

原子炉容器鋼の照射脆化に対する個別元素の影響

Influence of Solute Elements on Radiation Embrittlement of Reactor Vessel Steels

藤井 克彦 (Katsuhiko Fujii) *¹ 福谷 耕司 (Koji Fukuya) *¹

要約 溶質原子クラスタ、特にCuを含まないMn-Ni-Siクラスタ等の形成機構や、転位ループのクラスタ形成核としての役割、クラスタを構成する個別元素への影響を明らかにするため、Cu, Mn, Ni, Siを変化させた原子炉容器鋼モデル合金10種に290°CでFeイオンを照射した後、硬さを測定して照射硬化挙動を調べるとともに、アトムプローブ分析で硬化因子を調べた。すべての試料に溶質原子クラスタの形成が確認されたが、Mnを含まない合金ではクラスタの数密度が低かった。Fe-1.5Mn-xNi合金系では、Ni濃度が高くなるほどループ状のMn/Niの集積が顕著になり、Mn単独の集積は減少する傾向があった。これはNiの添加が転位ループの形成を促進し、その転位ループにMnが集積することで、Mnの単独の集積・クラスタ化が抑制されたと考えられる。Fe-1.5Mn-xSi合金系では、Si濃度の増加に伴いMnクラスタが認められなくなるとともに、ループ状のSiの集積が顕著になる傾向が認められた。Fe-1.5Mn-xNi合金ではNiとMnが共に転位ループに集積することが見られたが、Fe-1.5Mn-xSi合金ではSiのみが転位ループに集積した。Siが共存すると、Siと転位ループ等の点欠陥シンクとの反応が先行することでMnの集積は抑制され硬化が小さくなる機構が考えられる。

キーワード 照射脆化, 原子炉容器, アトムプローブ, 溶質原子クラスタ

Abstract To investigate the influence of the elements of Mn, Ni, Si, and Cu, which mainly constitute a solute cluster, ion-irradiation experiment was carried out. Ten kinds of alloys were made by removing Mn, Ni and Si from and adding Cu to base alloy (Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu) and changing Ni and Si concentrations in Fe-1.5Mn-xNi and Fe-1.5Mn-xSi alloys. Specimens irradiated by iron ions at 290°C were examined by hardness measurement and atom probe tomography observation. Solute clusters were observed in all specimens. The number density of clusters in no Mn alloy was smaller than those in the other alloys. Loop-shaped Mn/Ni clusters increased and spherical Mn clusters decreased with increasing Ni concentration in Fe-1.5Mn-xNi alloys. Depression of Mn clustering would be occurred by accumulation of Mn to the dislocation loops promoted by Ni addition. Spherical Mn clusters decreased and loop-shaped Si clusters increased with increasing Si concentration in Fe-1.5Mn-xSi alloys. Though Ni and Mn clustering to dislocation loops were observed in Fe-1.5Mn-xNi alloys, only Si clustering to dislocation loops was observed in Fe-1.5Mn-xSi alloys. The mechanism of suppression of Mn clustering by first reaction between Si and point-defect sinks such as dislocation loop was indicated.

Keywords radiation embrittlement, reactor vessel, atom probe tomography, solute atom cluster

1. はじめに

軽水型発電炉の原子炉容器鋼の照射脆化は重要な高経年化事象の一つである。このため、非常に多くの研究が行われ、延性-脆性遷移温度の上昇や上部棚エネルギーの低下に関するデータの蓄積とこれを用いた現象論的な脆化予測式の改良が行われてきた^{(1)~(4)}。また、脆化因子の実体が次第に明らかになるにつれて、物理的な脆化機構に立脚した予

測式の開発が進められ^{(5)~(8)}、国内では2007年に日本電気協会の電気技術規格JEAC4201「原子炉構造材の監視試験方法」が改訂された⁽⁹⁾。原子炉容器に使用されているA533B鋼等の低合金鋼では、ナノメートル (nm)・スケールの極めて微細な溶質原子クラスタの形成やマトリックス損傷と呼ばれる照射欠陥集合体の形成が照射脆化因子であり、照射脆化機構の解明には材料組成や照射条件が異なる場合の照射ミクロ組織変化を把握して、それらの硬化への

*1 (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

寄与度を明らかにすることが重要である。最近の研究から、溶質原子クラスタとして銅 (Cu)、マンガン (Mn)、ニッケル (Ni)、シリコン (Si) が集積したクラスタが形成されること、マトリックス損傷として格子間原子型の転位ループが形成されることが明らかになっている^{(10)~(13)}。また、溶質原子クラスタの組成が材料の組成に依存すること、形成したクラスタの体積率によって硬化量を比較的良好に整理でき、脆化の主要因は溶質原子クラスタの形成であると考えられることが報告されている^{(12),(13)}。しかし、溶質原子クラスタ、特にCuを含まないMn-Ni-Siクラスタ等の形成機構や、転位ループのクラスタ形成核としての役割、クラスタを構成する個別元素のこれらへの影響についてはよく分かっていない。

脆化予測の高度化の動向については、九州電力株式会社玄海発電所1号機等、加圧水型原子炉 (pressurized water reactor, PWR) で最近得られた長時間の監視試験データにおいて、規格JEAC4201-2007に基づく予測を上回る傾向にある場合があった。このため、最新の監視試験片の測定結果と加速照射による高照射量データを加えるとともに、高照射量のデータに重み付けし、高照射量領域の予測精度を上げた係数の設定による予測式の見直しが進められ、「2013年追補版」として改訂されている⁽¹⁴⁾。さらに、2013年以降にも高照射量の監視試験データが蓄積されており、これを反映したJEAC4201の改訂も検討され始めている。次回改訂でも機構論に基づく精緻な予測が取り入れられると考えられ、高照射量までの脆化機構を確認してゆくことが肝要である。このためにも、溶質原子クラスタを構成するCu, Mn, Ni, Siの個別元素の脆化に対する影響を確認することが必要である。

そこで本研究では、溶質原子クラスタを構成するCu, Mn, Ni, Siの個別元素のミクロ組織変化と硬化に対する影響を調べるために、原子炉容器鋼モデル合金10種をイオン照射した後、硬さを測定して照射硬化挙動を調べるとともに、アトムプローブ (atom probe tomography, APT) 分析で硬化因子を調べた。

2. 実験方法

2.1 供試材

低Cu濃度の実用低合金鋼の化学組成を模したFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金をベースにした10種の合金を用いた。合金は真空溶解および熱間鍛造により作製した。表1に材料条件をまとめて示す。

表1 合金一覧

ID	合金組成 (wt%)
A 1	Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si
A 2	Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu
A 3	Fe-1.5Mn-0.25Si
A 4	Fe-0.5Ni-0.25Si
A 5	Fe-1.5Mn-0.5Ni
A 6	Fe-1.5Mn
A 7	Fe-1.5Mn-1.0Ni
A 8	Fe-1.5Mn-2.0Ni
A 9	Fe-1.5Mn-0.5Si
A10	Fe-1.5Mn-1.0Si

試験片形状は、長さ4 mm、幅2 mm、厚さ0.4 mmの板状である。イオン照射する面は、エメリー紙#1200まで湿式研磨した後、粒径3 μmのダイヤモンドでバフ研磨し、さらに、コロイダルシリカ0.02 μmでダイヤモンド研磨による変質層を取り除いた。

イオン照射は京都大学イオン照射設備DuETで実施した。照射には、6.4 MeVのFe³⁺イオンを用いた。照射温度は290℃であり、深さ600 nmでの照射量と損傷速度は1 dpa / 1.0 × 10⁻⁴ dpa/s, 2 dpa / 1.3 × 10⁻⁴ dpa/s, 3 dpa / 2.0 × 10⁻⁴ dpa/s, 5 dpa / 3.3 × 10⁻⁴ dpa/sの4条件である。なお、照射量はイオン注入解析用ソフトウェアSRIM2006を用い⁽¹⁵⁾、純鉄と仮定してはじき出しエネルギーをEd = 40 eVとして計算した。

2.2 硬さ測定

硬さは、超微小押し込み硬さ試験機 (ELIONIX ENT-2100) を用い、ナノインデンテーションにより押し込み深さ300 nmで測定した。6.4 MeV Feイオン照射では、ピーク損傷深さは約1500 nmであり、最大深さは約2000 nmである。照射材では超微小硬さ測定の押し込み深さの4倍程度の深さ領域が塑性

変形し、この領域の硬さの平均値が測定される⁽¹⁵⁾。今回の測定では押し込み深さを300 nmとすることで損傷領域のみの硬さを得た。

2.3 アトムプローブ測定

APT測定には、日本原子力研究開発機構の原子炉廃止措置研究センターの管理区域内にある高経年分析室に導入されたCAMECA社製のLEAP3000XHRを用いた。測定は電圧パルスモードで行い、試料温度は -223°C 、パルス比は0.2とした。

測定用の針状の試料は、集束イオンビーム (focused ion beam, FIB) 加工装置 (HITACHI製NB5000) を用いて作製した。のマイクロサンプリング機構を用いて微小サンプル ($2 \times 2 \times 10 \mu\text{m}$) を切り出した後、タンゲステン (W) ニードルの先端に固定し、リング状にビームを走査して試験片を削り円錐状に加工した。なお、加工の進行に伴いリングの大きさとイオンビームの強度と加速電圧を小さくすることで、加工ビームの影響を極力排除しつつ先端径 $0.1 \mu\text{m}$ の針状に加工した。加工したAPT用試料の例を図1に示した。

APT測定で収集したデータは、質量/電荷比ごとに元素の種類を決定し、Fe, Cu, Ni, Fe/Ni-58, Mn, Siなどの3次元像形成処理 (測定したデータからアトムマップを再構成するコンピュータ処理)

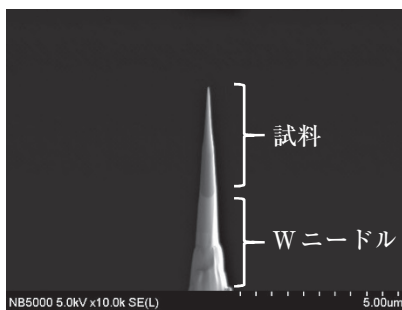
を行った。なお、3次元像形成処理においては、アトムマップのz方向長さを最適化するために、電圧パルスモードではEvaporation Field = 33.0 V/nm とImage Compression Factor = 1.2を用いた。

APTでは元素を決定する際に、イオンの質量/電荷比を用いる。多くの元素において、質量/電荷比は元素固有の値となるが、いくつかの元素では、異なる元素が同じ質量/電荷比を持つ。鉄鋼に含まれる元素の場合、質量数58のFeとNiが同じ質量/電荷比を持つことになり、データからは個々の原子がどちらの元素であるかを決定することは不可能である。そこで本研究では質量数58の元素として取り扱った。

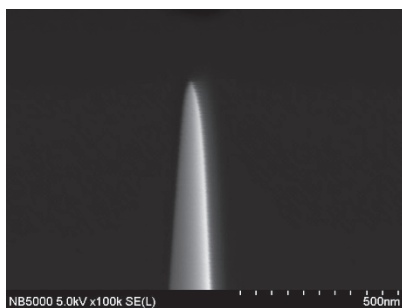
3. 結果

3.1 硬さ測定

各合金に対して測定された損傷量に対する超微小硬さの変化を図2に示す。誤差は測定値の標準偏差で示した。各合金の未照射材の硬さは $2.2 \sim 3.3 \text{ GPa}$ の範囲にあり、Mnを含まないFe-0.5Ni-0.25Si合金で幾分硬い傾向が見られ、Fe-1.5Mn-xNi合金系およびFe-1.5Mn-xSi合金系でNiとSiの添加量の増加に伴い硬さが増加する固溶硬化の傾向が見られたが合金間の差は小さい。硬さは照射量の増加に伴い増加し、おおむね1 dpa以上で飽和する傾向を示した。硬さの増加量は合金により異なり、Mnを添加しないFe-0.5Ni-0.25Si合金で小さく5 dpaまで大きな硬さの増加は見られない。これに対して、NiもしくはSiのみを添加したFe-1.5Mn-xSi合金系とFe-1.5Mn-xNi合金系では1 dpaまでに硬さが大きく増加し、その後飽和傾向を示した。また、NiとSiの複合添加合金のFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金は2 dpaまで大きな硬さの増加は認められず、Fe-0.5Ni-0.25Si合金と同様な照射硬化挙動を示すが、3 dpaまでに硬さが大きく増加した。また、飽和傾向が認められる損傷領域での硬さの変化を比較すると、硬さが大きく増加した後には類似の照射量依存性 (傾き) を示した。なお、Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金とFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金はほぼ同じ照射量依存性であり、0.05wt%のCuの添加は今回の照射条件では硬化にほとんど影響していないことが分かった。



(1) 試料およびW ニードル



(2) 試料の先端部

図1 APT用試料の例

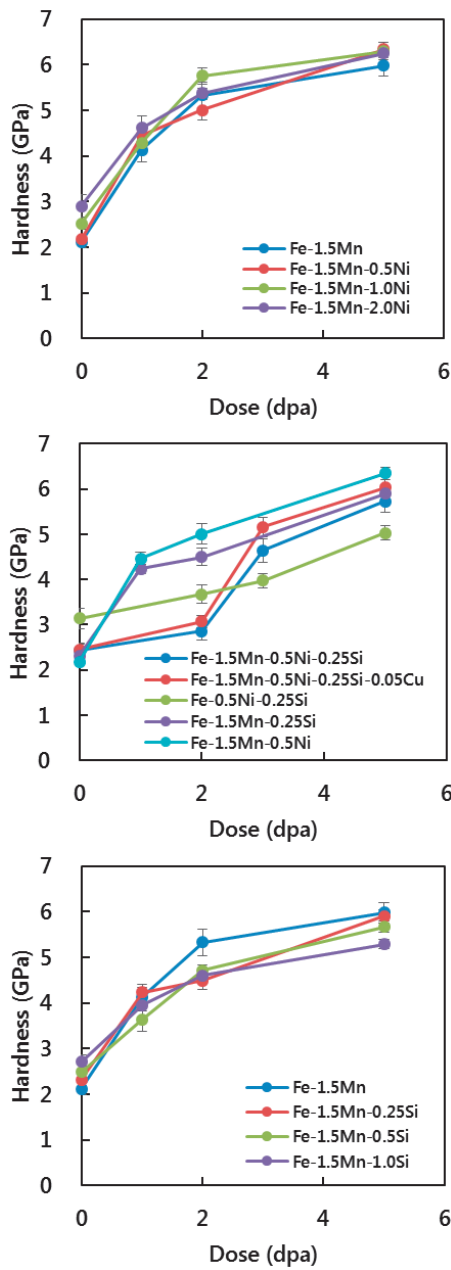
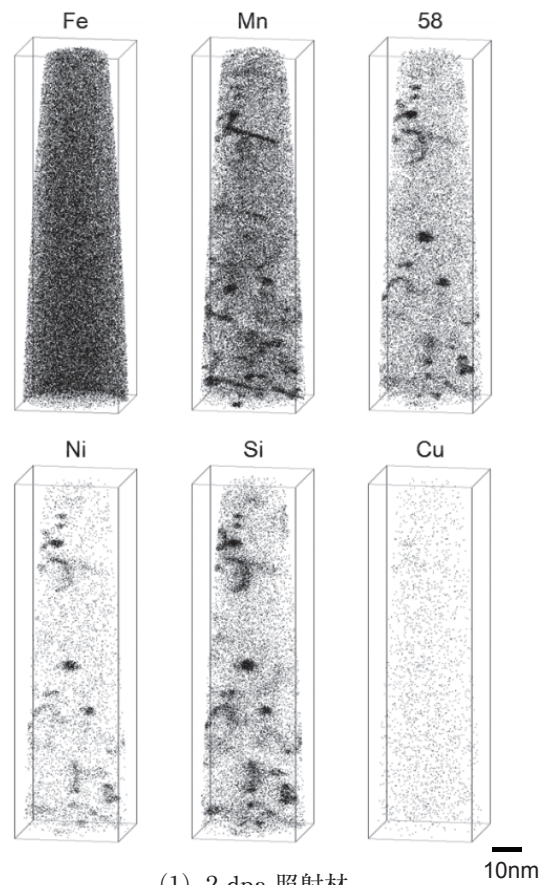


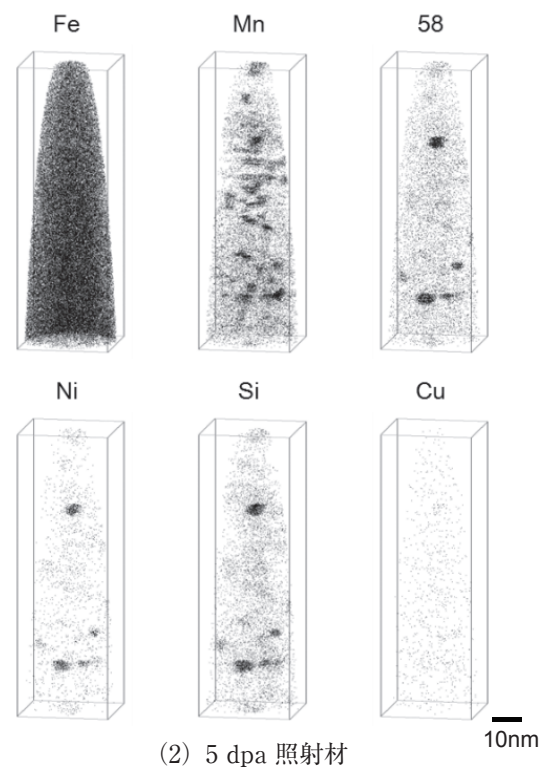
図2 損傷量に対する硬さの変化

3.2 アトムプローブ測定

図3には、測定された原子マップの一例として、Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金の2 dpa照射材と5 dpa照射材の例を示した。球状のMn/Ni/Siクラスタと球状のMnクラスタ、針状のMnクラスタ、円盤状のMn/Ni/Siクラスタ、ループ状のNi/Siクラスタが認められた。表2に、溶質原子のクラスタリングについてまとめた結果を示した。認められたクラスタについて、その直径を示した。すべての試料に溶質原子クラスタの形成を示唆する溶質原子の集積が確認された。球状のクラスタに加えて、針



(1) 2 dpa 照射材



(2) 5 dpa 照射材

図3 Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu 合金の原子マップの例

状のMnやMn/Niのクラスタの形成が認められた。さらに、ループ状にNiやSiが集積した場所にMn/Ni等のクラスタが観察される場合もあり、転位ループの周囲にクラスタが形成していることも示唆された。

図3に示した例は、硬さが大きな増加を示す照射量にしきい値がある照射硬化挙動のパターンの場合であり、しきい照射量前後の原子マップである。2 dpa照射材において、ループ状にNiやSiが集積したものが観察され、転位ループ形成による硬化が生じていることが示唆される。また、針状のMn析出物や微細なNi/Siクラスタ、Mn/Siクラスタ、Mn/Ni/Siクラスタの形成も認められる。一方、5 dpa照射材では、Mn/Ni/Siクラスタに加えて高密度のMnクラスタが観察された。Mnを含まない合金では硬さに大きな増加は認められないことから、Mnクラスタ形成が硬さの大きな増加の要因と推察された。

4. 考察

4.1 Mnの影響

照射硬化に対する合金元素の影響として、大きく3種のパターンが認められた。1つ目はFe-1.5Mn-xNi合金系やFe-1.5Mn-xSi合金系のように照射初期に大きく硬化して照射量の増加に伴い一定の増加を示すパターン、2つ目はFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金やFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金のように硬さが大きな増加を示す照射量にしきい値があるパターン、3つ目はFe-0.5Ni-0.25Si合金のように硬さが大きな増加を示さず一定の増加を示すパターンである。このように、Mnを含まない合金の照射硬化挙動はMnを含む合金系とはかなり異なる挙動を示すことが分かった。同様なMnの効果はより低い照射量でも知られており、Mnを添加しないFe-Ni-Si合金は照射量の増加に伴う硬さの増加が小さく、Mnを含む合金や実用鋼の照射量依存性とは異なる傾向が認められる⁽¹⁶⁾。これは、固溶元素としてのMnの効果を示しており、Mnの照射硬化の促進効果を示唆すると考えられる。また、Mnを含まない合金での挙動が実用鋼と異なることは、Mn以外の固溶元素の影響を研究する場合、少なくともFe-Mn-X (X=Ni, Si, Cu等)の3元系以上でその効果を検討する必要があることを示唆する。

Mnの照射硬化に対する影響は、鉄2元系モデル合金によって調べられており、Kimuraら⁽¹⁷⁾は純FeやFe-Mn, Fe-Cu合金等を材料試験炉(JMTR)で照射して硬化の照射量依存性を調べ、Fe-Mn合金では高照射量(4.6×10^{23} n/m²以上)で照射硬化が顕著になり、Fe-Cu合金と同等な照射硬化を生じることを報告している。また、この原因として、Fe-Cu合金でのCuクラスタの形成とは異なり、Fe-Mn合金ではMnクラスタが形成するのではなく、Mnは格子間原子型の転位ループの形成を促進して転位ループ密度を増加させることによって硬化を生じさせるとTEM観察に基づき結論している。さらに最近、Cuを含まない材料ではCuリッチクラスタとは別の硬化メカニズムが生じることが、モデル合金をベルギーの試験炉BR2で照射した試料の陽電子消滅分析結果に基づき、LambrechtとAlmazouziにより指摘され、周囲にMn原子を配したSIA (self-interstitial atom:自己格子間原子)ループの形成が提案されている⁽¹⁸⁾。また、最近のシミュレーション研究により、Mnと転位ループの相互作用が調べられ、転位ループにMnが直接析出すると転位ループの強度が大きく増加することが報告されている⁽¹⁹⁾。一方、土肥らによりFe-1.4%Mn合金を1 dpaまでイオン照射した照射材のAPT分析が報告され、直径約2 nmの極めて微細なMnクラスタが 1×10^{24} m⁻³以上の非常に高密度に形成されていたことが報告されている⁽²⁰⁾。また、本研究ではFe-1.5Mn合金で直径5 nm程度のMnクラスタが高密度に形成していることが観察され、1 dpaではループ状のMnの集積が認められ、2 dpaと5 dpaではループ状のMnの集積は認められず、針状のMnクラスタが球状のクラスタに加えて認められた。これらの結果から、Fe-Mn合金の照射硬化は転位ループの形成のみによるのではなく、Mnクラスタが形成することも寄与していると考えられる。また、1 dpaで観察されたループ状のMnの集積は、転位ループにMnが直接析出することが起こっている可能性を示唆する。

Mnを含む4元系のFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金と、これからMnのみを除いた3元系のFe-0.5Ni-0.25Si合金のAPT観察結果を比較すると、硬さの増加量がほぼ同じ照射量2 dpaでは、直径が5~7 nmのNi/SiもしくはNi/Si/Mnクラスタが主要な組織であり、類似な組織変化が生じていることが確認された。硬さに違いが生じた照射量3 dpaと5 dpaで

は、Fe-0.5Ni-0.25Si合金は直径が5~7 nmのNi/Siクラスタが主要な組織であり低照射量と同じ組織であるのに対して、Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金はNi/Si/Mnクラスタ以外にもMnクラスタやNi/Siクラスタ、針状のMnクラスタ、ループ状のNi/Si/Mnの集積が生じ、硬化に寄与する新たな組織変化が生じていることが確認された。Mnが存在することで球状や針状のMnクラスタが形成し、硬化を増大させることがAPT観察により初めて確認された。また、直径が20 nm程度のループ状のNi/Si/Mnの集積が認められたことは、LambrechtとAlmazouzi⁽¹⁸⁾により指摘された、周囲にMn原子を配したSIA (self-interstitial atom: 自己格子間原子) ループの形成と関係すると考えられる。なお、Fe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金にCuを0.05 wt%加えたFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金はFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金と類似の組織変化が原子マップで観察された。この結果は、Fe-1.5Mn-X合金における添加元素Xの影響が、Cuクラスタの形成が認められない程度Cuを含む合金系での添加元素影響と大きく変わらないことを示唆する。

また、実用鋼の組成に近い4元系のFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si合金および5元系のFe-1.5Mn-0.5Ni-0.25Si-0.05Cu合金で、他のMnを含む3元系のFe-1.5Mn-xNi合金とFe-1.5Mn-xSi合金より硬さの増加が高照射量側にシフトした原因については、NiとSiの複合効果でMnのクラスリングが抑制されたためと考えられる。

4.2 NiとSiの影響

照射に伴う硬さの変化に対するNiとSiの影響をまとめた。図4には、照射に伴う硬さの変化のNi濃度依存性を示した。Ni濃度依存性については、1dpa照射では明確な依存性は認められないが、照射量が増加すると1 wt%までNiを添加した場合は顕著な依存性は認められないが、2 wt%までNiを添加すると硬さの増加量が小さくなる傾向が認められた。図5には、照射に伴う硬さの変化のSi濃度依存性を示した。Si濃度依存性については、Fe-1.5Mn合金に1 wt%までSiを添加した場合、添加量の増加に伴い硬さの増加量が小さくなる傾向が認められた。

次に、溶質原子のクラスリングに対するNiとSiの影響をまとめた。図6には、Fe-1.5Mn-xNi合

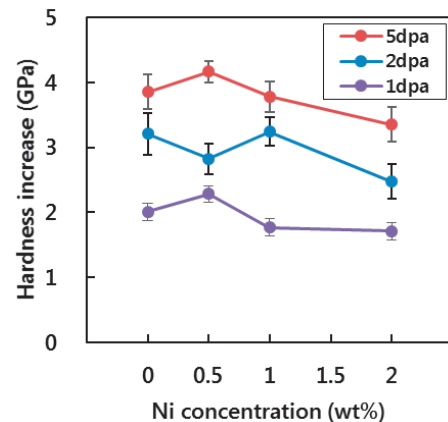


図4 照射に伴う硬さの変化のNi濃度依存性

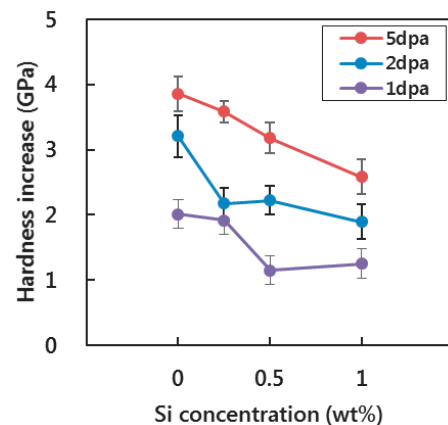


図5 照射に伴う硬さの変化のSi濃度依存性

金のアトムマップの比較を示した。Ni濃度が高くなるほどループ状のMn/Niの集積が顕著になり、Mn単独の集積は減少する傾向がある。これはNiの添加が転位ループの形成を促進し、その転位ループにMnが集積することで、Mnの単独の集積・クラスタ化が抑制されたと考えられる。従来の研究でNi濃度が高い材料で大きな脆化を示す傾向があることが知られているが、その原因としてNiが転位ループの形成を促進するとともに、転位ループへのNiとMnの偏析が転位ループの強度を増加させ、これらの重畳により材料を脆化させる機構が考えられる。

図7には、Fe-1.5Mn-xSi合金のアトムマップの比較を示した。Si濃度の増加に伴いMnクラスタが観察されなくなり、ループ状のSiの集積が顕著になる傾向が認められる。Fe-1.5Mn-xNi合金ではNiとMnが共に転位ループに集積することが見られたが、Fe-1.5Mn-xSi合金ではSiのみが転位ループに集積した。NiとSiはともにFeに対してアンダーサ

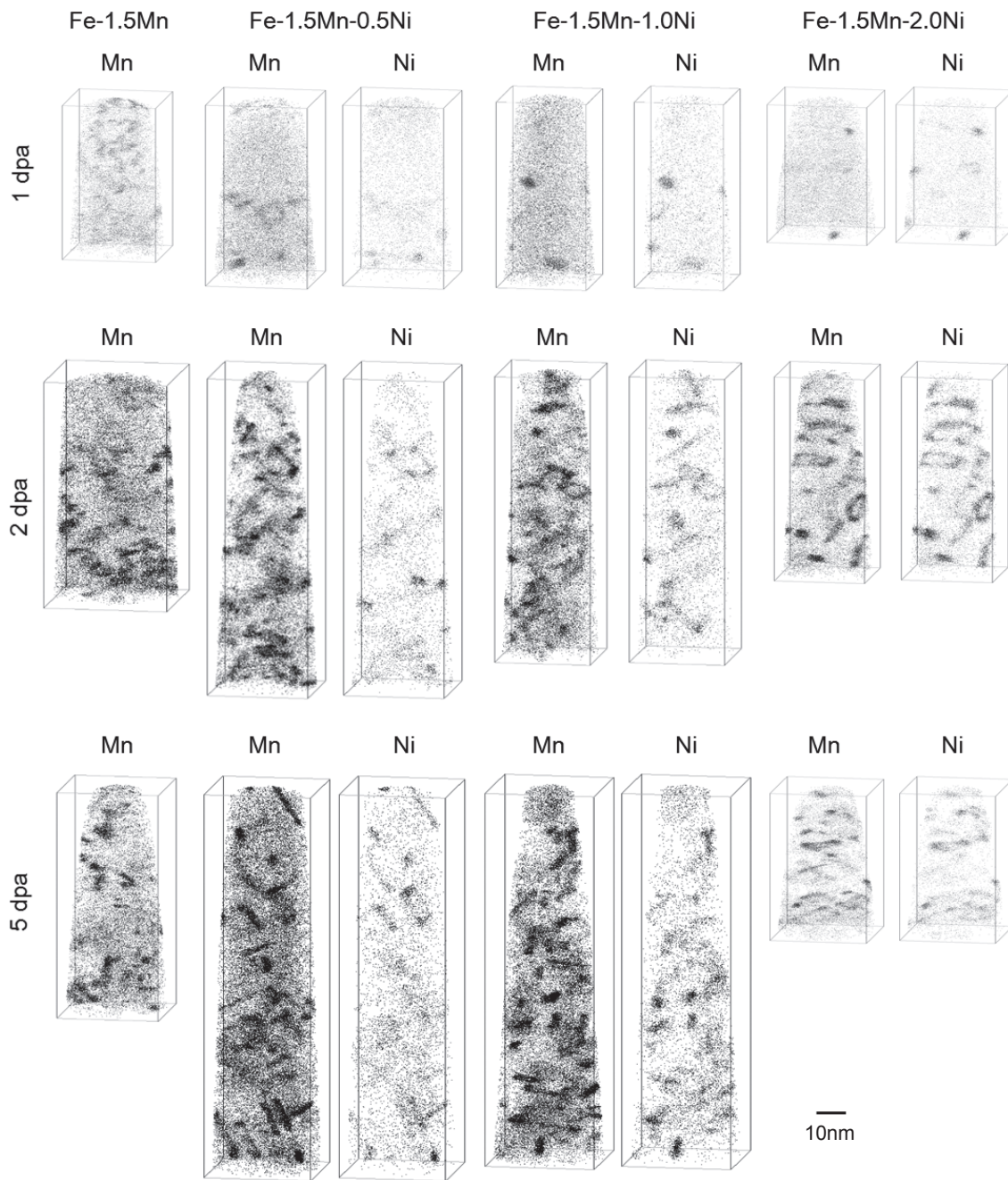


図6 Fe-1.5Mn-xNi 合金の原子マップの比較

イズの元素であり、転位ループ等のシンクへの集積は類似した傾向が認められたが、Mnの集積への影響は大きく異なることが明らかになった。この違いの原因は明らかではないが、転位ループにNiもしくはSiが偏析した場合で単純に転位ループ回りのひずみ場が緩和されるだけでなく、電気的な結合性が変化してMnなどの他の元素の偏析に影響することが考えられる。この仮説の検証には、数値シミュレーションを活用する必要がある。今後の研究課題である。また、Siの添加がMnクラスタの形成を抑

制したことは、硬さの増加量の減少傾向と一致しており、クラスタの形成が硬化に対して主要な因子であることを示唆する。Siが共存すると、Siと転位ループ等の点欠陥シンクとの反応が先行することでMnの集積は抑制され硬化が小さくなる機構が考えられる。Siの添加がクラスタ形成を抑制する機構が明らかになれば、耐照射脆化材を開発するヒントになると考えられ、これについても今後の研究課題である。今後、アトムプローブ観察やTEM観察による更なるマイクロ組織変化の把握が必要である。

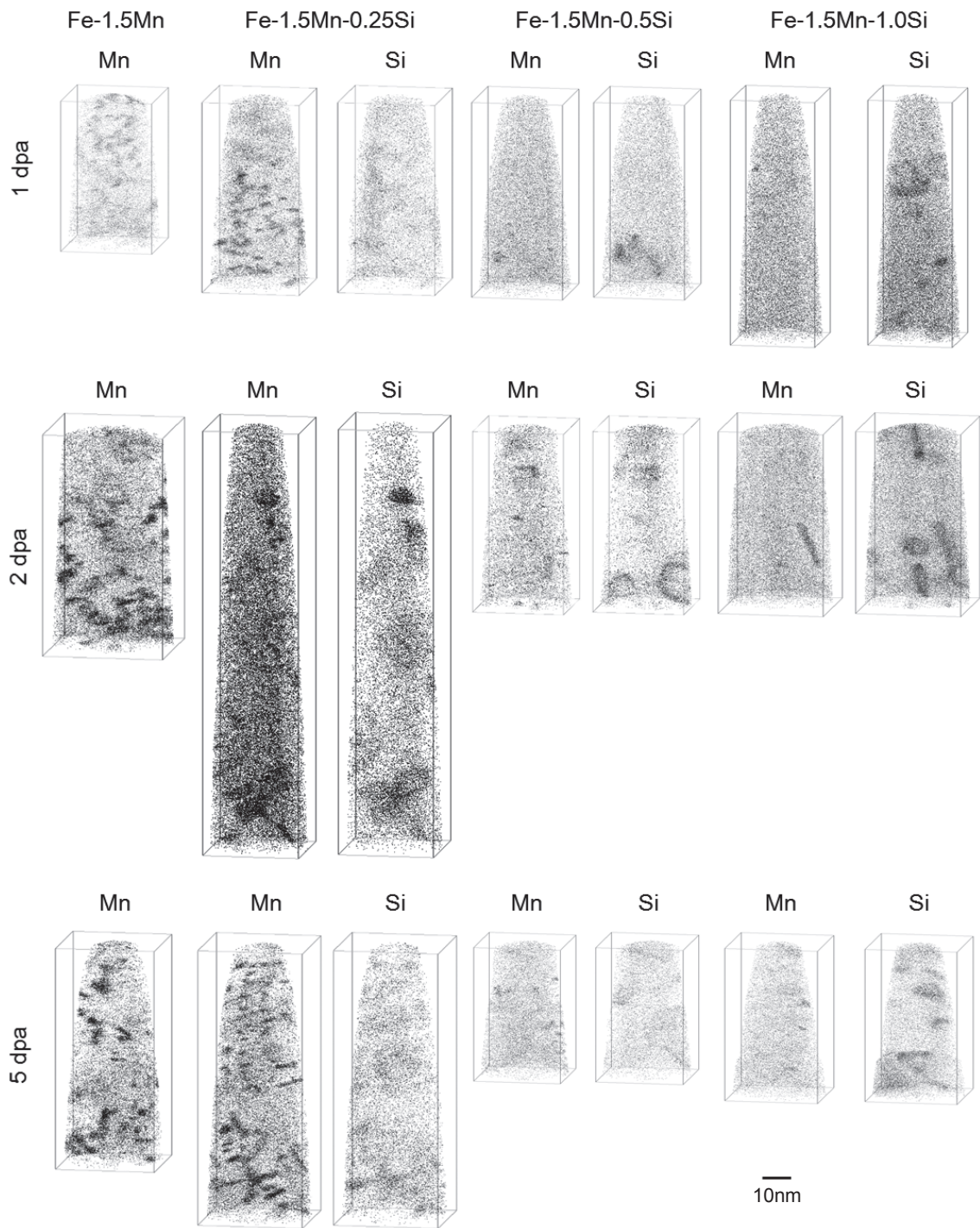


図7 Fe-1.5Mn-xSi 合金の原子マップの比較

5. まとめ

溶質原子クラスタ，特にCuを含まないMn-Ni-Siクラスタ等の形成機構や，転位ループのクラスタ形成核としての役割，クラスタを構成する個別元素のこれらへの影響を明らかにするため，溶質原子クラスタを構成するCu, Mn, Ni, Siの個別元素のミクロ組織変化と硬化に対する影響を，原子炉容器銅モ

デル合金10種をイオン照射した後，硬さを測定して照射硬化挙動を調べるとともに，アトムプローブ分析で硬化因子を調べた。

アトムプローブ観察の結果，すべての試料に溶質原子クラスタの形成が確認されたが，Mnを含まない合金ではクラスタの数密度が低かった。また，Mnを含む合金では球状のクラスタに加えて，棒状のMnやMn/Niのクラスタの形成が認められた。

Fe-1.5Mn-xNi合金系では、Ni濃度が高くなるほどループ状のMn/Niの集積が顕著になり、Mn単独の集積は減少する傾向があった。これはNiの添加が転位ループの形成を促進し、その転位ループにMnが集積することで、Mnの単独の集積・クラスター化が抑制されたと考えられる。

Fe-1.5Mn-xSi合金系では、Si濃度の増加に伴いMnクラスターが認められなくなるとともに、ループ状のSiの集積が顕著になる傾向が認められた。Fe-1.5Mn-xNi合金ではNiとMnが共に転位ループに集積することが見られたが、Fe-1.5Mn-xSi合金ではSiのみが転位ループに集積した。Siが共存すると、Siと転位ループ等の点欠陥シンクとの反応が先行することでMnの集積は抑制され硬化が小さくなる機構が考えられる。

文献

- (1) J.R. Hawthorne, "Demonstration of improved radiation embrittlement resistance of A533-B steel through control of selected residual elements," *Proc. International Symposium on Effects of Radiation on Materials*, ASTM STP 484, p.96 (1970).
- (2) ASME Sec. XI Appendix A (1974).
- (3) USNRC Regulatory Guide (R.G.) 1.99 Rev.1 (1977).
- (4) USNRC Regulatory Guide (R.G.) 1.99 Rev.2 (1988).
- (5) E.D. Eason, J.E. Wright, G.R. Odette, "Improved Embrittlement Correlations for Reactor Pressure Vessel Steels," NUREG/CR-6551 MCS 970501, November 1998.
- (6) ASTM E900-2, "Standard Guide for Predicting Radiation-Induced Transition Temperature Shift for Reactor Vessel Materials, E706 (IIF)," Annual Book of ASTM Standards, Vol.12.02, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA.
- (7) M. EricksonKirk, "Schedule and Status: PTS Rulemaking, RG.1.99 Revision, Appendix G Research Activities," ASTM E10.02 Committee Meeting, Anaheim, CA, USA, January 2007.
- (8) 曾根田直樹, 土肥謙次, 野本明義, 西田憲二, 石野葉, "軽水炉压力容器鋼材の照射脆化予測法の式化に関する研究 - 照射脆化予測法の開発 -," 電力中央研究所報告Q06019 (2007).
- (9) (社) 日本電気協会, 「原子炉構造材の監視試験方法JEAC4201-2007」, 電気技術規程, 原子力編, 2007.
- (10) C. English, J. Hyde, "Recent progress in the understanding of RPV embrittlement," *Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors*, INSS, p.307 (2008).
- (11) M. Hasegawa, Y. Nagai, T. Toyama, Y. Nishiyama, M. Suzuki, A. Almazouzi, E. van Walle, R. Gerard, "Evolution of Irradiation-Induced Cu Precipitation and Defects in Surveillance Test Specimens of Pressure Vessel Steels of Nuclear Power Reactors: Positron Annihilation and 3 Dimensional Atom Probe Study," *Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors*, INSS, p.327 (2008).
- (12) N. Soneda, K. Dohi, A. Nomoto, K. Nishida, S. Ishino, "Microstructural analysis of RPV materials and development of mechanism-guided embrittlement correlation method," *Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors*, INSS, p.355 (2008).
- (13) K. Fukuya, K. Fujii, "A study of radiation embrittlement using simulation irradiation," *Proc. Int. Symp. on Research for Aging Management of Light Water Reactors*, INSS, p.371 (2008).
- (14) (社) 日本電気協会, 「原子炉構造材の監視試験方法JEAC4201-2007 [2013年追補版]」, 電気技術規程, 原子力編, 2013.
- (15) J.F. Ziegler, J.P. Biersak, SRIM2006 (Stopping and Range of Ion in Materials) . Available from: <http://www.srim.org>.
- (16) K. Fujii, T. Ohkubo, K. Fukuya, "Effects of solute elements on irradiation hardening and microstructural evolution in low alloy steels," *J. Nucl. Mater.*, 417, p.949 (2011).
- (17) 例えば, K. Yabuuchi, M. Saito, R. Kasada, A. Kimura, "Neutron irradiation hardening and

- microstructure changes in Fe-Mn binary alloys," *J. Nucl. Mater.*, 414, p.498 (2011).
- (18) M. Lambrecht, A. Almazouzi, "Positron annihilation study of neutron irradiated model alloys and of a reactor pressure vessel steel," *J. Nucl. Mater.*, 385, p.334 (2009).
- (19) D. Terentyev, X. He, G. Bonny, A. Bakaev, E. Zhurkin, L. Malerba, "Hardening due to dislocation loop damage in RPV model alloys: Role of Mn segregation," *J. Nucl. Mater.*, 457, p.173 (2015).
- (20) 土肥謙次, 西田憲二, 野本明義, 曾根田直樹, 渡辺英雄, "重イオン照射されたFe-Mn合金の三次元アトムプローブ観察," *日本金属学会2009年春期大会講演概要集*, p.360 (2009).