JAEA-Research
2013-004

超高温ガス炉用等方性黒鉛（IG-110, IG-430）の酸化特性評価

—空気酸化による密度分布と圧縮強度の変化—

Evaluation of Oxidation Characteristics of Fine-grained Graphites (IG-110 and IG-430) for Very High Temperature Reactor
- Changes in Density Distribution and Compressive Strength Caused by Air-oxidation -

藤田 一郎　衛藤 基邦　大崎 弘貴　柴田 大受
角田 淳弥　小西 隆志　山地 雅俊　國本 英治

Ichiro FUJITA, Motokuni ETO, Hirotaka OHSAKI, Taiju SHIBATA
Junya SUMITA, Takashi KONISHI, Masatoshi YAMAJI and Eiji KUNIMOTO

原子力エネルギー基盤連携センター
黒鉛・炭素材料挙動評価特別グループ

Special Group for Graphite & Carbon Materials Characterization
Nuclear Engineering Research Collaboration Center

July 2013

Japan Atomic Energy Agency　日本原子力研究開発機構

JAEA-Research

本レポートは独立行政法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。
本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。
なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ（http://www.jaea.go.jp）
より発信されています。

独立行政法人日本原子力研究開発機構　研究技術情報部　研究技術情報課
〒319-1195　茨城県那珂郡東海村白方白根 2 番地 4
電話 029-282-6387, Fax 029-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency
Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to
Intellectual Resources Section, Intellectual Resources Department,
Japan Atomic Energy Agency
2-4 Shirakata Shirane, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan
Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

© Japan Atomic Energy Agency, 2013

JAEA-Research 2013-004

超高温ガス炉用等方性黒鉛（IG-110, IG-430）の酸化特性評価
―空気酸化による密度分布と圧縮強度の変化―

日本原子力研究開発機構
原子力エネルギー基盤連携センター 黒鉛・炭素材料挙動評価特別グループ

藤田　一郎*、衛藤　基邦*、大崎　弘貴※1、柴田　大受、角田　淳弥+、小西　隆志※1、
山地　雅俊※1、國本　英治※1

(2013 年 4 月 4 日受理)

高温ガス炉や第四世代の超高温ガス炉（VHTR）の炉心構造物には黒鉛が使用される。黒鉛は高温において炉内の冷却材ヘリウムガス中の不純物や空気侵入事故時の酸素ガス等により酸化する恐れがある。このため、黒鉛の酸化特性およびそれに伴う機械的特性の変化を評価しておくことが重要である。本研究では、高温ガス炉（VHTR を含む）用の材料である IG-110 および IG-430 黒鉛の 520～900℃における空気酸化特性及び酸化に伴う圧縮強度の変化について調べ、以下の結論を得た。1) IG-430 の酸化速度は IG-110 の半分以下であるが、活性化エネルギーはほぼ同じ 176kJ/mol である。2) 酸化による密度分布と圧縮強度の変化には相関があり、同一の酸化重量変化においては、均一酸化が生じる 600℃以下で強度が最も小さくなる。3) 酸化の進行過程においては、黒鉛試験片内のバインダー由来の結晶性の悪い部分から優先的に酸化が進行する。そのため、酸化消耗については、ガス化以外に、コークス粒子が脱離する影響も検討する必要がある。

大洗研究開発センター（駐在）：〒311-1393　茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002
＋　原子力水素・熱利用研究センター　小型高温ガス炉研究開発ユニット
※1 連携協力研究員
＊　東洋炭素株式会社

JAEA-Research 2013-004

Evaluation of Oxidation Characteristics of Fine-grained Graphites (IG-110 and IG-430) for Very High Temperature Reactor - Changes in Density Distribution and Compressive Strength Caused by Air-oxidation-

Ichiro FUJITA*, Motokuni ETO*, Hirotaka OHSAKI※1, Taiju SHIBATA, Junya SUMITA+, Takashi KONISHI※1, Masatoshi YAMAJI※1 and Eiji KUNIMOTO※1

Special Group for Graphite & Carbon Materials Characterization
Nuclear Engineering Research Collaboration Center
Japan Atomic Energy Agency
Oarai-machi, Higashiibaraki-gun, Ibaraki-ken

(Received April 4 , 2013)

Graphite materials are used for in-core components of High Temperature Gas-cooled Reactor (HTGR) and Very High Temperature Reactor (VHTR) of Generation IV reactor system. Graphite components may be oxidized by small amount of impurities in coolant helium-gas even at normal operation, as well as by air at air-ingress accident. Therefore, it is indispensable to evaluate oxidation characteristics and associated decrease in strength. In this study, by air-oxidation test at 520～900℃, oxidation characteristics of IG-110 and IG-430 graphites, supposed to be used for the core components of HTGR (including VHTR), and associated decrease in compressive strength were examined. The following results were obtained. 1) The activation energy of the air-oxidation for IG-430 is 176kJ/mol being almost same as for IG-110, though the oxidation rate for IG-430 is less than a half of that for IG-110. 2) There are correlations between density change and decrease in compressive strength. Decrease in strength is the largest in case that the oxidation temperature is lower than 600℃ where the homogenous oxidation occurs. 3) In the process of oxidation, amorphous binder regions are predominantly oxidized. It suggests that peeling-off of cokes grains is necessary to be considered for oxidation weight loss, as well as gasification.

Keywords: IG-110, IG-430, Graphite, Oxidation, Activation Energy, Density Distribution, Compressive Strength, HTGR, VHTR

+ Small-sized HTGR Research & Development Division , Nuclear Hydrogen and Heat Application Research Center

※1 Research Collaborator

* Toyo Tanso Co., Ltd.

目　次

1.　序論 ---------- 1
2.　実験方法 ---------- 2
2.1 試験片 ---------- 2
2.2 酸化試験 ---------- 2
2.3 測定方法 ---------- 3
3.　結果と考察 ---------- 4
3.1 酸化速度 ---------- 4
3.2 密度分布 ---------- 4
3.3 圧縮強度 ---------- 5
3.4 酸化表面形態 ---------- 5
4.　結論 ---------- 6
謝辞 ---------- 6
参考文献 ---------- 6

Contents

1.　Introduction ---------- 1
2.　Experiment ---------- 2
2.1 Test Specimen ---------- 2
2.2 Oxidation Experiment ---------- 2
2.3 Measurement Method ---------- 3
3.　Results and Discussion ---------- 4
3.1 Oxidation Rate ---------- 4
3.2 Density Distribution ---------- 4
3.3 Compressive Strength ---------- 5
3.4 Oxidized Surface Morphologies ---------- 5
4.　Conclusions ---------- 6
Acknowledgements ---------- 6
References ---------- 6

This is a blank page.

1. 序論

東京電力㈱福島第一原子力発電所の事故以降、原子力の安全性向上が国際的な課題になっている。高温ガス炉（HTGR: High Temperature Gas-cooled Reactor）は、炭化ケイ素（SiC）等のセラミックスで多重に被覆した直径 1mm 程度の被覆燃料粒子を用い、黒鉛を減速材、ヘリウムガスを冷却材とする、固有の安全性を有する原子炉である。高温ガス炉は、炉心から最高 1000℃近くの高温のヘリウムガスを取り出し, 水素製造等の熱源や高効率発電に用いることができ、特に高温のガスを取り出すことを目標とした超高温ガス炉（VHTR）は、第四世代原子炉システム（GEN-IV）の一つとして、国際的な共同研究が展開されている [1)]。

我が国では、日本原子力研究開発機構（以下、「原子力機構」）大洗研究開発センターの高温工学試験研究炉（HTTR: High Temperature engineering Test Reactor）を用いて、高温ガス炉の研究開発を進めている。HTTR は熱出力 30MW で、2004 年に世界で初めて原子炉出口冷却材ヘリウムガス温度約 950℃を達成した。米国においては、次世代炉として高温ガス炉の導入が検討されており、次世代原子力プラント（NGNP : Next Generation Nuclear Plant）計画において，熱出力最高 600MW、原子炉出口温度 750℃の高温ガス炉を用いて，高温蒸気を化学工業, 石油精製の分野に供給する電気/蒸気併産高温ガス炉システムの設計検討が進められている。また，中国でも出口温度約 700℃の実験炉 HTR-10（熱出力 10MW）が建設され，蒸気タービンによる発電試験が実施されている。また, 商用高温ガス炉発電プラント HTR-PM（出口温度 750℃，蒸気タービン，熱出力 250MW×2 基）の建設が進められている [1-4)]。

高温ガス炉（VHTR を含む）の炉心には、黒鉛が構造物として用いられる。黒鉛は 3000℃を超える温度においても溶融・蒸発することがなく、また、高温においても強度が劣化しない優れた高温材料である。しかし、黒鉛を高温で使用するにあたっては、酸素、水蒸気、一酸化炭素等による酸化に注意する必要がある。すなわち、高温ガス炉の冷却材ヘリウムガス中に極微量含まれる不純物や事故時に侵入する空気によって、炉心の黒鉛構造物が酸化し、当初の機能を発揮できなくなる恐れがある。そのため、炉心に使用される黒鉛の酸化特性を評価することが重要である [5-10)]。

IG-110 黒鉛および IG-430 黒鉛（東洋炭素㈱製）は、高温ガス炉の炉心構造物用等方性黒鉛材料である。特に、IG-110 は日本の HTTR や中国の HTR-10、HTR-PM などの炉心構造物用として既に採用されている [1),11)]。また、米国の NGNP 計画では IG-110 及び高性能材料である IG-430 が炉心構造物の候補材料となっている [4)]。IG-430 は、IG-110 に比べて熱的・機械的強度に加え、耐酸化性も優れているが、現時点では十分には評価されていないため、高温ガス炉の炉心構造物として適用するためには、IG-430 の機械的特性、耐酸化特性を評価し、材料データベースの整備を行うことが必要である。

本研究では、IG-430 及び IG-110 について、酸化温度をパラメータとして酸化特性を評価し、酸化後の試験片について圧縮強度を評価した結果を示す。

2. 実験方法

本研究では、以下に示す三つの試験を実施した。

1)酸化速度の温度依存性に基づく酸化の活性化エネルギーの評価

2)酸化反応による試験片内の密度分布の温度依存性と圧縮強度の評価

3)酸化による黒鉛表面の組織変化観察

一連の試験のフローチャートを **Fig.1** に示す。

2.1　試験片

試験に用いた黒鉛材料は、微粒等方性黒鉛 IG-110 と IG-430（東洋炭素㈱製）である。これらの材料は静水圧成形法によって等方的な構造と特性を有する黒鉛で、試験片形状に機械加工した後に、ハロゲンガスを用いた純化処理を行い、不純物濃度を低減させている。**Table 1**[12] に基本的な特性を記す。IG-430 は、IG-110 と比べて強度が 15～50%、熱伝導率が 15%ほど高い材料である。これまで、JT-60 や大型ヘリカル装置（LHD）をはじめとする核融合装置の第一壁に適用されている[13),14)]。

試験片は直径 25×長さ 50mm の円柱形状である。この試験片を用いて、酸化速度の温度依存性および酸化の活性化エネルギーを評価し、その後、酸化による試験片内の密度分布の温度依存性と圧縮強度を評価した。

試験片加工時に表面近傍の気孔内に加工粉が入り込んで、酸化挙動に影響を及ぼすことを避けるため、エタノール、アセトンの順に、洗浄液に黒鉛粉が混ざらなくなるまで超音波洗浄を行った。その後、150℃の乾燥機内で十分に乾燥させた。試験片の寸法および重量を計測後、一つずつ試験片番号を記したポリエチレン製袋に入れて保管した。試験片を取り扱う際には、ポリエチレン製またはラテックス製の手袋を着用し、水や水蒸気、油等の汚染を極力避けるよう留意した。

2.2　酸化試験

酸化試験は、電気マッフル炉 SAMF-20（㈱島津製作所製）を用いた。この電気マッフル炉にエアコンプレッサ AC0901（日東工器㈱製）を用いて空気を導入した。**Fig.2** に酸化試験装置の外観および模式図を、**Table 2** に試験条件を示す。測温にはシース型熱電対（K タイプ）を用いた。炉内温度を制御する熱電対の他に、過昇温をモニターする熱電対をマッフル炉内とマッフル炉を設置している試験台に取り付けた。これらの値が異常値に達した場合に自動的にマッフル炉がシャットダウンするように安全装置に接続した。この安全装置は異常電流が流れた場合や震度 4 以上の地震が生じた場合にも作動するようになっている。

酸化温度は 520、600、700、800、900℃の 5 種として、重量減少が 10wt%になるように酸化時間を調整した。なお、一回の酸化時間をおよそ 100 時間に制限し、適宜、試験片を取り出して重量変化を測定した。

酸化ガスとして空気を使用した。一般に空気酸化では水蒸気の影響は小さいと考え、湿度調整等は行わなかった。フロー式の流量管で空気を 200ml/min 流したが、700℃以上の酸化では

昇温および冷却中の酸化損耗が無視できないため、所定の温度に達するまで窒素ガスを200ml/min 流し、その後空気に切り替え、所定の酸化時間経過後に空気を窒素ガスに切り替えて冷却させた。

Fig.3 に試験片の設置状態を示す。円柱試験片は、アルミナ製の板の上に置かれた石英板上に設置し、さらに上部に石英円板を置き、上下の底面を石英板ではさんだ状態で酸化を行った。これにより、試験片底面からの酸化を抑制し、側面のみから酸化が進行するようにした。

2.3　測定方法

2.3.1　寸法・重量

円柱形状試験片の寸法測定には、直径に対してマイクロメータを、長さについてはノギスを使用した。試験片の上部、中部、下部の 3 か所の直径を 5 回測定し、15 個のデータの平均値を求め、直径とした。長さも同じく 5 回測定して平均値を求めた。マイクロメータの値は 1μm の桁まで、ノギスの値は 10μm まで読み取った。なお、試験片の測定の前に、25mm の標準試料を用いて校正を行った。

試験片の重量は電子天秤 JK-200 を用いて測定した。測定は、0.1mg の桁まで読み取り、試験片毎に 5 回ずつ測定し、平均を求めた。試験片はポリエチレン製またはラテックス製の手袋を着用して扱った。測定の前に、電子天秤 JK-200 の内部校正機能を用いて校正を行った。

酸化後の試験片の重量変化から、酸化量および単位面積・単位時間当たりの酸化速度を求めた。

2.3.2　密度分布

円柱試験片の側面を旋盤により切削し、密度分布を求めた。厚さ 0.1～0.5mm ずつ切削し、その度に試験片の直径と重量を測定することにより、切削した部分の比重を求めた。これを試験片の中心からの距離でプロットした。これは、深さ方向の酸化消耗速度を表している。

2.3.3　圧縮強度

酸化処理を行った円柱試験片の圧縮強度測定には、万能材料試験機を用いた。0.5mm/min のクロスヘッド速度で圧縮し、破断時の最大荷重を評価した。測定は大気中、室温で行った。

圧縮強度 Cs は、最大荷重 P_{max} と試験片の断面積 A を用いて次式から求めた。ここで、断面積 A には酸化前に測定した直径 d から計算した値を用いており、得られた圧縮強度 Cs は見かけの値である。

$$\mathrm{Cs} = \frac{P_{max}}{A} = \frac{P_{max}}{\frac{\pi d^2}{4}} \tag{1}$$

2.3.4　酸化挙動観察

酸化に伴う黒鉛表面の変化の観察を、in-situ で行った。観察はシステム工業顕微鏡 BX51M（オリンパス㈱製）に、顕微鏡用加熱ステージ LK-1500（ジャパンハイテック㈱製）を取り付けて行った。顕微鏡にはコークスなどの組織が見やすいように偏光素子を取り付けてある。

加熱ステージには 50ml/min の大気を導入し、780±10℃になるように制御した。設定温度に約 1 分で昇温し、その後設定温度に保持し、酸化挙動を観察した。**Fig.4** に加熱ステージの外観を示す。

黒鉛試験片は加熱ステージのヒーター部の寸法に合わせて、5×5×2mm に加工したものを使用した。組織が見やすいように、予め観察面をバフ研磨し、前述の酸化試験片と同様にエタノールおよびアセトン中で超音波洗浄した。

試験片の位置を固定し、酸化処理による経時変化を観察した。酸化により、試験片の厚さが変化するため、必要に応じてピント調整や倍率を変化させて画像撮影を行った。

3.結果と考察

3.1　酸化速度

酸化試験の結果を **Table 3** に記す。単位表面積当たりの酸化速度は、単位時間当たりの酸化損耗量を表面積で除したものである。

酸化時間に対する酸化消耗量の温度依存性を **Fig.5～8** に示す。IG-110 に比べて IG-430 の酸化消耗量は約半分程度であり、IG-430 が耐酸化特性に優れた材料であることがわかる。また、いずれの材料においても消耗量は時間に対して二次関数的に増加、すなわち酸化消耗量が増えると酸化速度が増加する傾向がある。これは酸化に伴い、酸化に寄与する表面積が増加するためであると考えられている。IG-110 と IG-430 の酸化速度の違いは、酸化反応を生じる活性点の密度の違い（不純物鉄などの触媒量の差を含む）か、気孔内へのガス拡散の違い、すなわち気孔構造の違いに起因すると考えられる。

約 10wt%の酸化損耗における単位面積当たりの酸化速度のアレニウスプロットを **Fig.9** に示す。酸化温度が 520～800℃の見かけの活性化エネルギーを図中に記している。IG-110 の活性化エネルギーは 172kJ/mol、IG-430 のそれは 176kJ/mol とほぼ同じ値である。Fuller ら[15]は、IG-110 に対する活性化エネルギーとして 187.89 kJ/mol（450～750℃）を、Chi ら[16]は、IG-110 に対して 158.9±4.8kJ/mol（603～808℃）、IG-430 に対して 167.4±12.4kJ/mol（603～808℃）を報告している。今回得られた結果は、これらの報告とほぼ同程度であった。今回の実験で、IG-110 と IG-430 の活性化エネルギーがほぼ同じであることから、それぞれの酸化の素反応が同様であると考えられる。

3.2　密度分布

酸化処理を施した試験片の密度分布を、旋盤で切削しながら測定した。評価結果を **Fig.10～14** に示す。**Fig.10～14** は、各々520、600、700、800、900℃で酸化した場合の試験片の密度分布である。また、**Table 4** に最表面（12.5mm）の密度と中心部近傍の密度比を記す。800℃および 900℃では、最表面が酸化消耗で消失していることから、”0.00”とした。520℃、600℃で酸化した IG-110 の密度分布は、IG-430 のものに比べて表面近傍の酸化が顕著に進行していることが、密度分布を示す **Fig.10～11** と **Table 4** の値からわかる。800℃、900℃で酸化した

ものは、いずれも表面から 0.3～0.5mm 消失しているが、逆に中心部近傍はほとんど密度が減少していない。試験温度が高温になるにつれて、酸化反応が境膜内拡散律速に移りつつあるといえる。

今回の実験で、IG-110 及び IG-430 を 520℃で酸化させた場合には均質酸化と見なしてもよいかもしれないが、700℃以上の温度では表面と中心部付近の密度に大きな差が見られ、均一酸化が生じているとは言い難い。

3.3　圧縮強度

前節で密度分布を評価した試験片と同じ処理を施した試験片に対して､圧縮強度を測定した。圧縮強度は破壊荷重を酸化前の底面積で除した値を見かけの圧縮強度として計算した。**Fig.15** に、約 10wt%酸化消耗した試験片の見かけの圧縮強度を酸化温度に対してプロットした。未酸化の IG-110、IG-430 の強度を点線で示してある。900℃で酸化させたものは、表面がかなり損耗し、取り扱い中に表面が崩れてしまうなどの現象が見られ、圧縮応力が上下から平衡に印可することが困難だったため、測定を行わなかった。

酸化量はほぼ同じにもかかわらず、見かけの圧縮強度が大きく変化している。均一酸化に近い 520～600℃の強度が最も低く、酸化温度が高くなるにつれて見かけの強度が高くなっている。

3.4　酸化表面形態

黒鉛試験片を酸化させながら表面形態の変化を in-situ 観察した。**Fig.16** に IG-110 の表面形態変化を、**Fig.17** に IG-430 のそれを示す。酸化処理は 780±10℃で行い、それぞれ(a)未酸化状態、(b)酸化処理後 10 分後および(c)30 分後のものである。

IG-110 は酸化が進むにしたがい、100μm 程度の大きさのコークス粒子が現れ、その周辺の小さい粒径のコークスまたはバインダー成分が優先的に酸化されている。偏光の状態から、この 100μm 程度の大きさのコークス粒子は周辺に比べて結晶性が良いことがわかり、このため周囲に比べ酸化が進行しにくいものと判断される。30 分程度の酸化でも、この 100μm 程度の粒子の大きさは変わらず、その周囲が損耗していくことが観察された。実際の酸化試験においては、ある程度酸化が進むとこの粗大粒子の周辺が酸化消耗して、粗大粒子自身が脱離してしまうことが懸念される。IG-110 の酸化速度が IG-430 に比べて大きい原因の一つは、この粒子脱離による影響もあるのではないかと推察される。詳細については、今後の研究で明らかにすべき課題である。

IG-430 は粗大粒子は見られず、表面から均一に酸化が進行している。しかし、酸化が進行するにしたがって偏光を受ける粒子が目立ってきており、バインダーに由来する炭素質のように結晶性の低い組織から酸化が進んでいるのは IG-110 と同じ傾向である。

4. 結論

VHTR 用黒鉛材料の酸化特性と酸化に伴う圧縮強度の変化を評価し、以下の結論を得た。

(1) IG-430 の酸化速度は IG-110 の半分以下であるが、活性化エネルギーはほぼ同じ 176kJ/mol である。

(2) 圧縮強度と酸化消耗による密度分布は相関があり、重量で評価した酸化消耗量が同じであれば、均一酸化が生じる 600℃以下で強度が最も小さくなる。

(3) 酸化の in-situ 観察により、バインダー由来の結晶性の悪い部分から酸化が優先的に進行し、酸化消耗には酸化反応によるガス化以外に、粒子脱離の影響も検討する必要がある。

謝　辞

試験の実施にあたりご助言を頂きました、高温工学試験研究炉部　沢和弘　研究主席に感謝いたします。

参考文献

1) 柴田大受, 沢和弘、「黒鉛・炭素材料」、日本原子力学会誌、54(9), pp.52-56 (2012).

2) Zhensheng Zhang, Junjie Liu, Shuyan He, Zhengming Zhang and Suyuan Yu, “Structural design of ceramic internals of HTR-10”, Nucl. Eng. Des., 218, 1–3, pp.123-136(2002).

3) Zuoyi Zhang, Zongxin Wu, Yuliang Sun and Fu Li, “Design aspects of the Chinese modular high-temperature gas-cooled reactor HTR-PM”, Nucl. Eng. Des., 236, 5–6, pp.485-490(2006).

4) Idaho National Laboratory, “NGNP High Temperature Materials White Paper”, (2012).

5) M.P. Kissane, “A review of radionuclide behaviour in the primary system of a very-high-temperature reactor”, Nucl. Eng. Des., 239, 12, pp.3076−3091(2009).

6) S.Yoda, M.Eto, K.Tanaka and T.Oku, “Effect of oxidation on compressive deformation behaviour of nuclear-grade isotoropic graphite”, Carbon, 23, 1, pp.33-38(1985).

7) 石山新太郎、衛藤基邦、奥達雄、「高温ガス炉用微粒等方性黒鉛の疲労強度に及ぼす空気酸化の影響」, 日本原子力学会誌, 29, 7, pp.651-655(1987).

8) Cristian I. Contescu, Tyler Guldan, Peng Wang and Timothy D. Burchell, “The effect of microstructure on air oxidation resistance of nuclear graphite”, Carbon, 50, 9, pp.3354−3366(2012).

9) 佐藤千之助、平川慶二、車田亮、木村修七、安田栄一、「原子炉用黒鉛の酸化消耗による破壊力学的性質の劣化」, 炭素, 118, pp.153-164(1984).

10) 車田亮、奥達雄、原田克也、佐藤千之助、平岡利治、「炭素系材料の強度と靭性に及ぼす酸化消耗の影響」, 日本機械学会論文集 A, 63, 608, pp.838-844(1997).
11) 角田淳弥、柴田大受、塙悟史、石原正博、伊与久達夫、沢和弘、「HTTR 炉心の初装荷 IG-110 黒鉛の特性値」, JAEA-Technology 2006-048(2006).
12) 東洋炭素株式会社、「特殊黒鉛/複合材製品カタログ」, (2011).
13) N. Noda, R. Sakamoto, Y. Kubota, et al., "LHD Helical Divertor and Its Performance in the First Experiments", J. Plasma Fusion Res. Series, 3, pp.180-183(2000).
14) H. Atsumi, T. Tanabe and T. Shikama, "Bulk hydrogen retention in neutron-irradiated graphite at elevated temperatures", J. Nucl. Mater., 390-391, pp.581-584(2009).
15) E. Loren Fuller and Joseph M. Okoh, "Kinetics and mechanisms of the reaction of air with nuclear grade graphites: IG-110", J. Nucl. Mater., 240, 3, pp.241-250(1997).
16) Se. Chi and G. Kim, "Comparison of the oxidation rate and degree of graphitization of selected IG and NBG nuclear graphite grades", J. Nucl. Mater., 381, pp.9-14(2008).

Table 1 Major specifications of IG-110 and IG-430 graphites[12)]

Grade	IG-110	IG-430
Density (g/cm^3)	1.77	1.82
Tensile strength (MPa)	25	37
Bending strength (MPa)	39	54
Compressive strength (MPa)	78	90
Elastic modulus (GPa)	9.8	10.8
Thermal conductivity (W/mK)	120	140
Coefficient of thermal expansion (10^{-6}/K, 350 - 450℃)	4.5	4.8
Electrical resistivity (μΩm)	11.0	9.2
Fracture Toughness, K_{IC} (MPa m$^{0.5}$)	0.88	1.1
Energy Release Rate, G_{IC} (J/m^2)	193	245
Ash (ppm)	< 5	< 5

Table 2 Conditions of oxidation test

Oxidation Temperature (℃)	520 ~ 900
Oxidation Gas	Air
Gas Flow Rate (cm^3/min)	200
Sample Size (mm)	φ25×50

Table 3 Results of oxidation test

No	Grade	Size (mm)	Burn-off Temperature (℃)	Duration (h)	Weight(g)		Weight Loss (wt%)	Weight Loss (g/h cm^2)
					before burn-off	after burn-off		
1	IG-110	φ25x50	520	418.32	43.9246	40.7293	7.27	1.95×10^{-4}
2	IG-110	φ25x50	520	461.90	43.9086	39.5043	10.03	2.43×10^{-4}
3	IG-110	φ25x50	600	54.53	43.6737	38.8062	11.15	2.27×10^{-3}
4	IG-110	φ25x50	600	54.53	43.7544	39.2893	10.20	2.09×10^{-3}
5	IG-110	φ25x50	700	8.02	43.8488	38.4587	12.29	1.71×10^{-2}
6	IG-110	φ25x50	700	8.02	43.6938	37.9510	13.14	1.82×10^{-2}
7	IG-110	φ25x50	700	6.50	43.8626	39.8023	9.26	1.59×10^{-2}
8	IG-110	φ25x50	700	6.50	43.4802	38.9729	10.37	1.77×10^{-2}
9	IG-110	φ25x50	800	0.50	43.5334	38.5311	11.49	2.55×10^{-1}
10	IG-110	φ25x50	800	0.50	43.9139	38.9924	11.21	2.51×10^{-1}
11	IG-110	φ25x50	900	0.16	43.7422	39.6123	9.44	3.94×10^{-1}
12	IG-430	φ25x50	520	613.68	44.5133	42.4833	4.56	8.42×10^{-5}
13	IG-430	φ25x50	520	833.72	44.7803	40.1789	10.28	1.41×10^{-4}
14	IG-430	φ25x50	600	181.22	44.6541	40.1840	10.01	6.28×10^{-4}
15	IG-430	φ25x50	600	181.22	44.6046	40.0030	10.32	6.47×10^{-4}
16	IG-430	φ25x50	700	13.02	44.4575	38.5779	13.23	1.15×10^{-2}
17	IG-430	φ25x50	700	13.02	44.4756	38.5086	13.42	1.17×10^{-2}
18	IG-430	φ25x50	700	7.50	44.6695	40.4791	9.38	1.42×10^{-2}
19	IG-430	φ25x50	700	7.50	44.6274	40.3255	9.64	1.46×10^{-2}
20	IG-430	φ25x50	800	1.17	44.5461	40.2252	9.70	9.43×10^{-2}
21	IG-430	φ25x50	800	1.17	44.5563	40.1276	9.94	9.67×10^{-2}
22	IG-430	φ25x50	900	0.16	44.7390	40.8054	8.79	3.76×10^{-2}

Table 4 Ratio of density at surface to that at center

Oxidation Temperature (°C)	Surface Density/Center Density	
	IG-110	IG-430
as recieved	0.90	0.89
520	0.65	0.73
600	0.67	0.79
700	0.59	0.38
800	0.00	0.00
900	0.00	0.00

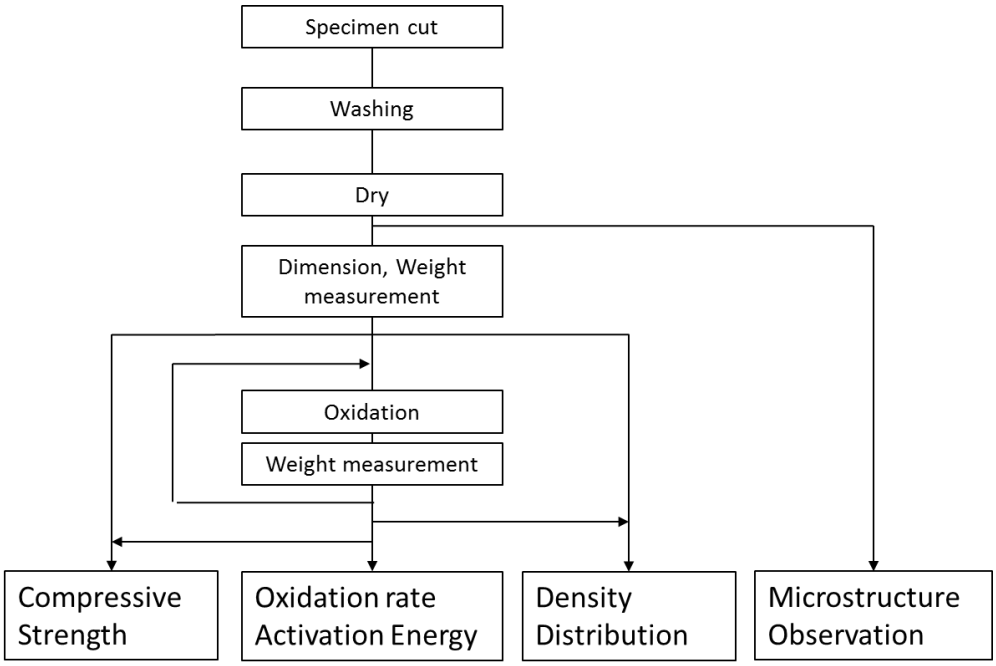
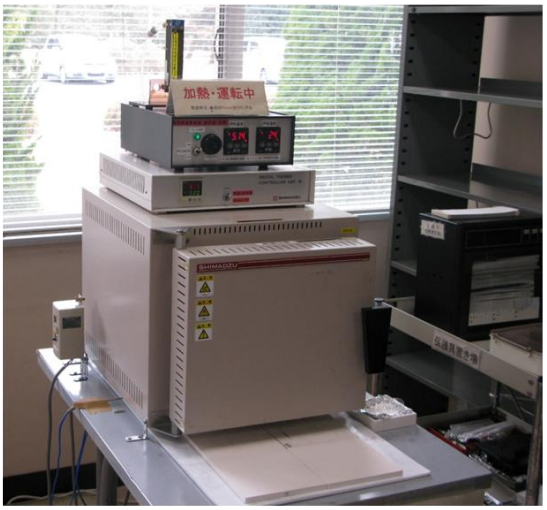


Fig.1 Flow chart of tests

Electric muffle furnace



Outline

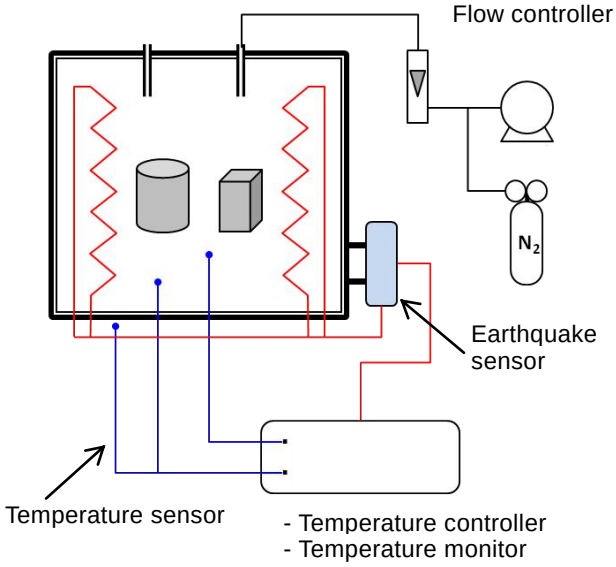


Fig.2 Electric muffle furnace SAMF-20 (SHIMAZU Co.)

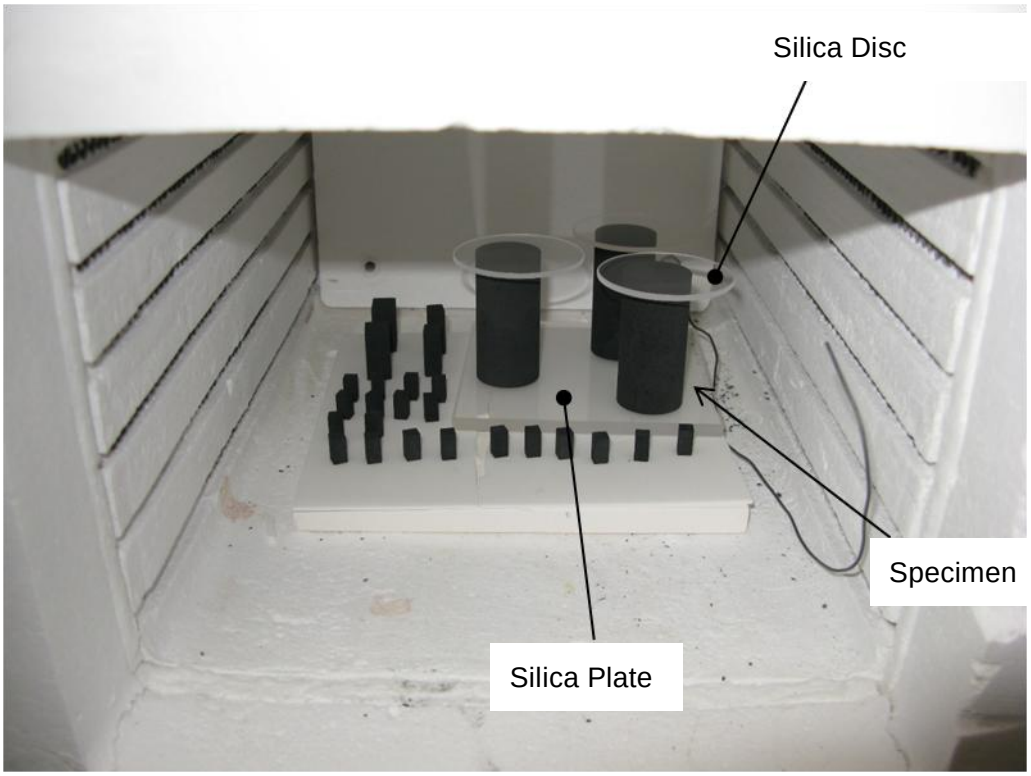


Fig.3 Locations of specimens oxidized in the muffle furnace

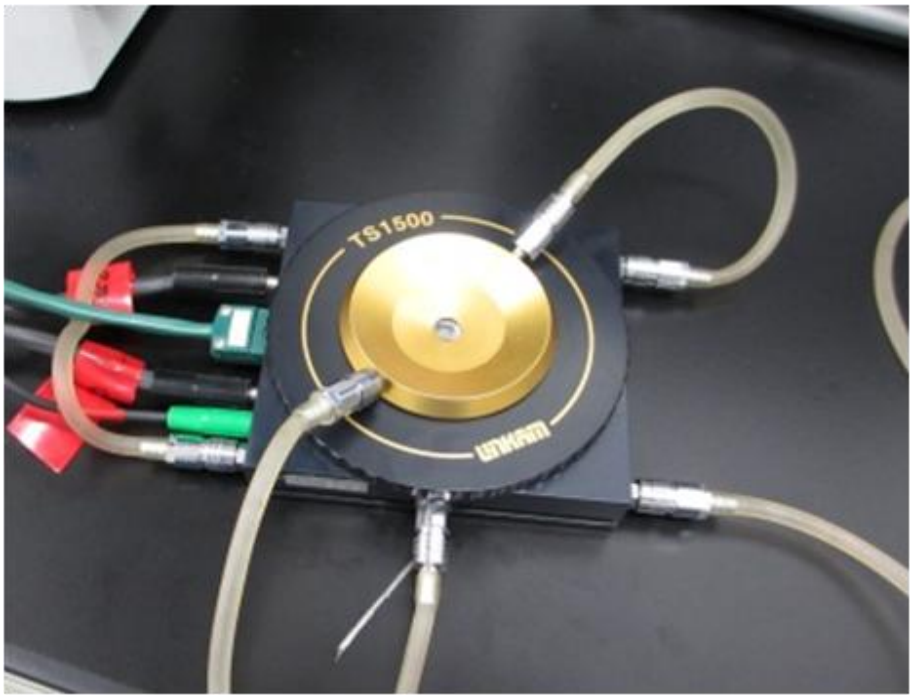


Fig.4 Heating stage TS1500 (Japan High Tech Co.)

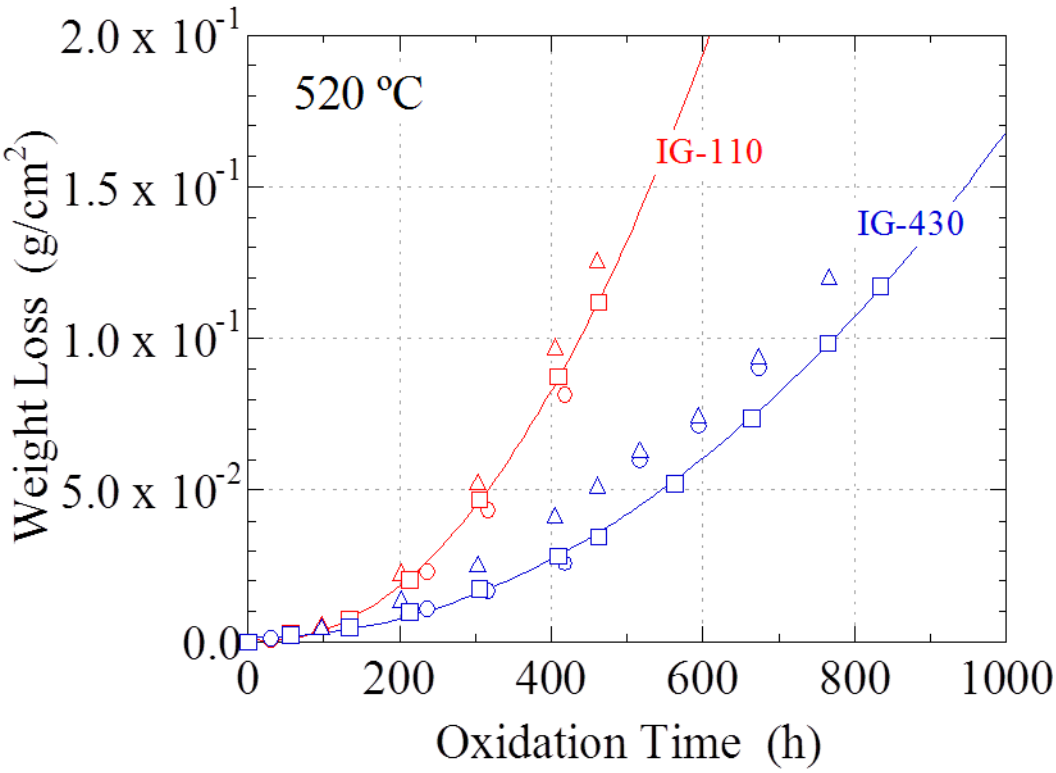


Fig.5 Oxidation weight loss as a function of oxidation time (520℃)

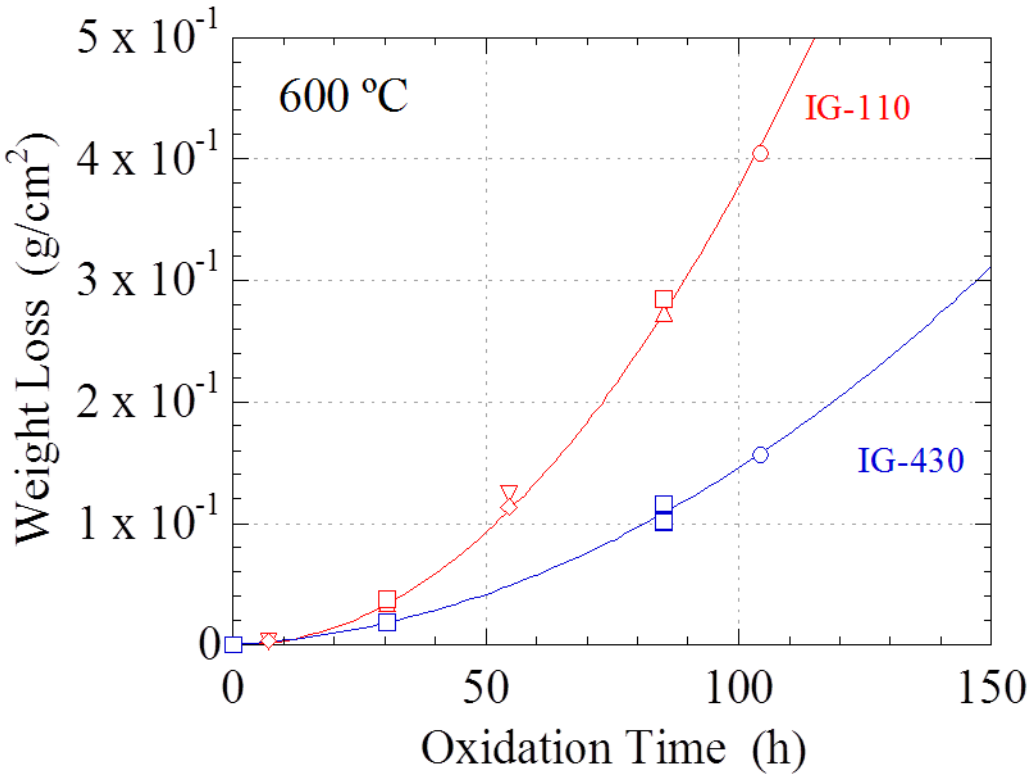


Fig.6 Oxidation weight loss as a function of oxidation time (600℃)

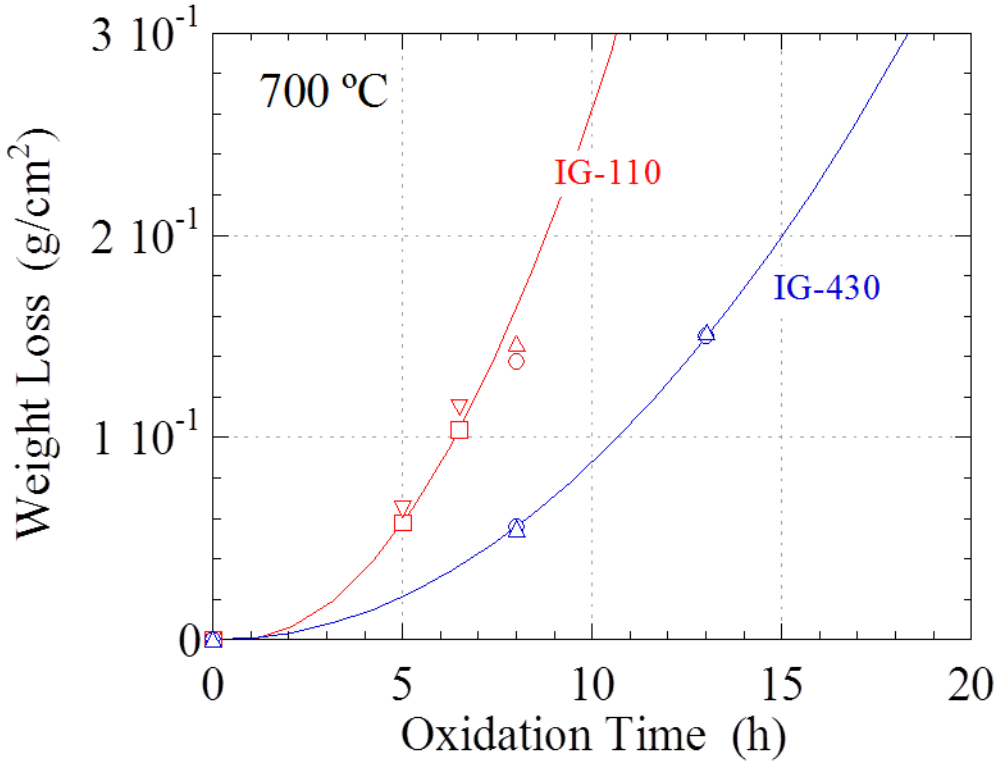


Fig.7 Oxidation weight loss as a function of oxidation time (700℃)

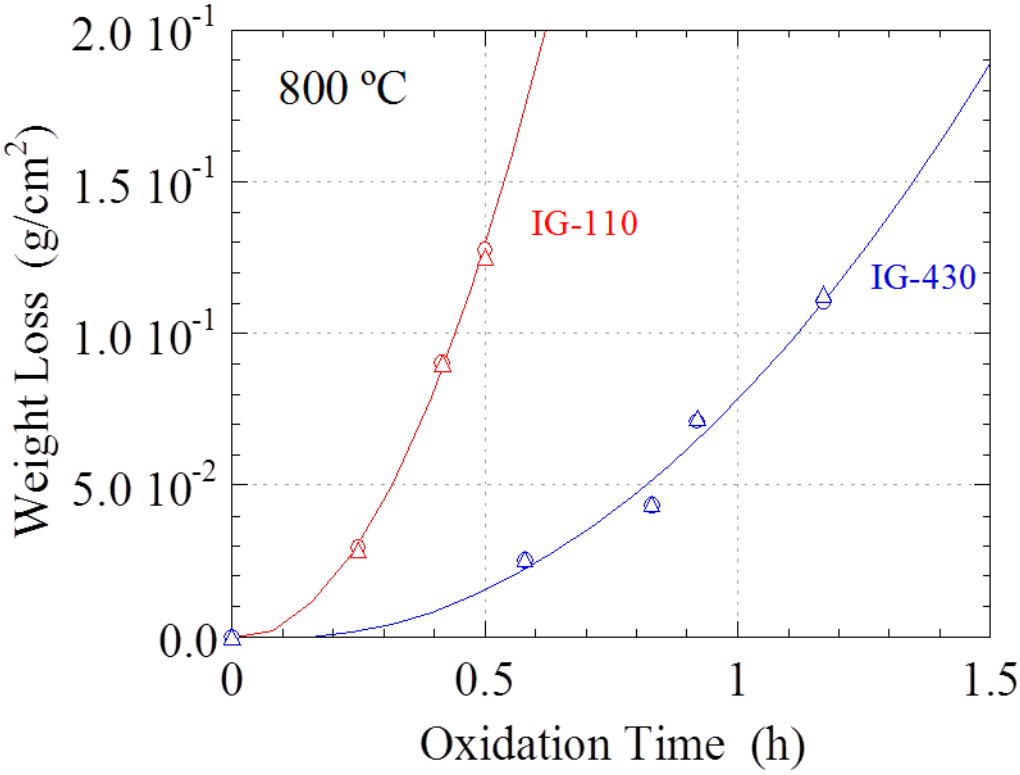


Fig.8 Oxidation weight loss as a function of oxidation time (800℃)

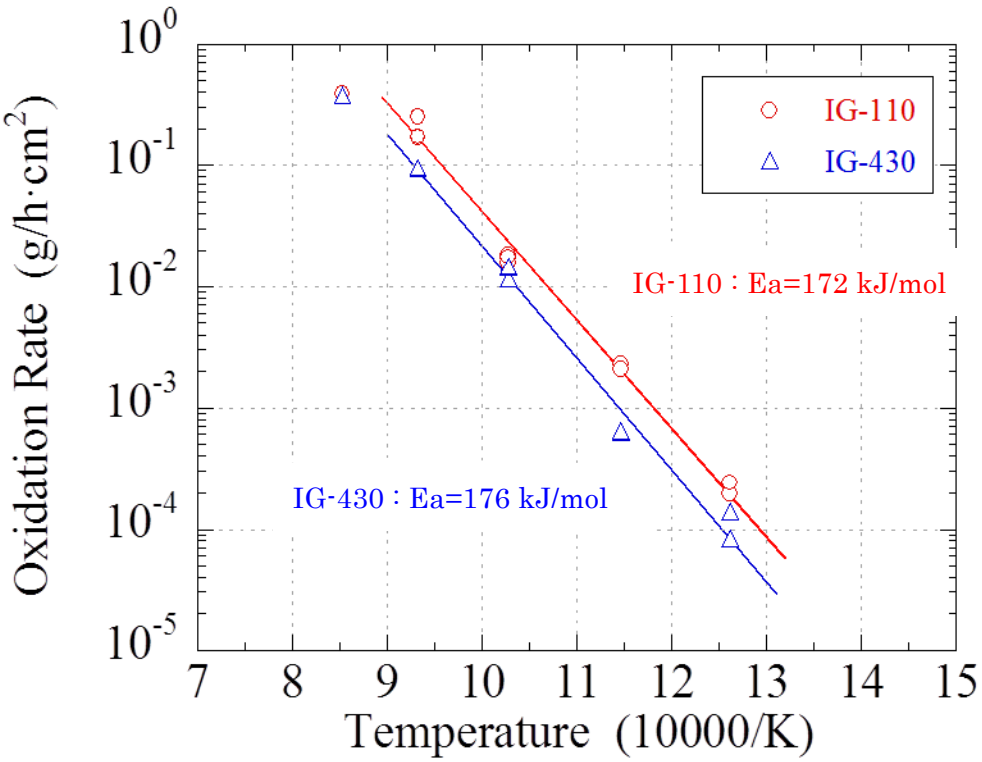


Fig.9 Arrhenius plot for oxidation rate and activation energy Ea

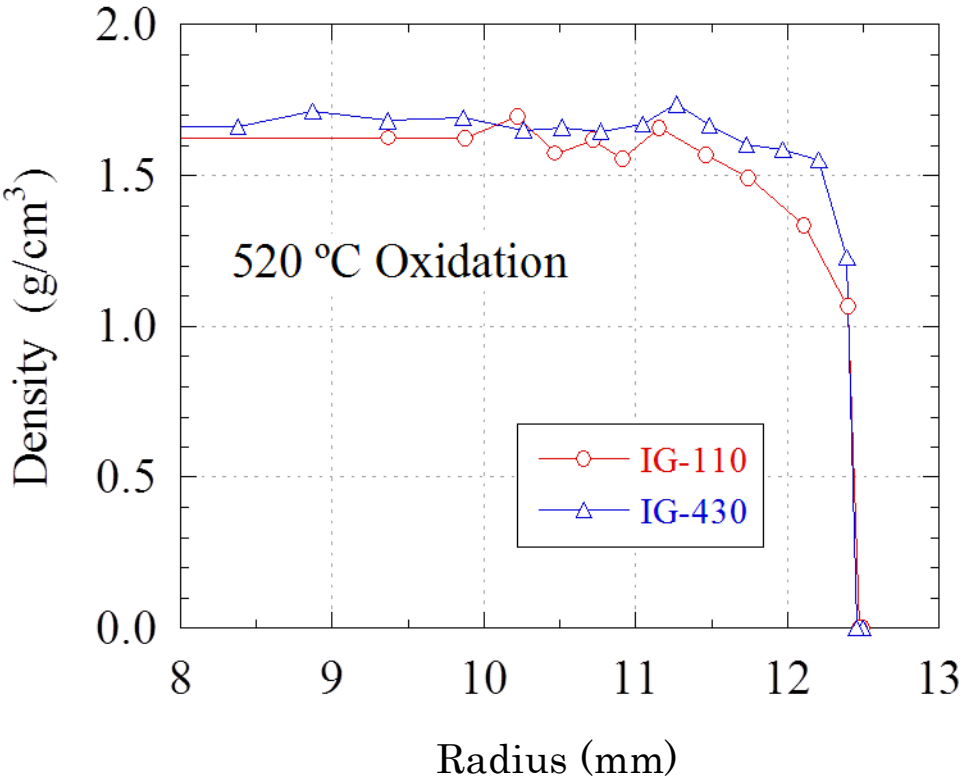


Fig.10 Density distribution within specimens oxidized at 520℃

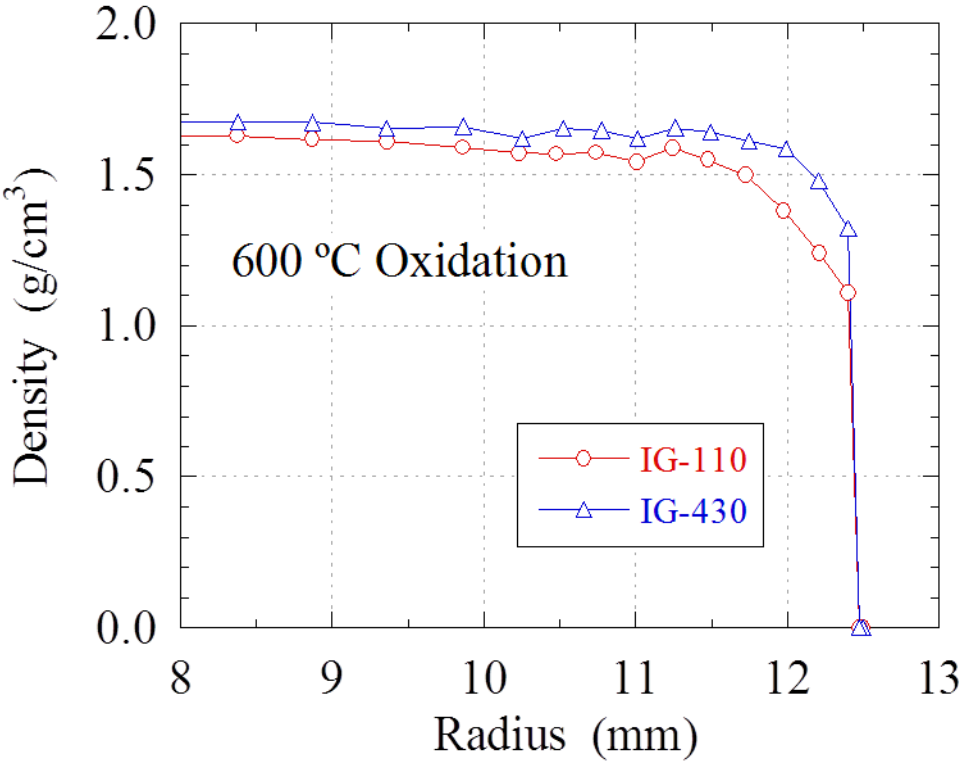


Fig.11 Density distribution within specimens oxidized at 600℃

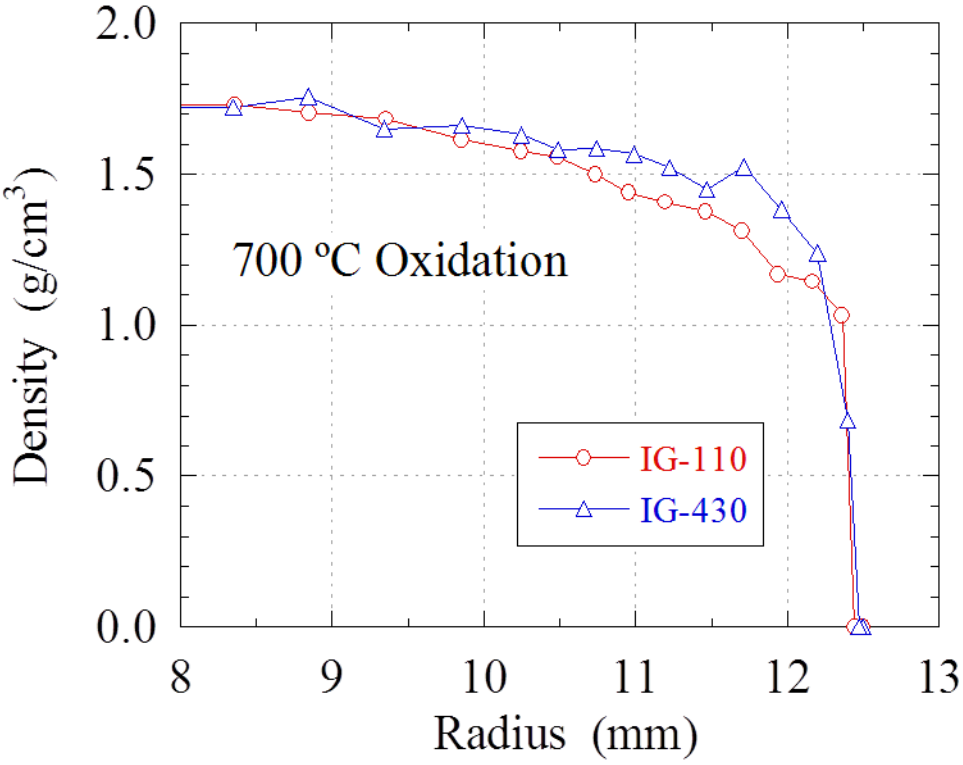


Fig.12 Density distribution within specimens oxidized at 700℃

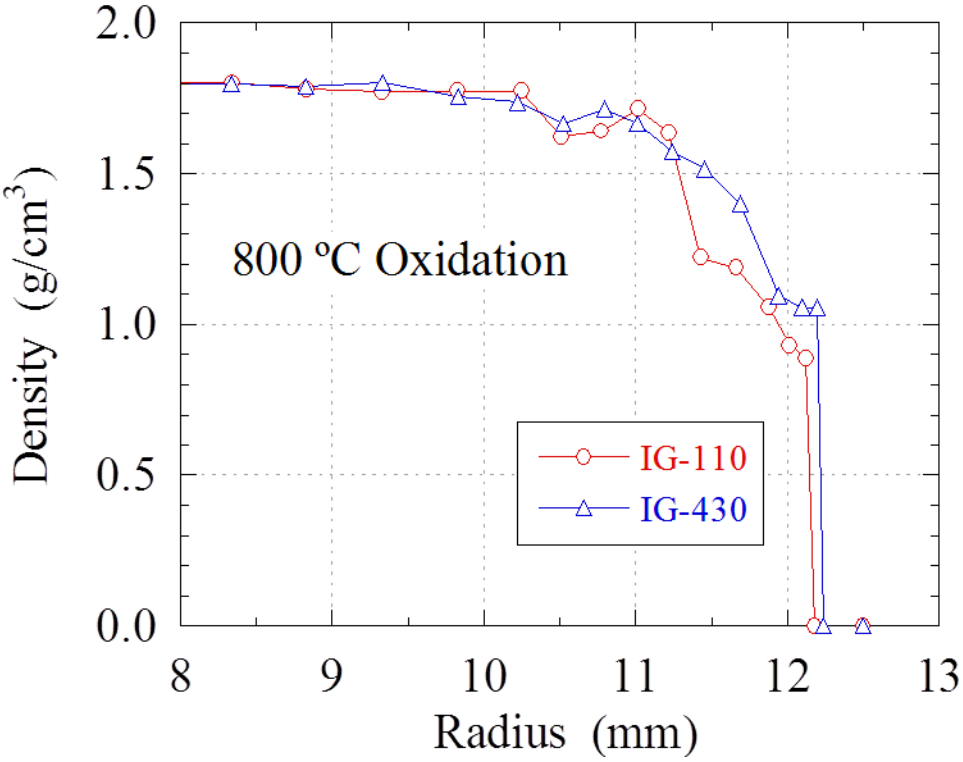


Fig.13 Density distribution within specimens oxidized at 800℃

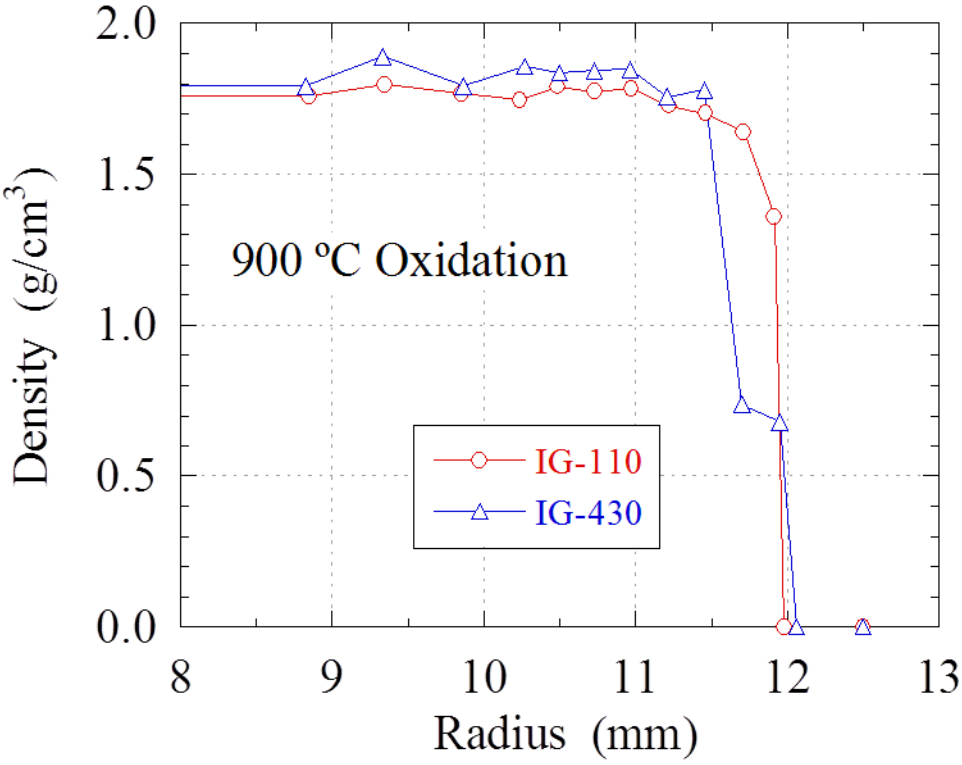


Fig.14 Density distribution within specimens oxidized at 900℃

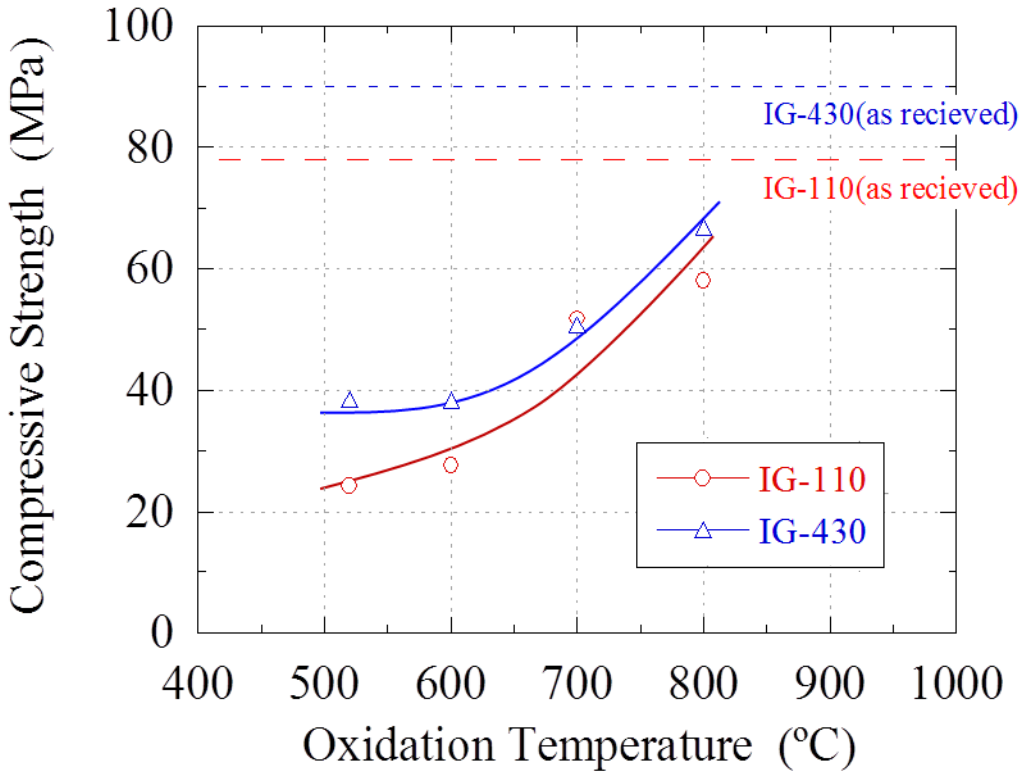


Fig.15 Change in compressive strength as a function of oxidation temperature

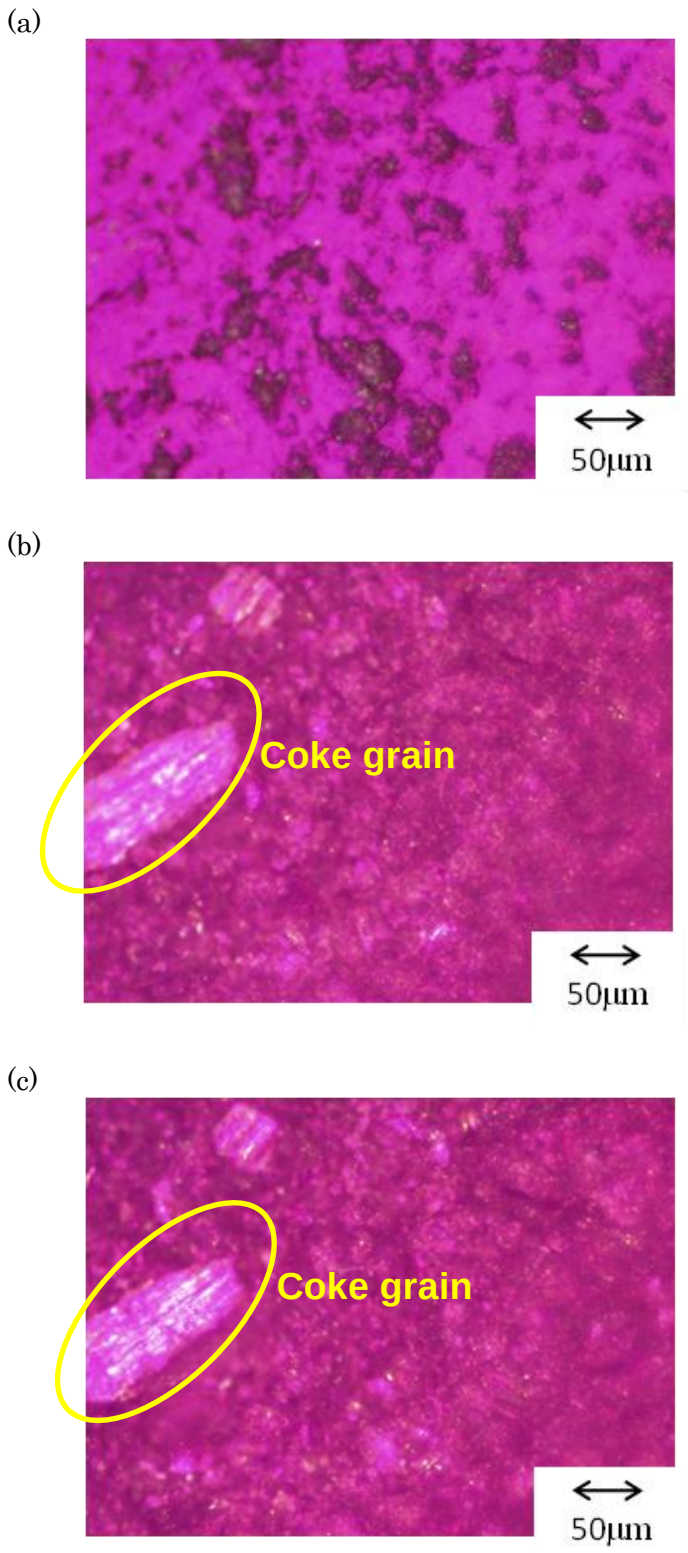
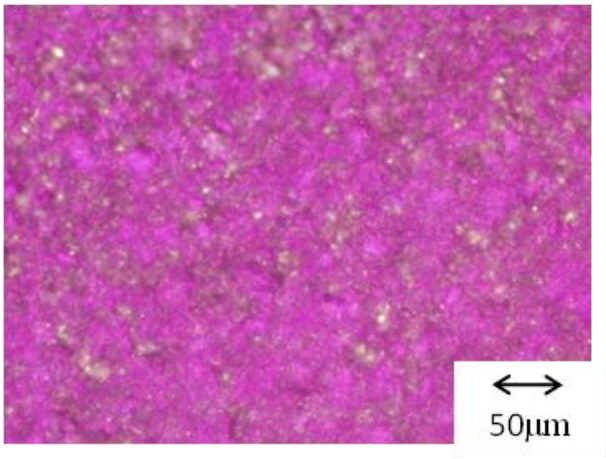
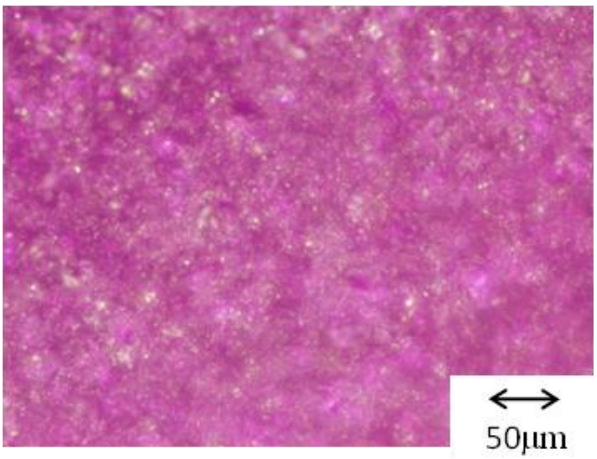


Fig.16 Microstructural observations for IG-110 specimen (a)as-received, (b)after 10minutes oxidation at 780℃, (c) after 30minutes oxidation at 780℃

(a)



(b)



(c)

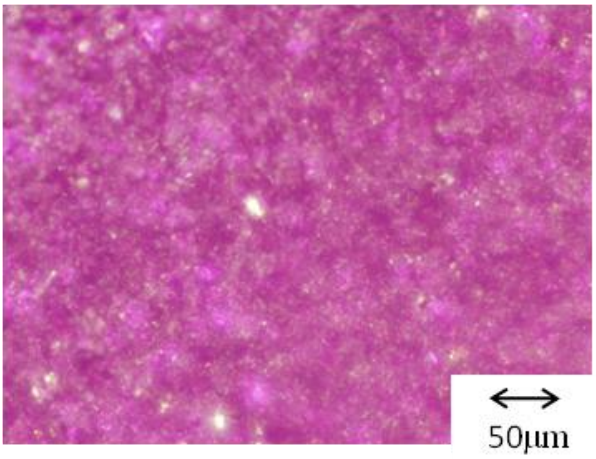


Fig.17 Microstructural observations for IG-430 specimen (a)as-received, (b)after 10minutes oxidation at 780℃, (c) after 30minutes oxidation at 780℃

国際単位系（SI）

表１．SI 基本単位

基本量	SI 基本単位	
	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd

表２．基本単位を用いて表されるSI組立単位の例

組立量	SI 基本単位	
	名称	記号
面積	平方メートル	m^2
体積	立法メートル	m^3
速さ，速度	メートル毎秒	m/s
加速度	メートル毎秒毎秒	m/s^2
波数	毎メートル	m^{-1}
密度，質量密度	キログラム毎立方メートル	kg/m^3
面積密度	キログラム毎平方メートル	kg/m^2
比体積	立方メートル毎キログラム	m^3/kg
電流密度	アンペア毎平方メートル	A/m^2
磁界の強さ	アンペア毎メートル	A/m
量濃度[a]，濃度	モル毎立方メートル	mol/m^3
質量濃度	キログラム毎立法メートル	kg/m^3
輝度	カンデラ毎平方メートル	cd/m^2
屈折率[b]	（数字の） 1	1
比透磁率[b]	（数字の） 1	1

(a) 量濃度（amount concentration）は臨床化学の分野では物質濃度（substance concentration）ともよばれる。
(b) これらは無次元量あるいは次元１をもつ量であるが、そのことを表す単位記号である数字の１は通常は表記しない。

表３．固有の名称と記号で表されるSI組立単位

組立量	SI 組立単位			
	名称	記号	他のSI単位による表し方	SI基本単位による表し方
平面角	ラジアン[b]	rad	1 [b]	m/m
立体角	ステラジアン[b]	sr[c]	1 [b]	m^2/m^2
周波数	ヘルツ[d]	Hz		s^{-1}
力	ニュートン	N		$m\ kg\ s^{-2}$
圧力，応力	パスカル	Pa	N/m^2	$m^{-1}\ kg\ s^{-2}$
エネルギー，仕事，熱量	ジュール	J	N m	$m^2\ kg\ s^{-2}$
仕事率，工率，放射束	ワット	W	J/s	$m^2\ kg\ s^{-3}$
電荷，電気量	クーロン	C		s A
電位差（電圧），起電力	ボルト	V	W/A	$m^2\ kg\ s^{-3}\ A^{-1}$
静電容量	ファラド	F	C/V	$m^{-2}\ kg^{-1}\ s^4\ A^2$
電気抵抗	オーム	Ω	V/A	$m^2\ kg\ s^{-3}\ A^{-2}$
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V	$m^{-2}\ kg^{-1}\ s^3\ A^2$
磁束	ウエーバ	Wb	Vs	$m^2\ kg\ s^{-2}\ A^{-1}$
磁束密度	テスラ	T	Wb/m^2	$kg\ s^{-2}\ A^{-1}$
インダクタンス	ヘンリー	H	Wb/A	$m^2\ kg\ s^{-2}\ A^{-2}$
セルシウス温度	セルシウス度[e]	℃		K
光束	ルーメン	lm	cd sr[c]	cd
照度	ルクス	lx	lm/m^2	$m^{-2}\ cd$
放射性核種の放射能[f]	ベクレル[d]	Bq		s^{-1}
吸収線量, 比エネルギー分与, カーマ	グレイ	Gy	J/kg	$m^2\ s^{-2}$
線量当量, 周辺線量当量, 方向性線量当量, 個人線量当量	シーベルト[g]	Sv	J/kg	$m^2\ s^{-2}$
酸素活性	カタール	kat		$s^{-1}\ mol$

(a)SI接頭語は固有の名称と記号を持つ組立単位と組み合わせても使用できる。しかし接頭語を付した単位はもはやコヒーレントではない。
(b)ラジアンとステラジアンは数字の１に対する単位の特別な名称で、量についての情報をつたえるために使われる。実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号である数字の１は明示されない。
(c)測光学ではステラジアンという名称と記号srを単位の表し方の中に、そのまま維持している。
(d)ヘルツは周期現象についてのみ、ベクレルは放射性核種の統計的過程についてのみ使用される。
(e)セルシウス度はケルビンの特別な名称で、セルシウス温度を表すために使用される。セルシウス度とケルビンの単位の大きさは同一である。したがって、温度差や温度間隔を表す数値はどちらの単位で表しても同じである。
(f)放射性核種の放射能（activity referred to a radionuclide）は、しばしば誤った用語で"radioactivity"と記される。
(g)単位シーベルト（PV,2002,70,205）についてはCIPM勧告2（CI-2002）を参照。

表４．単位の中に固有の名称と記号を含むSI組立単位の例

組立量	SI 組立単位		
	名称	記号	SI 基本単位による表し方
粘度	パスカル秒	Pa s	$m^{-1}\ kg\ s^{-1}$
力のモーメント	ニュートンメートル	N m	$m^2\ kg\ s^{-2}$
表面張力	ニュートン毎メートル	N/m	$kg\ s^{-2}$
角速度	ラジアン毎秒	rad/s	$m\ m^{-1}\ s^{-1}=s^{-1}$
角加速度	ラジアン毎秒毎秒	rad/s^2	$m\ m^{-1}\ s^{-2}=s^{-2}$
熱流密度，放射照度	ワット毎平方メートル	W/m^2	$kg\ s^{-3}$
熱容量，エントロピー	ジュール毎ケルビン	J/K	$m^2\ kg\ s^{-2}\ K^{-1}$
比熱容量，比エントロピー	ジュール毎キログラム毎ケルビン	J/(kg K)	$m^2\ s^{-2}\ K^{-1}$
比エネルギー	ジュール毎キログラム	J/kg	$m^2\ s^{-2}$
熱伝導率	ワット毎メートル毎ケルビン	W/(m K)	$m\ kg\ s^{-3}\ K^{-1}$
体積エネルギー	ジュール毎立方メートル	J/m^3	$m^{-1}\ kg\ s^{-2}$
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	$m\ kg\ s^{-3}\ A^{-1}$
電荷密度	クーロン毎立方メートル	C/m^3	$m^{-3}\ sA$
表面電荷	クーロン毎平方メートル	C/m^2	$m^{-2}\ sA$
電束密度，電気変位	クーロン毎平方メートル	C/m^2	$m^{-2}\ sA$
誘電率	ファラド毎メートル	F/m	$m^{-3}\ kg^{-1}\ s^4\ A^2$
透磁率	ヘンリー毎メートル	H/m	$m\ kg\ s^{-2}\ A^{-2}$
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	$m^2\ kg\ s^{-2}\ mol^{-1}$
モルエントロピー, モル熱容量	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol K)	$m^2\ kg\ s^{-2}\ K^{-1}\ mol^{-1}$
照射線量（X線及びγ線）	クーロン毎キログラム	C/kg	$kg^{-1}\ sA$
吸収線量率	グレイ毎秒	Gy/s	$m^2\ s^{-3}$
放射強度	ワット毎ステラジアン	W/sr	$m^4\ m^{-2}\ kg\ s^{-3}=m^2\ kg\ s^{-3}$
放射輝度	ワット毎平方メートル毎ステラジアン	$W/(m^2\ sr)$	$m^2\ m^{-2}\ kg\ s^{-3}=kg\ s^{-3}$
酵素活性濃度	カタール毎立方メートル	kat/m^3	$m^{-3}\ s^{-1}\ mol$

表５．SI 接頭語

乗数	接頭語	記号	乗数	接頭語	記号
10^{24}	ヨタ	Y	10^{-1}	デシ	d
10^{21}	ゼタ	Z	10^{-2}	センチ	c
10^{18}	エクサ	E	10^{-3}	ミリ	m
10^{15}	ペタ	P	10^{-6}	マイクロ	μ
10^{12}	テラ	T	10^{-9}	ナノ	n
10^{9}	ギガ	G	10^{-12}	ピコ	p
10^{6}	メガ	M	10^{-15}	フェムト	f
10^{3}	キロ	k	10^{-18}	アト	a
10^{2}	ヘクト	h	10^{-21}	ゼプト	z
10^{1}	デカ	da	10^{-24}	ヨクト	y

表６．SIに属さないが、SIと併用される単位

名称	記号	SI 単位による値
分	min	1 min=60s
時	h	1h =60 min=3600 s
日	d	1 d=24 h=86 400 s
度	°	1°=(π/180) rad
分	’	1’=(1/60)°=(π/10800) rad
秒	”	1”=(1/60)’=(π/648000) rad
ヘクタール	ha	$1ha=1hm^2=10^4m^2$
リットル	L, l	$1L=1l=1dm^3=10^3cm^3=10^{-3}m^3$
トン	t	$1t=10^3$ kg

表７．SIに属さないが、SIと併用される単位で、SI単位で表される数値が実験的に得られるもの

名称	記号	SI 単位で表される数値
電子ボルト	eV	$1eV=1.602\ 176\ 53(14)\times10^{-19}J$
ダルトン	Da	$1Da=1.660\ 538\ 86(28)\times10^{-27}kg$
統一原子質量単位	u	1u=1 Da
天文単位	ua	$1ua=1.495\ 978\ 706\ 91(6)\times10^{11}m$

表８．SIに属さないが、SIと併用されるその他の単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
バール	bar	$1\ bar=0.1MPa=100kPa=10^5Pa$
水銀柱ミリメートル	mmHg	1mmHg=133.322Pa
オングストローム	Å	$1\ Å=0.1nm=100pm=10^{-10}m$
海里	M	1 M=1852m
バーン	b	$1\ b=100fm^2=(10^{-12}cm)2=10^{-28}m^2$
ノット	kn	1 kn=(1852/3600)m/s
ネーパ	Np	SI単位との数値的な関係は、対数量の定義に依存。
ベル	B	
デジベル	dB	

表９．固有の名称をもつCGS組立単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
エルグ	erg	$1\ erg=10^{-7}\ J$
ダイン	dyn	$1\ dyn=10^{-5}N$
ポアズ	P	$1\ P=1\ dyn\ s\ cm^{-2}=0.1Pa\ s$
ストークス	St	$1\ St\ =1cm^2\ s^{-1}=10^{-4}m^2\ s^{-1}$
スチルブ	sb	$1\ sb\ =1cd\ cm^{-2}=10^4cd\ m^{-2}$
フォト	ph	$1\ ph=1cd\ sr\ cm^{-2}\ 10^4lx$
ガル	Gal	$1\ Gal\ =1cm\ s^{-2}=10^{-2}ms^{-2}$
マクスウェル	Mx	$1\ Mx = 1G\ cm^2=10^{-8}Wb$
ガウス	G	$1\ G\ =1Mx\ cm^{-2}\ =10^{-4}T$
エルステッド[c]	Oe	$1\ Oe \triangleq (10^3/4\pi)A\ m^{-1}$

(c) ３元系のCGS単位系とSIでは直接比較できないため、等号「 ≙ 」は対応関係を示すものである。

表10．SIに属さないその他の単位の例

名称	記号	SI 単位で表される数値
キュリー	Ci	$1\ Ci=3.7\times10^{10}Bq$
レントゲン	R	$1\ R = 2.58\times10^{-4}C/kg$
ラド	rad	$1\ rad=1cGy=10^{-2}Gy$
レム	rem	$1\ rem=1\ cSv=10^{-2}Sv$
ガンマ	γ	1 γ =1 nT=10-9T
フェルミ		1フェルミ=1 fm=10-15m
メートル系カラット		1メートル系カラット = 200 mg = 2×10-4kg
トル	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa
標準大気圧	atm	1 atm = 101 325 Pa
カロリー	cal	1cal=4.1858J（「15℃」カロリー），4.1868J（「IT」カロリー）4.184J（「熱化学」カロリー）
ミクロン	μ	1 μ =1μm=10^{-6}m

（第8版，2006年改訂）

この印刷物は再生紙を使用しています