

JAERI - M
82-150

ヘリウム雰囲気中材料試験技術

1982年11月

菊山紀彦・中島 甫・新藤雅美

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1982

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 燃高野高速印刷

ヘリウム雰囲気中材料試験技術

日本原子力研究所東海研究所高温工学部

菊山 紀彦・中島 甫⁺・新藤 雅美⁺

(1982年10月4日受理)

原研で設計が進められている多目的高温ガス炉では、耐熱金属材料が、1000℃、40 atm の高速流動ヘリウム雰囲気中で使用される。

このような使用条件下における材料の腐食、クリープ、疲労等の挙動を調べることが、原子炉構造物の耐久性評価と寿命予測のため必要である。

高温高圧高流速のヘリウム条件に先だって、高温、常圧、低流速のヘリウム雰囲気下において各種の試験を実施し、雰囲気を制御した条件下での材料試験について種々の技術的知見の蓄積を得た。

ヘリウム供給装置、腐食試験装置、クリープ試験装置、疲労試験装置について技術上の問題点及びその対策と解決法について述べ、また流量のスケールアップ、試験片の大型化等に対する方策についても各種の方法を比較検討した。

Development of materials testing methods in simulated
VHTR helium environment

Toshihiko KIKUYAMA, Hajime NAKAJIMA⁺ and Masami SHINDO⁺

Division of High Temperature Engineering,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received October 4, 1982)

Structural heat-resistant alloys in JAERI-VHTR are being considered for use in a 40 atm circulating helium environment at 1,000°C. Characterization of corrosion, creep and fatigue behavior of the heat-resistant alloys under service conditions is necessary to evaluate the durability and predict the life of the reactor structures.

Various material tests were performed in a high temperature, ambient pressure and low flow rate helium environment.

In the future test will be run under high temperature, high pressure and high flow rate conditions.

Much technical experience and many engineering developments concerning the test facilities for performing material tests under a controlled environment were obtained through performing these tests.

Technical problems on the helium loop, corrosion test equipment, creep test facilities and fatigue test facilities are described. Also counter measures developed for those problems are shown.

Various schemes are compared and discussed in accordance with the need for increasing the mass flow and specimen size for future tests.

Keywords: Material Test, Environment, Corrosion Test, Helium, Creep Test, Fatigue Test, VHTR, Comparative Evaluations

⁺ Division of Nuclear Fuel Research, Tokai Research Establishment, JAERI

目 次

1. 緒 言	1
2. ヘリウム雰囲気中材料試験技術の特色	1
3. ヘリウム供給装置	2
3.1 装置の構成と特徴	2
3.2 循環式ヘリウム供給装置	3
3.3 精製系の再生	3
3.4 分 析	4
4. ヘリウム中腐食試験装置	4
5. ヘリウム中クリープ試験装置	5
5.1 ヘリウム中クリープ試験の雰囲気制御技術	5
5.2 ヘリウム中クリープ試験の歪検出技術	6
6. ヘリウム中高温疲労試験装置	6
7. 標準雰囲気中材料試験	8
8. 高圧, 高流速化における問題点	9
参 考 文 献	10

Contents

1. Introduction	1
2. Characteristics of Material Testing Technology in Helium	1
3. Helium Supply System	2
3.1 Constitution and Feature of System	2
3.2 Circulative Helium Supply System	3
3.3 Regeneration of Purification System	3
3.4 Analysis	4
4. Corrosion Testing Apparatus in Helium	4
5. Creep Testing Machine in Helium	5
5.1 Purity Control Technique in Creep Tests in Helium	5
5.2 Method for Detecting Strain in Creep Testing in Helium	6
6. High Temperature Fatigue Testing Machine in Helium	6
7. Material Tests in Standard Environment	8
8. Problems for Material Tests in High Pressure and High Flow Rate Helium	9
References	10

1. 緒 言

原子炉における構造材料の使用環境は原子炉の炉型により様々であり、高温水、高温ガス、高温熔融金属等多岐にわたっている。

このような環境中で構造材料が長期間使用され、温度応力等の負荷を受けた場合に生じる腐食、クリープ、疲労等の損傷は大気中あるいは真空中などとは異ったものである。したがって原子炉構造材料の長時間の耐久性を評価あるいは予測するためには原子炉の使用環境を近似した条件下で各種の材料試験を行う必要がある。

原研で計画されている多目的高温ガス炉では1000°C、40 atmのヘリウムが使用されるためこのような環境の近似技術と其中における雰囲気中材料試験技術の確立が急務である。

2. ヘリウム雰囲気中材料試験技術の特色

高温ガス炉の一次系は高温、高圧、高流速のヘリウムガスが大量の黒鉛で構成される炉心を通り、黒鉛自体や断熱材から放出される H_2O が、黒鉛炉心で反応して生じる CO 、 CO_2 、 CH_4 、 H_2 と H_2O がHe中に不純物として混入している。

このような微量の不純物を含むヘリウム雰囲気が金属材料に及ぼす影響の特色としては次のようなものがある。

(1) O_2 のポテンシャルが低い、酸素分圧は $10^{-16} \sim 10^{-25}$ Torrと推定される⁽¹⁾。このことは酸化ポテンシャルが大気中のような酸素を充分含んだ系に比べ極めて低いことを意味する。

(2) H_2O 、 CO_2 のような酸化性の不純物成分と、 CO 、 CH_4 のような還元性、浸炭性の不純物成分とが共存している。

(3) 腐食等の表面反応に寄与する不純物の濃度は低く保たれているが、連続して供給されている。

このような特色をもつヘリウム雰囲気中での金属材料の腐食、クリープ、疲労等の挙動をしらべるためにはこうした高温ガス炉の雰囲気条件を近似した環境中で材料試験を行わねばならないが、そのためには次のような点が問題となる。

(1) 近似しようとする実機の不純物条件を正しく知ることが困難である。

原研で計画している VHTR は既に稼働中の、Dragon, AVR, Peach Bottom, Fort St. Vrain 等の炉に比べ出口ガス温度が高いこと及び不純物条件は炉型により異なり、また同一炉でも運転条件によって異なる。そのため原研 VHTR の不純物条件はこれらの他の炉の条件を参考にしながら、高温化に伴う化学反応の平衡条件の変化等を熱力学的に考慮して推定する以外にない。

(2) 高圧、高流速条件の近似試験が技術的に困難である。

実機におけるヘリウムの雰囲気条件は高温、高圧、高流速であるので、最終的にはこのような条件を近似して試験を行うことが必要となるであろうが、高圧、高流速の実験は技術的にも経済的にも困難が大きい。したがって、そこへ至るまでの手法としてまず高温、常圧、低流速の条件から出発し、次いで高温、高圧、低流速の条件あるいは高温、常圧、高流速の条件へ発展させ、最終的には高温、

1. 緒 言

原子炉における構造材料の使用環境は原子炉の炉型により様々であり、高温水、高温ガス、高温熔融金属等多岐にわたっている。

このような環境中で構造材料が長期間使用され、温度応力等の負荷を受けた場合に生じる腐食、クリープ、疲労等の損傷は大気中あるいは真空中などとは異ったものである。したがって原子炉構造材料の長時間の耐久性を評価あるいは予測するためには原子炉の使用環境を近似した条件下で各種の材料試験を行う必要がある。

原研で計画されている多目的高温ガス炉では1000°C、40 atm のヘリウムが使用されるためこのような環境の近似技術と其中における雰囲気中材料試験技術の確立が急務である。

2. ヘリウム雰囲気中材料試験技術の特色

高温ガス炉の一次系は高温、高圧、高流速のヘリウムガスが大量の黒鉛で構成される炉心を通り、黒鉛自体や断熱材から放出される H_2O が、黒鉛炉心で反応して生じる CO 、 CO_2 、 CH_4 、 H_2 と H_2O が He 中に不純物として混入している。

このような微量の不純物を含むヘリウム雰囲気が金属材料に及ぼす影響の特色としては次のようなものがある。

(1) O_2 のポテンシャルが低い、酸素分圧は $10^{-16} \sim 10^{-25}$ Torr と推定される⁽¹⁾。このことは酸化ポテンシャルが大気中のような酸素を充分含んだ系に比べ極めて低いことを意味する。

(2) H_2O 、 CO_2 のような酸化性の不純物成分と、 CO 、 CH_4 のような還元性、浸炭性の不純物成分とが共存している。

(3) 腐食等の表面反応に寄与する不純物の濃度は低く保たれているが、連続して供給されている。

このような特色をもつヘリウム雰囲気中での金属材料の腐食、クリープ、疲労等の挙動をしらべるためにはこうした高温ガス炉の雰囲気条件を近似した環境中で材料試験を行わねばならないが、そのためには次のような点が問題となる。

(1) 近似しようとする実機の不純物条件を正しく知ることが困難である。

原研で計画している VHTR は既に稼働中の、Dragon、AVR、Peach Bottom、Fort St. Vrain 等の炉に比べ出口ガス温度が高いこと及び不純物条件は炉型により異なり、また同一炉でも運転条件によって異なる。そのため原研 VHTR の不純物条件はこれらの他の炉の条件を参考にしながら、高温化に伴う化学反応の平衡条件の変化等を熱力学的に考慮して推定する以外にない。

(2) 高圧、高流速条件の近似試験が技術的に困難である。

実機におけるヘリウムの雰囲気条件は高温、高圧、高流速であるので、最終的にはこのような条件を近似して試験を行うことが必要となるであろうが、高圧、高流速の実験は技術的にも経済的にも困難が大きい。したがって、そこへ至るまでの手法としてまず高温、常圧、低流速の条件から出発し、次いで高温、高圧、低流速の条件あるいは高温、常圧、高流速の条件へ発展させ、最終的には高温、

高圧、高流速の条件へ到達するという段階的な技術の積み上げがなされるべきである。

3. ヘリウム供給装置

3.1 装置の構成と特徴

前章で述べたように実機の条件は高温、高流速であるのに対し、試験条件は常圧、低流速である。したがって、試験に用いるヘリウム中の不純物レベルはこの点を考慮して決められる。近藤⁽¹⁾は Dragon, AVR, Peach Bottom 等の HTR で経験された不純物条件から原研 VHTR を近似した実験に用いるヘリウムガスの不純物条件を表 1 のように推定した。流速の効果を別にして、圧力の影響のみを考慮すると高圧と常圧では不純物の分圧を等しくすれば近似できると考えられる。

このような ppm レベルの微量の不純物を含んだヘリウムガス中で腐食試験、クリープ試験、疲労試験等の試験を行う場合に、不純物レベルが安定していること、長時間安定して供給されることが最も重要な要求となる。その他にはメンテナンスが容易なこと、起動、停止等により、試験装置側の条件が変動しても不純物レベルが安定していること等も大切な条件である。現在実施されているヘリウム供給法には大別すると、使い捨て方式と循環式の 2 つの方法がある。

前者はあらかじめ組成を調整してポンペに詰めておいたガスを試験装置に供給し試験後は捨ててしまうやり方で、その特色は

- (1) 装置が簡便である。設備投資が少いため、時間的にも経済的にも早く試験結果が得られるので予備的な試験、小規模試験に適している。
- (2) 異った不純物レベルの試験が容易におこなえる。
- (3) 大流量、長時間運転には適さない。

後者の循環方式の特色は

- (1) 大流量、長時間運転に適す。
- (2) 不純物レベルは通常 1 ループ毎に 1 レベルであるので異った不純物レベルの試験を行いたい場合は特別な工夫が必要である。
- (3) 装置が複雑であり高価である。

一般的に言ってヘリウム環境中の材料試験を開始しようとする当初は試験装置の数も少ないのでまず簡便な使い捨て方式からスタートし、次第に試験装置が増加してくるにつれ循環式に移行することが多い。

循環式の場合ループと試験装置とは接近させて設置しなければならないが、実験室のスペースの関係上一部の試験装置を飛び地的に離れた個所に置くことも止むを得ない場合がある。その場合には、一部の試験は使い捨て方式によるという事も起りうる。

腐食、クリープ、疲労等の試験において試験装置自体から放出される H₂O による汚染を軽減するためには流量を増さねばならず、最近の傾向は流量を大きくとる方向に向っているため使い捨て方式は不利になりつつある。

高圧、高流速の条件へ到達するという段階的な技術の積み上げがなされるべきである。

3. ヘリウム供給装置

3.1 装置の構成と特徴

前章で述べたように実機の条件は高温、高流速であるのに対し、試験条件は常圧、低流速である。したがって、試験に用いるヘリウム中の不純物レベルはこの点を考慮して決められる。近藤⁽¹⁾は Dragon, AVR, Peach Bottom 等の HTR で経験された不純物条件から原研 VHTR を近似した実験に用いるヘリウムガスの不純物条件を表 1 のように推定した。流速の効果を別にして、圧力の影響のみを考慮すると高圧と常圧では不純物の分圧を等しくすれば近似できると考えられる。

このような ppm レベルの微量の不純物を含んだヘリウムガス中で腐食試験、クリープ試験、疲労試験等の試験を行う場合に、不純物レベルが安定していること、長時間安定して供給されることが最も重要な要求となる。その他にはメンテナンスが容易なこと、起動、停止等により、試験装置側の条件が変動しても不純物レベルが安定していること等も大切な条件である。現在実施されているヘリウム供給法には大別すると、使い捨て方式と循環式の 2 つの方法がある。

前者はあらかじめ組成を調整してポンペに詰めておいたガスを試験装置に供給し試験後は捨ててしまうやり方で、その特色は

- (1) 装置が簡便である。設備投資が少いため、時間的にも経済的にも早く試験結果が得られるので予備的な試験、小規模試験に適している。
- (2) 異った不純物レベルの試験が容易におこなえる。
- (3) 大流量、長時間運転には適さない。

後者の循環方式の特色は

- (1) 大流量、長時間運転に適す。
- (2) 不純物レベルは通常 1 ループ毎に 1 レベルであるので異った不純物レベルの試験を行いたい場合は特別な工夫が必要である。
- (3) 装置が複雑であり高価である。

一般的に言ってヘリウム環境中の材料試験を開始しようとする当初は試験装置の数も少いのでまず簡便な使い捨て方式からスタートし、次第に試験装置が増加してくるにつれ循環式に移行することが多い。

循環式の場合ループと試験装置とは接近させて設置しなければならないが、実験室のスペースの関係上一部の試験装置を飛び地的に離れた個所に置くことも止むを得ない場合がある。その場合には、一部の試験は使い捨て方式によるという事も起りうる。

腐食、クリープ、疲労等の試験において試験装置自体から放出される H₂O による汚染を軽減するためには流量を増さねばならず、最近の傾向は流量を大きくとる方向に向っているため使い捨て方式は不利になりつつある。

3.2 循環式ヘリウム供給装置

ヘリウム中の不純物レベルをコントロールする方式として高温の黒鉛に水分を含んだヘリウムを通して行う方式と、精製したヘリウム中に一定量の不純物成分を注入する方式とがある。前者の場合には不純物レベルを任意に広範囲に変化させることがむずかしいという欠点がある。一方後者は精製と不純物添加という高度な技術が要求されるが不純物レベルを任意に変化させる利点を持っている。

精製方式には全量精製と部分精製とがある。厳密なコントロールのためには全量精製が望ましいが、流量が増加すると全量精製は困難になり部分精製後に不足成分を補充する方式をとらざるを得なくなる。

1974～1975年にかけて原研で試作された全量精製式のヘリウム供給装置⁽²⁾のブロック図を Fig. 1 に示す。

腐食、クリープ、疲労等の各試験部よりの戻りガスはポンプにより加圧されて精製系へ送られる。

精製系では不純物のうちの H_2 と CO が CuO ベッドを通して H_2O と CO_2 に変換されモレキュラシーブによって吸着される。 CH_4 およびモレキュラシーブトラップを通った微量の残留 H_2O と CO_2 は液体窒素で冷却されたコールドトラップに吸着される。精製系出口での全不純物レベルは 1 ppm 以下である。精製されたヘリウムは不純物添加系に送られ規定量の H_2O 、 CO 、 CO_2 、 CH_4 、 H_2 が添加される。 CO 、 CO_2 、 CH_4 、 H_2 の添加はあらかじめ 99.999% 以上の超高純度ヘリウムをベースに 0.1～5% 程度の不純物を添加したガスをポンペに詰めておき、これの一定量を精製されたヘリウム中に正確に注入する方式をとっている。

H_2O の添加は温度制御された低温水槽の表面にヘリウムの一部をバイパスして流し、バイパス量のコントロールと水温のコントロールによって H_2O 量を制御している。こうして規定レベルの不純物を添加されたヘリウムは再び試験部へ送られる。Fig. 1 に示した装置の運転経験では最低不純物レベル各 1 ppm 程度の水準で安定した供給が可能である。

3.3 精製系の再生

精製系の CuO ベッドは H_2 および CO によって次第に還元されてゆく。モレキュラシーブトラップは H_2O と CO_2 の吸着により飽和し、液体窒素によるコールドトラップも吸着により飽和する。従って定期的にこれらを再生してやらなければならない。再生方式には大別して、精製系を 2 系統以上持ち交互又は順次使用及び再生を繰り返してゆく方式と、一系統のみで運転を継続する方式とがある。後者の場合再生中もループ運転を中断させないために、Fig. 1 中に TANK A で示す精製済のヘリウムを貯めておきリザーブタンクを設けている。再生中はこのリザーブタンクから不純物添加系へヘリウムを供給する。また戻りのヘリウムは Fig. 1 中に TANK B で示す戻りガスリザーブタンクに貯えておき再生終了後に精製系へ送られる。この一系統方式は一種の便法であり、小流量の場合に適用可能である。流量が増加すると 2 系統以上の精製系を持つ方式が有利となるが設備は当然高価となる。

3.4 分 析

不純物の分析は、 H_2O は露点式水分計を用いて連続的に、 H_2 、 CO 、 CO_2 、 CH_4 はガスクロマトグラフィーを用いて定期的に分析している。ループでのサンプリング位置は試験部への送出口および試験部からの戻り口である。

露点式水分計を用いて 2 ppm 程度の低レベルの水分を測定する場合に測定中に短時間でも高レベルの水分にさらされると Fig. 2 に示すように元の指示に戻るまで長時間かかることすなわち低レベル側への回復速度が遅い現象があるのでループの開放、接続等の操作に当っては注意が必要である。

ガスクロマトグラフィーは種々検討の結果無機ガス専用で作られた HID 検出方式のものが他の方式に比べ対象とする不純物に対する性能がすぐれていることがわかり、これを採用している。この種の分析は測定者の熟練に依存する度合いが多いが、配管、サンプリング方式、標準ガスの調整等に工夫をこらした結果再現性の良い分析を定期的に行えるようになった。

4. ヘリウム中腐食試験装置

ヘリウム中腐食試験で留意すべき点は雰囲気の正確な維持と腐食量の正しい評価である。

雰囲気を正確に保つには

- (1) 配管を含めた装置からのガス汚染を防止すること。
- (2) 試験片以外の部分で不純物が反応して不純物レベルが変化するのを防止すること。
- (3) 試験片表面に十分な量の不純物が供給されるよう、すなわち腐食反応が供給律速にならないようにすること。

等である。

また、腐食量を正しく評価するためには表面に付着している腐食生成物以外に、はくりした腐食生成物も完全に回収する必要がある。腐食による重量変化に占めるはくり腐食生成物の寄与の一例を Fig. 3 に示す。

これらの諸点に留意して製作された腐食試験装置を Fig. 4 に示す。

ガス放出による汚染防止と試験片以外での反応防止のため試験装置は全てパイレックスガラス及び石英で製作されている。

試験片表面に新鮮なヘリウムを供給するため、石英管から予熱されたヘリウムが試験片直近部へ吹き出す構造となっている。試験片はカプセル状の試験部の底部に置かれ加熱は外熱ヒーターによって行われる。

所定時間の腐食試験を行った後カプセルを開封し試験片を取り出すと共に、カプセル内を超音波洗浄し、内部に残留したはくり腐食生成物をほぼ完全に回収することができる。

3.4 分 析

不純物の分析は、 H_2O は露点式水分計を用いて連続的に、 H_2 、 CO 、 CO_2 、 CH_4 はガスクロマトグラフィーを用いて定期的に分析している。ループでのサンプリング位置は試験部への送出口および試験部からの戻り口である。

露点式水分計を用いて 2 ppm 程度の低レベルの水分を測定する場合に測定中に短時間でも高レベルの水分にさらされると Fig. 2 に示すように元の指示に戻るまで長時間かかることすなわち低レベル側への回復速度が遅い現象があるのでループの開放、接続等の操作に当っては注意が必要である。

ガスクロマトグラフィーは種々検討の結果無機ガス専用で作られた HID 検出方式のものが他の方式に比べ対象とする不純物に対する性能がすぐれていることがわかり、これを採用している。この種の分析は測定者の熟練に依存する度合いが多いが、配管、サンプリング方式、標準ガスの調整等に工夫をこらした結果再現性の良い分析を定期的に行えるようになった。

4. ヘリウム中腐食試験装置

ヘリウム中腐食試験で留意すべき点は雰囲気の正確な維持と腐食量の正しい評価である。

雰囲気を正確に保つには

- (1) 配管を含めた装置からのガス汚染を防止すること。
- (2) 試験片以外の部分で不純物が反応して不純物レベルが変化するのを防止すること。
- (3) 試験片表面に十分な量の不純物が供給されるよう、すなわち腐食反応が供給律速にならないようにすること。

等である。

また、腐食量を正しく評価するためには表面に付着している腐食生成物以外に、はくりした腐食生成物も完全に回収する必要がある。腐食による重量変化に占めるはくり腐食生成物の寄与の一例を Fig. 3 に示す。

これらの諸点に留意して製作された腐食試験装置を Fig. 4 に示す。

ガス放出による汚染防止と試験片以外での反応防止のため試験装置は全てパイレックスガラス及び石英で製作されている。

試験片表面に新鮮なヘリウムを供給するため、石英管から予熱されたヘリウムが試験片直近部へ吹き出す構造となっている。試験片はカプセル状の試験部の底部に置かれ加熱は外熱ヒーターによって行われる。

所定時間の腐食試験を行った後カプセルを開封し試験片を取り出すと共に、カプセル内を超音波洗浄し、内部に残留したはくり腐食生成物をほぼ完全に回収することができる。

5. ヘリウム中クリープ試験装置

ヘリウム中クリープ試験で留意すべき点は雰囲気条件の正確な維持および長時間安定した歪の測定である。

5.1 ヘリウム中クリープ試験の雰囲気制御技術

前章の腐食試験装置と同様な点に留意して雰囲気制御を行わねばならないが、腐食試験装置に比べ次の点に特に注意する必要がある。

- (1) 試験装置の容積が大きいためガス放出が多くなる。この点は真空中クリープ試験装置と大きく異なる点である。⁽³⁾ 真空中クリープ試験装置の有効排速度を 500 l/sec とし、ヘリウム中クリープ試験装置のヘリウム流量を 1 l/min とし、放出ガスがヘリウムによって運び出されると考えると、ヘリウム中では真空中に比べ $30,000$ 倍も放出ガス濃度が高まることになる。したがって放出ガス低減のための構造、材料、表面仕上げ、ベーキング方式等に注意して製作しなければならない。
- (2) 試験片グリップ、荷重軸、ヘリウム雰囲気槽更に内熱式の加熱方式の場合にはヒーター及び反射板等の金属部分でヘリウム中の不純物が反応するのを防止する。

微量不純物を含むヘリウム中で安定な金属元素を酸化ポテンシャル (P_{H_2} / P_{H_2O}) と温度の関係でみると Fig. 5 のダイヤグラムが得られる。

原研 VHTR の P_{H_2} / P_{H_2O} は $100 \sim 5$ の範囲と予測されるのでこの条件では Mo, Fe, Co, Ni 等が化学的に安定である。⁽⁴⁾ したがってこれらの金属を用いてグリップ、荷重軸、ヒーター、反射板を製作すればヘリウム中の不純物と反応することはない。

1975～1976年に原研で製作された外熱式クリープ試験装置は雰囲気槽に石英を、荷重軸とグリップに Mo を使用している。Mo は内熱式の場合のヒーターや反射板にも適している。

加熱方式は大別して外熱式（雰囲気槽の外から加熱する方式で雰囲気槽も加熱される）と内熱式（雰囲気槽の内部に発熱体を収め、雰囲気槽自体は加熱されない）に別けられる。

外熱式の特徴は

- (1) ヒーターの温度分布の調整が容易で均熱性にすぐれている。
- (2) 雰囲気槽を石英製とする場合は大型容器の製作は困難であり、また高価となる。試験片の取り付け、取り外し時、試験片破断時等に石英が破損し易い。

等である。一方内熱式の場合は

- (1) 雰囲気槽を全金属製とすることができ堅牢である。
- (2) 雰囲気槽の大型化が容易であり、試験片の大型化に対応性がある。
- (3) ヘリウム中に極微量の O_2 が混入した場合、Mo をヒーターとして使用すればゲッターの役割をさせることが出来る。

等である。

5.2 ヘリウム中クリープ試験の歪検出技術

大気中クリープでの歪検出には差動トランスやダイヤルゲージが用いられるが、これらはガス放出によりヘリウムを汚染するおそれがあるためヘリウム中クリープに用いることは適切でない。

ヘリウム中クリープ試験のため、ガス放出の低減と長時間の安定性を目的として開発されたモアレ式歪計の外観を Photo 1 に示す。⁽³⁾

試験片の上部ショルダーと下部ショルダーよりアームを出し、それぞれのアームの先端にグリッドを刻んだ石英ガラスを取付ける。試験片が伸びると2板の石英ガラスがずれるのをレーザ光をあてモアレ縞の移動量として計測するものである。

その他の歪の測定方式としては、内熱式の場合に、試験片の上部と下部ショルダーの位置を雰囲気槽に設けた観察窓を通し遊動望遠鏡で測定する方法も用いられている。

6. ヘリウム中高温疲労試験装置

Fig. 6 に示す装置は雰囲気制御流動ヘリウム中で高温疲労を行うためにパイロット的に試作されたものである。

最高使用温度を750℃としたため外熱式ヒーターと金属製雰囲気槽方式をとっている。

歪の測定は内蔵式差動トランスで行い、また外部から試験片標点部を観察するための窓が設けられている。

グリップと荷重軸は713C耐熱合金製である。

き裂成長を追跡する目的で観察窓を通して一定サイクル毎に負荷波形に同調して写真撮影ができる。このようにして観察したヘリウム中での疲労き裂の成長の一例を Photo 2 に示す。またこの方法で求められたヘリウム中と大気中のき裂生長曲線の例を Fig. 7 に示す。またヘリウム中と大気中試験における疲労破面の違いを Photo 3 に示す。

この装置で試験をおこなった結果、試験技術面で次の点が明らかになった。

(1) 高温疲労のき裂の生長を約0.05mmの精度で測定することができる。

き裂の発生、成長の状態は応力振巾、平均応力、くり返し速度等によっては大気中とヘリウム中で異なることが観測され、ヘリウム中では O_2 、 H_2O 等の微量不純物レベルにより影響を受ける。

ただしこの実験では $O_2 \sim 100$ ppm、 $H_2O \sim 3000$ ppmのかなり高水準の不純物が存在する場合に相当している。

(2) 高温疲労で約 10μ 、 $\sim 0.05\%$ の精度で歪の測定をおこなうことが出来る。

(3) この装置は従来の真空技術をヘリウム中試験に応用して製作したため、雰囲気槽内壁、グリップ、荷重軸等の金属部分表面でヘリウム中不純物との反応があることや、真空排気系配管や歪検出用差動トランスからの不純物の放出などにより雰囲気を厳密に制御することは困難である。

(4) 雰囲気槽を取り付けたため荷重軸が長くなり、圧縮に対する剛性が小さくなった。座屈を考慮して、試験条件は引張-引張の片振り疲労に制限された。

これらの経験をもとに厳密に雰囲気を制御した条件下で高温の引張-圧縮両振り疲労が行える試験

5.2 ヘリウム中クリープ試験の歪検出技術

大気中クリープでの歪検出には差動トランスやダイヤルゲージが用いられるが、これらはガス放出によりヘリウムを汚染するおそれがあるためヘリウム中クリープに用いることは適切でない。

ヘリウム中クリープ試験のため、ガス放出の低減と長時間の安定性を目的として開発されたモアレ式歪計の外観を Photo 1 に示す。⁽³⁾

試験片の上部ショルダーと下部ショルダーよりアームを出し、それぞれのアームの先端にグリッドを刻んだ石英ガラスを取付ける。試験片が伸びると2板の石英ガラスがずれるのをレーザ光をあてモアレ縞の移動量として計測するものである。

その他の歪の測定方式としては、内熱式の場合に、試験片の上部と下部ショルダーの位置を雰囲気槽に設けた観察窓を通し遊動望遠鏡で測定する方法も用いられている。

6. ヘリウム中高温疲労試験装置

Fig. 6 に示す装置は雰囲気制御流動ヘリウム中で高温疲労を行うためにパイロット的に試作されたものである。

最高使用温度を750℃としたため外熱式ヒーターと金属製雰囲気槽方式をとっている。

歪の測定は内蔵式差動トランスで行い、また外部から試験片標点部を観察するための窓が設けられている。

グリップと荷重軸は713C耐熱合金製である。

き裂成長を追跡する目的で観察窓を通して一定サイクル毎に負荷波形に同調して写真撮影ができる。このようにして観察したヘリウム中での疲労き裂の成長の一例を Photo 2 に示す。またこの方法で求められたヘリウム中と大気中のき裂生長曲線の例を Fig. 7 に示す。またヘリウム中と大気中試験における疲労破面の違いを Photo 3 に示す。

この装置で試験をおこなった結果、試験技術面で次の点が明らかになった。

- (1) 高温疲労のき裂の生長を約0.05 mmの精度で測定することができる。

き裂の発生、成長の状態は応力振巾、平均応力、くり返し速度等によっては大気中とヘリウム中で異なることが観測され、ヘリウム中では O_2 、 H_2O 等の微量不純物レベルにより影響を受ける。

ただしこの実験では $O_2 \sim 100$ ppm、 $H_2O \sim 3000$ ppmのかなり高水準の不純物が存在する場合に相当している。

- (2) 高温疲労で約 10μ 、 $\sim 0.05\%$ の精度で歪の測定をおこなうことが出来る。

- (3) この装置は従来の真空技術をヘリウム中試験に応用して製作したため、雰囲気槽内壁、グリップ、荷重軸等の金属部分表面でヘリウム中不純物との反応があることや、真空排気系配管や歪検出用差動トランスからの不純物の放出などにより雰囲気を厳密に制御することは困難である。

- (4) 雰囲気槽を取り付けたため荷重軸が長くなり、圧縮に対する剛性が小さくなった。座屈を考慮して、試験条件は引張-引張の片振り疲労に制限された。

これらの経験をもとに厳密に雰囲気を制御した条件下で高温の引張-圧縮両振り疲労が行える試験

装置を製作した。この試験装置の雰囲気槽部分を Fig. 8 に示す。

加熱は Mo 発熱体を用いた内熱式で、ヒーター周辺の反射体も Mo を用いている。グリップも Mo で製作されておりまた供給された新鮮なヘリウムは試験片標点部の直近へ吹き出す構造となっている。このような工夫によりヘリウム中の不純物濃度を H_2O で 1 ppm 程度の厳密さで制御することが出来るようになった。

引張-圧縮の両振り疲労を行うため荷重軸の d/l 比 (但し d : 直径, l : 長さ) を大きくとって剛性を高めると共に温度上昇時にグリップに生じるゆるみを防止するため特別に考案されたグリップ⁽⁵⁾ を用いている。

引張-圧縮の両振り疲労以外に、疲労クリープの重畳効果をしらべるため、1 サイクル当り最大 240 時間の保持時間を与えることの出来るのも特徴の一つである。

この試験装置に取り付ける歪測定装置として Photo 4 に示す装置を試作した。これは試験片の軸方向の変位を 2 本のアームの動きとしてベローズシールを介して雰囲気槽外へ取り出し差動トランスによって検出する方式である。

歪検出器の設計、製作にあたっては次のような問題点に注意した。

(1) 歪検出器による雰囲気汚染を低減すること。これはクリープ試験装置でも同じ問題であるが、疲労試験装置のほうが 1 回当りの試験時間がクリープに比べ短いため特に影響が大きい。ここでは差動トランスのようなガス放出の大きい部分をベローズシールによって雰囲気槽外へ出し、雰囲気槽内には 2 本のアームのみが入る構造とした。

(2) 検出器の追従性を高めること。

高温疲労で試験される最少の歪は $\pm 0.1\%$ のオーダーである。したがって検出精度はその $1/10$ 程度、すなわち標点間を 30 mm とすれば $\pm 3 \mu m$ 程度の変位を安定して検出しなければならない。そのためにはシール剛性を小さくすること、アームピボット部のフリクションロス及びヒステリシスロスを小さくすること。アームの剛性を高めかつ慣性ロスを小さくすることが必要である。

シールは剛性の小さな溶接ベローズを用い、ピボット部は板バネにより支持している。またアームは断面形状を工夫し軽量でかつ剛性の高いものとする等の工夫によりこれらの要求を満たす検出器が作られた。

高温疲労試験に用いられる加熱法としては、外熱式、抵抗加熱による内熱式、高周波加熱による内熱式等が一般的であるが、現在までの経験からこれらの方法を比較して次のような点が明らかにされた。

外熱式加熱法の特色としては

- (1) 雰囲気槽を金属製とすると耐熱性に限界がある。雰囲気槽の壁面でヘリウム中の微量不純物が反応するため雰囲気の制御がむづかしい。
- (2) 雰囲気槽を石英等の非金属材料で製作する場合、大径の材料の入手が困難かつ著しく高価となるため疲労試験のようにグリップが大きくなる試験装置に対しては適用しにくい。

抵抗加熱による内熱式の場合には

- (1) 雰囲気槽壁を水冷式として温度を下げガス放出を減らすことができる。

ヒーター、反射板、グリップ等に Mo を用いることにより不純物との反応を少なくでき雰囲気の厳密な制御が可能である。

- (2) ヒーター内部の有効容積を大きくとれるためグリップ、荷重軸を大きくすることが出来る。したがって圧縮に対しても剛性の高い構造にでき引張-圧縮疲労試験が可能となる。

歪検出器の取付も容易となる。

高周波加熱による内熱式の場合には

- (1) 均熱性は他の2方式に比べやや劣るが、反面加熱が試験片標点部付近のみに限定されるためグリップや荷重軸等が高温にならず不純物との反応が少いため雰囲気制御は容易である。

グリップの温度を低くおさえられることは材料選択、構造等の面で設計に余裕をもたせることが出来る。

- (2) 温度サイクルを与える場合加熱、冷却速度を大きくできるため熱疲労試験に適している。

- (3) 高周波発振器が高価である。

等の点を挙げることができる。

7. 標準雰囲気中材料試験

ヘリウム中材料試験においてガス雰囲気のパラメータとして、不純物レベル及び酸化、還元、浸炭ポテンシャル、圧力、流量等がある条件に設定されて試験が行われるが、試験結果はこれらのパラメータに依存して変化するため、異った条件の結果を比較するため標準となる雰囲気条件を選定しなければならない。

標準雰囲気として考えられるのは、大気、高純度ヘリウム又はアルゴン、真空などである。

クリープ試験の場合試験片の直径を大きくすることにより、試験片標点部の比表面積を小さくすれば雰囲気の効果が小さくなるのでその場合には大気中試験を標準雰囲気中試験と考えることも可能である。

疲労試験においては疲労寿命が表面におけるき裂の発生とその生長によって決定される。き裂先端では常に新しい破面が生成され、その生長速度は雰囲気により大きく影響を受ける。従って疲労試験、特にき裂の発生と生長を調べる試験においては試験片の大型化によって雰囲気効果を低減することはできないので、高純度のヘリウム又はアルゴン雰囲気中或いは真空中試験を標準雰囲気中試験としなければならない。

高純度のヘリウム又はアルゴン中の試験は、5.(1)章に述べたように試験装置からの水分放出により雰囲気が汚染されるため、流量を充分大きくとれる場合以外は困難である。

このような理由から疲労試験では真空中の試験を標準雰囲気中試験として選ぶことが適切と考えられる。

真空度が 3×10^{-7} Torr 程度の場合にはまだ H_2O 、 O_2 等の酸化性の残留ガスが認められるため、標準雰囲気として考えられる条件は 2×10^{-8} Torr 程度の超高真空である。⁽⁶⁾

- (2) ヒーター内部の有効容積を大きくとれるためグリップ、荷重軸を大きくすることが出来る。したがって圧縮に対しても剛性の高い構造にでき引張-圧縮疲労試験が可能となる。

歪検出器の取付も容易となる。

高周波加熱による内熱式の場合には

- (1) 均熱性は他の2方式に比べやや劣るが、反面加熱が試験片標点部付近のみに限定されるためグリップや荷重軸等が高温にならず不純物との反応が少いため雰囲気制御は容易である。

グリップの温度を低くおさえられることは材料選択、構造等の面で設計に余裕をもたせることが出来る。

- (2) 温度サイクルを与える場合加熱、冷却速度を大きくできるため熱疲労試験に適している。

- (3) 高周波発振器が高価である。

等の点を挙げることができる。

7. 標準雰囲気中材料試験

ヘリウム中材料試験においてガス雰囲気のパラメータとして、不純物レベル及び酸化、還元、浸炭ポテンシャル、圧力、流量等がある条件に設定されて試験が行われるが、試験結果はこれらのパラメータに依存して変化するため、異った条件の結果を比較するため標準となる雰囲気条件を選定しなければならない。

標準雰囲気として考えられるのは、大気、高純度ヘリウム又はアルゴン、真空などである。

クリープ試験の場合試験片の直径を大きくすることにより、試験片標点部の比表面積を小さくすれば雰囲気効果が小さくなるのでその場合には大気中試験を標準雰囲気中試験と考えることも可能である。

疲労試験においては疲労寿命が表面におけるき裂の発生とその生長によって決定される。き裂先端では常に新しい破面が生成され、その生長速度は雰囲気により大きく影響を受ける。従って疲労試験、特にき裂の発生と生長を調べる試験においては試験片の大型化によって雰囲気効果を低減することはできないので、高純度のヘリウム又はアルゴン雰囲気中或いは真空中試験を標準雰囲気中試験としなければならない。

高純度のヘリウム又はアルゴン中の試験は、5.(1)章に述べたように試験装置からの水分放出により雰囲気が汚染されるため、流量を充分大きくとれる場合以外は困難である。

このような理由から疲労試験では真空中の試験を標準雰囲気中試験として選ぶことが適切と考えられる。

真空度が 3×10^{-7} Torr 程度の場合にはまだ H_2O 、 O_2 等の酸化性の残留ガスが認められるため、標準雰囲気として考えられる条件は 2×10^{-8} Torr 程度の超高真空である。⁽⁶⁾

8. 高圧，高流速化における問題点

高圧，高流速化のためにはこれまで行って来た常圧，低流速条件の手法をそのまま適用することは困難でありそこには次のような問題点がある。

- (1) 不純物レベルの設定と制御の方式
- (2) 精製方式
- (3) 分析方式
- (4) 加熱方式
- (5) 応力付加と差圧補償方式
- (6) ひずみ，変位，きれつ長さ等の観察方式

これらの問題点について以下に述べる。

- (1) 不純物レベルの設定と制御の方式

現在常圧，低流速条件下の試験で主流となっている試験方法は Table 1 に示すような近似ガスを用いた分圧近似方式である。この方式は高圧下での不純物の分圧と等しくなるように常圧での分圧を設定しているため，高圧条件に比べ不純物／ヘリウム比が高い，すなわち不純物が濃いヘリウムを用いて試験を行っている。

高圧化すると常圧条件に比べ不純物濃度が低い条件（分圧は同じ）を設定しなければならない。従って不純物レベルは現在の条件よりも約 $1/40$ に制御しなければならず，試験システム全体からの水分等の汚染も現在より極めて低いレベルに抑えねばならないという困難がある。

- (2) 精製方式

高流速化により流量が増大すると，低流量時に行っていた全量精製により高純度ヘリウムを作った後に不純物を一定量添加するという方式では精製系の容量を極端に大きくしなければならなくなり実現性が乏しい。そのため部分精製を行って不足する不純物のみを添加するという方式をとらざるを得ない。

前項で述べたように不純物濃度の低いところで， CO/CO_2 ， $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ 等の値を一定に保つためには，不純物を選択的に精製する方式を開発する必要がある。

- (3) 分析方式

常圧の分析は HID 式ガスクロマトグラフィーと露点式水分計を用いている。高圧ガスを常圧にもどしてこれらの方式で測定しようとする和不純物レベルが低すぎて分析できない。高圧のまま分析できるガスクロマトグラフィーや露点計による方式を考える必要がある。

- (4) 加熱方式

高圧条件の試験では雰囲気槽壁面に内圧が作用するため外熱式を採用することはむづかしい。抵抗加熱又は高周波加熱による内熱式が考えられるが，高周波加熱はコイルから放電し易くなるので抵抗加熱方式が有力である。

- (5) 応力付加と差圧補償方式

クリープや疲労試験では試験片に応力を付加する必要があるが，これらの応力付加をベローズや Oリング等のシールを介して高圧容器の外部より行う場合，負荷軸が内圧によって外へ押し出

され、応力の誤差を生じるのでこれを補償しなければならない。

またクリープ試験でベローズを介して応力を付加する場合試験片が伸びるにつれベローズも伸びるがこの時ベローズの弾性により反力を生じる。この反力を小さくするにはバネ常数の小さな溶接ベローズを用いるのが一般的であるが、高圧下の試験では、ベローズ内圧がかかるためバネ常数が小さくかつ内圧に耐えるという要求を満たすことがむつかしくなる。

(6) ひずみ、変位、きれつ長さ等の観察方式

常圧条件ではこれらは雰囲気槽壁に設けられた観察用の窓を通し望遠鏡等を用いて行うことが出来た。高圧条件で同様の方式をとるとすれば耐圧の大きな窓の構造としなければならない。レーザを高圧室内に導入しようとする場合も窓を通さねばならず同様の問題が生じる。常圧条件の窓は現在は金属-ガラス封着式の超高真空仕様のもを理用しているがこれは耐圧力が 1 kg G/cm^2 しかないため高圧には使用できない。

参 考 文 献

- (1) 近藤；日本金属学会会報, Vol. 13, No.2 (1974), PP. 93
- (2) 近藤；学振123委員会資料, 1975, 2月
- (3) 小川, 近藤；JAERI-M 8801, (1980)
- (4) 近藤；日本原子力学会誌, Vol. 15, No.5 (1973), PP. 295
- (5) 菊山, 中島；特許出願, 1976-61420
- (6) 菊山, 奥, 近藤；材料, Vol. 29, No.319 (1980) PP. 340

され、応力の誤差を生じるのでこれを補償しなければならない。

またクリープ試験でベローズを介して応力を付加する場合試験片が伸びるにつれベローズも伸びるがこの時ベローズの弾性により反力を生じる。この反力を小さくするにはバネ常数の小さな溶接ベローズを用いるのが一般的であるが、高圧下の試験では、ベローズ内圧がかかるためバネ常数が小さくかつ内圧に耐えるという要求を満たすことがむつかしくなる。

(6) ひずみ、変位、き裂長さ等の観察方式

常圧条件ではこれらは雰囲気槽壁に設けられた観察用の窓を通し望遠鏡等を用いて行うことが出来た。高圧条件で同様の方式をとるとすれば耐圧の大きな窓の構造としなければならない。レーザを高圧室内に導入しようとする場合も窓を通さねばならず同様の問題が生じる。常圧条件の窓は現在は金属-ガラス封着式の超高真空仕様のもを理用しているがこれは耐圧力が 1 kg G/cm^2 しかないため高圧には使用できない。

参 考 文 献

- (1) 近藤；日本金属学会会報, Vol. 13, No.2 (1974), PP. 93
- (2) 近藤；学振123委員会資料, 1975, 2月
- (3) 小川, 近藤；JAERI-M 8801, (1980)
- (4) 近藤；日本原子力学会誌, Vol. 15, No.5 (1973), PP. 295
- (5) 菊山, 中島；特許出願, 1976-61420
- (6) 菊山, 奥, 近藤；材料, Vol. 29, No.319 (1980) PP. 340

Table 1 Chemical composition of HTR and simulated HTR gas.

HTR のヘリウムの分析例と近似ガス。単位 μatm , ()内は1気圧での分析値, Vpm.

	H ₂	H ₂ O	CO	CO ₂	CH ₄	N ₂
Dragon 炉	6.0 (0.3)	1.0 (0.05)	4.0 (0.2)	0.4 (0.02)	0.8 (0.04)	1.0 (0.05)
AVR	50-150 (5-15)	<10 (<1.0)	200-500 (20-50)	50-150 (5-15)	<2-10 (<0.2-1.0)	5-50 (0.5-5)
Peach Bottom 炉	210 (9)	<12 (<0.5)	12 (0.5)	<2.3 (<0.1)	14 (0.6)	12 (0.5)
(実験用) Dragon 定常近似	30	5	30	2	4	5
(実験用) Dragon 異常近似	1800	600	1400	400	50	5
(実験用) 原研 (a) 低温炉近似	20	2	10	1~2	5	<5
(実験用) 原研 (b) 高温炉近似	200	2	100	1~2	5	<5

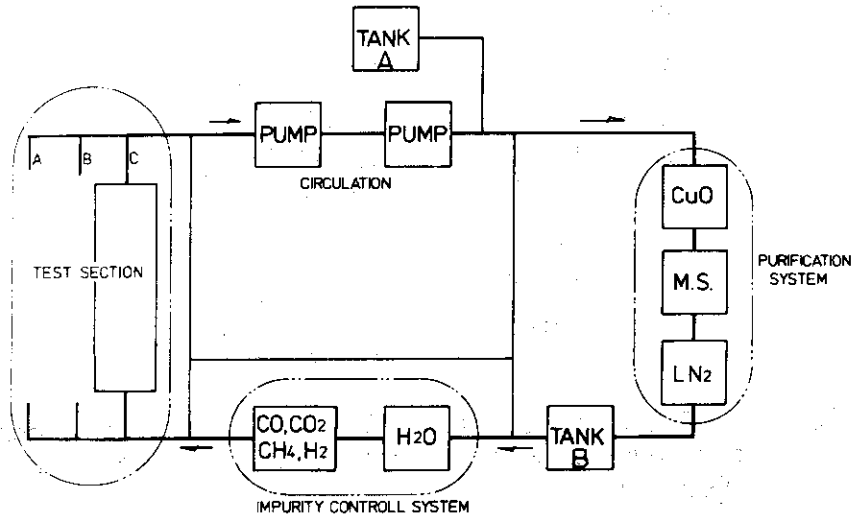


Fig. 1 Flow diagram of He loop for material testing.

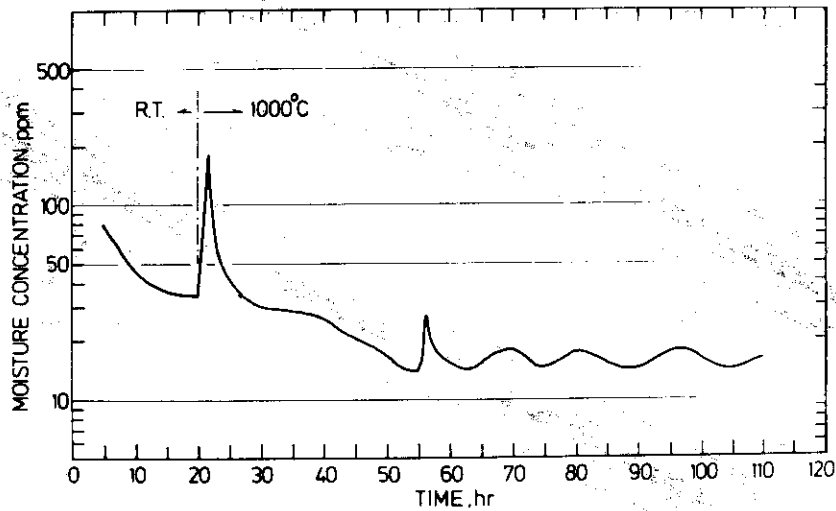


Fig. 2 Measuring of moisture in He with a hygrometer

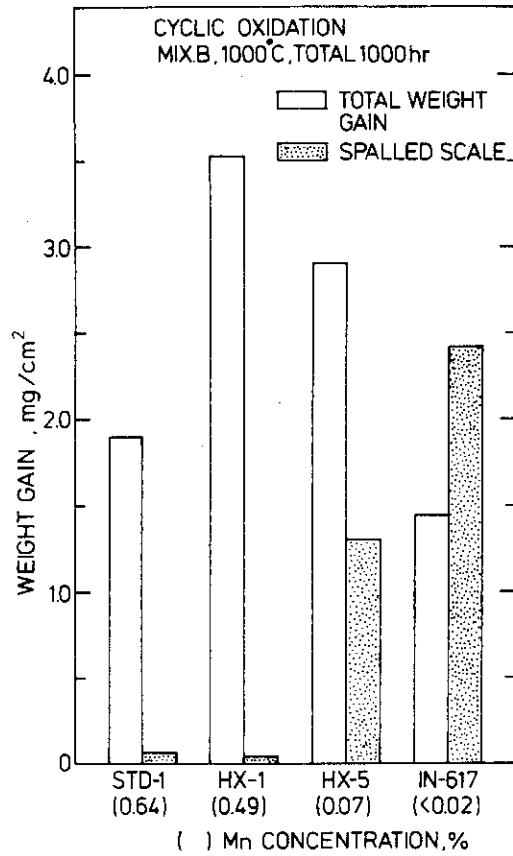


Fig. 3 Contribution of spalled scale on weight gain for several heat resistant alloys tested in 1000 C He .

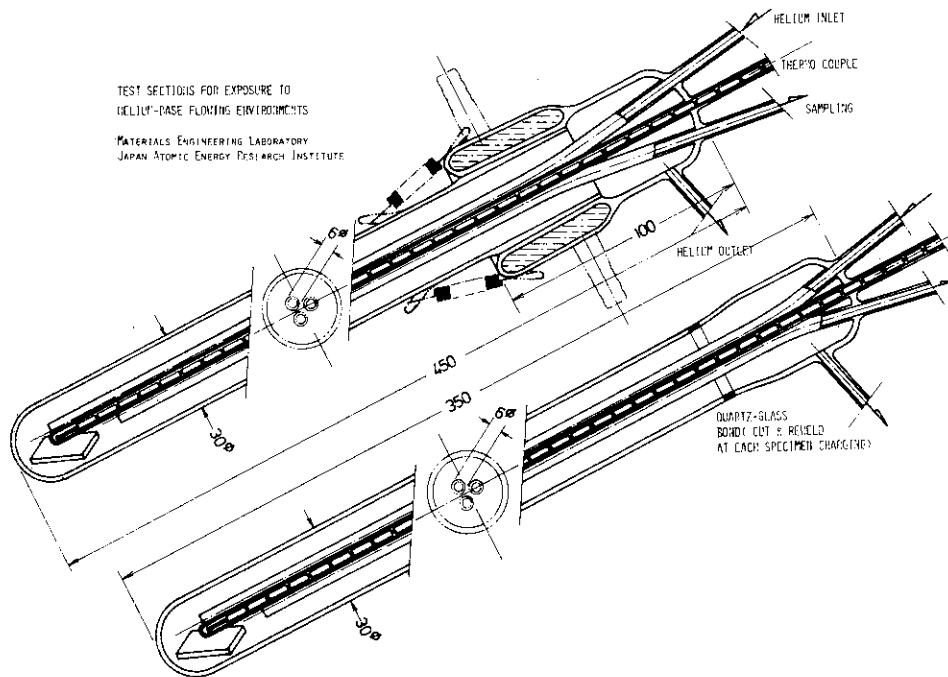


Fig. 4 Test sections for corrosion testing in flowing He environment.

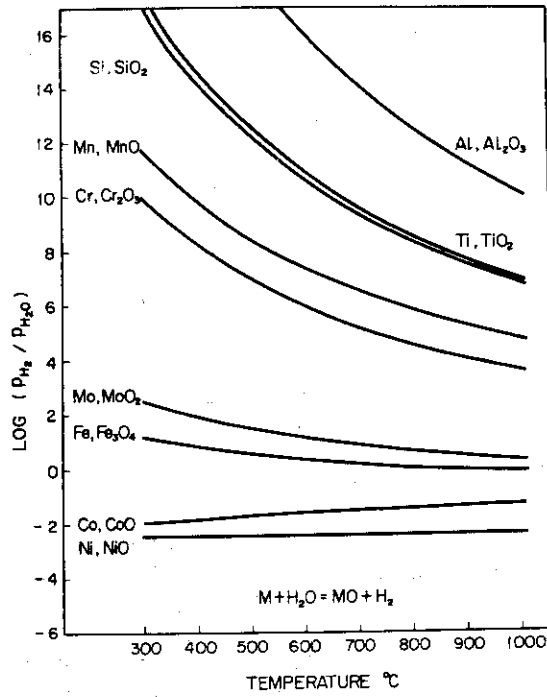


Fig. 5 Metal-oxide equilibrium diagram in H_2-H_2O environment.

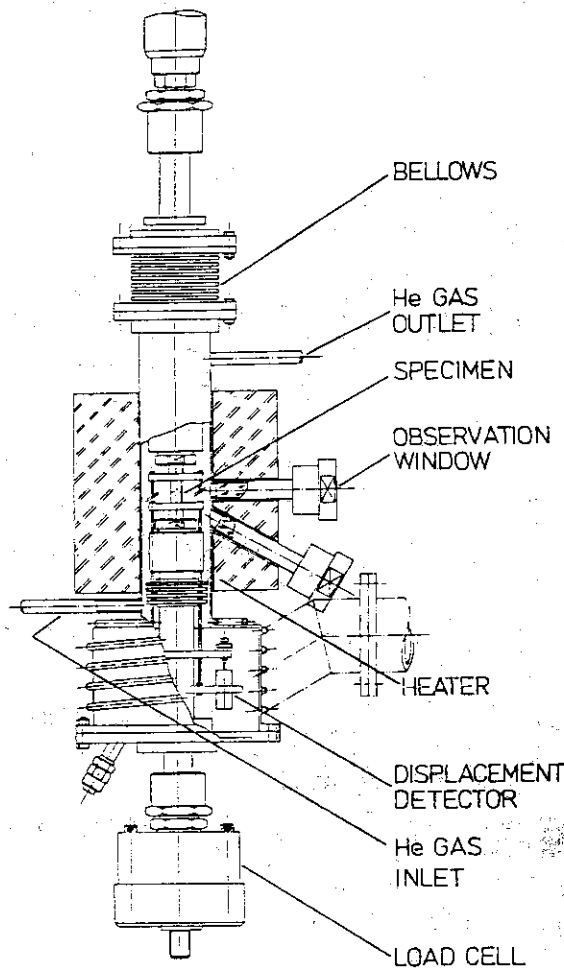


Fig. 6 Preliminary test section for fatigue test in flowing He environment.
He chamber is made of stainless steel and heated by external heater.

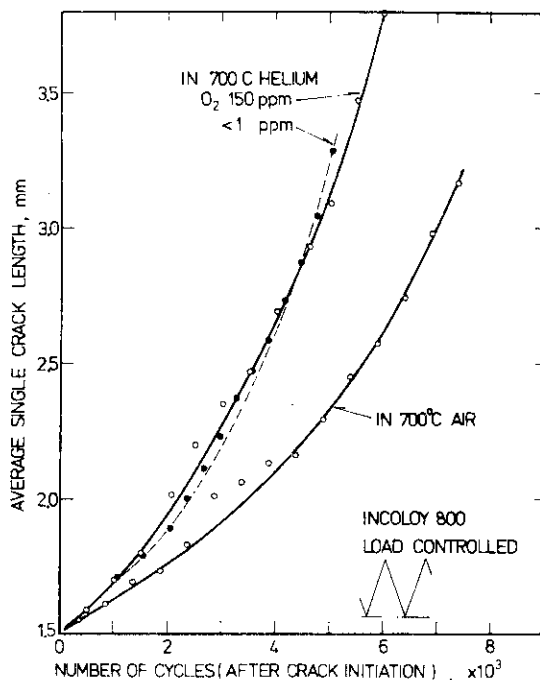


Fig. 7 Fatigue crack growth curves of Incoloy-800 alloy in He and air at 700 C.

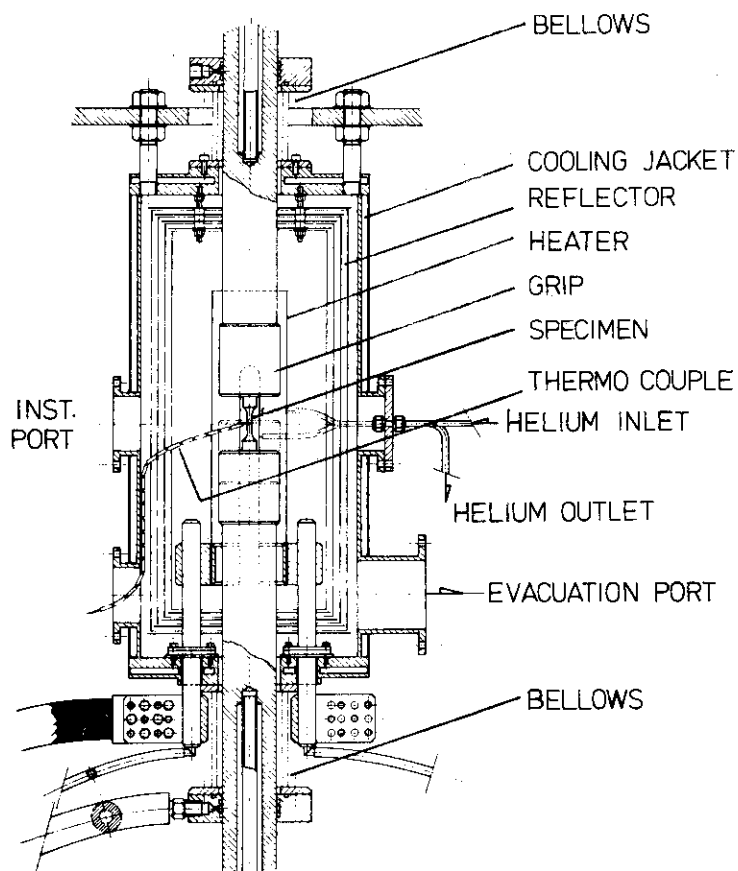


Fig. 8 Test section with internal heater for fatigue testing in flowing He.

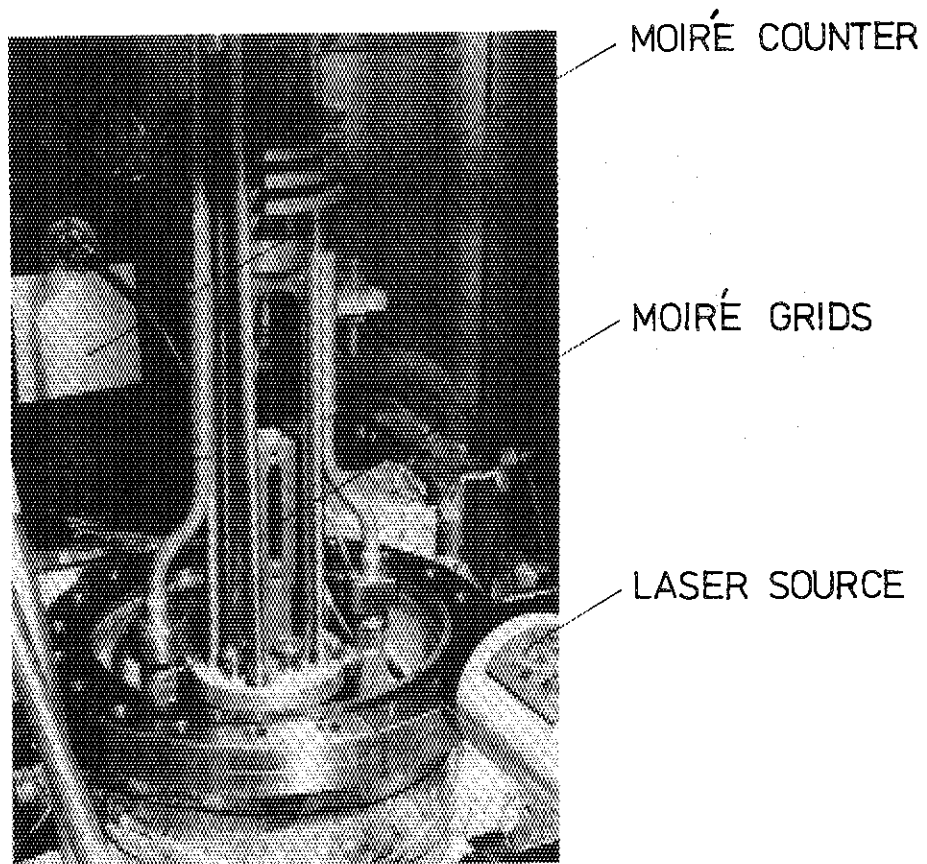


Photo. 1 Moiré strain measuring device for creep testing in flowing He environment.

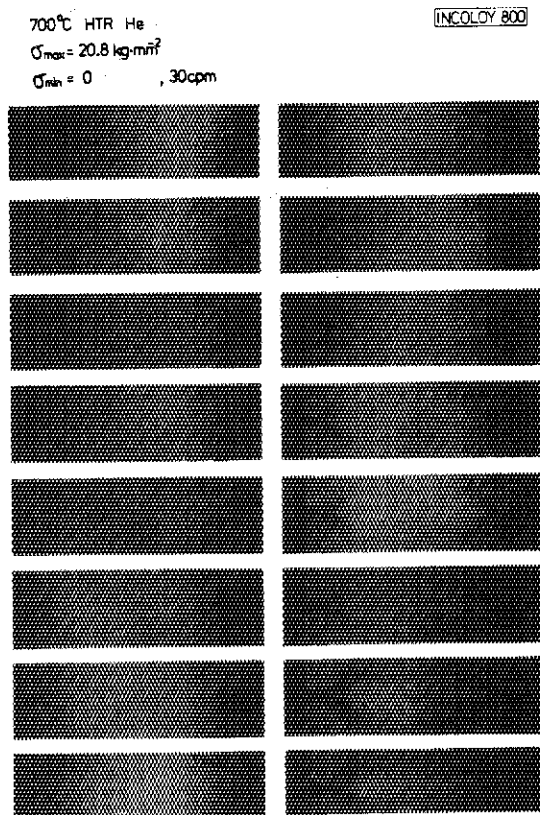
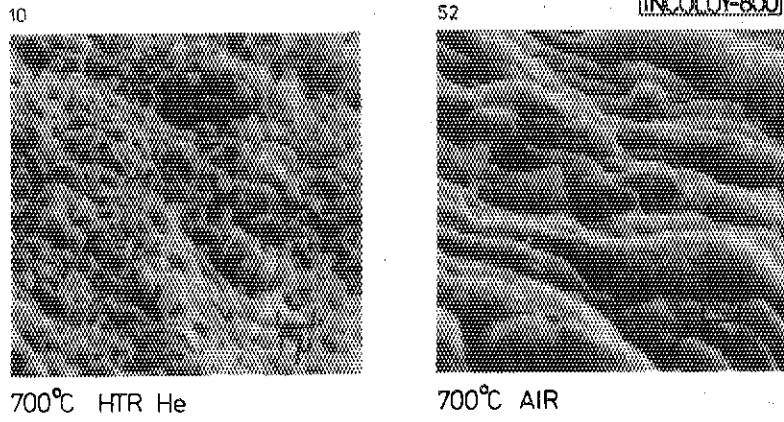


Photo. 2 Crack growth in simulated HTR He at 700 C. Picture were taken thru the observation window shown in Fig.6.



$\sigma_{max} = 12.5 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$
 $\sigma_{min} = 1.4 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$, 100 cpm

Photo. 3 Fatigue fractured surfaces tested in He and air at 700 C.

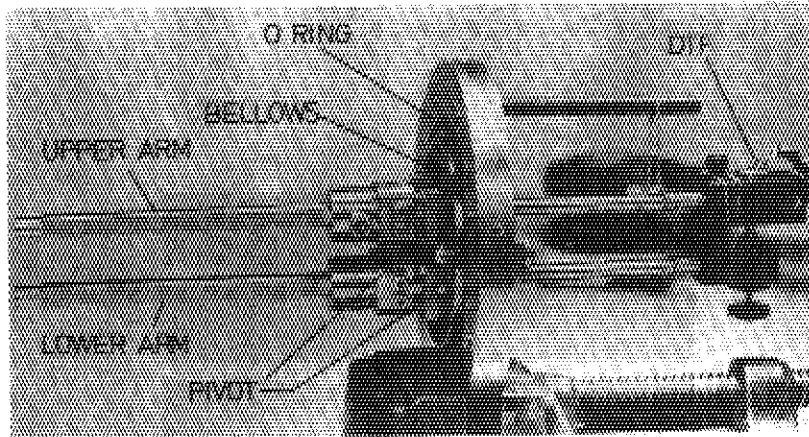


Photo. 4 Strain measuring device for fatigue testing in flowing He environment.