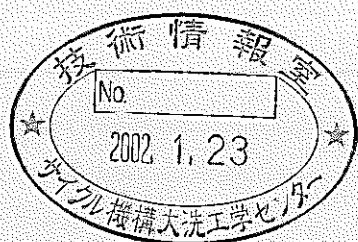


フェライト系ODS鋼被覆管の製造技術開発 (研究報告)



2001年9月

核燃料サイクル開発機構
大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184,
Japan

© 核燃料サイクル開発機構
(Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2001

フェライト系 ODS 鋼被覆管の製造技術開発 (研究報告)

水田 俊治¹⁾、藤原 優行²⁾、鶴飼 重治¹⁾

要旨

高速増殖炉の実用化のため、高速炉炉心構成材料として高照射量まで組織安定性が高く、スエリングや高温強度に優れた材料として酸化物分散強化型(ODS)フェライト鋼の開発を進めている。被覆管の製造工程において加工方向に伸張した結晶粒に起因する強度異方性を改善するため、再結晶技術を用いたフェライト系ODS鋼被覆管の製造方法と添加元素の影響について評価した。また、将来の実用規模の観点から、長尺被覆管の量産を可能とする経済性の高い製造プロセスの成立性についても検討した。

本研究で得られた主な結果は以下のとおりである。

- (1) 強度と加工性に影響を及ぼす Ti と Y₂O₃ 添加量をパラメータとして被覆管加工試験を行い、再結晶軟化を行うことにより被覆管作製が可能である。再結晶粒は Ti と Y₂O₃ 添加量が高いほど、圧延方向に伸張した組織を示した。
- (2) 試作した被覆管のリング引張特性は Ti と Y₂O₃ 添加量に依存した強度を示し、0.3Ti-0.23Y₂O₃ の F95 が最も優れた引張強度を示した(F95>F93>F92>F91)。また、どの鋼種についても周方向の一様伸びは全温度範囲に亘って、高温まで十分な延性を有していた。
- (3) 内圧クリープ強度についても Ti と Y₂O₃ 添加量に依存した強度を示し、Ti と Y₂O₃ の複合添加により分散粒子は微細にかつ緻密に分散した。最も強度の高い F95 は目標強度(700°C, 10000h, 120 MPa)を達成できるレベルにある。
- (5) 実用化段階の4回圧延による被覆管試作試験において、途中熱処理では軟化のみさせることにより、最終熱処理で再結晶組織が得られる目処を得た。

1) 大洗工学センター、システム技術開発部、核燃料工学グループ

2) 大洗工学センター、システム技術開発部、核燃料工学グループ（客員研究員）

Development of ODS Ferritic Steel Claddings

(Research Report)

Shunji Mizuta¹⁾, Masayuki Fujiwara²⁾ and Shigeharu Ukai¹⁾

Abstract

Oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steels have been developing as a long life fuel claddings, because they are expected to be superior structure stability and high temperature strength up to high neutron dose. In order to improve a strength anisotropy induced by an elongated grain structure along rolling direction, the effects of manufacturing process and added elements have been studied by means of recrystallization technique. The feasibility study was also conducted for economical manufacturing process with capable of large scale production.

Following results were obtained in this study.

- (1) From cold rolling manufacturing study as a parameter of Ti and Y₂O₃ contents, claddings have been successfully manufactured through softening by recrystallization heat treatment. The grains tend to elongate along rolling direction with increasing Ti and Y₂O₃ contents.
- (2) The ring tensile tests show the improved strength with increasing Ti and Y₂O₃ contents: 0.3Ti-0.23Y₂O₃ has the highest strength. The uniform elongation and ductility in circumferential direction is maintained at entire temperature range.
- (3) The internal creep rupture strength is also improved by finely distributed Y₂O₃-TiO₂ complex oxides. The manufactured cladding with 0.3Ti-0.23Y₂O₃ is expected to attain the target strength (120MPa at 700°C for 10,000h).
- (4) At the cladding manufacturing test with four times rolling, recrystallization structure was realized at the final heat treatment by suppressing heat treatment temperature up to recovery stage at intermediate heat treatment.

1) Nuclear Fuel Research Group, System Engineering Technology Division, O-arai Engineering Center

1) Guest Scientist, Nuclear Fuel Research Group, System Engineering Technology Division, O-arai Engineering Center

目 次

1.はじめに	1
2. フェライト系ODS鋼素管製造	2
2. 1 素管の化学成分	2
2. 2 素管の製造方法	4
2. 3 素管の製造結果	4
3. 被覆管製造試験	6
3. 1 冷間圧延工程	6
3. 2 冷間圧延後の熱処理条件	6
3. 3 各工程での硬さ変化及び組織	7
3. 4 製造被覆管の偏肉率	7
4. 強度特性評価	9
4. 1 供試材	9
4. 2 リング引張試験	9
(1) 試験片形状	9
(2) 試験条件及び試験結果	9
4. 3 内圧クリープ試験及び単軸クリープ試験結果	10
(1) 試験片形状	10
(2) クリープ試験条件及び結果	10
(3) 統一的なクリープ破断式の検討	11
5. 酸化物分散強化しきい応力	12
5. 1 しきい応力の計算	12
5. 2 しきい応力計算値と強度試験結果との相関	13
(1) 引張試験	13
(2) クリープ試験	13
6. 組織観察及び析出物の同定	14
6. 1 抽出レプリカ法による電顕(TEM)組織観察	14
6. 2 抽出分離法による析出物の定量化	14
6. 3 抽出レプリカ法による電顕組織観察結果	14
6. 4 抽出分離法による析出物の定量結果	16
(1) 分析結果	16
(2) 測定精度の問題点	17
7. 4回CR再結晶試験	18
7. 1 試験工程の検討	18
7. 2 試験結果	19
8. 集合組織分析	20
8. 1 目的	20
8. 2 供試材	20
8. 3 電子顕微鏡による組織観察	20
8. 4 EBSP法による結晶方位解析	20
8. 5 組織観察結果	22
8. 6 結晶方位解析結果	22

9. まとめ	24
10. 参考文献	25

表

表 1 平成 9 年度試作 ODS 鋼押出素管の化学成分分析結果 (mass%)	26
表 2 Ti 添加量の過不足の推定	27
表 3 平成 9 年度 ODS 鋼 Ar ガスアトマイズ合金粉末の組成 (mass%)	28
表 4 ODS フェライト鋼押出素管の硬さ測定結果	29
表 5 フェライト系 ODS 鋼押出素管の検査結果	30
表 6 1 回目圧延後の熱処理試験後の硬さ	31
表 7 2 回目圧延後の熱処理試験後の硬さ	32
表 8 フェライト系 ODS 鋼の製造工程と硬さ	33
表 9.1 F94 被覆管 (熱処理仕上げ材) の寸法測定結果 ($\phi 9.4\text{mm}$)	34
表 9.2 F95 被覆管 (熱処理仕上げ材) の寸法測定結果 ($\phi 9.4\text{mm}$)	34
表 10 製造被覆管の偏肉率	35
表 11.1 リング引張試験結果 (F91ST 材)	36
表 11.2 リング引張試験結果 (F91CW 材)	36
表 11.3 リング引張試験結果 (F92ST 材)	37
表 11.4 リング引張試験結果 (F92CW 材)	37
表 11.5 リング引張試験結果 (F93ST 材)	38
表 11.6 リング引張試験結果 (F93CW 材)	38
表 11.7 リング引張試験結果 (F94ST 材)	39
表 11.8 リング引張試験結果 (F94CW 材)	39
表 11.9 リング引張試験結果 (F95ST 材)	40
表 12 フェライト系 ODS 鋼被覆管熱処理仕上げ材の内圧クリープ破断試験結果	41
表 13 フェライト系 ODS 鋼被覆管 25% 冷間加工仕上げ材の 内圧クリープ破断試験結果	42
表 14 フェライト系 ODS 鋼被覆管の単軸クリープ試験結果	43
表 15 透過型電子顕微鏡観察から得られた分散パラメータ	44
表 16 分散パラメータから求めた 700°C でのしきい応力	45
表 17 Ti 及び Y の定量分析結果	46
表 18 全含有量と化合物型含有量の定量分析結果	47
表 19 複合酸化物の推定	48
表 20 形成炭化物の推定	49

図

図 1 再結晶組織に及ぼす Y_2O_3 と過剰酸素量との関係	50
図 2 フェライト系 ODS 鋼押出素管の製造工程	51
図 3 素管の縦断面及び横断面の硬さ	52
図 4 機械加工後の素管の偏肉率	53
図 5 フェライト系 ODS 鋼被覆管の冷間圧延製造方法	54
図 6 1回目圧延後の熱処理温度による硬さ変化（ラボ試験）	55
図 7 2回目圧延後の熱処理温度による硬さ変化（ラボ試験）	55
図 8 被覆管製管工程での硬さ変化	56
図 9 製造被覆管の偏肉率	57
図 10 強度試験片形状	58
図 11.1 フェライト系 ODS 鋼被覆管リング引張の 0.2%耐力の比較 (ST 材)	59
図 11.2 フェライト系 ODS 鋼被覆管リング引張の引張強さの比較 (ST 材)	59
図 11.3 フェライト系 ODS 鋼被覆管リング引張の一様のびの比較 (ST 材)	60
図 11.4 フェライト系 ODS 鋼被覆管リング引張の破断のびの比較 (ST 材)	60
図 12.1 リング引張強度に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F91)	61
図 12.2 延性に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F91)	61
図 12.3 リング引張強度に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F92)	62
図 12.4 延性に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F92)	62
図 12.5 リング引張強度に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F93)	63
図 12.6 延性に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F93)	63
図 12.7 リング引張強度に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F94)	64
図 12.8 延性に及ぼす 25%冷間加工の影響 (F94)	64
図 13.1 0.2%耐力に及ぼす 25%冷間加工の影響	65
図 13.2 引張強さに及ぼす 25%冷間加工の影響	65
図 13.3 一様のびに及ぼす 25%冷間加工の影響	66
図 13.4 破断のびに及ぼす 25%冷間加工の影響	66
図 14 内圧クリープ破断試験結果 (熱処理仕上げ材)	67
図 15 内圧クリープ破断強度に及ぼす 25%冷間加工度の影響	67
図 16 25%冷間加工材の熱処理仕上げ材からの内圧クリープ破断時間の低減比	68
図 17 内圧クリープ破断強度と単軸クリープ破断強度の比較 (熱処理仕上げ材)	69
図 18 内圧クリープ破断強度と単軸クリープ破断強度の比較 (25%CW 材)	69
図 19 内圧クリープ応力の試験温度の 0.2%耐力による応力の規格化	70
図 20 内圧クリープ応力の試験温度の引張強さによる応力の規格化	70
図 21 Srolovitz 機構によるしきい応力と引張強度との関係	71
図 22 強度異方性に及ぼす粒界すべりの影響	72
図 23 電解抽出による化合物型組成分析方法	73
図 24-1 F91 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 1)	74
図 24-2 F91 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 2)	75
図 24-3 F91 の EDX 分析結果 (微細粒子の集合部)	76
図 25-1 F92 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 1)	77
図 25-2 F92 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 2)	78

図 25-3 F92 の EDX 分析結果 (微細粒子の集合部)	79
図 26-1 F93 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 1)	80
図 26-2 F93 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 2)	81
図 26-3 F93 の EDX 分析結果 (微細粒子の集合部)	82
図 27-1 F94 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 1)	83
図 27-2 F94 の EDX 分析結果 (微細粒子の集合部)	84
図 28-1 F95 の EDX 分析結果 (やや大きい粒子 1)	85
図 28-2 F95 の EDX 分析結果 (微細粒子の集合部)	86
図 29 7 A 材素管を用いた 4 回圧延試験工程	87
図 30 7 A 材の 4 回圧延による再結晶化試験のミクロ組織 ($\times 400$)	88
図 31 高温熱処理による途中再結晶組織を含む従来工程	89
図 32 途中再結晶を含む高加工圧延による再結晶特性評価試験 (3 回目圧延後の熱処理なし)	90
図 33 途中軟化熱処理による再結晶被覆管製管 4 回 CR 工程	91
図 34 供試材の製造プロセスおよび記号	92
図 35 菊池線の発生とその原理図	93
図 36 菊池線からの方位解析方法	93
図 37 OIM 構成の模式図	94
図 38 結晶方位カラーマッピング表示のカラーキー	95
図 39 結晶方位のカラーマッピング	96
図 40 圧延方向 (RD) を法線とする結晶方位のカラーマッピング	97
図 41 1A4 材の集合組織	98
図 42 2A4 材の集合組織	99
図 43 4A4 材の集合組織	100
図 44 2A6 材の集合組織	101
図 45 3A6 材の集合組織	102
図 46 4A6 材の集合組織	103

写真

写真 1 フェライト系 ODS 鋼押出素管の光顕観察及び硬さ	104
写真 2 1回目圧延後の熱処理試験（×400倍、縦断面）	105
写真 3 2回目圧延後の熱処理試験（×400倍、縦断面）	106
写真 4 F91 の各工程での光顕観察及び硬さ	107
写真 5 F92 の各工程での光顕観察及び硬さ	108
写真 6 F93 の各工程での光顕観察及び硬さ	109
写真 7 F94 の各工程での光顕観察及び硬さ	110
写真 8 F95 の各工程での光顕観察及び硬さ	111
写真 9-1 フェライト系 ODS 鋼被覆管の光顕観察及び硬さ S T材	112
写真 9-2 フェライト系 ODS 鋼被覆管の光顕観察及び硬さ C W材	113
写真 10-1 画像処理に用いた薄膜TEM観察組織 (F91、F92)	114
写真 10-2 画像処理に用いた薄膜TEM観察組織 (F93、F94)	115
写真 10-3 画像処理に用いた薄膜TEM観察組織 (F95)	116
写真 11-1 F91 のTEM観察結果	117
写真 11-2 F91 のTEM観察結果	118
写真 11-3 F91 のTEM観察結果	119
写真 12 F92 のTEM観察結果	120
写真 13 F93 のTEM観察結果	121
写真 14 F94 のTEM観察結果	122
写真 15-1 F95 のTEM観察結果	123
写真 15-2 F95 のTEM観察結果	124
写真 16 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 1回目圧延・焼鈍 (1100°C) 後 [記号: 1A4]	125
写真 17 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 2回目圧延・焼鈍 (1150°C) 後 [記号: 2A4]	126
写真 18 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 2回目圧延・焼鈍 (1050°C) 後 [記号: 2A6]	127
写真 19 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 4回目圧延・焼鈍 (1150°C) 後 [記号: 4A4]	128
写真 20 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 3回目圧延・焼鈍 (1050°C) 後 [記号: 3A6]	129
写真 21 7A材 (12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y ₂ O ₃) 4回圧延工程中の組織 4回目圧延・焼鈍 (1150°C) 後 [記号: 4A6]	130
写真 22 F94 (12Cr-2W-0.3Ti-0.24Y ₂ O ₃) 2回圧延工程 2回目圧延・焼鈍 (1150°C) 後	131

1. はじめに

高速増殖炉の実用化のために、高速炉炉心構成材料として高照射量まで組織安定性に優れ、スエリングや強度低下が小さい材料の開発が重要であり、そのような炉心構成材料として酸化物分散強化型(ODS)フェライト鋼の開発を進めている。この材料はフェライト鋼の有する優れた耐スエリング性に、マトリックスに安定な酸化物を分散させて、その高温強度を改善させた材料である。

酸化物分散強化型(ODS)フェライト鋼被覆管の開発は、被覆管の製造工程における冷間加工時に加工方向に組織が伸張するために起こる強度異方性の改善を図るために、最終熱処理として再結晶処理を利用するフェライト系ODS鋼と、マルテンサイト変態を利用するマルテンサイト系ODS鋼の2つの熱処理によるアプローチによって開発を進めている[1]。その開発目標強度は、700°C, 10000時間で周応力120MPa以上の内圧クリープ強度[2]としている。

フェライト系ODS鋼被覆管について、いかに最終のODS鋼被覆管に十分な再結晶組織を得て粒界滑りによる強度異方性を低減するかが重要であり、平成7年度に試作した素管を用いた2回CR予備試験(2回のピルガー圧延と熱処理)から、再結晶被覆管の製造見通しを得た[2]。本報告書ではフェライト系ODS鋼被覆管の製造技術開発として、被覆管製造性と再結晶特性に及ぼす合金成分の影響を調べるために、これまでの実績を踏まえて、2回CRにより強度特性に及ぼす影響の高いTiとY₂O₃の添加量を変えたフェライト系ODS鋼被覆管を作製して、その強度特性を評価した。

また、実用化段階の被覆管製造工程として4回CR(4回の加工と熱処理)により、再結晶試験を行った結果について、集合組織調査と合わせて報告する。

2. フェライト系 ODS 鋼素管製造

フェライト系 ODS 鋼素管は、過去の試作実績から被覆管の冷間圧延が可能と考えられる再結晶範囲内の成分において、再結晶特性と強度に影響を及ぼすと考えられる Ti と Y₂O₃ 添加量を変えた 5 種類の成分について試作した。この内の 1 種類の成分ではメカニカルアロイング (MA) 雰囲気の影響を調べるために He 雰囲気中で MA した粉末を用いた（通常は Ar 雰囲気中）。

2. 1 素管の化学成分

フェライト系 ODS 鋼の基本成分として、Cr 添加量については母相をフェライト相にするためには 12wt% 以上の添加が必要であるが、13wt%（以下%）を越えると α' 相が形成され照射脆化を招くため 12%とした [3]。W については固溶強化元素でありクリープ強度の向上に寄与するが、過剰な添加（～3%）はラーベス相の (Fe₂W) を形成し延性低下を招くことから 2%程度とした。分散強化型の第二相粒子として Y₂O₃ を添加し、さらに Ti を添加して Y₂O₃ · XTiO₂ 複合酸化物の形成による酸化物分散の微細化を図った [4, 5]。

フェライト系 ODS 鋼被覆管の強度異方性を改善するためには、製管加工時に軸方向に伸長する結晶粒形状を等方化して内圧に対する粒界すべりを抑制する再結晶組織の導入が有効であることが明らかになっている [6, 7]。再結晶組織の導入にあたっては、図 1 に示すようなイットリアと過剰酸素量（酸化物として結合している以外の酸素量）の関係 [8, 9] により、過剰酸素量は 0.1% 程度に制御してきたこれまでの実績 [2] に基づいて、最大のイットリア添加量は 0.23% を目標とした。

前年度までの研究成果によって、フェライト系 ODS 鋼の特性改善の方策としては、以下の 4 項目が挙げられる。

- ① 内圧クリープ破断強度改善のためには再結晶率を向上させることにより、結晶粒を等軸化させることが必要である。
- ② ピルガー圧延による熱処理前の冷間加工率は歪みエネルギーを蓄積させて、一気に再結晶させるために高めが有利であり、冷間加工・熱処理の回数は少ない方が再結晶しやすい。
- ③ 被覆管強度を高めるためには、Ti 添加量、Y₂O₃ 添加量を増加させなければならないが、再結晶性及び加工性を考慮すると、これらの添加量は少ない方が有利である。

④ Ar ガス中のメカニカルアロイング (MA) 処理は、マトリックス中に 40ppm 前後の Ar ガスを含有させるため、高速増殖炉内においてスエリング特性を低下させる可能性がある。また、更に耐スエリング特性を向上させるためには冷間加工仕上げが有利と考えられる。

そこで、本研究では①, ②を考慮してピルガー圧延回数を 2 回に制限し、高い冷間加工率で加工する新工程を ODS 鋼被覆管試作に適用するため、適切な形状の素管の試作を実施した。この新工程は前回の研究で先行して行われた 7 A 材において実績のある工程[2]である。化学成分については③を考慮して、再結晶性を重視した Ti と Y₂O₃ 添加量の低い成分から、強度を重視したそれらの添加量の高い成分までの添加元素の影響を調べることにした。また、④を考慮して、He 霧囲気中でのメカニカルアロイング処理を行い、従来の Ar 霧囲気中との比較を行うことにした。更に、熱処理仕上げと 25% 冷間加工仕上げの影響を検討することにした。

このようにして、フェライト系 ODS 鋼は化学成分の適正化を図るために以下に示すような Ti と Y₂O₃ 添加量を変えた素管の試作を実施した（詳細成分は表 1）。

F91 : 12Cr-2W-0.1Ti-0.08Y₂O₃

F92 : 12Cr-2W-0.1Ti-0.12Y₂O₃

F93 : 12Cr-2W-0.2Ti-0.20Y₂O₃

F94 : 12Cr-2W-0.3Ti-0.24Y₂O₃ (He 中 MA)

F95 : 12Cr-2W-0.3Ti-0.24Y₂O₃

F91, F92 は加工性と再結晶性を重視した成分であるため Ti と Y₂O₃ 添加量を抑えているが、F93, F95 は強度を重視した成分であるため Ti と Y₂O₃ 添加量を高めに設定している。また、F94 と F95 では同一成分において、MA 霧囲気の影響を比較評価することにした。これは北大との共同研究による電子線照射試験の結果から、He 霧囲気中のメカニカルアロイングで作製した方が Ar ガス含有量が小さくなるため、ボイドの核生成が抑制されてスエリングが小さくなるとの結果に基づき製造したものである。

ODS フェライト鋼の強度特性に影響するマトリックス中の酸化物粒子の形態については、メカニカルアロイングおよびその後の熱処理による酸化物の形態として、Y₂TiO₅, Y₂Ti₂O₇ が認められている[8]。そのため、モル分率で Ti 添加元素量の過不足を計算した結果を表 2 に示す。ここでは、添加した C は全量が微細な炭化物 TiC を形成するとし、残りの Ti は Y₂O₃ との

複合酸化物を形成するとした場合について計算した。F91～F93 では C 添加量が過剰になっており、この場合には Ti の全量が TiC を形成するのに使われてしまうため、Y₂TiO₅、Y₂Ti₂O₇ 複合酸化物の形成に必要な Ti 添加量は不足する傾向を示した。一方、成分組成が同一な F94 及び F95 では、Ti 添加量を 0.30wt% に高めているため、添加した C が全量 TiC を形成すると仮定した場合でも余剰な Ti があり、その Ti は過剰な酸素と結合して TiO₂ を形成することができる。計算された TiO₂ と Y₂O₃ のモル分率はそれぞれ 0.125at% 及び 0.106at% であることから、ほぼ 1:1 の割合で複合酸化物を形成すると考えられるため、複合酸化物は Y₂TiO₅ が主体で、若干 TiO₂ が過剰であることから少量の Y₂Ti₂O₇ が形成されると推察される。

2. 2 素管の製造方法

フェライト系 ODS 鋼押出素管の製造工程を図 2 に示し、Ar ガスアトマイズ法によるプレアロイ合金粉末を各 50kg 作製した。使用した合金粉末の組成を表 3 に示す。これらの合金粉末を基準として、目標組成に不足する成分を金属粉末で補充した。粒径 150nm 以下 (100 メッシュ以下) の合金粉末と平均粒径約 20nm の Y₂O₃ 粉末を混合し、以下の条件で MA 処理を行った。

- ① アジテータ回転速度 : 220rpm
- ② 処理時間 : 48 h
- ③ 雰囲気 : Ar ガス (F94 のみ He ガス)

MA 処理後、アトライターから回収した粉末は篩 (ふるい) により分級して、粒径 125nm 以下 (120 メッシュ以下) の MA 粉末を押出用軟鋼製カプセルに充填した。充填後にはカプセル内を 400°C × 10⁻³Torr × 2h の真空脱氣処理を行ってから密封した。密封したカプセルは 1150°C に加熱した後、熱間静水圧押出を行い棒材に固化成形した。

2. 3 素管の製造結果

素管の化学成分は表 1 に示すように、ほぼ目標組成が達成できている。過剰酸素量は 0.04 ~ 0.09% の範囲にあり、原料粉末の酸素量 (表 3) と比較すると、MA 中に混入した酸素量はかなり低い結果になっている。Ar ガス雰囲気中で MA 処理を行った合金には 33~53ppm の Ar ガスが混入しているが、He ガス雰囲気中で MA 処理を行った F94 の Ar 量は 3ppm であった。

素管の縦、横断面の組織を光学顕微鏡にて観察した結果を写真 1 に示す。この場合、熱処理は施していないが、熱間押出時の 1150°C 加熱によって部分的に再結晶が認められる。Y₂O₃ 添加量が高くなるほど、縦方向 (押出方向) に伸張した結晶粒が多くなり、結晶粒のアスペクト比も大きくなっている。

素管の縦、横断面の硬さ測定結果を表4、図3に示す。これらは熱間押出ままの状態である。縦、横断面の硬さは共に合金中の Ti、Y₂O₃ が増すほど高くなる傾向にある。また、Ti、Y₂O₃ が増すほど、縦断面と横断面の硬さの差は大きくなり、縦断面の硬さよりも横断面の硬さが高くなる傾向が認められる。これらの差は、マクロ組織観察結果の結晶粒のアスペクト比に対応して、異方性が大きくなつたと考えられる。

被覆管試作工程での冷間加工性を考慮して、硬さの上限は HV350 を目標としたが、フェライト系 F94、F95 はこれより高い HV370、HV380 をそれぞれ示した。

製造した素管の形状、寸法結果を表5、図4に示す。素管硬さの最も高い F95 の偏肉率は最小であり（0.6%以下）、いずれの素管も偏肉率は暫定的な目標とした7%以下に対して、1.2%以下と十分に小さい。

3. 被覆管製造試験

3. 1 冷間圧延工程

冷間圧延による製管工程を図5に示す。製管方法は先行試験として7A材で検討した1回当たりの冷間加工度が約50%の高加工度圧延法を適用し[2]、2回のピルガー圧延による加工および熱処理により製管することにした。フェライト系ODS鋼の本研究における製管のポイントは、最終熱処理でいかに再結晶組織を生じさせるかにあるため、7A材を用いた先行試験により、2回圧延後に再結晶させられる目処が得られていることから、この工程を適用することにした。

フェライト系ODS鋼は、最終熱処理材（再結晶材）に冷間加工を施すことにより、耐スエーリング性は向上するとの電子線照射試験の結果[10]から、25%冷間加工材についても試作することにした。そのため、熱処理仕上材（ $9.3\phi \times 0.6t$ ）と25%冷間加工仕上材（ $8.5\phi \times 0.5t$ ）の2種類を各鋼種で製管することにした（ただし、F95については製管途中に割れが生じたものがあったことから、25%冷間加工は未実施である）。

熱処理について、フェライト系ODS鋼の途中軟化熱処理の留意点は、極力再結晶させないようにして、製管性を損なわない範囲で途中熱処理を行うことである。そのため、途中の軟化熱処理温度及び最終熱処理温度は、実際に熱処理試験を行って、調査・確認しながら進めることにした。

3. 2 冷間圧延後の熱処理条件

冷間圧延後の熱処理条件を決めるため、各鋼種の冷間圧延後の軟化及び再結晶特性について、熱処理温度は1100°C～1250°Cの範囲で、熱処理時間は30min一定の条件で調査した。1回目46%の冷間圧延後の熱処理温度による硬さの変化を表6と図6に示す。また、1回目圧延後の熱処理温度による光顕組織を写真2に示す。光顕写真からは全ての鋼種で1150～1200°C以上の温度で再結晶しているように見えるが、硬さ測定結果からはそれよりも高温側でも硬さは低下する傾向にある（図6）。1回目圧延後の熱処理は再結晶を生じていないと判断される1100°Cで実施することにした。

2回目圧延後の熱処理温度による硬さの変化を表7と図7に示す。また、2回目圧延後の光顕組織を写真3に示す。2回目圧延後の光顕写真からは全ての鋼種で1150°C以上の温度で再結晶しているように見え、また硬さ測定結果から、それらの硬さは1150°C程度以上で飽和傾向にあり再結晶組織に対応している。1回目圧延後と2回目圧延後の再結晶特性の違いは、

2回目圧延の方が1回目圧延に比べ、歪みエネルギーの蓄積が大きいために再結晶を起こし易かったためと考えられる（1回目圧延後の熱処理では極力再結晶させないで回復のみを起こさせる温度で軟化熱処理を実施している）。金相観察結果から、再結晶粒の大きさは熱処理温度に依存しないように見受けられるが、高温では粗大粒の形成が懸念されるため、再結晶温度としては下限の1150°Cで実施することにした。

3. 3 各工程での硬さ変化及び組織

冷間圧延する上で重要な各工程での硬さ変化を表8と図8に示し、各工程での光顕組織及び硬さを写真4～8に示す。1回目の冷間圧延で加工硬化により増加した硬さは、1100°Cの途中軟化熱処理により素管硬さまで回復した。なお、F95のみは1100°Cの軟化熱処理温度ではHV400程度と硬かったため、1145°Cで再軟化熱処理を行いHV370まで軟化させた。2回目の冷間圧延65%CWでは1回目の冷間圧延46%CWよりも20%程度冷間圧延率が高かったにも係わらず、1回目圧延と同程度までしか硬さは増加しなかった。その後の1150°Cの最終熱処理で全ての鋼種について再結晶率の高い組織が得られた。これらの硬さはTi、Y₂O₃添加量が高くなるほど硬くなる傾向を示し、最終熱処理後の硬さは、次に示すような素管硬さである（）内の数値と比較すると、F91: HV210(<HV240)、F92: HV260(<HV280)、F93: HV310(=HV310)、F94: HV320(<HV370)、F95: HV380(=HV380)のように同等以下の値であった。この中でHe雰囲気中のMA材であるF94素管の軟化性が特に大きく、素管硬さHV370から最終熱処理後HV320までHV50低下した。

最終熱処理後の各被覆管の縦断面（L方向）と横断面（T方向）の光顕組織を写真9に示す。縦断面の金相観察から最終熱処理で再結晶させても、冷間加工時に圧延方向に伸張した組織は完全な等軸粒にはなっていない。

3. 4 製造被覆管の偏肉率

Ti、Y₂O₃添加量の最も高いAr中MA材のF95については、2回目の冷間圧延で硬さがHV450程度と硬くなり表面に微小きずが生じたため、表面処理を行い除去した。最終熱処理温度1150°Cで再結晶率が高い組織を得ることができたが、その硬さはHV380程度と高かった。また、F95の一部の被覆管では製管途中に被覆管との溶接部で割れが生じたため、試作した被覆管の寸法精度について、偏肉の程度が大きい傾向にあった。

製造した被覆管から強度試験片製作時に測定した寸法測定から偏肉率について調べた結果を表9、表10に示す。ここでは2回目圧延後の被覆管硬さの低いF91(HV304)とF92(HV342)、

及び被覆管硬さが硬い F94(HV410)と F95(HV445)について比較した(図9)。被覆管の偏肉率は被覆管硬さの低いF91及びF92について12~14%の偏肉率が認められた。F94については同一の素管から製造した被覆管からの偏肉率がどうか明らかではないが、製造した被覆管には偏肉率のバラツキが認められ、5%以下と15~19%の間の大きな偏肉率を示すものがあった。被覆管硬さの最も硬いF95では、偏肉率は12~13%と被覆管硬さの低いF91及びF92と同程度の偏肉率を示すものもあった。ただし、被覆管の偏肉率は図4に示した素管の偏肉率に依存していると考えられるため、F95の素管の偏肉率が他に比べて小さかったことが、結果として加工しづらかったにも係わらず、同程度の偏肉率になったものと考えられる。また、F95の一部の被覆管については製管途中に被覆管と溶接部に割れが生じたことが原因と考えられる23~32%の大きな偏肉率が認められた。これは圧延機の剛性が硬さの高いF95に対して不十分であったことが一因と考えられる。

4. 強度特性評価

4. 1 供試材

試作した被覆管の熱処理仕上げ（ST）材及び25%冷間加工仕上げ（CW）材を供試材とした。ただし、F95については製管途中で割れが生じたものがあったため、25%冷間加工は未実施である。

4. 2 リング引張試験

燃料被覆管として用いる場合に重要な周方向の強さを評価するため、リング引張試験を実施した。フェライト系ODS鋼は冷間圧延で圧延方向に組織が伸張するため組織異方性が生じ、この組織は再結晶熱処理で完全に改善することは困難なため、異方性によって強度の低い周方向のリング引張試験で評価した。

(1) 試験片形状

リング引張試験片形状を図10に示す。試験片の標点間距離は2mmであり、リング引張のひずみ速度は0.5%/min～7.5%/minとした。

0.5%/min一定 : F91(ST), F91(CW), F92(ST), F92(CW), F94(ST), F94(CW)

0.3%～7.5%/min* : F93(ST), F93(CW), F95(ST)

* : 0.2%耐力まで0.3%/min、それ以降破断まで7.5%/min

(2) 試験条件及び試験結果

リング引張試験結果を表11.1～表11.9に示す。リング引張試験は試験温度としてRT、400、600、650、700°Cで行った。一般に引張試験は、データのばらつきが大きいため各温度2試料ずつの試験を実施した。

最終再結晶熱処理仕上げ材のリング引張試験結果を図11.1～図11.4に示し、図中では各鋼種についてデータ2点の平均値でプロットしている。0.2%耐力及び引張強さは試験温度に対して同様な減少傾向にあり、Ti、Y₂O₃添加量が高いほど、引張強度は高い傾向にある (F95 > F93 > F92 > F91)。一様伸びは引張強度が高いほど逆に低い傾向にあるが、その伸びは400°C以上で5%以上の良好な延性を有している (F91 > F92 > F93 > F95)。He中MA材のF94については同一成分のF95に比べ、引張強度も伸びも小さい結果になった (F95 > F94)。

25%冷間加工仕上げ材と熱処理仕上げ材との引張強度及び延性の比較を各鋼種ごとに図

12.1～図12.8に示す。データのばらつきはあるものの引張強度は両者で大きく変わらないが、延性は25%冷間加工により1/2程度まで減少しているように見える。25%冷間加工の影響を詳細に見るために、縦軸に熱処理仕上材との比（冷間加工材／熱処理仕上材）で表したものと図13.1～図13.4に示す。データのバラツキはあるものの、25%冷間加工により0.2%耐力と引張強さは若干上昇し（平均値はそれぞれ1.16と1.03）、引張強さはTi、Y₂O₃添加量が高くなるほど、その増加割合は高くなる傾向を示す（F93 > F92 > F91）。一方、一様伸びと破断伸びについては25%冷間加工により、半分程度にまで減少した（平均値はそれぞれ0.46と0.38）。これは冷間加工材では加工硬化により塑性変形しづらくなるため、最大抗張力に達する歪みが小さくなることが影響していると考えられる。He中MA材であるF94は高温（600～700°C）では、引張強さと一様伸びの低下が著しい。

フェライト系ODS鋼の溶体化処理材に冷間加工を加えることは引張特性から考えると、引張強度は殆ど変わらず、延性低下を招くだけの結果になったため、この点から得策ではないと考えられる。

4. 3 内圧クリープ試験及び単軸クリープ試験結果

クリープ試験は熱処理仕上げ材と冷間加工材について実施し、冷間加工が内圧クリープ強度に及ぼす影響について評価した。また、内圧クリープ試験と単軸クリープ試験を行い、最終被覆管での強度の異方性を評価した。

（1） 試験片形状

クリープ試験片形状を図10に示す。クリープ試験片の端栓部分はNi基のろう材を用いた拡散接合で接合している。内圧クリープ試験片ではArガスによる内圧が負荷できるように端栓の片側には導入孔を設けており、クリープ試験部長さは60～100mmである。

単軸クリープ試験片は、内圧クリープ試験片と同様の形状で、端栓部に導入孔は設けていない。

（2） クリープ試験条件及び結果

クリープ試験は高温700°Cでの試験を基本に実施した。熱処理仕上げ材の内圧クリープ試験結果を表12に、図14には700°Cでの各鋼種の内圧クリープ破断強度を示す。内圧クリープ破断強さはTi、Y₂O₃添加量が高くなるほど内圧クリープ破断強さは高くなる傾向にあり、それらの傾きはほぼ等しい傾向を示した（F95 > F93 > F92 > F91）。また、MA雰囲気の違うHe

中 MA 材の F94 は同成分の F95 よりも内圧クリープ強度は低いものの、その傾きは F95 と等しい傾向を示した。F95 については開発目標値である 700°C, 10000hr での内圧クリープ破断強度 120MPa に近いレベルの強度を示した。

25%冷間加工材の内圧クリープ試験結果を表 13 に、また冷間加工が内圧クリープ破断強度に及ぼす影響を図 15 に示す。全ての鋼種において 25%冷間加工により内圧クリープ破断強度の低下が認められ、図 15 中の矢印の位置（例えば F94 の場合は 100MPa）での破断時間について S T 材の破断時間を 1.0 として比較すると、1/2 以下に低下した（図 16）。これは再結晶組織が冷間加工によって圧延方向である軸方向に伸長した組織になったことに起因して、強度異方性が顕著になったものと考えられる。

被覆管の強度異方性を調べるために実施した単軸クリープ破断試験結果を表 14 に示す。図 17、図 18 ではそれぞれ熱処理材及び冷間加工材について、700°Cでの内圧クリープ破断試験結果と単軸クリープ破断試験結果を比較した。これらの図では内圧クリープ試験の周応力は相当応力に換算している。熱処理材について、単軸クリープ強度は、内圧クリープ破断強度に比べて 1000h で比較した場合 2 倍程度高くなっている、その傾きも小さい（図 17）。この中で F93ST 材の単軸クリープ強度は非常に大きな傾きを示した。25%冷間加工材についても、単軸クリープ強度は、内圧クリープ強度に比べ高くなる傾向にある（図 18）。この中で 25%冷間加工を加えた F93 は熱処理材と同様に非常に大きな傾きを示した。

これらのクリープ試験結果から、25%冷間加工を再結晶熱処理後の被覆管に加えることは内圧及び単軸クリープ強度の低下を招くため、得策ではないと考えられる。

（3）統一的なクリープ破断式の検討

内圧クリープの応力レベルを 0.2%耐力或いは引張強さで規格化することで統一的にクリープ破断時間を表すことができるかについて検討した。先ず、0.2%耐力で相当応力を規格化したが、明確な相関は得られなかった（図 19）。次に引張強さで相当応力を規格化したが、同一成分の F95ST, F94ST, F94CW については、650°C, 700°C の異なる試験温度の内圧クリープ破断データを含んでいるにも関わらず、同一線上に表すことができた（図 20）。本方法は同一成分の限られた条件であれば、リング引張強さによる規格化からクリープ破断強度の推定の可能性を示すものであるが、今後データの拡充を図って検討が必要と考えられる。

5. 酸化物分散強化しきい応力

5. 1 しきい応力の計算

高温変形機構を酸化物粒子と転位の間の相互作用の観点から検討した。この相互作用は、一般に斥力型と引力型に大別される[10]。これまでの研究から、Y₂O₃ 粒子はマトリックスと非整合界面を有し、転位との相互作用は引力型であることが明らかになっている[11]。その場合、Y₂O₃ 粒子を乗り越えて転位が移動できる変形のしきい応力 σ は次式に示す Srolovitz のモデル[13] に基づき算出することができる。

$$\sigma = \frac{AGMb}{2\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{D}{r_0}\right) + B \right] \quad (1)$$

$$A = [(1 - \nu + \nu \sin^2 \phi)/(1 - \nu)] \cos \phi \quad (2)$$

$$D = (1/2rs + 1/\lambda)^{-1} \quad (3)$$

ここで

σ : 変形のしきい応力

G : 剛性率 (700°Cで 50600 MPa)

M : テーラー因子 (3.0)

b : バーガースペクトルの大きさ (0.248 nm)

r_0 : 転位芯の cut-off 半径

B : 0.6

ν : ポアソン比

ϕ : 転位が Y₂O₃ 粒子から離脱する時の臨界角 (19°)

また、 λ は Y₂O₃ 粒子の表面間距離であり、次式に従い求めることができる[11]。

$$\bar{\lambda} = 1.25\bar{l}_s - 2\bar{r}_s \quad (4)$$

$$\bar{l}_s = \sqrt{\frac{2\pi r^3}{3f\bar{r}}} \quad (5)$$

$$\bar{r}_s = \frac{\pi r^2}{4\bar{r}} \quad (6)$$

写真 10 に透過電子顕微鏡写真を示す。これらの透過電顕写真から Y₂O₃ の粒子径 \bar{r} とその 2 乗平均を求め、上式からその平均径 rs を見積もった。また、Y₂O₃ 粒子体積分率 f を組成から見積もることにより Y₂O₃ の粒子表面間距離 λ を算出し、これらから変形のしきい応力を推定

した（表 15）。

表 16 には透過電顕写真から見積もった Y_2O_3 の粒子の平均径と表面間距離 λ から求めた変形のしきい応力は転位芯の cut-off 半径をバーガースベクトルの 1 倍～3 倍の範囲にとっている。

5. 2 しきい応力計算値と強度試験結果との相関

（1）引張試験

しきい応力の計算値と、 Y_2O_3 量と Ti 量の合計に対してプロットした結果を図 21 に示す。これは 700°Cでのしきい応力の計算値であり、図 11.1 に示した引張強さの 700°Cでの値及び図 11.2 に示した 0.2%耐力を同図上にオーバープロットした。ここでは同一雰囲気の Ar 中で MA した F91, F92, F93 及び F95 について比較した。Srolovitz のモデルに基づき導出した変形のしきい応力は転位の移動により変形が開始する応力であり、この値が 0.2%耐力にほぼ相当することは妥当な結果と考えられる。

（2）クリープ試験

単軸と内圧の両クリープモードに対する歪み速度を求め、それらを負荷応力に対してプロットした結果を図 22 に示す。F95 の単軸クリープひずみ速度の応力指数は 44 という極めて大きな値をとる。これは、分散強化理論から導出される歪み速度の応力依存性と一致するものであり、再結晶材の単軸クリープ変形は転位と Y_2O_3 粒子の相互作用に支配されている。図 22 から歪み速度が極めて低いレベルでは、図 21 に示した変形のしきい応力にほぼ対応している。

これに対し、内圧モードでは、歪み速度の応力指数は 10 となり、分散強化理論から予測される値より小さい。このことは粒界すべりによりクリープ歪みが促進されているためと考えられる。粒界構造をさらに制御することにより、内圧クリープ破断強度の一層の改善の余地が残されていることを示唆している。

6. 組織観察及び析出物の同定

6. 1 抽出レプリカ法による電顕(TEM)組織観察

被覆管の外面側から研磨し、管の肉厚中心付近から抽出レプリカ試料を作製した。各鋼種のTEM観察2視野については、20000及び100000(焼き付け1.5倍)の写真撮影を行った。各鋼種の分散粒子3種について、EDX組成分析を行い、F91、F95については、分散粒子3種の電子線回折を行い、種類を同定した。また、EDX組成分析結果からYとTiの組成比を算定した。

6. 2 抽出分離法による析出物の定量化

分析元素は、Cr、W、Ti、C、Nの5元素とした。まず、全含有量(固溶量+析出量)を定量分析によって求め、一方、化合物(析出)に含まれる含有量を電解抽出残差の定量分析によって求め、全含有量から化合物型含有量を差し引くことによって固溶量も求めた。化合物の種類はTEM観察結果から推定した。

(1) 電解抽出

電解抽出による化合物型組成分析方法の詳細を図23に示す。試料表面を捨て電解と超音波により洗浄した後、炭化物、酸化物等の化合物採取を目的に、電解液としてAA系液(10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウムクロライド-メタノール)を用いて本電解を行い、溶解残差ならびに試料表面に露出した析出物で超音波剥離したものを孔径 $0.2\mu\text{m}$ のフィルター上に吸引濾過して採取した。残差を溶解、定容して、各元素の定量分析を行った。

(2) 元素の定量分析

Cr、W、Ti分析は、島津製作所製誘導結合型プラズマ発光分析装置(ICP-S-8000)により行い、C、N分析は燃焼赤外線吸収法により実施した。全含有量の分析は電解抽出残差を用いて、上記の分析を行った。

6. 3 抽出レプリカ法による電顕組織観察結果

(1) F91

ODS鋼被覆管F91のTEM観察結果を写真11-1に示す。直径 $1\mu\text{m}$ 程度以下のやや大きい粒子と直径 20nm 以下の微細粒子が認められる。これらの粒子の電子線回折結果を写真11-2, 11-3にまた、EDX組成分析結果を図24に示す。

やや大きい $1\mu\text{m}$ 程度の粒子は TiO_2 と TiC に一致した。しかし、電子線回折では特定不可

能なものもあり、これは EDX 分析結果から Al 酸化物と推定された。20nm 以下の微細粒子には Y、Ti、O と少量の Cr が含まれ、電子線回折結果からは $\text{Y}_2\text{Ti}_5\text{O}_{10}$ に最も近いと判断された。

(2) F92

F92 の TEM 観察結果を写真 12 に示す。EDX 分析結果から、F91 の場合と同様、やや大きい粒子は TiO_2 と Al 系酸化物、微細粒子は Y-Ti 系複合酸化物と考えられる（図 25）。

(3) F93

F93 の TEM 観察結果を写真 13 に示す。EDX 分析結果から、F91、F92 の場合と同様、やや大きい粒子は Ti 系酸化物と Al 系酸化物、微細粒子は Y-Ti 系複合酸化物と考えられる（図 26）。

(4) F94

F94 の TEM 観察結果を写真 14 に示す。EDX 分析結果から、大きい粒子は Ti 系炭化物、微細粒子は Y-Ti 系複合酸化物が認められた（図 27）。

(5) F95

F95 の TEM 観察結果を写真 15 に示す。EDX 分析結果から、やや大きい粒子には TiC が認められた。微細粒子は直径 10nm 程度以下であり、F91～F94 に比較してやや細かくなっている。これらの微細粒子は Y-Ti 系酸化物であり、電子線回折結果では、F91 の場合と同じ $\text{Y}_2\text{Ti}_5\text{O}_{10}$ と判定されるが、組成分析では Y の濃度が Ti より相対的に高くなっている（図 28）。

以上の結果をまとめると、

フェライト系 ODS 鋼 F91～F95 では、粒径 1 μm 以下のやや大きい粒子は TiO_2 、TiC および Al 系酸化物であった。微細粒子は Y-Ti 系酸化物であり、電子線回折結果からは $\text{Y}_2\text{Ti}_5\text{O}_{10}$ に近いものと判断された。

各被覆管の微細粒子 Y-Ti 酸化物の EDX 分析による Ti、Y 定量結果を表 17 に示す。F95 のみ、Y:Ti の組成比 (at%) は約 3:1 となるが、その他ではほぼ 1:1 となった。Y は全て Y_2O_3 を形成し、Ti は TiO_2 を形成すると仮定した場合、F95 以外は、 $\text{Y}_2\text{O}_3-2\text{TiO}_2$ の複合酸化物、即ち $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ を形成していると考えられる。これは、電子線回折による同定結果とは一致しない。F95 の場合は、約 1.5 倍の Y_2O_3 と TiO_2 との複合酸化物になる。Y-Ti 複合酸化物中には少量の Cr も含まれ、電子線回折により測定された面間隔は、 $\text{Y}_2\text{Ti}_5\text{O}_{10}$ 、 $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ とはややずれる可能性が考えられる。

6. 4 抽出分離法による析出物の定量結果

(1) 分析結果

各元素の全含有量、化合物型含有量、それらの結果から算出した固溶量（全析出-化合物型、暫定的に固溶型に分類する）をまとめて表 18 に示す。

全被覆管において、Cr、W は全含有量の大部分が固溶型となっており、C 量は全含有量の大部分が化合物型となっている。

C 量の比較的低いフェライト系 ODS 鋼においては、Cr 全含有量の 93~97% が固溶型となっている。W も同様な傾向であり、F95 を除くフェライト系では 90~94% が固溶型である（F95 では約 82% が固溶型である）。これらは、C 量に比例した、即ち Cr 主体で Fe, W を含む炭化物 (M₂₃C₆) の生成量に連動した傾向である。

C 量の比較的低いフェライト系 ODS 鋼においては、Ti 全含有量の 50% 程度が化合物型である（ただし F91 は約 70%）。したがって、Ti 添加量が増加すると、化合物型と固溶型も量もほぼ均等に増加することになる。

全分析から化合物型を差し引いた値を固溶型としたが、Ti の場合は固溶型量がかなり高く、C, N, O 量の高い ODS 鋼中では実際にはこれだけの量が固溶しているとは考えられない。TEM 観察で見られたように、ODS 鋼中には粒径 20nm 以下の微細 Y-Ti 酸化物粒子が存在する。また、微細な TiC 炭化物粒子の形成も考えられる。これらの微細粒子は電解抽出残差を採取する孔径 200nm のフィルターを通過する。固溶型とした Ti 量の大部分は微細な酸化物、あるいは炭化物に含まれる Ti であると考えられる。固溶型 Ti 量が全量微細 TiO₂ 粒子を形成すると仮定して、混合した Y₂O₃ との複合化傾向を検討した結果を表 19 に示す。TiO₂ 形成には酸素量も支配因子となる。また、過剰酸素量から求めた TiO₂ 量も表中に示した。固溶 Ti 量と過剰酸素量から求めた量の少ない方が実際に鋼中に形成される TiO₂ 量に近いと考えられる。F94, F95 の 2 種において、過剰酸素量が TiO₂ 形成量を制限する。

フェライト系 ODS 鋼 F91, F92, F93 においては TiO₂ 推定量が Y₂O₃ の 2~3 倍（原子比）になり、これらの鋼では複合酸化物 Y₂TiO₅ 及び Y₂Ti₂O₇ の形成に十分な TiO₂ 量がある結果になった。F94, F95 では TiO₂ 推定量が Y₂O₃ の 1.2 倍程度（原子比）となり、これらの鋼では Y₂Ti₂O₇ の形成には不十分な TiO₂ 量である結果となった。

TEM 観察から同定された炭化物 M₂₃C₆ 及び TiC の形成を化合物型 Cr, Ti, C 分析値から推定した結果を表 20 に示す。化合物型 Cr, Ti が炭化物を形成したと仮定すると、C 量が不足する傾向（化合物型 C 量が推定炭化物中の C 量より少なくなる傾向）を示した。すなわち、化合物型金属元素量が余り、これらは炭化物以外の化合物を形成し、例えば Ti は TiO₂ を形成した

と考えられる。TEM観察でやや大きいTiO₂粒子の点在が認められたことに一致する。

(2) 測定精度の問題点

分析値の測定精度は、赤外線吸収法、ICP発光分光分析法とも、測定値の5%のばらつき範囲内(95%信頼限界内)に入るものである。

これに対して電解抽出によるサンプリング誤差はやや大きいと考えられるが、現時点では不明である。電解抽出によるサンプリング誤差を求めるためには試験の繰り返しによる検討が必要になる。また、電解抽出による化合物型C量の分析の場合は、マトリックスを溶解する際に固溶Cが遊離し、化合物に付着し、フィルター上に捕集される可能性が高いため、眞の化合物型C量よりやや高い値がでる確率が高い。また、化合物型N量の場合も、溶液中にあるNが混入する可能性が高く、これも実際より高めとなる確率が高い。従って、固溶C、N量は参考値以上と考えるのが妥当である。

7. 4回 CR 再結晶試験 (7A材)

フェライト系 ODS 鋼被覆管の内圧クリープ強度を向上させるためには、被覆管製造工程において、加工方向に伸張した加工組織の再結晶率を高める必要がある。これまでの研究にて、冷間加工・再結晶熱処理の繰り返しにより、フェライト系 ODS 鋼の再結晶の起こりにくい、 $\{hk1\} <110>$ が安定方位として集合組織を形成することが明らかになっている。すなわち、再結晶率の高い被覆管を製造するためには、被覆管加工工程の中で最終工程にて再結晶を生じさせる工程が望ましい。MA 粉末の熱間押出状態から小径素管を製作し、2ロール圧延工程で被覆管寸法に仕上げ、2回目の最終熱処理にて再結晶させる工程（2回圧延工程と呼ぶ）にて再結晶率約 70%以上のフェライト系 ODS 鋼被覆管が得られることを確認した。しかし、ODS 鋼被覆管製造コスト低減には大型素管からの加工が必要であり、この場合は2回程度の圧延加工では被覆管寸法まで仕上げるのは難しいため、実際的な工程である4回圧延工程において再結晶率を高める工程の検討を行った。

7. 1 試験工程の検討

工程の検討は以下に示す5工程 (Process) について、試験マトリックスを作成した。1回当たりの冷間圧延率は約 50%であり、試験は以前に2回CR試験を実施した 7A 材（公称組成：12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y2O3）の素管予備材を用い、実用化段階の4回CRによる再結晶試験を実施した。試験工程を図 29 に示す。

- ① P-P (Past) は従来工程であり、製管性を重視して途中の軟化熱処理を 1250°C の高温で行うため、製管途中で再結晶してしまう工程である。
- ② P-HT (High Temperature) は途中熱処理を軟化のみで再結晶しない範囲の高温で行い、4回目圧延後に再結晶組織を得る工程である。
- ③ P-R70 (Recrystallization) は途中の2回目圧延時に一旦再結晶を起こさせた後、3回目圧延、4回目圧延を連続的に加え、70%以上の高加工度で高温熱処理にて再結晶特性を調べるものである。
- ④ P-LT (Low Temperature) は途中熱処理を軟化のみで再結晶しない範囲の低温で行い、4回目圧延後に再結晶組織を得る工程である。
- ⑤ P-N70 (Non-Recrystallization) は途中軟化のみで再結晶は起こさせずに、3回目圧延、4回目圧延を連続的に加え、70%以上の高加工度で高温最終熱処理にて再結晶特性を調べるものである。

7. 2 試験結果

図 30 には各工程における硬さの変化と金相写真を示す。ここでは参考として 3 回目圧延後の 1150°C の熱処理結果も示している。

① P-P (従来工程) では冷間圧延性を重視して途中軟化熱処理は熱処理炉の上限温度である 1250°C で実施している。この場合の硬さ変化を図 31 に示す。1 回目冷間圧延後の熱処理では 1250°C の熱処理では再結晶しなかったが、2 回目圧延後の 1250°C の熱処理で再結晶した。これは 1250°C で再結晶を起こすのに十分な歪みの蓄積が、1 回目の 48% 冷間圧延だけでは充足していなかったためと考えられる。2 回目圧延後に再結晶した組織はそれ以降に 50% 程度の冷間加工と 1250°C の熱処理を行ったが、再結晶は起こらなかった。

途中軟化熱処理を変えて、その後に 70% 以上の高冷間加工を施して再結晶特性を調べた工程について、硬さの変化を図 32 に示す。⑤ P-N70 では 2 回目圧延後に 1050°C の熱処理を行い軟化のみをさせた組織であり、③ P-R70 では 1150°C で再結晶させたものである。③ P-R70 (工程の途中で再結晶させた工程) については、その後に 3 回目圧延と 4 回目圧延の合計 73% の冷間加工後に 1150°C で熱処理しても再結晶しなかった。また、⑤ P-N70 (途中で軟化のみさせて冷間加工度を 73% 加えた工程) についても最終 1150°C の熱処理で、部分的に再結晶しているものの未再結晶部分が認められた (図 30)。均一に再結晶させるためには適切な冷間加工度の範囲があるのかも知れないと推定する。

途中熱処理で軟化のみをさせて再結晶させなかった工程については、② P-HT (途中軟化熱処理を冷間圧延可能な範囲で高温軟化処理した工程) と④ P-LT (低温軟化処理した工程) で比較した (図 33)。どちらの工程についても最終 1150°C の熱処理後に再結晶組織を得ることができた。しかしながら、② P-HT 工程では粗大な再結晶粒が観察された。

8. 集合組織分析

8. 1 目的

4回CR再結晶試験（7A材）を実施した工程中の主要工程について、集合組織分析を実施するため、電子顕微鏡により組織を調査するとともに、EBSP法による方位解析を行った。

8. 2 供試材

ODS フェライト鋼 7A 材（公称組成：12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y2O3）を用い、4回圧延試験が行われた。検討された製造プロセスと各工程（加工+焼鈍の繰り返し毎）における試験材の記号を図34に示す。熱間押出後の素管（ $\phi 18 \times 3\text{tmm}$ ）を 1250°C 軟化焼鈍した後、1回目圧延（加工率 45.3% : $\phi 14.3 \times 2\text{tmm}$ ）し、 1100°C にて焼鈍した（試料記号 1A4）。これを2回圧延（加工率 48.2% : $\phi 11.3 \times 1.27\text{tmm}$ ）した後、高温 1150°C の軟化焼鈍を適用した場合（試料記号 2A4）と低温 1050°C の軟化焼鈍を適用した場合（試料記号 2A6）に分けた。高温軟化焼鈍試料は、3, 4回目圧延を熱処理を入れずに連続で行い（加工率 72.6%）、最終の熱処理を 1150°C にて行った（試料記号 4A4）。低温軟化焼鈍試料は、3回目圧延後（加工率 48% : $\phi 8.9 \times 0.82\text{tmm}$ ）を行った後、 1050°C にて焼鈍し（試料記号 3A6）、最終の4回目圧延（加工率 47.4% : $\phi 7.1 \times 0.53\text{tmm}$ ）後に、 1150°C 最終熱処理を行った（試料記号 4A6）。A4の工程は中間で高温焼鈍を入れて軟化させ、その後高加工を施して最終高温熱処理にて再結晶化を図る工程である。

以上の4回圧延工程における6試料に加えて、He中のメカニカルアロイにより2回圧延工程にて試作されたODS フェライト鋼被覆管 F94（公称組成：12Cr-2W-0.3Ti-0.24Y2O3）についても調査した。

8. 3 電子顕微鏡による組織観察

計7試料について、再結晶状態及び酸化物粒子の分散状態を確認するために、薄膜試料を作製し、200kV透過型電子顕微鏡を用いて直接観察を実施した。

8. 4 EBSP法による結晶方位解析

走査型電子顕微鏡に組み込んだ米国TSL社製 OIM TM アナライザーを用いて EBSP 法による管表面結晶粒の結晶方位解析を行った。OIM の原理及び装置の概要を以下に示す。

<OIM>

OIM (Orientation Imaging Microscopy) とは、多結晶材料の局所方位や粒界構造を解析できる技術である。OIM システムでは、走査電子顕微鏡内にセットしたバルク試料から発生する EBSP (Electron Back-Scatter Diffraction Patterns) を 1 測定あたり 1 秒以内というスピードで自動的に撮像、処理するため、膨大な数の結晶方位測定も可能である。OIM システムは、高感度カメラ等のハードウェアと測定および解析ソフトウェアから構成されている。

<菊池線の発生とパターンの解析>

菊池線の発生は、非弾性散乱を受けてエネルギーをわずかに失った電子が弾性散乱をうけるためと考えられている。図 35 の P 点で非弾性散乱が起こるとすると、P 点は球面源となる。非弾性散乱された電子の角度分布は入射方向 OP で最大である。回折図形のバックグラウンドの強度は主に非弾性散乱のために生じる。P 点で散乱された電子線の中、ブリッジ角 θ にある 1 組の反射線によって、バックグラウンド強度の得失が起こり、 $90^\circ - \theta$ の半頂角の 2 つの円錐で与えられる。 θ が小さいためにほとんど直線になり、蛍光板上には双曲線として一对の白黒の直線が得られる。これが菊池線である。

図 36 に方位解析法を示す。菊池線から結晶方位を決定するためには、その方位を囲む 3 つの既知方位の位置を見いだせばよい。図 36 (a) 中の P 及び O の各点は、それぞれ晶帶軸および面法線のステレオ投影図上の投影点である。図中の距離は各方位間の角度に対応する。図 36 (b) に試料面方線と (hkl) 面のトレース及びその法線の極点との関係を示す。図中の P 点は晶帶軸の投影点で、図より試料面法線の方位は、3 つの平行線の面方線の極点との角度から求められる。

<OIM 装置に構成及び測定方法>

図 37 に OIM の構成を示す。装置は SEM が主体で、電子銃、 70° に傾斜した試料、蛍光板、ファイバーオプティクス、カメラ、カメラ制御ユニット、パソコン、SEM 制御ユニット、ステージ制御ユニットなどによって構成されている。SEM の電子ビームと 70° に傾斜した試料中の都合よく配位した結晶面との相互作用によって、電子の後方散乱によって EBSP が得られる。得られた EBSP は光学ファイバーを経て光増幅器を連結した蛍光スクリーンに集められたカメラに入る。EBSP 像は映像に変換され、イメージプロセッサでバックグラウンドが差し引かれ、デジタル化したパターンは操作盤で指標付けされ、試料のその領域の方位が決定される。格子の各点で方位を記述する 3 つのオイラー角は、位置を記述する座標に沿って記録される。イメージあるいはマップは、結晶方位を色のスケールでマッピングする等で視角化することなどが容易に行われる。

明瞭なパターンが求められるが、試料表面の凹凸がないこと、残留歪みがないこと、酸化

皮膜がなく、汚れがないこと等が必要である。

8. 5 組織観察結果

1回目圧延・1100°C焼鈍後の組織を写真16に示す。圧延方向に伸張した細長いサブグレインの形成がみられる。観察した領域は再結晶組織ではなく、回復組織である。酸化物粒子は微細分散状態が維持されている。

2回目圧延後、高温(1150°C)の軟化焼鈍を適用した2A4の組織を写真17に、低温(1050°C)の軟化焼鈍を適用した試料2A6の組織を写真18に示す。1150°C高温焼鈍試料では、ほとんど転位のない粗大な再結晶粒が観察される。一部には、転位密度の高い、未再結晶の細長いサブグレインも認められる。酸化物粒子の状態に異常はない。一方、1050°C低温焼鈍試料では、大部分は転位密度の高い未再結晶粒が観察される。

高温軟化焼鈍試料について、3、4回目圧延を熱処理なしに連続で行い、最終の熱処理を1150°Cにて行った試料4A4の組織を写真19に示す。一部には細長い再結晶粒も観察されるが、大部分は転位密度の高い回復組織となっている。途中で粗大な再結晶粒を発生させると、高加工率の冷間加工を施しても高い再結晶率は得られない。

低温軟化焼鈍試料を3回目圧延後、1050°Cにて焼鈍した試料3A6の組織を写真20に示す。前の状態より、サブグレインの幅が狭い加工組織になっている。

最終の4回目圧延後に1150°C最終熱処理を行った試料4A6の組織を写真21に示す。一部に再結晶粒も認められるが、大部分の領域では粗大な再結晶粒が形成されている。

2回目圧延工程にて試作されたODSフェライト鋼被覆管F94の組織を写真22に示す。かなりの領域は再結晶しており、再結晶粒のアスペクト比は4回圧延工程の場合より小さくなっている。酸化物粒子の状態は、2回圧延の場合と4回圧延の場合で差は認められない。

8. 6 結晶方位解析結果

(1) カラーマッピング

図38は逆極点図を表しており、カラーグラデーションにより面の結晶方位を表す。(111)面は青色、(001)面は赤色、(101)面は緑色となり、これらの中間に位置する面は中間色で示される。

図39に鋼の各プロセスにおける結晶方位のカラーマッピングを示す。図の左右方向が圧延方向であり、試料によって倍率は異なる。図中で黒い部分は歪みが高く、明瞭なEBSPが得られず方位解析が不可能であった領域である。また、特に粒界近傍で多く見られるような1ド

ットのみ周囲とは異なる方位表示（色）になっている箇所も、歪みがたかく解析精度が低いことを表しており、これらの場所は、加工組織をはじめとする未再結晶組織であると考えられる。

図 40 には、圧延方向（RD）を法線とする結晶面の方向 $\langle uvw \rangle$ を示している。

また、図 41～47 に各試料の集合組織（極点図および 3 次元結晶方位分布関数）を示す。

1 回目圧延後に 1100°C 軟化熱処理を施した試料 1A4 は、再結晶がかなり進んでいるが、粒界近傍の歪みが高いこと、及び主方位が $\{112\} <110> \sim \{111\} <110>$ であることから、一部加工組織が残存した組織であることがわかる。

2 回目圧延後の軟化熱処理を行った試料では、熱処理温度によりまったく異なる組織を呈している。熱処理温度が高い（1150°C）試料 2A4 では、ほぼ完全に再結晶が生じており、圧延方向に数百 μm の非常に粗大な再結晶粒が形成されているのに対し、熱処理温度が 1050°C と低い試料 2A6 では、全体的に歪みが高く、50% 程度以下の再結晶組織である。集合組織については、試料 2A4 の場合は、測定領域に含まれる結晶粒の数が少ないために、正確な言及は困難であるが、 $\{110\}$ に近い方位が主方位になっており、 $\langle 111 \rangle$ 方向のやや弱い集積が考えられる。一方、試料 2A6 の場合は、再結晶領域の結晶は非常に強い $\{111\} <110>$ への集積が認められる。

2 回目圧延以降で組織が完全に再結晶した試料 2A4 に、さらに 3 回目圧延を施し、4 回目圧延後（すなわち、72.6% も高加工を施した後）1150°C 热処理した試料 4A4 では、加工組織と約 30 μm の再結晶粒から成る不均一な組織となっている。集合組織は、不均一組織のため集積度が低いが、粗大な再結晶粒を除いた部分の主方位は $\{112\} <110> \sim \{111\} <110>$ になっている。

2 回目圧延後の軟化熱処理で加工組織が残存した試料 2A6 に 3 回目圧延および 1050°C 軟化を施した試料 3A6 は、試料 2A6 よりもさらに全体的にみてさらに全体的に高歪みであり、再結晶組織はごく一部である。加工組織部分の結晶方位は測定不可能なため、不明であるが、やや歪みが小さく測定が可能であった領域の結晶方位は $\{111\} <110> \sim \{112\} <110>$ である。4 回目圧延後 1150°C 热処理を行った試料 4A6 では、完全に再結晶が完了した組織であり、結晶粒の大きさは圧延方向に 1mm と非常に粗大な粒になっている。結晶方位の主方位は $\{110\} \sim \{133\}$ で、 $\langle 111 \rangle$ 方向の集積が認められる。

2 回目圧延工程により試作された F95 は部分的に未再結晶組織を含む比較的ランダムな結晶方位を有する組織である。

9. まとめ

フェライト系ODS鋼の製造技術開発について、Ti, Y₂O₃添加成分をパラメータとして強度に及ぼす影響を調べた結果以下のことが判明した。また、実用化段階の被覆管製造法である4回CRによる被覆管試作について検討した。

- (1) 強度と加工性に影響を及ぼすTiとY₂O₃添加量をパラメータとして被覆管加工試験を行い、再結晶軟化を行うことにより被覆管作製が可能であった。再結晶粒はTiとY₂O₃添加量が高いほど、圧延方向に伸張した組織を示した。
- (2) 試作した被覆管のリング引張特性はTiとY₂O₃添加量に依存した強度を示し、F95が最も優れた引張強度を示した(F95>F93>F92>F91)。また、どの鋼種についても周方向の一様伸びは全温度範囲に亘って、高温まで十分な延性を有していた。
- (3) TEM観察による分散粒子からSrolovitzのモデルに基づき導出した変形のしきい応力は、0.2%耐力と良い相関を示した。これは変形のしきい応力は転位の移動により変形が開始する応力であり、この値が0.2%耐力にほぼ相当することは妥当な結果といえる。
- (4) 内圧クリープ破断強度は分散強化と粒界すべりによる強度低下に支配され、Y₂O₃が多いほど分散強化作用は大きくなるが、圧延方向に再結晶粒が伸張するため、粒界すべりの影響が現れる。そのため、再結晶粒をさらに等軸化することにより、内圧クリープ破断強度の改善を図ることができる。
- (5) 热処理仕上げ材に25%の冷間加工を加えることは、リング引張強度は若干増加するが、延性が半分程度まで低下し、かつ内圧クリープ破断強度の低下を招くため得策ではない。このような低下は25%冷間加工により圧延方向に結晶粒が伸張し、強度異方性が増大するためと考えられる。
- (6) 試作した被覆管の析出物の同定を行ったところ、点在するやや大きな粒子としてTiO₂, TiC及びAl系酸化物が確認された。また、微細粒子は少量のCrを含むY-Ti系複合酸化物Y₂TiO₅と同定され、Cr, Ti, C分析値から推定した複合酸化物Y₂TiO₅と良い相関を示した。
- (7) 実用化段階の4回CRによる被覆管試作試験において、途中熱処理では軟化のみさせて最終熱処理で再結晶組織を得る工程において、再結晶組織が得られた。途中で再結晶させたものは{111}<110>の再結晶集合組織が認められ、その後の冷間圧延を上げても再結晶しなかった。

10. 参考文献

- [1] 鵜飼重治、奥田隆成、萩茂樹、藤原優行、高速炉被覆管用 ODS フェライト-マルテンサイト鋼の開発：までりあ, Vol. 39 (2000) No1, 78-80
- [2] 吉武庸光、松平行彦、水田俊治、鵜飼重治、酸化物分散強化型 (ODS) フェライト鋼の開発-再結晶技術による性能改善- : JNC ZN9400 98-009 (1998年10月)
- [3] P. Dubuisson et al., Microstructural evolution of ferritic-martensitic steels irradiated in the fast breeder reactor Phenix : J. Nucl. Mater., 205 (1993), 178.
- [4] Takanari Okuda et al., J. Materials Science Letters, 14 (1995), 1600.
- [5] Shigeharu Ukai et al., J. Nucl. Mater., 204 (1993), 65.
- [6] 吉澤明展ら、Y₂O₃ を分散させたフェライト鋼の高温における分散強化機構 : 鉄と鋼, Vol. 82 (1996) No. 10, 865.
- [7] Hirokazu Okada et al., Effects of Grain Morphology and Texture on High Temperature Deformation in Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels, J. Nucl. Scie. and Tech., Vol. 33 (1996) No. 12, 936.
- [8] 奥田隆成、酸化物分散強化型フェライト鋼の酸化物粒子および再結晶粒組織制御 : 鉄と鋼, 83 (1997), 797.
- [9] Shigeharu Ukai, Toshio Nishida, Hirokazu Okada, Takanari Okuda, Masayuki Fujiwara, Kazutaka Asabe, Development of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels for FBR Core Application, (I) Improvement of Mechanical Properties by Recrystallization Processing, J. Nucl. Scie. and Tech., Vol. 34 (1997) No. 3, 256-263.
- [10] 中島英治、丸山公一編著 : 高温強度の材料科学、(株) 内田老鶴園、(1997年)
- [11] 吉澤明展 他、Y₂O₃ を分散させたフェライト鋼の高温における分散強化機構 : 鉄と鋼, Vol. 82, No. 10, (1996年)
- [12] D. J. Srolovitz et al.: Phil. Mag. A, 48, 795 (1983)

表1 平成9年度試作ODS鋼押出素管の化学成分分析結果 (mass%)

No.	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	W	Ti	Y_2O_3	Ex.O	N	Ar
F91	0.065	0.03	0.048	0.003	0.004	0.029	11.79	1.92	0.13	0.08	0.08	0.010	0.0053
F92	0.054	0.03	0.048	0.003	0.004	0.027	11.80	1.94	0.13	0.13	0.05	0.010	0.0042
F93	0.065	0.03	0.046	0.004	0.004	0.028	11.82	1.93	0.22	0.22	0.09	0.012	0.0046
F94	0.058	0.03	0.049	0.004	0.004	0.025	11.78	1.93	0.30	0.24	0.04	0.010	0.0003
F95	0.056	0.03	0.048	0.004	0.004	0.025	11.72	1.92	0.31	0.24	0.04	0.010	0.0038

$$\text{Y}_2\text{O}_3 = \text{Y分析値} \times 1.27, \text{Ex.O} = \text{O分析値} - (\text{Y分析値} \times 0.27)$$

表2 Ti添加量の過不足の推定

	Ti量 (wt%)	C量 (wt%)	Y ₂ O ₃ 量 (wt%)	過剰酸素量 (wt%)	Ti量 (at%)	C量 (at%)	Y ₂ O ₃ 量 (at%)	過剰酸素量 (at%)	TiC推定量		TiO ₂ 推定量	
									Ti量より	C量より	Ti量より	過剰酸素量より
F 9 1	0.13	0.065	0.13	0.08	0.00271	0.00541	0.00058	0.00500	0.00271	0.00541	-0.00270	0.00250
F 9 2	0.13	0.054	0.13	0.05	0.00271	0.00450	0.00058	0.00313	0.00271	0.00450	-0.00178	0.00156
F 9 3	0.22	0.065	0.22	0.09	0.00459	0.00541	0.00097	0.00563	0.00459	0.00541	-0.00082	0.00281
F 9 4	0.31	0.058	0.24	0.04	0.00647	0.00483	0.00106	0.00250	0.00647	0.00483	0.00164	0.00125
F 9 5	0.30	0.056	0.24	0.04	0.00626	0.00466	0.00106	0.00250	0.00626	0.00466	0.00160	0.00125

Ti推定量 : TiC量より→Ti量が全てTiCを形成すると仮定した場合

C量より→C量が全てTiCを形成すると仮定した場合

上記の少ない方がTiCの推定量となる

TiO₂推定量 : Ti量より→Ti量が全てTiO₂を形成すると仮定した場合過剰酸素量より→過剰酸素量が全てTiO₂を形成すると仮定した場合上記の少ない方がTiO₂の推定量となる

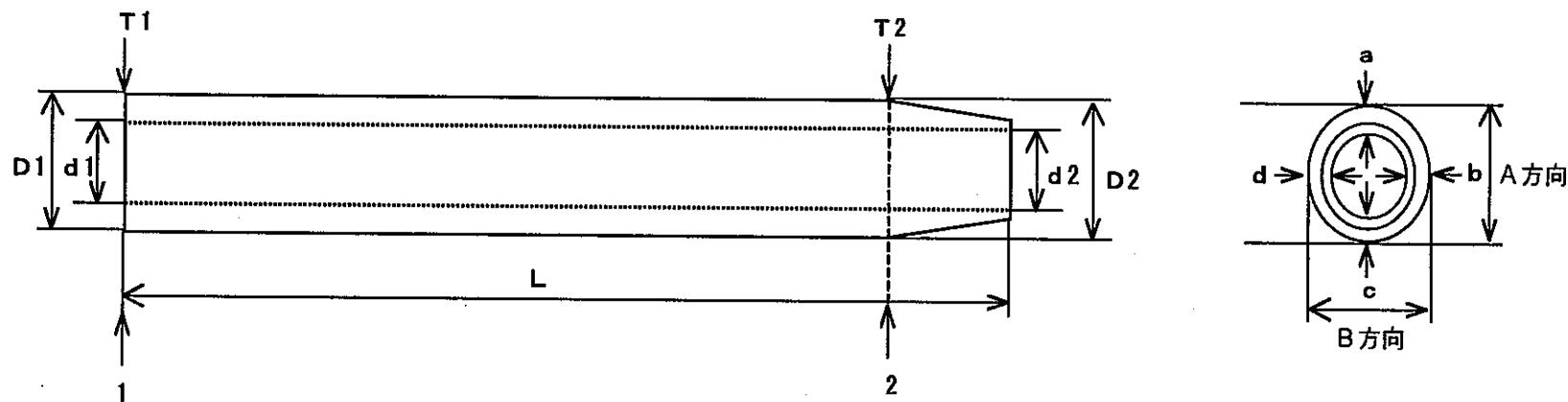
表3 平成9年度ODS鋼Arガスマイズ合金粉末の組成 (mass%)

種類	No.	C	Si	Mn	P	S	Cr	W	Ti	Al	N	O
フェライト	246	0.04	0.01	0.04	<0.01	0.003	12.0	1.0	0.12	<0.01	0.01	0.05

表4 ODSフェライト鋼押出素管の硬さ測定結果

No.	位置	硬さ測定値 (HV 5kgf)					
		1	2	3	4	5	平均値
F 9 1	縦断面	238	236	238	237	236	237
	横断面	238	235	235	239	237	237
F 9 2	縦断面	278	279	279	280	285	280
	横断面	286	282	286	284	284	284
F 9 3	縦断面	310	311	312	308	322	313
	横断面	323	319	325	324	326	323
F 9 4	縦断面	363	368	362	369	369	366
	横断面	378	377	369	367	372	373
F 9 5	縦断面	381	379	380	376	381	379
	横断面	389	396	397	392	396	394

表5 フェライト系ODS鋼押出素管の検査結果



マーク	D1				D2		d1	d2	T1				T1 偏肉率(%)	T2
	A	B	A	B	A	A	a	b	c	d				
F91-1	16.02	16.02	16.04	16.04	11.99	11.98	2.012	2.001	2.003	2.010	0.55	2.02		
F91-2	16.02	16.01	16.03	16.03	11.99	11.97	1.985	1.995	2.008	2.004	1.15	2.02		
F91-3	16.01	16.01	16.02	16.02	11.96	11.96	2.009	2.018	2.015	2.002	0.80	2.04		
F92-1	16.01	16.01	16.02	16.02	11.97	11.99	2.002	2.014	2.022	2.010	0.99	2.02		
F92-2	16.00	16.00	16.03	16.03	11.97	11.97	2.004	2.005	2.012	2.008	0.40	2.02		
F92-3	16.01	16.01	16.03	16.03	11.95	11.94	2.025	2.013	2.011	2.025	0.69	2.02		
F93-1	15.99	15.99	16.02	16.02	11.92	11.93	2.030	2.025	2.011	2.015	0.94	2.03		
F93-2	16.00	16.00	16.02	16.02	11.93	11.96	2.020	2.036	2.029	2.011	1.24	2.03		
F93-3	16.00	16.00	16.02	16.02	12.03	12.00	1.989	1.971	1.970	1.986	0.96	1.99		
F94-1	16.01	16.01	16.03	16.03	11.96	11.95	1.999	2.014	2.022	2.008	1.14	2.03		
F94-2	16.00	16.00	16.02	16.02	11.94	11.94	2.011	2.012	2.029	2.025	0.89	2.04		
F94-3	16.00	16.00	16.02	16.02	11.94	11.96	2.026	2.023	2.018	2.023	0.40	2.03		
F95-1	16.00	16.00	16.01	16.01	11.93	11.94	2.039	2.038	2.036	2.037	0.15	2.01		
F95-2	16.01	16.01	16.02	16.02	11.98	11.98	2.005	1.994	1.994	2.004	0.55	2.00		
F95-3	16.00	16.00	16.02	16.02	11.93	11.93	2.021	2.025	2.013	2.021	0.59	2.01		

表6 1回目圧延後の熱処理試験後の硬さ

材質	工程・熱処理条件	硬さ (10kg HV)					
		1	2	3	4	5	平均
F 9 1	①素管	238	236	238	237	236	237
	②1回目圧延	317	312	319	317	317	316
	③熱処理試験	1100°C × 30min	366	370	370	363	370
		1150°C × 30min	333	348	354	351	342
		1200°C × 30min	187	189	209	233	187
		1250°C × 30min	268	304	299	216	180
	④実機軟化	1100°C × 30min	224	225	221	222	227
F 9 2	①素管	278	279	279	280	285	280
	②1回目圧延	354	351	351	351	345	350
	③熱処理試験	1100°C × 30min	348	348	351	342	357
		1150°C × 30min	339	351	317	299	330
		1200°C × 30min	221	240	325	322	235
		1250°C × 30min	213	216	221	258	258
	④実機軟化	1100°C × 30min	268	270	272	274	-
F 9 3	①素管	310	311	312	308	322	313
	②1回目圧延	383	380	383	383	383	382
	③熱処理試験	1100°C × 30min	397	401	397	394	401
		1150°C × 30min	394	380	383	383	397
		1200°C × 30min	272	366	383	370	274
		1250°C × 30min	281	348	330	264	245
	④実機軟化	1100°C × 30min	302	302	302	304	304
F 9 4	①素管	363	368	362	369	369	366
	②1回目圧延	414	413	421	421	421	418
	③熱処理試験	1100°C × 30min	387	390	387	387	390
		1150°C × 30min	345	345	297	317	322
		1200°C × 30min	287	312	304	304	299
		1250°C × 30min	270	270	270	256	266
	④実機軟化	1100°C × 30min	333	339	360	357	349
F 9 5	①素管	381	379	380	376	381	379
	②1回目圧延	433	437	442	437	442	438
	③熱処理試験	1100°C × 30min	417	417	413	413	413
		1150°C × 30min	366	366	357	363	363
		1200°C × 30min	339	336	345	357	339
		1250°C × 30min	302	297	299	294	285
	④実機軟化	1100°C × 30min	394	397	397	394	397

表7 2回目圧延後の熱処理試験後の硬さ

材質	工程・熱処理条件	硬さ (10kg HV)					
		1	2	3	4	5	平均
F 9 1	①素管	224	225	221	222	227	224
	②2回目圧延	304	304	306	302	306	304
	③熱処理試験	1100°C × 30min	329	273	280	334	273
		1150°C × 30min	175	178	175	188	-
		1200°C × 30min	186	205	205	173	197
		1250°C × 30min	197	197	197	190	202
F 9 2	④実機軟化	1150°C × 30min	213	211	214	211	208
	①素管	268	270	272	274	-	271
	②2回目圧延	346	346	344	359	354	350
	③熱処理試験	1100°C × 30min	359	290	336	341	317
		1150°C × 30min	213	226	222	222	221
		1200°C × 30min	176	184	183	175	185
F 9 3		1250°C × 30min	208	202	198	198	229
	④実機軟化	1150°C × 30min	259	256	259	257	253
	①素管	302	302	302	304	304	303
	②2回目圧延	398	394	391	391	391	393
	③熱処理試験	1100°C × 30min	414	373	401	417	376
		1150°C × 30min	269	304	288	280	290
F 9 4		1200°C × 30min	242	242	248	225	212
		1250°C × 30min	218	213	214	254	225
	④実機軟化	1150°C × 30min	302	306	311	313	308
	①素管	333	339	360	357	357	349
	②2回目圧延	401	414	417	404	410	409
	③熱処理試験	1100°C × 30min	365	326	308	308	313
F 9 5		1150°C × 30min	298	296	300	300	306
		1200°C × 30min	280	294	282	296	284
		1250°C × 30min	271	278	292	280	277
	④実機軟化	1150°C × 30min	320	315	311	322	311
	①素管	379	368	368	368	370	371
	②2回目圧延	442	449	446	446	442	445
F 9 6	③熱処理試験	1100°C × 30min	401	385	373	385	370
		1150°C × 30min	351	344	344	344	349
		1200°C × 30min	346	334	351	344	336
		1250°C × 30min	334	294	296	290	331
	④実機軟化	1150°C × 30min	379	379	373	370	373

表8 フェライト系ODS鋼の製造工程と硬さ

材質	工程	硬さ (10kg HV)					
		1	2	3	4	5	平均
F91	① 素管	238	236	238	237	236	237
	② 1回目圧延	317	312	319	317	317	316
	③ 途中軟化 (1100°C)	224	225	221	222	227	224
	④ 2回目圧延	306	304	304	304	304	304
	⑤ 最終熱処理 (1150°C)	213	211	214	211	208	211
	⑥ 25%CW	225	227	231	227	232	228
F92	① 素管	278	279	279	280	285	280
	② 1回目圧延	354	351	351	351	345	350
	③ 途中軟化 (1100°C)	268	270	272	274	-	271
	④ 2回目圧延	354	345	345	333	333	342
	⑤ 最終熱処理 (1150°C)	259	256	256	257	253	256
	⑥ 25%CW	293	297	305	299	293	297
F93	① 素管	310	311	312	308	322	313
	② 1回目圧延	383	380	383	383	383	382
	③ 途中軟化 (1100°C)	302	302	302	304	304	303
	④ 2回目圧延	398	394	391	391	391	393
	⑤ 最終熱処理 (1150°C)	302	306	311	313	308	308
	⑥ 25%CW	335	335	330	325	330	331
F94	① 素管	363	368	362	369	369	366
	② 1回目圧延	413	413	421	421	421	418
	③ 途中軟化 (1100°C)	317	336	330	317	336	327
	④ 2回目圧延	401	414	417	404	410	409
	⑤ 最終熱処理 (1150°C)	320	315	311	322	311	316
	⑥ 25%CW	-	-	-	-	-	-
F95	① 素管	381	379	380	376	381	379
	② 1回目圧延	433	437	442	437	442	438
	③ 途中軟化 (1100°C)	397	401	390	394	394	395
	④ 再軟化 (1145°C)	379	368	368	368	370	371
	⑤ 2回目圧延	442	449	446	446	442	445
	⑥ 最終熱処理 (1150°C)	379	379	373	370	373	375
	⑦ 25%CW	-	-	-	-	-	-

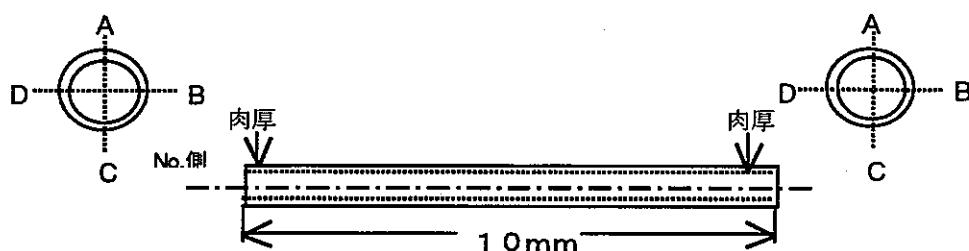


表9.1 F94被覆管（熱処理仕上げ材）の寸法測定結果（φ9.4mm）

鋼種	試験片 No.	寸法測定 (mm)					偏肉量 (mm) 最大-最小	偏肉率 (%)	
		測定位置	A	B	C	D			
F94	F1	肉厚	No.	0.651	0.610	0.606	0.638	0.625	0.045 0.039
			反No.	0.643	0.612	0.604	0.633		
	F2	肉厚	No.	0.650	0.636	0.601	0.608	0.623	0.049 0.058
			反No.	0.652	0.635	0.594	0.605		
	F3	肉厚	No.	0.609	0.599	0.645	0.639	0.622	0.046 0.040
			反No.	0.603	0.601	0.639	0.641		
	F4	肉厚	No.	0.611	0.634	0.644	0.616	0.625	0.033 0.053
			反No.	0.600	0.625	0.653	0.614		
	F5	肉厚	No.	0.607	0.640	0.649	0.612	0.626	0.042 0.045
			反No.	0.602	0.636	0.647	0.618		
	F6	肉厚	No.	0.636	0.643	0.609	0.601	0.622	0.042 0.043
			反No.	0.633	0.643	0.609	0.600		
	F7	肉厚	No.	0.641	0.640	0.599	0.605	0.622	0.042 0.044
			反No.	0.638	0.646	0.607	0.602		

表9.2 F95被覆管（熱処理仕上げ材）の寸法測定結果（φ9.4mm）

鋼種	試験片 No.	寸法測定 (mm)					偏肉量 (mm) 最大-最小	偏肉率 (%)	
		測定位置	A	B	C	D			
F95	5S01	肉厚	No.	0.673	0.620	0.595	0.636	0.631	0.078 0.075
			反No.	0.671	0.634	0.596	0.622		
	5S02	肉厚	No.	0.675	0.624	0.595	0.650	0.636	0.080 0.081
			反No.	0.673	0.654	0.592	0.626		
	5C01*	肉厚	No.	0.734	0.646	0.587	0.708	0.666	0.147 0.157
			反No.	0.740	0.682	0.583	0.646		
	5C02*	肉厚	No.	0.762	0.661	0.552	0.623	0.649	0.210 0.200
			反No.	0.756	0.634	0.556	0.646		

*: 製管途中に被覆管との溶接部に割れが生じた

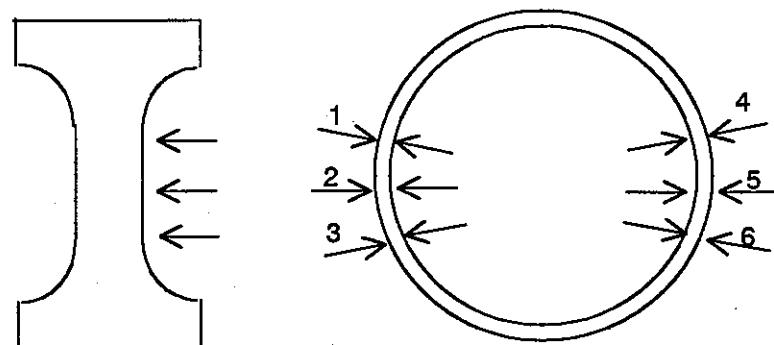


表10 製造被覆管の偏肉率

試験片番号	肉厚 (mm)						肉厚 平均値	偏肉率 (%)
	1	2	3	4	5	6		
F91ST-1	0.62	0.63	0.60	0.56	0.56	0.57	0.59	12
F91ST-2	0.62	0.63	0.58	0.56	0.55	0.58	0.59	14
F92ST-1	0.57	0.59	0.65	0.63	0.59	0.57	0.60	13
F92ST-2	0.61	0.64	0.62	0.59	0.57	0.56	0.60	13
F94ST-1	0.63	0.61	0.61	0.63	0.65	0.63	0.63	6
F94ST-2	0.63	0.62	0.62	0.63	0.63	0.63	0.63	2
F94ST-3	0.63	0.62	0.62	0.62	0.64	0.63	0.63	3
F94ST-4	0.62	0.62	0.62	0.63	0.62	0.62	0.62	2
F94ST-5	0.57	0.56	0.63	0.68	0.66	0.60	0.62	19
F94ST-6	0.61	0.66	0.67	0.62	0.58	0.58	0.62	15
F94ST-7	0.62	0.63	0.66	0.65	0.59	0.61	0.63	11

表11.1 リング引張試験結果 (F91ST材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 1 ST	25	462	696	14.0	33.6
	25	423	685	11.2	34.8
	400	315	478	8.8	16.2
	400	296	495	12.2	25.1
	600	228	291	9.0	18.0
	600	215	321	18.0	28.0
	650	118	276	32.2	39.6
	650	157	265	12.5	32.6
	700	70	246	15.6	18.0
	700	72	197	16.6	21.0

表11.2 リング引張試験結果 (F91CW材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 1 CW	25	437	733	9.8	10.4
	25	474	753	9.2	10.8
	400	410	441	1.5	8.5
	400	420	474	2.0	3.0
	600	257	316	6.0	6.2
	600	218	331	7.8	8.6
	650	160	267	12.2	13.2
	650	160	257	8.8	10.4
	700	94	195	14.4	16.8
	700	91	199	15.6	18.0

表11.3 リング引張試験結果 (F92ST材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 2 ST	25	480	837	12.0	26.6
	25	498	833	11.2	24.0
	400	480	625	7.4	18.6
	400	483	593	4.0	5.8
	600	267	389	5.6	11.0
	600	220	357	12.4	13.4
	650	136	305	13.4	16.0
	650	158	299	10.6	12.2
	700	83	234	29.6	50.4
	700	88	217	15.0	17.0

表11.4 リング引張試験結果 (F92CW材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 2 CW	25	590	873	7.4	8.2
	25	572	898	8.2	9.4
	400	390	623	6.7	7.6
	400	433	597	3.2	3.6
	600	257	401	7.6	8.2
	600	263	418	8.4	9.0
	650	201	335	7.6	8.0
	650	193	329	6.0	6.6
	700	93	246	12.4	14.0
	700	113	225	4.6	6.0

表11.5 リング引張試験結果 (F93ST材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 3 ST	25	-	-	-	-
	25	750	988.9	10.1	14.7
	400	578	766.7	8.9	16.6
	400	583	761.1	6.6	13.1
	600	311	500	9.6	18.3
	600	308	483.3	8.9	17.9
	650	222	372.2	7.1	13.6
	650	208	297.2	10.3	15
	700	172	293.3	7.8	18.4
	700	176	295.6	7.3	19.6

表11.6 リング引張試験結果 (F93CW材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 3 CW	25	590	873	7.4	8.2
	25	572	898	8.2	9.4
	400	390	623	6.7	7.6
	400	433	597	3.2	3.6
	600	257	401	7.6	8.2
	600	263	418	8.4	9.0
	650	201	335	7.6	8.0
	650	193	329	6.0	6.6
	700	93	246	12.4	14.0
	700	113	225	4.6	6.0

表11.7 リング引張試験結果 (F94ST材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 4 ST	25	567	1012	14.4	16.2
	25	533	990	13.6	17.5
	400	468	657	4.8	5.6
	400	512	552	1.0	2.0
	600	276	431	9.2	10.8
	600	263	434	9.7	10.4
	650	254	337	5.2	7.4
	650	199	357	10.8	15.0
	700	165	264	8.4	14.9
	700	125	250	9.2	11.2

表11.8 リング引張試験結果 (F94CW材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 4 CW	25	590	873	7.4	8.2
	25	572	898	8.2	9.4
	400	390	623	6.7	7.6
	400	433	597	3.2	3.6
	600	257	401	7.6	8.2
	600	263	418	8.4	9.0
	650	201	335	7.6	8.0
	650	193	329	6.0	6.6
	700	93	246	12.4	14.0
	700	113	225	4.6	6.0

表11.9 リング引張試験結果 (F95ST材)

鋼種	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様のび (%)	破断のび (%)
F 9 5 ST	25	901	1050	3.0	10.3
	400	749	890	6.1	16.6
	600	407	552	6.9	27.9
	650	306	426	8.8	20.1
	700	235	350	8.4	19.1

表12 フェライト系ODS鋼被覆管熱処理仕上げ材の内圧クリープ破断試験結果

鋼種	試験片No.	試験温度 (°C)	周応力 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	規格化* 相当応力	破断時間 (h)	伸び (%)	備考
F91ST	F91ST-1	700	110	71	1.342	25.1	2.0	F
	F91ST-2	700	80	71	0.976	178.8	0.7	F
F92ST	F92ST-1	700	130	86	1.309	23.6	-	V
	F92ST-2	700	90	86	0.906	100.5	1.4	F
F93ST	F931	650	170	215	0.685	586.1	1.5	-
	F933	700	170	174	0.846	9.2	2.6	-
	F934	700	120	174	0.597	59.2	1.7	-
F94ST	F94ST-1	650	280	227	1.068	2.5	-	V
	F94ST-2	650	200	227	0.763	100.2	0.6	F
	F94ST-4	700	180	145	1.075	22.0	-	V
	F94ST-5	700	150	145	0.896	70.1	1.0	F
	F94ST-6	700	130	145	0.776	136.7	0.7	F
	F94ST-7	700	100	145	0.597	2119.8	-	F
F95ST	F952	700	190	235	0.700	80.6	1.4	-
	F951	700	170	235	0.626	370.3	1.5	-
	F954	700	150	235	0.553	628.1	1.5	-
	F953	700	130	235	0.479	1883.3	0.5	-

*: 相当応力/試験温度での0.2%耐力（リング引張試験）

表13 フェライト系ODS鋼被覆管25%冷間加工仕上げ材の内圧クリープ破断試験結果

鋼種	試験片No.	試験温度 (°C)	周応力 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	規格化* 相当応力	破断時間 (h)	伸び (%)	備考
F91CW	F91CW-1	700	100	93	0.931	27.2	-	V
	F91CW-2	700	70	93	0.652	101.8	1.4	F
F92CW	F92CW-1	700	120	103	1.009	24.3	-	V
	F92CW-2	700	80	103	0.673	64.2	1.4	F
F93CW	FC933	700	170	163	0.903	1.4	2.6	-
	FC934	700	110	163	0.584	15.3	1.7	-
F94CW	F94CW-1	700	160	177	0.783	10.5	-	V
	F94CW-2	700	100	177	0.489	306.0	0.6	F

* : 相当応力 / 試験温度での0.2%耐力 (リング引張試験)

表14 フェライト系ODS鋼被覆管の単軸クリープ試験結果

鋼種	試験片No.	試験温度 (°C)	応力 (MPa)	破断時間 (h)	伸び (%)	備考
F93ST	F31	700	200	121.3	1.5	-
	F32	700	160	167.2	2.3	-
F93CW	FC31	700	200	96.6	11.0	-
	FC32	700	160	129.3	3.5	-
F94ST	F94ST-2	700	250	9.9	8.3	-
	F94ST-3	700	210	5568.8	7.0	-
	F94ST-1	700	150	(2845.8)	0	試験中止
F94CW	F94CW-4	700	270	1209.6	4.9	-
	F94CW-2	700	250	709.3	0.9	端部破断
	F94CW-3	700	150	(2687.0)	0	試験中止
F95ST	F52	700	300	45.0	9.0	-
	F51	700	250	4296.1	0.3	-

表15 透過型電子顕微鏡観察から得られた分散パラメータ

鋼種	\bar{r} (10^{-9}m)	\bar{r}^2 (10^{-17}m^2)	\bar{r}^3 (10^{-26}m^3)	l_s (10^{-9}m)	r_s (10^{-9}m)	f (volume %)	λ (10^{-9}m)
F91	5.93	3.98	29.3	282	5.27	0.13	342
F92	5.25	3.07	19.8	192	4.60	0.22	231
F93	4.33	2.49	16.8	150	4.52	0.36	179
F94	3.63	1.55	7.58	106	3.35	0.39	126
F95	2.73	0.79	2.41	69	2.27	0.39	82

表16 分散パラメータから求めた700°Cでのしきい応力

鋼種	しきい応力 (MPa)
F91	62~82
F92	87~118
F93	112~151
F94	144~151
F95	191~276

表 17 Ti 及び Y の定量分析結果

供試材 : F 9 1 (a t %)

	分析点 1	分析点 2	分析点 3	平均
T i	52.82	51.01	52.73	52.19
Y	47.18	48.99	47.27	47.81

供試材 : F 9 2 (a t %)

	分析点 1	分析点 2	分析点 3	平均
T i	50.99	54.78	58.96	54.91
Y	49.01	45.22	41.04	45.09

供試材 : F 9 3 (a t %)

	分析点 1	分析点 2	分析点 3	平均
T i	56.30	53.25	50.18	53.24
Y	43.70	46.75	49.82	46.76

供試材 : F 9 4 (a t %)

	分析点 1	分析点 2	分析点 3	平均
T i	48.03	41.26	45.88	45.06
Y	51.97	58.74	54.12	54.94

供試材 : F 9 5 (a t %)

	分析点 1	分析点 2	分析点 3	平均
T i	22.95	27.45	23.25	24.55
Y	77.05	72.55	76.75	75.45

表 18 全含有量と化合物型含有量の定量分析結果

元素 種類	Cr			W			Ti			C			N		
	全分析	化合物型	固溶型	全分析	化合物型	固溶型	全分析	化合物型	固溶型	全分析	化合物型	固溶型	全分析	化合物型	固溶型
F 9.1	11.14	0.78	10.36	1.88	0.14	1.74	0.14	0.10	0.04	0.066	0.066	0	0.0081	0.0037	0.0044
F 9.2	11.48	0.61	10.87	1.91	0.11	1.80	0.14	0.066	0.074	0.055	0.053	0.002	0.0089	0.0031	0.0058
F 9.3	11.11	0.64	10.47	1.93	0.12	1.81	0.24	0.12	0.12	0.068	0.060	0.008	0.012	0.0041	0.0079
F 9.4	11.50	0.28	11.22	1.92	0.20	1.72	0.31	0.16	0.15	0.060	0.039	0.021	0.018	0.0092	0.0088
F 9.5	11.33	0.23	11.1	1.89	0.34	1.55	0.32	0.15	0.17	0.056	0.031	0.025	0.0091	0.0098	-0.0007

*全分析=バルク材における全含有量の定量分析結果

*化合物型=電解抽出液の0.2 μmフィルターろ過残渣中における元素分析結果

*固溶型=全分析値-化合物型分析値

表 19 複合酸化物の推定

種類	Ti量の分析結果			Y ₂ O ₃ 含有量	過剰 酸素量	TiO ₂ 推定量 過剰O量より	Ti量より	複合化TiO ₂ 量 (wt%)		酸化物組成比 (at%)	
	全分析	化合物型	固溶型					1 : 1	1 : 2	Y ₂ O ₃	TiO ₂
F 9 1	0.14	0.10	0.04	0.08	0.08	0.200	0.067	0.028	0.057	1	2.4
F 9 2	0.14	0.066	0.074	0.13	0.05	0.125	0.123	0.046	0.092	1	2.7
F 9 3	0.24	0.12	0.12	0.22	0.09	0.225	0.200	0.078	0.155	1	2.6
F 9 4	0.31	0.16	0.15	0.24	0.04	0.100	0.250	0.085	0.170	1	1.2
F 9 5	0.32	0.15	0.17	0.24	0.04	0.100	0.283	0.085	0.170	1	1.2

* TiO₂推定量：過剰O量より→過剰酸素量がすべてTiO₂を形成すると仮定した場合
 Ti量より→ 固溶型TiがすべてTiO₂を形成すると仮定した場合
 上記の少ない方がTiO₂の推定量となる。

* 複合化TiO₂量：Y₂O₃含有量に対するTiO₂量



表 20 形成炭化物の推定

元素 種類	化合物型元素分析結果					炭化物中の推定C量 (wt%)		
	Cr	W	Ti	C	N	Cr ₂₃ C ₆	TiC	合計
F 9 1	0.78	0.14	0.10	0.066	0.0037	0.047	0.025	0.072
F 9 2	0.61	0.11	0.066	0.053	0.0031	0.037	0.017	0.053
F 9 3	0.64	0.12	0.12	0.060	0.0041	0.039	0.030	0.069
F 9 4	0.28	0.20	0.16	0.039	0.0092	0.017	0.040	0.057
F 9 5	0.23	0.34	0.15	0.031	0.0098	0.014	0.038	0.051

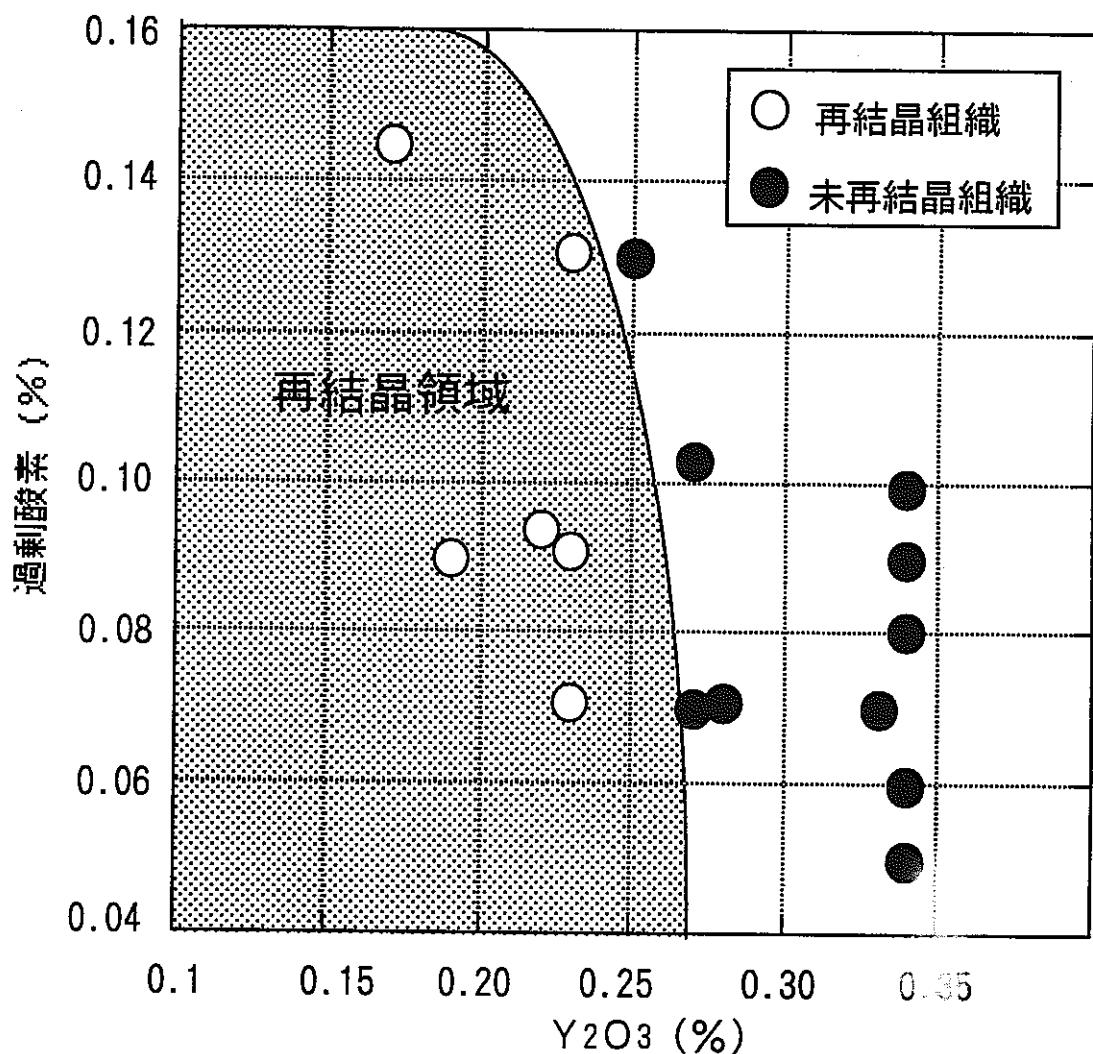


図1 再結晶組織に及ぼすY₂O₃と過剰酸素量との関係

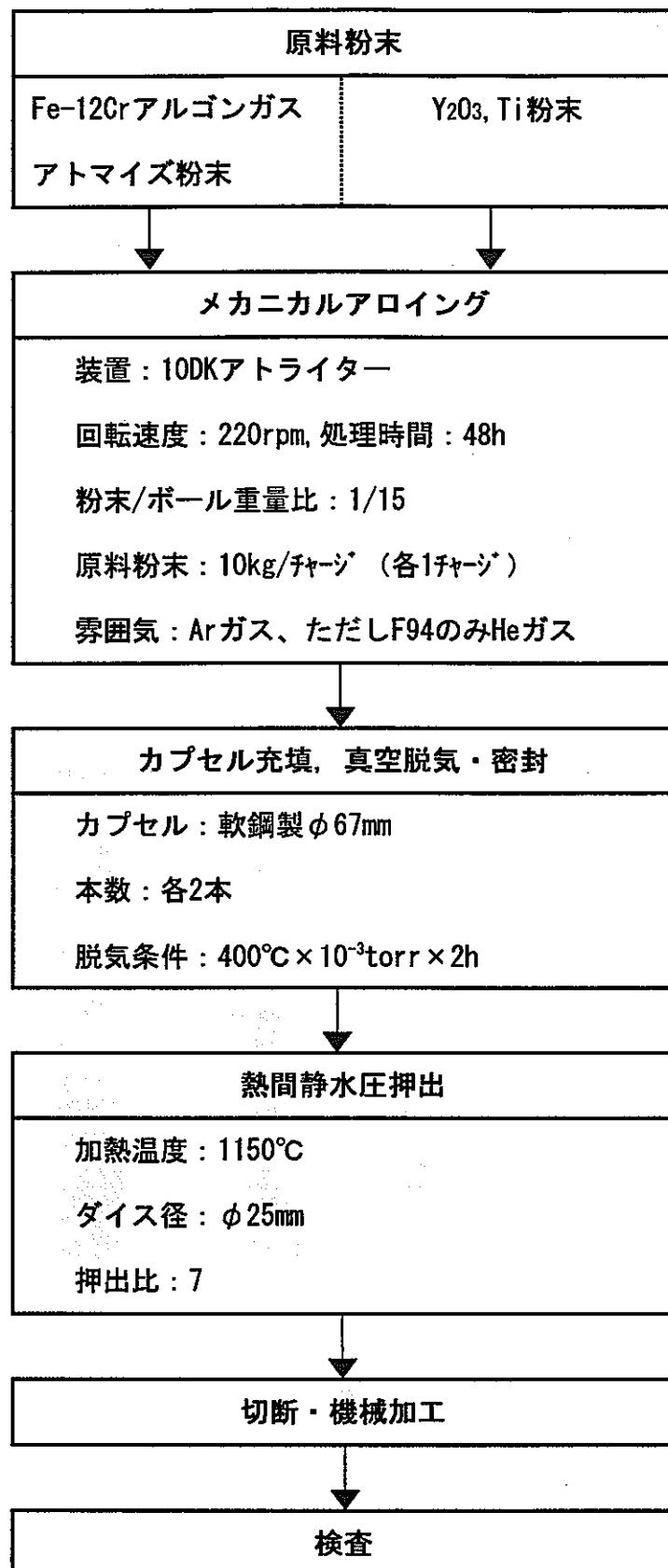


図2 フェライト系ODS鋼押出素管の製造工程

ビッカース硬さ (HV)

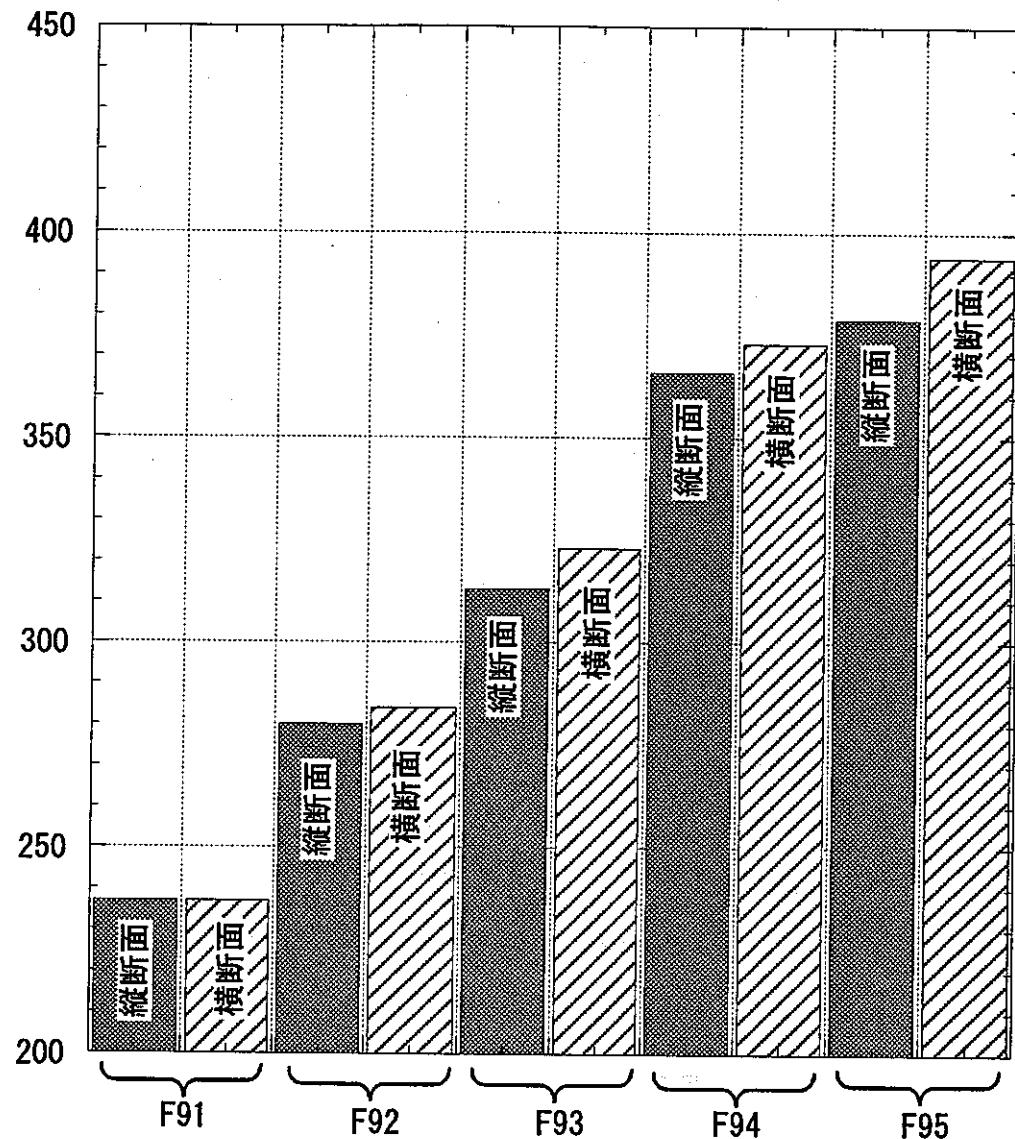


図3 素管の縦断面及び横断面の硬さ

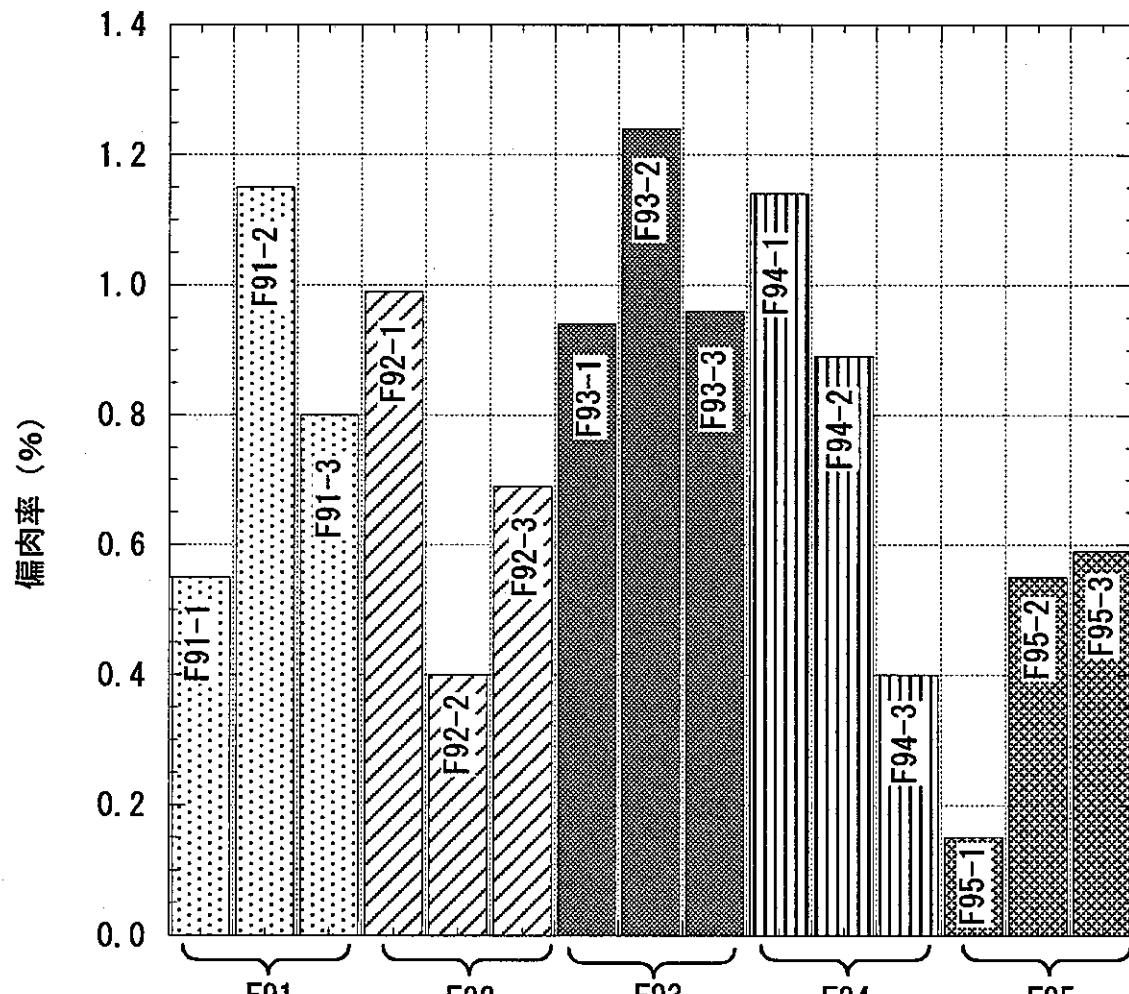


図4 機械加工後の素管の偏肉率

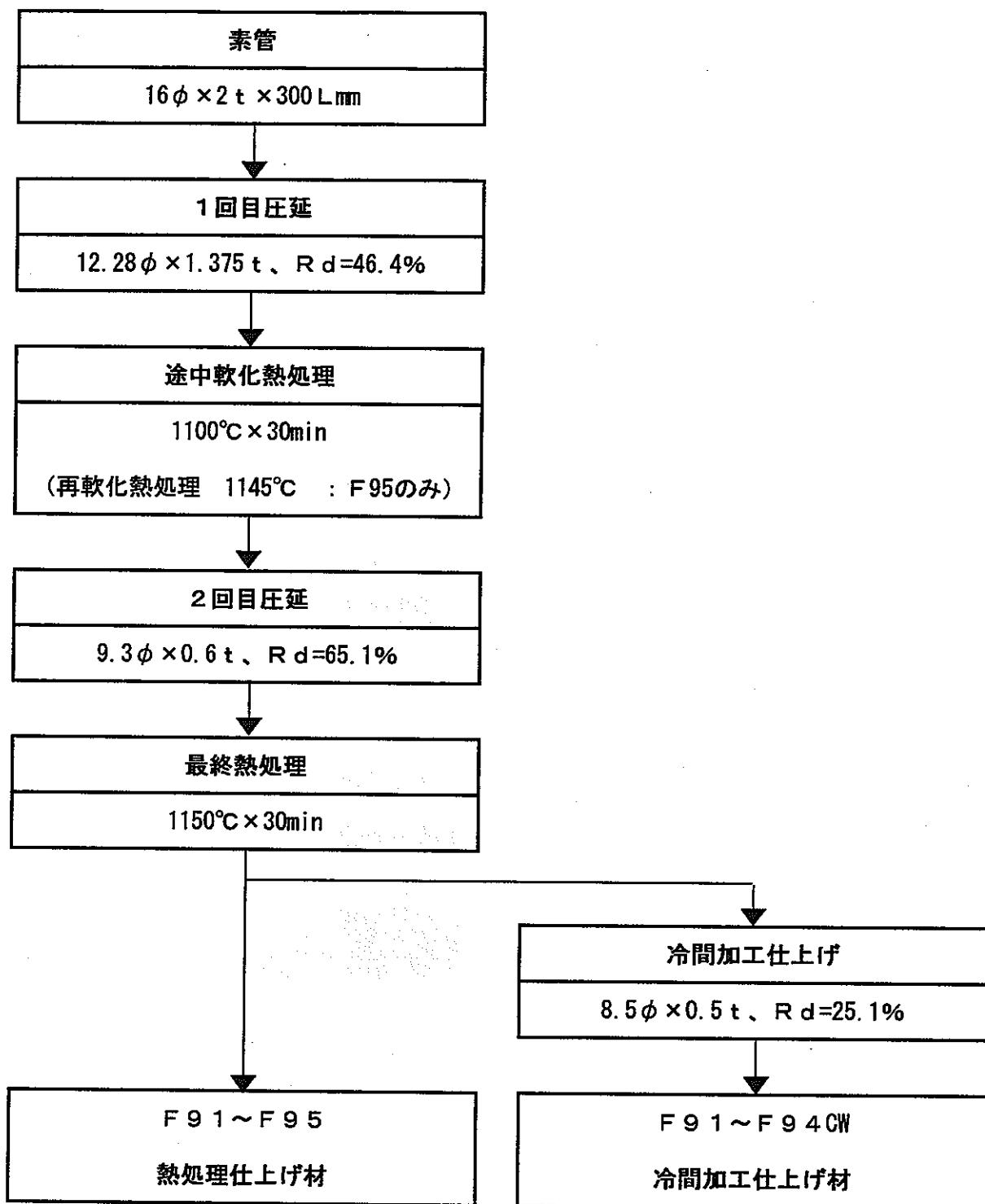


図5 フェライト系ODS鋼被覆管の冷間圧延製造方法

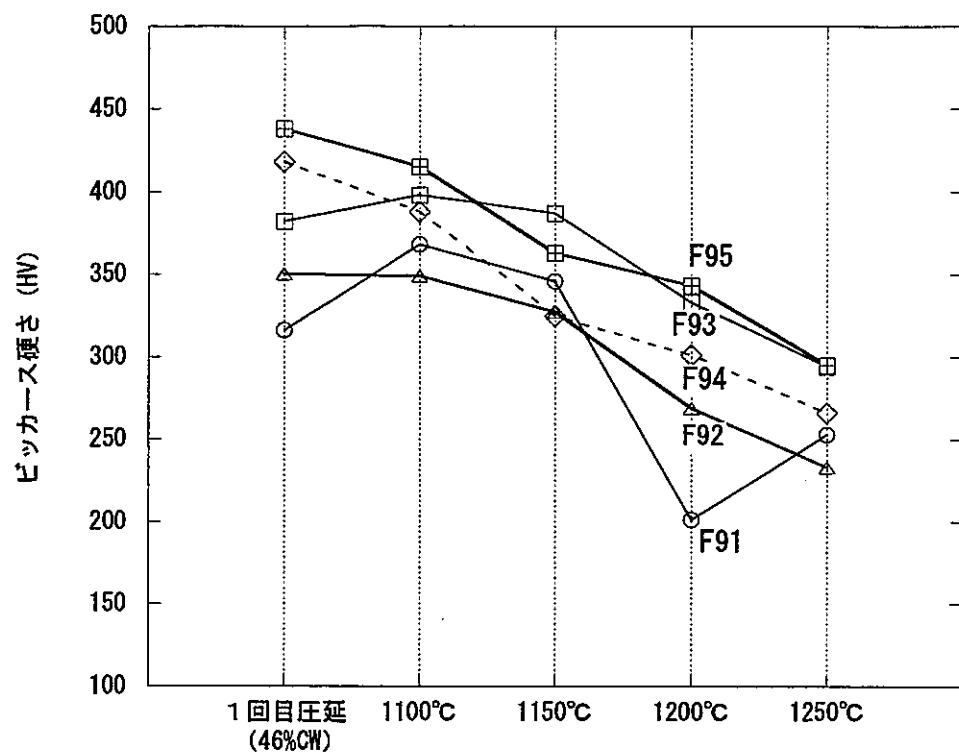


図 6 1回目圧延後の熱処理温度による硬さ変化（ラボ試験）

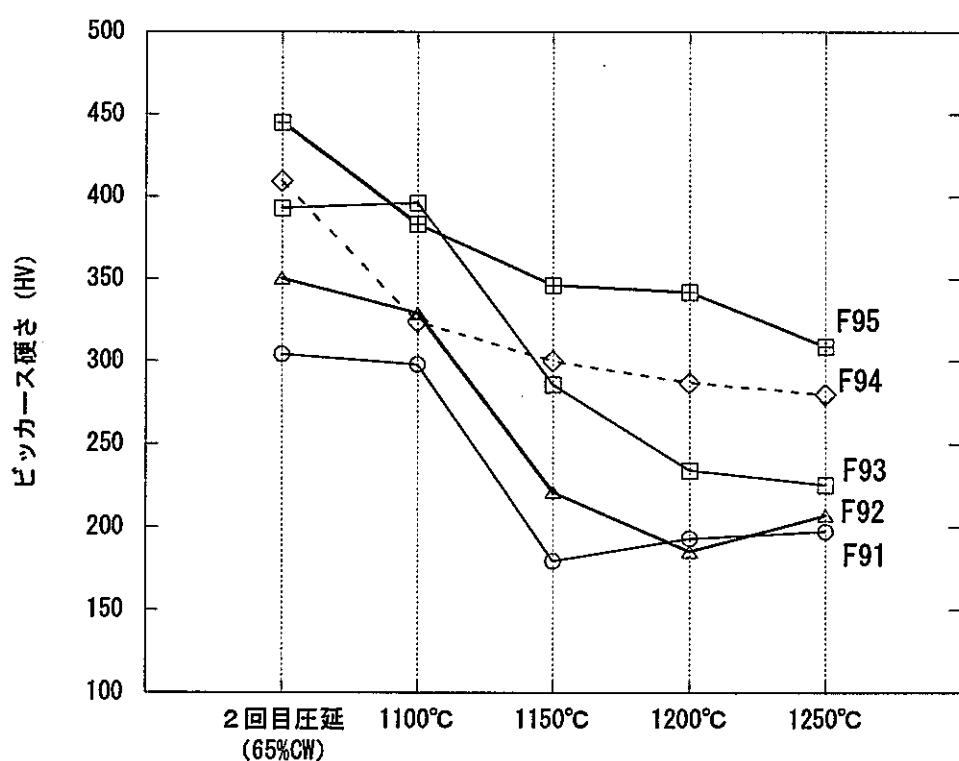


図 7 2回目圧延後の熱処理温度による硬さ変化（ラボ試験）

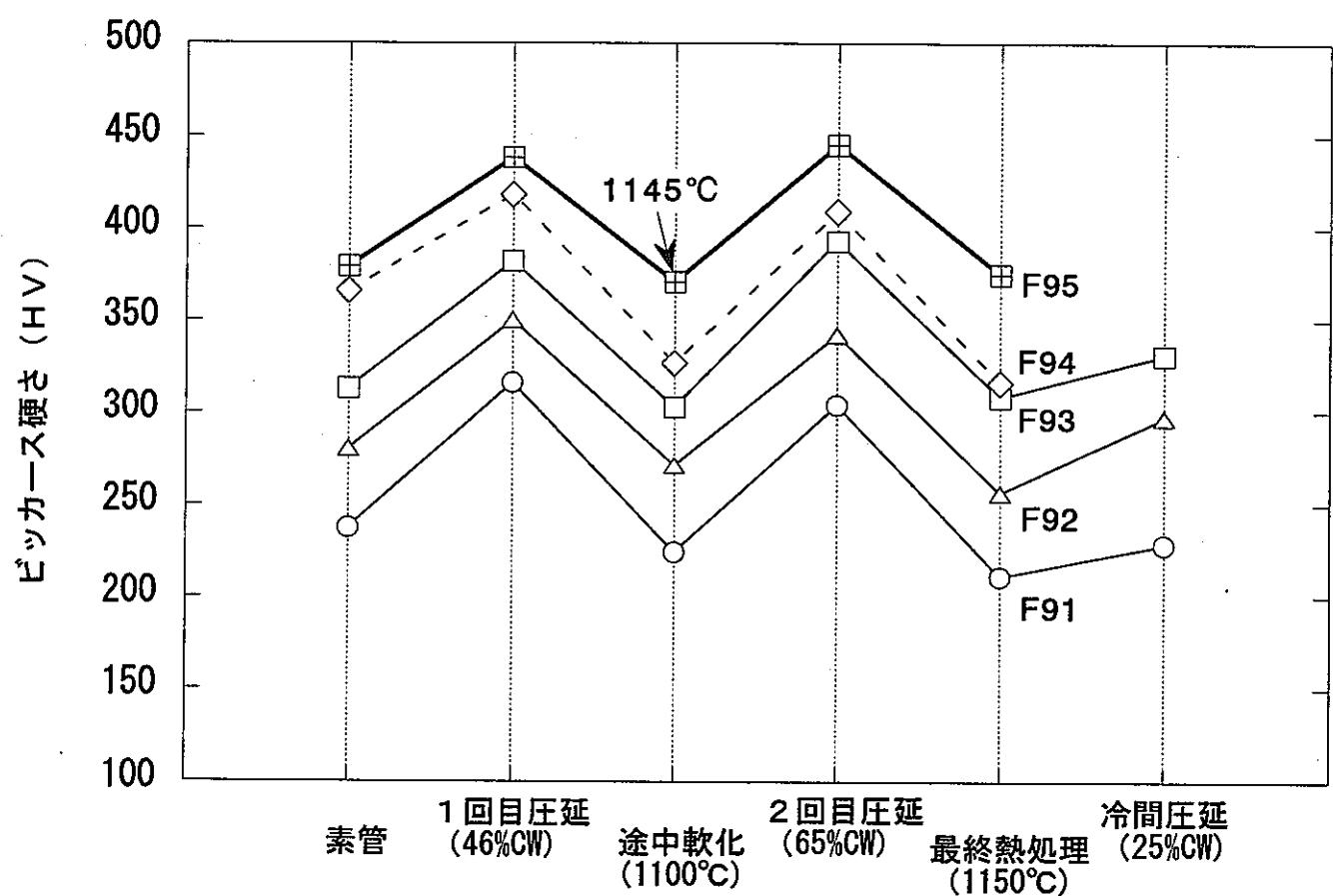


図8 被覆管製管工程での硬さ変化

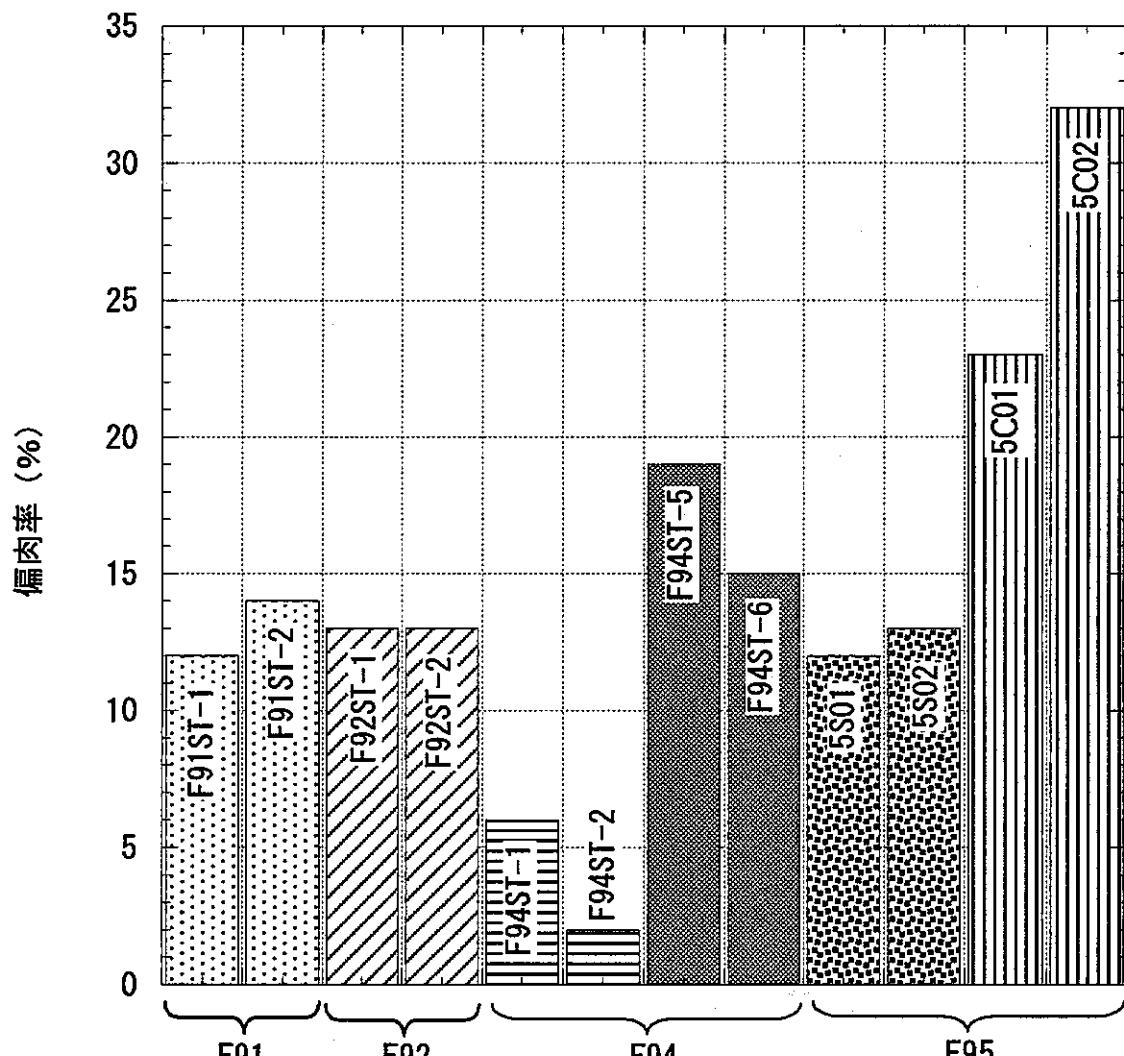
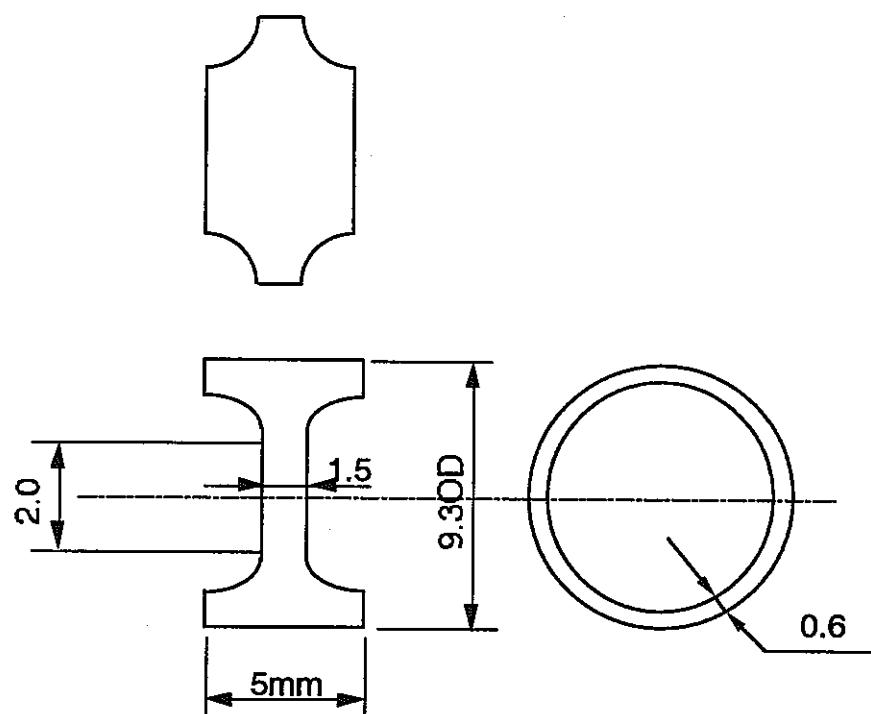
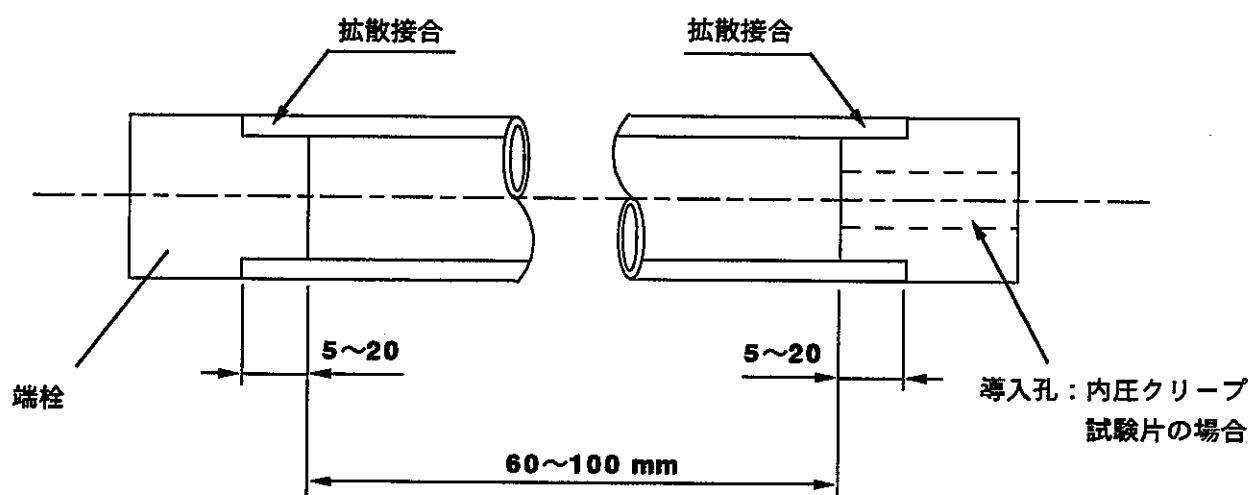


図9 製造被覆管の偏肉率



(a) リング引張試験片



(b) クリープ試験片

図10 強度試験片形状

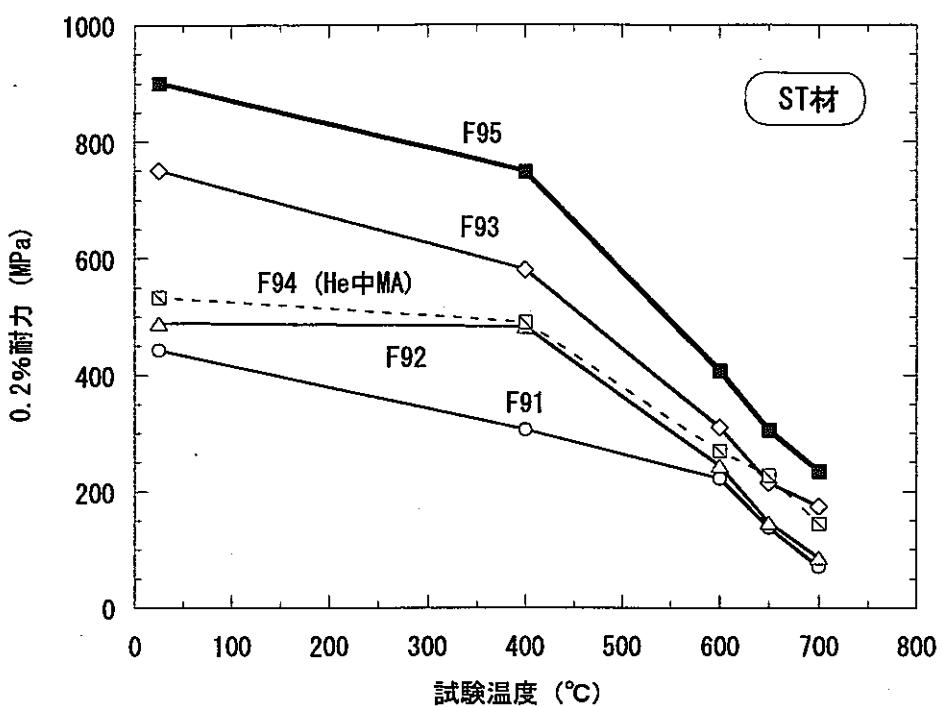


図11.1 フェライト系ODS鋼被覆管リング引張の0.2%耐力の比較 (ST材)

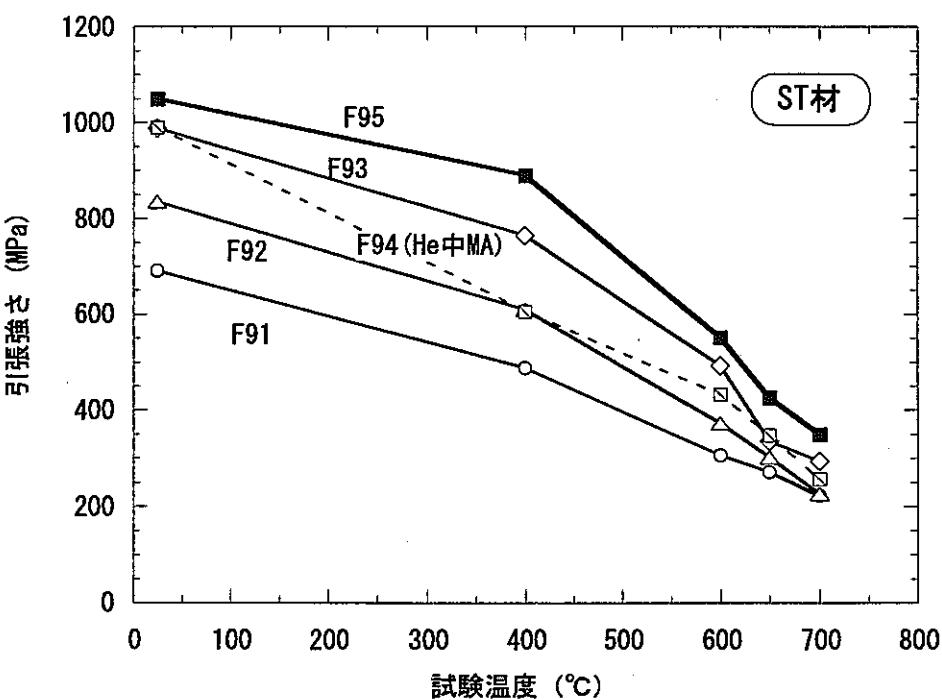


図11.2 フェライト系ODS鋼被覆管リング引張の引張強さの比較 (ST材)

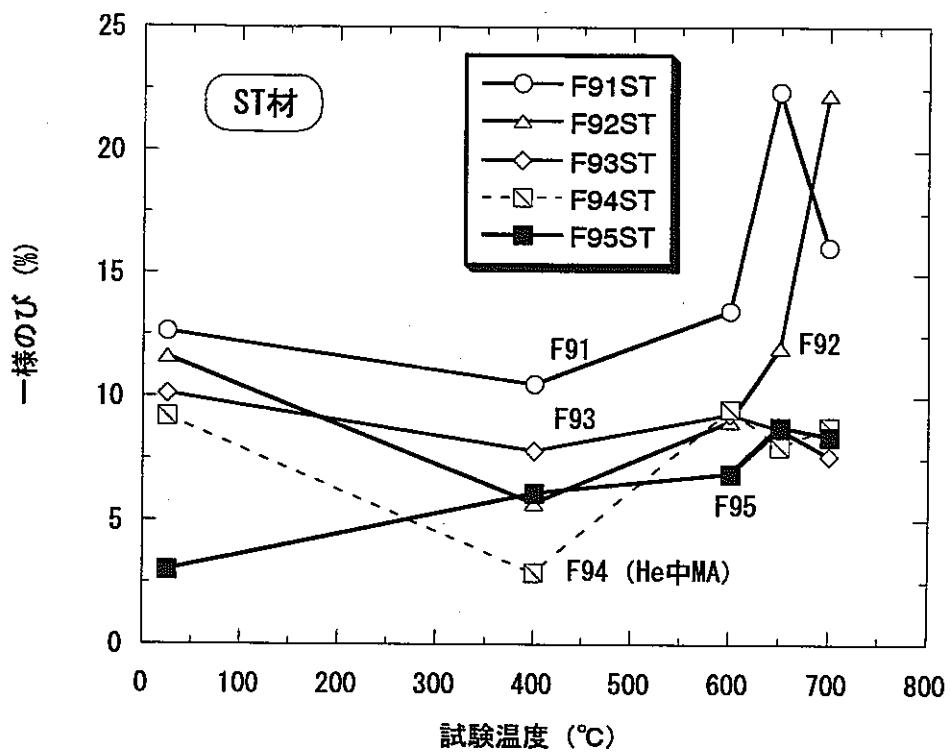


図11.3 フェライト系ODS鋼被覆管リング引張の一様のびの比較 (ST材)

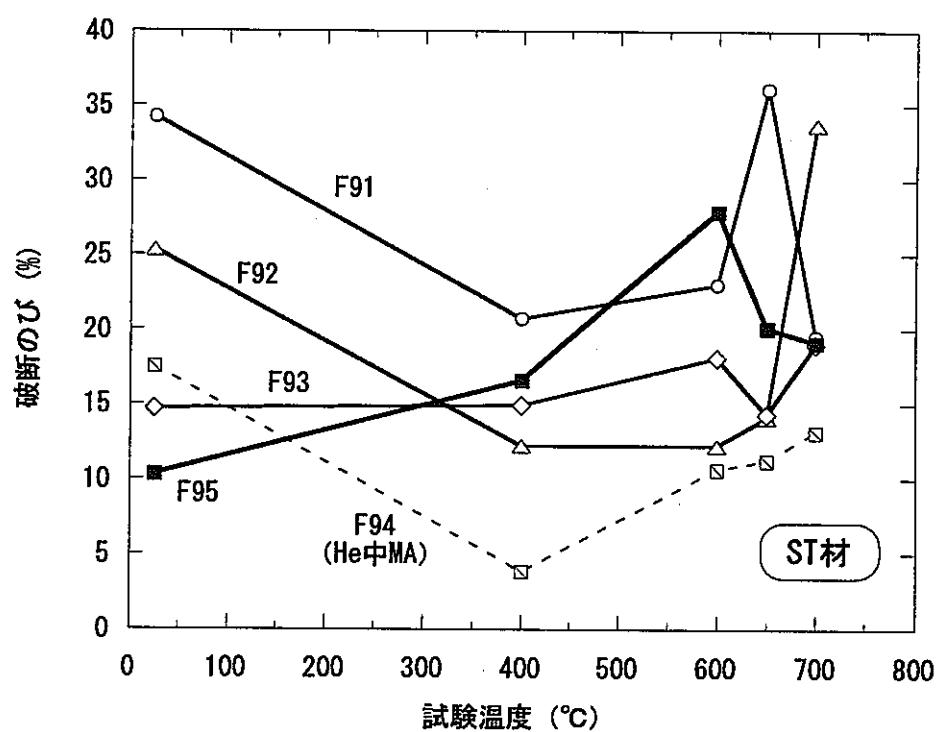


図11.4 フェライト系ODS鋼被覆管リング引張の破断のびの比較 (ST材)

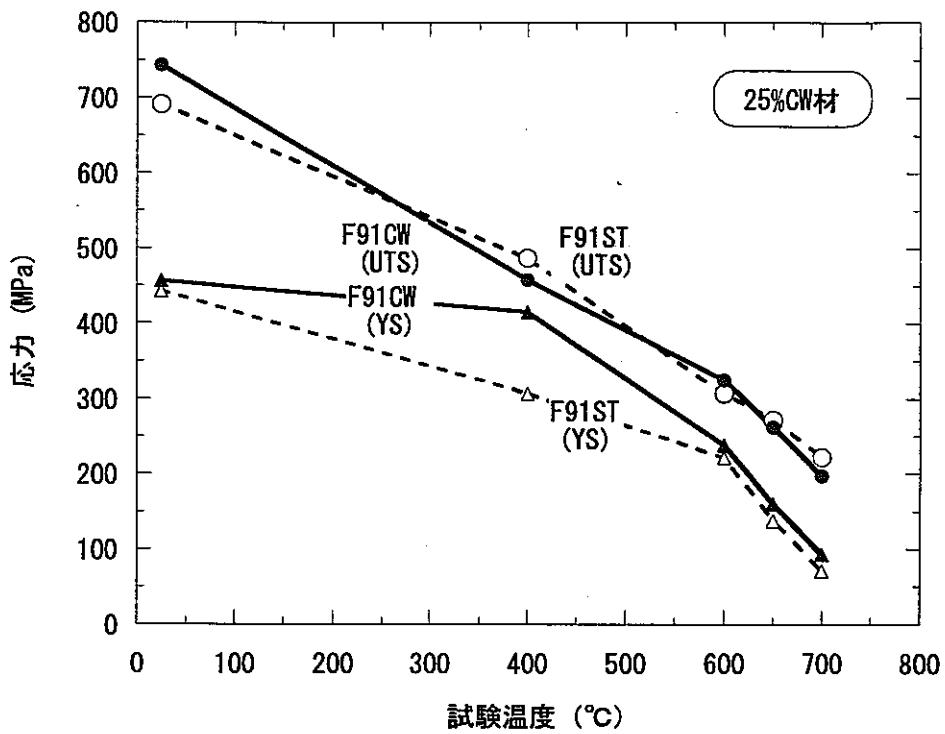


図12.1 リング引張強度に及ぼす25%冷間加工の影響 (F91)

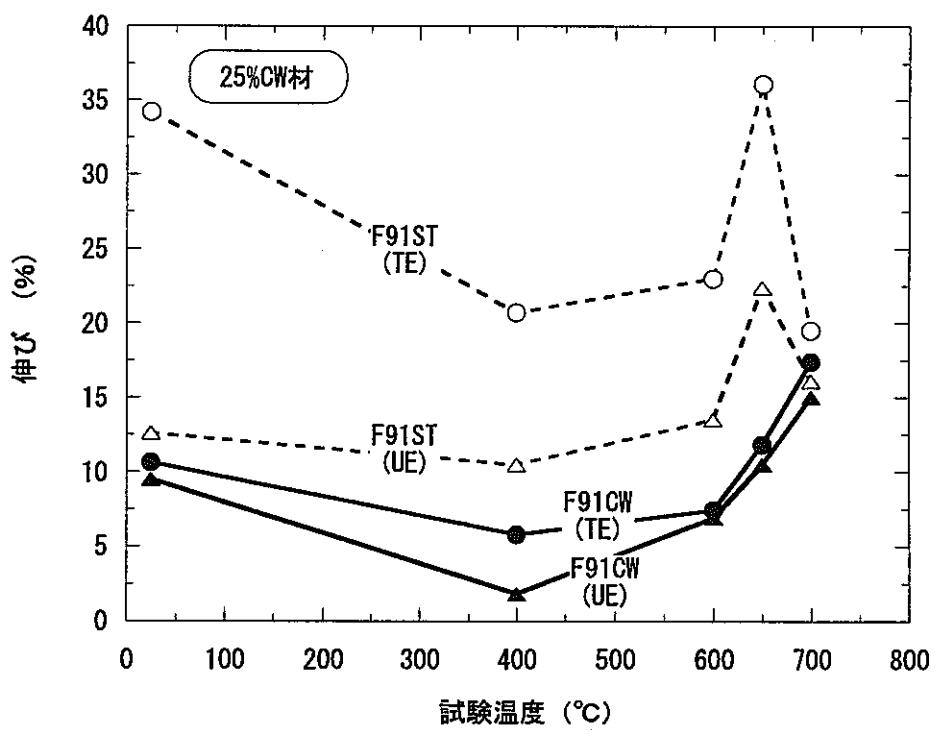


図12.2 延性に及ぼす25%冷間加工の影響 (F91)

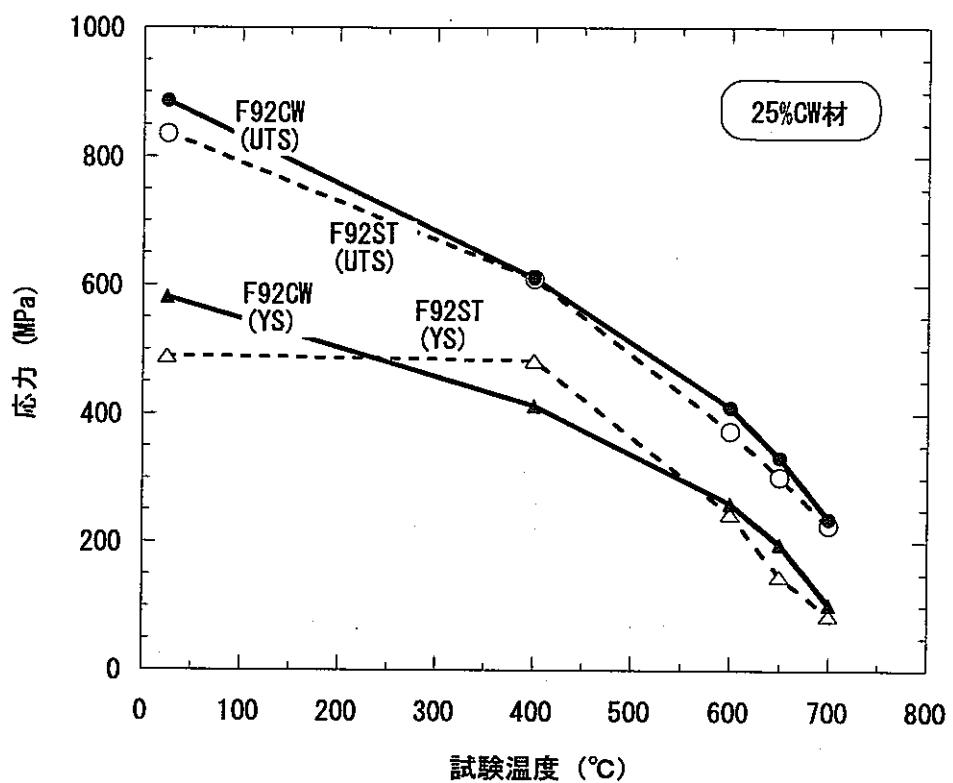


図12.3 リング引張強度に及ぼす25%冷間加工の影響 (F92)

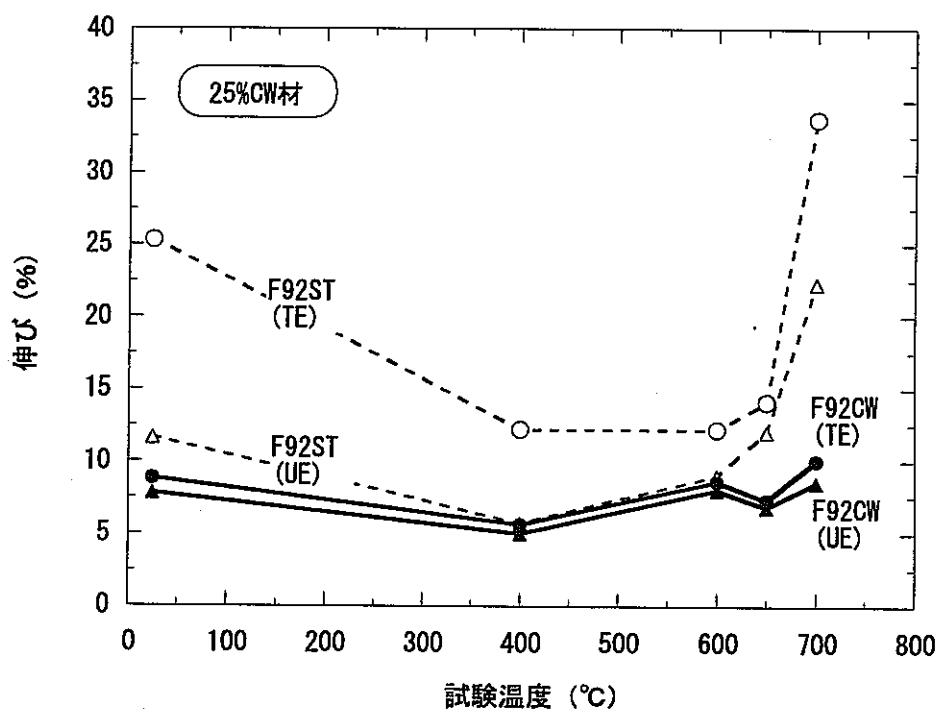


図12.4 延性に及ぼす25%冷間加工の影響 (F92)

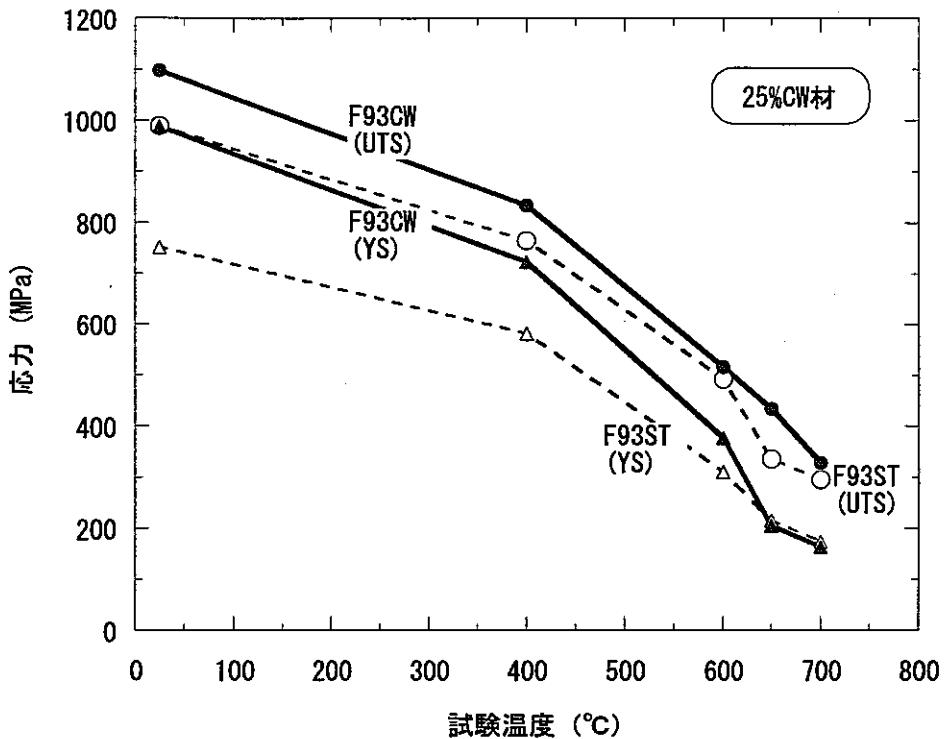


図12.5 リング引張強度に及ぼす25%冷間加工の影響 (F93)

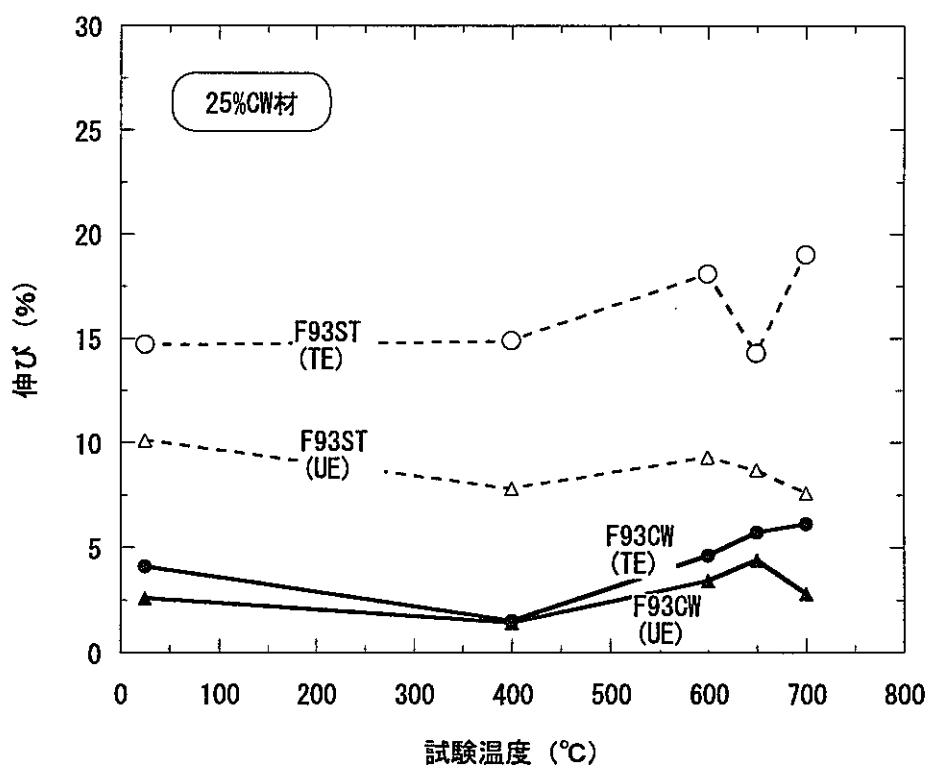


図12.6 延性に及ぼす25%冷間加工の影響 (F93)

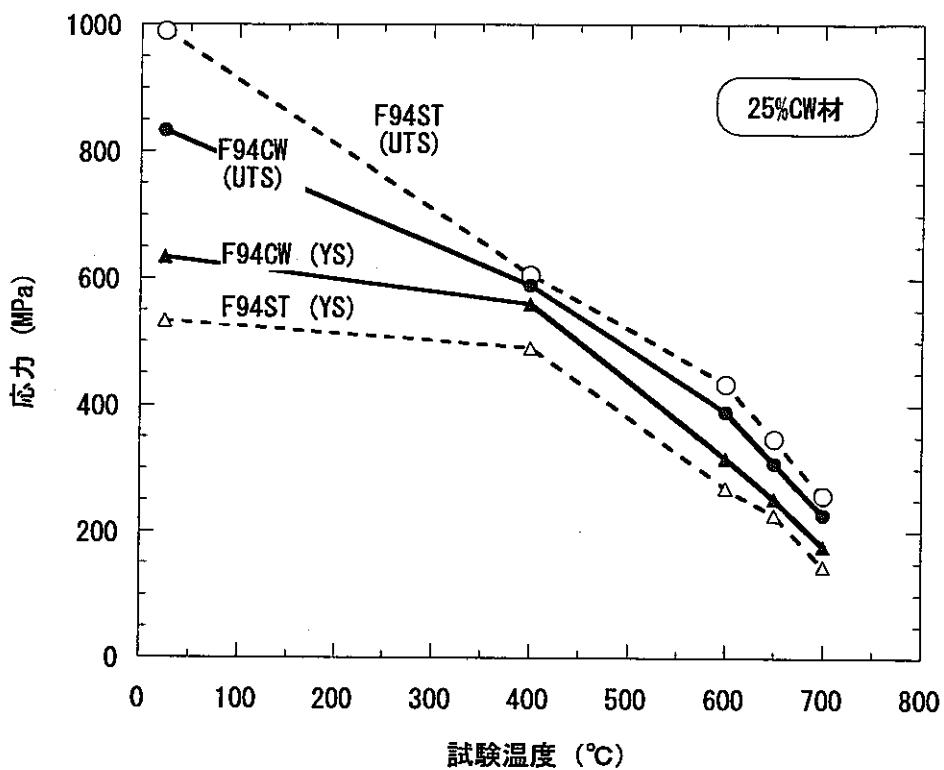


図12.7 リング引張強度に及ぼす25%冷間加工の影響 (F94)

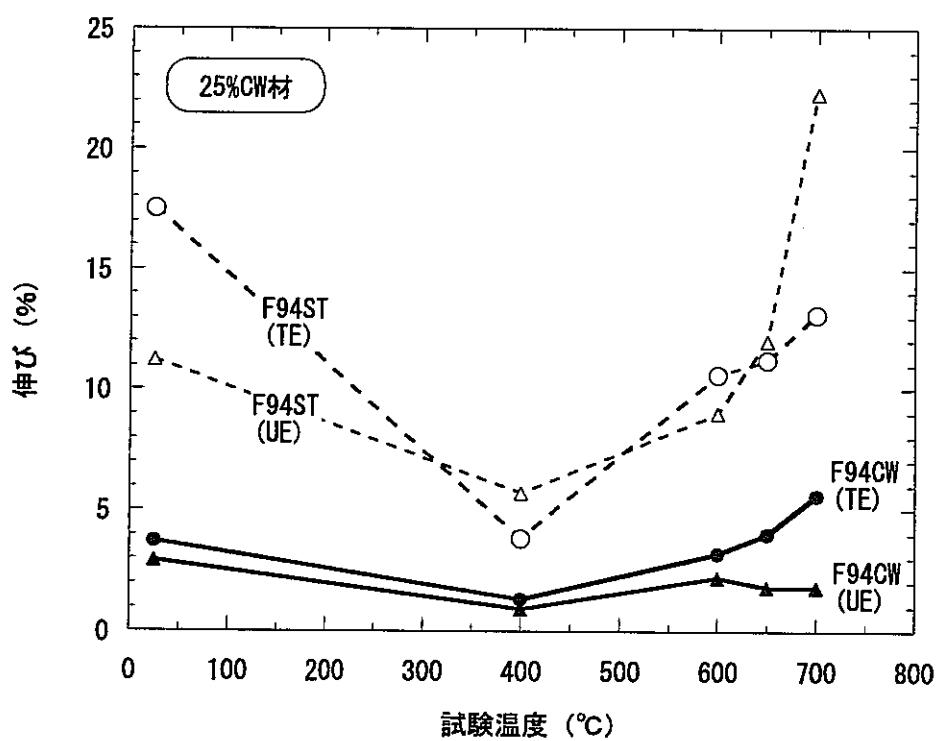


図12.8 延性に及ぼす25%冷間加工の影響 (F94)

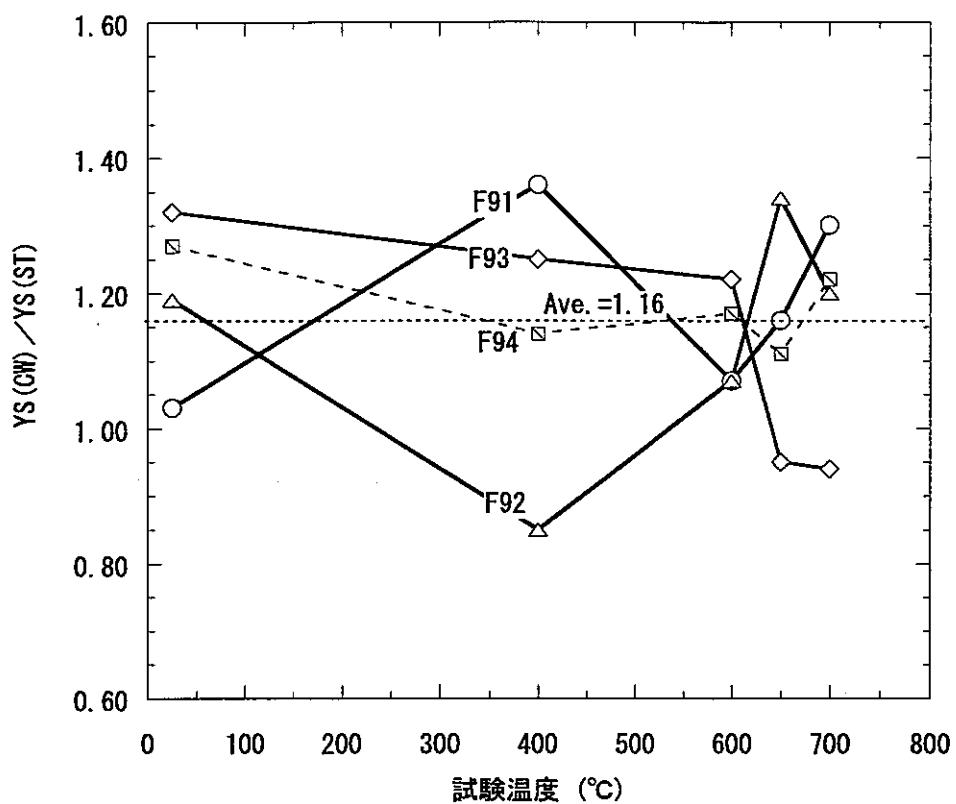


図13.1 0.2%耐力に及ぼす25%冷間加工の影響

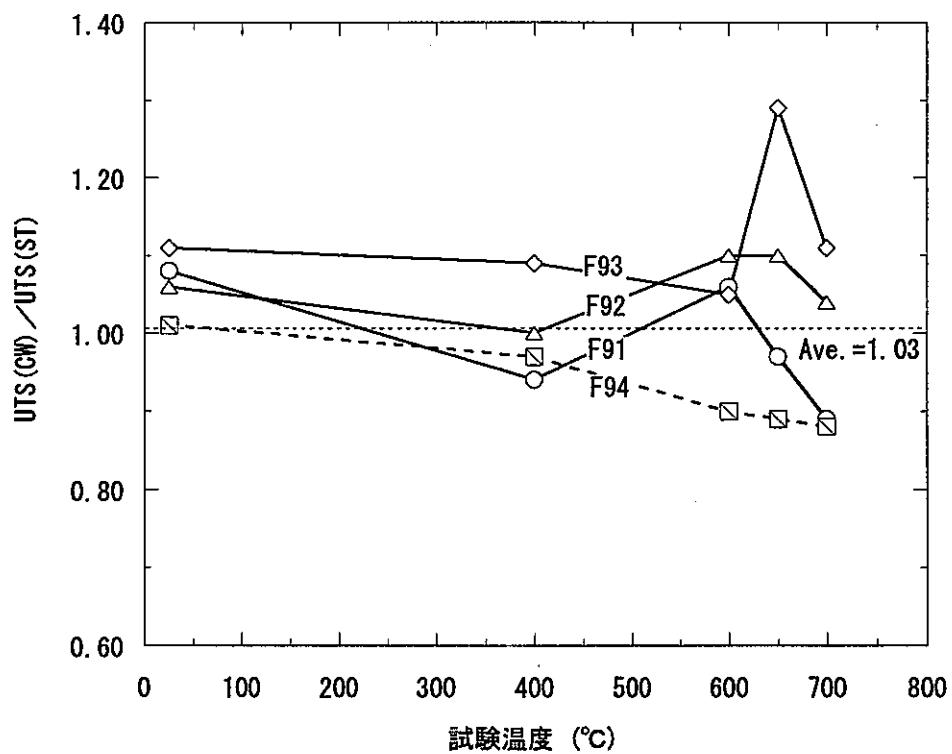


図13.2 引張強さに及ぼす25%冷間加工の影響

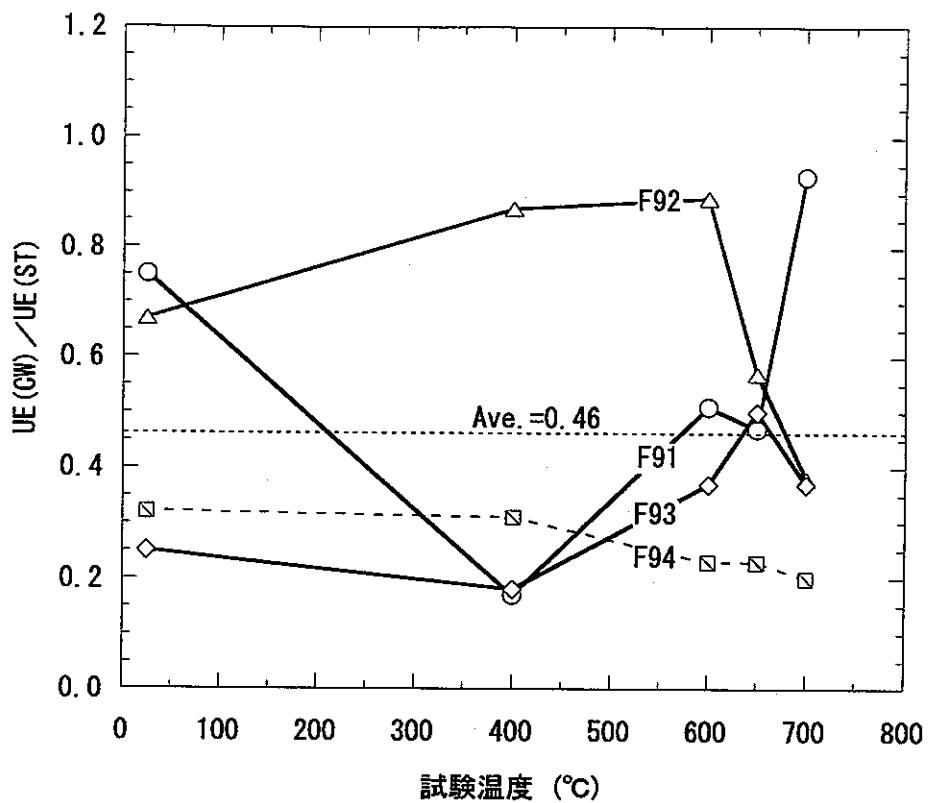


図13.3 一様のびに及ぼす25%冷間加工の影響

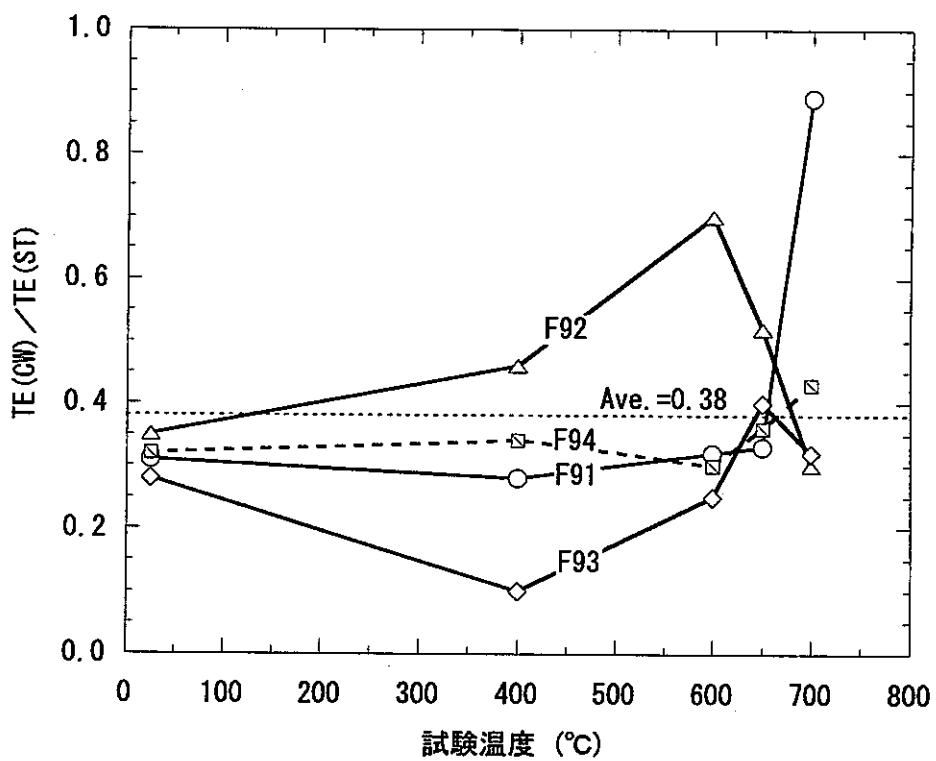


図13.4 破断のびに及ぼす25%冷間加工の影響

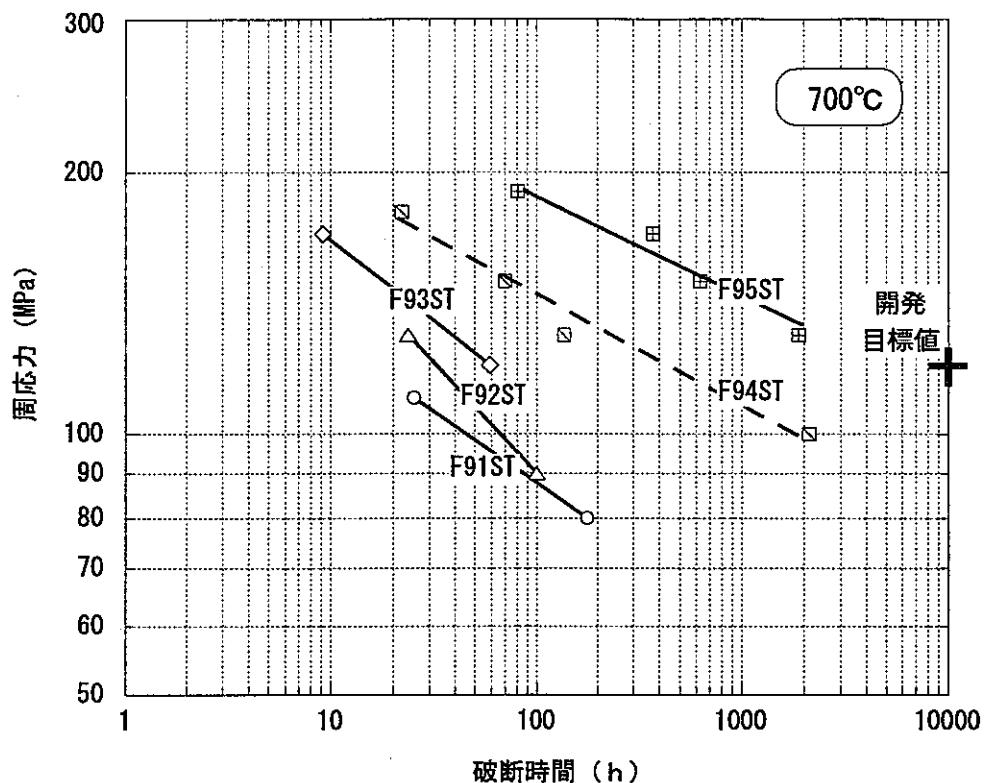


図14 内圧クリープ破断試験結果（熱処理仕上げ材）

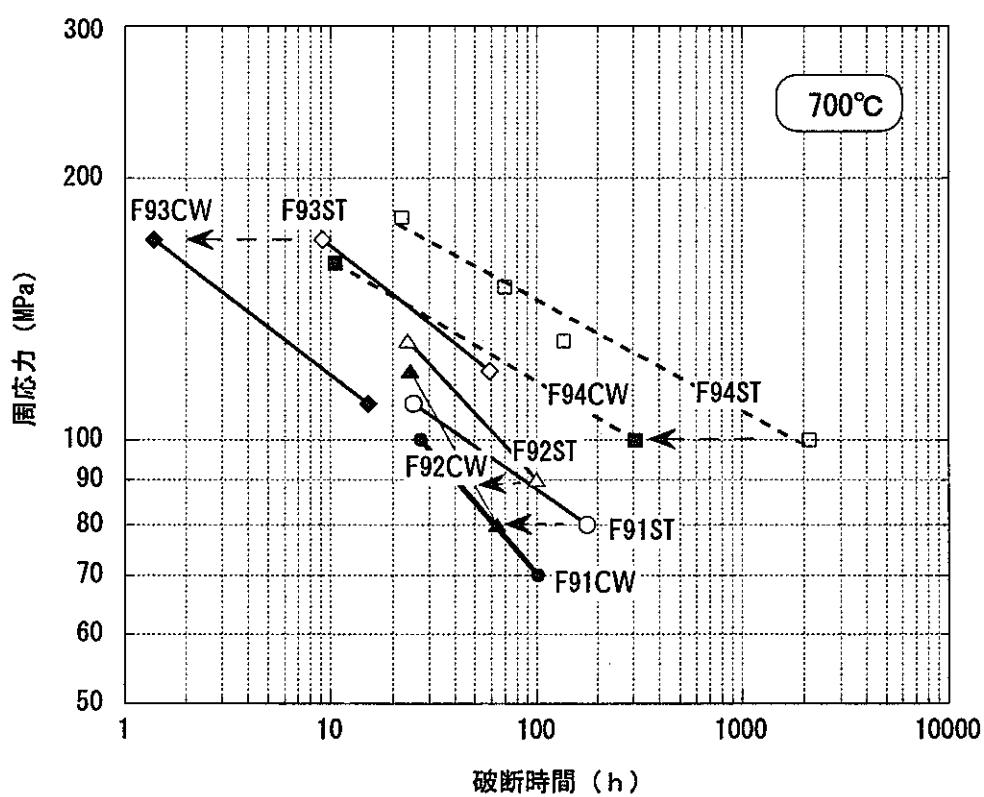


図15 内圧クリープ破断強度に及ぼす25%冷間加工度の影響

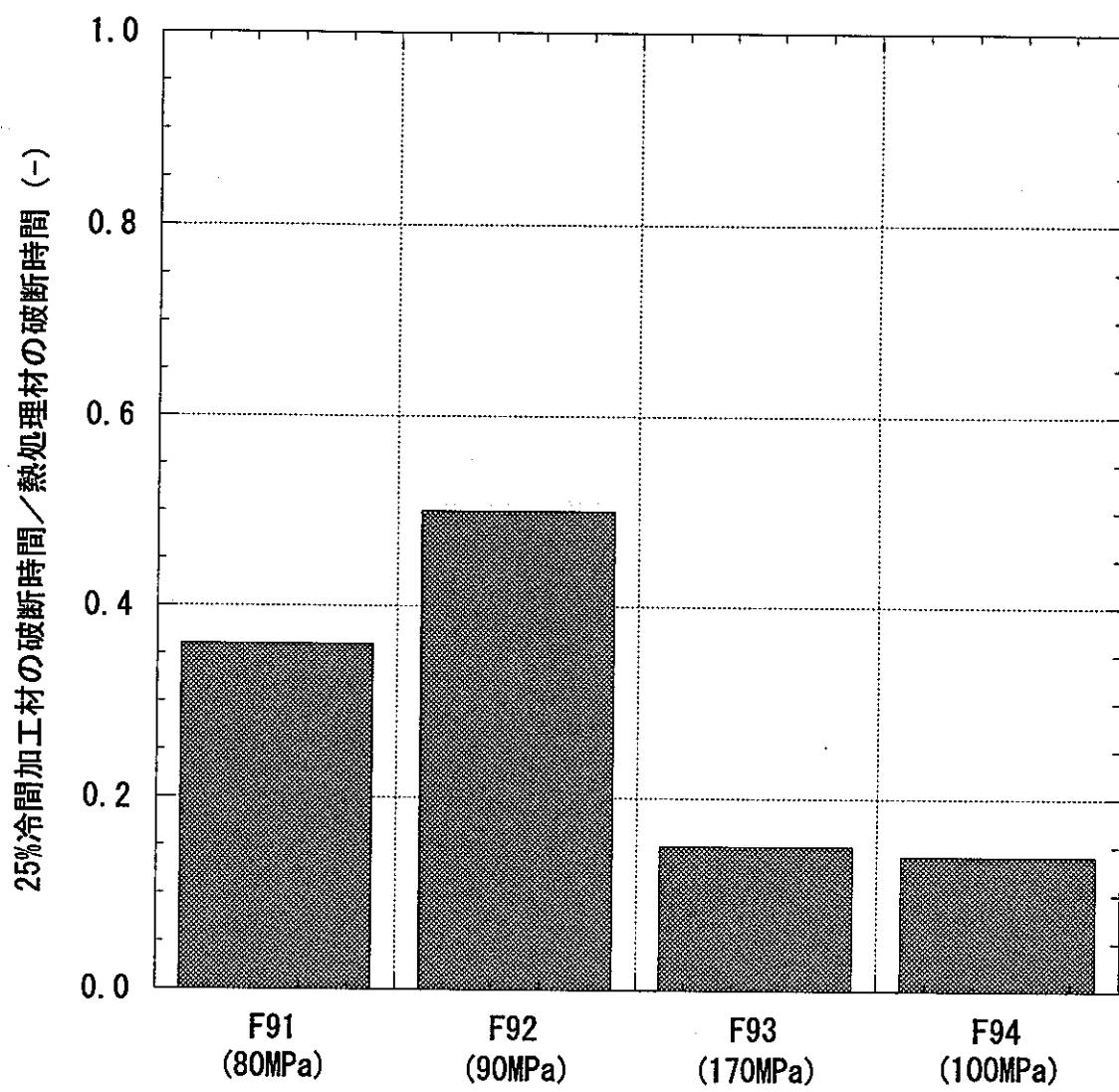


図16 25%冷間加工材の熱処理仕上げ材からの内圧クリープ破断時間の低減比

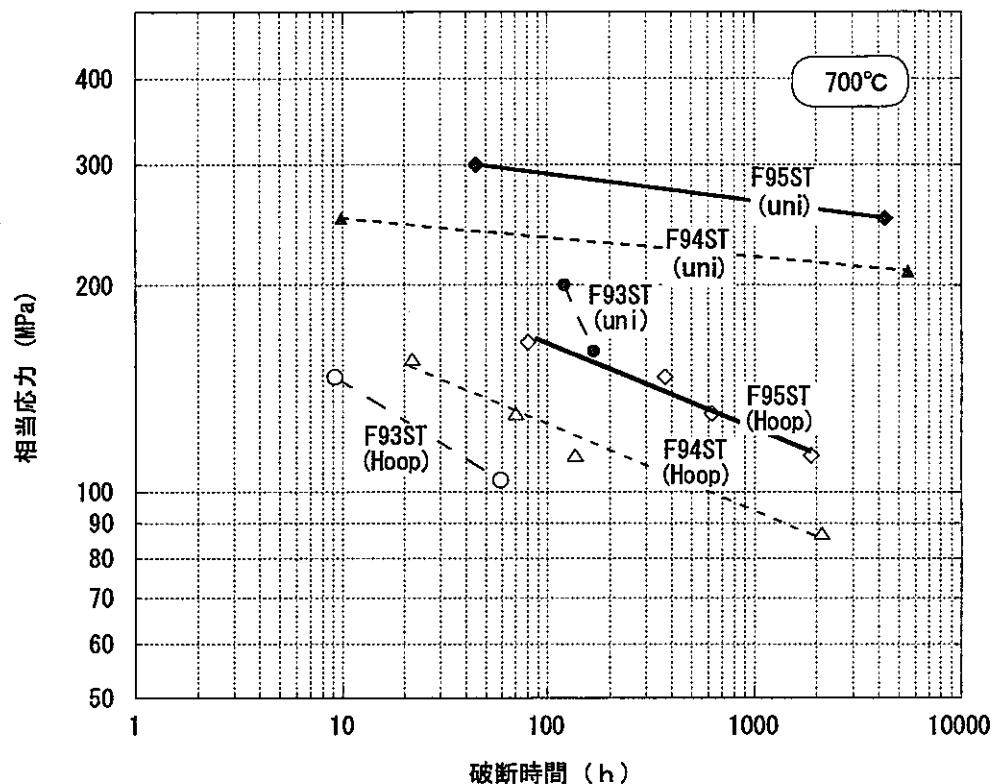


図17 内圧クリープ破断強度と単軸クリープ破断強度の比較
(熱処理仕上げ材)

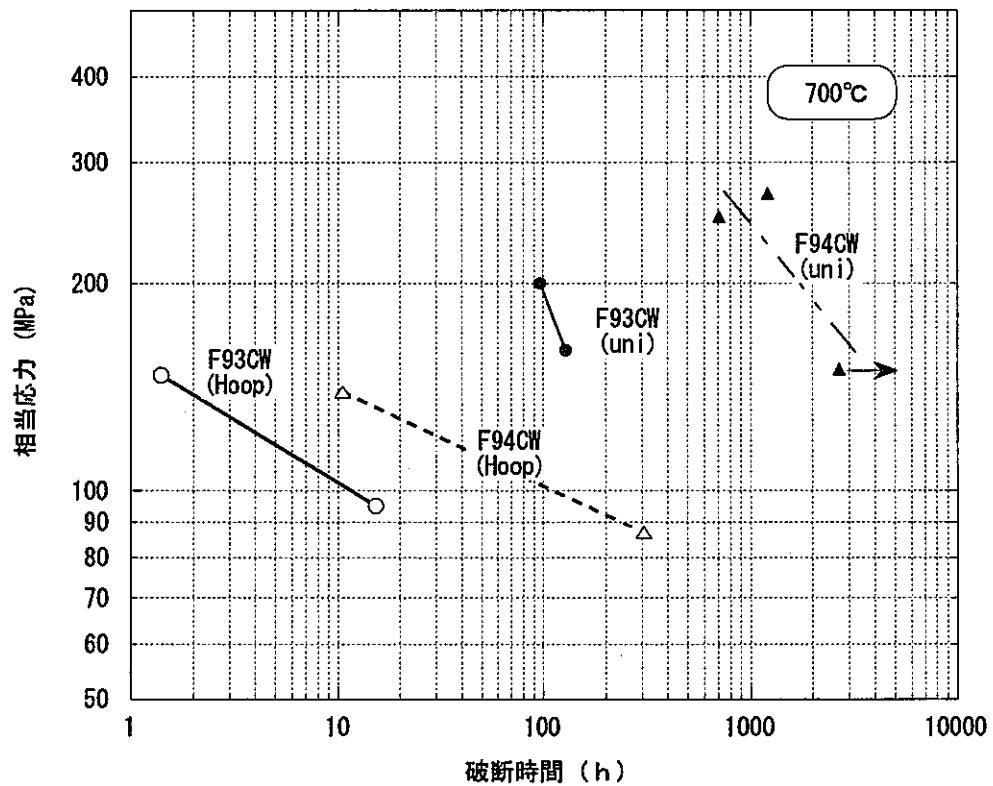


図18 内圧クリープ破断強度と単軸クリープ破断強度の比較
(25% CW材)

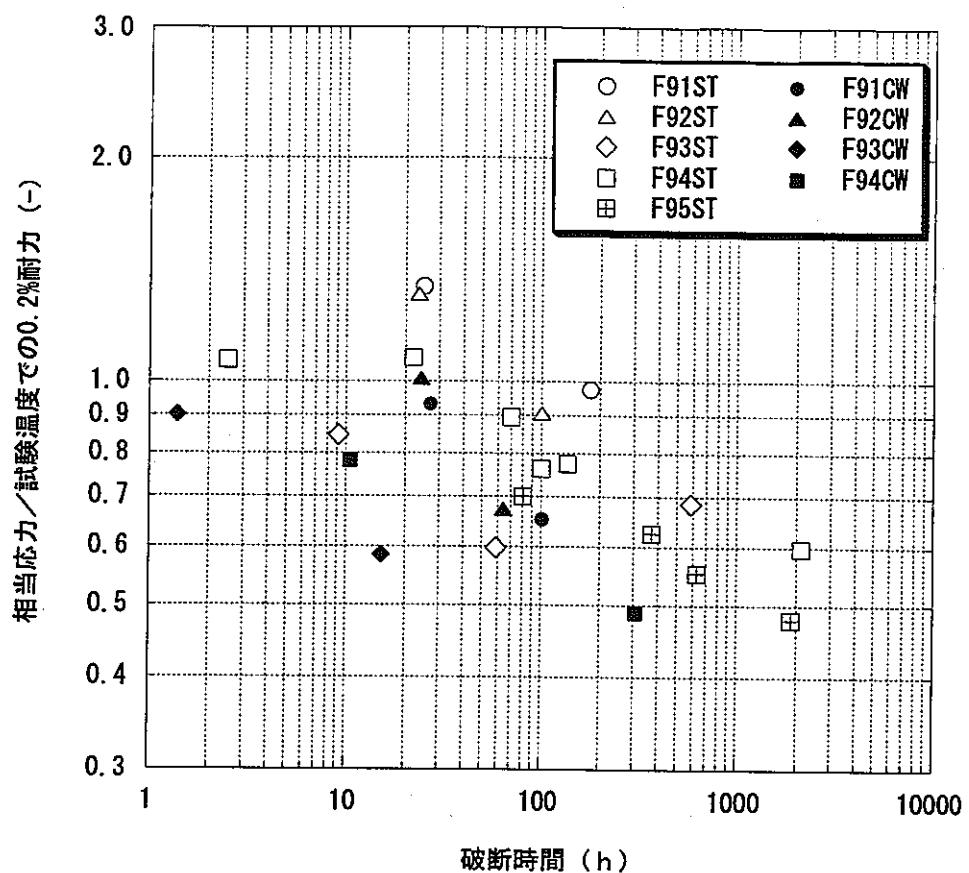


図19 内圧クリープ応力の試験温度の0.2%耐力による
応力の規格化

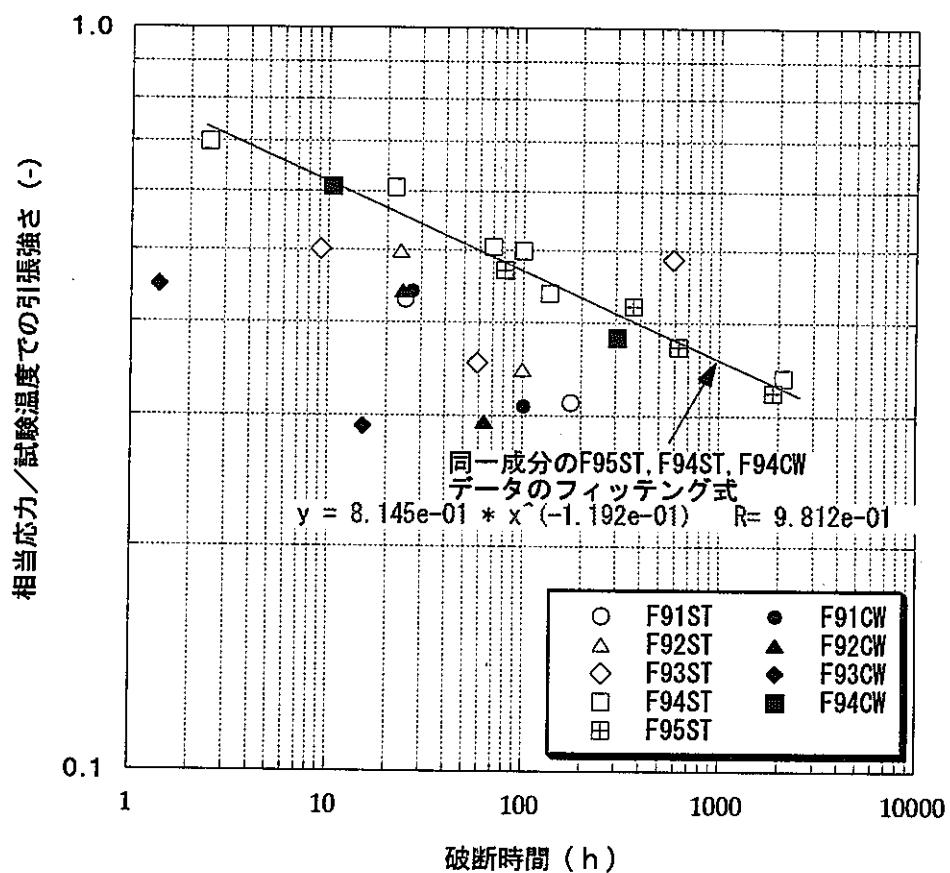


図20 内圧クリープ応力の試験温度の引張強さによる
応力の規格化

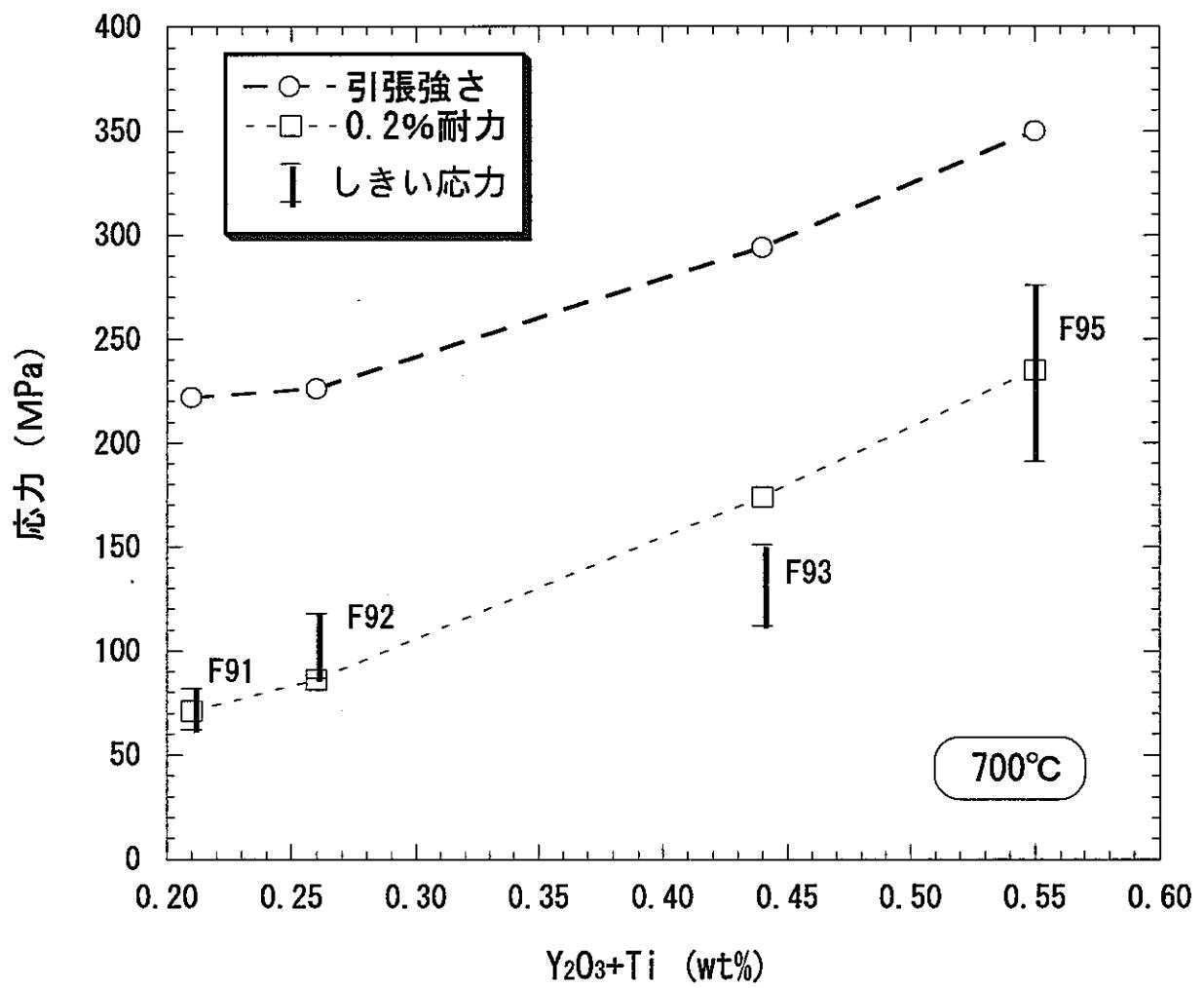


図21 Srolovitz機構によるしきい応力と引張強度との関係

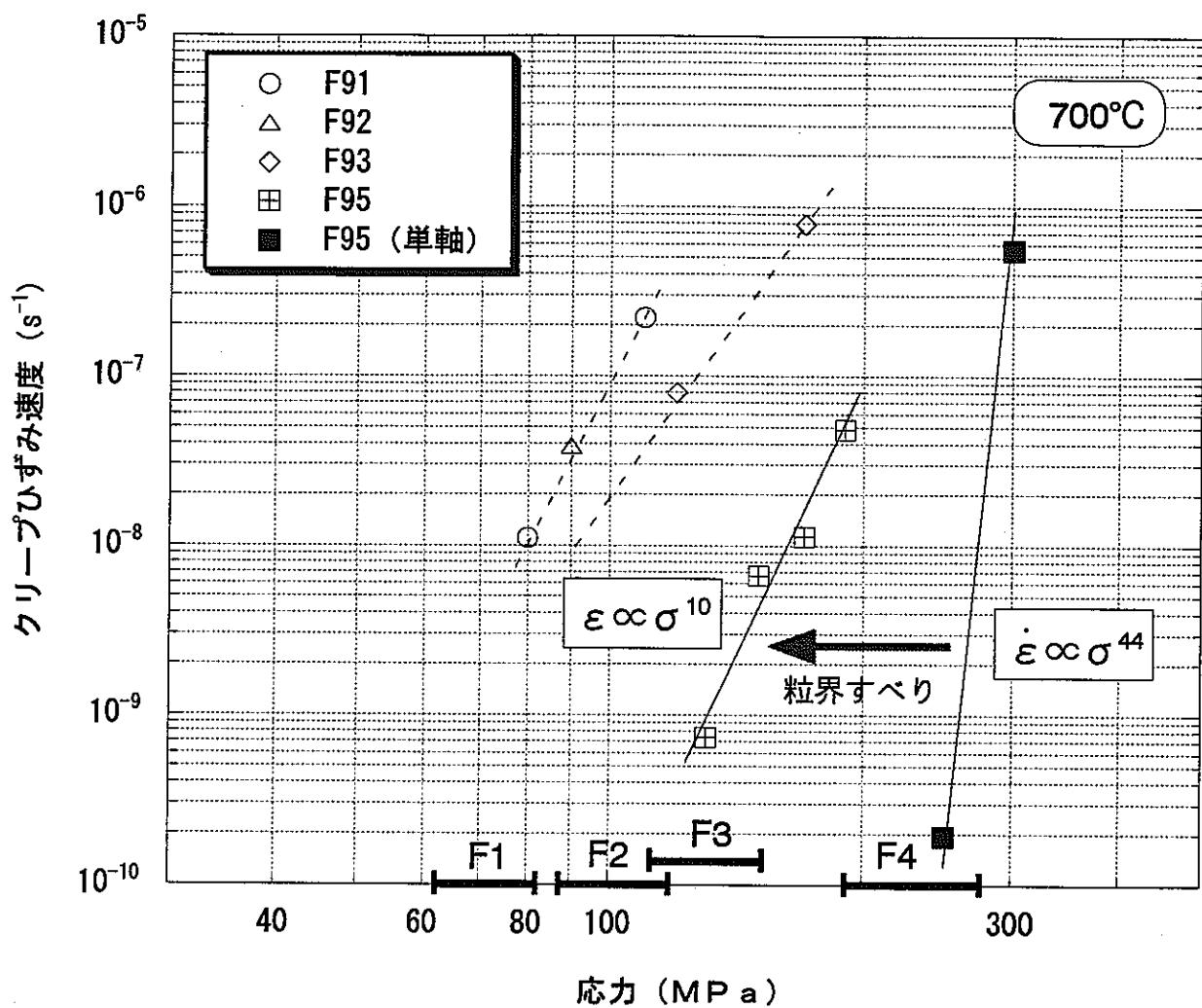


図22 強度異方性に及ぼす粒界すべりの影響

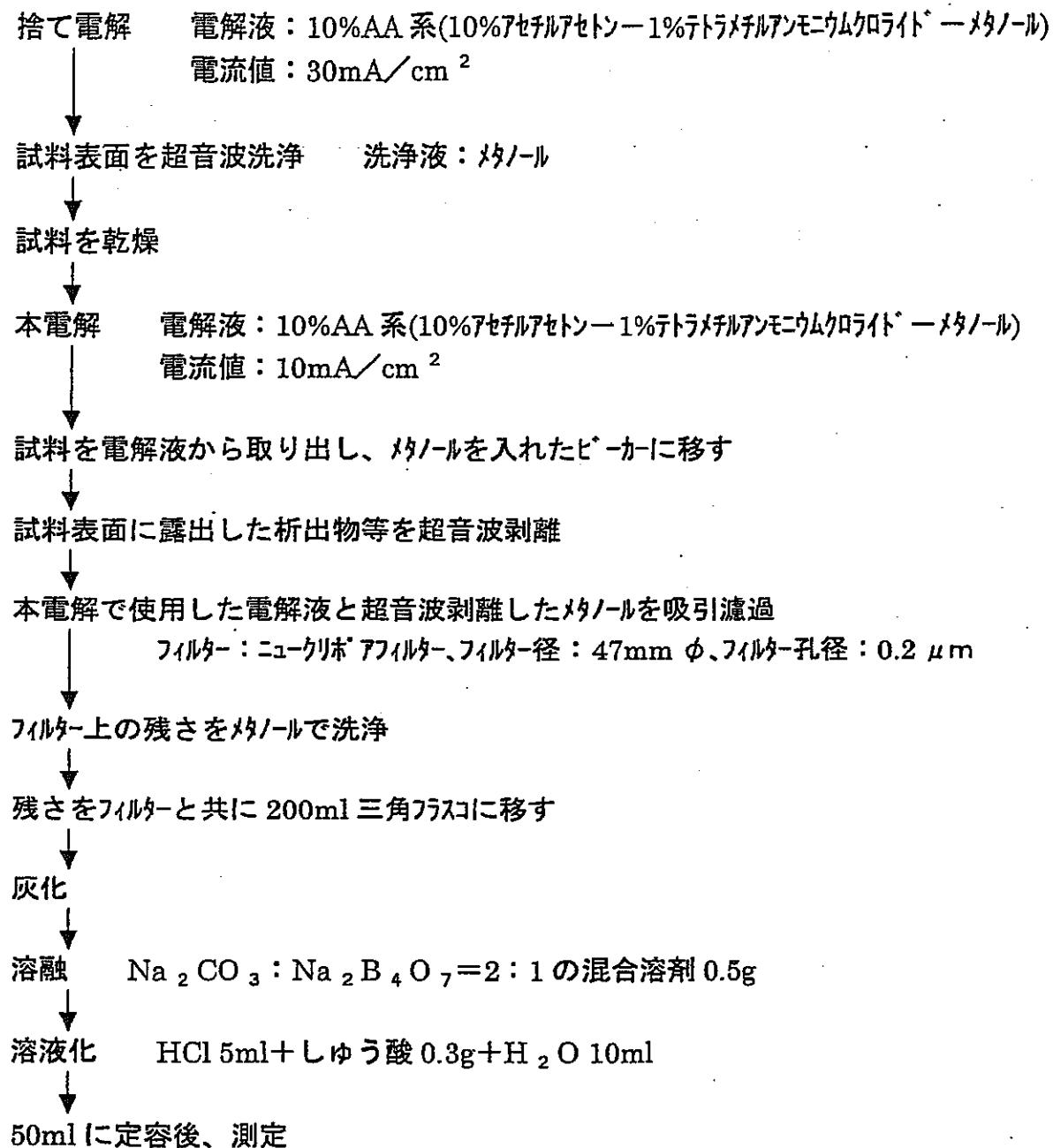


図 23 電解抽出による化合物型組成分析方法

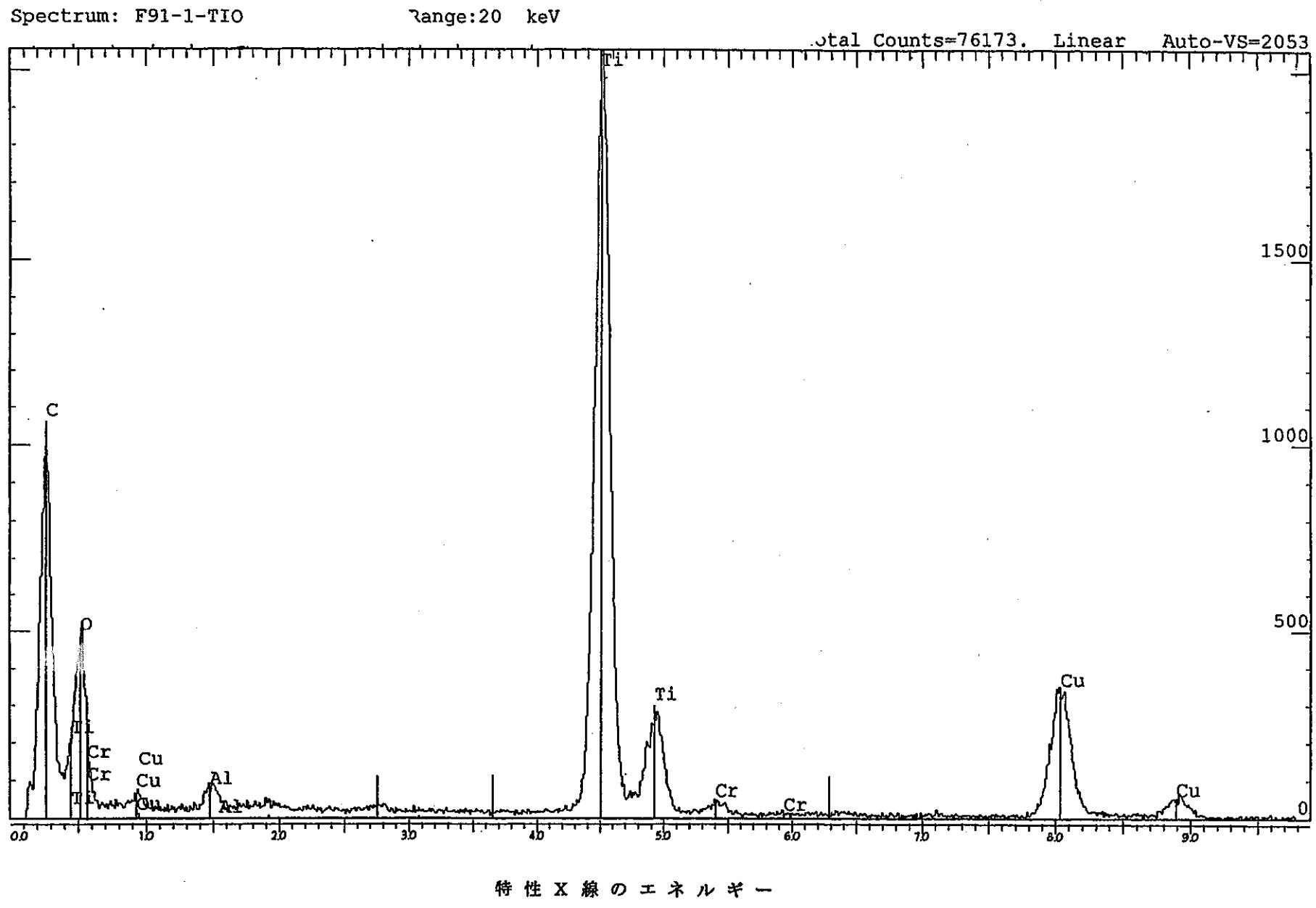


図 24-1

F 9 1 の E D X 分析結果

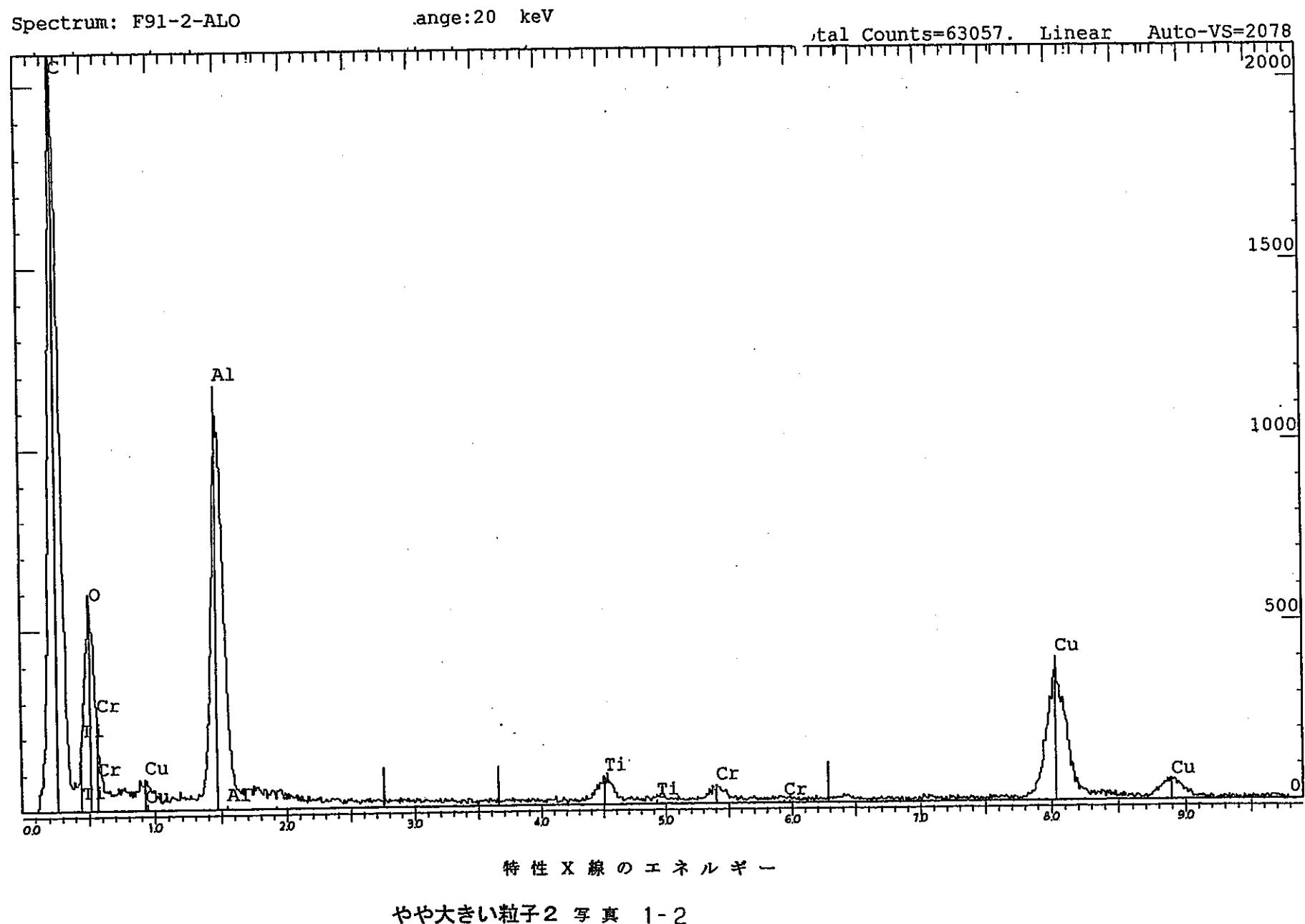
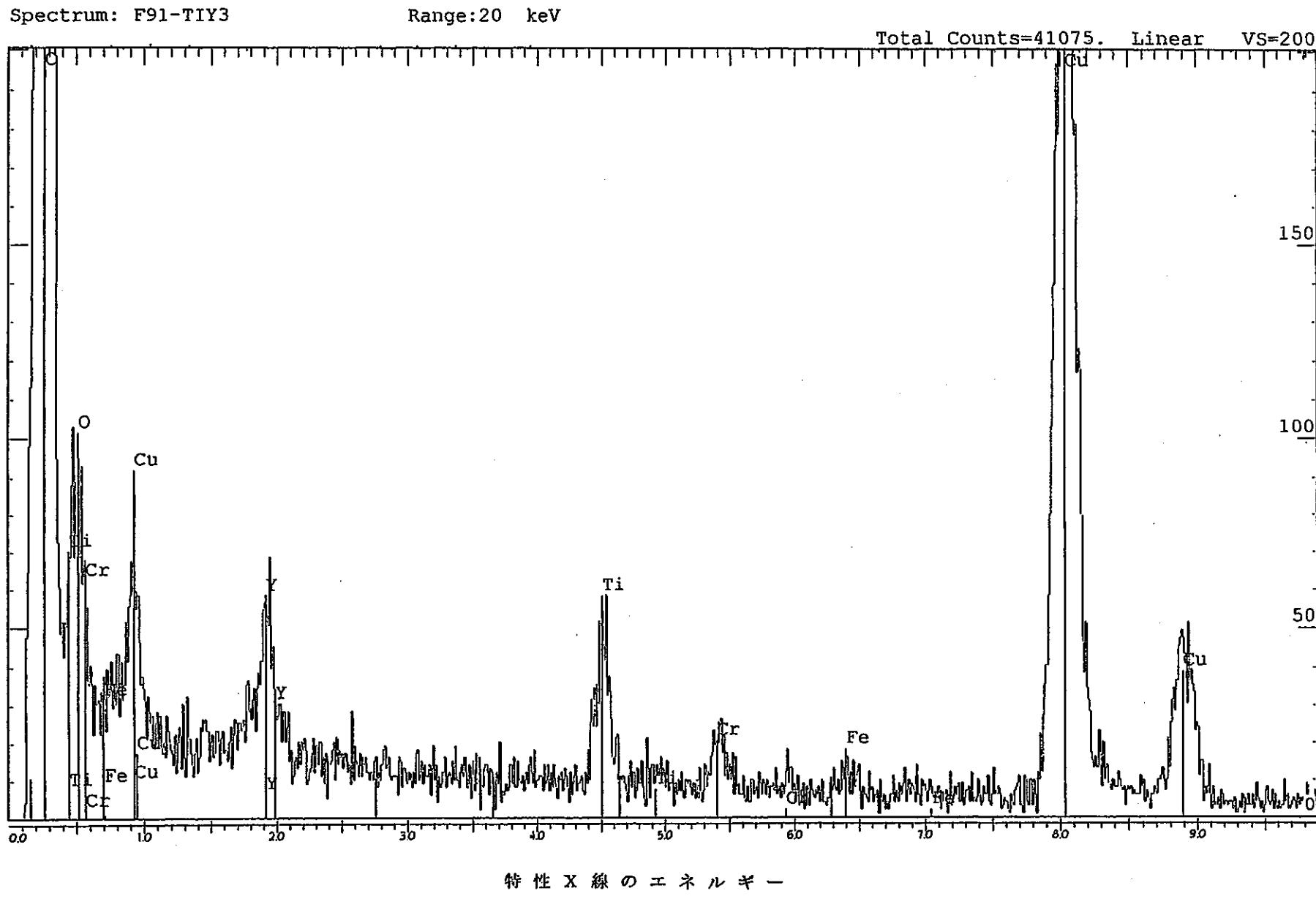


図 24-2

F 9 1 の E D X 分析結果

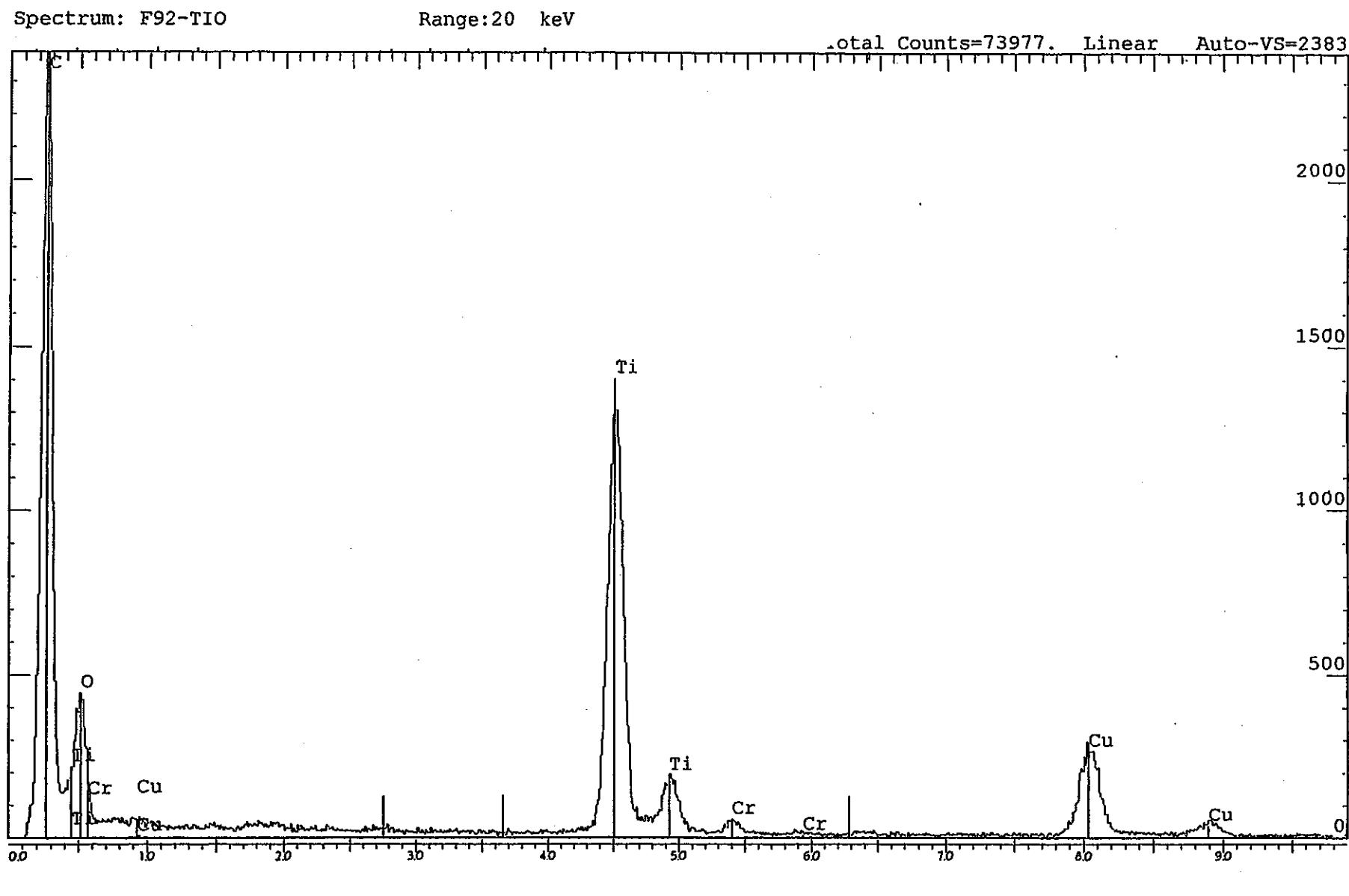
やや大きい粒子2 写真 1-2



微細粒子の集合部 Y-Ti酸化物粒子

図 24-3

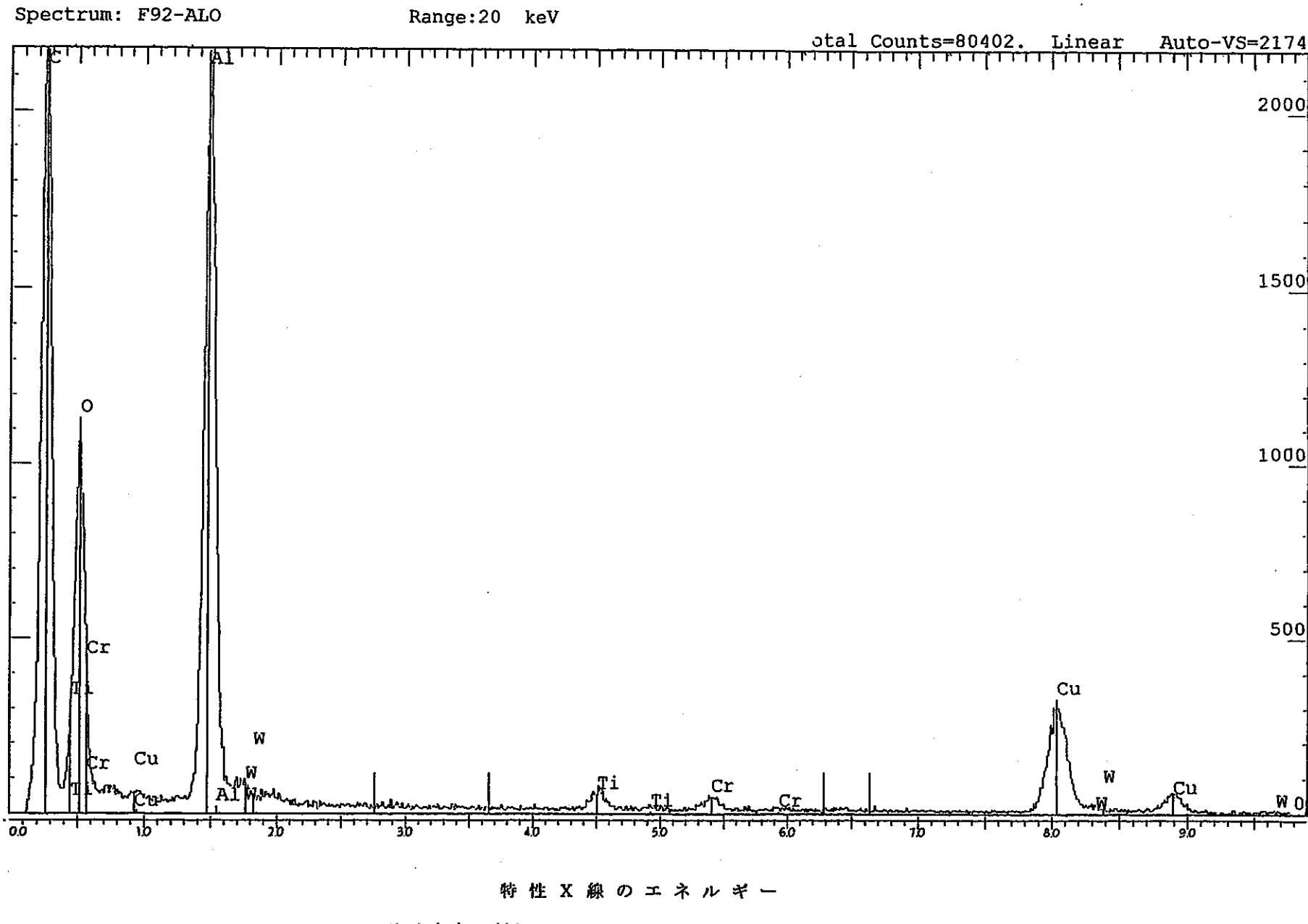
F 9 1 の E D X 分 析 結 果



やや大きい粒子1 写真 3-1

図 25-1

F 9 2 の E D X 分析結果



やや大きい粒子2 写真 3-2

図 25-2

F 9 2 の E D X 分析結果

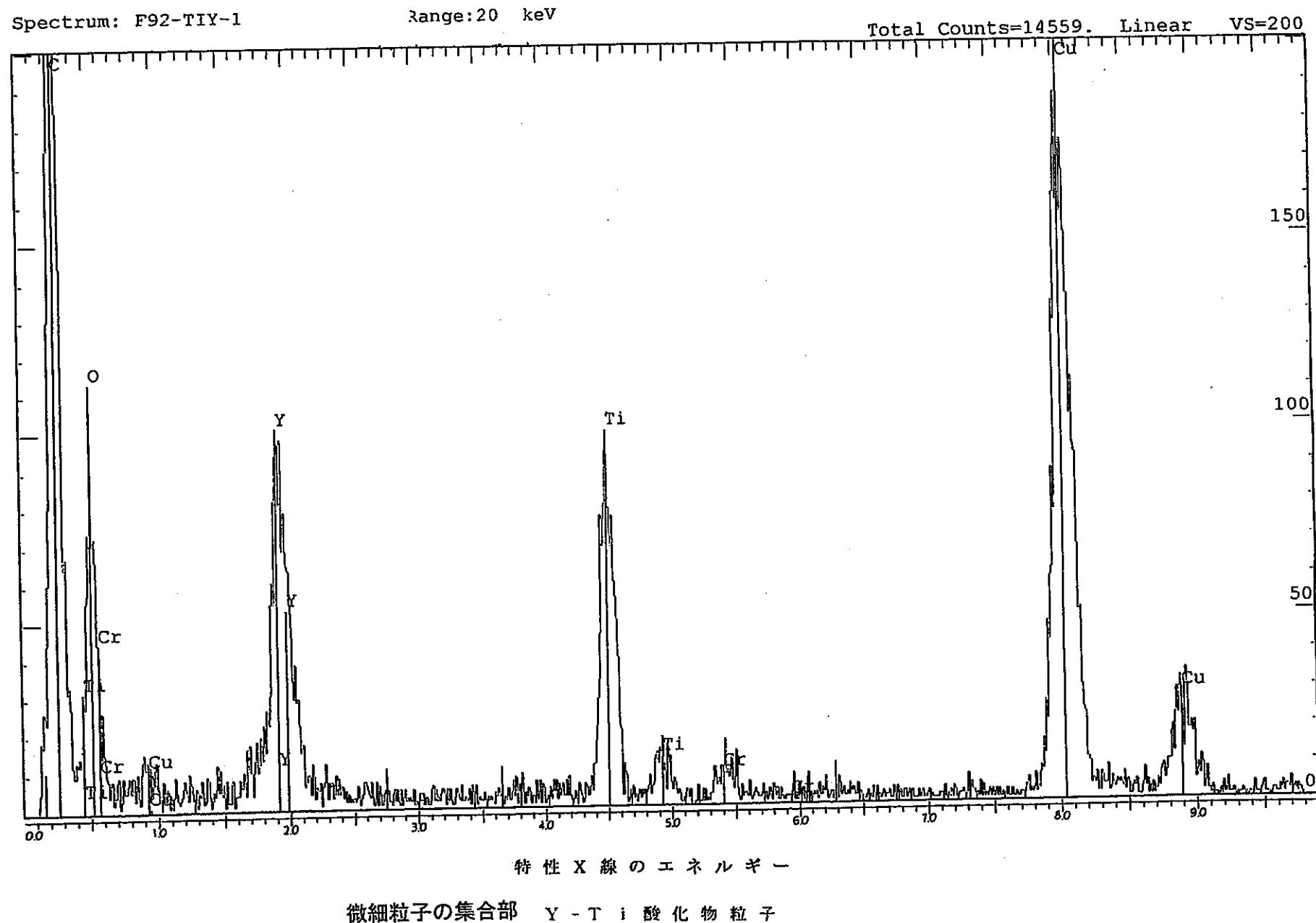


図 25-3

F 9 2 の E D X 分 析 結 果

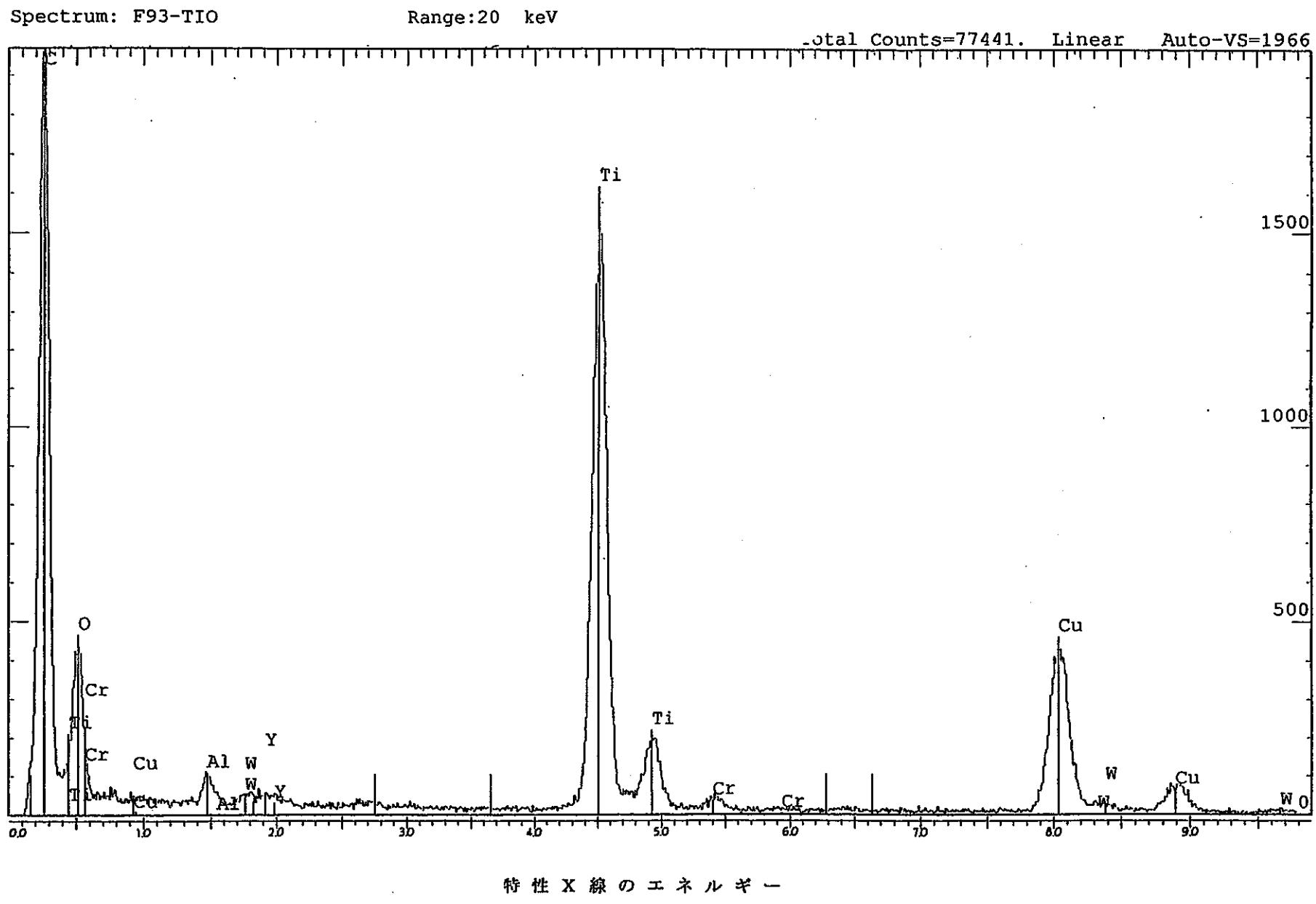


図 26-1

F 9 3 の E D X 分析結果

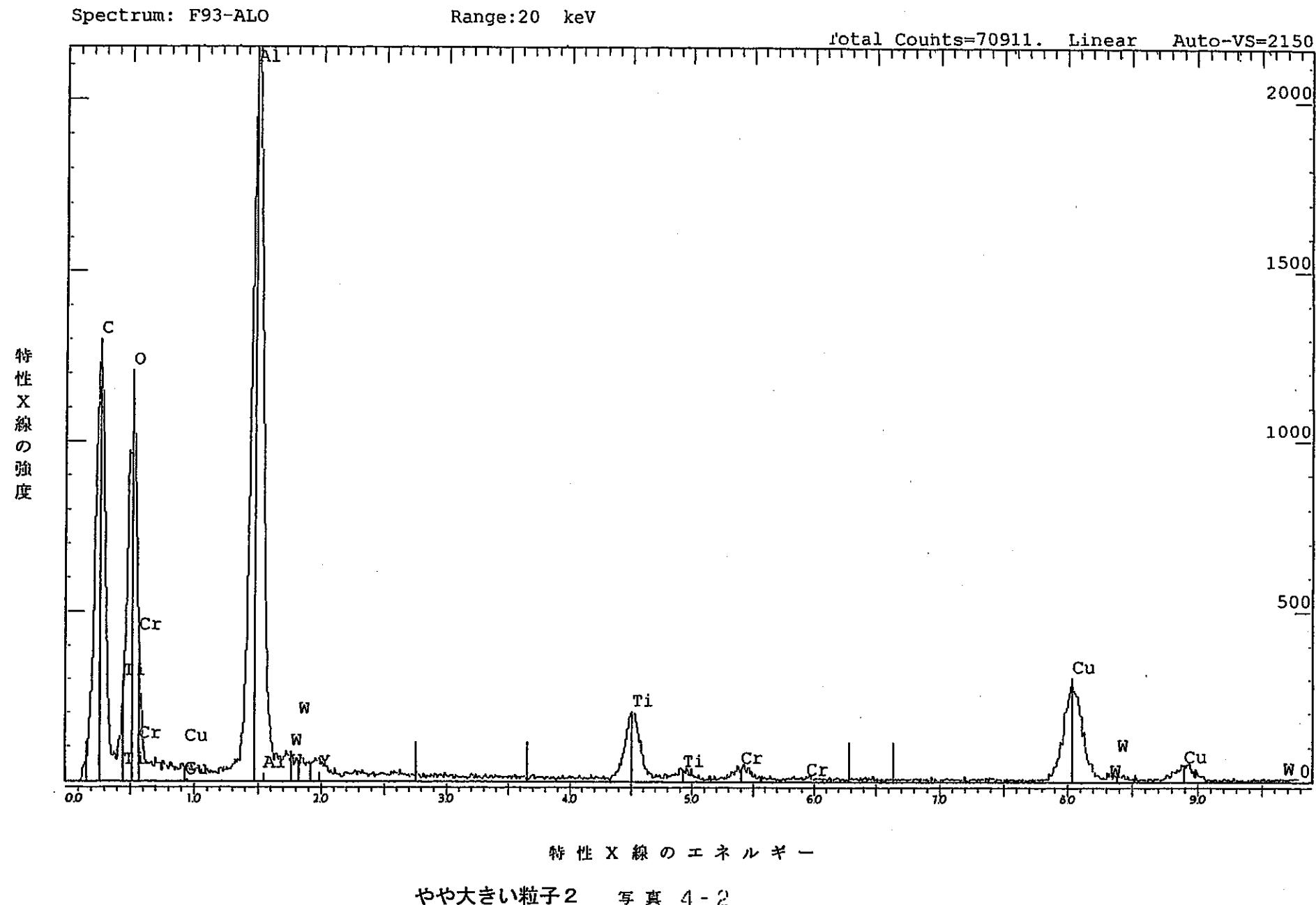


図 26-2

F 9 3 の E D X 分 析 結 果

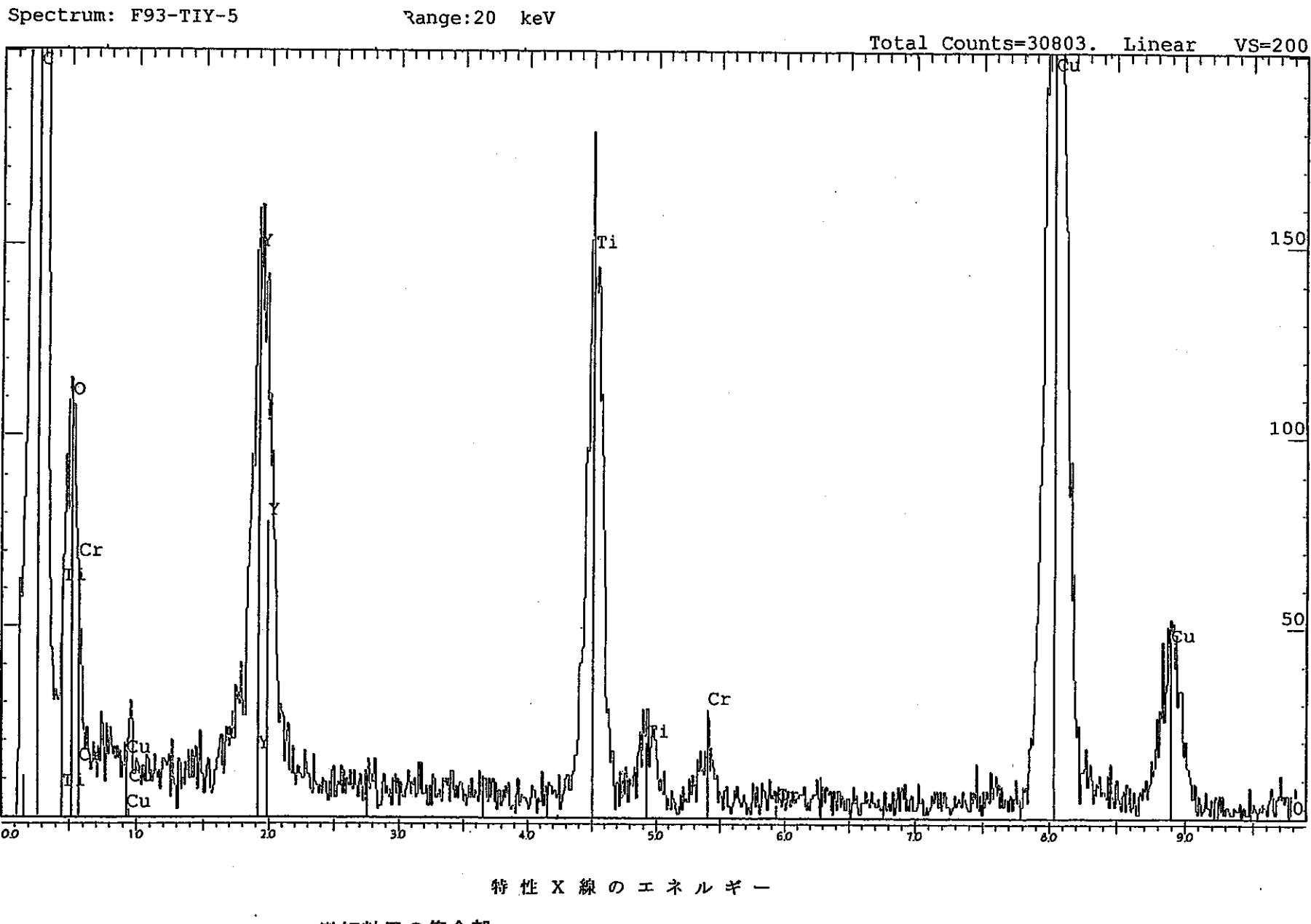


図 26-3

F 9 3 の E D X 分析結果

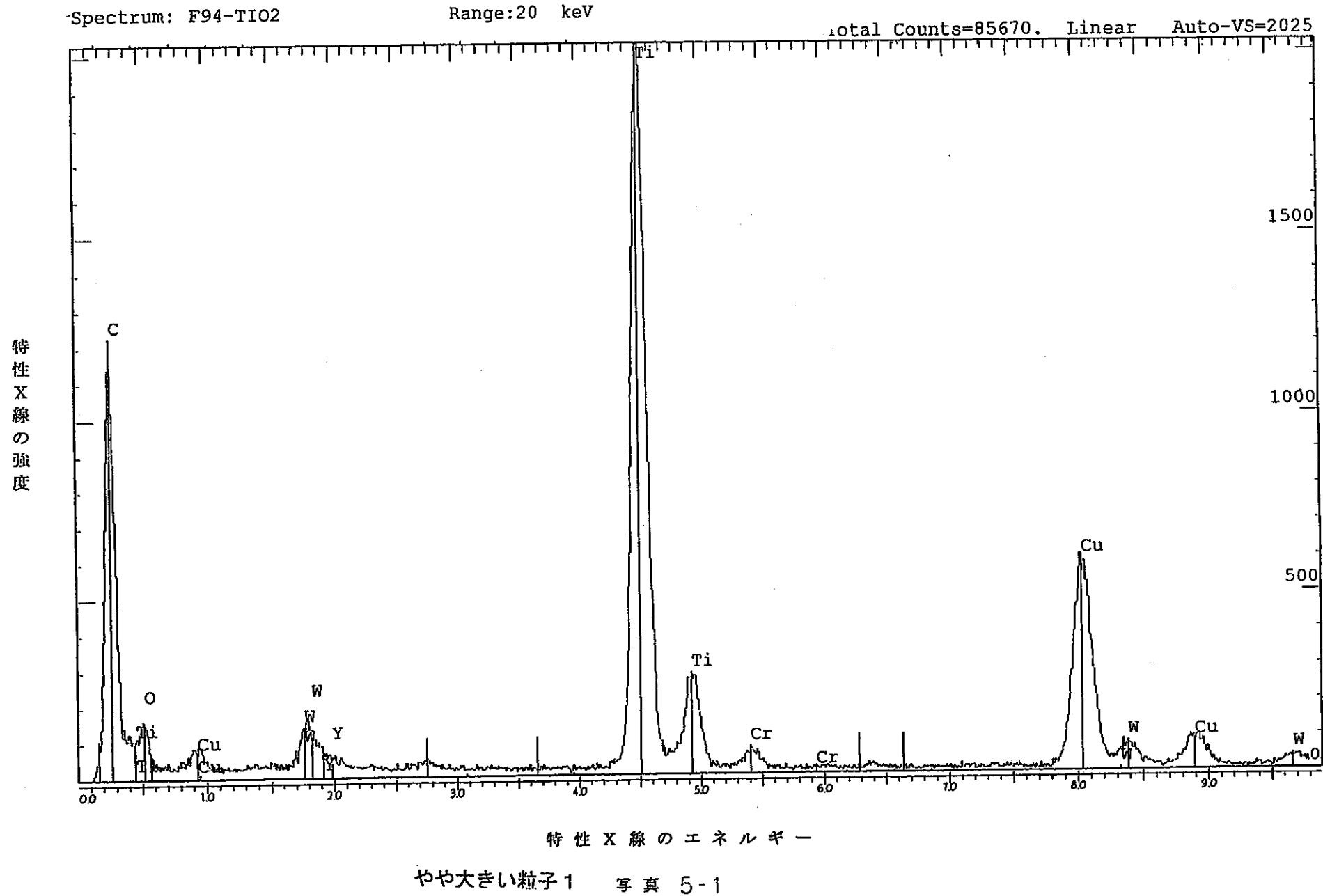
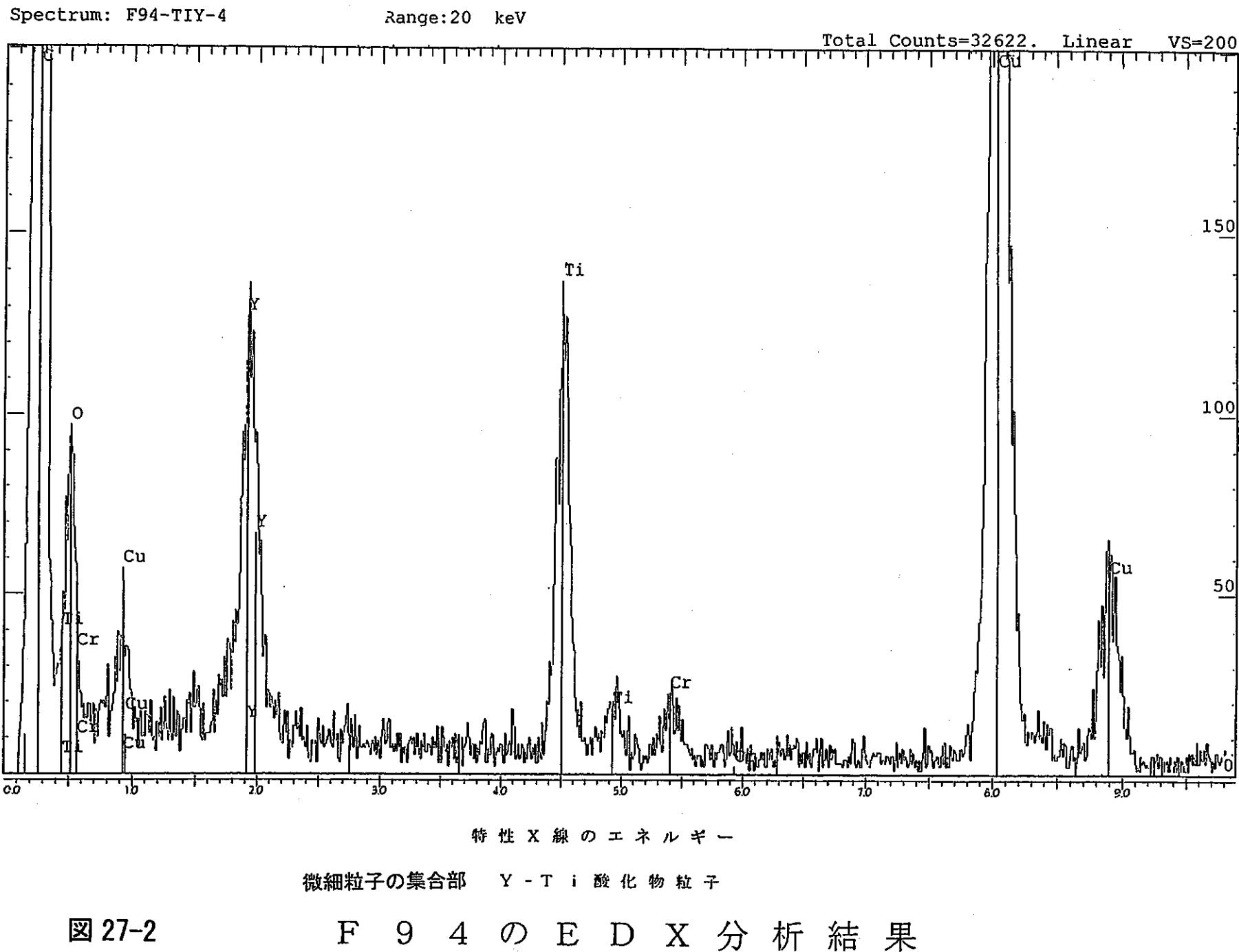
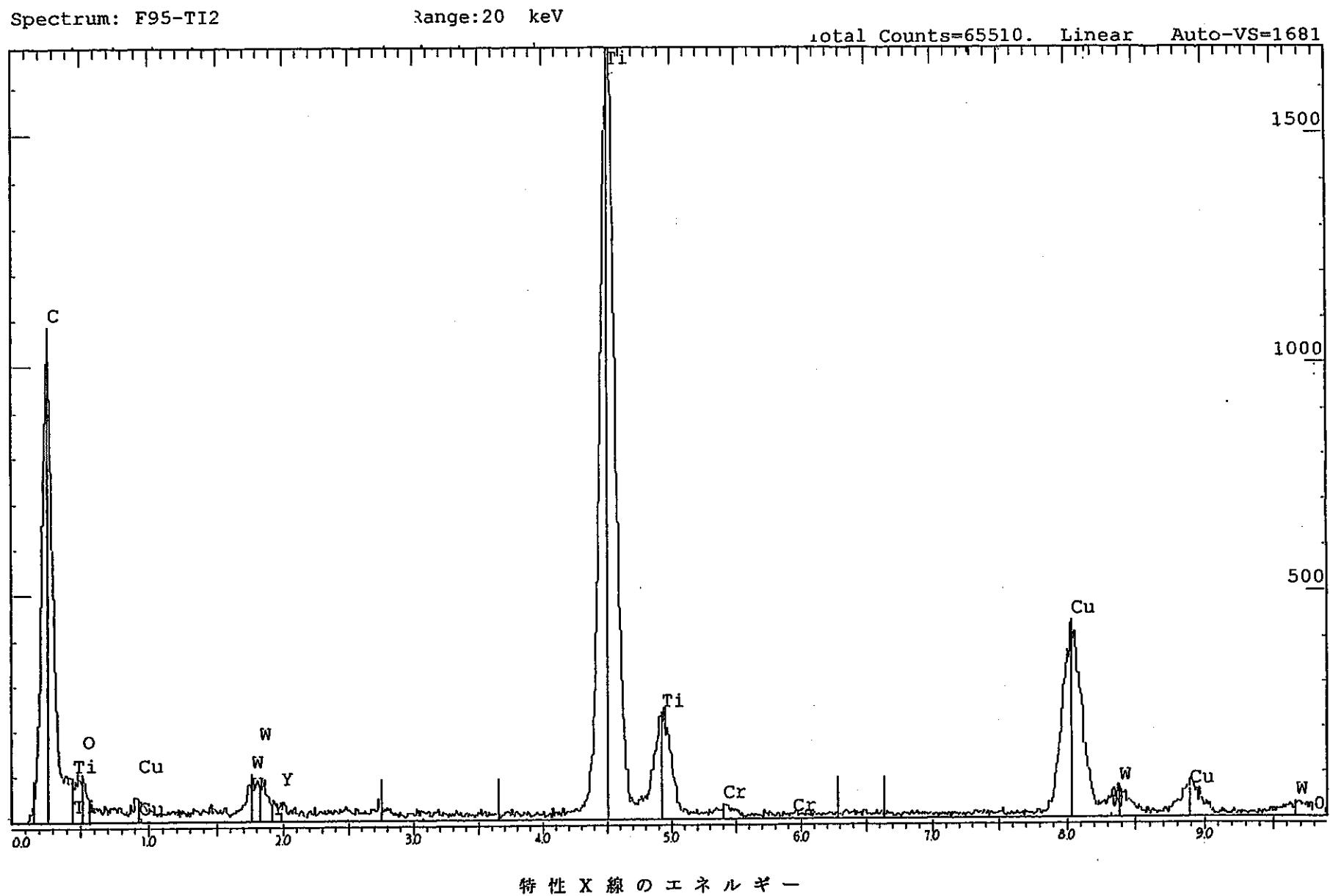


図 27-1

F 9 4 の E D X 分析結果





やや大きい粒子1 写真 6-1

図 28-1

F 9 5 の E D X 分析結果

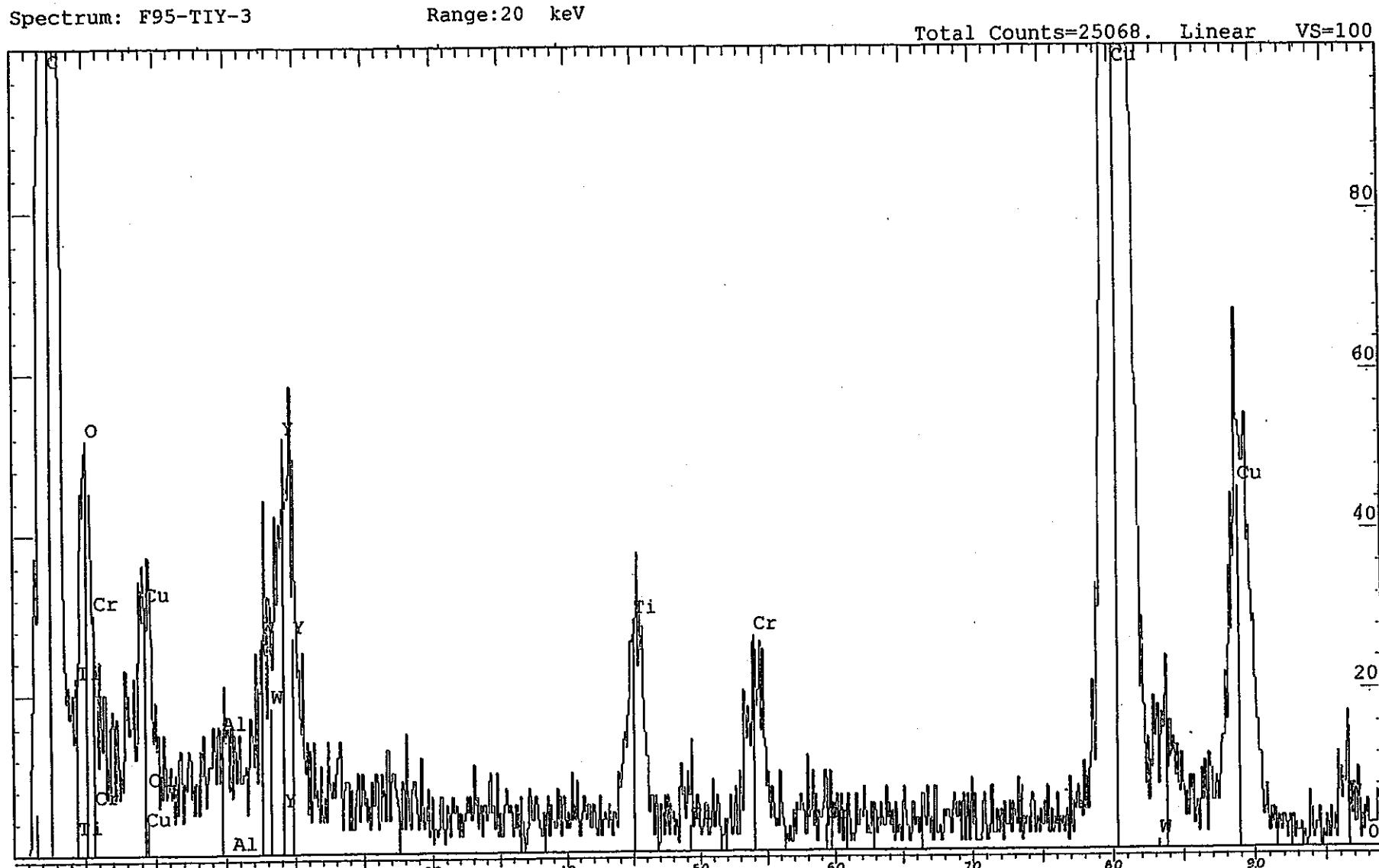


図 28-2

F 9 5 の E D X 分析結果

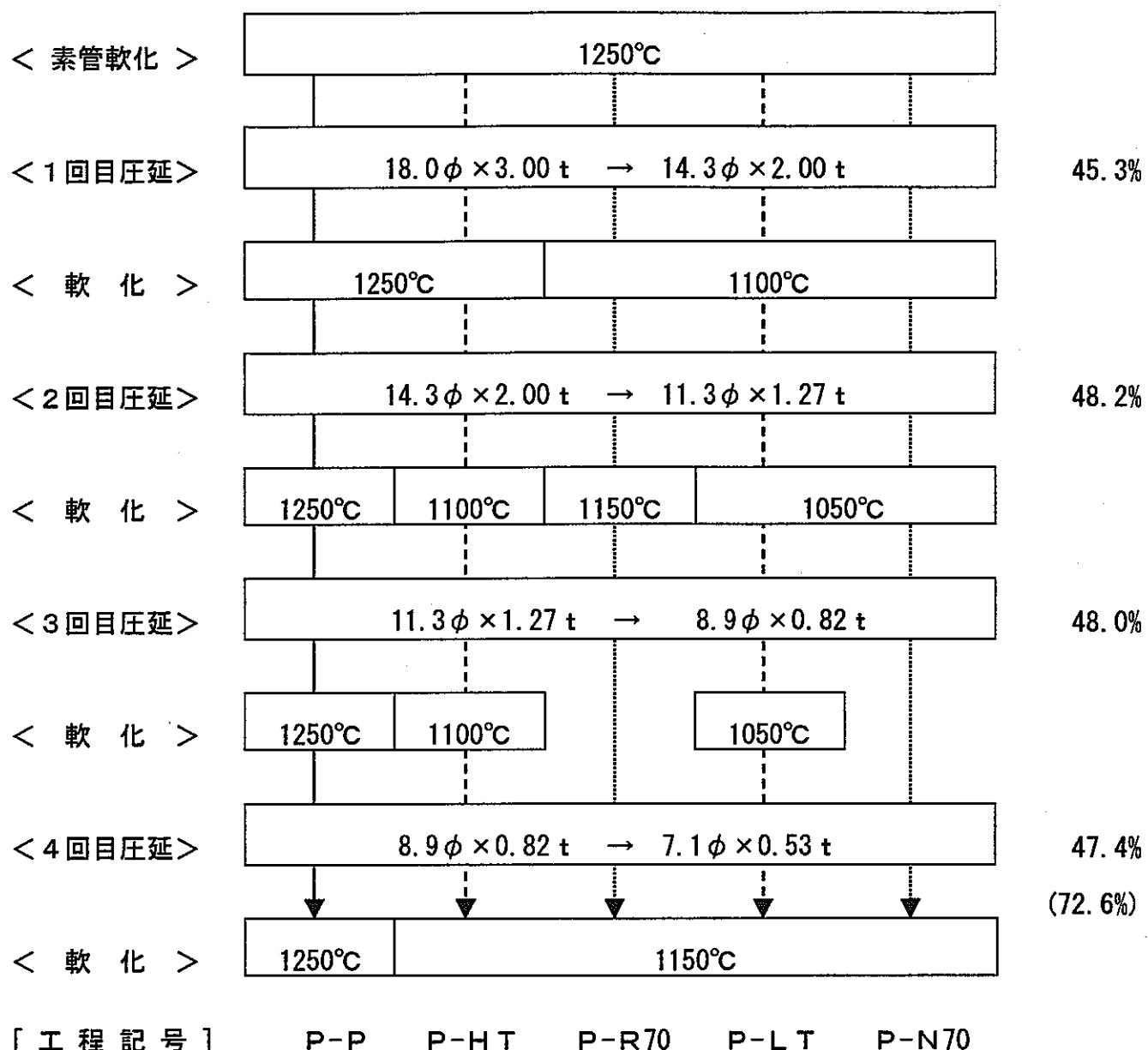


図29 7A材素管を用いた4回圧延試験工程

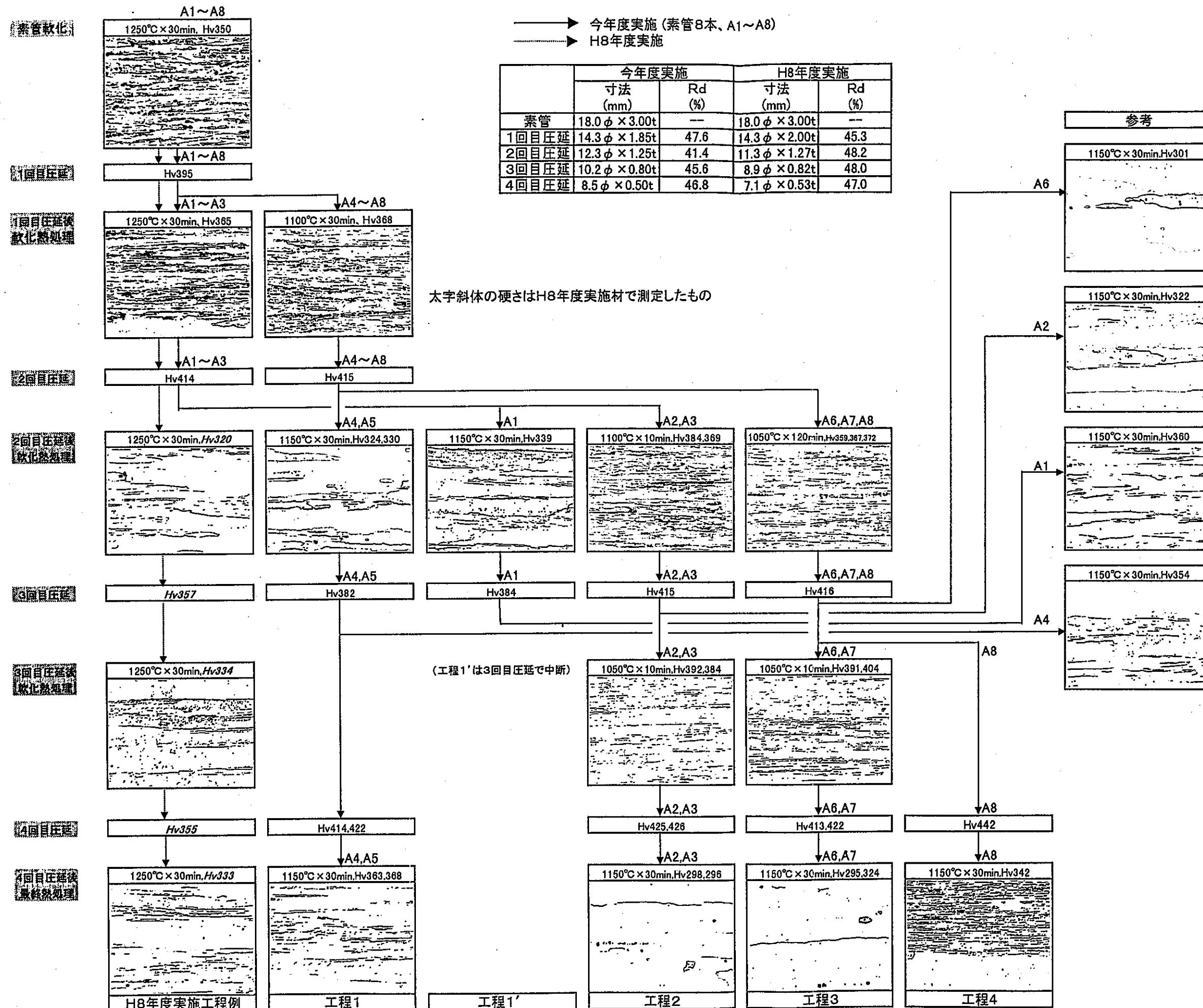


図 30

7A材の4回圧延による再結晶化試験のミクロ組織(×400)

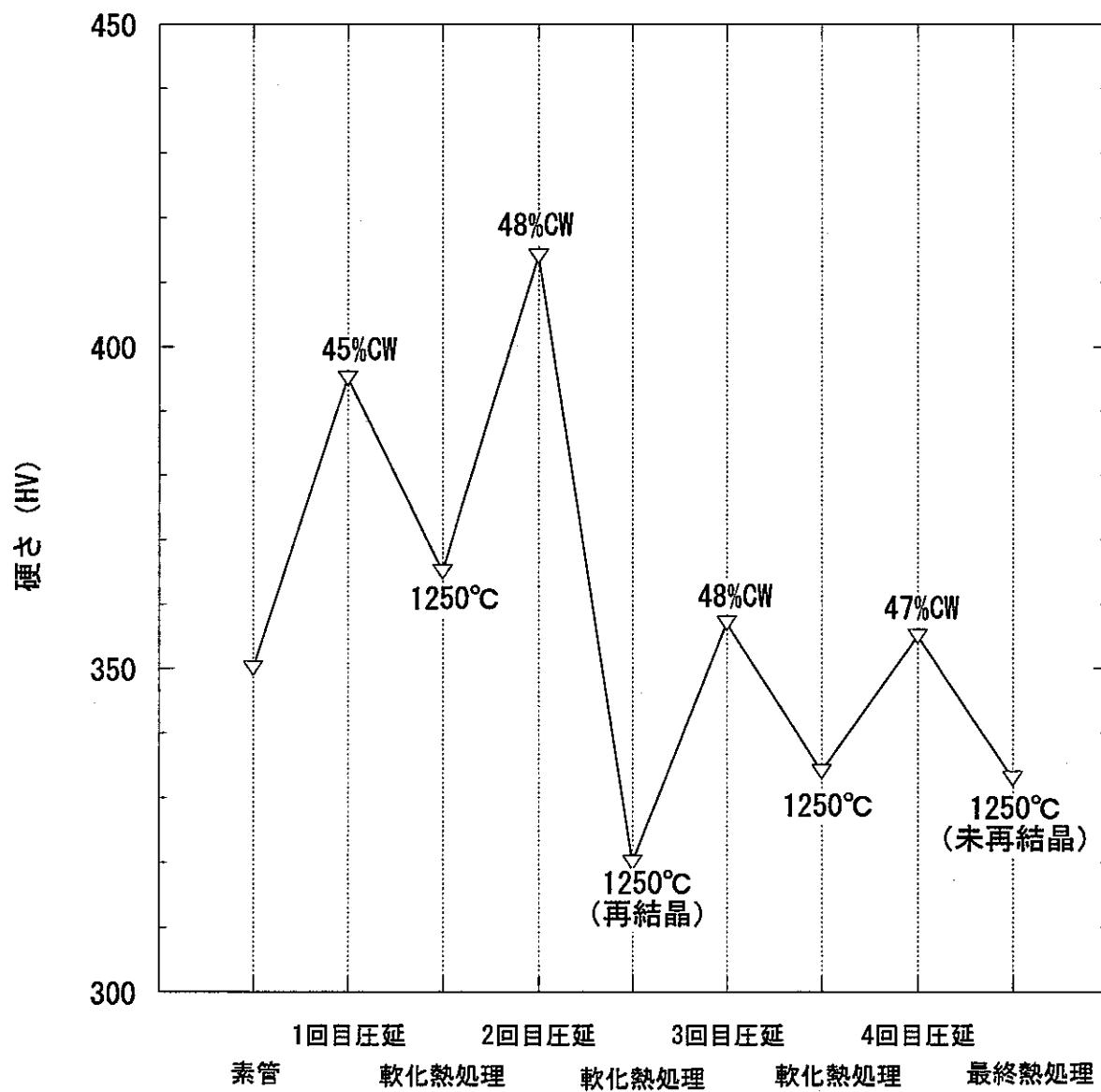


図31 高温熱処理による途中再結晶組織を含む從来工程

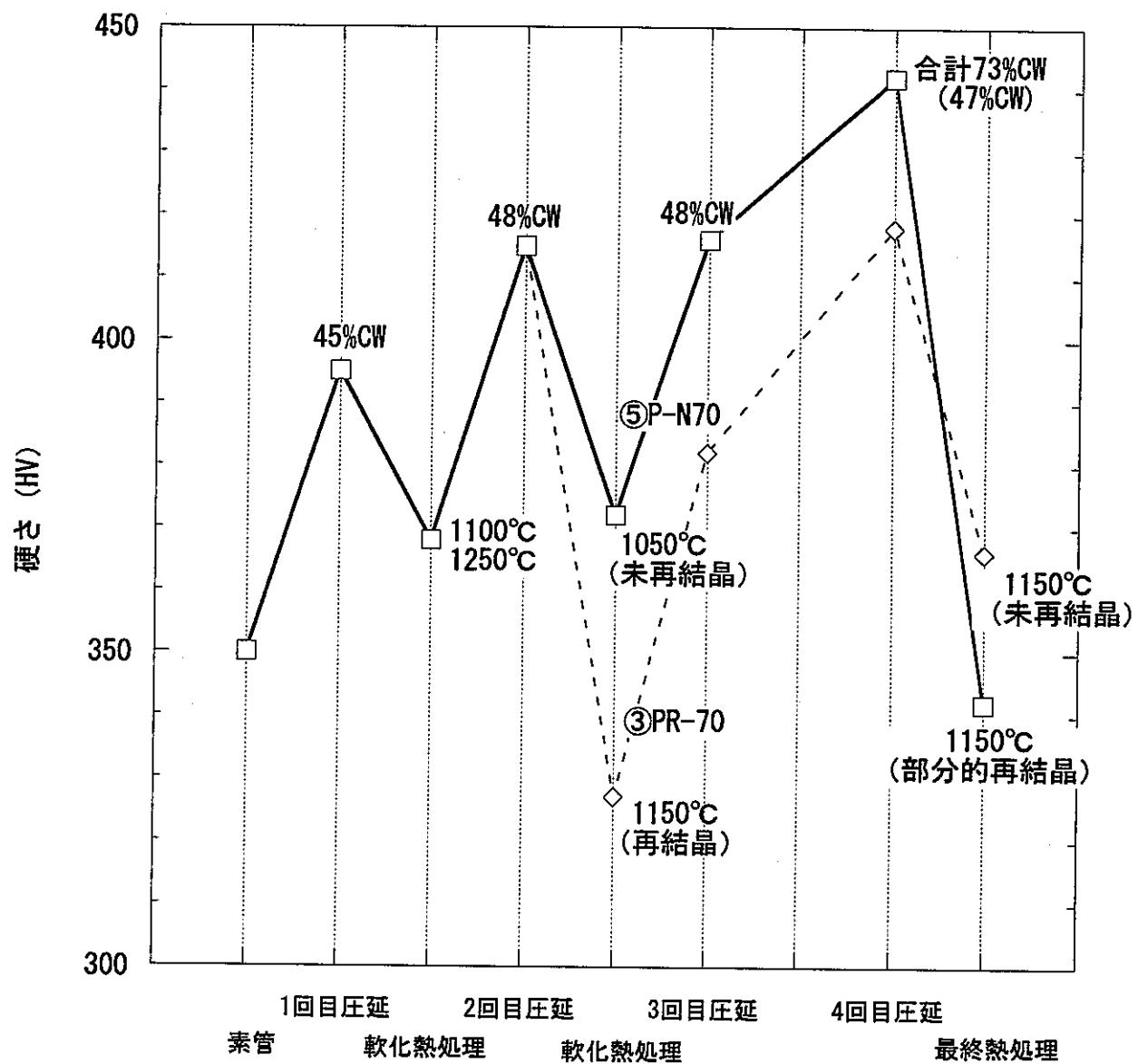


図32 途中再結晶を含む高加工圧延による再結晶特性評価試験
(3回目圧延後の熱処理なし)

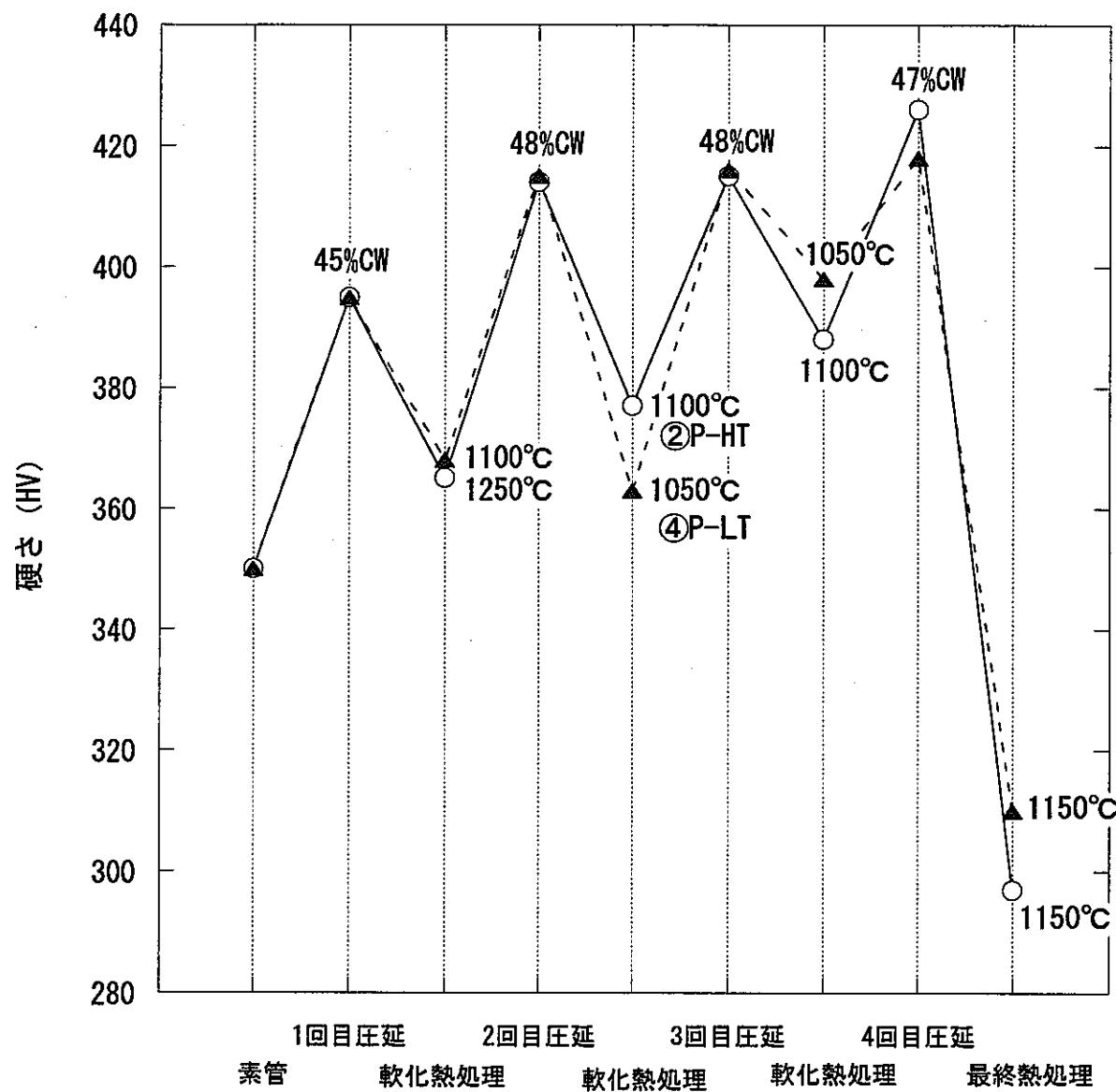


図33 途中軟化熱処理による再結晶被覆管製管4回CR工程

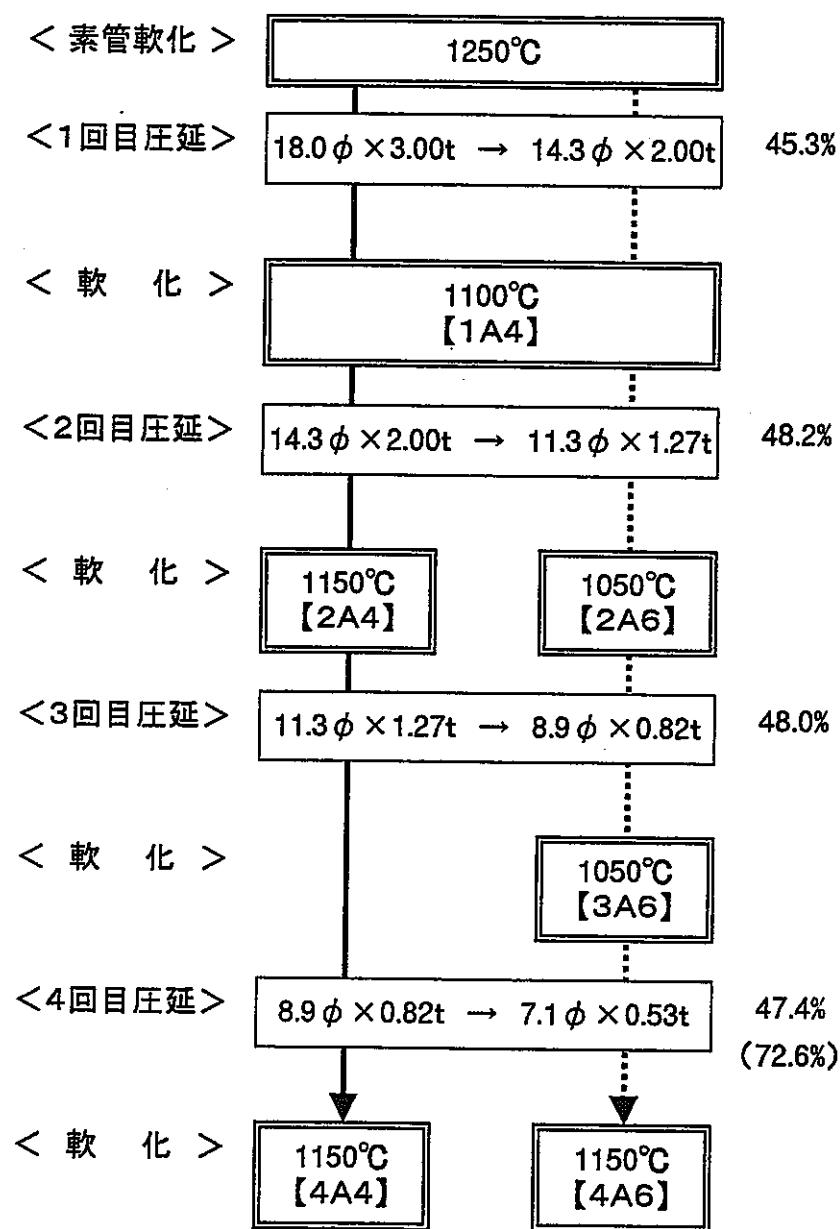


図 34 供試材の製造プロセスおよび記号

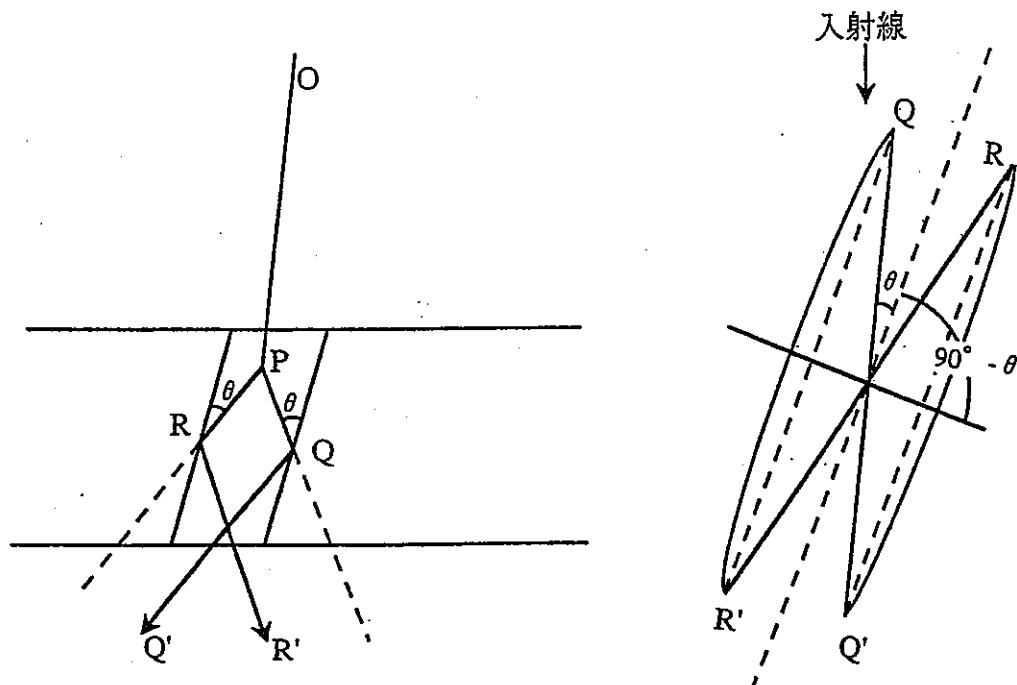


図 35 菊池線の発生とその原理図

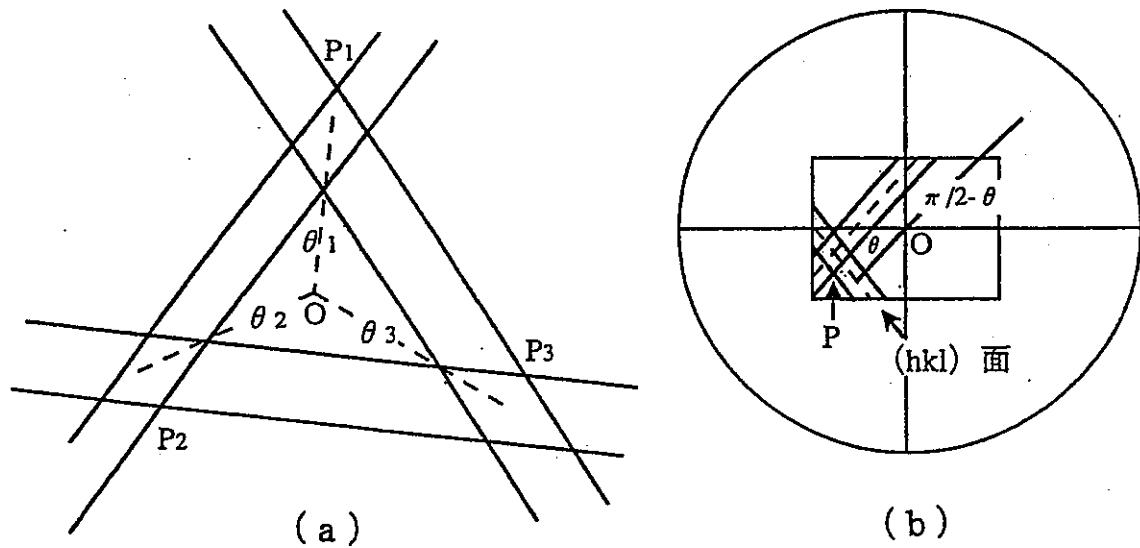


図 36 菊池線からの方位解析方法

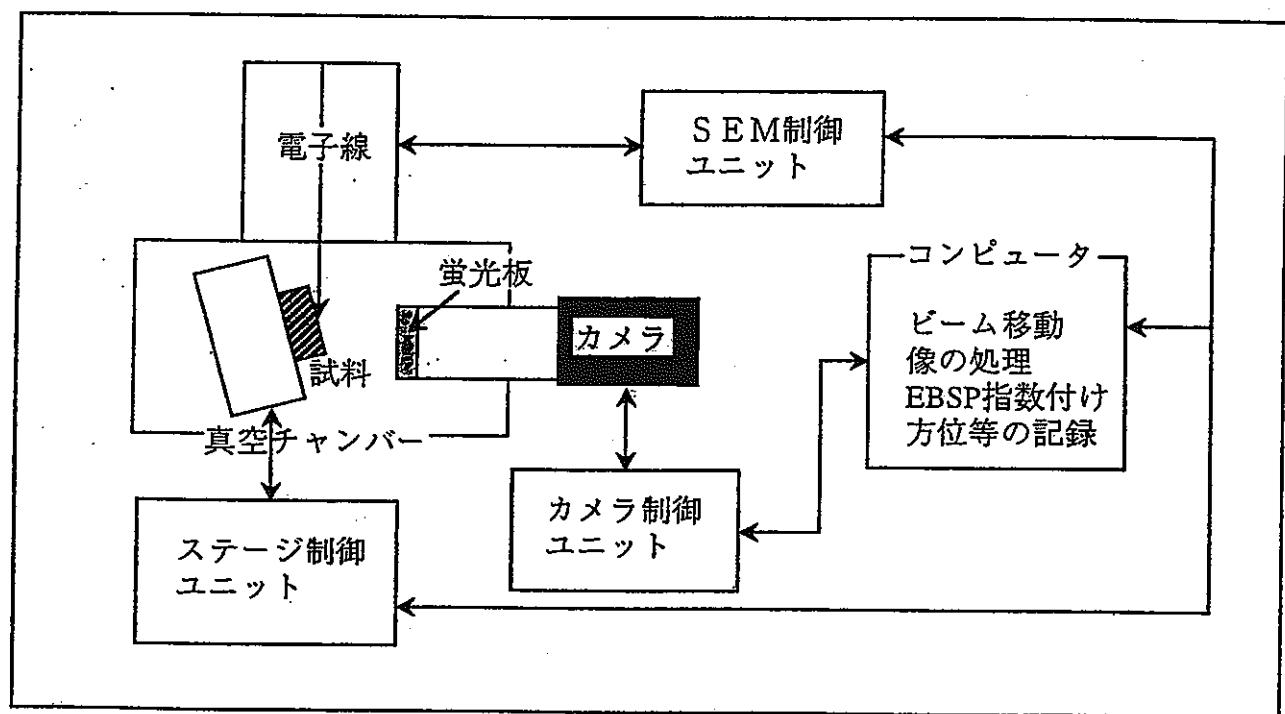


図 37 OIM構成の模式図

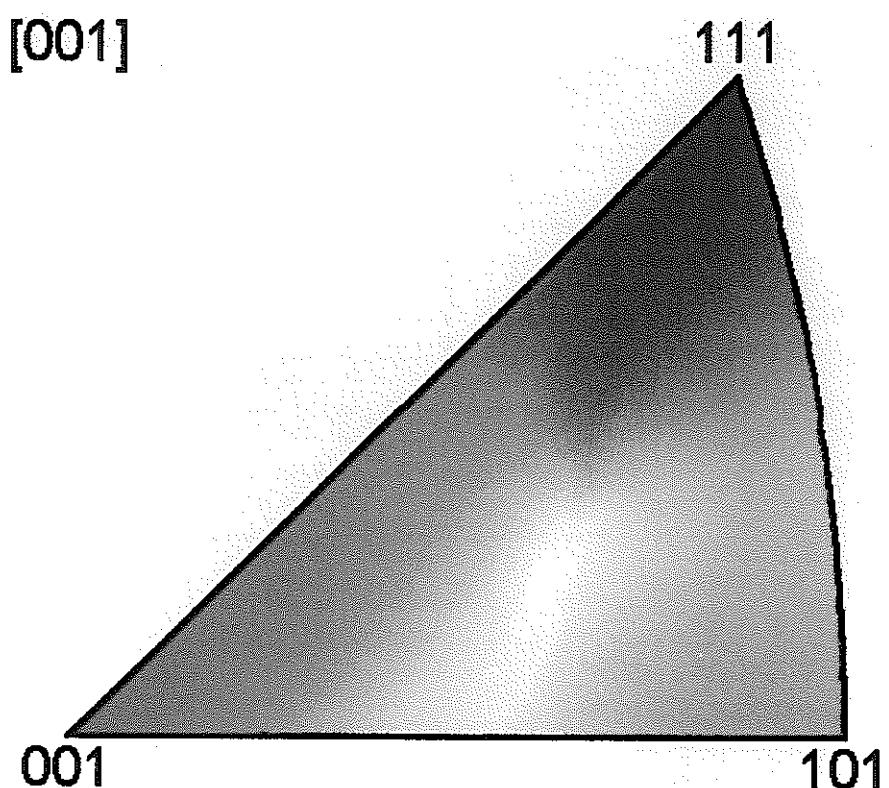


図 38 結晶方位カラーマッピング表示のカラーキー

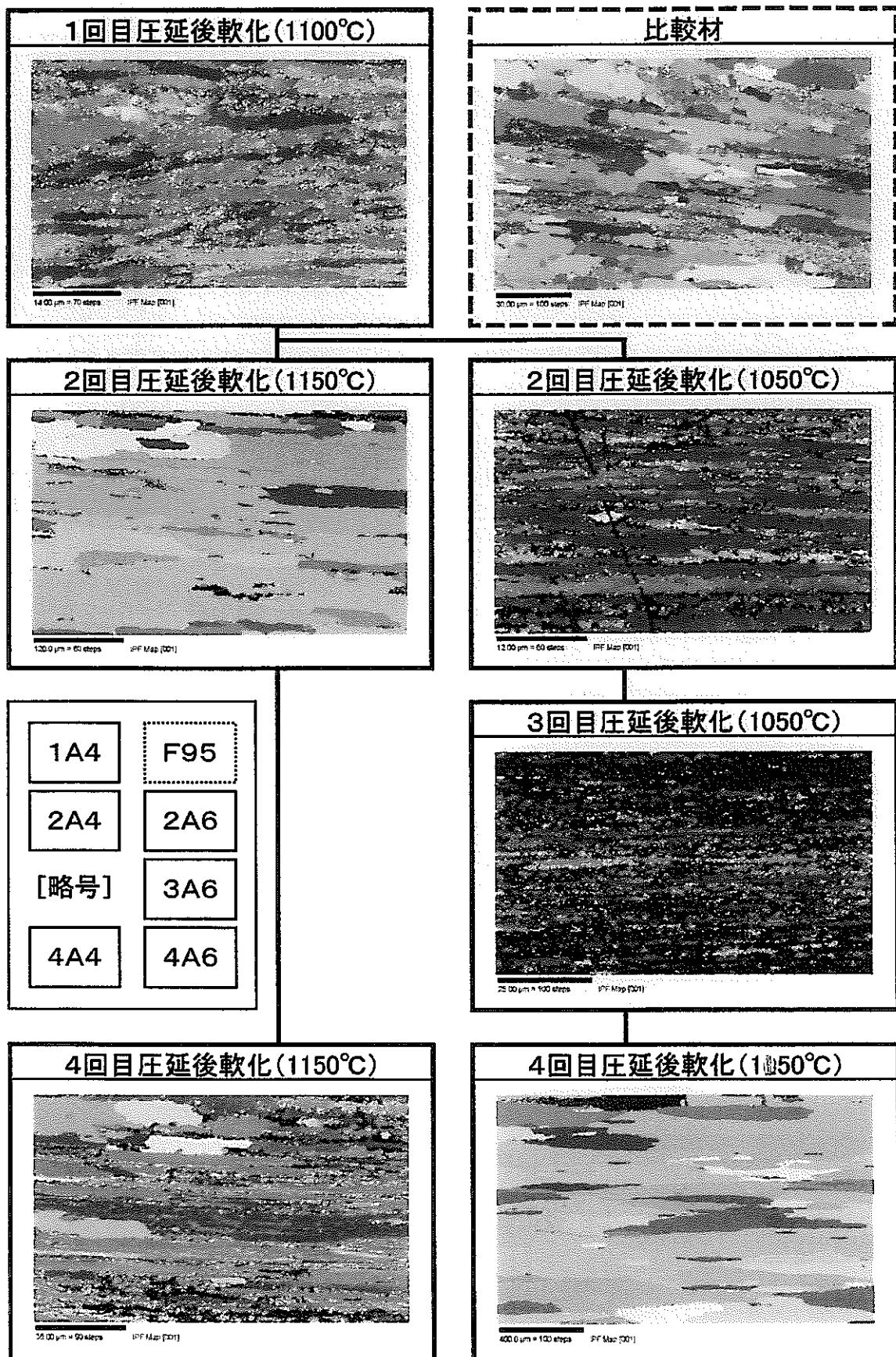


図 39 結晶方位のカラー・マッピング

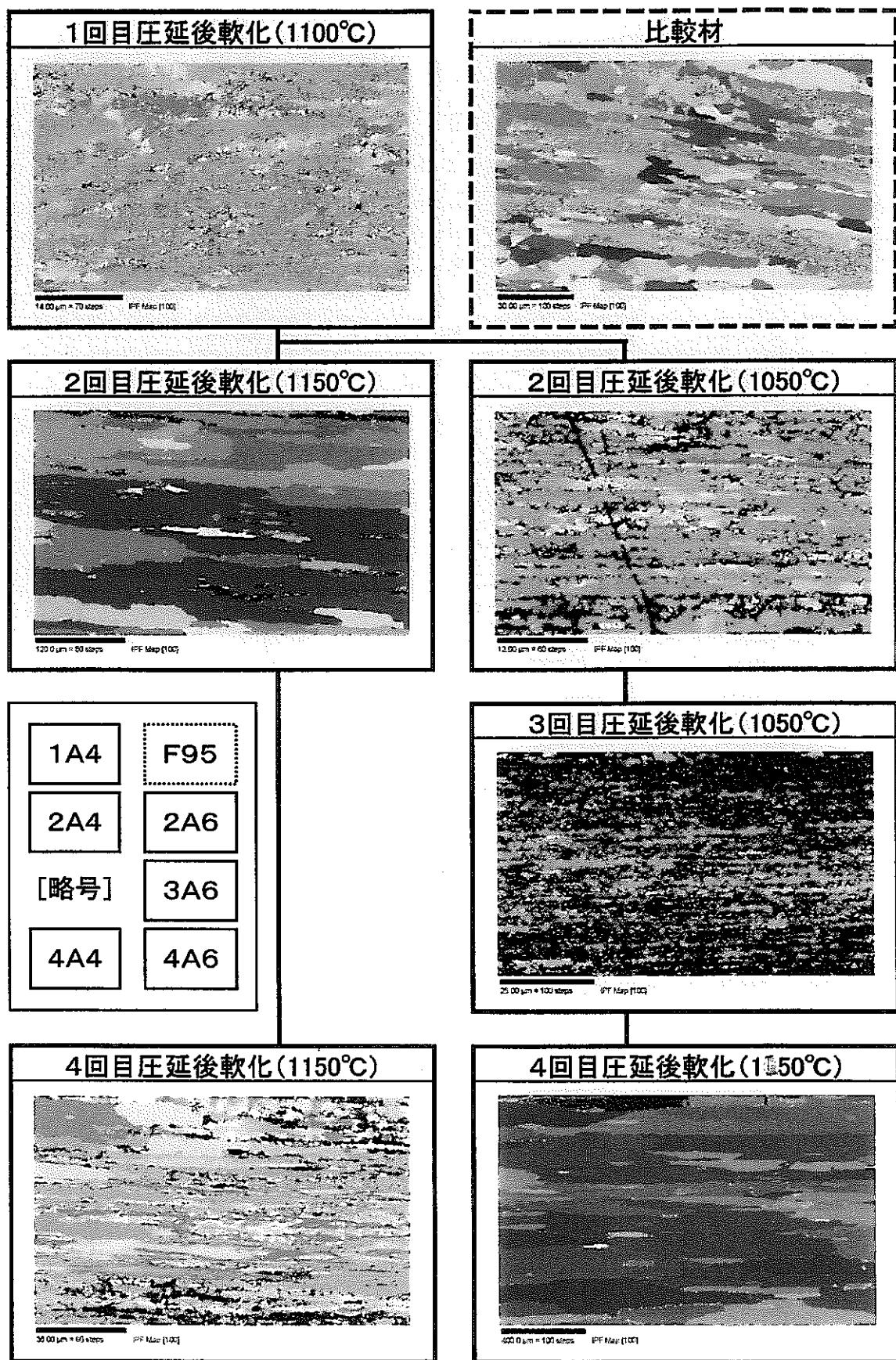
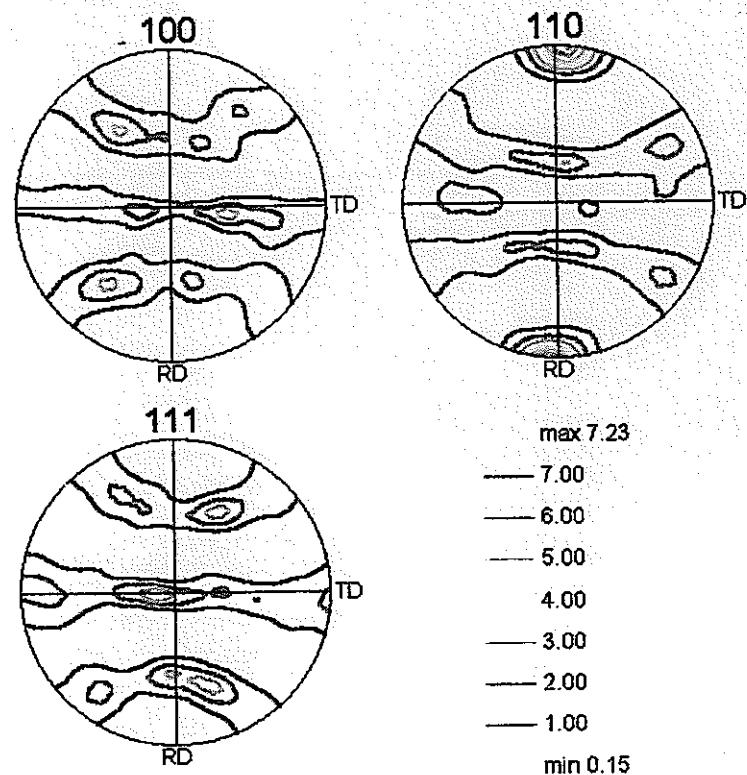


図 40 圧延方向 (RD) を法線とする結晶方位のカラーマッピング

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

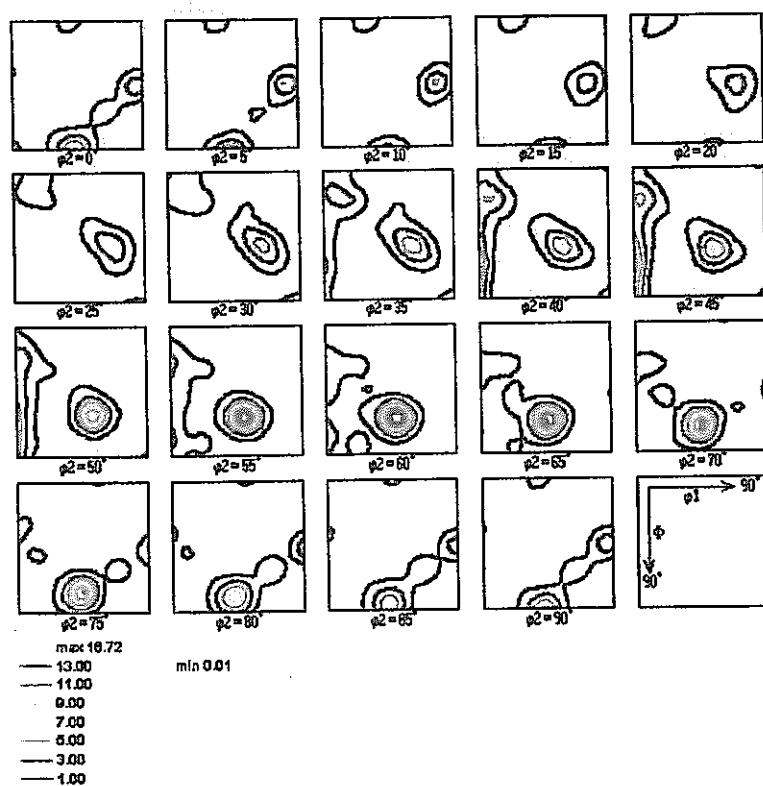
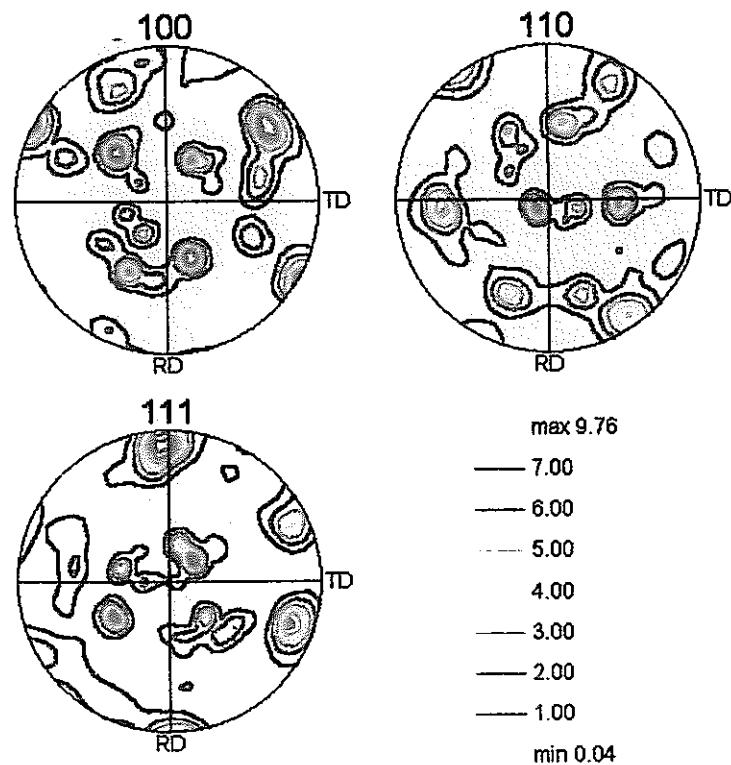


図 41 1A4 材の集合組織

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

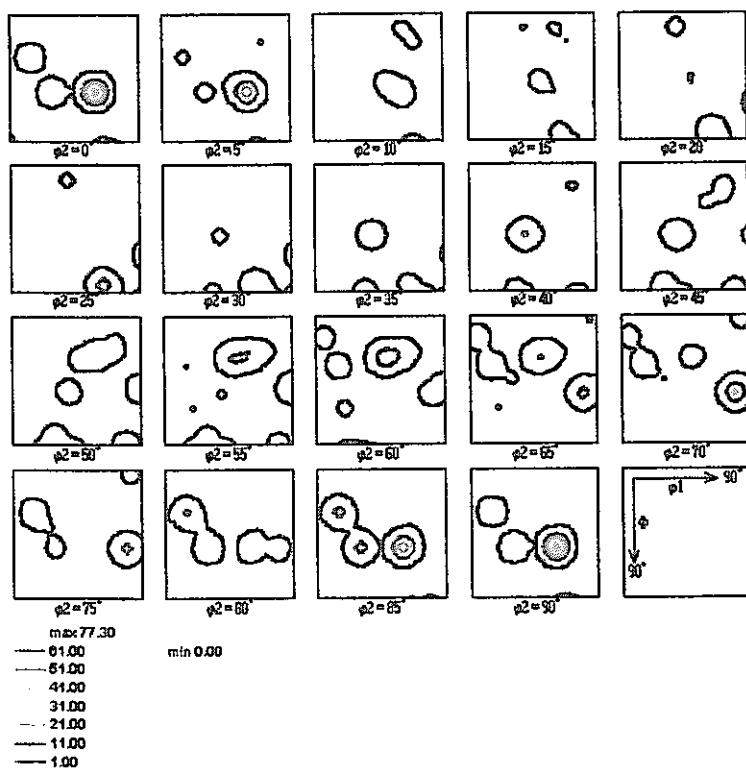
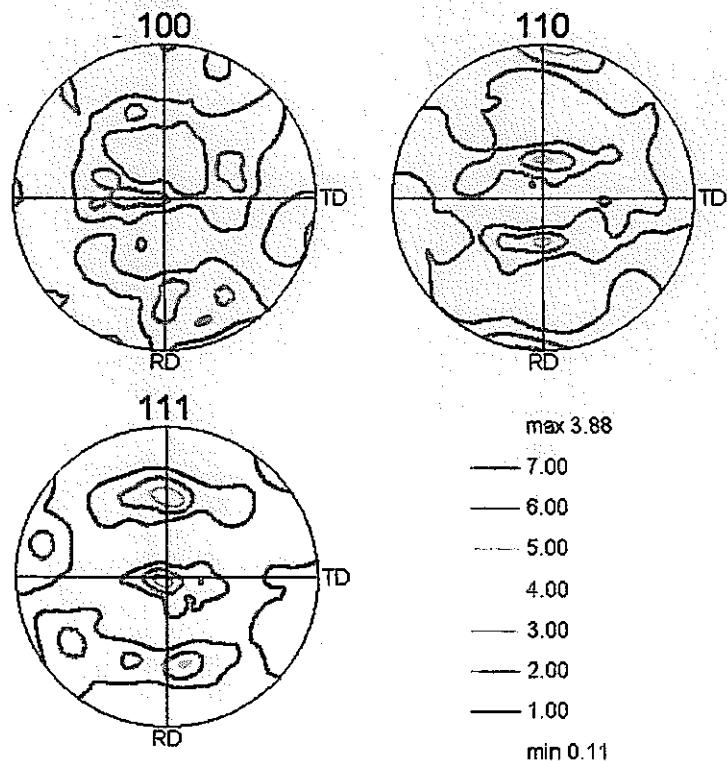


図 42 2A4 材の集合組織

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

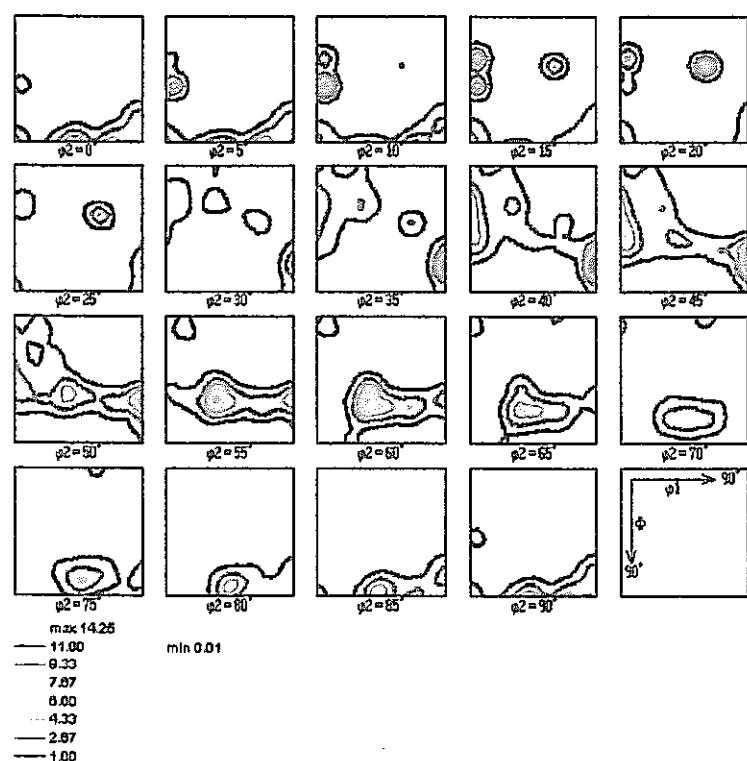
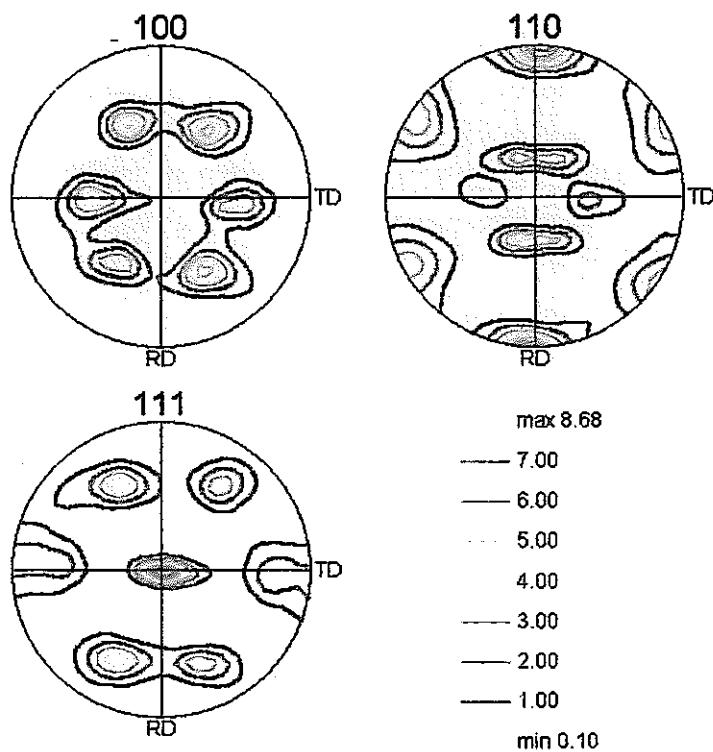


図 43 4A4 材の集合組織

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

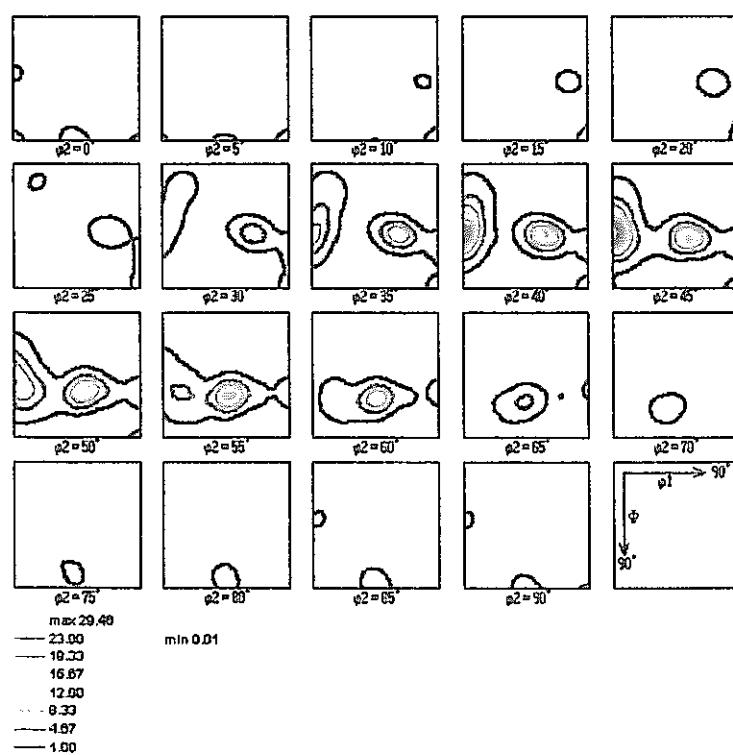
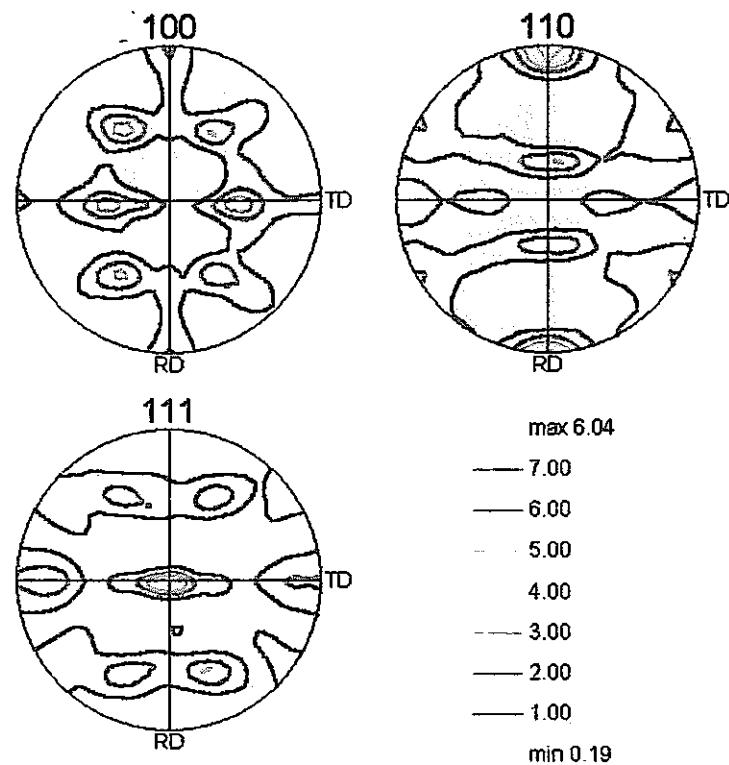


図 44 2A6 材の集合組織

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

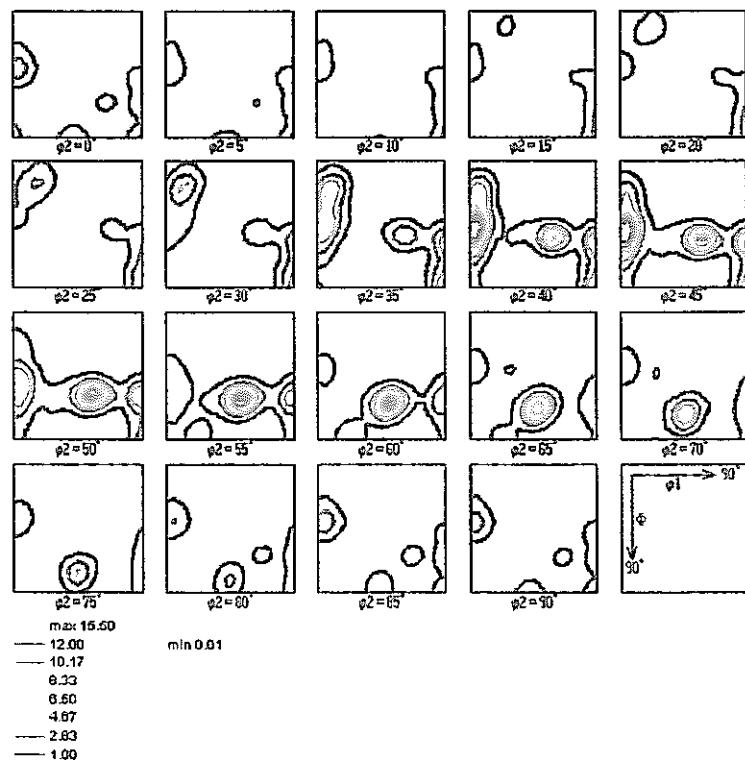
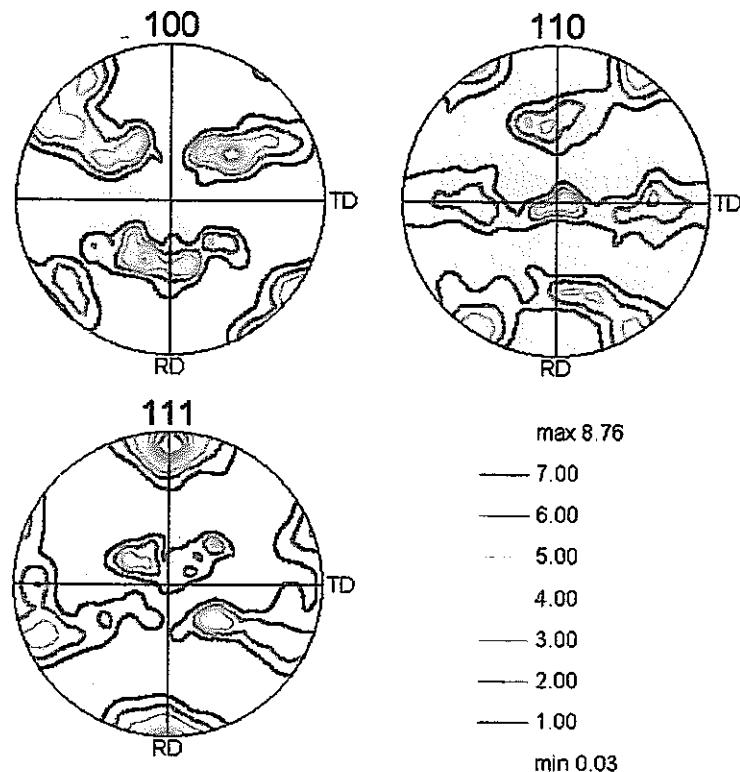


図 45 3A6 材の集合組織

(a) 極点図



(b) 3次元結晶方位分布関数

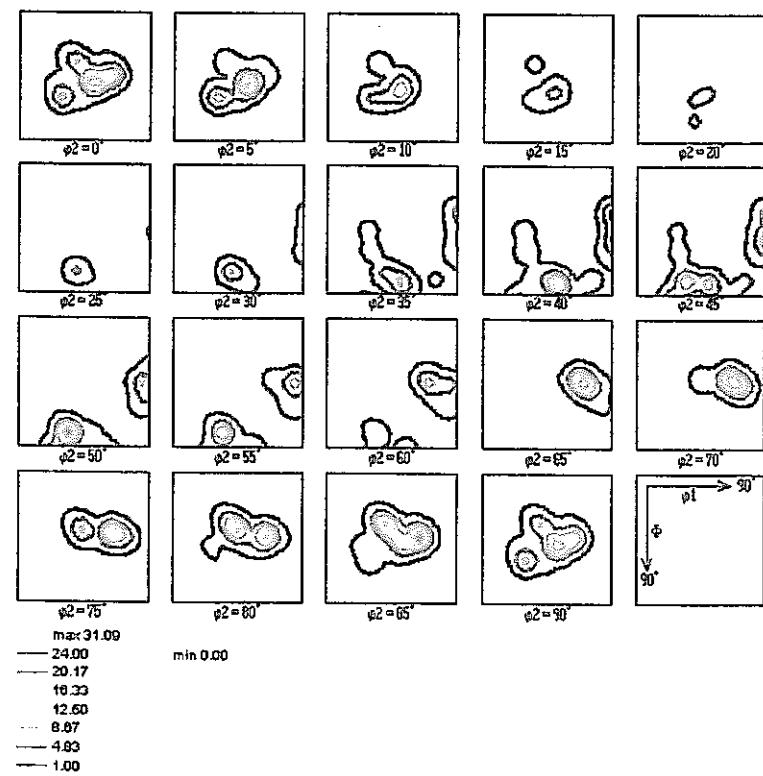


図 46 4A6 材の集合組織

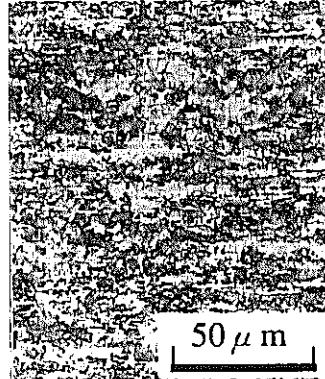
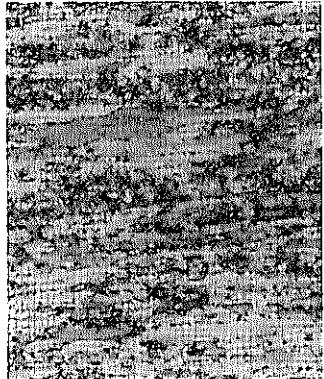
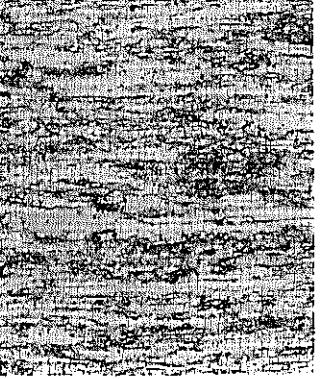
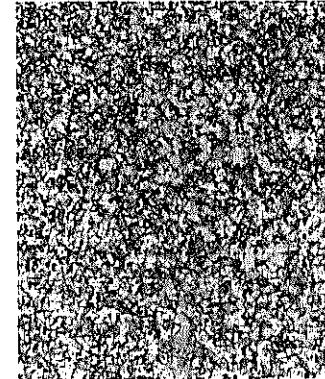
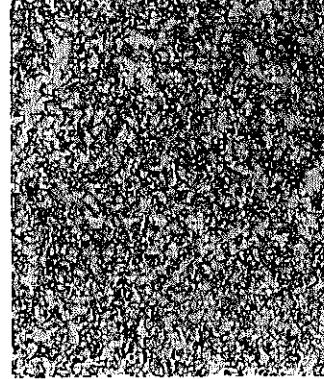
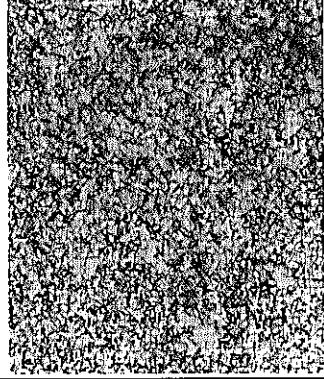
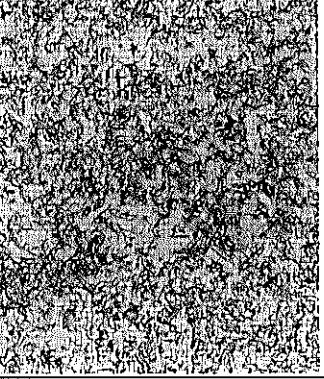
	F91	F92	F93	F94	F95
縦断面					
	HV237	HV280	HV313	HV366	HV379
横断面					
	HV237	HV284	HV323	HV373	HV394

写真 1 フェライト系ODS鋼押出素管の光顯観察及び硬さ

履歴	F 91～F 95：押出まま素管 (16φ×2t) → 1回目圧延 (12.28φ×1.375t) → 軟化テスト				
材質	1回目圧延	1100°C×30min	1150°C×30min	1200°C×30min	1250°C×30min
F 91					
F 92					
F 93					
F 94					
F 95					

写真2 1回目圧延後の熱処理試験 (×400倍、縦断面)

履歴	91F~94F : 素管 ($16\phi \times 2t$) → 1回目圧延 ($12.28\phi \times 1.375t$) → 軟化 ($1100^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$) → 2回目圧延 ($9.30\phi \times 0.6t$) → 軟化テスト 95F : 同上 → 同上 → 同上 → 再軟化 ($1145^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$) → 2回目圧延 ($9.30\phi \times 0.6t$) → 軟化テスト				
材質	2回目圧延	$1100^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$	$1150^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$	$1200^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$	$1250^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$
F 91					
F 92					
F 93					
F 94					
F 95					

写真3 2回目圧延後の熱処理試験 ($\times 400$ 倍、縦断面)

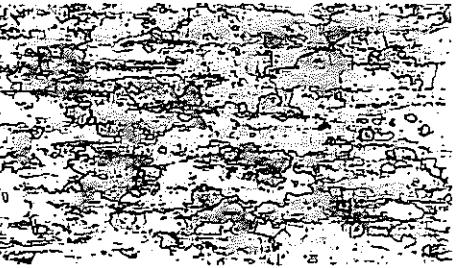
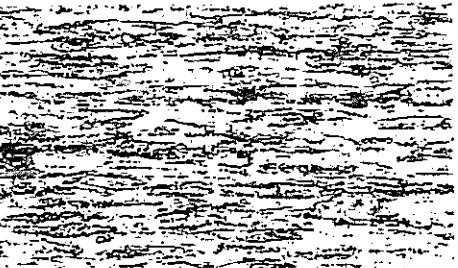
F91 縦断面	
素管 HV273	
1回目圧延 46%CW HV316	
軟化熱処理 1100°C × 30min HV224	
2回目圧延 65%CW HV304	
最終熱処理 1150°C × 30min HV211	

写真4 F91の各工程での光顯観察及び硬さ

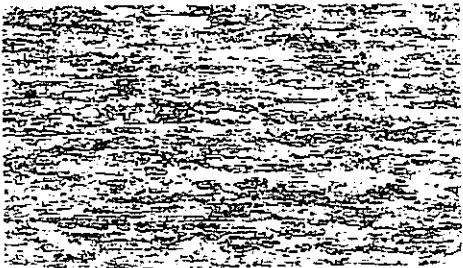
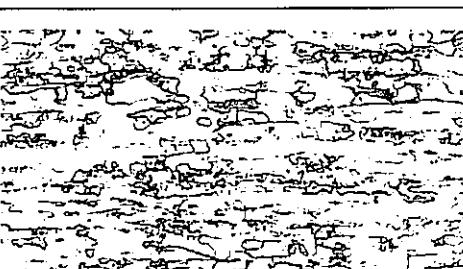
F92 縦断面	
素管 HV280	 25 μm
1回目圧延 46%CW HV350	
軟化熱処理 1100°C × 30min HV271	
2回目圧延 65%CW HV342	
最終熱処理 1150°C × 30min HV256	

写真5 F92の各工程での光顯観察及び硬さ

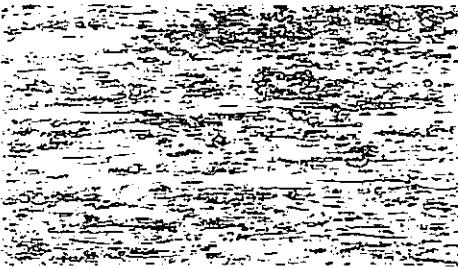
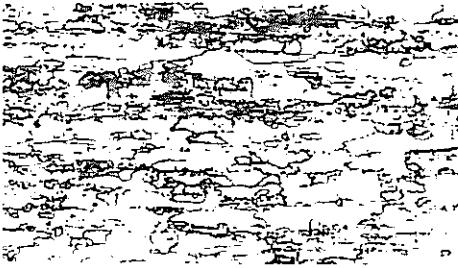
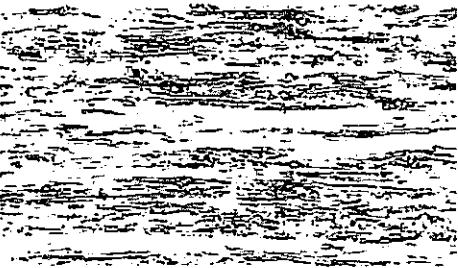
F93 縦断面	
素管 HV313	
1回目圧延 46%CW HV382	
軟化熱処理 1100°C × 30min HV303	
2回目圧延 65%CW HV393	
最終熱処理 1150°C × 30min HV308	

写真6 F93の各工程での光顯観察及び硬さ

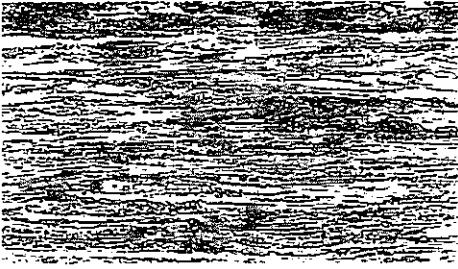
F94 縦断面	
素管 HV366	
1回目圧延 46%CW HV418	
軟化熱処理 1100°C × 30min HV327	
2回目圧延 65%CW HV409	
最終熱処理 1150°C × 30min HV316	

写真7 F94の各工程での光顯観察及び硬さ

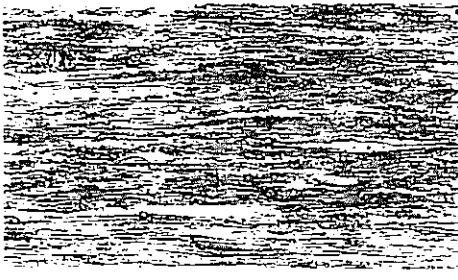
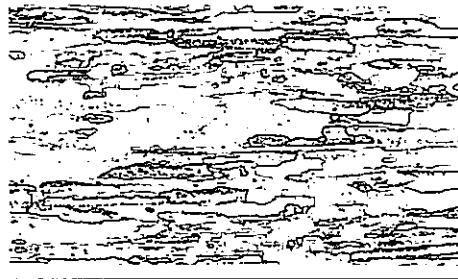
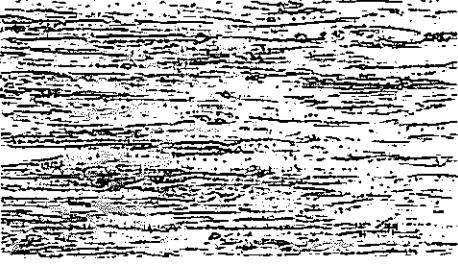
F95 縦断面	
素管 HV379	
1回目圧延 46%CW HV438	
軟化熱処理 1100°C × 30min HV371	
2回目圧延 65%CW HV445	
最終熱処理 1150°C × 30min HV375	

写真8 F95の各工程での光顯観察及び硬さ

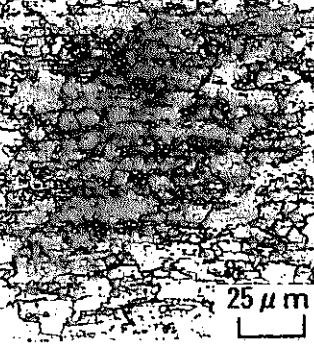
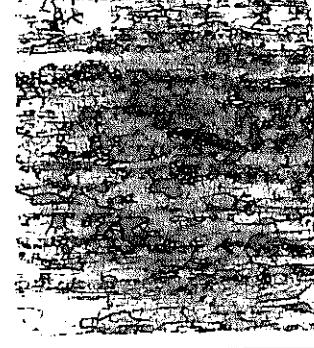
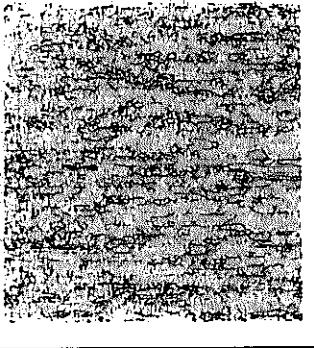
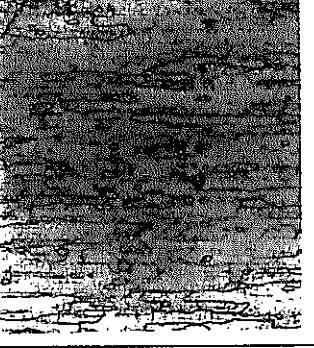
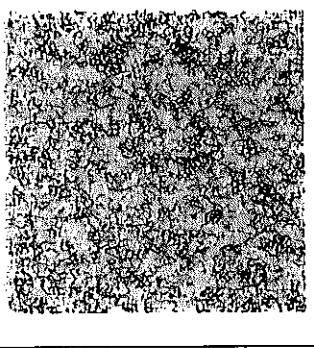
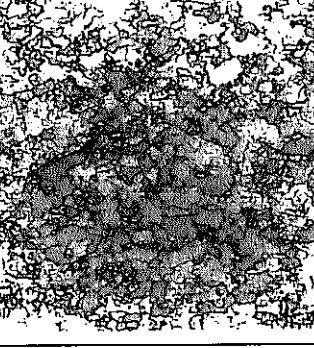
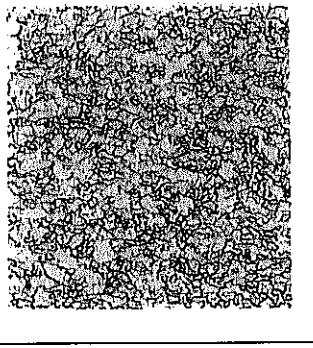
	F91	F92	F93	F94	F95
縦断面					
	HV225	HV276	HV308	HV324	HV375
横断面					
	HV234	HV284	—	HV322	—

写真 9-1 フェライト系ODS鋼被覆管の光顕観察及び硬さ ST材

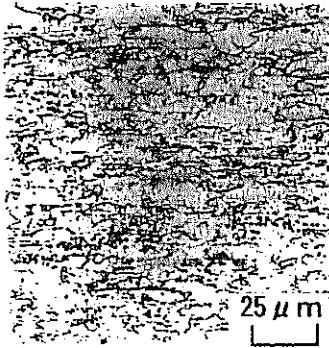
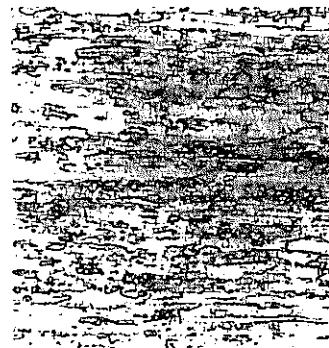
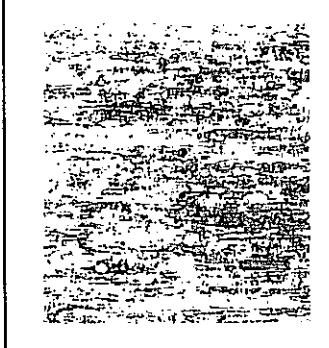
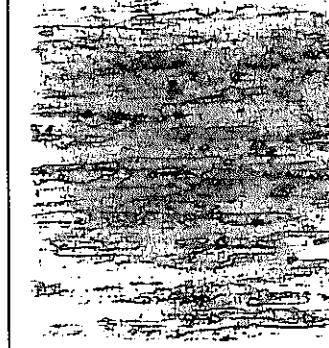
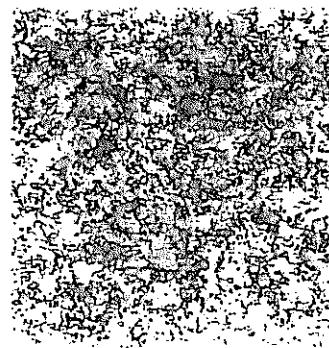
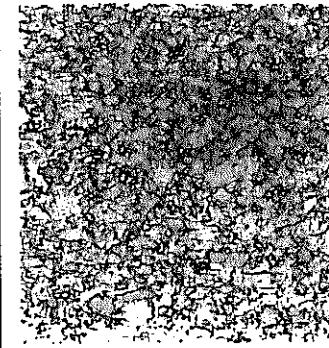
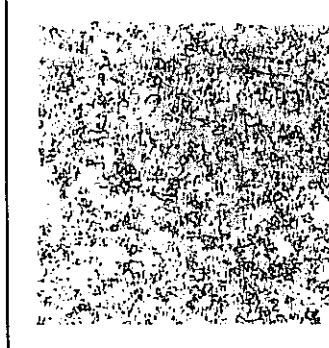
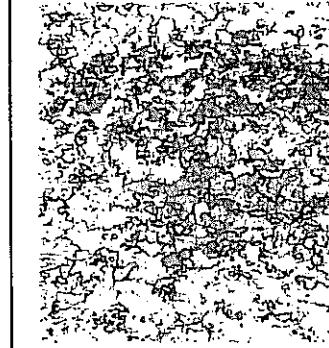
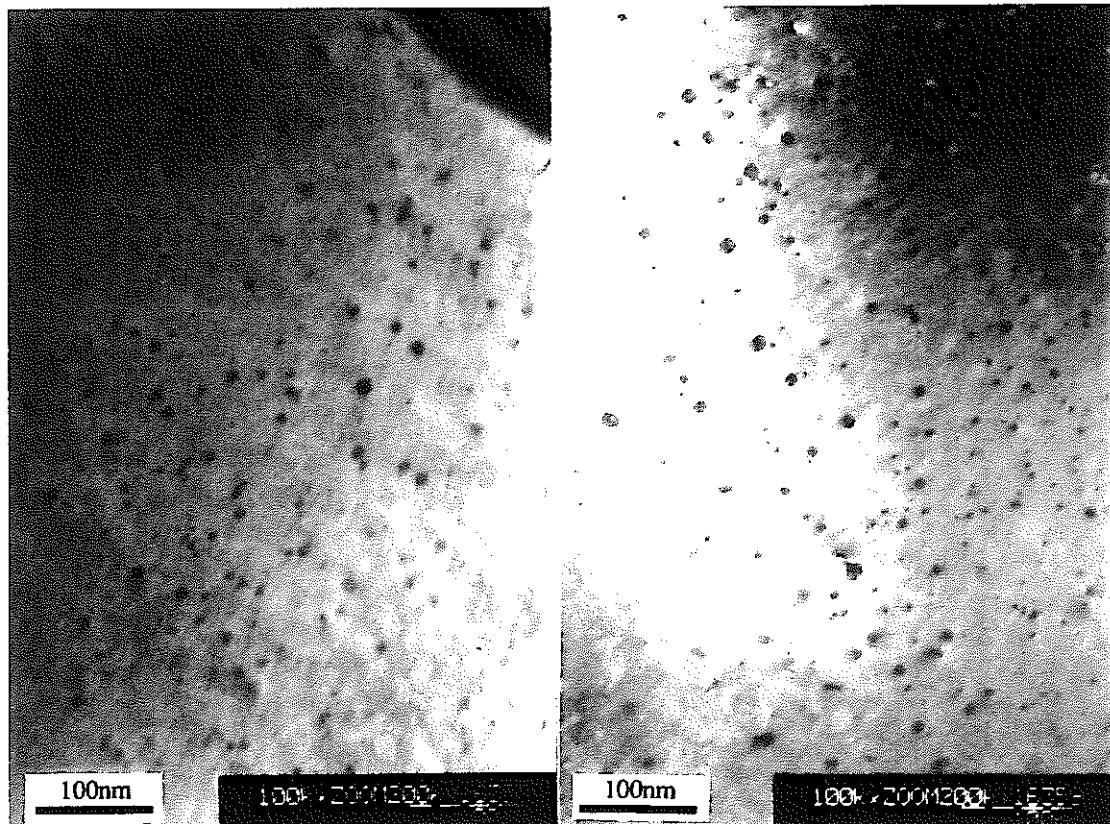
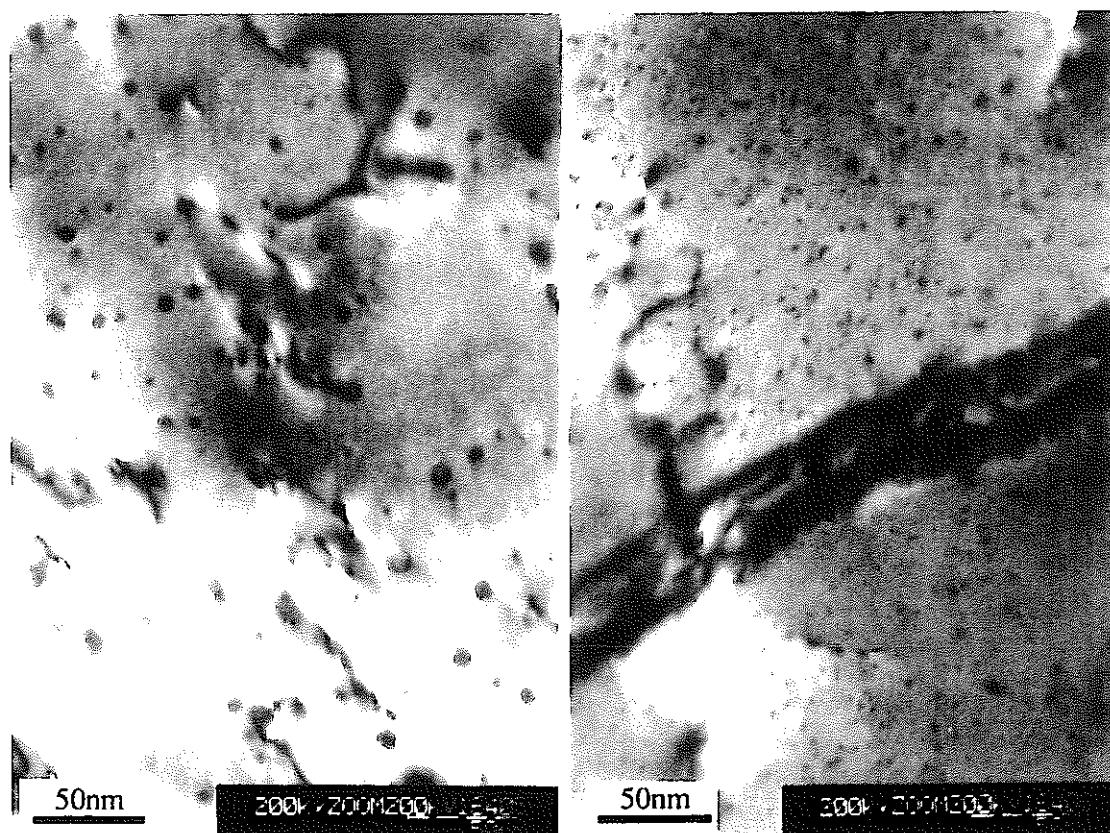
	F91	F92	F93	F94	F95
縦断面					
	HV277	HV336	—	HV374	
横断面					
	HV284	HV335	—	HV375	

写真9-2 フェライト系ODS鋼被覆管の光顯観察及び硬さ CW材

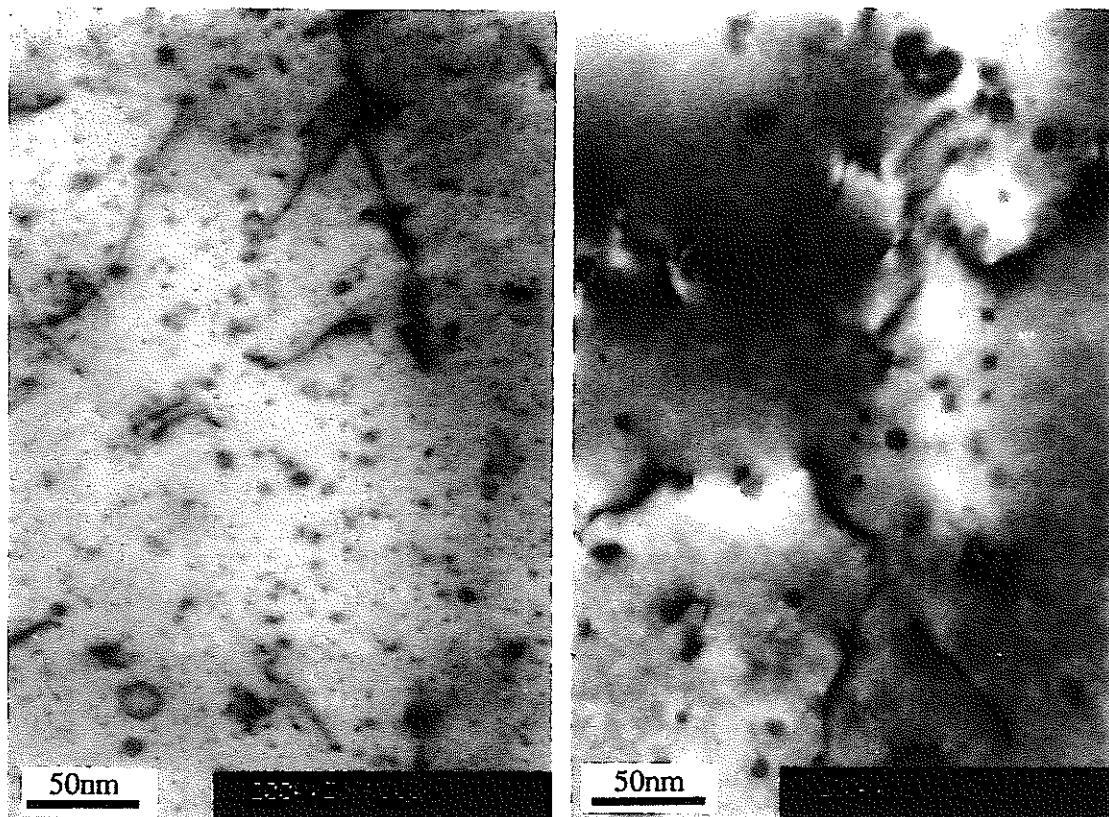


F91 鋼 : 0.13Ti-0.08Y₂O₃

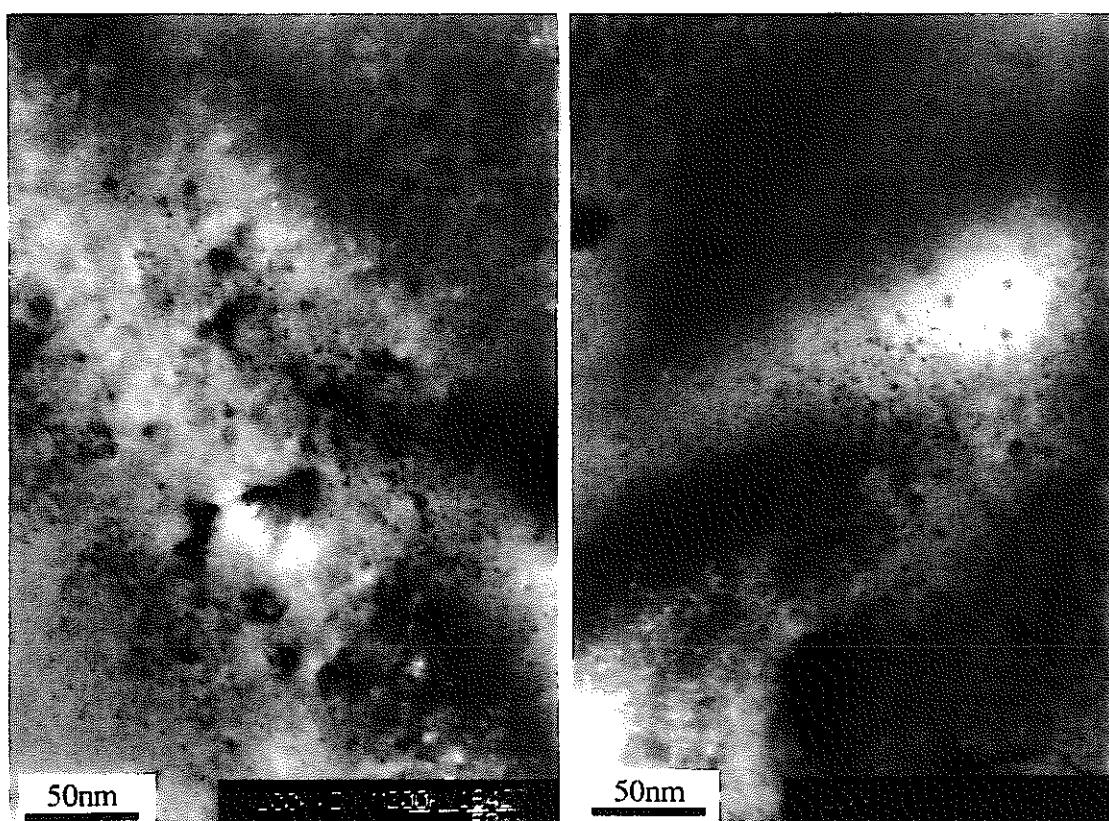


F92 鋼 : 0.13Ti-0.13Y₂O₃

写真 10-1 画像処理に用いた薄膜 TEM 観察組織

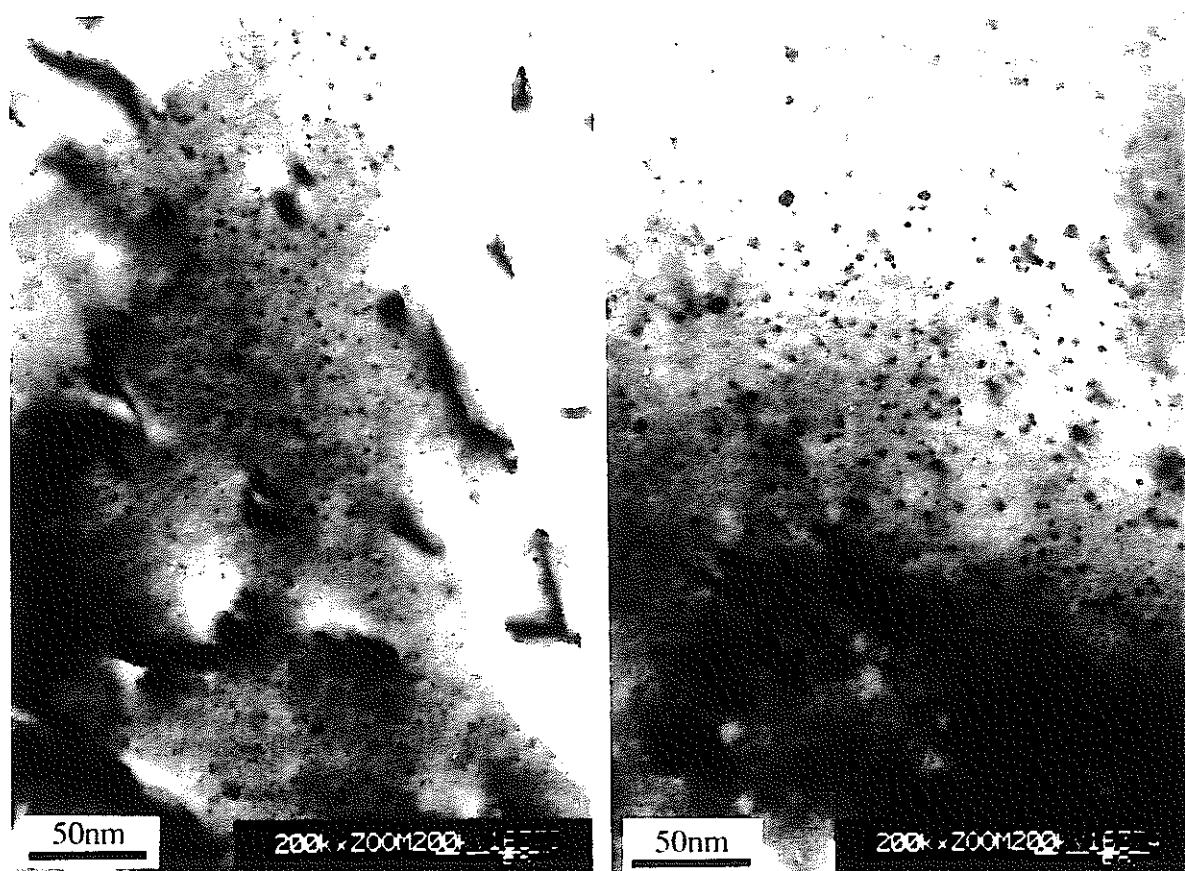


F93 鋼 : 0.22Ti-0.22Y₂O₃



F94 鋼 : 0.30Ti-0.24Y₂O₃

写真 10-2 画像処理に用いた薄膜 TEM 観察組織



F95 鋼 : 0.31Ti-0.24Y₂O₃

写真 10-3 画像処理に用いた薄膜 TEM 観察組織

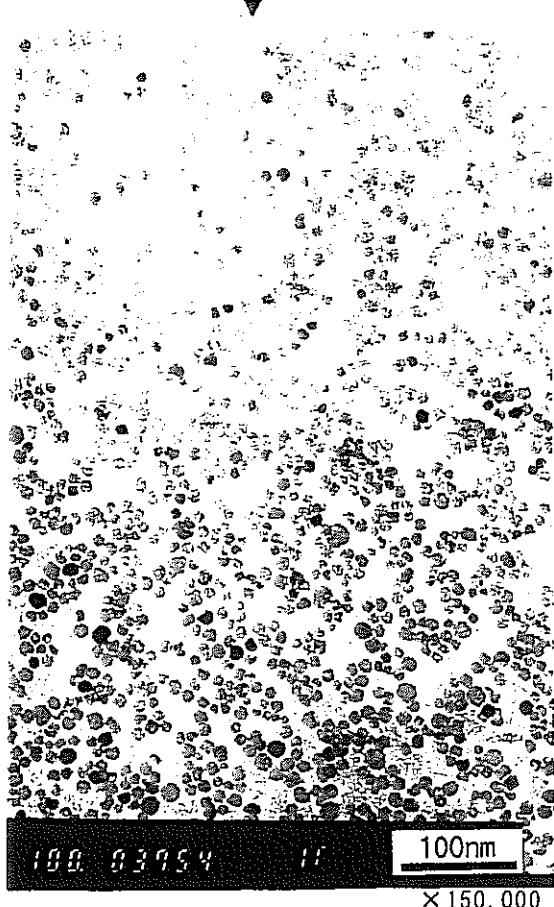
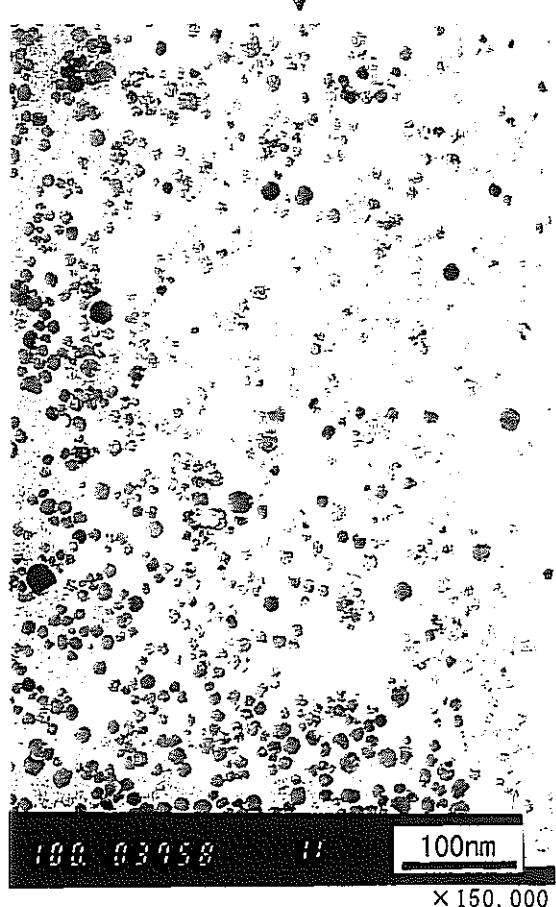
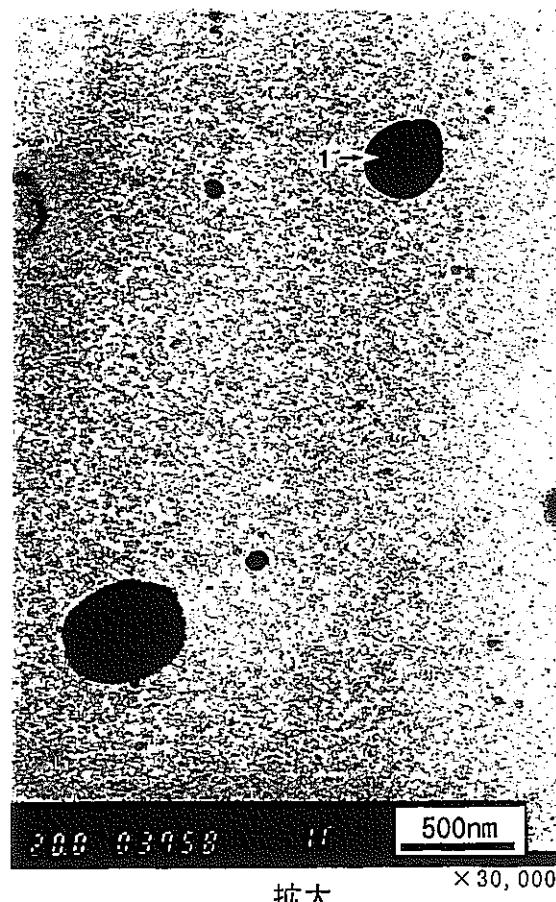
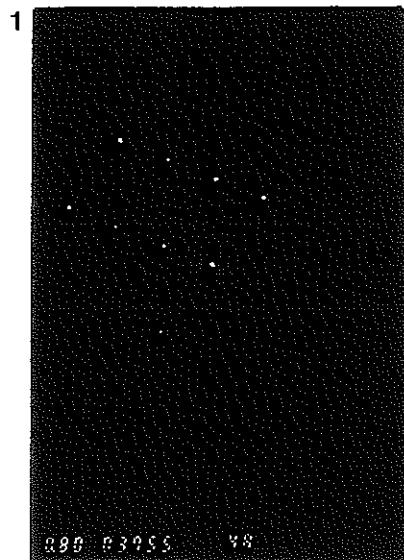


写真 11-1 F 9 1 の T E M 観察結果

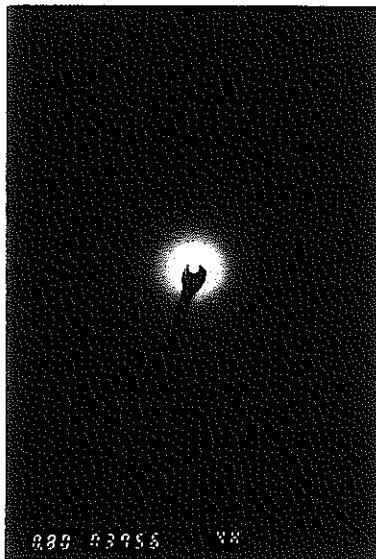


やや大きい粒子 1

電子線回折像の角率析結果

ファイルNo. 3755		TiO ₂ :Rutile	
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å) h k l
1	6.8	3.494	3.248 $\bar{1} \ 1 \ 0$
2	11.3	2.103	2.054 $2 \ 1 \ 0$
3	11.3	2.103	2.054 $1 \ 2 \ 0$

電子線回折像

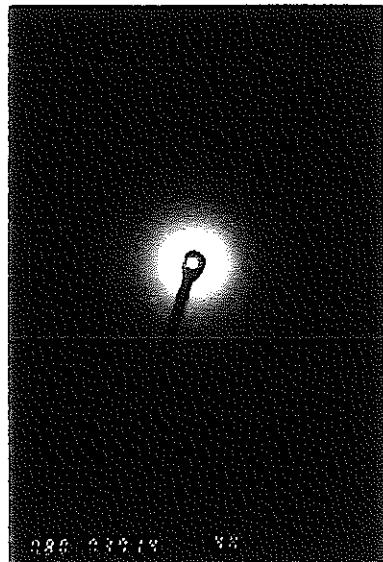


微細粒子の集合部

電子線回折像の角率析結果

ファイルNo. 3756		Y ₂ TiO ₅		Y ₂ Ti ₂ O ₇
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å)	d(Å)
1	8.00	2.970	3.010	3.040
2	9.15	2.597	2.590	2.522
3	13.15	1.807	1.800	1.784

電子線回折像



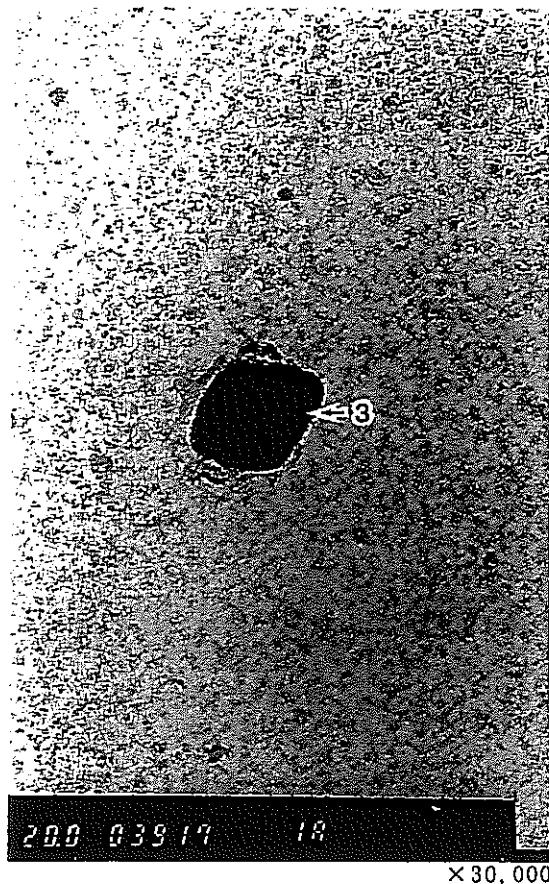
微細粒子の集合部

電子線回折像の角率析結果

ファイルNo. 3714		Y ₂ TiO ₅		Y ₂ Ti ₂ O ₇
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å)	d(Å)
1	8.00	2.970	3.010	3.040
2	9.15	2.597	2.590	2.522
3	13.15	1.807	1.800	1.784

電子線回折像

写真 11-2 F 9 1 の TEM 観察結果

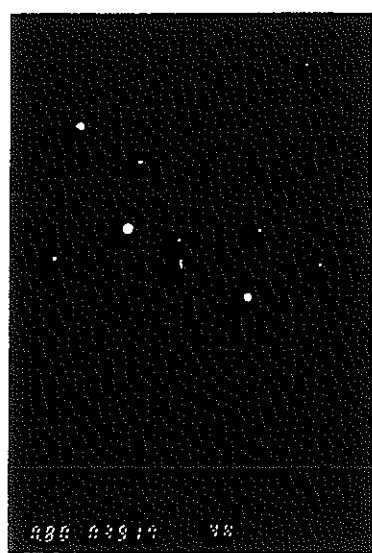


3

やや大きい粒子3

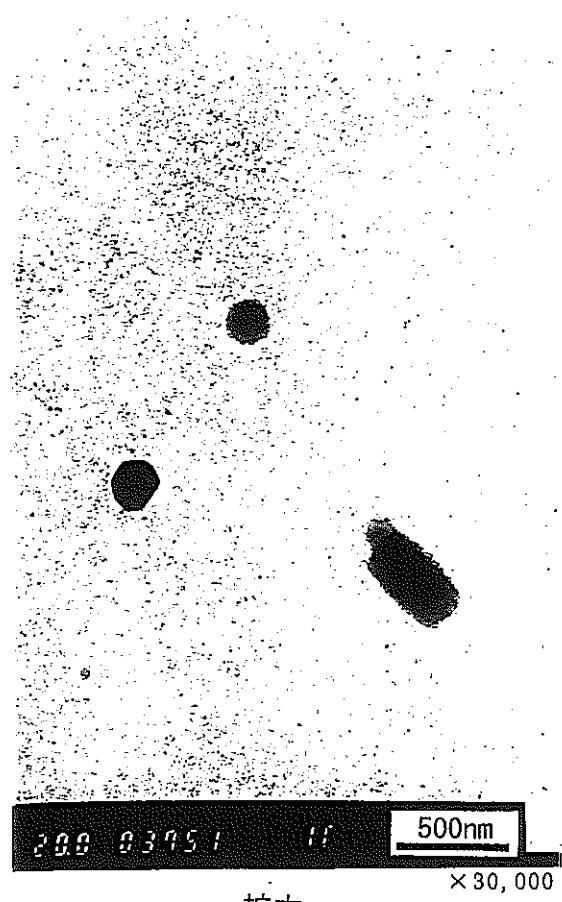
電子線回折像の角解析結果

ファイルNo. 3755			TiC	
回折点	0点からの距離(μm)	d(Å)	d(Å)	h k l
1	9.5	2.501	2.508	1 1 1
2	9.5	2.501	2.508	1 1 1
3	10.9	2.180	2.179	2 0 0

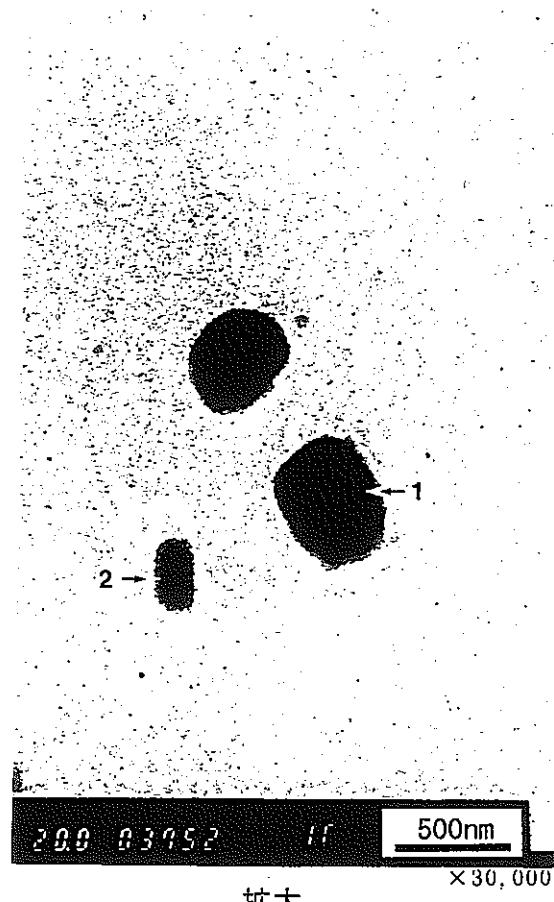


電子線回折像

写真 11-3 F 9 1 の TEM 観察結果



拡大
▼



拡大
▼

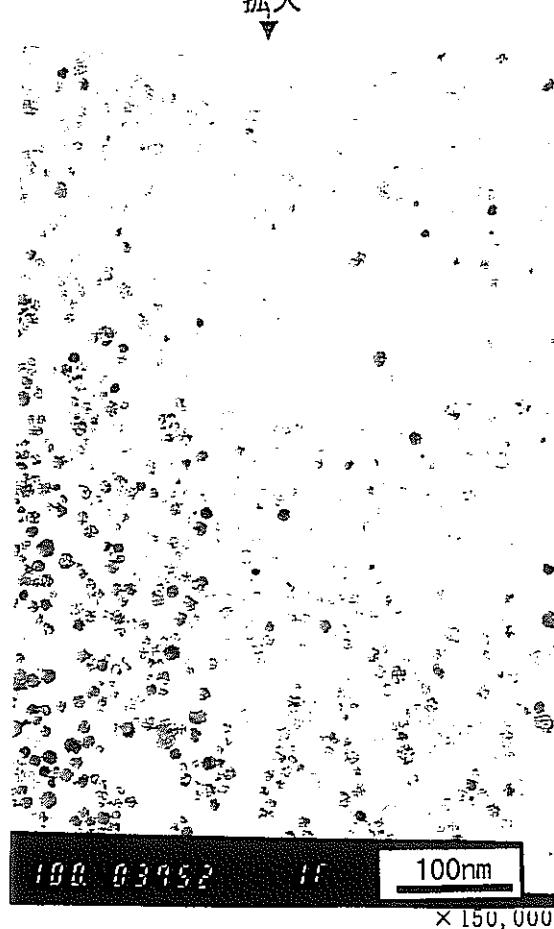


写真 12

F 9 2 の T E M 観察結果

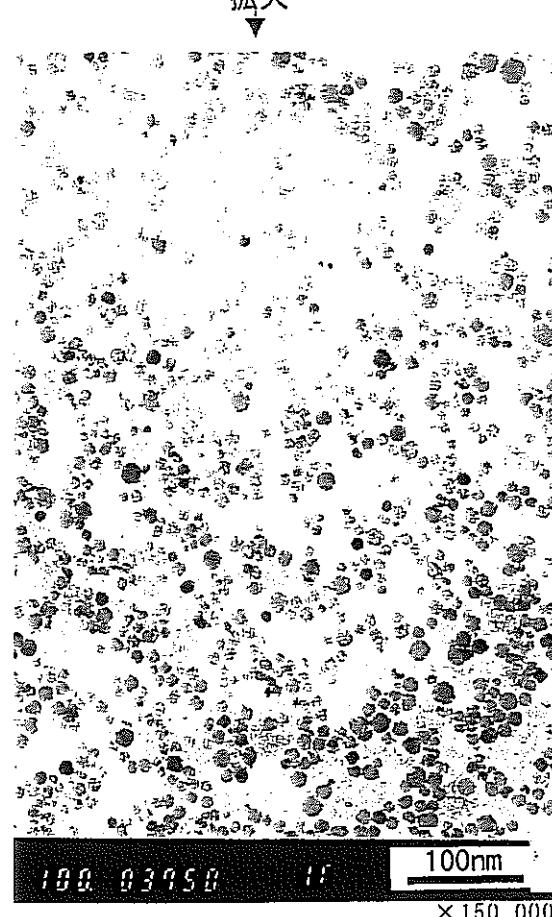
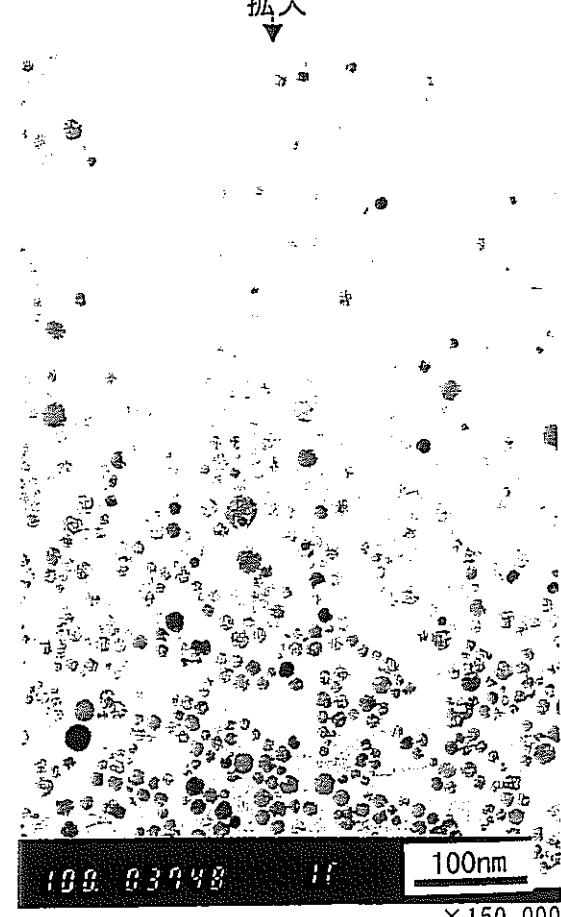
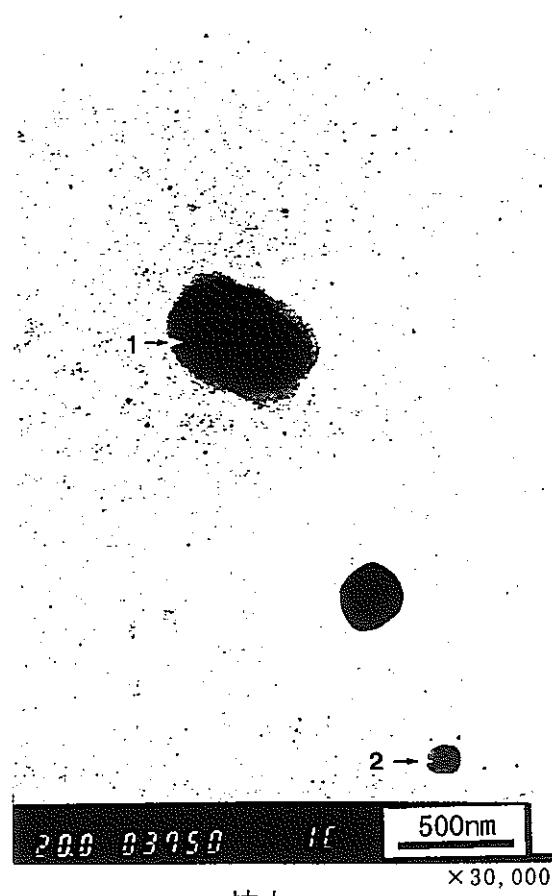
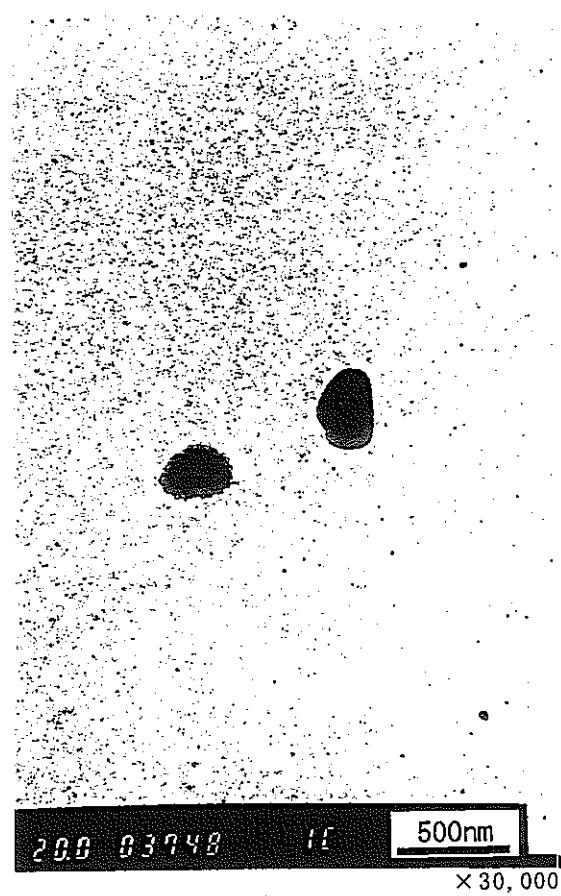
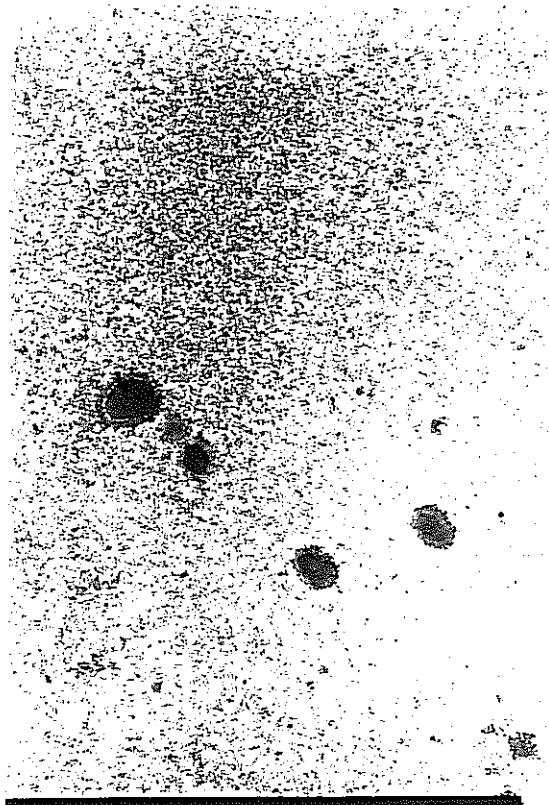


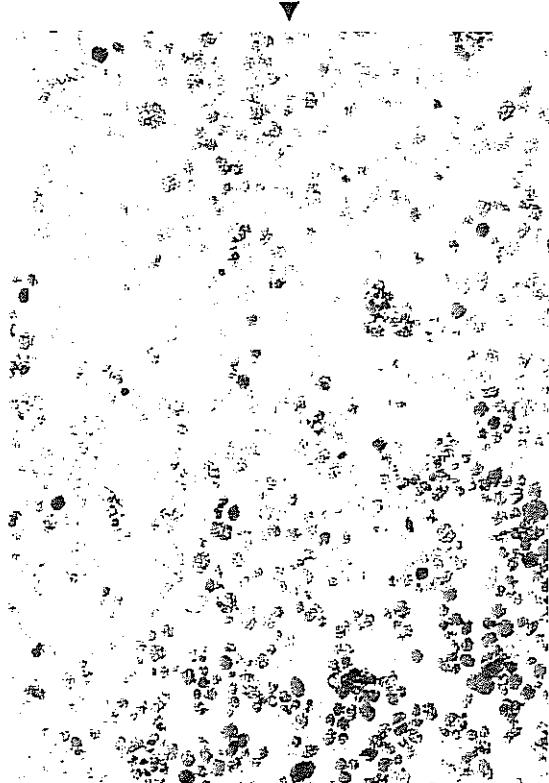
写真 13

F 9 3 の T E M 観察結果

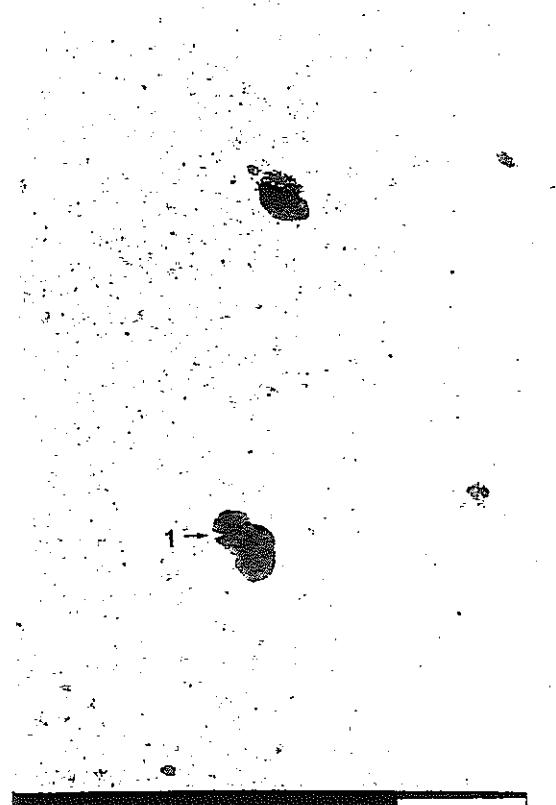


200 03745 11 500nm
× 30,000

拡大
▼

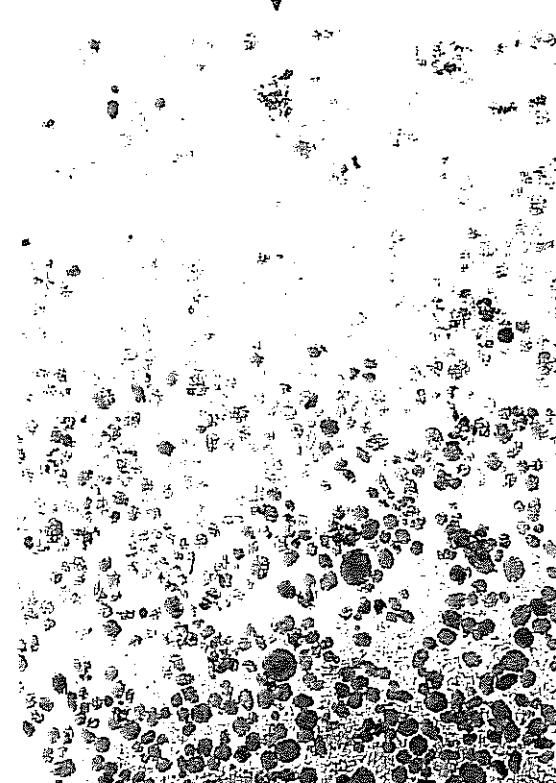


100 03745 11 100nm
× 150,000



200 03745 11 500nm
× 30,000

拡大
▼



100 03745 11 100nm
× 150,000

写真 14

F 9 4 の T E M 観察結果

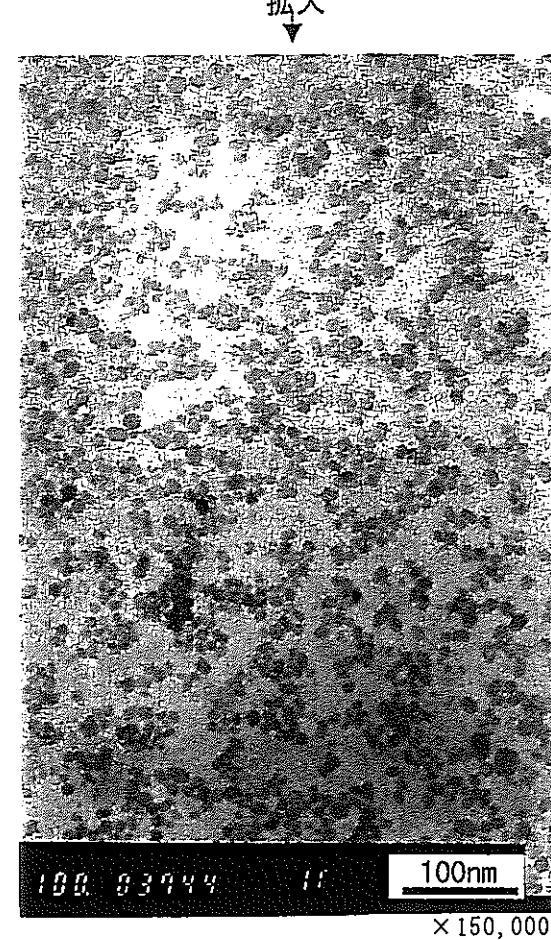
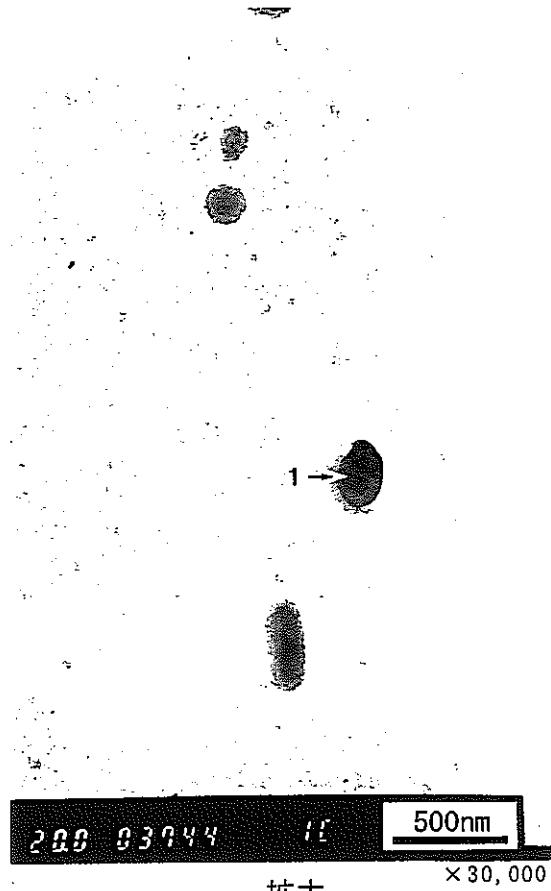
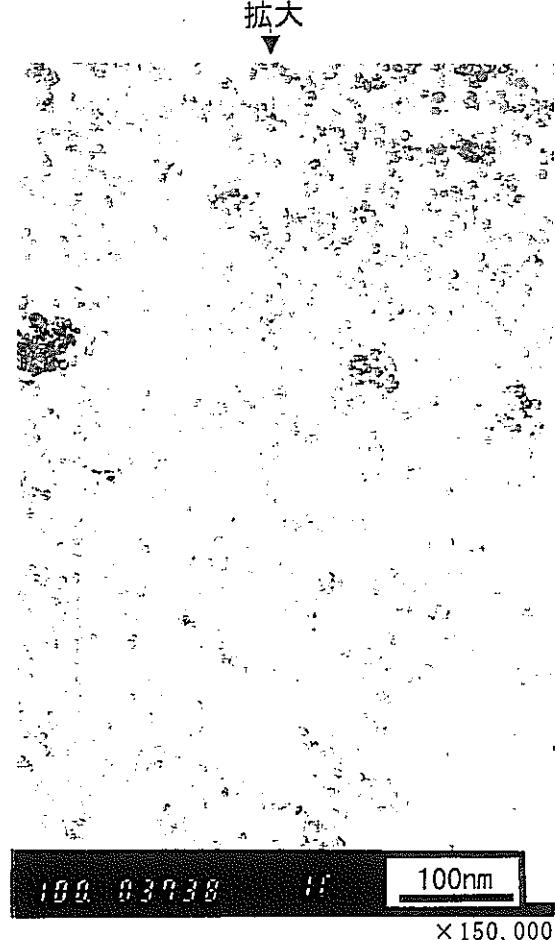
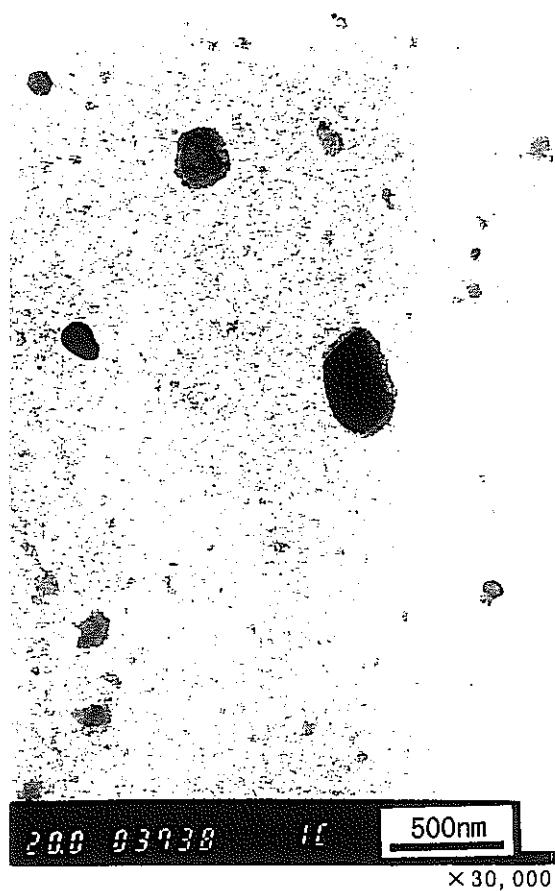
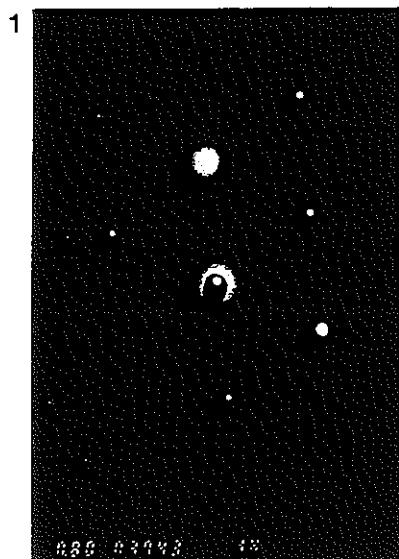


写真 15-1 F 9 5 の T E M 観察結果

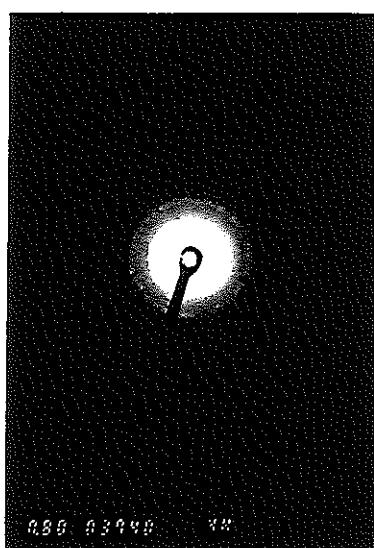


電子線回折像

やや大きい粒子 1

電子線回折像の角平均結果

フィルムNo. 3743			TiC	
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å)	h k l
1	15.5	1.533	1.535	2 2 0
2	15.5	1.533	1.535	2 0 2
3	15.5	1.533	1.535	0 2 2

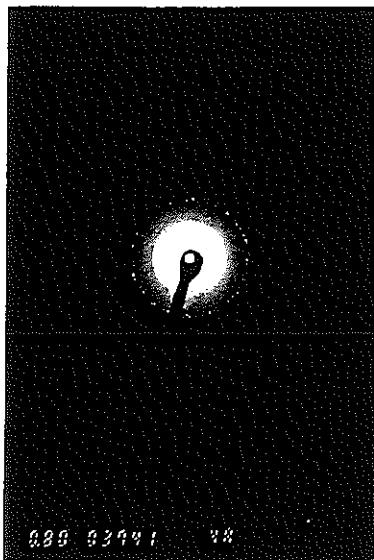


電子線回折像

微細粒子の集合部

電子線回折像の角平均結果

フィルムNo. 3740			Y2TiO5	Y2Ti2O7
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å)	d(Å)
1	7.90	3.008	3.010	3.040
2	9.15	2.597	2.590	2.522
3	13.00	1.828	1.800	1.784



電子線回折像

微細粒子の集合部

電子線回折像の角平均結果

フィルムNo. 3741			Y2TiO5	Y2Ti2O7
回折点	0点からの距離(mm)	d(Å)	d(Å)	d(Å)
1	7.90	3.008	3.010	3.040
2	9.15	2.597	2.590	2.522
3	13.00	1.828	1.800	1.784

写真 15-2 F 95 の TEM 觀察結果

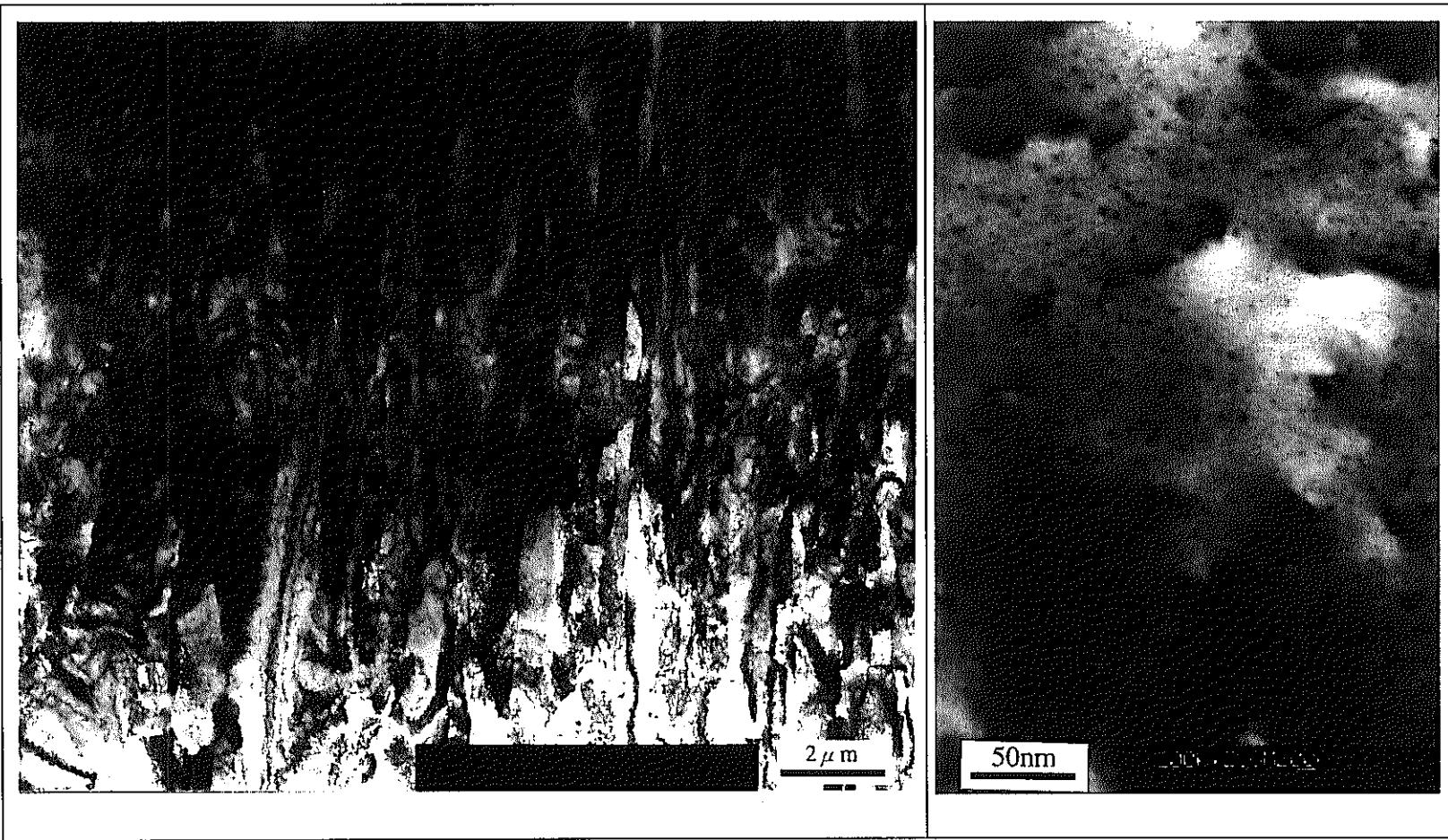


写真 16 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4 回圧延工程中の組織
1 回目圧延・焼鍔(1100°C)後 [記号 : 1A4]

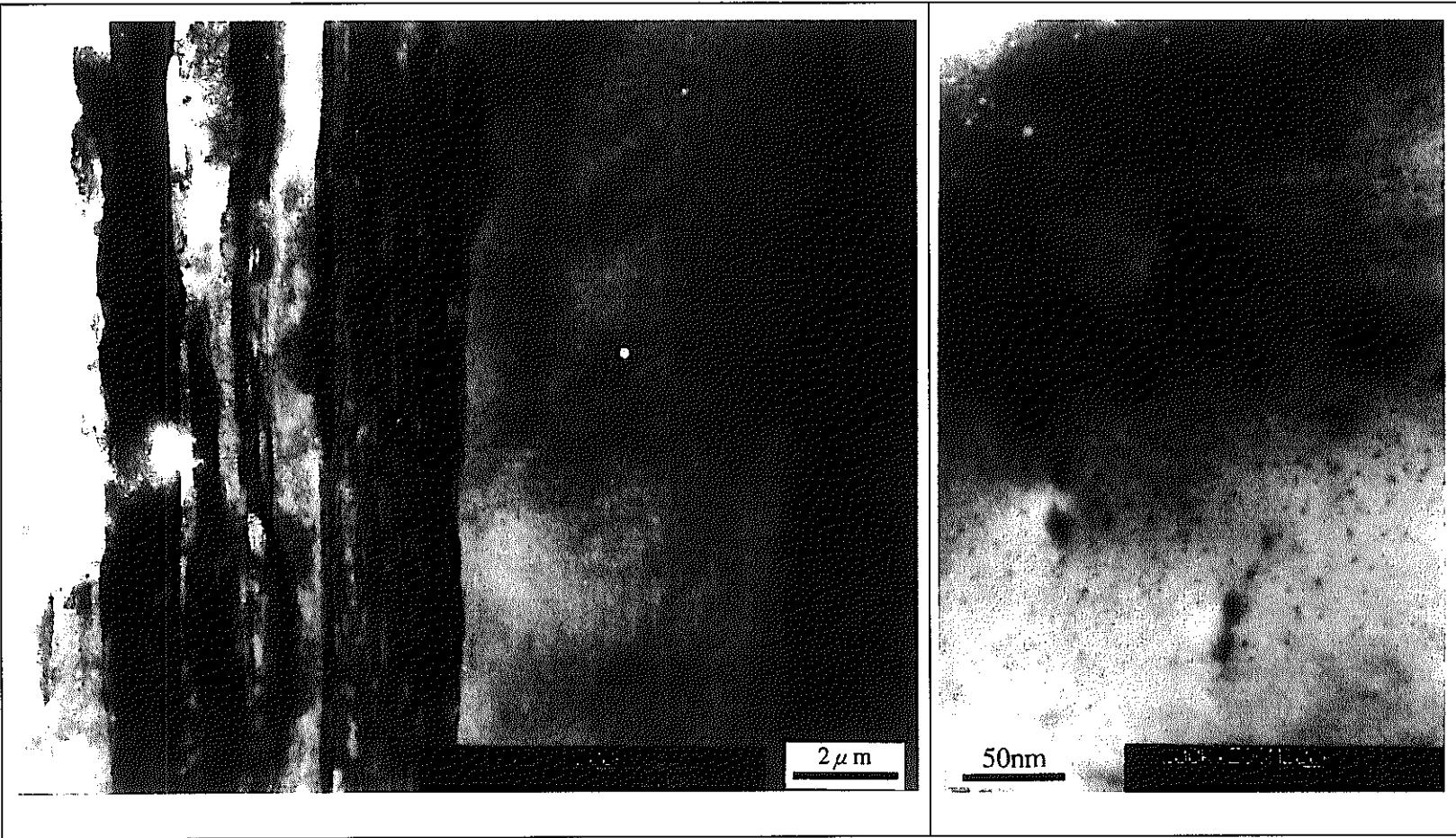


写真 17 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4回圧延工程中の組織
2回目圧延・焼鍛(1150°C)後 [記号: 2A4]

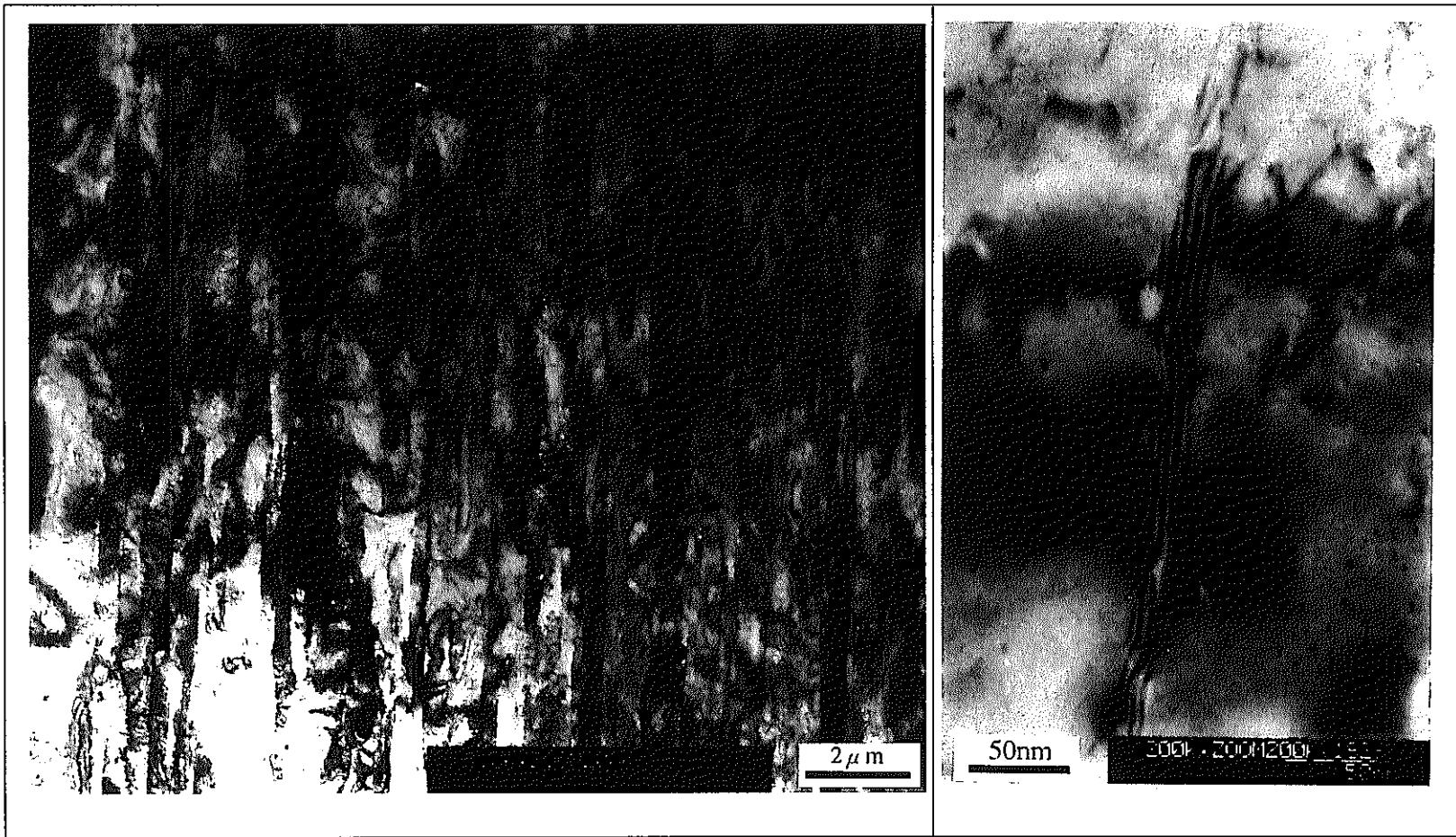


写真 18 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4回圧延工程中の組織
2回目圧延・焼鈍(1050°C)後 [記号: 2A6]

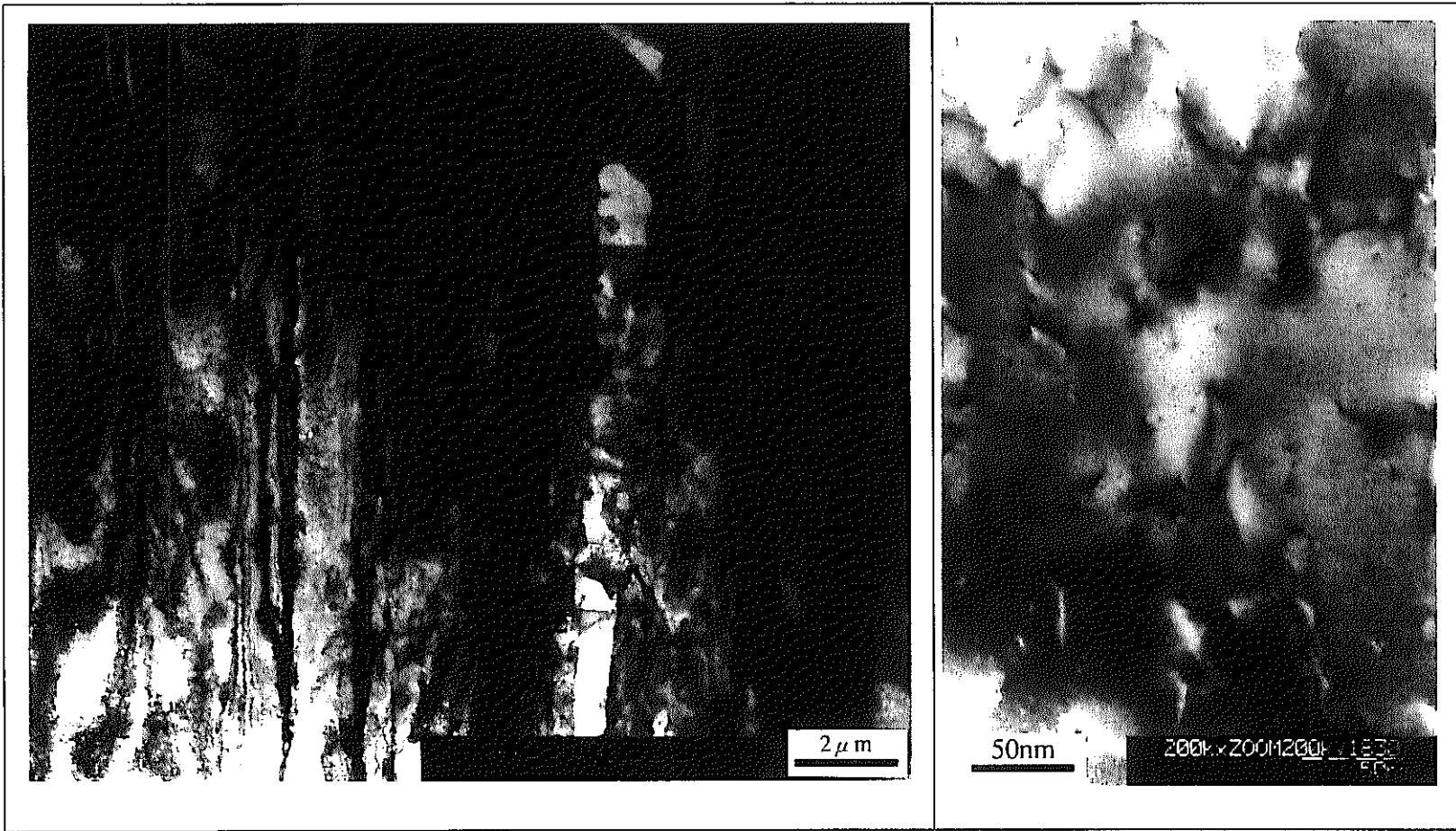


写真 19 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4回圧延工程中の組織
4回目圧延・焼鈍(1150°C)後 [記号: 4A4]

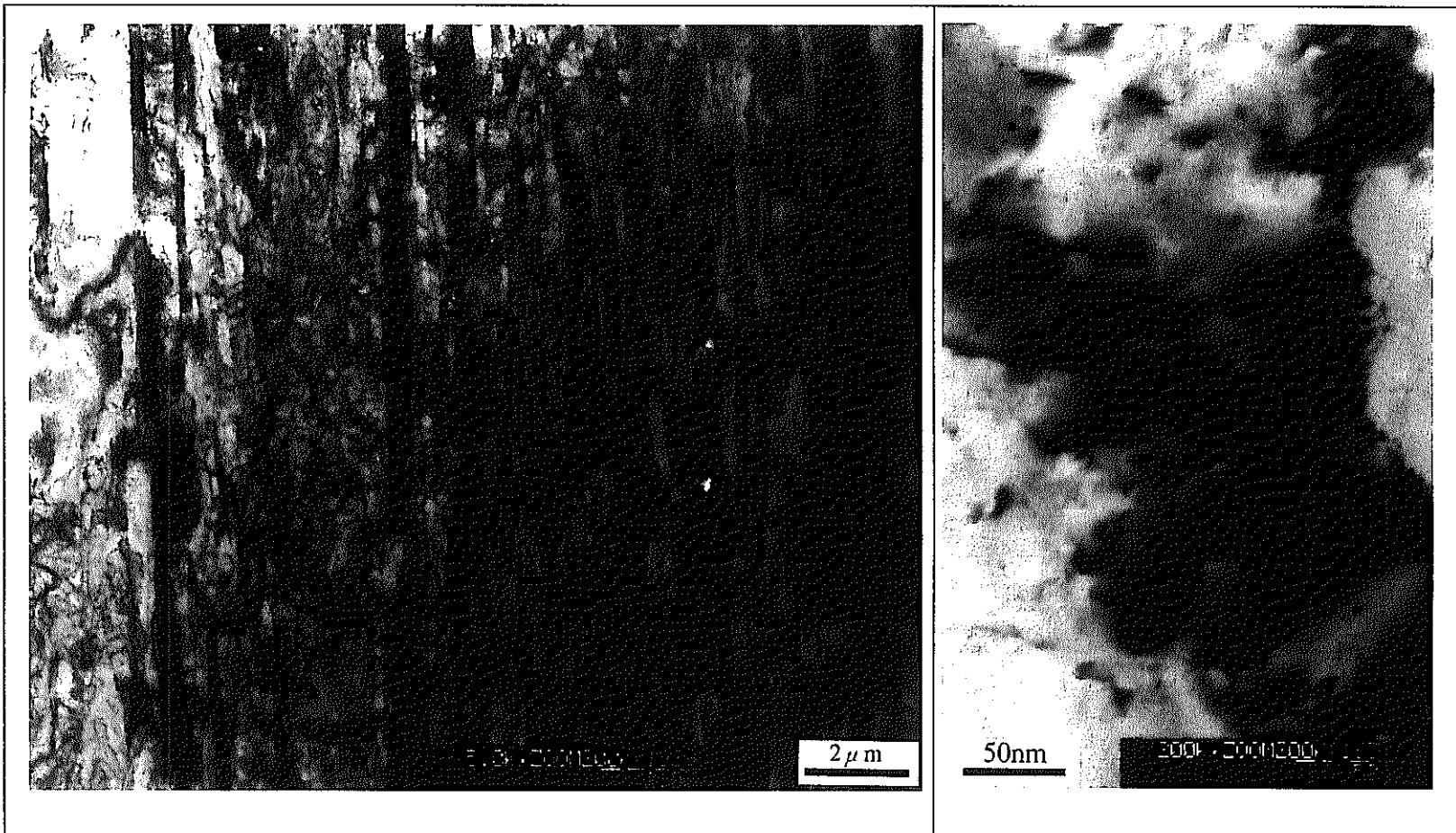


写真 20 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4回圧延工程中の組織
3回目圧延・焼鈍(1050°C)後 [記号: 3A6]

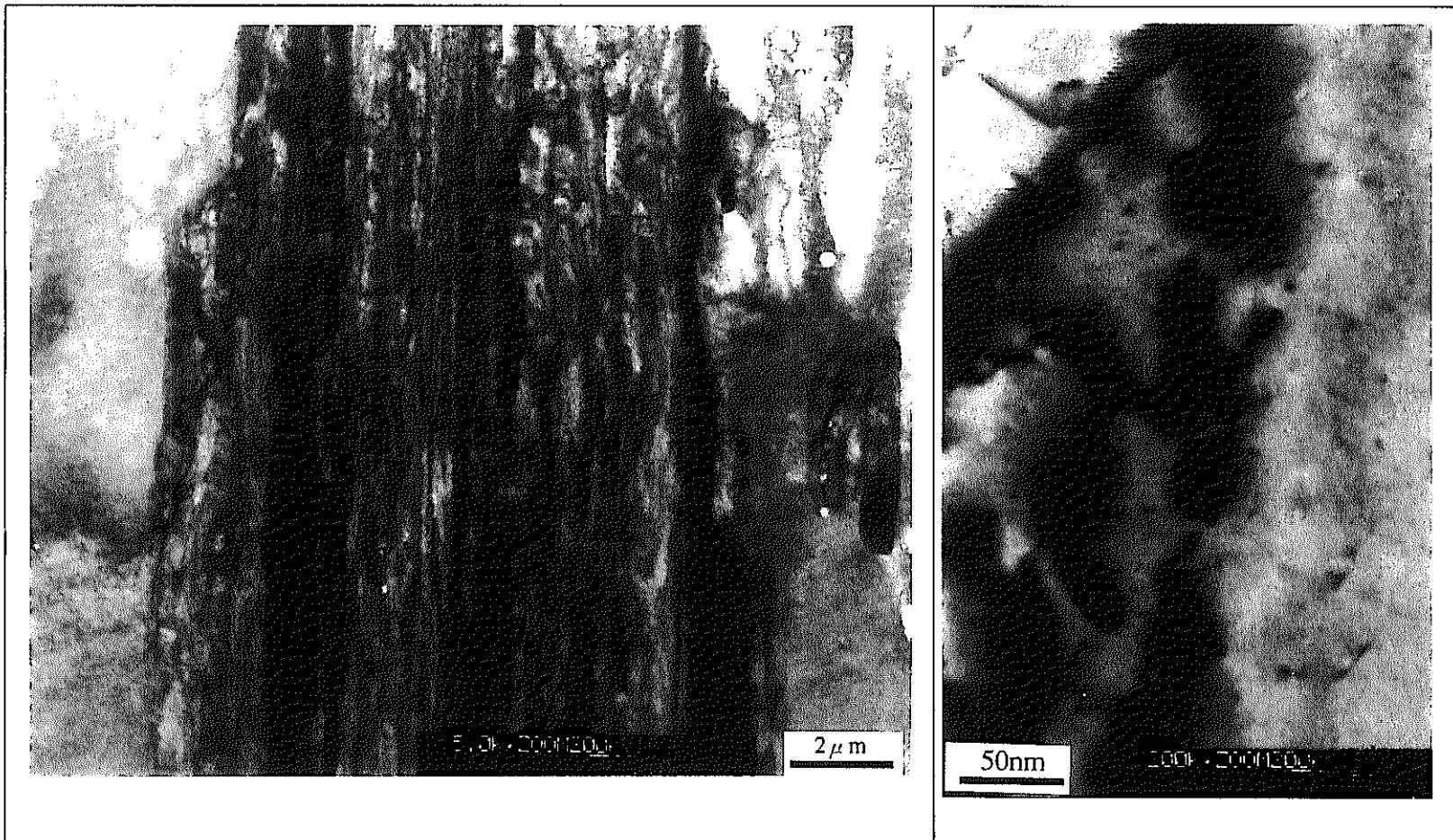


写真 21 7A 材(12Cr-1.5W-0.25Ti-0.23Y₂O₃) 4回圧延工程中の組織
4回目圧延・焼純(1150°C)後 [記号: 4A6]

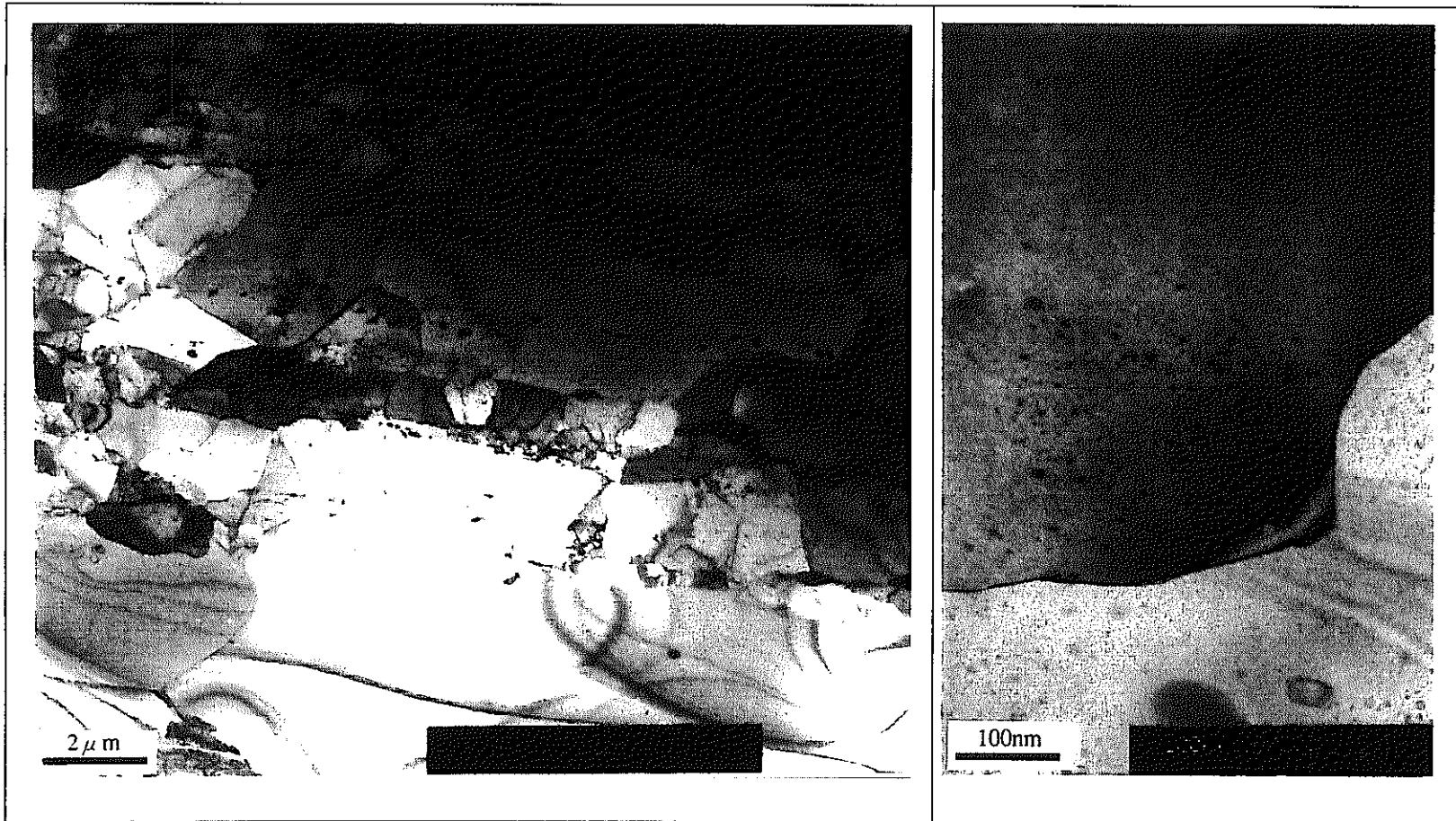


写真 22 F94(12Cr-2W-0.3Ti-0.24Y₂O₃) 2回圧延工程
2回目圧延・焼鈍(1150°C)後