

分置

改良316及び新合金の熱履歴試験

1982年7月

技術資料コード	
開示区分	レポートNo.
T	N941 82-146
この資料は 図書室保存資料です 閲覧には技術資料閲覧票が必要です	
動力炉・核燃料開発事業団大洗工学センター技術管理室	

動力炉・核燃料開発事業団
大洗工学センター

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせください。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター システム開発推進部・技術管理室

Enquires about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-cho, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-ken, 311-13, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation)

改良316及び新合金の熱履歴試験

多田 薫* 谷 賢** 吉持 宏*
一海 俊景*

要 旨

将来の高速増殖炉用燃料被覆管を目指して、FBR材料専門委員会合金開発ワーキンググループにおいて選出された有望合金10種類について650～750℃、7000hrまでの熱履歴試験を行い、熱履歴材の金相及び硬さ試験を実施した。主な結果を以下に示す。

(1) 改良316ステンレス鋼

時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに微細な粒内炭化物が増加し、高温長時間の時効では σ 相の析出が観察された。硬さの系統的な時効温度・時効時間依存性は認められなかった。

(2) 炭化物析出型合金

15Cr-15Ni系の合金Na24及び40では時効とともに微細な粒内炭化物が析出し、硬さが増加した。15Cr-25Ni系の合金Na26とNa37及び15Cr-30Ni系の合金Na27では比較的大きな粒内炭化物が析出し、硬さの明確な時効温度・時効時間依存性は認められなかった。また、いずれの合金においても σ 相の析出は認められなかった。

(3) γ' 析出型合金

PE16(合金Na49)では時効とともに微細な粒内炭化物が析出するが、その量は少なかった。Inconel 706(合金Na50)では高温長時間の時効により針状組織が粒内全域に成長していた。硬さはいずれも短時間の時効により増加したが、さらに時効を続けると減少した。

* 大洗工学センター 燃料材料試験部 照射材料試験室

** 現 大洗工学センター 燃料材料試験部 技術解析室

July, 1982

Aging test of modified stainless steels and advanced alloys

K.Tada*, S. Tani**

H.Yoshimochi* and T. Ikkai*

Abstract

Thermal behavior of 10 alloys selected at the New Alloy Development Working Group in FBR Material Specialists Committee has been studied experimentally. These alloys were aged at 650 ~ 750°C for 7000 hr and metallurgical tests were performed. The results obtained are summarized as follows.

- (1) The time/temperature ranges for the formation of the carbide and σ phase are obtained for modified stainless steel.
- (2) 15Cr-15Ni austenitic steels show precipitation hardening with aging treatment. Hardness of γ' strengthened steels decreases after it early increases.

* Material Monitoring Section, Fuel and Material Division, O-arai Engineering Center, PNC.

** Analysis and Evaluation Section, Fuel and Material Division, O-arai Engineering Center, PNC.

目 次

1. はじめに	1
2. 供試材	2
3. 試験方法	3
3.1 熱履歴	3
3.2 金相・硬さ試験	3
4. 試験結果	4
4.1 金相試験	4
4.2 硬さ試験	4
5. まとめ	6
6. 参考文献	6

1. はじめに

高速増殖炉用炉心材料は、現在国内外とも 316 型ステンレス鋼が主として使用されているが、経済的要請から将来の商用炉には更に高性能の材料を開発する必要があり、各国とも炉心材料の開発に精力を注いでいる。

我国の炉心材料開発は、FBR材料専門委員会合金開発ワーキンググループを中心に進められており、6種類の改良ステンレス鋼及び31種類の新合金の候補材について、強度、イオン照射、ナトリウム試験等の評価試験が実施され、10種の有望材料が選出された¹⁾。

本報告は、上記の有望材料 10 種類について熱履歴試験を行い、組織安定性を調べたものである。

2. 供 試 材

試験に供した材料は改良 316 ステンレス系の No.17, 18 及び新合金系の炭化物析出型合金 No.24, 25, 26, 27, 37, 40 と γ' 析出型合金 No.49, 50 の計 10 鋼種である。供試材の化学成分を Table 1 に、また、熱処理条件及び冷間加工度等を Table 2 に示す。

合金 No.17 及び 18 は 16Cr-14Ni 系ベースでそれぞれ Nb 及び Ti を添加したものである。炭化物析出型合金の内訳は 15Cr-15Ni-0.3Ti 鋼 (No.24) 及びこれを基本組成として Nb, V, Zr を複合添加したもの (No.40), 15Cr-20Ni-0.3Ti 鋼 (No.25), 15Cr-25Ni-0.3Ti 鋼 (No.26) 及びこれを基本組成として Zr を添加したもの (No.37), 15Cr-30Ni-0.3Ti 鋼 (No.27) である。 γ' 析出型合金 No.49 は PE 16, また No.50 は Inconel 706 である。

改良 316 系及び炭化物析出型の合金は、それぞれ溶体化処理後 20% 及び 10% の冷間加工が施されている。また、 γ' 析出型合金は溶体化処理後時効処理がなされ、さらに 10% の冷間加工が施されている。

各合金の結晶粒度は改良 316 系の No.17 及び 18 がいずれも ASTM No.7.5 と最も細かく、炭化物析出型合金の No.27 が ASTM No.4.0 と最も大きい。

供試材は厚さ 0.45 mm の板状で、これより巾 5 mm の熱履歴試験片を製作した。

3. 試 験 方 法

3.1 熱 履 歴

試験片を各熱履歴条件ごとに透明石英管に真空封入し、電気炉へ挿入した。

熱履歴条件をTable 3に示す。時効温度は、650、700及び750℃、また、時効時間は、100、1000、3000及び7000hrとした。

3.2 金相・硬さ試験

受入材及び熱履歴材について、光学顕微鏡による組織観察を行った。エッチングは硝酸+グリセリン溶液で行い、400倍で写真撮影した。

金相試験の各試料の硬さをビッカース硬度計(荷重500g)を用いて肉厚中央部各点を500 μ 間隔で測定し、平均値を求めた。

4. 試験結果

4.1 金相試験結果

Fig.1～10 に各合金についての受入状態及び熱履歴後の光学顕微鏡組織を示す。

各合金の組織的な特徴を以下に示す。

4.1.1 改良 316 ステンレス鋼 (合金No. 17, 18)

時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに微細な粒内炭化物が多くなっていく。高温長時間の時効では粒界上の炭化物が少なくなり、合金No.18 では粒界が見分けられなくなっている。 σ 相は合金No.17 では 700℃で 7000 hr 及び 750℃で 3000 hr と 7000 hr の時効材において、また合金No.18 では 700℃で 3000 hr と 7000 hr 及び 750℃で 1000 hr と 3000 hr と 7000 hr の時効材において観察された。 σ 相の成長は合金No.18 で著しい。

4.1.2 炭化物析出型合金 (合金No.24, 25, 26, 27, 37, 40)

時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに粒内炭化物が増加する。粒内炭化物の大きさは合金No.25, 26, 27 及び 37 では改良 316 ステンレス鋼に比較し大きい、15Cr-15Ni 系の合金No.24, 40 では同程度に見える。粒界炭化物はいずれの合金及び熱履歴条件においても見られるが、合金No.37 及び 40 の高温長時間時効材の粒界では炭化物が一部消滅している。また、 σ 相はいずれの合金においても観察されなかった。

4.1.3 r' 析出型合金 (合金No.49, 50)

合金No.49 (PE 16) の炭化物析出状況は炭化物析出型合金と同様であるが、粒内炭化物の析出量は少なく、大きさも小さい。また、 σ 相は観察されなかった。一方、合金No.50 (Inconel 706) は高温長時間側の時効により針状組織が粒内金域に成長している。

4.2 硬さ試験結果

Table 4～13 に各合金についての受入時及び時効後の硬さ測定値を示す。また、Fig. 11～20 に時効による硬さの時間変化を示した。

各合金の主な特徴を以下に示す。

4.2.1 改良 316 ステンレス鋼 (合金No. 17, 18)

硬さの系統的な時効時間依存性は認められず、また、明確な時効温度依存性も認められない。

同一時効条件で比較すると合金No.18 の方がNo.17 より硬さが高い傾向にある。

4.2.2 炭化物析出型合金 (合金No.24, 25, 26, 27, 37, 40)

合金No.24, 25 及び 40 は全体的な傾向として、時効温度 750℃を除いて、時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに硬さが増加しているように思われる。これらにおいては 15Cr-15Ni 系の合金No.24, 40 に比較し、15Cr-20Ni 系の合金No.25 の硬さは低い傾向にある。一方、合金No.26, 27 及び 37 では系統的な時効時間依存性は認められず、いずれも合金No.24, 40 に新較すると

硬さは低い傾向にあった。また、いずれの合金においても長時間時効後では時効温度 650℃の試料で硬さの値が最も大きかった。

4.2.3 γ' 析出型合金(合金No.49, 50)

いずれの合金においても短時間の時効により硬さは増加するが、さらに時効を続けると硬さは減少する傾向にある。硬さの増加は 650℃で最も大きく、700及び750℃では γ' 相の成長速度が大きいため硬さの増加が小さいと考えられる。

5. ま と め

将来の高速増殖炉用燃料被覆管として、FBR材専門委員会合金開発ワーキンググループにおいて選出された有望合金 10 種類について 650～750℃、7000 hr までの熱履歴試験を行い、熱履歴材の金相・硬さ試験を実施した。主な結果を以下に示す。

(1) 改良 316 ステンレス鋼

時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに微細な粒内炭化物が増加し、高温長時間の時効では σ 相の析出が観察された。硬さの系統的な時効温度・時間依存性は認められなかった。

(2) 炭化物析出型合金

15Cr-15Ni系の合金No.24及び40では時効温度の上昇及び時効時間の増加とともに微細な粒内炭化物が析出し、硬さが増加した。15Cr-25Ni系合金No.26と37、及び15Cr-30Ni系の合金No.27では比較的大きな粒内炭化物が析出し、硬さの明確な時効温度・時効時間依存性は認められなかった。また、いずれの合金においても σ 相の析出は認められなかった。

(3) γ' 析出型合金

PE 16 (合金 No.49) では時効とともに微細な粒内炭化物が析出するが、その量は少なかった。Inconel 706 (合金 No.50) では高温長時間の時効により針状組織が粒内全域に成長していた。硬さはいずれも短時間の時効により増加したが、さらに時効を続けると減少した。

6. 参 考 文 献

- 1) 石田, 小林, 藤原, “高速増殖炉燃料被覆管材料の開発”, SN241 81-16, 1981年5月

Table 1. Chemical Composition of Investigated Alloy.

Alloy No	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	B	N	Al	As	Co	Nb+Ta	Ti	V	Cu	Zr	O
17	0.072	0.90	1.76	0.028	0.007	13.97	16.22	2.45	0.0027	0.0071	0.024	<0.002	<0.10	0.209	0.100	0.020	0.03	0.004	0.0060
18	0.063	0.93	1.73	0.025	0.005	13.82	16.52	2.59	0.0016	0.0025	0.027	0.001	0.01	0.038	0.20	0.02	<0.01	<0.01	
24	0.06	1.02	1.63	0.028	0.004	13.71	15.07	2.62	0.0062	0.0037	0.024	<0.001	<0.01	0.008	0.24	0.005	<0.01	<0.01	0.006
25	0.06	0.98	1.67	0.025	0.003	19.46	14.35	2.34	0.0064	0.0027	0.027	<0.001	<0.01	0.002	0.35	0.006	<0.01	<0.01	0.006
26	0.06	1.02	1.61	0.026	0.003	24.97	14.75	2.44	0.0061	0.0025	0.026	<0.003	<0.01	0.002	0.38	0.003	<0.01	<0.01	0.006
27	0.06	1.00	1.65	0.024	0.002	23.10	14.43	2.42	0.0057	0.0021	0.028	<0.001	<0.01	0.002	0.33	0.004	<0.01	<0.01	0.009
37	0.069	1.00	1.86	0.030	0.0006	25.21	14.94	2.55	0.0072	0.0043	0.024	<0.005	≤0.01	≤0.01	0.33	0.003	≤0.005	0.062	0.0003
40	0.09	1.02	1.62	0.026	0.004	14.82	14.90	3.40	0.0064	0.0030	0.028	≤0.001	<0.01	0.084	0.30	0.110	<0.01	0.07	0.008
49	0.08	0.36	0.20	0.023	0.002	42.99	16.86	2.94	0.0054	0.0027	0.82	<0.001	<0.01	0.003	1.29	0.005	<0.01	<0.01	0.004
50	0.036	0.18	0.20	0.022	0.003	42.16	15.74	0.55	0.0061	0.0031	0.39	<0.001	<0.01	2.56	1.75	0.003	<0.01	<0.01	0.006

Table 2. Final Heat-Treatment, Cold Work, Grain Size and Hardness.

Alloy No	Final heat treatment	Cold work (%)	Grain size (ASTM No)	Hv
17	1130 °C × 3 min	19.8	7.5	236
18	1090 °C × 30 min	19.5	7.5	234
24	1100 °C × 30 min	8.5	5.3	214
25	1125 °C × 30 min	10.6	4.5	201
26	1125 °C × 30 min	10.6	4.8	212
27	1125 °C × 30 min	8.5	4.0	209
37	1090 °C × 2 min	10.2 ~ 11.7	6.8	214
40	1125 °C × 30 min	10.6	5.8	215
49	1125 °C × 30 min + 800 °C × 10 h	8.7	4.9	285
50	1050 °C × 30 min + 850 °C × 10 h	8.2	6	314

Table 3. Aging Condition of Fuel Claddings.

Aging temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Aging time (hr)			
	100	1000	3000	7000
650	○	○	○	○
700	○	○	○	○
750	○	○	○	○

Table 4. Hardness of As-received and Aged Alloy No.17.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	276
Aged	650	100	276
		1000	287
		3000	283
		7000	321
	700	100	307
		1000	311
		3000	242
		7000	272
	750	100	260
		1000	253
		3000	255
		7000	238

Table 5. Hardness of As-received and Aged Alloy No. 18.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	285
Aged	650	100	304
		1000	296
		3000	299
		7000	324
	700	100	289
		1000	285
		3000	254
		7000	292
	750	100	270
		1000	283
		3000	323
		7000	236

Table 6. Hardness of As-received and Aged Alloy No. 24.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	260
Aged	650	100	267
		1000	279
		3000	255
		7000	321
	700	100	279
		1000	304
		3000	247
		7000	291
	750	100	285
		1000	271
		3000	261
		7000	216

Table 7. Hardness of As-received and Aged Alloy No. 25.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	225
Aged	650	100	246
		1000	266
		3000	295
		7000	285
	700	100	268
		1000	285
		3000	240
		7000	270
	750	100	244
		1000	229
		3000	223
		7000	206

Table 8. Hardness of As-received and Aged Alloy No.26.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	215
Aged	650	100	253
		1000	258
		3000	273
		7000	277
	700	100	274
		1000	—
		3000	219
		7000	257
	750	100	258
		1000	246
		3000	224
		7000	202

Table 9. Hardness of As-received and Aged Alloy No.27.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	225
Aged	650	100	257
		1000	250
		3000	231
		7000	263
	700	100	263
		1000	283
		3000	226
		7000	220
	750	100	269
		1000	245
		3000	224
		7000	192

Table 10. Hardness of As-received and Aged Alloy No.37.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	247
Aged	650	100	299
		1000	269
		3000	254
		7000	267
	700	100	252
		1000	286
		3000	220
		7000	266
	750	100	229
		1000	276
		3000	224
		7000	201

Table 11. Hardness of As-received and Aged Alloy No.40.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	—	—	262
Aged	650	100	247
		1000	327
		3000	281
		7000	316
	700	100	293
		1000	254
		3000	247
		7000	280
	750	100	293
		1000	263
		3000	269
		7000	223

Table 12. Hardness of As-received and Aged Alloy No.49.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	--	--	316
Aged	650	100	378
		1000	364
		3000	355
		7000	378
	700	100	334
		1000	321
		3000	300
		7000	320
	750	100	335
		1000	314
		3000	296
		7000	266

Table 13. Hardness of As-received and Aged Alloy No.50.

State	Temperature (°C)	Time (hr)	Hv
As - received	--	--	304
Aged	650	100	441
		1000	407
		3000	392
		7000	419
	700	100	406
		1000	381
		3000	324
		7000	324
	750	100	360
		1000	343
		3000	284
		7000	267

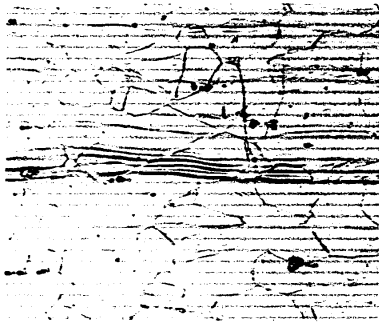
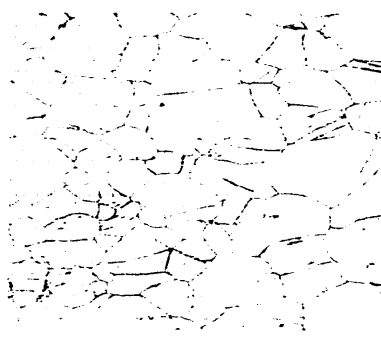

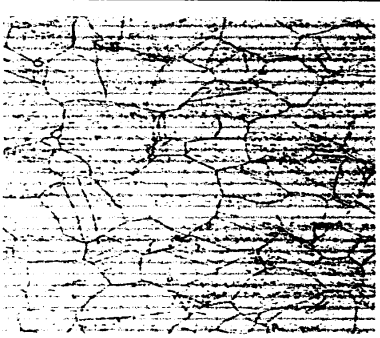
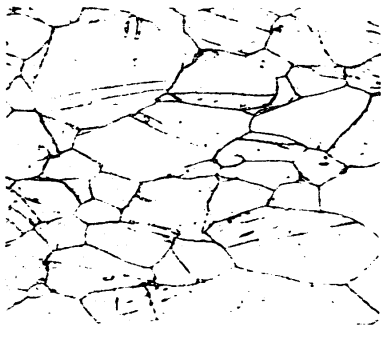
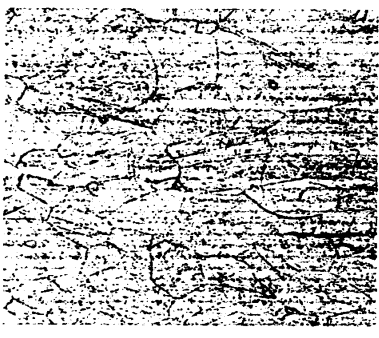
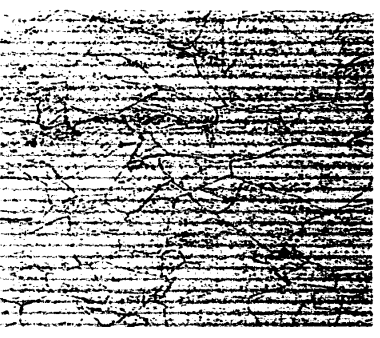
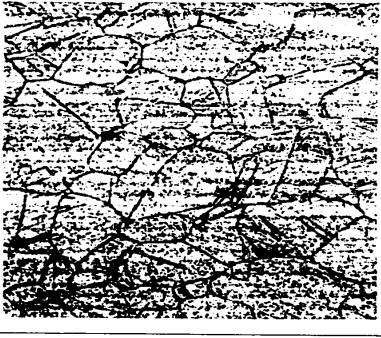

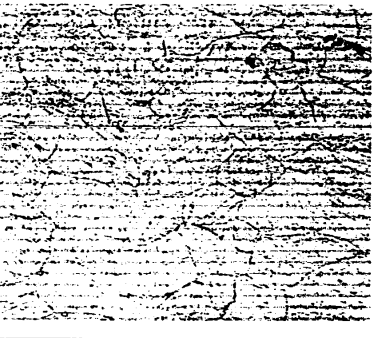
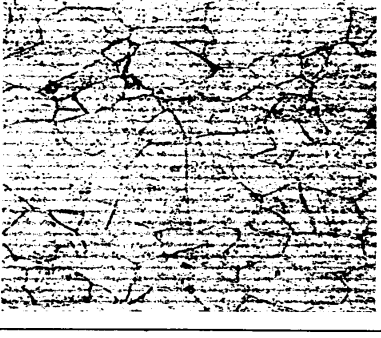
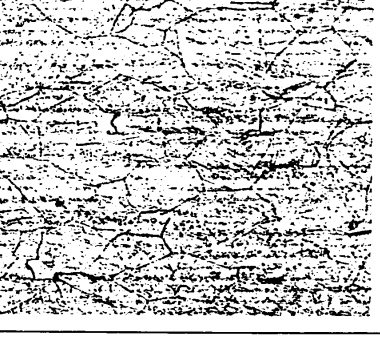
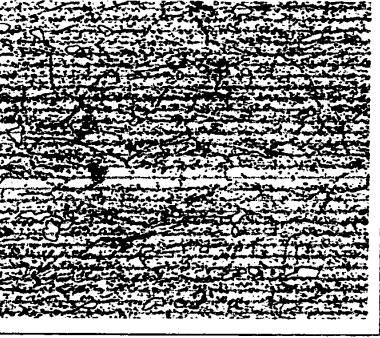
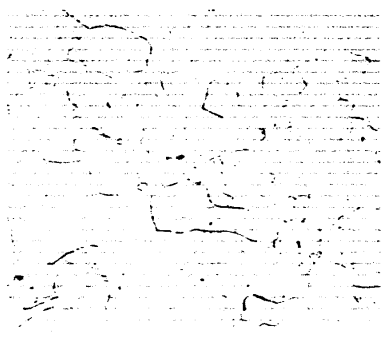

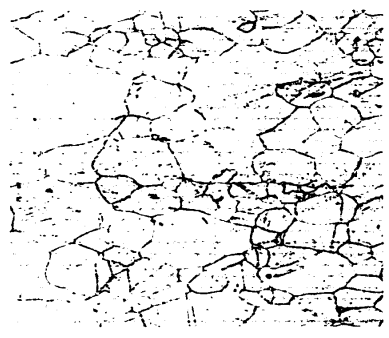
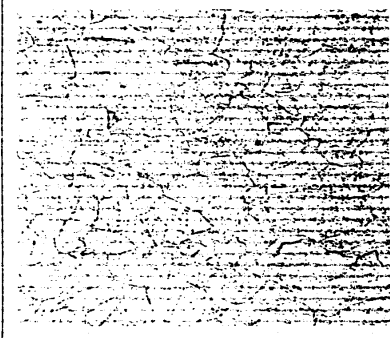

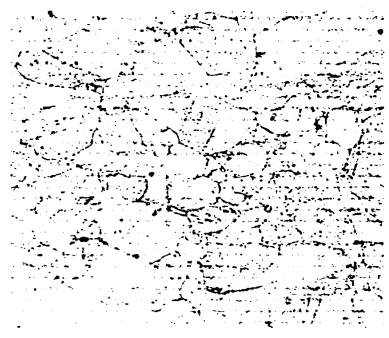
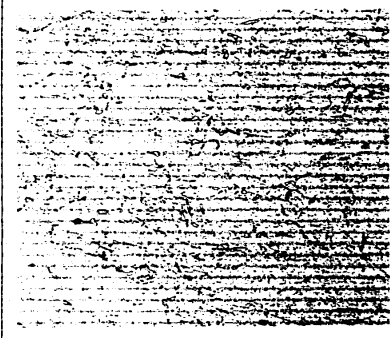
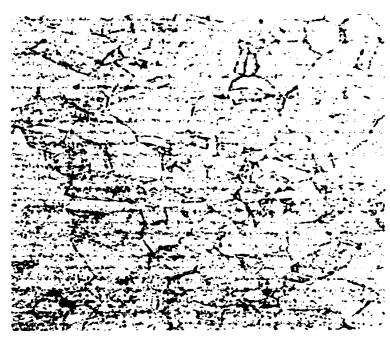
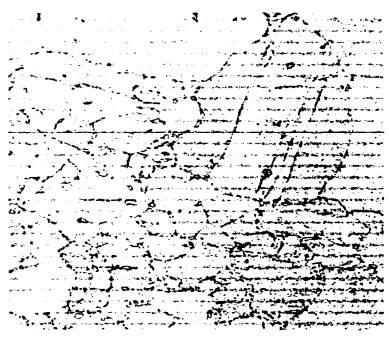


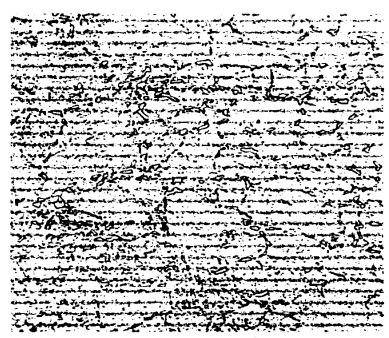

Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
	As-received	 <p style="text-align: right;">x 400</p>	
100			
1000			
3000			
7000			

Fig.1. Micrographs of aged alloy No.17.

Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
100			
1000			
3000			
7000			

× 400

Fig.2. Micrographs of aged alloy No.18.

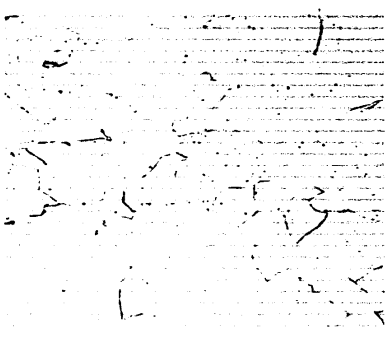
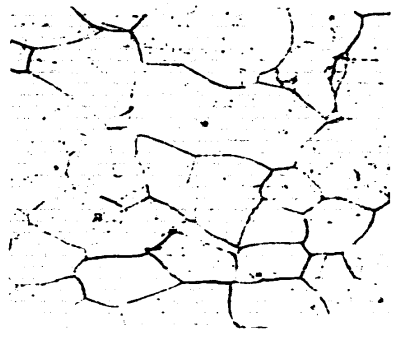
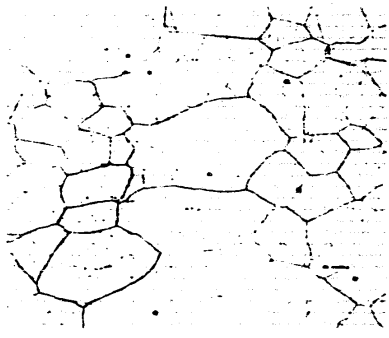

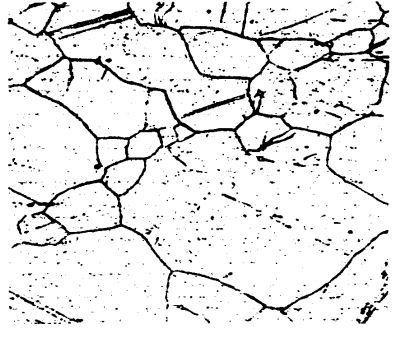
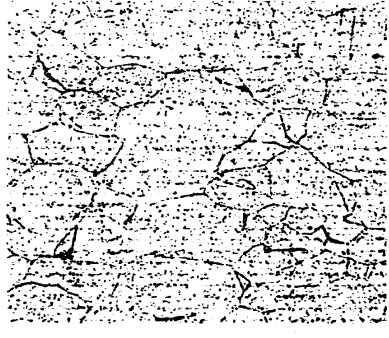

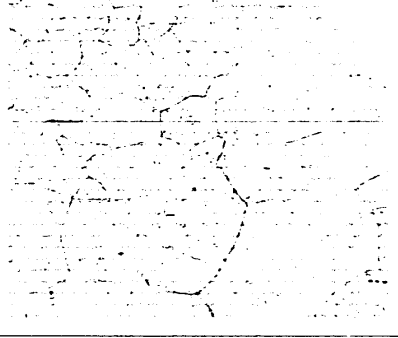

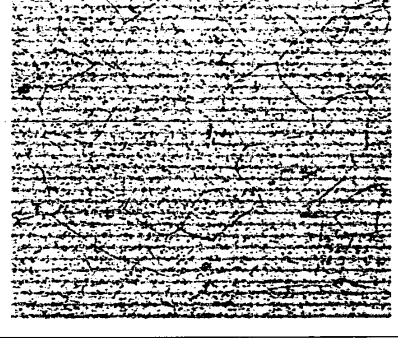
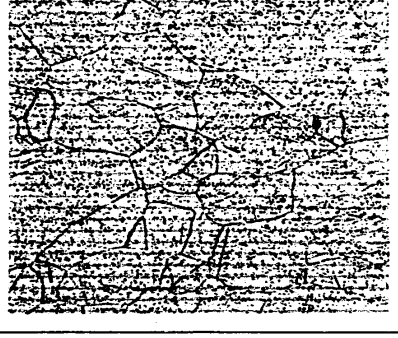
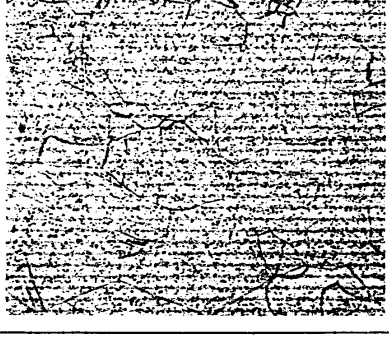
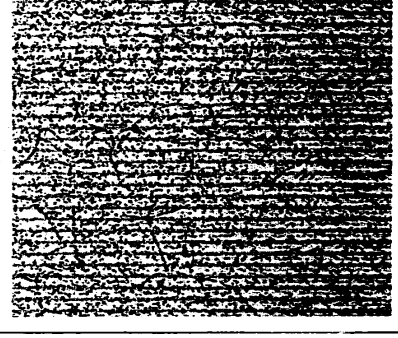
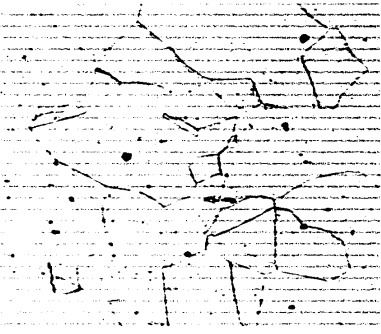
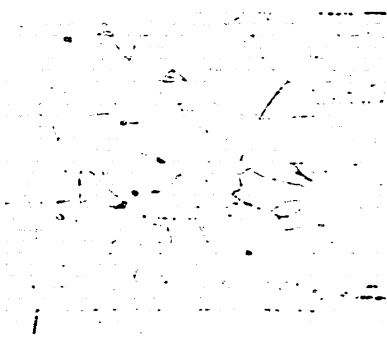
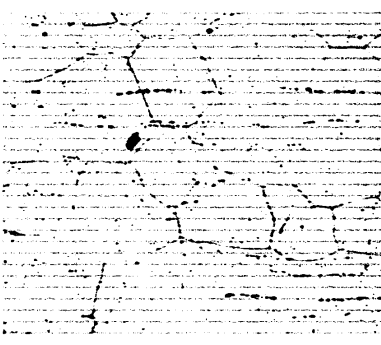
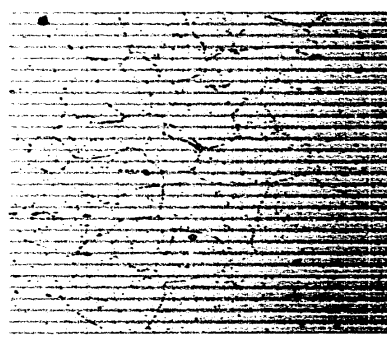


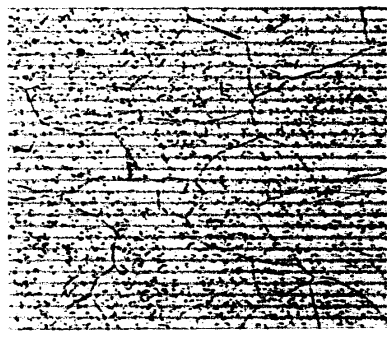
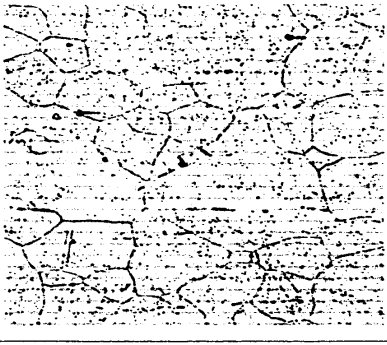
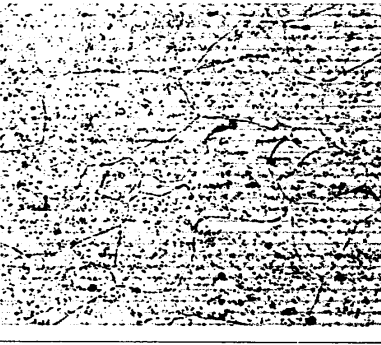
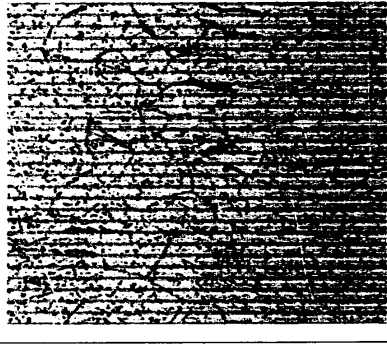
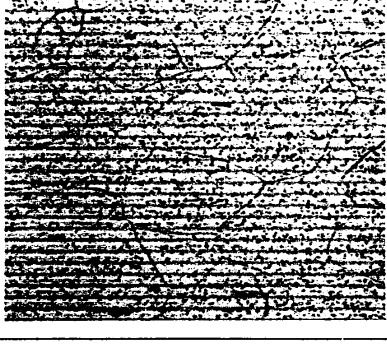
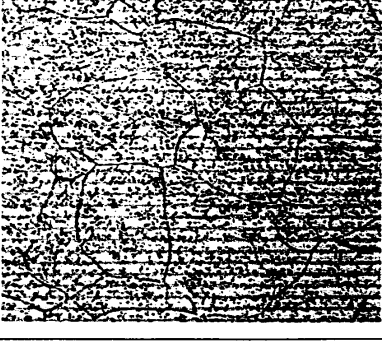

As-received				× 400
	Aging temperature (°C)			
	650	700	750	
100				
1000				
3000				
7000				

Fig.3. Micrographs of aged alloy No.24.

Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
	As-received		
100			
1000			
3000			
7000			

× 400

Fig. 4. Micrographs of aged alloy No.25.

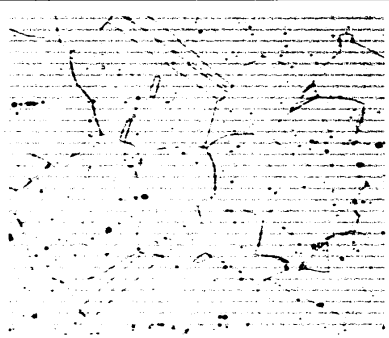
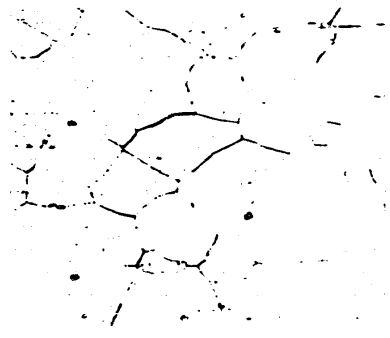

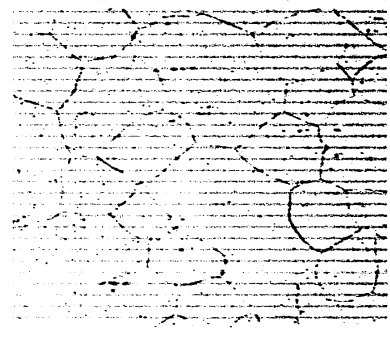
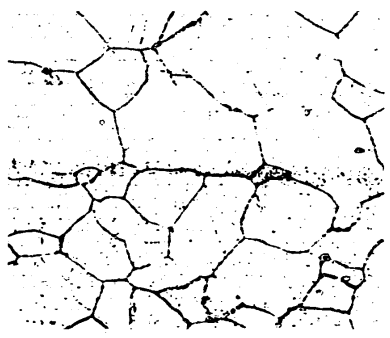
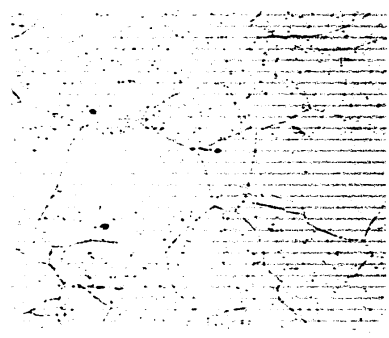
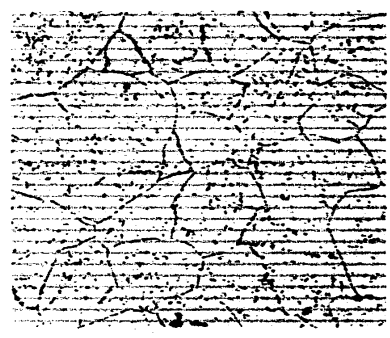
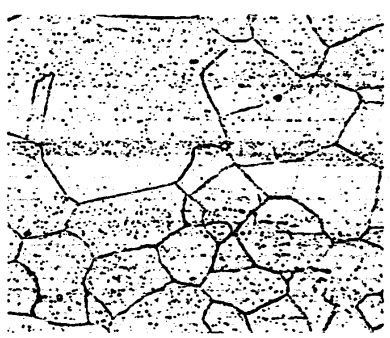
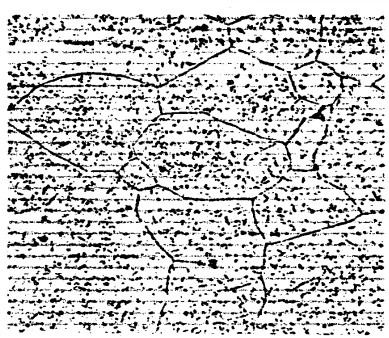
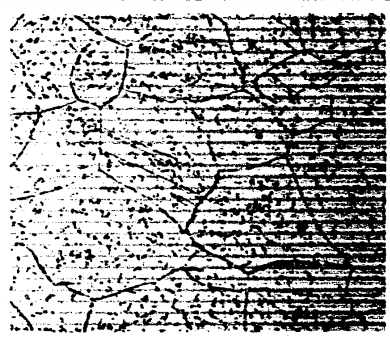

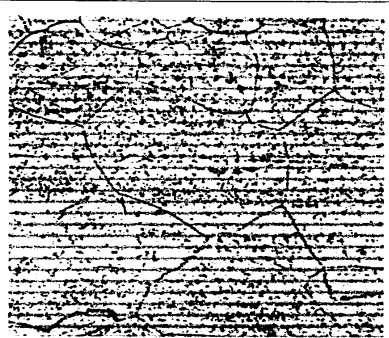
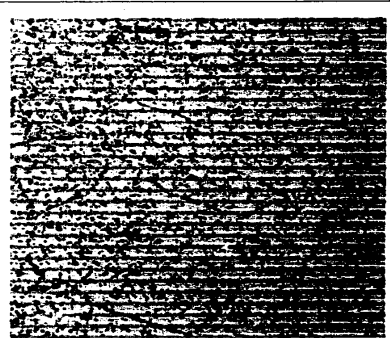
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
	× 400		
100			
1000			
3000			
7000			

Fig. 5. Micrographs of aged alloy No. 26.

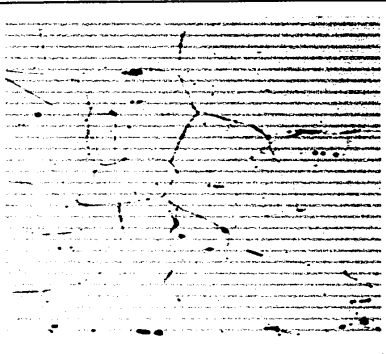
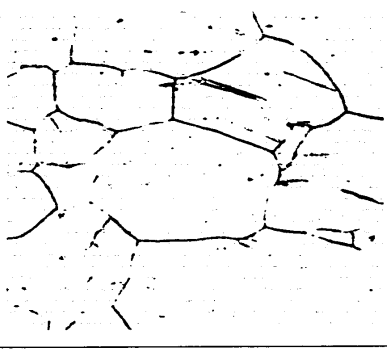
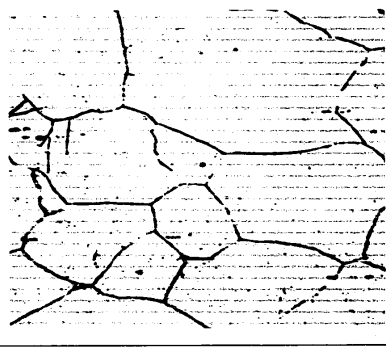
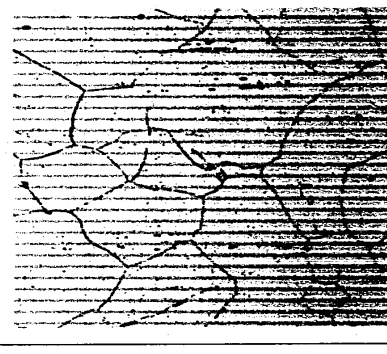
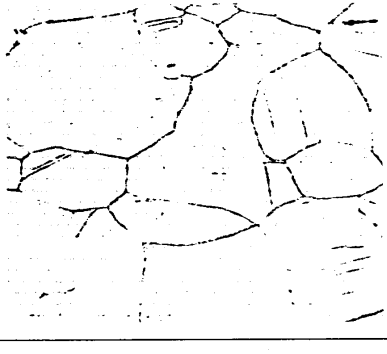
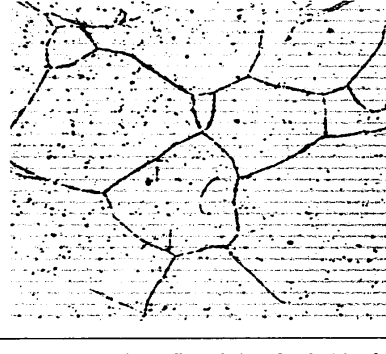
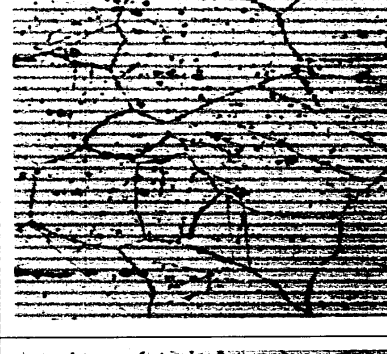
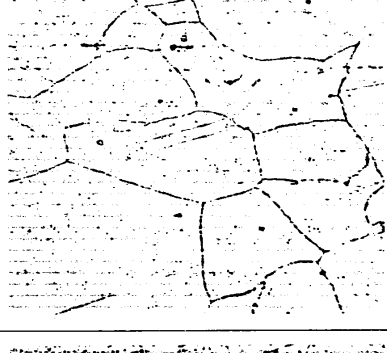

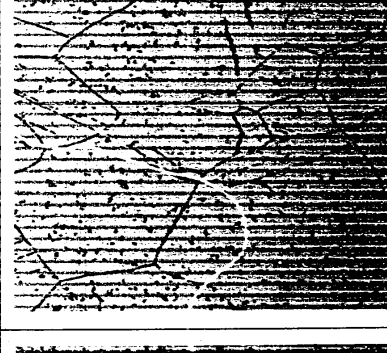
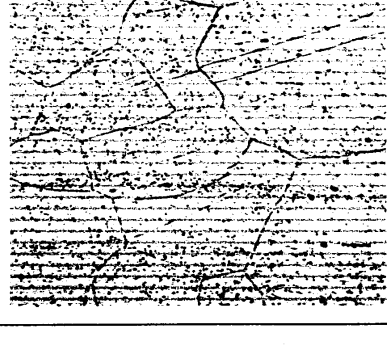
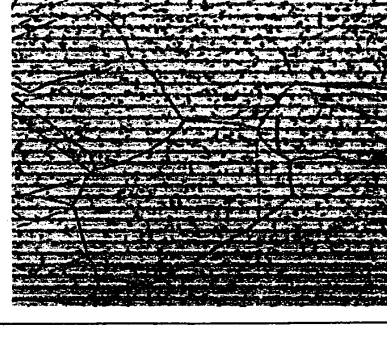
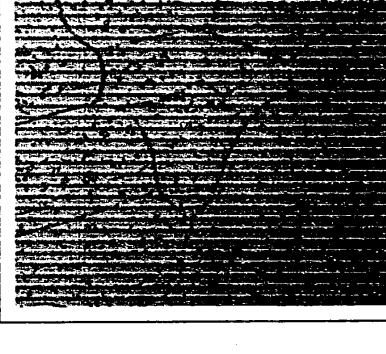
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
	× 400		
100			
1000			
3000			
7000			

Fig. 6. Micrographs of aged alloy No.27.

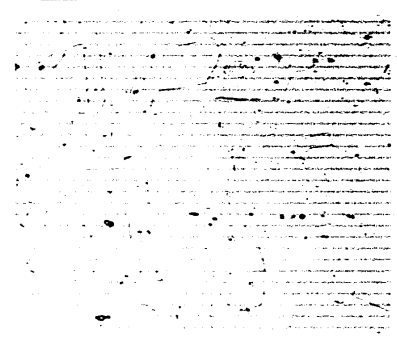
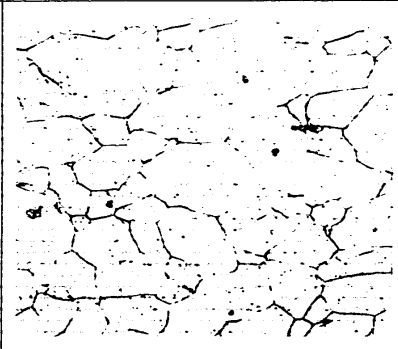
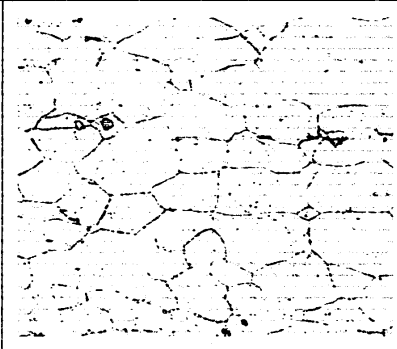
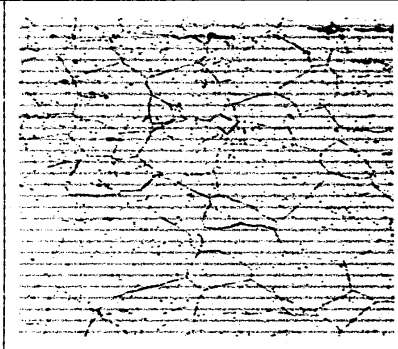
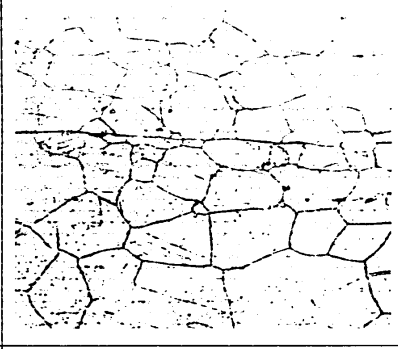
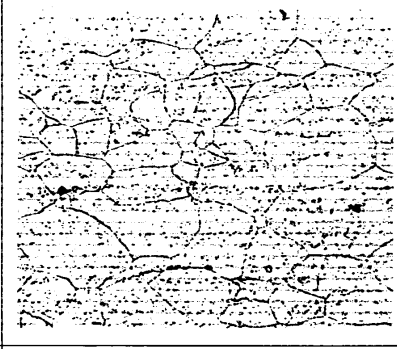
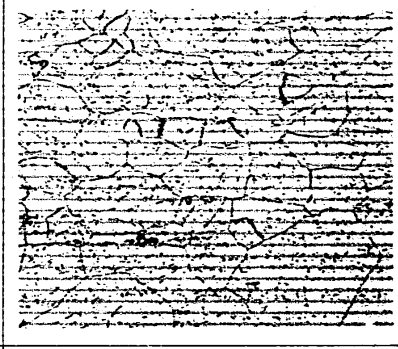
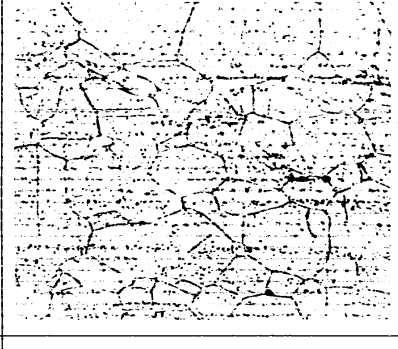
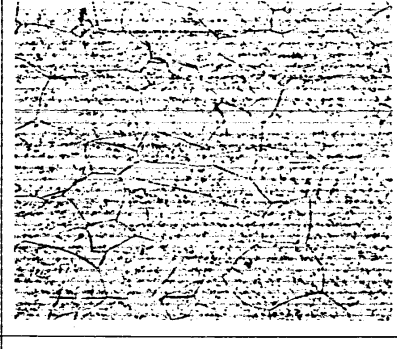
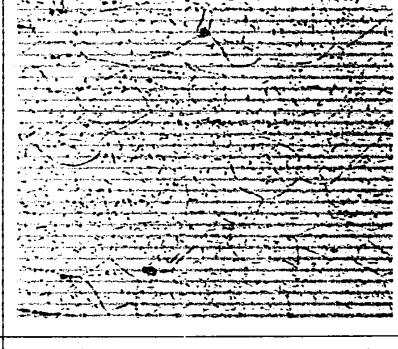
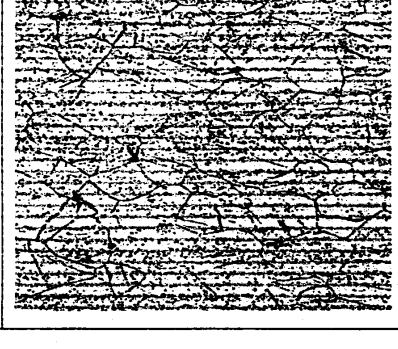
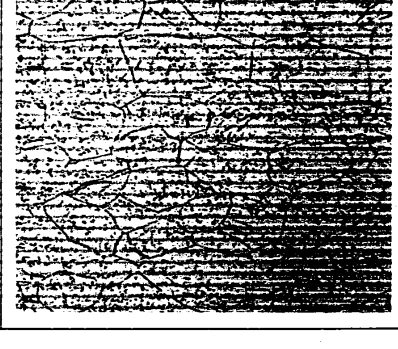
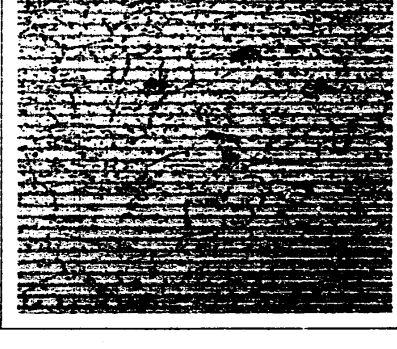
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
	× 400		
100			
1000			
3000			
7000			

Fig.7. Micrographs of aged alloy No.37.

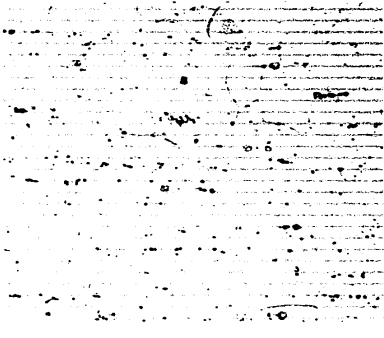
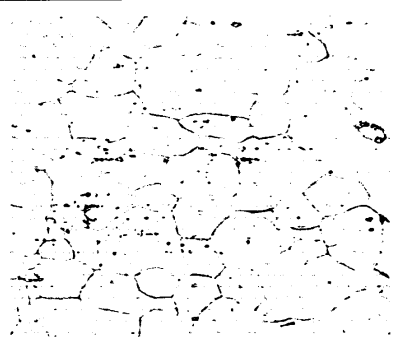
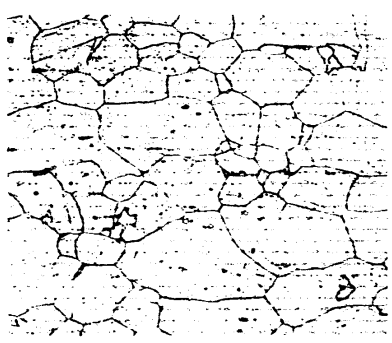
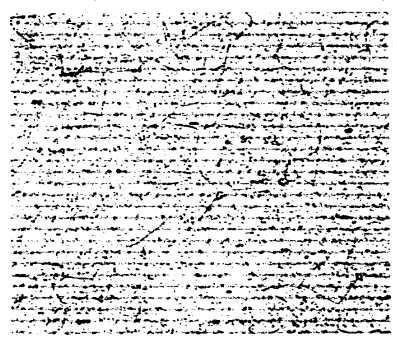
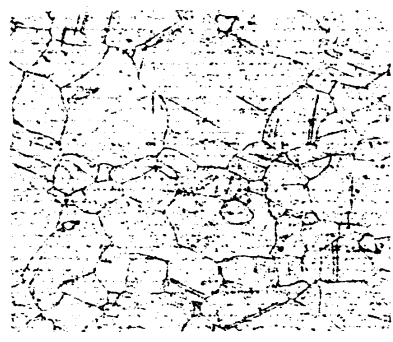

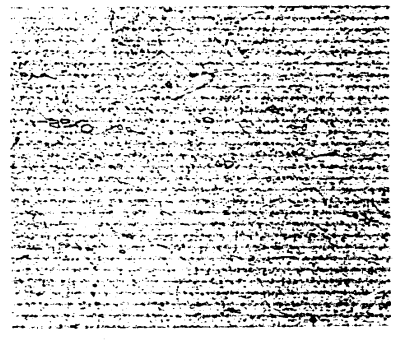
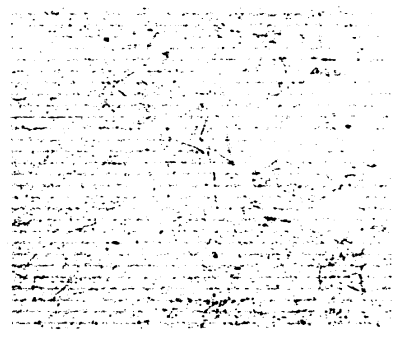
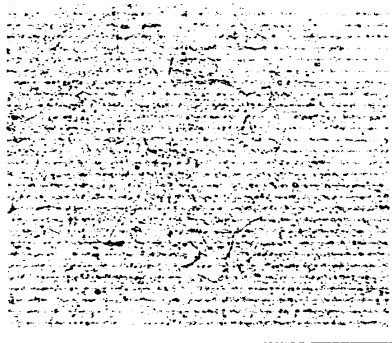
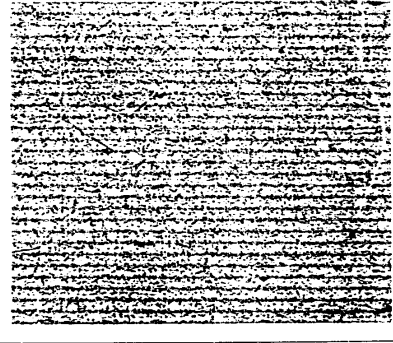
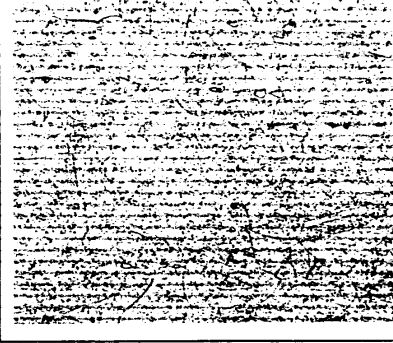
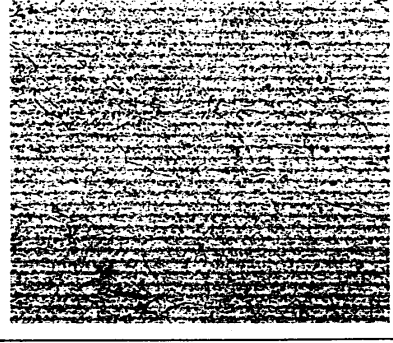
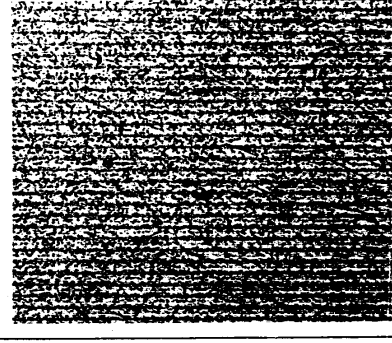
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
	× 400		
100			
1000			
3000			
7000			

Fig. 8. Micrographs of aged alloy No. 40.

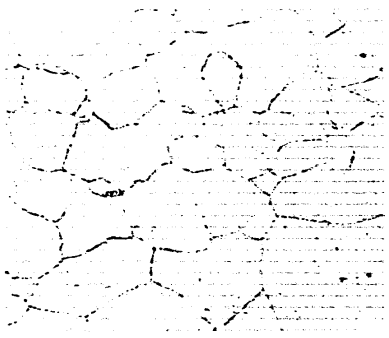
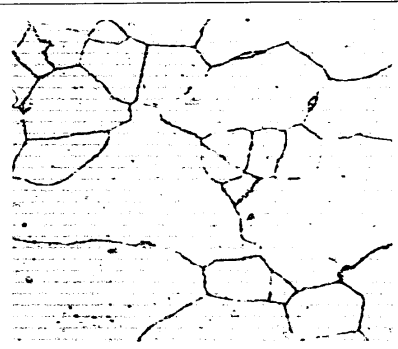
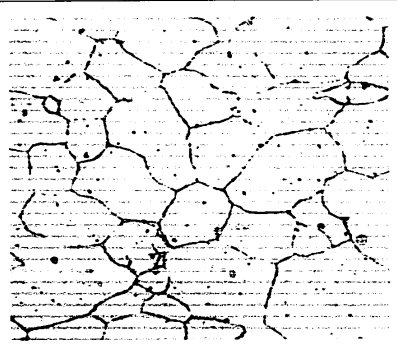
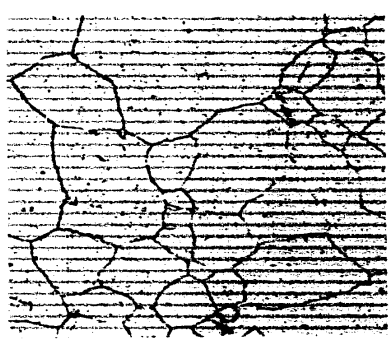
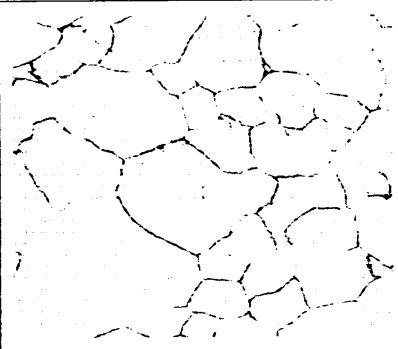
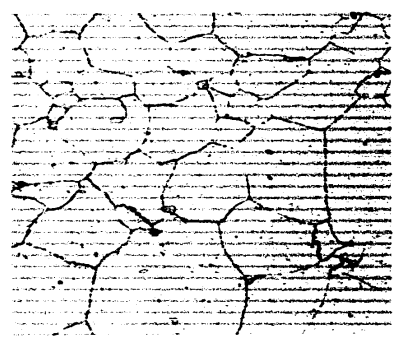
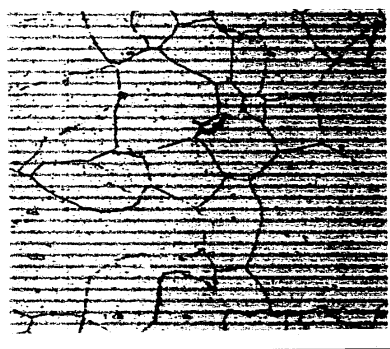
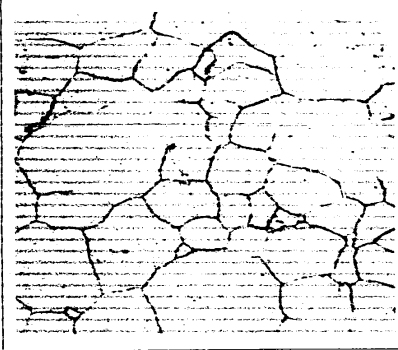
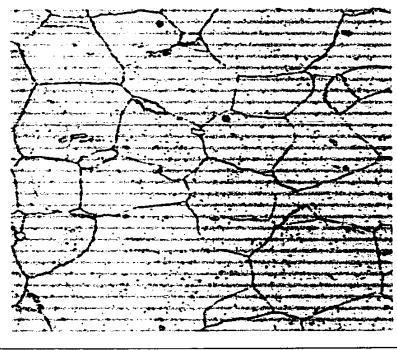
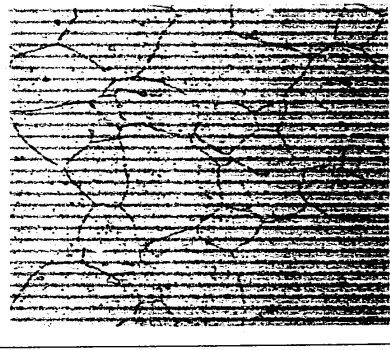
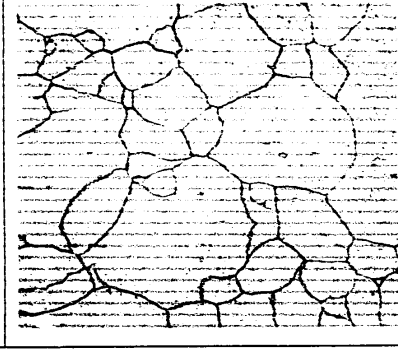
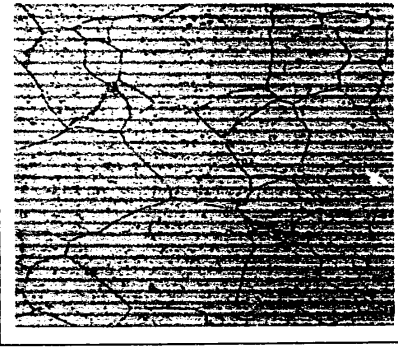
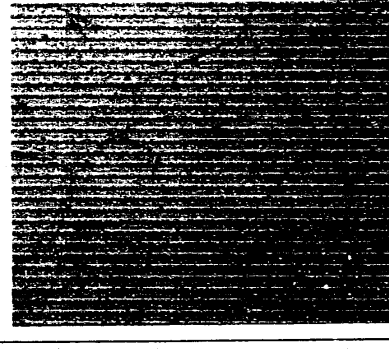
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)		
	650	700	750
As-received			
	× 400		
100			
1000			
3000			
7000			

Fig. 9. Micrographs of aged alloy No. 49.

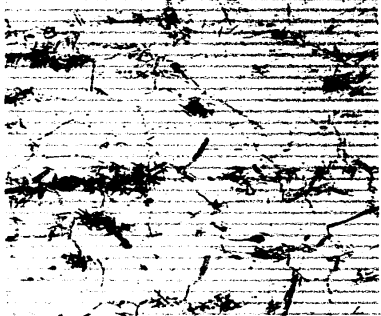
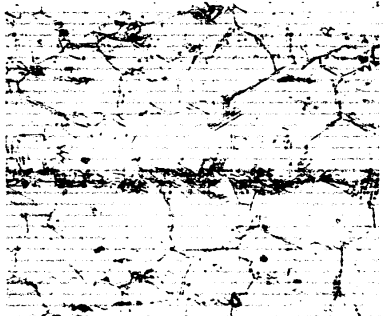
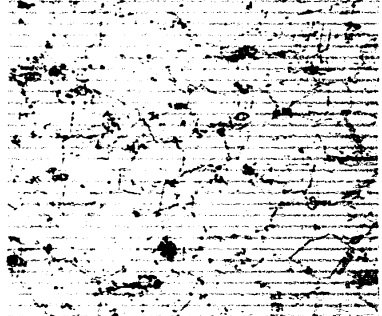
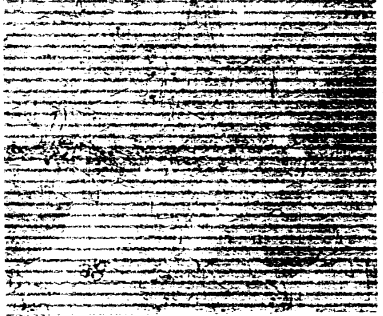
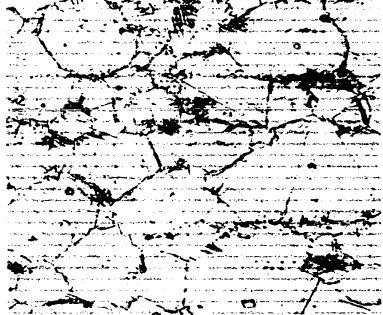
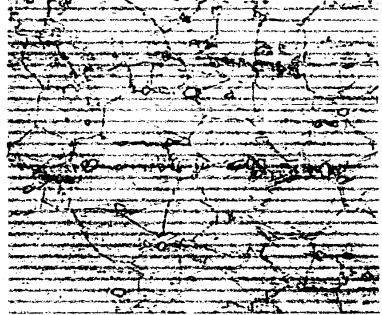
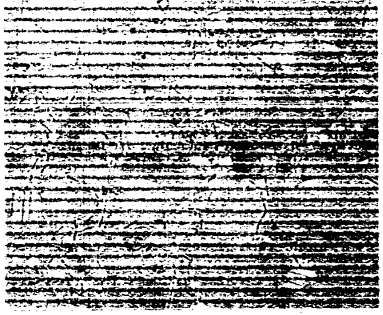
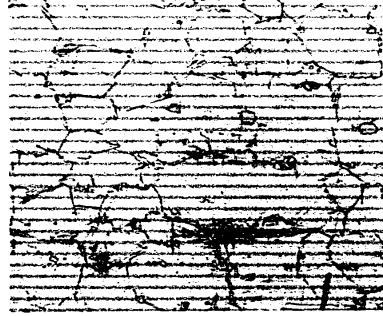

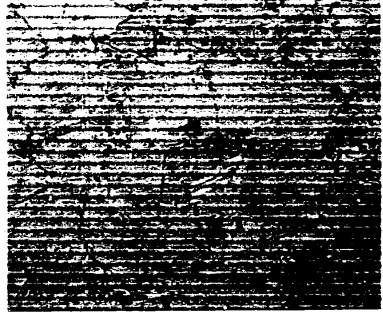
As-received				× 400
Aging time (hr)	Aging temperature (°C)			
100	650	700	750	
1000				
3000				
7000				

Fig.10. Micrographs of aged alloy No.50.

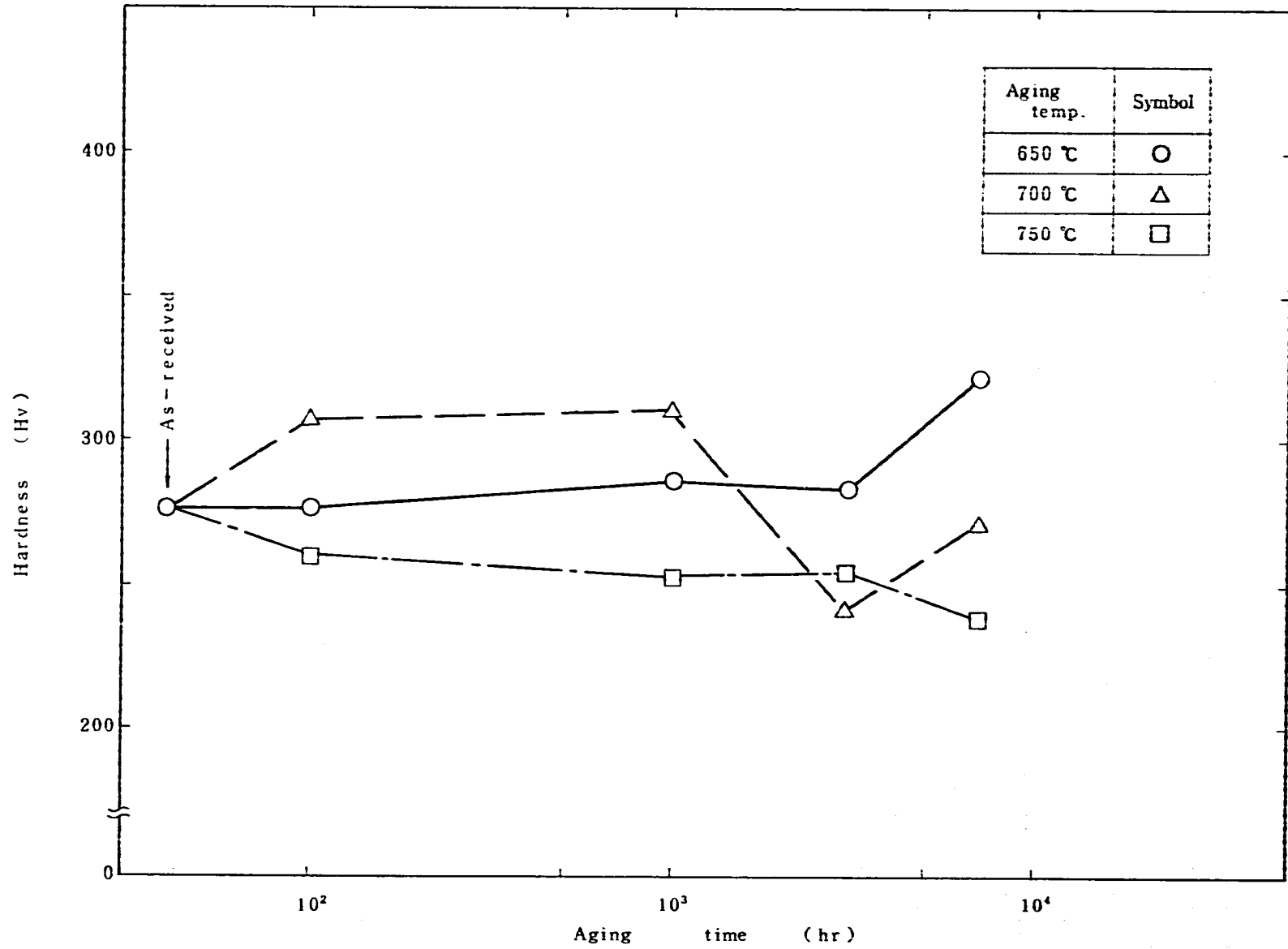


Fig.11. Hardness of as-received and aged alloy No.17.

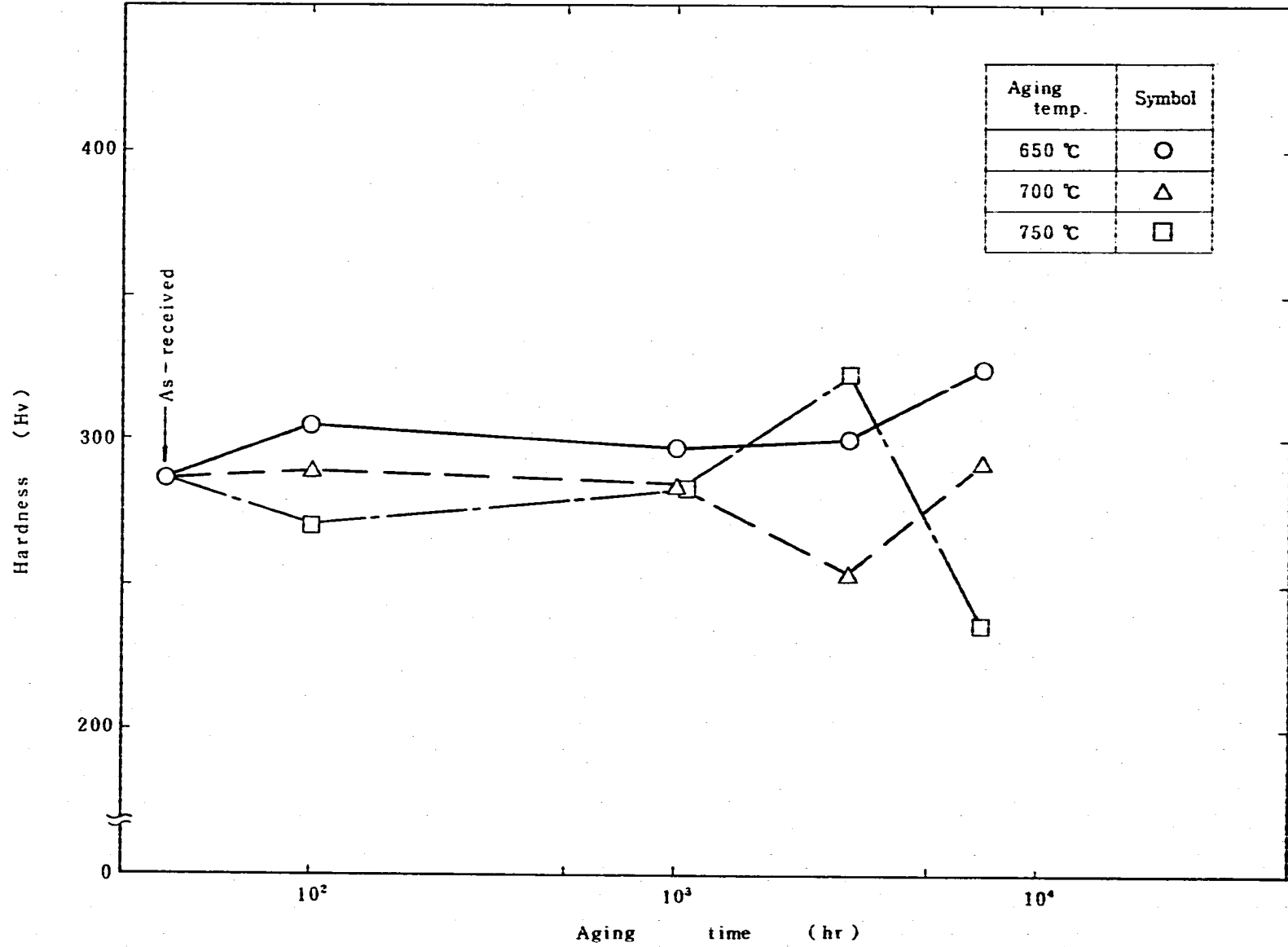


Fig. 12. Hardness of as-received and aged alloy No. 18.

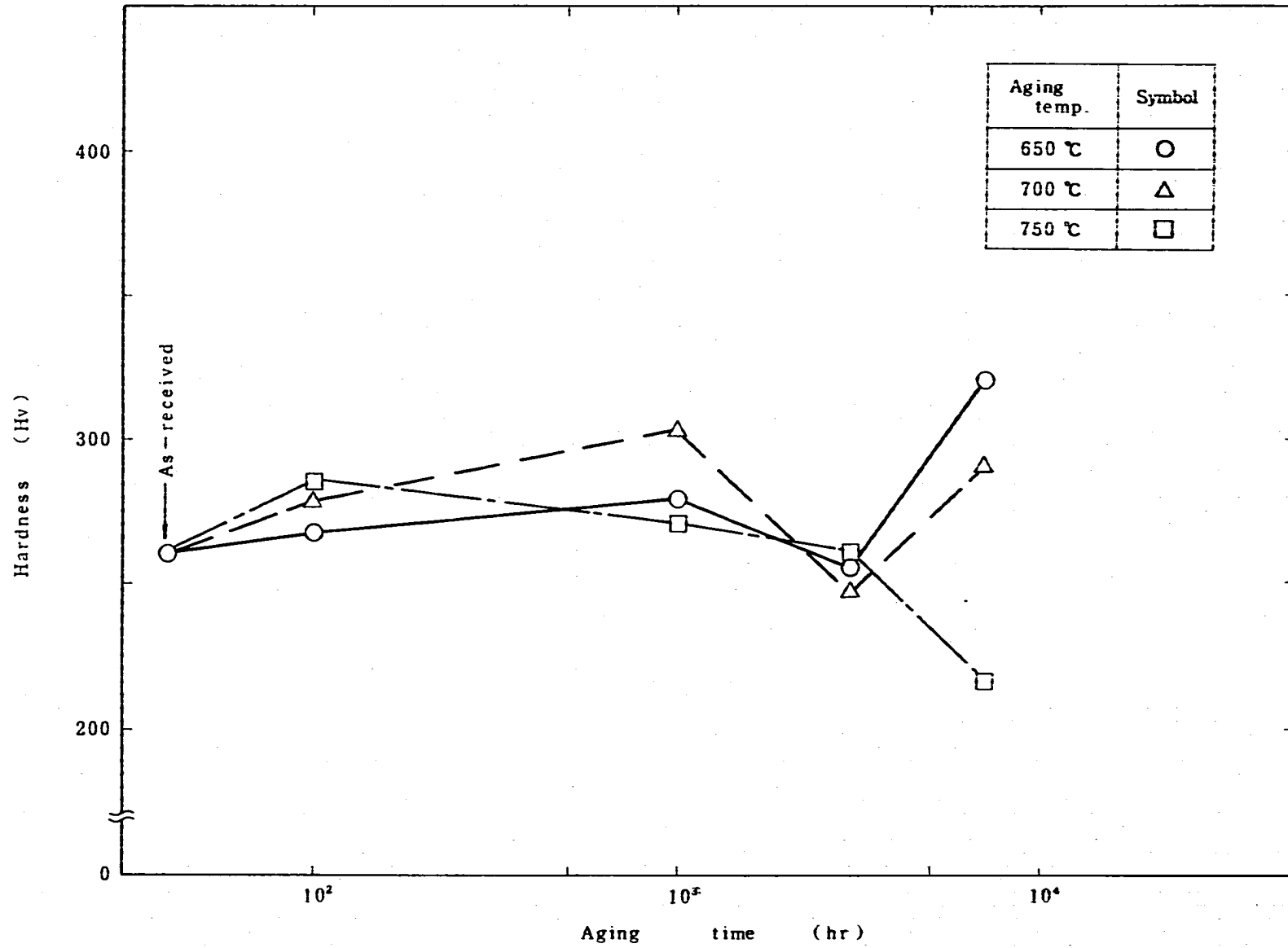


Fig. 13. Hardness of as-received and aged alloy No. 24.

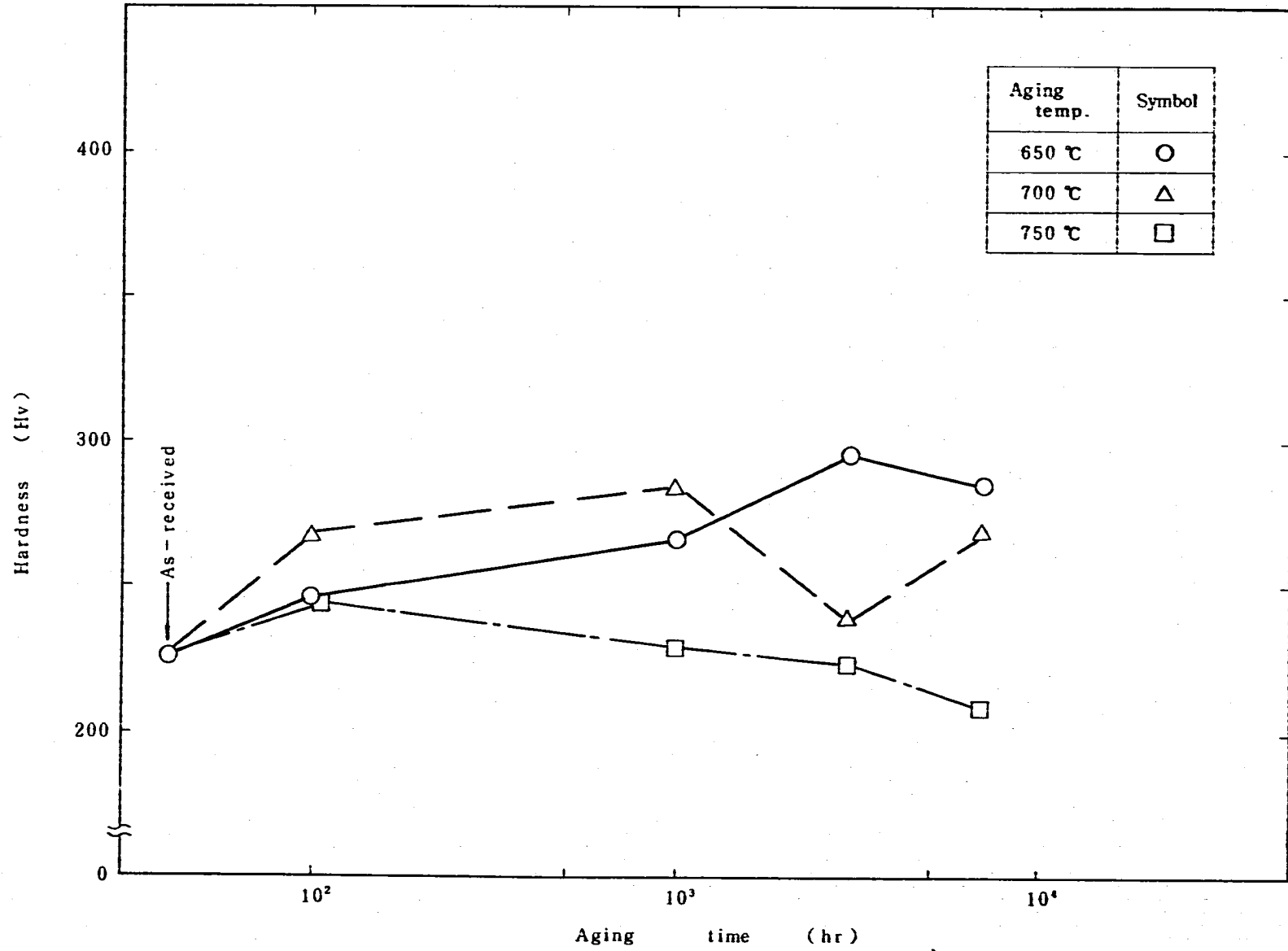


Fig.14. Hardness of as-received and aged alloy No. 25.

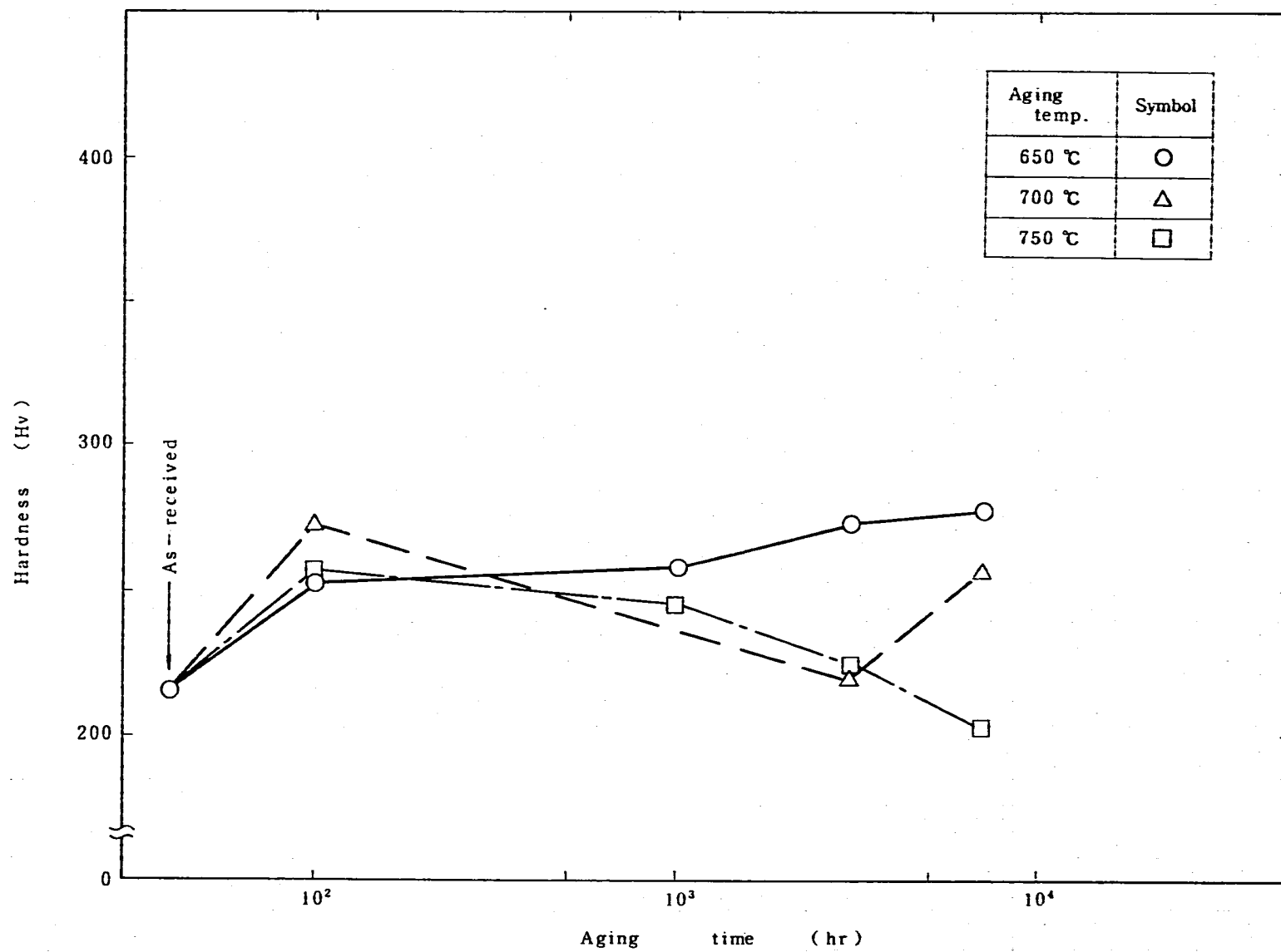


Fig. 15. Hardness of as-received and aged alloy No. 26.

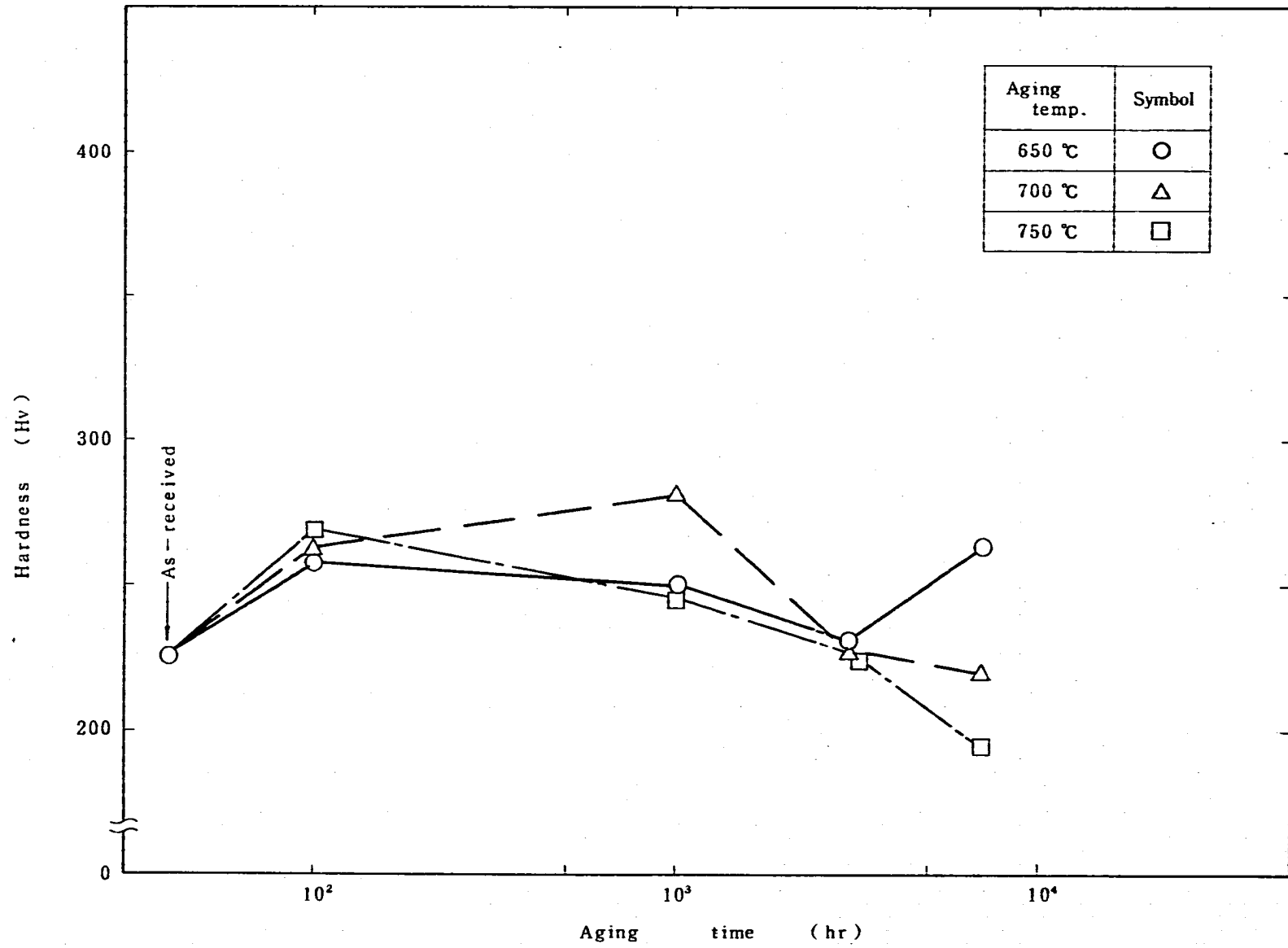


Fig.16. Hardness of as-received and aged alloy No.27.

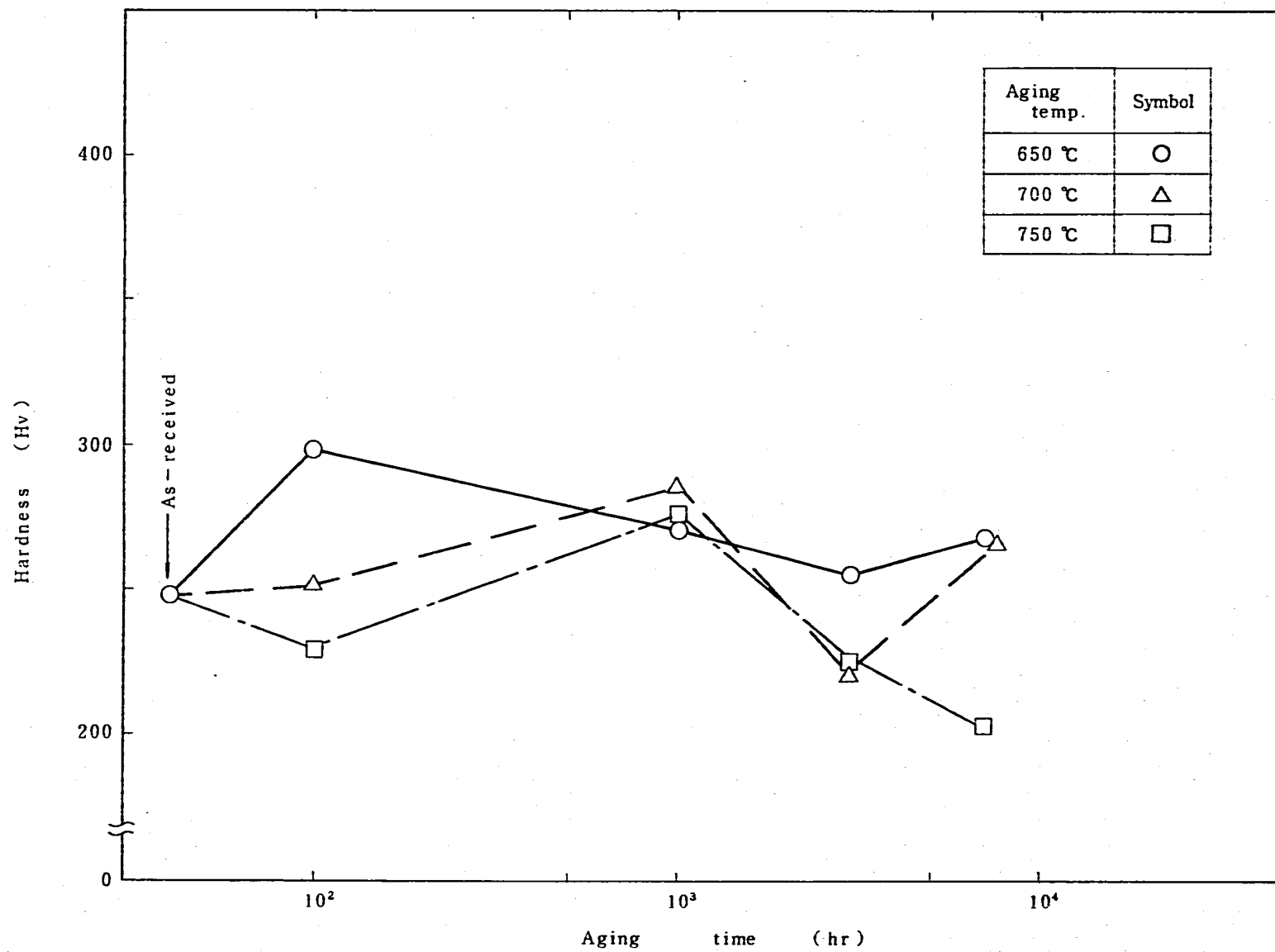


Fig.17. Hardness of as-received and aged alloy No.37.

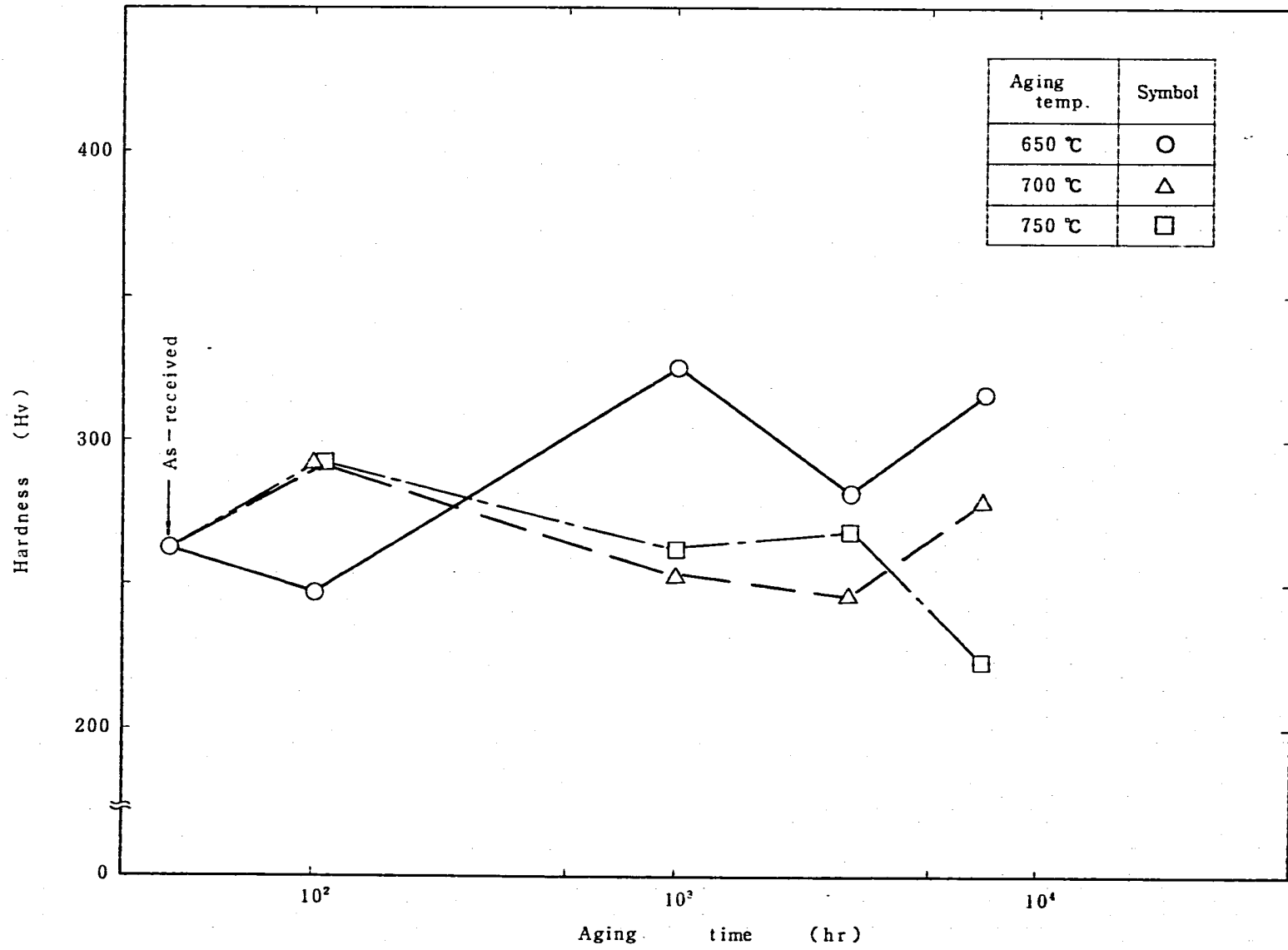


Fig.18. Hardness of as-received and aged alloy No.40.

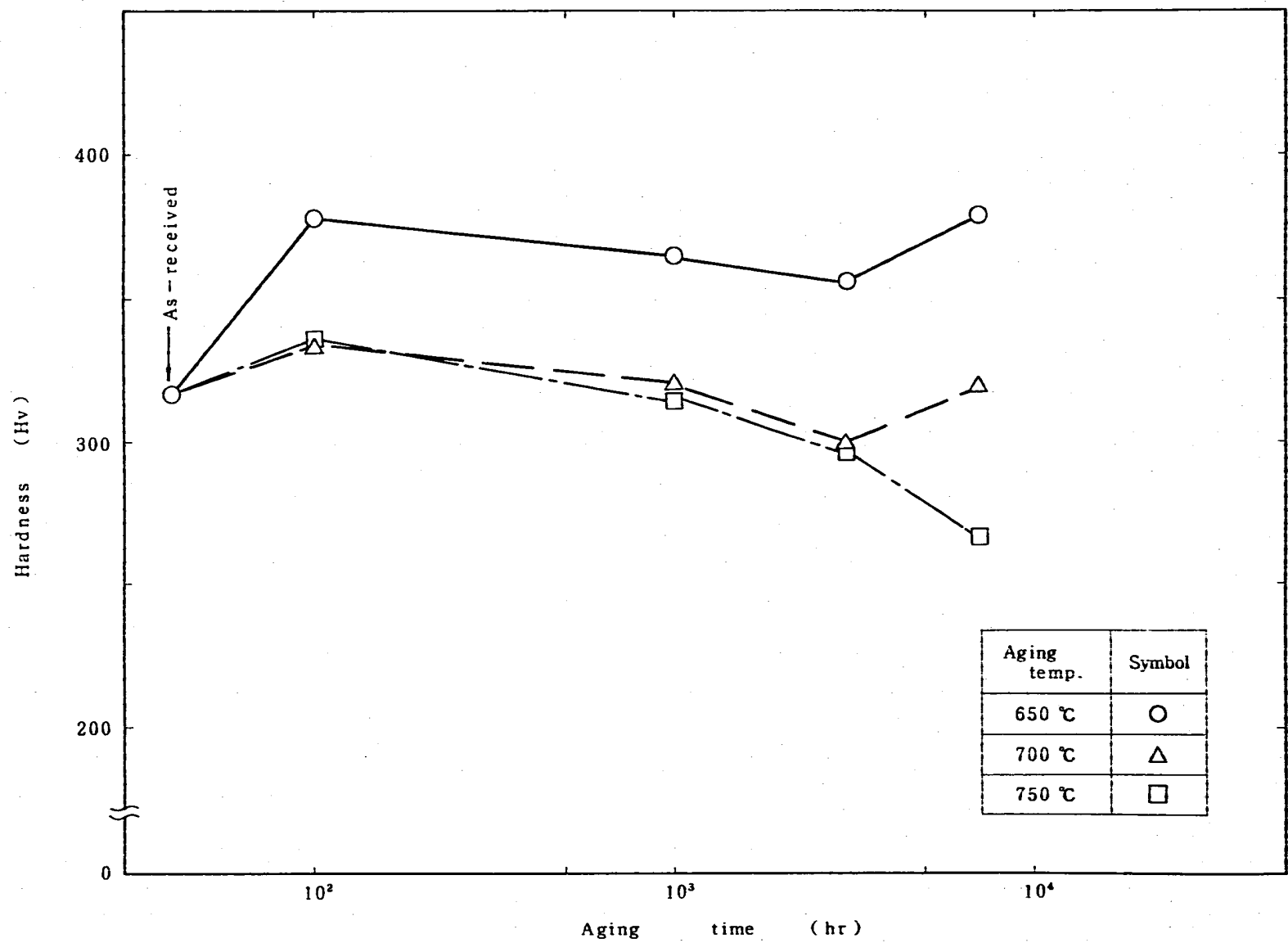


Fig.19. Hardness of as-received and aged alloy No.49.

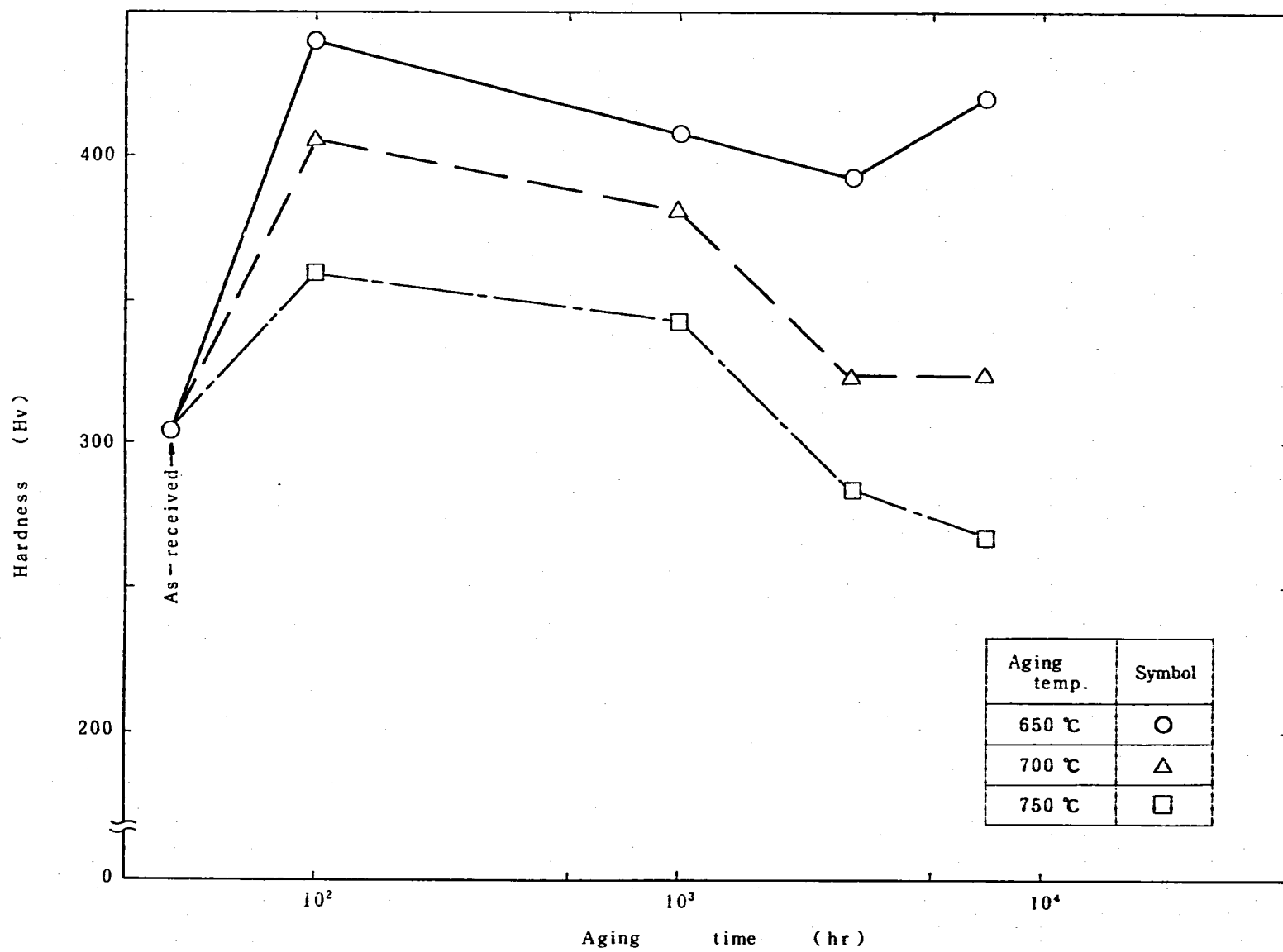


Fig.20. Hardness of as-received and aged alloy No.50.