

JAERI-M

7152

ジルカロイ-4／ステンレス鋼
摩擦接合継手の開発

1977年7月

石井忠彦・田中勲

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.

ジルカロイ-4／ステンレス鋼摩擦接合継手の開発

日本原子力研究所大洗研究所 材料試験炉部

石井忠彦・田中勲

(1977年6月14日受理)

ジルコニウム合金とステンレス鋼を摩擦圧接によって接合する技術を開発した。供試材として直径15mm、長さ100mmのジルカロイ-4およびSUS304ステンレス鋼を用い、圧接は60トン摩擦圧接機によって行なった。この摩擦接合継手について、各種強度試験および金相観察を実施し、さらに、JMTRの加圧水ループにおいて照射試験を実施した。

その結果、この接合継手は中心温度測定を行なう軽水炉燃料ピンの端栓材として使用できることが判った。

この報告書には、摩擦圧接の方法および各種試験の結果の詳細が述べられている。

JAERI-M 7152

Transition joint of Zircaloy-4 and stainless steel

Tadahiko ISHII and Isao TANAKA

Division of JMTR Project, Oarai Research Establishment, JAERI

(Received June 14, 1977)

A friction welding technique has been developed for the transition joint of Zirconium alloy and stainless steel. Welding was carried out on a 60-ton friction welding machine for 15 mm diameter and 100 mm long Zircaloy-4 and SUS 304 stainless steel. The friction welded joint was tested mechanically, observed metallographically and irradiated in JMTR pressurized water loop.

The joint proved to be suitable for the end plug of a water reactor fuel pin having a centerline temperature thermocouple.

Details of the welding process and results of the tests are given.
Keywords : Zircaloy-4, Stainless Steel, Friction Welding, Welded Joint,

Fuel Rod, Centerline Temperature, Thermocouple, Material Testing, Mechanical Properties, Irradiation, JMTR.

目 次

1. まえがき	1
2. ジルカロイ-4とSUS 304ステンレス鋼の摩擦圧接方法	2
3. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の各種評価試験	3
3.1 概要	3
3.2 曲げ試験	4
3.3 オートクレーブによる熱サイクル試験	4
3.4 引張試験	5
3.5 ヘリウムリーク試験	6
3.6 バースト試験	6
3.7 EMPA試験	7
3.8 金相試験	7
3.9 炉内確性試験	8
4. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の品質検査の方法	9
5. 結論	9
6. あとがき	10
参考文献	31

Contents

1. Foreward	1
2. Friction welding method of Zircaloy-4 to stainless steel SUS304	2
3. Evaluation tests on Zircaloy-4 to stainless steel SUS304 transition joint	3
3.1 Introduction	3
3.2 Bend test	4
3.3 Thermal cycling test in auto-clave	4
3.4 Tensile test	5
3.5 Helium leak test	6
3.6 Burst test	6
3.7 EMPA analysis	7
3.8 Metallographic test	7
3.9 In-reactor experiment	8
4. Inspection test method on Zircaloy-4 to SUS304 stainless steel transition joint	9
5. Conclusion	9
6. Postscript	10
References	31

Content of figures

Fig. 1	Typical penetration seal of thermocouple for fuel centerline temperature measurement	12
Fig. 2	Schematic drawing of friction welding machine	13
Fig. 3	Photograph of the transition joint interface of flat end preparation (Zircaloy-4)	15
Fig. 4	Photograph of the transition joint interface of flat end preparation (SUS304)	15
Fig. 5	Photograph of the transition joint of cup and cone end preparation	16
Fig. 6	Photograph of the transition joints before machining ...	16
Fig. 7	Photograph of the transition joint interface of cup and cone end preparation (Zircaloy-4)	17
Fig. 8	Photograph of the transition joints after machining	17
Fig. 9	Schematic drawing of the device for bend test	19
Fig. 10	Specimen of the transition joint for bend test	19
Fig. 11	Photograph of the transition joints after bend test	20
Fig. 12	Diagram of thermal cycling test	20
Fig. 13	Specimen of the transition joint for tensile test at room temperature	21
Fig. 14	Specimen of the transition joint for tensile test at 300°C	21
Fig. 15	Photograph of the transition joints after tensile test at room temperature	23
Fig. 16	Photograph of the transition joints after tensile test at 300°C	23
Fig. 17	Specimen of the transition joint tube for burst test and helium leak test	25
Fig. 18	Photograph of the transition joint tubes after burst test	25
Fig. 19	Electron micro Xray probe scan across friction welded interface of the specimen No.19	26
Fig. 20	Electron micro Xray probe scan across friction welded interface of the specimen No.22'	26
Fig. 21	Positions of photomicrograph	27
Fig. 22	Photograph of transverse section of interface of the	

transition joint (specimen No.21)	27
Fig. 23 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position A in Fig. 20, specimen No.19)	28
Fig. 24 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position B in Fig. 20, specimen No.19)	28
Fig. 25 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position C in Fig. 20, specimen No.19)	28
Fig. 26 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position A in Fig. 20, specimen No.22)	29
Fig. 27 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position B in Fig. 20, specimen No.22)	29
Fig. 28 Photomicrograph of interface of the transition joint (Position C in Fig. 20, specimen No.22)	29
Fig. 29 Irradiation test assembly for in-core instrumentation ..	30

Content of tables

Table 1 Chemical composition of Zircaloy-4 and SUS304	14
Table 2 Mechanical properties of Zircaloy-4 and SUS304	14
Table 3 Characterization of Zircaloy-4	14
Table 4 List of evaluation tests on Zircaloy-4 to SUS304 transition joint	18
Table 5 Bend test results of the transition joints	19
Table 6 Weight gains of the materials after thermal cycling test.	21
Table 7 Tensile test results of the transition joint	22
Table 8 Helium leak test results of the transition joint tubes before and after thermal cycling test	24
Table 9 Burst test results of the transition joint tubes	24
Table 10 Etching conditions of metallographic specimen	27

1. まえがき

原子炉用燃料の照射実験においては、燃料中心温度は最も重要な情報の一つである。とくに PCMI (Pellet Clad Mechanical Interaction) 実験などの軽水炉燃料安全性研究のための照射実験では、燃料中心温度は実験の重要なパラメータである。

燃料中心温度の測定は、主として熱電対による方法で行なわれているが、超音波温度計による方法^{1)～2)}も一部外国では行なわれている。

近年、JMTRにおいても、軽水炉燃料安全性研究のための照射実験が増加しつつあり、燃料中心温度の測定は欠かすことのできないものとなった。

ところで、燃料中心温度の測定にあたって、熱電対、超音波温度計いずれの場合でも、これらの信号ケーブルの燃料棒貫通部は十分に気密を確保する必要がある。従来、JMTRでは、通常のキャップセル照射による燃料中心温度測定用熱電対の燃料棒端栓貫通部のシールは、Fig. 1 (B) に示すようにニッケル系ロウ材 (NICKROBRAZ) を用いたロウ付によっている。しかし、軽水炉冷却条件を模擬した高温・高圧水の下での照射実験は、ロウ付部の腐食の心配があるため、これを用いることはシールの健全性に疑問がある。さらに、端栓材のジルコニウムとロウ材のニッケルは低融点合金 (950°C) を形成するので、ロウ付作業自体も困難になっている。

Halden Project などではこのため、Fig. 1 (A) に示すような Hoke Seal と呼ばれる一種のメカニカルシール³⁾を採用しているが、これらのメカニカルシールは炉内での信頼性に乏しいので、Fig. 1 (C) に示すような溶接によるシールが望ましい。

しかし、軽水炉燃料棒の被覆管材料はジルカロイ - 2 あるいはジルカロイ - 4 であり、一方、信号ケーブルの被覆材は一般にステンレス鋼あるいはインコネルが使用されるため、両者の溶接はジルカロイが独特の性質をもつものだけにかなり困難である。したがって、信号ケーブルの燃料棒貫通部の溶接シールを容易にするためには、燃料棒端栓部においてジルカロイをステンレス鋼あるいはインコネルに変換したいわゆる接合継手がぜひ必要である。

この種の接合継手は、上記と同様の必要性にせまられ、世界各国でその開発が進められている。 Aerojet Nuclear Company (Idaho) では、ジルカロイとステンレス鋼を直接接合する方法として、室温での爆発圧着とか、1700°Cでの押し出しなどを開発中であるが、いまだ未完成であり、現在ではジルカロイ → チタン → タンタル → インコネル → ステンレス鋼と順次溶接して、間接的にジルカロイとステンレス鋼を接合する方法を開発している。⁵⁾ また、Nuclear Metals Inc. (米国) では拡散溶接 (diffusion bonding) によってジルカロイ - 2 / SUS 316 ステンレス鋼接合継手を完成したようである。さらに英国では、摩擦圧接によってジルカロイ - 2 / SUS 304 ステンレス鋼接合継手を開発したとの報告がある。⁶⁾ わが国では、異種金属の接合法として、摩擦圧接が自動車工業などをを中心に実用化されているが、ジルカロイとステンレス鋼の圧接例は見あたらない。

JMTRでは、うえに述べた PCMI 実験、PCM (Power Cooling Mismatch) 実験などが計画され、軽水炉冷却水条件下での燃料中心温度測定の必要性が生じたので、早急にこのジルカロイ / ステンレス鋼接合継手入手することとなった。

入手にあたって、輸入および国産化の2つの方法について検討することとした。

輸入の可能性のある接合継手としては、前に述べたAerojet Nuclear Companyの製品が考えられたので、商社を通じて入手の可能性をその接合継手を製作しているMeasurements Inc. (Idaho)に問い合わせた。

しかし、この接合継手は、特定の目的のために開発したものであり供給はできないとの結論であった。

このため、JMTRでは国内メーカーを用いてジルカロイとステンレス鋼を直接接合する方式で、ジルカロイ／ステンレス鋼接合継手を開発することとした。

接合方式の選定にあたって、拡散溶接および摩擦圧接の2つの方法を対象として検討したが、拡散溶接は国内に適当なメーカーがなかったので、接合継手は、アルミニウム／ステンレス鋼接合継手^{9, 10)}の開発の経験^{9, 10)}を有する摩擦圧接によって試作することとした。

摩擦圧接材としては、ジルカロイ-4およびステンレス鋼(SUS 304)にしぼって試作を実施した。

試作したジルカロイ-4／ステンレス鋼接合継手について、常温および高温引張試験、曲げ試験、オートクレープによる熱サイクル試験、バースト試験、ヘリウムリーク試験、金相試験および炉内高温・高圧水ループによる耐久試験を実施し、その品質を確認した。

本報告書は、ジルカロイ-4とSUS 304ステンレス鋼の摩擦圧接方法および試作したジルカロイ-4/SUS 304接合継手の各種評価試験の結果についてまとめたものである。

2. ジルカロイ-4とSUS 304ステンレス鋼の摩擦圧接方法

使用した摩擦圧接機は60トン・ブレーキ式摩擦圧接機でありその構造概要をFig. 2に示す。

圧接の原理は、電動機により強制駆動される回転チャックにクランプした工作物に対し、静止側チャックにクランプした工作物に推力(加熱圧力)を加え、2つの工作物を接触させ、所定の時間(加熱時間)接触させて発熱させ、所定の温度に到達した時点でクラッチを切ってブレーキにより回転チャックを急停止させ、さらに、大きい推力(アセット圧力)を加えて圧接するものである。

圧接部の品質は、工作物(素材)の材質、形状寸法のほか、上記の圧接条件、すなわち回転数、加熱圧力、加熱時間およびアセット圧力によって左右される。

試作に用いた素材は下記のようなものであり、素材組成をTable 1に、機械的性質をTable 2に、さらに、ジルカロイ-4の熱処理条件などをTable 3に示す。

- (1) ジルカロイ-4 : β 鍛造、熱処理材(1040°C, 1 hr, 水冷)
- (2) SUS 304ステンレス鋼

なお、形状寸法は次のとおりである。

外径: 15mm

長さ: 各100mm

圧接面の形状: 平面および円錐

上記の素材を用い、ジルカロイ-4を回転チャックにSUS 304ステンレス鋼を固定チャックに

入手にあたって、輸入および国産化の2つの方法について検討することとした。

輸入の可能性のある接合継手としては、前に述べたAerojet Nuclear Companyの製品が考えられたので、商社を通じて入手の可能性をその接合継手を製作しているMeasurements Inc.(Idaho)に問い合わせた。

しかし、この接合継手は、特定の目的のために開発したものであり供給はできないとの結論であった。

このため、JMTRでは国内メーカーを用いてジルカロイとステンレス鋼を直接接合する方式で、ジルカロイ／ステンレス鋼接合継手を開発することとした。

接合方式の選定にあたって、拡散溶接および摩擦圧接の2つの方法を対象として検討したが、拡散溶接は国内に適当なメーカーがなかったので、接合継手は、アルミニウム／ステンレス鋼接合継手^{9, 10)}の開発の経験^{9, 10)}を有する摩擦圧接によって試作することとした。

摩擦圧接材としては、ジルカロイ-4およびステンレス鋼(SUS 304)にしぼって試作を実施した。

試作したジルカロイ-4／ステンレス鋼接合継手について、常温および高温引張試験、曲げ試験、オートクレープによる熱サイクル試験、バースト試験、ヘリウムリーク試験、金相試験および炉内高温・高圧水ループによる耐久試験を実施し、その品質を確認した。

本報告書は、ジルカロイ-4とSUS 304ステンレス鋼の摩擦圧接方法および試作したジルカロイ-4/SUS 304接合継手の各種評価試験の結果についてまとめたものである。

2. ジルカロイ-4とSUS 304ステンレス鋼の摩擦圧接方法

使用した摩擦圧接機は60トン・ブレーキ式摩擦圧接機でありその構造概要をFig. 2に示す。

圧接の原理は、電動機により強制駆動される回転チャックにクランプした工作物に対し、静止側チャックにクランプした工作物に推力(加熱圧力)を加え、2つの工作物を接触させ、所定の時間(加熱時間)接触させて発熱させ、所定の温度に到達した時点でクラッチを切ってブレーキにより回転チャックを急停止させ、さらに、大きい推力(アセット圧力)を加えて圧接するものである。

圧接部の品質は、工作物(素材)の材質、形状寸法のほか、上記の圧接条件、すなわち回転数、加熱圧力、加熱時間およびアセット圧力によって左右される。

試作に用いた素材は下記のようなものであり、素材組成をTable 1に、機械的性質をTable 2に、さらに、ジルカロイ-4の熱処理条件などをTable 3に示す。

- (1) ジルカロイ-4 : β 鍛造、熱処理材(1040°C, 1 hr, 水冷)
- (2) SUS 304ステンレス鋼

なお、形状寸法は次のとおりである。

外径: 15mm

長さ: 各100mm

圧接面の形状: 平面および円錐

上記の素材を用い、ジルカロイ-4を回転チャックにSUS 304ステンレス鋼を固定チャックに

クランプして圧接を行なった。

試作にあたり、予備圧接試験により加熱圧力、加熱時間、アセット圧力など最適な圧接条件を求め、次いで本圧接を行なった。

最適な圧接条件は、予備圧接品について、圧接時に生ずるバリの外観検査、よりしろ（アセット量）の寸法検査および室温における引張試験の結果により定めた。

なお、予備圧接試験の結果、圧接面が平面の場合は円錐の場合に比べて多少強度が劣るため、本圧接はすべて円錐状で行なった。

Fig. 3～Fig. 8に摩擦圧接により試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の外観写真を示す。Fig. 3およびFig. 4は、予備圧接試験において試作された圧接面が平面の場合の代表例であり、引張試験後の圧接面を示したものである。Fig. 3に示したものがジルカロイ-4であり、Fig. 4がSUS 304ステンレス鋼である。

Fig. 5～Fig. 8は、本圧接により試作された接合継手であり、いずれも圧接面は円錐状(Cup and Cone)である。Fig. 5およびFig. 6は、圧接直後の圧接部を示したものである。なお、圧接面はジルカロイ-4がCone側であり、SUS 304ステンレス鋼がCup側である。

Fig. 7は引張試験後のジルカロイ-4側の圧接面を示したものである。

Fig. 8は、摩擦圧接後、機械加工を行なった接合継手の最終仕上り状態である。

3. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼 接合継手の各種評価試験

3.1 概 要

試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手はJMTRにおいて、主として軽水炉燃料安全性研究のため、軽水炉冷却水条件下で、燃料試料の端栓の一部として用いられるため、接合継手の強度はジルカロイ-4と同等以上であることが要求される。

このため、下記に示すような種々の試験を実施し、接合継手の評価を行なった。

- (1) 曲げ試験
- (2) オートクレーブによる熱サイクル試験
- (3) 引張試験
- (4) ヘリウムリーク試験
- (5) パースト試験
- (6) EMPA分析
- (7) 金相試験
- (8) 炉内確性試験

試験方法の概要と試料番号を一覧表にしてTable 4に示す。

以下に各種試験の方法および試験の結果についてまとめた。

クランプして圧接を行なった。

試作にあたり、予備圧接試験により加熱圧力、加熱時間、アセット圧力など最適な圧接条件を求め、次いで本圧接を行なった。

最適な圧接条件は、予備圧接品について、圧接時に生ずるバリの外観検査、よりしろ（アセット量）の寸法検査および室温における引張試験の結果により定めた。

なお、予備圧接試験の結果、圧接面が平面の場合は円錐の場合に比べて多少強度が劣るため、本圧接はすべて円錐状で行なった。

Fig. 3～Fig. 8に摩擦圧接により試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の外観写真を示す。Fig. 3およびFig. 4は、予備圧接試験において試作された圧接面が平面の場合の代表例であり、引張試験後の圧接面を示したものである。Fig. 3に示したものがジルカロイ-4であり、Fig. 4がSUS 304ステンレス鋼である。

Fig. 5～Fig. 8は、本圧接により試作された接合継手であり、いずれも圧接面は円錐状(Cup and Cone)である。Fig. 5およびFig. 6は、圧接直後の圧接部を示したものである。なお、圧接面はジルカロイ-4がCone側であり、SUS 304ステンレス鋼がCup側である。

Fig. 7は引張試験後のジルカロイ-4側の圧接面を示したものである。

Fig. 8は、摩擦圧接後、機械加工を行なった接合継手の最終仕上り状態である。

3. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼 接合継手の各種評価試験

3.1 概 要

試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手はJNTRにおいて、主として軽水炉燃料安全性研究のため、軽水炉冷却水条件下で、燃料試料の端栓の一部として用いられるため、接合継手の強度はジルカロイ-4と同等以上であることが要求される。

このため、下記に示すような種々の試験を実施し、接合継手の評価を行なった。

- (1) 曲げ試験
- (2) オートクレーブによる熱サイクル試験
- (3) 引張試験
- (4) ヘリウムリーク試験
- (5) パースト試験
- (6) EMPA分析
- (7) 金相試験
- (8) 炉内確性試験

試験方法の概要と試料番号を一覧表にしてTable 4に示す。

以下に各種試験の方法および試験の結果についてまとめた。

3.2 曲げ試験

曲げ試験装置の基本構造をFig. 9に示す。曲げ試験の方法は、JIS Z 2248に従って行なった。すなわち、試験片をスパン98mmの支持台に圧接部を中心にして置き、接触面の半径が28mmの荷重棒によって、圧接部に垂直に荷重をかける方法である。

曲げ試験片の形状・寸法はFig. 10に示されているように外径14mm、長さ200mmであり、圧接面が中央部になるように機械加工したものである。

また、試験に使用した試験機は、アムスラー式油圧堅形万能試験機（最大荷重50トン）であり、荷重速度は0.5~1.4kg/secである。

曲げ試験の結果をTable 5に、また、試験後の試験片の外観写真をFig. 11に示す。試験片番号はNo.1~No.3の3本であるが、いずれも圧接面から折損し、その時の曲げ角度は35.0, 22.0および30.5°であり、荷重は820, 710および790kgであった。そして、曲りの大部分はステンレス鋼材の中で起り、ジルカロイ材はわずかに曲っただけであった。

また、試験片の折損の形態は非常にもらい様子を示しており、このことから、圧接面にはもらい金属間化合物が形成されているものと考えられた。

なお、折損時の曲げ応力を計算すると129~140kg/mm²となり、ジルカロイ-4の引張強度（供試材では51.28kg/mm²）に対して十分大きく、接合継手の曲げ強度は十分であると言える。

しかし、接合部の延性がかなり小さいので、衝撃が加わる場所での使用に際しては十分な注意が必要である。

3.3 オートクレーブによる熱サイクル試験

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の熱サイクルによる品質の低下を調べるためにオートクレーブによって試験した。試験条件は下記のとおりである。

- (1) 試験装置 : オートクレーブ内（最高圧力100kg/cm²）
- (2) 温度サイクル : 室温 \leftrightarrow 300°C
- (3) 純 水 :

試 験 前	試 験 後	
P H	5.0	5.5
電気伝導度	$7.2 \times 10^{-6} \Omega/\text{cm}$	$5.70 \times 10^{-6} \Omega/\text{cm}$

- (4) 圧力サイクル : 0 \leftrightarrow 87kg/cm²
- (5) サイクル : 16サイクル
- (6) 試験試料 :
 - ①引張試験片3本（No.4~6）
 - ②バースト試験片3本（ヘリウムリーク試験片と同一、No.10~12）
 - ③金相試験片3本
 - ④腐食試験片9本（SUS 304, ジルカロイ-4および接合継手各3本）

熱サイクルの様子をFig. 12に示したように、1日1回の熱サイクルを与えた。熱サイクルを課した試験片は、腐食試験片を除き、簡単な外観検査を行なった後、各評価試験に供された。外観検査ではいずれの試料も高温水で酸化し、淡黒色を呈しているのが認められたが、圧接部に何ら異常は認められなかった。

腐食試験の結果をTable 6に示した。腐食試験の結果、ジルカロイ-4母材は0.059~0.072mg/m²

dm^2 , SUS 304 母材は $0.033\sim0.039 \text{ mg/dm}^2$ および接合継手は $0.039\sim0.053 \text{ mg/dm}^2$ の重量增加を示し、圧接部が特に腐食量が大きいということはなかった。

なお、熱サイクルの全試験時間は 528 時間、最高温度、圧力の保持時間は合計 90 時間であり、熱サイクル試験の途中で、試験片の外観検査あるいは腐食試験片の重量測定などは実施しなかった。

3.4 引張試験

引張試験は、室温および 300°C について実施した。室温引張試験片は、JIS 4号試験片とその形状・寸法を Fig. 13 に示す。平行部の寸法は直径 14mm, 長さ 60mm であり、圧接部は平行部の中央になるように機械加工した。また、高温引張試験片は、JIS 14A号試験片に準拠して製作した。その形状・寸法は Fig. 14 に示したように、平行部の寸法は直径 10mm, 長さ 60mm である。なお、高温引張試験片には温度測定用としてクロメル・アルメル熱電対素線を、平行部の中央部に 3 個所点溶接により取り付けた。

室温引張試験は、熱サイクル試験を実施しない試験片 3 本 ($N_4\sim6$), 热サイクル試験を実施した試験片 3 本 ($N_7\sim9$) について行ない、高温引張試験は、熱サイクルを実施しない試験片 3 本 ($N_{10\sim12}$) についてだけ行なった。

引張試験の条件は次のとおりである。

- (1) 室温引張試験機：アムスラー式油圧堅形万能試験機（最大荷重 20 トン）
- (2) 高温引張試験機：自動インストロン形引張試験機（最大荷重 10 トン）
- (3) 常温引張速度：
 ① 0.2% オフセット耐力の荷重の $1/2$ までは 50 kg/sec
 ② 0.2% オフセット耐力の荷重までは $160\sim400 \text{ kg/sec}$, そして
 ③ 破壊までは 25 kg/sec とした。
- (4) 高温引張速度：
 ① 0.2% オフセット耐力までは $0.3\% \text{ 歪}/\text{min}$ とし,
 ② 破壊までは $3\% \text{ 歪}/\text{min}$ とした。

なお引張速度は、JIS G 4303, JIS G 0567 および ASTM E 8 に準拠した。

引張試験の結果を Table 7 に示す。また、室温引張試験後の試験片の外観写真を Fig. 15 に、高温引張試験後の試験片の外観写真を Fig. 16 に示す。

室温引張試験では、すべての試験片は圧接面から破断した。0.2% オフセット耐力は、 $29.6\sim31.3 \text{ kg/mm}^2$ であり、この値は SUS 304 母材の $129\sim136\%$, ジルカロイ-4 母材の $87.6\sim92.6\%$ である。また引張強さは、 $43.9\sim48.6 \text{ kg/mm}^2$ であり、SUS 304 母材の $76.0\sim84.0\%$, ジルカロイ-4 母材の $85.6\sim94.8\%$ である。

さらに、伸びは $4.7\sim6.3\%$ であり、このほとんどは SUS 304 部材で生じている。

なお常温引張試験では、熱サイクルによる影響を調べるために、オートクレーブによる熱サイクル試験を課した試験片 ($N_7\sim9$) も試験したが、有意な差は認められなかった。

高温引張試験では、すべての試験片はジルカロイ-4 母材部で破断した。0.2% オフセット耐力は $12.4\sim18.0 \text{ kg/mm}^2$ であり、引張強度は $24.2\sim28 \text{ kg/mm}^2$ であった。さらに伸びは $19.0\sim19.6\%$ であり、室温引張試験の場合とは異なり、そのほとんどがジルカロイ-4 部材で生じた。

以上の引張試験の結果、試作したジルカロイ-4/SUS 304 ステンレス鋼接合継手の強度は、室温ではジルカロイ-4 の強度よりやや劣るが、 300°C においては十分な値を示している。また、

高温・高圧水(オートクレープ)下での熱サイクルによって強度が低下することもない。

なお、常温引張試験においては、すべての試験片は圧接部で破断し、伸びも4.7~6.3%小さいが、⁶⁾外国の試作例もほぼ同様のデータを報告しており、さらに実際の使用に際しては、接合部の肉厚を十分厚くすることで低下している強度をカバーすることは可能なので、今回試作した接合継手の強度は一応満足すべきものであると考えられる。

3.5 ヘリウムリーク試験

ヘリウムリーク試験は、水圧バースト試験に供するため内径加工した試験片(No.13~18)6本について、バースト試験を行なう前に実施した。そのうち、熱サイクル試験後にバースト試験に供した試験片(No.16~18)については、熱サイクル試験前にもヘリウムリーク試験を実施し、熱サイクルによる接合継手の気密性の低下の有無を試験した。

ヘリウムリーク試験片の形状寸法をFig. 17に示す。試験部の内径は13mm、外径は14mm、肉厚0.5mmとし、バースト試験圧力が適当な値になるように加工した。

ヘリウムリーク試験の方法は次のとおりである。

- (1) 試験方法 : 真空法
- (2) ヘリウムリーケテクタ : MS-E 質量分析型(島津製作所製)
- (3) リークデテクタ感度 : 2.4×10^{-10} atm cc/sec (熱サイクル前), 3.0×10^{-10} atm cc/sec (熱サイクル後)
- (4) 試験温度 : 室温

ヘリウムリーク試験の結果はTable 8に示したようにすべての試験片についてリークデテクタの検出感度 2.4×10^{-10} atm cc/sec以下であり、十分な気密性を有している。

また、オートクレープによる熱サイクル試験後の試験においても、リークデテクタの検出感度 3×10^{-10} atm cc/sec以下であり、熱サイクルの影響は全くなかった。

燃料棒の気密度は、JMTRの現在の規格では 1×10^{-8} atm cc/secとなっているが、今回試作した接合継手の気密度はこれに対して十分満足できるものである。

なお、もう一つの気密性に関する試験として、試作したすべての接合継手についてダイチェックを実施したが検出できる欠陥はなかった。

3.6 バースト試験

バースト試験は、熱サイクルを実施した試験片(No.13~15)および実施しない試験片(No.16~18)について実施した。試験片の形状・寸法はFig. 17に示したように、接合継手部はSUS 304側から孔あけ加工を行ない、ジルカロイ-4側で先止まりになるようにし、ジルカロイ-4側に溶接部を設けない構造とした。また、試験部の寸法は内径13mm、外径14mmとし、バースト試験機の容量に合致するよう薄肉にした。さらに、SUS 304側には試験のための継手をTIG溶接により接合し、接合部の寸法は内径13mm、外径18mmとして、この部分で破壊が起らないようにした。

バースト試験の方法は次のとおりである。

- (1) バースト試験機 : 手動水圧ポンプ(最高圧力 500 kg/cm^2)
- (2) 圧力計 : ブルドン管式 1.5級, 500 kg/cm^2

- (3) 試験温度 : 室温
 (4) 試験方法 : ①圧力上昇速度, $200\text{kg}/\text{cm}^2$ までは任意の速度, $200\text{kg}/\text{cm}^2$ 以上破壊までは $10\text{kg}/\text{cm}^2$ ステップで各ステップ 5 秒間保持する。
 ②圧力は管内にかける。

バースト試験の結果を Table 9 に示したが、すべての試験片は圧接部で破壊した。破壊応力を一般の薄肉円筒の応力計算式で計算すると、円周方向の応力は $52.2 \sim 55.1\text{kg}/\text{mm}^2$ となり、引張試験の結果と比べると少し大きな値となっている。

また Table 9 には、バースト試験前後の圧接部の寸法を示したが、バースト試験によって圧接部は 1.9~5.8% とわずかにしか変形していないことが判る。そして、Fig. 18 にバースト試験後の試験片の外観写真を示したが、大きな変形は圧接部より少し離れた SUS 304 部材内で起っている。さらに、熱サイクルを行なった試験片と行なわない試験片とでは、バースト試験結果に有意な差は認められていない。

これらの結果は、先に述べた室温引張試験の結果と良く似ている。

以上のように、バースト試験では圧接部より破壊する結果ではあったが、その円周方向の破壊応力はジルカロイ-4 母材の引張強さと同等以上であり、しかも、実際の使用に際しては相当の肉厚をもたせる構造とするため、燃料棒端栓材として用いるのに十分な強度を有しているといえる。

3.7 EMPA試験

EMPA (Electron Micro Xray Probe Analysis) 分析は、金相試験を実施した試験片を用いて、熱サイクルを行なった試験片 (No. 22), 行なわない試験片 (No. 19) 各 1 本について実施した。EMPA 分析の方法および条件は次のとおりである。

- (1) 試験機 : Electron Micro Xray Probe Analyzer, Type JXA-5A (Japan electric optics laboratory Co. Ltd. 製)
 (2) 測定元素 : Zr, Fe, Ni, Cr
 (3) スキャン速度 : $3\text{ }\mu\text{m/sec}$
 (4) スキャン位置 : 接合継手中心線より 5 mm 外径位置の圧接境界を中心として $\pm 30\text{ }\mu\text{m}$

EMPA 分析の結果を Fig. 19 および Fig. 20 に示すように、各測定元素は圧接界面でシャープな変化を見せており、当初予想した圧接部における金属間化合物の形成層は少なく、せいぜい $3\text{ }\mu\text{m}$ 以内である。⁶⁾ 英国の例はこの金属間化合物の形成層は $10 \sim 30\text{ }\mu\text{m}$ であったとの報告であり、今回試作したジルカロイ-4 / SUS 304 ステンレス鋼接合継手では、金属間化合物の形成を相当低くおさえることができたといえる。^{*}

なお、熱サイクル試験を行なった試験片と行なわない試験片とで有意な差はなかった。

3.8 金相試験

金相試験は、熱サイクル試験を行なった試験片 (No. 22~24) および行なわない試験 (No. 19~

* 異種材料の圧接においては、一般に短時間の摩擦を行なって接合面間の過大な拡散や中間組織の発生を防ぐ⁷⁾ 止すれば良好な継手が得られる。

21)について実施した。

金相試験はこの2種類の試験片6本について、Fig. 21に示した位置、すなわち、接合部の中心より外径側へ3, 5および7mmの位置の圧接界面部を顕微鏡観察するものである。

金相試験片の腐食条件はTable 10に示したように、腐食液は通常用いられているものであるが、とくに圧接部の金属間化合物の形成層の大・小を観察するため、腐食時間および洗浄方法を工夫したため、ジルカロイあるいはステンレス鋼母材の組織観察には支障があるかもしれない。

Fig. 22～Fig. 28に金相観察写真を示す。Fig. 22は圧接部の断面マイクロ写真であり、圧接後の機械加工を施さない状態のものである。

Fig. 23～28は、No. 19およびNo. 22試験片の金相写真であり、倍率は280である。Fig. 23およびFig. 26は中心より3mmの部分の写真であり、Fig. 24およびFig. 27は同様に5mmの部分のものであり、さらに、Fig. 25およびFig. 28は7mmの部分のものである。なお、上記のように金相試験は合計6本の試験片について実施したが、いずれもほとんど同一の様子を示しているので、本稿への写真の掲載は割愛した。

これらの金層写真は、接合界面の金属間化合物の形成層が、圧接部の径方向の位置に拘わらず約3μmとほぼ一定で、しかも熱サイクルを実施した試験片と実施しない試験片とで有意な差がないことを示している。

この金相試験の結果は、前述のEMPA分析の結果と良く一致しており、圧接部界面における金属間化合物の形成層はかなり低くおさえることができたと結論できる。

3.9 炉内確性試験

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手の炉内確性試験は、JMTRで開発している炉内計装試作品の炉内確性試験の一部として、JMTR高温・高圧水ループ(OWL-2)において、約270°C, 70kg/cm²の条件で実施中であり、現在までJMTR 2運転サイクル(約40日)が終了し、引き続き数サイクル照射試験を実施する予定のものである。

原子炉内で確性試験中の接合継手はFig. 29に示したように、模擬燃料ペレット(タンクステン)入りのジルカロイ-4被覆の模擬燃料棒の上部端栓材として用いている。模擬燃料棒は2本であり、この上部端栓にはSUS 316およびインコネル600シース熱電対を通し、エレクトロンビーム溶接によりシールし、模擬燃料棒全体は完全な気密構造となっている。なお、被覆管外面には、インコネルシースおよび白金-白金6%ロジウムシース熱電対がレーザ溶接により取り付けられている。さらに模擬燃料棒下部端栓には、燃料棒伸び破損検出器を装着し、模擬燃料棒の一部が破損し高温高圧水が侵入したときに検出できるようになっている。

従って、もしこの接合継手の接合部分が破損したときは、この燃料棒伸び破損検出器が作動するので、その耐久性が試験できる。

なお、今まで燃料棒伸び破損検出器から、模擬燃料棒破損の作動信号がでていないので、この接合継手は健全のままである。従って、試作した接合継手の品質は十分なものであり、燃料棒端栓材として十分使用可能であると結論できる。

なお、うえに述べた熱電対のジルカロイ-4被覆管への溶接および燃料棒伸び破損検出器は、JMTRが炉内計装開発として試作・試験中のものであるが、別途報告する予定なので本稿ではふれ

ない。

4. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼 接合継手の品質検査の方法

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を定常的に照射実験用燃料棒の端栓材などとして使用する場合、この接合継手の品質検査の方法を定めておく必要がある。

摩擦圧接法は自動溶接の一種であり、また、母材を溶接させないで溶接する方法であるため、本質的に均一な品質が得られる溶接法であるといわれている。したがって、最適な圧接条件で圧接すれば、不良品がほとんど生じない。

このことは、今回試作した接合継手の各種評価試験でも確認された。すなわち、試作された接合継手は全く均一な品質を有していた。

以上のことより、この接合継手の品質検査として破壊試験まで含めた検査を行なう必要はないといえる。すなわち、非破壊検査のみで十分接合継手の品質を確認することができる。

以下に、この接合継手の試作・試験の経験に基づき妥当と思われる接合継手の品質検査の方法についてまとめてみた。なお、本検査方法を実際に適用するにあたっては、しかるべき機関でのオソライズが必要であろう。

(1) よりしろ(アプセット量)および圧接時に生ずるバリの外観・寸法検査を行ないすべての接合継手が均一であること。

この検査により圧接条件が最適であったかどうかは確認できないが、接合継手が均一な品質を有しているかどうかが確認できる。

(2) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

本検査により圧接部のクラックあるいはピンホールの有無が確認できる。

(3) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ジルカロイ-4の0.2%オフセット耐力の50%に相当する荷重をかけ、その後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

(4) 圧接部のヘリウムリーク試験を行ない検出できるリークが認められること。

許容リーク量については議論があると思われるが、検出できるリークが認められることは、圧接条件が適当でないことを示唆していると考えられるので、とくに厳しい条件を設定したい(ヘリウムリークデテクタの感度は 1×10^{-9} atm cc/sec以上で使用したい)。

以上の非破壊検査を行なうことによって、一応接合継手の品質は確認できるものと信じられる。

5. 結論

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を試作し、各種評価試験を実施した。

接合継手の試作は60トン・ブレーキ式摩擦圧接機によって実施し、評価試験として、室温および300°Cにおける引張試験、曲げ試験、オートクレーブによる熱サイクル試験、水圧による内圧バ-

ない。

4. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼 接合継手の品質検査の方法

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を定常的に照射実験用燃料棒の端栓材などとして使用する場合、この接合継手の品質検査の方法を定めておく必要がある。

摩擦圧接法は自動溶接の一種であり、また、母材を溶接させないで溶接する方法であるため、本質的に均一な品質が得られる溶接法であるといわれている。したがって、最適な圧接条件で圧接すれば、不良品がほとんど生じない。

このことは、今回試作した接合継手の各種評価試験でも確認された。すなわち、試作された接合継手は全く均一な品質を有していた。

以上のことより、この接合継手の品質検査として破壊試験まで含めた検査を行なう必要はないといえる。すなわち、非破壊検査のみで十分接合継手の品質を確認することができる。

以下に、この接合継手の試作・試験の経験に基づき妥当と思われる接合継手の品質検査の方法についてまとめてみた。なお、本検査方法を実際に適用するにあたっては、しかるべき機関でのオソライズが必要であろう。

(1) よりしろ(アセット量)および圧接時に生ずるバリの外観・寸法検査を行ないすべての接合継手が均一であること。

この検査により圧接条件が最適であったかどうかは確認できないが、接合継手が均一な品質を有しているかどうかが確認できる。

(2) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

本検査により圧接部のクラックあるいはピンホールの有無が確認できる。

(3) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ジルカロイ-4の0.2%オフセット耐力の50%に相当する荷重をかけ、その後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

(4) 圧接部のヘリウムリーク試験を行ない検出できるリークが認められないこと。

許容リーク量については議論があると思われるが、検出できるリークが認められることは、圧接条件が適当でないことを示唆していると考えられるので、とくに厳しい条件を設定したい(ヘリウムリークデテクタの感度は 1×10^{-9} atm cc/sec以上で使用したい)。

以上の非破壊検査を行なうことによって、一応接合継手の品質は確認できるものと信じられる。

5. 結論

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を試作し、各種評価試験を実施した。

接合継手の試作は60トン・ブレーキ式摩擦圧接機によって実施し、評価試験として、室温および300°Cにおける引張試験、曲げ試験、オートクレーブによる熱サイクル試験、水圧による内圧バ-

ない。

4. ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼 接合継手の品質検査の方法

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を定常的に照射実験用燃料棒の端栓材などとして使用する場合、この接合継手の品質検査の方法を定めておく必要がある。

摩擦圧接法は自動溶接の一種であり、また、母材を溶接させないで溶接する方法であるため、本質的に均一な品質が得られる溶接法であるといわれている。したがって、最適な圧接条件で圧接すれば、不良品がほとんど生じない。

このことは、今回試作した接合継手の各種評価試験でも確認された。すなわち、試作された接合継手は全く均一な品質を有していた。

以上のことより、この接合継手の品質検査として破壊試験まで含めた検査を行なう必要はないといえる。すなわち、非破壊検査のみで十分接合継手の品質を確認することができる。

以下に、この接合継手の試作・試験の経験に基づき妥当と思われる接合継手の品質検査の方法についてまとめてみた。なお、本検査方法を実際に適用するにあたっては、しかるべき機関でのオソライズが必要であろう。

(1) よりしろ(アセット量)および圧接時に生ずるバリの外観・寸法検査を行ないすべての接合継手が均一であること。

この検査により圧接条件が最適であったかどうかは確認できないが、接合継手が均一な品質を有しているかどうかが確認できる。

(2) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

本検査により圧接部のクラックあるいはピンホールの有無が確認できる。

(3) 圧接部を所定の形状に機械加工後、ジルカロイ-4の0.2%オフセット耐力の50%に相当する荷重をかけ、その後、ダイチェックを行ない発色しないこと。

(4) 圧接部のヘリウムリーク試験を行ない検出できるリークが認められないこと。

許容リーク量については議論があると思われるが、検出できるリークが認められることは、圧接条件が適当でないことを示唆していると考えられるので、とくに厳しい条件を設定したい(ヘリウムリークデテクタの感度は 1×10^{-9} atm cc/sec以上で使用したい)。

以上の非破壊検査を行なうことによって、一応接合継手の品質は確認できるものと信じられる。

5. 結論

ジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手を試作し、各種評価試験を実施した。

接合継手の試作は60トン・ブレーキ式摩擦圧接機によって実施し、評価試験として、室温および300°Cにおける引張試験、曲げ試験、オートクレーブによる熱サイクル試験、水圧による内圧バ-

スト試験、EMPA分析、金相試験およびJMTR高温・高圧水ループによる炉内確性試験を実施した。

評価試験において下記の結果が得られ、試作した接合継手は、原子炉内の高温・高圧水下で使用できることが確認された。

- (1) 接合継手の0.2%オフセット耐力は約30kg/mm²であり、300°Cにおいてはジルカロイ-4の耐力を上まわっている。また、オートクレーブ(300°C, 87kg/cm²)において16回の熱サイクルを受けても耐力の低下は見られない。
- (2) 曲げ強度は十分であるが、接合継手の圧接界面はかなりもろい様子を示しているので、実際の使用に際してはその点を考慮する必要がある。
- (3) 高温・高圧水(300°C, 87kg/cm², 90hr)における接合継手の腐食量は、0.039~0.053mg/dm²であり、圧接部が腐食を増長することはない。
- (4) 接合継手の気密度は十分であり、ヘリウムリークテストで 10^{-10} atm cc/secのオーダである。また、ダイチェックによって圧接部に欠陥を発見することはできなかった。さらに圧接部の気密度は、オートクレーブ(300°C, 87kg/cm²)において16回の熱サイクルを受けても変化することはない。
- (5) 水圧バースト試験において、接合継手は十分な強度を有していることが確認された。
- (6) EMPA分析および金相試験において、圧接部界面の金属間化合物の形成層は約3μmでかなり少ないと確認され、接合継手は十分合理的な条件の下で試作されたことを示している。
- (7) 接合継手の炉内確性試験は、炉内高温・高圧水ループにおいて、約270°C, 70kg/cm²の条件で実施中であり、現在まで約40日を経過したが、接合継手は健全のままである。

以上のように、試作した接合継手の品質は満足できるものが得られ、原子炉内で十分な適用性が確認されたが、この接合継手を燃料棒の端栓材などとして定常的に使用する場合においては、次に示す非破壊検査を行ない、品質の確認を実施すべきである。

- (1) 圧接直後のよりしろおよび圧接時に生ずるバリの外観寸法検査
- (2) ダイチェックおよびヘリウムリーク試験
- (3) ジルカロイ-4の0.2%耐力の50%に相当する荷重試験

6. あとがき

試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手は、各種の評価試験を経て、原子炉内における高温・高圧水下でも十分使用できることが確認されたが、現在実施中の炉内確性試験においてなお、耐久性に関するデータが蓄積されるであろう。この接合継手の開発によって、確実な燃料棒中心温度の測定のための熱電対と燃料棒端栓との溶接シールが可能となり、またこの技術は燃料棒内圧測定のために、細管と燃料棒端栓との溶接シールも可能となり、年々高度化、複雑化する軽水炉燃料安全性研究のための照射実験装置の進歩が期待できる。

この接合継手の開発に際して、積極的に試作に取り組んで戴いた日本酸素株式会社とくに同社東京工場の青山芳夫氏には多くの御協力を戴いた。また、オートクレーブによる熱サイクル試験に際しては、オートクレーブの運転管理および水質検査について、原研・材料試験炉部・照射第2課の米川出

スト試験、EMPA分析、金相試験およびJMTR高温・高圧水ループによる炉内確性試験を実施した。

評価試験において下記の結果が得られ、試作した接合継手は、原子炉内の高温・高圧水下で使用できることが確認された。

- (1) 接合継手の0.2%オフセット耐力は約 30 kg/mm^2 であり、 300°C においてはジルカロイ-4の耐力を上まわっている。また、オートクレーブ(300°C , 87 kg/cm^2)において16回の熱サイクルを受けても耐力の低下は見られない。
- (2) 曲げ強度は十分であるが、接合継手の圧接界面はかなりもろい様子を示しているので、実際の使用に際してはその点を考慮する必要がある。
- (3) 高温・高圧水(300°C , 87 kg/cm^2 , 90hr)における接合継手の腐食量は、 $0.039\sim0.053\text{ mg/dm}^2$ であり、圧接部が腐食を増長することはない。
- (4) 接合継手の気密度は十分であり、ヘリウムリークテストで $10^{-10}\text{ atm cc/sec}$ のオーダである。また、ダイチェックによって圧接部に欠陥を発見することはできなかった。さらに圧接部の気密度は、オートクレーブ(300°C , 87 kg/cm^2)において16回の熱サイクルを受けても変化することはなかった。
- (5) 水圧バースト試験において、接合継手は十分な強度を有していることが確認された。
- (6) EMPA分析および金相試験において、圧接部界面の金属間化合物の形成層は約 $3\text{ }\mu\text{m}$ でかなり少ないことが確認され、接合継手は十分合理的な条件の下で試作されたことを示している。
- (7) 接合継手の炉内確性試験は、炉内高温・高圧水ループにおいて、約 270°C , 70 kg/cm^2 の条件で実施中であり、現在まで約40日を経過したが、接合継手は健全のままである。

以上のように、試作した接合継手の品質は満足できるものが得られ、原子炉内で十分な適用性が確認されたが、この接合継手を燃料棒の端栓材などとして定常的に使用する場合においては、次に示す非破壊検査を行ない、品質の確認を実施すべきである。

- (1) 圧接直後のよりしろおよび圧接時に生ずるバリの外観寸法検査
- (2) ダイチェックおよびヘリウムリーク試験
- (3) ジルカロイ-4の0.2%耐力の50%に相当する荷重試験

6. あとがき

試作したジルカロイ-4/SUS 304ステンレス鋼接合継手は、各種の評価試験を経て、原子炉内における高温・高圧水下でも十分使用できることが確認されたが、現在実施中の炉内確性試験においてなお、耐久性に関するデータが蓄積されるであろう。この接合継手の開発によって、確実な燃料棒中心温度の測定のための熱電対と燃料棒端栓との溶接シールが可能となり、またこの技術は燃料棒内圧測定のために、細管と燃料棒端栓との溶接シールも可能となり、年々高度化、複雑化する軽水炉燃料安全性研究のための照射実験装置の進歩が期待できる。

この接合継手の開発に際して、積極的に試作に取り組んで戴いた日本酸素株式会社とくに同社東京工場の青山芳夫氏には多くの御協力を戴いた。また、オートクレーブによる熱サイクル試験に際しては、オートクレーブの運転管理および水質検査について、原研・材料試験炉部・照射第2課の米川出

氏の御協力を戴いた。さらに、炉内確性試験体の設計にあたっては照射第1課長代理の八巻治恵氏および照射第2課の大友昭敏氏に、製作にあたっては原研・技術部・工作課の諸氏にそれぞれ御協力を戴いた。

報告書の脱稿にあたり深く感謝する次第である。

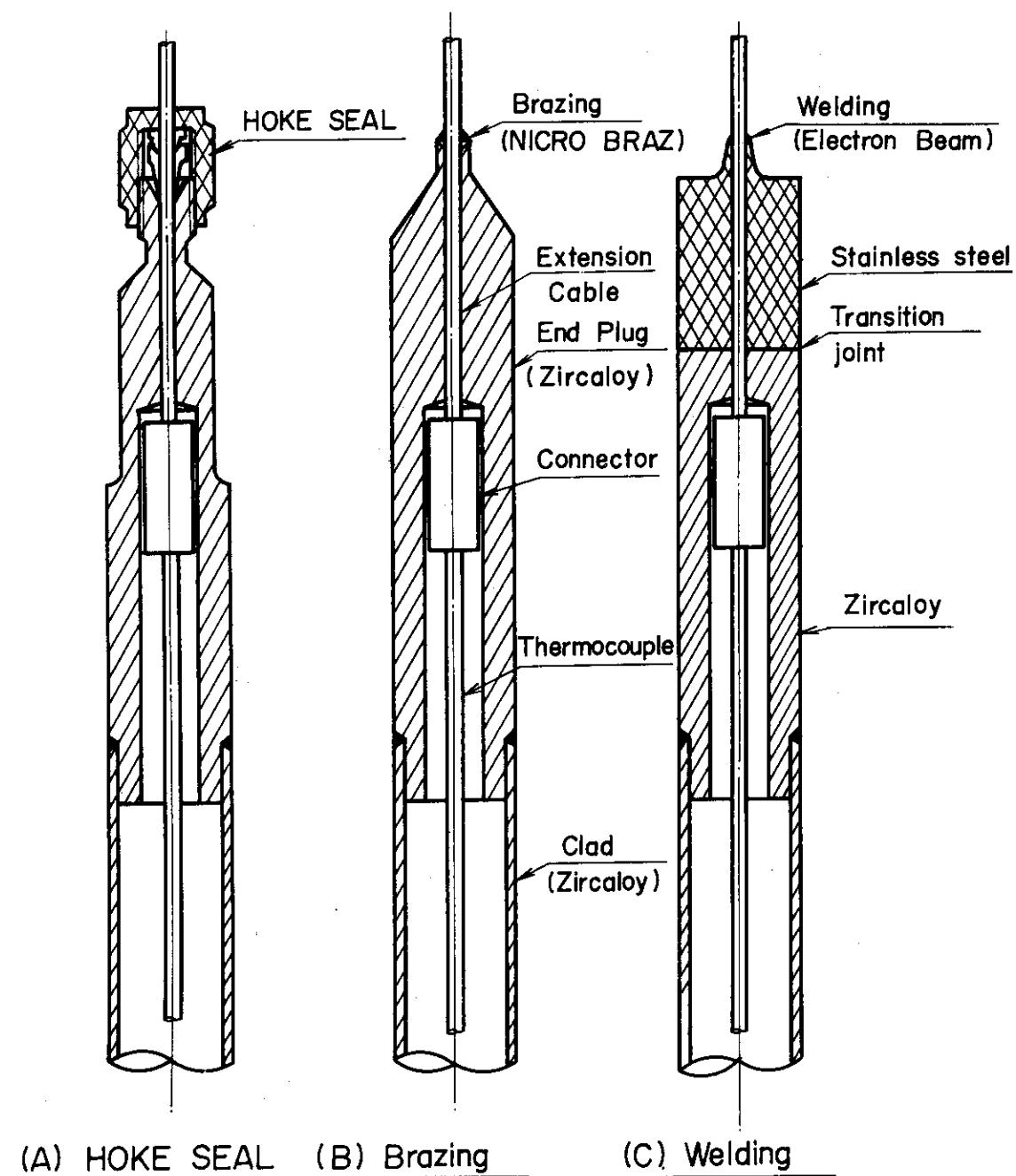


Fig. 1 Typical penetration seal of thermocouple for fuel centerline temperature measurement

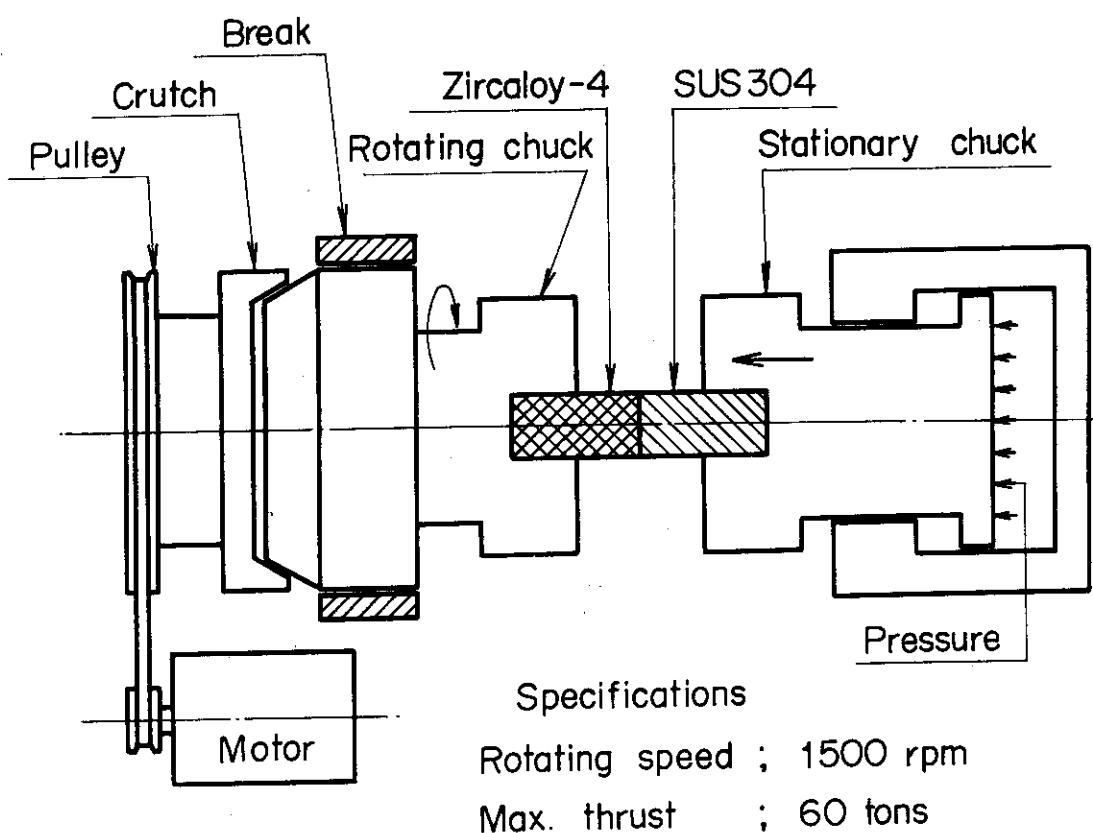


Fig. 2 Schematic drawing of friction welding machine

Table 1 Chemical composition of Zircaloy-4 and SUS304

Material	Composition (%)													
	C	Cr	Ni	Fe	Sn	Mn	Si	Ti	Zr	S	P	H ₂	N ₂	O ₂
Zircaloy-4	<0.005	0.103	<0.001	0.210	1.54	<0.001	<0.003	<0.001	Bal.	-	-	0.0011	0.0019	0.137
SUS304	0.08	18.52	8.64	Bal.	-	1.57	0.38	-	-	0.011	0.030	-	-	-

Table 2 Mechanical properties of Zircaloy-4 and SUS304

Material	Tensile strength (kg/mm ²)	Yield strength (0.2 % offset) (kg/mm ²)	Elongation (%)	Hardness
Zircaloy-4	51.28	33.80	26.6	B90 (Rockwell)
SUS304	57.8	23.0	64.8	143.0 (Brinell)

Table 3 Characterization of Zircaloy-4

Condition	Heat treatment	Structure (ASTM standards)	Corrosion property, Weight gain (mg/dm ²)
Beta-quenched	Water-quenched from 1 h at 1040 °C	Transverse 8.5 Longitudinal 8.0	17.0 (400°C, 105.5 kg/cm ² , 72 h)

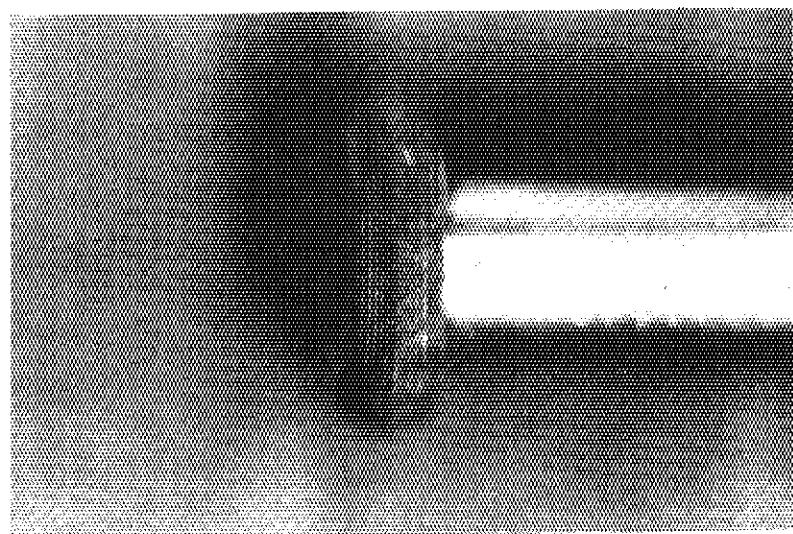


Fig. 3 Photograph of the transition joint interface of flat end preparation (Zircaloy-4)

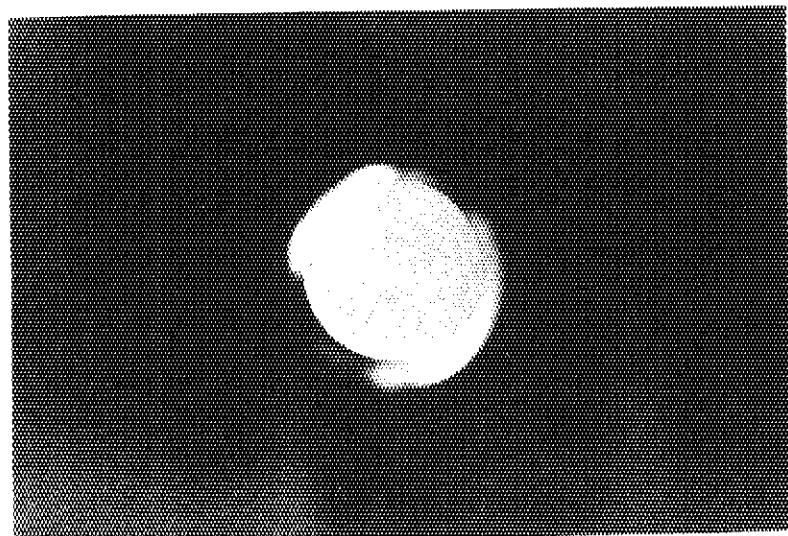


Fig. 4 Photograph of the transition joint interface of flat end preparation (SUS304)

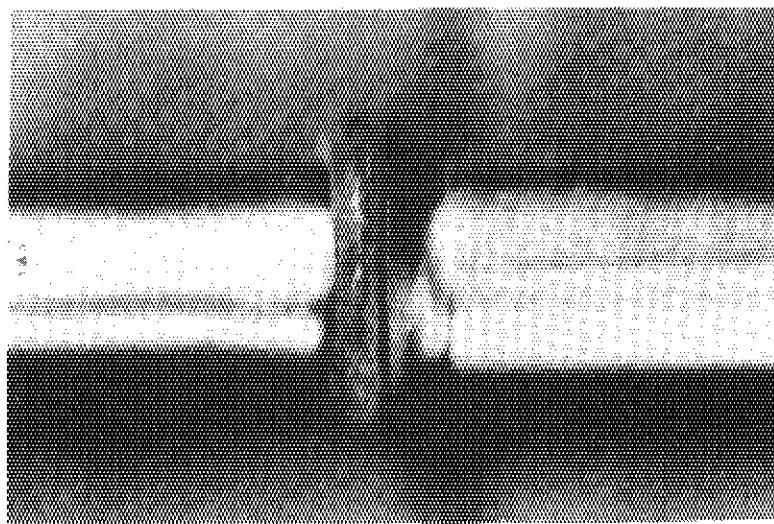


Fig. 5 Photograph of the transition joint
of cup and cone end preparation

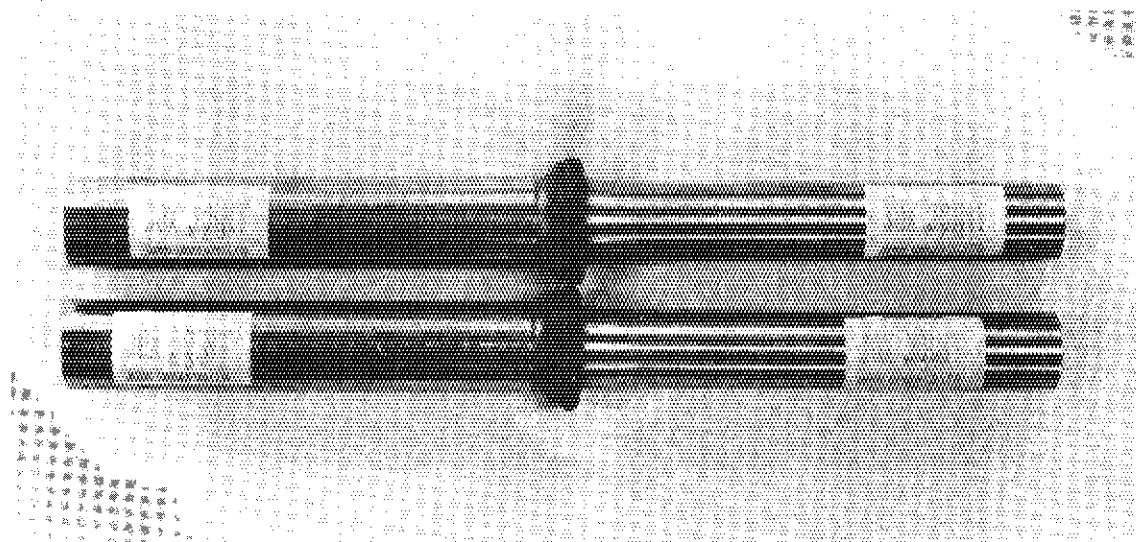


Fig. 6 Photograph of the transition joints before machining

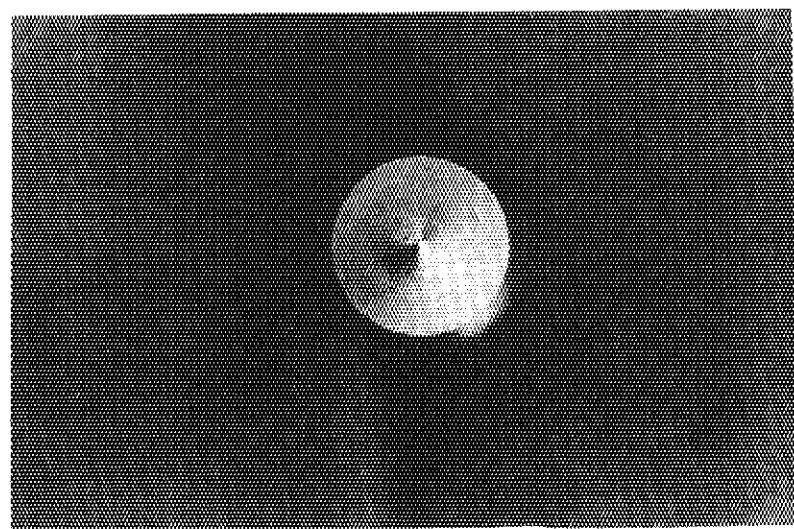


Fig. 7 Photograph of the transition joint interface of cup and cone end preparation (Zircaloy-4)

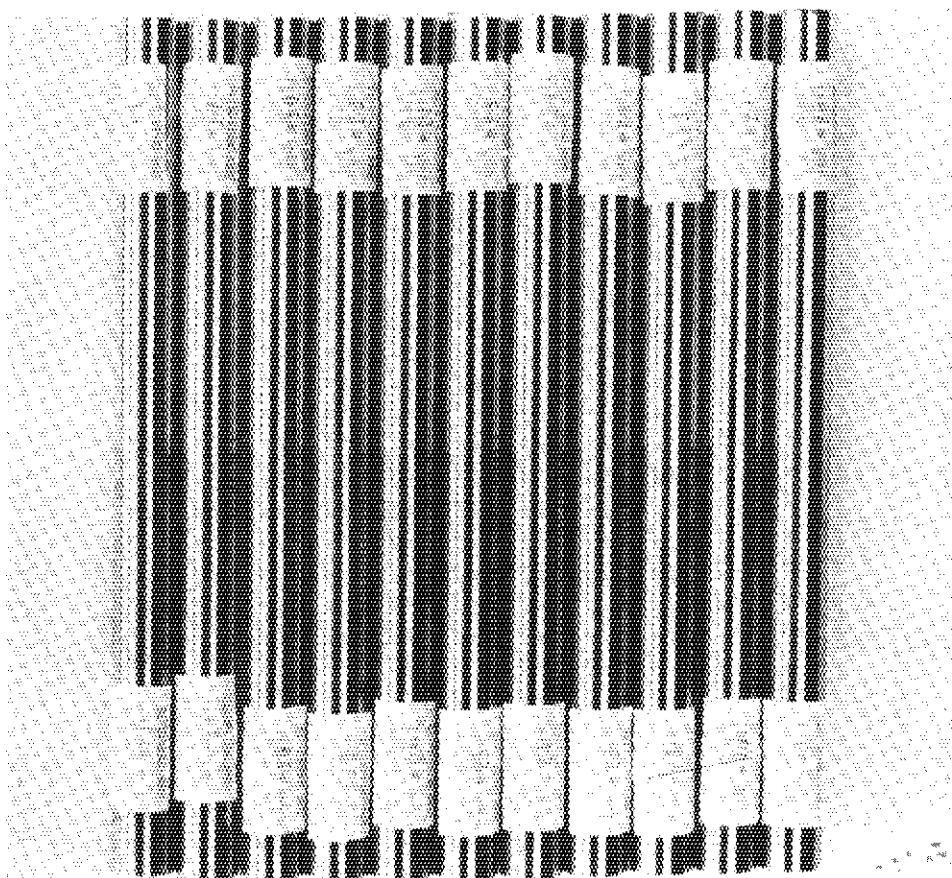


Fig. 8 Photograph of the transition joints after machining

Table 4 List of evaluation tests on Zircaloy-4/SUS304 transition joint

Tests	Test methods	Specimens No.																									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24		
Bend test	Accordance with JIS Z 2248, Room temperature	O	O	O																							
Thermal cycling test	From R.T. to 300°C, 87 kg/cm ² in autoclave, 16 cycles									O	O	O					O	O	O								
Tensile test at R.T.	Loading rate									O	O	O	O				O	O	O								
	1 140 to 400 kg/sec up to 0.2% offset yield point																										
	2 25 kg/sec after yield point																										
Tensile test at 300°C	Strain rate																										
	1 0.3%/sec up to 0.2% offset yield point									O	O	O															
	2 3%/sec after yield point																										
Helium leak test	Mass spectrometer type He leak detector Sensitivity: ~10 ⁻¹⁰ atm cc/sec																O	O	O	O	O						
Burst test	Hydraulic, Room temperature																O	O	O	O	O						
EMPA analysis	Electron micro X ray probe analyzer Scan rate: 3 μm/sec, Element: Zr, Fe, Cr, Ni																O	O	O	O	O						
Metallographic test	Magnification: 1 and 280																										
In-reactor experiment	Loop facility in JMTR (OWL-2)																										
	Other specimens																										

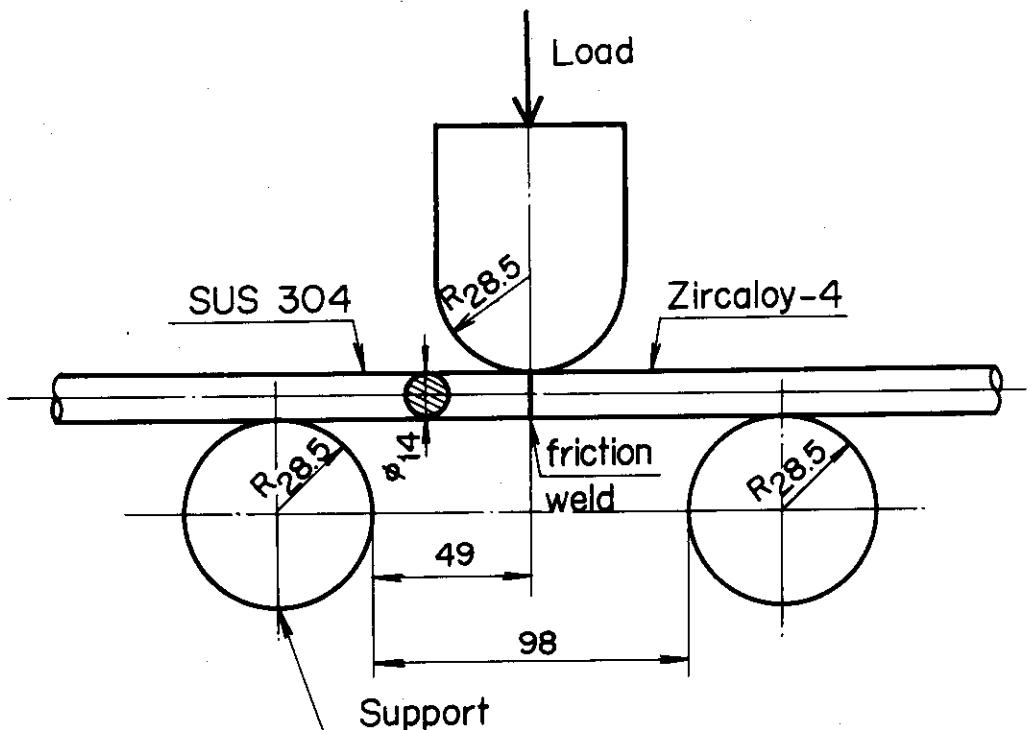


Fig. 9 Schematic drawing of the device for bend test

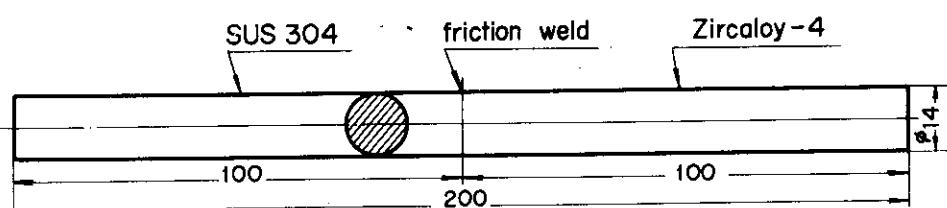


Fig. 10 Specimen of the transition joint for bend test

Table 5 Bend test results of the transition joints

Specimen No.	Specimen dia. (mm)	Bended angle (degree)	Max. load (kg)	Fractured position
1	14.0	35.0	820	Welded interface
2	14.0	22.0	710	Welded interface
3	14.0	30.5	790	Welded interface

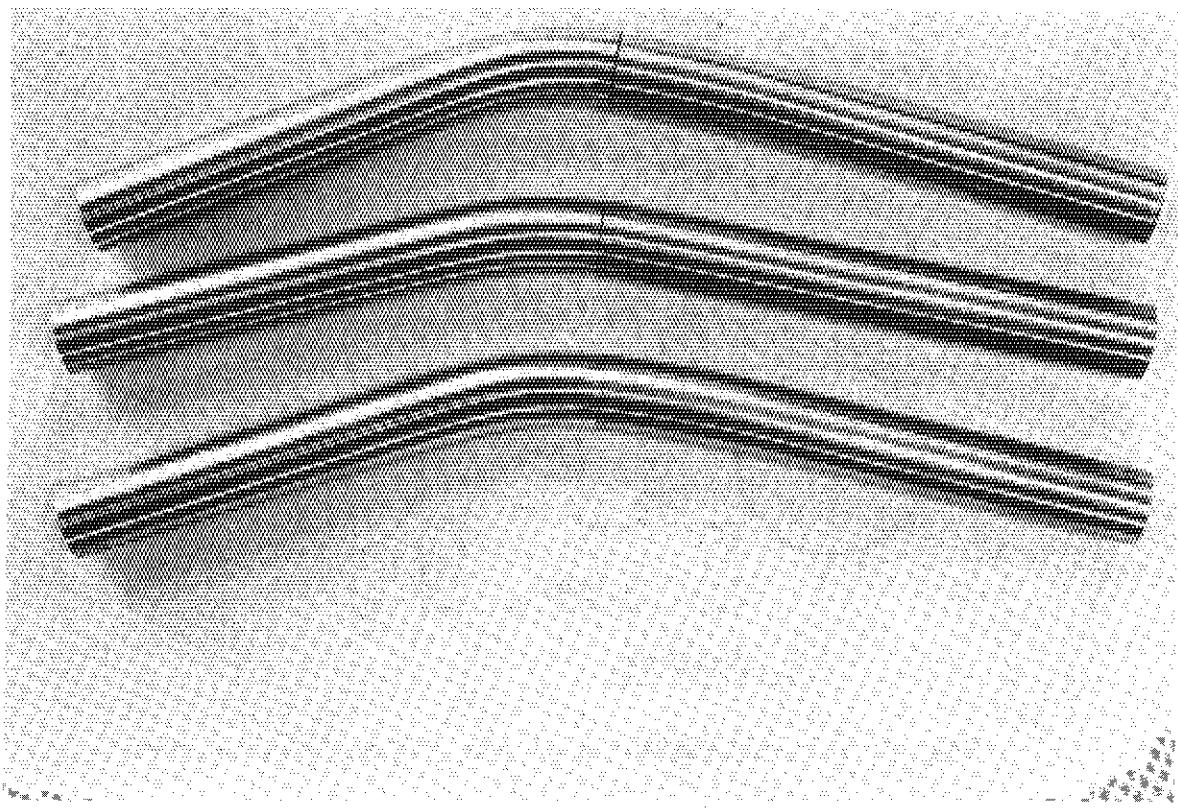


Fig. 11 Photograph of the transition joints after bend test

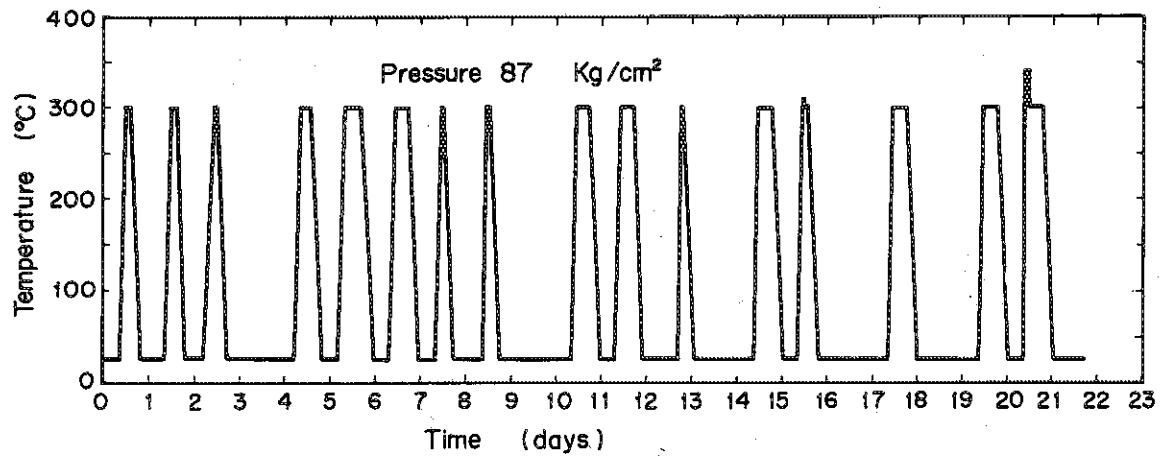


Fig. 12 Diagram of thermal cycling test

Table 6 Weight gains of the materials
after thermal cycling test

Material	Weight gains (mg/dm ²)
Zircaloy-4/SUS304 friction welded transition joint	0.039 0.053 0.053
Zircaloy-4	0.059 0.066 0.072
SUS304	0.033 0.033 0.039

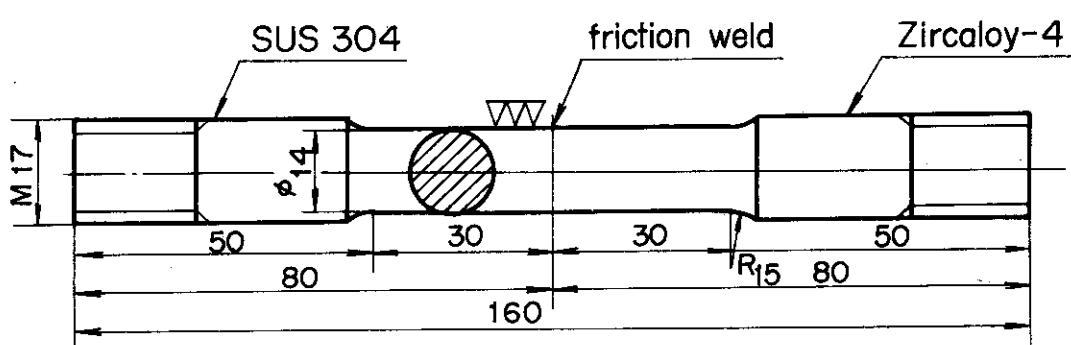


Fig. 13 Specimen of the transition joint for tensile test at room temperature

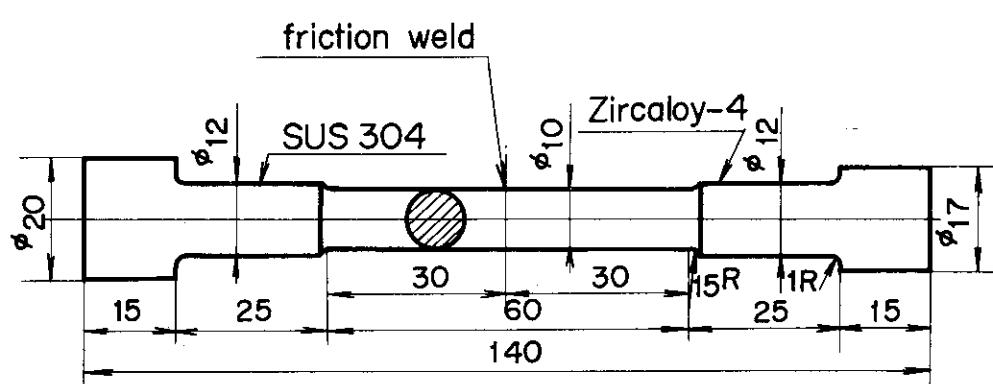


Fig. 14 Specimen of the transition joint for tensile test at 300°C

Table 7 Tensile test results of the transition joints

Specimen No.	Dimensions (mm)		Test temperature (°C)	Yield strength (0.2% offset) (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Fractured position	Remarks
	dia.	Gauge length						
4	14.00	50.0	20	30.7	46.9	5.8	Welded interface	
5	14.00	50.0	20	30.5	48.6	6.3	Welded interface	
6	14.00	50.0	20	30.5	43.9	4.7	Welded interface	
7	14.00	50.0	20	29.6	48.1	8.7	Welded interface	After thermal cycling test
8	14.00	50.0	20	30.9	46.1	5.1	Welded interface	After thermal cycling test
9	13.9	50.0	20	31.3	44.7	4.7	Welded interface	After thermal cycling test
10	9.99	50.0	300±3	13.9	25.5	19.3	Zircaloy~4	
11	10.00	50.0	300±3	18.0	28.0	19.0	Zircaloy~4	
12	9.99	50.0	300±3	12.4	24.2	19.6	Zircaloy~4	

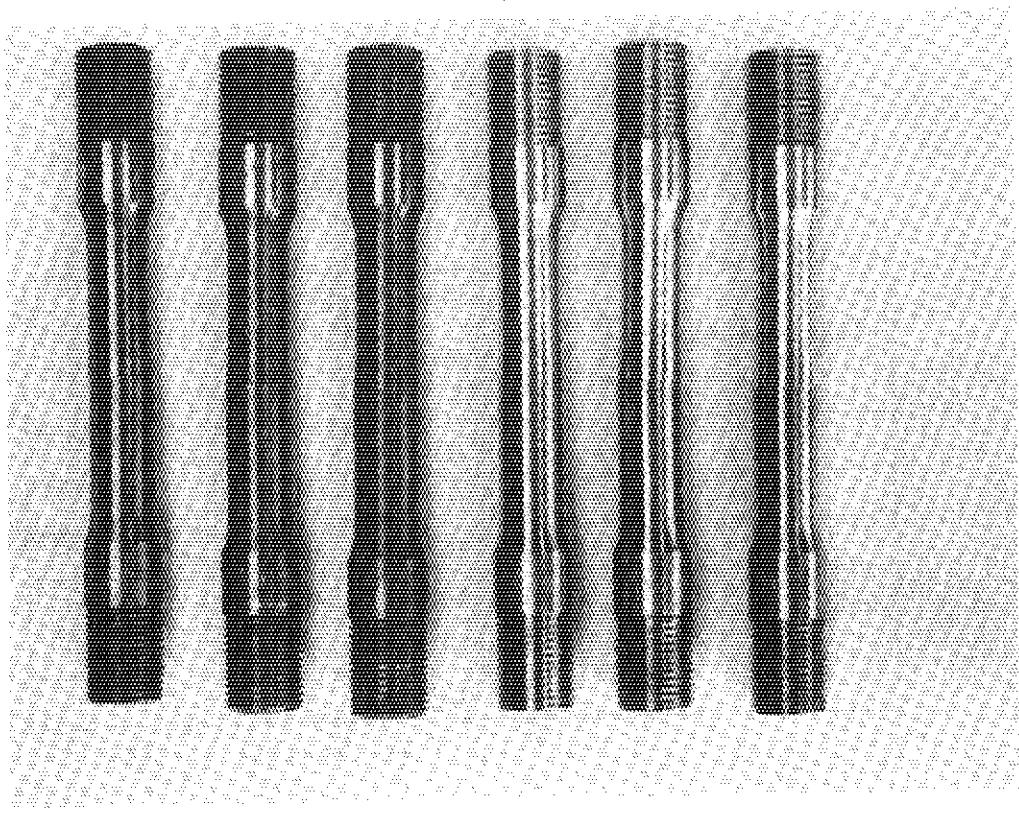


Fig. 15 Photograph of the transition joints after tensile test at room temperature

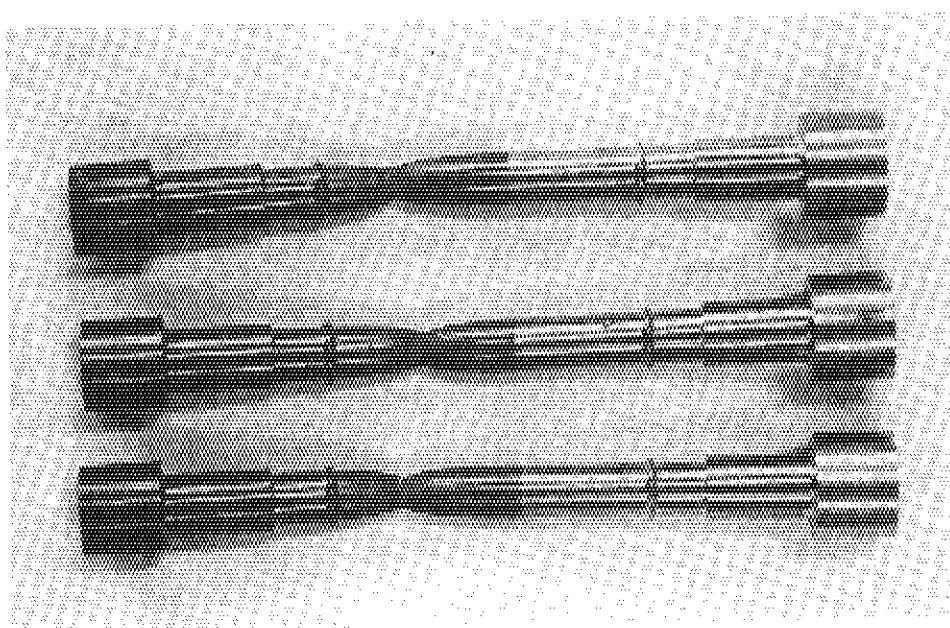


Fig. 16 Photograph of the transition joints after tensile test at 300°C

Table 8 Helium leak test results of the transition joint tubes before and after thermal cycling test

Specimen No.	Leakage (atm cc/sec)	
	Before thermal cycling test	After thermal cycling test
13	$<2.4 \times 10^{-10}$	
14	$<2.4 \times 10^{-10}$	
15	$<2.4 \times 10^{-10}$	
16	$<2.4 \times 10^{-10}$	$<3.0 \times 10^{-10}$
17	$<2.4 \times 10^{-10}$	$<3.0 \times 10^{-10}$
18	$<2.4 \times 10^{-10}$	$<3.0 \times 10^{-10}$

Table 9 Burst test results of the transition joint tubes

Specimens No.	Dimensions (mm)				Pressure at burst (kg/cm ²)	Hoop stress at burst (kg/mm ²)	Bursted position	Remarks				
	Before burst test		After burst test									
	Inner dia.	Outer dia.	Inner dia.	Outer dia.								
13	14.00	12.90	14.55	13.65	450	52.7	Welded interface					
14	14.00	12.90	14.70	13.60	470	55.1	Welded interface					
15	14.00	12.90	14.50	13.45	460	53.9	Welded interface					
16	14.00	12.90	14.35	13.45	445	52.2	Welded interface	After thermal cycling test				
17	14.00	12.90	14.10	13.10	450	52.7	Welded interface	After thermal cycling test				
18	14.00	12.90	14.20	13.15	445	52.2	Welded interface	After thermal cycling test				

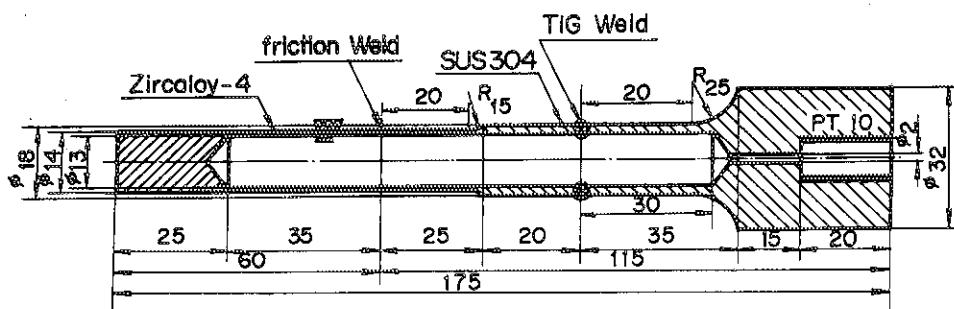


Fig. 17 Specimen of the transition joint tube for burst test and helium leak test

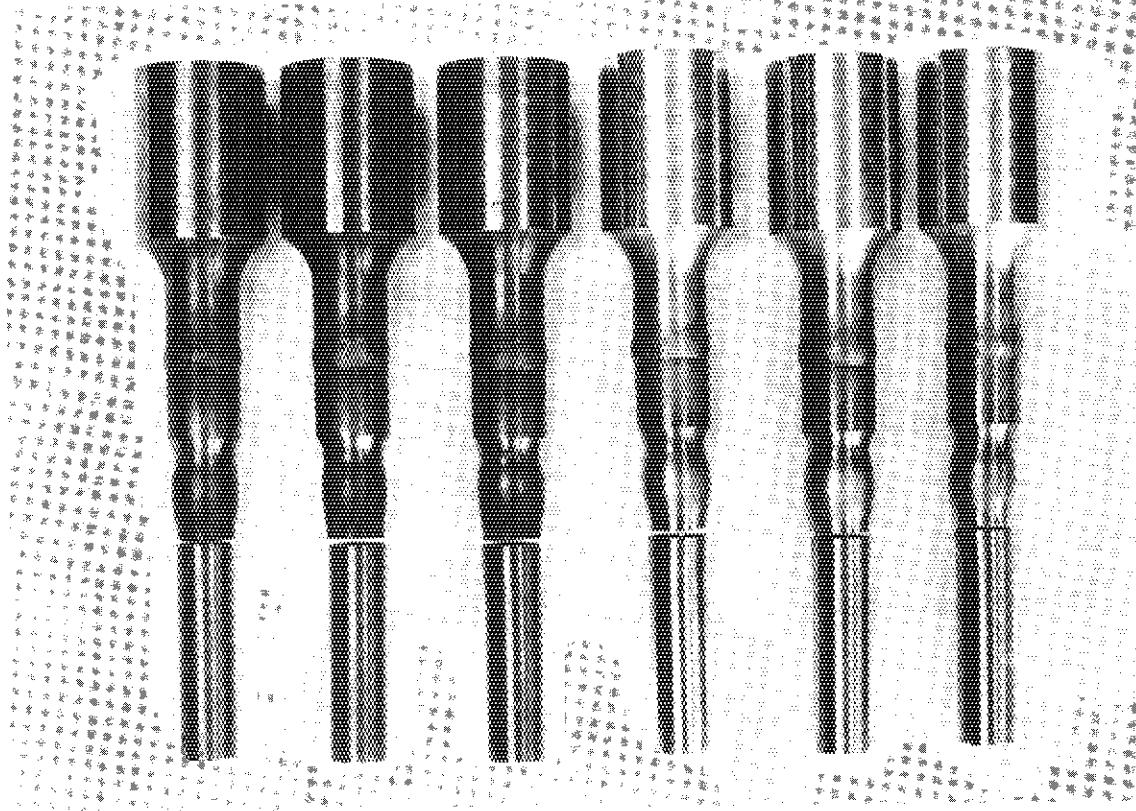


Fig. 18 Photograph of the transition joint tubes after burst test

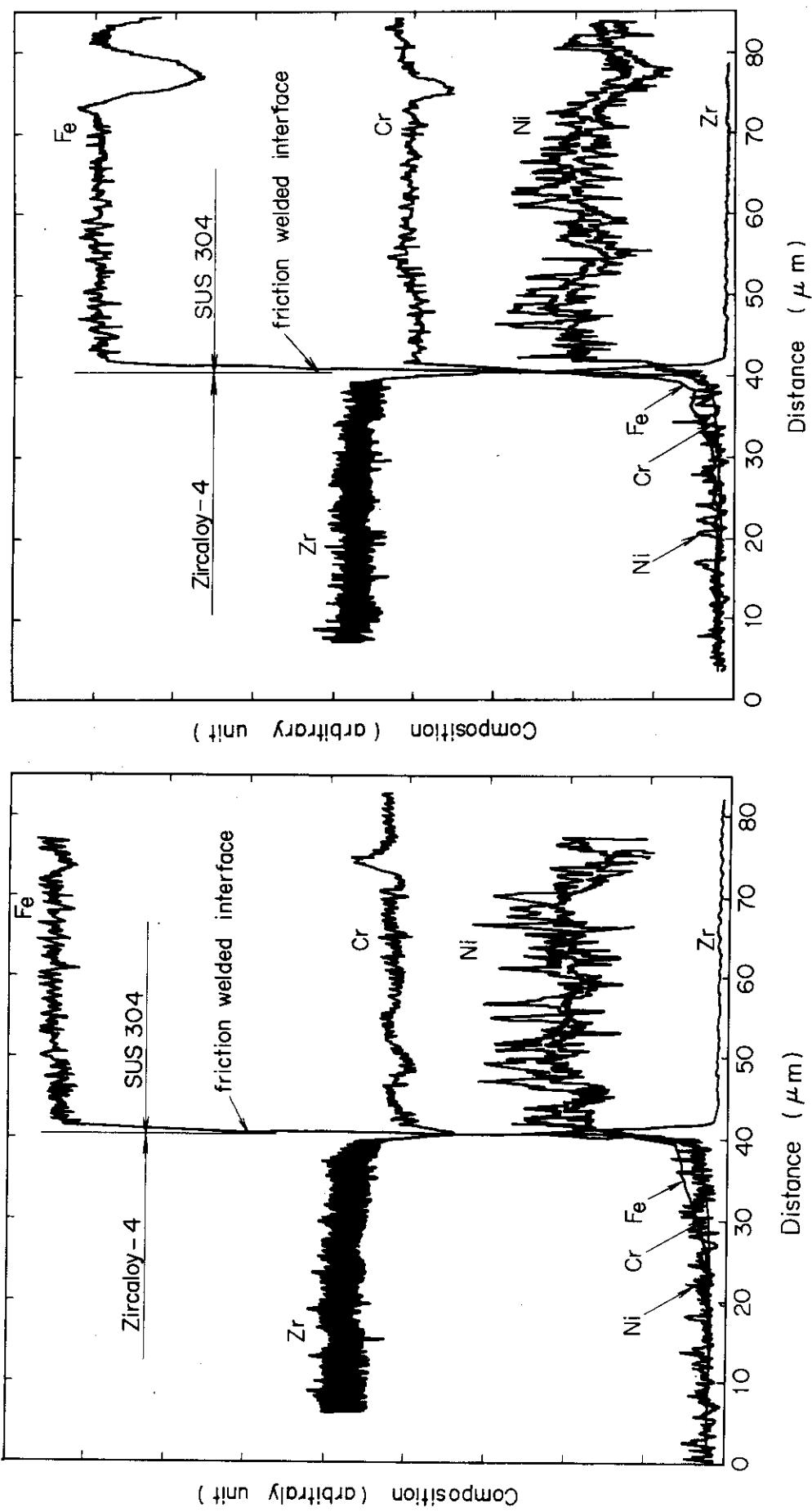


Fig. 19 Electron micro X ray probe scan across friction welded interface of the specimen No. 19

Fig. 20 Electron micro X ray probe scan across friction welded interface of the specimen No. 22

Table 10 Etching conditions of metallographic specimens

Material	Etchant	Etching conditions	
		Method	Time (sec)
Zircaloy-4	H ₂ O ₂ 45, HF 9, HNO ₃ 45	Chemical	90
SUS304	HNO ₃ 1, HCl 1, C ₃ H ₈ O ₃ 2	Chemical	2

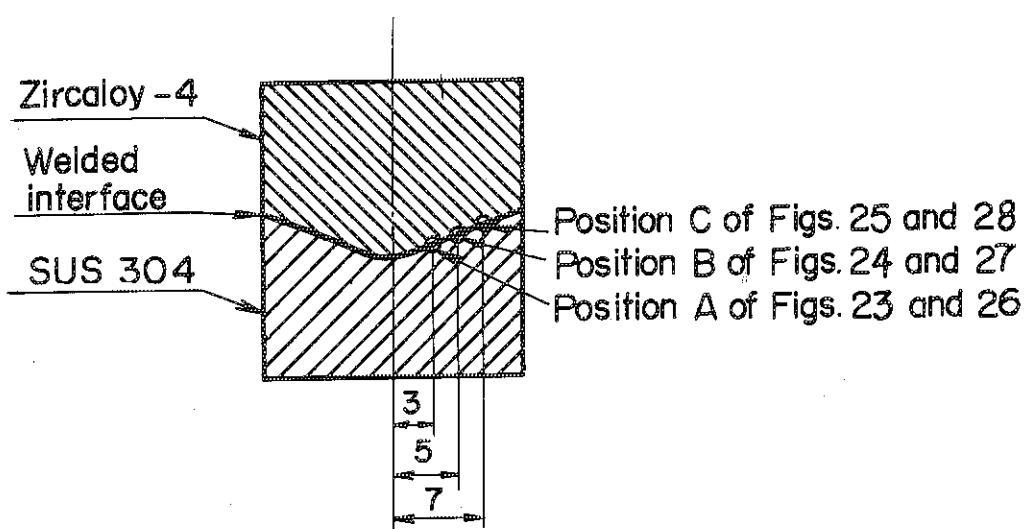


Fig. 21 Positions of photograph

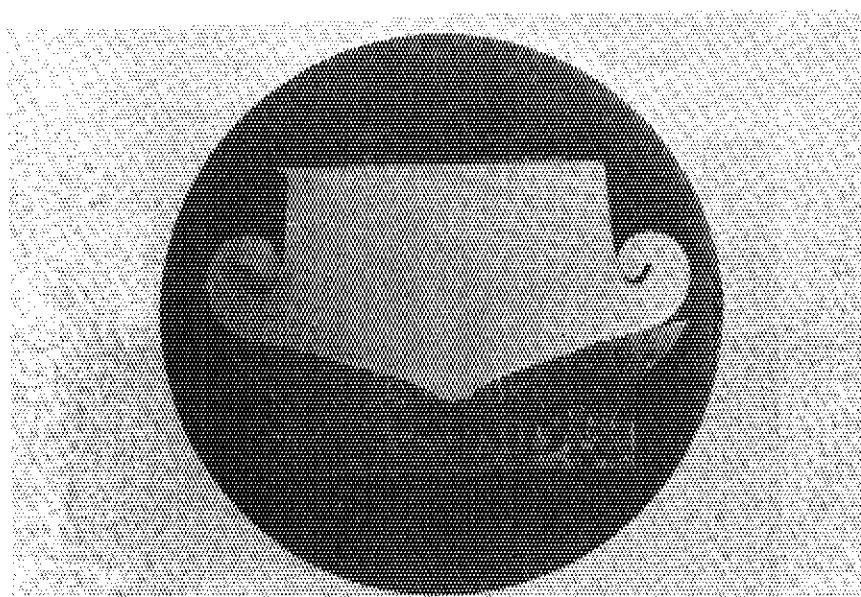


Fig. 22 Photograph of transverse section of interface of the transition joint (Specimen No. 21)

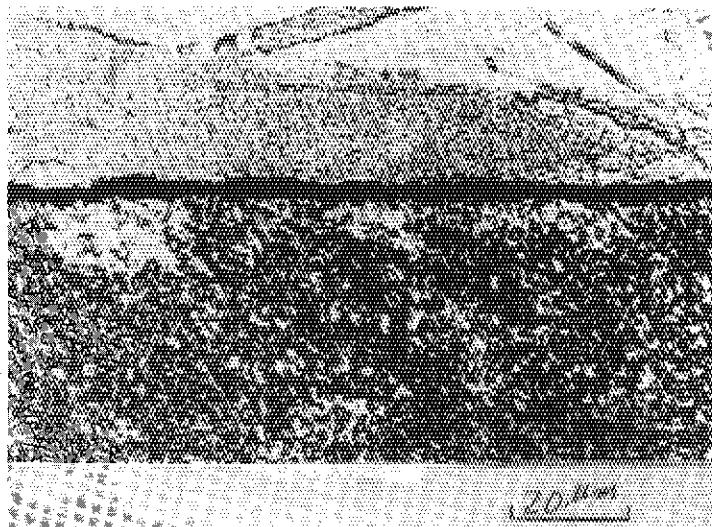


Fig. 23 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position A in Fig. 20, Specimen No.19)

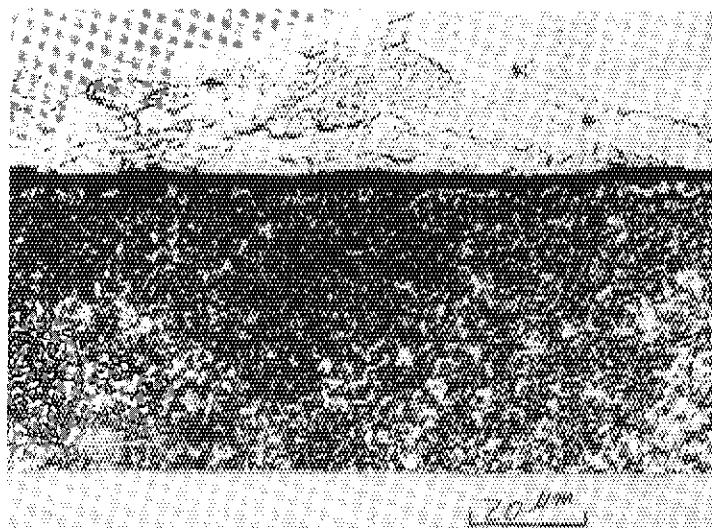


Fig. 24 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position B in Fig. 20, Specimen No.19)

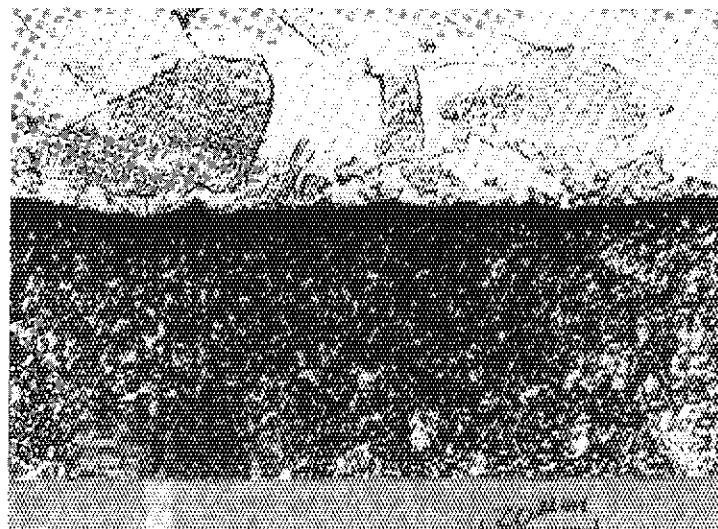


Fig. 25 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position C in Fig. 20, Specimen No.19)

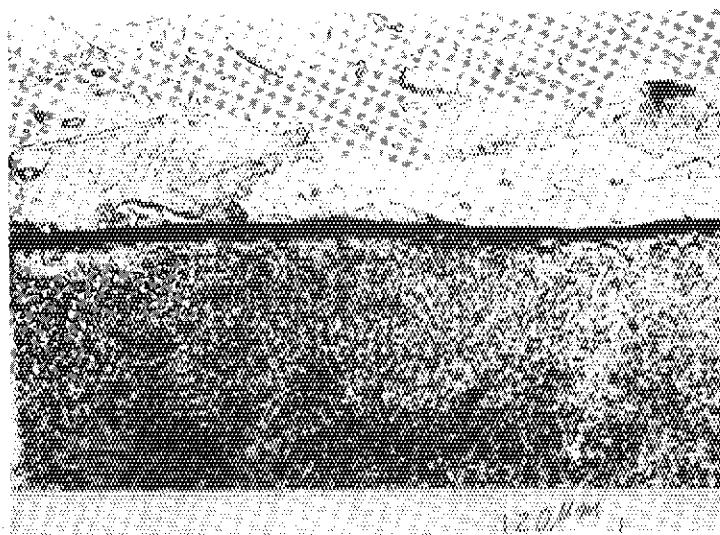


Fig. 26 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position A in Fig. 20, Specimen No.22)

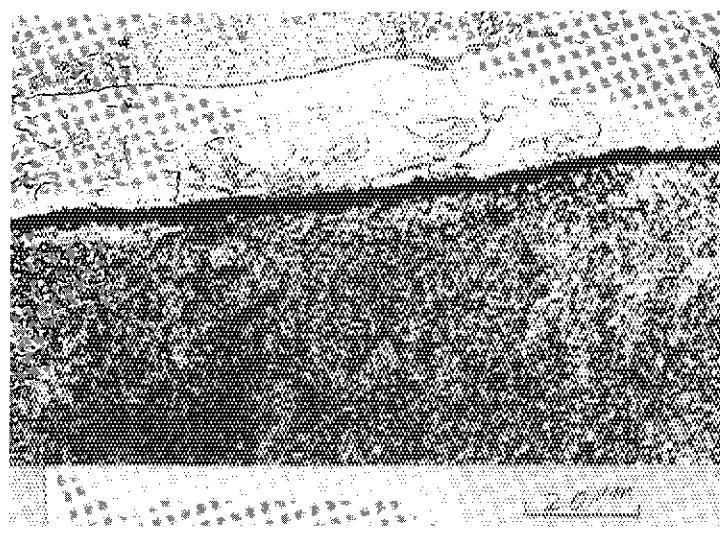


Fig. 27 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position B in Fig. 20, Specimen No.22)

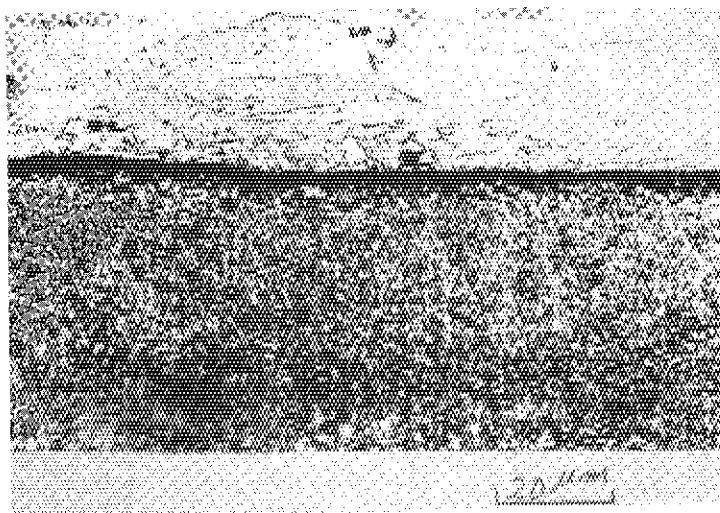
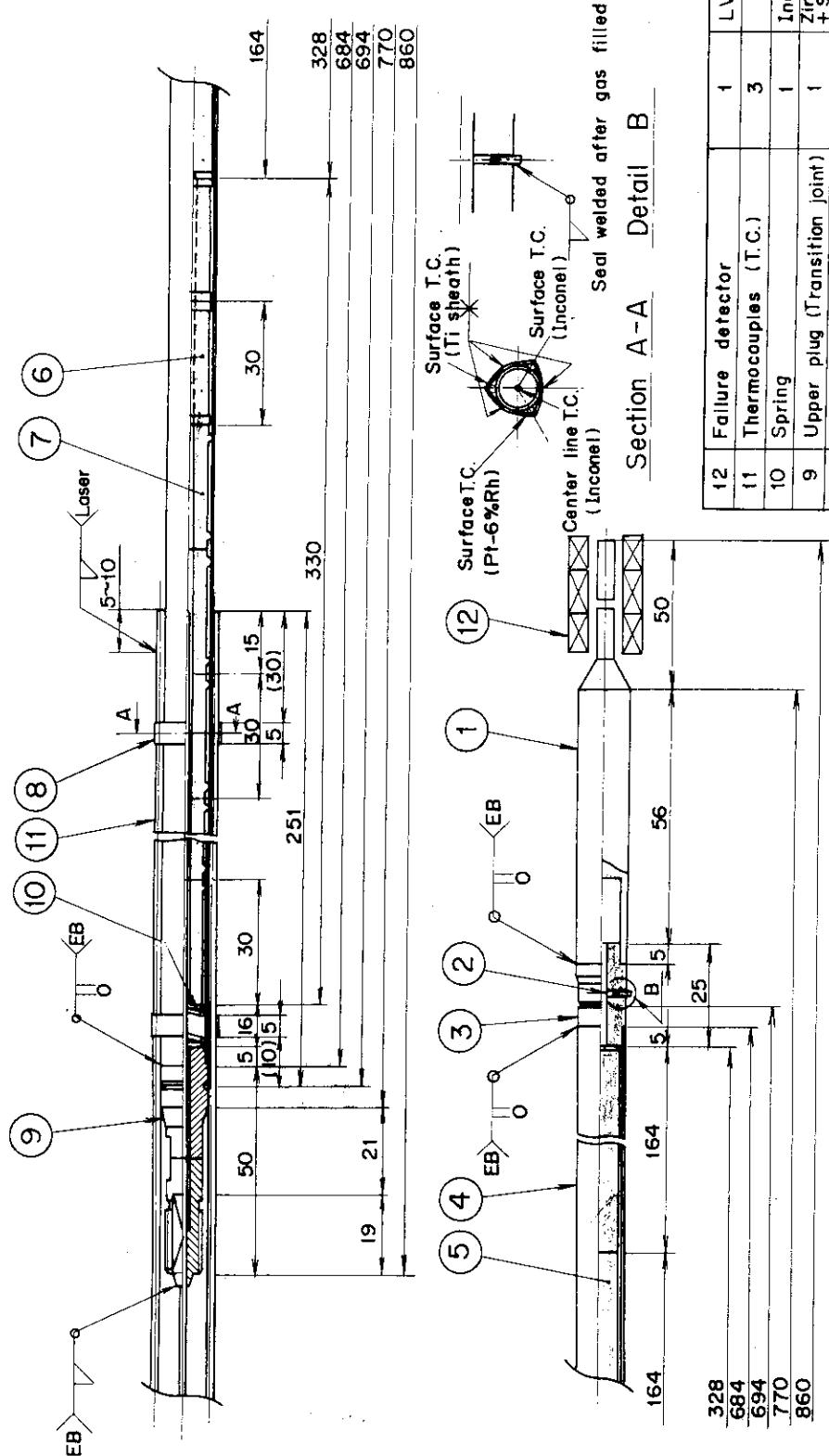


Fig. 28 Photomicrograph of interface of
the transition joint
(Position C in Fig. 20, Specimen No.22)



Item	Description	Quantity	Material
12	Failure detector	1	LVDT
11	Thermocouples (T.C.)	3	
10	Spring	1	Inconel
9	Upper plug (Transition joint)	1	Zircaloy-4 + SUS 304
8	Ribbon	2	Ti
7	Dummy pellet	3	W
6	Dummy pellet	8	W
5	Spacer	2	SUS 304
4	Clad	1	Zircaloy-4
3	Midle plug	1	"
2	Seal plug	1	"
1	End plug (Core)	1	Zircaloy-4

Fig. 29 Irradiation test assembly for in-core instrumentation

参考文献

- 1) E.P. Papadakis, L.C. Lynnworth, D.R. Patch and E.H. Carnevale ; Ultrasonic Thermometry for LMFBR Systems, NYO-3906-13 (1972).
- 2) H.A. Tasman, M. Campana, G. Fayl and H.E. Schmidt ; In-pile Ultrasonic Thermometry Experiment TRESOR, EUR-5395 (1974).
- 3) Bjarne Aarset and Erik Kolstad ; HBWR Experience with In-core Measurement of Center Fuel Temperatures with Thermocouples, EUR-5395 (1974).
- 4) Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol.4, Part. 3, 1951 (1972).
- 5) 八剣達雄, 桜井裕, 平野見明 ; PCM実験調査報告書 (1976)
- 6) J.KILBRIDE, B. Tech. and D.F. ADAMS ; Friction Welding Stainless Steel to Zircaloy-2, Welding Metal Fabrication, 26 (1971).
- 7) 蓮井淳 ; 摩擦圧接, 溶接学会誌, Vol. 41, № 1 (1972)
- 8) 岡村勝 ; 摩擦圧接 [1] ~ [4], 溶接技術, Vol. 18, № 6 ~ № 9 (1970)
- 9) 竹下功, 関 晋, 井上利昭 ; アルミニウム外筒計測キャップセルの開発, JAERI -M 5899 (1974)
- 10) 田中勲, 伊藤治彦, 青山芳夫, 二松敬治 ; アルミニウム外筒計測キャップセルの開発(第2報); JAERI -M 6799 (1976)