

J-PARC 水銀ターゲット容器用高強度オーステナイトステンレス鋼の試作 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

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 S_m が 116 MPa に対して、316LN では S_m は 163 MPa になり、 S_m 値に関して約 1.4 倍に高められるメリットは非常に大きい。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

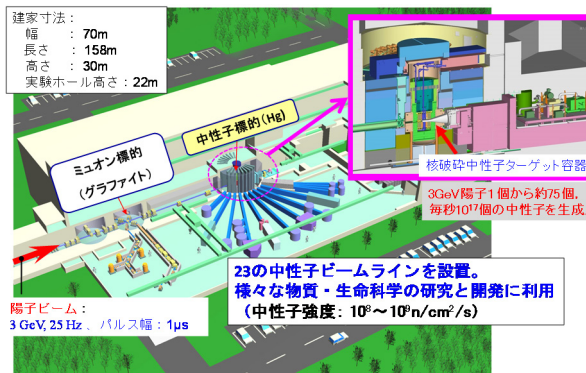


Figure 1: Schematic image of MLF of J-PARC center

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

きるだけ高くする成分調整がなされたものが、日本鑄鍛鋼(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(溶解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($P+S<0.01\text{wt}\%$)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°C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%を超えないようにすることが必要である。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1atmで

1600°C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注意到要する。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、②Ar復圧、③主原料溶解(Fe, Ni, Cr, Mo)、④脱ガス(CO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(鑄塊の段階)

約350kg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、その部分(約50kg)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、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°C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.

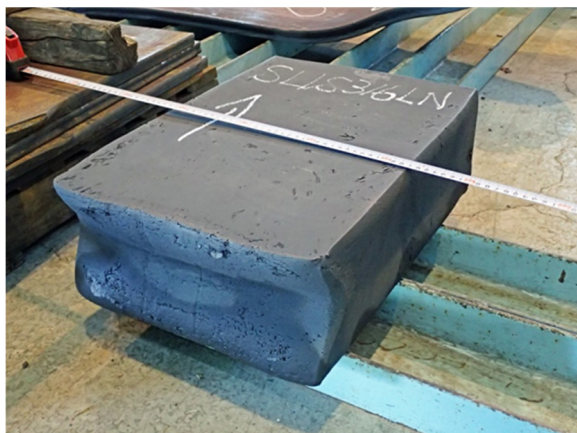


Figure 4: Hot rolled SUS316LN steel after the hot forging.

付け足す。

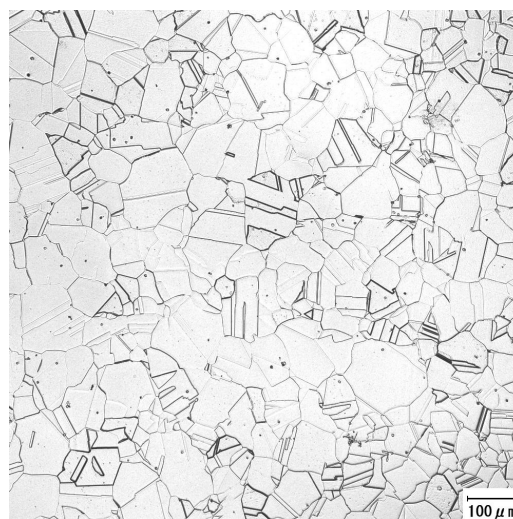
真空溶解後、鑄塊表面スケールの外削を行い、鑄塊に割れが無いことを確認した。水銀ターゲット容器の先端部から台形部までの容器寸法よりやや大きめのサイズの幅 460mm×長さ 450mm×高さ 120mm が希望するサイズであるが、今回の製作ではそのサイズになるべく近づけられるような成型工程で進めることにした。

熱間鍛造温度は 1200°C～下限約 950°C、熱間圧延温度は 1050°C～下限約 950°C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 の規格内なるべく低温側で行うことを目的とし、1040°C、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。

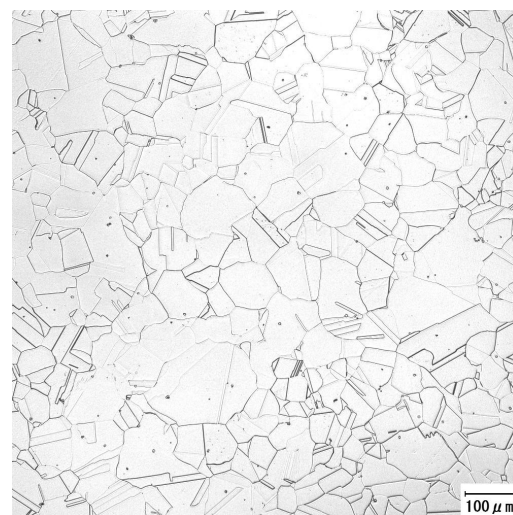
3. 試作した SUS316LN 鋼の化学分析、組織、強度試験の結果と考察

Table 1 に目標成分と分析結果を示す。

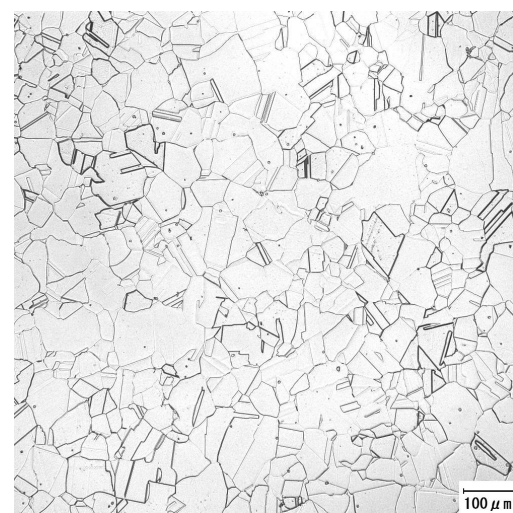
Table 1: Chemical Compositions of SUS 316LN (wt%)						
	C	Si	Mn	P	S	Ni
Target value	0.011	0.50	1.2	<0.005	<0.001	11.2
JIS G 4303	≦ 0.030	≦ 1.00	≦ 2.00	≦ 0.045	≦ 0.030	10.50 ~ 14.50
Result	0.011	0.51	1.21	<0.002	0.0005	11.13
	Cr	Mo	Cu	N	Ti	Co
Target value	18.0	2.5	<0.1	0.15	0.1	<0.01
JIS G 4303	16.50 ~ 18.50	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)



(t=3/4 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值 (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ス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.)

Position from the plate surface, Average	No.	YS (MPa)	TS (MPa)	TE (%)	RA (%)
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

- [1] 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

性光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 steel and manufacture process of ITER side correction coil box”, Fusion Engineering and Design 135, 2018, pp.15-23.