

バスケットプレート用材料アルミニウム合金 (MB-A3004-H112) の
熱処理方法及び強度特性について

1. はじめに

MSF-21P 型のバスケットに適用するバスケットプレート用材料アルミニウム合金 (MB-A3004-H112) (以下「MB-A3004」という。) について、供用期間 (60 年間) を想定した材料特性評価に供する材料への熱処理方法の考え方、熱処理により得られた材料の強度特性、及び熱処理条件の妥当性等についてまとめたものである。

2. 熱処理の考え方

2.1 強化機構

材料の強度に寄与する強化機構は、主に次の 4 種である。

- (1) 固溶強化
- (2) 析出強化 (分散粒子強化含む)
- (3) 加工硬化
- (4) 組織微細化

適用材料における強化機構の特徴を理解した上で、供用期間中の温度変化を考慮した条件での平衡状態に達し安定化させた材料をもって材料特性評価することが重要である。

別紙 1-1 表に MB-A3004 の供用初期及び供用終期の強化機構に関する概要を示す。

別紙 1-1 表 バスケットプレート用材料の概要

記号		MB-A3004	
		非熱処理系	
分類		供用初期	供用終期 (60 年後)
		強化 機構 (注 1)	固溶強化
析出強化 (分散粒子強化含む)	Al ₆ Mn		Al ₆ Mn
加工硬化	あり		なし
結晶組織微細化	押出組織		回復再結晶組織

(注 1) 強化機構は主要因子のみ抽出

2.2 熱処理方法

供用期間（60年）及び環境条件を考慮し、MSF-21P型のバスケットプレート用材料において60年間の熱ばく露に伴い熱劣化し平衡状態にある材料での材料特性を評価する必要がある。

(1) 長時間過時効熱処理

熱劣化を模擬する手法として、使用環境温度より高い温度において長時間熱ばく露する長時間過時効熱処理を施すことが一般的に知られている。⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾ 長時間過時効熱処理の熱処理方法概要及び平衡状態の判断基準の考え方を別紙1-1図及び別紙1-2図に示す。当該手法は、高温ばく露することにより析出物の生成及び成長（粗大化）に伴い強度低下する過時効現象を促進させ安定化させる手法である。

(2) 完全焼なまし処理

完全焼なまし処理は、前述の長時間過時効熱処理に代わる方法として、2.1項の強化機構それぞれの特徴を考慮し、設定する条件で行う処理方法である。完全焼なまし処理の熱処理方法概要及び平衡状態の判断基準の考え方を別紙1-3図及び別紙1-4図に示す。

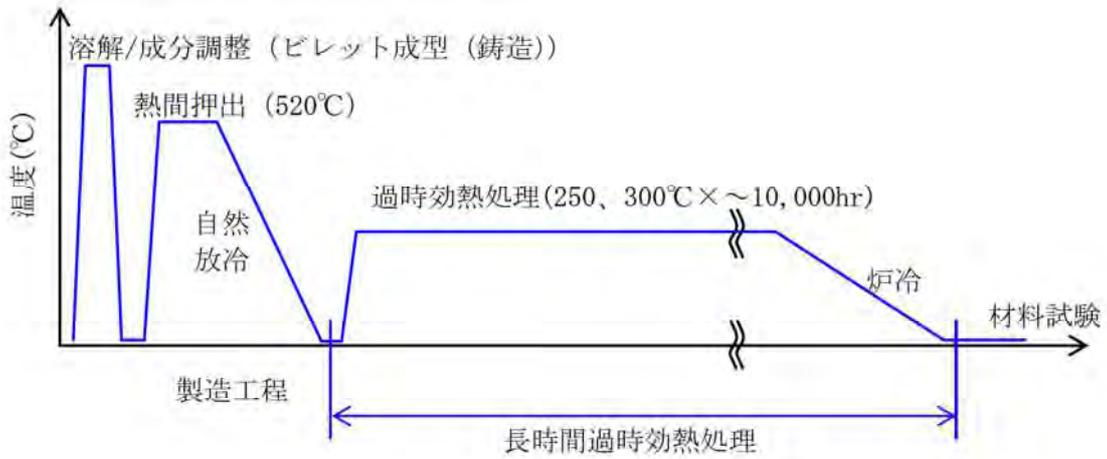
押出後の製品材料に対して、高温での焼鈍処理を実施する。この焼鈍は、焼鈍等の熱処理を施していない材料には通常転位が多く含まれ、加工硬化していることから、その転位を高温焼鈍することで転位解放（加工硬化回復）させ、かつ、それに伴う再結晶及び組織粗大化等の組織変化又は転位密度をTEM等により直接確認することで2.1項に示す強化機構(3)、(4)を安定化させた状態かを確認できる。また、焼鈍後の材料を徐冷（制御冷却）することで、冷却中の各温度での平衡状態（固溶、析出）を維持しながら常温付近まで徐冷され、平衡状態に達した安定な材料を得ることができる。

平衡状態の判断指標には、導電率及び引張強度を適用した。導電率は、固溶量が多い場合は低下し、固溶量が少ない場合は高い値を示す。固溶状態が平衡状態に達すると、冷却速度をより遅くしても変化しない領域が確認できる。また、強度特性においても、固溶強化及び析出強化が安定化することから、冷却速度が遅くなるごとに低下し、ある冷却速度以下の冷却速度では強度特性が変化しない領域が確認できる（別紙1-4図参照）。

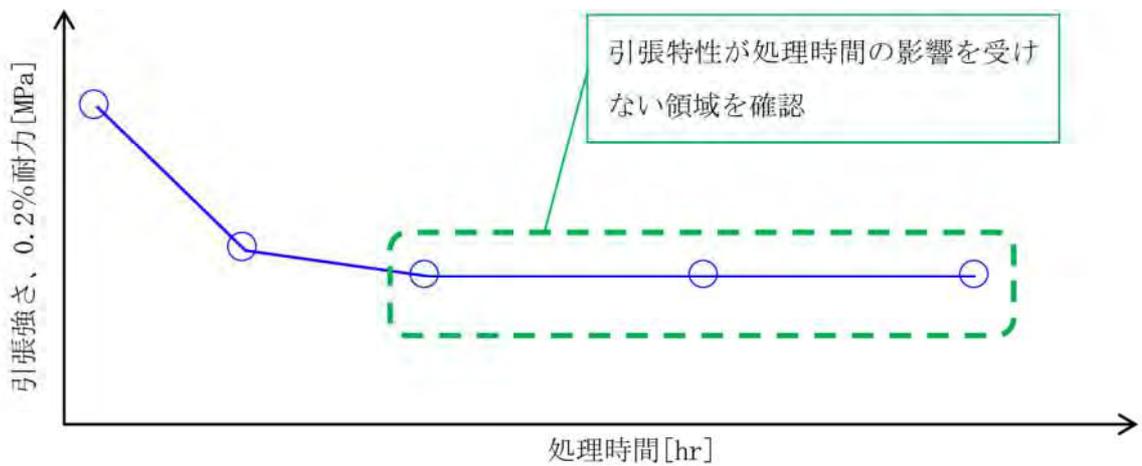
4.項以降に詳細を示しているが、完全焼なまし処理条件において、焼鈍温度は、熱間押出により生じた冷却（自然放冷）中の熱歪みや整直（冷間加工）時の加工硬化を除去するため押出温度条件と同じとし、熱間押出により生じた材料状態から再度制御冷却を施し平衡状態とするために設定している。焼鈍温度の保持時間は、60年間の供用期間を考慮し、十分な加熱となるよう拡散距離（200℃、60年間一定と仮定した場合の拡散距離に対し、保守性を考慮し約2倍以上であることを確認）を考慮して設定したものである。

なお、熱間押出温度以上で生じる析出物（例えば、MB-A3004のAl₆Mn（共晶温度658.5℃；別紙1-9図参照））は完全焼なまし処理条件により変化しないことを確認しており、熱間押

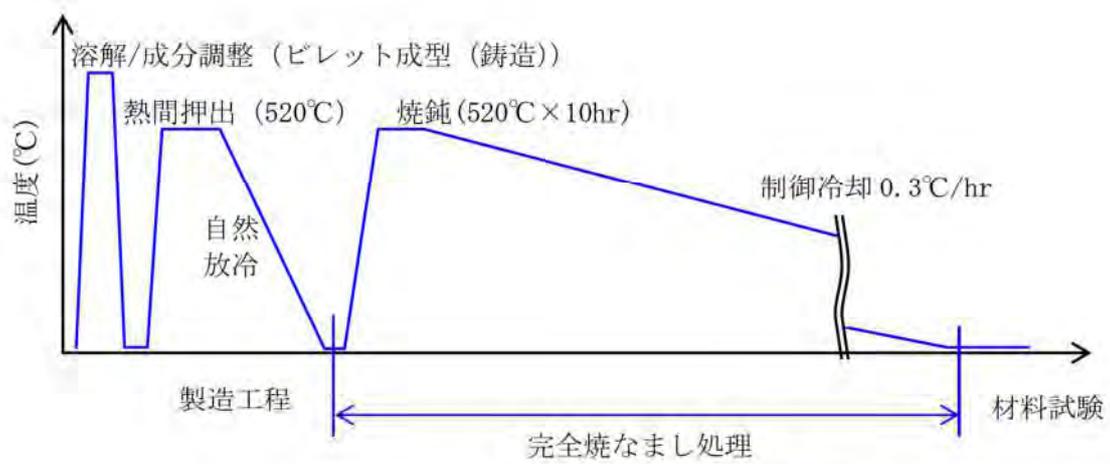
出温度を完全焼なまし処理の焼鈍条件と設定することは妥当である。



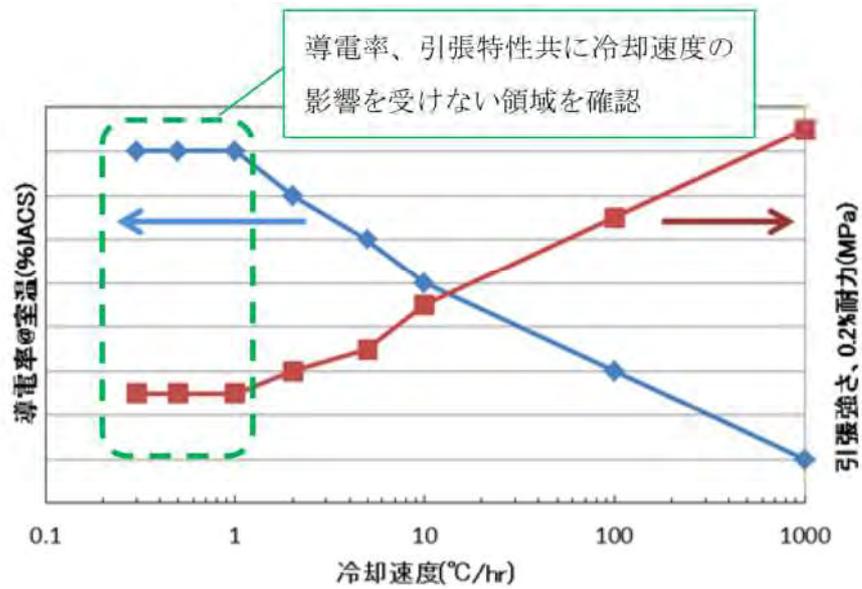
別紙 1-1 図 長時間過時効熱処理方法概要図



別紙 1-2 図 平衡状態の判断基準の考え方 (長時間過時効熱処理)



別紙 1-3 図 完全焼なまし処理方法概要図



別紙 1-4 図 平衡状態の判断基準の考え方 (完全焼なまし処理)

2.3 熱処理の妥当性

MB-A3004 への熱処理は、次項以降に詳細を示す長時間過時効熱処理（250℃、300℃において、1,000hr、5,000hr、10,000hr）及び完全焼なまし処理（520℃において10hr 保持後、0.3℃/hr の制御冷却）を実施し、材料特性評価の供試材としている。

(1) 長時間過時効熱処理

評価基準強度を定める試験は、長時間過時効熱処理を施した材料に対して実施している。

(a) 主要成分

MB-A3004 材の主な強化機構は Mg の固溶強化と Mn の析出強化である。そこで、各成分の生成物について各状態図を基に確認している。Al-Mn-Mg 3 元系状態図（別紙 1-5 図）により 3 元化合物を生成しないことを確認している。

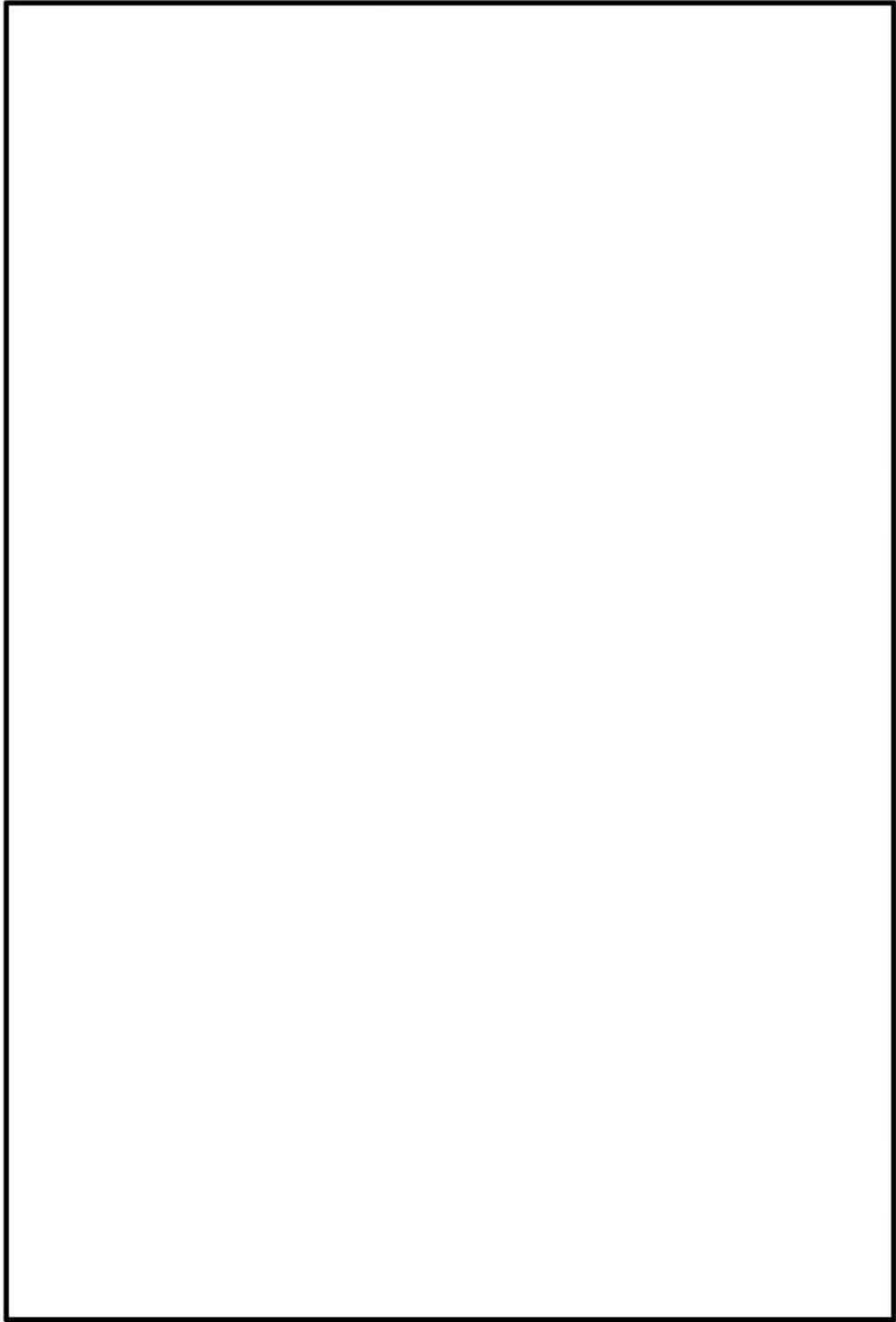
(b) 不純物成分

不純物成分である Si 及び Cu について、各々の 3 元系状態図として、主要成分である Mg との状態図を別紙 1-6 図に、Mn との状態図を別紙 1-7 図に示す。別紙 1-6 図及び別紙 1-7 図より供用温度及び熱処理温度域での相変化を確認すると、Al-Si-Mg 及び Al-Cu-Mg 系は析出物が生成し、Al-Mn-Fe 及び Al-Mn-Si 系は相変化が生じないことを確認している。Al-Si-Mg 及び Al-Cu-Mg 系析出物は BC-A6N01 の場合と同様、粗大化による過時効現象（別紙 1-8 図参照）を生じることが知られている。不純物元素として Cu の影響（過飽和、時効等による強化）を焼鈍温度と保持時間で確認している。これによると、高温であるほど、短期間に基底強度に下がっていることがわかる。完全焼なまし処理は 520℃×10hr 保持から約 70 日（0.3℃/hr）を掛けて冷却しており、例えば 260℃⇒240℃の変化に約 3 日間を要しており、別紙 1-8 図に示す過時効軟化に要する時間を考慮すると十分 Cu 系の影響を排除できているものと判断できる。したがって、不純物成分は初期材においては強化に寄与する可能性があるが、長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理により軟化された状態においては、有効な強化機構として寄与していない。

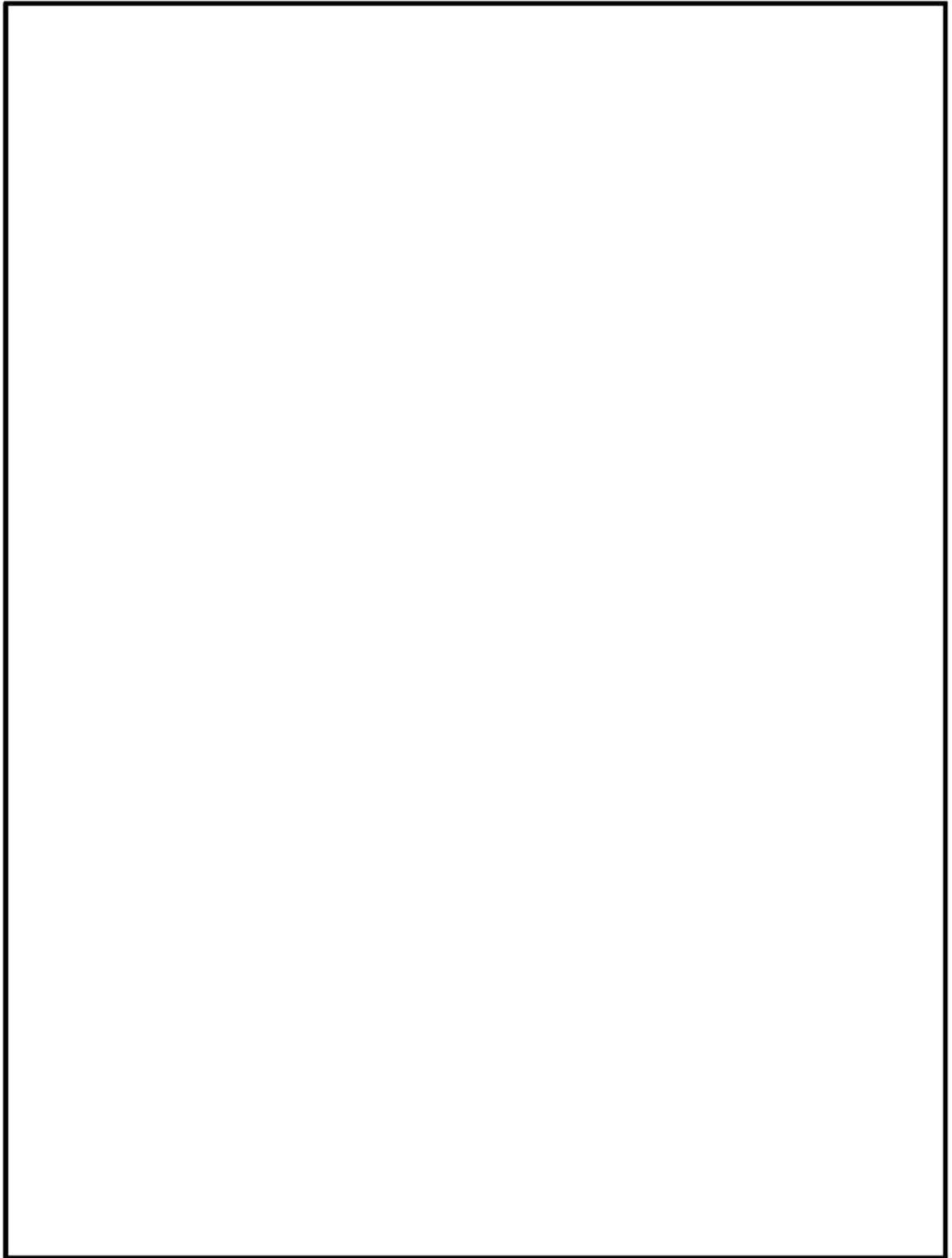
以上より、評価基準強度の算定に当たっては、主要成分である Mn 及び Mg 個々について供用温度及び熱処理温度域での影響を考慮すればよい。各々の 2 元系状態図を別紙 1-9 図及び別紙 1-10 図に示す。Mn の析出物及び Mg の固溶状態の変化は今回の長時間過時効熱処理により影響を受けない範囲であり、別紙 1-11 図から別紙 1-13 図に示すとおり、長時間の過時効熱処理及び完全焼なまし処理により Al₆Mn 系析出物が安定化されており、強度低下（過時効）現象が確認されている。個々の成分の拡散に伴う状態変化（過時効現象等）のみ生じることから当該熱処理条件は妥当と判断される。なお、他の成分である Fe、Cu、Si については添加量が少なく、別紙 1-14 図から別紙 1-16 図に示すとおり、各温度範囲において評価すべき相変化がないことを確認した。

(2) 完全焼なまし処理

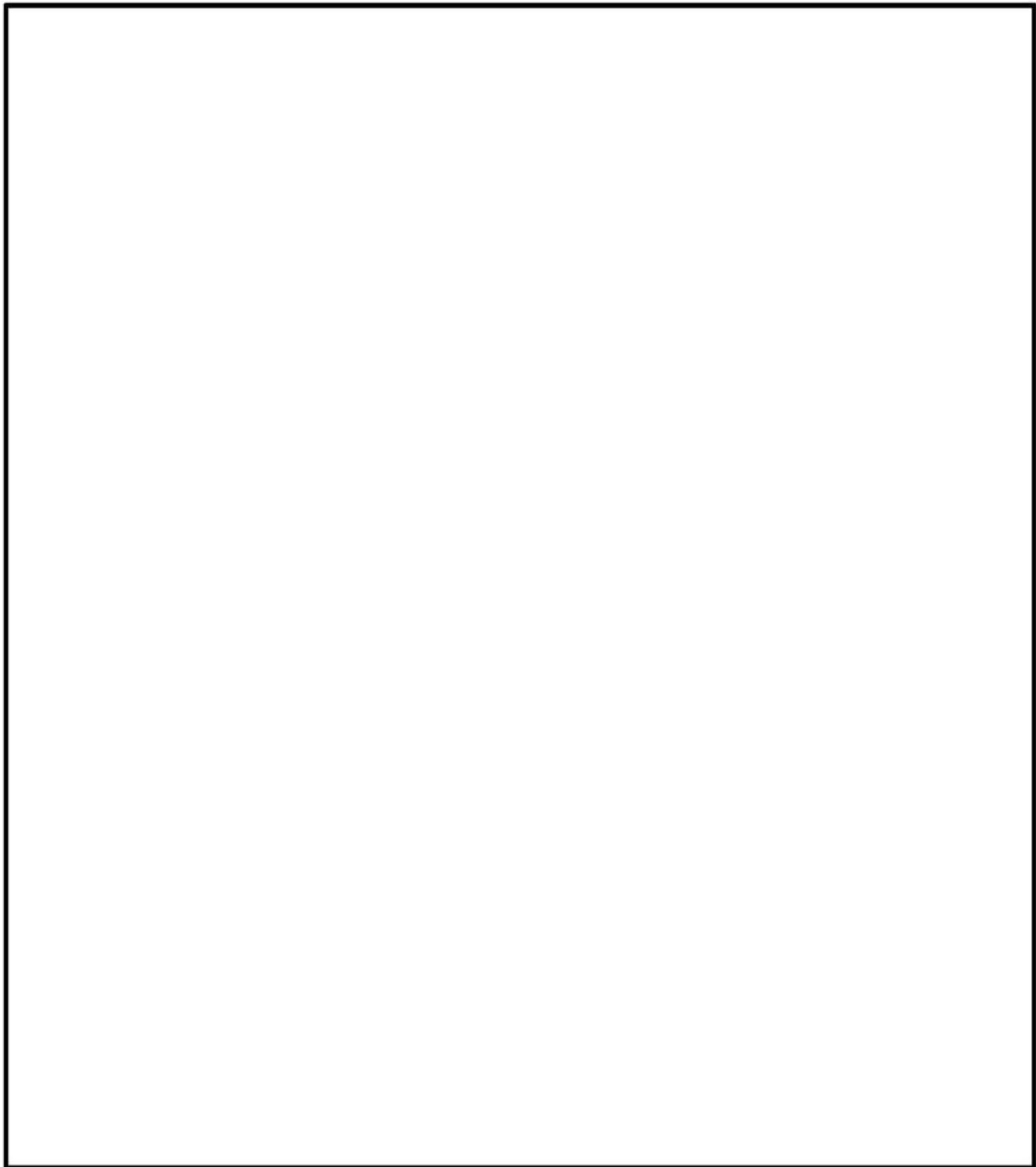
完全焼なまし処理は、520℃の高温焼鈍（10hr 保持）後に0.3℃/hrの制御冷却を行っている。Mnは520℃の焼鈍温度域で添加成分が低い場合は、一部再固溶する α 相域（別紙1-9図）であるが、その温度域から制御冷却を施すことにより、Al₆Mn系析出相が適切に析出する時間及び温度（別紙1-11図）が確保されていることを確認している。また、別紙1-12図に示すとおり、Al-Mn合金における過時効処理が長時間過時効熱処理及び完全焼なまし材において、軟化に要する十分な温度・時間であることが確認されている。また、Mgは、BC-A6N01と同様に高温からの制御冷却により平衡固溶量への到達及びMg₂Si粗大析出物が生成される。したがって、完全焼なまし処理における強度特性変化と一致しており、当該材料への熱処理が妥当性であると判断できる。



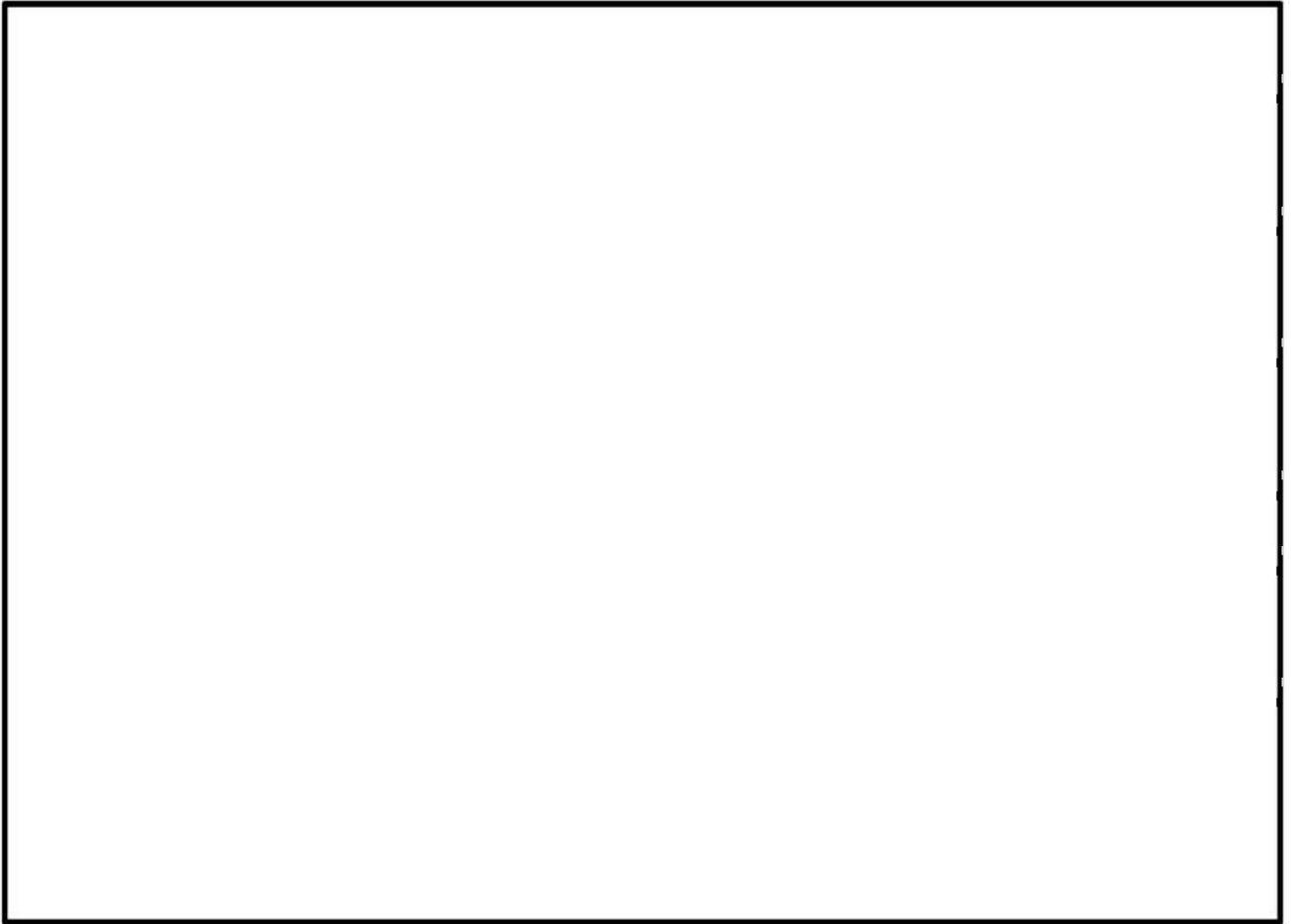
別紙 1-5 図 3 元系状態図 (Al-Mn-Mg) ^{(3) (4)}



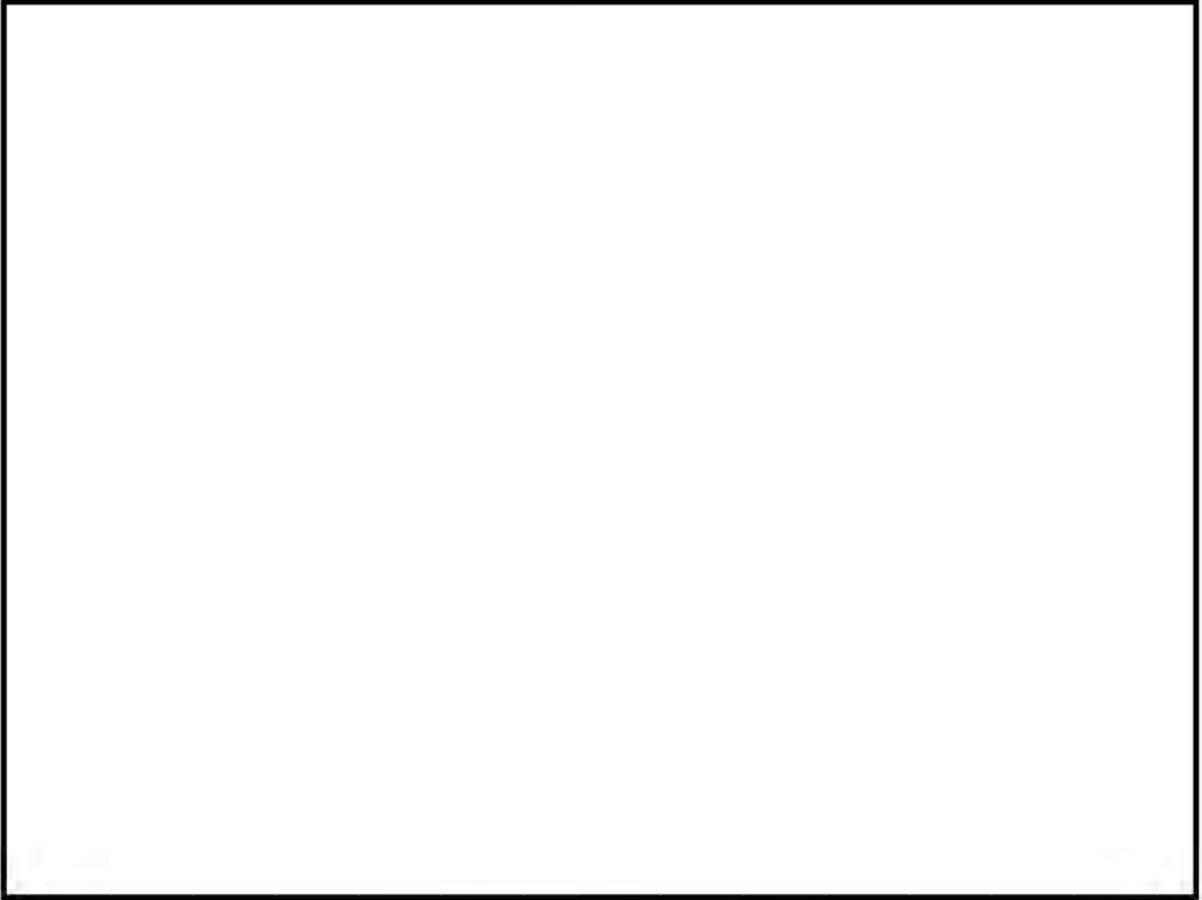
別紙 1-6 図 3 元系状態図 (Al-Si/Cu-Mg) ⁽⁴⁾



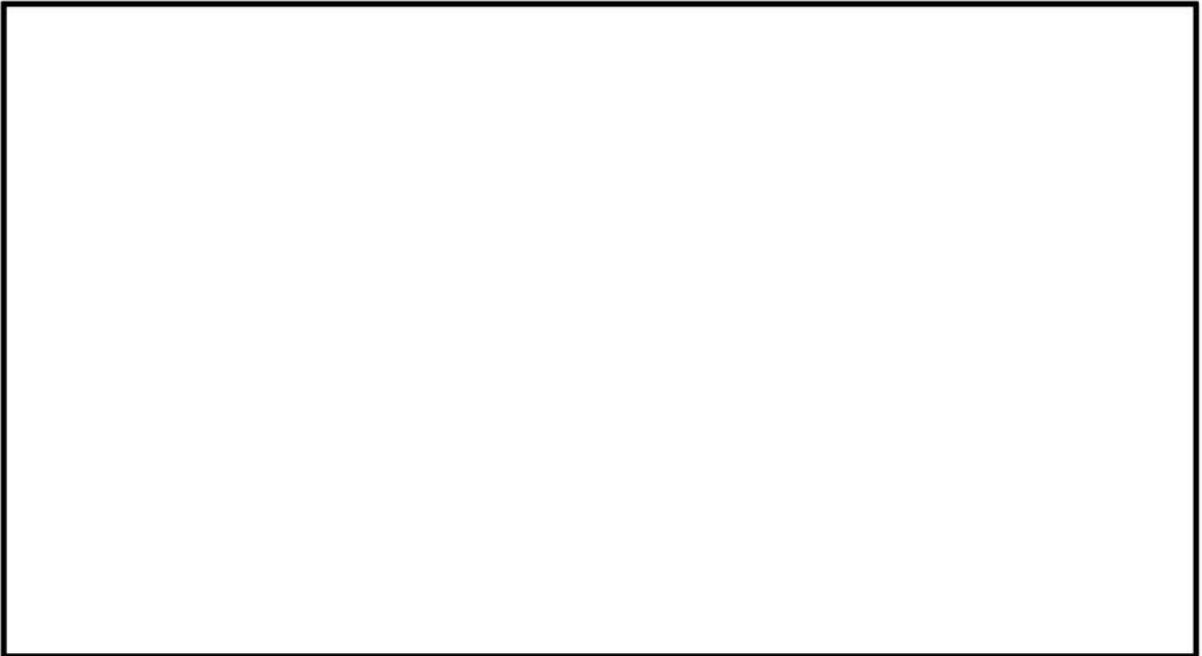
別紙 1-7 図 3 元系状態図 (Al-Mn-Si/Fe) ⁽³⁾



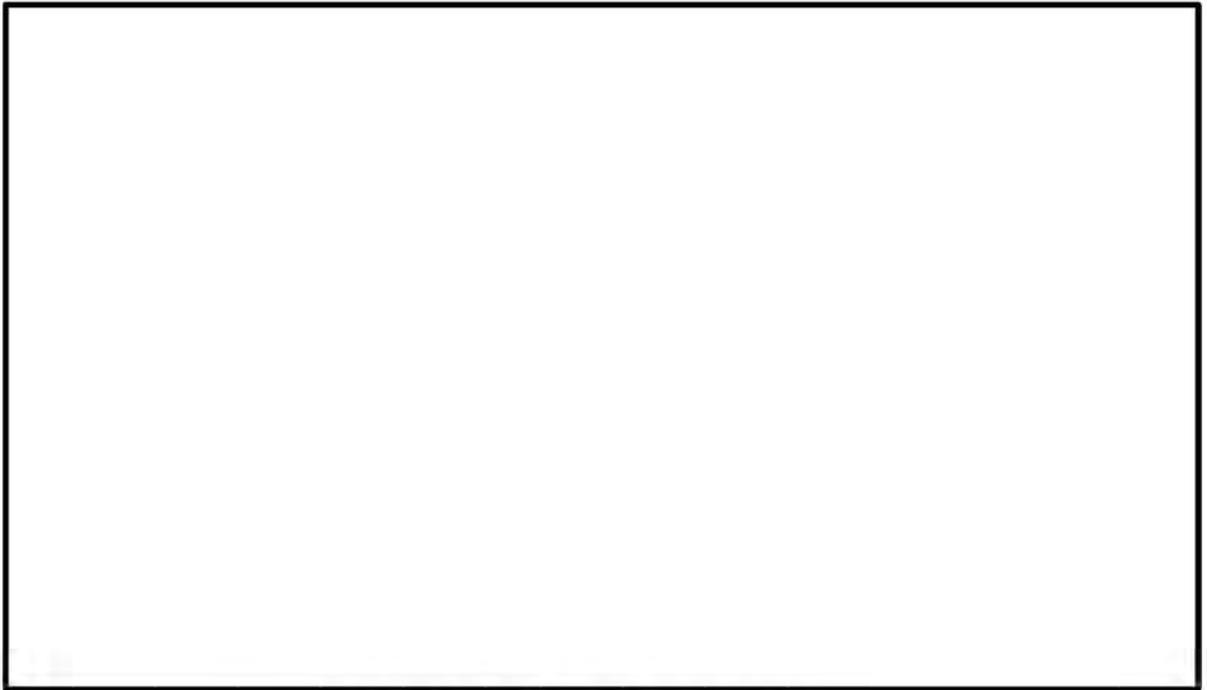
別紙 1-8 図 Al-Cu 合金の時効温度、時効時間と硬度の関係⁽³⁾



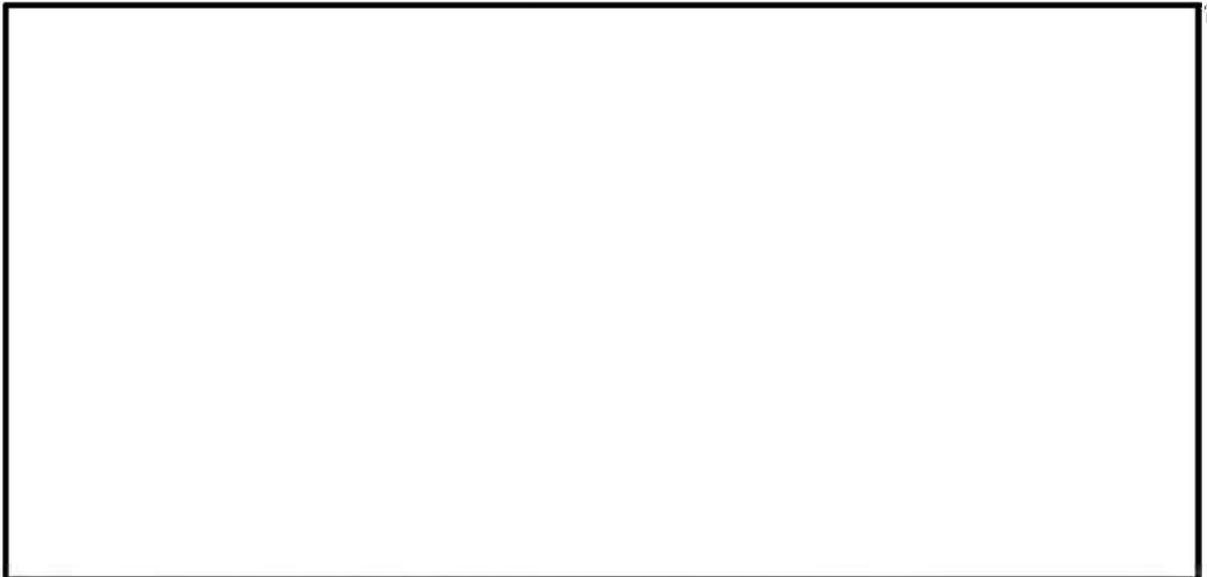
別紙 1-9 図 Al-Mn 2 元系状態図⁽³⁾



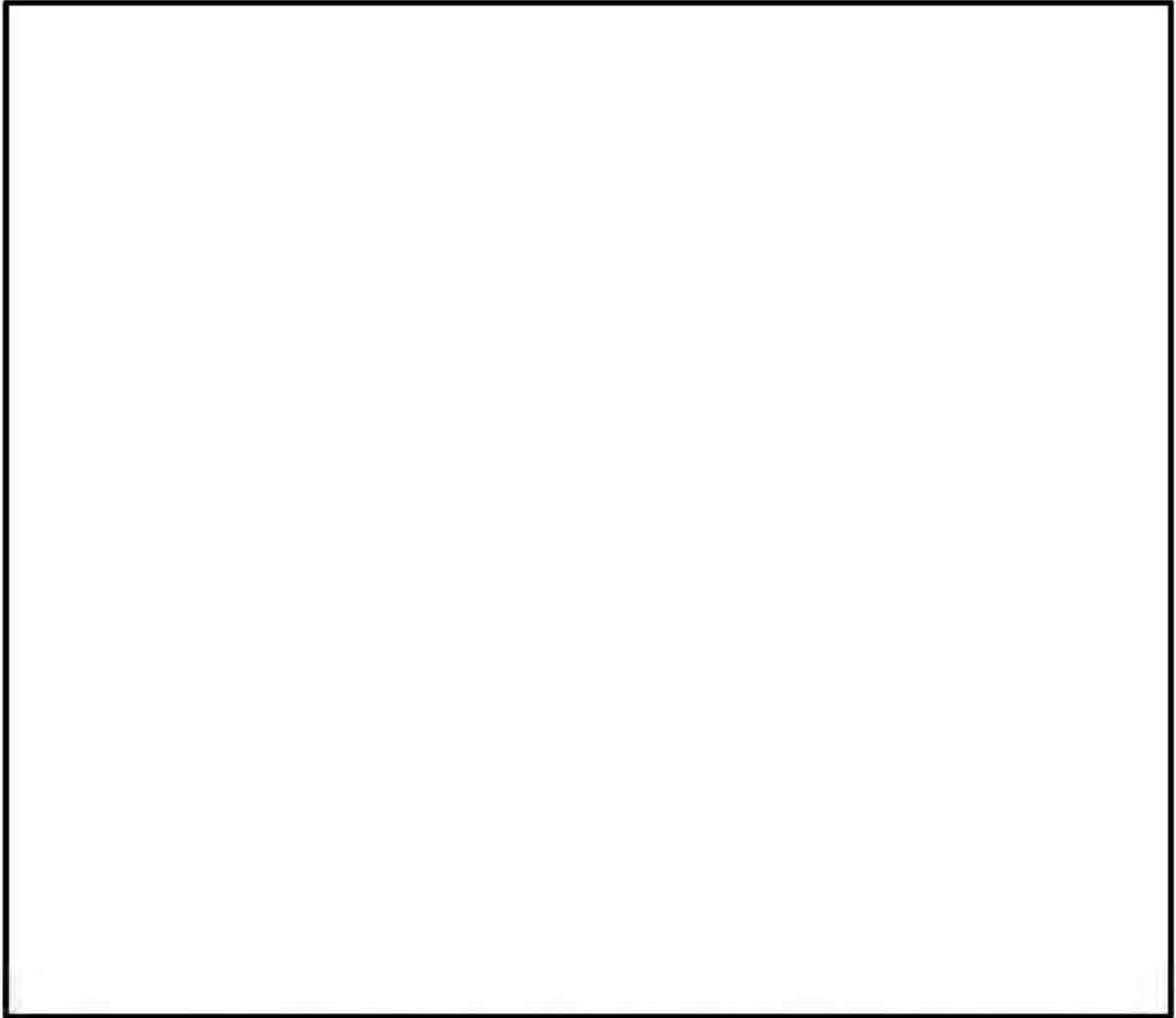
別紙 1-10 図 Al-Mg 2 元系状態図⁽⁵⁾



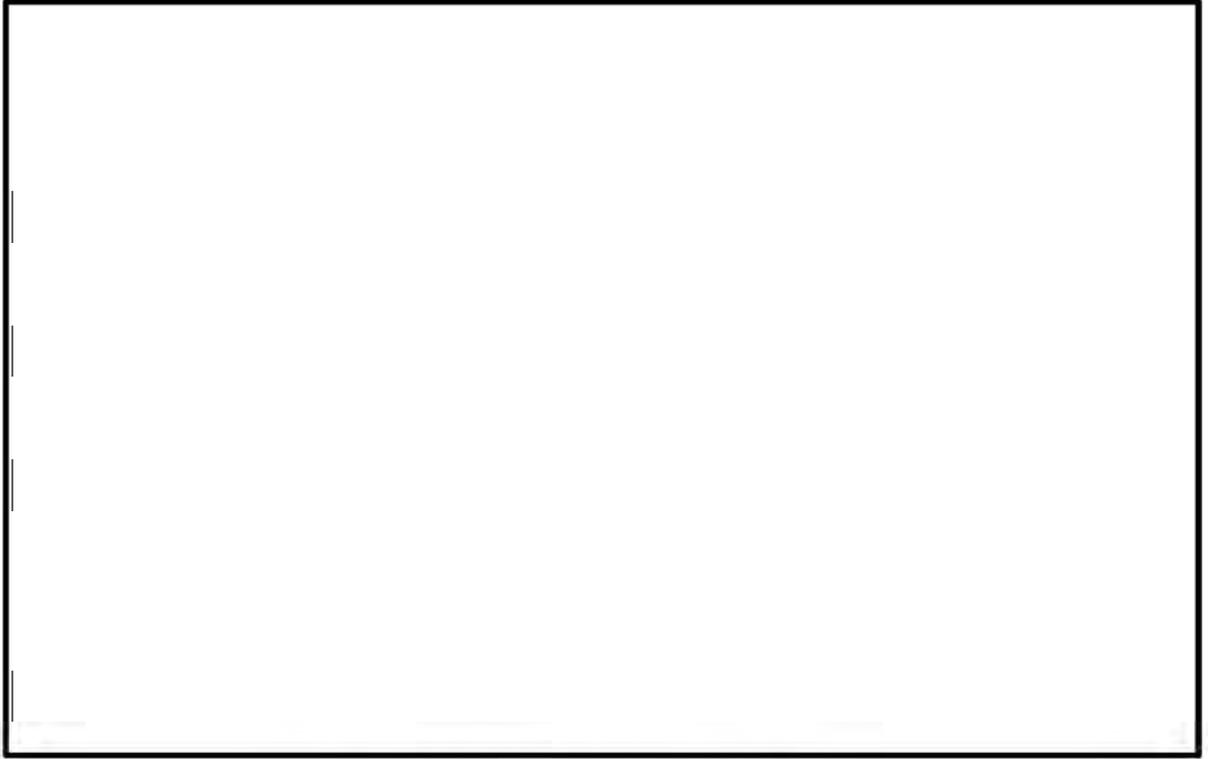
別紙 1-11 図 Al-Mn 析出相の時間変化⁽³⁾



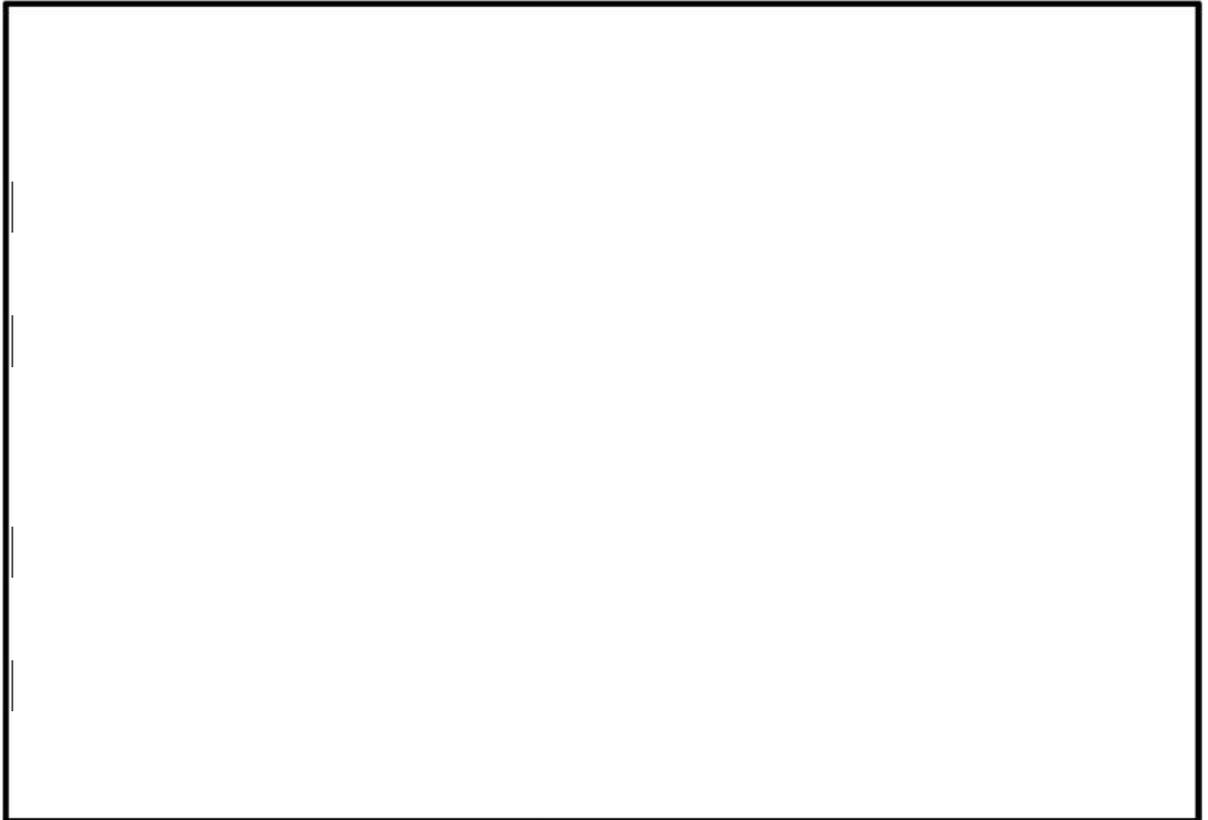
別紙 1-12 図 Al-Mn 系合金の焼鈍温度-時間と硬さの関係⁽³⁾



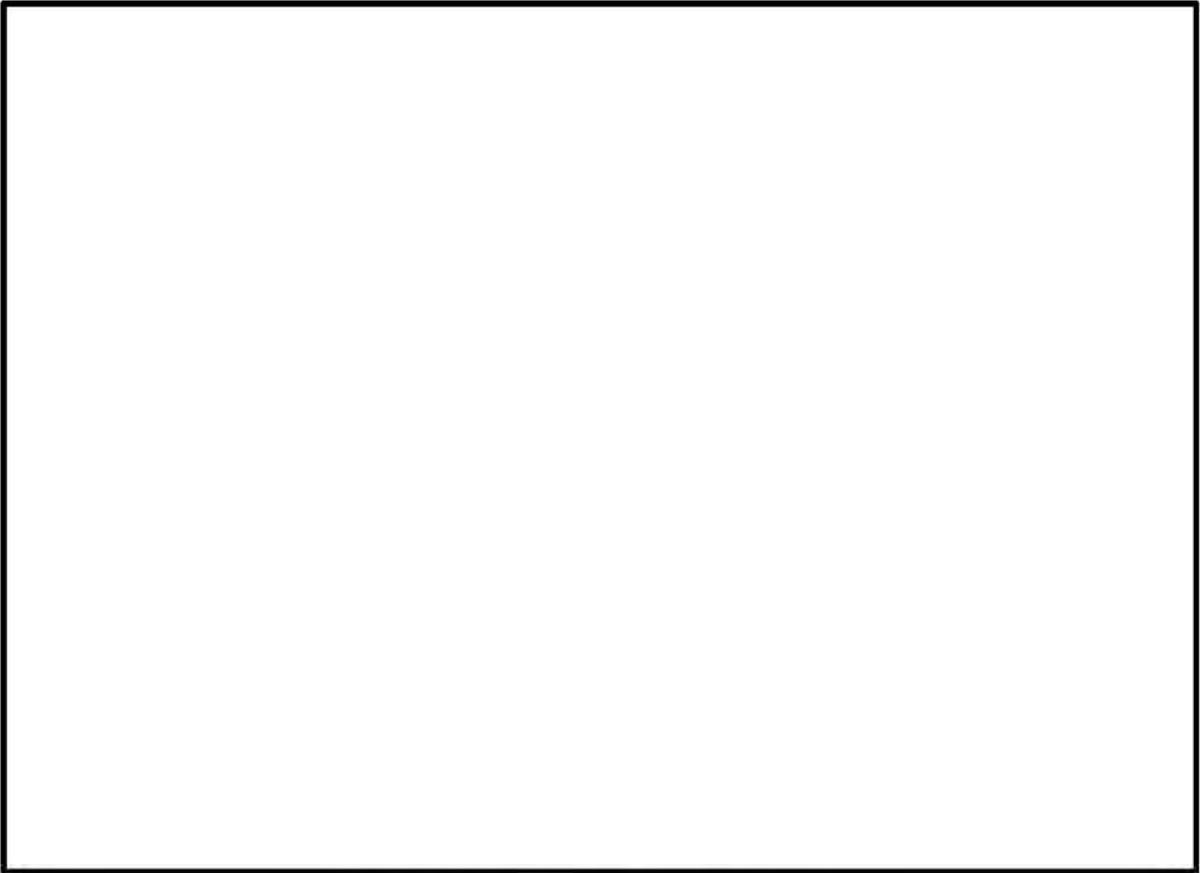
別紙 1-13 図 Al-Mn 系合金の焼鈍時間及び温度と硬度の関係⁽⁶⁾



別紙 1-14 図 Al-Fe 2 元系状態図⁽⁵⁾



別紙 1-15 図 Al-Cu 2 元系状態図⁽⁵⁾



別紙 1-16 図 Al-Si 2 元系状態図⁽⁵⁾

2.4 完全焼なまし処理の位置付け

MSF-21P 型に適用する MB-A3004 の材料特性に影響する強化因子の概要（供用初期、供用終期）を別紙 1-2 表に示す。別紙 1-2 表に示すとおり、非熱処理系である MB-A3004 は固溶強化（Mg）及び析出強化（分散粒子強化：Al₆Mn）が主たる強化因子である。

供用期間の材料特性変化（過時効軟化）を考慮した各設計基準値は、長時間過時効熱処理を施した材料を供試材とした材料特性試験をもとに設定している。長時間過時効熱処理は供用温度域を超える温度による熱処理であることから、熱処理温度域と供用温度域での添加成分の固容量の差による過飽和固溶等の材料組織（固溶、析出の状態）が異なる材料を対象として評価している可能性を考慮する必要がある。これら過飽和固溶について、別紙 1-17 図に Al-Mg の 2 元系状態図を例に示す。別紙 1-17 図に示すとおり、例えば Mg 添加量が 4 % と仮定すると供用温度域では温度により固溶線を通る状態が生じることから析出と固溶の平衡状態変化を考慮する必要があることがわかる。本材料は Mg 添加量が 1 % 程度と低く、2 元系状態図では全温度域にて固溶していると考えられる。なお、多元系の場合は固容量が変化するため、供用温度域及び長時間過時効熱処理温度により固容量が変化する可能性を考慮する必要がある。

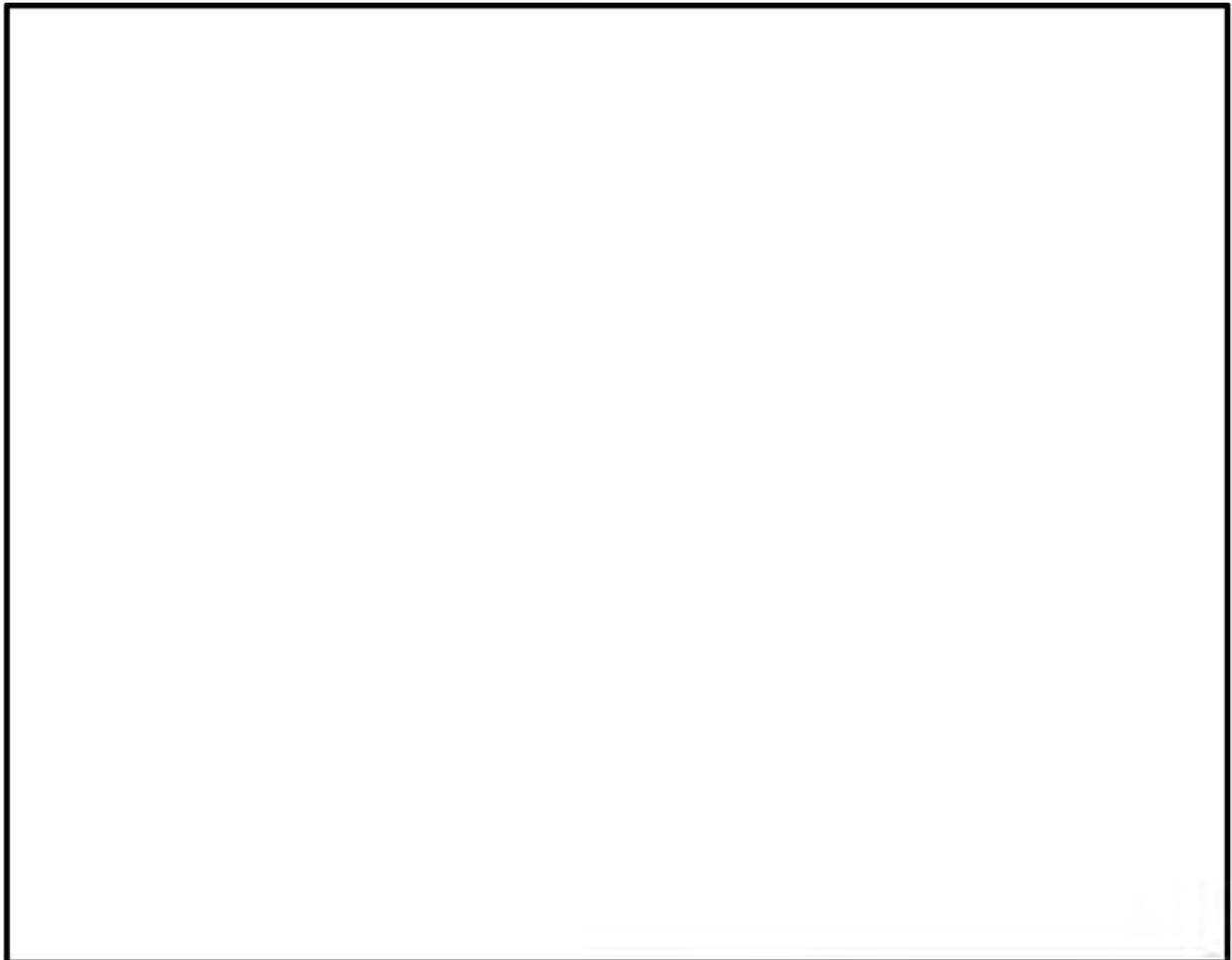
したがって、設計貯蔵期間終期の温度（約 100℃以下）において材料組成（固溶、析出の状態）が平衡状態となった材料を作成し、長時間過時効熱処理材と比較することにより、長時間過時効熱処理の妥当性（固溶、析出の平衡状態）を検証する必要がある。そこで、平衡状態となった材料を完全焼なまし処理により作成し、長時間過時効熱処理（固溶、析出の平衡状態）の妥当性検証を実施した。

なお、完全焼なまし処理は供用期間中の熱履歴として生じ得ない高温域で焼鈍を施すため、供用期間中に生じる材料の結晶組織変化を過剰に生じさせている可能性がある。しかしながら、設計基準値は、長期間過時効熱処理材に加え、結晶粒径が異常に粗大化し、強度が低下した完全焼なまし処理材を用いた引張試験結果を包絡するよう保守的に設定する。

別紙 1-2 表 バスケットプレート用材料の強化因子の概要

記号		MB-A3004	
分類		非熱処理系	
		供用初期	供用終期 (60 年後)
強化 機構 (注1)	固溶強化	Mg	Mg (平衡固溶量)
	析出強化 (分散粒子強化含む)	Al ₆ Mn	Al ₆ Mn
	加工硬化	あり	なし
	結晶組織微細化	押出組織	回復再結晶組織

(注1) 強化機構は主要因子のみ抽出。なお、別紙 1-1 表と同一表である。



別紙 1-17 図 Al-Mg 2 元系状態図^(注)

3. 供試材の概要

3.1 供試材の化学成分

MB-A3004 は、JIS H 4000 等に規定されている材料を基に、キャスク用バスケットとして材料特性を評価したものである。

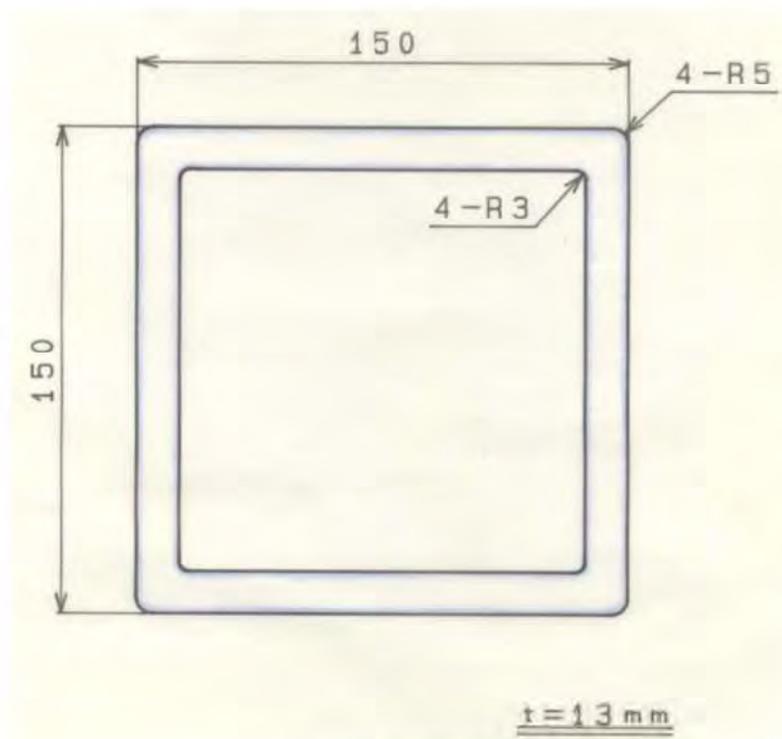
主な特徴として、MB-A3004 は非熱処理系に分類され、冷間加工に伴う加工硬化により強度特性を制御する材料（質別 H）である。

また、本検証に供した供試材一覧を別紙 1-3 表に、供試材形状を別紙 1-18 図に示す。

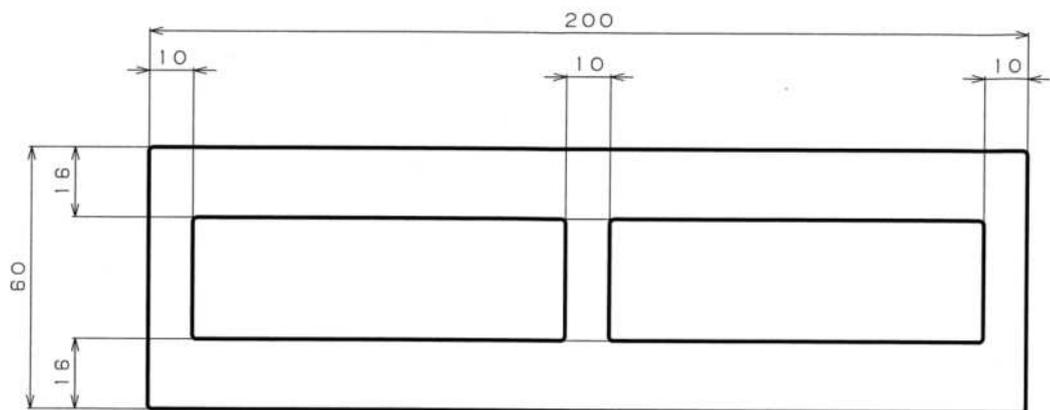
別紙 1-3 表 MB-A3004 供試材一覧

供試材 符号	化学成分 (mass%)										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ga, V, Ni, B, Zr など	Ti	その他	
										個々	合計
A	0.19	0.6	0.16	1.1	1.0	N/A	0.06	—	N/A	0.05 以下	0.15 以下
B	0.18	0.6	0.18	1.1	1.0	0.02	0.04	—	0.02	0.05 以下	0.15 以下
C	0.20	0.5	0.19	1.1	1.0	0.01	0.05	—	0.02	0.05 以下	0.15 以下
規定値 MB-A3004	0.30 以下	0.7 以下	0.25 以下	1.1~ 1.5	1.0~ 1.3	—	0.25 以下	—	—	0.05 以下	0.15 以下
(参考) JIS H 4000 A3004	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

(注 1) 長時間過時効熱処理、完全焼なまし処理の両処理方法に供した。



(1) 押出断面形状 (供試材 A)



(単位 : mm)

(2) チャージ押出断面形状 (供試材 B 及び C)

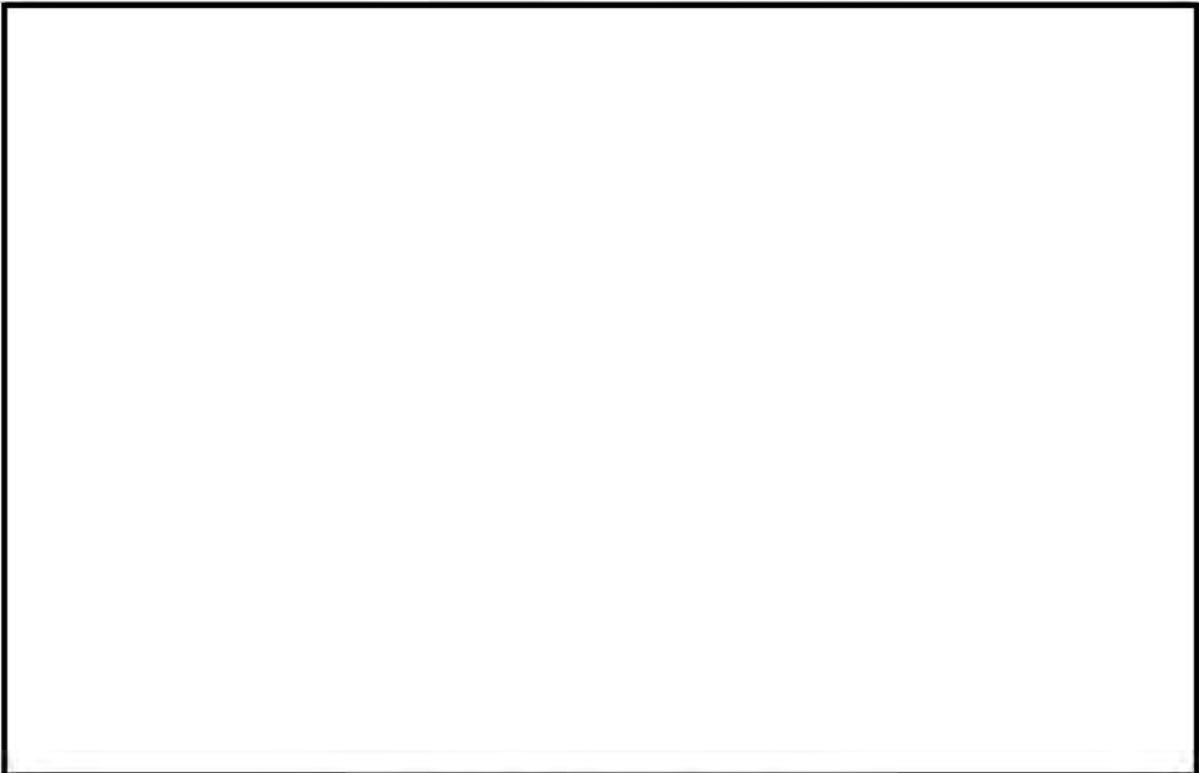
別紙 1-18 図 MB-A3004 供試材断面形状

3.2 供試材の代表性

供試材の化学成分は、別紙 1-19 図及び別紙 1-20 図に示すとおり Mg 及び Mn の添加量に応じて強度強化されることが文献にて確認されており、その最低値を供試材とすることにより、保守的な設定となるため、供試材は代表性を有するものと判断できる。



別紙 1-19 図 Mg の添加量と強度の関係⁽³⁾



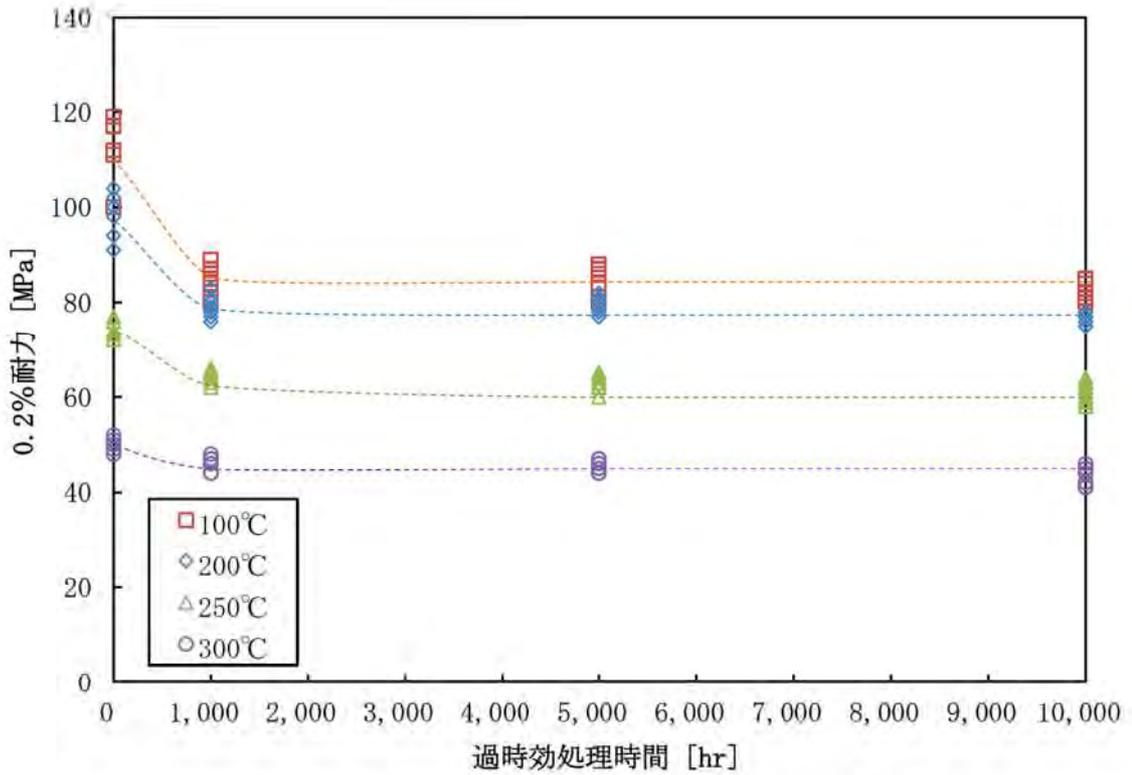
別紙 1-20 図 Mn の添加量と強度の関係⁽³⁾

4. 熱処理及び強度特性

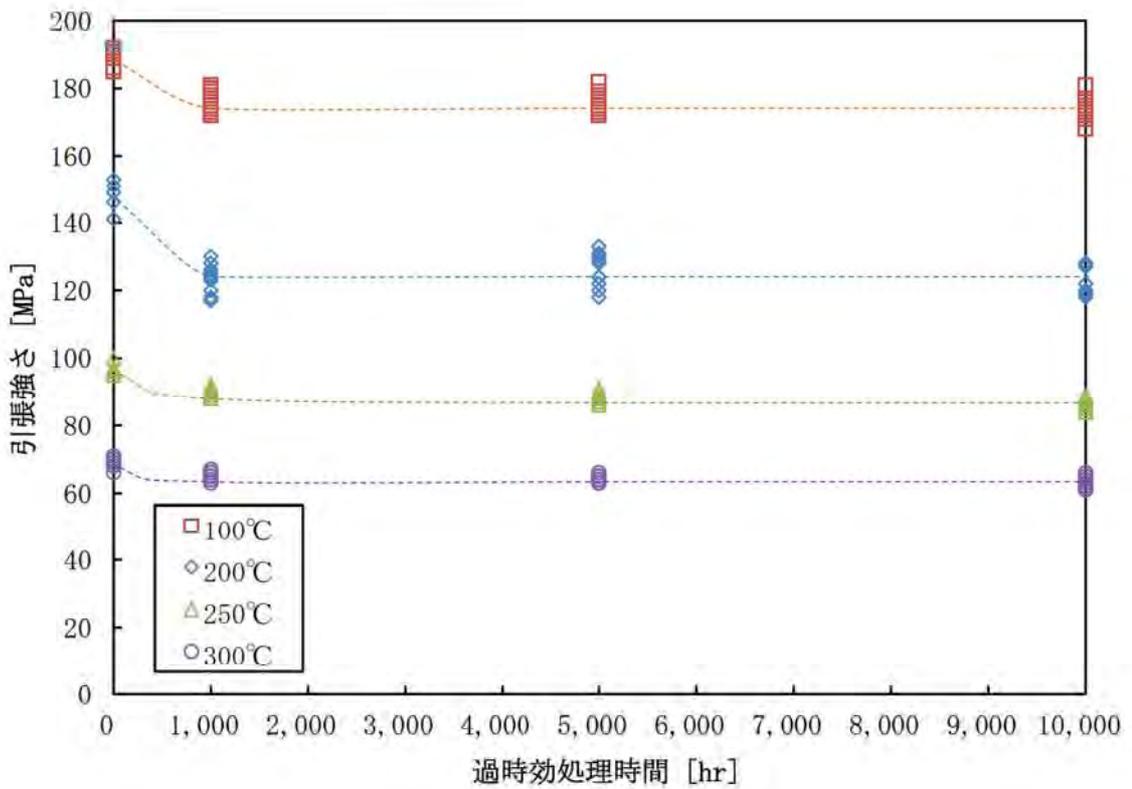
4.1 長時間過時効熱処理

MB-A3004 にて、初期材及び長時間過時効熱処理として、250℃及び 300℃にて 1,000hr、5,000hr 及び 10,000hr の処理を施し、強度特性確認を実施した。過時効処理時間による 0.2% 耐力及び引張強さの変化を別紙 1-21 図及び別紙 1-22 図に、試験値を別紙 1-4 表に示す。

別紙 1-21 図及び別紙 1-22 図に示すとおり、初期材から 1,000hr 時効により強度低下してから、より長時間の処理でほとんど強度変化がない安定状態となっていることを確認した。



別紙 1-21 図 各温度での 0.2%耐力と過時効時間の関係



別紙 1-22 図 各温度での引張強さと過時効時間の関係

別紙 1-4 表 長時間過時効熱処理材を用いた試験結果 (1/3)

熱処理		初期材	
供試材	試験温度 (°C)	L方向	
		0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
A	100	100	192
	100	100	190
	200	91	141
	200	94	146
	250	73	97
	250	72	95
	300	51	70
	300	48	68
B	100	112	186
	100	111	185
	200	100	149
	200	98	149
	250	74	96
	250	76	97
	300	48	69
	300	49	66
C	100	117	191
	100	119	189
	200	102	151
	200	104	153
	250	74	96
	250	77	100
	300	52	71
	300	50	69

別紙 1-4 表 長時間過時効熱処理材を用いた試験結果 (2/3)

試験片方位		L方向					
熱処理		250°C×1,000hr		250°C×5,000hr		250°C×10,000hr	
供試材	試験温度(°C)	0.2%耐力(MPa)	引張強さ(MPa)	0.2%耐力(MPa)	引張強さ(MPa)	0.2%耐力(MPa)	引張強さ(MPa)
A	100	89	179	87	175	85	175
	100	87	179	88	177	85	175
	200	78	118	78	118	78	120
	200	78	117	77	118	78	119
	250	65	88	65	90	63	88
	250	65	88	64	88	64	87
	300	46	64	47	65	45	65
	300	47	66	45	64	45	64
B	100	85	173	84	169	81	168
	100	84	172	84	168	82	168
	200	81	123	77	120	75	118
	200	78	120	79	124	75	119
	250	64	89	62	86	61	86
	250	64	89	62	86	60	84
	300	47	64	44	63	44	63
	300	46	66	46	64	44	63
C	100	86	178	84	173	84	172
	100	89	177	83	172	84	171
	200	83	126	78	122	78	122
	200	-	-	80	124	78	119
	250	65	91	65	89	63	89
	250	66	90	64	89	63	88
	300	48	66	47	65	46	66
	300	47	67	46	65	44	64

別紙 1-4 表 長時間過時効熱処理材を用いた試験結果 (3/3)

試験片方位		L方向					
熱処理		300°C×1,000hr		300°C×5,000hr		300°C×10,000hr	
供試材	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
A	100	87	181	86	182	84	181
	100	85	180	86	182	84	181
	200	79	126	79	128	78	128
	200	80	125	82	131	77	128
	250	64	91	64	89	62	88
	250	65	90	65	91	62	87
	300	46	65	45	63	41	61
	300	46	67	44	63	42	62
B	100	81	174	83	176	81	174
	100	80	173	80	174	80	173
	200	79	130	79	130	76	128
	200	76	124	80	133	76	128
	250	62	90	60	88	59	86
	250	64	89	62	87	58	84
	300	44	63	44	64	42	62
	300	44	65	45	64	41	61
C	100	81	176	84	179	81	177
	100	80	175	83	177	80	176
	200	79	128	80	129	77	128
	200	77	124	81	133	77	127
	250	65	92	63	88	59	85
	250	63	89	63	88	59	84
	300	44	65	46	66	41	61
	300	44	65	44	64	41	61

4.2 完全焼なまし条件（焼鈍温度）

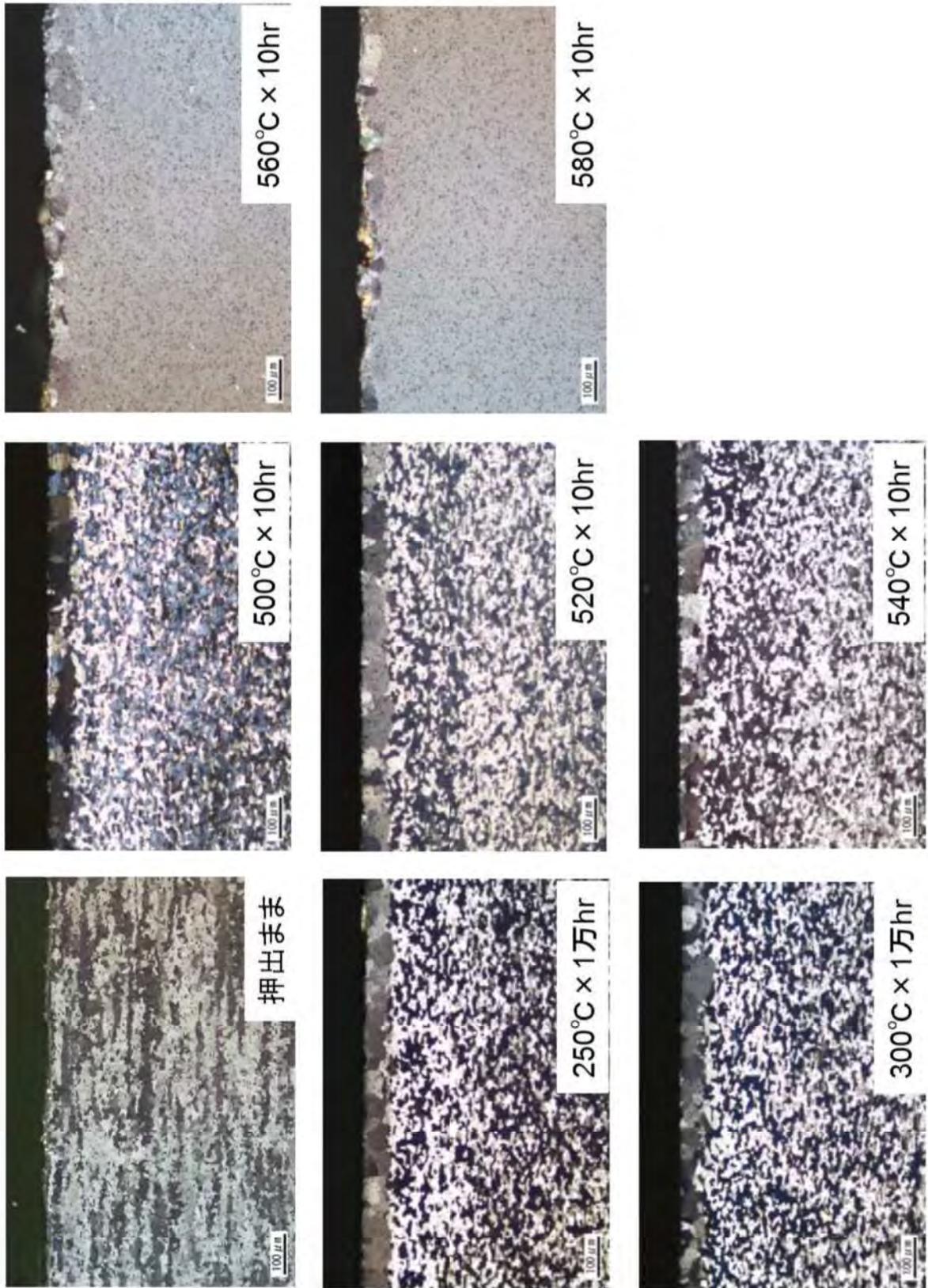
完全焼なまし処理条件を設定するため、高温焼鈍を 350℃から 580℃にて 10hr 保持し空冷した材料の組織観察を行い、初期材及び長時間過時効熱処理材（250℃及び 300℃にて 10,000hr 保持）と比較した。別紙 1-23 図に表層付近の観察結果を、別紙 1-24 図に板厚中央付近の観察結果を示す。

別紙 1-23 図及び別紙 1-24 図に示すとおり、初期材では押出組織が観察位置によらず確認されたが、長時間過時効材及び高温焼鈍材において、別紙 1-23 図に示す表層の極一部に粗大粒組織及び表層近傍に微細等軸粒組織が確認された。これは、押出時及び冷間整直する工程において、表層部に多くの転位が生成蓄積され、当該転位が熱処理により転位解放するため再結晶が生じたものと考えられる。別紙 1-24 図に示す板厚中央付近に再結晶組織が確認されなかったのは転位が表層近傍に比べ少ないためと考えられる。また、高温焼鈍条件において、560℃を超える条件においては、異常粒成長が確認された。

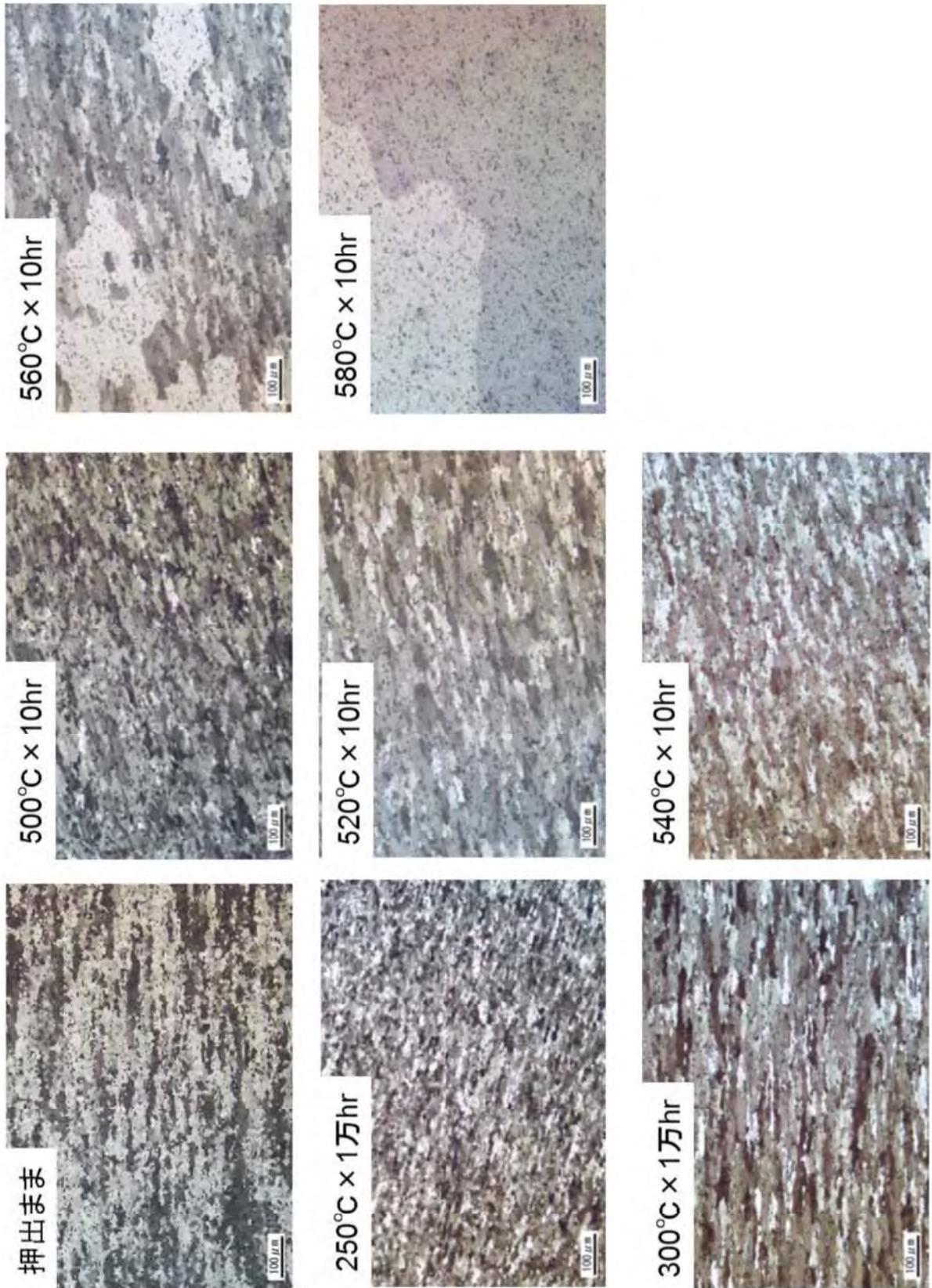
焼鈍温度と 0.2%耐力及び引張強さの関係を別紙 1-25 図及び別紙 1-26 図に示す。また、導電率を含む測定データを別紙 1-5 表に示す。0.2%耐力及び引張強さについても、異常粒成長が確認された 560℃以上の熱処理材では強度低下が確認された。組織観察の結果より、長時間過時効熱処理において、250℃及び 300℃の保持温度では表層付近での転位解放及び再結晶が生成されていることを確認されたが、板厚中央付近では再結晶や粒成長がほとんどないことから、キャスク供用期間中の組織粗大成長は 4.5 項に示す拡散の考え方を考慮しほとんど生じないものと考えられる。したがって、焼鈍温度は 540℃を下回る温度で設定することで評価可能であると判断した。

別紙 1-27 図に焼鈍温度と導電率の関係を示す。別紙 1-27 図より、初期材と比較し焼鈍温度の 350℃等の低温領域では初期材と同等であり、ほとんど固溶状態が変化していない。また、高温領域では、10hr 保持による析出物の再固溶が生じ固溶状態変化が生じたものと考えられる。なお、別紙 1-11 図に示すとおり、Mn 系析出物は 450℃付近で析出がし易い傾向が確認されており、450℃を境に高温では再固溶の影響により導電率が低下し、低温側では析出が導電率に影響するほど有意に生じなかったものと考えられる。⁽³⁾

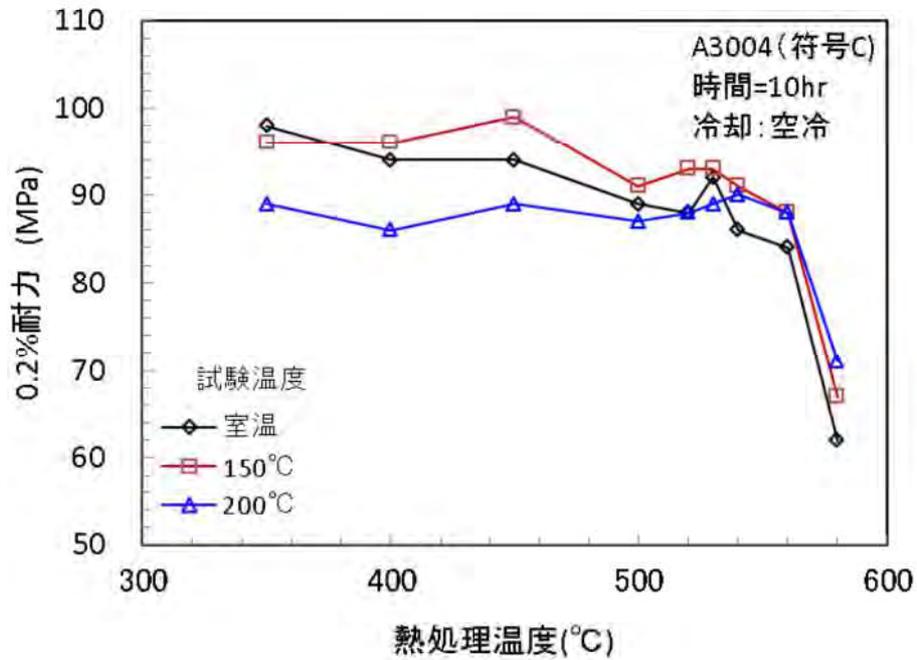
これらの試験結果及び押出製造条件等を考慮し、熱間押出により生じた冷却（自然放冷）中の熱歪みや整直（冷間加工）時の加工硬化を除去するため、完全焼なまし処理条件における高温焼鈍温度を 520℃に設定した。



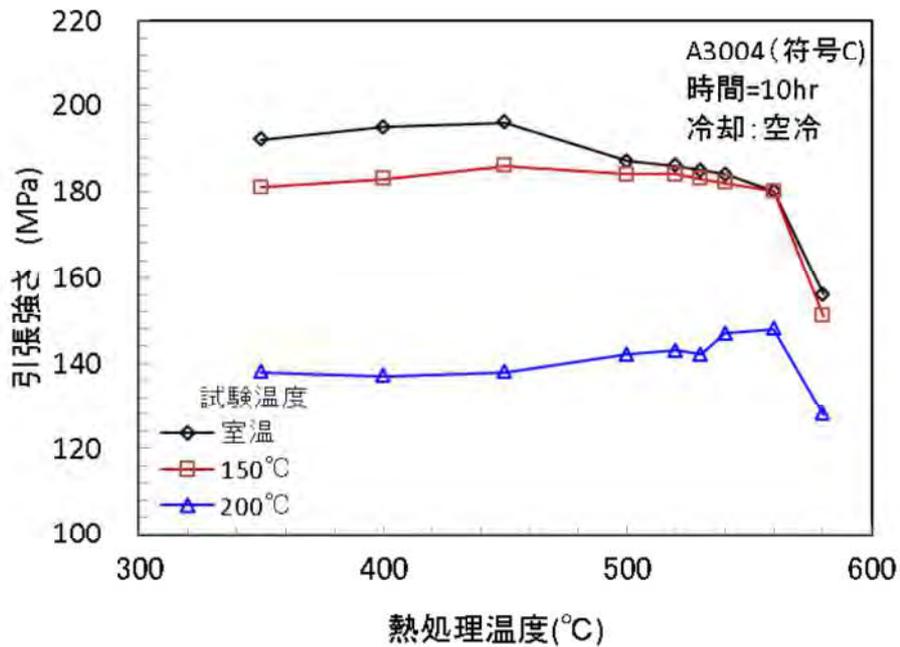
別紙 1-23 図 初期材、長時間過時効処理及び焼鈍による組織変化（表層）



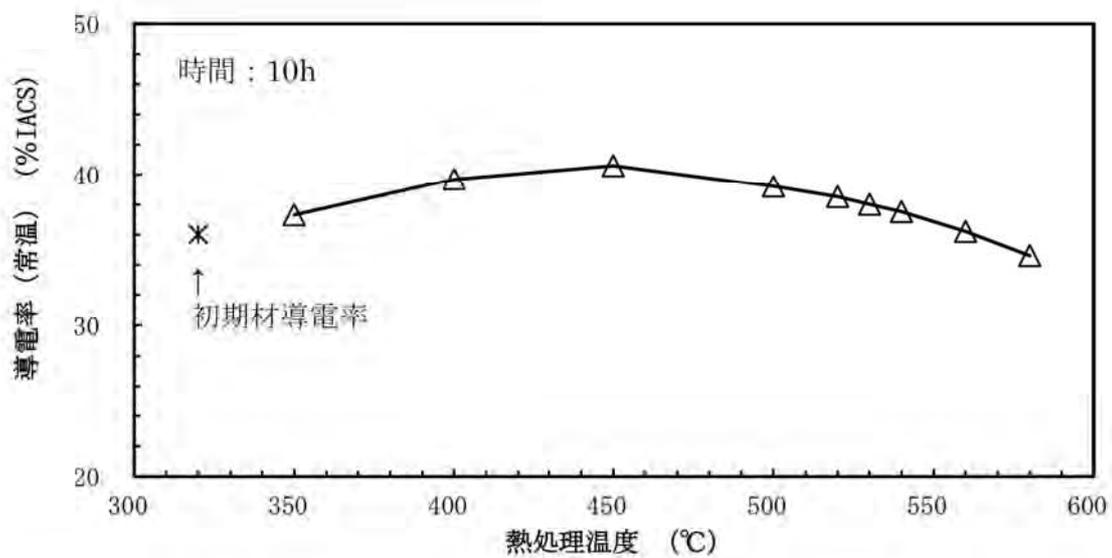
別紙 1-24 図 初期材、長時間過時効処理及び焼鈍による組織変化（板厚中央）



別紙 1-25 図 焼鈍温度と 0.2%耐力の関係



別紙 1-26 図 焼鈍温度と引張強さの関係



(注1) 初期材導電率は焼なまししていないが、図示のため焼鈍温度 320°C付近に記載したものである。

別紙 1-27 図 焼鈍温度と導電率の関係

別紙 1-5 表 焼鈍温度と強度及び導電率の関係

焼鈍温度 (°C)	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	導電率 (%IACS) 常温計測値
350	23	98	192	37.3
	150	96	181	
	200	89	138	
400	23	94	195	39.7
	150	96	183	
	200	86	137	
450	23	94	196	40.6
	150	99	186	
	200	89	138	
500	23	89	187	39.2
	150	91	184	
	200	87	142	
520	23	88	186	38.5
	150	93	184	
	200	88	143	
530	23	92	185	38.0
	150	93	183	
	200	89	142	
540	23	86	184	37.5
	150	91	182	
	200	90	147	
560	23	84	180	36.2
	150	88	180	
	200	88	148	
580	23	62	156	34.6
	150	67	151	
	200	71	128	

4.3 完全焼なまし条件（冷却速度）

4.2項に示した高温焼鈍温度を基に、冷却速度をAC（空冷）、10°C/hr、5°C/hr、2°C/hr、1°C/hr、0.5°C/hr及び0.3°C/hrで制御し、組織観察、強度及び導電率の測定により完全焼なまし条件の確認を行った。

別紙1-28図及び別紙1-29図に各冷却速度により処理した材料の組織観察結果を示す。別紙1-28図に示すとおり、表層は再結晶による等軸粒組織及び一部異常粒成長している組織が確認された。表層の異常粒成長は、4.2項に示す焼なまし条件調査時の520°C×10hr保持条件では確認されていないが、冷却速度を制御することにより高温領域に保持される時間帯が長期化するために生じたと考えられる。なお、別紙1-29図に示す板厚中央部においては、異常組織は無く有意な変化は確認されなかった。

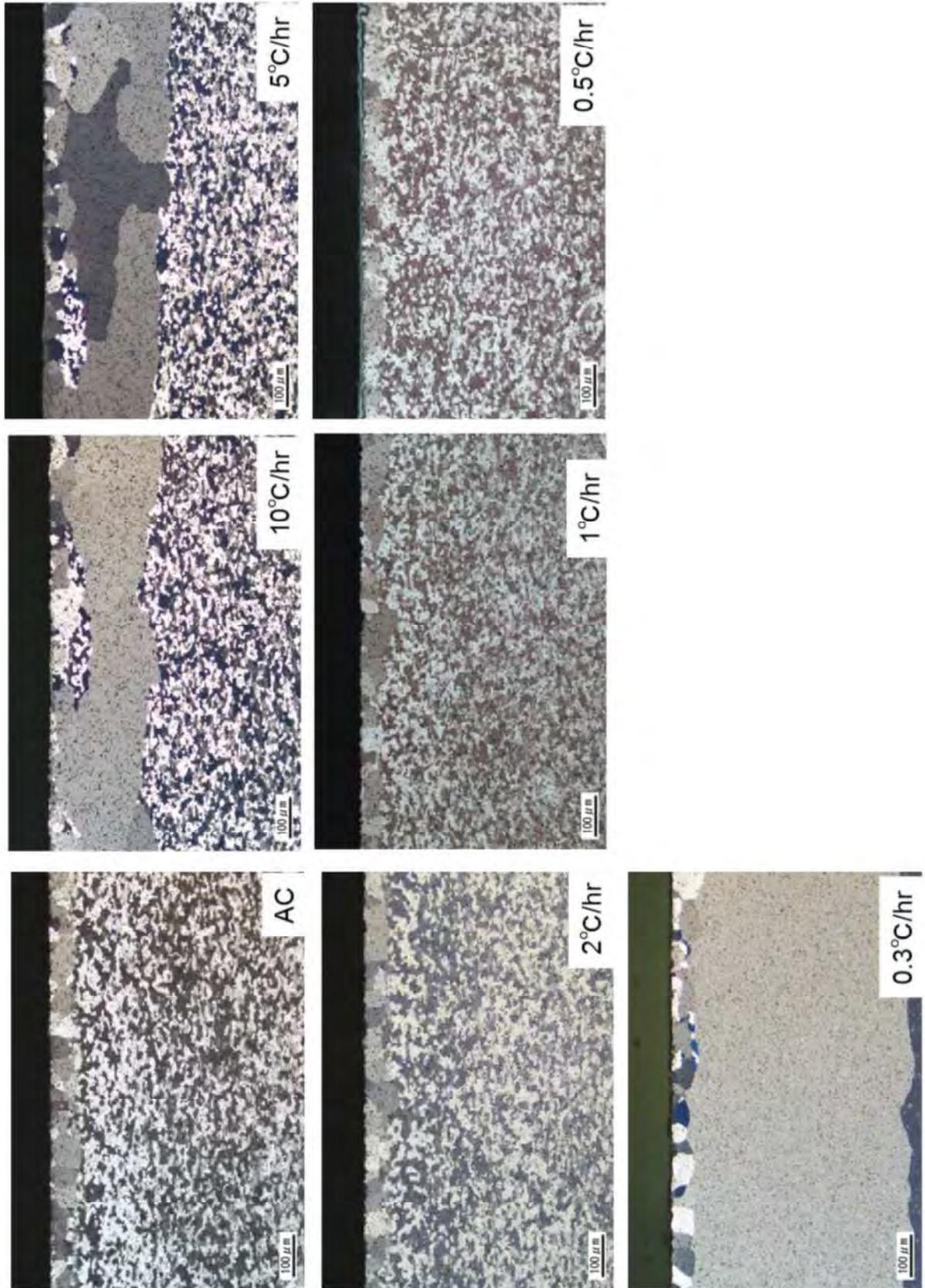
別紙1-30図及び別紙1-31図にTEMによる組織観察及びEDSによる析出物確認結果を示す。別紙1-30図及び別紙1-31図に示すとおり、MB-A3004の主要な強化成分（析出（分散粒子）強化）であるMnによるMn系析出物（Al₆Mn、他）に有意な変化は確認されなかった。したがって、Mn系析出物は、供用期間及び当該焼鈍条件において有意な影響を受けず安定していると判断される。また、TEMにより析出分布及び析出物の状態を複数視野にて観察した結果を別紙1-32図から別紙1-35図に示す。別紙1-32図から別紙1-35図に示すとおり、析出分布及び析出物の状態について、有意な変化は確認されなかった。

別紙1-36図及び別紙1-37図に0.2%耐力及び引張強さと冷却速度の関係を示す。また、別紙1-38図に導電率と冷却速度の関係を、別紙1-6表にこれらの試験データを示す。

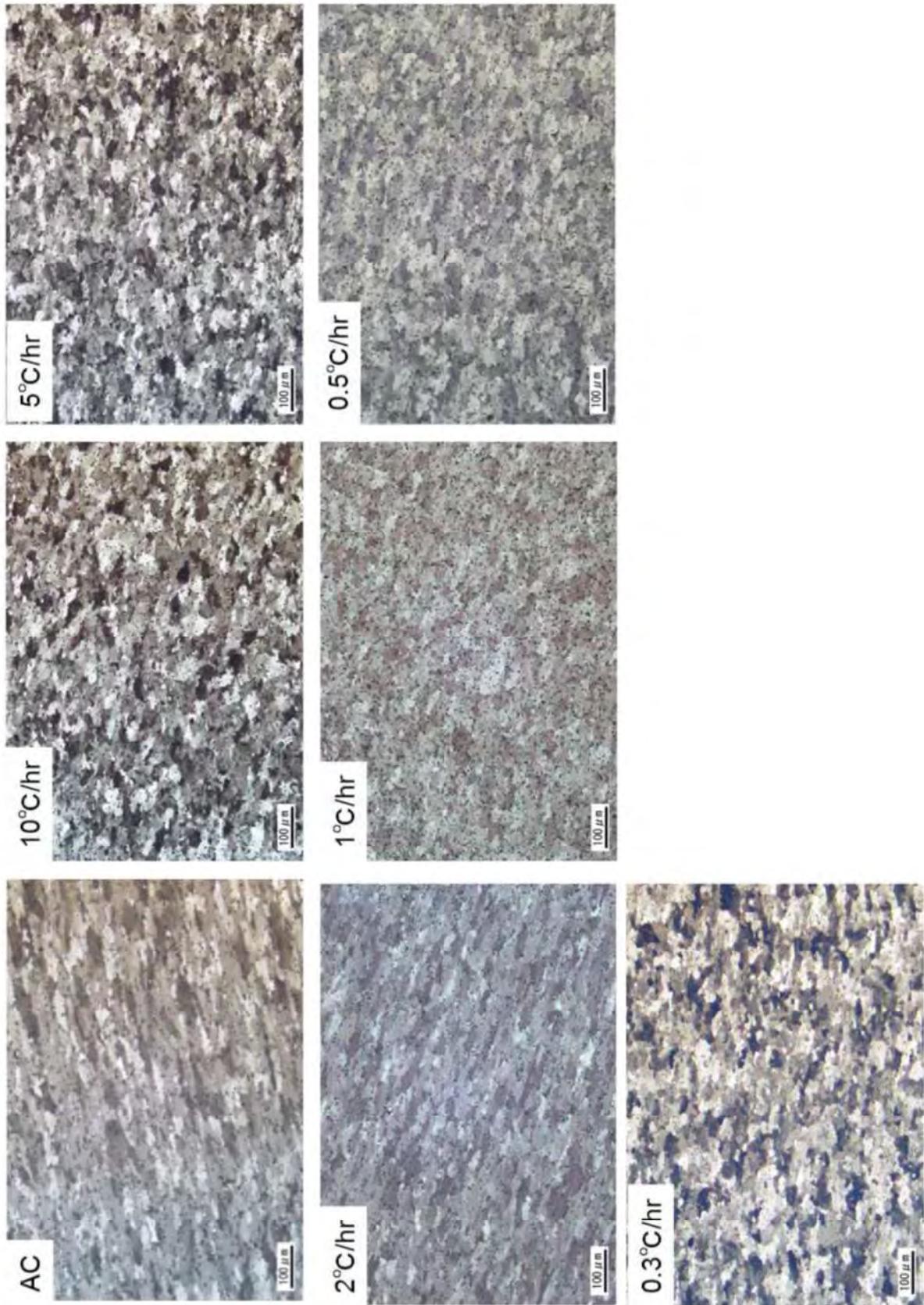
別紙1-36図及び別紙1-37図に示すとおり、引張強度特性は0.5°C/hr以下の冷却速度で変化がほとんどなくなり、また、別紙1-38図に示すとおり、導電率においても0.5°C/hr以下の冷却速度で変化がほとんどなくなっていることから、当該条件で組織、析出物、固溶等が平衡状態に達していると判断できる。

上記より、520°C×10hr保持、0.5°C/hr以下の冷却速度にて処理することにより平衡状態を示す完全焼なまし処理が可能であることを確認した。

また、別紙1-36図から別紙1-38図に併記している10,000hr長時間過時効熱処理材での試験結果は、完全焼なまし処理材と同等の結果であることから、長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理の両方法において評価可能であることを確認した。

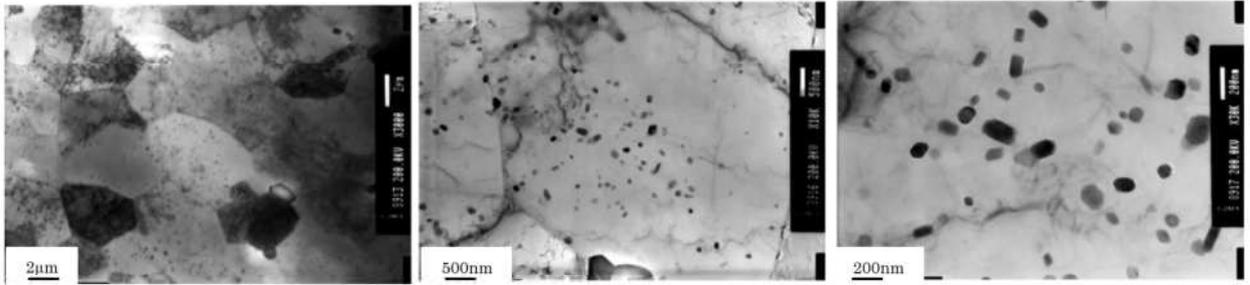


別紙 1-28 図 520°C × 10hr 保持後の冷却速度と組織の関係 (表層)

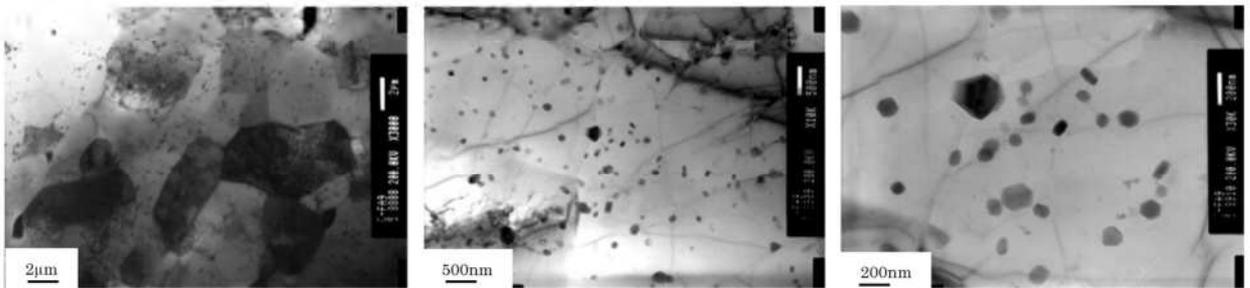


別紙 1-29 図 520℃×10hr 保持後の冷却速度と組織の関係 (板厚中央)

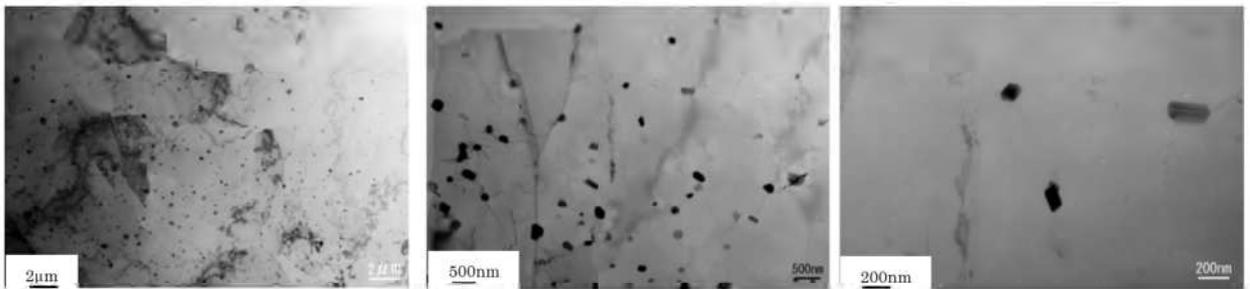
無断複製・転載禁止 三菱重工業株式会社



(a) 初期材

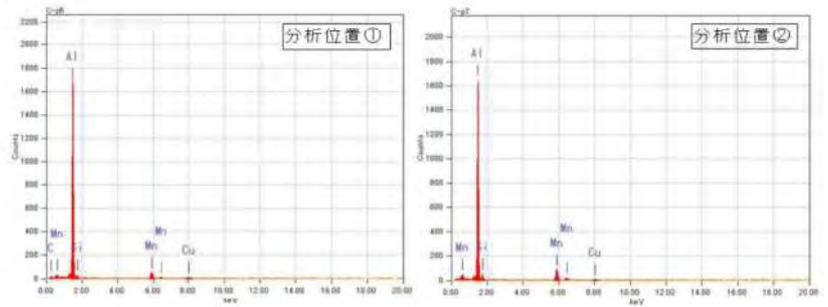
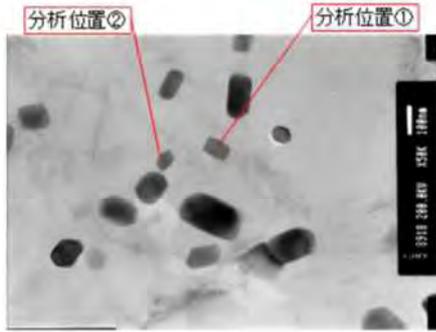


(b) 520°C × 10hr 保持 冷却速度 2°C/hr

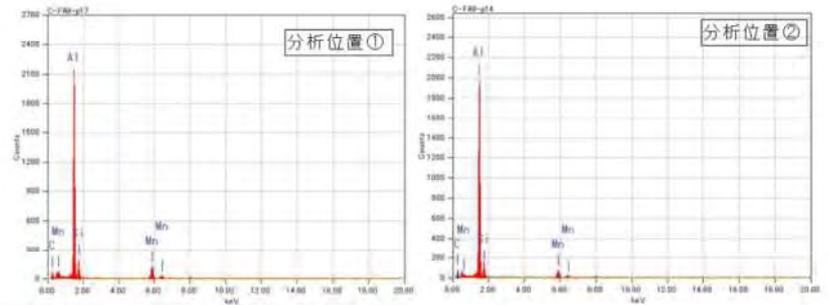
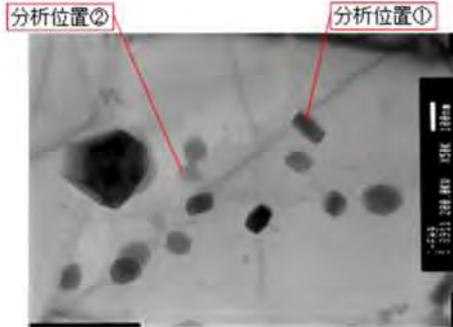


(c) 520°C × 10hr 保持 冷却速度 0.5°C/hr

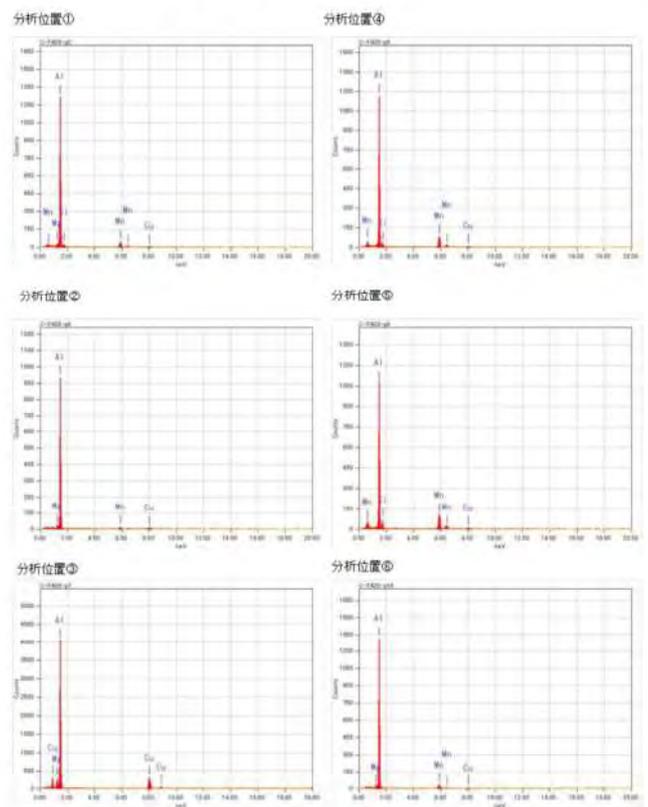
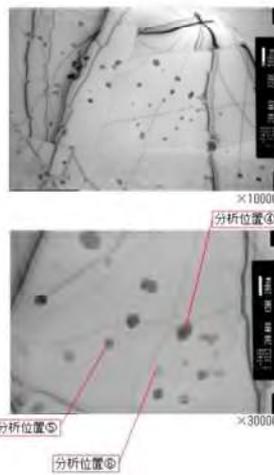
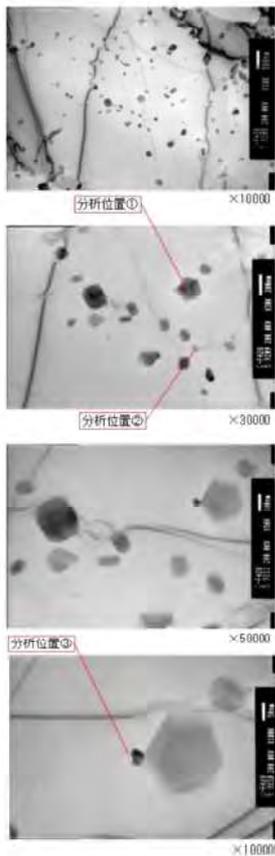
別紙 1-30 図 TEM 観察結果 (冷却速度の影響)



(a) 初期材

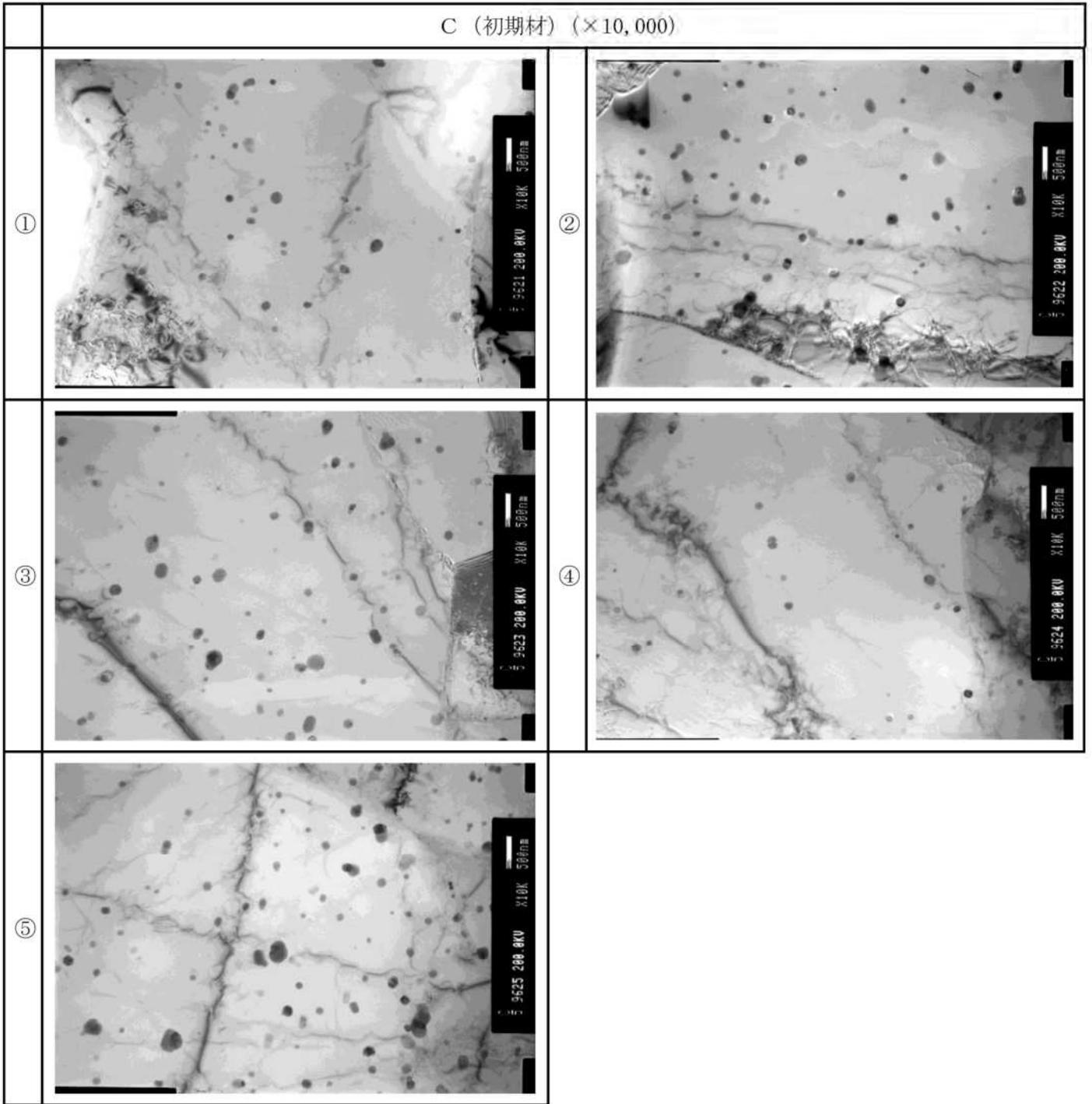


(b) 520°C × 10hr 保持 冷却速度 2°C/hr

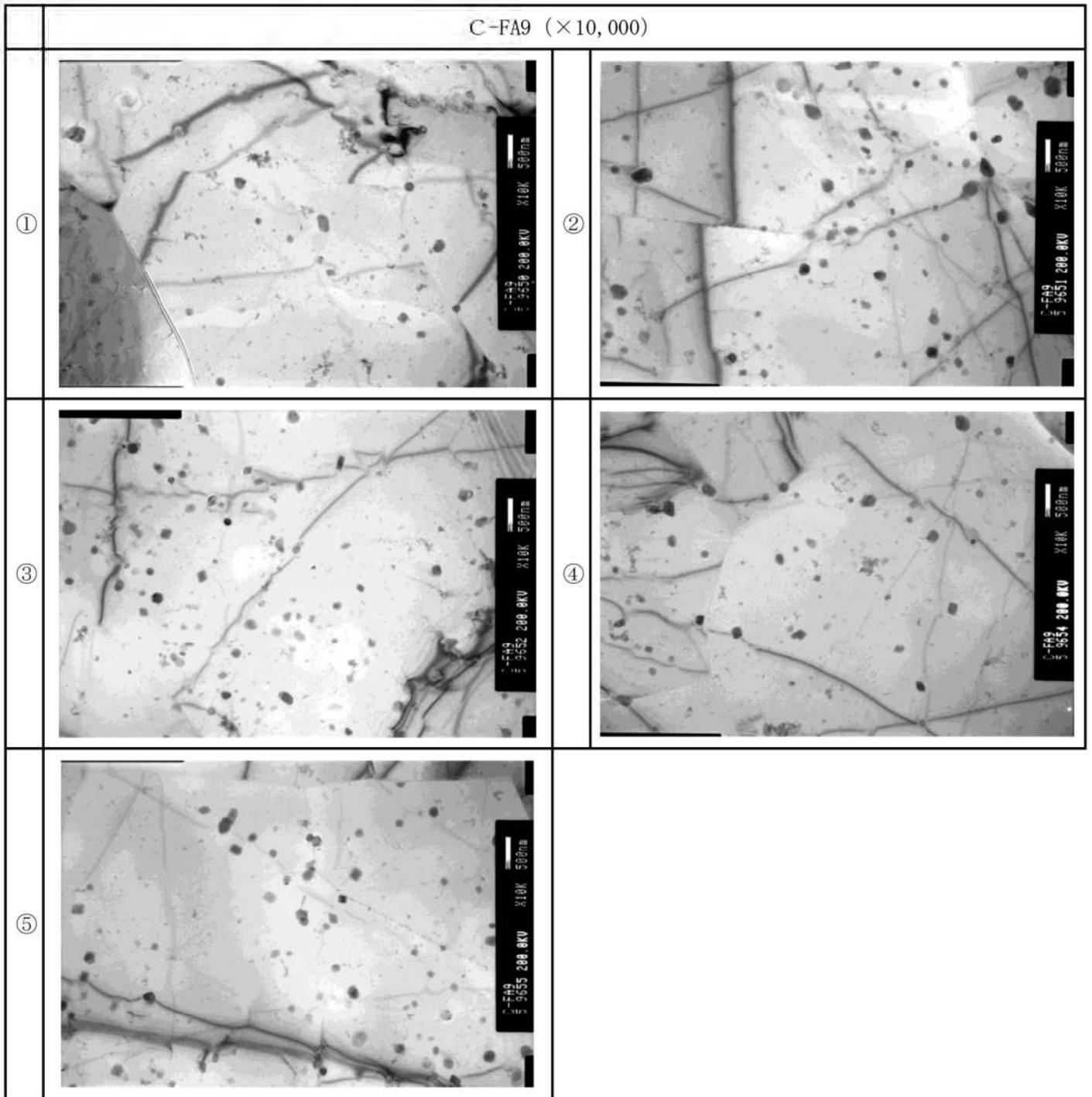


(c) 520°C × 10hr 保持 冷却速度 0.3°C/hr

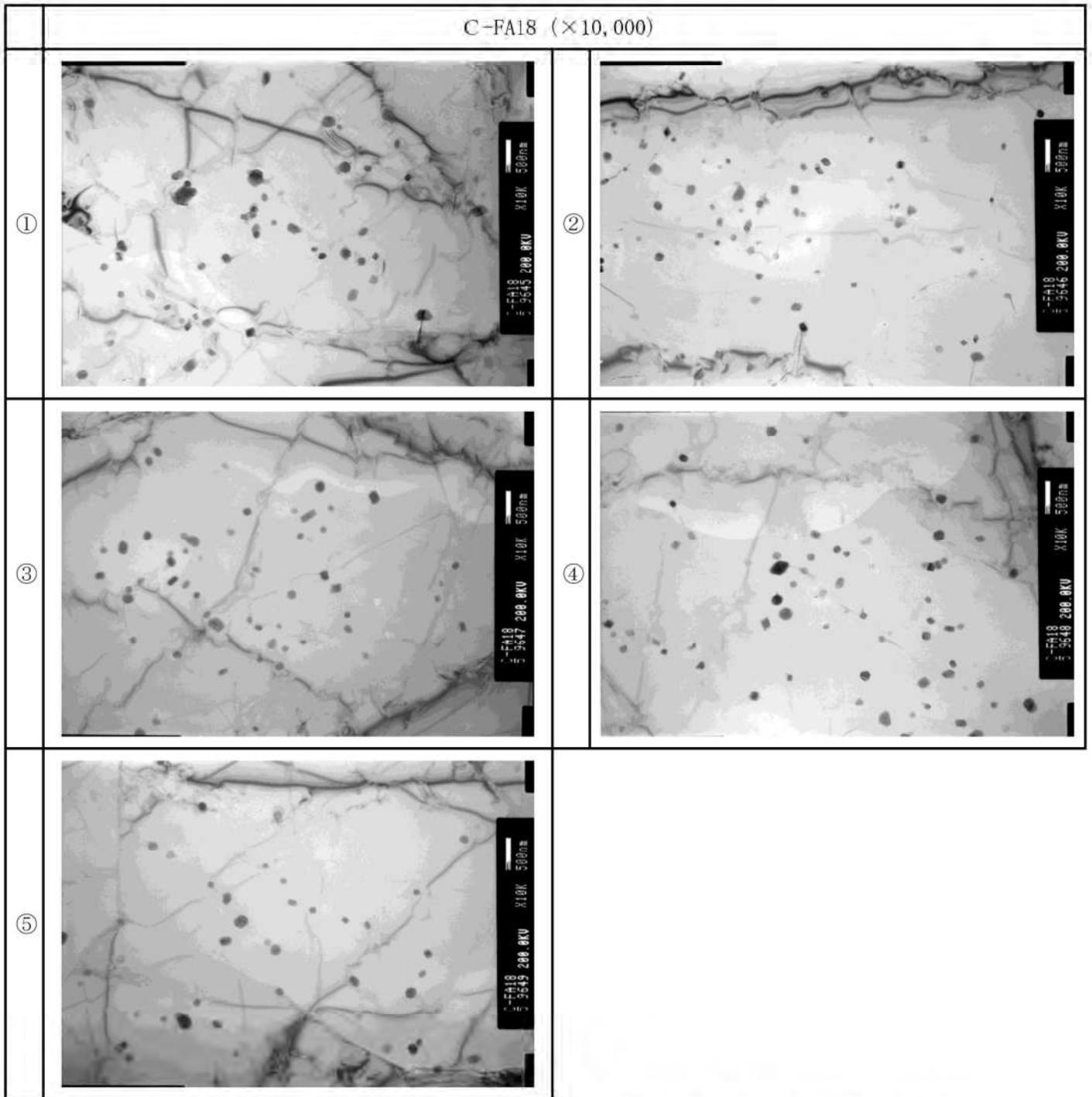
別紙 1-31 図 EDS による析出部確認結果 (冷却速度の影響)



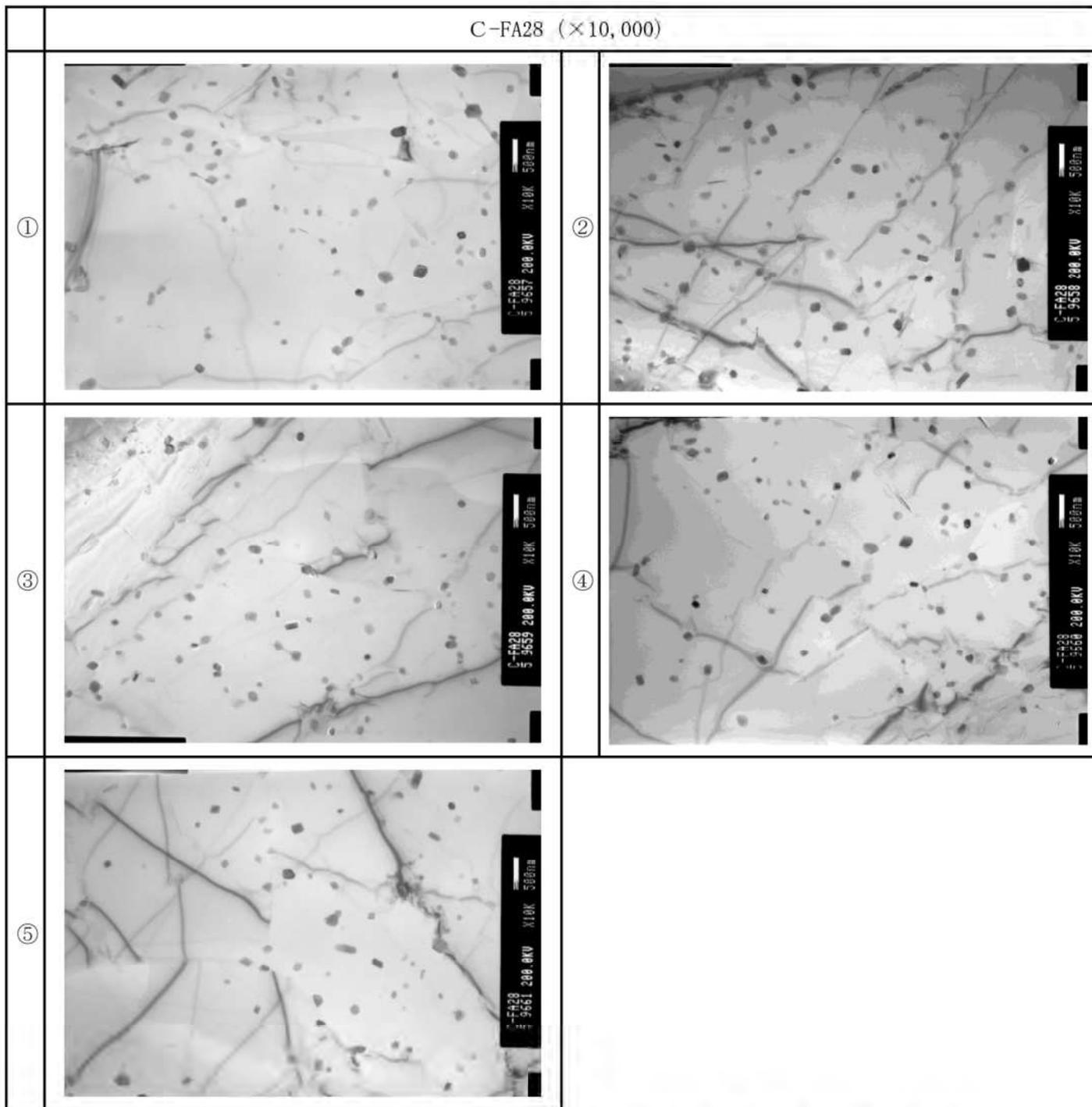
別紙 1-32 図 初期材の TEM 組織観察結果



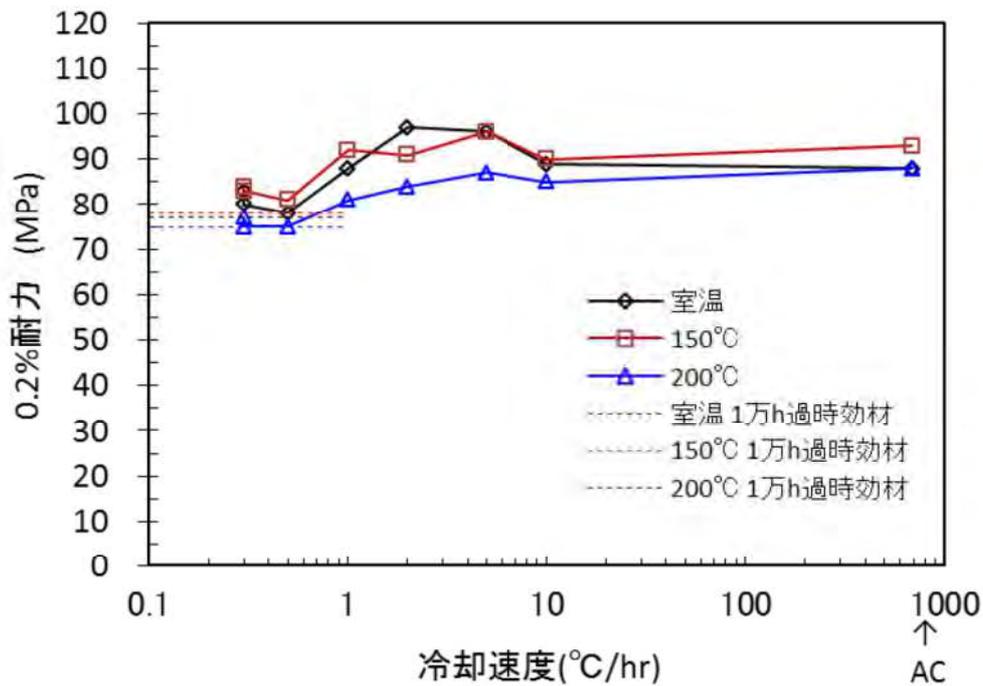
別紙 1-33 図 520°C×10hr 保持後 2.0°C/hr での制御冷却処理材の TEM 組織観察結果



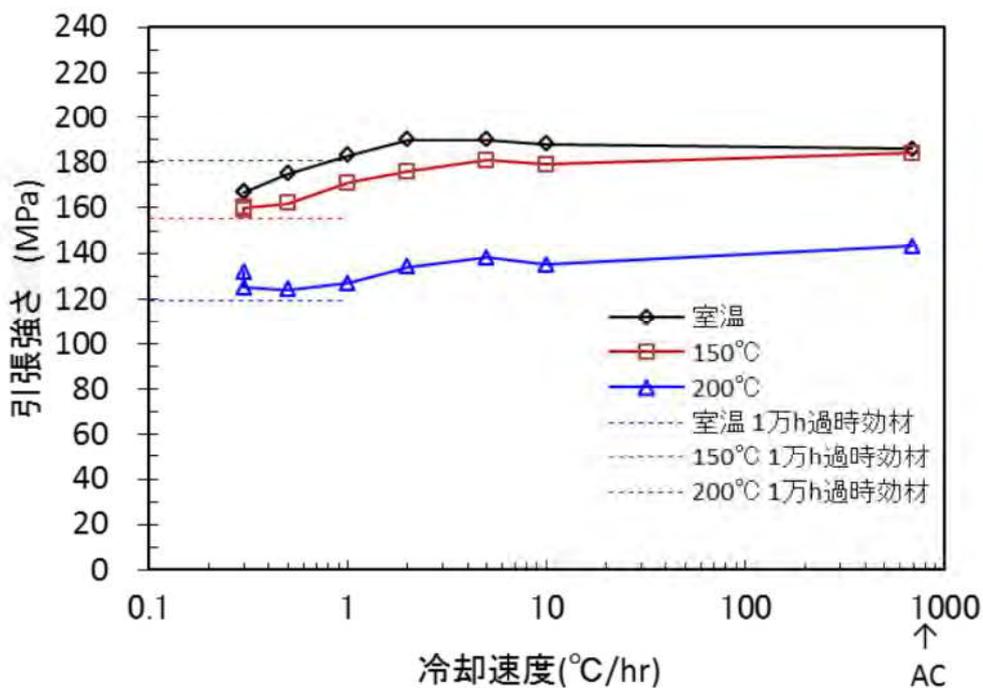
別紙 1-34 図 520℃×10hr 保持後 0.5℃/hr での制御冷却処理材の TEM 組織観察結果



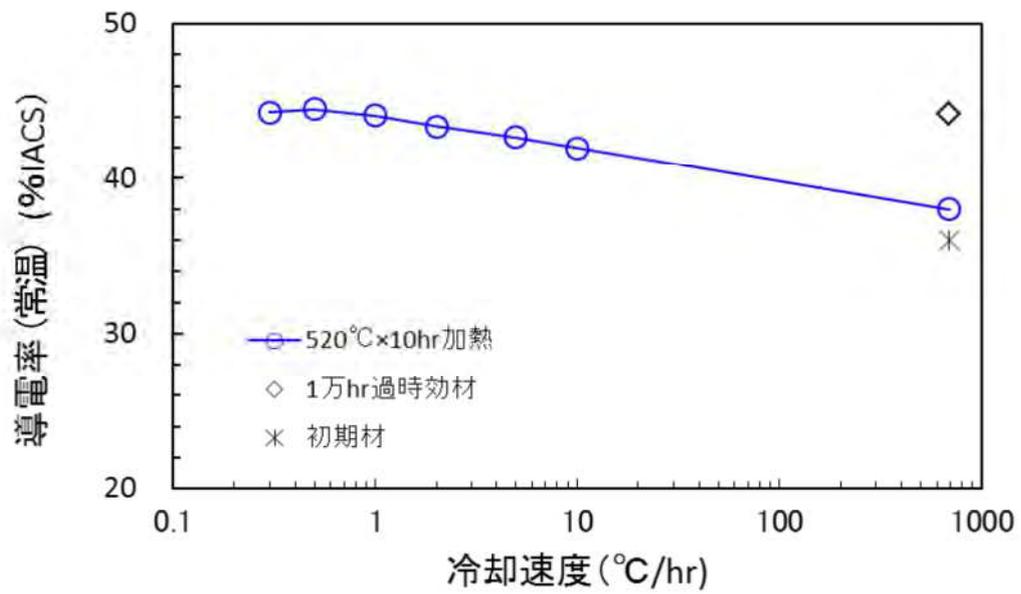
別紙 1-35 図 520℃×10hr 保持後 0.3℃/hr での制御冷却処理材の TEM 組織観察結果



別紙 1-36 図 520°C×10hr 保持後の冷却速度と 0.2%耐力の関係



別紙 1-37 図 520°C×10hr 保持後の冷却速度と引張強さの関係



別紙 1-38 図 520°C×10hr 保持後の冷却速度と導電率の関係

別紙 1-6 表 冷却速度と強度及び導電率の関係 (520°C × 10hr 保持)

冷却速度 (°C/hr)	試験温度 (°C)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	導電率 (%IACS) 常温計測値
空冷	23	88	186	38.5
	150	93	184	
	200	88	143	
10	23	89	188	42.0
	150	90	179	
	200	85	135	
5	23	96	190	42.7
	150	96	181	
	200	87	138	
2	23	97	190	43.4
	150	91	176	
	200	84	134	
1	23	88	183	44.1
	150	92	171	
	200	81	127	
0.5	23	78	175	44.5
	150	81	162	
	200	75	124	
0.3	23	83	167	44.3
		80	167	
	150	83	160	
		84	159	
	200	77	132	
		75	125	

4.4 強度特性

前項までに確認した完全焼なまし条件（520℃×10hr 保持後、0.3℃/hr で制御冷却）にて処理した供試材（別紙 1-3 表に示す 3 標本）を用いて強度特性を確認した。

別紙 1-39 図に完全焼なまし処理後の組織を、別紙 1-40 図及び別紙 1-41 図に 10,000hr 長時間過時効熱処理材（250℃及び 300℃）及び完全焼なまし処理材の各試験温度における引張試験結果を示す。また、別紙 1-40 図及び別紙 1-41 図の試験データを別紙 1-7 表から別紙 1-9 表に示す。

別紙 1-39 図に示すとおり、表層においては、別紙 1-23 図及び別紙 1-24 図と同様に再結晶に伴う等軸粒及び異常粒成長組織が確認され、2.1 項に示す（3）加工硬化及び（4）組織微細化はキャスク供用期間中に想定される変化を、4.5 項に示す拡散現象を考慮しても十分再現できていると判断できる。

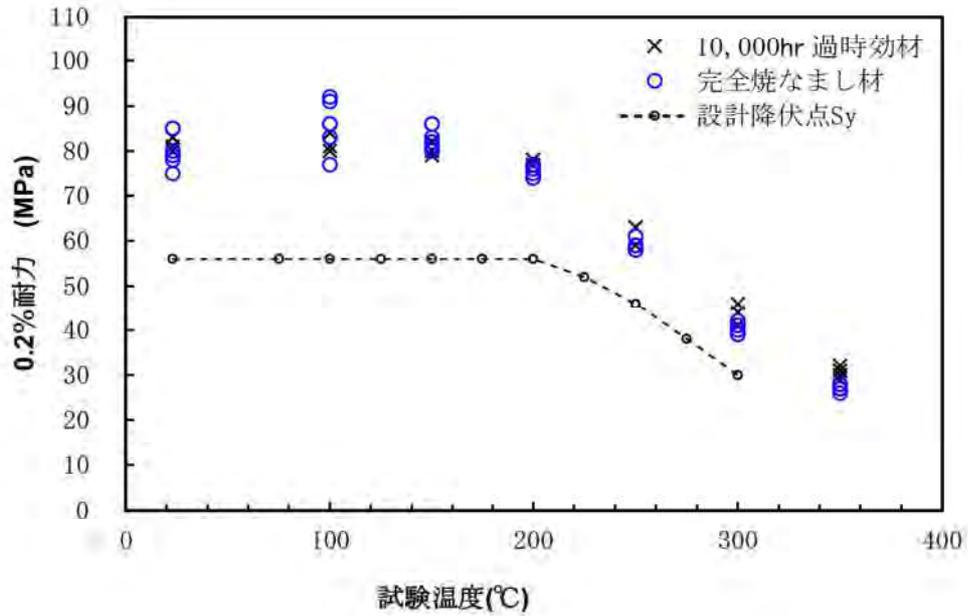
また、別紙 1-40 図及び別紙 1-41 図に示すとおり、10,000hr 長時間過時効熱処理材と完全焼なまし処理材の強度特性は同等である。ただし、長時間過時効熱処理材と完全焼なまし処理材の比較において、完全焼なまし処理材の低温領域での引張強さが若干低強度であることが確認された。これは、別紙 1-42 図から別紙 1-44 図に示す 10,000hr 長時間過時効熱処理に伴う組織変化（組織粗大成長）に比べ、別紙 1-39 図（関連：別紙 1-28 図）の完全焼なまし処理材の組織では、組織変化（異常粒成長）が過剰に生じているためと推定される。

MSF-21P 型は、バスケットに変形が生じない設計（技術的に想定されるいかなる場合でも未臨界機能を維持するため、臨界評価体系に影響するバスケットに塑性変形を許容しない設計）であり、設計降伏点（ S_y ）を重視した設計としている。設計降伏点（ S_y ）は、別紙 1-40 図に示すとおり、材料評価結果に比べ十分な裕度を有するため、当該長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理により得られた設計強度を MSF-21P 型の設計に適用することに問題は無いと判断できる。

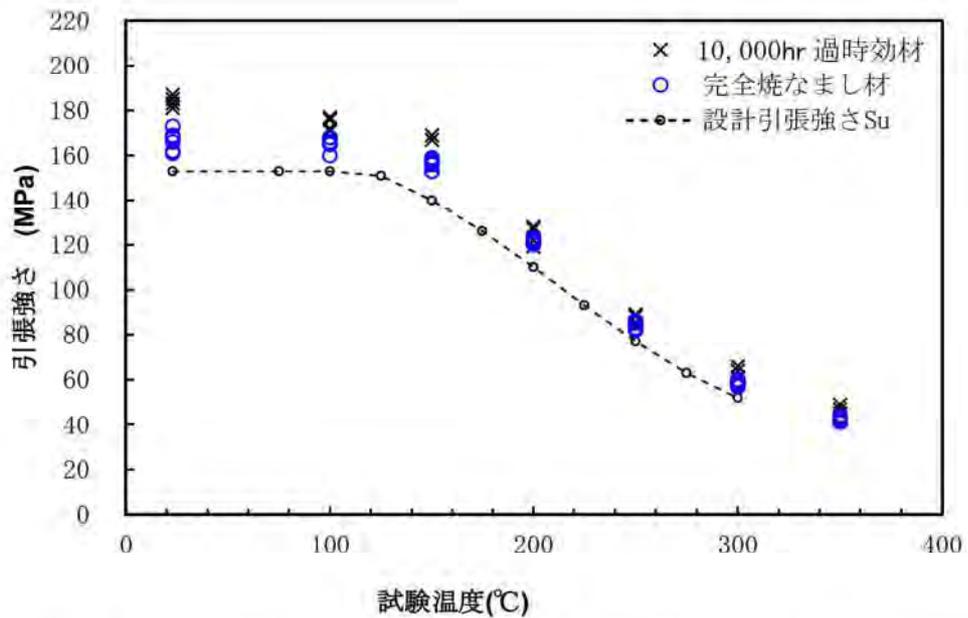
異常粒成長が確認されていない 520℃×10hr 保持後に 0.5℃/hr で冷却した完全焼なまし処理材と長時間過時効熱処理材との強度特性を比較した結果を別紙 1-45 図及び別紙 1-46 図に示す。別紙 1-45 図及び別紙 1-46 図に示すとおり、異常粒成長が生じていない場合は強度特性が有意に低下しないことが確認できた。したがって、異常粒成長を生じた 520℃×10hr 保持後に 0.3℃/hr で冷却した完全焼なまし処理材をもとに設計基準値を設定することは保守的な扱いとなる。

供試材 符号	表層	板厚中央
A		
B		
C		

別紙 1-39 図 520°C×10hr 保持 0.3°C/hr 冷却時の組織
(完全焼なまし処理材)



別紙 1-40 図 520°C×10hr 保持 0.3°C/hr 冷却処理材（完全焼なまし処理材）及び 10,000hr 長時間過時効熱処理材の試験温度と 0.2%耐力の関係



別紙 1-41 図 520°C×10hr 保持 0.3°C/hr 冷却処理材（完全焼なまし処理材）及び 10,000hr 長時間過時効熱処理材の試験温度と引張強さの関係

別紙 1-7 表 完全焼なまし処理材の引張強度特性

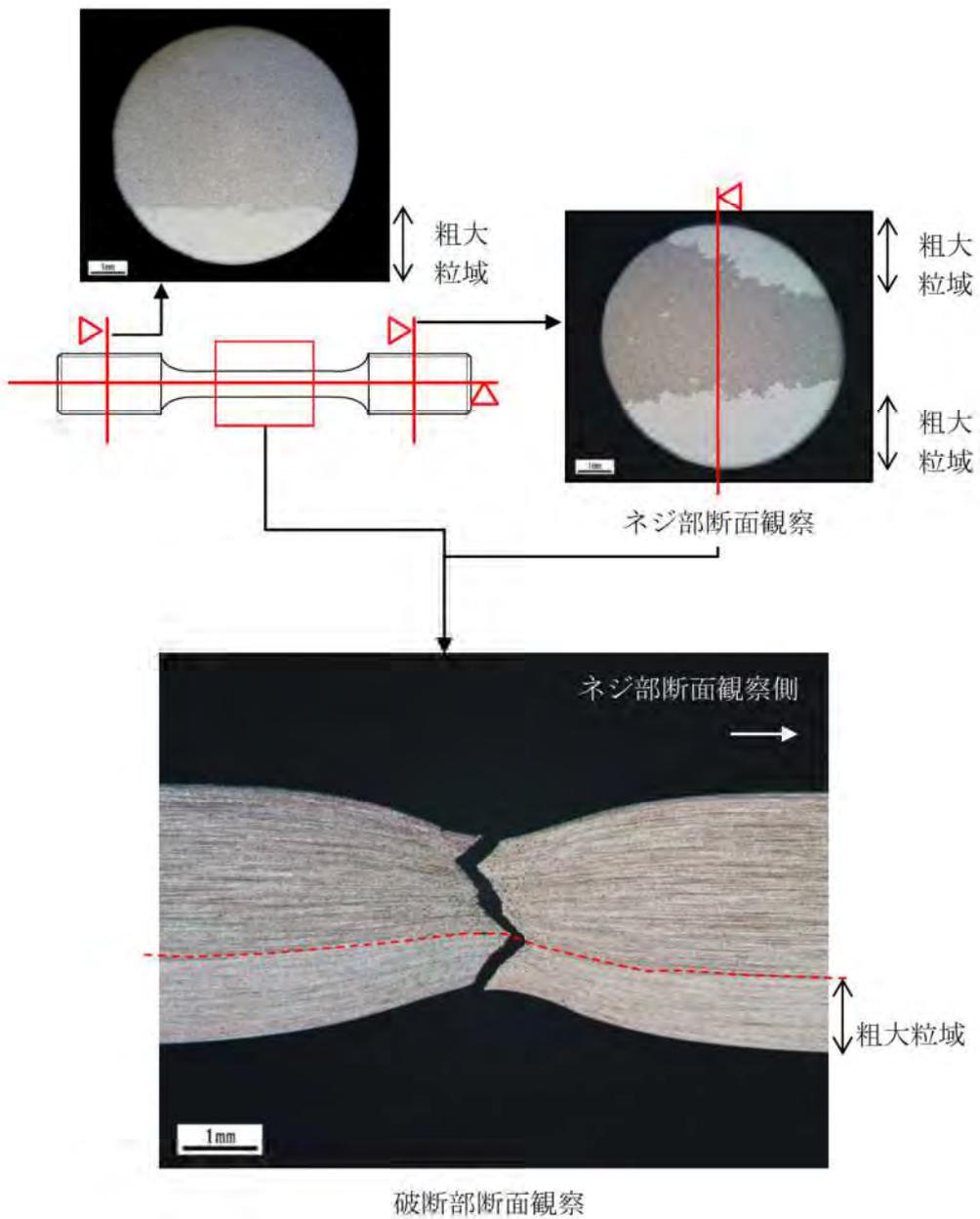
供試材 符号	A		B		C	
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
23	80	162	85	173	78	168
	75	161	85	169	79	166
100	77	160	91	168	83	165
	86	165	92	168	86	166
150	80	153	86	157	82	156
	83	153	86	159	81	158
200	75	121	77	121	74	122
	74	120	76	121	77	123
250	58	82	59	83	59	85
	58	83	59	83	61	86
300	39	57	41	59	41	60
	39	58	40	59	42	60
350	26	41	27	43	28	43
	27	41	27	42	28	44

別紙 1-8 表 長時間過時効熟処理材の引張強度特性
(250°C×10,000hr 保持)

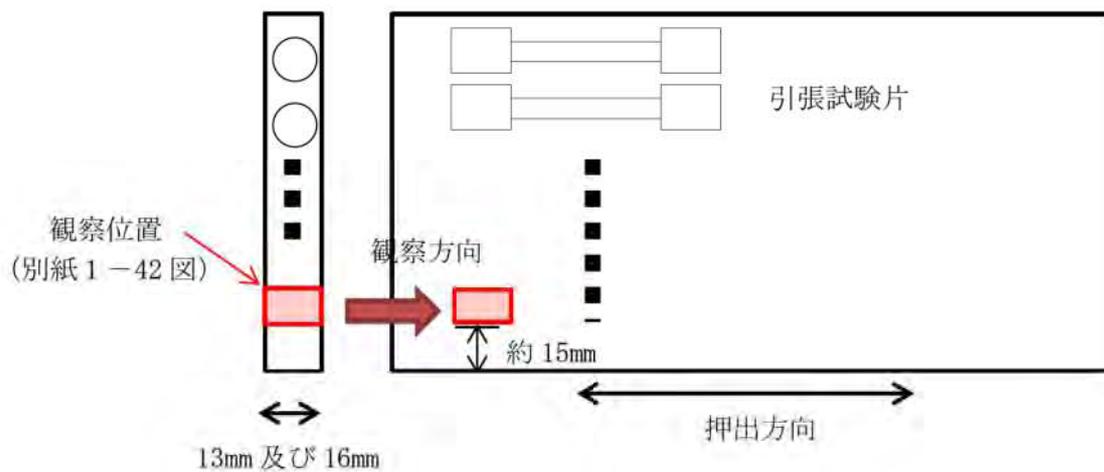
供試材 符号	A		B		C	
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
23	88	187	82	178	83	183
23	83	181	80	177	83	181
100	85	175	81	168	84	172
100	85	175	82	168	84	171
150	87	161	80	152	82	155
150	85	156	78	152	82	155
200	78	120	75	118	78	122
200	78	119	75	119	78	119
250	63	88	61	86	63	89
250	64	87	60	84	63	88
300	45	65	44	63	46	66
300	45	64	44	63	44	64
350	29	45	29	46	31	47
350	30	47	28	45	32	49

別紙 1-9 表 長時間過時効熟処理材の引張強度特性
(300°C×10,000hr 保持)

供試材 符号	A		B		C	
	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)
23	86	193	78	183	81	187
23	82	186	77	181	80	185
100	84	181	81	174	81	177
100	84	181	80	173	80	176
150	87	176	79	166	80	167
150	84	173	79	166	79	169
200	78	128	76	128	77	128
200	77	128	76	128	77	127
250	62	88	59	86	59	85
250	62	87	58	84	59	84
300	41	61	42	62	41	61
300	42	62	41	61	41	61
350	28	44	28	44	30	45
350	29	46	27	43	29	45

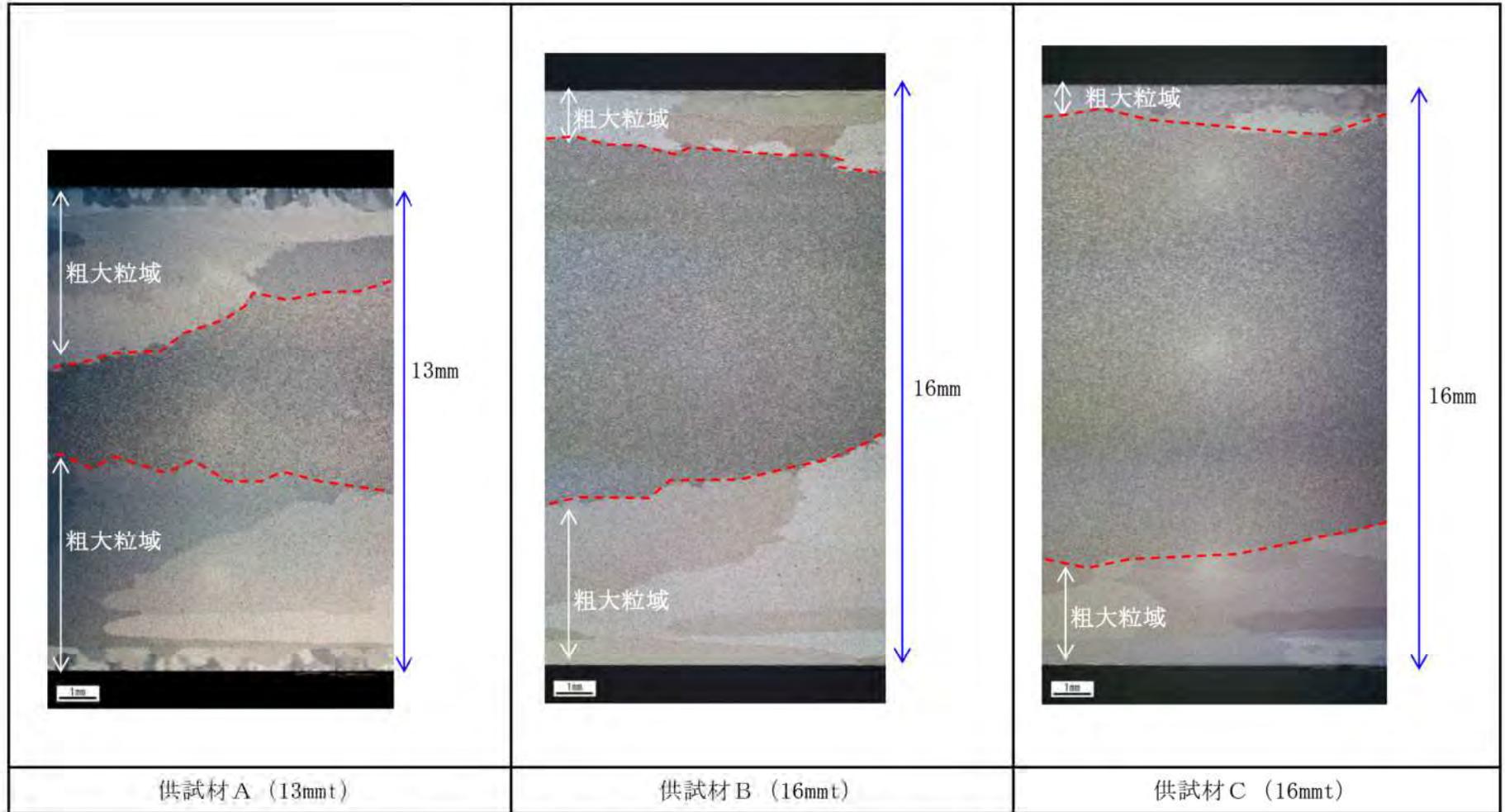


別紙 1-42 図 MB-A3004 (供試材 A) の常温引張試験突き合わせ断面の組織観察結果

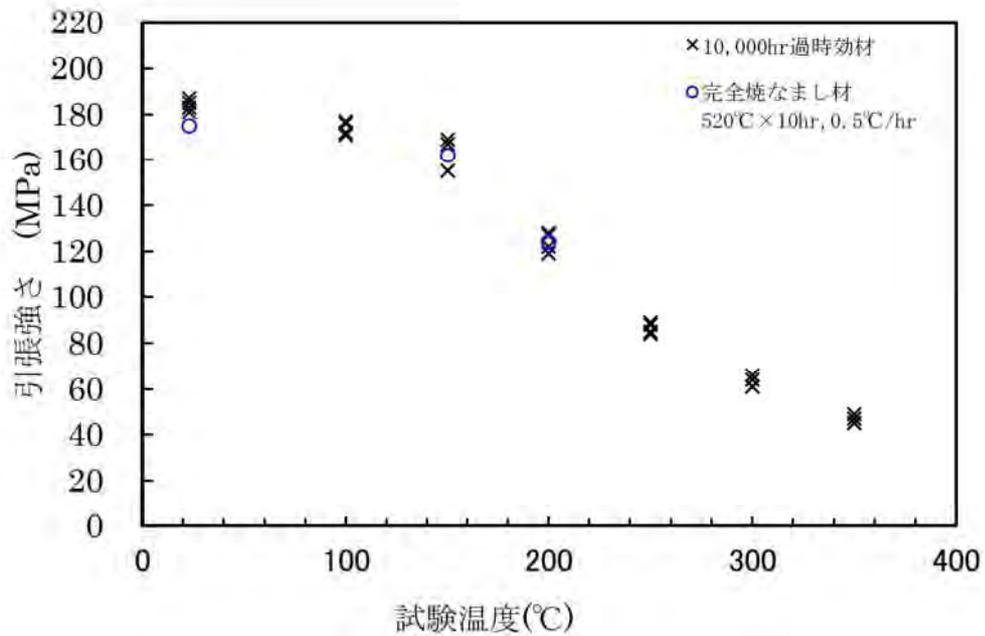


(注1) 各種試験片は引張試験平行部が板厚中心部となるようサンプリングを行っている。

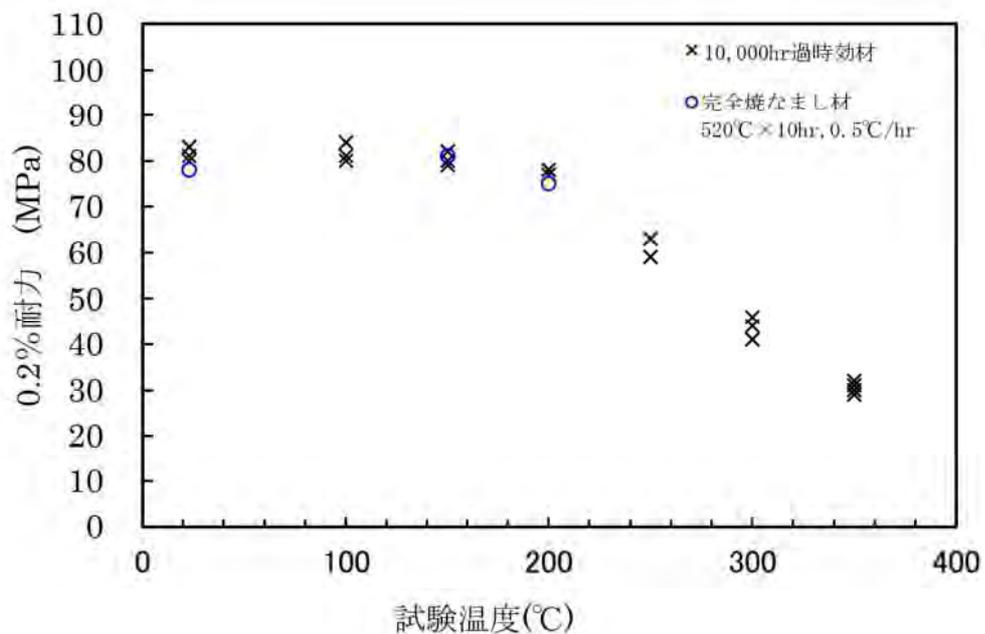
別紙 1-43 図 組織観察試験片採取位置



別紙 1-44 図 MB-A3004 供試材組織観察結果 (板全厚)



別紙 1-45 図 完全焼なまし処理材 (520°C×10hr 保持、0.5°C/hr 冷却) と長時間過時効熱処理材の比較 (引張強さ)



別紙 1-46 図 完全焼なまし処理材 (520°C×10hr 保持、0.5°C/hr 冷却) と長時間過時効熱処理材の比較 (0.2%耐力)

4.5 熱処理条件の妥当性

別紙 1-1 図及び別紙 1-4 図に示す長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理において、供用期間中の主成分の拡散の観点から妥当性を評価した。

各成分における拡散距離の計算結果を別紙 1-10 表に示し、アルミニウム母相中の各元素の拡散データを別紙 1-11 表に示す。

各評価温度での拡散係数を下記 (1.1) 式に基づき算出し、フィックの法則により濃度依存しないものと仮定すると拡散距離は拡散係数と拡散時間の積に比例する (1.2) 式で表される。⁽³⁾ 本項では、厳密な拡散距離の算出ではなく、温度により拡散距離が、キャスク供用期間における拡散距離 < 熱処理による拡散距離 となっていることを確認のため実施したものである。

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{R T}\right) \dots\dots\dots (1.1)$$

ここで、計算式中の記号は以下のとおりである。

- D : 拡散係数 (m²/s)
- D₀ : 振動数項 (m²/s)
- Q : 拡散の活性化エネルギー (kJ/mol)
- R : 気体定数 (8.3145 (J/mol・K))
- T : 温度 (K)

$$x \propto \sqrt{D t} \dots\dots\dots (1.2)$$

ここで、計算式中の記号は以下のとおりである。

- x : 拡散距離 (m)
- D : 拡散係数 (m²/s)
- t : 拡散時間 (s)

別紙 1-10 表に示すとおり、60 年間の供用期間同一温度を想定 (60 年間 200°C 一定) した拡散距離と別紙 1-1 図に示す長期間過時効熱処理及び別紙 1-3 図に示す完全焼なまし処理の処理条件の拡散距離とを比較すると、供用期間中に想定される拡散距離に比べて各処理に伴う拡散距離が大きいことから、供用期間中の熱影響として拡散の観点から十分な熱ばく露を実施していると判断できる。

別紙 1-10 表 各構成成分におけるアルミニウム母相中の拡散距離(1/3) (200℃)

	保持時間における拡散距離 (μm) (注1)				
	10 hr	10,000hr (1.1年)	20,000hr (2.3年)	100,000hr (11.4年)	530,000hr (60.5年)
Al-Al	3.6E-02	1.1	1.6	3.6	8.2(1)
Al-Si	0.2	5.0	7.1	16.0	36.7(1)
Al-Fe	2.3E-02	0.7	1.0	2.3	5.3(1)
Al-Cu	8.1E-02	2.6	3.6	8.1	18.7(1)
Al-Mg	0.1	3.9	5.5	12.3	28.4(1)
Al-Mn	0.2	6.7	9.4	21.0	48.5(1)

(注1) ()内数値は、200℃×530,000hrの拡散距離を1と規格化した場合の比

別紙 1-10 表 各構成成分におけるアルミニウム母相中の拡散距離(2/3) (300℃)

	保持時間における拡散距離 (μm) (注1)				
	10 hr	10,000hr (1.1年)	20,000hr (2.3年)	100,000hr (11.4年)	530,000hr (60.5年)
Al-Al	0.8	26.4(3.2)	37.4(4.5)	83.6	192.4
Al-Si	2.5	79.1(2.2)	111.8(3.0)	250.1	575.7
Al-Fe	0.5	14.6(2.7)	20.6(3.9)	46.2	106.3
Al-Cu	1.3	42.0(2.2)	59.4(3.2)	132.7	305.5
Al-Mg	2.3	71.4(2.5)	101.0(3.6)	225.8	519.8
Al-Mn	3.0	95.4(2.0)	134.9(2.8)	301.7	694.6

(注1) ()内数値は、200℃×530,000hrの拡散距離を1と規格化した場合の比

別紙 1-10 表 各構成成分におけるアルミニウム母相中の拡散距離(3/3) (520℃)

	保持時間における拡散距離 (μm) (注1)				
	10 hr	10,000hr (1.1年)	20,000hr (2.3年)	100,000hr (11.4年)	530,000hr (60.5年)
Al-Al	52.2(6.3)	1651.0	2334.8	5220.8	12019.1
Al-Si	92.5(2.5)	2925.0	4136.5	9249.5	21294.0
Al-Fe	23.5(4.4)	743.7	1051.7	2351.7	5414.0
Al-Cu	52.0(2.8)	1645.4	2326.9	5203.1	11978.3
Al-Mg	102.4(3.6)	3237.8	4578.9	10238.7	23571.2
Al-Mn	99.3(2.0)	3140.8	4441.8	9932.1	22865.4

(注1) ()内数値は、200℃×530,000hrの拡散距離を1と規格化した場合の比

別紙 1-11 表 アルミニウム母相中の各元素の拡散データ⁽³⁾

	Al	Si	Fe	Cu	Mg	Mn
D_0 (m ² /s)	1.71×10^{-4}	3.5×10^{-5}	1.2×10^{-5}	1.5×10^{-5}	1.24×10^{-4}	2.2×10^{-5}
Q (kJ/mol)	142	124	135	126	131	120
測定温度 (K)	729-916	617-904	293-915	623-903	667-928	723-923

5. 製造条件による影響

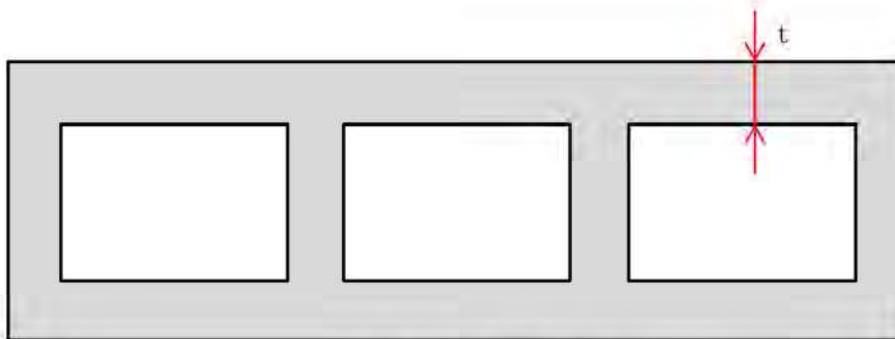
5.1 製造条件による影響

本材料と供試材の仕様について、形状、成分及び製造条件等の仕様比較を別紙 1-12 表に示す。また、バスケットプレート断面の形状図を別紙 1-47 図に示す。

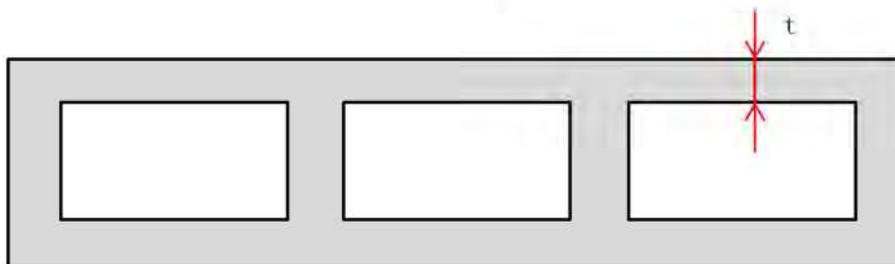
別紙 1-12 表に示すとおり、供試材は、MSF-21P 型のバスケットと同等の仕様で製造されており、本材料を代表している。

別紙 1-12 表 本材料と供試材仕様の比較

項目	本材料 (バスケットプレート)	供試材	
		(1) 供試材 A	(2) 供試材 B 及び C
記号	MB-A3004	MB-A3004	
断面形状	別紙 1-47 図(1)、(2)	別紙 1-18 図(1)	別紙 1-18 図(2)
成分 仕様	A3004	A3004	A3004
板厚 (t)	10.75mm 8.75mm (別紙 1-47 図参照)	13mm (別紙 1-18 図参照)	16mm (別紙 1-18 図参照)
押出比 (予定)	(16) 又は (20)	14	14
製 造 条 件			



(1) タイプ1-1



(2) タイプ1-2

別紙 1-47 図 バスケットプレート断面形状

5.2 押出比の影響

引用文献(7)によれば、押出比は押出材の寸法精度及び表面状態を決める因子であり、製品形状により押出比が10から80の間となるように選択することが示されている。

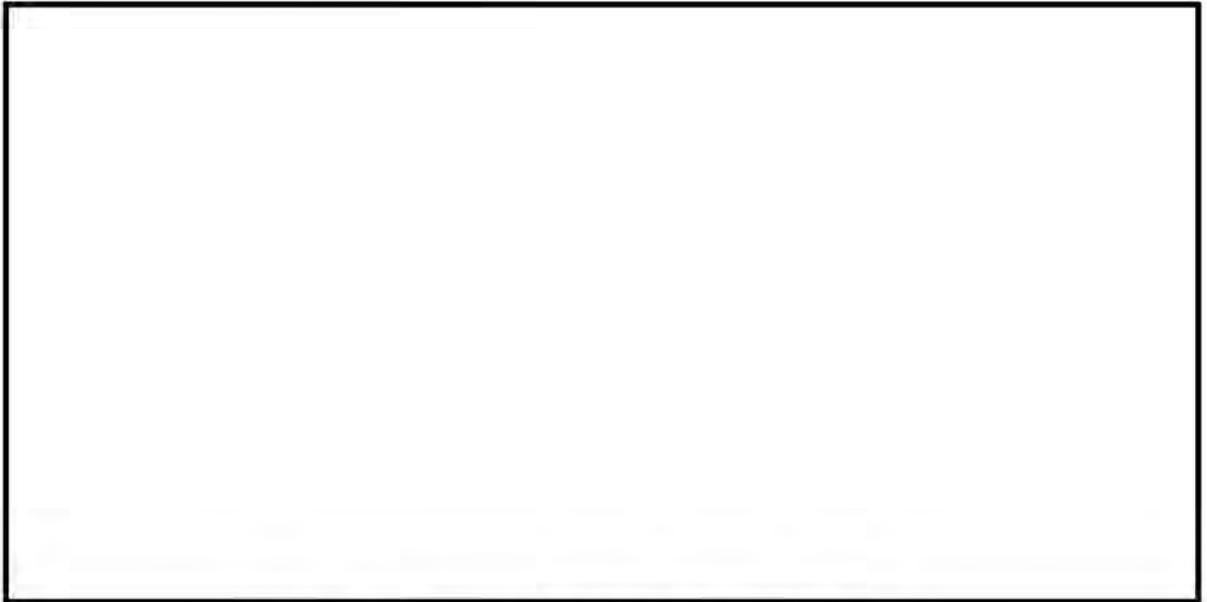
また、押出比が10以上にて材料特性が安定することが示されている例を別紙1-48図及び別紙1-49図に示す。これら文献評価により、押出比が10以上であれば、材料特性に影響しない。

供試材の押出比及び製造実績(工場生産のみ(ラボ試験を除く))を有する押出比を別紙1-13表に示す。別紙1-13表に示すとおり、幅広い押出比による製造及び材料特性確認を実施しており、規定のとおり押出比が10以上で問題無いことを確認している。

したがって、文献評価及び製造実績の結果、押出比が10以上であれば材料特性は変わらないとする規定は妥当である。



別紙 1-48 図 A7091-T7 合金の押出比と耐力及び破壊靱性値の関係⁽⁸⁾



別紙 1-49 図 A5056 基複合材の押出比と強度の関係⁽⁹⁾

別紙 1-13 表 供試材及び製造実績の押出比一覧 (注1)

項目	供試材形状	記号
		MB-A3004
特性評価供試材	別紙 1-47 図(1)	14
	別紙 1-47 図(2)	14
製造実績		14～35

(注1) 押出比は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であり、端数は四捨五入した整数表記とした。

製造実績の押出比は工場生産（押出材の寸法精度、表面状態確認のみ実施した生産を含む）の実績値であり、ラボ試験は除く。

5.3 押出温度・押出速度及び押出後の冷却速度の影響

一般的に、強度特性は、成分、押出後の熱処理及び冷間加工による影響が大きいことから、JIS等の関連規格において製造条件（押出温度及び押出速度）は規定されていない。

引用文献(7)、(10)によれば、押出温度及び押出速度は材料特性に影響せず、主に製品寸法精度及び表面状態に影響するとしている。

別紙 1-14 表に材料特性評価の供試材製造条件を示す。MB-A3004 及び BC-A6N01 の各供試材は、別紙 1-14 表に示すとおり広範囲の押出条件にて製造しており、本供試材を対象として長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理を施し材料評価を実施している。材料特性の評価結果からは、押出条件による有意な特性差は確認されていないことから、製造条件は材料特性に有意な影響は及ぼさないと判断している。

また、押出後の冷却速度の影響について、強制空冷等の強冷却を施した場合は、強度特性が向上する。BC-A6N01 材の 7%B₄C 材を対象として冷却速度の影響を確認した例として、引張試験結果を別紙 1-50 図及び別紙 1-15 表に示す。なお、試験に適用した試験片の採取位置は別紙 1-51 図及び別紙 1-52 図に、供試材の成分は別紙 1-16 表に示すとおりである。当該強度特性の向上は冷却ひずみ及び BC-A6N01 の場合は Mg₂Si の析出状態（微細化）により生じるものであり、供用期間中の熱ばく露により軟化（転位解放及び Mg₂Si の粗大化）するものであることから、押出後の冷却速度は 60 年間の供用期間経過後の強度設定に影響するものではない。

(参考)

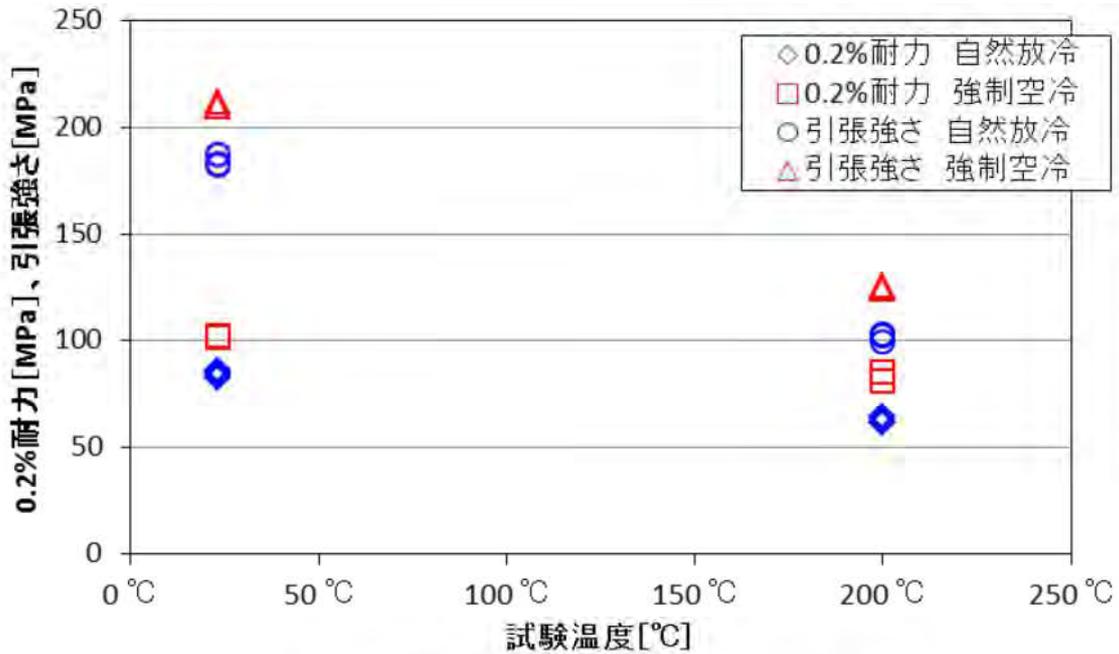
製造条件は押出設備によっても変わるものであり、材料特性に大きな影響を及ぼさないことから、生産性及び経済性の観点から安定して生産できる製造条件を選定している。

また、対象となる MB-A3004 及び BC-A6N01 に製造過程及び供用環境において考慮すべき相変化が無いことから、成分、押出後の処理（H112 及び T1）を規定することで材料管理が可能であると判断できる。

別紙 1-14 表 供試材の押出条件

供試材形状	MB-A3004			BC-A6N01		
	温度 (℃)	速度 (m/min)	冷却 方法	温度 (℃)	速度 (m/min)	冷却 方法
特性評価 供試材			自然 放冷			—
			—			—
			—			自然 放冷
			—			
			—			
製造実績			自然 放冷			自然 放冷
		—				

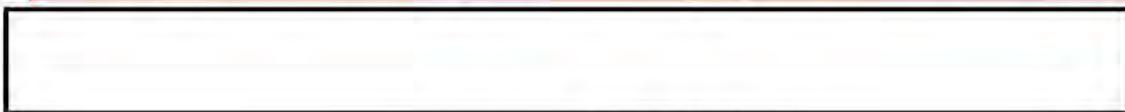
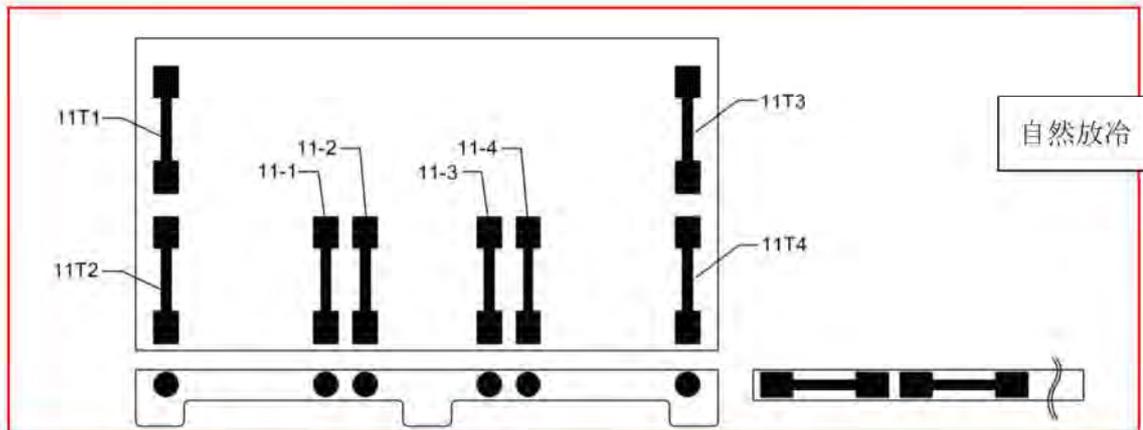
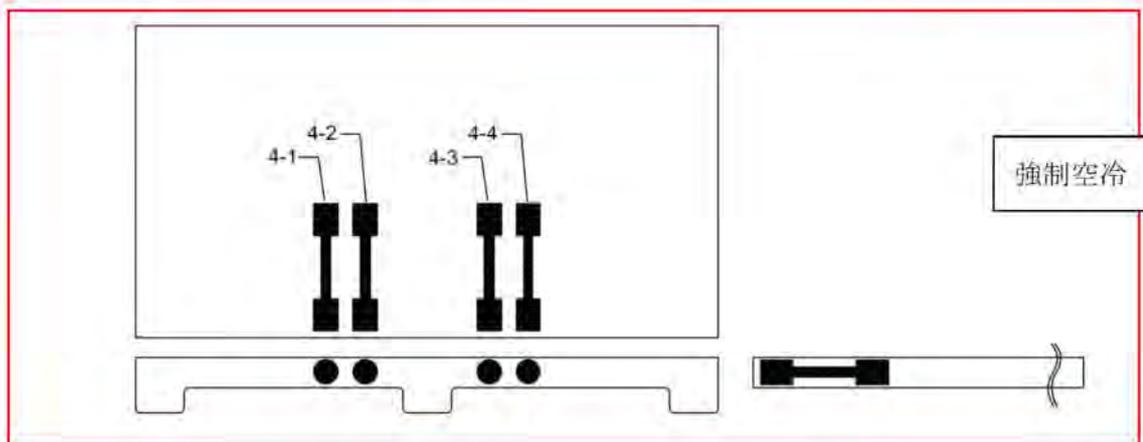
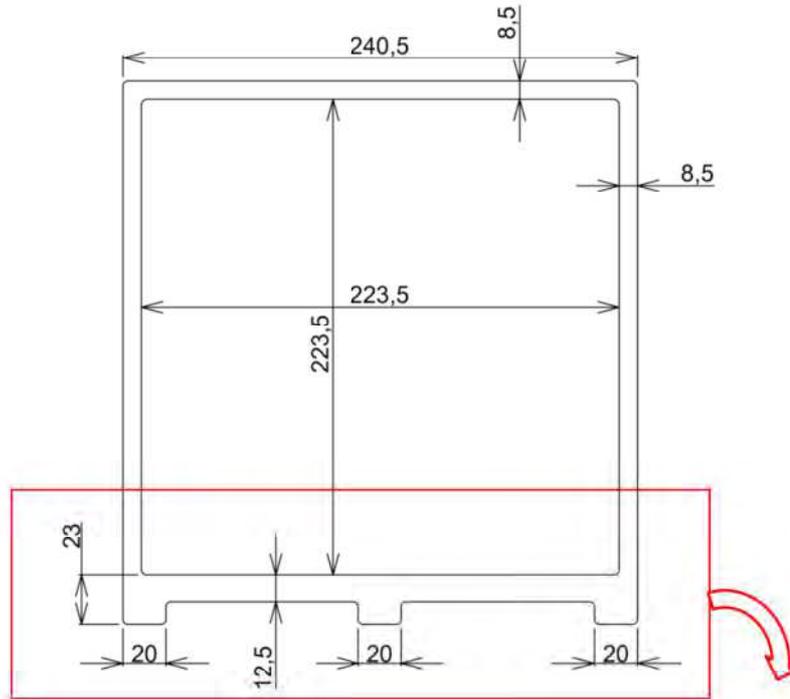
(注 1) 条件は工場生産条件（押出材の寸法精度及び表面状態確認のみ実施した生産条件を含む）であり、ラボ試験条件は除く。



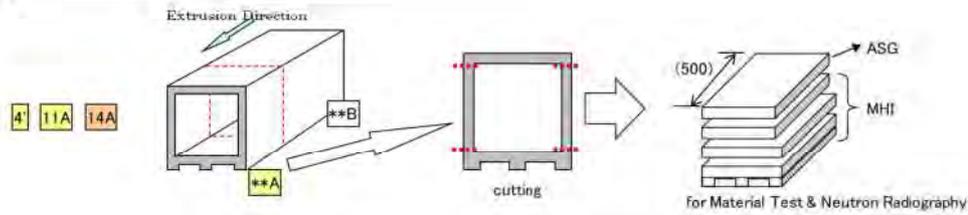
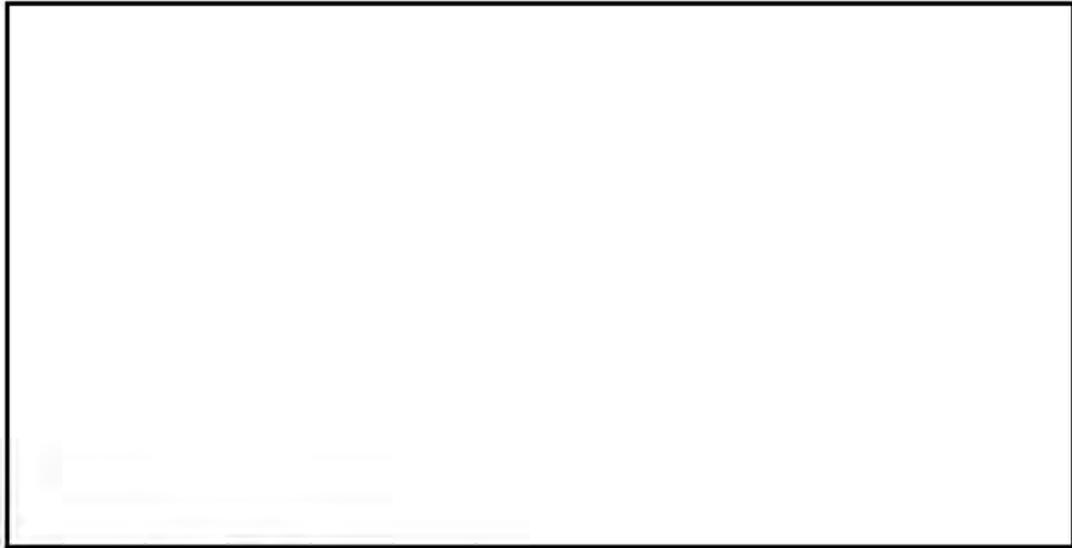
別紙 1-50 図 押出後冷却方式と強度特性の関係

別紙 1-15 表 押出後の冷却速度の影響 (BC-A6N01 ; 7%B₄C 材)

項目	試験温度 (°C)	試験片 No.	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
強制空冷	23	4-1	102	212	17.0	31.8
		4-2	101	210	17.3	35.5
自然放冷 肉厚部	23	11T1	85	187	17.3	34.5
		11T2	86	187	16.7	31.3
自然放冷 一般部	23	11-1	82	183	19.3	37.3
		11-2	84	182	19.3	36.4
強制空冷	200	4-3	81	124	31.7	62.2
		4-4	85	125	27.0	57.8
自然放冷 肉厚部	200	11T3	64	103	36.0	63.3
		11T4	64	103	32.3	62.3
自然放冷 一般部	200	11-3	62	102	38.0	66.6
		11-4	61	99	38.3	65.1



別紙 1-51 図 試験片採取位置



別紙 1-52 図 押出全体概要図と試験片採取位置

別紙 1-16 表 供試材成分及びピレット仕様

化学成分	アルミニウム合金成分 (mass%)											添加成分
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	その他		Al	B+C (B ₂ C)
									個々	合計		
規格値	0.50 ~0.9	0.35 以下	0.35 以下	0.50 以下	0.40 ~0.8	0.30 以下	0.25 以下	0.10 以下	0.05 以下	0.15 以下	残部	6.9 ~7.1
	0.82	0.19	0.001	0.002	0.69	0.002	0.004	0.007	—	—	残部	7.0
	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃
	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃
	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃
	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃

(注 1)

無断複製・転載禁止 三菱重工業株式会社

内は商業機密のため、非公開とします。

6. まとめ

MB-A3004 において、供用期間（60 年間）中の材料特性変化を長時間過時効熱処理及び完全焼なまし処理方法により確認した。

両方法ともに安定な状態まで各処理した材料にて材料特性評価した結果、供用期間中の有意な強度特性変化が無いものと判断できる。また、各設計強度を設定するにあたり、当該検証データを基に設定することに問題ないものと判断される。

7. 引用文献

- (1) 小林俊郎ら、アルミニウム合金の強度、内田老鶴圃、(2001)
- (2) 社団法人軽金属協会、アルミニウム材料の基礎と工業技術、(1985)
- (3) 一般社団法人軽金属学会、アルミニウムの組織と性質、(1991)
- (4) 新版/アルミニウム技術便覧、軽金属協会、カロス出版
- (5) ASM International、Binary Alloy Phase Diagrams Second Edition Vol.1
- (6) 軽金属 第30巻 第6号(1980)、グエン・コン・ダンら著、Al-1.1%Mn 合金における析出・再結晶挙動および再結晶集合組織
- (7) Furukawa-Sky Review、No.4、(2008)
- (8) 押出し加工、日本塑性加工学会編、コロナ社(1992年)
- (9) 公開特許公報 特開平 11-36975 図1、本田技研工業(株)
- (10) 松岡ら、軽金属、第50巻第5号、(2000)