

JAERI-M
7477

レジンボンド黒鉛成形体とSiCボンド
黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較

1978年1月

井川 勝市・飛田 勉・岩本 多実

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、複製などのお問い合わせは、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.

レジンボンド黒鉛成形体とSiCボンド黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部

井川 勝市・飛田 勉・岩本 多実

(1977年12月15日受理)

燃料コンパクトをスリーブなしで直接冷却すると伝熱上有利であるが、その場合はコンパクトの耐食性が問題になるので、一般に用いられるレジンバインダーの代わりにケイ素バインダーを用いる可能性を検討中である。本実験では、レジンボンド黒鉛成形体とSiCボンド黒鉛成形体を1%水蒸気を含むHe中で1000℃で5時間加熱した場合の重量減少を比較した。レジンをケイ素に置きかえたことによる耐食性の向上は顕著であった。レジンボンドでは重量減少が加熱時間に対して直線的であったが、SiCボンドでは若干の重量増加ののち減少に移った。レジンボンドの場合、重量減少はプレス温度によっても焼成温度によっても影響された。腐食による破壊強度の減少はレジンボンドにもSiCボンドにも認められた。

Comparison in Water-Vapor Corrosion between
Resin-Bonded and Silicon-Bonded Graphite Compacts

Katsuichi IKAWA, Tsutomu TOBITA and Kazumi IWAMOTO

Division of Nuclear Fuel Research, Tokai Research
Establishment, JAERI

(Received December 27, 1977)

In direct cooling of the fuel compact without sleeve, the heat transfer is high. In this case, however, corrosion of the compact is problem. Feasibility of using silicon binder instead of the conventional resin binder is being studied. In experiment, weight loss in 5 hr heating at 1000°c in He containing 1% water vapor was compared between the resin-bonded and the silicon-bonded compact. By replacing the resin with silicon the corrosion resistance is remarkably improved. Weight loss of the resin-bonded compact is in linear relation with heating time. In the silicon-bonded compact, weight somewhat increases first but then decreases. In the resin-bonded compact, the weight loss is influenced by both pressing temperature and baking temperature. The corrosion reduces crushing strength of both the resin-bonded and the silicon-bonded compact.

Keywords : HTGR Fuel Compact, Corrosion, Oxidation,
Graphite-Silicon Carbide Composite, Corrosion Protection,
Silicon Bonding

目 次

1. まえがき	1
2. 試料調製	1
3. 実験方法	2
4. 実験結果	2
5. 補足実験	4
6. 謝 辞	4
7. 参考文献	4

Contents

1. Introduction.....	1
2. Sample Preparation.....	1
3. Experimental Procedure.....	2
4. Experimental Results.....	2
5. Supplementary Experiment.....	4
6. Acknowledgement.....	4
7. References.....	4

1. ま え が き

現在原研で設計が進められている多目的高温ガス実験炉の燃料は燃料コンパクトをスリーブに入れた構造である。これはドラゴン炉やピーチボトム炉と類似の構造である。これらの炉のHe温度は原研の炉より低い、原研はその差を設計上の工夫でカバーしている。設計の温度マージンを大きくするためには全く逆のふたつの方法がある。それらは被覆粒子の耐熱限界を上げる方法と被覆粒子の使用温度を下げる方法である。後者の方法は伝熱上の改善である。伝熱上の改善の具体的な方法として、コンパクトとスリーブの間のギャップ温度差をなくそうとするいわゆる一体化燃料の構想が原研にも外国⁽¹⁾にもある。現在西独のTHTR用として製造中のボール状燃料は燃料領域と無燃料領域の間にギャップはなく、この燃料の優秀性は西独AVRへの装荷で実証された⁽²⁾。ギャップ温度差ばかりでなくスリーブ厚温度差をもなくするにはコンパクトの直接冷却が有効であるが、その場合にはコンパクトの腐食が問題になる。そこで原研設計の燃料に採用が予定されているレジンボンドの代りにSiCボンドによるコンパクトの成形が提案された⁽⁴⁾。これはスリーブ厚温度差の点ばかりでなく、燃料の製造工程を単純化するという利点ももっている。

しかしながら、この提案の実用化を目指す開発試験に着手する価値があるかどうかを判断するためには、少なくとも次の4点に関するデータが必要である。

- (1) 耐食性がレジンボンドよりすぐれているという予想は正しいか？
- (2) ボンディング強度はレジンより大きいのか？
- (3) FP保持力がレジンボンドより大きいのか？
- (4) 照射収縮がレジンボンドより小さいのか？

直接冷却方式ではスリーブ（一体化方式の場合は無燃料領域）による保護が期待されない、耐食性ばかりでなく、強度、FP保持力および照射安定性もレジンボンドよりすぐれていなければならない。

実験は上記番号順に行っているが、このたび(1)に関する実験が終了したのでここにその結果を報告する。

2. 試 料 調 製

実験には被覆粒子を入れない、すなわちマトリックス材のみの成形体を試料とした。試料は④、⑤、⑥の3種である。④は原研仕様で民間メーカーが製造したもの、⑤と⑥は原研製品である。④は黒鉛とフェノールレジンの混合粉末を加圧下で室温から120℃付近まで昇温し、その温度と圧力（約100kg/cm²）で一定時間保持したのち、常圧で熱処理（最終温度1700℃または1800℃）を施したものである。⑤は室温プレスのグリーンコンパクトをダイスによる拘束圧下（<10kg/cm²プレス方向）で200℃付近まで加熱後、その温度で一瞬プレスし

1. ま え が き

現在原研で設計が進められている多目的高温ガス実験炉の燃料は燃料コンパクトをスリーブに入れた構造である。これはドラゴン炉やピーチボトム炉と類似の構造である。これらの炉のHe温度は原研の炉より低い⁽¹⁾が、原研はその差を設計上の工夫でカバーしている。設計の温度マージンを大きくするためには全く逆のふたつの方法がある。それらは被覆粒子の耐熱限界を上げる方法と被覆粒子の使用温度を下げる方法である。後者の方法は伝熱上の改善である。伝熱上の改善の具体的な方法として、コンパクトとスリーブの間のギャップ温度差をなくそうとするいわゆる一体化燃料の構想が原研にも外国^(2,3)にもある。現在西独のTHTR用として製造中のボール状燃料は燃料領域と無燃料領域の間にギャップはなく、この燃料の優秀性は西独AVRへの装荷で実証された⁽²⁾。ギャップ温度差ばかりでなくスリーブ厚温度差をもなくするにはコンパクトの直接冷却が有効であるが、その場合にはコンパクトの腐食が問題になる。そこで原研設計の燃料に採用が予定されているレジンボンドの代りにSiCボンドによるコンパクトの成形が提案された⁽⁴⁾。これはスリーブ厚温度差の点ばかりでなく、燃料の製造工程を単純化するという利点ももっている。

しかしながら、この提案の実用化を目指す開発試験に着手する価値があるかどうかを判断するためには、少なくとも次の4点に関するデータが必要である。

- (1) 耐食性がレジンボンドよりすぐれているという予想は正しいか？
- (2) ボンディング強度はレジンより大きいのか？
- (3) FP保持力がレジンボンドより大きいのか？
- (4) 照射収縮がレジンボンドより小さいのか？

直接冷却方式ではスリーブ（一体化方式の場合は無燃料領域）による保護が期待されない⁽¹⁾ので、耐食性ばかりでなく、強度、FP保持力および照射安定性もレジンボンドよりすぐれていなければならない。

実験は上記番号順に行っているが、このたび(1)に関する実験が終了したのでここにその結果を報告する。

2. 試 料 調 製

実験には被覆粒子を入れない、すなわちマトリックス材のみの成形体を試料とした。試料は④、⑤、⑥の3種である。④は原研仕様で民間メーカーが製造したもの、⑤と⑥は原研製品である。④は黒鉛とフェノールレジンの混合粉末を加圧下で室温から120℃付近まで昇温し、その温度と圧力（約100kg/cm²）で一定時間保持したのち、常圧で熱処理（最終温度1700℃または1800℃）を施したものである。⑤は室温プレスのグリーンコンパクトをダイスによる拘束圧下（<10kg/cm²プレス方向）で200℃付近まで加熱後、その温度で一瞬プレスし

たもので、原料粉末(粒度 Fig.1)もプレス後の熱処理も④と同じである。120℃と200℃の差は大きい。120℃はレジンの軟化温度(約90℃)を若干越えているにすぎないが、200℃は架橋が大幅に進行し炭化の段階にさしかかる温度である。したがって④では500-1000 kg/cm²という高圧が必要であった。しかし実用的には被覆粒子の破損を避けるため300 kg/cm²が上限であるので、粉末の粒度分布の工夫が必要である。⑤の方法ではまたレジン SiCの混合ボンディングをも試みた。その場合レジン量は10%に固定した。この10%という値は、黒鉛-Siの反応結合時の体積増加(黒鉛基準で2.3倍)によるクラック発生が防止できるという予備実験の結果に基づいて決められた。また混合ボンド中には炭化(900℃)までを加圧下(300 kg/cm²)で行ったものもある。⑥はSiCボンド成形体である。これは黒鉛と30wt% Si(粒度 Fig.1)の混合粉末(レジンなし)を300 kg/cm²の圧力下で室温から1300℃または1350℃(昇温 Fig.2)まで加熱して得られたものである。Siは β -SiC(Fig.3参照)に変化した。加熱後試料寸法は④、⑤、⑥とも直径10mm,長さ8-12mmであった。

3. 実 験 方 法

水蒸気1%を含むHe流中で1000℃で5時間加熱した際の腐食による重量減少を測定した。He流速は300 cm³/min,炉心管内径は20mmであった。重量測定は加熱終了後空気中で行ったが、加熱中の重量変化を知る目的で熱天秤(CAHN-1000)を用いた場合もある。ポンペー水蒸気発生器-電気炉の間の接続にはビニール管を使用したので、試料位置でのHe純度はポンペーの公称純度(99.995%,酸素0.00009%)よりかなく悪くなっていたことが十分考えられる。しかし本実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの相対的比較にあるので、He精製もO₂分析も行わず、ただレジンボンドとSiCボンドを同一温度,同一雰囲気中で加熱することのみに注意を払った。

4. 実 験 結 果

Fig.4でレジンボンドの重量変化の1例とSiCボンドの重量変化の1例を比較した。この図に示された差はレジン量,黒鉛銘柄,成形条件などに基づく試料間のばらつきの範囲(Fig.6参照)をはるかに越えている。したがってレジンボンドに比べてSiCボンドが耐食性の点で格段にすぐれていることがわかる。加熱時間と重量減少の関係はレジンボンドではかなり完全な直線性を示している。直線からのわずかなずれ(下に凸)は気孔内腐食による表面積増加に起因しているものと考えられる。また直線からのずれがわずかであるという結果は、1000℃という温度が気孔内腐食より外部表面腐食が支配する領域であるという一般的認識と一致する。一方SiCボンドでははじめに重量増加が表われた。これはSiO₂の生成によると考えられる。その後重量減少が始まるが、5時間では減少速度が一定にならず、5時間以後の推定はレジンボンドの場合に比べてはるかに困難である。そのためSiCボンドについては2試料

たもので、原料粉末(粒度 Fig.1)もプレス後の熱処理も④と同じである。120℃と200℃の差は大きい。120℃はレジンの軟化温度(約90℃)を若干越えているにすぎないが、200℃は架橋が大幅に進行し炭化の段階にさしかかる温度である。したがって⑥では500-1000 kg/cm²という高圧が必要であった。しかし実用的には被覆粒子の破損を避けるため300 kg/cm²が上限であるので、粉末の粒度分布の工夫が必要である。⑥の方法ではまたレジン SiCの混合ボンディングをも試みた。その場合レジン量は10%に固定した。この10%という値は、黒鉛-Siの反応結合時の体積増加(黒鉛基準で2.3倍)によるクラック発生が防止できるという予備実験の結果に基づいて決められた。また混合ボンド中には炭化(900℃)までを加圧下(300 kg/cm²)で行ったものもある。⑦はSiCボンド成形体である。これは黒鉛と30wt% Si(粒度 Fig.1)の混合粉末(レジンなし)を300 kg/cm²の圧力下で室温から1300℃または1350℃(昇温 Fig.2)まで加熱して得られたものである。Siは β -SiC(Fig.3参照)に変化した。加熱後試料寸法は④、⑥、⑦とも直径10mm、長さ8-12mmであった。

3. 実験方法

水蒸気1%を含むHe流中で1000℃で5時間加熱した際の腐食による重量減少を測定した。He流速は300 cm³/min、炉心管内径は20mmであった。重量測定は加熱終了後空気中で行ったが、加熱中の重量変化を知る目的で熱天秤(CAHN-1000)を用いた場合もある。ポンペー水蒸気発生器-電気炉の間の接続にはビニール管を使用したので、試料位置でのHe純度はポンペーの公称純度(99.995%,酸素0.00009%)よりかなく悪くなっていたことが十分考えられる。しかし本実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの相対的比較にあるので、He精製もO₂分析も行わず、ただレジンボンドとSiCボンドを同一温度、同一雰囲気中で加熱することのみに注意を払った。

4. 実験結果

Fig.4でレジンボンドの重量変化の1例とSiCボンドの重量変化の1例を比較した。この図に示された差はレジン量、黒鉛銘柄、成形条件などに基づく試料間のばらつきの範囲(Fig.6参照)をはるかに越えている。したがってレジンボンドに比べてSiCボンドが耐食性の点で格段にすぐれていることがわかる。加熱時間と重量減少の関係はレジンボンドではかなり完全な直線性を示している。直線からのわずかなずれ(下に凸)は気孔内腐食による表面積増加に起因しているものと考えられる。また直線からのずれがわずかであるという結果は、1000℃という温度が気孔内腐食より外部表面腐食が支配する領域であるという一般的認識と一致する。一方SiCボンドでははじめに重量増加が表われた。これはSiO₂の生成によると考えられる。その後重量減少が始まるが、5時間では減少速度が一定にならず、5時間以後の推定はレジンボンドの場合に比べてはるかに困難である。そのためSiCボンドについては2試料

たもので、原料粉末(粒度 Fig.1)もプレス後の熱処理も④と同じである。120℃と200℃の差は大きい。120℃はレジン(樹脂)の軟化温度(約90℃)を若干越えているにすぎないが、200℃は架橋が大幅に進行し炭化の段階にさしかかる温度である。したがって④では500-1000 kg/cm²という高圧が必要であった。しかし実用的には被覆粒子の破損を避けるため300 kg/cm²が上限であるので、粉末の粒度分布の工夫が必要である。⑤の方法ではまたレジン SiC の混合ボンディングをも試みた。その場合レジン量は10%に固定した。この10%という値は、黒鉛-Siの反応結合時の体積増加(黒鉛基準で2.3倍)によるクラック発生が防止できるという予備実験の結果に基づいて決められた。また混合ボンド中には炭化(900℃)までを加圧下(300 kg/cm²)で行ったものもある。⑥はSiCボンド成形体である。これは黒鉛と30wt% Si(粒度 Fig.1)の混合粉末(レジンなし)を300 kg/cm²の圧力下で室温から1300℃または1350℃(昇温 Fig.2)まで加熱して得られたものである。Siは β -SiC(Fig.3参照)に変化した。加熱後試料寸法は④、⑤、⑥とも直径10mm、長さ8-12mmであった。

3. 実験方法

水蒸気1%を含むHe流中で1000℃で5時間加熱した際の腐食による重量減少を測定した。He流速は300 cm³/min、炉心管内径は20mmであった。重量測定は加熱終了後空気中で行ったが、加熱中の重量変化を知る目的で熱天秤(CAHN-1000)を用いた場合もある。ボンベ-水蒸気発生器-電気炉の間の接続にはビニール管を使用したので、試料位置でのHe純度はボンベの公称純度(99.995%,酸素0.00009%)よりかなく悪くなっていたことが十分考えられる。しかし本実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの相対的比較にあるので、He精製もO₂分析も行わず、ただレジンボンドとSiCボンドを同一温度、同一雰囲気(水蒸気)で加熱することのみに注意を払った。

4. 実験結果

Fig.4でレジンボンドの重量変化の1例とSiCボンドの重量変化の1例を比較した。この図に示された差はレジン量、黒鉛銘柄、成形条件などに基づく試料間のばらつきの範囲(Fig.6参照)をはるかに越えている。したがってレジンボンドに比べてSiCボンドが耐食性の点で格段にすぐれていることがわかる。加熱時間と重量減少の関係はレジンボンドではかなり完全な直線性を示している。直線からのわずかなずれ(下に凸)は気孔内腐食による表面積増加に起因しているものと考えられる。また直線からのずれがわずかであるという結果は、1000℃という温度が気孔内腐食より外部表面腐食が支配する領域であるという一般的認識と一致する。一方SiCボンドでははじめに重量増加が表われた。これはSiO₂の生成によると考えられる。その後重量減少が始まるが、5時間では減少速度が一定にならず、5時間以後の推定はレジンボンドの場合に比べてはるかに困難である。そのためSiCボンドについては2試料

(いずれも天然黒鉛)に限り20時間までの加熱を行った。結果をFig.5に示す。これはFig.4のような連続記録ではないので5時間毎の測定点が出ている。この図によると、SiCボンドでも屈曲点以後は大体直線であることがわかる。しかしその勾配は、この2例に限って言えば、Fig.4のレジソボンドの1/7にしかならないので、SiCボンドは耐食性の点で格段にすぐれていると結論づけることができる。

黒鉛を金属炭化物との均一複合体にすると、もとの黒鉛より耐食性が改善されるという例は(5,6)すでにいくつか報告されている。複合体化による防食の機構としては金属のゲッター作用(5)とガラス層の形成(6)の2種類があり、期待する機構により添加する金属が異なる。金属としては耐熱炭化物を形成する各種の金属、Si, B, Zr, Hf, Nb, V, Tiがテストされている。本実験のSiCボンドの防食機構は粗い分類をするならばゲッター作用よりむしろガラス形成ということになるが、しかし正確に言えば報告例(6)の機構と異なっている。すなわち報告例では黒鉛中に分散された金属が酸化でガラス質になり、それが黒鉛粒を被覆すると説明されているが、本実験のSiCボンド中の黒鉛粒は成形の段階でSiC層で被覆され、それによって黒鉛粒の酸化が防止されると考えられる。この考えはホットプレス時のSiC量、気孔率、比表面積の相関関係の研究結果によって支持される(7)。

Fig.6は若干の特殊試料を除くすべての試料の測定結果(5時間加熱による重量減少)を集めたものである。重量減少はA, B, Cの順に小さくなっている。Cの1試料に負の値(重量増加)があるが、これはFig.4の説明から理解できる。Fig.6により得られるひとつの収穫は、レジソバイダーが多いほど耐食性が悪いという従来からの予想(少なくとも筆者はそう考えていた)は誤りであるというデータを得たことである。この点はA, B兩種ともについていえることである。コンパクトの腐食がバインダーによって支配されるという考えは特にバインダー量の影響を調べた実験事実に基づいていたわけではないが、バインダーの改良または焼成温度の上昇によって耐食性が向上するという実験事実(8)によって間接的に支持されていた。

Fig.6により得られるもうひとつの収穫は、レジソ-Si混合ボンドではSiは耐食性の向上をもたらさないという結果である。さらに、この混合ボンドを1300°Cまでのホットプレス(C種と同じ方法)で成形した場合には、たとえその後1800°C焼成を行っても、耐食性はSiなしの場合より悪いという結果(Fig.6には示されていない)も得ている。この原因は不明である。またFig.6から、C種試料の間では人造黒鉛コンパクトより天然黒鉛コンパクトの方が耐食性にすぐれていると判断できる。

ドラゴン計画の初期に、微量のCO₂を含むHe中でのコンパクトの腐食を調べる実験(9)が行われているが、この場合にも腐食がバインダーによって支配されるものと考えられていた。さらに重要なことは、この実験の結果によると、コンパクトの腐食は酸化反応自体よりもそれに起因するdisintegration(consolidationの反対)が問題であると考えられていることである(9)。この点がコンパクト腐食と黒鉛腐食の最も大きな相違点である。この点の実用上の意味を重視して、本実験でも腐食前後の破壊強度を比較した。ただし破壊強度の測定は破壊試験であるから、同一試料による比較は不可能である。そこで同一とみなしうる一対の試料の一方は腐食せず、他方を腐食させたのちそれぞれについて強度測定を行った。結果をTable 1にまとめた。腐食によって例外なく強度が低下していることがわかった。

5. 補 足 実 験

本報の実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの耐食性を比較することであったが、レジンボンドの耐食性は焼成温度を上げることによっても向上するという報告⁽⁸⁾があるので、その点を確認するためにここに述べる補足実験を行った。用いた試料は試料調製の項で述べた④種試料にあたるもので焼成温度のみ異なったものである。実験方法は先に述べた方法と同じである。結果をFig.7に示す。この図によると、天然黒鉛コンパクトでは焼成温度を上げると耐食性が向上するという傾向が確かにみられるが、人造黒鉛コンパクトでは耐食性は、少なくとも1400℃以上では、焼成温度に影響されないと判断できる。また1800℃焼成では黒鉛の種類にもバインダー量にもよらず同程度の耐食性を示すことも明らかになった。これは実用上有益なデータである。

6. 謝 辞

SiCボンドの一連の研究に対して絶大なご支持をいただいた燃料工学部前野村部長および現下川部長に感謝する。またSi添加による反応度への影響をご検討いただいた多目的炉設計研究室の諸氏に感謝する。

7. 参 考 文 献

- (1) 岩本多実他：日本原子力学会燃材料分科会B23(1973年9月)
- (2) L.WOLF et al.: Nucl. Eng. Design 34(1975)93.
- (3) P.L. ALLEN et al.: TRG-Report 2655 (S)(1975).
- (4) 井川勝市他：日特願51-76149(1976)
- (5) E.M.GOLDSTEIN et al: Carbon 4(1966)273.
- (6) D.C.HILER et al: Materials Science Research, Vol.2, p261, Plenum Press, New York (1965).
- (7) 井川勝市他：High Temp.-High Press. 受理(1977)
- (8) W.W.DELLE et al.: 2nd Int. Carbon Conf.,Baden-Baden(1976), Preprint, P.357.
- (9) M.R.EVERETT et al.: Chemistry and Physics of Carbon, Vol.3, p289, Marcel Dekker, New York(1968).

5. 補 足 実 験

本報の実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの耐食性を比較することであったが、レジンボンドの耐食性は焼成温度を上げることによっても向上するという報告⁽⁸⁾があるので、その点を確認するためにここに述べる補足実験を行った。用いた試料は試料調製の項で述べた④種試料にあたるもので焼成温度のみ異なったものである。実験方法は先に述べた方法と同じである。結果をFig.7に示す。この図によると、天然黒鉛コンパクトでは焼成温度を上げると耐食性が向上するという傾向が確かにみられるが、人造黒鉛コンパクトでは耐食性は、少なくとも1400℃以上では、焼成温度に影響されないと判断できる。また1800℃焼成では黒鉛の種類にもバインダー量にもよらず同程度の耐食性を示すことも明らかになった。これは実用上有益なデータである。

6. 謝 辞

SiCボンドの一連の研究に対して絶大なご支持をいただいた燃料工学部前野村部長および現下川部長に感謝する。またSi添加による反応度への影響をご検討いただいた多目的炉設計研究室の諸氏に感謝する。

7. 参 考 文 献

- (1) 岩本多実他：日本原子力学会燃材料分科会B23(1973年9月)
- (2) L.WOLF et al.: Nucl. Eng. Design 34(1975)93.
- (3) P.L. ALLEN et al.: TRG-Report 2655 (S)(1975).
- (4) 井川勝市他：日特願51-76149(1976)
- (5) E.M.GOLDSTEIN et al.: Carbon 4(1966)273.
- (6) D.C.HILER et al.: Materials Science Research, Vol.2, p261, Plenum Press, New York(1965).
- (7) 井川勝市他：High Temp.-High Press. 受理(1977)
- (8) W.W.DELLE et al.: 2nd Int. Carbon Conf., Baden-Baden(1976), Preprint, P.357.
- (9) M.R.EVERETT et al.: Chemistry and Physics of Carbon, Vol.3, p289, Marcel Dekker, New York(1968).

5. 補 足 実 験

本報の実験の目的はレジンボンドとSiCボンドの耐食性を比較することであったが、レジンボンドの耐食性は焼成温度を上げることによっても向上するという報告⁽⁸⁾があるので、その点を確認するためにここに述べる補足実験を行った。用いた試料は試料調製の項で述べた④種試料にあたるもので焼成温度のみ異なったものである。実験方法は先に述べた方法と同じである。結果をFig.7に示す。この図によると、天然黒鉛コンパクトでは焼成温度を上げると耐食性が向上するという傾向が確かにみられるが、人造黒鉛コンパクトでは耐食性は、少なくとも1400℃以上では、焼成温度に影響されないと判断できる。また1800℃焼成では黒鉛の種類にもバインダー量にもよらず同程度の耐食性を示すことも明らかになった。これは実用上有益なデータである。

6. 謝 辞

SiCボンドの一連の研究に対して絶大なご支持をいただいた燃料工学部前野村部長および現下川部長に感謝する。またSi添加による反応度への影響をご検討いただいた多目的炉設計研究室の諸氏に感謝する。

7. 参 考 文 献

- (1) 岩本多実他：日本原子力学会燃材料分科会B23(1973年9月)
- (2) L.WOLF et al.: Nucl. Eng. Design 34(1975)93.
- (3) P.L. ALLEN et al.: TRG-Report 2655 (S)(1975).
- (4) 井川勝市他：日特願51-76149(1976)
- (5) E.M.GOLDSTEIN et al.: Carbon 4(1966)273.
- (6) D.C.HILER et al.: Materials Science Research, Vol.2, p261, Plenum Press, New York(1965).
- (7) 井川勝市他：High Temp.-High Press. 受理(1977)
- (8) W.W.DELLE et al.: 2nd Int. Carbon Conf., Baden-Baden(1976), Preprint, P.357.
- (9) M.R.EVERETT et al.: Chemistry and Physics of Carbon, Vol.3, p289, Marcel Dekker, New York(1968).

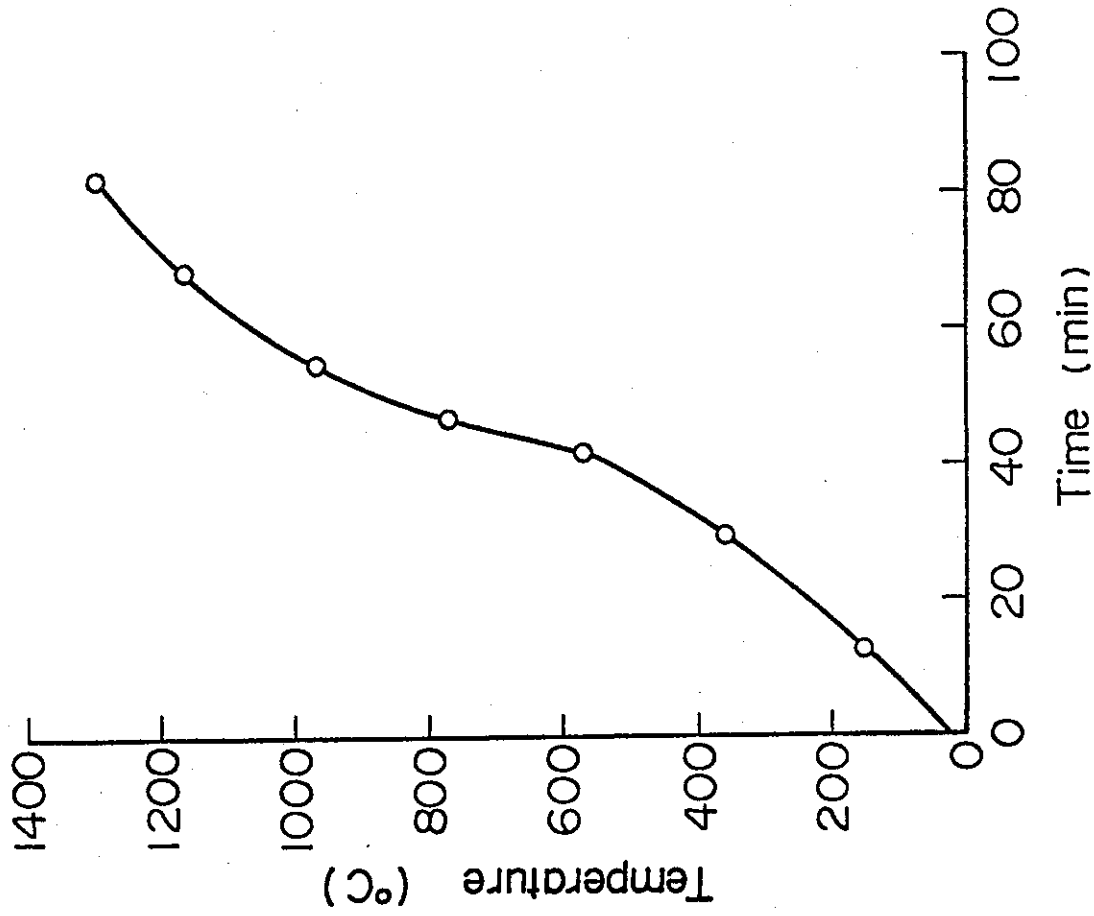


Fig. 2 Heating schedule during pressing

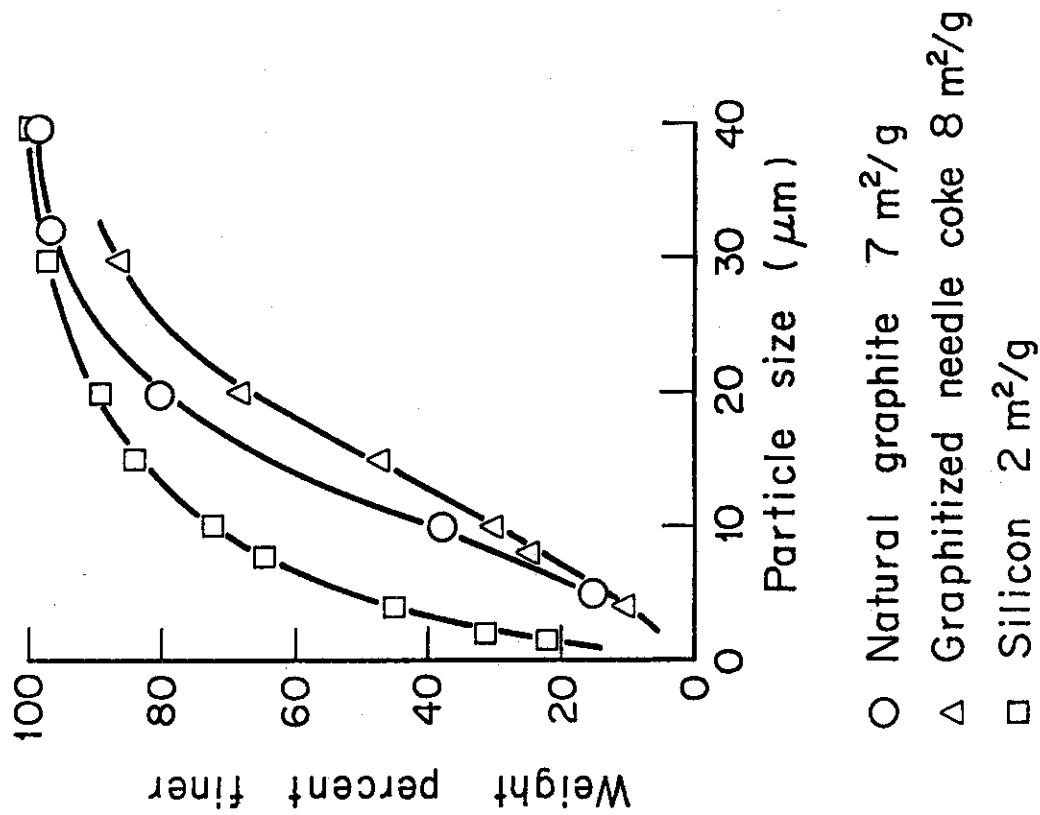


Fig. 1 Particle size distribution of powders

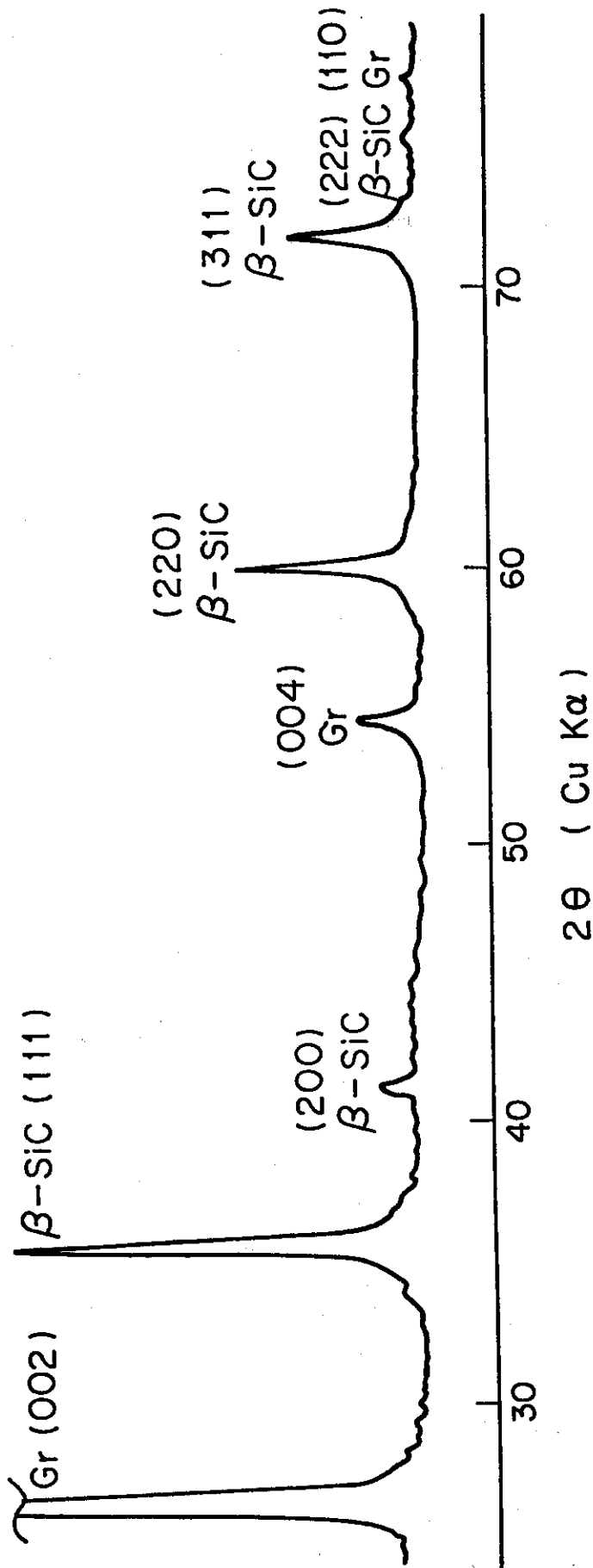


Fig. 3 An example of X-ray diffraction of silicon-bonded compacts (Gr: graphite)

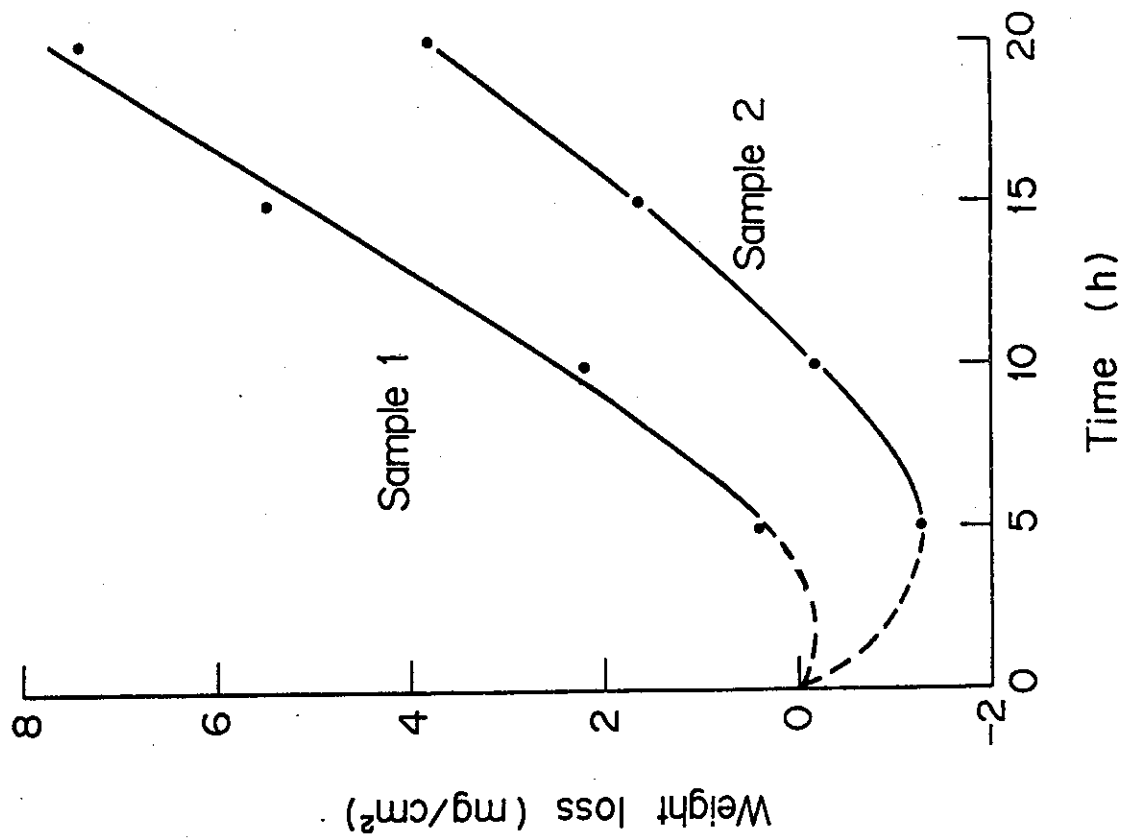


Fig. 5 Weight loss of silicon-bonded compacts after the turning points

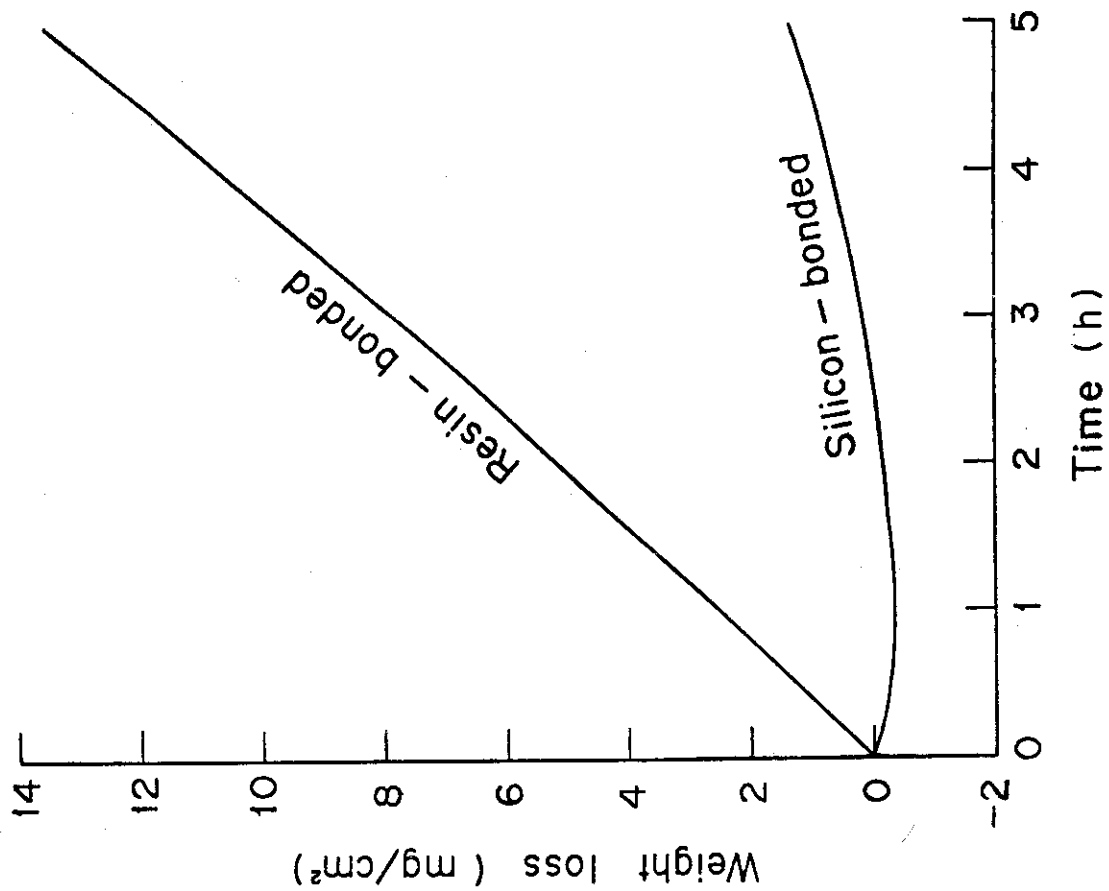
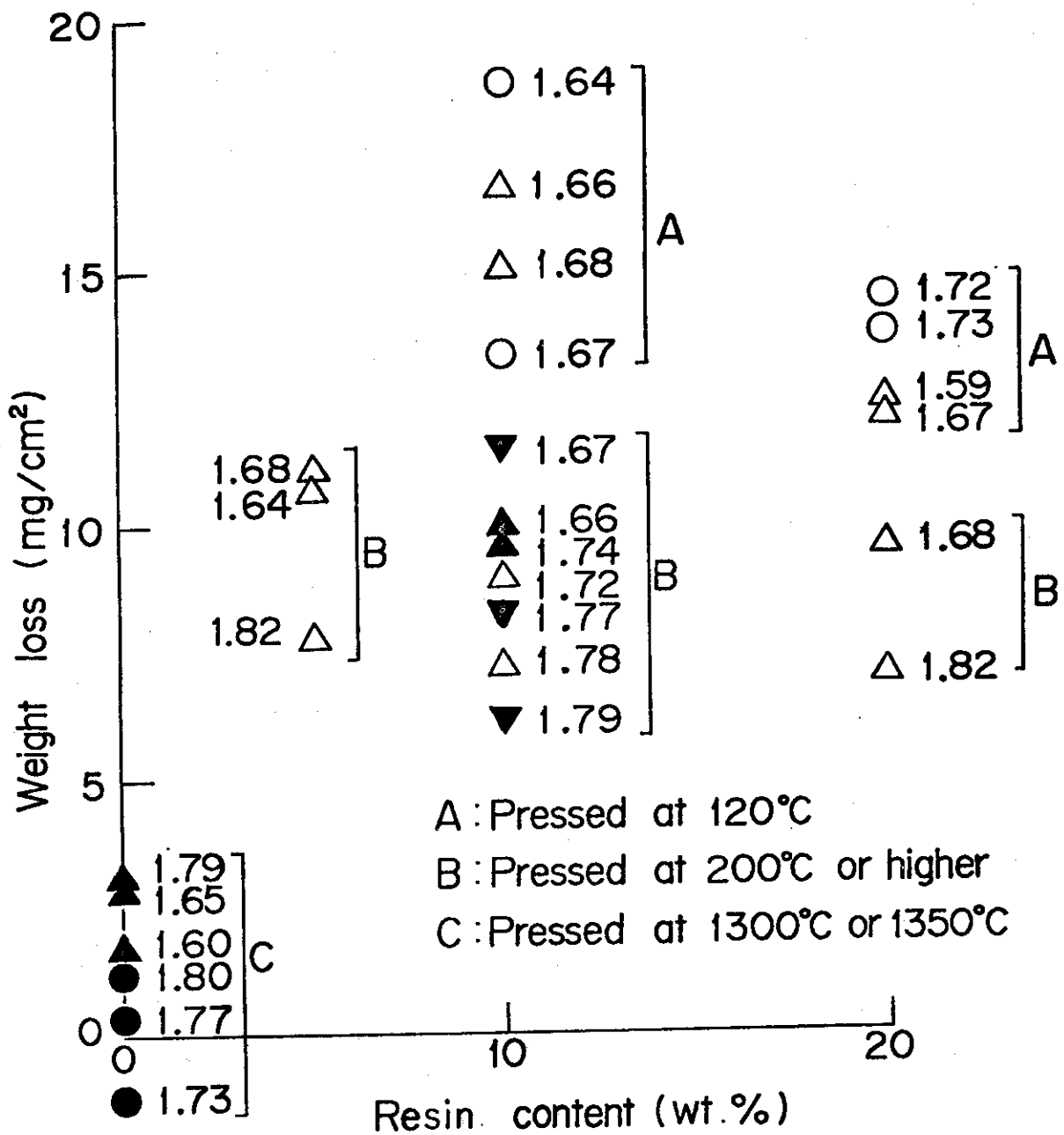


Fig. 4 Comparison of weight loss during heating between resin-bonded and silicon-bonded compacts



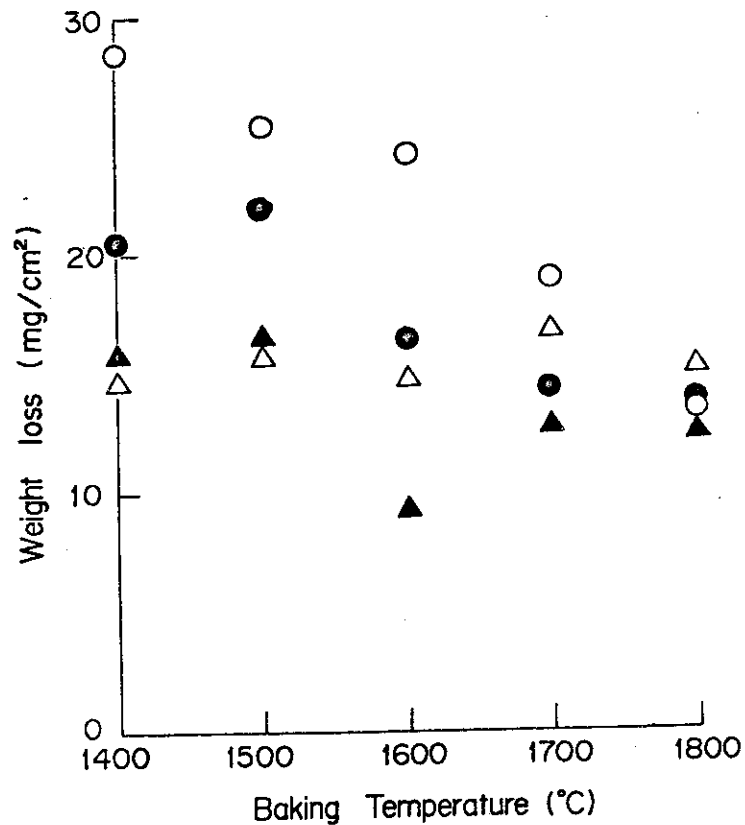
△ NCG , ▲ NCG+Si30% , ▼ NCG+Si10%
 ○ EDM , ● EDM+Si30% ,
 NCG : Graphitized needle coke (AGL)
 EDM : Natural graphite (Kropfmuehl)

Fig. 6 Weight loss by 5 hour heating
 (Values attached to triangles and circles correspond to density, g/cm³)

Table 1 Comparison of crushing strength between before and after corrosion

Graphite	Binder (wt.%)	Crushing strength(kg/cm ²)	
		Before corrosion	After corrosion
NCG	S 30	745	621 av
EDM	S 30	669 av	357 av
NCG	PR 10, S 30	352	234 av
NCG	PR 10	498	173
EDM	PR 10	294	163
NCG	PR 20	693	441
EDM	PR 20	530	220

NCG : Graphitized needle coke (AGL)
 EDM : Natural graphite (Kropfmuehl)
 PR : Phenolic resin, S: Silicon
 av : average of 2 or 3 samples



△ NCG+resin 10% , ▲ NCG+resin 20%
 ○ EDM+resin 10% , ● EDM+resin 20%
 NCG : Graphitized needle coke (AGL)
 EDM : Natural graphite (Kropfmuehl)

Fig.7 Effect of baking temperature of resin-bonded compacts on weight loss by 5 hour heating