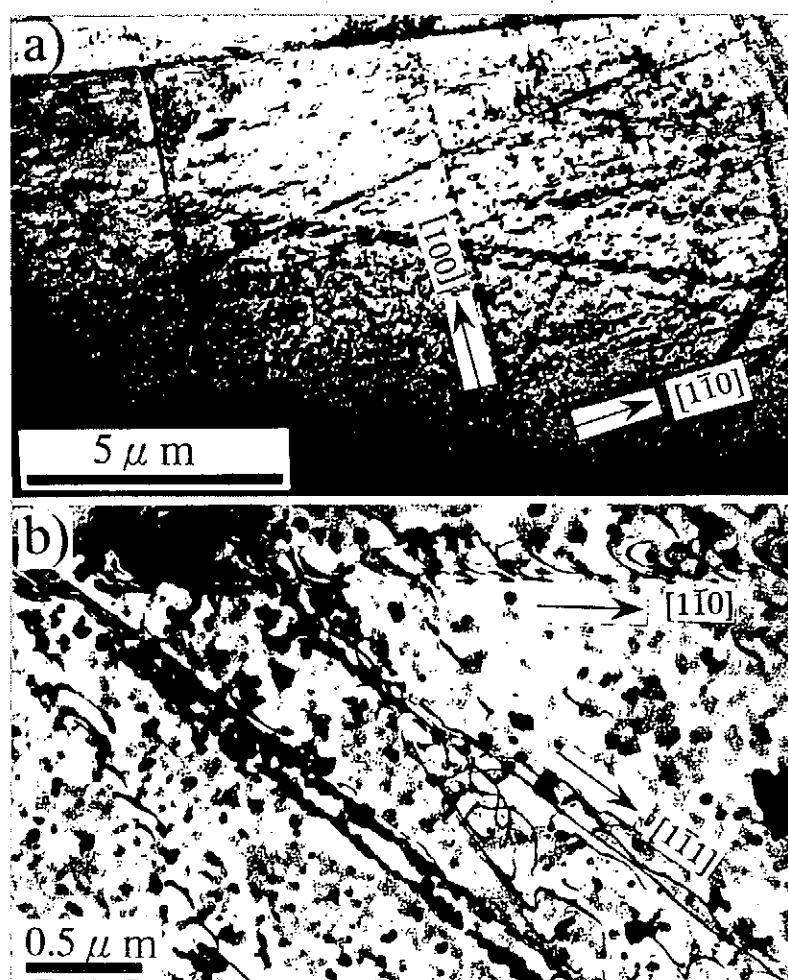
Variation of the Young's modulus with distance from the surface for the (111) crystal.



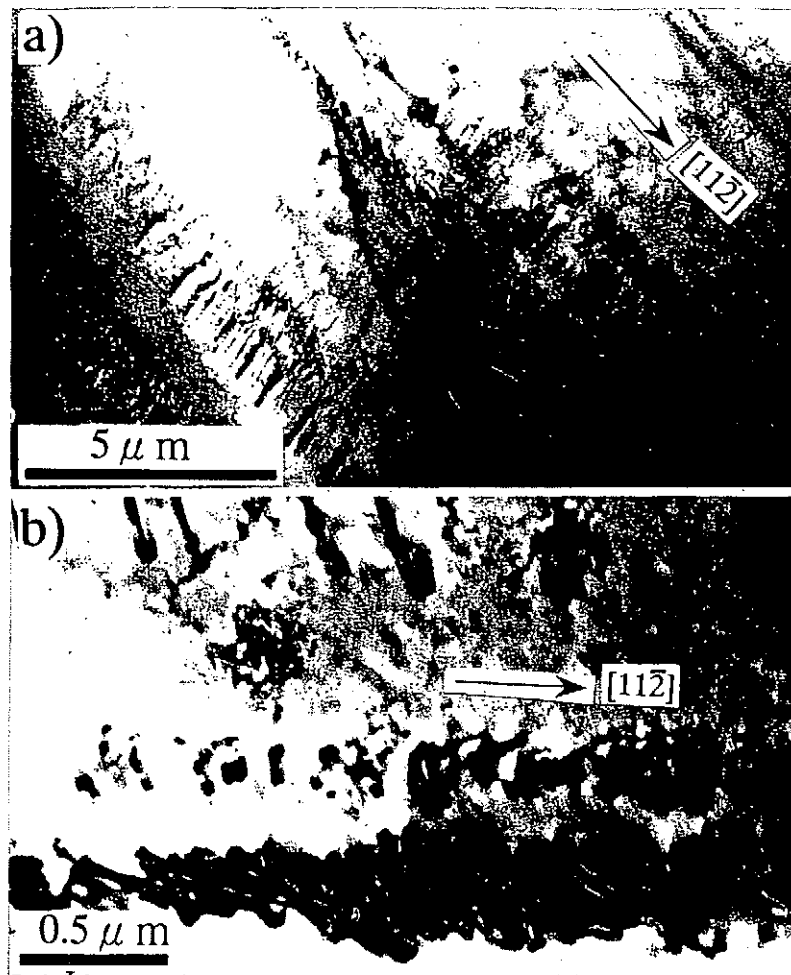
SEM fractographs of the (110) crystal. (a); with surface layer and (b); after removing the surface layer by $7.5\mu\text{m}$ by chemical etching.



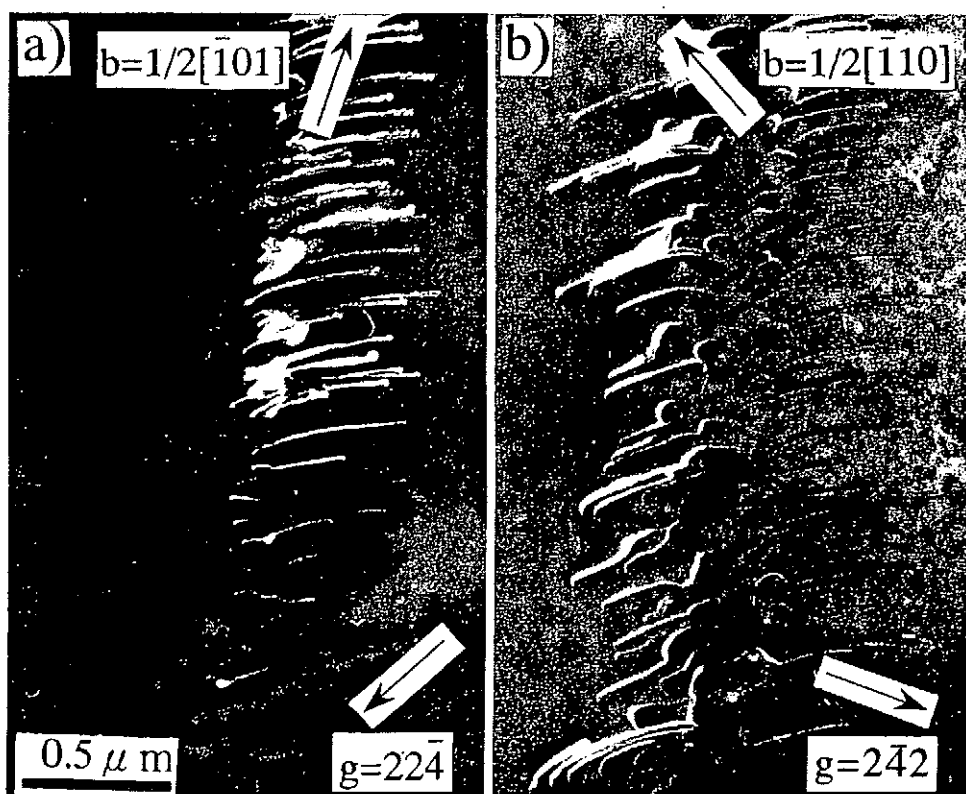
SEM fractographs of the (111) crystal. (a); with surface layer and (b); after removing the surface layer by $7.5\ \mu\text{m}$ by chemical etching.



Transmission electron micrographs of the (110) crystal.



Transmission electron micrographs of the (111) crystal.



Transmission electron micrographs of the (111) crystal.

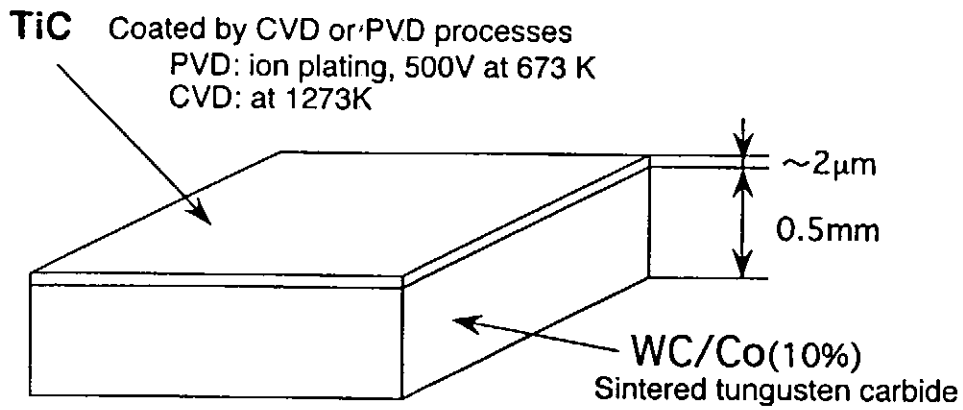
ま と め

0.5 μm のダイヤモンド砥粒で超精密仕上げされたMn-Znフェライト単結晶の(110)および(111)面を、超微小硬度計、SEM、TEMで観察し以下のことが明らかになった。

- 1) これらの仕上げ面の硬度およびヤング率は加工の際に導入された欠陥(Micro-crack)により低下している。
- 2) 仕上げ面の表面層の深さは、SEM観察および超微小硬度計によるヤング率測定によれば(110)では2.5 μm 、(111)面ではこれ以下と見積もられる。
- 3) 硬度測定によると(110)面では1.2 μm (111)面ではこれよりかなり浅い結果となる。

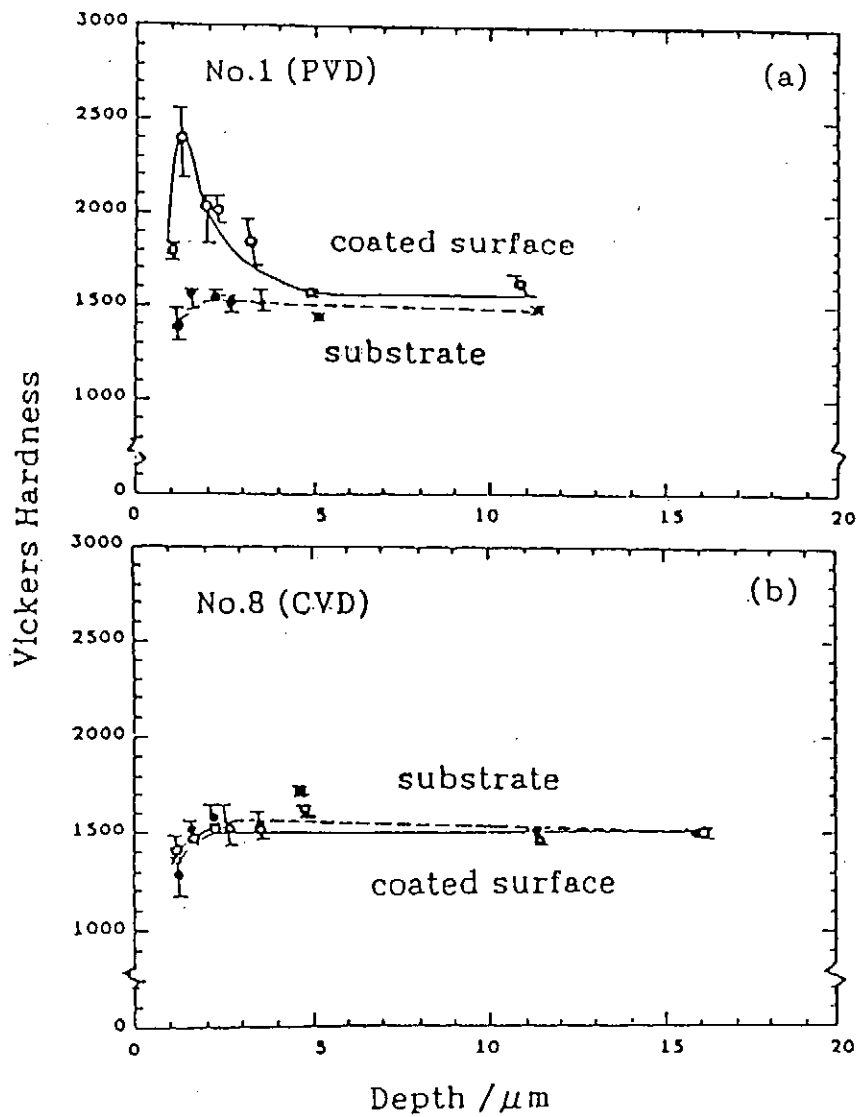
マイクロヴィッカーズ硬度計と超音波顕微鏡の応用

WC焼結体表面のTiCコーティング層の密着性評価

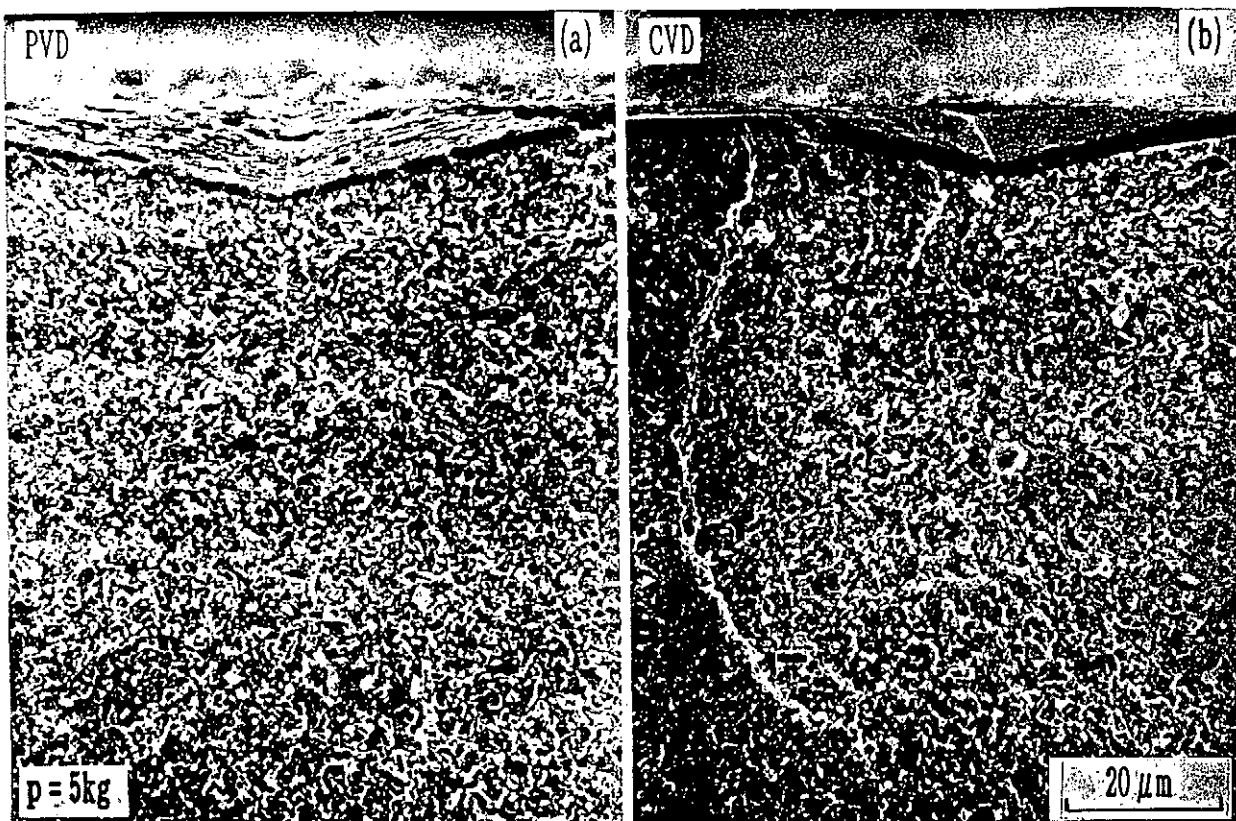


Micro-Vickers hardness test
load; 50, 100, 200, 275, 500 gf

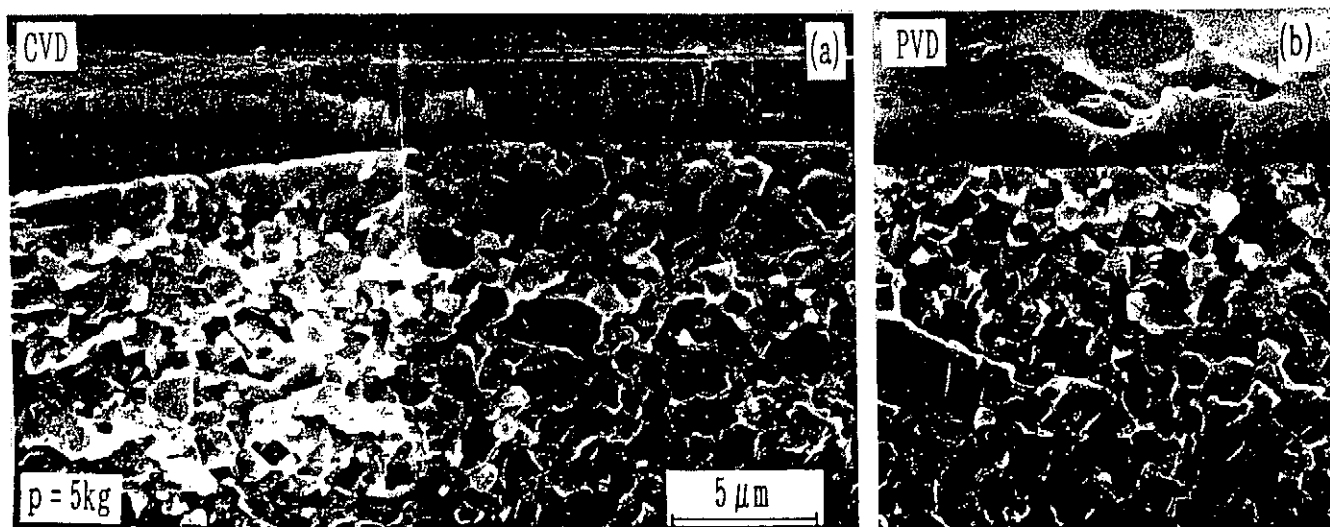
Conventional Vickers hardness test
load; 1, 5, 10 kgf



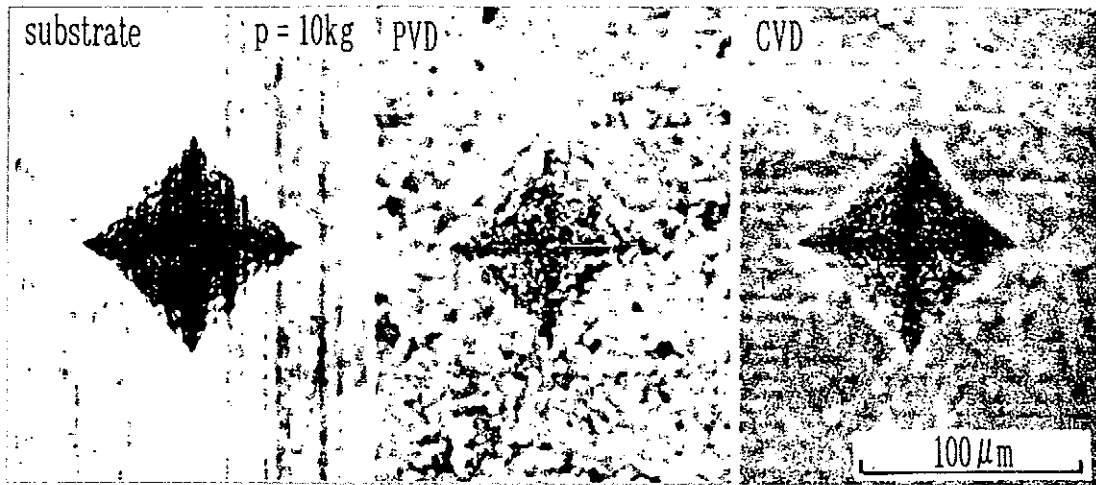
Vickers hardness plotted against depth of Vickers indentation.



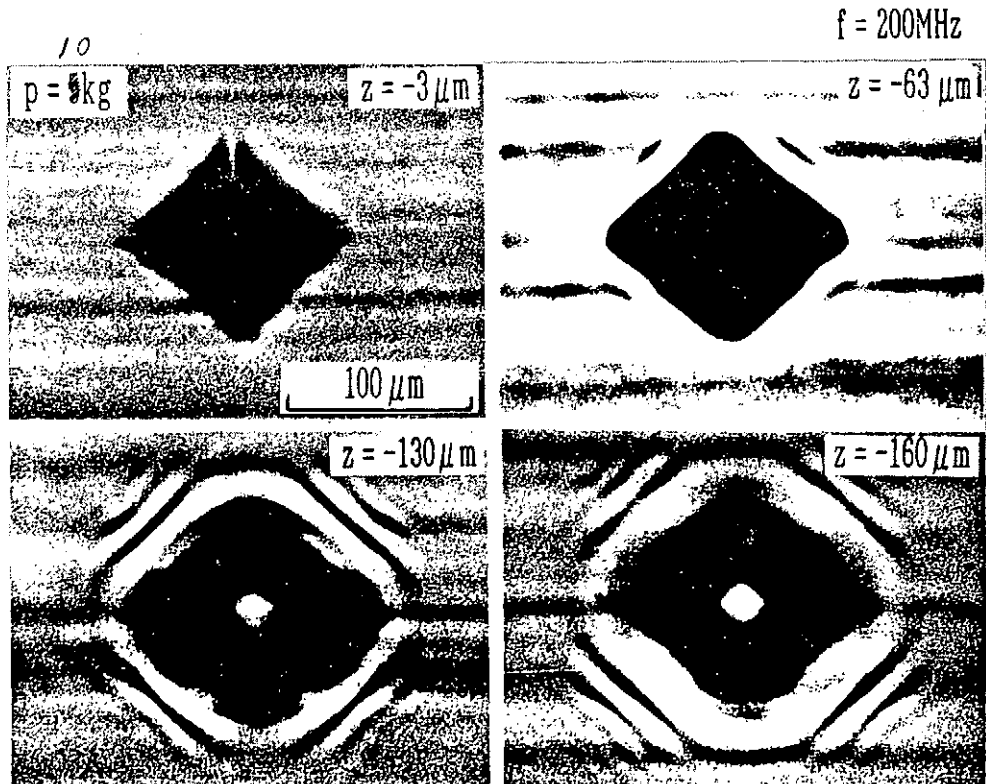
Fractured surfaces along the center of Vickers indentation.



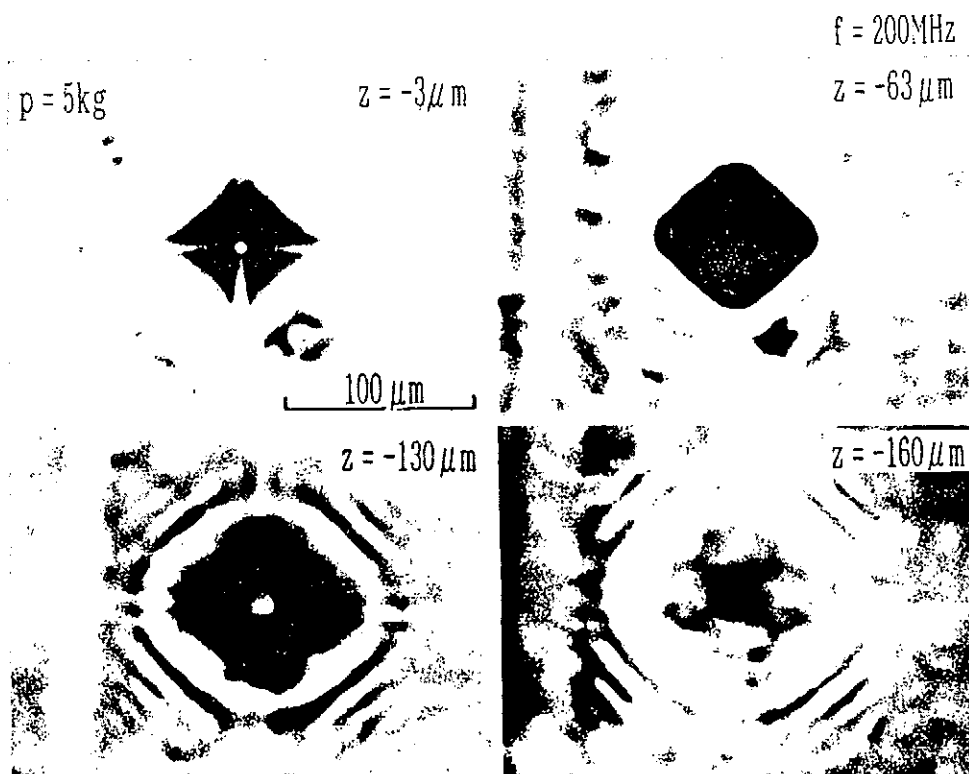
Fractured surfaces along the center of Vickers indentation.



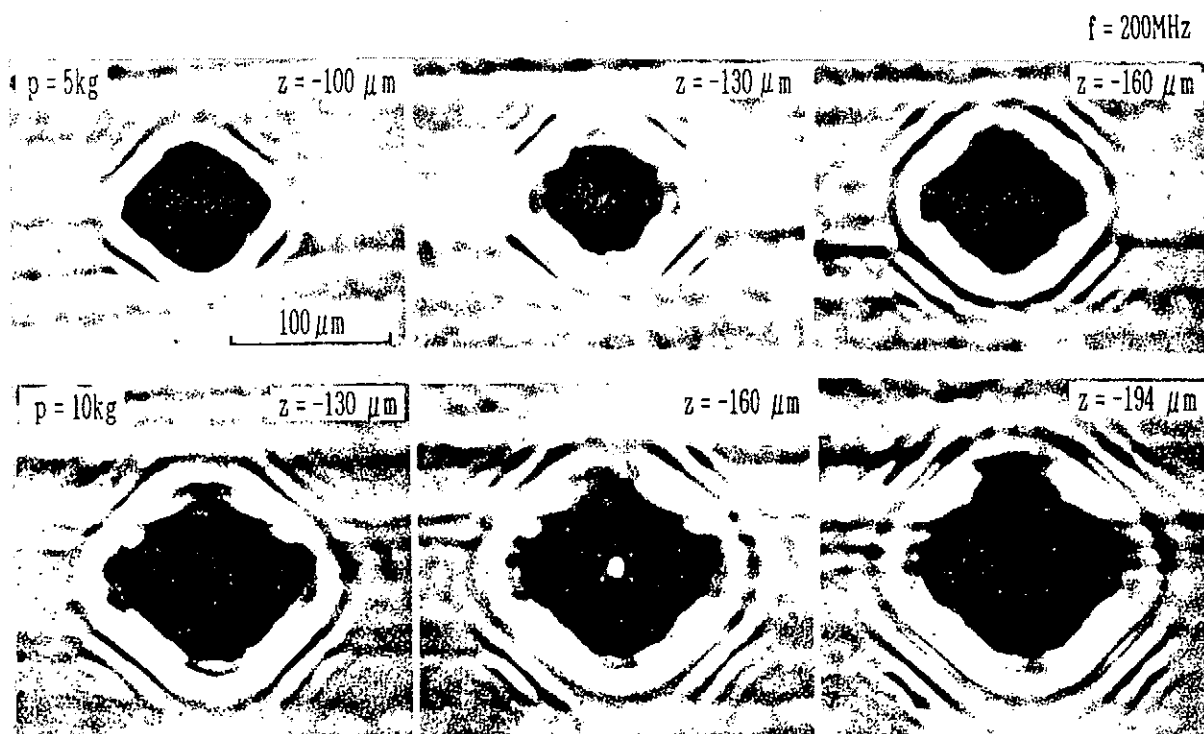
Optical micrographs of Vickers indentations.



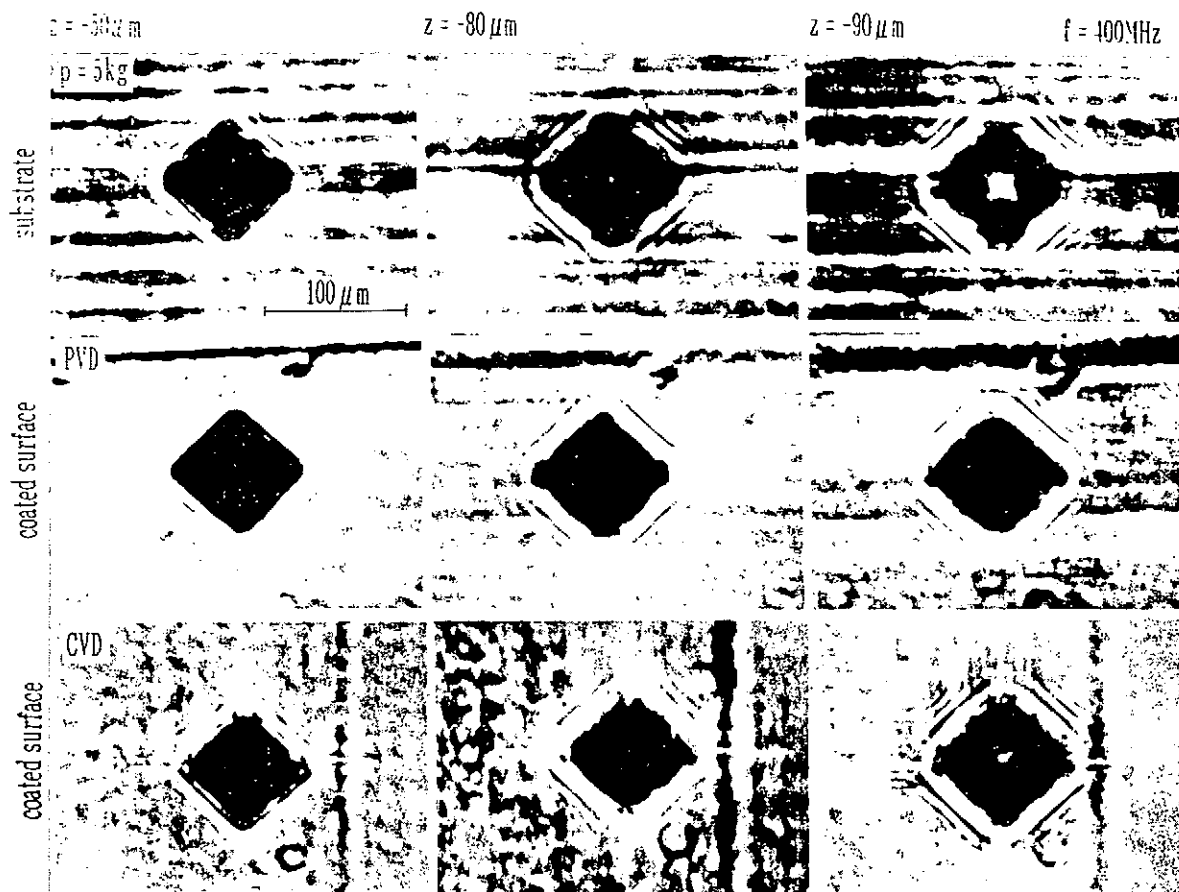
Acoustic microscope images of Vickers indentation on substrate.



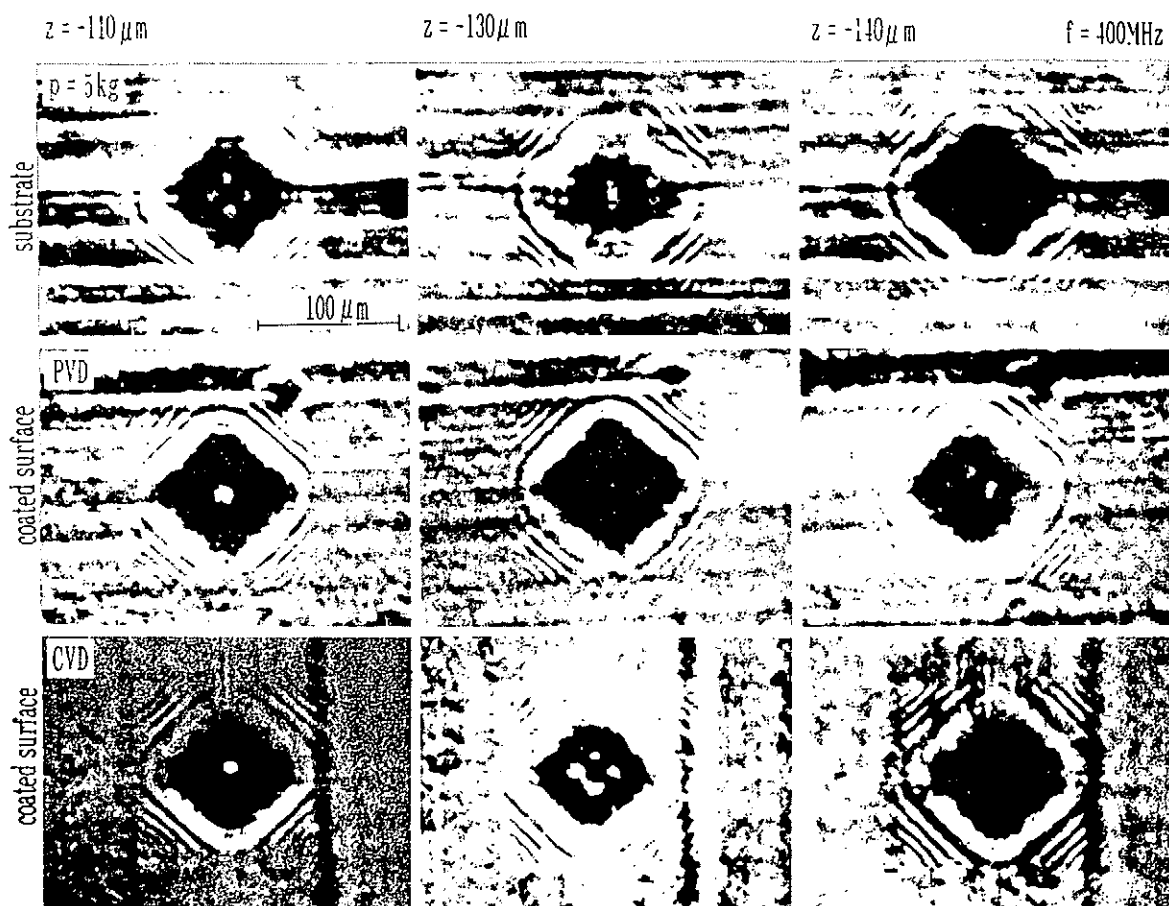
Acoustic microscope images of Vickers indentation on CVD-coated surface.



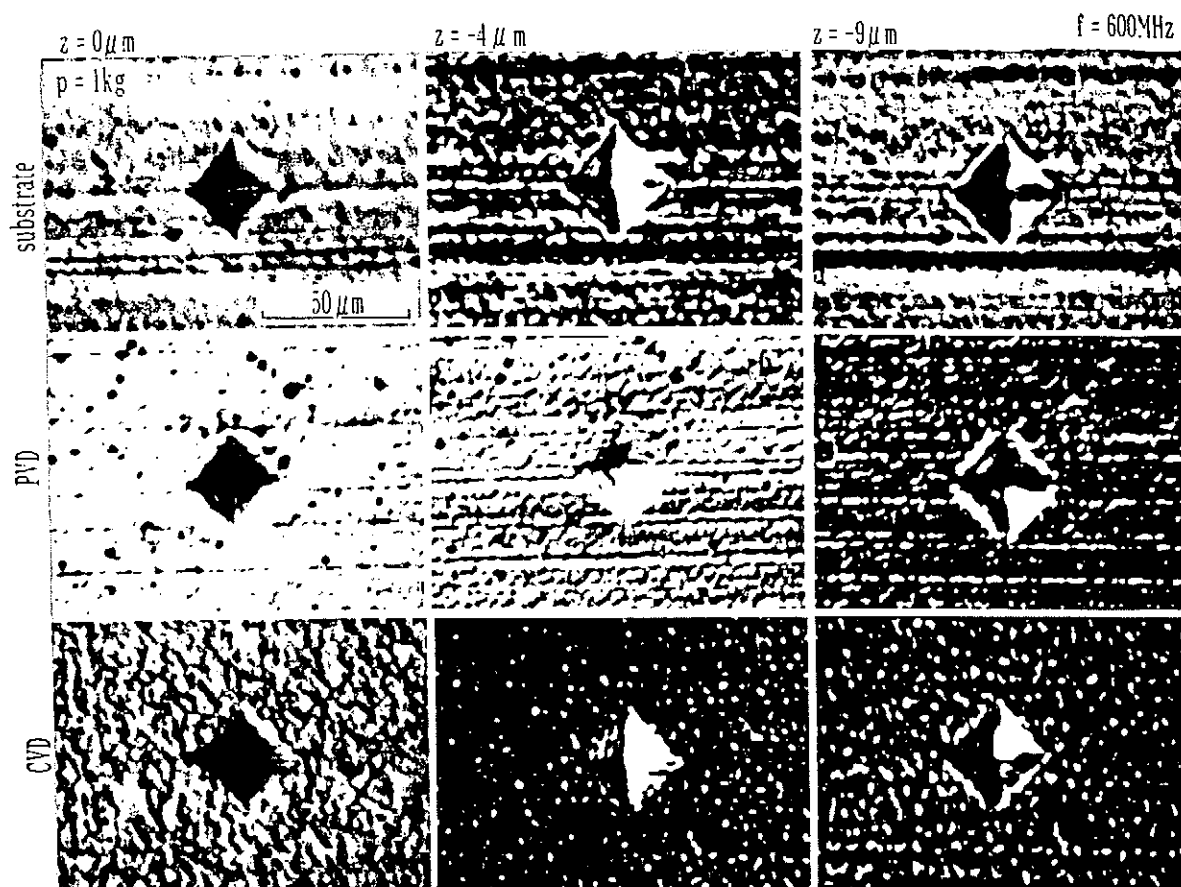
Acoustic microscope images of Vickers indentation on PVD-coated surface.



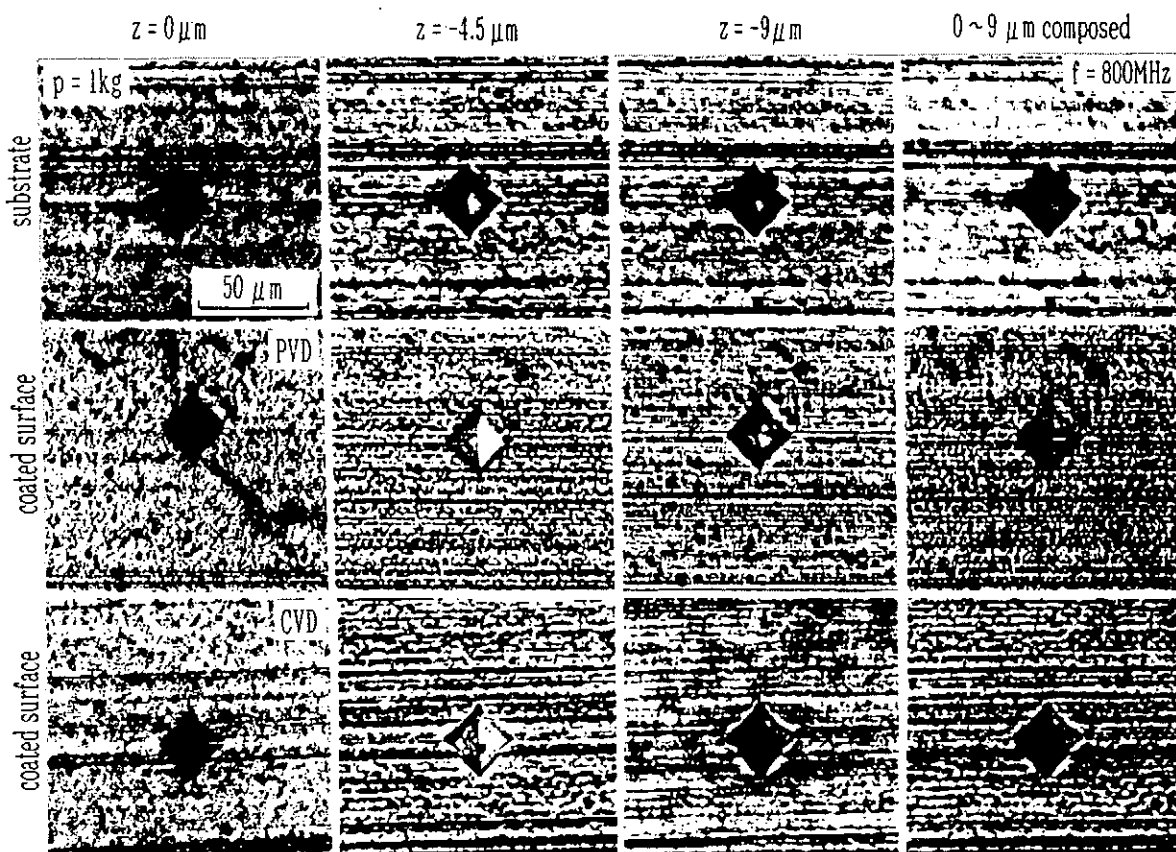
Acoustic microscope images of Vickers indentation.



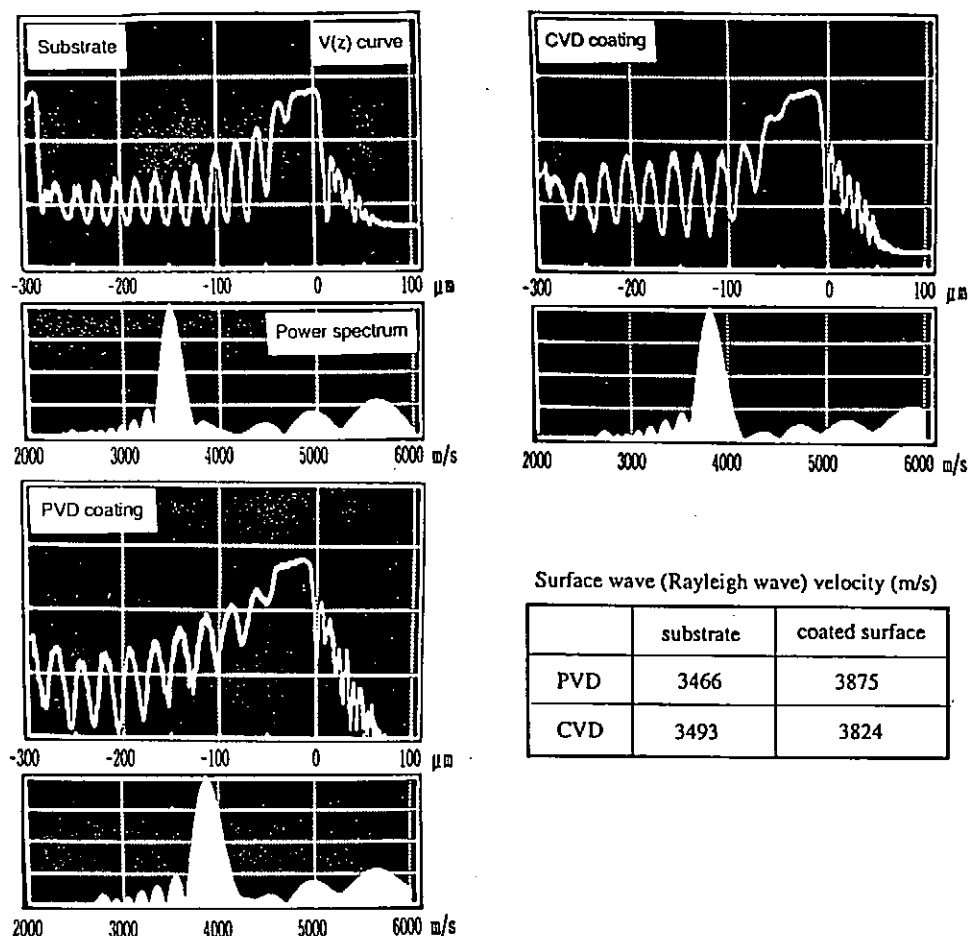
Acoustic microscope images of Vickers indentation.



Acoustic microscope images of Vickers indentation.



Acoustic microscope images of Vickers indentation.



V(z) curves and power spectra for wave velocity measured for WC/Co and WC/Co with TiC film coated by PVD and CVD.

ま と め

超音波顕微鏡によりPVDおよびCVDによる超硬焼結合金表面のTiCコーティング膜にビッカース圧痕をつけ、その時に得られる超音波干渉像を観察した。

1) SEMあるいは光学顕微鏡では見えない皮膜下の亀裂の発生を検出することができた。

2) 200MHzあるいは400MHzのレンズは資料表面に垂直な亀裂の観察に有利であり、600MHzあるいは800MHzのレンズは皮膜の~~観察~~および表面に平行な亀裂の観察に有効である。
剥離

3) コーティング膜の表面波の音速の違いは、ビッカース硬度の違いによく対応しており、PVDとCVD法によるコーティング膜の弾性定数または残留応力の違いを示している。

4) 高温でのCVDによって密着性の良い膜が得られるが、これが逆に~~膜~~膜あるいは界面に形成された亀裂を容易に進展させることになっている。

島津ダイナミック超微小硬度計 について

島津製作所
試験計測事業部技術部
山本 靖則

内容

- 1. はじめに
 - ダイナミック超微小硬度計DUHシリーズの歴史について
- 2. 測定原理・特長
 - 微小硬度計とダイナミック超微小硬度計の関係
- 3. 応用例
- 4. 測定時の注意点
 - より良い測定を行うために
- 5. おわりに

1. はじめに

ダイヤミック超微小硬度計DUHシリーズの 歴史について

- 表面の機械的特性 ・ 硬さ ・ 膜の密着性
・ 内部応力・ヤング率
・ 摩擦摩耗 など
- 硬さ ・ 微小硬度計(試験荷重 49mN～9.8N)
・ 超微小硬度計(試験荷重 0.2μN～)

理化学研究所殿と共同開発

1985年より市販開始

第一世代

DUH-50 荷重0.01～50gf 8ビットマイコン

(1985年より) 荷重変位グラフはレコーダ出力

第二世代

DUH-200 荷重0.01～200gf 16ビットマイコン

(1988年より) グラフはプリンタ・プロッタ出力

第三世代

DUH-201 荷重0.01～200gf PC利用

硬さ評価

* 超微小硬さが使われるわけ？ *

- 「硬さ試験」
 - ―― 他の物体によって変形を与えられた時に示す抵抗の大小を示す尺度
- 「硬さ」
 - ―― ・ 摩耗に対する抵抗、 ・ 弾性率 ・ 降伏点
・ 破断強度 ・ ひっかきに対する抵抗
などに関連する性質
- 他の材料試験機と比べて
 - ・ 試料形状・大きさの制限が少ない。
 - ・ 試料の複雑な前処理が不要。
 - ・ 破壊の程度が小さく、製品の一部をそのまま試験できる。
 - ・ 微小部品や特定箇所についての試験が可能。
 - ・ 取り扱いが簡単で、短時間でデータが得られる。

- 微小硬さ試験——JIS規格化されている
 - ▶ 精密部品、プラスチック、セラミックス
 - ▶ 比較的厚い(15 μ m以上)コーティング層やメッキ皮膜
- 皮膜、箔を測定する場合、
 - ▶ ビッカース試験——くぼみの対角線長さの1.5倍
以上の厚さが必要

つまり、膜厚の1/10以下の押し込み深さで評価



試験荷重は膜の厚さと硬さで決まる

例) メッキ皮膜

金、銀等の柔らかい膜——98mN (10g)程度

硬質Al等の硬い膜 —— 2.45N (250g)程度

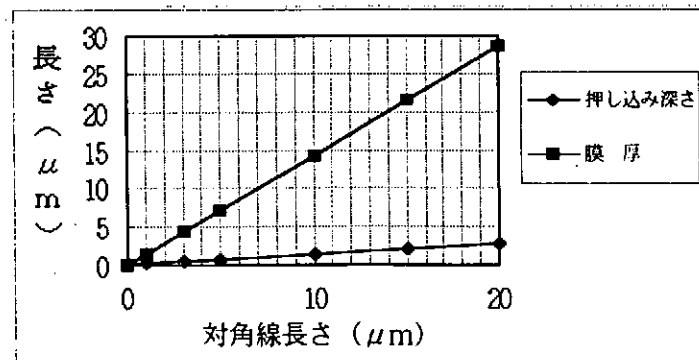
■ 膜厚とくぼみの大きさの関係

ビッカース硬さの場合規定あり

$$T \geq 1.5L \quad \{10d = (10/7)L = 1.43L\}$$

T:膜厚 L:対角線長さ d:押し込み深さ

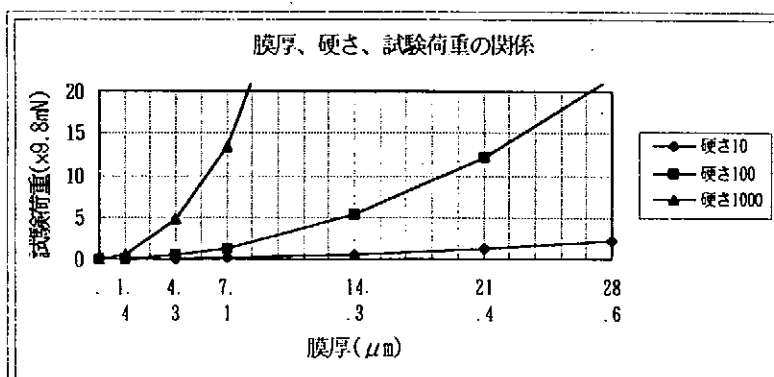
対角線長さ	押し込み深さ	膜厚
1	0.14	1.43
3	0.43	4.29
5	0.71	7.14
10	1.43	14.29
15	2.14	21.43
20	2.86	28.57



■ 膜厚と硬さ、試験荷重の関係は？

例えば、膜厚 $15\mu\text{m}$ —硬さ100なら5gf以下の荷重

対角線長さ	押し込み深さ	膜厚	荷重(x9.8mN)		
			硬さ10	硬さ100	硬さ1000
1	0.14	1.43	.005	.054	.539
3	0.43	4.29	.049	.485	4.853
5	0.71	7.14	.135	1.348	13.481
10	1.43	14.29	.539	5.393	53.926
15	2.14	21.43	1.213	12.133	121.333
20	2.86	28.57	2.157	21.57	215.703



■ くぼみの大きさからの要求

1) 顕微鏡での測定可能な大きさ

一般的に $10\mu\text{m} \rightarrow$ 膜厚 $15\mu\text{m}$

2) 測定誤差からの要求

if) 長さ読み取りに $0.5\mu\text{m}$ の測定誤差

and) 硬さに及ぼす影響を10 %以下に

then) 対角線長さ $10\mu\text{m}$ 以上に $\rightarrow$ 膜厚 $15\mu\text{m}$

■ 膜厚 $15\mu\text{m}$ 以下の試料にたいして

1) 長さ読み取り以外の大きさ測定方法

2) 浅いくぼみをつけるための低荷重

■ プラスティック

1) くぼみ像の顕微鏡測定以外の測定方法

2) 弾性回復の影響の取り扱い可能な方法

■ セラミックス

1) くぼみ像の顕微鏡測定以外の測定方法

2) 弾性回復の影響の取り扱い可能な方法

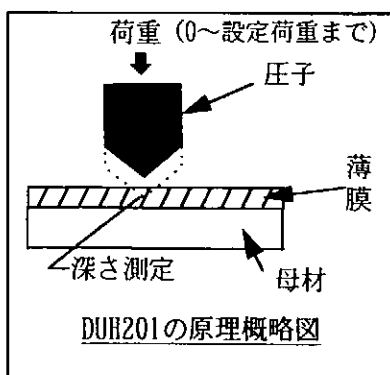
ダイミツ超微小硬度計DUHシリーズの変遷

時代の要請をみるため少し詳しく

- 第一世代(1985-88) DUH-50 8ビットマイコン
 - ・ 硬さ測定が中心。測定条件・結果を印字。
 - ・ 圧子押し込み試験のみ標準。
 - 負荷－除荷試験はオプション (ROM交換)。
 - ・ 荷重変位曲線はオプションのレコーダに。
 - ・ 表面検出速度・感度も設定可能。
- 第二世代(1988-92) DUH-200 16ビット
 - ・ 硬さ測定が中心。解析機能重視。
 - ・ 荷重変位曲線をCRT表示・プロッタ印字。
 - ・ 荷重、変位データをFDDに記憶、再解析。
 - ・ 負荷－除荷試験も標準に。
 - ・ ビッカース硬さ測定機能も標準。
 - ☆表面検出の重要性の認識高まる。
 - ☆振動・温度変化の重要性認識やや高まる。
 - ☆いろいろなことができそうだ。
 - クラック発生荷重・ヤング率・弾性回復転位・など。 → (微小圧縮試験機)
- 第三世代(1992 -) DUH-201 パーソナルコンピュータ。
 - ・ 硬さ測定が中心。解析機能をより重視。
 - ・ 荷重・変位データの取り扱いが自由に。
 - ・ 試験方法も充実(変位設定、ステップ負荷...)
 - ☆測定データの良否判定重視。
 - ・ データ採取後すぐ解析 → 再試験。
 - ☆表面検出の重要性の認識高まる。
 - ・ データ採取後すぐ確認・修正。
 - ・ 予荷重方式も採用。
 - ☆振動・温度変化の重要性認識高まる。
 - ・ 設置場所の環境考慮。
 - ☆圧子先端形状への関心高まる。
 - ・ 補正ができないか。→ 研究中。
 - ☆規格化への要求高まる。
 - ・ DIN・ASTM・JISなど。

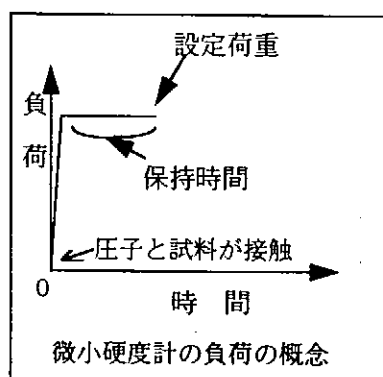
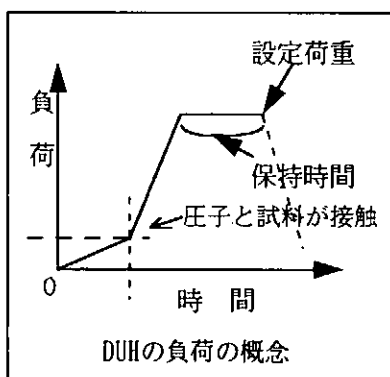
2. 測定原理・特長

—微小硬度計と比較しながら



■ 負荷

- ・超微小硬度計
- ・電磁力により0.098～1960mN
(分解能0.2μN)。
- ・0から設定荷重まで一定速度で増加。速度は可変。
- ・微小硬度計
- ・重錘により9.8～9800mN
設定荷重は数段階固定。
- ・瞬時に設定荷重がかかる。



■ 超微小硬度計

[くぼみの大きさ測定・圧子・評価]

■ 深さ測定

- ・0.001～10μmまで
(分解能0.001μm)。
- ・圧子が試料に侵入した深さを自動測定。

◆ くぼみの大きさ測定

- ・10～200μm程度
(深さ1.4～28.6μm程度)
- ・人の目と操作で測定。

■ 圧子

- ・先端に稜線のない三角すい
- ・先端曲率半径0.1μm以下。
- ・ビッカース・ヌープなどはオプション

◆ 圧子

- ・先端に0.5μm以下の稜線。曲率半径不明。
- ・ヌープ・三角すいオプション

■ 評価

- ・負荷試験時
[弾性変形+塑性変形]
- ・負荷-除荷試験時
[弾性回復後の変形]
- ・対角線長さ読み取り
[ビッカースと同じ概念]

◆ 評価

- ・圧子を抜いた後の永久くぼみで評価。
- ・糸巻き形、樽形

超微小硬度計の用途

分 類	用 途	
	用途分類	個 別 用 途
化 学	・プラスチック ・繊維 ・フィルム	・各種ポリマー・プラスチック ・プラスチック繊維・セミック繊維など ・感光フィルム・写真フィルム・ポリミドフィルム など
鉄 鋼 非 鉄 自動車	・バルク材 ・表面処理材	・アルミ箔・加工刃・超合金 ・スズメッキ・Niメッキ・合金注入材 ・窒化処理材・アルイト処理材 ・TiNコーティング材 ・塗膜・蒸着膜・スパッタ膜 など
電気機器	・家電製品 ・電算機 ・精密機器 ・半導体	・オーディオテープ・ビデオテープ ・磁気テープ・磁気ディスク・Siウエハ ・フロッピーディスク・MOディスク・HDD ・抵抗・コンデンサ・IC ・光ファイバー など
ガラス・土石	・ガラス、土石	・ガラス・表面処理ガラス・液晶用ガラス ・各種セミック・セミックコーティング など
ゴ ム	・ゴム製品	・シリコンゴム・ワゴンブレード・ゴムホース ・ゴルフボール など

SEM 内微小押し込み試験機による CMC の界面強度評価

京都大学・エネルギー理工学研究所

檜木達也

香山 晃

1) はじめに

微小押し込みを利用した研究は、広がりつつある。それに伴い、より高度な利用法が求められている。その第一歩として、押し込み試験機を内蔵された SEM が開発された。

2) SEM 内微小押し込み試験機の特徴

SEM 内に微小押し込み試験機を入れることにより、真空中で押し込み試験を行うことが可能になり、真空を保ったまま SEM 観察が可能となった。また押し込み試験を行い SEM 観察をしたあとで、もう一度同じ場所を押し込むことが可能となった。つまり一つの押し込み過程における段階的な SEM 観察が可能となった。

3) CMC の界面強度評価

繊維強化型複合材料の強度特性は、繊維—マトリックスの界面強度が大きく影響する。微小押し込み試験機を用いて CMC の Push-In、Push-Out 試験を行うことにより界面強度評価を行っており、SEM 等を用いて解析することにより界面構造と界面強度の相関を求めようとしている。C/C 複合材料に関しては、かなり定量的なデータがそろいつつある。SiC/SiC 複合材料においては Tyranno Hex で Push-In、Push-Out 試験が行われていたが、今回 Hi-Nicalon 繊維強化型複合材料でも Push-Out 試験を行うことができ、各種 SiC/SiC 複合材料の強度特性の相違の定量的評価が可能となった。

目的

- ┌ SEMに微小押し込み試験機を内蔵することによる、微小押し込み試験の可能性の拡大
 - 真空を保ったまま押し込み試験及びSEM観察
 - 押し込み試験の途中でのSEM観察
- ┌ CMCの押し込み試験への応用
 - C/C複合材料、SiC/SiC複合材料



Specification of SEMITEC

SEM Unit JEOL JSM-6400VS Micro Indenter Unit Akashi MZT-3

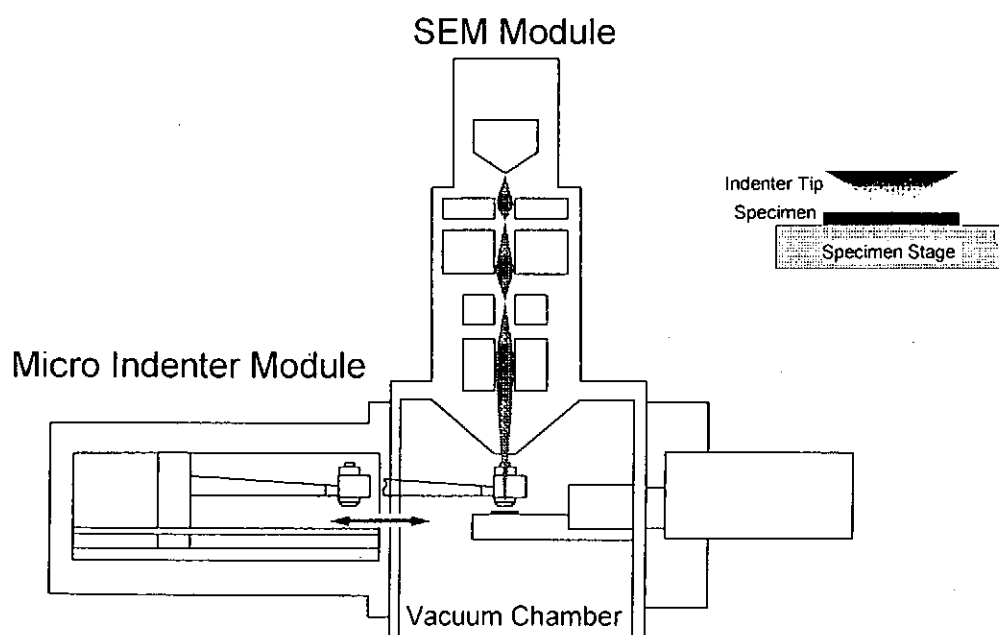
Unit	Specifications	
SEM	Resolution of SEI	3.5nm
	Magnification	x10 to x300,000
Micro Indenter	Error of Indentation Position	within $\pm 0.5\mu\text{m}$
	Range of Test Force	0.01 to 100gf
	Load Control	Electromagnetic
	Loading Speed Control	0.02 to 100gf/sec
	Displacement Measuring Range	0 to 50 μm
	Measuring Accuracy	10nm
	Measuring Mechanism	Capacitance Type
	Penetration Speed Control	0.05 to 50 μm
	Applicable Tests	Regular Penetration Test Penetration Depth Control Test Continuous Penetration Test

Institute of Advanced Energy, Kyoto University

The Picture of SEMITEC

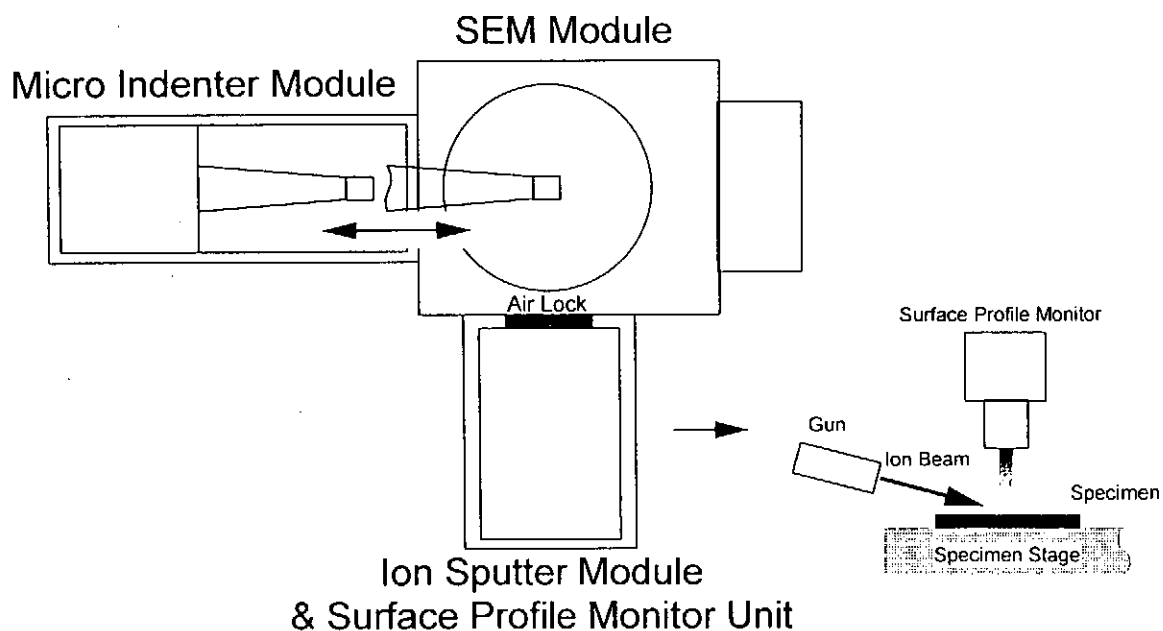


Schematic Illustration of SEMITEC



Institute of Advanced Energy, Kyoto University

Schematic Illustration of SEMITEC



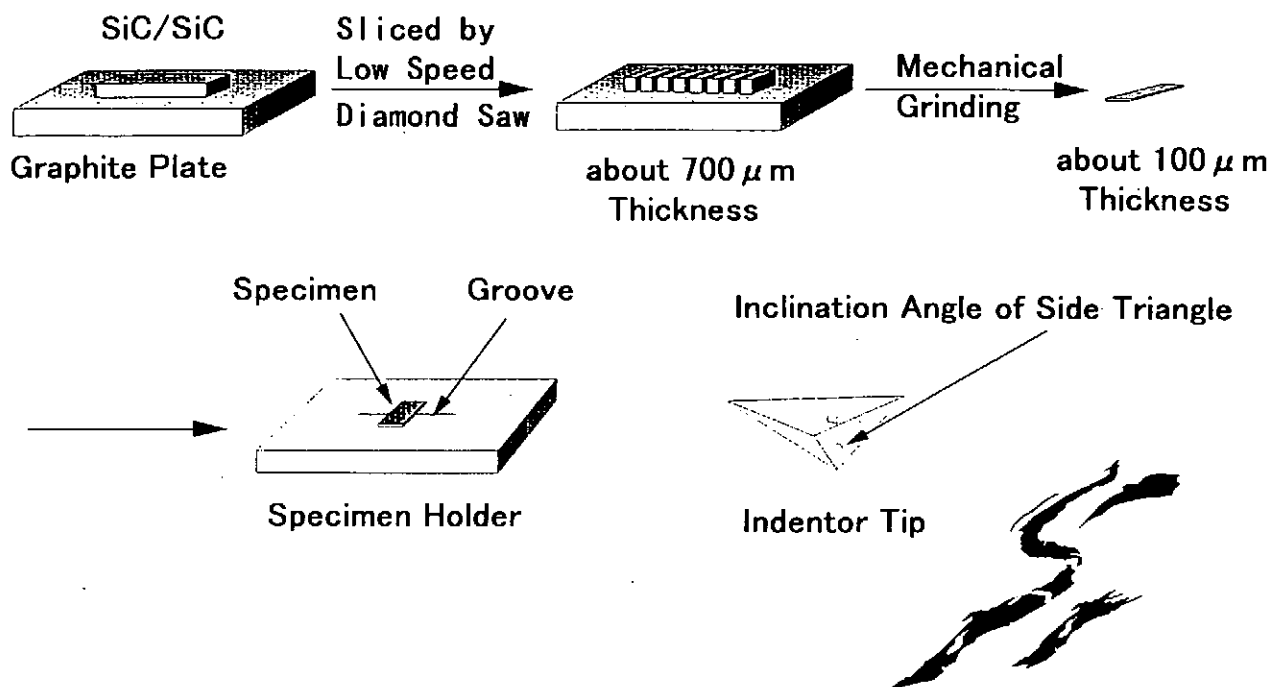
Institute of Advanced Energy, Kyoto University

Properties of Polycarbosilane-derived SiC Fibers

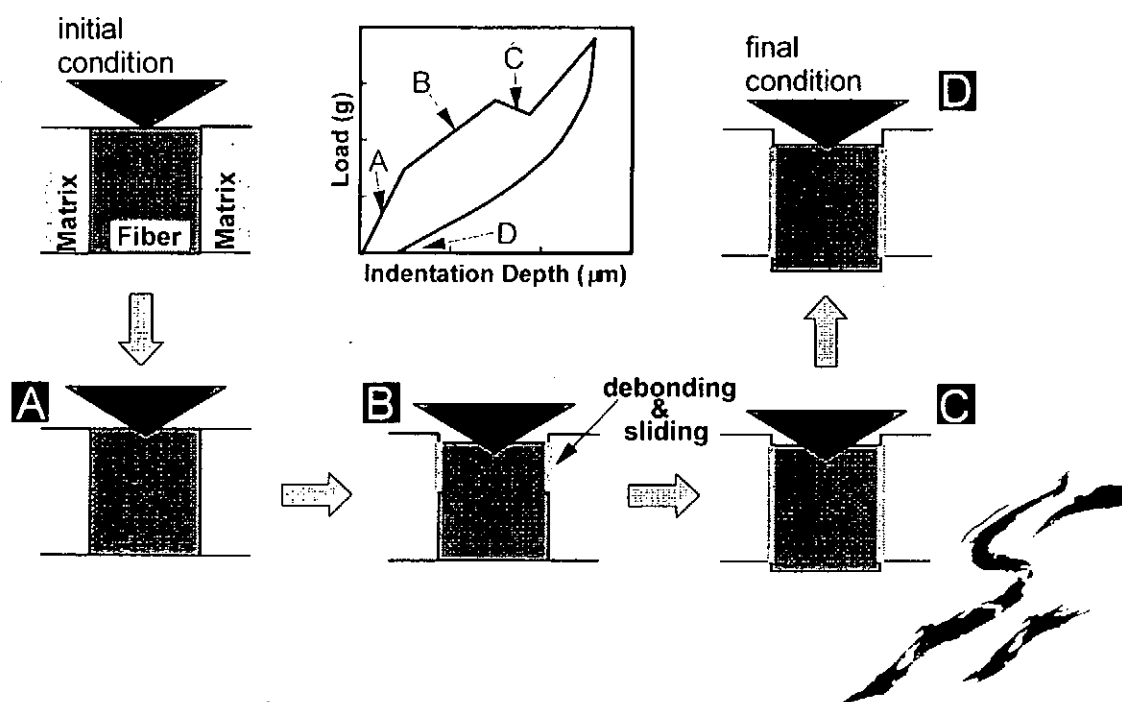
Properties SiC Fibers	C/Si Atomic Ratio	Oxygen Content (wt%)	Density (g/cc)	Tensile Strength (GPa)	Tensile Modulus (GPa)	Max. Temp. for Appl. (°C)
Standard SiC Fiber (Tyranno CG)	1.3	13	2.4-2.6	3.0-3.5	180-190	1200
Standard SiC Fiber (Nicalon CG)	1.3	12	2.55	3.0	200	1200
Low Oxygen SiC Fiber (Hi-Nicalon)	1.56	< 1.0	2.75	3.0	280	1500
Stoichiometric SiC Fiber (Nicalon Type-S)	1.06	< 1.0	3.10	3.0	400 - 460	1600

Institute of Advanced Energy, Kyoto University

Schematic Flow of Specimen Preparation and Shape of Indentor Tip

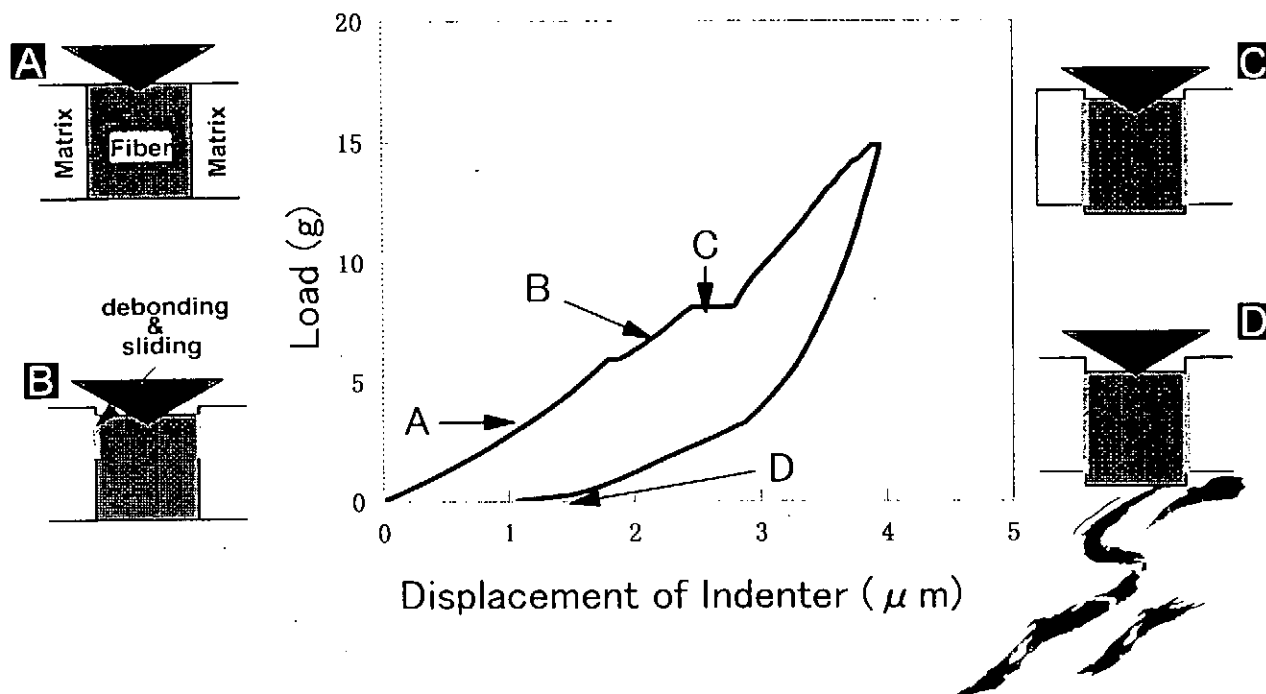


Schematic Drawing of Fiber Push-Out Process and Indentation Curve



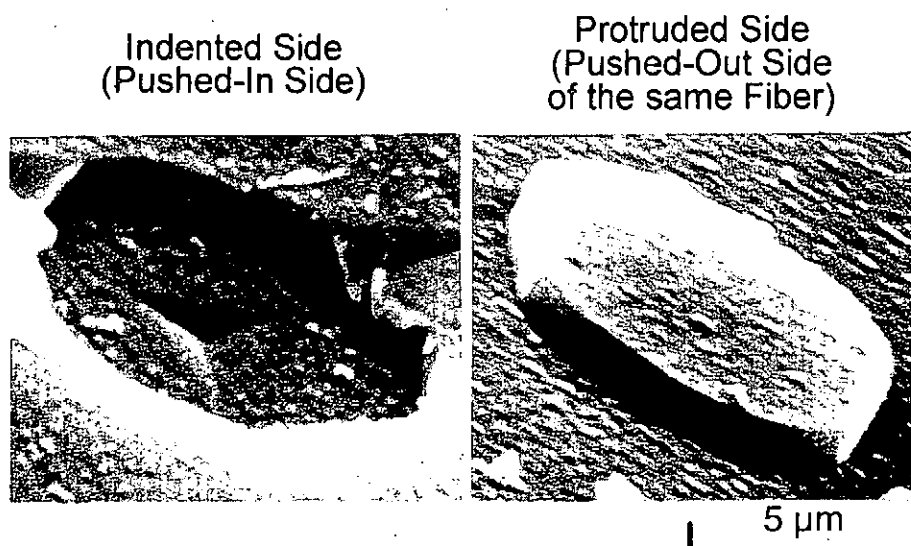
Load vs. Displacement of Indenter

-Tyranno Hex-



Pushed-Out SiC Fiber from SiC/SiC Composite

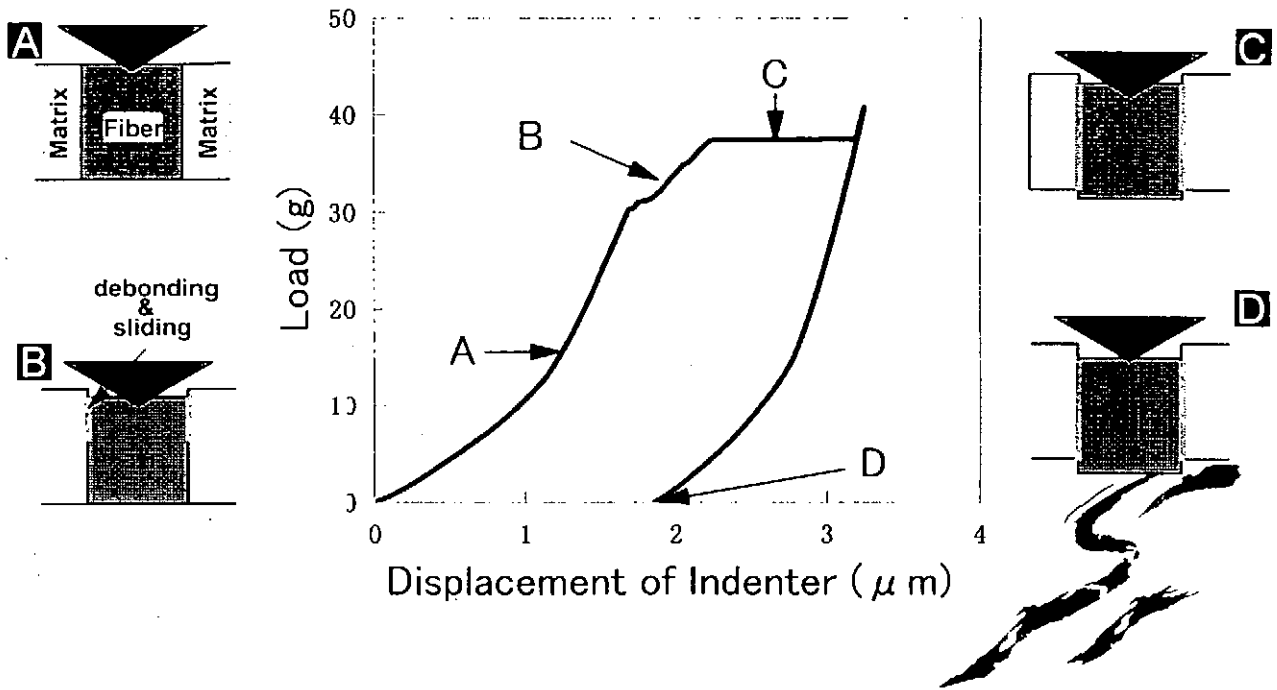
-Tyranno Hex-



Push-In Depth $\approx$ Push-Out Height $\approx 1.4\mu\text{m}$

Load vs. Displacement of Indenter

-Hi-Nicalon-

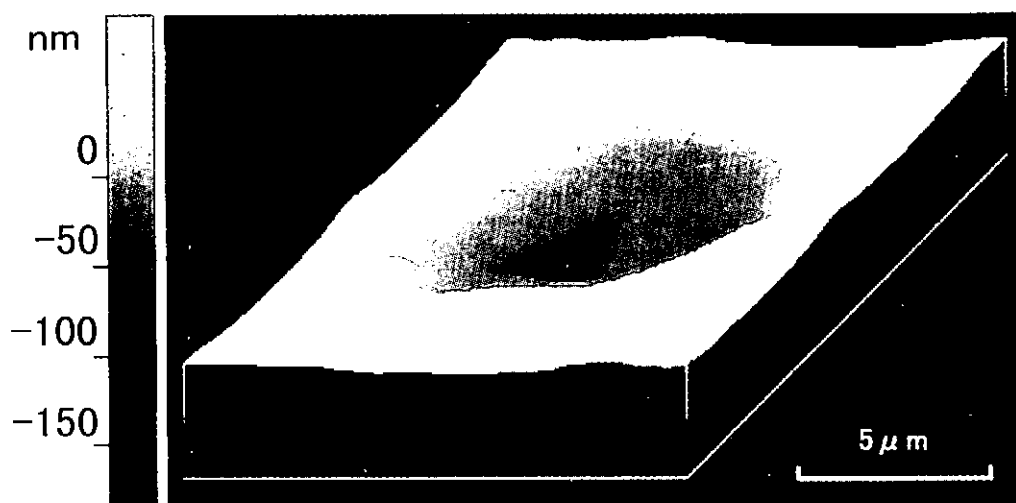


Pushed-Out SiC Fiber from SiC/SiC Composite

-Hi-Nicalon-



Tyranno HexのPush-Out試験後の 表面形状解析例



まとめ

- 「 SEMに微小押し込み試験機を内蔵することにより、微小押し込み試験の可能性が広がった。
- 「 各種SiC/SiC複合材料についてPush-Out試験を行い、強度特性の相違の定量的評価が可能であることを示した。

繊維押込み試験による C/C 複合材料の界面強度評価

東京大学・大学院工学系研究科

芹澤 久

1. はじめに

繊維強化型複合材料の強度特性は界面強度特性に大きく影響するため、これまで多くの複合材料について、その界面強度特性の評価法が検討されてきた。しかしながら、実用材としての C/C 複合材料については、繊維が細径でしかも多繊維であるため、その評価法が確立していないのが現状である。本稿では、一方向強化型(UD)C/C 複合材料について、微小押込み試験機を用いた繊維の Push-Out 試験を行い、以下の項目について検討を行なった。

- 1) 実効的な界面剪断滑り強度(σ_{ISS})の導出
- 2) σ_{ISS} の焼成温度(HTT)依存性および界面構造との相関

2. 実効的な σ_{ISS} の導出

UD-C/C 複合材料について、繊維方向の厚さが約 100 μm の試験片を作成することで、繊維の Push-Out が可能になった。まず、Push-Out 試験において必要となる試験片保持台上の溝幅の影響について、有限要素法解析も含めて検討した結果、20 μm の溝幅での試験が妥当であることが分かった(繊維径は約 10 μm である)。また、C/C 複合材料では、従来の Push-Out 試験とは異なり、試験中の界面剥離は試験片上部からではなく、試験片内部から進行すると考えられる結果となった。そして繊維が Push-Out を開始する際の荷重を、繊維の側面積で割った値を実効的な σ_{ISS} として定義した。

3. σ_{ISS} の HTT 依存性および界面構造との相関

C/C 複合材料の HTT の変化にともなう σ_{ISS} の変化を調べた結果、HTT=1873K まではほぼ一定で、その後 HTT の上昇にともない、 σ_{ISS} も上昇する結果が得られた。この上昇の原因を調べるため、Push-Out 試験後の繊維側面の SEM 観察を行なった。その結果、HTT の上昇にともない、繊維界面からマトリックスの黒鉛化が進行し、繊維を強固に接着している状況が確認された。この繊維側面に強固に接着したマトリックスは、繊維が Push-Out する時の滑り抵抗になると考えられる。そして、これが実効的な σ_{ISS} が上昇した原因の一つと考えられる。

また表面形状測定装置を用いて、繊維側面の形状をナノオーダーで測定した。今まで SEM 観察では押込み試験後に、繊維表面に圧痕が観察されず、C/C 複合材料の弾性回復は非常に大きいと考えられてきた。しかし、表面形状測定装置の実験結果から、繊維の押込み側の側面で繊維の膨張が認められ、これは、試験後の残留歪が原因の一つと考えられる。

目的

- ・ 繊維強化型複合材料の強度特性には界面強度が大きく影響する。
- ↓
- ・ 実用材としてのC/C複合材料は繊維が細径でモデル材に比べ多繊維であるため、微小領域における強度特性の確定は少ない。
- ↓
- ・ C/Cにおける界面強度特性評価法の確立が必要である。

界面剪断滑り強度特性評価法の確立

微小押込み試験を用いた実効的な界面剪断滑り強度値(σ_{ISS})の導出

- ・ 焼成温度(HTT)依存性
- ・ 界面構造変化

Department of Materials Science, The University of Tokyo

Specimen Specification

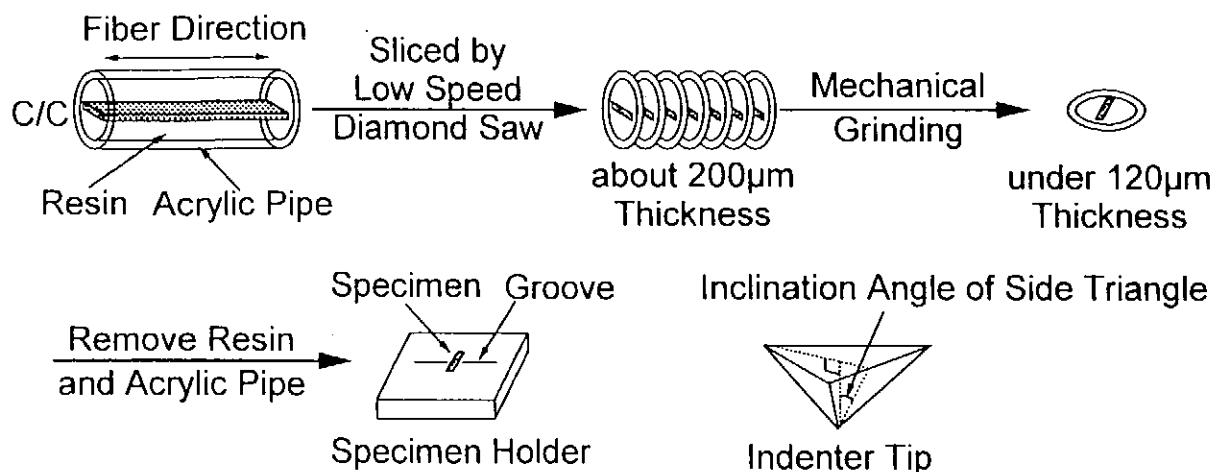
Fiber	Matrix Precursor
Mesophase Pitch-based Carbon Fiber	Green Coke 80%
Fiber Diameter = 8.5~12.3 μm	Phenolic Resin 20%
Tensile Young's Modulus 490GPa	
Tensile Strength 3GPa	

UD C/C Composite

HTT(K)	Fiber Vf(%)	Density(g/cm ³)
1473	45.2	1.62
1873	45.0	1.68
2273	46.6	1.71
2773	48.9	1.82

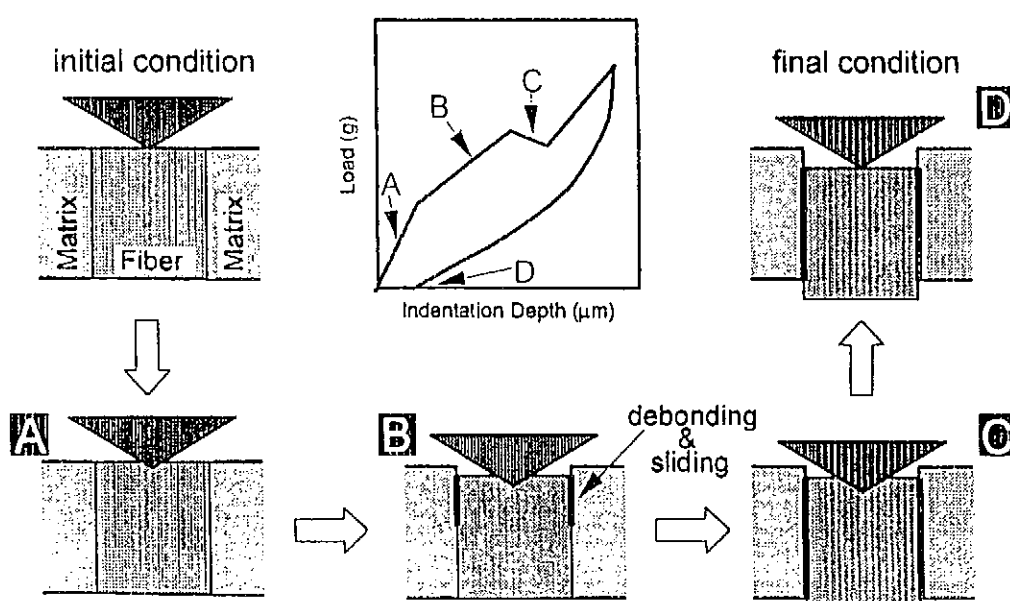
Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

Schematic Flow of Specimen Preparation and Shape of Indenter Tip

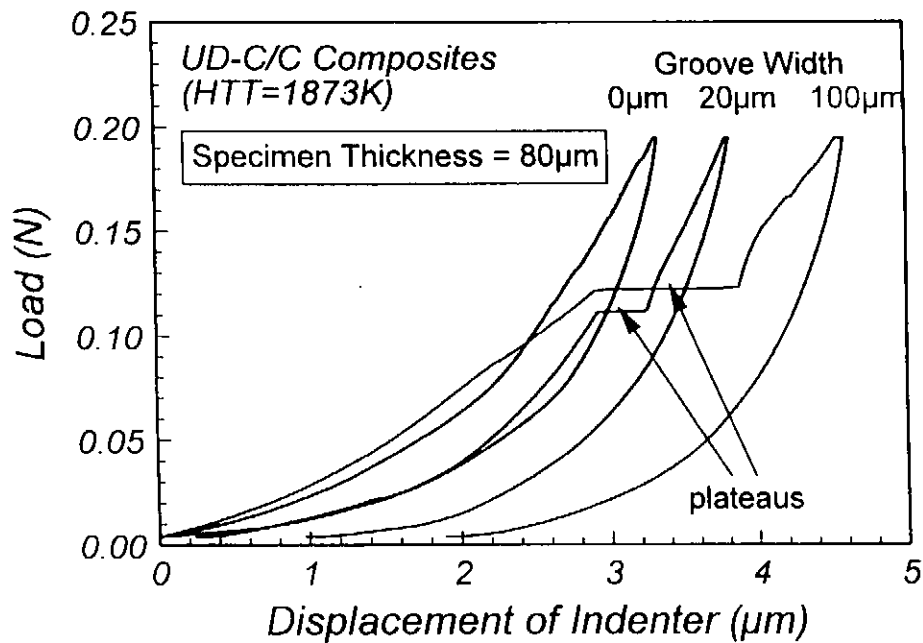


Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

Schematic Flow of Specimen Preparation and Shape of Indenter Tip



Effect of Groove Width on Indentation Test of Fiber in C/C Composites



Department of Materials Science, The University of Tokyo

Pushed-Out Carbon Fiber from C/C Composite

HTT = 2273 K (F2473)

Indented Side
(Pushed-In Side)

Protruded Side
(Pushed-Out Side
of the same Fiber)



tilt : 60 deg.

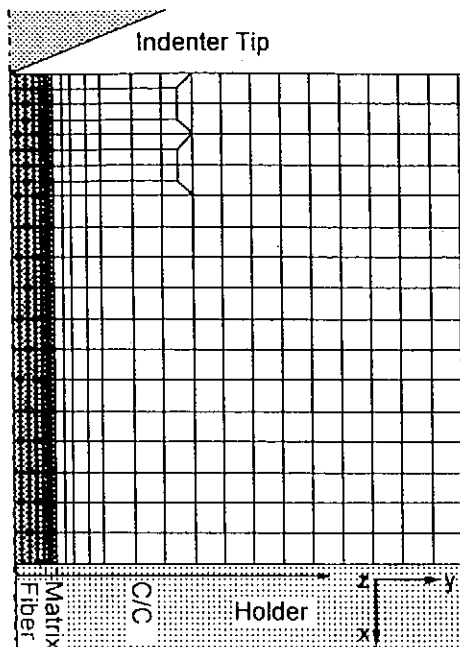


10 μ m

Push-In Depth $\approx$ Push-Out Height $\approx$ 0.87 μ m

Department of Materials Science, The University of Tokyo

Condition of Finite Element Model 1 for Indentation Test of Fiber in C/C Composites



Analysis Model Axis Symmetrical FEM Model

Specimen Size : Radius 2500 μm , Thickness 80 μm

Radius of Fiber : 5 μm

Indenter Tip : Cone with 136° of the Apical Angle

Thickness : 2 μm (from Fiber Volume Fraction) of Carbon Layer

Elastic Properties of Each Element

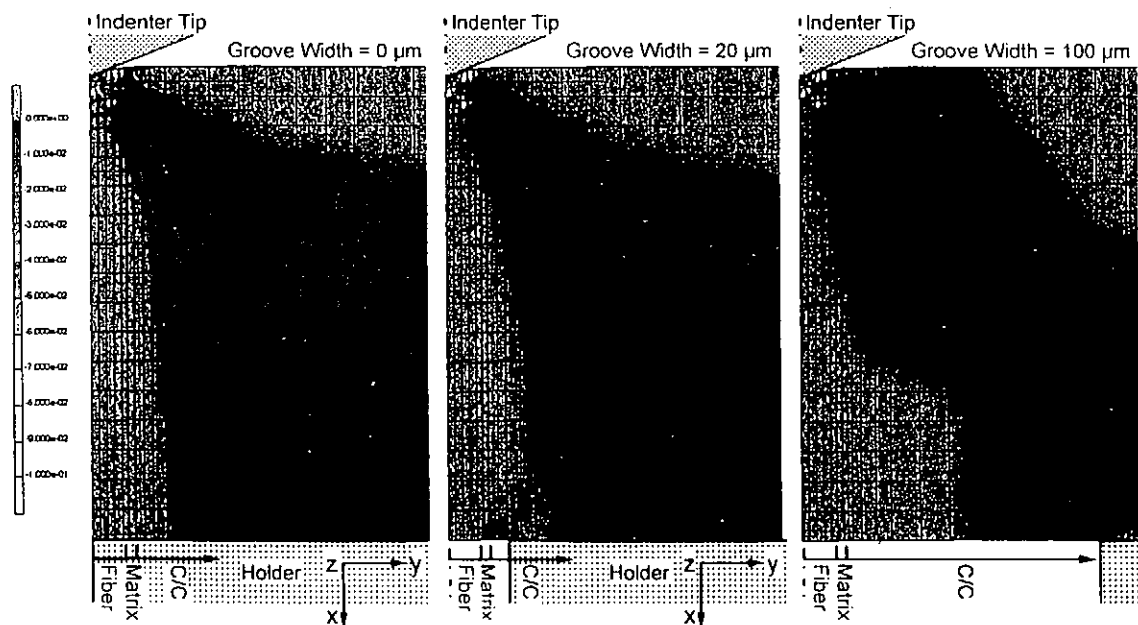
Fiber :	E_{xx} : 500GPa	ν_{xy} : 0.01	G_{xy} : 10GPa
	E_{yy} : 8.9GPa	ν_{yz} : 0.20	G_{yz} : 20GPa
	E_{zz} : 8.9GPa	ν_{zx} : 0.01	G_{zx} : 10GPa
	Density 2.08 Mg/m ³		

Carbon Layer :	E : 8.9GPa	ν : 0.30
	Density 1.70 Mg/m ³	

C/C :	E_{xx} : 150GPa	ν_{xy} : 0.20	G_{xy} : 8.9GPa
	E_{yy} : 8.9GPa	ν_{yz} : 0.30	G_{yz} : 15GPa
	E_{zz} : 8.9GPa	ν_{zx} : 0.20	G_{zx} : 8.9GPa
	Density 1.68 Mg/m ³		

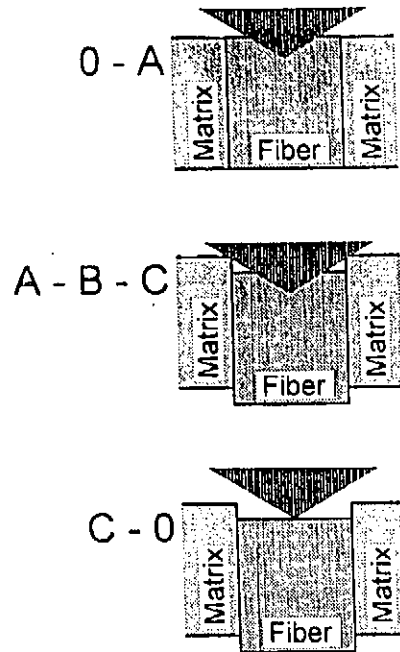
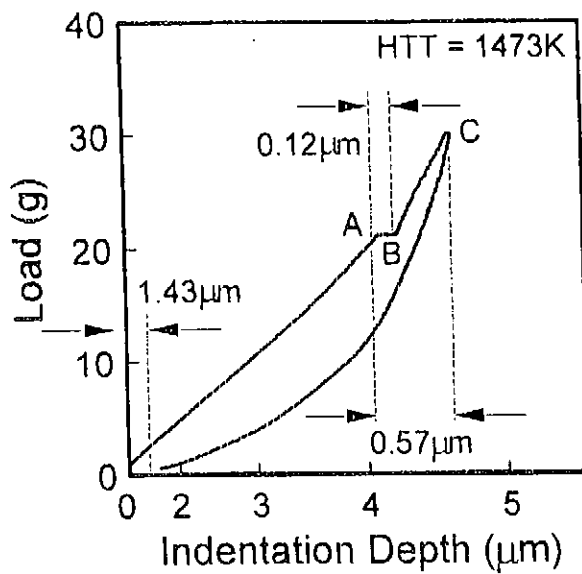
Department of Materials Science, The University of Tokyo

Effect of Groove Width on Distribution of Stress-yy - Depth of Indenter = 2 μm -

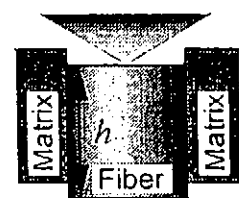


Department of Materials Science, The University of Tokyo

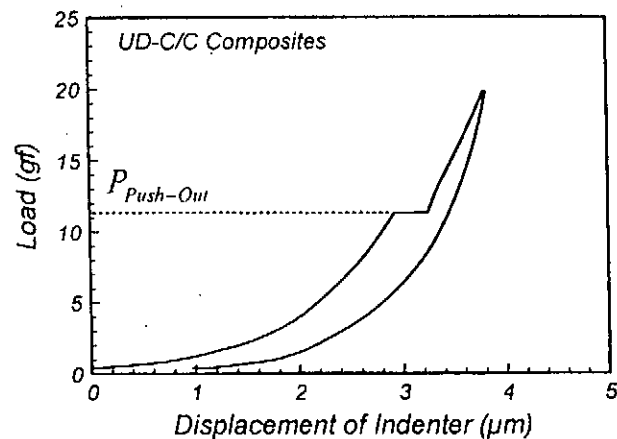
A Modified Indentation Characteristic Curve - Load vs. Square of Indentation Displacement -



Definition of Interfacial Shear Strength

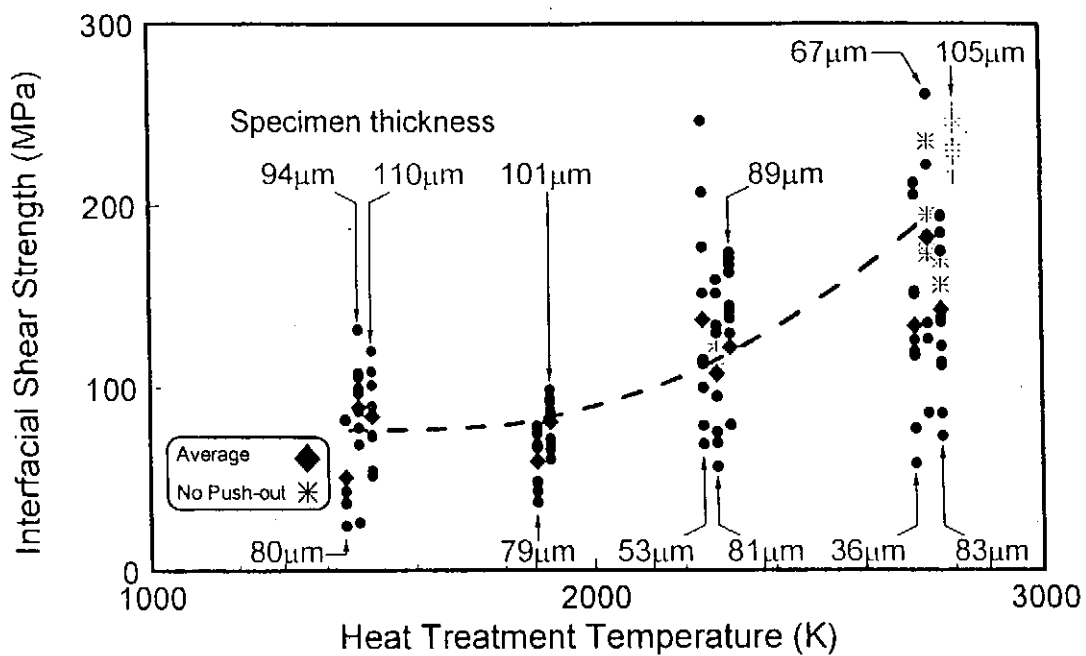


Radius of Fiber : r



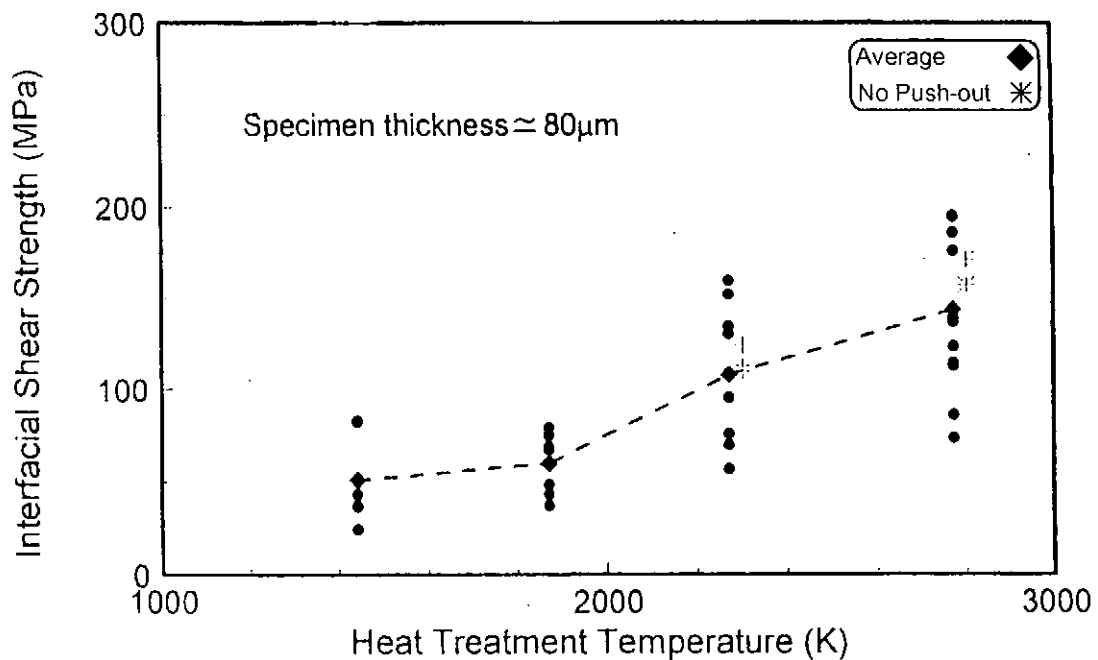
$$\text{Interfacial Shear Strength : } \sigma_{\text{IIS}} \equiv \frac{P_{\text{Push-Out}}}{\text{Area of Fiber Surface}} = \frac{P_{\text{Push-Out}}}{2 \cdot \pi \cdot r \cdot h}$$

HTT Dependence of Interfacial Shear Strength



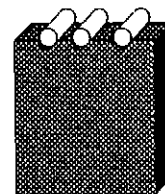
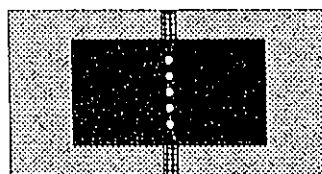
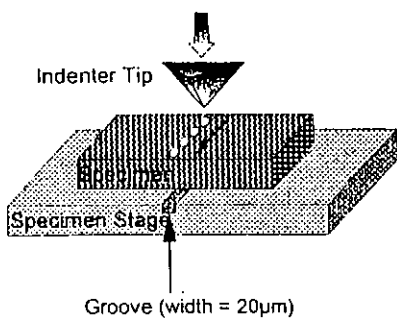
The Univ. of Tokyo

HTT Dependence of Interfacial Shear Strength



The Univ. of Tokyo

Experimental Procedure



Fibers located at the center of the groove were loaded and pushed out.

Crack was induced from both ends of specimen over the groove and specimen was broken into two parts.

Pushed out fibers were observed by SEM and surface profile measurement apparatus.

Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

SEM Images of Specimens after Push-out Test



HTT = 2273K

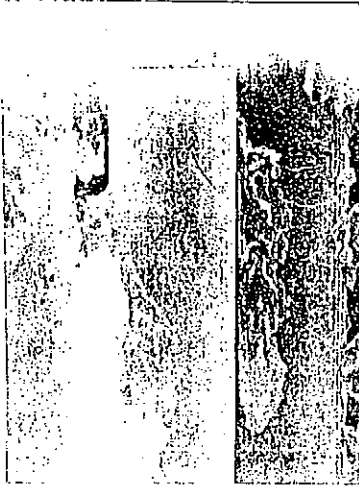


HTT = 2773K

10 μ m

The Univ. of Tokyo

SEM Images of Specimens after Push-out Test



HTT = 2273K

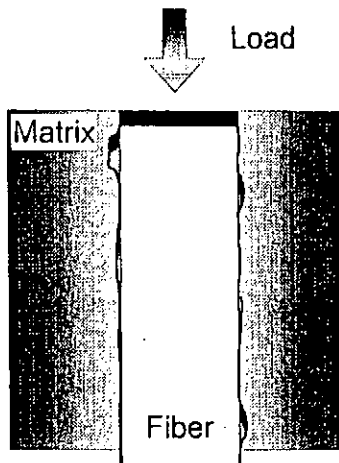


HTT = 2773K

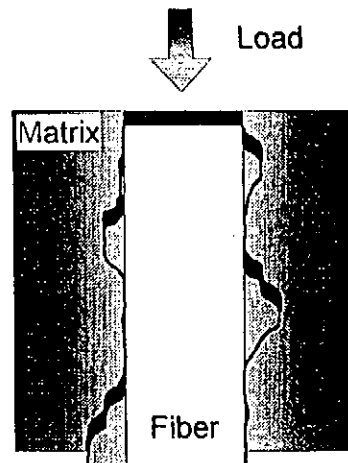
5 μ m

The Univ. of Tokyo

Schematic Drawings of Fiber-Matrix Interface



HTT = 2273K



Growth of Graphite Layer

HTT = 2773K

The Univ. of Tokyo

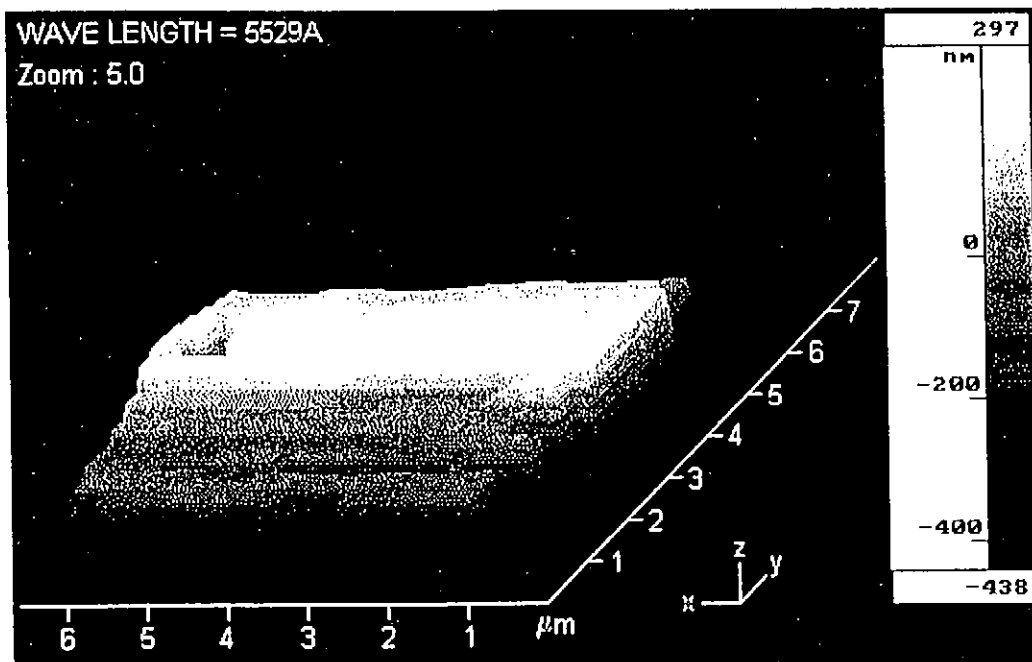
Specification of Micromap

データ点数	600(H) x 472(v)画素
カメラ特性	2/3" CCD
安定性	0.5 Å以下 全倍率
高さ方向解像度	0.2 Å以下 全倍率
顕微鏡	Nikon Optiphot-M stand, CFDI and CFTI objectives
対物レンズ	2.5x, 5x, 10x, 20x, 40x, 50x

倍 率	x10	x50
測定領域	750x640 μ m	150x128 μ m
データ取り込み間隔	1.35 μ m	0.27 μ m
水平解像度	0.55 μ m	0.25 μ m
Working Distance	4.0mm	3.4mm
焦点深度	4.4 μ m	0.91 μ m
測定可能深さ	20 μ m	3 μ m
口径比	0.25	0.55

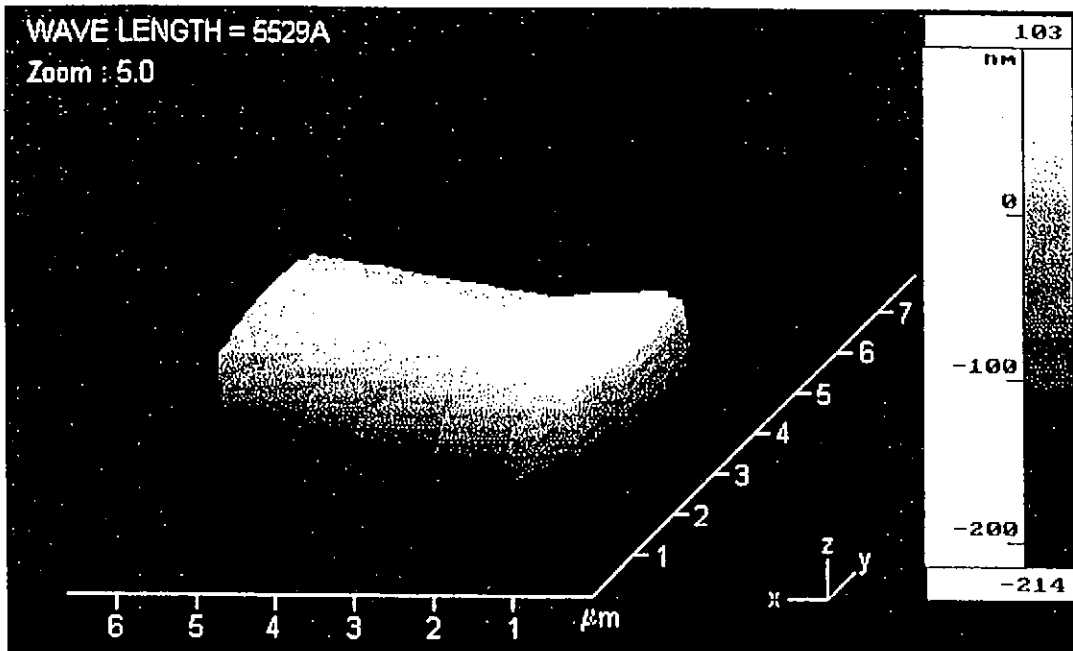
Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

Surface Profile of Fiber



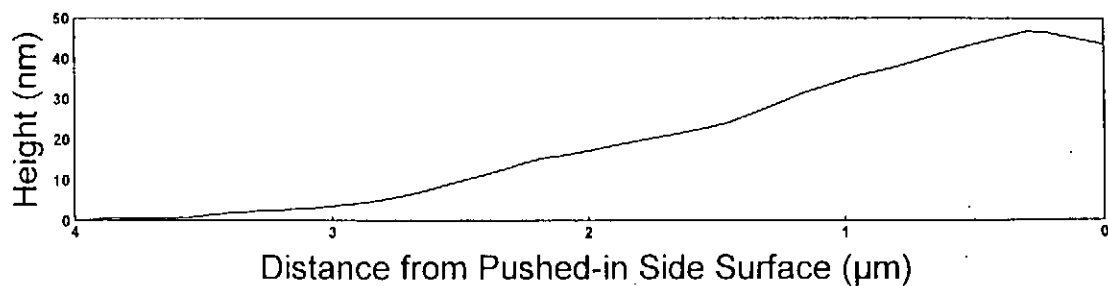
Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

Surface Profile of Pushed-out Fiber (Pushed-in Side)

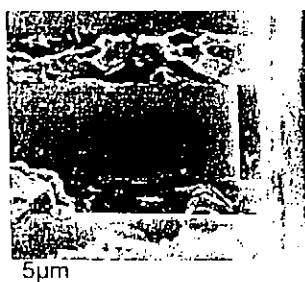


Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

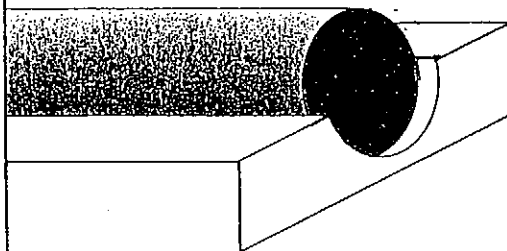
Pushed-out Fiber Surface Analysis



SEM Image of Fiber Surface

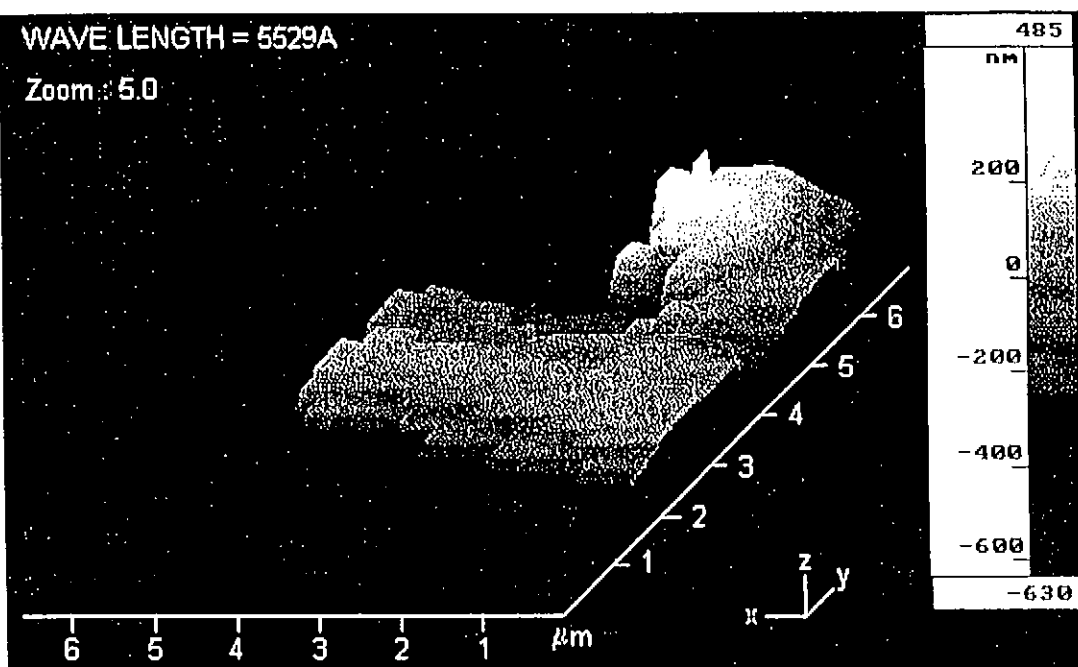


Load Direction



Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

Surface Profile of Pushed-out Fiber (Protruded Side)



Dept. of Materials Science, The Univ. of Tokyo

まとめ

- ・ C/C複合材料の実効的な σ_{ISS} の評価に関する基礎的な理解が得られた。
- ・ HTTが上昇するに従い、繊維界面からマトリックスの黒鉛化が進行し、繊維を強固に接着している状況が確認され、実効的な σ_{ISS} が上昇した原因の一つと考えられる。
- ・ C/C複合材料では弾性回復が大きいため、押込み時に圧痕が形成されないが、表面形状測定装置での解析結果から、押込み側で残留歪によると思われる繊維の膨張が認められた。

Department of Materials Science, The University of Tokyo

He イオン照射した SiC/SiC 複合材料の微小硬さ測定

東北大・工：長谷川晃、阿部勝憲、東北大・院：斉藤 学

緒言・目的： SiC/SiC 系複合材料は、14MeV 中性子照射による誘導放射能が低いこと、SiC の高温特性が優れていること等から実用炉以降の構造材料の候補の一つとして考えられており、そのための材料開発、物性データ、照射特性が調べられている。SiC の照射特性の特徴の一つに、他の候補材料のフェライト鋼やバナジウム合金に比べて核変換によるヘリウム(He)や水素などのガスの生成量が多いことが上げられる。He は特に材料中の界面や格子欠陥部分に析出しやすいため、微細結晶からなる SiC 繊維や、繊維/マトリックス界面が多くかつ界面強度が複合材料の強度特性を律速する複合材料においてはこの He の挙動を調べるのが重要である。また複合材料の中性子照射データが不足していることから、イオン照射を用いて複合材料の各構成要素の変化を調べ、複合材料のバルクの照射特性を推定することも求められている。

超微小硬さ計は測定に要する体積が小さいことから特定の構成要素、例えば繊維 1 本ずつの硬さ変化を調べられることから、イオン照射した複合材料の各構成要素の力学特性を調べるのが可能である。我々は、3MeV の He イオンを SiC/SiC 複合材料に照射し、高濃度 He 注入による SiC 繊維、SiC マトリックスの力学特性の変化を調べ、さらに繊維の押し出し試験により繊維/マトリックス界面の強度評価を行い、微小構成要素の特性変化とバルクの特性変化との関係を求めるべく研究を行っている。本稿では、これまで行ってきた 3MeVHe イオン注入による微小硬さ測定の結果について報告し、イオン照射材における測定の問題点などについて検討した結果を紹介する。

方法：実験に用いた SiC/SiC 複合材料は、SiC 繊維の Hi-Nicalon を平織りしたものを 8 枚重ね、CVI 法で SiC マトリックスを充填した Dupont 社製の 2 次元複合材料である。これから SiC 繊維に直角に試験片を切り出し、研磨した後、3MeV の He をエネルギーディグレーダを通して照射し、表面からの深さ 1.5 μm から 5 μm の領域に He を 100~250℃で 10000appm 注入した。測定試料は照射まま材と照射後に真空中で 1200、1400℃の各温度で 1 時間熱処理をしたものの 3 種類を測定試料とした。超微小硬さ測定は(株)アカシ製の MTZ-4 と頂角 68 度の微小三角圧子を用いて、5、30、50、100 g の各荷重にて微小硬さ測定を行った。

結果：硬さの傾向として、繊維の硬さがマトリックスの硬さよりも小さくなった。これは繊維には過剰な炭素が含まれており、マトリックスにくらべ SiC の結晶化度が低いことを反映したものと考えられる。また He 注入による硬さ変化において荷重依存性が認められた。測定荷重 5g の場合、He 注入による硬さの増大が見られたのに対し、30g 以上では硬さの減

少が見られるとともに、荷重－変位曲線が通常得られる2次曲線からはずれるという現象が見られた。この現象は押し込み深さがHe注入域に達すると顕著になることから、高濃度He注入による強度低下を反映したものと考えられる。この硬さ変化は1200℃焼鈍で見られなくなるが、1400℃焼鈍材ではまた現れ、焼鈍による組織変化に対応した特性変化と考えられる。微小押し込みによる繊維の押し出し試験においては、荷重－変位曲線上に現れる荷重不連続点を界面剥離開始荷重として調べた。その結果、照射まま材、1200℃焼鈍材では界面剥離開始荷重が非照射材と比べてほとんど変化が見られないのに対し、1400℃焼鈍材では界面剥離荷重が低下する傾向が見られた。今後はこの傾向の定量化を進めるとともに、TEMによる微細組織観察を行って、組織変化との対応について調べていく予定である。

これまでの微小硬さ測定のB. G.

(1) Heイオン照射したMoの照射硬化に関する研究

10MeV~50MeVのHeイオン照射

高エネルギーHeイオン照射材の硬さの深さ分布の微小ヌープによる測定→ピーク硬さ、プラトー硬さ

(2) 中性子照射したMo単結晶の照射硬化の方位依存性

ヌープ硬さの方位依存性、すべり系の力学的解析

(3) 中性子照射したMoの照射硬化の研究

ビッカース硬さ、引張挙動、曲げ特性

微細組織との関係

(4) 高濃度Heイオン照射したV合金の照射硬化

3MeVのHeイオンとディグレードによる均一注入

ビッカース硬さ、照射表面の硬さ測定

核融合炉用構造材料としてのSiC/SiC複合材料に
求められる特性

低放射化

高温強度（曲げ強度、破壊靱性値）

寸法安定性

どのようにして実現するか

耐照射特性に優れた繊維（強度特性）

寸法安定性に優れた繊維（スエリング、クリープ）

---> 強度に直結する

耐照射性に優れた繊維／マトリックス界面

--->耐照射性に優れた繊維被覆

--->繊維上被覆の健全性、最適化

核変換He、水素の影響---->界面強度を低下させる？

複合材料の力学特性を決める主な因子

繊維強度、マトリックス強度、繊維／マトリックス強度

各要素特性の複合した結果として複合材料の特性がある

各要素が小さい--->超微小硬さ

目指すもの

高温照射環境下での各要素の劣化

--->各要素の照射特性がどのように発現するか

中性子照射の模擬照射としての加速器照射

He イオン照射による高濃度ヘリウムの影響の評価

照射領域が微小領域である---> 超微小硬さ

●SiC の 14MeV 中性子照射の特徴

他の材料と比較して、はじき出しに比したヘリウムの生成量が多い
(He/dpa 比が大きい)

●SiCf/SiC の組織的特徴

繊維／マトリックス界面の面積が大きい、気孔率が大きい

●力学的特性を支配する因子

繊維強度、マトリックス強度、繊維・マトリックス界面強度

本研究では、SiCf/SiC の力学的特性に及ぼす He の影響を調べるために、加速器により He 注入を行った SiCf/SiC の繊維、マトリックス、界面のそれぞれにおける He の影響を、超微小硬さ試験機を用いて評価する方法の基礎的検討を行うことを目的とした。

●具体的調査の内容

核融合炉材料環境での特性を調べるために必要な照射条件

加速器照射による高濃度He注入の影響 : 最大10000appm

加速器照射によるはじき出し損傷の影響 : 最大 100dpa

照射温度 : 800ないし1000°C

現段階での照射条件

(1) 中エネルギーHeイオン照射 :

<250°C 10000appm 0.5dpa

表面から1.5~5 μ mの領域に均一注入

照射後焼鈍による繊維、マトリックス、界面の変化を調べる

(2) 高エネルギーHeイオン照射 :

600~800°C 160appm 0.002dpa

表面から460 μ mの領域に均一注入

曲げ試験によるマクロな力学的特性への影響の評価

●超微小硬度計による特性変化の測定

<250°C、 10000appm 注入材

(1) as-irrad. (2) 照射後1200°C 1時間焼鈍

(3) 照射後1400°C, 1時間焼鈍

●測定方法と想定対象となる領域・現象

SiC繊維、SiCマトリックス

荷重依存性による深さ方向の変化

(a) 小荷重 : はじき出しのみの領域

(b) 大荷重 : He注入領域

繊維／マトリックス界面

(c) 繊維押し込み試験

実験方法

●試料：

Hi-Nicalon の平織シート + 繊維表面 $1.2\ \mu\text{m}$

カーボンコーティング

平織リシートを8層重ねたものにCVI法でSiCを複合化した
2次元複合材料 (Dupon 社製)

●試験片：Hi-Nicalon の平織リシートの方に垂直に切り出し

試験片サイズ： $4\times 4\times 0.11\sim 0.15\text{mm}$, 1.0mm , 8mm

試験片表面研磨：

ダイヤモンドペースト研磨

●照射条件

東北大学ダイナミトロン加速器

He イオンエネルギー： 3MeV 、 2.95MeV

エネルギーディグレーダによる均一注入

He 注入量： 10000appm

はじき出し損傷量： 0.5dpa ($E_d=45\text{eV}$)

照射温度： $160\sim 250^\circ\text{C}$ 、照射雰囲気：真空 ($\sim 1\times 10^{-3}\text{Pa}$)

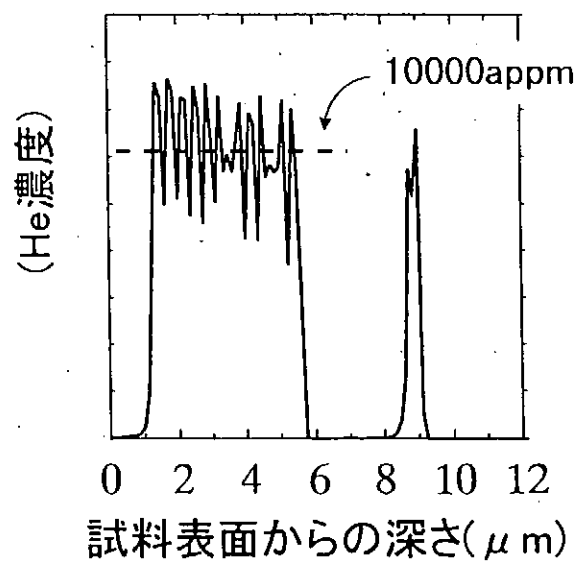
●照射後焼鈍条件

温度： 1200°C 、 1400°C

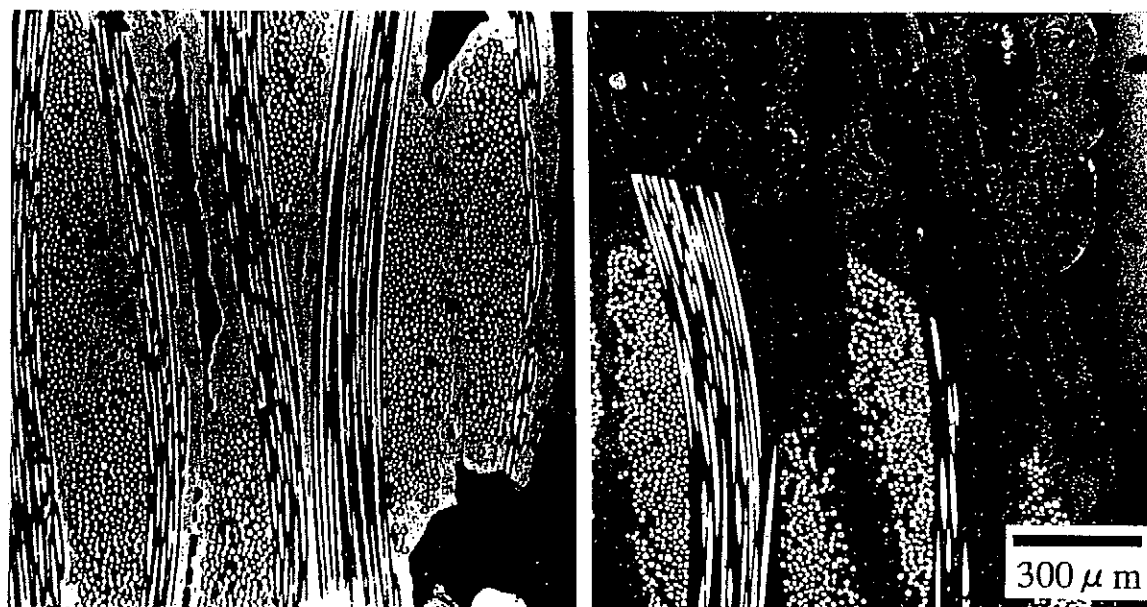
保持時間： 3600秒

真空度： $1.3\times 10^{-3}\text{Pa}$

TRIM-85により計算した SiC_f/SiC 内のHe濃度



SiC_f/SiC 複合材料の断面組織



照射まま材

He照射+1400°C焼鈍

●超微小硬さ測定

測定装置： アカシ（株） MZT-4

圧子： 三角錐（頂角 68 度）

最大負荷荷重 (gf) : 5, 30, 50, 100

負荷速度 (gf/sec) : 0.5, 3, 5, 10

保持時間 : 10 sec

除荷時間 : 5 sec

主な結果

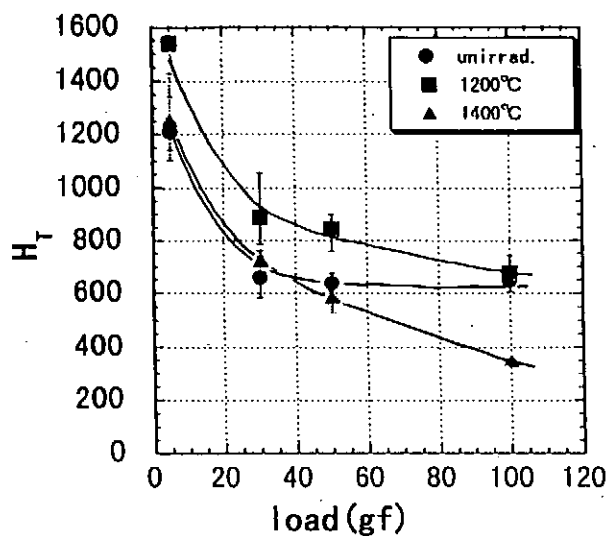
●荷重依存性

- ・荷重の小さい方にHeイオン照射による微小硬さの増加が見られる
- ・繊維の方がマトリックスに比べ微小硬さが小さい
繊維のマトリックスの微細構造の違いを反映している

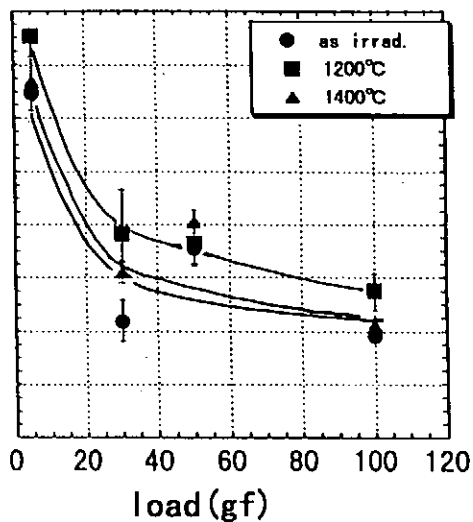
●小荷重を用いたHeイオン照射、照射後焼鈍の結果

- ・as-irrad. では照射効果が見られない
- ・1200°C焼鈍で硬化する
- ・1400°C焼鈍で非照射の繊維の硬さは減少し、マトリックスは増加した
この時照射した繊維の硬さに変化は見られなかった

Matrix /Unirradiated



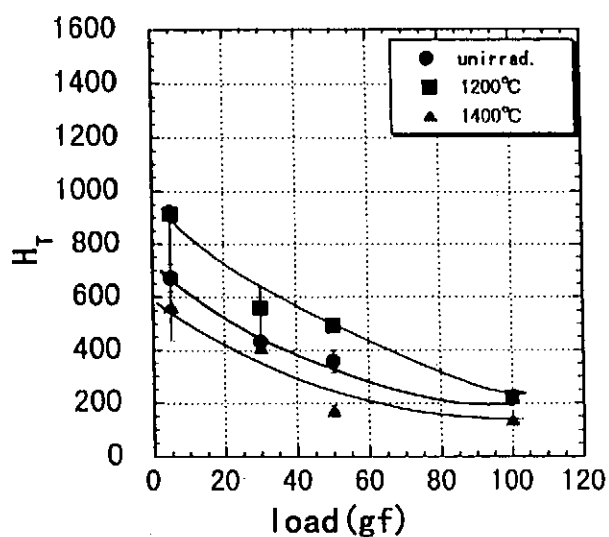
Irradiated



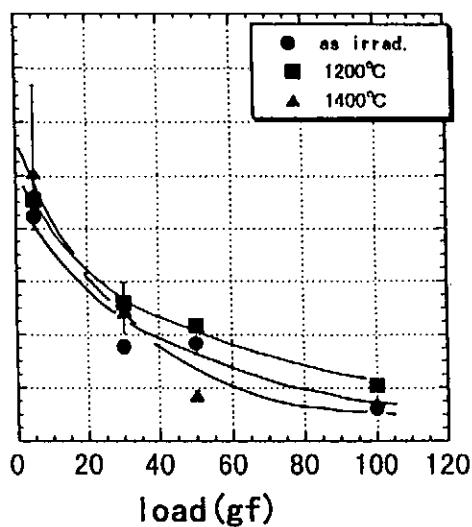
$$H_T = 29.13F/h^2$$

F:試験荷重(gf) h:最大押し込み深さ(μm)

Fiber /Unirradiated



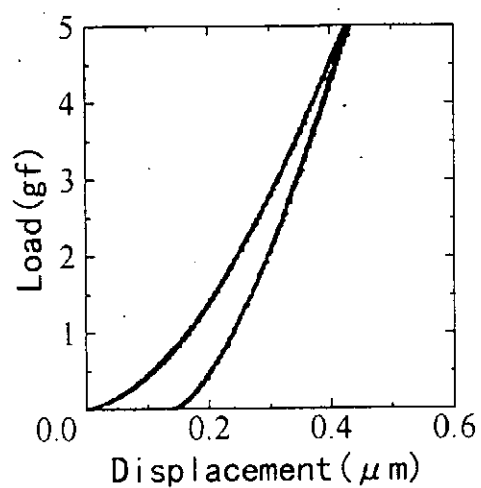
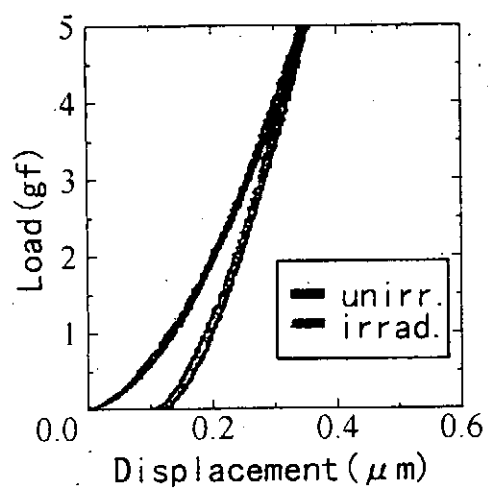
Irradiated



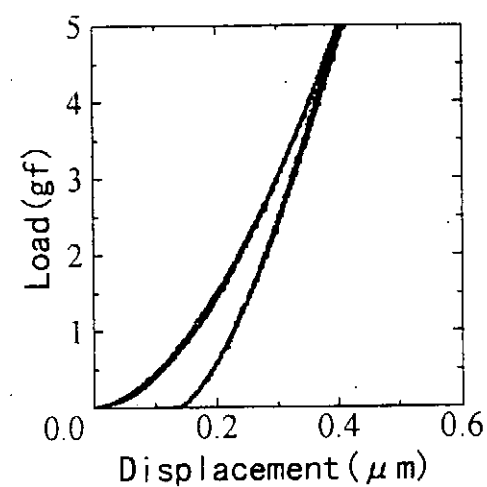
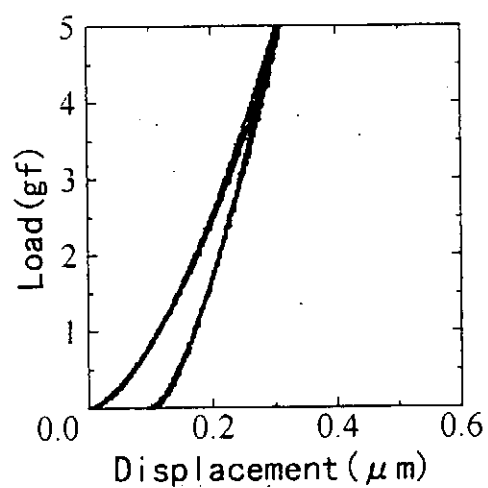
Matrix

Fiber

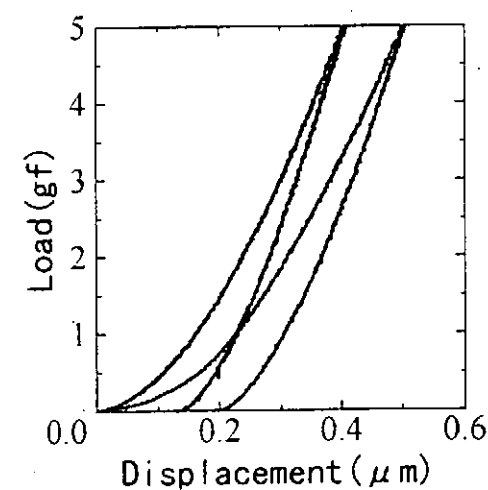
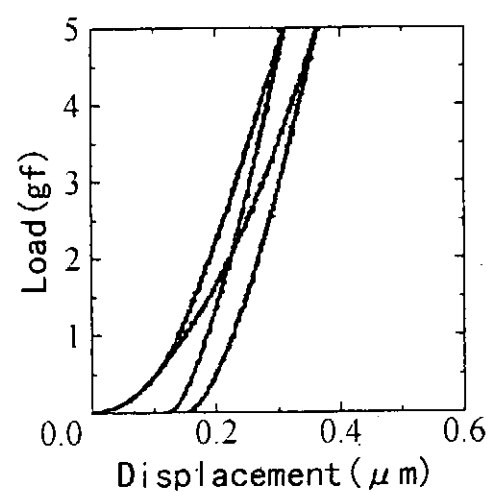
熱処理
なし



1200°C



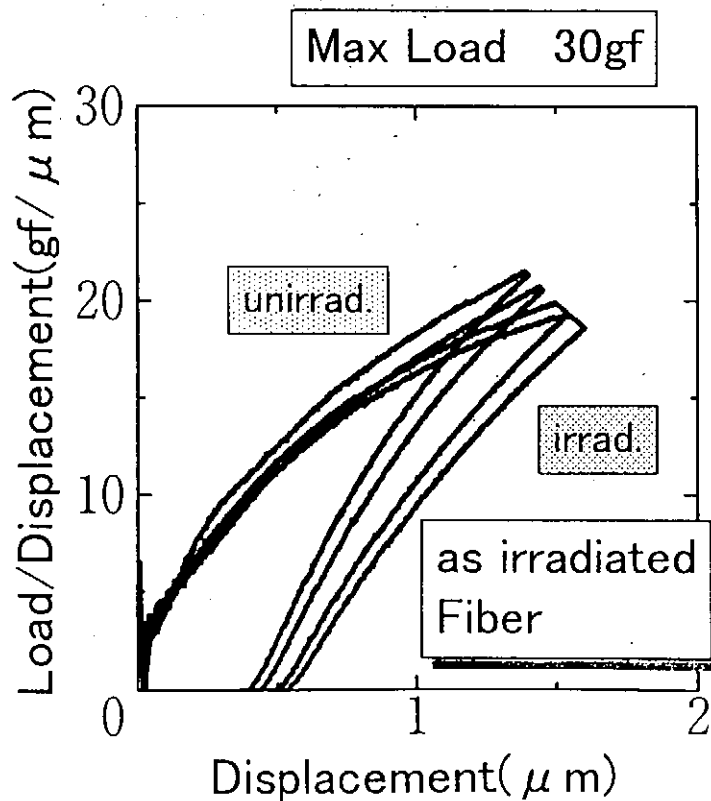
1400°C

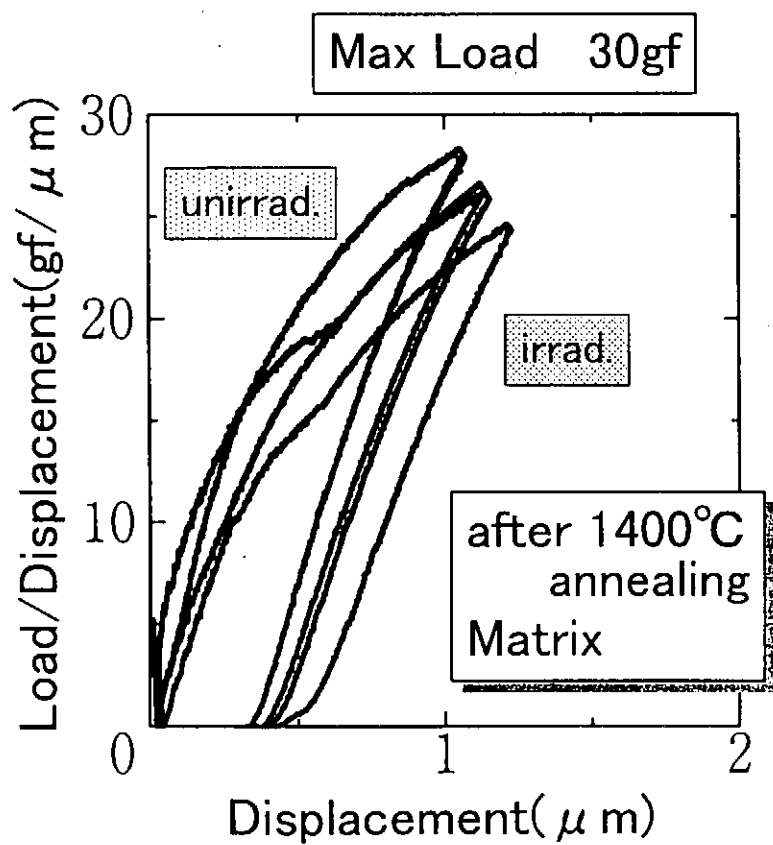
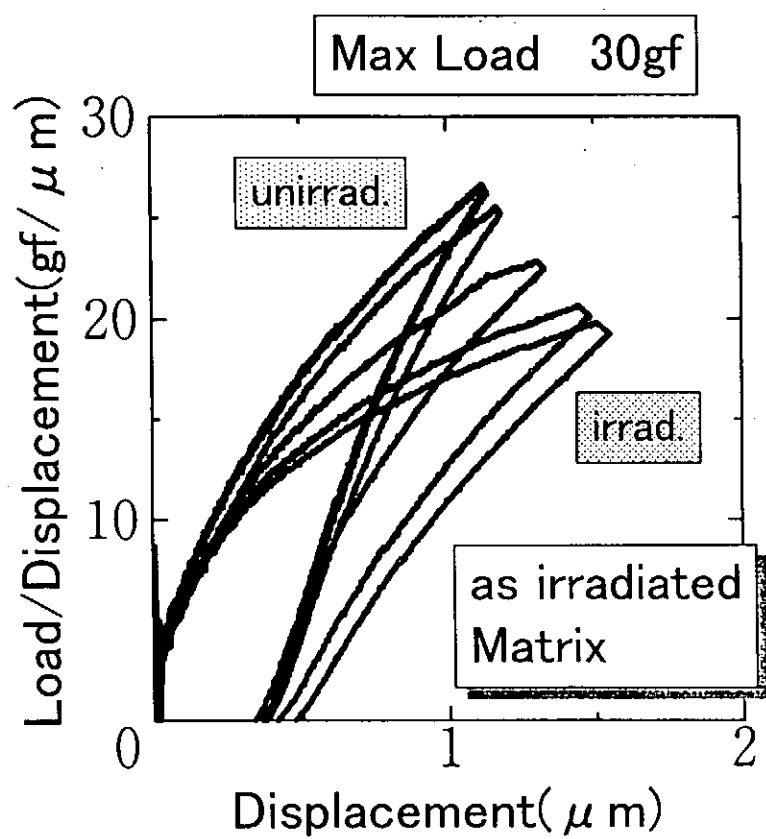


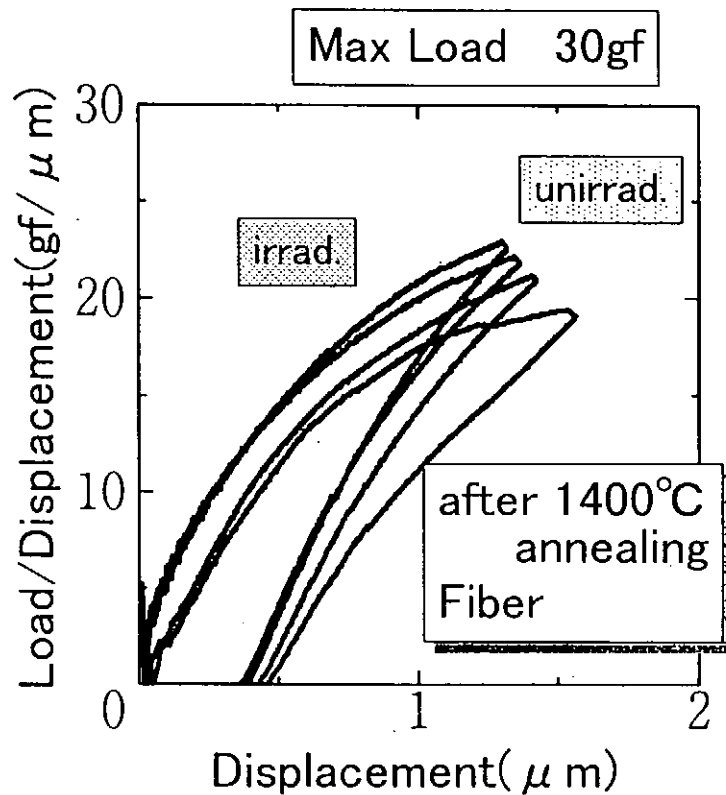
●大荷重を用いた場合の結果

- ・圧子がHe注入領域に達すると $L = A d + B d^2$ に乗らなくなっていく
- ・Bが小さくなっていく傾向がある

——>高濃度He注入により曲げ強度が減少しているのではないか



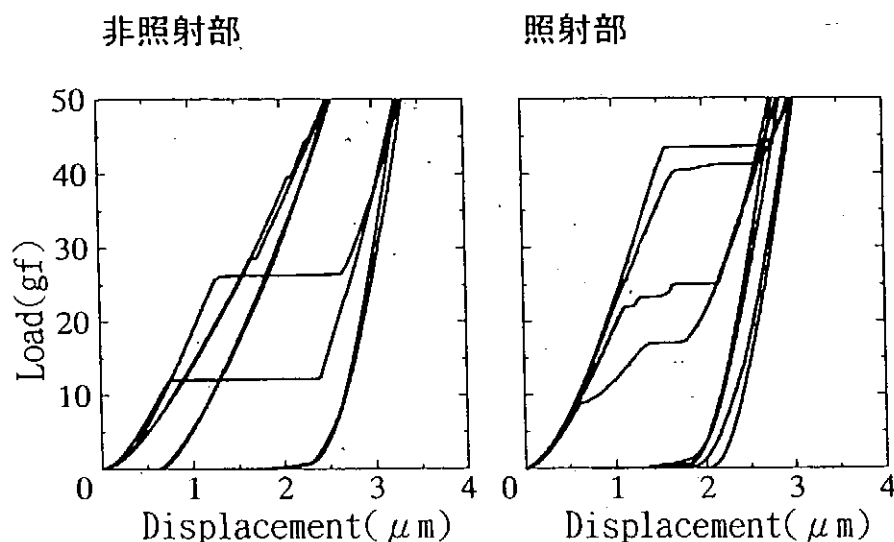




●繊維への押し込み試験の結果

- ・ 1400°C 1 時間焼鈍により Push-in 応力が低下する傾向が見られる
- ・ 今回の試験片では繊維上の被覆層とマトリックス間で界面が剥離している
- ・ 繊維が孤立しているが、集合しているかで界面強度が異なる可能性がある
このような場合では繊維相互の位置関係が重要
- ・ Push-in の荷重に厚さ依存性が見られない
荷重－変位曲線の変極点は圧子側表面近傍の剥離発生のみを示している

1400°C焼鈍試料 / 繊維を押し込んだ場合の荷重変位曲線



まとめ

超微小硬さによる SiCf/SiC 複合材料の力学的特性に及ぼす He の影響の評価法について検討した。

- ・ He 注入まま、および 1200°C 焼鈍では明確な変化は見られなかったが、1400°C 焼鈍では SiC 繊維の Push-out が起こりやすい傾向がみられた
- ・ Push-out による繊維／マトリックス界面の強度の評価には試験片の厚さ効果や材料の均一性、幾何学的配置等を検討する必要がある
- ・ He 注入 + 1400°C 焼鈍により、He イオン照射による SiC 繊維の微細組織が安定化した可能性が考えられる

●微小硬さ

- ・ 繊維とマトリックスを比べると、繊維の方が硬さが小さい傾向が見られた

繊維とマトリックスの微細構造（結晶粒など）の影響？

- ・ 繊維の硬さにおいては He 注入、He 注入後焼鈍による変化が小さい

- ・ 荷重依存性を見ると 1200℃焼鈍で硬さが大きくなる傾向が見られる

繊維の組織に何らかの変化が起きているのではないか

(超)微小押込み試験による炭素/銅 接合材の力学特性の評価

茨城大学工学部：車田 亮、奥 達雄、今村好男、川又清弘

1. 緒 言

本研究は、大型ヘリカル装置(LHD)のプラズマ対向機器について、総合的な耐熱衝撃性の評価を行い、プラズマ対向機器の開発及び安全設計に貢献することを目的とする。そのため、ダイバータ板への応用が期待される炭素系材料と無酸素銅との接合材について、電子ビーム加熱試験及びアーク放電熱衝撃試験を行った。また、それら試験の前・後において、詳細な(超)微小押込み試験及び組織観察により、接合部の力学特性の評価を行った。

2. 炭素系材料と無酸素銅との接合材

炭素系材料と無酸素銅との接合材(CX-2002U/Cu)は東洋炭素(株)により、レーヨン系C/C複合材(CX-2002U)のフェルト面が無酸素銅(Cu)に垂直になるように、銀ろう(BAg-3)により690~815℃において接合した材料である⁽¹⁾。この接合材は、C/C複合材と無酸素銅との大きな熱膨張の差を緩和し、良好な接合を得るために、両者間に銅箔、鋼箔、銅箔、モリブデン板、銅箔、鋼箔、銀箔が挿入されており、電子ビーム加熱試験により、その良好な接着及び均一な熱伝導性が確認された⁽¹⁾。

3. 実験方法

電子ビーム加熱試験は、角柱試験片(20×20×40mm)に対して、核融合科学研究所のActive Cooling Teststand (ACT)により、接合部温度が400℃, 500℃, 650℃, 700℃, 800℃に達するまでの加熱試験と650℃における11回の繰り返し加熱試験を行った。

アーク放電熱衝撃試験は、円板試験片(φ20×3.5mm)に対して、茨城大学の熱衝撃試験装置により、最大449MW/m²の熱負荷試験を行った。

微小押込み試験は、(株)島津製作所製のダイナミック超微小硬度計(DUH-201)により、試験荷重5g、負荷速度2.2mN/s、保持時間1s、測定間隔10μmの条件で、負荷及び除荷過程におけるダイヤモンド三角錐圧子の荷重と押し込み深さを連続的に測定した。

組織観察は、走査型電子顕微鏡(SEM)及びX線回折装置(XMA)により、加熱試験前及び後において行った。

4. 1. 電子ビーム加熱試験後の力学特性

微小押し込み試験における試験荷重と押し込み深さの比(L/d)と押し込み深さ(d)との関係曲線において、負荷過程の勾配をパラメータB、除荷過程の勾配をパラメータDとすると、パラメータBは硬さや強度と、パラメータDはヤング率と良い相関関係がある。

加熱試験前の接合材は、Moの熱影響層において、パラメータB及びDが急激に増大している。このMoの熱影響層内には、微量のFeが拡散しており、Fe₂Moの金属間化合物の存在が考えられる。また、Cu材のMoとの接合部近傍のパラメータDは、残留引張応力のた

め多少減少し、Mo板のCu及びCX-2002Uとの接合部近傍のパラメータDは残留圧縮及び引張応力のためそれぞれ多少増加及び減少している。電子ビーム加熱試験後のパラメータB及びDは、傾向的には加熱試験前の分布とほぼ同様であるが、それらの最大値が多少減少し、加熱による残留圧縮応力の緩和が考えられる。また、500℃以上の電子ビーム加熱試験後の接合材は、冷却過程に生じた引張及びせん断応力によりMoの熱影響層内及び境界に熱応力き裂及び剥離き裂を生じている。さらに、Cu材とMo板との結合層内には、Agの溶融によると考えられる空洞が観察された。

4. 2. アーク放電熱衝撃試験後の力学特性

アーク放電熱衝撃試験前の接合材は、傾向的には電子ビーム加熱試験前のパラメータB及びDの分布とほぼ同様であるが、それらの最大値が多少減少し、境界のみならず結合層内に高い部分が存在している。この理由の1つには、形状が異なるために製造時の熱処理の影響をより強く受け、金属間化合物の拡散及び残留応力の緩和が起こったと考えられる。アーク放電熱衝撃試験は、接合材が変形するほど非常に厳しい熱負荷を与えられた。そのため、加熱中心部(449MW /m²の熱負荷)及び外周近傍において、Mo板の内部にパラメータB及びDの高い部分が存在している。これは、高い熱負荷により金属間化合物がMo板の内部に拡散したためと考えられる。また、CX-2002U材と結合層の境界にもパラメータB及びDの高い部分が存在し、Fe₃Cの存在が考えられる。熱衝撃試験(449MW/m²)後の接合部の詳細な組織観察⁽²⁾によると、CX-2002U材とMo板との接合部において、加熱領域内にはMoの樹枝状結晶を含んだFeの層が、外周縁付近にはFeとMoの円柱状組織が観察された。これらの組織は、熱衝撃試験により、この領域の温度がMoの融点程度まで上昇し、かつ、厳しい温度勾配のある状態で急冷されたことを示す。これらの接合層内及びその境界には、冷却時に発生したと考えられる引張及びせん断熱応力による熱応力き裂及び剥離き裂が観察されたが、これらのき裂は試験片の外表面からは観察できなかった。また、Agの層又は粒子は、熱衝撃試験により、蒸発拡散又は溶融し、剥離き裂等を通して、試験片の外へ放出され検出できなかった。

以上の結果より、今後、接合方法の改善を含めて、さらに高性能のプラズマ対向機器の研究・開発が必要であると考えられる。

謝辞：本研究は核融合科学研究所、日本原子力研究所、University of Bath(UK)及び東洋炭素(株)のご協力を得て行われたものであり、関係の方々に心から感謝の意を表します。

参考文献：(1)T.Matsuda,T.Matsumoto,S.Miki,T.Sogabe,et al,SPIE's1992 Inter.Sym. on Optical Applied Sci.& Engng,High Heat Flux Engng[1739-12],SanDiego,USA, p.157. (2)A.Kurumada,B.McEnaney,T.Oku,K.Kawamata,et.al.,J.of Nuclear Materials (in press).

目 的： 大型ヘリカル装置(LHD)のプラズマ対向機器の開発及び安全設計

炭素/銅 接合材： 炭素/銅 接合材 (CX-2002U/Cu)

東洋炭素 (株) 製の銀ろう接合材⁽¹⁾

CX-2002U+Cu+Fe+Cu+Mo+Cu+Fe+Ag+Cu

実験方法： 電子ビーム加熱試験 (ACT)

角柱試験片 (20×20×40mm)

接合部温度 (400℃, 500℃, 650℃, 700℃, 800℃で1回
650℃で11サイクル)

アーク放電熱衝撃試験 (最大449MW/m²)

微小押込み試験

(株)島津製作所製のダイナミック超微小硬度計(DUH-201)

試験荷重5g, 負荷速度2.2mN/s, 保持時間1s, 測定間隔10μm

ダイヤモンド三角錐圧子

組織観察

走査型電子顕微鏡(SEM)

X線回折装置(XMA)

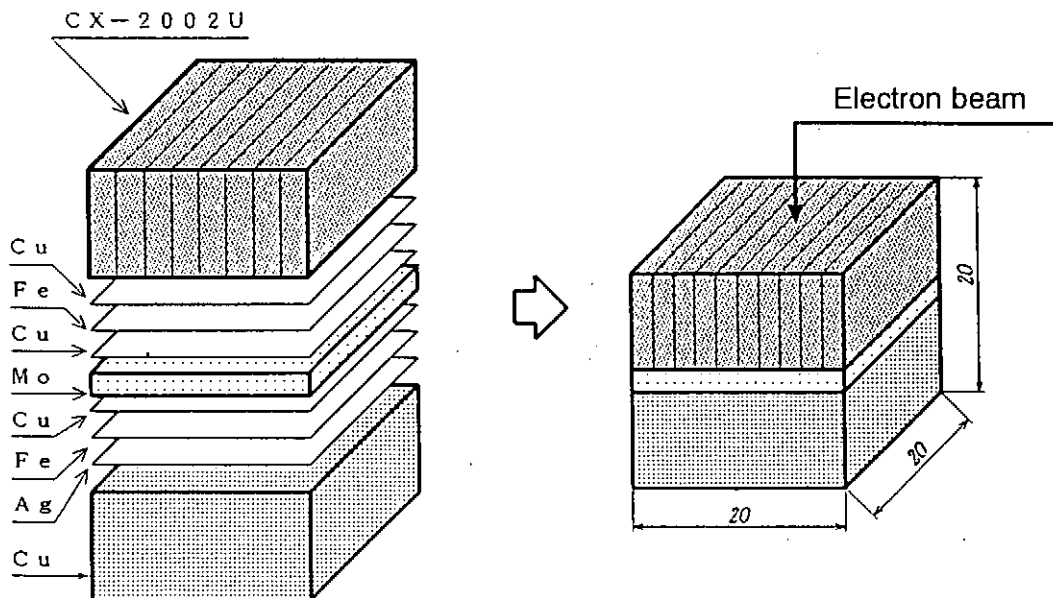


Fig. 供試材料

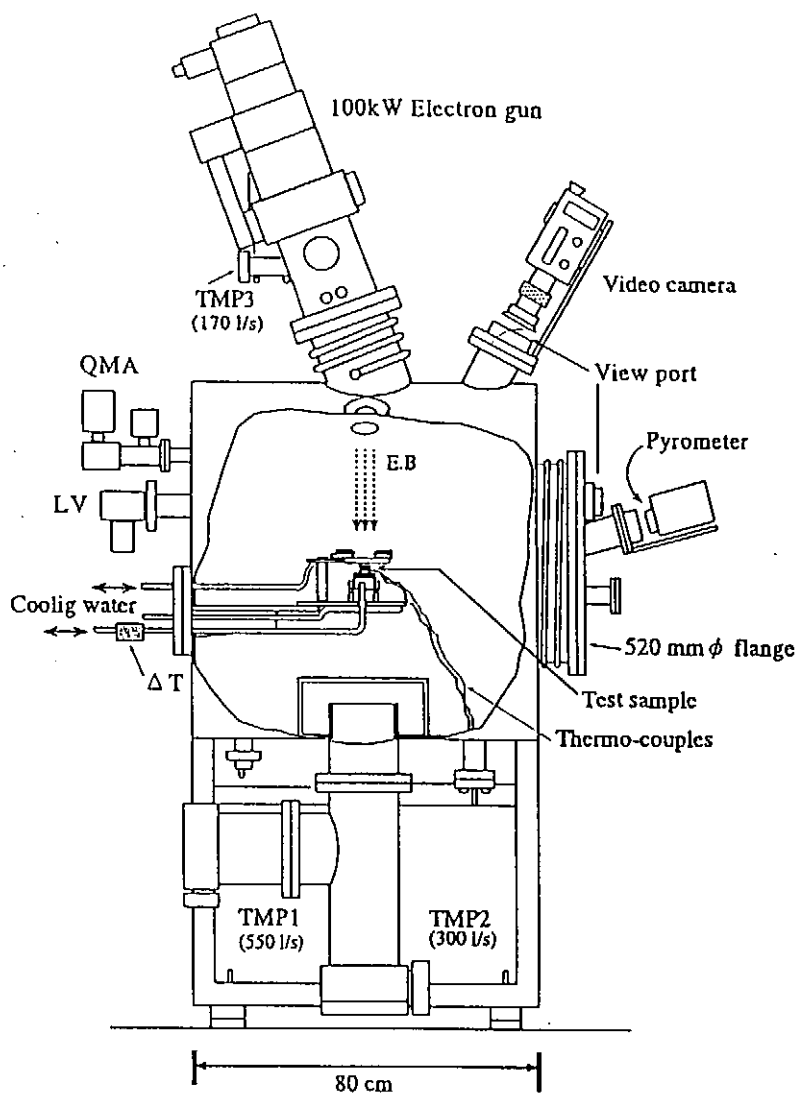


Fig. ACT.

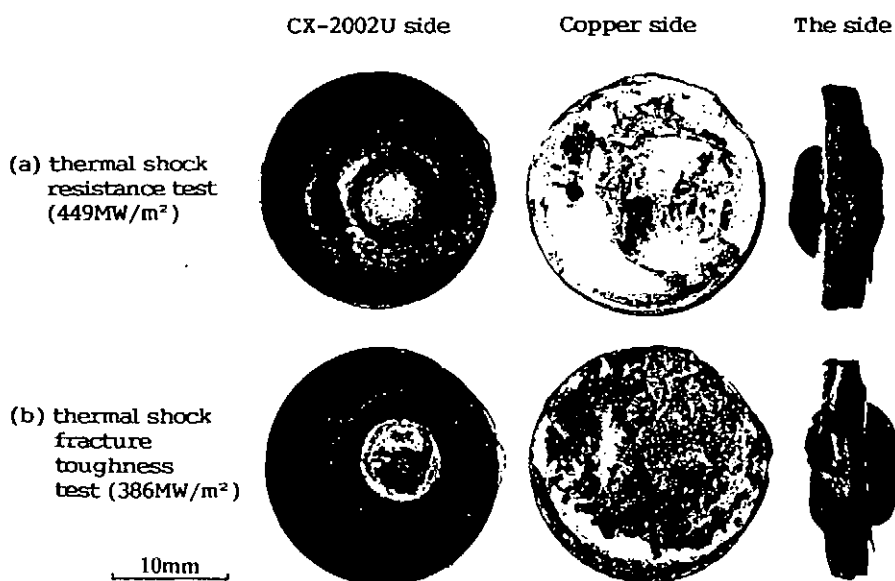


Photo. Typical appearances of CX-2002U/Cu after (a) thermal shock resistance and (b) thermal shock fracture toughness tests.

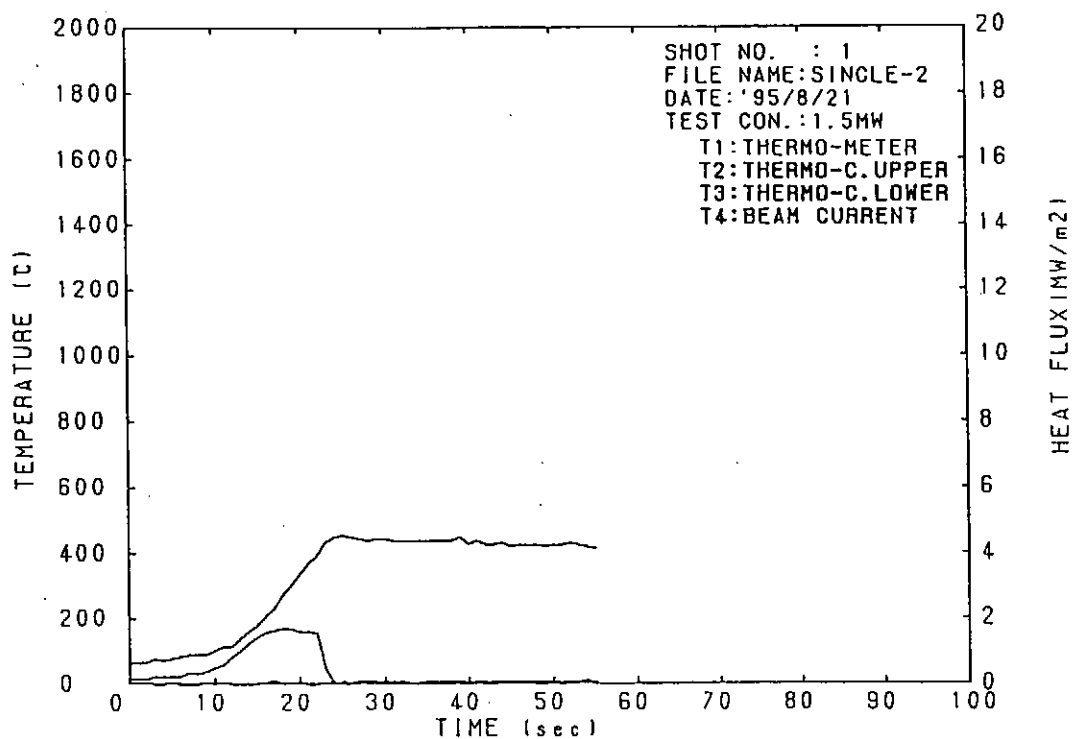


Fig. Heat flux and temperature in electron beam heating.

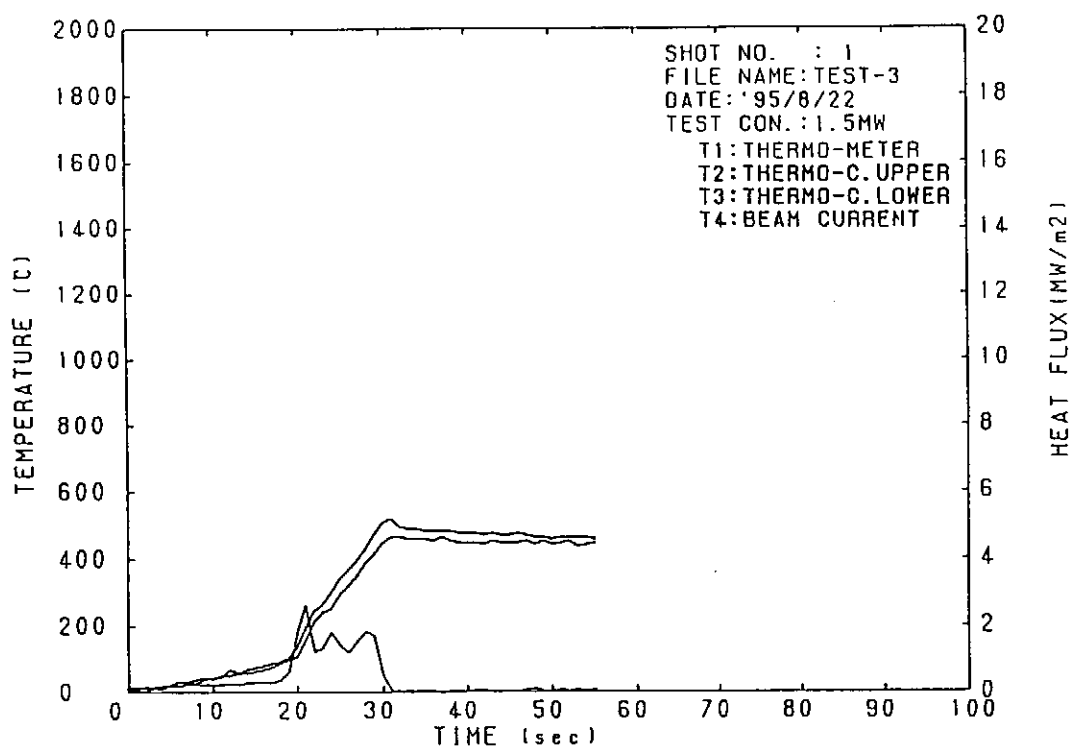


Fig. Heat flux and temperature in electron beam heating.

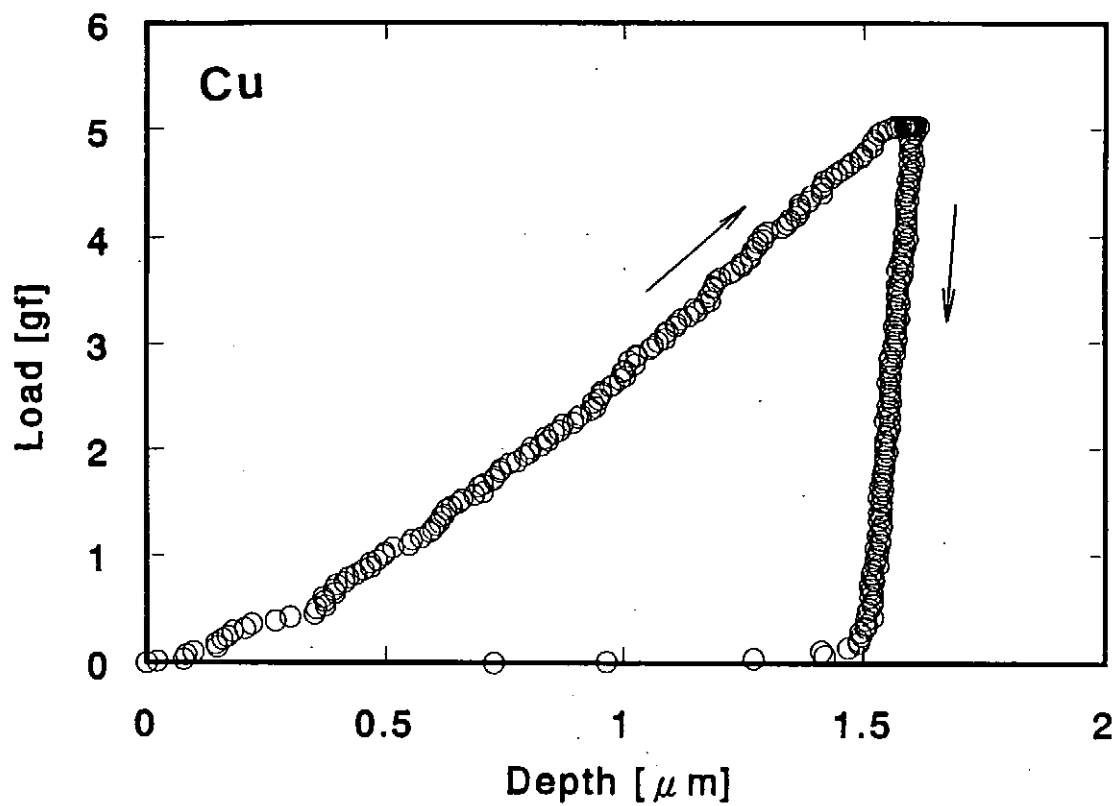


Fig. 荷重－押し込み深さ曲線

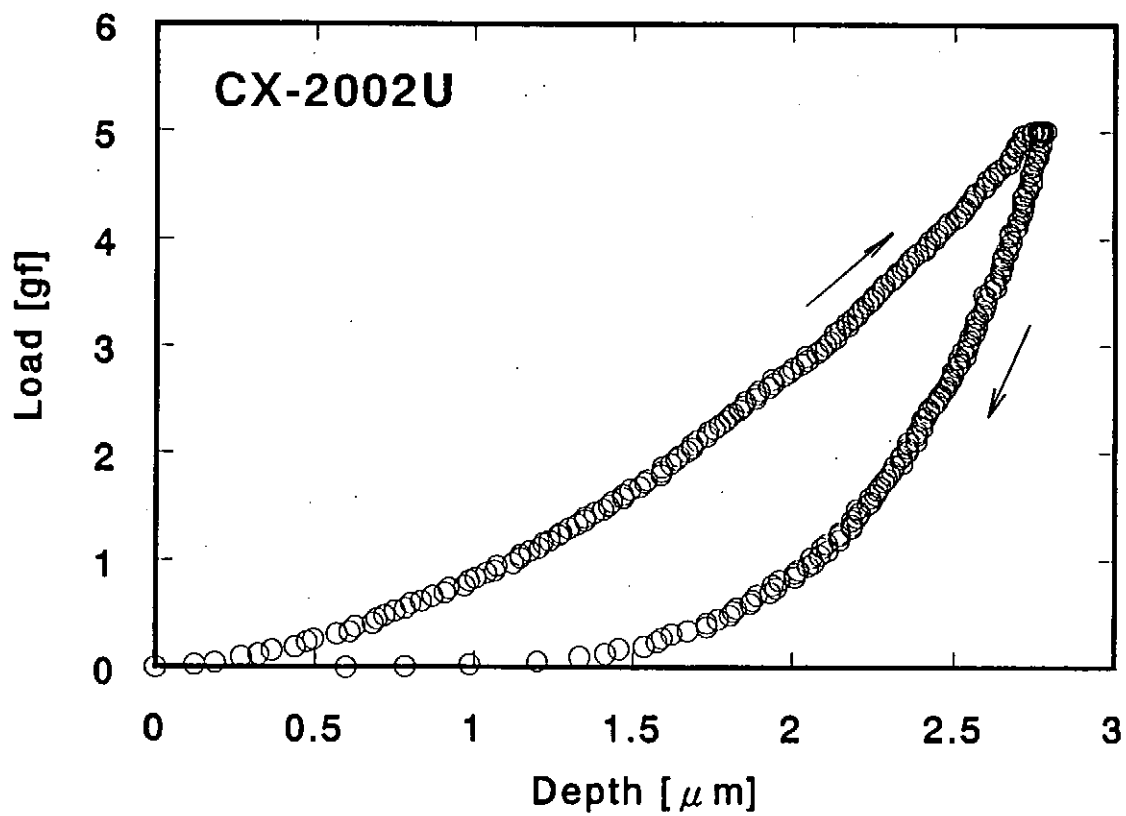


Fig. 荷重－押し込み深さ曲線

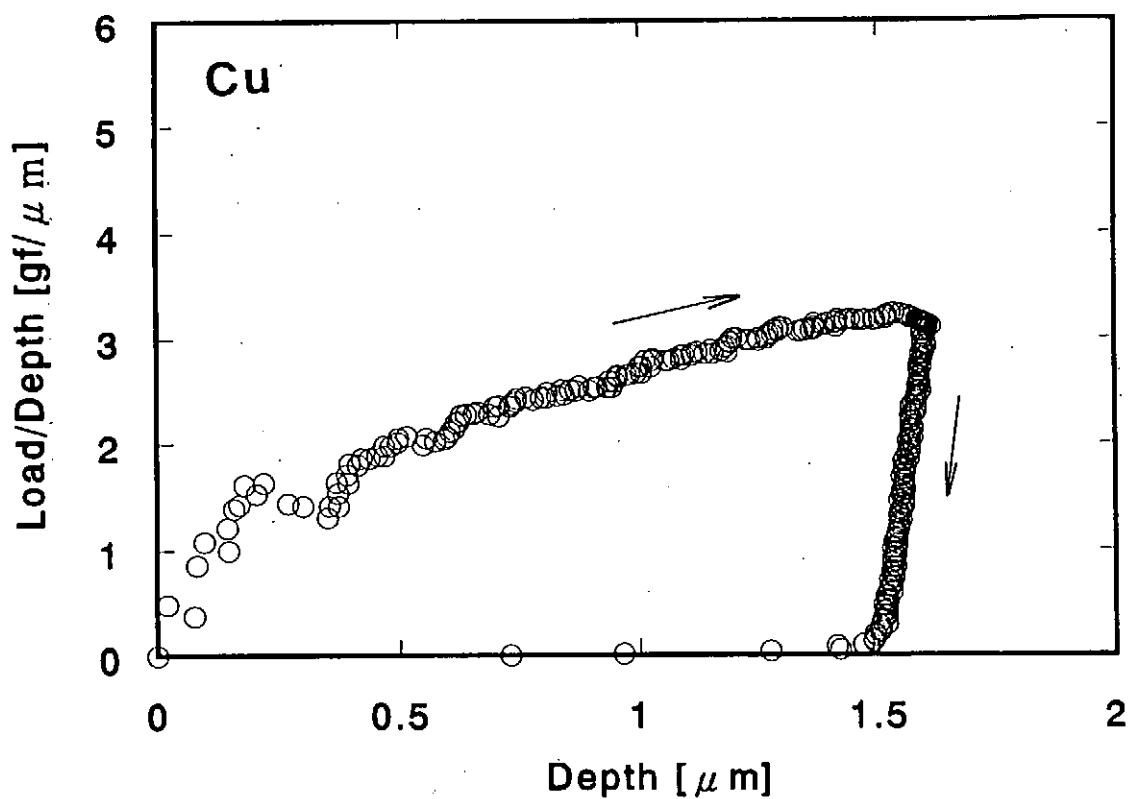


Fig. 荷重／押し込み深さ－押し込み深さ曲線

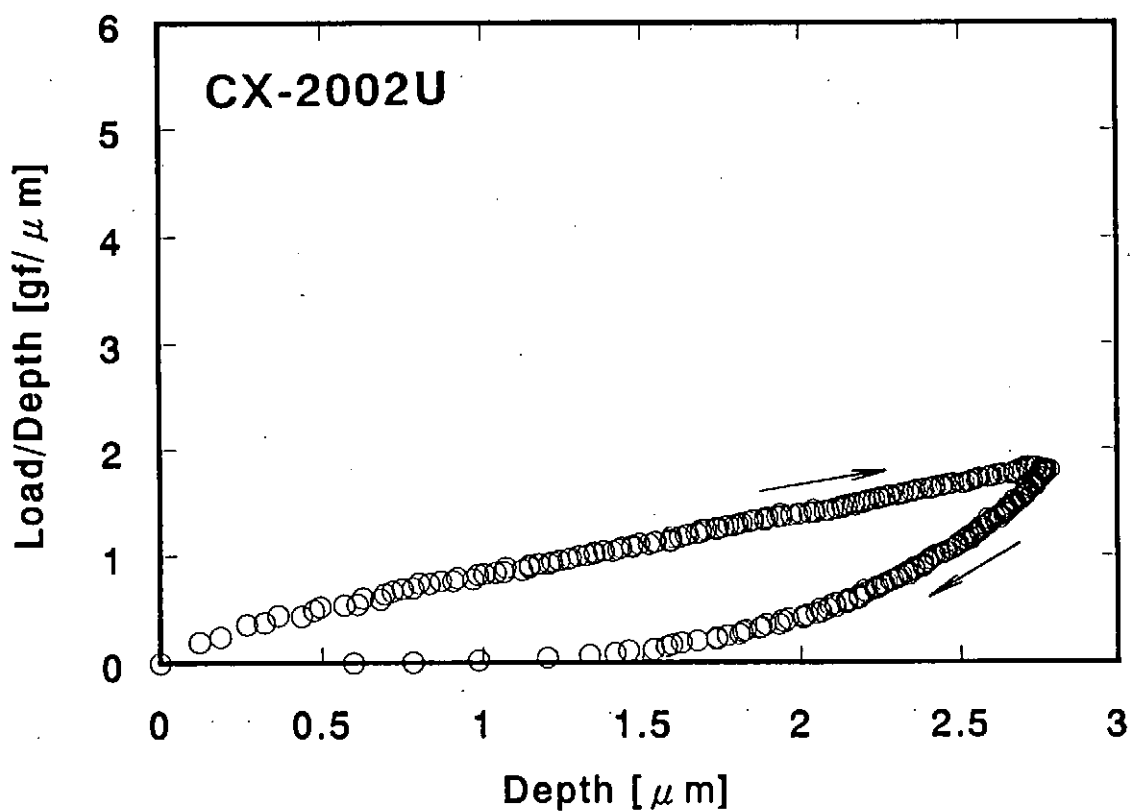


Fig. 荷重／押し込み深さ－押し込み深さ曲線

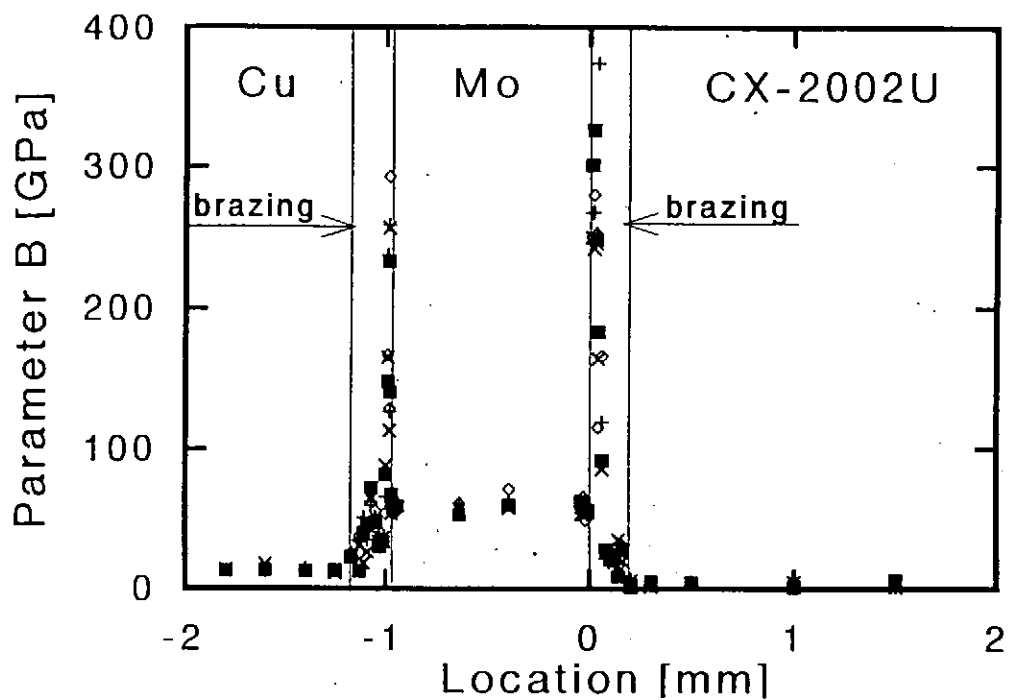


Fig. Distribution of the parameter B of CX-2002U/Cu before an electron beam heating.

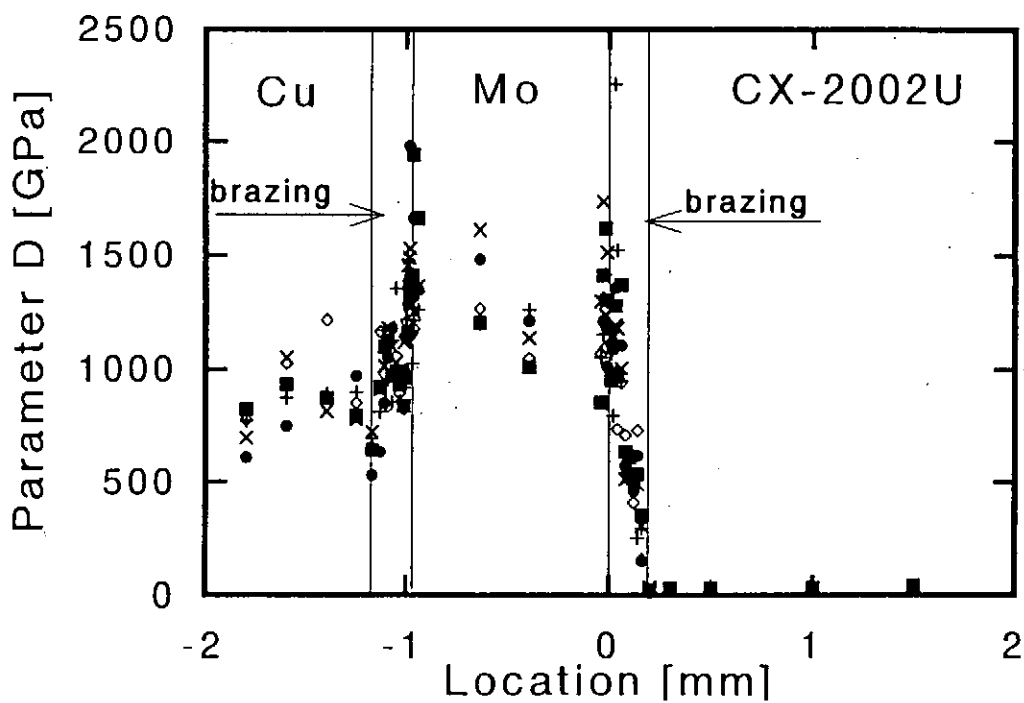


Fig. Distribution of the parameter D of CX-2002U/Cu before an electron beam heating.

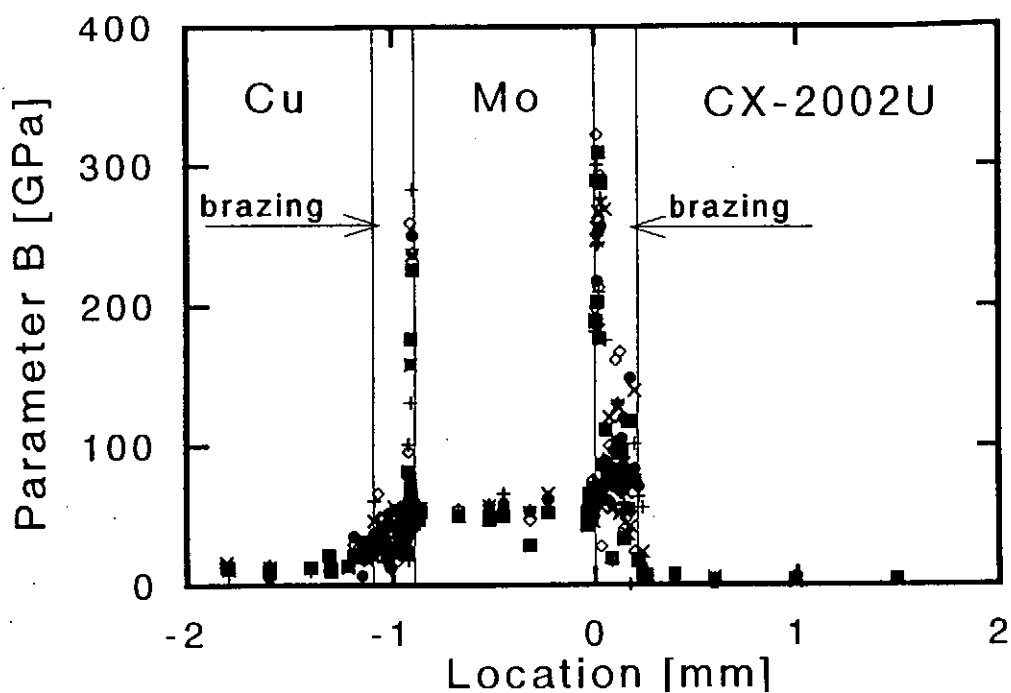


Fig. Distribution of the parameter B of CX-2002U/Cu after an electron beam heating up to 400°C.

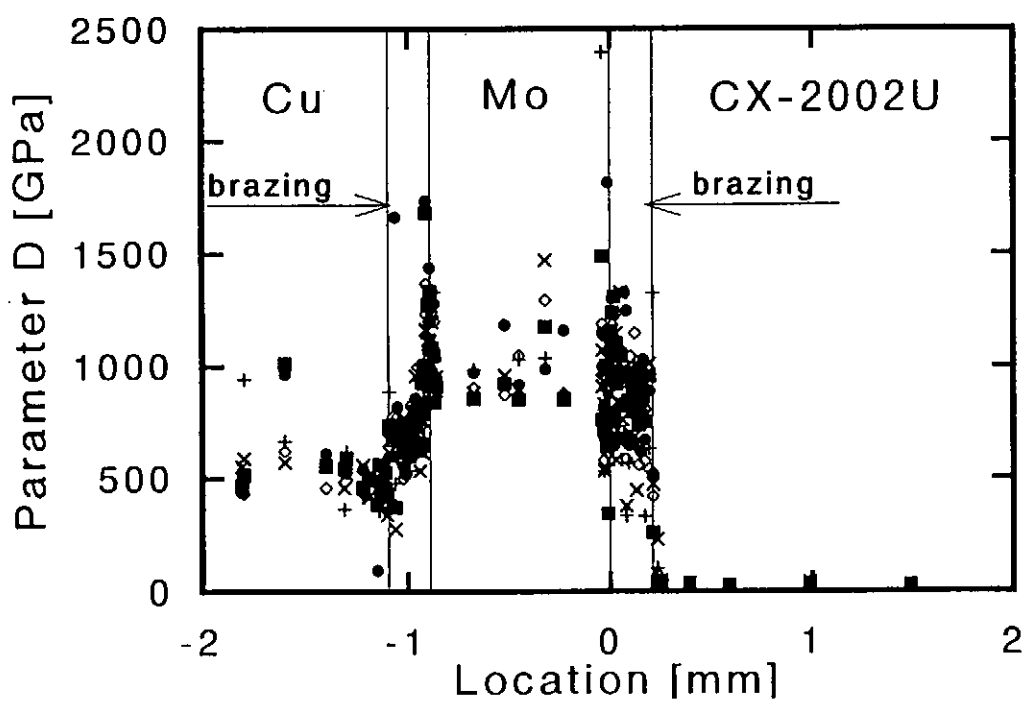


Fig. Distribution of the parameter D of CX-2002U/Cu after an electron beam heating up to 400°C.

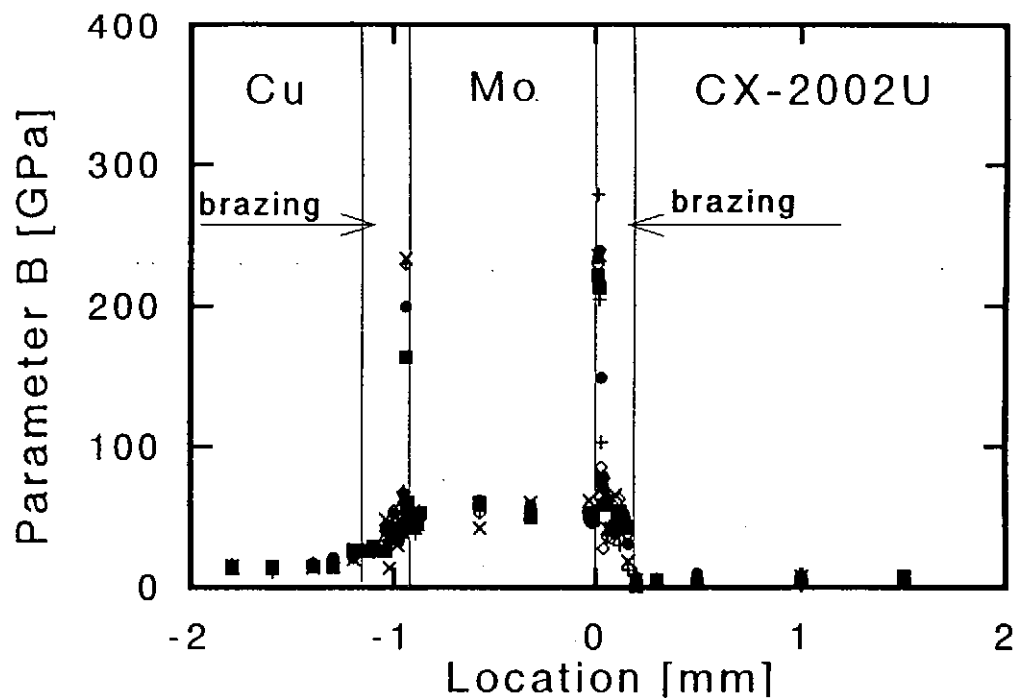


Fig. Distribution of the parameter B of CX-2002U/Cu after an electron beam heating up to 650°C.

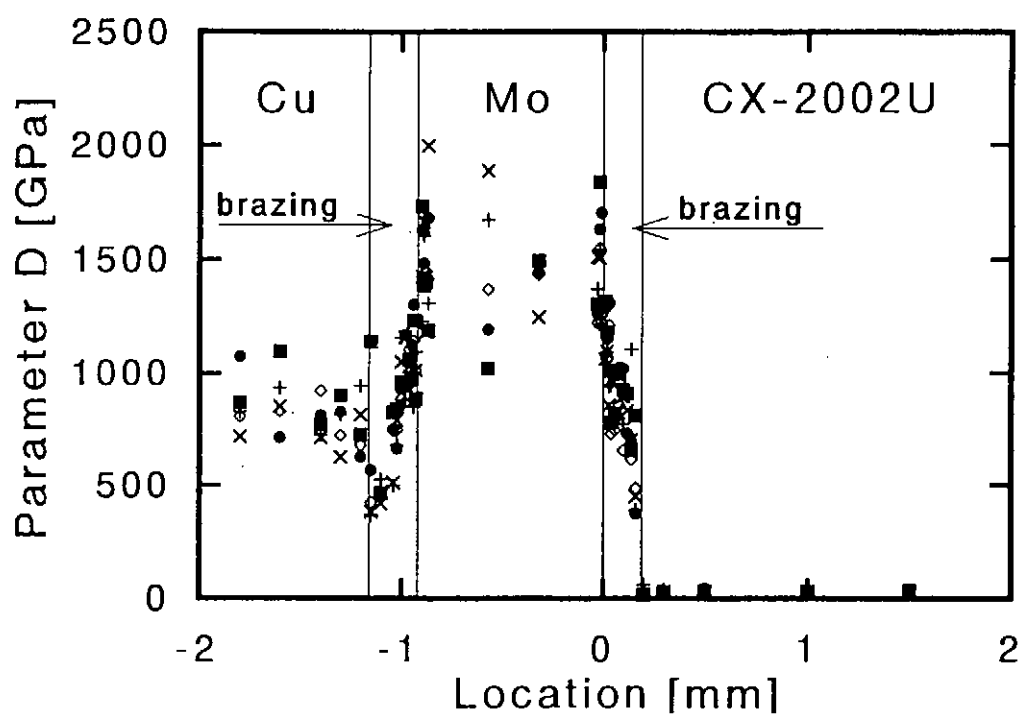


Fig. Distribution of the parameter D of CX-2002U/Cu after an electron beam heating up to 650°C.

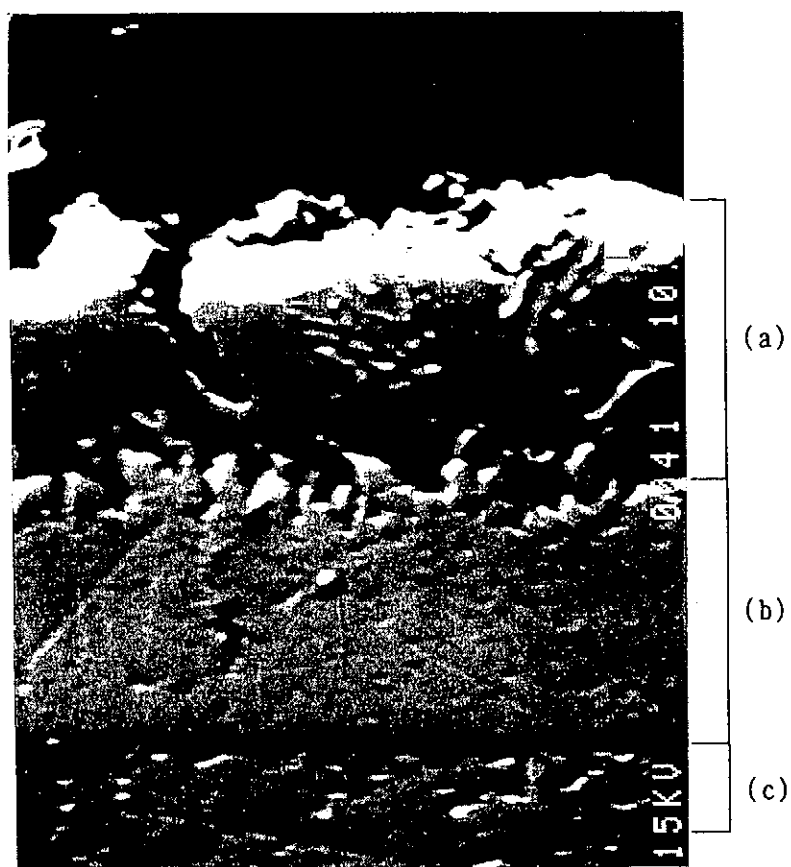


Photo. CX-2002U / Mo 接合部近傍の二次電子像

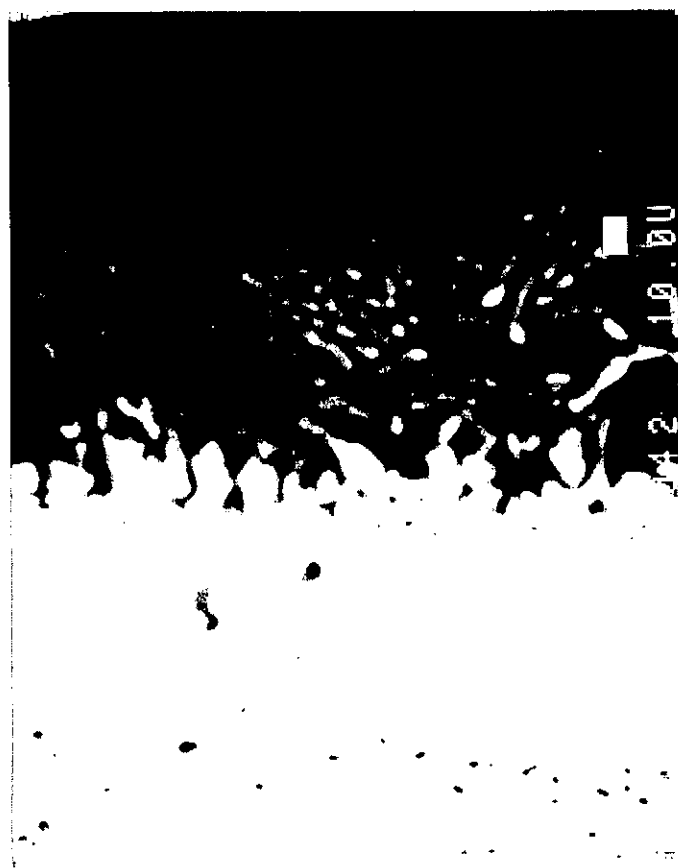
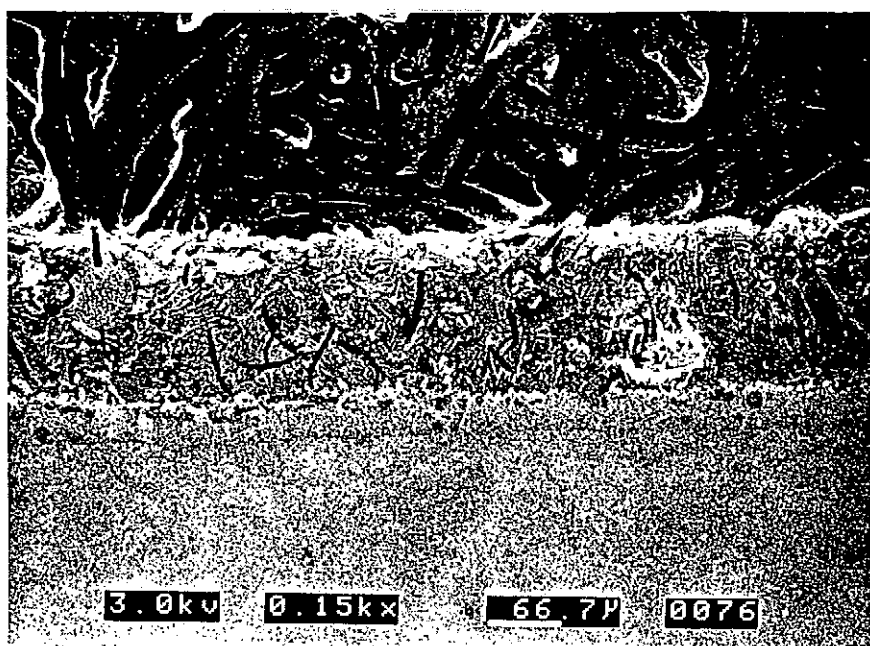


Photo. CX-2002U / Mo 接合部近傍の組成像



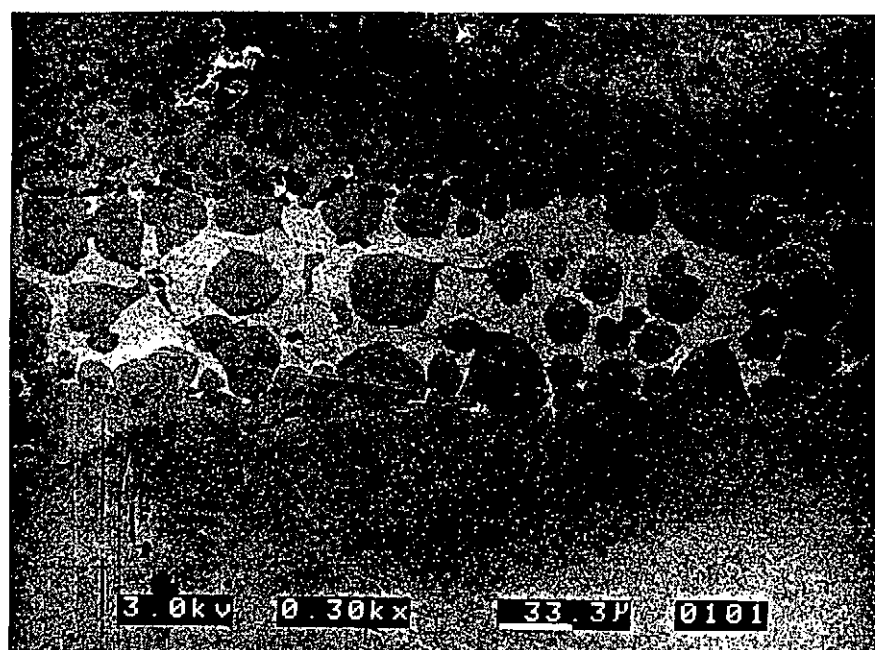
CX - 2002U

ろう材層

Mo - Fe 層

Mo

CX - 2002U と Mo 接合部



Cu - Fe 混合層

Cu - Ag 混合層

Cu

Cu と Mo 接合部

接合部近傍の SEM 像
(400 °C まで電子ビーム加熱)

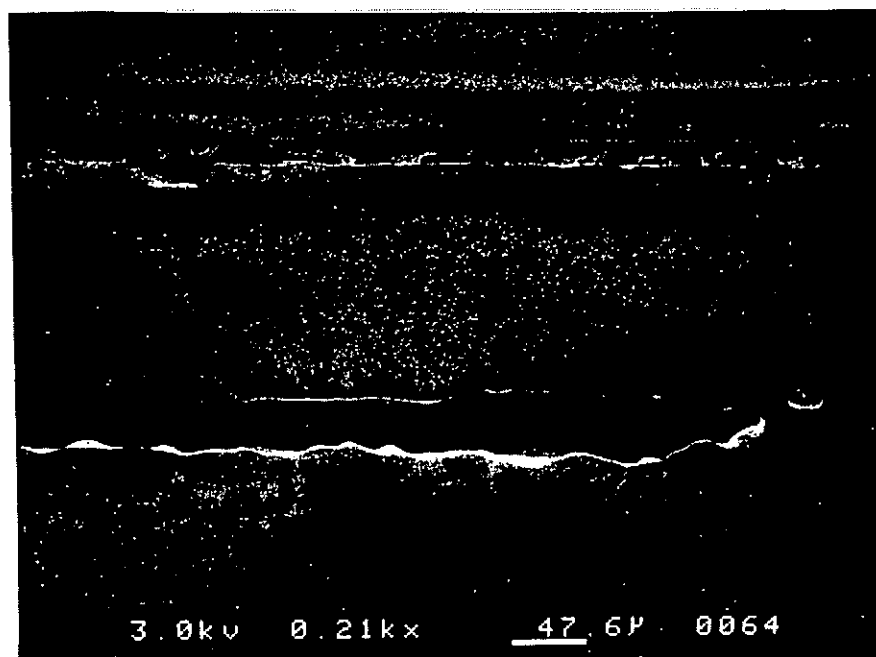


CX - 2002U

ろう材層

Mo - Fe 層

CX - 2002U と Mo 接合部



Mo

Cu - Fe 混合層

Cu - Ag 混合層

Cu

Cu と Mo 接合部

接合部近傍の SEM 像
(650 °C まで電子ビーム加熱)

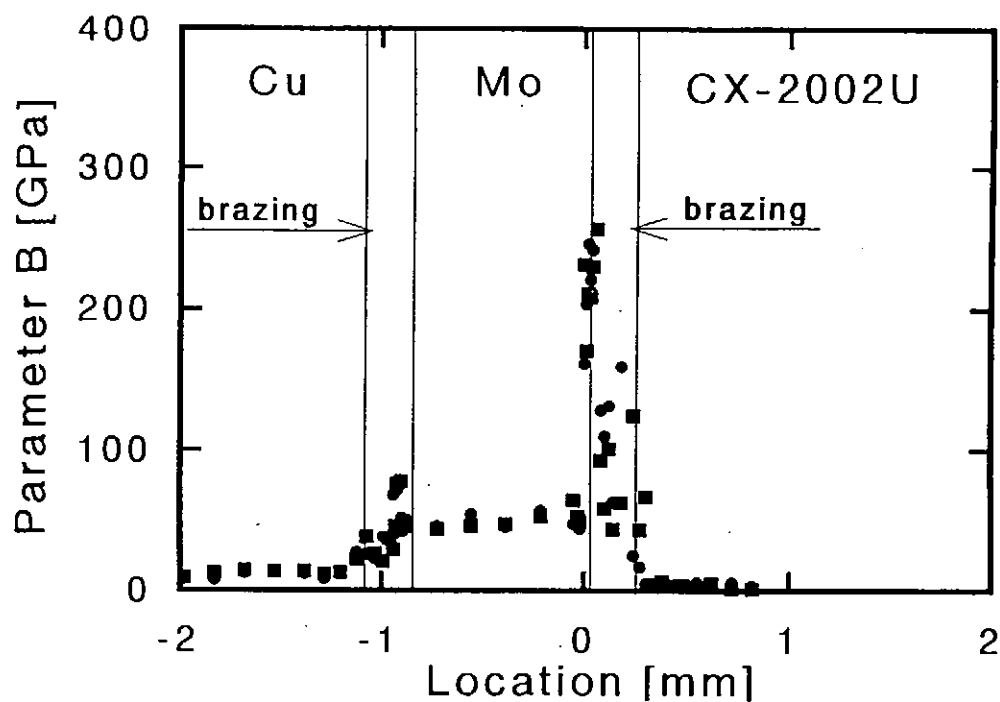


Fig. Distribution of the parameter B of CX-2002U/Cu before the thermal shock test by arc discharge heating.

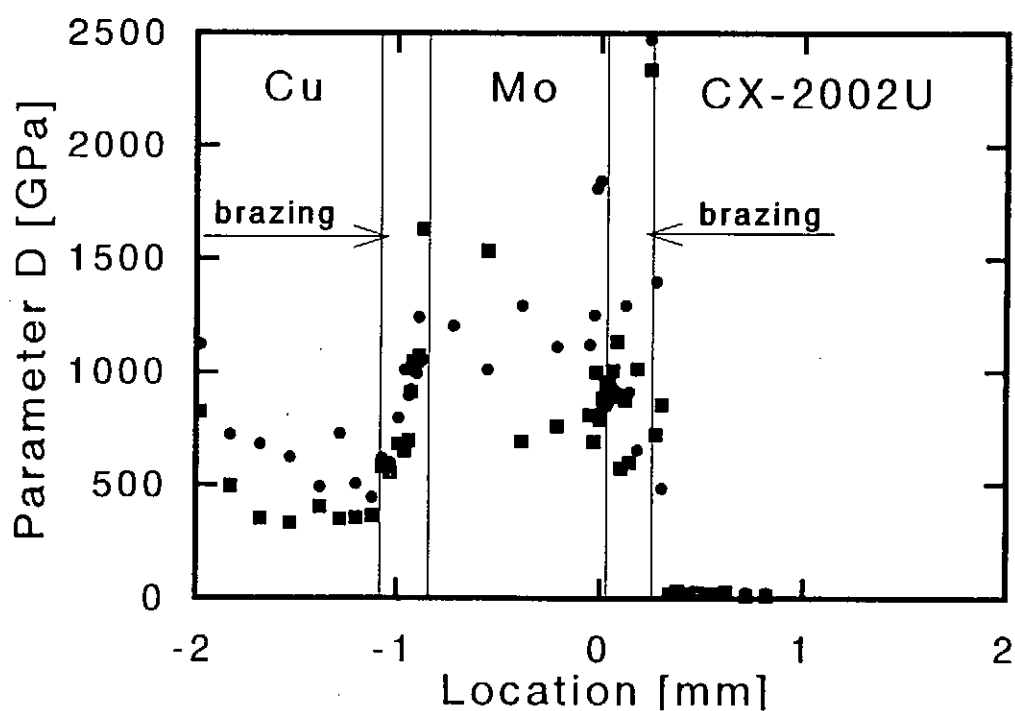


Fig. Distribution of the parameter D of CX-2002U/Cu before the thermal shock test by arc discharge heating.

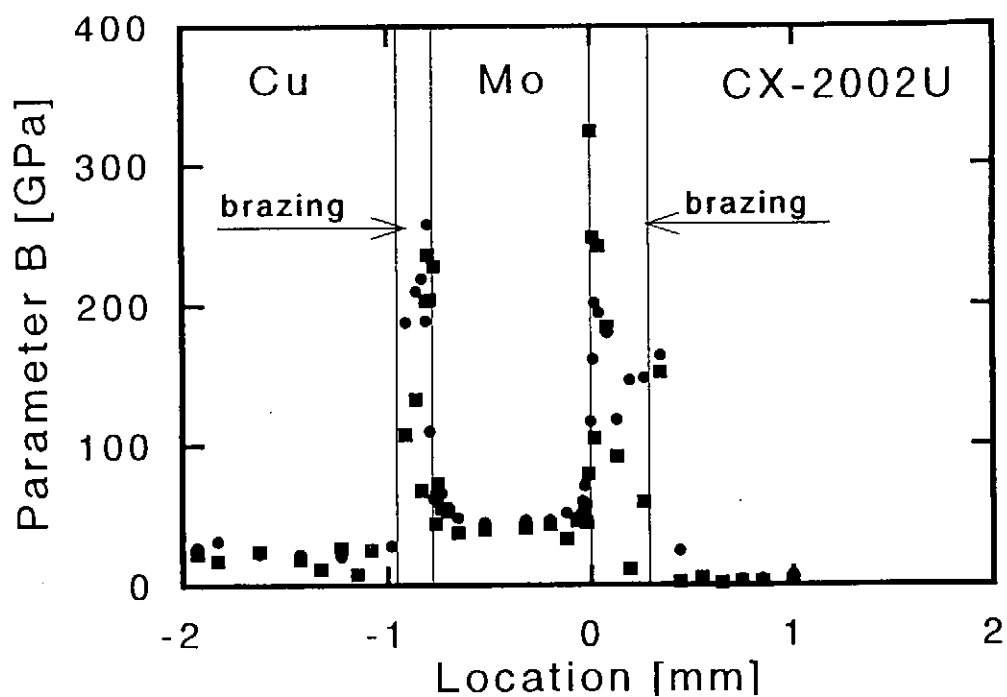


Fig. Distribution of the parameter B inside the area of arc discharge heating for CX-2002U/Cu after the thermal shock test.

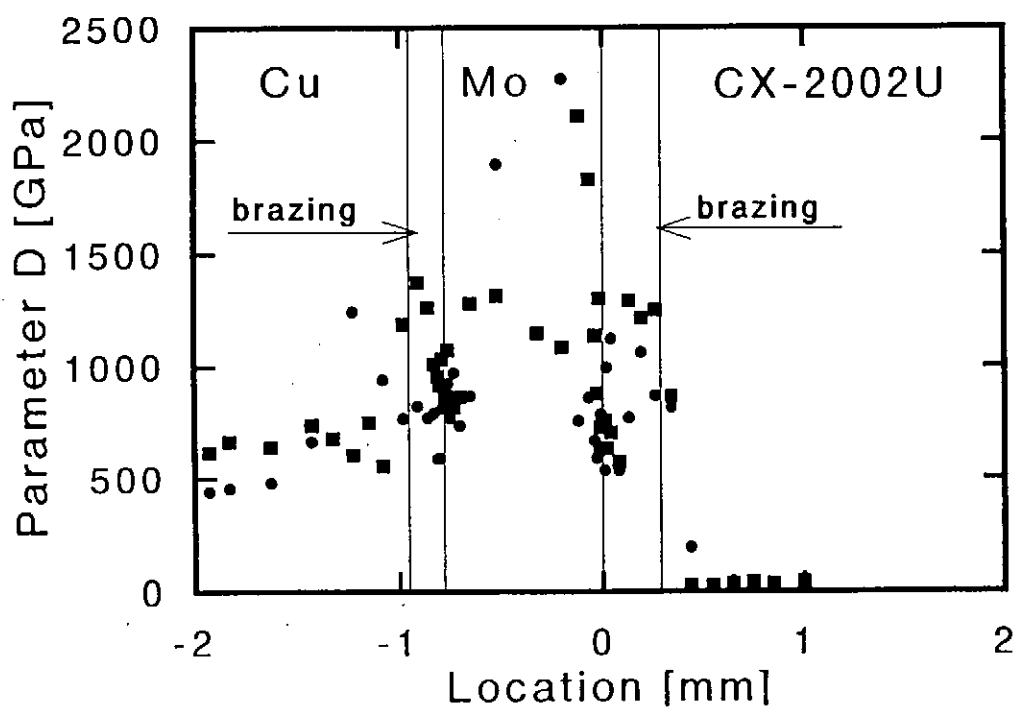


Fig. Distribution of the parameter D inside the area of arc discharge heating for CX-2002U/Cu after the thermal shock test.

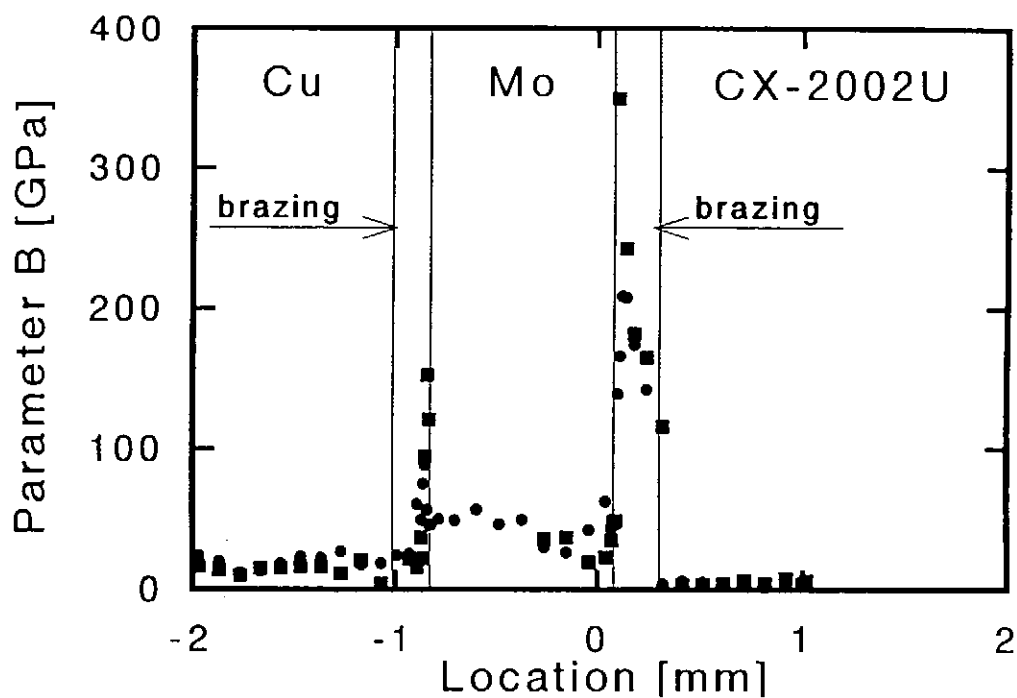


Fig. Distribution of the parameter B at an area near the outside edge for CX-2002U/Cu after the thermal shock test.

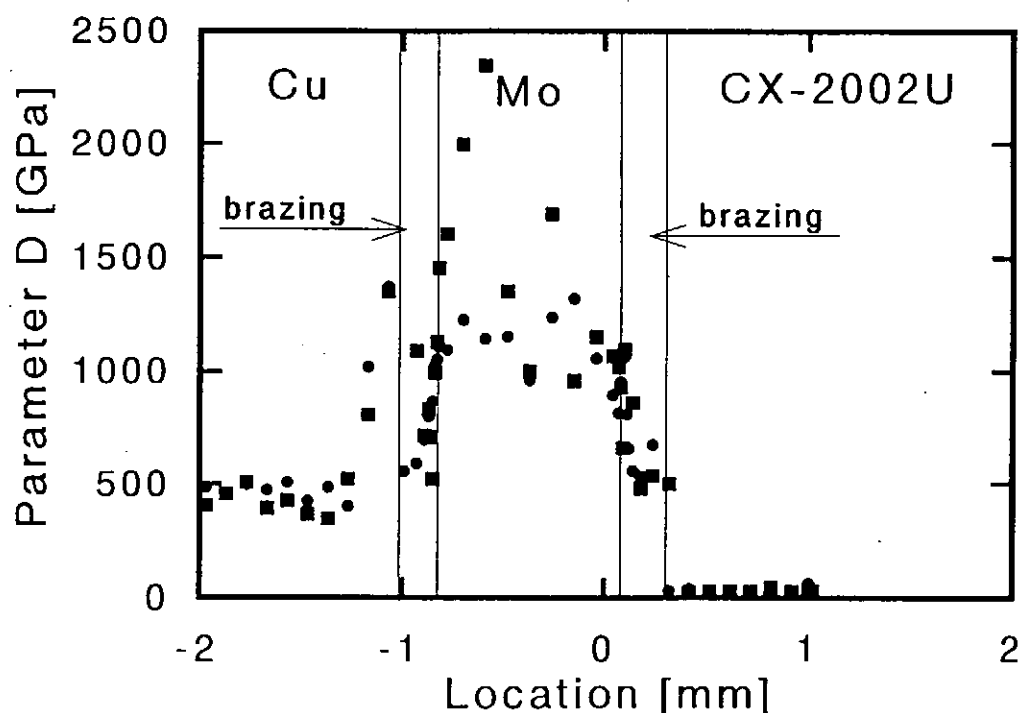
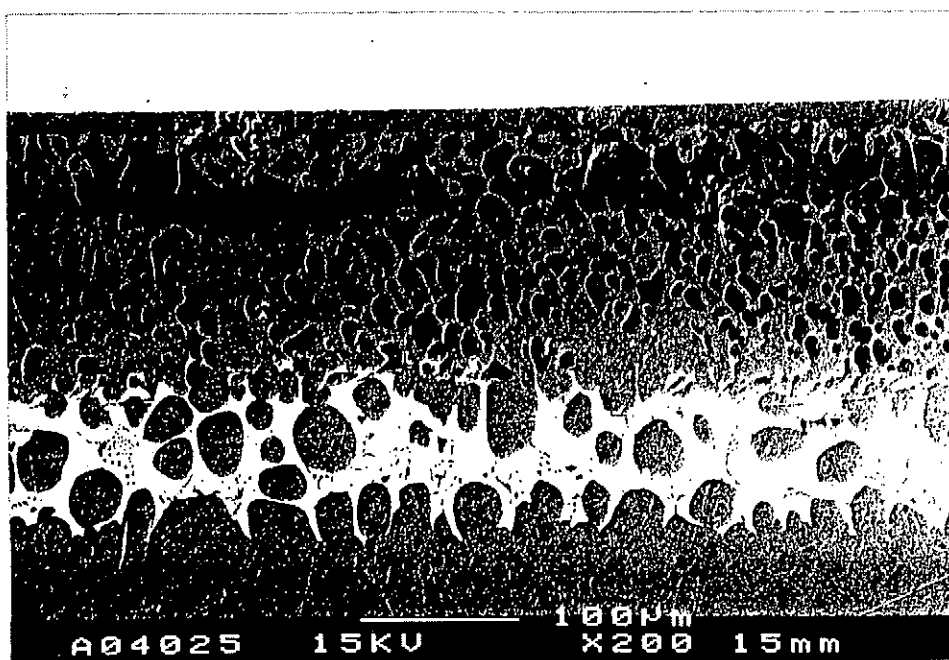


Fig. Distribution of the parameter D at an area near the outside edge for CX-2002U/Cu after the thermal shock test.

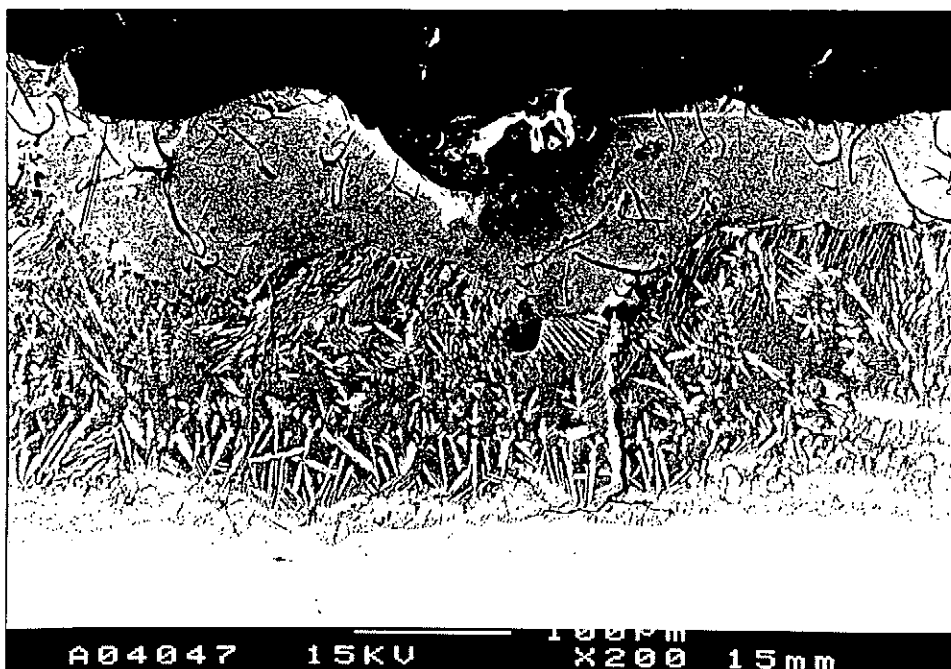


(a) bonding layer between C/C composite and molybdenum plate

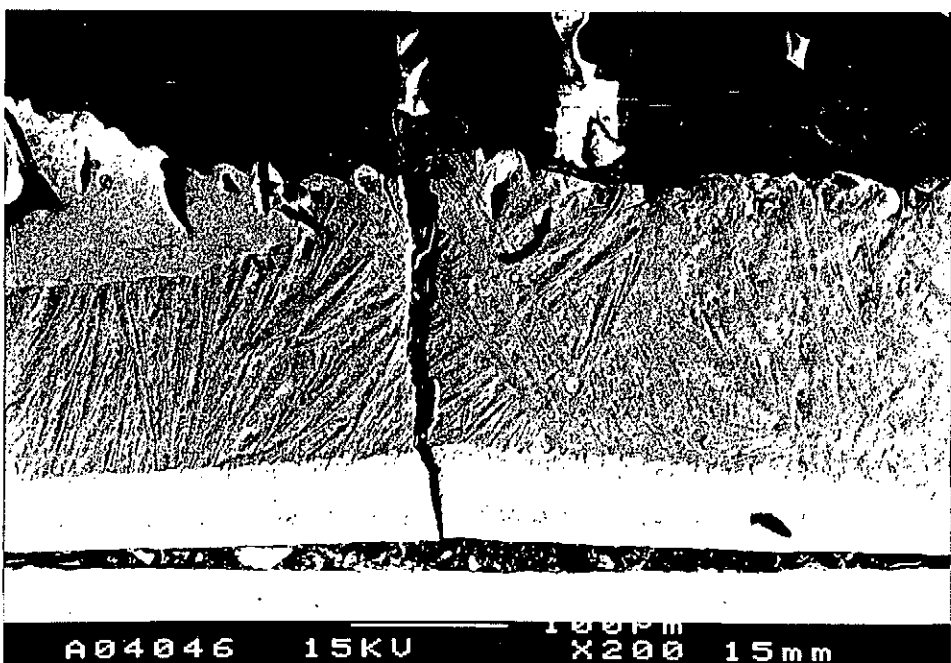


(b) bonding layer between molybdenum plate and copper material

Photo. Magnified pictures of bonding layers of CX-2002U/Cu before thermal shock test.

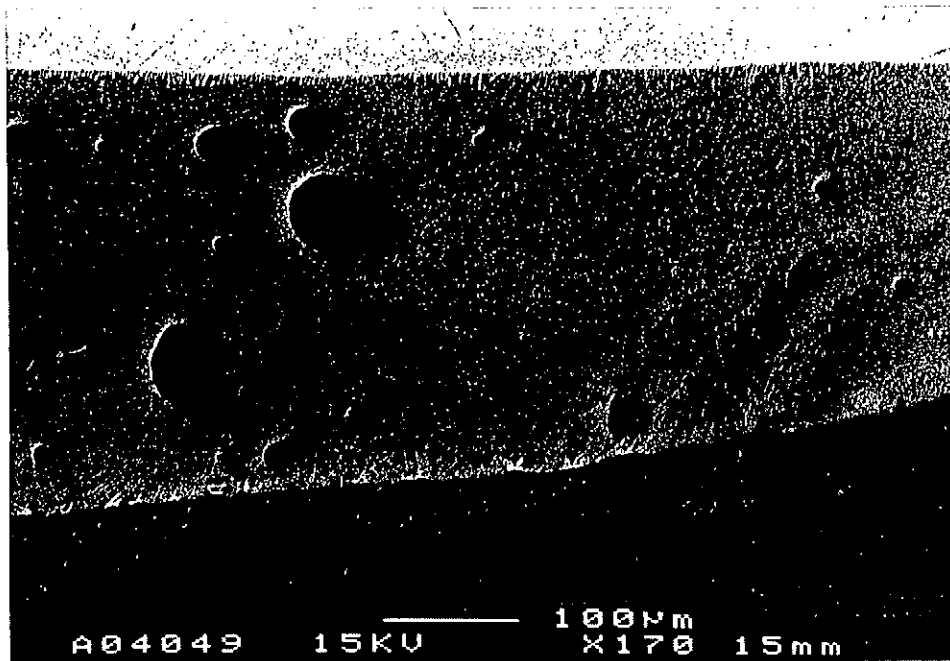


(a) inside the area of arc discharge heating

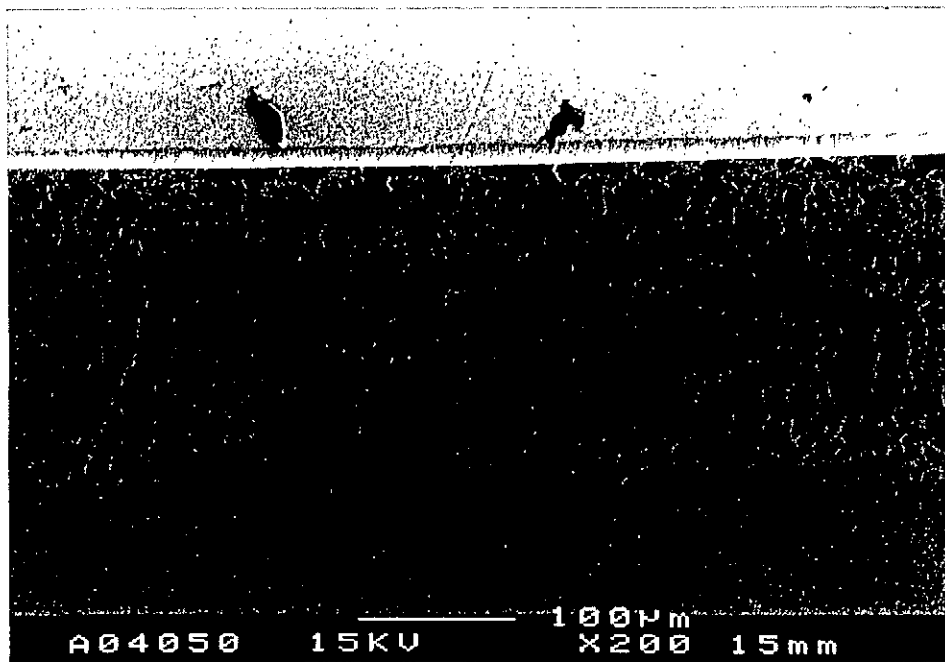


(b) an area near the outside edge

Photo. Magnified pictures of bonding layers between C/C composite and molybdenum plate after thermal shock test.



(a) inside the area of arc discharge heating



(b) an area near the outside edge

Photo. Magnified pictures of bonding layers between molybdenum plate and copper material after thermal shock test.

電子ビーム加熱試験後の力学特性

加熱試験前の接合材：

Moの熱影響層内でパラメータB及びDが急増（ Fe_2Mo の金属間化合物）

残留圧縮及び引張応力によりパラメータDが変化

電子ビーム加熱試験後：

パラメータB及びDの最大値の減少（残留圧縮応力の緩和）

500℃以上の加熱試験後では熱応力き裂及び剥離き裂が観察

Agの溶融による空洞

アーク放電熱衝撃試験後の力学特性

アーク放電熱衝撃試験前：

製造時の熱処理の影響をより、金属間化合物の拡散及び残留応力の緩和

アーク放電熱衝撃試験後：

接合材の変形

金属間化合物のMo内部への拡散

Fe_3C の存在

Moの樹枝状結晶（加熱領域内）

FeとMoの円柱状組織（外周付近）

熱応力き裂及び剥離き裂（外観からは確認不可）

Agの蒸発拡散又は溶融により、試験片外へ放出

以上の結果より、今後、接合方法の改善を含めて、さらに高性能のプラズマ対向機器の研究・開発が必要であると考えられる。

謝辞：本研究は核融合科学研究所、日本原子力研究所、University of Bath(UK)及び東洋炭素(株)のご協力を得て行われたものであり、関係の方々に心から感謝の意を表します。

【緒言】

核融合炉第一壁は 14MeV 中性子のほか、keV 領域のヘリウムなどによる照射にさらされ、表面近傍層の硬化や脆化が予想される。そこで本研究では照射エネルギーが比較的低く、損傷領域が表面近傍層に限定される条件での照射硬化の評価法を確立するとともに、重イオン照射とヘリウムイオン照射における違いを明らかにすることを目的とした。

【実験方法】

試料として純度 99.95% の多結晶 Mo を 3.0mm ϕ に加工後、鏡面に仕上げ、十分焼鈍したものを用いた。照射は九大応力研のタンデム加速器(HVEE 製)により 0.75MeV $\sim$ 3.0MeV の Cu^{2+} の照射を行い、また制御イオン注入装置により 8keV の He^+ の照射を行った。これらの試料に対して三角圧子を用いて、照射面からの押し込み試験を行い、負荷荷重と圧子の押し込み量を連続的に測定することにより、損傷領域の硬度評価を行った。

【実験結果】

Fig. 1 に非照射試料及び 2.4MeV の Cu^{2+} を $2.0 \times 10^{19} \text{ ions/m}^2$ 照射した試料、それぞれの荷重-変位(L-D)曲線を示す。非照射試料ではL-D曲線は二次曲線となるが、照射された試料では、圧子が損傷ピークの約 1/2 まで押し込まれたところで、瞬間的に急激な押し込み現象("SFD")が観察された。次に照射エネルギーを変化させ、"SFD"が生じた押し込み深さと、TRIM 計算による損傷の深さ分布との関係を示したものをFig. 2 に示す。これによると、"SFD"が生じた押し込み深さと損傷領域の深さはほぼ一次の関係になっており、ハードコーティング材でみられる"Pop-in"と呼ばれる現象⁽¹⁾に類似している。

Fig. 3 はFig. 1 の照射材のL-D曲線をL/D-Dの関係にプロットしたものであり、その形状は非照射材では直線になり、その傾きがビッカース硬さと比例するとされている⁽²⁾。そこで本手法では、照射材において"Pop-in"が生ずるまでは直線で比較的良好な近似ができることに注目し、その直線が損傷領域の平均的な硬度を代表しているものと見なすことによる、2層近似により硬度評価を行う。この手法に基づき Cu^{2+} 照射材及びヘリウム照射材の硬度評価を行ったものをFig. 4 に示す。これを見ると、この両者の違いは 10dpa を超えると顕著に現れ始め、 Cu^{2+} 照射では硬度上昇率は 2 倍程度で飽和値に達するが、ヘリウム照射では、今回の最高の照射量において飽和傾向を見せず、4 倍近くまでの硬化が認められた。組織観察との比較によりヘリウムバブルがこのような大きな硬化をもたらしたものと考えられる。また Cu^{2+} とヘリウムを照射した後、1173K で 1h 焼鈍したそれぞれの試料に対して、焼鈍前と焼鈍後の硬度測定を行った。この焼鈍条件はモリブデンにおいて転位組織が熱回復する条件であると考えられているが、 Cu^{2+} 照射したものでは硬度上昇率は 0 になり完全に熱回復しているが、ヘリウム照射したものでは幾分回復するものの、かなりの残留硬化が認められた。これはヘリウムバブルが依然として試料内に存在していることによる影響だと、昇温脱離実験による結果から推測される⁽³⁾。

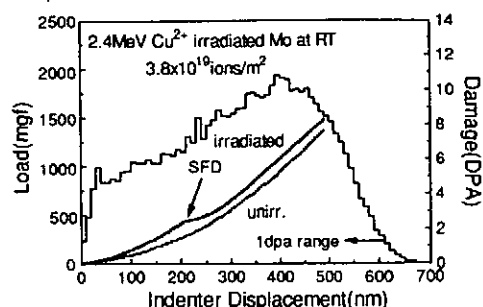


Fig. 1 L-D 曲線

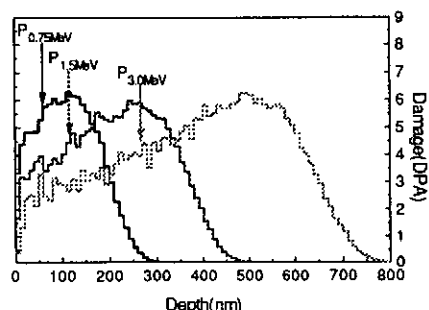


Fig. 2 損傷の深さ分布と SFD が発生した押し込み深さ

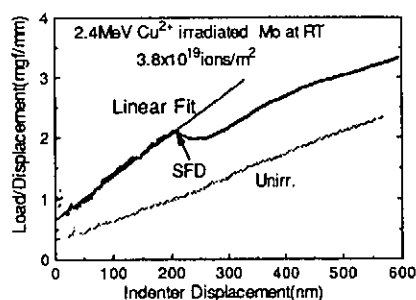


Fig. 3 L/D-D 曲線

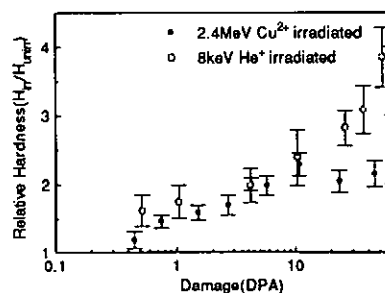


Fig. 4 重イオン照射及びヘリウム照射における照射硬化の照射量依存性

(1) A. J. Whitehead et al, Thin Solid Films, 220(1992), 277

(2) M. Inamura et al, 生産研究, 42-5(1990), 287

(3) D. J. Reed, Radiation Effects, vol. 31(1977), 129

背 景

Kyushu Univ.

核融合炉第一壁は14MeV中性子照射のほか、炉心プラズマによる熱や、主にkeV領域の水素同位体、ヘリウムによる照射にさらされ、その機械的特性の評価が重要である

↓

低エネルギー照射領域におけるデータは少ない

- ▶ 損傷領域は表面層に限定される
- ▶ 欠陥生成量に対する注入イオン量が多い（ヘリウム照射など）

↓

最近、微小領域における機械的特性評価法としての超微小押し込み試験による硬度評価が注目されている

Yoshida Lab.

目 的

Kyushu Univ.

- 照射エネルギーが比較的低く、損傷領域が表面近傍に限定される条件での照射硬化の評価法を確立する
- ↓
- 核融合炉候補材のモリブデンに対して以下の照射実験を行い照射硬化について調べる
 - ▶ MeV領域重イオン照射
 - ▶ keV領域ヘリウム照射

Yoshida Lab.

高Zプラズマ対向材料(モリブデンなど)の特性

Kyushu Univ.

高Z材料はプラズマ対向材料としての経験が少なく、プラズマと材料との相互作用に関する基礎データが不足している

長所 高融点であり、使用温度を高くできる
軽イオンによるスパッタリングのしきい値が高い
エロージョン速度が小さい
トリチウムインベントリーが小さい
中性子照射に対して熱伝導率の低下が少ない

短所 プラズマ混入時の放射損失が著しく大きい
bcc金属のため結晶粒界が特に脆い

Yoshida Lab.

実験方法(1)

Kyushu Univ.

試料

純度99.95%のニラコ社製焼結Mo → 3.0mm φに加工 → 鏡面仕上げ → 焼鈍

重イオン照射

ヘリウム照射

照射設備

・九大応力研 タンデム加速器

・制御イオン注入装置

照射条件

・イオン種:	Cu ²⁺	He ⁺
・照射温度:	RT	RT
・照射エネルギー	0.75MeV~3.0MeV	8keV
・Flux:	1x10 ¹⁶ ions/m ² s	1x10 ¹⁸ ions/m ² s
・Fluence:	1.0x10 ¹⁸ ~1.5x10 ²⁰ ions/m ²	5.0x10 ¹⁹ ~1.0x10 ²² ions/m ²

Yoshida Lab.

実験方法(2)

Kyushu Univ.

超微小押し込み試験器

島津ダイナミック超微小硬度計DUH-50

使用圧子: 稜角 115° の三角錐圧子(Berkovich indenter)

圧子先端曲率: 100nm以下

圧子負荷速度: 1.2×10^{-2} gf/s

変位分解能: 10nm

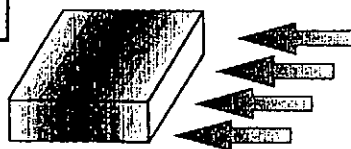
データ取り込み: 圧子の負荷荷重(L)と押し込み深さ(D)の量を連続的に取り込む。除荷過程の測定は不可能

Yoshida Lab.

損傷レンジと圧子押し込みの方向

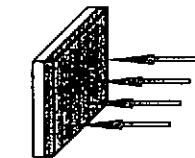
Kyushu Univ.

イオン照射



損傷領域大

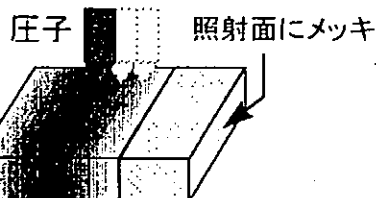
高エネルギーイオン



損傷領域小

低エネルギーイオン

押し込み試験



a) クロスセクション法

本手法



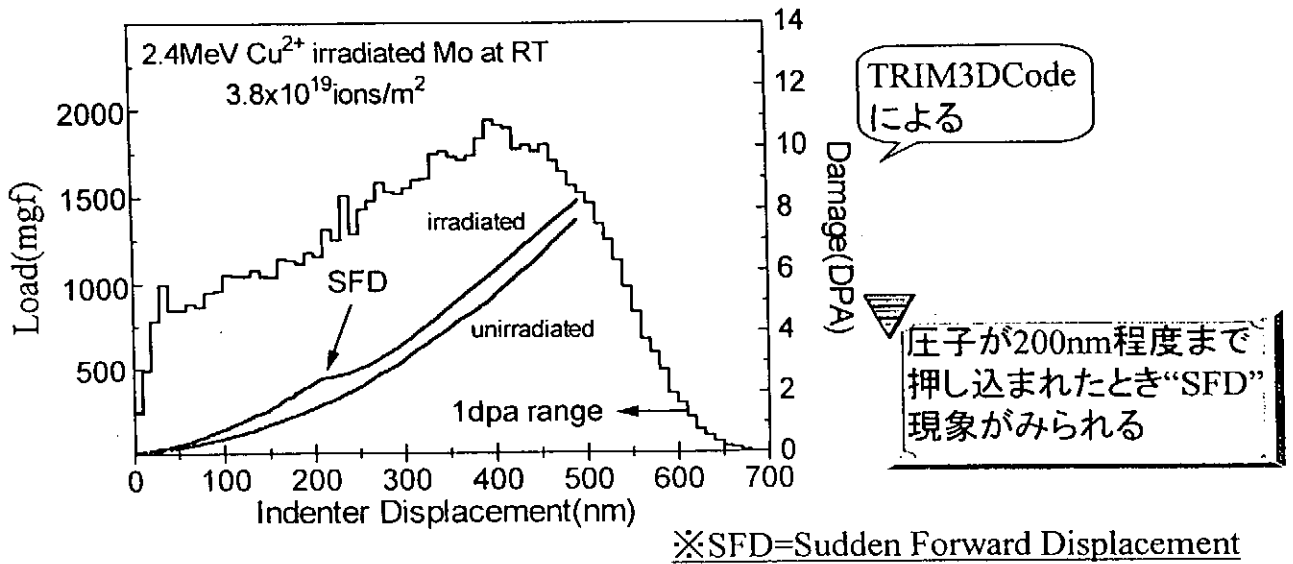
b) 照射面からの押し込み

Yoshida Lab.

重イオン照射試料における超微小押し込み試験

Kyushu Univ.

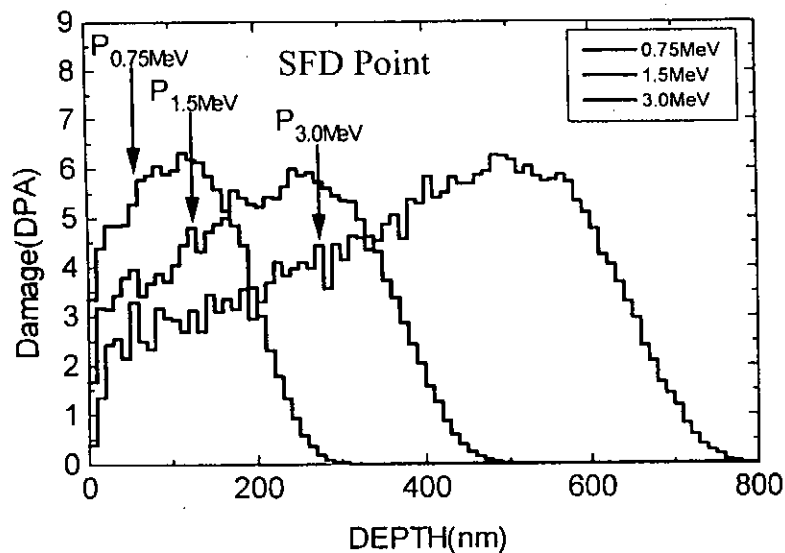
L-D曲線



Yoshida Lab.

TRIM計算による損傷の深さ分布と “SFD”が発生した押し込み深さとの関係

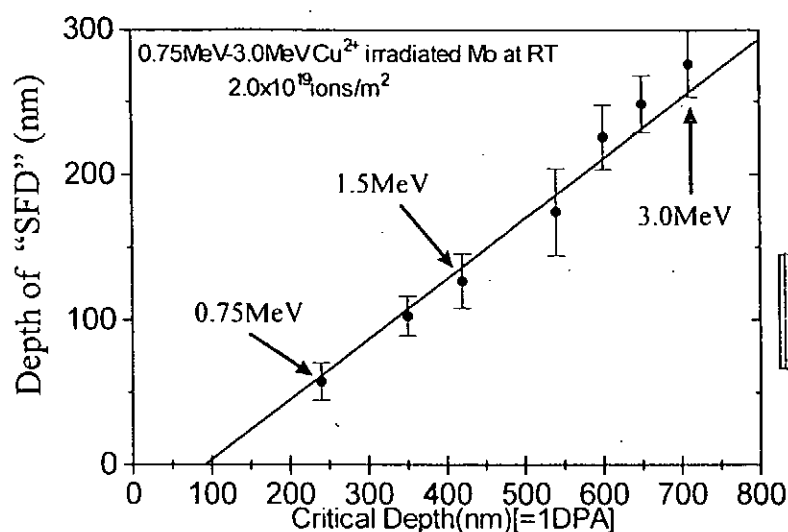
Kyushu Univ.



Yoshida Lab.

損傷領域対“SFD”発生押し込み深さ

Kyushu Univ.



損傷領域の深さと
ほぼ1次の関係に
ある



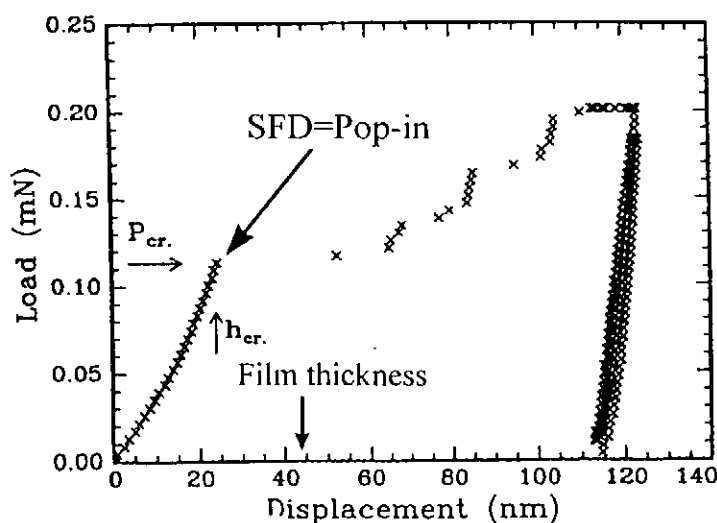
コーティング材における
“Pop-in”現象と類似

定義損傷領域: >1dpa

Yoshida Lab.

Al₂O₃/Alコーティング材における“Pop-in”現象(2)

Kyushu Univ.



ハードコーティング層の厚さと
“Pop-in”が生じた押し込み深さ
とは1次の関係にある

Pop-inが生ずる理由

(1)コーティング層にクラック
が形成される

or

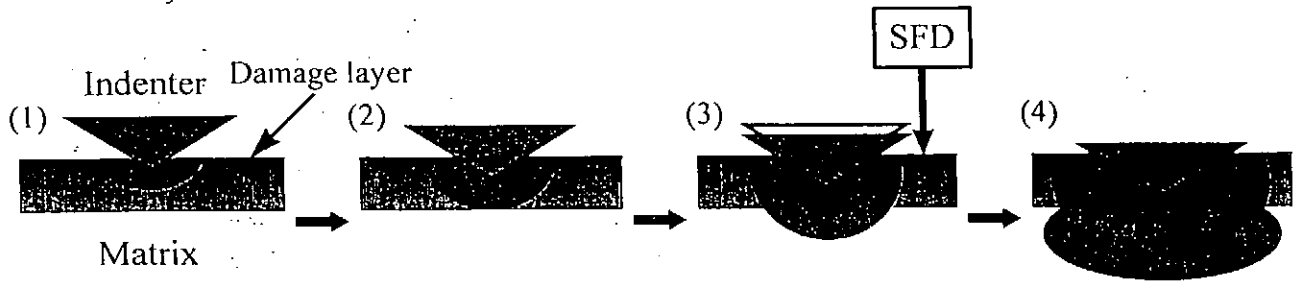
(2)下地に可動転位の核
形成が行われ、塑性変形
が広がる

Yoshida Lab.

(2)N.G.Chechenin et al./Thin Solid Film 261(1995)

塑性域の広がりと“SFD”との関係

Kyushu Univ.



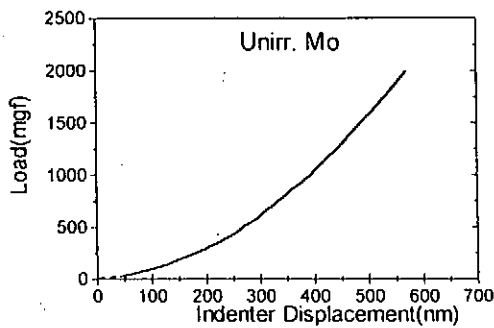
- (1) 塑性域が損傷領域内のみに広がっていく
- ↓
- (2) 塑性域が非損傷領域との界面に達する
- ↓
- (3) 何らかの形で蓄えられていたエネルギーが開放され
SFDを生じ、塑性域が非損傷領域に広がる
- ↓
- (4) 塑性域が主に非損傷領域に広がっていく

Yoshida Lab.

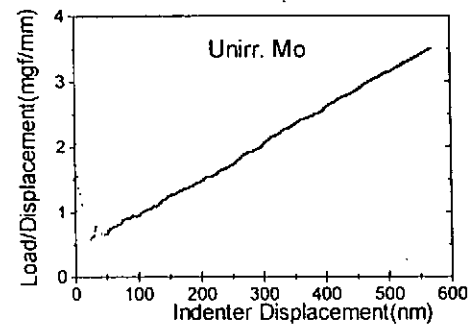
低荷重の押し込み試験による硬度評価の概要⁽¹⁾

Kyushu Univ.

イニシャルデータ(L-D曲線)



変換後のデータ(L/D-D)



直線の傾きがビッカース硬さと比例する

$$H_v = A_H \frac{\Delta(F/D)}{\Delta D}$$

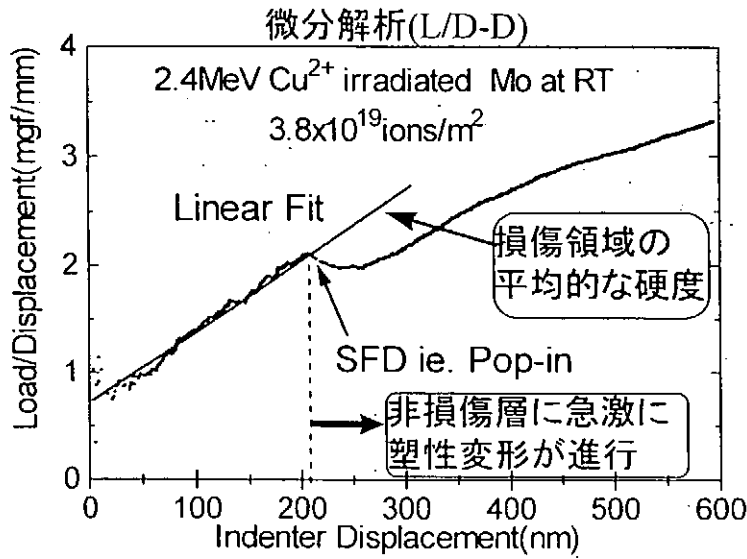
A_H : 比例定数

Yoshida Lab.

(1) M. Inamura et al : 生産研究.42(1990)

損傷部硬度評価法

Kyushu Univ.



評価法概要

“SFD”が生ずるまでは、ほぼ損傷領域の硬さのみを測定



“SFD”が生ずる押し込み深さまでを直線で近似

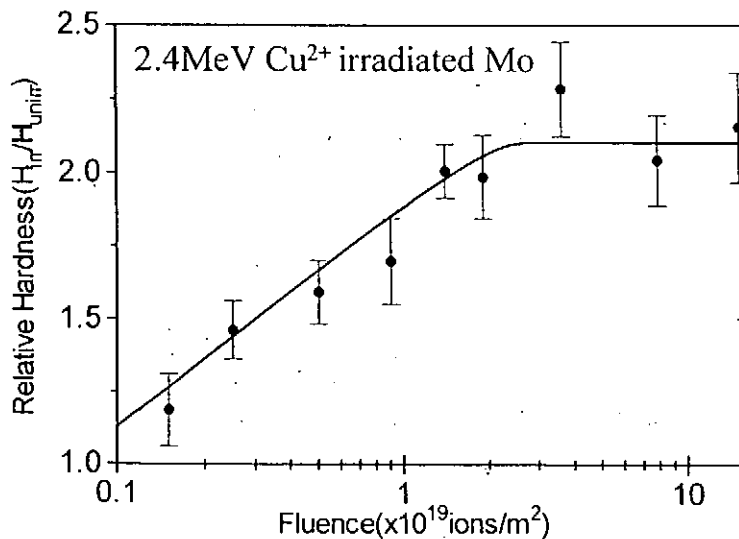


非照射試料との相対硬度を求める

Yoshida Lab.

重イオン照射における照射硬化の照射量依存性

Kyushu Univ.



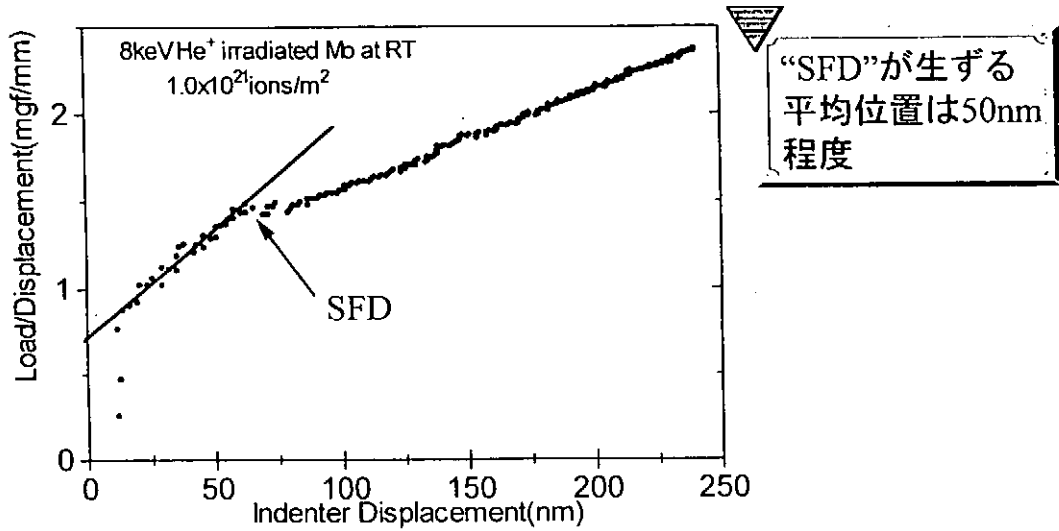
$2 \times 10^{19} \text{ ions/m}^2$ 以上の照射量(peak=6dpa)で硬度は飽和する

peak=1dpa程度の損傷では50%程度の硬度上昇がみられる

Yoshida Lab.

ヘリウム照射における微分解析

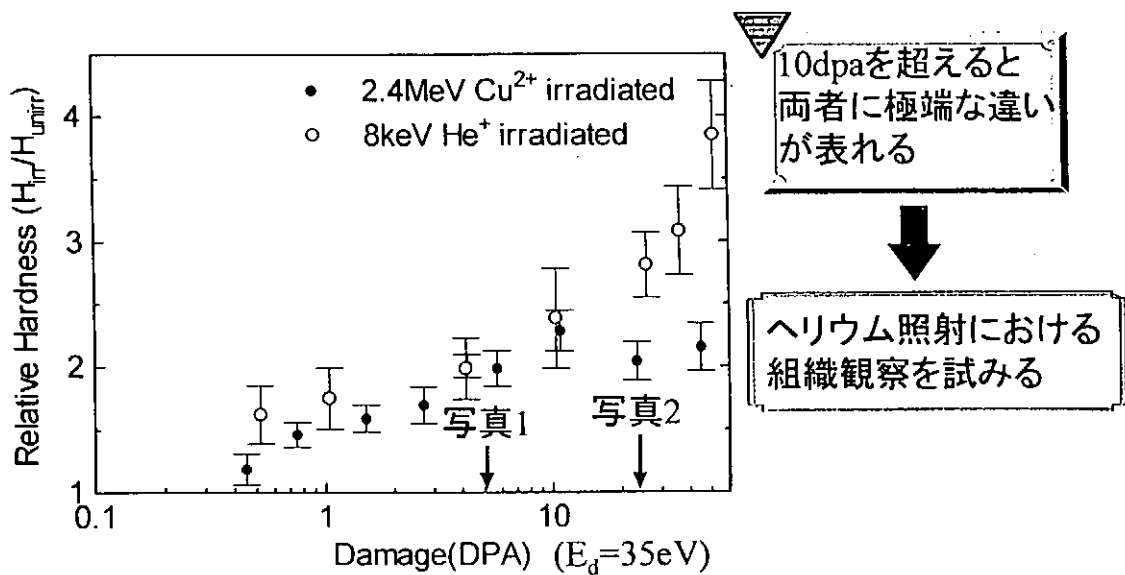
Kyushu Univ.



Yoshida Lab.

ヘリウム及び重イオン照射の照射硬化の比較

Kyushu Univ.



Yoshida Lab.

ヘリウム照射における電子顕微鏡写真

Kyushu Univ.

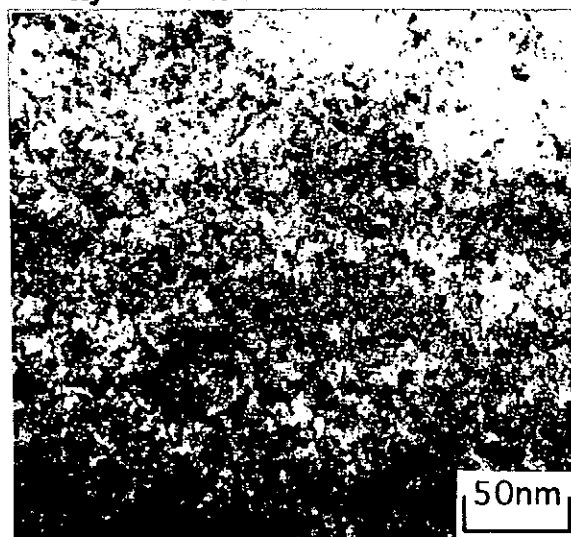


写真1:8keV He⁺ irradiated to Mo
at RT, 5.0×10^{20} ions/m²

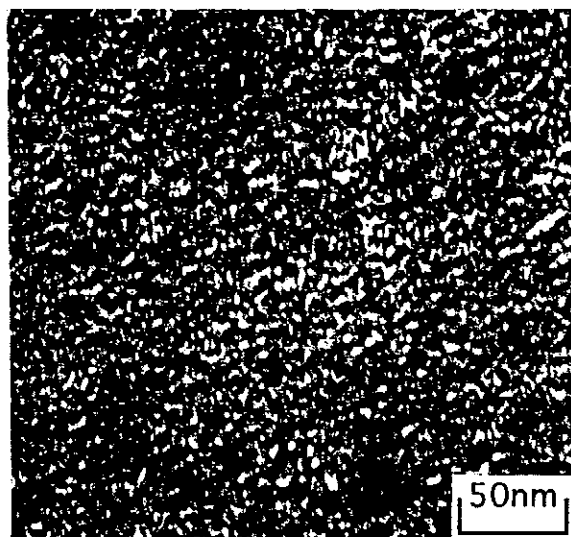
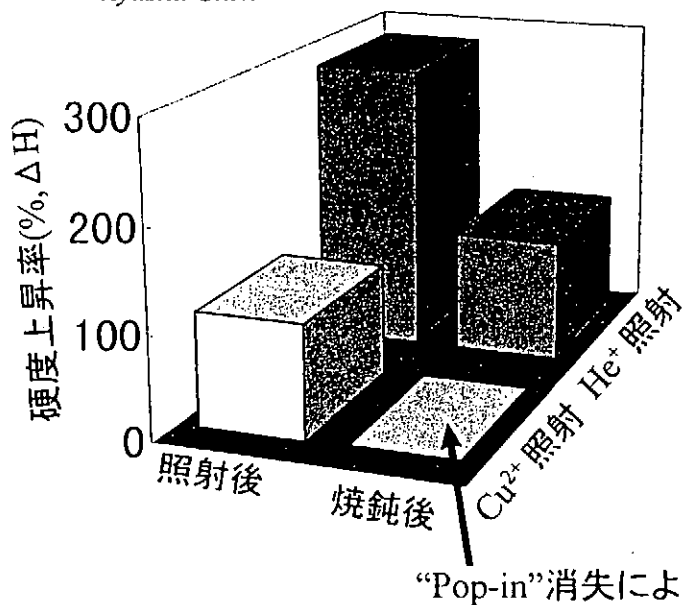


写真2:8keV He⁺ irradiated to Mo
at RT, 3.4×10^{21} ions/m²

Yoshida Lab.

照射後焼鈍による照射硬化の熱回復

Kyushu Univ.



照射条件
Cu²⁺: 3.6×10^{19} ions/m²
He⁺: 1.0×10^{22} ions/m²

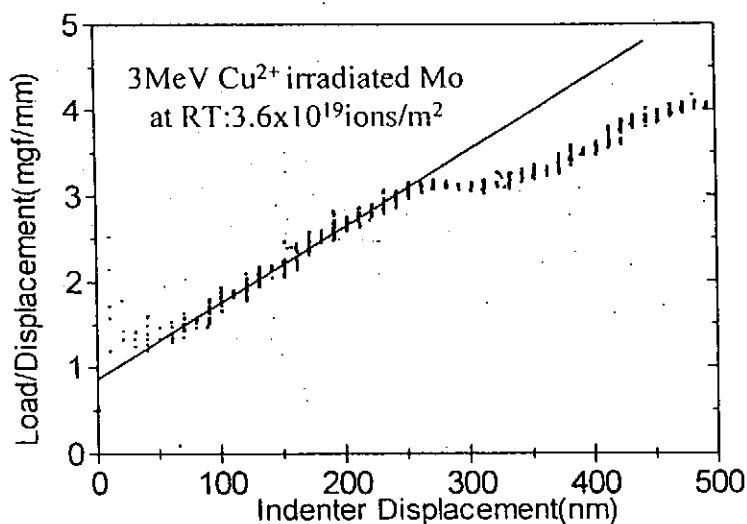
焼鈍条件
1173K, 1h

転位組織の
熱回復条件

Yoshida Lab.

Mo における重イオン照射後のSFD現象

Kyushu Univ.

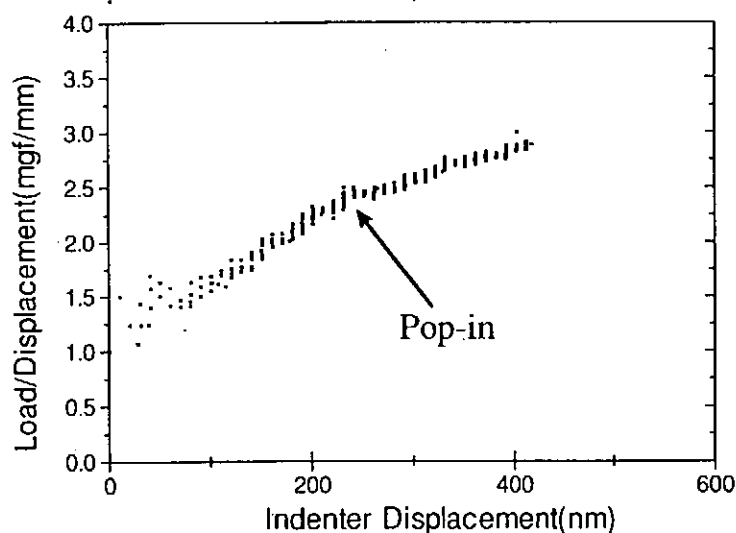


Yoshida Lab.

SUS304における“Pop-in”現象

Kyushu univ.

2.4MeV Cu^{2+} irradiated SUS304 at RT
: Fluence: 2×10^{19} ions/ m^2

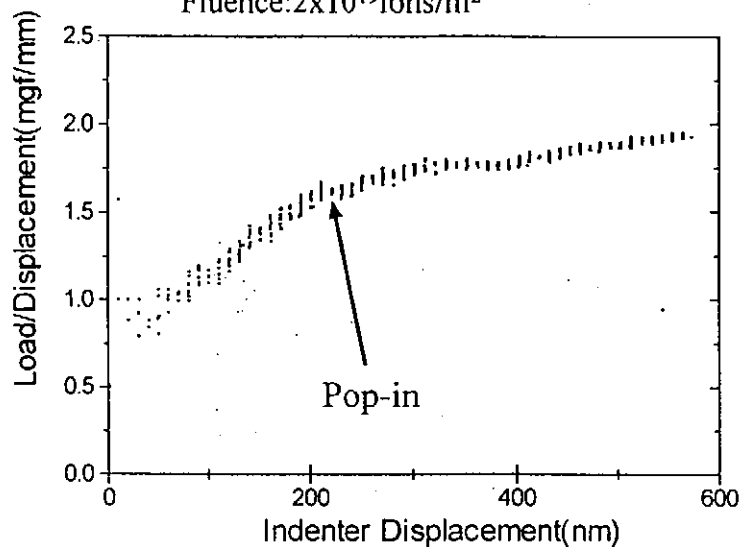


Yoshida lab.

ニッケルにおける“Pop-in”現象

Kyushu univ.

2.4MeV Cu^{2+} irradiated Ni at RT
Fluence: 2×10^{19} ions/m²

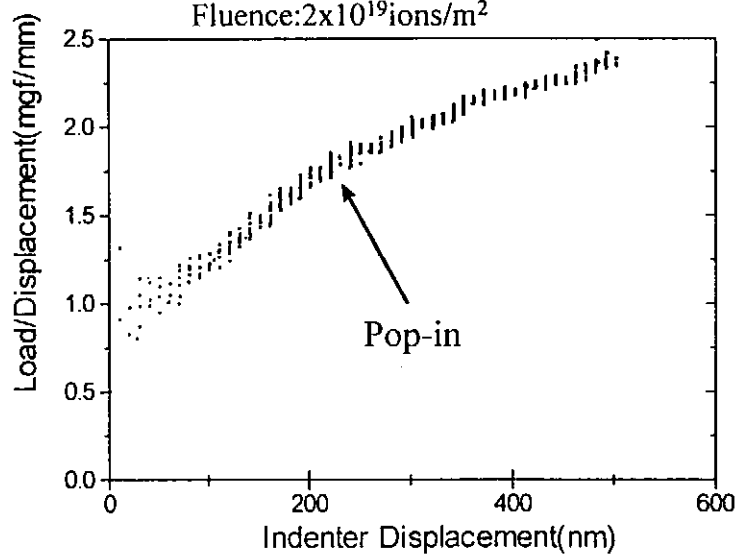


Yoshida lab.

バナジウムにおける“Pop-in”現象

Kyushu univ.

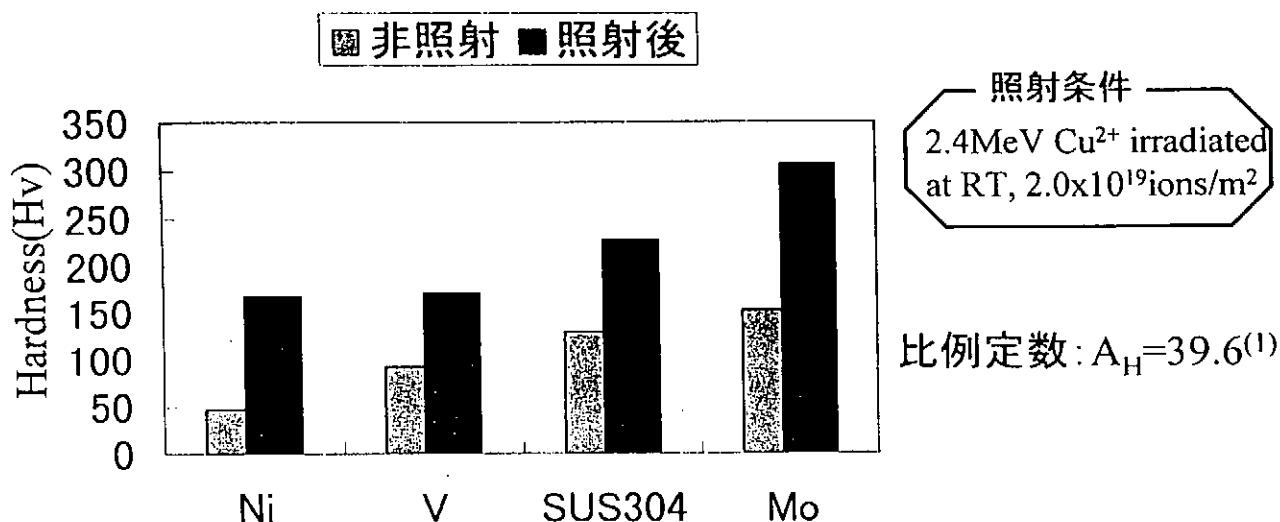
2.4MeV Cu^{2+} irradiated V at RT
Fluence: 2×10^{19} ions/m²



Yoshida lab.

Ni、V、SUS304における重イオン照射後硬度測定 (本手法の応用実験)

Kyushu Univ.



Yoshida Lab.

(1) M. Itokazu et al : 日本機械学会論文集(A編)59巻567号(1993)

ま と め

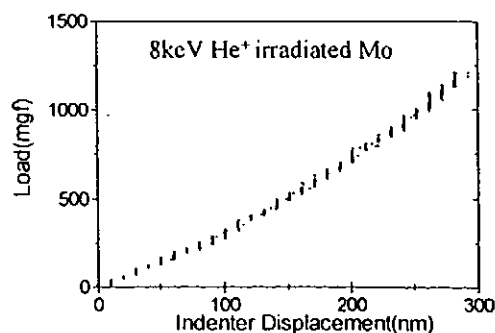
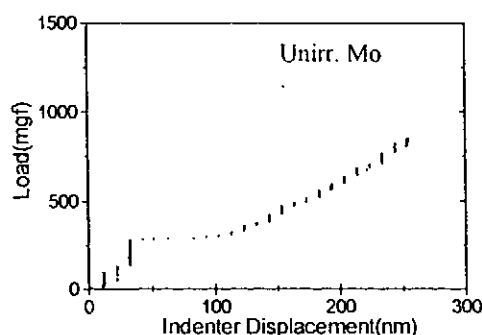
Kyushu Univ.

- コーティング材の表面からの押し込み試験などで観察されていた“Pop-in”と呼ばれるものに相当する現象を、今回イオン照射により、表面近傍層のみに損傷を受けた金属でも見つけ、それを利用した硬度評価法を提案し、以下のような知見を得た
- ▶ 今回の実験において、重イオン照射では相対硬度は2倍程度で飽和するものの、ヘリウム照射では飽和はみられず、最大4倍程度までの硬度の上昇がみられた。これは高照射量下ではヘリウムバブルの形成が促進され、著しい硬化を促すからだと推測される
- ▶ 照射後の焼鈍による硬度測定において、重イオン照射ではほぼ完全に熱回復するものの、ヘリウム照射によるものではかなりの残留硬化が観察された。これはヘリウムバブルなどが依然として試料内に存在しているからだと推測される

Yoshida Lab.

先端が比較的鈍いと考えられる圧子による押し込み試験

Kyushu Univ.

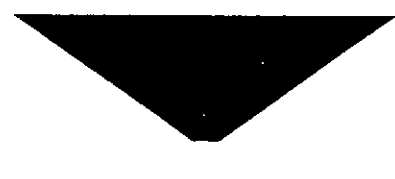


- ・非照射のもので観察される“Pop-in”は照射後消失する。
- ・非照射の押し込み試験において“Pop-in”が生ずる前は弾性変形のみである。
- ・ヘリウム照射のほか、重イオン、重水素の照射においても、また他の金属についても同様の傾向を示す

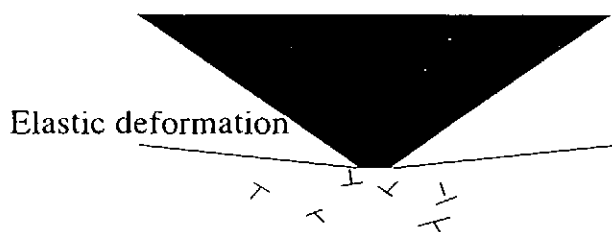


このPop-inは弾性変形から塑性変形へ移行するときに生ずるものだと考えられる

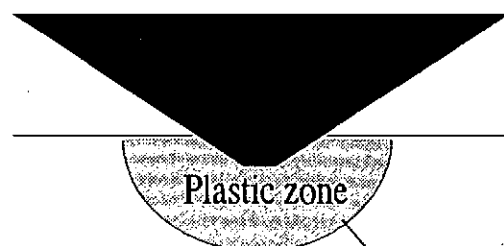
Yoshida Lab.



a)測定前の状態



Dislocation nucleation
b)圧子接触直後



c)塑性変形開始後

Fig.1.
非照射面の圧子による
弾塑性変形初期過程

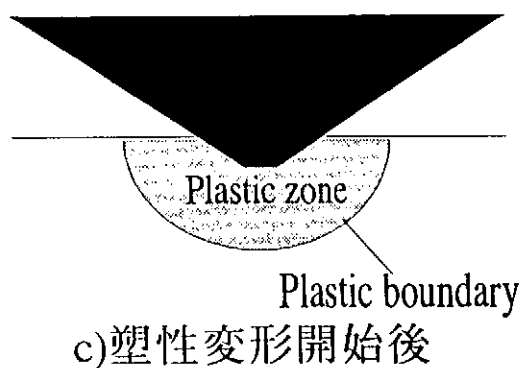
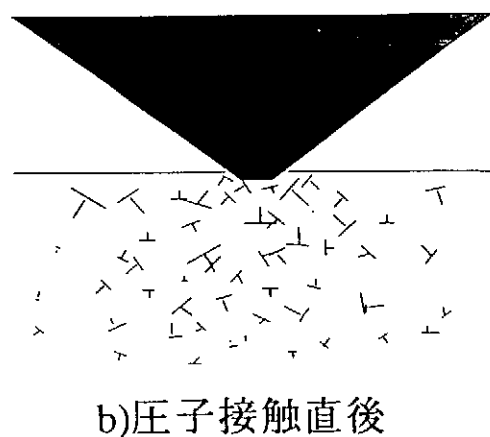
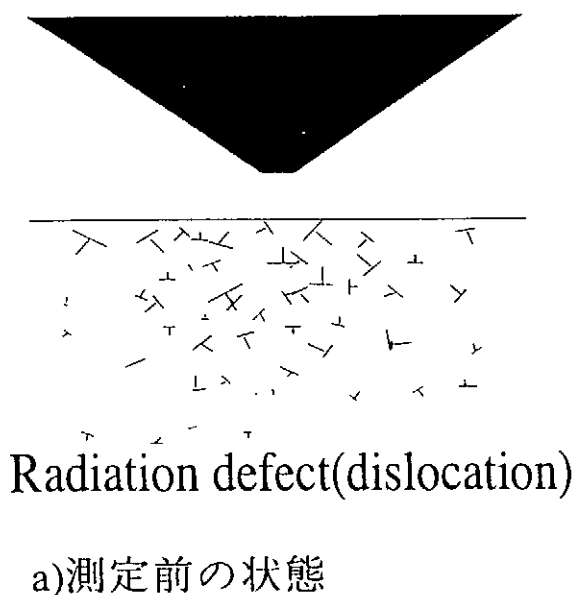
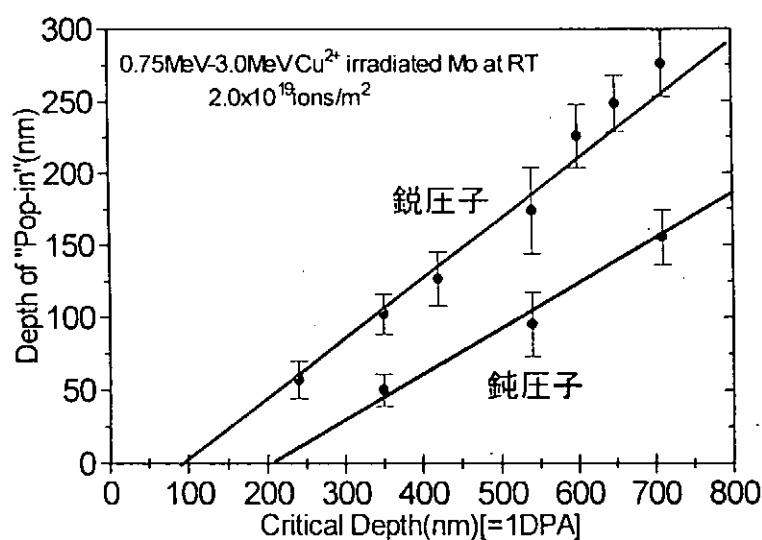


Fig. 2.低エネルギーイオン
照射試料の圧子による
弾塑性変形初期過程

鈍圧子と鋭圧子と“SFD”発生押し込み深さ

Kyushu Univ.

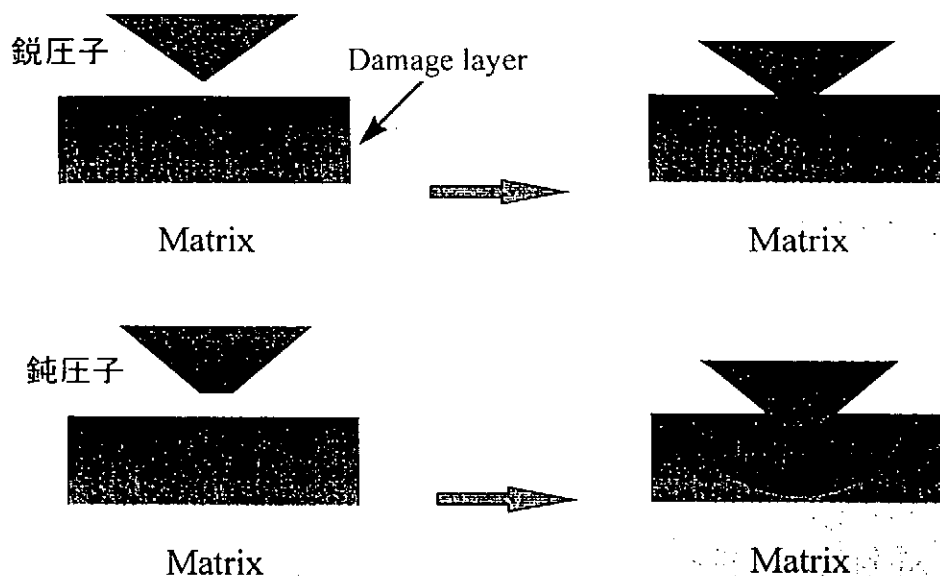


鈍圧子では8keVのヘリウム
照射のように損傷レンジが
小さすぎる場合計測不能

Yoshida Lab.

圧子の先端の鋭さと塑性域の広がり

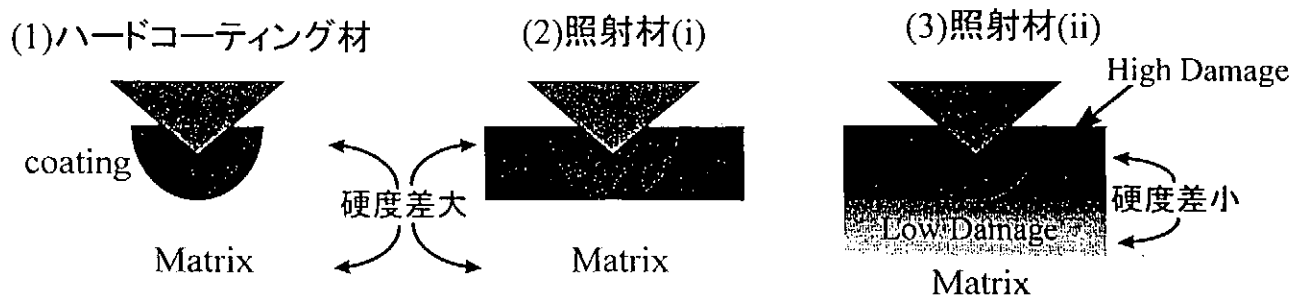
Kyushu Univ.



Yoshida Lab.

“Pop-in=S.F.D現象”についての考察

Kyushu Univ.



(1)のハードコーティング材において、コーティング層と下地層との界面における硬度差が大きいほど“Pop-in”は明瞭に観察される。従って照射材においての“Pop-in”現象は、損傷領域が十分に硬化するほど、さらに非損傷領域との界面における硬度変化が急激であるほど、より明瞭に観察される現象だと考えられる。つまり(2)は(3)よりもより明瞭な“Pop-in”が観察されやすい。

Yoshida Lab.

硬度特性評価法についての考察

Kyushu Univ.

- “SFD=Pop-in”はモリブデンのほか、ニッケル、バナジウム、SUS304 に対し重イオン照射した試料でも観察され、それぞれ有意な硬化を測定することができたものの、材料や、照射条件によってはごく小さな“Pop-in”しか認められない場合もあった
- 損傷レンジが小さいほど2層近似法の適合性は増すが、小さすぎると測定そのものの誤差が拡大しやすく、そのかねあいが問題となる
- 鈍圧子による押し込み試験により、照射材においては押し込み初期段階における圧子と試料の接触時の弾性変形量はきわめて小さくなり、照射材に限っては非照射材よりもさらに小さな押し込みにより硬度評価ができるものと推測される
- コーティング材における“Pop-in”が生ずる押し込み深さは、コーティング層の厚さと線形関係が成り立つが、損傷領域と“SFD”が生じた押し込み深さとの間にも同様の関係が成立する。しかしその機構は異なっていると考えられる

Yoshida Lab.

今後の予定

Kyushu Univ.

- 照射硬化の照射温度依存性
- 内部組織と硬度との相関関係
- タングステンなど他の候補材についての照射硬化の測定
- 硬度測定の手法の高度化
- 低エネルギーヘリウム/重イオン同時照射下における硬度測定、組織との比較(第一壁における環境の模擬)



主に高Z材に対して第一壁などへの適応性を総合的に検証する

Yoshida Lab.

現在の問題点、課題

Kyushu Univ.

- 損傷領域が複雑化し、2層近似することによる弊害の顕在化
- 硬度評価における直線近似法の是非
- 測定可能な損傷領域の限界を見極める
- 照射材における“Pop-in”現象に対する理解を深める

Yoshida Lab.

デュアルイオン照射材の硬度評価

加藤 雄大 (核融合科学研究所)

MV クラスの加速器を用いた金属イオンの照射は、高エネルギー中性子照射損傷に通じるカスケードを伴う弾き出し損傷を導入可能であり、高度な制御照射が可能であることや照射試料が放射化しないなどの利点とあいまって、核融合炉材料等の照射効果の研究に広く利用されている。MeV 金属イオンとヘリウムイオンの同時照射（デュアルイオン照射）は、さらに核変換ヘリウム生成との重畳効果を調べるための実験手法として極めて有効である。しかしながら、これらのイオン照射により導入される欠陥は試料の照射表面近傍（典型的に1ミクロン程度）に限定されるため、一般的な強度試験手法による強度特性評価は不可能である。超微小硬度試験装置を用いた押し込み試験は、微小な試料体積で強度特性を評価可能な手法と期待され、それによるイオン照射硬化の評価を試みている。

一連の研究においては、金属イオンのみを照射した試料に関する超微小硬度試験法ならびに評価法の確立を、最初の目標とした。試験法・評価法はいずれも過度に複雑な手順を含まず且つ十分な定量性を有することを開発目標とした。実験として、種々の金属材料を東京大学重照射研究設備（HIT 施設）においてイオン照射し、様々な荷重で（超）微小押し込み試験を実施した。イオン照射材の硬度評価に関わる検討課題を後述の5項目に整理し、実験から得られた荷重と変位の特性を種々の方法で解析することにより課題をひとつずつ検討した。総合的な検討により、圧子先端形状効果を考慮した平均面圧による単純硬さ解析法と、同じく形状効果を考慮した塑性変形エネルギーに基づく積分解析法との併用が、本目的に特に適した方法であることが結論として得られた。このときの押し込み方法は、同一箇所において最大荷重を徐々に増加させながら負荷と除荷を繰り返す擬連続繰り返し押し込み法が最適である。また、イオン照射後の表面近傍層の硬さ評価に特有の問題点と補償・回避策についてもほぼ明らかになった。

デュアルイオン照射材の硬度評価については、実験ならびに理論的検討ともに現在十分な議論が可能な段階に至っていないが、HIT 施設においてデュアルイオン照射した Fe-Cr-Ni 系試料の場合、表面から 400~800nm の領域の硬さを正確に評価する手法の開発が最大の課題となる。予備的実験においてはこの領域に対応する平滑な硬さの押し込み深さ領域は必ずしも存在せず、照射表面からの擬連続押し込みによる試験法の適用の是非は明らかでない。現在、押し込み試験法の改良、精密イオンミリングによる試料表面の精密研磨、およびヘリウムイオンの照射法の工夫を検討している。

目 的

- ▶ イオン照射と微小領域硬度測定のコラボによる照射硬化の評価法を確立する。
- ▶ 特に、MeV金属イオンとヘリウムイオンのデュアルビーム照射により、核融合炉構造材料における原子弾き出しとヘリウム生成の重畳効果の評価法確立を目指す。
- ▶ 核融合炉（候補）材料の照射による硬さ変化とそれに対する種々の照射・環境・材料因子の影響について調べ、ミクロ組織との相関を明らかにする。

課 題

1. 金属イオンのみを照射した試料の試験法ならびに評価法を確立する。試験法・評価法いずれも過度に複雑な手順を含まず且つ十分な定量性を有しなければならず、従来の手法では不十分である。
2. 十分に定量的なデュアルイオン照射試料の硬度評価を可能にする照射法・試験法・評価法の最適な組合せを明らかにし手順を開発する。

イオン照射実験

供試材: (1) Fe-15Cr-20Ni
(2) Fe
(3) Fe-9Cr-2W-V,Ta (JLF-1)
(4) V
(5) V-4Cr-4Ti-0.1Si

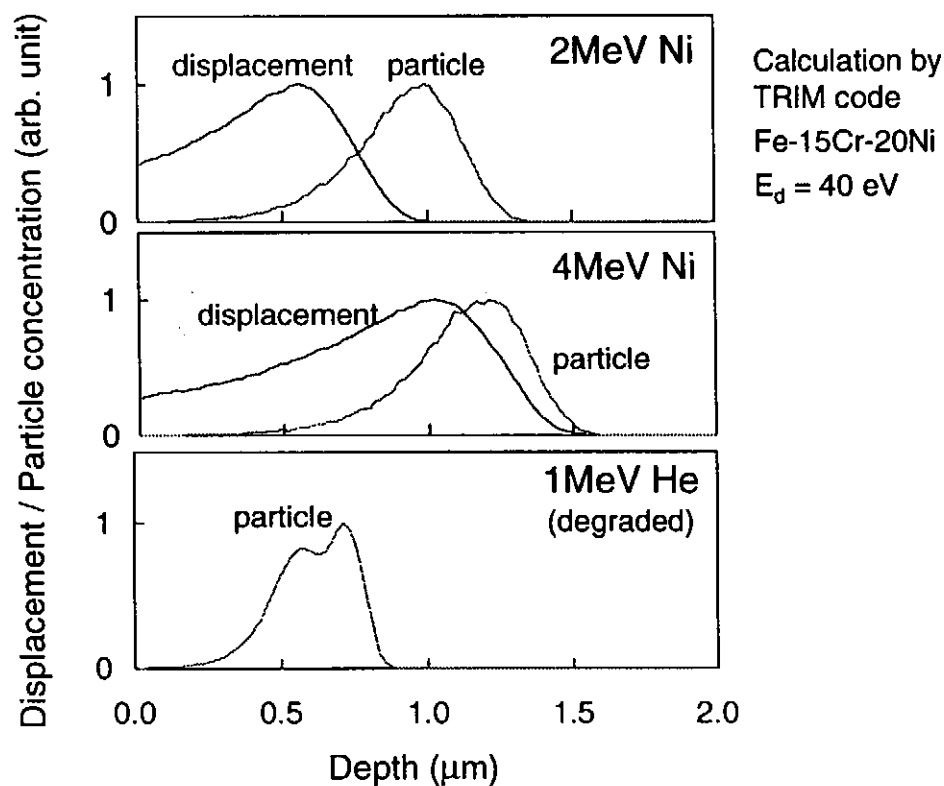
試料形状: 3mm ϕ TEM disc

照射施設: 東京大学 HIT施設

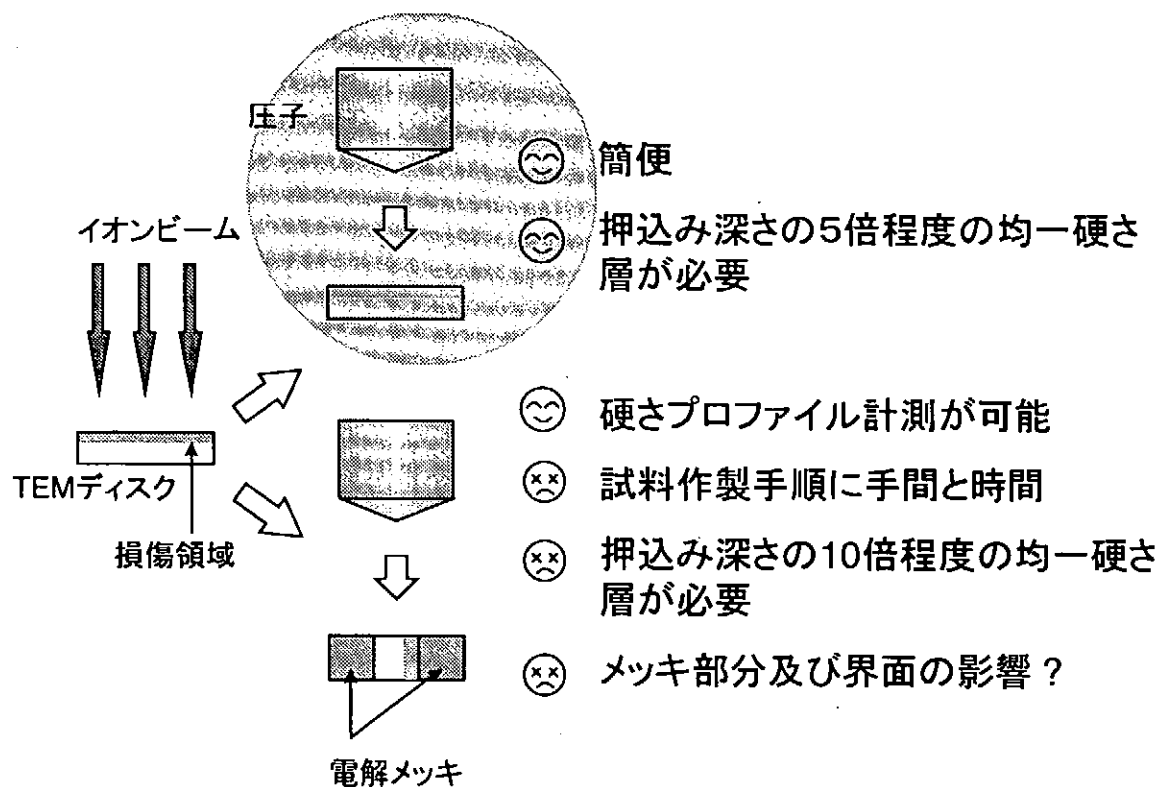
照射イオン: シングルビーム 4MeV Ni
デュアルビーム 4MeV Ni + 1MeV He (degraded)

照射条件: $T = 573$ K
 $\phi = 1 \times 10^{-4}$, 1×10^{-3} dpa/s (average)
 $\Phi = 1$ dpa (average)
[デュアルビーム照射条件]
He/dpa = 1, 10, 100 appm

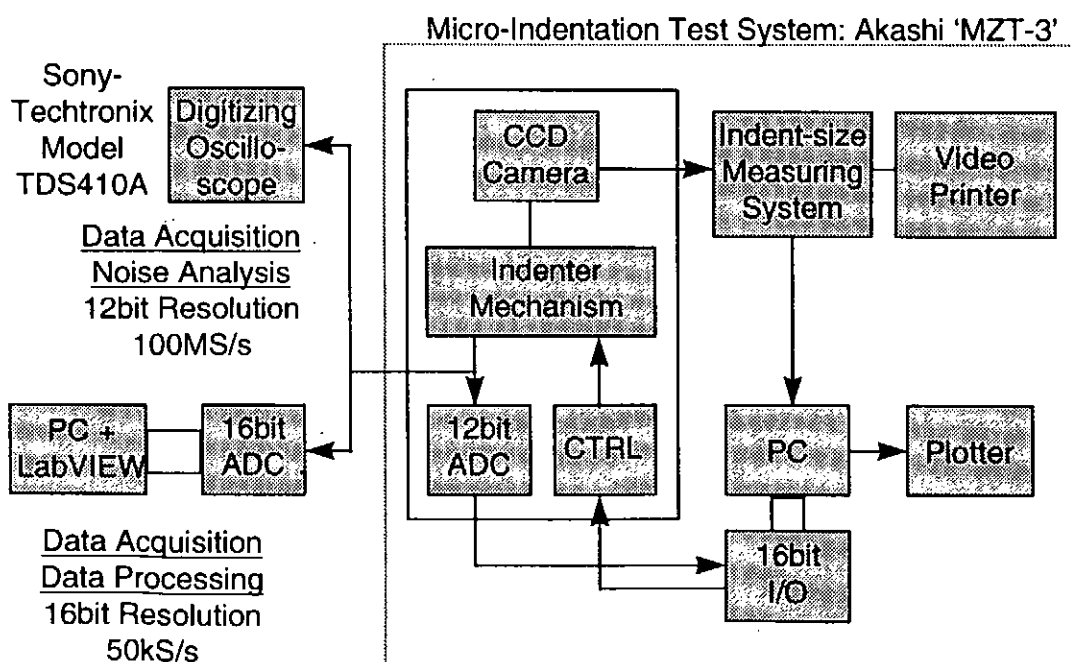
Depth-Profile of Ion-Induced Damage and Injected Ions



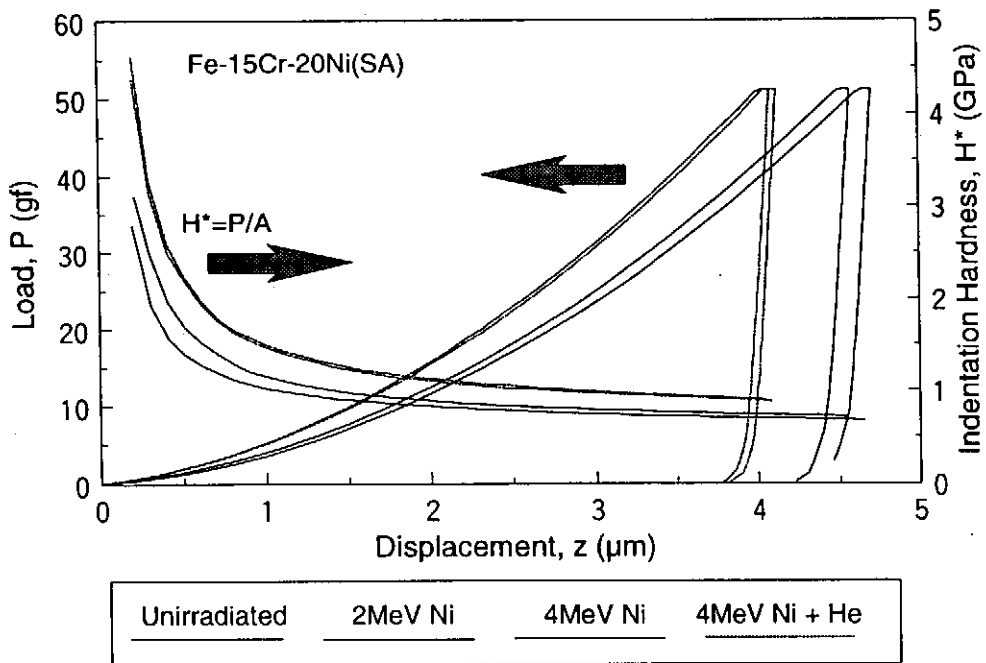
硬度試験における押し込み方向について



Indentation Test Equipment: System Configuration



Examples of Load - Displacement Curves



シングルイオン照射材硬さ評価の検討課題

(1) 損傷勾配の影響は？

- ・ 表面近傍とピーク部で損傷速度に2～数倍の差
- ・ 弾出しのスペクトルに有意な違いは無し

(2) 入射イオンの影響は？

- ・ 化学的な効果
- ・ 過剰SIAの効果

(3) 試料表面の影響は？

- ・ 表面シンク効果
- ・ 転位組織への影響

(4) サイズ効果を含めた定量評価手法は？

- ・ 微小硬さ試験におけるサイズ効果の本質は？
- ・ 最適な補正方法は？

(5) 定量評価の信頼性を確保するには？

- ・ 新たな工夫が必要

シングルイオン照射材硬さ評価法の検討結果（１）

(1) 損傷勾配の影響は？

- ・ 表面近傍とピーク部で損傷速度に２～数倍の差
- ・ 弾出しのスペクトルに有意な違いは無し
 - ▶ 損傷領域の応答範囲において測定硬さの押込み深さ依存性が十分小さいことの確認が必要
 - ▶ 硬さの線量依存性が大きい微小線量において要注意

(2) 入射イオンの影響は？

- ・ 化学的な効果
入射イオンが「不純物」である場合は影響の程度の把握は極めて困難
- ・ 過剰SIAの効果
自己イオンであっても過剰SIAはループ形成を促し硬化に寄与すると考えられるが定量的把握は困難
 - ▶ 入射イオン濃度の十分に低い領域に対応する押込み深さにおける評価が不可欠

シングルイオン照射材硬さ評価法の検討結果（２）

(3) 試料表面の影響は？

- ・ 表面シンク効果
移動欠陥の平均自由行程に依存。したがって照射温度、初期組織、照射線量に依存。
- ・ 転位組織への影響
転位運動の障害物の密度に依存。
 - ▶ 表面のごく近傍のみから得られた硬さは必ずしもバルクの硬さを代表していない。
 - ▶ 表面に向かって顕著な硬さ変化がみられる場合その影響を避けることが必要

シングリオン照射材硬さ評価法の検討結果（3）

(4) サイズ効果を含めた定量評価手法は？

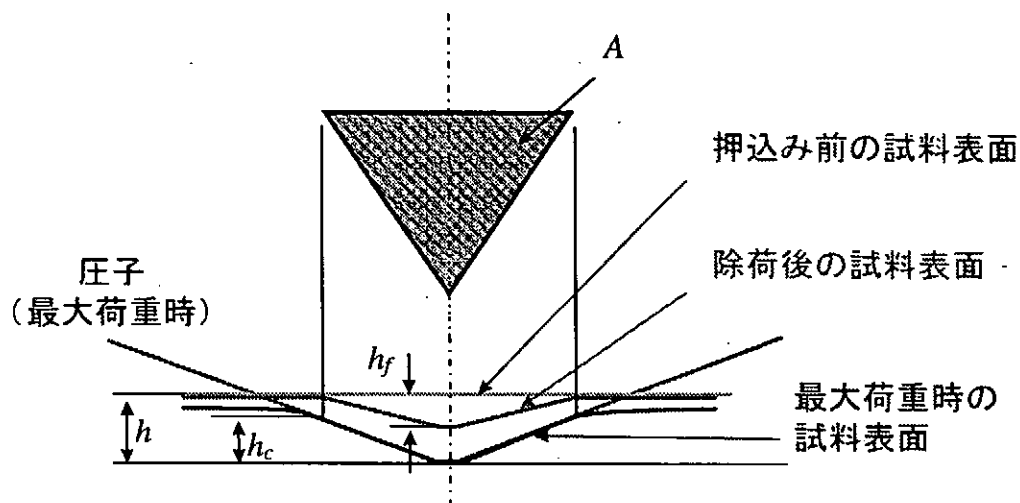
- ・微小硬さ試験におけるサイズ効果の本質は？
 - ▶ 押し込み深さ約50nm以上では、殆どの材料において表面化合物層の影響は顕著でなく、圧子先端形状の補正のみによって押し込み深さにあまり依存しない硬さ値が得られる（Cu, Cu-Zr, Fe, Fe-Cu, Al, W, Fe-Cr-Ni, V, Fe-Cr-W他にて実証）。
- ・最適な補正方法は？
 - ▶ 使用圧子の先端からの距離と水平断面積の関係 $F(h_c)$ を正確に求めておく。両者の関係は一般に単純でないが、積分の容易な関数形に近似しておくで解析が容易である。
 - ▶ 金属において表面化合物層の影響は必ずしも無視できず、したがって $P-h_c$ 解析に基づく $F(h_c)$ は表面層の影響を含んでいる可能性がある。

シングリオン照射材硬さ評価法の検討結果（4）

(5) 定量評価の信頼性を確保するには？

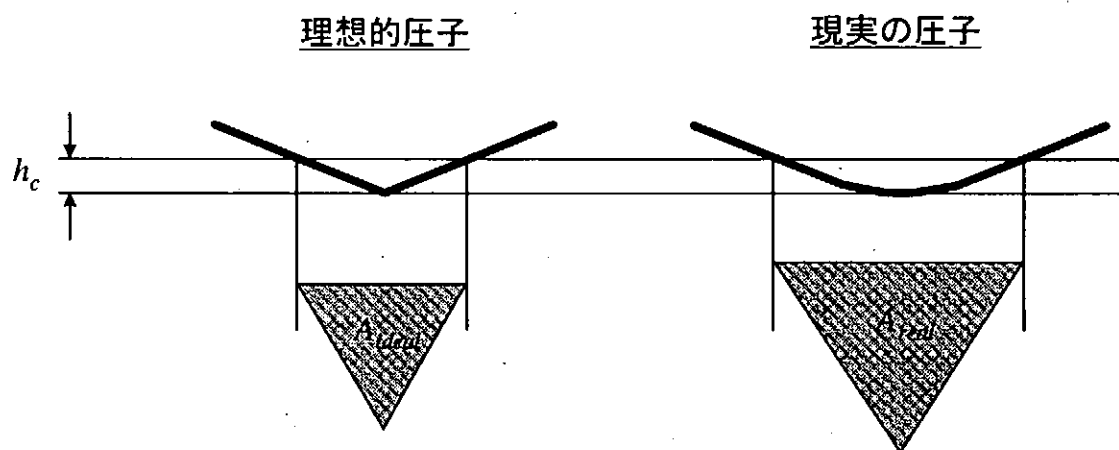
- ・硬さ測定における外乱要因
機械的振動、誘導ノイズなど
 - ▶ 適切な機械的除振及び信号レベルでのフィルタリングにより可能な限り軽減。
 - ▶ データレベルでのスムージングにて最終的に除去。
- 試料表面の平滑性の問題
 - ▶ 十分な機械研磨と電解研磨が必要（標準的なイオン照射試料レベルで可）。
- ・新たな工夫が必要
 - ～測定 $P-h$ 線図の「乱れ」は無くならない
 - ▶ 測定データの「乱れ」の影響を受けにくい解析法の開発が望まれる。
 - ▶ 同一種の「乱れ」に対するレスポンスが異なる複数の解析法の併用が望ましい。

h, h_c, h_f 及び A の関係



h : 圧子変位
 h_c : 接触部深さ
 h_f : 圧痕深さ
 A : 接触部投影面積

圧子先端形状の影響



$$H_{ideal} = \frac{P}{A_{ideal}} = \frac{P}{kh_c^2}$$

$$H_{real} = \frac{P}{A_{real}} = \frac{P}{F(h_c)}$$

➡ 微小荷重押込み試験において圧子先端形状効果の補正は不可欠

An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments

W. C. Oliver

Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, Tennessee 37831-6116

G. M. Pharr

Department of Materials Science, Rice University, P. O. Box 1982, Houston, Texas 77251

J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, June 1992 © 1992 Materials Research Society

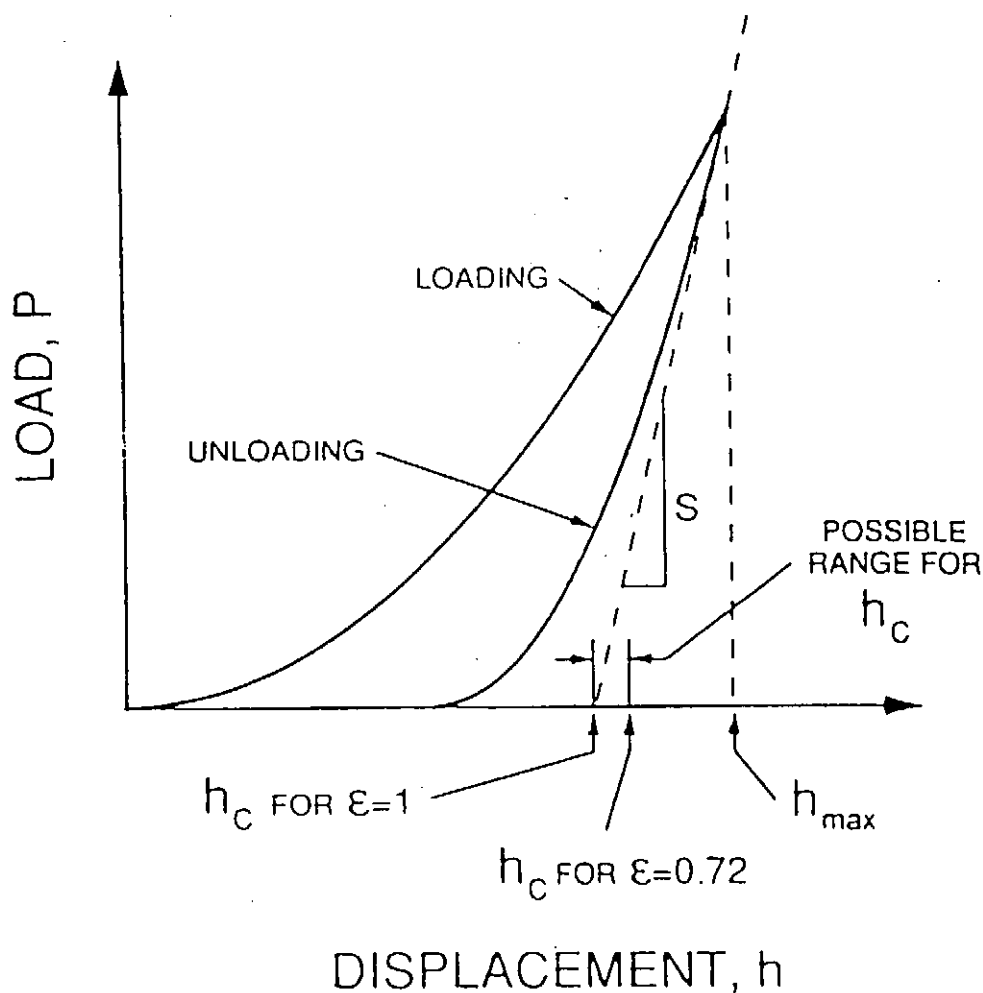


FIG. 20. A schematic representation of load versus indenter displacement showing quantities used in the analysis as well as a graphical interpretation of the contact depth.

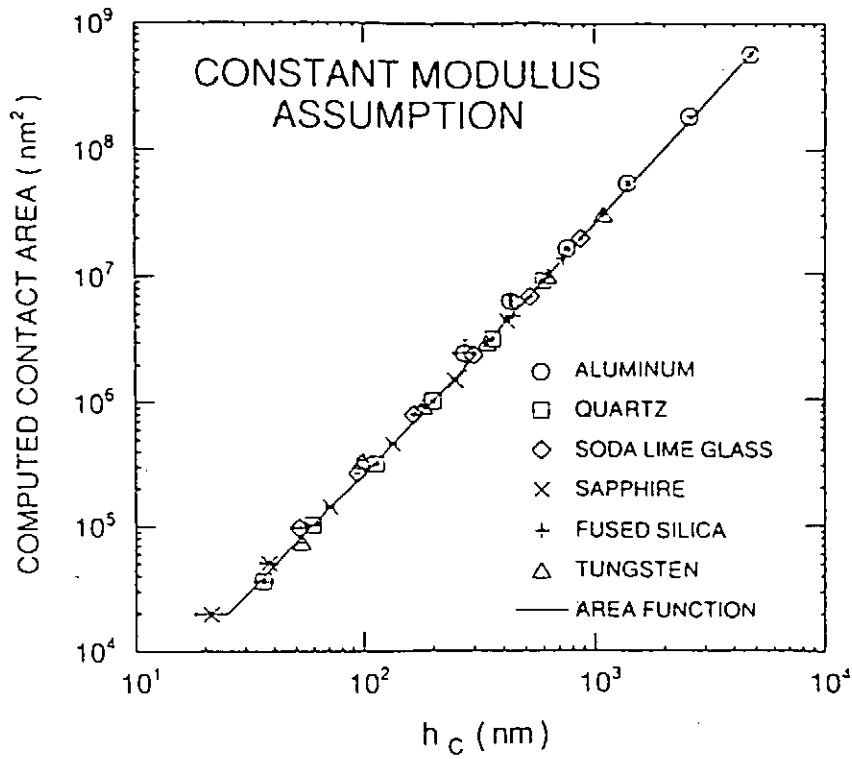


FIG. 24. The computed contact areas versus contact depths for all six materials. The error bars are two standard deviations in length.

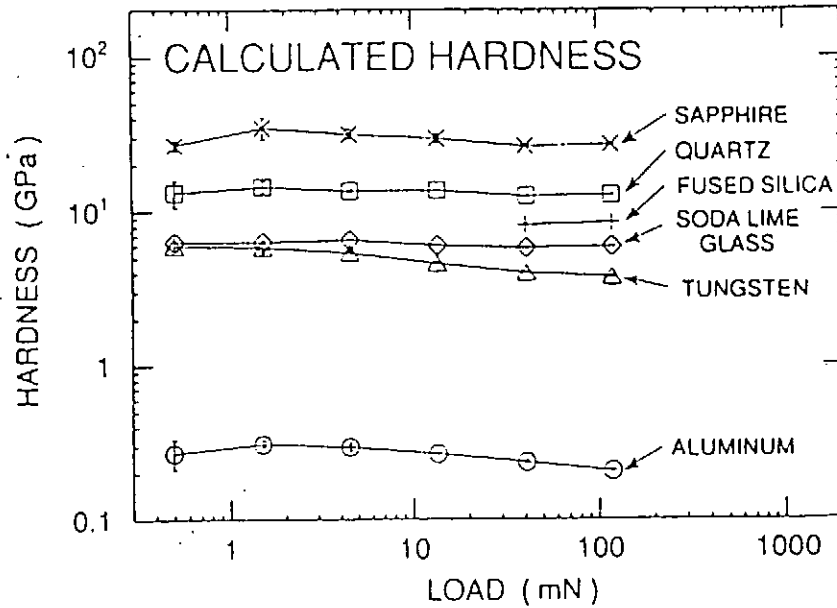
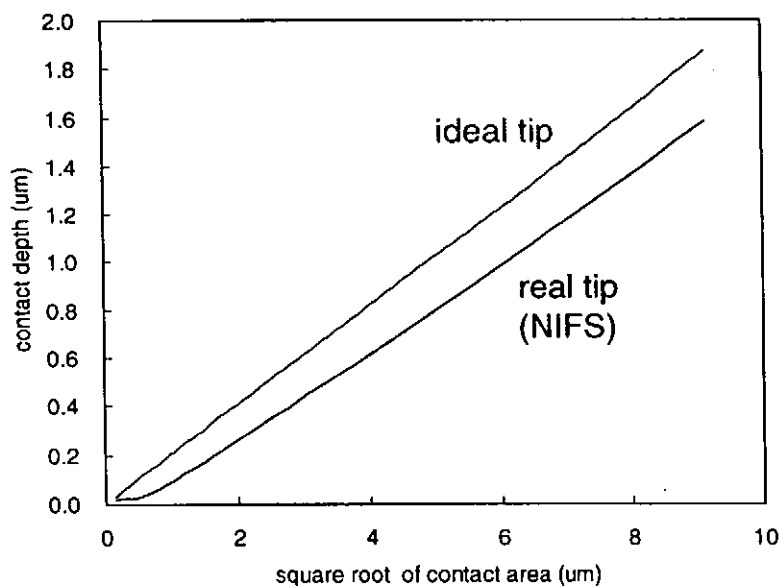
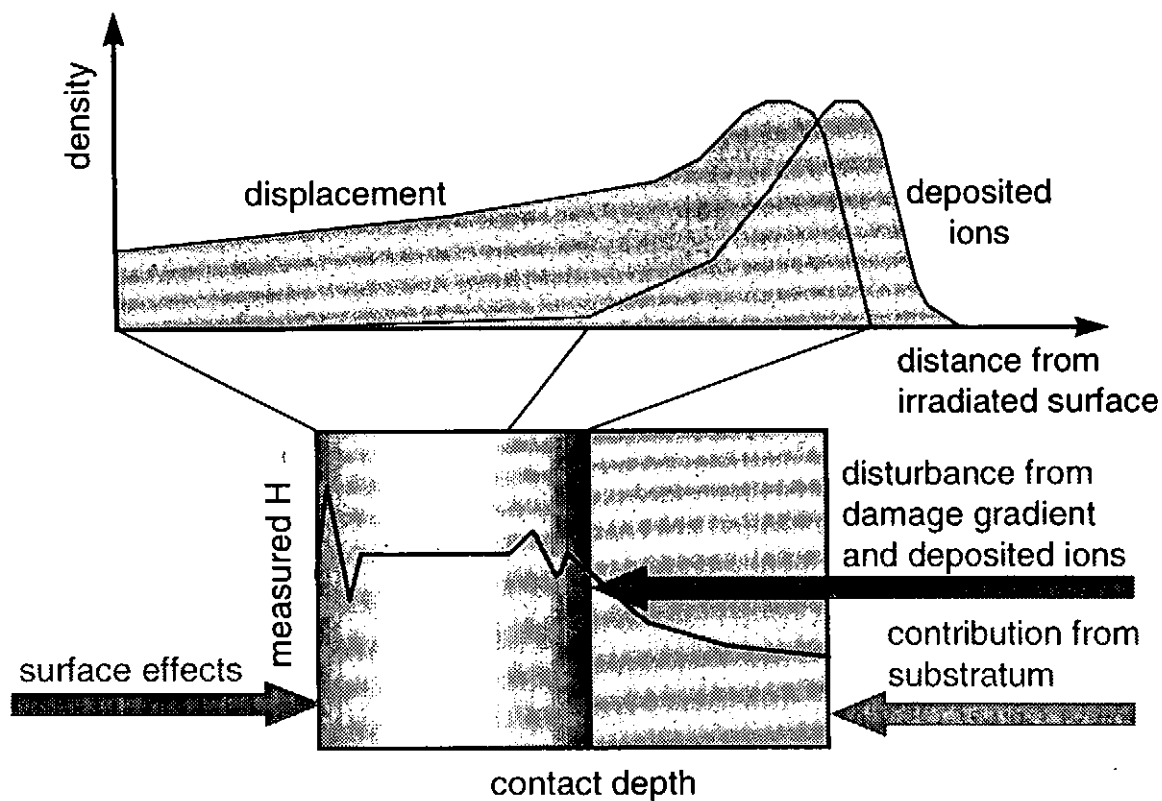


FIG. 27. The load dependence of the hardness calculated using the new analysis procedure for all six materials. The error bars are two standard deviations in length.

Dimensional deviation of real indenter tip from ideal tip



イオン照射材硬さ評価時の外乱要因



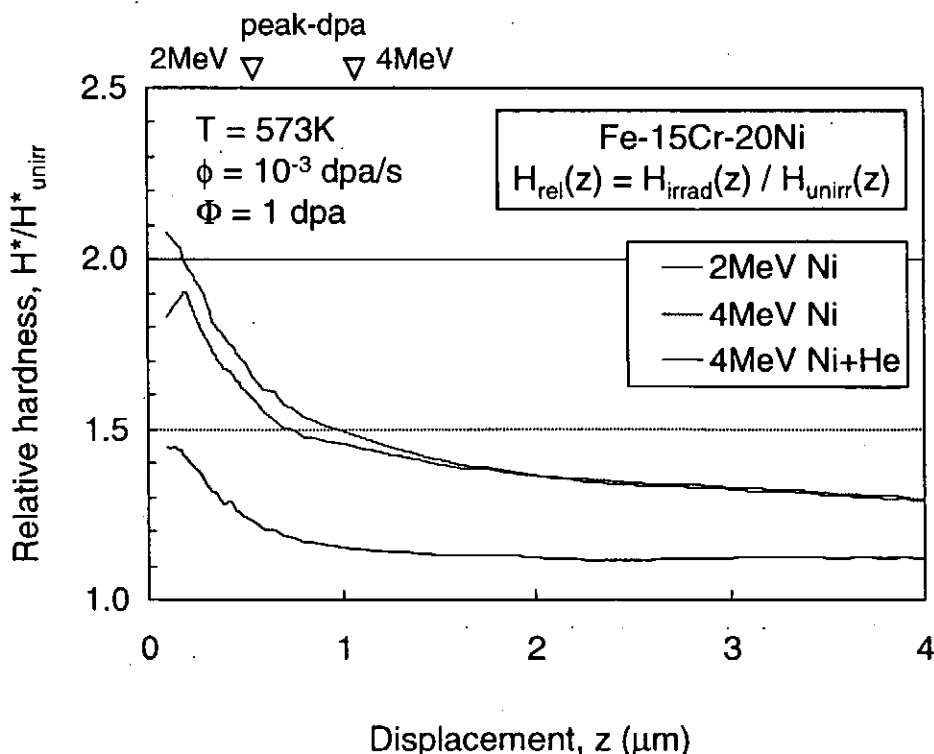
種々のMeVイオン照射材硬さ評価法

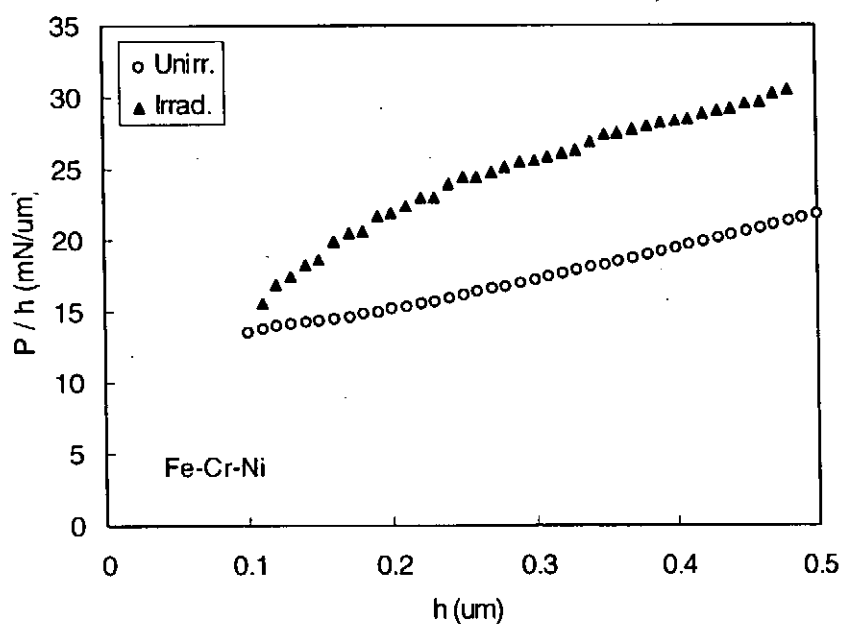
1. みかけの硬さ ($H^* = P/kh^2$)
 - 簡易。押し込み時に深さ依存データ取得可能。
 - × 押し込み深さ (h) が小さいとき、圧子先端形状の効果により顕著な (硬さの) 過大評価。
 - × 弾性変形の寄与の無視による有意な過小評価。
2. 微分解析 ($B = 0.5 d^2P/dh^2$)
 - 簡易。押し込み時に深さ依存データ取得可能。
 - × h が小さいとき1.と同じ原因により顕著な誤差。
3. 接触部投影面積補正法による単純硬さ解析 ($H = P/A(h_c)$)
 - h や荷重の大きさに依存しない硬さ値が得られる。
 - △ 1回の試験により1データ点のみ得られる。
 - △ 接触部深さ (h_c) の決定に際し人為的誤差が生じる可能性あり。
4. 接触部投影面積補正法による積分解析

$$H = \frac{W_p}{\int_0^{h_c^{\max}} F(h_c) dh_c} \left[= \frac{P_{\max}}{F(h_c^{\max})} \right]$$

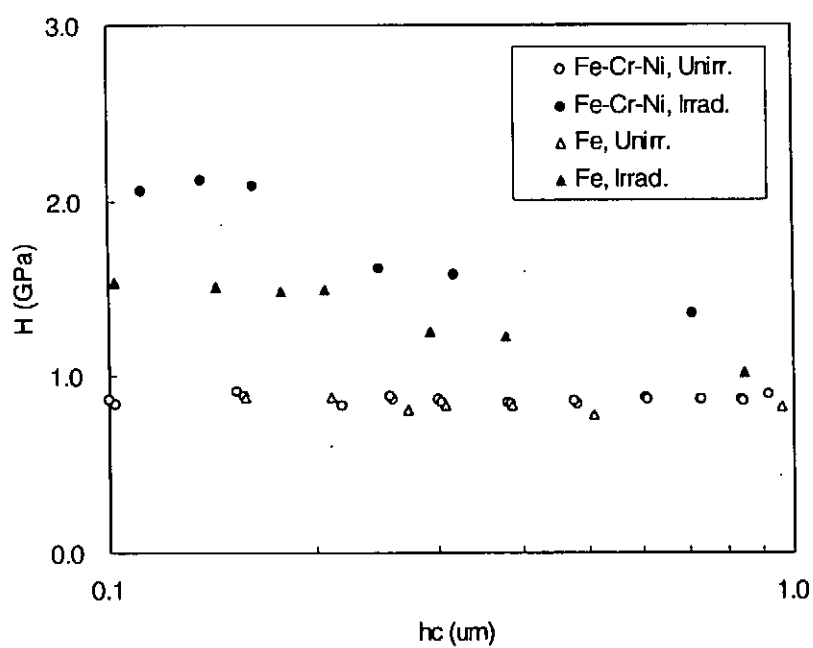
○ 3.の方法から人為的誤差の可能性を除去。

Result: Effect of Ion-Irradiation in Model Austenitic Alloy





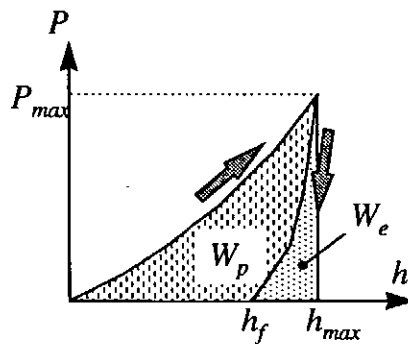
接触部投影面積補正法による単純解析



積分（塑性変形エネルギー）解析

負荷及び除荷過程における P と h の関係

P : 荷重
 h : 圧子変位
 h_f : 圧痕深さ
 W_p : 試料の塑性変形に費やされたエネルギー
 W_e : 負荷過程において試料の弾性変形に費やされたエネルギー



圧子頂角が大きいとき

$$W_e \approx W_p$$

すなわち

$$W_e = \int_0^{h_{\max}} P dh_c$$

$$= H \cdot \int_0^{h_{\max}} F(h_c) dh_c$$

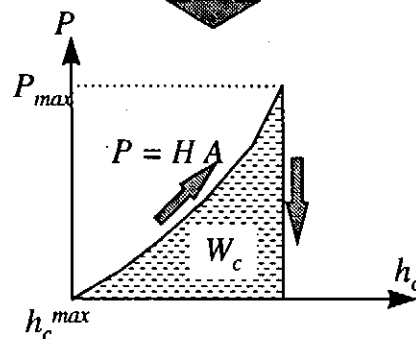
したがって、以下の関係

$$\frac{W_p}{\int_0^{h_{\max}} F(h_c) dh_c} = H = \frac{P_{\max}}{F(h_c^{\max})}$$

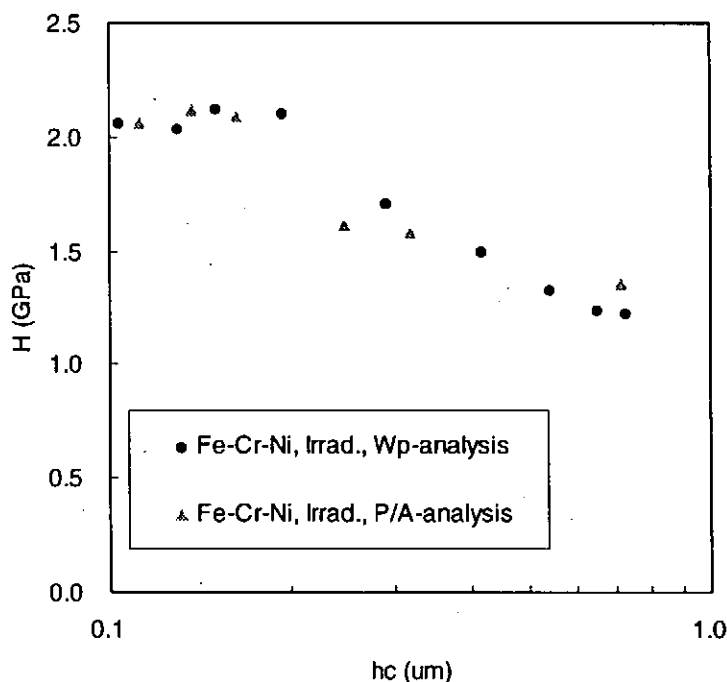
を満たす h_c を探索することにより硬さ H が与えられる。

負荷及び除荷過程における P と h_c の関係

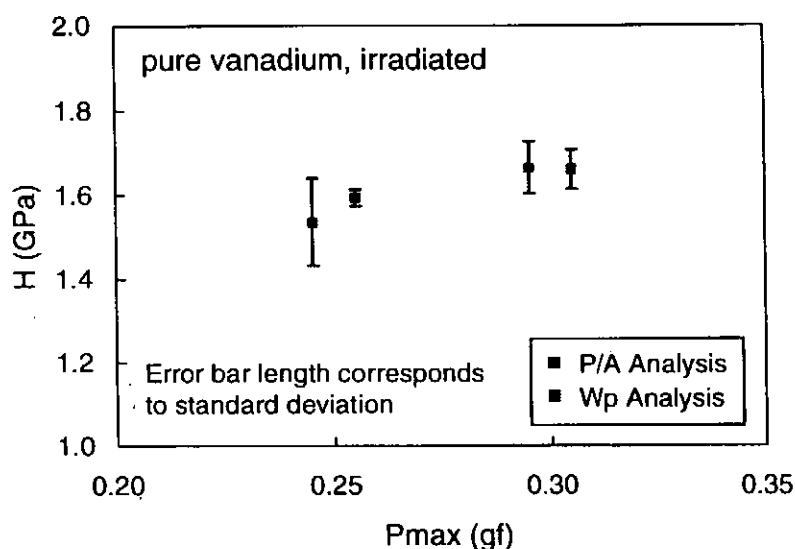
h_c : 接触部深さ
 W_c : 接触部深さの増加に要した正味のエネルギー



接触部投影面積補正法による積分解析



積分解析法による測定誤差の軽減



まとめ

- ▶ 微小押込み試験によるイオン照射した金属材料の硬さ変化の評価法を検討した。
- ▶ その結果、厚さ1 μ m程度の表面層に形成される損傷領域の硬さ変化の定量的評価が可能であることが証明された。その際、圧子先端の丸みの効果を考慮し、圧子-試料の接触部分の投影面積を正確に評価することが重要であることが示された。
- ▶ 試料の塑性変形に要したエネルギーから硬さを評価する方法を提案した。この解析法は本研究の目的に適していることが示された。

デュアルイオン照射材硬さ評価の検討課題

(1) HIT標準デュアルイオン照射条件

ヘリウム注入速度±50%の範囲はFe-Cr-Ni合金において深さ約 400 ~800nmの範囲。この領域に対応する平滑な硬さ領域は必ずしも存在しない。

(2) 硬さ試験法の工夫

- ▶ 照射表面からの擬連続押込みにより平滑な硬さピークが得られないか？
- ▶ 照射表面 400nmまでの精密研磨（精密イオンミリングによる）と押込み深さ50nm程度の硬さ試験によりヘリウム注入層の硬さ評価が可能ではないか？

(3) 照射法の工夫と制約

- ◆エネルギー・デグレーダの動作様式
- ◆エネルギー・デグレーダの設置場所
- ◆ビームのエネルギー
- ◆ビームの入射角
- ◆マルチビーム化

軽水炉圧力容器鋼モデル合金の重イオン照射による硬化の評価

東京大学原子力研究総合センター 岩井岳夫

〔目的〕 軽水炉圧力容器鋼材の中性子照射脆化は、軽水炉の寿命を左右する重要な現象であるが、そのミクロな機構は複雑で、十分に解明されているとはいえない。脆化の主要因はマトリクスの硬化であるので、硬さ測定は脆化の評価に有効に使用されている。本研究では硬化を引き起こす欠陥の検出を目的とし、組成を単純化したモデル合金中にイオン照射によって生成した微細な欠陥を陽電子消滅法などで検出し、生成した欠陥と低荷重のマイクロビッカース硬さ試験による定性的な硬化評価との対応を調べる。

〔方法〕 試料として鉄をベースに炭素、銅、ニッケル含有量を変えたモデル合金を用い、東大原総センター重照射研究設備(HIT)にて3または4 MeVのニッケルイオンを563Kで照射した。欠陥検出には陽電子消滅法および透過型電子顕微鏡を用いた。表面から約1ミクロン程度の深さにのみ導入される欠陥（主として空孔型）を陽電子消滅法によって検出するために、陽電子消滅法は通常の寿命測定ではなく低速陽電子測定装置（筑波大学物質工学系谷川研究室）を用い、単色の陽電子を照射後の試料に注入し、ドップラー拡がりのSパラメータを注入陽電子エネルギーの関数として測定した。このカーブをVEPFIT¹⁾で解析し、欠陥サイズに対応する S_d （欠陥で対消滅したときのSパラメータ）と、欠陥数密度に比例する捕獲速度から、生成した空孔クラスターに関する考察を行った。マイクロビッカース硬さ試験は、圧子先端が損傷領域内で停止する程度の荷重（0.5g重）を用いて試験を実施した。

〔結果〕 陽電子消滅測定の結果から、照射量の増大とともにSパラメータは増加し、照射によって生成する欠陥が増加する。 S_d/S_b （ S_b ：バルクで消滅したときのSパラメータ）の値から、欠陥は10個以下の空孔の集合体と推定される。銅の添加は個々の欠陥でのオープンボリュームを減少させ、ニッケルの添加はやや増加させる傾向にある。さらに銅の添加は陽電子の捕獲速度を大きく増加させることが見出され、この効果は銅—空孔複合体が高密度に形成されることによると考えられる。定性的な硬化評価から銅の添加は照射硬化にも有効に作用していることが示され、高密度に生成した銅—空孔複合体が硬化に対して寄与していると考えられる。一方、銅を含まない試料で得られた陽電子の捕獲速度からマイクロボイドの分布状態が見積もられ、その分布状態より予測される硬化と硬化の実測値との比較から、空孔10個程度の微小なマイクロボイドは転位運動に対して強い障害物ではないということが示された。

〔参考文献〕

- 1) A. Van Veen et al., Proc. 4th International Workshop on Slow Positron Beams for Solids and Surfaces, (1990).

軽水炉压力容器鋼モデル合金の 重イオン照射による硬化の評価

岩井 岳夫

東京大学原子力研究総合センター



背景

軽水炉压力容器鋼の中性子照射脆化

- ・マトリクスの硬化が主因
- ・どういう欠陥が硬化に主に寄与しているかは不明

目的

欠陥の検出 ←→ 硬化の評価

- ・どういう欠陥が硬化に主に寄与しているか？
 - モデル合金 → 系の単純化
 - イオン照射 → 簡便な照射手段
条件制御した照射可能

実験方法

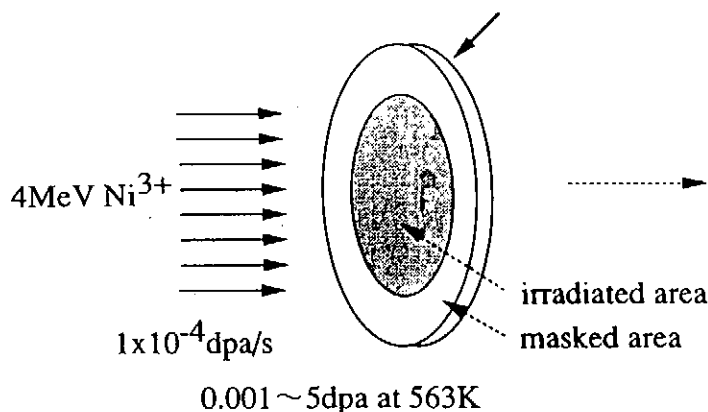
○試料の化学組成

陽電子消滅実験に使用した試料+
Fe-0.1C-2.0Ni, Fe-0.1C-0.1Cu-2.0Ni

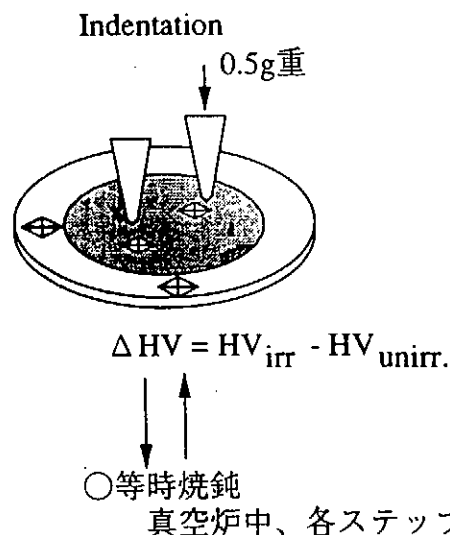
○イオン照射

東京大学原子力研究総合センター
重照射研究設備 (HIT)
タンデロン加速器

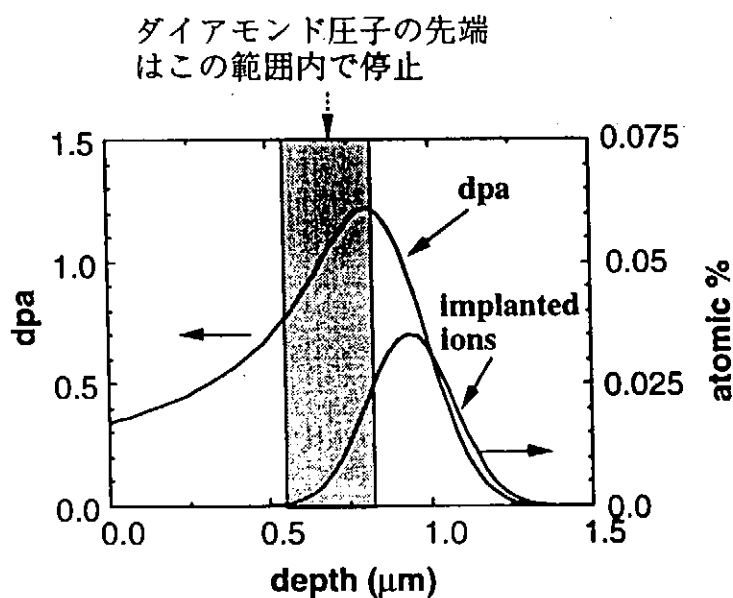
3mmφ x 0.2mm
TEM disk



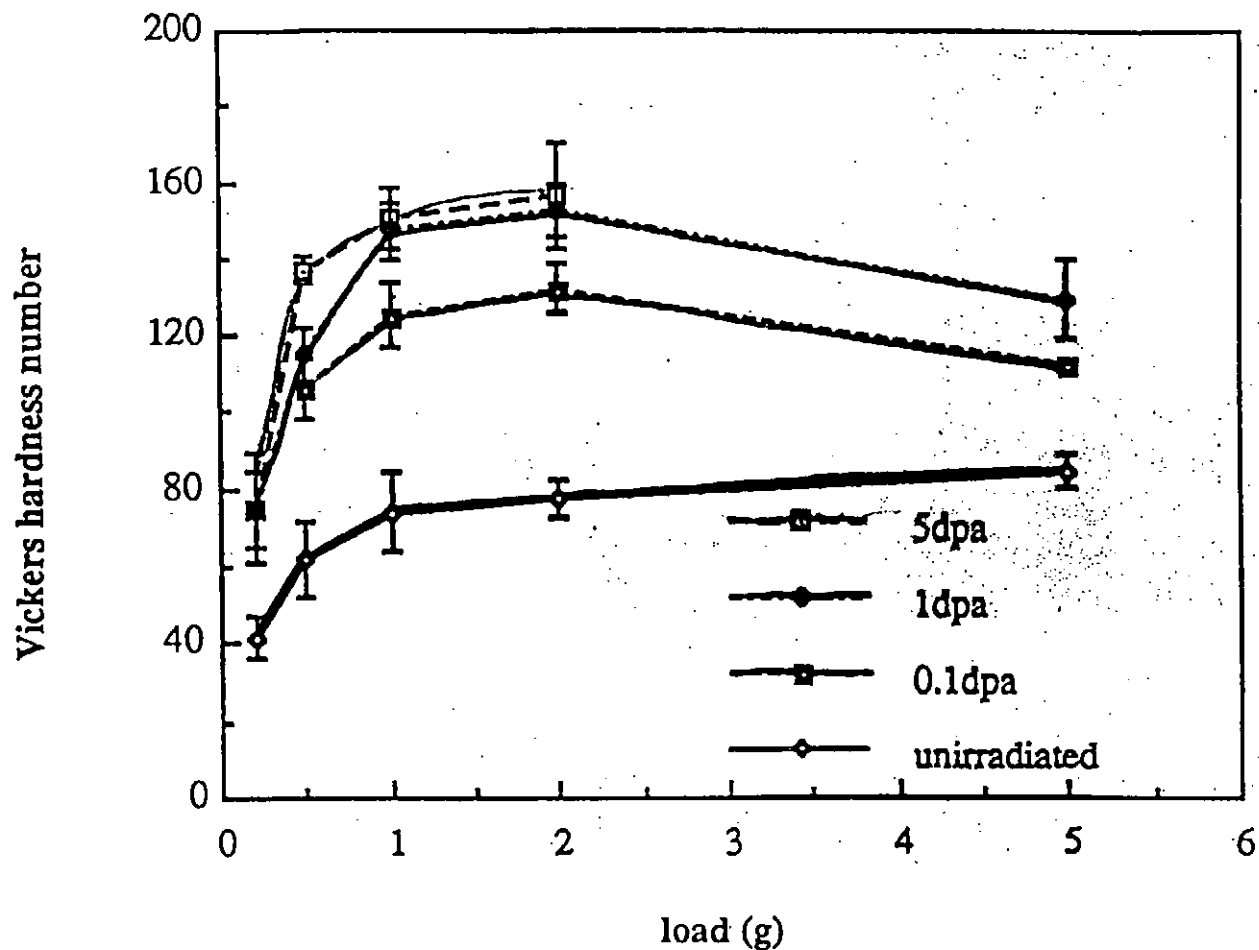
○マイクロビッカース硬さ測定



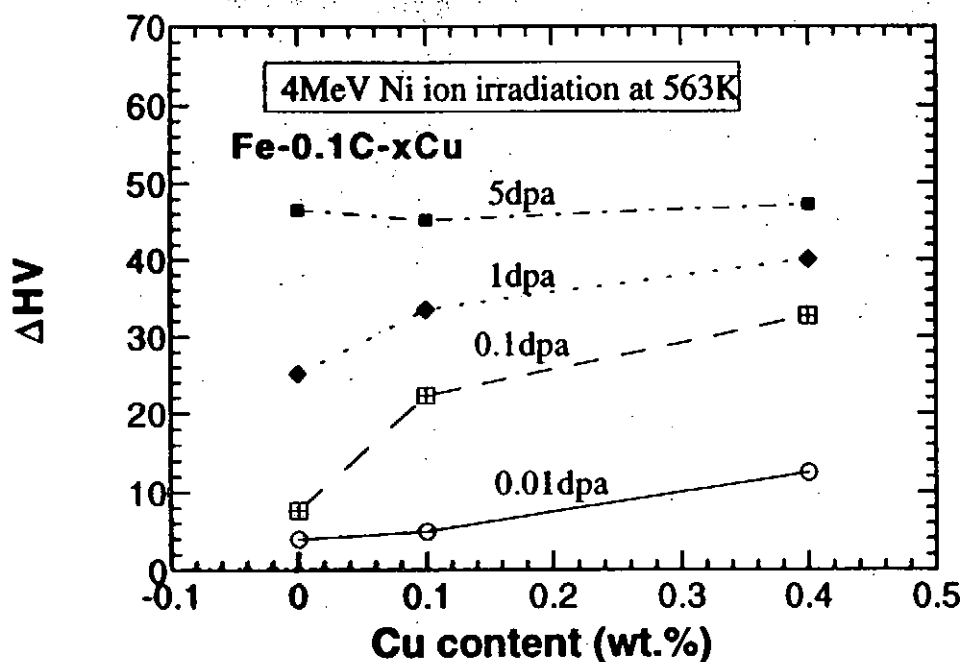
イオン照射によるはじき出しの深さ分布と圧子押し込み深さとの関係



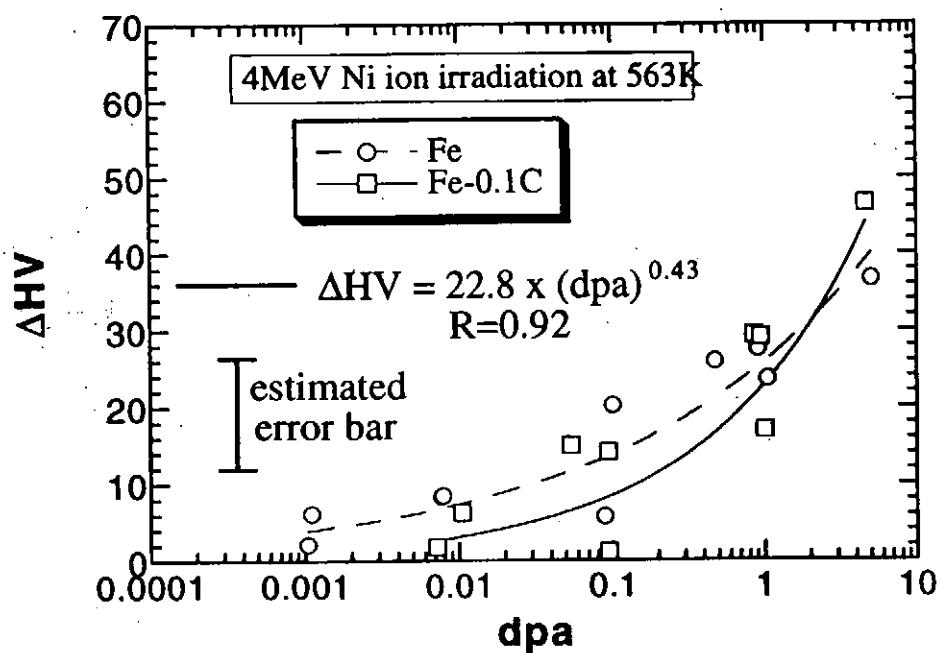
Ni³⁺イオンを 10^{19} ions/m² 照射したときのはじき出し
および飛程の深さ分布



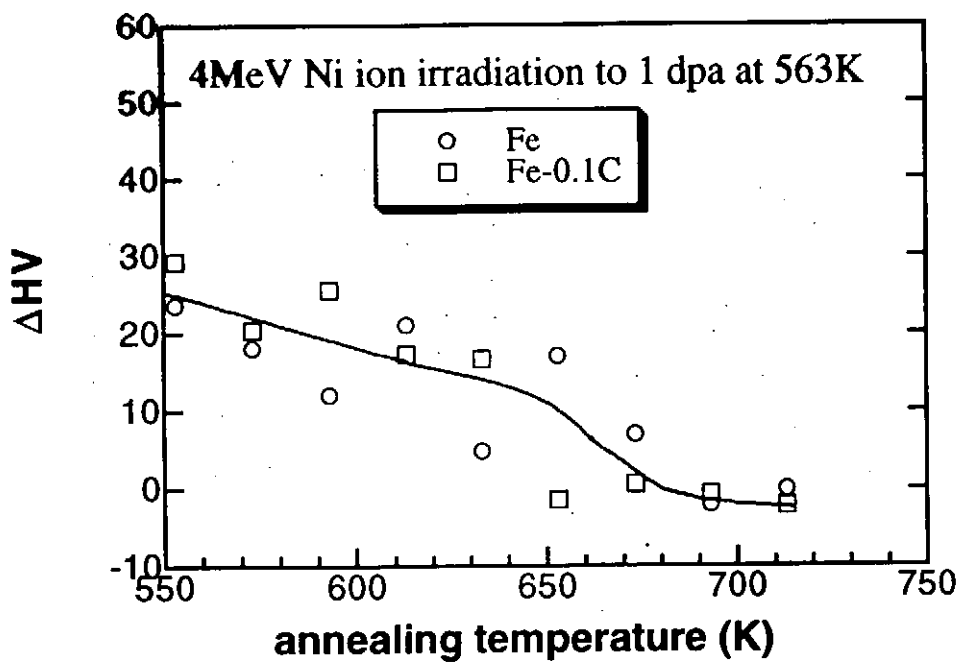
照射硬化の銅含有量依存性



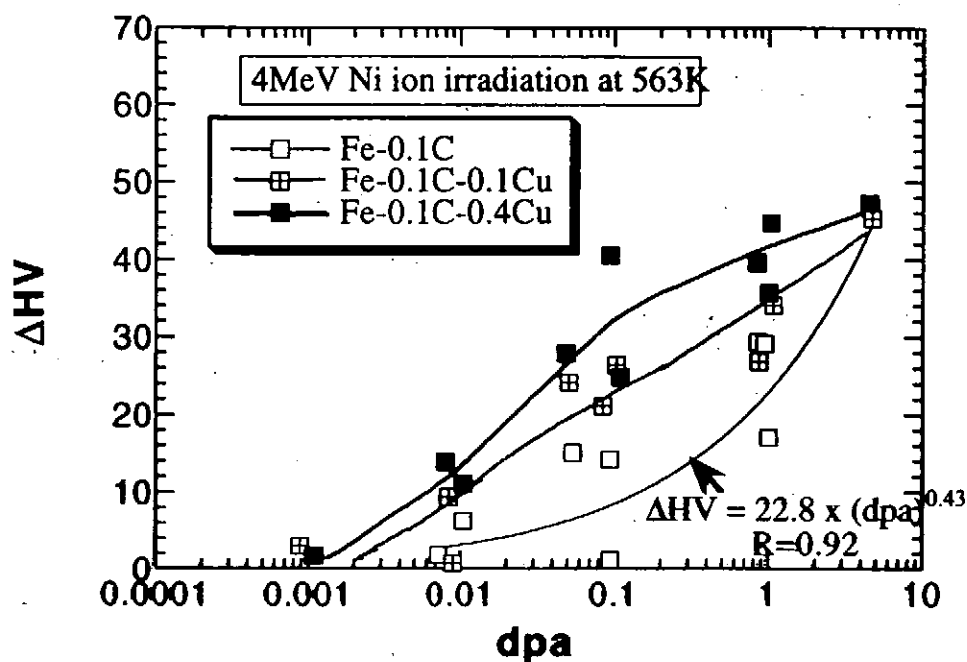
照射硬化の照射量依存性 (Fe, Fe-0.1C)



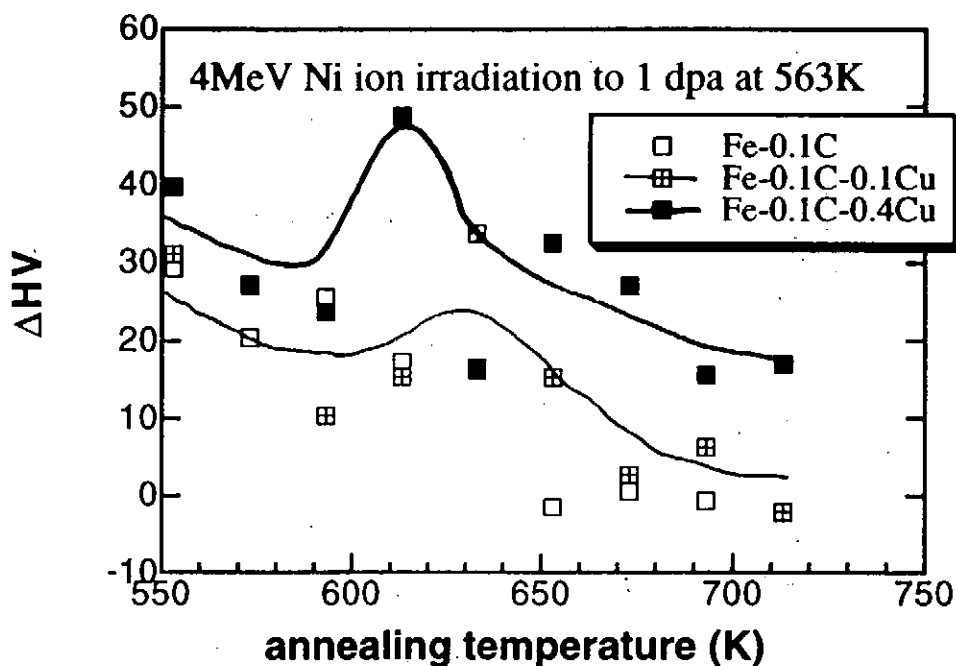
等時焼鈍による回復過程 (Fe, Fe-0.1C)



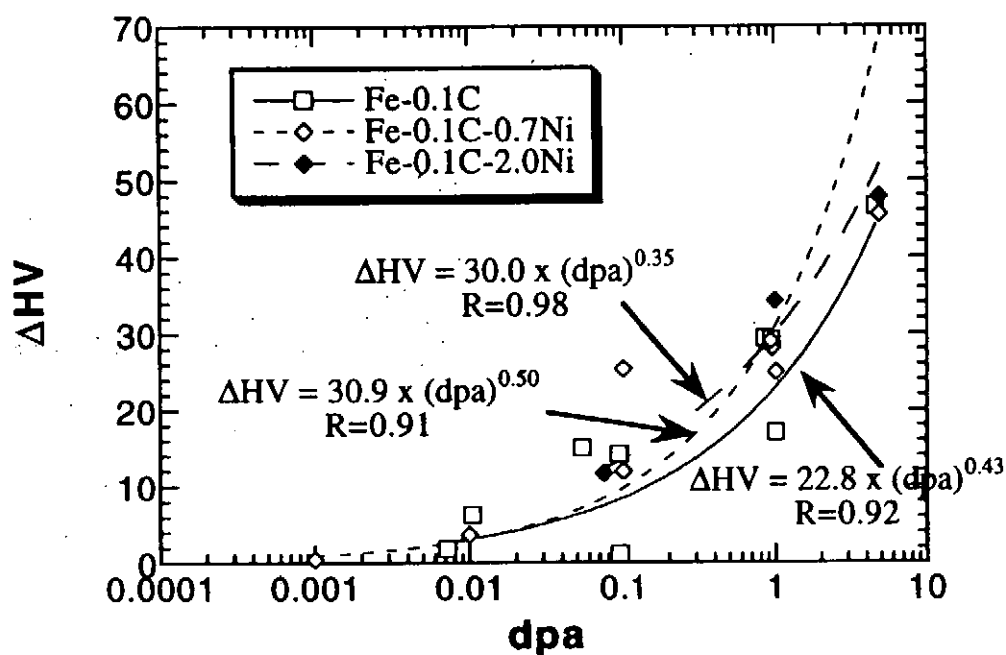
照射硬化の照射量依存性 (Fe-0.1C-xCu)



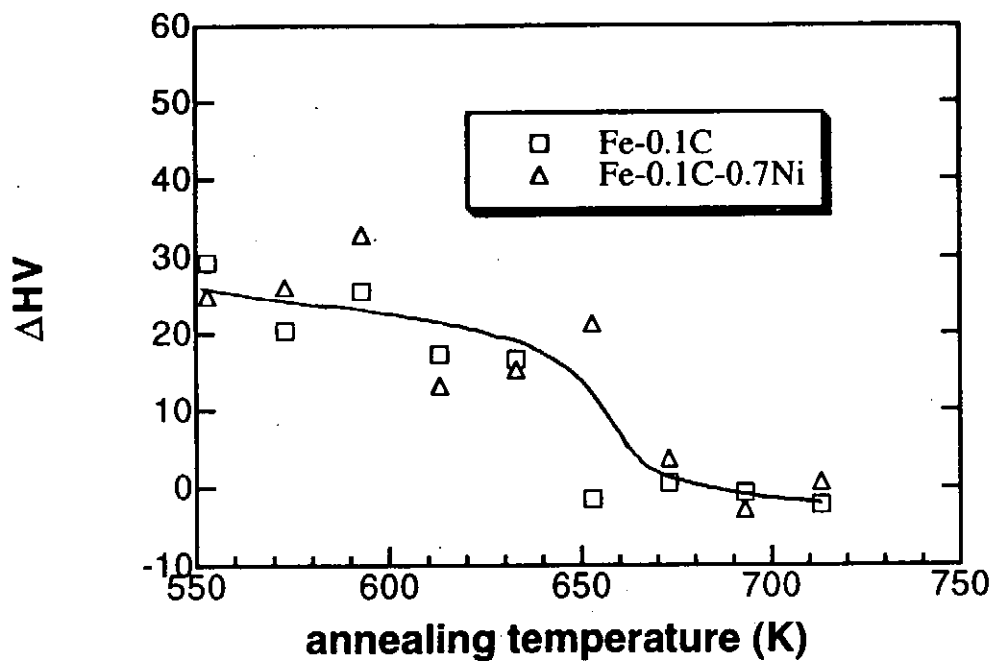
等時焼鈍による回復過程 (Fe-0.1C-xCu)



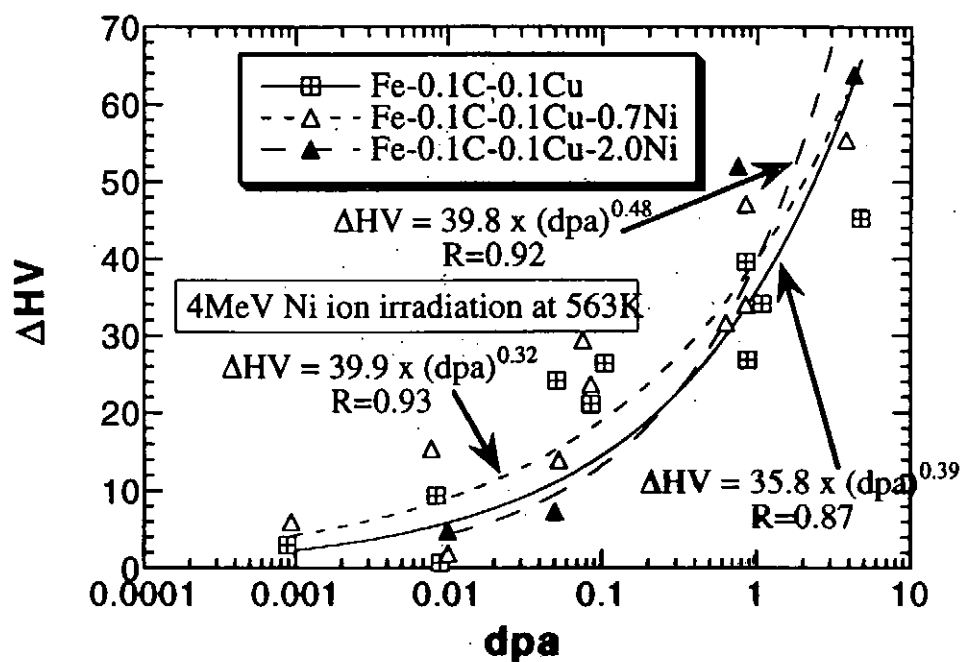
照射硬化の照射量依存性 (Fe-0.1C-xNi)



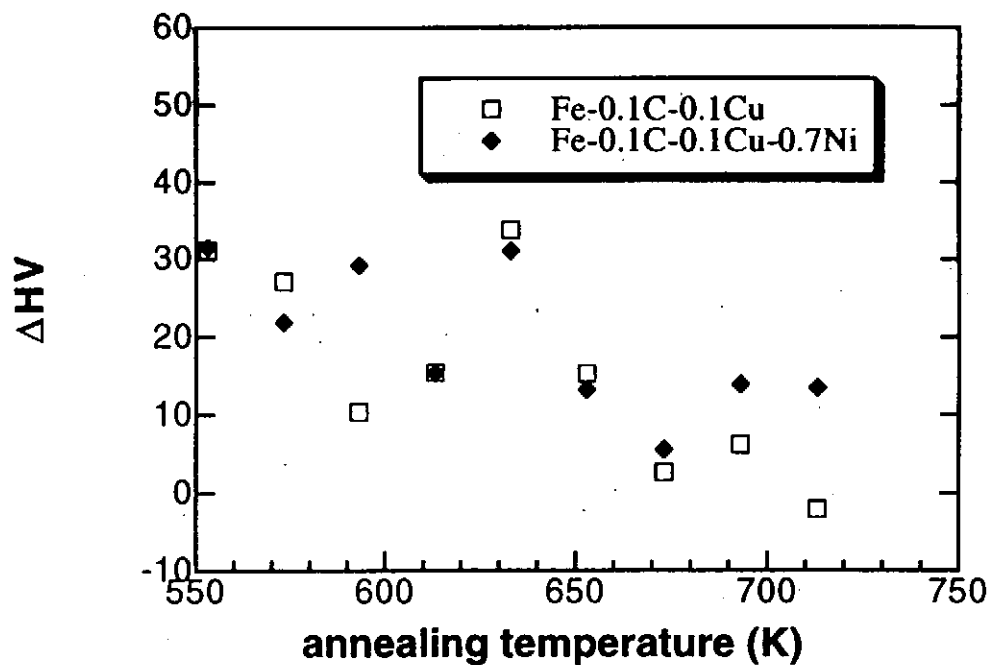
等時焼鈍による回復過程 (Fe-0.1C-xNi)



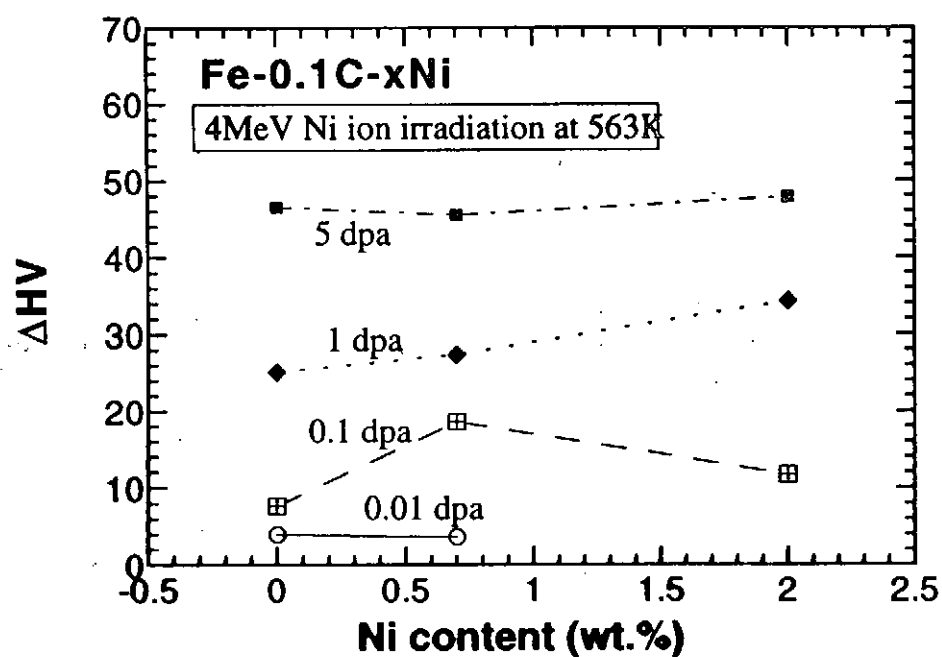
照射硬化の照射量依存性 (Fe-0.1C-0.1Cu-xNi)



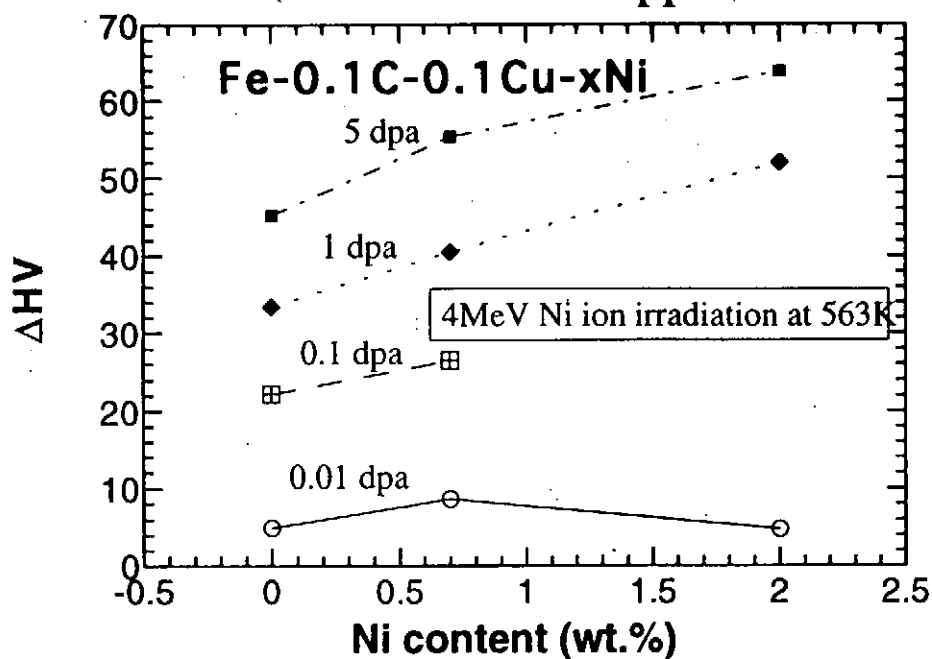
等時焼鈍による回復過程 (Fe-0.1C-0.1Cu-xNi)

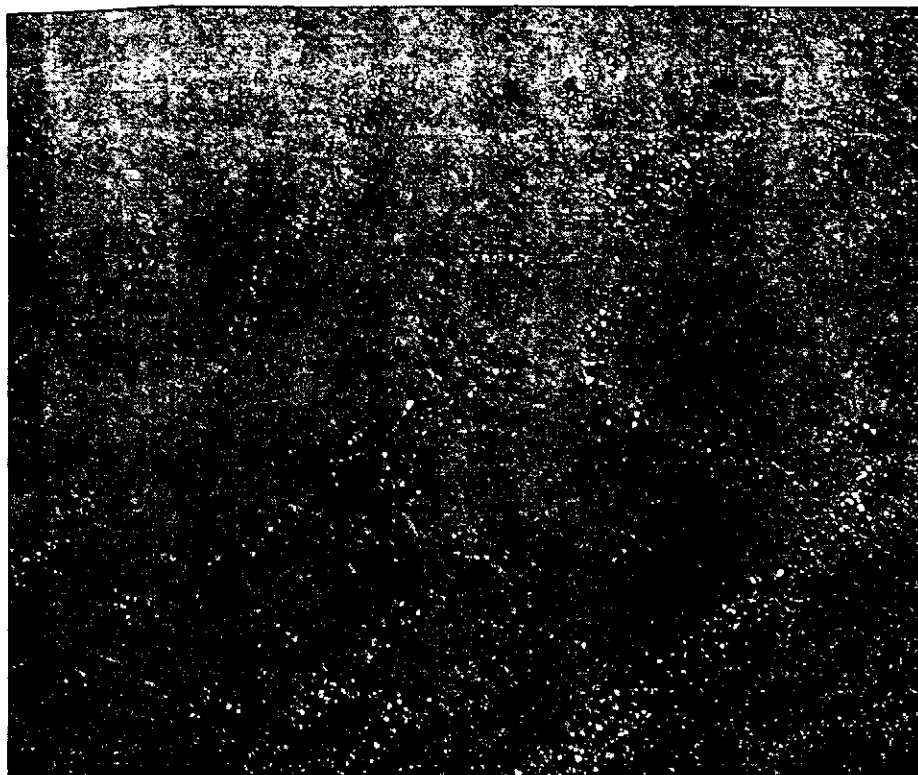


照射硬化のニッケル含有量依存性 (no copper)



照射硬化のニッケル含有量依存性 (with 0.1wt.% copper)



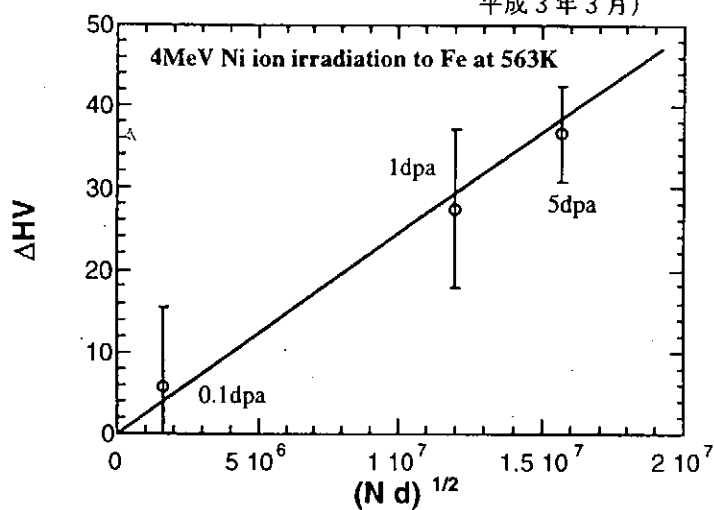


100nm

290°C、1 dpa照射純鉄の透過電子顕微鏡像

転位ループによる硬化

純鉄中で電子顕微鏡で観察される dot image の分布
と測定された硬化との関係 (加藤祥晃、東京大学卒業論文、
平成3年3月)



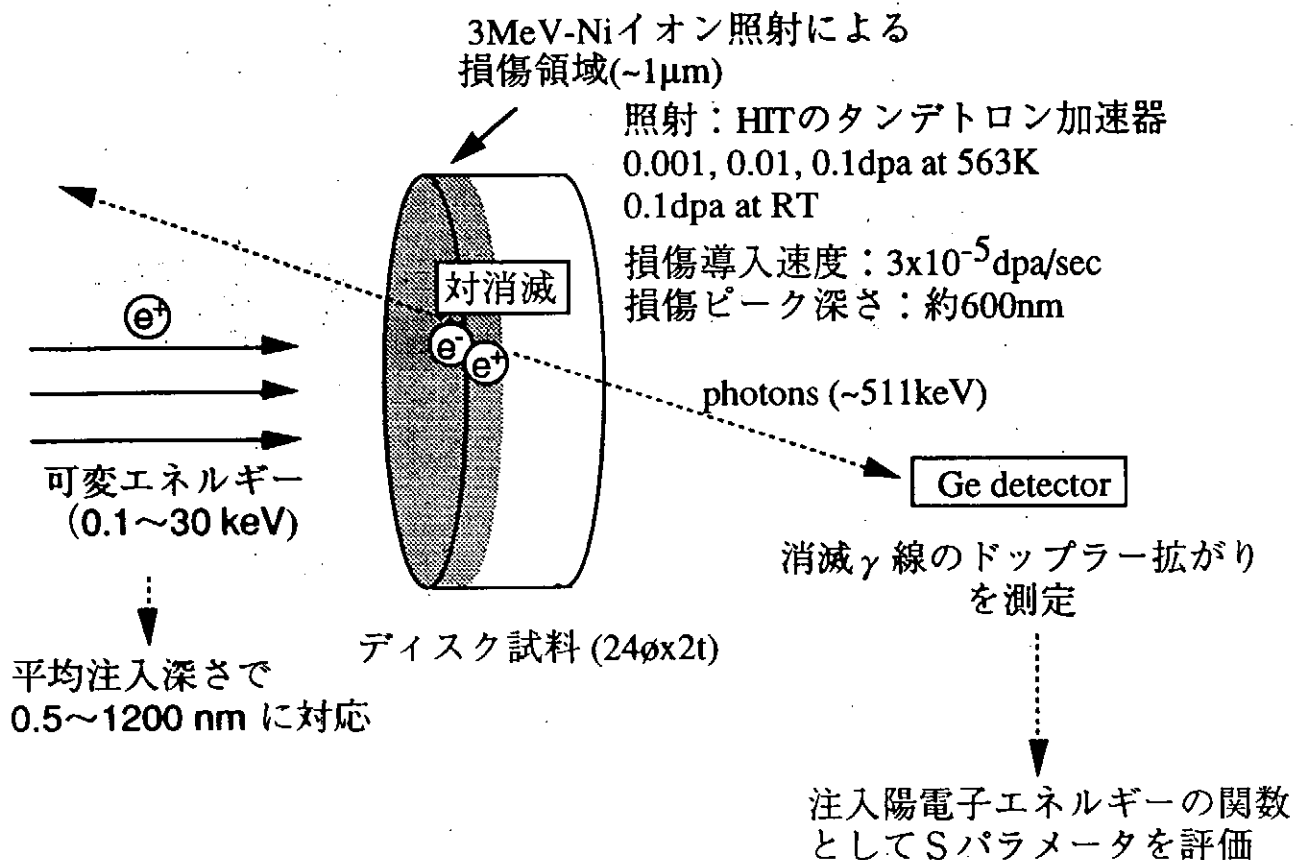
直線の傾きから $\beta = 5.3$

(転位ループの場合、strong barrier modelで3~4.)

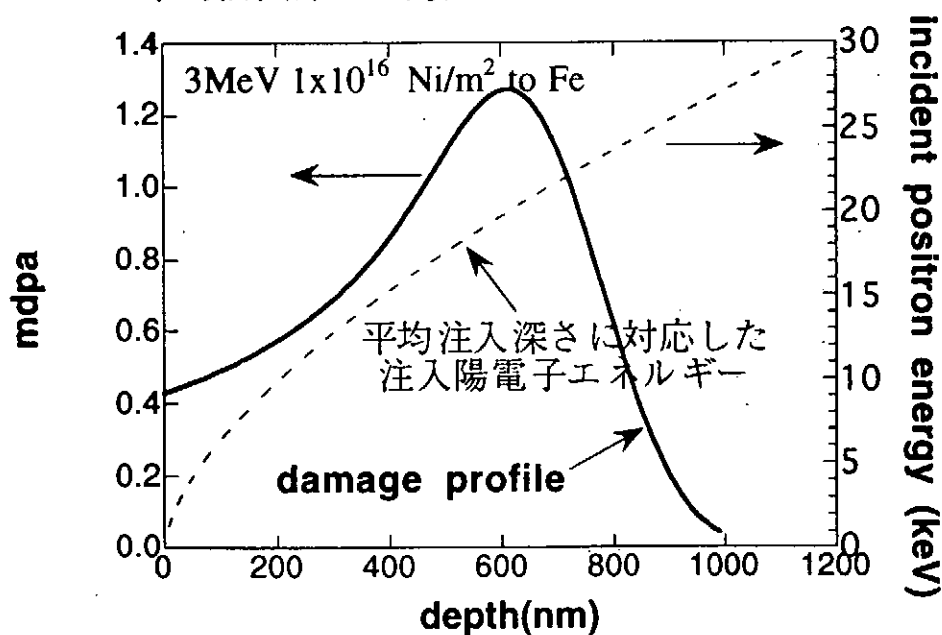
この照射量 (0.1~5dpa) では転位ループ
の硬化への寄与が大きい

可変エネルギー陽電子ビーム注入実験

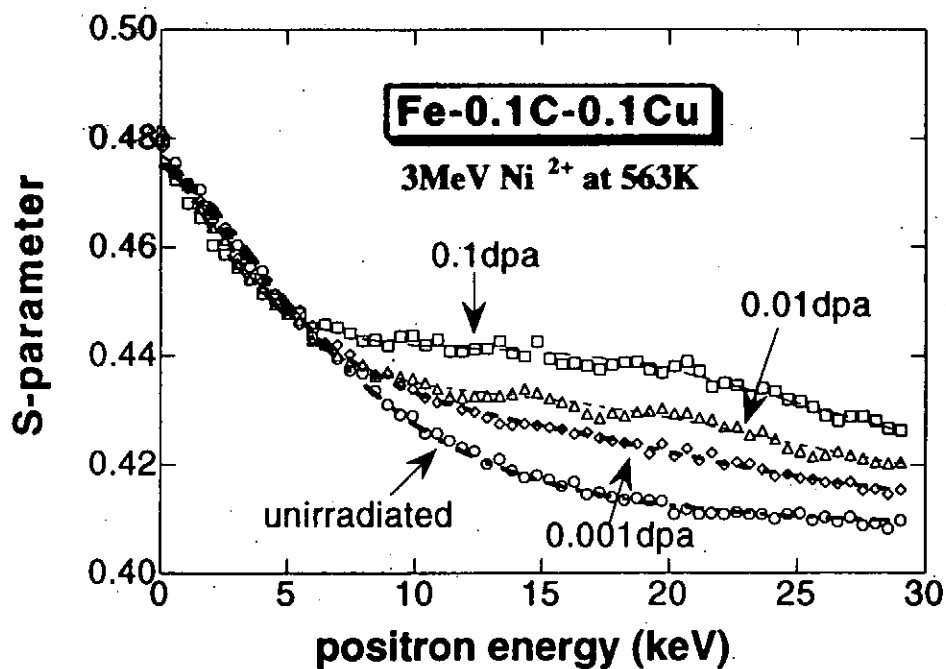
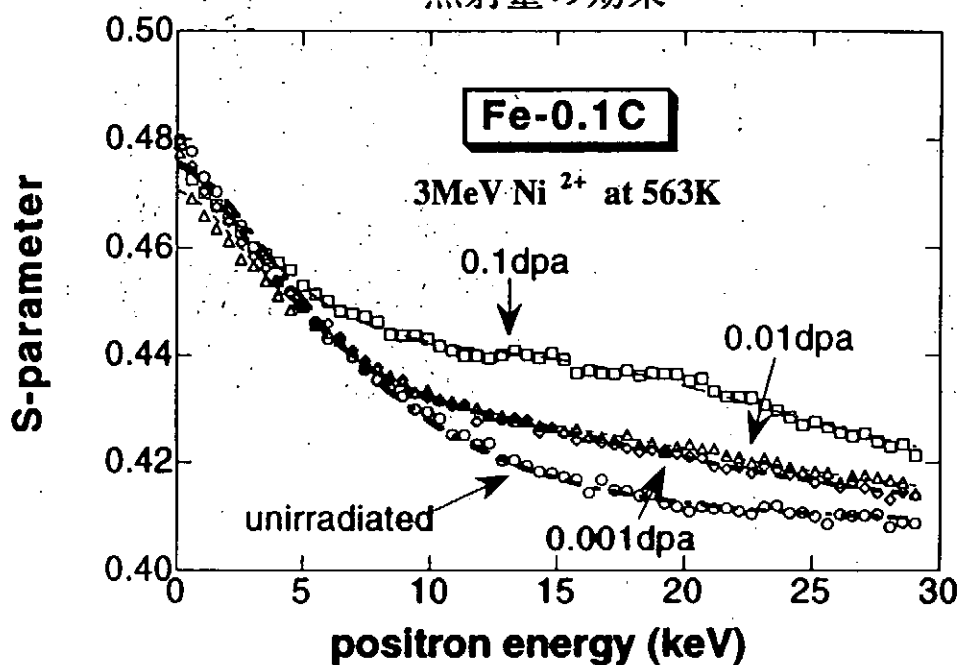
(筑波大学物質工学系 谷川研究室)



イオン照射によるはじき出しの深さ分布 (EDEP-1) と、
平均注入深さに対応した陽電子エネルギー

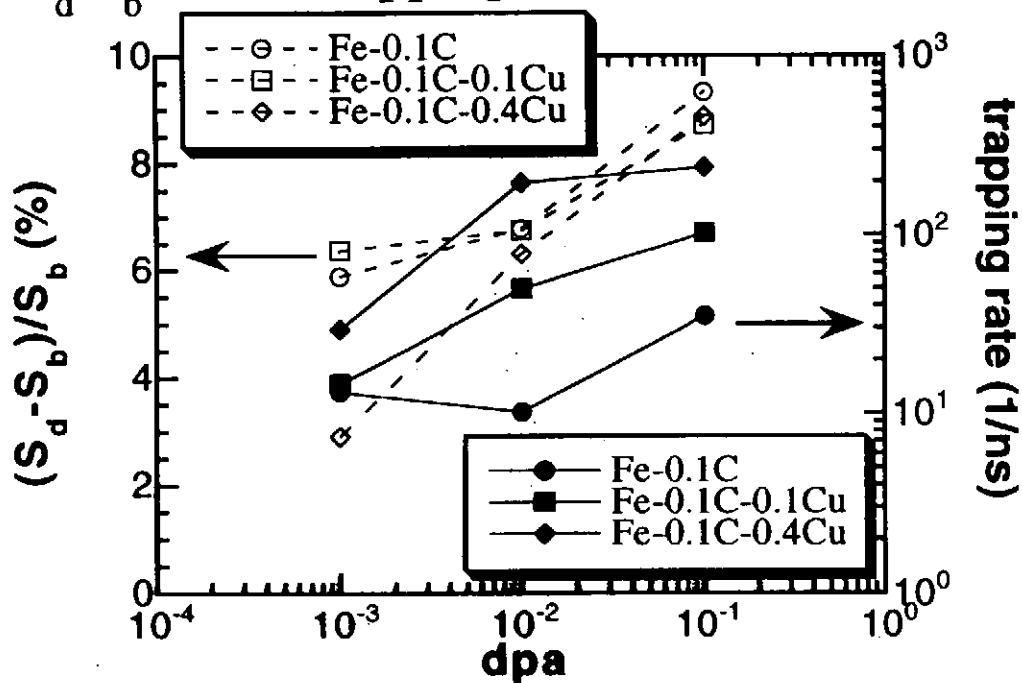


563K照射によるSパラメータ変化に与える
照射量の効果

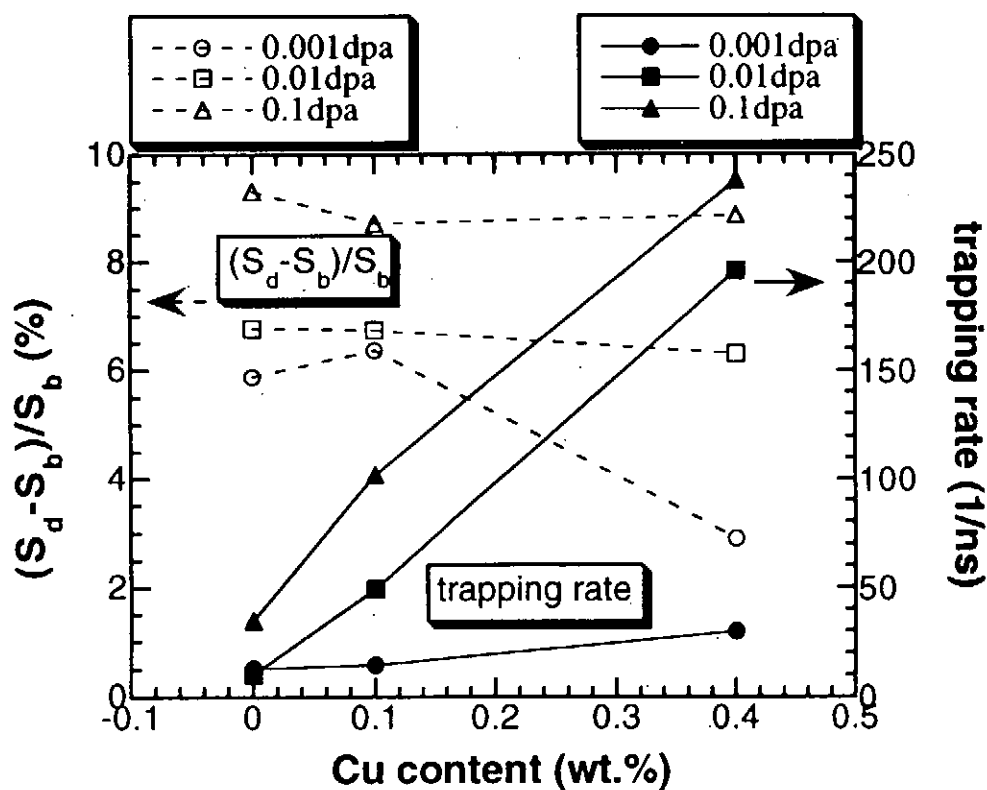


Fe-0.1C-xCu

S_d/S_b および trapping rate の照射量依存性



S_d/S_b および trapping rate の銅含有量依存性



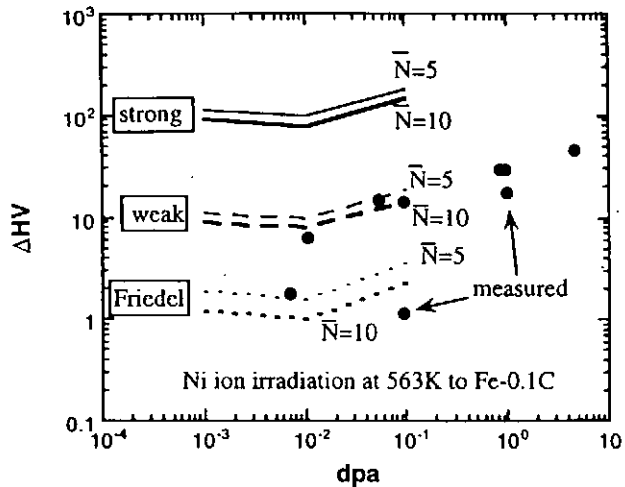
空孔クラスターによる硬化の評価

前述の硬化モデル

$$\Delta\tau = \frac{Gb}{\beta} \sqrt{Nd} \quad \begin{array}{l} \beta=1 \text{ (strong barrier)} \\ \beta=10 \text{ (weak barrier)} \end{array}$$

$$\Delta\tau = \frac{Gb}{\beta} dN^{2/3} \quad \beta=10 \text{ (for voids)}$$

$\bar{N}=5, 10$ について、各モデルで空孔クラスターによる硬化を評価し、実測値と比較



○硬化モデルの選択によって、予測される硬化の度合いは2桁も異なる

strong barrierを仮定すると実測値よりも明らかに硬化を過大評価する

○空孔クラスターは転位運動に対してweak barrierとして作用

ま と め

・イオン照射された鉄基モデル合金の硬化の評価

低荷重のマイクロビッカース硬さ試験

定性的には硬化の傾向を見いだせる

フルエンス依存性、銅・ニッケルの効果

欠陥分布との対応

損傷領域の硬化量の定量化には限度

より高度な硬化評価手法必要

イオン照射による硬化の評価手法の高度化



圧力容器鋼脆化の問題への応用

○照射硬化—焼鈍—再照射硬化挙動のデータ取得

・フラックス効果に関する系統的な実験

◎PKAスペクトル効果に関する系統的な実験

○ミクロ組織—硬化相関則の高度化 etc.



平成 8 年度核融合科学研究所共同研究
「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」
研究会プログラム

日時：平成 8 年 10 月 9 日 午前 9 時 40 分～午後 5 時

会場：核融合科学研究所土岐地区 LHD 本体棟第 2 会議室

9:40 開会挨拶 栗下裕明（東北大・金研）

主旨説明 加藤雄大（核融合研）

セッション 1（座長：長谷川晃）

10:00 「押込み試験法による機械的特性評価の現状」
栗下裕明（東北大・金研）

10:40 「微小球押込み試験法の変形・破壊研究への適用」
山本琢也（東北大・金研）

11:10 「超微小硬度測定法とその照射損傷研究への応用」
轡田政則（九大・工）

11:40 「超微小硬度計の脆性材料表面評価への応用」
岡田亜紀良（北大・工）

12:10 「島津ダイナミック超微小硬度計について」
山本靖則（島津製作所）

12:30 昼食・LHD 見学（希望者）

セッション 2（座長：福元謙一）

13:30 「SEM 内微小押し込み試験機による CMC の界面強度評価」
檜木達也（京大・エネ研）

13:50 「繊維押し込み試験による C/C 複合材料の界面強度評価」
芹澤久（東大・工）

14:10 「超微小硬さ計を用いた SiC/SiC 複合材料における
He イオンの照射効果に関する研究」 長谷川晃（東北大・工）

14:40 「超微小押し込み試験による炭素/銅 接合材の力学特性の評価」
車田亮（茨城大・工）

15:00 休憩

セッション 3（座長：山本琢也）

15:10 「超微小押し込み試験法によるイオン照射領域の硬度評価」
岩切宏友（九大・応力研）

15:40 「デュアルイオン照射材の硬度評価」
加藤雄大（核融合研）

16:10 「軽水炉圧力容器鋼モデル合金の重イオン照射による硬化の評価」
岩井岳夫（東大・原総セ）

16:40 閉会挨拶 室賀健夫（核融合研）

「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」
研究会参加者一覧

氏名	所属
岡田亜紀良	北海道大学工学部
長谷川 晃	東北大学工学部
福元 謙一	東北大学金属材料研究所
栗下 裕明	東北大学金属材料研究所大洗施設
山本 琢也	東北大学金属材料研究所大洗施設
柴山 環樹	東北大学金属材料研究所大洗施設
車田 亮	茨城大学工学部
岩井 岳夫	東京大学原子力研究総合センター
佐東 信司	東京大学工学部
芹澤 久	東京大学工学部
渡辺健一郎	東京大学工学部
岡田 知久	名古屋大学工学部
檜木 達也	京都大学エネルギー理工学研究所
轡田 政則	九州大学工学部
垣内 一雄	九州大学工学部
岩切 宏友	九州大学総合理工学研究科
中村 祐三	鹿児島大学工学部
松永 晃治	総合研究大学院大学
室賀 健夫	核融合科学研究所
井上 徳之	核融合科学研究所
西村 新	核融合科学研究所
加藤 雄大	核融合科学研究所
井上 栄	(株)アカシ営業部
山本 靖則	(株)島津製作所試験計測事業部

Publication List of NIFS-PROC Series

- NIFS-PROC-1 *"U.S.-Japan on Comparison of Theoretical and Experimental Transport in Toroidal Systems Oct. 23-27, 1989", Mar. 1990*
- NIFS-PROC-2 *"Structures in Confined Plasmas –Proceedings of Workshop of US-Japan Joint Institute for Fusion Theory Program–"; Mar. 1990*
- NIFS-PROC-3 *"Proceedings of the First International Toki Conference on Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion –Next Generation Experiments in Helical Systems– Dec. 4-7, 1989" Mar. 1990*
- NIFS-PROC-4 *"Plasma Spectroscopy and Atomic Processes –Proceedings of the Workshop at Data & Planning Center in NIFS–"; Sep. 1990*
- NIFS-PROC-5 *"Symposium on Development of Intensed Pulsed Particle Beams and Its Applications February 20 1990"; Oct. 1990*
- NIFS-PROC-6 *"Proceedings of the Second International TOKI Conference on Plasma Physics and Controlled Nuclear Fusion , Nonlinear Phenomena in Fusion Plasmas -Theory and Computer Simulation-"; Apr. 1991*
- NIFS-PROC-7 *"Proceedings of Workshop on Emissions from Heavy Current Carrying High Density Plasma and Diagnostics"; May 1991*
- NIFS-PROC-8 *"Symposium on Development and Applications of Intense Pulsed Particle Beams, December 6 - 7, 1990"; June 1991*
- NIFS-PROC-9 *"X-ray Radiation from Hot Dense Plasmas and Atomic Processes"; Oct. 1991*
- NIFS-PROC-10 *"U.S.-Japan Workshop on "RF Heating and Current Drive in Confinement Systems Tokamaks" Nov. 18-21, 1991, Jan. 1992*
- NIFS-PROC-11 *"Plasma-Based and Novel Accelerators (Proceedings of Workshop on Plasma-Based and Novel Accelerators) Nagoya, Japan, Dec. 1991"; May 1992*
- NIFS-PROC-12 *"Proceedings of Japan-U.S. Workshop P-196 on High Heat Flux Components and Plasma Surface Interactions for Next Devices"; Mar. 1993*
- NIFS-PROC-13 『NIFS シンポジウム
「核燃焼プラズマの研究を考える－現状と今後の取り組み方」
1992 年 7 月 15 日、核融合科学研究所』

1993 年 7 月

NIFS Symposium

"Toward the Research of Fusion Burning Plasmas -Present Status and Future strategy-", 1992 July 15, National Institute for Fusion Science"; July 1993 (in Japanese)

NIFS-PROC-14 *"Physics and Application of High Density Z-pinches", July 1993*

NIFS-PROC-15 岡本正雄、講義「プラズマ物理の基礎」
平成 5 年度 総合大学院大学
1994 年 2 月
M. Okamoto,
"Lecture Note on the Bases of Plasma Physics"
Graduate University for Advanced Studies
Feb. 1994 (in Japanese)

NIFS-PROC-16 代表者 河合良信
平成 5 年度 核融合科学研究所共同研究
研究会報告書
「プラズマ中のカオス現象」
"Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences"
Report of the meeting on Chaotic Phenomena in Plasma
Apr. 1994 (in Japanese)

NIFS-PROC-17 平成 5 年度 NIFS シンポジウム報告書
「核融合炉開発研究のアセスメント」
平成 5 年 11 月 29 日-30 日 於 核融合科学研究所
"Assessment of Fusion Reactor Development"
Proceedings of NIFS Symposium held on November 29-30,
1993 at National Institute for Fusion Science" Apr. 1994
(in Japanese)

NIFS-PROC-18 *"Physics of High Energy Density Plasmas Produced by Pulsed Power" June 1994*

NIFS-PROC-19 K. Morita, N. Noda (Ed.),
"Proceedings of 2nd International Workshop on Tritium Effects in Plasma Facing Components at Nagoya University, Symposium Hall, May 19-20, 1994", Aug. 1994

NIFS-PROC-20 研究代表者 阿部 勝憲 (東北大学・工学部)
所内世話人 野田信明
平成 6 年度 核融合科学研究所共同研究 [研究会]
「金属系高熱流束材料の開発と評価」成果報告書
K. Abe and N. Noda (Eds.),
"Research and Development of Metallic Materials for Plasma Facing and High Heat Flux Components" Nov. 1994
(in Japanese)

- NIFS-PROC-21 世話人：森田 健治（名古屋大学工学部）、金子 敏明（岡山理科大学理学部）
「境界プラズマとカソードとの相互作用に関する基礎過程の研究」
研究会報告
K. Morita (Nagoya Univ.), T. Kaneko (Okayama Univ. Science)(Eds.)
"NIFS Joint Meeting "Plasma-Divertor Interactions" and
"Fundamentals of Boundary Plasma-Wall Interactions"
January 6-7, 1995 National Institute for Fusion Science"
Mar. 1995 (in Japanese)
- NIFS-PROC-22 代表者 河合 良信
プラズマ中のカオス現象
Y. Kawai,
"Report of the Meeting on Chaotic Phenomena in Plasma, 1994"
Apr. 1995 (in Japanese)
- NIFS-PROC-23 K. Yatsui (Ed.),
"New Applications of Pulsed, High-Energy Density Plasmas";
June 1995
- NIFS-PROC-24 T. Kuroda and M. Sasao (Eds.),
"Proceedings of the Symposium on Negative Ion Sources and Their
Applications, NIFS, Dec. 26-27, 1994", Aug. 1995
- NIFS-PROC-25 岡本 正雄
新古典輸送概論（講義録）
M. Okamoto,
"An Introduction to the Neoclassical Transport Theory"
(Lecture note), Nov. 1995 (in Japanese)
- NIFS-PROC-26 Shozo Ishii (Ed.),
"Physics, Diagnostics, and Application of Pulsed High Energy
Density Plasma as an Extreme State"; May 1996
- NIFS-PROC-27 代表者 河合 良信
プラズマ中のカオスとその周辺非線形現象
Y. Kawai ,
"Report of the Meeting on Chaotic Phenomena in Plasmas and
Beyond, 1995", Sep. 1996 (in Japanese)
- NIFS-PROC-28 T. Mito (Ed.),
"Proceedings of the Symposium on Cryogenic Systems for Large Scale
Superconducting Applications", Sep. 1996
- NIFS-PROC-29 岡本正雄
講義「核融合プラズマ物理の基礎 - I」
平成 8 年度 総合研究大学院大学 数物科学研究科 核融合科学専攻
1996年 10月
M. Okamoto

"Lecture Note on the Fundamentals of Fusion Plasma Physics - I"
Graduate University for Advanced Studies; Oct. 1996 (in Japanese)

NIFS-PROC-30

研究代表者 栗下 裕明（東北大学金属材料研究所）
所内世話人 加藤 雄大
平成 8 年度核融合科学研究所共同研究
「被損傷材料の微小体積強度評価法の高度化」研究会
1996年 10月 9日 於：核融合科学研究所

H. Kurishita and Y. Katoh (Eds.)

*NIFS Workshop on Application of Micro-Indentation Technique to
Evaluation of Mechanical Properties of Fusion Materials, Oct. 9,
1996, NIFS*

Nov. 1996 (in Japanese)