

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。 2001. 6. -6

[技術情報室]

高速増殖炉燃料被覆管およびラッピングワイヤー の評価試験

— 組織および機械的性質に及ぼす長時間加熱の影響 —

Testing of FBR Cladding Tube and Cold Drawing Wire.

— Effect of Annealing on Microstructures and Mechanical Properties. —

1975年8月

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所

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大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

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

高速増殖炉燃料被覆管およびラッピングワイヤーの評価試験

組織および機械的性質に及ぼす長時間加熱の影響



実施責任者	三浦	信**
報告者	角田	直巳*
	永木	裕*
	小山	真弘***
	田中	康正*

目的 高速増殖炉燃料被覆管 (SUS 316) を用いて長時間 (1000 時間) の加熱試験を行ない、組織変化および強度の変化を調べる。またワイヤー (SUS 316) を用い冷間加工を施し、同様の加熱試験を行ない組織変化に及ぼす冷間加工度の影響を調べる。

要旨

高速増殖実験炉「常陽」に使用される燃料被覆管と日米交換協定により米国から入手した FFTF 用の燃料被覆管を用いて長時間の加熱試験を行ない組織の変化を調べた。また、固定化処理状態の SUS 316 製ワイヤーに種々の冷間加工を施して加熱試験を行ない、冷間加工度の影響を調べた。その結果次のことがわかった。

1. 炭化物析出温度、再結晶開始温度、 σ 相析出温度は、加熱時間の増加によって低温側へ移る。
2. 冷間加工度が同じ場合、炭素含量の低い方が硬さの低下度合が大きく、また σ 相、 γ 相の析出量も多い。
3. 冷間加工度が高いほど再結晶の開始は早く、 σ 相析出も早く始まる。また炭化物、 σ 相の析出量も多い。

目 次

第1章 長時間加熱による組織および強度の変化	1
1. はじめに	1
2. 供試材	1
3. 試験方法	2
(1) 加熱方法	2
(2) 顕微鏡組織観察	2
(3) 硬さ測定	2
(4) 引張試験	2
(5) X線マイクロアナライザーによる分析	2
4. 試験結果	2
5. まとめ	6
第2章 冷間加工度の影響	9
1. 供試材	9
2. 試験方法	9
3. 試験結果	9
4. まとめ	10
5. 謝 辞	11
6. 参考文献	11

第1章 長時間加熱にふる組織および強度の変化

1. はじめに

現在、動燃大洗工学センターで建設中の高速実験炉「常陽」に使用される炉心燃料被覆管には高温での強度のすぐれた SUS 316 オーステナイト・ステンレス鋼薄肉管が用いられている。その仕様は、最終の溶体化処理後に8~15%の冷間加工を行なうこと。また、金相的には炭化物の析出がなく、結晶粒度が ASTM No. 6 よりも細粒であることが規定されている。一般にこの材料は使用前は均一なオーステナイト相を呈しているが高温で長時間使用するに従って組織変化、特に炭化物の析出が起ってくる。この析出炭化物によって材料の強度が影響される。

(1)

前報では、昭和43年以来、試作開発を進めてきた「常用」炉心燃料被覆管の第一次、第二次および第三次試作品と、日米交換協定により入手した FFTF 用の炉心燃料被覆管を用いて短時間の加熱試験を行なった。

大洗工学センター内の MMF で照射後試験を実施するに当り、照射前試験のデータとの対比が必要となってきた。そこで本報では、前報と同じ試料を用いてさらに長時間の加熱試験を行ない、その後、顕微鏡組織観察、硬さ測定、引張試験を行ない、強度に及ぼす組織変化の影響を調べたので報告する。

2. 供試材

試験に用いた試料は神戸製鋼所および住友金属工業にて製造された「常陽」炉心燃料被覆管の第一次、第二次および第三次試作品と、米国のカーペンター社およびスーペリア社にて製造された FFTF 用炉心燃料被覆管である。Table 1 には各被覆管の化学組成を示す。この

Table 1 試料の化学組成 (wt.%)

神戸第一次試作品	記号	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	B	N
神戸第一次試作品	K-1	0.045 (0.048)	1.68	0.61	0.014	0.011	16.84	12.53	2.60	-	0.03	0.0003	0.03
神戸第二次試作品	K-2	0.072 (0.071)	1.67	0.58	0.014	0.013	17.13	12.47	2.54	-	0.04	0.001	0.034
神戸第三次試作品	K-3	0.05 (0.051)	1.56	0.50	0.02	0.01	16.4	13.0	2.3	-	0.02	0.0010	0.017
住友第一次試作品	S-1	0.077 (0.077)	1.61	0.60	0.002	0.012	16.75	13.19	2.60	0.21	0.01	0.0002	0.0172
住友第二次試作品	S-2	0.06 (0.058)	1.57	0.57	0.003	0.012	16.95	13.15	2.37	0.23	0.02	0.0002	0.0258
住友第三次試作品	S-3	0.07 (0.063)	1.59	0.56	0.003	0.015	16.70	13.25	2.42	-	0.02	0.0004	0.0297
カーペンター社製品	CA	0.054 (0.052)	1.49	0.46	0.013	0.007	16.55	13.77	2.45	0.06	0.04	0.0007	0.005
スーペリア社製品	SU	0.039 (0.037)	1.52	0.53	0.010	0.013	17.49	13.30	2.53	0.01	0.033	0.001	0.019
常陽規格		0.04 ~0.08	1.50 ~2.00	≤0.75	≤0.03	≤0.03	16.00 ~18.00	11.40 ~14.00	2.00 ~3.00	-	≤0.10	≤0.001	≤0.035
FFTF規格		0.04 ~0.06	1.5 ~2.0	≤0.75	≤0.02	≤0.01	17.0 ~18.0	13.0 ~14.0	2.0 ~3.0	≤0.10	≤0.05	≤0.001	0.02 ~0.03

値は製造者側のミルシート値であり、炭素の項の括弧内の値のみ技術部分析課にて分析したものである。なお、それぞれの被覆管には Table 1 に示す記号を付けた。以下、本文では各試料ともこの記号で示す。

3. 試験方法

(1) 加熱方法

各々の被覆管を約 15 mm 長さの円筒状に切断したのち、横型の真空焼鈍炉に装入し 1×10^{-4} mm Hg 以下の真空中で 400℃ から 50℃ おきに 850℃ までの各温度で 1000 時間の加熱保持を行ない、その後速やかに試料を炉の均熱部から移動して急冷を行なった。

(2) 顕微鏡組織観察

加熱による組織変化を見るために、加熱処理後の試料の横断面を用いて顕微鏡組織観察を行なった。エッチング液は 10% 蔞酸を用い、3V-20~30 秒の電解エッチングを行なった。

(3) 硬さ測定

加熱処理後の試料の横断面を用い、マイクロビッカース硬さ計にて硬さ測定を行なった。試験荷重は 500g であり、測定値は 7 点の平均を用いた。

(4) 引張試験

一部の試料 (K-3 および S-3) については各々の被覆管を 150 mm 長さに切断したのち前述と同様の方法で加熱処理を行ない、その後、室温にて引張試験を行なった。

試験方法は常陽燃料被覆管の受入検査方法⁽²⁾に準じて行なった。引張速度は 0.2% 耐力付近の荷重までは 0.25 mm/min、それ以降は 5 mm/min で行なった。伸びは破断後につき合わせてノギスにて測定し、標点距離 50 mm に対する増加率として表示した。

(5) X線マイクロアナライザーによる分析

K-3 (850℃×1000 時間加熱材) を用い、大洗工学センター照射燃料試験室 (AGF) 所有の X 線マイクロアナライザー (EPMA, Material Analysis Co. 製) で分析を行なった。分析は点分析 (定性) と線分析 (定量) を行なった。

4. 試験結果

(1) 硬さ測定

K-1, K-2, K-3, S-1, S-2, S-3 CA および SU 被覆管を各温度で 1000 時間加熱後の室温での硬さ測定結果を Fig. 1~3 および Table 2 に示す。いずれの試料とも 400~500℃ にて硬さの増加が見られる。その度合は炭素含量の高い K-2, S-1 および冷間加工度の高い CA および SU において特に顕著である。このような現象は侵入型原子である C

Table 2 1000時間加熱後の硬さ値 (Hv: 荷重500g)

加熱温度 (°C)	K-1	K-2	K-3	S-1	S-2	S-3	CA	SU
受入材	265	268	260	266	265	258	278	274
400	262	268	254	264	252	248	291	278
450	263	283	264	273	266	266	306	302
500	258	292	252	288	266	260	316	290
550	240	267	241	270	242	240	273	256
600	234	260	236	264	243	237	268	253
650	225	250	220	250	230	226	261	252
700	211	230	217	219	217	212	248	240
750	204	213	218	217	208	201	245	239
800	193	210	200	202	204	195	154	162
850	159	179	150	180	192	172	158	157

およびNと添加元素であるMoあるいはCrとがCoherentな析出物を作るためと考えられる⁽³⁾。

500°C以上になると、すべての試料とも回復現象によって徐々に軟化し、K材およびS材では約850°C、CAおよびSU材では約800°Cで急激に低下している。これは再結晶によるものと考えられる。このように米国製のCAおよびSU材の再結晶温度が日本製に比べて低いのは、冷間加工度が高いためと考えられる⁽⁴⁾。また、炭素含量の違いによる硬さの変化を見た場合、炭素含量の多いK-2、S-1、CAはいずれの温度においても高い値を示している⁽⁵⁾。

Fig. 4~6は、代表的な試料について加熱保持時間の違いによる硬さ値の変化を示したものである。これによると2時間加熱と1000時間加熱では再結晶温度がK材およびS材では約100°C、CA材では約50°C低下したことがわかる。しかし、各温度における硬さ値の変化は加熱時間が長くなってもほとんど低下しなかった。

(2) 引張試験

Fig. 7およびTable 3~4は各温度で1000時間加熱後の引張試験の結果である。K-3、S-3ともに0.2%耐力は回復とともに徐々に低下し850°Cでは再結晶が起って急激に低下する。引張強さは回復過程においてもあまり低下しない。伸びは温度上昇とともに徐々に上昇している。

Fig. 8およびTable 3~4は同じ材料を用いて行なった2時間加熱保持後の引張試験の結果である。強度曲線は1000時間加熱材と同じ傾向を示している。但し、再結晶温度は約950°Cであり、前者に比べて約100°C高くなっている。(Fig. 9参照)これは、硬さ値と同じ傾向を示している。

Table 3 引張試験結果 (K-3)

加熱時間 (hr)	2				1000			
	引張強さ (Kg/mm ²)	0.2%耐力 (Kg/mm ²)	伸 び (%)	破 断 位 置	引張強さ (Kg/mm ²)	0.2%耐力 (Kg/mm ²)	伸 び (%)	破 断 位 置
受入材	75.0	62.0	29.1	A				
	76.2	64.3	29.5	A				
400					77.6	65.2	32.2	B
					76.9	62.8	30.2	B
450					80.6	65.1	29.7	B
					84.2	68.8	30.6	B
500					82.8	65.5	—	C
					78.0	54.5	—	C
550					77.2	53.0	31.6	B
					78.6	58.9	33.0	A
600	79.1	60.0	31.2	B	74.7	48.0	32.3	B
	77.7	50.0	33.1	A	75.3	50.8	35.4	A
650	74.1	51.1	38.4	A	77.3	48.9	33.7	B
	74.2	53.1	36.1	A	74.0	47.2	37.8	B
700	76.5	53.6	35.8	A	77.0	45.0	30.6	B
	74.2	49.4	38.7	A	77.7	45.0	30.7	B
750	71.3	48.1	39.0	A	74.1	48.6	32.3	B
	72.3	48.3	35.7	A	74.4	43.9	33.8	A
800	70.7	44.8	38.8	A	71.0	40.0	—	C
	71.6	45.4	41.7	A	74.0	42.2	—	C
850	72.3	42.3	42.9	A	61.5	20.1	41.6	B
	68.5	42.1	38.8	A	61.7	20.2	42.1	B
900	67.6	37.0	41.0	B				
	68.7	40.2	36.1	B				
950	64.3	22.8	59.2	B				
	64.2	23.1	65.0	A				
1000	61.6	22.0	60.0	A				
	60.2	21.1	60.8	A				
1100	57.8	20.2	61.0	A				
	60.1	26.7	61.2	A				

(3) 顕微鏡組織観察

Photo. 1 は受入材のPhoto. 2~11 は各温度で1000時間加熱した試料の顕微鏡組織を示す。また Table 5 には、これらの試料の結晶粒度を示す。各試料の受入れ状態の組織を見るとS材およびSU材の結晶粒は大きく、K材およびCA材は小さい。また、K-2には結晶粒界に炭化物の析出が見られる。S-3およびCAにもわずかながら炭化物と思われる微細な析出物が見られる。また、冷間加工度の高いCAおよびSU材には変形双晶が見られるが、K材およびS材には見られない。

Photo. 2 は各試料を400℃で1000時間加熱した場合の顕微鏡組織であるが、各試料とも炭化物の析出は見られない。K-2に見られる炭化物は受入れ状態で見られたもので析出したものではない。CAおよびSU材には依然として変形双晶が残っている。

Photo. 4 は各試料を500℃で1000時間加熱した場合の顕微鏡組織であるが各試料とも粒界にわずかに炭化物の析出が見られる。短時間試験(100時間まで)では500℃で炭化物の析出は見られなかった。

550℃(Photo. 5)になると、各試料とも結晶粒界に炭化物が見られる。また、変形双晶および焼鈍双晶の境界にも炭化物の析出が見られるようになる。短時間試験の場合は炭素

Table 4 引張試験結果 (S-3)

加熱時間 (hr)	2				1000			
	引張強さ (Kg/mm ²)	0.2%耐力 (Kg/mm ²)	伸び (%)	破断 位置	引張強さ (Kg/mm ²)	0.2%耐力 (Kg/mm ²)	伸び (%)	破断 位置
受入材	78.0 79.2	63.5 65.0	33.0 32.8	A A				
400					76.9 77.3	61.0 60.1	33.0 -	A C
450					75.0 77.5	56.8 58.5	39.9 36.3	A A
500					74.7 75.6	54.6 56.3	- -	C C
550					74.3 73.9	50.3 50.1	- 41.8	C B
600	74.0 73.0	53.6 52.6	41.3 40.5	A A	71.1 71.1	44.2 44.3	40.6 38.4	B B
650	72.3 71.6	49.2 48.1	42.0 42.2	A A	67.0 69.0	40.1 41.2	40.3 40.9	B A
700	69.9 71.2	45.3 46.6	44.2 44.7	A A	69.6 70.2	38.4 38.9	37.3 38.5	B A
750	70.0 70.7	41.8 44.1	47.8 47.5	A B	70.5 69.8	37.9 36.7	39.0 36.9	B B
800	69.3 69.0	42.2 41.2	46.6 48.5	A A	67.3 67.4	36.0 36.6	30.5 33.0	B B
850	69.1 69.7	40.5 41.0	45.1 45.0	B A	57.6 58.1	19.6 21.0	41.1 41.0	B A
900	68.9 68.6	40.1 40.3	49.2 48.8	A A				
950	62.5 65.1	24.1 21.6	58.1 53.8	A B				
1000	61.1 61.3	23.3 23.2	60.9 60.1	B B				
1100	59.6 59.0	21.7 21.7	68.9 71.2	B A				

Table 5 1000時間加熱後の試料の結晶粒度 (ASTM No)

加熱温度 (°C)	K-1	K-2	K-3	S-1	S-2	S-3	CA	SU
受入れ状態	9.0	10.5	10.5	8.5	8.5	9.0	10.5	8.5
400	9.0	10.5	10.0	8.5	8.0	9.0	10.0	9.0
450	9.0	10.5	10.5	8.5	8.5	9.0	10.0	9.0
500	9.0	10.5	10.5	8.5	8.5	9.0	10.0	9.0
550	9.0	10.5	10.5	8.5	8.5	9.0	10.0	9.0
600	8.5	10.5	10.5	8.0	8.5	8.5	9.5	9.0
650	8.5	10.0	10.5	8.0	8.5	8.5	9.5	9.0
700	9.0	10.0	9.5	8.0	8.5	8.5	9.0	8.5
750	8.5	9.5	9.5	8.0	8.5	8.5	8.5	8.5
800	8.0	9.0	-	7.5	8.0	8.5	8.5	8.5
850	8.0	9.0	9.0	7.5	8.0	8.5	8.5	8.5

含量の多いK-2, S-1, S-2, S-3, CAの結晶粒界に炭化物の析出が見られた。これ以後、温度上昇とともに炭化物の析出量は多くなり、650℃(Photo. 7)付辺で最高になる。750℃(Photo. 9)になると、析出していた炭化物は固溶してやや少なくなる。また、結晶粒界の三重点に炭化物以外にやや大きな析出物が現われてくる。写真上では黒い塊状のものである。その量は冷間加工度の高いCAおよびSU材において特に顕著である。

850℃(Photo. 11)になると炭化物の析出量はさらに減少し、結晶粒界の析出物は数が減少し凝集して形がさらに大きくなる。また、この析出物以外に、さらに異なった析出物が現われてくる。写真では白抜きの塊状の析出物である。この析出物は前報の2時間および100時間加熱の場合は見られなかったものである。これら2種の析出物は、前者は σ 相、後者は λ 相ではないかと考えられる。⁽⁶⁾⁽⁷⁾

(4) X線マイクロアナライザーによる分析

最初にLiF, PET, LODの分光結晶を使って点分析(定性分析)を行なったところ、マトリックスおよび析出物中の各点で同一の元素が検出され、母材以外の元素は検出されなかった。

次に線分析(定量分析)を行なった。結果をFig. 10~11に示す。それによると析出物の位置に該当する所ではFe, Niが減少し、Cr, Moが増加している。特にMoは著しく増加している。この変化部でもCr, Moの析出量に違いがあり、異なった2相があると考えられる。定量測定結果をTable 6に示す。但し、測定個所を限定したためデータの数が少なく精度に欠ける所がある。

顕微鏡写真上に現われた2種の粗大な析出物は、この結果からも明らかな様に同一組成の金属間化合物ではない。この析出物は σ 相、 λ 相と考えられる。⁽³⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾

Table 6 EPMAによる分析値(K-3, 850℃×1000時間加熱)

	Fe	Ni	Cr	Mo
マトリックス	67.63	13.25	16.70	2.42
析出物	59.00	8.48	21.07	11.45
析出物	62.40	10.18	21.77	5.65

(注) Fe, Ni, Cr, Moの総計を100に換算

5. まとめ

参考試験として、引張試験に供した試料を用いて熱処理前後における超音波探傷試験を行なった。結果は、Table 7およびFig. 12に示す様にある温度範囲でシャワーエコーと言われる雑音が入った。シャワーエコーは結晶粒度がASTM No.6, 5よりも粗粒になると現われると言われている。Table 7の温度範囲では、いずれも再結晶が起こり歪のない新しい結晶粒が出来上がった領域である。但し、炭化物が粒界に析出した状態、たとえば、Fig. 12に示

す600℃ではシャワーエコーが見られなかった。従って、シャワーエコーの有無は再結晶すなわち結晶粒の大きさに大きく左右されることがわかった。

Table 8 は、1000 時間加熱材の炭化物析出温度および再結晶開始温度およびその温度での機械的データを示したものである。顕微鏡観察による炭化物の析出は、各試料とも約500℃より認められる。この時の硬さ値の変化は、炭素含量の特に多いK-2, S-1 や冷間加工度の高いCA, SUにおいてかなり高い値を示している。それ以外は受入材の硬さと変わらない。また、引張試験のデータを見てもK-3, S-3ともに受入材の値と変わらない。

再結晶開始温度は、K材およびS材は約850℃、CAおよびSU材は約800℃である。再結晶開始温度での硬さ値の変化を見ると、冷間加工度の高いCAおよびSU材では軟化の割合が大きく、受入材の約60%にまで低下している。また、炭素含量の低いK-3の軟化度が大きく受入材の約60%である。炭素含量の高いK-2, S-1では軟化の割合が少なく、受入材の約70%である。また、この温度での引張試験のデータも大きな変化が見られ、受入材と比べて0.2%耐力の低下割合が特に大きく約35%にまで低下している。これに対して引張強さは約80%である。伸びの上昇度は約40%である。

以上より、今回の実験でわかったことは

1. 長時間加熱によって炭化物析出温度、再結晶開始温度、 σ 相の析出温度は低温側へ移る。
2. 冷間加工度が高い場合、再結晶の開始が早く、 σ 相、 χ 相の析出も多く、硬さの低下割合も大きい。
3. 同一冷間加工度の試料を比べた場合、炭素含量の低い方が硬さの低下が大きく、また、 σ 相、 χ 相の析出量も多い。
4. 同一温度における析出状態および析出量を比較する場合、炭素含量、冷間加工度によってかなり差がある。

Table 7 シャワーエコーの現われた温度範囲 (斜線部)

加熱温度	受入材	400℃	450	500	550	600	650	700	750	800	850	900	950	1000	1100
加熱時間															
2 hr.															
1000 hr.															

Table 8 金属組織と機械的性質の関係

試料 番号	炭素 含量 (%)	冷間 加工度 (%)	受 入 れ				炭 化 物 析 出					再 結 晶 開 始				
			硬 さ (Hv)	引張強さ (Kg/mm ²)	耐 力 (Kg/mm ²)	伸 び (%)	温 度 (℃)	硬 さ (Hv)	引張強さ (Kg/mm ²)	耐 力 (Kg/mm ²)	伸 び (%)	温 度 (℃)	硬 さ (Hv)	引張強さ (Kg/mm ²)	耐 力 (Kg/mm ²)	伸 び (%)
K-1	0.048	約10	265				500	258				850	159			
K-2	0.071	約10	268				500	292				850	179			
K-3	0.051	約10	260	75	63	29	500	252	80	60	30	850	150	62	22	42
S-1	0.077	約10	266				500	288				850	180			
S-2	0.058	約10	265				500	266				>850	192			
S-3	0.063	約10	258	78	64	32	500	260	75	56	38	850	172	58	20	43
CA	0.052	約20	278				500	316				800	154			
SU	0.037	約20	274				500	290				800	162			

(加熱時間: 1000hr)

第2章 冷間加工度の影響

1. 供試材

固溶化処理状態の SUS 316 製、 1.3mm^{ϕ} のワイヤーを綿引き加工することによって 8, 15, 23, 30, 38% の冷間加工を施し、試験に供した。このワイヤーの化学組成を Table 9 に示す。

Table 9 試料の化学組成

元素	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Co	B	N
wt.%	0.058	1.69	0.51	0.006	0.011	16.91	12.82	2.53	0.02	0.0003	0.022

2. 試験方法

(1) 加熱方法

0~38%冷間加工を施したワイヤーを 300~1100°C の種々の温度で 2 時間および 1000 時間の加熱試験を行なった。2 時間加熱の場合は所定の温度で保持後油冷を行なった。

1000 時間加熱の方法は第 1 章と同様である。

(2) 顕微鏡組織観察

加熱による組織変化を見るため、試料を仕上げ研磨の後、10%過硫酸アンモン(3V-20秒)の電解エッチングを行なった。

(3) 硬さ測定

第 1 章と同じ方法で行なった。

3. 試験結果

(1) 硬さ測定

0~38%の冷間加工を施したワイヤーの硬さを Fig. 13 に示す。曲線の傾きは最初急であるが、冷間加工度の増加とともに緩やかになり、次第に飽和していくものと考えられる。

Fig. 14 は各温度で 2 時間加熱後の硬さを示したものである。固溶化処理状態のワイヤーは加熱温度を変えてもほとんど変わらない。8~38%冷間加工したワイヤーの曲線では 500~550°C にピークが見られる。その増加割合は加工度に比例して大きくなる。再結晶温度は冷間加工度の大きな試料ほど早く始まり、38%CW材では約 800°C である。1000°C 以上では、すべての試料とも同じ値に近づく。

Fig. 15 は各温度で 1000 時間加熱後の硬さを示したものである。固溶化処理状態の試料は 2 時間加熱と同様にほとんど変わらない。曲線のピークは 450°C であり、前者に比べて低温側へずれている。増加割合は前者に比べてかなり大きくなっている。再結晶温度は、38%CW で約 700°C であり、2 時間加熱の場合より約 100°C 低くなっている。なお、回復

過程では硬さは約20%復元しているだけである。

(2) 顕微鏡組織観察

各冷間加工度のワイヤーを2時間および1000時間加熱後の顕微鏡写真をPhoto. 12~13に示す。加熱前の試料では受入材(固溶化処理状態)では均一なオーステナイト相を呈しており変形双晶は見られないが、8~38%冷間加工を行なった試料では、加工度が増すに従って変形双晶が増している⁽¹⁰⁾。

2時間加熱では炭化物の析出は約650℃からである。但し、23~38%CW材では600℃からわずかに炭化物の析出が見られる。その後、析出量は多くなり、1000℃以上では逆に固溶して結晶粒が成長している。なお、 σ 相の析出は見られない。

1000時間加熱では、炭化物の析出温度は低温側へ移り、約500℃から見られる。その後、温度上昇とともに粒界および粒内に多量に析出してくる。650℃になると23%CW以上では σ 相の析出が認められる様になる。その量は冷間加工度の高いほど多くなっている。 σ 相は温度上昇とともに大きく成長していく様である。800℃では第1章でも見られた λ 相と思われる析出物が認められる。結晶粒は加熱温度の上昇につれて成長しているようである。また、冷間加工度の高いほど微細である。

4. まとめ

冷間加工の際に試料中に蓄積されたエネルギーは熱処理中に見られる冷間加工緩和状態、すなわち回復および再結晶を起す力として使用される。従って、冷間加工度の高いほど蓄積エネルギーも多く、焼鈍中の回復および再結晶も早く起ることになる⁽¹¹⁾。今回の実験でも、この傾向は変わらず、Table 10に見られるように8%CW材と38%CW材では再結晶温度は約200℃の差がある。

Table 10 金属組織と冷間加工度の関係

加熱時間 (hr)	冷間加工度 (%)	炭化物析出温度 (℃)	再結晶開始温度 (℃)
2	0	650	—
	8	650	1000
	15	650	950
	23	600	900
	30	600	850
	38	600	850
1000	0	550	—
	8	550	>850
	15	500	800
	23	500	750
	30	500	700
	38	500	700

以上の結果をまとめてみると、

1. 加熱温度の増加によって炭化物析出温度，再結晶開始温度は低温側へ移る。
2. 2時間加熱では σ 相は析出しない。
3. 冷間加工度の増加に従って，再結晶開始温度， σ 相析出温度が低温側へ移る。また，炭化物， σ 相の析出量も多い。

5. 謝 辞

最後に，本実験を行なうに当り，引張試験を行なって頂いた川崎，椎名氏，超音波探傷を行なって頂いた検査業務課第一係の諸氏およびX線マイクロアナライザーによる分析を行なって頂いた大洗工学センターAGFの石川氏に対して深謝する次第である。

6. 参考文献

- 1) “高速増殖炉燃料被覆管の金属組織試験”動燃東海技術レポート
SN841-72-28 小山ら
- 2) “常陽燃料部材使用者側受入検査要領書(I)”東海・技術部検査課 昭和47年6月
- 3) 長崎ら，“JAERI-memo 3578” June, 1969
- 4) FFTF被覆管製造仕様書(HEDL-TME-71-38, 71-73)
- 5) 渡辺ら，“金属材料技術研究所研究報告”第15巻第4号(1972)
- 6) P. DUHAJ et al. “J. of the Iron and Steel Inst.” December 1968.
- 7) 河部ら，“鉄と鋼”第51年(1965)第12号
- 8) J. E. SPRUIELL et al. “Met. Trans.” Vol. 4, June 1973
- 9) B. WEISS et al. “Met. Trans.” Vol. 3, April 1972
- 10) J. A. MAZZA “J. of the Iron and Steel Inst.” August 1966
- 11) V. RAMASWAMY et al. “J. of The Iron and Steel Inst.” April 1970

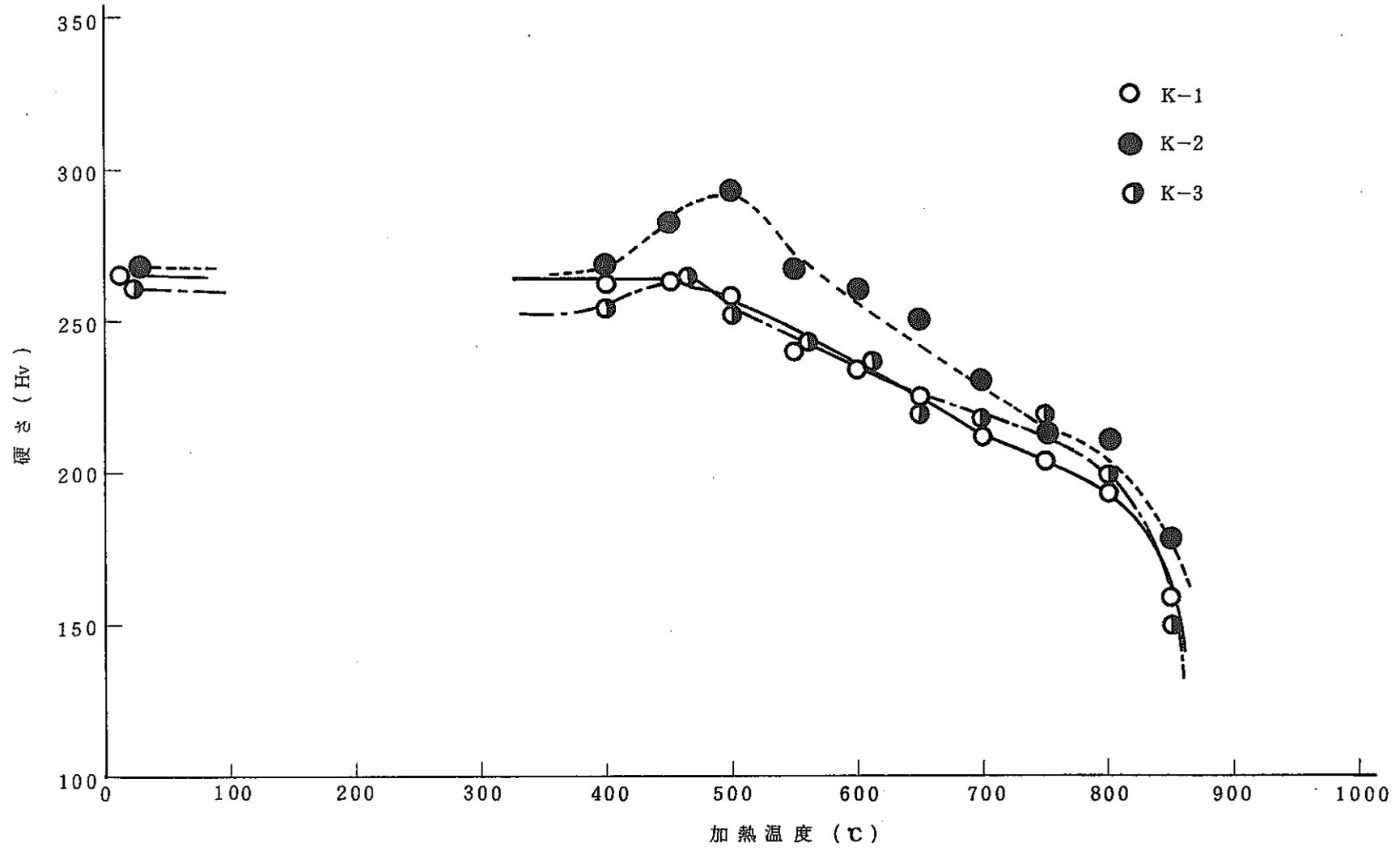


Fig. 1 硬さに及ぼす加熱温度の影響

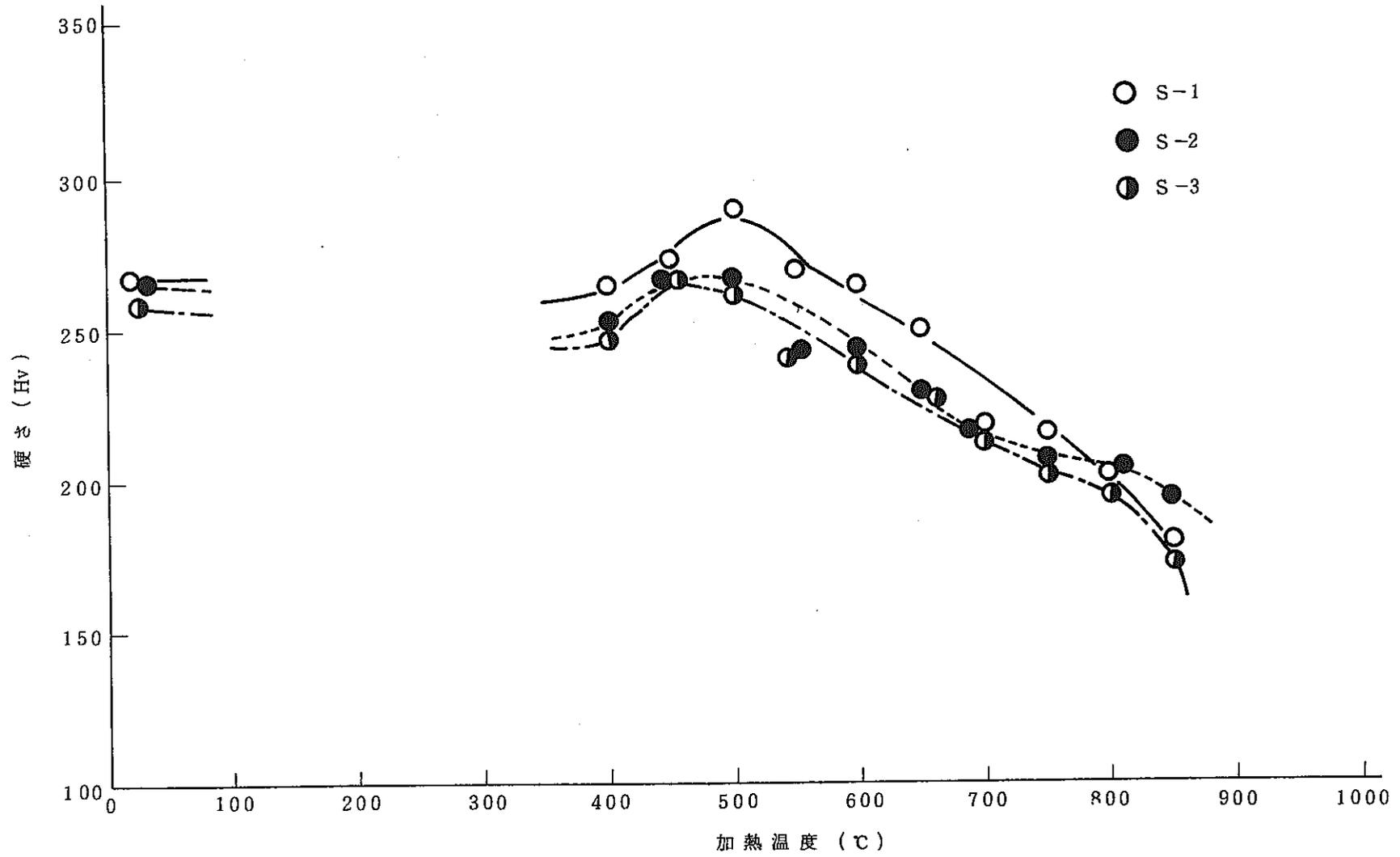


Fig. 2 硬さに及ぼす加熱温度の影響

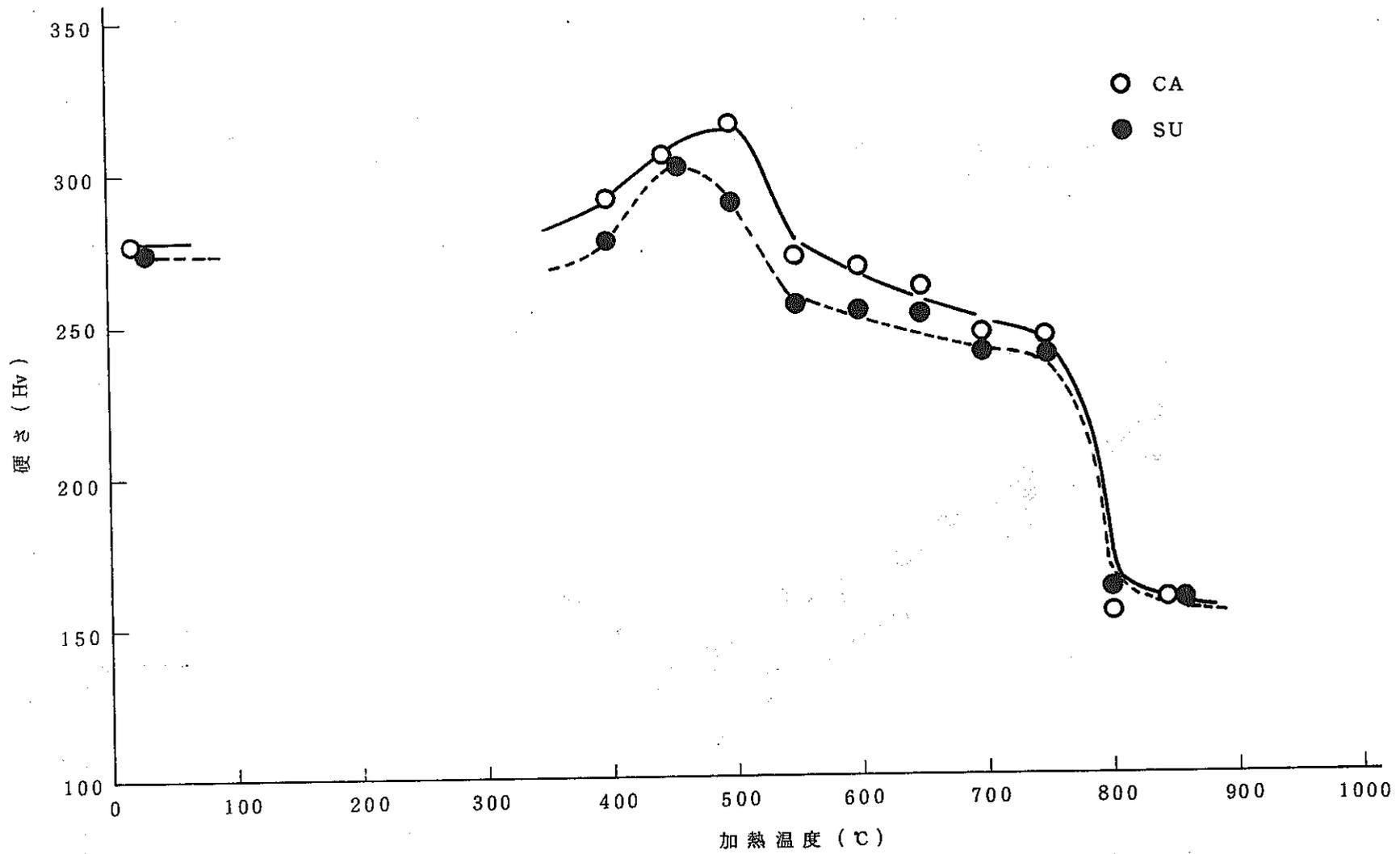


Fig. 3 硬さに及ぼす加熱温度の影響

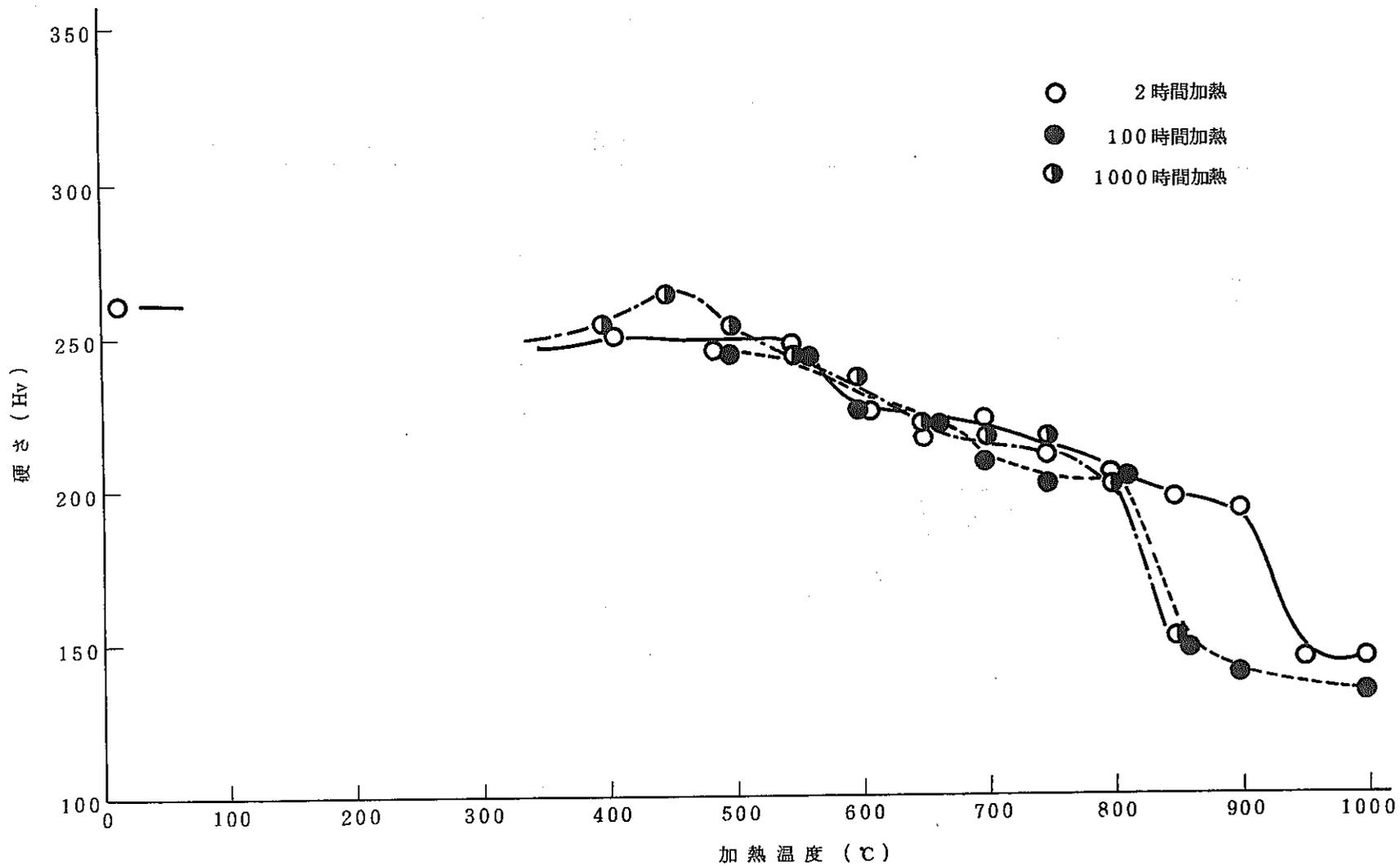


Fig. 4 加熱時間による硬さの変化 (K-3)

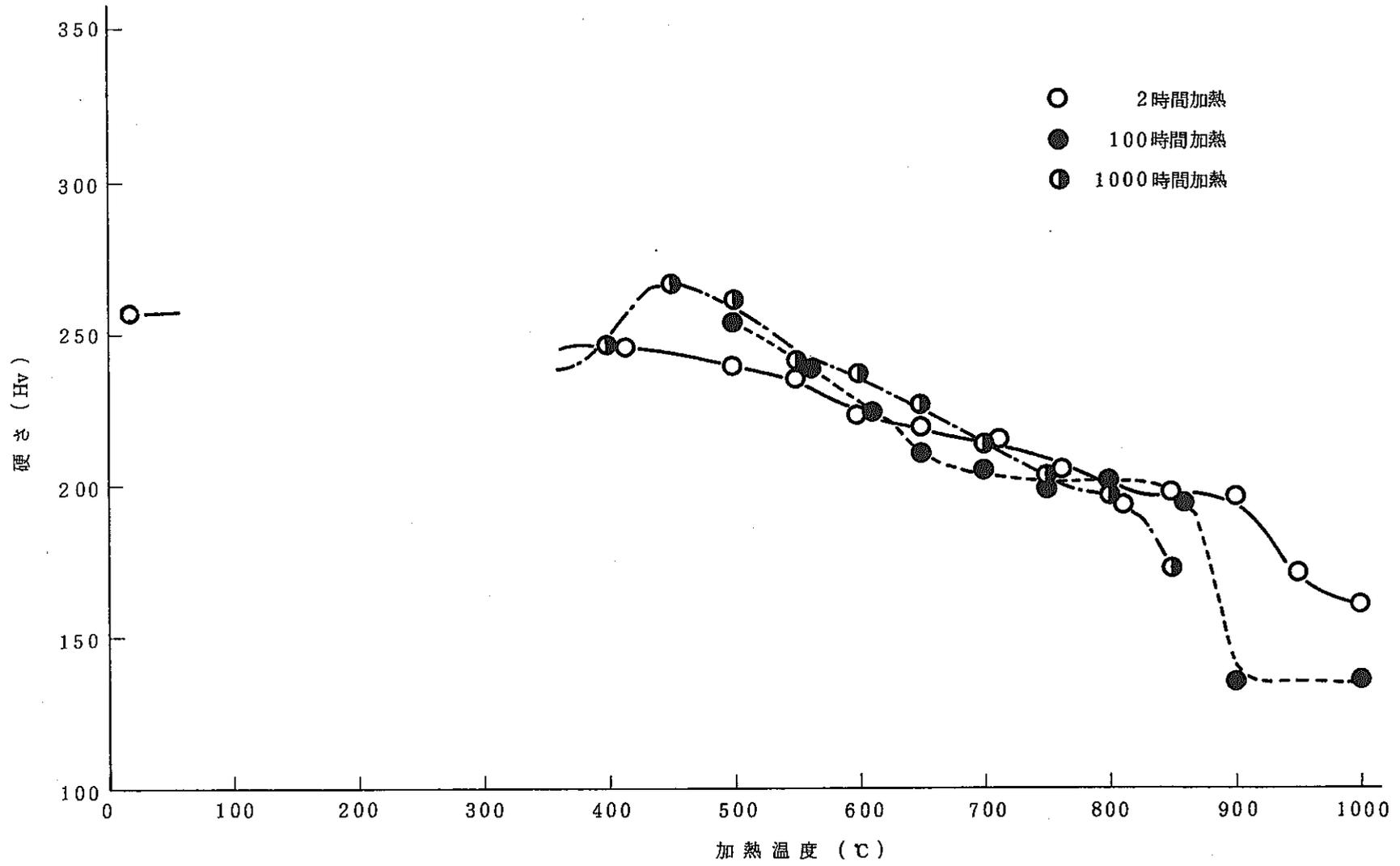


Fig. 5 加熱時間による硬さの変化 (S-3)

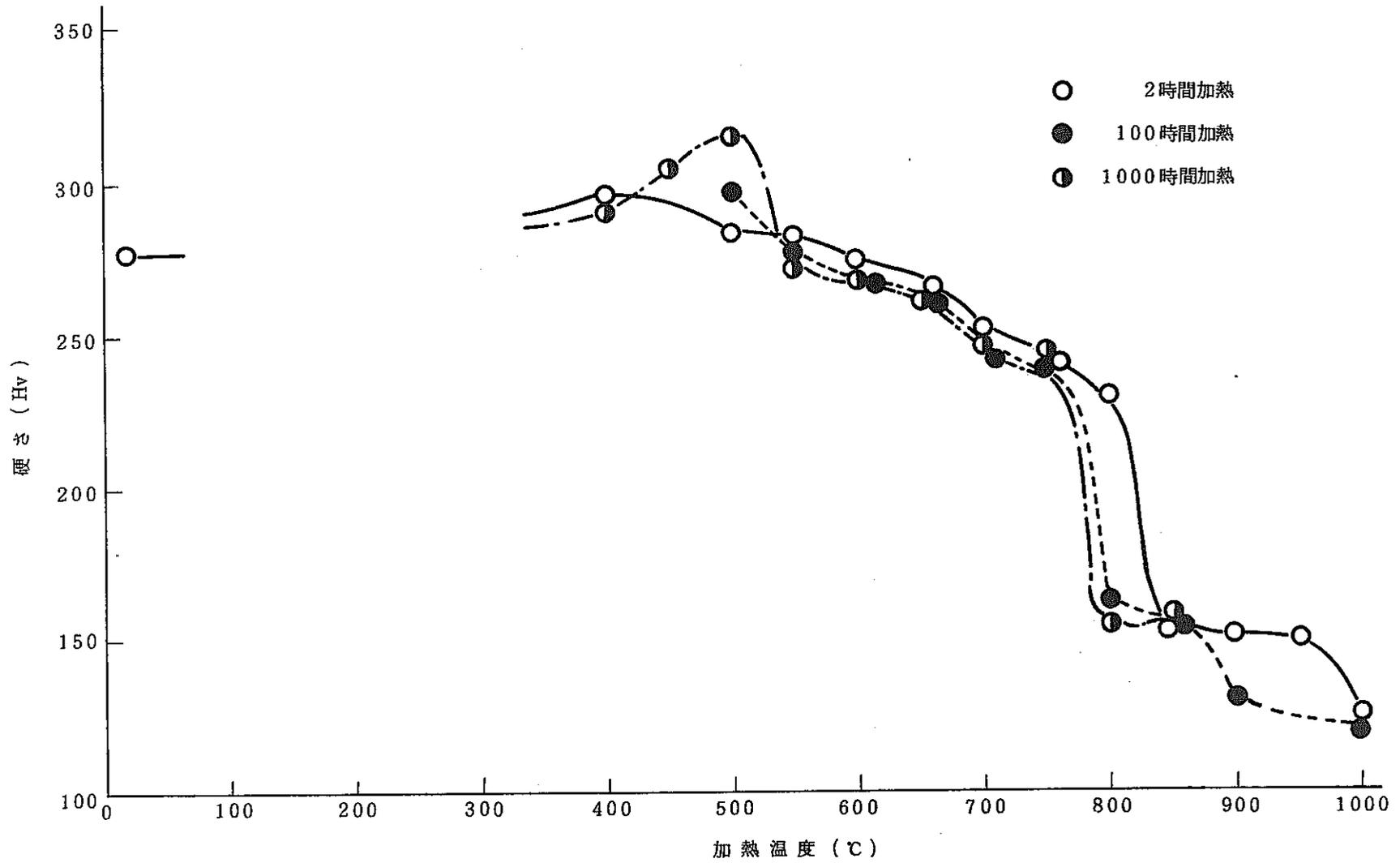


Fig. 6 加熱時間による硬さの変化 (CA)

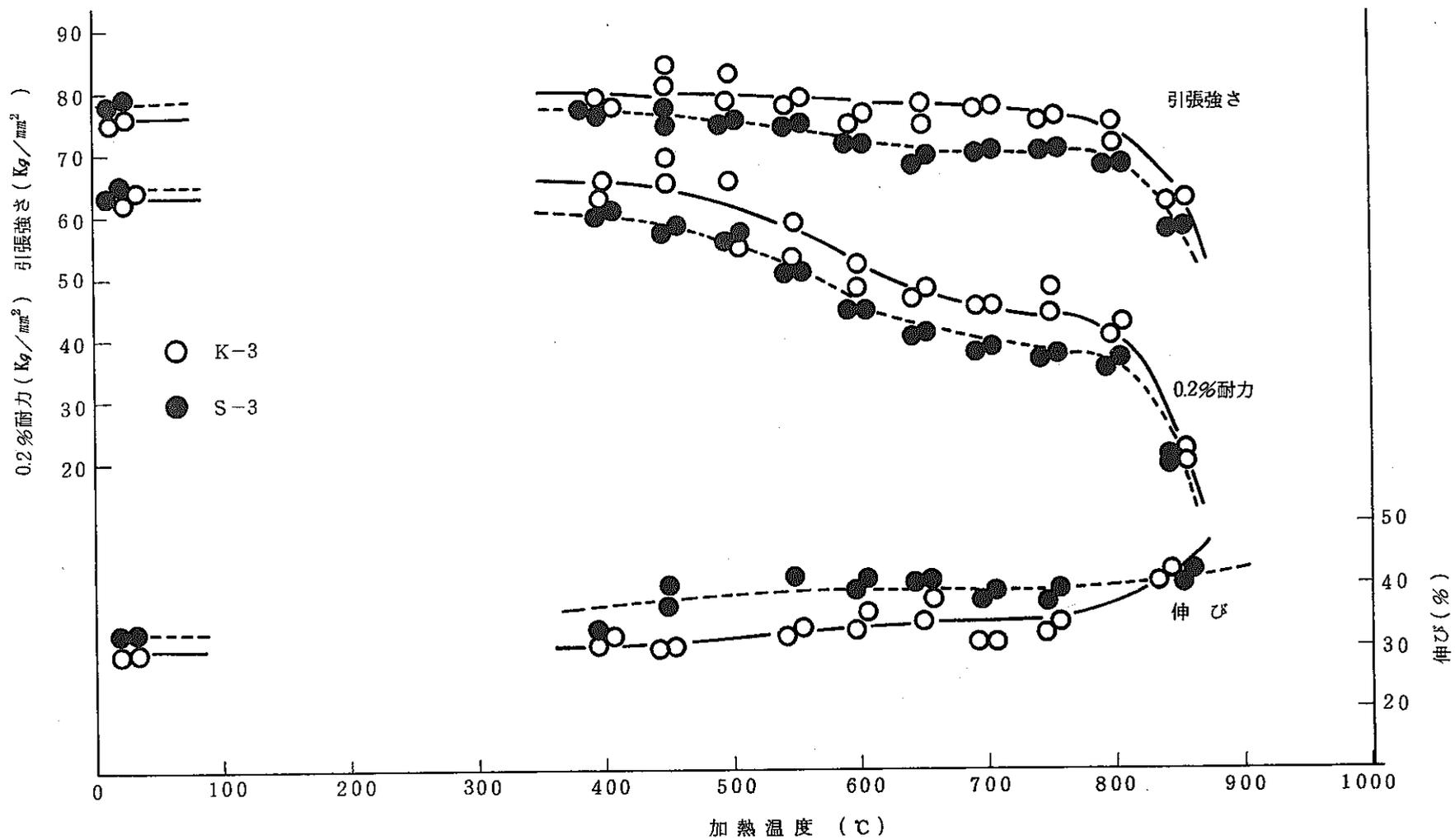


Fig. 7 引張性質に及ぼす加熱温度の影響

(加熱時間; 1000hr.)

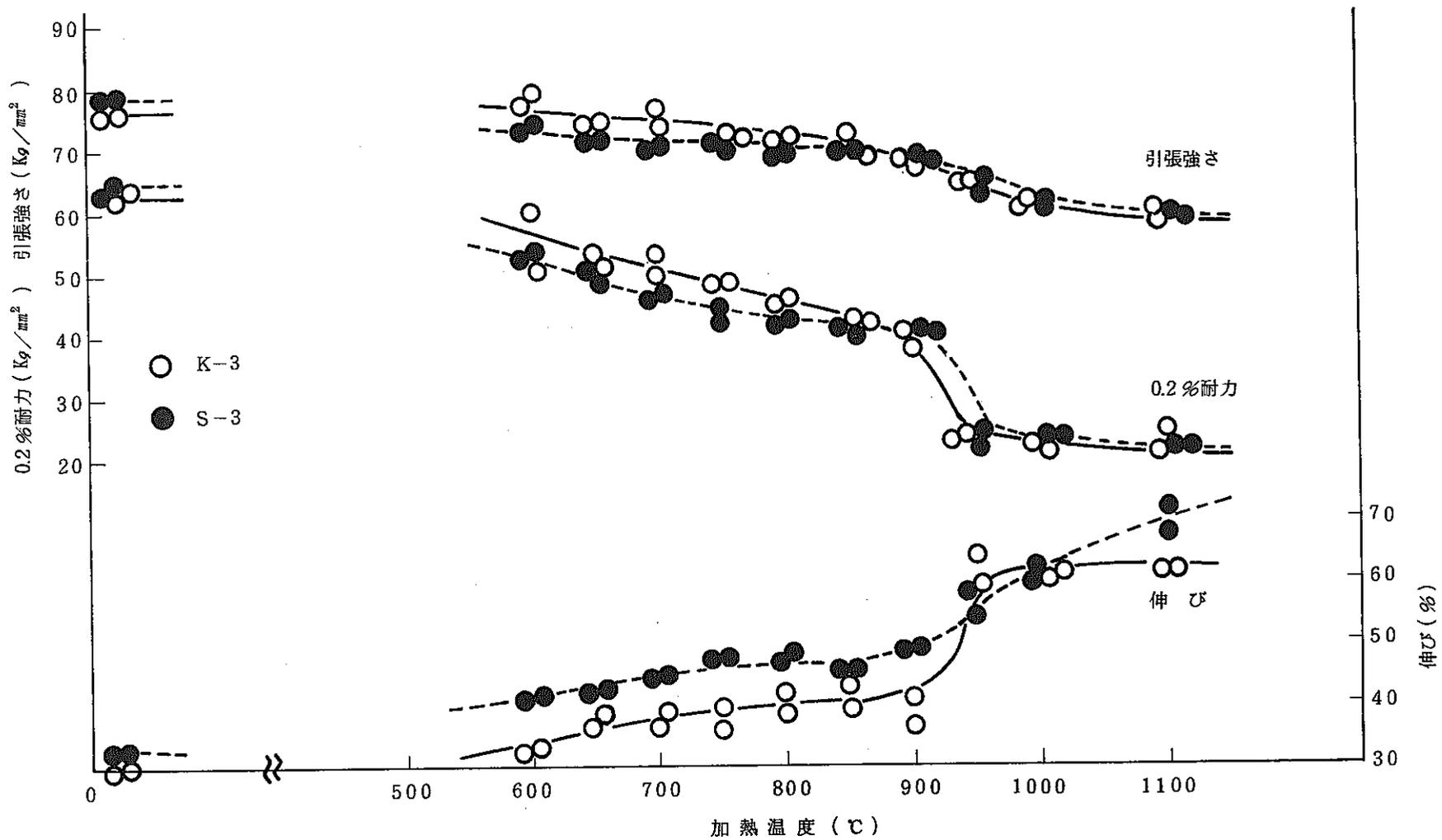


Fig. 8 引張性質に及ぼす加熱温度の影響
(加熱時間; 2 hr.)

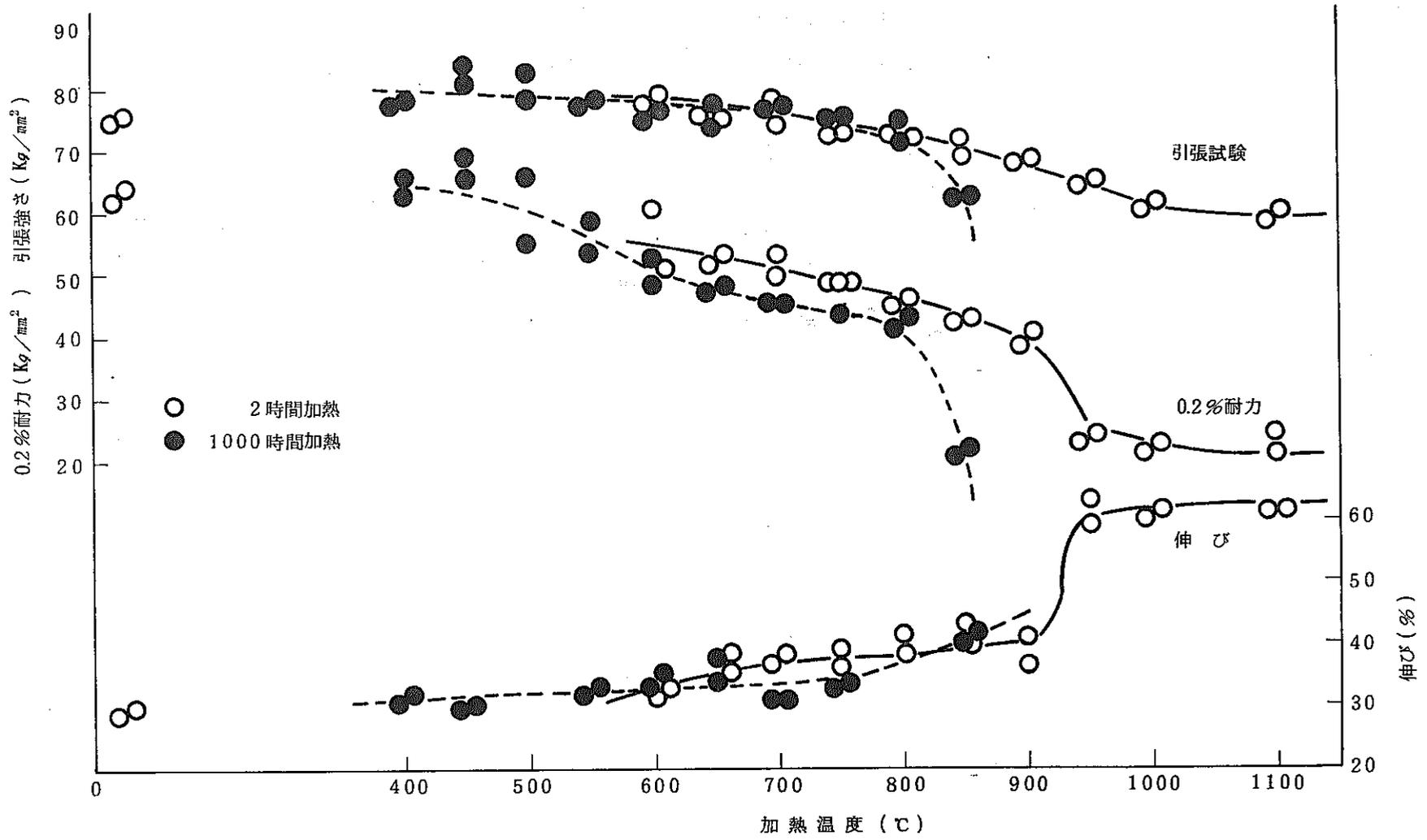


Fig. 9 加熱時間による引張性質の変化 (K-3)

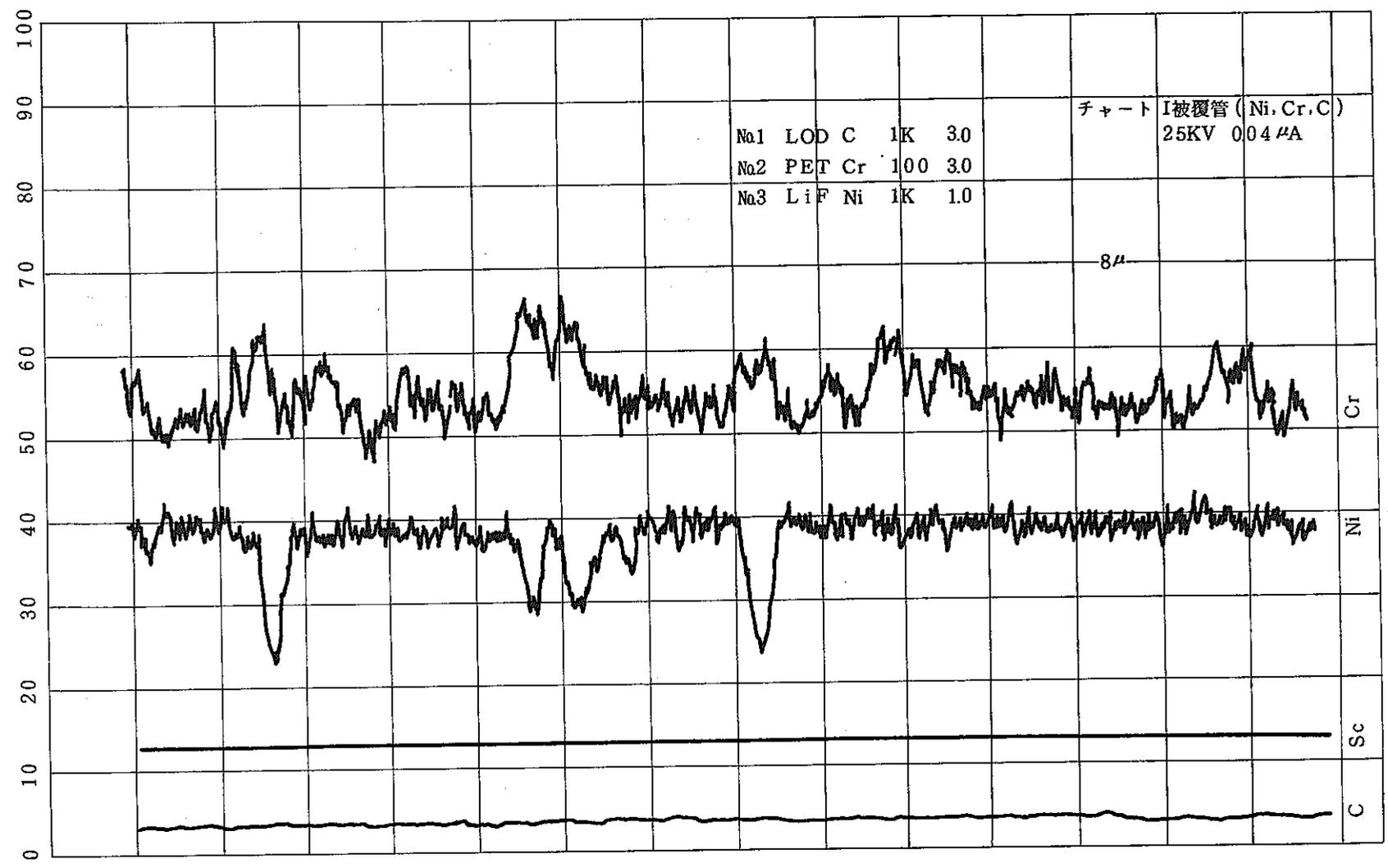


Fig. 10 EPMAによる線分析 (Cr, Ni, C)

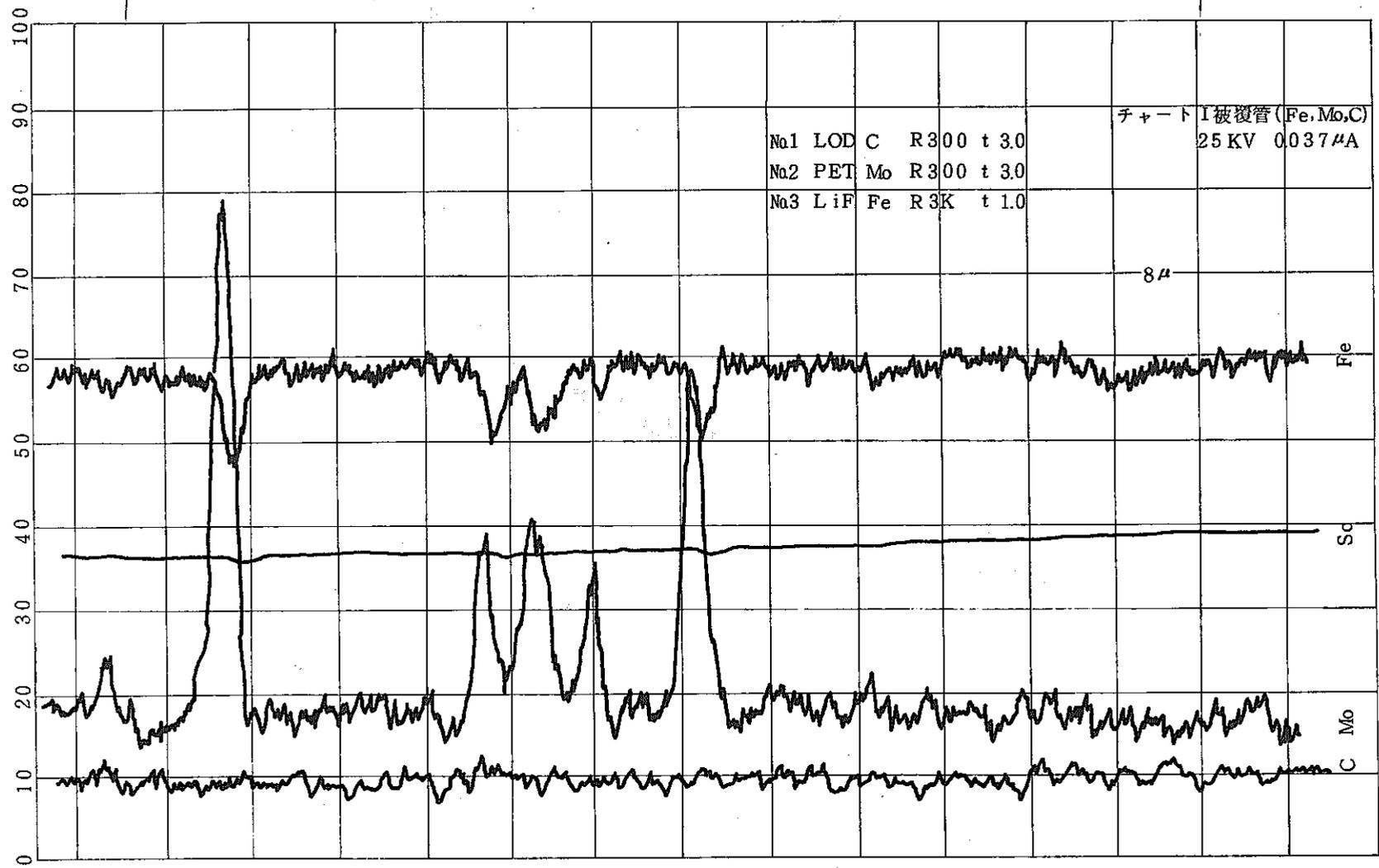
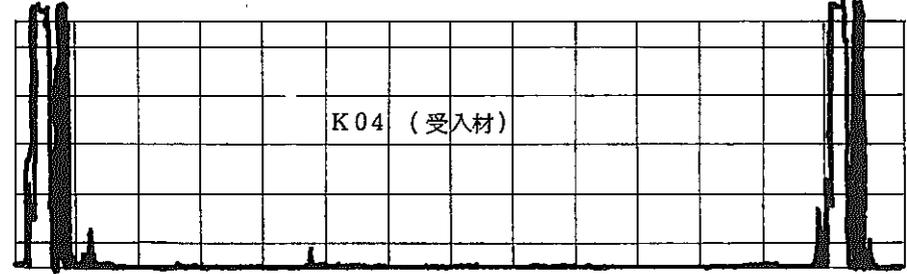
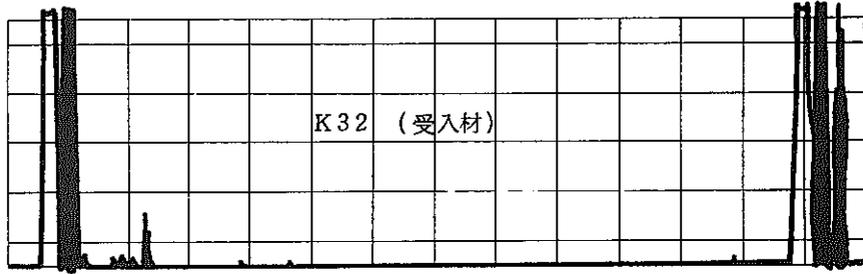


Fig. 11 EPMAによる線分析 (Fe, Mo, C)

熱処理前



熱処理後

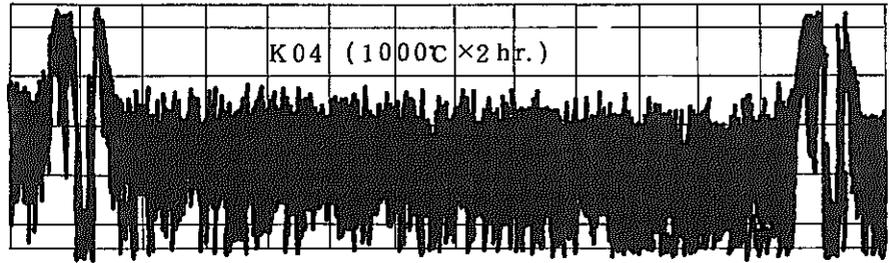
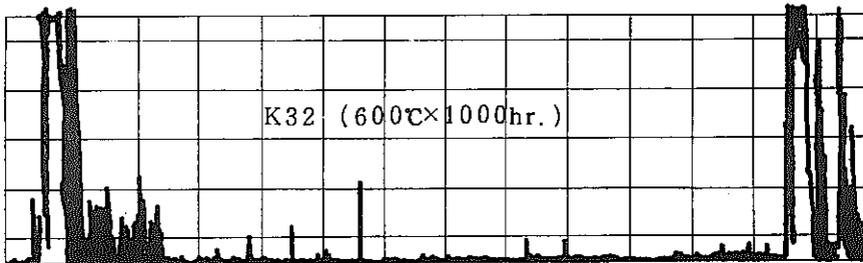


Fig. 12 熱処理前後における超音波探傷結果

K-3材
周方向チャート

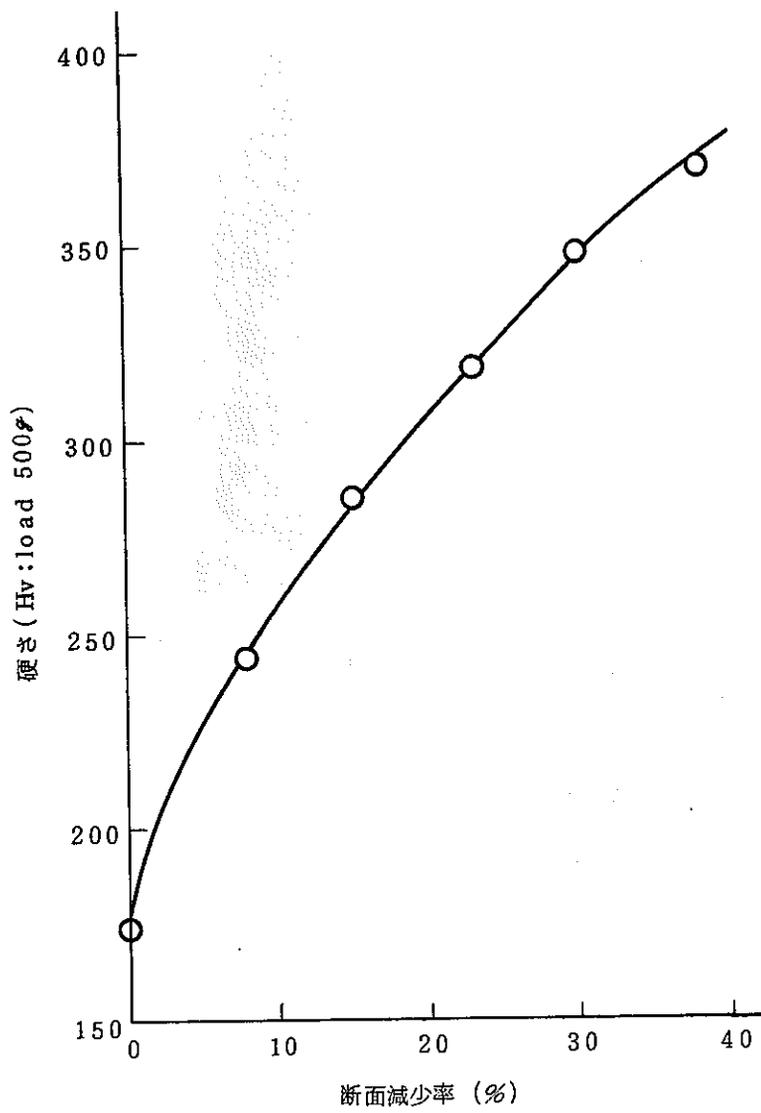


Fig. 13 硬さに及ぼす冷間加工度の影響

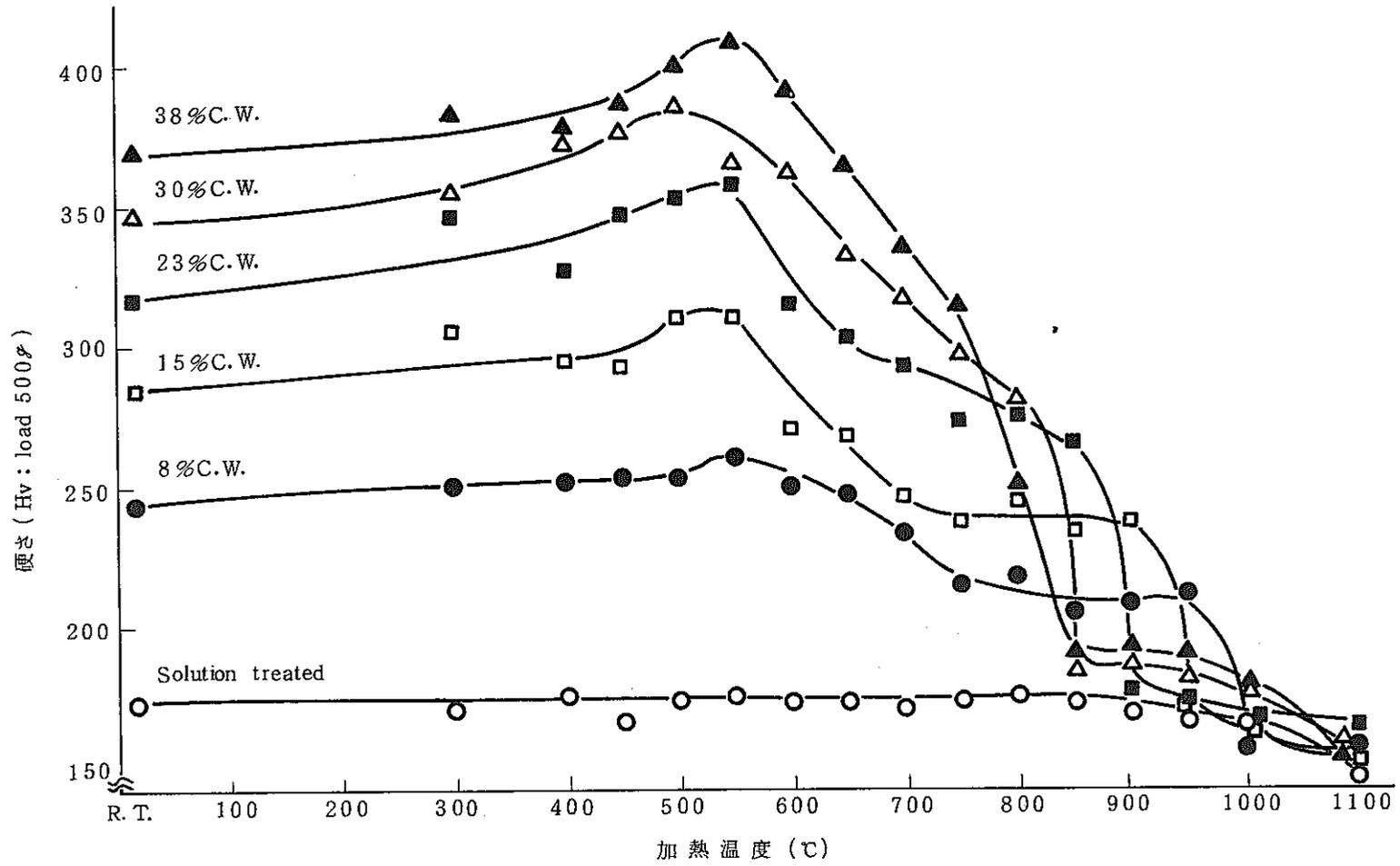


Fig. 14 加熱温度による硬さの変化 (加熱時間: 2hr.)

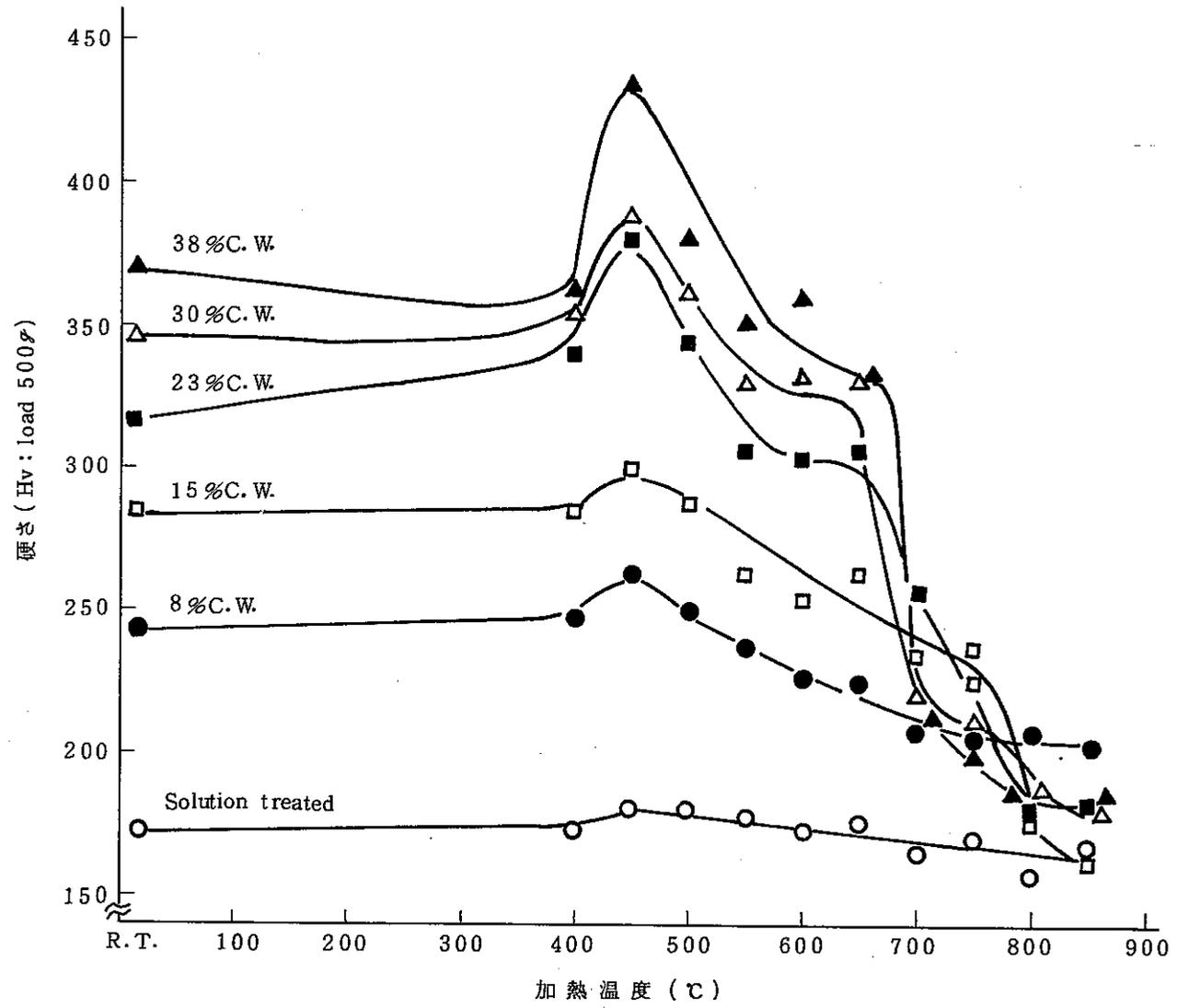
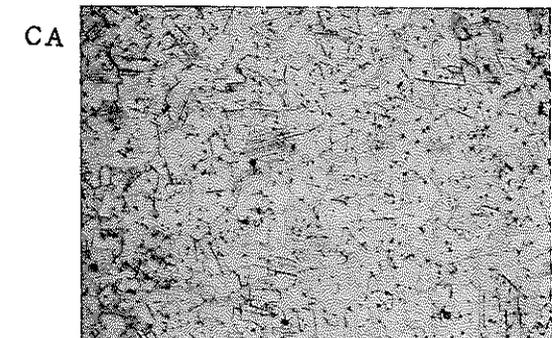
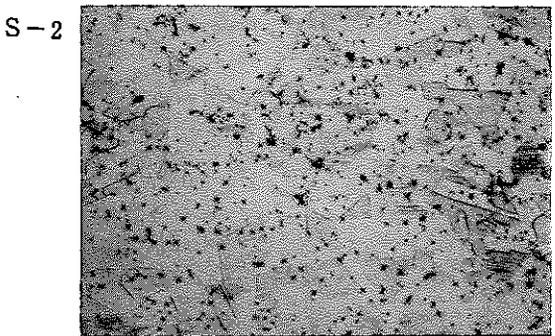
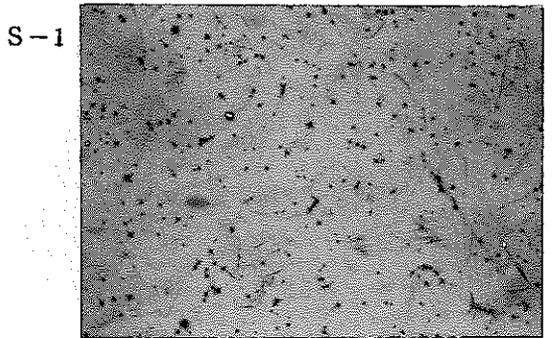
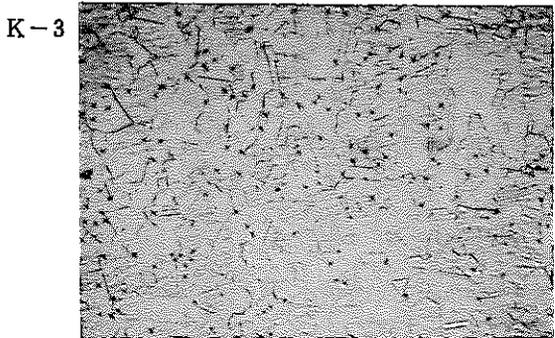
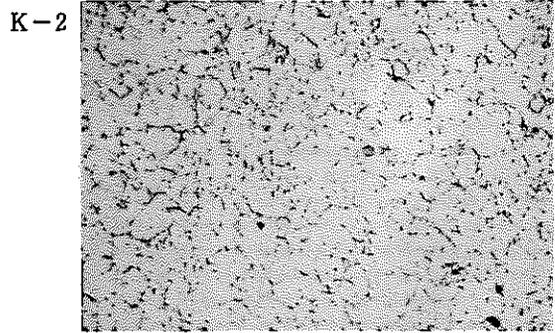


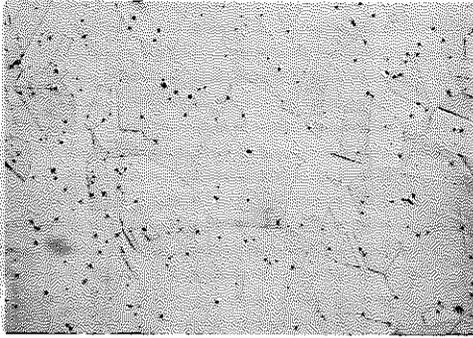
Fig. 15 加熱温度による硬さの変化 (加熱時間: 1000hr.)



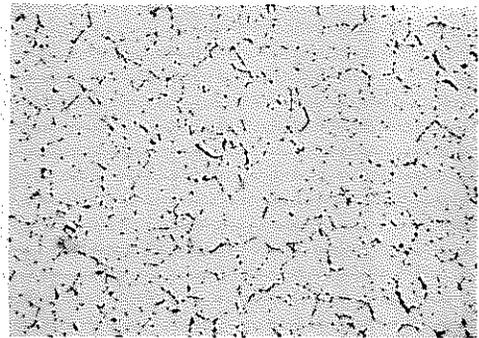
100μ

Photo. 1 受入れ材の顕微鏡組織

K-1



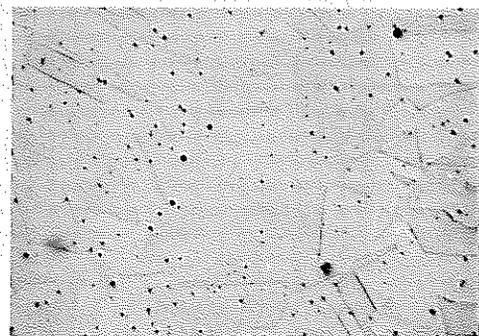
K-2



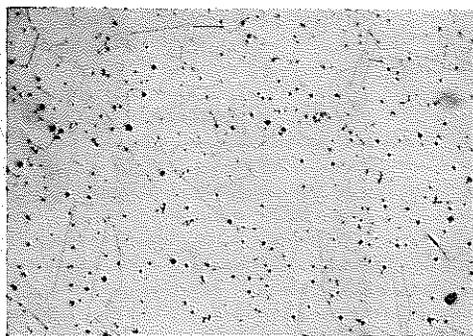
K-3



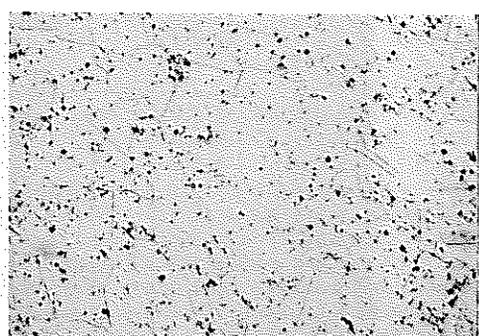
S-1



S-2



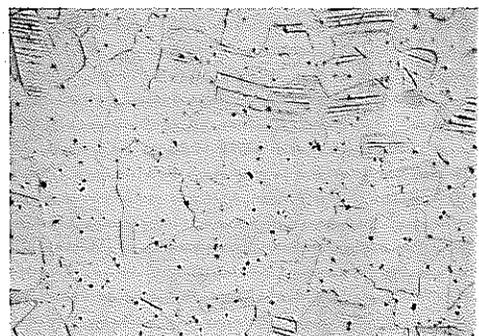
S-3



CA



SU'



100 μ

Photo. 2 400℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

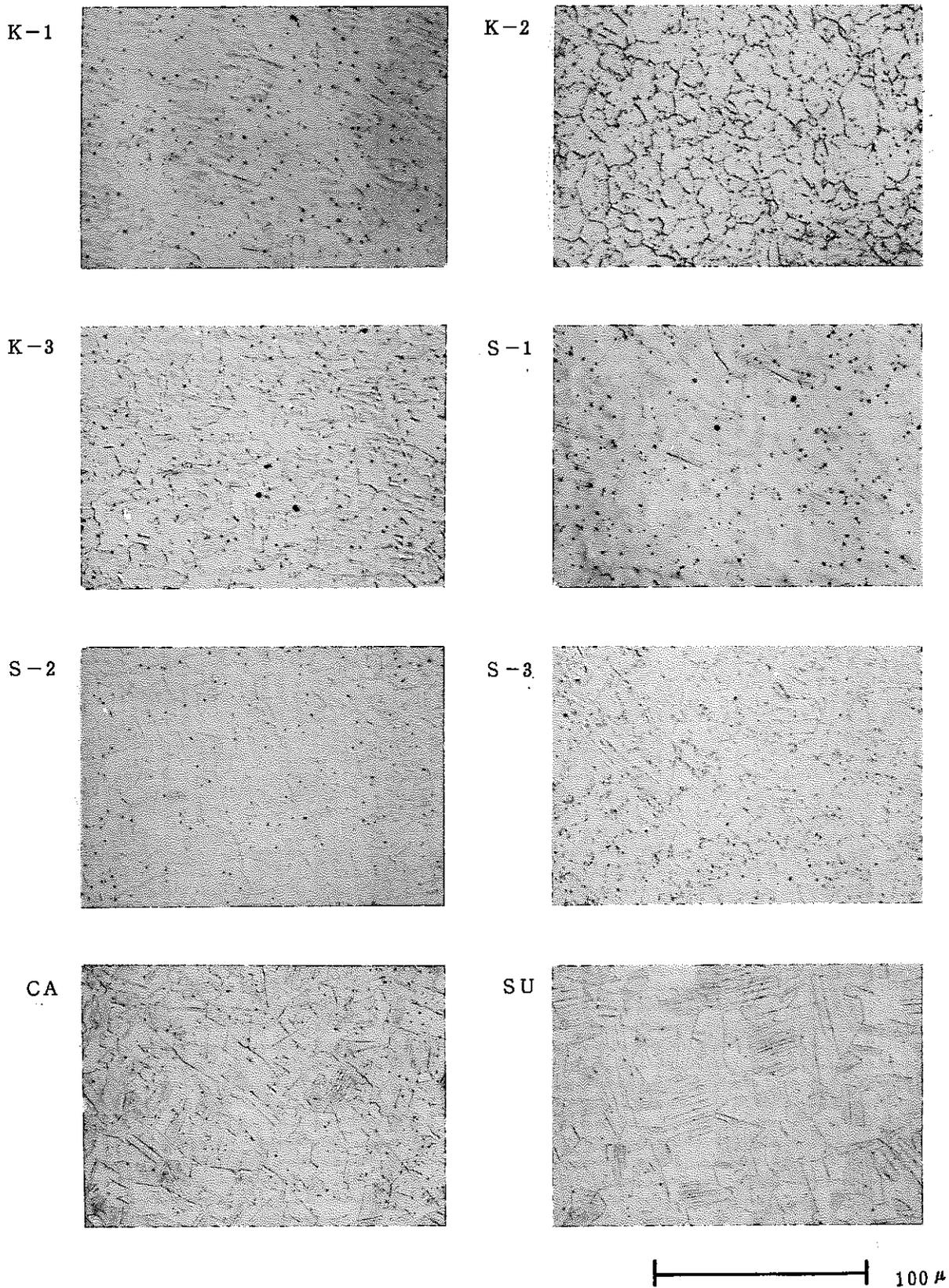
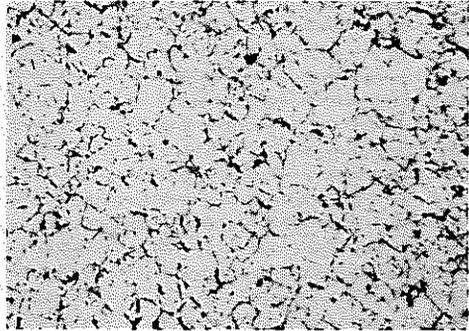


Photo. 3 450℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

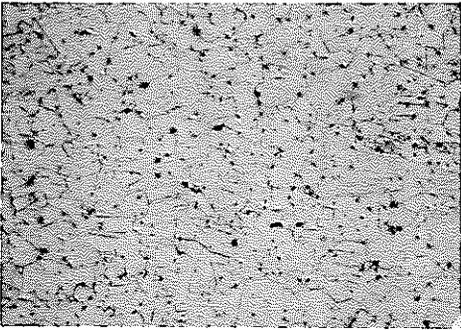
K-1



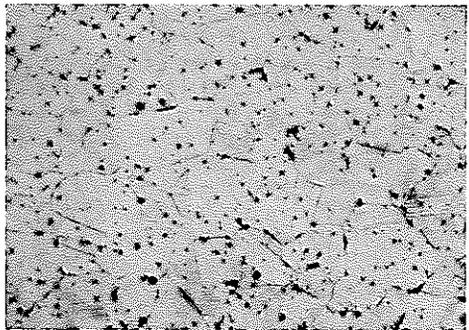
K-2



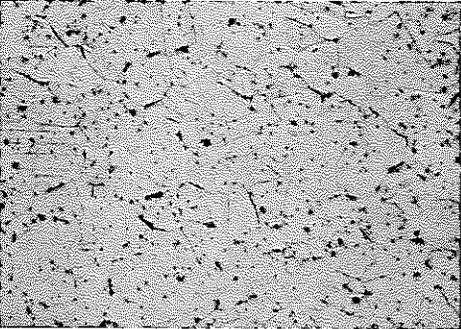
K-3



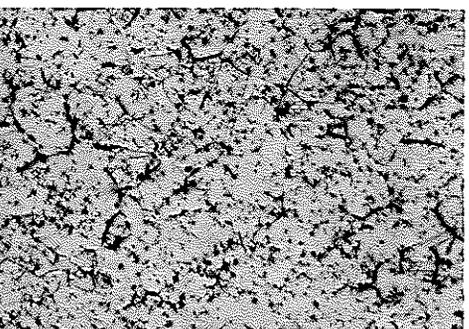
S-1



S-2



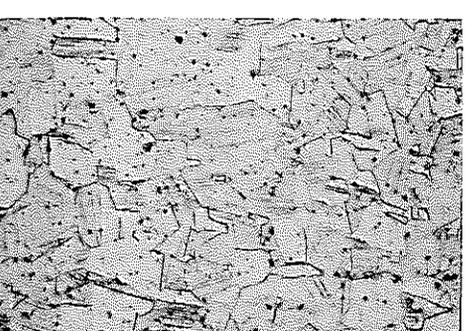
S-3



CA



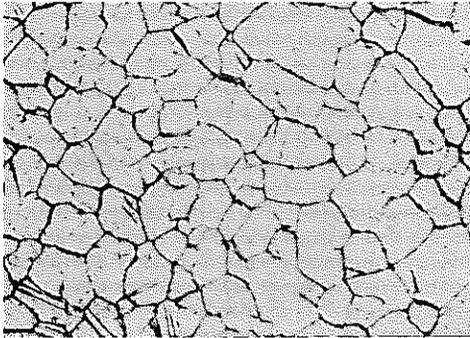
SU



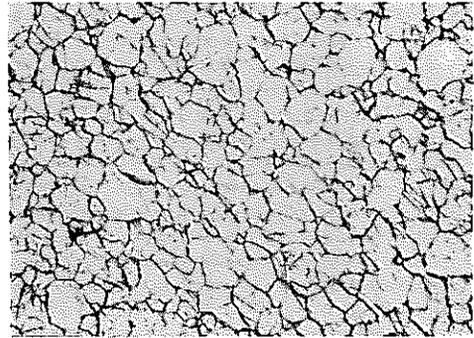
100 μ

Photo. 4 500℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

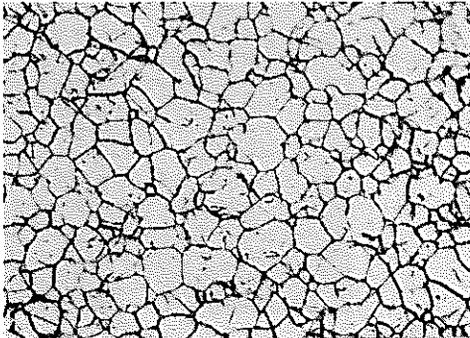
K-1



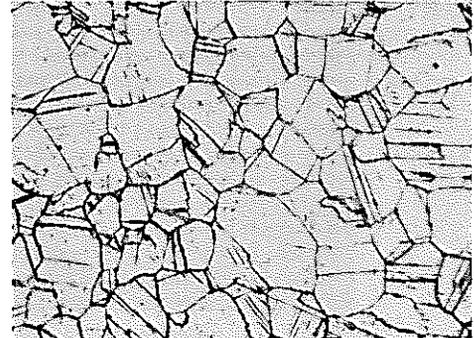
K-2



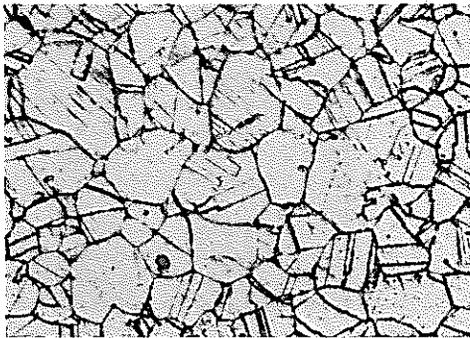
K-3



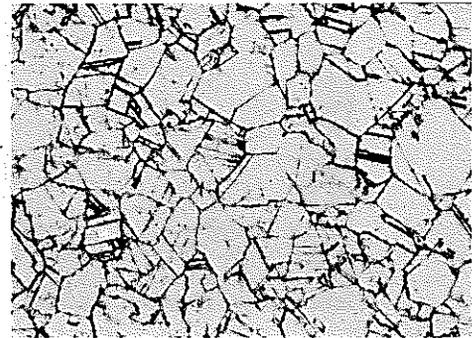
S-1



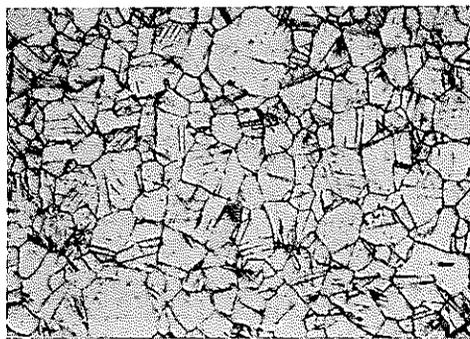
S-2



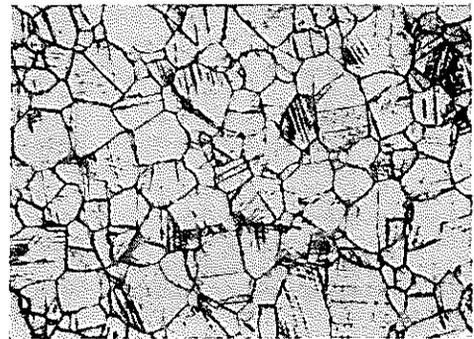
S-3



CA



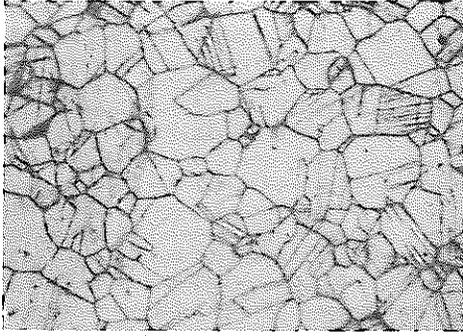
SU



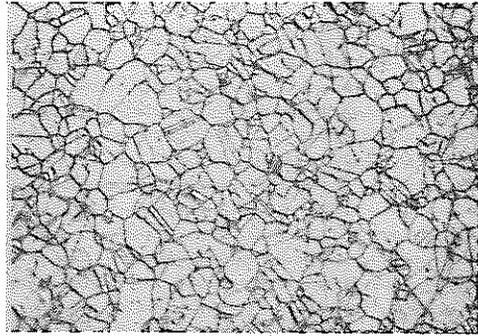
100 μ

Photo. 5 550℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

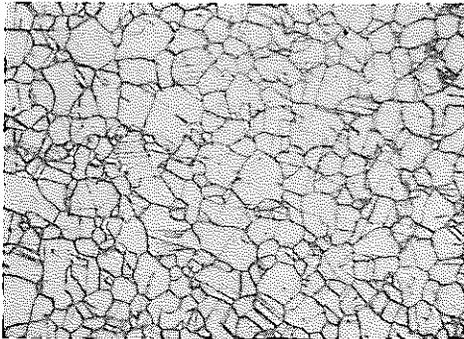
K-1



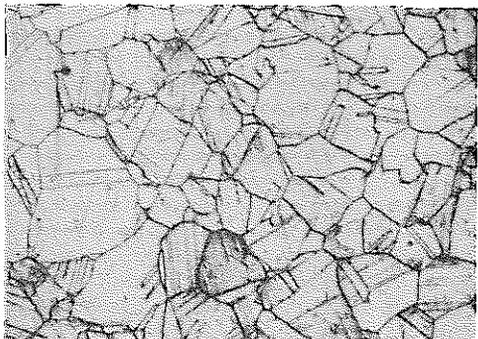
K-2



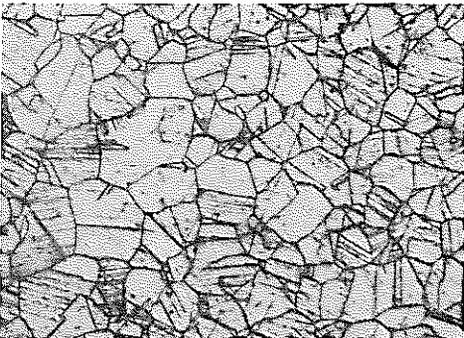
K-3



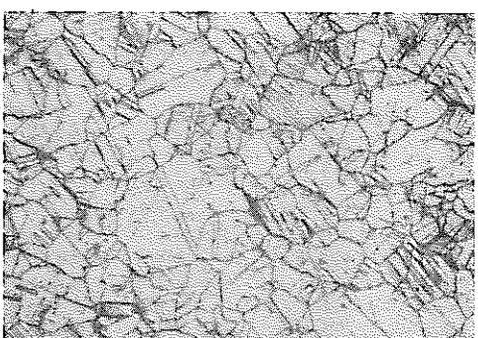
S-1



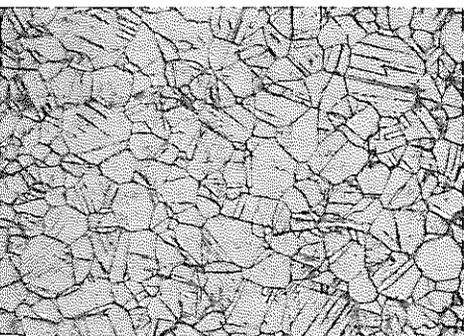
S-2



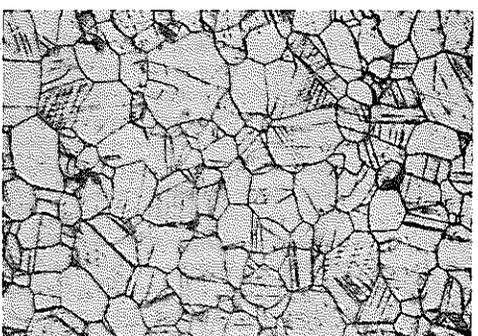
S-3



CA



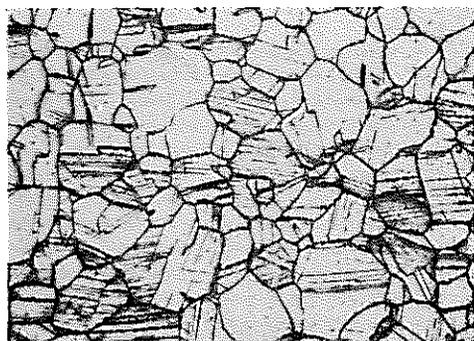
SU



100 μ

Photo. 6 600°C×1000時間加熱後の顕微鏡組織

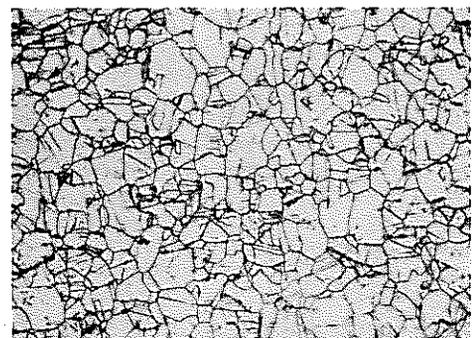
K-1



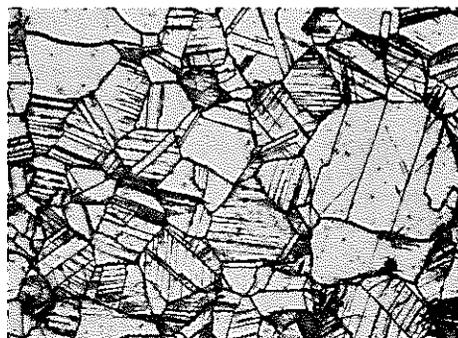
K-2



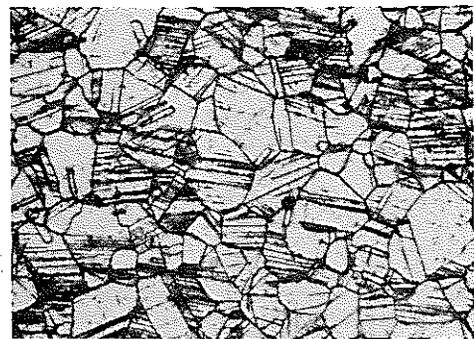
K-3



S-1



S-2



S-3



CA



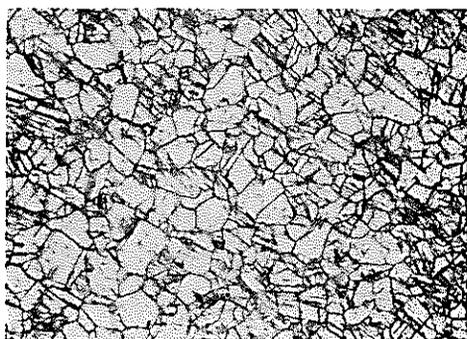
SU



100 μ

Photo. 7 650℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

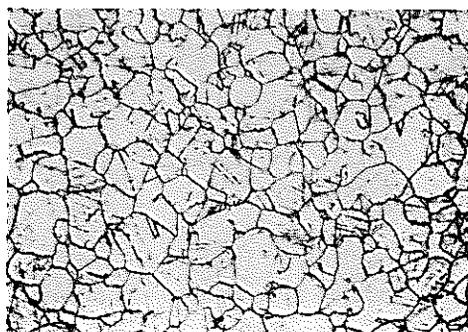
K-1



K-2



K-3



S-1



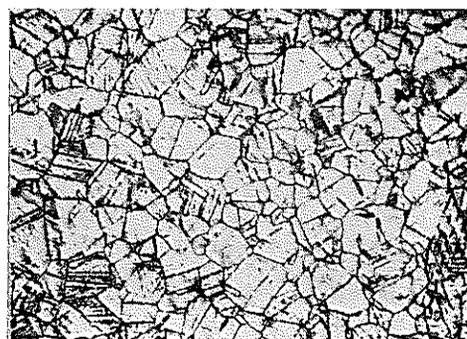
S-2



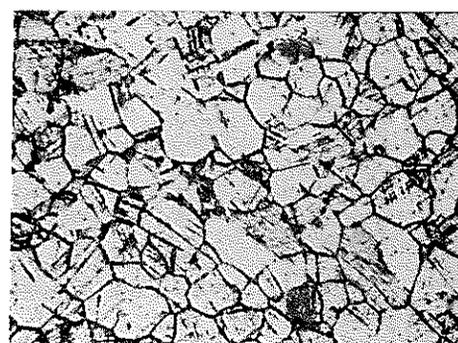
S-3



CA



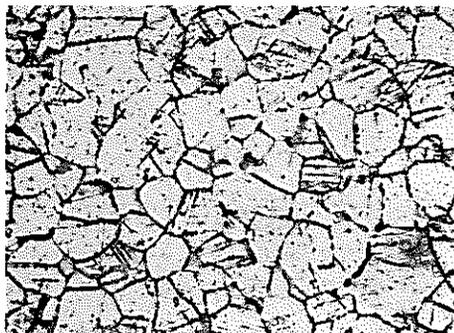
SU



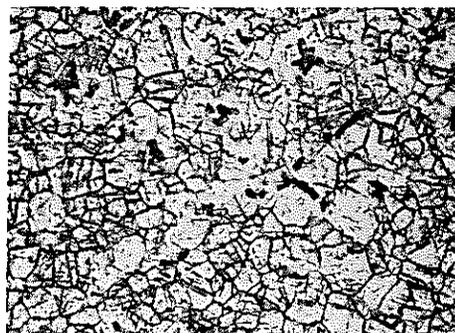
100 μ

Photo. 8 700 °C × 1000 時間加熱後の顕微鏡組織

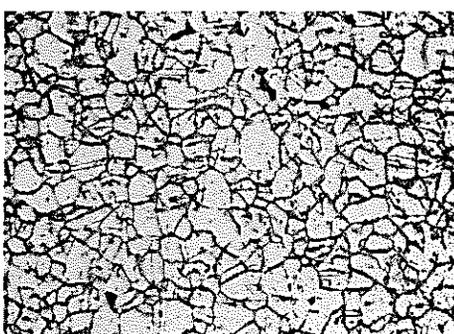
K-1



K-2



K-3



S-1



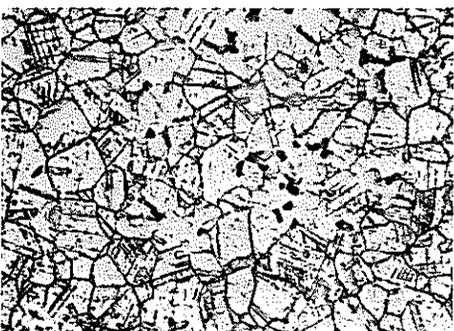
S-2



S-3



CA

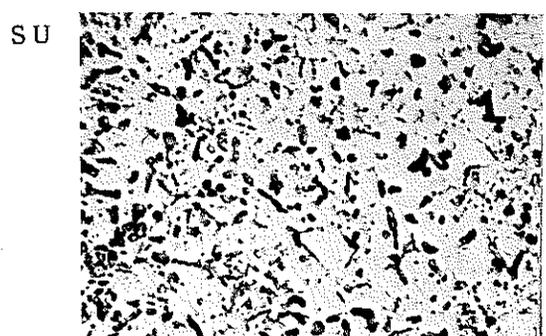
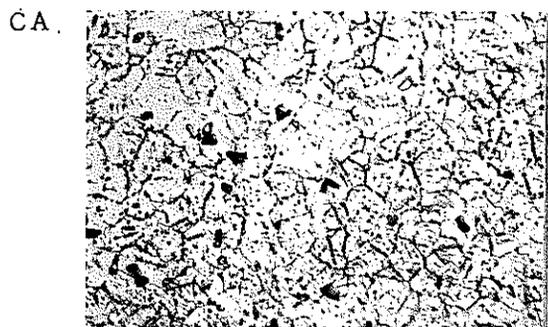
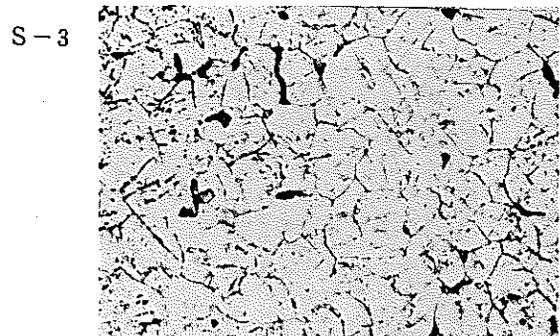
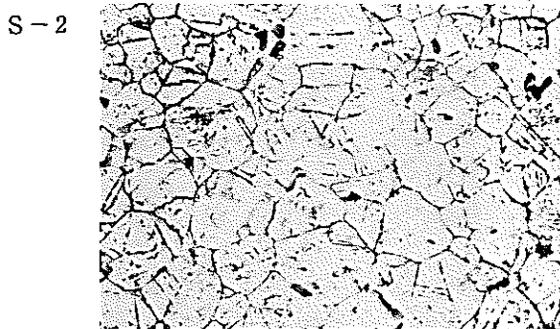
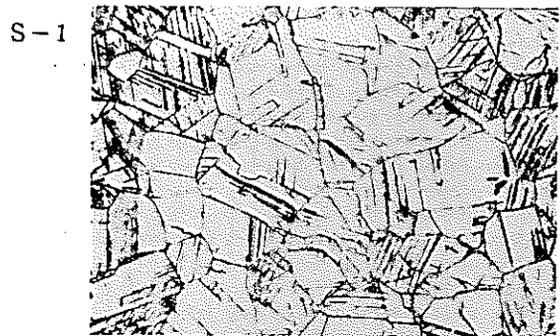
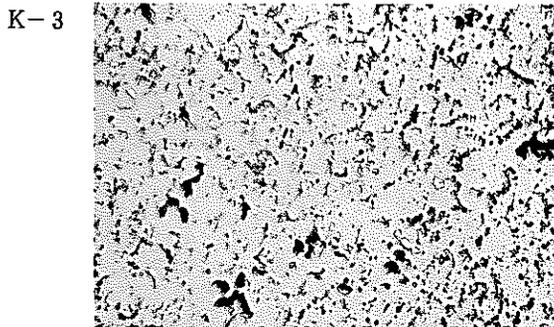
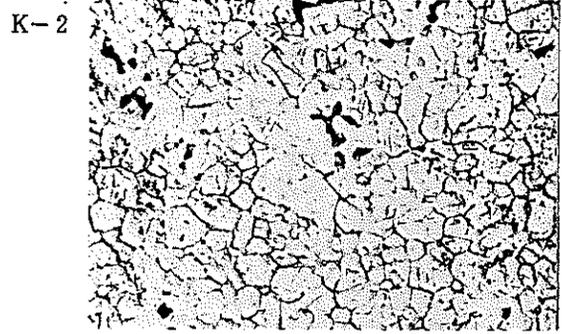
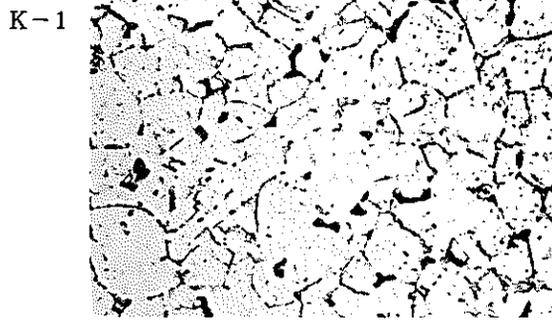


SU



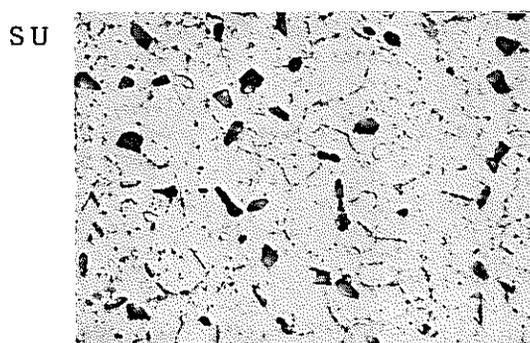
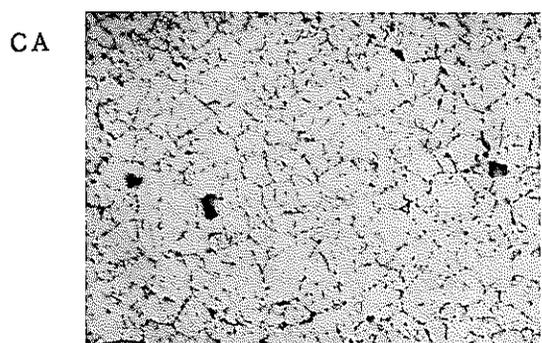
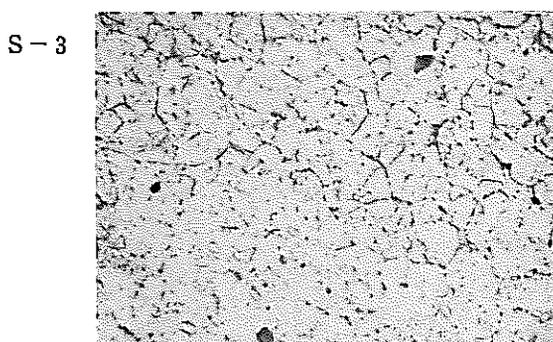
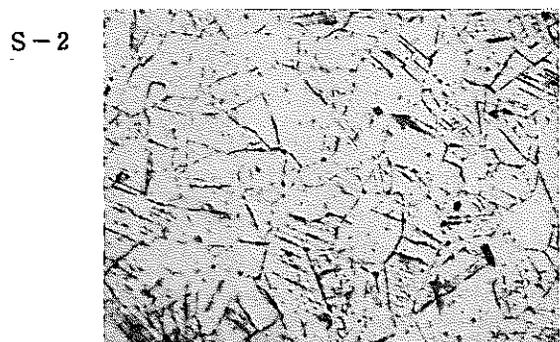
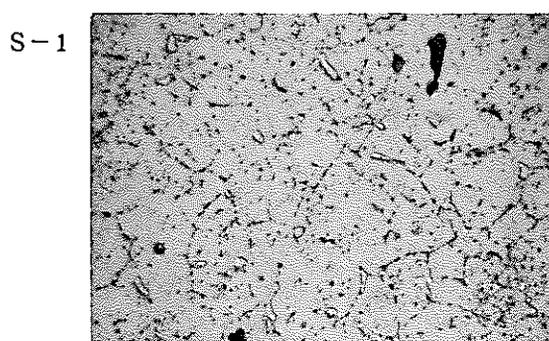
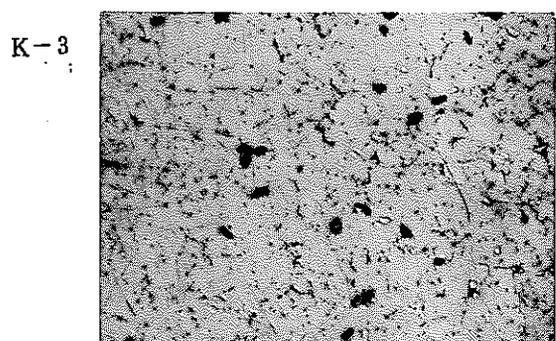
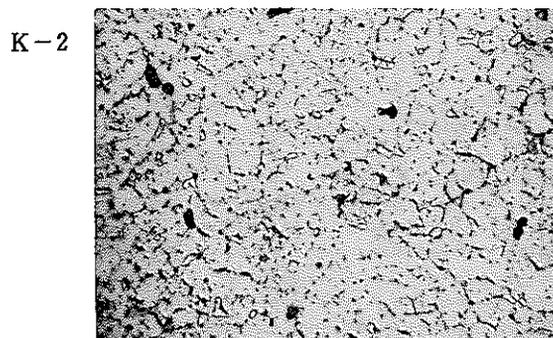
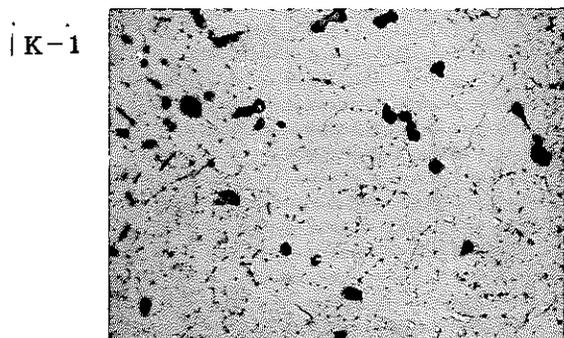
100 μ

Photo. 9 750℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織



100 μ

Photo. 10 800℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織



100 μ

Photo. 11 850℃×1000時間加熱後の顕微鏡組織

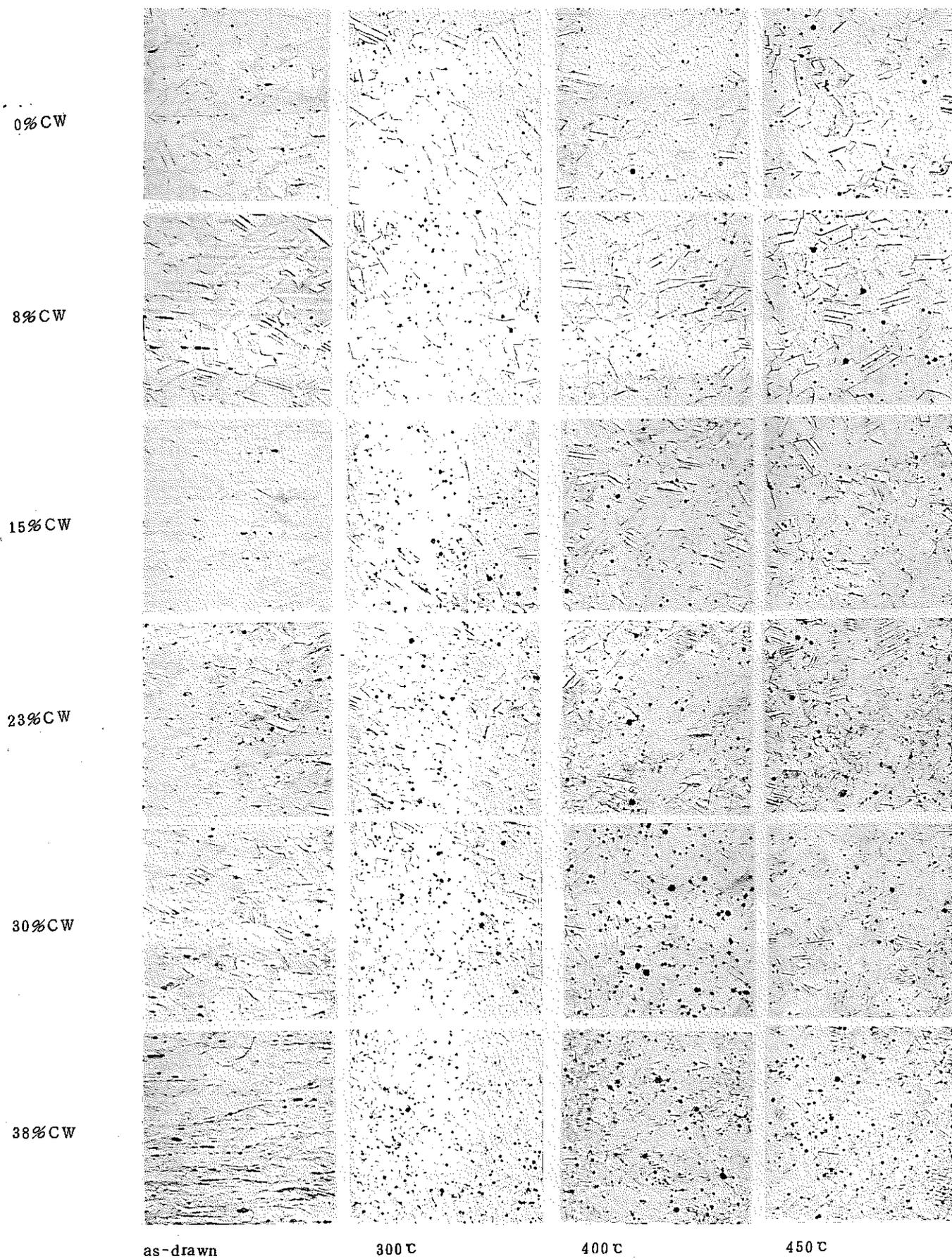
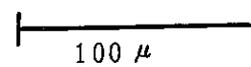
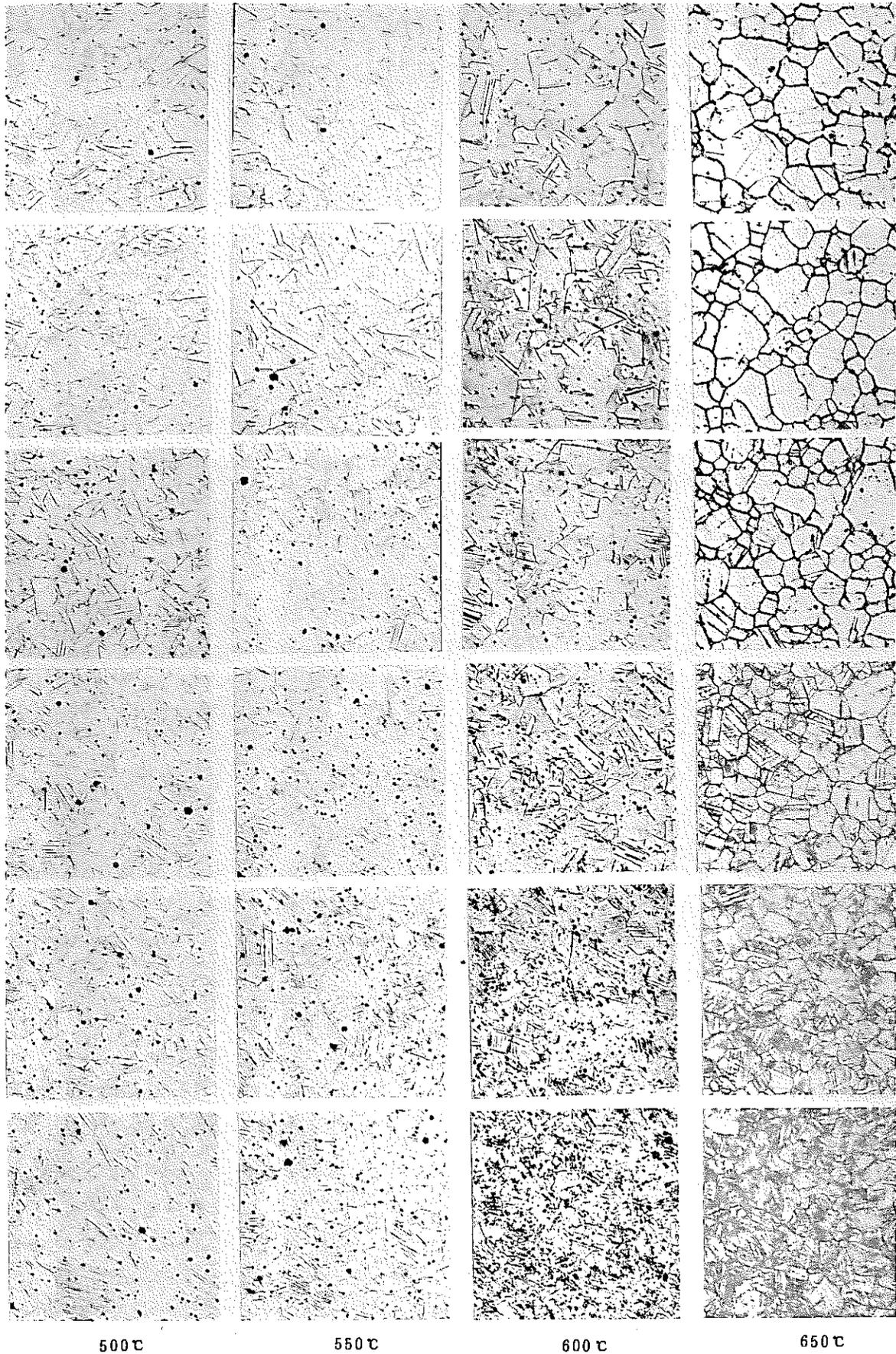


Photo. 12 (300~1100°C) × 2 時間加熱後の顕微鏡組織 (1)





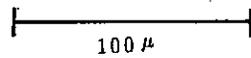
500℃

550℃

600℃

650℃

Photo. 12 (300~1100℃)×2時間加熱後の顕微鏡組織(2)



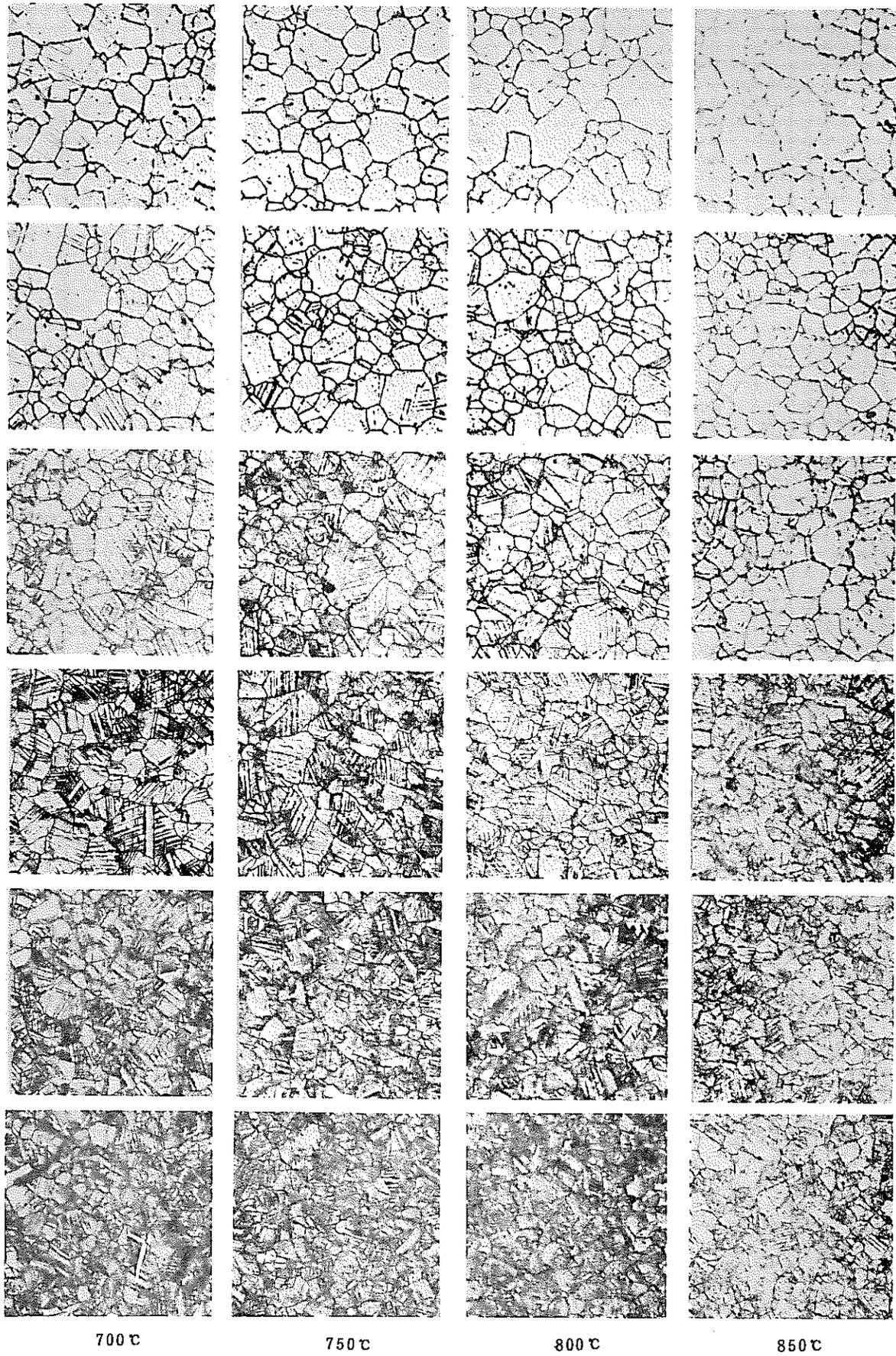
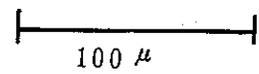
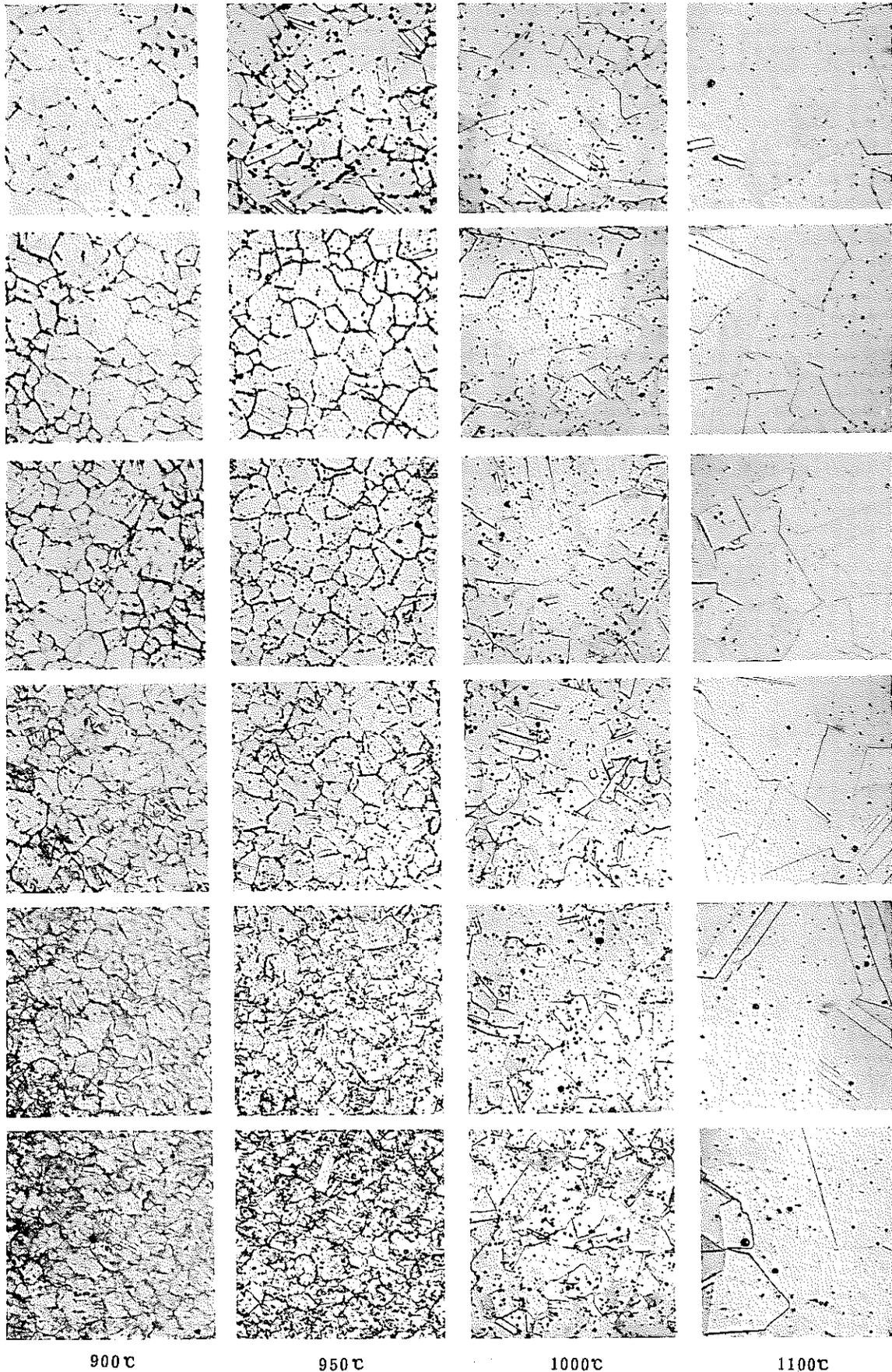


Photo. 12 (300~1100℃)×2時間加熱後の顕微鏡組織 (3)





900℃

950℃

1000℃

1100℃

Photo. 12 (300~1100℃)×2時間加熱後の顕微鏡組織 (4)

100 μ

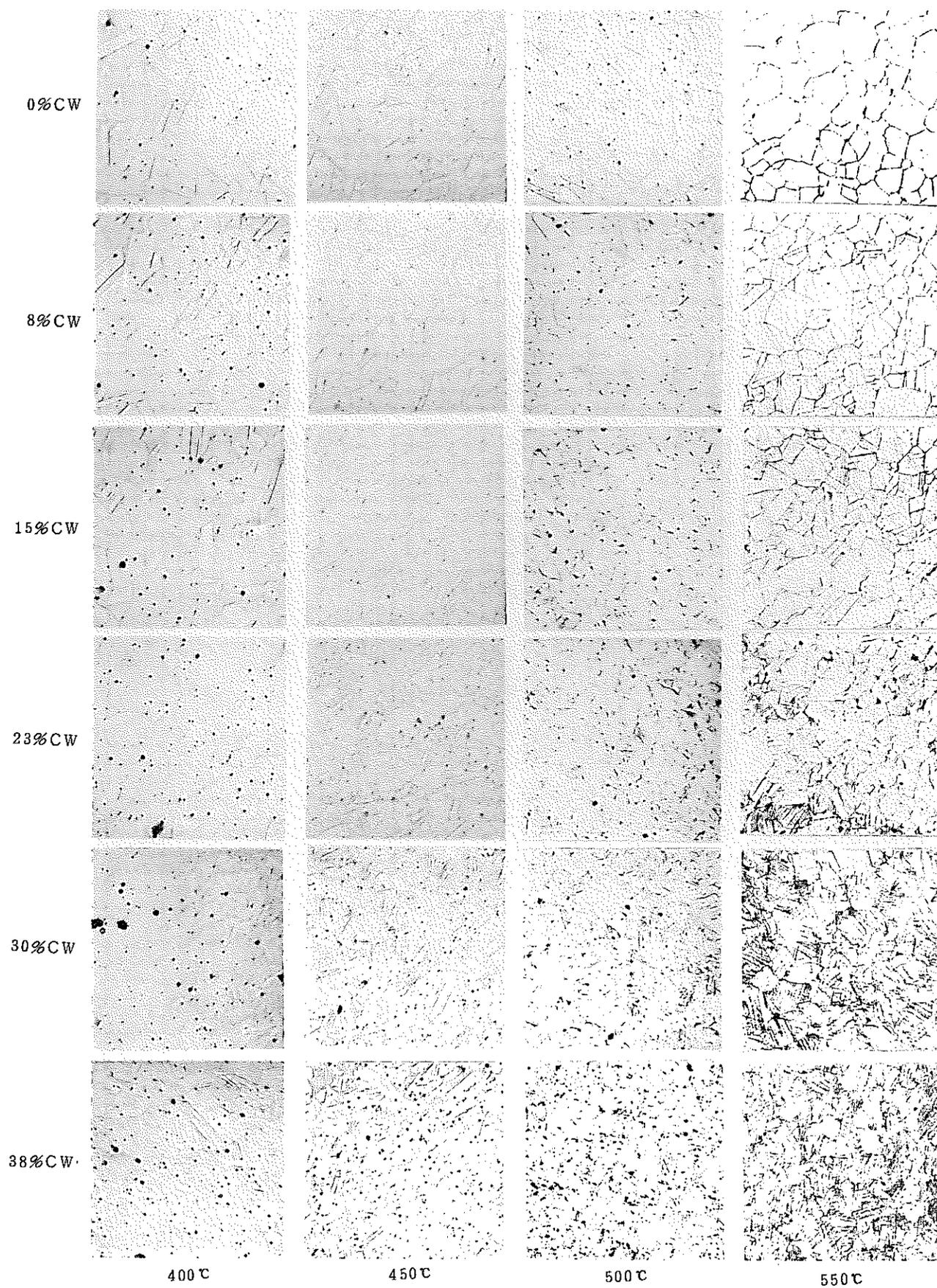


Photo. 13 (400~850°C) × 1000 時間加熱後の顕微鏡組織 (1)

100 μ

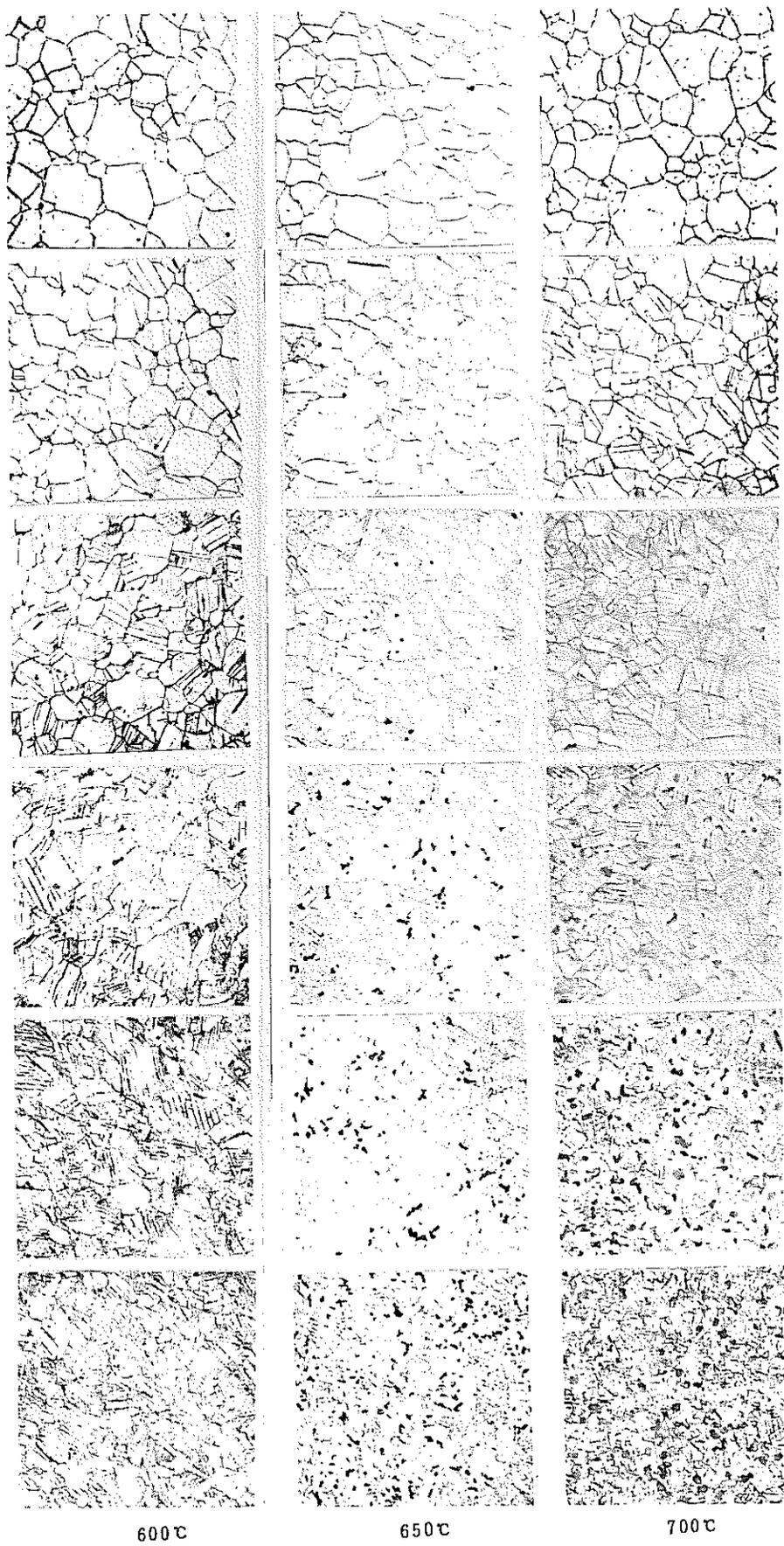


Photo. 13 (400~850°C) × 1000 時間加熱後の顕微鏡組織 (2)

100 μ

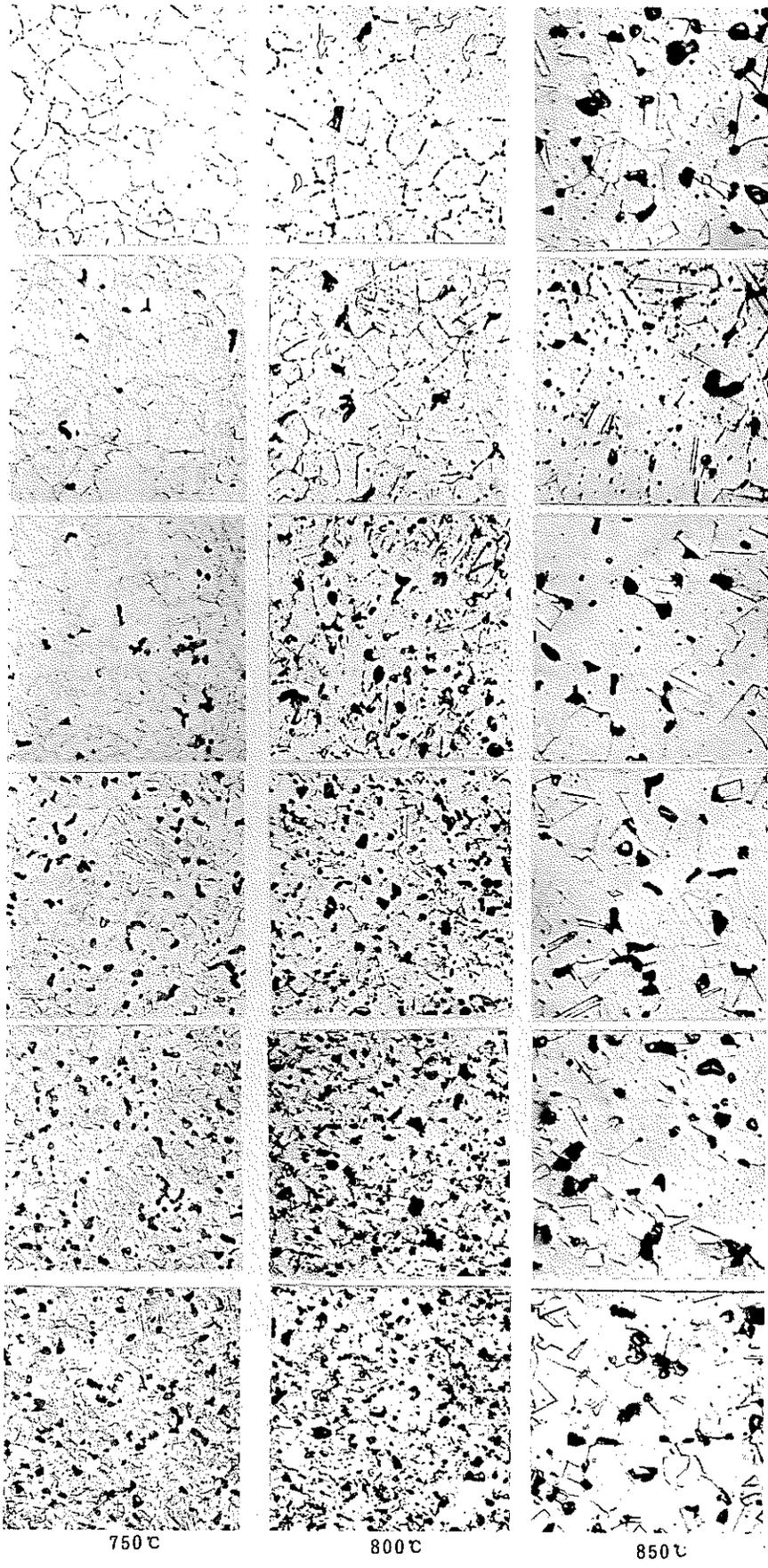


Photo. 13 (400~850°C) × 1000 時間加熱後の顕微鏡組織 (3)

