

# 高純度鉄基合金開発に関する研究(2)

—高純度鉄基合金材料の作成・極微量分析・特性試験—

「先行基礎工学分野に関する報告書」

( 研 究 報 告 )

2003年5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

**高純度鉄基合金開発に関する研究 (2)**  
**高純度鉄基合金材料の作成・極微量分析・特性試験**  
**「先行基礎工学分野に関する報告書」**  
( 研究報告 )

安彦兼次<sup>\*1</sup>、高木清一<sup>\*1</sup>、  
若井隆純<sup>\*2</sup>、青砥紀身<sup>\*2</sup>、上野文義<sup>\*3</sup>、  
永江勇二<sup>\*4</sup>、加藤章一<sup>\*5</sup>、斉藤淳一<sup>\*6</sup>

要旨

将来の高速炉実用化に向けて、安全性と経済性向上のための構造材料に対する種々の要求を踏まえた高速炉構造の最適材料設計・実用材開発に資するため、超高純度 Fe-Cr 合金を溶製し、それらの合金の高速炉環境下での試験(高温での機械的特性および溶融 Na 耐食性試験等)を行った。結果、以下の成果が得られた；

- (1) 従来の合金技術では、Fe 中 Cr 濃度が 30%以上の合金は実用不可能とされていたが、超高純度化することにより Fe 中 Cr 濃度が 60%に達しても、ある程度の引張特性および長時間クリープ特性を具備できる見通しが得られた。
- (2) 超高純度 Fe-Cr 合金を用いた実物大コンポーネントの試作を通じて、きわめて良好な製作性を確認し、実用的な構造物の製造見通しを得ることができた。

---

<sup>\*1</sup> 客員研究員 (東北大学 金属材料研究所)

<sup>\*2</sup> 大洗工学センター 要素技術開発部 新材料研究グループ

<sup>\*3</sup> 同上(日本原子力研究所 東海研究所 エネルギーシステム研究部 複合環境材料研究グループ 派遣中)

<sup>\*4</sup> 本社 社内公募型研究推進室

<sup>\*5</sup> 大洗工学センター 要素技術開発部 新技術開発試験グループ

<sup>\*6</sup> 大洗工学センター 要素技術開発部 熱化学安全試験グループ

Research on Development of High-Purity Iron-Based alloys (2)  
Manufacture, analysis of small amount of elements and property tests  
(Research Document)

Kenji Abiko<sup>\*1</sup>, Seiichi Takaki<sup>\*1</sup>,  
Takashi Wakai<sup>\*2</sup>, Kazumi Aoto<sup>\*2</sup>,  
Fumiyoshi Ueno<sup>\*3</sup>, Yuji Nagae<sup>\*4</sup>,  
Shoichi Kato<sup>\*5</sup> and Junichi Saito<sup>\*6</sup>

### Abstract

The structural material of the future Fast Breeder Reactors (FBRs) must be improved to achieve some requirements for improvement of safety and economical competitiveness. To prepare the desired data for the structural material development for the future FBRs, some mechanical and chemical tests, i.e. high temperature tensile tests and sodium corrosion tests, of the high-purity Fe-Cr alloys were conducted under the FBR conditions. As a result, following conclusions are obtained ;

- i) By eliminating the trace elements, high Cr content iron based alloys can be produced. It was clarified that such alloys have good tensile properties and creep strength enough for practical use at elevated temperature.
- ii) Through the manufacturing of a full size structure using the high purity Fe-50%Cr alloy, it was confirmed that the alloy has good manufacturability enough for practical use.

---

<sup>\*1</sup> Visiting Researcher (Institute for Materials Research, Tohoku University)

<sup>\*2</sup> Advanced Material Research Group(AMRG), Advanced Technology Division (ATD), O-arai Engineering Center(OEC)

<sup>\*3</sup> AMRG, ATD, OEC (Presently Research Group for Reactor Structural Materials, Department of Nuclear Energy System, JAERI Tokai institute)

<sup>\*4</sup> Innovative Research Promotion Office, Head Office

<sup>\*5</sup> New Technology Development Group, ATD, OEC

<sup>\*6</sup> Thermochemistry Safety Research Group, ATD, OEC

## 目 次

1. はじめに	1
2. 超高純度 Fe-Cr 合金の引張特性	2
2.1 超高純度 Fe-50%Cr 合金の引張特性に及ぼす W の影響	2
2.2 超高純度 Fe-50/60%Cr 合金の高温引張特性に及ぼす W の影響	2
2.3 超高純度 Fe-30/35%Cr 合金の引張特性に及ぼす W の影響	3
2.4 引張特性に関するまとめ	4
3. 超高純度 Fe-Cr 合金の長時間クリープ特性	13
3.1 超高純度 Fe-30%Cr、Fe-35%Cr および Fe-50%Cr 合金の長時間クリープ特性	13
3.2 超高純度 Fe-60%Cr 合金の長時間クリープ特性に及ぼす製法の影響	13
3.3 長時間クリープ特性に関するまとめ	14
4. 超高純度鉄および超高純度 Fe-Cr 合金の耐食性	17
5. 超高純度 Fe-Cr 合金製実物大コンポーネントの試作	23
6. おわりに	24
7. 謝辞	25
8. 参考文献	26

## List of Tables

Table 2.1	Chemical composition of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys	5
Table 2.2	Chemical composition of the high-purity Fe-30Cr/35Cr alloys	5
Table 2.3	Results of tensile tests for Fe-30Cr/35Cr alloys	5
Table 3.1	Creep test conditions for the high-purity Fe-60%Cr alloys	14
Table 4.1	Corrosion test conditions	18
Table 4.2	Results of X-ray analysis of the deposit on the specimen surface	18

## List of Figures

Fig. 2.1	Effect of test temperature on 0.2% proof stress, the degree of work hardening and tensile strength of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys	6
Fig. 2.2	Optical microstructures of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys fractured at 500	7
Fig. 2.3	Tensile strength and reduction of area of the high purity Fe-Cr-W alloys	8
Fig. 2.4	Microstructures of the fracture part of the high-purity Fe-60%Cr alloy at 1300	9
Fig. 2.5	Microstructures of the fracture part of the high-purity Fe-60%Cr-4%W alloy at 1300	9
Fig. 2.6	Tensile properties dependence of the high purity Fe-60%Cr-4%W and Fe-60%Cr alloys in the temperature range between RT and 800	10
Fig. 2.7	Microstructures of the high-purity (a) Fe-60%Cr-4%W and (b) Fe-60%Cr alloys fractured at 800	11
Fig. 2.8	Yield stress for Fe-Cr alloys at RT and 600 as a function of chromium content compared with those of Ferritic steels	12
Fig. 3.1	Relationship between nominal stress and creep rupture time of the high-purity Fe-30/35/50%Cr alloys and Mod.9Cr-1Mo steel	15
Fig. 3.2	Relationship between nominal stress and creep rupture time of the high-purity Fe-60Cr alloys and Mod.9Cr-1Mo steel	16
Fig. 4.1	Experimental apparatus for corrosion test	19
Fig. 4.2	Specimens made of the high-purity Fe-50%Cr alloys before the corrosion test	20
Fig. 4.3	Specimens made of the high-purity Fe-50%Cr alloys after the corrosion test	20
Fig. 4.4	Corrosion rate of the high-purity Fe-50%Cr alloys exposed to Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -NaOH	21

Fig. 4.5 Corrosion rate of the high-purity Fe-50%Cr alloys exposed to Na<sub>2</sub>O-NaOH

22

Fig. 5.1 Full-sized engine blade model made of the high-purity Fe-50%Cr alloy for a  
helicopter

23

## 1. はじめに

高速炉の実用化に向けて、高速炉は他の各種パワープラントに比べて一層の安全性と経済性向上が望まれている。高速炉に使用される構造材料には高速炉に特化された材料特性（高温強度および延性の向上、低熱膨張率）の向上が要求される。その材料のクリープ特性、クリープ疲労特性等の耐経年変化性や熔融 Na 中での耐食性が耐用年数に比してコストを低減できれば、その効果は安全設備の適切化等の波及する部分も含めて大きい。一方、東北大学金属材料研究所を中心に素材の純度を高めることで、それらの要求特性を達成できる可能性が示されている。そこで、そうした可能性を秘めた材料の各特性、超高純度素材成分に基づく傾向を把握し、高速炉構造の最適材料設計・実用材開発に資するための検討を行った。すなわち、本研究では、

- (1) 超高純度鉄基合金により、高速炉特化構造材料（鉄鋼材料）の開発見通しを得る。
- (2) 目的とする構造材料の実用的な製造見通しを把握する。

ことを目的として、高速炉環境下での試験（高温での機械的特性および熔融 Na 耐食性試験等）を行い、超高純度合金の高速炉環境への適用の見込みについて検討した。また、それらの試験の結果を基に、高速炉構造材料の主要な元素である Cr をはじめ W 等の強化元素含有量や純度が強度特性に及ぼす影響について検討した。

## 2. 超高純度 Fe-Cr 合金の引張特性

### 2.1 超高純度 Fe-50%Cr 合金の引張特性に及ぼす W の影響【1】

高純度 Fe-50%Cr 合金の引張特性に及ぼす W 添加の影響を明らかにすることを目的に、8%W 添加合金を製作して、室温～500℃における引張試験を実施した。*Table 2.1* に、引張試験に用いた超高純度 Fe-50%Cr 合金と Fe-50%Cr-8%W 合金の化学成分を示す。

*Fig. 2.1* に、これらの合金の各温度における引張特性を示す。同図(a)より、いずれの温度においても、W 添加合金の方が 0.2%耐力、引張強さとも大きくなっており、W 添加による強度向上の効果が示された。また、同図(b)より、400℃以上の温度では W 添加合金の方が伸びが大きくなり、高温における W 添加による延性向上の効果が示された。

これらの効果の原因を調べることを目的に、試験片破断部の断面組織を観察した。その結果を、*Fig. 2.2* に示す。W 添加合金と W 無添加合金とを比較すると、W 添加合金では双晶境界が直線的であるのに対し、W 無添加合金ではそれが波状であることがわかる。これは、W 原子がすべり変形の抑制に寄与するためと考えられる。

### 2.2 超高純度 Fe-50/60%Cr 合金の高温引張特性に及ぼす W の影響【1】

超高純度 Fe-50/60%Cr 合金およびこれらに W を添加した合金を溶製して、これらに対する 500～1300℃における高温引張試験を実施し、W 添加による強度・延性改善効果とそのメカニズムについて検討した。

*Fig. 2.3* に、超高純度 Fe-50・60%Cr 合金およびこれらに W を添加した合金の、各温度における引張強さと絞りを示す。引張強さはいずれの場合も W 添加によって向上したが、絞りは、Fe-50%Cr 合金の場合は W5%添加合金の方が大きく、Fe-60%Cr 合金の場合は W を無添加合金の方が大きくなった。これは Fe-50%Cr 合金には最適な W 添加量があり、Fe-60%Cr 合金には W 添加により延性改善が見込めないことを示している。

*Fig.2.4* および *Fig.2.5* に、超高純度 Fe-60%Cr 合金および Fe-60%Cr-4%W 合金の 1300 ℃ における引張破断試験片の断面組織を示す。W 添加合金の方が再結晶の粒径が小さくなっており、この現象が Fe-60%Cr-4W 合金の高温における引張強さの向上に寄与していると考えられる。

*Fig.2.6* に室温 ~ 800 ℃ における Fe-60%Cr 合金および Fe-60%Cr-4%W 合金の引張特性に及ぼす W 添加の影響を示す。降伏点および引張強さは、W 添加合金の方が大きくなった。また、破断伸びおよび絞りは、600 ℃ までは W 添加による改善は認められないが、700 ℃ および 800 ℃ では明らかに改善が見られた。

*Fig.2.7* に、Fe-60%Cr 合金および Fe-60%Cr-4%W 合金の 800 ℃ における引張破断試験片の断面組織を示す。いずれも試験片も粒界破壊したが、粒界のキャビティの数は、W 無添加合金の方が多いことがわかる。これは Fe-50%Cr 合金において W 原子がすべり変形の抑制に寄与していたことと同様、W の添加により粒界の整合性が高くなり、変形に対する追従性が高くなって粒界すべりおよび粒界キャビティの発生が抑えられ、結果として高温での引張強度と延性が改善されたと考えられる。

### 2.3 超高純度 Fe-30/35%Cr 合金の引張特性に及ぼす W の影響

高純度 Fe-30/35%Cr 合金の引張特性に及ぼす W 添加の影響を明らかにすることを目的に、5%W 添加合金を製作して、室温および 550 ℃ における引張試験を実施した。*Table2.2* に、引張試験に用いた超高純度 Fe-30%Cr 合金、Fe-30%Cr-5%W 合金、Fe-35%Cr 合金および Fe-35%Cr-5%W 合金の化学成分を示す。

*Table.2.3* に、これらの合金の各温度における引張特性を示す。いずれの温度においても、Fe-30%Cr 合金の 0.2%耐力および引張強さは、Fe-35%Cr のそれらよりも大きく、引張特性は Cr 含有量に対して負の依存性を有することが観察された。この傾向は 5%W 添加材においても同じであった。これらの事実は、高純度 Fe-Cr 合金の降伏点は Cr 濃度と正の相関があるとする従来<sup>【3】</sup>の知見(*Fig.2.9*【3】参照)に相反するものであることから、今後さらに検討が必要である。

また、室温・550 とともに、W 添加合金の 0.2%耐力、引張強さは、W 無添加合金のそれらよりも大きくなっており、W 添加による強度向上の効果が示されたといえる。一方、破断伸びに関しては、室温・550 とともに、両合金の間に有意な差異はなく、W 添加による延性向上の効果を確認することはできなかった。このことは、超高純度 Fe-50%Cr 合金では 400 以上において W 添加による延性向上の効果が見られたことと相反するものであることから、今後さらに検討が必要である。

#### 2.4 引張特性に関するまとめ

従来の合金技術では、Fe 中 Cr 濃度が 30%にもなる合金はきわめて脆く、実用に供することは不可能とされていた。しかし、上記 2.1~2.3 の試験の結果、今回溶解製した合金のように超高純度化することにより、Fe 中 Cr 濃度が 60%に達しても、ある程度の引張強度および延性を具備できる見通しが得られたといえる。

Table 2.1 Chemical composition of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys (Cr and W in mass%, others in mass ppm)

	W-free	8W alloy		W-free	8W alloy
Cr	50.6	50.1	Cu	0.5	<50
W	—	7.95	Cu	6.9	<20
C	12.1	12.7	Sa	5.3	5.6
N	10.8	23.7	Ti	2.5	<20
O	73.9	54.1	Nb	0.39	<30
S	6.2	3.8	V	1.08	<4
Si	20	22	Mo	1.5	<20
Mn	2.64	<10	Ga	3.6	3.2
Al	2.4	<5	B	0.46	0.56
P	4.3	4.4	Zn	0.6	<50
Ni	6.7	<10			

Table 2.2 Chemical composition of the high-purity Fe-30Cr/35Cr alloys (S,O and N in mass ppm, others in mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
Fe-30Cr	0.002	<0.001	<0.001	<0.001	<2	<0.001	30.13
Fe-35Cr	0.002	0.002	<0.001	<0.001	<2	<0.001	35.33
Fe-30Cr-5W	0.003	0.002	<0.001	<0.001	3	<0.001	30.15
Fe-35Cr-5W	0.002	0.001	<0.001	<0.001	3	<0.001	34.81

Fe	W	Mo	Cu	Al	O	N
bal.	-	<0.001	0.001	0.069	12	13
bal.	-	<0.001	0.001	0.077	17	<10
bal.	4.95	<0.001	0.001	0.082	15	10
bal.	4.94	<0.001	0.001	0.084	12	<10

Table 2.3 Results of tensile tests for Fe-30Cr/35Cr alloys

	試験温度 [ ]	0.2%耐力 [ MPa ]	引張強さ [ MPa ]	破断伸び [ % ]	絞り [ % ]
Fe-30Cr	20	704	734	15.6	82.1
	550	401	454	17.4	79.2
Fe-35Cr	20	328	496	27.3	84.6
	550	396	447	19.9	79.3
Fe-30Cr-5W	20	846	910	15.3	70.0
	550	602	652	15.0	74.1
Fe-35Cr-5W	20	465	634	26.8	87.5
	550	469	545	22.6	83.8

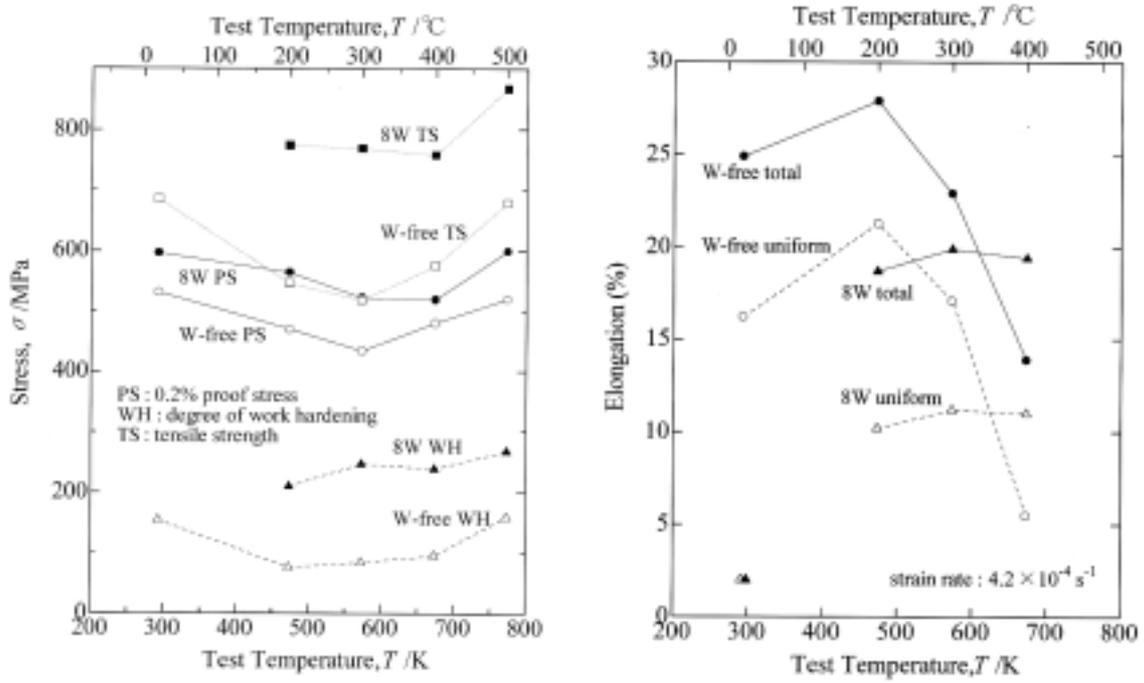
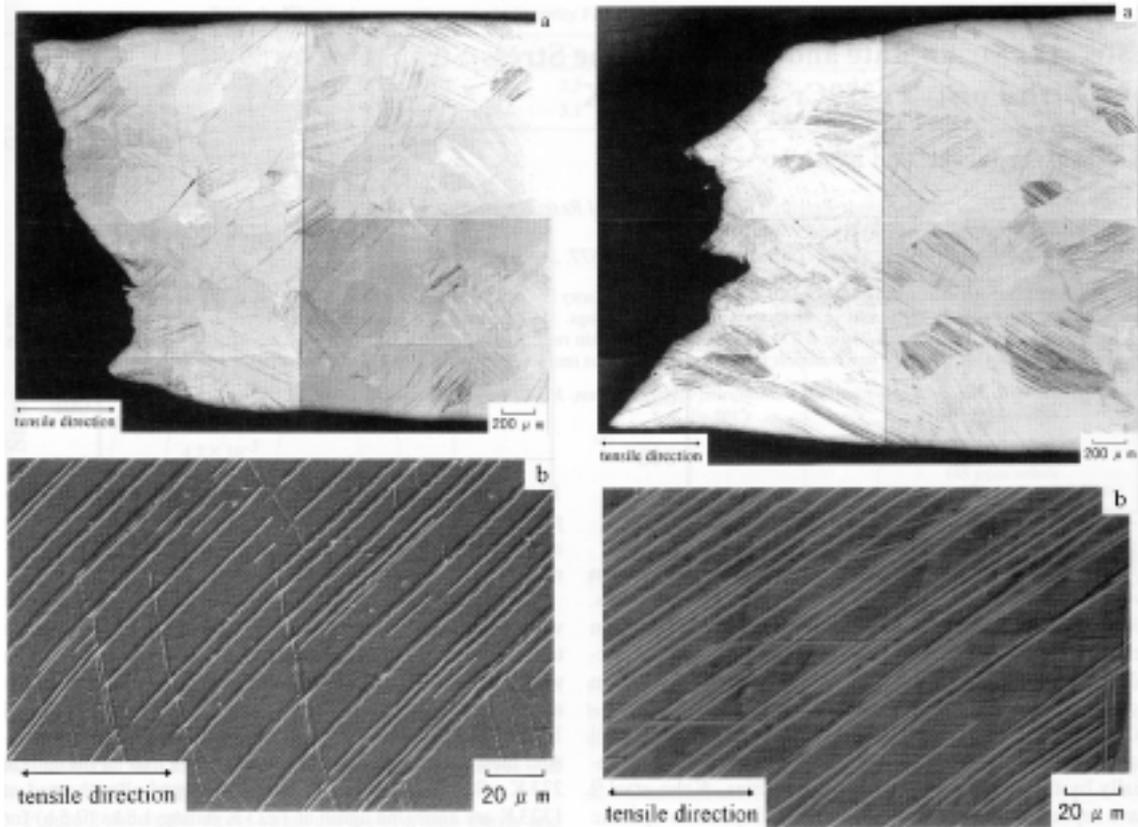


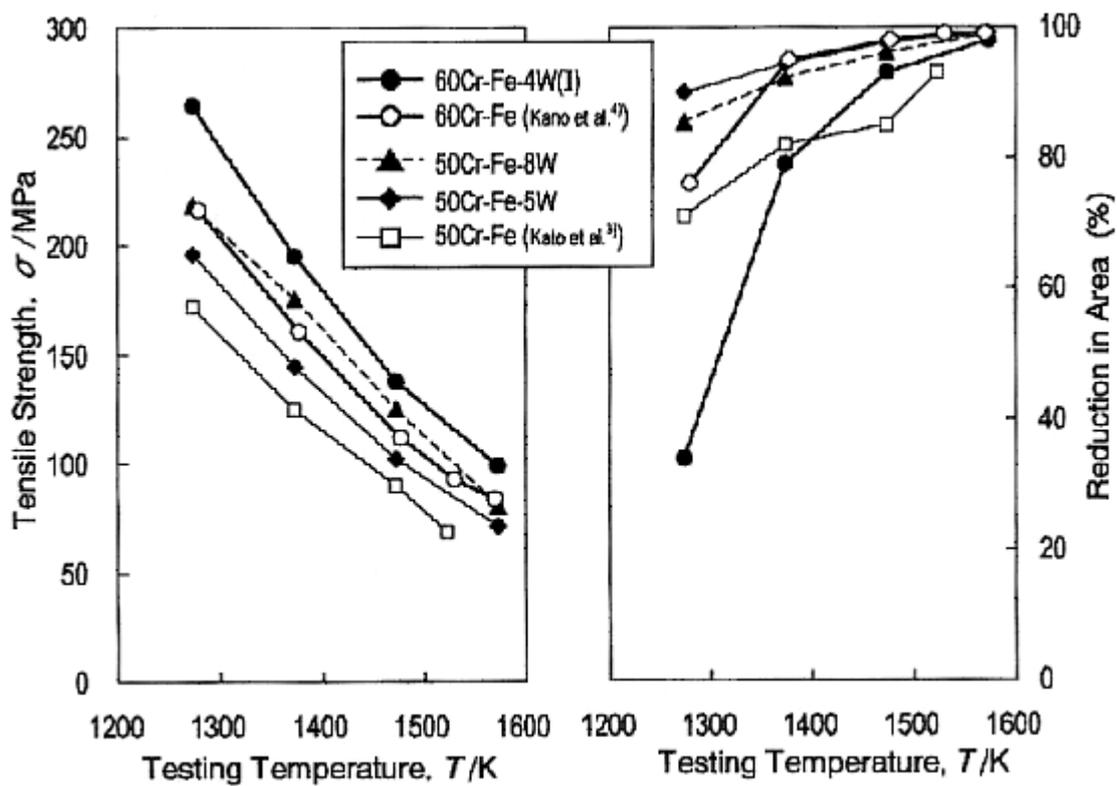
Fig.2.1 Effect of test temperature on 0.2% proof stress, the degree of work hardening and tensile strength of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys



(a) Fe-50%Cr alloy

(b) Fe-50%Cr-8% alloy

Fig.2.2 Optical microstructures of the high-purity Fe-50%Cr and Fe-50%Cr-8%W alloys fractured at 500



(a) Yield stress

(b) Reduction of area

Fig.2.3 Tensile strength and reduction of area of the high purity Fe-Cr-W alloys

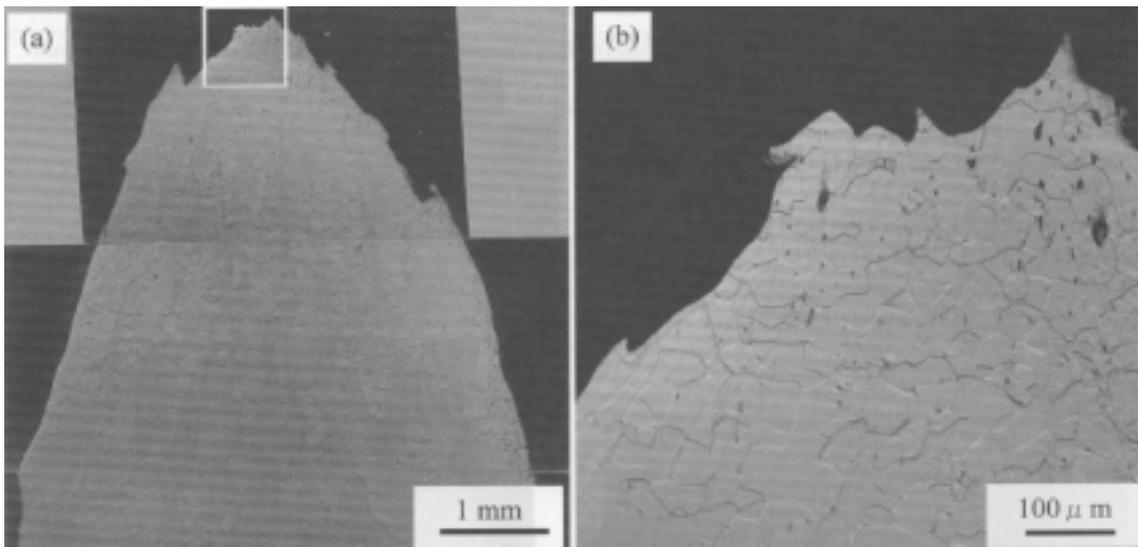


Fig.2.4 Microstructures of the fracture part of the high-purity Fe-60%Cr alloy at 1300

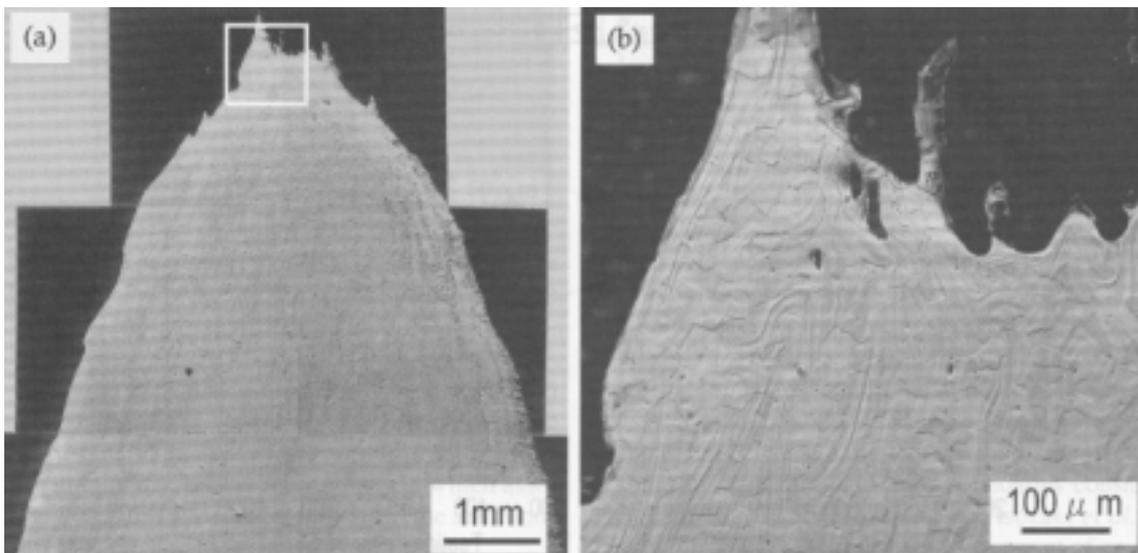
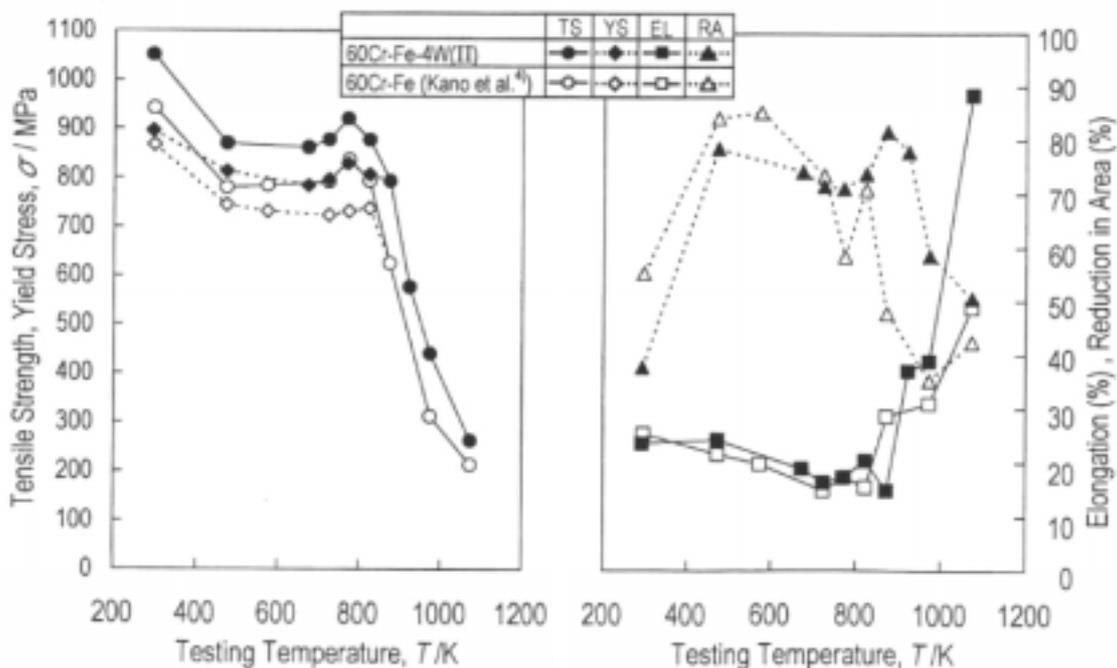


Fig.2.5 Microstructures of the fracture part of the high-purity Fe-60%Cr-4%W alloy at 1300



(a) Tensile strength and yield stress      (b) Elongation and reduction of area

Fig.2.6 Tensile properties dependence of the high purity Fe-60%Cr-4%W and Fe-60%Cr alloys in the temperature range between RT and 800

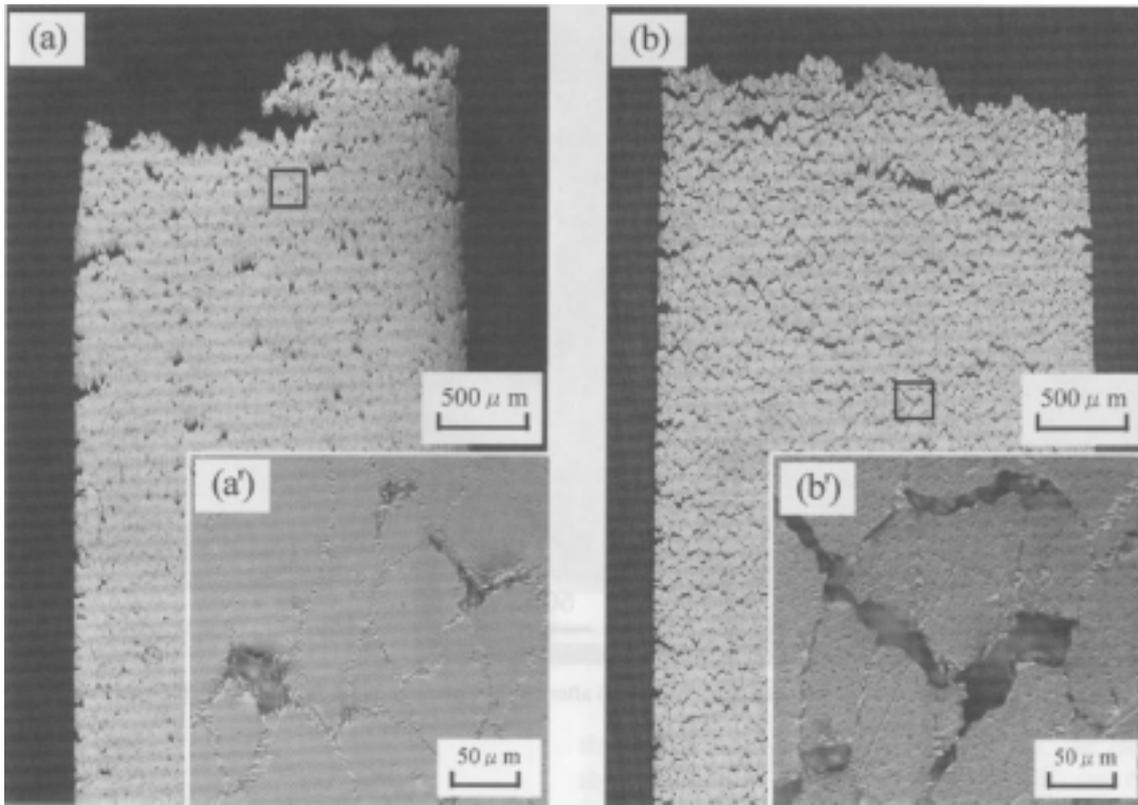


Fig.2.7 Microstructures of the high-purity (a) Fe-60%Cr-4%W and (b) Fe-60%Cr alloys fractured at 800

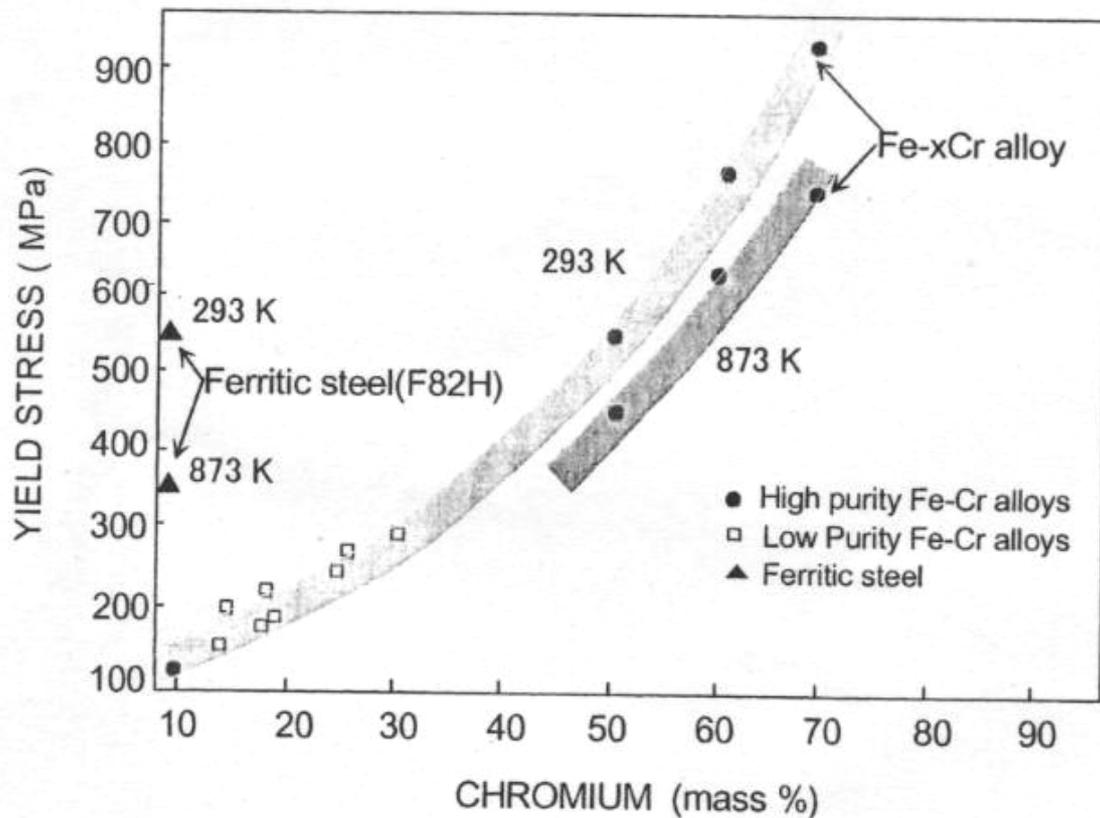


Fig.2.8 Yield stress for Fe-Cr alloys at RT and 600 as a function of chromium content compared with those of Ferritic steels

### 3. 超高純度 Fe-Cr 合金の長時間クリープ特性

#### 3.1 超高純度 Fe-30%Cr、Fe-35%Cr および Fe-50%Cr 合金の長時間クリープ特性

超高純度 Fe-30%Cr 合金、Fe-35%Cr 合金および Fe-50%Cr 合金の 550 における長時間クリープ試験を実施した。

*Fig.3.1* に、改良 9Cr-1Mo 鋼の結果とともに、これらの合金の 550 におけるクリープ破断強度を示す。クリープ強度は、超高純度 Fe-30%Cr 合金、Fe-35%Cr 合金、Fe-50%Cr 合金の順に大きくなり、Cr 含有量の大きい合金ほどクリープ強度が大きい結果となった。また、改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ強度との比較では、超高純度 Fe-50%Cr 合金は同等またはそれ以上、超高純度 Fe-30%Cr 合金および Fe-35%Cr 合金はやや小さい結果となった。

#### 3.2 超高純度 Fe-60%Cr 合金の長時間クリープ特性に及ぼす製法の影響

超高純度 Fe-60%Cr 合金の長時間クリープ強度に及ぼす純度の影響および添加元素の影響を調べるため、製法の異なる Fe-60%Cr 合金および Fe-60%Cr-1%Re 合金を溶製し、650 および 700 におけるクリープ試験を実施した。*Table 3.1* に、溶製した合金の組成およびクリープ試験条件を示す。

*Fig.3.2* に、これらの合金のクリープ試験結果を、改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ強度平均傾向と合わせて示す。なお、改良 9Cr-1Mo 鋼の適用温度範囲は 600 までとなっていることから *Fig.3.2* に示した平均傾向線は参考データであることに留意されたい。*Fig.3.2* より、コールドクルーシブル溶解炉で溶製した合金のクリープ強度は、セラミックるつぼを使用した溶解炉で溶製した合金のそれよりも大きいことが分かる。すなわち、より純度の高い合金のクリープ強度がより大きいといえる。また、これらの合金のクリープ強度を、改良 9Cr-1Mo 鋼のそれと比較すると、わずかに小さかった。

### 3.3 長時間クリープ特性に関するまとめ

従来の合金技術では、Fe 中 Cr 濃度が 30%にもなる合金はきわめて脆く、実用に供することは不可能とされていた。しかし、今回溶製した合金のように超高純度化することにより、Fe 中 Cr 濃度が 60%に達しても、ある程度の高温長時間強度を具備できる見通しが得られたといえる。また、このことから、このようなモデル合金に高温強度を改善する元素（W、Mo 等）を添加した合金を溶製して強度特性試験を実施することにより、これらの元素の添加効果が理解できるとともに、既存鋼を上回る強度を有する Fe-Cr 系合金開発の見通しが得られるものと考えられる。

Table 3.1 Creep test conditions for the high-purity Fe-60%Cr alloys

Material	Temperature T ( )	Stress $\sigma$ (MPa)
Fe-60Cr (a)	650	100.0
	700	60.0
Fe-60Cr (b)	650	100.0
	700	60.0
Fe-60Cr-1Re (a)	650	100.0
	700	60.0
Fe-60Cr-1Re (b)	650	100.0
	700	60.0

(a) Produced by using the cold crucible furnace

(b) Produced by using a melting pot made of ceramics

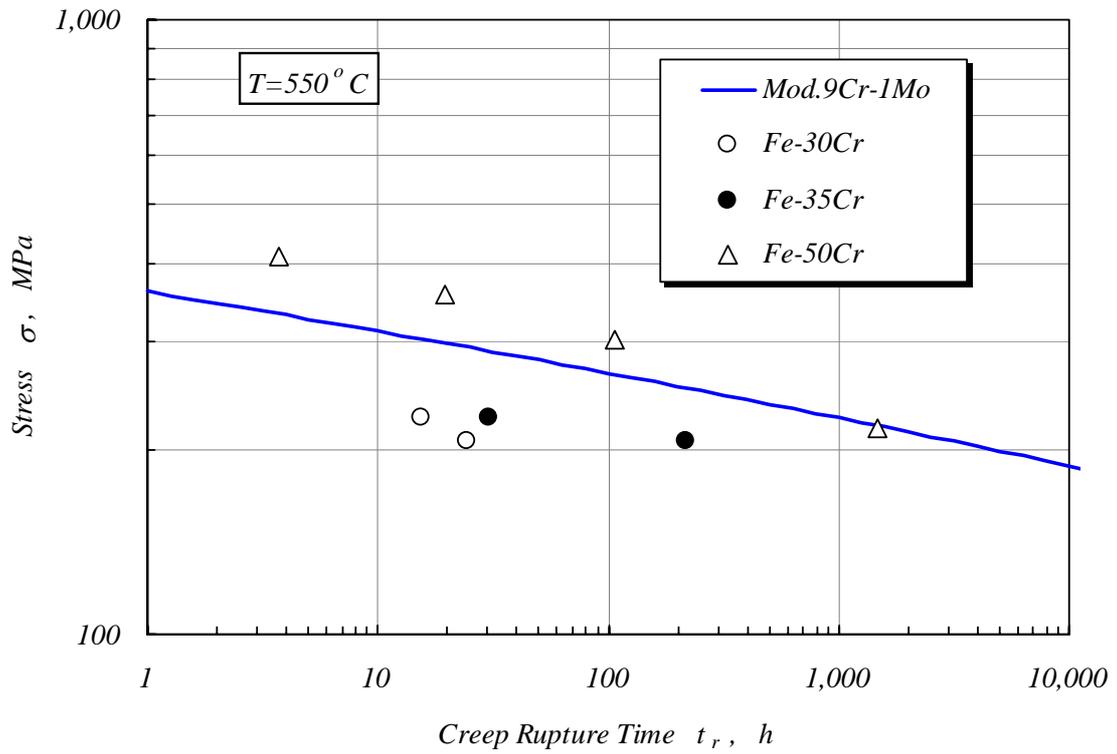
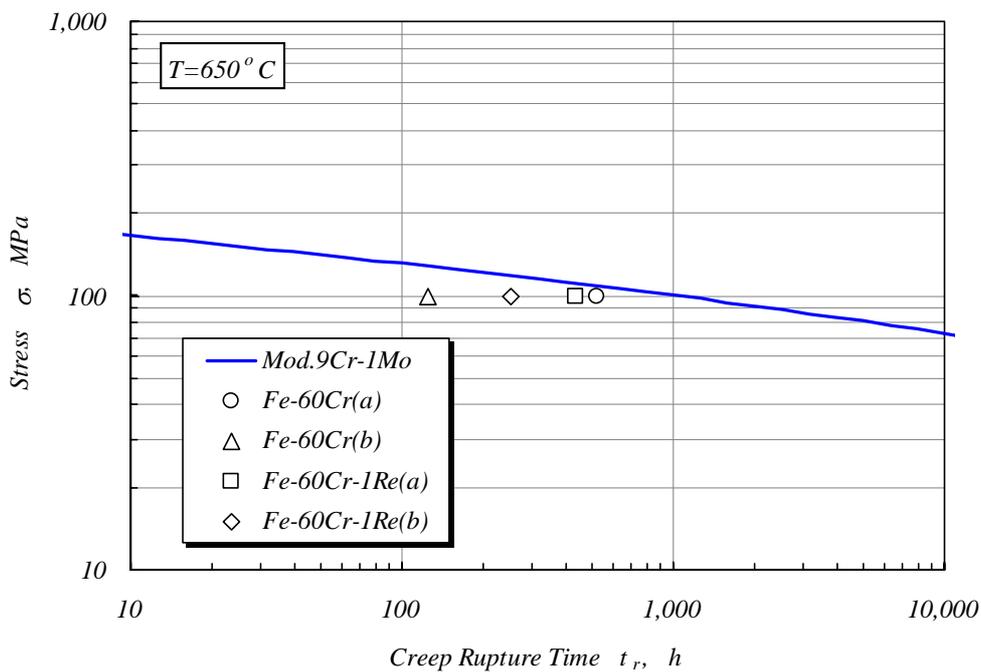
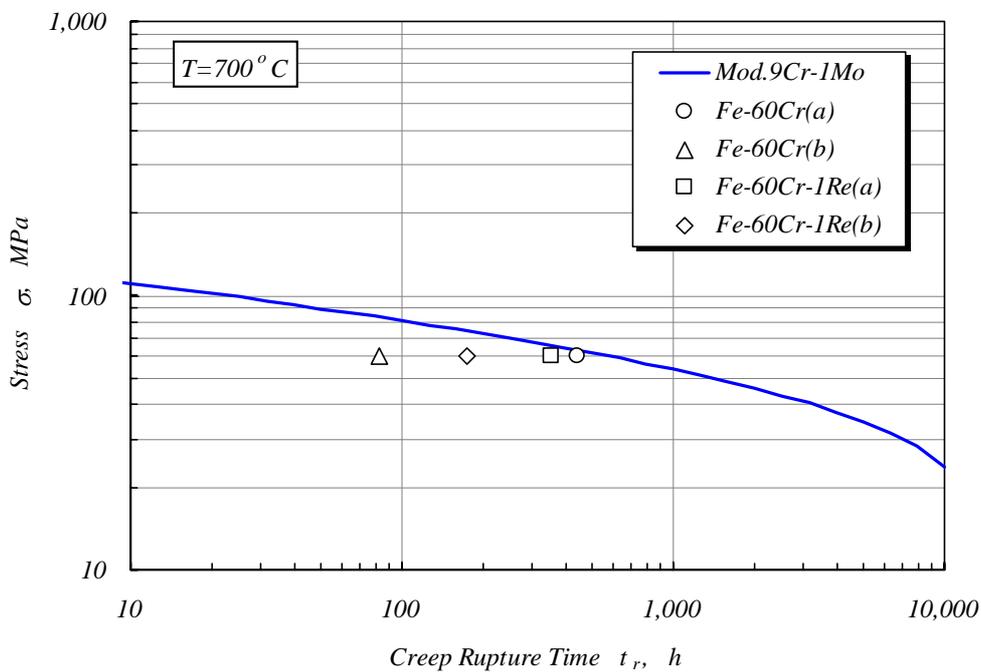


Fig.3.1 Relationship between nominal stress and creep rupture time of the high-purity Fe-30/35/50%Cr alloys and Mod.9Cr-1Mo steel



(a) at 650



(b) at 700

Fig.3.2 Relationship between nominal stress and creep rupture time of the high-purity Fe-60Cr alloys and Mod.9Cr-1Mo steel

#### 4. 超高純度鉄および超高純度 Fe-Cr 合金の耐食性

##### 4.1 超高純度鉄および超高純度 Fe-50%Cr 合金の Na 化合物中腐食試験

超高純度鉄および超高純度 Fe-Cr 合金の高速炉構造材料への適用性を検討する基礎データを取得するため、高速炉に特化された冷却材の燃焼生成物である Na 化合物 ( $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 、 $\text{NaOH}$ ) 環境下における超高純度鉄、高純度鉄、市販純鉄、超高純度 Fe-50%Cr 合金および超高純度 Fe-50%Cr-8%W 合金の耐食性試験を実施した。*Fig.4.1* に試験装置の概略図を、*Table 4.1* に試験条件をそれぞれ示す。

*Fig.4.2 ~ Fig.4.3* に試験前および試験後の試験片の外観写真を示す。また、*Fig.4.4 ~ Fig.4.5* にこれらの材料の腐食現肉速度と温度との関係を、炭素鋼に対する耐食性試験結果と合わせて示す。超高純度鉄および超高純度 Fe-Cr 合金の腐食速度は、 $\text{Na}_2\text{O}_2$ - $\text{NaOH}$  環境においては炭素鋼よりも大きく、一方、 $\text{Na}_2\text{O}$ - $\text{NaOH}$  環境においては炭素鋼と同等であった。

*Table 4.2* に試験後の試薬および試験片付着物の X 線回折分析結果を示す。 $\text{Na}_2\text{O}_2$ - $\text{NaOH}$  環境においては試験片の腐食が著しく、試験片付着物は主として  $\text{NaOH}$  であった。一方、 $\text{Na}_2\text{O}$ - $\text{NaOH}$  環境においては、試験片付着物は試験容器から移行した Ni のほか、 $\text{Na}_5\text{FeO}_4$  および  $\text{NaOH}$  であった。

Table 4.1 Corrosion test conditions

試験条件	1	2	3	4
試験番号	RUN507	RUN510	RUN508	RUN509
試験薬(投入分)	NaOH: 30wt% Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : 70wt%	NaOH: 30wt% Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> : 70wt%	NaOH: 70wt% Na <sub>2</sub> O: 30wt%	NaOH: 70wt% Na <sub>2</sub> O: 30wt%
温度(°C)	756	736	701	701
温度変動(°C)	703-771	696-759	696-705	697-702
試験時間(h)	0.267(16min)	0.267(16min)	0.501(30min)	0.499(30min)
雰囲気	Ar(99.9995%)	Ar(99.9995%)	Ar(99.9995%)	Ar(99.9995%)
試験片記号	A-Fe1, 2 M-Fe1, 2 C-Fe1, 2	Fe-50Cr1, 2 Fe-50Cr-8W1, 2	A-Fe3, 4 M-Fe3, 4 C-Fe3, 4	Fe-50Cr3, 4 Fe-50Cr-8W3, 4

\*) 腐食試験に用いた試験片の種類及び記号

- 1) 超高純度鉄           A-Fe
- 2) 高純度鉄            M-Fe
- 3) 市販純鉄            C-Fe
- 4) 超高純度 Fe-50Cr   Fe-50Cr
- 5) 超高純度 Fe-50Cr-8W   Fe-50Cr-8W

Table 4.2 Results of X-ray analysis of the deposit on the specimen surface

実験No.	試験組成(wt.%)				試験後試験薬のX線 回折による検出物 質	試験片 番号	試験片付着物のX線回折による検出 物質(-: サンプル無し)	備 考
	投入分	Na	NaOH	Na <sub>2</sub> O				
RUN507	-	30	-	70	NaOH, Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> , Na <sub>17</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>19</sub> , Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	A-Fe1	NaOH, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , NaOH·H <sub>2</sub> O	
						A-Fe2	-	
						M-Fe1	NaOH	
						M-Fe2	-	
						C-Fe1	-	試験片溶解
						C-Fe2	-	試験片溶解
RUN510	-	30	-	70	NaOH, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Fe-50Cr3	NaOH	
						Fe-50Cr4	-	試験片落下 のためデータ 採取不可
						Fe-50Cr-8W3	NaOH, NaOH·H <sub>2</sub> O, Na <sub>7</sub> Al <sub>12</sub> O <sub>34</sub> ·2H <sub>2</sub> O	
RUN508	-	30	70	-	Ni, NaOH, Na <sub>2</sub> O, (Fe <sub>0.17</sub> Ni <sub>0.33</sub> )OOH	A-Fe3	Ni, Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> , NaOH	
						A-Fe4	-	
						M-Fe3	Ni, Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> , NaOH	
						M-Fe4	-	
						C-Fe3	Ni, NaOH, Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub>	
						C-Fe4	-	
RUN509	-	30	70	-	NaOH, Ni, Na <sub>2</sub> O, Ni <sub>3</sub> O <sub>2</sub> (OH) <sub>2</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SMB811	NaOH	
						Fe-50Cr1	Ni, Na <sub>2</sub> O, NaOH	
						Fe-50Cr2	-	
						Fe-50Cr-8W1	Ni, NaOH, Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub>	
						Fe-50Cr-8W2	-	
SMB813	Ni, NaOH							

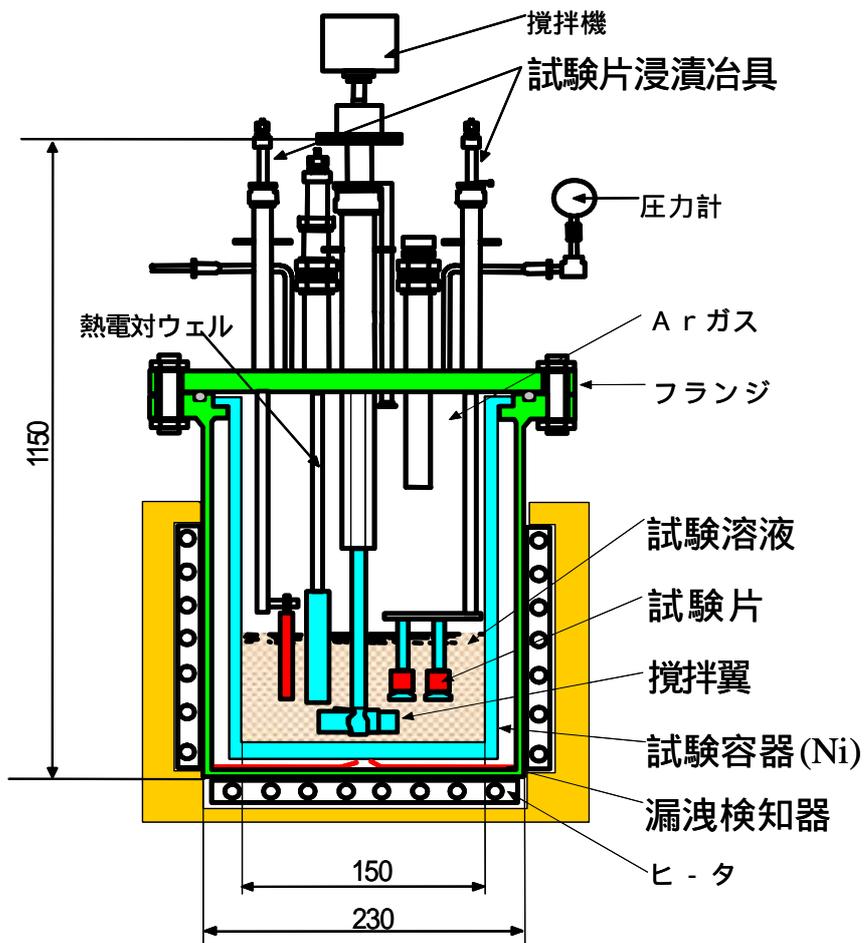


Fig.4.1 Experimental apparatus for corrosion test

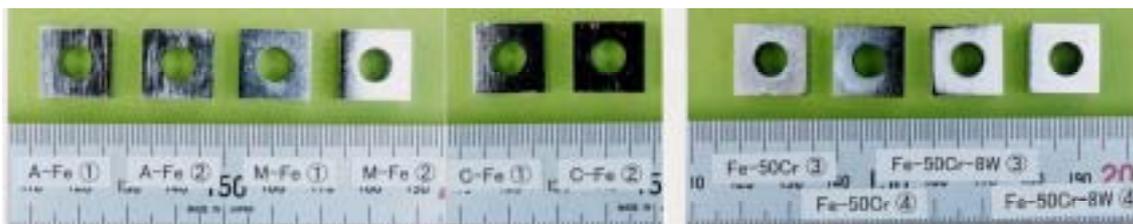
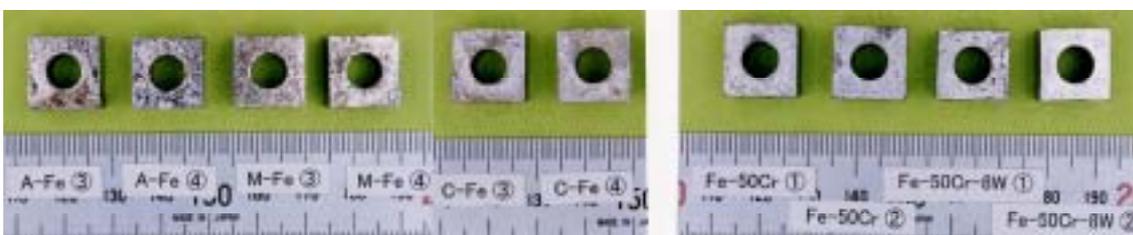
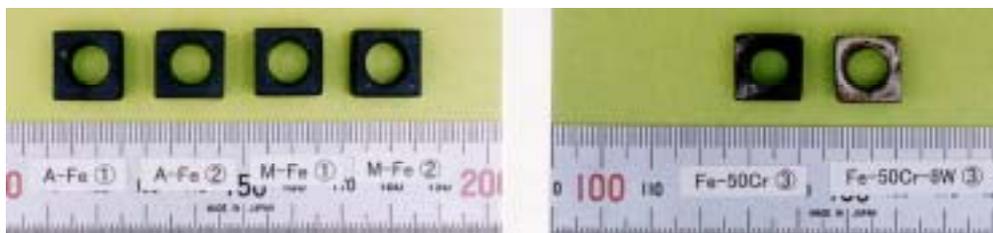


Fig.4.2 Specimens made of the high-purity Fe-50%Cr alloys before the corrosion test



(a) Exposed to  $\text{Na}_2\text{O-NaOH}$



(b) Exposed to  $\text{Na}_2\text{O}_2\text{-NaOH}$

Fig.4.3 Specimens made of the high-purity Fe-50%Cr alloys after the corrosion test

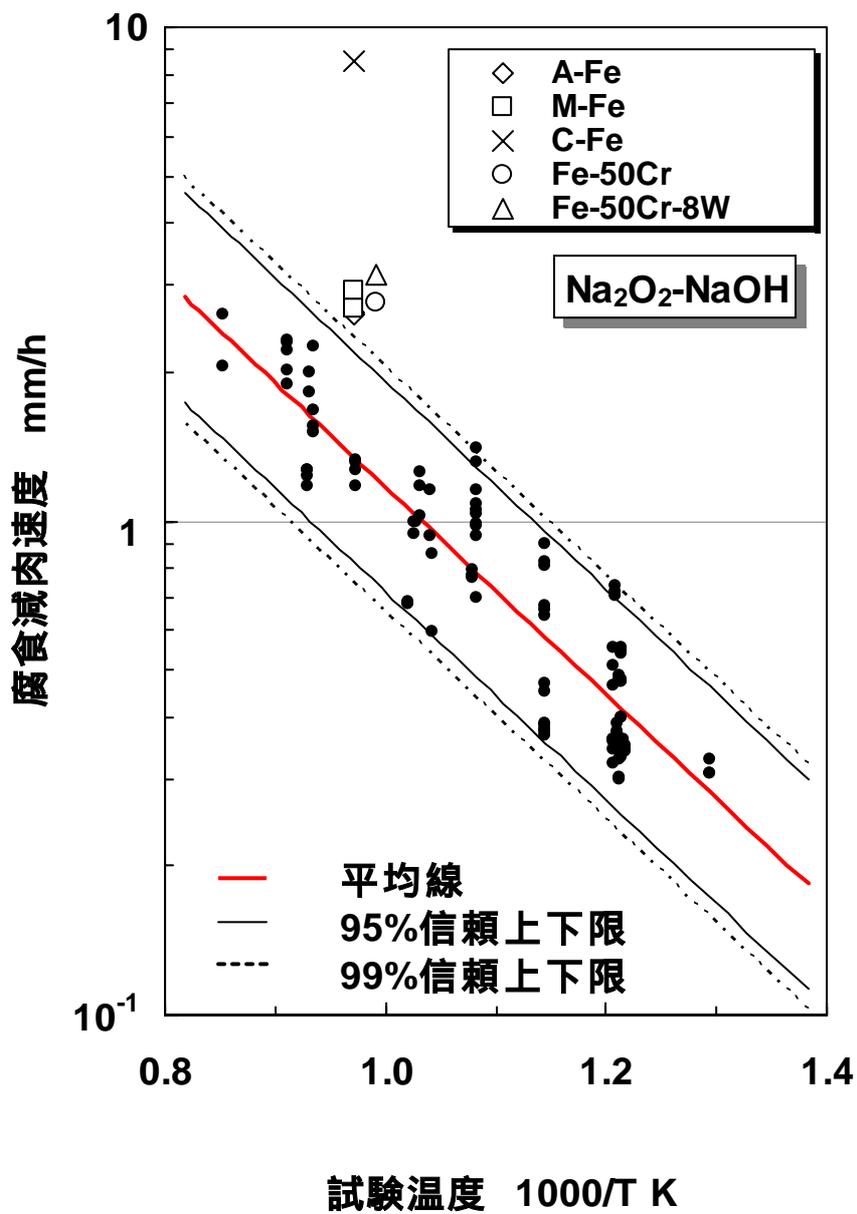


Fig.4.4 Corrosion rate of the high-purity Fe-50%Cr alloys exposed to Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-NaOH

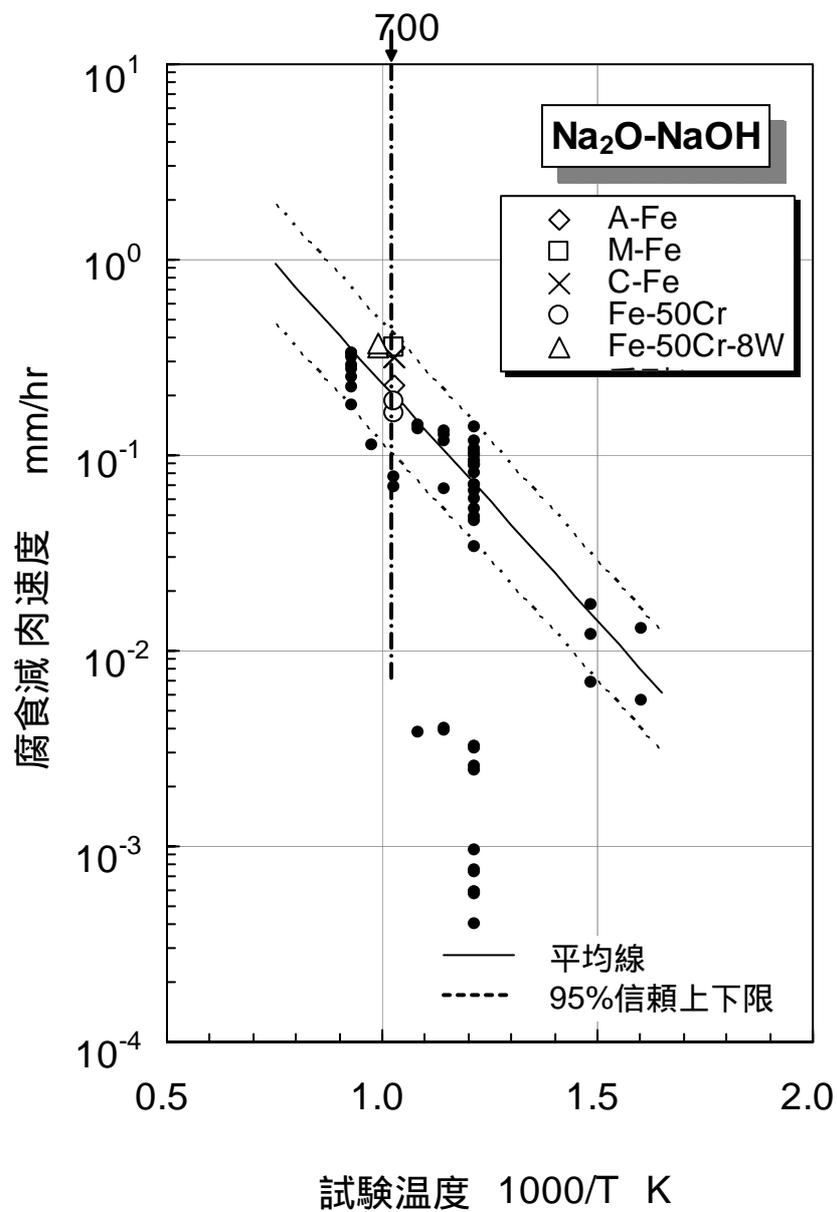


Fig.4.5 Corrosion rate of the high-purity Fe-50%Cr alloys exposed to Na<sub>2</sub>O-NaOH

#### 5. 超高純度 Fe-Cr 合金製実物大コンポーネントの試作【4】

東北大学金属材料研究所において、超高純度 Fe-50%Cr 合金を用いて実物大ヘリコプター用エンジンプレードの試作を行った (*Fig.5.1*)。Ni 基超合金等に比べ製作性がきわめて良好であったことから、超高純度化するコストを考慮に入れても、実用化の見込みが得られたといえる。

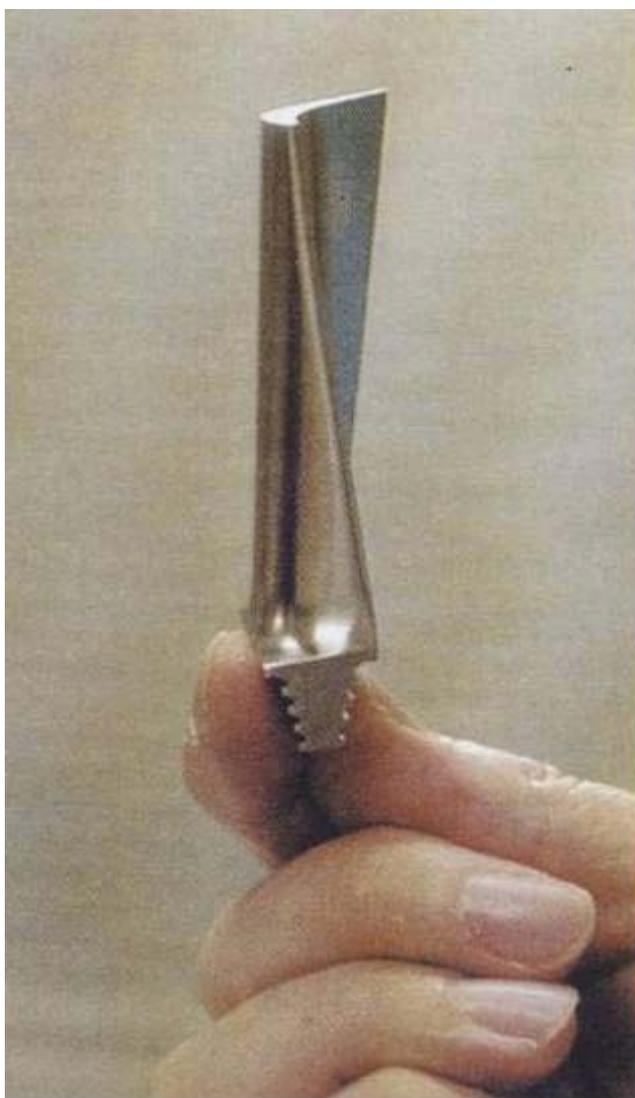


Fig.5.1 Full-sized engine blade model made of the high-purity Fe-50%Cr alloy for a helicopter

## 6. おわりに

高速炉構造の最適材料設計・実用材開発に資するため、超高純度 Fe-Cr 合金を溶製し、それらの合金の高速炉環境下での試験（高温での機械的特性および溶融 Na 耐食性試験等）を行った。その結果、以下の結論が得られた。

- (1) 従来の合金技術では、Fe 中 Cr 濃度が 30% にもなる合金は実用不可能とされていたが、超高純度化することにより Fe 中 Cr 濃度が 60% に達しても、ある程度の引張強度および延性を具備できる見通しが得られた。なお、W 添加による特性改善の効果については、さらに検討を要する。
- (2) 高速炉環境下における超高純度 Fe-Cr 合金のクリープ特性に関しては、超高純度化することにより、Fe 中 Cr 濃度が 60% に達しても、ある程度の高温長時間強度を具備できる見通しが得られた。また、このことから、このようなモデル合金に高温強度を改善する元素（W、Mo 等）を添加した合金を溶製して強度特性試験を実施することにより、これらの元素の添加効果が理解できるとともに、既存鋼を上回る強度を有する Fe-Cr 系合金開発の見通しが得られるものと考えられる。
- (3) 超高純度 Fe-Cr 合金を用いた実物大コンポーネントの試作を通じて、きわめて良好な製作性を確認し、実用的な構造物の製造見通しを得ることができた。

## 7. 謝辞

本研究を遂行するにあたり、試験の実施にあたっては、大洗工学センター 要素技術開発部 新技術開発試験グループ 吉田英一サブグループリーダー、小高進氏、同グループ所属 常陽産業株式会社・川島成一氏、鈴木高一氏、矢口勝己氏をはじめとする方々の協力をいただきました。また、試料の顕微鏡観察等の分析作業にあたっては、同部 新材料研究グループ所属 常陽産業株式会社・富田正人氏の協力をいただきました。ここに記して謝意を表します。

## 8. 参考文献

- 【1】 S.Isozaki and K.Abiko, Role of Tungsten in the Mechanical Properties of a High-Purity Fe-50mass% Cr Alloy at 293-773K, Material Transactions, JIM, Vol.41, No.1 (2000) pp.194-196.
- 【2】 M.Totouge, N.Harima S.Takaki and K Abiko, Effect of Tungsten on Mechanical Properties of High-Purity 60mass% Cr-Fe Alloys, Material Transactions, JIM, Vol.43, No.2 (2002) pp.141-146.
- 【3】 A.Hishinuma, S.Takaki and K.Abiko, Recent Progress and Future R&D for High-Chromium Iron-Base and Chromium-Base Alloys, Phisica Status Solidi (a), Vol.189, No.1 pp.69-78 (2002).
- 【4】 安彦兼次、究極の超高純度金属、日経サイエンス、2000年10月号。