PASJ2018 WEP040

とその評価

FABRICATION TESTS AND THE PROPERTY EVALUATION OF HIGH-STRENGTH AUSTENITIC STAINLESS STEEL FOR SPALLATION MERCURY TARGET VESSEL OF J-PARC

若井栄一^{#, A)}, 涌井隆^{A)}, 原田正英^{A)}, 高田弘^{A)}, 池田陽子^{B)} Eiichi Wakai^{#, A)}, Takashi Wakui^{A)}, Masahide Harada^{A)}, Hiroshi Takada^{A)}, Yoko Ikeda^{B)} ^{A)} J-PARC Center, JAEA ^{B)}Nippon Steel Sumikin Technology, Co. Ltd.,

Abstract

The alloys with higher strength is very effective in the improvement of the design strength and fatigue strength in spallation mercury target vessel of J-PARC. Fabrication tests and the property evaluation of high-strength austenitic stainless steel for spallation mercury target vessel of J-PARC were performed for them. In the fabrication process, the impurity Co of the alloys should be minimized to reduce the activation level of the vessel after the operation. In this study, about 300 kg ingot 316LN steel with very low <0.002wt%Co was successfully fabricated, and the microstructures were observed and Vickers hardness and tensile tests were also measured. These mechanical properties were found to be very uniform and the steel has higher yield strength > 300 MPa, elongation >55%, and HV= about 150. These properties are very useful for the design stress intensity's improvement.

1. はじめに

J-PARC の物質・生命科学実験施設(Fig. 1)の核破砕 中性子源[1]において、中性子利用実験に用いる中性子 を生成させる水銀ターゲット容器は、多重の薄肉容器構 造で多数の溶接線を有する溶接構造物である。平成 27 年に 500 kW の陽子ビーム強度で運転中、水銀ターゲッ ト容器で 2 度の不具合が起こり、計画外の運転停止を生 じた。この不具合の原因を調べた結果、水銀ターゲット 容器の製作時に生じた溶接部の微小な初期欠陥を起点 として、内圧による応力や熱応力などの静的応力、さら に陽子ビーム入射時の水銀圧力波による動的応力など





[#] wakai.eiichi@jaea.co.jp

の負荷により、欠陥が進展して破損に至った可能性が高 いこと[2-6]が分かった。このため、水銀ターゲット容器の 設計・製作は堅牢性の向上にまず努めた改良を行い、さ らに多重容器間の拘束力をなくす、無拘束型容器構造 の開発を行っているところである。また、これまで、水銀 ターゲット容器は、水銀や水に対して耐食性が高い SUS316L 鋼を使用して製作されているが、SUS316LN 鋼は SUS316L 鋼に比べて強度が優れていることが知ら れており、構造設計の裕度を上げ、より高い大強度陽子 ビームを受けるためにより有効な方法になると考えられる。 316L の設計応力強さ Sm が 116 MPa に対して、316LN では Sm は 163 MPa になり、Sm 値に関して約 1.4 倍に 高められるメリットは非常大きい。また、使用後の水銀 ターゲット容器の放射化のレベルは不純物 Co によって 高くなることから、使用後の容器を管理していくうえでも、 低 Co 含有材の使用がより望ましいと考えられる。

SUS316LN鋼はSUS316L鋼に対して窒素を添加した成 分を持つため、溶接時の高温割れ挙動に対し、マイナス 要因になる可能性がある。このため、材料中の元素濃度 調整や製造工程を改良することによって、耐高温割れ特 性を含めて材料特性を十分に向上させることが重要であ る。また、市販材では、このような観点において、そのよう な詳細な調整がされていないことが分かっており、材料 組成や製造工程を最適化させることによって材料の品質 をより高め、より良好な強度特性を持つSUS316LN鋼の 製作が可能になると考えられる。一方で、国際熱核融合 炉実験炉(ITER)のトロイダル磁場コイルケース用部材と してSUS316LNが製造され、316LN鋼の中でも強度をで きるだけ高くする成分調整がなされたものが、日本鋳鍛 鋼(株)などで進められている[7]。0.2% 以上の窒素を 含有する400 mm 厚さの316LN 鋼の試作を実施し, 液体ヘリウム温度での機械的性質を含めた内部品質 を確認し, ITER 要求値を満足することを確認して いると共に、この材料は、フランスの軽水炉規格の下 で、使用されるため、厳しい基準を満足する製作実績を 持つことが知られている。

2. 高強度材料 SUS316LN 鋼の試作

(1)成分と強度: SUS316LN 相当の組成とする。但し、 以下の点に注意して組成を調整する必要がある。特に Cr 当量/Ni 等量>約 1.55(溶接時の高温脆化を抑える ため)を満足する。また、P と S はできるだけ低濃度 (P+S<0.01wt%)にする事が望ましい。不純物の Co はで きるだけ少ないもの 0.01wt%未満を目標とした。

ここで、Hammar 氏と Svenson 氏が 1979 年に評価した これらの等量値を採用し、Cr 等量=Cr+Mo+1.5Si+0.5Nb と Ni 等量=Ni+0.5Mn+30C であり、高温割れが発生しな いように Cr 等量/Ni 等量比は 1.60 以上のものであるよう に本研究では製作することとした。なお、一般的なステン レス鋼の組織図のシェフラー組織図を考慮する必要があ る。これ に 関 する他の評価法では、Cr 等量 =Cr+1.37Mo+1.5Si+2Nb+3Ti とし、Ni 等量として、Ni 等 量=Ni+0.31Mn+22C+14.2N+Cu とする評価などがあるこ とを補足する。

通常の材料規格の強度と延性については、耐力:245 N/mm²以上、引張強さ:550 N/mm²以上、伸び: 40%以 上、硬さ HV: 220 以下となる材料になる。

溶解工程の検討事項:

脱酸材に Ti を使う場合、TiN の析出によるイン ゴットの割れが発生する可能性があり、Ti と N の投 入順番には十分に気を付けて TiN を粗大化させない ようにすることが不可欠である。また、TiN の融点 は約 3500℃であるため、一度、粗大化すると合金中 では溶けない。この他、合金中の Ti 濃度は 0.2wt% を超えないようにことが必要である。なお、TiN 等 の介在物の粗大化はインゴットの鍛造時などの際に 割れの原因となる。また、粗大な介在物は疲労特性 へも大きな影響を及ぼすことが知られているので、 留意して溶融作業を行う必要がある。

(1-1)溶解炉の真空度

溶解炉は真空溶解型炉として、酸素の混入を防いで SUS316LN鋼の作製のための溶解を行う。この際、最高 真空到達度は、脱ガス時に1 torr 以下とした。

(1-2)溶解炉の炉壁材料

MgO 耐火物、またはその他の良好な耐火物を使用 する。

(1-3)溶融金属の脱ガスと窒素添加の方法について
 Fe-Cr-Niの3元系合金ではN2ガス圧力 latm で

1600℃の場合、状態図上、溶解量は約0.165wt%である ので、溶解時の圧力と雰囲気に注意を要する。溶解中 の脱ガス処理後に、過去実績等より算出されるガス等量 (Ar+Nの混合ガス(ここでは仮に560 torr 程度)を想定) を入れて、酸素の混入を防ぎながら、窒素が合金中に吸 収されて予定濃度になるように適当な時間(混合ガスの 濃度と圧力に依存し、数十分前後)で出鋼とする。なお、 その溶解手順を補足する。真空溶解は①真空排気,② Ar 復圧,③主原料溶解(Fe, Ni、Cr、Mo),④脱 ガス(C0 脱酸),⑤Ar+N 復圧,⑥副原料添加 (Si,Mn),⑦脱酸剤(Ti)添加,⑧出鋼の手順で実 施した。

(2) 重量と熱処理:約 350kg 分(鋳塊の段階)

約350 kg の素材から溶解したインゴットの上部は不純物が多いために、その部分(約50 kg)を除去する必要がある。上部を除去した後のインゴットの重量と体積は大凡、約300kg、約37000cm³となる。このような溶解したインゴット(Fig. 2)を熱間鍛造(Fig. 3)を行い、その後に、熱間圧延(Fig. 4)を加え、より機械特性の良い材料を作製した。

そのあとに、最終熱処理として、1040℃から水中 に急冷処理を施した。以下のこれらの工程の補足を



Figure 2: Ingot of SUS316LN after melting (lower ingot).



Figure 3: SUS316LN ingot after hot forging treatment.

Proceedings of the 15th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan August 7-10, 2018, Nagaoka, Japan

PASJ2018 WEP040



Figure 4: Hot rolled SUS316LN steel after the hot forging.

付け足す。

真空溶解後、鋳塊表面スケールの外削を行い、鋳 塊に割れが無いことを確認した。水銀ターゲット容 器の先端部から台形部までの容器寸法よりやや大き めのサイズの幅 460mm×長さ 450mm×高さ 120mm が 希望するサイズであるが、今回の製作ではそのサイ ズになるべく近づけられるような成型工程で進める ことにした。

熱間鍛造温度は 1200℃~下限約 950℃、熱間圧延 温度は 1050℃~下限約 950℃とした。また、熱間圧 延後は水冷した。固溶加熱処理温度は JIS の規格内 でなるべく低温側で行うことを目的とし、1040℃、 水冷で行った。いずれの加熱時間、熱処理時間につ いては、形状に見合った時間とした。

試作した SUS316LN 鋼の化学分析、組織、 強度試験の結果と考察

Table1に目標成分と分析結果を示す。

	С	Si	Mn	Р	S	Ni
Target value	0.011	0.50	1.2	< 0.005	< 0.001	11.2
JIS G 4303	≦ 0.030	≦ 1.00	≦ 2.00	≦ 0.045	≦ 0.030	$ \begin{array}{c} 10.50 \\ \sim \\ 14.50 \end{array} $
Result	0.011	0.51	1.21	< 0.002	0.0005	11.13
	Cr	Мо	Cu	Ν	Ti	Co
Target value	18.0	2.5	<0.1	0.15	0.1	<0.01
JIS G 4303	$ \begin{array}{r} 16.50 \\ \sim \\ 18.50 \end{array} $	2.00 ~ 3.00	-	0.12 ~ 0.22	-	-
Result	18.16	2.49	< 0.002	0.148	0.079	< 0.002





(t=1/4 area)



(t=1/2 area)



Figure 5: Microstructures of SUS 316LN fabricated in this study.

すべての元素を JIS 規格内かつ目標値の範囲内にあることを確認した。また、Co も 0.002wt%未満であった。

市販の SUS316L 鋼の、Co の含有量は約 0.2~0.35 wt%程度であり、このように製作した材料を利用し た場合、中性子源容器として使用するための材料と してもメリットはかなり大きくなると考えられる。 PやS、さらにはNiとCrの等量比についても、溶接 特性を良好にさせるために調整した成分通りの値が 得られた。

一方、今回、試作した SUS316LN 鋼の組織を観察 した結果を Fig. 5 に示す。結晶粒サイズが 0.1mm 未 満であることが確認できた。また、ビッカース硬さ は、JIS Z 2244 準拠して測定し、その結果を Table 2 に纏めた。JIS 規格では HV は 220 以下となっていて この値を満足している。また、板の厚さや場所の依 存性はかなり低く、かなり均質な良好な強度データ が得られている。

Table 2: Vickers Hardness (HV), 10 kgf.

Position from the plate surface	1	2	3	4	5	Ave.
t=1/4	151	152	151	153	155	153
t=1/2	151	150	149	151	151	150
t=3/4	151	155	152	153	152	152

製作した本 SUS316LN 鋼の引張り試験の結果を Table 3 に示す。材料規格基準の降伏応力の下限値 (245 MPa)を十分に満足した値を持つことが分かる。 今回の評価では4 つの引張試験データになるが、最 低値でも 300 MPa を超える結果となった。伸びや絞 りの値のいずれも大変優れた値であり、ばらつきも 小さいことが分かる。この引張り試験結果にから、 3Sm(Sm:設計応力強さ)値が 600 MPa を超えており、構 造強度の設計が大変有利になる利点がある。比較参 照として、本研究で製作した材料強度特性値の状態 を確認するため、他の研究試験結果[8,9]と比較する。 ITER(国際熱核融合炉実験炉)の TF(トロイダル場) コイル構造用の試験データ(鍛造した 316LN 鋼と熱 間圧延した 316LN 鋼の強度試験[8]が報告されている) と比較すると、ほぼ同等またはそれより良好な引張 り特性が得られている。本研究では、N 濃度を 0.15wt%添加したのに対して、その ITER 用材料では、 強度を高める目的として窒素濃度が高い 0.20wt%の 窒素を添加している。また、ITER では対象材料の Co含有量の制限もあり、放射線管理から 0.05wt%以 下としている[8]。中国の研究チームの316LN製作結

果の報告[9]では、引張り特性試験結果は、本研究と ほぼ同程度の特性を持っていることを確認できたが、 彼らが製作した材料では、比較的ミクロな領域の旧 度計測法であるビッカース硬さの値が非常にバラツ キ(HV=103~185)を持っていて、本研究で製作した 材料は、ミクロ的な領域においても、より均一な強 度特性を持つことが特徴といえ、良質な材料である ことを示している。これは本研究の製作で行った多 重製作プロセル法に基づいた結果であると考えてい る。

その他の強度試験データとして疲労特性試験、さらには、溶接試験データや溶接材の強度特性評価な どについては、実機への適用のためには不可欠な材 料特性データであり、現在、これらの評価を進めて いる。本研究で行った様々な製作プロセスにより、 疲労特性なども優れた特性を持つことを期待してい る状況である。

Table 3: Tensile Properties of SUS316LN Fabricated in This Study (YS: Yield Strength, TS: Tensile Strength, TE: Total Elongation, RA: Reduction of Area.)

I otal Elongation, KA. Reduction of Alea.)								
Position from the	No.	YS	TS	TE	RA			
plate surface,		(MPa)	(MPa)	(%)	(%)			
Average								
t=1/4	1	305	627	59.1	78.4			
t=1/4	2	310	625	60.7	78.8			
t=1/2	3	319	626	57.0	77.9			
t=1/2	4	316	622	57.1	79.1			
Average	1-4	312.5	625.0	58.5	78.6			

謝辞

本研究の評価や試験の遂行にあたりまして、これ までに多くの議論を重ね、様々な検討と工夫をして 製作対応をして頂きました日鉄住金テクノロジー株 式会社の皆様に、深く感謝の意を申し上げます。

参考文献

- H. Takada *et al.*, "Materials and life science experimental facility at the Japan Proton Accelerator Research Complex I: Pulsed spallation neutron source", Quant. Beam Sci. 1, 2017, pp.1–26.
- [2] T. Wakui *et al.*, "Recent study for structural integrity evaluation and defect inspection of the J-PARC spallation neutron source target vessel", J. Nucl. Mater., 506, 2018, pp.3-11.
- [3] E. Wakai *et al.*, "Recent status of R&D in fabrication technology of mercury target vessel for high-intensity operation", Proceedings of the 14th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, Aug 2017, PASJ2017 THOL06, pp.166-169.
- [4] K. Haga *et al.*, "Technical investigation on small water leakage incident occurrence in mercury target of J-PARC", J. Nucl. Sci. Tech., 55, 2018, pp.160-168.
- [5] H28 年度 JAEA-大阪大学の共同研究報告書, "高出力化 に向けた核破砕中性子源水銀標的容器に関する溶接方 法の基礎的研究", 2017.
- [6] H29 年度 JAEA-大阪大学の共同研究報告書,"核破砕中

PASJ2018 WEP040

性子源水銀標的容器の大強度化対応のための溶接線近 傍の割れ感受性および溶接時の力学特性に関する研究"、 2018.

- [7] インフォメーション "ITER だより(52)", Journal of Plasma and Fusion Research Vol.91, No.7 July 2015, pp.491-493.
- [8] K. Hamada *et al.*, "Demonstration of full scale JJ1 and 316LN fabrication for ITER TF coil structure", Fusion Engineering and Design 82, 2007, pp.1481-1486.
 [9] L. Tuo *et al.*, "Extrusion process of 316LN L-shape stainless
- [9] L. Tuo *et al.*, "Extrusion process of 316LN L-shape stainless steel and manufacture process of ITER side correction coil box", Fusion Engineering and Design 135, 2018, pp.15-23.