

過剰酸素量を制御した
ODSマルテンサイト鋼の製造技術開発
(研究報告書)

2003年3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

電話：029-282-1122（代表）

ファックス：029-282-7980

電子メール：jserv@jnc.go.jp

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)
2003

過剰酸素量を制御した ODS マルテンサイト鋼の製造技術開発
(研究報告書)

藤原優行*、大塚智史**、皆藤威二**、成田健**、鵜飼重治**

要旨

実用化炉心材料の有力候補材として開発を進めている ODS マルテンサイト鋼において、過剰酸素の増量により酸化物分散粒子径の増加と焼きならし時の未変態 α 粒の減少が生じるとともに、高温強度が低下することが判明している。本検討では目標強度達成のため、過剰酸素量を 0.10wt%以下に低減するための製造条件の検討と過剰酸素が高く焼きならし時に完全 γ 化が起きる場合でも、強度向上を図るための Y_2O_3 増加の検討を行った。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) 標準組成材 (0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35 Y_2O_3) では、過剰酸素はプレミックス粉末から 0.04wt%持ち込まれ、MA 処理中に 0.04~0.1wt%程度混入することがわかった。
- (2) MA 雰囲気ガスに超高純度 Ar ガス (99.9999 wt%Ar) を適用すること、アジテータの攪拌用ピン長さを短縮して攪拌エネルギーを低減することにより、過剰酸素量を 0.1wt%以下に低減できることがわかった。
- (3) 過剰酸素量を 0.1wt%未満に低減した試作材では、炉冷熱処理後に未変態 α 粒と変態 α 粒の混合組織となり、Mm11 と同等の硬さを示した。これらは、Mm11 と同等の高温強度を有すると推定される。
- (4) 過剰酸素量と Y_2O_3 添加量を高めた E1, E2 では、ほぼ完全 γ 化が生じたが、炉冷材および焼き戻し材の硬さは低く、高温強度はあまり期待できない結果となった。

*大洗工学センター システム技術開発部 核燃料工学 Gr (客員研究員)

**大洗工学センター システム技術開発部 核燃料工学 Gr

Development of Manufacturing Method of Excess Oxygen Controlled ODS Martensitic Steel

Masayuki Fujiwara*, Satoshi Ohtsuka**, Takeji Kaitou**,
Takeshi Narita** and Shigeharu Ukai**

Abstract

ODS martensitic steel is a prospective candidate cladding material for the advanced Fast Breeder Reactor (FBR) core components. A previous result showed that the high temperature strengths were deteriorated by the oxide particle coarsening and the reduction of the residual-alpha grains as excess oxygen (Ex.O) increased. In this study, the manufacturing conditions for reducing excess oxygen were examined in order to obtain the target strength. High excess oxygen steels with higher Y_2O_3 addition were also manufactured with the intention of manufacturing the steel which has both fully martensitic microstructure and enough high temperature strength. The derived results can be summarized as follows.

- (1) It was shown that 0.04wt% excess oxygen was brought from the pre-alloyed raw powders, and 0.04-0.1 wt% excess oxygen was mixed in the powders during the Mechanical Alloying (MA).
- (2) It was shown that excess oxygen could be reduced less than 0.1wt% by applying an ultra high purity Ar gas (99.9999wt%Ar) to MA atmosphere as well as reducing the agitating energy by using pin agitator with shorter length.
- (3) Residual alpha-grains and transformed alpha-grains were mixed in the furnace-cooled low excess oxygen steels ($< 0.1\text{wt}\%\text{Ex.O}$). These steels are expected to have the equal high temperature strength to Mm11 because their Vickers hardness is approximately the same as Mm11.
- (3) Full martensitic microstructure was obtained in the higher Y_2O_3 and excess oxygen-added steels(E1,E2). However enough high temperature strength are not expected in these steels because the Vickers hardness of these steels after the furnace-cooling(FC) or normalizing and tempering (NT) are apparently low.

*Guest Researcher, Nuclear Fuel Research Group, System Engineering Technology Div., O-arai Engineering Center

** Nuclear Fuel Research Group, System Engineering Technology Div., O-arai Engineering Center

目次

1. 目的	1
2. 試験内容	
2.1 プレミックス原料粉末の酸素量測定	1
2.2 メカニカルアロイング(MA)条件の影響評価	1
2.3 素管の製造と熱処理特性の評価	2
3. 試験結果	
3.1 プレミックス原料粉末の酸素量測定結果	2
3.2 MA条件の影響評価結果	3
3.3 素管製造と熱処理特性の評価結果	3
4. まとめ	5

表

表 1	過剰酸素量の影響検討用試料製作条件	7
表 2	マルテンサイト系 ODS 鋼に使用する プレミックス原料粉末中酸素濃度分析結果	8
表 3	過剰酸素量の影響検討用マルテンサイト系 MA 粉末の分析結果	9
表 4	過剰酸素量の影響検討用マルテンサイト系 ODS 鋼押出棒材の 成分分析結果	10
表 5	マルテンサイト系 ODS 鋼熱処理特性の評価結果	11

写真

写真 1	アジテータの外観	12
写真 2	熱間押出棒材の外観	13
写真 3	M 系 ODS 鋼 E1 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ 炉冷 (30°C/h)	14
写真 4	M 系 ODS 鋼 E1 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC	15
写真 5	M 系 ODS 鋼 E1 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC → 780°C × 1h ・ AC	16
写真 6	M 系 ODS 鋼 E2 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ 炉冷 (30°C/h)	17
写真 7	M 系 ODS 鋼 E2 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC	18
写真 8	M 系 ODS 鋼 E2 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC → 780°C × 1h ・ AC	19
写真 9	M 系 ODS 鋼 E5 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ 炉冷 (30°C/h)	20
写真 1 0	M 系 ODS 鋼 E5 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC	21
写真 1 1	M 系 ODS 鋼 E5 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC → 780°C × 1h ・ AC	22
写真 1 2	M 系 ODS 鋼 E7 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ 炉冷 (30°C/h)	23
写真 1 3	M 系 ODS 鋼 E7 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC	24
写真 1 4	M 系 ODS 鋼 E7 押出材の組織 (縦断面) 1050°C × 1h ・ AC → 780°C × 1h ・ AC	25

1. 目 的

マルテンサイト系ODS鋼（暫定基本組成：0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35Y₂O₃）は、熱処理（ $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態）によって等軸粒組織とすることが可能で、組織、機械的性質の異方性が軽減でき、また被覆管としての超音波探傷性も良好である。H11 年度試作被覆管（M11, Mm11）では、目標に近い内圧クリープ破断強度が達成できた。しかし、H13 年度試作管（Mm13）において、強度低下が発生し、この原因を検討した結果、過剰酸素量の高いことが主因であると考えられた。過剰酸素量が高くなると、Ti 炭化物の形成が抑制され、加熱時にほぼ完全な γ 化が生じ、炉冷した場合には変態 α 等軸粒が得られるが、酸化物粒子径はやや大きくなることがわかった。過剰酸素量の影響すなわち過剰酸素量が高くなると強度が低下する理由についてはさらに検討が必要であるが、本試験では目標強度達成のため、H11 年度試作被覆管なみの過剰酸素量（0.10wt% 以下）とするための製造条件の検討と過剰酸素量が高く、完全 γ 化が起きる場合でも強度向上を図るため Y₂O₃ 増加の検討を行った。

2. 試験内容

2. 1 プレミックス原料粉末の酸素量測定

過剰酸素の導入要因を明らかにするため、マルテンサイト系ODS鋼に使用するプレミックス原料粉末（Fe, Cr, W, Ti, イットリア）中の酸素量を分析した。分析法は、不活性ガス融解法とした。なお、カーボン中の酸素は分析できない。

2. 2 メカニカルアロイング（MA）条件の影響評価

本試験では表 1 に示す 7 種類の素管試験材を試作する。

E 1, E 2 は、過剰酸素量が高く、100%マルテンサイト組織とした場合の強度向上を図るため、Y₂O₃ を増加させた試験材である。

E 1：現行標準組成の Y₂O₃ 量 0.35wt% に対して 0.45wt% に増加させ、かつ Ti 酸化物形成のためにさらに酸素を添加したものである。

E 2：E 1 の金属 Ti を Ti 酸化物に置き換えたものである。

E 3～E 7 は、MA 中に導入される過剰酸素量を検討するために、MA 時の回転速度、雰囲気およびアジテータの形状が過剰酸素量の増加に及ぼす影響を評価する試験材である。試験材組成は、現行標準組成（0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35 Y₂O₃）とする。

E 3：アジテータ回転速度を現行標準の 220rpm から 140rpm に低減するもの。

E 4：アジテータ回転速度を現行標準 220rpm とする前に、75rpm 低速回転にてあらかじめプレミックス原料粉末の混合を充分に行っておくもの。

E 5：アトライタ容器中の雰囲気ガスを現行の高純度 Ar ガス（99.99%）から超高

純度 Ar ガス (99.9999%) に変更。

E 6 : 雰囲気ガスを超高純度 Ar ガス+3% H_2 の混合ガスに変更。

E 7 : アジテータの攪拌ピンを旧型 (H11 年度試作に使用したもので、摩耗により 4 本ピン中の上部 2 本が短くなった状態を再現したもの。写真 1 参照) に変更。

以上 7 種の試験材を 10D アトライタにより、各 10kg の MA 処理を行い、MA 粉末の Y, O, N, Ar 分析を行い、過剰酸素量を求めて評価する。

2. 3 素管製造と熱処理特性の評価

E 1, E 2 の 2 種と E 3 ~ E 7 のうち、MA 粉末の過剰酸素量測定結果から、過剰酸素量低減の効果が大きい 2 種、計 4 種について、熱間押出を行い、棒材を製作する。

棒材について、全組成の成分分析を行うと共に、下記 3 条件の熱処理を施して光顕組織観察、硬さ測定を行い、熱処理特性を評価する。

- ① 1050℃×1h・炉冷
- ② 1050℃×1h・空冷
- ③ 1050℃×1h・空冷→780℃×1h・空冷

3. 試験結果

3. 1 プレミックス原料粉末の酸素量測定結果

原料粉末の酸素量分析結果を表 2 に示す。金属 Ti 粉末原料中の酸素量が最も高いが、標準組成での Ti 配合量が引くため、過剰酸素量に及ぼす影響は小さい。配合量の最も多い電解 Fe 粉末の酸素量の影響が大きい。基準組成の Fe, Cr, W, Ti 原料粉末の全酸素量は約 0.033wt%であった。C パウダー中の酸素分析は不可であるが、配合量が小さいため全酸素量への寄与は小さいと考えられる。イットリア粉末の酸素量は、 Y_2O_3 の化学量論比から計算される値よりやや多い (0.007wt%程度) 分析結果となった。この分を含めて、原料粉末から導入される酸素量は 0.03~0.04wt%程度と評価された。この酸素量は Ar ガスアトマイズ法で製作したプレアロイ原料粉末の酸素量とほぼ同等であった。

H11 年度試作材の過剰酸素量は 0.06~0.10wt%、H13 年度試作材では 0.08~0.15wt%であった。原料粉末から導入される酸素量は約 0.04wt%であり、これを除いた酸素は、MA 処理以降の工程で導入されることになる。

3. 2 MA 条件の影響評価結果

試験材 7 種の MA 処理後粉末の Y, O, N, Ar 分析結果、および分析値から Y_2O_3 量 (Y 分析

値×1.27)と過剰酸素量(Y_2O_3 として結合する以外の酸素量)を計算にて求めた結果を表3に示す。現行標準のMA条件は、H13年に取り替えたアジテータ(新しいピン、攪拌エネルギーが取替前の摩耗で短くなったピンに比べて高い)、雰囲気は高純度Arガス(純度99.99%,アトライタ容器内をロータリーポンプにより0.5Torr以下に減圧した後、Arガスを充填、これを4回繰り返す)、アジテータ回転速度220rpm、処理時間48hである。この処理条件では、マルテンサイト系ODS鋼標準組成の過剰酸素量は約0.1wt%となる(H13年度素管・端栓棒材試作では0.08~0.15wt%の範囲にばらついた)。原料粉末から持ち込まれる酸素量が約0.04wt%とすると、MA処理中に0.06wt%程度の酸素が富化されることになる。回転速度を現行220rpmから140rpmに低下させた場合(E3)の過剰酸素量は標準条件とほとんど変わらない。原料粉末を予め低速回転で混合した場合(E4)、過剰酸素量は若干低くなっているが、その効果は小さいようである。容器内雰囲気を超高純度Arガス(純度99.9999%)に変更した場合(E5)、過剰酸素量は明らかに低くなっている。超高純度Arガスに3% H_2 を混合した場合(E6)、過剰酸素量はE5の場合と変わらず、3% H_2 添加の効果は認められない。アジテータを取替前の旧型に取り替えた場合(E7)、過剰酸素量の低減効果が認められる。

以上の結果、過剰酸素量の低減効果は雰囲気ガスに超高純度ガスを使用した場合と旧型アジテータを使用した場合に認められ、超高純度ガスの場合が検討した条件では最も低い過剰酸素量となった。

なお、E1、E2は過剰酸素量が高い場合でも高温強度の向上を図ることを検討する試験材である。E1では Y_2O_3 量を標準組成より高めると共に、Y-Ti複合酸化物形成に必要なTi酸化物形成のために酸素を不安定酸化物 Fe_2O_3 で添加し、過剰酸素量を多くしたものである。E2は Y_2O_3 量を高めると共にTi酸化物を添加し、全Ti量も多くしたものである。Ti酸化物(TiO_2)に含まれる酸素量を差し引くと過剰酸素量は約0.1wt%となり、標準組成の過剰酸素量と同等になる。

3. 3 素管製造と熱処理特性の評価結果

過剰酸素量が高く、ほぼ100%マルテンサイト組織となる場合でも高温強度改善を検討する試験材E1、E2に、過剰酸素量低減効果の認められた試験材E5、E7を加えた4種について熱間押出を行い、熱処理特性を調べた。

外径72mmの軟鋼製カプセルにMA処理粉末を充填し(約2.1kg)、高温脱気処理(400℃×3h× 10^{-3} Torr)を行って密封し、1150℃に加熱し400ton横型ガス圧プレスを用いて熱間押出を行った。押出ダイス径はφ25mm、プレスのコンテナ径はφ76mmであり、押出比は約9.2である。潤滑剤にはガラスを用いた。押出棒材の外観を写真2に示す。全長は約1m、ODS充填部は約600mmであった。

最大押出力は、E 1 : 281 tonf

E 2 : 269 tonf

E 5 : 288 tonf

E 7 : 290 tonf

であり、過剰酸素量の低い試験材がやや高い熱間変形抵抗を示した。

押出棒材を熱間鍛造によって曲がり矯正した後、切断して試験片を採取し、成分分析を行うとともに、 $1050^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ ・炉冷（冷却速度約 $30^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ）、 $1050^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ ・空冷の焼ならし処理、および $1050^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ ・空冷 + $780^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ ・空冷の焼ならし・焼戻し（NT）処理を行い、棒材縦断面の組織を光学顕微鏡により観察し、また同断面の硬さを荷重 1kgf のビッカース硬度計により測定した。

押出棒材の成分分析結果を表 4 に示す。酸素量は MA 処理粉末の値と分析誤差範囲内でほぼ同等であり、MA 処理後から熱間押出による固化までの過程での酸素富化はほとんどないと考えられる。E 1, E 2 の過剰酸素量 (Ex. O) 計算値は、金属 Ti がすべて TiO_2 を形成すると仮定して、 Y_2O_3 および TiO_2 に結合する酸素量を全酸素量から差し引いた値である。若干の酸素量が余っており、Ti 炭化物の析出が抑制され、また余った酸素によって Cr 酸化物が形成されるため、熱処理でほぼ 100% の γ 変態が予想される組成である。過剰酸素量を低減した E 5, E 7 では、約 0.2wt% の金属 Ti がすべて TiO_2 を形成するには酸素量が不足し、Ti 炭化物の形成、 α 相の生成が予想される。

各種熱処理条件における 4 種試験材の組織と硬さ測定結果を写真 3 ～ 14 に示す。

E 1 : 0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.45Y₂O₃ (写真 3, 4, 5)

炉冷材の組織は、全面が変態 α 粒となっており、炭化物と思われる大型析出物が分散している（写真 3）。 α 粒径は最大 $20\mu\text{m}$ 程度である。硬さは HV240 程度で H11 年度試作材に比べると低い。空冷した場合、マルテンサイト組織となり、旧 γ 粒径は $10\mu\text{m}$ 以下と細かい（写真 4）。硬さはマルテンサイト変態によって HV480 程度まで硬化する。焼ならし・焼戻し処理材では、炭化物の析出した焼戻しマルテンサイト組織となり、硬さは HV328 程度に軟化している（写真 5）。

E 2 : 0.13C-9Cr-2W-0.1Ti-0.32TiO₂-0.45Y₂O₃ (写真 6, 7, 8)

E 1 と同じく、炉冷処理により全面が変態 α 粒となる。 α 粒径は E 1 の場合よりやや大きく、最大 $30\sim 40\mu\text{m}$ 程度である。金属 Ti 添加より、Ti 酸化物添加の方が変態 α 粒径は大きくなりやすいようである。焼ならし材、焼ならし・焼戻し材の組織、硬さは E 1 とほぼ同等である。

E 5 : 0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35Y₂O₃ (写真 9, 10, 11)

炉冷材では、E 1, E 2 の場合のような全面等軸粒とはならず、棒材長さ方向（押出方向）に伸張した筋状組織が混在した組織となる（写真 9）。筋状組織は、未変態 α 粒

と考えられる。非平衡状態の MA 粉末を熱間押出温度 1150℃に加熱した時、 α 、 γ に 2 相分離し、押出によって伸張した組織となり、その後の 1050℃熱処理時に α 相は変態せずに伸張したままの状態に残り、 γ 相は変態により炉冷では変態 α 等軸粒、空冷では等軸マルテンサイト微細粒となり、その結果やや不均一な組織になると推定される。炉冷材の硬さは HV310 程度と E 1, E 2 の場合より HV60~70 高く、また焼戻し軟化抵抗が大きく、焼戻し後の硬さは HV360 程度と E 1, E 2 の場合より HV30 程度高くなる。

E 7 : 0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35Y₂O₃ (写真 1 2, 1 3, 1 4)

いずれの熱処理条件でも、E 5 の場合とほぼ同等の組織、硬さを示す。

4 種試験材の熱処理特性、すなわち組織観察、硬さをまとめて評価した結果を表 5 に示す。比較として目標に近い強度を示した H11 年度試作材 Mm11 の結果も示した。過剰酸素量が高く、ほぼ 100%の γ 化が生じる E 1, E 2 試験材の場合、炉冷処理ではやや大きい変態 α 等軸粒となり、 γ 化温度から空冷した場合、微細マルテンサイト組織となり高い硬さを示すが、焼戻しによって大きい軟化を示す。E 1, E 2 試験材は、強化のため、Y₂O₃ 量を標準組成より高めたが、炉冷材および焼戻し材の硬さは低く、高温強度向上の効果は余り期待できない結果となった。これは酸化物粒子の状態によると推定される。一方、標準組成で過剰酸素量を Mm11 並みに低減できた E 5, E 7 試験材では、押出方向に伸張した未変態 α 粒と変態 α 粒または微細マルテンサイト粒の混合組織となり、焼戻し軟化抵抗が大きく、焼戻し後で Mm11 と同等の高い硬さを示し、これらは Mm11 と同等の高温強度を有すると推定される。

4. まとめ

マルテンサイト系 ODS 鋼の高温強度改善を図るため、強度に及ぼす影響が最も大きいと考えられる過剰酸素量低減方法の検討、ならびに過剰酸素量が高くても強度確保を図るための試験材を製作した。

マルテンサイト系 ODS 鋼標準組成 0.13C-9Cr-2W-0.2Ti-0.35Y₂O₃ の過剰酸素は、プレミックス原料粉末から約 0.04wt%持ち込まれ、MA 処理によって 0.04~0.1wt%程度混入することがわかった。MA 処理中の酸素増加を低減するため、MA エネルギーに関するアジテータ回転速度の影響、アジテータ形状の影響、雰囲気ガス純度の影響等を検討した。目標に近い高温強度が得られた H11 年度試作材の低い過剰酸素量は、雰囲気ガスを超高純度 Ar ガスに変えること、及びアジテータ形状（攪拌用ピン長さ）を変更することによって達成できることがわかった。アジテータのピン長さは摩耗により変化するので、安定した過剰酸素量の制御には、超高純度 Ar ガスを用いる方法が有利と考えられ

る。これらの試験材の酸化物粒子状態および高温強度については、今度、調査を行う予定である。

表 1 過剰酸素量の影響検討用試料製作条件

符号	組 成	アジテータ	雰囲気	回転速度×時間
E 1	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.45Y2O3-0.1Fe2O3	現用	現用 A r (99.99%)	220rpm×48h
E 2	0.13C-9Cr-2W-0.1Ti- 0.45Y2O3-0.32TiO2	現用	現用 A r (99.99%)	220rpm×48h
現行 標準 条件	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3 (T1, T2)	現用	現用 A r (99.99%)	220rpm×48h
E 3	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3	現用	現用 A r (99.99%)	140rpm×48h
E 4	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3	現用	現用 A r (99.99%)	75rpm×1h→ 220rpm×48h
E 5	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3	現用	超高純度 A r (99.9999%)	220rpm×48h
E 6	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3	現用	超高純度 A r +3% H ₂	220rpm×48h
E 7	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y2O3	旧型	現用 A r (99.99%)	220rpm×48h

*アジテータ現用：攪拌用4本のピン長さが新品に近いもの。

*アジテータ旧型：ピン4本のうち、上部2本が摩耗により短くなったもの。

表2 マルテンサイト系ODS鋼に使用するプレミックス原料粉末中酸素濃度分析結果

*Fe, Cr, W, Ti粉末

原料粉末の種類	原料粉末中の酸素 分析結果 (wt%)	粉末使用量 (wt%)	原料粉末からの 導入酸素量 (wt%)
電解Fe粉末	0.033	88.32	0.0291
金属Cr粉末	0.024	9.0	0.0022
金属W粉末	0.047	2.0	0.0009
金属Ti粉末	0.260	0.2	0.0005
Cパウダー	—	0.13	—
原料粉末から導入される全酸素量			0.0328

*酸化物イットリア粉末

				Y ₂ O ₃ /Y
イットリア粉末 分析結果	23.3	0.35	0.0816	1.30
Y ₂ O ₃ 計算値	21.2	0.35	0.0742	1.27

*分析法：不活性ガス融解法

表 3 過剰酸素量の影響検討用マルテンサイト系M A粉末の分析結果

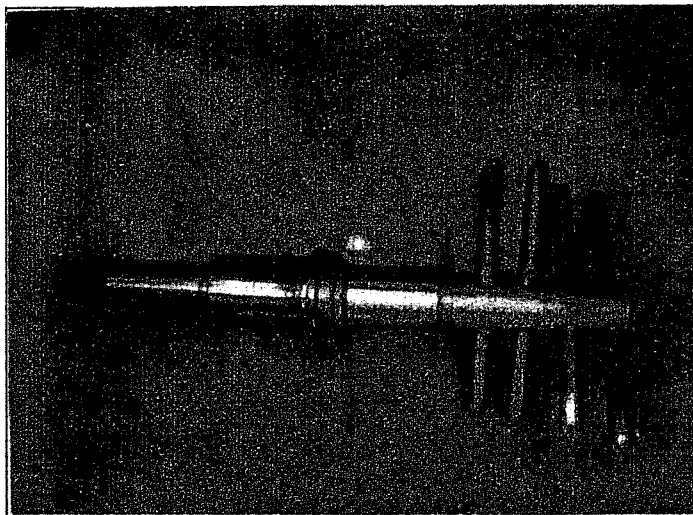
符号	組 成	アジテ- タ	雰囲気	回転速度×時間	分析結果 (wt%)					回収量 (g)
					Y	O	N	A r	Y203	
E 1	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.45Y203-0.1Fe203	現用	現用A r (99.99%)	220rpm×48h	0.32	0.23	0.0080	0.0048	0.406	0.144
E 2	0.13C-9Cr-2W-0.1Ti- 0.45Y203-0.32TiO2	現用	現用A r (99.99%)	220rpm×48h	0.34	0.33	0.0096	0.0052	0.432	0.238
現行 標準 条件	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203 (T1, T2)	現用	現用A r (99.99%)	220rpm×48h	0.26	0.17	0.0140	0.0054	0.330	0.100
					0.27	0.17	0.0100	0.0056	0.343	0.097
E 3	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203	現用	現用A r (99.99%)	140rpm×48h	0.28	0.17	0.0084	0.0039	0.356	0.094
E 4	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203	現用	現用A r (99.99%)	75rpm×1h→ 220rpm×48h	0.27	0.16	0.0094	0.0047	0.343	0.087
E 5	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203	現用	超高純度A r (99.9999%)	220rpm×48h	0.28	0.15	0.0070	0.0046	0.356	0.074
E 6	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203	現用	A r + 3%H2	220rpm×48h	0.28	0.15	0.0063	0.0047	0.356	0.074
E 7	0.13C-9Cr-2W-0.2Ti- 0.35Y203	旧型	現用A r (99.99%)	220rpm×48h	0.27	0.15	0.0072	0.0046	0.343	0.077
粒径：1 2 5 μm以下										全回収量
										71203
										回収率
										0.79

表4 過剩酸素量の影響検討用マルテンサイト系ODS鋼押出棒材の成分分析結果

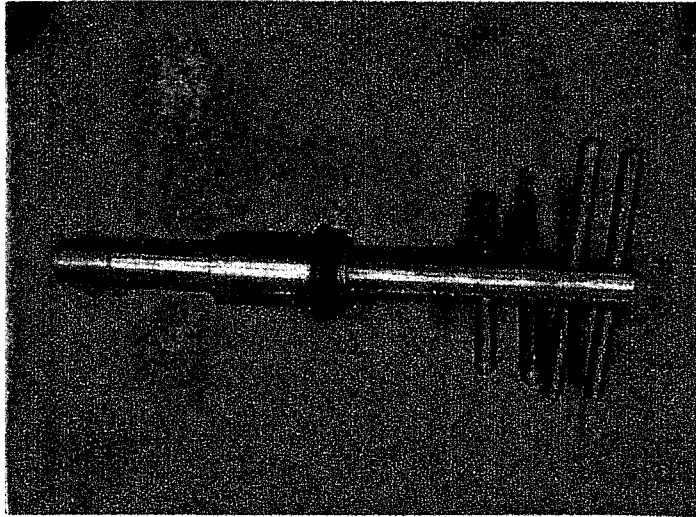
區別	化学成分 (wt%)															
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	W	Ti	Y	O	N	Ar	Y ₂ O ₃	TiO ₂	Ex. 0
E 1	0.12	<0.005	<0.01	<0.005	0.002	0.02	9.03	1.94	0.19	0.32	0.24	0.0083	0.0048	0.406	0.317	0.026
E 2	0.13	<0.005	<0.01	<0.005	0.003	0.02	8.84	1.91	0.29	0.35	0.33	0.010	0.0052	0.445	0.484	0.041
標準T1	0.14	<0.005	<0.01	0.002	0.003	0.04	8.80	1.96	0.21	0.26	0.18	0.013	0.0049	0.330	—	0.110
E 5	0.13	<0.005	<0.01	<0.005	0.002	0.01	8.89	1.97	0.21	0.28	0.16	0.0087	0.0048	0.356	—	0.084
E 7	0.14	0.007	0.02	<0.005	0.003	0.02	8.92	1.97	0.20	0.27	0.16	0.0099	0.0047	0.343	—	0.087

表5 マルテンサイト系ODS鋼熱処理特性の評価結果

符号	試験材 内容	Ex. 0量 (%)	硬さHV				光顕組織	F C材のTEM組織
			FC材	N材	NT材	軟化ΔHV		
Mm11	H11年度 試作素管	0.09	331	474	375	99	加工方向に伸びたフェライト相及び筋状組織が認められる。	未変態 α と変態 α が混在。未変態 α は微細粒で、転位密度高い。変態 α の粒径はやや大きい。分散粒子は小さい。
E 1	Y ₂ O ₃ 増加 酸素添加	0.15	242	481	328	153	フェライト、筋状組織なし。F C材のフェライト粒径大。全面等軸粒。	未実施
E 2	Y ₂ O ₃ 増加 TiO ₂ 添加	0.24	246	495	334	161	フェライト、筋状組織なし。F C材のフェライト粒径大。E1よりやや大きい。全面等軸粒。	未実施
E 5	超高純度 Arガス	0.08	311	442	360	82	加工方向に伸びたフェライト相及び筋状組織有り。H11年度試作材Mm11とほぼ同等の組織。	未実施
E 7	旧型アジ テータ	0.09	308	477	371	106	加工方向に伸びたフェライト相及び筋状組織有り。E5の組織とほぼ同等。	未実施



現用デジタル



旧型デジタル

写真1 アジテータの外観

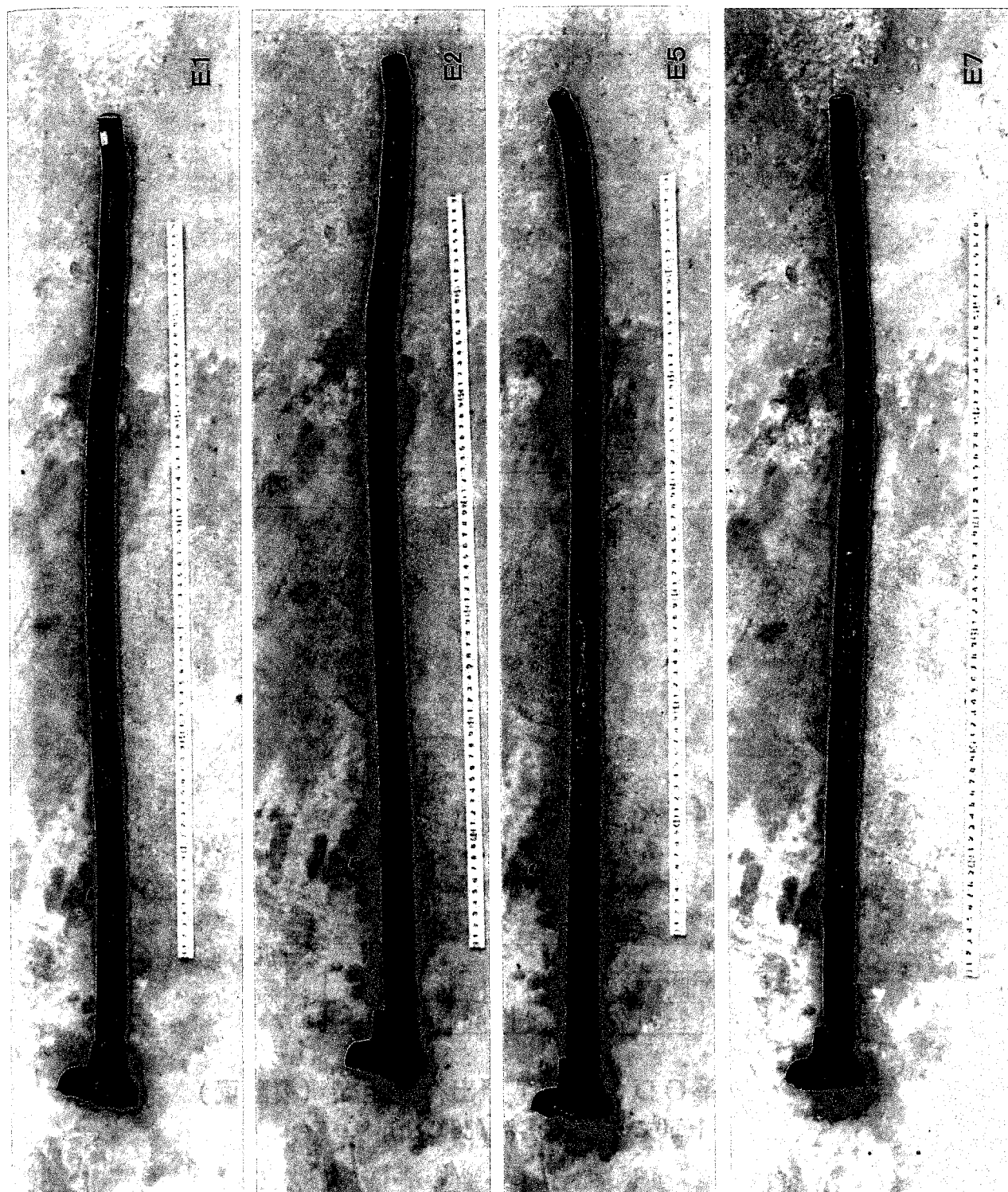
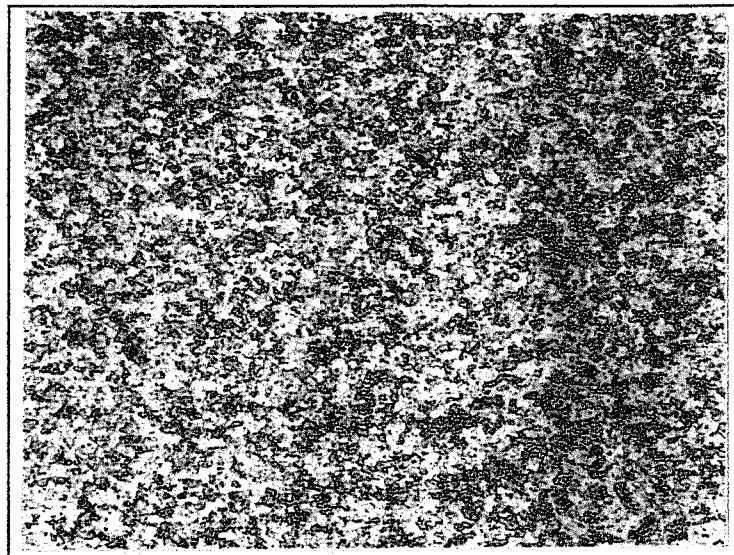
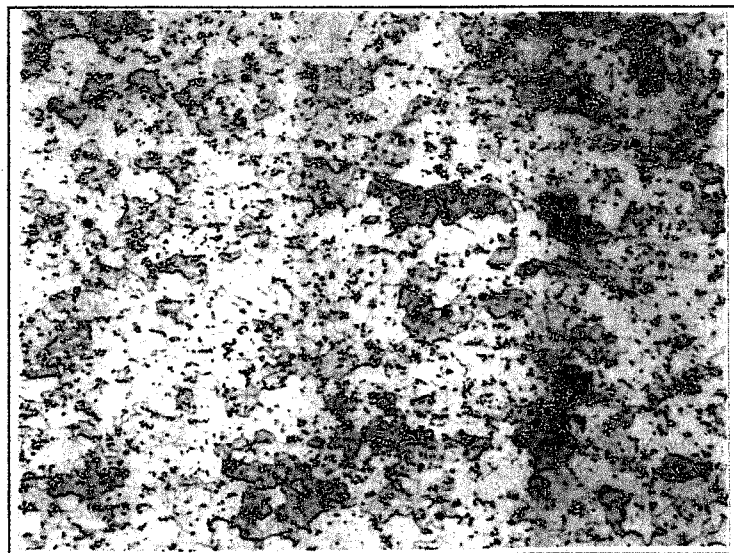


写真 2 熱間押出棒材の外観



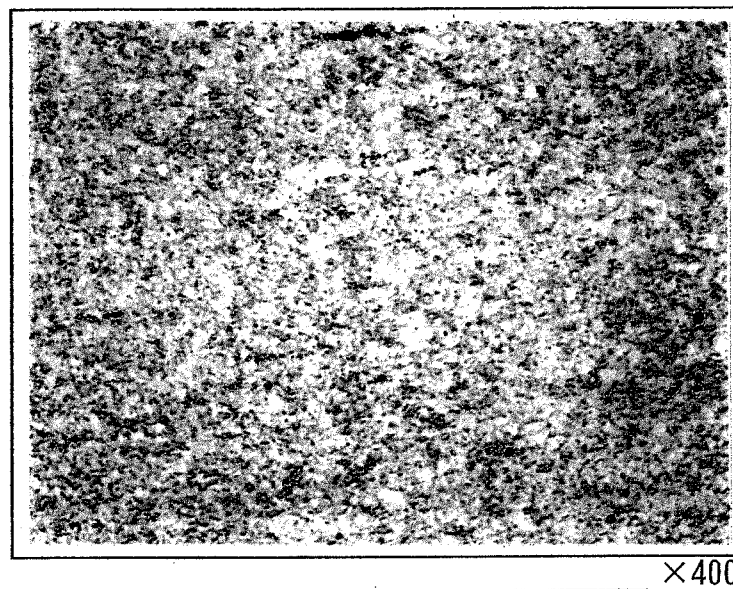
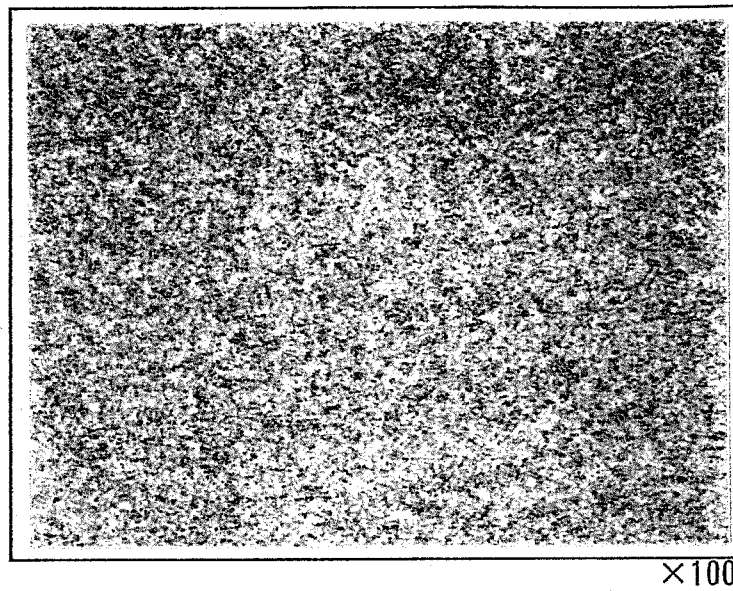
×100



×400

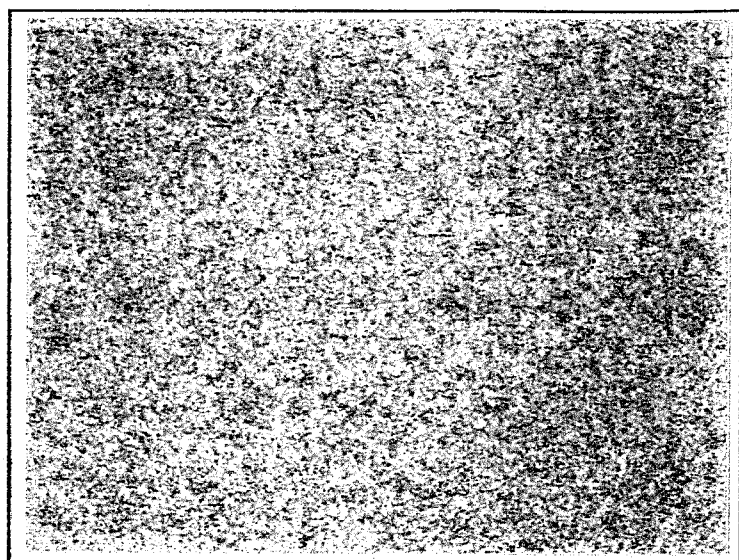
硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
245	235	248	239	245	242

写真3 M系ODS鋼E1押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・炉冷（30℃/h）

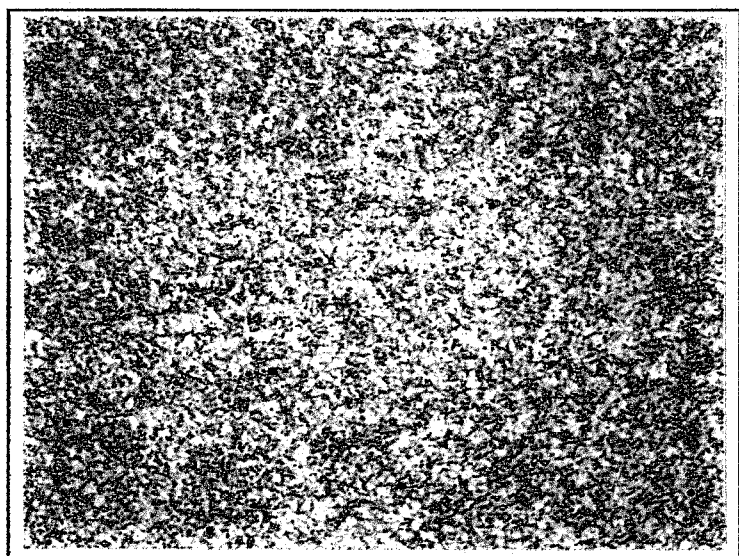


硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
481	477	483	481	481	481

写真 4 M系ODS鋼E1 押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC



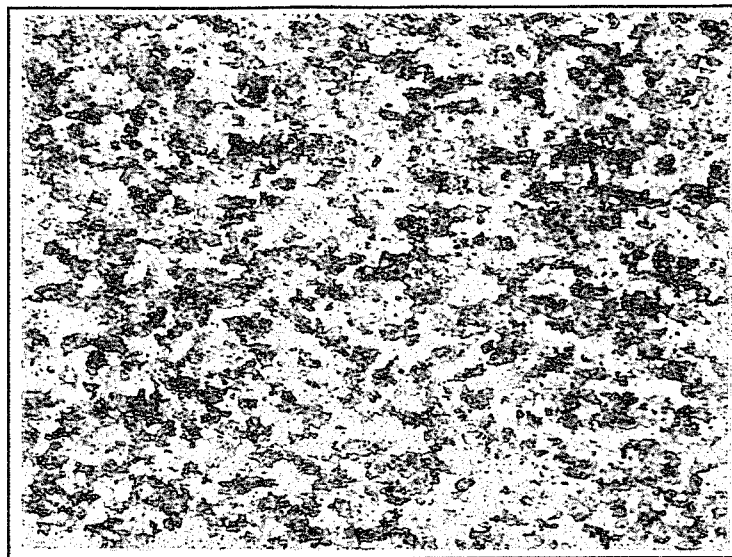
×100



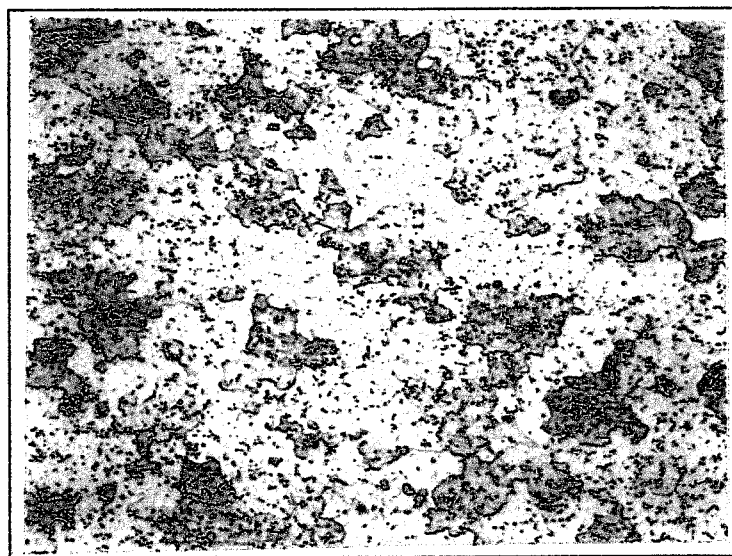
×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
332	329	326	328	324	328

写真5 M系ODS鋼E1押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC→780℃×1h・AC



×100



×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
248	239	245	250	247	246

写真 6 M系ODS鋼E2押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・炉冷（30℃/h）



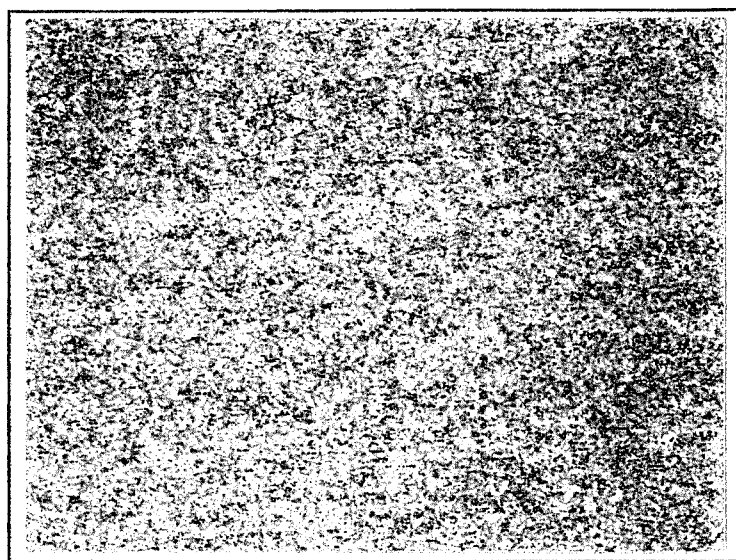
×100



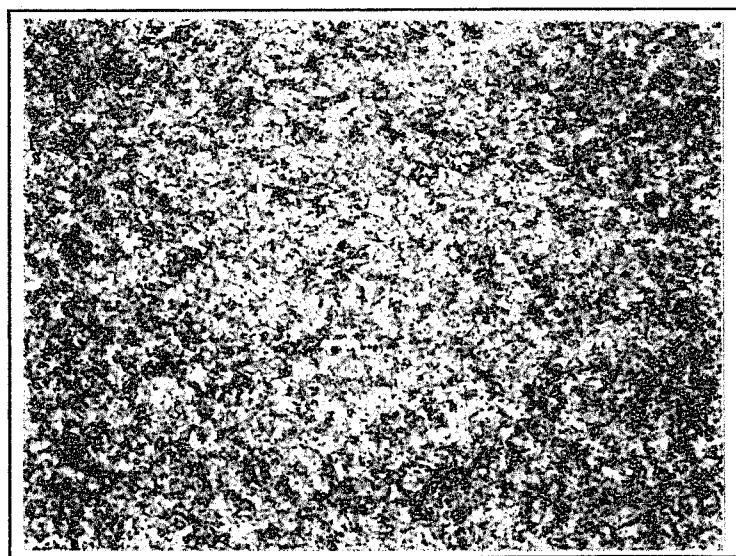
×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
500	494	495	491	494	495

写真7 M系ODS鋼E2押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC



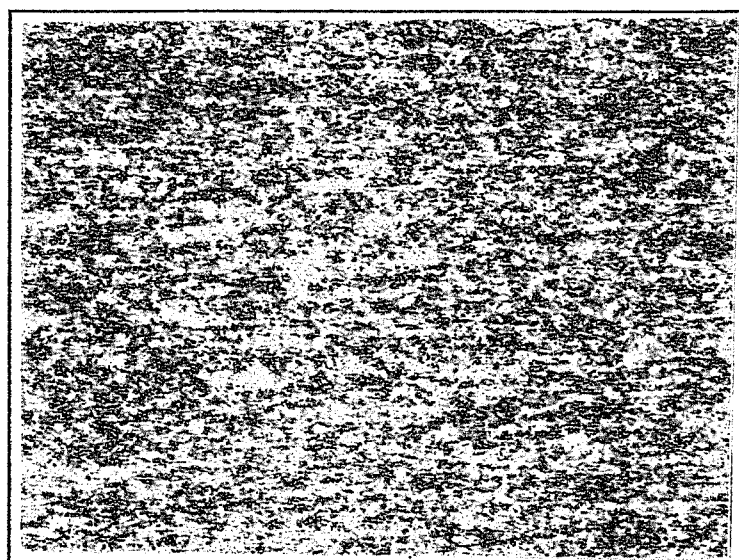
×100



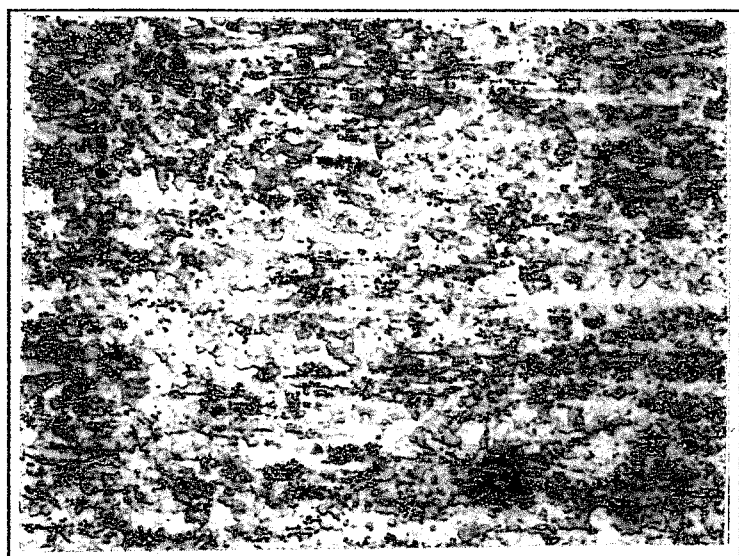
×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
335	335	334	334	332	334

写真8 M系ODS鋼E2押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC→780℃×1h・AC



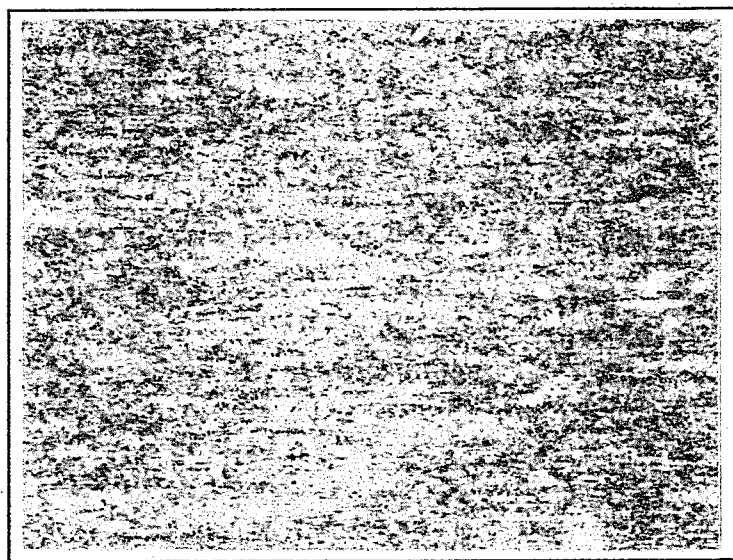
×100



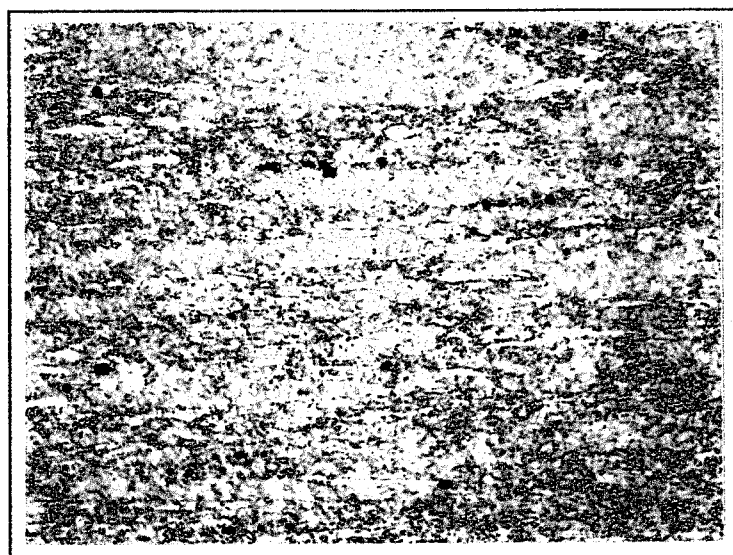
×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
313	306	306	319	313	311

写真 9 M系ODS鋼E5 押出材の組織（縦断面）
 1050℃×1h・炉冷（30℃/h）



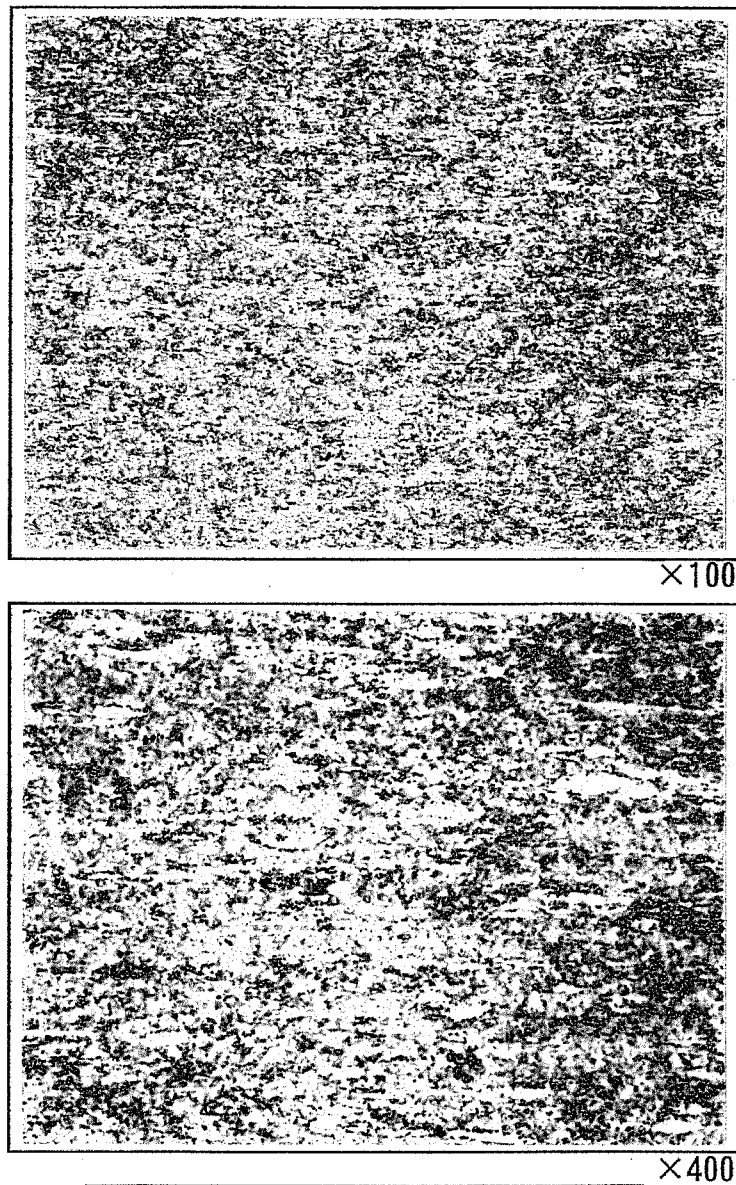
×100



×400

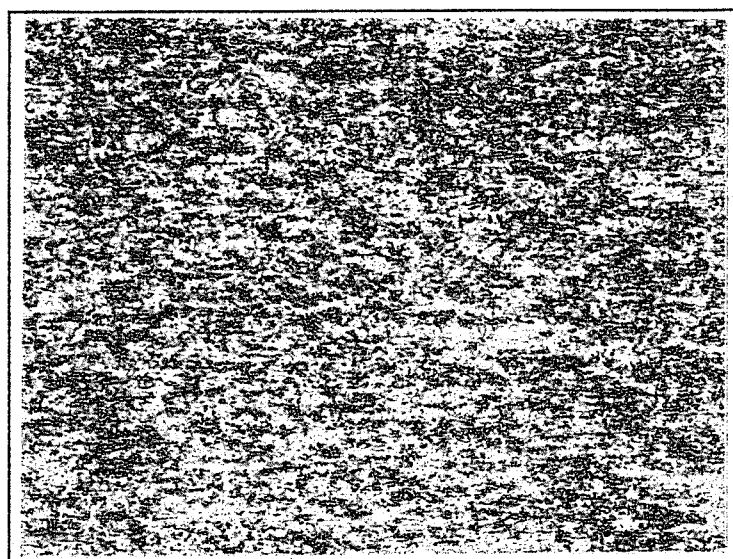
硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
440	438	447	448	439	442

写真10 M系ODS鋼E5押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC

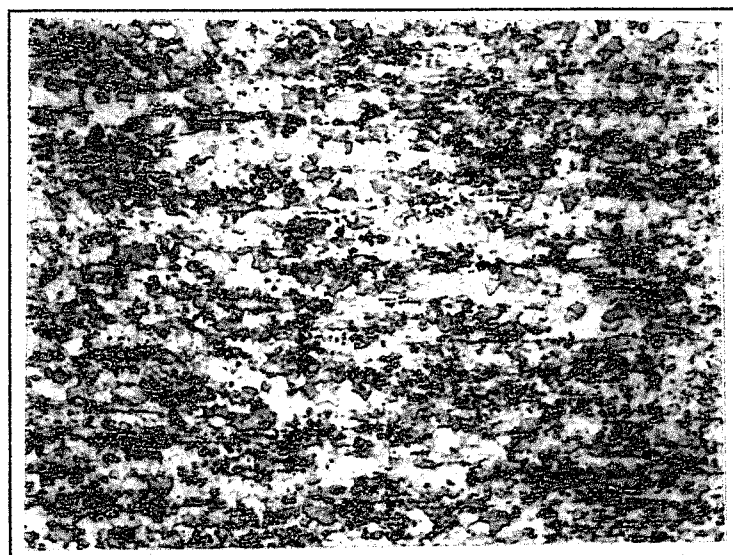


硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
364	360	359	359	359	360

写真11 M系ODS鋼E5押出材の組織（縦断面）
 1050℃×1h・AC→780℃×1h・AC



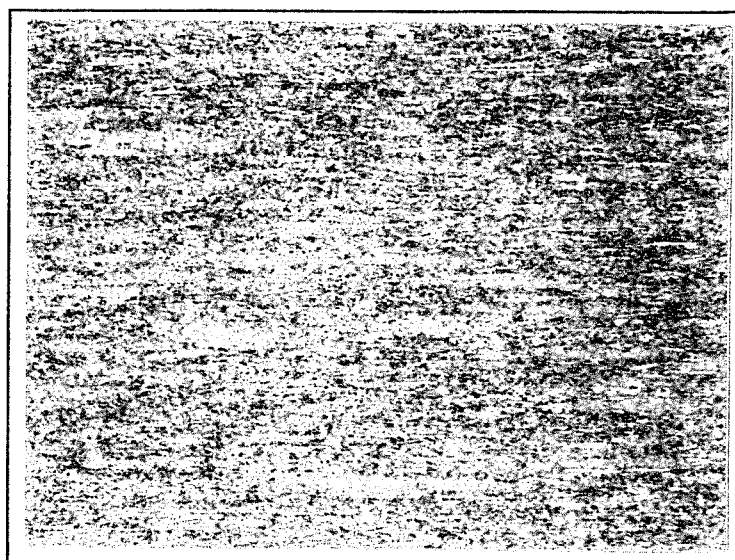
×100



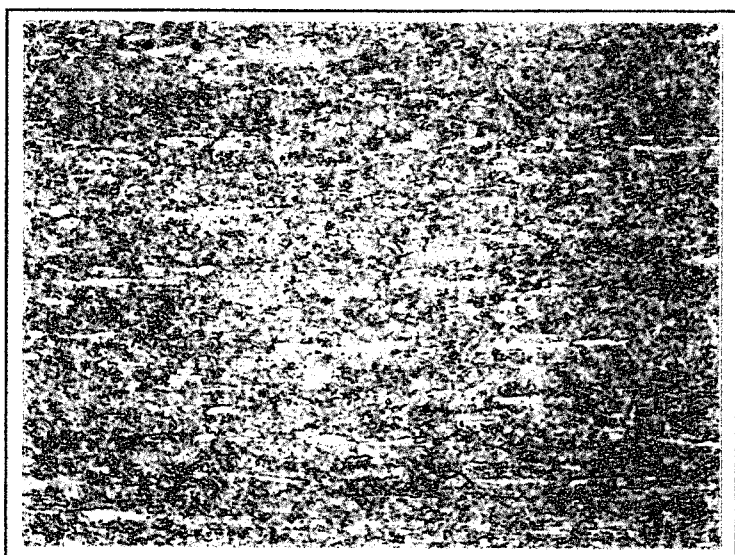
×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
313	308	309	309	301	308

写真12 M系ODS鋼E7押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・炉冷（30℃/h）



×100



×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
480	479	470	479	479	477

写真13 M系ODS鋼E7押出材の組織（縦断面）
1050℃×1h・AC



×100



×400

硬さ測定結果 (HV1kgf)					平均値
367	373	378	371	367	371

写真14 M系ODS鋼E7押出材の組織（縦断面）
 1050℃×1h・AC→780℃×1h・AC