

JAERI-Research  
97-012



Ti合金(Ti-6Al-4V)の材料特性

1997年3月

炉心プラズマ計画室

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の間合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越してください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1997

編集兼発行 日本原子力研究所  
印刷 (株)原子力資料サービス

Ti合金 (Ti-6Al-4V) の材料特性

日本原子力研究所那珂研究所炉心プラズマ研究部  
炉心プラズマ計画室\*

(1997年1月31日受理)

Ti-6Al-4V合金材料を用いた実験により、以下に示す材料特性を明確にした。1) 重水素イオン ( $0.5\text{KeV}$ ,  $\sim 10^{18}\text{ D}^+\text{ ions/m}^2\text{ s}$ :  $\sim 760\text{K}$ ) による高温透過挙動では、透過/入射フラックス比は、 $633\text{K}$ で  $3.3 \times 10^{-3}$ ,  $753\text{K}$ で  $4.8 \times 10^{-3}$ であった。透過の律速は合金中の透過側への拡散で決まり、透過の活性化エネルギーは $600\text{K}$ 以上の領域で $0.12\text{eV}$ である。 $600\text{K}$ 以下では、重水素の透過フラックスは激減し、入射された重水素イオンは、ほぼ合金中に残留する。2)  $14\text{MeV}$ 中性子照射による放射化分析では、主成分のAl, V, Feはミルシートに記載の値より高めの数値が得られ、Ni, Co, Mnの不純物が検出された。3) 高温水素雰囲気中 ( $500^\circ\text{C}$ ,  $\sim 50\text{Torr H}_2$ ) で強制的に水素吸蔵 ( $\sim 0.095\text{wt.}\%$ ) させた材料の強度試験の結果、 $\sim 0.04\text{wt.}\%$ までは十分使用可能と考えられる。溶接片は、溶接無し試験片と比較した結果、材料強度特性に大きな違いは無かった。

Ti合金を核融合装置の真空容器材料として使用する場合には、放射化分析で不純物 (特にCoに注意) の少ない材料を選択、水素吸蔵のあまり進まない $200\sim 300^\circ\text{C}$ 程度以下、水素吸蔵量 $\sim 0.04\text{wt.}\%$ 以下で使用する必要がある。

Material Characteristic of Ti Alloy (Ti-6Al-4V)

Tokamak Program Division※

Department of Fusion Plasma Research  
Naka Fusion Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Naka-machi, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 31, 1997)

In regard to material characteristic of Ti alloy (Ti-6Al-4V), the following matters are provided by experiments.

1) In high temperature permeation behavior of implanted deuterium ion ( $0.5\text{keV}$ ,  $6.4 \times 10^{18} \text{ D}^+$  ions/ $\text{m}^2\text{s}$ ,  $\sim 760^\circ \text{ K}$ ), the ratio of permeation flux to incident flux ranges from  $3.3 \times 10^{-3}$  at  $633^\circ \text{ K}$  to  $4.8 \times 10^{-3}$  at  $753^\circ \text{ K}$ . The activation energy of permeation is  $0.12\text{eV}$  in this temperature region above  $600^\circ \text{ K}$ . At temperatures below  $600^\circ \text{ K}$ , the permeation flux of deuterium decreases drastically and the implanted ions remain in the alloy.

2) Radioactivation analysis using  $14\text{MeV}$  fast neutron shows that Ti-6Al-4V alloy contains higher values of principal ingredients, Al, V, Fe, than that recorded at the chemical composition of Ti alloy, and also, contains impurities with Ni, Co and Mn.

3) Fraction of about  $0.095\text{wt}\% \text{ H}_2$  were absorbed in the test specimens, and tensile strength test was carried out. Under the condition of the hydrogen pressure  $50 \text{ torr}$  and temperature  $\sim 500^\circ \text{ C}$ . The results show that there is no degradation in mechanical properties for absorption of with less than  $0.04\text{wt}\% \text{ H}_2$ . The tensile strength of wilding specimens have almost the same as that without wilding.

Ti alloy, as a material of vacuum vessel of nuclear fusion device, must be selected to that with less impurities, particularly Co, by radioactivation analysis, and must be used under the temperature of  $200 \sim 300^\circ \text{ C}$ , where hydrogen absorption does not make too progress.

---

※Compiled by Noboru TOYOSHIMA

It is considered that Ti alloy can be used with less than 0.04wt% H<sub>2</sub> absorption in viewpoint of material mechanical strength.

Keywords: Ti-6Al-4V, Ti Alloy, Hydrogen Absorption, Deuterium Permeation, Radioactivation Analysis, Mechanical Strength

## 目 次

1. はじめに .....	1
2. Ti合金 (Ti-6Al-4V) 中のイオン注入重水素の透過挙動 .....	2
2.1 要 旨 .....	2
2.2 概 要 .....	2
2.3 実 験 .....	2
2.3.1 サンプル調整、透過装置 .....	2
2.3.2 照射中の重水素透過の測定 .....	2
2.3.3 低温照射後の加熱放出実験 .....	2
2.4 結 果 .....	3
2.4.1 イオン駆動透過 .....	3
2.4.2 低温で入射した後の加熱放出 .....	3
2.4.3 X線回折 .....	4
2.5 検 討 .....	4
2.6 まとめ .....	5
3. 14MeV中性子によるTi合金 (Ti-6Al-4V) 材料等の放射化分析 .....	11
3.1 はじめに .....	11
3.2 試料と測定の概要 .....	11
3.3 Ti合金 (Ti-6Al-4V) 放射化分析 .....	12
3.4 高マンガン鋼 (NMJ-21D) 放射化分析 .....	12
3.5 まとめ .....	13
4. Ti合金 (Ti-6Al-4V) 材料の水素吸蔵と機械強度特性 .....	17
4.1 概 要 .....	17
4.1.1 実験の目的 .....	17
4.1.2 試験の内容 .....	17
4.2 Ti合金の水素吸蔵 .....	17
4.2.1 Ti合金水素吸蔵状況 .....	17
4.2.2 Ti合金水素吸蔵方法 .....	18
4.3 Ti合金水素吸蔵材のシャルピー試験 .....	18
4.3.1 供試材料及び試験片 .....	18
4.3.2 試験方法 .....	19
4.3.3 試験結果 .....	19
4.4 Ti合金材の引張試験 .....	20

4.4.1	供試材料及び試験片	20
4.4.2	試験方法	20
4.4.3	試験結果	20
4.5	Ti合金水素吸蔵モニター材の硬さ試験	21
4.5.1	供試材料	21
4.5.2	試験方法	21
4.5.3	試験結果	21
4.6	総合評価	21
5.	Ti-6Al-4Vの水素化特性と機械的特性	75
5.1	概要	75
5.2	実験の方法	75
5.3	結果	76
5.4	討論	76
5.5	結論	78
6.	Ti-6Al-4V合金材料試験のまとめ	95
	謝辞	96

## Contents

1.	Introduction .....	1
2.	Permeation Behavior of Deuterium Implanted into Ti-6Al-4V Alloy .....	2
2.1	Abstract .....	2
2.2	Introduction .....	2
2.3	Experiment .....	2
2.3.1	Sample Preparation and Apparatus .....	2
2.3.2	Measurement of Deuterium Permeation during Implantation .....	2
2.3.3	Thermal Desorption Experiment after the Low Temperature Implantation .....	2
2.4	Results .....	3
2.4.1	Ion-driven Permeation during Implantation .....	3
2.4.2	Thermal Desorption after the Low Temperature Implantation .....	3
2.4.3	X-ray Diffraction Analysis .....	4
2.5	Discussion .....	4
2.6	Summary .....	5
3.	Radioactivation Analysis of Ti-6Al-4V Alloy etc. by 14MeV Fast Neutron .....	11
3.1	Introduction .....	11
3.2	Abstract of Test Samples and Measurement Methods .....	11
3.3	Radioactivation Analysis of Ti (Ti-6Al-4V) Alloy .....	12
3.4	Radioactivation Analysis of High-Mn Steel (NMJ-21D) Alloy .....	12
3.5	Summary .....	13
4.	Hydrogen Absorption and its Mechanical Strength Properties of Ti-6Al-4V Alloy .....	17
4.1	Introduction .....	17
4.1.1	Experimental Object .....	17
4.1.2	Experimental Contents .....	17
4.2	Hydrogen Absorption of Ti Alloy .....	17
4.2.1	Hydrogenation Situation .....	17
4.2.2	Method of Hydrogenating for Ti Alloy .....	18
4.3	Charpy Test of Hydrogenous Ti Alloy .....	18
4.3.1	Test Materials and Test Specimens .....	18
4.3.2	Experimental Procedures .....	19
4.3.3	Test Results .....	19
4.4	Tension Test of Hydrogenous Ti Alloy .....	20
4.4.1	Test Materials and Test Specimens .....	20
4.4.2	Experimental Procedures .....	20



## Contents

1.	Introduction .....	1
2.	Permeation Behavior of Deuterium Implanted into Ti-6Al-4V Alloy .....	2
2.1	Abstract .....	2
2.2	Introduction .....	2
2.3	Experiment .....	2
2.3.1	Sample Preparation and Apparatus .....	2
2.3.2	Measurement of Deuterium Permeation during Implantation .....	2
2.3.3	Thermal Desorption Experiment after the Low Temperature Implantation .....	2
2.4	Results .....	3
2.4.1	Ion-driven Permeation during Implantation .....	3
2.4.2	Thermal Desorption after the Low Temperature Implantation .....	3
2.4.3	X-ray Diffraction Analysis .....	4
2.5	Discussion .....	4
2.6	Summary .....	5
3.	Radioactivation Analysis of Ti-6Al-4V Alloy etc. by 14MeV Fast Neutron .....	11
3.1	Introduction .....	11
3.2	Abstract of Test Samples and Measurement Methods .....	11
3.3	Radioactivation Analysis of Ti (Ti-6Al-4V) Alloy .....	12
3.4	Radioactivation Analysis of High-Mn Steel (NMJ-21D) Alloy .....	12
3.5	Summary .....	13
4.	Hydrogen Absorption and its Mechanical Strength Properties of Ti-6Al-4V Alloy .....	17
4.1	Introduction .....	17
4.1.1	Experimental Object .....	17
4.1.2	Experimental Contents .....	17
4.2	Hydrogen Absorption of Ti Alloy .....	17
4.2.1	Hydrogenation Situation .....	17
4.2.2	Method of Hydrogenating for Ti Alloy .....	18
4.3	Charpy Test of Hydrogenous Ti Alloy .....	18
4.3.1	Test Materials and Test Specimens .....	18
4.3.2	Experimental Procedures .....	19
4.3.3	Test Results .....	19
4.4	Tension Test of Hydrogenous Ti Alloy .....	20
4.4.1	Test Materials and Test Specimens .....	20
4.4.2	Experimental Procedures .....	20

4.4.3	Test Results	20
4.5	Hardness Test of Hydrogenous Test Monitor Specimens	21
4.5.1	Test Materials	21
4.5.2	Experimental Procedures	21
4.5.3	Test Results	21
4.6	Overall Summary	21
5.	Metal-hydride Characterization and its Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy	75
5.1	Introduction	75
5.2	Experimental Procedures	75
5.3	Results	76
5.4	Discussions	76
5.5	Conclusions	78
6.	Materials Test Summary of Ti-6Al-4V Alloy	95
	Acknowledgment	96

## 1. はじめに

JT-60UのITER物理実験（1998年終了予定）に続く計画として、定常炉心試験装置計画（JT-60SU）を想定し、推進している。定常炉心試験装置は、JT-60Uが現有計画を完了後、実験炉稼働までの期間に自発電流を用いたトカマクの定常運転やダイバーターの開発等の先進的な研究開発を進めるための装置である。JT-60SU装置は必要な費用を最小化し、効果的に炉心プラズマ、炉工学技術開発を進めるため、JT-60の現有設備を最大限に有効利用することを検討の大前提としている。

開発目的からJT-60SU本体付近、あるいは真空容器内部・周辺にアクセスする機会が多々生ずることになる。したがって、真空容器および本体周辺機器の構造材は低放射化材で構成する必要がある。低放射化材料の選択ではフェライト鋼、高Mn鋼、セラミックス材料、オーステナイト系ステンレス、インコネル、AL合金系、及びTi合金系などを調査した。最終的な候補材料として、使用実績の多い4候補、すなわち、オーステナイト系ステンレス、インコネル、AL合金系、Ti合金系に絞り、遮蔽計算結果から、ステンレスやインコネルが運転停止1年後で10~20mSv/h(1000~2000mrem/h)であるのに対して、AL合金系、Ti合金系は10~150 $\mu$ Sv/h(1~15mrem/h)と人のアクセス可能な線量であり、Ti合金の場合は真空容器としての1周抵抗が50 $\mu$ オームと十分に高く、かつ、放射化核種が $^{46}\text{Sc}$ のみであり、半減期も84日と短い。以上の観点からTi合金（Ti-6AL-4V）が真空容器材料の基本候補に上がっていた。Ti-6AL-4Vは低放射化、高強度、低密度及び高電気抵抗等の優れた材料特性を有するが、Ti合金系であるので水素脆化について気になるところであり、調査する必要がある。

そこで、関連課室の協力の基に、試験等で確認して行くことになった。まず、1) トリチウム工学研究室の重水素イオンの透過試験装置で真空容器の使用状態に近い状態で、高温における重水素イオンの透過実験をして頂いた。2) 核融合中性子工学研究室には東海研のFNSを用いて放射化分析をして頂いた。用いたTi合金試料は実験室規模で作製したもの、及び鉄鋼メーカーで作製したものの2種類用いた。なお、参考までに高Mn鋼（NMJ-21D）の放射化分析も併せて実施した。3) 高温低圧水素雰囲気下で強制的に水素を吸蔵させたTi合金試験片の材料強度特性を試験解析（炉心工学研究室で水素吸蔵、東京大学で強度試験）した。4) 高温高圧水素環境雰囲気下で水素化処理の行える水素吸蔵特性評価装置で、Ti合金の水素化特性と機械的特性を実験解析（材料強度研究室）して頂いた。これらの一連の試験等は平成8年2月頃に終了した。これらの試験結果を炉心プラズマ計画室がとりまとめ編集したものである。

## 2. Ti合金 (Ti-6Al-4V) 中のイオン注入重水素の透過挙動

トリチウム工学研究室：林 巧、有田 誠、奥野健二

### 2.1 要旨

トリチウム工学研究室にあるトリチウム透過漏洩測定装置を用い、Ti合金(Ti-6Al-4V, 0.1mm及び0.25mm厚)の重水素イオン(0.5KeV,  $6.4 \times 10^{18}$  D<sup>+</sup> ions/m<sup>2</sup> s)の高温における(600K以上)透過挙動を調べた。透過フラックス $\Phi_p$ と入射フラックス $\Phi_i$ の比 $\Phi_p/\Phi_i$ は633Kにおいて $3.3 \times 10^{-3}$ 、753Kにおいて $4.8 \times 10^{-3}$ 、イオン駆動透過の活性化エネルギーは前記温度範囲において約0.12eVである。600K以下では重水素イオンは合金内に留まり同温度領域に比べほとんど透過はなかった。

### 2.2 概要

電気伝導度が低く、重量の割に強度が高く、熱膨張係数の低い、特に低放射化材であるTi合金(Ti-6Al-4V)は核融合炉の真空容器材料として有望な材料である[1]。しかしながらチタン合金は水素化物の形成による脆化で心配がある。チタン合金と水素ガスの相互作用の研究はあるが、チタン合金とプラズマあるいはイオン化した水素原子との相互作用を研究したものは少ない[2]。水素イオンをチタン合金に注入して透過挙動を知ることは、核融合炉におけるトリチウムの安全取り扱い上から非常に重要な事項である。本実験では0.5keVという、より核融合炉真空容器での使用条件に近い重水素イオンビームを用いTi-6Al-4V合金の重水素透過挙動を議論する。また、低温で照射後昇温することにより、膜の後方からの重水素放出の結果も報告する。

### 2.3 実験

#### 2.3.1 サンプル調整、透過装置

Ti-6Al-4V合金は34mm $\phi$ 、0.1mm t及び0.25mm tの円盤状を用いた。合金は(熱間)ロールされ973K~1063Kでアニーリングされたもので、構造は $\alpha$ -Ti、 $\beta$ -Tiの2相合金である。使用した合金の化学分析結果(ミルシート)を表2.1に示す。実験は主に0.1mm t試料を用い、0.25mm tは厚み効果を比較するために用いた。トリチウム透過実験装置はトリチウム工学研究室[3]が開発した装置で図2.1に示すように上流にイオンソースをもった主チャンバー、及び4重極マス分析装置を具備した下流チャンネルから成る。照射ターゲット(有効照射領域は25mm $\phi$ )で2つのチャンバーを備えている。イオンソースはデュオピガトロンタイプで重水素(D<sup>+</sup>)イオンビームは(0.2~2.0keV,  $1.3 \times 10^{18} \sim 1.3 \times 10^{19}$  ions/m<sup>2</sup> sec)で可変である。イオンは試料の前方から照射される。試料は後方からハロゲン・タンガスランプで760K以上まで加熱できる。試料の温度は試料の前方側にスポット溶接された熱電対で計測した。上流側のチャンバーは実験中、クライオソープションポンプで排気し、 $3 \times 10^{-6}$  torr程度に保持した。下流側のチャンバーはスパッターイオンポンプで排気し、 $10^{-7}$  torr以下(常温)に保持した。下流側の重水素の分圧は4重極質量分析計でM/e=4のピークより計測、透過した重水素のフラックスを算出した。

#### 2.3.2 照射中の重水素透過の測定

イオン照射中の0.1mm t、0.25mm t試料を通過してくる重水素透過量は以下の条件で計測した。ビームフラックス： $6.4 \times 10^{18}$  ions/m<sup>2</sup> sec、ビームエネルギー：0.5keV、試料温度：373-753K

#### 2.3.3 低温照射後の加熱放出実験

600K以下の温度では、3時間のイオン照射後においても透過は計測されなかった。合金中に注入された重水素の状態を確認するために、低温で照射された試料を673Kに加熱したところ試料の後方からの重水素の放出が確認された。

上流チャンバー内の重水素ガスの影響をチェックするために、重水素ガスの曝露テストをイオン照射時と同様の圧力( $3 \times 10^{-6}$  torr)で実施し、同様に673Kまで加熱した。

試験のダイアグラムは図2.2に示す。この実験は0.1mm t試料を用いて実施した。

## 2.4 結果

### 2.4.1 イオン駆動透過

イオン照射中の重水素の透過を測定した。0.1mm t 試料においてD<sup>+</sup>イオン注入した場合の透過曲線を図2.3に示す。透過曲線は”イオン”とラベルで表現した。

温度473K、及びそれ以下でイオン注入開始から3時間では重水素の透過は観察されなかった。さらに温度323Kでは、15時間注入でも透過は観察されなかった。図中”GAS”と表示した点は重水素ガスで曝露した時のデータ(ベース圧力 $3 \times 10^{-6}$  torrを保持)を示す。ガス状態での透過はどんな温度でも観測されなかった。それゆえ、ガス状態での透過は考慮しないでも良い。473K以上では、重水素の透過フラックスは時間とともに、また温度上昇とともに増加する。(低温では定常透過状態に達するのに非常に長時間要するために実験時間内では検出できなかったと考えられる。)

低温におけるイオン注入下での透過カーブ立ち上がりから、以下の仮定の基に重水素の拡散係数(定常状態の透過フラックス)を推定した。

- 1) 透過フラックスは合金内の拡散に律速される。
- 2) 表面近傍の入射飛程における重水素濃度は、ビーム入射とともに $t=0$ で定常値に変化する。

以上の仮定の基で透過フラックス $J$ は次式で表現される。[4]

$$\frac{J}{J_{\infty}} = 1 + 2 \cdot \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \cdot \exp\left(-D \frac{n^2 \pi^2}{d^2} t\right) \quad (1)$$

ここで、 $J_{\infty}$ は定常状態の透過フラックス、 $d$ は試料の厚さ、 $D$ は重水素の拡散係数である。(1)式と498, 523, 573Kの各実験データをフィッティングすることにより各温度における $D$ と $J$ を求めた。

また、673Kにおける0.1mm, 0.25mm厚の試料の透過曲線から拡散係数 $D$ の値を求めた。図2.4は0.1mm厚試料において673Kと498Kにおける透過曲線の値と計算結果を規格化( $J/J_{\infty}$  vs  $tD\pi^2/d^2$ )して示したプロットである。計算された拡散係数 $D$ は純Tiデータ[5]とともに図2.5に示す。

$J_{\infty}$ は図2.6において、塗りつぶし四角(■)でプロットした。0.1mm厚のデータと0.25mm厚のデータは良く一致した。このことは透過のプロセスが合金中の重水素の拡散に律速していること、上式想定が正しいことを実証するものである。

600K以上においては、24時間以内で定常透過状態に達した。 $6.4 \times 10^{18}$  ions  $m^{-2} s^{-1}$ , 0.5KeV(>600K)での透過フラックスの温度依存性を図2.6の●で示す。定常状態の透過フラックスは $2 \times 10^{16}$  atms  $m^{-2} s^{-1}$  at 633Kから $3 \times 10^{16}$  atms  $m^{-2} s^{-1}$  at 753Kの範囲であった。これらの値は透過/入射フラックスの比で表現するとそれぞれ $3 \times 10^{-3}$ ,  $5 \times 10^{-3}$ である。合金を透過する重水素のイオン駆動透過の活性化エネルギーは0.12eVと推定された。

### 2.4.2 低温で入射した後の加熱放出

600Kまでの温度領域においては、3時間の照射では透過は認められなかった。合金中に注入されたイオンの状態を知るために600K以下でイオン注入した試料を673Kで加熱し、試料の後方(透過側)より放出された重水素の量を測定した。試料の前方に放出された成分は装置が複雑になるため測定していない。図2.7にいろいろな温度条件でイオンを注入したあと673Kに加熱した時の透過側への重水素の放出カーブを示す。図2.7において、ガスとラベリングしたものは重水素ガスのガス圧のみにさらした後の加熱放出カーブであり、放出のピークは見当たらない。わずかに増加しているのは、それらは装置を加熱したことによる装置からの重水素の脱ガスによるものである。これらのことから図2.7の放出ピークにおいて重水素ガスのみにさらされた影響は無視できることを意味する。各実験結果において、ピーク面積の積分値から透過側へ放出された総量を表2.2に示す。

3時間に入射したイオン量は $6.9 \times 10^{22}$  ions  $m^{-2}$ である。入射したD<sup>+</sup>イオンは、低温での入射中、一部は前方表面から再放出されたはずである。また、残留した重水素は、673Kに加熱されたことによって試料の後方からのみではなく、前方からがより放出されたはずである。とはいえ、373Kで注

入された試料では、注入した重水素量の約1%が昇温により透過側より放出された。一方、473K、573Kで注入した試料において、放出された量は入射した重水素量の約2%であった。

### 2.4.3 X線回折

重水素イオン注入で構造変化を調査するため、IDP実験の前後の試料でX線回折 (Cu-K $\alpha$  1.5405 Å 単色X線を用いて) スペクトルを測定した。

0.5keV、 $6.4 \times 10^{18}$  D<sup>+</sup> ions m<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>、323K、15hrの条件で照射したものと照射前の試料のX線回折を行った。回折で得られた全ての回折ピークは $2\theta$ において低い角度に移行しており、ピークの半値幅はD<sup>+</sup>照射により増加している。これらはTi合金結晶格子が格子間に入り込んだD原子により押し広げられていることを示しているのかも知れない。同様な効果が $\alpha$ 純Tiを用いたレポート[6]でも報告されている。また、新しい回折ピークはないので、イオン照射によるドラステイックな相変化はない。さらに重水素化Ti (TiD, TiD<sub>2</sub>) のピークも存在しないので、この照射実験では水素化合物は生じていないと考えられる。また、イオン照射後の試料には巨大な欠陥はなかった。

## 2.5 検討

### 1) 拡散係数と活性化エネルギー

実験結果から決定したTi-6Al-4V合金の重水素の拡散係数は図2.5の様にプロットされる。498K~673Kの温度範囲における拡散係数は $10^{13} \sim 10^{12}$  m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>である。本実験で得られたTi-6Al-4V合金中の重水素の拡散係数は $\alpha$ 純Tiに比べ1~2オーダー、 $\beta$ 純Tiに比べ3オーダー小さい。これらのデータから重水素のTi-6Al-4V合金における拡散係数の活性化エネルギーを計算すると $\beta$ Tiと同様に0.32eVとなる。前指数項 $D_0$  ( $2.0 \times 10^{10}$  m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>) は $\beta$ -Tiのそれより3オーダー小さい。拡散係数は以下の式で表現できる。 $D_0 = 2.0 \times 10^{10}$  (m<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>) exp(-0.32(eV)/kt) at 498~673K

### 2) 透過の活性化エネルギー

図2.6は定常状態の透過フラックスをアレニウスプロットしたものを示す。498~573Kにおける活性化エネルギーは約0.83eVである。これは高温領域の0.12eVに対して約7倍の大きさである。このことから明らかに透過プロセスが異なった2つの温度領域が存在することがわかる。

### 3) 透過の拡散係数

IDP [7-9]に関して、定常状態での透過挙動はDD, DR, RD, RRの4つのタイプに分類される。図2.5に示すように、実験温度領域で計算される拡散係数は一つの式で評価でき、0.1mmと0.2mm厚の結果が一致することは透過のプロセスが合金の透過側への拡散に律速されていることを示した。しかし、入射側の律速は不明である。透過側律速が拡散とした場合：DD (入射側へのリサイクルも拡散に律速) あるいはRD (入射側へのリサイクルは透過側の律速が表面再結合に律速) の場合があり、透過フラックス $\phi_p$ は各々以下の式で与えられる

$$\phi_p = (\gamma D_b / LD) \phi_i \quad (\text{for DD}) \quad (2)$$

$$\phi_p = (D_b / L \sqrt{K_f}) \phi_i \quad (\text{for RD}) \quad (3)$$

RD律速の場合、透過の温度依存性は、 $K_f$ と $D_b$ の活性化エネルギーEで決められる。DD律速の場合は $D_f$ と $D_b$ の活性化エネルギーで決められる。それらの関連は

$$E \phi_p = ED_b - ED_f \quad (\text{for DD}) \quad (4)$$

$$E \phi_p = ED_b - 1/2 E k_f \quad (\text{for RD}) \quad (5)$$

となる。よって、全体の透過フラックスとその活性化エネルギーは $D_b$  ( $ED_b$ ) のみでなく; $D_f$  ( $ED_f$ ) あるいは $k_f$  ( $E k_f$ ) によっても変わることになる。例えば、これらの入射側の因子が温度で変わるとすると、 $E_{kf}$ あるいは $E_{kf}$ が高い温度領域で大きなプラスの値になる、また低温領域では小さな値になれば、この合金の透過特性が全体の温度領域を通じて $ED_b$ が0.32eVと一定であったとしても説明できると思われる。

## 4) 低温度域の注入重水素の存在状態

上記のように600K以下の温度における透過は実験時間内で顕著には観察されなかった。注入温度の増加とともに、照射後の重水素量は増加する。500K、3時間で多少試料を透過した重水素が観測されたが、その後の昇温による放出量に比較して無視出来るほどの微量の重水素の量であった。ウエルソンとポントウ[2]は300~800Kの温度範囲でTi-6Al-4Vに10KeV/D<sub>3</sub><sup>+</sup>の重水素イオンの照射下に於いて、重水素の再放出を測定した。そして、600K以下の温度で、照射表面からの重水素の熱放出はないと結論している。その理由としては重水素溶解時の発熱が表面から脱離するためのポテンシャルエネルギー境界として働いているとした。

本実験の入射イオンエネルギーは0.5KeVであり、ウエルソンらの実験より小さいが、低温域での照射中の入射範囲から照射表面からの放出は無視できると考えられる。試料中の拡散により、入射した重水素の分布は時間とともにピーク位置が透過側へずれていく。高温ではより内部へのピークの移動速度が大きい。また、照射後の昇温ではさらに両表面へより早く移動し、放出される。したがって、例えば373Kで照射した試料は内部の拡散が少ないので、より多くの重水素が入射表面より引き出されることとなる。この考え方は実験結果から裏付けられる。

ポントウらによれば、純Tiへの重水素照射(10KeV, D<sub>3</sub><sup>+</sup>, 10<sup>21</sup>~10<sup>22</sup> D m<sup>-2</sup>)において、表面近傍でD/Ti比は1にまで達し $\alpha$ 相中で重水素化合物を形成した[10, 11]。一方、 $\alpha$ 、 $\beta$ 混合相では、全く重水素化合物は見られなかった。本実験では15時間照射時の重水素フルエンスは10<sup>23</sup> D<sup>+</sup>/m<sup>2</sup>オーダーであり重水素化合物は見られずポントウらの結果と一致している。Ti-H系状態図において、 $\alpha$ 相では10wt. %、 $\beta$ 相では50wt. %が水素溶解の限界である[6]。したがって、 $\alpha$   $\beta$ 混合相では水素化合物形成が困難であろう。

## 5) Ti-6Al-4Vの真空容器としての適用性

次期装置の真空容器として使用される場合、壁厚10mm、温度773K、照射フラックスD、Tで10<sup>16</sup> m<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>とした場合、定常状態で透過フラックスは5×10<sup>13</sup> m<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>となり、壁を拡散透過するのに約140日かかると推定できる。合金の透過過程は入射側への拡散入射表面における表面再結合を包含している。それらの状況はイオンエネルギー、フラックス他によって容易に変換し得る。したがって、さらなる議論を進めるには、より現実的な条件で研究が必要である。

## 2.6 まとめ

Ti-6Al-4V合金中の重水素挙動を下記の条件で調べた。結果は次のようなことがわかった。

(0.5KeV, 6.4×10<sup>18</sup>D<sup>+</sup>ions/m<sup>2</sup> s; ~760Kまで)

- 1) 0.1mm tの試料膜の重水素透過は500K以上で3時間以内で観察できた。透過/入射フラックス比は、633Kで3.3×10<sup>-3</sup>、753Kで4.8×10<sup>-3</sup>あった。透過の律速は合金中の透過側への拡散であり(DDまたはRD)透過の活性化エネルギーは600K以上の領域で0.12eVであった。
- 2) 重水素の合金内の拡散係数は498K~673K温度下では以下の式で表わされる。  

$$D=2.0^{10}(\text{m}^2 \text{ s}^{-1})\exp(-0.32(\text{eV})/kt)$$
- 3) 600K以下では、入射イオンはほぼ膜中に残留する。
- 4) 本実験条件下では水素化合物の形成は見られなかった。核融合炉の真空容器の運転温度ではトリチウム透過は問題ではないと思われる。しかし長時間運転及び高フルエンス下ではトリチウムインベントリー及び大型の欠陥が生じ得る可能性がある。このことから酸化膜など何らかの透過バリアを持った材料の使用が重要と思われる。

## References

1. J.W.Davis, M.A.Ulrikson and R.A. Causey, J.Nucl.Mater., 212-215(1994)813
2. K.L.Wilson and A.E.Pontau, J.Nucl.Mater., 85/86(1979)989
3. K.Okuno, S.O'hira, H.Yoshida, Y.Naruse, T.Suzuki, S.Hirata and M.Mismi., Fusion Technol., 14(1988)713
4. T.Tanabe, Y.Furuyama, N.Saitoh and S.Imoto, Mater.Trans.JIM, 28(1987)706
5. R.J.Wasilewski and G.L.Kehl, Metallurgia, 50(1954)225
6. N.E.Paton and J.C.Williams, Proceedings of an international conference on the effects of hydrogen on materials properties and structural design, (1974)409
7. B.L.Doyle and D.K.Brice, J.Nucl.Mater., 122/123(1984)1523
8. B.L.Doyle, J.Nucl.Mater., 111/112(1982)628
9. B.L.Doyle and D.K.Brice, J.Nucl.Mater., 122/123(1984)1523
10. A.E.Pontau, L.G.Haggmark, K.L.Wilson, R.Bastasz, M.E.Malinovski, D.B.dawson and W.Bauer, J.Nucl. Mater., 85/86(1981)1013
11. A.E.Pontau, K.L.Wilson, F.Greulich and L.G. Haggmark, J.Nucl.Mater., 91(1980)343

表 2. 1 Ti-6AL-4V合金サンプルの化学分析値

成分	Ti	AL	V	Ca	Fe	Mg	
wt%	Bal	6.12	3.87	9.2ppm	304ppm	4.71ppm	

表 2. 2 Ti-6AL-4V合金から引き出した重水素の総量

照射温度/K	放出/重水素原子 $m^{-2}$
373	$9.1 \times 10^{20}$
473	$1.6 \times 10^{21}$
573	$1.7 \times 10^{21}$



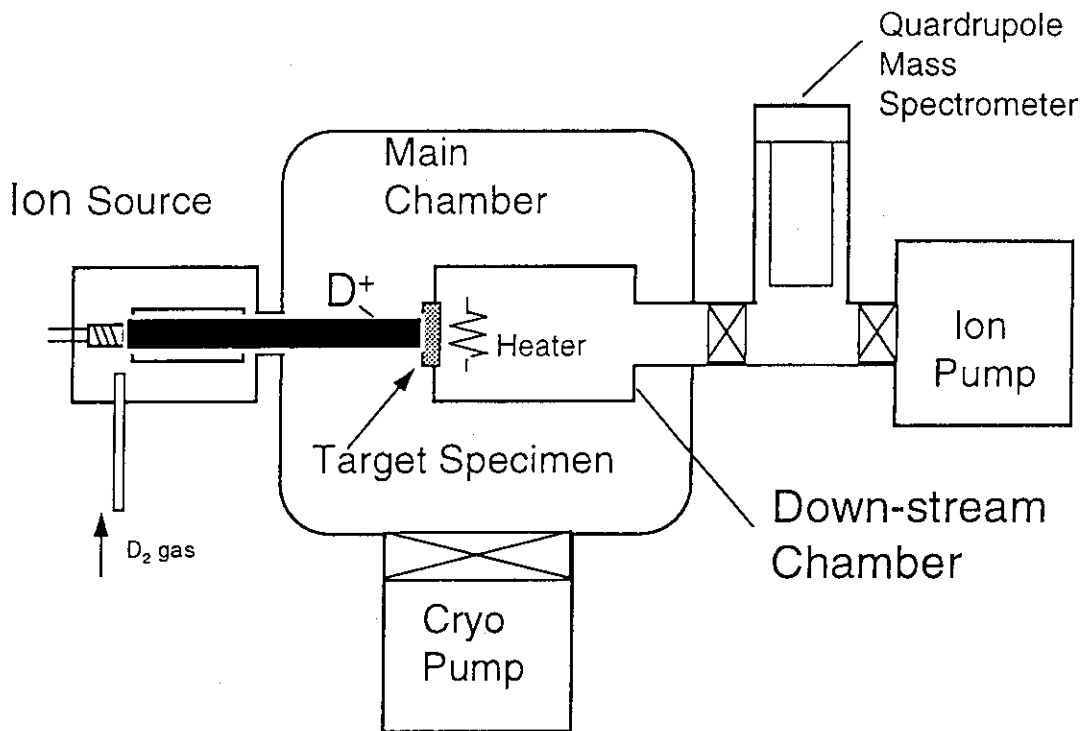


図2. 1 トリチウム透過実験装置

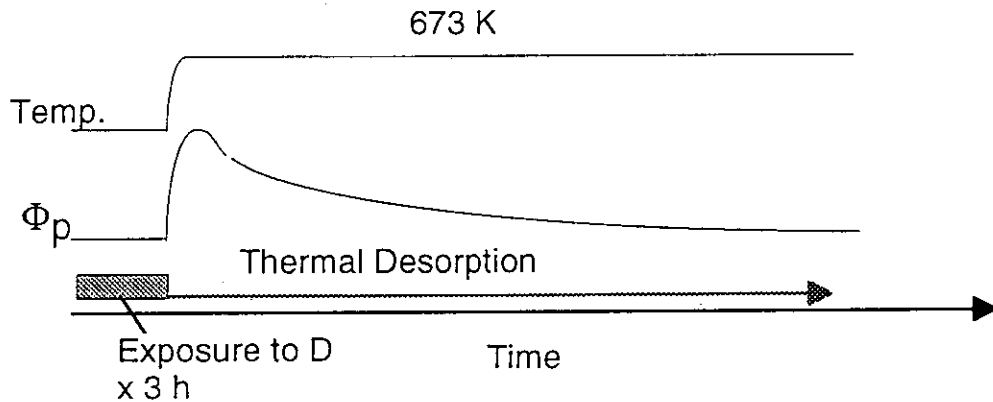


図2. 2  $D_2$ あるいは $D^+$ で照射後の試料の後方から測定された重水素透過フラックス照射、脱離試験スキマテック・ダイアグラム

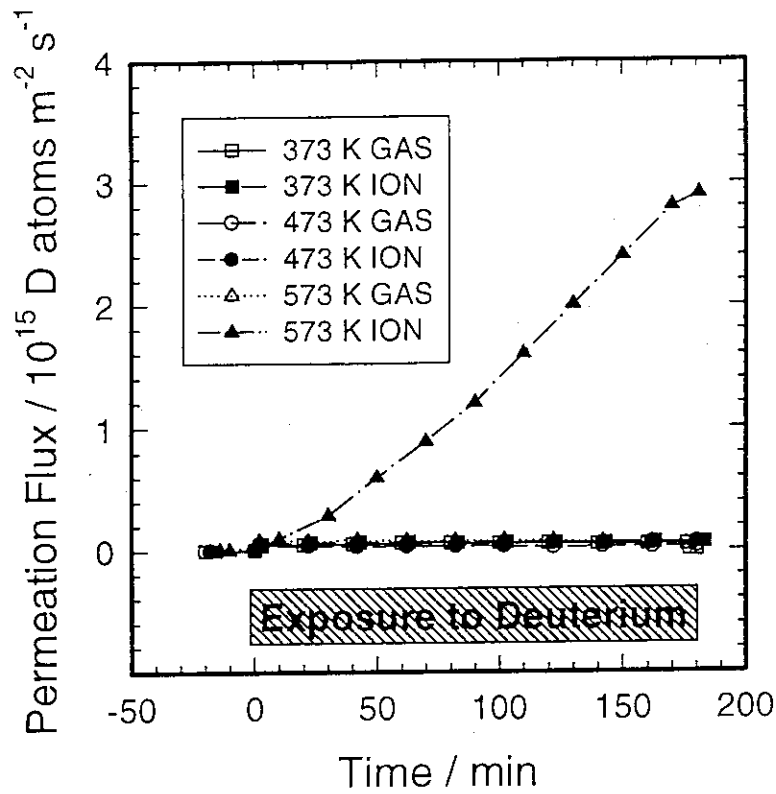


図2. 3 D<sub>2</sub>ガスとD+イオンで照射中 (673k,498k) のTi-6AL-4V合金の透過曲線

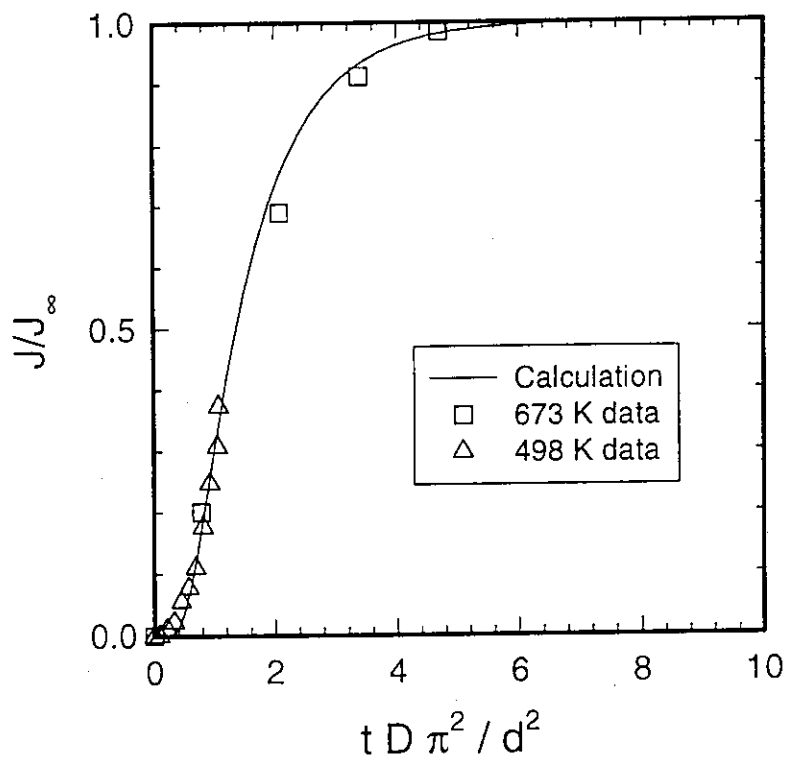


図2. 4 D+イオン照射中の673kと498kにおけるTi-6AL-4V合金の透過曲線 計算結果を規格化した ( $J/J_{\infty}$  VS  $t D \pi^2 / d^2$ )

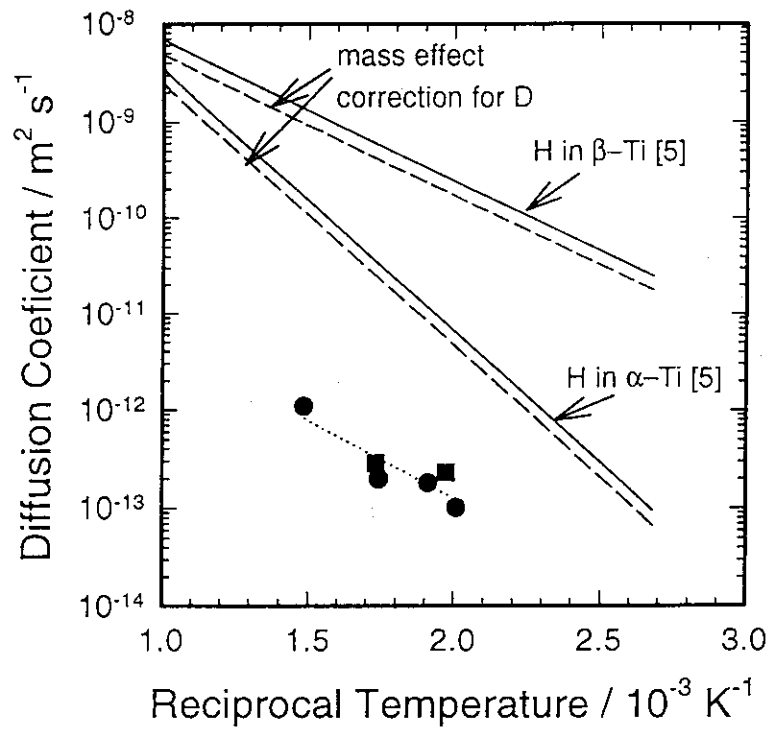


図 2. 5Ti-6Al-4V合金中の重水素拡散係数 (●: 0.1mm 厚データ ■: 0.25mm 厚データ)

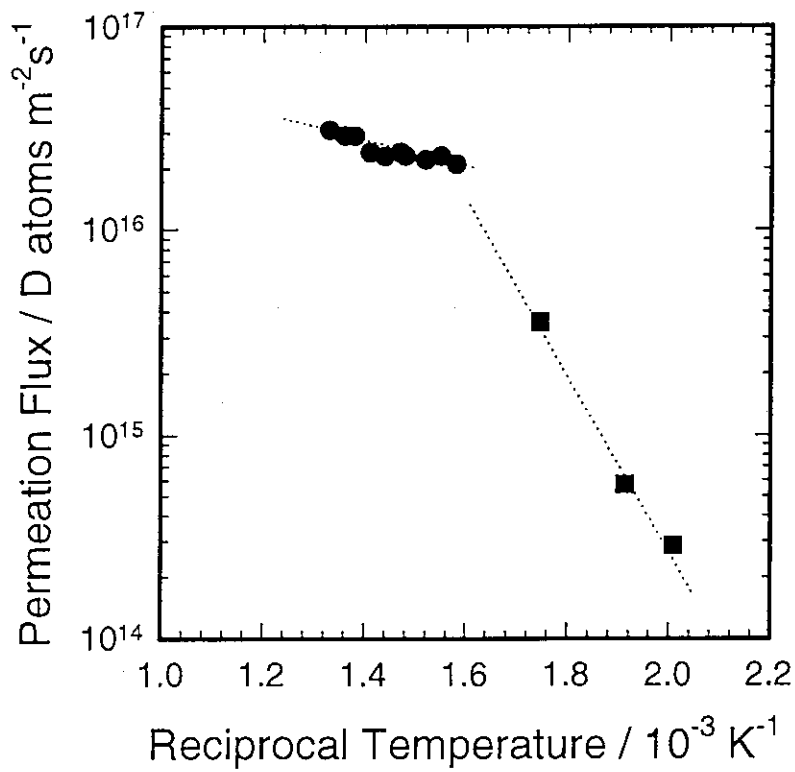


図 2. 6 Ti-6Al-4V合金透過フラックスの温度依存性 (●: 定常状態データ、 $T > 600\text{K}$  ■: 透過のビルドアップカーブから計算した $J_{\infty}$ )

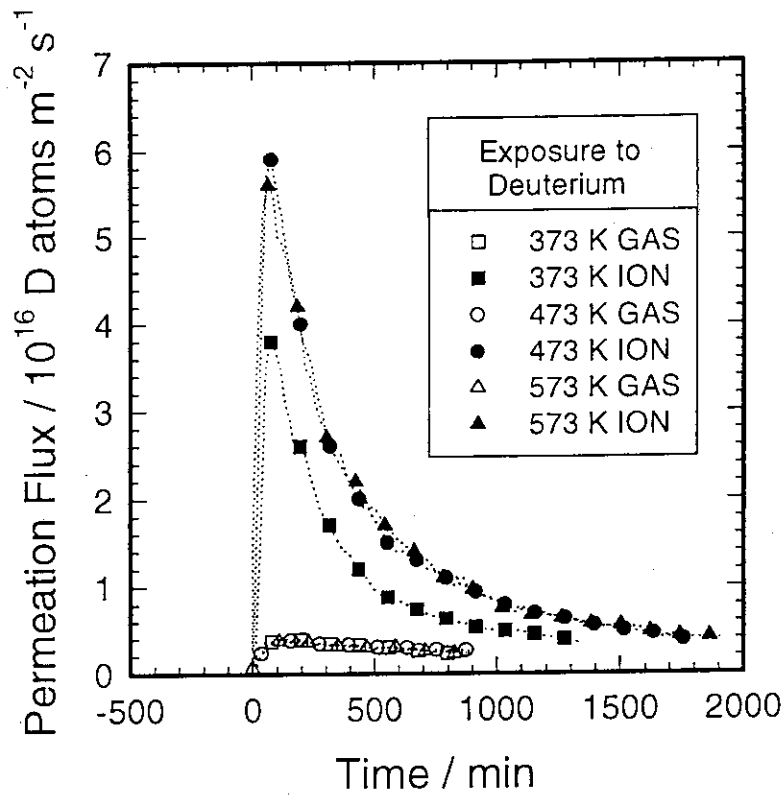


図2. 7 Ti-6AL-4V合金の673kにおける重水素熱放出曲線

### 3. 14MeV 中性子による Ti 合金 (Ti-6Al-4V) 材料等の放射化分析

核融合中性子工学研究室：池田裕次郎、春日井好己

#### 3.1 はじめに

JT-60SU真空容器材料に求められる大きな特徴の一つに低放射化材であることが上げられる。特に半減期の長い $^{60}\text{Co}$  ( $\leftarrow^{59}\text{Co} (n, \gamma)$ ) は、運転停止後、炉の保守上大きな障害になる。したがって、不純物として材料に含まれている量は、例え、微量であっても定量評価が不可欠である。JT-60SU真空容器候補材料として検討されているTi合金 (Ti-6Al-4V) 及び高マンガン鋼 (NMJ-21D) の主要組成及び不純物量を14MeV中性子を用いて放射化分析した。照射分析試料は炉心プラズマ計画室が準備、核融合中性子工学研究室が東海研FNSで照射、測定分析した。

#### 3.2 試料と測定の概要

測定に使用した試料の一覧 (質量、厚さ) を表3.1に示す。中性子照射はFNSの $0^\circ$  ビームライン (回転ターゲット、 $\sim 1.0^{12} \text{ n/s}$ ) 及び $80^\circ$  ビームライン (固定ターゲット、 $\sim 1.0^{11} \text{ n/s}$ ) で行った。照射した中性子のエネルギーは実効的に14.9MeVである。試料は2枚のNb ( $1 \text{ cm}^2 \times 0.2 \text{ mm}$ ) およびAl ( $1 \text{ cm} \phi \times 0.5 \text{ mm}$ ) で挟んで、 $^{92}\text{Nb}$  ( $\leftarrow^{93}\text{Nb} (n, 2n)$ ) および $^{27}\text{Mg}$  ( $\leftarrow^{27}\text{Mg} (n, p)$ ) の生成量から中性子束を求めた。照射後、誘導放射能をGe検出器で測定した。高マンガン鋼については未照射の試料の放射能 (INヤグラ撤去材で多少放射化している。) も測定し、照射後の測定結果から差し引き処理を行った。実施した照射・測定条件を表3.2に示す。代表的な $\gamma$ 線スペクトルを図3.1~3.4に示す。

表3.1 試料の質量

H-Mn (INヤグラ材)		Ti-6Al-4V (神戸製鋼、棒状)		Ti-6Al-4V (古内科学、板状)	
M-1	1.138g	T-1	0.378g	A-1	0.120g
M-2	1.563g	T-2	0.411g	A-2	0.125g
M-3	1.219g	T-3	0.407g	A-3	0.121g
M-6	1.044g	T-4	0.381g	A-4	0.122g

表3.2 照射・測定条件一覧

測定NO.	試料	中性子束 ( $\text{n/cm}^2\text{s}$ )	照射時間	冷却時間	測定時間	$\gamma$ スペクトル
1 A	M-2 (H-Mn)	$3.04 \times 10^9$	10s	2m28s	2m03s	図3.3
1 B	M-3 (H-Mn)	$3.16 \times 10^9$	10m00s	3m15s	3m03s	図3.4
1 C	M-1 (H-Mn)	$1.33 \times 10^8$	6h33m00s	3d4h08m44s	12h45m23s	
1 D	M-6 (H-Mn)	未照射	—	—	3d2h47m11s	
2 A	T-3 (Ti-6Al)	$1.65 \times 10^9$	1m45s	2m52s	1m01s	
2 B	T-4 (Ti-6Al)	$2.33 \times 10^9$	10m00s	1m24s	5m01s	図3.1
2 C	T-1 (Ti-6Al)	$4.87 \times 10^{10}$	13h13m30s	110.8d	7h15m03s	
3 A	A-2 (Ti-6Al)	$3.02 \times 10^9$	1m01s	1m14s	1m01s	図3.2
3 B	A-4 (Ti-6Al)	$2.48 \times 10^9$	10m00s	1m28s	5m01s	
3 C	A-1 (Ti-6Al)	$4.84 \times 10^{10}$	13h13m30s	114.7d	12h48m12s	

## 3.3 Ti合金 (Ti-6Al-4V) 放射化分析

Ti合金 (Ti-6Al-4V) については2種類 (神戸製鋼→KS、古内科学→FUと略す。古内科学製は実験室規模である。) 放射化分析した。放射化分析に使用した核データを表3.6に示す。V成分量は51V (n,p) 51Ti反応から、Ti成分量は、50Ti (n,p) 50Sc反応及び<sup>46</sup>Ti (n,p) m+g、<sup>47</sup>Ti (n,np) m+gから、Al成分量は、<sup>27</sup>Al (n,p) <sup>27</sup>Mg反応から計算した。放射化分析結果を表3.3、表3.4に示す。Al,VについてはKS、FU製とも成分表と比べてやや大きめの値が得られた。測定2C、測定3Cで検出された<sup>58</sup>Ni (n,np) <sup>57</sup>CoからKS、FU製ともNiが微量含まれていることが解った。同じ測定で検出された<sup>58</sup>Ni (n,p) <sup>57</sup>Co、<sup>59</sup>Co (n,2n) <sup>57</sup>CoからCoの上限値を得た。また、その測定で検出された<sup>55</sup>Mn (n,2n) <sup>54</sup>Mn、及び<sup>54</sup>Fe (n,p) <sup>54</sup>Mnから、FeとMn、またはそのどちらかが含まれていることがわかり、それらの含有量の上限値を得た。

表3.3 Ti合金 (Ti-6Al-4V) (神戸製鋼) 分析結果 (重量%)

試料	V	Al	Ni	Co	Mn	Fe
T-1			0.0111	<0.001	<0.006	<0.3
T-3	5.64	7.14				
T-4	5.24	7.34				
化学分析値 (ミルシート)	3.50~4.50	5.50~6.75				0.30

表3.4 Ti合金(Ti-6Al-4V) (古内化学) 分析結果 (重量%)

試料	V	Al	Ni	Co	Mn	Fe
A-1			0.0082	<0.001	<0.003	<0.15
A-3	4.13	7.64				
A-4	5.14	7.54				
化学分析値 (ミルシート)	3.87	6.12				0.0304

## 3.4 高マンガン鋼 (NMJ-21D) 放射化分析

放射化分析に使用した核データを表3.7に示す。Fe成分量は<sup>57</sup>Fe (n,p) <sup>57</sup>Mn反応及び<sup>56</sup>Fe (n,p) <sup>56</sup>Mn、<sup>57</sup>Fe (n,np) <sup>56</sup>Mn反応から、Mn成分量は<sup>55</sup>Mn (n, $\alpha$ ) <sup>52</sup>V反応から、Si成分量は<sup>28</sup>Si (n,p) <sup>28</sup>Al反応から計算した。

放射化分析結果を表3.5に示す。高マンガン鋼 (NMJ-21D) は、Fe、Mnの主成分の他に不純物として、Si、Ni及びCoが認められた。

また、測定試料はすでに放射化 (INヤグラ材) しており、試料1gあたり0.19 (3) Bqの<sup>60</sup>Coが検出された。(測定1D)。

また、Crについては、測定1A及び1Bで<sup>53</sup>Cr (n,p) <sup>53</sup>V、<sup>54</sup>Cr (n,np) <sup>53</sup>V、<sup>54</sup>Cr (n,p) <sup>54</sup>Vが検出されなかったことからCrの含有量は多く見積もっても0.1%以下である。

表3.5 高マンガン鋼 (NMJ-21D) 分析結果 (重量%)

試料	Fe	Mn	Ni	Si	Co	Cr
M-2	75	25	0.041	0.61	0.019	<0.1
M-3	70	29		0.44		
化学分析値 (ミルシート)	67.05~71.35	28.0~32.0		0.40~0.60		

## 3.5 まとめ

放射化分析結果から、高マンガン鋼 (NMJ-21D:JT-60 INヤグラ一部切り出し品で代用) のCo含有量はミルシートには記載がないが0.019%とCo低減ステンレス鋼材なみに含有されており、低放射化という観点から要注意の材料である。高マンガン鋼のCo含有量はTi合金に比べ19倍以上有り、Co-60低放射化という観点からはTi合金の方が(0.001%以下)真空容器材として有望である。

表3. 6表 Ti-6Al-4Vの放射化分析に使用した核データ

生成核	半減期	$\gamma$ 線(keV)	放出率 (%)	反応a)	断面積 (mb) b)
$^{46m}\text{Sc}$	18.70(5)sec	142.5	62.0(20)	$^{46}\text{Ti}(n,p)$ $^{47}\text{Ti}(n,np)$	51(3) 10.6(9)
$^{46g}\text{Sc}$	83.83(2)day	889.3,1120.5	100,100	$^{46}\text{Ti}(n,p)^{m+g}$ $^{47}\text{Ti}(n,np)^{m+g}$	210(14) 80(6)
$^{50}\text{Sc}$	1.710(8)min	1553.8	100	$^{50}\text{Ti}(n,p)$	13.4(11)
$^{51}\text{Ti}$	5.76(1)min	320.0	99.975(2)	$^{51}\text{V}(n,p)$	28.3(16)
$^{27}\text{Mg}$	9.46min	834.7	72	$^{27}\text{Al}(n,p)$	68(1)

表3. 7表 H-Mnの放射化分析に使用した核データ

生成核	半減期	$\gamma$ 線(keV)	放出率 (%)	反応a)	断面積 (mb) b)
$^{51}\text{Cr}$	27.704(4)day	320.1	9.83(14)	$^{51}\text{Fe}(n,\alpha)$ $^{52}\text{Cr}(n,2n)$	89.1(62) 376(30)
$^{54}\text{Mn}$	312.20(7)day	834.8	99.975(2)	$^{55}\text{Mn}(n,2n)$ $^{54}\text{Fe}(n,p)$	805(45) 272(13)
$^{56}\text{Mn}$	2.5785(6)hr	846.8,1810.8,2113.2	98.9(3),27.2(7),1.35(4)	$^{56}\text{Fe}(n,p)$ $^{57}\text{Fe}(n,np)$	105.1(55)
$^{57}\text{Mn}$	1.45(3)min	122.1	10.8(4)	$^{57}\text{Fe}(n,p)$ $^{58}\text{Fe}(n,np)$	53(4)12
$^{52}\text{V}$	3.75(1)min	1434.1	100	$^{55}\text{Mn}(n,\alpha)$	28.3(3)
$^{53g}\text{Fe}$	8.51(2)min	1779.0	42(8)	$^{54}\text{Fe}(n,p)$	
$^{57}\text{Ni}$	1.503(4)day	1377.6,1757.5,1919.5	77.9(16),7.1(6),14.7(9)	$^{58}\text{Ni}(n,2n)$	43.0(22)
$^{28}\text{Al}$	2.24min	1779	100	$^{28}\text{Si}(n,p)$	229(13)

a) (n,  $\gamma$ )反応は考慮していない。b)  $E_n=14.9\text{MeV}$



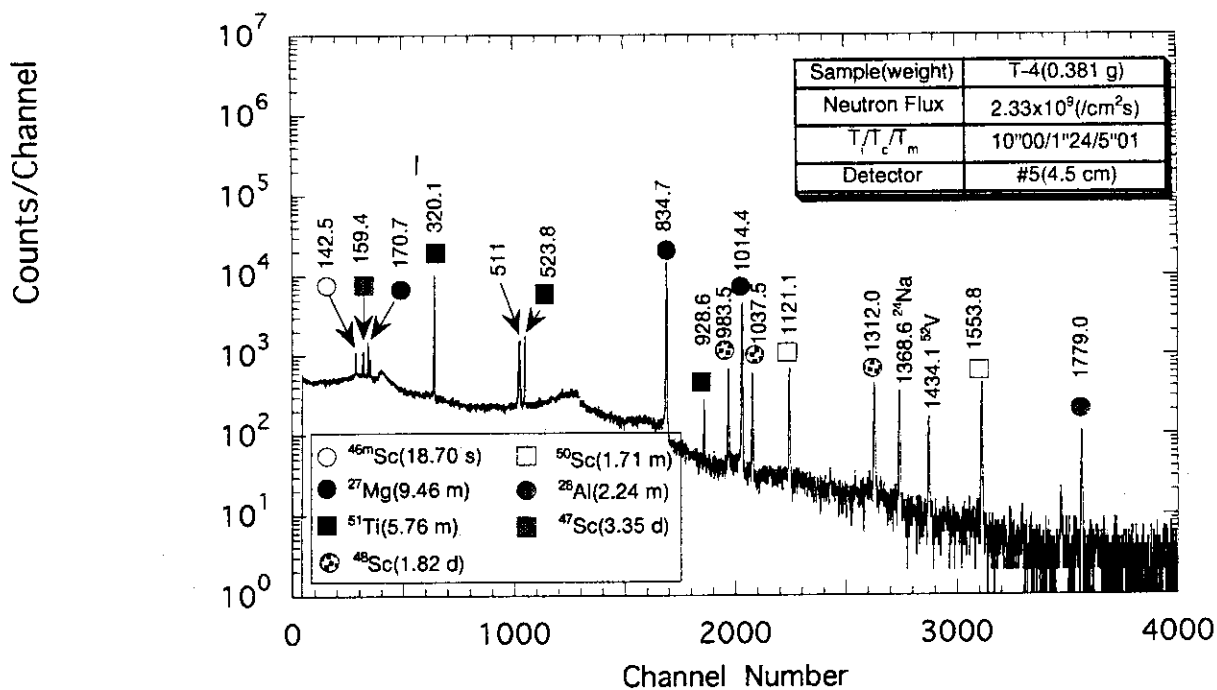


図3. 1 Ti-6Al-4V合金 $\gamma$ 線スペクトル (T-4、棒状切り出し、神戸製)

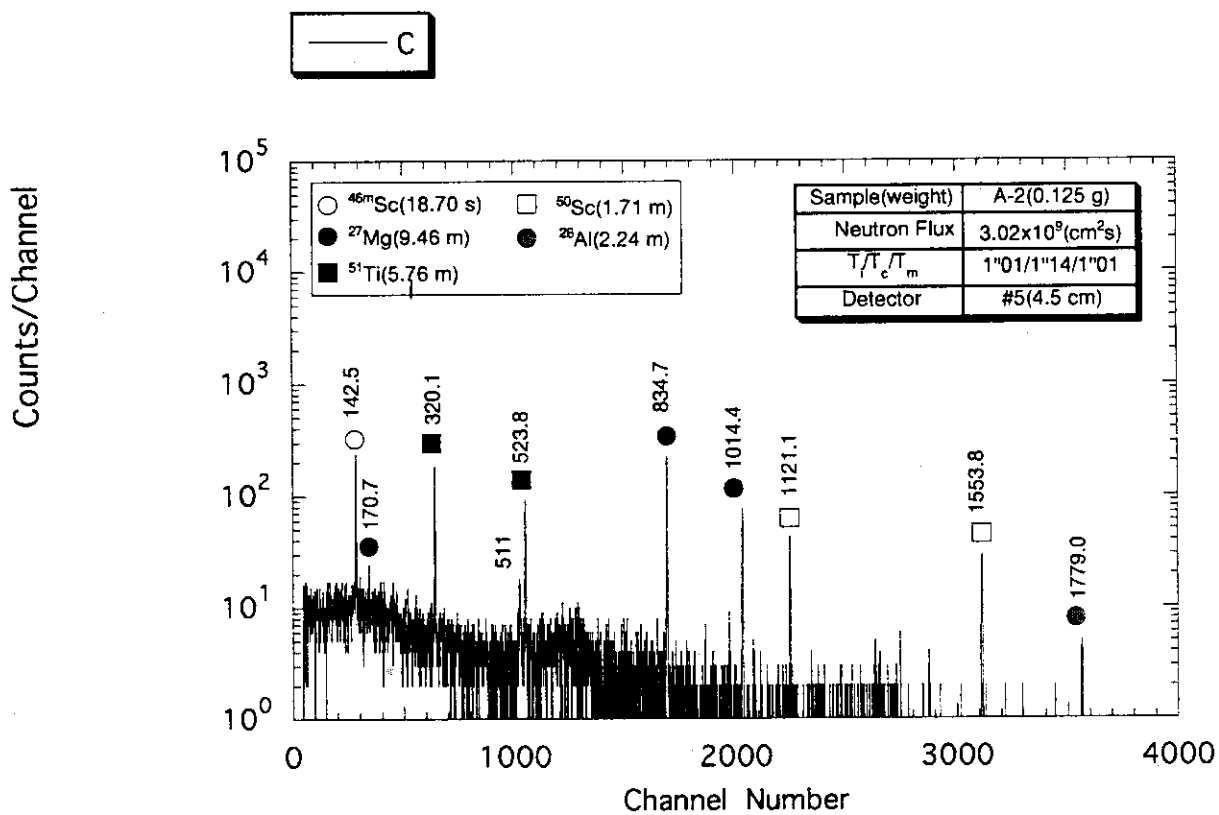


図3. 2 Ti-6Al-4V合金 $\gamma$ 線スペクトル (A-2、板状、古内製)

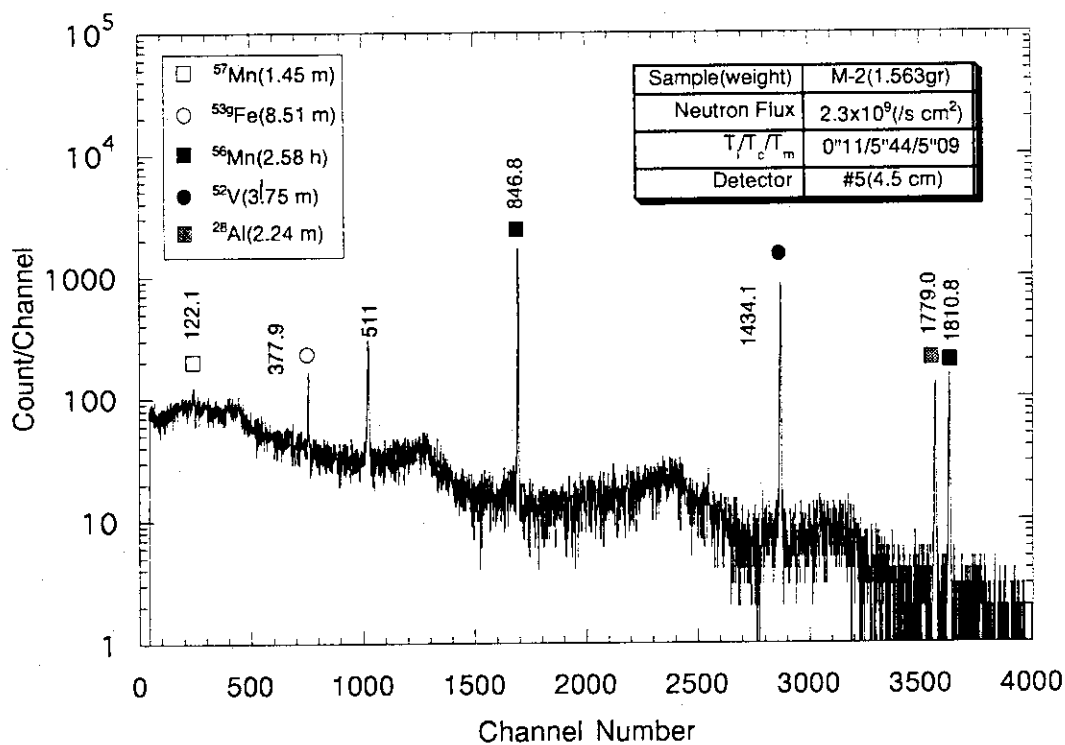


図3. 3 H-Mn鋼 (MNJ-21D)  $\gamma$ 線スペクトル (M-2、INヤグラ切り出し)

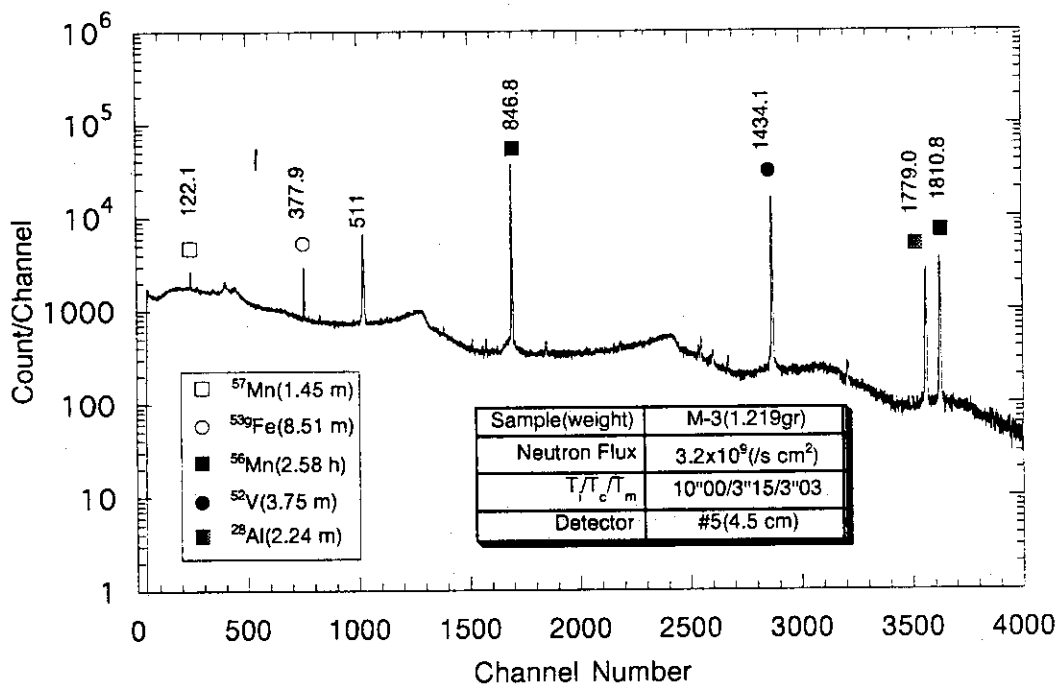


図3. 4 H-Mn鋼 (MNJ-21D)  $\gamma$ 線スペクトル (M-3、INヤグラ切り出し)

## 4. Ti合金 (Ti-6Al-4V) 材料の水素吸蔵と機械強度特性

東京大学：宮 健三、助川敏男、出町和之、羅 雲

原研：阿部哲也、豊島 昇

(株) 東芝：内田孝穂

### 4.1 概要

#### 4.1.1 実験の目的

Ti合金 (Ti-6Al-4V) は焼なまし状態で大きな強度をもつ ( $\alpha + \beta$ ) 型 Ti合金で 200℃～400℃の温度範囲で安定である。この Ti合金は高価であるが、種々の特徴を有するが第一義的には低放射化材料であることから、定常炉心実験装置 (JT60SU) の真空容器材料として検討されている。本実験においては、この Ti合金に強制的に水素を吸蔵させた後に機械的強度試験を実施し、水素吸蔵量に対する機械的強度依存性を明らかにすることを目的とした。

#### 4.1.2 試験の内容

Ti合金の水素吸蔵に対する機械的特性を評価するため、以下に述べるような水素吸蔵試験、シャルピー試験、引張試験及びビッカース硬さ試験を実施した。なお、Ti合金材料の吸蔵は原研那珂研究所の炉心工学研究室の装置で、材料強度試験全般は東大原子力施設 (東海) で行なった。

##### (1) 水素吸蔵試験

吸蔵量の算定は、真空中に設置されているマイクロ天秤で常時増加分を秤量モニターしながら行なった。また、吸蔵条件として温度 500℃、 $H_2$  圧力は 5～50 (最大 200) Torr とした。

##### (2) Ti合金のシャルピー試験

各吸蔵量に対するシャルピー試験を実施し、衝撃特性を明らかにすると共に、試験片破面の SEM 観察、水素吸蔵モニター片の金属顕微鏡ミクロ観察を実施、組織変化を観察した。

##### (3) Ti合金水素吸蔵材の引張強度試験

水素吸蔵材として普通試験片 (溶接無し) 及び溶接試験片 (平行突き合わせ TIG 溶接) を用いて引張強度試験を行ない、それぞれの結果を比較検討すると共に、各吸蔵量に対する強度特性を求める。

##### (4) Ti合金水素吸蔵モニター片の硬さ試験

シャルピー試験片の秤量モニター片および引張強度試験のモニター片を用いて、ビッカース硬さ測定を実施し、吸蔵量に対する硬さ特性を明らかにする。

### 4.2 Ti合金水素吸蔵

#### 4.2.1 Ti合金水素吸蔵状況

##### (1) 吸蔵量の算定

シャルピー試験用材料と同一の材料からモニター片 (10 mm $\times$ 10 mm $\times$ 25 mm) を製作し、真空中に設置されているマイクロ天秤でモニター片重量の増加分を常時秤量モニターしながら、水素吸蔵を行なった。

水素吸蔵量は試料の表面積に比例すると考え、各試験片の水素吸蔵量はモニター片との表面積比により算出した。当初、試験片は、モニター片、シャルピー試験片、引張試験片を纏めて同一試験容器に挿入し、吸蔵させた。

引張強度試験用モニター材は、シャルピー片と比べ平面状態に大きな違い (表面酸化等) が有り、予備実験で精度が悪いことが判明し、途中より JIS 規格 (JIS Z-2201) を逸脱するが引張強度試験片を加工して (表面バフ研磨、重量低減のため、掴部分切断) 直接秤量モニターする様にした。また、シャルピー試験片と引張強度試験片は別々に水素吸蔵を実施した。(シャルピー試験片はモニター試験片で秤量、表面積の比例計算で算出。)

##### (2) 吸蔵条件

温度：数カ所の赤外線ヒーターで周辺から真空中で照射。温度は熱電対 (空間) でモニター。当初は実際の使用温度に近く水素吸蔵の変曲点 (300～350℃) を避けた 400℃であったが、吸蔵が緩慢なため、吸蔵することに重きを置き 500℃とした。

吸蔵：TMP で真空に引きながら水素を外部から導入。水素供給は設定圧に対してフィードバックコントロールをかけた。水素圧力は  $5 \times 10^{-3}$  Pa でスタートしたが、吸蔵速度が遅いため 5～50～200 Torr で実施。通常 50 Torr で実施、吸蔵速度の早い場合（シャルピー試験片、溶接引張強度試験片）は～5 Torr とした。

#### 4.2.2 Ti 合金水素吸蔵方法

##### (1) 具体的セットアップ

- 1) 試験片アセトン洗浄、油脂除去。
- 2) 各試験片秤量（大気中）：吸蔵量予測の参考データ
- 3) 真空容器（140 φ - 150H）に試験片セット。  
シャルピー片：SUS メッシュ受け台に置く。  
引張強度試験片（直接モニター以外のもの）：SUS メッシュ受け台上で赤外ヒーターの間たてかけ。
- 4) 秤量モニター片は Pt ワイヤで吊し、真空中天秤で直接連続秤量。  
（最大 20 gr 真空中で秤量、精度は  $\mu$  gr まで可能。）
- 5) 真空に引く（ $10^{-3}$ Pa）、通常半日程度
- 6) 瞬間的に赤外ヒーターで温度（600℃、～10min）を上げ、表面吸着物をフラッシングする。  
真空度、QMass でモニター監視（アウトガス放出確認）、最大  $\sim 10^{-3}$  Pa
- 7) 吸蔵温度（500℃）に設定する。
- 8) 水素導入
- 9) モニター片が予定吸蔵量になるまで水素圧力一定保持。
- 10) 降温開始（早急に冷却（熱伝導）するため  $\sim 80^\circ\text{C}$  まで水素導入）
- 11)  $\sim 80^\circ\text{C}$  になったら水素供給停止
- 12) 真空排気（次の日まで）
- 13) Ar ガス導入
- 14) 試験片取り出し
- 15) “ナイロビ” 袋（ナイロンとビニールの二重張合せで Ar 透過の極めて少ない構造）に Ar と共に封入
- 16) 東大原子力施設（東海）で材料強度試験  
水素吸蔵履歴例を 図 4.1 に示す。

##### (2) 水素吸蔵量の開始、終了の判定

表面吸着物追い出しフラッシング完了後、吸蔵温度に設定し、重量、真空度が安定したら、水素導入をする。導入直後には圧力変動により重量が不正確であるため、圧力が安定してから計測。一般的には水素導入してから、表面付着物が剥がれ、重量は軽くなり、ある最低値（減少率が順次低下していく）を示した後、水素を吸蔵して最小重量が増加していく。

この最小重量を吸蔵前の重量とする。吸蔵完了重量は吸蔵温度における水素導入後の最終の重量とする。（水素の浮力の観点から吸蔵前の重量測定時と同じ圧力条件とする。）

一般に、水素導入のまま温度を下げて行っても  $\sim 80^\circ\text{C}$  程度までは重量は増加しない。（表面吸着物も内部吸蔵しないと考えられる。）その後、重量は増加するが、これは表面吸着が進行していると思われる。

水素導入後の重量の最低値の現れないサンプルもあるが、そのときはフラッシング完了後の真空中の最小重量、又は水素導入後の最小重量を採用している。（終了重量はいずれも最小重量を採用した温度、圧力と同じ条件での値。）念のため真空状態にして重量差を比較したがほとんど差はなかった。試験に用いた水素吸蔵量を 表 4.1～表 4.4 に示す。

#### 4.3 Ti 合金水素吸蔵材のシャルピー試験

##### 4.3.1 供試材料および試験片

供試材は Ti-6Al-4V（ミルシート No. AT1323）であり、そのミルシートを 表 4.5 に示す。試験は 12

mmt 板厚より全面加工にて 10mm 角に仕上げている。切断はワイヤーカットとし、板材の圧延方向（幅方向）に対して試験片の破面が直角になる様（試験片の長手方向が板材の幅方向に平行になる様に切り出し）に切り出した。

試験片形状は 4 号試験片（JIS Z-2202 V 溝切り欠き）とし、その形状を図 4.2 に示す。

#### 4.3.2 試験方法

試験機は容量 30 kgf・m (294J) とした。試験要領は JIS に準拠し、5sec 程度で衝撃試験が終了するようにした。試験温度は液体窒素 (-196°C)、ドライアイスアルコールで融かした温度 (約-70°C)、及び常温の 3 点とした。

衝撃試験時の温度は、前もって試験片に熱電対を取り付け試験機に設置し、時間と温度上昇の校正曲線を得た。試験時は経過時間を測定し、その校正曲線より温度を算出した。試験において衝撃値の算出は下記式より算出した。

$$\text{吸収エネルギー} : E = Q \cdot L \cdot (\cos \beta - \cos \alpha_0) \quad (\text{kgf} \cdot \text{m})$$

$$\text{シャルピー衝撃値} : P_s = E / S \quad [\text{kgf} \cdot \text{m} / \text{cm}^2]$$

$Q = 25.07 \text{ kg}$  : 振り子の質量

$L = 0.6565 \text{ m}$  : 振り子の重心半径

$\alpha_0 = 140.5^\circ$  : 実効最大持ち上げ角

$S \text{ cm}^2$  : 切り欠き部分の断面積

#### 4.3.3 試験結果

##### 1) セッティングと水素吸蔵状態

写真 -1 は真空容器内の吸蔵量 0.0956wt% 及び 0.172wt% の試験片の破損（自己）状況である。写真 -2~6 に母材から吸蔵量 0.0956wt% までの破断面写真を示した。写真から分かるように、吸蔵量を増加させると外表面より黒色に変色し、吸蔵量 0.0956wt% では全面が黒色化した。

吸蔵量 0.0439wt% はクリティカルなポイントと考えられ、写真において破面の一部に若干の黒色化が認められた試験片の衝撃値は低い値を示した。

##### 2) 衝撃試験結果

本試験結果を図 4.3~4.4、表 4.6~4.8 に示す。常温における母材の衝撃値は炭素鋼の 1/3 程度であるが、低温衝撃値は極めて良好であり遷移温度がみられない。水素の吸蔵量を 0.0478wt% まで増加すると急激に脆化し、衝撃値が低下する。同様に図 4.5、表 4.9 に延性破面率を示した。

水素吸蔵量 0.0478wt% では延性破面が母材の 1/3 以下となり、急激に延性が失われているのが分かる。さらに吸蔵量を増加させると 0.0956wt% で一部（3 本）が完全に自己破壊し、0.172wt% では 1 個のみ（JS36）形を留めた状態で残り（シワ、クラックの発生あり）、その他の試験片は粉々になった。

##### 3) 衝撃試験片のミクロ観察

写真 -7~13 は常温条件で実施した母材から 0.0956wt% までの衝撃試験の SEM 写真を、また、写真 -14~15 は 0.0956wt% で一部破損した部分及び 0.172wt% の破損状況 SEM 写真を示す。

写真 7-1 の SEM 写真で分かるように、母材の網状脆性破面が吸蔵量を増させるに従って崩れてくる。0.0956wt% では完全に違った脆性破面となり、甲羅状の破面となっている。写真-7-2 では破面コーナー部近傍の SEM 写真を示す。

水素吸蔵は外表面より始まるため、中央部より低い吸蔵量（0.0635wt%）で甲羅状の破面となっている。写真 -10, 11 に示したように、0.0439wt%, 0.0478wt% では試験片破面にクラックの発生が観察され、延性が劣化していることが認められた。

写真 -16~18 はシャルピー用モニター片（母材~吸蔵量 0.177wt%）及び吸蔵量 0.172wt% のシャルピー試験片の金属顕微鏡観察写真を示す。

これらの試験片はバフ研磨後、フッ化水素酸と硝酸を 1:2 で混合し、エッチングを行なった。写真 -16 より分かるように、母材は  $\beta$  鍛造材特有の針状  $\alpha$  組織である。水素吸蔵量の増加に従って粒状の水素化物の発生が多くなって来る。さらにクラックやシワの発生がある試験片 JS36 (0.172wt%) で

は、水素吸蔵のため結晶粒が異常に粗大化していることが分かる。

写真 - 18には表面より発生したクラック、内部クラック、及びシワ部のマイクロ写真であり、シワの部分では結晶粒がくずれている状況が観察される。

以上に述べたように、試験片のマイクロ観察においても、吸蔵量 0.0439wt% を越えると組織に変化が生じてくることが分かった。

#### 4.4 Ti 合金材の引張試験

##### 4.4.1 供試材料及び試験片

供試材は Ti-6Al-4V (ミルシート No. AT9519) であり、そのミルシートを表 4.10 に示す。試験片は板材の圧延方向と試験片の破面が直角になるように採取し、切断は歪みが残留しない様、ノコまたはワイヤーカットとした。薄板の引張試験片の JIS 規格から板厚は素材のままの状態とした。

試験片は普通引張試験片 (溶接無し) と中央部 TIG 溶接 (突合わせ片面溶接、溶接部表面のエメリーパー仕上げを実施) による溶接引張試験片とし、形状は 13 号 B (JIS Z-2201) とした。しかし、予備試験の結果、吸蔵モニター片 (全面加工のシャルピー試験片の 1/2 サイズ) と余りにも表面状態が異なるため、吸蔵後の試験結果 (シャルピー衝撃試験の結果と引張試験の結果が違い過ぎた) に疑問が生じた。最終的に JIS 規格を逸脱するが表面バフ研磨を実施 (水素吸蔵しやすく)、掴部分を切断して、試験片そのものを直接真空天秤で秤量する方法をとった。引張試験片形状は 図 4.6 及び 写真 - 19 に示す。また、写真 - 20 に溶接試験片のマイクロ写真を、その試験片のビッカース硬さ試験結果を 図 4.7、表 4.11 に示す。

溶接試験片の TIG 溶接部及び熱影響部は長さ方向に 12.75 mm あり、比較的範囲が広い。図 4.10 に示すように、TIG 溶接部及び熱影響部のビッカース硬さは若干の硬化が認められた。

##### 4.4.2 試験方法

試験は油圧サーボ方式のインストロン万能試験機 (5 ton) を用い、ストロークの変化速度を制御して行なった。引張速度は 1 mm/min とした。

##### 4.4.3 試験結果

###### 1) 普通試験片の引張試験

普通引張試験材の水素吸蔵条件を表 4.12 に、本試験の結果を表 4.13、図 4.8 及び図 4.9 に示す。図 4.8 は水素吸蔵量と 0.2% 耐力及び最大引張強さとの関係を示し、実際に吸蔵量を直接モニターした試験片同士は実線及び破線で結んである。これから分かるように、直接モニター試験片と真空容器底部に設置した試験片では強度に大きな違いが生じている。これは真空容器内に若干の温度のバラツキが生じているため、及び表面状態の違いによる水素吸蔵量に違いが出たと考えられる。

実線及び破線で示した結果より、吸蔵量 0wt%~0.02wt% までの 0.2% 耐力及び最大引張強さは水素を吸蔵させることによって、むしろ強度が増加する傾向 (これらのことは材料メーカーの説明書にも言われている事項でもある。) にある。また、0.0854wt% まで水素吸蔵量を増加させたが、最大引張強さは全く強度の変化が認められない。0.2% 耐力は吸蔵量 0.05wt% を超えると徐々に低下する。

図 4.9 は平行部 50 mm の平均伸び率を示し、水素吸蔵の増加と共に徐々に延性が失われるのが分かる。写真- 21~22 に普通引張試験片の破断状況を示す。

###### 2) 溶接試験片の引張試験

普通引張試験片の水素吸蔵条件を表 4.14 に、本試験の結果を表 4.15、図 4.10、図 4.11 に示す。図 4.10 に、水素吸蔵量と 0.2% 耐力及び最大引張強さの関係を示す。ここでも、実際に吸蔵量をモニターした試験片は実線で結んである。これから分かるように、0.2% 耐力及び最大引張強さは、普通引張試験片の強度より若干低下しているが、傾向はほとんど同様である。水素吸蔵量 0.04 wt% の試験片は引張前の観察でビード面にスジが入ってしまった材料である。このように溶接試験片には溶接状況で左右される因子もある。

ここで重要な事は、モニター片も含めて 2 枚の試験片がほぼ同一の値を示したことである。溶接引張試験片の水素吸蔵では、2 枚の試験片のうち 1 枚を容器底部に設置することをやめ、立てて設置した。

すなわち、水素吸蔵時の設置方法によって水素吸蔵量は影響を受け、これまでの直接モニターしていない試験片は設置の仕方に左右されることが分かった。

これまでのモニターしていない試験片の吸蔵量はある程度の誤差を含んでいるものと予想できる。図 4.11 は平均伸びと吸蔵量の関係である。吸蔵量 0.02 wt% までは、TIG 溶接部及び熱影響部以外の箇所破断した試験片もあったが、0.02 wt% を超えると、すべて TIG 溶接部及び熱影響部の破断となった。また、平均伸びは水素吸蔵量の増加とともに徐々に減少した。写真-22-1~22-2 に溶接引張試験片の破断状況を示す。

#### 4.5 Ti 合金水素吸蔵モニター材の硬さ試験

##### 4.5.1 供試材料

試験材料は、シャルピー用モニター試験片及び引張試験用モニター片（予備試験で吸蔵、表面加工していない材料は実際には水素吸蔵量は少ないと想定される。）を使用した。

##### 4.5.2 試験方法

試験はマイクロビッカース硬度計を使用し、要領は JIS に準拠して行なった。測定は 図 4.12、図 4.13 のように行なった。

具体的にはシャルピー用モニター試験片の中央部に対してコーナー部を詳細に調べ、測定に影響しない範囲で全 15 ポイントを、引張試験用モニター片は中央部を 5 ポイント測定した。硬い材料なので、荷重レベルは 1000 g とした。

##### 4.5.3 試験結果

本試験の結果を 図 4.14~4.16、表 4.16~4.17 に示した。図 4.14~4.15 はモニター用シャルピー試験片の結果を示し、母材から吸蔵量 0.05 wt% までは平均的に硬さが増加する。0.05 wt% 付近では内部に大きなバラツキも生じることが分かる。

吸蔵量 0.05 wt% を超えると平均的には硬さが低下し、吸蔵量 0.18 wt% 付近では急激に低下することが分かる。

図 4.16 は引張試験用モニター片の結果を示し、シャルピー試験片の場合と同様の結果が得られた。

#### 4.6 総合評価

本試験においては Ti 合金 (Ti-6Al-4V) の機械的強度に関する水素吸蔵依存性を明らかにすることを目的とし、シャルピー試験、引張試験（普通及び溶接試験片）、ビッカース硬さ試験を実施した。本試験における供試材は Ti-6Al-4V（ミルシート No. AT1323, AT9519）を使用し、切断、切削には十分の配慮を行った。

4.2 節における水素吸蔵試験において判明した主な事項を以下に述べる。

- 1) 吸蔵温度 400° C では期待した吸蔵量を得ることが出来ず（長時間かかる）、吸蔵温度を 500° C に変更した。
- 2) 吸蔵圧力は 2.6~200 Torr の範囲とし、吸蔵量を多く要求される試験片は高い圧力を必要とする傾向にあったが、中には低い圧力で吸蔵できた試験片もあった。
- 3) 吸蔵量は表面状態に大きく依存した。特に、表面に付着している酸化膜、表面粗さ、形状である。引張試験片の表面を全く加工せずそのままの状態であった場合、表面をバフ研磨した試験片に比べると吸蔵量は 1/4 程度であったことが予備試験の結果より判った。
- 4) 後で述べる引張試験では、真空容器内の若干の温度分布が水素吸蔵量に変化を与え引張強度に大きく影響した。

4.3 節におけるシャルピー試験においては、衝撃特性を明らかにすると共に破断面のマクロ、ミクロ観察を実施し、水素吸蔵量に対する表面状況及び組織の変化についても吸蔵量に従って変わっていく過程が判った。

判明した主な事項を以下に述べる。

- 1) 水素吸蔵量 0wt% (母材)の衝撃値は炭素鋼の 1 / 3 あり、明瞭な遷移温度は見られなかった。
- 2) 水素吸蔵量が 0.0439wt% を超えると組織に変化が現れ、水素吸蔵量 0.0478wt% では急激に延性を失うことが判った。
- 3) 水素吸蔵量 0.0956wt% においては一部が自己破損し、水素吸蔵量 0.172wt% は全数が完全自己破損した。
- 4) 水素吸蔵量が 0wt% (母材) の中央破断面は網状の脆性破面であるが、0.0956wt% においては全領域において甲羅状の脆性破面に変化する。

4.4 節の引張試験においては、普通試験片と溶接試験片との結果を比較検討すると共に吸蔵量に対する強度特性を明らかに出来た。

判明した主な事項を以下に述べる。

- 1) 最大引張強度は水素吸蔵量 0.0854wt% まで強度が低下しなかった。0.2% 耐力は 0.05wt% を超えると徐々に低下し始める。その後、最大引張強さ、0.2% 耐力共に急激に劣下することが予想される。
- 2) 水素吸蔵量 0.02wt% までは水素を吸蔵することによって、むしろ母材より強度が改善される。
- 3) 伸びは水素吸蔵量 0.06wt% において母材の 1 / 2 となる。



表4.1 水素吸蔵結果(1) (主にシャルピエ試験片)

JS:シャルピエ試験片  
 JT:引張試験片 ( )内は比例計算値又は代表値

試験片 NO.	重量gr	表面積mm <sup>2</sup>	表面積比	終了重量	初期重量	重量増量	吸蔵量(atom)	吸蔵量(w%)	吸蔵条件	
モニターNO1	10.954	1243.6	1.0	11.090168	11.0885	1.668mgr	7,205ppm	0.0150	400,5E-3	12/11
JT-3	22.26	5983.04	4.811			(8.023)mgr	17,710ppm	0.0360	400,5E-3	12/11
JT-4	21.7	5983.04	4.811			(8.023)mgr	18,167ppm	0.0370	400,5E-3	12/11
モニターNO2		1243.6	1.0	10.990656	10.986264	4.392mgr	19,149ppm	0.040	500,10 <sup>-5</sup> 0	12/18
JT-5,6	(22)	5983.04	4.811			(21.130)mgr	~46,000ppm	~0.095	500,1 <sup>-5</sup> 0	12/18
JS-19~27(9)	(24.3)	2440.6	1.9625			(8.619)mgr	~17,000ppm	0.0355	500,10 <sup>-5</sup> 0	12/18
モニターNO3	10.96		1.0	11.116275	11.095039	21.236mgr	100,760ppm	0.177	500,100 <sup>-2</sup> 00	クラック1/16
JT-7,8	(21.9)		4.811			(102.1)mgr	223,459ppm	0.466	500,100 <sup>-2</sup> 00	OK' 1/16
JS-28~36(9)	(24.3)		1.9625			(41.67)mgr	82,150ppm	0.172	500,100 <sup>-2</sup> 00	粉々 1/16
モニターNO4	10.97		1.0	11.093161	11.085160	8.001mgr	34,884ppm	0.0728	500,50	OK 1/18
JS-10~18(9)	(24.29)		1.9625			(15.7)mgr	30,960ppm	0.0635	500,50	OK 1/18
モニターNO5	10.95		1.0	10.963242	10.951399	11.843mgr	51,806ppm	0.1081	500℃,50torr	OK 1/19
JS-37~45(9)	(24.3)		1.9625			(23.242)mgr	45,814ppm	0.0956	500℃,50torr	1/2破損 1/19
モニターNO6	10.94		1.0	11.071998	11.066563	5.435mgr	23,526ppm	0.049	500℃,180torr	1/24
JS-46~51(6)	(24.3)		1.9625			(10.666)mgr	21,025ppm	0.0439	500℃,180torr	1/24
モニターNO13	10.94		1.0	10.955331	10.949412	5.919mgr	25,892ppm	0.0540	500℃,50torr	1/31
JS-52~54(4)	(24.3)		1.9625			(11.616)mgr	22,879ppm	0.0478	500℃,50torr	

表 4. 2 水素吸蔵結果 (2) JT: 引っ張り試験片 ( ) 内は比例計算値又は代表値

試験片 NO.	重量gr	表面積mm <sup>2</sup>	表面積比	終了重量	初期重量	重量増量	吸蔵量(atom)	吸蔵量(w%)	吸蔵条件
モニターNO7	9.80	2,696	0.5145			(4.99mgr)	0.024378	0.0509	500°C, 50torr
JT-9	18.76	5,241	1.0	18.780665	18.770971	9.694mgr	0.024737	0.0516	
JT-10	19.66	5,241	1.0			(9.694mgr)	0.023619	0.0493	
モニターNO8	9.69		0.5145			(2.816mgr)	0.014606	0.0305	500°C, 50torr
JT-11	18.64		1.0	18.623042	18.617299	5.743mgr	0.014774	0.0308	
JT-12	19.06		1.0			(5.743mgr)	0.014433	0.0301	
モニターNO9	9.75								
JT-13	18.69			1 / 2 6 真空天秤設定異常 ( フラッシング時判明)					
JT-14	19.16								
モニターNO10	9.49		0.5145			(0.781mgr)	0.003942	0.00823	500°C, 50torr
JT-15	19.05		1.0	19.071623	19.070105	1.518mgr	0.003876	0.00796	
JT-16	18.76		1.0			(1.518mgr)	0.003942	0.00809	
モニターNO11	9.39		0.5145			(2.027mgr)	0.010572	0.0221	500°C, 50torr
JT-17	19.45		1.0	19.472134	19.468106	4.028mgr	0.009910	0.0207	
JT-18	18.59		1.0			(4.028mgr)	0.010379	0.02167	
モニターNO12	10.04		0.5145			(5.915mgr)	0.028220	0.0589	500°C, 50torr
JT-19	18.99		1.0	19.014345	19.002848	11.4979mgr	0.028980	0.0605	
JT-20	19.03		1.0			(11.497mgr)	0.028534	0.0604	
モニターNO14	9.42		0.5145			(3.9575mgr)	0.020124	0.0420	500°C, 50torr
JT-21	18.66		1.0	18.685557	18.677865	7.692mgr	0.019724	0.0412	
JT-22	18.78		1.0			(7.692mgr)	0.019619	0.0409	

表 4.3 水素吸蔵結果 (3)

JT: 引っ張り試験片 ( )内は比例計算値又は代表値

試験片 NO	重量 (前)	重量 (後)	初期重量	終了重量	初期重量	増加重量	吸蔵量 (atom)	吸蔵量 (w%)	吸蔵条件	
JT-26	19.337	19.355	19.368084	19.384126	19.368084	16.04mgr	0.039674	0.0828	500°C, 50torr	18 回目
JT-25	18.795	18.837	表面キズ有り			(16.04mgr)	0.040884	0.08535		
JT-28	18.619	18.635	18.642843	18.655931	18.642843	13.09mgr	0.033627	0.070	500°C, 50~70torr	19 回目
JT-27	18.880	18.900	表面キズ有り			(13.09mgr)	0.033346	0.0696		

表 4.4 水素吸蔵結果 (4) 引っ張り試験片 (中央部片面TIG溶接) (株) 東芝製

試験片 NO	重量 gr	終了重量	初期重量	重量増量	吸蔵量 (atoms)	吸蔵量 (w%)	吸蔵条件	試験日	備 考
1-5	19.30	19.320369gr	19.316820gr	3.540mgr	0.008778	0.0183w%	500°C, 50torr	2 / 2	1 5 回目
2-5	19.39	---	---	(3.54mgr)	0.008745	0.01826	500°C, 50torr	2 / 2	
1-4	19.27	19.289530	19.28732	2.21mgr	0.005489	0.01146	500°C 2.6~28torr	2 / 5	1 6 回目
2-4	19.40	---	---	(2.21mgr)	0.005457	0.0114		2 / 5	
1-2	19.545	19.589114	19.573166	15.95mgr	0.038997	0.0814	500°C, 15~12torr	2 / 9	2 0 回目
2-2	19.517	---	---	(15.95mgr)	0.039141	0.0817		2 / 9	
2-3	19.234	19.269124	19.261198	7.926mgr	0.019711	0.0411	500, 50 torr	2 / 1 3	21 回目
1-3	19.712	---	---	(0)			金相等の予備		
2-6	19.428	---	---	(11.94mgr)	0.029438	0.06146	500°C	2 / 6	1 7 回目
1-6	19.492	19.53049	19.518548	11.94mgr	0.029302	0.0612	4.3~38~3.6torr	2 / 6	
1-1	19.230			(0)	水素吸蔵"無し" 材料				
2-1	19.663			(0)	水素吸蔵"無し" 材料				

表 4.5 Ti 合金 (Ti-6Al-4V) ミルシート (シャルピー試験片用)

材料証明		Specified Value	Mechanical properties (機械的性質)						Chemical Composition (化学成分%)										
品名/寸法	数量		識別番号	Unit	T.S Kg/mm <sup>2</sup>	Y.S N/mm <sup>2</sup>	EL %	RA %	Bend	H	O	N	C	Fe	Al	V	Y	other	
				min	91	84	10	---	105°	.0125	0.20	0.05	0.10	0.30	5.50	3.50	0.05	max	max
				max	---	---	---	---	/5.0T					6.75	4.50			.10	.40
★ 12t×200×250	7	AT1323			104 102	98 92	17A 14A	---	---	.0044 .0046	.177 .177	.005 .005	<.005 <.005	.210 .210	6.18 6.19	4.16 4.16	<.001 <.001	<.10	<.40
20t×200×250	2	AT1323			103 102	97 93	13A 16A	---	---									<.10	<.40
Remarks			Heat Treated (熱処理)						KS 6-4, ASTM B265B										

表 4.6 シャルピー試験片水素吸蔵条件 (JS1 ~ 55)

CASE	試料 No.	吸蔵量		吸蔵温度 (°C)	H <sub>2</sub> 圧力 (Torr)
		(ppm)	(w%)		
A	JS1 ~ 9	0	0	-	-
B	JS10 ~ 18	30,960	0.0635	500	50
C	JS19 ~ 27	~17,000	0.0335	500	10~50
D	JS28 ~ 36	82,150	0.172	500	100~200
E	JS38 ~ 45	45,814	0.0956	500	50
F	JS46 ~ 51	21,025	0.0439	500	180
G	JS52 ~ 55	22,879	0.0478	500	50

(初期重量は約 24.3g)

\* 0.172 w% (No. JS 28~JS 36) は試験前に破損

表4. 7 シャルピー衝撃試験結果 (JS1 ~ JS18)

試料 No.	吸蔵 条件	測定温度 (°C)	振り上がり角 $\beta$ (°)	吸収エネルギー E (kgf·m)	シャルピー衝撃値 $P_s$ (kgf·m/cm <sup>2</sup> )	平均値 (kgf·m/cm <sup>2</sup> )
JS 1	A	6.0	129.0	2.342	2.908	2.844
JS 2	A	6.0	129.4	2.253	2.806	
JS 3	A	6.0	129.4	2.253	2.818	
JS 4	A	-73.2	132.4	1.602	2.002	2.084
JS 5	A	-73.2	131.9	1.708	2.122	
JS 6	A	-73.2	131.9	1.708	2.128	
JS 7	A	-190.5	134.1	1.246	1.553	1.525
JS 8	A	-190.7	134.1	1.246	1.542	
JS 9	A	-190.5	134.3	1.205	1.481	
JS 10	B	10.0	136.5	0.7612	0.9486	0.7094
JS 11	B	10.0	137.2	0.623	0.7764	
JS 12	B	10.0	138.0	0.468	0.5833	
JS 13	B	-70.0	137.4	0.585	0.7291	0.6647
JS 14	B	-70.0	137.2	0.623	0.7764	
JS 15	B	-70.0	138.4	0.392	0.4885	
JS 16	B	-192.9	138.5	0.373	0.4649	0.3315
JS 17	B	-191.4	139.3	0.222	0.2767	
JS 18	B	-191.0	139.4	0.203	0.2530	

表4. 8 シャルピー衝撃試験結果 (JS19 ~ JS55)

試料 No.	吸蔵 条件	測定温度 (°C)	振り上がり角 $\beta$ (°)	吸収エネルギー (kgf·m)	シャルピー衝撃値 (kgf·m/cm <sup>2</sup> )	平均値 (kgf·m/cm <sup>2</sup> )
JS 19	C	6.0	131.0	1.902	2.370	2.388
JS 20	C	6.0	131.0	1.902	2.372	
JS 21	C	6.0	130.8	1.945	2.421	
JS 22	C	-73.0	131.8	1.730	2.157	2.095
JS 23	C	-73.2	131.9	1.708	2.126	
JS 24	C	-73.1	132.4	1.602	2.003	
JS 25	C	-190.8	134.5	1.164	1.448	1.484
JS 26	C	-193.0	134.6	1.143	1.418	
JS 27	C	-191.0	134.0	1.267	1.587	
JS 39	E	6.0	139.9	0.1103	0.1357	0.1357
JS 40	E	-74.0	139.8	0.1288	0.1605	0.1953
JS 41	E	-74.0	139.5	0.1846	0.2301	
JS 45	E	-194.0	139.9	0.1103	0.1357	0.1357
JS 46	F	6.0	131.0	1.902	2.370	2.330
JS 47	F	6.0	131.3	1.837	2.289	
JS 48	F	-74.0	134.3	1.205	1.502	1.263
JS 49	F	-74.0	136.2	0.8207	1.023	
JS 50	F	-194.0	137.0	0.6628	1.308	1.469
JS 51	F	-194.0	133.8	1.308	1.630	
JS 52	G	5.0	134.5	1.164	1.450	1.400
JS 53	G	5.0	134.9	1.082	1.349	
JS 54	G	-74.0	137.1	0.6432	0.8016	0.8016
JS 55	G	-194.0	138.3	0.4112	0.5125	0.5125

\* 0.0956w% (No. JS38, JS42, JS43) は試験前に破損

表 4. 9 衝撃破面の延性破面率 (常温試験)

吸蔵量	0.0 w%	0.0335 w%	0.0439 w%	0.0478 w%	0.0635w%
延性破面	13.6	10.2	8.9	2.0	5.2
A (mm <sup>2</sup> )	14.2	10.0	9.0	6.5	0.0
脆性破面	66.4	69.8	71.1	78.0	74.8
B (mm <sup>2</sup> )	65.8	70.0	71.0	73.5	80.0
平均延性破面率 S (%)	17.4	12.5	11.2	5.3	2.6

$$S = \frac{A}{A+B} \times 100(\%)$$

\* 破面断面積を 80 mm<sup>2</sup> とする (横膨出は母材で最大 0.2 mm)。

\* 0.0478 w% より衝撃破面上のコーナー部が水素吸蔵より黒化し、ほとんどコーナーまで脆性破面となっており、延性破面率は非常に小さくなって来る。

表 4. 10 Ti 合金 (Ti-6Al-4V) ミルシート (引っ張り試験片用)

材料証明		Specified Value	Mechanical properties (機械的性質)					Chemical Composition (化学成分%)									
品名/寸法	数量		Unit	T.S	Y.S	EL	RA	Bend	H	O	N	C	Fe	Al	V	Y	other
	識別番号	min	Kg/mm <sup>2</sup>	N/mm <sup>2</sup>	%	%										Each	Total
		max	94	88	8	---		.015	0.20	0.05	0.08	0.30	5.50	3.50			
			---	---	---	---						6.75	4.50				
1.27t×915×L	4	AT9590	109	104	8	---	---	.0062	.157	.004	<.005	.187	6.24	4.14			
			110	104	13	---	---										
★1.80t×915×L	4	AT9519	107	103	11	---	---	.0044	.147	.003	<.005	.189	6.23	4.12			
			107	101	11	---	---										
1.80t×915×L	1	AT9400	108	104	11	---	---	.0054	.128	.004	<.005	.231	6.06	4.27			
			106	99	10	---	---										

表4. 1 1 溶接引張試験片（母材）のビッカース硬さ試験

Distance	母材部			溶接部及び熱影響部						
	-1.5	-1.0	-0.5	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.5
ビッカース硬さ	316.0	324.0	341.0	335.0	339.0	340.5	333.0	341.0	334.5	343.5

Distance	溶接部及び熱影響部									
	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	9.0
ビッカース硬さ	366.5	332.5	337.5	335.5	348.5	352.5	334.5	353.5	342.5	348.5

Distance	溶接部及び熱影響部						母材部		
	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0	12.5	13.0	13.5	14.0
ビッカース硬さ	342.0	352.5	352.5	342.5	339.0	332.5	328.5	315.5	333.5

表4. 1 2 普通引張試験片水素吸蔵条件 (JT9 ~ JT 28)

CASE	試料 No.	初期重量 (g)	吸蔵量		吸蔵温度 (°C)	H <sub>2</sub> 圧力 (Torr)
			(ppm)	(w%)		
A	JT23	19.12	0	0	-	-
	JT24	18.69	0	0		
B	JT9	18.76	24,737	0.0516	500	50
	JT10	19.66	23,619	0.0493		
C	JT11	18.64	14,774	0.0308		
	JT12	19.06	14,433	0.0301		
D	JT15	19.05	3,876	0.0080		
	JT16	18.76	3,942	0.0081		
E	JT17	19.45	9,910	0.0207		
	JT18	18.59	10,379	0.0217		
F	JT19	18.99	28,980	0.0605		
	JT20	19.03	28,534	0.0604		
G	JT21	18.66	19,724	0.0412		
	JT22	18.78	19,619	0.0409		
H	JT25	18.795	40,884	0.0828		
	JT26	19.337	39,674	0.0854		
I	JT27	18.619	33,346	0.0696		
	JT28	18.880	33,627	0.0700		



表 4. 1 3 普通引張試験結果 (JT9 ~ JT28)

試料 JT	吸蔵 条件	断面積 (mm <sup>2</sup> )	伸び <sup>*</sup> <sub>[50mm]</sub> (%)	伸び <sup>*</sup> <sub>[70mm]</sub> (%)	0.2%荷重 (kgf)	最大引張荷重 (kgf)	0.2%耐力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	最大引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )
23	A	23.13	13.46	10.31	2412	2454	104.4	106.2
24	A	22.49	10.02	8.690	2320	2356	103.1	104.7
* 9	B	22.51	3.044#	5.072	2096	2380	93.11	105.7
10	B	23.64	5.811	5.752	1700	2509	71.91	106.1
*11	C	22.81	8.095	7.145	2226	2412	97.59	105.7
12	C	23.34	2.657#	4.246	1898	2536	81.32	108.7
*15	D	22.96	8.437	6.371	2462	2472	107.2	107.7
16	D	22.63	8.844	7.774	2396	2418	105.9	106.8
*17	E	23.52	9.424#	6.119	2446	2500	104.0	106.3
18	E	23.35	12.53	10.69	2150	2456	92.08	105.2
*19	F	23.11	4.738	6.144	2344	2450	101.4	106.0
20	F	23.26	0.040#	0.186	450	450	19.35	19.35
*21	G	22.92	7.36	6.43	2266	2416	101.7	108.4
22	G	22.85	1.94	1.66	1742	2466	76.24	107.9
25	H	22.92	0.12	0.46	1286	1286	56.11	56.11
*26	H	23.27	4.88	4.99	1992	2560	85.60	110.0
27	I	22.98	5.70	6.21	-	1884	-	81.98
*28	I	22.47	0.53#	0.92	2180	2396	97.01	106.6

\* : モニター, # : 破断位置が 50mm 以内を越えたもの

表4. 14 溶接引張試験片水素吸蔵条件 (1-1 ~ 2-6)

CASE	試料 No.	初期重量 (g)	吸蔵量		吸蔵温度 (°C)	H <sub>2</sub> 圧力 (Torr)
			(ppm)	(w%)		
J	1-1	19.230	0	0	-	-
	2-1	19.663	0	0		
K	1-4	19.27	5,489	0.0115	500	2.6~28
	2-4	19.40	5,457	0.0114		
L	1-5	19.30	8,778	0.0183		50
	2-5	19.39	8,745	0.0183		
M	1-6	19.492	29,302	0.0612		4.3~38
	2-6	19.428	29,438	0.0615		~3.6
N	1-2	19.545	38,997	0.0814		15~12
	2-2	19.517	39,141	0.0817		
O	2-3	19.234	19,711	0.0411		50

表4. 15 溶接引張試験結果 (1-1 ~ 2-6)

試料	吸蔵 条件	断面積 (mm <sup>2</sup> )	伸び <sub>[50mm]</sub> (%)	伸び <sub>[70mm]</sub> (%)	0.2%荷重 (kgf)	最大引張荷重 (kgf)	0.2%耐力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	最大引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )	破断 箇所
1-1	J	21.80	7.10	5.32	1942	2180	89.08	100.0	×
2-1	J	23.14	5.30	3.44	2040	2324	87.73	100.9	○
*1-4	K	22.66	8.58	7.25	2260	2376	99.74	104.8	×
2-4	K	22.86	3.83	3.12	2190	2372	95.80	102.0	○
*1-5	L	22.84	10.72	8.97	2272	2400	99.47	105.1	×
2-5	L	22.64	3.60	3.03	2168	2358	95.76	104.1	○
*1-6	M	23.25	2.50	1.79	2072	2472	89.12	106.3	○
2-6	M	22.97	1.43	1.36	2056	2360	89.51	102.7	○
*1-2	N	23.23	1.80	1.81	2000	2348	86.10	101.08	○
2-2	N	23.06	2.02	1.73	2090	2370	90.63	102.78	○
*2-3	O	23.04	2.91	1.67	1950	2160	84.64	93.75	○

\*: モニター, ○: 溶接部及び熱影響部 ×: 溶接部及び熱影響部以外

表4. 16 シャルピール試験片ビッカース硬さ

試験および 吸蔵量	ビッカース硬さ															平均値
	0.3mm	0.8	1.3	1.8	2.3	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	7.7	8.2	8.7	9.2	9.7	
母材	351	336.5	365.5	324.5	328.5	348.5	352	330.5	340	340	329.5	365	361.5	369	327	344.6
モニター 1 0.015w%	341.5	332	340	333.5	335	329	333	354	342	341	351.5	343.5	340	302.5	315	335.6
モニター 2 0.040w%	320	346.5	358	349	326.5	357	392	408	330.5	346	362.5	359.5	332	411	348	356.4
モニター 3 0.177w%	330.5	348	376	309	348.5	323	330.5	346.5	327	342	323	314	310	312	322	330.8
モニター 4 0.0728w%	346.5	336.5	356	348.5	353.5	332	343	368	363	342	367	347	322.5	354	331	347.4
試験片 (JS36) 0.172w%	340	337.5	340	343.5	337.5	334	340.5	340	338	357	364	347	325	346.5	352.5	342.9
モニター 5 0.108w%	331	346	343	378	357.5	324.5	331	329	351	346.5	345.5	340.5	339	331	350	344.1
モニター 6 0.049w%	327.5	324	348	349.5	374	385	318	324	331.5	351	360.5	350.5	327.5	340.5	344.5	343.7
モニター 13 0.054w%	349	372	348	355.5	369	329	341	347.5	326.5	327	384	359.5	361.5	392.5	370	355.5

表4. 17 引張試験片ビッカース硬さ

試料	吸蔵量 (w%)	ビッカース硬さ					
		6.0mm	8.0mm	10.0mm	12.0mm	14.0mm	平均値
モニター 7	0.0509	341	337	331	346.5	350.5	341.2
モニター 8	0.0305	350.5	350	341.5	330.5	352	344.9
モニター 10	0.0082	355	348	345	365	342	351
モニター 11	0.0221	345.5	335	356	353.5	362.5	350.4
モニター 12	0.0589	341.5	362.5	348.5	378	369.5	360.0
モニター 14	0.0420	373	359.5	378	349	362.5	364.4
母材	-	324	331	340.5	343	339	335.5

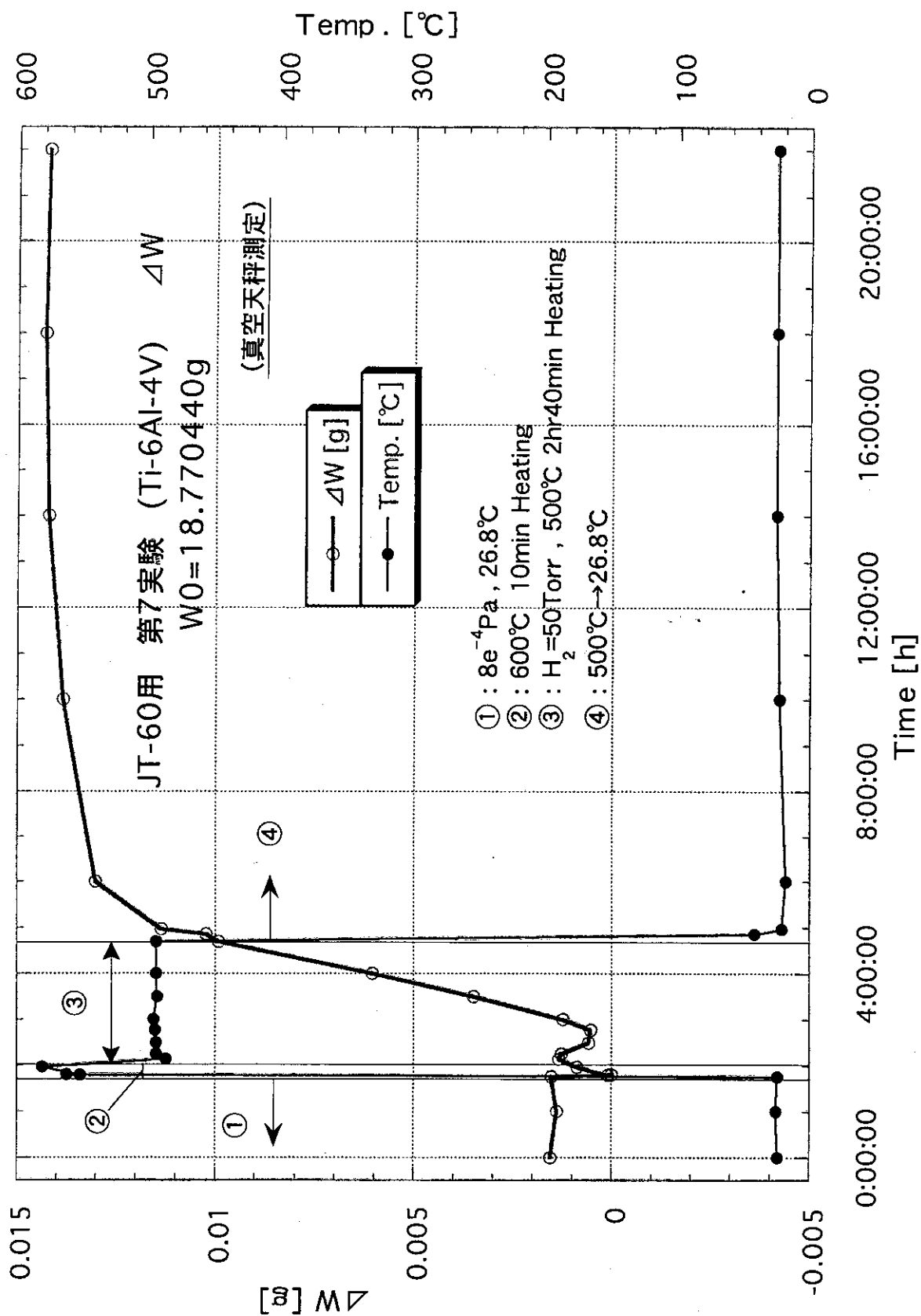


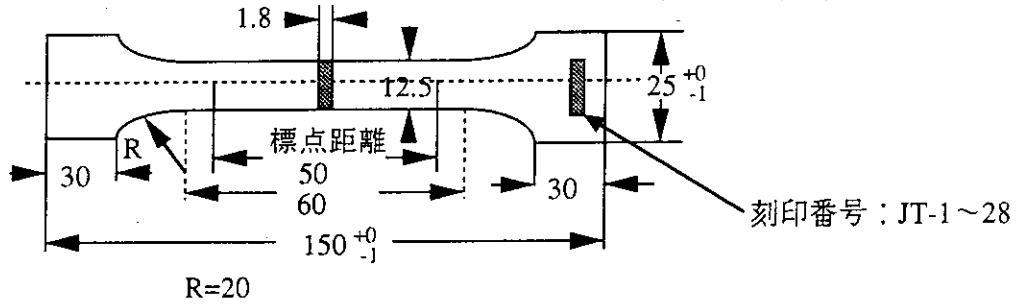
図 4.1 水素吸蔵履歴 (~0.05wt.%)

添付図

Ti-6Al-4V 合金試験片

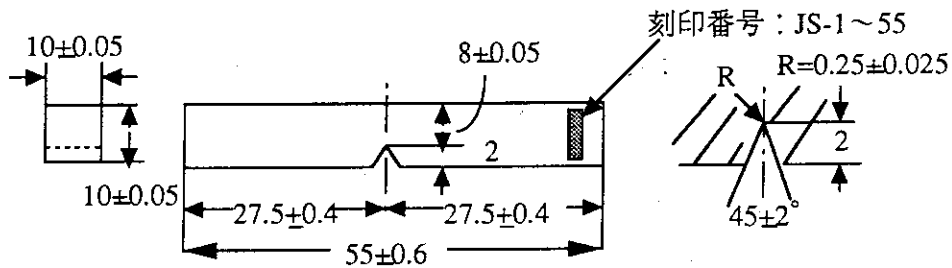
1. 引張試験片 (JIS Z-2201 13号B)  
員数：28枚

つかみ部長さ：30mm以上  
つかみ部幅：25mm  
厚さ：1.8mm(基の厚さのまま)



製作条件：長手方向が圧延方向（支給品に明示）と直角になるように切り出すこと。

2. シャルピー衝撃試験片 (JIS Z-2202 4号フルサイズ：10D-10W-55L)  
員数：刻印有り：55本(JS-1~55)

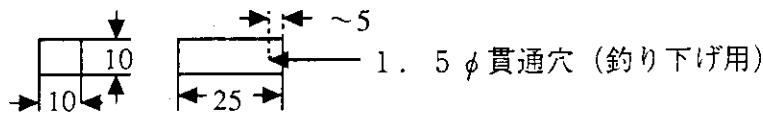


仕上げ：▽▽；V溝：切削キズなし（投影研磨）相隣の2面は直角、長手中心軸とV溝の軸のなす角度は $90 \pm 2^\circ$

製作条件：長手方向が圧延方向（支給品に明示）と直角になるように切り出すこと。

3. 吸蔵モニター片  
員数：8本

仕上げ：シャルピー試験片並み（刻印、投影研磨不要）



4. 最終仕上げ

脱脂洗浄（アルコール、アセトン：超音波又は浸漬）

図4. 2 合金 (Ti-6Al-4V) 試験片仕様 (引張試験片、シャルピー試験片、モニター試験片)

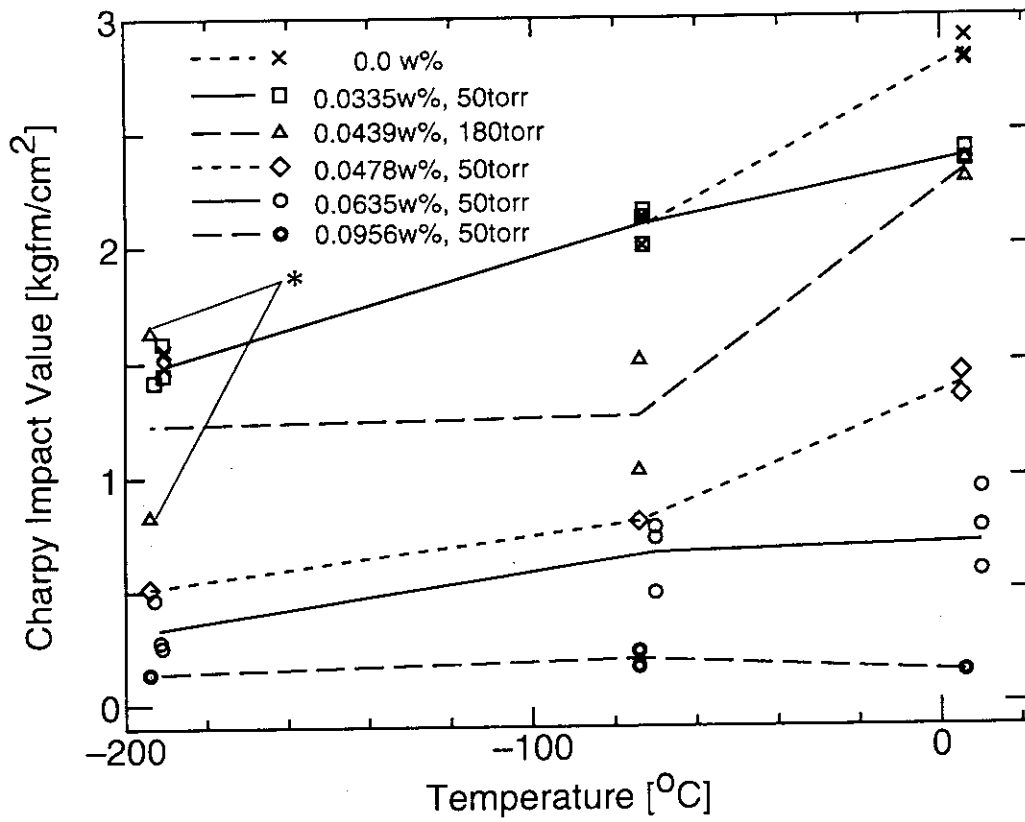


図4.3 測定温度 - シャルピー衝撃値

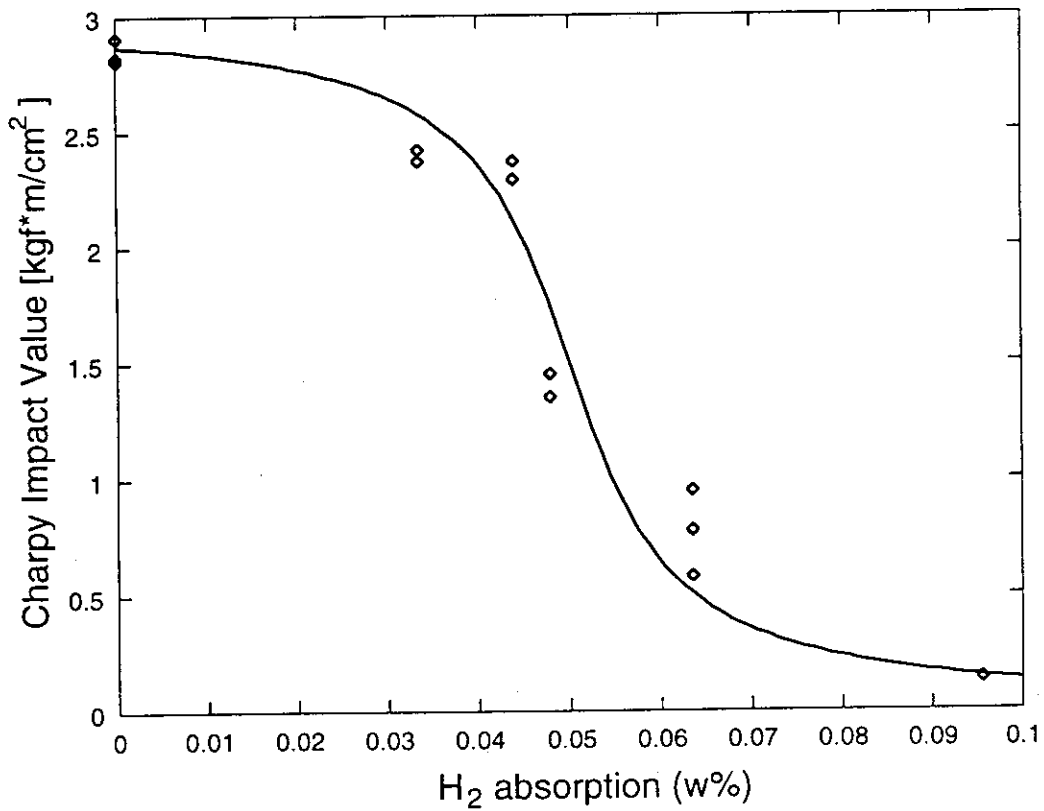


図4.4 水素吸蔵量 - シャルピー衝撃値曲線

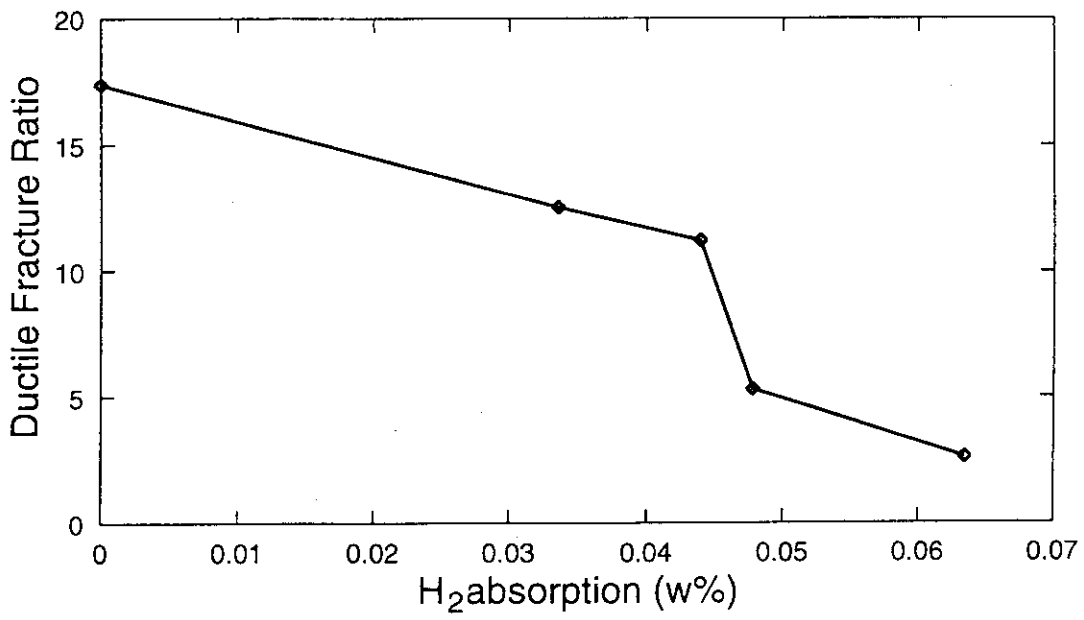


図4. 5 水素吸蔵量と延性破面率との関係

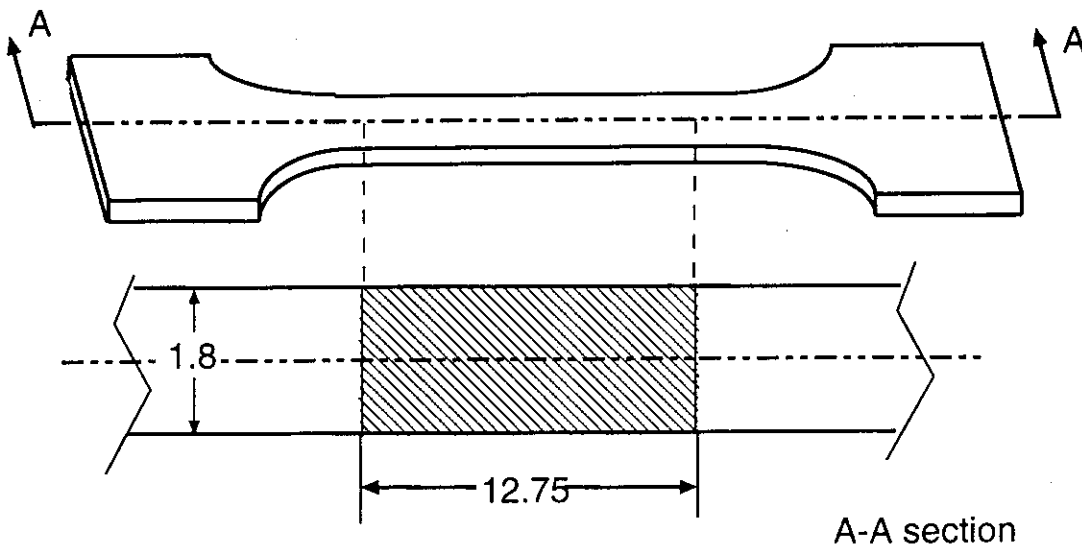


図4. 6 引張試験片形状



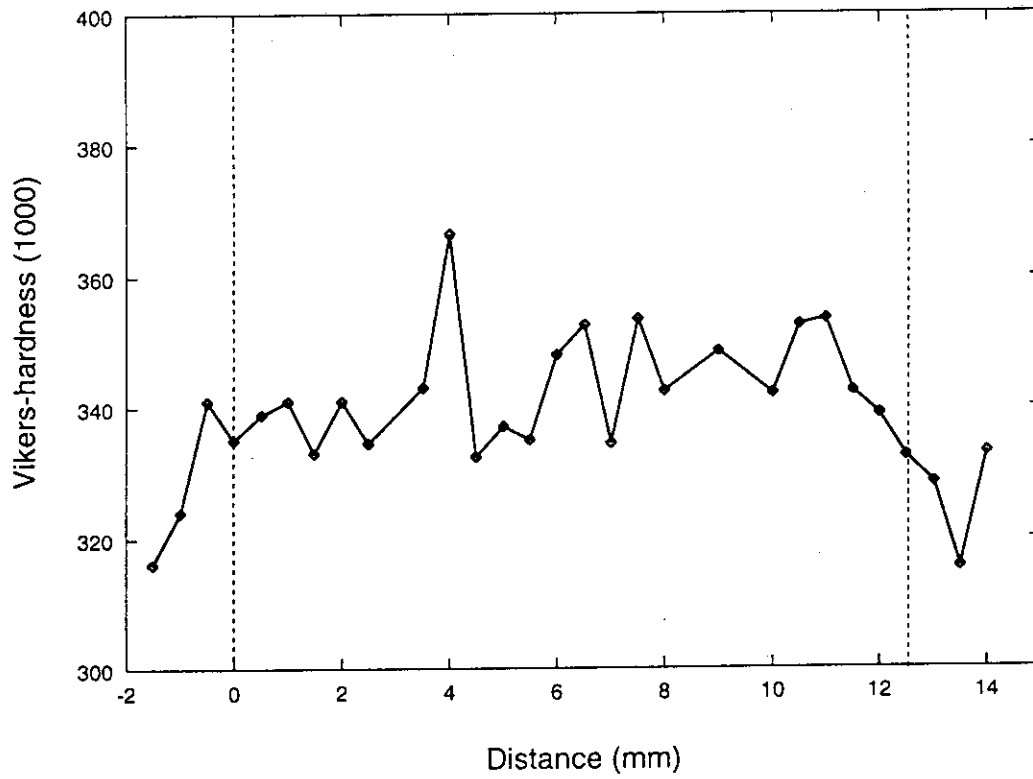


図4.7 ビッカース硬さ試験結果

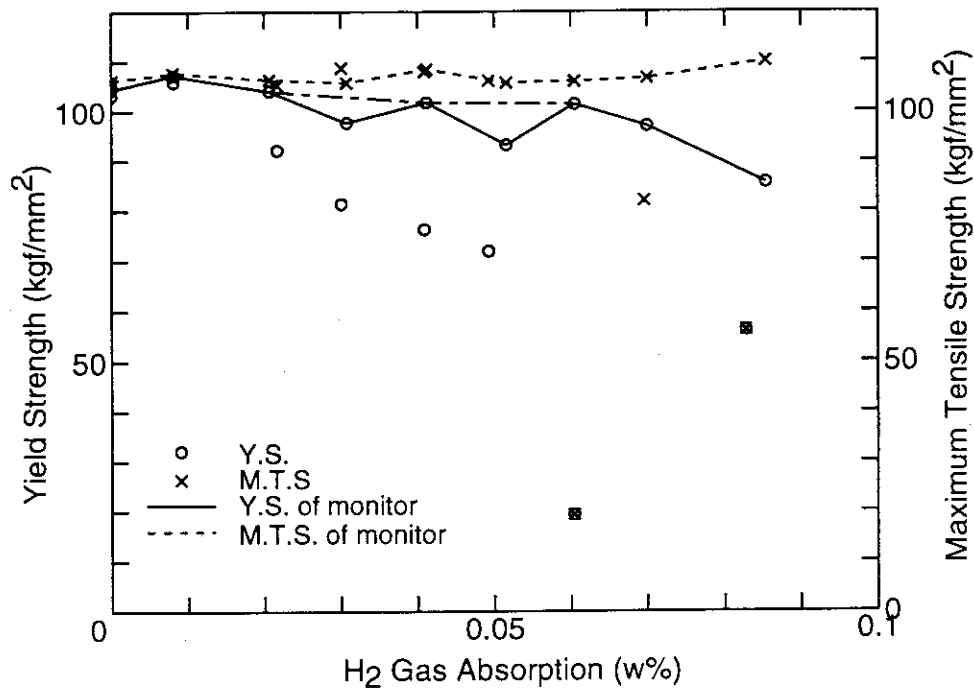


図4.8 水素吸蔵量 - 0.2%耐力, 水素吸蔵量 - 最大引張強さ (普通試験片)

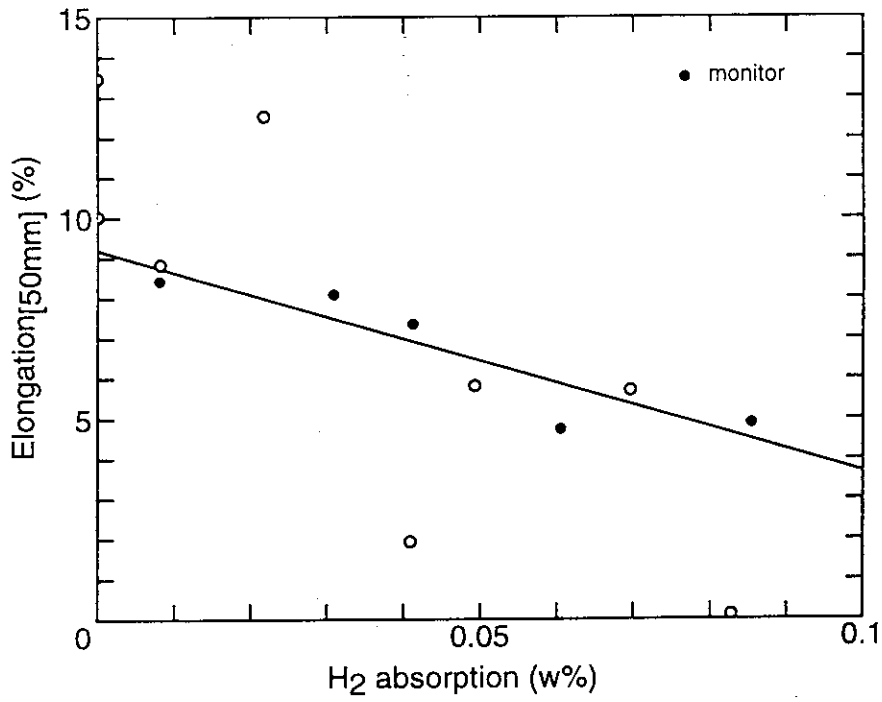


図4.9 水素吸蔵量 - 伸び (普通試験片)

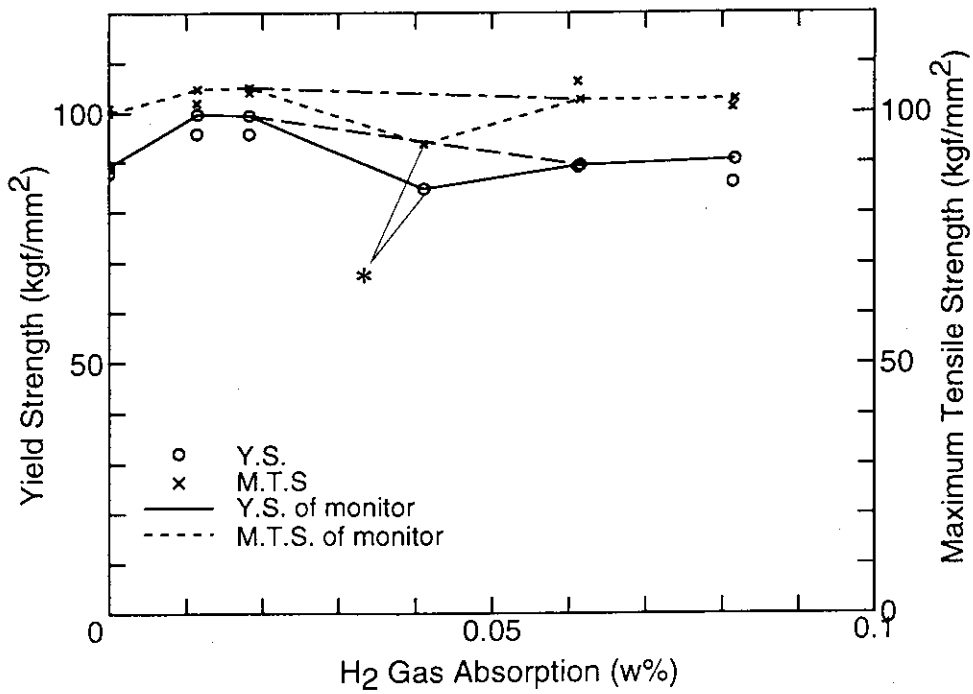


図4.10 水素吸蔵量 - 0.2%耐力, 水素吸蔵量 - 最大引張強さ (溶接試験片)

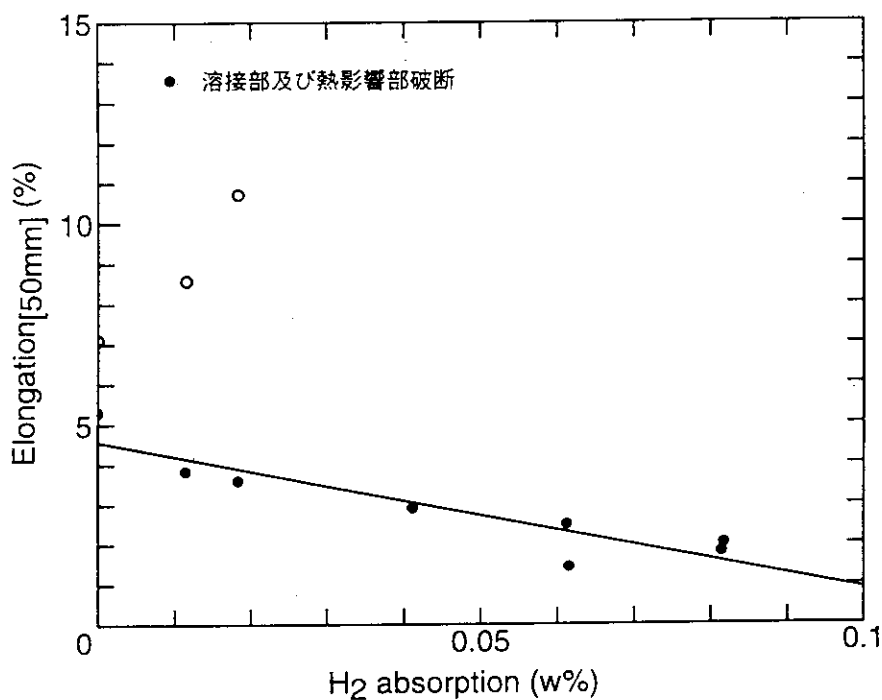


図4. 11 水素吸蔵量 - 伸び (溶接試験片)

マイクロビッカース, HV(1000) にて測定

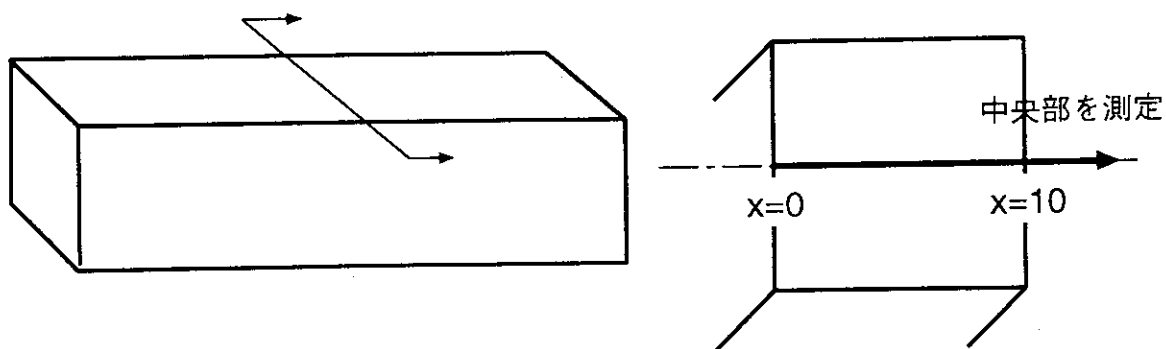


図4. 12 シャルピー用モニター試験片 ( $10^0 \times 25^l$ )

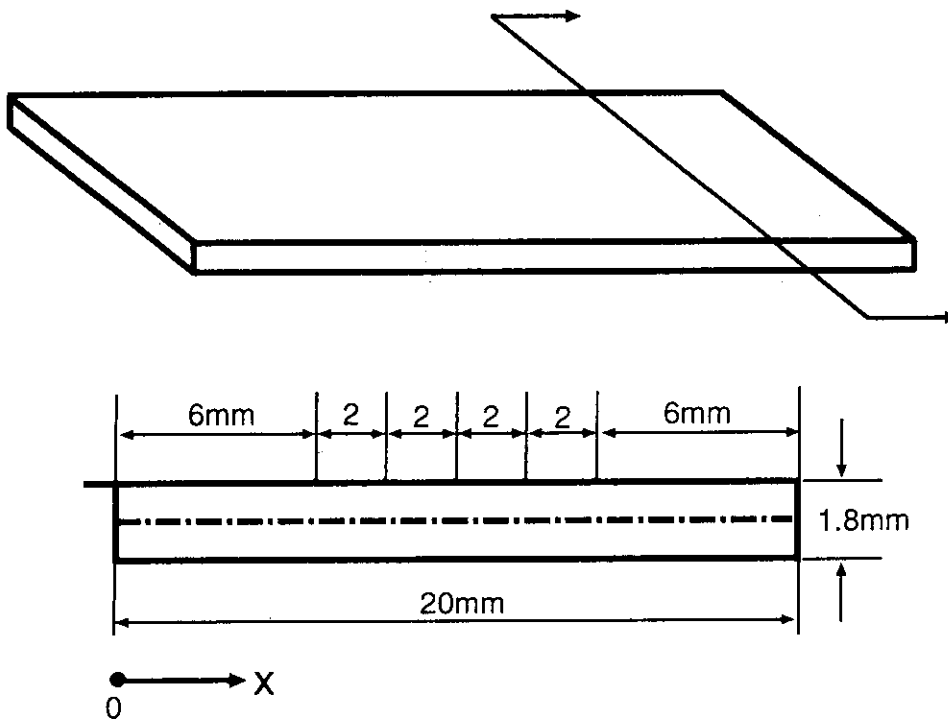


図4. 13 引張試験用モニター試験片 ( $1.8^t \times 20^w \times 50^l$ )

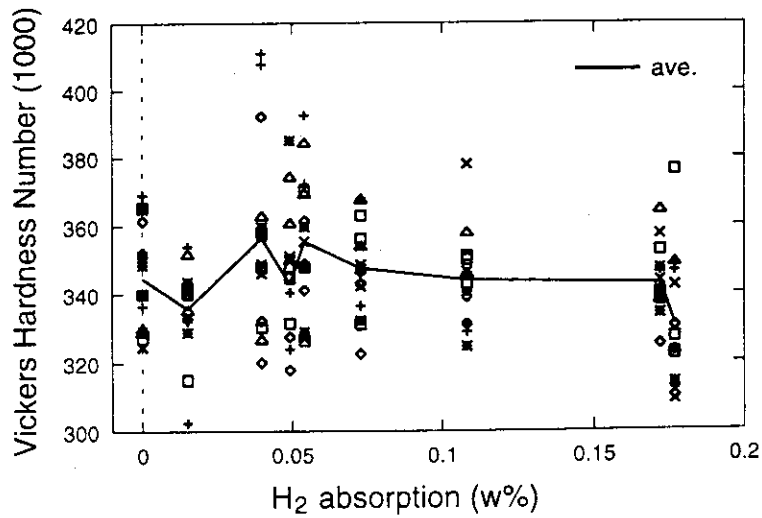


図4. 14 水素吸蔵量とビッカース硬さとの関係 (シャルピー試験片)

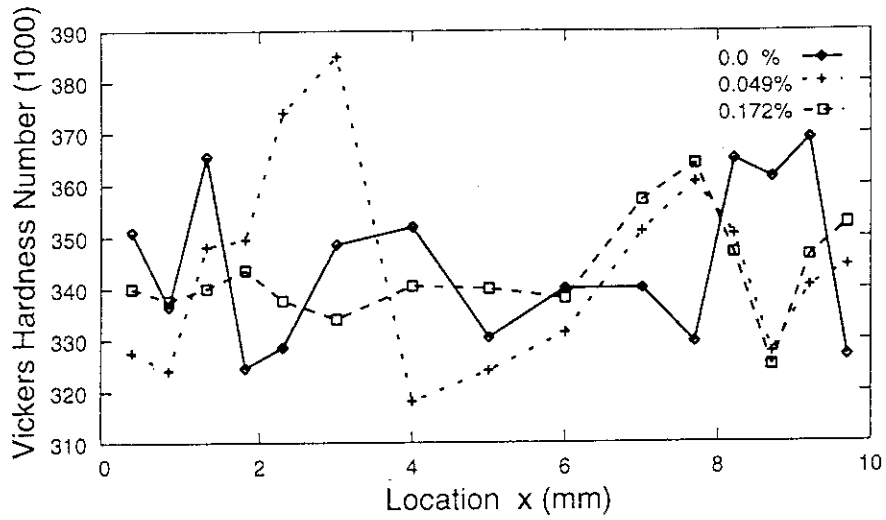


図4. 15 測定位置によるビッカース硬さの変化 (シャルピー試験片)

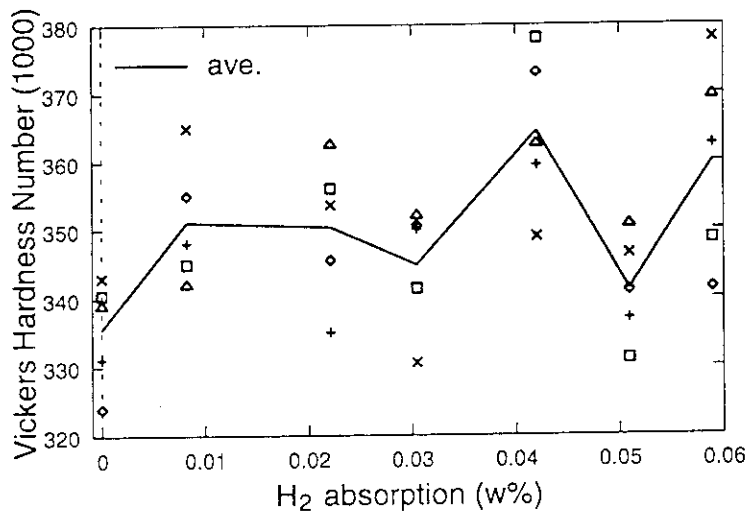
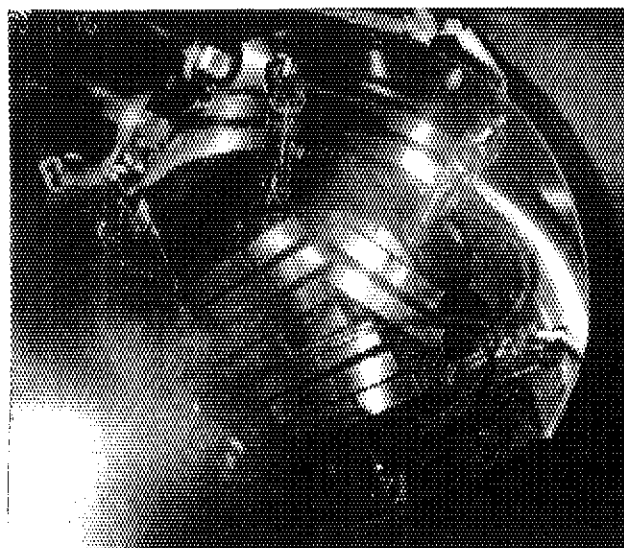
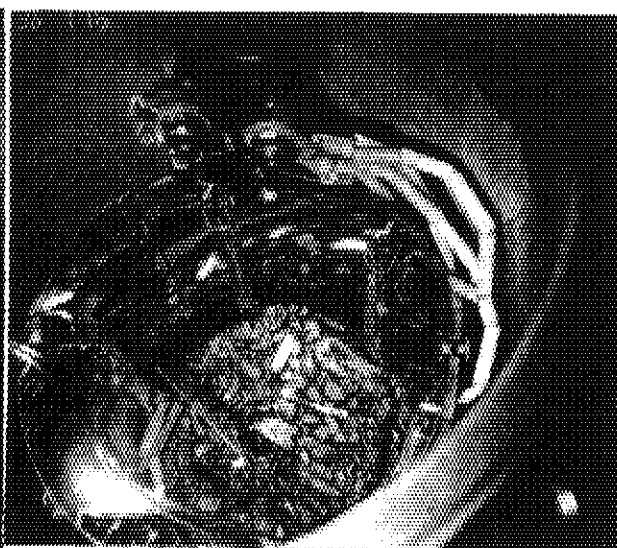


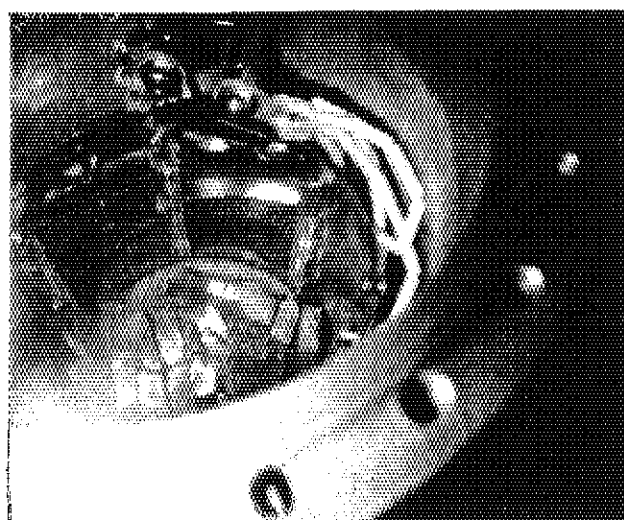
図4. 16 水素吸蔵量とビッカース硬さとの関係 (引張試験片)



(a) セッティング状況



(b) 吸炭量 0.172 %  
(JS36 のみ形を留めた状態で残る)



(c) 吸炭量 0.0956 w%  
(3本は完全破損)

写真-1: シャルピー試験片のセッティング状況

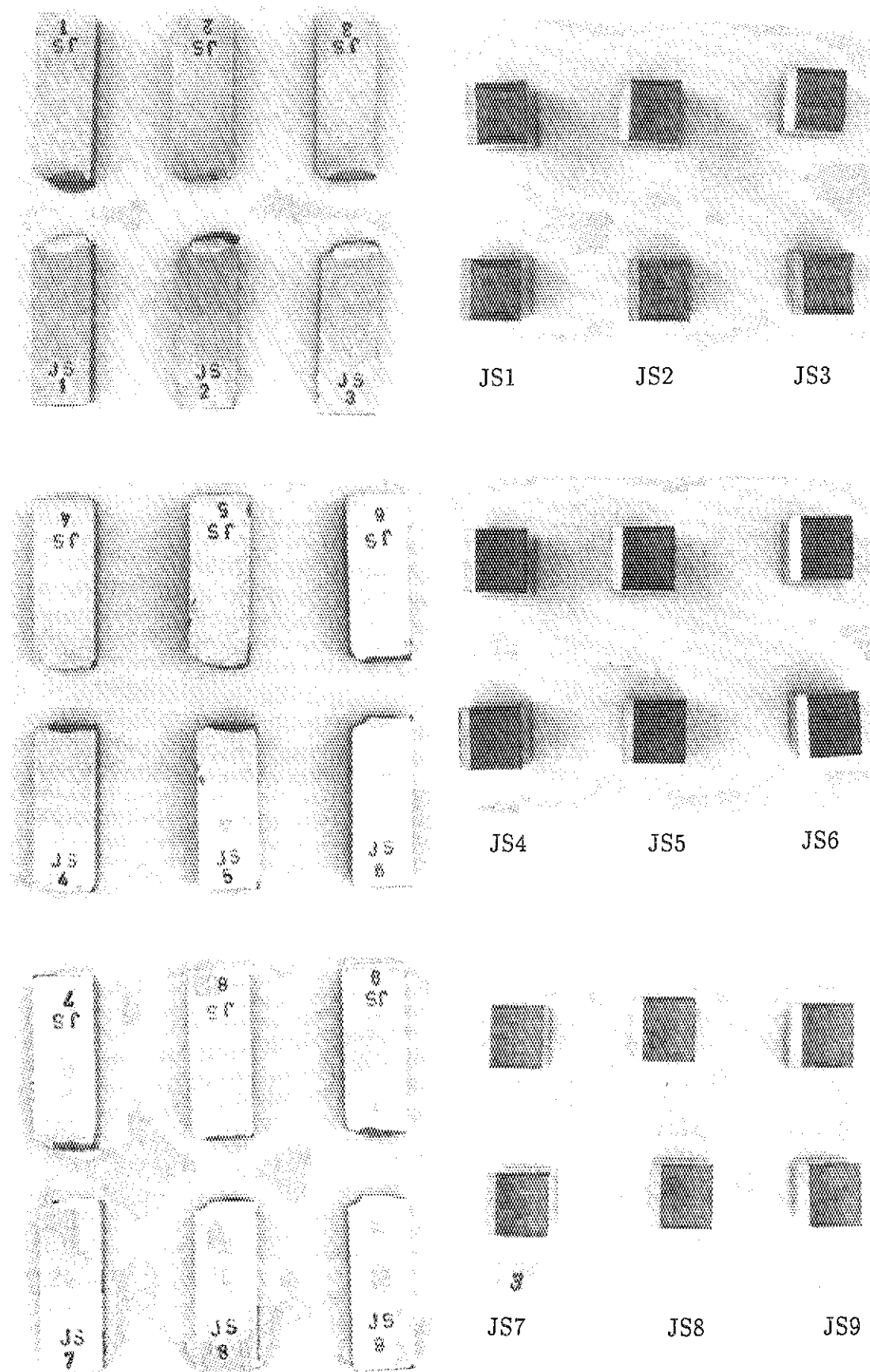


写真-2: シャルピー衝撃試験結果 (吸蔵量 0 w%)

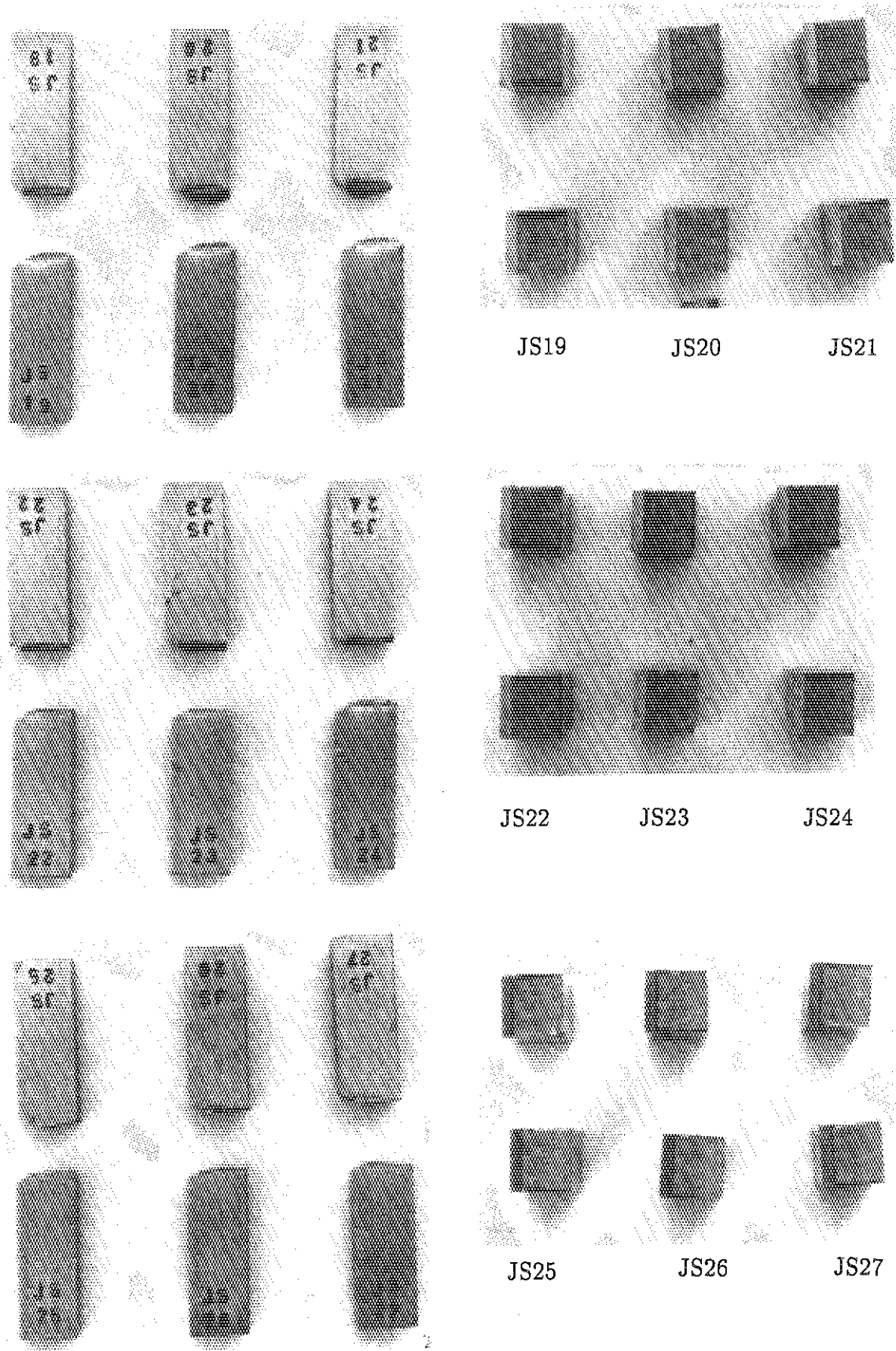


写真-3: シャルピー衝撃試験結果 (吸蔵量 0.0355 w%)



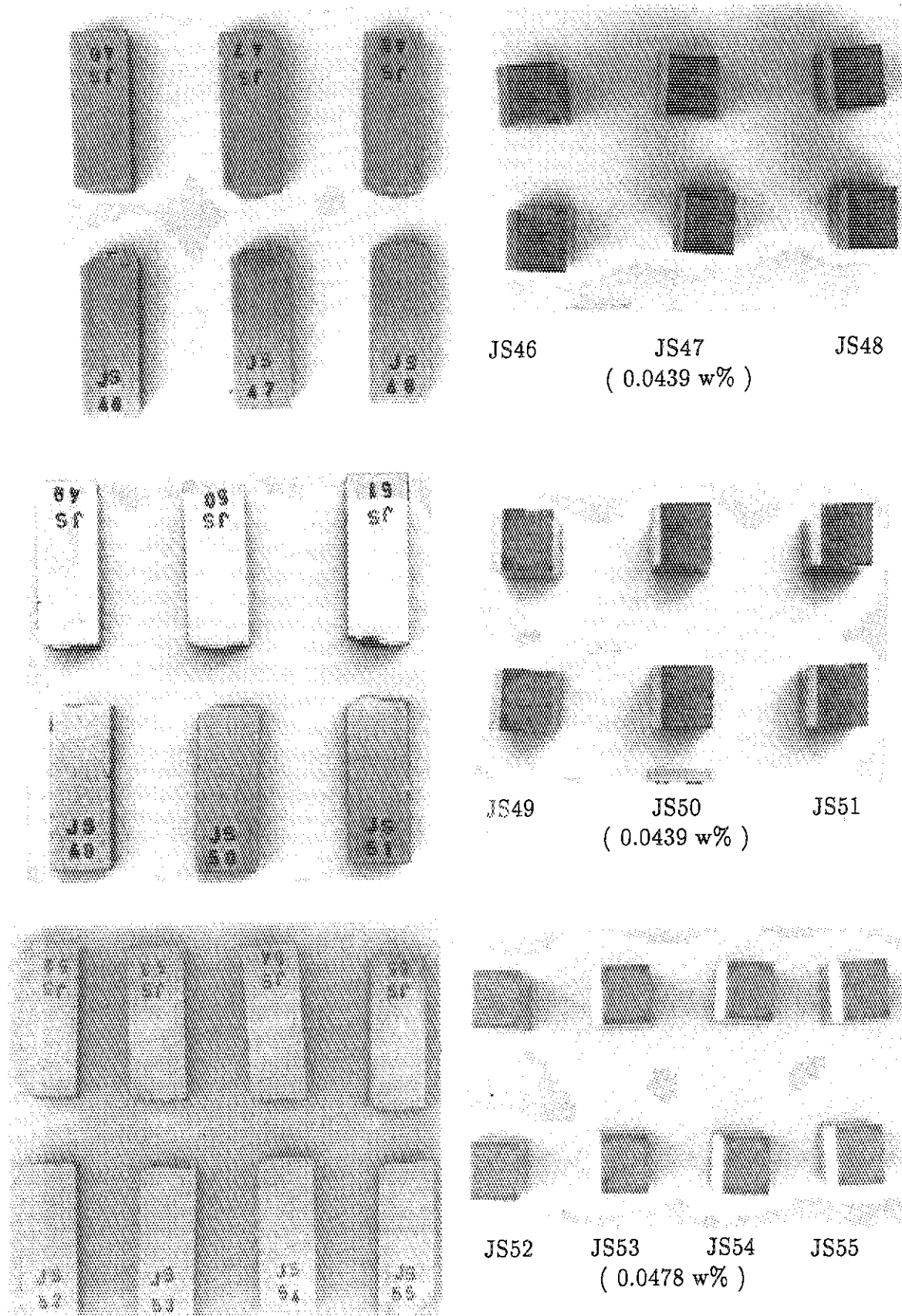
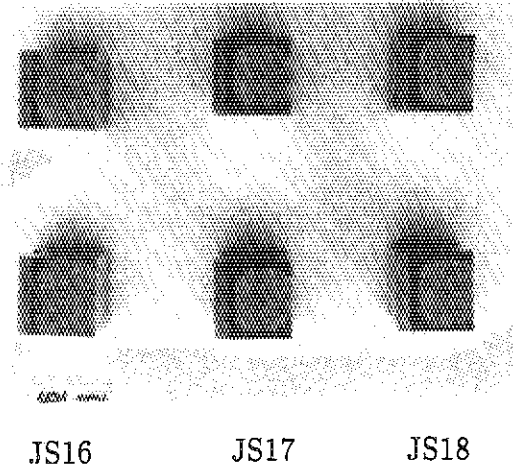
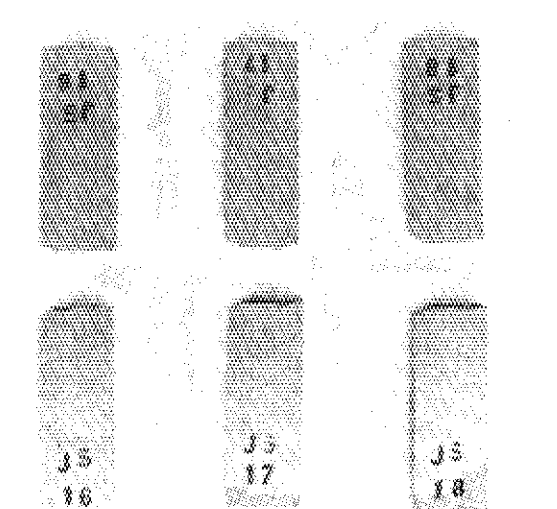
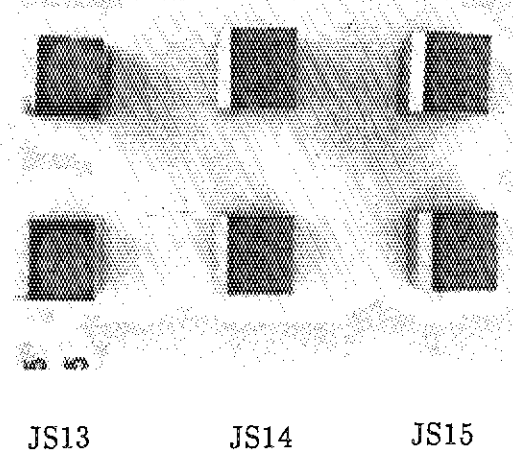
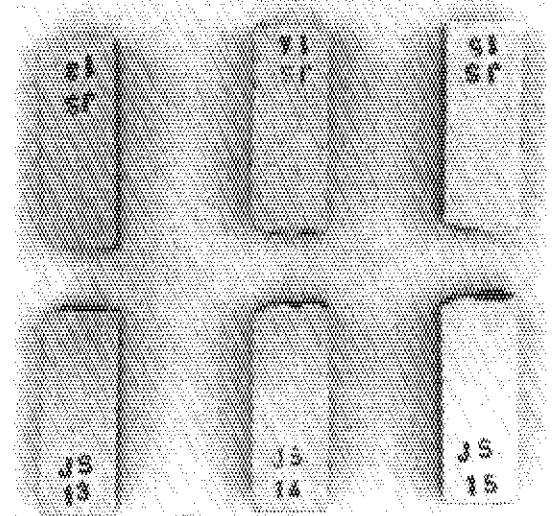
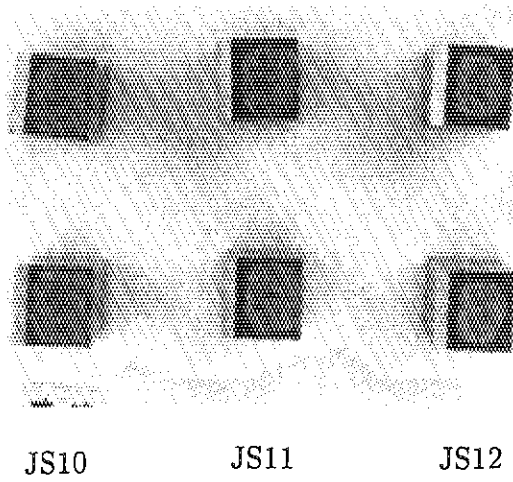
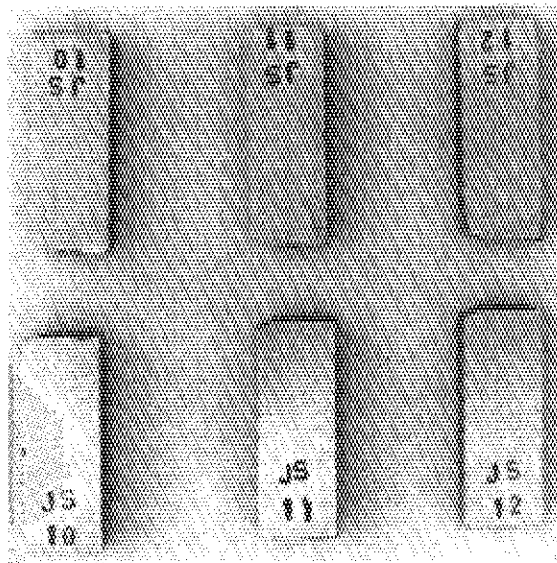
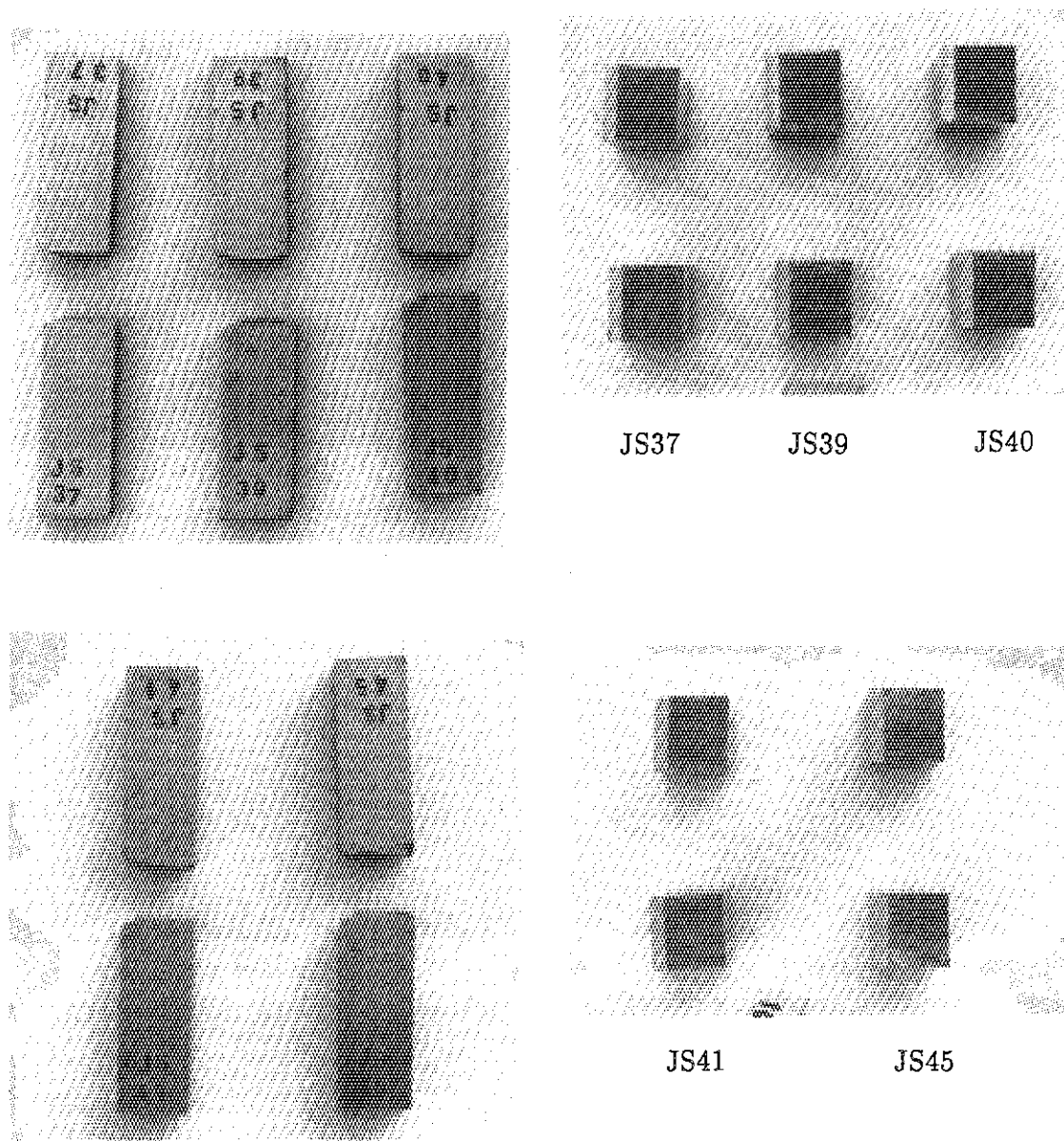


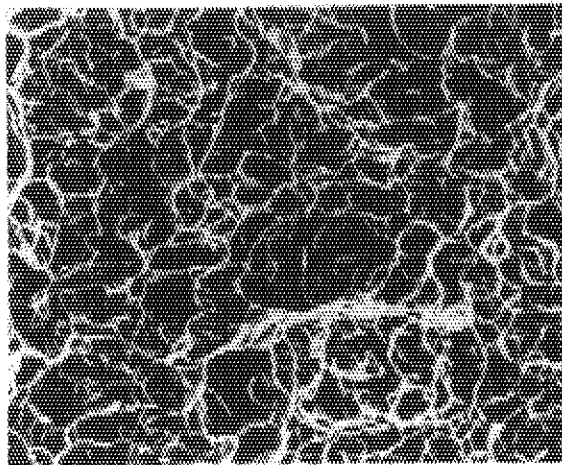
写真-4 シャルピー衝撃試験結果  
(吸蔵量 0.0439 w%, 0.0478 w%)



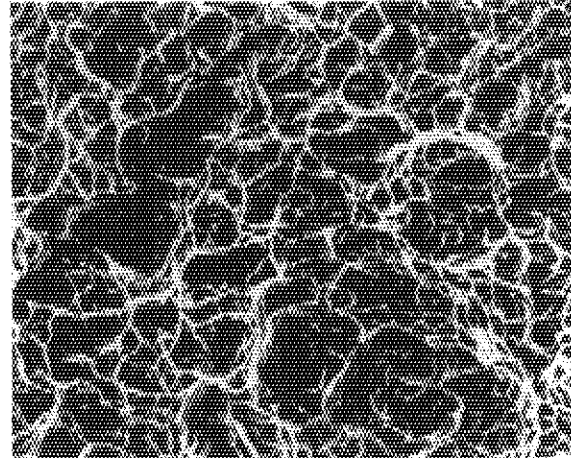
写真—5: シャルピー衝撃試験結果 (吸蔵量 0.0635 w%)



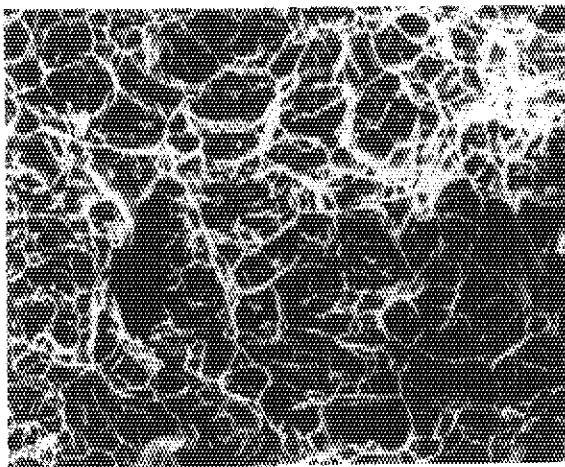
写真—6：シャルピー衝撃試験結果 (吸蔵量 0.0956 w%)



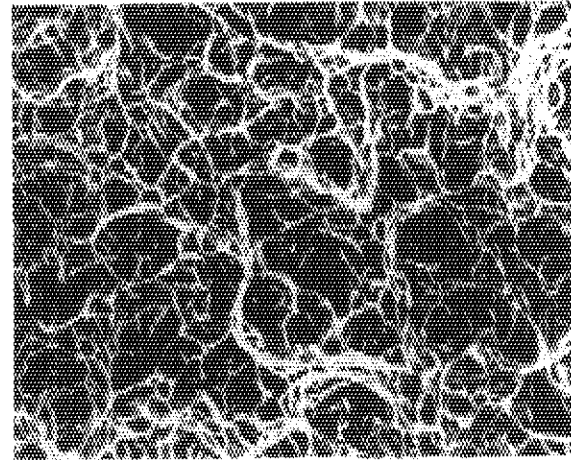
(a) 母材



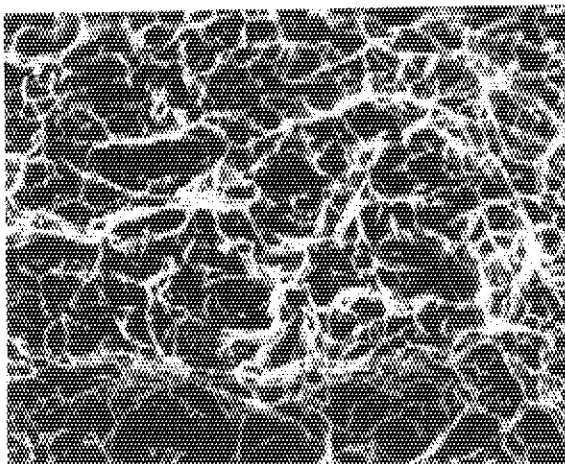
(b) 0.0335 w%



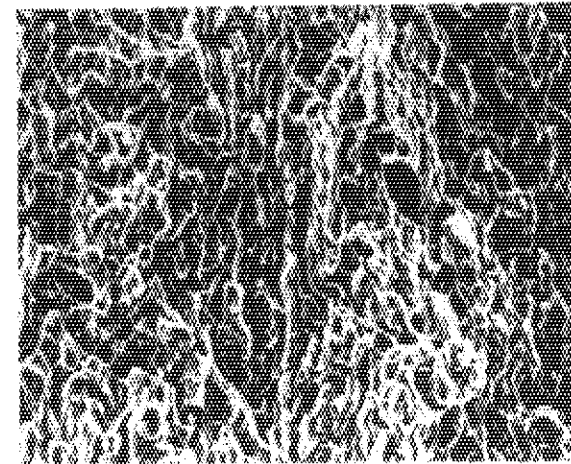
(c) 0.0439 w%



(d) 0.0478 w%

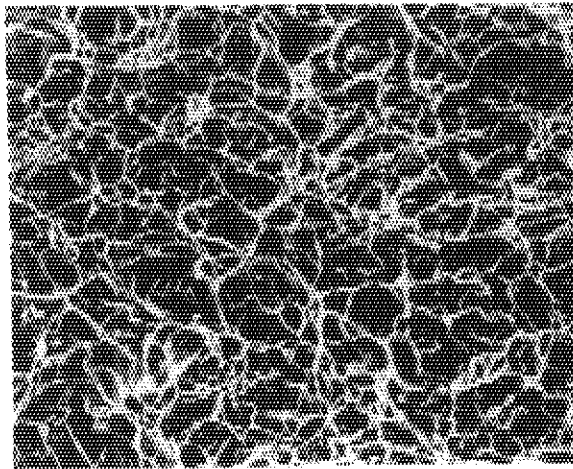


(e) 0.0635 w%

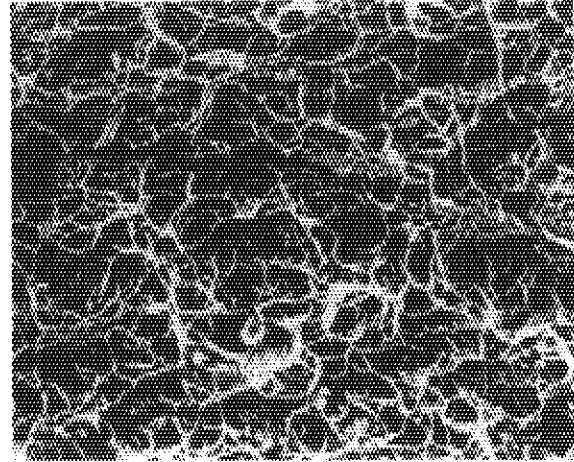


(f) 0.0956 w% (X 500)

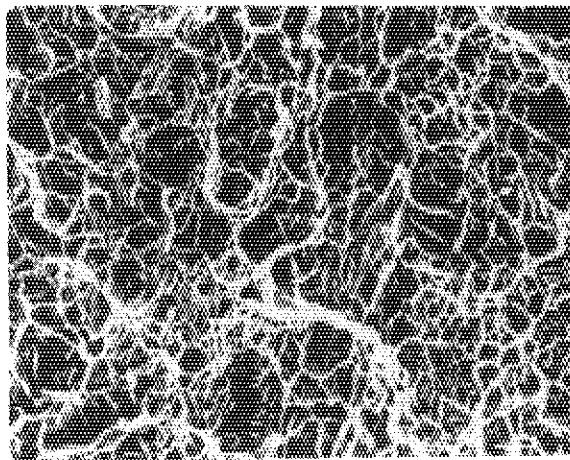
写真-7-1: 各吸蔵量についてシャルピー試験後における試験片の変化状況 (破面中央部)



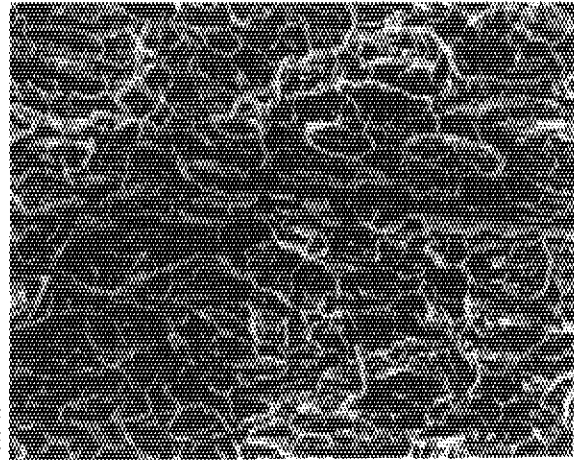
(a) 母材



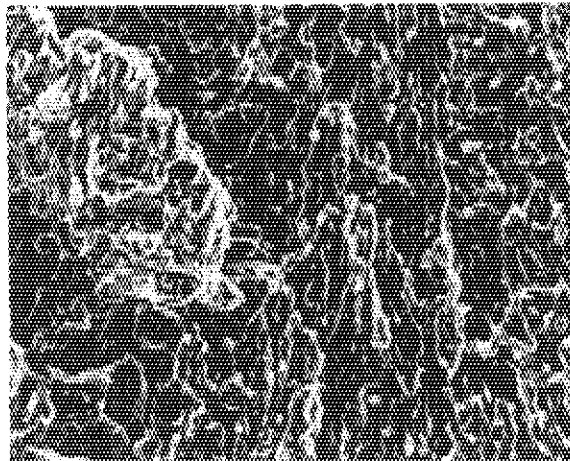
(b) 0.0335 w%



(c) 0.0478 w%



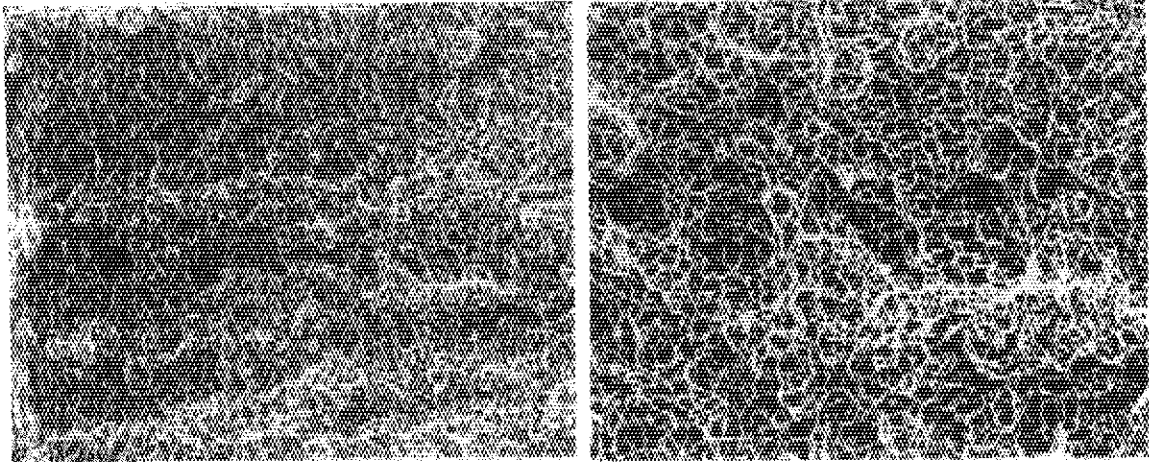
(d) 0.0635 w%



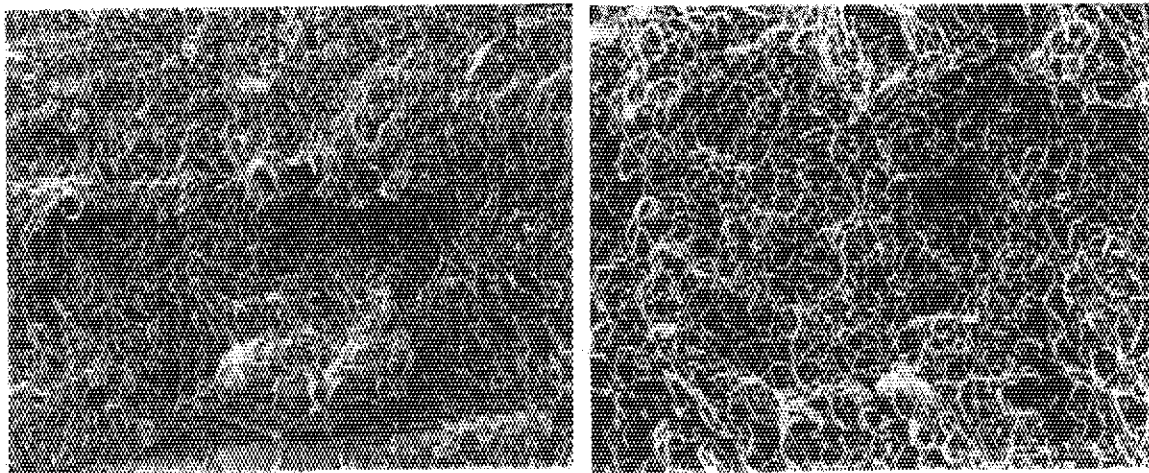
(e) 0.0956 w%

(X 5 0 0)

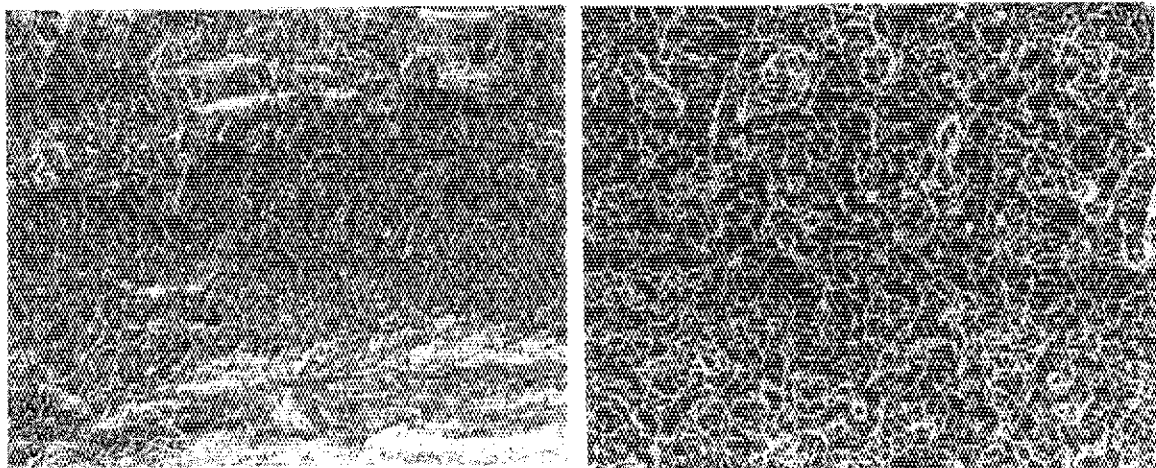
写真-7-2: 各吸蔵量についてシャルピー試験後における試験片の変化状況 (破面コーナー部近傍)



(a) A 部拡大図



(b) B 部拡大図

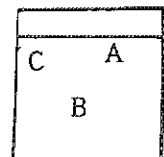


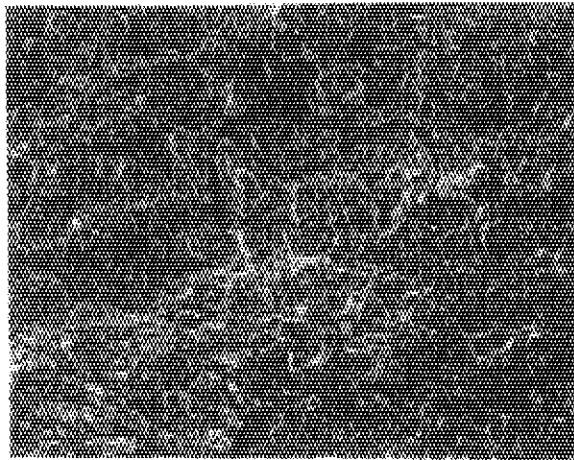
(c) C 部拡大図

( X 5 0 )

( X 1 5 0 )

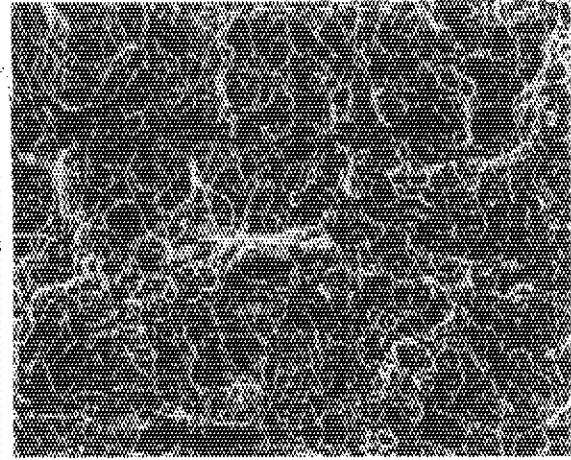
写真 - 8 : シャルピー試験後における試験片の変化状況 (母材破面)





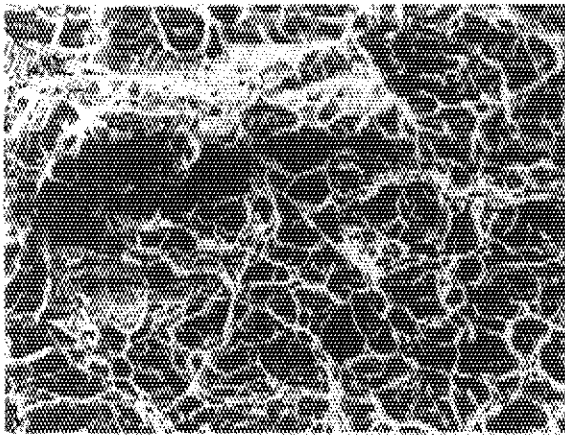
A-1

(X 5 0)



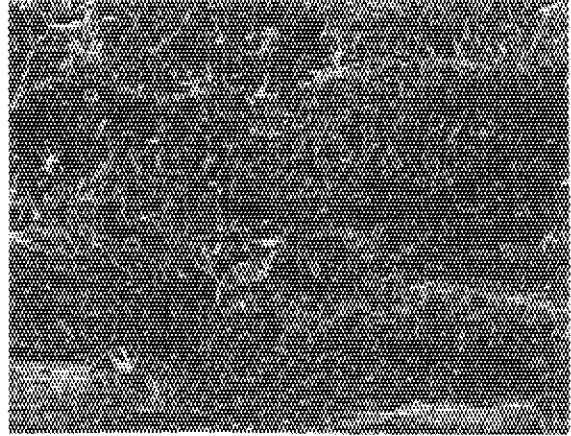
A-2

(X 1 5 0)



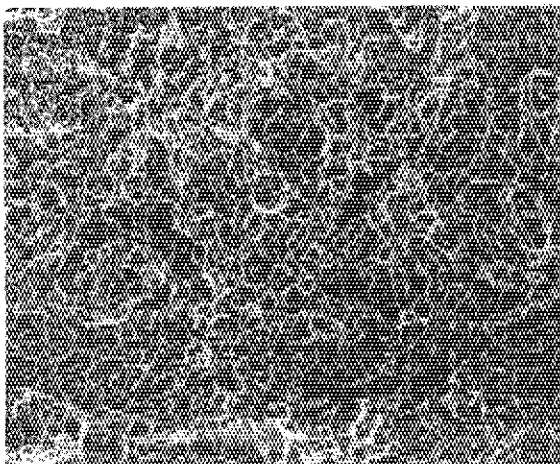
A-3

(X 5 0 0)



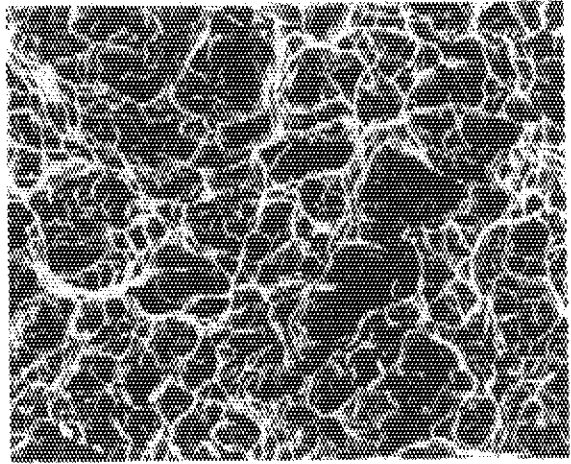
B-1

(X 5 0)



B-2

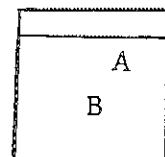
(X 1 5 0)

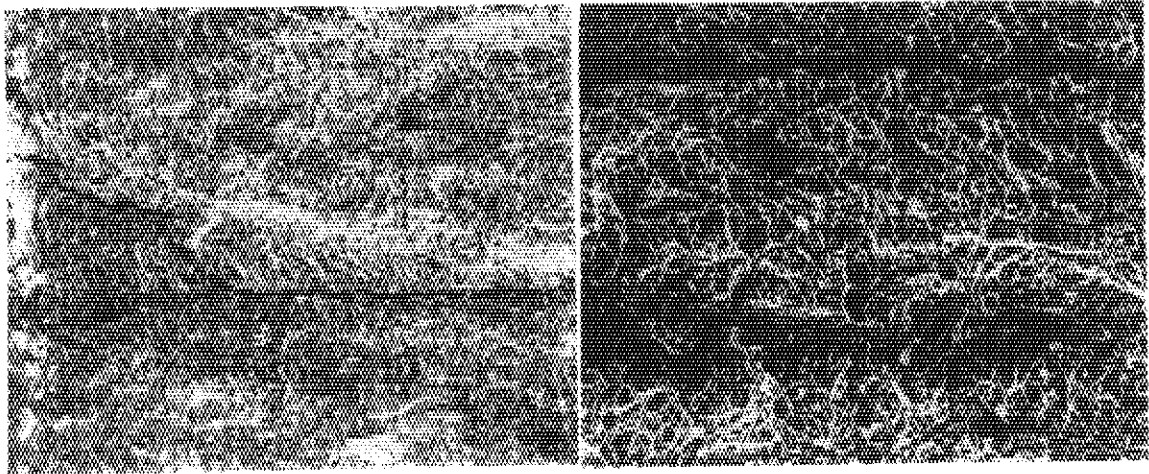


B-3

(X 5 0 0)

写真-9: シャルピー試験後における試験片の変化状況 (0.0335w%)





(a) A 部拡大図

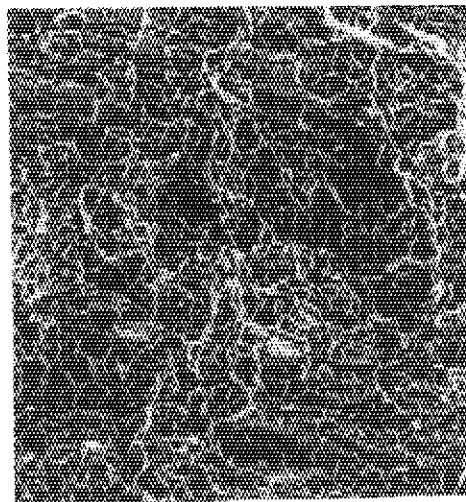
( X 5 0 )

( X 1 5 0 )



(b) B 部拡大図

( X 5 0 )

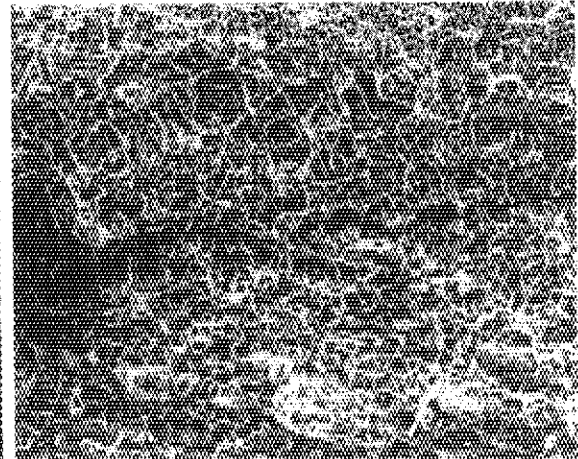


( X 1 5 0 )



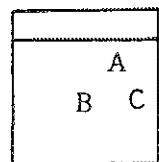
(c) C 部拡大図

( X 5 0 )

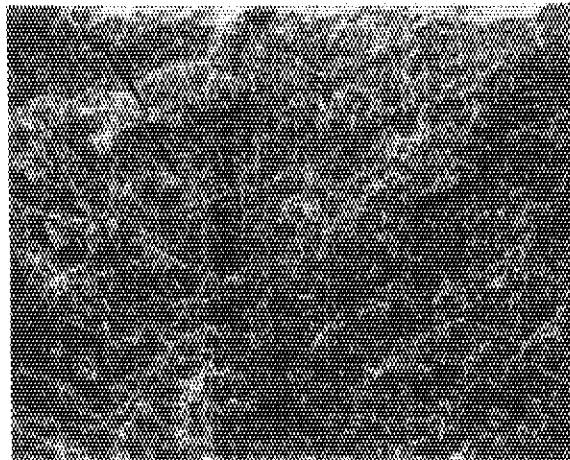


( X 1 5 0 )

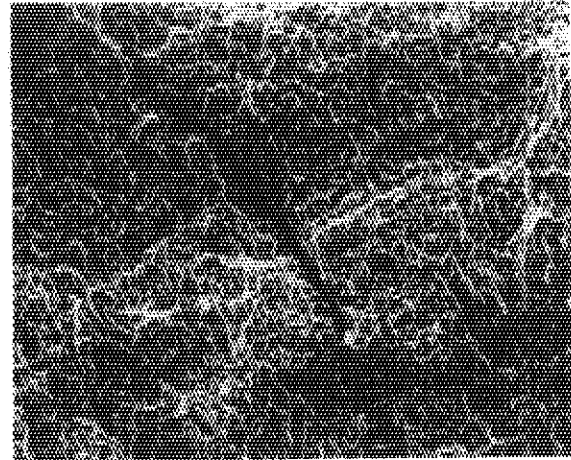
写真-10 : シャルピー試験後における試験片の変化状況 (0.0439 w%)



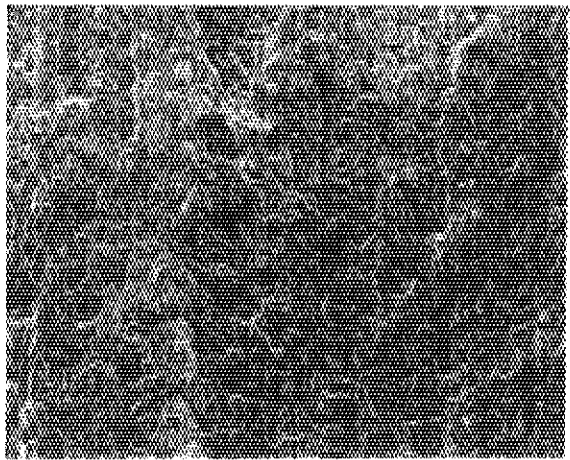




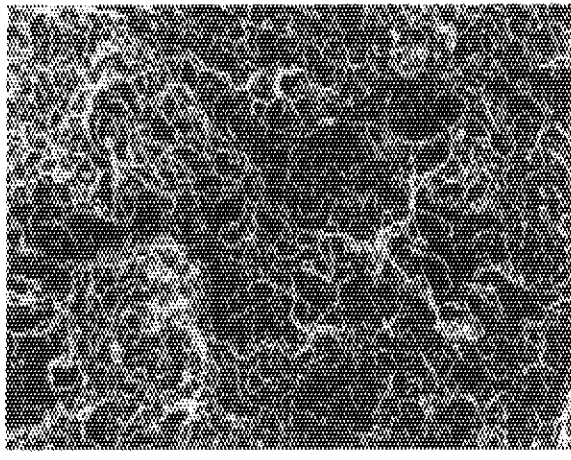
(a) A 部拡大図 (X 5 0)



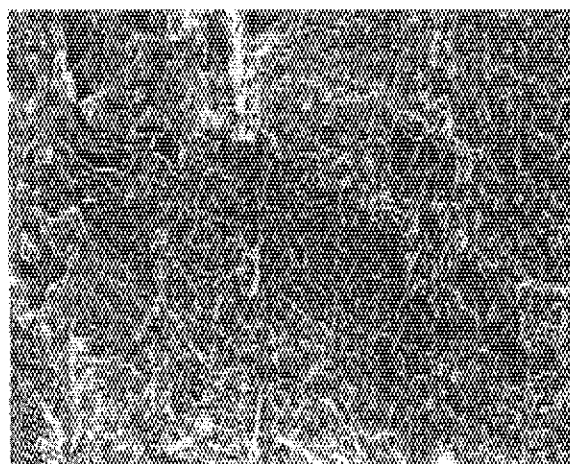
(X 1 5 0)



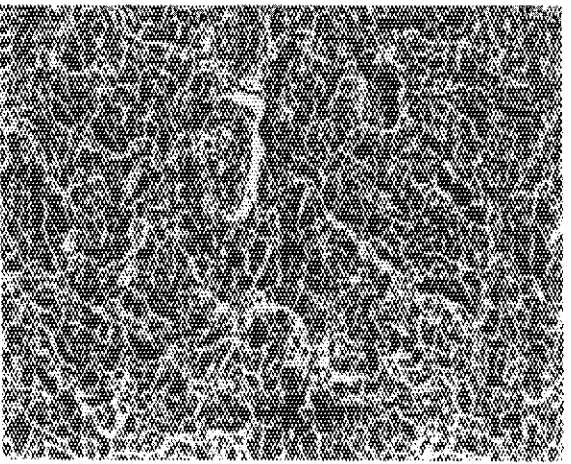
(b) B 部拡大図 (X 5 0)



(X 1 5 0)

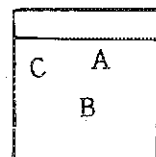


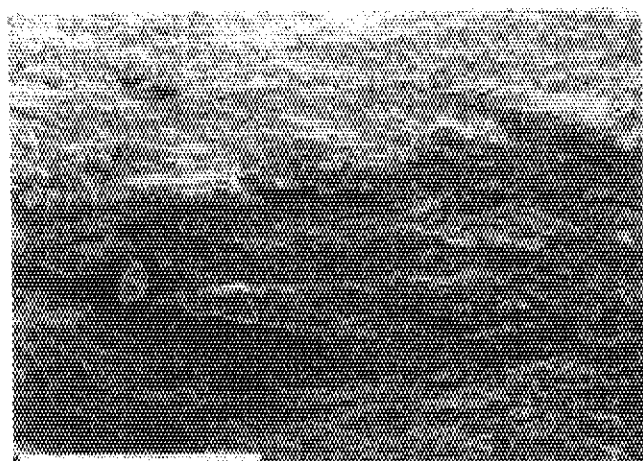
(c) C 部拡大図 (X 5 0)



(X 1 5 0)

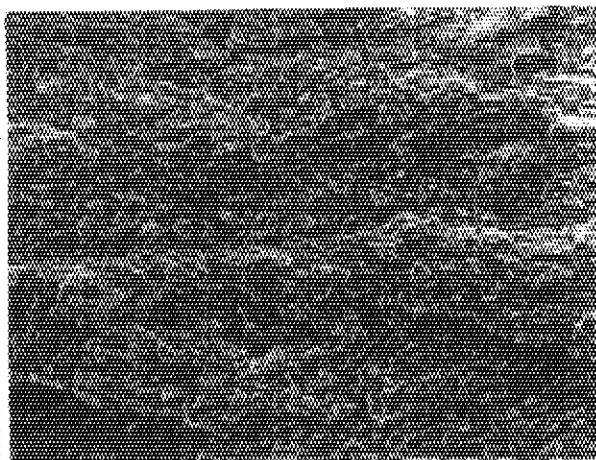
写真-11: シャルピー試験後における試験片の変化状況 (0.0478 w%)



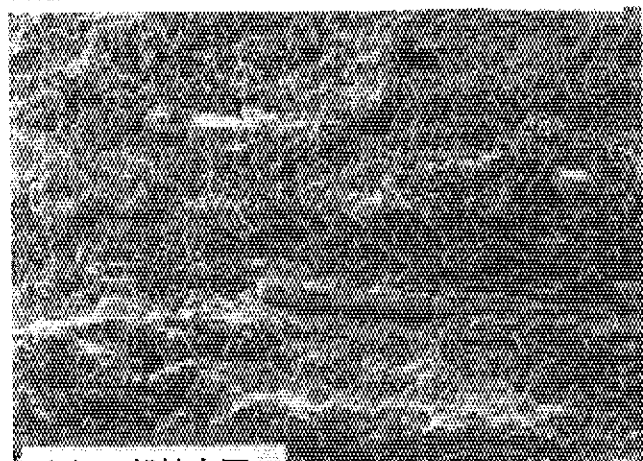


(a) A 部拡大図

(X 5 0)

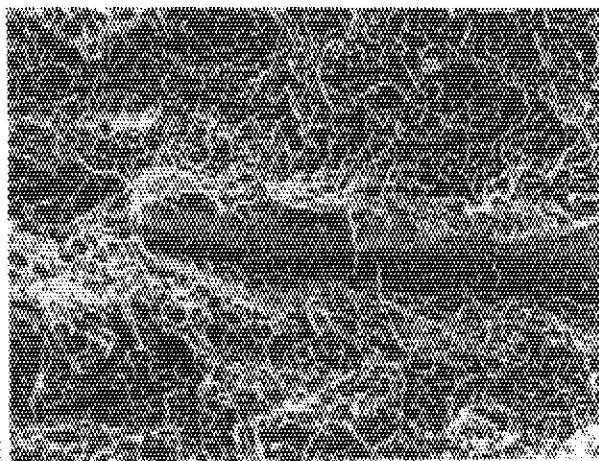


(X 1 5 0)

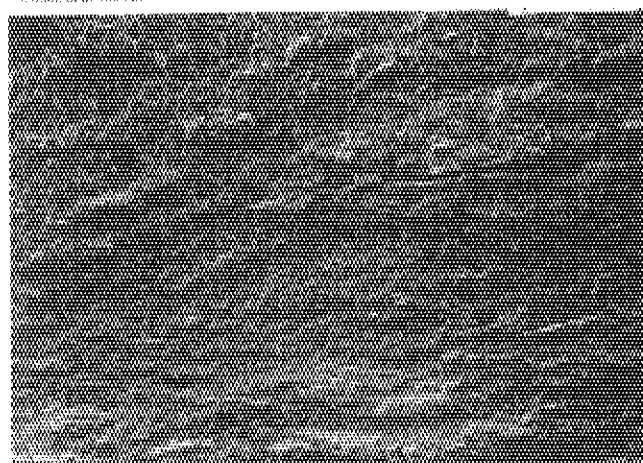


(b) B 部拡大図

(X 5 0)

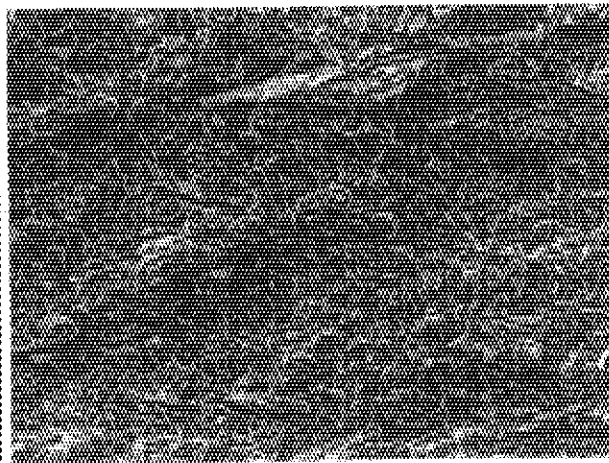


(X 1 5 0)



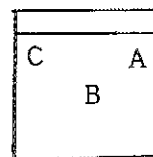
(c) C 部拡大図

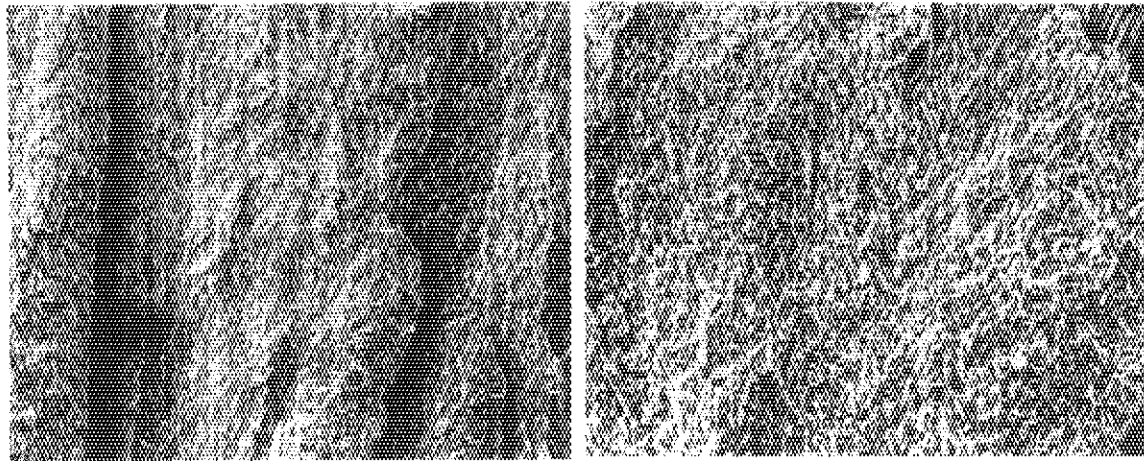
(X 5 0)



(X 1 5 0)

写真 - 1 2 : シャルピー試験後における試験片の変化状況 (0.0635 w%)

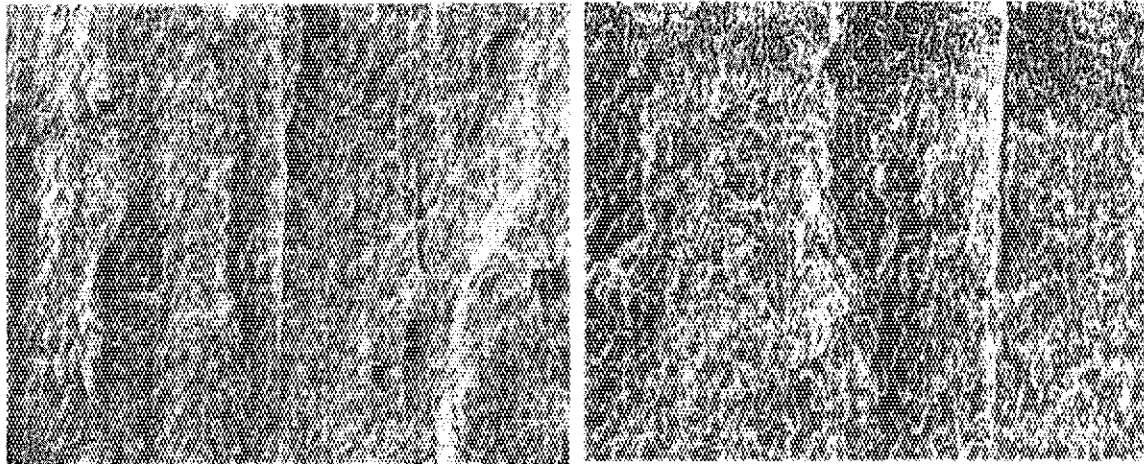




(a) A 部拡大図

( X 5 0 )

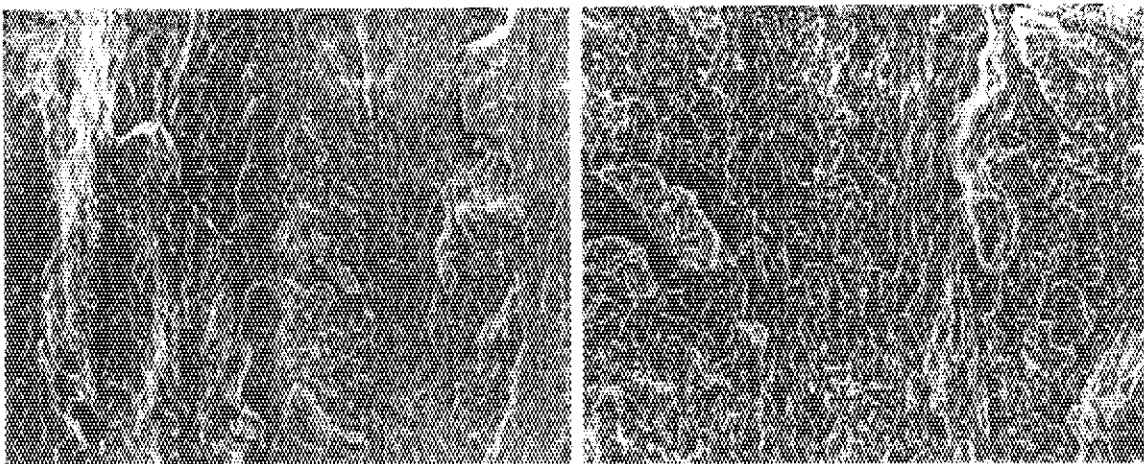
( X 1 5 0 )



(b) B 部拡大図

( X 5 0 )

( X 1 5 0 )

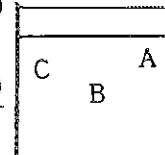


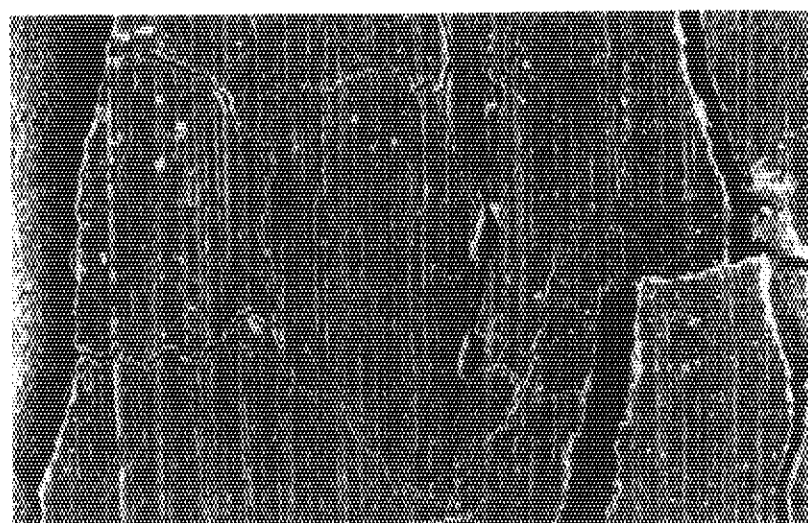
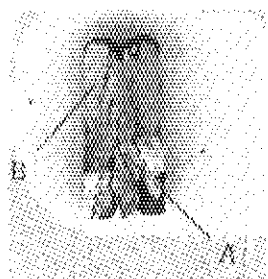
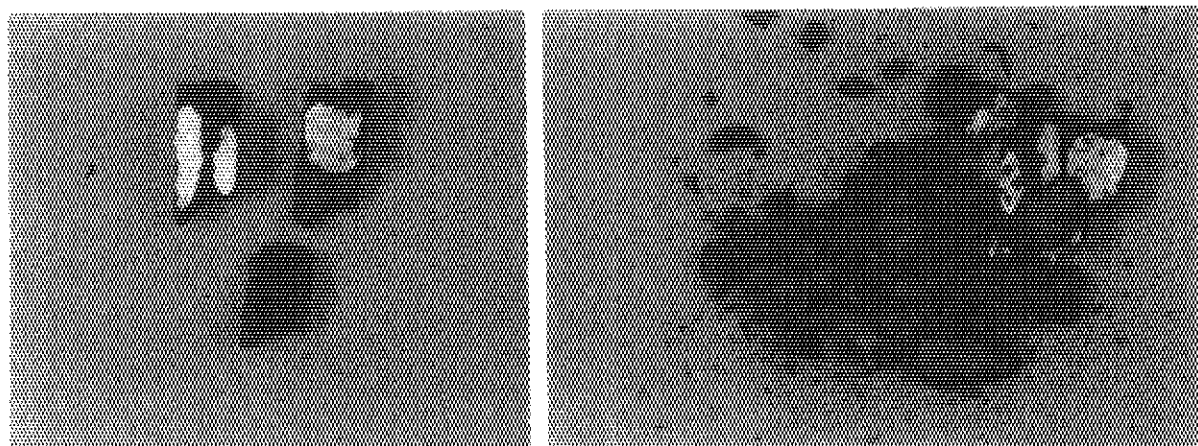
(c) C 部拡大図

( X 5 0 )

( X 1 5 0 )

写真-13 : シャルピー試験後における試験片の変化状況 (0.0956 w%)





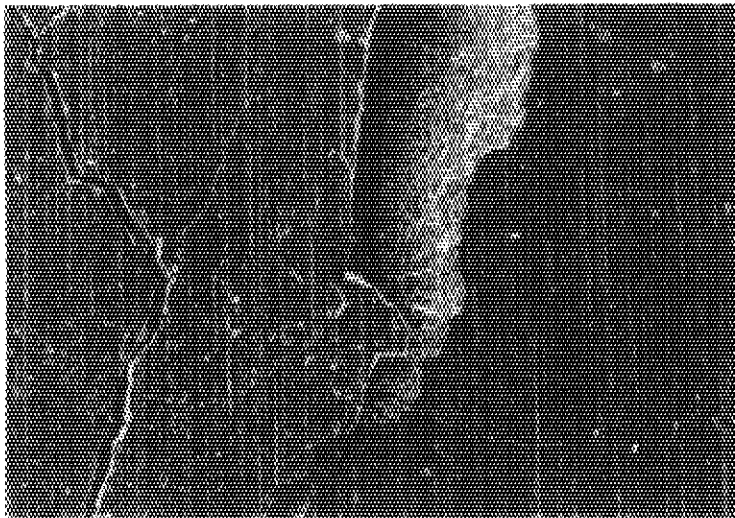
A 部拡大図 (その 1) (X 5 0)



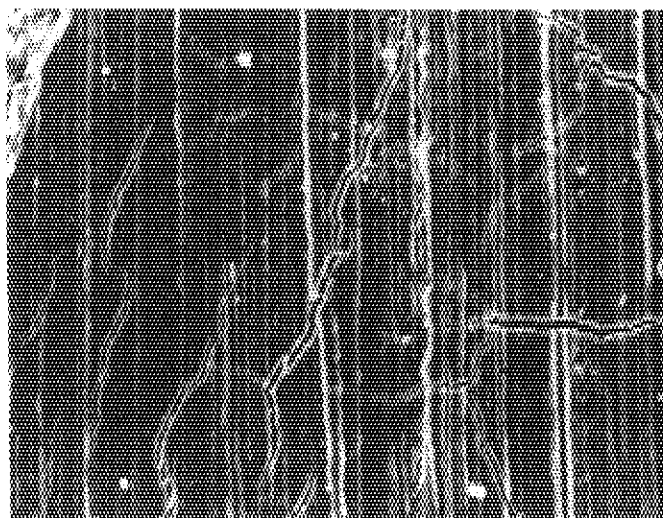
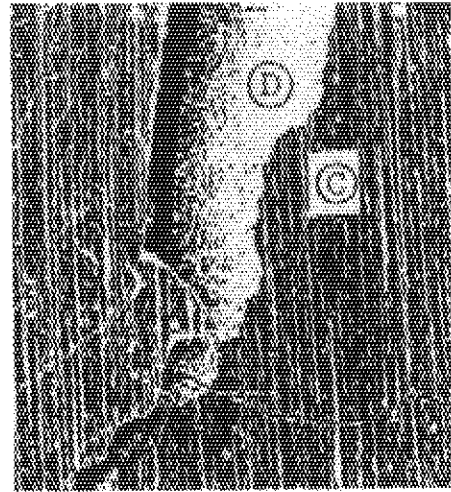
(X 1 5 0)

A 部拡大図 (その 2)

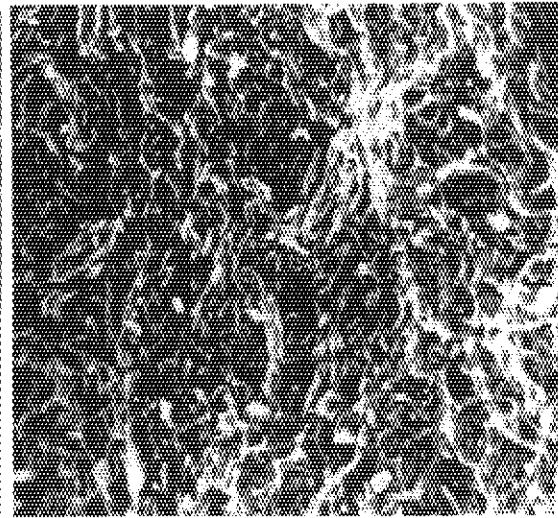
写真 - 14-1: 吸蔵量 0.0956 w% の破損状況



B 部拡大図 (X 50)

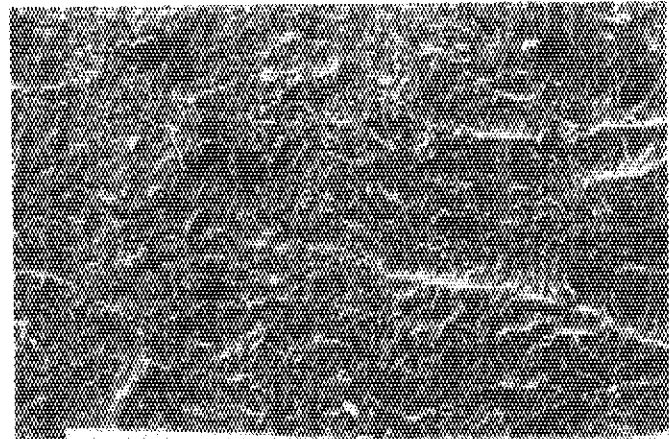
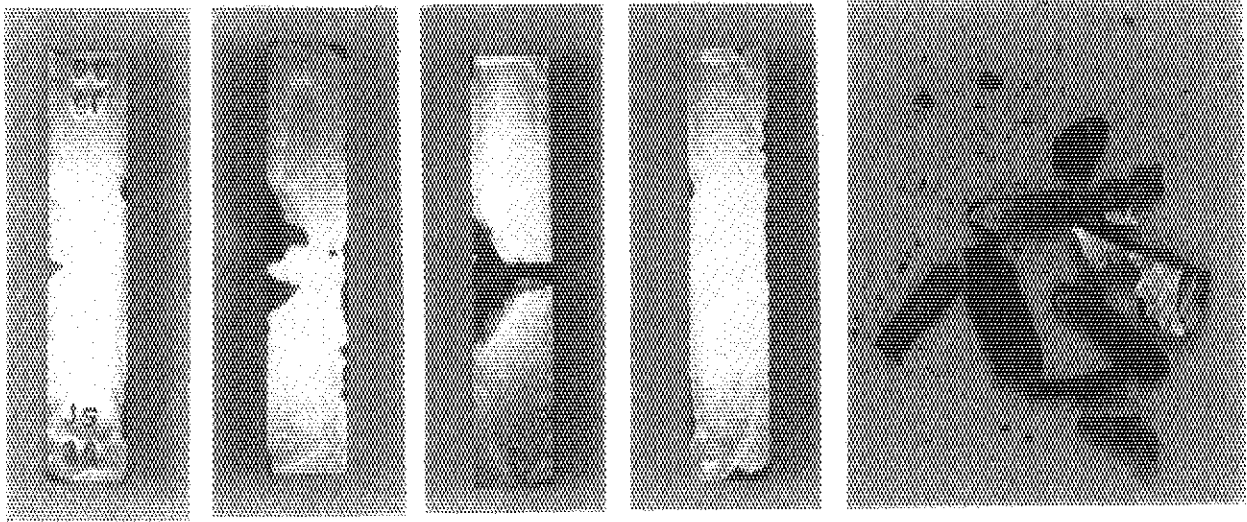


C 部拡大図 (X 500)



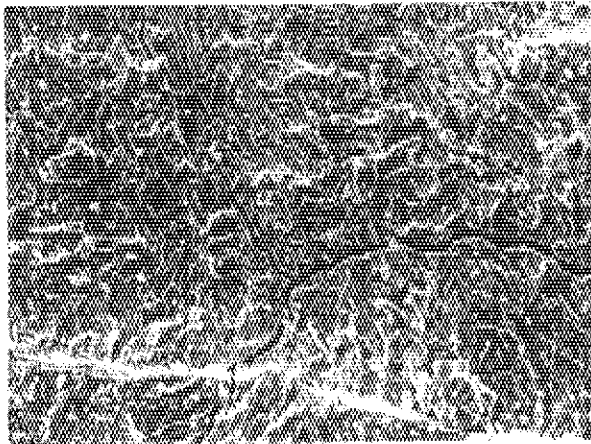
D 部拡大図 (X 500)

写真-14-2: 吸蔵量 0.0956 w% の破損状況



A 部拡大図 (その1)

(X 5 0)



A 部拡大図 (その2)

(X 1 5 0)



A 部拡大図 (その3)

(X 5 0 0)

写真-15. 吸蔵量 0.172 w% の破損状況

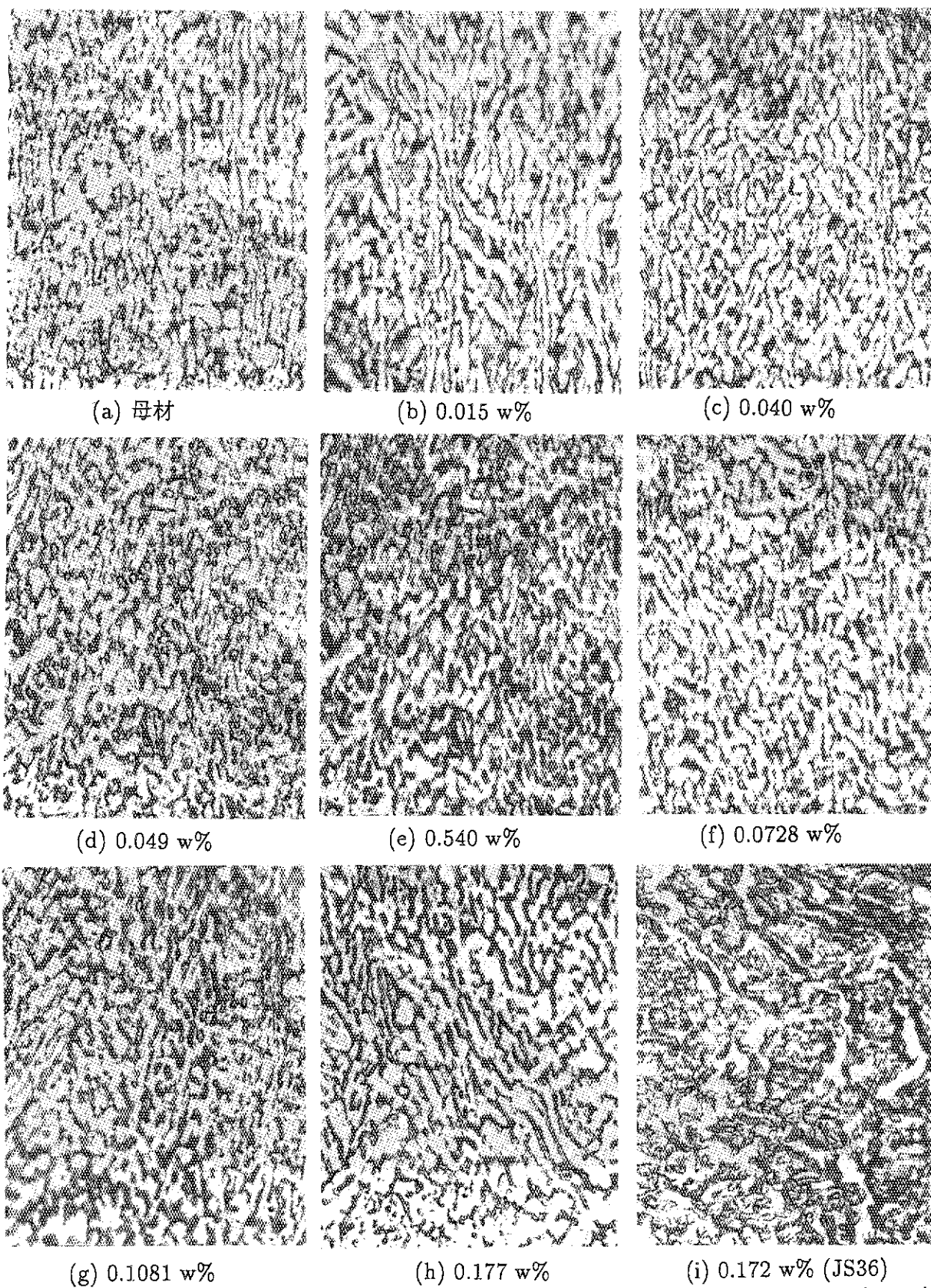
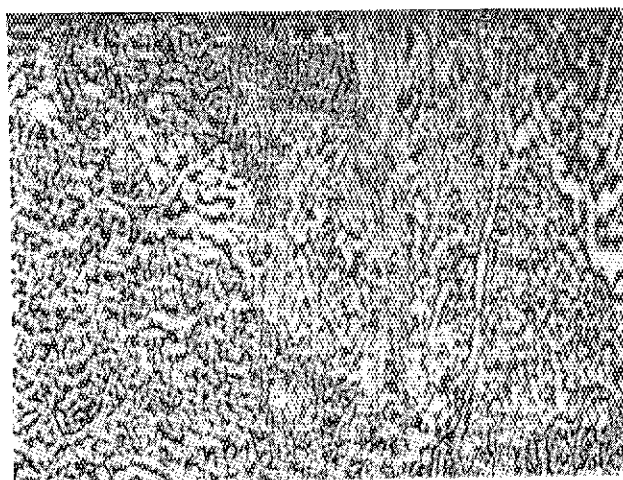
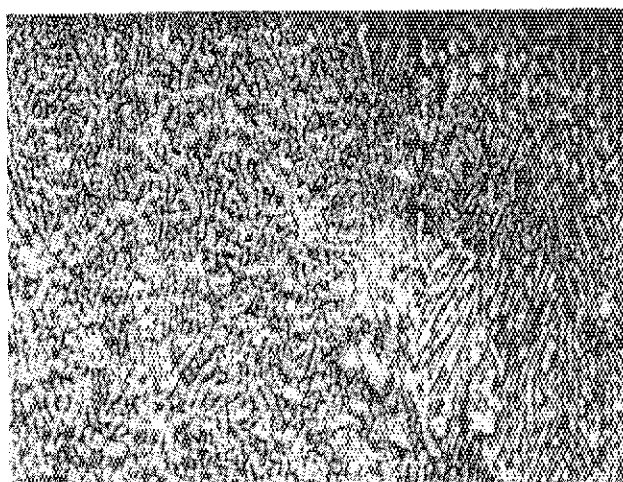
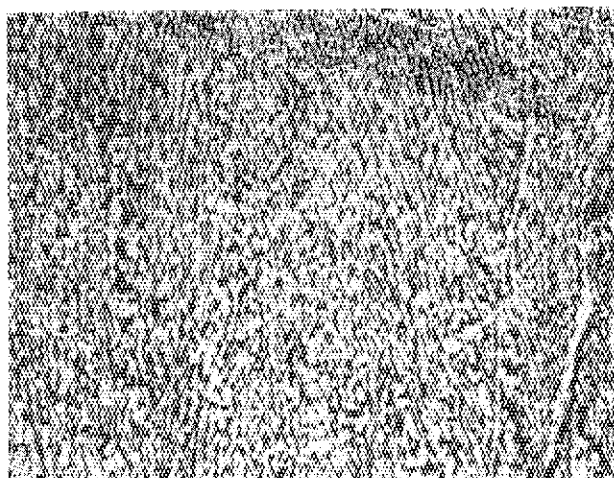


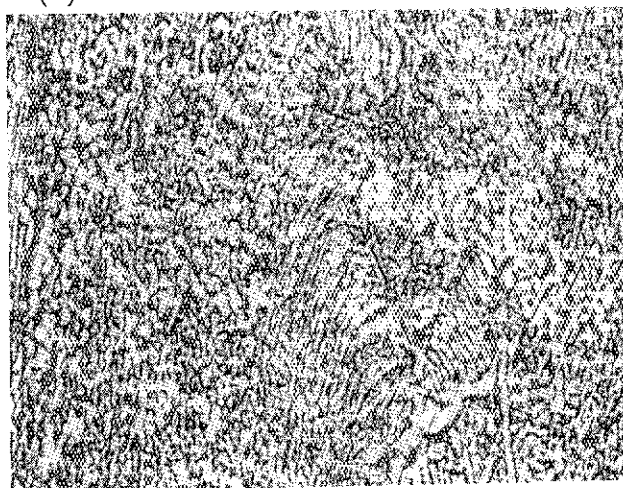
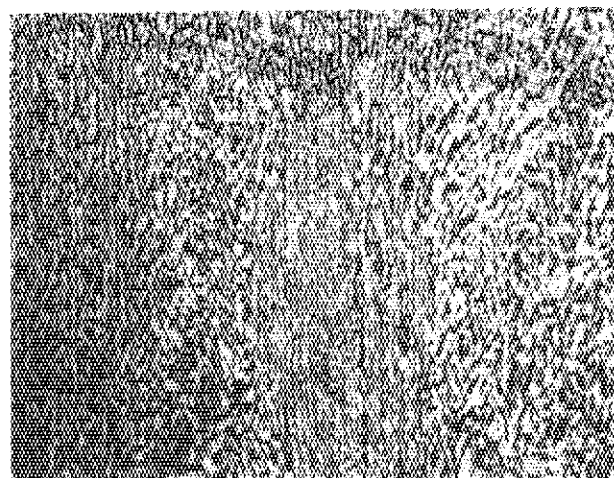
写真-16: 各吸蔵量についてシャルピー用モニター片の金相写真(中央部) (x325)



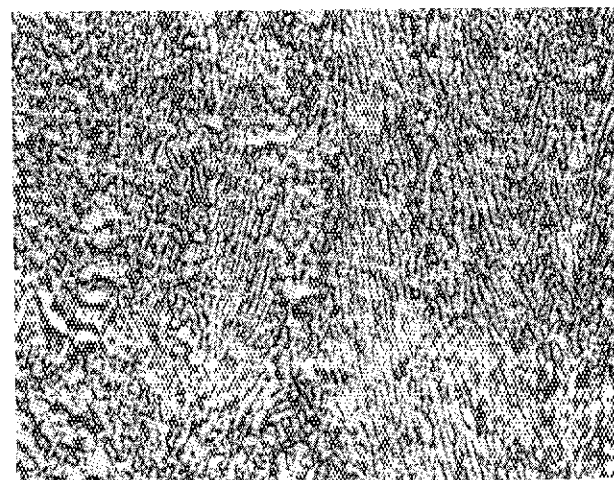
(a) 母材



(b) 0.015 w%



(c) 0.040 w% コーナー部

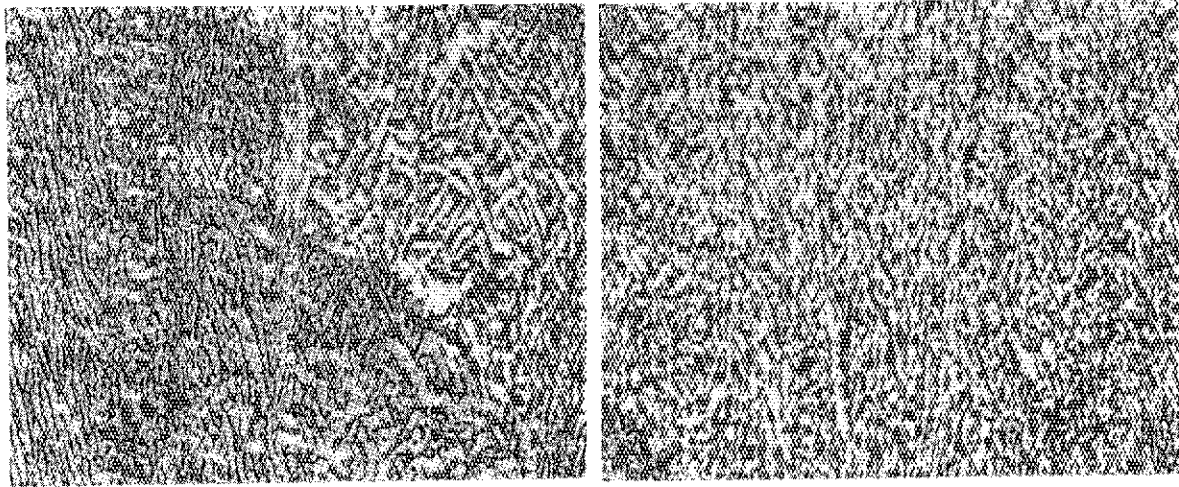


中央部

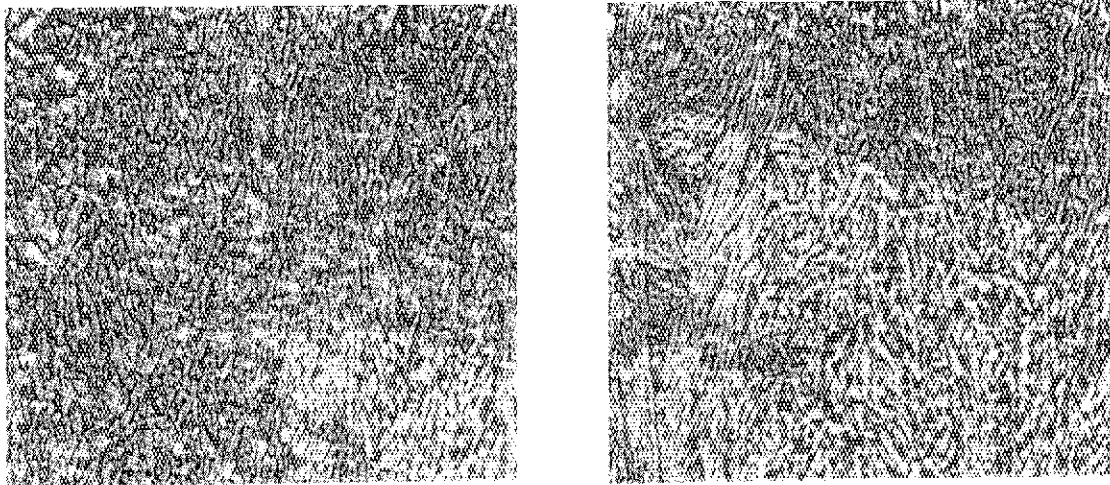
( $\times 162.5$ )

写真-17-1: 各吸蔵量についてシャルピー用モニター片の金相写真(コーナー部と中央部との比較)

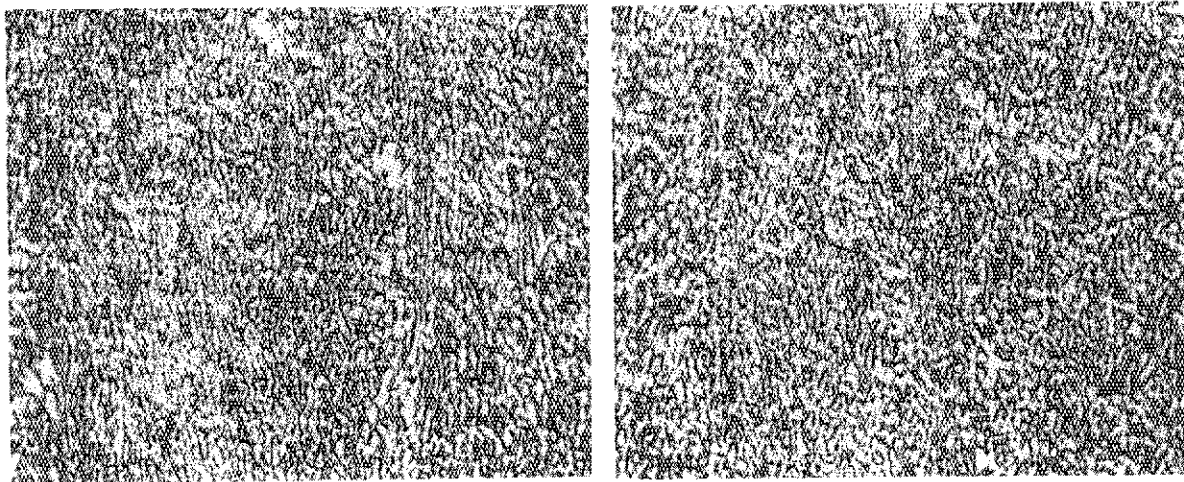




(d) 0.049 w%



(e) 0.054 w%



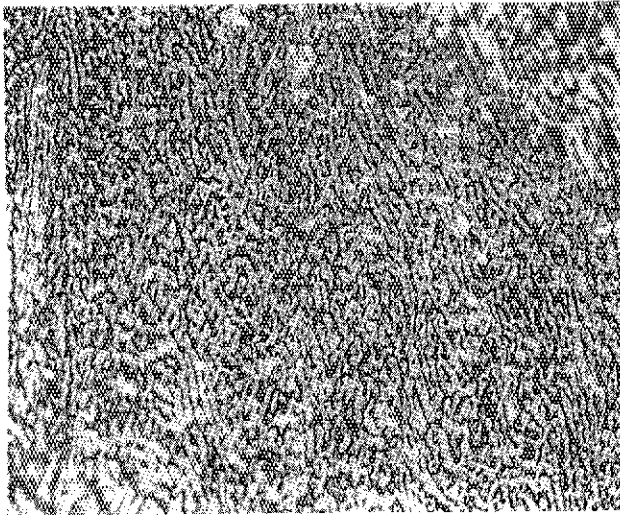
(f) 0.0728 w%

( $\times 162.5$ )

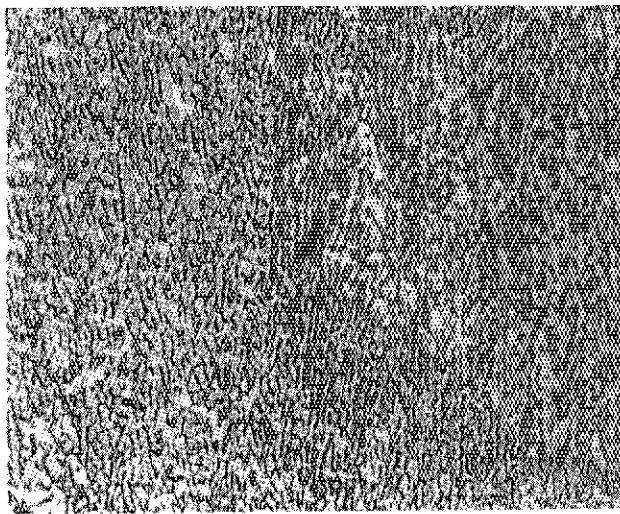
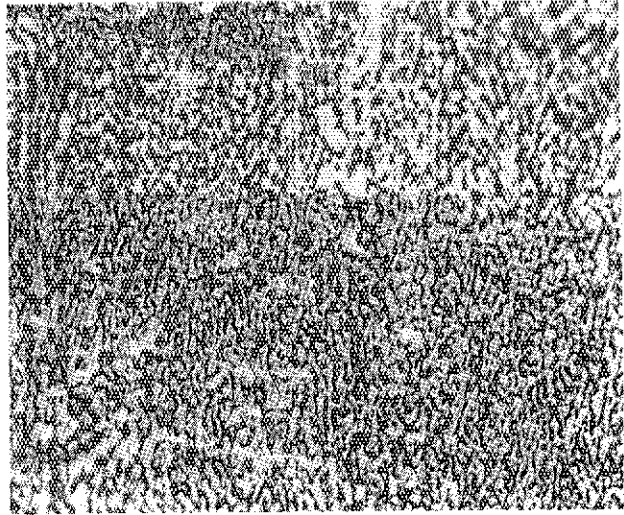
コーナー部

中央部

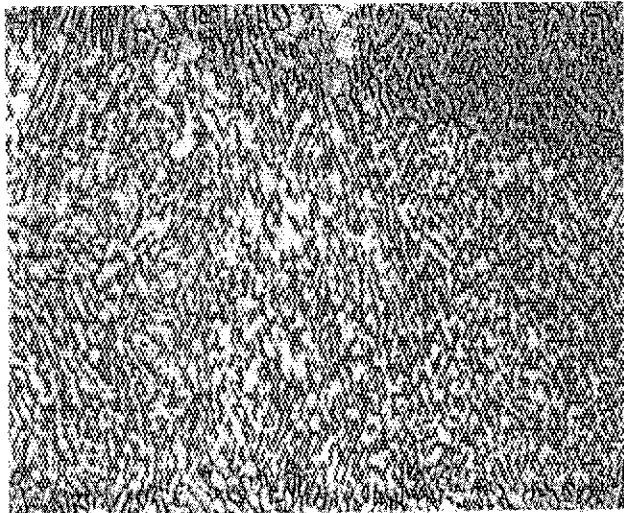
写真-1 7-2: 各吸蔵量についてシャルピー用モニター片の金相写真(コーナー部と中央部との比較)



(g) 0.108 w%



(h) 0.177 w%



( $\times 162.5$ )

コーナー部

中央部

写真-17-3: 各吸蔵量についてシャルピー用モニター片の金相写真(コーナー部と中央部との比較)

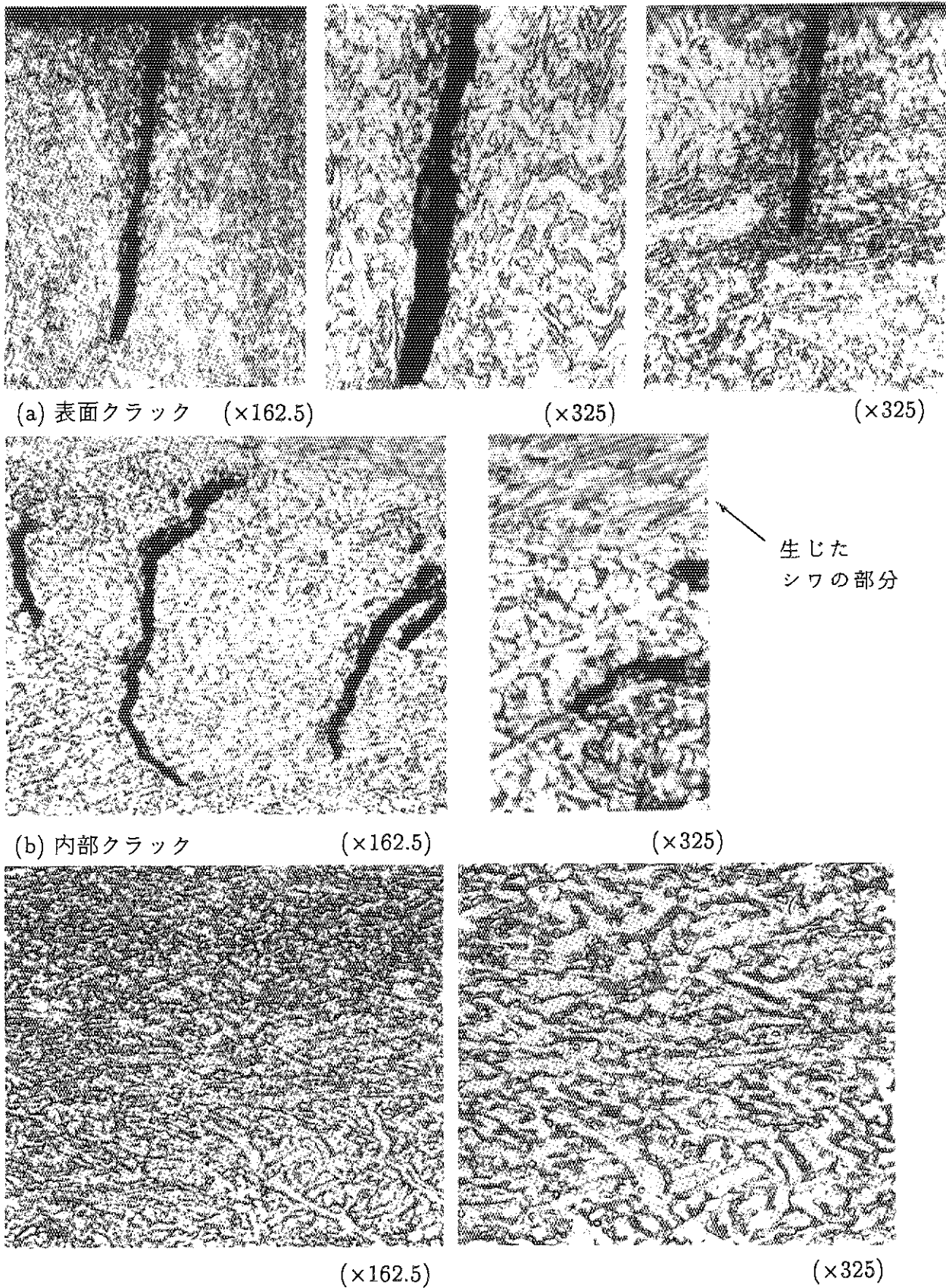


写真-18 吸蔵量 0.172w%(JS-36) モニター片の金相写真(コーナー部と中央部との比較)

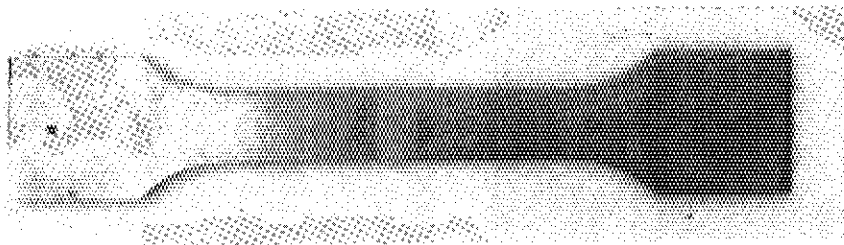
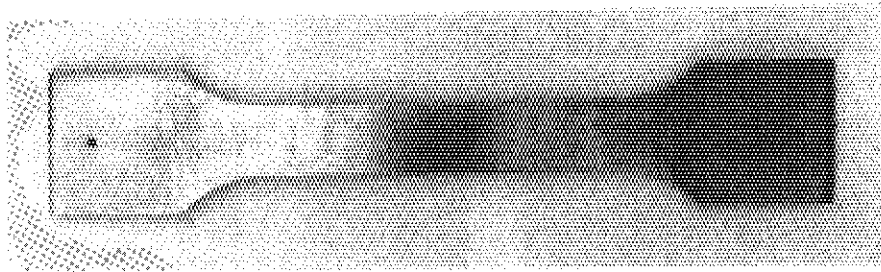
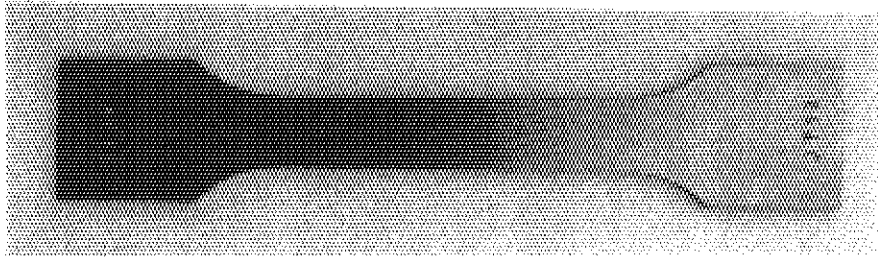
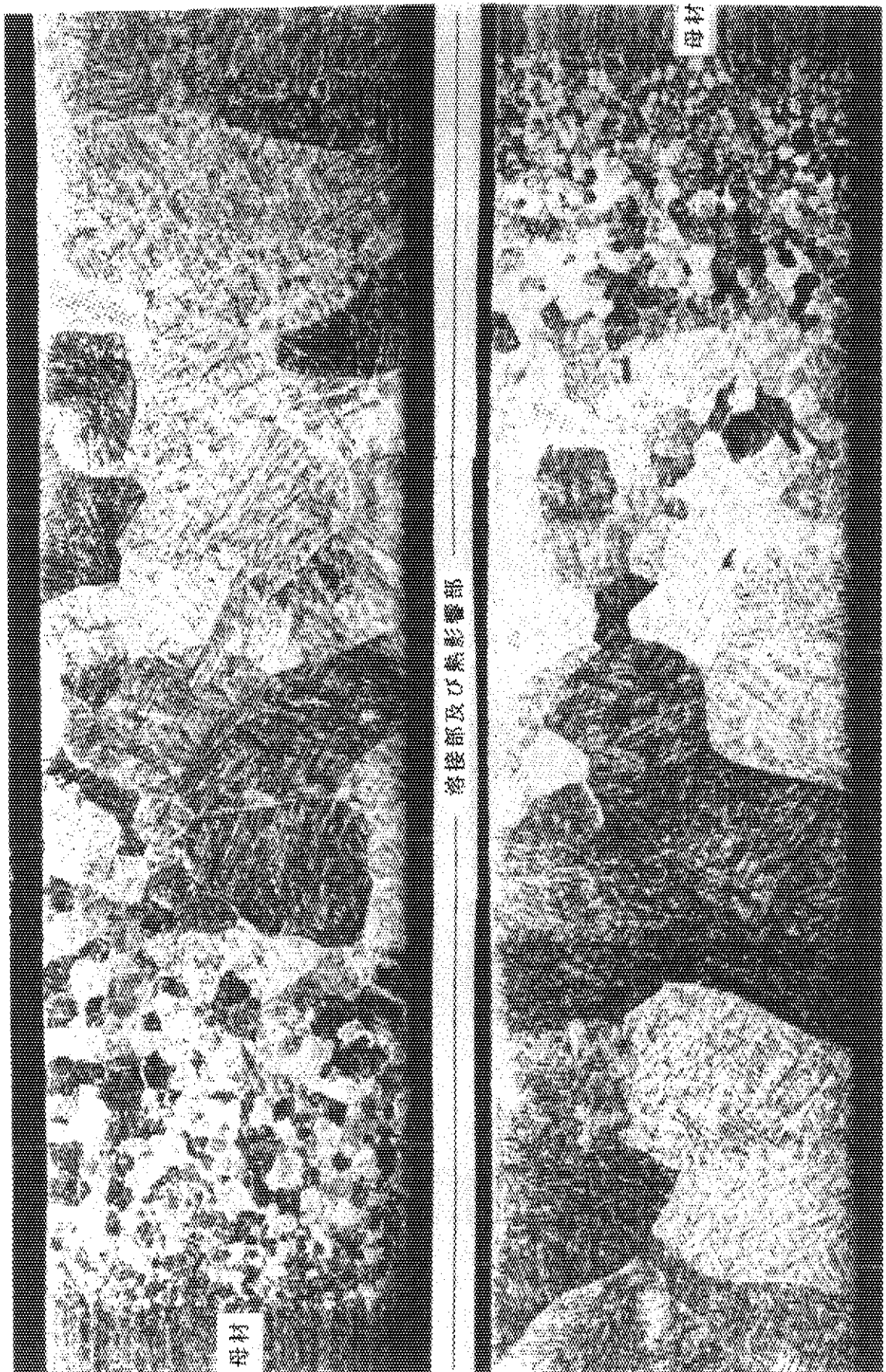
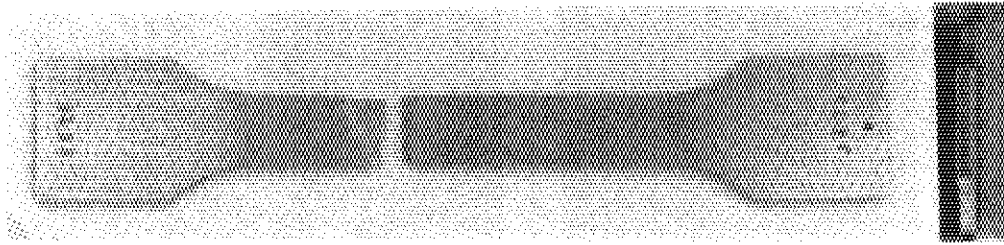


写真 19: 普通試験片及び溶接試験片

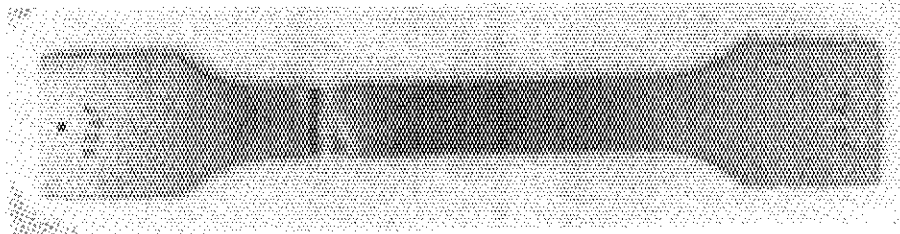


溶接部及び熱影響部

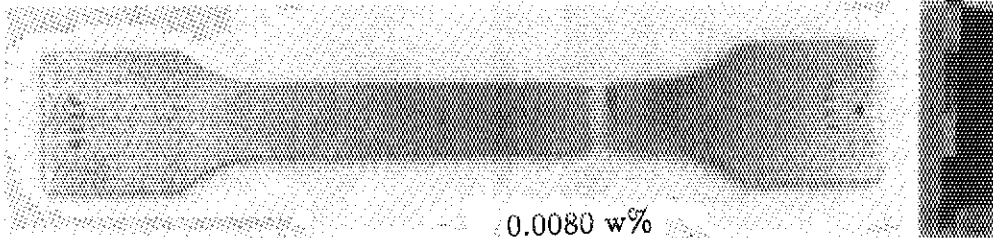
写真-20 溶接試験片のミクロ写真



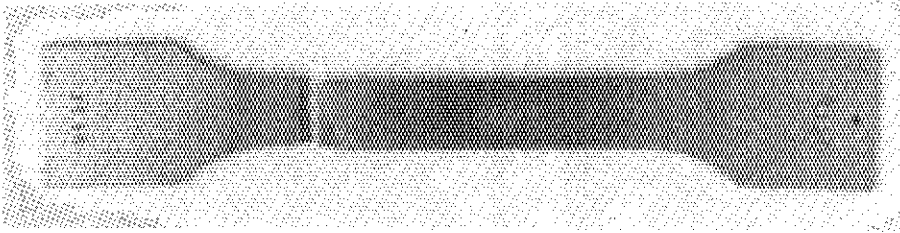
0.0 w%



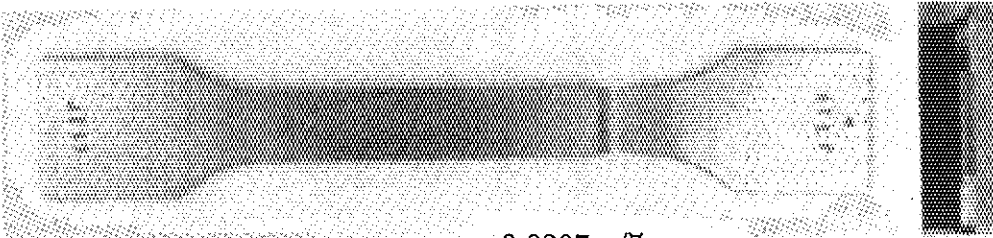
0.0080 w%



0.0081 w%



0.0207 w%



0.0217 w%

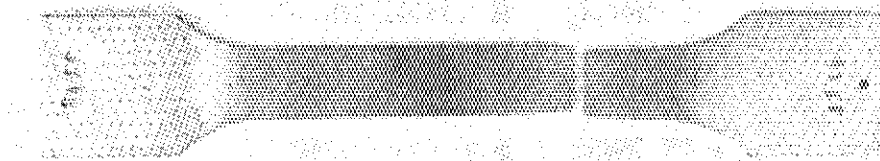


写真 - 21-1: 各吸蔵量の違いによる普通引張試験片の破断状況

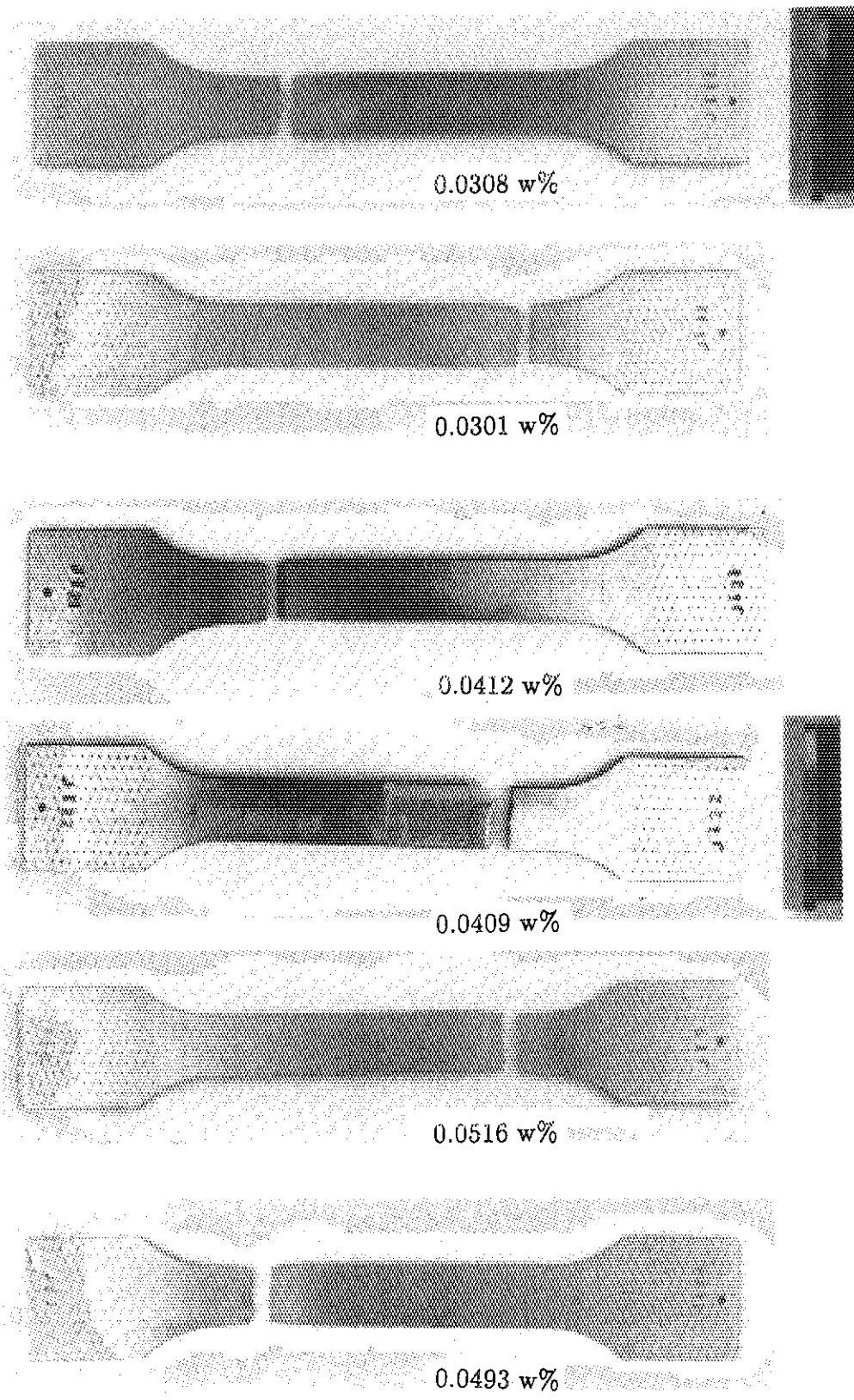


写真 - 21-2: 各吸蔵量の違いによる普通引張試験片の破断状況

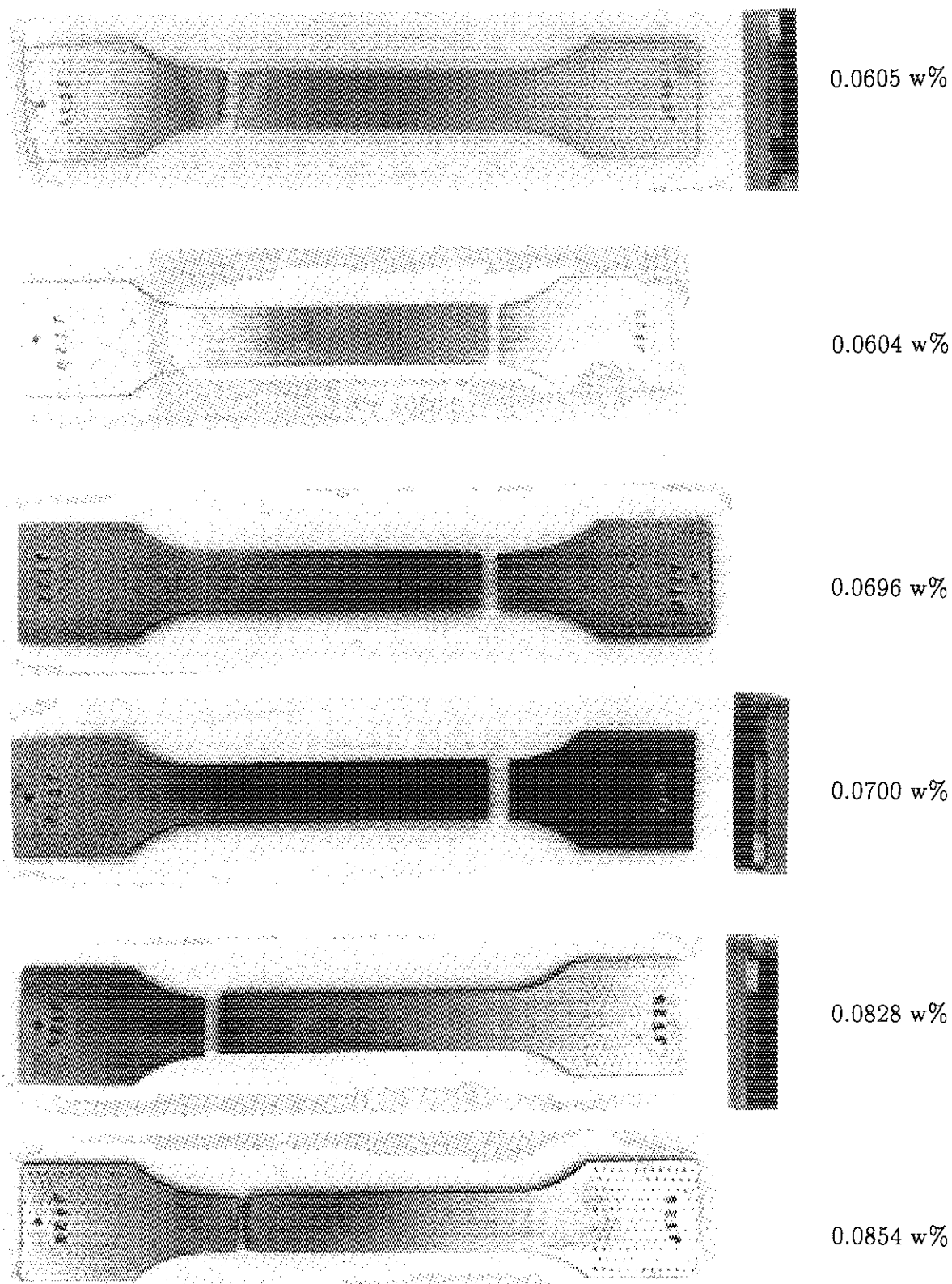


写真 21-3: 各吸蔵量の違いによる普通引張試験片の破断状況



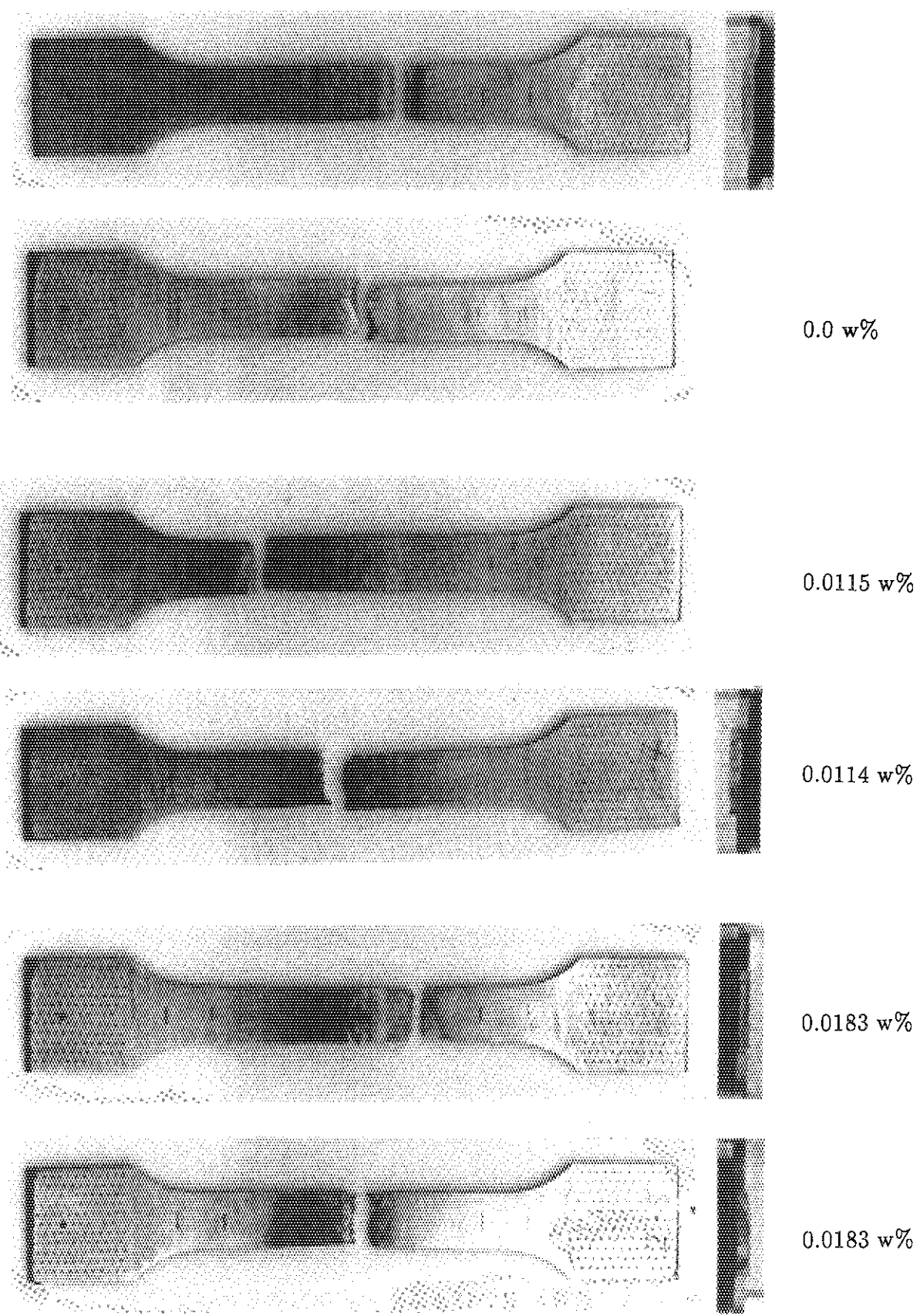
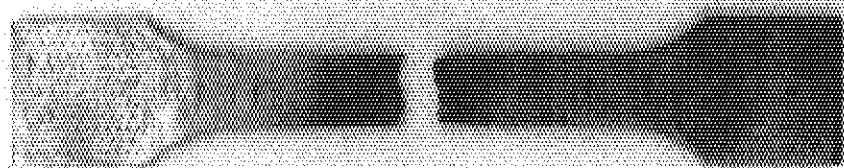
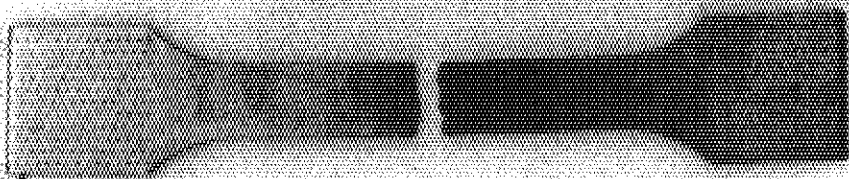


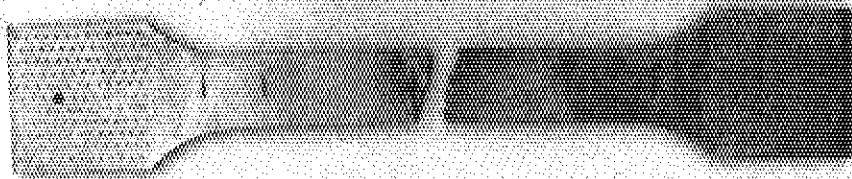
写真 - 22-1: 各吸蔵量の違いによる溶接引張試験片の破断状況



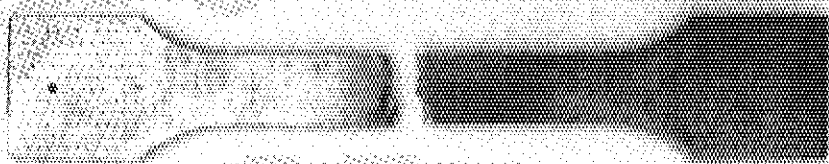
0.0411 w%



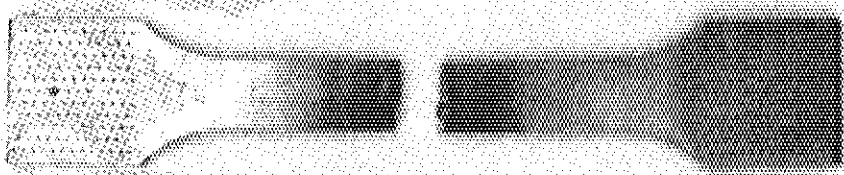
0.0612 w%



0.0615 w%



0.0814 w%



0.0817 w%

写真 - 22-2: 各吸蔵量の違いによる溶接引張試験片の破断状況

## 5. Ti-6Al-4Vの水素化特性と機械的特性

材料強度研究室：石山新太郎、深谷 清、衛藤基邦

### 5.1 概要

Ti-6Al-4V合金の水素化特性及びその機械的特性を明確にするため、長期間、高温高圧水素環境雰囲気下（高圧の水素ガス0.1～5MPa、373K～773K温度条件下）で水素化処理の行える水素吸蔵特性評価装置（P-C-T装置）を用いて実験した。473Kにおける実験の結果は、水素吸蔵材料特有のプラトーを伴った大量の水素吸蔵特性（3wt.%、 $H_2$ 以上）を示し、大量の水素を吸蔵した試験片は細かく破壊した。一方、材料からの水素解離は、773K以下では確認できなかった。

金属の水素化反応を防止する対策を講ずることは真空容器等の大型構造体を安全設計する上で不可欠の要因である。しかしながら、水素圧力0.1～10MPa、RT～773Kの条件下で使用されるJT-60SU装置等の設計では、強度試験の結果から水素濃度が0.1wt.%、 $H_2$ 以下であれば、材料の機械特性の劣化は無いと考えられる。

#### (1) はじめに

チタン合金は低放射化、高強度、耐スエリング、冷却材[1～5]との両立性などの特性を持つため、核融合炉の真空容器などの材料に大変魅力的な存在である。TPX、あるいは他の新しい試験装置[6]の大型構造材の候補材料として推挙されている。しかしながら、核融合真空容器大型構造体に適用するについては、チタン合金の水素吸蔵、及びそれに伴う材料劣化などの問題を包含している。

JT-60SU [6]などの核融合試験炉の設計においては、真空容器のインナー、アウターボードの構造体では、水素ガス圧0.1～10Pa、主としてプラズマからの熱負荷のため、RT～672K [6]にさらされる。これらの条件下ではチタン合金は水素活性化 [7]する可能性がある。そのため核融合炉の運転上、容器壁としての機械特性の劣化を生じると共に、トリチウムインベントリーの観点からハンドリングが難しくなることが考えられる。これらの問題点は核融合炉の構造設計上、最も重要な問題点の一つであり、上記に述べた様な水素環境下におけるTi合金の材料特性の明確化が設計上要求される。

今回の実験の主な目的は、長時間水素雰囲気さらされた場合の、Ti-6Al-4V合金（ $\alpha + \beta$ 型）の水素化特性ならびに機械特性を調査することにある。

### 5.2 実験の方法

#### (1) 材料と試験片

表5.1に示すような組成の神戸製鋼所製[3] Ti-6Al-4V合金を用い、水素化処理（吸蔵／解離した後、機械的特性を評価した。試験片は金属板（200×200×6t）から機械加工した小試験片（2mm×2mm×5mm）とハーフサイズのノッチ型シャルピー試験片（10mm×5mm×50mm）である。

#### (2) 水素吸蔵特性評価（P-C-T）装置による実験

試験片の初期活性化は、小試験片（1～3gr）をP-C-T装置セルの中にセットし、真空中（ $< 10^{-4}$  Pa）で673～873Kに加熱してガス出しを行った後、室温まで冷却し、高純度水素（99.999%）を5MPaに充填し、水素曝露温度873Kまで加熱して行った。873Kでの初期活性化終了後、水素吸着、解離試験を0～1MPaの圧力範囲、室温から773Kの温度領域で実施した。P-C-T測定装置（Suzuki Shokan Co.LTD）を用い、一定温度で吸着及び解離試験を実施した。

#### (3) 水素化処理と曲げ強度試験

ハーフサイズのシャルピー試験片をステンレス鋼のチューブに挿入し、水素ガスを673K～873Kの温度条件で0.1～4.5MPaを充填し、チューブ内の圧力降下を長期間（最大3ヵ月）測定した。これらの処理装置を図5.1に示す。水素吸蔵時間経過後、又は明確な圧力降下があった時点で、チューブ内から試料を取り出し、曲げ強度と硬さ試験を実施した。微細組織と破面観察はSEMとSIMS（Hi-tachi IMA-3000）を用いて行った。水素化処理後の金属水素化材料中の水素原子の分布をSIMSを用いて観察した。格子定数と材料中の水素濃度はX線解析（RIGAKU RAD-B）と水素質量分析計（Leco, RH-402）を用いて行った。

### 5.3 結果

#### (1) P-C-T装置による測定

373K~673Kの温度における材料の水素吸着、解離試験結果を図5.2に示す。473Kで0.001MPaH<sub>2</sub>及び573K~674Kで0.03~0.1MPa、H<sub>2</sub>において、Ti-6Al-4Vは水素吸蔵材料特有のプラトーを伴う水素吸蔵特性を示し、373K以下では水素の吸蔵は観察されなかった。上記試験条件においてTi-6Al-4Vは最大水素吸蔵量として、約3wt.%、H<sub>2</sub>を示し、温度の上昇と共に水素吸蔵量は減少した。

#### (2) 長時間水素曝露後の試料観察

高純度の水素ガス圧4MPa、873Kで4時間曝露した場合に、チューブ内の水素圧力が急降下した様子を図5.3に示す。チューブ内の水素ガス圧を4MPaまで再度充填し、最終的に168時間まで水素曝露を続行した。その後、電気ヒーターを切り、チューブ内の試料を取り出した。図5.4(a)には曝露前、図5.4(b)には曝露後、破碎したシャルピー試験片の様子をそれぞれ示した。図5.5~5.7に温度673K~823K、圧力0.1~5MPa、H<sub>2</sub>の条件下での水素曝露前・後の写真を示す。図5.5は、0.1~4MPa、H<sub>2</sub>、673K条件下の写真であるが、試料の原形は残っているものの、比較的短時間水素曝露後マクロクラックを伴う激しい損傷を受けている。図5.6は、773~823K、4.0~5MPa、H<sub>2</sub>条件下の写真であり、損傷は激しく受けているが、高温、短時間の曝露ではあまり損傷のひどく無いものもある(図5.6(b)、823K、4.5MPa、H<sub>2</sub>、0.1hr)。

図5.8は4.0MPa、H<sub>2</sub>、873K、4時間曝露で生じた試料表面上に発生したクラックを示す。主クラックはノッチ端部及び側表面から一本のクラックが走り、あるいは、表面クラックを伴った試料の底端部から後方へ進んでいるクラックが見られる。また試料の底部に亀甲状のクラックが観察される。

#### (3) 長時間曝露後の試料の強度試験

曲げ試験は長時間曝露した試料で原型を残したシャルピー試験片を用いて実施した。図5.9は673K~873K、0~0.4MPa、H<sub>2</sub>で水素曝露した試料の曲げ試験から得られた負荷~伸び曲線である。顕著な強度の劣化は873K、4時間より短い曝露条件下で明確に認められるが、723K以下で長時間の曝露の場合、劣化は観測されなかった。

### 5.4 討論

#### (1) Ti-6Al-4Vの水素吸蔵過程

Ti-6Al-4Vの基本型は $\alpha$  (hcp) 及び $\beta$  (bcc) タイプの複合組織である。この $\beta$ タイプはhcpより結晶格子構造の内側に多くの水素原子トラップサイトがある。Ti合金中に水素が吸蔵される過程は、水素原子が $\beta$ タイプの格子内のサイトに捕えられる、そして $\alpha$ タイプの格子中に拡散することによって進行すると考えられている。その結果、水素原子が $\alpha$ タイプの格子と水素化反応し、T-Hxの水素化物の形[3]をとると考えられる。

図5.10は0.1MPaの水素圧、873K、46時間水素処理(0.27wt.%、H<sub>2</sub>)したTi-6Al-4Vシャルピー試験片のSIMS写真である。試験片全体に水素分子が散在しており、図中水素濃度の高い場所では金属水素化物(TiH<sub>2</sub>)の形で存在していることが観測された。これらの事実は材料中に2つのタイプの水素吸蔵過程があることを示している。すなわち、水素原子が $\alpha$  (hcp) 及び $\beta$  (bcc) 格子中のトラップサイトに存在していることを示しており、特に水素濃度の高い場所では、金属水素化物の形で存在する。図5.11は0.01wt.%H<sub>2</sub>、0.27wt.%H<sub>2</sub>、2.68wt.%H<sub>2</sub>、試験片のX線解析パターン図である。0.01wt.%H<sub>2</sub>と0.27wt.%H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>には大きな注目すべき差異は無い。しかし、TiH<sub>1.924</sub>のピークは図5.11(c)に示すように2.68wt.%H<sub>2</sub>の試料では $2\theta = 6.0^\circ$ のポイントで観測されている。この事実は水素吸蔵の早い段階で材料格子中のトラップサイトに水素が侵入し、高水素濃度の段階で金属水素化反応が生じていることを示している。

図5.12は水素濃度に対する $\alpha$ -Ti (hcp) 相の格子定数に変化した結果を示す。a及びc軸の格子定数は水素濃度0.27wt.%までは増加する傾向を示しており、それ以上の濃度で飽和値を示す。これらの結果は、水素原子が格子中への侵入が、0.27wt.%H<sub>2</sub>以下で生じ、それ以上の濃度で飽和し、その後金属水素化の反応を伴った新しい水素吸蔵過程がスタートすることを意味している。

これらの結果から0.27wt.%、H<sub>2</sub>以下の水素吸蔵の早い段階から格子位置 $\alpha$  (hcp) と $\beta$  (bcc) 相

は水素のたまり場として振る舞い、0.27wt.%、 $H_2$  以上のより高い吸蔵段階では水素化金属反応が追従する。

### (2) JT-60SU運転状態下での水素化反応

図5.13は試験温度の関数として最大吸蔵量と解離後の残存量を示したものである。これによると473Kで最大吸蔵量が認められ、それ以上の温度で最大吸蔵量は減少する。しかしながら、773K以上の温度(熱処理温度)では、 $\beta$ 相中に $\alpha$ 相が析出するため、最大吸蔵量は再び増加する傾向を示している。一方、解離後の残存水素量は773K以下でも0に戻ることはなく、材料中に多量の水素を残存していることを意味する。

図5.2から得られた金属水素化反応の温度と水素平衡圧力の関係[8]を図5.14にプロットした。図中、JT-60SUの水素環境条件を加えて示した。これによると、今回の実験で得られたこれらのデータは、Ti金属より緩やかなスロープで低温側に位置する。573K以上の平衡圧力は材料の金属水素化反応より十分に低いことを示している。しかし、373K~473Kの領域では金属水素化反応は多分生じている。

### (3) 金属水素化反応の水素曝露時間の効果

Ti-6Al-4Vはその表面に $Al_2O_3$ 及び $TiO_2$ のような酸化膜を有しており、酸化環境下での材料の耐酸化性を上げる。これらの酸化膜は、またTi-6Al-4Vの格子トラップサイトへの水素の侵入を防止、又は遅らせる重要な役割であると考えられている。図5.3に金属水素化反応が生じるまでの時間遅れを示す。この遅れ時間は初期水素圧から10%降下した時点までの時間を活性化時間と定義し、各試験温度と初期圧力との関係から求めた。図5.15に、この活性化時間と温度の関係を初期圧力をパラメーターとして示した。これによると活性化時間と温度の関係には直線関係にある。ここでは下記の式を仮定して活性化時間と温度の関係を近似した。

$$\text{Log } t = A - BT \quad (1)$$

ここで $t$ は活性化時間:hr、 $T$ は試験温度:K、 $A$ は試験圧力のパラメーターで $B$ は0.02が得られた。つぎに試験圧力と $A$ との関係を求めるため、(1)式によって得られた $A$ 値と試験温度との関係を図5.16にプロットした。図中の直線は下記の近似式を仮定して得られた。

$$A = C - D \log P \quad (2)$$

ここで、 $C = 15.7, D = 2.2$ が得られた。なお、 $P$ は水素圧力(MPa)である。

上記(1)、(2)式から、JT-60SUの運転条件下での活性化時間を下記の条件により求める。

条件; 圧力: 0.1~10Pa、温度: 室温~773K

この結果、活性化時間は $1.7 \times 10^{11}$ ~ $1.3 \times 10^{25}$ 時間となり、これらの時間はSUのシャットダウン時間[6]に比べて十分に長いことが判る。

これらの計算結果から、JT-60SUの運転条件下においてはTi-6Al-4Vのような構造材で金属水素化反応は起こらないと考えられる。なぜなら、材料の表面に形成される酸化膜は母材への水素拡散を抑える効果が有るためである。

### (4) 長時間水素曝露後のTi-6Al-4Vの機械特性

図5.17、18に水素化処理された試験片中の水素濃度と曲げ強さ、ないし、硬さとの関係を示す。曲げ強さと硬さの低下はいずれも0.1wt.%  $H_2$ 以上で観測される。ただし、図中の点線に対応する水素濃度は図5.11に示す様なX線解析で金属水素化物形成が観察された位置を示す。

図5.19は0.001~2.33wt.%  $H_2$ の範囲における曲げ試験片破面のSEM写真を示す。未水素化処理(0.001wt.%  $H_2$ )のものとは0.1wt.%  $H_2$  試料では図5.19(a)及び(b)に示すように延性破面が観察される。しかしながら、0.19wt.%  $H_2$ では破面中に脆性破面が観察される。1wt.%  $H_2$ 以上ではこの脆性破面が図5.19(c)の示すように破面全体に渡って観察された。

## 5.5 結論

Ti-6Al-4Vは核融合炉の低放射化構造材料として好ましい材料である。しかしながら、材料の水素吸蔵特性はJT-60SUのような核融合試験装置の適用にはかなりの制約条件が感じられる。この実験では長時間水素に曝露した場合の金属水素化反応の挙動と機械特性について調べ、以下の結果を得た。

- (1) 0.1~10Paの低水素圧力、室温~773Kの温度において材料が適切な薄い酸化膜のような厚さの層で保護されるならば、材料の金属水素化反応による劣化は起こらない。
- (2) 0.1wt.%H<sub>2</sub>以下で材料の機械特性の劣化は生じない。

## REFERENCES

- [1] R.W Conn, J.of Nucl.Mater.,76&78(1978)103-111
- [2] E.E.bloom.,J.Nucl.Mater.,85&86(1978)
- [3] Y.Higashiguti and H.Kayano,J.of Nucl.Mater.,103&104(1981)925-930
- [4] J.W.Davis and G.L.Kulcinski,EPRI ER-386(1977)
- [5] A.kohyama, Y.Arata, T.Tomie and N.Igata,J.of Nucl.Mater.,122&123(1984)772-776
- [6] M.Kikuchi,K.Nagashima,P.Aoyagi,G.Kurita,andK.Ushigusa,Proceeding of 16th sym. on Fusio eng., Conceptual Design of JT-60SU(1995)
- [7] Y.Arita and M.Tomie,Trans.Japan Welding research institute 2(1973)17-28
- [8] T.Ota,advanced technologies of hydrogen energy edited by T.Ota.,publication by NTS LTD.(1995)465-487

表5. 1 Ti-6Al-4V合金試験片の化学成分 (神戸製鋼所製)

Ti	Y	V	Al	Fe	C	N	O	H
bal.	<0.001	4.12	6.21	0.182	0.006	0.003	0.185	0.0042

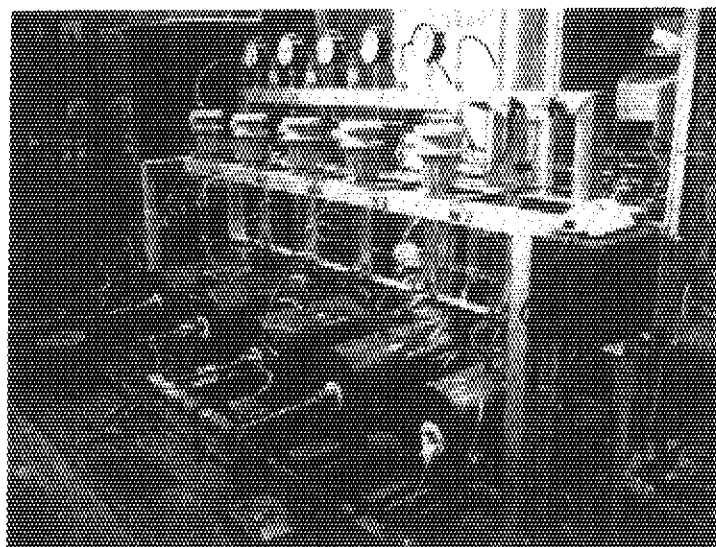


図5. 1 水素吸蔵特性評価装置の外観

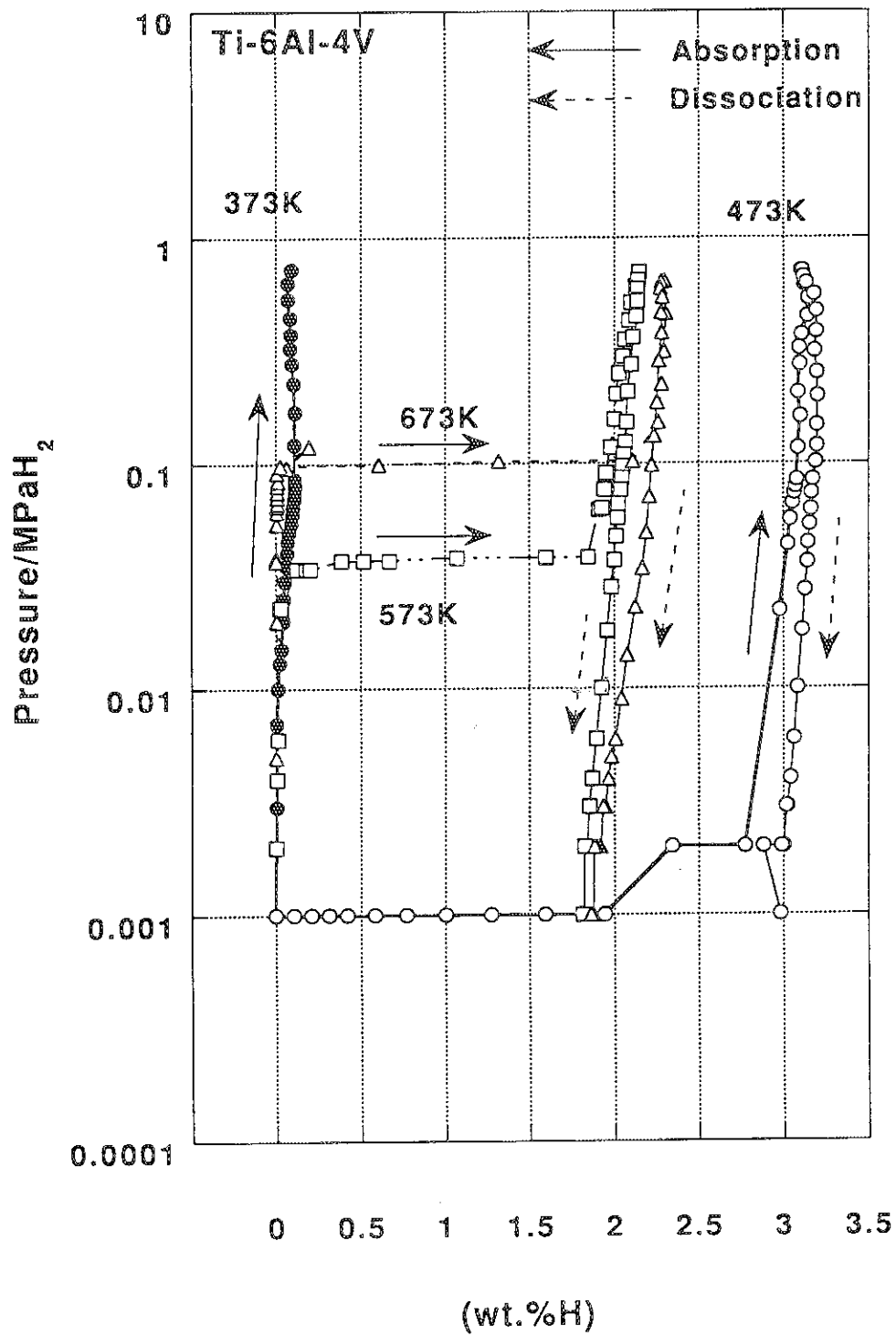


図 5. 2 373K~673Kで試験したTi-6Al-4VのP-C-T 線図



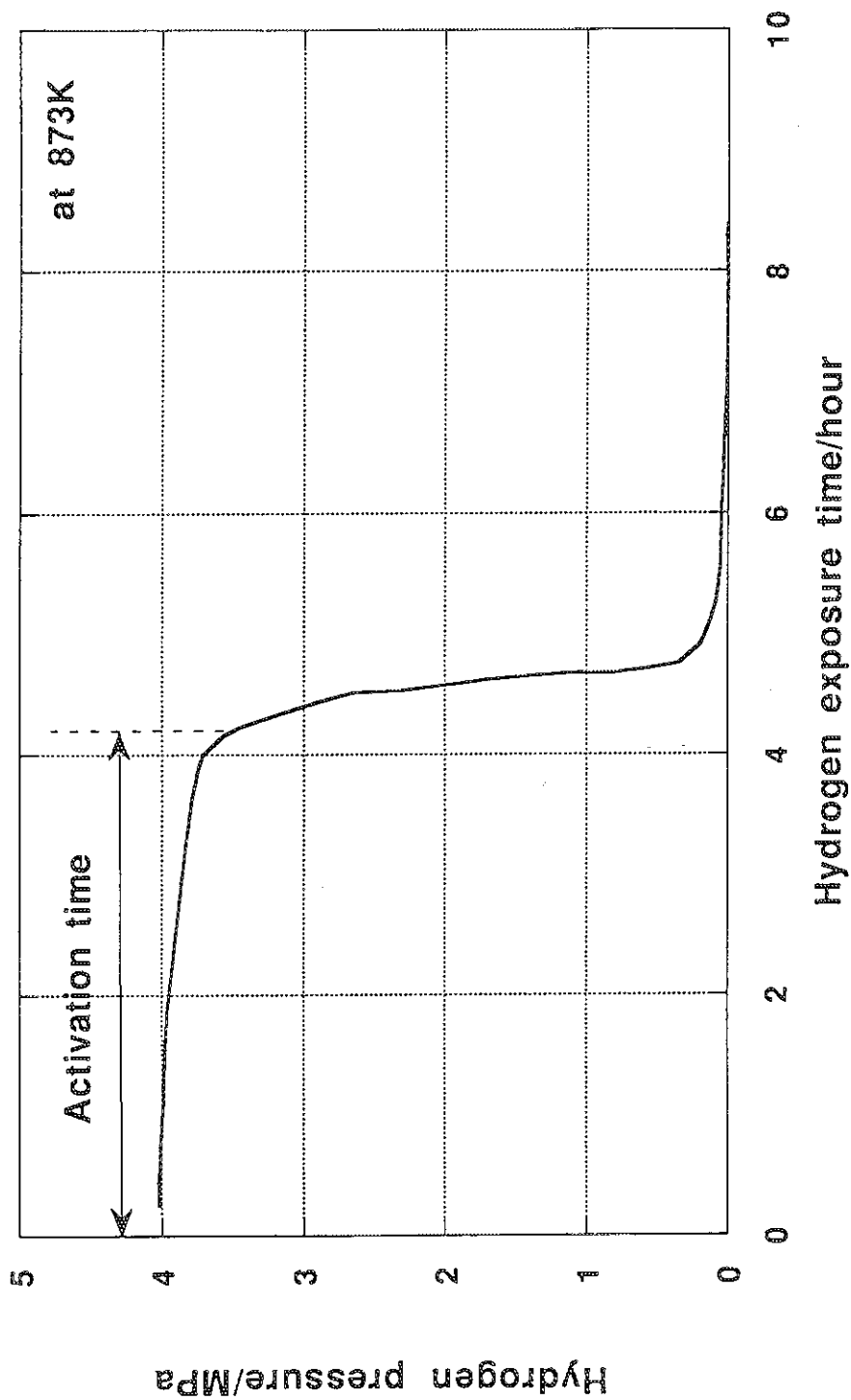
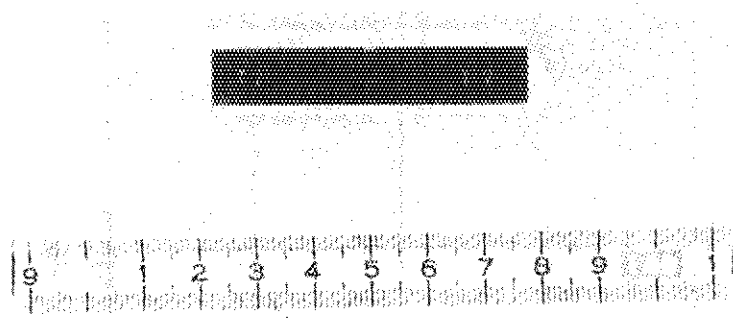
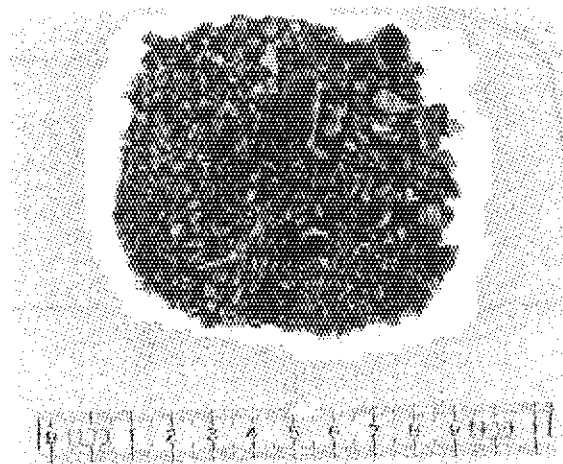


図5. 3 Ti-6Al-4V 試験片の873K、4Mpa水素下での曝露時間と水素圧力降下

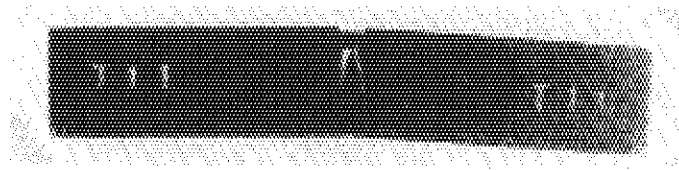


(a)

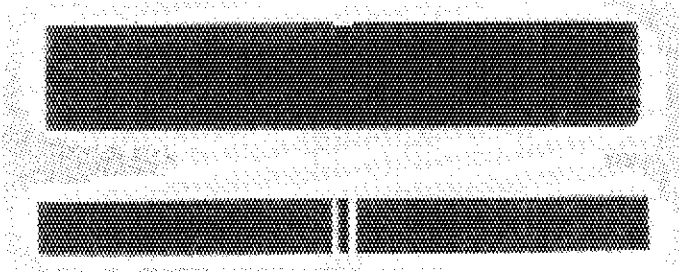


(b)

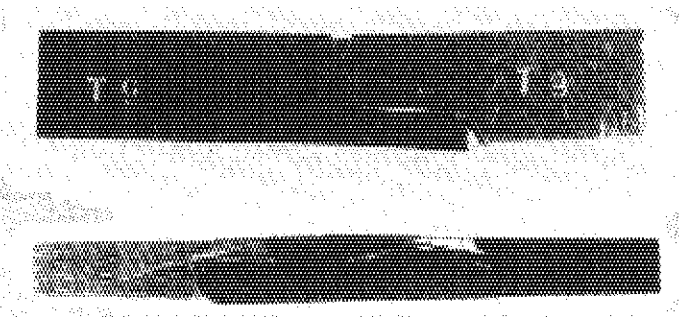
図 5. 4 Ti-6Al-4V シャルピー試験片の873K、4Mpa水素下での曝露前後の様子  
(a) 曝露前、(b) 168 時間曝露後



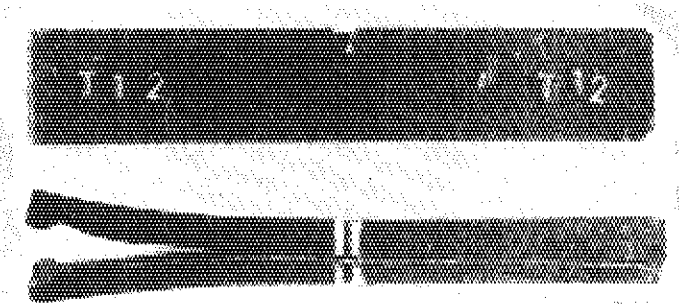
(a)



(b)

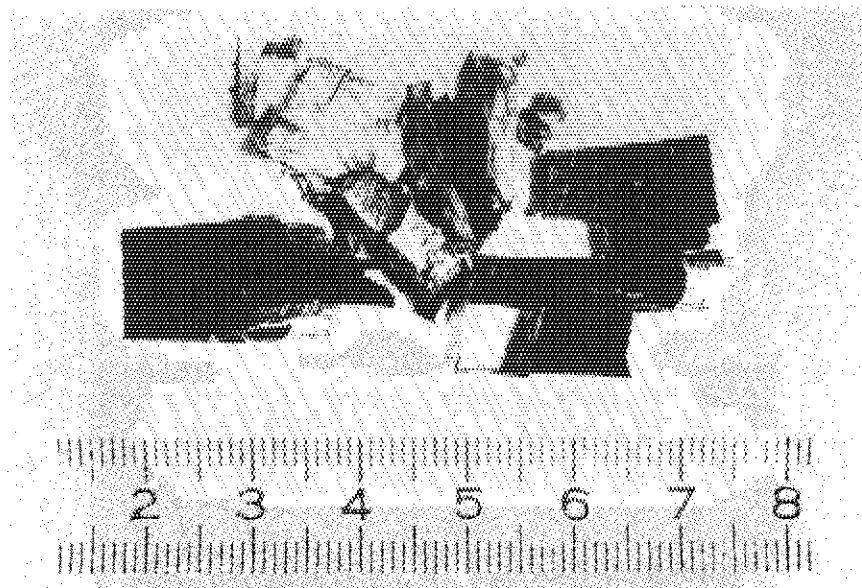


(c)

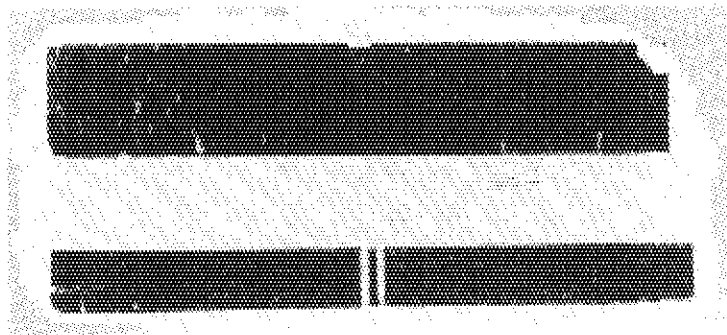


(d)

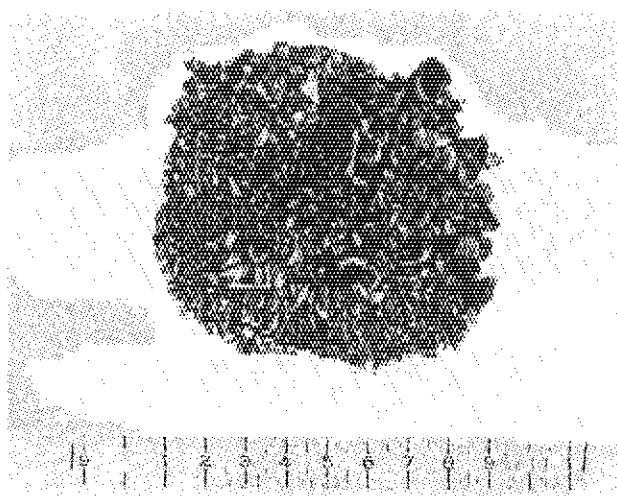
図5. 5 Ti-6Al-4V シャルピー試験片の673K、0.1~4Mpa水素下で0~168時間曝露の様子  
(a) 曝露前、(b) 673K、0.1Mpa、168時間曝露、(c) 673K、1Mpa、44時間曝露  
(d) 673K、4 Mpa、12時間曝露



(a)



(b)



(c)

図 5. 6 Ti-6Al-4V シャルピー試験片の773K~803K、4~5Mpa水素下で0.1~168 時間曝露の様子  
(a) 773K、4Mpa、<0.1時間、(b) 823K、4.5Mpa、<0.1 時間曝露  
(c) 803K、5Mpa、168 時間曝露

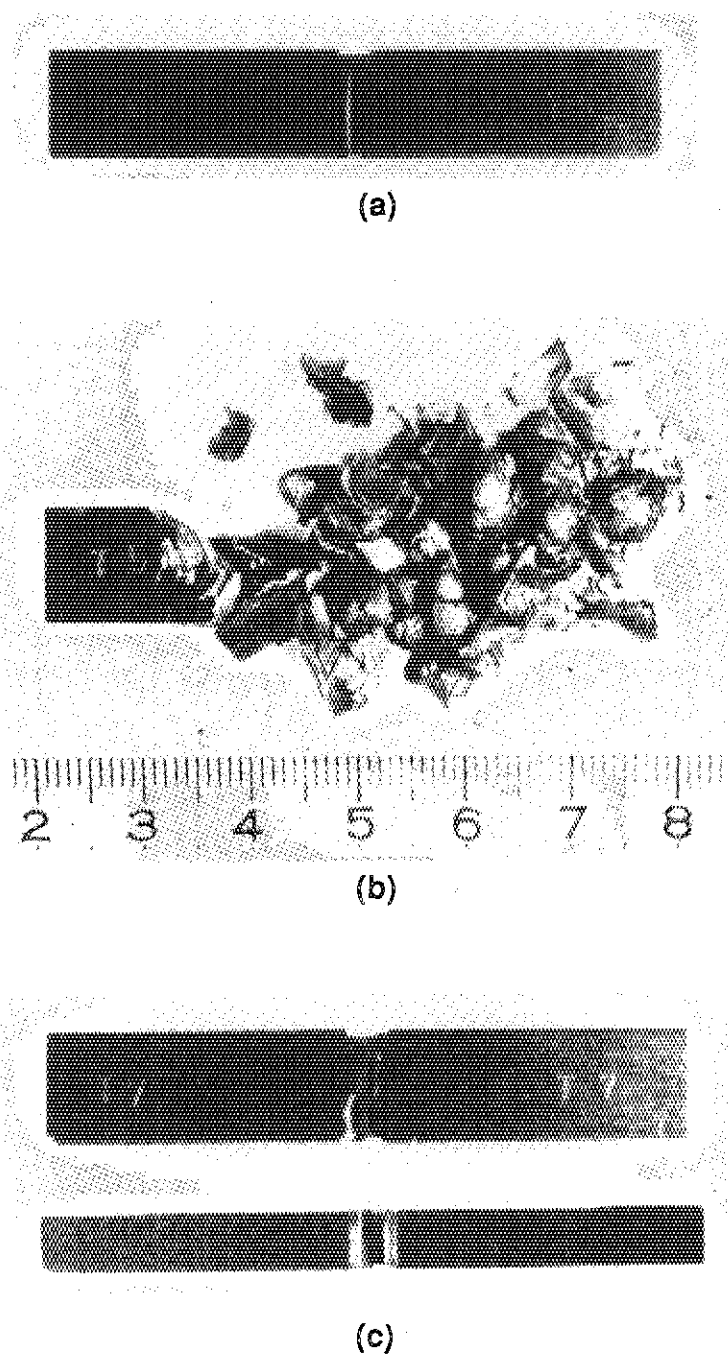
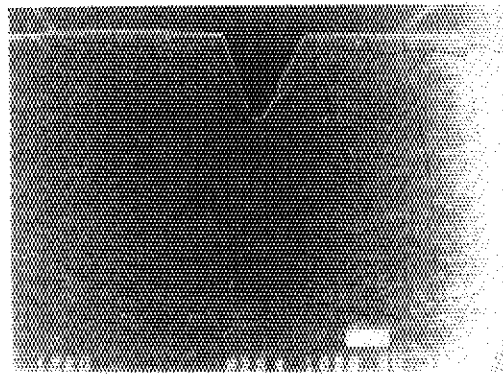
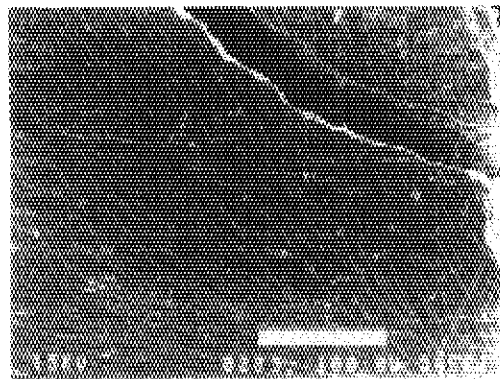


図5. 7 Ti-6Al-4V シャルピー試験片の873K, 0.1~4Mpa水素下で0.1~4 時間曝露の様子  
(a) 873K、0.1Mpa、<0.1 時間曝露 (b) 823K、1Mpa、<0.1時間曝露  
(c) 823K、4 Mpa、4 時間曝露



(a)



(b)

図5. 8 8/3K、4 Mpa、水素下4.0 時間曝露後、シャルピー試験片の表面に発生した損傷状況

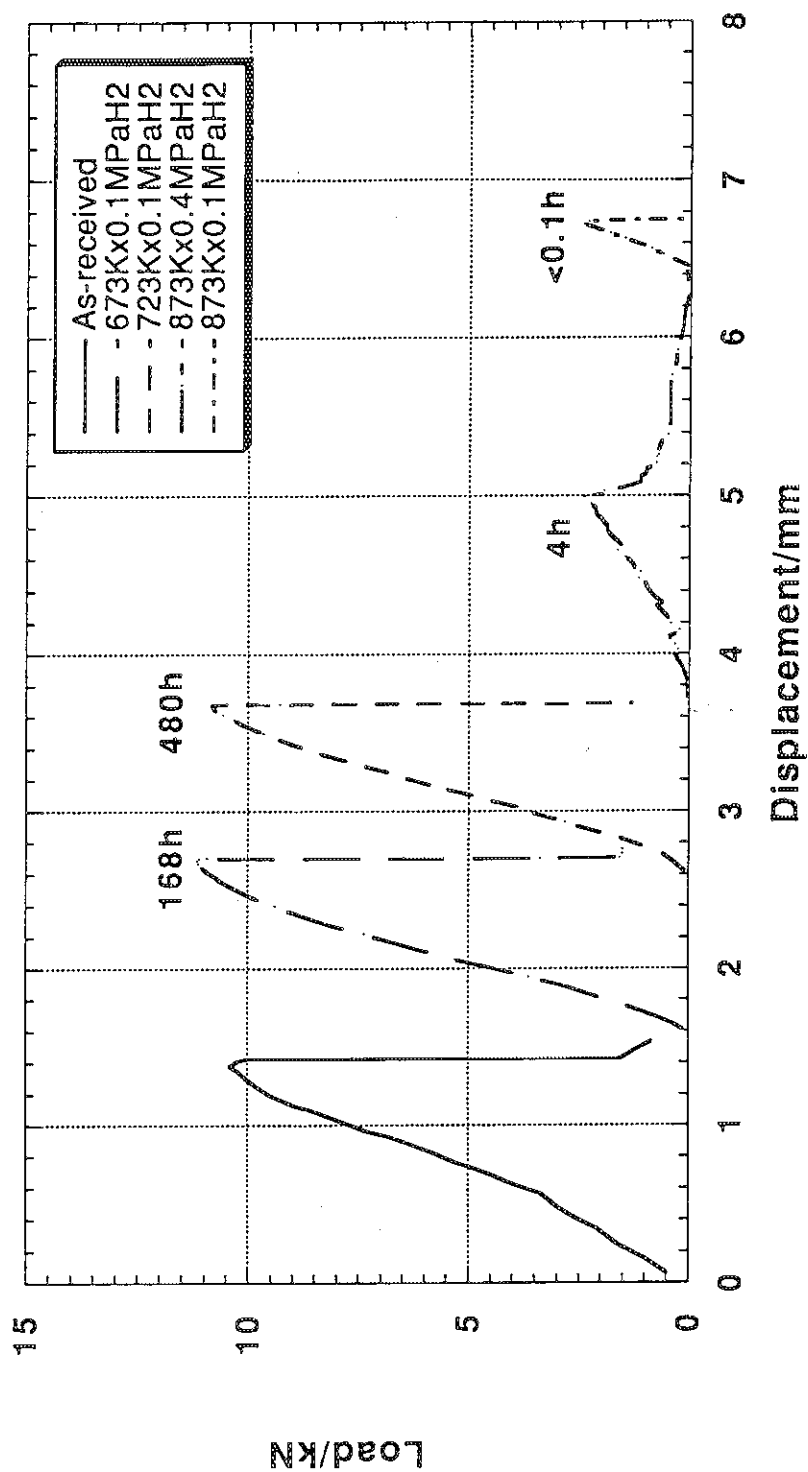
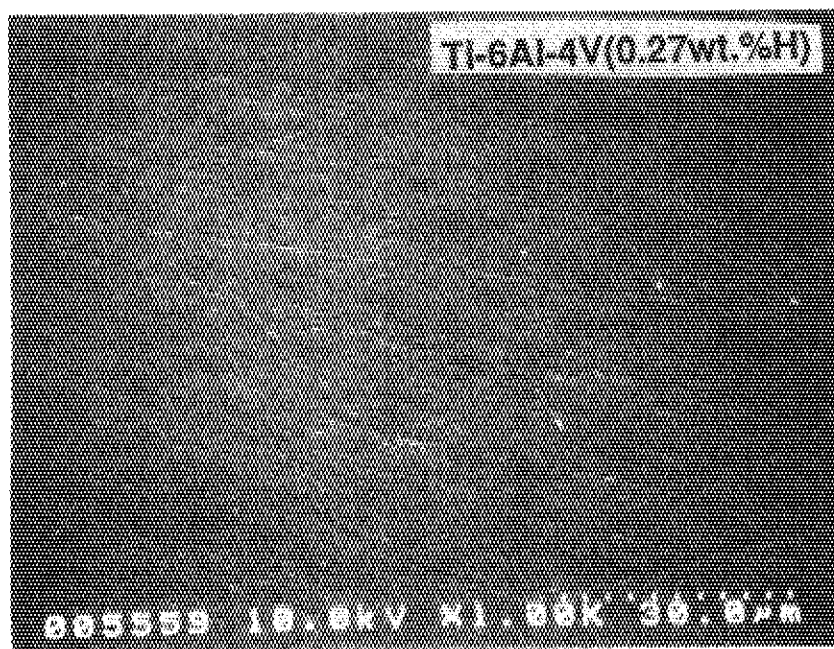
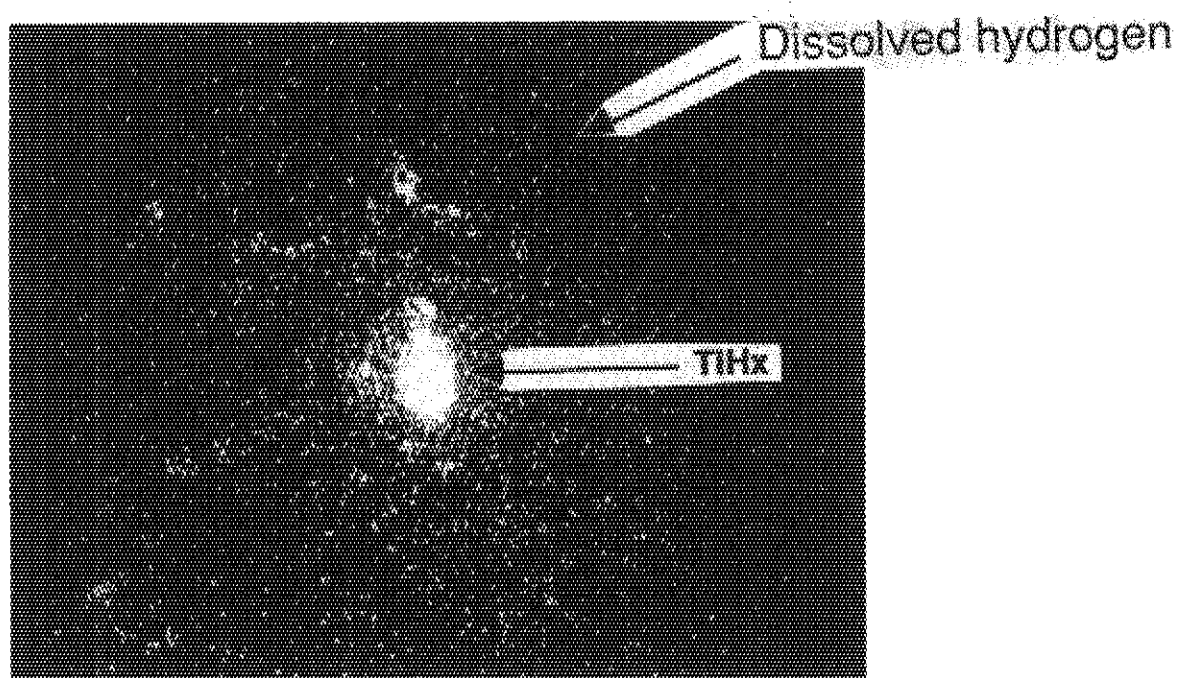


図5. 9 長時間水素曝露後、シャルピー試験片の曲げ荷重-クロスヘッド変化曲線



(a)



(b)

図 5. 10 SIMSで観察した0.27wt.H<sub>2</sub>%吸蔵したTi-6Al-4V 材料中の水素濃度分布



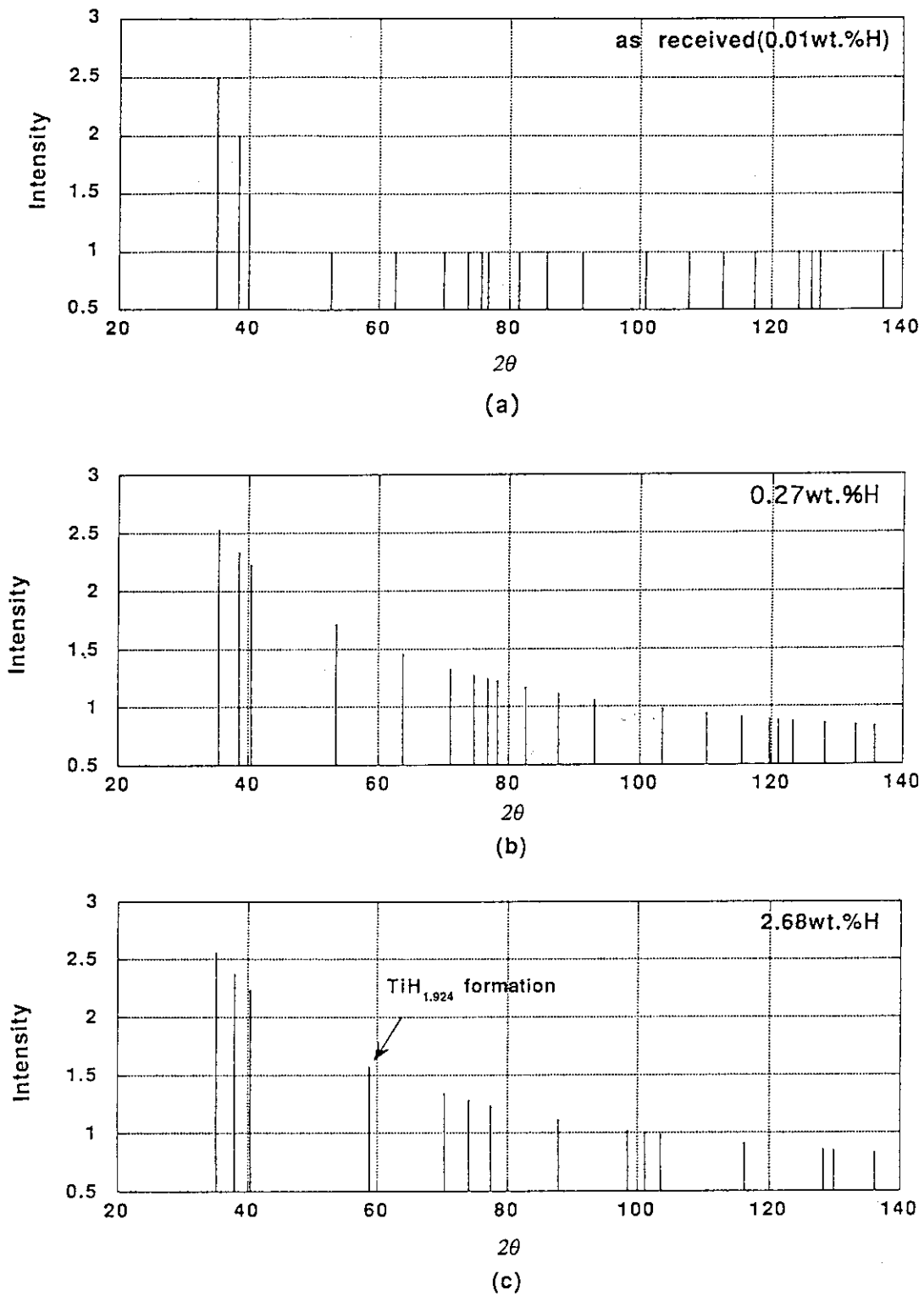


図 5. 11 水素吸蔵量が (a) 0.01wt. H<sub>2</sub>%, (b) 0.27wt.H<sub>2</sub>%, (c) 2.68wt.H<sub>2</sub>%の試験片で得られたX線パターン

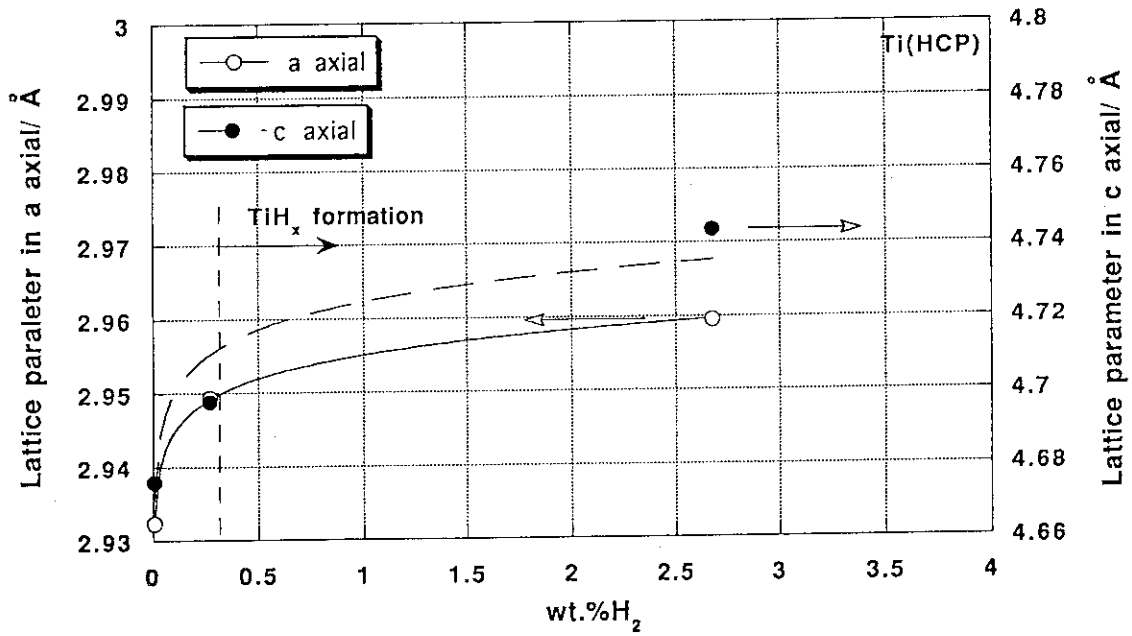


図5. 12 0~2.76 wt.H<sub>2</sub>%におけるTi-6Al-4V材の $\alpha$  Tiの a 軸及 c 軸の格子パラメータ

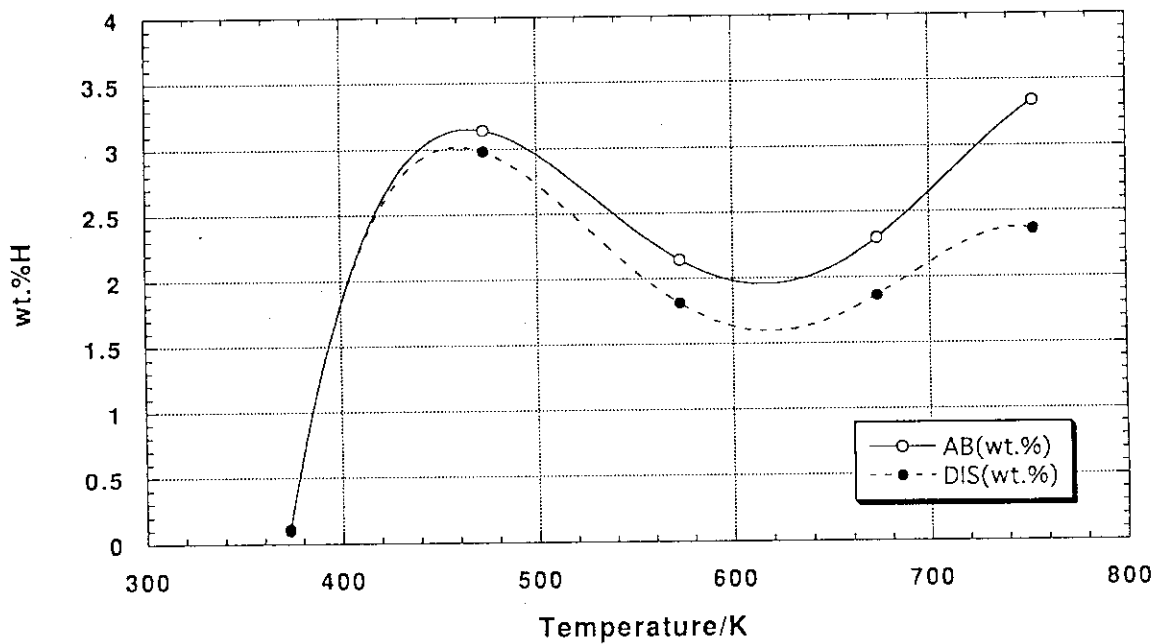


図5. 13 Ti-6Al-4V材の試験温度と最大水素吸蔵率との関係 (AB=吸蔵, Dis=解離)

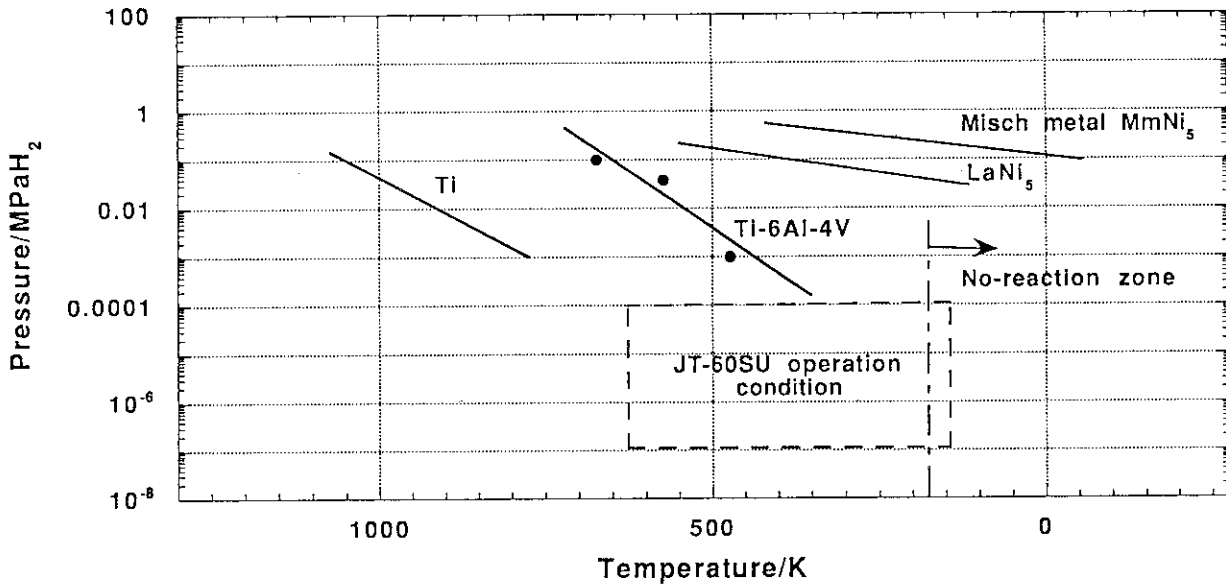


図5. 14 Ti-6Al-4Vとレファレンス材[8]のVant hoff 線図及びJT-60 SU運転条件

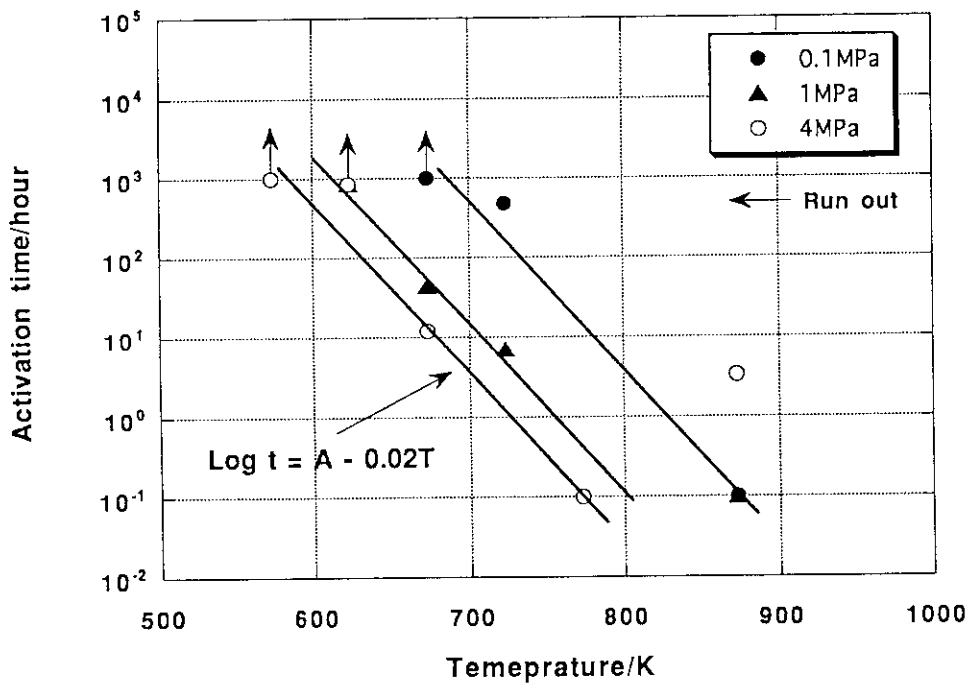


図5. 15 水素圧力をパラメータとした活性化時間と温度との関係

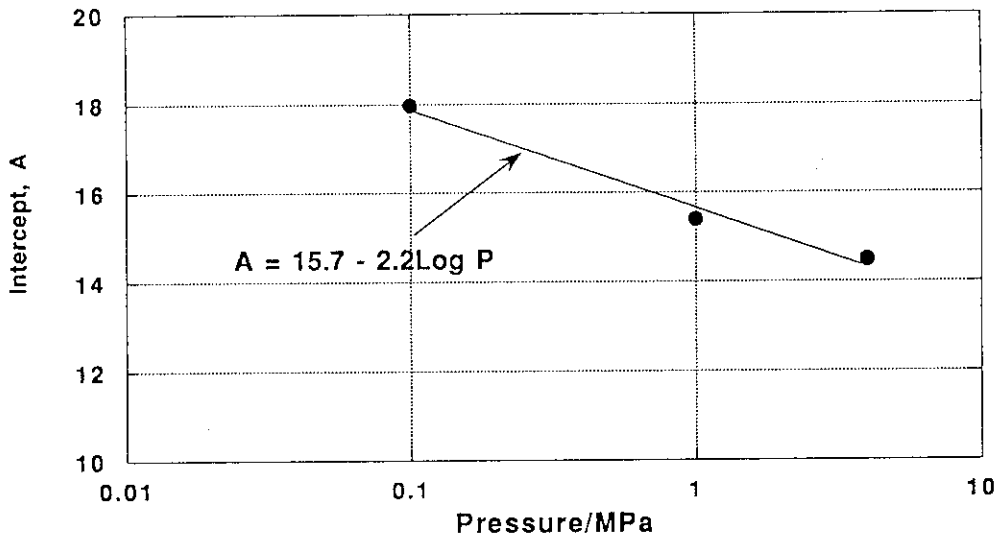


図5. 16 水素圧力と (1) 式におけるパラメーターAとの関係

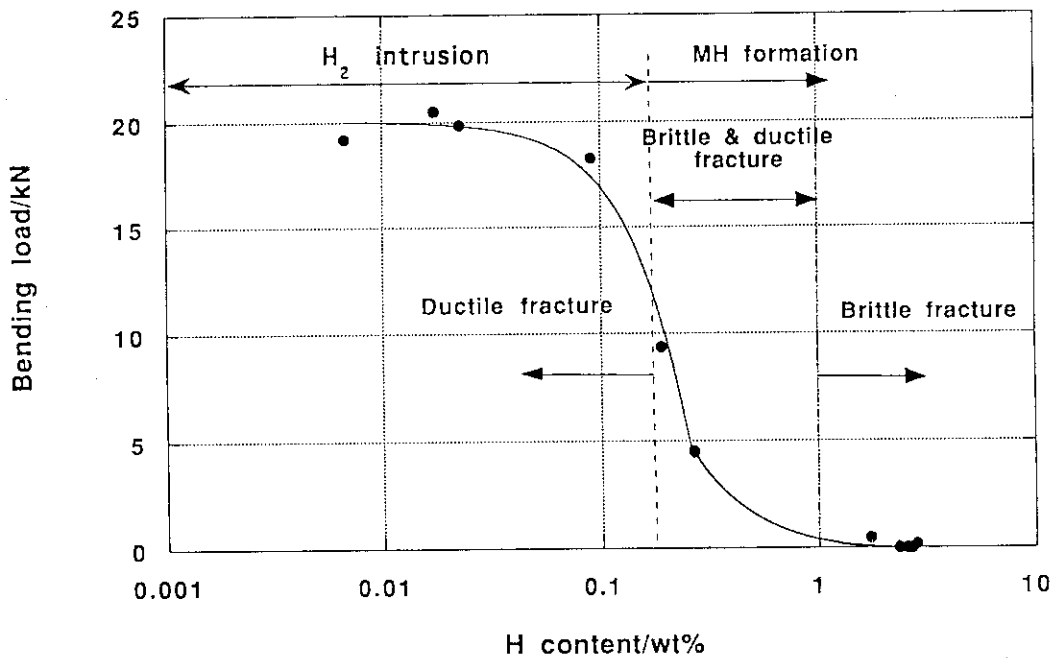


図5. 17 水素濃度と曲げ強さとの関係

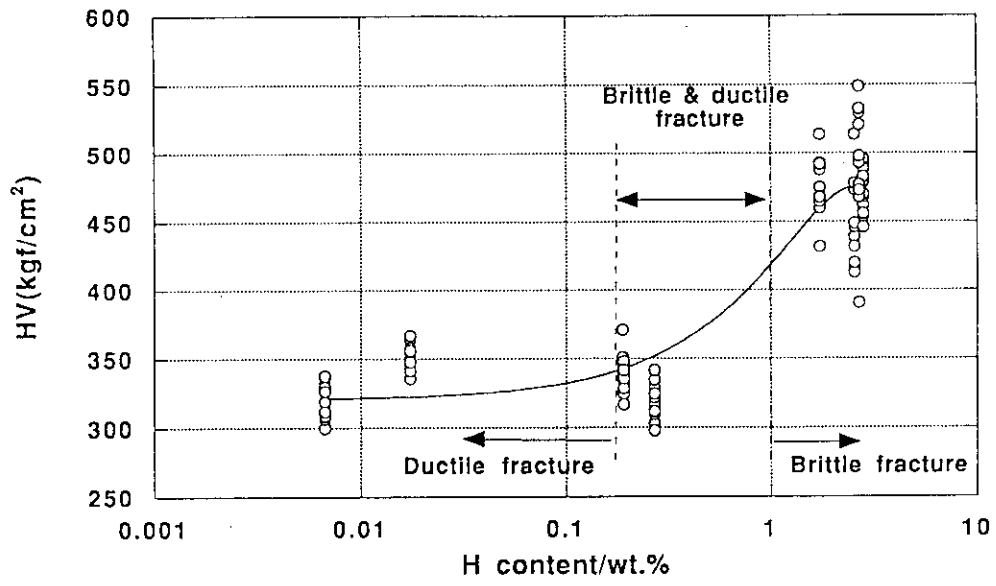
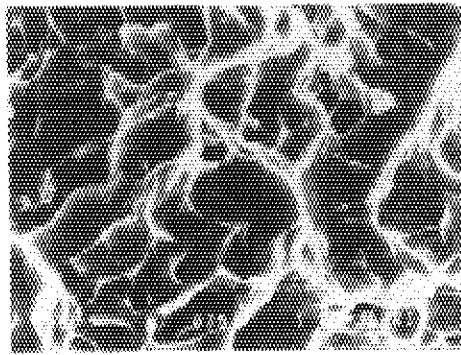
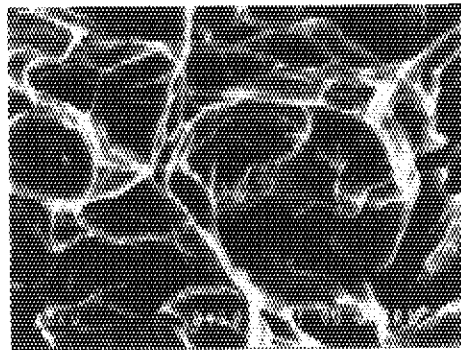


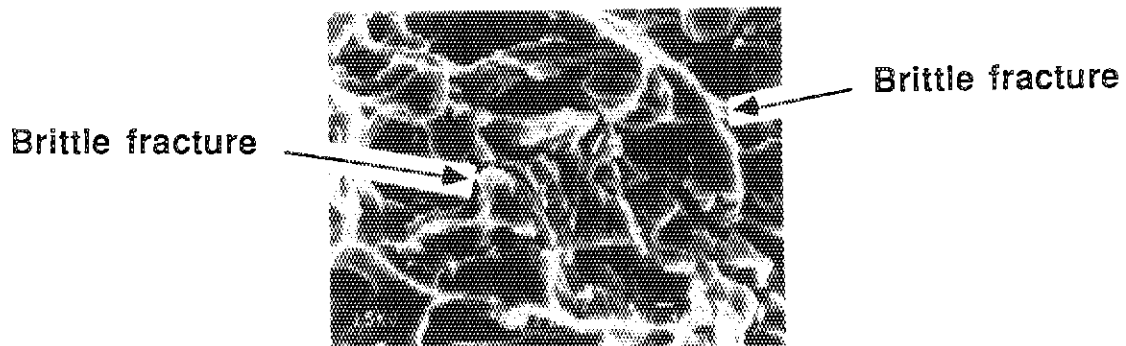
図5.18 水素濃度と硬さとの関係



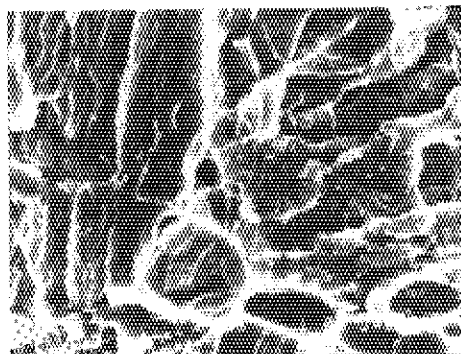
(a) 0.001wt.%H



(b) 0.1 wt.%H



(c) 0.19 wt.%H



(d) 2.33 wt.%H

図 5.19 曲げ試験片破面のSEM写真 (a)0.001wt.H<sub>2</sub>%, (b)0.1wt.H<sub>2</sub>%, (c)0.19wt.H<sub>2</sub>%, (d)2.33wt.H<sub>2</sub>%

## 6. Ti-6Al-4V 合金材料試験のまとめ

## 1) Ti-6Al-4V合金の水素吸蔵と材料強度特性について

高温水素雰囲気中でマイクロ天秤を用いて水素吸蔵量測定 (500℃、10~50 TorrH<sub>2</sub>) し、その後、材料強度試験を実施した。

水素吸蔵が0.084wt.%までは引張強度は低下しなかった。0.02wt.%まではむしろ引張強度は改善され強度が増した。0.2%耐力は0.05wt.%を超えると次第に低下し始める。その後、最大引張強さ、0.2%耐力共に急激に低下することが予想された。0.095~0.17 wt.%まで吸蔵すると自己破損 (0.095wt.%では一部破損、0.17wt.%では全数完全破損) に至る。硬さ試験では0.05wt.%までの平均的な硬さは増加する傾向にあり、0.05wt.%付近では硬さのバラツキが大きくなり、その後、次第に低下し始め、0.17wt.%では急激に劣下する。伸びは、0.06wt.%において母材の1/2になる。したがって、材料としては~0.05wt.%までは使用可能と考えられる。また、溶接片の試験では、溶接無し試験片と材料強度特性に大きな違いは無いが、引張試験の破断ヶ所はほとんど溶接部に集中していた。水素吸蔵速度は300℃と400℃では大きな変曲点を感じられ、さらに高温になり400℃と500℃では前記より少し小さな変曲点を感じられた。したがって、真空容器に使用するためには使用温度は300℃前後より低めで運転することが望まれる。

また、試験を通じて以下の事が解った。比較的高温 (~400℃) では、吸蔵速度は比較的緩慢であるが~600℃程度でフラッシング (真空中、~10分) した後、4~500℃で水素吸蔵するとフラッシング無しの時と比較して、一段と吸蔵速度が高くなることを経験した。これは表面酸化膜等が破壊され、表面が活性化していると考えられる。また、同じ吸蔵条件で比較して、溶接試験片が約2倍程度吸蔵速度が早かった。高温状態 (~500℃) において、一旦水素吸蔵を開始すると飽和すること無しに自己破損 (最終的には自己発熱し吸蔵反応助長する。) するまで吸蔵する。ただし、温度を下げるとその過程である程度吸蔵 (重量増加) するが停止する。常温では、吸蔵状態保持している様子。真空中で高温にしないと脱ガスはしない。ただし、脱ガスのために高温 (~600℃) にすると、表面酸化、窒化膜等が破壊され、Ti合金が活性化する可能性が有り (未確認)、比較的低温 (~2,300℃) であれば有る程度脱ガスの効果が期待できる。

## 2) Ti-6Al-4V合金中の重水素イオン透過について

600K以下では、入射された重水素イオンは、ほぼ膜中に残留する。透過実験条件下 (0.5KeV,  $6.4 \times 10^{18} \text{D}^+ \text{ions}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$ ; ~760K) では水素化物の形成は見られなかった。0.1mm t の試料膜の重水素透過は500K以上で3時間以内で観察できた。透過/入射フラックス比は、633Kで  $3.3 \times 10^{-3}$ 、753Kで  $4.8 \times 10^{-3}$  あった。透過の律速は合金中の透過側への拡散であり透過の活性化エネルギーは600K以上の領域で0.12eVである。また、重水素の合金内の拡散係数は498K~673K温度下では  $D=2.0^{10} (\text{m}^2 \text{s}^{-1}) \exp(-0.32(\text{eV})/kt)$  の式で表わされることがわかった。

いま、Ti-6Al-4Vの真空容器としての適用性を考慮すると、壁厚10mm、温度773K、照射フラックスD、Tで  $10^{16} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$  とした場合、定常状態で透過フラックスは  $5 \times 10^{13} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$  となり、壁を拡散透過するのに約140日かかると推定できる。

核融合炉の真空容器の運転温度ではトリチウム透過は問題ではないと思われる。しかし長時間運転及び高フルエンス下ではトリチウムインベントリー及び大型の欠陥が生じ得る可能性がある。このことから酸化膜など何らかの透過バリアを持った材料の使用が重要と思われる。

## 3) Ti-6Al-4V合金の放射化分析について

Ti合金 (Ti-6Al-4V) について、2社の試料で放射化分析を行った。その結果、Al, V, Fe についてはミルシートに記載の値より高めの数値 (Al:5.5~6.75wt.% → 7.1~7.3wt.%, V:3.5~4.5wt.% → 5.2~5.6wt.%, Fe:0.3, 0.03wt.% → <0.3, <0.15wt.%) が得られた。また、ミルシートに記載は無いが以下の不純物が含まれていた。Ni:0.008~0.011wt.%, Co:<0.001wt.%, Mn:0.03~0.06wt.%である。放射化分析時のγスペクトルで、要注意の核種は天然存在比 (8%) は小さいが、<sup>46</sup>Ti (n,p) <sup>46m</sup>Sc, σ = 0.210barn at 14.7MeVの<sup>46</sup>Sc (T<sub>1/2</sub> = 83.8d, 0.889, 1.120MeV) である。その他の核種で問題となりそうなものはミルシートに記載は無いが以下の不純物である。Ni:0.008~0.011wt.%, Co:<0.001wt.%,

Mn:0.03~0.06wt.%である。ただし、上記に述べたように実際に使用するに当たっては、あまり問題となるような量ではないが、念のため使用予定社の材料を放射化分析で不純物量を把握の上、安全解析をすべきである。

以上の試験結果等から、ガス出しを含め比較的低温(200~300℃)で使用(運転)可能であれば、水素吸蔵速度が緩慢であることから真空容器として使用可能であると考えられる。Ti合金の低放射化材としての特徴に優る他の材料が見い出され無い限り、候補材料から削除は出来ない魅力が有る。ただし、早急に1) 活性化温度領域の存在の有無の確認、2) 溶接面への水素吸蔵遍析の有無の確認を最低限明かにすべきである。

## 謝 辞

放射化分析試料の調整について、切り出し、加工に協力いただきました炉心プラズマ第1実験室の部氏、第2試験室高橋昇竜氏に感謝致します。

多忙中にも係わらず、計画室の要請に御協力いただき、実験・検討をしていただいた方々(重水素透過挙動-トリチウム研;放射化分析-核融合中性子研;水素吸蔵と機械強度試験-炉心工学研、東京大学、(株)東芝;水素化特性と機械的特性-材料強度研)及び関係者の方々に深く感謝致します。

Ti合金試験及び結果をとりまとめるに当たって、終始、有益な議論、教示をいただきました計画室菊池満GL,永見室長に感謝いたします。



Mn:0.03~0.06wt.%である。ただし、上記に述べたように実際に使用するに当たっては、あまり問題となるような量ではないが、念のため使用予定社の材料を放射化分析で不純物量を把握の上、安全解析をすべきである。

以上の試験結果等から、ガス出しを含め比較的低温(200~300℃)で使用(運転)可能であれば、水素吸蔵速度が緩慢であることから真空容器として使用可能であると考えられる。Ti合金の低放射化材としての特徴に優る他の材料が見い出され無い限り、候補材料から削除は出来ない魅力が有る。ただし、早急に1) 活性化温度領域の存在の有無の確認、2) 溶接面への水素吸蔵遍析の有無の確認を最低限明かにすべきである。

## 謝 辞

放射化分析試料の調整について、切り出し、加工に協力いただきました炉心プラズマ第1実験室の部氏、第2試験室高橋昇竜氏に感謝致します。

多忙中にも係わらず、計画室の要請に御協力いただき、実験・検討をしていただいた方々(重水素透過挙動-トリチウム研;放射化分析-核融合中性子研;水素吸蔵と機械強度試験-炉心工学研、東京大学、(株)東芝;水素化特性と機械的特性-材料強度研)及び関係者の方々に深く感謝致します。

Ti合金試験及び結果をとりまとめるに当たって、終始、有益な議論、教示をいただきました計画室菊池満GL、永見室長に感謝いたします。