

12Cr系鋼の材料物性値

(研究報告)

2003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
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

12Cr系鋼の材料物性値

安藤勝訓* 若井隆純* 青砥紀身*

要旨

高速増殖炉の特徴（高温・低圧等）を踏まえ、熱的特性と高温強度がバランスよく優れる高クロム（以下、Cr）フェライト系鋼を、構造材料として適用することが検討されている。そこで、本研究では、現在、策定が検討されている高Crフェライト系鋼の材料強度基準に資することを目的として、12Cr系鋼の5ヒートに対して材料物性値を測定し、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾（4ヒート）とあわせて、ヒート間のばらつきの評価、検討を行った。また、縦弾性係数の測定手法が測定結果に及ぼす影響および熱膨張係数に与える試験片寸法の効果を調査し、以下の結論を得た。

- (1) 縦弾性係数は、600℃以上でこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上限より大きな値を示した。検討の結果、これは測定手法の相違によるものであり、これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾で用いられてきた片持ち共振法よりも、本件で用いた自由共振法による方が、材料固有の物性値を得られることがわかった。そこで著者らは、今回、自由共振法により得られた縦弾性係数を12Cr系鋼の値とすることを推奨する。
- (2) 瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数は、試験片寸法φ4×20mmの測定結果は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾の値と良く一致し、すべてこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。なお、熱膨張係数に及ぼす試験片寸法の影響を調査することを目的に取得した、試験片寸法φ10×50mmの測定結果は、瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数ともに、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾に比較し、大きな値となった。これは、今回の昇温速度では、試験片が均等に加熱されていなかったことが原因と考えられる。そこで、著者らは、φ4×20mmの試験片から得られた瞬間／平均熱膨張係数を12Cr系鋼の値とすることを推奨する。
- (3) 比熱は、400℃以上において、1ヒートが、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上限を超える大きな値を示したものの、概ねこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。
- (4) 熱伝導率は、すべてこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。
- (5) 今回の測定結果と、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾の正規分布への適合性を、1標本コルモゴロフスミルノフ検定により調査した。検定の結果、瞬時熱膨張係数、平均熱膨張係数、密度、比熱および熱伝導率は、正規分布に従うと考えられた。また、縦弾性係数においても、測定手法毎に検定を行えば、同様に正規分布に従うと考えられた。

*大洗工学センター 要素技術開発部 新材料研究グループ

Material physical properties of 12 chromium ferritic steel

Masanori Ando* Takashi Wakai* Kazumi Aoto*

Abstract

High chromium ferritic steel is an attractive candidate for structural material of the next Fast Breeder Reactor, since both of thermal properties and high temperature strength of the steel are superior to those of conventional austenitic stainless steels. In this study, physical properties of 12Cr steels are measured and compared to those obtained in the previous studies to discuss about stochastic dispersions. The effect of measurement technique on Young's modulus and the influence of the specimen size on coefficient of thermal expansion are also investigated. The following conclusions are obtained.

(1) Young's modulus of 12Cr steels obtained in this study tends to larger than those obtained in the previous studies especially in high temperature. Such a discrepancy is resulted from the difference in measurement technique. It was clarified that Young's modulus obtained by free vibration method is more adequate those obtained by the cantilever characteristic vibration method. Therefore, the authors recommend using the values obtained by free vibration method as Young's modulus of 12Cr steels.

(2) Both instant and mean coefficient of thermal expansion of 12Cr steels obtained in this study is in a good agreement with those obtained in the previous studies. However, the obviously different values are obtained from the measurement by large size specimens. Such a discrepancy is resulted from heterogeneous during heating process of the specimens. Therefore, the authors recommend using the values obtained by $\phi 4 \times 20$ mm specimens as instant and mean coefficient of thermal expansion of 12Cr steels.

(3) Specific heat of 12Cr steels obtained in this study agree with those obtained in the previous studies with a few exceptions.

(4) Thermal conductivity of 12Cr steels obtained in this study agree with those obtained in the previous studies.

(5) It was confirmed that instant and mean coefficient of thermal expansion, density, specific heat and thermal conductivity of 12Cr steels are conformable to normal distribution by using Kolmogorov-Smirnov test technique. Young's modulus of 12Cr steels is also conformable to normal distribution as far as the data are obtained by same measurement technique.

* Advance Material Research Group, Advanced Technology Division, O-arai Engineering Center

目 次

1. はじめに	・ ・ ・ ・ ・ 1
2. これまでの測定結果の調査	・ ・ ・ ・ ・ 1
3. 供試材および測定項目	・ ・ ・ ・ ・ 2
3.1 供試材	・ ・ ・ ・ ・ 2
3.2 測定項目および試験片形状・寸法	・ ・ ・ ・ ・ 2
4. 測定方法	・ ・ ・ ・ ・ 7
4.1 縦弾性係数	・ ・ ・ ・ ・ 7
4.2 熱膨張率	・ ・ ・ ・ ・ 7
4.3 密度	・ ・ ・ ・ ・ 8
4.4 比熱および熱伝導率	・ ・ ・ ・ ・ 9
5. 測定結果および考察	・ ・ ・ ・ ・ 13
5.1 縦弾性係数	・ ・ ・ ・ ・ 13
5.1.1 自由共振法と片持ち共振法による縦弾性係数の相違	・ ・ ・ ・ ・ 13
5.1.2 縦弾性係数の統計評価	・ ・ ・ ・ ・ 14
5.2 熱膨張率	・ ・ ・ ・ ・ 15
5.2.1 瞬時熱膨張係数の統計評価	・ ・ ・ ・ ・ 15
5.2.2 平均熱膨張係数の統計評価	・ ・ ・ ・ ・ 15
5.2.3 熱膨張係数に与える試験片寸法の影響	・ ・ ・ ・ ・ 16
5.3 密度	・ ・ ・ ・ ・ 17
5.3.1 密度の統計評価	・ ・ ・ ・ ・ 17
5.4 比熱および熱伝導率	・ ・ ・ ・ ・ 17
5.4.1 比熱および熱伝導率の統計評価	・ ・ ・ ・ ・ 17
5.5 測定結果と文献値の比較検討	・ ・ ・ ・ ・ 18
6. おわりに	・ ・ ・ ・ ・ 43
謝辞	・ ・ ・ ・ ・ 45
参考文献	・ ・ ・ ・ ・ 46

Appendix I	・ ・ ・ ・ ・ 47
A1. これまでの測定結果の調査	・ ・ ・ ・ ・ 47
A1.1 縦弾性係数	・ ・ ・ ・ ・ 47
A1.2 熱膨張係数	・ ・ ・ ・ ・ 48
A1.2.1 瞬時熱膨張係数	・ ・ ・ ・ ・ 48
A1.2.2 平均熱膨張係数	・ ・ ・ ・ ・ 48
A1.3 密度	・ ・ ・ ・ ・ 49
A1.4 比熱および熱伝導率	・ ・ ・ ・ ・ 49
Appendix II	・ ・ ・ ・ ・ 61
A2. 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定	・ ・ ・ ・ ・ 61
Appendix III	・ ・ ・ ・ ・ 65
A3. 熱膨張率測定における誤差	・ ・ ・ ・ ・ 65
A3.1 測定中の読取り精度に関する誤差	・ ・ ・ ・ ・ 65
A3.2 初期の試験片寸法の測定精度に関する誤差	・ ・ ・ ・ ・ 65
A3.3 測定精度と FBR 使用条件	・ ・ ・ ・ ・ 65

List of table

Table 3.1-1	Chemical composition of the 12Cr steels used in this study	3
Table 3.1-2	Heat treatment of 12Cr steels used in this study	4
Table 3.2-1	Physical property measurement method employed in this study	5
Table 5.1-1	Measurement results of Young's modulus	20
Table 5.1-2	Measurement results of Young's modulus at difference way in 0.3W	20
Table 5.1-3	Nominal Young's modulus calculated by all data	21
Table 5.2-1	Calculated results of instantaneous coefficient of thermal expansion	22
Table 5.2-2	Calculated results of mean coefficient of thermal expansion	23
Table 5.2-3	Specimen sizes used for thermal expansion measurement recommended in some standards and used in some studies	24
Table 5.2-4	Nominal instantaneous and mean coefficient of thermal expansion calculated by all data	25
Table 5.3-1	Measurement results of density	26
Table 5.3-2	Nominal density calculated by all measurement	26
Table 5.4-1	Measurement results of specific heat	27
Table 5.4-2	Measurement results of thermal conductivity	27
Table 5.4-3	Nominal specific heat and thermal conductivity calculated by all data	28
 Appendix I		
Table A 1.1-1	Chemical composition and heat treatment of the 12Cr steels used in the previous studies	50
Table A 1.1-2	Young's modulus estimated by the previous studies	51
Table A 1.2-1	Instantaneous coefficient of thermal expansion estimated by the previous studies	52
Table A 1.2-2	Mean coefficient of thermal expansion estimated by the previous studies	53
Table A 1.4-1	Specific heat estimated by the previous studies	54
Table A 1.4-2	Thermal conductivity estimated by the previous studies	55
 Appendix II		
Table A 2.1	Kolmogorov-Smirnov Test	63

List of figure

Fig.3.2-1	Shape and dimensions of the specimens to used in this study	6
Fig.4.1.1	Measurement method of Young's modulus (free vibration method)	11
Fig.4.2.1	Measurement method of thermal expansion	11
Fig.4.4-1	Measurement method of specific heat and thermal conductivity	12
Fig.4.4-2	Normalized rear face temperature rise by laser pulse flash	12
Fig.5.1-1	Relationships between Young's modulus and temperature	29
Fig.5.1-2	Influence of measurement method on the Young's modulus of 0.3W	30
Fig.5.1-3	Internal friction observed in Young's modulus measurement of 0.3W	30
Fig.5.1-4	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for Young's modulus by all data	31
Fig.5.1-5	Conformity to the normal distribution of Young's modulus by all data	31
Fig.5.1-6	Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured by free vibration method	32
Fig.5.1-7	Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured by cantilever characteristic vibration method	32
Fig.5.2-1	Relationships between instantaneous coefficient of thermal expansion and temperature	33
Fig.5.2-2	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for instantaneous coefficient of thermal expansion by all data	34
Fig.5.2-3	Conformity to the normal distribution instantaneous coefficient of thermal expansion by all data	34
Fig.5.2-4	Relationships between mean coefficient of thermal expansion and temperature	35
Fig.5.2-5	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for mean coefficient of thermal expansion by all data	36
Fig.5.2-6	Conformity to the normal distribution of mean coefficient of linear expansion by all data	36
Fig.5.2-7	Relationships between instantaneous coefficient of thermal expansion and temperature measured by $\phi 10 \times 50L$ specimen	37
Fig.5.2-8	Relationships between mean coefficient of thermal expansion and temperature measured by $\phi 10 \times 50L$ specimen	37
Fig.5.3-1	Conformity to the normal distribution of density by all data	38
Fig.5.4-1	Relationships between specific heat and temperature	39
Fig.5.4-2	Relationships between thermal conductivity and temperature	40

Fig.5.4-3	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for specific heat by all data	41
Fig.5.4-4	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for thermal conductivity by all data	41
Fig.5.4-5	Conformity to the normal distribution of specific heat by all data	42
Fig.5.4-6	Conformity to the normal distribution thermal conductivity by all data	42

Appendix I

Fig.A.1.1-1	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for Young's modulus in the previous studies	56
Fig.A.1.1-2	Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured in the previous studies	56
Fig.A.1.2-1	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for instantaneous coefficient of thermal expansion in the previous studies	57
Fig.A.1.2-2	Conformity to the normal distribution of instantaneous coefficient of thermal expansion measured in the previous studies	57
Fig.A.1.2-4	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for mean coefficient of thermal expansion in the previous studies	58
Fig.A.1.2-5	Conformity to the normal distribution of mean coefficient of linear expansion measured in the previous studies	58
Fig.A.1.4-1	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for specific heat in the previous studies	59
Fig.A.1.4-2	Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for thermal conductivity in the previous studies	59
Fig.A.1.4-3	Conformity to the normal distribution of specific heat measured in the previous studies	60
Fig.A.1.4-4	Conformity to the normal distribution of thermal conductivity measured in the previous studies	60

Appendix II

Fig.A.2.1	Kolmogorov-Smirnov Test	64
-----------	-------------------------	----

Appendix III

Fig.A.3.1	Effect of reading error on mean coefficient of thermal expansion	66
Fig.A.3.2	Relationships between thermal expansion and temperature	66

1. はじめに

高速増殖炉(以下、FBR) サイクルの実用化に向けては、安全性の向上や軽水炉と比肩する経済性の達成などの要求がある。そのなかで、構造材料に対しては、FBR の特徴を適切に考慮した新材料の開発あるいは採用による経済性向上への寄与が期待されている。すなわち、FBR 構造材料における主要な負荷が熱過渡・温度変動に起因するひずみ制御型負荷であることから、温度変動の影響を抑制する熱的特性および高温下での負荷に対する強度に優れた材料を開発・採用することにより、機器・構造物のコンパクト設計が可能となり、材料の大幅な減容が図れるとともに、設計選択肢の広がりや安全裕度の増加が期待できる。

このような背景の下で、熱的特性と高温強度特性がバランスよく優れる高クロム(以下、Cr) フェライト系鋼の FBR 構造材料への適用が検討されている。そこで、本研究では、現在、策定が検討されている高 Cr 鋼の材料強度基準に資することを目的として、12Cr 系鋼の 5 ヒートに対して材料物性値を測定し、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾(4 ヒート)とあわせて、ヒート間のばらつきの評価、検討を行った。また、縦弾性係数の測定手法が測定結果に及ぼす影響および熱膨張係数に与える試験片寸法の効果を調査した。

2. これまでの測定結果の調査

本研究における測定結果と比較検討することを目的に、これまで取得された 12Cr 系鋼の材料物性値測定結果⁽¹⁾⁽²⁾に関して調査を行い、室温から 650℃のデータについて以下の整理を行った。なお、加藤ら⁽¹⁾の報告では、後述する今回の測定範囲である室温～650℃を超える広い範囲にわたっての測定を行っているが、調査には 650℃以下の値のみを用いた。なお、調査は、以下の手順により行った。(Appendix I)

- ①.各材料物性値を、最小二乗法により温度に関する n 次式で近似。
- ②.①で求めた値を当該温度における中心値とし、各測定値をこれで規格化した値のばらつきを評価。
- ③.②で規格化した値の分布から予測される 99%データ予測上下限値の算出。
- ④.②で規格化した値の正規分布への適合性を 1 標本コルモゴロフ-スミルノフ検定⁽³⁾⁽⁴⁾(Appendix II)により評価。

上記の手順により、各々の物性値(縦弾性係数、瞬時熱膨張係数、平均熱膨張係数、比熱および熱伝導率)の、99%データ予測上下限値を与えた。それぞれ物性値の上下限値算出の詳細に関しては、Appendix I を参照のこと。

3. 供試材および測定項目

3.1 供試材

本研究においては、組成および製品形状の異なる、12Cr系鋼5ヒートに対する材料物性値測定を行い、これまで報告されている測定結果⁽¹⁾⁽²⁾との比較検討を行った。また、同時に、測定手法が縦弾性係数に与える影響、および試験片寸法が熱膨張率に与える影響について考察した。供試材の組成、製品形状および熱処理条件を、Table 3.1-1 および Table 3.1-2 に示す。なお、供試材中のすべてのヒートはこれまで測定された12Cr系鋼⁽¹⁾⁽²⁾とは異なるヒートである。また、以下、本報においての鋼種の名称はTable 3.1-1 で示される略称にて記す。

3.2 測定項目および試験片寸法・形状

本研究における材料物性値測定の方法、測定温度および試験片寸法をTable 3.2-1 に示す。測定した材料物性値は、縦弾性係数、熱膨張率、密度、比熱および熱伝導率である。密度は室温の値を測定した。他の材料物性値の測定温度は、FBRにおける構造材料の使用温度を考慮し、室温から650℃までとした。各種試験における試験片形状をFig.3.2-1 に示す。縦弾性係数および熱膨張率は、1/2t(板厚中心)よりL方向が試験片の長手方向(長手方向が圧延方向)となるように、比熱と熱伝導率は、1/2t(板厚中心)より試験片の平面部がL方向と垂直になるように採取した。

Table 3.1-1 Chemical composition of the 12Cr steels used in this study

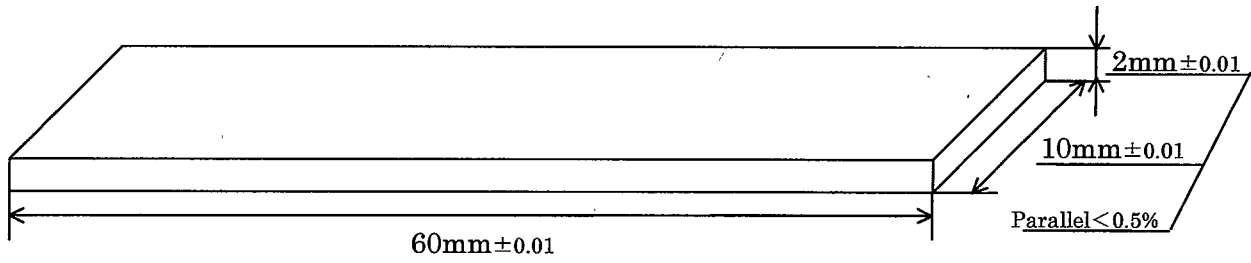
Material	Shape	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	W	Cu	V	Nb	N	B
11Cr-0.4Mo-2W (1.8W-52t)	Plate (52t)	0.11	0.26	0.54	0.018	0.001	10.53	0.31	0.32	1.79	0.95	0.19	0.062	0.057	0.0029
11Cr-0.4Mo-2W (1.8W-30t)	Plate (30t)	0.11	0.33	0.62	0.017	0.001	10.42	0.32	0.31	1.82	1.08	0.20	0.044	0.062	0.0030
10.2Cr-1.2Mo-0.35W (0.35W)	Plate (30t)	0.12	<0.01	0.49	0.006	0.004	10.25	0.72	1.20	0.35	0.02	0.20	0.059	0.027	—
11Cr-1Mo-0.3W ^(1a) (0.3W)	Forged (ϕ 80)	0.14	<	0.55	<	<	10.50	0.60	1.20	0.30	—	0.18	0.05	0.05	—
10.5Cr-1.5Mo-0W (0W)	Plate (30t)	0.13	0.07	0.59	0.004	0.001	10.35	0.72	1.46	<0.01	0.03	0.18	0.049	0.049	—

Table 3.1-2 Heat treatment of 12Cr steels used in this study

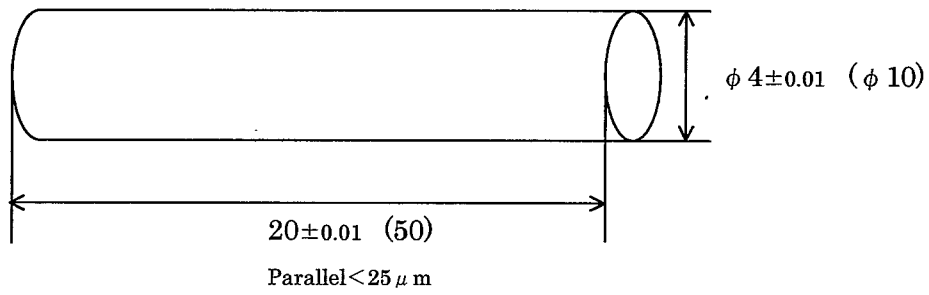
Materials	Normalizing	Tempering	Tempering 2	Tempering 3	Tempering 4
1.8W-52t	1050°C×1h AC	770°C×7h AC			
1.8W-30t	1050°C×1h AC	770°C×7h AC			
0.35W	1050°C×1h AC	720°C×2h AC			
0.3W	1050°C×2h 100°C/h	565°C×15h AC	665°C×45h FC		
0W	1090°C×34h OQ	550°C×37h FC	665°C×47h FC	700°C×30h FC	740°C×4h FC

Table 3.2-1 Physical property measurement method employed in this study

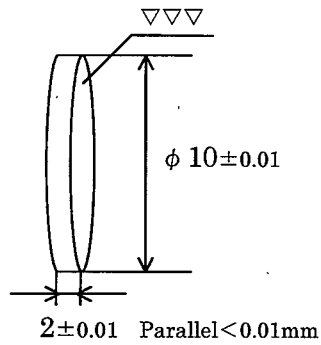
評価項目	試験方法	温度	実施数	試験片形状
密度	アルキメデス法	室温	1点×5試料	φ10×50mm
比熱・熱伝導率	レーザフラッシュ法	室温、100℃、200℃、 300℃、400℃、450℃、 500℃、550℃、600℃、 650℃	10点×5試料	φ10×2mm
熱膨張率	押し棒式変位検出法	室温、50℃～650℃ (25℃)	25点×5試料× 2形状	φ4×20mm
				φ10×50mm
縦弾性係数	自由共振法	室温、100℃、200℃、 300℃、400℃、450℃、 500℃、550℃、600℃、 650℃	1点×5試料	2×10×60mm



Young's modulus.



Thermal expansion



Specific heat and thermal conductivity

Fig.3.2-1 Shape and dimensions of the specimens to used in this study

4. 測定方法

4.1 縦弾性係数

縦弾性係数は、JIS Z 2280 の「金属材料の高温ヤング率測定試験方法」に基づき、日本テクノプラス(株)製 JE-HT 型弾性率測定試験装置(自由共振法)を用いて、Ar 中にて、設定温度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ で測定を行い、繰返し数5回の中央値3回の平均をもって測定値とした。

自由共振法による測定は、Fig.4.1.1 に示すような測定装置を用いて、共振周波数により縦弾性係数を求める。共振周波数の測定は、発信機の振動数を徐々に変化させ、これに応じて試験片が振動するように駆動力を加えながら検出を行う。検出は増幅された検出器の出力を用いて観察する。オシロスコープに明確な最大の振幅を生じ、かつ、オシロスコープでの発信機の出力と検出器の出力において、共振する周波数の最も低次のものが曲げ振動の一次共振振動数である。こうして求められる一次共振振動数より、次式により縦弾性係数を算出することができる。

$$E = 0.9467 \times \left(\frac{l}{h}\right)^3 \times \frac{m}{w} \times f \quad \dots(1)$$

ここで、E：縦弾性係数(N/mm²)

l：試験片長さ(m)

h：試験片厚さ(m)

m：質量(kg)

w：試験片幅(m)

f：共振法の一次共振振動数(s⁻¹)

JIS Z 2280 では、吊線駆動式によるとしているが、本研究における測定装置では、節部(端部より 0.224×全長)を細線により保持し、相対した電極との間に交番電気クロン力をかけて駆動し、非接触の検出器より検出を行うものである。これにより従来の吊線駆動・検出方式に比較し高精度、高分解能で共振周波数の検出が可能となる。

4.2 熱膨張率

熱膨張率測定は、JIS R 1618 の「ファインセラミックスの熱機械分析による熱膨張率の測定方法」に準じて、アルバック理工(株)製 DL-7000 型縦型熱膨張計($\phi 4 \times 20\text{mm}$)および同社 DLY9500 型横型熱膨張系($\phi 10 \times 50\text{mm}$)を用いて、Ar 中にて、設定温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ で行った。今回は、基準となる室温を 30°C に制御し、昇温速度を $5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ とした。両試験機ともに押し棒式変位検出法により熱膨張率を測定するもので、棒状の試験片を検出器に取付け、電気炉により試験片を昇温した時の棒状試験片の伸びの変化を、

検出棒により差動変圧器で計測するものである。測定原理を Fig.4.2-1 に示す。このようにして得られた伸びの変化より、温度 $T_1 \sim T_2$ 間における熱膨張率、平均膨張係数および瞬時熱膨張係数は、以下の計算を用いて算出できる。

$$\frac{\Delta L_{sp}}{L_0} = \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m} + \Delta L_{ref}}{L_0} \quad \dots(2)$$

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m}}{L_0 \times \Delta T} + \bar{\alpha}_{ref} \quad \dots(3)$$

$$\bar{\alpha}_{in,i} = \lim_{T \rightarrow 0} \sum_{i=1}^n \frac{\Delta L_{sp,i}}{L_0} T_i \quad \dots(4)$$

ΔL_{sp} : 試験片の長さ変化(m)

L_0 : 室温での試験片長さ(m)

$\Delta L_{sp,m}$: 試験片を測定したときの T_1, T_2 における変位計の指示値の差(m)

$\Delta L_{ref,m}$: 参照試料と同一材質、同一寸法の試験片を測定した時の T_1, T_2 における変位計の指示値の差(m)

ΔL_{ref} : $T_1 \sim T_2$ 間の参照試料の長さ変化(m)

$\bar{\alpha}$: $T_1 \sim T_2$ 間の試験片の平均線膨張係数(K^{-1})

ΔT : $T_2 - T_1$ 、試験片の温度変化

$\bar{\alpha}_{ref}$: $\Delta L_{ref} / (L_0 \times \Delta T)$ 。 $T_1 \sim T_2$ 間の参照試料の平均熱膨張率(K^{-1})

$\bar{\alpha}_{in,i}$: T_i における瞬時熱膨張係数(K^{-1})

$\Delta L_{sp,i}$: T_i における試験片長さ変化(m)

4.3 密度

密度は、JIS K 0061 の「化学製品の密度および比重測定方法」に基づき、熱膨張試験片($\phi 10 \times 50 \text{mm}$)を用いて、室温にて、(株)島津製作所製 AEU-210 型電子天びんを用いてアルキメデス法にて測定し、繰返し数 3 回の平均値をもって測定値とした。

本研究で用いた、アルキメデス法において、密度は、以下の計算により算出できる。

$$\rho = \frac{W_1}{W_1 - (W_2 - W_3)} \times \rho_{H_2O} \quad \dots(4)$$

W_1 : 空気中で試験片をひょう量して得た数値

W_2 : 試験片を液体中につったとき、ひょう量して得た数値

W_3 : 空気中でつり線をひょう量して得た数値

ρ_{H_2O} : 測定温度における水の密度

4.4 比熱および熱伝導率

比熱、熱伝導率は、JIS R 1611 の「ファインセラミックスのレーザフラッシュ法による熱拡散率、比熱容量、熱伝導率試験方法」に基づき、アルバック理工(株)製 TC-7000 型熱定数測定装置により、真空中(10^{-5} torr)にて、設定温度 $\pm 3^\circ\text{C}$ で測定を行い、繰返し数 5 回の中央値 3 回の平均をもって測定値とした。

レーザフラッシュ法は、厚さ一定の平板試験片の片面にレーザ光を瞬時照射し、もう一方の面の温度応答を測定することで熱定数(熱拡散率、比熱容量、熱伝導率)を測定するというものである。レーザフラッシュ法の測定原理を Fig.4.4-1 に示す。本研究においては、レーザフラッシュ法で得られた温度履歴曲線より、比熱は比較法、熱伝導率はハーフタイム法を用いて、それぞれ以下の計算により算出した。

$$C_R = \frac{1}{m} \left(\frac{Q}{\Delta T_{0,R}} - C_2 m_2 - C_3 m_3 \right) \quad \dots(5)$$

$$C = \frac{\Delta T_{0,R}}{\Delta T_{0,T}} \times C_R \quad \dots(6)$$

C_R : 室温の比熱容量(J/(kg · K))

m : 試験片の室温における比熱容量(J/(kg · K))

Q : 吸収熱量(J) (参照試験片により求める)

$\Delta T_{0,R}$: 温度履歴曲線より求める外挿温度上昇 (K)

(Fig.4.4-2 参照)

$C_2 m_2$: 受光板における熱容量(J/K)

$C_3 m_3$: 接着剤の熱容量(J/K)

C : 比熱容量(J/(kg · K))

$\Delta T_{0,T}$: 試験温度での外挿温度

$$\alpha = \frac{1.388 \times k \times d^2}{t_{1/2}} \quad \dots(7)$$

α : 熱拡散率(m²/s)

k : 装置補正係数(参照試験片の校正試験により求める)

d : 試験片の厚さ(m)

$t_{1/2}$: 試験片の裏面の最高上昇温度 ΔT_m の1/2の温度に達するまでの時間(sec)

(Fig.4.4-2 参照)

$$\lambda = \alpha \times C \times \rho \quad \dots(8)$$

λ : 熱伝導率(W/m·K)

ρ : 密度(kg/m³)

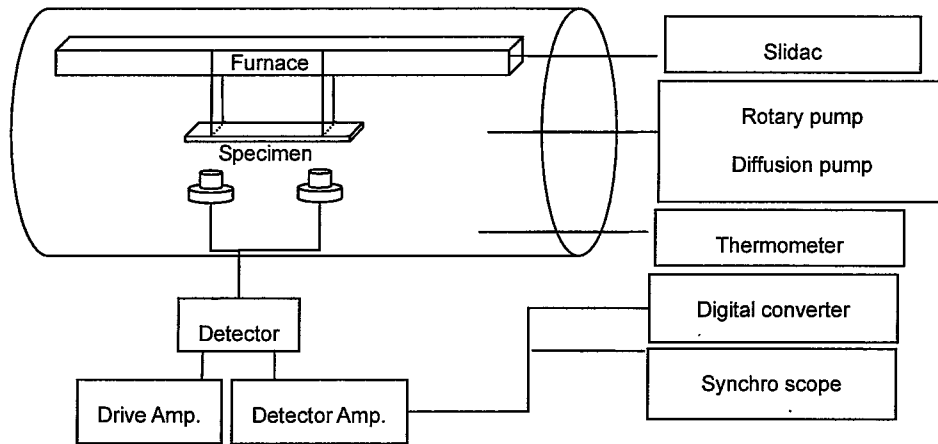


Fig.4.1.1 Measurement method of Young's modulus (free vibration method).

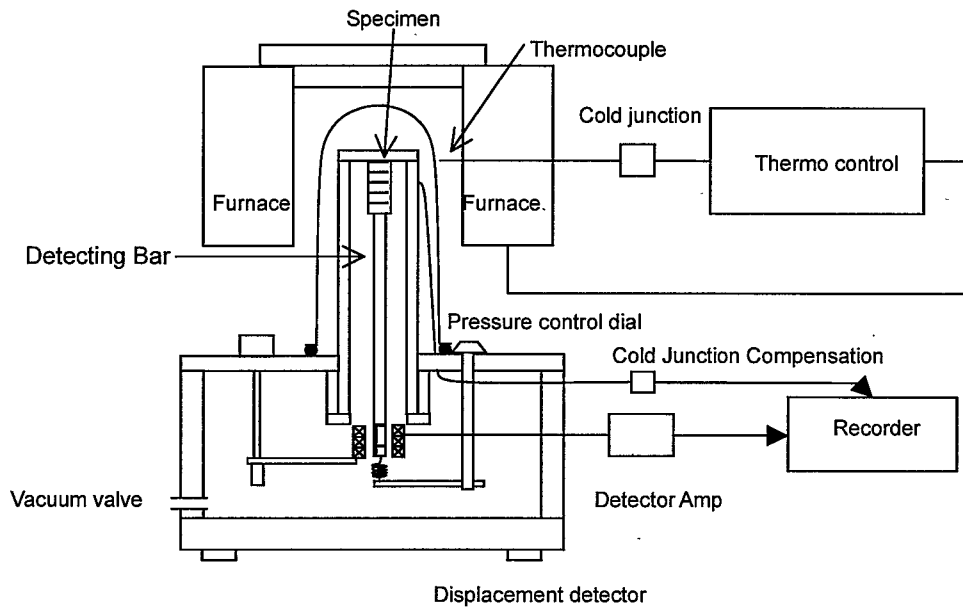


Fig.4.2.1 Measurement method of thermal expansion.

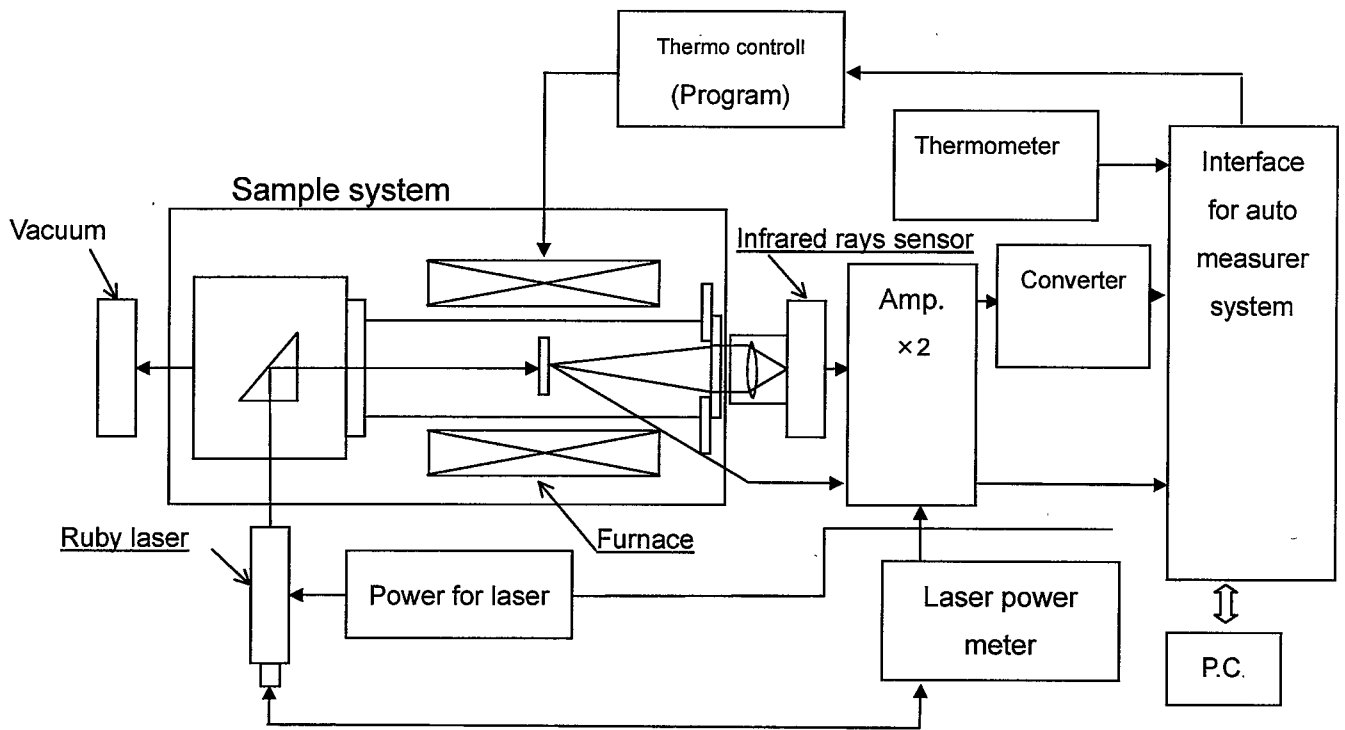


Fig.4.4-1 Measurement method of specific heat and thermal conductivity

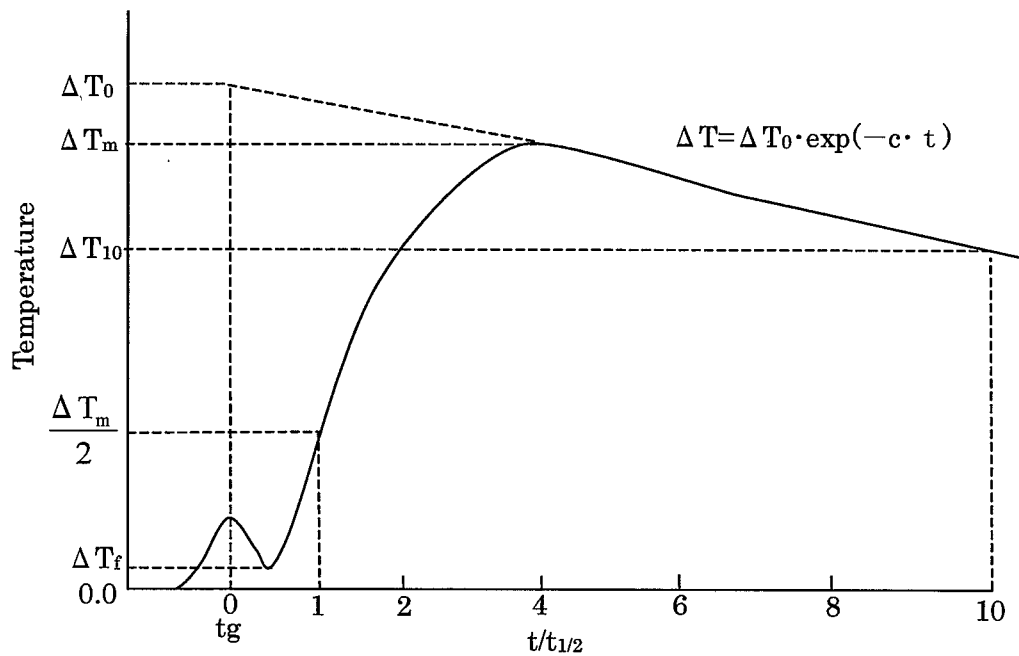


Fig.4.4-2 Normalized rear face temperature rise by laser pulse flash.

5. 測定結果および考察

5.1 縦弾性係数

5.1.1 自由共振法と片持ち共振法による縦弾性係数の相違

本研究における縦弾性係数の測定結果を Table 5.1-1 に示す。Fig.5.1-1 には、測定結果を、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より算出した中央値および予測上下限とあわせて示す (Appendix I, 1-1)。

また図中には、HCM12A 鋼の文献値⁽⁶⁾、および 12Cr 系鋼に相当する材料の「発電用原子力設備に関する構造等の技術基準」(昭和 55 年通商産業省告示第 501 号、以下、告示 501 号という。)ならびに ASME B&PV code⁽⁶⁾における縦弾性係数値もあわせて示す。ただし、告示 501 号において、12Cr 系鋼に相当するものは、「オーステナイト系以外のステンレス鋼」であり、ASME B&PV code⁽⁶⁾でのそれは、「12Cr-1Al、13Cr、15Cr、17Cr」である。なお、これらの値に関する検討は、5.5 に記す。

本研究のみの測定結果では、縦弾性係数のヒート間のばらつきは、±2%程度であった。しかしながら、Fig.5.1-1 に示されるように、600°C以上において、今回測定を行った縦弾性係数の値は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より算出した予測上下限よりも大きい値を示した。これは本研究の測定手法が、これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾で用いた手法と、異なることが要因であると考えられる。すなわち、このような相違は、これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾では縦弾性係数を片持ち共振法を採用しているのに対し、本研究では自由共振法を採用していることに起因すると考えられる。片持ち共振法に関しては、これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾における報告を参照されたい。

これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾では、自由共振法に比較し測定が容易で、剛性率も同時に測定ができることから片持ち共振法⁽⁷⁾を採用している。ただし、片持ち共振法は、国内外で規格化等はなされていないため、本研究では採用せず、JIS Z 2280 や ASTM E 1876 等にて規格化されている自由共振法を採用した。

縦弾性係数測定に関しては、このように、同じ横共振法であるが、結果として、Fig.5.1-1 には 2 種類の測定手法による結果が示されることとなった。そこで、測定手法の相違が測定結果に及ぼす影響を調査するために、本研究において最も大きな縦弾性係数を示した 0.3W の同じ試験片に対して、日本テクノプラス^(株)製 EG-HT 型弾性率測定試験装置を用いて、片持ち共振法による試験を実施し、その比較を行った。結果を Table 5.1-2 および Fig.5.1-2 に示す。なお、Table 5.1-2 中にはそれぞれの実験において得られた共振周波数も同時に示す。Fig.5.1-2 に示されるように、片持ち共振法では、500°C以上で、自由共振法に比較して、小さい値を示す。これは、共振周波数の小さい片持ち共振法では、測定のひずみ速度が小さく、擬弾性状態が生じるため、応力とひずみにヒステリシスを生じ、見かけの縦弾性係数が小さくなるためであると考えられる⁽⁸⁾。片持ち共振法による縦弾性係数測定と同時に、

内部摩擦を測定した結果を、Fig.5.1-3 に示す。0.3W の試験結果において、高温域では、温度の上昇に伴い、指数関数的に内部摩擦が上昇していることから、擬弾性状態が、片持ち共振法と自由共振法の高温での縦弾性係数の差を生み出しているといえる⁽⁴⁾⁽⁹⁾。内部摩擦の測定結果より、自由共振法による方がより材料固有の値に近いと考えられる。そこで、著者らは、Table 5.1-3 に、自由共振法により得られた今回の測定結果のみを温度に関する 4 次式で近似して示し、これを 12Cr 系鋼の縦弾性係数として使用することを推奨する。

5.1.2 縦弾性係数の統計評価

これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾および本研究により得られた結果を基に、12Cr 系鋼 8 ヒートにおける縦弾性係数の測定結果のばらつきを評価した。ばらつきの評価に際しては、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾予測上下限を算出した際(Appendix I, 1-1)と同様に、各々の温度における測定結果を規格化することにより行った。すなわち、測定値を、最小二乗法を用いて温度の関数として n 次式で近似し、その近似式より求まる当該温度の中心値で、測定結果を規格化し、そのばらつきを評価した。Fig.5.1-3 に、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾と本研究での測定結果の計 8 ヒートで行われたすべての測定結果を、 n 次式で近似した場合の近似次数と R^2 値の関係を示す。4 次式による近似により、 R^2 はほぼ飽和することから、4 次の近似式により測定値を規格化した。また、その規格化したデータに対して、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行い、正規分布への適合性を確認した。

上記の手順により片持ち共振法と自由共振法の区別を行わずに、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行った際の、正規分布との適合性を Fig.5.1-4 に示す。Fig.5.1-4 に示されるように、正規分布への適合性は高いとは言えない。D 値も 0.173 と、Table A 2.1 に示される 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=98)$ に対する有意水準 5%の棄却限界値よりも大きいことから、この分布が正規分布に従うとは言えない。

次に、片持ち共振法および自由共振法それぞれ別々に同様の手順で、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行った結果を、Fig.5.1-5 および Fig.5.1-6 に示す。このように各々の測定手法では、正規分布に対する当てはめ性は高い。D 値もそれぞれ 0.0991 と 0.0995 であり、Table A 2.1 に示される 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定表におけるそれぞれの $n(=53, 45)$ に対する有意水準 5%の棄却限界値より小さいことから、それぞれ正規分布に従うと考えられる。このことから、片持ち共振法と自由共振法の測定手法による縦弾性係数の相違は有意であることがわかる。

5.2 熱膨張率

本研究により得られた熱膨張率より、瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数を算出した。ただし、100℃以下のデータは、データ整理の対象から除外した。これは、初期の試験片寸法が、約 20mm で、その測定精度が、10 μ m なのに対して、100℃未満での熱膨張率は 0.1%以下であり、これは 10 μ m オーダーの変位となり、初期の試験片寸法の測定誤差の影響を大きく受けるためである (Appendix III参照)。

瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数においても、縦弾性係数と同様のばらつきの評価を、12Cr 系鋼 8 ヒートの測定結果をもとに行った。また、それぞれの測定結果を示す図中には HCM12A 鋼の文献値^⑥、および 12Cr 系鋼に相当する材料の告示 501 号ならびに ASME B&PV code^⑥における瞬時/平均熱膨張係数値もあわせて示す。ただし、告示 501 号で、12Cr 系鋼に相当するものは、「オーステナイト系以外のステンレス鋼」であり、ASME B&PV code^⑥でのそれは、「12Cr、12Cr-1Al、13Cr、13Cr-4Ni」である。なお、これら値に関する検討は、縦弾性係数と同様に 5.5 に記す。

5.2.1 瞬時熱膨張係数の統計評価

本研究により得られた瞬時熱膨張係数を、Table 5.2-1 に示す。Fig.5.2-1 には、測定結果を、これまでの測定結果^{①②}より算出した中央値および予測上下限とあわせて示す (Appendix I, 1.2.1)。

瞬時熱膨張係数は、各々のヒートにおける熱膨張率と温度の関係を、最小二乗法を用いて温度に関する 4 次式で近似し、その微分より算出した。Fig.5.2-1 に示されるように今回の測定結果より算出した瞬時熱膨張係数は、これまでの測定結果^{①②}より求めた予測上下限值内であった。

Fig.5.2-2 に、温度に関する n 次式近似を行った際の当てはめ性を示す。ただし、瞬時熱膨張係数においては、これまでの測定結果^{①②}より予測上下限を算出した際と同様に、熱膨張率を n 次式で、温度に関する近似式とし、それを微分した n-1 次式をもって、瞬時熱膨張係数を表す式とした。

Fig.5.2-2 より、瞬時熱膨張係数は、温度に関する 3 次式にて瞬時熱膨張係数を表すこととし、これをもって各々の温度における値を規格化した。Fig.5.2-3 に瞬時熱膨張係数の 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行った際の、正規分布への適合性を示す。検定の結果、瞬時熱膨張係数における D 値は 0.0967 であり、Table A 2.1 に示される 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定表における n(=168)に対する有意水準 5%の棄却限界値よりも小さいことから、この分布は正規分布に従うと考えられる。

5.2.2 平均熱膨張係数の統計的評価

本研究により得られた平均熱膨張係数を、Table 5.2-2 に示す。Fig.5.2-4 には、

測定結果を、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より算出した中央値、予測上下限とあわせて示す(Appendix I, 1-2-2)。

Fig.5.2-4 に示されるように今回の測定結果より算出した平均熱膨張係数は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測の上下限値の範囲内であった。

Fig.5.2-5 に、最小二乗法により温度に関する n 次式で近似を行った際の当てはめ性を示す。平均熱膨張係数においても、Fig.5.2-5 より、温度に関する 4 次近似で、 R^2 値がほぼ飽和することから、温度に関する 4 次近似をもって、各々の温度における値を規格化した。Fig.5.2-6 に平均熱膨張係数の 1 標本コルモゴロフスミルノフを行った際の、正規分布への適合性を示す。検定の結果、平均熱膨張係数における D 値は 0.0771 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=140)$ に対する有意水準 5% の棄却限界値よりも小さいことから、この分布は、正規分布に従うと考えられる。

5.2.3 熱膨張係数に与える試験片寸法の影響

これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾では、基本的な測定原理や手法は同等であるものの、試験片寸法に相違が見られる。加藤ら⁽¹⁾は、 $\phi 10 \times 50 \text{mm}$ の試験片を用いているのに対し、安藤ら⁽²⁾は、 $\phi 4 \times 20 \text{mm}$ の試験片を用いている。本研究においては、各種試験規格に基づいて、 $\phi 4 \times 20 \text{mm}$ の試験片を採用することとした(Table 5.2-3)。しかしながら、熱膨張率に与える試験片寸法の影響を評価するために、 $\phi 10 \times 50 \text{mm}$ の試験片をそれぞれのヒートより作製し、熱膨張率を測定した。

Fig.5.2-7 および Fig.5.2-8 に、 $\phi 10 \times 50 \text{mm}$ の熱膨張率測定結果より算出した瞬時熱膨張係数、および平均熱膨張係数の結果を示す。平均熱膨張係数および瞬時熱膨張係数とも、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上限よりも大きい値となった。これは試験片全体の均熱状況に起因すると考えられる。すなわち、 $\phi 10 \times 50 \text{mm}$ という比較的大型の試験片では、今回の昇温条件($5^\circ\text{C}/\text{min.}$)では、試験片長手方向および径方向に温度勾配が生じ、結果として今回のような測定結果が得られたものと考えられる。以上の結果、 $\phi 4 \times 20 \text{mm}$ の試験片により得られた熱膨張率が、材料固有の値に近いと考え、これらを基に、5.2.1 および 5.2.2 と同様の手順で瞬間／平均熱膨張係数を求め Table 5.2-3 に示した。著者らはこれを 12Cr 系鋼の瞬間／平均熱膨張係数として使用することを推奨する。

5.3 密度

5.3.1 密度の統計評価

本研究により得られた密度を Table 5.3-1 に示す。密度においては、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾および本研究により得られた結果の平均値により、測定値を規格化することで、12Cr 系鋼 8 ヒートにおける密度のばらつきの検討を、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定により行った。Fig.5.3-1 にその際の正規分布の適合性を示す。検定の結果、密度における D 値は 0.1207 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=9)$ に対する有意水準 5%の棄却限界値よりも小さく、この分布は正規分布に従うと考えられる。

これまで得られたすべての 12Cr 系鋼の密度の平均値を Table 5.3-2 に示す。著者らはこれを 12Cr 系鋼の密度として使用することを推奨する。

5.4 比熱および熱伝導率

5.4.1 比熱および熱伝導率の統計評価

本研究により得られた比熱および熱伝導率の測定結果を Table 5.4-1 および Table 5.4-2 に示す。また、それらを、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より算出した中央値、予測上下限とともに Fig.5.4-1 および Fig.5.4-2 にそれぞれ示す(Appendix I, 1-4)。なお、図中には、HCM12A 鋼の文献値⁽⁵⁾および ASME B&PV code⁽⁶⁾における値もあわせて示す。ASME B&PV code⁽⁶⁾で 12Cr 系鋼に相当するのは、縦弾性係数の項で述べたとおりである。

比熱は、1.8W-52t 材が、400°C 以上で、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より算出した予測上限を超える大きい値を示したものの、概ね予測上下限の範囲内であった。

また、熱伝導率は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より、400°C~650°C において若干小さい傾向が見られるものの、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上下限の範囲内であった。

比熱および熱伝導率に関しても、同等の手順によりこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾および本研究により得られた結果を用いて、12Cr 系鋼 9 ヒートの 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行った。Fig.5.4-1 および Fig.5.4-2 には、比熱および熱伝導率を、最小二乗法により温度に関する n 次式で近似した際の当てはめ性をそれぞれ示す。比熱および熱伝導率においても、Fig.5.4-1 および Fig.5.4-2 より、当てはめ性を示す R^2 値は、4 次近似によりほぼ飽和することから、温度に関する 4 次近似をもって、各々の温度における測定値を規格化した。Fig.5.4-3 および Fig.5.4-4 に比熱および熱伝導率の 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定を行った際の、正規分布との適合性をそれぞれ示す。検定の結果、比熱および熱伝導率における D 値は、それぞれ 0.0852、0.0943 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=92)$ に対する有意水準 5%の棄却限界値よりも小さく、この分布は

正規分布に従うと考えられる。

Table 5.4-3 には、温度に関する 4 次式により近似した際の温度と比熱および熱伝導率の関係を示す。著者らはこれを 12Cr 系鋼の比熱および熱伝導率として使用することを推奨する。

5.5 これまでの測定結果と文献値の検討

これまでの測定結果を整理した結果、平均傾向線(中央値)と、他の文献値^{⑤⑥}および告示 501 号での基準値には、違いがみられた。このことは加藤ら^④も指摘している。今回はこの指摘に基づき統計的手法を用いて、その相違が有意なのかを評価した。

告示 501 号および ASME B&PV code^⑥に示されている縦弾性係数および瞬間／平均熱膨張係数は、前述したように、必ずしも 12Cr 系鋼の値ではなく、やや広い範囲の化学成分の構造材料の代表値であるために、これまでの測定結果の中央値との間に差異が見られたものと考えられる。

一方、12Cr 系鋼の代表的な仕様の一つである HCM12A 鋼の文献値^⑤も、縦弾性係数は、これまでの測定結果より算出した予測下限よりも小さく、平均膨張係数および瞬時熱膨張係数は、予測下限より小さかった。さらに比熱は、予測上限よりかなり大きく、熱伝導率は、500℃以上で、予測上限を超える高い値を示した。そこで、HCM12A 鋼の文献値^⑤がなぜこのようなこれまでの測定結果と異なる熱的特性を示したのかを、HCM12A 鋼の文献値^⑤の測定を行った関係者などへの聞き取り等により調査した。その結果、以下のような理由が考えられた。

①測定手法の相違

HCM12A 鋼の文献値^⑤を求めた際の測定手法は、たとえば熱伝導率に関しては、本研究と同じレーザーフラッシュ法によるもので、熱膨張率に関しては、原理は、本研究と同じ押し棒式であるライツ熱膨張計を用いていることがわかった。しかしながら、試験片寸法や試験片採取方法に関する詳細は明らかにならなかった。また、HCM12A 鋼の文献値^⑤は、十数年前に測定されたもので、1 ヒートに対する 1 度の測定結果である可能性が高いことがわかった。

②Cr 組成の相違(HCM12A 仕様 Cr : 10.00~12.00)

HCM12A 鋼の物性値測定の行なわれた十数年前は、同鋼の開発初期にあたる。同鋼は圧肉大口径管に適用するため開発されたが、薄肉伝熱管に適用するため、耐食性向上を目的に Cr 量を高くした材料も製品化された。安藤ら^②によれば、材料物性値は、Cr 含有量と相関があることから、同じ HCM12A 鋼の仕様であっても約 2%の Cr 量の相違があり、これが材料物性値の差を生み出した可能性がある。

③相組織の相違

上記②で述べたように、開発初期においては、高いCr量を含有するHCM12A鋼が存在した。Cr当量⁽¹⁰⁾が大きくなると、材料の基本組織は、これまでの測定に用いたマルテンサイト単相とは異なり、 δ フェライトをマルテンサイト中に含む2相組織となる。このことから、これまでの測定でも用いた12Cr系鋼と、文献⁽⁶⁾で測定に用いられたHCM12A鋼の相組織が異なっている可能性がある。

上記の検討の結果より、文献値⁽⁶⁾およびASME B&PV codeでの値⁽⁶⁾は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾とは母集団が異なることが明らかである。従来、構造材料の物性値は、代表値の例示に留まっており、FBR用材料強度基準⁽¹¹⁾⁽¹²⁾においても、他の機械的性質が、適切に選別されたデータベースを統計的に評価して与えられたのに対し、材料物性値は、限定されたデータに基づく代表値、言い換えれば、目安値として掲載されるに留まっていた。さらには、これらの金属材料の物性値の測定法のうち、熱膨張率、比熱および熱伝導率については、日本工業規格(JIS)で制定すらされておらず、縦弾性係数についても、共振法によるものと超音波法によるものが併用されているのが実状である。

このように、これまで構造材料の材料物性値は、それほど重視されることはなかった。このことが、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾、HCM12A鋼の文献値⁽⁶⁾およびASME B&PV codeでの値⁽⁶⁾における12Cr系鋼の材料物性値の間で相互に差異が生じる一因であったと考えられる。今後、FBRの実用化に向けて、高Crフェライト系鋼の材料物性値に着目し、それを最大限に活用するのであれば、標準測定手法や数値の取扱い方法に関しても、検討を行っていく必要があると考えられる。

Table 5.1-1 Measurement results of Young's modulus (N/mm²)

測定温度 (°C)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
25	213000	214000	215000	214000	214000
100	209000	211000	212000	212000	211000
200	203000	205000	207000	206000	205000
300	196000	197000	200000	199000	198000
400	188000	189000	192000	191000	189000
450	183000	184000	187000	187000	185000
500	178000	179000	182000	182000	180000
550	172000	173000	177000	176000	174000
600	165000	166000	170000	171000	168000
650	157000	159000	164000	164000	161000

Table 5.1-2 Measurement results of Young's modulus obtained by different techniques for 0.3W

測定温度 (°C)	共振周波数 (Hz)		縦弾性係数 (N/mm ²)	
	片持ち共振法	自由共振法	片持ち共振法	自由共振法
25	45.67	3102.6	215000	215000
100	45.34	3082.3	212000	212000
200	44.78	3041.4	207000	207000
300	44.07	2992.0	200000	200000
400	43.15	2927.4	192000	192000
450	42.61	2893.0	187000	187000
500	41.94	2855.8	181000	182000
550	41.11	2812.7	174000	177000
600	40.03	2760.4	165000	170000
650	38.61	2706.0	154000	164000

Table 5.1-3 Nominal Young's modulus (N/mm²)

温度(°C)	E (N/mm ²)
20	214000
50	213000
75	212000
100	211000
125	210000
150	208000
175	207000
200	205000
225	204000
250	202000
275	200000
300	198000
325	196000
350	194000
375	192000
400	190000
425	188000
450	185000
475	183000
500	180000
525	177000
550	174000
575	171000
600	168000
625	165000
650	161000

Table 5.2-1 Calculated results of instantaneous coefficient of thermal expansion

 $(\times 10^{-6} / ^\circ\text{C})$

温度 ($^\circ\text{C}$)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
30	10.2	10.2	10.1	10.0	9.8
75	10.6	10.7	10.7	10.6	10.6
100	10.8	10.9	10.9	10.9	10.8
125	11.0	11.1	11.1	11.1	11.1
150	11.2	11.4	11.3	11.3	11.3
200	11.5	11.8	11.7	11.7	11.7
225	11.7	11.9	11.9	11.9	11.9
250	11.9	12.1	12.0	12.0	12.1
275	12.1	12.3	12.2	12.2	12.2
300	12.2	12.4	12.3	12.3	12.4
325	12.4	12.6	12.5	12.5	12.5
350	12.5	12.7	12.6	12.6	12.6
375	12.7	12.9	12.8	12.7	12.7
400	12.8	13.0	12.9	12.9	12.9
425	13.0	13.1	13.0	13.0	13.0
450	13.1	13.2	13.2	13.1	13.1
475	13.2	13.3	13.3	13.2	13.2
500	13.3	13.4	13.4	13.4	13.4
525	13.4	13.4	13.5	13.5	13.5
550	13.5	13.5	13.6	13.6	13.6
575	13.5	13.5	13.7	13.8	13.8
600	13.5	13.5	13.8	14.0	14.0
625	13.6	13.6	13.9	14.1	14.1
650	13.6	13.6	14.0	14.3	14.3

Table 5.2-2 Calculated results of mean coefficient of thermal expansion ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)

温度 ($^{\circ}\text{C}$)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
30	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
75	—	—	—	—	—
100	—	—	—	—	—
125	10.5	10.6	10.6	10.5	10.6
150	10.7	10.8	10.8	10.7	10.6
200	10.8	10.9	10.9	10.8	10.8
225	10.9	11.0	11.0	11.0	10.9
250	11.0	11.2	11.1	11.1	11.0
275	11.0	11.2	11.2	11.1	11.2
300	11.2	11.3	11.3	11.3	11.3
325	11.2	11.5	11.4	11.3	11.3
350	11.4	11.5	11.5	11.4	11.4
375	11.4	11.6	11.5	11.5	11.6
400	11.5	11.7	11.6	11.6	11.6
425	11.6	11.8	11.7	11.6	11.7
450	11.7	11.8	11.8	11.7	11.7
475	11.8	11.9	11.9	11.8	11.8
500	11.8	12.0	11.9	11.9	11.9
525	11.9	12.1	12.0	12.0	12.0
550	12.0	12.1	12.1	12.1	12.1
575	12.1	12.2	12.2	12.1	12.2
600	12.1	12.3	12.2	12.2	12.2
625	12.2	12.3	12.3	12.3	12.3
650	12.2	12.4	12.4	12.4	12.4

Table 5.2-3 Specimen sizes used for thermal expansion measurement recommended
in some standards and used in some studies

規格	試験片寸法	規格名称
JIS R 1618	径が 5mm 程度の円または角柱 長さは、10 ないし 20mm	ファインセラミックスの熱機械分析による 熱膨張の測定法
JIS G 5511	測定装置によるものとするが、 $\phi 5 \times L20\text{mm}$ を標準とする。 (角材も可)	鉄系低熱膨張鋳造品
ASTM E 228	$\phi 5 \sim 10\text{mm}$ $L=25 \pm 0.1\text{mm}$	Linear Thermal Expansion of Solid Materials with a Vitreous Silica Dilatometer
ASTM E 831	$L=2 \sim 10\text{mm}$ (Lateral dimension < 10mm)	Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis
加藤ら ⁽¹⁾	$\phi 10 \times 50$	
安藤ら ⁽²⁾	$\phi 4 \times 20$	

Table 5.2-4 Nominal instantaneous and mean coefficient of thermal expansion
calculated ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)

温度($^{\circ}\text{C}$)	α_A	α_B
20	9.92	—
50	10.25	10.08
75	10.52	10.28
100	10.77	10.45
125	11.00	10.61
150	11.22	10.74
175	11.43	10.87
200	11.63	10.98
225	11.81	11.08
250	11.99	11.17
275	12.15	11.26
300	12.31	11.34
325	12.45	11.42
350	12.59	11.50
375	12.73	11.58
400	12.85	11.65
425	12.97	11.73
450	13.09	11.81
475	13.20	11.89
500	13.31	11.96
525	13.41	12.04
550	13.52	12.12
575	13.62	12.19
600	13.72	12.26
625	13.82	12.33
650	13.92	12.39

α_A : instantaneous coefficient of thermal expansion

α_B : mean coefficient of thermal expansion

Table 5.3-1 Measurement results of density (g/cm³)

温度(°C)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
RT	7.83	7.83	7.80	7.80	7.79

Table 5.3-2 Nominal density (g/cm³)

温度(°C)	ρ (g/cm ³)
RT	7.80

Table 5.4-1 Measurement results of specific heat ($J/g \cdot K$)

温度(°C)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
25	0.439	0.439	0.449	0.450	0.456
100	0.481	0.475	0.490	0.484	0.494
200	0.524	0.514	0.537	0.532	0.540
300	0.592	0.559	0.566	0.581	0.600
400	0.666	0.625	0.640	0.640	0.646
450	0.700	0.660	0.676	0.673	0.676
500	0.754	0.711	0.715	0.716	0.724
550	0.808	0.755	0.764	0.750	0.777
600	0.887	0.812	0.841	0.810	0.848
650	0.981	0.903	0.886	0.891	0.928

Table 5.4-2 Measurement results of thermal conductivity ($W/m \cdot K$)

温度(°C)	1.8W-52t	1.8W-30t	0.35W	0.3W	0W
20	20.79	20.91	24.62	24.83	25.95
100	22.31	22.46	26.35	25.67	26.90
200	23.79	23.80	27.32	26.72	27.65
300	25.69	24.91	27.10	27.50	28.81
400	27.26	26.22	28.44	28.13	28.76
450	27.94	26.95	29.10	28.72	29.11
500	28.88	27.77	29.15	29.14	29.75
550	29.39	27.97	29.50	28.79	29.96
600	29.79	27.82	29.90	28.49	30.08
650	29.54	28.00	28.33	28.39	29.47

Table 5.4-3 Nominal specific heat and thermal conductivity

温度(°C)	C (J/kg·K)	λ (W/m·K)
20	0.450	23.64
50	0.463	24.24
75	0.474	24.67
100	0.485	25.06
125	0.496	25.41
150	0.507	25.73
175	0.518	26.02
200	0.530	26.30
225	0.541	26.56
250	0.553	26.81
275	0.565	27.06
300	0.577	27.30
325	0.590	27.54
350	0.604	27.78
375	0.618	28.01
400	0.634	28.24
425	0.650	28.46
450	0.669	28.67
475	0.689	28.87
500	0.710	29.04
525	0.735	29.19
550	0.761	29.31
575	0.791	29.38
600	0.824	29.41
625	0.860	29.37
650	0.901	29.26

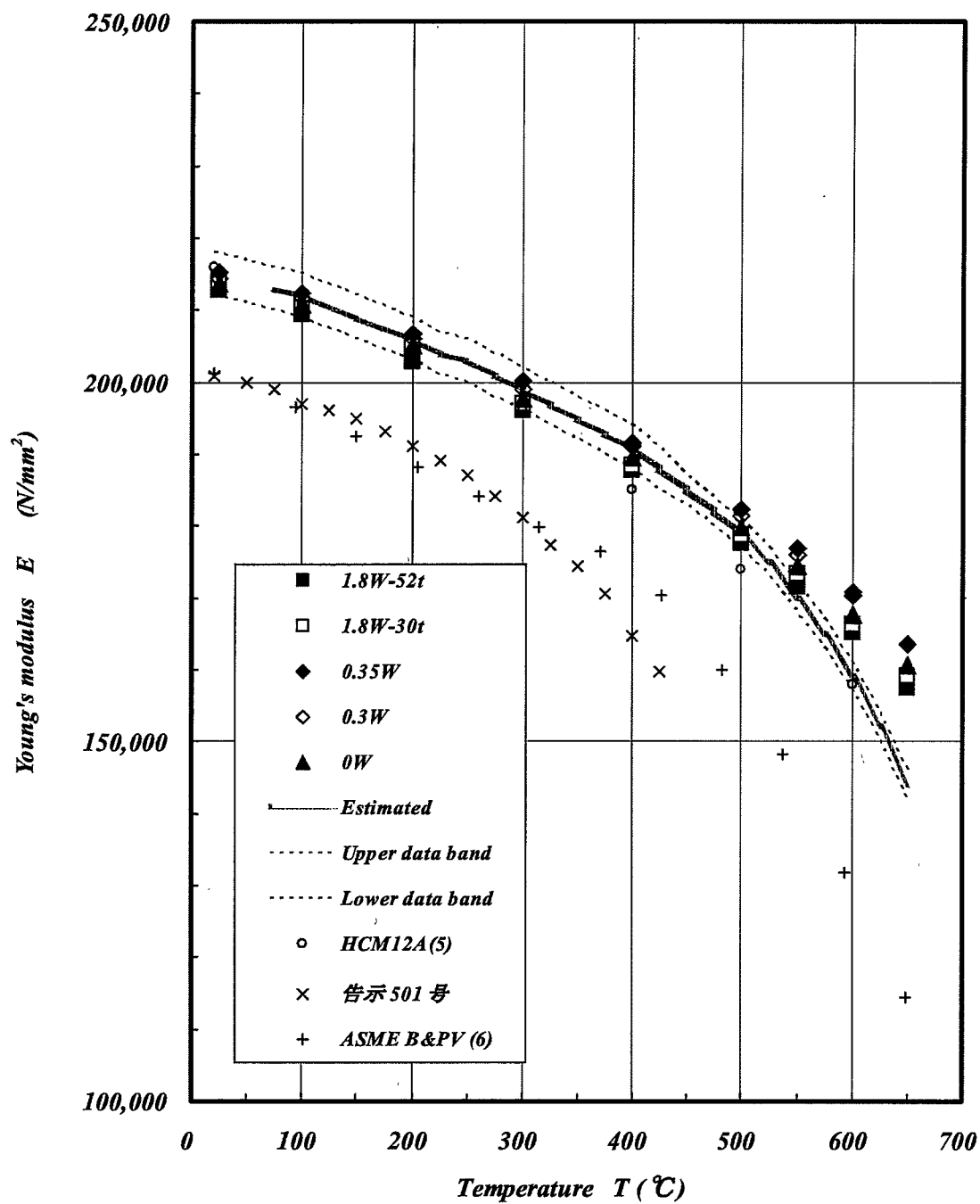


Fig.5.1-1 Relationships between Young's modulus and temperature

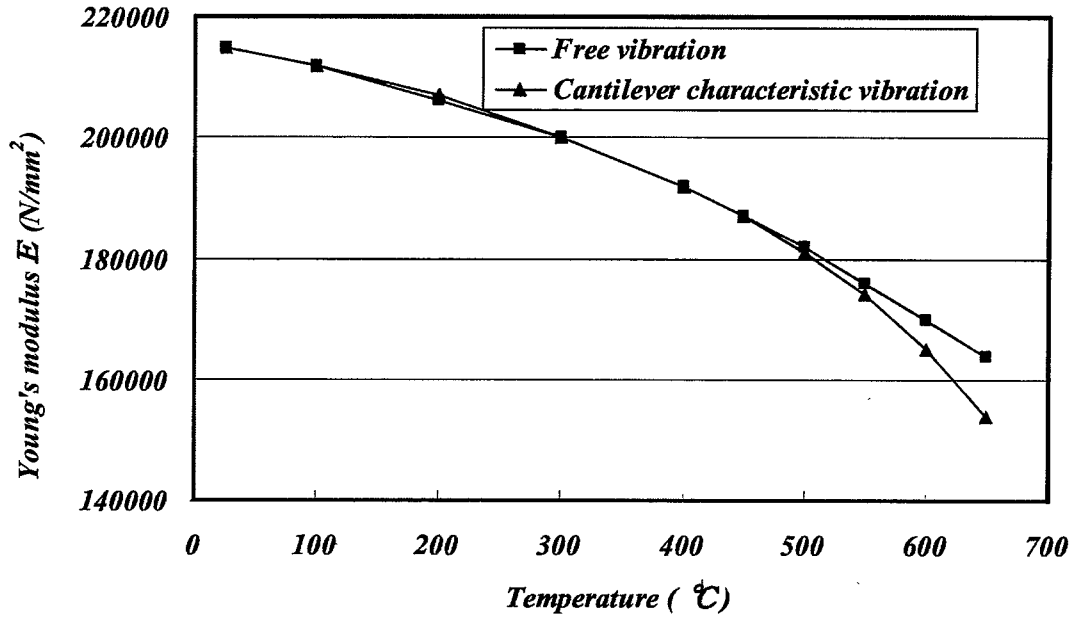


Fig.5.1-2 Influence of measurement method on the Young's modulus of 0.3W

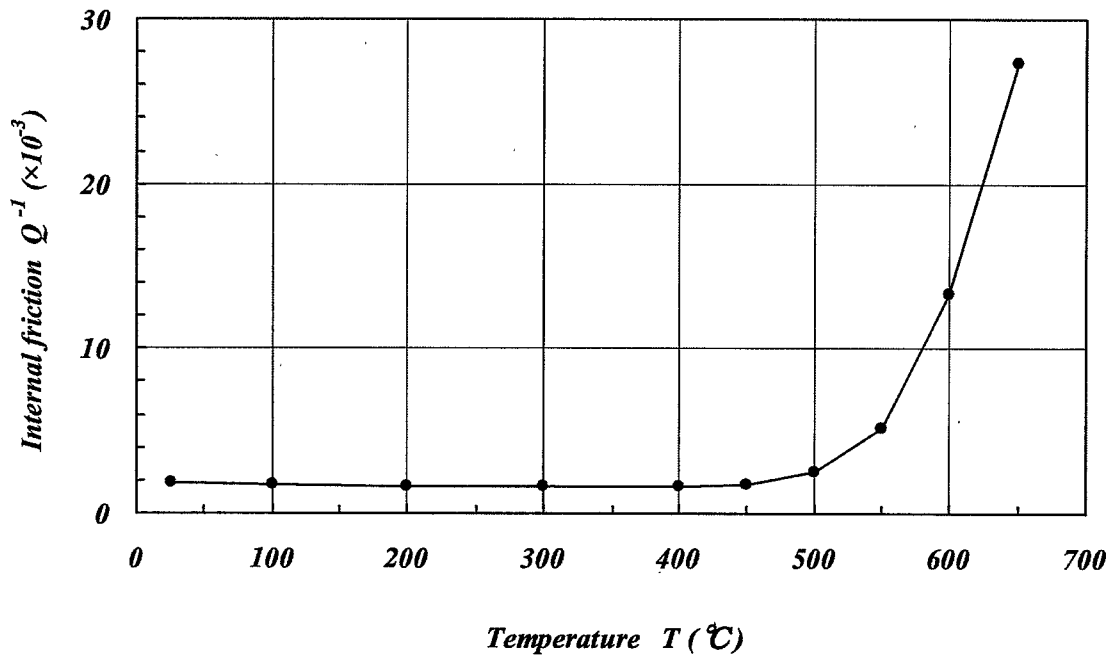


Fig.5.1-3 Internal friction observed in Young's modulus measurement of 0.3W

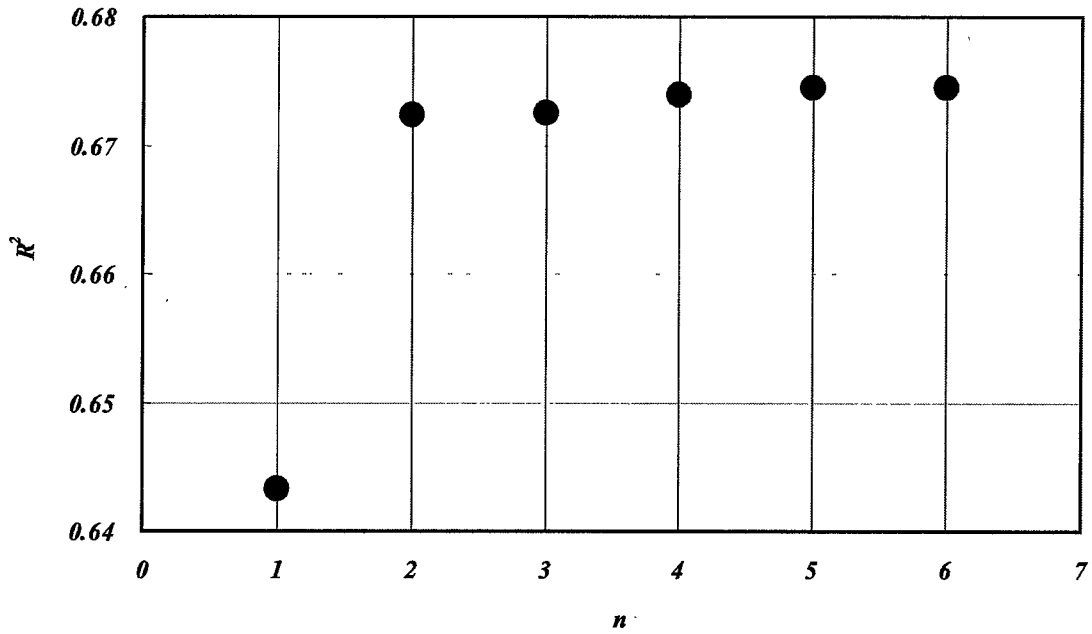


Fig.5.1-4 Relationship between the degree of polynomial approximation and R² for Young's modulus by all measurement

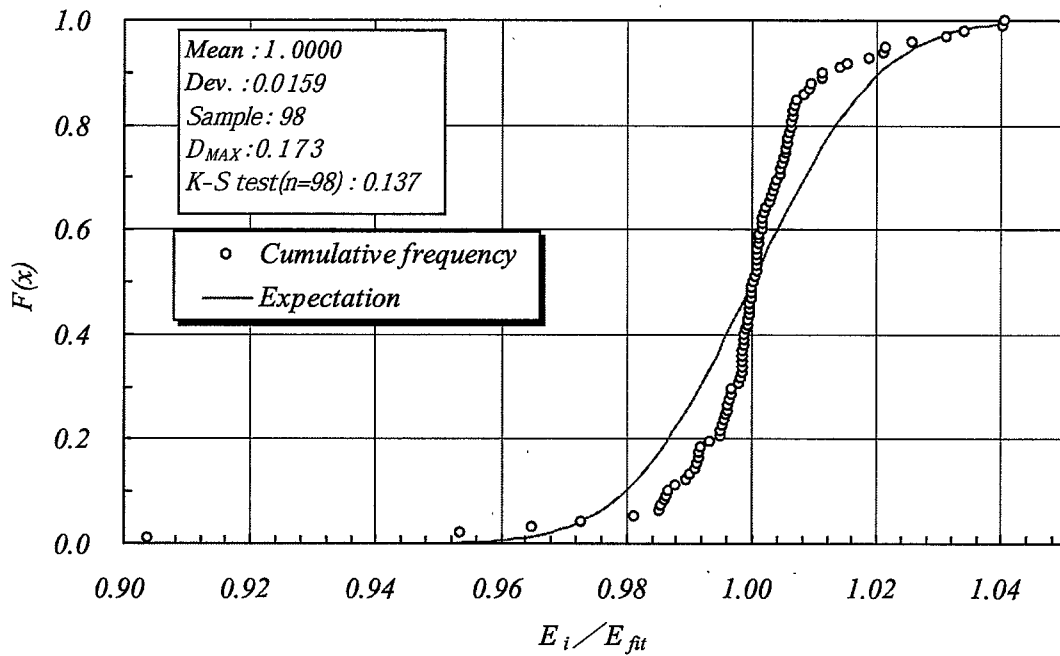


Fig.5.1-5 Conformity to the normal distribution of Young's modulus by all measurement

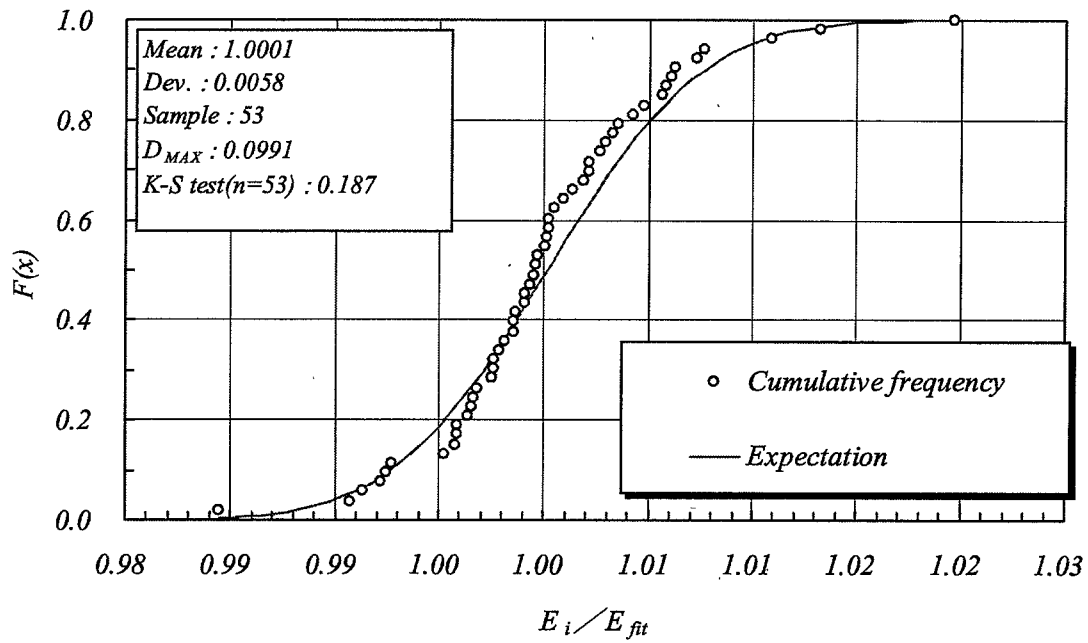


Fig.5.1-6 Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured by free vibration method

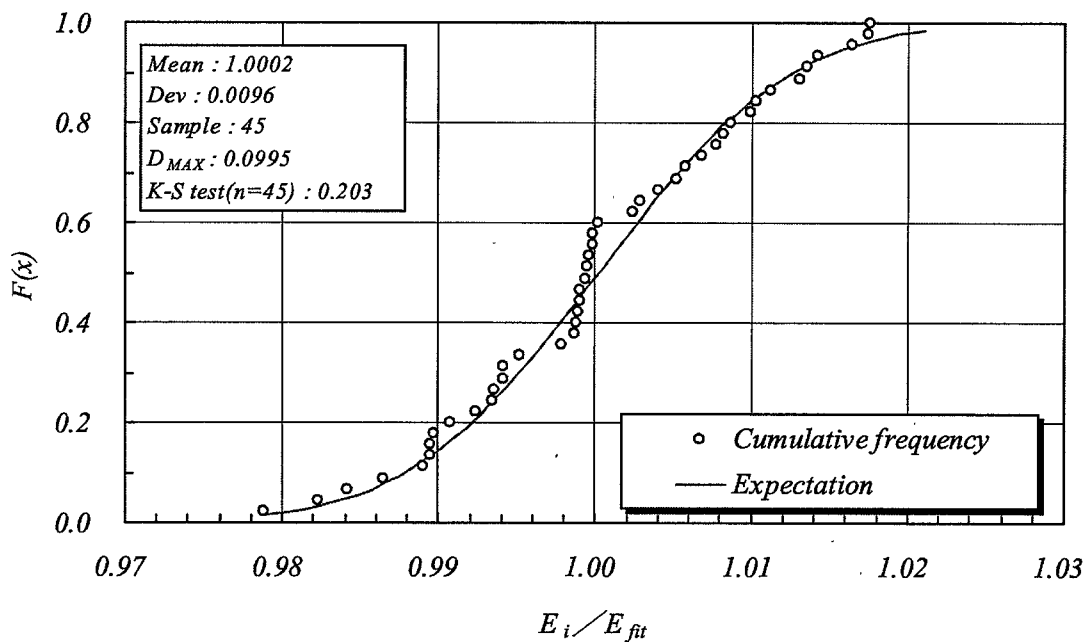


Fig.5.1-7 Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured by cantilever characteristic vibration method

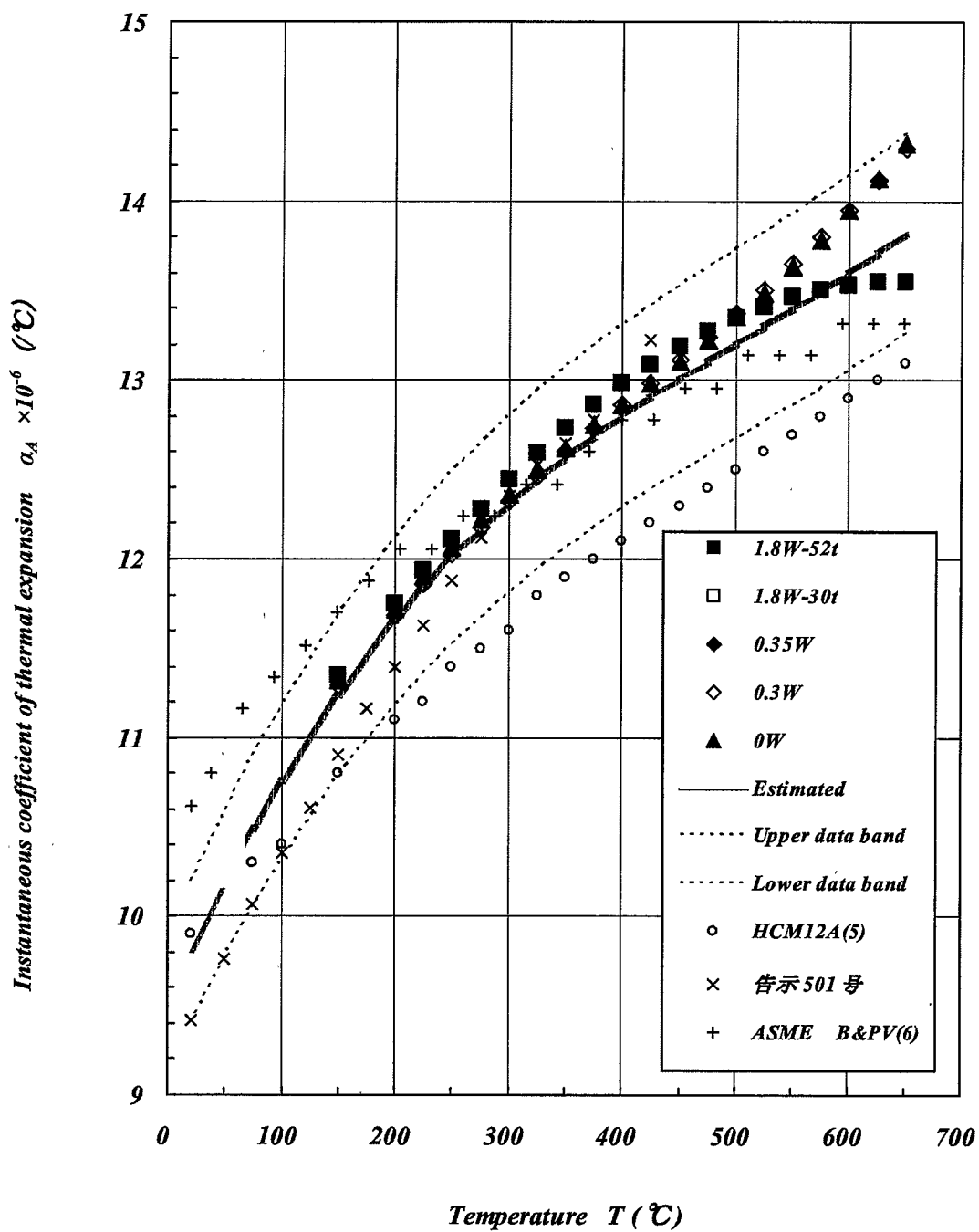


Fig.5.2-1 Relationships between instantaneous coefficient of thermal expansion and temperature.

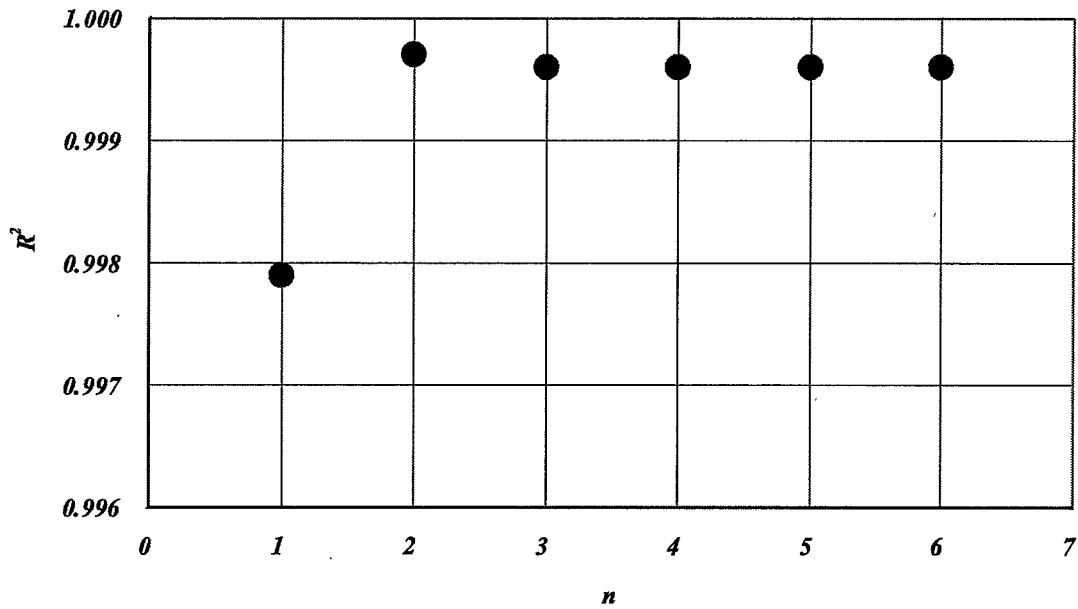


Fig.5.2-2 Relationship between the degree of polynomial approximation and R² for instantaneous coefficient of thermal expansion by all measurement

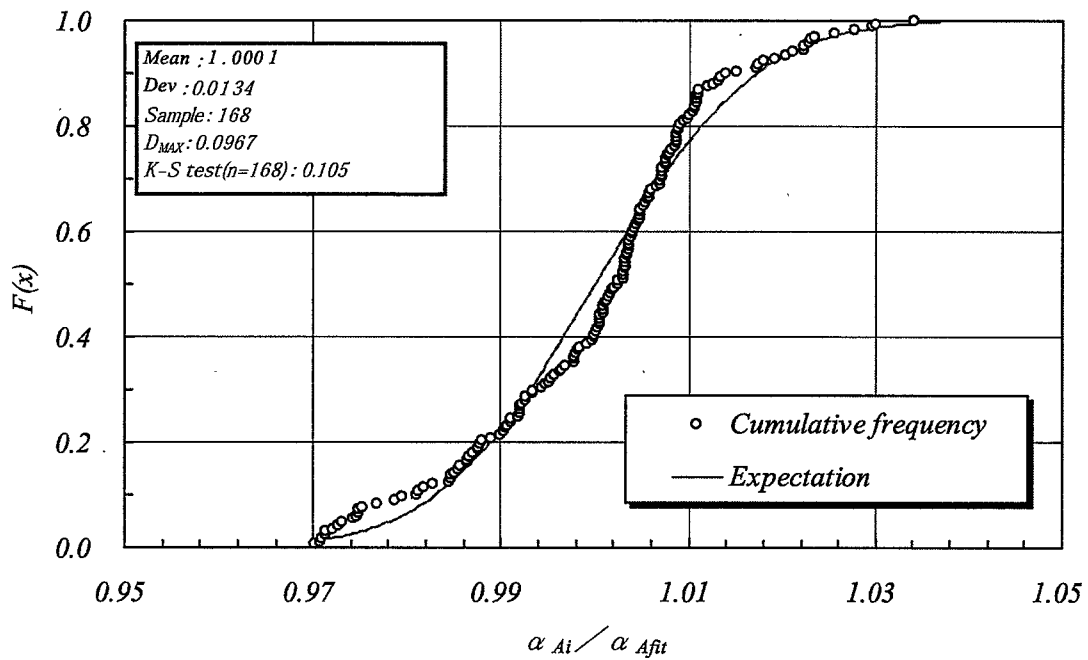


Fig.5.2-3 Conformity to the normal distribution instantaneous coefficient of thermal expansion by all measurement

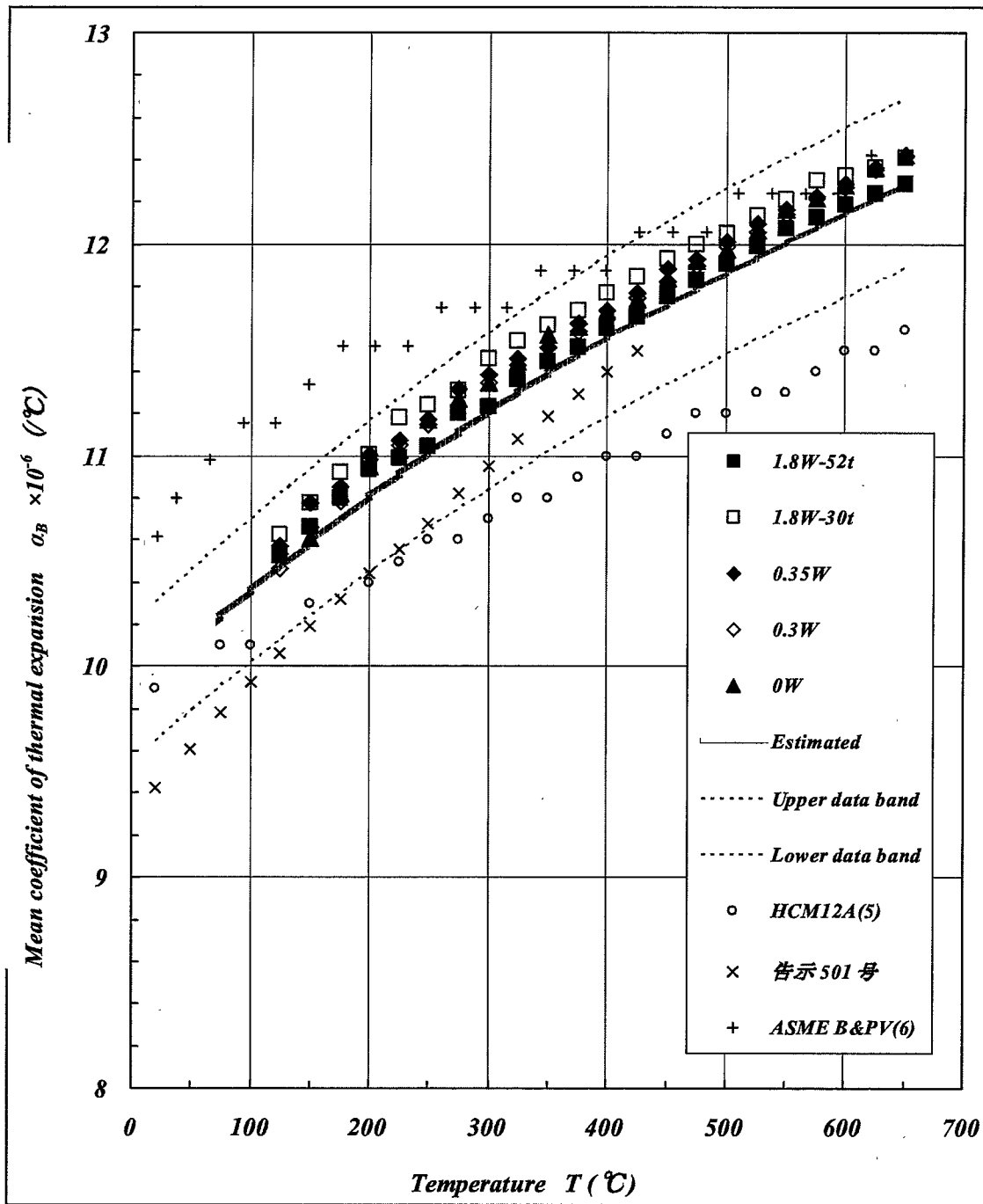


Fig.5.2-4 Relationships between mean coefficient of thermal expansion and temperature

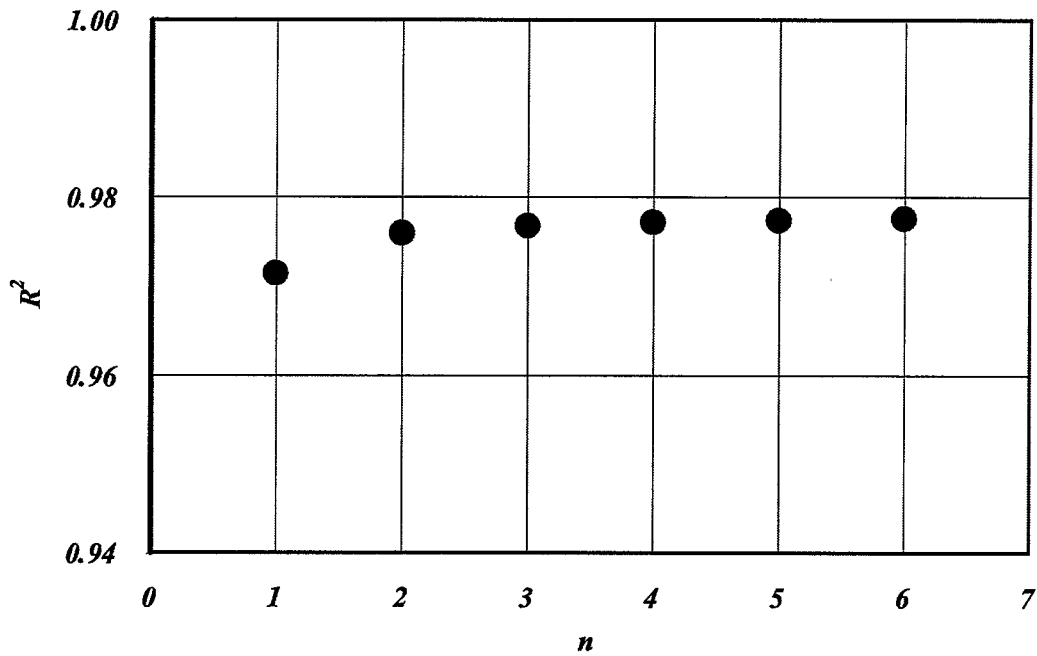


Fig.5.2-5 Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for mean coefficient of thermal expansion by all measurement

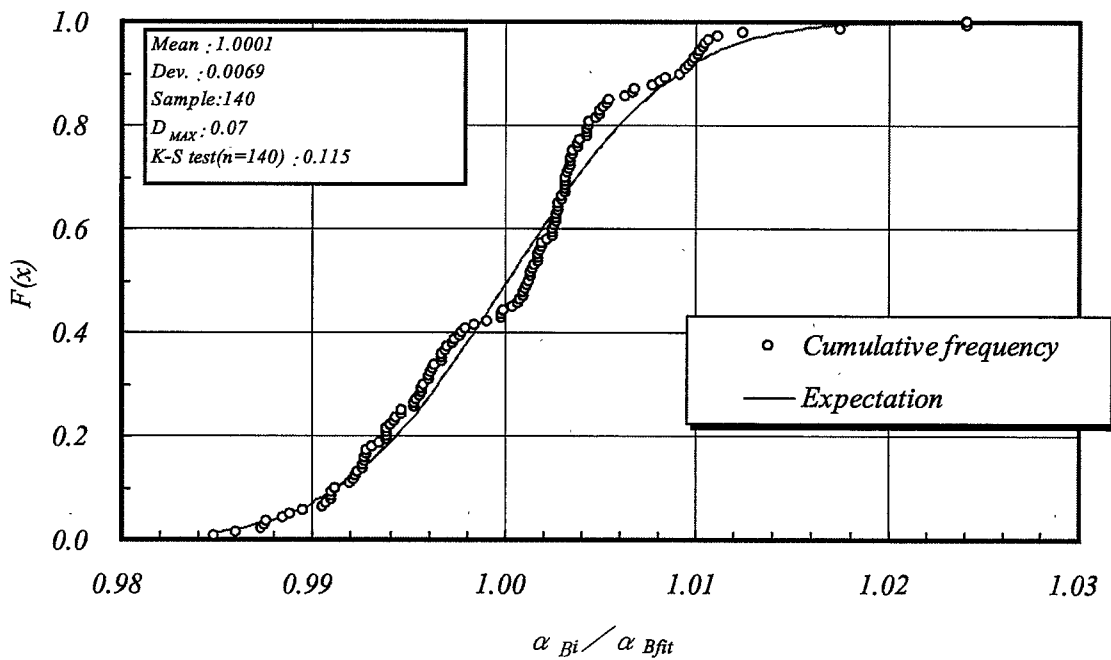


Fig.5.2-6 Conformity to the normal distribution of mean coefficient of linear expansion by all measurement

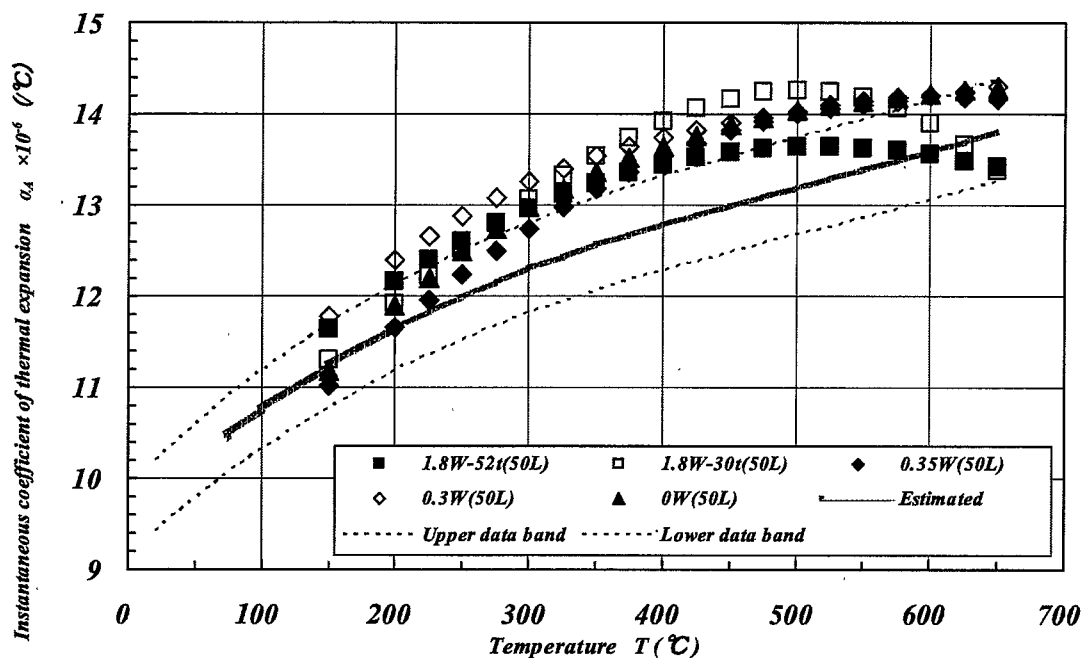


Fig.5.2-7 Relationships between instantaneous coefficient of thermal expansion and temperature measured by $\phi 10 \times 50\text{L}$ specimen

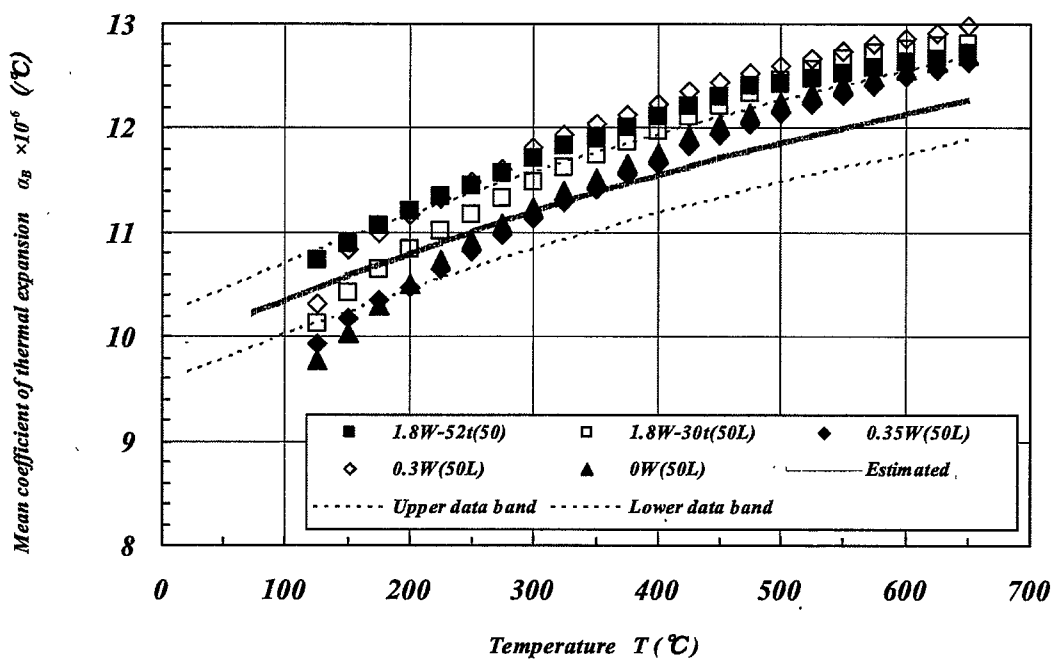


Fig.5.2-8 Relationships between mean coefficient of thermal expansion and temperature measured by $\phi 10 \times 50\text{L}$ specimen

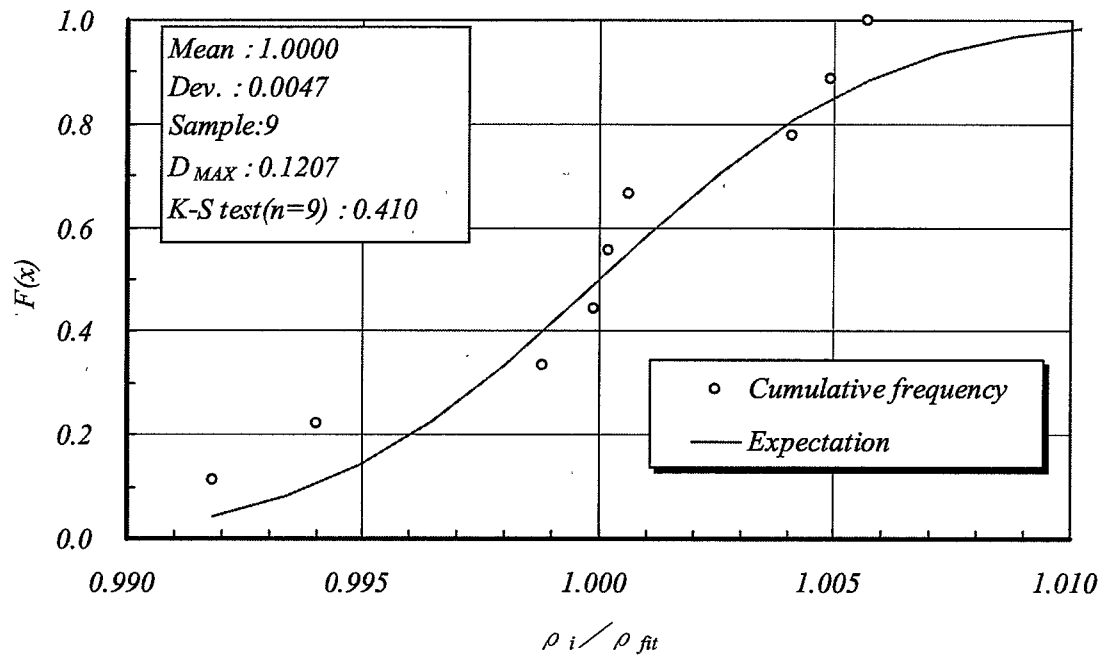


Fig.5.3-1 Conformity to the normal distribution of density by all measurement

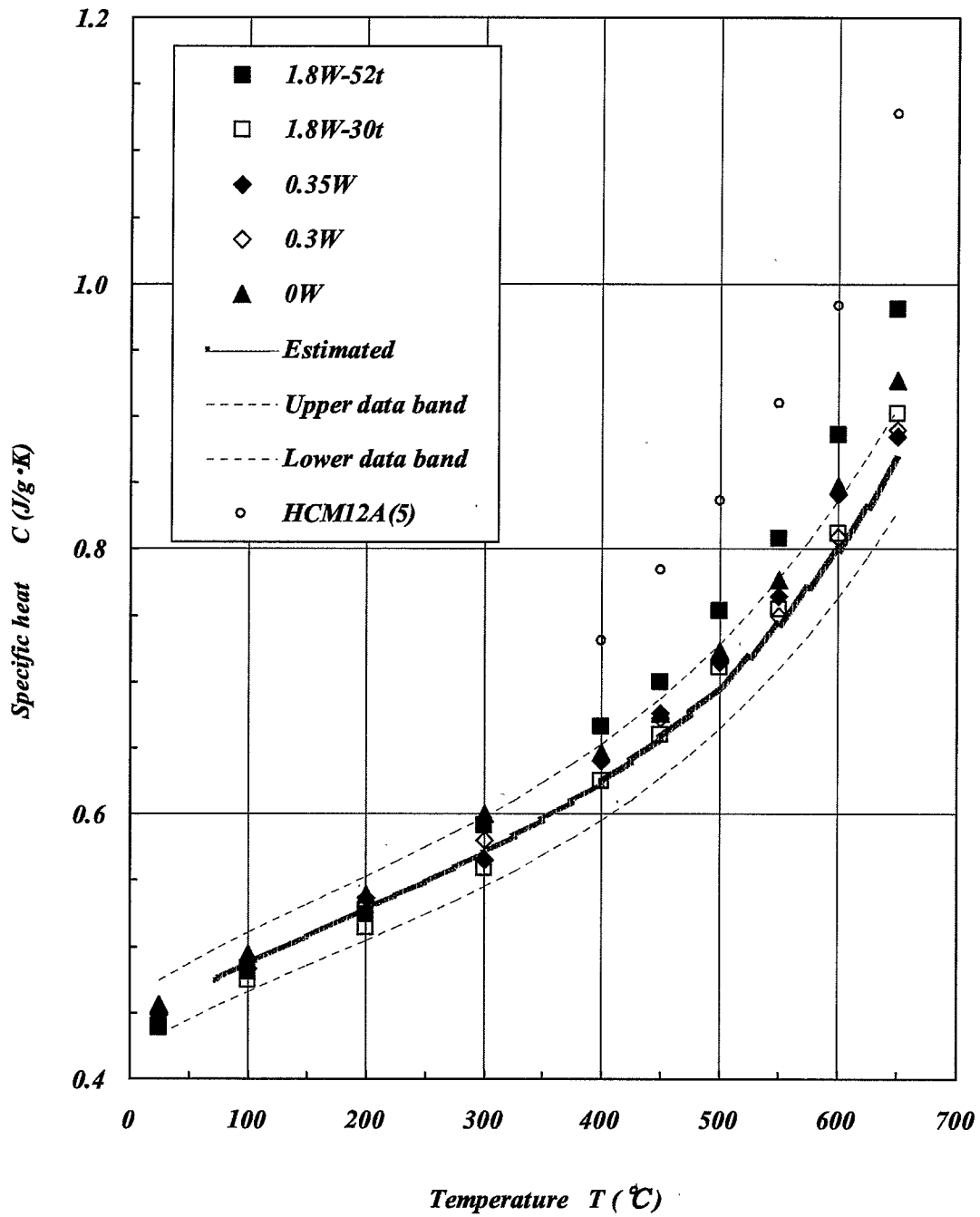


Fig.5.4-1 Relationships between specific heat and temperature

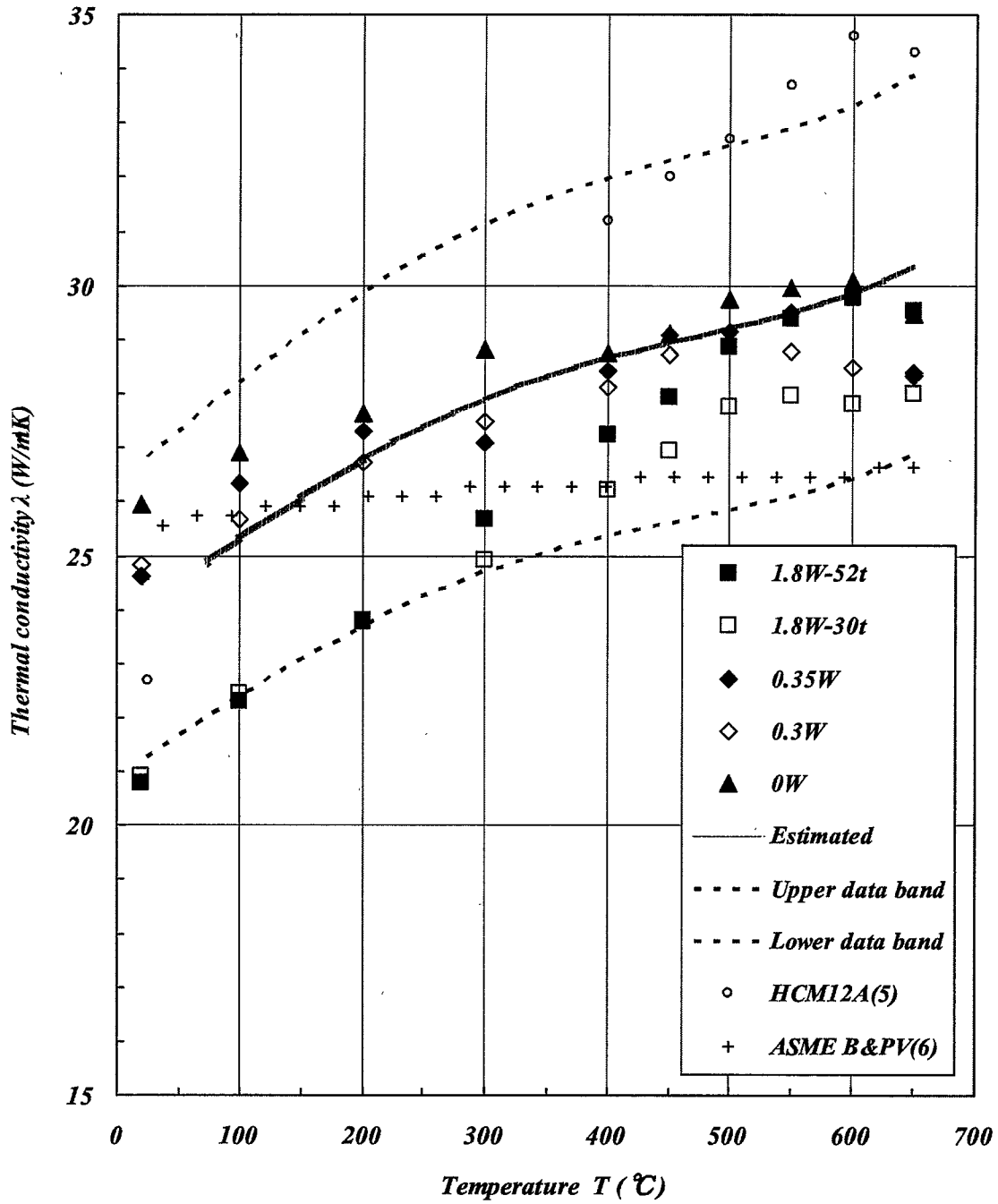


Fig.5.4-2 Relationships between thermal conductivity and temperature

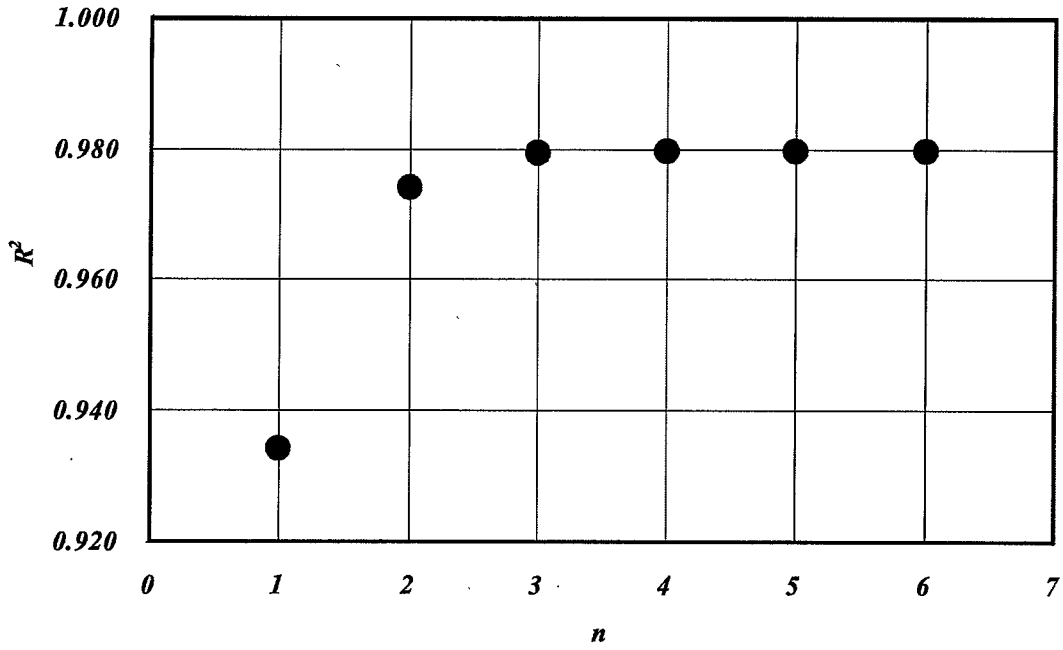


Fig.5.4-3 Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for specific heat by all measurement

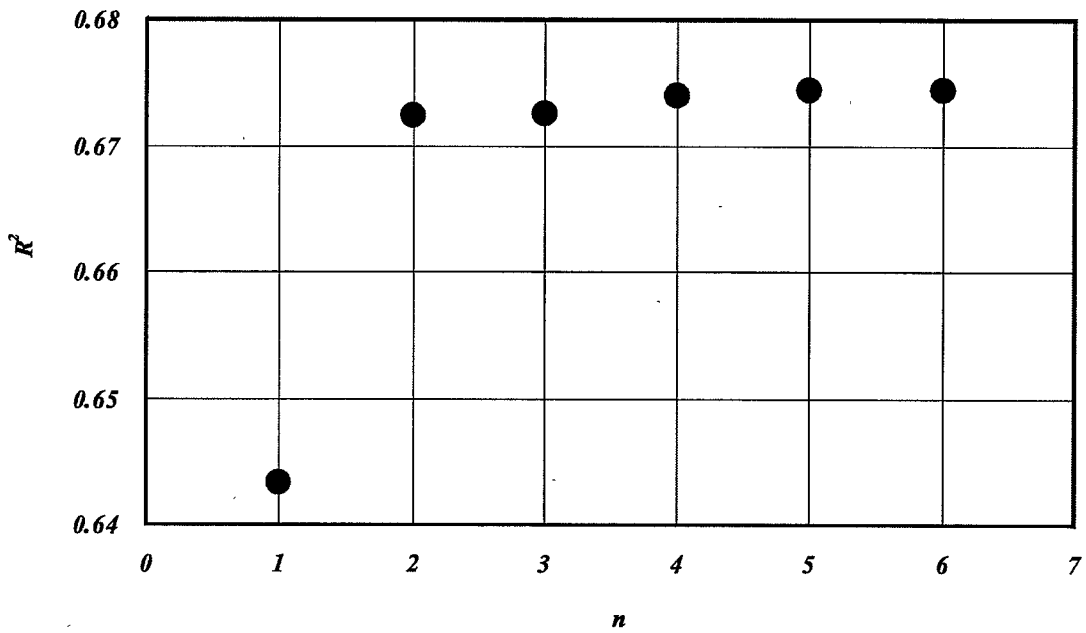


Fig.5.4-4 Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for thermal conductivity by all measurement

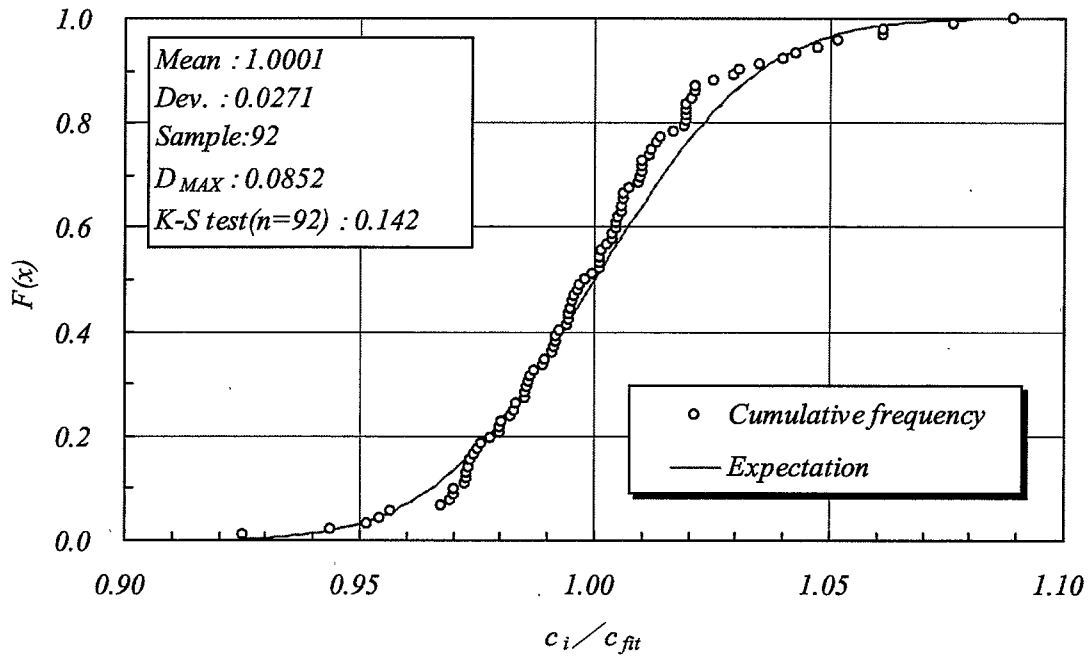


Fig.5.4-5 Conformity to the normal distribution of specific heat by all measurement

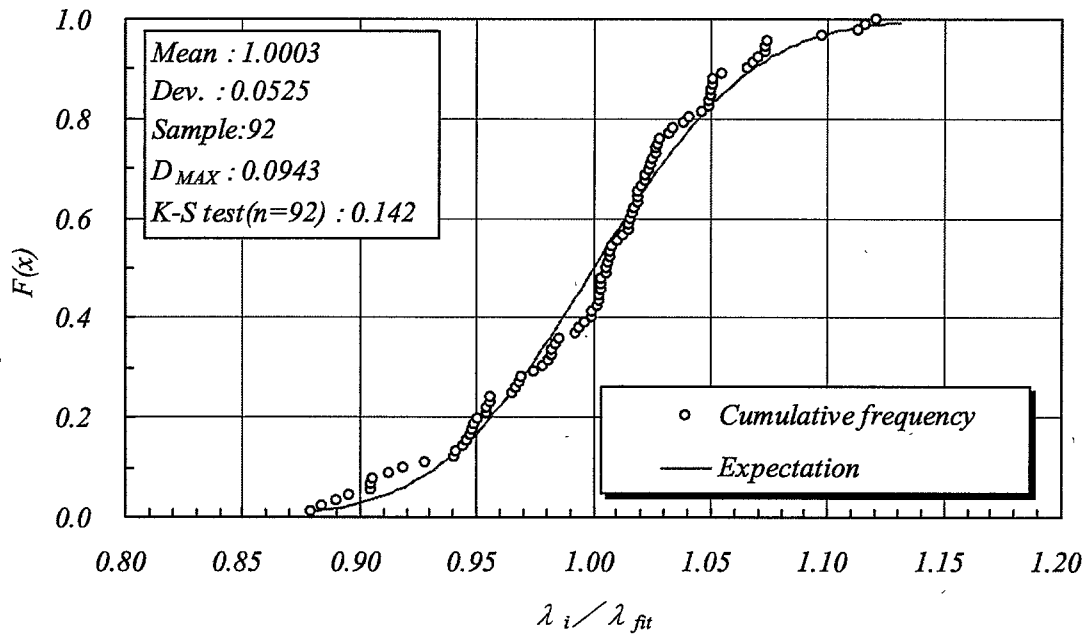


Fig.5.4-6 Conformity to the normal distribution thermal conductivity by all measurement

6. おわりに

現在、策定が検討されている高 Cr 鋼の材料強度基準に資することを目的として、以下に示す 12Cr 系鋼の 5 ヒートに対して材料物性値を測定し、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾(4 ヒート)とあわせて、ヒート間のばらつきの評価、検討を行った。また、縦弾性係数の測定手法が測定結果に及ぼす影響および熱膨張係数に与える試験片寸法の効果を調査した。

- ・ 11Cr-0.4Mo-2W(52t)
- ・ 11Cr-0.4Mo-2W(30t)
- ・ 10.2Cr-1.2Mo-0.35W
- ・ 11Cr-1Mo-0.3W⁽¹³⁾
- ・ 10.5Cr-1.5Mo-0W

その結果、以下のことが結論として示された。

- (1) 縦弾性係数は、600℃以上でこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上限より大きな値を示した。検討の結果、これは測定手法の相違によるものであり、これまでの測定⁽¹⁾⁽²⁾で用いられている片持ち共振法によるものよりも、本件で用いた自由共振法による方が、材料固有の値を得られることがわかった。そこで著者らは、自由共振法により今回得られた縦弾性係数を 12Cr 系鋼の値として使用することを推奨する。
- (2) 瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数は、試験片寸法 $\phi 4 \times 20\text{mm}$ の測定結果は、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾の値と良く一致し、すべてこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。なお、熱膨張係数に及ぼす試験片寸法の影響を調査することを目的に取得した、試験片寸法 $\phi 10 \times 50\text{mm}$ の測定結果は、瞬時熱膨張係数および平均熱膨張係数ともに、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾に比較し、大きな値となった。これは、今回の昇温速度では、試験片が均等に加熱されていなかったことが原因と考えられる。そこで著者らは $\phi 4 \times 20\text{mm}$ の試験片より得られた瞬間／平均熱膨張係数を、12Cr 系鋼の値として使用することを推奨する。
- (3) 比熱は、400℃以上において、1 ヒートが、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測上限を超える大きな値を示したものの、概ねこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。
- (4) 熱伝導率は、すべてこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾より求めた予測幅の範囲内であった。
- (5) 密度、比熱および熱伝導率は、従来の材料強度基準等において明示はされていないため、その取扱いには議論の余地があるが、著者らは、本報告書において、本件を含めたこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾を基に示した数値を 12Cr 系鋼の値として使用することが妥当であると考えられる。

- (6) 今回の測定結果と、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾の正規分布への適合性を、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定により調査した。検定の結果、瞬間熱膨張率、平均熱膨張率、密度、比熱および熱伝導率は、正規分布に従うと考えられた。また、縦弾性係数においても、測定手法毎に検定を行えば、同様に正規分布に従うと考えられた。

謝辞

本研究を進めるにあたり、素材のご提供を頂きました(株)日立製作所 祐川正之氏、後藤仁一郎氏、三菱重工業(株) 伊達新吾氏、大谷知未氏にはここに感謝の意を表します。住友金属テクノロジー(株) 榎木義淳氏、田中隆氏、奥山貞敏氏、荒川尚氏および要素技術開発部 新技術開発試験グループの加藤章一 副主任技術員には、多大なご協力およびご助言を頂きました。ありがとうございました。

参考文献

- (1)加藤ら、“高クロム鋼の材料特性試験(Ⅱ) HCM12A(2001年度材)の材料物性” JNC TN9400 2003-015、(2003)
- (2)安藤ら、“高クロムフェライト系高の材料物性に及ぼす Cr 量の影響” JNC TN9400 2003-022、(2003)
- (3)野中保雄“信頼性データのとり方、まとめ方”、日科技連出版社、(1983)
- (4)塩見弘“信頼性工学入門”、丸善、(1967)
- (5)核燃料サイクル開発機構、日本原子力発電株式会社、“高温構造設計高度化研究 [平成12年度共同研究報告書]”、(2002)
- (6)The American Society of Mechanical Engineers (ASME)、“ASME Section II Part D Subpart 2 Physical Properties Tables” (2001)
- (7)日本テクノプラス株式会社“片持ち共振法の特徴と応用”、NTP 便り、#2、(2002)
- (8)桜井ら、“ガスタービン動翼材単結晶合金の高温弾性係数測定”、金属、Vol.69、No.2、(1999)
- (9)岩永ら、“高温弾性率測定装置について”、住友金属、Vol.50、No.3、(1998)
- (10)榎木ら、“12%Cr系高強度ボイラ用鋼管(HCM12A)の開発(第1報)－HCM12A鋼管の諸特性および実缶仕様性能”、住友金属、Vol.47、p29-p38、(1995)
- (11)動力炉核燃料開発事業団、“解説 高速原型炉高温構造設計指針 材料強度基準等”、(1984)
- (12)日本原子力発電株式会社、“解説 高速増殖炉実証炉高温構造設計指針 材料強度基準等(案)”、(1999)
- (13)K.Hidaka et al. “DEVELOPMENT OF 12CR STEEL FOR 650°C USC STEAM TURBINE ROTORS “、Materials for Advanced Power Engineering Part I、p281、(1994)

Appendix I

1. これまでの測定結果の調査

1.1 縦弾性係数

縦弾性係数においては、試験片の採取方向による有意差は見られなかったと報告されている⁽¹⁾ことから、すべての採用値において圧延方向（L方向）を長手方向として測定した値を代表値として用い、圧延直角方向（C方向）を長手方向として測定した値はデータ整理の対象より除外した。Table A 1.1.1 にこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾で用いられた12Cr系鋼の組成、製品形状および熱処理条件を示す。

Fig.A.1.1-1 に、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾における縦弾性係数と温度の関係を最小二乗法により n 次式近似した際の当てはめ性を示す。Fig.A.1.1-1 に示されるように、当てはめ性を示す R² 値は、4 次近似ではほぼ飽和している。このことから、縦弾性係数については温度に関する 4 次式で近似することとした。

4 次式で近似することにより求められた当該温度における中心値で、各測定値を規格化し、そのばらつきを評価した。規格化された縦弾性係数の値は、正規分布に従うと仮定し、片側確率 99% 点の値を求めた。なお、正規分布への適合性は、Fig.A.1.1-2 に示すように 1 標本コルモゴロフ・スミルノフ検定により確認した。検定の結果、規格化された縦弾性係数における D 値(Appendix II の(2)式参照)は 0.099 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフ・スミルノフ検定表における n(=53) に対する有意水準 5% の棄却限界値よりも小さいことから、この分布は、正規分布に従うと考えられる。1 標本コルモゴロフ・スミルノフ検定については、Appendix II を参照されたい。

このようにして、それぞれ上下の片側確率 99% 点、すなわち $\mu \pm 2.326\sigma$ (μ : 平均値、 σ : 標準偏差) の値を、4 次の近似式により算出された値に乗じることで、これまでの測定結果から推定される縦弾性係数の予測上下限とした。その結果を Table A 1.1-2 に示す。これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾と同じ母集団より取得された測定結果であれば、この予測上下限の範囲に 99% の確率で分布すると考えられる。

1.2 熱膨張係数

熱膨張係数に関しても、縦弾性係数と同様、12Cr 系鋼におけるこれまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾の整理を行った。ただし、熱膨張係数においては、加藤ら⁽¹⁾の報告における 100°C 未満の値は、測定誤差が大きいと述べていることから、ここではデータ整理の対象から除外した。その理由を Appendix III に示す。

また、加藤らの報告⁽¹⁾によれば、熱膨張率測定において試験片の採取方向による有意差は見られなかったことから、すべての測定結果において圧延方向 (L 方向) を試験片の長手方向とする測定値を代表値として用いることとし、圧延直角方向 (C 方向) を試験片の長手方向とする測定値はデータ整理の対象から除外した。

1.2.1 瞬時熱膨張係数

本研究においては、熱膨張率と温度の関係を、最小二乗法により n 次式で、近似し、それを微分した $n-1$ 次式をもって、各温度における瞬時熱膨張係数を計算した。これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾を n 次式で近似した際の当てはめ性を Fig.A.1.2-1 に示す。熱膨張率に対する当てはめ性を示す R^2 値は、4 次近似でほぼ飽和していることから、熱膨張率を温度に関する 4 次式にて近似し、瞬時熱膨張係数は、その 1 回微分である温度に関する 3 次式にて近似することとした。また、縦弾性係数と同手順により、各温度における値を、前述の近似式を用いて規格化し、ばらつきを評価した。1 標本コルモゴロフスミルノフ検定による正規分布への適合性を Fig.A.1.2-2 に、これまでの測定結果から推定される縦弾性係数の予測上限と予測下限を Table A 1.2-1 に示す。検定の結果、瞬時熱膨張係数における D 値は 0.0145 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=80)$ に対する有意水準 5% の棄却限界値よりも小さいことから、この分布は、正規分布に従うと考えられる。

1.2.2 平均熱膨張係数

Fig.A.1.2-4 に、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾における平均熱膨張係数と温度の関係を、最小二乗法により n 次式で近似した際の当てはめ性を示す。Fig.A.1.2-4 に示されるように、当てはめ性を示す R^2 値は、4 次近似でほぼ飽和していることから、4 次式にて近似することとした。また、1 標本コルモゴロフスミルノフ検定による正規分布への適合性を Fig.A.1.2-5 に、これまでの測定結果から推定される平均熱膨張係数の予測上限と予測下限を Table A 1.2-2 に示す。検定の結果、平均熱膨張係数における D 値は 0.213 であり、Table A 2.1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=74)$ に対する有意水準 5% の棄却限界値よりも大きい。このことから、正規分布に適合することは棄却され、正規分布を持つ母集団より採取された標本ではないと考えられた。これは、Fig.A.1.2-5 に示されるとおり、平均値周辺 (中心値付近) に非常に多くのデータが集まっていることに起因していると考えられる。

すなわち、平均熱膨張係数に関しては、高温度域においては、大きなばらつきは認められないのに対し、低温度域においては、測定誤差に起因すると考えられる大きなばらつきが見られるためであると考えられる。これは、Appendix IIIに示すように、低温では、寸法精度および温度に起因する相対誤差が大きいためである。このことは、これまでの測定結果⁽¹⁾⁽²⁾のうち、200℃以下の値を削除して、上記と同様の検定を行うと、有意水準 5%で採択されることからわかる。厳密に言えば片側確率 99%点を予測上下限として示すには、正規分布に従うことが前提となるが、ここでは読取りによる最大相対誤差 5%を閾値とし、初期の試験片寸法の測定精度以下の熱膨張量となる 100℃以下のデータを整理の対象から除外し、便宜上、平均熱膨張係数の予測上下限を算出し、その測定結果のばらつきを評価することとした。

1.3 密度

密度に関しては、これまで室温での測定が行なわれている⁽¹⁾⁽²⁾が、測定数が 4 と統計評価を行うには少ないため、他の物性値のようなばらつきの評価は行なわなかった。

1.4 比熱および熱伝導率

これまで測定された結果⁽¹⁾⁽²⁾における、比熱および熱伝導率と温度の関係を、最小二乗法により n 次式で近似した際の当てはめ性を、Fig.A.1.4-1 および Fig.A.1.4-2 にそれぞれ示す。Fig.A.1.4-1、Fig.A.1.4-2 に示されるように、比熱および熱伝導率ともに当てはめ性を示す R^2 値は、4 次近似でほぼ飽和していることから、比熱および熱伝導率を温度に関する 4 次式にて近似することとした。

比熱および熱伝導率の正規分布への適合性を 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定により確認した結果を、Fig.A.1.4-3 および Fig.A.1.4-4 に、これまでの測定結果から推定される比熱および熱伝導率の予測上限と予測下限を Table A 1.4-1 ならびに Table A 1.4-2 および Fig.A.1.4-5 に示す。

検定の結果、比熱および熱伝導率における D 値は、ともに 0.079 であり、Table A 2-1 に示されるコルモゴロフスミルノフ検定表における $n(=42)$ に対する有意水準 5%の棄却限界値よりも小さく、この分布は正規分布に従うと考えられる。

Table A 1.1-1 Chemical composition and heat treatment of the 12Cr steels used in the previous studies (mass%)

Material	Shape	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	W	Cu	V	Nb	N	B
HCM12A-火力 (JNC-30t) ⁽¹⁾	Plate (30t)	0.11	0.28	0.62	0.015	0.002	10.54	0.39	0.32	1.82	0.98	0.19	0.054	0.063	0.0032
HCM12A-FBR ⁽¹⁾⁽²⁾ (N2:11Cr-0.4Mo-2W)	Plate (30t)	0.11	0.28	0.62	0.015	0.002	10.54	0.39	0.32	1.82	0.98	0.19	0.054	0.063	0.0032
10.2Cr-1.2Mo-0.35W ⁽²⁾	Plate (30t)	0.12	<0.0 1	0.48	0.005	0.005	10.20	0.71	1.20	0.36	0.02	0.20	0.056	0.027	—
10.5Cr-1.5Mo-0W ⁽²⁾	Plate (30t)	0.14	0.07	0.51	0.009	0.001	10.3	0.6	1.45	<0.01	—	0.17	0.05	0.04	—
	Normalizing		Tempering	Tempering	Tempering 2	Tempering 3	Tempering 4								
HCM12A-火力 (JNC-30t) ⁽¹⁾	1050°C×1.05h AC	770°C×7.03h AC													
HCM12A-FBR ⁽¹⁾⁽²⁾ (N2:11Cr-0.4Mo-2W)	1050°C×1h AC	718°C×1h AC													
10.2Cr-1.2Mo-0.35W (No.3) ⁽²⁾	1050°C×1h AC	720°C×2h AC													
10.5Cr-1.5Mo-0W (F-TMK-1) ⁽²⁾	1090°C×34h OQ	550°C×37h FC	665°C×47h FC	700°C×30h FC	740°C×4h FC										

Table A 1.1-2 Young's modulus estimated by the previous studies (N/mm²)

温度(°C)	HCM12A 鋼文献値 ⁽⁵⁾	12Cr 系鋼中央値	99%データ予測上限	99%データ予測下限
20	216000	215000	218000	212000
75	213000	213000	216000	210000
100	211000	212000	215000	209000
150	208000	209000	212000	206000
200	204000	206000	209000	203000
225	202000	204000	207000	201000
250	200000	203000	206000	200000
275	198000	201000	204000	198000
300	196000	199000	202000	196000
325	194000	197000	200000	194000
350	191000	195000	198000	192000
375	188000	193000	196000	190000
400	185000	191000	194000	188000
425	183000	188000	191000	185000
450	180000	185000	187000	183000
475	177000	182000	184000	180000
500	174000	179000	181000	177000
525	170000	175000	177000	173000
550	166000	170000	172000	168000
575	162000	165000	167000	163000
600	158000	159000	161000	157000
625	152000	152000	154000	150000
650	145000	144000	146000	142000

※12Cr 中央値は、加藤⁽¹⁾安藤⁽²⁾らの報告による中央値。本研究の測定結果は含んでいない。

Table A 1.2-1 Instantaneous coefficient of thermal expansion estimated by the previous studies ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)

温度(°C)	HCM12A 鋼文献値 ⁽⁵⁾	12Cr 系鋼中央値	99%データ予測上限	99%データ予測下限
20	9.9	9.8	10.3	9.7
75	10.3	10.5	10.6	9.9
100	10.4	10.8	10.7	10.0
150	10.8	11.2	10.9	10.2
200	11.1	11.7	11.2	10.5
225	11.2	11.8	11.3	10.6
250	11.4	12.0	11.4	10.7
275	11.5	12.2	11.5	10.8
300	11.6	12.3	11.6	10.9
325	11.8	12.4	11.7	10.9
350	11.9	12.6	11.8	11.0
375	12.0	12.7	11.8	11.1
400	12.1	12.8	11.9	11.2
425	12.2	12.9	12.0	11.3
450	12.3	13.0	12.1	11.3
475	12.4	13.1	12.2	11.4
500	12.5	13.2	12.2	11.5
525	12.6	13.3	12.3	11.6
550	12.7	13.4	12.4	11.6
575	12.8	13.5	12.5	11.7
600	12.9	13.6	12.5	11.8
625	13.0	13.7	12.6	11.8
650	13.1	13.8	12.7	11.9

※12Cr 中央値は、加藤⁽¹⁾安藤⁽²⁾らの報告による中央値。本研究の測定結果は含んでいない。

Table A 1.2-2 Mean coefficient of thermal expansion estimated by the previous studies ($\times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$)

温度($^\circ\text{C}$)	HCM12A 鋼文献値 ⁽⁵⁾	12Cr 系鋼中央値	99%データ予測上限	99%データ予測下限
20	9.9	—	10.3	9.7
75	10.1	10.2	10.6	9.9
100	10.1	10.4	10.7	10.0
150	10.3	10.6	10.9	10.2
200	10.4	10.8	11.2	10.5
225	10.5	10.9	11.3	10.6
250	10.6	11.0	11.4	10.7
275	10.6	11.1	11.5	10.8
300	10.7	11.2	11.6	10.9
325	10.8	11.3	11.7	10.9
350	10.8	11.4	11.8	11.0
375	10.9	11.5	11.8	11.1
400	11.0	11.6	11.9	11.2
425	11.0	11.6	12.0	11.3
450	11.1	11.7	12.1	11.3
475	11.2	11.8	12.2	11.4
500	11.2	11.9	12.2	11.5
525	11.3	11.9	12.3	11.6
550	11.3	12.0	12.4	11.6
575	11.4	12.1	12.5	11.7
600	11.5	12.1	12.5	11.8
625	11.5	12.2	12.6	11.8
650	11.6	12.3	12.7	11.9

※12Cr 中央値は、加藤⁽¹⁾安藤⁽²⁾らの報告による中央値。本研究の測定結果は含んでいない。

Table A 1.4-1 Specific heat estimated by the previous studies

(J/g · K)

温度(°C)	HCM12A 鋼文献値 ⁽⁶⁾	12Cr 系鋼中央値	99%データ予測上限	99%データ予測下限
20	0.444	0.454	0.475	0.434
75		0.477	0.499	0.455
100		0.488	0.510	0.466
150		0.509	0.532	0.486
200		0.529	0.553	0.505
225		0.539	0.564	0.515
250		0.550	0.575	0.525
275		0.560	0.586	0.535
300		0.572	0.598	0.546
325		0.584	0.610	0.557
350		0.596	0.623	0.569
375		0.610	0.638	0.582
400	0.731	0.624	0.653	0.596
425		0.640	0.669	0.611
450	0.784	0.657	0.687	0.627
475		0.676	0.707	0.645
500	0.837	0.697	0.728	0.665
525		0.719	0.752	0.686
550	0.910	0.744	0.778	0.710
575		0.770	0.806	0.735
600	0.983	0.800	0.836	0.763
625		0.832	0.870	0.794
650	1.128	0.867	0.907	0.828

※12Cr 中央値は、加藤⁽¹⁾安藤⁽²⁾らの報告による中央値。本研究の測定結果は含んでいない。

Table A 1.4-2 Thermal conductivity estimated by the previous studies

(W/m·K)

温度(°C)	HCM12A 鋼文献値 ⁽⁶⁾	12Cr 系鋼中央値	99%データ予測上限	99%データ予測下限
20	22.7	24.1	26.8	21.3
75		24.9	27.8	22.0
100		25.3	28.2	22.4
150		26.1	29.1	23.1
200		26.8	29.9	23.7
225		27.1	30.2	24.0
250		27.4	30.6	24.2
275		27.7	30.9	24.5
300		27.9	31.1	24.7
325		28.1	31.4	24.9
350		28.3	31.6	25.1
375		28.5	31.8	25.2
400	31.2	28.7	32.0	25.4
425		28.8	32.2	25.5
450	32.0	29.0	32.3	25.6
475		29.1	32.4	25.7
500	32.7	29.2	32.6	25.9
525		29.4	32.7	26.0
550	33.7	29.5	32.9	26.1
575		29.7	33.1	26.3
600	34.6	29.9	33.3	26.4
625		30.1	33.6	26.6
650	34.3	30.4	33.9	26.9

※12Cr 中央値は、加藤⁽¹⁾安藤⁽²⁾らの報告による中央値。本研究の測定結果は含んでいない。

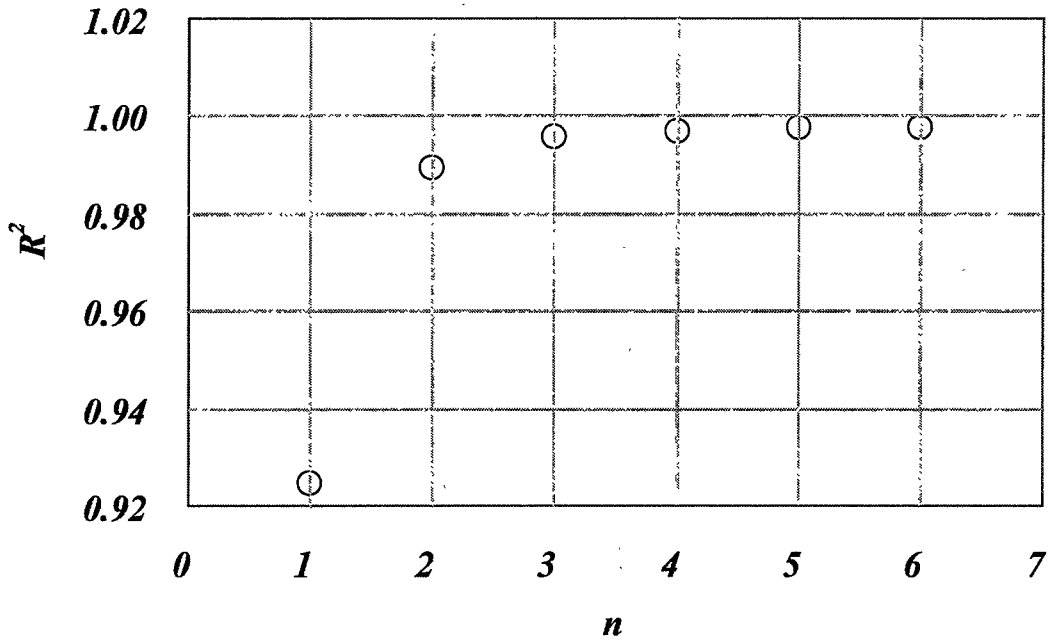


Fig.A.1.1-1 Relationship between the degree of polynomial approximation and R² for Young's modulus in the previous studies

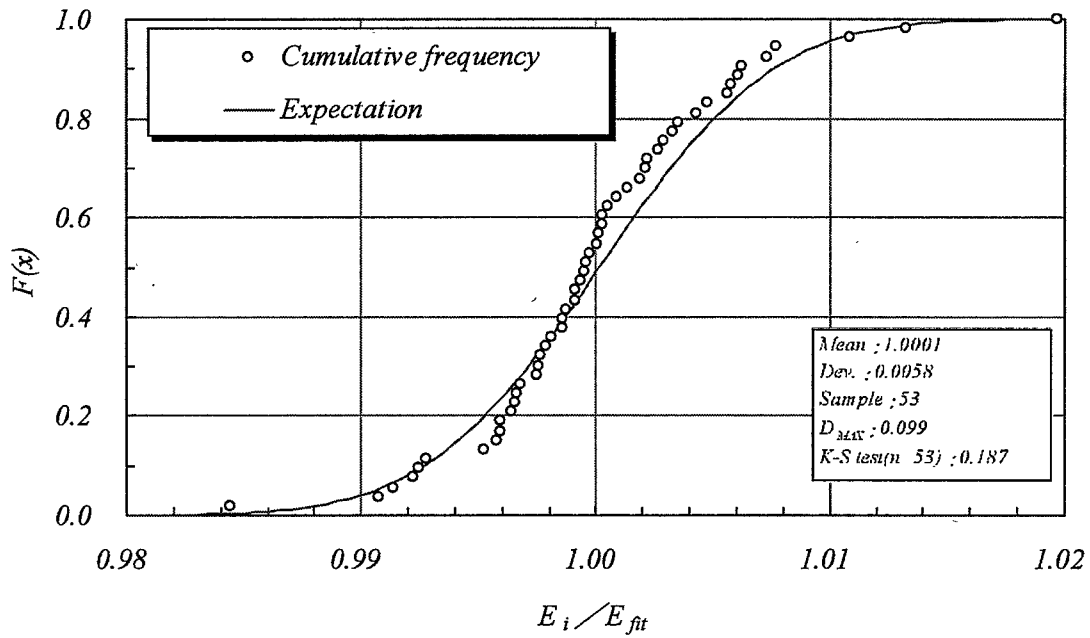


Fig.A.1.1-2 Conformity to the normal distribution of Young's modulus measured in the previous studies

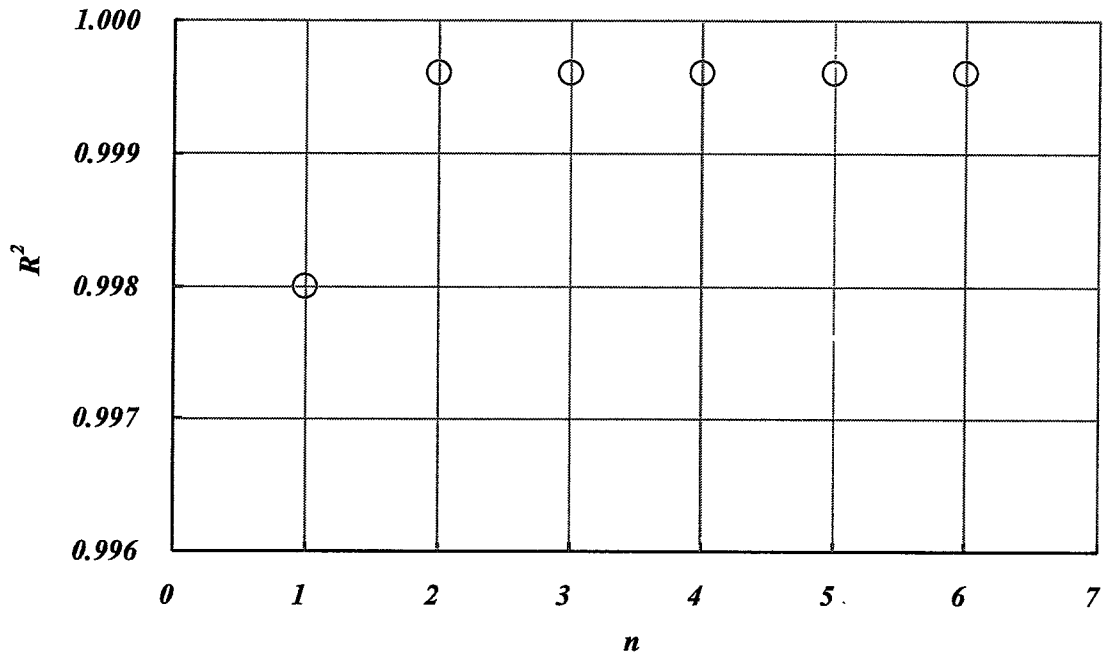


Fig.A.1.2-1 Relationship between the degree of polynomial approximation and R² for instantaneous coefficient of thermal expansion in the previous studies

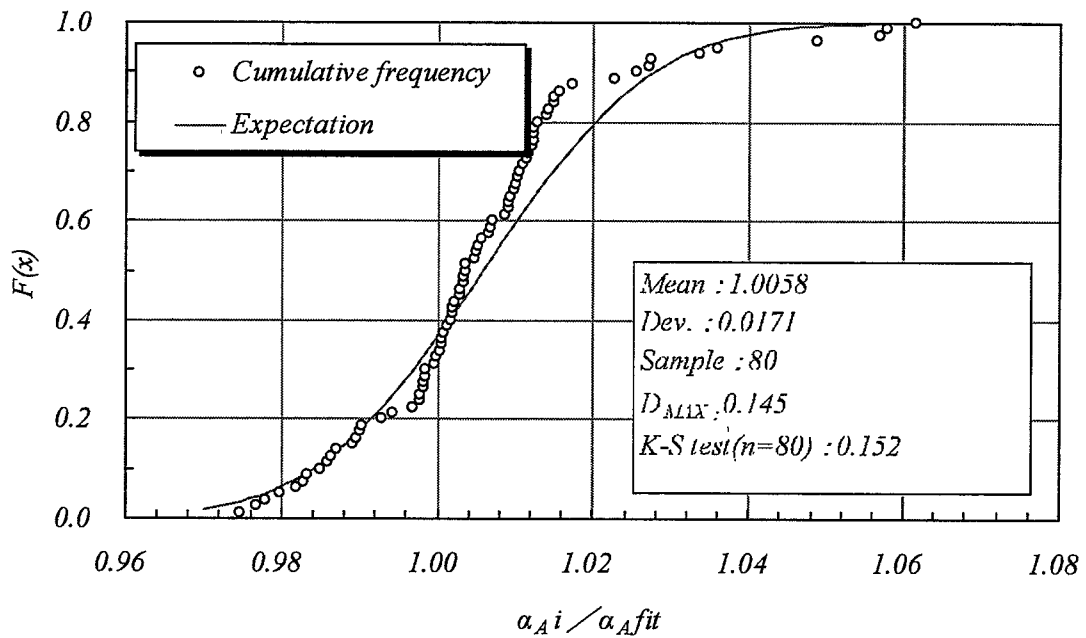


Fig.A.1.2-2 Conformity to the normal distribution of instantaneous coefficient of thermal expansion measured in the previous studies

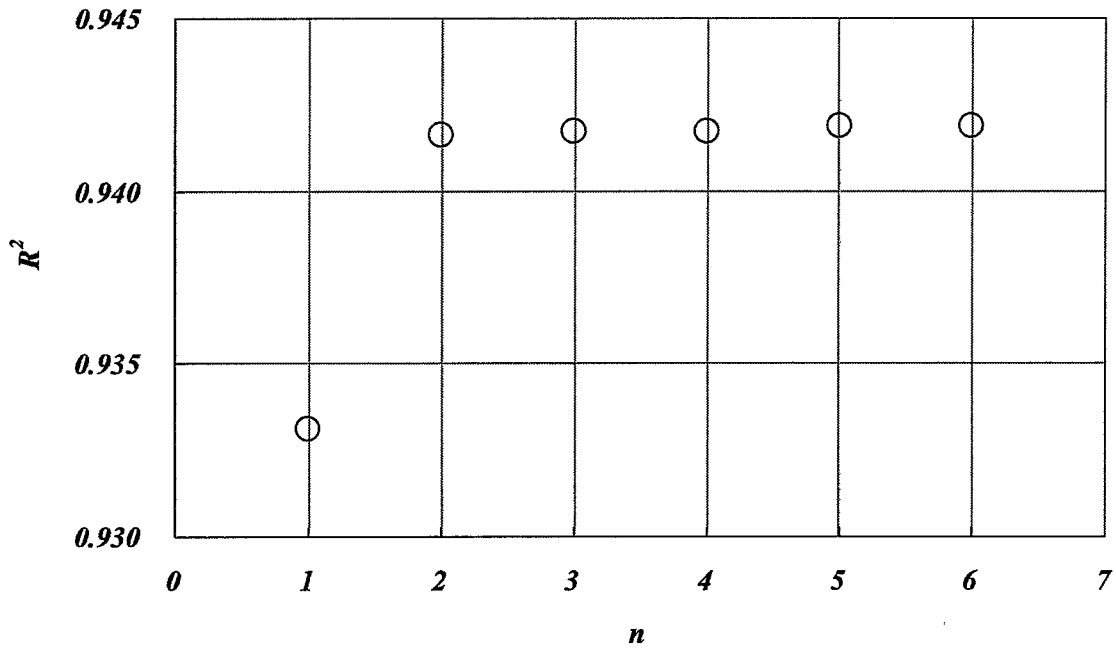


Fig.A.1.2-4 Relationship between the degree of polynomial approximation and R² for mean coefficient of thermal expansion in the previous studies

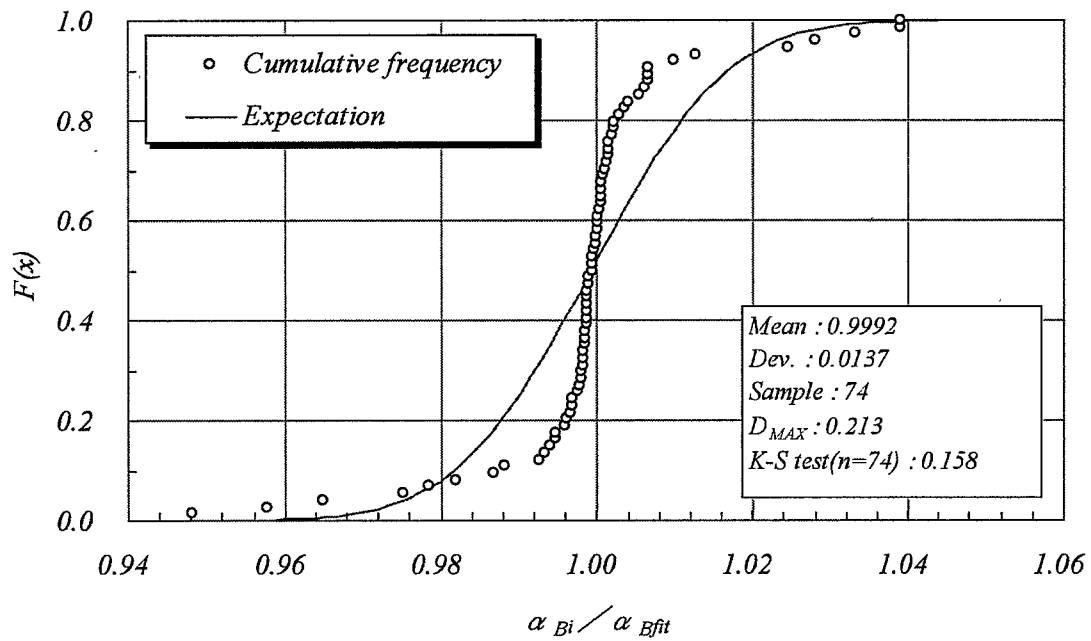


Fig.A.1.2-5 Conformity to the normal distribution of mean coefficient of linear expansion measured in the previous studies

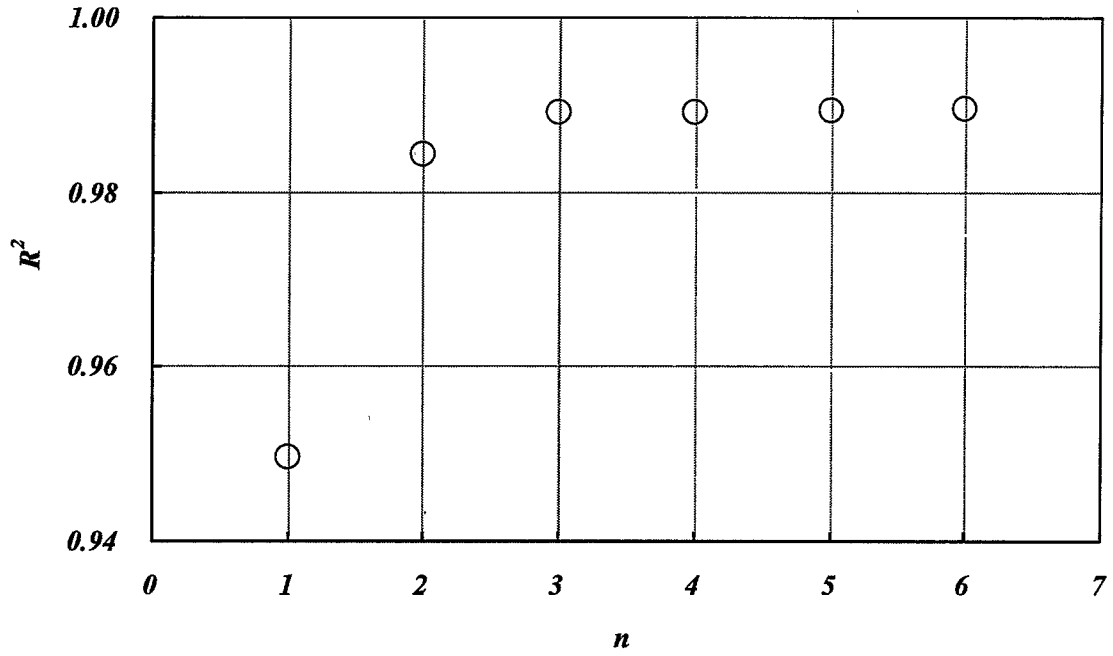


Fig.A.1.4-1 Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for specific heat in the previous studies

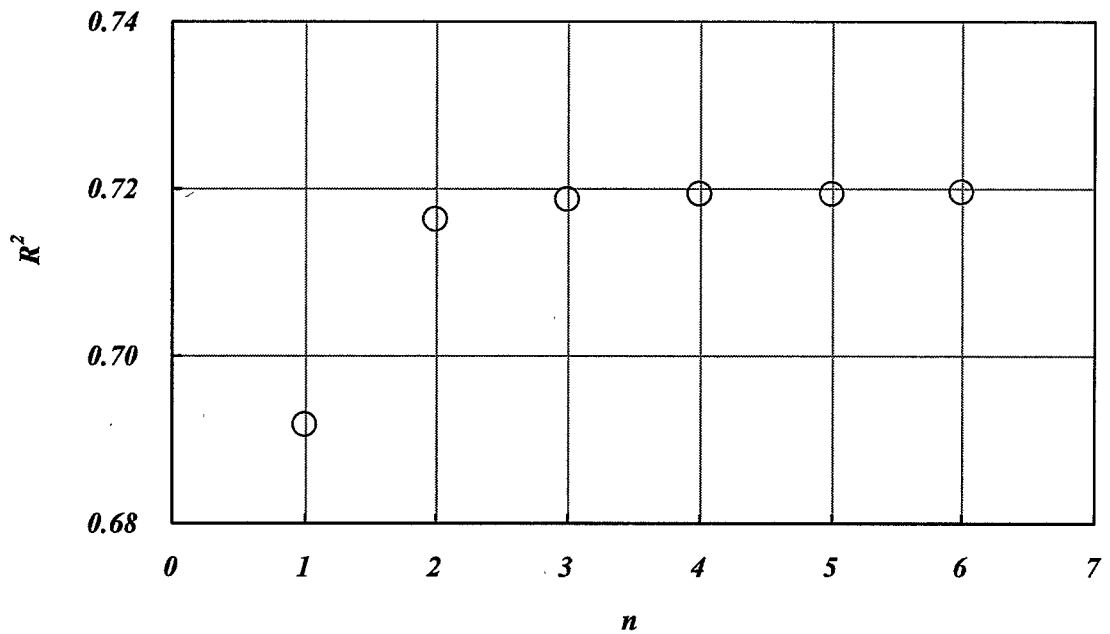


Fig.A.1.4-2 Relationship between the degree of polynomial approximation and R^2 for thermal conductivity in the previous studies

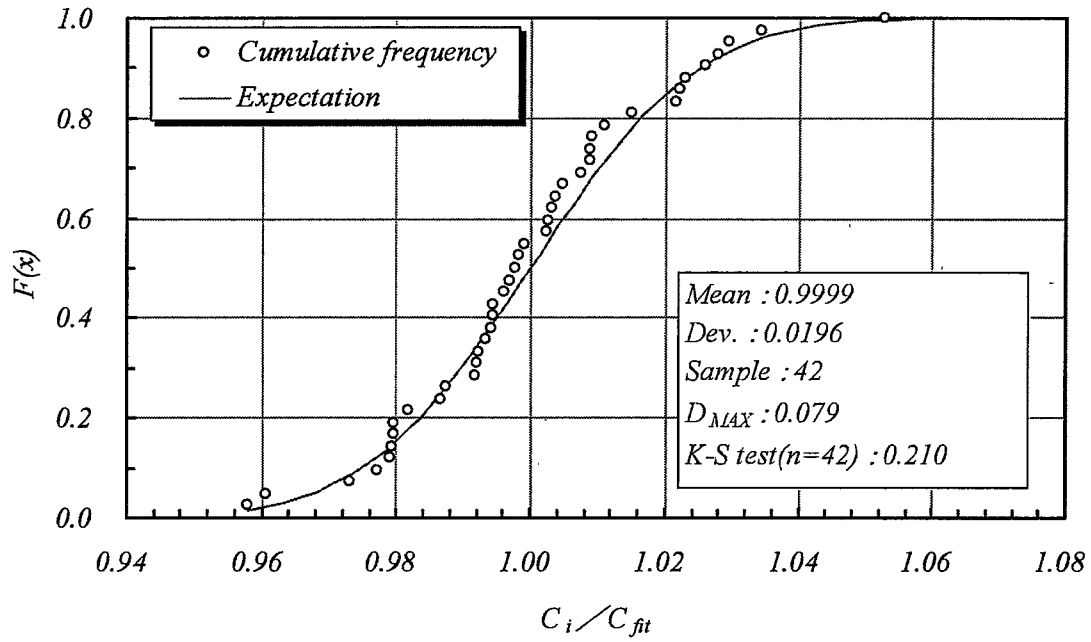


Fig.A.1.4-3 Conformity to the normal distribution of specific heat measured in the previous studies

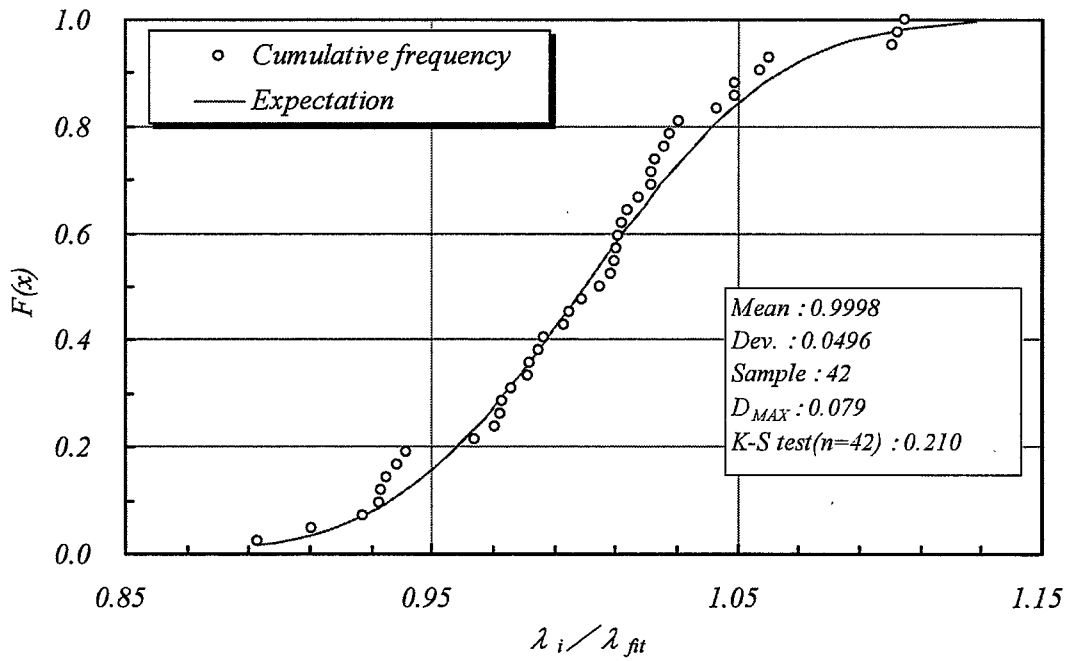


Fig.A.1.4-4 Conformity to the normal distribution of thermal conductivity measured in the previous studies

Appendix II

2. 1 標本コルモゴロフスミルノフ検定

コルモゴロフスミルノフ検定は、 χ^2 検定と並んで一般的な検定方法である。 χ^2 検定は、離散化された各クラスの度数をみるという離散データに対する手法であるが、コルモゴロフスミルノフ検定は連続データ、もしくは意図する確率分布が連続分布と考えたほうが有効な場合に適用される。この検定方法は、母集団の分布を直線で表すことのできるようなグラフ(ここでは、正規確率紙)上にデータをプロットした場合、データがその関数を母集団とするものであれば、データを示す図上の点が、直線から大きく離れないという考え方に基づくものである。実際には、 n 個のデータを昇順に並べ、 i 番目における累積分布関数の理論値と i/n の値を比較し、その差の大小から分布の適合度を判断する。いま n 個のデータがあるとして、 $t_1 \leq t_2 \leq \dots \leq t_n$ とし、累積相対度数を、

$$F_n(t) = \begin{cases} 0 & t < t_1 \\ i/n & t_i \leq t < t_{i+1} \\ 1 & t \geq t_n \end{cases} \quad \dots(1)$$

で表すとする。一方、当てはめようとする分布(今回は、正規分布)の累積分布関数の値 $F(t)$ を求め、 $F_n(t)$ との差の絶対値の最大値、

$$D = \text{Max} |F_n(t) - F(t)| \quad \dots(2)$$

を求める。 D の値を、コルモゴロフスミルノフ検定表により与えられる値と比較して検定を行う。 D が検定を行なおうとする α よりも大きければ有意であり、当てはめようとする分布に適合していると考えられることは、有意水準 α で否定されることになる。

コルモゴロフスミルノフの方法は、Fig.A.2.1 を参照とすると理解し易い。ここで、 $F_n(t)$ は、Fig.1 において、階段状のプロットで示されるものであり、 $F(t)$ は曲線で示される。ここで、 F の範囲として、検定表より得られる数値 d を用いて(d は、データ数および有意水準による。) $F \pm d$ の破線を図に書き加える。この $F \pm d$ の 2 本の線の間に含まれていれば、当てはめようとする分布を適用できる。Table A 2.1 にコルモゴロフスミルノフ検定表を示す。

なお、一般的な検定の手順は、以下である。

(i) 検定する仮説(H_0)を立てる

(ii)あらかじめ確率 α を決めておき、標本から決まる変数 T を考え、確率 $P(T > t_0) < \alpha$ となるよう t_0 を定める。

(iii)標本を抽出して、 T の実現値 t を求め、 t が $T > t_0$ の領域にあるとき、仮説 H_0 を棄てる。この領域に t がないと、仮説 H_0 を棄てずに採用する。

これは仮説を棄てるか棄てないかという立場で検定するものであり、 α を有意水準(Level of significance)といい、 $T > t_0$ の領域を棄却域(Region of rejection)という。

参考文献

塩見弘「信頼性工学入門」、丸善、(1967)

野中保雄「信頼性データのとり方、まとめ方」、日科技連出版社、(1983)

吉澤康和「新しい誤差論 実験データ解析法」、共立出版、(1989)

実務教育研究所「現代統計実務講座 テキスト I」財団法人実務教育研究所

Table A 2.1 Kolmogorov-Smirnov Test

Sample Size (n)	Level of significance (α)				
	0.20	0.150	0.10	0.05	0.01
1	0.900	0.925	0.950	0.975	0.995
2	0.684	0.726	0.776	0.842	0.929
3	0.565	0.597	0.642	0.708	0.828
4	0.493	0.525	0.564	0.624	0.733
5	0.447	0.474	0.510	0.565	0.669
6	0.410	0.436	0.470	0.521	0.618
7	0.382	0.405	0.438	0.486	0.577
8	0.358	0.381	0.411	0.457	0.543
9	0.339	0.360	0.388	0.432	0.514
10	0.323	0.342	0.325	0.410	0.490
11	0.308	0.326	0.314	0.391	0.468
12	0.296	0.313	0.304	0.375	0.450
13	0.285	0.302	0.295	0.361	0.433
14	0.275	0.292	0.314	0.349	0.418
15	0.266	0.283	0.304	0.338	0.404
16	0.258	0.274	0.295	0.328	0.392
17	0.250	0.266	0.286	0.318	0.381
18	0.244	0.259	0.278	0.309	0.371
19	0.237	0.252	0.272	0.301	0.363
20	0.231	0.246	0.264	0.294	0.356
30	0.190	0.200	0.220	0.240	0.320
40	0.170	0.180	0.190	0.210	0.240
50	0.150	0.160	0.170	0.190	0.230

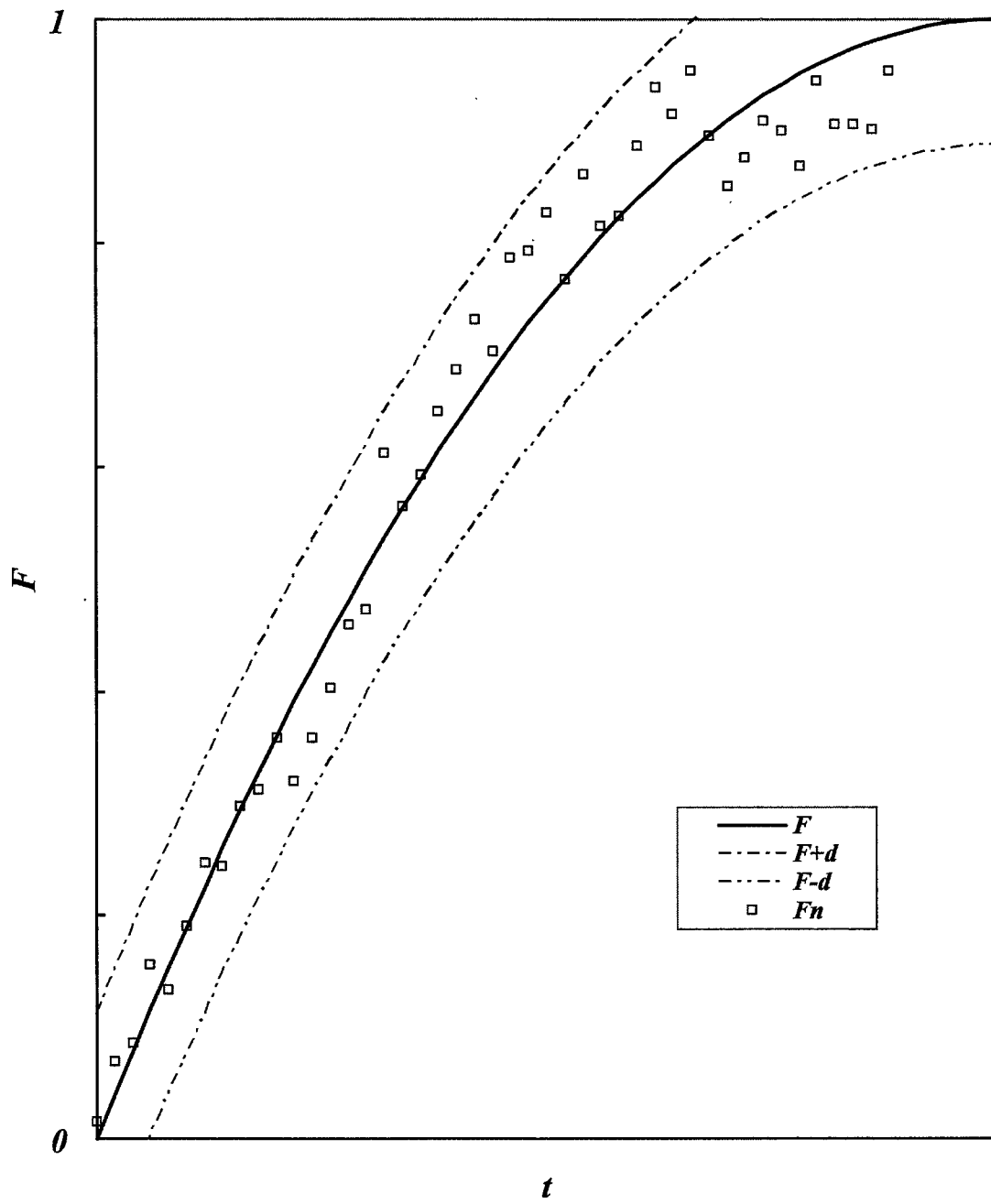


Fig.A.2.1 Kolmogorov-Smirnov Test

Appendix III

3. 熱膨張率測定における誤差

本文 5.2 および Appendix I, 2.2 では、100°C以下の測定値を参考値として、中央値算出や、予測上下限の算出には用いなかった。理由は以下のとおりである。

3.1 測定中の読取り精度に関する誤差

熱膨張率の測定において、用いられたチャート紙は、1目盛りが $2\mu\text{m}$ であった。仮に読取り精度を $1\mu\text{m}$ (目盛り間にあるプロットはすべて上か下のグリッドに一致させることと同意)とすると、測定値 $\pm 1\mu\text{m}$ が、読取りにより生じうる誤差である。Fig.A.3.1に、安藤^②らの測定結果において $\pm 1\mu\text{m}$ の読取り誤差が生じた際の平均熱膨張係数を示す。Fig.A.3.1示されるように、温度の低い領域では、熱膨張率が小さいために、 $1\mu\text{m}$ の読取り誤差の与える相対誤差は大きい。また、この傾向は、温度の低い領域で測定誤差が見られたとしている加藤^④の報告ともよく一致する。なお、この場合、100°C以上において測定誤差は、5%以下となる。

3.2 初期の試験片寸法の測定精度に関する誤差

これまでの測定で用いた初期の試験片寸法は、約 $20\text{mm}(50\text{mm})$ で、その測定精度は $10\mu\text{m}$ である。Fig.A.3.2より100°C以下における熱膨張率は0.1%以下で、これは $10\mu\text{m}$ のオーダーの熱膨張量に対応する。このため100°C以下の領域では、初期の試験片寸法の測定誤差の影響が大きい。仮に $1\mu\text{m}$ の測定誤差があるとすれば、Fig.A.3.1と同様に低温度域において相対誤差が大きくなる。

3.3 測定精度と FBR 使用条件

FBR 原型炉「もんじゅ」におけるコールド待機の温度は、約200°Cである。したがって100°C以下の温度で主要な機器・配管を担う構造材料が使用されることは考えにくい。このことから、測定誤差の大きく、ばらつきの大きくなると考えられる100°C以下の測定値を採用し、統計評価や推奨値を算出することは妥当ではないと考えられる。

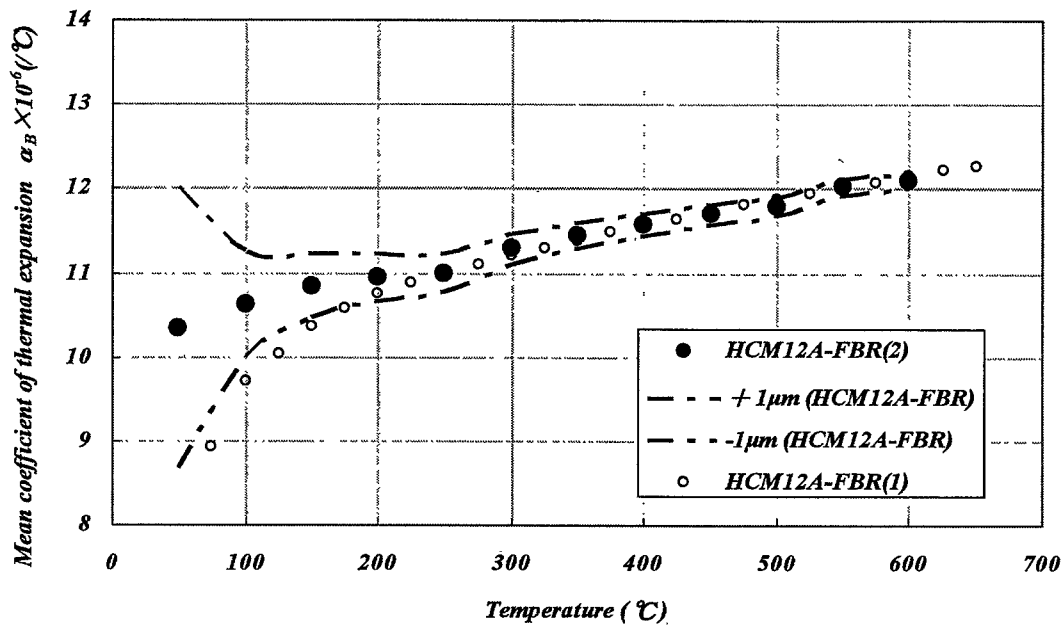


Fig.A.3.1 Effect of reading error on mean coefficient of thermal expansion.

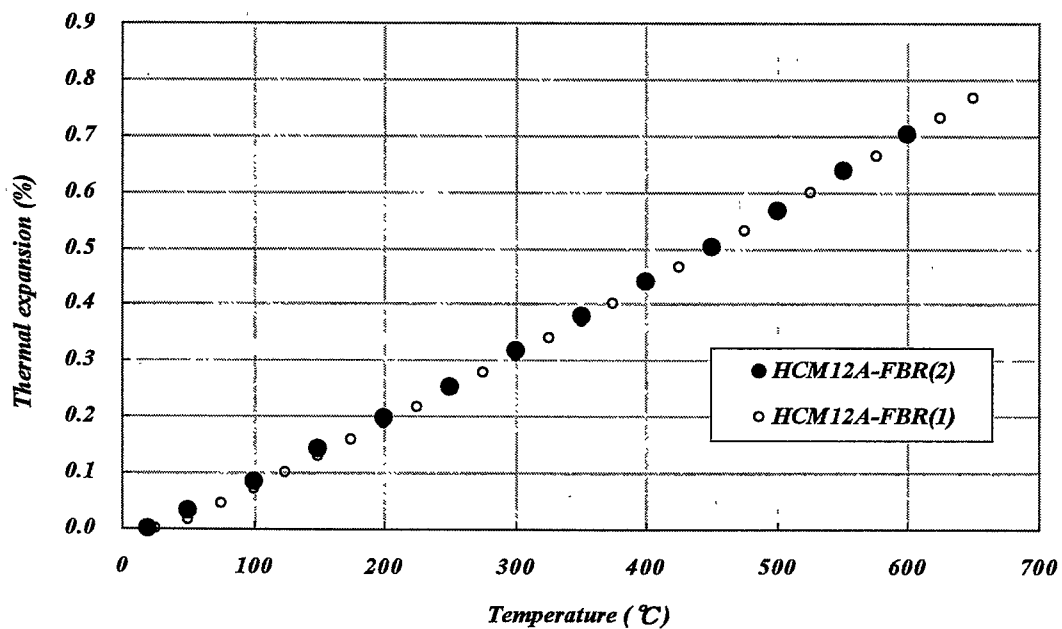


Fig.A.3.2 Relationships between thermal expansion and temperature.