

Doc No. 18-180-I-017 Rev.3

2021年6月10日

トランスニュークリア株式会社

株式会社神戸製鋼所

補足説明資料 1-7

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）について

本資料のうち、枠囲いの内容は、商業機密等に属しますので公開できません。

目 次

1. 材料の用途	1-1
2. 材料の仕様	2-1
2.1 適用規格	2-1
2.2 化学成分	2-1
2.3 機械的性質	2-2
2.4 寸法許容差及び形状.....	2-3
3. 使用条件	3-1
3.1 適用範囲	3-1
3.2 温度範囲	3-1
4. 特徴および使用上の留意事項.....	4-1
4.1 特徴	4-1
4.2 特許およびライセンス.....	4-1
5. 製造工程および製造条件.....	5-1
5.1 製造方法	5-1
5.2 熱処理	5-1
5.3 品質管理	5-1
6. 供試材	6-1
6.1 供試材の化学成分.....	6-1
6.2 供試材の断面形状.....	6-2
7. マクロおよびマイクロ組織.....	7-1
7.1 ミクロ組織	7-1
7.2 マクロ組織	7-12
8. 実用試験（拡張試験）	8-1
9. 加工性、加工条件.....	9-1
10. 機械的性質	10-1
10.1 室温の引張特性.....	10-1
10.1.1 初期材	10-1
10.1.2 長時間熱処理材.....	10-5
10.1.2.1 長時間熱処理条件.....	10-5
10.1.2.2 室温の引張特性（長時間熱処理材）	10-5
10.2 靱性	10-10
10.2.1 シャルピー衝撃試験.....	10-10
10.3 硬さ（参考）	10-15

11. 高温及び低温の引張特性	11-1
11.1 高温の引張特性（初期材）	11-1
11.2 高温の引張特性（長時間熱処理材）	11-6
11.3 トレンド曲線の設定	11-11
11.4 低温引張特性	11-13
12. クリープおよびクリープ破断特性	12-1
12.1 クリープ試験の文献値	12-1
12.2 クリープ強度特性	12-7
13. 長時間熱処理材の靱性	13-1
14. 耐食性	14-1
15. 設計降伏点	15-1
16. 設計引張強さ	16-1
17. 設計応力強さ	17-1
18. 許容引張応力	18-1
19. その他の特性	19-1
19.1 線膨張係数	19-1
19.2 熱物性	19-4
19.3 弾性定数	19-10

別紙 1 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の概要

別紙 2 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の熱処理方法及び強度特性について

別紙 3 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の Mg 固溶強化の維持について



別紙 4 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の破壊靱性に係る物性について

別紙 5 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の物性について

別紙 6 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）のクリープ特性について

別紙 7 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の製造管理について

別紙 8 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の溶着部の引張特性について

別紙 9 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の材料規定、及び製造管理規定

別紙 10 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の引張特性、及び熱的安定性に及ぼすほう素添加の影響の評価

別紙 11 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）に含有されるほう素化合物の相安定性について

別紙 12 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の金属組織等について

別紙 13 バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）に関する強化機構の維持について

3

1. 材料の用途

本材料は、金属キャスクのバスケット用材料として使用済燃料集合体の支持及び臨界防止のために使用される。

2. 材料の仕様

2.1 適用規格

本材料は、ほう素添加アルミニウム合金の押出型材であり、化学成分、機械的性質等の材料仕様は本資料に記載のとおりである。なお、本説明資料に記載されていない技術仕様については、JIS H 4100「アルミニウム及びアルミニウム合金の押出型材」に準ずるものとする。（別紙7参照）

2.2 化学成分

本材料の化学成分は表 2-1 に示すとおりである。本材料は A3004 アルミニウム合金をベースに化学成分を設定したもので、さらに中性子吸収性能を持たせるためほう素を 0.8%~1.3% 添加したものである。本材料は Mg の固溶強化及び Mn 系化合物の粒子分散強化を主たる強化メカニズムとするアルミニウム合金である（別紙1参照）。

Mg の添加量については、供用期間中（最長 60 年間）の温度低下に伴い Mg の固溶限が Mg 添加量を下回ると Mg の固溶強化が減少する可能性があることを踏まえ、供用期間中に強度低下が生じないように設定した（別紙 3 参照）。Mn については、粒子分散強化の効果を増加させるため A3004 よりも若干高めに設定した。Mg 及び Mn のいずれについても、初めに下限値を設定し、上限値は製造管理幅を考慮して定めた。なお、微量添加元素である Si、Cu 及び Zn の上限値を A3004 よりも低減しているため、本材料は過時効現象による強度変化は生じない。Fe は、破壊靱性を改善するためやや低めに設定した。いずれの微量添加元素も、製造面での合理性を踏まえて上限値を設定した。

表 2-1 化学成分

記号	化学成分 (mass%)									Al
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他		
								個々	合計	
1B-A3J04-O	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.2 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	0.05 以下	0.15 以下	残部
JIS A3004 (参考)	0.30 以下	0.7 以下	0.25 以下	1.0 以上 1.5 以下	0.8 以上 1.3 以下	0.25 以下	—	0.05 以下	0.15 以下	残部

2.3 機械的性質

常温の規格値（引張強さ、耐力及び伸び）については、表 2-2 に示す値に適合すること。

表 2-2 機械的性質

記号	引張試験 (試験温度：常温)		
	引張強さ (MPa)	耐力 (MPa)	伸び (%)
1B-A3J04-O	155 以上	70 以上	10 以上

※) 引張試験は、JIS H 4100 による。

2.4 寸法許容差及び形状

JIS H 4100「アルミニウム及びアルミニウム合金の押出型材」の合金グループ 1 に準ずる。

なお、押出比^{*}は 20 以上とする。



※) ビレットの押出方向に垂直な断面積と押出型材の押出方向に垂直な断面積との比

3. 使用条件

3.1 適用範囲

本材料を TK-26 型のバスケット用材料に適用するにあたり、本材料及びこれを使用するバスケットは以下の事項に適合すること。

- (1) 設計貯蔵期間（供用期間）は 60 年以下であること。
- (2) バスケットが収納される金属キャスク本体胴内には、設計貯蔵期間中ヘリウムガスを封入し、不活性ガス雰囲気は維持されていること。
- (3) バスケットは耐圧構造でないこと。
- (4) バスケットは溶接部がない構造であること。
- (5) 本材料はボルト材として使用しないこと。

3.2 温度範囲

本材料の適用温度範囲は、 -40°C から 250°C である。

4. 特徴および使用上の留意事項

4.1 特徴

本材料は、A3004 合金をベースに化学成分を設定した材料に、1%程度のほう素を添加したものである。

A3004 合金は、バスケット用の構造部材として十分な強度を有し、加工性・耐食性に優れている。一般には、飲料缶、タンク、建材等の広い用途に使用されている。本材料の強度特性等は A3004 合金と同等であるが、以下の特徴を有している。

- ① Mg の固溶強化及び Mn 系化合物の粒子分散強化を主たる強化メカニズムとする。
- ② バスケットの供用期間中における強度低下が殆ど生じない。

4.2 特許およびライセンス

濃縮ほう素を使用したアルミニウム合金に関する特許として、特許第 3996340 号がある。

5. 製造工程および製造条件

5.1 製造方法

鋳塊は溶製法により製造し、熱間押出することにより得られる。製造フローは図 5-1 のとおりである。

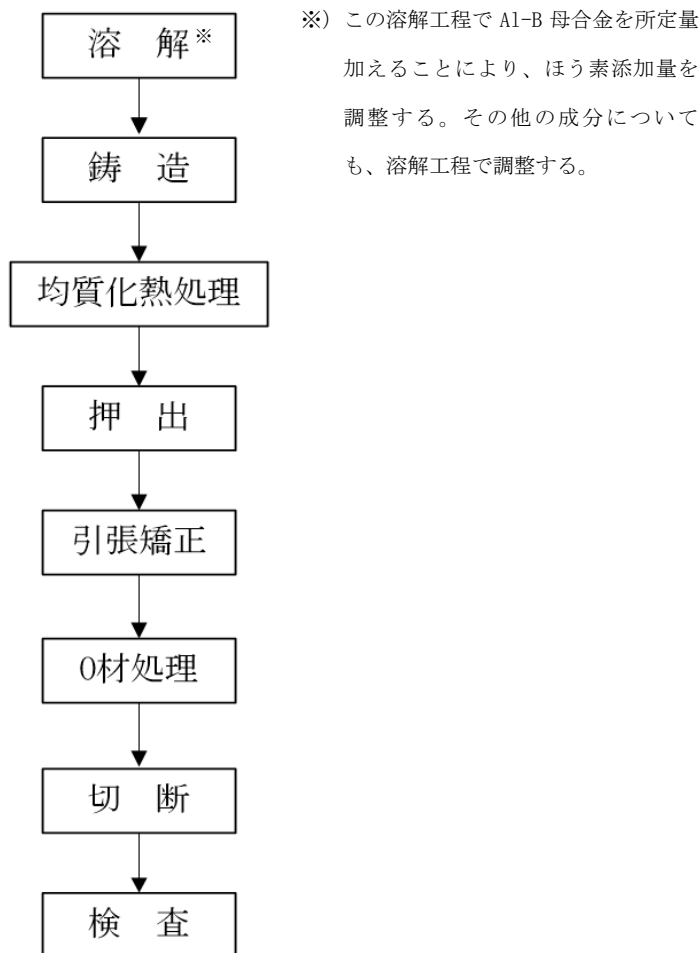


図 5-1 製造フロー

5.2 熱処理

質別O※とする。

※) 一般に、最も軟らかい状態を得るために焼なまししたものを言う。

5.3 品質管理

図 5-1 の製造フローの各段階において、以下項目の品質管理を行う。なお、品質管理値は、生産設備能力等を考慮して設定する。(別紙 7 参照)

- ・溶解： 溶湯の化学成分
- ・押出： 製造条件（押出比、押出条件、整直条件、質別）
- ・検査： 引張特性（JIS H 4100）、ほう素分布
、寸法、外観及び員数

6. 供試材

6.1 供試材の化学成分

試験に用いた供試材の化学成分の分析結果を表 6-1、及び表 6-2 に示す。表 6-1 は、強度特性を安全側に評価するため、Si、Fe、Mn 及び Mg について表 2-1 の規定範囲の低目を狙って作製した供試材（以下、「機械試験用供試材」という。）の化学成分である。表 6-2 は、強度特性以外の縦弾性係数、線膨張係数、及びその他の物性値について本材料の代表的な値を取得するため、Si、Fe、Mn 及び Mg について規定範囲の中央値を狙って作製した供試材（以下、「規格材」という。）の化学成分である。

ここで、機械試験用供試材、及び規格材についての考え方は、別紙 1 に纏めたとおりである。

表 6-1 機械試験用供試材の化学成分の分析結果

供試材 No.	断面 形状	分析結果(mass%)								
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他 (Ti)	Al
No. 22	フラット バー									残部
No. 24										残部
No. 26										残部
No. 20	中空材									残部
No. 28										残部
No. 30										残部

表 6-2 規格材の化学成分の分析結果

供試材 No.	断面 形状	分析結果(mass%)								
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他 (Ti)	Al
No. 32	フラット バー									残部
No. 34										残部
No. 36	中空材									残部

6.2 供試材の断面形状

試験に用いた供試材の断面形状を図 6-1、及び図 6-2 に示す。各断面形状の押出比を、表 6-3 に示す。

表 6-3 各断面形状の押出比

断面形状	押出比
フラットバー	
中空材	

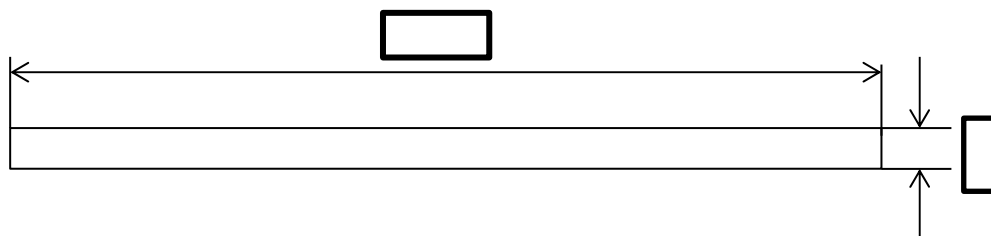


図 6-1 フラットバーの断面形状

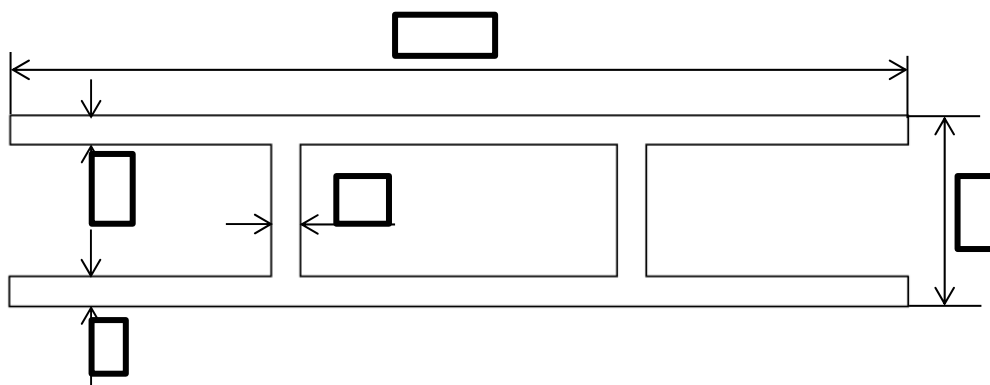


図 6-2 中空材の断面形状

7. マクロおよびマイクロ組織

7.1 ミクロ組織

供試材（機械試験用供試材、及び規格材）のマイクロ組織を図 7-1 または図 7-2 に従い観察した。撮影用サンプルは、製品幅方向（LT 方向）の中央部から採取した。観察面は押出方向及び板厚方向に平行な面で、表面から $t/4$ （ t ：部材厚さ）の位置とした。図 7-3～図 7-8 に、機械試験用供試材（No. 22、No. 24、No. 26、No. 20、No. 28、及び No. 30）のマイクロ組織を、図 7-9～図 7-11 に、規格材（No. 32、No. 34、及び No. 36）のマイクロ組織をそれぞれ示す。

マイクロ組織はファイバー状の結晶粒組織となっており、その中にほう素化合物の分散が認められる。ファイバー状の組織はアルミニウム合金の母材である。ほう素化合物は、母材中に均一に分散していることがわかる。マイクロ組織に見られる金属間化合物の中には一部 Mn 系化合物の晶出物も含まれていると考えられるが、これらの金属間化合物も均一に分散している。ほう素化合物の均一分散性については、別紙 1 及び別紙 12 に詳細を示した。

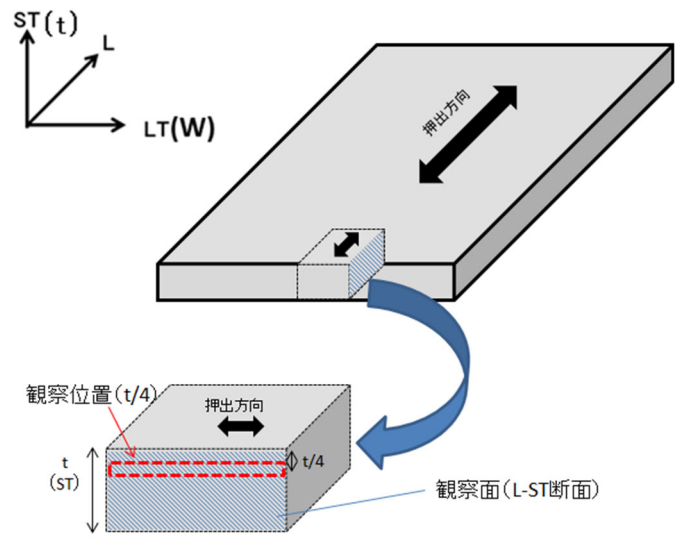


図 7-1 ミクロ観察位置 (フラットバー)

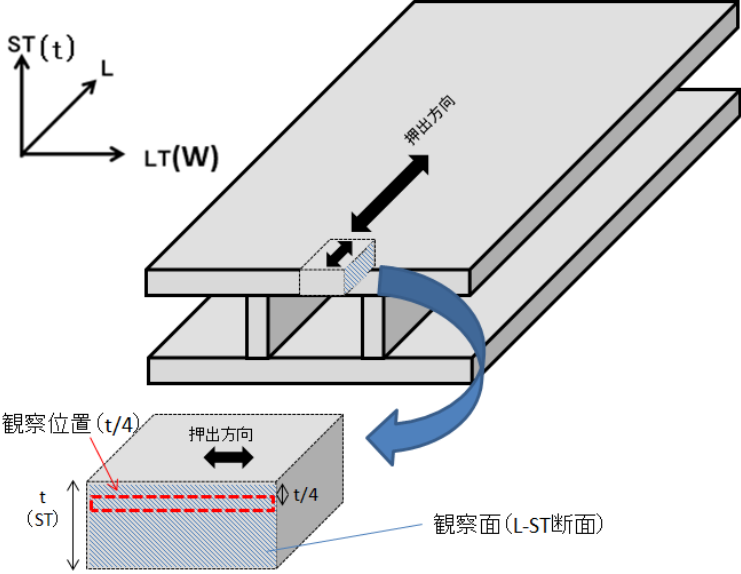


図 7-2 ミクロ観察位置 (中空材)

試験片	供試材 No. 22 (機械試験用供試材・フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-3 供試材 No. 22 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・フラットバー)

試験片	供試材 No. 24 (機械試験用供試材・フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-4 供試材 No. 24 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・フラットバー)

試験片	供試材 No. 26 (機械試験用供試材・フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-5 供試材 No. 26 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・フラットバー)

試験片	供試材 No. 20 (機械試験用供試材・中空材の初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-6 供試材 No. 20 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・中空材)

試験片	供試材 No. 28 (機械試験用供試材・中空材)
低倍率	
高倍率	

図 7-7 供試材 No. 28 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・中空材)

試験片	供試材 No. 30 (機械試験用供試材・中空材)
低倍率	
高倍率	

図 7-8 供試材 No. 30 のマイクロ組織 (機械試験用供試材・中空材)

試験片	供試材 No. 32 (規格材・フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-9 供試材 No. 32 のマイクロ組織 (規格材・フラットバー)

試験片	供試材 No. 34 (規格材・フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-10 供試材 No. 34 のマイクロ組織 (規格材・フラットバー)

試験片	供試材 No. 36 (規格材・中空材の初期材)
低倍率	
高倍率	

図 7-11 供試材 No. 36 のマイクロ組織 (規格材・中空材)

7.2 マクロ組織

供試材（機械試験用供試材、及び規格材）のミクロ組織を図 7-12 に従い観察した。機械試験用供試材のマクロ組織を図 7-13 に、規格材のマクロ組織を図 7-14 にそれぞれ示す。撮影断面は押出方向に直角な面である。中空材のマクロ組織にはいずれも線状の様様が見られるが、これは溶着部であり、製造欠陥ではない。

なお、溶着部の健全性は、次項にて述べる実用試験（拡張試験）で確認している。

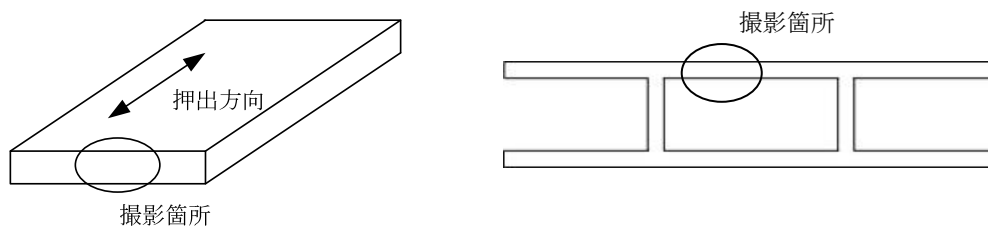


図 7-12 マクロ組織観察箇所

機械試験用供試材のマクロ組織	
フラットバー	
中空材	

図 7-13 機械試験用供試材のマクロ組織

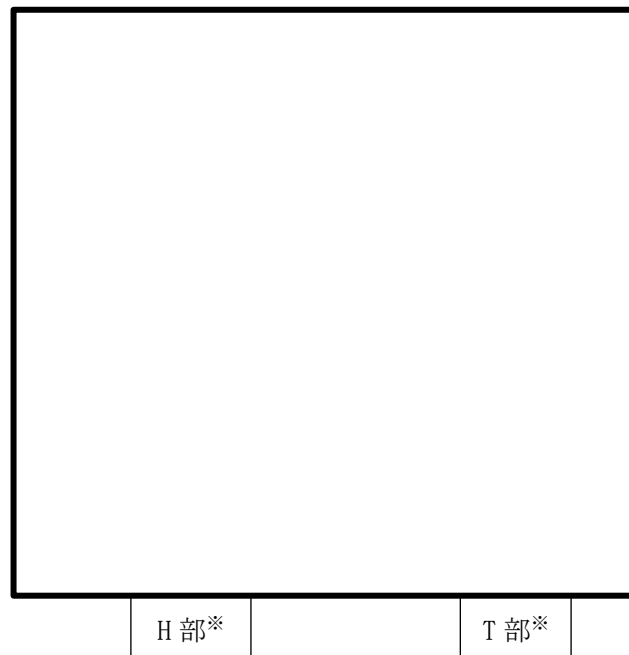
	規格材のマクロ組織
フラットバー	
中空材	

図 7-14 規格材のマクロ組織

8. 実用試験（拡管試験）

本材料は中空断面形状の製品として使用される場合がある。この場合、一般的に押出工程においてポートホールダイスを使用するため押出材には溶着部が生じる※。この溶着部は、ポートホールダイスにてビレットが4つに分離された後、ダイス内部で圧着されることで形成される。この溶着部の健全性を確認する目的で、規格材の中空材を用いてテーパ状のジグを中空部分に押し込む拡管試験を実施した。その結果を図8-1に示す。溶着部は中空部材の各辺の中央部にあるが、拡管試験後の破損部は溶着部以外の箇所となっていることから、溶着部は健全であると判断できる。

※) 中空ダイスは「オス型」「メス型」の2重構造で構成されており、加熱されたビレットが「ポートホールダイス」と呼ばれる開口部を持ったオス型のダイスを通過する際にビレットは分断され、メス型で再び一体化（溶着）させることで中空形状の押出材が製作される。



※) H部は押出材の押出初期頃の箇所、T部は押出終期頃の箇所を指す。

図8-1 中空材（供試材 No. 36：規格材）の拡管試験結果

9. 加工性、加工条件

本材料に添加されるほう素化合物は非常に硬いので、一般的には、ほう素添加率が高くなるほど機械加工性は悪くなるが、本材料のほう素添加量は 1%程度であり、機械加工性に問題はない。



なお、本材料の溶接は行わない。また、表面処理については、特別な要求はないが、アルマイト処理等を実施する場合がある。

10. 機械的性質

10.1 室温の引張特性

10.1.1 初期材

初期材について以下の条件で引張特性を測定した。本試験では、材料強度を安全側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。試験結果を表 10-1 に示す。これらの結果から設定した材料仕様（ミルシートの合否判定基準）を表 10-2 に示す。これらの値は、試験データの 99%（「平均値 -2.33σ 」（ σ ：標準偏差）に相当する下限値）を包絡する最低値とし、これを安全側に丸めて設定した。最小伸びについても同様に 99%を包絡する値を計算し、この値を基に若干の裕度を考慮して規格値を設定した。図 10-1 に 0.2%耐力、図 10-2 に引張強さ、及び図 10-3 に伸びの正規確率プロットをそれぞれ示す。これらの試験データに、ほぼ直線的な傾向があることが確認されている。

表 10-1 初期材の引張試験結果（平均値）

材質	1B-A3J04-O（機械試験用供試材）※			
長時間熱処理	無し（初期材）			
供試材 No.	フラットバー；No. 22、24、26 中空材；No. 20、28、30			
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片			
試験片方向	押出方向			
試験方法	JIS Z 2241 準用			
試験 N 数	各供試材当り 4 個			
	0.2%耐力	引張強さ	伸び	絞り
	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)
No. 22				
No. 24				
No. 26				
No. 20				
No. 28				
No. 30				

※) 材料強度を安全側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。

表 10-2 材料仕様（材料製造時の合否判定基準）の設定

	平均値	標準偏差 (σ)	信頼度 99% (下限値)	材料仕様 (ミルシートの 合否判定基準)
引張強さ (MPa)				155 以上
0.2%耐力 (MPa)				70 以上
伸び (%)				10 以上

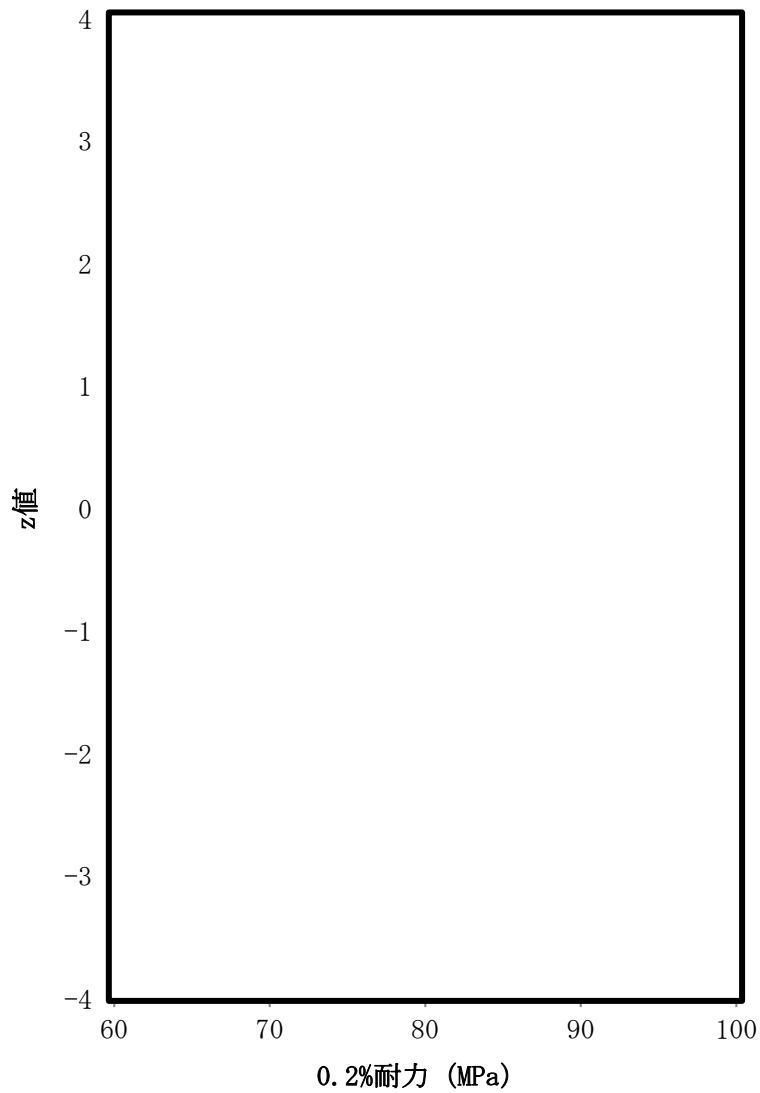


図 10-1 0.2%耐力の正規確率プロット

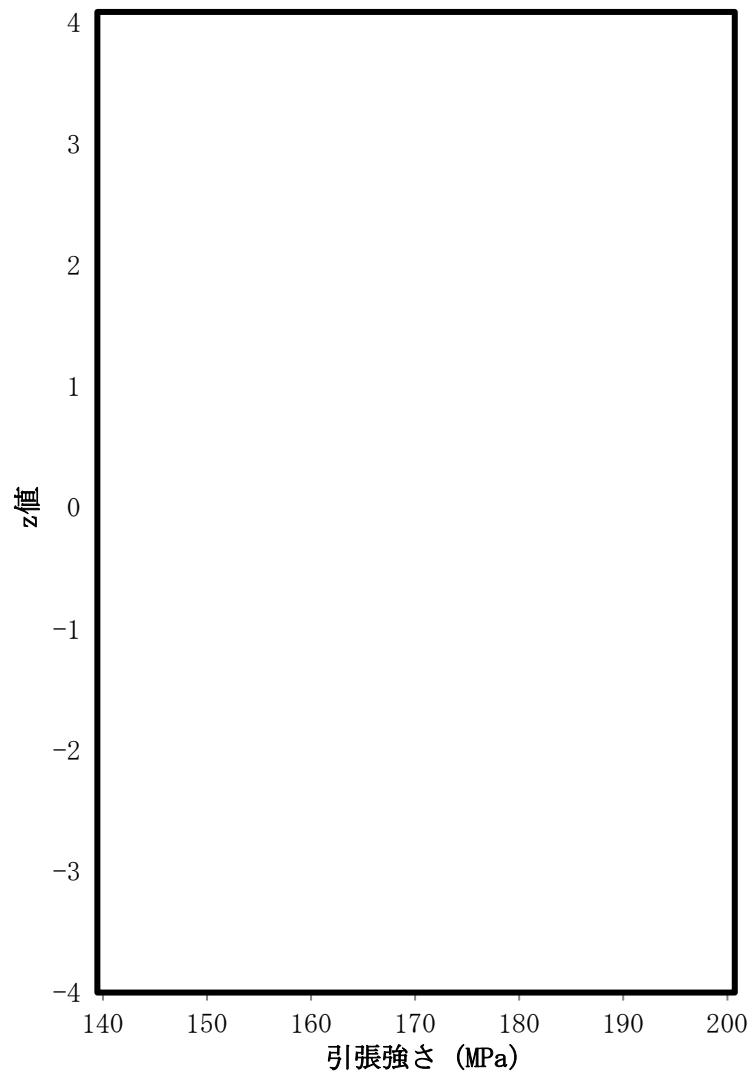


図 10-2 引張強さの正規確率プロット

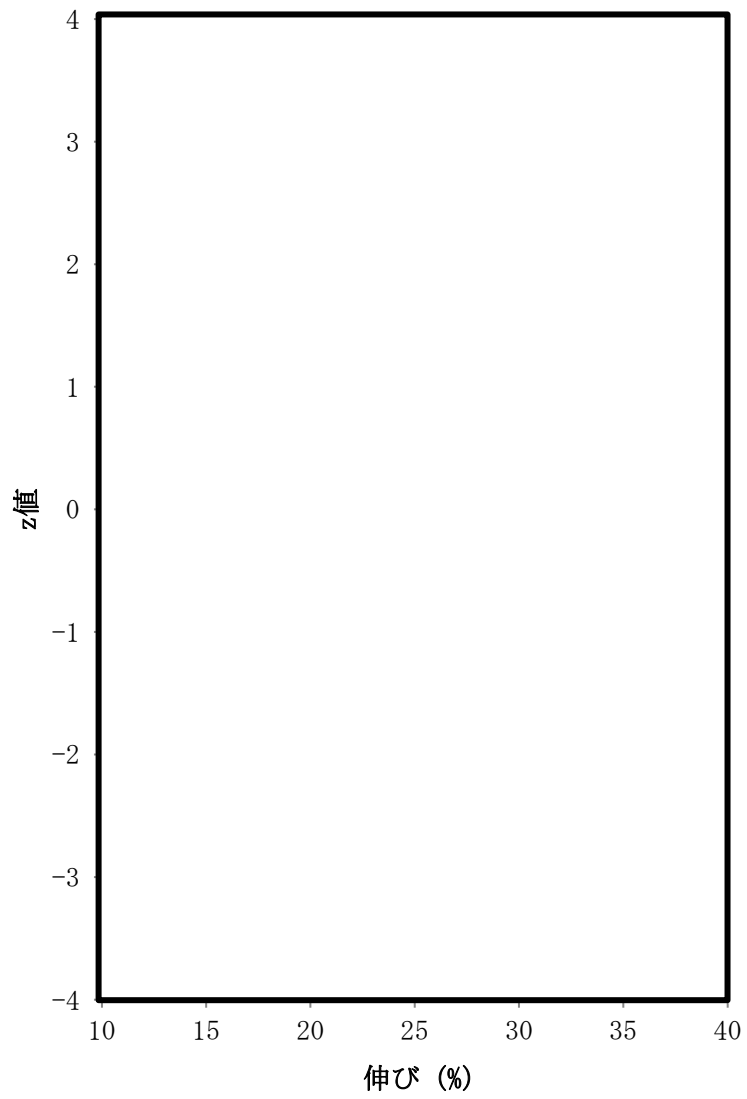


図 10-3 伸びの正規確率プロット

10.1.2 長時間熱処理材

10.1.2.1 長時間熱処理条件

本材料について、各温度における規格値を保守的に設定するため、最長 60 年間の供用期間における熱履歴を包絡する条件で長時間熱処理を実施した。なお、供試材には機械試験用供試材を用いた。この熱処理条件を表 10-3 に示す。本熱処理条件の設定根拠を別紙 2 に示す。

表 10-3 長時間熱処理条件

供試材 No.	フラットバー ; No. 22、24、26 中空材 ; No. 20、28、30
温度 (°C)	300
保持時間 (h)	1,000
冷却条件	炉冷

△
2

10.1.2.2 室温の引張特性 (長時間熱処理材)

長時間熱処理材について以下の条件で引張試験を実施した。本試験では、材料強度を安全側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。試験結果を表 10-4 に示す。これらの結果から設定した常温の規格値 (S_{y0} 、及び S_T) を表 10-5 に示す。これらの値は、試験データの 99% (「平均値 - 2.33 σ 」 (σ : 標準偏差) に相当する下限値) を包絡する最低値とし、これを安全側に丸めて設定した。図 10-4 に 0.2%耐力、及び引張強さの正規確率プロットをそれぞれ示す。これらの試験データに、ほぼ直線的な傾向があることが確認されている。

図 10-5 に、長時間熱処理前後の強度比較を示す。初期材の強度は、表 10-1 の値を用いた。この長時間熱処理は、金属キャスクの供用期間中 (最大 60 年間) を包絡するように設定したものであるが、有意な強度変化は認められない (別紙 13 参照)。

△
3

表 10-4 長時間熱処理材の引張試験結果 (平均値)

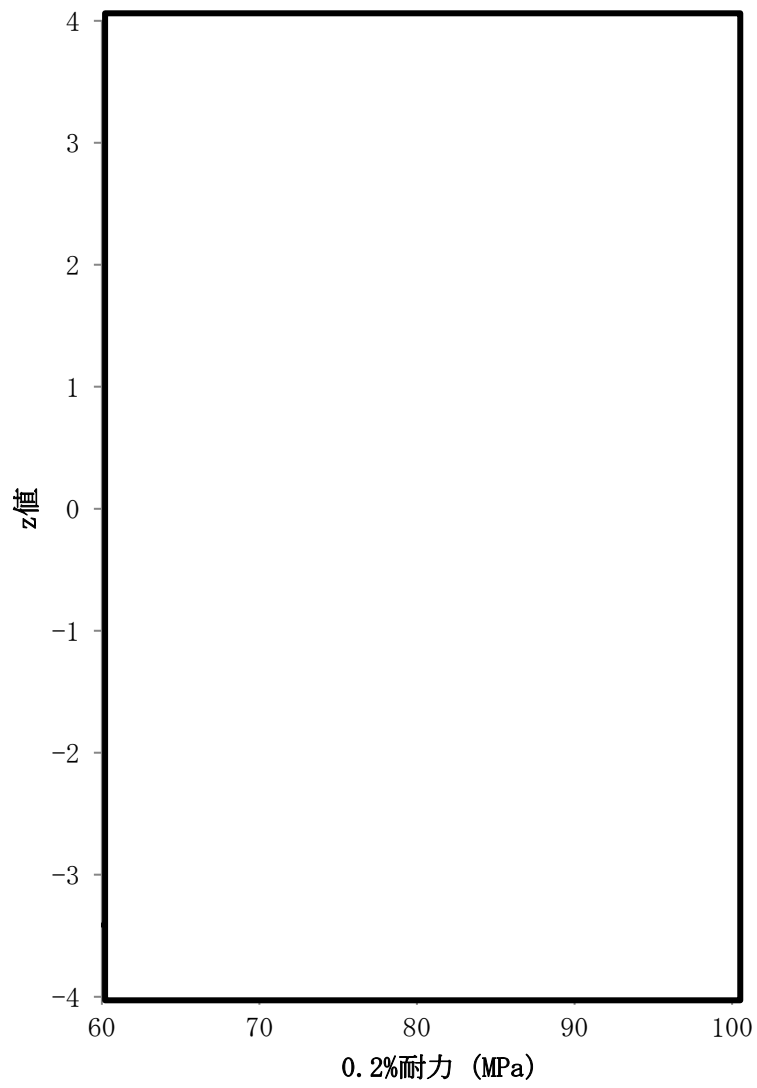
材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材) ※1			
長時間熱処理	有り (300°C×1,000h)			
供試材 No.	フラットバー ; No. 22、24、26 中空材 ; No. 20、28、30			
試験方法	JIS Z 2241 準用			
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片			
試験片方向	押出方向			
試験温度	室温			
試験 N 数※2	各供試材当たり 3 個			
	0.2%耐力	引張強さ	伸び	絞り
	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)
No. 22				
No. 24				
No. 26				
No. 20				
No. 28				
No. 30				

※1) 材料強度を安全側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。

※2) 同じ条件での繰り返し試験回数

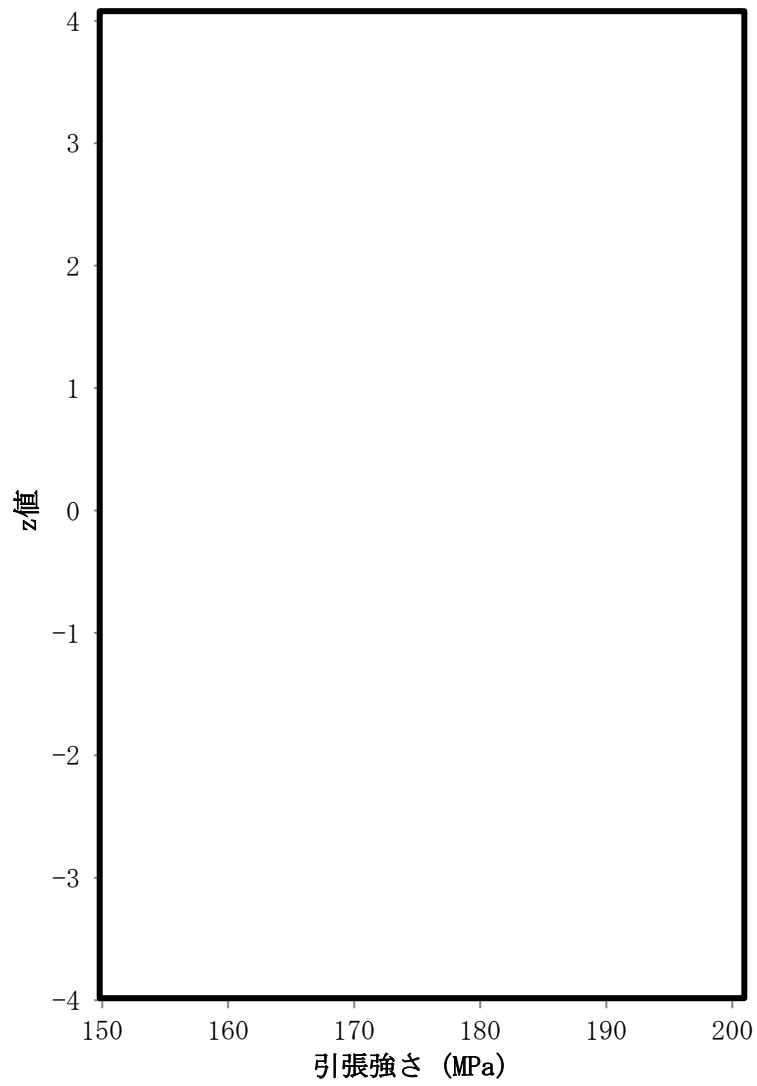
表 10-5 常温の規格値の設定

	平均値	標準偏差 (σ)	信頼度 99% (下限値)	常温の規格値
引張強さ (MPa)				155 (=S _T)
0.2%耐力 (MPa)				66 (=S _{y0})



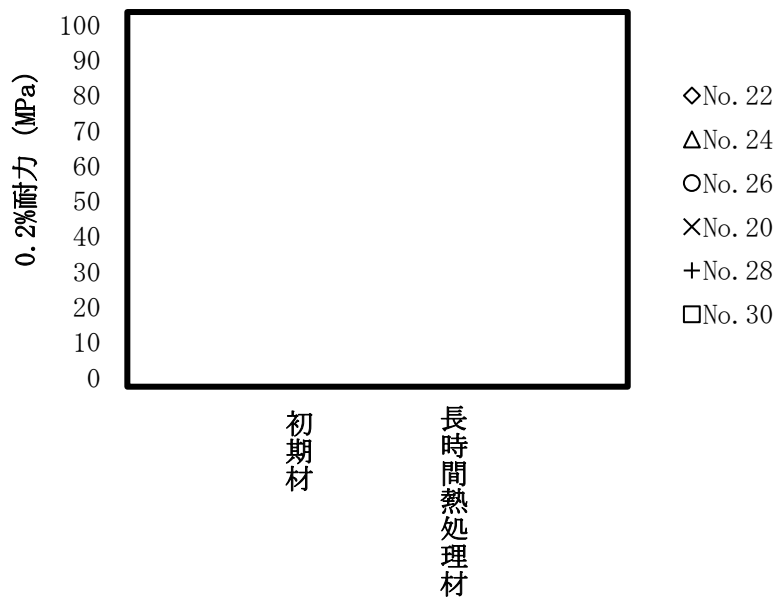
(a) 0.2%耐力

図 10-4 常温の規格値の正規確率プロット (1/2)

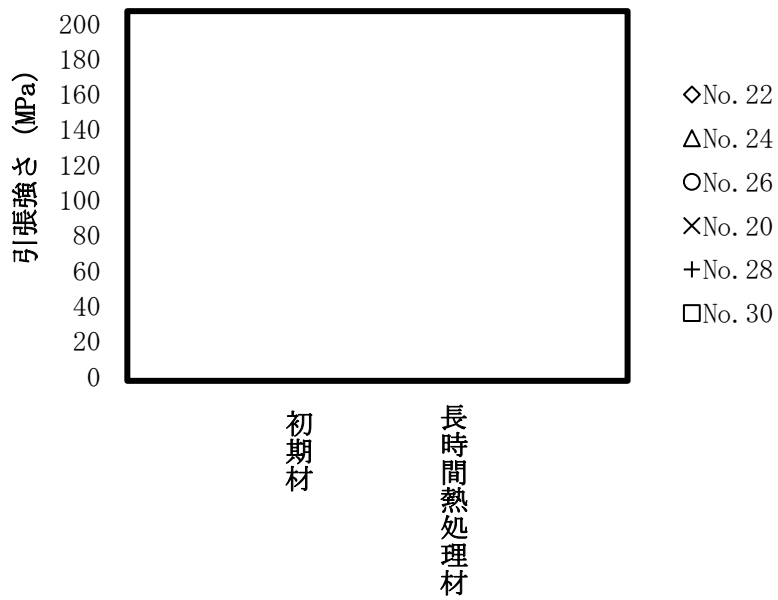


(b) 引張強さ

図 10-4 常温の規格値の正規確率プロット (2/2)



(a) 0.2%耐力



(b) 引張強さ

図 10-5 長時間熱効処理による強度変化 (常温引張試験)

10.2 靱性

10.2.1 シャルピー衝撃試験

JIS Z 2242 を準用し、シャルピー衝撃試験を実施した。なお、代表的な靱性値を評価するため、本試験には規格材を用いた。試験条件を表 10-6、試験結果を表 10-7 及び図 10-6～図 10-8 にそれぞれ示す。衝撃値（平均値）は、吸収エネルギー（平均値）を試験片のリガメント部の面積で除して求めた。図 10-6～図 10-8 のグラフには、平均値ではなく試験毎の衝撃値をプロットした。

低温（-40℃）と常温で試験を実施したが、吸収エネルギー（平均値）に有意な変化は認められなかった。試験片サイズは、今回調べた範囲では衝撃値（平均値）に及ぼす影響はほとんど認められなかった。したがって、異なる試験片サイズ同士の衝撃特性も、衝撃値を指標として用いれば比較評価できると考えられる。ノッチ方向は、押出直角方向の吸収エネルギー（平均値）が、押出方向のそれよりも大きくなる傾向が見られた。これは、ノッチ方向を押出直角方向に設定すると、き裂の進展方向がファイバー状組織と直交するためと考えられる。

図 10-9 に供試材 No. 32、図 10-10 に供試材 No. 36 の試験後試験片の破面 SEM 画像をそれぞれ示す。材料の延性破壊を示すディンプルが確認され、脆性破面は認められない。

表 10-6 シャルピー衝撃試験条件

材質	1B-A3J04-O（規格材※）
長時間熱処理	無し（初期材）
供試材 No.	フラットバー；No. 32、34 中空材；No. 36
試験方法	JIS Z 2242 準用
試験温度	-40℃、室温
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 材料の代表的な特性を取得するため、規格材を用いた。

表 10-7 シャルピー衝撃試験結果

供試材 No.	温度 (°C)	試験片 サイズ※	ノッチ 方向	吸収エネルギー (平均値) (J)	衝撃値 (平均値) (J/cm ²)	横膨出量 (平均値) (mm)
No. 32	-40	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出直角			
	室温	サブサイズ	押出方向			
No. 34	-40	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出直角			
No. 36	-40	サブサイズ	押出方向			
	室温	サブサイズ	押出方向			
	室温	サブサイズ	押出直角			

※) フルサイズ ; 10mm 幅 2mmV ノッチ、サブサイズ ; 5mm 幅 2mmV ノッチ

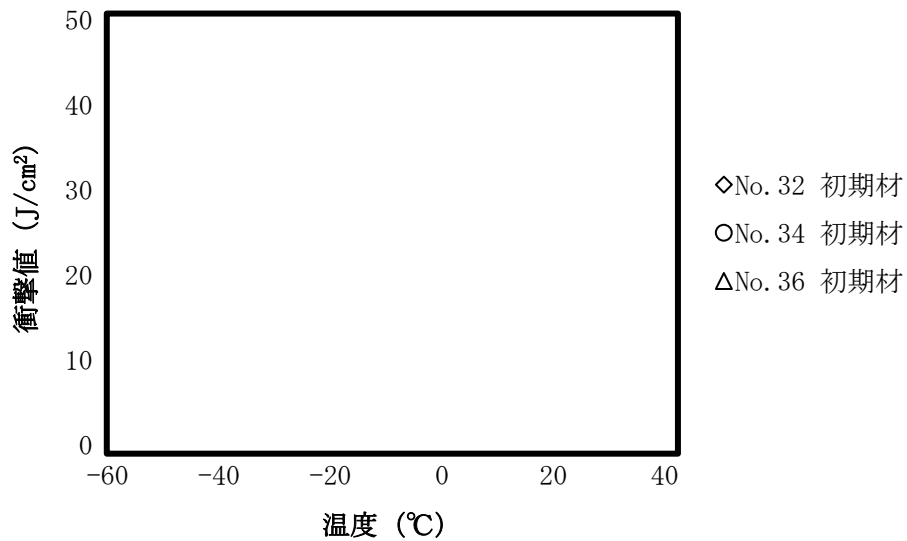


図 10-6 衝撃値の温度依存性

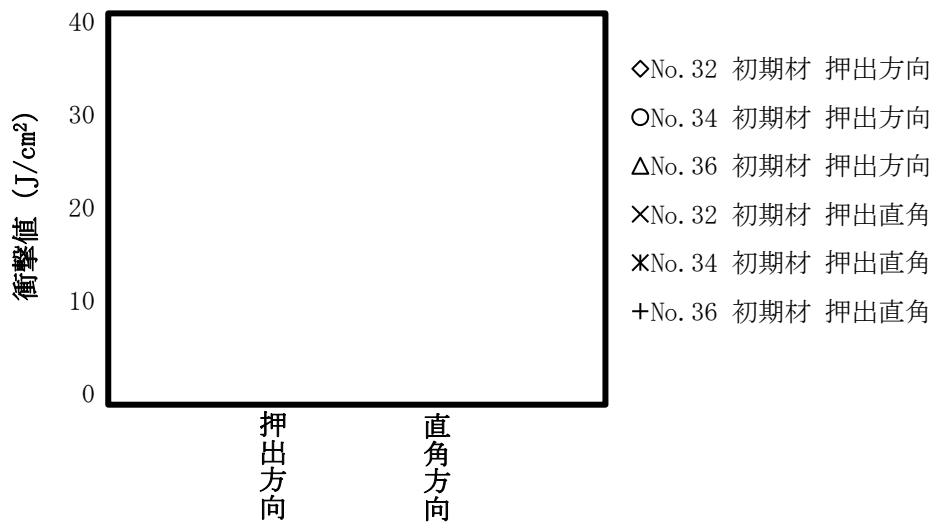


図 10-7 衝撃値のノッチ方向依存性

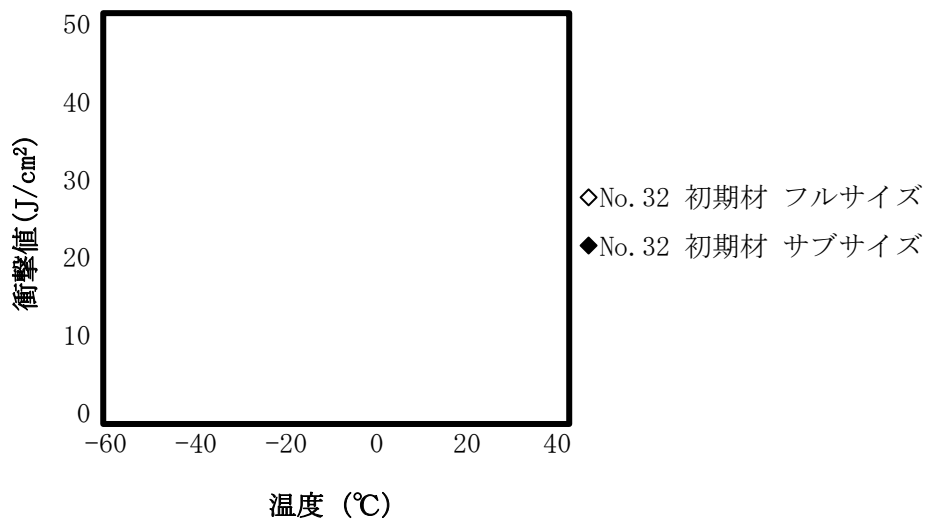


図 10-8 衝撃値の試験片サイズ依存性

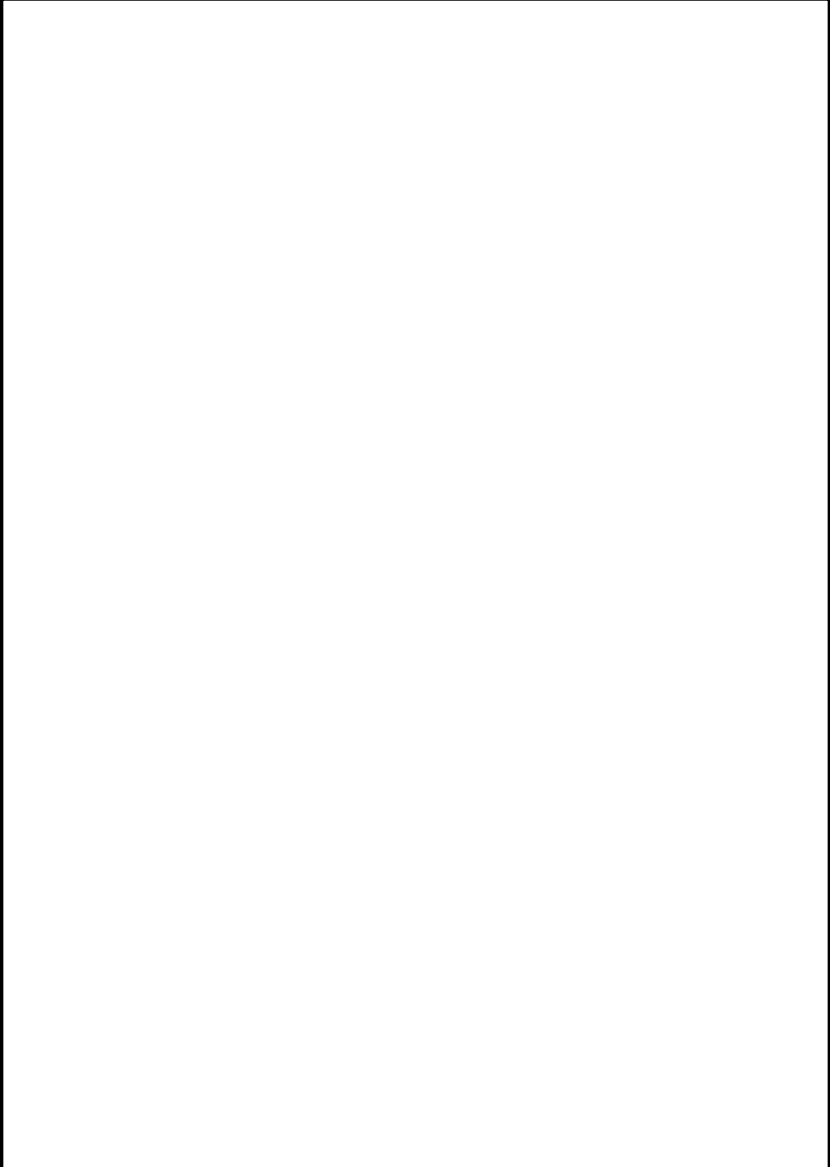
試験片	供試材 No. 32 (規格材の初期材) ノッチ方向：押出方向 試験片サイズ：フルサイズ 試験温度：室温
低倍率	
高倍率	

図 10-9 供試材 No. 32 (規格材) の破面 SEM 画像

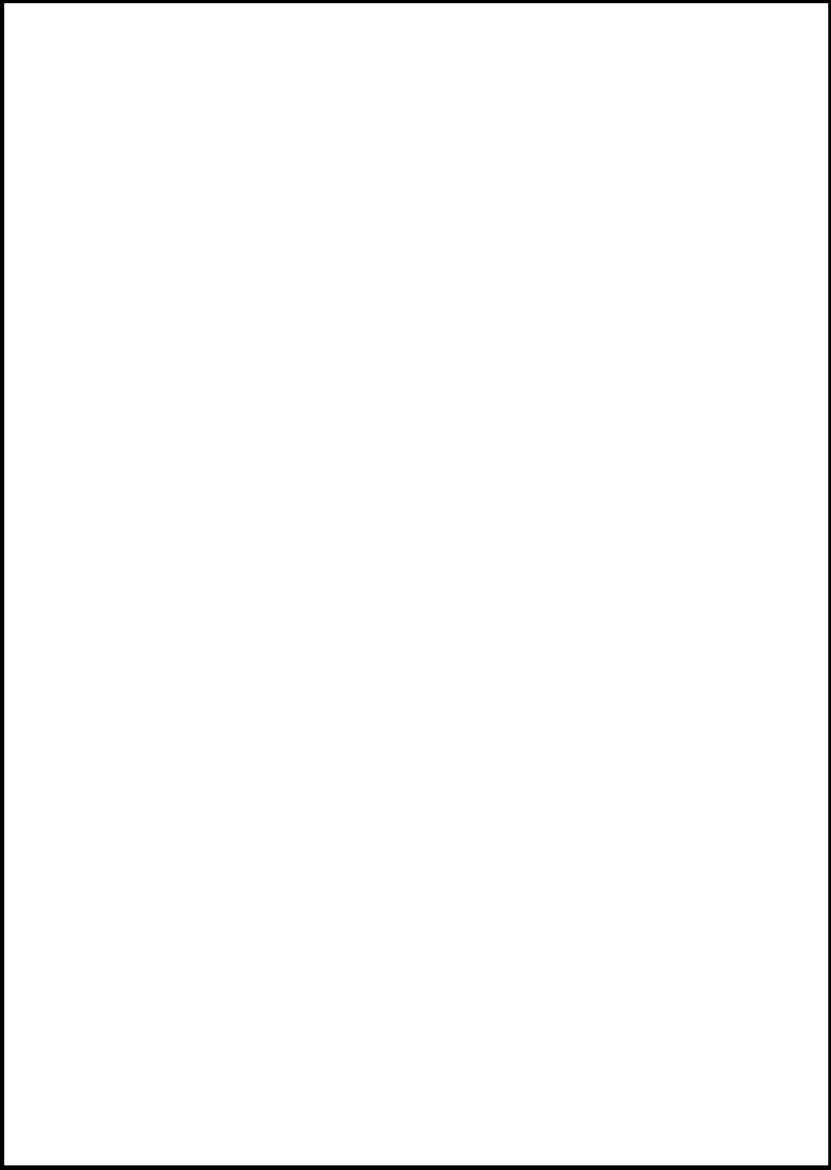
試験片	供試材 No. 36 (規格材の初期材) ノッチ方向：押出方向 試験片サイズ：サブサイズ 試験温度：室温
低倍率	
高倍率	

図 10-10 供試材 No. 36 (規格材) の破面 SEM 画像

10.3 硬さ（参考）

JIS Z 2244 を準用し、ビッカース硬さ試験を実施した。なお、代表的なデータを取得するため、供試材には規格材を用いた。試験条件を表 10-8、試験結果を表 10-9 にそれぞれ示す。JIS H 4100 では、アルミニウム合金の硬さは材料仕様として要求していないことから、本試験結果は参考データとする。

表 10-8 ビッカース硬さの試験条件

材質	1B-A3J04-O（規格材※）
長時間熱処理	無し（初期材）
供試材 No.	フラットバー；No. 32、34 中空材；No. 36
試験方法	JIS Z 2244 準用
試験条件	HV5
試験温度	室温
試験 N 数	各供試材当り 5 回

※）材料の代表的な特性を取得するため、規格材を用いた。

表 10-9 ビッカース硬さ試験の結果

供試材 No.	ビッカース硬さ（平均値）
No. 32	
No. 34	
No. 36	

11. 高温及び低温の引張特性

11.1 高温の引張特性（初期材）

初期材について以下の条件で引張特性を測定した。供試材は、強度を保守側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。試験条件を表 11-1 に示す。また、試験結果を表 11-2 および図 11-1 に示す。なお、室温の試験結果については表 10-1 の結果を再掲した。

表 11-1 初期材の高温の引張試験条件

材質	1B-A3J04-O（機械試験用供試材）※
長時間熱処理	無し（初期材）
供試材 No.	フラットバー；No. 22、24、26 中空材；No. 20、28、30
試験方法	JIS G 0567 準用
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	100、150、200、250、300℃
評価項目	0.2 耐力、引張強さ、伸び、絞り
試験 N 数	100、200、250℃；各供試材当り 4 個 150、300℃；各供試材当り 3 個

※）強度を保守側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。

表 11-2 初期材の引張試験結果（平均値）

(a) 0.2%耐力

温度 (°C)	供試材 No.					
	No. 22	No. 24	No. 26	No. 20	No. 28	No. 30
室温※						
100						
150						
200						
250						
300						

※) 室温の結果は表 10-1 のデータを再掲した。

(b) 引張強さ

温度 (°C)	供試材 No.					
	No. 22	No. 24	No. 26	No. 20	No. 28	No. 30
室温※						
100						
150						
200						
250						
300						

※) 室温の結果は表 10-1 のデータを再掲した。

(c) 伸び

温度 (°C)	供試材 No.					
	No. 22	No. 24	No. 26	No. 20	No. 28	No. 30
室温※						
100						
150						
200						
250						
300						

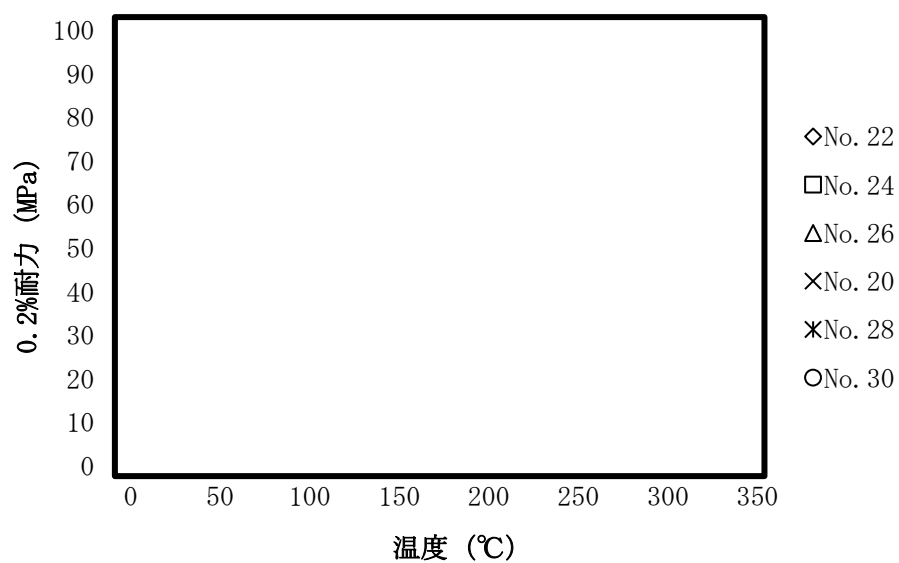
※) 室温の結果は表 10-1 のデータを再掲した。

表 11-2 初期材の引張試験結果（平均値）（つづき）

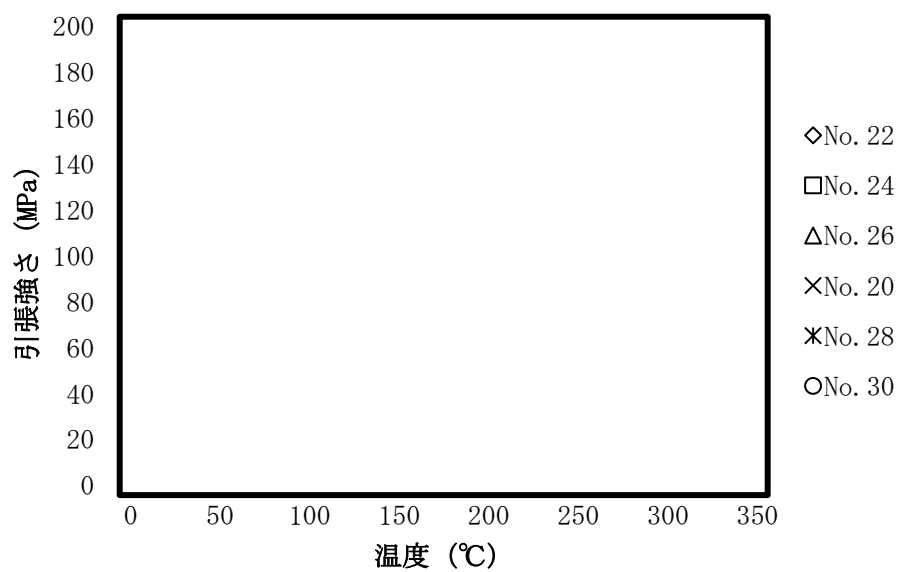
(d) 絞り

温度 (°C)	供試材 No.					
	No. 22	No. 24	No. 26	No. 20	No. 28	No. 30
室温※						
100						
150						
200						
250						
300						

※) 室温の結果は表 10-1 のデータを再掲した。

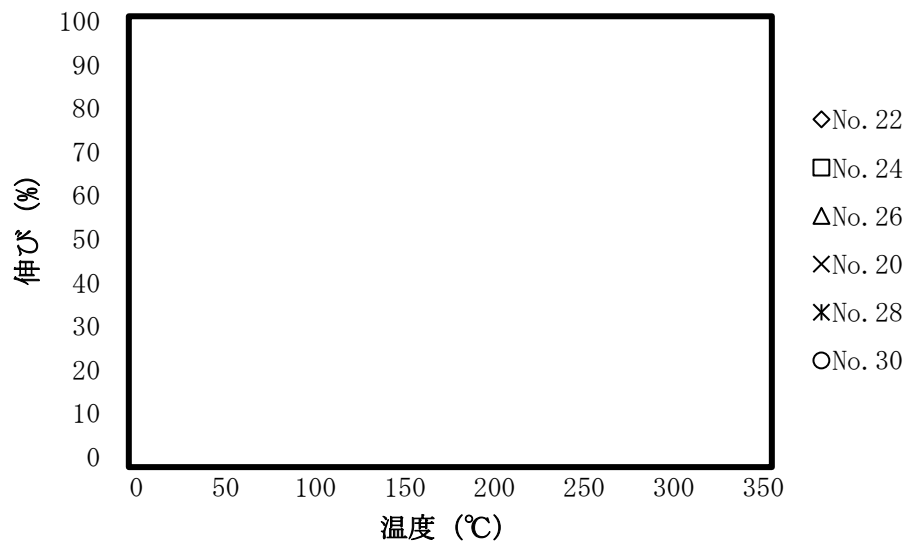


(a)0.2%耐力

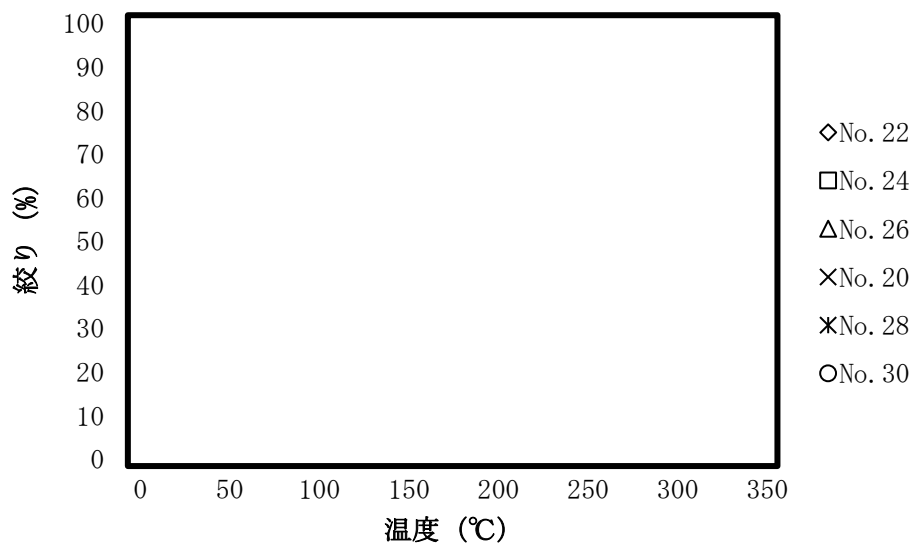


(b)引張強さ

図 11-1 初期材の高温強度特性 (平均値)



(c) 伸び



(d) 絞り

図 11-1 初期材の高温強度特性 (平均値) (つづき)

11.2 高温の引張特性（長時間熱処理材）

長時間熱効処理材を用いて、高温の引張試験を実施した。なお、強度を保守側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。試験条件を表 11-3 に示す。この結果得られた試験結果を、表 11-4 及び図 11-2 に示す。

表 11-3 長時間熱処理材の高温の引張試験条件

材質	1B-A3J04-O（機械試験用供試材）※
長時間熱処理	有り（300℃×1,000h）
供試材 No.	フラットバー；No. 22、24 中空材；No. 20
試験方法	JIS G 0567 準用
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出直角方向
試験温度	75～275℃（25℃刻み）
評価項目	0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 強度を保守側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。

表 11-4 長時間熱処理材の引張試験結果（平均値）

(a) 0.2%耐力

温度 (°C)	供試材 No.		
	No. 22	No. 24	No. 20
室温			
75			
100			
125			
150			
175			
200			
225			
250			
275			

(b) 引張強さ

温度 (°C)	供試材 No.		
	No. 22	No. 24	No. 20
室温			
75			
100			
125			
150			
175			
200			
225			
250			
275			

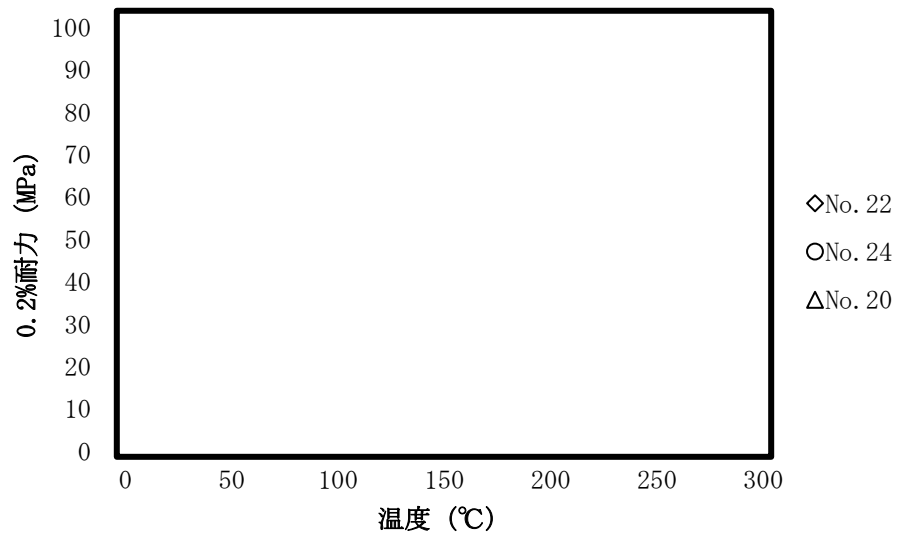
表 11-4 長時間熱処理材の引張試験結果（平均値）（つづき）

(c) 伸び

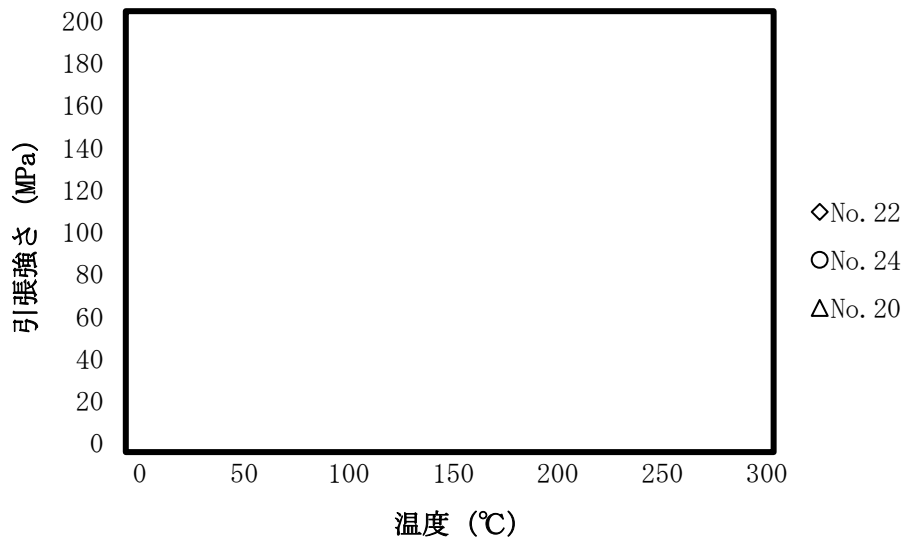
温度 (°C)	供試材 No.		
	No. 22	No. 24	No. 20
室温			
75			
100			
125			
150			
175			
200			
225			
250			
275			

(d) 絞り

温度 (°C)	供試材 No.		
	No. 22	No. 24	No. 20
室温			
75			
100			
125			
150			
175			
200			
225			
250			
275			

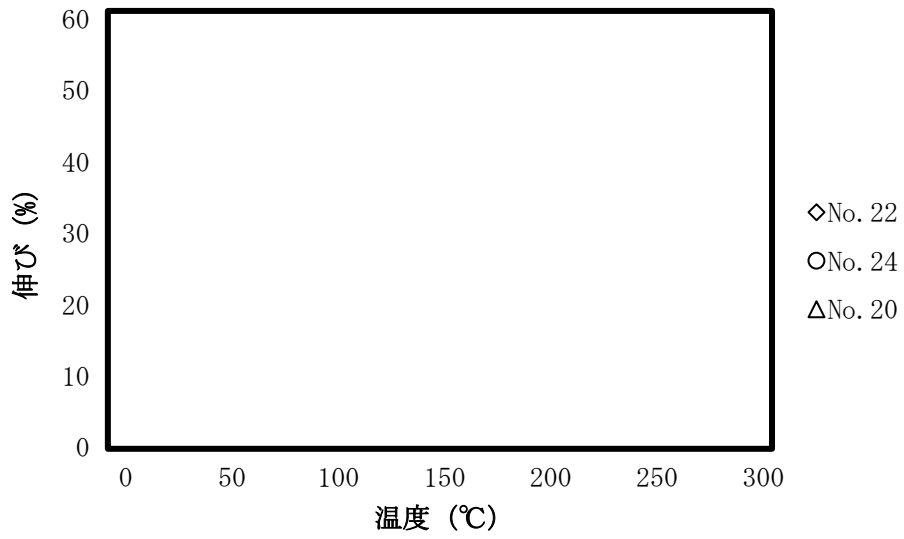


(a) 0.2%耐力

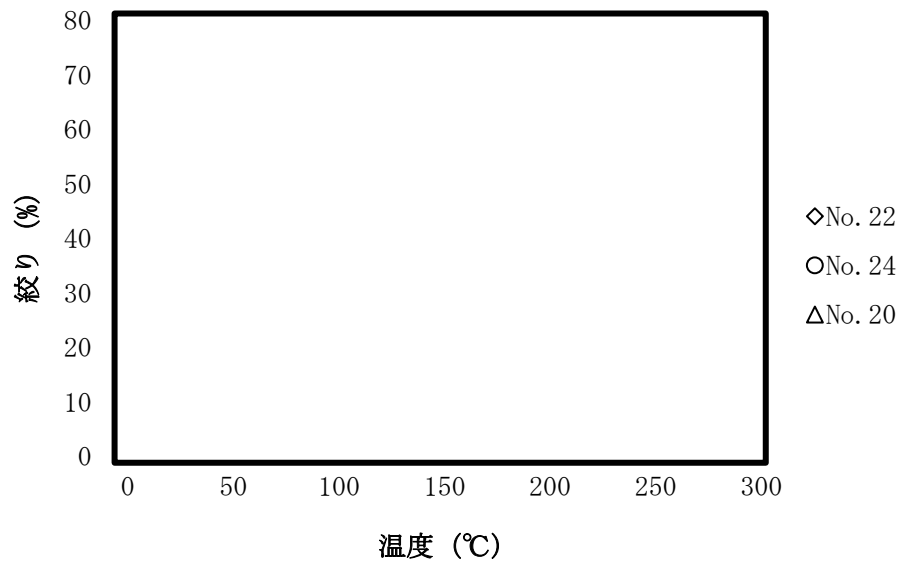


(b) 引張強さ

図 11-2 長時間熱処理材の引張試験結果 (平均値)



(c) 伸び



(d) 絞り

図 11-2 長時間熱処理材の引張試験結果 (平均値) (つづき)

11.3 トレンド曲線の設定

各温度の規格値は、日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格に規定されているトレンド曲線法で強度の低下傾向を求めて、これに常温の規格値を乗じることにより求めた。表 11-5 に試験条件、図 11-3 に室温から 275℃までのトレンド曲線を示す。トレンド曲線法の評価には五次式を用いた。長時間熱処理材の高温強度は、常温の規格値に温度による強度の低下係数（トレンド曲線の各温度の値）を乗じて以下のとおり求めた。ここで、高温での値がそれよりも低温での値を超えないように修正した。

①耐力 (S_y)

$$S_y = R_Y \times S_{y0}$$

R_Y : 温度による 0.2%耐力の低下係数

S_{y0} : 常温の規格値 (0.2%耐力)

②引張強さ (S_u)

$$S_u = R_T \times S_T$$

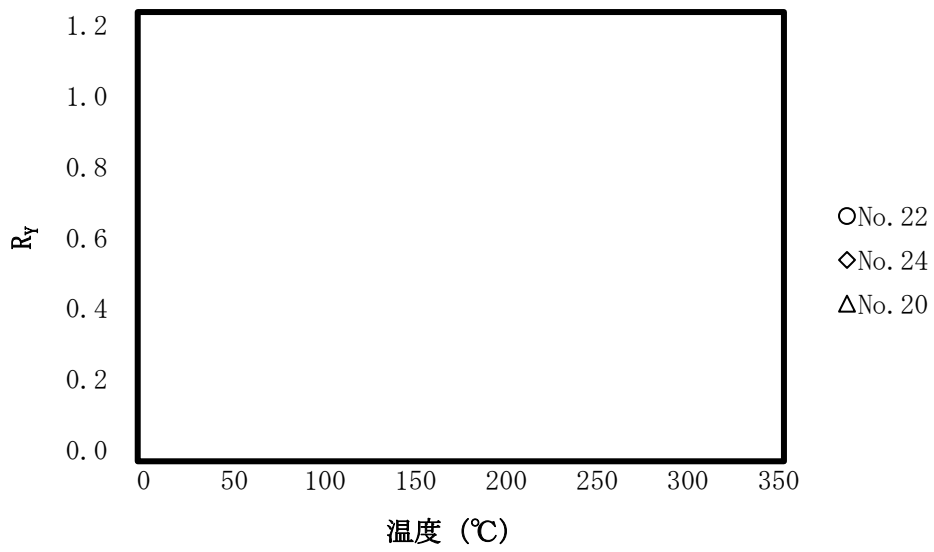
R_T : 温度による引張強さの低下係数

S_T : 常温の規格値 (引張強さ)

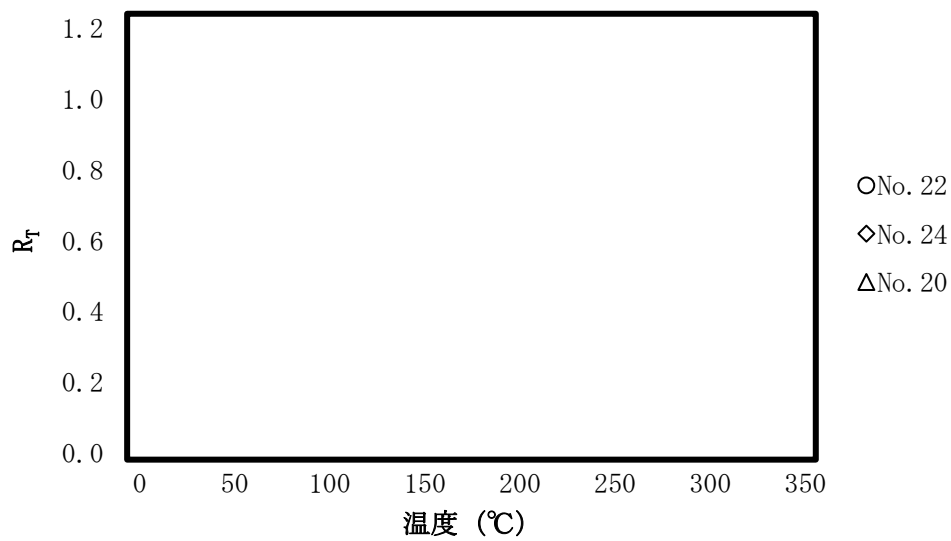
表 11-5 長時間熱処理材の高温の引張試験条件

材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材) ※
長時間熱処理	有り (300℃×1,000h)
供試材 No.	室温 ; No. 22、24、26、20、28、30 高温 ; No. 22、24、20
試験方法	室温 ; JIS Z 2241 準用 75~275℃ ; JIS G 0567 準用
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出直角方向
試験温度	室温、75~275℃ (25℃刻み)
評価項目	0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り
試験 N 数	室温 ; 各供試材当り 3 個 75~275℃ ; 各供試材当り 3 個

※) 強度を保守側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。



(a) 0.2%耐力



(b) 引張強さ

図 11-3 トレンドカーブ

11.4 低温引張特性

低温での許容応力を常温よりも高く設定しないため該当しない。なお、低温における許容応力は常温の規格値を使用する。

12. クリープおよびクリープ破断特性

本材料よりも低強度の材料である純アルミニウム系 A1100-0 のクリープ試験に関する文献値を用いてクリープ強度を設定する。純アルミニウムは本材料と比較して強度が低いため、保守性の大きい評価になる。（別紙 6 参照）

12.1 クリープ試験の文献値

今回用いた文献値のデータ一覧を表 12-1 及び表 12-2 に示す。

表 12-1 クリープ破断データ一覧 (1/5)

温度		応力		破断時間	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	h	
—	204	—	12	15897	1)
200	93.3	8.0	55	50	2)
200	93.3	7.0	48	399	2)
200	93.3	6.5	45	1748	2)
250	121	7.0	48	15	2)
250	121	6.0	41	338	2)
250	121	5.5	38	642	2)
275	135	5.5	38	144	2)
300	149	7.0	48	0.9	2)
300	149	5.0	34	66	2)
300	149	4.5	31	211	2)
300	149	4.0	28	2346	2)
350	177	4.0	28	46	2)
350	177	3.5	24	240	2)
350	177	3.5	24	176	2)
400	204	3.0	21	48	2)
400	204	3.0	21	63	2)
350	177	4.0	28	53	2)
350	177	3.5	24	214	2)
350	177	3.0	21	1229	2)
375	191	3.0	21	295	2)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-1 クリープ破断データ一覧 (2/5)

温度		応力		破断時間	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	h	
400	204	3.5	24	23	2)
400	204	3.0	21	60	2)
400	204	3.0	21	61	2)
400	204	3.0	21	74	2)
400	204	3.0	21	77	2)
400	204	2.5	17	504	2)
400	204	2.25	16	1172	2)
450	232	3.0	21	6.8	2)
450	232	2.0	14	194	2)
450	232	1.5	10	2041	2)
500	260	2.0	14	18	2)
500	260	1.5	10	238	2)
500	260	1.2	8.3	1795	2)
550	288	1.5	10	30	2)
550	288	1.2	8.3	275	2)
600	316	1.2	8.3	55	2)
212	100	7.0	48	233	2)
250	121	7.0	48	15	2)
250	121	6.5	45	40	2)
250	121	6.0	41	157	2)
250	121	6.0	41	419	2)
250	121	5.5	38	1082	2)
300	149	5.5	38	23.5	2)
300	149	4.5	31	254	2)
350	177	4.5	31	12	2)
350	177	4.0	28	49	2)
350	177	3.5	24	185	2)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-1 クリープ破断データ一覧 (3/5)

温度		応力		破断時間	参考文献
°F	°C ^{*1}	1000psi	MPa ^{*2}	h	
400	204	3.5	24	9.5	2)
400	204	3.5	24	11	2)
400	204	3.5	24	11	2)
400	204	3.5	24	11.5	2)
400	204	3.5	24	12.5	2)
400	204	3.0	21	56	2)
400	204	2.5	17	357	2)
450	232	2.5	17	28	2)
450	232	2.0	14	200	2)
450	232	2.0	14	240	2)
500	260	2.0	14	23.5	2)
500	260	1.5	10	166	2)
500	260	1.5	10	289	2)
550	288	1.5	10	35	2)
600	316	1.5	10	7	2)
150	65.6	8.0	55	2033	3)
200	93.3	8.0	55	47.7	3)
200	93.3	7.0	48	549	3)
200	93.3	6.5	45	1735	3)
200	93.3	6.0	41	6093	3)
250	121	6.0	41	172	3)
250	121	5.8	40	290	3)
300	149	7.0	48	0.96	3)
300	149	6.5	45	2.62	3)
300	149	6.0	41	7.8	3)
300	149	5.8	40	12.7	3)
300	149	5.0	34	73.4	3)
300	149	4.9	34	93.6	3)
300	149	4.0	28	994	3)
300	149	3.5	24	4128	3)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-1 クリープ破断データ一覧 (4/5)

温度		応力		破断時間	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	h	
350	177	3.2	22	489	3)
350	177	3.0	21	966	3)
350	177	2.7	19	3189	3)
350	177	2.6	18	4748	3)
350	177	2.5	17	6871	3)
375	191	3.5	24	45.3	3)
375	191	3.2	22	116	3)
375	191	3.0	21	224	3)
400	204	4.0	28	3.4	3)
450	204	3.2	22	29.8	3)
400	204	2.7	19	174.5	3)
400	204	2.6	18	254	3)
400	204	2.4	17	552	3)
400	204	2.3	16	1107	3)
400	204	2.0	14	4955	3)
400	204	1.9	13	8700	3)
450	232	3.0	21	4.5	3)
450	232	2.7	19	13.1	3)
450	232	2.6	18	18.7	3)
450	232	2.4	17	39	3)
450	232	2.0	14	28.1	3)
450	232	1.9	13	529	3)
450	232	1.8	12	970	3)
450	232	1.5	10	9701	3)
500	260	1.9	13	48.2	3)
500	260	1.8	12	76.4	3)
500	260	1.6	11	330	3)
500	260	1.5	10	678	3)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-1 クリープ破断データ一覧 (5/5)

温度		応力		破断時間	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	h	
550	288	2.0	14	2.53	3)
550	288	1.9	13	4.48	3)
550	288	1.8	12	7.75	3)
550	288	1.6	11	31.1	3)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-2 クリープ最小速度データ一覧 (1/2)

温度		応力		最小クリープ速度	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	%/h	
200	93.3	8.0	55	0.58	2)
200	93.3	7.0	48	0.069	2)
200	93.3	6.5	45	0.012	2)
200	93.3	5.0	34	0.00007	2)
250	121	7.0	48	2	2)
250	121	6.0	41	0.058	2)
250	121	5.5	38	0.035	2)
275	135	5.5	38	0.15	2)
300	149	7.0	48	34	2)
300	149	5.0	34	0.42	2)
300	149	4.5	31	0.12	2)
300	149	4.0	28	0.008	2)
300	149	3.5	24	0.0016	2)
350	177	4.0	28	0.56	2)
350	177	3.5	24	0.095	2)
350	177	3.5	24	0.13	2)
400	204	3.0	21	0.49	2)
400	204	3.0	21	0.51	2)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

表 12-2 クリープ最小速度データ一覧 (2/2)

温度		応力		最小クリープ速度	参考文献
°F	°C※1	1000psi	MPa※2	%/h	
350	177	3.5	24	0.0964	2)
350	177	3.0	21	0.0157	2)
350	177	2.5	17	0.0064	2)
375	191	3.0	21	0.0813	2)
400	204	2.5	17	0.0417	2)
400	204	2.25	16	0.0132	2)
450	232	1.5	10	0.00668	2)
500	260	1.2	8.3	0.00718	2)
550	288	1.2	8.3	0.0655	2)
600	316	1.2	8.3	0.465	2)

※1) 文献値の華氏 (°F) から摂氏 (°C) に単位換算した。

※2) 文献値のヤード・ポンド法 (psi) から SI 単位系 (MPa) に換算した。

参考文献)

- 1) P.Agrawal, et.al., "Creep rupture Testing of Aluminum Alloys: Metallographic Studies of Fractured Test Specimens", Journal of testing and Evaluation, JTEVA, Vol.5, No.3, 1977.
- 2) J.David, et.al., "Creep-rupture testing of Aluminum alloys to 100,000h hours Part I-Rupture data for 1100-0 and 5454-0 Plate and a modified extrapolation technique used to establish stresses for the initiation of 15,000 and 100,000hours tests. ", Nov. 1969.
- 3) J.Gilbert Kaufman, PARAMETRIC ANALYSES OF HIGH-TEMPERATURE DATA FOR ALUMINUM ALLOYS, ASM International, 2008.

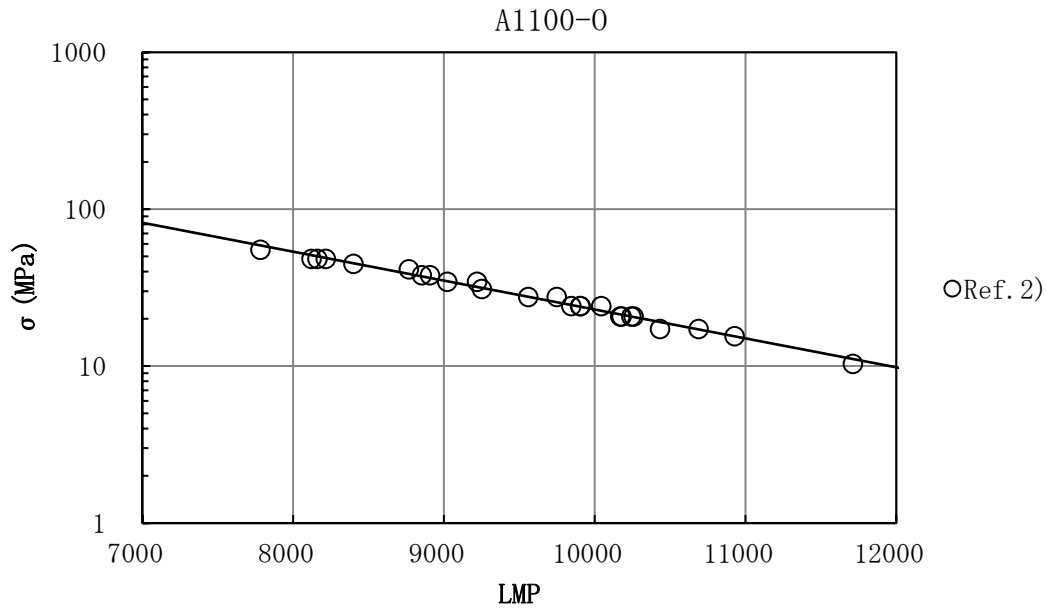
12.2 クリープ強度特性

クリープ試験の文献値から Larson-Miller パラメータ (LMP) で整理することにより求めたクリープ強度特性を表 12-3、図 12-1 および図 12-2 に示す。クリープ破断特性については最適化された定数 $C=18$ 、最小クリープ速度特性については定数 $C=19$ の LMP の一次式でそれぞれ整理した。また、100,000 時間で破断を生じる最小応力は、クリープ破断データとその近似式に関する LMP の誤差が正規分布に従うと考え、その信頼度 95% の下限値として求めた。

表 12-3 クリープ強度 (MPa)

温度 (°C)	0.01%/1000hr のクリープ速度 を生じる平均応力		100,000hr でクリープ破断を生じる応力		
	LMP	平均応力 ^{※1}	LMP	平均応力 ^{※1}	最小応力 ^{※1}
150	11002	14	9732	18	16
175	11652	11	10307	13	12
200	12302	(8.6)	10882	10	9.9
225	12952	(6.5)	11457	(8.1)	(7.6)
250	13602	(4.9)	12032	(6.2)	(5.8)
275	14252	(3.7)	12607	(4.8)	(4.4)

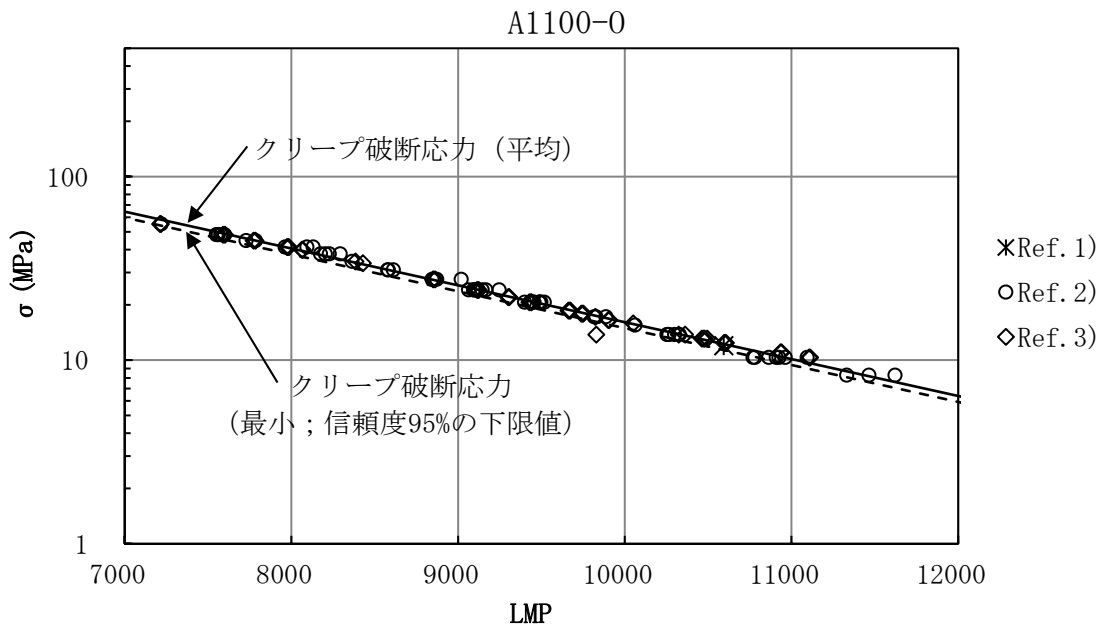
※1) 括弧内のデータはクリープ試験条件の応力以下における外挿値である。



$$LMP = -5425 \times (\log \sigma) + 17381$$

$$LMP = (T + 273.15) \times (19 - \log \dot{\epsilon}), \quad T: \text{Temperature } (^{\circ}\text{C}) / \dot{\epsilon}: \text{Minimum creep rate } (\text{h}^{-1})$$

図 12-1 最小クリープ速度特性



$$\text{クリープ破断応力 (平均)} : LMP = -4979 \times (\log \sigma) + 16006$$

$$\text{クリープ破断応力 (最小)} : LMP = -4979 \times (\log \sigma) + 15845$$

$$LMP = (T + 273.15) \times (18 + \log t), \quad T: \text{Temperature } (^{\circ}\text{C}) / t: \text{Creep rupture time } (\text{h})$$

図 12-2 クリープ破断特性



13. 長時間熱処理材の靱性

長時間熱処理材を用いて、シャルピー衝撃試験を実施した。なお、10.2 項と同様、本試験には規格材を用いた。試験条件を表 13-1 に、試験結果を表 13-2、及び図 13-1 にそれぞれ示す。衝撃値（平均値）は、吸収エネルギー（平均値）を試験片のリガメント部の面積で除して求めた。図 13-1 のグラフには、平均値ではなく試験毎の衝撃値をプロットした。

低温（-40℃）と常温で試験を実施したが、吸収エネルギー（平均値）に有意な変化は認められなかった。試験片サイズは、今回調べた範囲では衝撃値（平均値）に及ぼす影響はほとんど認められなかった。これらの傾向は、10.2 項の初期材と同様である。さらに、表 10-7 に示した初期材料の値と比較しても、有意な変化は認められなかった。

表 13-1 シャルピー衝撃試験条件（長時間熱処理材）

材質	1B-A3J04-O（規格材）※
長時間熱処理	有り（300℃×1,000h）
供試材 No.	フラットバー；No. 32、34 中空材；No. 36
試験方法	JIS Z 2242 準用
試験温度	-40℃、室温
試験片形状	No. 32、34：10mm 幅 2mmV ノッチ（フルサイズ） No. 36：5mm 幅 2mmV ノッチ（サブサイズ）
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 代表的な靱性値を評価するため規格材を用いた。

表 13-2 長時間熱処理材料のシャルピー衝撃試験結果

供試材 No.	温度 (°C)	試験片サイズ*	ノッチ 方向	吸収エネルギー (平均値) (J)	衝撃値 (平均値) (J/cm ²)	横膨出量 (平均値) (mm)
No. 32	-40	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出方向			
No. 34	-40	フルサイズ	押出方向			
	室温	フルサイズ	押出方向			
No. 36	-40	サブサイズ	押出方向			
	室温	サブサイズ	押出方向			

※) フルサイズ ; 10mm 幅 2mmV ノッチ、サブサイズ ; 5mm 幅 2mmV ノッチ

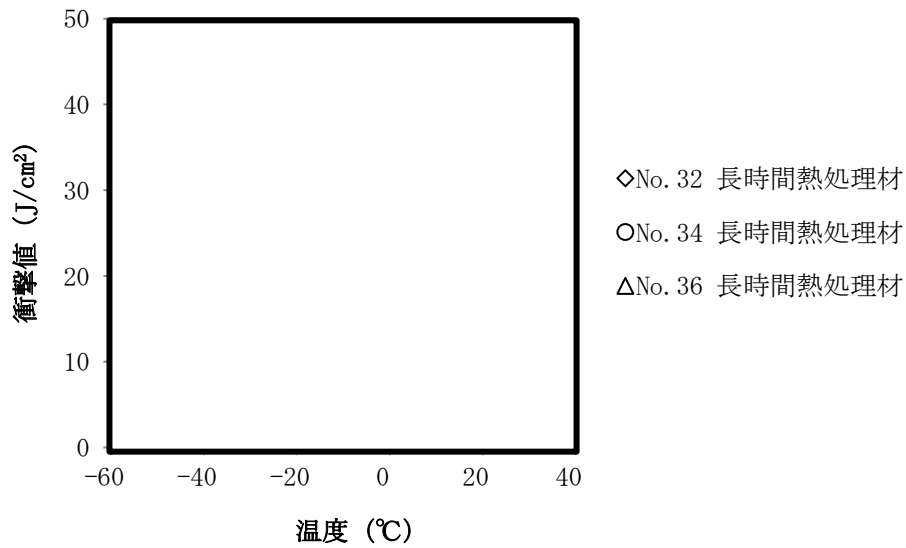


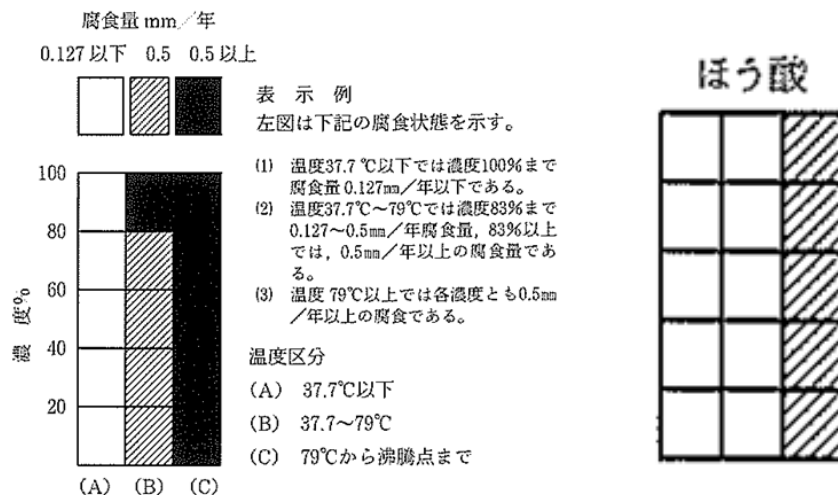
図 13-1 衝撃値の温度依存性 (長時間熱処理材)

14. 耐食性

本材料は、A3004 の化学成分をベースに成分を設定し、これにほう素を約 1mass% 添加した材料である。この A3004 は、耐食性に優れたアルミニウム合金であり、飲料缶、屋根板などといった耐食性が要求される用途にも使用されている。以下に、金属キャスクが置かれる使用環境に応じた耐食性の検討結果をまとめる。

なお、バスケットが、ヘリウム雰囲気の不活性環境下におかれている供用期間以外に置かれる工程は短期間であるため、腐食が構造強度に及ぼす影響は無視できる。

- ・貯蔵中のバスケットはヘリウム雰囲気にあるため、供用期間中に腐食が問題となることは無い。
- ・金属キャスクへの燃料装荷はほう酸水で満たされた使用済燃料プール内にて行われる。金属キャスクが当該箇所に置かれるのは数日程度である。図 14-1 に、ほう酸に対するアルミニウムの耐食性を示す。本材料は溶質元素が比較的希薄であり、耐食性はアルミニウムと同様と考えて良い。使用済燃料プールの環境下では、腐食量が 0.127mm/年（約 2.4 μ m/7 日）以下と評価できる。また、真空乾燥時の温度上昇を考慮しても、腐食量は 0.5mm/年（約 1.4 μ m/日）以下と評価できる。
- ・真空乾燥時は金属キャスク内で生じる水蒸気に暴露されるが、本バスケット用材料は陽極酸化処理を施しているため腐食が進行することはない。
- ・本バスケット材に接触する可能性のある異種金属は、本体胴、底板、及び一次蓋の炭素鋼、及びバスケット補助プレートのステンレス鋼が考えられる。本バスケット用材料は陽極酸化処理を施すため、これらの金属がアルミニウムの母材と直接接触することは無く、耐食性に及ぼす影響はない。



参考文献)

- 1) (一社) 日本アルミニウム協会、“アルミニウムハンドブック (第 8 版)”、(2017)

図 14-1 ほう酸に対するアルミニウムの耐食性

15. 設計降伏点

日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格に準拠し、表 10-5 に示した常温の規格値、及び図 11-3 に示したトレンドカーブから算出した設計降伏点 S_y を表 15-1 に示す。

表 15-1 材料の各温度における設計降伏点 S_y (MPa)

温度 (°C)	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250	275 ^{※1}
常温の規格値 (MPa) : S_{y0}	66	—	—	—	—	—	—	—	—	—
温度による 低下係数 : R_T										
設計降伏点 (MPa) : S_y ^{※2}	66	66	66	65	63	60	56	51	45	39

※1) 275°Cの値は最高温度での評価値であり規格値ではない。

※2) 各温度での値はそれより低温の値を超えないように調整した。

S_{y0} : 降伏点の常温の規格値

16. 設計引張強さ

日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格に準拠し、表 10-5 に示した常温の規格値、及び図 11-3 に示したトレンドカーブから算出した設計引張強さ S_u を表 16-1 に示す。

表 16-1 材料の各温度における設計引張強さ S_u (MPa)

温度 (°C)	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250	275 [※]
常温の規格値 (MPa) : S_T	155	—	—	—	—	—	—	—	—	—
温度による 低下係数 : R_T										
設計引張強さ (MPa) : S_u	155	149	144	135	123	109	94	81	70	61

※) 275°Cの値は最高温度での評価値であり規格値ではない。

S_T : 引張強さの常温の規格値

17. 設計応力強さ

日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格に準拠し、表 10-5 に示した常温の規格値、及び図 11-3 に示したトレンドカーブから算出した設計応力強さ S_m を、表 16-1 に示す。

表 17-1 材料の各温度における設計応力強さ S_m (MPa)

温度 (°C)	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250	275 [※]
$1/3 \times S_T$	51	51	51	51	51	51	51	51	51	51
$1.1 \times 1/3 \times S_T R_T$	56	54	52	49	45	40	34	29	25	22
$2/3 \times S_{y0}$	44	44	44	44	44	44	44	44	44	44
$2/3 \times S_{y0} R_Y$	44	44	44	43	42	40	37	34	30	26
設計応力強さ (MPa) : S_m	44	44	44	43	42	40	34	29	25	22

※) 275°Cの値は最高温度での評価値であり規格値ではない。

S_T : 引張強さの常温の規格値

S_{y0} : 降伏点の常温の規格値

18. 許容引張応力

日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格に準拠し、表 10-5 に示した常温の規格値、図 11-3 に示したトレンドカーブ、及び表 12-3 に示したクリープ強度から算出した設計引張応力強さ S を、表 16-1 に示す。

表 18-1 材料の各温度における許容引張応力 S (MPa)

温度(°C)	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250	275 ^{※1}
$1/3.5 \times S_T$	44	44	44	44	44	44	44	44	44	44
$1.1/3.5 \times S_T R_T$	48	46	45	42	38	34	29	25	22	19
$2/3 \times S_{y0}$	44	44	44	44	44	44	44	44	44	44
$2/3 \times S_{y0} \times R_Y$	44	44	44	43	42	40	37	34	30	26
S_{Ravg} ^{※2}	-	-	-	-	18	13	10	(8.1)	(6.2)	(4.8)
$10^{1/n}$	-	-	-	-	0.82	0.81	0.80	0.79	0.79	0.78
F_{avg}	-	-	-	-	0.67	0.67	0.67	0.67	0.67	0.67
$F_{avg} \times S_{Ravg}$	-	-	-	-	12	8.7	6.7	5.4	4.1	3.2
S_{Rmin} ^{※2}	-	-	-	-	16	12	9.9	(7.6)	(5.8)	(4.4)
$0.8 \times S_{Rmin}$	-	-	-	-	12	9.6	7.9	(6.0)	(4.6)	(3.5)
$1.0 S_c$ ^{※2}	-	-	-	-	14	11	(8.6)	(6.5)	(4.9)	(3.7)
許容引張応力 (MPa) : S	44	44	44	42	12	8.7	6.7	5.4	4.1	3.2

※1) 275°Cの値は最高温度での評価値であり規格値ではない。

※2) 括弧内の数値は、クリープ試験を実施した応力以下における外挿値である。

S_T : 引張強さの常温の規格値

S_{y0} : 降伏点の常温の規格値

S_{Ravg} : 100,000 時間での破断を生じる平均応力

S_{Rmin} : 100,000 時間での破断を生じる最小応力

S_c : 0.01%/1,000 時間のクリープ速度を生じる応力の平均値

F_{avg} : S_{Ravg} に適用する係数。ただし、0.67 を越えない値とする。

$F_{avg} = 10^{(1/n)}$

n : クリープ破断時間の対数と応力の対数との曲線の 100,000 時間における傾きで下

式により表される負の値

$$n = \frac{\Delta \log(\text{クリープ破断時間})}{\Delta \log(\text{応力})}$$

19. その他の特性

その他の特性は、本材料の代表的なデータを取得するため規格材を用いて取得した。

19.1 線膨張係数

表 19-1 線膨張係数 (1/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)			
試験方法		熱機械分析法			
試験 N 数		1 標本当り 3 回			
供試材 No.		No. 32			
熱処理		無し		有り (300°C×1,000h)	
供試材 No.	温度 (°C)	線膨張係数 (10 ⁻⁶ mm/mm°C)			
		(区分 A) ※	(区分 B) ※	(区分 A) ※	(区分 B) ※
No. 32	20				
	50				
	75				
	100				
	125				
	150				
	175				
	200				
	225				
	250				
	275				

※) 区分 A は瞬間線膨張係数、区分 B は平均線膨張係数をそれぞれ示す。

表 19-1 線膨張係数 (2/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)			
試験方法		熱機械分析法			
試験 N 数		1 標本当り 3 回			
供試材 No.		No. 34			
熱処理		無し		有り (300°C × 1,000h)	
供試材 No.	温度 (°C)	線膨張係数 (10 ⁻⁶ mm/mm°C)			
		(区分 A) ※	(区分 B) ※	(区分 A) ※	(区分 B) ※
No. 34	20				
	50				
	75				
	100				
	125				
	150				
	175				
	200				
	225				
	250				
	275				

※) 区分 A は瞬間線膨張係数、区分 B は平均線膨張係数をそれぞれ示す。

表 19-1 線膨張係数 (3/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)			
試験方法		熱機械分析法			
試験 N 数		1 標本当り 3 個			
供試材 No.		No. 36			
熱処理		無し		有り (300°C × 1,000h)	
供試材 No.	温度 (°C)	線膨張係数 (10 ⁻⁶ mm/mm°C)			
		(区分 A) ※	(区分 B) ※	(区分 A) ※	(区分 B) ※
No. 36	20				
	50				
	75				
	100				
	125				
	150				
	175				
	200				
	225				
	250				
	275				

※) 区分 A は瞬間線膨張係数、区分 B は平均線膨張係数をそれぞれ示す。

19.2 熱物性

表 19-2 初期材の熱物性測定結果 (1/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		無し		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法*		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 32		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 32	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

表 19-2 初期材の熱物性測定結果 (2/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		無し		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法※		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 34		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 34	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

表 19-2 初期材の熱物性測定結果 (3/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		無し		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法※		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 36		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 36	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

表 19-3 長時間熱処理材の熱物性測定結果 (1/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		有り (300℃×1,000h)		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法※		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 32		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 32	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

表 19-3 長時間熱処理材の熱物性測定結果 (2/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		有り (300°C×1,000h)		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法※		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 34		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 34	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

表 19-3 長時間熱処理材の熱物性測定結果 (3/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)		
熱処理		有り (300°C×1,000h)		
試験方法		DSC 法、レーザーフラッシュ法※		
試験 N 数		1 標本当り 3 個		
供試材 No.		No. 36		
供試材 No.	温度 (°C)	比熱 (J/(g・K))	熱拡散率 (10 ⁻⁶ ・m ² /s)	熱伝導率 (W/(m・K))
No. 36	室温			
	75			
	100			
	125			
	150			
	175			
	200			
	225			
	250			
	275			

※) 比熱は DSC 法、熱拡散率はレーザーフラッシュ法で測定した。

19.3 弾性定数

表 19-4 初期材の弾性定数測定結果 (1/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		無し	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 32	
No. 32	温度 (°C)	縦弾性係数 ($\times 10^3$ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

表 19-4 初期材の弾性定数測定結果 (2/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		無し	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 34	
No. 34	温度 (°C)	縦弾性係数 ($\times 10^3$ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

表 19-4 初期材の弾性定数測定結果 (3/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		無し	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 36	
No. 36	温度 (°C)	縦弾性係数 ($\times 10^3$ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

表 19-5 長時間熱処理材の弾性定数測定結果 (1/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		有り (300°C×1,000h)	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 32	
No. 32	温度 (°C)	縦弾性係数 (×10 ³ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

表 19-5 長時間熱処理材の弾性定数測定結果 (2/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		有り (300°C×1,000h)	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 34	
No. 34	温度 (°C)	縦弾性係数 (×10 ³ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

表 19-5 長時間熱処理材の弾性定数測定結果 (3/3)

材質		1B-A3J04-O (規格材)	
熱処理		有り (300°C×1,000h)	
試験方法		共振法	
試験 N 数		1 標本当り 3 個	
供試材 No.		No. 36	
No. 36	温度 (°C)	縦弾性係数 (×10 ³ MPa)	ポアソン比 (-)
	室温		
	75		
	100		
	125		
	150		
	175		
	200		
	225		
	250		
	275		

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の概要

1. はじめに

TK-26 型のバスケット用材料として、約 1%のほう素を添加したほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の押出形材が使用されている。合金種にもよるが、アルミニウム合金は熱履歴を受けることにより強度低下を生じる場合がある。金属キャスクに使用されるバスケット材料は、供用期間中に使用済燃料の崩壊熱による熱履歴に曝されることから、供用期間中の強度低下を適切に評価する必要がある。このため 1B-A3J04-O では、供用期間中においても強度変化が殆ど生じないように化学成分、及び製造時の熱処理条件を設定している。

本別紙では、一般的なバスケット材料の使用環境、及び要求機能を整理し、1B-A3J04-O の成分設計、及び熱処理条件の設定の考え方をまとめた。その結果を踏まえ、許容応力、及びその他の物性値を設定するための供試材の考え方についてまとめた。加えて、1B-A3J04-O の製造方法、及び 1B-A3J04-O に添加されているほう素化合物が強度特性に及ぼす影響についてもまとめた。

2. 輸送・貯蔵兼用キャスクの運用状態とバスケット材料の使用環境

輸送・貯蔵兼用キャスクの運用状態を別紙 1-1 図に、バスケット材料の使用環境を別紙 1-1 表にそれぞれ示す。

運用状態の特徴としては、別紙 1-1 図に示すように大きく分けて、①貯蔵前輸送、②貯蔵（供用期間は最長 60 年間）、③貯蔵後輸送、の 3 種類がある。貯蔵後輸送では、バスケット材料の熱暴露による強度低下を想定する必要がある。

一般的な貯蔵条件の特徴としては、別紙 1-1 表に示すとおり、①貯蔵初期温度（200℃程度）から貯蔵終了時（100℃程度）にかけて温度が単調に低下すること、②貯蔵期間中にバスケット材料に作用する応力は、縦置き状態の場合バスケット用材料の自重のみであり非常に小さいこと、③キャスク胴内の雰囲気は真空乾燥後に不活性ガスである He が充填され貯蔵期間中の腐食の懸念はないこと、の 3 点が挙げられる。

3. バスケット用材料に対する要求事項

上述した輸送・貯蔵兼用キャスクの運用状態とバスケット用材料の使用環境を踏まえ、バスケットに要求される機能を別紙 1-2 表に示す。この表に示すとおり、バスケットに対する要求事項は、主に①燃料集合体の支持機能、②除熱機能、③臨界防止機能、の 3 つが挙げられる。この内、①燃料集合体の支持機能については、9m 落下事象においても維持される必要がある。

4. 1B-A3J04-Oの化学成分の考え方

上述したバスケット用材料に対する要求事項のうち、ここでは①燃料集合体の支持機能に関連する材料強度を得るために設定した化学成分の考え方を示す。

一般的に金属材料の強化機構には主に以下の5つが知られており¹⁾、これらはアルミニウム合金についても同様である。

- A. 転位強化 (加工硬化)
- B. 析出強化
- C. 粒子分散強化
- D. 固溶強化
- E. 結晶粒微細化強化

別紙 1-3 表に、1B-A3J04-Oにおける強化機構の考え方を整理した。この表に示すように、強化機構としては Mn 系化合物 (Al₆Mn など) の粒子分散強化 (C) と Mg の固溶強化 (D) を用いることとした。別紙 1-3 表の検討結果を踏まえ設定した 1B-A3J04-Oの化学成分を別紙 1-4 表に示す。以下に、本表で設定した各添加元素の設定の考え方をそれぞれ示す。



(1) Mg の添加範囲について

Mg は、固溶強化により本材料の強度に寄与する主要添加元素の 1 つである。本材料については、60 年間固溶状態を維持できる添加量を 1.0mass%と評価し (別紙 3 参照)、これを添加範囲の下限値とした。上限値は、工業的に製造管理が可能な変動幅を考慮し 1.4mass%とした。

(2) Mn の添加範囲について

Mn は、MnAl₆ 等の析出物を生成し粒子分散強化により本材料の強度に寄与する主要添加元素の 1 つである。本材料については、強度を増加させるため、下限値を JIS の A3004 より若干高めて 1.2mass%に設定した。上限値は、工業的に製造管理が可能な変動幅と靱性の低下防止を考慮し 1.6mass%とした。

(3) Fe の添加範囲について

Fe は、Al 地金中に不可避免的にある程度含有される元素であり、Al 中で Mn とよく似た挙動を示す。このため、Fe は Mn 系化合物に容易に固溶するが、添加量が多くなると casting 時に粗大な初晶化合物を生成し²⁾、靱性を低下させる可能性がある。このため、添加量は 0.25mass%以下に制限した。

(4) Si の添加範囲について

Si は、均質化熱処理において Al-Mn-Si 系化合物の析出を促進し粒子分散強化を向上する働きがある。ただし、Al-Mn-Si 系化合物の生成に必要な量以上に添加されると Mg と化合物 (Mg_2Si) を生じ過時効により強度低下を引き起こす可能性がある。このため、Mg との化合物 (Mg_2Si) を生じない 0.25mass%³⁾以下に制限した。

(5) Cu、及び Zn の添加範囲について

Cu、及び Zn は、Mg との化合物 (Mg_2Si 、 Al_2CuMg 、 $MgZn_2$ 等) を生じ過時効により強度低下を引き起こす可能性がある。このため、これらの元素は、工業的に可能な範囲で極力低減し、それぞれ 0.05mass%以下に制限した。したがって、本材料は 4. 項に記載の析出強化(B)が生じない材料である。

(6) B の添加範囲について

B は、バスケットに臨界防止機能を持たせるために一定量添加される必要があるが、添加量が多すぎると靱性の低下を引き起こす可能性がある。また、B 添加は溶湯の粘性を増加させるため、添加量が多すぎると製造性に悪影響を及ぼす可能性も考えられる。これらを総合的に考慮し、0.8mass%以上 1.3mass%以下に設定した。

5. 許容応力、及びその他の物性値を設定するための供試材の考え方

許容応力を保守側に設定するため、強度データを取得する引張試験には、化学成分をほぼ下限値に調整した供試材を用いた。このような強度の下限値を得るために作製した供試材を、「機械試験用供試材」と呼ぶこととする。

その他の物性値（縦弾性係数、線膨張係数、ポアソン比など）は、1B-A3J04-Oの代表的なデータを取得するため、化学成分を概ね中央値に調整した供試材を用いた。このような供試材を、「規格材」と呼ぶこととする。

別紙 1-5 表に、これら 2 種類の供試材の化学成分の狙い値を示す。

6. 1B-A3J04-Oの製造方法について

大気溶解で成分調整を行い、一般的な DC 鋳造によりビレットを作製する。添加元素の偏析などの不均一な組織を除去するため、均質化熱処理を行う。この均質化熱処理により、粒子分散強化に寄与する Mn 系化合物 ($MnAl_6$ 等) の析出物が生じる。その後熱間押出により所定の断面形状の押出材とする。このとき生じたねじれや曲がりなどを、長手方向に引っ張って矯正する（引張矯正）。これにより生じた転位強化（加工硬化）を除去するため、O材処理を行う。したがって、本材料は 4. 項に記載の転位強化（加工硬化）（A）が予め除去された材料である。以上の製造フローを、別紙 1-2 図に示す。

2.4 項で述べたように、1B-A3J04-Oの押出比は 20 以上と規定している。アルミニウム押出材では、寸法精度、及び表面状態の観点から、押出比は型材で約 20~80 程度、管材で約 20~60 程度が目安とされている⁴⁾。また、別紙 1-3 図に、押出比が強度特性に及ぼす影響の例を示す。この図では、押出比が 10 以上で強度特性が安定している。以上を総合すると、当該の押出比の規定は妥当と考えられる。

2

7. 1B-A3J04-O中のほう素化合物について

押出材におけるほう素化合物の分散性を調査するため、フラットバーと中空材についてほう素化学分析を実施した。別紙 1-4 図に、分析箇所と分析結果を示す。この図に示すように、幅方向のほう素分布を調査し、ほう素濃度が均一であることを確認した。したがって、フラットバー、中空材ともにほう素化合物が均一に分散されていると判断される。

3

なお、別紙 11 では、ほう素化合物の相安定性について、別紙 12 では、ほう素化合物の金属組織観察等について説明している。

3

参考文献)

- 1) 里達雄、“軽合金材料”、コロナ社、(2011)
- 2) 吉川 克之、坂本 敏正、“3004 合金の巨大金属間化合物について” 軽金属、Vol. 33、No. 10、(1983)
- 3) 大堀紘一、竹内庸、木村敏郎、小森進一、“加工熱処理した 3004 合金の諸性質に及ぼす Si 添加の影響”、軽金属学会第 58 回春期大会講演概要、No. 28、(1980)
- 4) 柿木敏行、“アルミニウム押出材の製造技術”、Furukawa-Sky Review、No. 4、p10、(2008)
- 5) 中尾靖宏、庄子広人、菅谷有利、“シリンダブロックの製造方法”、公開特許公報、特開平 11-36975、(1999)

別紙 1-1 表 バスケット材料の一般的な使用環境

	貯蔵時	輸送時
① 温度	<ul style="list-style-type: none"> 貯蔵開始時の初期最高温度（約 200℃）から貯蔵終了時（最長 60 年後）には約 100℃程度まで単調減少する。 	<ul style="list-style-type: none"> 貯蔵前の輸送時で最高温度（約 200℃）となる（貯蔵初期の最高温度と同じ程度）。 貯蔵後（最長 60 年後）の輸送時においては、約 100℃となる。 （ただし、どの時点で貯蔵後輸送が行われるか分からないことから、安全側に貯蔵前輸送時の最高温度を想定して設計している。）
② 荷重	<ul style="list-style-type: none"> 縦置き状態のためバスケットの自重による荷重のみが負荷される。 	<ul style="list-style-type: none"> 輸送状態では、バスケットの自重に加え収納物の自重が加わった荷重が負荷される。 9m 落下事象における衝撃荷重を想定する必要がある（特別の試験条件）。
	<ul style="list-style-type: none"> 繰り返し荷重を受けない（疲労評価は不要）。 圧力荷重を受けない。 	
③ 使用雰囲気	<ul style="list-style-type: none"> 不活性ガス（He）雰囲気 <u>放射線の照射雰囲気</u> 	

別紙 1-2 表 バスケットの要求機能

バスケットの要求機能			備考
①	燃料集合体の支持機能	9m 落下事象において設計基準値を満たす構造強度、及び不安定破壊を生じない破壊靱性	通常の輸送時、及び貯蔵時は、これに包絡される。
②	除熱機能	燃料集合体から発生する崩壊熱を金属キャスク本体（胴）に伝熱する機能。材料特性としては、熱伝導率が要求される。	—
③	臨界防止機能	燃料集合体が収納された金属キャスクの臨界を防止する機能	バスケット材料に添加されたほう素の中性子吸収能を利用して臨界を防止する。9m 落下時においては、本表①の機能も合わせて要求される。

別紙 1-3 表 金属材料の強化機構を踏まえた 1B-A3J04-O の特徴

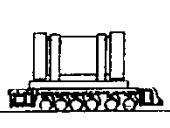
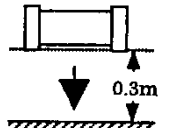
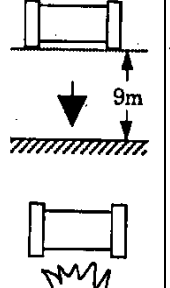
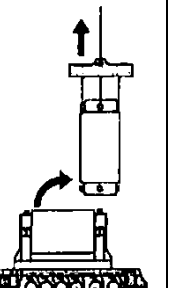
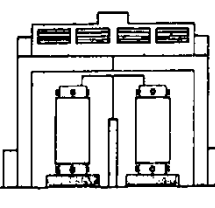
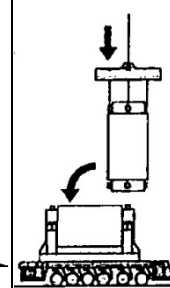
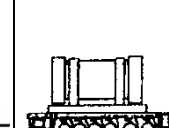
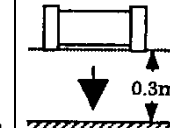
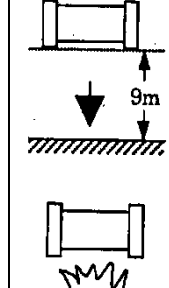
強化機構	1B-A3J04-O の特徴
A. 転位強化（加工硬化）	O材処理により加工硬化は除去されるため、供用期間における転位強化（加工硬化）の変化は考慮する必要が無い。
B. 析出強化	析出強化に寄与する Cu 等を添加しないため、金属キャスクの供用期間中に析出強化は生じない。
C. 粒子分散強化	<p>主な強化機構の 1 つとして、Mn 系化合物の析出物 (Al₆Mn 等) により、強度を高めている。</p> <p>最長 60 年の供用期間を包絡する熱履歴を付与しても強度低下が殆ど生じないことが確認されている（別紙 2 参照）。</p> <p>なお、許容応力の設定には最長 60 年の供用期間を包絡する熱履歴を付与した供試材を用いている。</p>
D. 固溶強化	<p>主な強化機構の 1 つとして、Mg の固溶強化により強度を高めている。</p> <p>供用期間末期（60 年後）においても、固溶強化の効果が低減しない Mg 添加量を評価している（別紙 3 参照）。許容応力は、この Mg 添加量となるように調整した機械試験用供試材を用いて設定しているため、60 年後においても固溶強化の低下は問題とならない。</p>
E. 結晶粒微細化強化	金属キャスクの供用期間中に想定される温度履歴では、有意な結晶粒成長は生じない（別紙 2 参照）。

別紙 1-4 表 化学成分

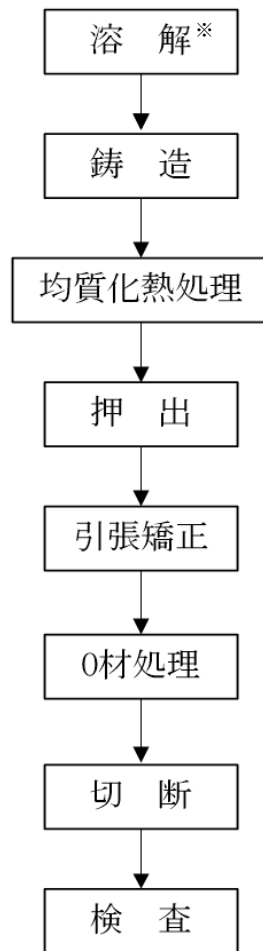
記号	化学成分 (mass%)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他		Al
								個々	合計	
1B-A3J04-O	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.2 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	0.05 以下	0.15 以下	残部
JIS A3004 (参考)	0.30 以下	0.7 以下	0.25 以下	1.0 以上 1.5 以下	0.8 以上 1.3 以下	0.25 以下	—	0.05 以下	0.15 以下	残部

別紙 1-5 表 機械試験用供試材と規格材の化学成分の狙い値

記号	化学成分 (mass%)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他		Al
								個々	合計	
機械試験用 供試材 (狙い値)								0.05 以下	0.15 以下	残部
規格材 (狙い値)								0.05 以下	0.15 以下	残部

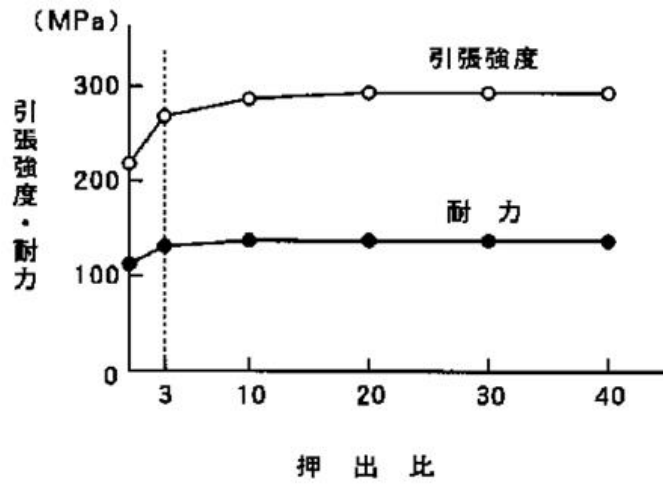
工程	①発電所→事業所外輸送(貯蔵前)			②貯蔵施設(供用期間：最長60年)			③事業所外輸送(貯蔵後)→再処理工場		
	通常輸送時	一般の試験条件	特別の試験条件	構内輸送 縦起こし	貯蔵	横倒し 構内輸送	通常輸送時	一般の試験条件	特別の試験条件
									
事象例	輸送(加速度作用)	0.3m落下等	9m落下 800℃火災等	異常着床 落下・転倒等	地震 (加速度作用)	架台衝突 落下・転倒等	輸送(加速度作用)	0.3m落下等	9m落下 800℃火災等

別紙 1-1 図 輸送貯蔵兼用キャスク運用状態の例

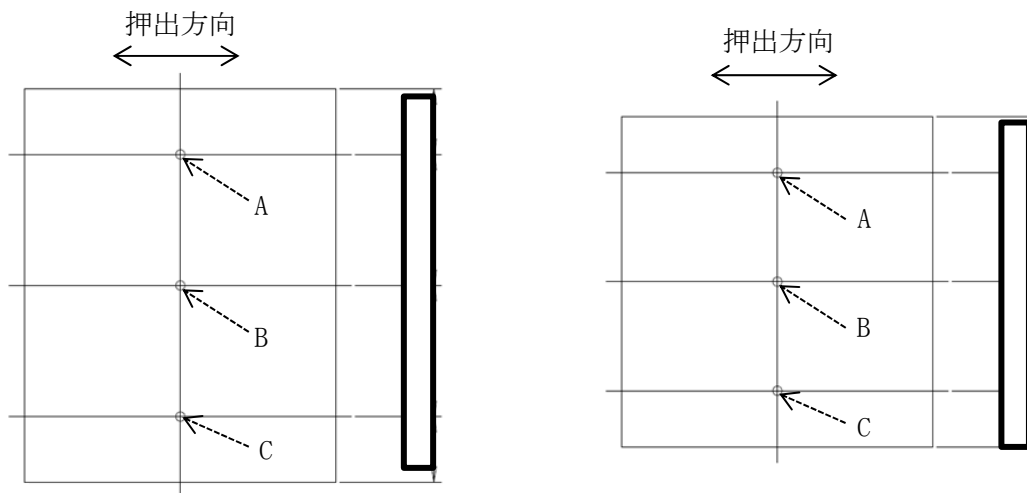


※) この溶解工程で Al-B 母合金を所定量加えることにより、ほう素添加量を調整する。その他の成分についても、溶解工程で調整する。

別紙 1-2 図 製造フロー



別紙 1-3 図 押出比が強度特性に及ぼす影響 (JIS A5056 基複合材) 5)



※分析箇所は図中の丸印の位置
①フラットバー材 (供試材 No.34)

※分析箇所は図中の丸印の位置
②中空材 (供試材 No.36)

分析箇所	(mass%)	
	フラットバー材 (供試材 No. 34)	中空材 (供試材 No. 36)
A 点		
B 点		
C 点		

別紙 1-4 図 フラットバー、及び中空材のほう素化学分析の結果

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の
熱処理方法及び強度特性について

1. はじめに

本別紙は TK-26 型キャスクに適用するバスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-3AJ04-O）の熱処理方法及び強度特性についてまとめたものである。なお、ここでいう熱処理は、通常の製造工程における熱処理ではなく、供用期間中（最大 60 年間）の熱履歴を包絡するように設定した長時間熱処理条件（300℃×1,000h）のことをいう。

2. 供用期間中に生じうる組織変化

金属キャスクの供用期間中、バスケットは最大 60 年間の熱履歴に曝される。この間にバスケットに生じうる組織変化として考慮すべき項目は以下のとおりである。

- ① 結晶粒成長
- ② Mn 系化合物（ $Al_6(Mn, Fe)$ 及び $Al_{12}(Mn, Fe)_3Si$ など）の析出物の粒成長
- ③ 固溶 Mg 量の減少
- ④ 加工硬化の低下
- ⑤ 過時効現象による強度低下

以下に、上記 5 つの項目に着目して供用期間中に起こり得る組織変化の有無を検討した結果を示す。

① 結晶粒成長について

1B-A3J04-O は、押出後引張矯正を経て O 材処理される。本材料の最高使用温度は 250℃ 以下であり、O 材処理温度（約 380℃）よりも低温である。O 材処理により転位はほぼ消滅すると考えられることから、転位による組織変化（再結晶など）は生じ難い状態となっている。さらに、通常の結晶粒成長についても、O 材処理温度よりも低い条件で有意な変化が生じることは考え難いため、特に考慮する必要はない。

別紙 2-1 図及び別紙 2-2 図は、ともに長時間熱処理（300℃×700h 及び 1,000h）の前後における結晶粒組織を比較したものである。供試材は、ほう素化合物を含まないアルミニウム合金 [] で、ラボスケールで製作したものを [] [] を用いた [] [] 。Mg 添加量が 1.0mass% より低いこと、及びほう素を含有しないことは、結晶粒成長の観点からは保守側の条件である。別紙 2-1 図は光顕組織、

別紙 2-2 図は SEM-EBSD 解析*の画像と結晶粒径（平均値）をそれぞれ示したものであるが、長時間熱処理の前後で有意な変化は認められなかった。したがって、最高使用温度 250℃以下の使用条件において、有意な結晶粒成長は生じない。

※) SEM を用いた後方散乱電子回折 (Electron Back Scatter Diffraction:EBSD) で、結晶粒毎の方位を解析できる。ここでは、方位差 15° 以上の大傾角粒界を用いて結晶粒径を評価し、平均粒径を求めた。

② Mn 系化合物 (Al₆(Mn, Fe)及び Al₁₂(Mn, Fe)₃Si など) の析出物の粒成長

Mn 系化合物の析出物は、熱暴露による粒成長に伴い数密度が低下し、粒子分散強化の効果が低下する可能性がある。このような粒成長は、化合物を構成する元素で、最も拡散係数が遅い元素が律速となって生じると考えられる。別紙 2-3 図はアルミニウム中の不純物拡散係数を示したものであるが、この図からわかるように、Mn 系化合物の構成元素 (Al、Mn、Fe 及び Si) の中では、Mn の拡散係数が最も小さい。そこで、Mn の拡散に着目して 60 年間の熱履歴を評価し、これを包絡する熱処理条件を定めることとした。供用期間中の熱履歴は、保守的に TK-26 型におけるバスケットの最高使用温度 (225℃) が 60 年間継続するものとした。Mn の拡散の度合いは、(1)式で表される拡散距離 L を用いて評価した。

$$L = \sqrt{2Dt} \cdots (1)$$

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdots (2)$$

ここで、 D : 拡散係数 (cm²/s)、 t : 時間 (s)、 D_0 : 振動数因子 380 (cm²/s)¹⁾、 Q : 活性化エネルギー 221 (kJ/mol)¹⁾、 R : 気体定数 8.314 (J/(K·mol))、 T : 温度 (K) である。なお、この拡散距離は、異なる熱履歴の条件を相対比較するために用いる指標として用いるものであり、その絶対値を議論するものではない。別紙表 2-1 に、拡散距離の計算結果を示す。この表には、供用期間中の熱履歴を包絡するように設定した熱処理条件 (300℃×1,000h) における Mn の拡散距離も合わせて示す。300℃×1,000h の拡散距離は、225℃×60 年間 (525,960h) のそれよりも大きいことから、Mn 系化合物の析出物の粒成長の観点からは保守的な条件となっている。3 章で後述するように、当該熱処理前後で引張特性の変化が認められなかったことから、有意な粒成長は生じていないと判断される。

△
2

③ 固溶 Mg 量の減少

別紙 3 の評価結果から、1B-A3J04-O の固溶 Mg 量は 60 年後においても 1.0mass% を下回ることはないと考えられる。実材料の Mg 添加量は上限値を 1.4mass% としているため、供用期間中に若干固溶 Mg 量が減少する可能性があるが、許容応力を設定するために用

いた供試材の Mg 添加量は、表 6-1 に示すとおりほぼ下限値である 1.0mass%に管理されているため、固溶 Mg 量の減少による強度低下が問題となることはない。

④ 加工硬化の低下

1B-A3J04-O は、O 材処理を施しており初期状態で加工硬化の効果は残っていない。このため、供用期間を通じて加工硬化の低下は生じない。

⑤ 過時効現象による強度低下

1B-A3J04-O では、過時効現象の原因となる Cu 等の元素を極力低減している。このため、過時効現象による強度低下は生じない。

3. 長時間熱処理 (300°C×1,000h) 前後の強度変化

別紙 2-4 図に、機械試験用供試材 (供試材 No. 22、No. 24、No. 26、No. 20、No. 28、No. 30)、及び規格材 (供試材 No. 32、No. 34、No. 36) に関する長時間熱処理前後の室温における強度変化を示す。引張試験の条件は別表 2-2 のとおりである。これらの図からわかるように、いずれの供試材についても長時間熱処理前後において有意な強度低下は認められない。

なお、1B-A3J04-O の許容応力は、機械試験用供試材を長時間熱処理した材料の引張試験結果を用いて保守的に設定されている。



参考文献)

- 1) 平野賢一、“アルミニウム中の拡散”、軽金属、29 巻、p249 (1979)

別紙 2-1 表 実機条件と長時間熱処理条件における Mn の拡散距離

	実機条件	長時間熱処理条件
熱処理条件	225℃×60 年 (525, 960h)	300℃×1, 000h
拡散距離 (μm)	3.10×10^{-2}	4.44×10^{-2}

別紙 2-2 表 長時間熱処理前後の引張試験条件

材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材、及び規格材)	
長時間熱処理	無し (初期材)、有り (300℃×1, 000h)	
供試材 No.	機械試験用供試材	フラットバー ; No. 22、24、26 中空材 ; No. 20、28、30
	規格材	フラットバー ; No. 32、34 規格材の中空材 ; No. 36
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片	
試験片方向	機械試験用供試材	押出方向
	規格材	押出方向、及び押出直角方向
試験方法	JIS Z 2241 準用	
試験 N 数	各供試材当り 3 個	

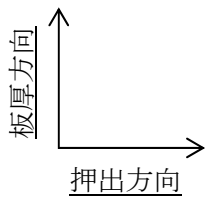
△
2



(a) 初期材 (O材) (低倍率)



(b) 300°C × 700h (低倍率)

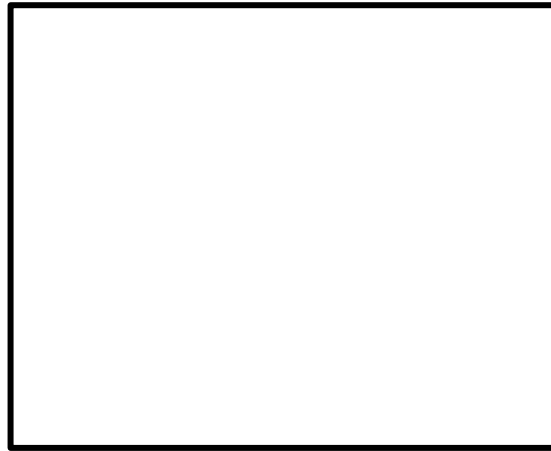


(c) 300°C × 1,000h (低倍率)



別紙 2-1 図 (1/2) 長時間熱処理前後の結晶粒組織

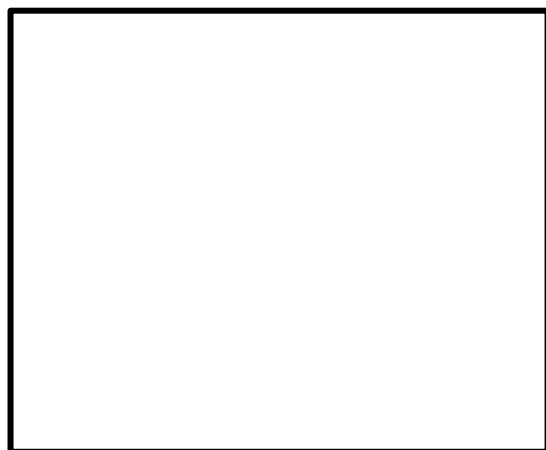
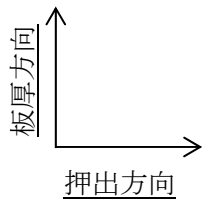




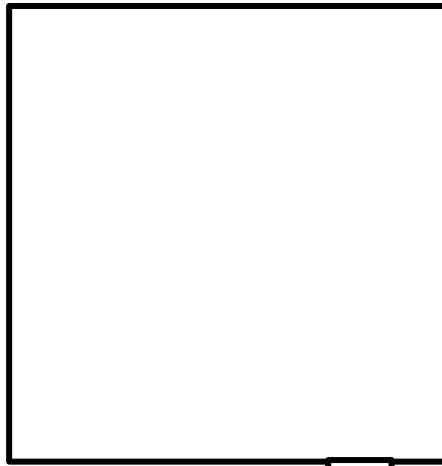
(d) 初期材 (O材) (高倍率)



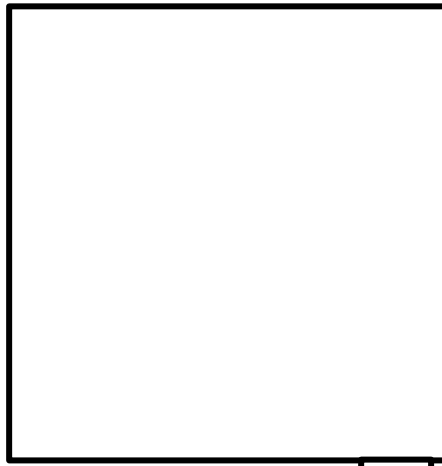
(e) 300°C×700h (高倍率)



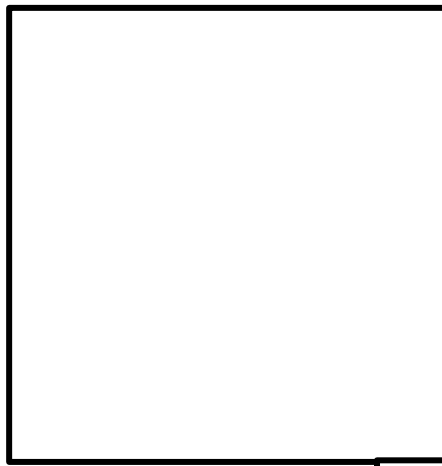
(f) 300°C×1,000h (高倍率)



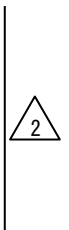
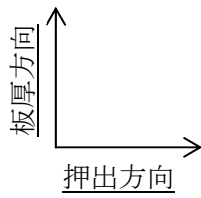
(a) 初期材 (平均粒径 : μm)



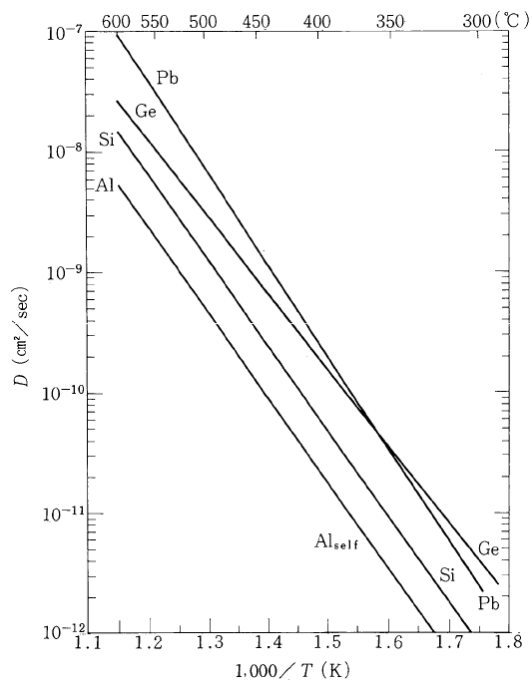
(b) $300^{\circ}\text{C} \times 700\text{h}$ (平均粒径 : μm)



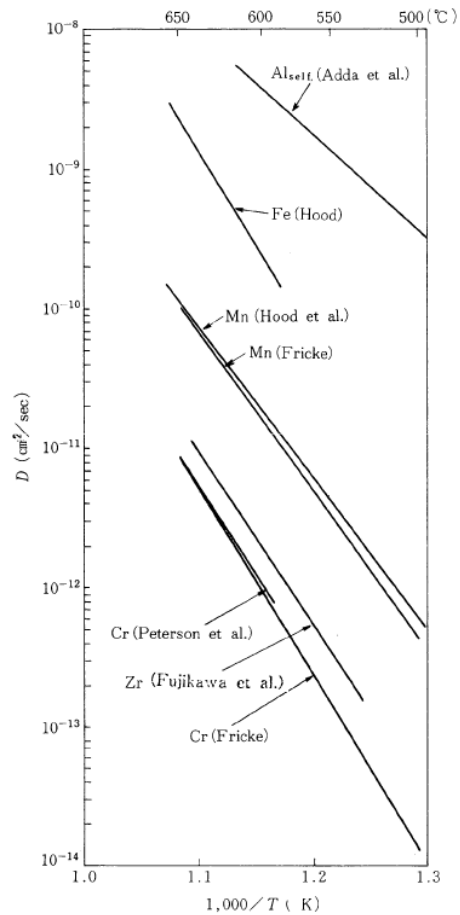
(c) $300^{\circ}\text{C} \times 1,000\text{h}$ (平均粒径 : μm)



別紙 2-2 図 長時間熱処理前後の結晶粒径

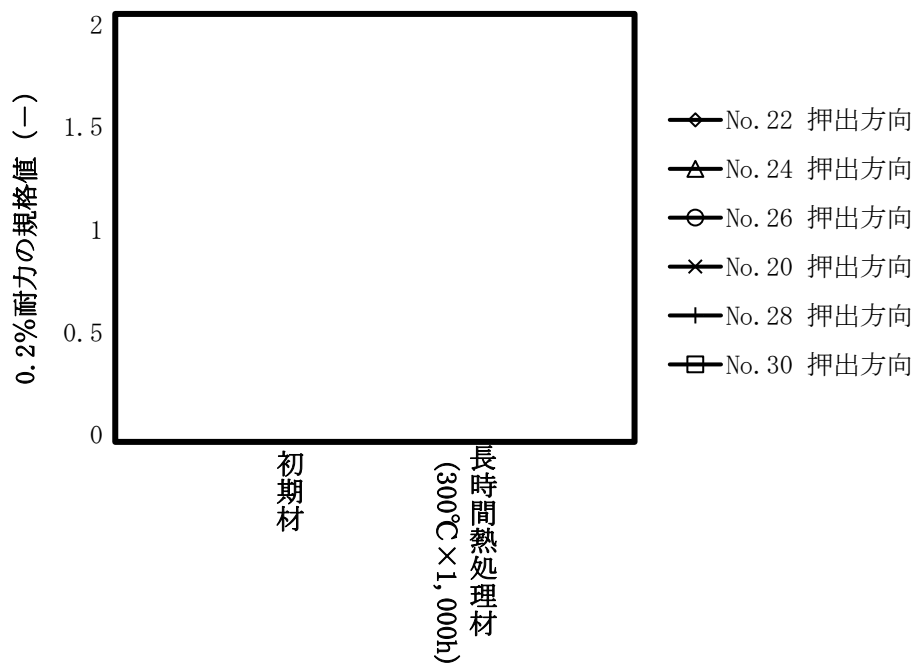


(a) Al の自己拡散係数及び Al 中の Si の不純物拡散係数

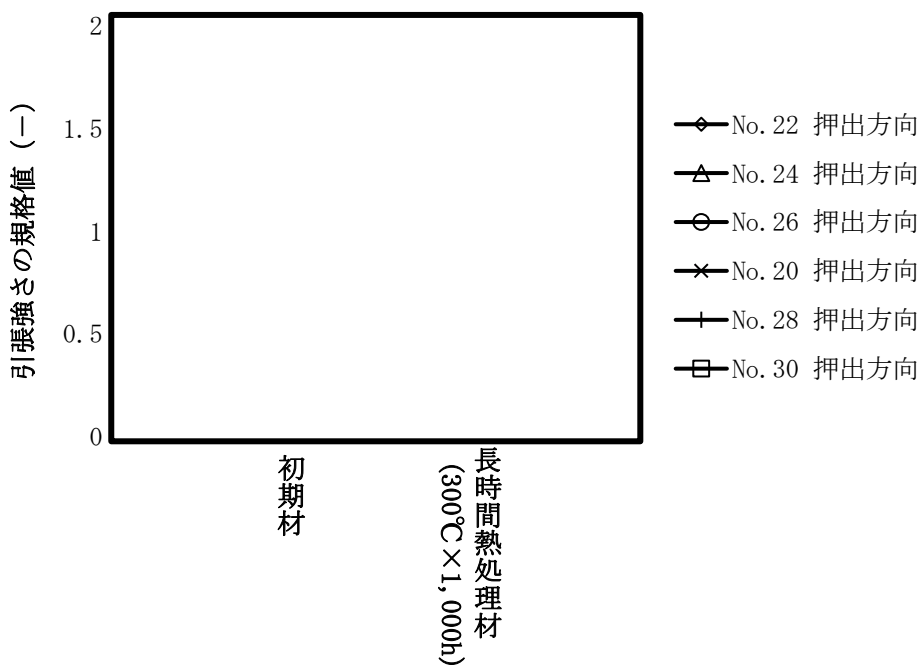


(b) Al の自己拡散係数及び Al 中の Fe 及び Mn の不純物拡散

別紙 2-3 図 Mn 系化合物の構成元素の拡散係数¹⁾

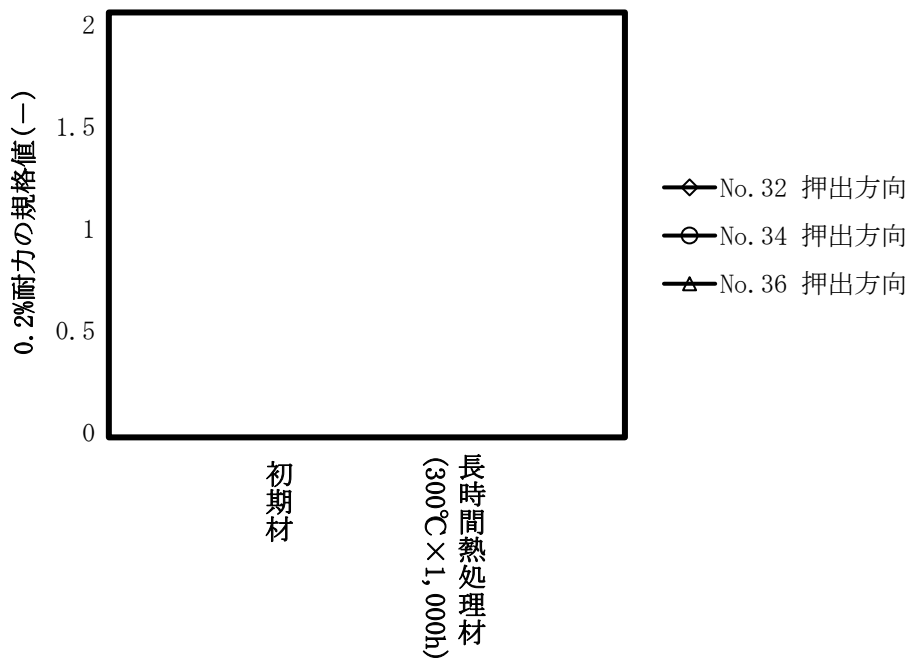


(a) 0.2%耐力の変化率（機械試験用供試材、押出方向）

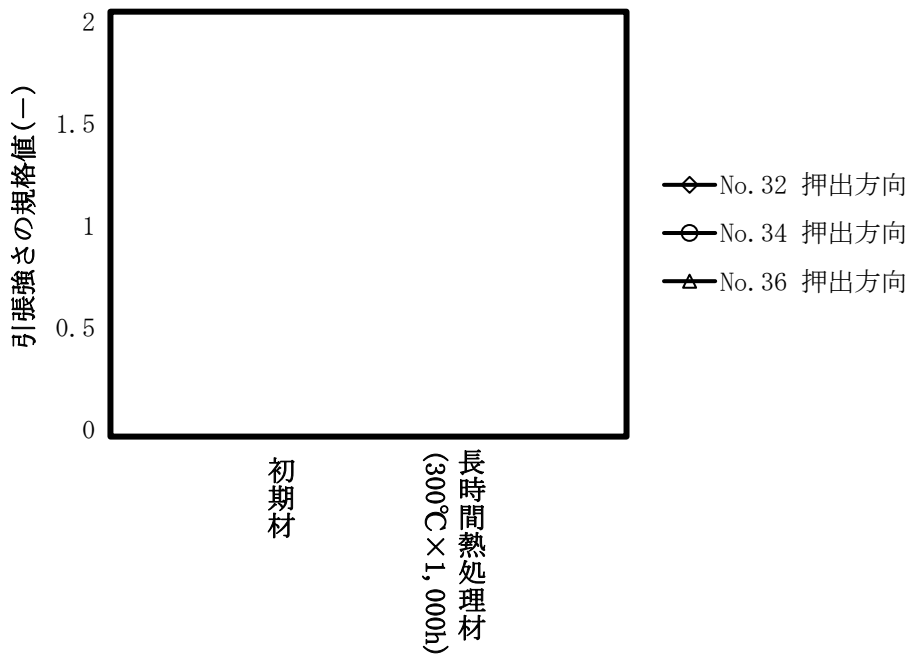


(b) 引張強さの変化率（機械試験用供試材、押出方向）

別紙 2-4 図 長時間熱処理前後の強度変化 (1/3)

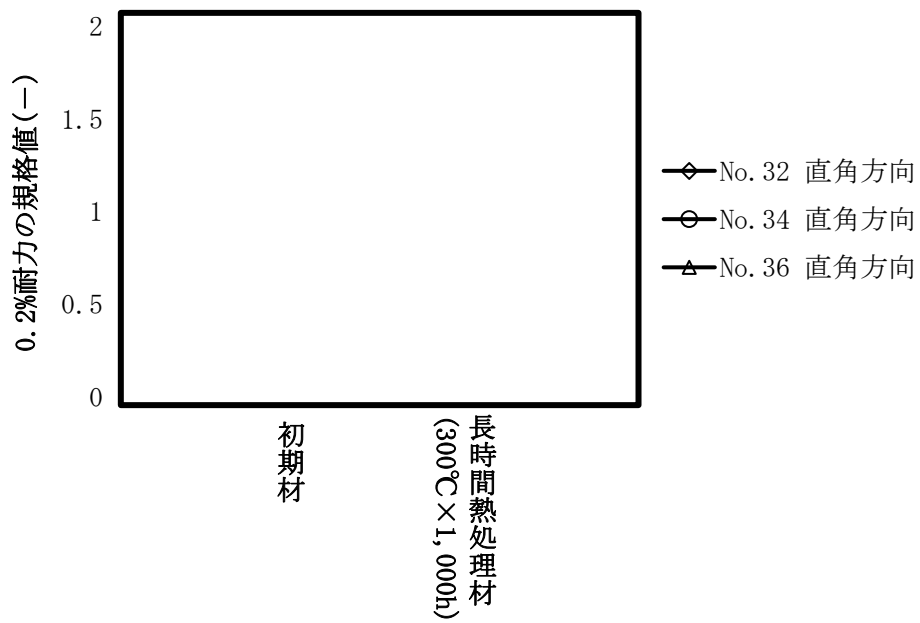


(c) 0.2%耐力の変化率（規格材、押出方向）

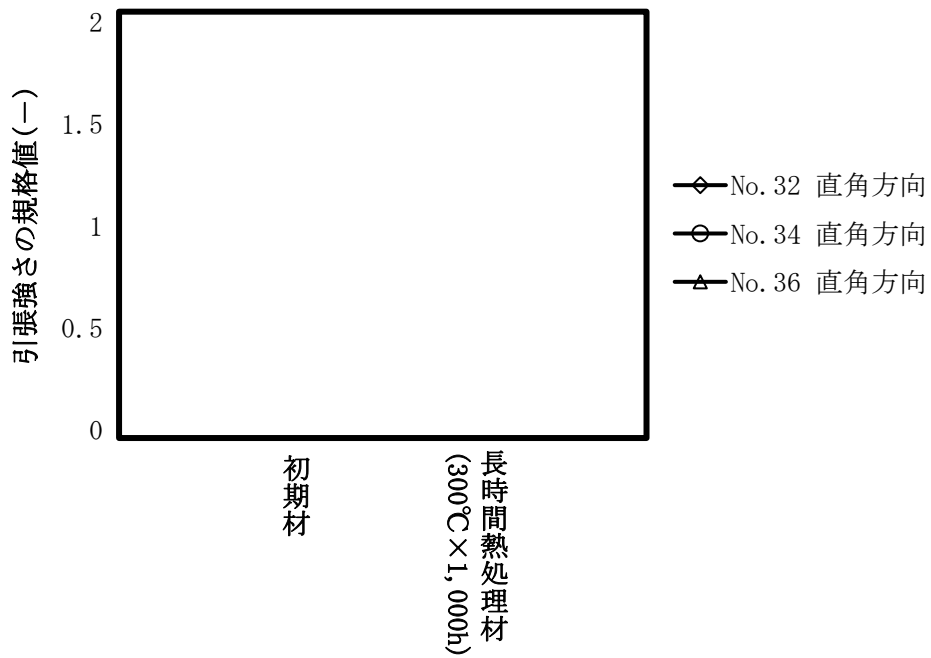


(d) 引張強さの変化率（規格材、押出方向）

別紙 2-4 図 長時間熱処理前後の強度変化 (2/3)



(e) 0.2%耐力の変化率（規格材、直角方向）



(f) 引張強さの変化率（規格材、直角方向）

別紙 2-4 図 長時間熱処理前後の強度変化 (3/3)

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金 (1B-A3J04-O) の
Mg 固溶強化の維持について

3

1. Mg 固溶強化の維持を検討する背景について

ほう素添加アルミニウム合金 (以下、「本アルミ合金」という) の Mg 添加範囲を別紙 3-1 表の最下段に示すが、本アルミ合金の Mg 添加量は 1.0~1.4mass% に設定されている。また、本アルミ合金は、使用条件を -40°C~250°C に設定しており、この温度条件を踏まえて Mg の固溶強化が維持されることを説明する必要がある。別紙 3-1 図に、Al(-Mn)-Mg 系合金における Mg 固溶限の文献調査及び Thermo-Calc® による熱力学計算の結果¹⁾を示す。この図に示すように、Mg の固溶限評価値は、150°C 程度以下でばらつきが比較的大きい。このため、バスケットに Mg の固溶強化を利用したアルミニウム合金を使用する場合は、Mg 固溶限の文献値をそのまま直接的に用いて説明することは難しい。また、Mg の過飽和度を駆動力として生じる Mg 系化合物は、キャスクの貯蔵末期に相当する 100°C 付近では、その析出速度が非常に小さくなるため、現実的な試験時間で 60 年後の状態を判断することは難しいと考えられる。この点に関し B 添加されていない Al-Mn-Mg 系合金については、キャスクにおける 60 年間の使用環境下で懸念すべき固溶強化の低下を生じない Mg 添加量 (1.0mass%) が特定されている¹⁾。このため本説明資料では、B 添加された本アルミ合金についても、当該の Mg 添加量を適用できることを説明する。

1.1 時効処理試験

キャスクの使用温度における Mg 系化合物の析出挙動を調査するため、本アルミ合金の化学成分範囲に対し Mg を過剰に添加した供試材を用意した。供試材の化学成分分析値を、別紙 3-1 表に示す。本アルミ合金は、溶解工程において B 添加するため溶湯の粘性が高くなる傾向であるため、さらに溶湯の粘性を増加させる Mg の添加量は、铸造性を考慮し最大約 3mass% とした。これらの供試材は、125、150、175 及び 200°C の 4 水準で、最大で約 10,000h までの時効処理試験に供した。供試材は、所定の時効処理時間に対応した個数を用意し、初期状態における導電率をそれぞれ測定した。導電率は、日本フェルスター製シグマテスト 2.069 を用いて、試料温度を 30°C に調整して測定した。時効処理を経た供試材についても、同様に導電率を測定した。なお、得られた導電率は、標準軟銅の 30°C における比抵抗 $17.92\text{n}\Omega\text{m}^{1),2)}$ を用いて比抵抗に換算した。

なお、Mg が過剰に添加された供試材では、Mg 系化合物として Al_3Mg_2 が析出するが、この化合物はフェノールに溶解することが知られており、このためアルミニウム母相と分離して抽出することは技術的に難しい^{3),4)}。また、アルミニウム合金中の Mg 量を測定する JIS 規格は、サンプルを全て溶解させることが前提条件となっており^{5),6)}、アルミニウム母相の固溶 Mg 量を評価する目的には適さない。このため、本試験では固溶 Mg 量の変化と

3

の対応関係が確認されている比抵抗値⁷⁾を用いた。

1.2 試験結果及び解析結果

1.2.1 比抵抗の変化傾向について

時効処理試験の結果得られた導電率及び比抵抗を、別紙 3-2 表に示す。また、比抵抗の変化傾向を別紙 3-2 図に示す。

まず、別紙 3-3 図に、供試材 No. 1-1B 及び No. 1-2B に関する比抵抗減少量の傾向をグラフにして示すが、10,000h を通じて比抵抗の減少傾向は認められない。これらの供試材は、Mg 添加量が低く、析出の駆動力となる過飽和度が小さいために、10,000h までの時効処理試験では Mg 系化合物の析出がほとんど生じなかったためと考えられる。なお、天野らは、Al-2.09at%Mg 合金について $150^{\circ}\text{C} \times 10^7\text{s}$ (約 0.32 年に相当) の時効処理試験を行い、この間比抵抗の変化傾向が認められなかったことを報告している⁸⁾。この結果は、本説明資料で同等の Mg 添加量である供試材 No. 1-2B に関する時効処理試験の結果と整合している (ただし、時効処理時間は本説明資料の方が長い)。天野らは、当該の時効処理試験について、 10^8s (約 3.2 年に相当) まで熱処理すれば、析出により比抵抗が変化すると考察している。本アルミ合金については、Mg 添加量が 1mass% とさらに少量のため、Mg 系化合物の析出にはさらに長時間を要すると考えられる。このため、Mg 固溶強化の維持については、キャスクの使用環境を踏まえた 60 年後の組織状態を適切に評価する必要がある。この観点で、過剰に Mg を添加した供試材を用いた時効処理試験により、Mg 系化合物の析出速度を解析し、キャスクの使用環境に着目した Mg 添加量を定量的に検討することが適切と判断している。

Mg をより過剰に添加した供試材 No. 1-3B については、比抵抗の減少傾向が認められる。別紙 3-4 図に、供試材 No. 1-3B に関する比抵抗の減少傾向を示す (このグラフでは、比抵抗が減少する方向を正とした)。この図が示すように、供試材 No. 1-3B の比抵抗はいずれの温度条件においても減少する傾向が認められ、同等の Mg 添加量で B を含有しない供試材 No. 1-3 の減少傾向と同等である。なお、この比抵抗の減少は、過飽和 Mg が Mg 系化合物 (Al_3Mg_2) を生じることで、アルミニウム母相の固溶 Mg 量が低下したことにより生じたと判断される^{1),8)}。

1.2.2 比抵抗変化傾向の解析

前節で確認した供試材 No. 1-3B に関する比抵抗の減少傾向を、速度論的に解析するための評価過程を以下に示す。

析出の反応率 (析出量の割合) の時間依存性は、Johnson-Mehl-Avrami の式によって記述した。これは、析出の反応率を f ($0 \leq f \leq 1$)、時間を t とすると以下の式で表される⁹⁾。

$$f = 1 - \exp(-Kt^n) \quad \dots (1)$$

ここで、 K : 反応速度定数、 n : 時間指数、である。この(1)式は、両辺の対数を 2 回取ると以下のように変形できる。

$$\ln \ln \frac{1}{1-f} = \ln K + n \ln t \quad \dots (2)$$

この(2)式の左辺と $\ln t$ を用いてプロットして得られた直線の勾配及び切片から n と K が求まる。その結果により、各時効処理条件の比抵抗の減少傾向を速度論的に解析することが可能となる。このようなグラフを、Avrami プロットという。

今回実施した時効処理試験結果を Avrami プロットにより解析するためには、比抵抗の減少傾向を反応率 f に換算する必要がある。この反応率 f は次に述べる手順で評価した。まず、本試験における反応率とは、固溶 Mg 量が各温度条件の固溶限と等しくなるまで過飽和 Mg が析出した状態における析出量（この状態は、 $f=1$ に対応する）と、各時効処理条件における析出量の比である。このため反応率 f を求めるためには、まず $f=1$ に対応する固溶限を設定する必要がある。本申請では、保守側の評価として、別紙 3-1 図で最も小さい固溶限を示した天野らの式⁸⁾により各温度条件における Mg 固溶限を求めた。

$$\frac{\ln\left(\frac{C_{eq}}{0.385}\right)}{1-2C_{eq}} = 1.948 - \frac{2230}{T} \quad \dots (3)$$

ここで、 C_{eq} : Mg 固溶限(at%)、 T : 温度 (K) である。

時効処理試験に用いた供試材は、Al-Mn-Mg-B 系合金であるが、次に述べる理由により Al-Mg 系合金の Mg 固溶限を適用できると判断した。まず、300°C未満における Mn の固溶限はほぼゼロであり¹⁰⁾、添加された Mn はほぼ全量が Mn 系化合物 (Al₆Mn など) として晶出或いは析出していると考えられる。また、B については純アルミニウムの融点未満での固溶限はほぼゼロであるため¹¹⁾、アルミニウム母相にはほとんど存在していないと考えられる。さらに、AlB₂ は溶解工程において Mg を吸収することがわかっているが、当該化合物は熱的に極めて安定しておりキャスクの使用温度条件では変化しない (参照: 別紙 12)。したがって、本アルミ合金のアルミニウム母相には Mg のみが固溶している状態となっており、B 化合物との相互作用も生じないことから、Al-Mg 系合金における Mg 固溶限を適用できると判断される。

反応率 $f=1$ に対応する析出反応が完了した状態での析出量は、供試材 No. 1-3B の Mg 添加量から、(3)式の Mg 固溶限及び供試材の製造過程で AlB₂ に吸収された Mg 量を差し引くことによって求まる。なお、AlB₂ に吸収された Mg 量は、B 添加量及び供試材 No. 1-3B に含有される B 系化合物の組成式 (Al_{0.9}, Mg_{0.1})B₂ により求まる (参照: 別紙 12)。このように評価した Mg 系化合物の析出量は、文献値を用いて比抵抗減少量に換算できる。ここでは、Willey による固溶 Mg 及び非固溶 Mg の比抵抗に対する寄与量 (固溶: 5.4n Ωm/mass%、析出: 2.2 n Ωm/mass%)⁷⁾を用いた。例えば、1.0mass%の Mg が析出する場合は、比抵抗は 3.2n Ωm (=5.4-2.2) 減少すると評価される。以上の手順に基づき、各

温度条件について反応率 $f=1$ に対応する比抵抗減少量を評価した。この結果を、別紙 3-3 表に示す。別紙 3-4 表には、この計算過程で用いた Al、Mn、Mg 及び B の原子量を示した。

反応率 f は、別紙 3-2 表に示す各時効処理条件の比抵抗減少量を分子、別紙 3-3 表に示す反応率 $f=1$ に対応する比抵抗減少量を分母とした比によって評価した。この結果を、別紙 3-5 表に示す。なお、計算上反応率 f が負数になった値は、測定等のばらつきの影響と考えられるためゼロ (0.00) とした。この表には、比較のため供試材 No. 1-3 の値も合わせて示した。

別紙 3-5 図では別紙 3-5 表の値を用いて Avrami プロットを評価した。これらの直線は、各データを用いた回帰分析により求めた。ここには、比較のため供試材 No. 1-3 に関する評価結果を合わせて示すが、供試材 No. 1-3B とほぼ同等の傾向が認められる。なお、200°C におけるデータは、供試材 No. 1-3 と同様、比抵抗の減少量が小さいために Avrami プロットを整理できなかった。別紙 3-5 図に示す Avrami プロットの各直線の勾配 (n に対応) 及び切片 ($\ln K$ に対応) から求めた反応速度定数 K と時間指数 n を、別紙 3-6 表にまとめて示す。これらの値を (1) 式に代入すると、任意の反応率 f に対応する時間 t を評価できる。

1.2.3 析出開始時間

本説明資料では、参考文献 1) と同様に、反応率 $f=0.10$ に対応する時間を析出開始時間 t^* として定義した。(3) 式に、 $f=0.10$ と別紙 3-6 表に示す定数を代入して、供試材 No. 1-3B の各温度条件における析出開始時間 t^* を評価した。この結果を、別紙 3-7 表に示す。

1.2.4 TTP 線図

別紙 3-7 表に示す供試材 No. 1-3B の析出開始時間を、別紙 3-6 図にプロットして示す。この図に示した供試材 No. 1-3、No. 1-4 及び No. 1-5 のプロットは、それぞれ参考文献 1) からの引用である。図中に示す曲線は、実測した析出開始時間に対し、以下のモデル式を用いて回帰分析により求めた析出開始線 (C 曲線) である。

$$t^* = \frac{k_1}{I_0} \exp\left(\frac{Q_d}{RT}\right) \exp\left(\frac{k_2}{R T^3 \left\{ (1 - C_{Mg}^\beta) \ln \frac{1 - C_{eq}}{1 - C} + C_{Mg}^\beta \ln \frac{C_{eq}}{C} \right\}^2}\right) \dots (4)$$

ここで、 I_0 、 k_1 、 k_2 : 係数、 Q_d : Mg の拡散の活性化エネルギー (121 kJ/mol)¹³⁾、 R : 気体定数 (8.314 J/(K·mol))、 T : 絶対温度 (K)、 C_{Mg}^β : 析出相 (Al₃Mg₂) における Mg の原子分率 (0.385)⁸⁾、 C_{eq} : 固溶限 (原子分率)、 C : 初期の固溶 Mg 量 (原子分率)、である。

別紙 3-6 図に示すように、供試材 No. 1-3B の C 曲線は、同等の Mg 添加量である供試材 No. 1-3 とほぼ一致する傾向が認められる。細かく比較すれば、供試材 No. 1-3B の C

曲線はわずかに長時間側にずれているが、これは Mg 系化合物の析出が遅くなる、すなわち Mg 固溶強化がより維持される方向の変化であるため問題無いと判断される。

1.2.5 SLP 線図 (S-L 平面)

本アルミ合金に対し過剰に Mg を添加した供試材 No. 1-3B の試験結果を、本アルミ合金における Mg 添加量設定の妥当性の検討に用いるためには、SLP 線図 (S-L 平面) が必要となる¹⁾。SLP 線図の作成に用いた評価式を以下に示す。

$$S = \frac{C - C_{eq}}{C_{eq}} \quad \dots (5)$$

$$L^* = L^* \times \sqrt[3]{C(at\%)/1.0(at\%)} \quad \dots (6)$$

$$L^* = \sqrt{2Dt^*}, D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad \dots (7)$$

ここで、 D_0 : 振動数因子 ($0.1 \text{ cm}^2/\text{s}$)¹³⁾である。SLP 線図は、(5)式によって表される過飽和度 S を横軸にとり、(6)式によって表される拡散距離 L^* を縦軸にとり作図される。この図では、析出のメカニズムが同じであれば、異なる Mg 添加量の供試材の析出開始条件を過飽和度 S と拡散距離 L^* により一意的に定めることができる。このような特徴により、過剰に Mg を添加した供試材 No. 1-3B の析出開始時間を用いて、本アルミ合金の Mg 添加量の妥当性を検討することができる。

別紙 3-7 図に、供試材 No. 1-3B に関する SLP 線図を示す。この図には、比較のため供試材 No. 1-3~No. 1-5 のデータも合わせて示した。この図より、供試材 No. 1-3B の析出開始線 (赤色の三角マーク及び曲線で示した) は、供試材 No. 1-3~No. 1-5 の析出開始線とほぼ一致する傾向が認められる。SLP 線図では、析出開始線より原点側の領域では析出が生じないため、固溶 Mg 量の低下による強度低下が生じないと判断できる。別紙 3-7 図には、キャスクにおける使用条件を想定し、Mg 添加量を 1.0 mass% とした本アルミ合金 (組成は、Al-1.5Mn-1.0Mg-1.0B (mass%) とした) を 60 年間一定温度で保持した場合の条件を赤色の実線で示した。代表点として、50°C、75°C 及び 100°C で 60 年間保持した場合の条件をこの実線上にプロットして示している。この 60 年基準線と称される曲線は、SLP 線図におけるキャスクの使用環境を表している。なお、本アルミ合金に関する 60 年基準線の直ぐ右上の実線は、B 添加しない場合の Al-1.5Mn-1.0Mg (mass%) 合金に関する 60 年基準線である。本アルミ合金の化学成分範囲で作製された供試材は、B 系化合物が $(Al_{0.72}, Mg_{0.2})B_2$ として存在していることが確認されている (参照: 別紙 12)。このため、貯蔵初期におけるアルミニウム母相の固溶 Mg 量は減少し、これに伴い Mg の過飽和度が低下するため、Al-1.5Mn-1.0Mg (mass%) 合金と比較して、本アルミ合金の 60 年基準線は左側にスライドする結果となった。

3

1.3 考察

本アルミ合金に Mg を過剰に添加した供試材 No. 1-3B に関する Mg 系化合物の析出速度は、以下に示す比較検討の結果、同等の Mg 添加量を含有する供試材 No. 1-3 と同等と認められる。

- 比抵抗の減少傾向（別紙 3-4 図）
- Avrami プロット（別紙 3-5 図）
- TTP 線図（別紙 3-6 図）

以上より、Mg 系化合物の析出速度は、B 添加によりほとんど影響を及ぼされないと判断される。また、過飽和度と拡散距離を用いて評価した SLP 線図において、供試材 No. 1-3B の析出開始線が、Al-Mn-Mg 系合金について評価された析出開始線とほとんど一致する傾向が認められた。したがって、本アルミ合金についても、Al-Mn-Mg 系合金を用いて決定した Mg 添加量（1.0mass%）を適用できると認められる。なお、本アルミ合金について新たに評価した 60 年基準線は、Al-Mn-Mg 系合金のそれと比較してより左側にスライドし、析出開始線との間隔が広がる結果となったが、これは Mg 固溶強化の維持の観点から、裕度が大きくなる方向であり問題無い。なお、キャスクの温度条件は、供用期間中に指数関数的に低下するが、60 年基準線は一定温度で保持した条件で評価されている。これは、拡散及び過飽和度の温度依存性を踏まえれば、非常に保守性の高い前提条件である。

一般に析出のメカニズムには、アルミニウム母相内にランダムに新しい相 (Al_3Mg_2) が形成される均一核生成と、結晶粒界上や晶出物あるいは分散粒子の界面上で生じる不均一核生成がある。不均一核生成は、均一核生成と比較して生じやすいと考えられている。詳細は別紙 12 で説明するが、本アルミ合金は、B 添加により結晶粒組織が微細化する傾向が認められている。これは、定性的には Mg 系化合物の核生成サイトを増加させる方向、つまり析出速度を増加させる方向の組織変化であるが、本説明資料の時効処理試験において、B 添加により Mg 系化合物の析出速度の変化は認められなかった。この結果より、本アルミ合金では、Mg 系化合物の核生成サイトとして Mn 系化合物の析出物が支配的になっていると考えられる。したがって、仮に B 添加により Mn 系化合物の析出組織が変化したとすれば、Mg 系化合物の析出速度に反映されると考えられることから、B 添加は Mn 系化合物の析出組織に影響を及ぼしていないと判断される。上述の説明資料においては、TEM 観察により Mn 系化合物の析出組織を確認しており、その観察結果は以上の考察と整合している。

1.4 まとめ

本アルミ合金の化学成分範囲を超え過剰に Mg を添加した供試材を用いて、時効処理試験を実施し、固溶 Mg 量の減少に伴う比抵抗の減少傾向を整理した。この比抵抗の減少傾向を用いて、Avrami プロット及び TTP 線図を評価した結果、同等の Mg 添加量を有し B を含有しない Al-Mn-Mg 系合金とほぼ同等の傾向が認められた。さらに、TTP 線図より SLP 線図を評価した結果、本時効処理試験の結果得られた析出開始線は、参考文献 1) で報告されている Al-Mn-Mg 系合金のそれとほぼ一致する傾向が認められた。その結果、本アルミ合金の化学成分範囲に適合した供試材については、固溶 Mg 量は変化せず、60 年後においても Mg による固溶強化が維持されると判断された。

以上の結果より、本アルミ合金の Mg 添加量は、B を含有しない Al-Mn-Mg 系合金を基に検討した Mg 添加量 (1.0mass%) に基づき規定できると判断される。

参考文献

- 1) 篠崎崇、下条純、赤松博史、松本克史、新谷智彦、水谷淳、中林洋右、“Al-Mn-Mg 合金における β 相の析出挙動に及ぼす Mg 添加量の影響とそのモデル化”、軽金属、70 巻、p43、(2020)
- 2) 日本産業標準調査会：JIS C 3001、“電気用銅材の電気抵抗”、(1981)
- 3) 松尾守、村松俊樹、浅沼彰、小松伸也、池田勝彦、“フェノール溶解ろ液法によるアルミニウム合金中の固溶 Fe および Mn の分析”、軽金属、47 巻、p15、(1997)
- 4) 佐藤健、泉巖、“アルミニウム合金中の金属間化合物の科学的抽出分離と定量分析”、第 68 回軽金属学会春期大会講演概要、No. 28、(1985)
- 5) 日本産業標準調査会：JIS H 1306、“アルミニウム及びアルミニウム合金の原子吸光分析方法”、(1999)
- 6) 日本産業標準調査会：JIS H 1357、“アルミニウム及びアルミニウム合金中のマグネシウム定量方法”、(1999)
- 7) L. A. Willey: quoted by W. A. Dean in “Aluminum”, ed. K. R. van Horn, ASM, vol. 1, p174, (1967)
- 8) 天野英隆、小松伸也、池田勝彦、河本知広、“アルミニウム中の Mg の 523 K 以下での平衡固溶度”、軽金属、52 巻、p210、(2002)
- 9) 里達雄、“アルミニウム大全”、日刊工業新聞社、(2016)
- 10) 梶山毅、深田和博、“Al-Mn 系合金”、軽金属、38 巻、p362、(1988)
- 11) O. N. Carlson, “The Al-B (Aluminum-Boron) System”, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol. 11, No. 6, p560, (1990)
- 12) 理科年表 (平成 28 年)、丸善出版、(2015)
- 13) 平野賢一、“アルミニウム中の拡散”、軽金属、29 巻、p249 (1979)

別紙 3-1 表 時効処理試験に用いた供試材の化学成分分析値

供試材 No.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	Al
1-1B								残
1-2B								残
1-3B								残
1-1 ^{※1}								残
1-2 ^{※1}								残
1-3 ^{※1}								残
1-4 ^{※1}								残
1-5 ^{※1}								残
1B-A3J04-O の規定範囲	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.0 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	残

※1) 本アルミ合金の Mg 添加量の検討に使用した参考文献 1) の供試材。

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (1/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
125	1	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	20	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	50	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
100	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						
200	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (2/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	熱処理前	熱処理後	減少量
125	293	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	600	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	1011	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	2500	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5141	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	10010	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (3/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
150	1	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	20	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	50	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	100	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
200	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (4/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
150	293	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	600	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	1011	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	2500	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5142	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
10011	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (5/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
175	1	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	20	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	50	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
100	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						
200	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (6/8)

保持 温度 (°C)	保持 時間 (h)	供試材 No.	導電率(%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
175	293	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	600	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	1011	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	2500	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5141	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
10010	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (7/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
200	1	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	20	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	50	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	100	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
200	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

3

別紙 3-2 表 時効処理試験材の導電率及び比抵抗 (8/8)

保持温度 (°C)	保持時間 (h)	供試材 No.	導電率 (%IACS)		比抵抗 (nΩm)		
			時効処理前	時効処理後	時効処理前	時効処理後	減少量
200	293	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	600	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	1011	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	2500	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
	5141	1-1B					
		1-2B					
		1-3B					
10009	1-1B						
	1-2B						
	1-3B						

3

別紙 3-3 表 反応率 $f=1$ に対応する各供試材の比抵抗減少量 (評価値)

(nΩm)

温度 (°C)	供試材 No.
	1-3B
125	
150	
175	
200	

別紙 3-4 表 Al、Mn、Mg、及び B の原子量¹²⁾

元素	Mn	Mg	Al	B
原子量	54.94	24.31	26.98	10.81

別紙 3-5 表 各時効処理条件における反応率 (1/2)

(a) 125°C の反応率

保持温度 (°C)	供試材 No.	保持時間 (h)					
		1	5	20	50	100	200
125	1-3						
	1-3B						
	供試材	保持時間 (h)					
	No.	293	600	1011	2500	5141	10010
	1-3						
	1-3B						

(b) 150°C の反応率

保持温度 (°C)	供試材 No.	保持時間 (h)					
		1	5	20	50	100	200
150	1-3						
	1-3B						
	供試材	保持時間 (h)					
	No.	293	600	1011	2500	5142	10011
	1-3						
	1-3B						

別紙 3-5 表 各時効処理条件における反応率 (2/2)

(c) 175℃の反応率

保持温度 (℃)	供試材 No.	保持時間 (h)					
		1	5	20	50	100	200
175	1-3						
	1-3B						
	供試材	保持時間 (h)					
	No.	293	600	1011	2500	5141	10010
	1-3						
	1-3B						

(d) 200℃の反応率

保持温度 (℃)	供試材 No.	保持時間 (h)					
		1	5	20	50	100	200
200	1-3						
	1-3B						
	供試材	保持時間 (h)					
	No.	293	600	1011	2500	5141	10009
	1-3						
	1-3B						

3

別紙 3-6 表 各時効処理条件における時間指数 n 及び反応速度定数 K

保持温度 (°C)	供試材 No.	n	$\ln K$	K
125	1-3			
	1-3B			
150	1-3			
	1-3B			
175	1-3			
	1-3B			

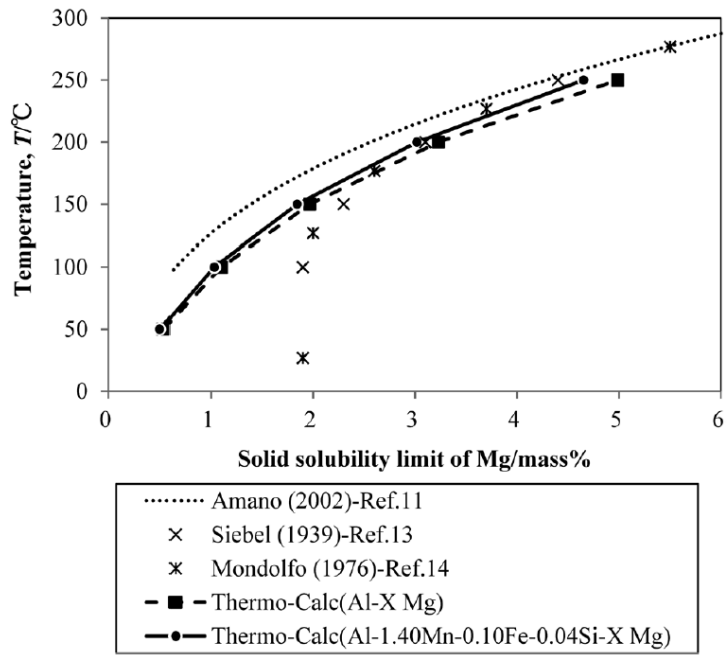
別紙 3-7 表 各時効処理条件における析出開始時間

保持温度 (°C)	供試材 No.	析出開始時間 (h)
125	1-3	
	1-3B	
150	1-3	
	1-3B	
175	1-3	
	1-3B	

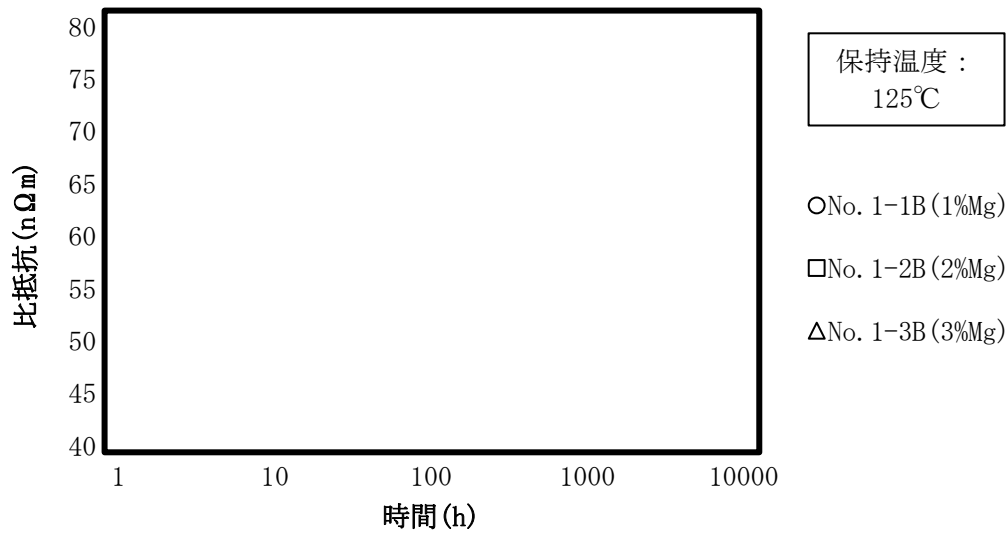
3

別紙 3-8 表 各時効処理条件の過飽和度 S と析出開始時間に対応する拡散距離 L^{*}

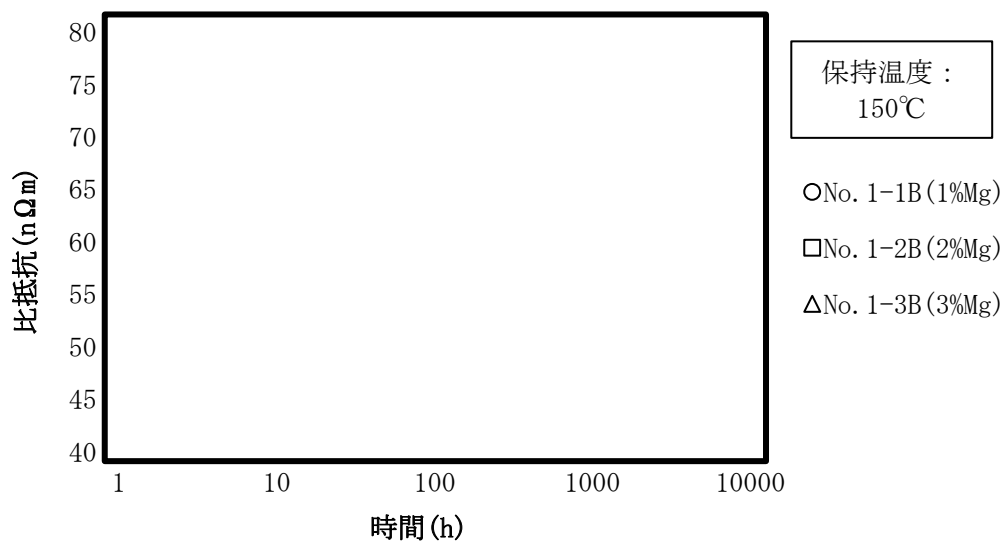
保持温度 (°C)	No. 1-3		No. 1-3B	
	S (-)	L^{*} (μm)	S (-)	L^{*} (μm)
125				
150				
175				



別紙 3-1 図 Al(-Mn)-Mg 系における Mg 固溶限曲線の文献値比較¹⁾

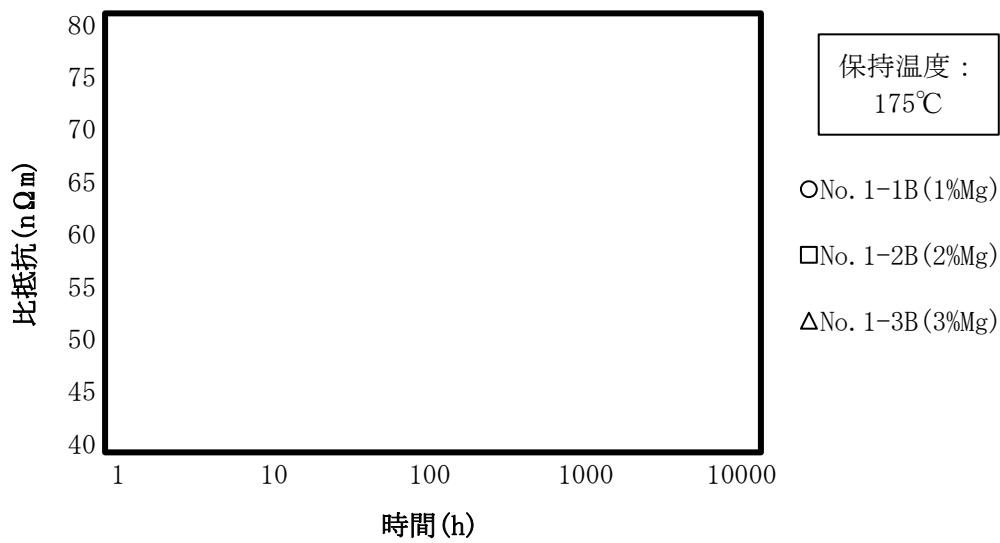


(a) 保持温度：125°C

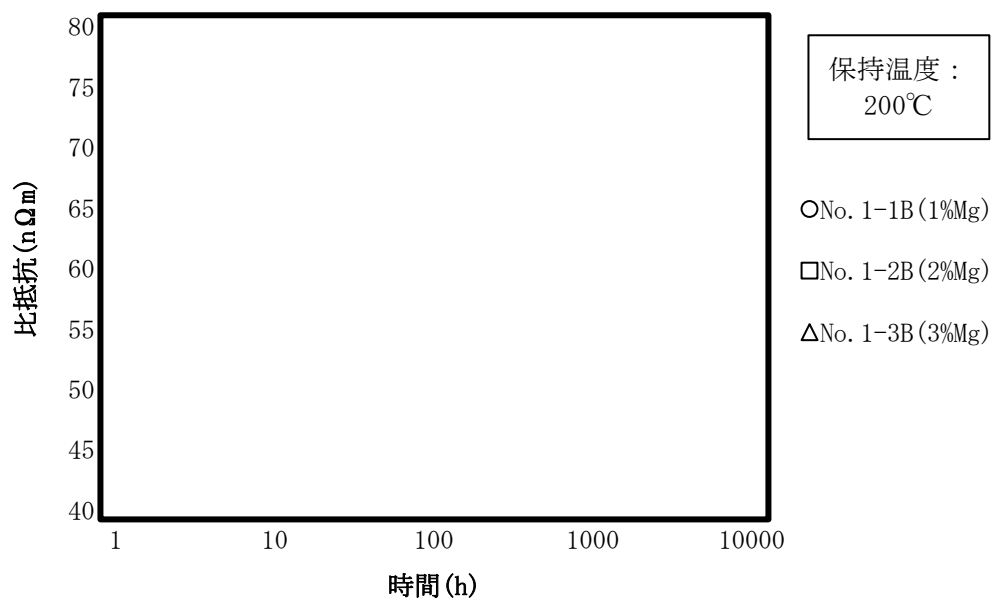


(b) 保持温度：150°C

別紙 3-2 図 時効処理試験による比抵抗の変化 (1/2)

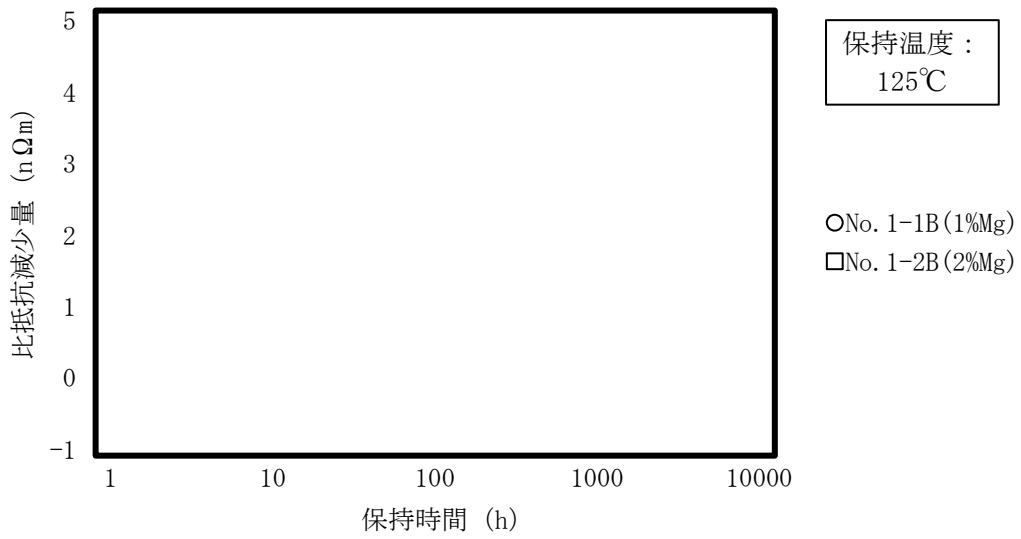


(c) 保持温度：175°C

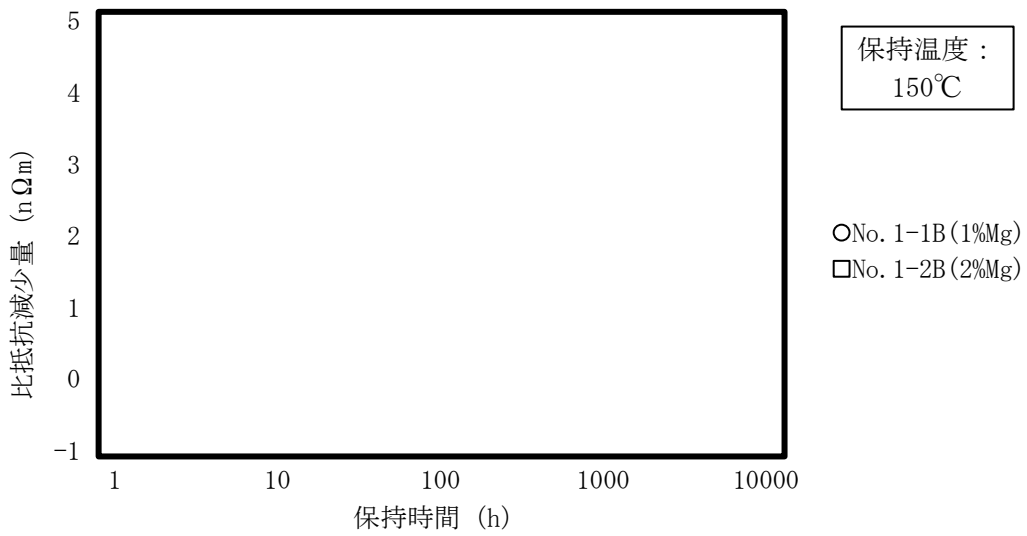


(d) 保持温度：200°C

別紙 3-2 図 時効処理試験による比抵抗の変化 (2/2)

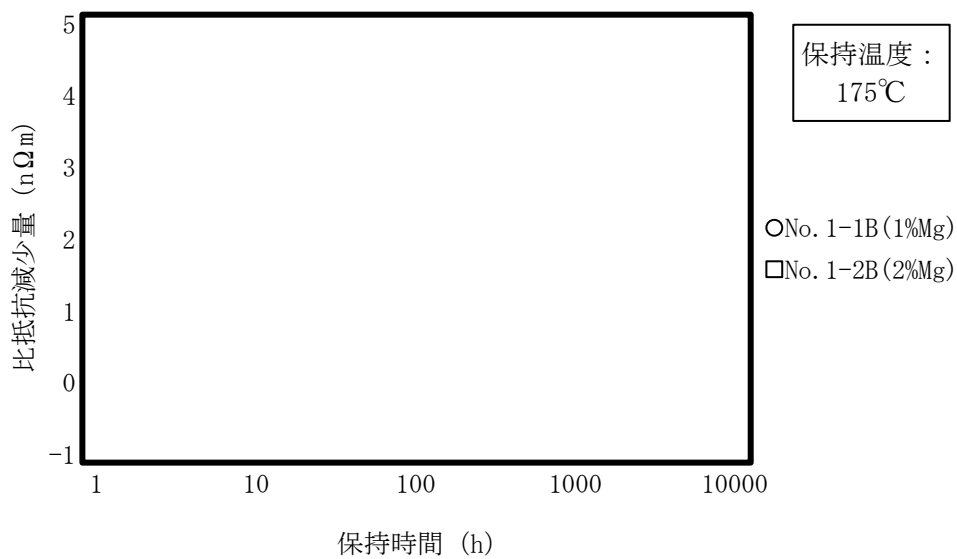


(a) 保持温度：125°C

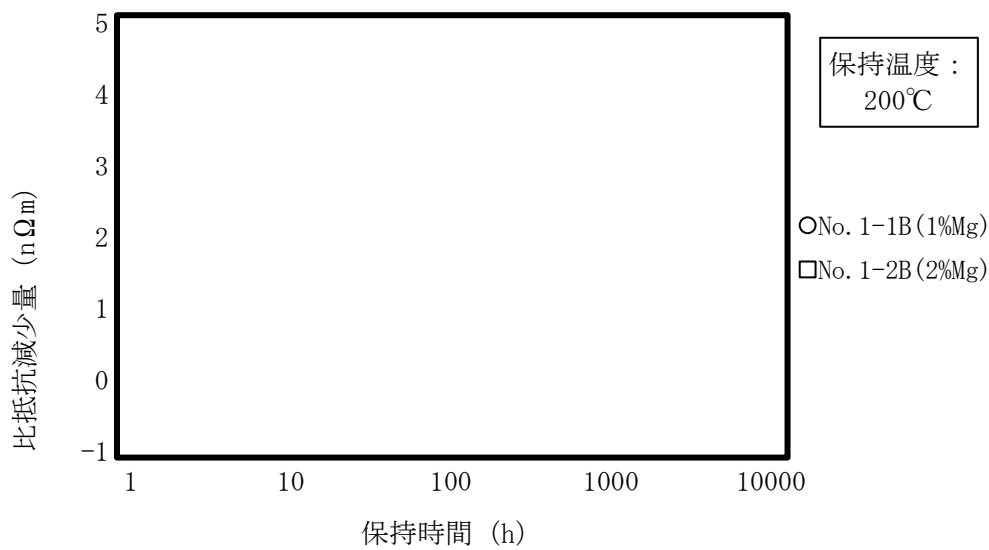


(b) 保持温度：150°C

別紙 3-3 図 供試材 No. 1-1B 及び No. 1-2B に関する比抵抗減少量 (1/2)

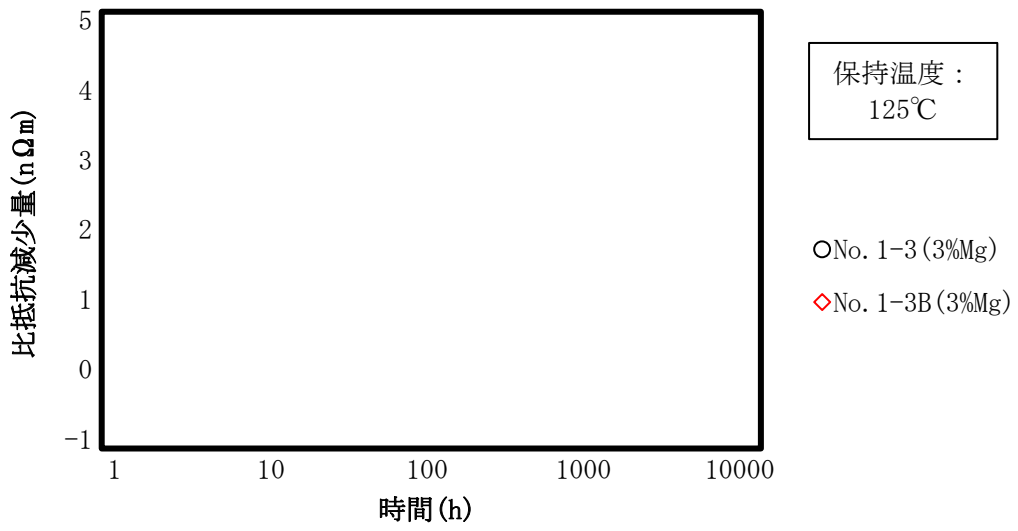


(c) 保持温度：175°C

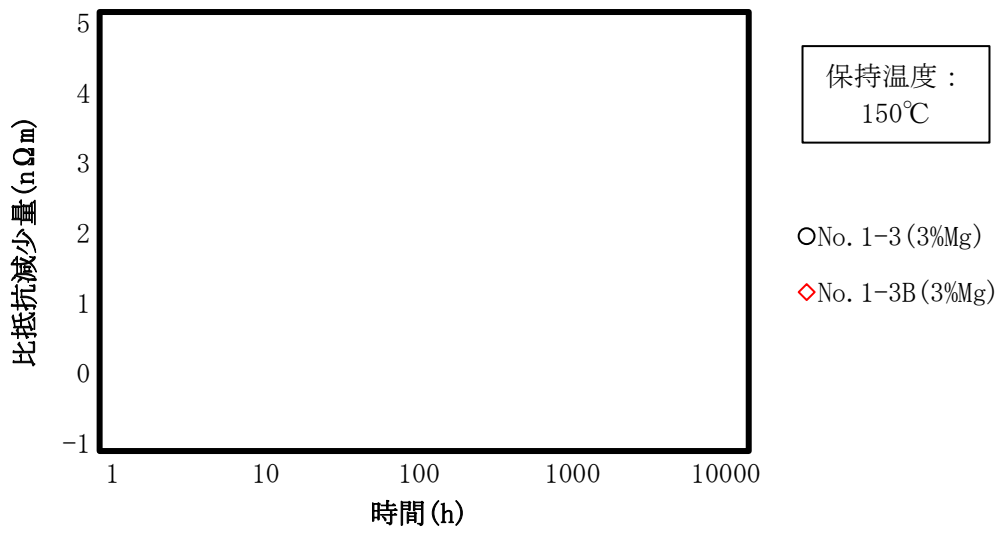


(d) 保持温度：200°C

別紙 3-3 図 供試材 No. 1-1B 及び No. 1-2B に関する比抵抗減少量 (2/2)

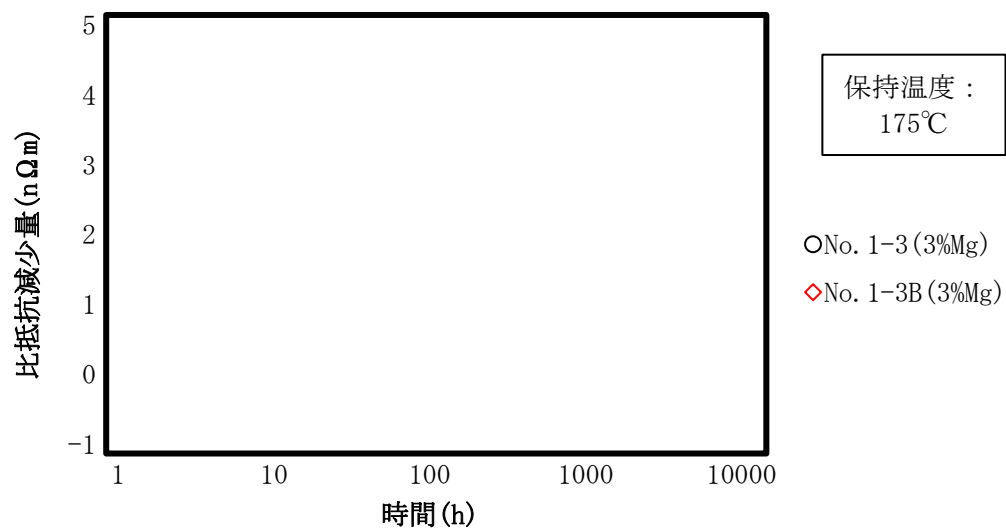


(a) 保持温度：125°C

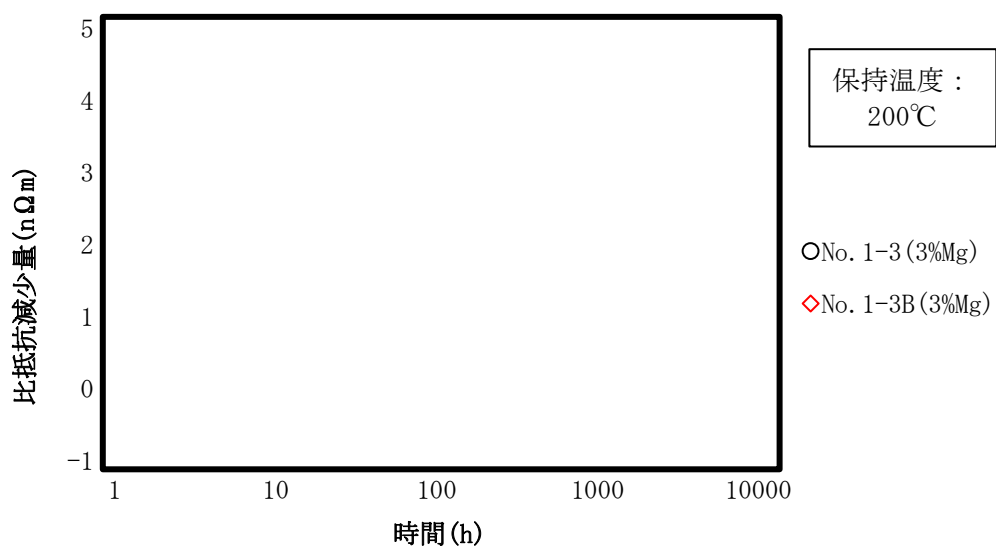


(b) 保持温度：150°C

別紙 3-4 図 供試材 No. 1-3 と No. 1-3B に関する比抵抗減少量の比較 (1/2)

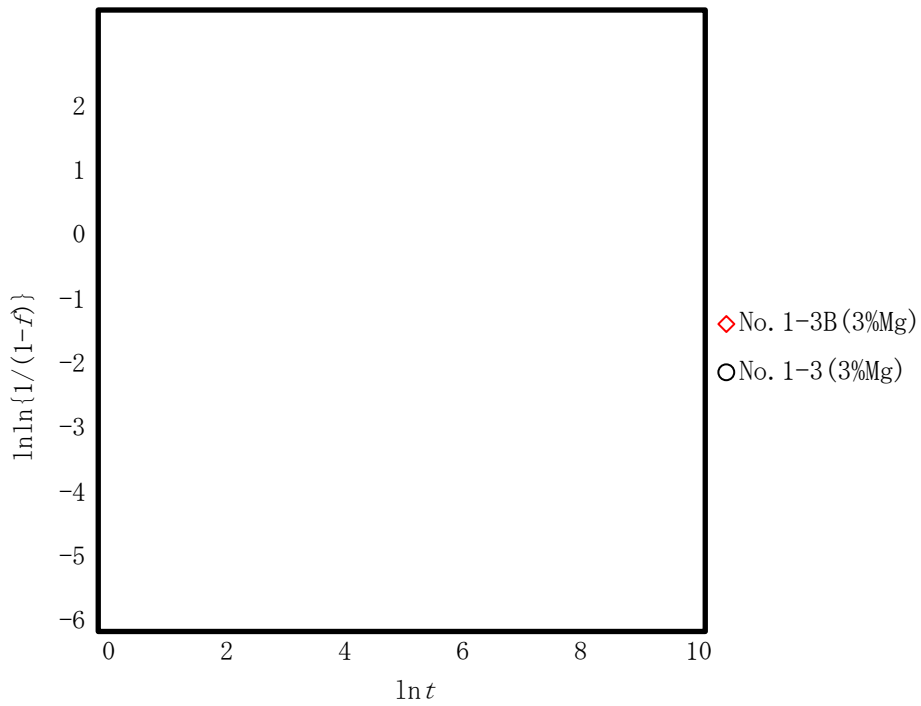


(c) 保持温度：175°C

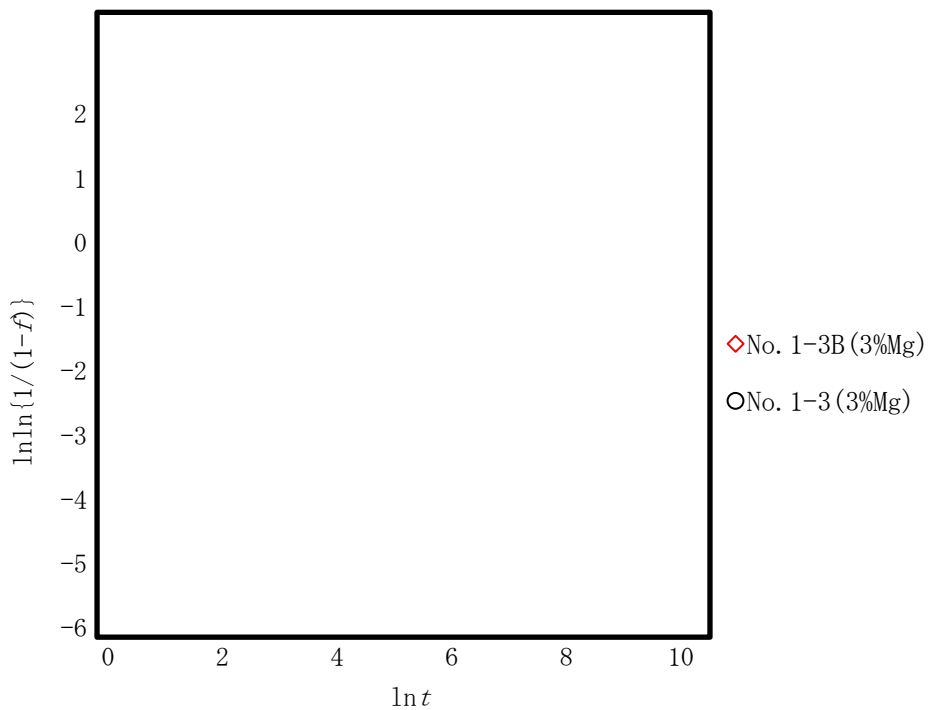


(d) 保持温度：200°C

別紙 3-4 図 供試材 No. 1-3 と No. 1-3B に関する比抵抗減少量の比較 (2/2)

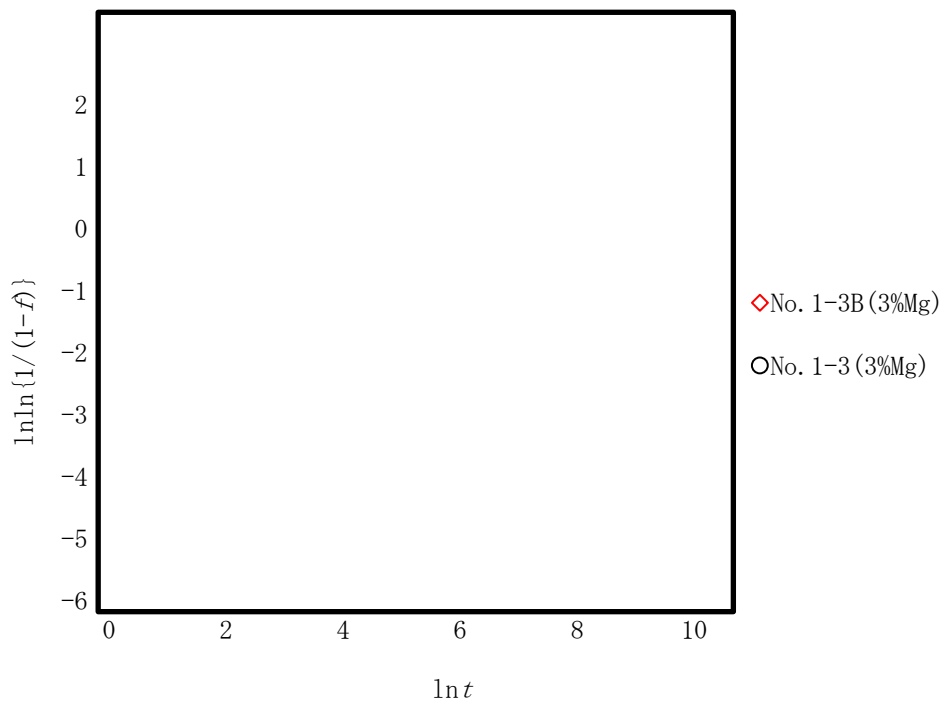


(a) 保持温度 : 125°C



(b) 保持温度 : 150°C

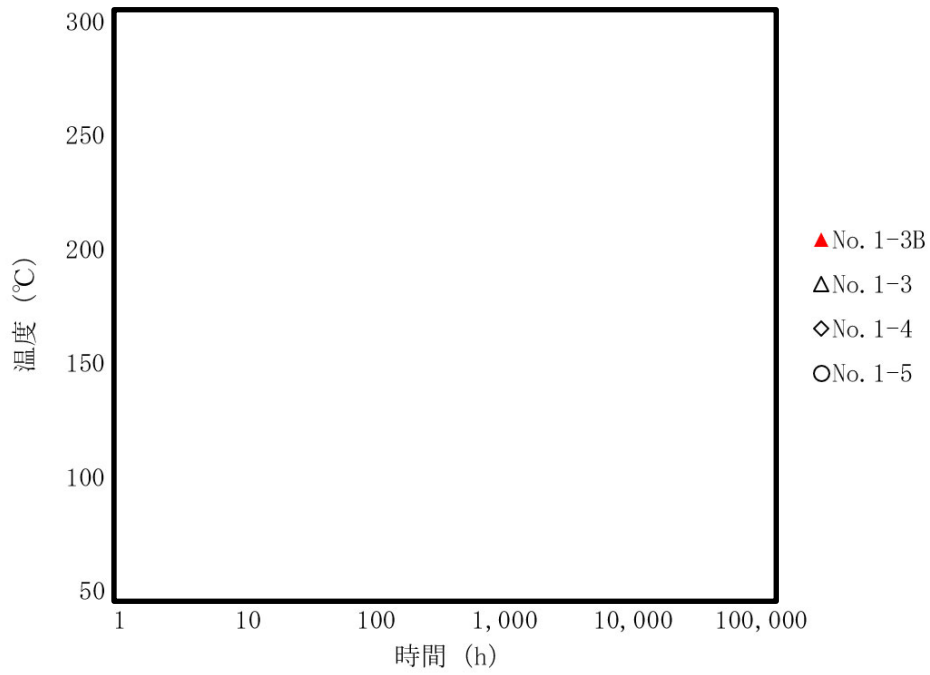
別紙 3-5 図 各時効処理試験条件における Avrami プロット (1/2)



3

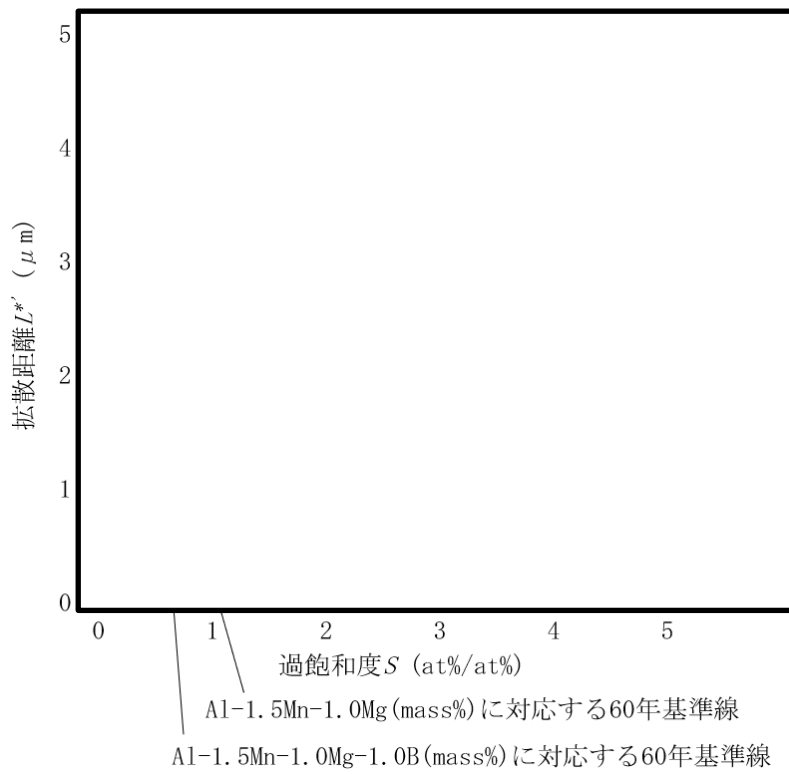
(c) 保持温度 : 175°C

別紙 3-5 図 各時効処理試験条件における Avrami プロット (2/2)



別紙 3-6 図 時効処理試験の結果から得られた TTP 線図

3



別紙 3-7 図 過飽和度と拡散距離による析出開始条件の評価 (SLP 線図)

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金 (1B-A3J04-O)
の破壊靱性に係る物性について

1. はじめに

TK-26 型に適用するバスケット格子材であるほう素添加アルミニウム合金 (1B-A3J04-O) の破壊靱性に係る特性をまとめた。さらに、9m 落下事象における不安定破壊を評価し、板厚 1/4 深さの保守的な仮想欠陥に対しても十分な裕度があることを確認した。

2. 設計の考え方

TK-26 型は、臨界防止機能（想定されるいかなる場合にも、使用済燃料が臨界に達することを防止すること）を維持するため、9m 水平落下事象においてもバスケット格子材に有意な変形が生じないように、曲げ応力により全断面降伏しない条件を満足するように設計している。

3. 材料特性（破壊靱性）

3.1 材料特性（破壊靱性）

面心立方格子構造であるアルミニウム合金においては、体心立方格子構造である金属に見られるようなへき開破壊及び温度変化に伴う脆性－延性遷移現象は生じないと考えられる¹⁾。

(1) シャルピー衝撃試験

シャルピー衝撃試験は、定性的に材料の破壊靱性を評価するものであり、直接設計には使用しない。しかしながら、シャルピー衝撃試験は破壊靱性試験と比較して簡便に実施できること、得られる試験結果（吸収エネルギー、及び横膨出量）は一般に破壊靱性値と相関関係があると考えられることから、異なる条件間の相対比較をする際には有益である。ここでは、破壊靱性に関する温度依存性の傾向を細かい温度ピッチで取得するために実施した。

1B-A3J04-O の衝撃特性データを取得するため、初期材及び長時間熱処理材について JIS Z 2242 によるシャルピー衝撃試験を実施した。当該材料の代表的なデータを得るため、供試材には規格材を用いた。試験条件を別紙 4-1 表に、試験片形状を別紙 4-1 図に、試験片の採取箇所を別紙 4-2 図に示す。フラットバーの供試材については、中央部から試験片を採取した。また、中空材の供試材については、代表的な部位として溶着部を除く中空部から試験片を採取した。試験結果を別紙 4-2 表、別紙 4-3 表、及び別紙 4-3 図に示す。なお、試験片のノッチの方向は、押出方向、及び板厚方向と平行にしている。これは、ノッチの方向が押出材のファイバー状組織と平行となるこ

とから保守的な試験条件である。

別紙 4-3 図(a)に、-40℃～250℃の範囲で実施したシャルピー衝撃試験から得られた吸収エネルギーを示す。本試験は試験 N 数を 3 として実施し、別紙 4-3 図(a)には各試験の生データをプロットした。初期材のデータを黒塗りのマーク（◆、●、▲）、長時間熱処理材（300℃×1,000h）のデータを白抜きのマーク（◇、○、△）で示す。黒塗りのマークと白塗りのマークが重なる場合には前面に小さめの白抜きのマークで示した。本試験は、比較的ばらつきが大きくなる特性があるため、同一条件でも吸収エネルギーにはある程度の幅がある。

中空材の供試材 No. 36（▲、△）、フラットバーの供試材 No. 32（◆、◇）、及び No. 34（●、○）の吸収エネルギーについては、いずれの供試材も初期材と長時間熱処理材の吸収エネルギーに有意な差異は認められなかった。また、-40℃～250℃の範囲の温度依存性についても、有意な吸収エネルギーの変化は認められなかった。なお、供試材 No. 36（▲、△）の吸収エネルギーは、他の供試材と比較して小さくなる傾向が見られる。これは、中空材の供試材 No. 36 の板厚が 7mm と薄いことから、幅 10mm のフルサイズ試験片を採取することができず、幅 5mm のサブサイズ試験片を用いたためである。

別紙 4-3 図(b)に、別紙 4-3 図(a)に示した吸収エネルギーを、リガメント断面積^{*1}で除して評価した衝撃値を示す。この計算は別紙 4-3 図(a)に示した全てのデータについて行い、別紙 4-3 図(b)にプロットした。この目的は、吸収エネルギーが試験片サイズの影響を受けるため、単位面積当たりの吸収エネルギーである衝撃値を用いて、異なる試験片サイズから得られた値を比較評価するためである。この結果、吸収エネルギーで整理した別紙 4-3 図(a)で見られたフラットバー（供試材 No. 32、及び No. 34）と中空材（供試材 No. 36）の差は無くなり、概ね同等の値となることが確認された。このため、供試材の断面形状が衝撃値に及ぼす影響は無いと判断される。また、衝撃値についても、-40℃～250℃の範囲で温度依存性は認められなかった。元より衝撃値は、吸収エネルギーから評価したものであり同様の傾向になることは自明である。

別紙 4-3 図(c)に、-40℃～250℃の範囲で実施したシャルピー衝撃試験から得られた横膨出量を示す。本試験も試験 N 数を 3 として実施した。

初期材と長時間熱処理材の横膨出量について、有意な差異は認められなかった。また、供試材の断面形状による差異も認められなかった。横膨出量は、試験温度が高くなるほど若干大きくなる傾向が見られた。これは、温度の増加とともに材料の延性が増加したことを反映している。

※1) 試験片断面（長手方向と直交する断面）から切り欠き部を除外した部分の断面積。

(2) 破壊靱性試験

1B-A3J04-Oの破壊靱性値を取得するため、初期材及び長時間熱処理材について ASTM E1820 による破壊靱性試験を実施した。初期材は室温データのみとし、長時間熱処理材については -40°C 、RT、 100°C 、及び 250°C を温度条件とした。なお、当該材料の代表的なデータを得るため、供試材には規格材を用いた。試験条件を別紙 4-4 表に、試験片の採取箇所を別紙 4-4 図に示すがシャルピー衝撃試験と同じ箇所である。 △
2
なお、試験片の予き裂の方向は、押出方向、及び板厚方向と平行にしている。これは、予き裂が押出材のファイバー状組織と平行になり保守的な評価条件である。

別紙 4-5 表、及び別紙 4-5 図に、 -40°C ～ 250°C の範囲で実施した破壊靱性試験 (J_{IC} 試験)の結果を示す。また、代表として試験温度 250°C の試験後試験片の外観を別紙 4-6 図に示す。本試験も試験 N 数を 3 として実施した。初期材と長時間熱処理材の破壊靱性値 (J_Q 値)については、室温における両条件の試験データの比較から有意な差異は認められなかった。また、温度依存性については、 -40°C ～ 100°C の範囲では、試験温度が破壊靱性値 (J_Q 値)に及ぼす影響はあまり認められなかったが、 250°C では若干低下する傾向が見られた。 △
2

3.2 不安定破壊の評価

バスケット格子材には各種検査に合格した欠陥のない材料を用いること、さらに供用期間中に欠陥が生じる可能性もないことから、9m 落下事象においても欠陥が寄与した不安定破壊は生じない。

本項では保守性の大きい評価として、バスケット格子材の幅中央に全幅に渡る線状の想定欠陥を仮定し、9m 水平落下事象においてバスケット格子材に生じる最大曲げ応力^{*}に対する J 積分値と前項で示した破壊靱性値とを比較し、不安定破壊が生じない条件を検討する。

別紙 4-7 図に、想定欠陥が進展する駆動力である J 積分値の評価方法²⁾を示す。この図に示すようなき裂が、バスケット幅方向の全幅に存在すると保守的に仮定した場合、き裂先端の応力状態は平面ひずみ状態になると考えられる。また、別紙 4-8 図に、当該の J 積分値の計算に用いた応力拡大係数の評価方法²⁾を示す。ここで、J 積分値の評価モデルは、別紙 4-9 図に示すとおり矩形断面を有する板材の両端支持・集中荷重の 3 点曲げモデルとした。これは、9m 水平落下事象においてバスケットに発生する応力は、曲げ応力が支配的なためである。評価に用いた曲げ応力は、実断面形状のバスケット格子材の最大曲げ応力のみで評価し、引張荷重 P はゼロとした。なお、9m 水平落下事象におけるバスケットの強度評価の際には、別紙 4-9 図に示す両端固定・等分布荷重とした梁モデルを評価モデルとして用いている。 △
2

別紙 4-10 図に、想定欠陥深さの比と J 積分値の相関関係を示す。なお、TK-26 型キャスクの製品の板厚に相当する 8 mm以外のデータは参考値とする。別紙 4-10 図には、 △
2

破壊靱性試験の結果得られた最も小さい値（17.8 kJ/m²；供試材 No. 36 の熱処理材の 250℃における値）を合わせて示す。この図に示す通り、想定欠陥深さは 0.375t（部材厚さの 3/8）程度まで許容する結果となった。これは部材厚さ 8 mm のバスケット格子材では深さ 3 mm の想定欠陥に相当するが、このような欠陥が実製品に生じ実機に使用されることはない。したがって、9m 落下事象におけるバスケット格子材の不安定破壊の防止には十分な裕度があると考えられる。

※本評価では、9m 水平落下事象において TK-26 型のバスケット格子材が曲げ応力により全断面降伏に達するしきい値、すなわち最高使用温度 225℃における S_y の 1.1 倍³⁾（ $51 \times 1.1 = 56.1 \text{ MPa}$ ）をバスケット格子材に生じる曲げ応力として J 積分値を評価した。なお、構造設計は、最大曲げ応力がこの値未満となるように実施する。

参考文献)

- 1) 小林俊郎ら、“アルミニウム合金の強度”、内田老鶴圃、(2001)
- 2) 小林英男（代表），“構造健全性評価ハンドブック”、共立出版、(2005)
- 3) 日本橋梁建設協会、“01 デザインデータブック”、(2001)

別紙 4-1 表 シャルピー衝撃試験条件

材質	1B-A3J04-O (規格材) ※
長時間熱処理	無し (初期材)、有り (300℃×1,000h)
供試材 No.	フラットバー ; No. 32、34 中空材 ; No. 36
試験方法	JIS Z 2242 準用
試験温度 (℃)	-40、室温、75、100、125、150、200、250
試験片形状	No. 32、34 : 10mm 幅 2mmV ノッチ (フルサイズ) No. 36 : 5mm 幅 2mmV ノッチ (サブサイズ)
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 代表的な靱性値を評価するため規格材を用いた。

別紙 4-2 表 初期材のシャルピー衝撃試験結果

供試材 No.	温度 (°C)	試験片サイズ※1	吸収エネルギー 平均値※2 (J)	衝撃値 平均値※2 (J/cm ²)	横膨出量 平均値※2 (mm)
No. 32 初期材	-40	フルサイズ			
	室温	フルサイズ			
	75	フルサイズ			
	100	フルサイズ			
	125	フルサイズ			
	150	フルサイズ			
	200	フルサイズ			
250	フルサイズ				
No. 34 初期材	-40	フルサイズ			
	室温	フルサイズ			
	75	フルサイズ			
	100	フルサイズ			
	125	フルサイズ			
	150	フルサイズ			
	200	フルサイズ			
250	フルサイズ				
No. 36 初期材	-40	サブサイズ			
	室温	サブサイズ			
	75	サブサイズ			
	100	サブサイズ			
	125	サブサイズ			
	150	サブサイズ			
	200	サブサイズ			
250	サブサイズ				

※1) No. 36 のみ、サブサイズ試験片を用いた。フルサイズ試験片とは、別紙 4-1 図に示す b_1 寸法のみ異なる。なお、フルサイズ ; $b_1=10\text{mm}$ 、サブサイズ ; $b_1=5\text{mm}$ である。

※2) 試験 N 数 3 の平均値。

別紙 4-3 表 長時間熱処理材 (300℃×1,000h) のシャルピー衝撃試験結果

供試材 No.	温度 (°C)	試験片サイズ※1	吸収エネルギー 平均値※2 (J)	衝撃値 平均値※2 (J/cm ²)	横膨出量 平均値※2 (mm)
No. 32 300℃ ×1000h	-40	フルサイズ			
	室温	フルサイズ			
	75	フルサイズ			
	100	フルサイズ			
	125	フルサイズ			
	150	フルサイズ			
	200	フルサイズ			
	250	フルサイズ			
No. 34 300℃ ×1000h	-40	フルサイズ			
	室温	フルサイズ			
	75	フルサイズ			
	100	フルサイズ			
	125	フルサイズ			
	150	フルサイズ			
	200	フルサイズ			
	250	フルサイズ			
No. 36 300℃ ×1000h	-40	サブサイズ			
	室温	サブサイズ			
	75	サブサイズ			
	100	サブサイズ			
	125	サブサイズ			
	150	サブサイズ			
	200	サブサイズ			
	250	サブサイズ			

※1) No. 36 のみ、サブサイズ試験片を用いた。フルサイズ試験片とは、別紙 4-1 図に示す b_1 寸法のみ異なる。なお、フルサイズ ; $b_1=10\text{mm}$ 、サブサイズ ; $b_1=5\text{mm}$ である。

※2) 試験 N 数 3 の平均値。

別紙 4-4 表 破壊靱性試験条件

材質	1B-A3J04-O (規格材) ※
長時間熱処理	無し (初期材)、有り (300℃×1,000h)
供試材 No.	フラットバー ; No. 32、34 中空材 ; No. 36
試験方法	ASTM E1820 準用
試験温度 (℃)	初期材 : 室温 熱処理材 : -40、室温、100、250
試験片形状	CT 試験片
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 代表的な靱性値を評価するため規格材を用いた。

別紙 4-5 表 初期材及び長時間熱処理材 (300℃×1,000h) の破壊靱性試験結果 (1/2)

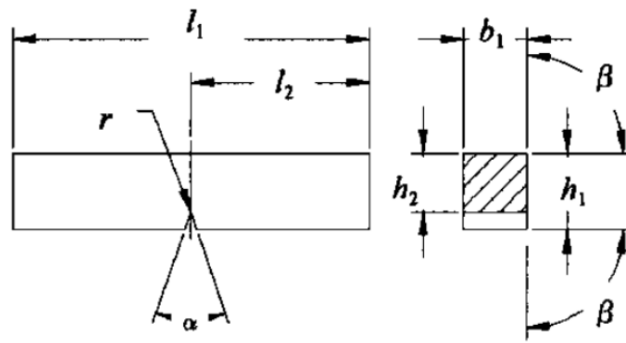
(a) 初期材

供試材 No.	温度	J _q 値 (kJ/m ²)
No. 32 初期材	室温	
No. 34 初期材		
No. 36 初期材		

別紙 4-5 表 初期材及び長時間熱処理材 (300°C×1,000h) の破壊靱性試験結果(2/2)

(b) 長時間熱処理材 (300°C×1,000h)

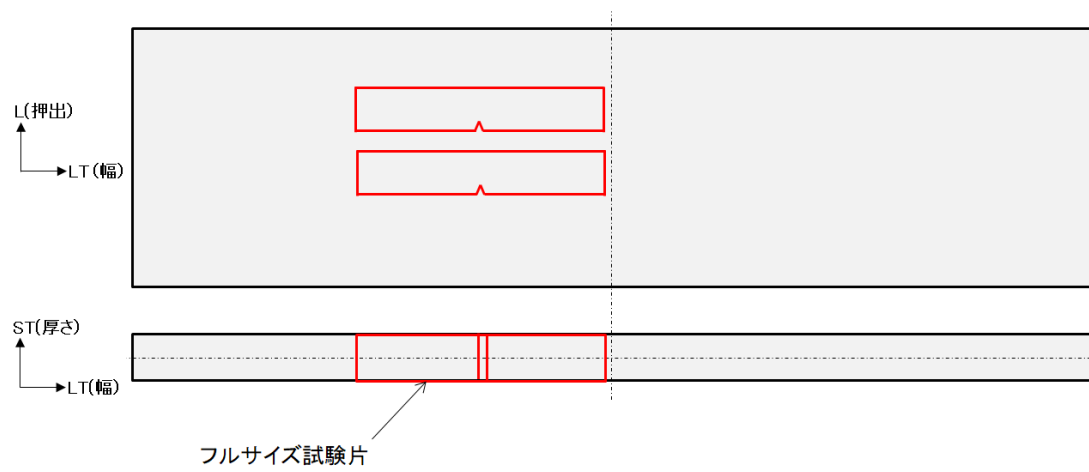
供試材 No.	温度 (°C)	J _q 値 (kJ/m ²)	供試材 No.	温度 (°C)	J _q 値 (kJ/m ²)
No. 32 300°C ×1000h	-40		No. 36 300°C ×1000h	-40	
	-40			-40	
	-40			-40	
	室温			室温	
	室温			室温	
	室温			室温	
	100			100	
	100			100	
	100			100	
	250			250	
	250			250	
	250			250	
供試材 No.	温度 (°C)	J _q 値 (kJ/m ²)			
No. 34 300°C ×1000h	-40				
	-40				
	-40				
	室温				
	室温				
	室温				
	100				
	100				
	100				
	250				
	250				
	250				



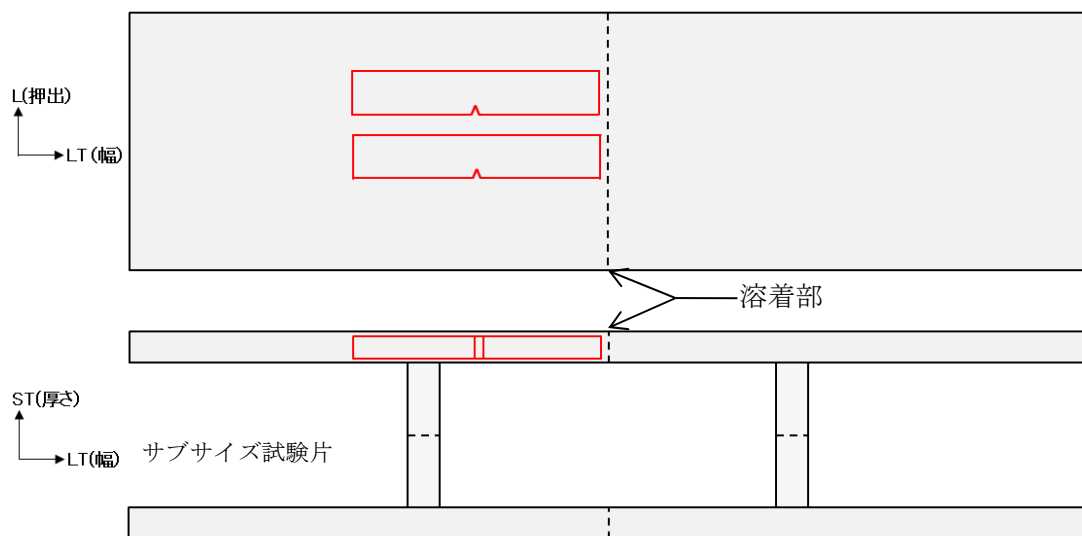
V ノッチ試験片

※) フルサイズ試験片 ; $b_1=10\text{mm}$ 、サブサイズ試験片 ; $b_1=5\text{mm}$
 その他の寸法はどちらの試験片サイズでも同じである。
 なお、ノッチは押出方向である。

別紙 4-1 図 シャルピー衝撃試験片



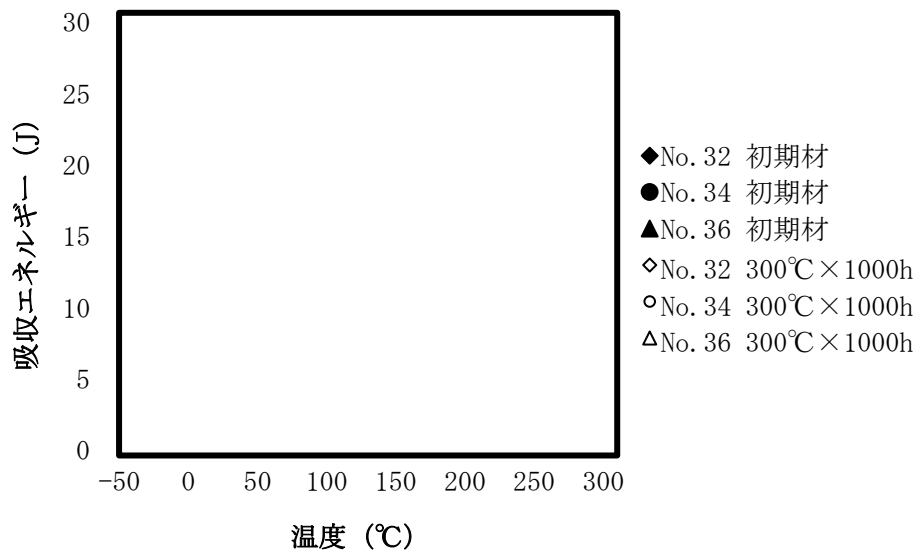
(a) フラットバー



※中空部の溶着部を避けて採取した。

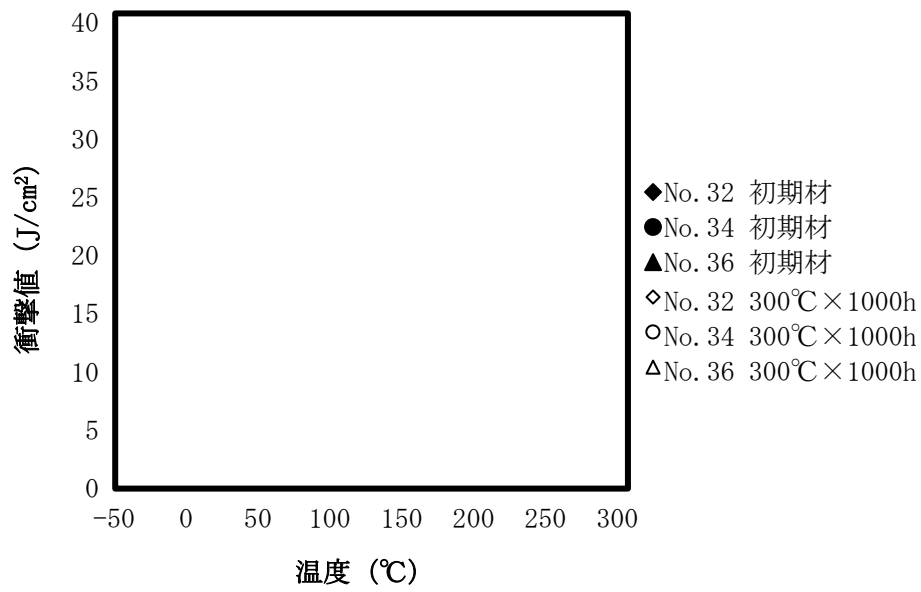
(b) 中空材

別紙 4-2 図 シャルピー衝撃試験片採取位置

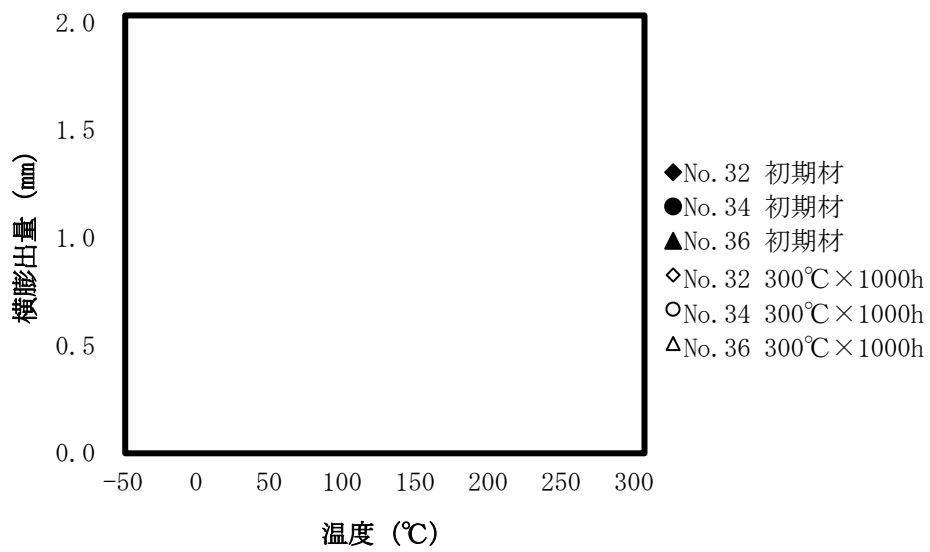


(a) 吸収エネルギー

別紙 4-3 図 シャルピー衝撃試験の結果 (1/2)



(b) 衝撃値

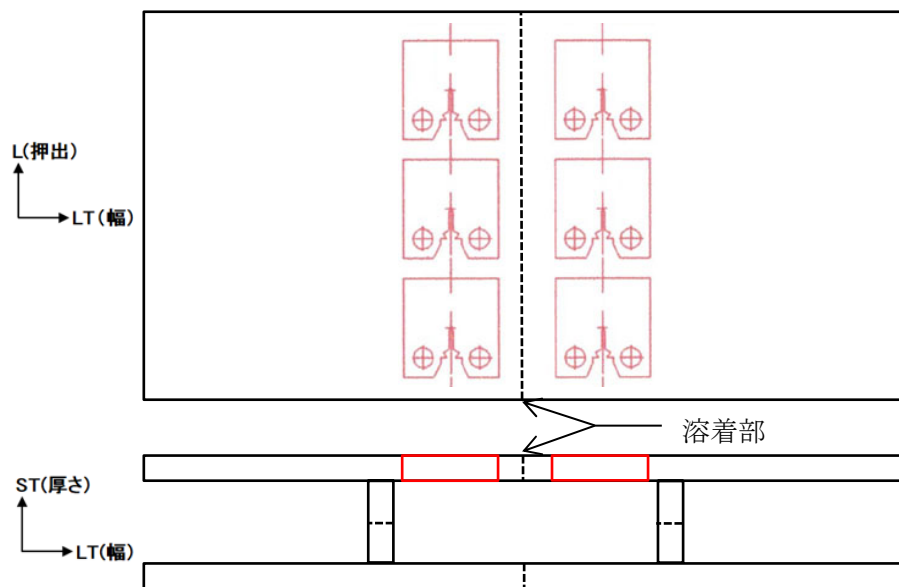


(c) 横膨出量

別紙 4-3 図 シャルピー衝撃試験の結果 (2/2)



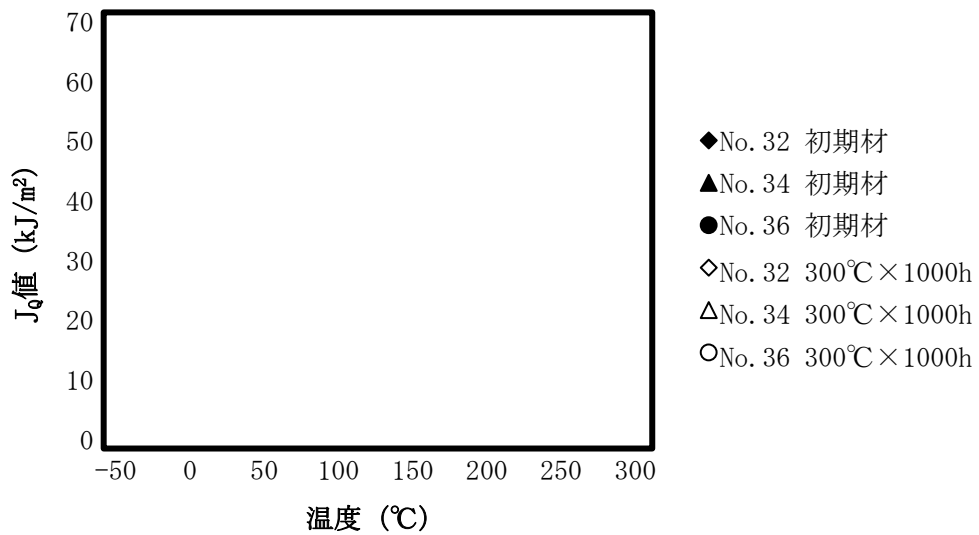
(a) フラットバー



※中空部の溶着部を避けて採取した。

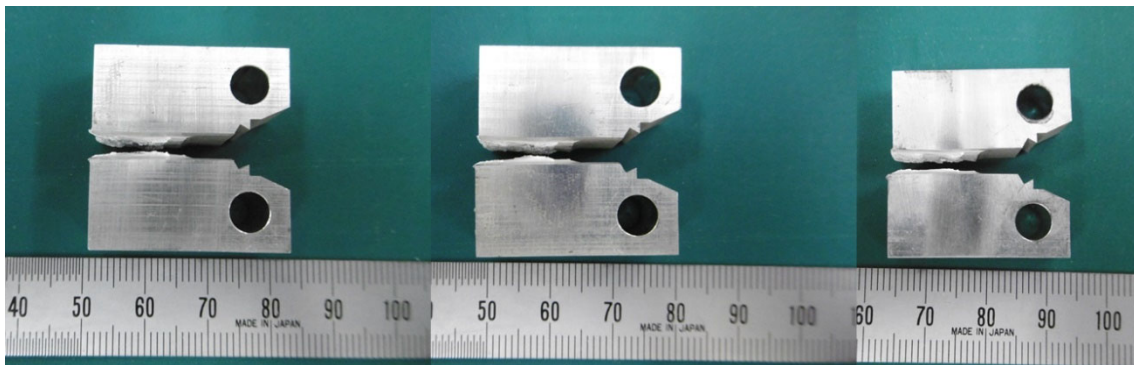
(b) 中空材

別紙 4-4 図 破壊靱性試験片 (CT 試験片) 採取位置



別紙 4-5 図 初期材及び長時間熱処理材 (300°C × 1,000h) の破壊靱性試験結果

△
2



(a) No. 32 (フラットバー)

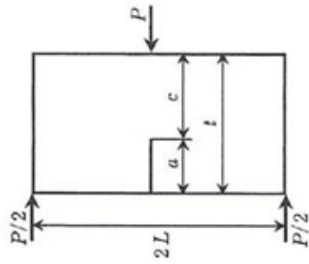
(b) No. 34 (フラットバー)

(c) No. 36 (中空材)

※試験温度 250°C の CT 試験片で代表させた。

別紙 4-6 図 試験後試験片の外観 (破壊靱性試験)

△
2



$$J = \frac{K(a_e)^2}{E'} + \alpha\sigma_0\varepsilon_0cH_1(P/P_0)^{n+1}$$

$$a_e = a + \phi\gamma_y$$

$$\gamma_y = \frac{1}{\beta\pi} \left(\frac{n-1}{n+1} \right) \left(\frac{K}{\sigma_0} \right)^2$$

$$\phi = \frac{1}{1 + (P/P_0)^2}$$

$$\beta = \begin{cases} 2 & \text{(平面応力)} \\ 6 & \text{(平面ひずみ)} \end{cases}$$

$$E' = \begin{cases} E & \text{(平面応力)} \\ E/(1-\nu^2) & \text{(平面ひずみ)} \end{cases}$$

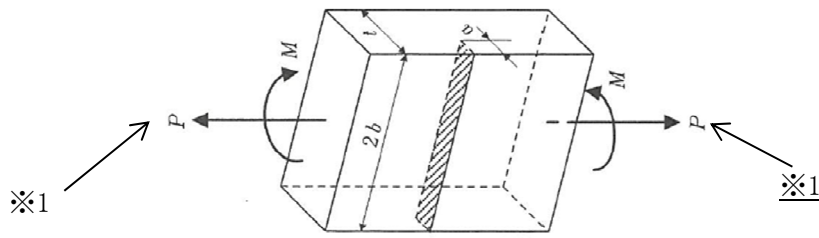
$$P_0 = \begin{cases} 0.536\sigma_0c^2/L & \text{(平面応力)} \\ 0.728\sigma_0c^2/L & \text{(平面ひずみ)} \end{cases}$$

※1

2

※1) J積分値の評価に用いた値、及び計算式を点線囲みで示す。

別紙 4-7 図 J積分値の評価モデル及び評価式²⁾



$$K = (F_m \sigma_m + F_b \sigma_b) \sqrt{\pi a}$$

$$\sigma_m = \frac{P}{2bt}, \quad \sigma_b = \frac{3M}{bt^2}$$

$$F_m = \sqrt{\frac{2t}{\pi a} \tan\left(\frac{\pi a}{2t}\right)} \frac{0.752 + 2.02 \frac{a}{t} + 0.37 \left[1 - \sin\left(\frac{\pi a}{2t}\right)\right]^3}{\cos\left(\frac{\pi a}{2t}\right)}$$

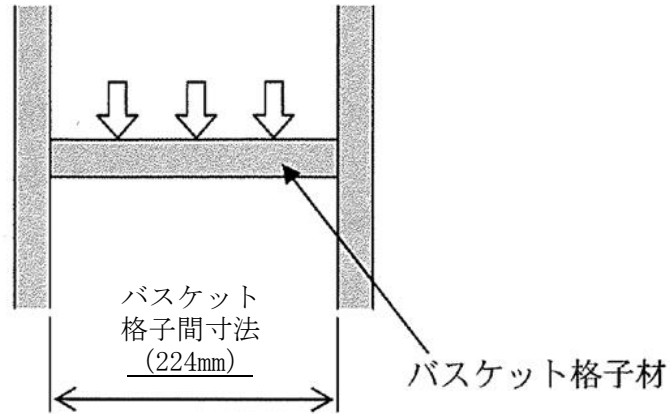
$$F_b = \sqrt{\frac{2t}{\pi a} \tan\left(\frac{\pi a}{2t}\right)} \frac{0.923 + 0.199 \left[1 - \sin\left(\frac{\pi a}{2t}\right)\right]^4}{\cos\left(\frac{\pi a}{2t}\right)}$$

※1) J積分値の評価モデルに合わせて曲げ応力で評価したため、P=0とした。

※2) 応力拡大係数Kの評価に用いた計算式を点線囲みで示す。

別紙4-8図 応力拡大係数Kの評価モデル及び評価式²⁾

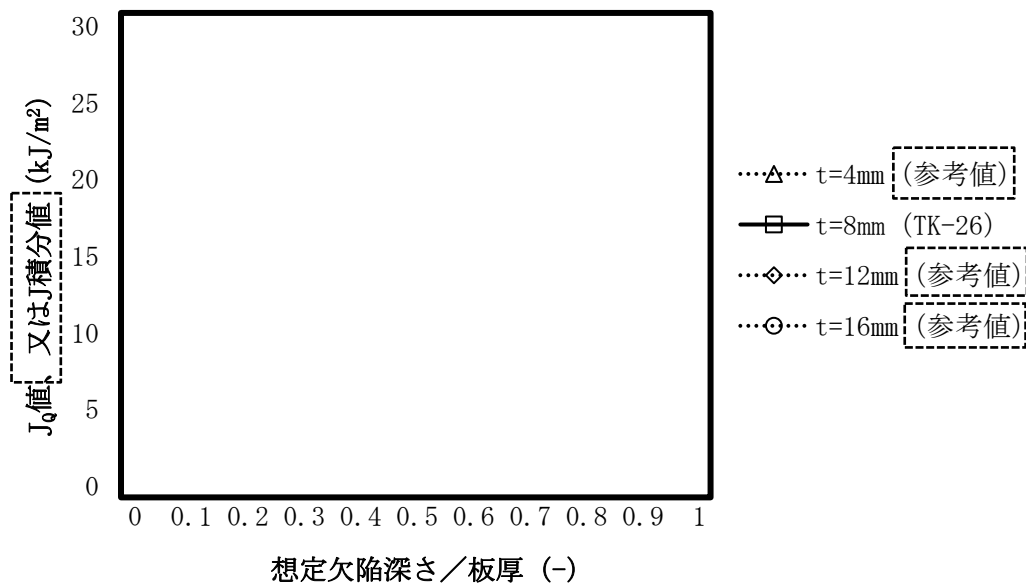
△
2



△
2

別紙 4-9 図 9m 水平落下事象でバスケットの強度評価に使用するモデル
(固定端・等分布荷重)

△
2



△
2

別紙 4-10 図 想定欠陥深さの板厚に対する比と Jq 値の相関関係

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の物性について

1. はじめに

TK-26 型のバスケットに適用するバスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の物性についてまとめたものである。

2. 材料特性（物性）

1B-A3J04-Oの初期材及び 300℃×1,000h*の長時間熱処理材の各物性を測定した結果、縦弾性係数、比熱、及び平均線膨張係数については有意な差がないことを確認した。熱拡散率、及び熱伝導率については、熱処理材の方が初期材と比較して若干大きな値を示す傾向が見られた。金属キャスクの設計ではこれらの物性値について、通常貯蔵時の除熱解析において保守側の設定となる初期材の値で代表させることとした。なお、長時間熱処理の前後で変化が見られなかった縦弾性係数、比熱、及び平均線膨張係数についても、初期材の試験結果を金属キャスク設計に使用することとした。

(1) 縦弾性係数

初期材及び 300℃×1,000h*の長時間熱処理材の縦弾性係数試験結果を別紙 5-1 図に示す。

この図に示す通り、初期材及び 300℃×1,000h*の長時間熱処理材について、熱処理の有無及び試験片採取方向による有意な差が無いことを確認した。

(2) 熱物性

初期材及び 300℃×1,000h*の長時間熱処理材の熱物性試験結果について、別紙 5-2 図に比熱、別紙 5-3 図に熱拡散率、別紙 5-4 図に熱伝導率をそれぞれ示す。

比熱については別紙 5-2 図に示すとおり、初期材及び 300℃×1,000h*の長時間熱処理材について、熱処理の有無及び試験片採取方向による有意な差が無いことを確認した。

熱拡散率については、別紙 5-3 図に示すとおり、試験片採取方向による有意な差が無いことを確認した。長時間熱処理材については、初期材よりも若干大きな値を示す傾向が見られた。なお、熱拡散率は、除熱解析に直接使用していない。

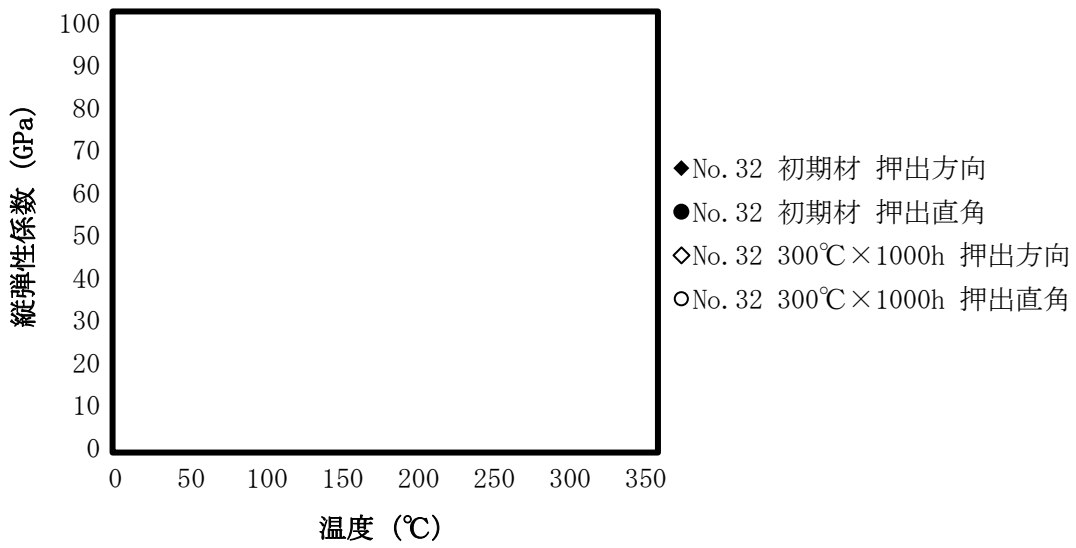
熱伝導率については、別紙 5-4 図に示すとおり、試験片採取方向による有意な差が無いことを確認した。長時間熱処理材については、初期材より若干大きな値を示す傾向が見られた。

(3) 線膨張係数

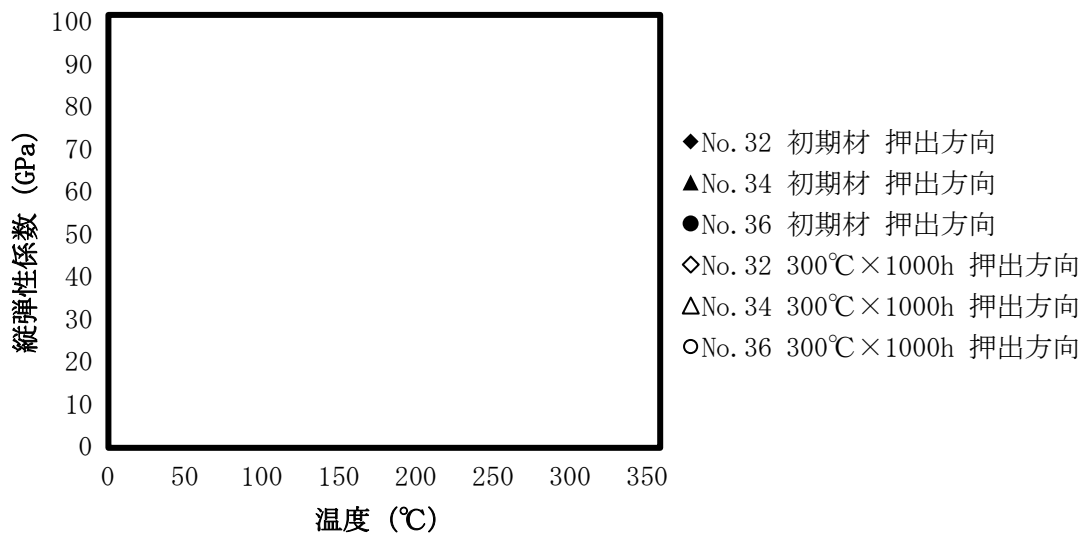
初期材及び $300^{\circ}\text{C} \times 1,000\text{h}^{*}$ の長時間熱処理材の熱物性試験結果について、別紙 5-5 図に線膨張係数をそれぞれ示す。

別紙 5-5 図に示す通り、初期材及び $300^{\circ}\text{C} \times 1,000\text{h}^{*}$ の長時間熱処理材について、熱処理の有無及び試験片採取方向による有意な差が無いことを確認した。

※) 供用期間（最大 60 年間）中の熱履歴を包絡するように設定した熱処理条件（別紙 2 参照）。

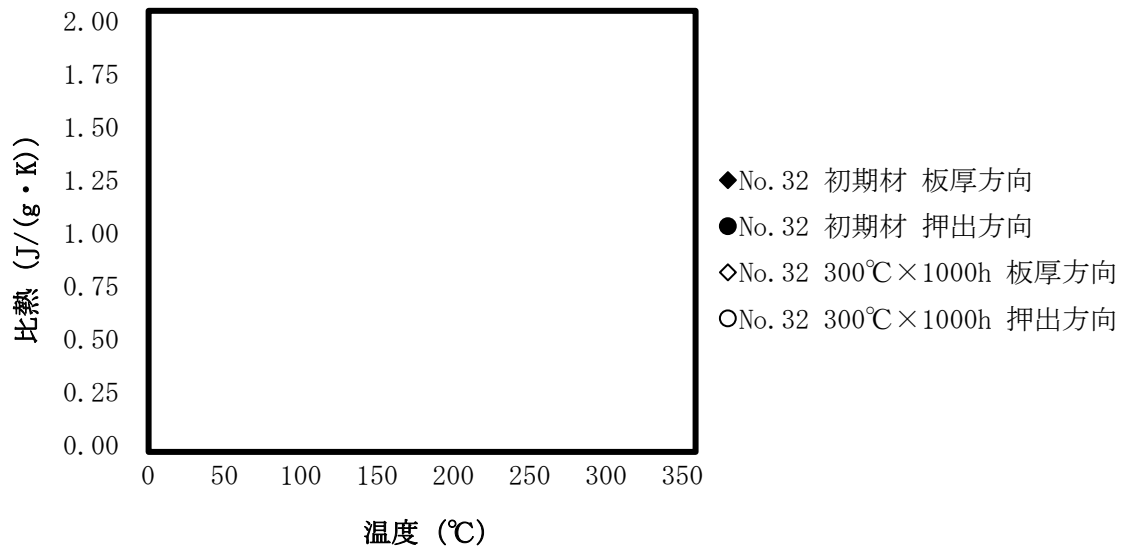


(a) 試験片採取方向による比較

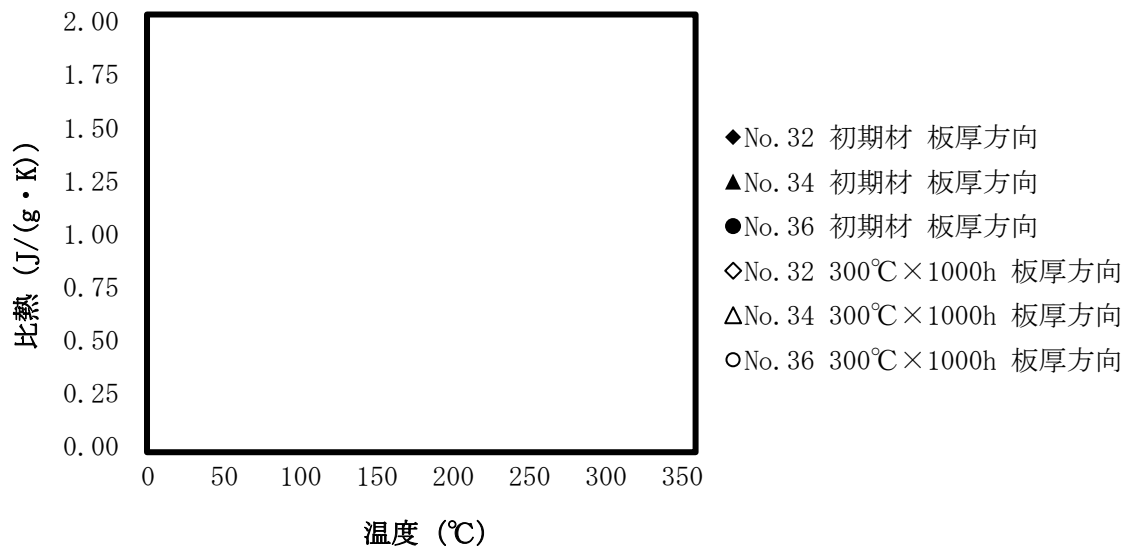


(b) 長時間熱処理の有無による比較

別紙 5-1 図 各温度における縦弾性係数

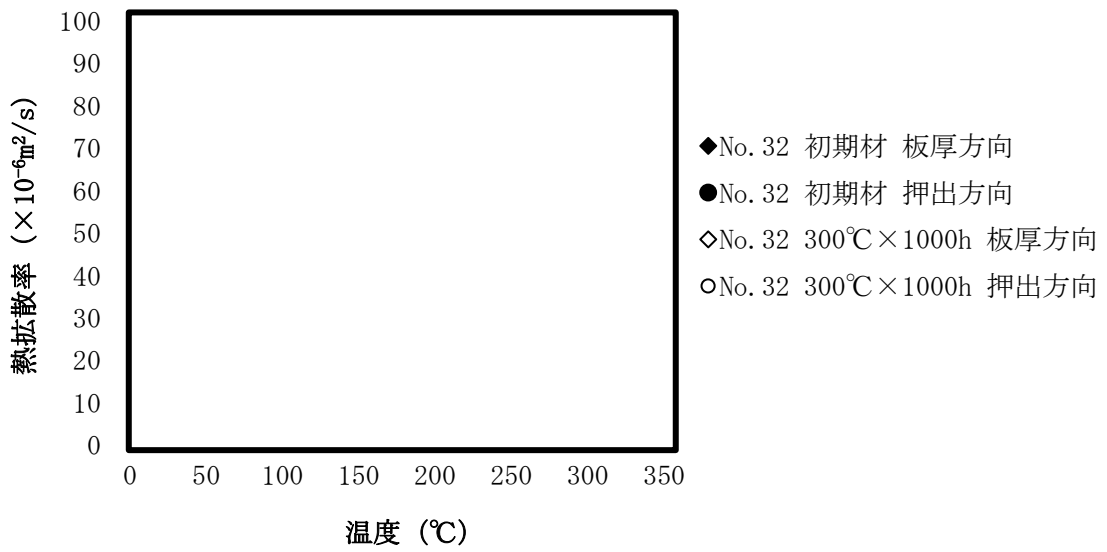


(a) 試験片採取方向による比較

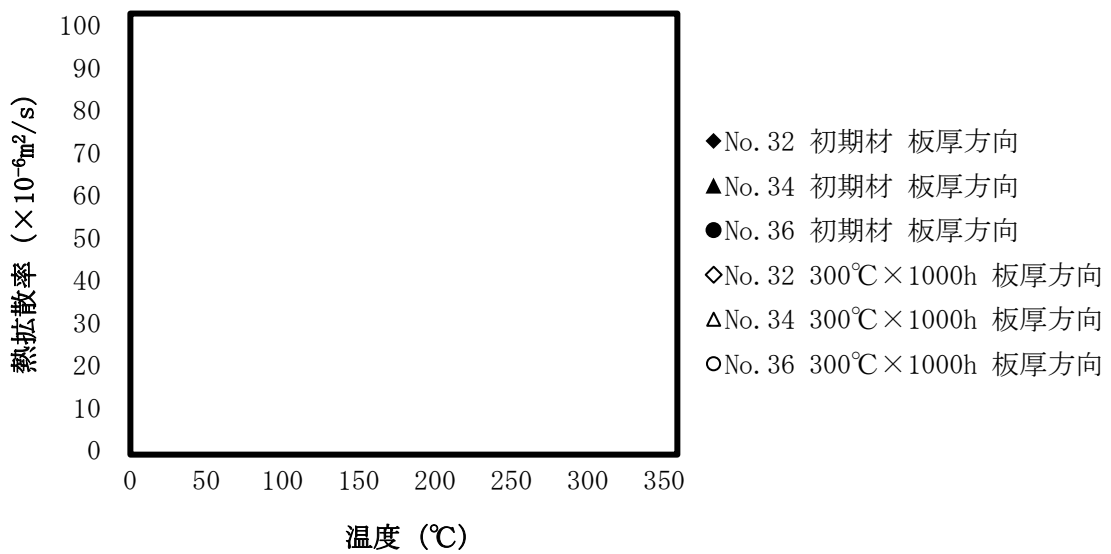


(b) 長時間熱処理の有無による比較

別紙 5-2 図 各温度における比熱

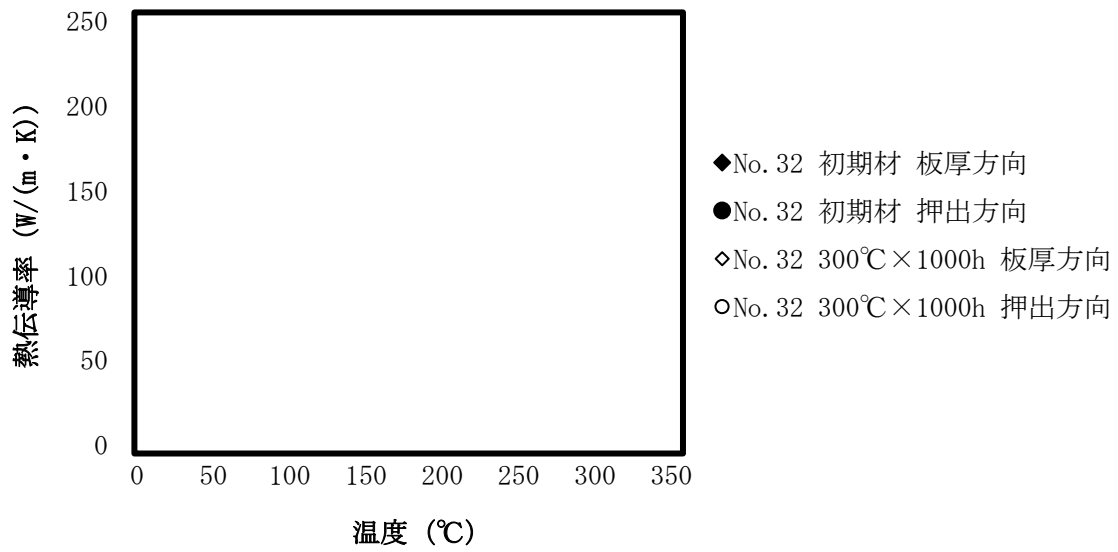


(a) 試験片採取方向による比較

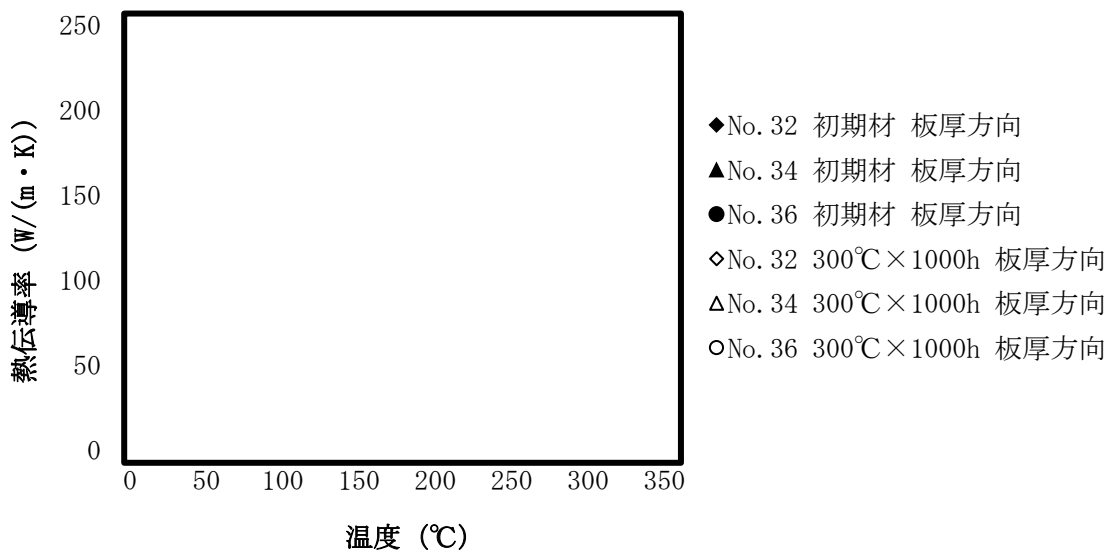


(b) 長時間熱処理の有無による比較

別紙 5-3 図 各温度における熱膨散率

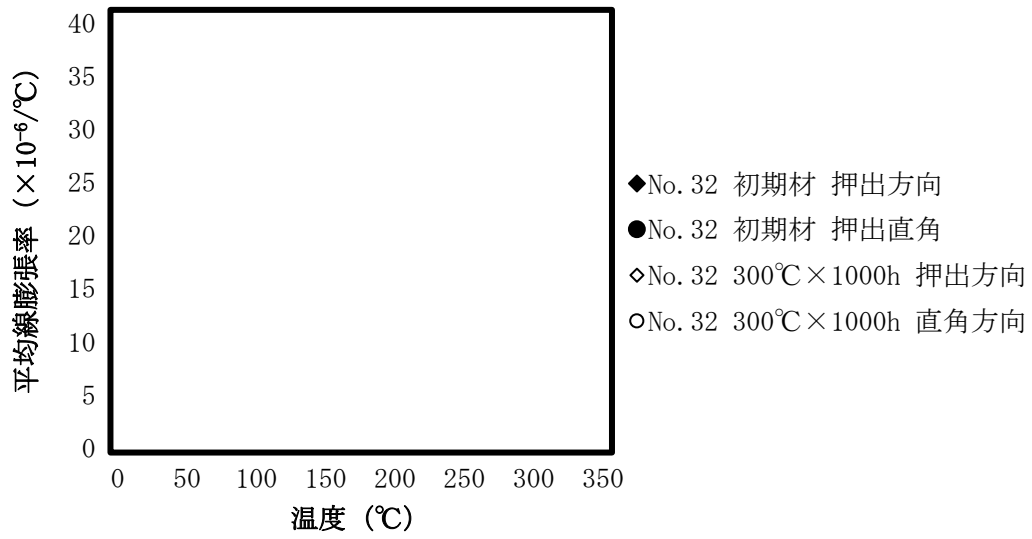


(a) 試験片採取方向による比較

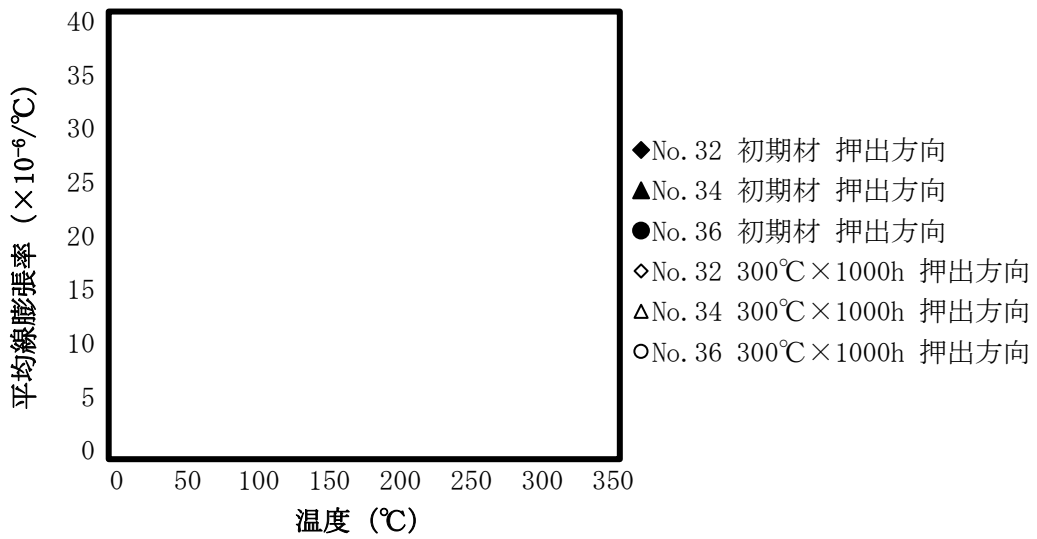


(b) 長時間熱処理の有無による比較

別紙 5-4 図 各温度における熱伝導率



(a) 試験片採取方向による比較



(b) 長時間熱処理の有無による比較

別紙 5-5 図 各温度における平均線膨張係数

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）のクリープ特性について

1. はじめに

本材料（1B-A3J04-O）のクリープ強度は、1B-A3J04-Oに替えて工業用純アルミニウム（A1100-O）のクリープデータ（文献値）を用いて評価されている。A1100-O材は、強度を高めるための元素が殆ど添加されておらず低強度であるため、かなり保守側の評価となる。本別紙では、1B-A3J04-Oについて実施した最大で約 2,000 時間までのクリープデータを A1100-Oのそれと比較することにより、当該クリープ強度の保守性を確認した。

加えて、最大 60 年間の供用期間中に生じる可能性があるクリープ変形（累積クリープひずみ）が、バスケット用材料の機械的特性に及ぼす影響についても検討した。

2. A1100-Oによるクリープ強度特性の評価の保守性について

2.1 試験条件

1B-A3J04-Oについて実施したクリープ試験の条件を別紙 6-1 表に示す。クリープ強度を保守的に評価するため、供試材には機械試験用供試材を用いた。

また、1B-A3J04-Oは、最大 60 年間の供用期間を包絡する長時間熱処理（300℃×1,000h）材を用いることとした。1B-A3J04-Oは本熱処理により殆ど強度低下を生じないことが確認されているが（別紙 2）、長時間熱処理材を用いることはクリープ特性の評価をする上で定性的に保守側の条件と言える。

2.2 試験結果

1B-A3J04-Oについて実施したクリープ試験の結果を別紙 6-2 表に示す。また、別紙 6-1 図に 1B-A3J04-Oの最小クリープ速度特性を、別紙 6-2 図にクリープ破断特性を示す。これらの図では、試験により得られた 1B-A3J04-Oのクリープ試験データと A1100-Oの文献データを比較した。ここで、これらの図に示した 1B-A3J04-Oの LMP は、A1100-Oのデータ解析から求めた定数 C と同じ値を用いて計算した。

最小クリープ速度特性とクリープ破断特性の両方で、1B-A3J04-Oは A1100-Oよりも明らかに上側に位置している。したがって、A1100-Oのデータを基に 1B-A3J04-Oのクリープ強度を評価することには、十分な保守性があると言える。

3. クリープの影響について

3.1 長期荷重（応力）

TK-26 型のバスケットは、複数のスリットを施したバスケット格子材を菓子折状に積み重ねた多層構造をしている。バスケット格子材どうしの箆合部には、組立性を考慮し

て寸法上の遊び（クリアランス）を設けている。さらに、最高使用温度においても熱膨張によりバスケット外周部が本体胴内面に拘束されることのない設計となっている。このため、貯蔵中に考慮すべき長期荷重（応力）はバスケットの自重のみ（1MPa 未満）となる。

3.2 クリープの影響評価

バスケット用材料に生じる累積クリープひずみは、0.1%～1%程度であれば機械的特性に及ぼす影響は無視できることが報告されている¹⁾。ここで、バスケットの最高使用温度を保守的に切り上げた 230℃が 60 年間維持される条件で、累積クリープひずみが 0.1%に達する応力条件を評価する。

A1100-O の最小クリープ速度特性は、別紙 6-1 図のとおり下式で表される。

$$\text{LMP} = (T + 273.15) \times (19 - \log \dot{\epsilon}) = -5.425 \times 10^3 (\log \sigma) + 1.738 \times 10^4$$

ここで、

- T : 試験温度 (°C)
ε̇ : 最小クリープ速度 (1/h)
σ : 応力 (MPa)

また、累積クリープひずみが 0.1%に至るためのクリープひずみ速度は、以下のとおり求められる。

$$\dot{\epsilon} = \frac{0.1/100}{60 \times 365.25 \times 24} = 1.9 \times 10^{-9} (h^{-1})$$

この値と 230℃を上記 LMP の式に代入すると、

$$\text{LMP} = 1.395 \times 10^4$$

となるので、求める応力条件は以下ようになる。

$$\sigma = 4.3 \text{ (MPa)}$$

前項で述べた通り、TK-26 型のバスケットにおける長期荷重（応力）は 1MPa 未満であるから、バスケットの累積クリープひずみは、60 年後においても 0.1%以上となることはない。したがって、累積クリープひずみがバスケット用材料の機械的特性に及ぼす影響は無視できる。

参考文献)

- 1) (独)原子力安全基盤機構、“平成 15 年度金属キャスク貯蔵技術確証試験報告書”、p. 327-p. 330、(平成 16 年 6 月)

別紙 6-1 表 1B-A3J04-O のクリープ試験条件

材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材) ※1
長時間熱処理	有り (300℃×1,000h) ※2
試験片形状	φ6 つば付き試験片
試験片方向	押出直角方向
試験方法	JIS Z 2271 準用
評価材料標本数	3
試験温度(℃)	150、175、200、225、250、275
試験 N 数	各供試材・各温度につき 1 個
供試材 No.	フラットバー : No. 22、24 中空材 : No. 20

※1) クリープ強度を安全側に評価するため、機械試験用供試材を用いた。

※2) クリープ強度を安全側に評価するため、長時間熱処理 (300℃×1,000h) 材を用いた。

別紙 6-2 表 1B-A3J04-O のクリープ試験結果 (1/3)

(a) フラットバー (No. 22)

温度: T (°C)	応力: σ (MPa)	実績破断時間: tr (h)	最小クリープ速度: $\dot{\epsilon}$ (%/h)
175			
200			
225			
250			
275			
150			
175			
225			
250			
275			
150			
175			
200			
250			
275			

別紙 6-2 表 1B-A3J04-O のクリープ試験結果 (2/3)

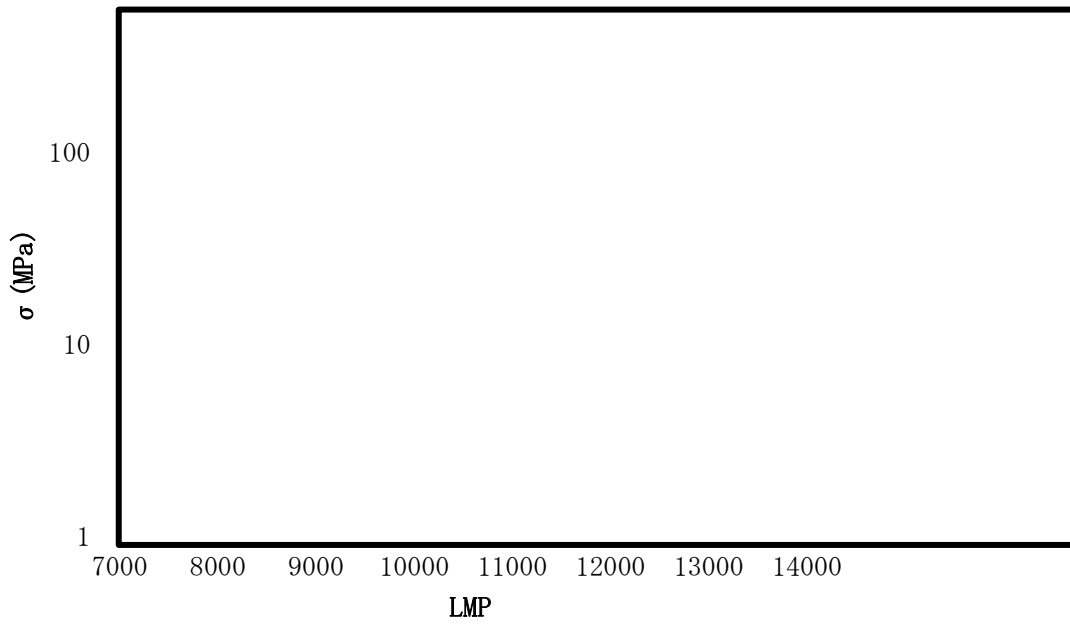
(b) フラットバー (No. 24)

温度: T (°C)	応力: σ (MPa)	実績破断時間: t_r (h)	最小クリープ速度: $\dot{\epsilon}$ (%/h)
175			
200			
225			
250			
275			
150			
175			
200			
225			
275			
150			
175			
200			
225			
250			
275			

別紙 6-2 表 1B-A3J04-O のクリープ試験結果 (3/3)

(c) 中空材 (No. 20)

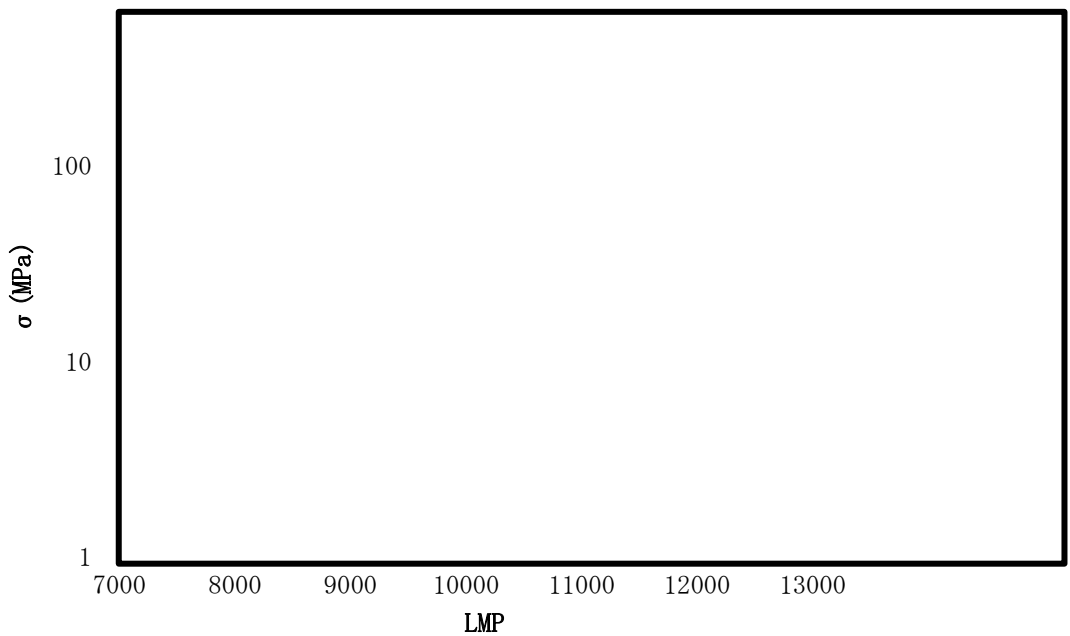
温度:T (°C)	応力: σ (MPa)	実績破断時間: t_r (h)	最小クリープ速度: $\dot{\epsilon}$ (%/h)
175			
200			
225			
250			
275			
150			
175			
200			
225			
250			
275			
150			
200			
225			
250			
275			



$$LMP = (T + 273.15) \times (19 - \log \dot{\epsilon})$$

T : Temperature(°C) / $\dot{\epsilon}$: Minimum creep rate(h⁻¹)

別紙 6-1 図 最小クリープ速度特性の比較



$$LMP = (T + 273.15) \times (18 + \log tr)$$

T : Temperature(°C) / t : Creep rupture time(h)

別紙 6-2 図 クリープ破断特性の比較



バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の製造管理について

1. はじめに

TK-26 型のバスケットに適用するバスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の製造管理についてまとめたものである。

2. 製造管理について

1B-A3J04-Oは、JIS H 4100 等の関連規格を参照し、別紙 7-1 表に示す製造管理項目リストに従い、安定した品質となるよう管理し、製造している。別紙 7-2 表に、JIS H 4100 の規定を適用する検査項目と本申請で規定する検査項目を一覧表にして示す。

3. 製造工程について

本申請材料の製造条件を別紙 7-3 表に、製造工程を別紙 7-1 図に示す。また、製造工程、及び貯蔵期間中に本材料が受ける熱履歴を別紙 7-2 図に示す。

製造工程では、初めに大気溶解により溶湯の成分調整を行う。次に、別紙 7-2 図に示す DC (Direct Chill) 鋳造を経てビレットを製造する。ここでは、水冷されたモールド内にボトムブロックをセットし、溶湯を注湯後徐々にボトムブロックを下降させながらビレットは水スプレーで冷却・凝固され、さらに下方では、成形されたビレットが冷却水に浸漬される。ビレットが所定の長さに達したところで、ボトムブロックの下降を停止し、ビレットを取り出す。押出工程では、ガスバーナー炉でビレットを所定の温度まで加熱し、軟化させてから押出プレス装置で製品の断面形状へと成型される。その後、押出加工後の曲がり等を矯正するために引張矯正が行われる。最後にO材処理を行い、切断されて最終製品となる。

別紙 7-1 表 1B-A3J04-Oの製造管理項目

工程			製造管理項目	管理程度※			
概要	細目			材料保証	製造管理		
①	合金溶解	溶解／検査	化学組成	○	—		
②	ピレット成型 (鑄造)	鑄造	外観、寸法	—	○		
③	均質化熱処理	均質化熱処理	温度、保持時間	—	○		
④	熱間押出	製造条件	押出条件	—	○		
			引張矯正			矯正量	
⑤	焼鈍	○材熱処理	温度、保持時間	—	○		
⑥	切断・加工	切断	長さ	—	○		
		試験片採取	採取位置と採取数	—	○		
⑦	検査	製品検査		○	—		
		材料特性 (初期材)	材料試験	引張試験 (0.2%耐力、引張強さ、伸び)		○	—
				組織観察 (必要に応じ)		○	—
⑧	梱包	梱包	員数・荷姿	—	○		

※) メーカー自主管理項目を含む。

別紙 7-2 表 JIS H 4100 の規定を適用する検査項目及び本申請で規定する検査項目

JIS H 4100 の項目※1	JIS H 4100 の規定※2	本申請の規定※3
5 品質		
5.1 外観	○	—
5.2 化学成分	—	○
5.3 機械的性質	—	○
5.4 曲げ特性	—	—
5.5 導電率	—	—
6 寸法の許容差及び形状		
6.1 断面寸法の許容差	○※4	—
6.2 長さの許容差	○	—
6.3 角度の許容差	○	—
6.4 曲がり	○	—
6.5 平らさ	○	—
6.6 ねじれ	○	—
6.7 外郭形状	○	—
6.8 隅角の半径の指定部に対する許容差及び隅角の半径	○※4	—
7 試験		
7.1 分析試験	○	—
7.2 引張試験	○	—
7.3 硬さ試験	—	—
7.4 曲げ試験	—	—
7.5 導電率	—	—
7.6 応力腐食割れ試験	—	—
7.7 試験片の採取数	—	—
8 検査	○	—

※1) JIS H 4100 (2015) の項目を参照した

※2) 凡例 ○：適用する / —：適用しない

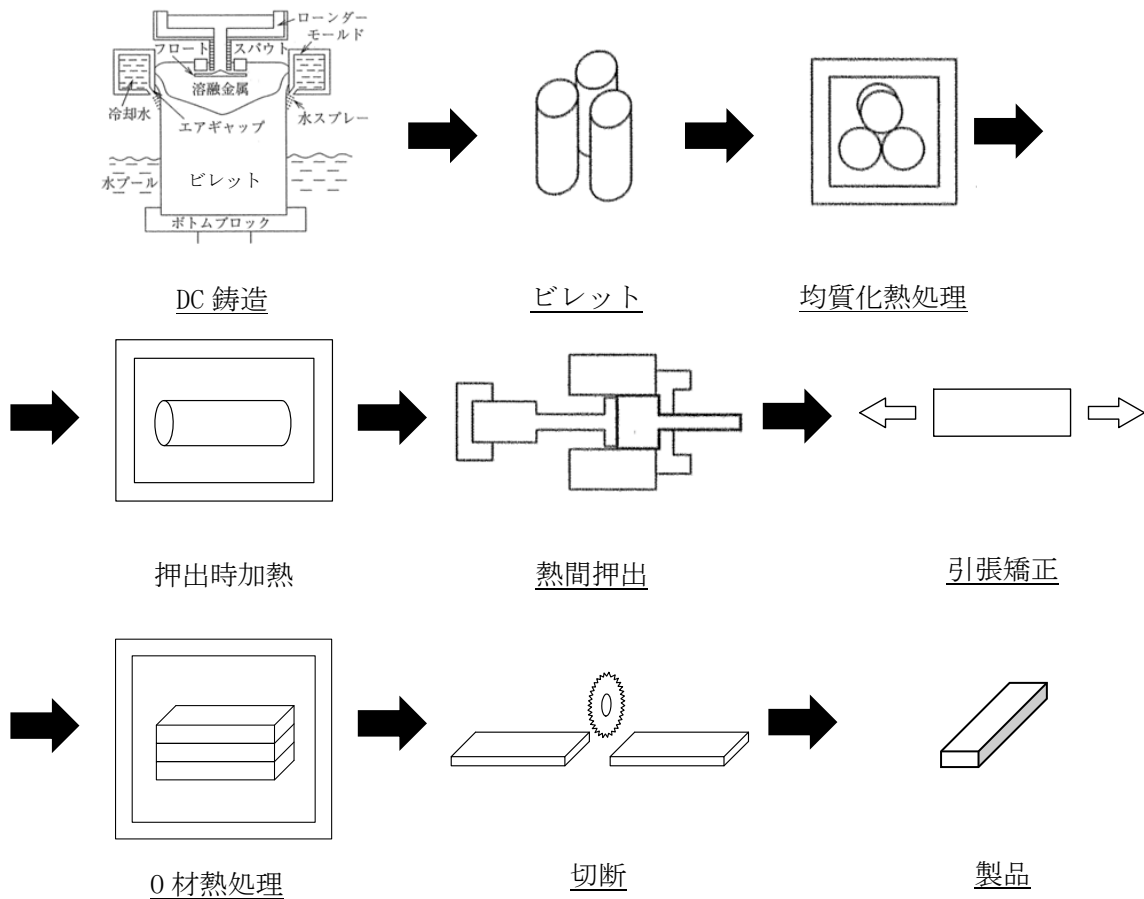
※3) 凡例 ○：規定する / —：規定しない

※4) 合金グループ 1 を適用する。

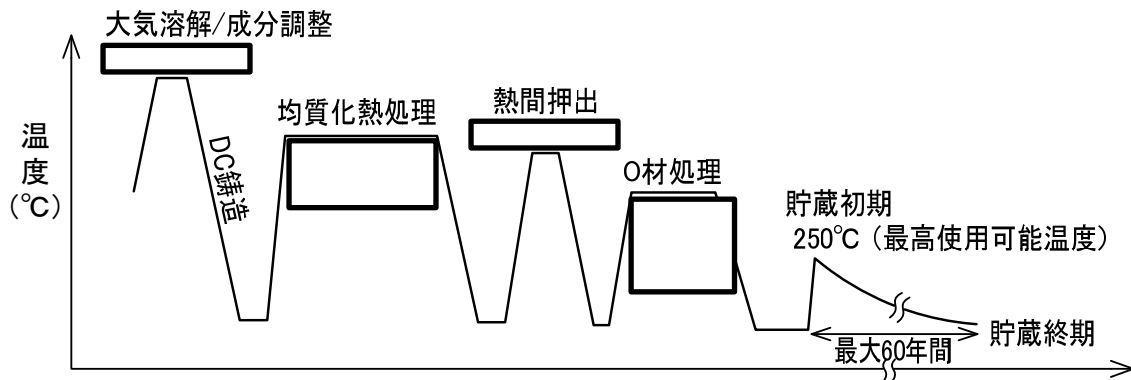
別紙 7-3 表 製造条件、及び長時間熱処理条件

製造工程	熱処理温度 (°C)	熱処理時間	冷却条件	雰囲気
溶解 (成分調整)				大気
均質化熱処理				大気
押出時加熱温度				大気
引張矯正	室温	—	—	大気
○材処理				大気
長時間熱処理	300	1,000h	炉冷※1	大気

※1) 約 10°C/h で約 80°Cまで徐冷し、その後常温となるまで空冷。



別紙 7-1 図 製造工程



別紙 7-2 図 製造工程、及び貯蔵期間中の熱履歴

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の溶着部の引張特性について

1. はじめに

本材料（1B-A3J04-O）の中空材には、押出工程で溶着部が形成される（参照；図 7-13、及び図 7-14）。この溶着部は、ポートホールダイスを用いて中空材を製作すると必ず形成されるものであるが、製品の機能上問題になることはない。

本別紙では、溶着部を標点間距離の中央に含む引張試験片を用いて取得した強度特性について述べる。さらに、常温の規格値の妥当性についても検討する。

2. 溶着部の引張試験

溶着部の引張特性を取得するため、別紙 8-1 図(a)に示す箇所^{△2}で試験片を採取した。なお、供試材には、材料の代表的な特性を取得するため規格材を用いた。試験片の長手方向は、押出直角方向とした。リファレンスとして、溶着部を含まない一般部（押出直角方向）、及び一般部（押出方向）からも試験片を採取し、室温で引張試験を実施した。これらの試験片採取箇所を、別紙 8-1 図(b)、及び(c)に示す。^{△2}

別紙 8-1 表に試験結果を、別紙 8-2 図に各試験片採取位置に関する強度特性の比較を示す。別紙 8-2 図からわかるように、溶着部（押出直角方向）の強度は一般部（押出直角方向）のそれと比較して若干小さくなる傾向が見られた。一方、一般部（押出方向）の強度と比較すると、ほぼ同程度になる傾向が見られた。

3. 常温の規格値の妥当性について

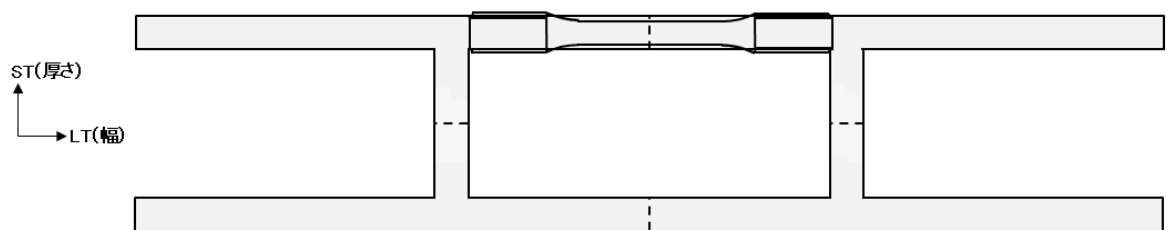
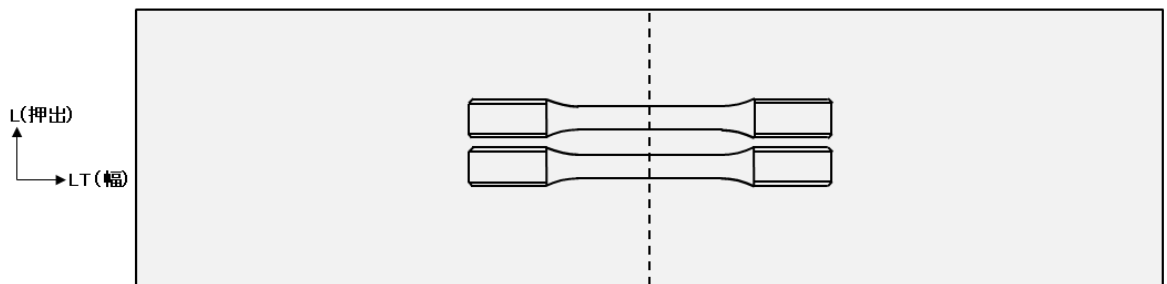
上述したように、溶着部（押出直角方向）と一般部（押出方向）の強度特性はほぼ同程度であった。また、別紙 8-2 図には、表 10-4 のデータより求めた機械試験用供試材（中空材、長時間熱処理材）の押出方向の平均値を破線で示している。この値は、0.2% 耐力、引張強さともに規格材の溶着部（押出直角方向）の値を下回っている。さらに、実線で示した常温の規格値（ S_y 、及び S_u ）はより低い値を示している。したがって、機械試験用供試材（長時間熱処理材）の押出方向から取得した表 10-4 の強度データを用いて設定した常温の規格値は妥当と言える。

別紙 8-1 表 中空材の溶着部の引張試験結果（平均値）

材質	1B-A3J04-O（規格材）※1			
長時間熱処理	無し（初期材）			
供試材 No.	中空材；No. 36			
試験方法	JIS Z 2241 準用			
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片			
試験片方向	押出直角方向（溶着部）、押出直角方向（一般部）、押出方向			
試験温度	室温			
試験 N 数※2	各試験片方向当たり 3 個			
	0.2%耐力	引張強さ	伸び	絞り
	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)
押出直角方向 （溶着部）				
押出直角方向 （一般部）				
押出方向				

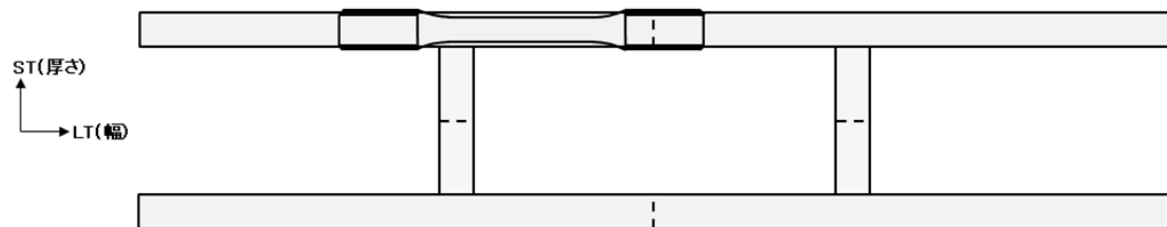
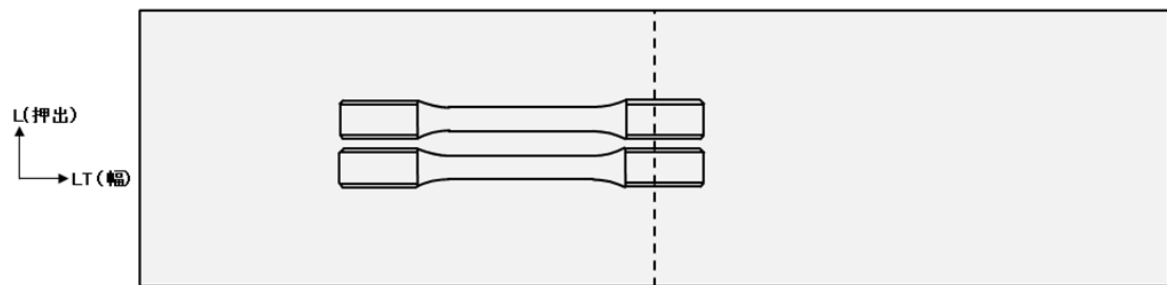
※1) 材料の代表的な特性を取得するため、規格材を用いた。

※2) 同じ条件での繰り返し試験回数



※) 破線部は溶着部を示す。

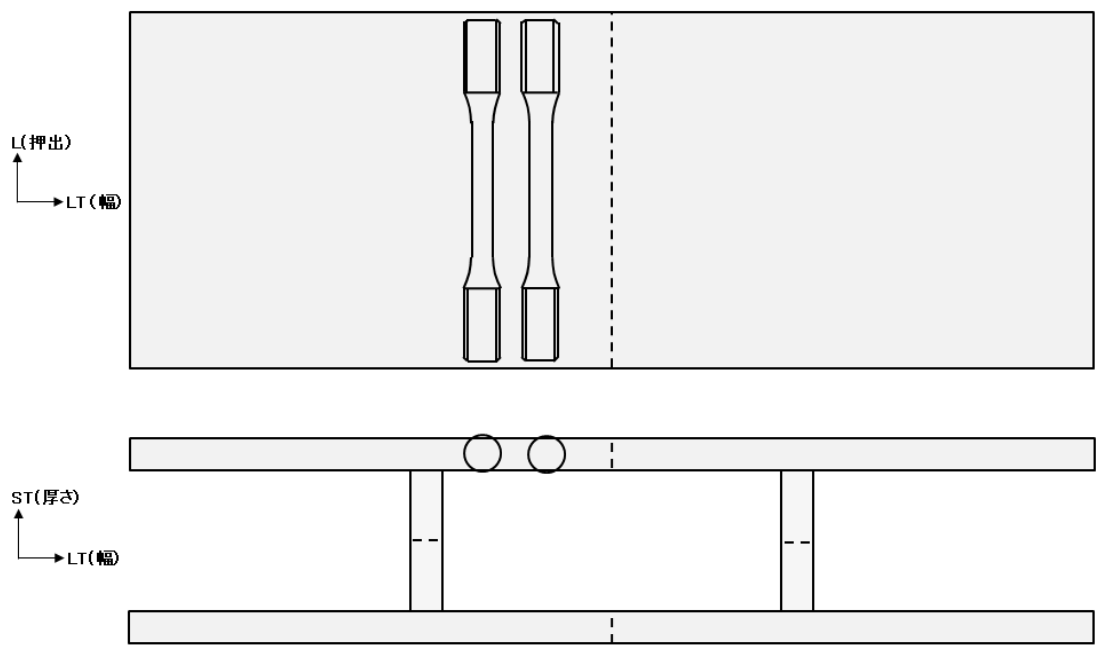
(a) 溶着部 (押出直角方向)



※) 破線部は溶着部を示す。

(b) 一般部 (押出直角方向)

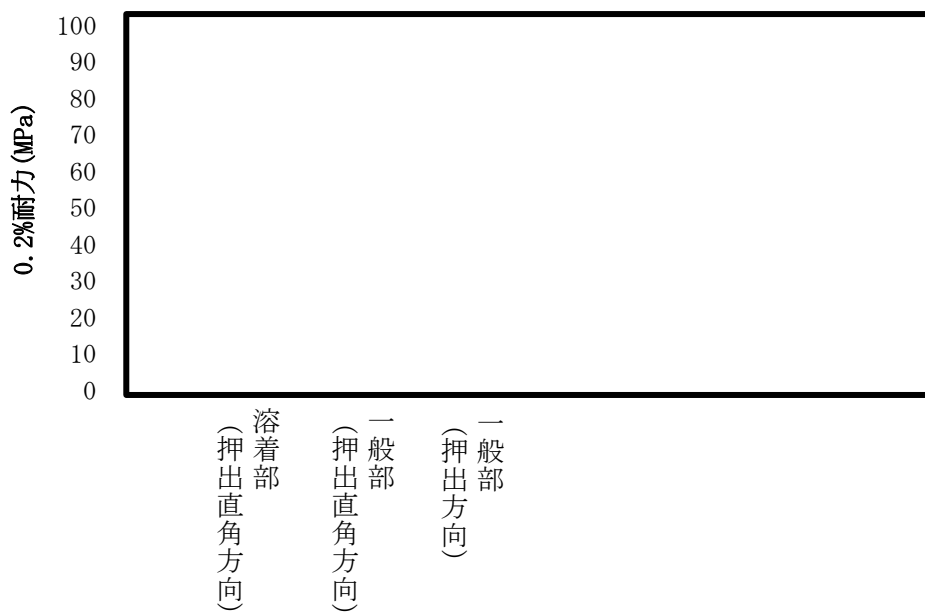
別紙 8-1 図 引張試験片の採取位置 (1/2)



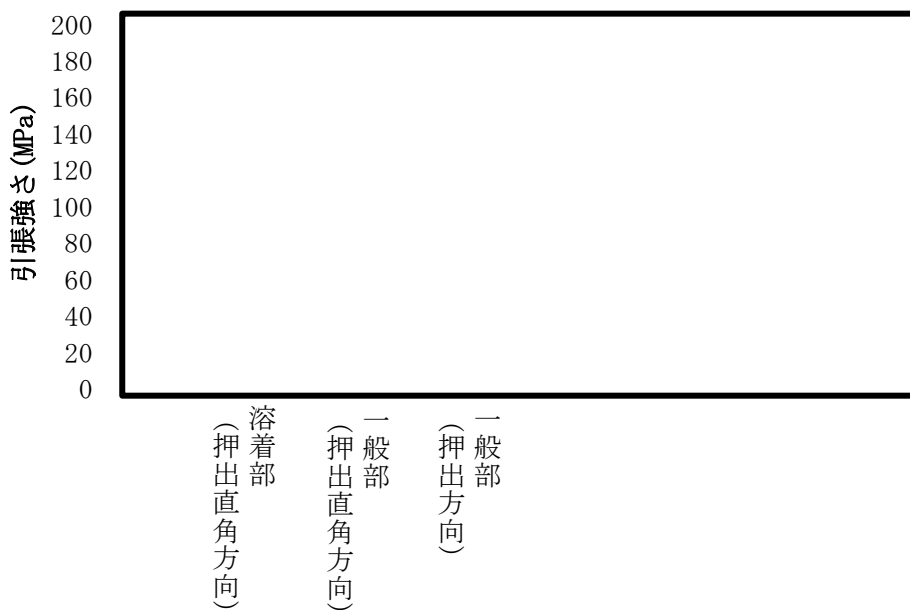
△
2

(c)一般部 (押出方向)

別紙 8-1 図 引張試験片の採取位置 (2/2)



(a) 0.2%耐力



(b) 引張強さ

別紙 8-2 図 溶着部と一般部の強度特性の比較

溶着部の引張特性に係る追加説明

A1. はじめに

別紙 8 本文では、溶着部の強度特性の調査結果から、常温の規格値 (S_y 、及び S_u) の設定が妥当であることについて説明した。本付録 1 では、溶着部のマイクロ組織観察、引張試験片における破断箇所、引張試験片の破面観察、及び長時間熱処理後 (300°C × 1,000 時間) の強度特性について説明する。

A2. 溶着部のマイクロ組織について

供試材 No. 36 (規格材) について、光学顕微鏡を用いたマイクロ組織観察を行った。別紙 8A-1 図に、溶着部、及び溶着部以外の一般部 (以降、「一般部」という。) のマイクロ組織観察位置を示す。一般部は、溶着部のマイクロ組織と比較するために観察した。

別紙 8A-2 図に、溶着部のマイクロ組織を示す。低倍率画像では、中央部でコントラストの違いにより接合面が認められる。接合面がほぼ中央部になるように拡大した高倍率画像では、一様な等軸粒組織となっており、接合面に対応する位置において不連続な組織状態は認められない。また、金属間化合物の凝集・粗大成長なども認められない。これは溶着という接合方法が、上述したように金属の熔融を伴わないためである。したがって、溶着部において欠陥やほう素化合物の変化等は認められず、接合面のマイクロ組織は連続的となっていることから、接合方法として問題ないと判断される。

別紙 8A-3 図に、溶着部と比較するために取得した一般部のマイクロ組織を示す。低倍率画像、及び高倍率画像から、板厚方向に薄く、幅方向に伸びた結晶粒が板厚方向に積層した状態となっており、等軸粒組織は認められなかった。溶着部では、押出時にメタルフローの影響によりひずみが入りやすくなっており、その結果再結晶による等軸粒組織が生じたと判断される。一方、一般部では溶着部のような接合面が存在しないため、再結晶を生じるほどのひずみは導入されないと判断される。一般に、再結晶した材料は軟化する傾向にあるが、本申請材料の設計降伏点 (S_y)、及び設計引張強さ (S_u) の設定においては、溶着部の強度が包絡されていることを確認している。この点については、以下の A3 章及び A6 章で詳細に説明する。

A3. 溶着部の引張試験片破断箇所について

別紙 8 本文で説明した、供試材 No. 36 (規格材) の溶着部に関する引張試験について、破断箇所を示す試験後試験片の写真を別紙 8A-4 図に示す。比較のため、一般部の試験後試験片も合わせて示す。別紙 8A-1 表に、これら引張試験の試験条件を示す。

溶着部の試験片では、3 本中 3 本とも破断箇所が中央に位置しているのに対し、一般部

の試験片では中央で破断したのは3本中1本のみであった。残り2本については、標点間距離の比較的端部で破断している。なお、この破断はB破断であり試験結果として採用することに問題ない。別紙8A-4図には、60年間の熱履歴を包絡する長時間熱処理（300℃×1,000h）を施した本合金の引張試験片を示した。この熱処理材では、溶着部、一般部（計6本）の全てで破断箇所は中央部である。

A2章で示したように、溶着部の接合面近傍では、再結晶により生じた等軸粒組織が認められる。一般に、再結晶した材料は軟化することが知られているため、溶着部では一般部と比較して強度が低下する可能性がある。実際に、別紙8-1表に示した引張試験では、溶着部の0.2%耐力、及び引張強さが一般部と比較して若干低下する傾向が確認されている。したがって、引張試験では、溶着部の接合面近傍で破断しやすい傾向にあるが、室温における設計降伏点 S_y 、及び設計引張強さ S_u は溶着部の強度レベルに対して安全側の設定となっているため問題ない（別紙8-2図参照）。

A4. 溶着部の引張試験片の破面形態について

別紙8A-4図に示した試験後の引張試験片について、実体顕微鏡による破面形態の観察を行った。別紙8A-5図に示す初期材の溶着部の破面では、斜め45度の面による破面の形成が認められることから、接合面の剥がれなどは生じていないと判断される。さらに、別紙8A-6図に初期材の一般部の破面、別紙8A-7図に長時間熱処理材（300℃×1,000h）の溶着部の破面、別紙8A-8図に長時間熱処理材（300℃×1,000h）の一般部の破面を示すが、いずれも斜め45度の面による破面の形成が認められており長時間熱処理後においても、接合面の剥がれによる破壊は生じないと判断される。

A5. 溶着部の引張試験片の破面 SEM 観察について

別紙8A-6図に示した試験後の引張試験片の破面について、SEM観察を実施した。別紙8A-9図に、初期材の溶着部の引張試験片の破面SEM画像を示す。無数のディンプル（小さい窪み）が認められることから、延性破壊により破断したと判断される。別紙8A-10図に、初期材の一般部の引張試験片の破面SEM画像を示す。溶着部と同様に、無数のディンプルが認められることから、延性破壊と判断される。したがって、溶着部の破壊メカニズムは一般部と同じと判断される。別紙8A-11図及び別紙8A-12図には、初期材と同様に、長時間熱処理材（300℃×1,000h）の溶着部及び一般部の引張試験片の破面SEM写真をそれぞれ示す。これらのSEM画像においても、無数のディンプルが認められるため、いずれも延性破壊と判断される。したがって、破壊メカニズムについて、溶着部、一般部ともに、長時間熱処理による影響は無いと判断される。

A6. 長時間熱処理（300℃×1,000h）後の溶着部の強度特性について

別紙8A-1表に、溶着部の引張試験条件及び結果を示す。別紙8A-13図に、溶着部の初

期材と長時間熱処理（300℃×1,000h）材の 0.2%耐力及び引張強さを比較して示す。TK-26 型の供用期間である 60 年間に包絡する長時間熱処理（300℃×1,000h）後において、0.2%耐力及び引張強さの変化はほとんど認められない。この傾向は、一般部の強度特性について当該熱処理の影響を調べた別紙 2-4 図と同じである。また、室温における設計降伏点 S_y 、及び設計引張強さ S_u は、長時間熱処理（300℃×1,000h）後の溶着部の強度レベルに対して安全側の設定となっているため問題ない。したがって、溶着部の長期健全性についても、一般部と同等の考え方が適用できる。

△
2

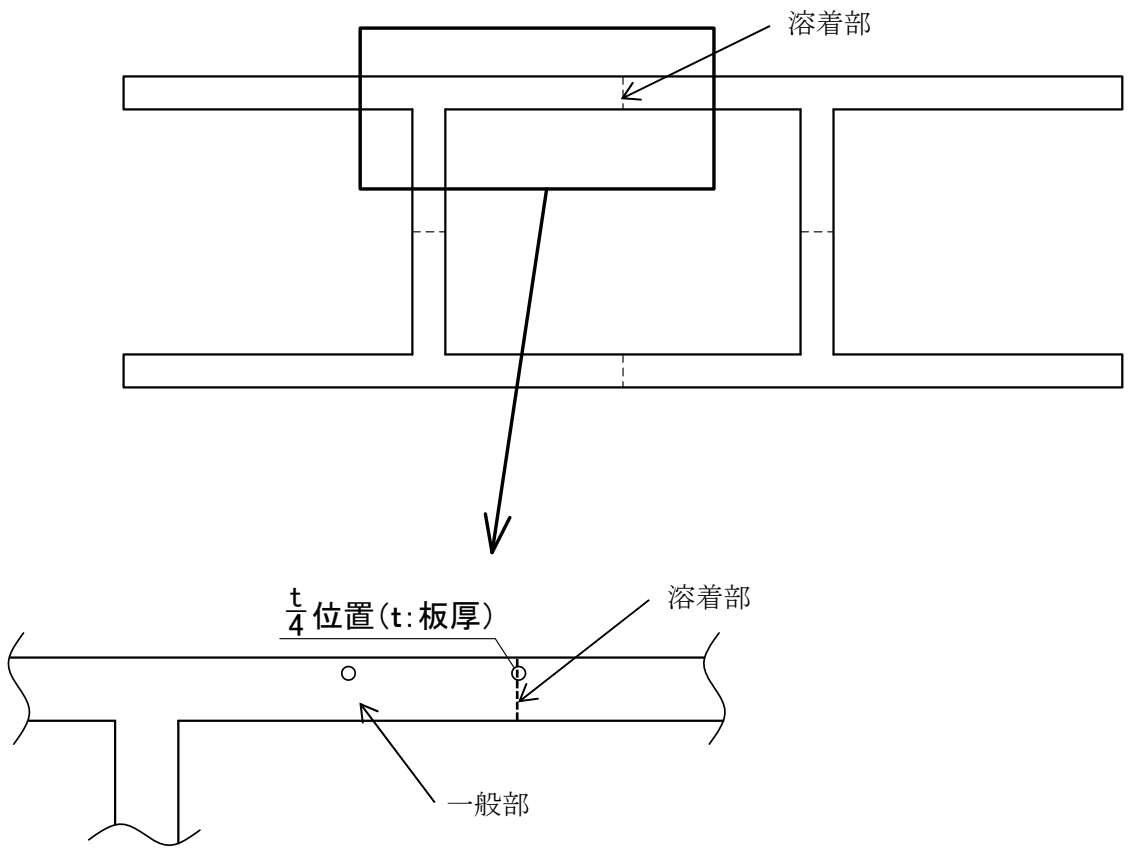
別紙 8A-1 表 溶着部の引張試験条件、及び結果 (平均値)

材質	1B-A3J04-O (規格材) ※1			
長時間熱処理	無し (初期材)、及び有り (300°C × 1,000h)			
供試材 No.	中空材 ; No. 36			
試験方法	JIS Z 2241 準用			
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片			
試験片方向	押出直角方向 (溶着部)			
試験温度	室温			
試験 N 数※2	各試験片方向当たり 3 個			
	0.2%耐力	引張強さ	伸び	絞り
	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)
初期材				
長時間熱処理材 (300°C × 1,000h)				

△ 2

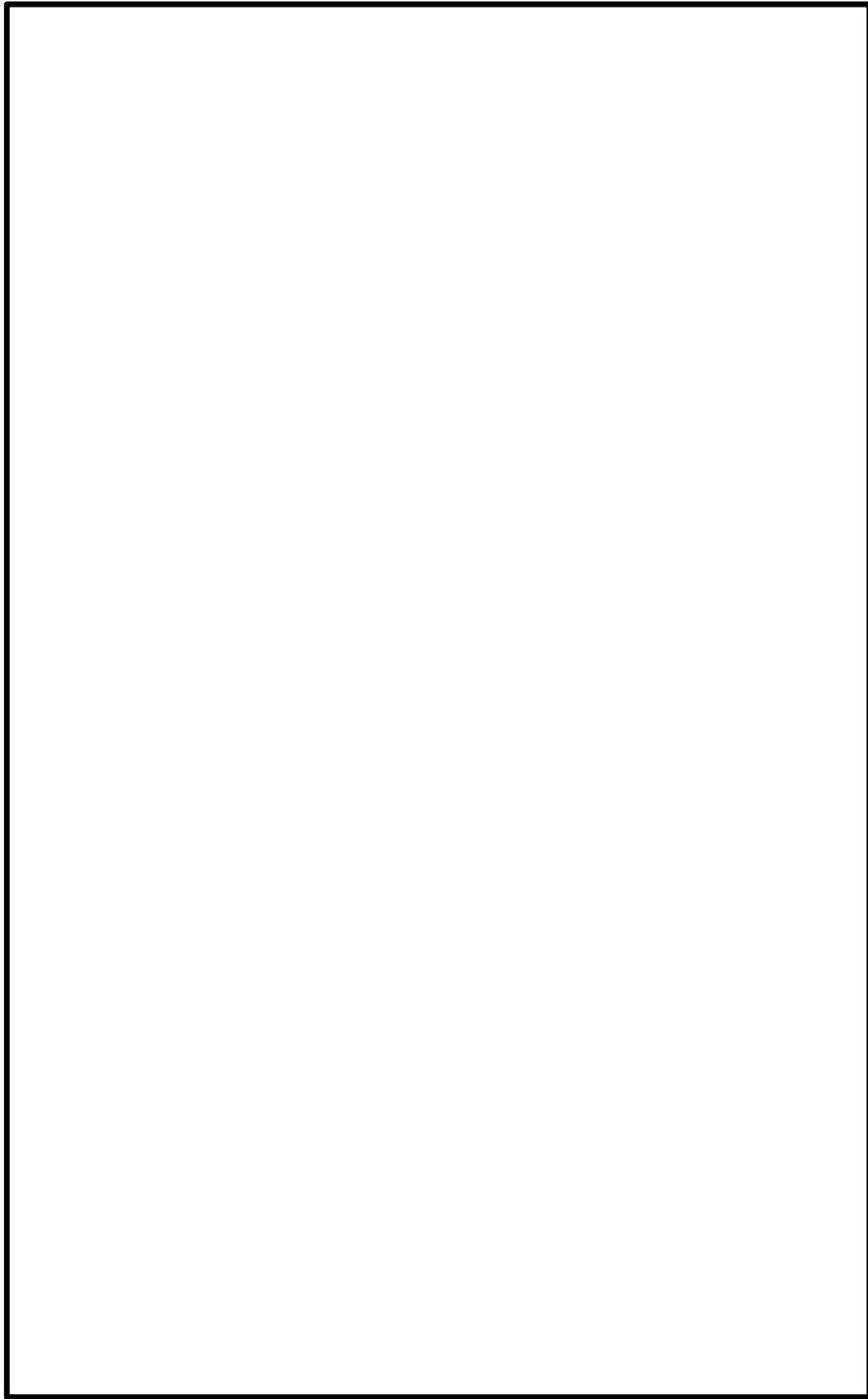
※1) 材料の代表的な特性を取得するため、規格材を用いた。

※2) 同じ条件での繰り返し試験回数



※) 図中の白丸 (○) は観察位置を示す。

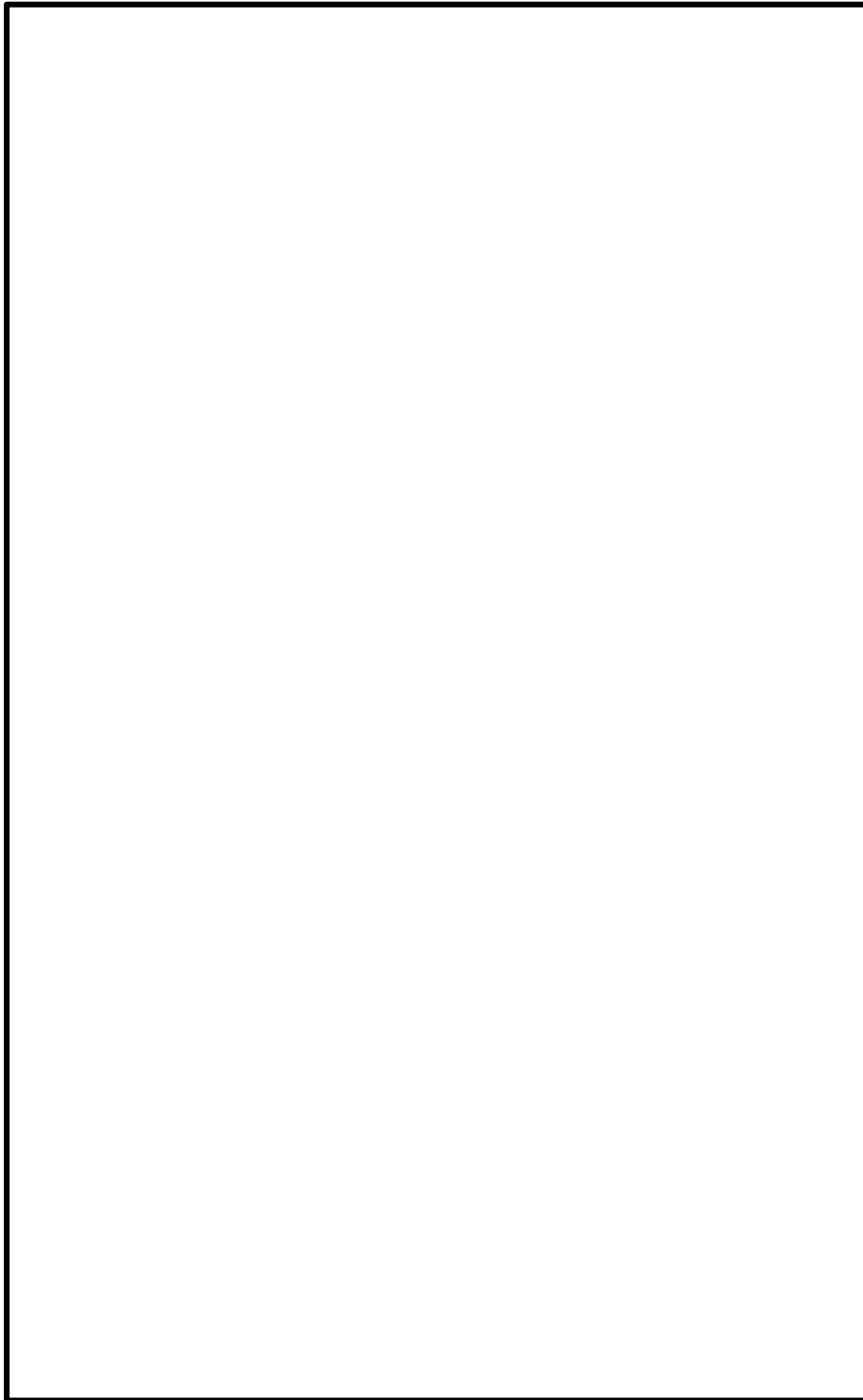
別紙 8A-1 図 溶着部及び一般部のマイクロ組織観察位置の概略図



△
2

※紙面垂直方向が押出方向

別紙 8A-2 図 溶着部のマイクロ組織



△
2

※紙面垂直方向が押出方向

別紙 8A-3 図 一般部のマイクロ組織



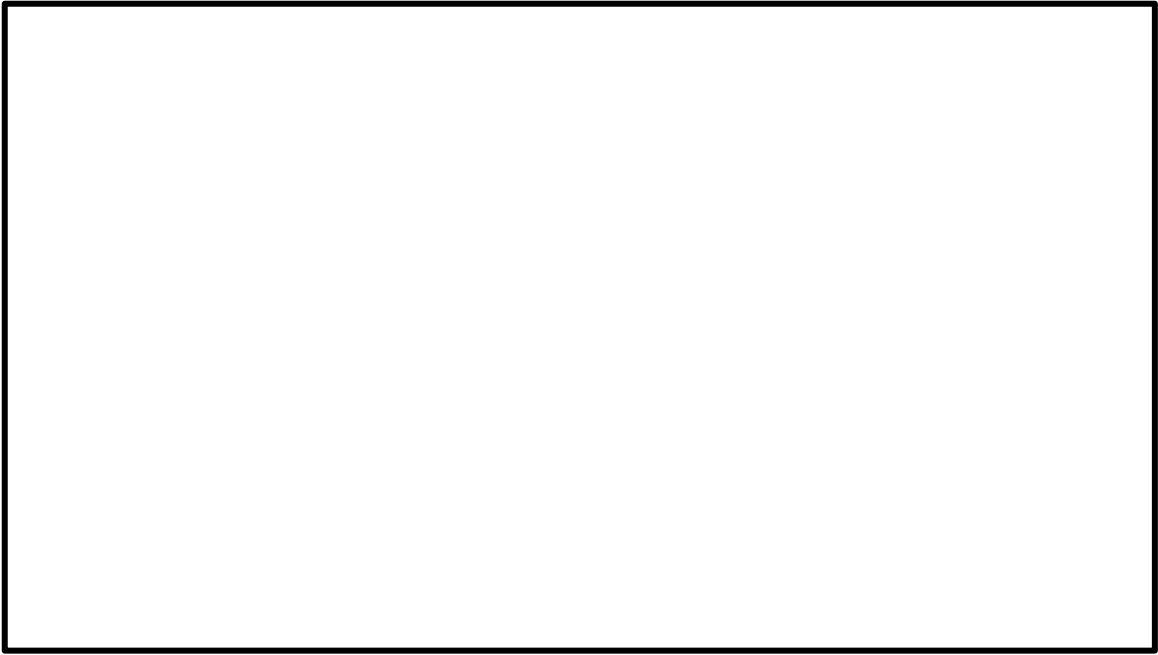
(a) 供試材 No. 36 (初期材) の溶着部



(b) 供試材 No. 36 (初期材) の一般部

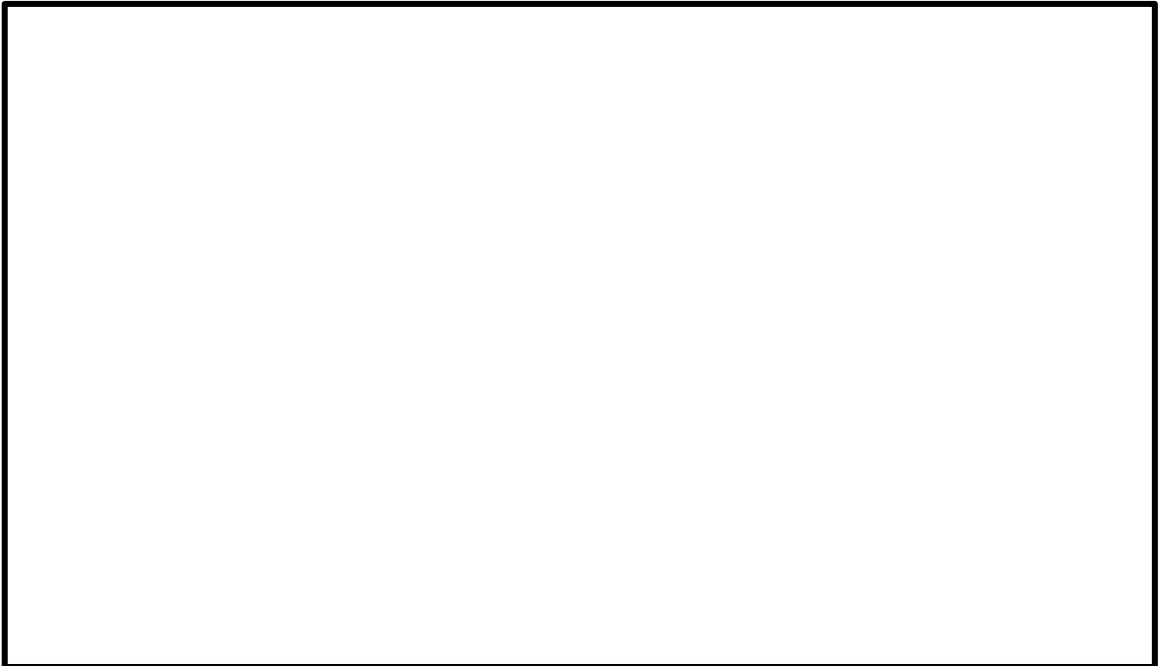
△
2

別紙 8A-4 図 (1/2) 試験後の引張試験片外観



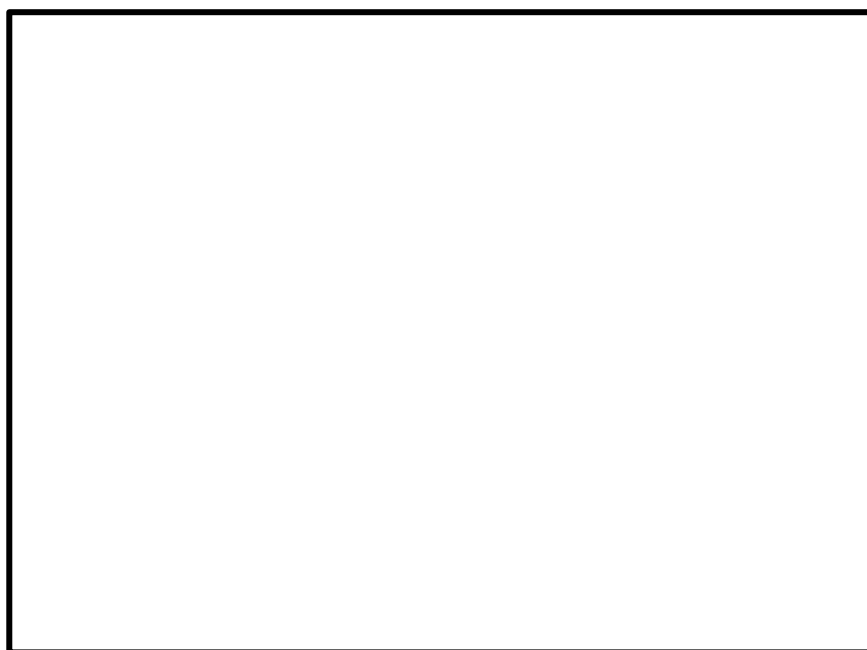
(c) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の溶着部

△
2

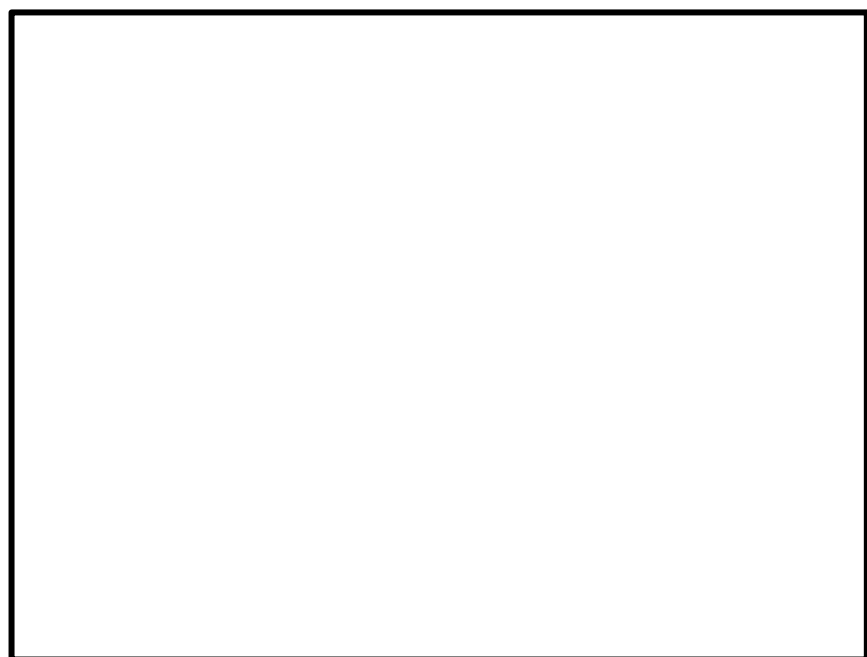


(d) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の一般部

別紙 8A-4 図 (2/2) 試験後の引張試験片外観



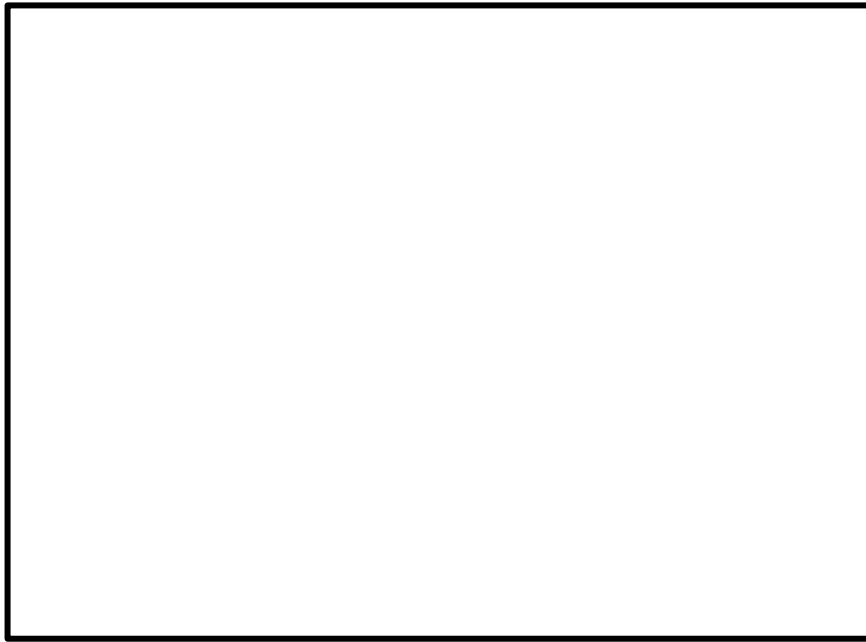
(a) 破面正面の写真



(b) 矢視 A 方向

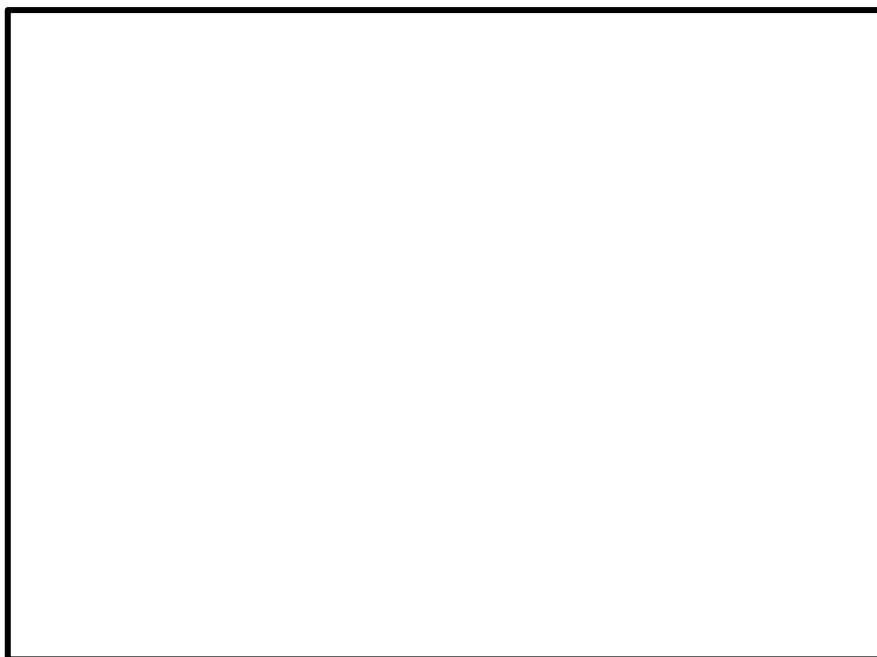


(c) 矢視 B 方向

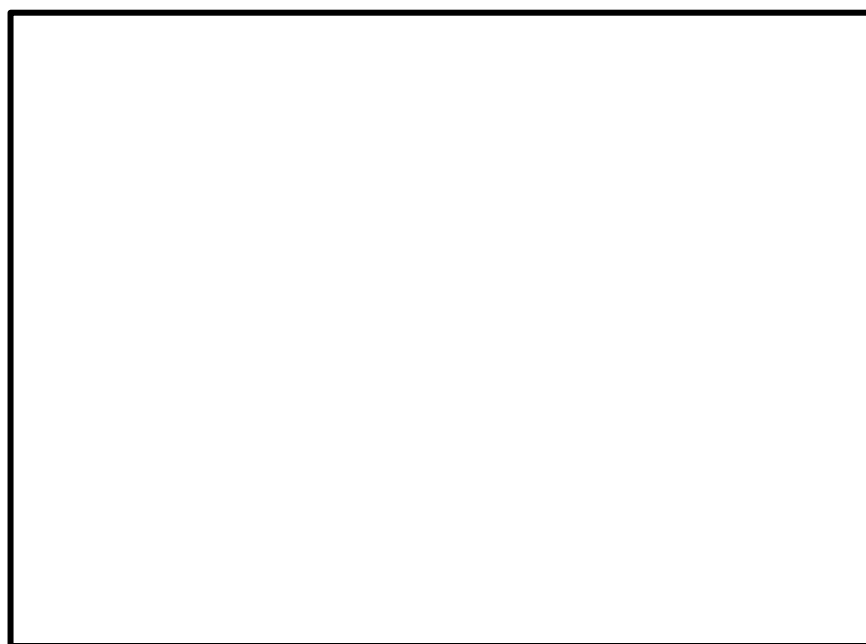


(d) 矢視 C 方向

別紙 8A-5 図 (2/2) 供試材 No. 36 (初期材) の溶着部から採取した引張試験片の破面



(a) 破面正面の写真



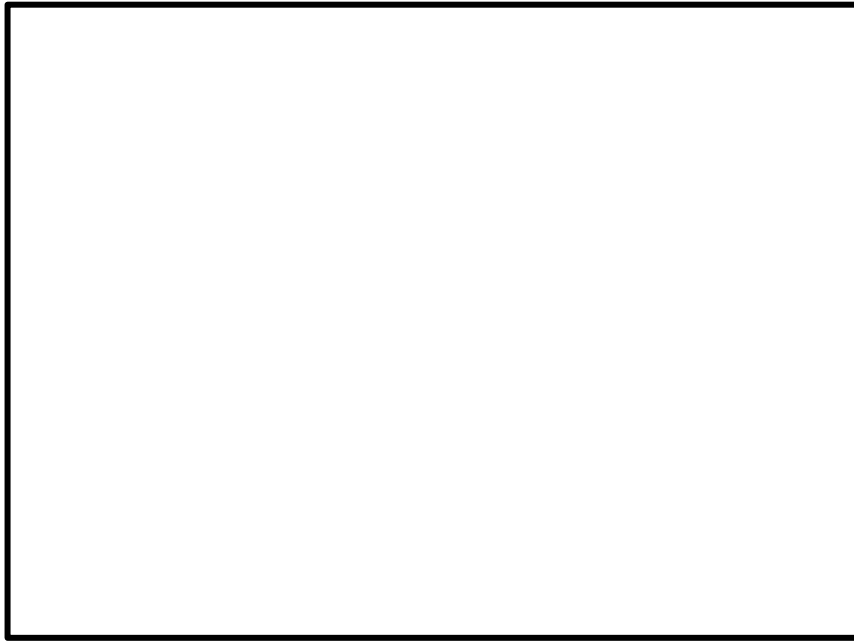
(b) 矢視 A 方向

△
2

別紙 8A-6 図 (1/2) 供試材 No. 36 (初期材) の一般部から採取した引張試験片の破面

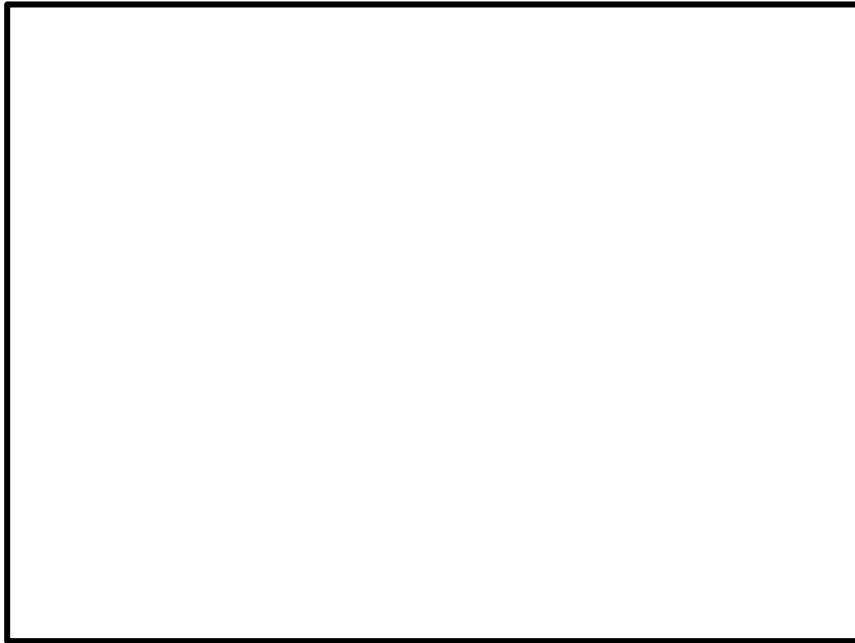


(c) 矢視 B 方向

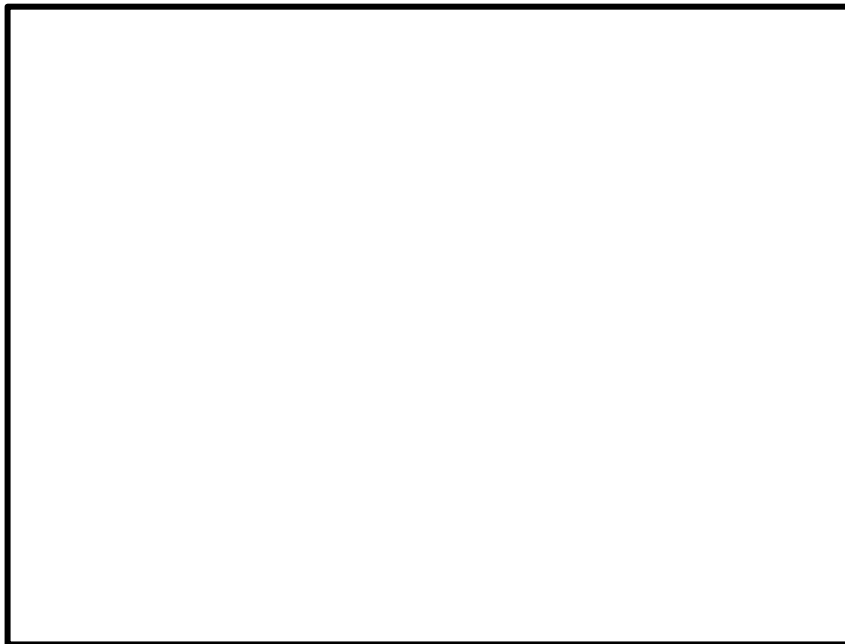


(d) 矢視 C 方向

別紙 8A-6 図 (2/2) 供試材 No. 36 (初期材) の一般部から採取した引張試験片の破面



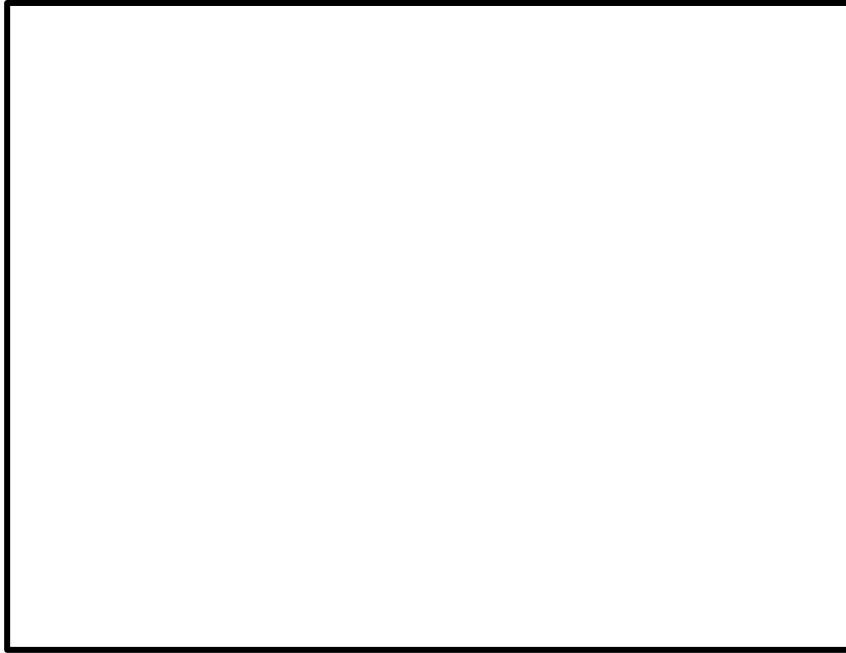
(a) 破面正面の写真



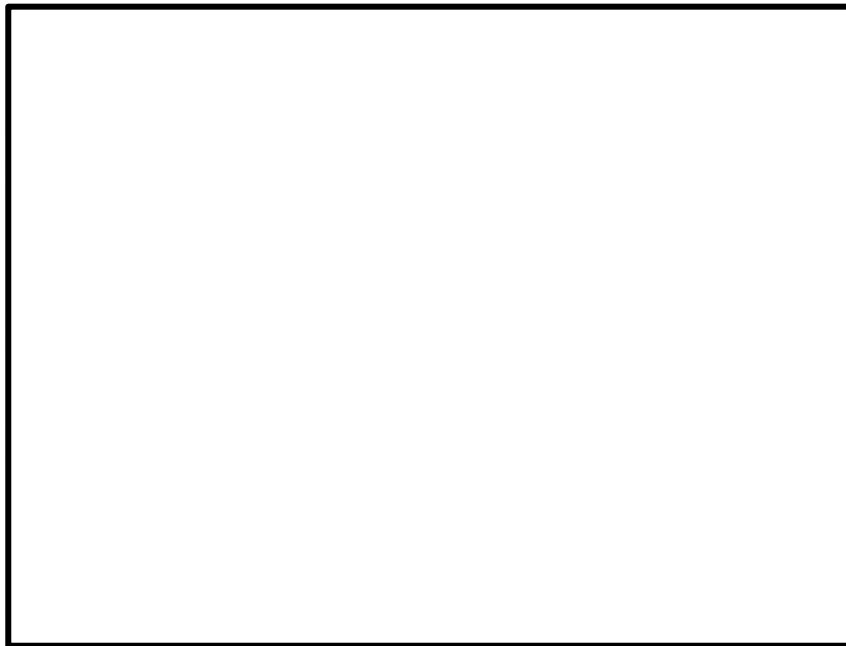
(b) 矢視 A 方向

△
2

別紙 8A-7 図 (1/2) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の溶着部
から採取した引張試験片の破面

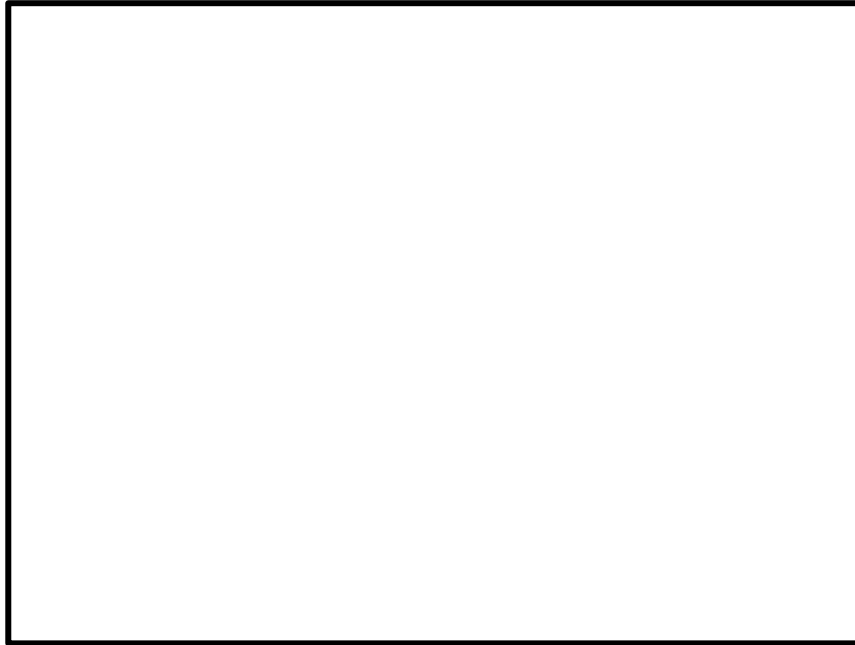


(c) 矢視 B 方向



(d) 矢視 C 方向

別紙 8A-7 図 (2/2) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の溶着部
から採取した引張試験片の破面



(a) 破面正面の写真



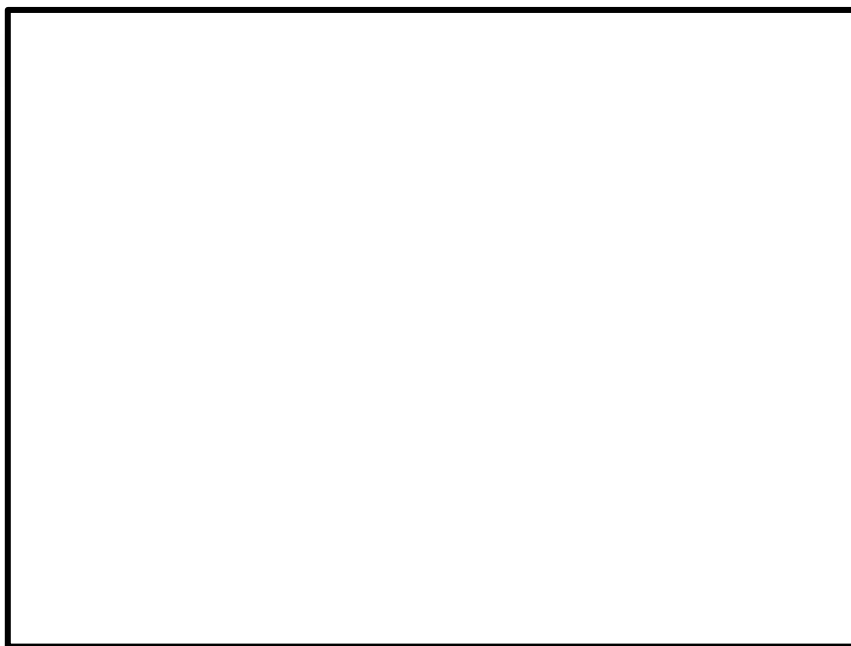
(b) 矢視 A 方向

△
2

別紙 8A-8 図 (1/2) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の一般部
から採取した引張試験片の破面

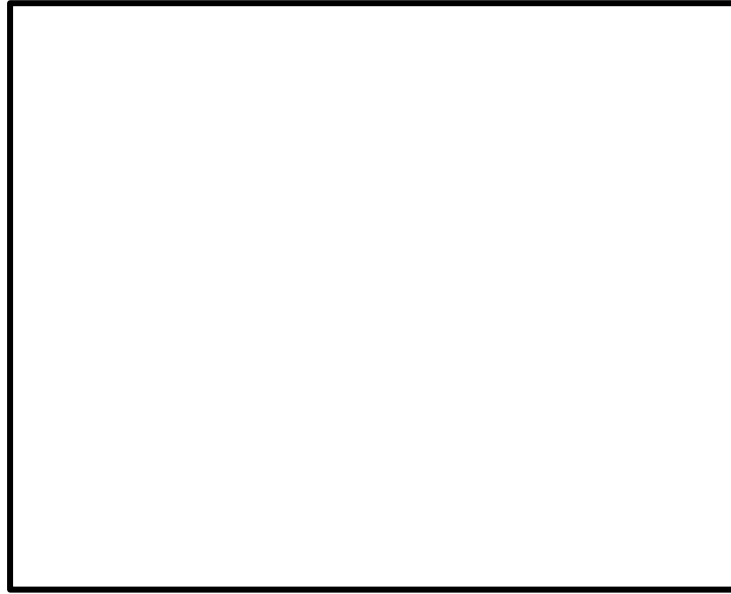


(c) 矢視 B 方向

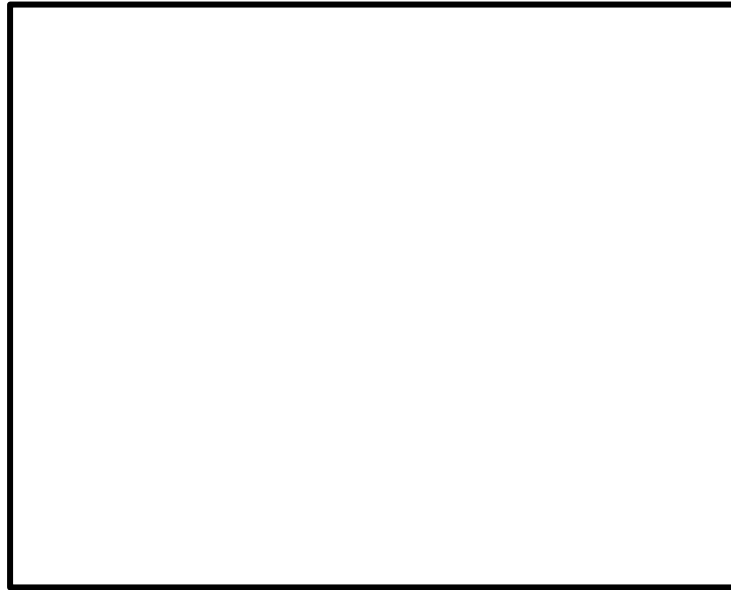


(d) 矢視 C 方向

別紙 8A-8 図 (2/2) 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の一般部
から採取した引張試験片の破面



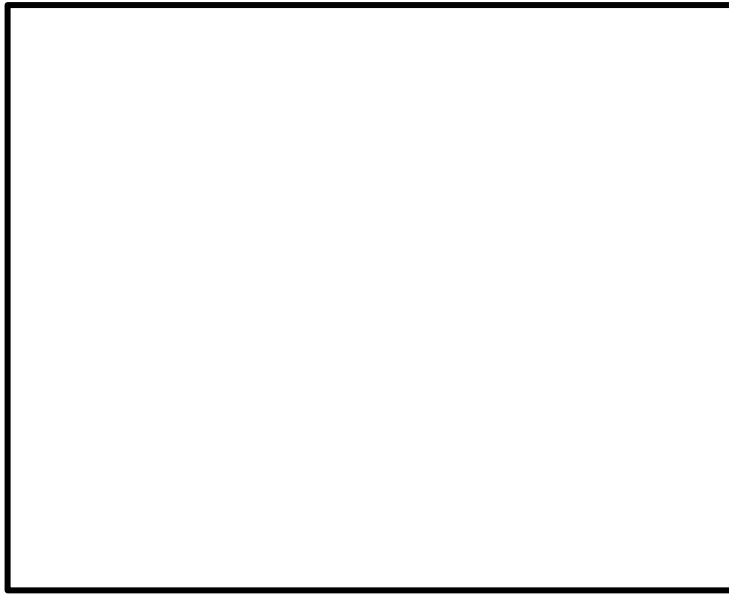
(a) 低倍率



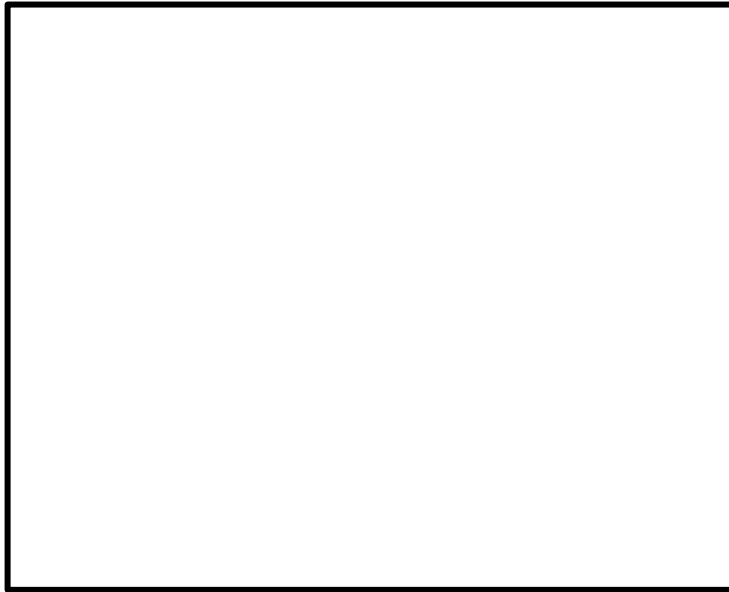
(b) 高倍率

△
2

別紙 8A-9 図 供試材 No. 36 (初期材) の溶着部引張試験片の破面 SEM 画像



(a) 低倍率



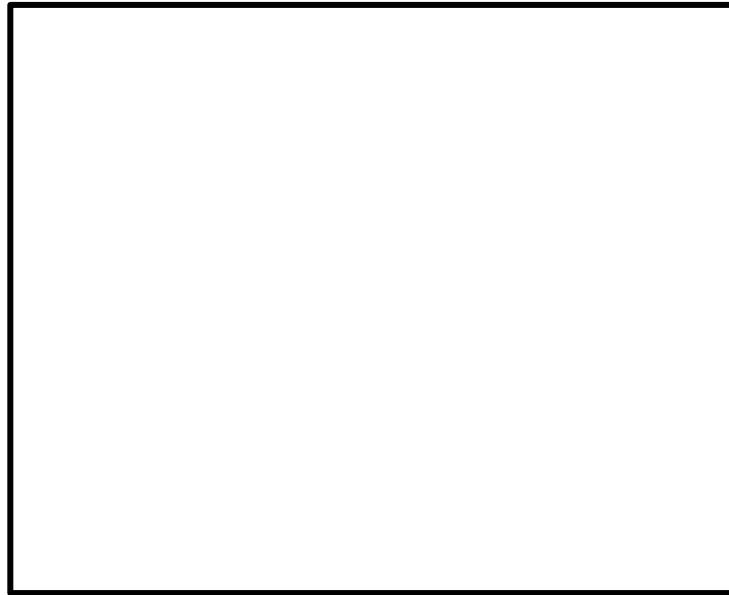
(b) 高倍率

△
2

別紙 8A-10 図 供試材 No. 36 (初期材) の一般部引張試験片の破面 SEM 画像



(a) 低倍率



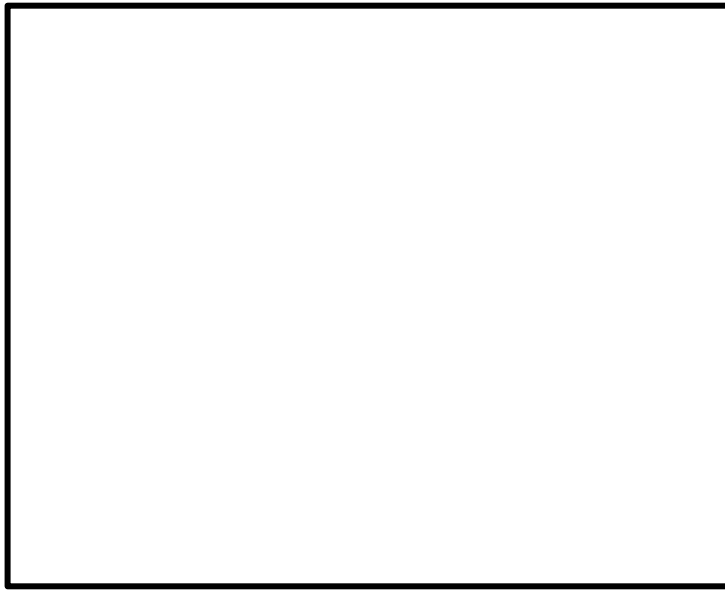
(b) 高倍率

△
2

別紙 8A-11 図 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の
溶着部引張試験片の破面 SEM 画像



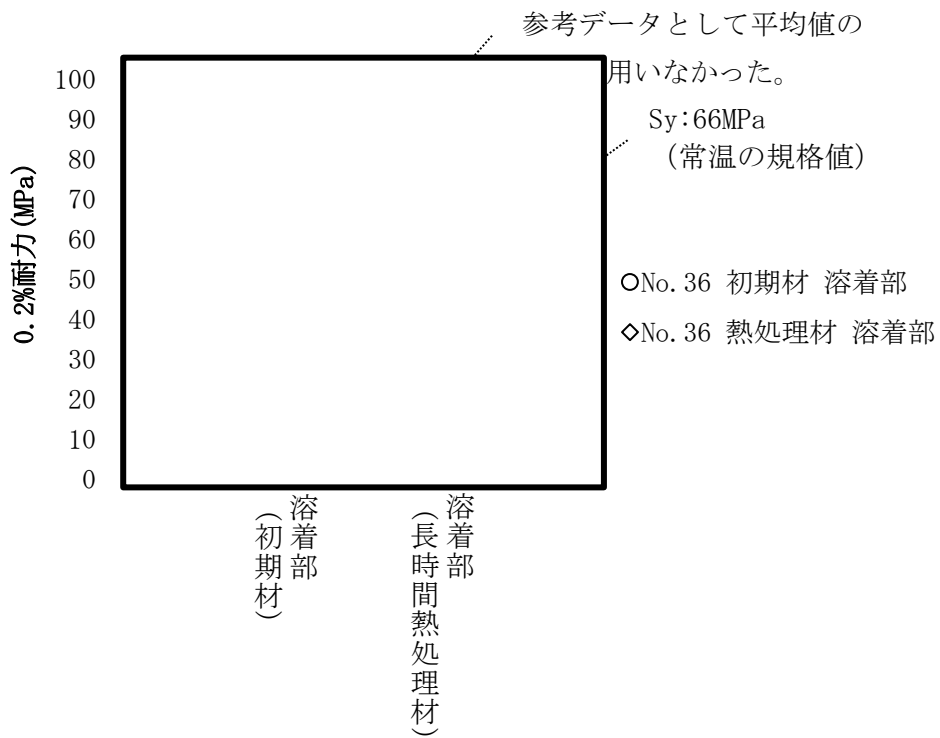
(a) 低倍率



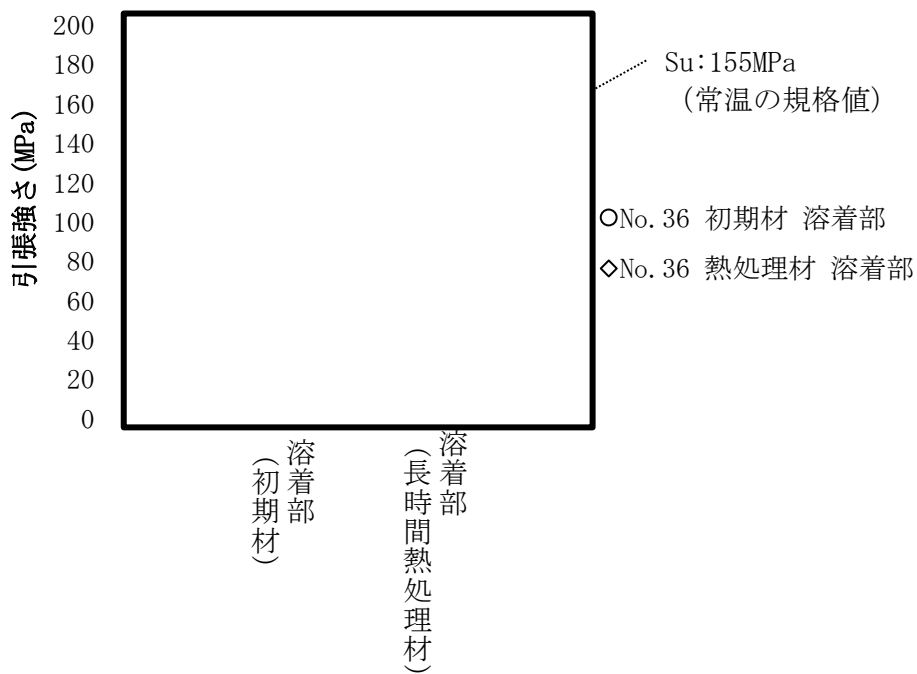
(b) 高倍率

2

別紙 8A-12 図 供試材 No. 36 (長時間熱処理材 ; 300°C × 1,000h) の
一般部引張試験片の破面 SEM 画像



(a) 0.2%耐力



(b) 引張強さ

別紙 8A-13 図 溶着部における長時間熱処理前後の強度比較

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の材料規定、及び製造管理規定

1. 概要

TK-26 型のバスケットに適用するバスケット用材料 アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の材料規定、及び製造管理規定について説明する。

2. 適用範囲

本材料を TK-26 型のバスケットに適用するにあたり、本材料及びこれを使用するバスケットは以下の事項に適合すること。

- (1) 設計貯蔵期間（供用期間）は 60 年以下であること。
- (2) バスケットが収納されるキャスク本体内部には、供用期間中ヘリウムガスを封入し、不活性ガス雰囲気は維持されていること。
- (3) バスケットは耐圧構造でないこと。
- (4) バスケットは溶接部がない構造であること。
- (5) 本材料はボルト材として使用しないこと。

3. 材料規定

本規定は、供用期間における熱劣化を考慮した設計評価に適用する材料規定である。本規定を適用する材料は、4. に示す製造管理規定を満足しなければならない。

3.1 材料名称

材料の規定名称は別紙 9-1 表に示すものであること。

3.2 化学成分

化学成分は別紙 9-2 表に示す百分率の値の範囲内にあること。

3.3 設計応力強さ

設計応力強さは別紙 9-3 表の規定によること。

3.4 許容引張応力

許容引張応力は別紙 9-4 表の規定によること。

3.5 設計降伏点

設計降伏点は別紙 9-5 表の規定によること。

3.6 設計引張強さ

設計引張強さは別紙 9-6 表の規定によること。

3.7 縦弾性係数

縦弾性係数は別紙 9-7 表の規定によること。

3.8 線膨張係数

線膨張係数は別紙 9-8 表の規定によること。

4. 製造管理規定

本規定は、製造管理に係る規定である。

- (1) 化学成分は、別紙 9-2 表に示す百分率の値の範囲内にあること。この場合において、化学成分は溶湯の取りべ分析（レードル分析）によること。化学成分の分析試験は、JIS H 4100「アルミニウム及びアルミニウム合金の押出型材」（以下「JIS H 4100」という。）によること。
- (2) 材料の製造は別紙 9-1 図に示す製造フローに従い、熱間押出成形加工されたものであること。
- (3) 引張矯正後、焼なましを行い最も軟らかい状態とすること。質別 O は、JIS H 0001「アルミニウム、マグネシウム及びそれらの合金—質別記号」によること。
- (4) 機械的性質は、別紙 9-9 表に掲げる値に適合すること。
- (5) 製品の寸法の許容差は、以下及び JIS H 4100 によること。これを逸脱する寸法を適用する場合、機械的性質が別紙 9-9 表を満足することを確認すること。
 - ・ 押出比[※] : 20以上
- (6) 材料は、別紙 8-1 図の製造フローの各段階において、別紙 9-10 表に示す品質管理を行う。
- (7) 上記規定以外の規定については、JIS H 4100 によること。



※ピレットの押出方向に垂直な断面積と押出材の押出方向に垂直な断面積の比

別紙 9-1 表 材料の規定名称

材料の名称	記号	質別
ほう素添加アルミニウム合金	1B-A3J04-O	O

別紙 9-2 表 化学成分規定

記号	化学成分 (mass%)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他		Al
								個々	合計	
1B-A3J04-O	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.2 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	0.05 以下	0.15 以下	残部

別紙 9-3 表 材料の各温度における設計応力強さ S_m ※1、※2

(単位：MPa)

記号	温 度 (°C)								
	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	44	44	44	43	42	40	34	29	25

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

※2) 時効による強度低下を考慮した値である。

別紙 9-4 表 材料の各温度における許容引張応力 S ※1、※2

(単位：MPa)

記号	温 度 (°C)								
	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	44	44	44	42	12	8.7	6.7	5.4	4.1

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

※2) 時効による強度低下を考慮した値である。

別紙 9-5 表 材料の各温度における設計降伏点 S_y ※1、※2

(単位：MPa)

記号	温 度 (°C)								
	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	66	66	66	65	63	60	56	51	45

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

※2) 時効による強度低下を考慮した値である。

別紙 9-6 表 材料の各温度における設計引張強さ S_u ※1、※2

(単位：MPa)

記号	温 度 (°C)								
	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	155	149	144	135	123	109	94	81	70

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

※2) 時効による強度低下を考慮した値である。

別紙 9-7 表 材料の各温度における縦弾性係数^{※1}

(単位：GPa)

記号	温 度 (°C)								
	-40 ~40	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	77.7	76.5	75.8	75.1	74.3	73.5	72.6	71.7	70.3

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

別紙 9-8 表 材料の各温度における線膨張係数^{※1}(単位： $\times 10^{-6}$ mm/mm°C)

記号	区分 ※2	温 度 (°C)									
		20	50	75	100	125	150	175	200	225	250
1B-A3J04-O	A	22.3	22.4	22.6	23.1	23.8	24.6	25.4	25.9	26.3	26.4
	B	22.3	22.3	22.4	22.5	22.8	23.0	23.4	23.7	24.0	24.2

※1) 温度の中間における値は、比例法によって計算する。

※2) 区分 A は瞬時線膨張係数、区分 B は室温から当該温度までの平均線膨張係数を表す。

別紙 9-9 表 機械的性質※1

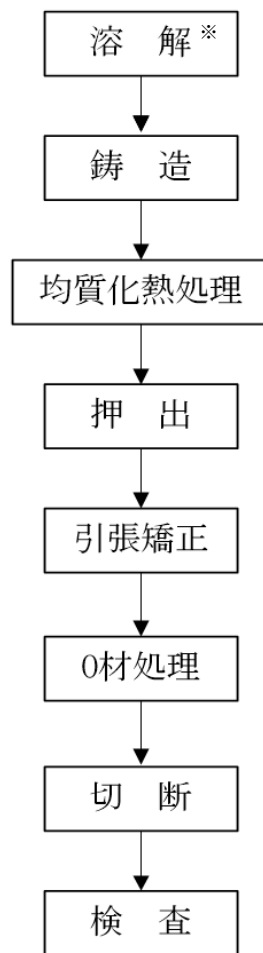
記号	引張試験 (試験温度：室温)		
	引張強さ (MPa)	耐力 (MPa)	伸び (%)
1B-A3J04-O	155 以上	70 以上	10 以上

※1) 供用期間中の熱履歴を付与しない初期材の値による規定

別紙 9-10 表 1B-A3J04-O の製造管理項目

工程			製造管理項目	管理程度※			
概要	細目			材料保証	製造管理		
①	合金溶解	溶解／検査	化学組成	○	—		
②	ピレット成型 (鋳造)	鋳造	外観、寸法	—	○		
③	均質化熱処理	均質化熱処理	温度、保持時間	—	○		
④	熱間押出	製造条件	押出条件	—	○		
			引張矯正			矯正量	
④	焼鈍	○材熱処理	温度、保持時間	—	○		
⑥	切断・加工	切断	長さ	—	○		
		試験片採取	採取位置と採取数	—	○		
⑦	検査	製品検査		○	—		
		材料特性 (初期材)	材料試験	引張試験 (0.2%耐力、引張強さ、伸び)		○	—
				組織観察 (必要に応じ)		○	—
⑧	梱包	梱包	員数・荷姿	—	○		

※) メーカー自主管理項目を含む。



※) この溶解工程で Al-B 母合金を所定量加えることにより、ほう素添加量を調整する。その他の成分についても、溶解工程で調整する。

別紙 9-1 図 製造フロー

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の
引張特性、及び熱的安定性に及ぼすほう素添加の影響の評価

1. はじめに

TK-26 型のバスケットに適用するバスケット用材料 アルミニウム合金（1B-A3J04-O）について、ほう素添加が引張特性に及ぼす影響を確認するため、ほう素を含有しない供試材との引張特性を比較した。 さらに、ほう素添加が本材料の熱的安定性に影響しないことを確認するため、1B-A3J04-Oを 200℃以下の実用温度で長時間熱処理し、引張特性を調査した。また、同様の目的で、組織変化に対する感受性が高い比抵抗の変化傾向を調査した。



2. 試験

2.1 供試材

別紙 10-1 表に、ラボスケールの設備で製作した供試材（機械試験用供試材相当）の化学成分を示す。これらの供試材は、以下の製造条件で作製した。

—ビレット径	: 約 φ 155mm
—均質化熱処理条件	: 約 540℃×約 4h
—押出時加熱条件	: 約 450℃
—押出比	: 約 20（板厚約 10mm×幅約 100mm）
—O材処理	: 約 345℃×8h（炉冷）※

※）アルミニウムハンドブック第 8 版に記載されている A3004 の標準焼なまし温度。
なお、保持時間及び冷却条件に関する規定はない。

2.2 試験方法

2.2.1 室温、及び高温の引張試験（初期材）

別紙 10-2 表に、ほう素添加が室温、及び高温の引張特性に及ぼす影響を評価するための試験条件を示す。

2.2.2 室温の引張試験（初期材，熱処理材：125℃、150℃、175℃、200℃×～10,000h）

別紙 10-3 表に、ほう素添加が実用温度（125℃、150℃、175℃、200℃）における熱的安定性に及ぼす影響を評価するための試験条件を示す。

3. 試験結果

3.1 室温、及び高温の引張特性に及ぼす影響（初期材）

ほう素添加が室温、及び高温の引張特性に及ぼす影響を評価するため、別紙 10-2 表に示した試験条件に従い引張試験を実施した。供試材には、No. 7-1B、及び No. 7-1 の初期材を用いた。これらの供試材は、別紙 10-1 表に示す通り、ほう素以外の化学成分はほぼ同程度である。この結果を、別紙 10-4 表、別紙 10-5 表、及び別紙 10-1 図に示す。

0.2%耐力、及び伸びについては、ほう素添加の影響は認められなかった。引張強さ、及び絞りについては、ほう素を添加した供試材 No. 7-1B で若干低くなる傾向が見られた。

以上の結果から、初期材の室温、及び高温の引張特性について、ほう素添加による強度増加は認められない。

3.2 実用温度（125℃、150℃、175℃、200℃）における熱的安定性に及ぼす影響

ほう素添加が実用温度（125℃、150℃、175℃、200℃）における熱的安定性に及ぼす影響を評価するため、別紙 10-3 表に示した試験条件に従い引張試験を実施した。供試材には、No. 1-1、及び No. 1-1B を実用温度で所定の時間保持したものをを用いた。この結果を、別紙 10-6 表、別紙 10-7 表、別紙 10-8 表及び別紙 10-2 図に示す。なお、別紙 10-6 表は初期材のデータである。

いずれの保持温度（125℃、150℃、175℃、200℃）においても、約 10,000h までの保持時間で、引張特性（0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り）の変化は認められない。さらに、別紙 3 付録 1 別紙 3A-1 図に示した供試材 No. 1-1B の比抵抗についても同様に変化は認められない。別紙 10-3 図に、供試材 No. 1-1B の結果のみを抜粋して再掲した。この比抵抗は、日本フェルスター製シグマテスト 2.069 を用いて測定した導電率から換算して求めた。換算式を以下に示す。測定時の試料の温度は、約 30℃に調整した。

$$\text{比抵抗 (n}\Omega\text{m)} = 17.921 \text{ (n}\Omega\text{m)} / \{ \text{導電率 (\%IACS)} / 100 \}$$

ここで、17.921nΩm は、標準軟銅の 30℃における比抵抗である²⁾。

本申請材料のほう素化合物は (Al, Mg)B₂ であり、当該化合物はキャスクの使用環境において安定であることが確認されている（別紙 1 の 7. 項 参照）。ただし (Al, Mg)B₂ 自体は変化しなくても、Mg 組成比が変化した場合には、アルミニウム母相の固溶 Mg 量がそれに対応して変化し、比抵抗の変化により検知される。しかしながら、別紙 10-3 図では、いずれの保持温度（125℃、150℃、175℃、200℃）においても、約 10,000h までの保持時間で比抵抗は変化していない。また、別紙 10-4 図に、供試材 No. 1-1B の初期材、及び長時間熱処理材（{125、150、175、200}℃×10,000 時間）の XRD 分析結果を比較して示す。長時間熱処理の前後において、X 線回折スペクトルのピーク位置の変化は認められないこ

とから、Mg 組成は変化していないと判断される。



以上の結果から、実用温度における熱的安定性について、ほう素添加の影響は無いと判断できる (別紙 11 及び別紙 12 参照)。



参考文献)

- 1) 中野喜久男、“金属硼化物単結晶の育成”、日本結晶学会誌、16 巻、p224、(1974)
- 2) 日本工業標準調査会、“電気用銅材の電気抵抗”、JIS C 3001(1981)



別紙 10-1 表 供試材の化学成分分析値

(mass%)

供試材 No.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	Al
1-1B								残部
1-1								残部
7-1B								残部
7-1								残部
1B-A3J04-O	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.2 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	残部

別紙 10-2 表 初期材の引張試験条件（室温、及び高温）

材質	ラボスケール材（機械試験用供試材相当）※
長時間熱処理	無し（初期材）
供試材 No.	No. 7-1B、7-1
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	室温、100、150、200、250℃
試験方法	室温；JIS Z 2241 準用 100、150、200、250℃；JIS G 0567 準用
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※）ほう素添加の有無による影響を評価するための供試材

別紙 10-3 表 実用温度で長時間保持した材料の引張試験条件（室温）

材質	ラボスケール材（機械試験用供試材相当）※ ¹
長時間熱処理	初期材 有り（125/150/175/200℃）×（50/200/1,000/2,500/5,000/10,000h）※ ²
供試材 No.	No. 1-1B、1-1
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	室温
試験方法	JIS Z 2241 準用
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※¹）ほう素添加の有無による影響を評価するための供試材

※²）目標保持時間（実績保持時間については、別紙 10-7 表、及び別紙 10-8 表参照）

別紙 10-4 表 初期材の室温、及び高温の引張特性（供試材 No. 7-1B）

供試材 No.	熱処理	試験 温度 (°C)	0.2% 耐力 (MPa)	引張 強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
7-1B	無し (初期材)	RT				
		RT				
		RT				
		100				
		100				
		100				
		150				
		150				
		150				
		200				
		200				
		200				
		250				
		250				
		250				

別紙 10-5 表 初期材の室温、及び高温の引張特性（供試材 No. 7-1）

供試材 No.	熱処理	試験 温度 (°C)	0.2% 耐力 (MPa)	引張 強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
7-1	無し (初期材)	RT				
		RT				
		RT				
		100				
		100				
		100				
		150				
		150				
		150				
		200				
		200				
		200				
		250				
		250				
		250				

別紙 10-6 表 初期材の室温の引張特性

供試材 No.	1-1B	1-1
耐力 (MPa)		
引張強さ (MPa)		
伸び (%)		
絞り (%)		

別紙 10-7 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性 (供試材 No. 1-1B) (1/4)

(a) 保持温度 : 125°C

供試材 No.	1-1B					
保持温度	125°C					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10010
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-7 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性 (供試材 No. 1-1B) (2/4)

(b) 保持温度 : 150℃

供試材 No.	1-1B					
保持温度	150℃					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5142	10011
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-7 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性（供試材 No. 1-1B）（3/4）

(c) 保持温度：175℃

供試材 No.	1-1B					
保持温度	175℃					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10010
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-7 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性（供試材 No. 1-1B）（4/4）

(d) 保持温度：200℃

供試材 No.	1-1B					
保持温度	200℃					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10009
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-8 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性 (供試材 No. 1-1) (1/4)

(a) 保持温度 : 125°C

供試材 No.	1-1					
保持温度	125°C					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10010
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-8 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性（供試材 No. 1-1）（2/4）

(b) 保持温度：150℃

供試材 No.	1-1					
保持温度	150℃					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5142	10011
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-8 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性 (供試材 No. 1-1) (3/4)

(c) 保持温度 : 175°C

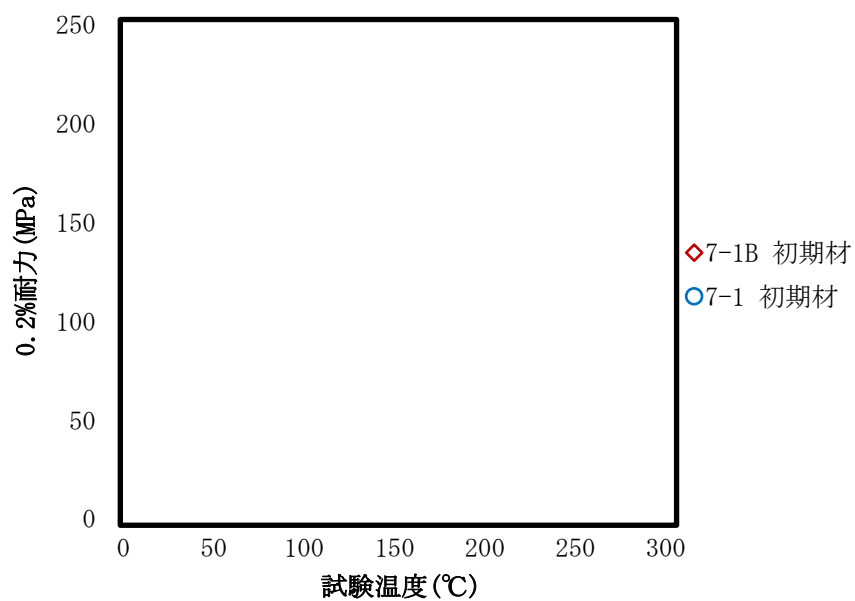
供試材 No.	1-1					
保持温度	175°C					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10010
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

別紙 10-8 表 実用温度における長時間熱処理後の
室温の引張特性（供試材 No. 1-1）（4/4）

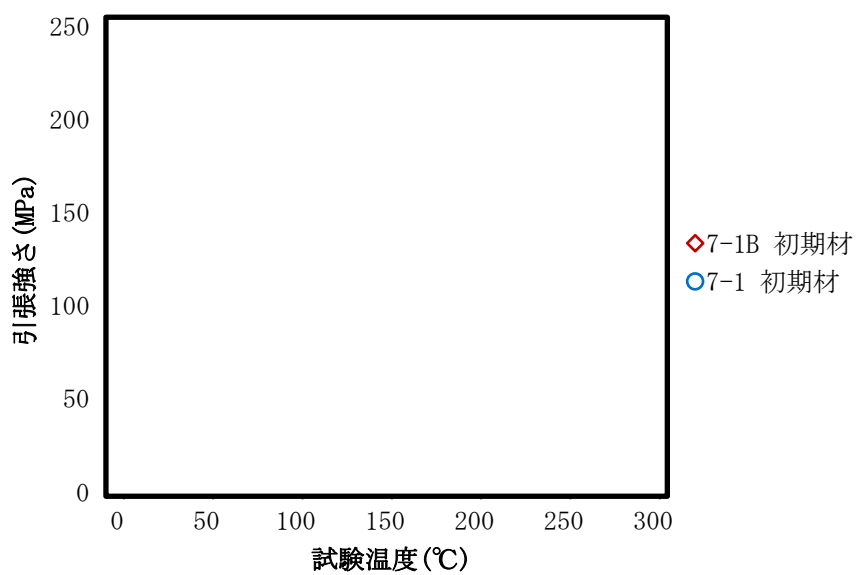
(d) 保持温度：200℃

供試材 No.	1-1					
保持温度	200℃					
保持時間 (h)	50	200	1011	2500	5141	10009
耐力 (MPa)						
引張強さ (MPa)						
伸び (%)						
絞り (%)						

※) C 破断した引張試験のため、参考データとして記載した。

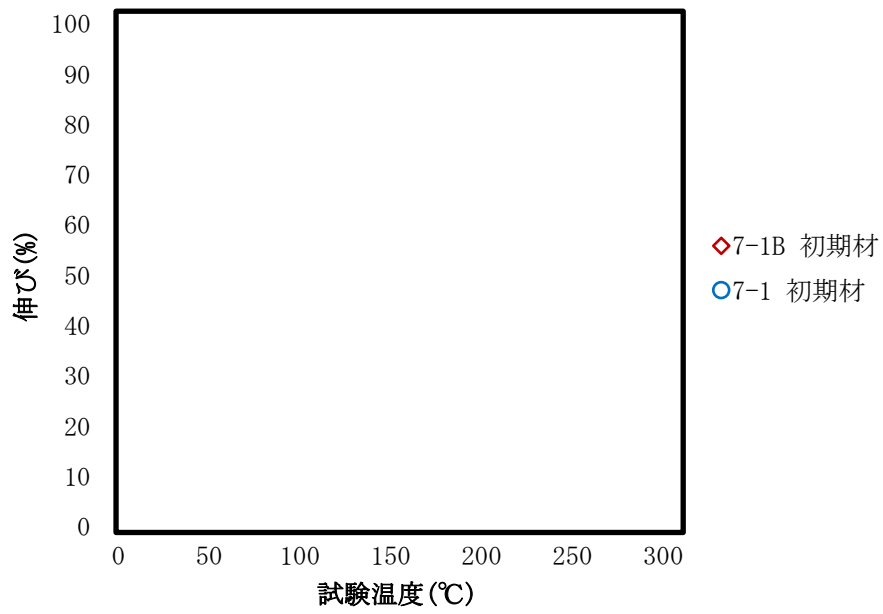


(a) 0.2%耐力

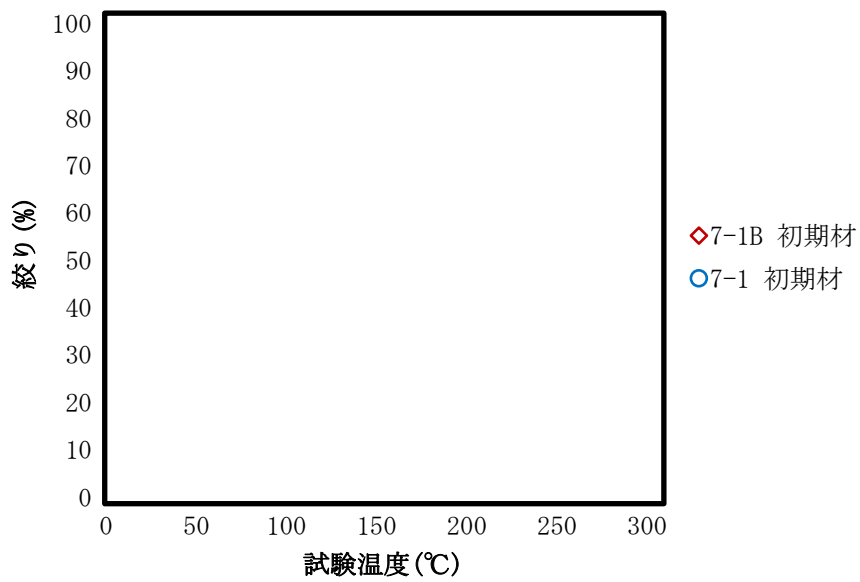


(b) 引張強さ

別紙 10-1 図 ほう素添加が室温、及び高温の引張特性に及ぼす影響 (1/2)

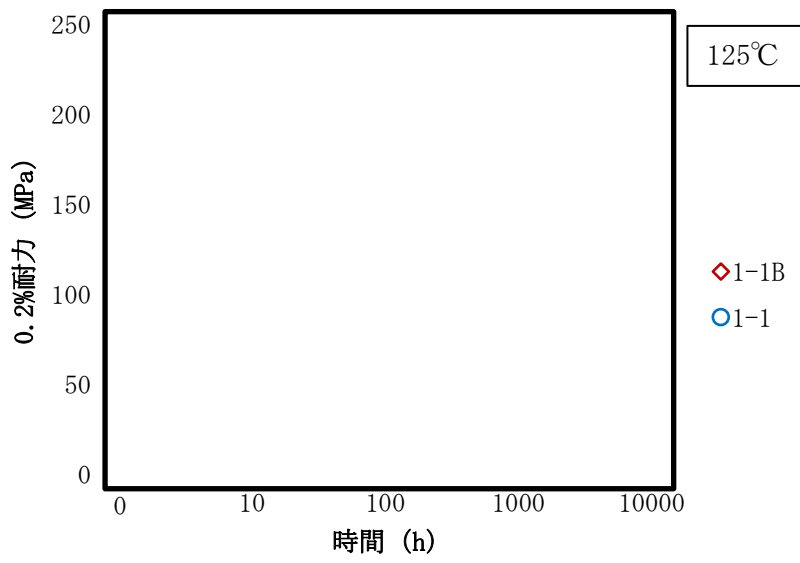


(c) 伸び

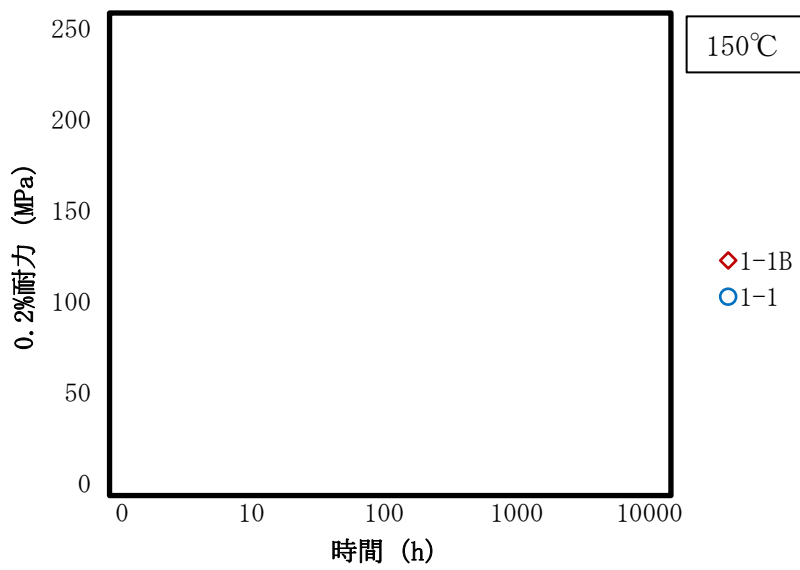


(d) 絞り

別紙 10-1 図 ほう素添加が室温、及び高温の引張特性に及ぼす影響 (2/2)

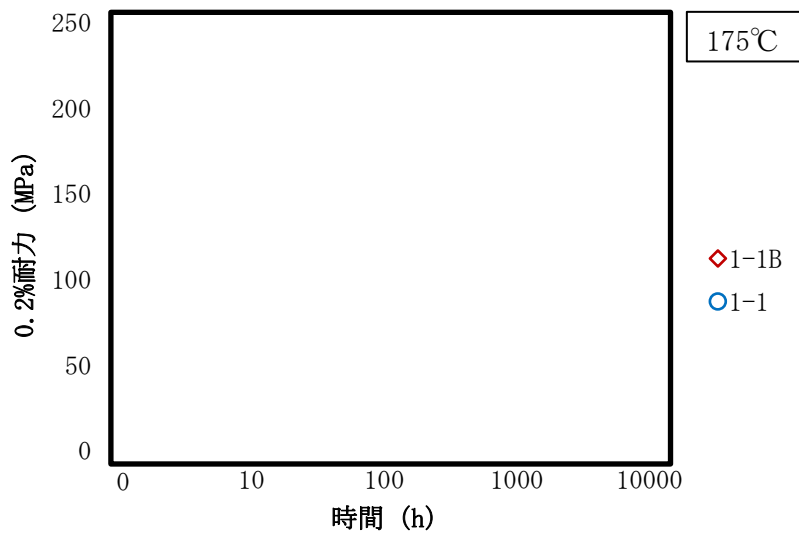


(a) 保持温度：125°C、0.2%耐力

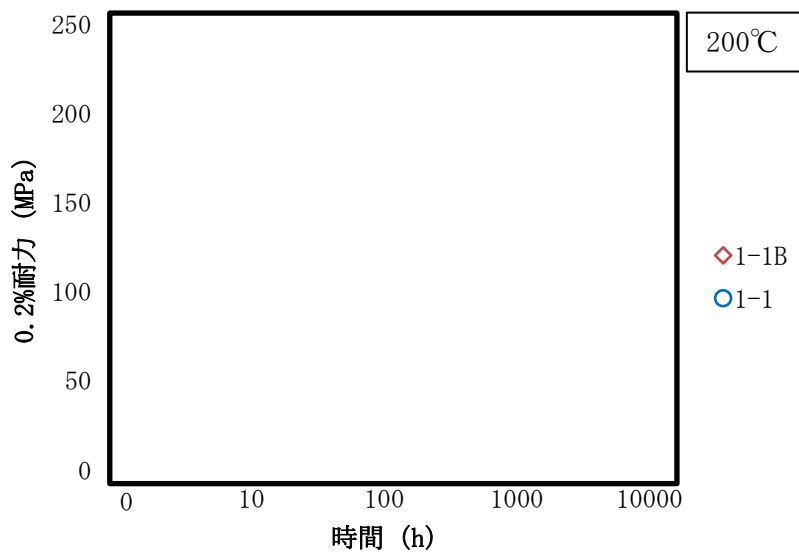


(b) 保持温度：150°C、0.2%耐力

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度）（1/8）

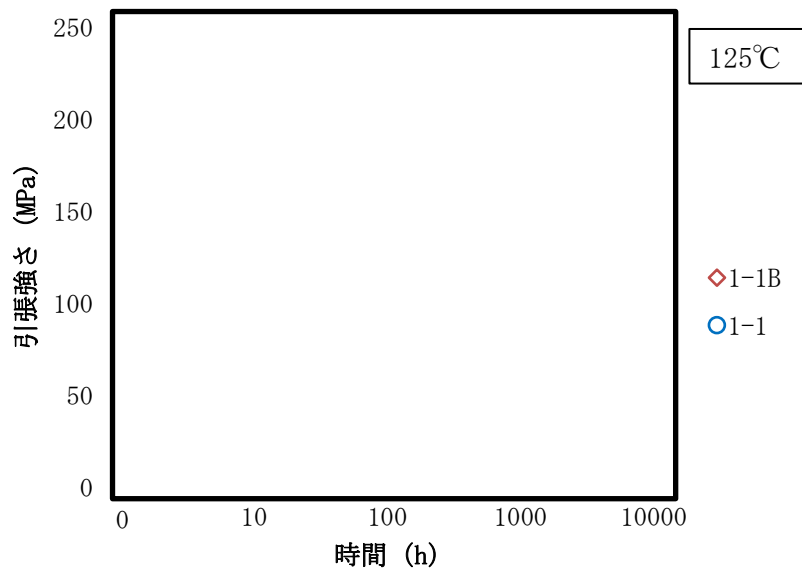


(c) 保持温度：175°C、0.2%耐力

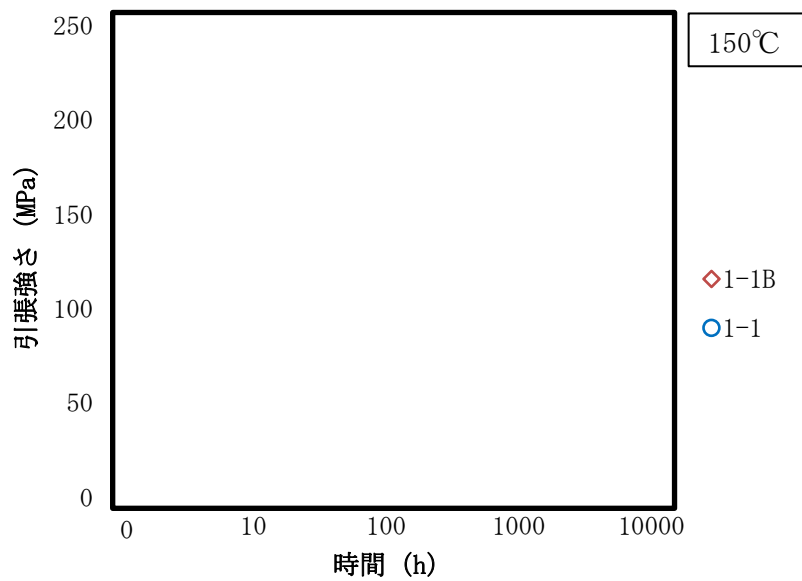


(d) 保持温度：200°C、0.2%耐力

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度）（2/8）

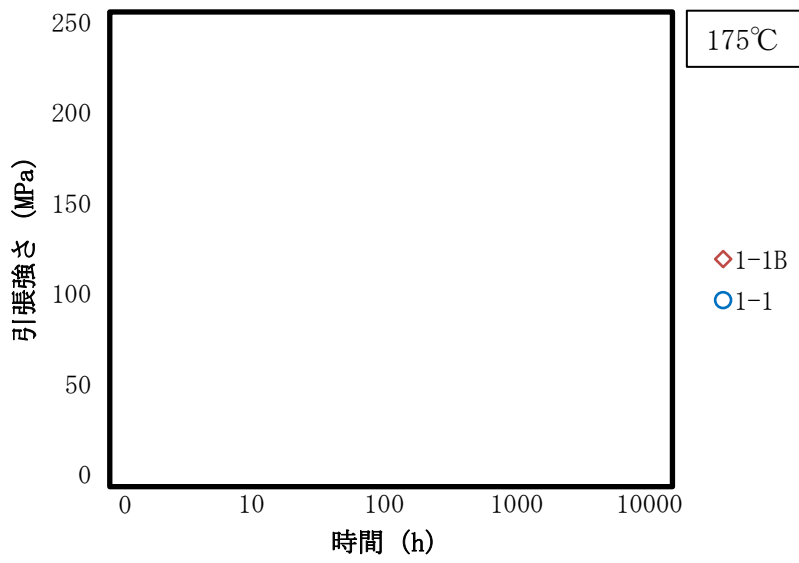


(e) 保持温度：125°C、引張強さ

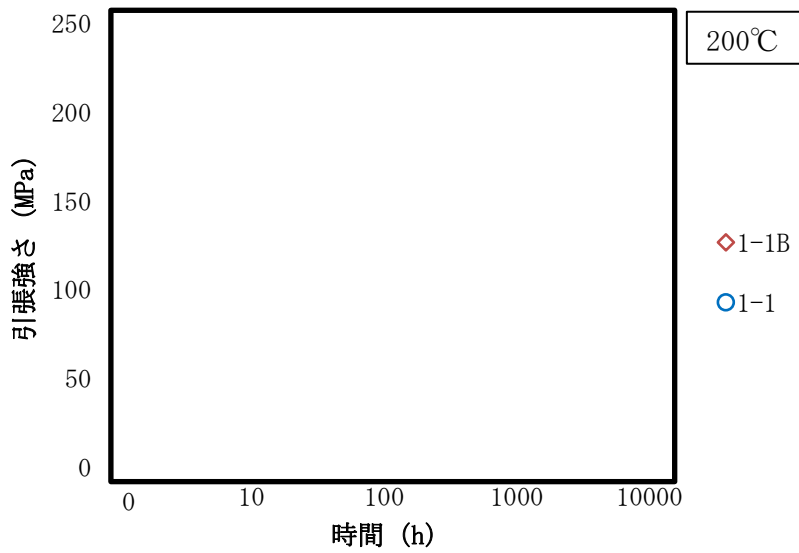


(f) 保持温度：150°C、引張強さ

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度） (3/8)

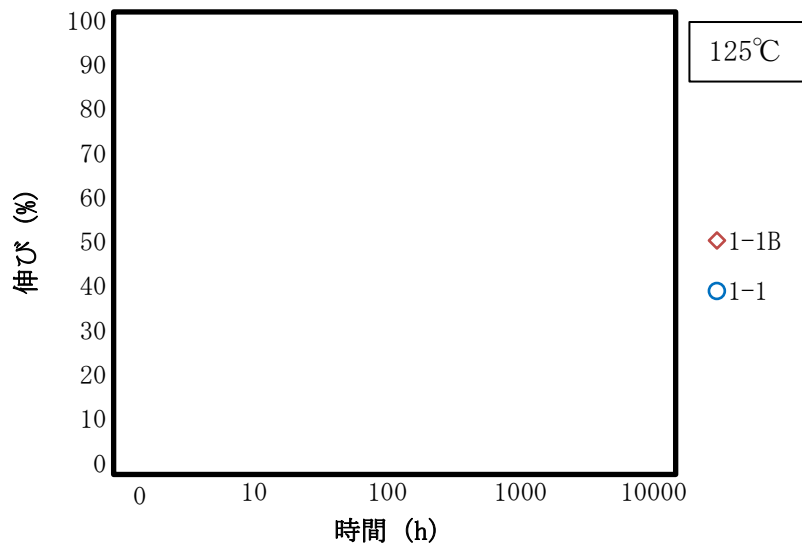


(g) 保持温度：175°C、引張強さ

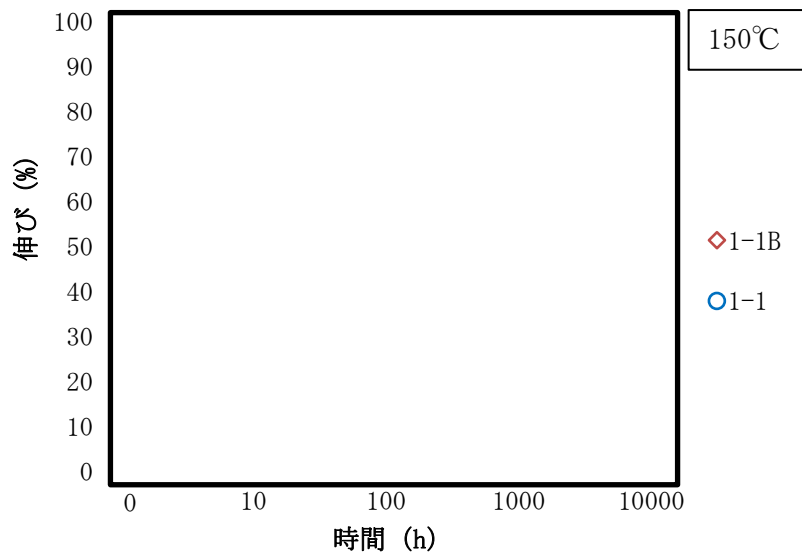


(h) 保持温度：200°C、引張強さ

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度）（4/8）

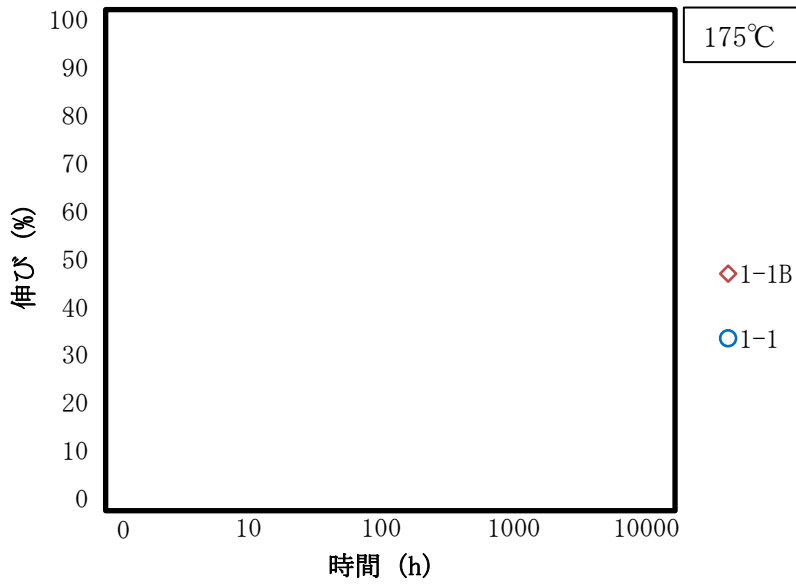


(i) 保持温度：125°C、伸び

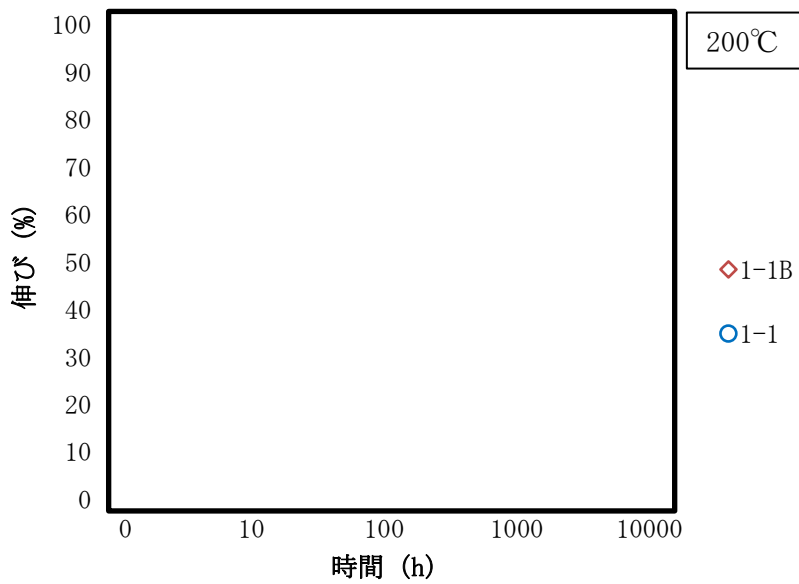


(j) 保持温度：150°C、伸び

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度） (5/8)

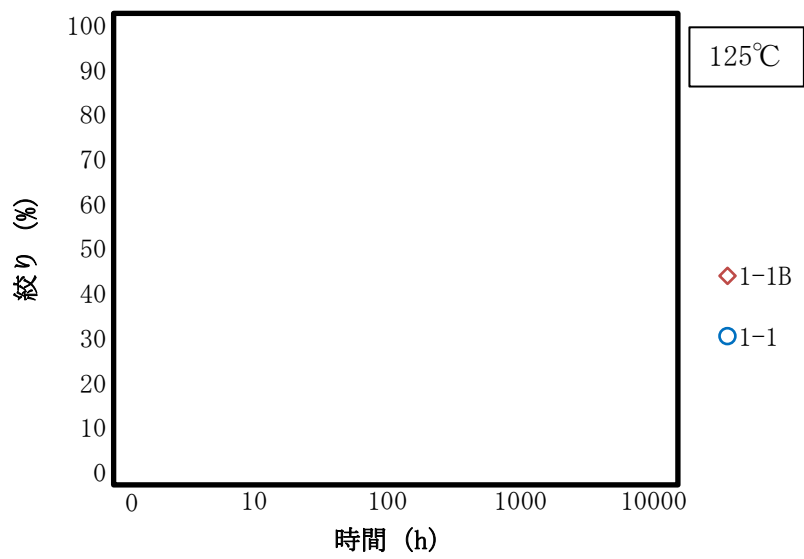


(k) 保持温度 : 175°C、伸び

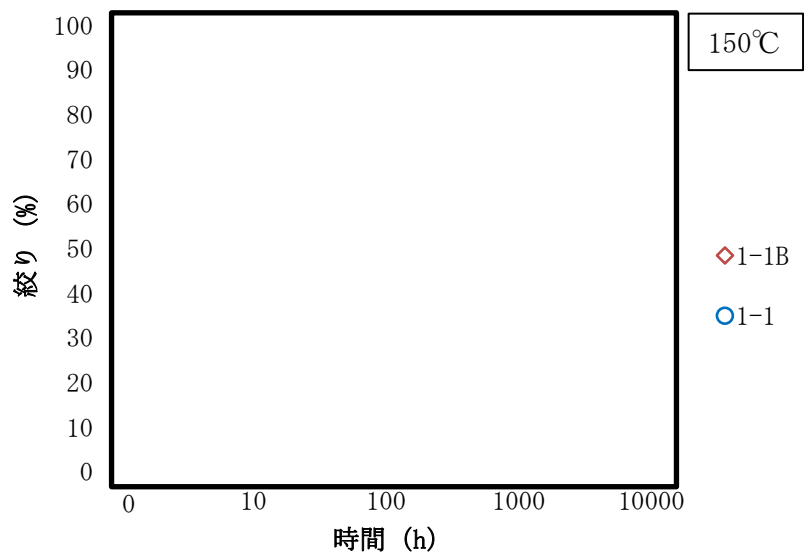


(l) 保持温度 : 200°C、伸び

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響 (実機温度) (6/8)

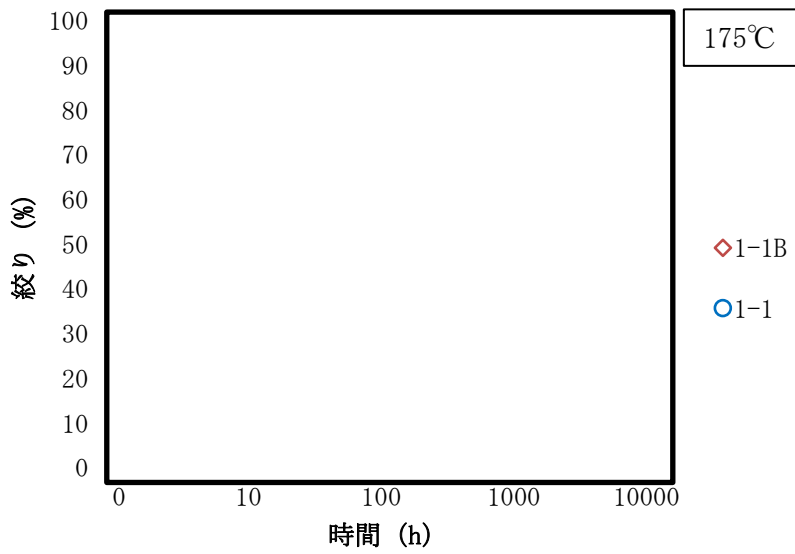


(m) 保持温度：125°C、絞り

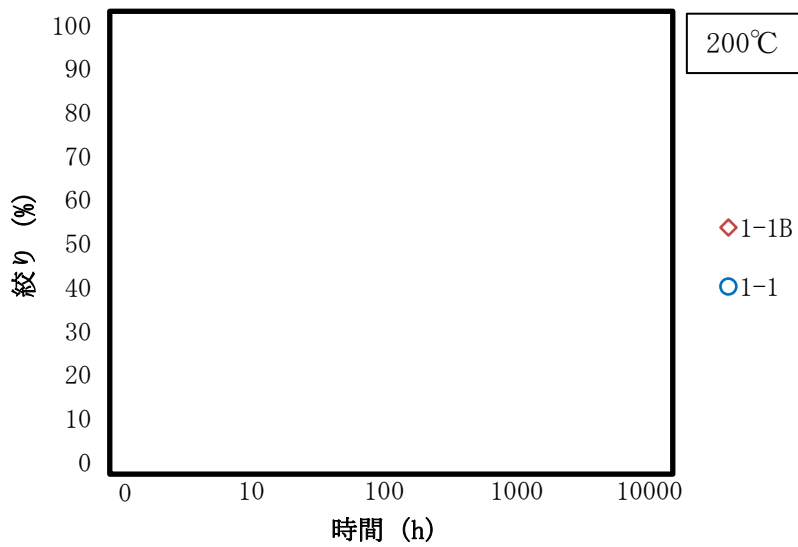


(n) 保持温度：150°C、絞り

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響 (実機温度) (7/8)

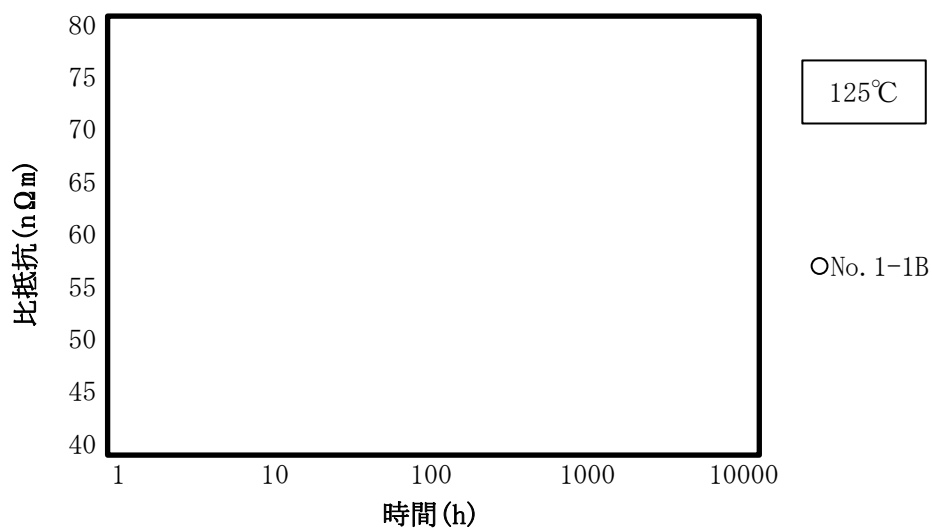


(o) 保持温度：175°C、絞り

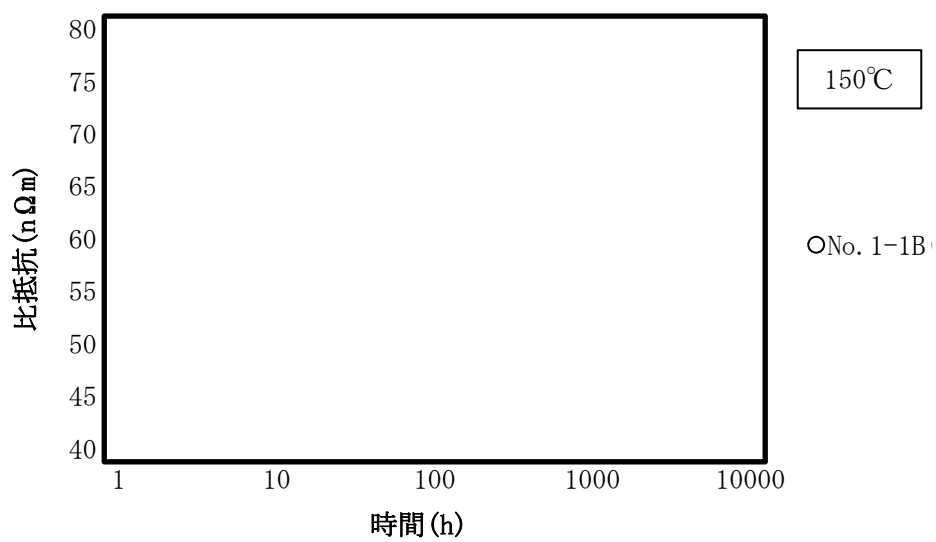


(p) 保持温度：200°C、絞り

別紙 10-2 図 ほう素添加が引張特性の熱的安定性に及ぼす影響（実機温度）（8/8）

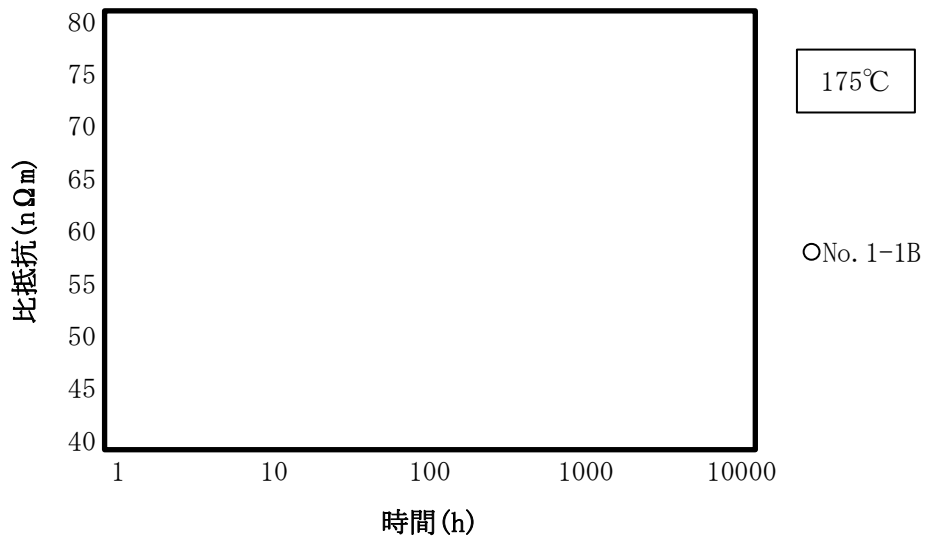


(a) 保持温度：125°C

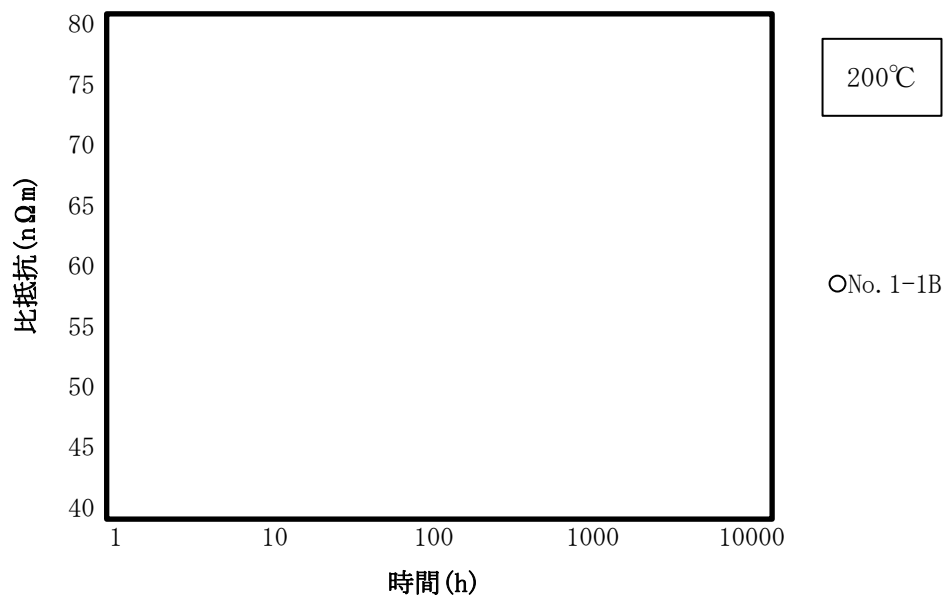


(b) 保持温度：150°C

別紙 10-3 図 時効処理による比抵抗の変化 (1/2)

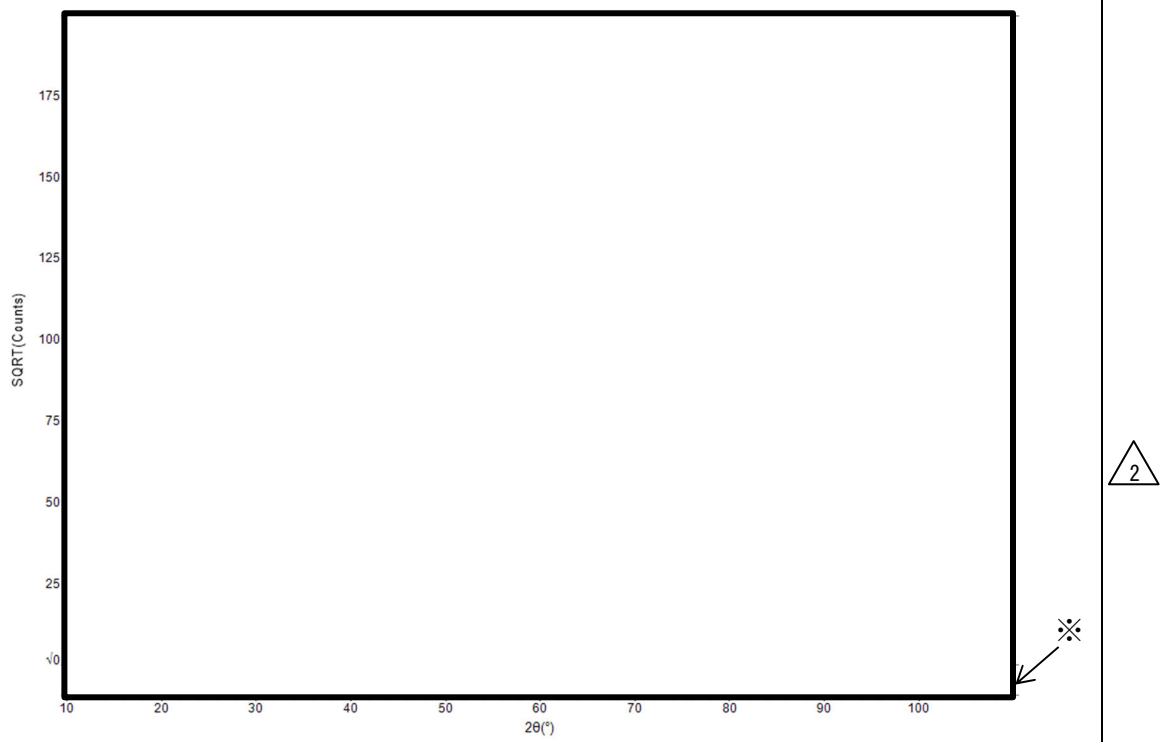


(c) 保持温度 : 175°C



(d) 保持温度 : 200°C

別紙 10-3 図 時効処理による比抵抗の変化 (2/2)



※) $(Al_{0.72}, Mg_{0.2})B_2$ (ICDD No. 01-081-9252) の回折パターンを示す。

別紙 10-4 図 長時間熱処理前後の XRD 分析結果の比較

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）に
含有されるほう素化合物の相安定性について

1. はじめに

別紙 11 では、バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）（以下、「本アルミ合金」という）に関する実機条件での相安定性について説明する。ここでの構成を以下に示す。

2 章では、本アルミ合金に含有されるほう素化合物の相安定性について、補足説明資料 1-7（Rev. 0）別紙 1 で用いた Al-B 系状態図に関し新たに実施した文献調査に基づき説明する。

3 章では、仮想的な評価として、供用期間中にほう素化合物が相変化した場合に本アルミ合金に及ぼす影響について検討した結果を説明する。

2. 本アルミ合金に含有されるほう素化合物の相安定性について2.1 補足説明資料 1-7（Rev. 0）別紙 1 で使用した Al-B 系状態図について

別紙 11-1 図(a)に、補足説明資料 1-7（Rev. 0）別紙 1 で使用した Al-B 系状態図¹⁾を示す。この状態図では、213°C未滿で安定相が AlB_2 から AlB_{12} に変化する。そこで当該状態図の元文献²⁾を調査した結果、下記のように 213°Cの等温線の評価に問題が認められた。

別紙 11-1 図(a)のベースとなる Mirkovic 等の元文献に掲載されている状態図を別紙 11-1 図(b)に示す。この図では、破線で示された等温線により 213°C以下で AlB_{12} が安定相になる可能性が示唆されている。Mirkovic 等は、972°Cにおける AlB_2 の分解反応の反応熱、及び Meschel 等の AlB_{12} の標準生成エンタルピー³⁾を用いて AlB_2 の標準生成エンタルピーを求め、これにより 213°Cの等温線の評価している。一般に、ある物質の熱力学データを実験的に求める場合には、反応の最終状態として組成が明確な均一相が得られている必要があるが、Mirkovic 等の実験では、組成不明な相が生じており^{*1}、目的の生成物 (AlB_{12}) は生成されていないと認められるため、 AlB_2 の標準生成エンタルピーを適切に評価できていないと判断される。なお、Meschel 等の実験では、X 線回折分析（以下、「XRD 分析」という。）により結晶化された AlB_{12} の生成が確認されている。つまり元文献では、組成不明な相を AlB_{12} と熱力学的に等価として扱い AlB_2 の標準生成エンタルピーを評価している。別紙 11-1 図(b)で 213°Cの等温線が破線となっているのは、このような実験の不完全性を反映していると推察される。

※1) Mirkovic 等の元文献では、以下のとおり記述されている。XRD 分析の結果に関する記述から、 AlB_2 の熱分解により Al 相が得られたと判断されるが、もう一つの相は同定不可と判断される。

“The XRD analysis of the samples after the completion of the DSC experiments showed definitely that all the crystalline AlB_2 is entirely decomposed. The only phase present with clear crystalline signals was fcc-aluminum. Some small and broad X-ray signals near the peaks of $AlB_{12}(cr)$ may indicate the presence of AlB_{12} with very imperfect crystals, or possibly to some extent as amorphous phase. These signals, however, are not very clear.”

<和訳 (参考) >

DSC 試験の完了後のサンプルを XRD 解析したところ、全ての AlB_2 の結晶が完全に分解されていることが分かった。明確な結晶信号を有する相は、唯一 fcc 構造のアルミニウムのみであった。 AlB_{12} の結晶の X 線ピークの近傍にある小さく幅のあるいくつかの信号は、非常に不完全な結晶の AlB_{12} の存在、或いは、ある程度の非晶質相の存在の可能性を示しているかもしれない。これらの信号は、しかしながら、あまり明瞭なものではない。

3

2.2 Al-B 系状態図に関する文献調査

次に、Al-B 系状態図について、バスケットの使用温度 (100~225°C 程度) に着目した文献調査を実施した。この結果新たに見つかった状態図を別紙 11-2 図に示す。別紙 11-2 図には 3 点の状態図を示したが、いずれもバスケットの使用温度 (100~225°C 程度) での安定相は AlB_2 と認められる。Cho 等⁴⁾は、Mirkovic 等の文献を引用し、実験的に確認された 972°C の等温線を採用しているが、213°C の等温線は当該の状態図において認められない。この理由を確認するため Mirkovic 等及び Cho 等の熱力学データに基づいて検討した結果を下記の 2.3 項に示す。

2.3 213°C 前後での安定相の判定方法について

別紙 11-3 図に、Cho 等の文献に掲載されている AlB_2 及び AlB_{12} の標準生成エンタルピーを抜粋して示す。この図には、Mirkovic 等の元文献の値もプロットされており、 AlB_{12} についてはほぼ同じ値が用いられているが、 AlB_2 については、Mirkovic 等よりも低い値が採用されている。別紙 11-1 表に、Mirkovic 等及び Cho 等の AlB_2 と AlB_{12} の標準生成エンタルピーをまとめて示す。

以下に、この評価値を用いて、213°C における相安定性を検討するための手順とその結果を示す。

- ① 別紙 11-4 図に、ギブスエネルギーの評価図を示す。この図では、横軸を B の原子分率、縦軸をギブスエネルギーとした。なお、別紙 11-4 図(a)は Mirkovic 等、別紙 11-4 図(b)は Cho 等のデータに基づきそれぞれ評価したものである。
- ② A1 単体及び B 単体のギブスエネルギーについて、参考文献 7 の評価式を用いて計算し、上記①のグラフにプロットした。別紙 11-2 表に、具体的な計算式及び計算値を示す。
- ③ 以下の式を用いて、AlB₂ 及び AlB₁₂ の標準生成ギブスエネルギーをそれぞれ求めた。

$$\Delta_f G(\text{AlB}_2) = \Delta_f H(\text{AlB}_2) - T \times \Delta_f S(\text{AlB}_2)$$

$$\Delta_f G(\text{AlB}_{12}) = \Delta_f H(\text{AlB}_{12}) - T \times \Delta_f S(\text{AlB}_{12})$$

ここで、

$\Delta_f G(\text{AlB}_2)$: AlB₂ の標準生成ギブスエネルギー

$\Delta_f G(\text{AlB}_{12})$: AlB₁₂ の標準生成ギブスエネルギー

$\Delta_f S(\text{AlB}_2)$: AlB₂ の標準生成エントロピー (1.017 J/mol atoms K)²⁾

$\Delta_f S(\text{AlB}_{12})$: AlB₁₂ の標準生成エントロピー (-0.445 J/mol atoms K)²⁾

T : 絶対温度

$\Delta_f H(\text{AlB}_2)$ 及び $\Delta_f H(\text{AlB}_{12})$ については別紙 11-1 表に示す値をそれぞれ用いた。 $\Delta_f S(\text{AlB}_2)$ 及び $\Delta_f S(\text{AlB}_{12})$ について、Mirkovic 等は熱力学の基本的な法則に基づき検討しており妥当であると判断されるため、その値で統一した。別紙 11-3 表に、 $\Delta_f G(\text{AlB}_2)$ 及び $\Delta_f G(\text{AlB}_{12})$ の具体的な計算値を示す。

- ④ A1 単体と B 単体のプロットを繋いだ線分上で、AlB₂ 及び AlB₁₂ の B 原子分率に対応する位置から、上記③で求めた $\Delta_f G(\text{AlB}_2)$ 及び $\Delta_f G(\text{AlB}_{12})$ だけ下側の位置にそれぞれプロットする。別紙 11-4 表に、具体的な計算値を示す。
- ⑤ A1 単体、AlB₂ 及び AlB₁₂ のギブスエネルギーの評価点を線分で繋ぎ^{※2)}、本アルミ合金の 213℃における安定相を判定する^{※3)}。

※2) 厳密には各相のギブスエネルギー曲線に対する共通接線を用いるが、ここでは AlB₂ と AlB₁₂ の安定性評価という目的を踏まえ、近似的に線分を用いた。なお、AlB₂ や AlB₁₂ のような定比化合物のギブスエネルギー曲線は、組成の僅かな変化に対しても敏感で鋭い曲率で変化するため(刃形状の下に凸の放物線となる)^{8),9)}、共通接線の代わりに線分を用いた場合においてもその誤差は非常に小さくなる。

※3) AlB₂ 及び AlB₁₂ における B 原子の化学ポテンシャルを比較して、より低い側を安定

相と評価した。

Mirkovic 等のデータを用いた評価結果である別紙 11-4 図(a)では、本アルミ合金の組成範囲で Al、AlB₂、及び AlB₁₂ が安定相と評価され、別紙 11-1 図の状態図に描かれている 213℃の等温線が示す状態が再現された。一方、Cho 等のデータを用いた別紙 11-4 図(b)では、213℃において Al 及び AlB₂が安定相と評価され、別紙 11-2 図の状態図と整合する結果が得られた。

以上より、213℃前後での安定相の判定は、評価に使用する標準生成エンタルピーに依存すると判断される。

2.4 標準生成エンタルピーの算定に基づく安定相の評価

ここでは、経済協力開発機構原子力機関（以下、「OECD/NEA」という。）における熱力学データの選定方法^{10),11)}に準じ、AlB₂及び AlB₁₂の標準生成エンタルピーを算定し、その結果に基づく相安定性の評価を示す。

まず、別紙 11-3 図に示すデータについて、AlB₂及び AlB₁₂の標準生成エンタルピーに関する文献調査を実施した。この結果を、別紙 11-5 表及び別紙 11-5 図にまとめて示す。OECD/NEA では、実測値を基にした評価値のみを対象としているため、本項の検討対象となるのは、Mirkovic 等、Meschel 等及び Domalski 等の熱力学データである。Mirkovic 等については、本別紙 2.1 項の評価結果により除外される。また、Meschel 等は AlB₂について評価していない。よって、AlB₂の標準生成エンタルピーについては、Domalski 等のみが検討対象となる。Domalski 等は、ふっ素を用いた燃焼カロリーメトリにより AlB₂及び AlB₁₂の燃焼熱を測定し、これらの標準生成エンタルピーを評価している。この実験の生成物である AlF₃（固相）及び BF₃（気相）は、XRD 分析及び赤外分光法によりそれぞれ確認されていることから、信頼できる熱力学データと判断される。AlB₁₂の標準生成エンタルピーについては、実測値に基づいているのは Meschel 等及び Domalski 等である。Meschel 等は、Al と B の粉体を混合後ペレット状に固めて加熱し、AlB₁₂の生成熱を測定、その結果を用いて標準生成エンタルピーを評価している。生成物である AlB₁₂は、XRD 分析により確認されていることから、信頼できる熱力学データと判断される。

次に、OECD/NEA が公開しているガイドライン¹¹⁾では、2 つ以上の熱力学データが存在する場合は、以下の重み平均及び不確実度を使用することになっている。

$$\text{重み平均 } (\bar{X}) \text{ の計算式 } \bar{X} \equiv \frac{\sum_{i=1}^N \left(\frac{X_i}{\sigma_i^2} \right)}{\sum_{i=1}^N \left(\frac{1}{\sigma_i^2} \right)}$$

不確定度 ($\sigma_{\bar{x}}$) の評価式
$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{1}{\sum_{i=1}^N \left(\frac{1}{\sigma_i^2}\right)}}$$

ここで、 N : 文献数、 i : 文献番号 (文献数により任意に割り当てられる 1~ N までの整数値)、 X_i : 文献値の公称値、 σ_i : 文献値の不確定度。 AlB_{12} の標準生成エンタルピーに関する評価結果を、別紙 11-5 表に算定値として示す。この算定値に基づき、 AlB_2 の相安定性の観点から保守側となるよう定めた評価使用値 (別紙 11-5 表参照) を用いて、本別紙 2.3 項に示した方法でギブスエネルギーの評価を行った。なお評価温度は、バスケットの最高使用温度である 225°C、及び貯蔵末期 (60 年後) に対応する条件として 100°C を用いた。この結果を別紙 11-6 図に示す。どちらの温度条件においても、 AlB_2 は安定相と認められる。

以上の評価結果より、本申請におけるバスケットの温度条件 (100~225°C) において本アルミ合金に含有される AlB_2 は安定相と判断される。

3. ほう素化合物が相変化した場合の評価について

2 章では、本申請におけるバスケットの使用温度で AlB_2 が安定相であることを示したが、本章では、仮想的に AlB_2 が全て AlB_{12} に変化したとした場合に本アルミ合金に及ぼす影響について評価する。

別紙 11-6 表に、 AlB_2 及び AlB_{12} の硬さ及び破壊靱性値について文献調査の結果をまとめて示す。硬さについては、ヌープ硬さとビッカース硬さの両方で、 AlB_{12} の方が大きな値である。破壊靱性値についても、 AlB_{12} の方が大きな値を示している。したがって、供用期間中に AlB_2 が全て AlB_{12} に変化したと仮定しても、本アルミ合金の機械的特性が劣化することは無いと考えられる。

用語説明（参考）

用語	記号	説明
ギブスエネルギー	G	エンタルピー H から TS を引いたもので、熱力学的平衡の判定に用いられる。ここで、 T : 絶対温度、 S : エントロピー。
標準生成ギブスエネルギー	$\Delta_f G$	標準状態（1 気圧）において化合物が成分元素の単体から生成するときに生じるギブスエネルギー変化。
エンタルピー	H	内部エネルギーに圧力と体積を加えたもの。定圧変化では、エンタルピーの変化は移動した熱量に等しい。
標準生成エンタルピー	$\Delta_f H$	標準状態（1 気圧）において化合物が成分元素の単体から生成するときに生じるエンタルピー変化。
反応エンタルピー	$\Delta_r H$	生成系のエンタルピーから反応系のエンタルピーを引いたものに等しい。
エントロピー	S	ギブスエネルギーの温度依存性を示す量。
標準生成エントロピー	$\Delta_f S$	生成系のエントロピーから反応系のエントロピーを引いたものに等しい。
化学ポテンシャル	—	系の自由エネルギーへの 1 モルあたりの寄与。純物質では 1 モルあたりのギブスエネルギーに等しい。

参考文献)

- 1) H. Okamoto, "Phase Diagrams for Binary Alloys", ASM International, (2010)
- 2) D. Mirkovic, J. Grobner, R. S. Fetzler, O. Fabrichnaya, H. L. Lukas, "Experimental study and thermodynamic re-assessment of the Al-B system", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 384, Issues 1-2, p168, (2004)
- 3) S. V. Meschel, O. J. Kleppa, "Standard enthalpies of formation of AlB₁₂ and Al₄C₃ by high temperature direct synthesis calorimetry", Journal of Alloys and Compound, Vol. 227, Issues 1, p93, (1995)
- 4) J. Cho, S. Kim, "Mechanical Behaviors and Stability of Al-rich Al-Mg-B Alloys", Proceedings of the 12th International Conference on Aluminum Alloys, p1757, (2010)
- 5) N. A. Belov, M. E. Samoshina, A. N. Alabin, K. Y. Chervyakova, "Effect of Copper and Magnesium on the Structure and the Phase Composition of Boron/Aluminum Composite Ingots", Russian Metallurgy, Vol. 2016, No. 1, p76, (2016)
- 6) O. N. Carlson, "The Al-B (Aluminum-Boron) System", Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Vol. 11, No. 6, p560, (1990)
- 7) A. T. Dinsdale, "SGTE DATA FOR PURE ELEMENTS", CALPHAD, Vol. 15, No. 4, p317, (1991)
- 8) 谷口雅男、"不定比化合物の安定領域 -相分離の観測-"、熱測定、5 巻、p19、(1978)
- 9) 中平光興、"不定比化合物"、日本結晶学会誌、14 巻、p73、(1972)
- 10) 北村暁、"地層処分システムの性能を評価するための熱力学データベースの整備"、日本原子力学会誌、Vol. 62、No. 1、(2020)
- 11) H. Wanner, "TBD-3 GUIDELINES FOR THE ASSIGNMENT OF UNCERTAINTIES (Version of 1st June 1999)", OECD/NEA, (1999)
- 12) E. S. Domalski, G. T. Armstrong, "Heats of Formation of Aluminum Diboride and α -Aluminum Dodecaboride", JOURNAL OF RESEARCH of the National Bureau of Standards, A. Physics and Chemistry Vol. 71A, No. 4, p307, (1967)
- 13) C. E. Campbell, U. R. Kattner, "A Thermodynamic Assessment of the Ni-Al-B System", Journal of Phase Equilibria, Vol. 20, No. 5, p485, (1999)
- 14) "COST 507: Thermochemical Database for Light Metal Alloys", Vol. 2, edited by I. Ansara, A. T. Dinsdale, and M. H. Rand, European Communities, (1998)
- 15) A. A. Giardini, J. A. Kohn, L. Toman, D. W. Eckart, "Vector Hardness Properties of Boron and Aluminum Borides", Boron Synthesis, Structure, and Properties Proceedings of the Conference on Boron, p140-158, (1960)
- 16) X. Yao, "HIGH-PRESSURE, HIGH TEMPERATURE SINTERING OF POLYCRYSTALLINE CUBIC

BORON NITRIDE WITH IMPROVED THERMOSTABILITY AND MECHANICAL PROPERTIES FOR
HIGH TEMPERATURE APPLICATIONS”, The University of Utah, Doctor’s thesis,
(2014)

3

別紙 11-1 表 標準生成エンタルピー ($\Delta_f H$) の文献値比較

(kJ/mol atoms) ※

AlB ₂	AlB ₁₂	出典
-7.667	-11.517	Mircovic 等 ²⁾
-16.6	-11.4	Cho 等 ⁴⁾

※) 原子 1 モルに相当するギブスエネルギーの単位。AlB₂ について Mircovic 等(元文献)の値を例にとれば、-23.000kJ/mol なので、この値を AlB₂ の構成原子数 (3 個) で除すると -7.667kJ/mol atoms となる。

別紙 11-2 表 Al 単体、及び B 単体のギブスエネルギー (G) (213°C)

(kJ/mol)

Al 単体	B 単体
-15.01 ^{※1)}	-3.562 ^{※2)}

※1) Al 単体のギブスエネルギー評価式⁷⁾は、以下の通りである。(単位: J/mol)

$$-7976.15 + 137.093038 T - 24.3671976 T \ln(T) - 1.884662E-3 T^2 - 0.877664E-6 T^3 + 74092 T^{-1}$$

※2) B 単体のギブスエネルギー評価式⁷⁾は、以下の通りである。(単位: J/mol)

$$-7735.284 + 107.111864 T - 15.6641 T \ln(T) - 6.864515E-3 T^2 + 0.618878E-6 T^3 + 370843 T^{-1}$$



別紙 11-3 表 AlB₂、及び AlB₁₂ の標準生成ギブスエネルギー ($\Delta_f G$) (213°C)

(kJ/mol atoms)

AlB ₂	AlB ₁₂	参照
-8.161	-11.30	Mircovic 等 ²⁾
-17.09	-11.18	Cho 等 ⁴⁾

別紙 11-4 表 AlB₂、及び AlB₁₂ のギブスエネルギー (G) (213°C)

(kJ/mol atoms)

AlB ₂	AlB ₁₂	参照
-15.54	-15.74	Mircovic 等 ²⁾
-24.47	-15.63	Cho 等 ⁴⁾

別紙 11-5 表 AlB_2 の標準生成エンタルピー ($\Delta_f H$) に関する文献調査結果

(kJ/mol atoms)

$\Delta_f H(AlB_2)$	$\Delta_f H(AlB_{12})$	評価方法	出典
-7.667	—	実験	Mirkovic 等 ²⁾
—	-11.4±1.2 ^{*1}	実験	Meschel 等 ³⁾
-22.3±4.2	-15.4±3.2	実験	Domalski 等 ¹²⁾
-19.1	-27.8	計算	Campbell 等 ¹³⁾
-28.6	-15.3	計算	COST 507 ¹⁴⁾
—	-11.9±1.1	算定値	—
-18.1 (-22.3±4.2)	-13.0 (-11.9-1.1)	評価使用値 ^{*2}	—

※1) Meschel 等の不確定度には、測定結果の標準偏差 σ に相当する値 (± 0.6) が使用されているが、本申請では OECD/NEA のガイドラインに準じ、約 95% の信頼水準となる 2σ として使用した。

※2) 算定値の不確定度の範囲で、 AlB_2 の相安定性の観点から保守側になる値をギブスエネルギーの使用値とした。具体的には、 AlB_2 の標準生成エンタルピーは上限値、 AlB_{12} では下限値を使用した。

3

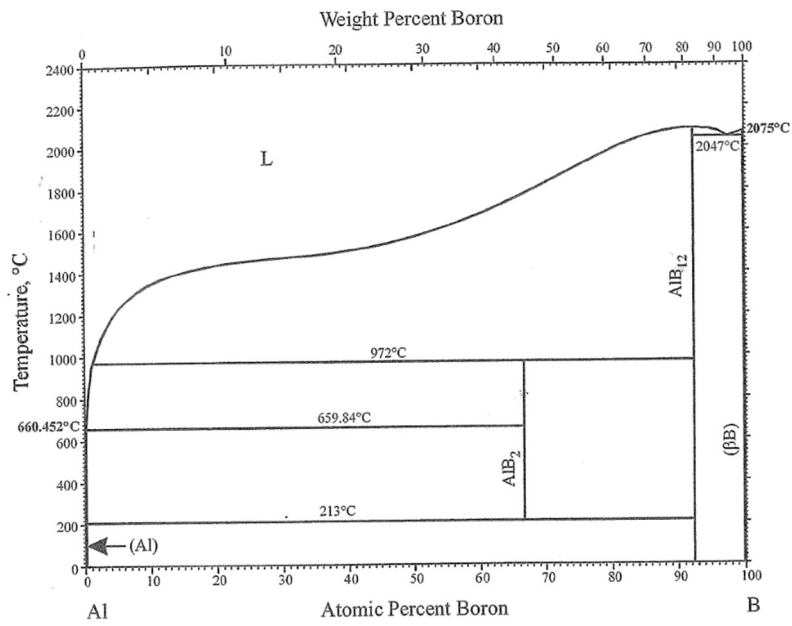
別紙 11-6 表 ほう素化合物の機械的特性

ほう素化合物	ヌープ硬さ ^{*1} (-)	ビッカース 硬さ ^{*1} (GPa)	ビッカース 硬さ ^{*1} (-)	破壊靱性値 K_{IC} 値 ($MPa \cdot m^{1/2}$)
AlB_2	960 ¹⁵⁾	19 ¹⁶⁾	1938 ¹⁶⁾ , ^{*3}	1.5 ¹⁶⁾
AlB_{12}	2210~2445 ¹⁵⁾ , ^{*2}	27 ¹⁶⁾	2754 ¹⁶⁾ , ^{*3}	2.8 ¹⁶⁾

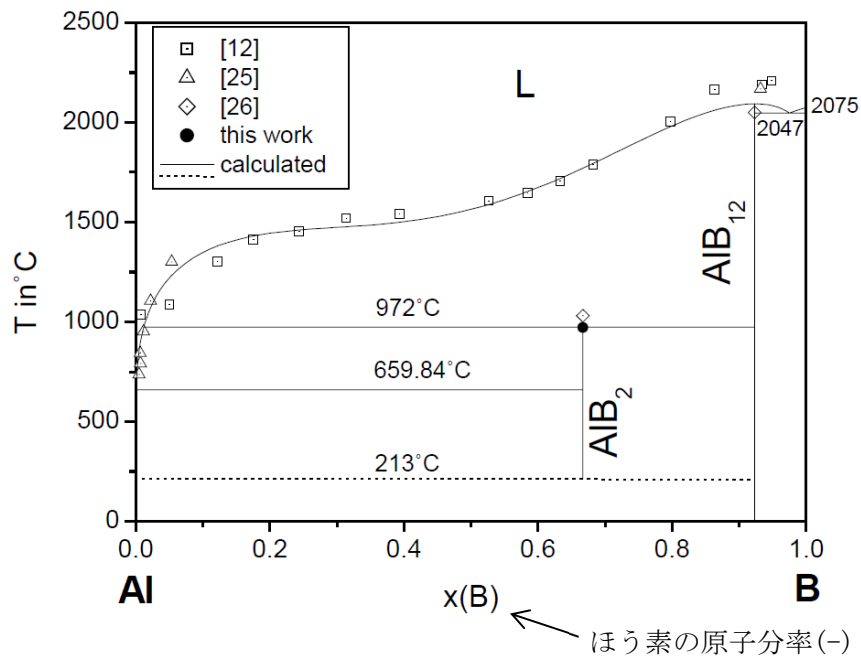
※1) ヌープ硬さとビッカース硬さの最も大きな違いは試験に用いる圧子の形状である。どちらも四角錐形状だが、前者は菱形、後者は正方形の断面形状である。ヌープ硬さ試験は、脆い材料の評価に適しているとされている。

※2) 結晶方位により値が異なるため、範囲標記とした。

※3) 文献値から換算して求めた値。JIS R 1610 を参考に、GPa 単位の値を 102 倍した。

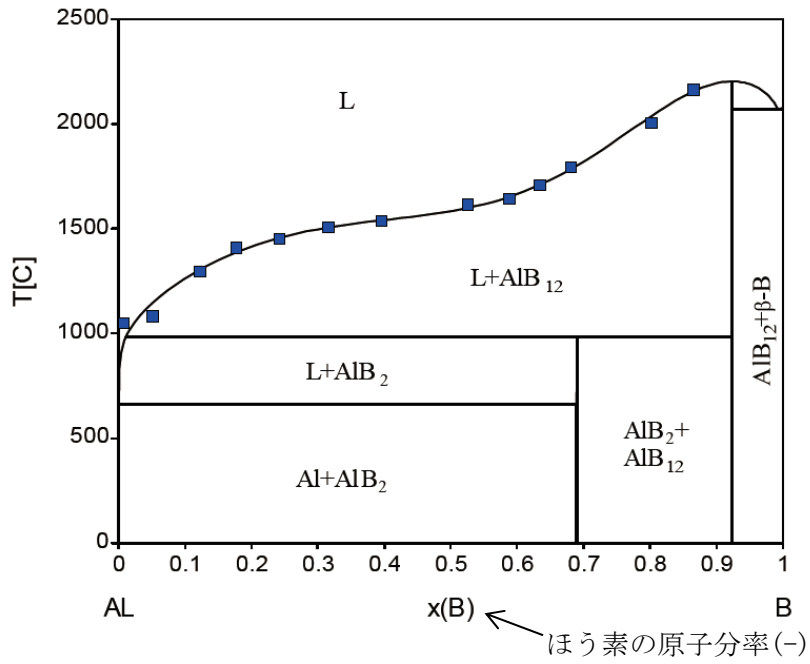


(a) Okamoto¹⁾ (補足説明資料 1-7 (Rev. 0) 別紙 1-4 図の再掲)

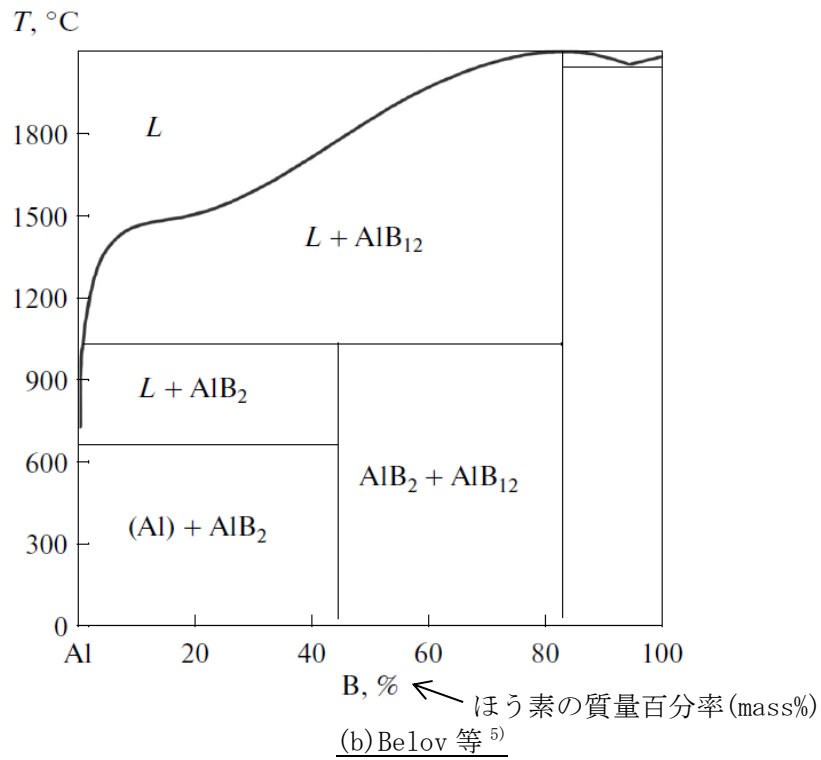


(b) Mirkovic 等²⁾ ((a)の元文献)

別紙 11-1 図 Al-B 系状態図 (その 1)

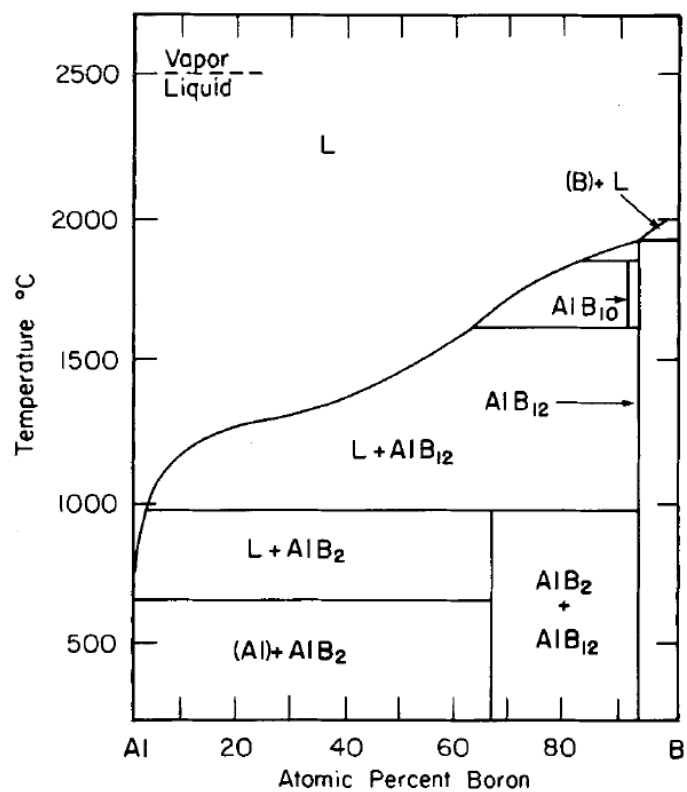


(a) Cho 等⁴⁾



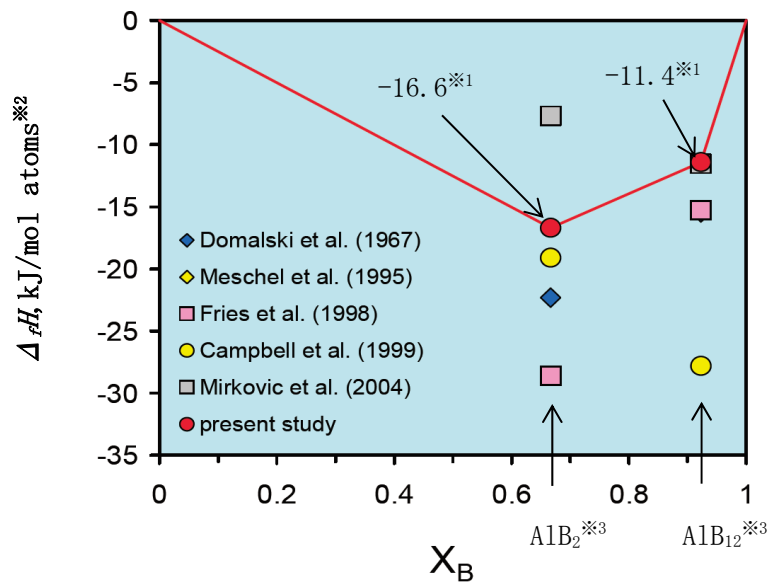
(b) Belov 等⁵⁾

別紙 11-2 図 Al-B 系状態図 (その 2) (1/2)



(c) Carlson 等⁶⁾

別紙 11-2 図 Al-B 系状態図 (その 2) (2/2)



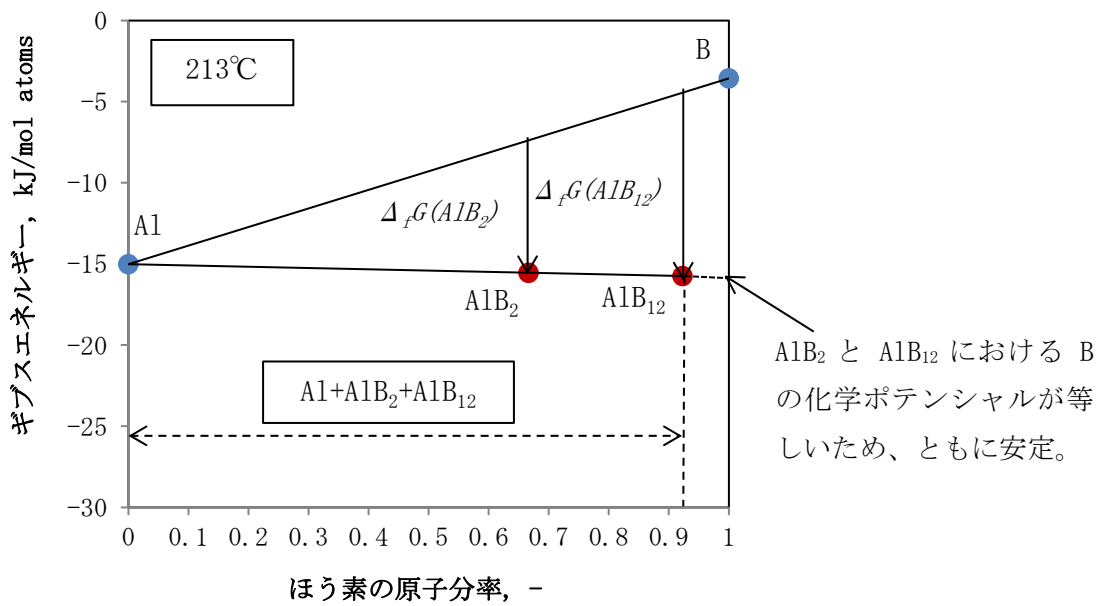
注) 本図は、参考文献4に対して以下の点を追記・修正して掲載した。

※1) 本図における読み取り値を追記した。

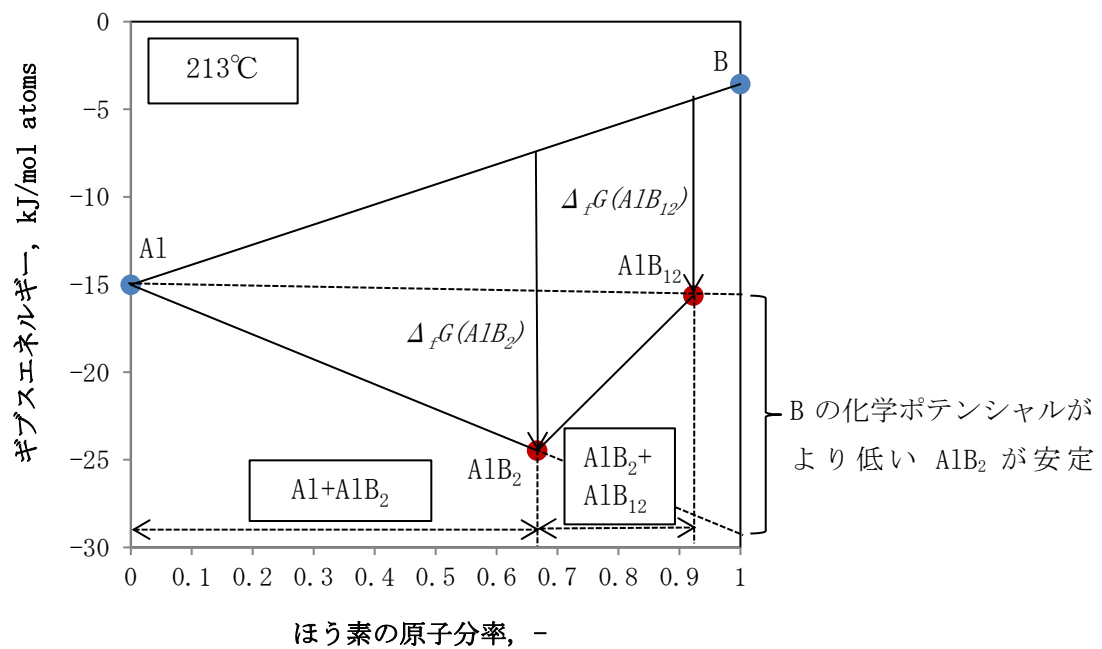
※2) 標準生成エンタルピーの単位を修正した。

※3) ほう素化合物の化学式を追記した。

別紙 11-3 図 AlB₂ と AlB₁₂ の標準生成エンタルピー⁴⁾

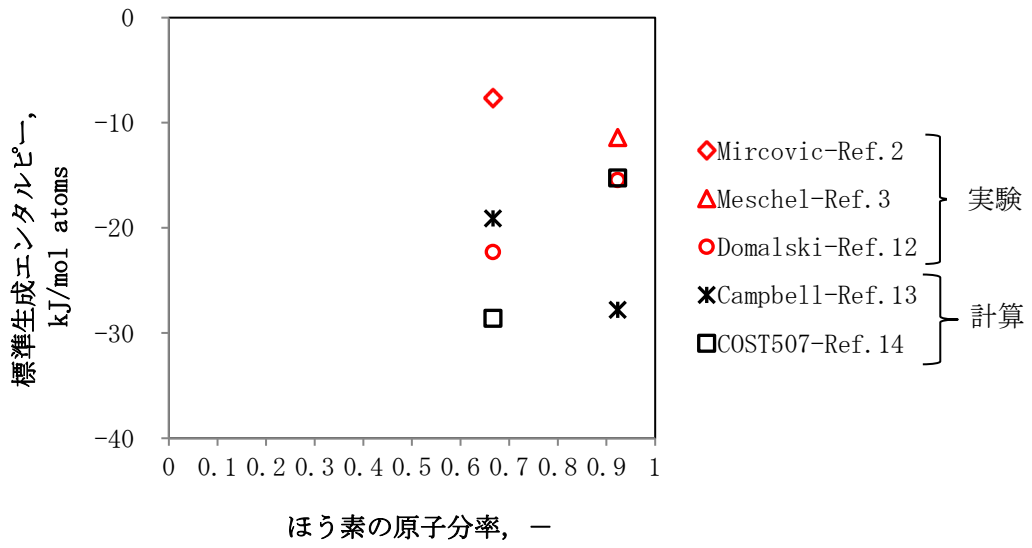


(a) Mircovic 等²⁾ のデータを用いたケース

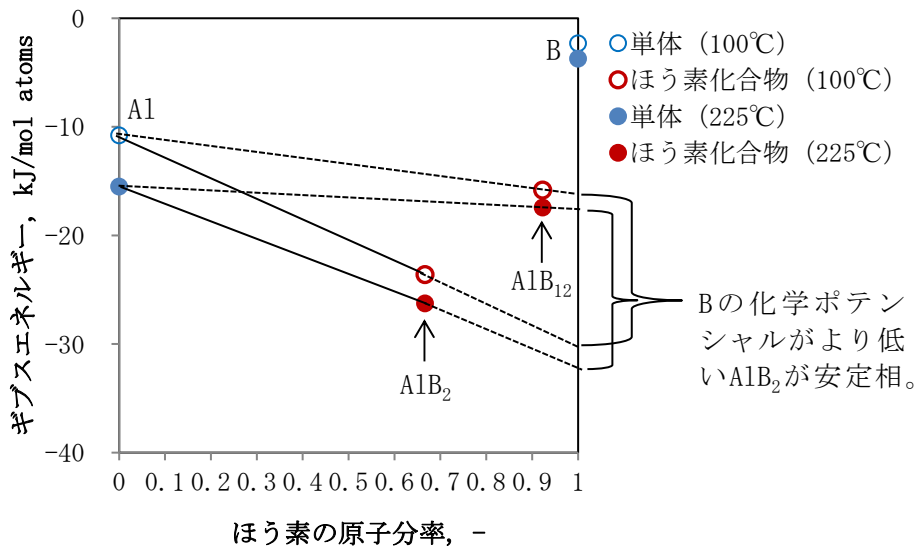


(b) Cho 等⁴⁾ のデータを用いたケース

別紙 11-4 図 文献値に基づくギブスエネルギーの評価



別紙 11-5 図 標準生成エンタルピーに関する文献調査結果



別紙 11-6 図 バスケットの温度条件におけるほう素化合物のギブスエネルギー評価

参考文献の引用箇所抜粋集 (参考)

今回の資料で参照した論文の主要な引用箇所を抜粋して以下に示す。

- Meschel 等³⁾の文献からの引用箇所

(2. Experimental and materials より抜粋)

true binary compound. We prepared AlB_{12} in the calorimeter. The X-ray diffraction pattern of our sample matched well the

pattern of the α tetragonal form in the ASTM Powder Diffraction File. We found no evidence of any unreacted elements or of other phases such as AlB_2 or $\beta\text{-AlB}_{12}$.

(3. Results and discussion より抜粋)

The experimental results are summarized in Table 1. The heat effects associated with reactions (1) and (2) are given in kilojoules per mole of atoms as the averages of five to seven consecutive measurements with the appropriate standard deviations. The last column shows the standard enthal-

Table 2

Comparison of the standard enthalpies of formation reported in this study with experimental values in the published literature and with predicted values from the semiempirical model of Miedema and coworkers

Compound	Reference	Method	ΔH_f° (kJ (mol of atoms) ⁻¹)	
			Experimental	Predicted
AlB_{12}	Domalski and Armstrong [5]	Fluorine bomb calorimetry	-19.8 ± 3.5	+9
	Domalski and Armstrong [6]	Fluorine bomb calorimetry	-15.4 ± 3.2	
	Kant and Moon [4]	Vapor pressure-mass spectroscopy	-11.9 ± 1.3	
	<u>This work</u>	<u>Direct synthesis calorimetry</u>	<u>-11.4 ± 0.6</u>	

- Domalski 等¹²⁾の文献からの引用箇所

JOURNAL OF RESEARCH of the National Bureau of Standards—A. Physics and Chemistry Vol. 71A, No. 4, July-August 1967

Heats of Formation of Aluminum Diboride and α -Aluminum Dodecaboride¹

Eugene S. Domalski and George T. Armstrong

Institute for Basic Standards, National Bureau of Standards, Washington, D.C. 20234

(April 24, 1967)

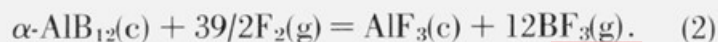
The energies of combustion of AlB_2 and $\alpha\text{-AlB}_{12}$ were measured in a bomb calorimeter using fluorine as the oxidant. Major problems of this investigation were the assessment of the state and distribution of impurities in the samples and the establishment of the stoichiometry of the aluminum boride phase. We obtain $-16 \pm 3 \text{ kcal mol}^{-1}$ and $-48 \pm 10 \text{ kcal mol}^{-1}$ for the heats of formation of AlB_2 and $\alpha\text{-AlB}_{12}$, respectively. The uncertainties cited are the overall experimental errors. Their magnitudes are chiefly due to uncertainties in the impurity correction applied and the uncertainties in the heats of formation of the combustion products.

(6. Products of Combustion より抜粋)

The white powder present in the combustion bomb as a result of burning the aluminum borides in fluorine was identified by its x-ray diffraction pattern as aluminum trifluoride. Previous work [5, 6] has estab-

Boron trifluoride was identified as a combustion product in an infrared spectrometer. Samples from

(9.2. The Heats of Formation of Aluminum Diboride and α -Aluminum Dodecaboride より抜粋)



(9.3. Sources of Error より抜粋)

would tend to cancel. Errors incurred as a result of

performing the heat measurements, such as the error from calibration or combustion experiments, losses in sample preparation, analysis for the amount of unburned $\alpha\text{-AlB}_{12}$, incomplete fuse combustion, etc., are adequately covered by using two times the standard deviation of the mean, (entry 11, tables 5 and 6).

- Giardini 等¹⁵⁾の文献からの引用箇所

Table I. Knoop Hardness Numbers (100 g load) for Al, AlB₂, AlB₁₀, α-AlB₁₂, β-AlB₁₂, γ-AlB₁₂, and B

Phase	Plane	Average KHN ₁₀₀	Maximum KHN ₁₀₀	Minimum KHN ₁₀₀	Average variance, %
Al	polycrystalline	19	19	19	± 0.1
AlB ₂	(00.1)	960	1085	900	3.1
AlB ₁₀	(010)	2610	2785	2490	0.7
	(101)	2785	2850	2725	0.8
	(111)	2550	2760	2350	0.9
	(110)	2445	2500	2390	0.6
α-AlB ₁₂	(101)	2380	2450	2320	0.7
	(221)	2210	2250	2170	1.0
	(100)-(010)*	2450	2575	2360	0.8
β-AlB ₁₂	(101)-(011)*	2525	2610	2430	0.7
	(201)-(021)*	2870	2990	2660	1.1
γ-AlB ₁₂	(100)	2355	2410	2270	0.6
B**	(10.1)	2314	2580	2110	0.5
B	polycrystalline	2460	2480	2415	—

* Polysynthetic twinning.

** Beta-rhombohedral phase.

- Yao¹⁶⁾の文献からの引用箇所

Table 2-1. Typical physical properties of reaction products in PCBN materials. Data collected from the references.^{114, 137-142}

Properties	Lattice	ρ	E	σ flex	K _{IC}	HV	T _m	T.C.	α
Unit		g/cc	GPa	MPa	MPa m ^{1/2}	GPa	°C	Wm ⁻¹ K ⁻¹	10 ⁻⁶ K ⁻¹
<i>Diamond</i>	<i>Cubic</i>	3.52	950	1050	3.4	115	3800	2200	1
(ref.)									
cBN	Cubic	3.49	870	650	5.0 ± 0.5	65	3097	800	1.15
AlB ₂	Hex.	3.19	448	-	1.5 ± 0.3	19	980*	-	-
AlB ₁₂	Tetra.	2.6	405	-	2.8 ± 0.2	27	2092	5	-
AlN	Hex.	3.20	305	302	4.4	11	2054	110	5
Al ₂ O ₃	Cubic	3.97	393	445	4.0 ± 0.5	21	2047	39	8.4
TiB ₂	Hex.	4.52	560	450	6.0 ± 2.0	33	3225	90	6.6
TiN	Cubic	5.4	465	400	5	18	2950	66	9.4
TiO ₂	Tetra.	4.25	270	426	6.0 ± 2.0	11	1893	12	8.5

* - Peritectic decomposition and partial melting.

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）の金属組織等について1. はじめに

別紙 12 では、ほう素添加アルミニウム（以下、「本アルミ合金」という）の金属組織に及ぼす B 添加の影響について説明する。さらに、60 年間の熱履歴を模擬する加速試験や、キャスクの使用温度条件で 10,000h 保持した時効処理試験が、本アルミ合金の金属組織に及ぼす影響について説明する。

2. B 添加、加速試験及び時効処理試験が金属組織に及ぼす影響の評価2.1 結晶粒組織に関する調査

ほう素添加アルミニウム合金の初期材、加速試験材（300℃×1,000h）及び時効処理試験材（200℃×10,000h）について、偏光顕微鏡による組織観察を行った。B 添加が結晶粒組織に及ぼす影響を確認するため、B を添加していない Al-Mn-Mg 合金（以下、「B 無し材」という）についても同様の観察を実施した。別紙 12-1 表に本項で説明する材料の化学成分及び熱処理条件をまとめて示す。ここで実機材とは、キャスクのバスケット材に使用するサイズの押出材に相当する材料であり、ラボ材とは、Mg の固溶強化の維持に関する調査のために作製した材料である。このため、ラボ材には Mg を過剰に添加した材料も含まれている。なお、B 無し材はラボ材についてのみ作製した。

別紙 12-1 表に示した試料の光顕写真を別紙 12-1 図に示す。本アルミ合金及び B 無し材は、いわゆる非熱処理型合金であり、粒界に析出物が乏しいため、粒界を選択的に腐食させるエッチング方法には適していない。このため、Barker 氏液を用いて、試料の表面に結晶方位に依存した偏光性を持つ酸化皮膜を形成させる方法を採用した¹⁾。いずれの試料も、観察面は L-ST 断面（法線方向が板幅方向と一致する断面）とした。別紙 12-1 図より、いずれの試料についても押出方向に結晶粒が引き伸ばされた繊維状組織（ファイバー組織）の形成が認められる。

次に、別紙 12-1 図の高倍率の光顕写真を用いて、切片法²⁾により結晶粒径を評価した。ここでは、それぞれの結晶粒組織に対し、繊維状組織を横切るように板厚方向に 200 μm に対応する直線を引き、この直線が横切った結晶粒の数をカウントした。直線の端がその内部にある結晶粒は、1/2 個としてカウントした。各直線についてカウントされた結晶粒の個数で 200 μm という数値を除すると、各供試材の結晶粒径が求まる^{*1}。別紙 12-1 図に示したように、各供試材について、それぞれ 3 本の直線を引き、結晶粒径の平均値を評価した。この結果を、別紙 12-2 表及び、別紙 12-2 図にまとめて示す。

これより得られる知見を以下に示す。

※1) このように求められる値は、厳密には平均切片長さである。切片法では、直線が必ずしも結晶粒の中央部を横切らないため、平均切片長さは実際の結晶粒よりも小さい値となると考えられる。この影響を補正するために、いくつかの評価式が提案されている²⁾。しかしながら、ここでの目的は結晶粒径の絶対値の評価ではなく、結晶粒径に及ぼすほう素添加、加速試験及び時効処理試験の影響を相対的に評価することである。このことを踏まえ、平均切片長さを結晶粒径として取り扱い評価に用いることとした。

- 供試材 No. 22 及び No. 20 は、加速試験後も繊維状組織が維持されており、結晶粒組織（結晶粒径）にほとんど変化は認められない。これらの供試材は、初期状態でO材処理により引張矯正による加工硬化が除去されており、再結晶の駆動力となる転位がほとんど残存していないためと考えられる。
- 供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 は、時効処理試験後も繊維状組織が維持されており、結晶粒組織（結晶粒径）にほとんど変化は認められない。
- 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 は、B 添加以外の化学成分を揃えた材料だが、B を添加した供試材 No. 1-1B の方がより微細な結晶粒組織（結晶粒径）となっている。本アルミ合金に添加されている AlB_2 は、鑄塊組織を微細化することが知られており³⁾、その影響が反映されたものと考えられる。
- 供試材 No. 1-1 は、時効処理試験後の結晶粒径が小さくなっているが、これは、時効処理の影響では無く、観察試験片のばらつきによるものと考えられる。供試材 No. 1-1 には、本アルミ合金のように微細化作用をもたらす添加材が含まれていないため、鑄塊組織が不均一になりやすく、その影響が結晶粒径に反映された可能性が高い。このことは、別紙 12-1 図に示した供試材 No. 1-1 の低倍率写真で、比較的幅の大きな結晶粒と、小さい結晶粒が混在していることから推察できる。
- 実機材（供試材 No. 22 及び No. 20）とラボ材（供試材 No. 1-1B）は、いずれも繊維状組織であると認められるとともに、同程度の結晶粒径を示している。これは、上述した AlB_2 の微細化作用により、均一な鑄塊組織が得られたためと考えられる。

以上より、本アルミ合金は加速試験及び時効処理試験により、結晶粒組織は変化していないと認められる。したがって、キャスクでの使用温度では、結晶粒組織の変化はほとんど生じないと判断される。

2.2 Mn 系化合物の析出組織に関する調査

詳細は別紙 2 及び別紙 13 で説明しているが、本申請における加速試験の熱処理条件

である 300℃×1,000h は、60 年間の熱履歴を保守側に包絡して設定したものである。
供試材 No. 22(フラットバー)及び供試材 No. 20 (中空材) の加速試験前後における Mn 系化合物の析出組織を、別紙 12-3 図に比較して示す。どちらの供試材も、加速試験前後で Mn 系化合物の析出物の分布状態及び粒サイズに変化は認められない。なお、高倍率写真には線状の転位組織が認められる。これらの写真では、加速試験の前後で転位密度に明確な変化は認められないが、加速試験後にわずかに低下している可能性がある。この点については、別紙 13 で詳述した。

次に、供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 の時効処理試験 (200℃×10,000h) 前後における Mn 系化合物の析出組織を別紙 12-4 図に比較して示す。どちらの供試材も、時効処理試験前後で Mn 系化合物の分布状態及び粒サイズに変化は認められない。

上述の説明資料において、加速試験及び時効処理試験により、Mn 系化合物の粒子分散強化に変化が認められないことを説明したが、このことは、当該化合物の析出組織に変化が認められなかったことと整合している。

別紙 12-5 図に、供試材 No. 1-1B の時効処理試験前後と、供試材 No. 1-1 の時効処理材の TEM 組織に認められた金属間化合物の TEM-EDX 分析の結果を示す。Mn 系化合物の析出物は、球状のものと、比較的サイズの大きい棒状のものが知られている⁴⁾ ため、両方について TEM-EDX 分析を行った。いずれの分析結果でも、Mn が検出されていることから、これら金属間化合物が Mn 系化合物であることが確認された。この化合物は、Al-Mn 系状態図より Al_6Mn と判断される⁵⁾。

2.3 B系化合物の分布状態及び組成に関する調査

2.3.1 B系化合物の分布状態に関する調査

本アルミ合金における B 系化合物の分布状態を確認するため、実機材 (供試材 No. 32 : フラットバー及び供試材 No. 36 : 中空材) を用いて、電子線マイクロアナライザ (以下、「EPMA」という) による面分析を実施した。分析に用いた供試材の化学成分を別紙 12-3 表に示す。分析観察面は、L-ST 断面 (法線が板幅方向と一致する断面) とした。初期材の結果を別紙 12-6 図(a)に示す。左側の画像が SEM 写真、右側の画像が EPMA の分析結果である。B 濃度が高い箇所は赤色、中程度の箇所は緑色、低い箇所は青色、B が存在しない箇所は黒色で表示されている。この図より、SEM 写真で黒色のコントラストで示される金属間化合物は B 系化合物であると判断される。また、B 系化合物が微細且つ均一に分散されていることが確認された。

別紙 12-6 図(b)には、加速試験後の供試材について同様の EPMA による面分析を実施した結果を示しているが、B 系化合物の分布状態について変化はほとんど認められない。このことは、別紙 11 で引用した Al-B 系状態図に含まれる情報より、以下のよう理解できる。なお、別紙 11 には計 5 点の Al-B 系状態図を引用しているが、以下に述べる考察に関してはいずれの状態図を参照しても同じ結論が得られる。

まず、本アルミ合金に含有されている B 系化合物である AlB_2 は、 $1000^{\circ}C$ 近くまで相変態しない熱的に極めて安定な化合物である。また、アルミニウムの融点（約 $660^{\circ}C$ ）未満では、B はアルミニウム母相にほとんど固溶しないと判断される。固相中の分散粒子の分布状態が変化するためには、分散粒子を構成する元素がある程度母相中に固溶・拡散し他の分散粒子の成長に寄与する必要があるが、以上に述べた 2 点より、そのような現象は極めて生じ難い。

なお、付録 12-1 に、B 化合物による粒子分散強化の効果について検討した結果を示す。ここでの検討結果より、本アルミ合金の B 系化合物に粒子分散強化の効果は認められない。また、付録 12-2 に、B 化合物の体積率に関する評価を示す。ここでは、本アルミ合金の B 系化合物の体積率は、約 2vol% 程度と評価された。

2.3.2 B 系化合物の組成に関する調査

本節では、まず本アルミ合金に B を添加する際に用いた Al-B 母合金について説明した後、押出材の B 系化合物について調査した結果を説明する。

3

(1) Al-B 母合金 (Al-4mass%B) 中の B 系化合物

補足説明資料 1-7 図 5-1「製造フロー」で述べたように、本合金では溶解工程で Al-B 母合金 (Al-4mass%B) を加えて B 添加量を調整する。そこで、この母合金に含有される B 系化合物を同定するために行った X 線回折分析（以下、「XRD 分析」という）の結果を別紙 12-7 図に示す。この図から、Al-B 母合金中の B 系化合物は、 AlB_2 と判断される。なお、本母合金の製造方法は橋本らの報告した方法⁶⁾によるものである（ただし、B 濃度は若干異なる）。この文献では、溶解温度を $830^{\circ}C$ 以下に制限することで B 系化合物の化学形態を AlB_2 にコントロールできると報告されており、今回の XRD 分析結果と整合している。別紙 12-8 図では Al-B 母合金の XRD 分析結果に AlB_{12} の回折パターンを参考に併記して示す。この比較結果から、Al-B 母合金には AlB_{12} は含まれていないと認められる。

(2) 押出材中の B 系化合物（初期材）

ここでは、押出材（初期材）の B 系化合物に関する調査について説明する。供試材 No. 36 について、EPMA による面分析を実施した結果を別紙 12-9 図に示す。本節では、B 化合物の組成に着目して調査するため、前節よりもより高倍率の条件で分析を実施した。別紙 12-9 図より、SEM 画像に示される黒色の領域では、Al 濃度の低下が認められる一方、B 及び Mg の濃化が認められる。 AlB_2 は、溶解工程において Mg を吸収（Al 原子の位置に Mg が置換される）することが知られており⁷⁾、本アルミ合金においても同様の現象が確認された。すなわち、供試材 No. 36（初期材）では、 AlB_2 中に

Mg が固溶した状態となっている。この B 系化合物を同定するため、熱フェノールを用いた抽出残渣により XRD 分析を行った。この結果を別紙 12-10 図に示すが、B 系化合物は $(Al_{0.72}Mg_{0.20})B_2$ として検出された。ここで、抽出残渣を用いたのは、押出材の B 添加量が約 1mass%程度と小さいため、押出材の状態では B 系化合物が検出できなかったためである。参考として、供試材 No. 36 (初期材) の XRD 分析結果に、Mg の組成が異なる $Al_{0.9}Mg_{0.1}B_2$ 、及び $(Al_{0.63}Mg_{0.30})B_2$ の回折パターンを併記して別紙 12-11 図に示す。 $(Al, Mg)B_2$ の結晶構造は、 AlB_2 のそれと同じであり、Mg 組成の変化により回折ピークの位置が変化する。このため、B 系化合物中の Mg 組成の変化は、XRD 分析結果によって検知できると考えられる。なお、B 系化合物の組成式については、ICDD カードに記載されている表現をそのまま用いた (ただし、Al を Mg の前に標記した)。

次に、鋳造後の製造工程における B 系化合物中の Mg 組成の変化の有無を確認するため、均質化熱処理を施す前の供試材 No. 36 のビレット (押出前の鋳塊) について EPMA の面分析を実施した。この結果を別紙 12-12 図に示す。別紙 12-9 図に示した供試材 No. 36 (初期材) の結果と同様に、B 系化合物において Mg の濃化が認められ、その度合いも同程度と認められる。別紙 12-13 図に、供試材 No. 36 のビレットの抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。供試材 No. 36 (初期材) と同様に、B 系化合物は $(Al_{0.72}Mg_{0.20})B_2$ として検出された。つまり、本アルミ合金は、鋳造後に、均質化熱処理、押出時加熱、押出工程及び O 材熱処理という製造工程を経るが、この間も B 系化合物の組成は変化していなかったことになる。このように、本アルミ合金の B 系化合物の組成は熱的に極めて安定しており、溶解工程後は変化が極めて生じ難いと理解される。

(3) 押出材中の B 系化合物 (加速試験材及び時効処理試験材)

$(Al, Mg)B_2$ は、様々な Mg 組成比を取ることが知られている⁸⁾。キャスクの供用期間中に、B 系化合物中の Mg 濃度が増加する場合は、アルミニウム母相の固溶 Mg 量が低下するため、固溶強化の効果が減少する可能性がある。そこで、本申請材料について、B 系化合物の Mg 濃度が変化しないことを確認するため、別紙 12-4 表に示す初期材及び種々の熱処理材を用いて以下の分析・検討を行った。

別紙 12-14 図に、供試材 No. 36 の加速試験材 (300℃×1,000h) について実施した EPMA の面分析の結果を示す。B 系化合物中の Mg 濃度は、別紙 12-9 図に示した初期材と同程度と認められる。別紙 12-15 図には加速試験材 (300℃×1,000h) の抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。加速試験後においても、初期材と同様、B 系化合物は $(Al_{0.72}Mg_{0.20})B_2$ として検出された。別紙 12-16 図では加速試験前後の XRD 分析結果を比較評価した結果を示す。加速試験の前後において、X 線回折スペクトルのピーク位置の変化は認められない。この比較結果からも、B 系化合物中の Mg 組成は変化して

いないと判断される。

次に、供試材 No. 1-1B の初期材及び 4 水準の温度条件を設定した時効処理試験材について、EPMA の面分析及び抽出残渣に対する XRD 分析を実施した。別紙 12-17 図に初期材の EPMA の面分析の結果を示す。供試材 No. 36 と同様に、B 系化合物において Mg の濃化が認められる。別紙 12-18 図に初期材の抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。B 系化合物は、供試材 No. 36 と同様に、 $(Al_{0.72}Mg_{0.20})B_2$ として検出された。別紙 12-19 図には、各温度条件の時効処理試験材に関する EPMA の面分析の結果を示す。いずれの温度条件についても、B 系化合物中の Mg 濃度は初期材と同程度と認められる。

別紙 12-20 図に各時効処理試験材の抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。いずれの温度条件についても、B 系化合物は、初期材と同様に $(Al_{0.72}Mg_{0.20})B_2$ として検出された。別紙 12-21 図では供試材 No. 1-1B の初期材及び各時効処理試験材の XRD 分析結果を比較して示す。この比較結果からも、B 系化合物中の Mg 組成は変化していないと判断される。

以上は、本アルミ合金について規定した化学成分範囲の押出材について調査した結果であるが、Mg を過剰に添加した供試材 No. 1-3B についても同様の分析を実施した。なお、この供試材は、別途説明を予定している Mg 系化合物の析出速度を評価するために作製した。別紙 12-22 図に、供試材 No. 1-3B (初期材) の EPMA の面分析の結果を示す。供試材 No. 36 及び No. 1-1B と同様に、B 系化合物において Mg の濃化が認められる。一部の B 系化合物には、Mg 濃度が低くなっている領域も認められる。

別紙 12-23 図には供試材 No. 1-3B (初期材) の抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。B 系化合物は、 $(Al_{0.9}Mg_{0.1})B_2$ として検出された。これは、供試材 No. 36 及び No. 1-1B の場合よりも若干 Mg 濃度が低い B 系化合物である。この B 系化合物中の Mg 濃度の低下は、以下に述べる 2 つの理由で保守側の状態になっていると判断している。

まず、先述したように、この供試材は Mg 系化合物の析出速度を評価することを目的としている。B 系化合物中の Mg 濃度の低下は、アルミニウム母相の Mg 濃度を増加させる方向である。このことは、定性的には Mg 系化合物の析出速度を増加させる。これは、材料全体について、Mg 固溶強化の効果がより早く低下する方向のため、保守側の状態になっていると判断される。

次に、キャスクの供用期間中に B 系化合物中の Mg 濃度が初期状態からさらに増加しないことを確認する観点では、初期状態の Mg 濃度がより低い方が保守側になる。より具体的には、供試材 No. 1-3B では、B 系化合物中の Mg 濃度は供試材 No. 36 及び No. 1-1B と比較して低く (約 2 分の 1) になっていることに加え、Mg が過剰に添加されているためアルミニウム母相の Mg 濃度は実機条件よりも高く (約 3 倍) になっており、B 系化合物中の Mg 濃度が変化しないことを確認する観点では、保守側の状態になっ

ていると判断される。

別紙 12-24 図では供試材 No. 1-3B の 2 水準の温度条件における時効処理試験材について実施した EPMA の面分析の結果を示す。比較的大きな B 系化合物において初期材でも確認された Mg 濃度が低くなっている領域が認められるが、その他の B 系化合物については、Mg 濃度は初期材と同程度と認められる。なお、図中に矢印及び点線囲みで示した化合物（SEM 画像ではアルミニウム母相より濃いグレー、Mg マッピング像では明るい青色のコントラストで示されている）は、時効処理によって生じた β 相 (Al_3Mg_2) であると考えられる。別紙 12-25 図に、同材料の抽出残渣に対する XRD 分析結果を示す。どちらの温度条件についても、B 系化合物は初期材と同様に ($\text{Al}_{0.9}\text{Mg}_{0.1}$) B_2 として検出された。別紙 12-26 図では、供試材 No. 1-3B の初期材及び時効処理試験材の XRD 分析結果を比較して示す。この比較結果からも、B 系化合物中の Mg 組成は変化していないと判断される。

上述したように、供試材 No. 1-3B は、B 系化合物中の Mg 濃度がさらに増加しないことを確認する上では保守側の状態になっていたにも拘わらず、今回実施した時効処理試験において、B 系化合物中の Mg 濃度に変化は認められなかった。

別紙 12-27 図に、Al-Mg-B 系の状態図⁹⁾を示す。50℃及び 900℃において、(Al, Mg) B_2 は安定相と認められる。別紙 11 では、キャスクの使用温度条件において AlB_2 が安定相であることを説明したが、(Al, Mg) B_2 の場合も同様に、当該温度条件で安定相と判断される。

以上の調査結果から、本アルミ合金の B 系化合物は、鋳造後の製造工程、加速試験条件、時効処理試験条件及び過剰に Mg が添加された条件の全てにおいて、熱的に極めて安定していることが確認された。このため、キャスクの使用温度条件で B 系化合物の Mg 濃度が変化することは無いと判断される。

参考文献)

- 1) 堀川宏、“アルミニウム合金のミクロ組織評価方法”、軽金属、59 巻、p265、(2009)
- 2) 高山善匡、“結晶粒度の評価法”、軽金属、44 巻、p48、(1994)
- 3) G. K. Sigworth, T. A. Kuhn, “GRAIN REFINEMENT OF ALUMINUM CASTING ALLOYS”, International Journal of Metalcasting, Vol.1, p31, (2007)
- 4) 里達雄、“アルミニウム大全”、日刊工業新聞社、p147-p160、(2016)
- 5) 梶山毅、深田和博、“Al-Mn 系合金”、軽金属、38 巻、p362、(1988)
- 6) 橋本嗣夫、三木正博、“高濃度 Al-B 母合金の合成とその流動性の改善”、軽金属、43 巻、p3、(1993)
- 7) H. E. Calderon, R. G. I. Hidalgo, Z. H. Melgarejo, O. M. Suarez, “Effect of AlB₂-Mg interaction on the mechanical properties of Al-based composites”, Materials Science and Engineering: A, Vol.527, Issue 9, (2010)
- 8) L. G. Sevastyanova, O. K. Gulish, V. A. Stupnikov, V. K. Genchel, O. V. Kravchenko, B. M. Bulychev, R. A. Lunin, V. P. Tarasov, “Structure and properties of solid solutions in the Mg-Al-B system”, Central European Journal of Physics, Vol.10, p189, (2012)
- 9) J. Cho, S. Kim, “Mechanical Behaviors and Stability of Al-rich Al-Mg-B Alloys”, Proceedings of the 12th International Conference on Aluminum Alloys, p1757, (2010)

別紙 12-1 表 結晶粒組織の調査に用いた試料一覧

(a) 実機材の化学成分分析値 (機械試験用供試材)

供試材 No.	断面形状	分析結果 (mass%)								
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他 (Ti)	Al
No. 22	フラットバー									残部
No. 20	中空材									残部
1B-A3J04-O の規定範囲		0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.0 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	※1	残部

※1) 個々の元素で 0.05 以下、合計で 0.15 以下。

(b) ラボ材の化学成分分析値 (機械試験用供試材相当)

供試材 No.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	Al
1-1B								残部
1-2B ^{※2}								残部
1-3B ^{※2}								残部
1-1								残部
1-2 ^{※2}								残部
1-3 ^{※2}								残部

※2) 成分規定範囲を超えて過剰に Mg を添加した材料であり、参考扱いとする。

(c) 熱処理条件

供試材 No.	初期材	加速試験 (300°C × 1,000h)	時効処理試験 (200°C × 10,000h)
No. 22	○	○	—
No. 20	○	○	—
1-1B	○	—	○
1-2B [*]	○	—	—
1-3B [*]	○	—	—
1-1	○	—	○
1-2 [*]	○	—	—
1-3 [*]	○	—	—

別紙 12-2 表 各供試材に関する結晶粒径の評価

供試材 No.	熱処理条件	測定粒子数 (個)	結晶粒径 (μm)	平均値 (μm)
No. 22	初期材			
	加速試験材			
No. 20	初期材			
	加速試験材			
1-1B	初期材			
	時効処理 試験材			
1-2B ^{**}	初期材			
1-3B ^{**}	初期材			
1-1	初期材			
	時効処理 試験材			
1-2 ^{**}	初期材			
1-3 ^{**}	初期材			

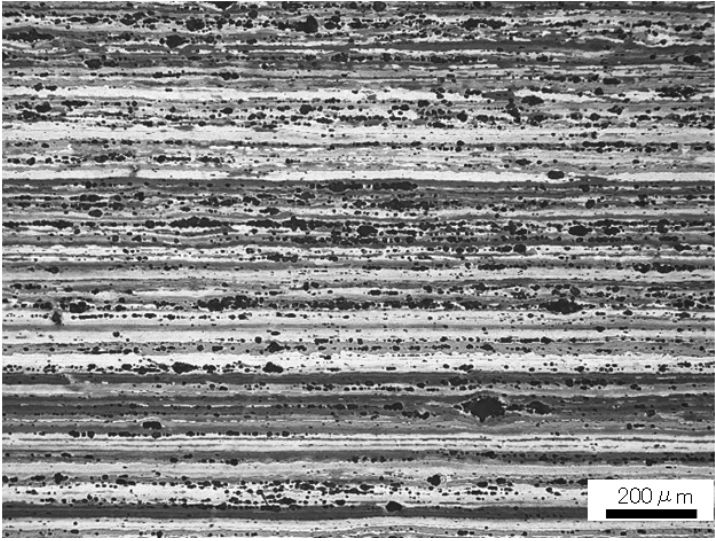
△
3

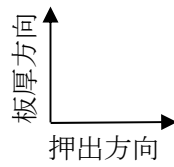
別紙 12-3 表 B系化合物の調査に用いた供試材の化学成分分析値

供試材 No.	断面 形状	分析結果 (mass%)								
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他 (Ti)	Al
No. 32	フラット バー									残部
No. 36	中空材									残部

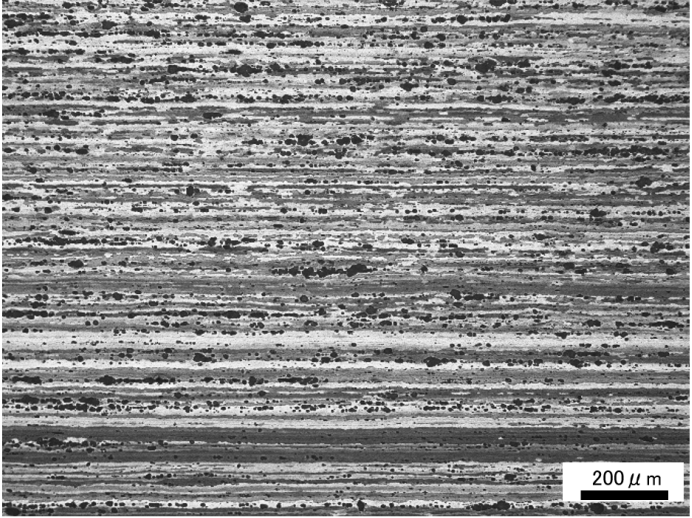
別紙 12-4 表 B 系化合物の組成調査に用いた供試材と分析の目的

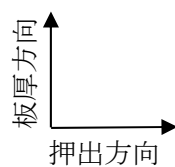
供試材	熱処理条件	実施した分析		分析*の目的
		XRD	EPMA	
A1-B 母合金 (A1-4mass%B)	— (初期材)	○	—	A1-B 母合金中の B 系化合物の化学形態の確認。
No. 36 のビレット	— (初期材)	○	○	鑄造直後の B 系化合物の化学形態の確認。
No. 36	— (初期材)	○	○	実機材の初期状態における B 系化合物の化学形態の確認。
	300°C×1,000h	○	○	バスケットの最高使用温度を超える条件における B 系化合物の熱的安定性の確認。
No. 1-1B (Mg: <input type="text"/> mass%)	— (初期材)	○	○	ラボスケール材の初期状態における B 系化合物の化学形態の確認。
	125°C×10,000h	○	○	バスケットの使用温度における B 系化合物の熱的安定性の確認。
	150°C×10,000h			
	175°C×10,000h			
200°C×10,000h				
No. 1-3B (Mg: <input type="text"/> mass%)	— (初期材)	○	○	Mg を過剰に添加したラボスケール材の初期状態における B 系化合物の化学形態の確認。
	125°C×10,000h 200°C×10,000h	○	○	バスケットの使用温度における B 系化合物の熱的安定性の確認。

試験片	供試材 No. 22 (フラットバーの初期材)
低倍率	
高倍率	

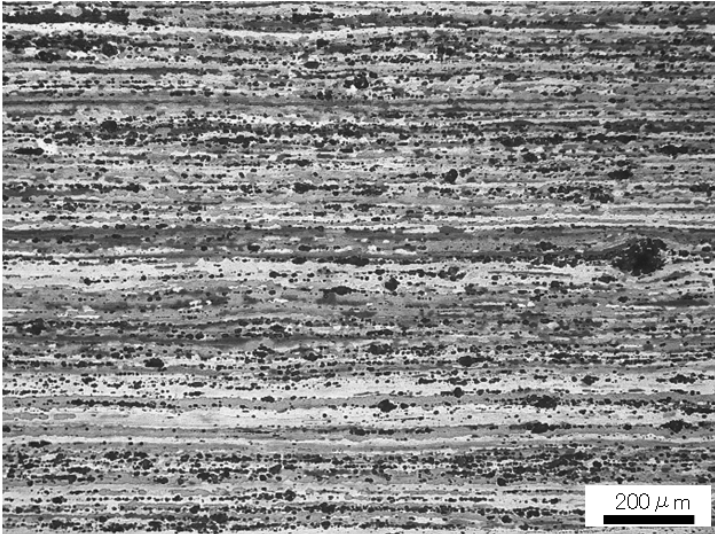


別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (1/12)

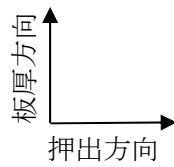
試験片	供試材 No. 22 (フラットバーの加速試験材 ; 300°C × 1,000h)
低倍率	
高倍率	



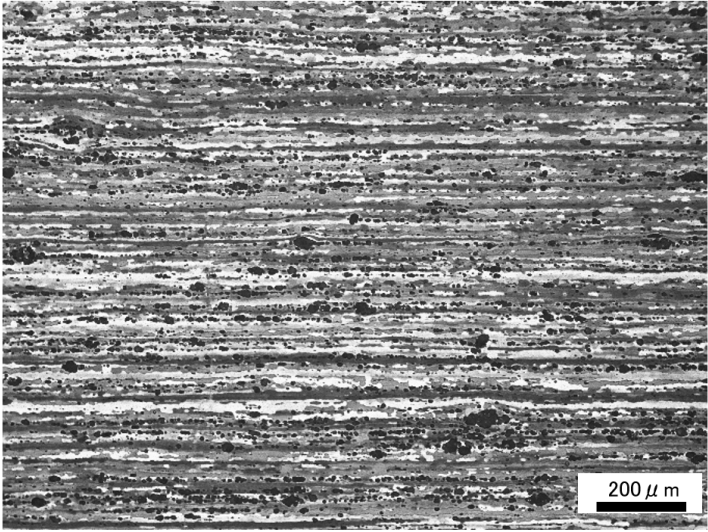
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (2/12)

試験片	供試材 No. 20 (中空材の初期材)
低倍率	
高倍率	

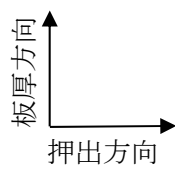
3



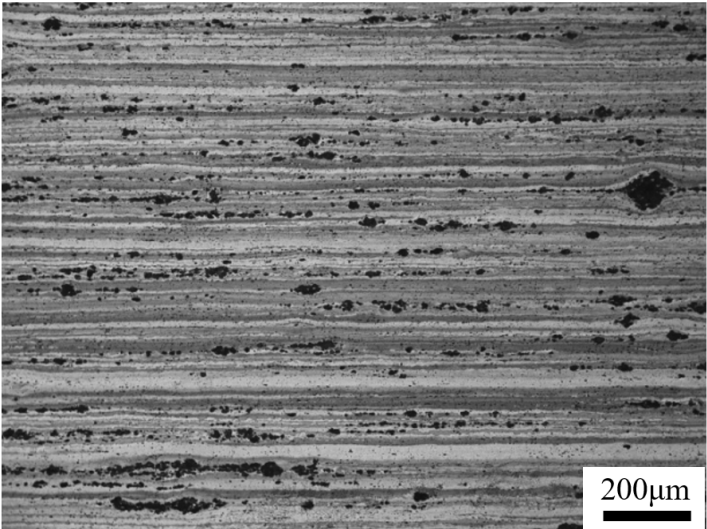
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (3/12)

試験片	供試材 No. 20 (中空材の加速試験材 ; 300°C × 1,000h)
低倍率	
高倍率	

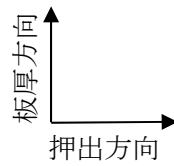
3



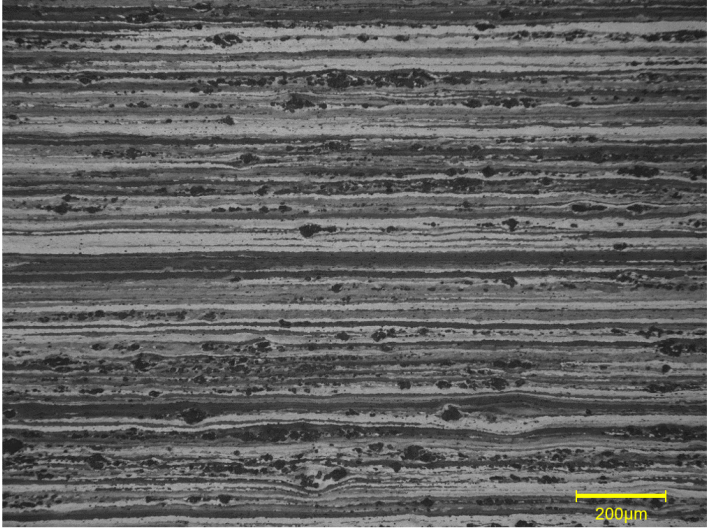
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (4/12)

試験片	供試材 No. 1-1B (ラボ材の初期材)
低倍率	
高倍率	

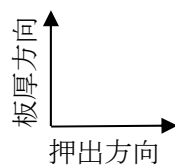
3



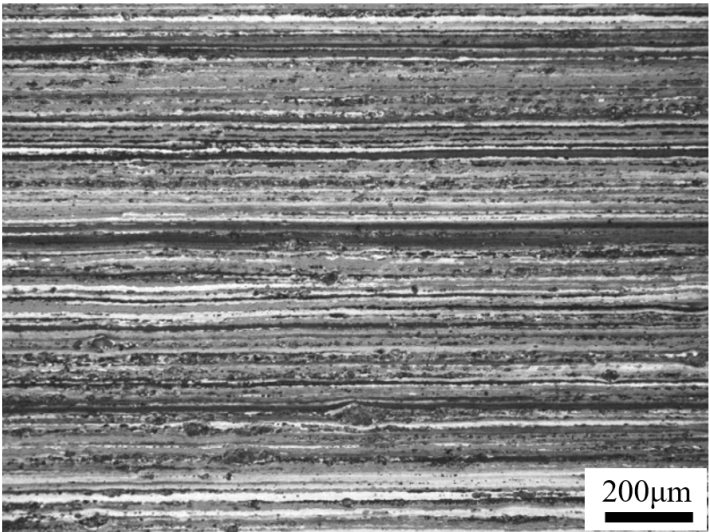
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (5/12)

試験片	供試材 No. 1-1B (ラボ材の時効処理試験材 ; 200°C × 10, 000h)
低倍率	
高倍率	

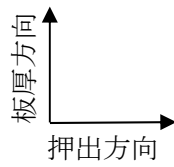
3



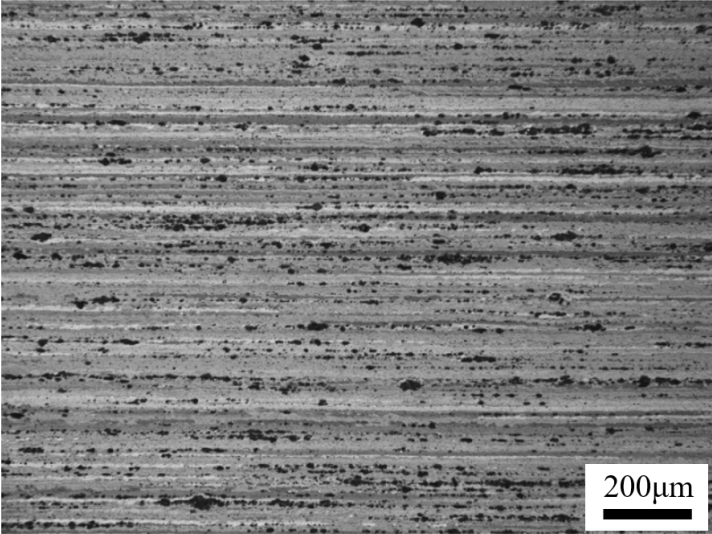
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (6/12)

試験片	供試材 No. 1-2B (ラボ材の初期材) (参考)
低倍率	
高倍率	

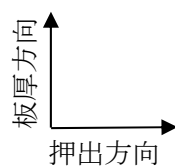
△
3



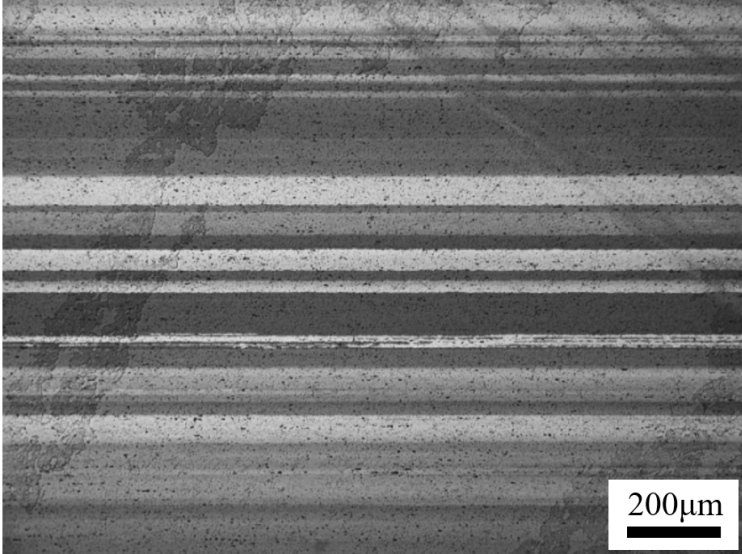
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (7/12)

試験片	供試材 No. 1-3B (ラボ材の初期材) (参考)
低倍率	
高倍率	

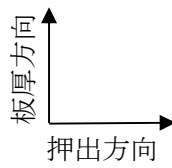
3



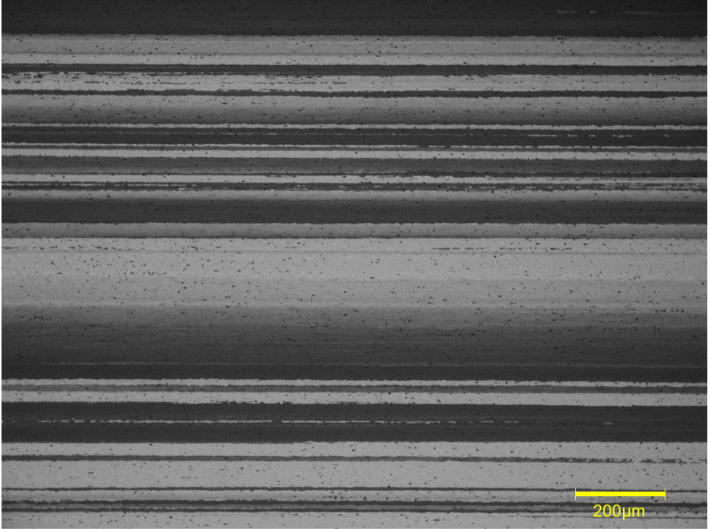
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (8/12)

試験片	供試材 No. 1-1 (ラボ材の初期材)
低倍率	
高倍率	

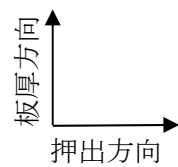
△
3



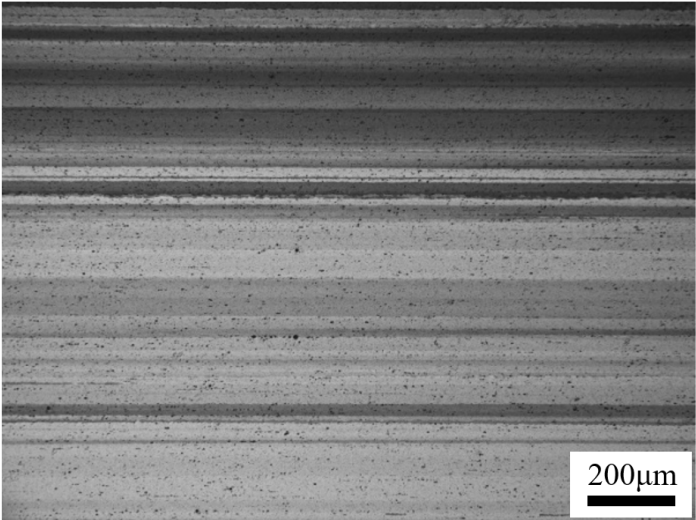
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (9/12)

試験片	供試材 No. 1-1 (ラボ材の時効処理試験材 ; 200℃×10,000h)
低倍率	
高倍率	

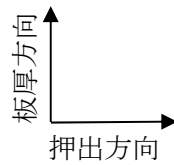
3



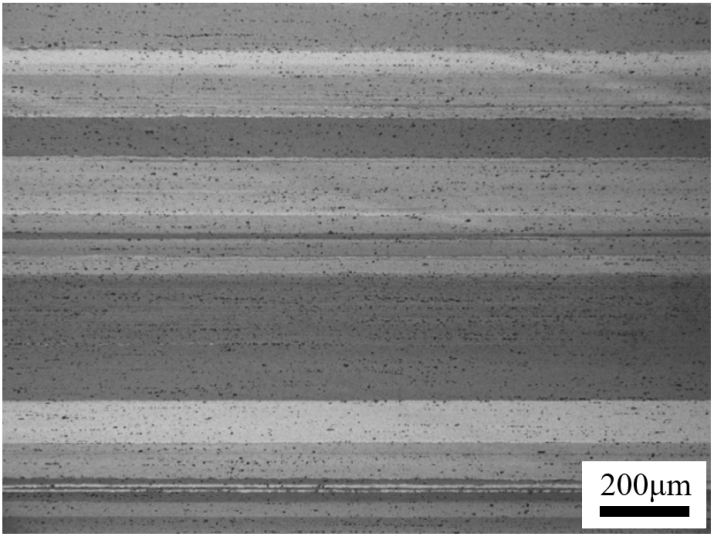
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (10/12)

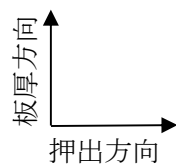
試験片	供試材 No. 1-2 (ラボ材の初期材) (参考)
低倍率	
高倍率	

3

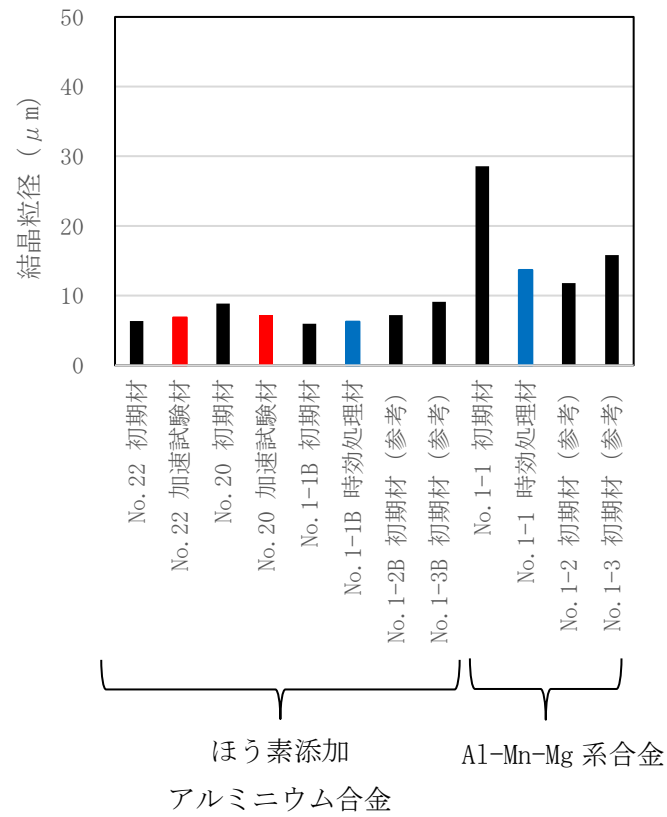


別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (11/12)

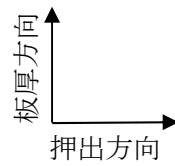
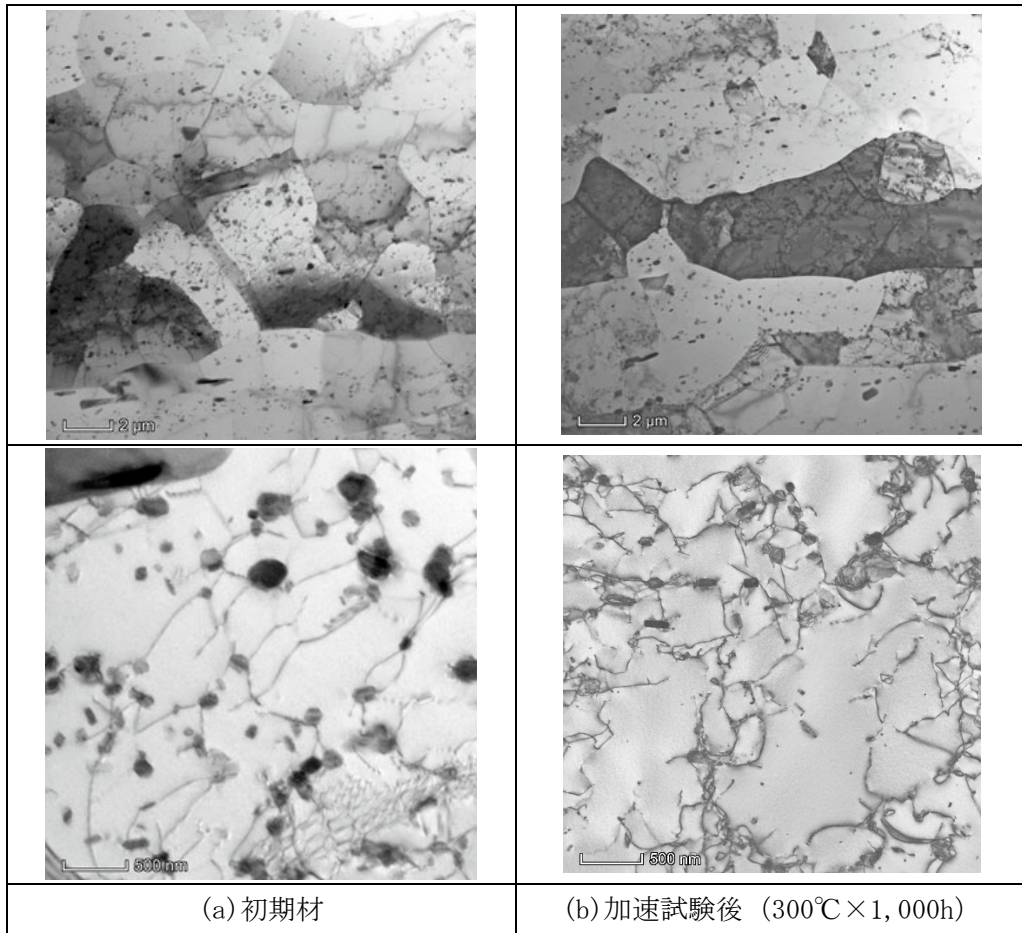
試験片	供試材 No. 1-3 (ラボ材の初期材) (参考)
低倍率	
高倍率	



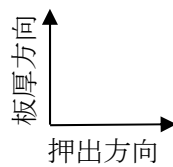
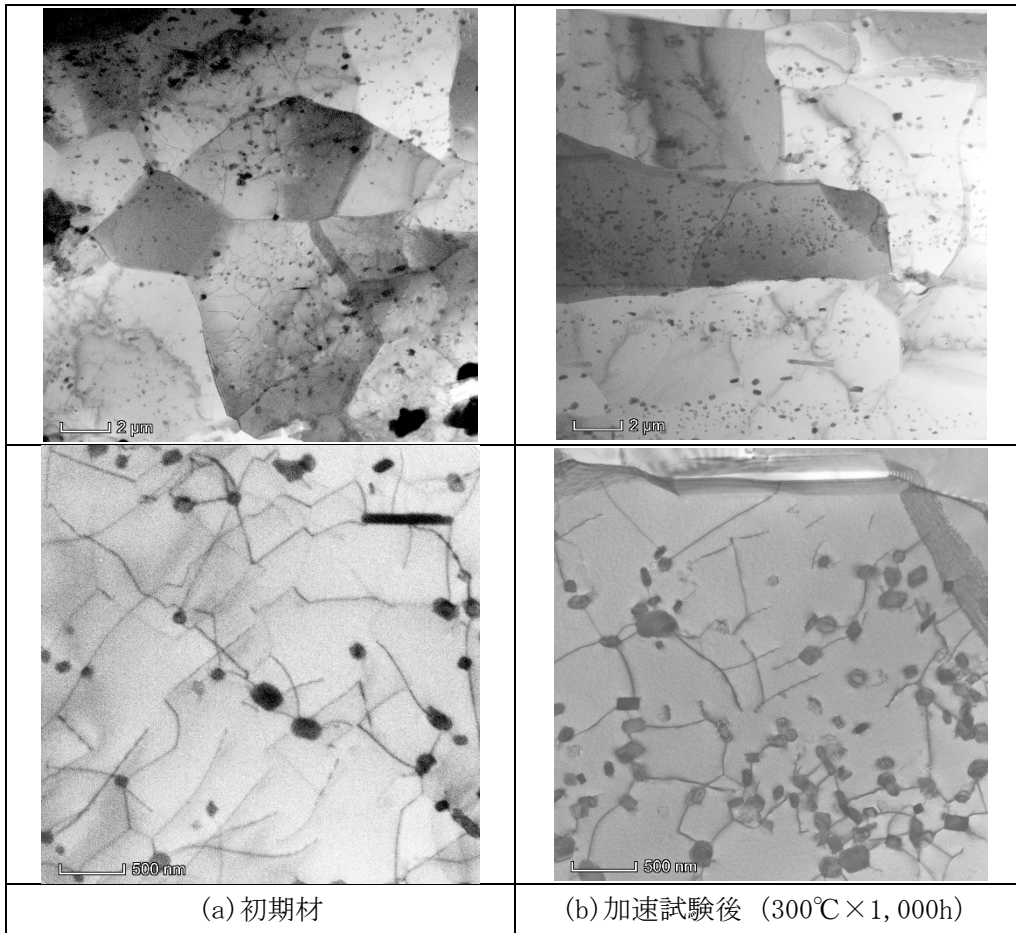
別紙 12-1 図 偏光顕微鏡による結晶粒組織 (12/12)



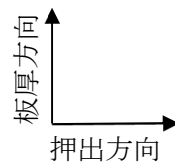
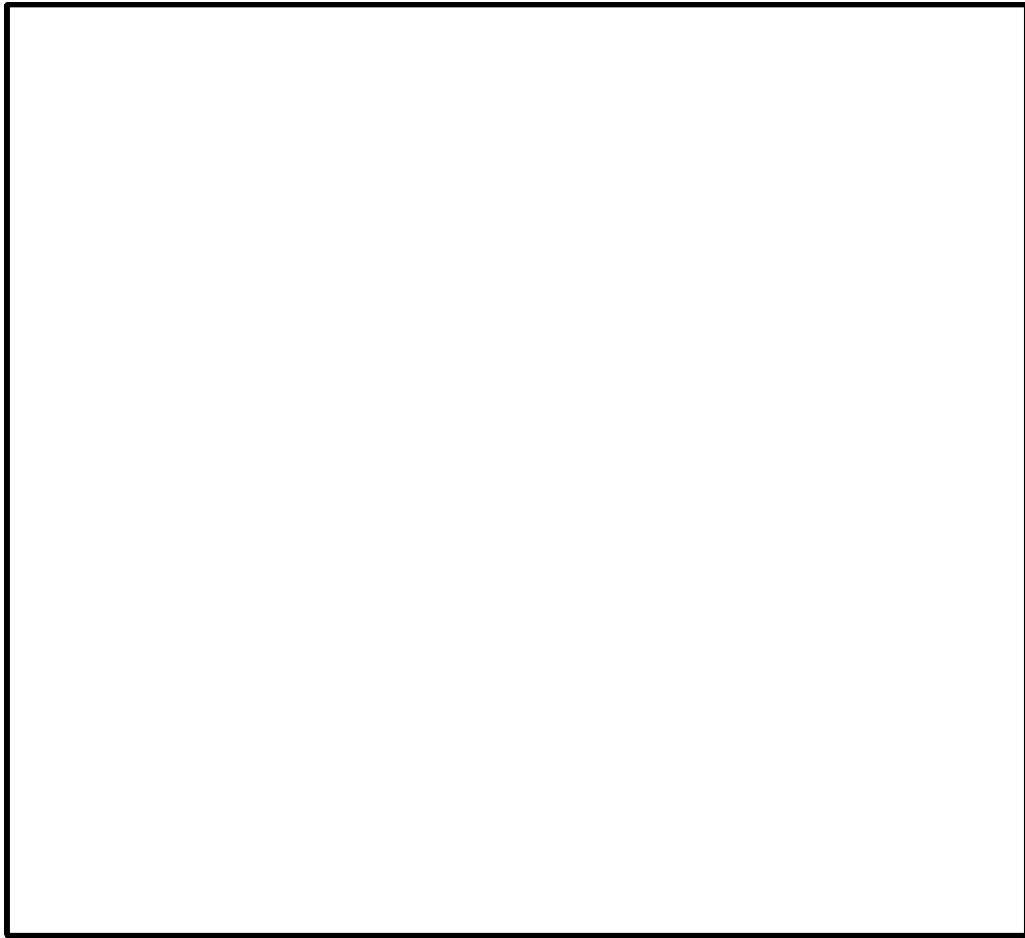
別紙 12-2 図 各供試材に関する結晶粒径の評価結果



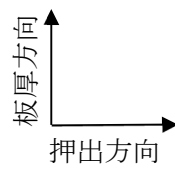
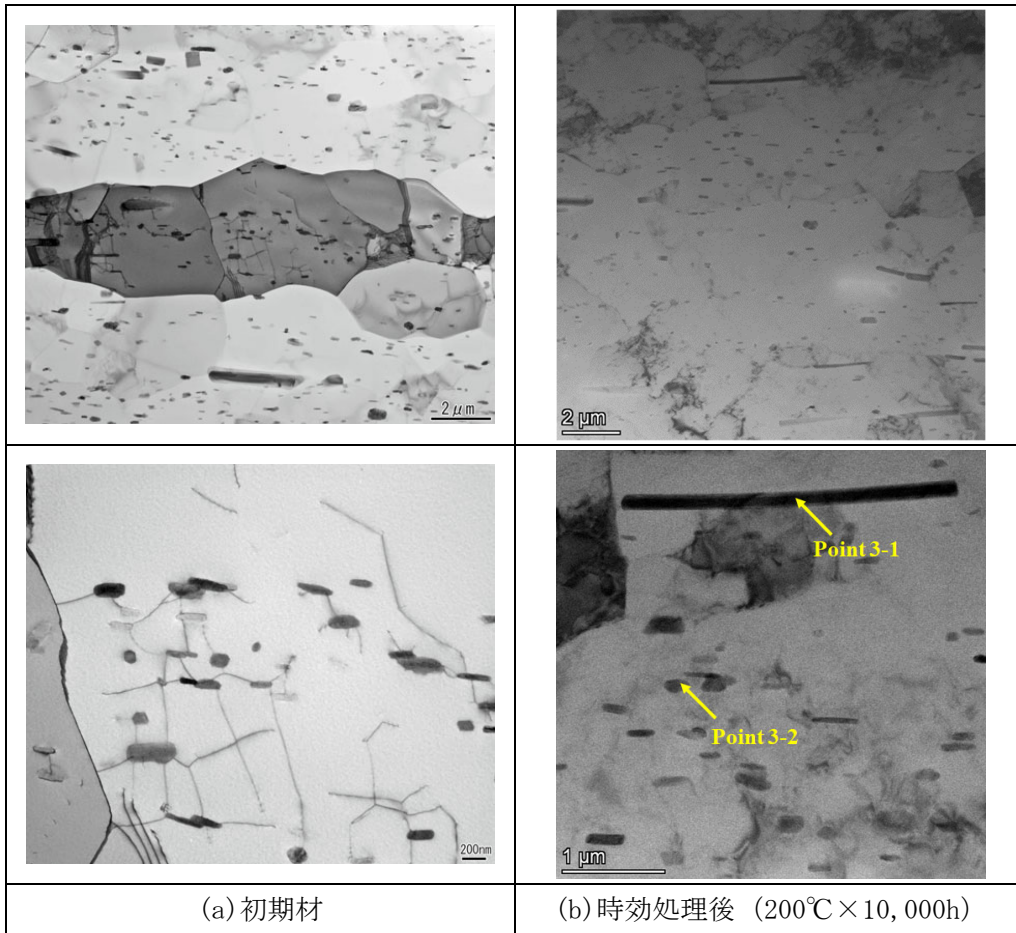
別紙 12-3 図 加速試験前後の TEM 組織比較 (供試材 No. 22 : フラットバー) (1/2)



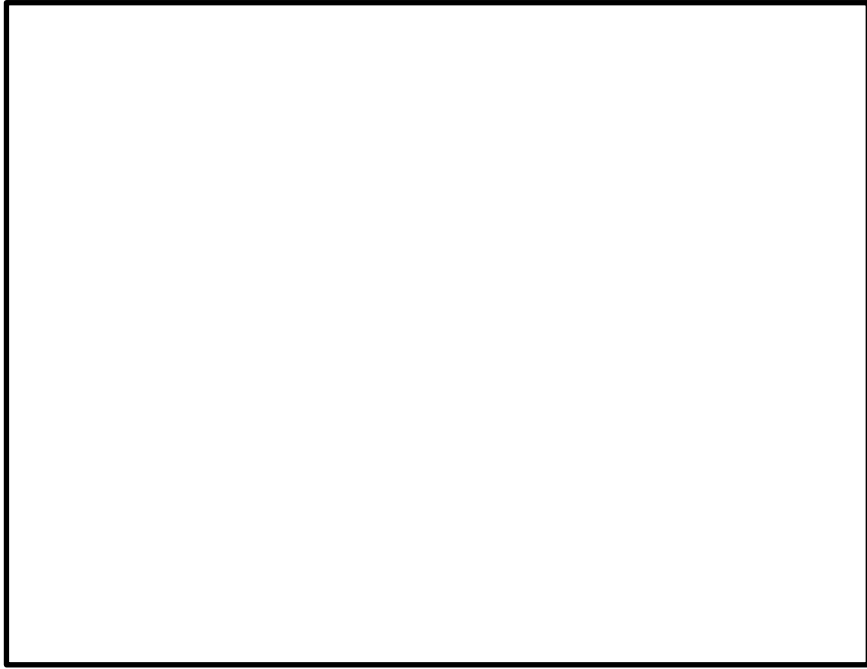
別紙 12-3 図 加速試験前後の TEM 組織比較 (供試材 No. 20 : 中空材) (2/2)



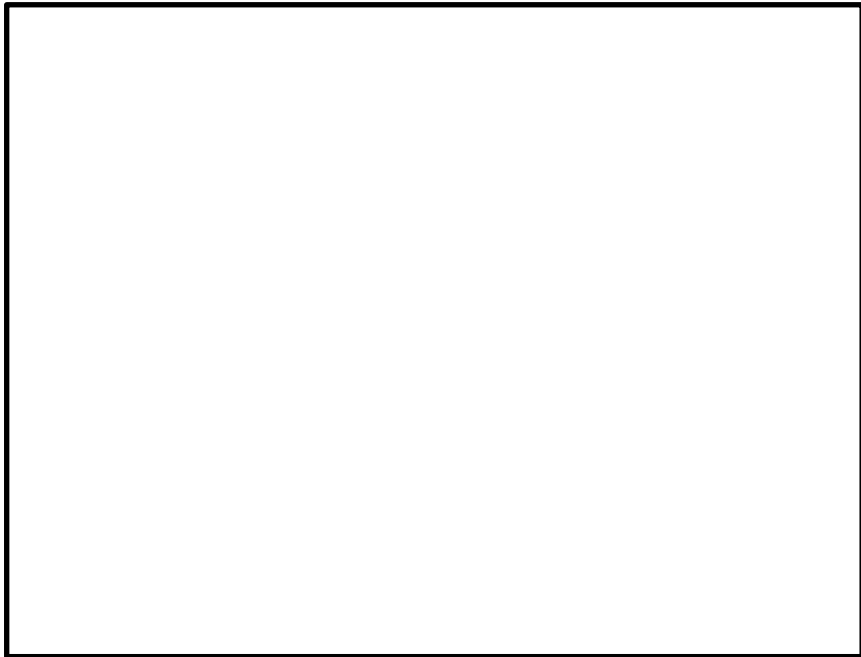
別紙 12-4 図 時効処理試験前後の TEM 組織比較 (供試材 No. 1-1B) (1/2)



別紙 12-4 図 時効処理試験前後の TEM 組織比較 (供試材 No. 1-1) (2/2)

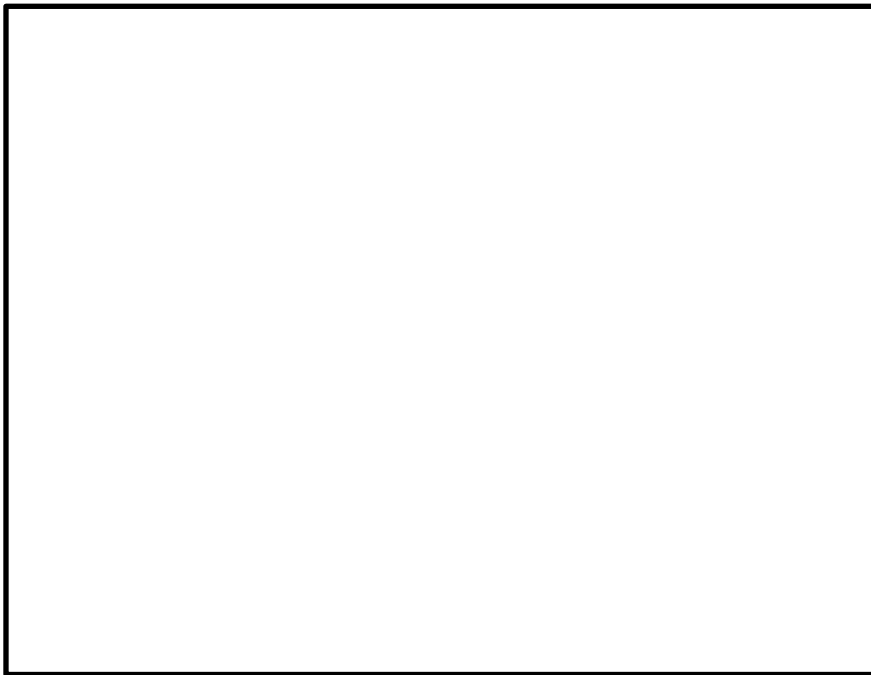


(a)Point 1-1 (供試材 No. 1-1B の初期材)



(b)Point 1-2 (供試材 No. 1-1B の初期材)

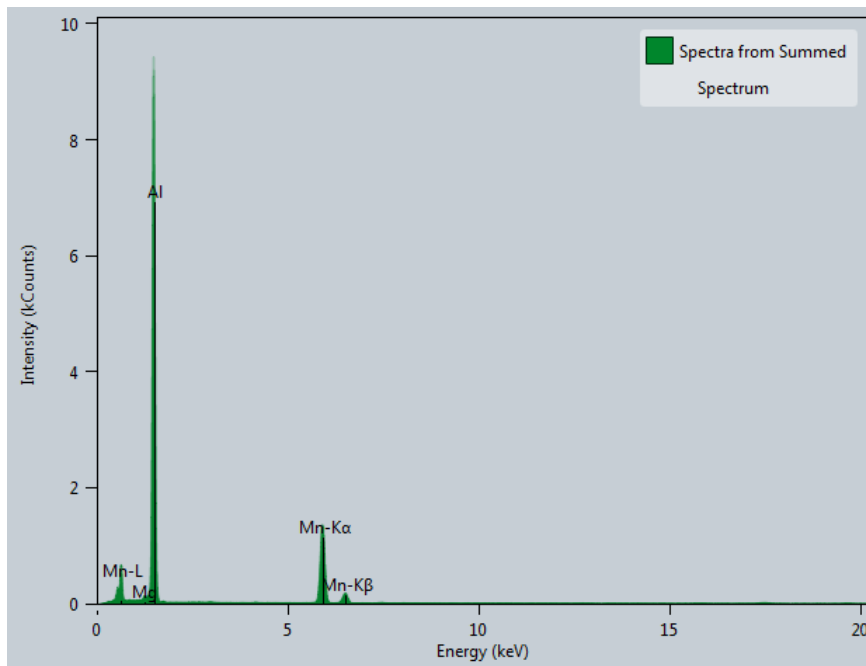
別紙 12-5 図 TEM-EDX 分析結果 (1/3)



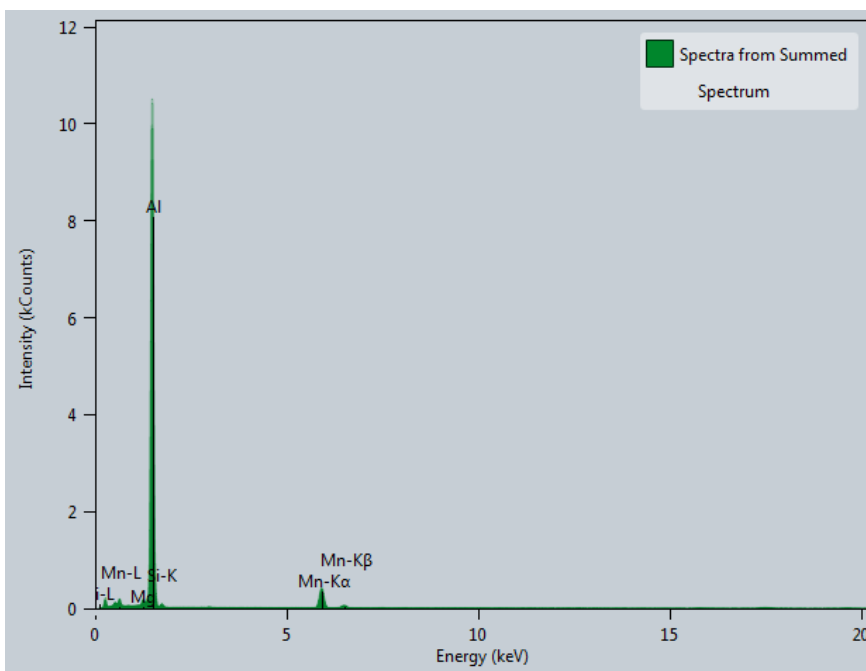
(c)Point 2-1 (供試材 No. 1-1B の時効処理試験材 ; 200°C × 10, 000h)



(d)Point 2-2 (供試材 No. 1-1B の時効処理試験材 ; 200°C × 10, 000h)

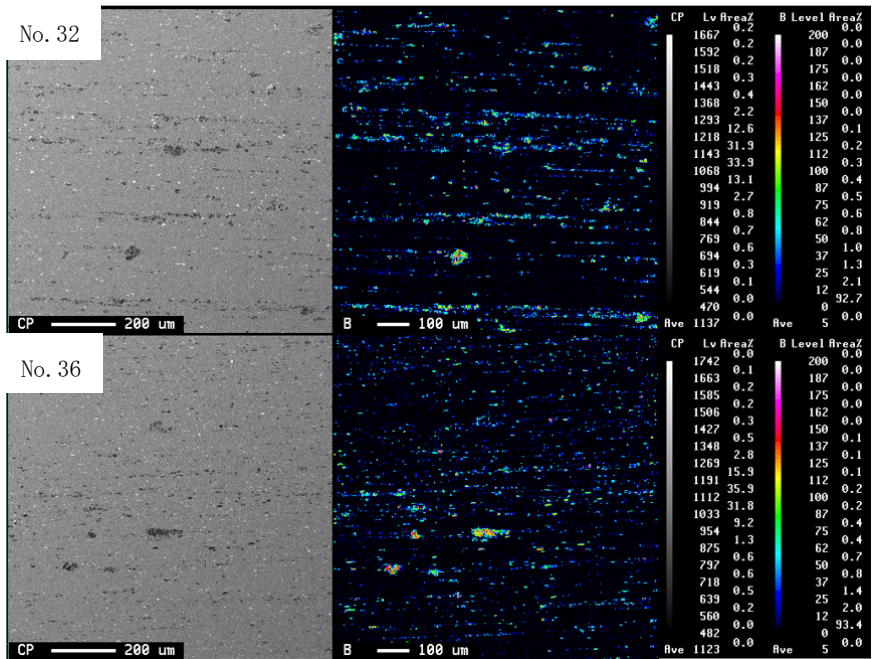


(e) Point 3-1 (供試材 No. 1-1 の時効処理試験材 ; 200°C × 10,000h)

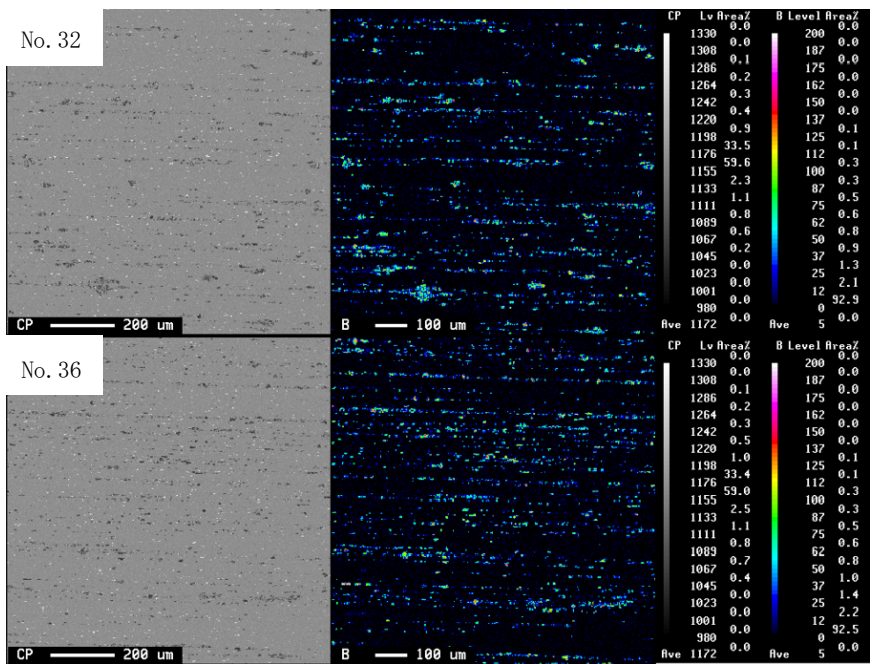


(e) Point 3-2 (供試材 No. 1-1 の時効処理試験材 ; 200°C × 10,000h)

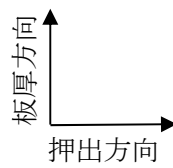
別紙 12-5 図 TEM-EDX 分析結果 (3/3)



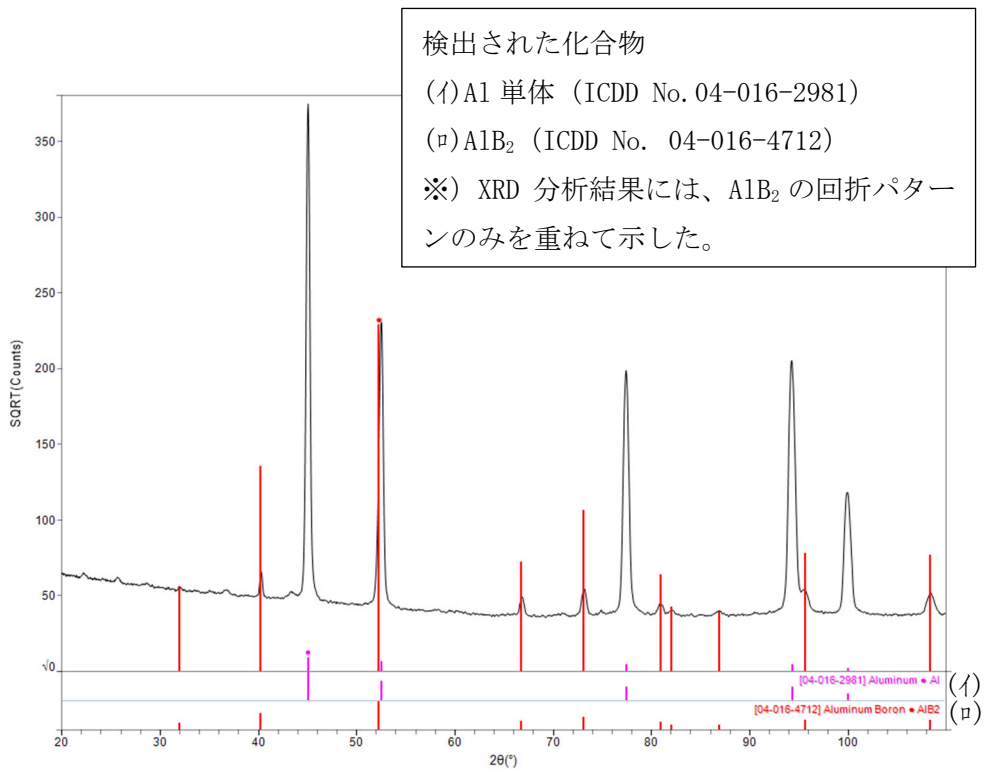
(a) 初期材



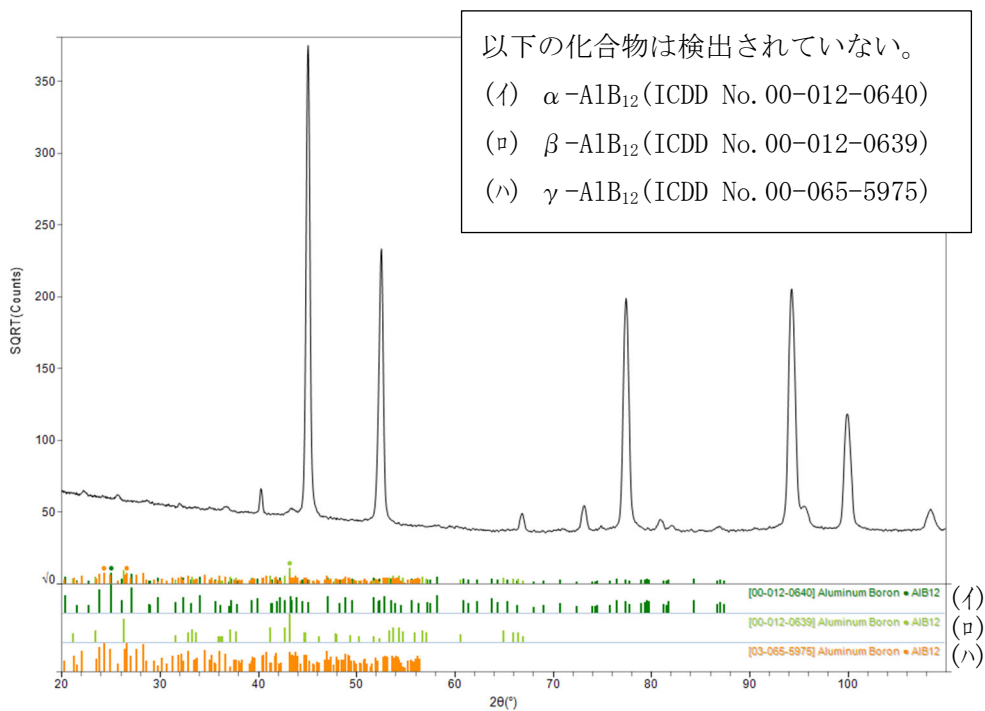
(b) 加速試験材 (300°C × 1,000h)



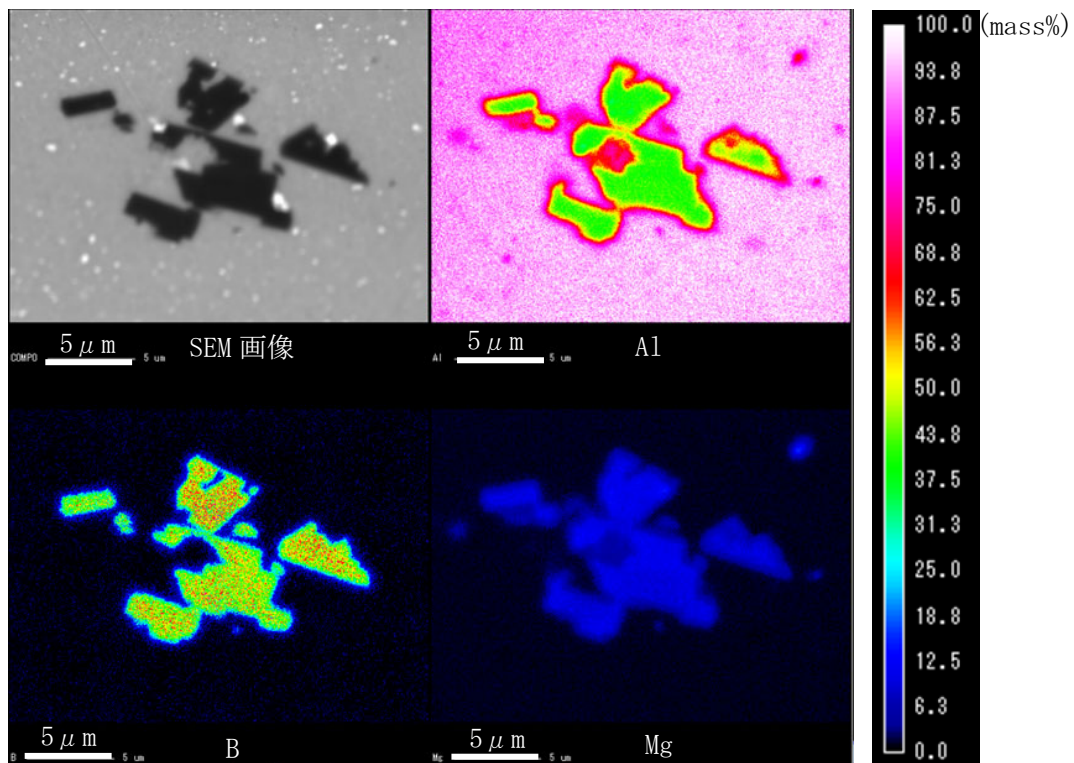
別紙 12-6 図 EPMA による B 系化合物の分布状態



別紙 12-7 図 Al-B 母合金の回折パターン

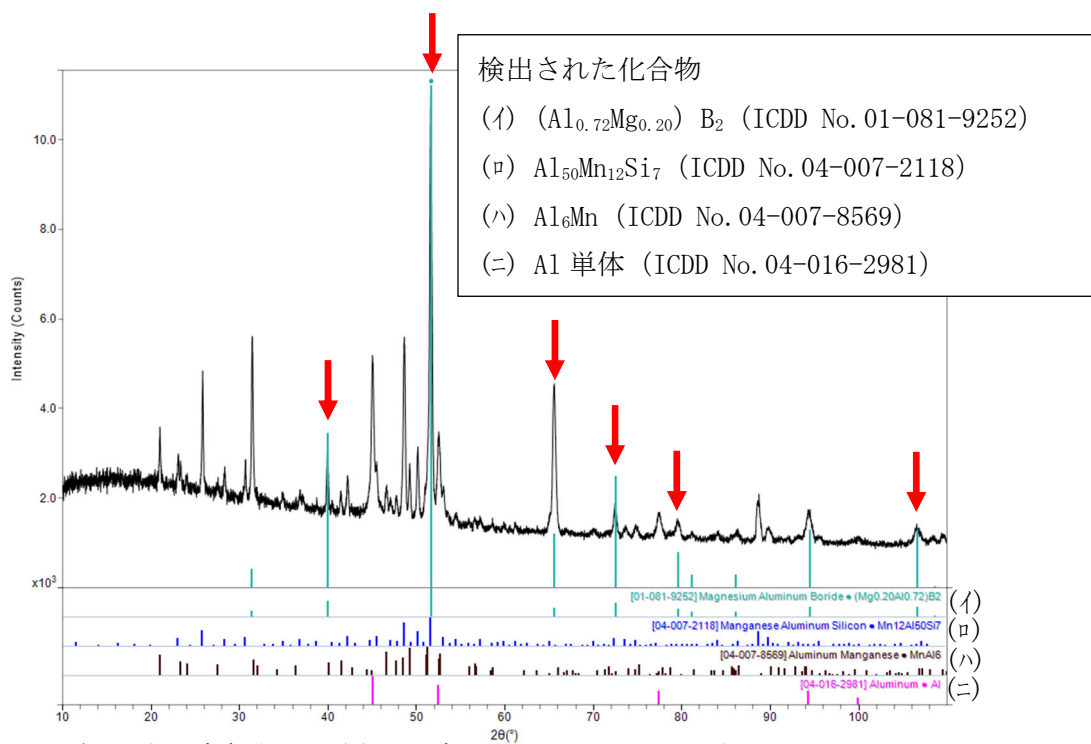


別紙 12-8 図 Al-B 母合金の XRD 分析結果と AlB₁₂ の回折パターンの比較 (参考図)



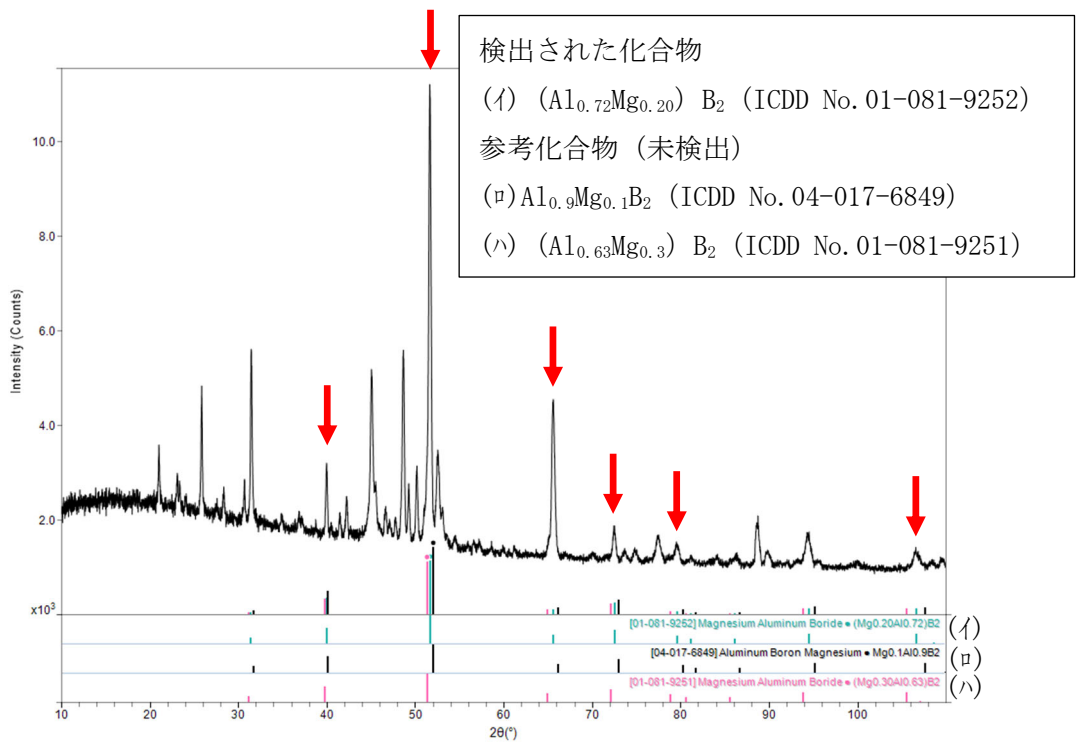
別紙 12-9 図 供試材 No. 36 (初期材) の EPMA 分析結果

3



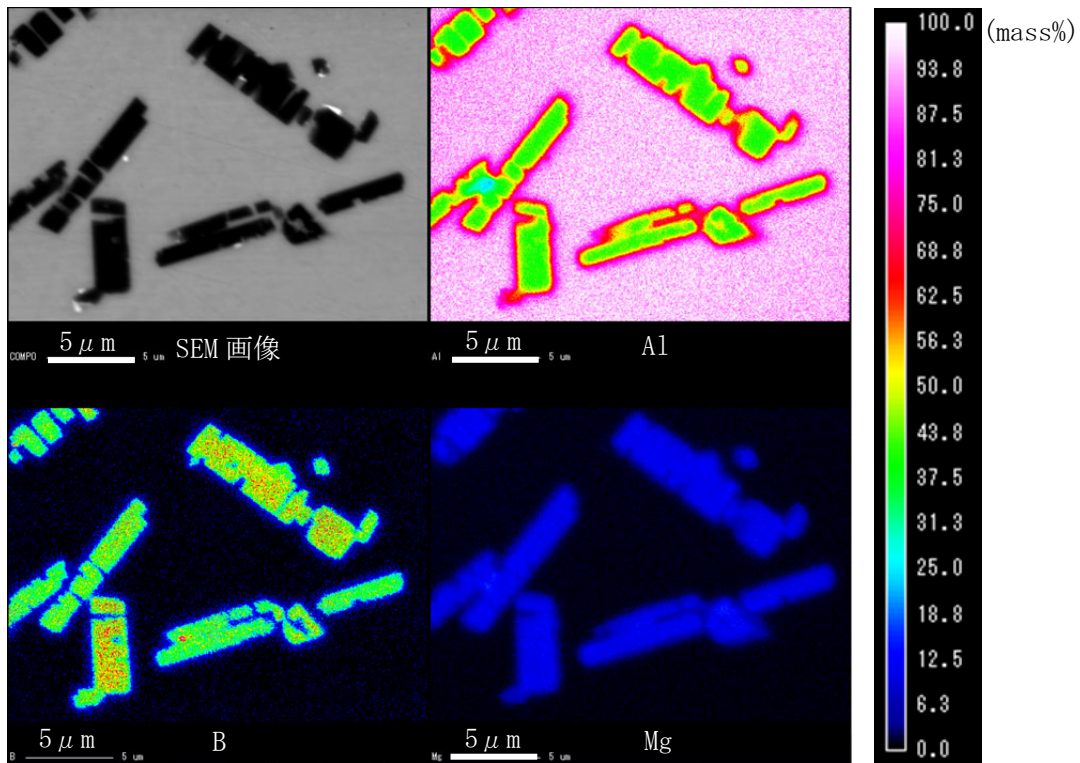
※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-10 図 供試材 No. 36 (初期材) の XRD 分析結果



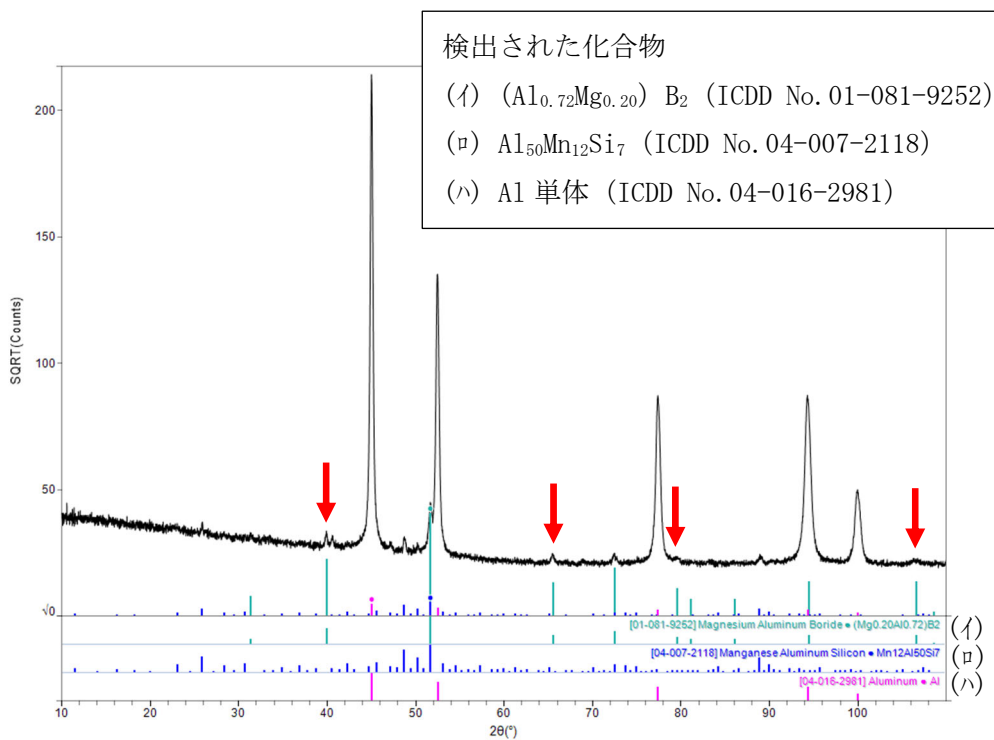
※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-11 図 Mg 組成の異なる $(Al, Mg)B_2$ の回折パターンとの比較 (参考図)



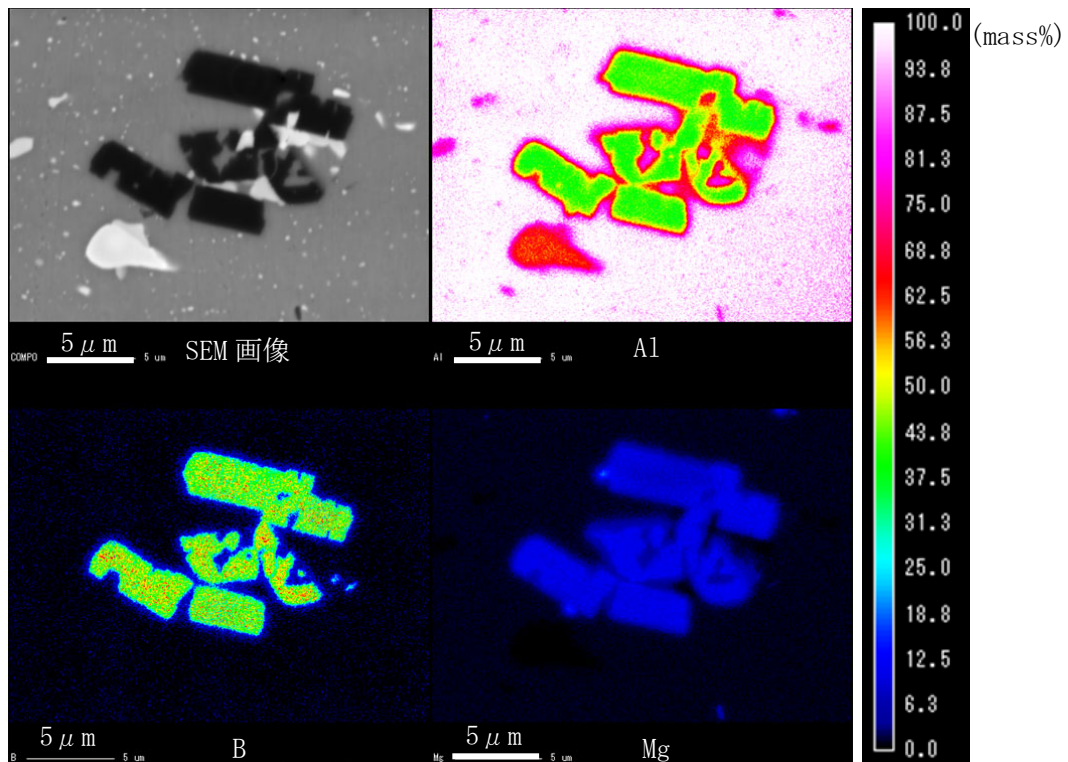
別紙 12-12 図 供試材 No. 36 (ピレット) の EPMA 分析結果

3



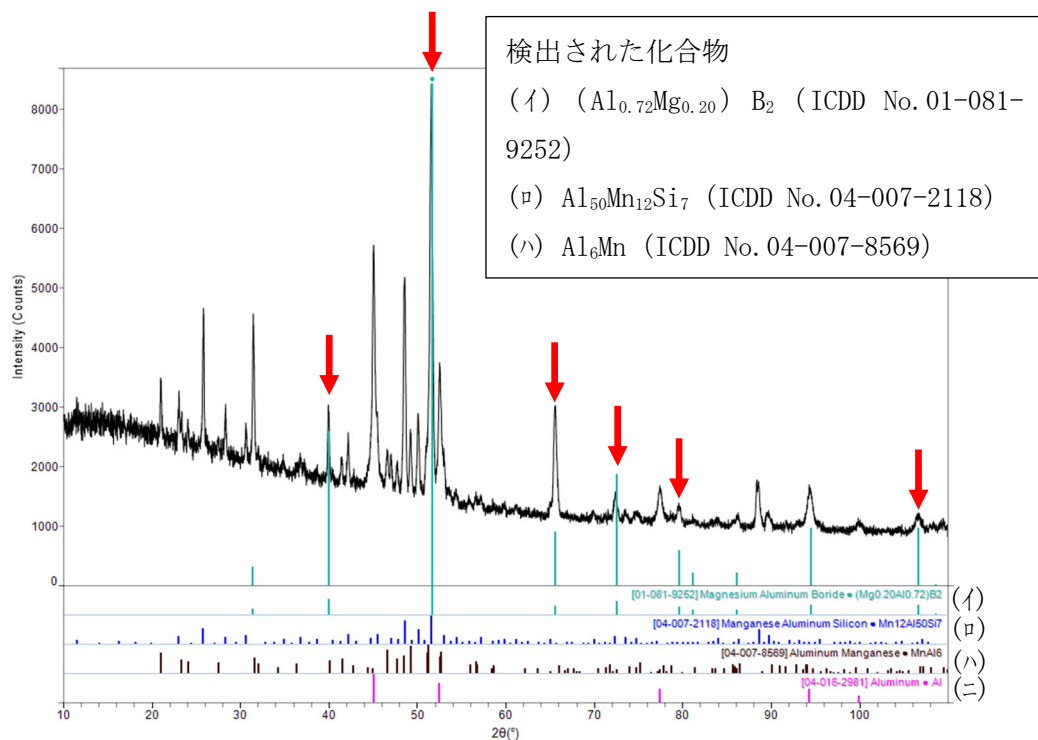
※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-13 図 No. 36 (ピレット) の XRD 分析結果



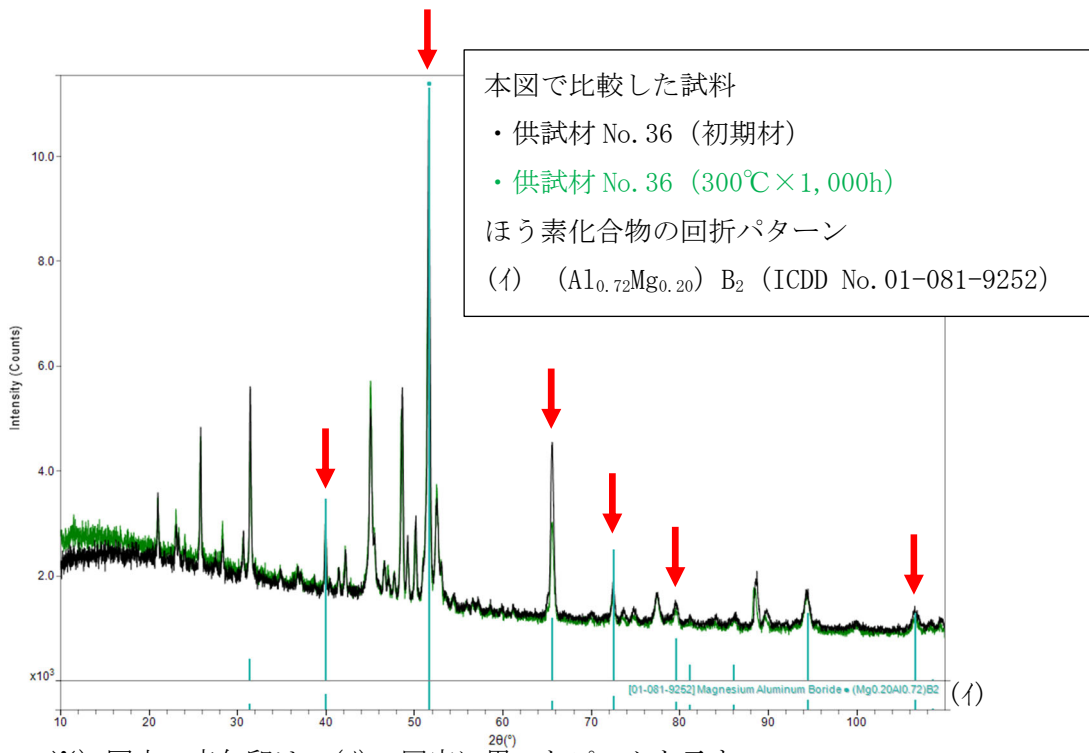
3

別紙 12-14 図 供試材 No. 36 (300°C×1,000h) の EPMA 分析結果



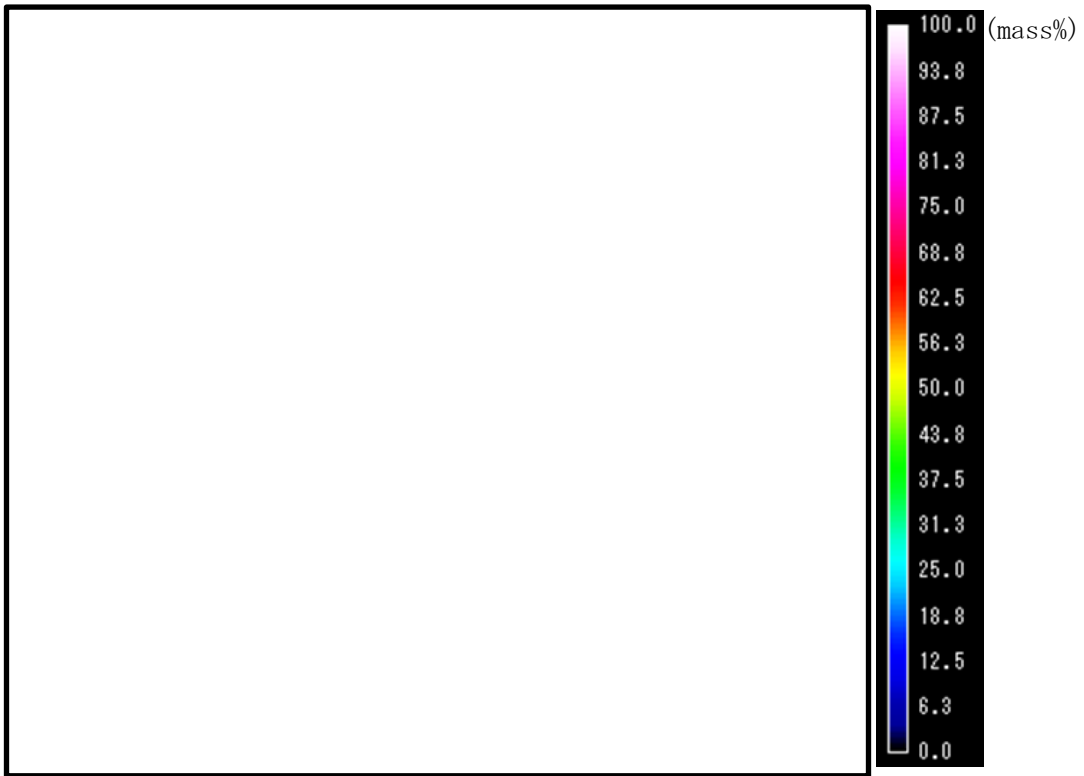
※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-15 図 供試材 No. 36 (300°C×1,000h) の XRD 分析結果



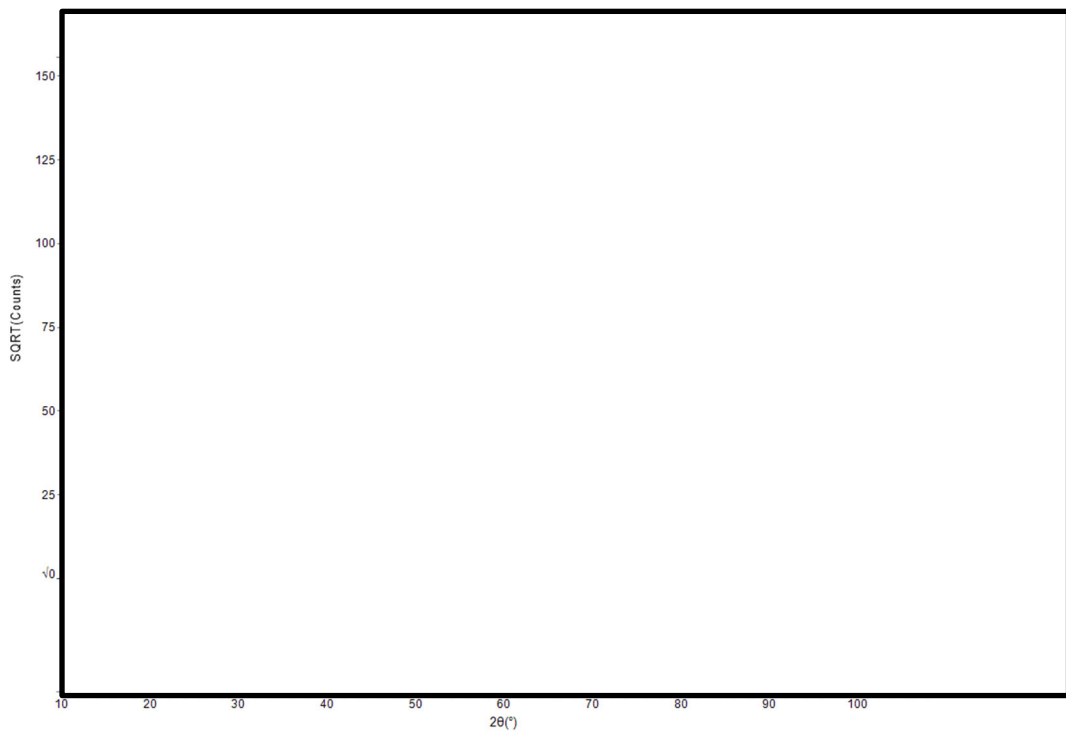
※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-16 図 加速試験 (300°C × 1,000h) 前後の XRD 分析結果の比較



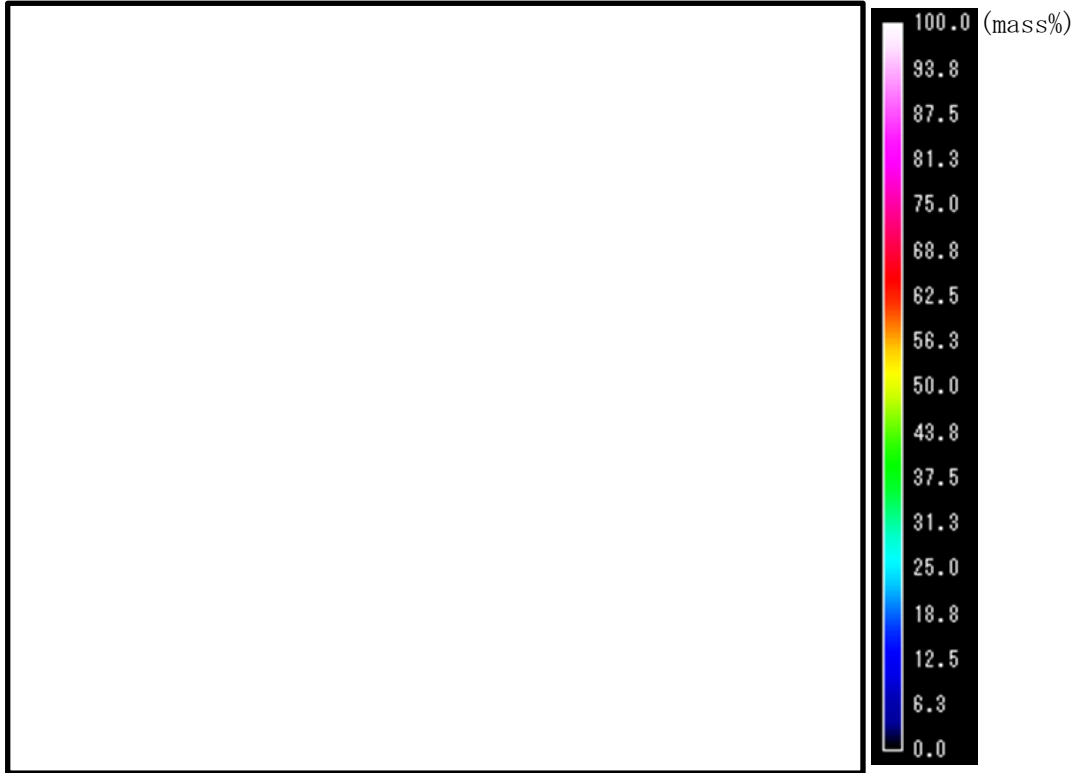
3

別紙 12-17 図 供試材 No. 1-1B (初期材) の EPMA 分析結果

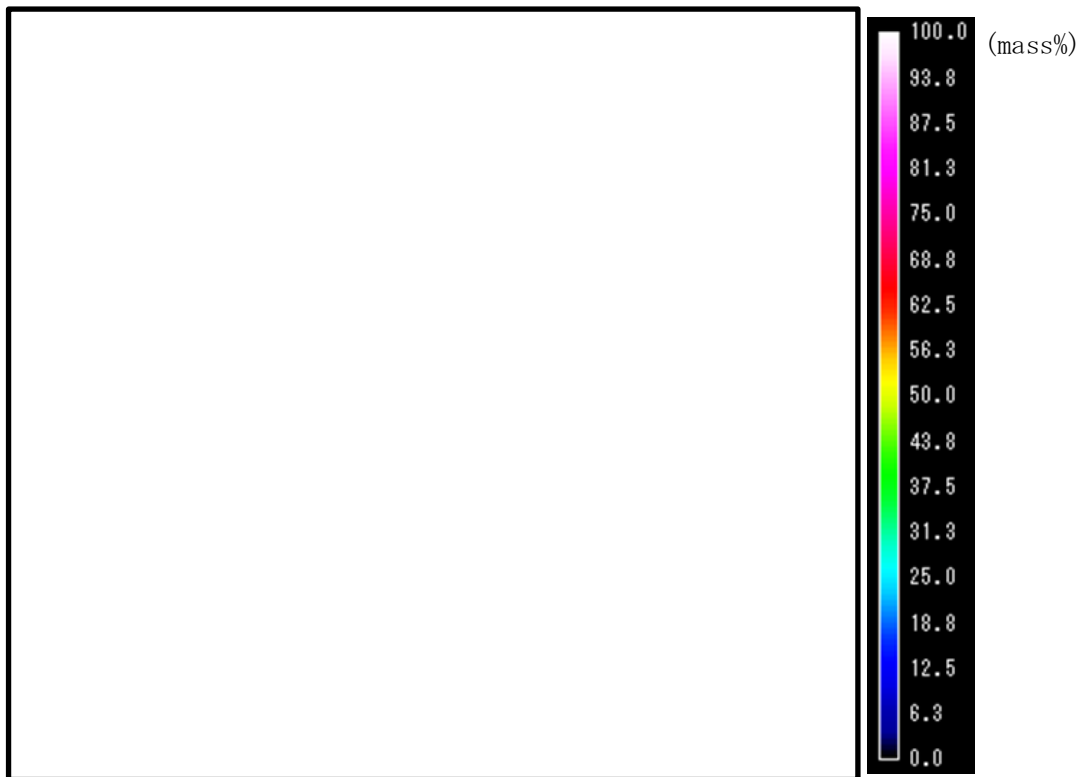


※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-18 図 供試材 No. 1-1B (初期材) の XRD 分析結果

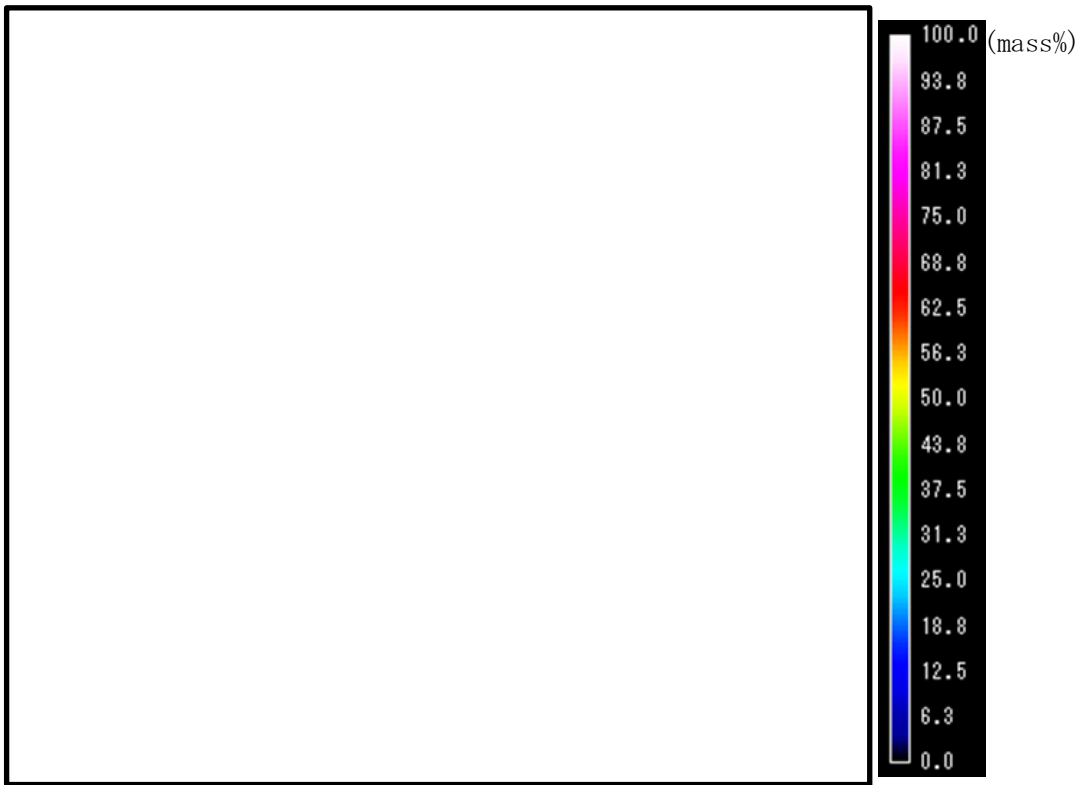


(a) $125^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

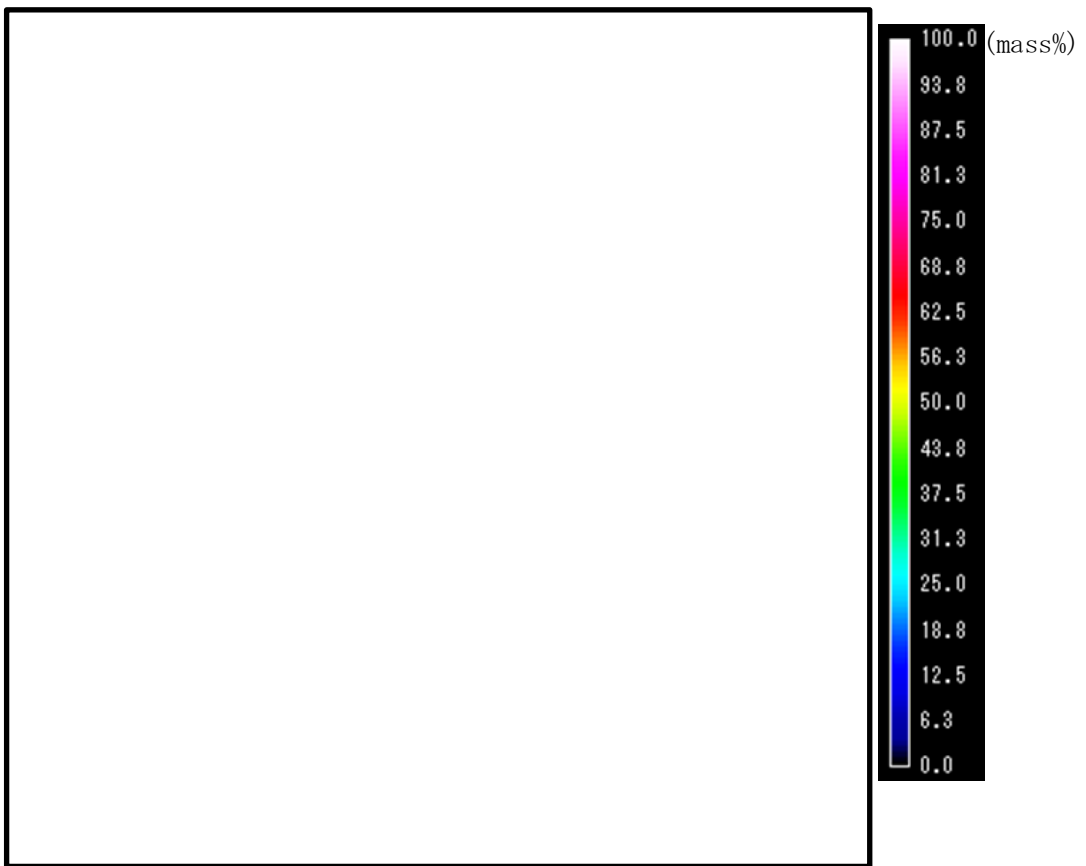


(b) $150^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

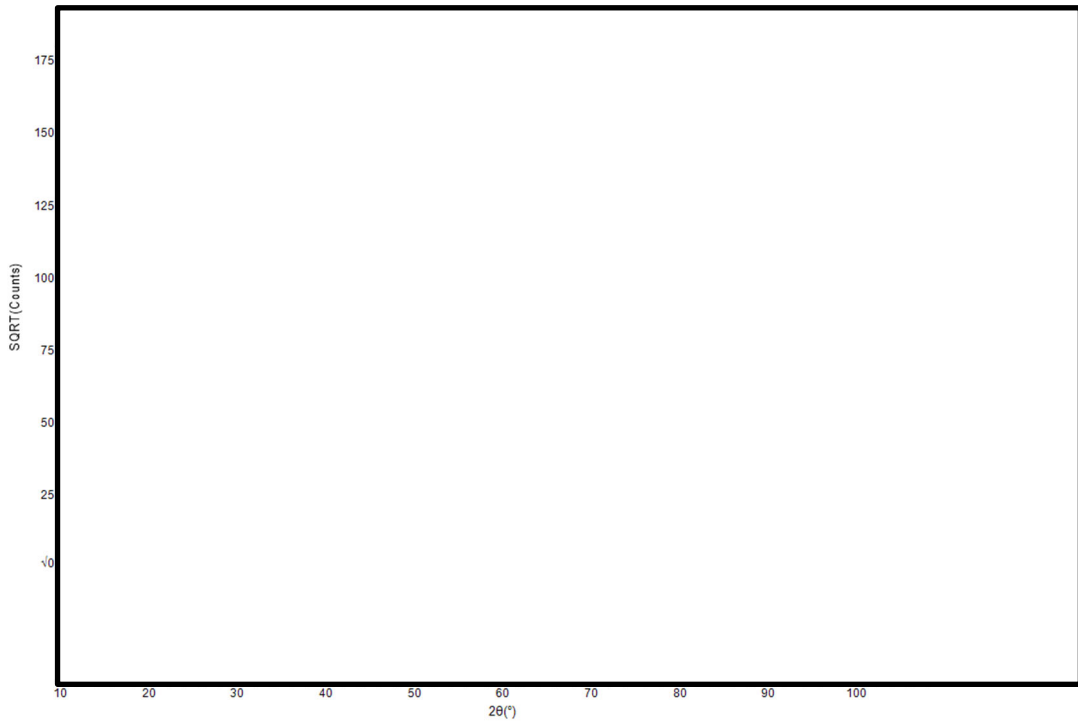
3



(c) 175°C×10,000h

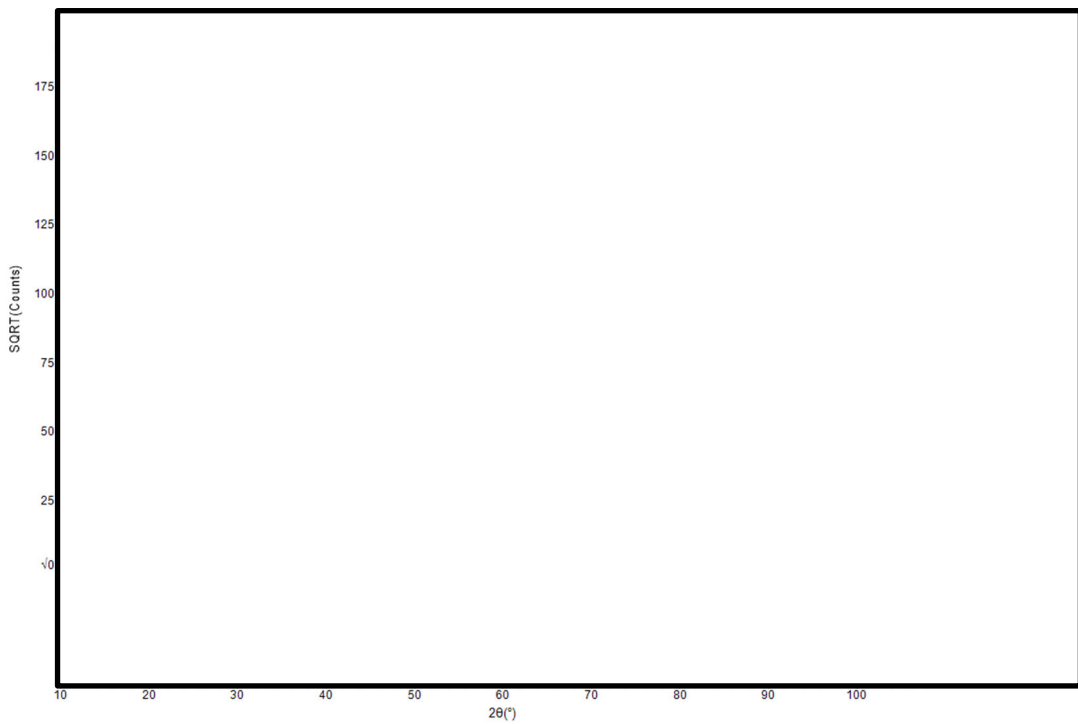


別紙 12-19 図 供試材 No. 1-1B (時効処理試験材) の EPMA 分析結果 (2/2)



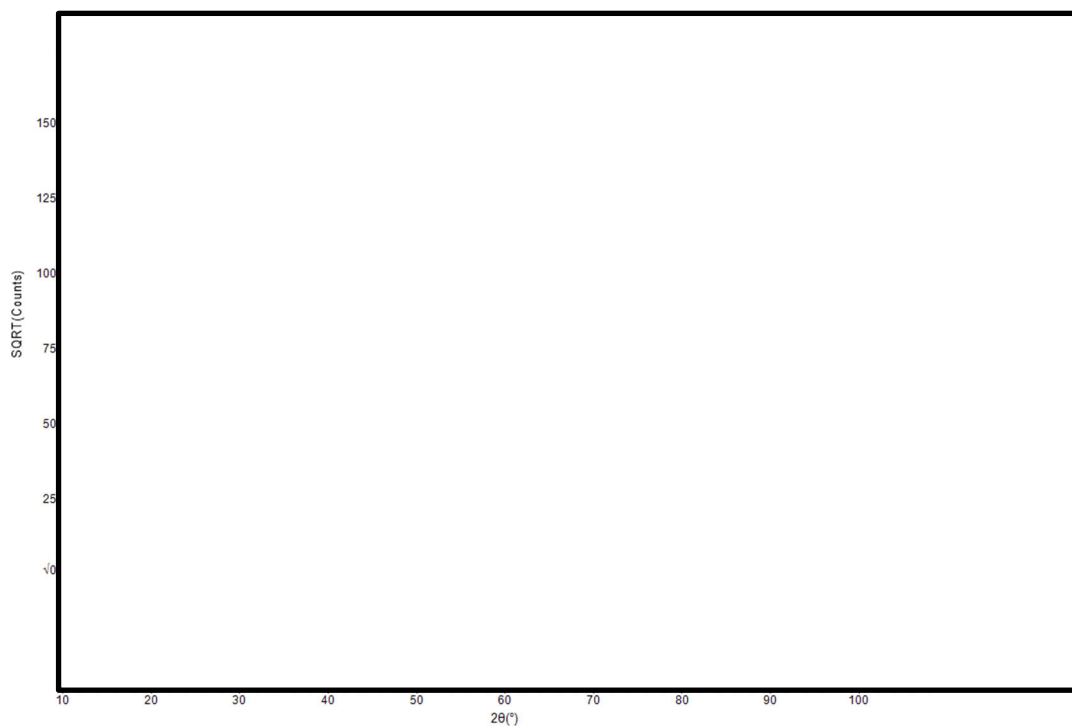
※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

(a) $125^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$



※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

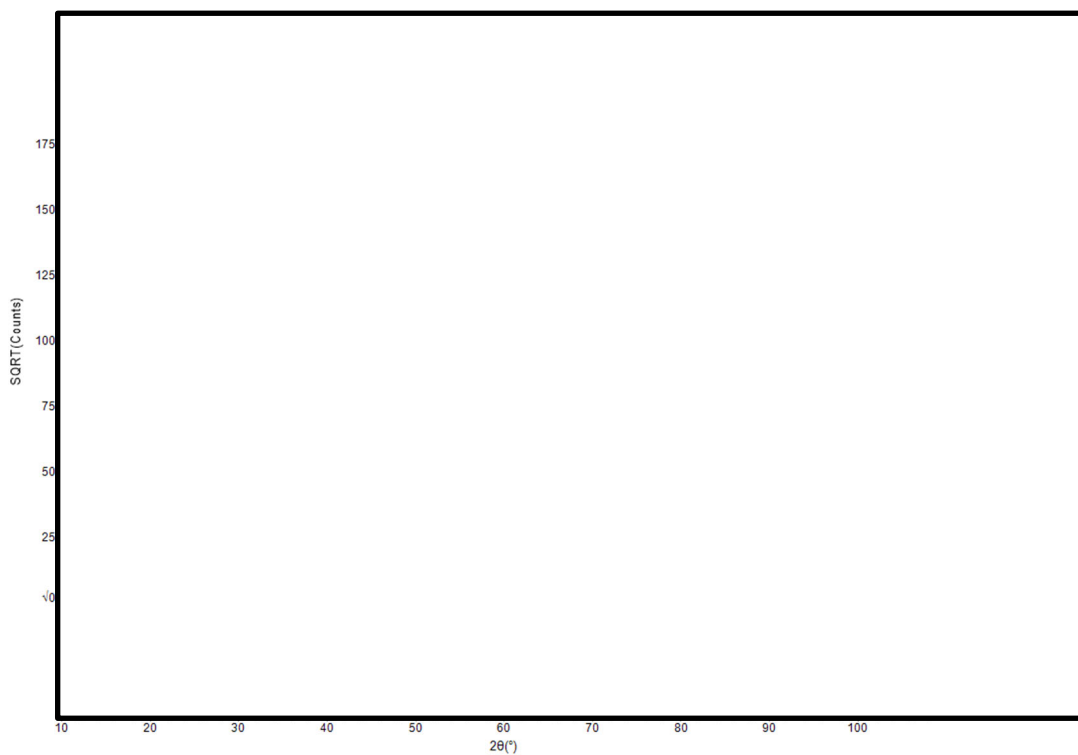
(b) $150^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$



※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

(c) $175^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

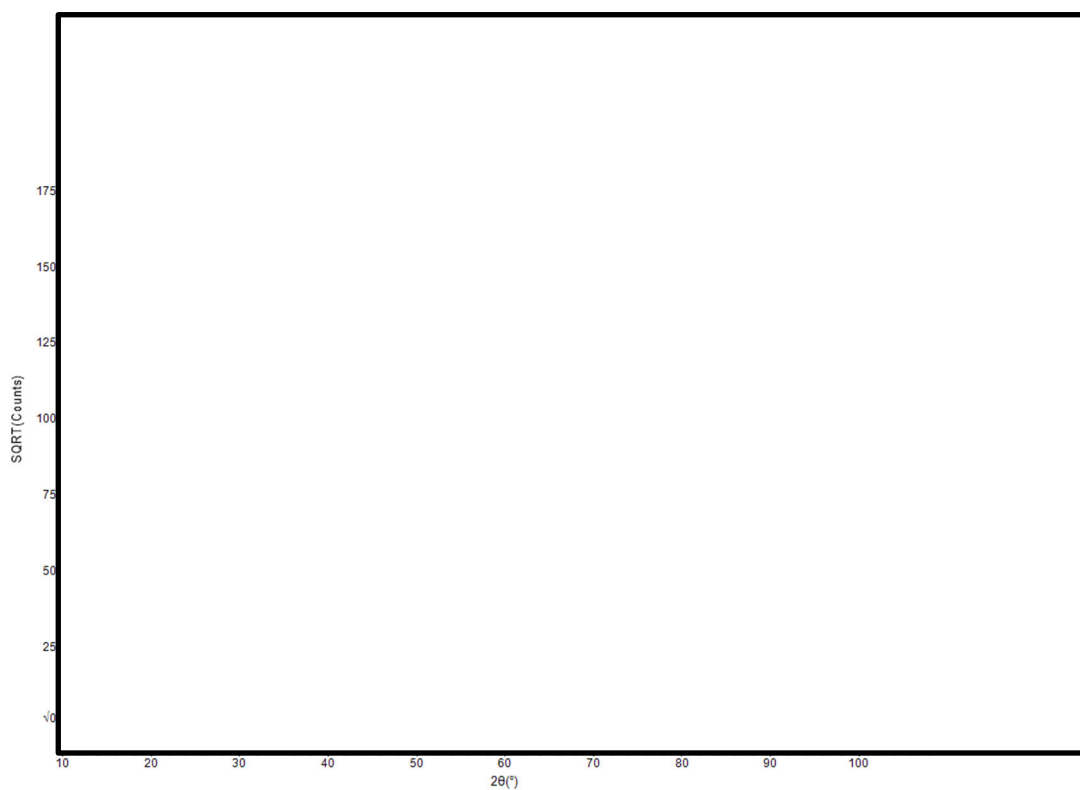
3



※) 図中の赤矢印は、(イ)の同定に用いたピークを示す。

(d) $200^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

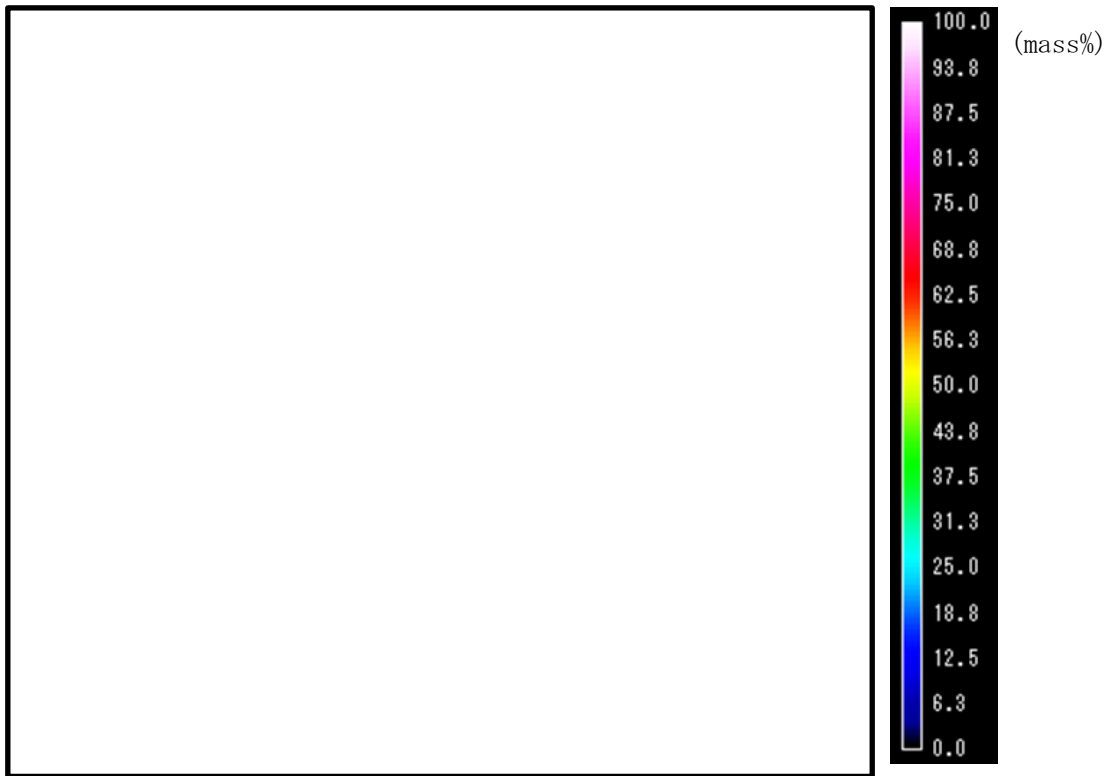
別紙 12-20 図 供試材 No. 1-1B (時効処理試験材) の XRD 分析結果 (2/2)



3

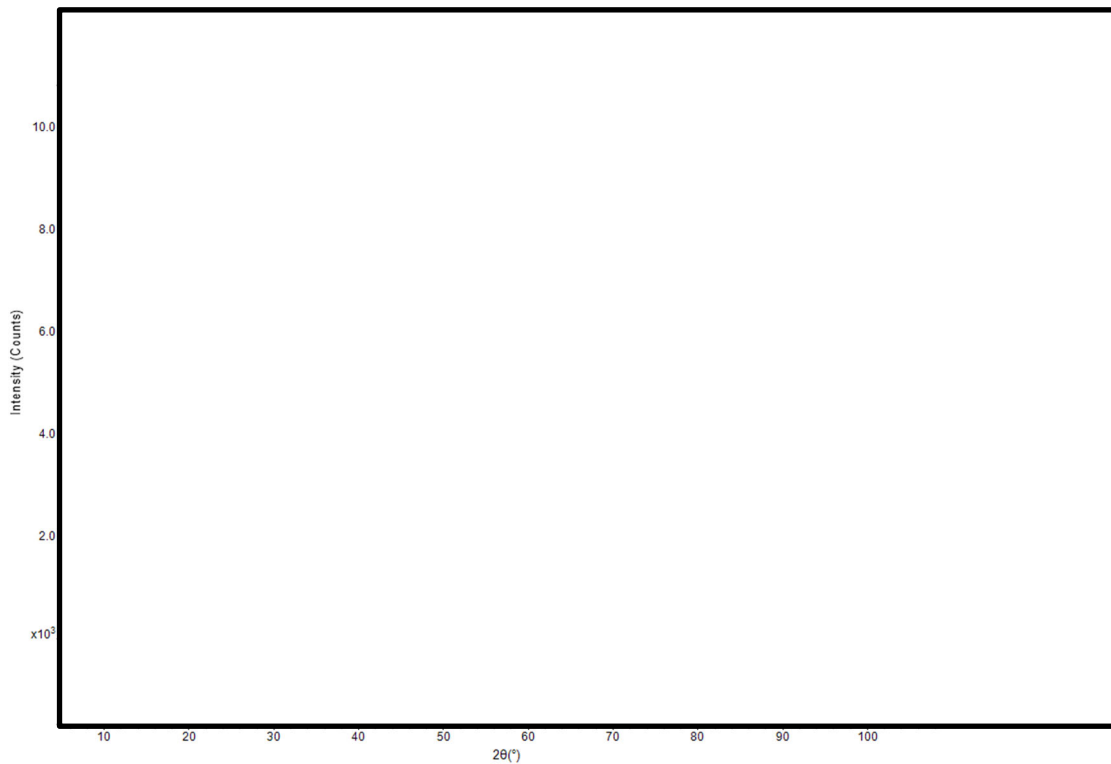
※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-21 図 供試材 No. 1-1B に関する時効処理試験前後の XRD 分析結果の比較



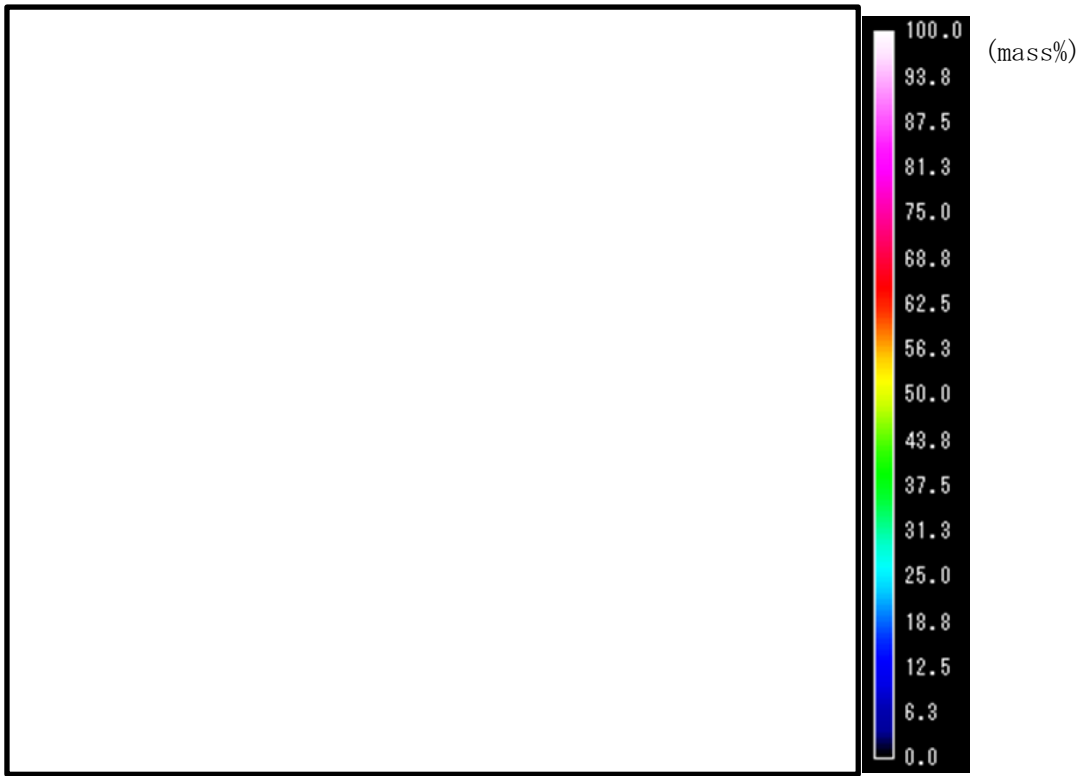
別紙 12-22 図 供試材 No. 1-3B (初期材) の EPMA 分析結果

3

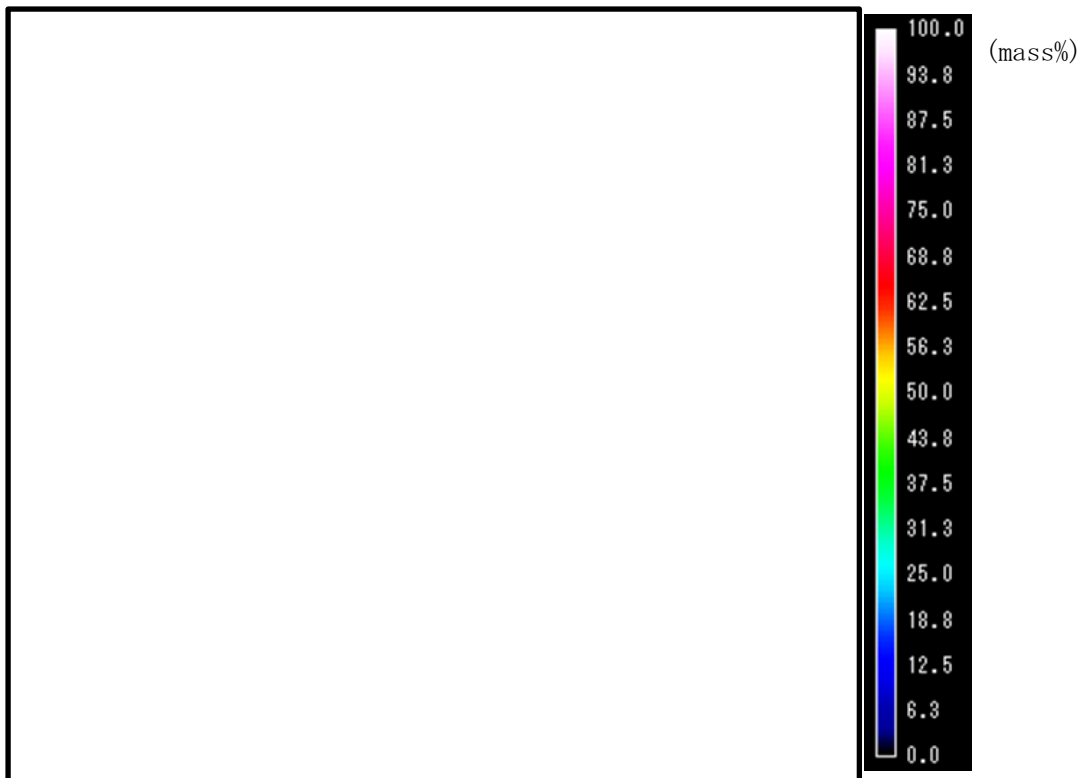


※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-23 図 供試材 No. 1-3B (初期材) の XRD 分析結果

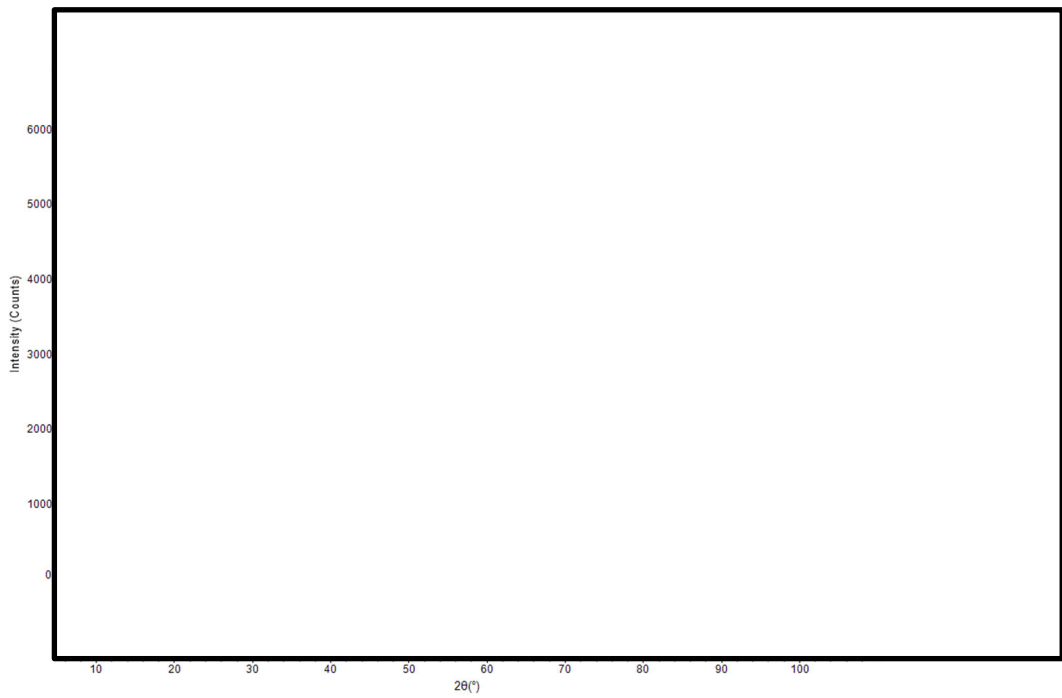


(a) $125^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

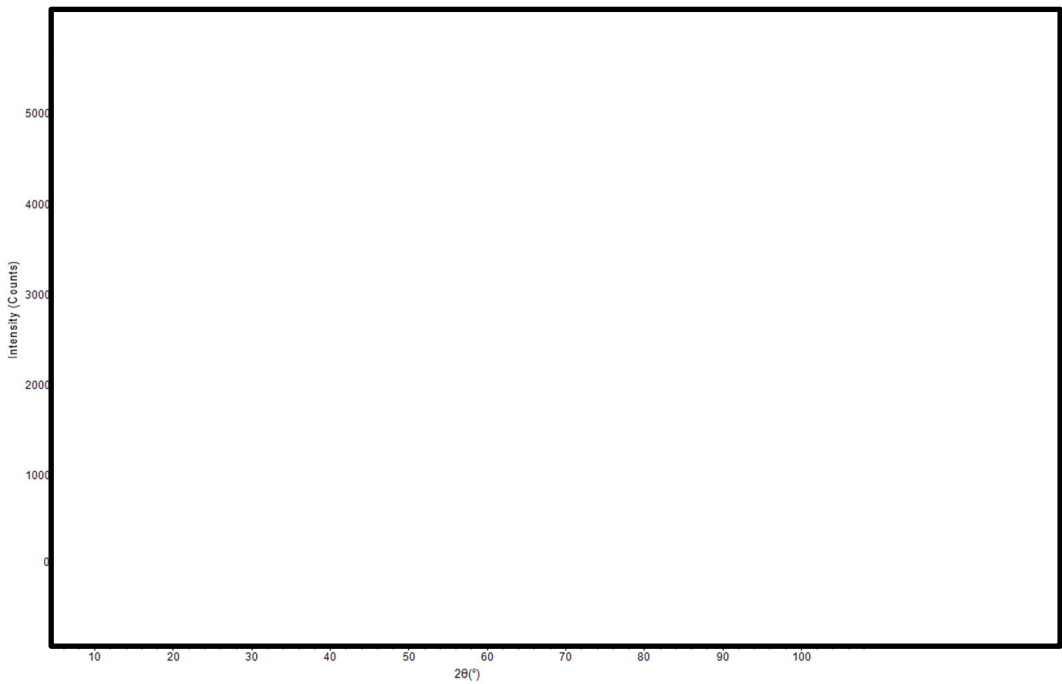


(b) $200^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

別紙 12-24 図 供試材 No. 1-3B (時効処理試験材) の EPMA 分析結果



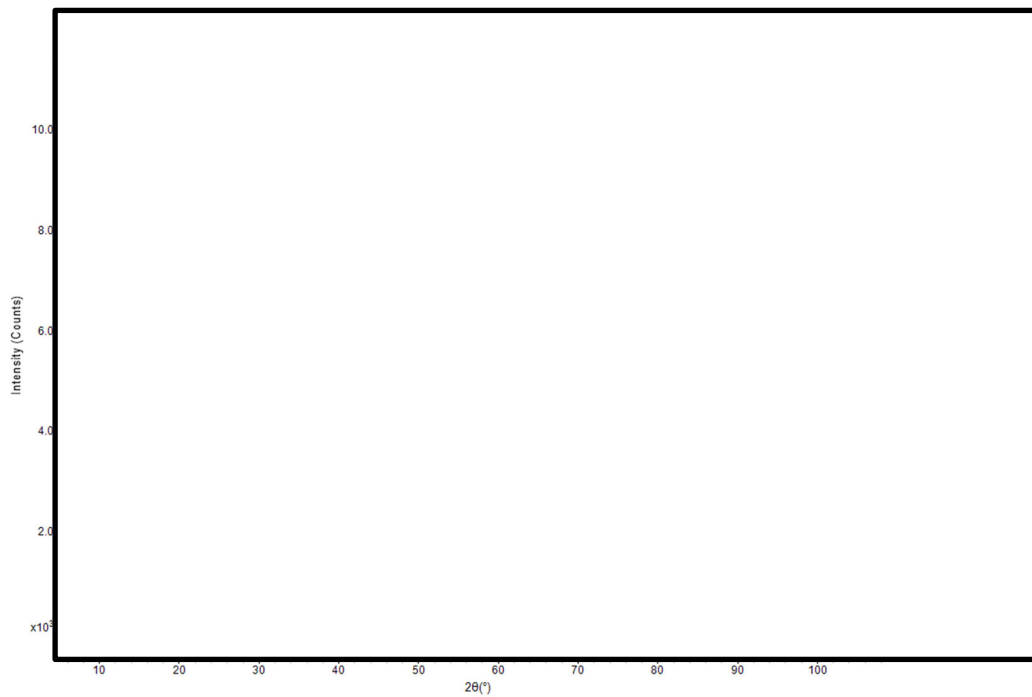
(a) $125^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$



(b) $200^{\circ}\text{C} \times 10,000\text{h}$

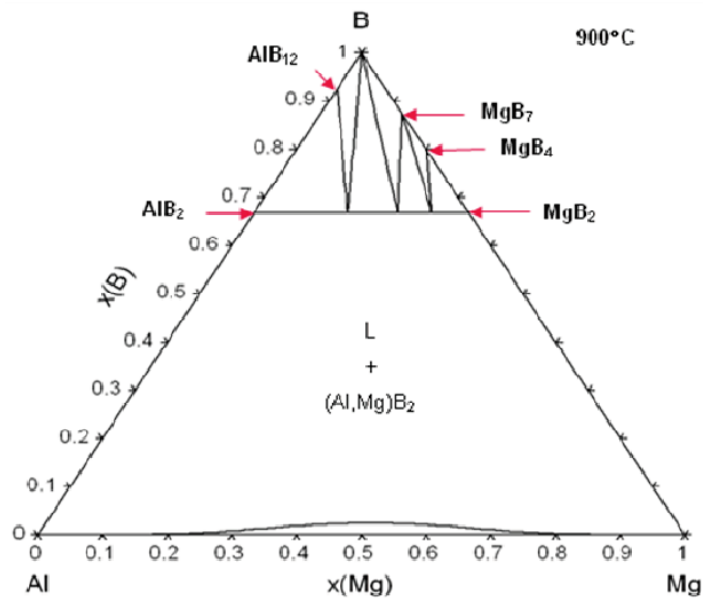
※) 図中の赤矢印は、(i)の同定に用いたピークを示す。

別紙 12-25 図 供試材 No. 1-3B (時効処理試験材) の XRD 分析結果

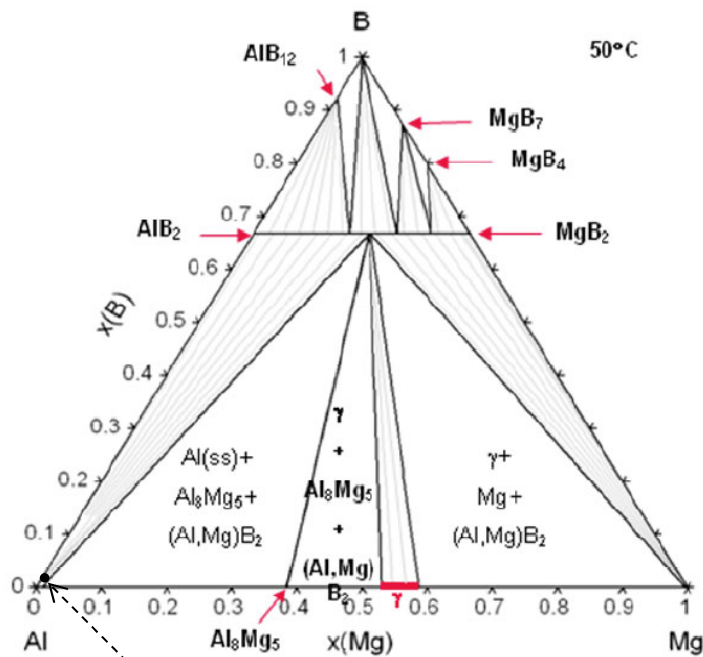


3

別紙 12-26 図 供試材 No. 1-3B に関する時効処理試験前後の XRD 分析結果の比較



(a) 900°C



本アルミ合金の組成位置 (参考)

(b) 50°C

別紙 12-27 図 Al-Mg-B 系状態図⁸⁾

(付録 12-1) B 添加が本アルミ合金の強度特性に及ぼす影響の評価

1. はじめに

本付録は、B 添加が本アルミ合金の強度特性に及ぼす影響を確認するために記載するものである。特に、粒子分散強化が認められない点に着目して説明する。

2. 試験データの説明

使用する試験データは、別紙 12-1 表 (b) に示す供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 より取得したものである。これらの供試材は、B 添加の有無を除き、ほとんど同じ化学成分であるため、B 添加が本アルミ合金の強度特性に及ぼす影響を評価する上では適切である。供試材は、初期材及び温度をパラメータとした時効処理試験材 ({125, 150, 175, 200} °C × 10, 000h) とした。これらの試験データを、表 A1 に示す。

3. 統計解析

供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 の各熱処理条件における 0.2%耐力及び引張強さについて、統計解析を行った。具体的には、それぞれの供試材に関する信頼度 95% の区間推定^{※1} と、供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の t 検定^{※2} を実施した。区間推定の結果を表 A1 及び図 A1 に示す。また、 t 検定の結果も表 A1 に合わせて示す。

0.2%耐力については、いずれの熱処理条件においても帰無仮説「供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の 0.2%耐力の平均値は等しい。」が採択された。したがって、B 添加は本アルミ合金の 0.2%耐力に影響を及ぼさないと判断される。

引張強さについては、いずれに熱処理条件においても帰無仮説「供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の引張強さの平均値は等しい。」が棄却された。したがって、B 添加により本アルミ合金の引張強さは低下すると判断される。

※1) 試験 N 数 3 のデータを取り扱うため、自由度 2 の 95%信頼区間に対応する $t=4.303$ を用いた。

※2) 試験 N 数 3 どちらのデータを比較するため、自由度 4 の有意水準 5% に対応する $t=2.776$ を用いた。なお、B 添加が本アルミ合金の強度特性に及ぼす影響を評価するため、両側検定とした。

4. 考察

前章の統計解析より、0.2%耐力は B 添加に影響を及ぼされないことがわかった。したがって、本アルミ合金において、B 系化合物の粒子分散効果は無いものと判断される。一方、引張強さについては、B 添加により低下する傾向が認められた。別紙 11 で説明した通り、

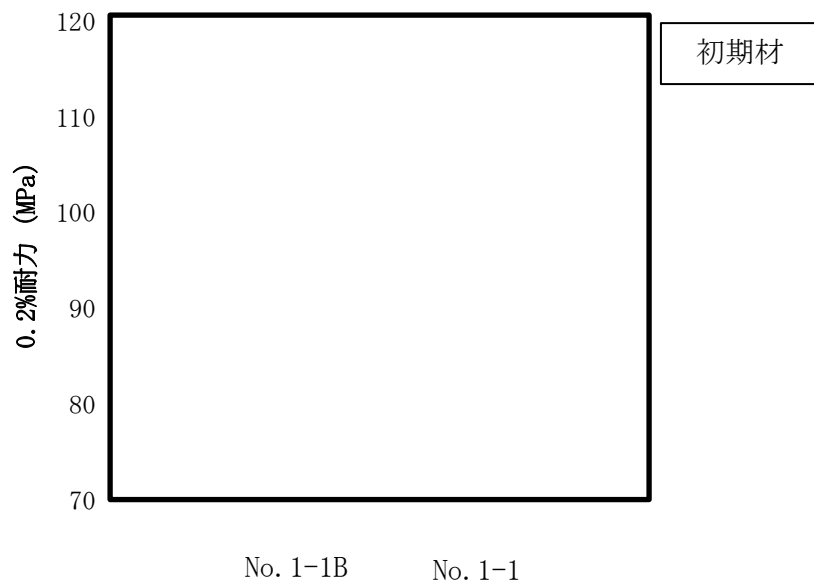
本アルミ合金に含有される B 系化合物は、アルミニウム母相と比較して非常に硬いことがわかっている。このため、引張試験におけるひずみ量の増加に伴い、アルミニウム母相と B 系化合物の界面に剥離が生じ、試験片の実質的な断面積が減少することで、引張強さが低下した可能性が考えられる。

5. まとめ

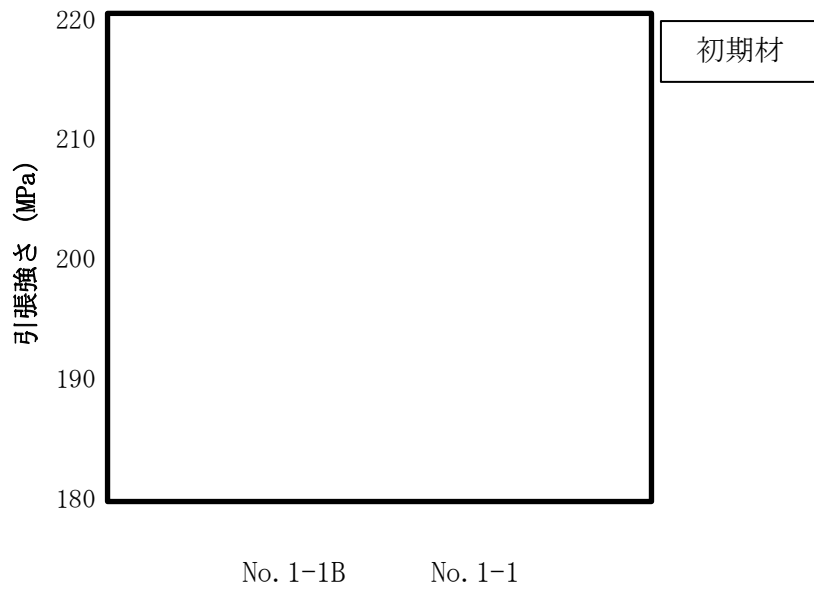
供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 の初期材及び時効処理試験材（{125, 150, 175, 200}°C×10,000h）の 0.2%耐力及び引張強さを用いて、統計解析を行い、B 添加が本アルミ合金の強度特性に及ぼす影響について調査した。この結果、0.2%耐力について変化は認められなかったが、引張強さは B 添加により低下する傾向が見られた。これは、B 添加により本アルミ合金にその晶出物が分散していることが原因であると考えられた。一方、0.2%耐力に B 添加の影響は認められなかったことから、本アルミ合金の B 系化合物に粒子分散強化の効果は無いと判断された。

表 A1 供試材 No. 1-1B 及び No. 1-1 の強度データ及び統計解析

		供試材		時効処理温度 (°C)								
				初期材	125	150	175	200				
生データ	0.2% 耐力 (MPa)	1-1B										
		1-1										
	引張 強さ (MPa)	1-1B										
		1-1										
統計解析	0.2% 耐力 (MPa)	1-1B	標本平均									
			標準偏差									
			上限値									
			下限値									
		1-1	標本平均									
			標準偏差									
			上限値									
			下限値									
	<i>t</i>	<i>T</i> 値										
	検定	判定結果	採択						採択	採択	採択	採択
	引張 強さ (MPa)	1-1B	標本平均									
			標準偏差									
			上限値									
			下限値									
		1-1	標本平均									
			標準偏差									
			上限値									
			下限値									
<i>t</i>		<i>T</i> 値										
検定		判定結果	棄却	棄却	棄却	棄却	棄却					

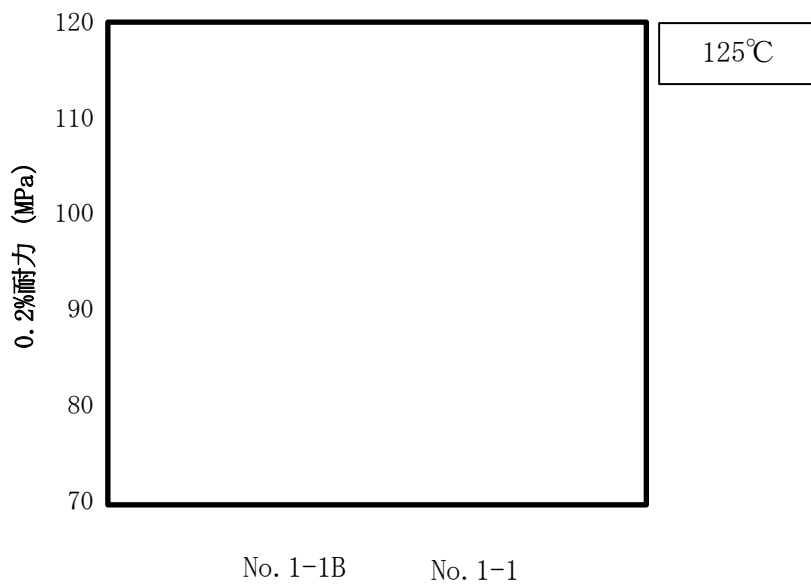


(a) 初期材、0.2%耐力

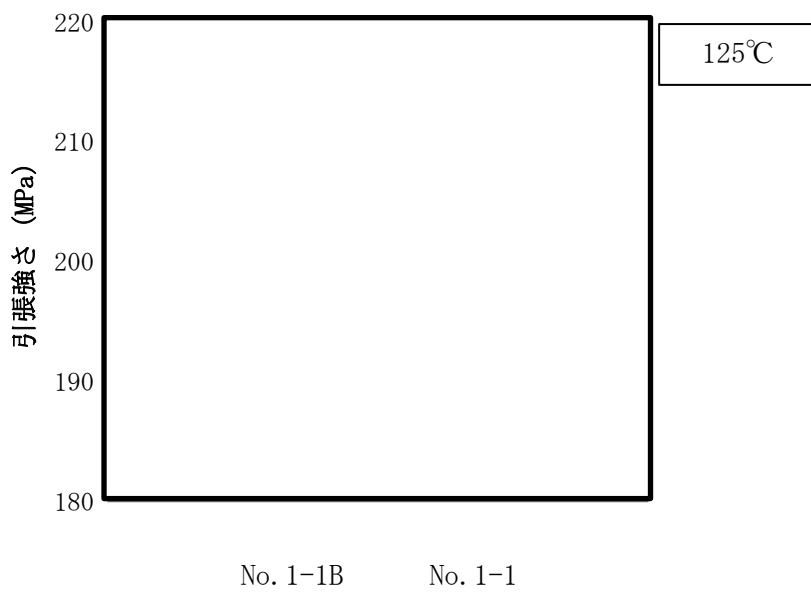


(b) 初期材、引張強さ

図 A1 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の強度比較 (1/5)

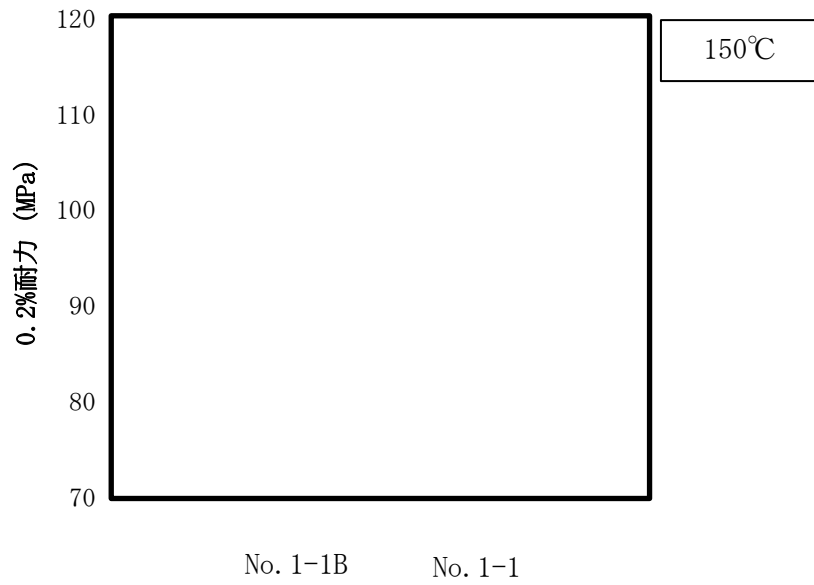


(c) 時効処理試験材 (125°C×10,000h)、0.2%耐力

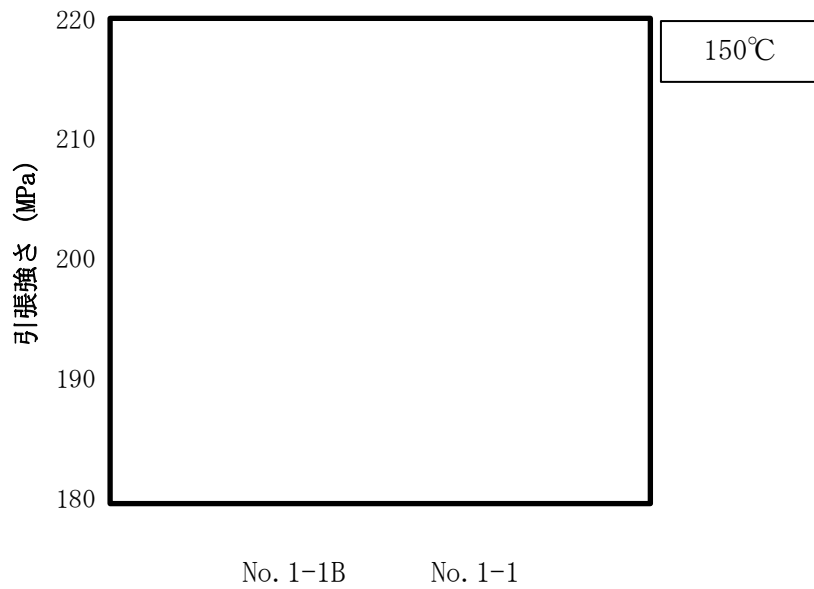


(d) 時効処理試験材 (125°C×10,000h)、引張強さ

図 A1 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の強度比較 (2/5)

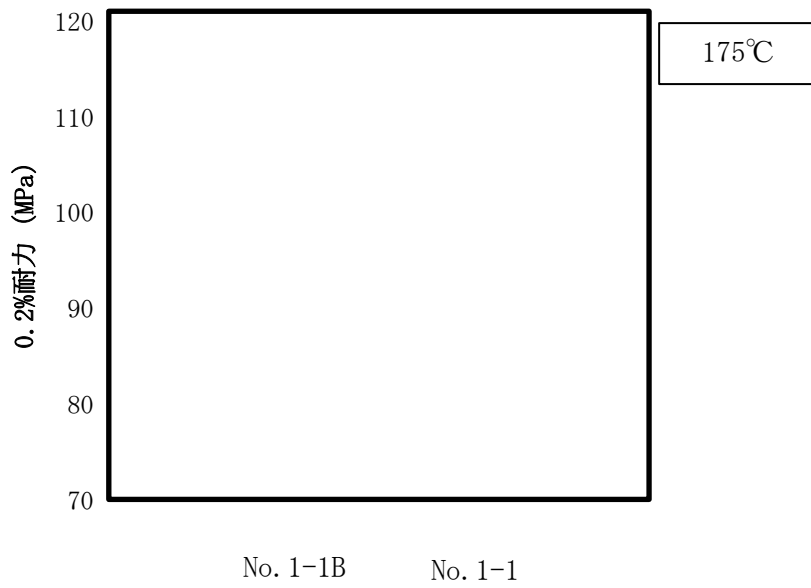


(e) 時効処理試験材 (150°C×10,000h)、0.2%耐力

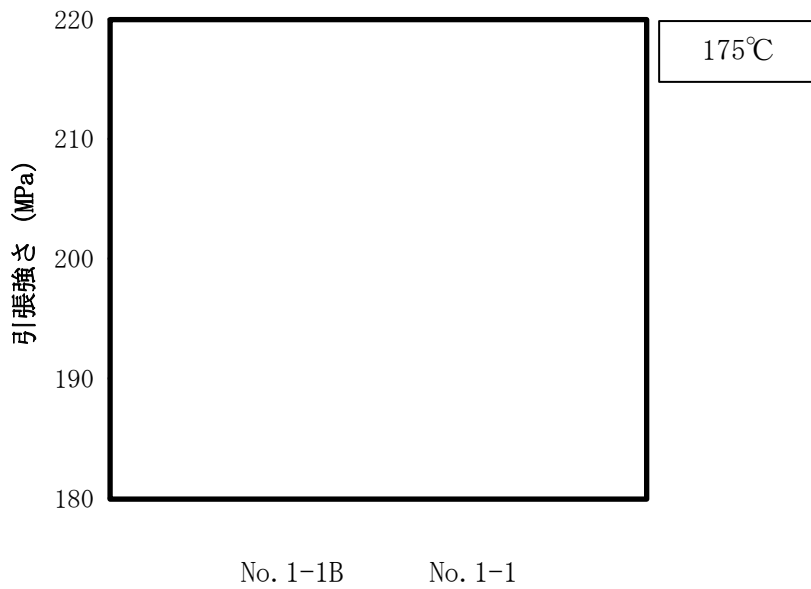


(f) 時効処理試験材 (150°C×10,000h)、引張強さ

図 A1 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の強度比較 (3/5)

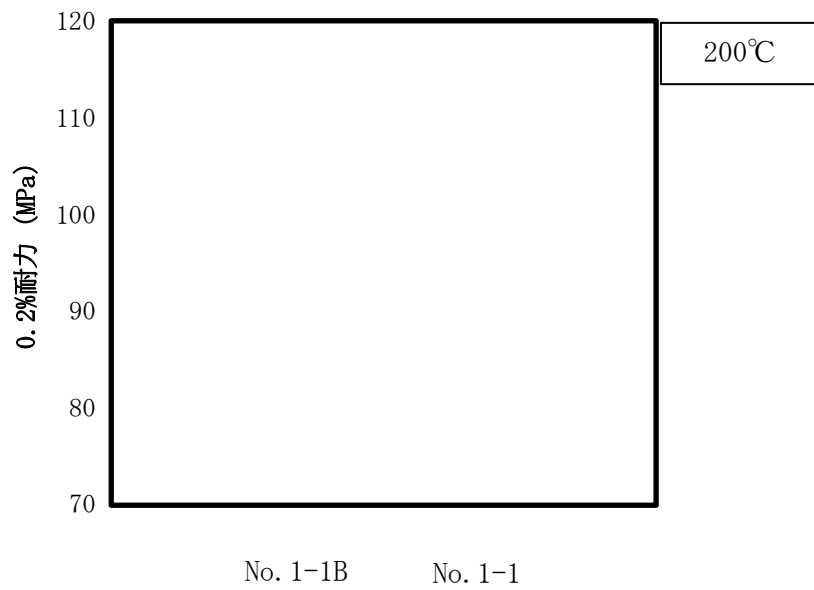


(g) 時効処理試験材 (175°C×10,000h)、0.2%耐力

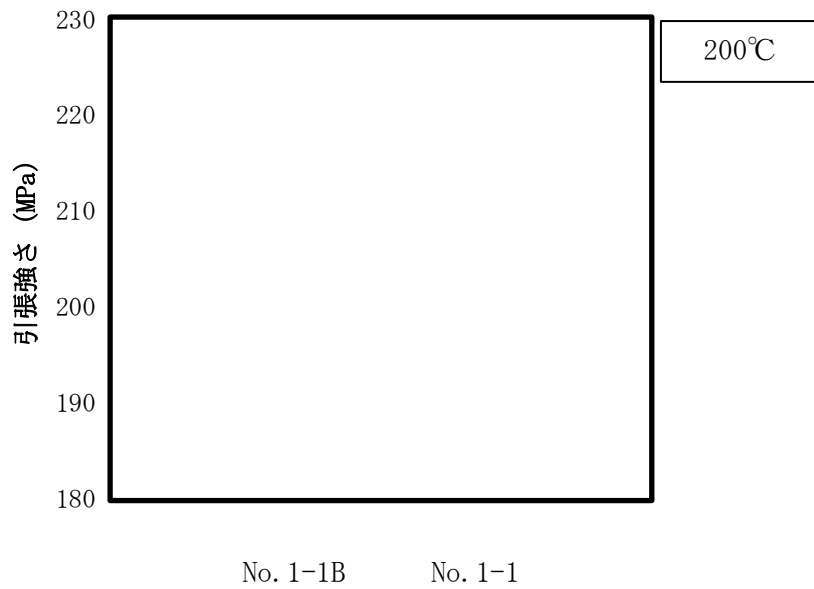


(h) 時効処理試験材 (175°C×10,000h)、引張強さ

図 A1 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の強度比較 (4/5)



(i) 時効処理試験材 (200°C×10,000h)、0.2%耐力



(j) 時効処理試験材 (200°C×10,000h)、引張強さ
図 A1 供試材 No. 1-1B と No. 1-1 の強度比較 (5/5)

(付録 12-2) 本アルミ合金における B 系化合物の体積率の評価

本アルミ合金における B 系化合物の体積率に関する評価を以下に示す。

まず、本アルミ合金の B 系化合物は、別紙 12 の本文 2.3.2 節で述べた通り、 AlB_2 に微量の Mg が固溶した化合物となっている。当該化合物は、溶解工程において AlB_2 と Mg の相互作用 (Al 原子の位置に Mg が置換される) により生じ、結晶構造は AlB_2 から変化しない^{B1)}。さらに、B 系化合物中における Mg の含有量は比較的小さいこと (2mol の B に対して、Mg は 0.2mol 程度)、及び Al と Mg の原子量は概ね同程度であることから、体積率の計算に必要な B 系化合物の密度には AlB_2 の値 (3.19 g/cm^3)^{B2)} を用いた。また、Mn、Mg 等の B 以外の添加元素の存在は、これら添加量が 1mass%程度と小さいため考慮に含めなかった。以上の前提条件で、B 系化合物の体積率を計算した。この結果を、表 B1 に示す。この表には、B 添加量の上下限、及びその中間値を基に評価した B 系化合物の体積率を示す。

表 B1 B 系化合物の体積率

	B 添加量		
	下限	中間	上限
質量百分率 (mass%)	0.8	1.1	1.3
体積百分率 (vol%)	1.5	2.1	2.5

参考文献)

- B1) H. E. Calderon, R. G. I. Hidalgo, Z. H. Melgarejo, O. M. Suarez, “Effect of AlB_2 -Mg interaction on the mechanical properties of Al-based composites”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 527, Issue 9, (2010)
- B2) D. R. Lide (editor), “CRC Handbook of Chemistry and Physics, 86th Edition”, CRC Press, (2005)

バスケット用ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）に
関する強化機構の維持について

1. はじめに

別紙 13 では、ほう素添加アルミニウム合金（1B-A3J04-O）（以下、「本アルミ合金」という。）に使用した材料の強化機構が供用期間（最大 60 年）維持されることについて説明する。また、許容応力設定の妥当性についても説明する。

2. 供用期間中の強化機構の維持

本アルミ合金は、供用期間（最大 60 年）中に強度低下を生じない強化機構として Mg の固溶強化と Mn 系化合物（ $Al_6(Mn, Fe)$ ）及び $Al_{12}(Mn, Fe)_3Si$ など）の粒子分散強化を使用している。

2.1 Mg の固溶強化の維持について

本アルミ合金に固溶している Mg の固溶強化については、添加量を 1.0mass% に設定すれば供用期間中（最大 60 年間）の低下は生じないと判断した^{1),2)}。この Mg 添加量の妥当性の評価については、補足説明資料 1-7 別紙 3 で詳述したが、その概要を以下に示す。

Mg は本アルミ合金の供用期間中の温度低下により、その固溶限が低下し、過飽和状態を生じる可能性がある。その場合、過飽和分の固溶 Mg 量は、Mg 系化合物（ Al_3Mg_2 ）を生じ、結果として固溶強化の効果が低下することが懸念される。しかしながら、本アルミ合金では Mg 添加量を高々 1mass% 程度に制限しているため過飽和状態（Mg の添加量が固溶限を上回った状態）となる温度は 100℃ 付近となることから、Mg 系化合物の析出の駆動力となる過飽和度は非常に小さく、固溶 Mg のアルミニウム母相における拡散係数も非常に小さい。このため、現実的な試験時間で 60 年後においても固溶強化を維持できる Mg 添加量を評価することは極めて困難である。そこで本申請では、まず Mg 系化合物の析出挙動に関する数理モデルを構築した。次に、約 1~5mass% の Mg 添加量を有する試料を用いて 10,000h までの長時間時効処理試験を実施し、この試験結果に基づき当該モデルの妥当性を確認した。次にこのモデルを用いて、Mg 系化合物の析出開始条件が過飽和度と拡散距離により定まることを確認した。この評価を行うダイアグラムを、「SLP 線図」と称する。別紙 13-1 図に示す SLP 線図より、Mg の添加量が 1.0mass% であれば 60 年基準線（実機条件を想定し 60 年間一定温度で保持した条件）が、試験により得られた Mg の析出開始線よりも原点側の領域にあり、Mg 系化合物が析出しないことが分かる。本評価から、供用期間中に想定されるいかなる熱履歴においても、貯蔵初期の

固溶強化が維持できると判断される。

なお、本アルミ合金には Mg 添加量 1.0mass%を確保するため 1.0~1.4mass%の Mg が含まれているが、保守的な評価とするために許容応力は、Mg 添加量を 1.0mass%とした機械試験用供試材^{※1} に対して設定されている³⁾。

※1) 許容応力を保守的に評価するため、添加元素量をほぼ下限値に調整した供試材。

2.2 Mn 系化合物の粒子分散強化の維持について (別紙 2 参照)

Mn 系化合物の粒子分散強化については、アルミニウム中の Mn の不純物拡散係数に基づき評価した拡散距離を用いて、供用期間 (最大 60 年) の熱履歴に対応する拡散距離を保守的に評価した加速試験条件として 300℃×1,000h を設定し、本アルミ合金に有意な強度変化がないことを確認した⁴⁾。以下に 300℃×1,000h を設定した理由を示す。

Mn 系化合物の析出物は、熱暴露による粒成長に伴い数密度が低下し、粒子分散強化の効果が低下する可能性がある。このような現象は、Mn の拡散律速によって生じると考えられる。そこで、供用期間である 60 年間の熱履歴による拡散距離を Mn の拡散係数により評価し、これを包絡する加速試験条件を定めることとした。供用期間中の熱履歴は、保守的に TK-26 型におけるバスケットの最高使用温度 (225℃) が 60 年間継続するものとした。Mn の拡散度合いは、(1)式で表される拡散距離 L を用いて評価した。

$$L = \sqrt{2Dt} \dots (1)$$

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \dots (2)$$

ここで、 D : 拡散係数 (cm^2/s)、 t : 時間 (s)、 D_0 : 振動数因子 $380(\text{cm}^2/\text{s})^5$ 、 Q : 活性化エネルギー $221(\text{kJ}/\text{mol})^5$ 、 R : 気体定数 $8.314(\text{J}/(\text{K}\cdot\text{mol}))$ 、 T : 温度 (K) である。なお、この拡散距離は、異なる熱履歴の条件を相対比較するための指標として用いるものであり、その絶対値を議論するものではない。別紙 13-1 表に、拡散距離の計算結果を示す。この表には、供用期間中の熱履歴を包絡するように設定した加速試験条件 (300℃×1,000h) における Mn の拡散距離も合わせて示す。ここで、温度条件となっている 300℃は、本アルミ合金の最終熱処理温度 (℃) とバスケットの最高使用温度 (225℃) の中間値として設定した。なお、Al-Mn 系状態図によれば、400℃程度以下の温度領域では、アルミニウム母相における Mn の固溶限はゼロに漸近してくる⁶⁾。つまり 400℃程度以下であれば、供用期間中と同様に Mn の再固溶を極力抑制できているため、任意の温度で 225℃×60 年間に対応する時間を保持することにより、実機における熱履歴を温度加速により模擬できる。別紙 13-1 表に示す通り、300℃×1,000h の Mn の拡散距離は、225℃×60 年間 (525,960h) のそれよりも十分大きく設定されており、Mn 系化合物による粒子分散強化を維持する観点からは保守的な条件となる。

今回加速試験 (300℃×1,000h) に供した本アルミ合金の供試材の化学成分分析値を

別紙 13-2 表に示す。加速試験前後の本アルミ合金について、TEM 観察を実施した。ここでは、供試材 No. 20 で代表させた。この結果を別紙 13-2 図に示す。アルミニウム母相中に分散した Mn 系化合物のサイズ、及び数密度に有意な変化は認められない。次に、この供試材の加速試験前後における室温引張試験を別紙 13-3 表に示す条件で実施した。この結果得られた強度特性（0.2%耐力及び引張強さ）を別紙 13-4 表、別紙 13-3 図及び別紙 13-4 図に示す。別紙 13-3 図では、加速試験による強度変化を比較するため、各供試材について初期材の強度（貯蔵初期に相当）で規格化した。別紙 13-4 表では、各試験条件の標本平均及び標準偏差から、 t 分布を用いて母平均の 95%信頼区間を求めた^{※2}。別紙 13-4 図では、この標本平均と母平均の 95%信頼区間を室温における許容応力（ S_y 、 S_u ）^{※3}と比較した。この図より、許容応力は、いずれの試料の 95%信頼区間の下限値よりも小さい値となっており、設定の妥当性が確認された。さらに、加速試験後において材料強度が維持されているかどうかを判定するため、 t 検定^{※4}を実施した。帰無仮説は、「加速試験前後の強度特性は等しい」とした。さらに、ここで問題となるのは強度低下であるため片側検定とした。なお、有意水準は 5%とした。以上の条件により、各標本について t 検定を実施した結果を別紙 13-5 表に示す。まず、引張強さはいずれの標本についても帰無仮説が採択されたため、加速試験により有意な強度低下は無いと判断される。次に、0.2%耐力については、6 標本中 5 標本で帰無仮説が棄却されたため、加速試験により強度低下している可能性がある。

次に、0.2%耐力の低下度合いを定量的に把握するため、標本平均を用いて 0.2%耐力の変化量を評価した。この結果を、別紙 13-6 表に示す。この表より、帰無仮説が棄却された標本の減少量はいずれも 3MPa 未満と非常に小さいものの、0.2%耐力が減少した理由について以下のように考察した。

本アルミ合金は押出後、引張矯正による加工硬化を O 材処理により除去しているが、別紙 13-2 図の TEM 組織より、僅かに転位の残存が認められる。加速試験により、この転位が減少し 0.2%耐力に反映されたとすれば、引張強さに有意差が認められなかったこととも整合するため合理的である。なお、本アルミ合金の Mg 添加量は 1mass%程度であるため、この固溶強化が加速試験の温度条件である 300℃で低下しないことは本別紙 2.1 項で説明した別紙 13-1 図より明らかである。また、Mn 系化合物の析出組織が変化したのであれば、引張強さも同様に低下するはずであるから、この可能性も除外できる。なお、前口ら⁷⁾は、A3004-H112^{※5} 押出型材について 300℃×1,000h の熱処理により加工硬化を除去できるとしている。この熱処理条件は、本申請の加速試験と同一であることから、加工硬化に着目した場合においても 60 年後の状態を適切に模擬できていると考えられる。

なお、本アルミ合金の許容応力は、60 年間の熱履歴を保守的に模擬した加速試験後の材料に対する引張試験及びクリープ試験に基づき設定されている³⁾。つまり、当該の加速試験による 0.2%耐力の低下は許容応力の設定に適切に反映されている。

以上の検討結果から、加速試験により転位密度の減少による 0.2%耐力の低下が僅かに生じた可能性があるが、Mn 系化合物の粒子分散強化は供用期間（最大 60 年）維持されると判断される。

※2) t 分布を用いた信頼区間は下式により計算できる^{8),9)}。

$$\bar{x} - t \frac{s}{\sqrt{n-1}} < \mu < \bar{x} + t \frac{s}{\sqrt{n-1}}$$

ここで、標本平均： \bar{x} 、標準偏差： s 、試験 N 数： n である。 t の値については、本説明資料の付録を参照のこと。

※3) 許容応力は、日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格 新規材料採用ガイドラインに準拠して設定した。この詳細は 4 章にて後述する。

※4) t 検定に用いた式を以下に示す⁹⁾。

$$T = \frac{\sqrt{m+n-2}\{(\bar{X} - \bar{Y}) - (\mu_x - \mu_y)\}}{\sqrt{\left(\frac{1}{m} + \frac{1}{n}\right)(mS_x^2 + nS_y^2)}}$$

ここで、 m, n ：試験 N 数、 \bar{X}, \bar{Y} ：標本平均、 μ_x, μ_y ：母平均、 S_x, S_y ：標準偏差、である。なお、この確率変数 T は、自由度 $m+n-2$ の t 分布に従う。また、本文中で説明した帰無仮説「加速試験前後の強度特性は等しい」より、 $\mu_x - \mu_y = 0$ とした。

※5) 質別 H112 の押出型材は、押出工程の後、製品の曲がりを機械的に矯正している（引張矯正）ため、加工硬化により 0.2%耐力のみが強化された状態になっている。

3. 10,000h 後の強度特性について（別紙 10 参照）

本申請では、本アルミ合金の実機温度を想定した 4 温度条件（125℃、150℃、175℃、200℃）で 10,000h 保持する時効処理試験を実施している。別紙 13-7 表に供試材の化学成分分析値を示す。さらに、時効処理試験前後に室温引張試験を実施した。試験条件を別紙 13-8 表、試験結果を別紙 13-9 表及び別紙 13-5 図にそれぞれ示す。別紙 13-9 表では、各条件の標本平均と標準偏差を用いて t 分布による母平均の 95%信頼区間を求めた。この結果を別紙 13-6 図に示す。さらに、時効処理試験後に強度変化が有意に生じているかを検討するため、2 章と同じ条件で t 検定を実施した。帰無仮説は、「時効処理試験前後の強度特性は等しい」とした。この結果を別紙 13-9 表に追記して示す。いずれの試験条件についても帰無仮説は採択されたため、10,000h を通じて有意な強度変化は生じていないと判断される。以上より、本別紙 2 章で説明した本アルミ合金の強化機構の維持に関する評価は実機温度条件において妥当であることが確認された。

4. 高温の許容応力設定の妥当性について（補足説明資料 1-7 11.2 項、15 章、16 章参照）

本申請では、許容応力（ S_y 、 S_u ）を日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格 新規材料採用ガイドラインに準拠して設定している。別紙 13-10 表に、当該規格で要求されている S_y の設定方法と本申請の実績を比較して示す。この表に示すように、本申請における S_y の設定方法は当該規格に適合している。なお、 S_u は S_y と同じ設定方法であるため、ここでは割愛した。高温の許容応力（ S_y 及び S_u ）は、別紙 13-11 表に示す室温及び高温の引張試験条件より得られた試験結果（別紙 13-12 表）から評価したトレンド曲線を用いて設定した。なお、詳細は、補足説明資料 1-7 の 10.1.2 及び 11.3 に記載のとおりである。

次に、高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間を比較するため、 t 分布による解析を実施した。別紙 13-12 表に、この試験結果を t 分布による解析結果と合わせて示す。この表に示す解析結果と許容応力とを比較した結果を別紙 13-7 図に示す。この図より、いずれの標本及び温度条件においても、95%信頼下限値は許容応力を上回っていることが確認された。さらに、試験片方向を押し出し方向とした室温及び高温引張試験の条件を別紙 13-13 表に示す。この試験結果と t 分布による解析結果を別紙 13-14 表に示す。この表に示す解析結果と許容応力とを比較した結果を別紙 13-8 図に示す。この図より、いずれの標本及び温度条件においても、95%信頼下限値は許容応力を上回っていることが確認された。

以上より、本アルミ合金の高温における許容応力の設定は妥当と判断される。

5. 本アルミ合金の適用温度条件について（補足説明資料 1-7 3.2 項参照）

本別紙の 1 章では、TK-26 型のバスケットの最高使用温度 225℃が 60 年間継続しても、加速試験条件の 300℃×1,000h により包絡されることを示した。本申請では、本アルミ合金の適用温度範囲を-40℃から 250℃に規定していることから、本章では、適用温度範囲の上限値 250℃を踏まえた熱履歴条件について検討した。

本アルミ合金は、キャスクのバスケット構造材に使用することを前提にしているため、貯蔵初期に 250℃であっても、使用済燃料の発熱量低減に伴い温度低下する。この温度低下を前提に、最高使用温度を 250℃とした場合の熱履歴を以下のように設定した。

別紙 13-9 図に、TK-26 型のバスケット最高使用温度を黒色の曲線で示す^{*6}。まず、この熱履歴を保守的な条件として直線に置き換える（別紙 13-9 図に示す緑色の直線）。TK-26 型の最高使用温度は 225℃であるから、この直線を 25℃高温側に平行移動すると、60 年かけて 250℃から 150℃まで直線低下する熱履歴となる（別紙 13-9 図に示す青色の直線）。

別紙 13-15 表に、これら直線低下の熱履歴に対応する Mn の拡散距離の計算結果を、別紙 13-1 表の結果と合わせて示す。なお、拡散距離の計算は、直線低下に対して更に保守

側となるよう 1 年毎の温度ステップ（別紙 13-9 図に示す黄色及び赤色のステップ）により計算した。この表より、Mn の拡散距離は、いずれの条件についても当該の加速試験条件により包絡されている。したがって、本アルミ合金は TK-26 型のバスケットの最高使用温度が仮に 250℃となった場合においても適用可能と判断される。なお、250℃について温度一定で評価した場合は、300℃×1,000h に対応する時間は約 9 年半になる。

※6) この温度履歴は、収納物の ORIGEN2 により評価した発熱量と外筒側面の放熱量（対流及び放射による放熱量をそれぞれ計算した）が、バランスするとして求めた外筒表面温度を基準として、バスケット最高温度を簡易的に計算して評価した結果である。なお、60 年後のバスケット最高温度は、ORIGEN2 による収納物の発熱量を用いて ABAQUS で解析し、当該の簡易評価と同等の結果になることを確認している。

以上のように、本アルミ合金の適用性は、バスケットの温度低下を Mn の拡散距離を用いて適切に評価することによっても確認できる。

参考文献)

- 1) 篠崎崇、下条純、松本克史、新谷智彦、赤松博史、“使用済燃料輸送・貯蔵兼用キヤスクのバスケット用 Al-Mn-Mg 系合金の Mg 添加量の設定方法”、軽金属学会第 135 回秋期大会講演概要、No. 9、(2018)
- 2) 篠崎崇、下条純、赤松博史、松本克史、新谷智彦、水谷淳、中林洋右、“Al-Mn-Mg 合金における β 相の析出挙動に及ぼす Mg 添加量の影響とそのモデル化”、軽金属、Vol. 70、No. 2、(2020)
- 3) J. Shimojo, T. Shinozaki, T. Shinya, H. Akamatsu, “Development of Aluminum Extruded Alloy for Basket of Transport/Storage Casks (2) - Properties and allowable stress of the borated aluminum alloy 1B-A3J04-0 -”, Proceedings of the 19th International Symposium on the Packaging and Transportation of Radioactive Materials, Paper No.1331, (2019)
- 4) T. Shinozaki, J. Shimojo, K. Matsumoto, H. Akamatsu, T. Shinya, J. Mizutani, Y. Nakabayashi, “Development of Aluminum Extruded Alloy for Basket of Transport/Storage Casks (1) - Strengthening mechanism after long term storage and design of chemical composition -”, Proceedings of the 19th International Symposium on the Packaging and Transportation of Radioactive Materials, Paper No.1316, (2019)
- 5) 平野賢一、“アルミニウム中の拡散”、軽金属、29 巻、p249、(1979)
- 6) 梶山毅、深田和博、“Al-Mn 系合金”、軽金属、38 巻、p362、(1988)
- 7) 前口貴治、川原慶幸、山本隆一、崎間公久、玉置廣紀、“A3004-H112 合金の機械的性質に及ぼす長時間加熱および焼なましの影響”、軽金属、68 巻、p653、(2018)
- 8) 大村平、“統計のはなし—基礎・応用・娯楽—【改訂版】”、日科技連、(2002)
- 9) 薩摩順吉、“確率・統計”、岩波書店、(1989)

別紙 13-1 表 実機条件と加速試験条件における Mn の拡散距離

	実機条件	加速試験条件
熱処理条件	225°C × 60 年 (525, 960h)	300°C × 1, 000h (225°C × 約 120 年に相当)
拡散距離 (μm)	3.10×10^{-2}	4.44×10^{-2}

別紙 13-2 表 機械試験用供試材^{※1}の化学成分の分析結果

供試材 No.	断面 形状	分析結果 (mass%)								
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	その他 (Ti)	Al
No. 22	フラット バー									残部
No. 24										残部
No. 26										残部
No. 20	中空材									残部
No. 28										残部
No. 30										残部
1B-A3J04-O の規定範囲		0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.0 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	※2	残部

※1) 材料強度を保守的に設定するための供試材。

※2) 個々の元素で 0.05 以下、合計で 0.15 以下。

別紙 13-3 表 加速試験前後の引張試験条件

材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材)
加速試験の有無	無し (初期材)、有り (300°C×1,000h)
供試材 No.	フラットバー ; No. 22、24、26 中空材 ; No. 20、28、30
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	室温
試験方法	JIS Z 2241 準用
試験 N 数	初期材 : 各供試材当り 4 個 加速試験材 : 各供試材当り 3 個

別紙 13-4 表 実機材の引張試験データに関する 95%信頼区間の計算 (1/2)

供試材 No.	初期材		統計処理 ($t=3.182$)		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
No. 22					
No. 24					
No. 26					
No. 20					
No. 28					
No. 30					

注) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、標本平均及び上下限值は小数点第 1 位までとした。

別紙 13-4 表 実機材の引張試験データに関する 95%信頼区間の計算 (2/2)

供試材 No.	加速試験材		統計処理 ($t=4.303$)		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
No. 22					
No. 24					
No. 26					
No. 20					
No. 28					
No. 30					

注) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、標本平均及び上下限值は小数点第 1 位までとした。

別紙 13-5 表 加速試験前後の強度特性に関する t 検定

標本	t 検定 ($t=-2.015$) ※	
	0.2%耐力	引張強さ
No. 22		採択
No. 24		棄却
No. 26		棄却
No. 20		棄却
No. 28		棄却
No. 30		棄却

※) t 分布表より、有意水準 5%の片側検定に対応する-2.015 未満を棄却域とした (自由度 5)。

別紙 13-6 表 標本平均より求めた加速試験後の 0.2%耐力変化量

断面形状	供試材	0.2%耐力変化量 (MPa)	t 検定
フラットバー	No. 22		採択
	No. 24		棄却
	No. 26		棄却
中空材	No. 20		棄却
	No. 28		棄却
	No. 30		棄却
棄却標本のみ			—

別紙 13-7 表 実用温度で時効処理試験に使用した材料

(mass%)								
供試材 No.	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	B	Al
1-1B								残部
1B-A3J04-0	0.25 以下	0.25 以下	0.05 以下	1.2 以上 1.6 以下	1.0 以上 1.4 以下	0.05 以下	0.8 以上 1.3 以下	残部

3

別紙 13-8 表 実用温度で時効処理試験した材料の引張試験条件 (室温)

材質	ラボスケール材 (機械試験用供試材相当)
時効処理の有無	無し (初期材) 有り (125/150/175/200℃) × (50/200/1,000/2,500/5,000/10,000h)※
供試材 No.	No. 1-1B
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	室温
試験方法	JIS Z 2241 準用
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 目標保持時間

別紙 13-9 表 実用温度での時効処理試験後引張試験に関する 95%信頼区間の計算^{※1} (1/4)

(a) 125°C

保持時間 (h)															
0.2%耐力 (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T														
	検定結果								—	採択	採択	採択	採択	採択	採択
引張強さ (MPa)															
0.2%耐力 (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T														
	検定結果	—	採択	採択	採択	採択	採択	採択							

3

※1) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、
標本平均及び上下限値は小数点第 1 位までとした。

※2) t 分布表より、有意水準 5% の片側検定に対応する -2.132 未満を棄却域とした (自由度
4)。確率変数 T の値は、有効数字を小数点第 3 位までとした。

別紙 13-9 表 実用温度での時効処理試験後引張試験に関する 95%信頼区間の計算^{※1} (2/4)

(b) 150°C

保持時間 (h)								
0.2%耐力 (MPa)								
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均							
	標準偏差							
	上限値							
	下限値							
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T							
検定結果	—							
引張強さ (MPa)								
0.2%耐力 (MPa)								
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均							
	標準偏差							
	上限値							
	下限値							
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T							
検定結果	—							

3

※1) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、
標本平均及び上下限値は小数点第 1 位までとした。

※2) t 分布表より、有意水準 5% の片側検定に対応する -2.132 未満を棄却域とした (自由度
4)。

別紙 13-9 表 実用温度での時効処理試験後引張試験に関する 95%信頼区間の計算^{※1} (3/4)

(c) 175°C

保持時間 (h)															
0.2%耐力 (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2}	T														
($t=-2.132$)	検定結果								—	採択	採択	採択	採択	採択	採択
引張強さ (MPa)															
0.2%耐力 (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2}	T														
($t=-2.132$)	検定結果	—	採択	採択	採択	採択	採択	採択							

3

※1) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、
標本平均及び上下限値は小数点第 1 位までとした。

※2) t 分布表より、有意水準 5% の片側検定に対応する -2.132 未満を棄却域とした (自由度
4)。

別紙 13-9 表 実用温度での時効処理試験後引張試験に関する 95%信頼区間の計算^{※1} (4/4)

(d) 200°C

保持時間 (h)															
0.2%耐力 (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T														
	検定結果								—	採択	採択	採択	採択	採択	採択
引張強さ (MPa)															
統計処理 ($t=4.303$)	標本平均														
	標準偏差														
	上限値														
	下限値														
t 検定 ^{※2} ($t=-2.132$)	T														
	検定結果	—	採択	採択	採択	採択	採択	採択							

3

※1) 有効数字は、算出過程における誤差を考慮し、標準偏差については小数点第 2 位まで、
標本平均及び上下限値は小数点第 1 位までとした。

※2) t 分布表より、有意水準 5%の片側検定に対応する-2.132 未満を棄却域とした (自由度
4)。

別紙 13-10 表 日本機械学会 発電用原子力設備規格 材料規格の新規材料採用ガイドライン
 における Sy の設定方法に関する要求と本申請の実績の比較

Sy の設定方法に関する規格要求	本申請の実績	評価
<p>標本数は、3 標本とする。</p> <p>なお、2.1 提出資料に含まれる情報では、供試材標本数が最小 3 標本とすることが規定されている。</p>	<p>常温の耐力の規格値は、6 標本（フラットバー：3 標本、中空材：3 標本）より求めている。</p> <p>（参照：補足説明資料 1-7、10.1.2 節）</p>	適合
<p>高温強度を各標本について求める。</p>	<p>トレンド曲線は、3 標本（フラットバー：2 標本、中空材 1 標本）より求めている。</p> <p>（参照：補足説明資料 1-7、11.2 項）</p>	適合
<p>各温度における強度を常温の強度で規準化したトレンド曲線による方法を用いて設計降伏点を求める。</p> <p>Sy 値の設定方法</p> <p>①：常温の降伏点（耐力）の規格値</p> <p>②：$R_T \times$ 常温の降伏点（耐力）の規格値</p> <p>$R_T =$ 当該温度での降伏点（耐力） / 常温の降伏点（耐力）</p> <p>各温度での値はそれより低温での値を超えないように修正する。</p> <p>上記①と②の小さい方の値を設計降伏点（Sy 値）とする。</p>	<p>左記のとおり実施している。</p> <p>（参照：補足説明資料 1-7、11.3 項及び 15 章）</p>	適合

別紙 13-11 表 高温の引張試験条件（押出直角方向）※

材質	1B-A3J04-O（機械試験用供試材）
加速試験の有無	有り（300℃×1,000h）
供試材 No.	フラットバー；No. 22、24 中空材；No. 20
試験方法	JIS G 0567 準用
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出直角方向
試験温度	室温、75～275℃（25℃刻み）
評価項目	0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り
試験 N 数	室温：各供試材当り 4 個 高温：各供試材当り 3 個

※) 本アルミ合金に関する強度の温度依存性（別紙 13-10 表で説明したトレンド曲線に対応する）を評価するための試験である。別紙 13-10 表に示した規格要求（3 標本）を満足している。

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (1/6)

(a) 供試材 No. 22、フラットバー

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
室温					
75					
100					
125					
150					
175					
200					

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (2/6)

(a) 供試材 No. 22、フラットバー

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
225					
250					
275					

※) t分布表より、室温は $t=3.182$ 、高温は $t=4.303$ を用いて 95%信頼区間の上下限値を求めた。

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (3/6)

(b) 供試材 No. 24、フラットバー

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
室温					
75					
100					
125					
150					
175					
200					

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (4/6)

(b) 供試材 No. 24、フラットバー

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
225					
250					
275					

※) t分布表より、室温は $t=3.182$ 、高温は $t=4.303$ を用いて 95%信頼区間の上下限値を求めた。

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (5/6)

(c) 供試材 No. 20、中空材

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
室温					
75					
100					
125					
150					
175					
200					

別紙 13-12 表 押出直角方向の高温引張試験データ (6/6)

(c) 供試材 No. 20、中空材

温度 (°C)	加速試験材		統計処理※		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
225					
250					
275					

※) t分布表より、室温は $t=3.182$ 、高温は $t=4.303$ を用いて 95%信頼区間の上下限値を求めた。

別紙 13-13 表 高温の引張試験条件 (押出方向) ※

材質	1B-A3J04-O (機械試験用供試材)
加速試験の有無	有り (300°C×1,000h)
供試材 No.	フラットバー ; No. 22 中空材 ; No. 20
試験方法	JIS G 0567 準用
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向
試験温度	室温、100~250°C (50°C刻み)
評価項目	0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り
試験 N 数	各供試材当り 3 個

※) 表 11 に示した試験条件で評価したトレンド曲線を用いて設定した高温の許容応力の妥当性を確認するために実施した試験である。その試験結果は、本アルミ合金の許容応力設定に使用していないため、参考扱いとする。

別紙 13-14 表 押出方向の高温引張試験データ (1/2)

(a) 供試材 No. 22、フラットバー

温度 (°C)	加速試験材		統計処理 (t=4.303)		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
室温					
100					
150					
200					
250					

別紙 13-14 表 押出方向の高温引張試験データ (2/2)

(b) 供試材 No. 20、中空材

温度 (°C)	加速試験材		統計処理 (t=4.303)		
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	—	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
室温					
100					
150					
200					
250					

別紙 13-15 表 熱履歴の諸条件と Mn の拡散距離に関する整理

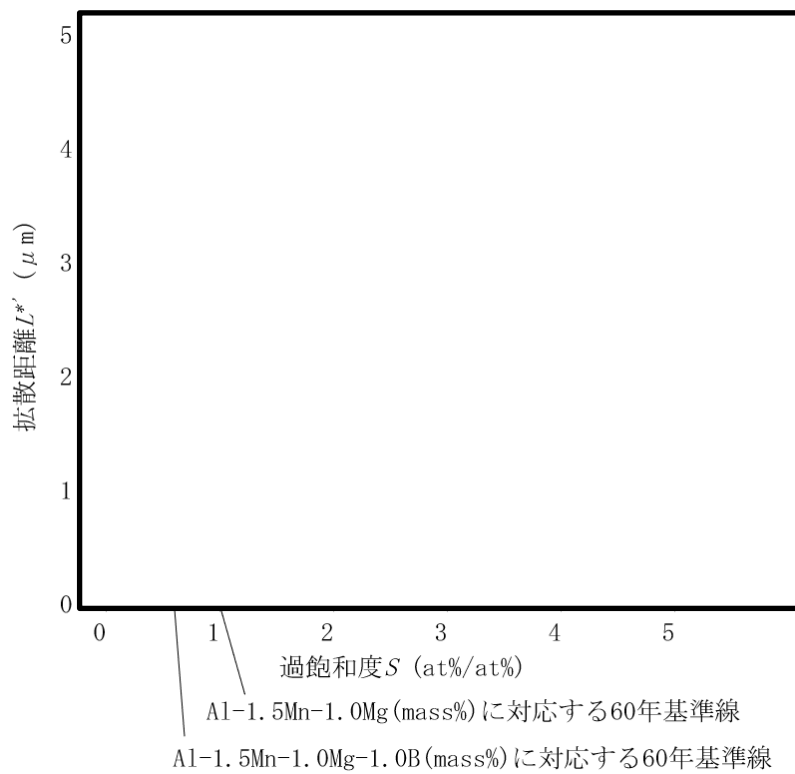
	直線低下① ^{※1}	直線低下② ^{※2}	一定温度 ^{※3}	加速試験 ^{※4}
熱履歴	60 年間かけて 225℃から 125℃ に直線低下	60 年間かけて 250℃から 150℃ に直線低下	225℃×60 年 (525, 960h)	300℃×1, 000h (225℃×約 120 年に相当)
拡散距離 (μm)	9.75×10^{-3}	3.64×10^{-2}	3.10×10^{-2}	4.44×10^{-2}

※1) TK-26 型の最高温度に関する熱履歴を直線に置き換えた条件。

※2) 直線低下①の熱履歴を、25℃高温側に平行移動した条件。

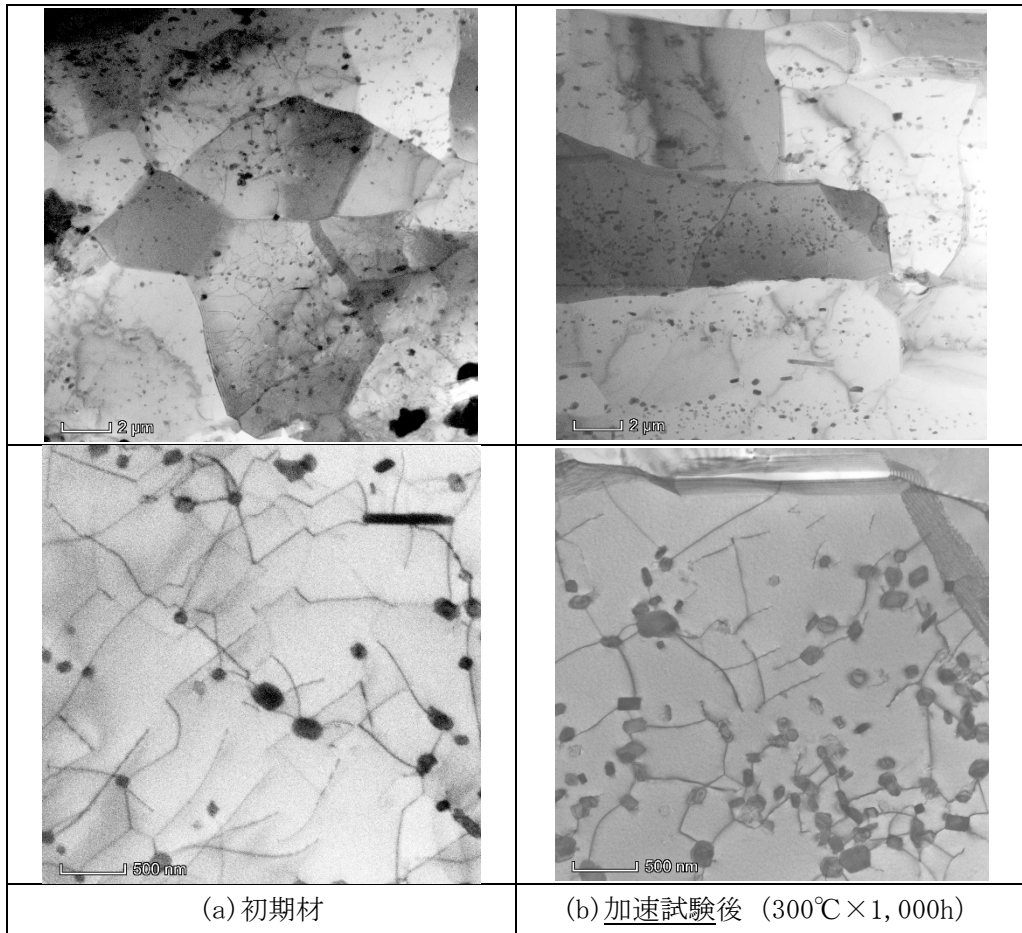
※3) TK-26 型のバスケット最高使用温度 225℃が 60 年間継続される条件。

※4) 60 年間の熱履歴を保守側に模擬した加速試験条件。



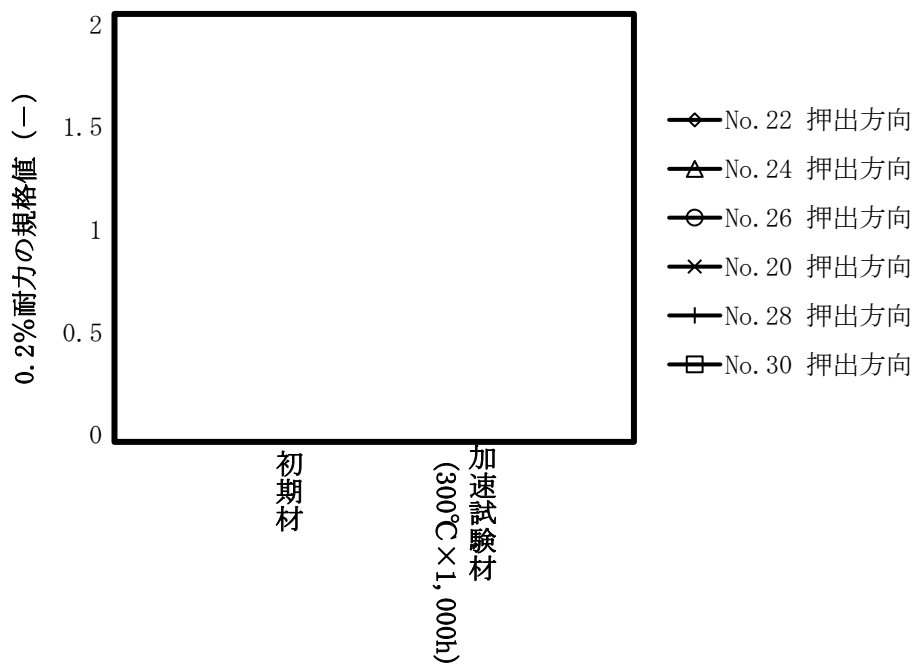
3

別紙 13-1 図 過飽和度と拡散距離による析出開始条件の評価 (SLP 線図)
 (この図は、別紙 3-7 図より再掲した。)

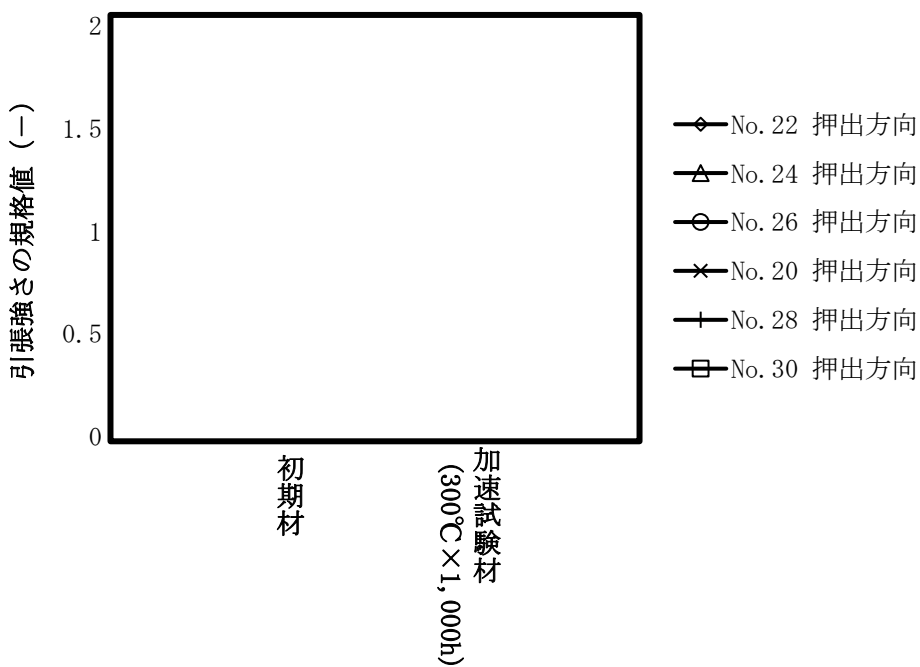


別紙 13-2 図 加速試験後の TEM 組織比較 (供試材 No. 20)

(この図は、別紙 12-3 図 (2/2) より再掲した。)

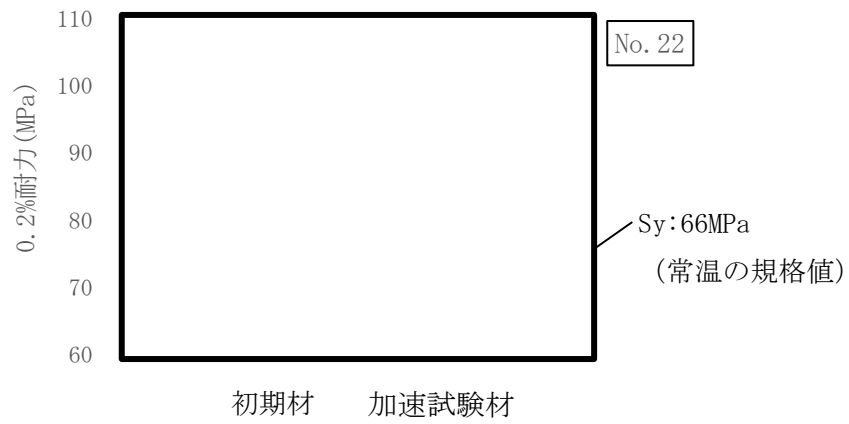


(a) 0.2%耐力の変化率 (機械試験用供試材、押出方向)

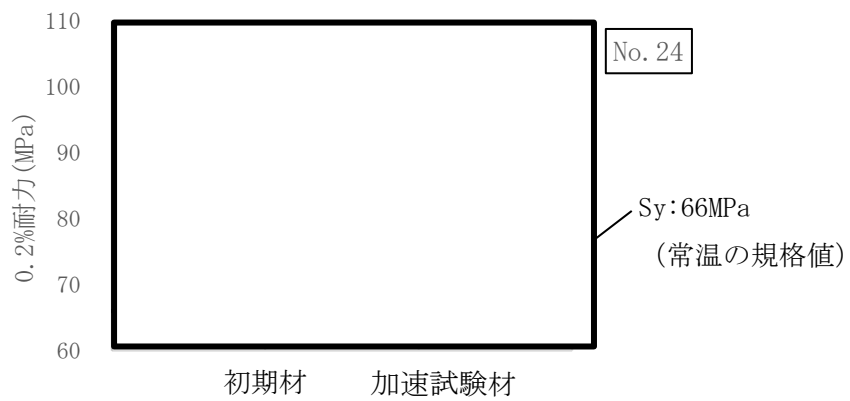


(b) 引張強さの変化率 (機械試験用供試材、押出方向)

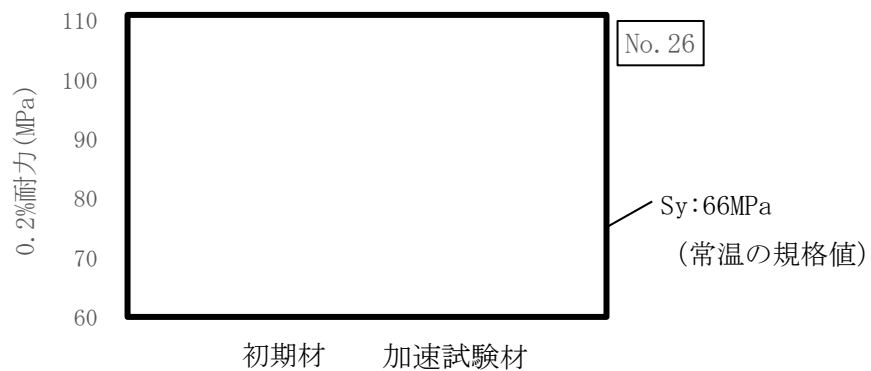
別紙 13-3 図 加速試験後の室温強度の比較



(a) フラットバー (No. 22) 、0.2%耐力

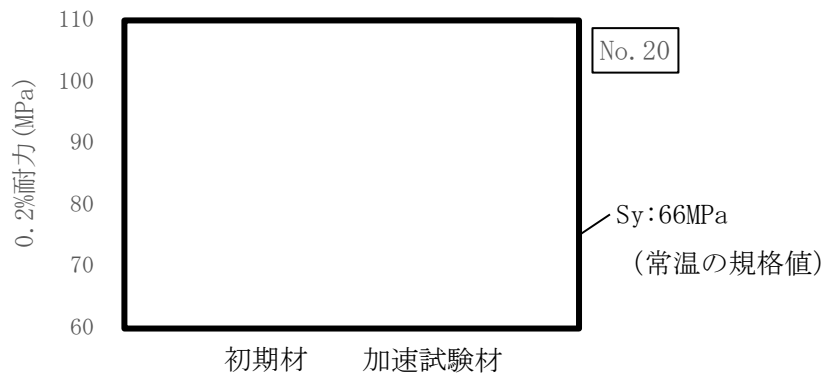


(b) フラットバー (No. 24) 、0.2%耐力

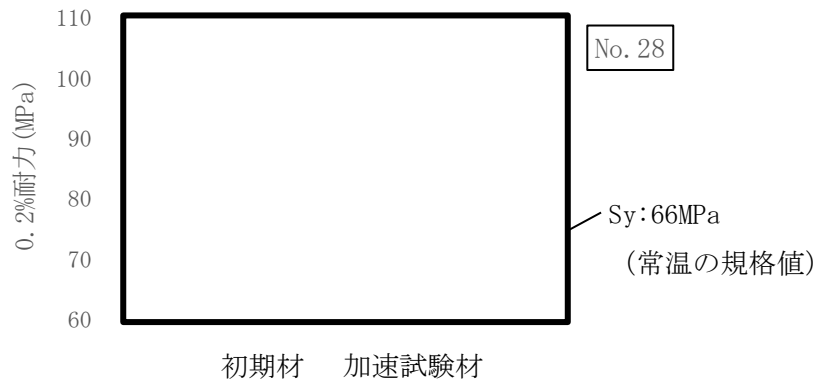


(c) フラットバー (No. 26) 、0.2%耐力

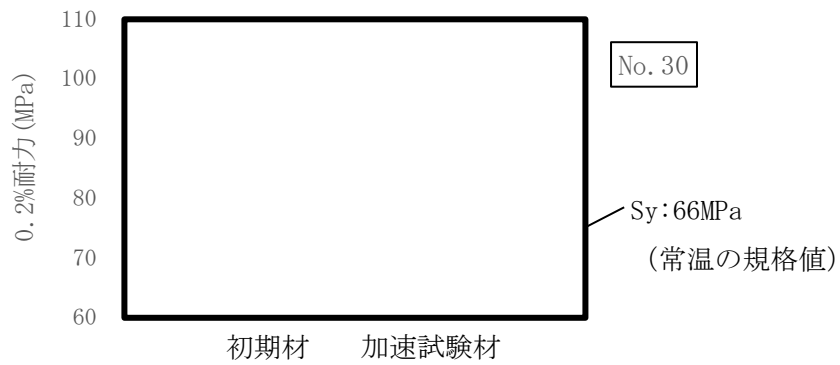
別紙 13-4 図 加速試験前後の室温強度特性の比較 (0.2%耐力) (1/4)



(d) 中空材 (No. 20) 、0.2%耐力

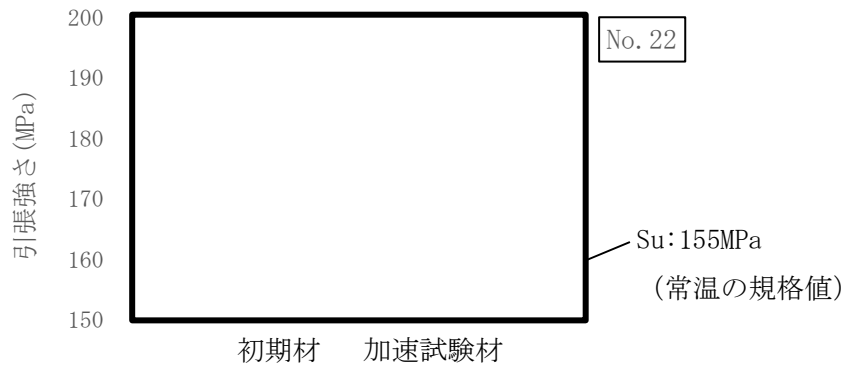


(e) 中空材 (No. 28) 、0.2%耐力

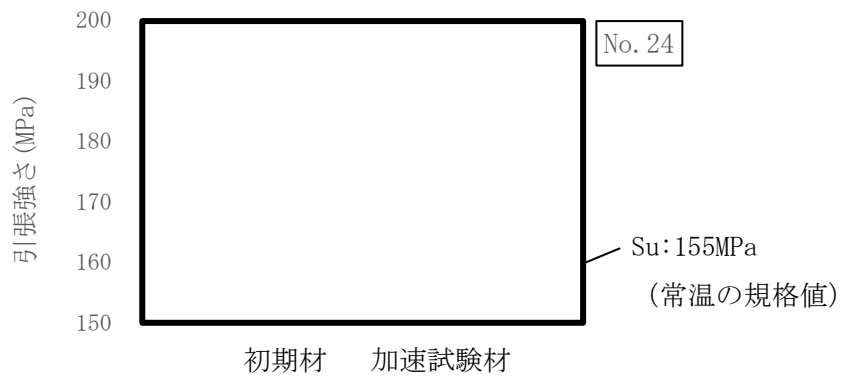


(f) 中空材 (No. 30) 、0.2%耐力

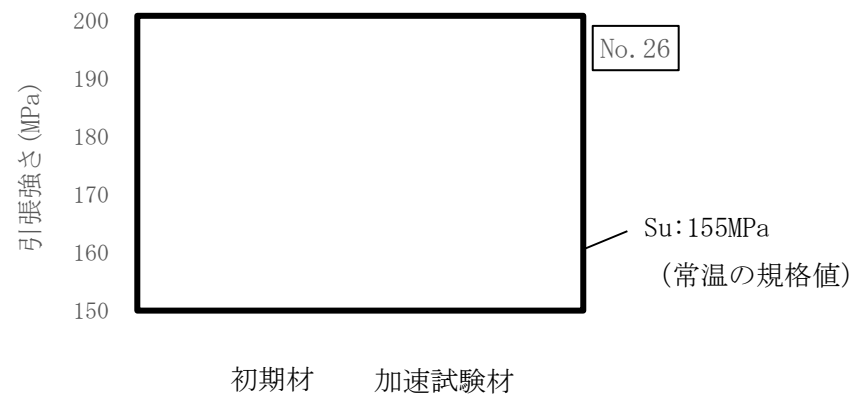
別紙 13-4 図 加速試験前後の室温強度特性の比較 (0.2%耐力) (2/4)



(a)フラットバー (No. 22) 、引張強さ

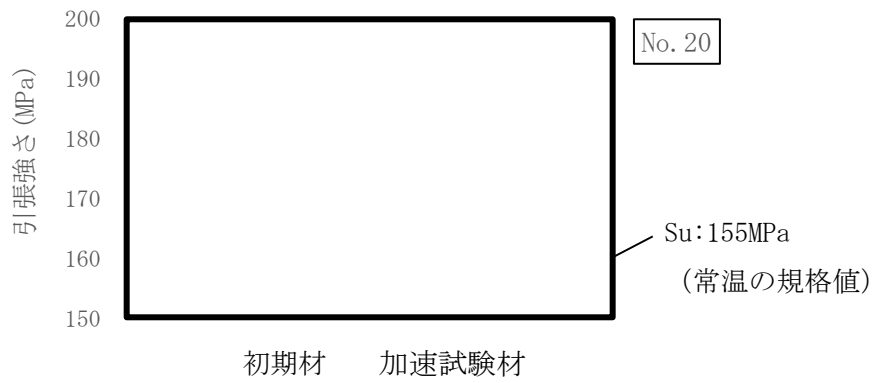


(b)フラットバー (No. 24) 、引張強さ

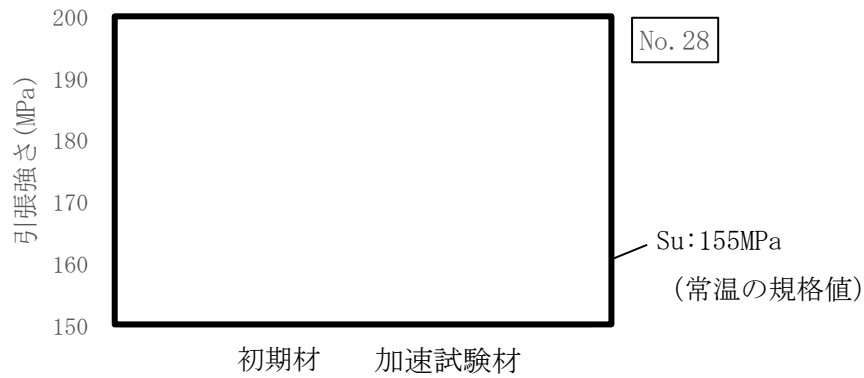


(c)フラットバー (No. 26) 、引張強さ

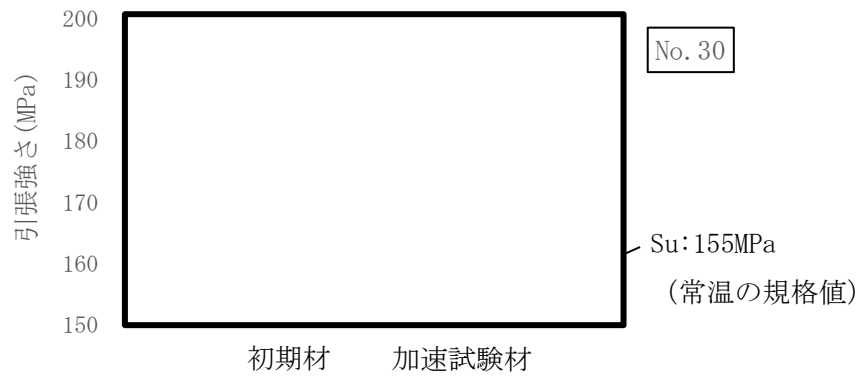
別紙 13-4 図 加速試験前後の室温強度特性の比較 (引張強さ) (3/4)



(d) 中空材 (No. 20)、引張強さ

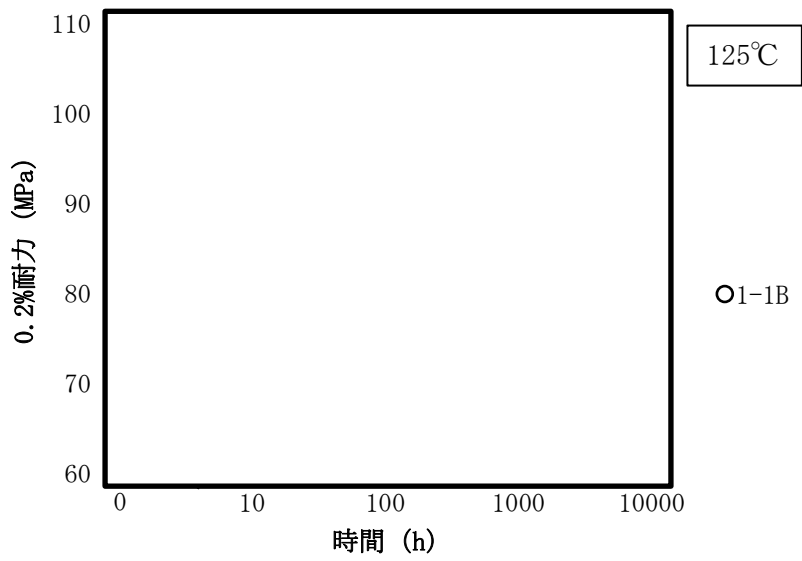


(e) 中空材 (No. 28)、引張強さ

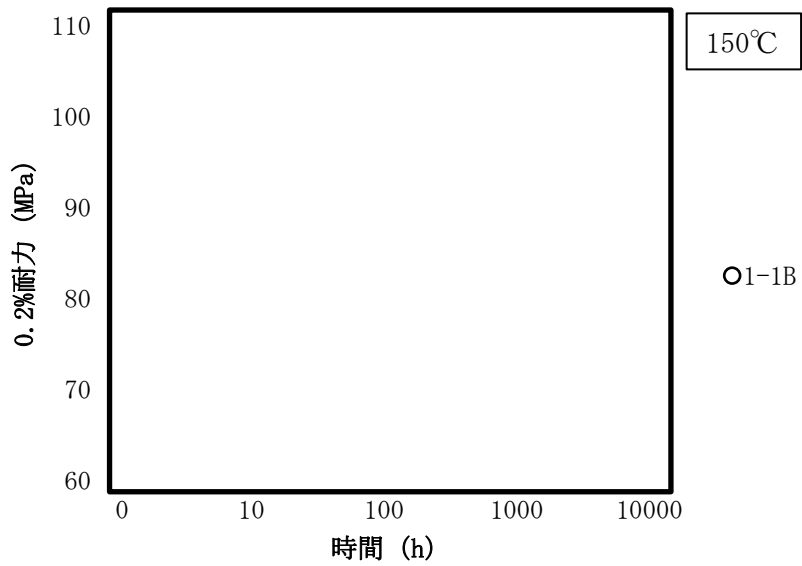


(f) 中空材 (No. 30)、引張強さ

別紙 13-4 図 加速試験前後の室温強度特性の比較 (引張強さ) (4/4)

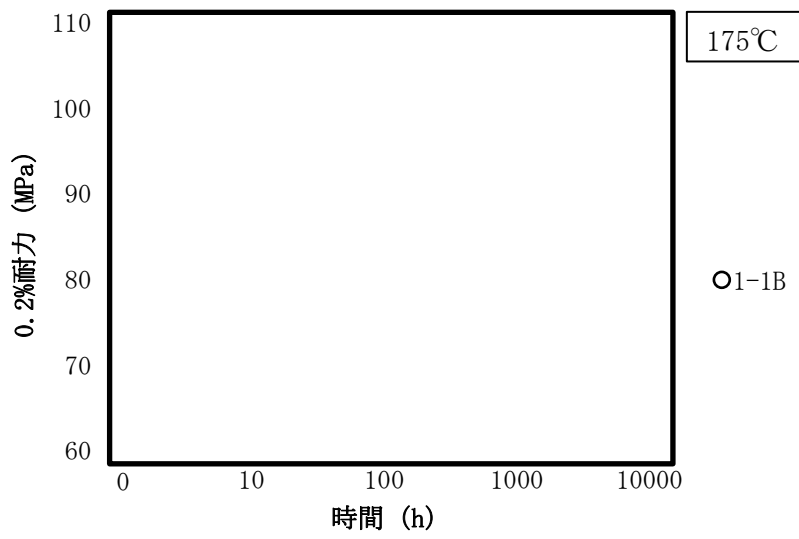


(a) 保持温度：125°C、0.2%耐力

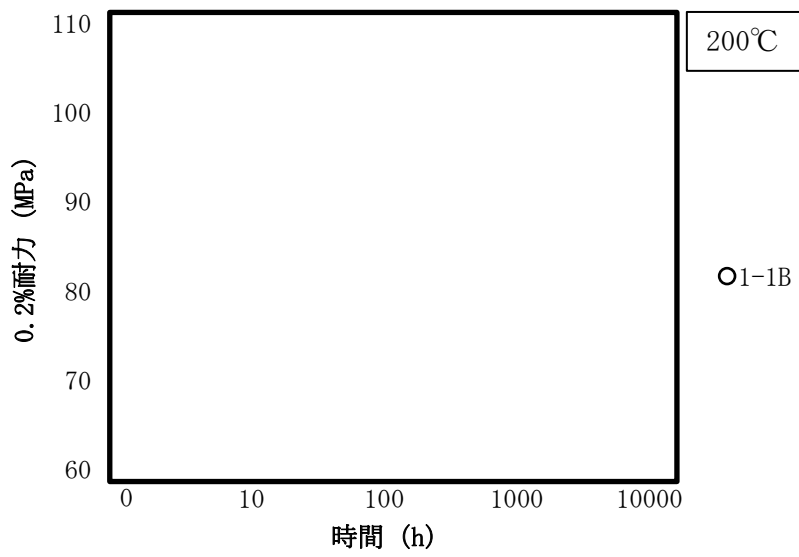


(b) 保持温度：150°C、0.2%耐力

別紙 13-5 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向 (0.2%耐力) (1/4)

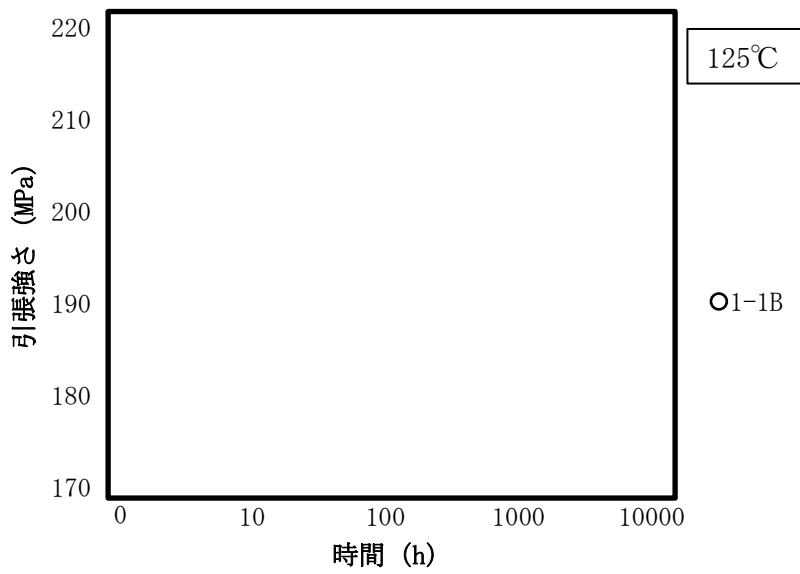


(c) 保持温度：175°C、0.2%耐力

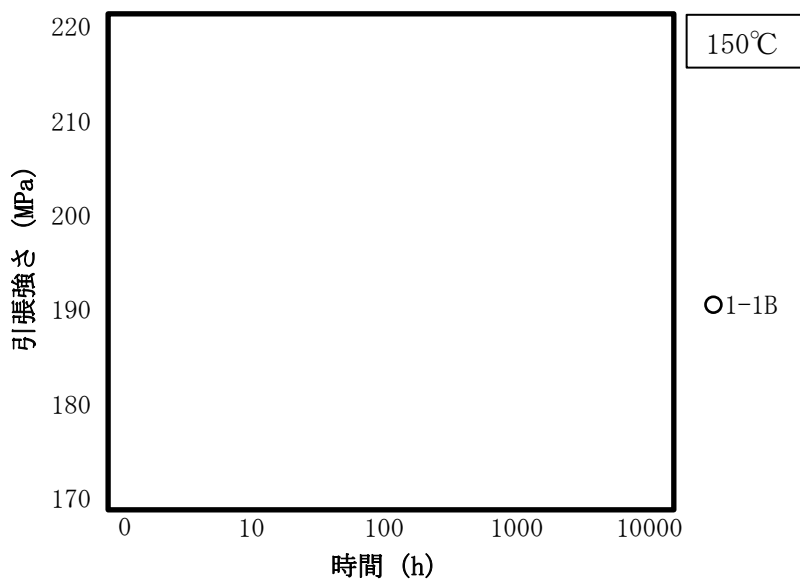


(d) 保持温度：200°C、0.2%耐力

別紙 13-5 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向 (0.2%耐力) (2/4)

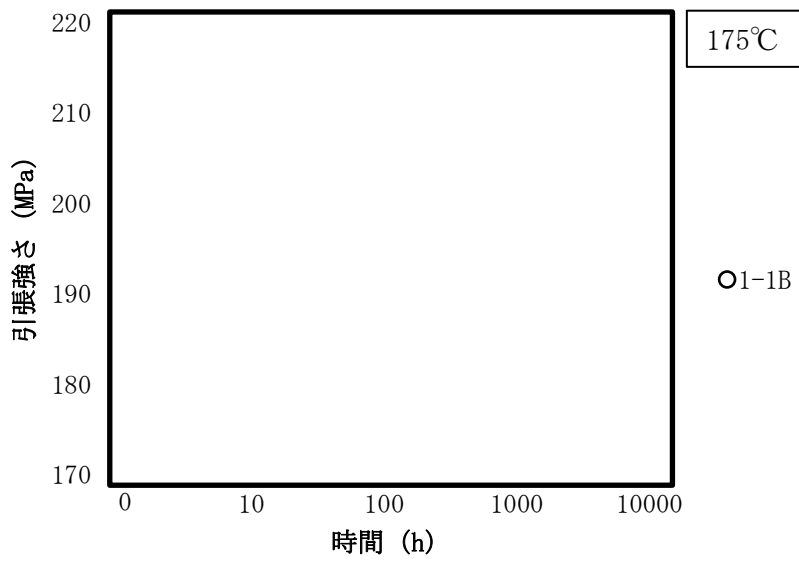


(e) 保持温度：125°C、引張強さ

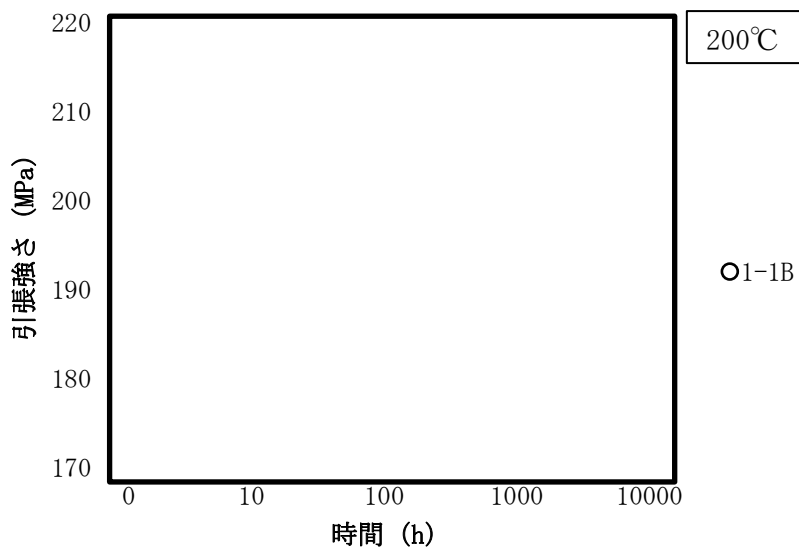


(f) 保持温度：150°C、引張強さ

別紙 13-5 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向（引張強さ） (3/4)

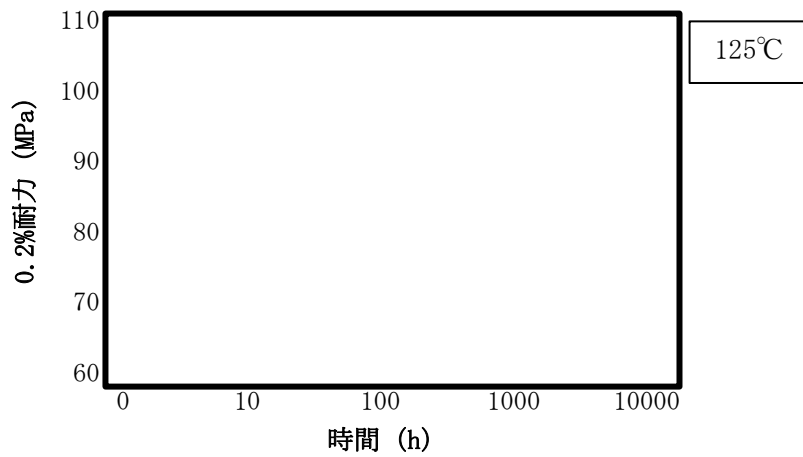


(g) 保持温度：175°C、引張強さ

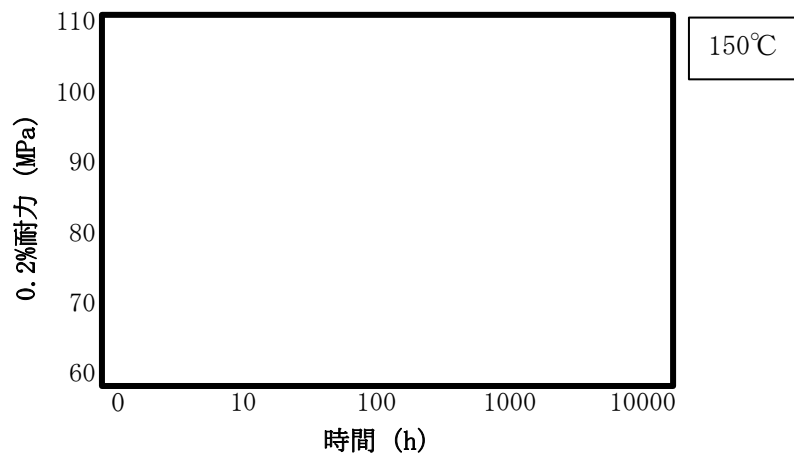


(h) 保持温度：200°C、引張強さ

別紙 13-5 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向（引張強さ）（4/4）

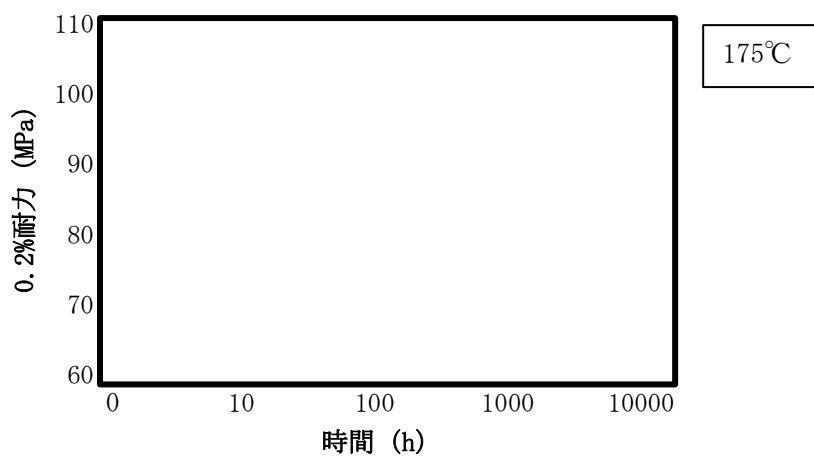


(a) 保持温度：125°C、0.2%耐力

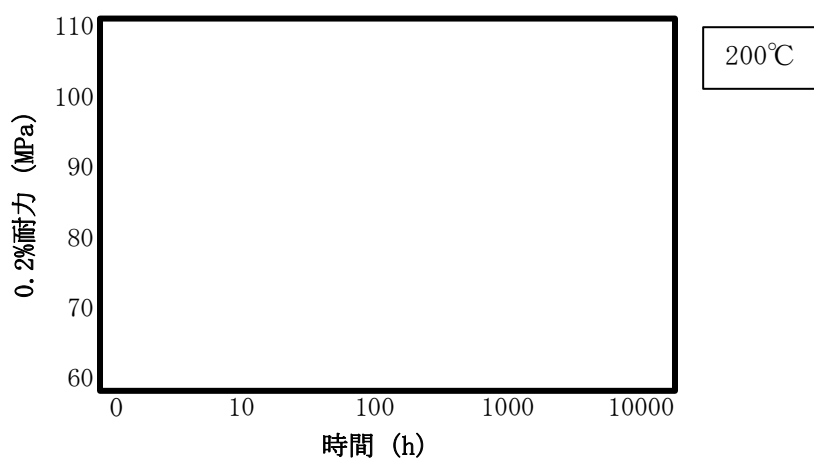


(b) 保持温度：150°C、0.2%耐力

別紙 13-6 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向 (0.2%耐力-t 分布) (1/4)

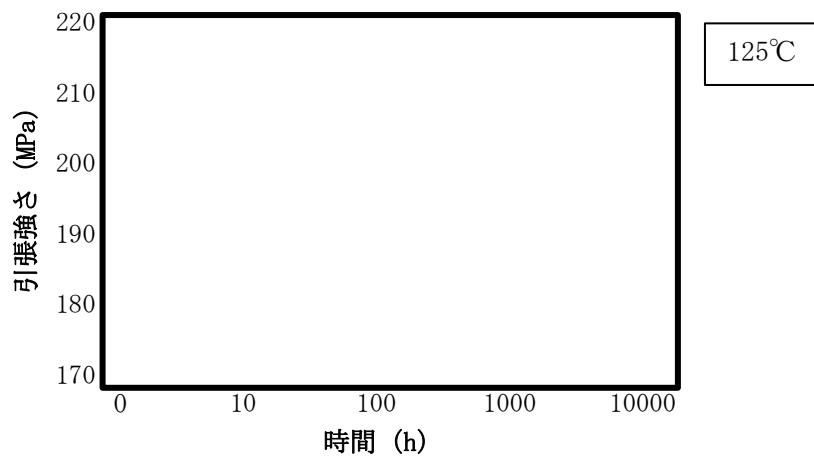


(c) 保持温度：175°C、0.2%耐力

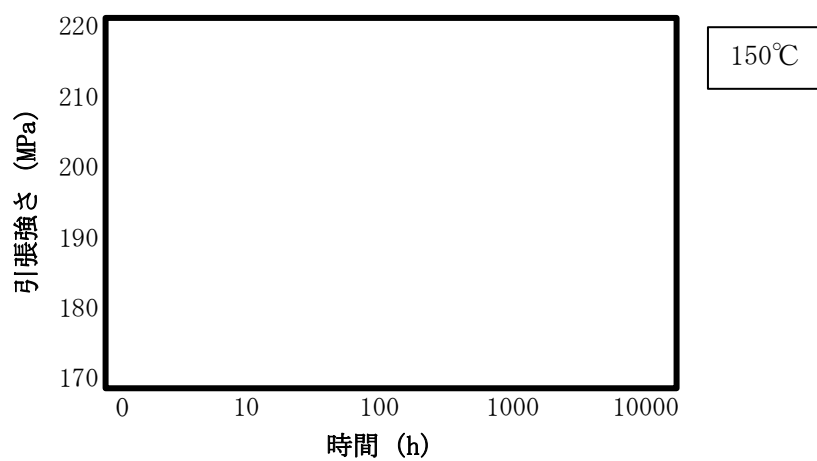


(d) 保持温度：200°C、0.2%耐力

別紙 13-6 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向 (0.2%耐力 - t 分布) (2/4)

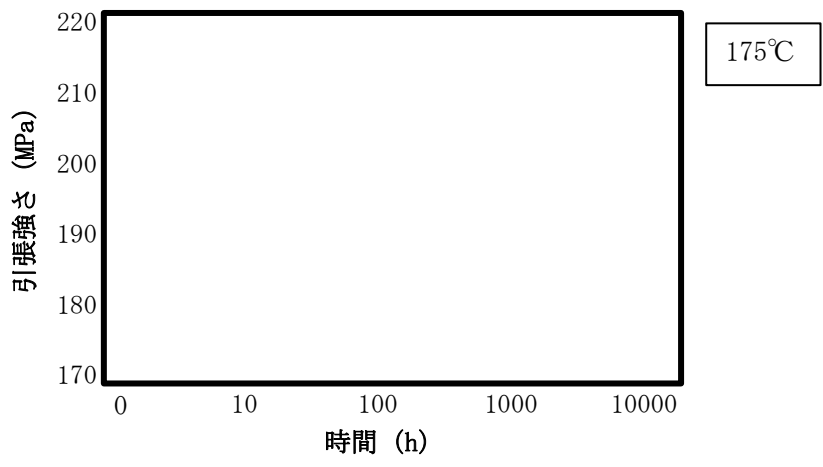


(e) 保持温度：125°C、引張強さ

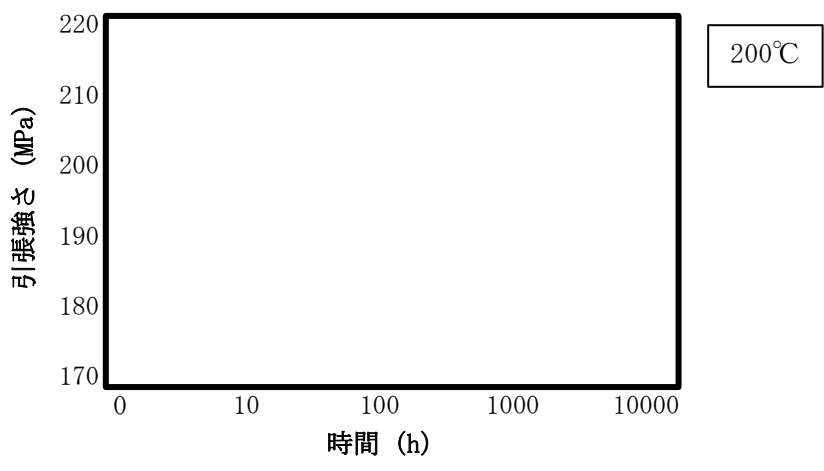


(f) 保持温度：150°C、引張強さ

3

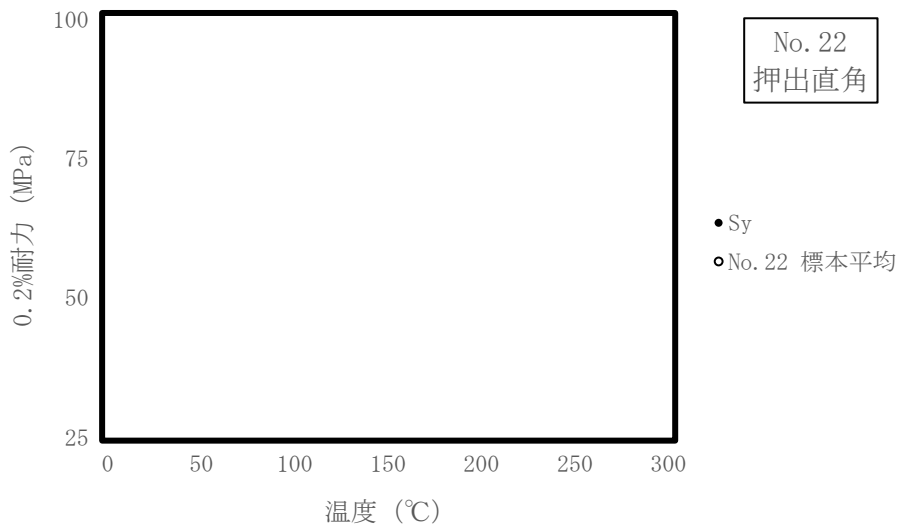


(g) 保持温度：175°C、引張強さ

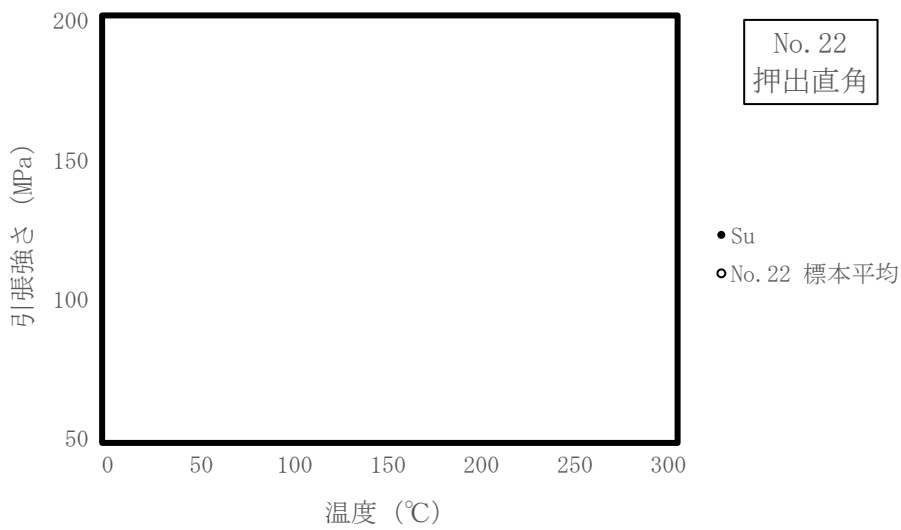


(h) 保持温度：200°C、引張強さ

別紙 13-6 図 時効処理試験による室温強度特性の変化傾向（引張強さ－ t 分布）（4/4）

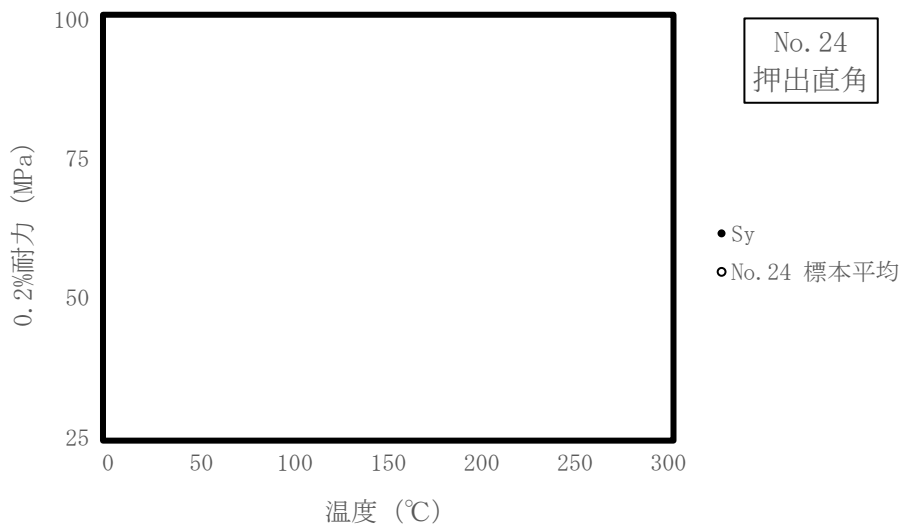


(a) フラットバー (No. 22) 、0.2%耐力

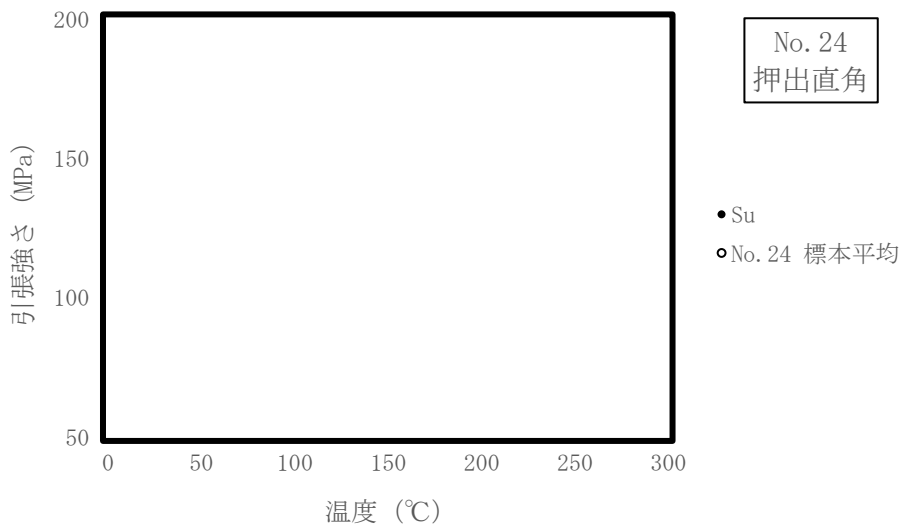


(b) フラットバー (No. 22) 、引張強さ

別紙 13-7 図 高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間との比較 (押出直角方向) (1/3)

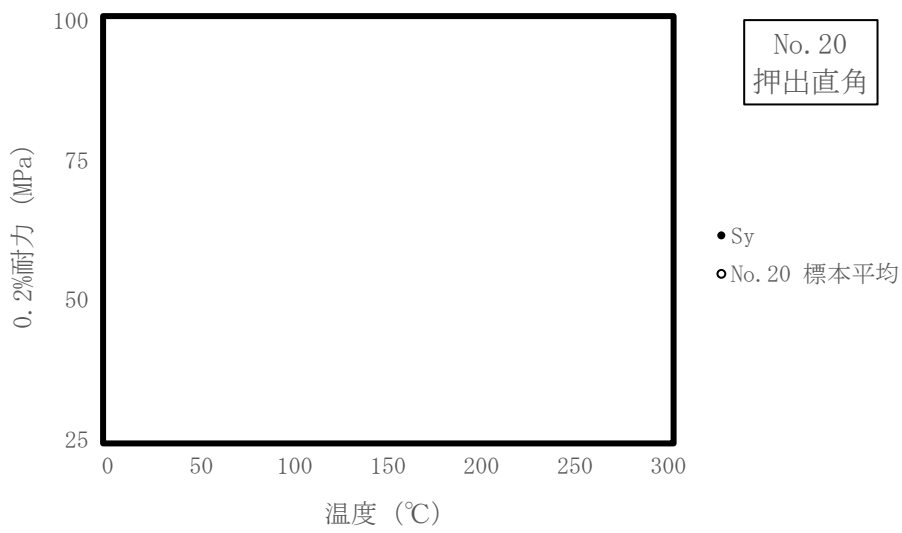


(c) フラットバー (No. 24) 、0.2%耐力

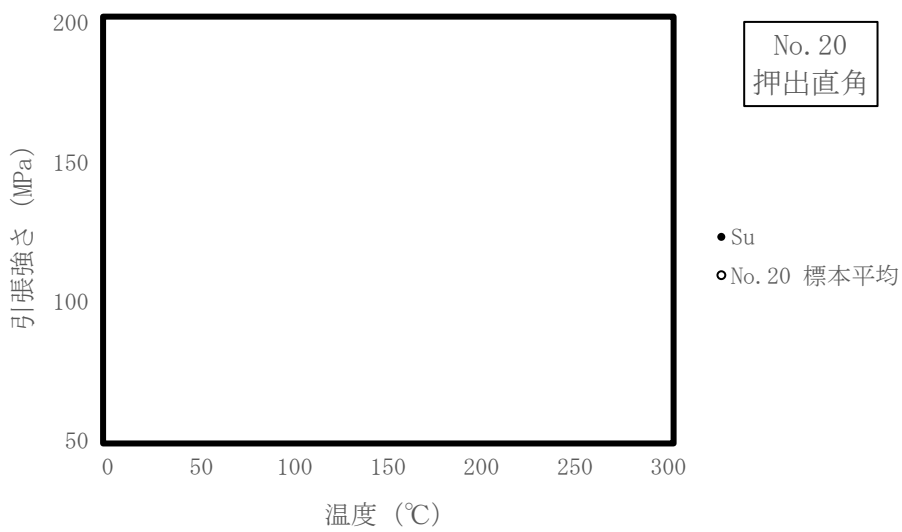


(d) フラットバー (No. 24) 、引張強さ

別紙 13-7 図 高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間との比較 (押出直角方向) (2/3)

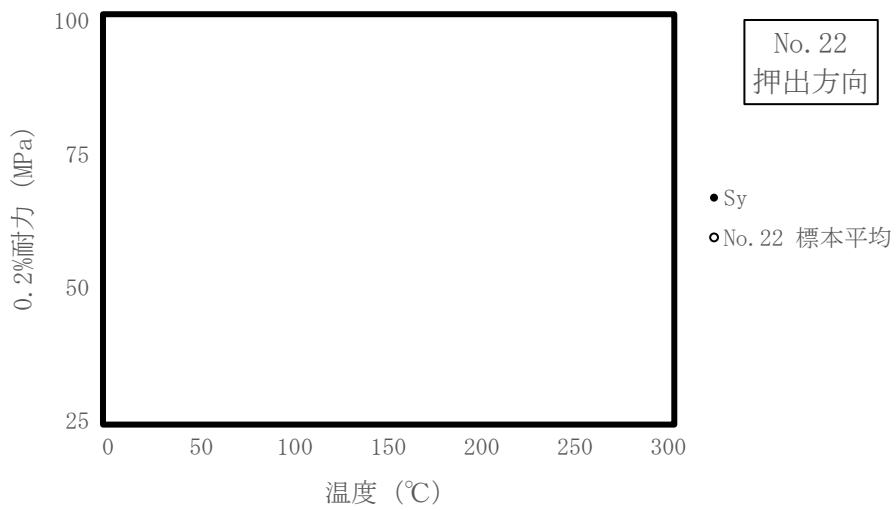


(e) 中空材 (No. 20) 、0.2%耐力

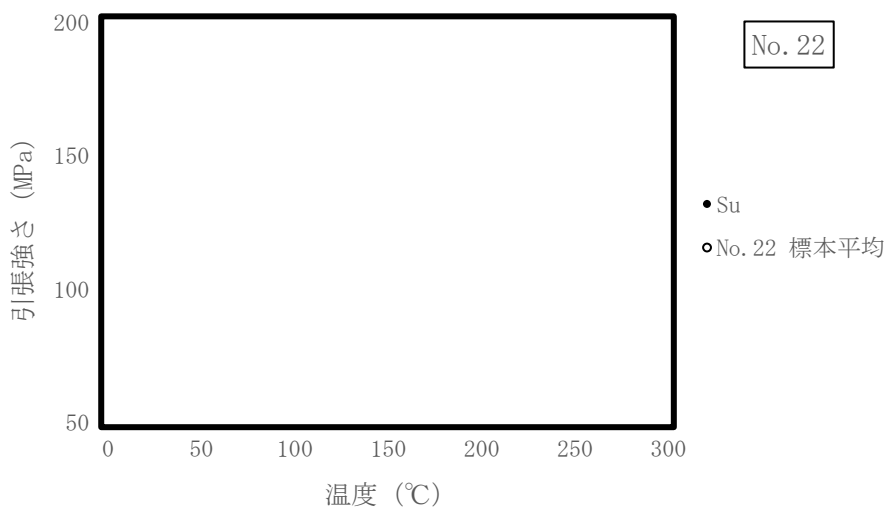


(f) 中空材 (No. 20) 、引張強さ

別紙 13-7 図 高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間との比較 (押出直角方向) (3/3)

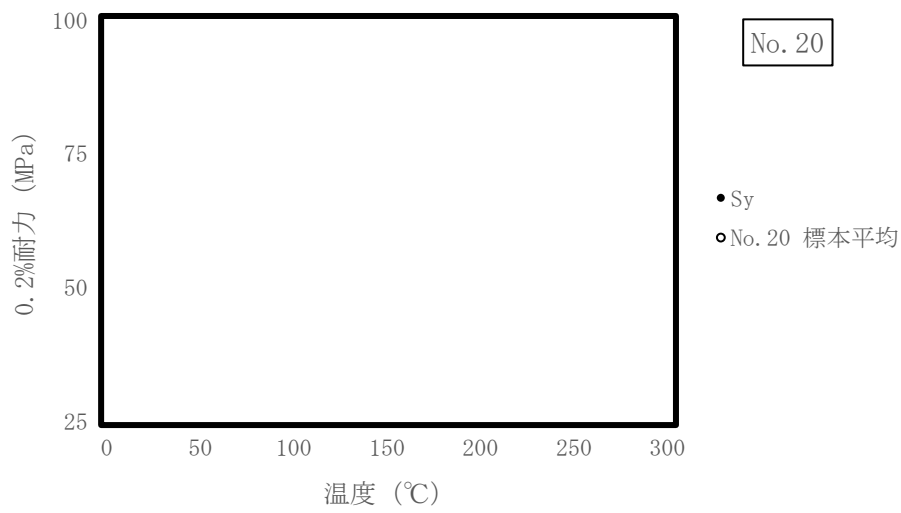


(a) フラットバー (No. 22) 、0.2%耐力

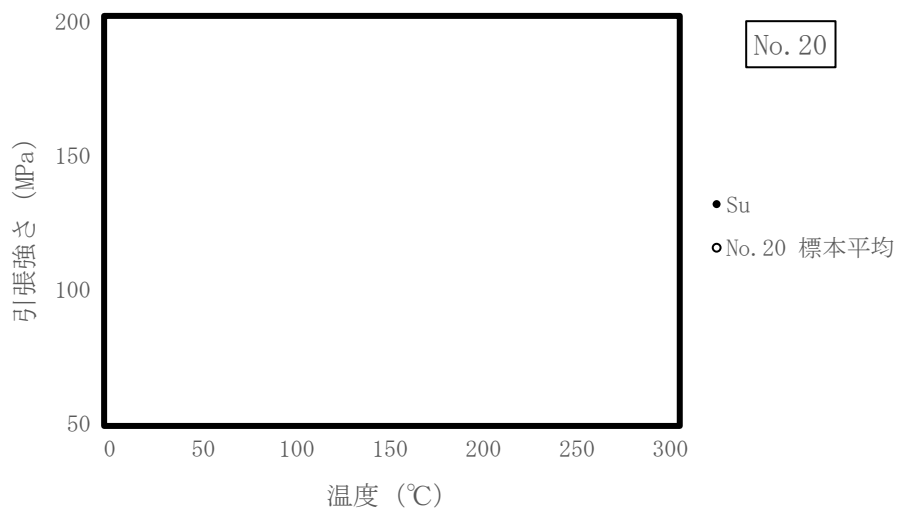


(b) フラットバー (No. 22) 、引張強さ

別紙 13-8 図 高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間との比較 (押出方向) (1/2)

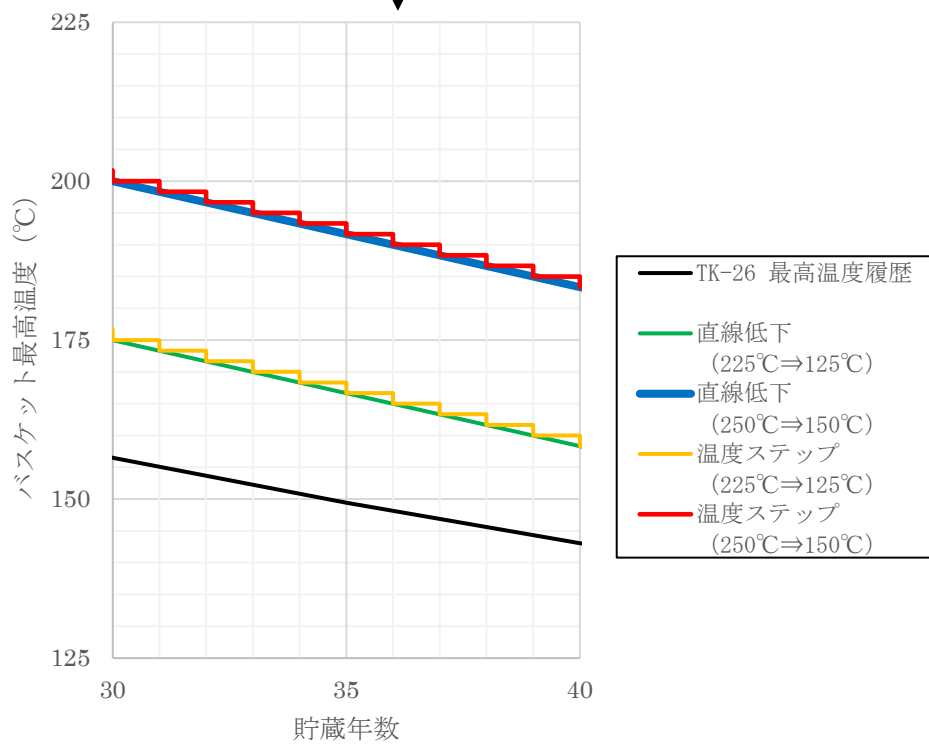
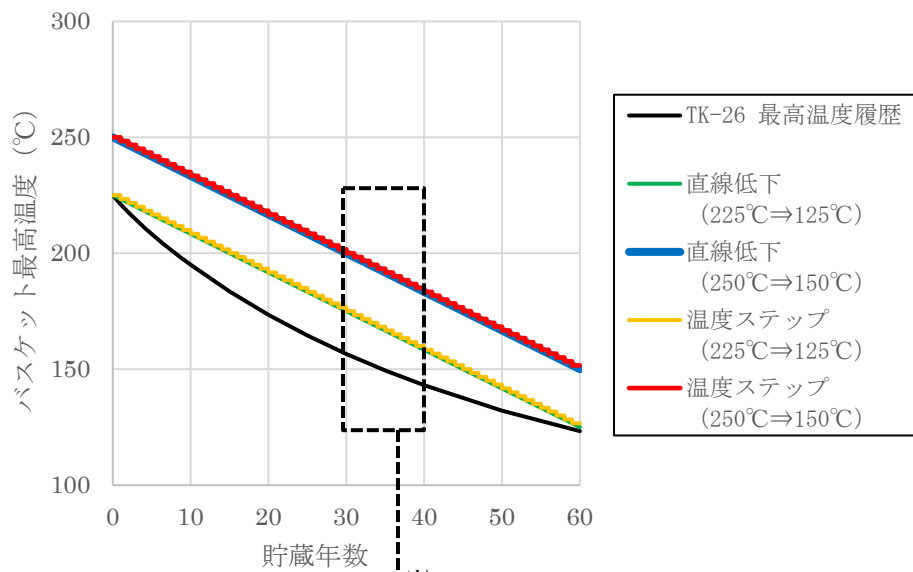


(c) 中空材 (No. 20) 、0.2%耐力



(d) 中空材 (No. 20) 、引張強さ

別紙 13-8 図 高温の許容応力と各標本の 95%信頼区間との比較 (押出方向) (2/2)



別紙 13-9 図 TK-26 型キャスクのバスケット最高使用温度を包絡する熱履歴条件の設定

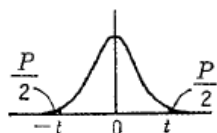
(付録 13-1) t 分布表⁸⁾

本説明資料で 95%信頼区間の計算に用いた t の値は下表から引用した。 $P=0.05$ の列に、95%信頼区間に対応する t の値が記載されている。また、自由度 $\phi=n-1$ である。したがって、試験 N 数 3 のとき $\phi=2$ であるから、この場合 95%信頼区間に対応する t の値は 4.303 である。同様に試験 N 数 4 のとき、 $t=3.182$ である。

t 検定により 2 つの母集団に関する母平均の差について評価したが、その際に判断基準に用いた t の値も下表を参照した。 $P=0.10$ の列に、片側検定 (有意水準 5%) に対応する t の値が記載されている。また、自由度 $\phi=m+n-2$ である。ここに、 m 及び n は、2 つの母集団についてのそれぞれのサンプル数である。

付表 2 t 分布表

両側の面積が P になるような t の値



ϕ	P	0.50	0.40	0.30	0.20	0.10	0.05	0.02	0.01	0.001	P	ϕ
1		1.000	1.376	1.963	3.078	6.314	12.706	31.821	63.657	636.619		1
2		0.816	1.061	1.386	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	31.598		2
3		0.756	0.978	1.250	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	12.941		3
4		0.741	0.941	1.190	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	8.610		4
5		0.727	0.920	1.156	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	6.859		5
6		0.718	0.906	1.134	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	5.959		6
7		0.711	0.896	1.119	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	5.405		7
8		0.706	0.889	1.108	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	5.041		8
9		0.703	0.883	1.100	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	4.781		9
10		0.700	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	4.587		10
11		0.697	0.876	1.088	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	4.437		11
12		0.695	0.873	1.083	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	4.318		12
13		0.694	0.870	1.079	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	4.221		13
14		0.692	0.868	1.076	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	4.140		14
15		0.691	0.866	1.074	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	4.073		15
16		0.690	0.865	1.071	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	4.015		16
17		0.689	0.863	1.069	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.965		17
18		0.688	0.862	1.067	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.922		18
19		0.688	0.861	1.066	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.883		19
20		0.687	0.860	1.064	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.850		20
21		0.686	0.859	1.063	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	3.819		21
22		0.686	0.858	1.061	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	3.792		22
23		0.685	0.858	1.060	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	3.767		23
24		0.685	0.857	1.059	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	3.745		24
25		0.684	0.856	1.058	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.725		25
26		0.684	0.856	1.058	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779	3.707		26
27		0.684	0.855	1.057	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771	3.690		27
28		0.683	0.855	1.056	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763	3.674		28
29		0.683	0.854	1.055	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756	3.659		29
30		0.683	0.854	1.055	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	3.646		30
40		0.681	0.851	1.050	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	3.551		40
60		0.679	0.848	1.046	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	3.460		60
120		0.677	0.845	1.041	1.289	1.658	1.980	2.358	2.617	3.373		120
∞		0.674	0.842	1.036	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576	3.291		∞

本申請で使用した t 値

(付録 13-2) 本資料で説明した引張試験条件一覧

	試験目的			
	加速試験前後における強度特性変化の確認 (別紙 13-3 表)	実用温度による時効処理試験前後における強度特性変化の確認 (別紙 13-8 表)	トレンド曲線の評価及び許容応力の妥当性確認 (別紙 13-11 表)	許容応力の妥当性確認 (試験片方向の違い) (別紙 13-13 表)
材質	1B-A3J04-O (実機材) (機械試験用供試材)	1B-A3J04-O (ラボスケール材) (機械試験用供試材)	1B-A3J04-O (実機材) (機械試験用供試材)	1B-A3J04-O (実機材) (機械試験用供試材)
熱処理の有無 (加速試験又は時効処理試験) ※	無し (初期材) 有り (300°C×1,000h)	無し (初期材) 有り (125/150/175/200 °C) × (50/200/1,000/2,500/5,000 /10,000h)	有り (300°C×1,000h)	有り (300°C×1,000h)
供試材 No.	フラットバー ; No. 22、24、26 中空材 ; No. 20、28、30	No. 1-1B	フラットバー ; No. 22、24 中空材 ; No. 20	フラットバー ; No. 22 中空材 ; No. 20
試験片形状	JIS Z 2241 14A 号試験片	JIS Z 2241 14A 号試験片	JIS Z 2241 14A 号試験片	JIS Z 2241 14A 号試験片
試験片方向	押出方向	押出方向	押出直角方向	押出方向
試験温度	室温	室温	室温 75~275°C (25°C刻み)	室温 100~250°C (50°C刻み)
試験方法	JIS Z 2241 準用	JIS Z 2241 準用	JIS G 0567 準用	JIS G 0567 準用
試験 N 数	初期材 : 各供試材当り 4 個 加速試験材 : 各供試材当り 3 個 個	各供試材当り 3 個	室温 : 各供試材当り 4 個 高温 : 各供試材当り 3 個	各供試材当り 3 個

※加速試験 : 300°C×1,000h、時効処理試験 : (125/150/175/200°C) × (50/200/1,000/2,500/5,000/10,000h)