

J A E R I - M
92-081

高温水中照射腐食割れ試験装置の開発

1992年6月

塚田 隆・芝 清之・Graham E.C. BELL*
中島 甫・木崎 実・近江 正男
須藤 健次・後藤 一郎

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

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。
入手の問合せは、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）で複写による実費領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, 1992
編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷株

高温水中照射腐食割れ試験装置の開発

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部

塙田 隆・芝 清之・Graham E. C. BELL *・中島 舟
木崎 実⁺・近江 正男⁺⁺・須藤 健次⁺・後藤 一郎⁺⁺

(1992年5月14日受理)

原子炉の炉心で中性子照射を受けたオーステナイト系ステンレス鋼等の構造材料が、水中において応力腐食割れ(SCC)感受性を持つようになる照射誘起応力腐食割れまたは照射腐食割れ(Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, IASCC)の現象を研究することを目的として、照射材の高温水中腐食割れ試験を無人で長時間連続して行える装置を開発した。この装置により、原子炉照射した試験片を用いて高温高圧水中において低歪速度法(Slow Strain Rate Technique, SSRT)試験を行い、そのSCC挙動を調べることが可能である。SSRT試験は材料の腐食環境中でのSCC感受性を迅速かつ定量性よく評価できる方法である。

本試験装置は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体及びそこへ高温高圧水を供給するループ方式の高温高圧水精製循環装置より構成される。本装置の設計にあたっては、高温水中SSRT試験に必要な事項のほか照射材を取り扱うに必要な事項に配慮した。すなわち、ホットセル内での使用条件に十分適合し、マニプレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。本装置の主要な試験性能は次のとおりである；

最大負荷容量	30 kN	高温水供給流量	5 l/h (一定)
歪速度範囲	10^{-7} s^{-1} ~ 10^{-3} s^{-1}	溶存酸素制御範囲	0.01 ppm~32 ppm
最高試験温度	300 °C	水質計測項目	溶存酸素濃度、電導度、pH
最高試験圧力	10 MPa	試験片電位・電流	計測及び制御可能

東海研究所：〒319-11 茨城県那珂郡東海村白方字白根2-4

* 東海研究所ホット試験室

++ 大洗研究所材料試験炉部

* 米国オークリッジ国立研究所

本装置により、米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において400 °Cで8 dpaまでスペクトル調整照射されたSUS316系ステンレス鋼試験片を用いて、300 °C, 9.5 MPaの高温水中において歪速度 1.8×10^{-4} mm/minのSSRT試験を行った。その結果、照射腐食割れの発生を確認し、またホットセル内での遠隔操作による照射後試験片の安全・確実な取り扱い及び安定した温度、圧力及び水質条件において精度の高い腐食割れ試験が可能であることを確認した。

Facility for Stress Corrosion Cracking Test
of Irradiated Material in High Temperature Water

Takashi TSUKADA, Kiyoyuki SHIBA, Graham E.C. BELL^{*}
Hajime NAKAJIMA, Minoru KIZAKI⁺, Masao OHMI⁺⁺
Kenji SUDO⁺ and Ichiro GOTO⁺⁺

Department of Fuels and Materials Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received May 14, 1992)

Irradiation assisted stress corrosion cracking (hereafter, IASCC) is a synergistic effect of neutron irradiation, aqueous environment and stress on nuclear core materials. In order to investigate the IASCC a facility for stress corrosion cracking test of irradiated materials was developed. The slow strain rate technique (SSRT) in high temperature and pressure water environment was employed. The post irradiation SSRT test facility consists of a SSRT test machine and a water circulation and purification system. In the design of the facility attentions were paid to safe and reliable remote operation of heavily irradiated materials in hot cell. Main specification of the facility is as follows;

Maximum load capacity	30 kN
Strain rate range	10^{-7} s^{-1} ~ 10^{-3} s^{-1}
Test temperature/pressure	300°C and 10 MPa in maximum
Water supply rate	5 l/h
Controllable range of DO*	0.01 ~ 32 ppm (*DO: Dissolved oxygen)
Monitor of water chemistry	DO, Electric conductivity, pH
Electrochemical potential	Monitoring and controlling on specimen

+ Department of Hot Laboratories

++ Department of JMTR Project, Oarai Research Establishment

* Oak Ridge National Laboratory, USA

A preliminary test was carried out on the type 316 stainless steel irradiated up to 8 dpa in Oak Ridge Research Reactor under spectrally tailored condition. As a result of the test an occurrence of IASCC and a good performance of the facility were confirmed.

Keywords: Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, IASCC, Neutron Radiation, High Temperature Water, Slow Strain Rate Technique, SSRT, Autoclave, Core Structural Materials, Spectrally Tailored Irradiation

目 次

1. 緒 言	1
1.1 概 要	1
1.2 背 景	1
2. 装置概要	2
3. 低歪速度法(SSRT)試験装置	3
3.1 オートクレーブ	3
3.2 試験片及び装着治具	4
3.3 荷重負荷制御機構	5
3.4 電位測定制御装置	5
3.5 データ集録処理装置	6
4. 高温高圧水精製循環装置	7
4.1 水質調整系	7
4.2 高温高圧水循環系	7
4.3 水質計測・精製系	7
5. 関連ホットラボ設備	8
5.1 鉛ホットセル	8
5.2 外観観察用ペリスコープ	8
5.3 寸法測定装置	9
5.4 遮蔽型X線マイクロアナライザ	9
6. 原子炉照射材の予備試験結果	9
6.1 試験概要	9
6.2 照射後試験片	9
6.3 試験条件	10
6.4 試験結果	10
7. 結 言	11
謝 辞	11
参考文献	12

Contents

1. Introduction	1
1.1 Overview	1
1.2 Background	1
2. Outline of Facility	2
3. Slow Strain Rate Technique(SSRT) Test Machine	3
3.1 Autoclave	3
3.2 Specimen and Gripping System	4
3.3 Load Actuation and Control System	5
3.4 Electrochemical Potential Measurement and Control System	5
3.5 Data Acquisition System	6
4. High Temperature/Pressure Water Circulation and Purification System	7
4.1 Water Makeup System	7
4.2 High Temperature/Pressure Circulation System	7
4.3 Monitoring and Purification System	7
5. Hot Laboratory Facilities	8
5.1 Lead Hot Cell	8
5.2 Periscopes	8
5.3 Dimension Measuring Device	9
5.4 Shield Type X-ray Micro-analyzer	9
6. Preliminary Test Result of Irradiated Specimen	9
6.1 Test Overview	9
6.2 Irradiated Specimen	9
6.3 Test Conditions	10
6.4 Test Results	10
7. Summary	11
Acknowledgments	11
References	12

1. 緒 言

1.1 概要

照射腐食割れ (Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, 以下IASCC) は、原子炉内で中性子照射を受けるステンレス鋼や高ニッケル合金等の構造材料が応力負荷状態で腐食性雰囲気（水等）に曝された場合に発生することのある応力腐食割れ (Stress Corrosion Cracking, 以下SCC) 現象である[1, 2]。この現象は、軽水炉の炉心構造物[3]、水冷却核融合炉の第1壁及びブランケット構造物[4]等の信頼性・安全性に関わる問題として近年重視されている。特に、軽水発電炉のプラント寿命評価及び長寿命化計画との関連において各国で研究が進められている[5, 6]。照射腐食割れ研究を行うには、中性子照射とSCC挙動の関係について調べることが必要である。本試験装置は、原子炉で中性子照射した構造材料の高温高圧水中におけるSCC挙動を調べることを目的として開発したものである。

1.2 背景

原子炉の炉心において金属構造材料が照射を受けると、中性子線により照射損傷（原子のはじき出し及び核変換）を生じ、合金内部に各種の欠陥やH及びHeの生成、合金元素の偏析、析出その他の組織変化等が起こる。また、合金表面の酸化皮膜においても損傷や電子状態の変化が生じることが考えられる。さらに中性子線及び γ 線は材料だけではなく環境側に対しても作用し、水を例にとれば放射線分解により活性なラジカルやイオン種が生成し、その腐食作用を促進することが知られている[7]。このような放射線の作用が複合された結果、非照射材の場合には溶接熱影響部など熱鋭敏化した部位以外ではSCCを起こさないステンレス鋼が、ある照射量以上の中性子照射を受けたときにSCC感受性を持つようになることが知られている。その発生機構についてはまだ解明されてはいないが、主要な発生要因は中性子照射により材料内部に誘起される合金元素または核変換元素の粒界への偏析（逆偏析を含む）であろうと考えられている[8]。Fig. 1は、構造材料に作用する応力、化学環境及び放射線の影響を示したものであり、照射腐食割れ（図中ではIASCC）はそれらの因子が最も複雑に重畠して発生する現象であるといえる。このため、照射腐食割れ研究は種々の試験・分析方法を組み合わせて行う必要があり、まず照射を受けた材料のSCC挙動を調べ、さらにその原因を合金元素分布のレベルでミクロ的に調べることが必要である。Fig. 2は、照射腐食割れ研究の目的、方法等についての考え方を示したものである。このうち、腐食試験はSCC試験結果の解釈に重要な情報を与えるが、筆者らは既に重照射材の電気化学的腐食試験を遠隔操作で行う技術を開発済みである[9, 10]。

SCC試験法には種々のものがあるが、おおまかに分類するとSCC感受性を迅速に評価するための試験と、機器設計に必要となる腐食環境中の破壊靱性値やき裂成長速度等のデータを定量的に得るための試験がある。前者の試験のひとつに、低歪速度法 (Slow Strain Rate Technique、以下SSRT) がある。SSRT試験は、SCC感受性を迅速に評価するための試験法として開発された方法であり、腐食環境で材料試験片を 10^{-7} s⁻¹～ 10^{-5} s⁻¹程度の遅くかつ一定の歪速度で引張り破断させ、得られる応力-歪線図や破断面の状態をSCCを発生しない非腐食性環境の場合と比較することによりSCC感受性を評価するものである[11]。感受性の指標としては、両環境での破断までの歪量の比、最大応力値の比、断面収縮率の比、SCC破面率等が用いられる。SSRT

試験は、実際の使用状態に比べて苛酷な応力条件で強制的にSCCを発生させるため割れの発生過程を正確に再現しているとは言えないが、SCC感受性を迅速かつ定量的に評価できる利点のある優れた方法である[12]。SSRT試験を高温高圧水中で行い、かつホットセル内で照射材の試験を行うには種々の困難を伴うが、近年照射材のSCC試験にもSSRT試験の適用が試みられるようになってきた[13, 14]。

本報では、以上の背景をもとに開発したホットセル内で遠隔操作により無人でかつ長時間連続してSSRT試験を実施できる高温水中照射腐食割れ試験装置の構造及び性能と、原子炉照射材を用いた予備試験結果の一例について述べる。

2. 装置概要

本試験装置（東伸工業（株）製作）は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体、そこへ高温高圧水を供給するループ形式の高温高圧水精製循環装置及び制御盤により構成される。高温高圧水中においてSSRT試験を実施するには多くの解決すべき課題が挙げられるが[15, 16]、照射材の試験を行うには非照射材を用いる試験の場合の課題のほかさらに遠隔操作及び安全管理上の課題が加わる。Table 1に、これらの課題を対策と共にまとめて示す。本装置の設計にあたっては、ホットセル内の使用条件に十分適合し、マニピレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。また、SCC試験の性格上試験時間が長期に渡る場合があるため、無人で長時間の連続運転を可能とするための配慮を行った。本装置の設計において特に検討した事項を次に示す：

(1) オートクレーブの構造等

- －小型化して遠隔操作性を向上し、法規上の小型圧力容器の範疇とし、ホットセル内検査を合理化する。
- －オートクレーブの締め付け機構は、マニピレータのみで容易かつ確実に操作可能な構造とする。
- －放射能汚染した高温水・蒸気がシール部より万一漏洩した場合、それを早期に検知し対処できること。
- －パッキング類等の使用材料の耐熱性及び耐 γ 線性に配慮する。
- －試験片電位の計測・制御が可能な構造とする。

(2) 試験片の取り扱い等

- －試験片の装着治具への取り付け及びそれらの装置への取り付けを遠隔操作により容易かつ確実に行える構造とする。
- －試験片の電位計測・制御を行うため試験片と装着治具を電気的に絶縁できる構造とする。

(3) 高温高圧水循環系

- －放射性クラッドの移行によるループ系内の放射能汚染の拡大を防止する。
- －循環水の漏洩防止対策と、万一の漏洩時の放射能汚染の拡大を防止する方策を構ずる。

試験は、実際の使用状態に比べて苛酷な応力条件で強制的にSCCを発生させるため割れの発生過程を正確に再現しているとは言えないが、SCC感受性を迅速かつ定量的に評価できる利点のある優れた方法である[12]。SSRT試験を高温高圧水中で行い、かつホットセル内で照射材の試験を行うには種々の困難を伴うが、近年照射材のSCC試験にもSSRT試験の適用が試みられるようになってきた[13, 14]。

本報では、以上の背景をもとに開発したホットセル内で遠隔操作により無人でかつ長時間連続してSSRT試験を実施できる高温水中照射腐食割れ試験装置の構造及び性能と、原子炉照射材を用いた予備試験結果の一例について述べる。

2. 装置概要

本試験装置（東伸工業（株）製作）は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体、そこへ高温高圧水を供給するループ形式の高温高圧水精製循環装置及び制御盤により構成される。高温高圧水中においてSSRT試験を実施するには多くの解決すべき課題が挙げられるが[15, 16]、照射材の試験を行うには非照射材を用いる試験の場合の課題のほかさらに遠隔操作及び安全管理上の課題が加わる。Table 1に、これらの課題を対策と共にまとめて示す。本装置の設計にあたっては、ホットセル内の使用条件に十分適合し、マニプレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。また、SCC試験の性格上試験時間が長期に渡る場合があるため、無人で長時間の連続運転を可能とするための配慮を行った。本装置の設計において特に検討した事項を次に示す：

(1) オートクレーブの構造等

- －小型化して遠隔操作性を向上し、法規上の小型圧力容器の範疇とし、ホットセル内検査を合理化する。
- －オートクレーブの締め付け機構は、マニプレータのみで容易かつ確実に操作可能な構造とする。
- －放射能汚染した高温水・蒸気がシール部より万一漏洩した場合、それを早期に検知し対処できること。
- －パッキング類等の使用材料の耐熱性及び耐 γ 線性に配慮する。
- －試験片電位の計測・制御が可能な構造とする。

(2) 試験片の取り扱い等

- －試験片の装着治具への取り付け及びそれらの装置への取り付けを遠隔操作により容易かつ確実に行える構造とする。
- －試験片の電位計測・制御を行うため試験片と装着治具を電気的に絶縁できる構造とする。

(3) 高温高圧水循環系

- －放射性クラッドの移行によるループ系内の放射能汚染の拡大を防止する。
- －循環水の漏洩防止対策と、万一の漏洩時の放射能汚染の拡大を防止する方策を構ずる。

－安全性確保のために必要なインターロックシステムの検討を行う。

Fig. 3は、本装置の全体構成を示すフロー図であり、Fig. 4に大洗研ホットラボ建屋内における本装置及び関連機器の配置を示す。本装置の主要な試験性能は次のとおりである：

最大負荷容量	30 kN
歪速度範囲	10^{-7} s^{-1} ~ 10^{-3} s^{-1}
変位速度範囲	10^{-5} mm/min ~ 1 mm/min
最高試験温度	300 °C
最高試験圧力	10 MPa
高温水供給流量	5 l/h (一定)
溶存酸素制御範囲	0.01 ppm ~ 32 ppm
水質計測項目	溶存酸素濃度、電導度、pH
試験片電位・電流	計測及び制御可能

3. 低歪速度法(SSRT)試験装置

Fig. 5はSSRT試験装置の外観図であり、Fig. 6にはホットラボ材料試験用鉛セル内の本装置の配置を示す。ホットセル内でのオートクレーブの開閉、試験片取り扱い等は2本のマニプレータ（最大荷重容量5kg）により行う。以下に、主要な構成機器について述べる。

3.1 オートクレーブ

試験片を内部に装着し、試験環境を高温高圧水条件に保持するための圧力槽であり、耐熱性及び耐食性を有しあつ安全に試験を実施することのできる構造とすることが必要である。Fig. 7にはオートクレーブ及び荷重負荷機構の一部であるプルロッドと圧力平衡器の構造図を示す。オートクレーブの主要な仕様は下記のとおりである：

形状	円筒ルツボ型
寸法	内径90 mm、深さ270 mm (容器側面肉厚7 mm)
容量	1.7 l
最高使用温度	300 °C
最高使用圧力	10.3 MPa
温度制御精度	設定値の±2 °C 以内
容器材質	SUS316L (容器本体、蓋板)
シール方式	セルフシール (Oリング) 方式
法兰ジ構造	クラッチ方式 (冷却ジャケット付)
加熱装置	バンドヒーター式 (所用電力200 V、4 kW)
温度制御装置	PID電流制御式
計装	熱電対、電位測定用照合電極、白金電極、漏洩検知用圧力計

－安全性確保のために必要なインターロックシステムの検討を行う。

Fig. 3は、本装置の全体構成を示すフロー図であり、Fig. 4に大洗研ホットラボ建屋内における本装置及び関連機器の配置を示す。本装置の主要な試験性能は次のとおりである；

最大負荷容量	30 kN
歪速度範囲	10^{-7} s^{-1} ~ 10^{-3} s^{-1}
変位速度範囲	10^{-5} mm/min ~ 1 mm/min
最高試験温度	300 °C
最高試験圧力	10 MPa
高温水供給流量	5 l/h (一定)
溶存酸素制御範囲	0.01 ppm ~ 32 ppm
水質計測項目	溶存酸素濃度、電導度、pH
試験片電位・電流	計測及び制御可能

3. 低歪速度法(SSRT)試験装置

Fig. 5はSSRT試験装置の外観図であり、Fig. 6にはホットラボ材料試験用鉛セル内の本装置の配置を示す。ホットセル内でのオートクレーブの開閉、試験片取り扱い等は2本のマニプレータ（最大荷重容量5kg）により行う。以下に、主要な構成機器について述べる。

3.1 オートクレーブ

試験片を内部に装着し、試験環境を高温高圧水条件に保持するための圧力槽であり、耐熱性及び耐食性を有しあつ安全に試験を実施することのできる構造とすることが必要である。Fig. 7には オートクレーブ及び荷重負荷機構の一部であるプルロッドと圧力平衡器の構造図を示す。オートクレーブの主要な仕様は下記のとおりである；

形状	円筒ルツボ型
寸法	内径90 mm、深さ270 mm (容器側面肉厚7 mm)
容量	1.7 l
最高使用温度	300 °C
最高使用圧力	10.3 MPa
温度制御精度	設定値の±2 °C 以内
容器材質	SUS316L (容器本体、蓋板)
シール方式	セルフシール (Oリング) 方式
法兰ジ構造	クラッチ方式 (冷却ジャケット付)
加熱装置	バンドヒーター式 (所用電力200 V、4 kW)
温度制御装置	PID電流制御式
計装	熱電対、電位測定用照合電極、白金電極、漏洩検知用圧力計

オートクレーブの締め付け機構として、ハンドルをマニプレータにより操作することによりワンタッチで確実に締め付け可能なクラッチシール方式を開発した[17]。これは、Fig. 8に模式図を示すように、オートクレーブ蓋の下端に6箇所の凸部を付け、これをオートクレーブ台側のクラッチの凹部に合わせて降下させ、次にクラッチのハンドルを回してオートクレーブ蓋を固定する。加圧時にはクラッチと蓋が密着しているためにハンドルを回すことは不可能であり誤操作が防がれる。この方式により、複数のボルトにより締め付けを行う場合に問題となる、電動レンチ等のボルト回転治具をホットセル内で使用すること、ボルトの腐食、焼き付き等を解決することができた。Fig. 9にはホットセル内でのオートクレーブと荷重支持構造物の外観写真を示す。

試験中に予想される最大の問題は、オートクレーブのシール部より放射性物質を含む高温高圧水が漏洩・拡散する事故である。この問題に対処するため、高圧水のシールにはO-リング（バイトンゴム製）を2重に用い、さらに内側のO-リングから漏水した場合にはただちにこれを検知し試験装置の運転を自動停止するため、2重O-リングの中間にオートクレーブ下部まで導水孔を設けここに上限接点付圧力計を接続して漏水検知を行える構造とした。Oリング部には冷却ジャケットを設けているため使用温度上の問題はなく、性能試験の結果によるとオートクレーブ内の水温を288 °Cとした時、2重Oリングの中間位置の温度は約130 °Cとバイトンゴムの使用限界温度に比較して十分低かった。

オートクレーブの昇降は電動モーターにより行うが、その操作はセル内を見ながら手元操作盤により行える。また安全対策として、安全弁（スプリング式）とその吐出口からホットセル内排出口までの配管を設け、万一安全弁が開いてもホットセル内に循環水が飛散し放射能汚染が拡大することを避けた。

3.2 試験片及び装着治具

本装置で現在までに使用実績のある試験片としては、次の形状及び寸法のものがある：

標準試験片 丸棒型引張試験片 (Fig. 10)

(平行部径4 mm、つかみ部径11 mm、全長55 mm)

小型試験片 薄板型引張試験片 (Fig. 11)

(厚さ0.76 mm、平行部幅2 mm、全長44.4 mm)

標準試験片をプルロッドに結合するための装着治具の構造をFig. 12に示す。この治具の材質はSUS316である。試験片の電位・電流の計測及び制御を行うためには、試験片を装置本体から電気的に絶縁する必要がある。このため、酸化皮膜処理したジルカロイのスリーブを試験片つかみ部に取り付けられる構造とした。Fig. 13は小型試験片のための装着治具である。ホットセル内での操作を容易にするため、試験片を1本のボルトにより締め付け固定できる構造とした。試験片の電気的絶縁は、チャック刃（材質、SUS630）の表面をAl₂O₃溶射コーティングすることにより可能である。

試験片と荷重負荷系の軸は試験中一致していかなければならないため、標準試験片では肩部を球面とし、さらに装着治具を試験機に連結する部分も球面で接する構造とした。小型試験片の

場合は、装着治具にガイドピン及びアライメントピンを設け試験片の正確な取り付けが可能な構造とした。

3.3 荷重負荷制御機構

本機構は、プルロッド、圧力平衡器、駆動装置及び荷重計測・制御装置から構成され、オートクレーブ内の試験片に荷重を負荷し、その歪を検出して一定の歪速度になるように荷重を制御する機構である。荷重条件の制御はプログラムコントローラにより行う。なお、制御データの入力は、後述のデータ集録解析用コンピュータによっても行うことができる。主要な仕様を下記に示す；

駆動方式	交流サーボモーター、ギヤー・チェーン方式
制御方式	クロスヘッド制御ディジタルサーボ方式
プルロッド	材質：ハステロイC-276 外径：18.5mm（標準試験片の場合） " : 8.0mm（小型試験片の場合）
圧力平衡器	内圧自動補償型 材質：SUS316L
荷重検出器	引張型ロードセル
歪検出法	プルロッド変位測定方式
変位測定器	歪ゲージ方式
制御方式	(1)変位制御（定歪速度試験） (2)荷重制御（定荷重試験） (3)三角波制御（サイクル負荷試験）

プルロッドがオートクレーブを貫通しているので、試験片に作用している荷重を精度よく測定するためには、内圧を補償する必要がある。このため、内圧を自動的に補償することが可能な圧力平衡器を設計した。また、圧力平衡器のシール部における圧力保持及び摩擦力の低減が必要である。本装置ではプルロッドをハステロイ合金製とし外径を十分な剛性を得られる範囲内でできるだけ小さくし、Fig. 7に示したようにシール部は冷却し2重にOリングを設けた。シール部からの漏水検知が可能であるよう、2重Oリングの中間に漏水検知孔を設けた。本装置ではオートクレーブ外部でプルロッド変位を測定しそれによる変位・荷重制御を行うが、試験片上の変位の直接測定に備えオートクレーブに計測用の貫通孔・めくら蓋を設けてある。

3.4 電位測定制御装置

応力腐食割れは、環境中で試験片電位がある特定の電位域にある場合にのみ発生することが知られており[18]、試験片電位は割れの発生・進行に伴い変化するため、電位の変化を測定することにより割れの状況を推定することができる。また、SCC試験中に試験片に一定電位を与えることは環境条件を厳密に制御することになり、材料間のSCC感受性をより再現性よく比較することができる。試験片の電位を計測・制御するには、試験片を装置から電気的に

絶縁して試料極とし、オートクレーブ内に基準となる照合電極及び白金電極を取り付け、オートクレーブ外部へ導線を取り出す必要がある。

本装置では、オートクレーブにこれらの電極を取り付け、試験片の電位を計測・制御することが可能な構造とした。照合電極には、圧力平衡型外部照合電極を用いた。この電極は、銀／塩化銀電極の部分をオートクレーブ外に設置して室温とし、内部をピストン構造として電極容器内の電解液がオートクレーブと同圧になる構造を持つ。このため、長時間使用しても電解液濃度の変化による電位の変化は比較的少ない。電位の計測及び制御には、Fig. 14に示す構成の下記の機器により行う；

ポテンショスタット 最大出力電圧、電流： $\pm 50\text{ V}$ 、 $\pm 1\text{ A}$
北斗電工（株）製、HA-501型

関数発生器 電位走査速度範囲： 10^{-3} mV/sec^2
北斗電工（株）製、HB-104型

対数変換器 入力電圧範囲： $\pm (100\text{ }\mu\text{V} \sim 10\text{ V})$
北斗電工（株）製、HG-104型

X-Yレコーダ 入力電圧範囲： $0.5\text{ mV/cm} \sim 5\text{ V/cm}$
横河電機（株）製、3086型

3.5 データ集録処理装置

SSRT試験用ソフトウェア（東伸工業（株）製、TOSPACE-1000SR）を起動することにより、試験の開始時に試験片及び試験条件を入力・記録し、試験中にSSRT試験データ、循環系計測データ等を収集及び記録するコンピュータシステムである。Fig. 15に装置の機器構成を示す。集録したデータは、各種の図表形式で出力することができる。記録するデータは次の通りである；

- 試験 I D データ： 試験番号、試験目的等
- 試験片データ： 試験片番号、材質、形状、寸法等
- 試験条件データ： 変位速度、試験温度・圧力、溶存酸素濃度等
- 試験結果データ： 荷重、変位
- 循環系データ： オートクレーブ内温度、圧力
- 水質計測データ： 溶存酸素濃度、電導度、pH

試験中のデータ集録の時間間隔は、試験開始時に1秒～24時間に設定でき通常10分おきしている。本装置は、停電による電源喪失に備え無停電電源装置を有しており、そのバックアップ時間は約10分間である。Fig. 16には、データ集録処理装置を含む制御盤の外観写真を示す。

4. 高温高压水精製循環装置

オートクレーブへ温度、圧力及び水質を調整した高温高压水を安定に供給するための装置であり、Fig. 3に示したように、水質調整系、高压高压水循環系及び水質計測・精製系より構成される。Fig. 17には、本装置の外観写真を示す。予熱器、熱交換器及び配管等の高温高压水との接液部にはSUS316Lを用いた。循環精製装置の周囲は、ステンレス鋼及びアクリル板により囲い、その内部を排気ダクトに接続して常時換気し循環水が漏洩した場合の放射能汚染拡散を低減するよう配慮した。本装置の制御は、ホットセルの前面に設置された制御盤において行う。

4.1 水質調整系

本系は、サージタンク（容量50 l）、調整槽（容量50 l）、純水製造器（蒸留・イオン交換・濾過法）等より成る。調整槽では、アルゴンガス及び酸素（またはアルゴン/酸素混合ガス）をバブリングして溶存酸素濃度の調整を行うとともに、液面計による水位の自動調整を行う。溶存酸素濃度の調整は水質計測の結果をフィードバックすることにより自動的に行われる。サージタンクは、調整槽の水位を保つための純水を貯蔵・供給するものである。調整された純水は、送水ポンプ及び低圧フィルター（ポリプロピレン製、メッシュ25 μm ）を通して循環系の高压定量ポンプへ送られる。ただし、送水ポンプを出る水の大部分はバイパスにより、精製系のイオン交換塔に送られ再び調整槽に返るという循環を繰り返しており、これにより調整槽内の電導度を常時0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下にまで低下させている。また、一部の水は水質計測系へ送られ分析される。

4.2 高温高压水循環系

本系は、高压定量ポンプ（日機装（株）製、M150-S3A型）、アクチュエータ（容量1 l）、熱交換器、予熱器、冷却器、フィルター、その他の圧力配管部品及び断熱・保温部材より構成される。高压定量ポンプは、ダイアフラム方式で5 l/hの一定吐出量を持ち、安全装置として吐出側に安全弁と上限接点付圧力計が付属している。アクチュエータは、高压定量ポンプのプランジャー往復運動による圧力の脈動を低減する機能を有している。熱交換器は、二重管式でありホットセルの天井上部に設置した。予熱器は、オートクレーブへ入る純水を加熱するものでコイル管外部加熱式になっている。オートクレーブからの出口側には熱交換器の後段に二重高压フィルターを設け、照射済み試験片から発生する可能性のある放射性クラッドが循環系内へ移行することを防止した。このフィルターはSUS316焼結金属製であり、メッシュは10 μm 及び40 μm である。その後、冷却器（直管式）、保圧弁を通り水質計測・精製系へ入る。

4.3 水質計測・精製系

本系では、循環水の溶存酸素濃度、電導度及びpHを、調整槽の出口水（オートクレーブ入口水）及びオートクレーブからの出口水について、電磁弁による流路切り替えにより測定することができる。測定には次の各測定器を用いている：

溶存酸素濃度計： 隔膜形ポーラログラフ式
 使用条件： 0~50 °C、0.5 MPa以下
 温度補償型 (5~40 °C)
 東亜電波工業（株）製、DODI-1型

電導度計： 電導度、比抵抗、温度の測定可能
 温度補償型 (0~50 °C)
 東亜電波工業（株）製、CDIC-1型

pH測定器： ガラス電極式
 東亜電波工業（株）製、HDIC-3型

溶存酸素濃度の測定には、計測センサー部での水流量がある量以上でなければ正確な測定ができないため、本系内に計測タンク（アクリル製、容量1 l）と小型ポンプ（吐出量8 l/min）によるループを設け、系内の循環水量を増加させている。ただし、調整槽からの水量は十分とれるため直接計測センサー部へ導入している。また、溶存酸素濃度計及び電導度計のセンサー部からの出口水は精製系へ戻すことができるが、pHセンサー部を出た水は照合電極からの電極電解液（塩化カリウム水溶液）の微量な漏洩により汚染されているために精製系に戻さず廃棄することとした。

計測系を出た循環水は、イオン交換樹脂塔（オルガノ（株）製、G-10型）に入り精製され、再び調整槽へ戻る。イオン交換樹脂としてはアンバーライトMB-2が10 l充填されている。

5. 関連ホットラボ設備

5.1 鉛ホットセル

大洗研ホットラボの鉛セルは材料試験用に使用されており、高温水中照射腐食割れ試験装置本体はFig. 4に示したように鉛セルNo. 2内に設置されている。このホットセルは、厚さ15cmの鉛遮蔽壁を有するβ・γセルであり、使用可能な最大放射能量は⁶⁰Co換算で37 GBq (1 Ci) である。ホットセルの背面には、遮蔽扉（厚さ20cm）があり、年1回行う装置の除染及びメインテナンス時等に使用する。ホットセル内部の温度は試験実施中はほぼ一定温度に調節可能であり、また操作室に対して常時10 mmH₂Oの負圧に保持され換気は毎時35回行われている。

5.2 外観観察用ペリスコープ

試験前後には試験片の外観観察を鉛セルNo. 3に設置されているペリスコープ（倍率1~5倍）により行う。このペリスコープは低倍率であるため試験片の細部は観察できないが、全体の変形及び着色状態等について検査することができる。さらに詳細な観察が必要な場合には、コンクリートセルに設置されている高倍率（9~45倍）のペリスコープを使用する。

溶存酸素濃度計： 隔膜形ポーラログラフ式
 使用条件： 0~50 °C、0.5 MPa以下
 温度補償型 (5~40 °C)
 東亜電波工業（株）製、DODI-1型

電導度計： 電導度、比抵抗、温度の測定可能
 温度補償型 (0~50 °C)
 東亜電波工業（株）製、CDIC-1型

pH測定器： ガラス電極式
 東亜電波工業（株）製、HDIC-3型

溶存酸素濃度の測定には、計測センサー部での水流量がある量以上でなければ正確な測定ができないため、本系内に計測タンク（アクリル製、容量1 l）と小型ポンプ（吐出量8 l/min）によるループを設け、系内の循環水量を増加させている。ただし、調整槽からの水量は十分とれるため直接計測センサー部へ導入している。また、溶存酸素濃度計及び電導度計のセンサー部からの出口水は精製系へ戻すことができるが、pHセンサー部を出た水は照合電極からの電極電解液（塩化カリウム水溶液）の微量な漏洩により汚染されているために精製系に戻さず廃棄することとした。

計測系を出た循環水は、イオン交換樹脂塔（オルガノ（株）製、G-10型）に入り精製され、再び調整槽へ戻る。イオン交換樹脂としてはアンバーライトMB-2が10 l充填されている。

5. 関連ホットラボ設備

5.1 鉛ホットセル

大洗研ホットラボの鉛セルは材料試験用に使用されており、高温水中照射腐食割れ試験装置本体はFig. 4に示したように鉛セルNo. 2内に設置されている。このホットセルは、厚さ15cmの鉛遮蔽壁を有するβ・γセルであり、使用可能な最大放射能量は ^{60}Co 換算で37 GBq (1 Ci) である。ホットセルの背面には、遮蔽扉（厚さ20cm）があり、年1回行う装置の除染及びメインテナンス時等に使用する。ホットセル内部の温度は試験実施中はほぼ一定温度に調節可能であり、また操作室に対して常時10 mmH₂Oの負圧に保持され換気は毎時35回行われている。

5.2 外観観察用ペリスコープ

試験前後には試験片の外観観察を鉛セルNo. 3に設置されているペリスコープ（倍率1~5倍）により行う。このペリスコープは低倍率であるため試験片の細部は観察できないが、全体の変形及び着色状態等について検査することができる。さらに詳細な観察が必要な場合には、コンクリートセルに設置されている高倍率（9~45倍）のペリスコープを使用する。

5.3 寸法測定装置

本試験装置では、現在のところ試験片の変形を高温高圧水中で直接測定することはできない。従って、試験後に試験片の変形を調べ、クロスヘッド変位から求めた伸び変形量と比較しその精度を確めている。変形の測定は、鉄セル (Fig. 4 参照) に設置されている寸法測定装置により行う。この装置は、倍率5倍のペリスコープにX-Yステージとビデオモニターを付属させた装置であり、寸法測定精度は $50 \mu\text{m}$ である。性能試験により、クロスヘッド変位と試験片の変形量は良く一致していることを確認しい。

5.4 遮蔽型X線マイクロアナライザ

SSRT試験において、試験片破断後の破面観察により得られる破壊モード、破面率、断面収縮率等の情報はSCC挙動の評価のために重要な情報である。このため、破断試験片はX線マイクロアナライザを用い破面及び側面の走査電子顕微鏡観察を行う。大洗研ホットラボに設置されているX線マイクロアナライザは、日本電子(株)製JRXA-501型(WDX/DEX付)であり、タンゲステン遮蔽型のため最大 $74 \text{ GBq}/1\text{MeV}$ ($10 \text{ Ci} / 0.8 \text{ MeV}$)または ^{60}Co 換算で 0.18 Ci (6.66 GBq)の試験片を観察することができる。試験片の移送は、X線マイクロアナライザ専用キャスクを用いて行う。

6. 原子炉照射材の予備試験結果

6.1 試験概要

前章までに述べた 高温水中照射腐食割れ試験装置を用いて、米国オークリッジ国立研究所(Oak Ridge National Laboratory, 以下ORNL)の研究炉(Oak Ridge Research Reactor, 以下ORR)で中性子照射を行ったステンレス鋼小型試験片の高温水中SSRT試験を行い、そのSCC挙動について調べた。この照射は、核融合炉構造材料の開発・研究のために実施されている日米核融合協力のもとで実施中の、「混合スペクトル核分裂炉による第1壁構造材料の日米協力試験」[19]の一環として行われた。

核融合炉の第1壁・ブランケット構造材料は 14MeV の高エネルギー中性子の照射を受け、合金内部に各種照射損傷を形成し、また核変換によりH及びHeが生成する。この場合に合金が受ける照射効果は、中性子スペクトルの違いにより核分裂炉の炉心で材料が受ける照射効果とは異なるものとなる。このため、核融合炉に予想される照射効果を核分裂炉で近似するひとつ的方法として、熱中性子束を調整してはじき出し損傷(dpa)に対するHe生成量の比(He/dpa)を核融合炉条件に近似するスペクトル調整照射がある[20]。本試験に用いた試験片は、ORRの照射キャップセルにおいてスペクトル調整照射されたものである。

6.2 照射後試験片

試験片の材料は溶体化SUS316鋼(J316SA)であり、その化学組成をTable 2に示す。溶体化処

5.3 寸法測定装置

本試験装置では、現在のところ試験片の変形を高温高圧水中で直接測定することはできない。従って、試験後に試験片の変形を調べ、クロスヘッド変位から求めた伸び変形量と比較しその精度を確めている。変形の測定は、鉄セル (Fig. 4 参照) に設置されている寸法測定装置により行う。この装置は、倍率5倍のペリスコープにX-Yステージとビデオモニターを付属させた装置であり、寸法測定精度は $50 \mu\text{m}$ である。性能試験により、クロスヘッド変位と試験片の変形量は良く一致していることを確認しい。

5.4 遮蔽型X線マイクロアナライザ

SSRT試験において、試験片破断後の破面観察により得られる破壊モード、破面率、断面収縮率等の情報はSCC挙動の評価のために重要な情報である。このため、破断試験片はX線マイクロアナライザを用い破面及び側面の走査電子顕微鏡観察を行う。大洗研ホットラボに設置されているX線マイクロアナライザは、日本電子(株)製JRXA-501型(WDX/DEX付)であり、タンゲステン遮蔽型のため最大 $74 \text{ GBq}/1\text{MeV}$ ($10 \text{ Ci} / 0.8 \text{ MeV}$)または ^{60}Co 換算で 0.18 Ci (6.66 GBq)の試験片を観察することができる。試験片の移送は、X線マイクロアナライザ専用キャスクを用いて行う。

6. 原子炉照射材の予備試験結果

6.1 試験概要

前章までに述べた 高温水中照射腐食割れ試験装置を用いて、米国オークリッジ国立研究所(Oak Ridge National Laboratory, 以下ORNL)の研究炉(Oak Ridge Research Reactor, 以下ORR)で中性子照射を行ったステンレス鋼小型試験片の高温水中SSRT試験を行い、そのSCC挙動について調べた。この照射は、核融合炉構造材料の開発・研究のために実施されている日米核融合協力のもとで実施中の、「混合スペクトル核分裂炉による第1壁構造材料の日米協力試験」[19]の一環として行われた。

核融合炉の第1壁・ブランケット構造材料は 14MeV の高エネルギー中性子の照射を受け、合金内部に各種照射損傷を形成し、また核変換によりH及びHeが生成する。この場合に合金が受ける照射効果は、中性子スペクトルの違いにより核分裂炉の炉心で材料が受ける照射効果とは異なるものとなる。このため、核融合炉に予想される照射効果を核分裂炉で近似するひとつ的方法として、熱中性子束を調整してはじき出し損傷(dpa)に対するHe生成量の比(He/dpa)を核融合炉条件に近似するスペクトル調整照射がある[20]。本試験に用いた試験片は、ORRの照射キャップセルにおいてスペクトル調整照射されたものである。

6.2 照射後試験片

試験片の材料は溶体化SUS316鋼(J316SA)であり、その化学組成をTable 2に示す。溶体化処

理条件は $1050\text{ }^{\circ}\text{C} \times 30\text{ min}$ である。試験片はFig. 11に示す小型試験片(Grodzinski形)である。

照射は、MFE-7Jキャップセルにおいて1985年から1987年にかけて行われ、照射量は7.9 dpa ($1 \times 10^{26}\text{ n/m}^2$ 、 $>0.1\text{ MeV}$) に達した。照射により生成した総He生成量は96 appmと見積もられている[21]。照射温度は $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ でありNaK中で照射された。照射済み試験片の放射能量は1991年1月に ^{60}Co 換算で約0.1 Ciであった。この試験片は1991年4月に、ORN Lから大洗研ホットラボへ空輸され同年6月試験に供した。試験片の装置への装着には、Fig. 13に示した治具を用いた。ただし、この試験では試験片の電気的絶縁及び電位測定・制御は行わなかった。

6.3 試験条件

次の条件において高温高圧水中SSRT試験を行った：

歪速度：	$1.7 \times 10^{-7}\text{ s}^{-1}$
温度：	$300\text{ }^{\circ}\text{C}$
圧力：	9.5 MPa
溶存酸素濃度：	32 ppm (室温で酸素飽和)
水流量：	5 l/h

なお、試験中に測定した電導度は、オートクレーブ入口側で約 $0.1\text{ }\mu\text{S/cm}$ 、出口側で約 $0.9\text{ }\mu\text{S/cm}$ であった。

6.4 試験結果

Fig. 18に示す荷重・伸びと試験時間の関係のように、試験片は引張開始後74時間で破断した。試験中、変位速度は一定に保持され低歪速度の制御を精度よく行えることを確認した。また、試験温度及び圧力は、それぞれ $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及び $\pm 0.1\text{ MPa}$ に制御することができた。

試験片はFig. 19の外観写真に示すように、約4 %の全伸びを示してほぼ平行部の中央付近で破断した。Fig. 20に破面全体の走査型電子顕微鏡写真を示す。破面観察によると破断モードはほぼ全面的に粒界破断(Intergranular fracture)である。また、Fig. 21の破面拡大写真のように2次き裂の発生が見られ、典型的な粒界応力腐食割れ(Intergranular Stress Corrosion Cracking, 以下IGSCC)の様相を示している。

一方、ORN Lにおいて本試験片と同時に照射された同一素材で類似形状の薄板引張試験片(SS-1型)とその非照射の試験片を、 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ の真空中において引張試験(変位速度、 0.5 mm/min)した結果によると、両試験片共に破断モードは延性破断であった[22]。これらの試験の応力-歪曲線をFig. 22に比較する。真空中で試験した非照射材(EL-31)及び照射材(EL-14)の破断伸びに比べ、高温水中での破断伸び(GFC-15)は小さい。以上の結果から、高温水中SSRT試験で生じたIGSCCの原因是原子炉照射によると考えられ、中性子照射がSUS316鋼のSCC感受性を高めIGSCCが発生したといえる。この試験結果の詳細については別報において報告する[23]。

上記照射材に引き続き3本の照射材の試験を実施後に、ホットセルの除染と試験装置の保守点検を実施し、装置内部の放射能汚染の状況及び機器の状況について調べた。それによると、

オートクレーブ内には若干の固着した汚染があるが、ホットセル外部の循環系ではイオン交換樹脂塔を除き放射線線量は検出限界以下であった。イオン交換樹脂塔のみは約 $10 \mu\text{Sv}/\text{h}$ の線量当量率であった。結果として、SSRT装置本体及び高温高圧水精製循環装置の汚染は軽微であり、装置運転上の支障とはならないことが確認された。本装置は現在までに高温高圧水条件で約2000時間運転し、その内の約1000時間は照射材のSSRT試験を安全かつ精度良く実施することができた。

7. 結 言

原子炉の炉心で中性子照射を受けたオーステナイト系ステンレス鋼等の構造材料が、水中において応力腐食割れ(SCC)感受性を示すようになる照射腐食割れ(IASCC)現象を研究するため、高温水中照射腐食割れ試験装置の開発を行った。この装置は、照射後試験片の高温高圧水中におけるSCC挙動を低歪速度法(SSRT)試験により調べるものである。SSRT試験は、材料の腐食環境中でのSCC感受性を迅速かつ定量性よく評価できる方法であるが、高温高圧水中で実施するには多くの課題がある。さらに、これを照射後試験に適用するためには、遠隔操作及び安全性確保のために充分な検討を行う必要がある。

本試験装置は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体及び高温高圧水を供給するループ形式の高温高圧水精製循環装置により構成される。本装置の設計・製作にあたっては、ホットセル内での使用条件に十分適合し、マニプレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、放射能汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。このため、クラッチシール方式によるオートクレーブの締め付け機構の開発等を行った。

本装置を用いて、米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において約8 dpaまでスペクトル調整照射されたSUS316系ステンレス鋼(溶体化材)試験片について、300 °C、9.5 MPaの高温水中において歪速度 $1.7 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ でSSRT試験を行った。その結果、ホットセル内で遠隔操作により照射後試験片の確実な取り扱いができること、高温高圧水精製循環装置により試験条件を安定した温度、圧力及び水質に保つことが可能であること、並びに精度の良いSSRT試験が実施可能であることを確認した。高温水中で試験片は粒界応力腐食割れ(IGSCC)による破断を示し、原子炉照射によりSCCが誘起されたと考えられる。今後、本装置を用いて、各種の条件で中性子照射を行った金属材料の照射腐食割れ試験を進めて行く予定である。

謝 辞

本試験装置の開発及び照射後試験の実施に当たり有益な御助言と御協力を頂いた、燃料・材料工学部の近藤達男部長、菱沼章道照射解析研究室長、辻宏和氏、実川資朗氏及び材料試験炉部ホットラボ課の坂倉敦元課長、小山田六郎課長、佐藤均氏、内田英男氏、阿部恭一氏、薄井洸氏、中川哲也氏の各位に深く感謝の意を表します。また、原研における照射材試験について御理解を頂いた米国オークリッジ国立研究所のDr. E. E. Bloom及びDr. A. F. Rowcliffeの各位へ感謝の意を表します。

オートクレーブ内には若干の固着した汚染があるが、ホットセル外部の循環系ではイオン交換樹脂塔を除き放射線線量は検出限界以下であった。イオン交換樹脂塔のみは約 $10 \mu\text{Sv}/\text{h}$ の線量当量率であった。結果として、SSRT装置本体及び高温高圧水精製循環装置の汚染は軽微であり、装置運転上の支障とはならないことが確認された。本装置は現在までに高温高圧水条件で約2000時間運転し、その内の約1000時間は照射材のSSRT試験を安全かつ精度良く実施することができた。

7. 結 言

原子炉の炉心で中性子照射を受けたオーステナイト系ステンレス鋼等の構造材料が、水中において応力腐食割れ(SCC)感受性を示すようになる照射腐食割れ(IASCC)現象を研究するため、高温水中照射腐食割れ試験装置の開発を行った。この装置は、照射後試験片の高温高圧水中におけるSCC挙動を低歪速度法(SSRT)試験により調べるものである。SSRT試験は、材料の腐食環境中でのSCC感受性を迅速かつ定量性よく評価できる方法であるが、高温高圧水中で実施するには多くの課題がある。さらに、これを照射後試験に適用するためには、遠隔操作及び安全性確保のために充分な検討を行う必要がある。

本試験装置は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体及び高温高圧水を供給するループ形式の高温高圧水精製循環装置により構成される。本装置の設計・製作にあたっては、ホットセル内での使用条件に十分適合し、マニプレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、放射能汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。このため、クラッチシール方式によるオートクレーブの締め付け機構の開発等を行った。

本装置を用いて、米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において約8 dpaまでスペクトル調整照射されたSUS316系ステンレス鋼(溶体化材)試験片について、300 °C、9.5 MPaの高温水中において歪速度 $1.7 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ でSSRT試験を行った。その結果、ホットセル内で遠隔操作により照射後試験片の確実な取り扱いができるよう、高温高圧水精製循環装置により試験条件を安定した温度、圧力及び水質に保つことが可能であること、並びに精度の良いSSRT試験が実施可能であることを確認した。高温水中で試験片は粒界応力腐食割れ(IGSCC)による破断を示し、原子炉照射によりSCCが誘起されたと考えられる。今後、本装置を用いて、各種の条件で中性子照射を行った金属材料の照射腐食割れ試験を進めて行く予定である。

謝 辞

本試験装置の開発及び照射後試験の実施に当たり有益な御助言と御協力を頂いた、燃料・材料工学部の近藤達男部長、菱沼章道照射解析研究室長、辻宏和氏、実川資朗氏及び材料試験炉部ホットラボ課の坂倉敦元課長、小山田六郎課長、佐藤均氏、内田英男氏、阿部恭一氏、薄井洸氏、中川哲也氏の各位に深く感謝の意を表します。また、原研における照射材試験について御理解を頂いた米国オークリッジ国立研究所のDr. E. E. Bloom及びDr. A. F. Rowcliffeの各位へ感謝の意を表します。

オートクレーブ内には若干の固着した汚染があるが、ホットセル外部の循環系ではイオン交換樹脂塔を除き放射線線量は検出限界以下であった。イオン交換樹脂塔のみは約 $10 \mu\text{Sv}/\text{h}$ の線量当量率であった。結果として、SSRT装置本体及び高温高圧水精製循環装置の汚染は軽微であり、装置運転上の支障とはならないことが確認された。本装置は現在までに高温高圧水条件で約2000時間運転し、その内の約1000時間は照射材のSSRT試験を安全かつ精度良く実施することができた。

7. 結 言

原子炉の炉心で中性子照射を受けたオーステナイト系ステンレス鋼等の構造材料が、水中において応力腐食割れ(SCC)感受性を示すようになる照射腐食割れ(IASCC)現象を研究するため、高温水中照射腐食割れ試験装置の開発を行った。この装置は、照射後試験片の高温高圧水中におけるSCC挙動を低歪速度法(SSRT)試験により調べるものである。SSRT試験は、材料の腐食環境中でのSCC感受性を迅速かつ定量性よく評価できる方法であるが、高温高圧水中で実施するには多くの課題がある。さらに、これを照射後試験に適用するためには、遠隔操作及び安全性確保のために充分な検討を行う必要がある。

本試験装置は、ホットセル内に設置したSSRT試験装置本体及び高温高圧水を供給するループ形式の高温高圧水精製循環装置により構成される。本装置の設計・製作にあたっては、ホットセル内での使用条件に十分適合し、マニプレータ等による遠隔操作で容易かつ確実に試験を実施できるように、装置の小型化、耐放射線性、保守性、放射能汚染除去性等の照射後試験装置としての特殊性に留意した。このため、クラッチシール方式によるオートクレーブの締め付け機構の開発等を行った。

本装置を用いて、米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において約8 dpaまでスペクトル調整照射されたSUS316系ステンレス鋼(溶体化材)試験片について、300 °C、9.5 MPaの高温水中において歪速度 $1.7 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ でSSRT試験を行った。その結果、ホットセル内で遠隔操作により照射後試験片の確実な取り扱いができること、高温高圧水精製循環装置により試験条件を安定した温度、圧力及び水質に保つことが可能であること、並びに精度の良いSSRT試験が実施可能であることを確認した。高温水中で試験片は粒界応力腐食割れ(IGSCC)による破断を示し、原子炉照射によりSCCが誘起されたと考えられる。今後、本装置を用いて、各種の条件で中性子照射を行った金属材料の照射腐食割れ試験を進めて行く予定である。

謝 辞

本試験装置の開発及び照射後試験の実施に当たり有益な御助言と御協力を頂いた、燃料・材料工学部の近藤達男部長、菱沼章道照射解析研究室長、辻宏和氏、実川資朗氏及び材料試験炉部ホットラボ課の坂倉敦元課長、小山田六郎課長、佐藤均氏、内田英男氏、阿部恭一氏、薄井洸氏、中川哲也氏の各位に深く感謝の意を表します。また、原研における照射材試験について御理解を頂いた米国オークリッジ国立研究所のDr. E. E. Bloom及びDr. A. F. Rowcliffeの各位へ感謝の意を表します。

参 考 文 献

- (1) Jacobs, A. J. and Wozadlo, G.P.: Proc. Int. Conf. Nuclear Power Plant Aging, Availability Factor and reliability Analysis, p.173, ASM, 1985.
- (2) Gordon, B.M. and Gordon, G.M.: Nucl. Eng. Des., 98, 109 (1987).
- (3) 薄田 寛：“軽水炉構造材料”, p.102, アビ・シー (1989).
- (4) Baker, C.C.: Fusion Tech., 15, 849 (1989).
- (5) 「中性子照射損傷評価」研究専門委員会報告, 日本原子力学会誌, 30, 759 (1988).
- (6) Carlson, D.D.: NEA/UNIPEDA Specialist Meeting on Life Limiting and Regulatory Aspects of Core Internals and Pressure Vessels, p.17, Stockholm, 1987.
- (7) 「高温水化学」研究専門委員会報告：“原子力発電プラントの水化学管理と基盤技術”, p.227, 日本原子力学会, 1991.
- (8) Andresen, P.L., Ford, F.P., Murphy, S.M. and Perks, J.M.: Proc. 4th Int. Symp. on Environmental Degradation of Metals in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, p. 1-83, Jekyll Island, Georgia, Aug. 1989.
- (9) 芝 清之、塙田 隆、中島 甫、松島 秀夫、高橋 五志生、園部 清美、小松 俊雄：日本原子力研究所レポート JAERI-M 91-024 (1991).
- (10) 塙田 隆、芝 清之、中島 甫：腐食防食'90講演集, 腐食防食協会, p.83, 1990.
- (11) 高野 道典：日本金属学会会報, 18, 566 (1979).
- (12) 山中 和夫：“腐食と破壊”, 日本機械学会, p.188, 1985.
- (13) Clarke, W.L. and Jacobs, A.J.: Proc. Int. Conf. Materials in Nuclear Energy, ASM, p.153, Huntsville, Canada, Sept. 1982.
- (14) Kodama, M., Nishimura, S., Morisawa, J., Shima, S., Suzuki, S. and Yamamoto, M. : Paper presented at 5th Int. Symp. on Environmental Degradation of Metals in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, Monterey, CA, Aug. 1991.
- (15) 中島 甫：第29回材料強度と破壊国内総合シンポジウム論文集, p.58, 1984.
- (16) 中島 甫：“腐食と破壊”, 日本機械学会, p.216, 1985.
- (17) 木崎 実、近江 正男、横井 正顕、吉河 昭二：特許出願「試験槽の密閉装置」1991.
- (18) Indig, M.E.: Proc. Seminar on Countermeasures for Pipe Cracking in BWRs, EPRI WS-79-174, No. 40, 1980.
- (19) 菱沼 章道：日本原子力学会誌, 33, 926 (1991).
- (20) Grossbeck, M.L., Bloom, E.E., Woods, J.W., Vitek, J.M. and Thoms, K.R.: Proc. Conf. on Fast, Thermal, and Fusion Reactor Experiments, vol.I, ANS, p.1-119, 1982.
- (21) Lillie, R.A.: Fusion Reactor Materials - Semiannual Progress Report, DOE/ER-031 3/1, ORNL, p.28 (1988).
- (22) Jitsukawa, S., Maziasz, P.J., Ishiyama, T., Gibson, L.T. and Hishinuma, A.: Presented at 5th Int. Conf. on Fusion Reactor Materials, OE3, Clearwater, Florida, 1991.
- (23) Tsukada, T., Shiba, K., Bell, G.E.C. and Nakajima, H.: Presented at NACE CORROSION/92, Paper No.104, Nashville, TN, May 1992.

Table 1 Technical barriers and its countermeasures for SSRT test of heavily irradiated specimens in high temperature and pressure water.

ITEM		BARRIERS	COUNTERMEASURE
General items	Mechanical parameters	Pressure difference between inside and outside of autoclave.	Automatic pressure compensation mechanism.
		Friction between loading system and autoclave sealing.	Small-sized autoclave and simplified design of loading system.
		Drift of zero level due to thermal expansion.	Temperature control of atmosphere in hot cell.
PIE* related items	Water chemistry parameter	Control of water chemistry.	Recirculating water loop with purification and make-up systems.
		Monitoring and control of corrosion potential	Equipment of reference electrode and electrical insulation of specimen.
PIE* related items	Remote operation/RI control	Sealing of autoclave.	Small-sized autoclave. Development of clutch sealing mechanism.
		Installation of specimen.	Simplified mechanism of gripping system.
		Prevention of spread of contamination.	Detection system and high quality filters.

*PIE: Post Irradiation Examination

Table 2 Chemical composition of specimen material in mass%.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ti	Fe
0.058	0.61	1.80	0.026	0.003	13.86	6.22	2.47	0.07	bal.

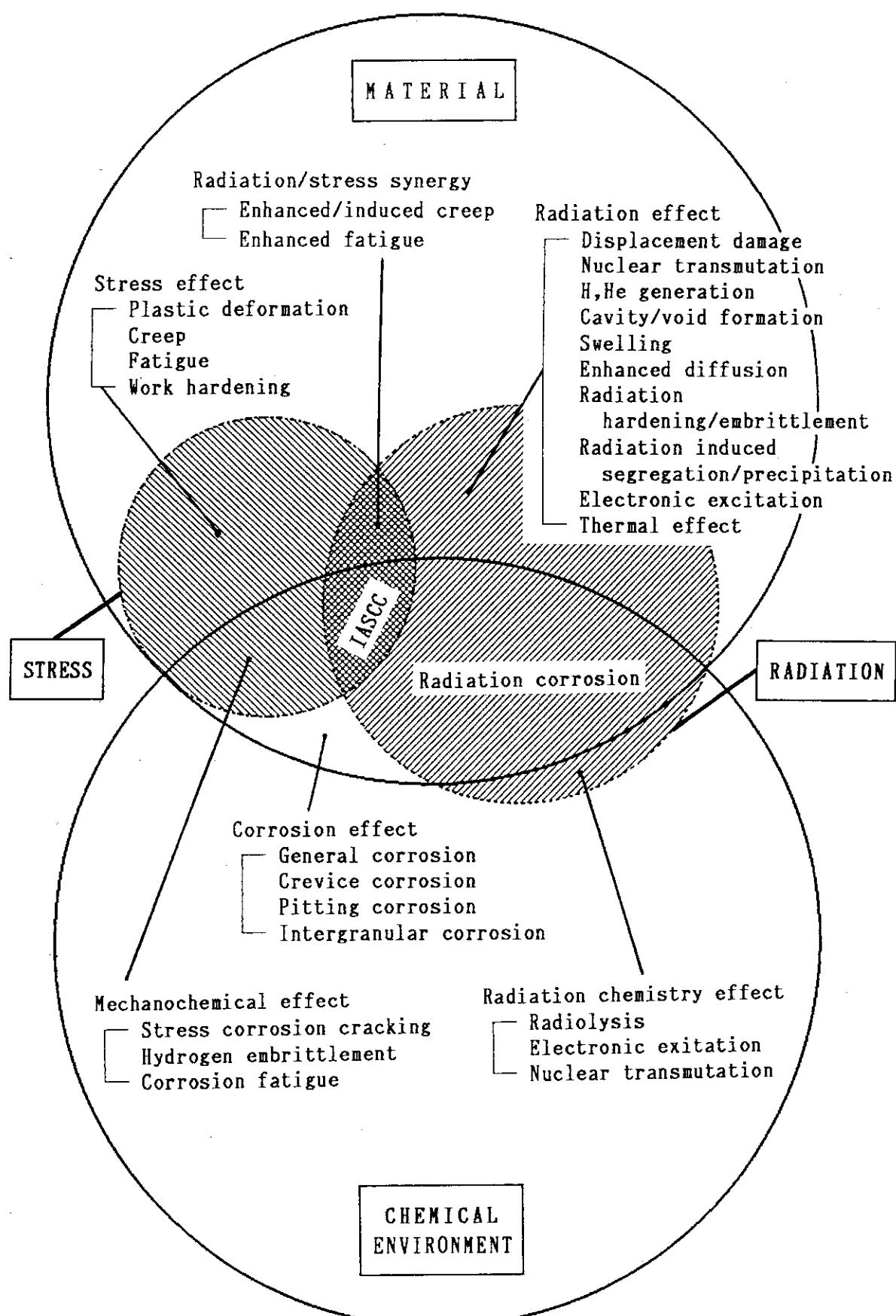


Fig. 1 Effects of radiation, chemical environment and stress on irradiation assisted stress corrosion cracking, IASCC of structural materials.

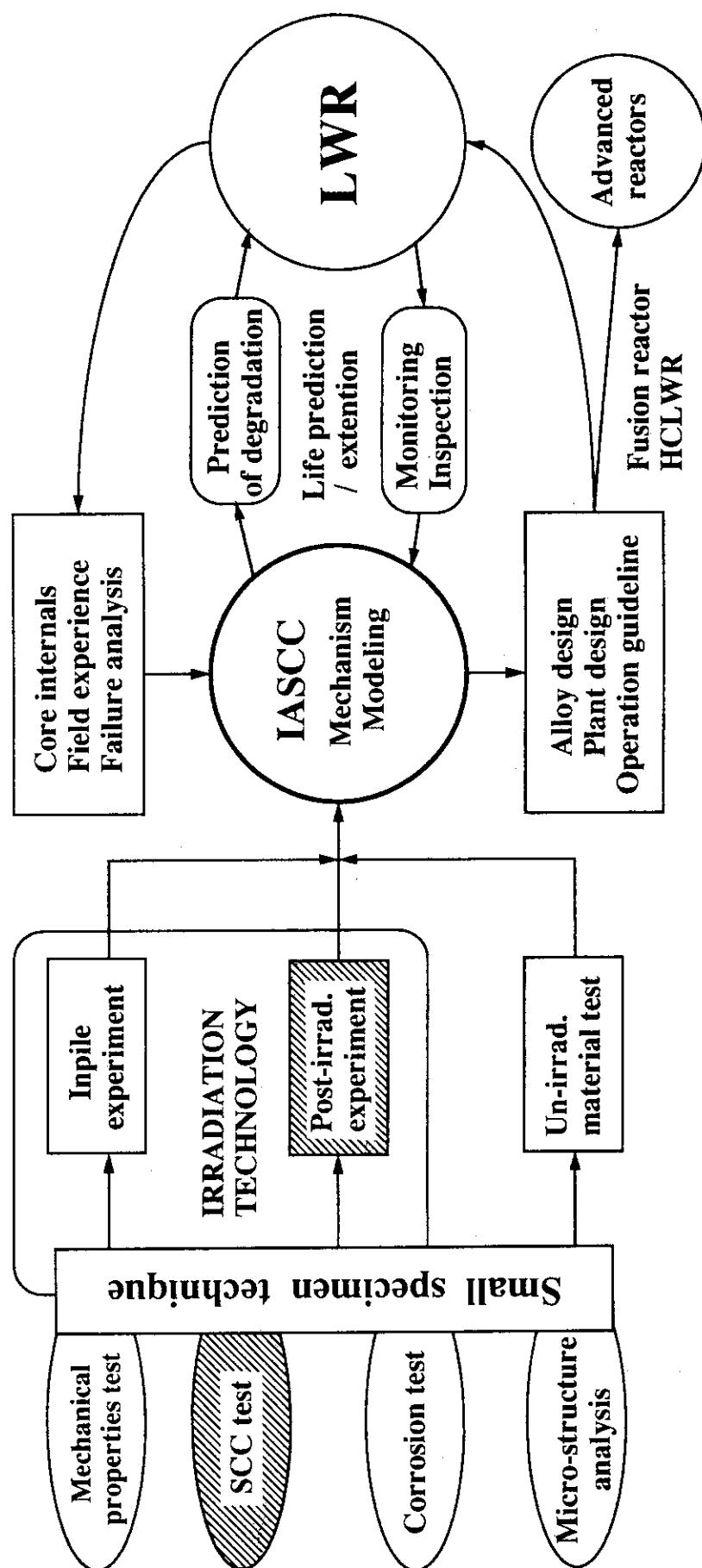


Fig. 2 Experimental procedures for IASCC mechanism study and its' applications for LWR and the advanced reactors.

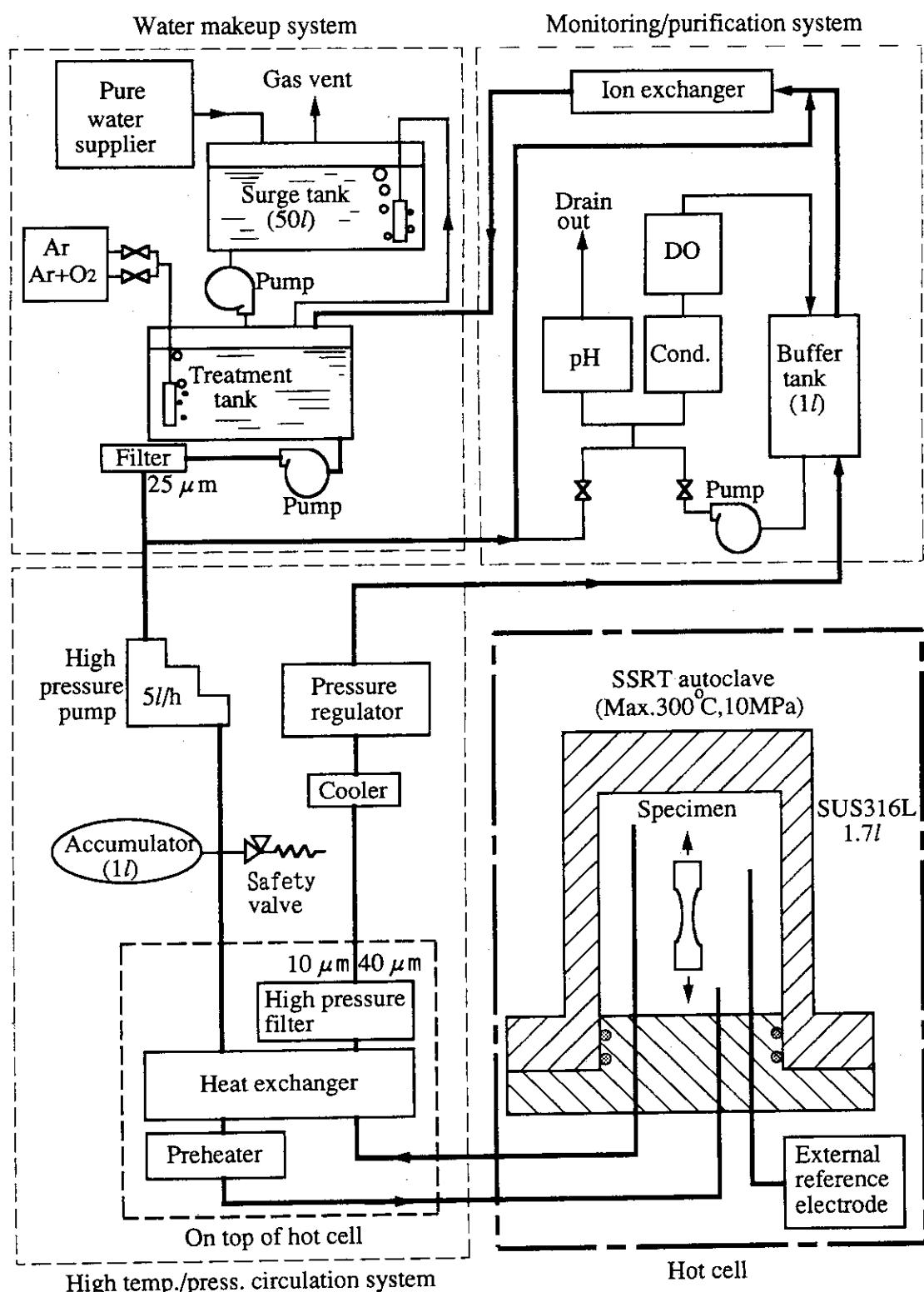


Fig. 3 Schematic flow diagram of the test facility.

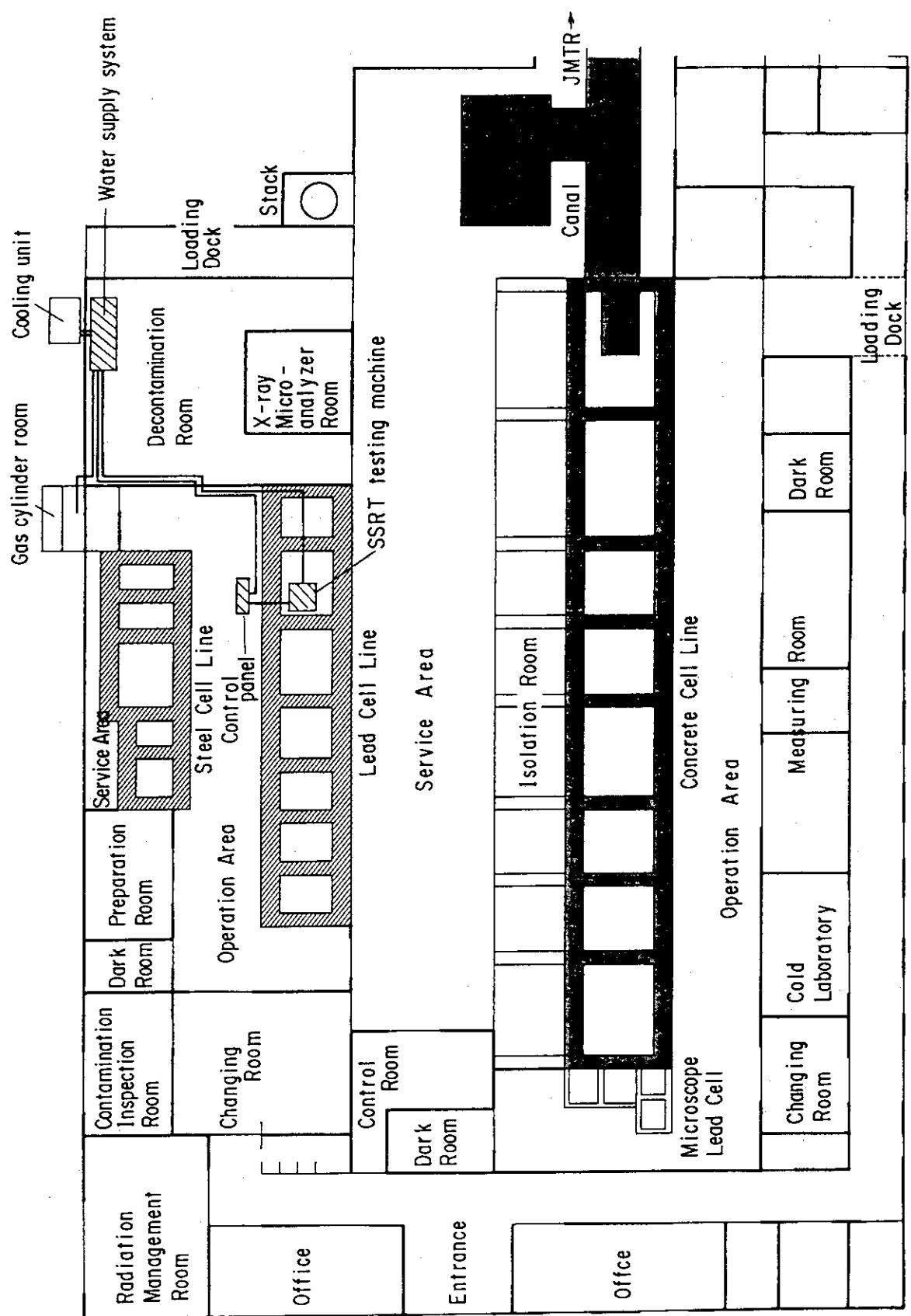


Fig. 4 Location of the test facility in the JMTR hot laboratory at JAERI Oarai research establishment.

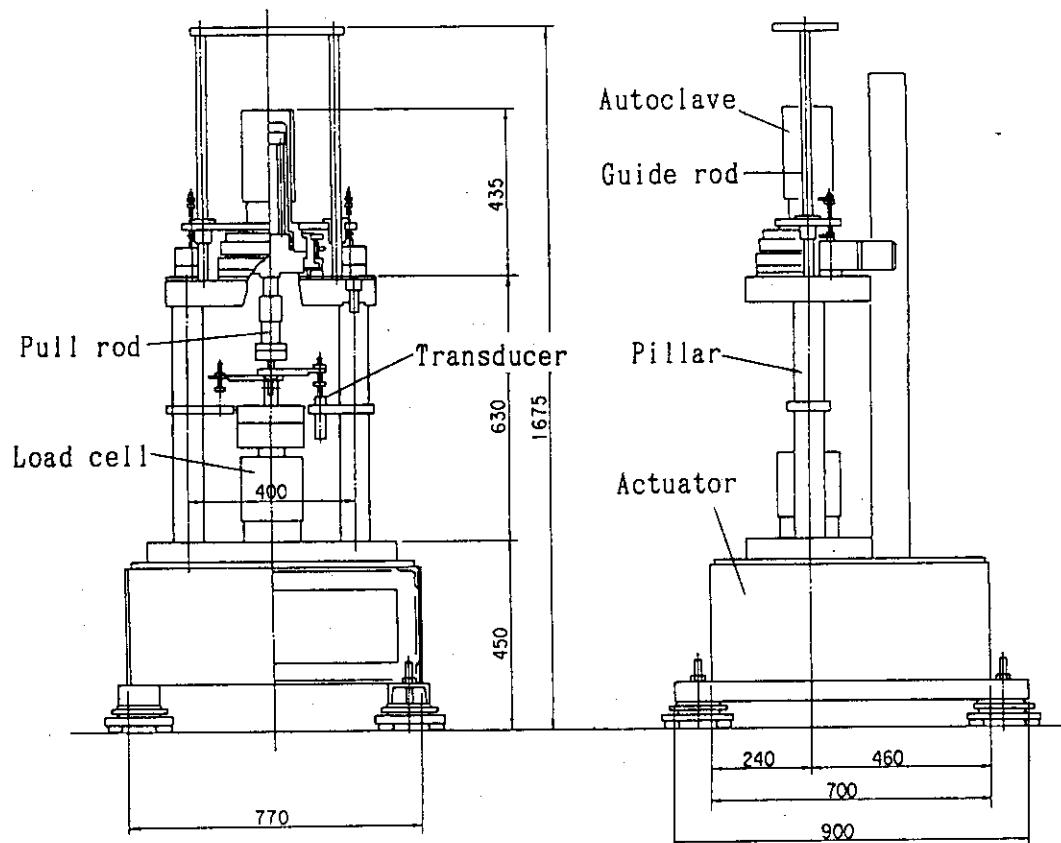


Fig. 5 Slow strain rate technique (SSRT) test machine.

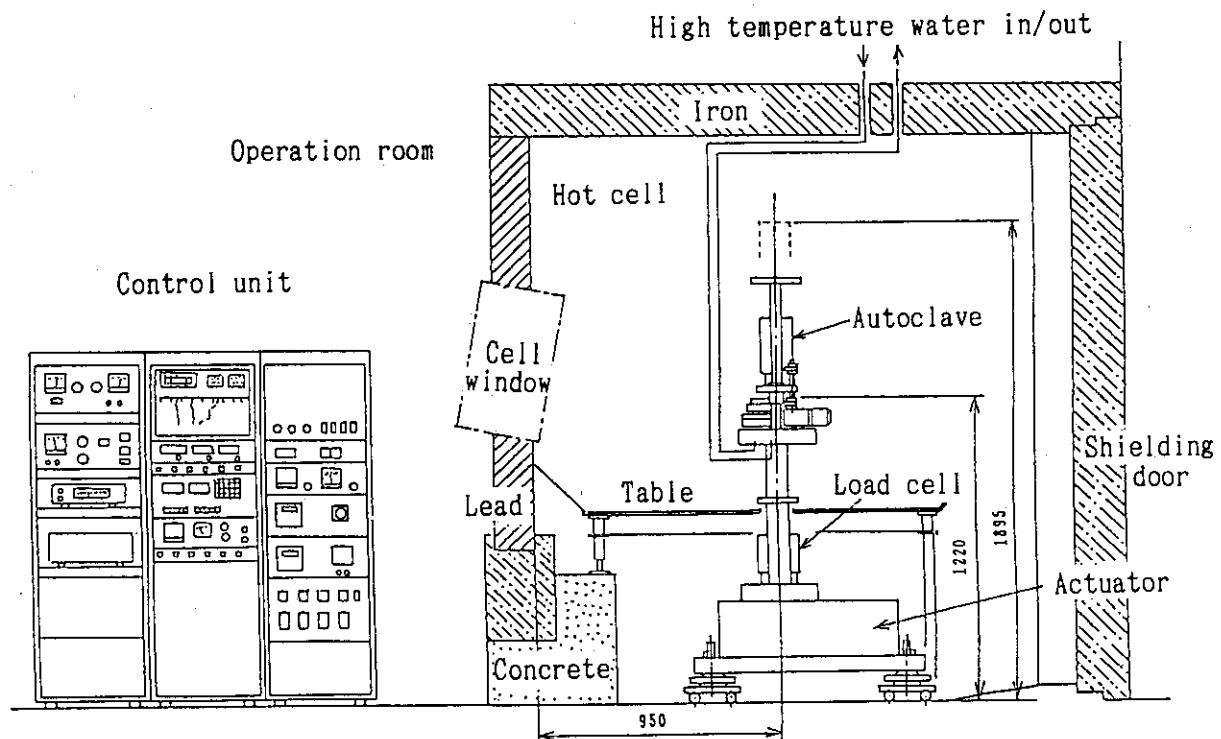


Fig. 6 SSRT test machine installed in hot cell and control unit.

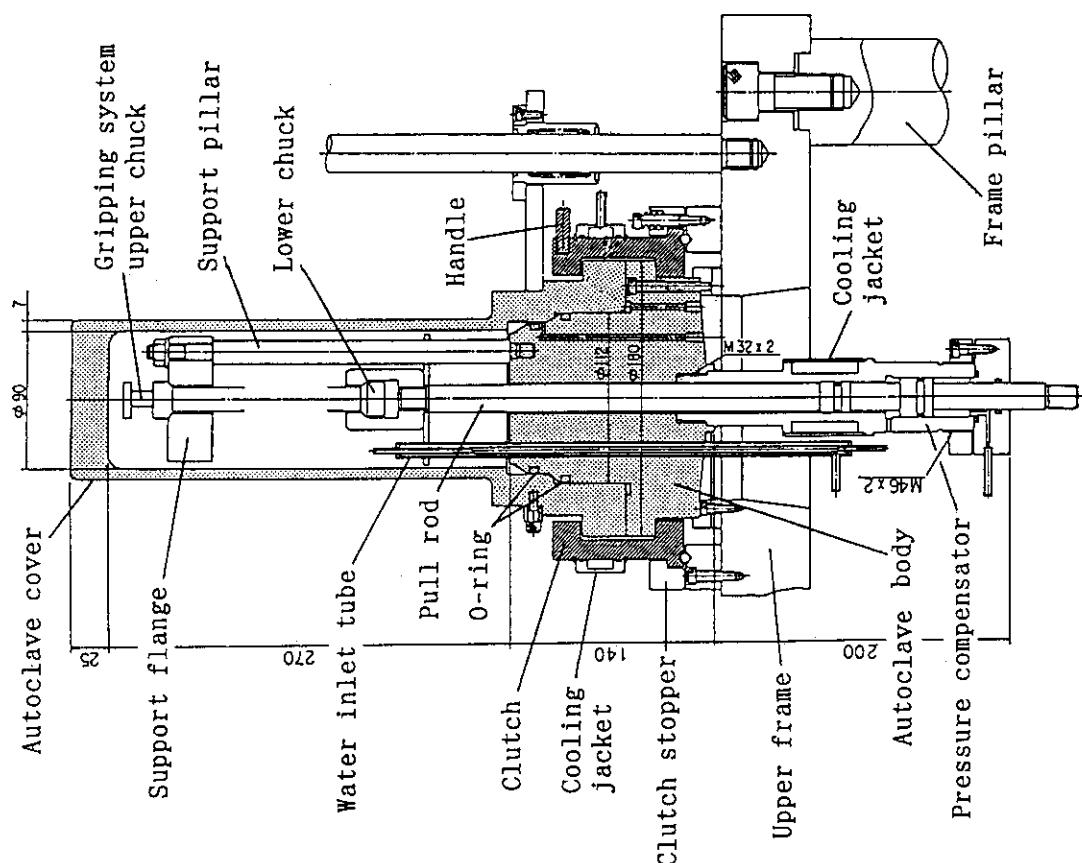


Fig. 7 Test section of SSRT test machine.

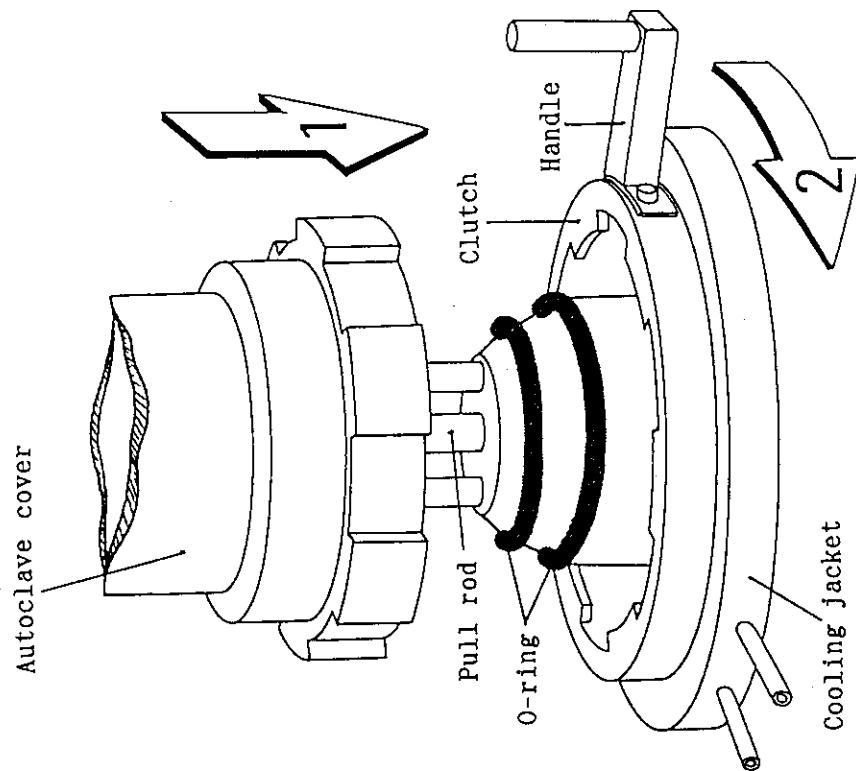


Fig. 8 Schematic drawing of the clutch sealing mechanism of autoclave.

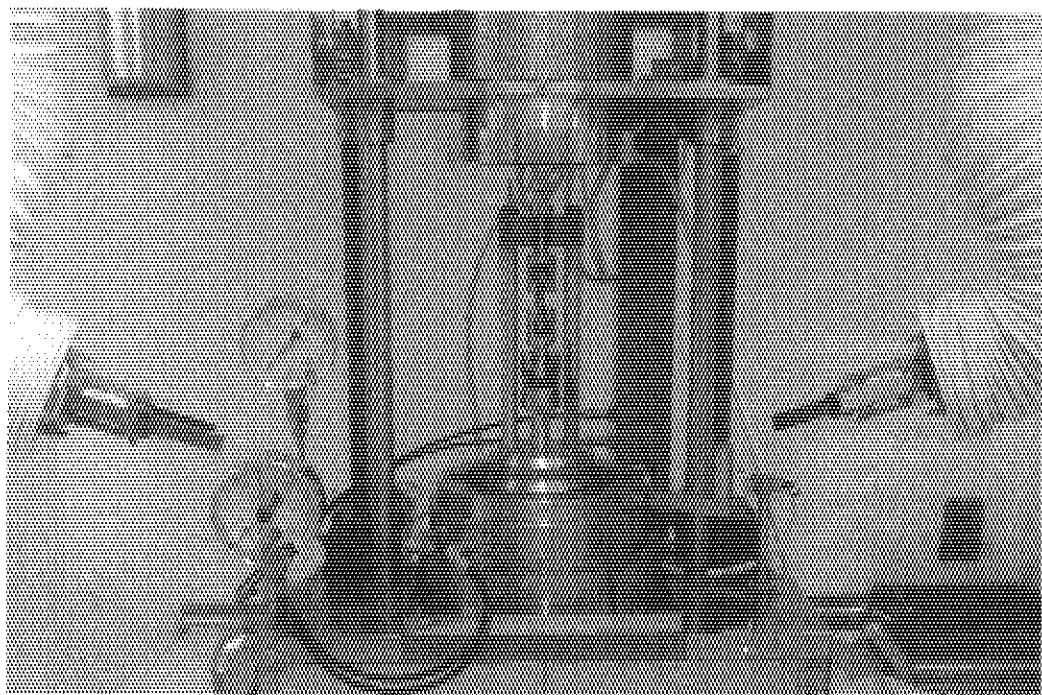


Fig. 9 View of autoclave and load support parts through lead glass of hot cell.

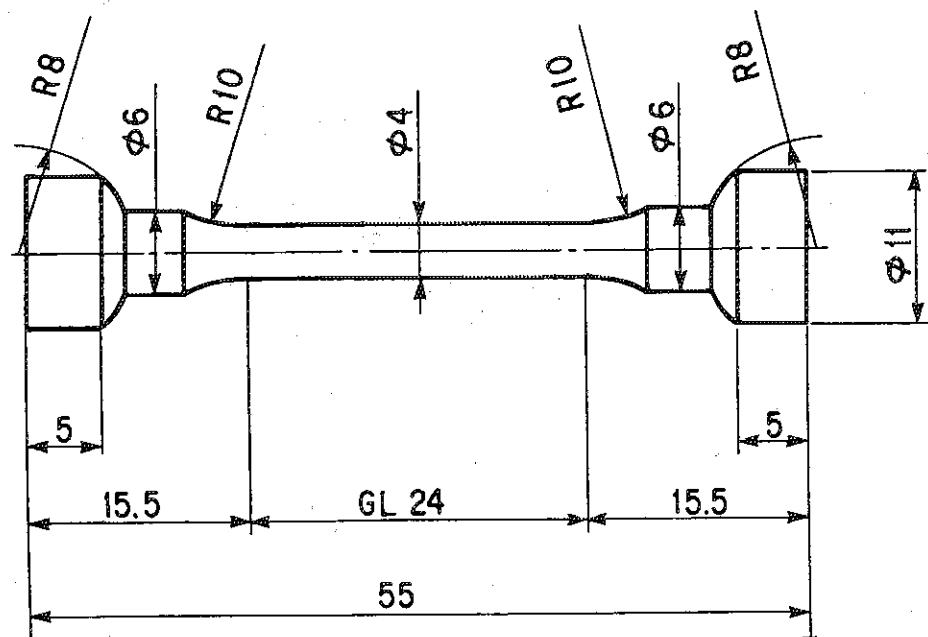


Fig. 10 Geometry of standard round bar type specimen. (unit: mm)

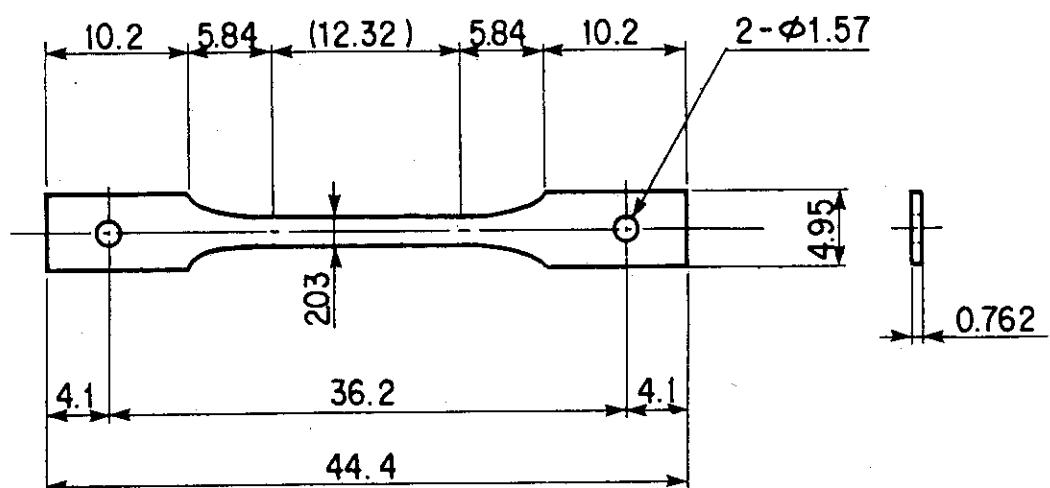


Fig. 11 Geometry of thin flat sheet type specimen. (unit: mm)

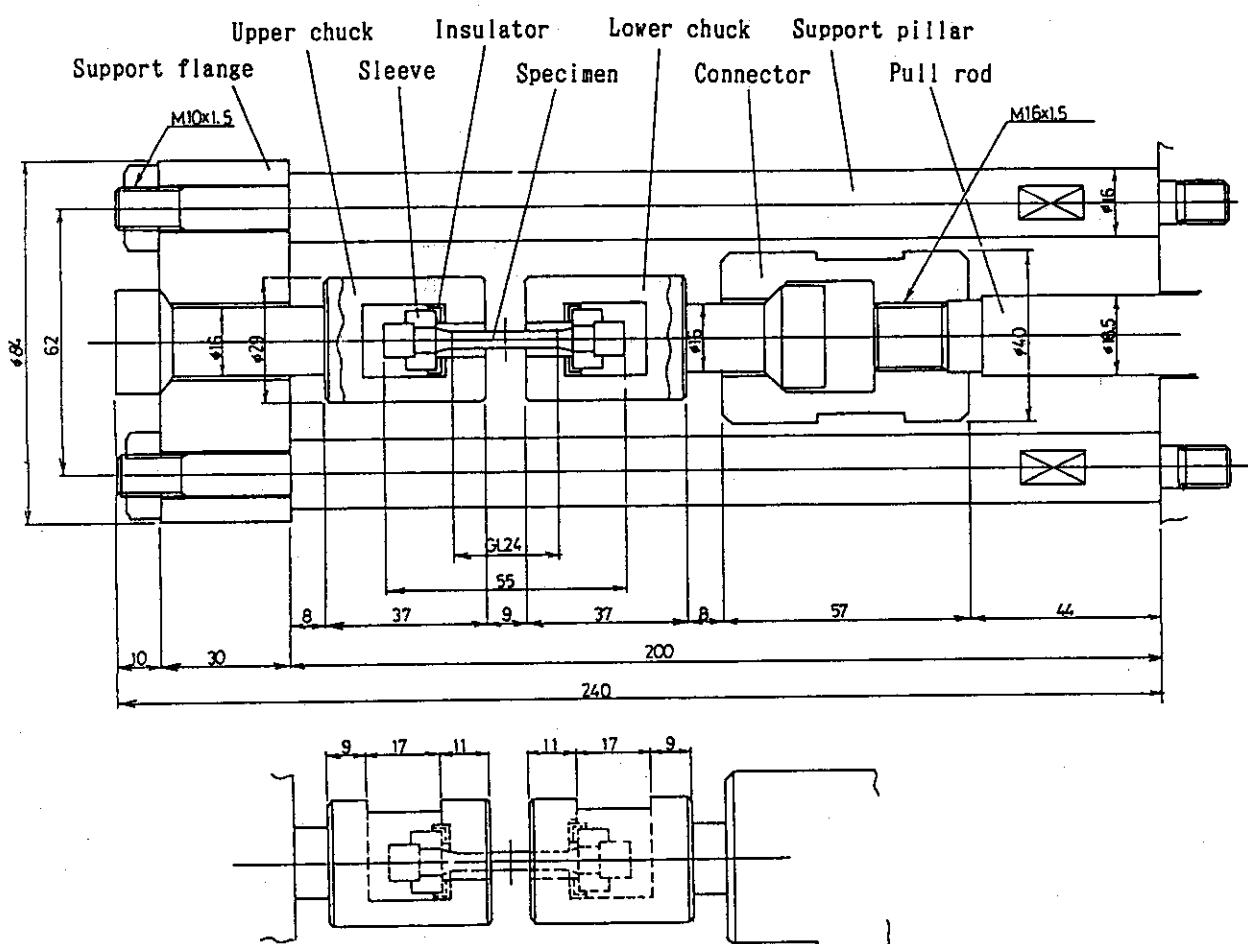


Fig. 12 Gripping system for the round bar type specimen.

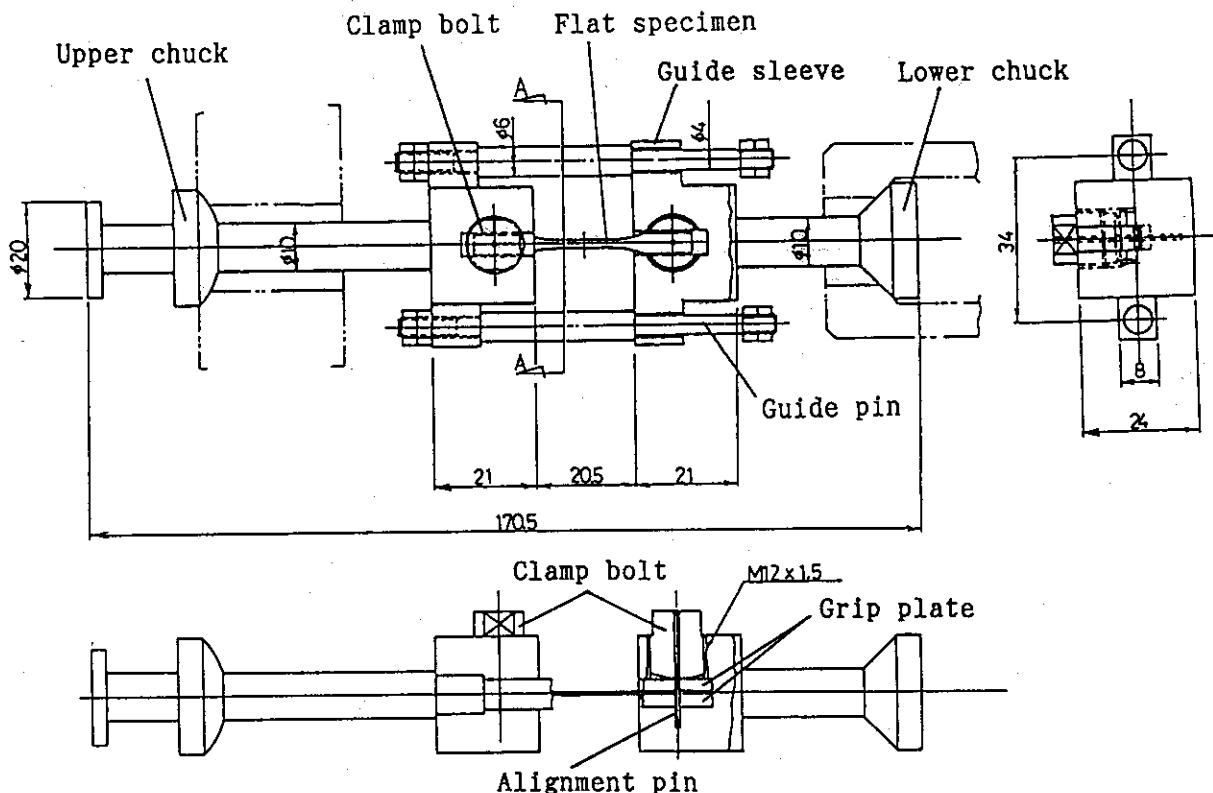


Fig. 13 Gripping system for the thin flat sheet type specimen.

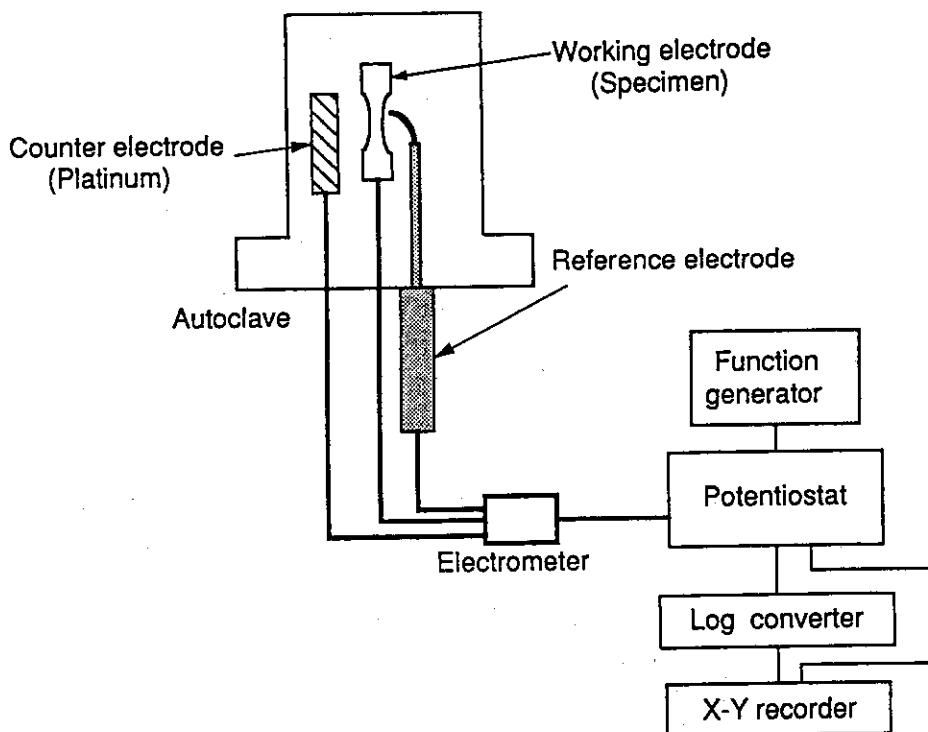


Fig. 14 System for monitoring and controlling of electrochemical potential of the specimen.

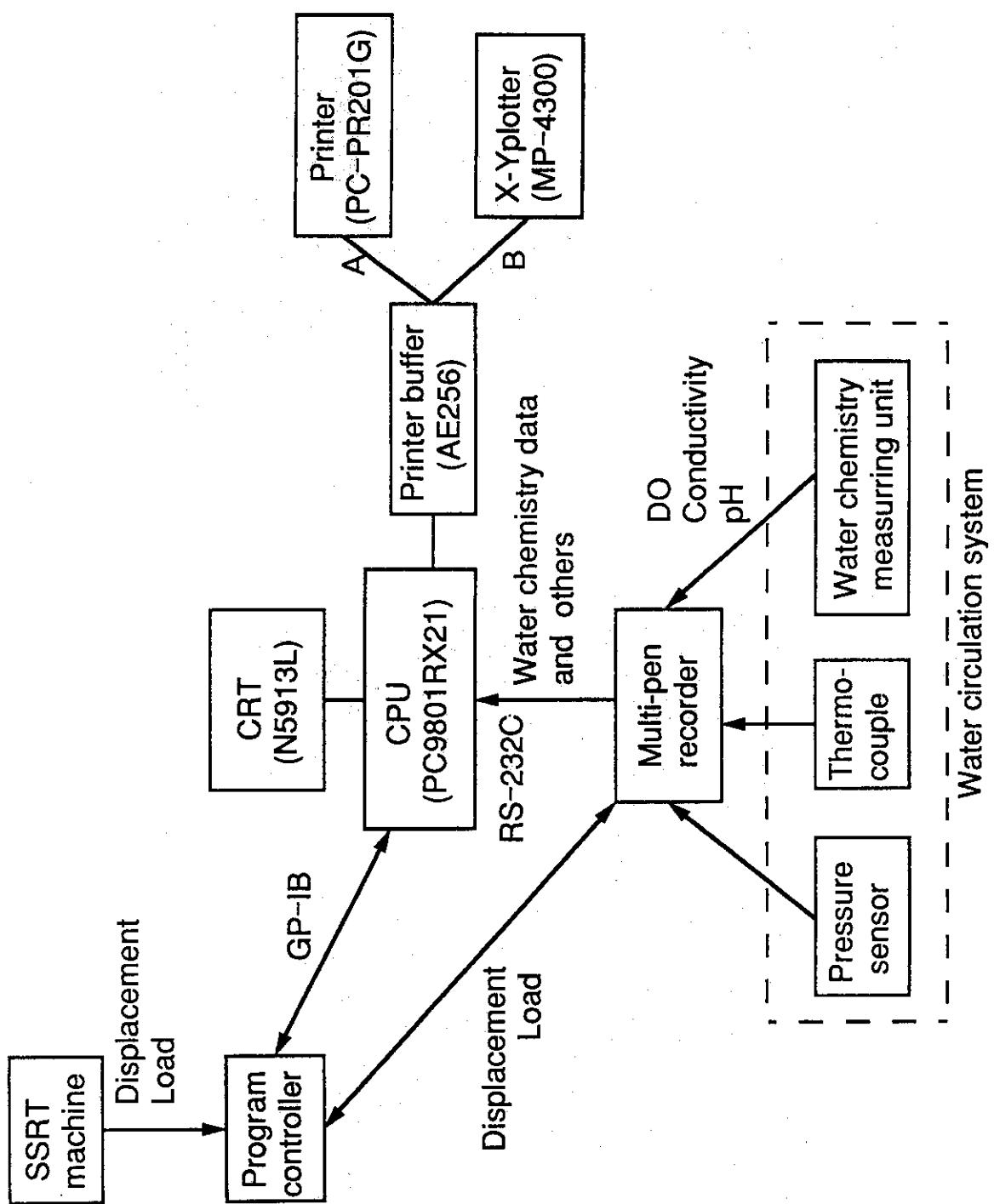


Fig. 15 Computer system for data acquisition and processing.

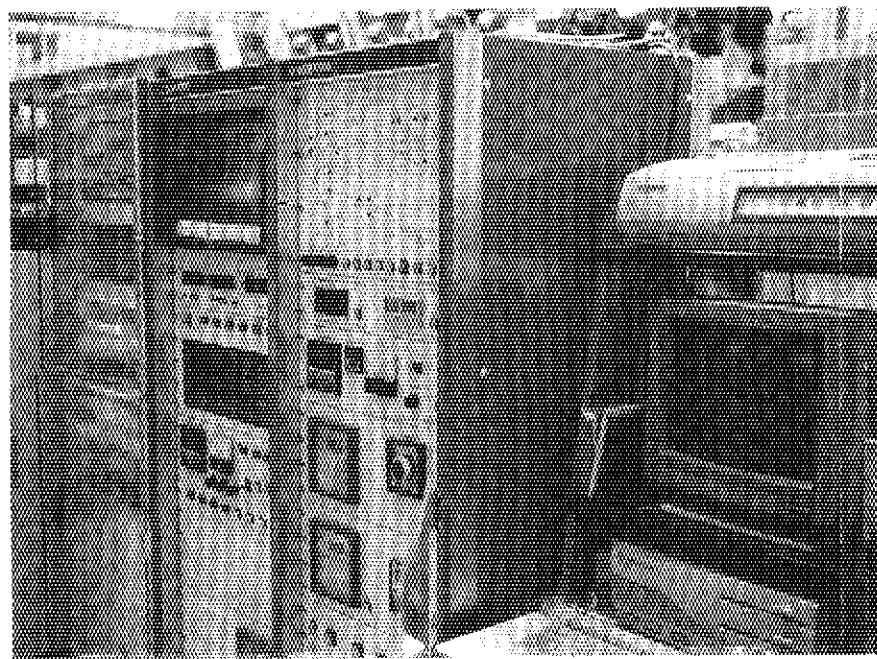


Fig. 16 Control unit and computer system.

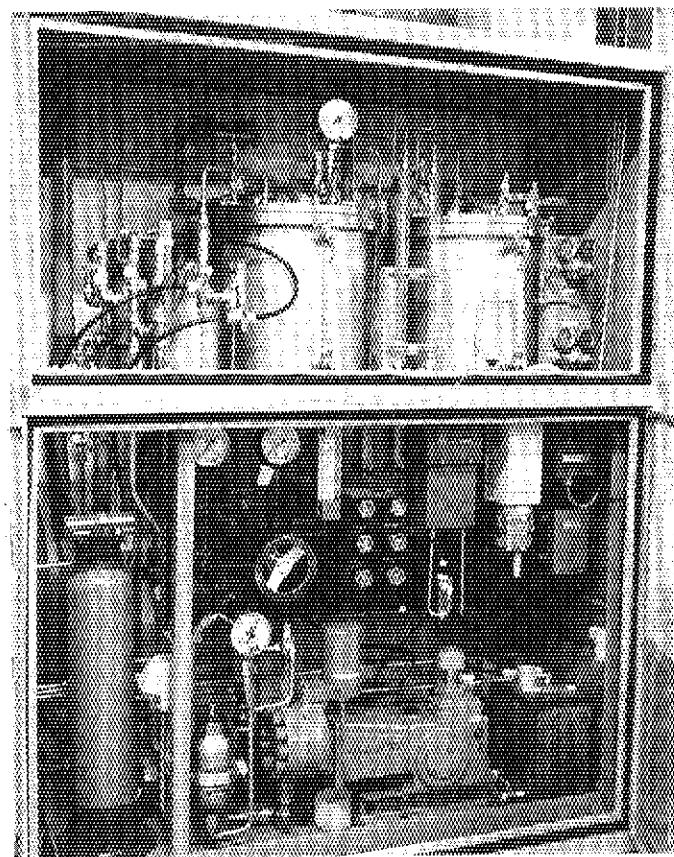


Fig. 17 Water circulation and purification system.

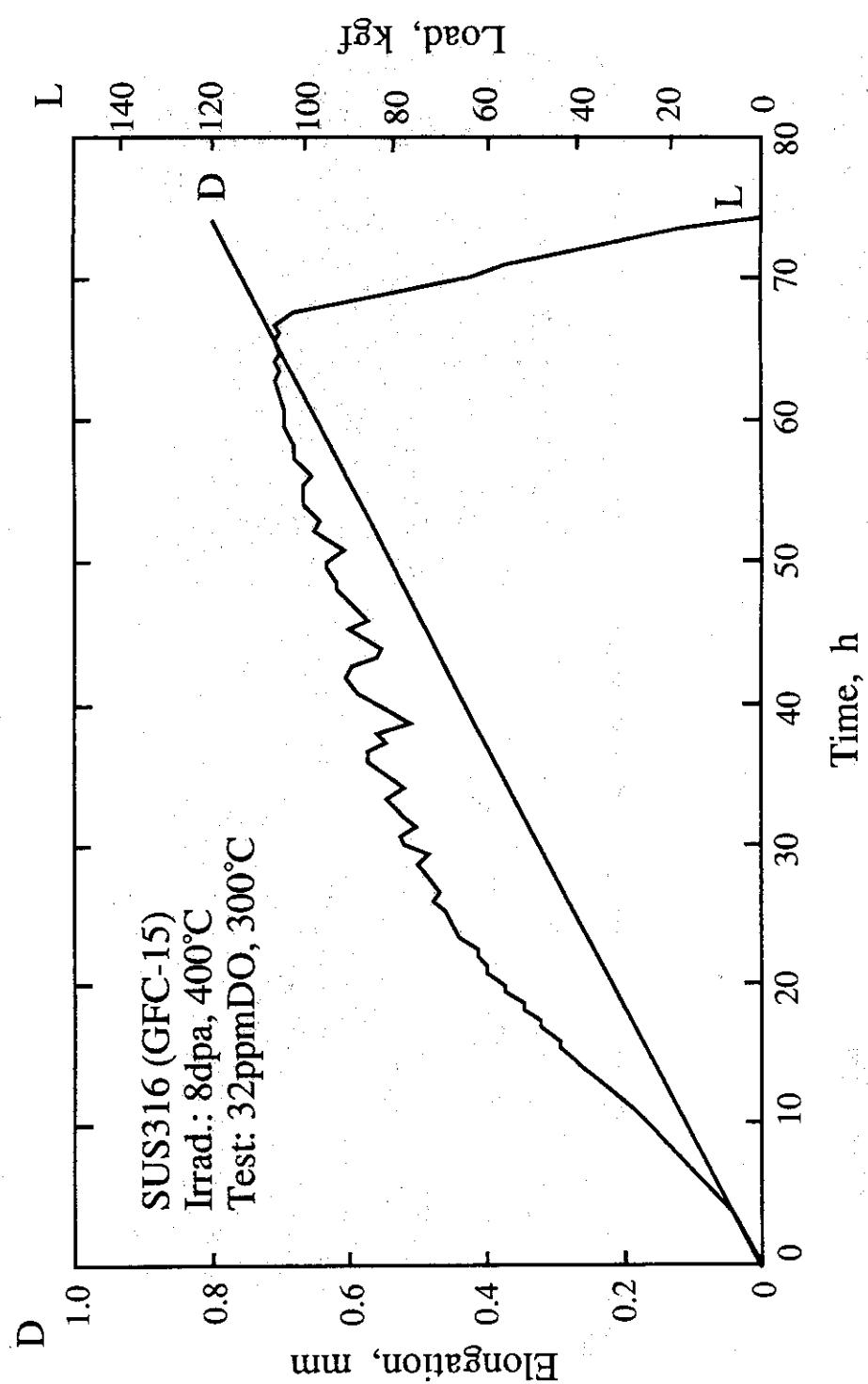


Fig. 18 Elongation and load versus SSRT test time on the specimen, GFC-15 irradiated up to 8 dpa at 400°C in Oak Ridge research reactor.

GFC - 15

JAERI-M 92-081

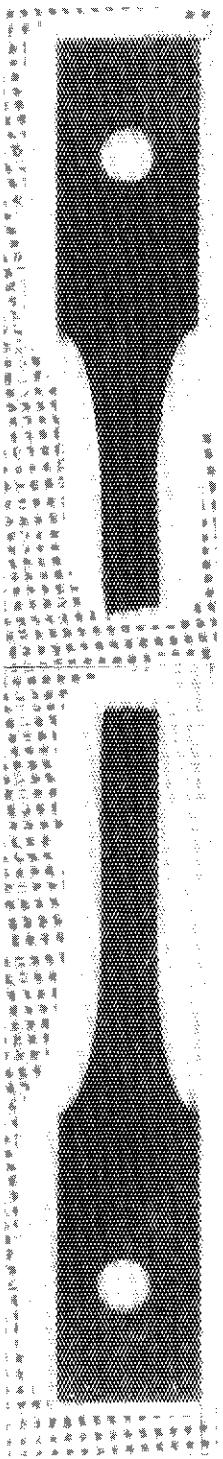


Fig. 19 Specimen fractured by SSRT test in the water at 300°C with 32 ppm dissolved oxygen.

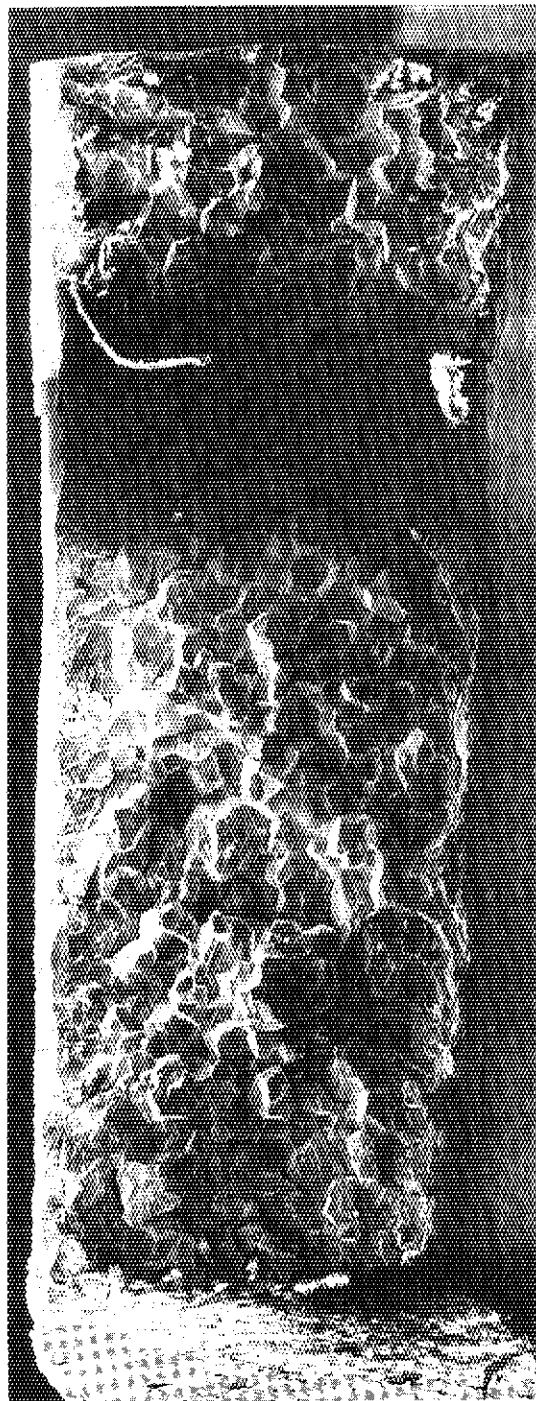


Fig. 20 SEM photograph of fracture surface of the specimen, GFC-15 after SSRT test.

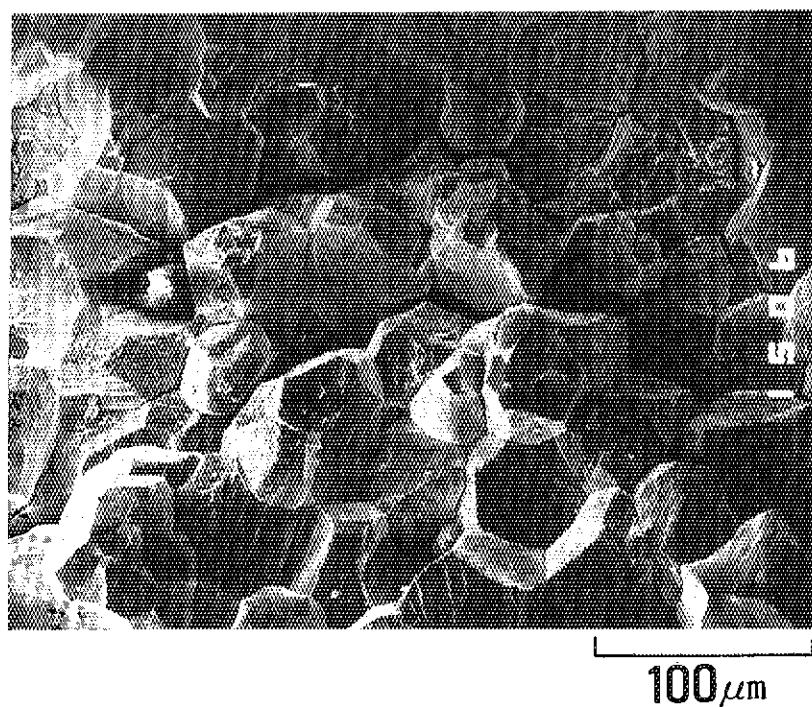


Fig. 21 SEM photograph at higher magnification of fracture surface.

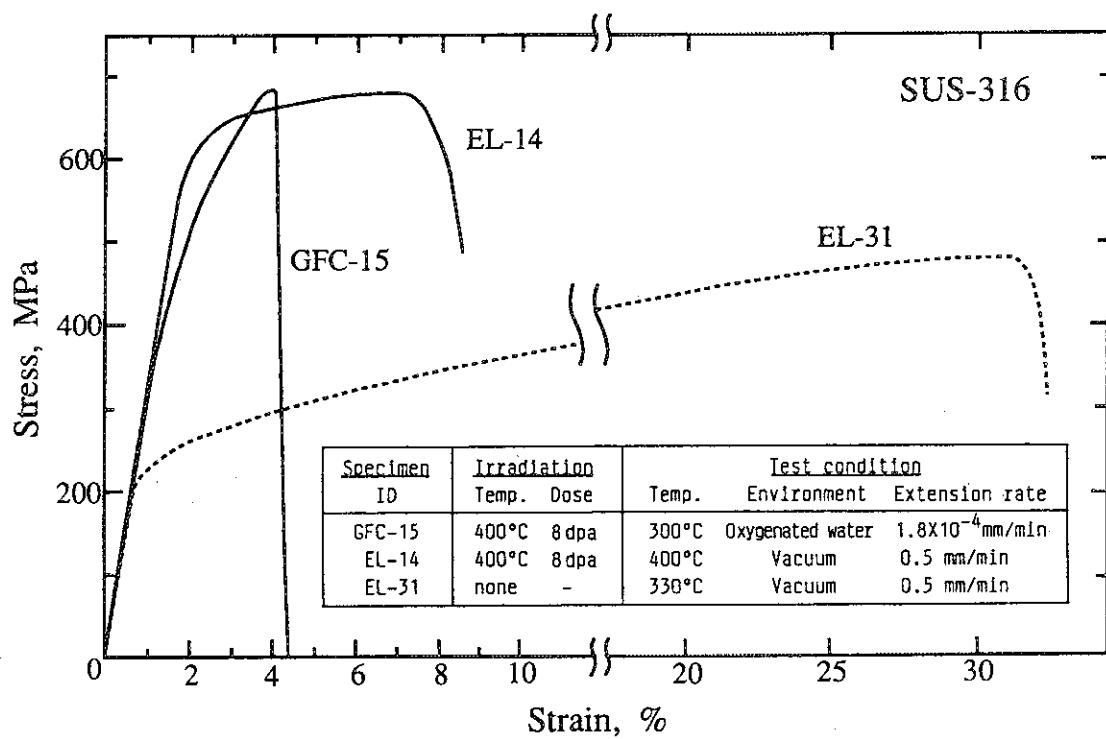


Fig. 22 Stress-strain curves from the irradiated specimens, GFC-15 and EL-14 and the unirradiated specimen, EL-31.