

JAERI-M

6088

高温ガス炉用耐熱材料の両立性

第1報 くっつき試験

1975年3月

村岡 進・伊丹 宏治・野村 末雄

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問合せは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

高温ガス炉用耐熱材料の両立性

第1報 くっつき試験

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部

村岡進, 伊丹宏治, 野村末雄<sup>+</sup>

(1975年2月21日受理)

Hastelloy X をはじめとする耐熱合金や Ta 等の耐熱金属について、それら相互間の 800°C と 1000°C における“くっつき”試験を流動 He 中で 100~1000 時間行なった結果、耐熱合金同士は 800°C 以上で“くっつき”を生じた。

真空中及び He 中における耐熱合金とグラファイトの両立性試験の結果、1000°C 迄は“くっつき”は見られなかったが、各合金共浸炭が見られた。He 中の実験では浸炭と共に酸化が見られ、それに伴って脱炭現象も認められた。

“くっつき”や浸炭を防ぐ為には、その接触面上にセラミックコーティングを施すのが有用である。種々のコーティングを施した試験片について、長時間耐久試験及び“くっつき”試験を行なったところ、Plasma Spray 法による Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と ZrO<sub>2</sub> 及び Flexible Cord Flame Spray 法による ZrO<sub>2</sub> コーティングが、我々の使用条件では最も優れた結果を示した。

<sup>+</sup> 現在東海研究所燃料工学部

Compatibility of Heat Resistant Materials for HTGR

(1) Adhesion Test

Susumu MURAOKA, Hiroharu ITAMI and Sueo NOMURA<sup>+</sup>

Division of JMTR Project, Oarai, JAERI

( Received February 21, 1975 )

The adhesions between heat resistant alloys and refractory metals were studied at 800 and 1000°C in helium for up to 1000 hours. The alloys all exhibit adhesion above 800°C. In heating graphite in contact with the heat resistant alloys above 800°C, it is found that carburization depth is smaller in Hastelloy X than any other alloy. Concerning the adhesion and reaction between the alloys, between the metals and between the alloys and graphite, the ceramic coating serves to prevent the adhesion. Several ceramic coatings were tested for evaluating their compatibility and endurance. The plasma-sprayed coating of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and ZrO<sub>2</sub> and the flexible corde-sprayed coating of ZrO<sub>2</sub> seem to be the most promising.

---

<sup>+</sup> Division of Nuclear Fuel Research, Tokai, JAERI

## 目 次

1. まえがき	1
2. 試験方法	1
2.1 金属-金属くっつき試験	1
2.2 金属-グラファイト両立性試験	2
2.3 コーティング試験	2
3. 試験結果と考察	3
3.1 金属-金属くっつき試験	3
3.2 金属-グラファイト両立性試験	4
3.3 コーティング試験	6
4. 結論	7
5. あとがき	8
6. 参考文献	8

## 1. まえがき

高温ガス炉の設計温度は従来の軽水炉あるいは高速炉に比べて飛躍的に高くなるため、そこで使用される構造材料としては、いわゆる耐熱合金材料である Ni ベース合金の Hastelloy X, Inconel 601, Inconel 625 や Fe ベースの合金 Incoloy 800 などが対象となっている。

J MTR では、高温ガス炉用の被覆粒子燃料、耐熱合金材料および黒鉛材料等のキャップセル照射が数多く進められているが更に、これらの燃料および材料を高温ガス炉の使用条件とほぼ同一の高温、高圧下で冷却材の流速、組成を近似して、炉内加速試験および部品開発試験などを実施する目的で、高温ヘリウムガスループ (OGL - 1) が設置されることが決まり、現在設計、製作が開始されている。<sup>(1)</sup> OGL - 1 炉内部材料は高温部では、最高 1000°C, 30 Kg/cm<sup>2</sup> の温度圧力条件下で He 霧潤気中で使用され、更に一部はこれに加えて中性子照射を受ける。

Fig. 1 に OGL - 1 炉内管の組立図を示す。

最適材料の選択条件としては、(1)高温における強度、特にクリープ強度、(2)溶接性、(3)耐放射線強度、(4)製作技術が確立され使用実績の豊富なこと、(5)耐食性、(6)両立性などがあげられる。ここで云うところの両立性とは、OGL - 1 の炉内部および炉内管技管付近においては、スペースが限られているので、構造が Fig. 1 に示すように複雑であると共に、各部材間の隙間は非常に狭く、場所によっては構造材料同士で接触する恐れのある部分もある。炉内管技管部は 4 重管で、一端が炉頂部で他端が地下一階の再生熱交部で固定されており、内部を 900°C の He が流れるため、内外管の熱膨脹差は 70 mm に達する。この熱膨脹吸収のためにスライドジョイントを用いる必要がある。ここで、これらの構造材料が高温で長時間接触した場合、いかなる挙動を示すか、具体的には“くつき”を生ずるか否かが一つの問題点である。

次に炉内管の中で最も高温にさらされる流路仕切管としては、Hastelloy X が使用されるが、これに直接接触する可能性を持つ照射試料の外筒には主として、グラファイトが用いられる。また、照射試料用のシールドプラグには、グラファイト棒を Hastelloy X 管で被覆したものが用いられる。ここでやはり、Hastelloy X とグラファイトの“くつき”の問題と同時にグラファイトによる Hastelloy X の浸炭がもう一つの問題となってくる。

この種の両立性に関するデータは非常に乏しく、一応の目安を得るために、各種試験を実施した。

また、高温における熱膨脹差逃げ材機の有力な候補にあげられているスライドジョイントの高温におけるくつき防止策として、摺動部分の表面にセラミックコーティングを施すこと有用である。これらについても若干の実験的検討を加えた。

## 2. 試験方法

### 2.1 金属-金属くつき試験

試験に使用した材料は Hastelloy X, Incoloy 800, Inconel 601 および Inconel 625

## 1. まえがき

高温ガス炉の設計温度は従来の軽水炉あるいは高速炉に比べて飛躍的に高くなるため、そこで使用される構造材料としては、いわゆる耐熱合金材料である Ni ベース合金の Hastelloy X, Inconel 601, Inconel 625 や Fe ベースの合金 Incoloy 800 などが対象となっている。

J MTR では、高温ガス炉用の被覆粒子燃料、耐熱合金材料および黒鉛材料等のキャップセル照射が数多く進められているが更に、これらの燃料および材料を高温ガス炉の使用条件とほぼ同一の高温、高圧下で冷却材の流速、組成を近似して、炉内加速試験および部品開発試験などを実施する目的で、高温ヘリウムガスループ (OGL - 1) が設置されることが決まり、現在設計、製作が開始されている。<sup>(1)</sup> OGL - 1 炉内部材料は高温部では、最高 1000°C, 30 Kg/cm<sup>2</sup> の温度圧力条件下で He 霧潤気中で使用され、更に一部はこれに加えて中性子照射を受ける。

Fig. 1 に OGL - 1 炉内管の組立図を示す。

最適材料の選択条件としては、(1)高温における強度、特にクリープ強度、(2)溶接性、(3)耐放射線強度、(4)製作技術が確立され使用実績の豊富なこと、(5)耐食性、(6)両立性などがあげられる。ここで云うところの両立性とは、OGL - 1 の炉内部および炉内管技管付近においては、スペースが限られているので、構造が Fig. 1 に示すように複雑であると共に、各部材間の隙間は非常に狭く、場所によっては構造材料同士で接触する恐れのある部分もある。炉内管技管部は 4 重管で、一端が炉頂部で他端が地下一階の再生熱交部で固定されており、内部を 900°C の He が流れるため、内外管の熱膨脹差は 70 mm に達する。この熱膨脹吸収のためにスライドジョイントを用いる必要がある。ここで、これらの構造材料が高温で長時間接触した場合、いかなる挙動を示すか、具体的には“くつき”を生ずるか否かが一つの問題点である。

次に炉内管の中で最も高温にさらされる流路仕切管としては、Hastelloy X が使用されるが、これに直接接触する可能性を持つ照射試料の外筒には主として、グラファイトが用いられる。また、照射試料用のシールドプラグには、グラファイト棒を Hastelloy X 管で被覆したものが用いられる。ここでやはり、Hastelloy X とグラファイトの“くつき”的問題とともにグラファイトによる Hastelloy X の浸炭がもう一つの問題となってくる。

この種の両立性に関するデータは非常に乏しく、一応の目安を得るために、各種試験を実施した。

また、高温における熱膨脹差逃げ材機の有力な候補にあげられているスライドジョイントの高温におけるくつき防止策として、摺動部分の表面にセラミックコーティングを施すこと有用である。これらについても若干の実験的検討を加えた。

## 2. 試験方法

### 2.1 金属-金属くつき試験

試験に使用した材料は Hastelloy X, Incoloy 800, Inconel 601 および Inconel 625

でその分析値を Table 1 に示す。

なお、この 4 種の合金の他に Ta, Mo, Nb, W 金属についても試験を行なった。これらの金属はすべて 99.96 % UP の純度のものである。

これらの金属を 10 mm × 10 mm × 2 mmt の試験片に作成し、供試のままで、#800 のエメリー紙で研磨の後、Table 2 に示す組み合わせで、交互に重ね合わせ、Ta 線で締め付けたものをカンタル線発熱体の高温加熱炉中で加熱した。試験の温度、時間条件を Table 2 に示す。

雰囲気は市販の He ガス (99.997% 純度) を使用し、その流量は約 100 cc/min である。

## 2.2 金属-グラファイト両立性試験

金属試料は Hastelloy X, Inconel 601, Inconel 625 および Incoloy 800 で 2.1 と同様 10 mm × 10 mm × 2 mmt の板状の試験片を用いた。グラファイト試験片は 10 mm × 10 mm × 5 mmt の日本カーボン K.K. 製のいわゆる原子炉級のを用いた。これらの試験片の表面を #1500 のエメリー紙で研磨し、Photo 1 に示すように互に密着させ 0.5 mm のカンタル線で強く縛った。試験にはカンタル線発熱体の高温炉を使用した。雰囲気は市販の He ガス (99.997% 純度) を用い、流量は約 100 cc/min である。

試験に当って昇温、降温の影響を除くため、上述のサンドウィッチ状の試料を、炉内温度が所定温度に達する迄、炉心管中の加熱帯の外に待機させ、加熱帯の温度が平衡に達すると試料を搬送ワイヤで送り込み、所定時間加熱した。加熱後、搬送ワイヤで加熱帯から、常温部迄引き戻し、炉中で自然冷却した。試験温度は 800 °C, 900 °C, 1000 °C で、加熱時間は 50, 100, 500, 1000 時間とした。更に、1100 °C, 10 時間の浸炭実験を行なった。この実験では雰囲気を  $10^{-6}$  mmHg の真空中とし、金属試料をグラファイト粉末の中へ埋め込んで行なった。ここで用いたグラファイト粉末もやはり原子炉級のもので、粒度は 300 メッシュであった。

所定温度での加熱後、金属試料について、グラファイトと接触していた部分の断面について金相観察および微小硬度の測定を行なった。

## 2.3 コーティング試験

### 2.3.1 コーティング材選別試験

“まえがき”で述べたように、炉内部に挿入される試料の被覆材や熱膨張吸収の為に設けられるスライドジョイント部には“くっつき”あるいは反応防止の為に金属又はセラミックコーティングを施すことが有効な手段となる。コーティング法には Table 3 に示すように、多種多様な方法があるが、その中で、我々の使用条件で最適と考えられる、プラズマ・スプレー・コーティング法 (Plasma Spray Coating Method) により約 10 × 10 × 2~5 mmt の Hastelloy X 及びグラファイト試料に、Table 4 に示す 7 種類のコーティング施工試験を行ない、コーティング後、高温下での、くっつき試験、長時間安定性試験を行なった。コーティングには米国メテコ社のプラズマ溶射装置を使用し、溶射の際、前処理として、アランダム粉によって、表面のショット・ブラスト処理を行なった。試料の予熱温度は 100 ~ 150 °C で、プラズマのキャリア・ガスには He ガスを使用した。コーティング厚みは、各コーティング材とも 100 ~ 200 μm にコントロールした。こうして、作製した試料について、カンタル線発熱体

の高温加熱炉中で 1000 °C, 100 時間のくっつき試験およびコーティング材安定性試験を行ない，“くっつき”，コーティング材の剥離などの損傷の発生の有無について観察を行なった。

くっつき試験は Hastelloy X とグラファイトのコーティング試験片とコーティングを施さない試験片をそれぞれ重ねあわせ，2.1 の要領で試験を行なった。また，コーティング材安定性試験はコーティングしたままの各試料を加熱炉中で加熱し，コーティング材に及ぼす加熱の影響を調べた。

各試験とも雰囲気は市販の He ガス中で，流量は 100 cc/min であった。

### 2.3.2 コーティング材長時間耐久試験

コーティング材選別試験及び各種調査の結果， $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$  コーティング材が他に比べて優れていることが判明したので，コーティング材をこの 2 種に絞り，母材として Hastelloy X 及び Inconel 601 の 2 種について，コーティング材耐久試験および熱サイクル試験を行なった。なお，溶射法は前述のプラズマ・スプレー・コーティング法のほか，フレキシブル・コード・スプレー法によって試料を作成し，溶射法の違いによるコーティング密着性の良否についてもあわせて，検討を行なった。このフレキシブル・コード・スプレー法 (Flexible Cord for Flame Spray Coating Method ; F.C.S 法) は酸素アセチレン炎で溶射材料を溶融し，圧縮空気で吹き付ける方法である。コーティング材の母材への密着性を良くするために，つまり，両者の熱膨脹差を吸収する緩衝材として，ボンドコートを施すことが有用になる。我々はボンドコートを施したものについても検討を加えた。Table 5 に試験に供したコーティング材を示す。なお，コーティング厚みは，コーティング法に関係なく，全てボンド層を含めて，約 200  $\mu$  とした。

#### (a) 長時間浸積試験

25mm × 16mm × 2.5 mm の板状試験片のコーティング材について，高純度 He ガス (99.9999 % UP) 雰囲気中で，1000 °C, 3000 時間の加熱試験を行なった。試料を 500 時間経過毎に加熱炉中より取り出し，コーティング材劣化の傾向，表面荒れ，界面反応等の観点から観察を行なった。

#### (b) 热サイクル試験

(a) で用いたのと同じ板状試験片のほかに，14 mm φ × 25 mm の丸棒にコーティングを施した試験片について，高純度 He ガス雰囲気中で，600 °C → 1000 °C の温度範囲で，300 サイクルの熱サイクル試験を実施した。

## 3. 試験結果と考察

### 3.1 金属-金属くっつき試験

金属相互間の“くっつき”的問題は主として拡散溶接の観点から検討されているが，実際の使用条件における“くっつき”に関する研究は宇宙船の大気圏外即ち高真空中における“くっつき”が NASA で研究されてきている。

OGL-1 の様な特殊雰囲気におけるデータはほとんど見られないが，J.H.Kittel<sup>(2)</sup> によ

の高温加熱炉中で 1000 °C, 100 時間のくっつき試験およびコーティング材安定性試験を行ない，“くっつき”，コーティング材の剥離などの損傷の発生の有無について観察を行なった。

くっつき試験は Hastelloy X とグラファイトのコーティング試験片とコーティングを施さない試験片をそれぞれ重ねあわせ，2.1 の要領で試験を行なった。また，コーティング材安定性試験はコーティングしたままの各試料を加熱炉中で加熱し，コーティング材に及ぼす加熱の影響を調べた。

各試験とも雰囲気は市販の He ガス中で，流量は 100 cc/min であった。

### 2.3.2 コーティング材長時間耐久試験

コーティング材選別試験及び各種調査の結果， $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$  コーティング材が他に比べて優れていることが判明したので，コーティング材をこの 2 種に絞り，母材として Hastelloy X 及び Inconel 601 の 2 種について，コーティング材耐久試験および熱サイクル試験を行なった。なお，溶射法は前述のプラズマ・スプレー・コーティング法のほか，フレキシブル・コード・スプレー法によって試料を作成し，溶射法の違いによるコーティング密着性の良否についてもあわせて，検討を行なった。このフレキシブル・コード・スプレー法 (Flexible Cord for Flame Spray Coating Method ; F.C.S 法) は酸素アセチレン炎で溶射材料を溶融し，圧縮空気で吹き付ける方法である。コーティング材の母材への密着性を良くするために，つまり，両者の熱膨脹差を吸収する緩衝材として，ボンドコートを施すことが有用になる。我々はボンドコートを施したものについても検討を加えた。Table 5 に試験に供したコーティング材を示す。なお，コーティング厚みは，コーティング法に関係なく，全てボンド層を含めて，約 200  $\mu$  とした。

#### (a) 長時間浸積試験

25 mm × 16 mm × 2.5 mm の板状試験片のコーティング材について，高純度 He ガス (99.9999 % UP) 雰囲気中で，1000 °C, 3000 時間の加熱試験を行なった。試料を 500 時間経過毎に加熱炉中より取り出し，コーティング材劣化の傾向，表面荒れ，界面反応等の観点から観察を行なった。

#### (b) 热サイクル試験

(a) で用いたのと同じ板状試験片のほかに，14 mm φ × 25 mm の丸棒にコーティングを施した試験片について，高純度 He ガス 雰囲気中で，600 °C → 1000 °C の温度範囲で，300 サイクルの熱サイクル試験を実施した。

## 3. 試験結果と考察

### 3.1 金属-金属くっつき試験

金属相互間の“くっつき”的問題は主として拡散溶接の観点から検討されているが，実際の使用条件における“くっつき”に関する研究は宇宙船の大気圏外即ち高真空中における“くっつき”が NASA で研究されてきている。

OGL-1 の様な特殊雰囲気におけるデータはほとんど見られないが，J.H.Kittel<sup>(2)</sup> によ

る各種原子炉材料間の反応性実験及びAngermann<sup>(3)</sup>達の行なった高温照射キャップセル材料の“くっつき”に関する実験報告がわざかに見られる。

金属相互間の“くっつき”に及ぼすパラメータとしては、雰囲気に関連する(i) 雰囲ガス、(ii) 温度、(iii) 時間、(iv) 接触面にかかる圧力そして材料に起因する(v) 表面あらさ、(vi) 表面状態、(vii) 機械的性質 があげられる。

今回の試験では、OGL-1の内壁管、流路仕切管部の使用条件と同一条件にしほり、材質、温度、時間をパラメータとして定性的な実験を行なった。その結果をTable 2に示す。Photo 2a～bに代表的な反応後の金相写真を示す。

#### (1) 温度の影響

Ta, Moなどの高融点金属は1000°Cのみ、その他のFe, Niベース合金は800°C, 1000°Cの2条件について試験を行なった。Table 2に見られるように、Inconel 601とHastelloy Xの組み合わせを除いて、すべて800°C, 100時間で“くっつき”を生じている。

橋本達<sup>(4)</sup>の各種金属の拡散溶接による固相接合可能温度によれば、Niは500°C, SUS 304では700°Cと低温において、拡散接合が可能であると報告されている。

従って、Fe, Niベース合金で、800°Cは“くっつき”的おこりうる温度である。

また、E.A.Brandes et al.<sup>(5)</sup>の行なったHe雰囲気中における、SUS, Nimonic PE-16, 20Cr-25Ni, Nb, Yなどの自己融着試験では、荷重5lb/in<sup>2</sup>, 750°C, 500時間で“くっつき”を生じているが、この結果とも良く一致している。

Inconel 601とHastelloy Xの組み合わせにおいて、800°C, 500時間ではlooseな“くっつき”を生じ、1000°Cにおいては100時間ではtightな“くっつき”が見られた。

これらの結果からHastelloy X, Incoloy 800, Inconel 601, Inconel 625を800°C以上で接触させると、短時間で、“くっつき”をおこすことが明らかとなった。

Ta, Moなどの高融点金属とHastelloy XおよびIncoloy 800の組み合わせでは、1000°Cの温度条件のみではあるが、いづれもloose及びtightな“くっつき”を生じている。

これらの実験結果もE.A.Brandes et al.の実験結果からの予測と一致する。

#### (2) 時間の影響

Inconel 601とHastelloy Xの800°Cの組み合わせを除き、すべて“くっつき”を生じているため、時間的因子については明らかではないが、この組み合わせにおいても、800°Cで100時間では“くっつき”を生じなかったが、500時間ではlooseな“くっつき”を生じている。

つまり、加熱時間が増せば“くっつき”が生ずることがわかった。

### 3.2 金属一グラファイト両立性試験

Mo, Ni, Cu, Cr, ステンレス鋼及びInconel-Xなどいくつかの金属とグラファイトの両立性に関しては既にA.F. Gerds<sup>(6)</sup>などにより報告されているが、今回我々の対象としている合金についての報告は見られない。

予備試験として、Hastelloy X, Incoloy 800をグラファイト粉末中で1250°C, 50時間、加熱したところ、試験温度は両者の融点より低い温度であるにもかかわらず、共に溶融してい

た。これはこれらの金属が炭素と多元合金を生成し融点が下がった為と思われる。又、Inconel 601, Inconel 625 についても 1200°C で 5 時間の浸炭加熱を行なった結果 Inconel 601 は表面が一部、Inconel 625 は完全に溶けていた。

800°C, 900°C, 1000°C における金属ーグラファイトブロックの浸炭加熱試験では試料を炉より取り出し、カンタルワイヤをはずすと各試料共金属とグラファイトは自然に分離し両者の凝着は認められなかった。

これらの結果から、金属とグラファイトの接触する可能性のある個所については 1200°C 以上の高温に保持することは両立性の観点から避けなければならない。

### 3.2.1 顕微鏡観察

試料断面の金相観察によると 800°C ~ 1000°C の実験では雰囲気が流動 He 中であるため、表面直下において脱炭によると思われる炭化物の折出の見られない領域が各合金共存在する。

Photo 3 に Hastelloy X の 1000°C, 50 時間浸炭後の表面近傍の断面写真を示す。

Photo 4 a ~ d に各合金の真空中、1100°C, 10 時間浸炭後の金相写真を示すが、これを見た限りでは Hastelloy X が他の合金に比べ幾分浸炭層厚さが小さいようである。

流動 He 中の脱炭現象及び浸炭深さの定量的な測定については現在  $^{14}\text{C}$  を使用して検討中である。

### 3.2.2 微小硬度測定

Hastelloy X ほか各合金について、浸炭後の断面のマイクロビッカース硬度を測定した。1000°C, 1000 時間加熱試料についての硬度分布を Fig. 2 に示す。各合金共表面近傍での硬度は、内部より低く、表面における脱炭現象を示唆している。

すべての合金において、表面直下でピークが見られるのは浸炭が先行し、続いて酸化による脱炭が生じた為と思われる。

Fig. 3 に Hastelloy X の 1000°C において、加熱時間を 50 ~ 1000 時間と変えたものについてのビッカース硬度曲線を示す。時間が増加するにつれて曲線のピークが低くなってくる傾向が見られ、各時間とも表面下約 100 μ迄は、内部より硬度は低く曲線の勾配が急であるのがわかる。

1000°C の曲線においては、表面下 100 μ より内側ではほぼ平坦になっており、母材より幾分高い硬度を示している。一般にオーステナイト系ステンレス鋼においては浸炭層の硬度は Hv = 500 位にもなり、1000°C になると炭素の金属中への拡散は非常に速く固溶限界迄、試料全体に炭素が浸入するのに殆んど時間は要しないと考えられる。しかるにこの実験では硬度に大きな変化がない。これは一つには、Hastelloy X などはステンレス鋼に比べ浸炭していくことと、実験の市配 He 雰囲気はいわゆる、浸炭雰囲気とは様子を異にしていることによるものと思われる。

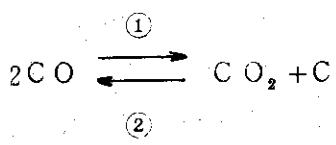
Ni ベースであれ、Fe ベースであれ、Cr を含む合金においては Fig. 4 に示すように Cr と C の親和力が強い為、浸炭の恐れのある雰囲気で使用する際は充分注意しなければならない。

我々の両立性実験においても、雰囲気が He や真空といえども前述のごとくグラファイトとの接触面からの浸炭が見られた。一般に固体グラファイトと金属の反応、いわゆる固体一固体反応は、CO ガス等とのガスー固体反応に比べるとかなり反応速度において小さいと考えられ

ている。<sup>\*</sup>今回の兩立性実験では、上述のように中性雰囲気中とはいえ、もともとCO<sub>2</sub>, CO, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O等の不純物が存在する所へ、高温状態でこれがグラファイトと反応を起こし、特にO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>Oは、大部分CO, H<sub>2</sub>になり、これにCO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CH<sub>4</sub>が混在する状態になっている。

このような雰囲気では浸炭ばかりでなく酸化に伴なう脱炭反応が同時に起こりうる。しかしこの反応は合金試料中のO<sub>2</sub>, Cの拡散と合金試料とグラファイト界面でのCO, CO<sub>2</sub>の生成量がわからぬと厳密にどの程度浸炭が進み、脱炭が起こるのか明言できない。常識的にはCはO<sub>2</sub>に比べ金属中への溶解、拡散が速いので浸炭、酸化の同時作用雰囲気では浸炭が先行する。

浸炭は金属表面でCと金属の直接の反応もあるが、大部分はCOガスと試料中のCrを主とする金属とが反応し、M<sub>3</sub>C, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>なる炭化物を生ずる。つまり、試料表面においては常に



なる反応が起っている。

すなわち、COは合金試料表面で①のように分解し、活性化した炭素ができる。この活性化したCが、合金試料と反応する。そして、表面に炭化物の層ができ、合金中にCの濃度勾配を生じ、Cは中へと拡散侵入してゆく。また、試料表面で生成されたCO<sub>2</sub>は、グラファイトと②の反応で再びCOを生成する。

こうして、浸炭がおこるのであるがCO<sub>2</sub>はいわゆる酸化性ガスであり、浸炭と同時に酸化も進む。つまり、脱炭反応も同時に起る。このようにHastelloy X表面でCO/CO<sub>2</sub>はたえず変化しているのであるが、CO/CO<sub>2</sub>が減少すると酸化反応が行なわれる。つまり、脱炭反応が進むのであろう。<sup>\*\*</sup>また浸炭にはCOガスの他、CH<sub>4</sub>ガス、脱炭にはCO<sub>2</sub>ガスの他H<sub>2</sub>ガスの寄与も考えられる。

### 3.3 コーティング試験

#### 3.3.1 コーティング材選別試験

コーティング直後の表面状況観察によれば、Hastelloy Xに対するコーティングにおいては剥離、欠け落ちなどは見られなかつたが、グラファイトに対するコーティングにおいて、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及び91%WC-9%Coは母材との密着不良の為、端部における剥離が見られた。Photo. 5にコーティング直後と1000°C, 100時間のくつき試験後の各コーティング試料の外観写真を示す。外観観察からはすべて“くつき”は見られなかつたが、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>コーティングを除いては変色、剥離、脱落、クラックの発生が認められた。特に、91%WC-9%Co, MoSi<sub>2</sub>, Moにおいては剥離、変色、消失などが著しかつた。Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>は比較的健全であったが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>においては小さなクラックが発生しており、ZrO<sub>2</sub>

\*) 高純度の炭素粉中にFeを埋め高真空中で1000°C付近で加熱しても浸炭量はわずかである。

\*\*) 脱炭反応のおこる可能性については野村らがJAERI-memo 4732で言及している。

においては端部における剥離が見られた。コーティングの安定性に寄与するファクターとしてコーティング材の密着性、熱膨脹係数、気孔率、融点等の物性に合ったボンドコート材の選択、コーティング施工時のコーティング厚さ、端部処理法などを考慮することにより、これらの比較的健全であった4種のコーティング材について、更に試験をくり返した。Table. 6に1000°C 100時間加熱後の重量変化からみた安定性を示す。これによると、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$  及び Plasma 法による  $\text{Al}_2\text{O}_3$  コーティングにおいて、クラックの発生や剥離による重量減少が見られたがこれ以外のコーティングにおいては安定性が優れていると云える。(なお、Table. 6 に示す実験の  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  コーティングは Spray Sinter 法によるものである)。

### 3.3.2 コーティング材長時間耐久試験

#### (a) 長時間浸積試験

Photo. 6 に Plasma 法による  $\text{ZrO}_2$  コーティング部断面の加熱前後の光学顕微鏡写真を示す。この写真はコーティング部を観察する為に偏光撮影したものである。加熱によってコーティング直下の基材組織の炭化物粒がいくらか成長しており、酸化によると思われる脱炭現象が観察されたが傾向としては異常とは考えられない。

走査型電子顕微鏡によるコーティング表面の観察結果の一例として、Plasma 法による  $\text{ZrO}_2$  コーティング部表面の加熱前の写真を Photo. 7 に示す。Plasma 法による  $\text{Al}_2\text{O}_3$  コーティング、F.C.S 法による  $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  コーティングにおいても Photo. 7 と同じように、微小亀裂が観察され、これらは加熱により殆んど変化は見られなかった。しかし F.C.S 法  $\text{ZrO}_2$  コーティングの施工表面に剥離を生じた。

他の3種のコーティングにおいては重量変化や表面剥離が認められず健全であるといえる。

この試験の温度は 1000°C であったが、実際の使用においては 800°C の個所もある。我々は 800°C、1000 時間の耐久試験を、最も有力視される Plasma 法による  $\text{ZrO}_2$  コーティング施工試料について行なった。

その結果、割れ、剥離等の異常の発生は認められなかった。

#### (b) 热サイクル試験

試験の結果、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  各コーティングの各々に最適のボンドコート材を使用し、端部を保護することによりコーティングの密着性は充分保たれることがわかった。つまり、コーティング材の物性に最も適したボンドコートを使用すると、両コーティング共 300 サイクル試験後も充分に健全に保たれる。また、密着性に及ぼす端部保護の効果も大きく、300 サイクルの試験において、端部保護を施した試験材では全く剥離が生じなかったのに対し、端部保護を施さない試験材では 200～300 サイクルで、いくつか剥離が見られた。試験後の金相観察によると剥離個所はいずれも、コーティング材とボンドコート材の境界面であった。

## 4. 結論

- 1) Mo, Ta, Wなどの耐熱金属を除く、Incoloy - 800 及び Hastelloy Xなどの Ni 基合金は全て、800°C 以上では拡散接合によりくっつく。

においては端部における剥離が見られた。コーティングの安定性に寄与するファクターとしてコーティング材の密着性、熱膨脹係数、気孔率、融点等の物性に合ったボンドコート材の選択、コーティング施工時のコーティング厚さ、端部処理法などを考慮することにより、これらの比較的健全であった4種のコーティング材について、更に試験をくり返した。Table. 6に1000°C 100時間加熱後の重量変化からみた安定性を示す。これによると、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 及びPlasma法による $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティングにおいて、クラックの発生や剥離による重量減少が見られたがこれ以外のコーティングにおいては安定性が優れていると見える。(なお、Table. 6に示す実験の $\text{Cr}_2\text{O}_3$ コーティングはSpray Sinter法によるものである)。

### 3.3.2 コーティング材長時間耐久試験

#### (a)長時間浸積試験

Photo. 6にPlasma法による $\text{ZrO}_2$ コーティング部断面の加熱前後の光学顕微鏡写真を示す。この写真はコーティング部を観察する為に偏光撮影したものである。加熱によってコーティング直下の基材組織の炭化物粒がいくらか成長しており、酸化によると思われる脱炭現象が観察されたが傾向としては異常とは考えられない。

走査型電子顕微鏡によるコーティング表面の観察結果の一例として、Plasma法による $\text{ZrO}_2$ コーティング部表面の加熱前の写真をPhoto. 7に示す。Plasma法による $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティング、F.C.S法による $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティングにおいてもPhoto. 7と同じように、微小亀裂が観察され、これらは加熱により殆んど変化は見られなかった。しかしF.C.S法 $\text{ZrO}_2$ コーティングの施工表面に剥離を生じた。

他の3種のコーティングにおいては重量変化や表面剥離が認められず健全であるといえる。

この試験の温度は1000°Cであったが、実際の使用においては800°Cの箇所もある。我々は800°C、1000時間の耐久試験を、最も有力視されるPlasma法による $\text{ZrO}_2$ コーティング施工試料について行なった。

その結果、割れ、剥離等の異常の発生は認められなかった。

#### (b)熱サイクル試験

試験の結果、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 各コーティングの各々に最適のボンドコート材を使用し、端部を保護することによりコーティングの密着性は充分保たれることがわかった。つまり、コーティング材の物性に最も適したボンドコートを使用すると、両コーティング共300サイクル試験後も充分に健全に保たれる。また、密着性に及ぼす端部保護の効果も大きく、300サイクルの試験において、端部保護を施した試験材では全く剥離が生じなかったのに対し、端部保護を施さない試験材では200～300サイクルで、いくつか剥離が見られた。試験後の金相観察によると剥離箇所はいずれも、コーティング材とボンドコート材の境界面であった。

## 4. 結論

- 1) Mo, Ta, Wなどの耐熱金属を除く、Incoloy-800及びHastelloy XなどのNi基合金は全て、800°C以上では拡散接合によりくっつく。

したがって、これらの材料を使用する際は、接触しない様、また止むを得ず接触させる場合及び恐れのある場合は温度条件を下げるか、表面セラミック・コーティングなどの凝着防止処置を構じなければならない。

2) 耐熱合金—グラファイトでは、1000°C以下の条件では、“くっつき”の現象は見られなかった。

3) Hastelloy X等の耐熱合金とグラファイトとの両立性実験の結果、耐熱合金とグラファイトが共晶合金をつくり融点低下をひきおこし、耐熱合金が溶融する現象が見られ、これらの耐熱合金をOGL-1の炉内管に使用の際、グラファイト系試料を照射する場合の問題点及び照射温度限界が明らかとなった。

4) 浸炭後金属断面の硬度曲線では、表面下50~100μの所にピークが見られる。これは更に検討中であるが、表面近傍での脱炭によるものと思われる。

5) コーティング試験の結果多くのセラミック・コーティングの中で最も優れた結果を示したのは、適当なボンドコートと端部処理を施したPlasma法 $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティングとPlasma法及びF.C.S法のそれぞれによる $\text{ZrO}_2$ コーティングで、充分実用に供しうることが確認された。

### あとがき

当研究のうち、コーティング試験の中で、長時間耐久試験については川崎重工(株)との共同研究の一環として行なったものである。我々は川崎重工(株)の村瀬宏一工学博士をはじめ研究グループの方々に深く感謝致します。

なお、当研究に用いたInconel 601, Inconel 625, Incoloy 800材は米国INCO社の御好意により提供されたものであることを付記する。

### 6. 参考文献

- (1) 多目的高温ガス炉プログレスレポートNo.1~5 (1972~74), 日本原子力研究所
- (2) J.H.Kittel, ANL-4937 (1949)
- (3) C.L.Angerman, C.P.Ross. : DP-1247 (1970)
- (4) 橋本達哉, 田沼欣司 : 拡散接合, 溶接学会誌, 36, 12 (1967) 14
- (5) E.A.Brandes, F.A.Collins : Metals and Materials, Dec. (1969)
- (6) A.F.Gerds, M.W.Mallet : BMI-1261 (1958)
- (7) 高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書(第2集) 日本学術振興会 (1973)
- (8) G.Nishio, J.Shimokawa : J of Nucl. Mat. 47 (1973), 87
- (9) R.P.Agarwalla et al. : J of Nucl. Mat. 36 (1970), 41

したがって、これらの材料を使用する際は、接触しない様、また止むを得ず接触させる場合及び恐れのある場合は温度条件を下げるか、表面セラミック・コーティングなどの凝着防止処置を構じなければならない。

2) 耐熱合金一グラファイトでは、1000°C以下の条件では、“くっつき”の現象は見られなかつた。

3) Hastelloy X等の耐熱合金とグラファイトとの両立性実験の結果、耐熱合金とグラファイトが共晶合金をつくり融点低下をひきおこし、耐熱合金が溶融する現象が見られ、これらの耐熱合金をOGL-1の炉内管に使用の際、グラファイト系試料を照射する場合の問題点及び照射温度限界が明らかとなつた。

4) 浸炭後金属断面の硬度曲線では、表面下50~100μの所にピークが見られる。これは更に検討中であるが、表面近傍での脱炭によるものと思われる。

5) コーティング試験の結果多くのセラミック・コーティングの中で最も優れた結果を示したのは、適当なボンドコードと端部処理を施したPlasma法 $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティングとPlasma法及びF.C.S法のそれぞれによる $\text{ZrO}_2$ コーティングで、充分実用に供しうることが確認された。

### あとがき

当研究のうち、コーティング試験の中で、長時間耐久試験については川崎重工(株)との共同研究の一環として行なつたものである。我々は川崎重工(株)の村瀬宏一工学博士をはじめ研究グループの方々に深く感謝致します。

なお、当研究に用いたInconel 601, Inconel 625, Incoloy 800材は米国INCO社の御好意により提供されたものであることを付記する。

### 6. 参考文献

- (1) 多目的高温ガス炉プログレスレポートNo.1~5 (1972~74), 日本原子力研究所
- (2) J.H.Kittel, ANL-4937 (1949)
- (3) C.L.Angerman., C.P.Ross. : DP-1247 (1970)
- (4) 橋本達哉, 田沼欣司 : 拡散接合, 溶接学会誌, 36, 12 (1967) 14
- (5) E.A.Brandes, F.A.Collins : Metals and Materials, Dec.-(1969)
- (6) A.F.Gerds, M.W.Mallet : BMI-1261 (1958)
- (7) 高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書(第2集) 日本学術振興会 (1973)
- (8) G.Nishio, J.Shimokawa : J of Nucl. Mat. 47 (1973), 87
- (9) R.P.Agarwalla et al. : J of Nucl. Mat. 36 (1970), 41

したがって、これらの材料を使用する際は、接触しない様、また止むを得ず接触させる場合及び恐れのある場合は温度条件を下げるか、表面セラミック・コーティングなどの凝着防止処置を構じなければならない。

2) 耐熱合金一グラファイトでは、1000°C以下の条件では、“くっつき”の現象は見られなかつた。

3) Hastelloy X等の耐熱合金とグラファイトとの両立性実験の結果、耐熱合金とグラファイトが共晶合金をつくり融点低下をひきおこし、耐熱合金が溶融する現象が見られ、これらの耐熱合金をOGL-1の炉内管に使用の際、グラファイト系試料を照射する場合の問題点及び照射温度限界が明らかとなつた。

4) 浸炭後金属断面の硬度曲線では、表面下50~100μの所にピークが見られる。これは更に検討中であるが、表面近傍での脱炭によるものと思われる。

5) コーティング試験の結果多くのセラミック・コーティングの中で最も優れた結果を示したのは、適当なボンドコートと端部処理を施したPlasma法 $\text{Al}_2\text{O}_3$ コーティングとPlasma法及びF.C.S法のそれぞれによる $\text{ZrO}_2$ コーティングで、充分実用に供しうることが確認された。

### あとがき

当研究のうち、コーティング試験の中で、長時間耐久試験については川崎重工(株)との共同研究の一環として行なつたものである。我々は川崎重工(株)の村瀬宏一工学博士をはじめ研究グループの方々に深く感謝致します。

なお、当研究に用いたInconel 601, Inconel 625, Incoloy 800材は米国INCO社の御好意により提供されたものであることを付記する。

### 6. 参考文献

- (1) 多目的高温ガス炉プログレスレポートNo.1~5(1972~74), 日本原子力研究所
- (2) J.H.Kittel, ANL-4937 (1949)
- (3) C.L.Angerman, C.P.Ross : DP-1247 (1970)
- (4) 橋本達哉, 田沼欣司 : 拡散接合, 溶接学会誌, 36, 12 (1967) 14
- (5) E.A.Brandes, F.A.Collins : Metals and Materials, Dec. (1969)
- (6) A.F.Gerds, M.W.Mallet : BMI-1261 (1958)
- (7) 高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書(第2集) 日本学術振興会 (1973)
- (8) G.Nishio, J.Shimokawa : J of Nucl. Mat. 47 (1973), 87
- (9) R.P.Agarwalla et al. : J of Nucl. Mat. 36 (1970), 41

Table 1 Composition of Materials

	C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe	Mo	Co	W	Nb + Ta	Al	Cu	V	S	Ti	Zr	Mo	Mg
Hastelloy X	0.06	0.39	0.59	22.00	Bal.	18.06	8.71	1.31	0.54	0.25	Tr.	Tr.	0.005					
Inconel 601	0.05	0.25	0.50	23.00	60.5	14.1				1.35	0.25		0.007					
Inconel 625	0.05	0.30	0.15	22.00	61.0	3.0	9.0			Nb	0.1							
Incoloy 800	0.08	0.58	0.76	20.90	31.5	Bal.	0.51			4.0								

Table 2 Compatibility of Various Alloys in Helium Gas

合 金	成 分 °C hrs.	Hastelloy-X	Incoloy-800	Inconel-601	Inconel-625	Ta	Mo	Nb	W
		800	1,000	800	1,000	800	1,000	800	1,000
Hastelloy X	100	X	X	O	X	X			
	500	X	X	△	X	X	△	X	△
	1,000	X	X	X	X	X			
Incoloy 800	100	X	X	X	X	X	△	X	△
	500	X	X	X	X	X	△	X	△
	1,000	X	X	X	X	X			
Inconel 601	100								
	500								
	1,000								
Inconel 625	100								
	500								
	1,000								

Note    O Compatible    X Incompatible    △ Loose adhesion

Table. 3 Metal and Ceramic Coating Method

名 称	被 覆 方 法	特 長	備 考
拡 散 法 メタリックコートィング	熱 拡 散	基材に金属を拡散させ、耐熱性の固溶体、化合物を作る。	
溶 融 メ ッ キ 法 セラミックラミネーション	メ ッ キ	溶融金属中に浸漬メ ッ キを施す。	メ ッ キより密着性が優れておりピンホールも少ないが、合金層を形成する時は注意する必要がある。耐熱溶度は300～500°Cが限界。
溶 射 法 グラスティックコーティング法	溶 射	金属粉末をフレームスプレー又はグラズマジェットで溶融し噴射する。	高融点のRefractory Metalの溶射が可能で密着力、耐熱、耐磨耗性が優れている。
セラミックタルコートィング法 フレームスプレーコーティング法	焼 付	ガラス質のうわぐすりを焼きつける。 ガラス粉末と金属粉末の混合物からなるうわぐすりを焼きつける。	600～1000°Cの耐熱、耐食、急熱冷却に強い。 密着力優秀、1500°C以上の高温に耐えるものもある。
ナラスマスチーリング法 ベーパープレーティング	溶 射	セラミック(主として酸化物)を酸素アセチレン炎で溶融し噴射する。	1500°C以上の耐火、断熱、耐磨耗性良好、8～12%の気孔率
ナラスマスチーリング法 ソリューションセラミックコーティング	溶 射 化 学 着 蒸	セラミックス(主として炭化物、高融点の酸化物)をナラスマジックで溶融し噴射する。	1500°C以上の耐火、断熱、耐磨耗性優秀、気孔率も良好
ソリューションセラミックコーティング	分 解 着 付	金属塩の化学反応により、金属、酸化物、炭化物開発物、珪化物を析出させ被覆する。	耐熱度各種あり、小型の基材に応用される。 $Mb + SiCl_4 \rightarrow MoSi_2$
セラミックライニング	塗 布	耐化物粉末を結合剤とともに塗布して硬化させる。	耐熱各種あり、現場の大型装置に適する。

Table 4 Coating Materials

Coating No.	Manufacturer and Trade Name	Nomenclature and Chemical Composition	Powder * Sieve Size	Remarks
1	METCO 105SF	100% $\text{Al}_2\text{O}_3$	-25+5 $\mu$	
2	METCO 72FNS	Tungsten Carbide Cobalt Clad 91% WC 9% Co	-325+15 $\mu$	
3	METCO 106SF	100% $\text{Cr}_2\text{O}_3$	-140+10 $\mu$	
4	METCO 201	Stabilized $\text{ZrO}_2$ 93.5% $\text{ZrO}_2$ 5.0% $\text{CaO}$	-270+10 $\mu$	
5	METCO 80NS	Three Component Blend 85% $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 10% Ni 5% Cr	-325+5 $\mu$	
6	METCO 63	99.0% Mo	-200+30 $\mu$	
7	METCO XP113	100% $\text{MoSi}_2$	-230+10 $\mu$	Experimental Powder

\* Particle size in mesh sizes except where noted.

Table 5 Selected Coating Materials

Method	Manufacturer and Trade Name	Nomenclature and Chemical Composition	Powder * Sieve Size	Remarks
Plasma Spray Coating	METCO 105SF	100% $\text{Al}_2\text{O}_3$	-25+5 $\mu$	
	METCO 201	Stabilized $\text{ZrO}_2$	-270+10 $\mu$	
	METCO 81VF	75% Chromium Carbide 25% (80Ni - 20Cr)	-170+10 $\mu$	
	METCO 43F	80Ni - 20Cr		Bonding Material
F.C.S	Pure $\text{Al}_2\text{O}_3$	99.8% $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.11% $\text{Na}_2\text{O}$ 0.04% $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 0.01% C		
	Stabilized $\text{ZrO}_2$	80.9% $\text{ZrO}_2$ , 6.0% $\text{CaO}$ 6.0% $\text{SiO}_2$ , 0.5% $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.5% $\text{Fe}_2\text{O}_3$		

\* Particle size in mesh sizes except where noted.

Table 6 Stability of Ceramic Coated Nickel Alloys  
in High Temperature Helium Gas

Substrate	Coating		Weight Change*	Remark	
$\text{ZrO}_2$	None		+0.7 +2.0 +2.0	Adhesion " "	
	FCS	No Bond	+1.5 +0.1 +2.6		
			+2.1 +0.5 +6.6		
			+2.3 +1.5 +1.0		
		43F Bond	+3.4 +4.1 +4.2		
			+3.1 +2.9 +3.6		
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	No Bond	+3.1 +3.5 +3.4		
			-0.6 -26.9 -10.4	Crack and Spalling " "	
			-27.9 -35.2 -26.8	" " "	
		43F Bond	-4.5 -6.2 -39.9	" " "	
			-5.4 -5.0 -1.9	" " "	
			+0.6 -9.4 +1.9	Adhesion " "	
Hastelloy X	$\text{Cr}_2\text{O}_3$ Spray sinter		+5.2 +3.9 +5.6	"	
	None		+5.7 +6.0 +6.3		
	$\text{ZrO}_2$	FCS	+6.6 +5.8 +6.1		
	$\text{Al}_2\text{O}_3$				
* $\times 10^{-1} \text{ mg/cm}^2$					
FCS: Flexible Cord Spray					
Test Condition: 1000°C, 30 cc/min. of He, 100 hrs.					

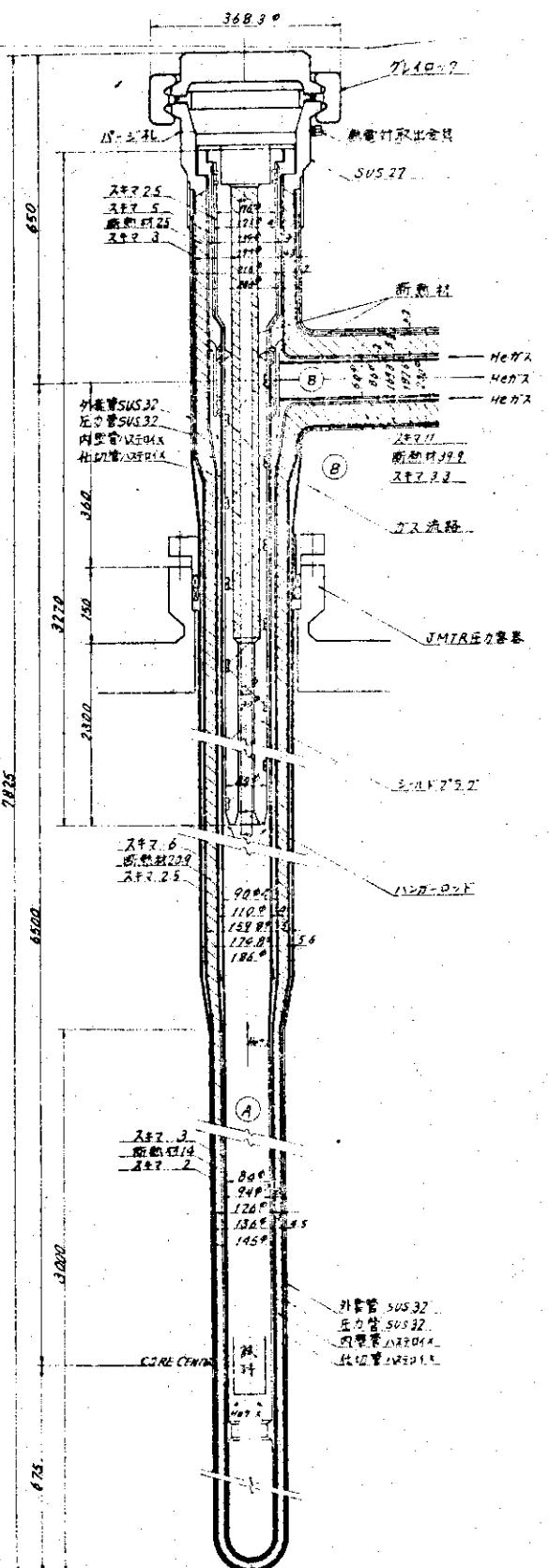


Fig. 1 In-Pile tube of OGL-1

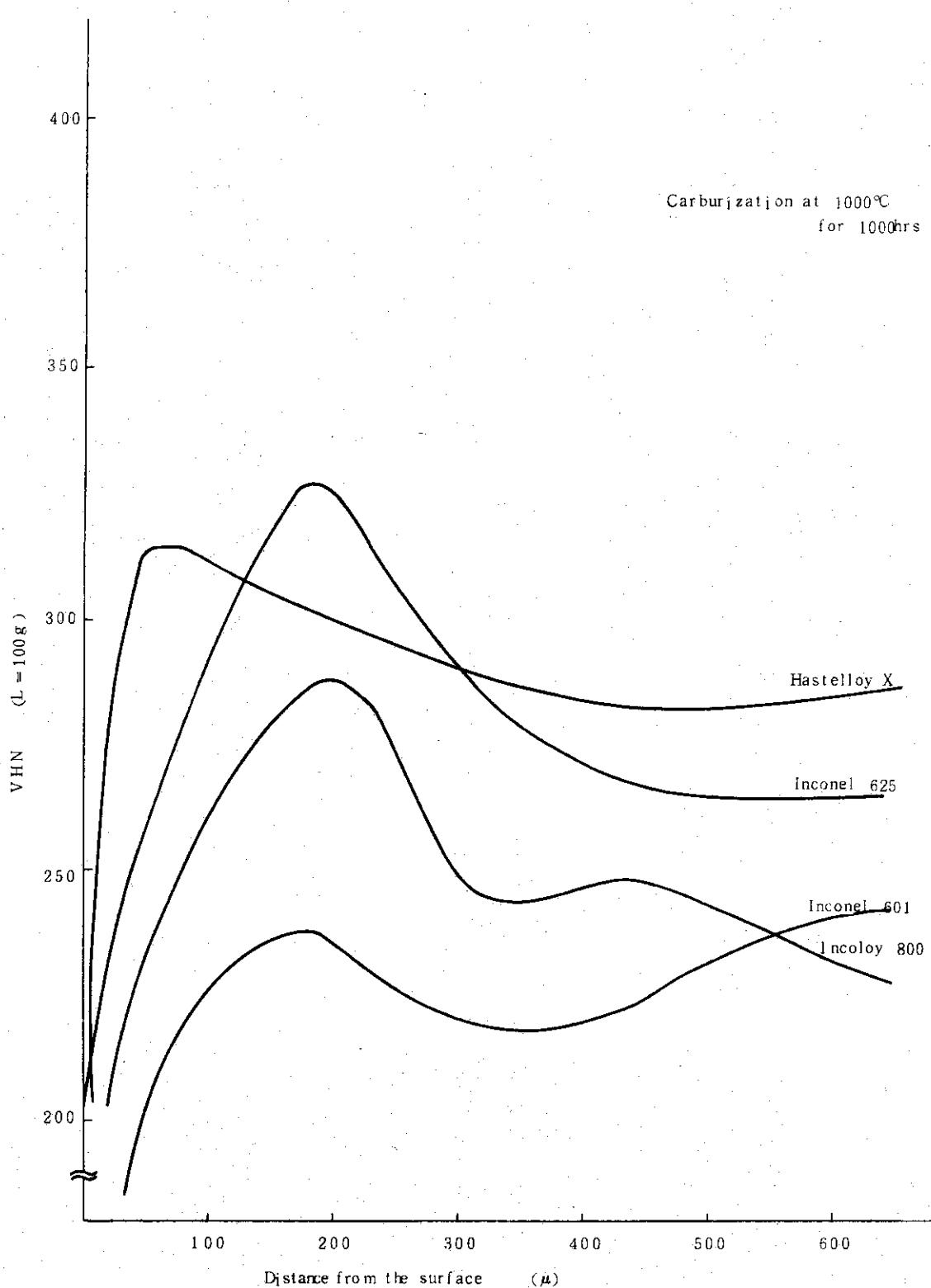


Fig. 2 Vickers hardness of various carburized alloys

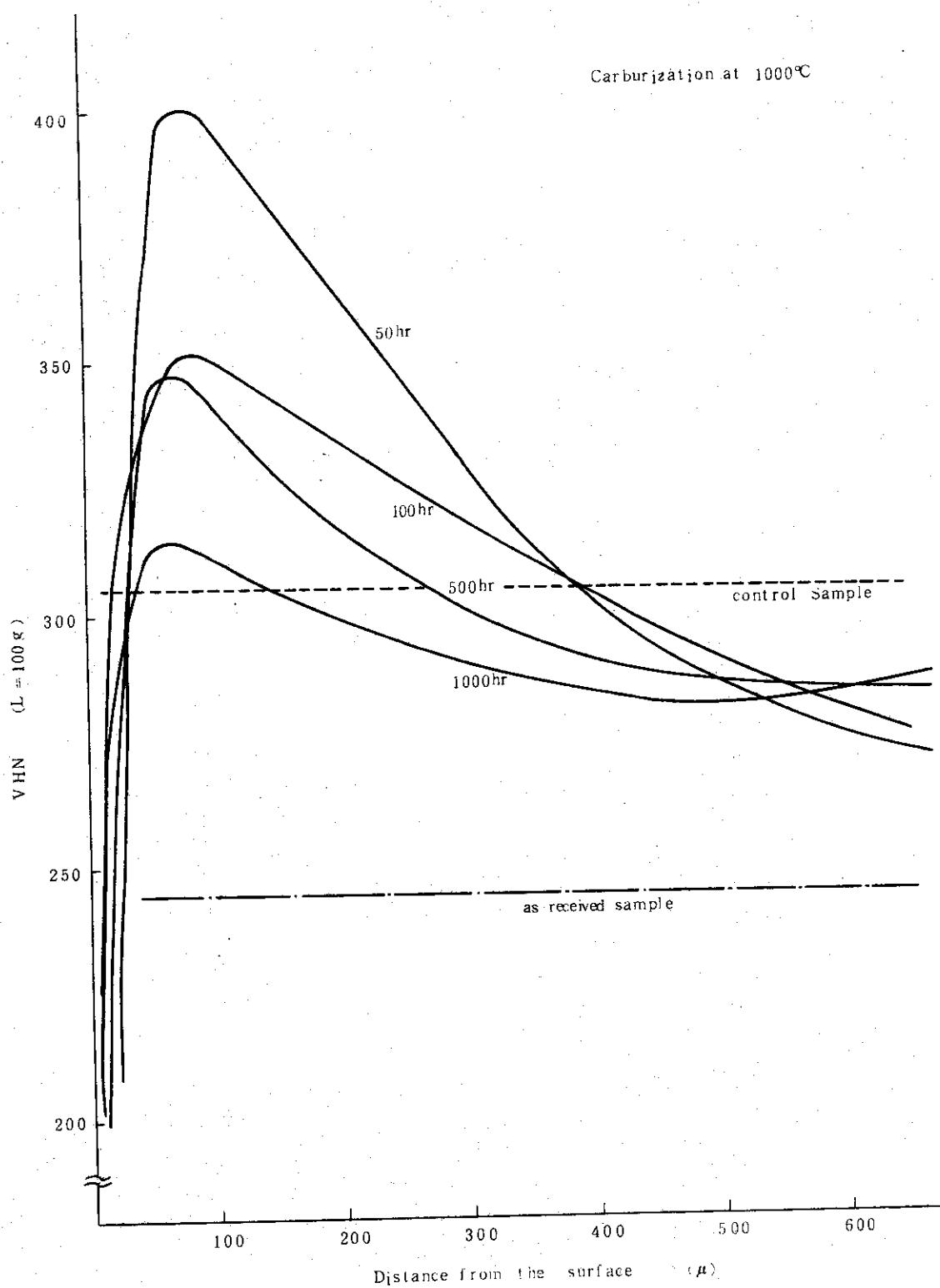


Fig. 3 Vickers hardness of Hastelloy X carburized and at 1000°C in helium atmosphere

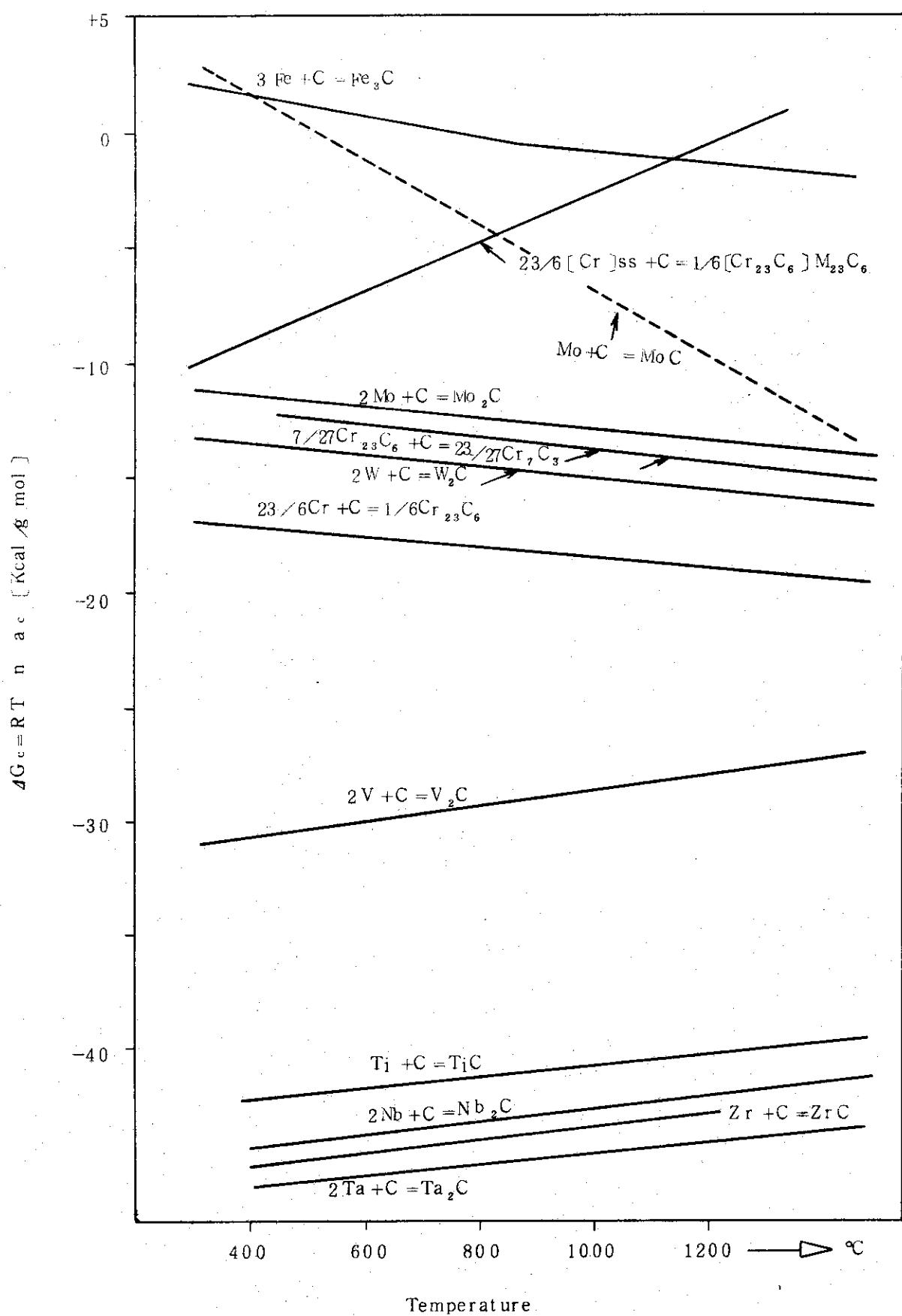


Fig. 4 Comparison of energy of formation of some carbides

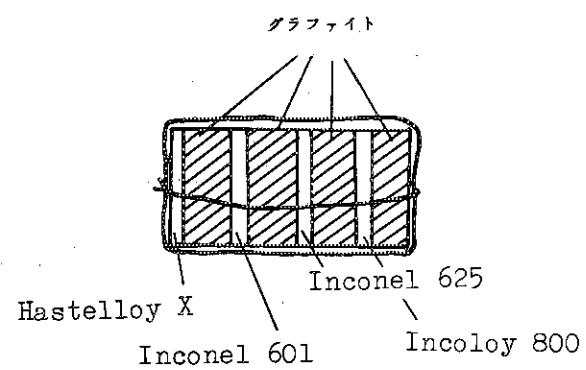
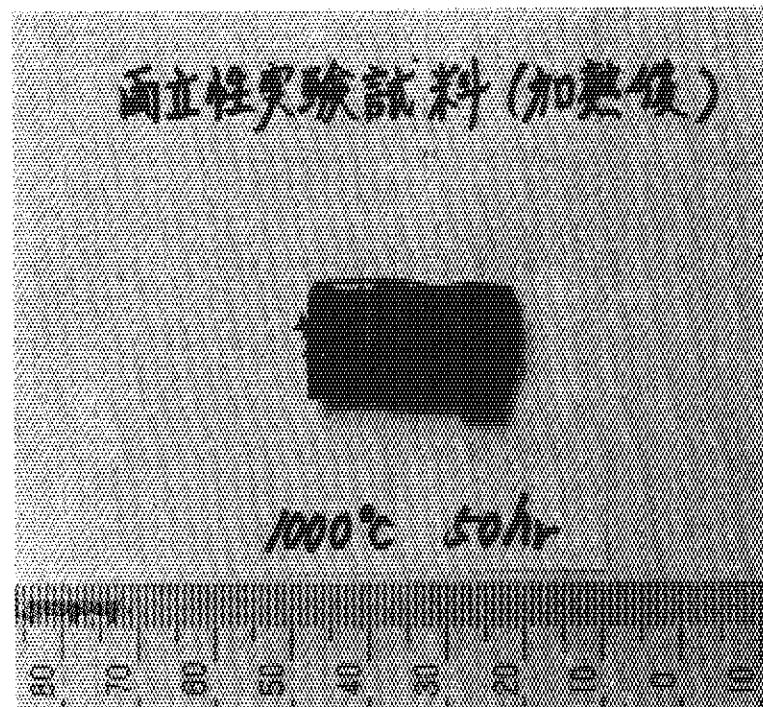
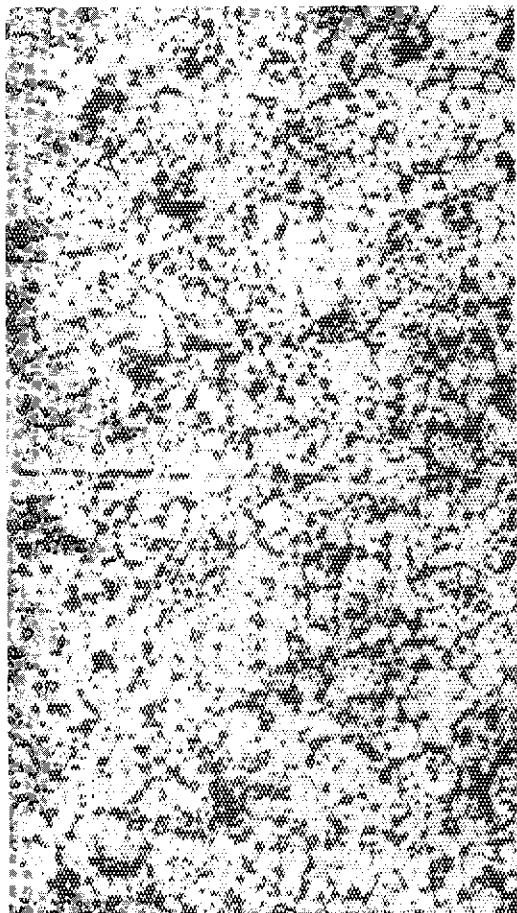


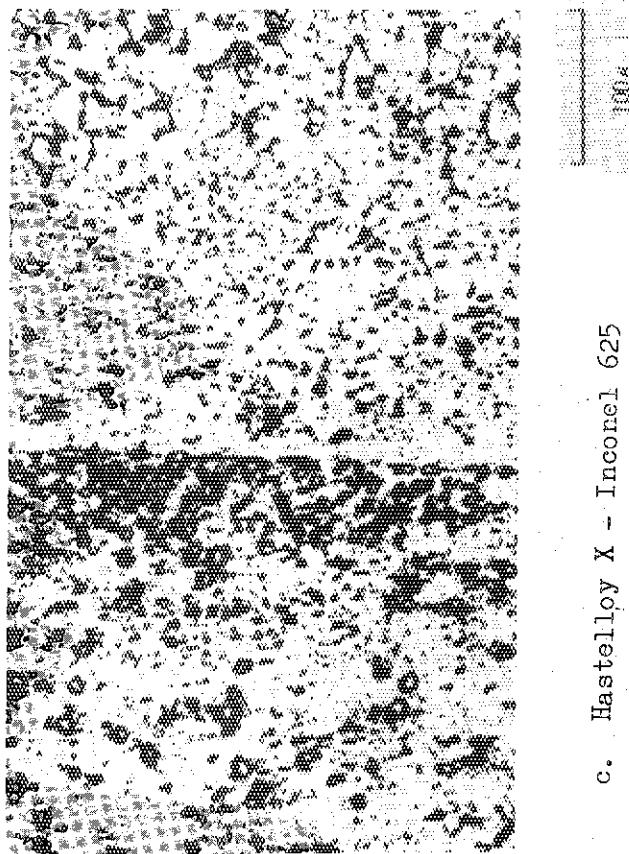
Photo.1 Specimen for Resistant Alloys-  
Graphite Compatibility Test



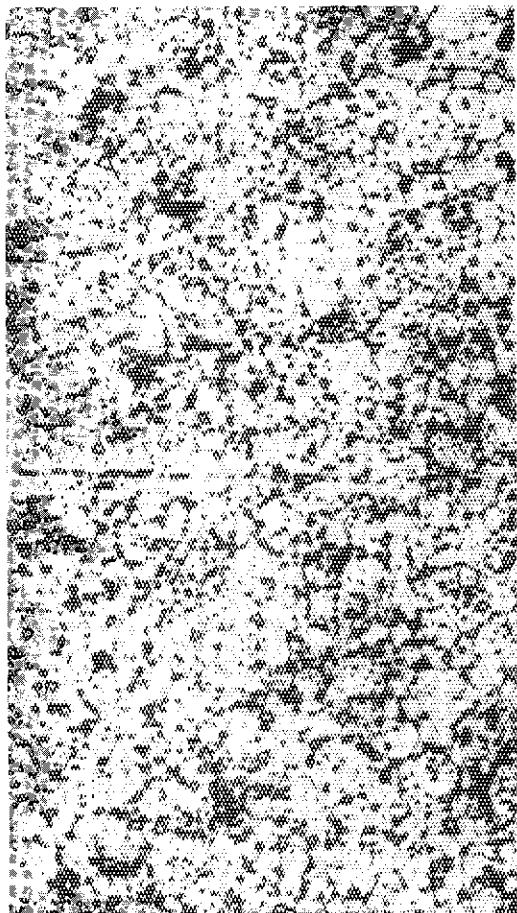
a. Hastelloy X - Hastelloy-X



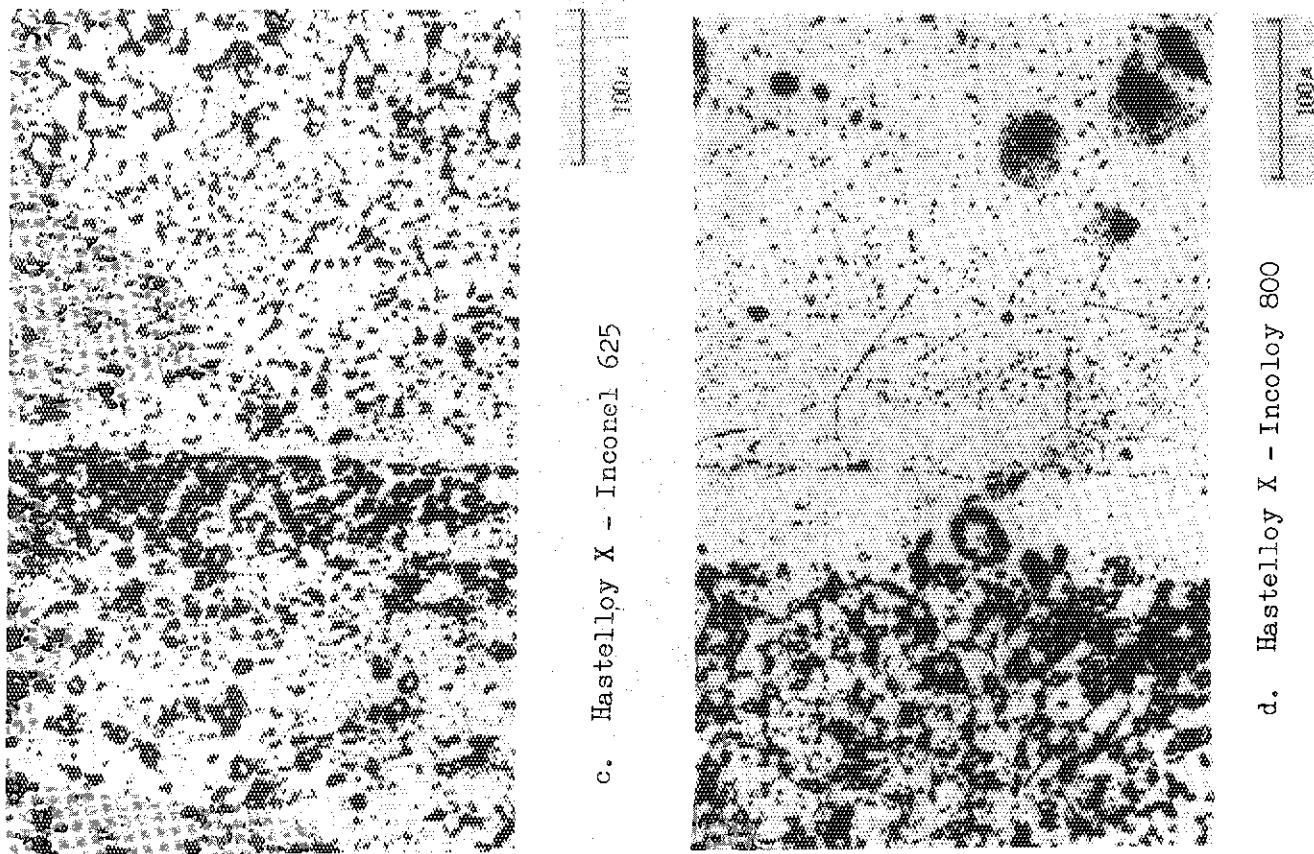
b. Hastelloy X - Inconel 601



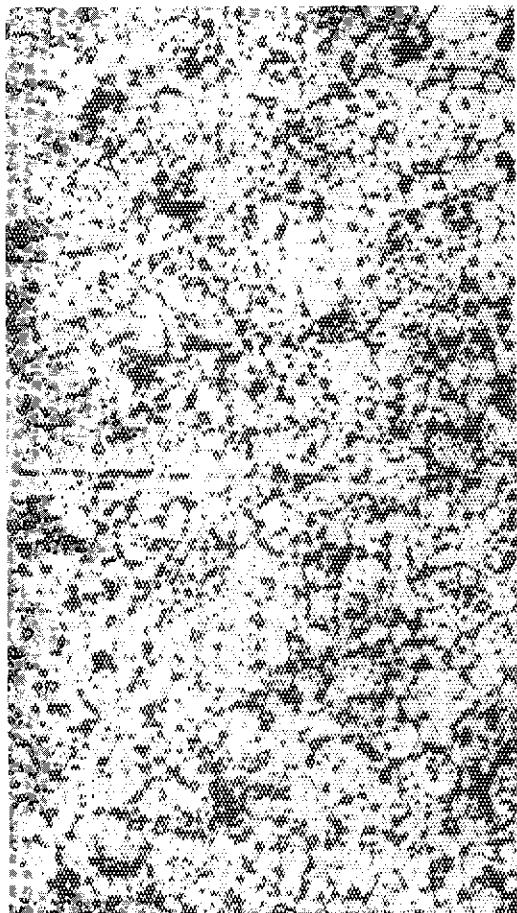
c. Hastelloy X - Inconel 625



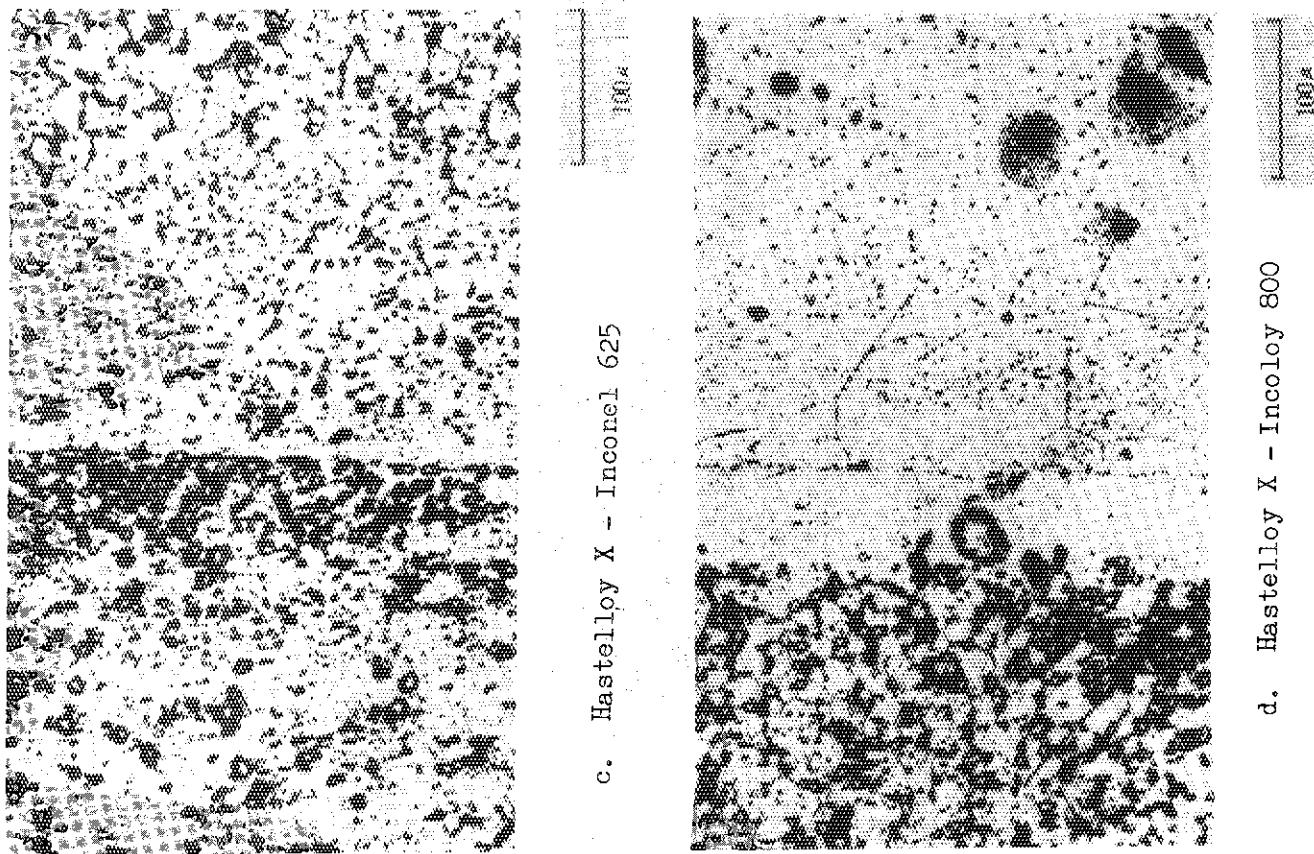
d. Hastelloy X - Inconel 625



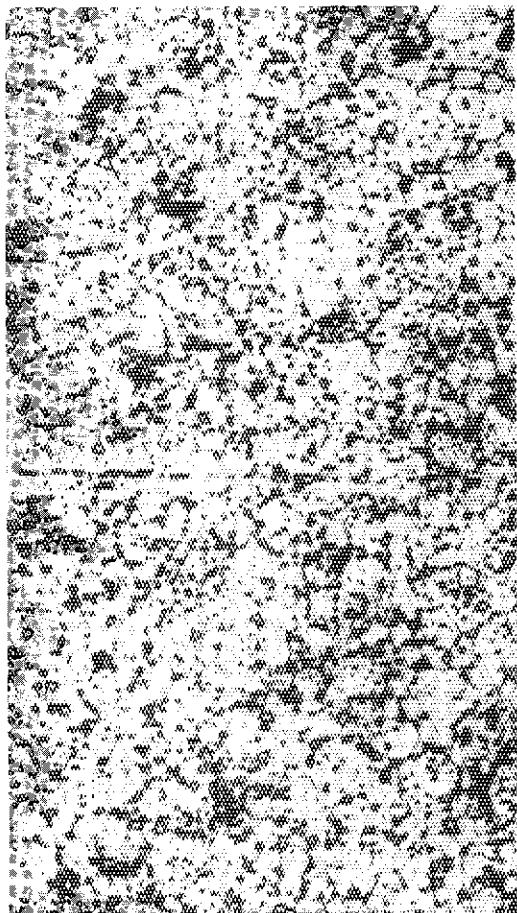
e. Hastelloy X - Inconel 625



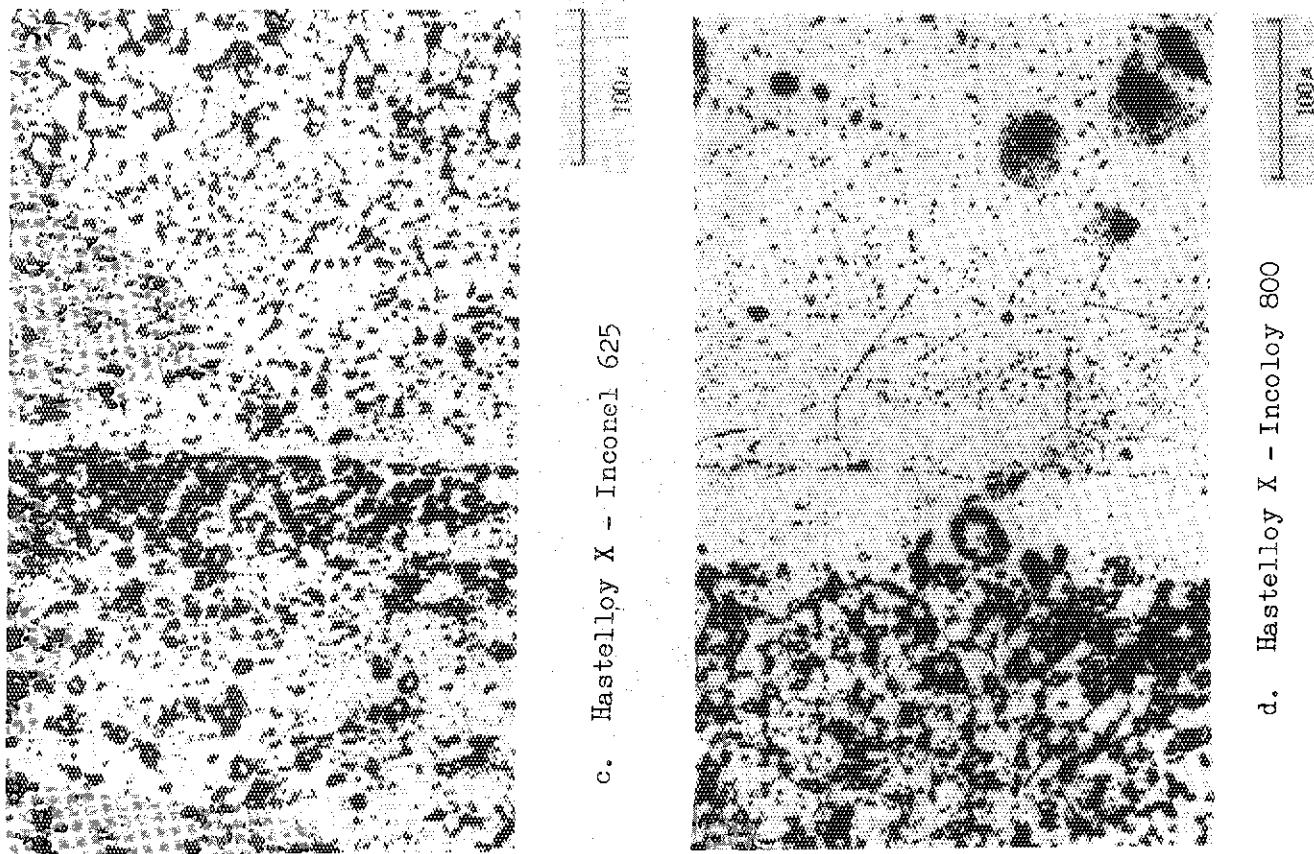
f. Hastelloy X - Inconel 625



g. Hastelloy X - Inconel 625



h. Hastelloy X - Inconel 625



i. Hastelloy X - Inconel 625

Photo. 2 Reaction between Resistant Alloys  
Annealed at 1000°C for 500 hours  
Etchant : 10% Oxalic Acid

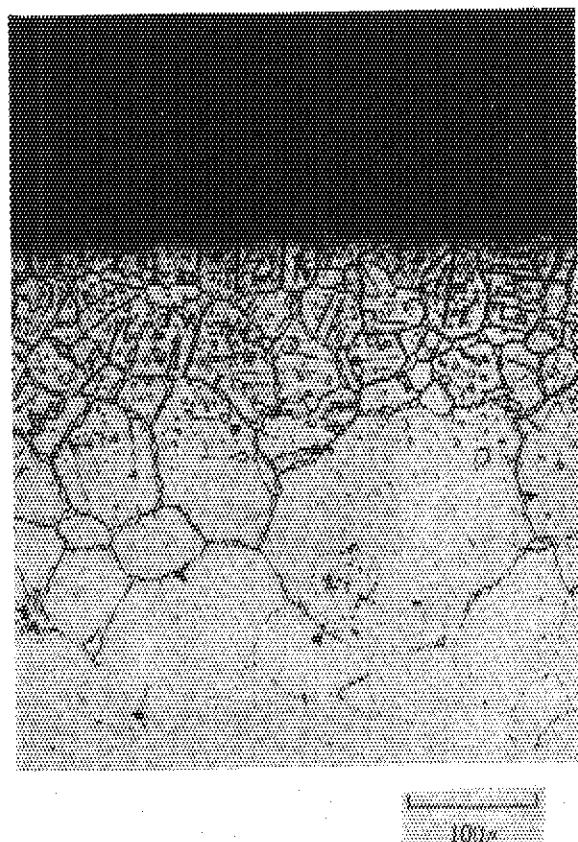
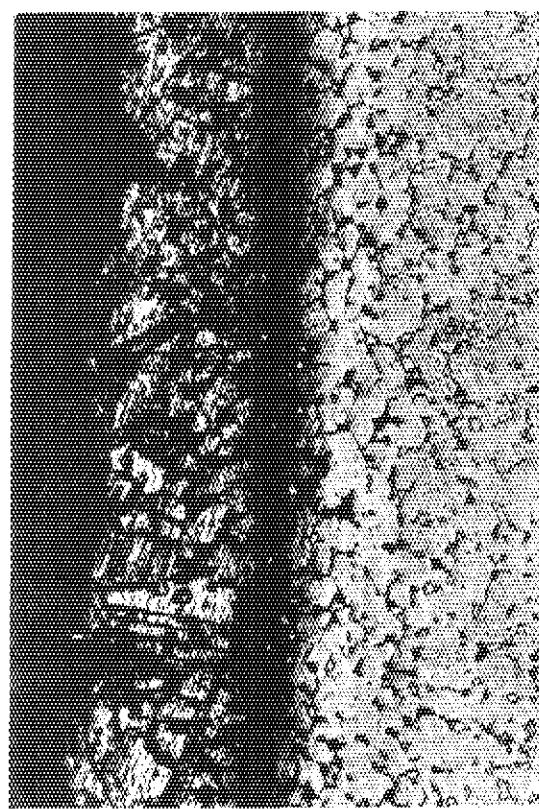
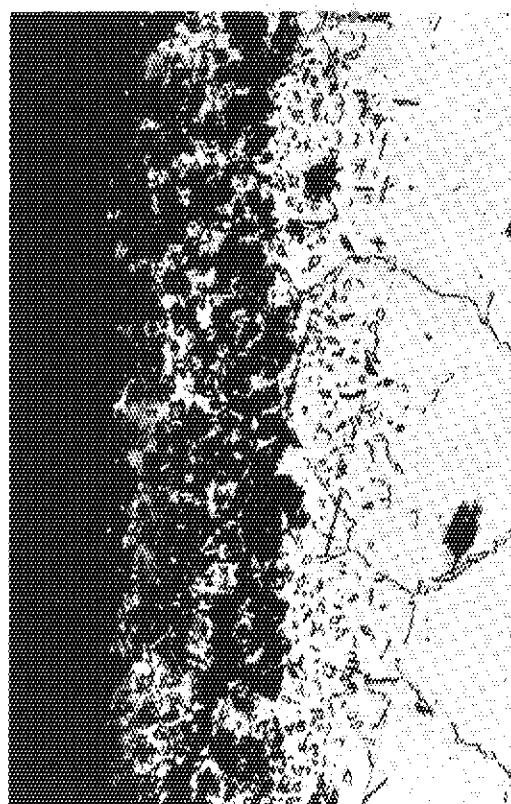


Photo.3 Interface of Hastelloy X-Graphite  
after Reaction at 1000°C for  
50 hours in helium  
Etchant : 10% Oxalic Acid



a. Hastelloy X

30 $\mu$

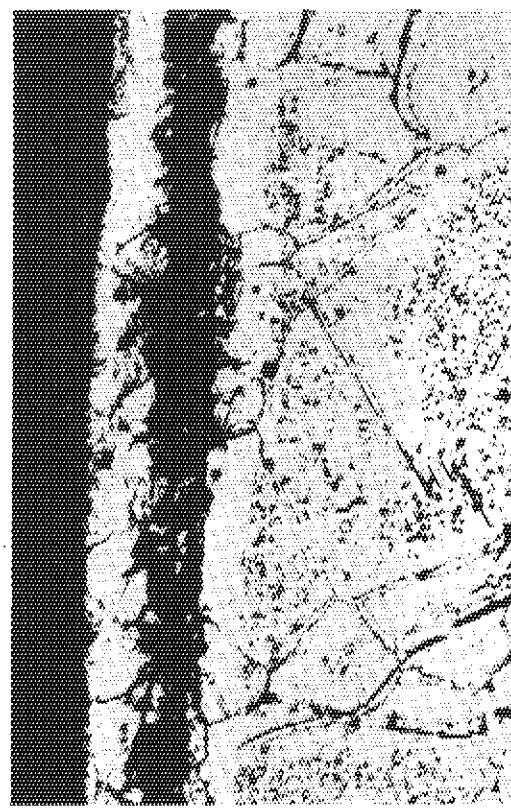


b. Inconel 601

30 $\mu$

c. Inconel 625

30 $\mu$



d. Incoloy 800

30 $\mu$

Photo. 4 Interface of Graphite with Hastelloy X,  
Inconel 601, Inconel 625 and Incoloy 800  
after reaction at 1100°C for 10 hours  
Etchant: 1 part Hydrogen Peroxide,  
1 part Hydrochloric Acid and  
1 part Water

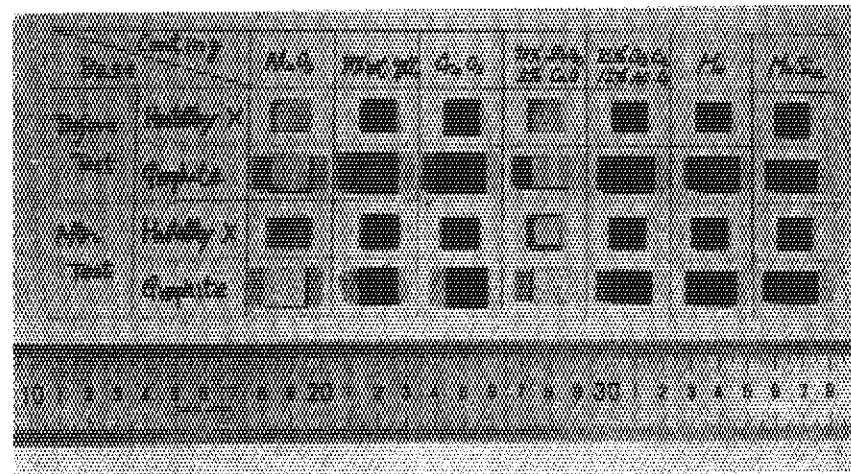


Photo.5 Surface View of Various Coating Materials

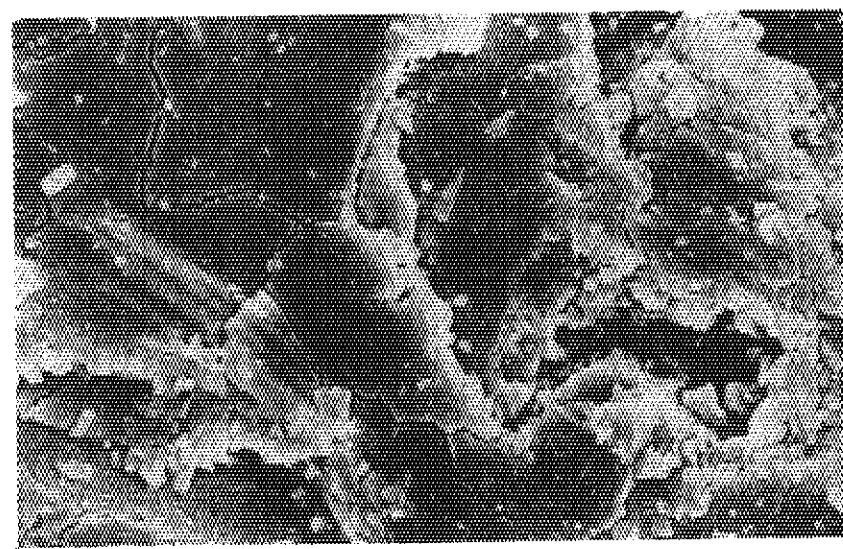
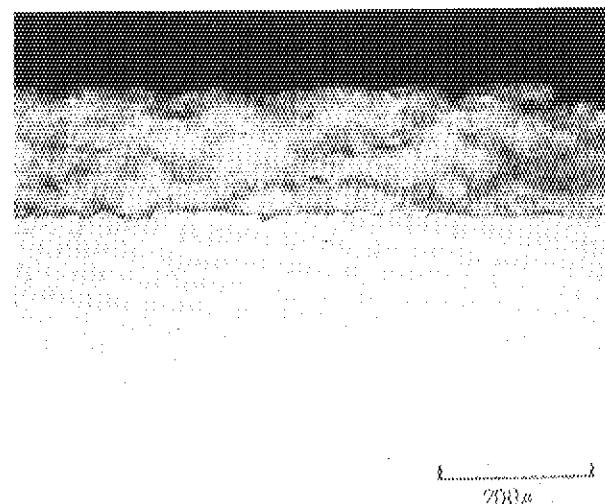
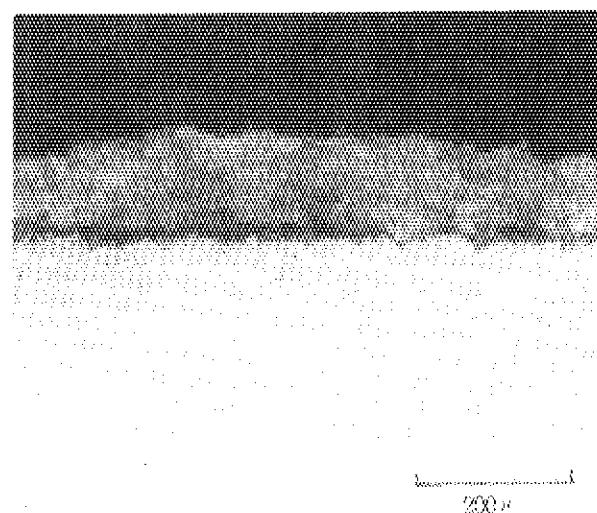


Photo.7 As-sprayed Surface View of  $ZrO_2$  Coating on Hastelloy X



(a) As-sprayed



(b) Heated at 1000°C for 1500 hours

Photo.6 Interface between  $ZrO_2$  Coating  
and Hastelloy X, polarized