

JAERI - M
85-088

耐熱合金と炭化ホウ素との両立性(4)
——OGL-1照射下両立性試験報告(81LM-21J)——

1985年7月

馬場 信一・猿田 徹・大岡 紀一
田中 勲・青山 功

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 Division
Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-
mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1985

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷㈱

耐熱合金と炭火ホウ素との両立性(4)
— OGL-1 照射下両立性試験報告(81LM-21 J)—

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部
馬場信一・猿田 徹・大岡紀一・田中 勲・青山 功

(1985年6月6日受理)

本報告は、日本原子力研究所が開発研究を進めている高温ガス実験炉の制御棒用被覆管材料と中性子吸収体との照射下両立性試験について述べたものである。この試験の主な目的は、照射下で被覆管材料(ハステロイXR合金)と中性子吸収体(B₄C/C)との反応侵食挙動を調べること、および高融点金属箔(Nb, Mo, W, Re)の反応障壁効果を確認することである。

照射は、材料試験炉(Japan Materials Testing Reactor)のOGL-1(Oarai Gas Loop No 1)において、熱中性子($E < 0.11$ aJ, 0.6826 eV)が $4.05 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ 、高速中性子($E > 0.16$ pJ, 1 MeV) $6.42 \times 10^{18} \text{ m}^{-2}$ 、雰囲気のヘリウムガス温度: 平均 855 °C, ヘリウムガス圧力: 2.94 MPa, またヘリウムガス中の不純物濃度: 4.0 vppm以下, 気体状核分裂生成物濃度: 400 kBq/ m^3 以下の各試験条件で5 Msの時間(1390 時)にわたり行われた。

照射後試験は外観, 寸法, 重量, 金相, 硬度, SEM観察, EPMAによる元素分析などが行われ, その結果, ハステロイXR合金の反応侵食形態は局所的な領域に楕円形状の反応生成物が見られ, 炉外試験の結果と同様であった。本試験の中性子照射量では顕著な照射効果は表われなかったが, 試料部の発熱効果による合金の反応侵食深さの加速化が観察された。反応障壁効果は, 試験に供した4種類の高融点金属箔の全てにおいて良好な結果が得られた。

さらに照射後試験結果について, 主としてハステロイXR合金の反応領域におけるNi, FeおよびCrの移行, BとCの侵食深さの差違, 照射による拡散係数促進効果, リチウム生成による影響および発熱効果について考察を加えた。

Compatibility of Heat Resistant Alloys with Boron Carbide (4)
- Irradiation test report at OGL-1 in JMTR (81LM-21J) -

Sinichi BABA, Toru SARUTA, Kiichi OOKA,
Isao TANAKA and Isao AOYAMA

Department of JMTR Project,
Oarai Research Establishment, JAERI

(Received June 6, 1985)

This paper relates to the compatibility test of control rod sheath (Hastelloy XR alloy) and neutron absorber (boronated graphite) for the VHTR, which has been researched and developed by JAERI. The irradiation was conducted by using the OGL-1 irradiation facility in the JMTR in order to study reaction behaviour between Hastelloy XR alloy and boronated graphite as well as to determine a reaction barrier performance of refractory metal foils Nb, Mo, W and Re.

Irradiation conditions were as follows.

Neutron dose : $4.05 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ ($E < 0.11 \text{ eV}$, 0.6826 eV)
 $6.42 \times 10^{18} \text{ m}^{-2}$ ($E > 0.16 \text{ MeV}$, 1 MeV)
Helium coolant : Average temperature $855 \text{ }^\circ\text{C}$
Pressure 2.94 MPa
Total impurity concentration $< 4.0 \text{ vpm}$
Gaseous fission products concentration $< 400 \text{ kBq/m}^3$
Irradiation time : 5.0 Ms (1390 hours)

Post-irradiation examinations i.e. visual inspection, dimensional inspection, weight measurement, metallography, hardness test, morphological observations by SEM and analysis of element distributions by EPMA were carried out.

In the result, reaction products of Hastelloy XR alloy were observed in the ellipsoidal form locally. These results were same as those of the out-of-pile tests. Obvious irradiation effects were not detectable but a little accelerated increase in reaction depth of

Hastelloy XR alloy by heat effect of specimens was observed. The refractory metal foils had a good performance of reaction barrier between Hastelloy XR alloy and boronated graphite. Furthermore, movement of Ni, Fe and Cr in the reaction area of Hastelloy XR alloy, difference in the reaction depth of B and C, irradiation effects on diffusion coefficient, lithium production and heat effect are discussed.

Keywords: Compatibility, Heat Resistant Alloy, VHTR, Hastelloy X (XR), Boronated Graphite, Irradiation Effect, Refractory Foil Metal, Reaction Barrier, Neutron Absorber, lithium

目 次

1. 序 論	1
2. 照 射	2
2.1 照射条件	2
2.2 照射試料	2
2.3 照射温度	3
2.4 中性子照射量	3
3. 照射後試験	4
3.1 照射後試験の方法	4
3.2 照射後試験の結果	5
4. 照射後試験結果の検討	7
4.1 Ni, FeおよびCrの移行	7
4.2 BとCの侵食深さの差違	8
4.3 照射効果	9
5. 結 論	12
謝 辞	12
参考文献	14

Contents

1. Introduction	1
2. Irradiation	2
2.1 Irradiation conditions	2
2.2 Samples	2
2.3 Temperatures	3
2.4 Neutron dose	3
3. Post-irradiation examinations	4
3.1 Method	4
3.2 Results	5
4. Discussion	7
4.1 Ni, Fe and Cr in the reaction area of Hastelloy XR	7
4.2 Difference on the reaction depth between B and C	8
4.3 Irradiation effects	9
5. Conclusions	12
Acknowledgement	12
References	14

List of Tables

Table 1	Irradiation test program for compatibility of VHTR CRD sheath materials
Table 2	Impurity concentration in the helium coolant
Table 3	Chemical compositions of Hastelloy XR
Table 4	Specific gravity, porosity and its average diameter of B4C/C pellet
Table 5	Results of X-ray diffraction analysis from the reaction products formed on mixed power

List of Figures

Fig. 1	Set view of compatibility test pieces with OGL-1 irradiated sample
Fig. 2	JMTR power histories and irradiation temperatures of irradiated pins (81LM-21J) from JMTR-#60 cycle to #63 cycle (except for -#62 cycle, cause of no operation)
Fig. 3	Radial distribution of thermal neutron flux
Fig. 4	Flow diagram of post-irradiation examination for 81LM-21J capsule
Fig. 5	Electron microprobe analysis by energy dispersive spectroscopy of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B4C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)
Fig. 6	Electron microprobe line scanning analysis of manganese, iron and nickel across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B4C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)
Fig. 7	Electron microprobe line scanning analysis of molybdenum and chromium across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B4C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)
Fig. 8	Electron microprobe line scanning analysis of boron and carbon across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B4C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)

- Fig. 9 Constitution of binary alloys in equilibrium diagrams of the system B- and C-
- Fig. 10 Basal projection of liquidus surfaces and ternary reaction triangles in the equilibrium diagram of the system Fe-B-Ni
- Fig. 11 Basal projection of liquidus surfaces and ternary reaction triangles in the equilibrium diagram of the system Fe-B-Cr
- Fig. 12 Temperature dependence of the chemical diffusion coefficient of boron and carbon in α -Fe
- Fig. 13 Thermal and irradiation-enhanced diffusion coefficient as functions of inverse relative temperature, $(T_m/T)^{-1}$

List of Photos

- Photo. 1 Irradiated pins and specimens for 81LM-21J
- Photo. 2 Microstructures of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR
- Photo. 3 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-1)
- Photo. 4 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-1)
- Photo. 5 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-2)
- Photo. 6 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-1)
- Photo. 7 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-1)
- Photo. 8 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-2)
- Photo. 9 SEI and X-ray images of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet at 950 °C for 360 ks (out-of-pile test)

1. 序 論

多目的高温ガス実験炉（以下、実験炉と略す）の制御棒被覆管と中性子吸収体との両立性試験は、昭和52年から始められ、同年に両立性試験用電気炉を3台並列設置して炉外両立性試験が開始された。一方、照射下両立性試験は昭和56年からJMTRのOGL-1¹⁾による試験が始められ、引続いて真空温度制御によるキャプセル試験が実施されている。

外国における照射下両立性試験の報告はほとんど見られない。高温ガス冷却炉の開発先進国である米国、英国および西独のHTGRにおける制御棒は^{2),3),4)}、原子炉制御方式、黒鉛製ガイドチューブの使用および制御棒挿入領域の温度条件などが原研の実験炉よりも低いなどの理由により両立性が問題となっていない。例外としてDragon炉⁵⁾の制御棒が挙げられる。同炉の建設プロジェクトでは、基礎的な研究開発が幅広く行われ、その中で制御棒の温度効果の実験結果により制御棒の供用期間を1年間に限定し、高温における金属部材の性能を保証している。

原研における照射下両立性試験のうち、OGL-1による試験では、高温高圧ヘリウムガスの流動環境下における中性子照射効果の両立性への影響を直接評価することが可能である。また、実験炉用燃料試料の照射試験と並行して行われるために、FPガスおよび黒鉛ブロックなどからの不純物による環境効果についても調べることができる。OGL-1による照射下両立性試験の全体計画をTable 1の上段に示す。試験は3回実施する計画である。最初の試験(81LM-21J)では、実験炉の詳細設計(II)において制御棒被覆管の材料として採用されているハステロイXR合金と、中性子吸収体であるホウ素入り黒鉛(boronated graphite, 570 kg/m³ホウ素)焼結体との両立性について調べる。同時に、反応障壁効果を確認するため、高融点金属箔(ニオブ、モリブデン、タングステンおよびレニウム)をハステロイXR合金とホウ素入り黒鉛との間に挿入する。次の試験(83LM-23J)では、制御棒被覆管の重要な候補合金として挙げられているインコロイ800H合金を追加組込んで、ハステロイXR合金との比較を行う。同時に、ホウ素入り黒鉛焼結体の製造条件の両立性への影響について炉外試験の結果との比較を行う。最終試験(84LM-24J)では、反応障壁として最も有望視されている酸化物系セラミックをプラズマ溶射コーティング処理したハステロイXRおよびインコロイ800Hの両合金と、ホウ素入り黒鉛との照射下の化学的挙動を調べる。この試験は3000時間以上のデータを得るため、JMTR運転サイクルで7サイクルにわたり照射される予定である。

一方、真空温度制御キャプセルによる試験では、実験炉の非定常状態における温度急昇効果を模擬した実験、制御棒の設計温度条件における中性子照射効果および制御棒の供用寿命限界時の積算中性子照射効果などについて調べる。

これらの試験効果より得られた知見は、実験炉の安全審査、設計および運転・保守等に反映される。本報告書は、OGL-1による3回の試験のうち、最初の試験結果であり総合的な結論は全体の試験結果が得られた段階において明らかになるであろう。

2. 照 射

2.1 照射条件

OGL-1は、JMTR炉心のベリリウム反射体領域に設置されたガスループで、高温ガス炉の運転条件を模擬できるように原子炉から独立した冷却系を有している。ヘリウムガス冷却系は圧力2.94 MPa(G)で、入口ガス温度約700℃、出口ガス温度約1000℃で運転される。ヘリウムガスは精製系により純化され、分析および核分裂生成物の除去などが行われ、運転中も一定の不純物濃度を維持している。Table 2にOGL-1の不純物濃度と実験炉の1次冷却系不純物濃度の運転目標値および制限値を比較して示す。また、本照射試料(81 LM-21 J)のJMTR運転サイクル#60～#63の気体状核分裂生成物濃度⁶⁾は、40～400 kBq/m³の間で一定した状態で推移した。

ヘリウム冷却ガスの不純物の中でH₂、H₂O、CO、CO₂、CH₄などによって合金は酸化、脱炭・浸炭を生じることが報告⁷⁾されている。このような複合雰囲気における合金の高温腐食を考察するとき、重要なことはその複合ガス雰囲気の酸素ポテンシャル、炭素ポテンシャルで、これらは与えられた温度における各成分ガスの平衡組成によって決るといわれている⁸⁾。しかし、合金の高温腐食をこのような平衡論のみで解析することは不可能で、同一ポテンシャルの条件でも違った挙動を示すことが多い。従って実際の複合ガス中での実験を通じた知見は貴重なデータとなり得るもので、実験炉の運転目標値と比較したときのOGL-1冷却系不純物濃度はこの条件を満している。

両立性試験体はOGL-1の燃料照射試料の上部に取付けて照射された。Fig. 1に照射位置関係と試料ピンを示す。照射位置付近のヘリウム冷却ガスは、試料ピン上部と下部では異った流動条件となることが予想される。しかし、照射試験片は試料ピン内の下部に装荷され上部には装荷されていないため流動条件の差による熱的な影響は無視できると考えられる。試料ピン内部の Hastelloy X R 合金とB₄C/Cとの接触圧は炉外における試験条件と合わせるためバネにより0.3 MPaとした。

2.2 照射試料

(1) Hastelloy X R

試験に供した合金はHastelloy Xの改良合金で、炉外両立性試験に供した合金と同一製造ロットである。合金の化学組成をTable 3に示す。同合金はAl, Si, Mn, Co量を最適化させヘリウム中の耐腐食性や高温クリープ特性を強化したNi基耐熱合金である⁹⁾。

合金素材は三菱金属(株)が製造したもので、1100℃以上の温度で溶体化処理した後、水焼入れした。素材寸法直径15 mmの丸棒を直径10.5 mm×厚さ5 mmに機械加工した後、表面をSiC耐水研磨紙#1200まで研磨、更に1 μmダイヤモンド・ペーストで最終研磨仕上げを行い、アセトン溶液中で超音波洗浄後、120℃×24時間真空乾燥させ試験に供した。

(2) ホウ素入り黒鉛 (B₄C/C)

試験に供したホウ素入り黒鉛ペレットは、相対密度 80 % (かさ密度 1840 kg/m³) ホウ素濃度 30 wt% を目標に製造されたもので、使用した成形ペレットの物性値を Table 4 に示す。同ペレットは炭化ホウ素と黒鉛の粉末をボールミルにより混合し、2200 °C × 34.3 MPa で 3.6 ks 加圧成型した。これを研削加工により直径 10 mm × 高さ 10 mm のペレットにした後、エタノール液で脱脂洗浄し更に蒸留水で洗浄して最終的に 140 °C × 86.4 ks の真空乾燥を行った。ホウ素入り黒鉛ペレットは電気化学工業㈱が製造した。

(3) 高融点金属箔

試験に供した高融点金属箔は、Mo, Nb, W および Re の 4 種類である。これらの金属は全てその融点が 2000 °C を越えているにもかかわらず、酸化性雰囲気の下では比較的低い温度 (例えば、MoO₃ の融点は 795 °C) で激しく反応する。そのため、不活性あるいは高真空中での使用に限定されている。OGL-1 あるいは実験炉の雰囲気は低酸素ポテンシャルの高純度精製ヘリウムガスであり、これらの金属箔を Hastelloy XR とホウ素入り黒鉛ペレットとの反応障壁材として使用する条件を備えている。

4 種類の金属箔はいずれも純度 99.9 % で、Re 箔のみ厚さ 50 μm, Mo, Nb および W は全て 25 μm 厚さである。金属箔は Goodfellow Metals (英国) の製品を用いた。

2.3 照射温度

両立性試験体 (ピン) は Fig. 1 に示すように実験炉用コンパクト燃料試料の直上で照射されるが、ピン内部に熱電対を挿入しておらず直接測定はしなかった。このためピン近傍の雰囲気ガスの温度評価は次のような方法により混合ガス温度として求めた。

冷却材ヘリウムガスは OGL-1 仕切管の外側を下向に流れ、底部側面から上昇流で燃料試料を冷却する。従って、燃料試料直上に位置するピン近傍のガス温度は、燃料試料の上部端栓を測温する 3 本の熱電対とこれを収納する燃料集集体側部の 3 本の熱電対およびピン近傍の熱電対の平均値により求めるのが、最適と考えられた。この方法により JMTR # 60, # 61 および # 63 サイクルの照射温度を求めた結果、841 °C, 859 °C および 864 °C を得た。(Fig. 2)

2.4 中性子照射量¹⁰⁾

両立性評価の際、考慮すべき中性子エネルギースペクトルとしては熱中性子 ($E < 0.11$ aJ) と高速中性子 ($E > 0.16$ pJ) がある。熱中性子は、ホウ素入り黒鉛ペレット中に 30 w/o 含有するホウ素と $^{10}\text{B}(n, \alpha)^7\text{Li}$ 反応を起す。その結果生成する ^7Li が B₄C/C, Hastelloy XR およびヘリウムガス中の不純物と反応する可能性がある。そのため ^7Li 生成量を求める基礎データとしてホウ素の燃焼率計算をする上から積算熱中性子照射量を求める必要がある。一方、高速中性子は金属材料の拡散係数促進効果あるいはヘリウムボイドの生成による機械的性質および寸法変化への影響にともない両立性試験評価指標として重要な影響を与える。

熱中性子照射量は 1.0 % Co-Ti ワイヤモニターを用い、 $^{59}\text{Co}(n, \gamma)^{60}\text{Co}$ 反応によって生ずる ^{60}Co (半減期 5.28 年) の生成量をゲルマニウム検出器による γ 線分析により定量し、その結

果をモニター位置での中性子照射量に換算したものである。熱中性子照射量算出のための $^{59}\text{Co}(n, \gamma)^{60}\text{Co}$ 反応の平均微視的断面積 $\sigma(E)$ は、核データファイル ENDF/III から採用したもので、 $25.5 \times 10^{-28} \text{m}^2$ が使われた。また、熱中性子束の相対分布を1次元輸送方程式計算コード THE-RMOS-JM を用いて求めた結果を Fig. 3 に示した。モニターが受けた熱中性子照射量は $4.05 \times 10^{22} (\text{m}^{-2})$ となった。照射中の平均熱中性子束は、熱中性子照射量と 50 MW での実効運転時間から求めた結果、 $8.00 \times 10^{15} (\text{m}^{-2}, \text{s}^{-1})$ を得た。

一方、高速中性子照射量は鉄ワイヤをモニターとして用い、 $^{54}\text{Fe}(n, p)^{54}\text{Mn}$ 反応によって生ずる ^{54}Mn (半減期 313 日) の生成量をゲルマニウム検出器による γ 線分析値により定量し、その結果をモニター位置での中性子照射量に換算した。 $^{54}\text{Fe}(n, p)^{54}\text{Mn}$ 反応の微視的断面積 $\sigma(E)$ は $58.5 \times 10^{-31} \text{m}^2$ であった。その結果、高速中性子照射量評価値は $6.42 \times 10^{18} (\text{m}^{-2})$ となった。

3. 照射後試験

3.1 照射後試験の方法

81 LM-21 J キャプセルの照射後試験は、JMTR のホットラボ施設において行われた。Fig. 4 に照射後試験の流れの概要を示す。同キャプセルは2本の試料容器(以後、ピンと略す)より構成されており、各ピンの内部には合金試料として Hastelloy XR ($\phi 10.5 \text{ mm} \times t 5 \text{ mm}$) 4 個、B₄C/C ($\phi 10 \text{ mm} \times t 10 \text{ mm}$) 3 個および高融点金属箔 (Nb, Mo, W および Re: 25 ~ 50 μm 厚さ) が各 1 枚挿入されている。また、中性子照射量を測定するためにフルエンスモニターが各ピンの上部に組み込まれている。各ピンは、OGL-1 燃料試料より取り外した後、ホットラボのセル内においてピンの外観を目視にて観察し、その後外観写真を撮影した。続いてピンの X 線透過写真を撮影し、ピン内の試料形状に異常のないことを確認した。

マイクロカッターを用いてピンの解体を行った。その際、ピン端栓の下部押え板 (Hastelloy X 製) とピン (Hastelloy X 製) の内面とが高温接触のため凝着し、ピン上部を切断しただけでは試料の取り出しが出来ず、ピンの底部を切断して取り出した。照射試料のうち、Hastelloy XR と B₄C/C はそれぞれ分離して取り出すことが出来たが、高融点金属箔のうち Re と W は Hastelloy XR 端面に固着していた。

取り出した各試料の外観写真を撮影後、B₄C/C の直径と高さについてマイクロメータによる寸法測定、天秤 (メトラ社製, HE 20, 精度 10^{-7} Kg) による Hastelloy XR 合金試料の重量測定を行った。次に同合金試料の断面をマイクロカッターにより切断し、B₄C/C 試料との反応領域について金相、硬度および EPMA により反応形態、侵食深さおよび元素分布などを調べ、さらに SEM を利用した 2 次電子像、凹凸像、組成像および吸収電子像による詳細な解析を行った。元素分布の分析方法は、EDS により点分析を、WDS により線分析と面分析を行った。

果をモニター位置での中性子照射量に換算したものである。熱中性子照射量算出のための $^{59}\text{Co}(n, \gamma)^{60}\text{Co}$ 反応の平均微視的断面積 $\sigma(E)$ は、核データファイル ENDF/Ⅲ から採用したもので、 $25.5 \times 10^{-28} \text{m}^2$ が使われた。また、熱中性子束の相対分布を 1 次元輸送方程式計算コード THE-RMOS-JM を用いて求めた結果を Fig. 3 に示した。モニターが受けた熱中性子照射量は $4.05 \times 10^{22} (\text{m}^{-2})$ となった。照射中の平均熱中性子束は、熱中性子照射量と 50 MW での実効運転時間から求めた結果、 $8.00 \times 10^{15} (\text{m}^{-2}, \text{s}^{-1})$ を得た。

一方、高速中性子照射量は鉄ワイヤをモニターとして用い、 $^{54}\text{Fe}(n, p)^{54}\text{Mn}$ 反応によって生ずる ^{54}Mn (半減期 313 日) の生成量をゲルマニウム検出器による γ 線分析値により定量し、その結果をモニター位置での中性子照射量に換算した。 $^{54}\text{Fe}(n, p)^{54}\text{Mn}$ 反応の微視的断面積 $\sigma(E)$ は $58.5 \times 10^{-31} \text{m}^2$ であった。その結果、高速中性子照射量評価値は $6.42 \times 10^{18} (\text{m}^{-2})$ となった。

3. 照射後試験

3.1 照射後試験の方法

81 LM-21 J キャプセルの照射後試験は、JMTR のホットラボ施設において行われた。Fig. 4 に照射後試験の流れの概要を示す。同キャプセルは 2 本の試料容器 (以後、ピンと略す) より構成されており、各ピンの内部には合金試料として Hastelloy XR ($\phi 10.5 \text{ mm} \times t 5 \text{ mm}$) 4 個、B₄C / C ($\phi 10 \text{ mm} \times t 10 \text{ mm}$) 3 個および高融点金属箔 (Nb, Mo, W および Re : 25 ~ 50 μm 厚さ) が各 1 枚挿入されている。また、中性子照射量を測定するためにフルエンスモニターが各ピンの上部に組み込まれている。各ピンは、OGL-1 燃料試料より取り外した後、ホットラボのセル内においてピンの外観を目視にて観察し、その後外観写真を撮影した。続いてピンの X 線透過写真を撮影し、ピン内の試料形状に異状のないことを確認した。

マイクロカッターを用いてピンの解体を行った。その際、ピン端栓の下部押え板 (Hastelloy X 製) とピン (Hastelloy X 製) の内面とが高温接触のため凝着し、ピン上部を切断しただけでは試料の取り出しが出来ず、ピンの底部を切断して取り出した。照射試料のうち、Hastelloy XR と B₄C / C はそれぞれ分離して取り出すことが出来たが、高融点金属箔のうち Re と W は Hastelloy XR 端面に固着していた。

取り出した各試料の外観写真を撮影後、B₄C / C の直径と高さについてマイクロメータによる寸法測定、天秤 (メトラ社製、HE 20、精度 10^{-7} Kg) による Hastelloy XR 合金試料の重量測定を行った。次に同合金試料の断面をマイクロカッターにより切断し、B₄C / C 試料との反応領域について金相、硬度および EPMA により反応形態、侵食深さおよび元素分布などを調べ、さらに SEM を利用した 2 次電子像、凹凸像、組成像および吸収電子像による詳細な解析を行った。元素分布の分析方法は、EDS により点分析を、WDS により線分析と面分析を行った。

3.2 照射後試験の結果

(1) 外観試験

試験に供した全試料とピンの外観写真をPhoto.1に示す。ハステロイXR試料の端面は、B₄C/Cと接触していた面が全体的に黒く変色しており、局部的に点状の付着物が観察できた。同試料の側面は特に異状は見られなかった。B₄C/Cは、照射前の黒色濃度が減少し淡灰色に変化していた。高融点金属箔のうち分離して取り出せたMoとNbは、B₄C/Cと接触していた面が試験前の金属光沢を失い、やや鈍い灰色に変化していた。このような外観所見は炉外の両立性試験の結果と一致した。

(2) 寸法測定

B₄C/Cの寸法変化は、直径および高さともに測定精度(±0.01 mm)の範囲内であった。一般的に本試験の供試片のようなホットプレス成型したB₄C/Cペレットの寸法変化は、径および軸方向の両方向に伸び、高速中性子照射量との直接的な相関を示すと云われている³¹⁾が、本試験の照射量である $6.42 \times 10^{18} \text{ m}^{-2}$ ($E > 0.16 \text{ pJ}$)のごとく低い照射量では問題とすべき寸法変化は現われなかった。

(3) 重量測定

ハステロイXR試料4個の重量測定を行った。その結果、0.1~0.3 mgの増加を示すデータを得たが、測定精度(0.1 mg)および遠隔操作による試料の取り扱いなどの条件を考慮して、重量変化は総合測定誤差の範囲内で観測できなかった。

B₄C/C試料6個の重量測定を行った結果、このうちの2個については重量変化はなかったが、残り4個は0.3~0.8 mgの減少を示した。同一製造ロットのB₄C/Cの炉外試験(850°C × 7.2 Ms, 0.1 MPaの密封He雰囲気)では平均0.3 mgの減少を示した。従って、B₄C/Cの照射による重量変化は、炉外試験の結果と同様の傾向であることが分った。

高融点金属箔ではMoとNbについて測定した。Moは測定精度の範囲内であったが、Nbは0.2 mgの増加であった。この原因はPhoto.1でも明確なようにB₄C/Cの一部が付着した結果、重量増加したものと考えられた。

(4) 金相試験

ハステロイXR試料の断面組織を光学顕微鏡により観察した。同試料8個の断面組織(Photo.2)は、全て局所的な楕円形の対称形状の反応生成物(Symmetric form Reaction Products, 以後、略してSRPと称す)を形成していた。反応領域の大きさはB₄C/Cに接触していた面と平行方向では100~400 μm、垂直方向で50~200 μmの長さであった。SRPの周辺にはウィドマンステッテン型の針状析出物が結晶粒内に分布しており、マトリックスには溶体化処理後も安定な粒状のM₆Cと考えられる未溶解炭化物が析出していた。

一方、高融点金属箔に接触していた側のハステロイXRの断面組織は、完全なγ相の組織でありハステロイXRとNb, Mo, WおよびReとの両立性は良好であることが分った。

(5) 硬度測定

ハステロイXR試料2個について硬度を測定した。測定領域はSRPおよびその周辺とした。その結果、最大硬度値は484 HMV(Hardness of Micro Vickers)でSRPの外周部で観測された。マトリックス内部への硬度増加深さはB₄C/Cとの接触部表面より、最大で400 μmま

で観測された。

(6) 形態観察

ハステロイXR試料断面のSRPとその周辺領域のミクロな形態を走査形電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) により観察した。Photo.3~5の上段に示す2次電子像 (Secondary Electron Image, SEI) により, SRPの形状が金相観察の結果よりもさらに明瞭に対称形状であることが分った。また, Photo.3~5の下段左に示す凹凸像 (Topography Image, T1) によると, SRPの中央部に走る線は楔状に凹んでおり, SRP周辺部の粒界は研磨に対してかなり硬いことが明らかとなった。なお, 硬度測定のスープ圧子による圧痕も明瞭に観察できた。組成像 (Composition Image, C1) では, SRPのハステロイXR側の方がB₄C/C側よりも大きい原子番号の成分により構成されていること, SRP周辺の結晶粒界はマトリックスの基本元素Ni-Fe-Cr成分よりもやや大きい原子番号の成分であること, などが分った。吸収電子像 (Absorption Electron Image, AEI) からは, CI, TIおよびSEIとの相補的な関係が把握できた。

(7) 点分析

エネルギー分散法 (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) によりSRPとその周辺部の元素濃度を測定した。測定の対称とした元素は, Ni, Fe, Cr, MoおよびSiの5元素で Fig.5に示す7ヶ所とした。測定結果の数値には絶対的な定量性はないが, 各測定点における相対的な評価は可能である。その結果を次に述べる。NiはSRPのB₄C/C側に偏在し, その相対的濃度は合金のマトリックス濃度と同程度であった。FeはSRPの中央部に多く存在していた。SRP内のCrの分布は合金側に多く存在し, B₄C/C側にはほとんど存在しない。MoはハステロイXR合金の結晶粒界で最高値を示したが, B₄C/C側では検出されなかった。SiはSRP周辺の結晶粒界でやや大きな数値を示したが, 他の各測定点では均一に分布していた。

(8) 線分析

X線マイクロアナライザー (Electron Probe X-ray Micro-analyzer, EPMA) を用いた波長分散法 (Wavelength Dispersive Spectroscopy, WDS) により, SRPの中央部を表面 (B₄C/C側) 側からハステロイXRマトリックスの内部方向へ線分析を行った。測定元素はNi, Fe, Cr, Mn, Mo, BおよびCの7元素で, その結果をFig.6~8に示す。SRPの中央部ではMnとFeが相似形の濃度プロファイルを示し, SRPのハステロイXR側ではFeとNiが相似形の濃度分布であった。Crはマトリックス内部の方向へ約150 μ mにわたりピーク変動が測定されたのに対し, Fe, NiおよびMnのピーク変動は約270 μ mに達した。Moのピーク変動は主として結晶粒界で高いピークが見られた。Bのピーク変動はFe, Niと同様にマトリックス内部へ約280 μ mにわたり観察された。CはSRP内では大きな変動があったが, マトリックスでは微少な変動しか観察されなかった。

(9) 面分析

WDSによりSRPとその周辺部の元素分布を測定した。その結果, Photo.6~8に示すように, SRP内のNiとCrが両端対称形に偏在分布していたが, Feはほぼ均一に分布していた。マトリックス領域では, Niが結晶粒界で濃度減少を示し, 逆にMoが濃縮分布していた。CはSRPのB₄C/C側に多く存在した。なお, Mnの分布状況はNiと同様にSRPのB₄C/C側に偏在していた。

4. 照射後試験結果の検討

4.1 Ni, FeおよびCrの移行

試験に供した8個の Hastelloy X R 合金は、全て反応領域の形状がラグビーボールのような楕円球体で、その大きさは長軸が100～400 μm、短軸が50～200 μmの範囲であった。すなわち、SRPの形状は長軸 a と短軸 b の比が2:1で、楕円形の離心率 e はその定義 ($e = \sqrt{1 - b^2/a^2}$) より計算して、 $\sqrt{3}/2$ (0.866) となる。Photo. 2 に示す断面組織のSRPは、Hastelloy X R 試料の任意の位置を切断した結果、様々な大きさのSRPとなって現れたものである。従って B₄C/C と接触した Hastelloy X R 合金の反応進行過程は、拡散によりSRPの形状が順次成長していくものと推定された。

次にSRP内部の元素分布で最も特徴的なNi, FeおよびCrの挙動について、主として平衡状態図により考察した。一般的に、合金構成元素の拡散係数は異っており、このような現象をカーケンドール効果¹¹⁾と呼んでいるが、単純な2元系合金の場合には、現象論的な解析としてDarkenの解析¹²⁾が最も良く知られている。本試験の供試合金である Hastelloy X R のようなNi基多元系合金におけるカーケンドール効果の解析は、極めて複雑でこれまでに報告された例はない。一方、実用的な見地からは、実験により容易に測定される相互拡散係数を知ることによって十分な場合が多い。従って、ここでは相互拡散係数あるいは固溶度との間で合金組成の変化と定性的に関連性のある平衡状態図を検討した。取り上げた平衡状態図は、B-Ni, B-Fe, B-Cr, C-Ni, C-FeおよびC-Crの2元系¹³⁾とFe-B-CrおよびFe-B-Niの3元系で、状態図における共晶温度、共晶組成および液相線の勾配(融点と共晶温度との温度差に対する共晶組成の比)について検討した。これらの数値を次の表に示す。

	Ni	Fe	Cr
融点(°C)	1453	1535	1875
共晶温度(°C)	B - 1140	1149	1563
	C - 1318	1147	1498
共晶組成(at%)	B - 18.5	17	12.2
	C - 10	17.3	13
融点-共晶温度	B - 16.9	22.7	25.6
共晶組成	C - 13.5	22.4	29.0

上表からも明瞭なように、B-Ni系の共晶温度が最も低く、Fig. 9の2元系平衡状態図に見られるように、さらに低い第3共晶点(990°C)も存在する。3元系のFe-B-Ni系(Fig. 10)では、E点に1変系共晶反応($L \rightleftharpoons \gamma - \text{Fe} + (\text{Fe}, \text{Ni})_2\text{B}$)が1032°Cにある。このようなFe₂B-Ni₂B擬2元系が全率固溶型の状態図であることは特に注目すべきことである。一方、Fe-B-Cr系(Fig. 11)の場合、E₃-Fの狭い領域で1変形共晶反応($L \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{B} + \text{Fe}_2\text{B}$)が1226°Cに見ら

れる。また、FeとCrのBとCに対する液相線の勾配は、ほとんど同一かあるいはCの方が大きい。一方、Niの場合にはCに比較してBの方が3.4(°C/at%)大きい勾配であることから、相互拡散係数の差により、Photo.6~8に見られるようなSRP内部のNiがB₄C/C側へ偏在したものと考えられた。また、SRP内部のFeが一様に分布したことは、B-Ni系の介在により第1段階でNi₂Bを生成し、第2段階で過剰のNiと全率固溶型のFe₂Bが生成移行したことによるものと推定された。つまり、本試験の条件下ではハステロイXR合金成分のB₄C/C側への移行は主として拡散によるもので、第1段階でNiが、次にFeが付随して移行するがCrはほとんど移行しないことが判明した。すなわち、炉外試験(950°C×360ks)の結果をPhoto.9に示すように、反応形状、元素分布などの特徴は照射による影響は見られなかった。

4.2 BとCの侵食深さの差異

ハステロイXR合金マトリックスへのBとCの侵食深さは、本試験の場合、EPMAによる線分析の結果ではBが約280μmに達しているがCは約75μmであった。但し、Cの測定は合金成分として0.08wt%含有しているCと、拡散侵入したCとの区別は実際上不可能であった。しかし、C以外の元素の線分析プロフィールは、やや不規則ではあるがステップ状に漸増漸減しており、Cのプロフィールだけが極端に減少したものとなっている。従って、侵入したCはこの急激な減少の位置まで達したものと判断し、それ以降の微少なピーク変動はγ相マトリックスに溶解したCあるいは未溶解炭化物として析出したCによるものと考えられた。

ここでマトリックスへのBとCの拡散侵食深さの大きな差異はいかなる原因によるかを検討するため、γ-Fe中のBとCの拡散係数^{15), 16)}を絶対温度の逆数でプロットした。Fig.12に示すように本試験のヘリウム雰囲気ガス温度である850°C付近の拡散係数は、Bの場合が $1.2 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ 、Cが $8.8 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ である。つまり、γ-Feへの拡散はCよりもBの方が速いことを示している。しかし、950°C付近より高い温度域では逆転してCの拡散速度の方が速くなる。このような逆転の原因は以下の理由による。アレニウスの式中の活性化エネルギーQの値がBの場合90.4 kJ/molであるのに対し、Cは133.9 kJ/molと約1.5倍もCの方が高くなっている。すなわち拡散(エンタルピー項)に要するエネルギーはBの方が小さくて済むことを意味している。一方、エントロピー項あるいは振動数項とも呼ばれる拡散定数D₀は、Bに比較してCの方が75倍も大きな数値となっており、これは結晶の原子振動数あるいは格子間拡散原子のジャンプ頻度など物質に固有の性質ではCの方が拡散に有利であることを意味している。このようにエンタルピー項とエントロピー項の逆転関係がBとCとの拡散係数の逆転を生じたのである。このような傾向はγ-Feの場合よりもNiを母相とした多元系合金の場合の方がより顕著にあらわれることは、前出のB-Ni系およびFe-B-Ni系平衡状態図より容易に推定される。

次に、Bの拡散侵入の結果、ハステロイXR合金にどのような化合物が生ずるか考察した。合金中のBの効果について一般的には、例えばステンレス鋼に0.2%程度のBを添加して高温クリープ強度を高めたり、粒界腐食感受性の緩和あるいは析出硬化性の改良などの有益な効果が認められている¹⁴⁾。また、Ni基合金の結晶粒界にBが偏析する現象をSIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)を用いて確認した例も報告されている¹⁷⁾。さらに、BはMoとの化学的親和性が

強いため、粒界に Mo_3B_2 あるいはモリブデンに富んだホウ炭化物 $\text{M}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ を形成するとも言われている¹⁸⁾。 Hastelloy X を長時間燃鈍 (870 °C × 57.6 Ms) した結果では、粒界にモリブデンに富んだ M_{23}C_6 、 M_{12}C および μ 相が析出し、引張り強度および 0.2 % 降伏強さを低下させた例もある¹⁹⁾。

本試験の Hastelloy XR は、線分析における Mo と B の濃度プロファイルの相似性および面分析での Mo が粒界に偏析していることが確認されていることから、 Mo_3B_2 あるいは Mo_{23}B_6 のようなモリブデンホウ化物が粒界に析出したものと推定された。

4.3 照射効果

ここでは照射効果を高速中性子 ($E > 0.16$ pJ) による拡散係数の促進効果と、熱中性子 ($E < 0.11$ aJ) による核反応により生成されるリチウム効果および発熱効果に分けて検討した。

(1) 拡散係数の促進効果

化学的両立性を評価する指標の1つとしての拡散係数は、物質の格子欠陥の増大によって促進される。拡散が空孔などの格子欠陥を媒介として行われる場合、拡散係数は空孔濃度に比例する。熱平衡状態における拡散係数 D_{th} は次式で表わせる²⁰⁾。

$$D_{th} = D_v \cdot C_v \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで D_v : 空孔拡散係数

$$D_v = A \cdot a^2 \cdot \nu_0 \cdot e^{-U_m/kT} \quad \dots\dots\dots (2)$$

C_v : 空孔濃度

$$C_v = e^{-U_f/kT} \quad \dots\dots\dots (3)$$

(2), (3) 式を(1)式に代入して

$$D_{th} = A \cdot a^2 \cdot \nu_0 \cdot e^{-(U_m+U_f)/kT} \quad \dots\dots\dots (4)$$

ここで A : 形状因子およびエントロピー因子の総括的な定数

a : 隣接した原子の格子間距離

ν_0 : 原子の振動数

U_m : 空孔移動のための活性化エネルギー

U_f : 空孔形成のための活性化エネルギー

k : ボルツマン定数

(4) 式をアレニウスの速度式²¹⁾, $D = D_0 \cdot e^{-Q/RT}$ に対応させると $D_0 = A \cdot a^2 \cdot \nu_0$, $Q = (U_m + U_f)$ であり、物質の融点 T_m との関係式 $(U_m + U_f) = 36 T_m$ (cal/k)¹¹⁾, $A = 10^2$, $a = 10^{-10}$ m および $\nu_0 = 10^{13}$ s⁻¹ をそれぞれ代入し次式を得た。

$$D_{th} = 10^{-5} \cdot e^{-18 T_m/T} \quad \dots\dots\dots (5)$$

一方、高速中性子によって促進される空孔濃度 C_v^* は、単位時間当りの空孔生成数 \dot{N} と空孔の平均寿命 τ_v との積で表わせる²⁰⁾。

$$C_v^* = \dot{N} \tau_v \quad \dots\dots\dots (6)$$

生成した空孔がシンク (結晶粒界、転位など) へ達して消滅するまでの平均的な距離の 2 乗を \bar{x}^2 とすると、

$$\tau_v = \bar{x}^2 / Dv \dots\dots\dots (7)$$

(7)式を(6)式に代入して

$$C_v^* = \dot{N} \cdot \bar{x}^2 / Dv \dots\dots\dots (8)$$

となる。従って、照射によって導入された空孔濃度 C_v^* を(1)式に加えると、照射効果による拡散係数 D^* は次式のようになる。

$$D^* = Dv (Cv + C_v^*) \\ = Dth + \dot{N} \bar{x}^2 \dots\dots\dots (9)$$

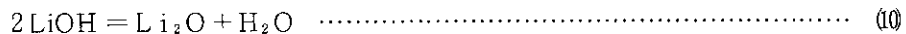
本試験における D^* を計算するため、以下の数値を用いた。高速中性子束が $1 \times 10^{12} (\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$ のとき Dines²²⁾ の数値を参考にして $\dot{N} = 10^{-16} \text{ s}^{-1}$, $\bar{x}^2 = 10^{-12} \text{ m}$ とする。また、ハステロイXRの T_m および T を 1562 K, 1123 K として(5)式により Dth を計算すると $1.34 \times 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$ となる。従って、 D^* は

$$D^* = 1.34 \times 10^{-16} + 10^{-28}$$

となるため、高速中性子による拡散係数の促進効果はほとんど無視できる。高速中性子束が $10^{18} (\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$ の場合には \dot{N} が 10^{-8} s^{-1} となるので、Fig. 13 に示すように約 0.6 T_m (ハステロイXRでは 664 °C) 以上の温度では、照射による拡散係数の促進効果は無視できる。

(2) リチウム効果

B_4C/C は、 $^{10}B(n, \alpha)^7Li$ 反応によりリチウムを生成する。 7Li は B_4C/C ペレットの表面—ハステロイXR合金試料の表面と接触—で最大の燃焼率を示し、ペレットの中心方向へ指数関数的に減少していくことが知られている^{23), 24)}。リチウムはアルカリ金属の一つで、融点 181 °C, 沸点 1327 °C で化学的に活性な性質である。照射試験温度 850 °C で生成した 7Li は、残留している B_4C/C と反応してリチウムホウ化物あるいはリチウム炭化物のような化学形態をとるか、 B_4C 結晶の格子位置でリチウム原子として存在するかであろう。前者の場合、アルゴン雰囲気中 600 ~ 700 °C で Li_2C_2 あるいは LiB_{11} を生成することが報告されている。^{25), 26)} 本試験の場合にはこの他に、ヘリウム雰囲気中の微量な不純物 H_2O や O_2 と反応して $LiOH$ あるいは Li_2O の生成も予期される。 $LiOH$ は 454 °C で融解し、その後温度の上昇とともに次のような解離反応が順次進行する。



従って、850 °C 付近の温度域では Li_2C_2 , LiB_{11} あるいは Li_2O が存在することになる。これらの化合物のうち、 Li_2O はいくつかの遷移金属と 730 °C で反応し、さらに次のような化合物を生成する。²⁷⁾

- Cr : Li_3CrO_4
- Mn : Li_2MnO_3
- Fe : Li_5FeO_4 , $LiFeO_2$, $LiFe_5O_8$
- Ni : $LiNiO_2$

一方、リチウム酸化物と B_4C/C の反応生成物を確認するために、 $LiOH \cdot H_2O$, B_4C および黒鉛の各粉末を混合し 850 °C × 3.6 ks, 1.3 mPa の試験条件で、試験後の X 線回折を行った。その結果を Table 5 に示す。すなわち、試験後には $Li_2B_2O_4 \cdot 16H_2O$ ($Li_2O \cdot B_2O_3 \cdot 16H_2O$, ホウ酸リチウム) の生成が確認された。なお、 $16H_2O$ は X 線回折測定の際、試料板に水分を添加して

固定したために表れたものである。

LiOHあるいはLi₂Oは、Ni基多元系合金およびB₄C/Cとの反応により複酸化物を生成することが分った。そこで本試験条件における⁷Li生成量を評価するため、B₄C/C中の¹⁰B燃焼度BUを次式により求めた。

$$BU = N_B \cdot \sigma_B \cdot D_P \cdot \phi_{th} / N_B \dots\dots\dots (11)$$

- ここで N_B : 初期¹⁰B装荷量 (atoms/m³)
 σ_B : ¹⁰Bの反応断面積 (3820 × 10⁻²⁸ m²)
 D_P : 減衰係数 (0.171)
 ϕ_{th} : 熱中性子照射量 (4 × 10²² m⁻²)

N_B は次式により計算した。

$$N_B = A_V \cdot \rho \cdot C_B \cdot A_B / A_W \dots\dots\dots (12)$$

- ここで A_V : アボガドロ数 (6.023 × 10²³)
 ρ : B₄C/Cの密度 (1830 Kg/m³)
 C_B : Bの濃度 (30 wt%)
 A_B : ¹⁰Bの存在比 (0.188)
 A_W : Bの原子量 (10.81)

(11), (12)式により計算した結果、BUは0.26%となった。この数値はB₄C/Cペレット1個(1.482 g)の平均値であるが、仮にペレット表面で全ての¹⁰Bが⁷Liに核変換したとすれば、ペレット1個あたり約8.8 μgの重量減少が測定されることになる。供試B₄C/Cペレットの重量変化は照射後試験結果によれば0.3~0.8 mgの減少であり、重量減少の傾向は一致するが、計算値と実測値との比は1/10も相異しており、生成した⁷Liの存在位置を確認するには不十分であった。また、リチウム効果によるハステロイXR合金反応領域の変質層(例えばLi_xM_yO_z)なども観察されなかった。

(3) 発熱効果

次に試料部の発熱量を評価し、ハステロイXR表面の温度を推定した。まず最初にB₄C/Cペレットの線出力を求めるため、熱群中性子の密度分布を積分型輸送方程式を使って求める計算コードTHERMOS-JMTR²⁸⁾により行った。その結果、242 W/mの線出力を得た。第2に試料の二次元温度分布を二次元熱計算コードGENGTC-II²⁹⁾により求めた。その結果、半径方向の温度はハステロイXRの中心部で最高898°C、外周部では890°Cを示し、ヘリウムガス温度855°Cよりも約40°C高いことが分った。軸方向の温度分布はほとんど変化のないことが分った。

これらの計算結果より、ハステロイXRの反応侵食深さを次のように推定した。

- (i) これまでの炉外試験により得られた、850°CにおけるハステロイXRとB₄C/Cとの反応侵食深さ $k_1 = 65.64 \log(t) - 60.23$ 、および750°Cにおける反応侵食深さ $k_2 = 31.84 \log(t) - 36.84$ の式³⁰⁾を用いて、アレニウスプロットを作った。
 (ii) 前項のアレニウスプロットより、31.5 Ms(1年間)あたりの侵食深さを求める式 $k_3 = 5.62 \times 10^5 \exp(-74.1 \text{ kJ/mol}/RT)$ を得た。
 (iii) 前述の計算コードにより推定した898°Cの温度における k_3 を求めた結果、275 μmとなった。

この反応侵食深さは、線分析により求めた Hastelloy XR 試料の B の侵食深さ $280 \mu\text{m}$ とほぼ一致した。すなわち、反応時間に対する k_1 および k_2 の値は 3.6 Ms 以上ではほぼ平衡に達しており、 31.5 Ms における k_3 の値と比較することができる。従って、熱中性子による試料部の発熱効果により、Hastelloy XR 合金試料との接触面は照射試験雰囲気へのヘリウムガス温度より約 40°C 高くなるため、同合金試料の反応侵食深さは k_1 (850°C) の式よりも、温度依存性を表す k_3 の式を適用した方が良いと考えられた。

5. 結 論

- (1) Hastelloy XR 合金試料は、 $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ ペレットと固体接触反応の結果、局所的な楕円形の対称形状反応生成物 (Symmetric form Reaction Products, SRP) を形成した。
- (2) SRP 内部の元素分布は、Fe が均一に分布したのに対し Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側、Cr は合金側に偏在した。Hastelloy XR 合金の主要構成元素である Fe、Ni および Cr のこのような分布挙動について、平衡状態図より検討した結果、次のように推定した。すなわち、B-Ni 系の介在により第 1 段階で Ni_3B を生成し、第 2 段階で過剰の Ni と全率固溶型の Fe_2B が生成移行していくことにより Fe が均一に分布し、Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ偏在した。一方、Cr は試験温度 (850°C) に比較してやや高い温度領域 (1226°C) に 1 変系共晶反応 ($\text{L} \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{B} + \text{Fe}_2\text{B}$) が存在するため $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ移行せず、合金側にとどまった。
- (3) Hastelloy XR 合金の B と C の反応侵食深さは、B が約 $280 \mu\text{m}$ に達したが C は約 $75 \mu\text{m}$ であった。このような反応侵食深さの顕著な差は、試験温度における拡散係数の差によるものと推定した。また、B の拡散侵入の結果、 Mo_3B_2 あるいは Mo_{23}B_6 のようなモリブデンホウ化物が粒界に析出したものと考えられた。
- (4) 高速中性子 ($E > 0.16 \text{ pJ}$) による拡散係数の促進効果は、Hastelloy XR の場合、約 670°C 以上の温度ではほとんど無視できるため、本試験における影響はないものと考えられた。
- (5) 熱中性子 ($E < 0.11 \text{ aJ}$) によるリチウム生成の両立性への効果は、複酸化物の生成が予想されるが、本試験の照射量が $4 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ で、計算による推定でも微少な生成量であるためリチウム効果の確認はできなかった。一方、試料部の発熱効果は、THERMOS-JMTR および GENGTC-II 計算コードを用いて照射試料の温度分布を測定した結果、ヘリウムガス温度より約 40°C 高いことが分った。従って、その温度 (約 900°C) における合金の侵食深さと、EPMA による B の線分析の結果とは良い一致を示した。
- (6) 高融点金属箔の反応障壁効果は、Nb、Mo、W および Re の 4 種類全てが良好であった。

謝 辞

本キャプセル (81 LM-21 J) の照射試験は、以下の課室の御協力のもとに行われたもので、これらの課室の方々に深い感謝の意を表します。

- (1) キャプセル設計、製作、照射

この反応侵食深さは、線分析により求めた Hastelloy XR 試料の B の侵食深さ $280 \mu\text{m}$ とほぼ一致した。すなわち、反応時間に対する k_1 および k_2 の値は 3.6 Ms 以上ではほぼ平衡に達しており、 31.5 Ms における k_3 の値と比較することができる。従って、熱中性子による試料部の発熱効果により、Hastelloy XR 合金試料との接触面は照射試験雰囲気へのヘリウムガス温度より約 40°C 高くなるため、同合金試料の反応侵食深さは $k_1(850^\circ\text{C})$ の式よりも、温度依存性を表す k_3 の式を適用した方が良いと考えられた。

5. 結 論

- (1) Hastelloy XR 合金試料は、 $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ ペレットと固体接触反応の結果、局所的な楕円形の対称形状反応生成物 (Symmetric form Reaction Products, SRP) を形成した。
- (2) SRP 内部の元素分布は、Fe が均一に分布したのに対し Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側、Cr は合金側に偏在した。Hastelloy XR 合金の主要構成元素である Fe、Ni および Cr のこのような分布挙動について、平衡状態図より検討した結果、次のように推定した。すなわち、B-Ni 系の介在により第 1 段階で Ni_2B を生成し、第 2 段階で過剰の Ni と全率固溶型の Fe_2B が生成移行していくことにより Fe が均一に分布し、Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ偏在した。一方、Cr は試験温度 (850°C) に比較してやや高い温度領域 (1226°C) に 1 変系共晶反応 ($\text{L} \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{B} + \text{Fe}_2\text{B}$) が存在するため $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ移行せず、合金側にとどまった。
- (3) Hastelloy XR 合金の B と C の反応侵食深さは、B が約 $280 \mu\text{m}$ に達したが C は約 $75 \mu\text{m}$ であった。このような反応侵食深さの顕著な差は、試験温度における拡散係数の差によるものと推定した。また、B の拡散侵入の結果、 Mo_3B_2 あるいは Mo_{23}B_6 のようなモリブデンホウ化物が粒界に析出したものと考えられた。
- (4) 高速中性子 ($E > 0.16 \text{ pJ}$) による拡散係数の促進効果は、Hastelloy XR の場合、約 670°C 以上の温度ではほとんど無視できるため、本試験における影響はないものと考えられた。
- (5) 熱中性子 ($E < 0.11 \text{ aJ}$) によるリチウム生成の両立性への効果は、複酸化物の生成が予期されるが、本試験の照射量が $4 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ で、計算による推定でも微少な生成量であるためリチウム効果の確認はできなかった。一方、試料部の発熱効果は、THERMOS-JMTR および GENGTC-II 計算コードを用いて照射試料の温度分布を測定した結果、ヘリウムガス温度より約 40°C 高いことが分った。従って、その温度 (約 900°C) における合金の侵食深さと、EPMA による B の線分析の結果とは良い一致を示した。
- (6) 高融点金属箔の反応障壁効果は、Nb、Mo、W および Re の 4 種類全てが良好であった。

謝 辞

本キャプセル (81 LM-21 J) の照射試験は、以下の課室の御協力のもとに行われたもので、これらの課室の方々に深い感謝の意を表します。

- (1) キャプセル設計, 製作, 照射

この反応侵食深さは、線分析により求めた Hastelloy XR 試料の B の侵食深さ $280 \mu\text{m}$ とほぼ一致した。すなわち、反応時間に対する k_1 および k_2 の値は 3.6 Ms 以上ではほぼ平衡に達しており、 31.5 Ms における k_3 の値と比較することができる。従って、熱中性子による試料部の発熱効果により、Hastelloy XR 合金試料との接触面は照射試験雰囲気へのヘリウムガス温度より約 40°C 高くなるため、同合金試料の反応侵食深さは $k_1(850^\circ\text{C})$ の式よりも、温度依存性を表す k_3 の式を適用した方が良いと考えられた。

5. 結 論

- (1) Hastelloy XR 合金試料は、 $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ ペレットと固体接触反応の結果、局所的な楕円形の対称形状反応生成物 (Symmetric form Reaction Products, SRP) を形成した。
- (2) SRP 内部の元素分布は、Fe が均一に分布したのに対し Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側、Cr は合金側に偏在した。Hastelloy XR 合金の主要構成元素である Fe、Ni および Cr のこのような分布挙動について、平衡状態図より検討した結果、次のように推定した。すなわち、B-Ni 系の介在により第 1 段階で Ni_3B を生成し、第 2 段階で過剰の Ni と全率固溶型の Fe_2B が生成移行していくことにより Fe が均一に分布し、Ni は $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ偏在した。一方、Cr は試験温度 (850°C) に比較してやや高い温度領域 (1226°C) に 1 変系共晶反応 ($\text{L} \rightleftharpoons \text{Cr}_2\text{B} + \text{Fe}_2\text{B}$) が存在するため $\text{B}_4\text{C}/\text{C}$ 側へ移行せず、合金側にとどまった。
- (3) Hastelloy XR 合金の B と C の反応侵食深さは、B が約 $280 \mu\text{m}$ に達したが C は約 $75 \mu\text{m}$ であった。このような反応侵食深さの顕著な差は、試験温度における拡散係数の差によるものと推定した。また、B の拡散侵入の結果、 Mo_3B_2 あるいは Mo_{23}B_6 のようなモリブデンホウ化物が粒界に析出したものと考えられた。
- (4) 高速中性子 ($E > 0.16 \text{ pJ}$) による拡散係数の促進効果は、Hastelloy XR の場合、約 670°C 以上の温度ではほとんど無視できるため、本試験における影響はないものと考えられた。
- (5) 熱中性子 ($E < 0.11 \text{ aJ}$) によるリチウム生成の両立性への効果は、複酸化物の生成が予期されるが、本試験の照射量が $4 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$ で、計算による推定でも微少な生成量であるためリチウム効果の確認はできなかった。一方、試料部の発熱効果は、THERMOS-JMTR および GENGTC-II 計算コードを用いて照射試料の温度分布を測定した結果、ヘリウムガス温度より約 40°C 高いことが分った。従って、その温度 (約 900°C) における合金の侵食深さと、EPMA による B の線分析の結果とは良い一致を示した。
- (6) 高融点金属箔の反応障壁効果は、Nb、Mo、W および Re の 4 種類全てが良好であった。

謝 辞

本キャプセル (81 LM-21 J) の照射試験は、以下の課室の御協力のもとに行われたもので、これらの課室の方々に深い感謝の意を表します。

- (1) キャプセル設計、製作、照射

大洗研究所材料試験炉部 照射第2課, 東海研究所技術部 工作課

(2) 照射後試験

大洗研究所材料試験炉部 ホットラボ課

また, 本キャプセル照射利用の便宜を与えていただいた下川純一氏(元燃料工学部長), 井川勝市氏(前燃料照射研究室長)および宮本喜晟氏(動力炉開発安全性研究管理部多目的高温ガス実験炉設計室長)に感謝の意を表します。計算コードの利用に際しては, 白石忠男氏(材料試験炉部計画課主査)より多大の御協力を頂き謝意を表します。照射データについては北島敏男氏(照射第2課主査)より特段の御協力を頂き感謝いたします。

参考文献

- 1) 日本原子力研究所：「JMTR照射ハンドブック」, JAERI-M83-053, (1983年2月)
- 2) O.M. Stansfield : "Examination of Peach Bottom HTGR control rod, control rod guide tube, and thermally released shutdown rod C08-01 after 300 effective full power days of operation", GA-10196, (1970)
- 3) R. Pearson, et al., : "Hinkley Point B, A Survey of Design and Construction", Nucl. Eng., 1968, p.652
- 4) 荒井長利, 他, : 「西独における高温ガス炉開発の概況」, JAERI-M84-151, (1984年9月)
- 5) 安川 茂 : 「ドラゴン炉(第1部炉心・プラント構成と機器)」, (未公開資料), (1970)
- 6) 照射第3課資料 : 「OGL-1ガス分析報告書」, (非公開資料) (1982)
- 7) 新居和嘉 : 「金属材料の高温酸化と高温腐食」, 腐食防食協会編, 丸善k.k., (1982)
- 8) W.J. Quadackers, et al., : "Thermodynamic and kinetic aspects of the corrosion of High-Temperature alloys in High-Temperature Gas-Cooled Reactor helium", Nucl. Tech., vol.66, p.383, (1984)
- 9) 新藤雅美, 他, : 「Ni基耐熱合金のヘリウム中の高温酸化におよぼすMn, Siの影響」, 鉄と鋼, 第68年第10号P.150, (1982)
- 10) 材料試験炉部計画課 : 「中性子照射量報告書」 (非公開資料) (1983)
- 11) P.G. Shewmon : "Diffusion in Solid", McGraw-Hill Book Company, Inc., (1963)
- 12) 平野賢一 : 「結晶格子欠陥」, 材料化学講座2, 朝倉書店, (1974)
- 13) M. Hansen : "Constitution of Binary Alloys", McGraw-Hill, N.Y., (1958)
- 14) 金子秀夫, 他 : 「Bを含むステンレス鋼中に存在するホウ化物について」, 日本金属学会誌 第30巻 第2号 P.157 (1966)
- 15) W. Jost : "Diffusion in Solids, Liquids, Gases", Academic Press INC., N.Y., (1952)
- 16) W.H. Rothery : "The Structures of Alloys of Iron : An Elementary Introduction", Pergamon Press Ltd., Eng., (1966)
- 17) J.M. Walsh, et al., : "Direct Evidence for Boron Segregation to Grain Boundaries in a Nickel-Base Alloy by Secondary Ion Mass Spectrometry", Metall. Trans. A, vol.6A p.226 (1975)
- 18) M.A. Burke, et al., : "The Effect of Boron and Carbon on the Microstructural Chemistries of Two Wrought Nickel Base Superalloys", Scripta Metall., vol.18 p.91 (1984)
- 19) H.M. Tawancy : "Long-term ageing characteristics of Hastelloy alloy X", Jour. Mat. Sci. 18 (1983) p.2976

- 20) J.A. Brinkman, et al., : "Mechanisms of radiation damage in reactor materials", ASTM Special Technical Publication, No.380 p.27 (1964)
- 21) J. Wulff : "Thermodynamics of Structure", John Wiley & Sans, Inc., N.Y., (1964)
- 22) G.J. Dienes, et al., : "Radiation Enhanced Diffusion in Solids", Pergamon Press, N.Y., Metall. and Fuels vol.3, (1961), p.161
- 23) A.L. Pitner, et al., : "Irradiation of Boron Carbide Pellets and Powders in Hanford Thermal Reactors", WHAN-FR-24, (1970)
- 24) O.M. Stanfield : "Neutron Irradiation Effects in Boronated Graphite, Hafnated Graphite, B₄C, and HfC", GA-10648, (1971)
- 25) D.R. Secrist : "Compound Formation in the Systems Lithium-Carbon and Lithium-Boron", Jour. Am. Ceram. Soc., vol.50, No.10, p.520 (1967)
- 26) W.F. Sheely : "Quarterly Progress Report", BNWL-1349-2, p.6.10 (1970)
- 27) R.J. Pulham, et al., : "Chemical Compatibility Between Lithium Oxide and Transition Metals", Jour. Nucl. Mat., vol.122 & 123, p.1243 (1984)
- 28) 飯田浩正, 他 : 「熱群セル計算コードの改良 (THERMOS-JMTR)」, JAERI - M 6071 (1975)
- 29) 野村 靖 : 「キャプセル熱計算コードGENGTCの整備と二次元熱計算」, (未公開資料), (1978)
- 30) 馬場信一, 他 : 「耐熱合金と炭化ホウ素との両立性(2)」, JAERI - M 82-196 (1982)
- 31) O.M. Stansfield : "Irradiation-Induced Dimensional Change in HTGR Control Materials", Gulf-GA-A12035, (1972)

Table 1 Irradiation test program for compatibility of VHTR CRD sheath materials

	82	83	84	85	86	87	88	89
OGL-1 81LM-21J	#60Irrrd#63 PIE Rep							
83LM-23J				#67Irrrd#69 PIE Rep				
84LM-24J					#70Irrrd #76 PIE Rep			
Capsules 83M- 8J					#69Irrrd PIE Rep			
84M-38J					#73Irrrd PIE Rep			
84M-39J					#72Irrrd#76 PIE Rep			

#nn:JTR Irradiation cycle number
Irrd:Irradiation period
PIE:Post-Irradiation Examination
Rep:Reporting

Table 2 Impurity concentration in helium coolant

Impurities	concentration for OGL-1 in JMTR(#60,#61)	primary coolant in VHTR	
		limitation aim	in operation
H ₂ O	0.22~0.33	<0.65	0.2
H ₂	<2.0	<2.5	2.0
CO ₂	0.09~0.14	0.45~0.8	0.1
CO	<0.14	<2.5	2.0
CH ₄	<0.25	<24	0.2
N ₂	0.42~0.49	—	2.2
O ₂	0.19~0.63	— 0	— 0

(Vpm)

Table 3 Chemical compositions of Hastelloy XR

C	Mn	Si	Ti	S	Cr	Co	Mo	W	Fe	Ni	Al
0.08	0.9	0.3	0.05	0.005	21.96	0.1	9.18	0.51	18.28	Bal	0.05

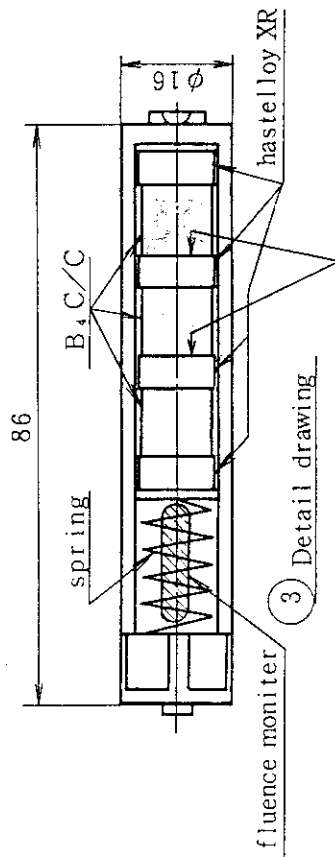
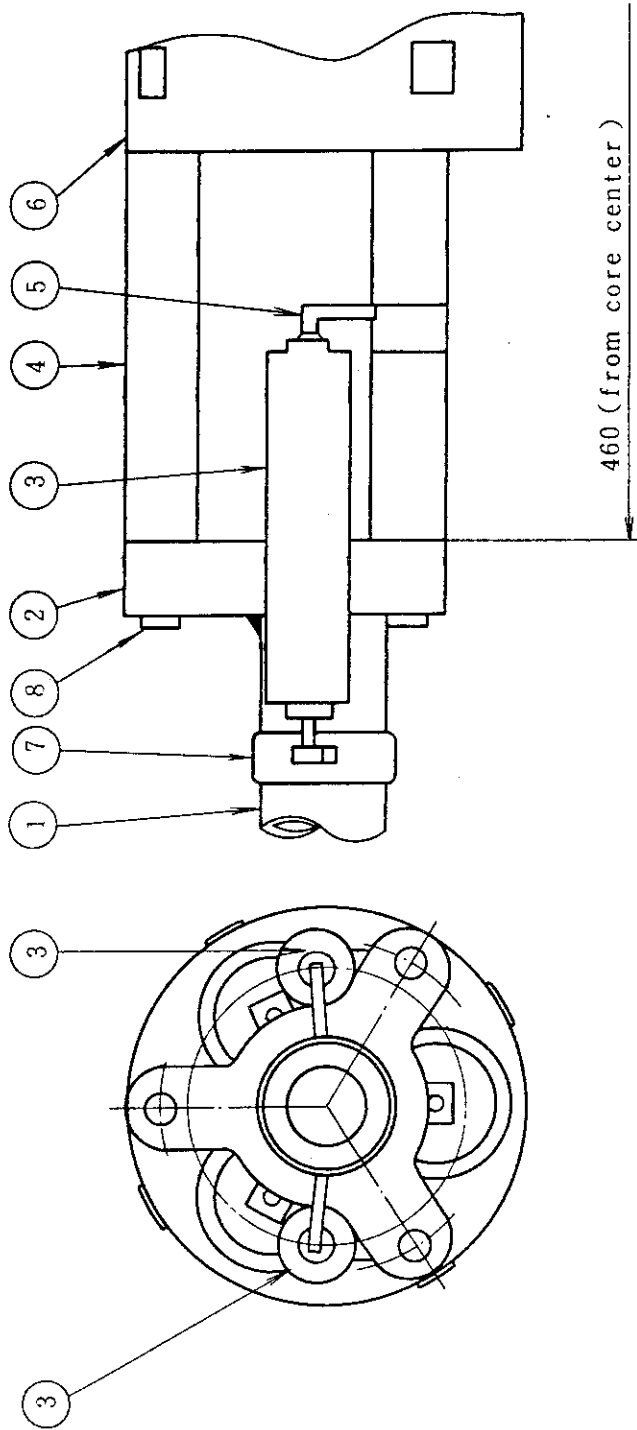
Table 4 Specific gravity, porosity and its average diameter of B₄C/C pellets

B ₄ C/C	db	d	P _o (%)	P _o (%)	P _c (%)	P _o (μm)
56y-L	1.70	2.42	29.8	22.6	7.2	0.2
56y-M	1.87	2.42	22.7	16.4	6.3	0.1
56y-H	1.97	2.42	18.6	12.7	5.9	0.08
58y-M	1.86	2.41	22.8	18.2	4.6	0.2

db:bulk specific gravity
d :true specific gravity
P_o :porosity
P_o :open porosity
P_c :close porosity
P_o :average diameter of porosity

Table 5 Results of X-ray diffraction analysis from the reaction products formed on mixed powder

		6-0555		28-557		14-674			
		(B ₄ C)		5R		Li ₂ B ₂ O ₄ ·16H ₂ O		Li ₂ B ₁₀ O ₁₆ ·H ₂ O	
		18	5.7119			5.70	60		
		13	4.5482					4.49	100
		15	4.1872			4.20	40		
4		22	4.0733					4.07	80
	2	50	3.8144	3.79	70				
5		47	3.3857					3.38	100
		11	3.2995			3.29	50		
6		21	3.0973			3.10	70	3.10	100
7		34	2.9005			2.90	100		
8		25	2.8376			2.84	40		
9		21	2.8202	2.81	30				
		12	2.7200			2.72	20		
	3	62	2.5974			2.59	20		
	1	100	2.3840	2.38	100				
		6	2.3074	2.30	10				
		7	2.2467			2.25	10		
		5	2.1542			2.15	10		
		19	2.0924			2.09	30		
		12	2.0299			2.03	20		
		11	1.9395			1.94	20		
		9	1.8974			1.90	20		
		9	1.8158			1.81	10		
		7	1.7666			1.77	20		
		10	1.7173	1.714	30				
		10	1.5043	1.505	20				
		13	1.4638	1.463	30				
		13	1.4475	1.446	30				
		18	1.4029	1.403	30				
		9	1.3395						Unknown
		7	1.3264	1.326	20				
		10	1.3152						Unknown
		8	1.2610	1.261	20				
		5	1.1921	1.191	10				



Number	Parts Name	Material
1	hanger rod	hastelloy X
2	assembly hanger	hastelloy X
3	irradiated pin	B ₄ C/C, hastelloy XR
4	holder rod	hastelloy X
5	lower arm rod	hastelloy X
6	upper support ring	hastelloy X
7	upper arm rod	hastelloy X
8	tie rod	hastelloy X

Fig. 1 Set view of compatibility test pieces with OGL-1 irradiated sample

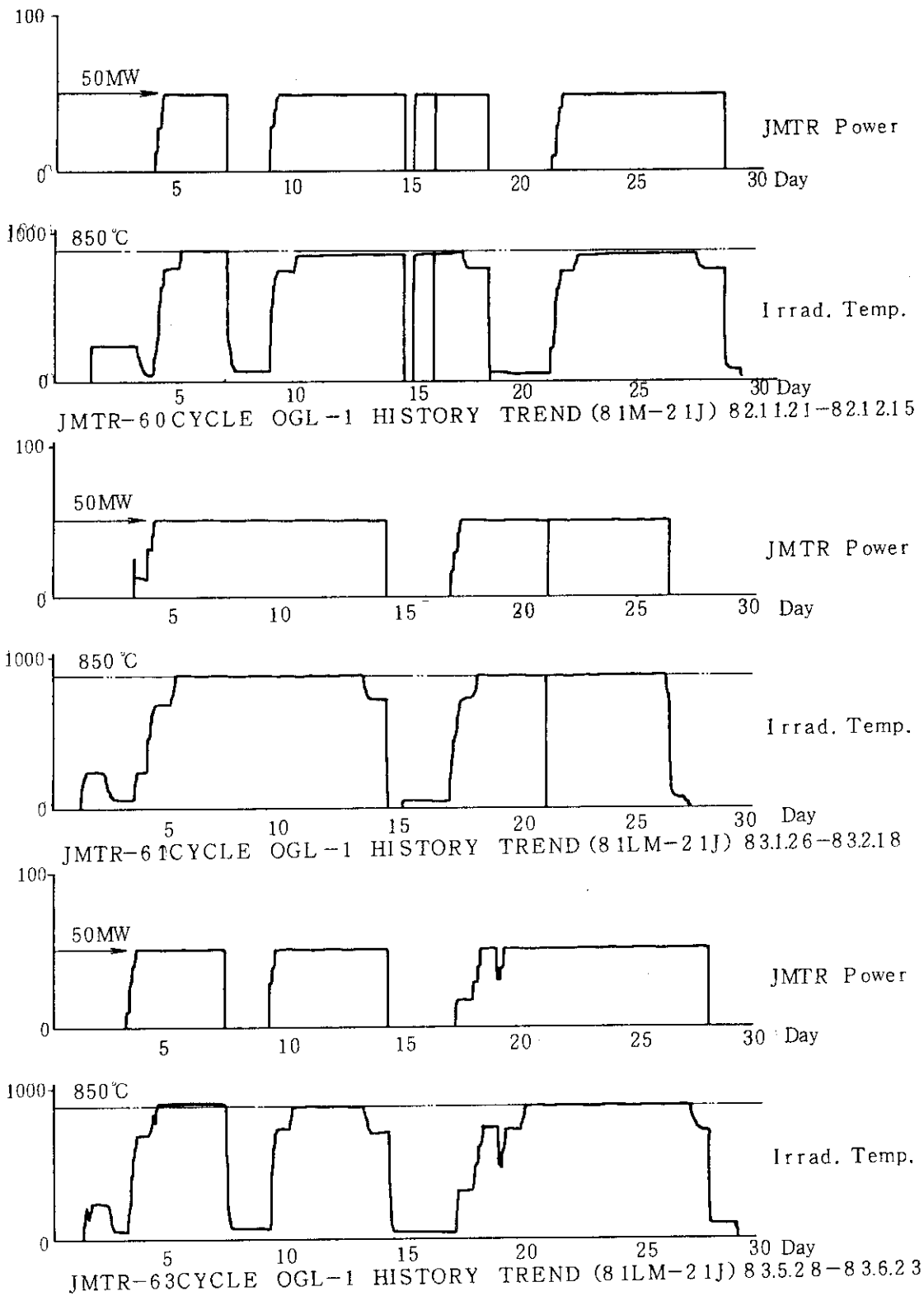


Fig. 2 JMTR power histories and irradiation temperature of irradiated pins (81LM-21J) from JMTR-60 cycle to -63 cycle (except for -62 cycle, cause of no operation)

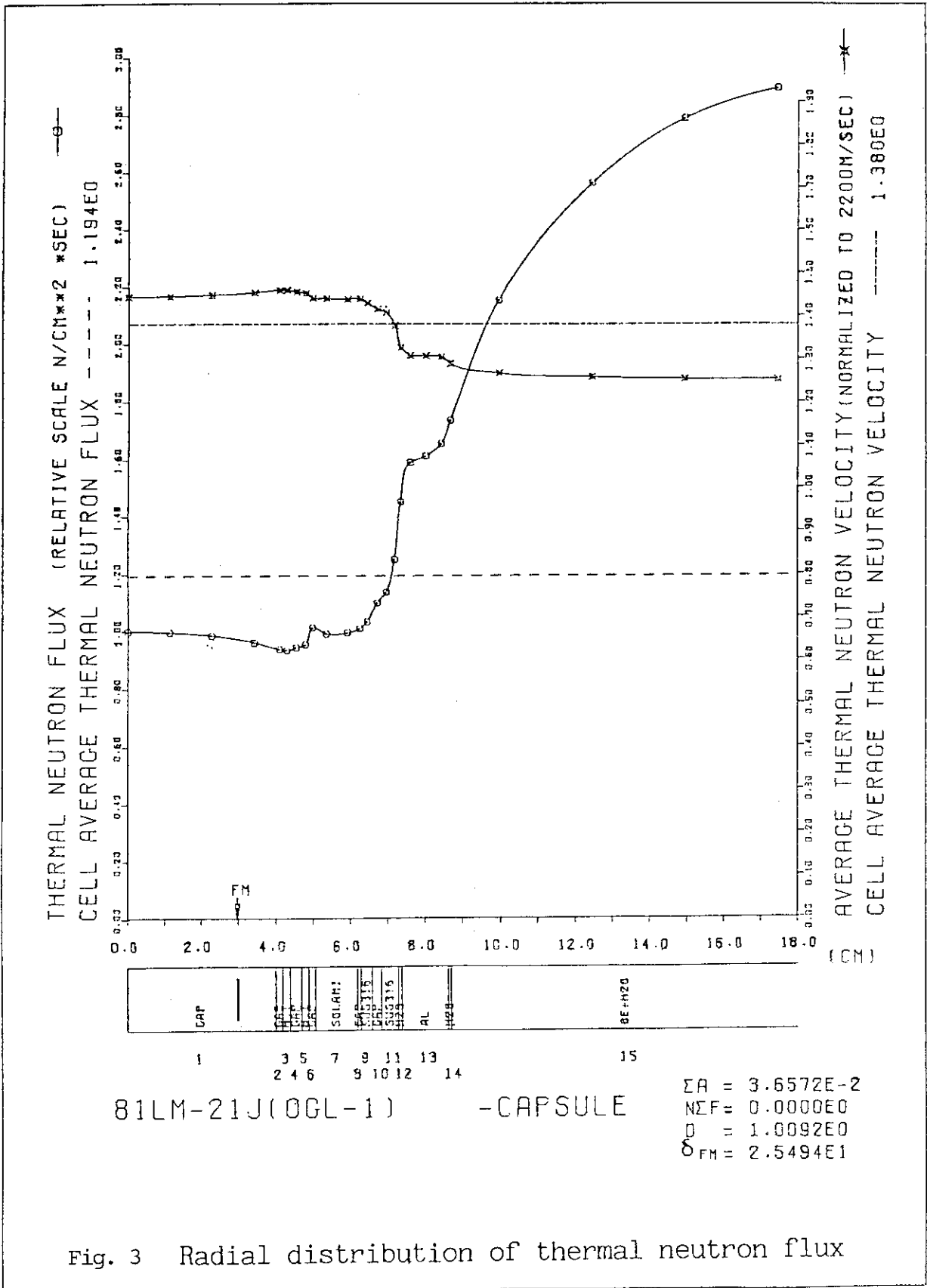


Fig. 3 Radial distribution of thermal neutron flux

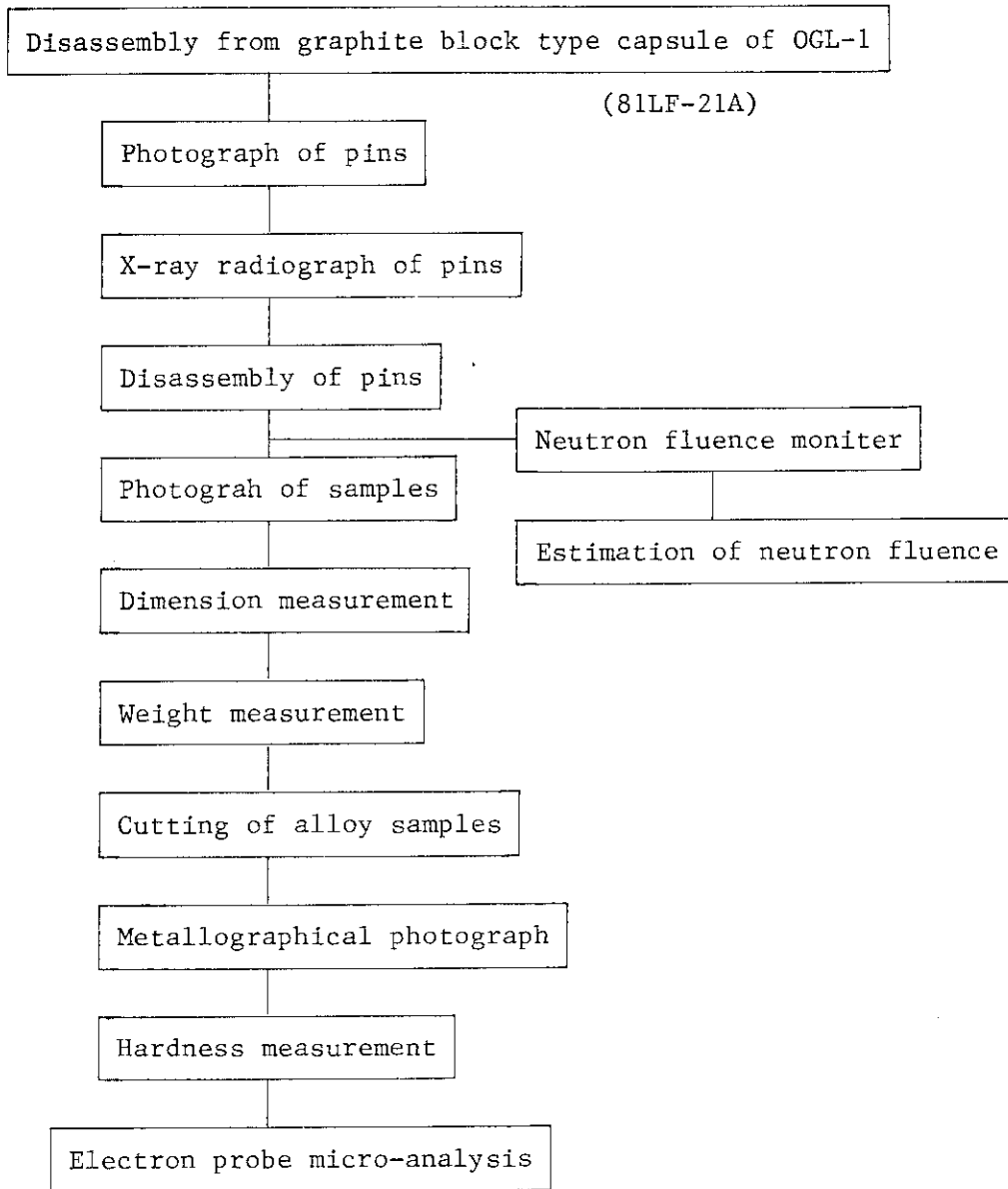
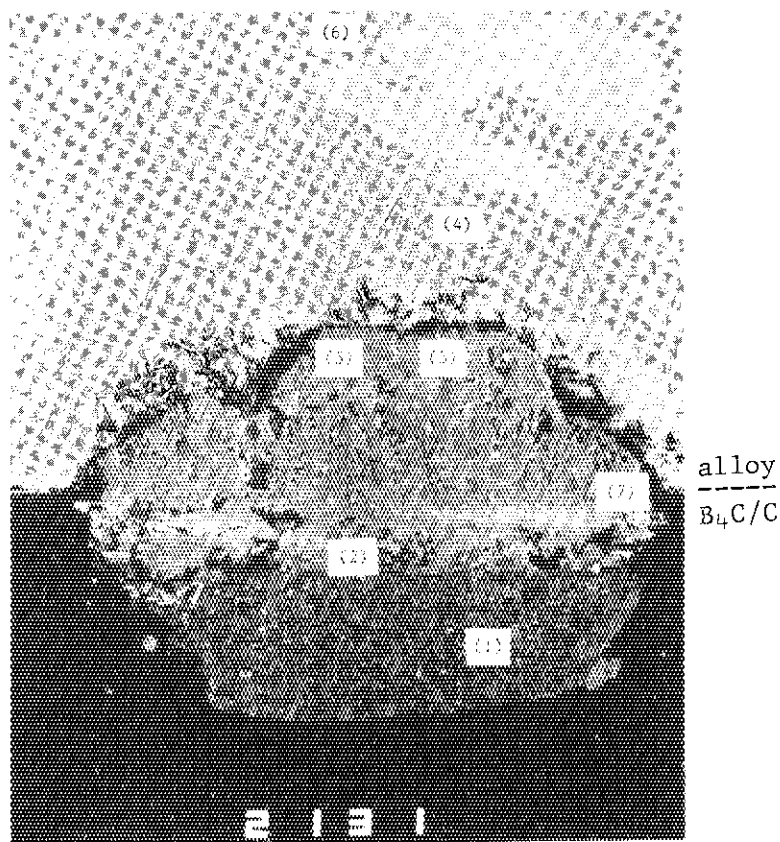


Fig. 4 Flow diagram of post-irradiation examination for 81LM-21J capsule



Number of Analysis Point by EDS for Hastelloy XR alloy

Elements	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	Composition
Ni	4000	4500	3200	1500	3400	4400	400	Base Element
Fe	1200	4000	1900	1200	2700	2800	1000	18.28 %
Cr	300	1500	3800	5800	2800	4700	13000	21.96 %
Mo	—	—	5000	13400	5300	2300	4300	9.18 %
Si	1000	1200	1400	2100	1600	1400	1400	0.3 %

Note: Numerical counts by EDS analysis
 — is no detectable

Fig. 5 Electron microprobe analysis by energy dispersive spectroscopy of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)

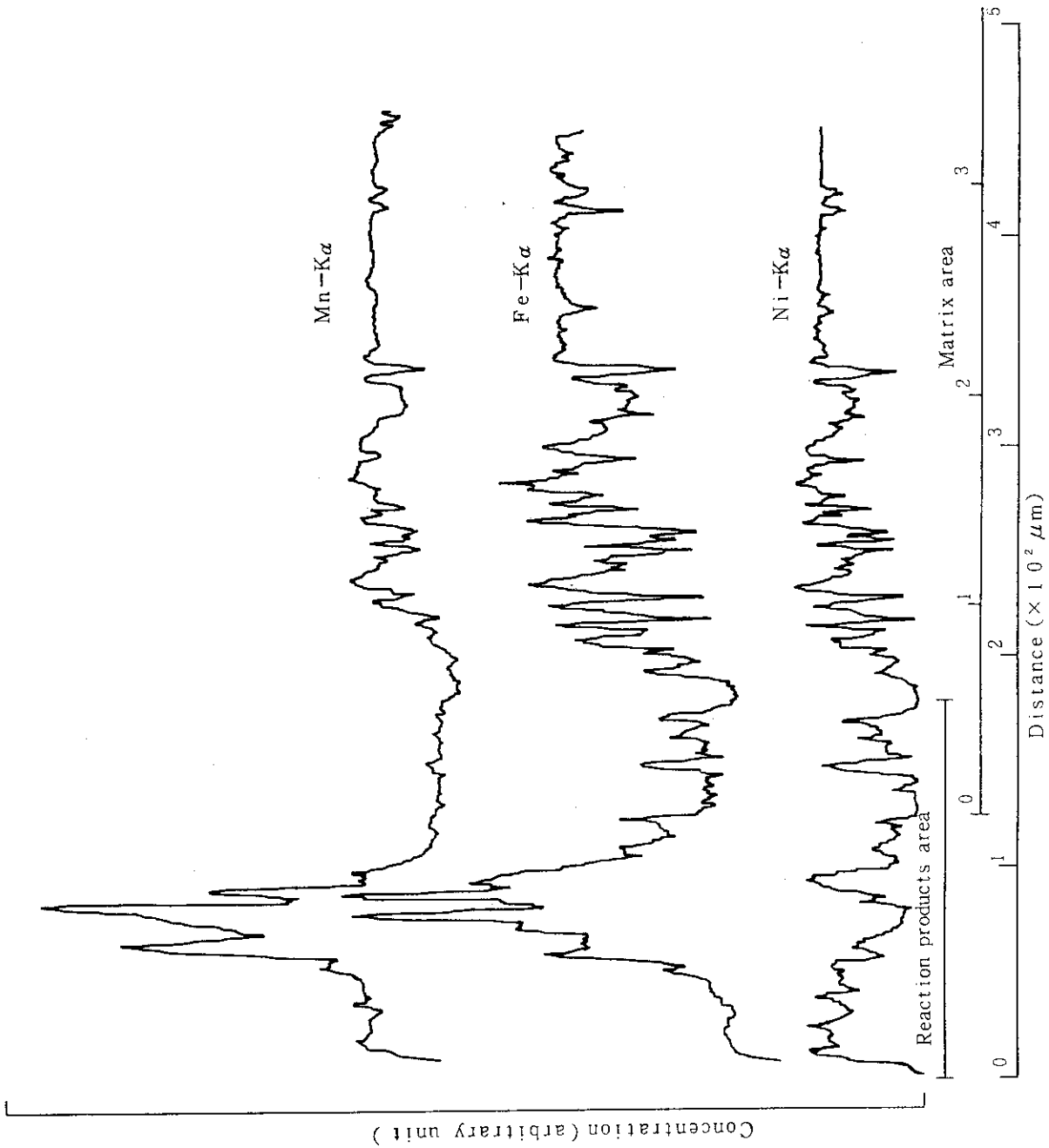


Fig. 6 Electron microprobe line scanning analysis of manganese, iron and nickel across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)

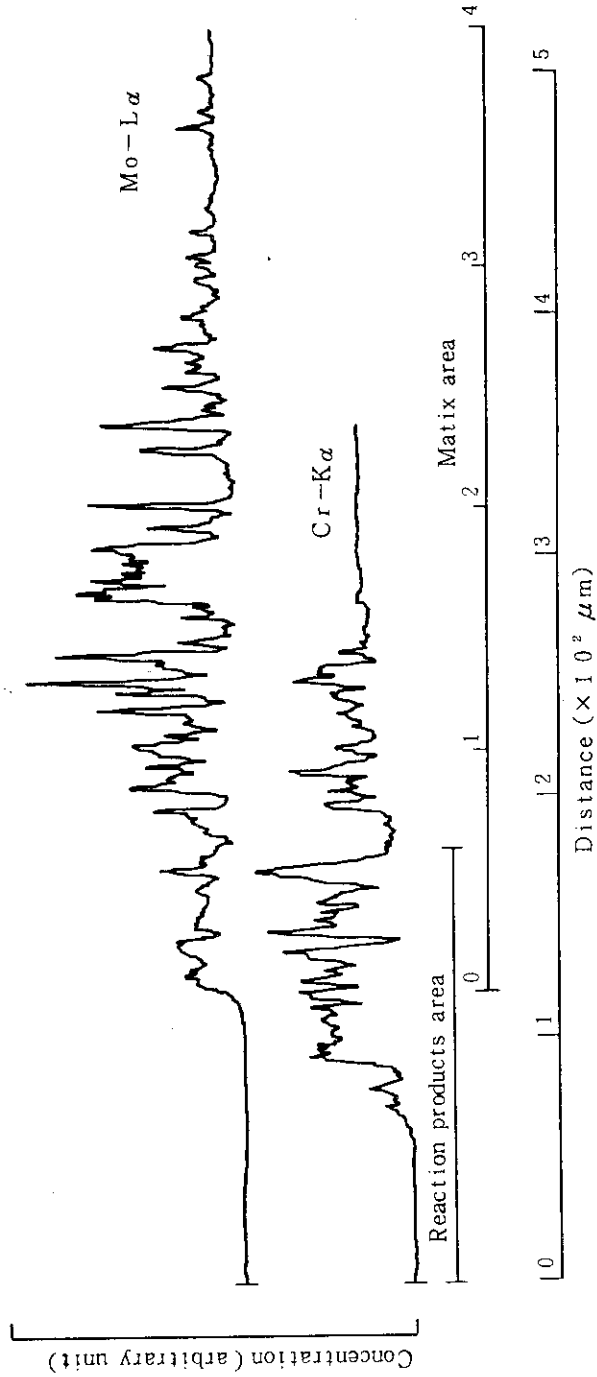


Fig. 7 Electron microprobe line scanning analysis of molybdenum and chromium across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)

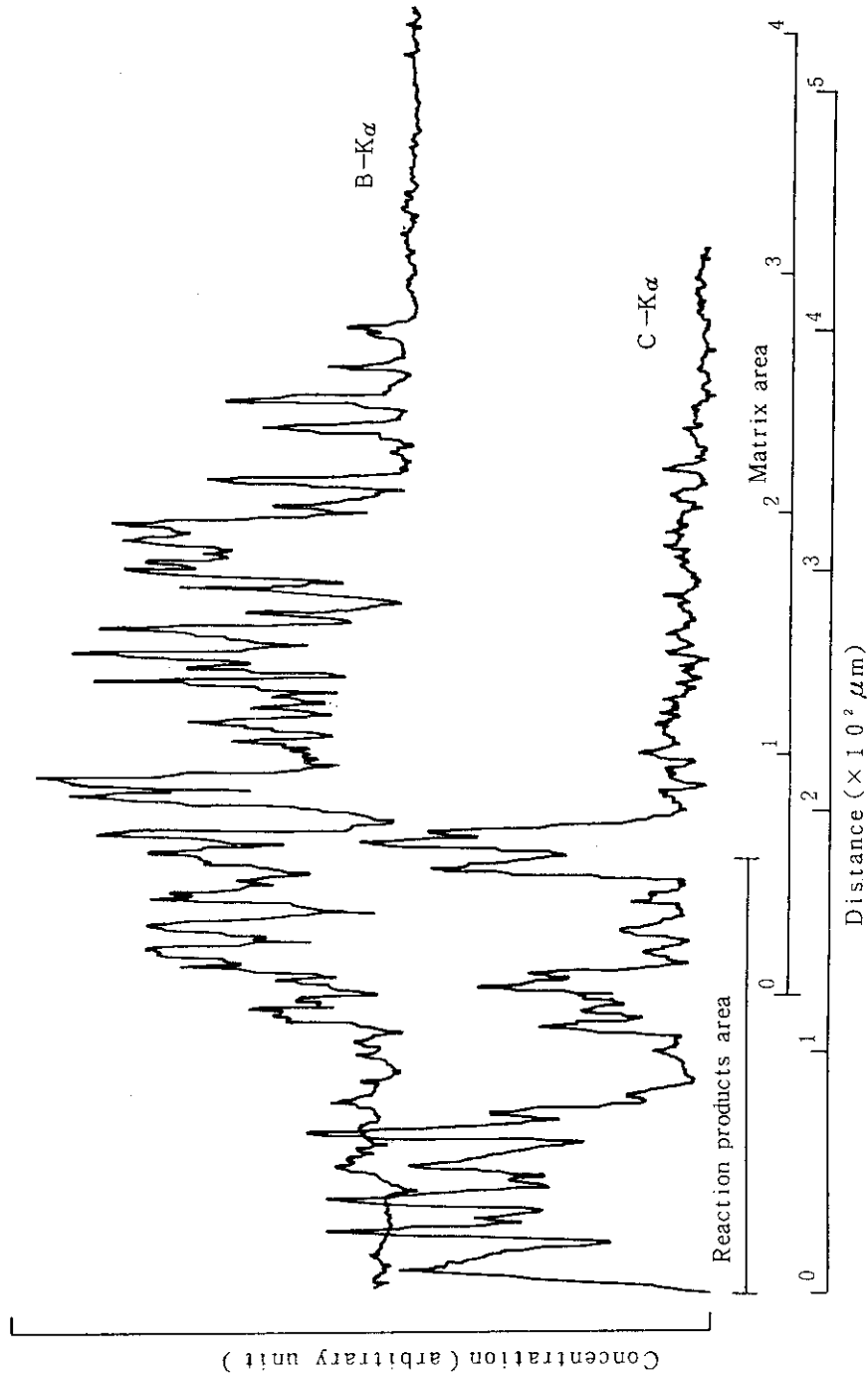


Fig. 8 Electron microprobe line scanning analysis of boron and carbon across the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet irradiated at OGL-1 in JMTR (81LM-21J)

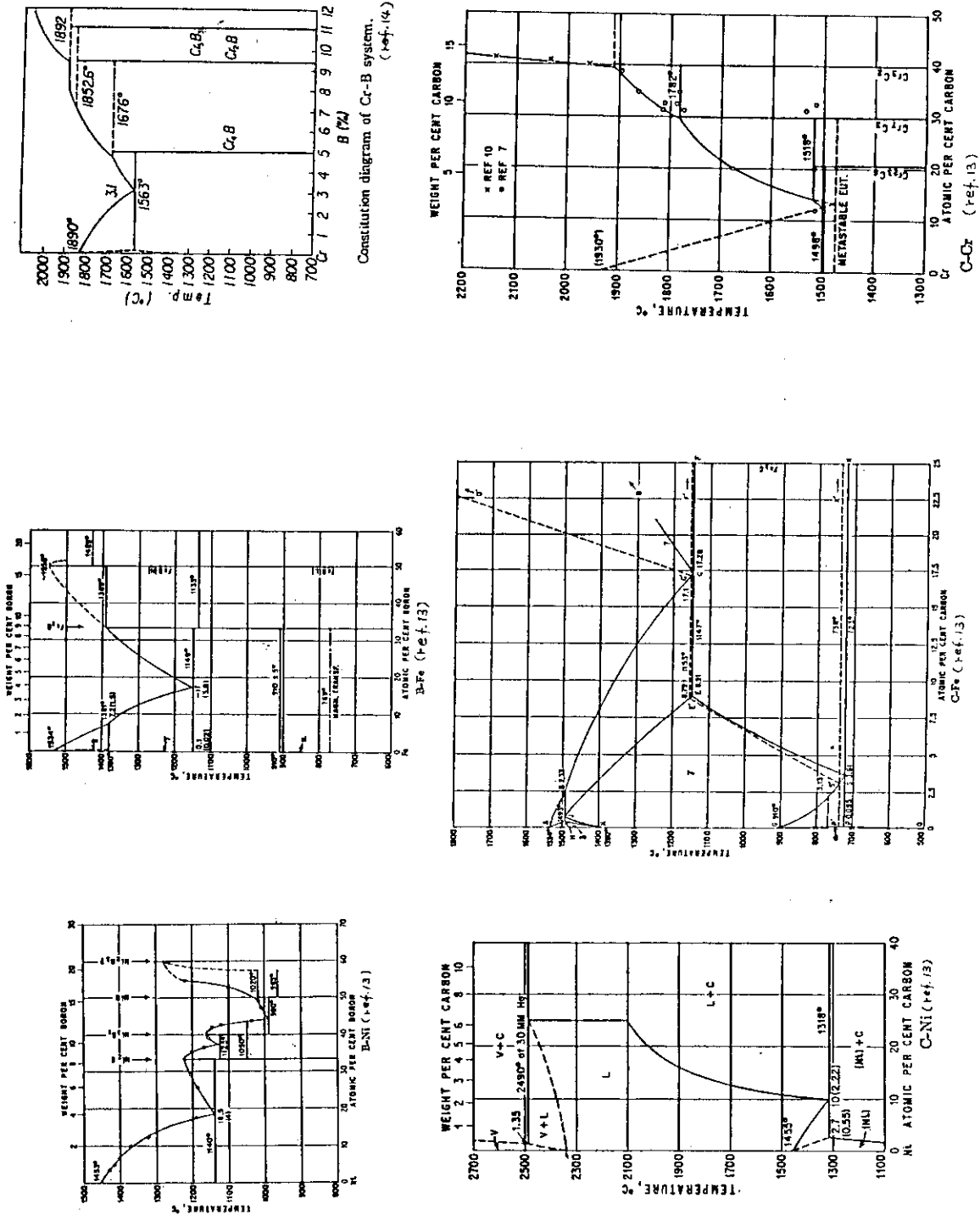


Fig. 9 Constitution of binary alloys in equilibrium diagrams of the system B- and C-

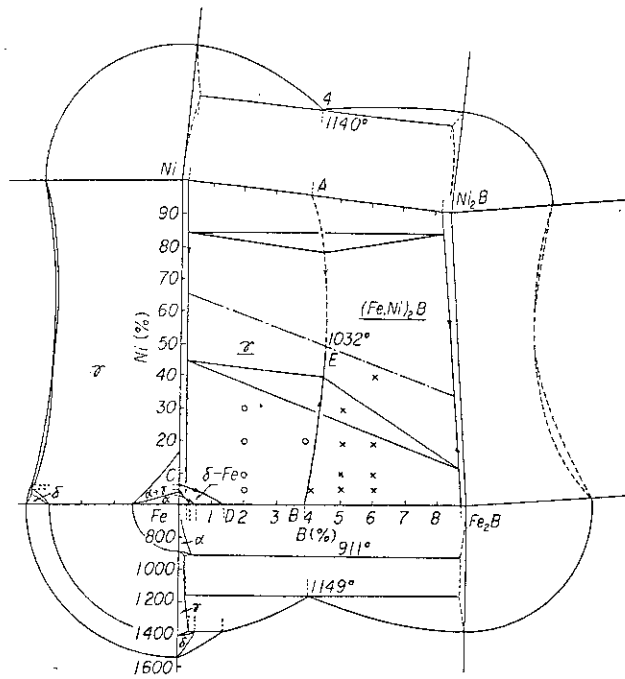


Fig. 10 Basal projection of liquidus surfaces and ternary reaction triangles in the equilibrium diagram of the system Fe-B-Ni. (ref. 14)

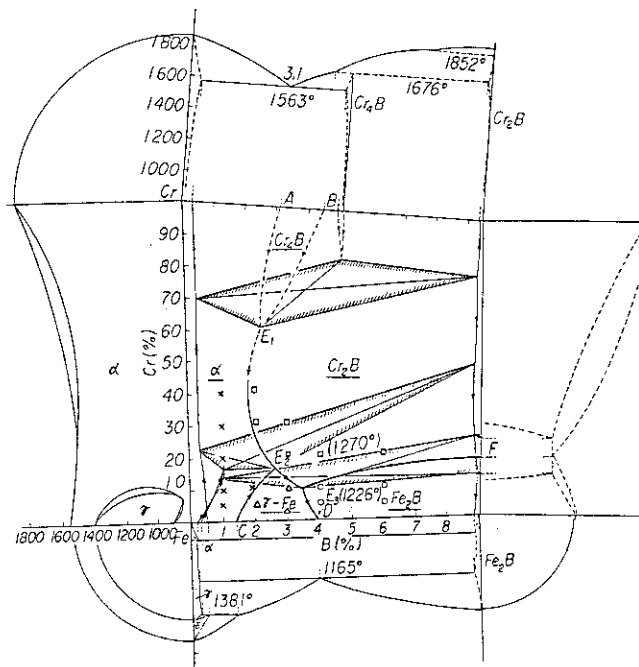


Fig. 11 Basal projection of liquidus surfaces and ternary reaction triangles in the equilibrium diagram of the system Fe-B-Cr. (ref. 14)

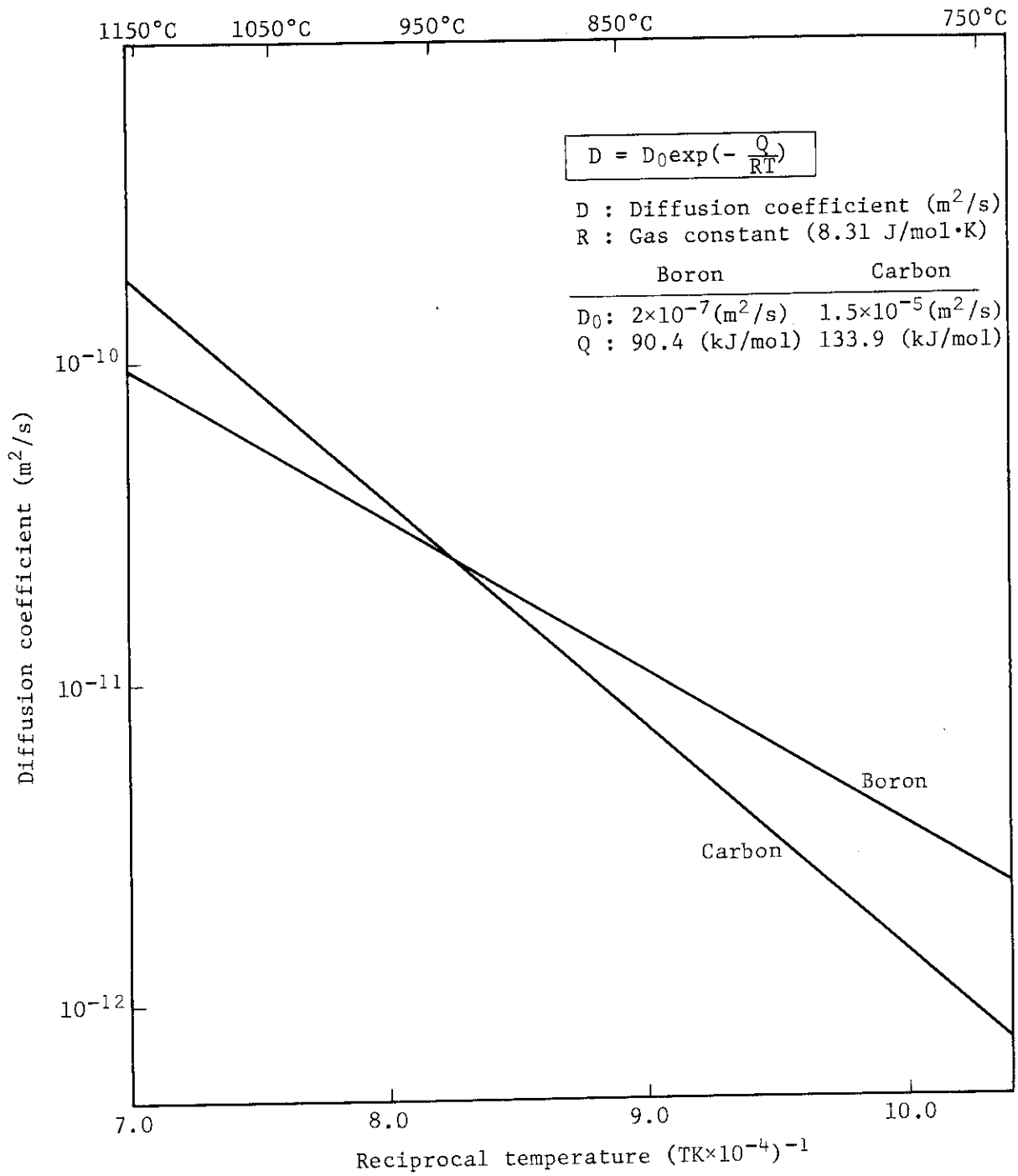


Fig. 12 Temperature dependence of the chemical diffusion coefficient of boron and carbon in γ -Fe

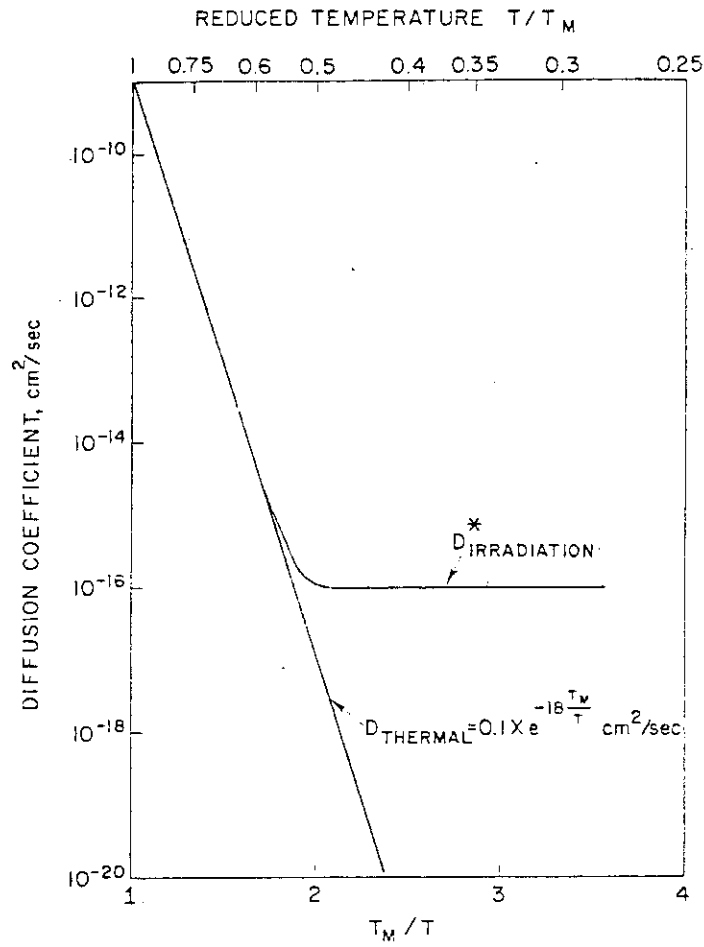


Fig. 13 Thermal and Irradiation-Enhanced Diffusion Coefficient as Functions of Inverse Relative Temperature, $(T_M/T)^{-1}$. (ref. 20)



M-14~M-19: B₄C/C pellets
 XR-1~XR-8: Hastelloy XR
 Nb, Mo, W, Re: Refractory foils
 (W), (Re): Adhesion

	M-17	M-18	M-19	
XR-5	XR-6 (W)	XR-7	XR-8	
	-	Nb		

	M-14	M-15	M-16	
XR-1	XR-2 (Re)	XR-3	XR-4	
	-	Mo		

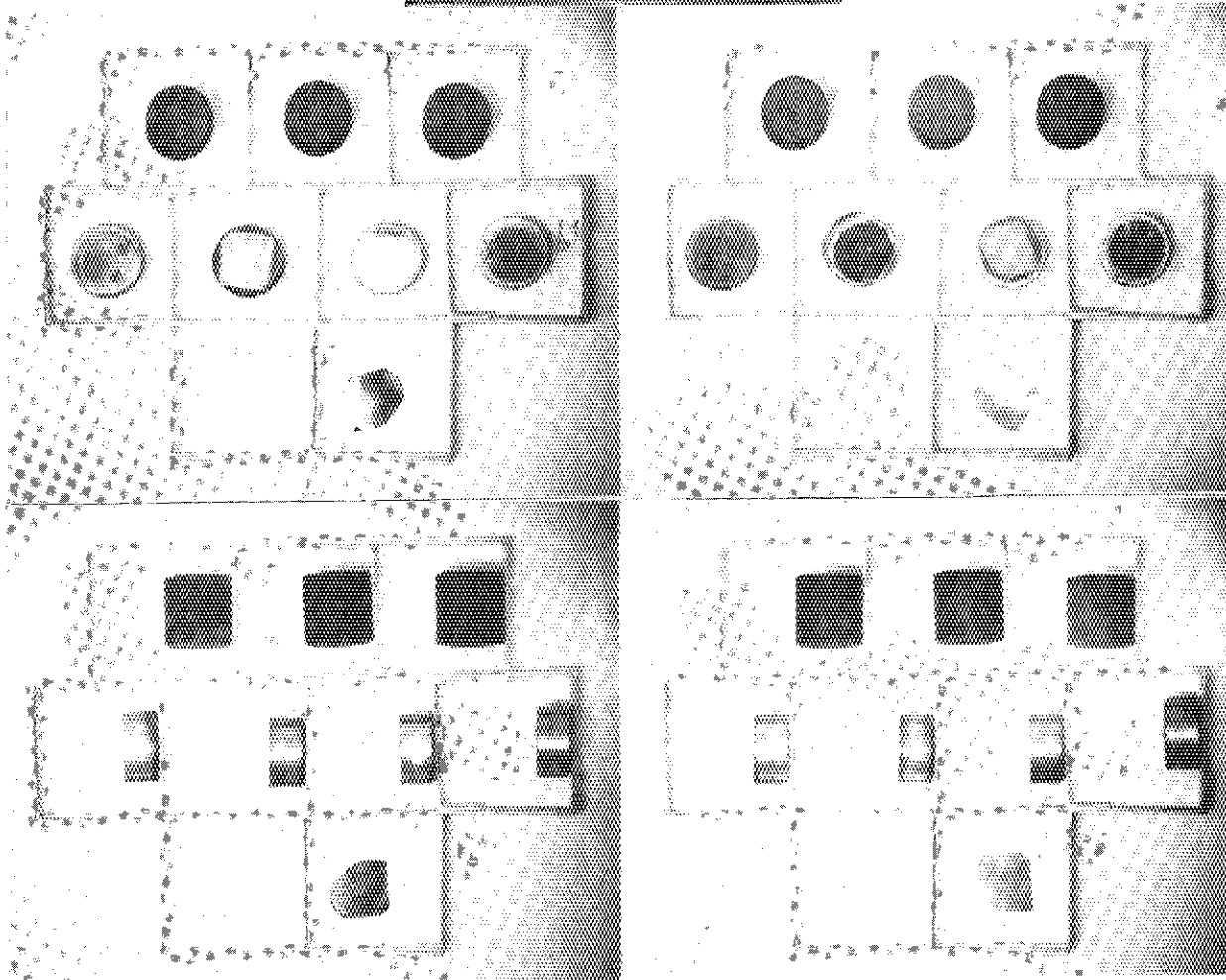


Photo. 1 Irradiated pins and specimens for 81LM-21J

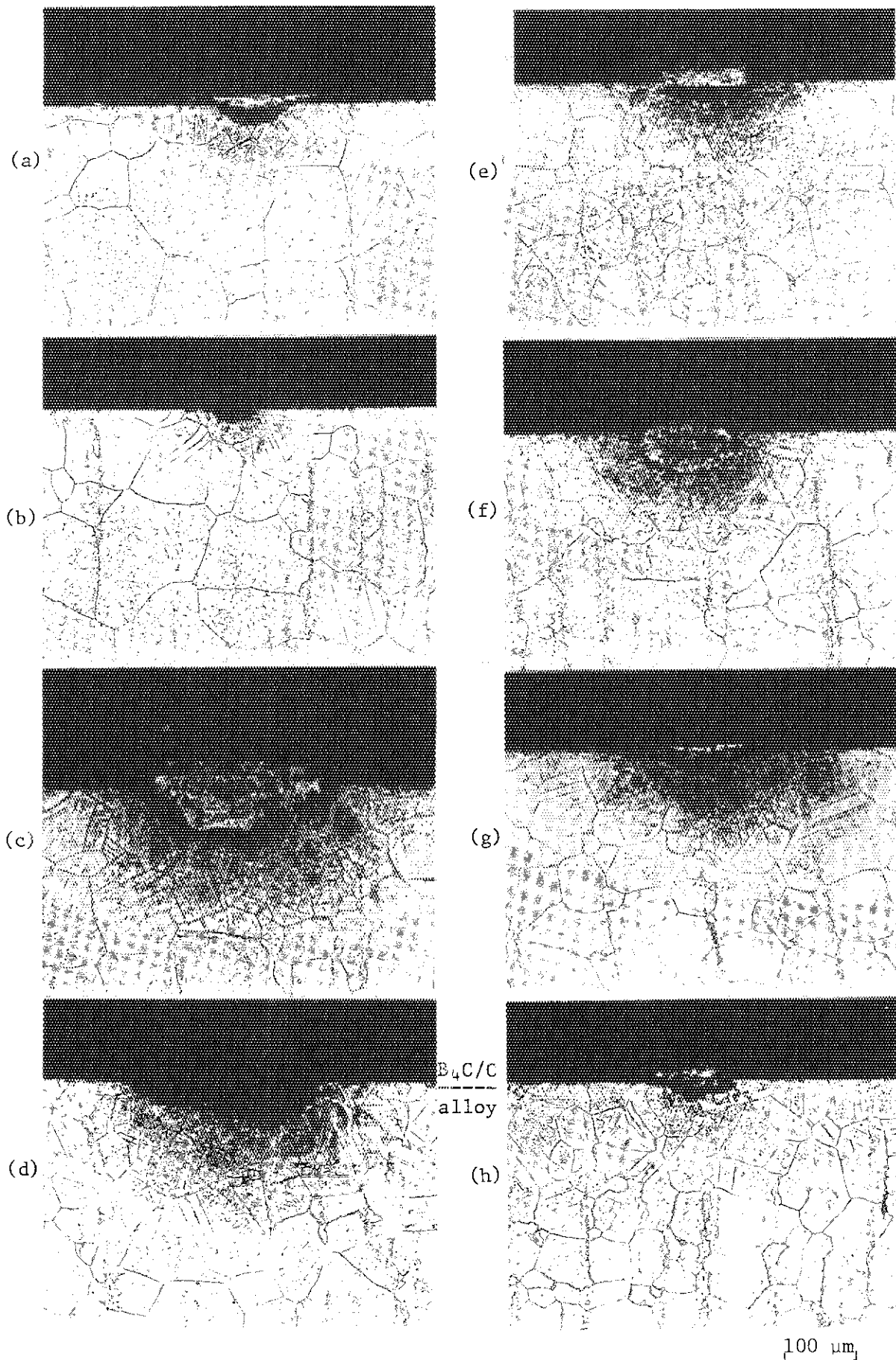


Photo. 2 Microstructures of Hastelloy XR alloy reacted with B_4C/C pellet at OGL-1 in JMTR, (a)~(d): 81LM-21J-1, (e)~(h): 81LM-21J-2

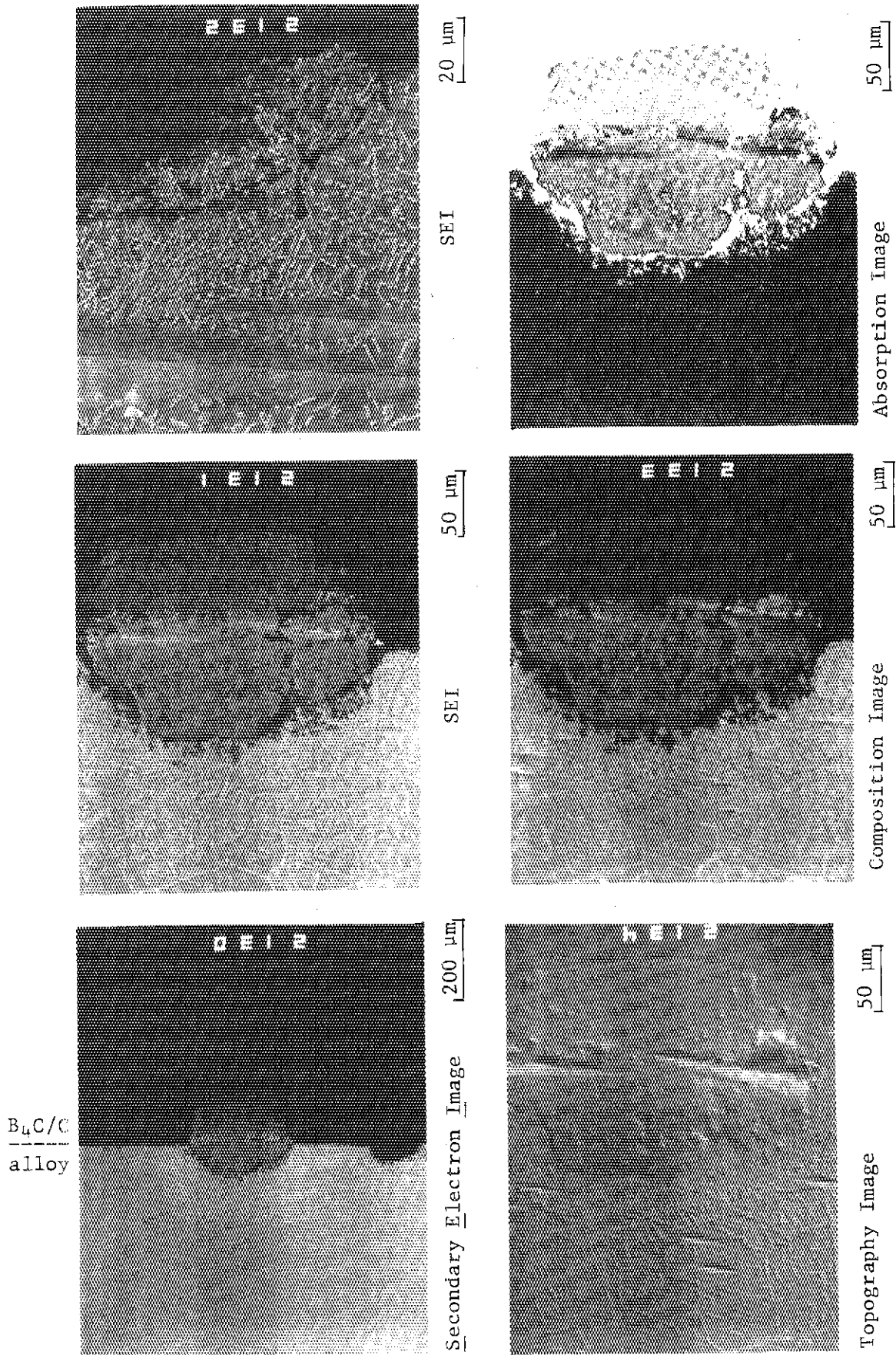


Photo. 3 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B_4C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-1)

B_4C/C
alloy

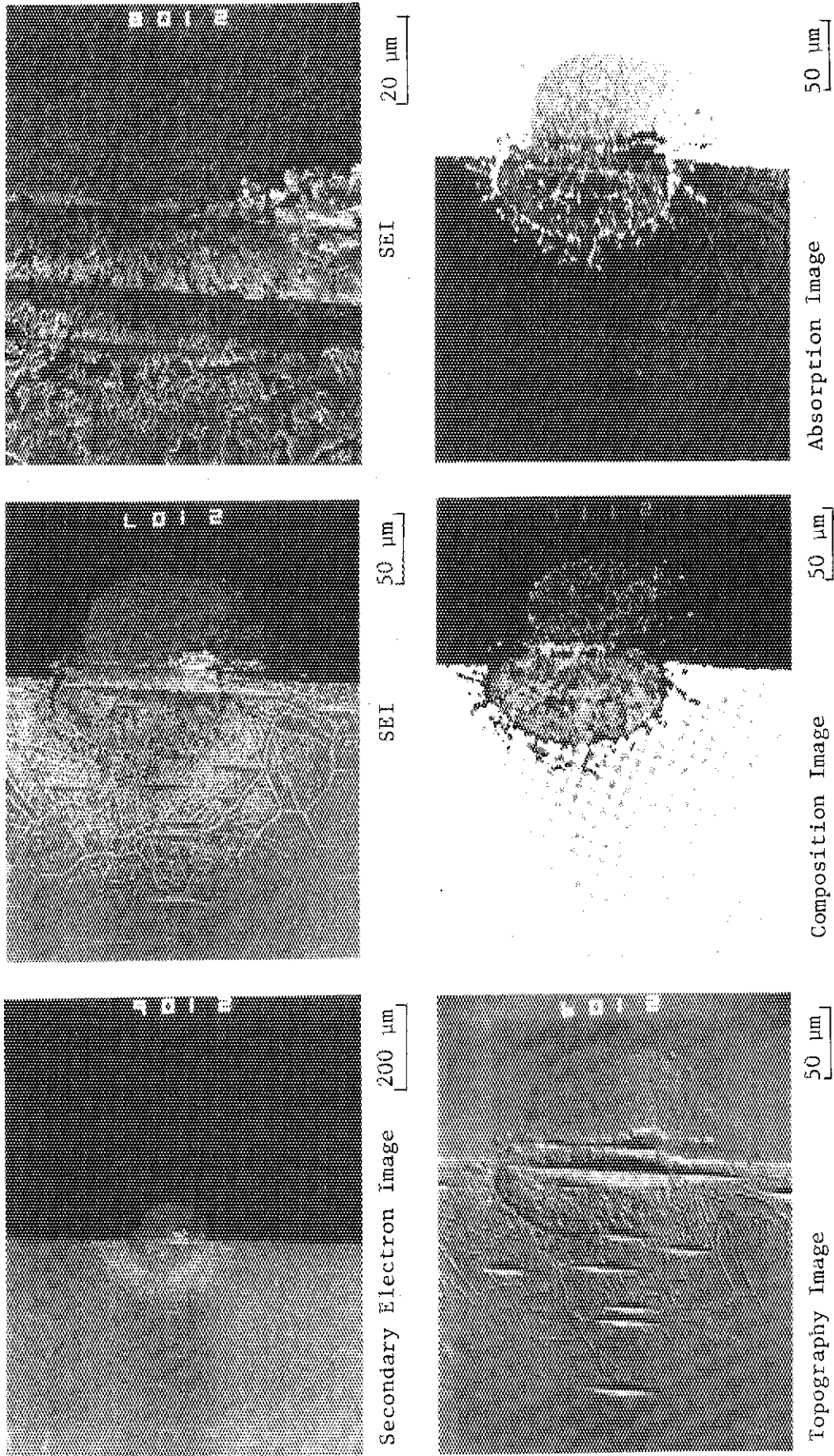


Photo. 4 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B_4C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-1)

B₄C/C
alloy

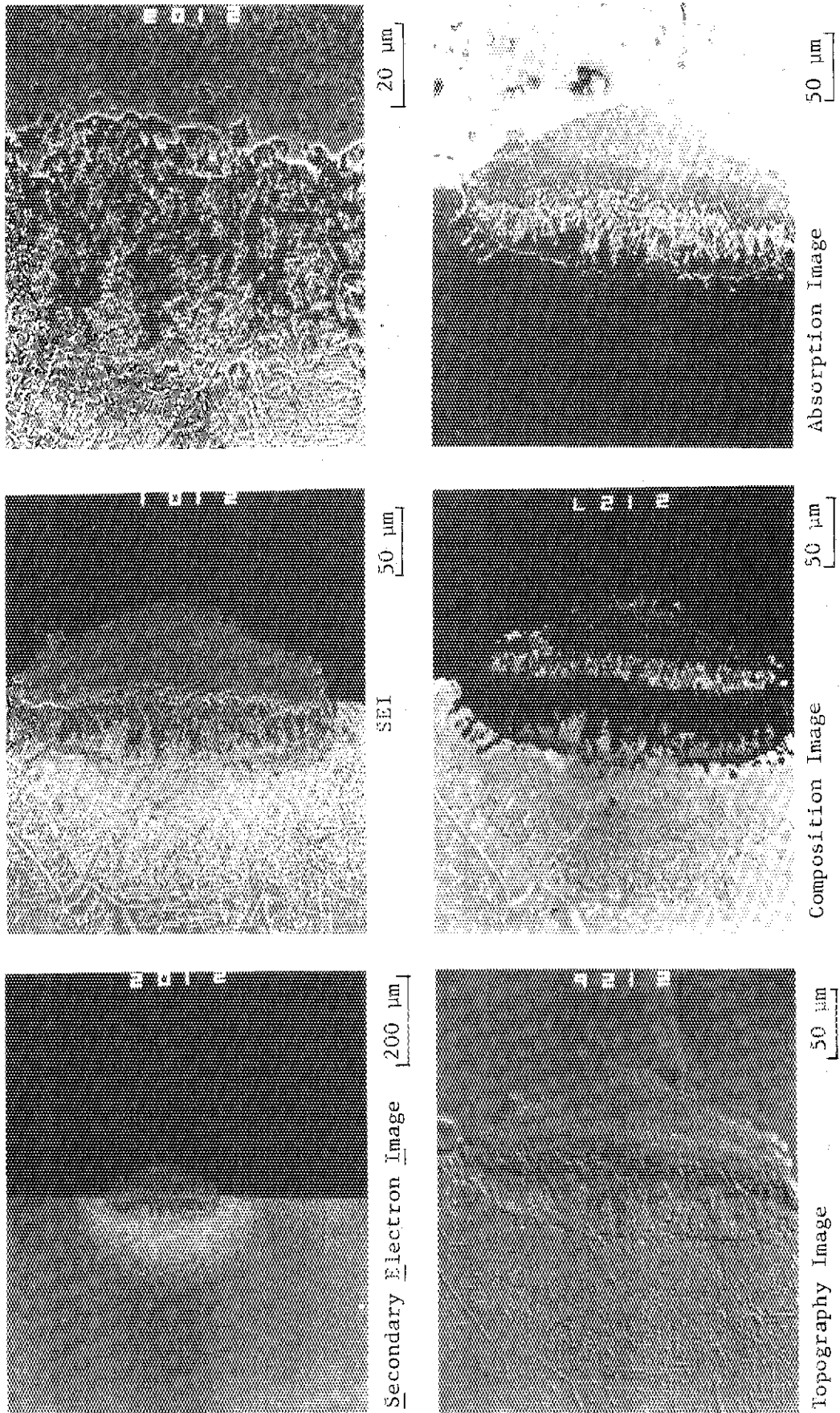
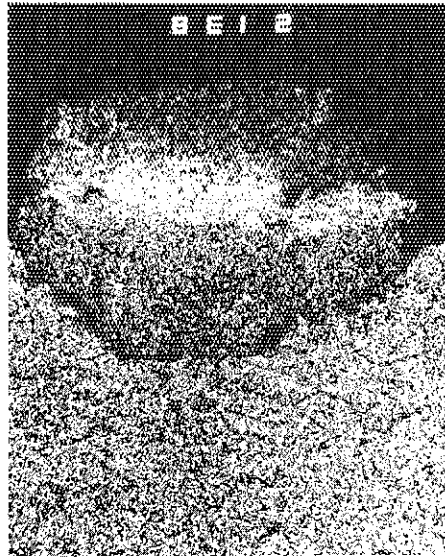


Photo. 5 Various images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-2)

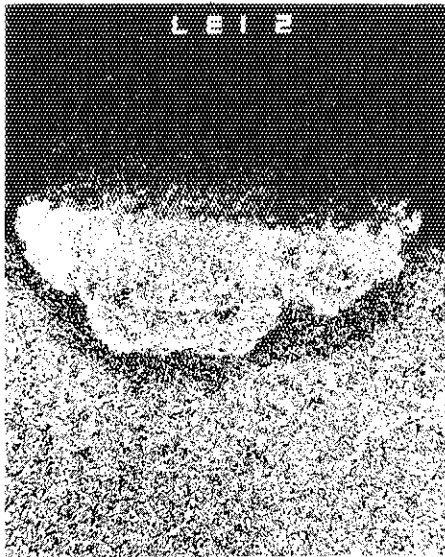
B₄C/C
alloy



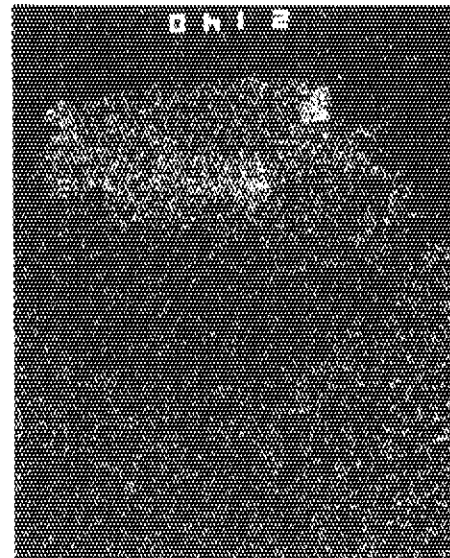
Ni K α X-RAY IMAGE 50 μ m



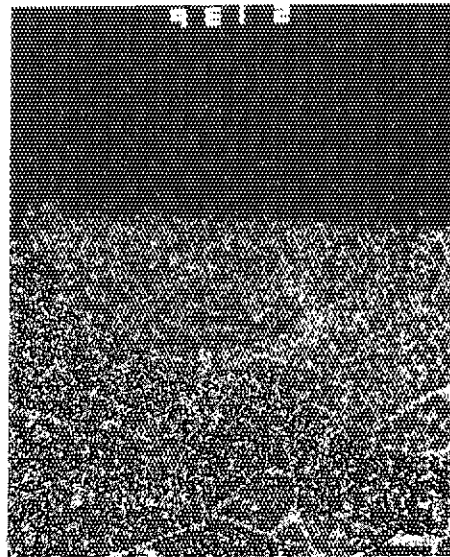
Fe K α X-RAY IMAGE



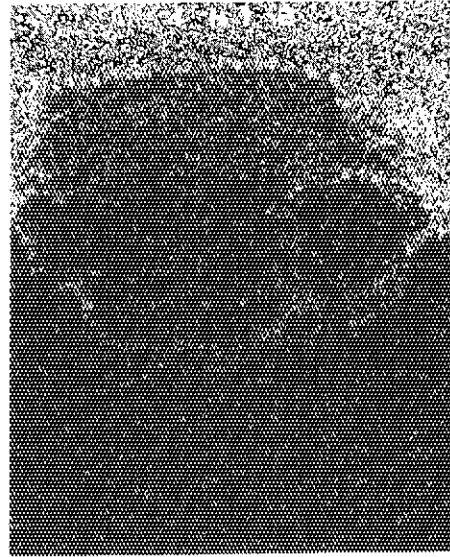
Cr K α X-RAY IMAGE



Mn K α X-RAY IMAGE



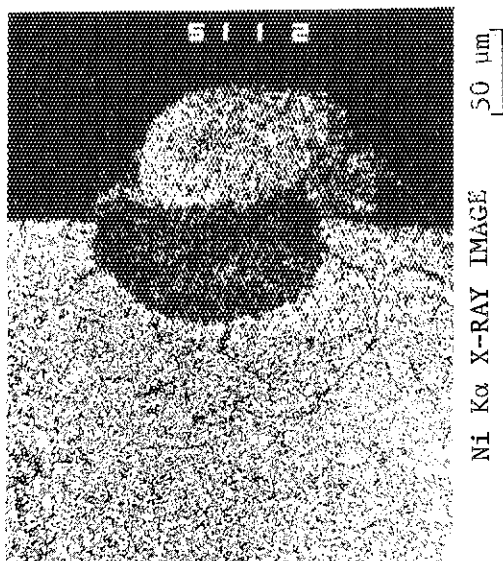
Mo L α X-RAY IMAGE



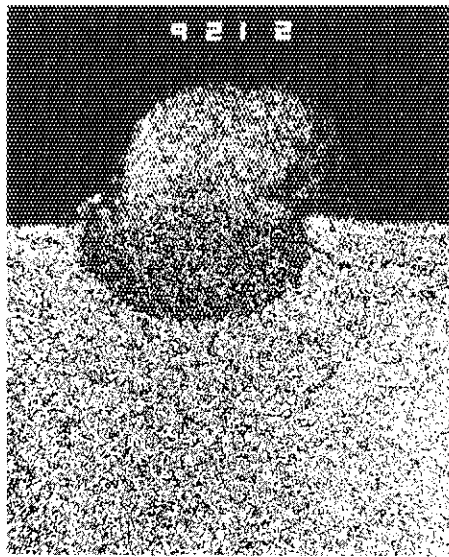
C K α X-RAY IMAGE

Photo. 6 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-1)

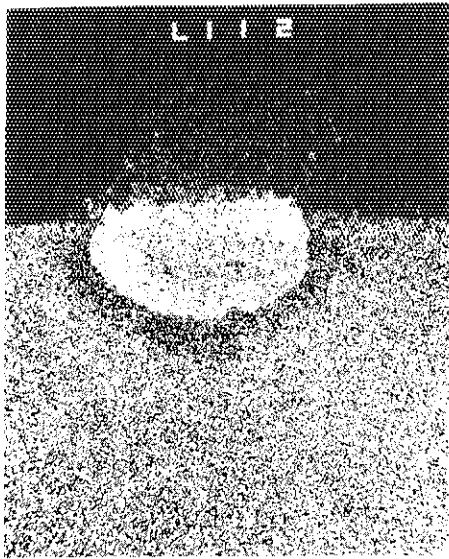
B₄C/C
alloy



Ni K α X-RAY IMAGE



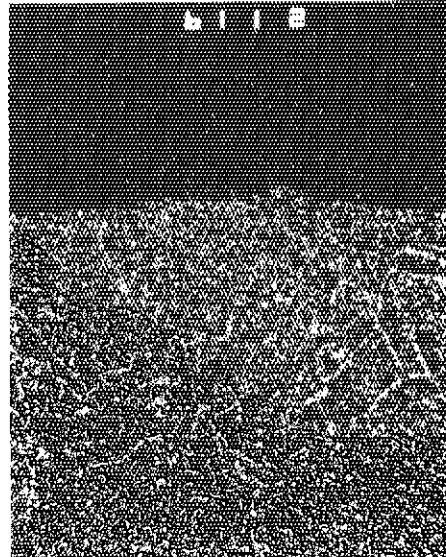
Fe K α X-RAY IMAGE



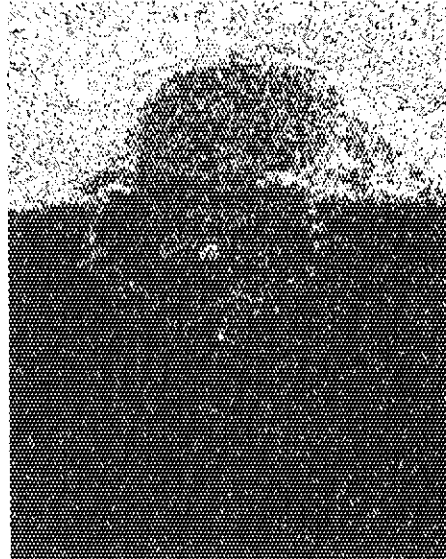
Cr K α X-RAY IMAGE



Mn K α X-RAY IMAGE



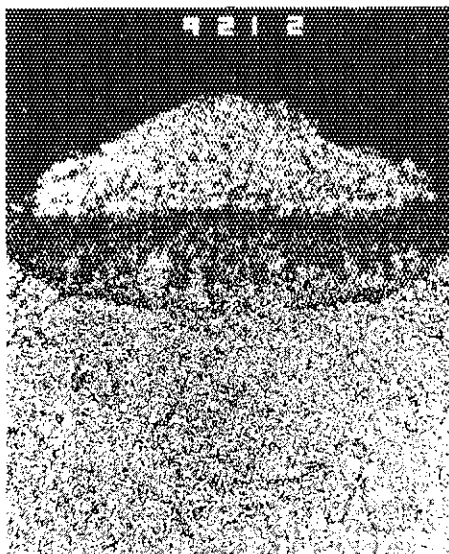
Mo L α X-RAY IMAGE



C K α X-RAY IMAGE

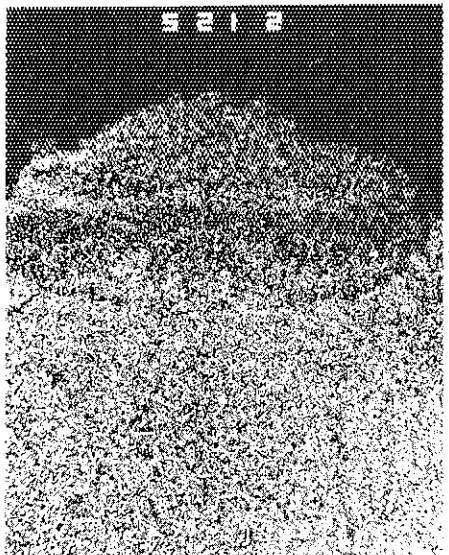
Photo. 7 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B₄C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-1)

B_4C/C
alloy

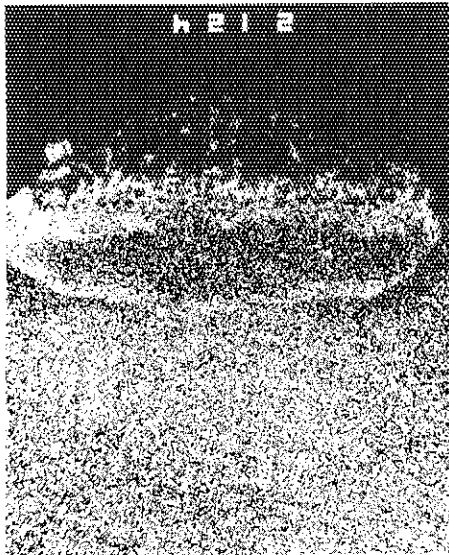


Ni K α X-RAY IMAGE

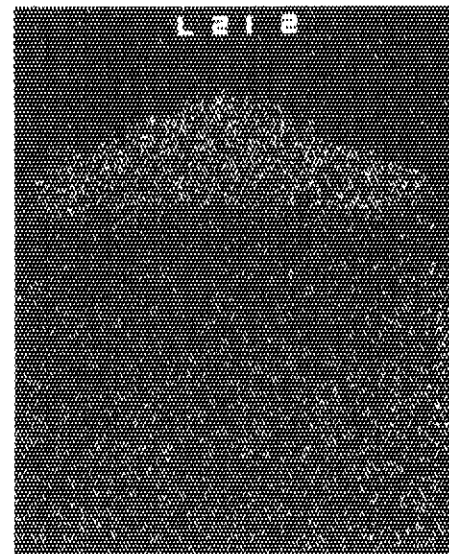
50 μ m



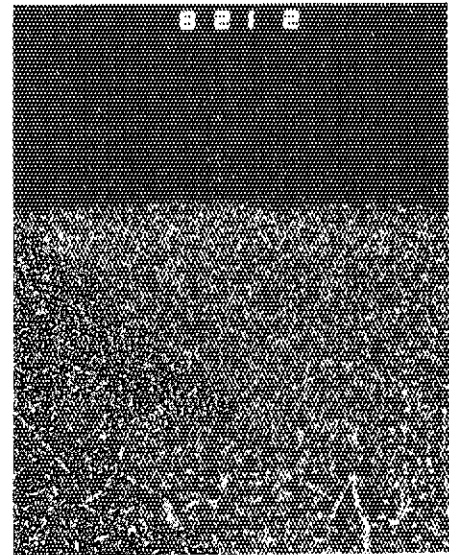
Fe K α X-RAY IMAGE



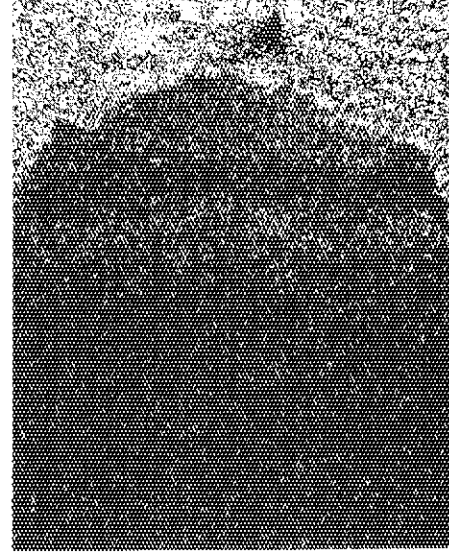
Cr K α X-RAY IMAGE



Mn K α X-RAY IMAGE



Mo L α X-RAY IMAGE



C K α X-RAY IMAGE

Photo. 8 X-ray images by electron microprobe of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B_4C/C pellet at OGL-1 in JMTR (81LM-21J-2, part-2)

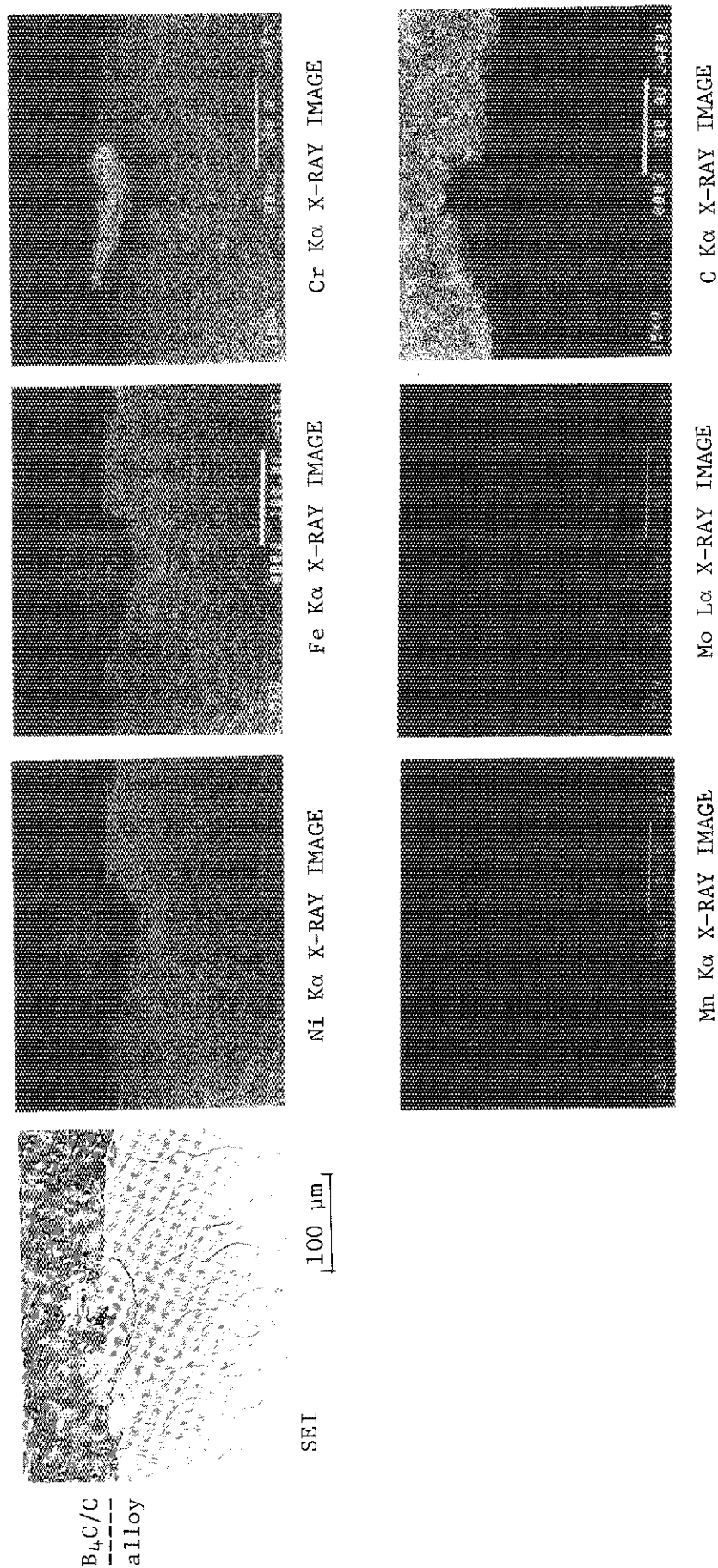


Photo. 9 SEI and X-ray images of the cross section of Hastelloy XR alloy reacted with B_4C/C pellet at 950 °C for 100 h (out of pile test)