

## ナノインデントーションを用いた

## 照射された核物質における特性変化の研究



### はじめに

商用ナノインデントーションは、テネシー州オークリッジで考案および開発されました。これは、イオン照射された表面の機械的強度を正確な特徴付けを目的としていました。押し込み試験サイクル全体を通して荷重と侵入深さを継続的に測定することにより、ヤング率およびビッカース硬さ(換算値)をサブミクロンスケールで決定できます<sup>[1,2]</sup>。さらに、これらと同様の特性は、動的ナノインデントーションによる表面侵入深さの連続関数として測定することもできます。この際、準静的荷重に小さな振動を重ねさせて押し込み試験を行います<sup>[3,4]</sup>。この研究では、KLA iMicro ナノインデントーを使用して、照射鋼 Fe<sub>14</sub>Cr の表面近傍の硬さを測定しています。

### サンプル準備

製造後、高純度二元合金 Fe<sub>14</sub>Cr を 850°C で 1 時間加熱しました。1 つは参照用に照射しないサンプル、もう 1 つは照射するサンプルの、計 2 つのサンプルの表面を、シリカ紙で 4000 グリットまで機械的に研磨した後、粒子サイズを 0.05 μm まで小さくしたダイヤモンド懸濁液での研磨を行いました。イオン照射は、ミシガン大学アナーバー校のミシガンイオンビーム研究所で実施されました。被曝は 450°C で線量率は 10<sup>-4</sup>dpa/s のレートで 8MeV Fe<sup>2+</sup> でした。ここで、dpa (displacement per atom) は損傷量の単位で、原子当たりの弾き出された原子数を表します。物質中のイオン阻止および飛程 (The Stopping and Range of Ions in Matter ; SRIM) シミュレーションでは、3.5dpa の統合損傷を伴う約 2 μm の照射層が予測されました。照射後、それ以上の研磨は行いませんでした。

### ナノインデントーション試験

装置は KLA iMicro ナノインデントーを用い、iMicro 用試験メソッド「AdvancedDynamic E and H」を使用して、照射された Fe<sub>14</sub>Cr と参照用の Fe<sub>14</sub>Cr の両方に最大押し込み深さ 1000nm まで 25 点の押し込みを実行しました。照射と同じ表面および同じ方向に押し込みを行いました。押し込みひずみ速度は 0.05/秒であり、重畳振動は 45Hz で 2nm でした。それぞれの押し込みは、荷重印加プロセス全体を通して、ヤング率とビッカース硬さの両方を継続的に測定します。特性は、ナノインデントーション<sup>[1,2]</sup>について他の場所で説明され

ているように計算されましたが、1つの例外があります。接触深さは、表面たわみの量だけ総押し込み深さ以上であるので、総深さに等しいと計算されました。これは、くぼみの周りの表面の沈み込み(sink-in)を示さない金属の一般的な仮定です。

## 結果と考察

両方のサンプルのヤング率とビッカース硬さを図 1 にプロットします。各プロファイルは、25 の試験点すべてにわたるパラメーター（ヤング率またはビッカース硬さ）の平均値を表し、エラーバーは標準偏差( $\pm 0.5\sigma$ )にまたがっています。

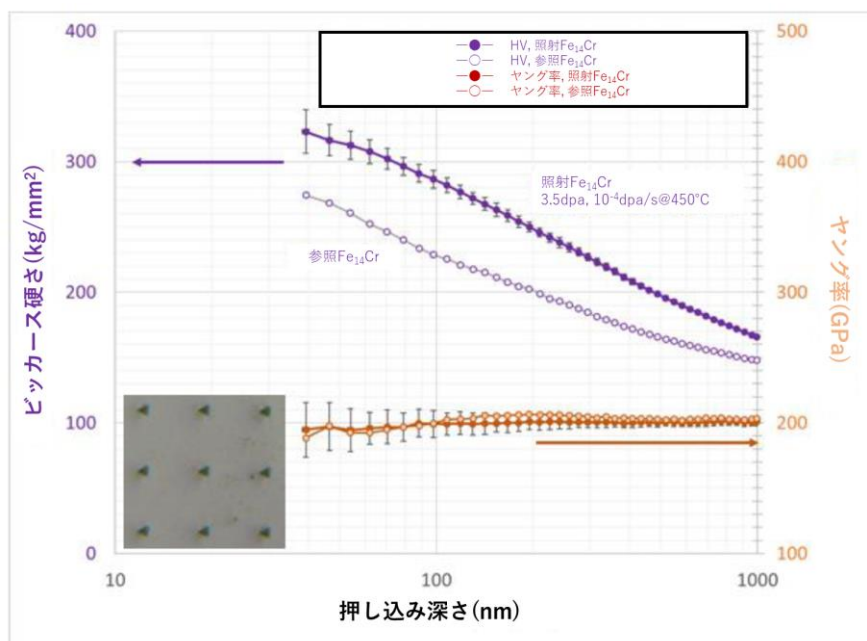


図 1) 両方の参照・照射 Fe<sub>14</sub>Cr の押し込み深さの関数としてのビッカース硬さ(紫)とヤング率(オレンジ)。挿入図：照射された Fe<sub>14</sub>Cr の圧痕、深さ 1 $\mu$ m、間隔 40 $\mu$ m。

ヤング率の測定は心強いものです。第一に、それは深さに依らず一定であり、40nm という小さな押し込みでも測定可能です。第二に、200GPa の値は鋼にとって妥当な値です。第三に、照射されたサンプルと参照サンプルの間の類似性によって証明されるように、放射線被曝はヤング率に有意な影響を与えません。

ビッカース硬さは表面近くで最も高く、照射サンプルと参照サンプルの両方で深さとともに徐々に低下します。参照サンプルの硬さの低下は、研磨による硬化と押し込みサイズ効果によるものです。「押し込みサイズ効果」という用語は、可塑性に必要な局所転位がないため、多くの金属が小さな体積においてはより強いという現実を表しています<sup>[5]</sup>。照射されたサンプルと参照の硬さの違いは放射線被曝によるものであり、この違いは侵入深さ約 100nm で最大になります。

## まとめ

動的ナノインデントアプリーションは、ヤング率と硬さの両方を深さの連続関数として与えるため、照射された材料を特徴付ける鍵となります。この研究では、ヤング率で定量化されたように、放射線は Fe<sub>14</sub>Cr の弾性に影響を与えませんでした。しかし、放射線は表面近くの硬さを 25% も増加させ、最大の変化は圧子侵入深さ 100nm で発生しました。これからの研究は、微細構造の変化に照らしあわせてこの増加した硬さを説明することを目的としています。

## 謝辞

KLA は、テネシー大学の PengchengZhu 氏と ShradhaAgarwal 博士に、インスピレーションとテストを提供してくれたことに感謝します。Fe-Cr 二元合金の製造について、KLA は、フランスのパリサクレ大学 F-91191 にある、Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux の Service de Recherches Métallurgiques Appliquées の Dr.Jean Henry、CEA、DEN に感謝の意を表します。Fe-Cr 二元合金の製造は、EUROfusion コンソーシアムの枠組みの中で行われ、助成金契約 No. 633053 の下で Euratom の研究およびトレーニングプログラム 2019-2020 から資金提供を受けています。この作業は、米国エネルギー省の FusionEnergy Sciences (テネシー大学との助成金番号 DE-SC0006661、および UT-Battelle、LLC との契約 DE-AC05-00OR22725)。

## 参考文献

1. W.C. Oliver and G.M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," Journal of Materials Research, 1992;7(6):1564-1583.
2. ISO 14577-1, "Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters — Part 1: Test method," International Organization for Standardization, 2015; 14577(1).
3. W.C. Oliver and J.B. Pethica, "Method for continuous determination of the elastic stiffness of contact between two bodies," U.S. Patent 4,848,141. 1989.
4. J. Hay, P. Agee and E. Herbert, "Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing," Experimental Techniques, 2010; 34(3):86-94.
5. W.D. Nix and H. Gao, "Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity," Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1998; 46(3):411-42