

JAERI - M
92-169

中性子エネルギースペクトル調整照射した
ステンレス鋼の電気化学的腐食挙動

1992年11月

塚田 隆・芝 清之・中島 甫・園部 清美
喜多川 勇・松島 秀夫・関野 甫・高橋五志生
糸永 文雄・石川 明義

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, 1992

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 株式会社原子力資料サービス

中性子エネルギースペクトル調整照射したステンレス鋼の
電気化学的腐食挙動

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部

塚田 隆・芝 清之・中島 甫・園部 清美⁺
喜多川 勇⁺・松島 秀夫⁺・関野 甫⁺・高橋五志生⁺
糸永 文雄⁺・石川 明義⁺

(1992年10月7日受理)

原子炉中性子照射が構造材料の耐食性に与える影響を調べるために、米国オークリッジ国立研究所の研究炉（ORR）において核融合炉第1壁条件を近似する中性子エネルギースペクトル調整照射を行った試料について、遠隔操作型電気化学測定装置により①電気化学的再活性化（EPR）試験及び②定電位電解試験を実施した。試験材料は、316型ステンレス鋼であり60℃、200℃、330℃及び400℃で約8dpaまで照射されたものである。試験片は水中応力腐食割れ試験を行った後の破断試験片より製作した。電気化学的腐食試験の結果として；

- (1) EPR試験により、400℃照射材でのみ電位-電流曲線に再活性化ピークが認められた。しかし、このピークは粒界腐食によるものでなく結晶粒内の孔食状腐食によるものであった。このような腐食形態は非照射熱鋭敏化材では認められず、中性子照射により誘起された合金元素の偏析（Cr、Moの欠乏）に起因すると考えられる。
- (2) 定電位電解試験により、不純物元素の偏析によると考えられる粒界腐食が検出された。照射の影響がどのように現れているかは明らかではないが、この試験は粒界性状の変化を敏感に検出できる可能性のある方法である。
- (3) 高速実験炉「常陽」において約40dpaまで照射された316型ステンレス鋼試料の電気化学的腐食試験の結果と本研究の結果を比較した。定電位電解試験後の両試料表面状態には若干の違いがあるが、照射条件の違いに起因すると考えられるような著しい差は認められなかった。
- (4) ORR照射材の応力腐食割れ試験の結果との比較を行い、水中低歪速度引張試験の結果として得られた応力腐食割れ感受性の温度依存性とEPR試験の結果に相関がみられることを示した。

Electrochemical Corrosion Behavior of Spectrally
Tailored Neutron Irradiated Stainless Steel

Takashi TSUKADA, Kiyoyuki SHIBA, Hajime NAKAJIMA
Kiyomi SONOBE⁺, Isamu KITAGAWA⁺, Hideo MATSUSHIMA⁺
Hajime SEKINO⁺, Ishio TAKAHASHI⁺, Fumio ITONAGA⁺
and Akiyoshi ISHIKAWA⁺

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

(Received October 7, 1992)

The effect of neutron irradiation on corrosion behavior of a type 316 stainless steel irradiated at the Oak Ridge Research Reactor (ORR) under the spectrally tailored condition was studied by applying electrochemical techniques. Electrochemical potentiokinetic reactivation (hereafter, EPR) test and potentiostatic electrolytic (hereafter, PSE) test were carried out on the materials irradiated at 60°C, 220°C, 330°C and 400°C up to 8 dpa. As the results of tests;

- (1) Only the specimen irradiated at 400°C showed a reactivation behavior by EPR test. But the reactivation current was caused by pitting-like corrosion of grain face etching and no grain boundary etching was observed. This behavior implies the radiation induced segregation of alloying elements in the matrix.
- (2) Grain boundary corrosion was observed clearly after PSE tests performed at trans-passive region. It was inferred that impurity elements such as P, Si were responsible for the grain boundary corrosion.
- (3) Results were compared with those from the material irradiated up to

⁺ Department of Hot Laboratories

40 dpa in the experimental FBR "JOYO". No remarkable distinction considered as a neutron spectrum effect was observed on the surfaces after electrochemical tests.

- (4) Result of EPR tests showed a similar tendency with a temperature dependence of SCC susceptibilities in pure water of the same irradiated materials.

Keywords: Electrochemical Test, EPR Test, Potentiostatic Electrolytic Test, Corrosion Behavior, Spectrally Tailored Neutron Irradiation, Stainless Steel, Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, IASCC

目 次

1. 緒 言	1
1.1 概 要	1
1.2 背 景	1
2. 試験方法	2
2.1 試験材料及び照射条件	2
2.2 測定試料	3
2.3 試験装置	3
2.4 試験項目及び条件	3
2.4.1 電気化学的再活性化 (EPR) 試験	3
2.4.2 定電位電解試験	4
3. 結 果	5
3.1 電気化学的再活性化 (EPR) 試験	5
3.2 定電位電解試験	5
4. 考 察	6
4.1 電気化学的再活性化の挙動	6
4.2 高速炉照射材との比較	7
4.3 応力腐食割れ試験との関係	8
5. 結 言	8
謝 辞	9
参考文献	10

Contents

1. Introduction	1
1.1 Outline	1
1.2 Background	1
2. Experimental	2
2.1 Material and Irradiation	2
2.2 Specimen	3
2.3 Test Facility	3
2.4 Test Procedure and Condition	3
2.4.1 Electrochemical Potentiokinetic Reactivation (EPR) Test	3
2.4.2 Potentiostatic Electrolytic Test	4
3. Results	5
3.1 Electrochemical Potentiokinetic Reactivation (EPR) Test	5
3.2 Potentiostatic Electrolytic Test	5
4. Discussions	6
4.1 Electrochemical Reactivation Behavior	6
4.2 Comparison with the Material Irradiated in FBR	7
4.3 Relation with Stress Corrosion Cracking Behavior	8
5. Summary	8
Acknowledgments	9
References	10

1. 緒 言

1.1 概要

米国オークリッジ国立研究所 (Oak Ridge National Laboratory) の研究炉 (Oak Ridge Research Reactor, 以下ORR) において高速中性子照射量約 $2 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$ (はじき出し損傷量で約8dpaに相当) まで60°C、200°C、330°C及び400°Cの各温度で中性子エネルギースペクトル調整照射 (以下、単にスペクトル調整照射という) したステンレス鋼引張試験片を、1991年に原研大洗研究所ホットラボへ移送し低歪速度引張法 (Slow Strain Rate Tensile Technique、以下SSRT) による水中応力腐食割れ試験を実施した[1]。本研究は、応力腐食割れ試験後の破断試験片を試料として原研東海研究所ホットラボにおいて電気化学的腐食試験を実施し、中性子照射による腐食挙動の変化について調べたものである。スペクトル調整照射は、核融合炉第1壁に予想される中性子照射条件を核分裂炉により近似するために開発された方法であり、高速中性子により形成されるはじき出し損傷量(dpa)と ^{58}Ni と熱中性子の2段反応により生成するHe量の比 (以下、He/dpa比) を核融合炉第1壁に予想される値に近づけたものである[2]。ORRでは、炉内照射位置で照射キャプセルを取り囲む物質を入れ換えることにより熱中性子束密度を変化させ、それによりHe/dpa比を調整した[3]。この材料照射は、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」の一環として行われた[4]。本報では、スペクトル調整照射材の電気化学的腐食試験の結果を報告し、それを別に実施した高速炉照射材の試験結果[5]及びORR照射材の水中応力腐食割れ試験の結果[1]と比較検討する。

1.2 背景

照射誘起応力腐食割れ (Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, IASCC、以下では照射腐食割れという) は、軽水炉一次冷却水のような純度の管理された高温水中では溶接熱影響等により熱鋭敏化された場合を除き応力腐食割れ感受性を示さないオーステナイト系ステンレス鋼等の構造材料が、原子炉の炉心で中性子照射を受けることにより熱鋭敏化過程を経ることなく応力腐食割れ感受性を持つようになる現象である[6-9]。この現象は、主に軽水炉の炉心構造物の健全性・耐久性評価との関連において重視され研究が進められているが、水冷却を採用する場合の核融合炉[10]や高転換軽水炉等の炉心構造材料にも共通する環境劣化現象である。

照射腐食割れ研究のために、原子炉またはイオン加速器により照射した材料に対し炉心環境に近い化学雰囲気中で応力腐食割れ試験を行い応力腐食割れ感受性を調べることが行われている。しかし、応力腐食割れ試験の結果のみからは、中性子照射のどのような効果が割れの発生に影響しているかを明らかにすることは難しい。応力腐食割れ発生及び進展のメカニズムを考えるためには、照射により形成される損傷組織・元素偏析、それによる材料耐食性の変化、放射線による化学環境側の変化を知ることが必要となる。本研究では、既に高温水中において応力腐食割れ試験を行った材料について電気化学的腐食試験を実施

した。電気化学的腐食試験は迅速性、定量性、安全性に優れ高感度であり、また遠隔操作を必要とする照射材の試験に適している。報告者らは既にホットセル内において遠隔操作により電気化学的測定を行う装置を開発しており[11,12]、本研究にこれを適用した。

照射腐食割れの発生要因として、照射誘起偏析によるCr欠乏部の形成及びP, Si等の不純物元素の挙動が重要な役割を果たしていると考えられている[1]。熱鋭敏化による粒界のCr欠乏を検出し粒界腐食感受性（鋭敏化度）を評価する方法として、電気化学的再活性化（Electrochemical Potentiokinetic Reactivation, 以下EPR）試験が開発され非照射材に広く適用されている[13]。非照射材では、EPR試験により測定される鋭敏化度とSSRT試験による応力腐食割れ感受性の間に相関があることが知られており[14]、近年EPR試験を照射材へ適用することも試みられている[5,15-18]。一方、P, Si等の結晶粒界への偏析を検出する方法としては、定電位電解試験が有効である可能性があり[19,20]、非照射材及びイオン照射材への適用が試みられている。本研究では、この2種の電気化学的腐食試験を原子炉照射材について実施した。

なお、電気化学的腐食試験の実施に関与した者の担当は下記の通りである。

材料応用工学研究室	塚田 隆	（計画立案、実施及び解析評価）
	芝 清之	（計画立案、実施及び解析評価）
	中島 甫	（計画立案及び研究統括）
ホットラボ課	園部 清美	（試験計画調整）
	喜多川 勇	（ " ）
	松島 秀夫	（電気化学的腐食試験）
	関野 甫	（ " ）
	高橋 五志生	（試料作成及び観察調整）
	糸永 文雄	（試料作成及び移送）
	石川 明義	（走査電子顕微鏡観察）

2. 試験方法

2.1 試験材料及び照射条件

電気化学的腐食試験に供した材料は、316型ステンレス鋼でありその化学組成をTable 1に示す。この材料は、真空誘導溶解法(VIM)及び真空アーク溶解法(VAR)の2重溶解により溶製され、1050℃×30分の溶体化熱処理が行われた。ORRにおいてキャプセル照射された試験片は、全長44.4mm、厚さ0.76mm、つかみ部幅4.95mmの薄板形試験片(Grodzinski型疲労試験片)である。

試験片の照射は、1985年にORRに装荷された照射キャプセルMFE-6J及びMFE-7Jにおいて出力30MWで475FPD(Full Power Days)行われた。試験片は、60℃、200℃、330℃及び400℃の4温度において照射された。Table 2に照射条件を示すように、高速中性子照射量は約2×

した。電気化学的腐食試験は迅速性、定量性、安全性に優れ高感度であり、また遠隔操作を必要とする照射材の試験に適している。報告者らは既にホットセル内において遠隔操作により電気化学的測定を行う装置を開発しており[11,12]、本研究にこれを適用した。

照射腐食割れの発生要因として、照射誘起偏析によるCr欠乏部の形成及びP, Si等の不純物元素の挙動が重要な役割を果たしていると考えられている[1]。熱鋭敏化による粒界のCr欠乏を検出し粒界腐食感受性(鋭敏化度)を評価する方法として、電気化学的再活性化(Electrochemical Potentiokinetic Reactivation, 以下EPR)試験が開発され非照射材に広く適用されている[13]。非照射材では、EPR試験により測定される鋭敏化度とSSRT試験による応力腐食割れ感受性の間に相関があることが知られており[14]、近年EPR試験を照射材へ適用することも試みられている[5,15-18]。一方、P, Si等の結晶粒界への偏析を検出する方法としては、定電位電解試験が有効である可能性があり[19,20]、非照射材及びイオン照射材への適用が試みられている。本研究では、この2種の電気化学的腐食試験を原子炉照射材について実施した。

なお、電気化学的腐食試験の実施に関与した者の担当は下記の通りである。

材料応用工学研究室	塚田 隆	(計画立案、実施及び解析評価)
	芝 清之	(計画立案、実施及び解析評価)
	中島 甫	(計画立案及び研究統括)
ホットラボ課	園部 清美	(試験計画調整)
	喜多川 勇	(")
	松島 秀夫	(電気化学的腐食試験)
	関野 甫	(")
	高橋 五志生	(試料作成及び観察調整)
	糸永 文雄	(試料作成及び移送)
	石川 明義	(走査電子顕微鏡観察)

2. 試験方法

2.1 試験材料及び照射条件

電気化学的腐食試験に供した材料は、316型ステンレス鋼でありその化学組成をTable 1に示す。この材料は、真空誘導溶解法(VIM)及び真空アーク溶解法(VAR)の2重溶解により溶製され、1050℃×30分の溶体化熱処理が行われた。ORRにおいてキャプセル照射された試験片は、全長44.4mm、厚さ0.76mm、つかみ部幅4.95mmの薄板形試験片(Grodzinski型疲労試験片)である。

試験片の照射は、1985年にORRに装荷された照射キャプセルMFE-6J及びMFE-7Jにおいて出力30MWで475FPD(Full Power Days)行われた。試験片は、60℃、200℃、330℃及び400℃の4温度において照射された。Table 2に照射条件を示すように、高速中性子照射量は約2×

$10^{23} \text{ n/m}^2 (> 0.1 \text{ MeV})$ である。これははじき出し損傷量に換算すると約8dpaである。また、He生成量は約100appmとなり、従ってHe/dpa比は12.5である。ステンレス鋼を核融合炉ブランケット構造材料として用いる場合には、He/dpa比は約15と見積もられている[2]。このように、スペクトル調整照射により原子のはじき出し損傷とHeの生成速度を核融合炉第1壁条件に近似することができる。

2.2 測定試料

試料は、水中応力腐食割れ試験を実施した破断試験片のつかみ部を切断加工して採取した。切断後の試験片の大きさは約 $5 \times 5 \text{ mm}$ であり厚さは 0.76 mm である。この試験片をエポキシ樹脂に埋め込み、直径 32 mm 、高さ 20 mm の円柱状試料とした。ホットセル内で湿式エメリー研磨により粒度#1000番まで表面研磨した後、 $1 \mu\text{m}$ ダイヤモンドペーストにより鏡面に仕上げ試験に供した。埋め込み試料の形状をFig. 1に示す。この試料には、試験片と導電性銀ペーストにより接着した金属ボルトが埋め込まれており、これに試料ホルダー内の電極板を圧着させ電氣的接触をとる構造となっている[12]。

研磨後に、試験片表面の周囲に絶縁用のラッカーを塗布し樹脂と試験片の境界部分を覆い、この部分に生じる可能性のあるすきまの影響及び電氣的な特異条件(渦電流等)の影響を排除した。ラッカー乾燥後、試験片露出部の表面積を光学顕微鏡と画像解析処理装置により測定した。試験片の露出面積は、約 $10 \sim 20 \text{ mm}^2$ となった。

2.3 試験装置

電気化学的腐食試験は、東海研究所ホットラボのジュニア鉛セル内に設置した遠隔操作型電気化学測定装置[12]を用いて行った。この装置は、照射済み試料の電気化学的腐食試験を遠隔操作により安全かつ容易に実施できるよう設計・製作したものであり、既に原子炉で重照射したステンレス鋼試料の測定を実施した実績がある[5, 21]。試験は、3電極(試料極、対極、参照極)法により行った。Fig. 2に示すように、樹脂に埋め込んだ試料はアクリル製試料ホルダーにセットし、これを試験溶液(電解液)に漬けて試験を行った。対極は白金電極であり、参照極には銀/塩化銀電極を用いた。ただし、以下の記述では電位は飽和甘こう電極(Saturated calomel electrode, SCE)基準に換算して示す。電解セル(測定槽)は透明アクリル樹脂製で試験溶液の内容量は約 0.8 l である。この電解セルには水ジャケットが設けられており、恒温水循環装置を接続して 30°C の一定温度で測定を行った。試験溶液は測定前にアルゴンガスのバブリングにより脱気した。測定は、EG&G PARC社製のM342型腐食測定システムにより行った。

2.4 試験項目及び条件

2.4.1 電気化学的再活性化(EPR)試験

EPR試験は、硫酸中にチオシアン酸カリウム(以下、分子式KSCNで示す)を溶解した試験溶液中で、試料の電位を分極曲線上の活性態域と不働態域の間で一定速度で掃引し、電流

密度の変化を測定する方法である[13]。不働態化させた試料を活性状態の電位においた場合に不働態皮膜が破壊され金属の溶解が生じることを再活性化といい、その有無及び程度により不働態皮膜の安定性を判断することができる。通常の熱鋭敏化材の場合には、粒界のCr欠乏層上に形成される不働態皮膜が不安定であるためこれが検出されることになる。照射誘起偏析によるCrの欠乏をこの方法により検出できる可能性があるため照射材への適用が試みられている。

EPR試験には、ASTMに推奨されているSingle loop法[22]とJIS(G 0580)に規定されているDouble loop法[23]とがある。これらには電位の掃引方法に違いがある。報告者らのこれまでの経験[5, 21]によると、照射材を試験する場合はDouble loop法では往路の活性溶解の与える影響が大きいため、本EPR試験ではSingle loop法を用いた。この方法は、試料を不働態域の電位に保持し不働態皮膜を形成させた後、カソード方向に電位を変化させて電流密度の変化を測定する。下記に試験条件を示す；

(試験溶液)	1N-H ₂ SO ₄ + 0.01M-KSCN
(不働態化電位)	200 mV
(不働態化時間)	120 sec
(電位掃引速度)	100 mV/min
(試験温度)	30 °C

2.4.2 定電位電解試験

照射腐食割れの特徴のひとつは粒界割れ(Intergranular Cracking, IGC)となることであるとされている。このため、Cr欠乏の他にP, Si等の結晶粒界へ偏析しやすい不純物元素が割れの発生・伝播に関連している可能性が考えられ、電気化学的腐食試験により不純物元素の偏析を検出することが庄子ら[19, 24]及びBrummerら[20]により、それぞれ非照射熱鋭敏化材及びイオン照射材について試みられている。本試験では、これを中性子照射材について適用することを試みた。

この方法は、過不働態域の一定電位に試験片を一定時間保持し、そのときの電流密度変化を測定すると共に、試験後の試料表面の腐食状態を走査電子顕微鏡(以下、SEM)により観察し腐食の程度を判定する。試験条件は下記の通りである；

(試験溶液)	5N-H ₂ SO ₄
(試験電位)	1050 mV
(試験時間)	1800 sec
(測定間隔)	0.5 sec
(試験温度)	30 °C

3. 結 果

3.1 電気化学的再活性化(EPR)試験

Fig. 3に4温度で照射された試料について行ったEPR試験の結果を示す。この電位-電流密度曲線のように、400℃で照射した試料では再活性化ピークが大きく現れているが、他の3温度で照射した試料ではピークがみられない。これらの試料の試験後の表面SEM写真をFig. 4からFig. 7に示す。再活性化ピークの現れなかった試料の表面には、合金溶製時に生じたとみられる介在物での腐食以外は観察されないが、再活性化ピークの現れた試料の表面には、Fig. 7のように全面に微細な孔食状の腐食が生じている。また、結晶粒界と粒内面の腐食状態を比較すると、粒界近傍では粒内面に比べ腐食の程度がやや小さく、特に粒界に沿った溝状のエッチング等はみられない。これは、非照射の熱鋭敏化材をEPR試験した場合にみられる粒界が選択的に腐食される状態と著しく異なっている。熱鋭敏化材の場合には、Cr炭化物及びCr欠乏層の形成される粒界とその近傍のみが腐食され、粒内面は析出物や異相が形成される場合以外には顕著な腐食は生じない。このように、表面観察の結果から、400℃照射した試料の電位-電流密度曲線にあらわれた再活性化ピークは、粒界ではなく粒内面での腐食溶解によることが分かった。

3.2 定電位電解試験

Fig. 8は、定電位電解試験によって得られた3試料のアノード電流密度の時間変化である。測定試料は、EPR試験後に試料表面を再研磨して使用したが、再研磨中に400℃照射試験片は埋め込み樹脂から脱落したために測定に供することができなかった。測定開始後、30分経過後にはいずれの試料もほぼ同じ電流密度となった。試験後の試料表面は、Fig. 9及びFig. 10のSEM写真に示すように結晶粒界での腐食(エッチング)が明瞭に観察され、その粒界腐食の幅はいずれも約0.7 μ m程度である。照射温度60℃(Fig. 9)と330℃(Fig. 10)の試料の表面状態は、60℃照射材では粒内にも腐食溝がみられるが、ほぼ同様の腐食状態である。両試料共に腐食の程度は軽微であるが全面に均一に分布した微細な孔食状の腐食痕がみられる。EPR試験後の表面に認められたような不均一な腐食は生じていない。岩淵ら[24]の行った定電位電解試験の結果を参照すると、この試験法により検知される粒界腐食は不純物含有量の少ない高純度合金では観察されず、Cr欠乏層に起因して形成されるものではなく、不純物元素の偏析によるものと考えられる。

定電位電解試験では、実用材の場合溶体化処理材でさえも過不働態域で粒界腐食感受性を持つことが示されている[24]。しかし高温高圧水中等の場合は、構造材料の電位は過不働態域よりはるかに低く、放射線照射下では電位の上昇が起こるがその場合でも不働態域を越えることはない[6]。従って、定電位電解試験は材料の実使用環境の腐食挙動を直接知るために行うものではなく、合金中の不純物元素の挙動を調べる方法である。この粒界腐食挙動に関わる不純物元素としてはSi及びPが重要であり、これらの元素は溶体化処理された合金中でも粒界に偏析している。また、中性子照射により粒界に富化することが知られ

ている[29]。しかし、過不働態域の粒界腐食がどのような元素の偏析によるものかを知るためには高分解能元素分析を行う必要があり、中性子照射の効果が定電位電解試験によりどのように検出され、どのように定量化できるかは今後の課題である。

4. 考 察

4.1 電気化学的再活性化の挙動

非照射の熱鋭敏化材についてEPR試験を行うと、結晶粒界近傍のCr欠乏層のために粒界が明瞭に腐食される。しかし、EPR試験により再活性化ピークが現れた照射材試料の表面では、粒界腐食は観察されず粒内の全面に孔食状の腐食が生じた。この腐食状態の違いの原因としては；

- ①測定試料からの γ 線照射の効果
 - ②原子炉内で10000時間を越えて400℃に保持された熱時効の効果
 - ③照射により生じた格子欠陥またはその集合体の存在そのもの
 - ④欠陥集合体への合金元素の偏析または逆偏析
- が可能性として考えられる。

EPR試験により試料表面に孔食が生じることは、他の中性子照射材やイオン照射材のEPR試験でも報告されている[16,17]。このような孔食が表面線量率のほとんどないイオン照射材でも生じることから、試料自体からの放射線が試験溶液に与える放射線分解及び腐食の加速効果(①)によるものではないといえる。

非照射の熱鋭敏化材においてもEPR試験により結晶粒内面に孔食が生じる場合もあるが、それは製造時または熱時効により粒内に形成された析出物や介在物または相変化が原因である。ラッパー管照射材は、原子炉内で長時間使用されるため、いわゆる低温熱鋭敏化により析出物が生じる可能性も考えられる。しかし、400℃で約20dpaまで照射された高速炉ラッパー管材の透過電子顕微鏡観察によると[25]、腐食の原因となるような炭化物などの析出物は観察されていない。また、イオン照射材のような短時間の照射では400℃付近で熱鋭敏化が生じる可能性はないにもかかわらず、イオン照射材においても粒内腐食が観察されていること、等から熱時効の影響(②)はないと考えられる。

照射材の粒内腐食は、高温で照射された場合に顕著であることが報告されている[26]。これが照射による原子配列の乱れそのもの(③)に起因するものであれば、低温で照射した場合により高密度の孔食が起こるはずである。また、冷間加工を加えた非照射材においても転位網等が形成されるが、粒内腐食は観察されない[21]ことから上記の③によるものではないと考えられる。

従って、粒内腐食は粒内に形成された欠陥集合体(転位ループ、ボイド等)への合金元素の偏析または逆偏析(④)が原因と考えられる。原子炉照射により合金結晶粒内に形成される転移ループ等においても結晶粒界と同様な元素偏析が生じることは、高分解能電子顕微鏡による分析により報告されている[27,28]。ステンレス鋼の照射誘起偏析では、Cr、Fe、Moの濃度が低下し(逆偏析)、Ni、P、Si等が富化することが知られている。偏析によ

ている[29]。しかし、過不働態域の粒界腐食がどのような元素の偏析によるものかを知るためには高分解能元素分析を行う必要があり、中性子照射の効果が定電位電解試験によりどのように検出され、どのように定量化できるかは今後の課題である。

4. 考 察

4.1 電気化学的再活性化の挙動

非照射の熱鋭敏化材についてEPR試験を行うと、結晶粒界近傍のCr欠乏層のために粒界が明瞭に腐食される。しかし、EPR試験により再活性化ピークが現れた照射材試料の表面では、粒界腐食は観察されず粒内の全面に孔食状の腐食が生じた。この腐食状態の違いの原因としては；

- ①測定試料からの γ 線照射の効果
 - ②原子炉内で10000時間を越えて400℃に保持された熱時効の効果
 - ③照射により生じた格子欠陥またはその集合体の存在そのもの
 - ④欠陥集合体への合金元素の偏析または逆偏析
- が可能性として考えられる。

EPR試験により試料表面に孔食が生じることは、他の中性子照射材やイオン照射材のEPR試験でも報告されている[16, 17]。このような孔食が表面線量率のほとんどないイオン照射材でも生じることから、試料自体からの放射線が試験溶液に与える放射線分解及び腐食の加速効果(①)によるものではないといえる。

非照射の熱鋭敏化材においてもEPR試験により結晶粒内面に孔食が生じる場合もあるが、それは製造時または熱時効により粒内に形成された析出物や介在物または相変化が原因である。ラッパー管照射材は、原子炉内で長時間使用されるため、いわゆる低温熱鋭敏化により析出物が生じる可能性も考えられる。しかし、400℃で約20dpaまで照射された高速炉ラッパー管材の透過電子顕微鏡観察によると[25]、腐食の原因となるような炭化物などの析出物は観察されていない。また、イオン照射材のような短時間の照射では400℃付近で熱鋭敏化が生じる可能性はないにもかかわらず、イオン照射材においても粒内腐食が観察されていること、等から熱時効の影響(②)はないと考えられる。

照射材の粒内腐食は、高温で照射された場合に顕著であることが報告されている[26]。これが照射による原子配列の乱れそのもの(③)に起因するものであれば、低温で照射した場合により高密度の孔食が起こるはずである。また、冷間加工を加えた非照射材においても転位網等が形成されるが、粒内腐食は観察されない[21]ことから上記の③によるものではないと考えられる。

従って、粒内腐食は粒内に形成された欠陥集合体(転位ループ、ボイド等)への合金元素の偏析または逆偏析(④)が原因と考えられる。原子炉照射により合金結晶粒内に形成される転移ループ等においても結晶粒界と同様な元素偏析が生じることは、高分解能電子顕微鏡による分析により報告されている[27, 28]。ステンレス鋼の照射誘起偏析では、Cr、Fe、Moの濃度が低下し(逆偏析)、Ni、P、Si等が富化することが知られている。偏析によ

りその部分の耐食性が劣化するの、耐食性の向上に有効なCr及びMo濃度の低下によると推定される。このように、原子炉照射による耐食性の変化に関連しては、試料の全体で生じる照射誘起偏析による元素濃度の局所的変化が重要となる。

4.2 高速炉照射材との比較

報告者らは別に、電気化学的腐食試験を高速実験炉「常陽」において使用された燃料集合体のラッパー管材についても実施した[5]。この材料は、316型ステンレス鋼でありTable 3の化学組成を持ち、炉内において約400℃で $7 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$ ($E > 0.1 \text{ MeV}$)まで照射された。はじき出し損傷量では約40dpaであり、ORR照射材の約5倍の照射量である。炉内照射時間は421 FPD (10100時間)である。また、ラッパー管材は20%の冷間加工が加えられている。この照射材について、本研究の場合と同じくEPR試験と定電位電解試験を実施した。

Fig. 11には、ORRの400℃照射材と「常陽」照射材についてのEPR試験の結果を比較した。両照射材を比較すると、ほぼ同じ電位に再活性化ピークがみられ、ピーク電流密度の大きさもほぼ同じである。しかし、Fig. 12の「常陽」照射材のEPR試験後の表面SEM写真のように、この試料では表面の腐食状態がORR照射材に比べて不均一である。ただし、表面の孔食状に腐食された部分のみを比較すると両照射材はほぼ同じ状態であり、また「常陽」照射材の粒界部分もORR照射材のように粒内部に比べやや腐食の程度が小さくなっている。このように、「常陽」照射材の表面は製造時の履歴の影響により不均一な腐食状態となっているが、腐食された部分のみを比較すればORR照射材との違いは小さいといえる。

Fig. 13は、定電位電解試験の結果を比較したものである。ORR照射材では試料表面積が小さく電流密度にばらつきが大きいため図中では平均化して示したが、電流密度は両照射材ではほぼ同じ時間変化を示している。また、Fig. 14は「常陽」照射材の試験後の表面SEM写真である。これを、Fig. 9及びFig. 10のORR照射材の表面と比較すると、「常陽」照射材では、粒界腐食の幅は約 $2 \mu\text{m}$ とORR照射材に比べ広いが、腐食溝は粒界上で発生した孔食がつながったような形状であり、ORR照射材でみられた滑らかにエッチングされた粒界腐食溝とは明らかに異なっている。また、粒内腐食の程度も「常陽」照射材の方が激しい。EPR試験後の表面は不均一に腐食されていたが、定電位電解試験後の表面は均一であった。しかし、両照射材のこのような違いが照射条件によるものかどうかは、ORR400℃照射材の定電位電解試験が実施できなかったため現在のところ判断できない。

照射腐食割れ挙動に影響する可能性のある照射条件として、はじき出し損傷量、He生成量、He/dpa比、損傷速度(dpa/s)などが挙げられる。高速炉照射材では、熱中性子の割合が小さいため ^{58}Ni と熱中性子の2段反応により生成するHe量も少ない。「常陽」照射材の試験に用いたラッパー管のHe生成量はおよそ10~20appmと見積もられ[30]、従ってHe/dpa比は約0.5程度であり、ORR照射材のHe生成量約100ppm及びHe/dpa比の約12に比べ1/20程度と小さい。また、損傷速度(dpa/s)は、「常陽」照射では $11 \times 10^{-7} \text{ dpa/s}$ 、ORR照射では約 $2 \times 10^{-7} \text{ dpa/s}$ である。このように、照射条件には違いがあるにもかかわらず、本試験の結果では両照射材の電気化学的挙動に著しい違いはみられなかった。

4.3 応力腐食割れ試験との関係

ORR照射材について、純水中においてSSRTによる応力腐食割れ試験を実施した[1]。Fig. 15には、その結果を照射温度と粒界割れ(IG)及び粒内割れ(TG)の破面率の関係で示した。SSRT試験温度は、照射温度60℃及び200℃の試料は照射と同じ温度で、照射温度330℃及び400℃の試料は300℃とした。水中溶存酸素量は32ppmである。割れ破面率は、照射温度200℃以下では0%、330℃で12%、400℃では100%となり、これらは応力腐食割れ感受性の大きさに対応する。EPR試験の結果では、再活性化ピークは照射温度330℃以下の試料では現れず、400℃の試料でのみ現れた。これらの結果を比較すると、非照射の熱鋭敏化材で得られているEPR試験の結果とSSRT試験の結果の相関、すなわち再活性化率または鋭敏化度の大きい材料は応力腐食割れ感受性が大きいという関係が照射材の場合にもあてはまるようにみえる。

照射材のEPR試験の結果は非照射材の場合と大きく異なり、結晶粒界よりも粒内での腐食が顕著に現れる。このことは、ORR400℃照射材の応力腐食割れモードが試験片の極表面近傍を除き全面で粒界割れであること[1]と矛盾するようにみえる。しかし、割れは粒内に分散した耐食性劣化部よりも粒界のように連続した部分の方が進展し易いと考えられる。ただし、応力条件や歪速度によっては粒内を割れが進展することがありうる。照射材の応力腐食割れモードが粒界割れと粒内割れの混合になる場合があるが、その原因は粒内においても欠陥集合体の周辺に元素(逆)偏析が生じているためとも考えられる。照射材で粒内腐食が生じ粒界近傍で腐食の程度が小さくなるのは、単に粒内部が優先的に溶解していること及び粒界での偏析の幅が熱鋭敏化の場合とは異なり10nm程度と極く狭いことによると考えられる。粒内にCrの偏析による腐食が生じていれば、粒界でも必ずCr偏析が生じている。粒内腐食の程度すなわちCr濃度低下の程度が大きければ、粒界のCr濃度もそれに比例して低下していると考えれば、粒内腐食の程度をEPR試験により調べることは間接的に粒界におけるCr欠乏の程度を知ることであり、従って再活性化ピークまたは電気量の大きいほど粒界応力腐食割れ感受性が高いことが説明できる。これを検証するには、高性能分析電子顕微鏡による粒界Cr欠乏量とEPR試験結果の対応を照射材について調べる必要がある。

5. 結 言

米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において核融合炉第1壁条件を近似するためのスペクトル調整照射を行った試料について、遠隔操作型電気化学測定装置により①電気化学的再活性化(EPR)試験及び②定電位電解試験を実施した。試料は、60℃、200℃、330℃及び400℃で約8dpaまで照射されたものである。試験の結果；

- (1) EPR試験により400℃照射材でのみ電位-電流曲線に再活性化ピークが認められた。しかし、これは粒界腐食によるものでなく結晶粒内の孔食状腐食によるものであった。このような腐食形態は非照射熱鋭敏化材では認められず、中性子照射による材料組織の変化及び元素偏析(Cr, Moの欠乏)に起因すると考えられる。
- (2) 定電位電解試験により、不純物元素の偏析によると考えられる結晶粒界の腐食が検出さ

4.3 応力腐食割れ試験との関係

ORR照射材について、純水中においてSSRTによる応力腐食割れ試験を実施した[1]。Fig. 15には、その結果を照射温度と粒界割れ(IG)及び粒内割れ(TG)の破面率の関係で示した。SSRT試験温度は、照射温度60℃及び200℃の試料は照射と同じ温度で、照射温度330℃及び400℃の試料は300℃とした。水中溶存酸素量は32ppmである。割れ破面率は、照射温度200℃以下では0%、330℃で12%、400℃では100%となり、これらは応力腐食割れ感受性の大きさに対応する。EPR試験の結果では、再活性化ピークは照射温度330℃以下の試料では現れず、400℃の試料でのみ現れた。これらの結果を比較すると、非照射の熱鋭敏化材で得られているEPR試験の結果とSSRT試験の結果の相関、すなわち再活性化率または鋭敏化度の大きい材料は応力腐食割れ感受性が大きいという関係が照射材の場合にもあてはまるようにみえる。

照射材のEPR試験の結果は非照射材の場合と大きく異なり、結晶粒界よりも粒内での腐食が顕著に現れる。このことは、ORR400℃照射材の応力腐食割れモードが試験片の極表面近傍を除き全面で粒界割れであること[1]と矛盾するようにみえる。しかし、割れは粒内に分散した耐食性劣化部よりも粒界のように連続した部分の方が進展し易いと考えられる。ただし、応力条件や歪速度によっては粒内を割れが進展することがありうる。照射材の応力腐食割れモードが粒界割れと粒内割れの混合になる場合があるが、その原因は粒内においても欠陥集合体の周辺に元素(逆)偏析が生じているためとも考えられる。照射材で粒内腐食が生じ粒界近傍で腐食の程度が小さくなるのは、単に粒内部が優先的に溶解していること及び粒界での偏析の幅が熱鋭敏化の場合とは異なり10nm程度と極く狭いことによると考えられる。粒内にCrの偏析による腐食が生じていれば、粒界でも必ずCr偏析が生じている。粒内腐食の程度すなわちCr濃度低下の程度が大きければ、粒界のCr濃度もそれに比例して低下していると考えれば、粒内腐食の程度をEPR試験により調べることは間接的に粒界におけるCr欠乏の程度を知ることであり、従って再活性化ピークまたは電気量の大きいほど粒界応力腐食割れ感受性が高いことが説明できる。これを検証するには、高性能分析電子顕微鏡による粒界Cr欠乏量とEPR試験結果の対応を照射材について調べる必要がある。

5. 結 言

米国オークリッジ国立研究所の研究炉(ORR)において核融合炉第1壁条件を近似するためのスペクトル調整照射を行った試料について、遠隔操作型電気化学測定装置により①電気化学的再活性化(EPR)試験及び②定電位電解試験を実施した。試料は、60℃、200℃、330℃及び400℃で約8dpaまで照射されたものである。試験の結果；

- (1) EPR試験により400℃照射材でのみ電位-電流曲線に再活性化ピークが認められた。しかし、これは粒界腐食によるものでなく結晶粒内の孔食状腐食によるものであった。このような腐食形態は非照射熱鋭敏化材では認められず、中性子照射による材料組織の変化及び元素偏析(Cr, Moの欠乏)に起因すると考えられる。
- (2) 定電位電解試験により、不純物元素の偏析によると考えられる結晶粒界の腐食が検出さ

れた。照射の影響がどのように現れているかは明らかではないが、この試験法は粒界性状の変化を敏感に検出できる可能性があるため、系統的に一連の試験を実施する意義は大きい。

- (3) 高速実験炉「常陽」において約40dpaまで照射された316型ステンレス鋼試料の電気化学的腐食試験の結果と比較した。定電位電解試験後の両試料表面状態には若干の違いがあるが、照射条件の違いに起因すると考えられるような著しい差はなかった。
- (4) 応力腐食割れ試験の結果との比較を行い、水中低歪速度引張(SSRT)試験の結果得られた応力腐食割れ感受性の温度依存性とEPR試験の結果に相関がみられることを示した。

謝 辞

本研究に用いた試験材料の照射は、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」の一環として行われた。照射材の電気化学的腐食試験の実施にご理解とご指導をいただいた燃料・材料工学部 近藤達男部長並びに照射解析研究室 菱沼章道室長に篤く感謝いたします。照射後試験の実施に多くの便宜をお図りいただいた、ホット試験室ホットラボ課 菊池輝男課長、材料試験炉部ホットラボ課 小山田六郎課長、佐藤均氏及び薄井洸氏の各位に深く感謝いたします。電気化学的腐食試験法についてご指導を頂いた東北大学工学部 庄子哲雄教授、照射試料の移送にご協力いただいたアイソトープ部製造課 伊藤康博氏、有益な御討論をいただいた日本鋼管(株) 稲積透氏並びに照射解析研究室 浜田省三氏及び実川資朗氏の各位に謝意を表します。

れた。照射の影響がどのように現れているかは明らかではないが、この試験法は粒界性状の変化を敏感に検出できる可能性があるため、系統的に一連の試験を実施する意義は大きい。

- (3) 高速実験炉「常陽」において約40dpaまで照射された316型ステンレス鋼試料の電気化学的腐食試験の結果と比較した。定電位電解試験後の両試料表面状態には若干の違いがあるが、照射条件の違いに起因すると考えられるような著しい差はなかった。
- (4) 応力腐食割れ試験の結果との比較を行い、水中低歪速度引張(SSRT)試験の結果得られた応力腐食割れ感受性の温度依存性とEPR試験の結果に相関がみられることを示した。

謝 辞

本研究に用いた試験材料の照射は、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」の一環として行われた。照射材の電気化学的腐食試験の実施にご理解とご指導をいただいた燃料・材料工学部 近藤達男部長並びに照射解析研究室 菱沼章道室長に篤く感謝いたします。照射後試験の実施に多くの便宜をお図りいただいた、ホット試験室ホットラボ課 菊池輝男課長、材料試験炉部ホットラボ課 小山田六郎課長、佐藤均氏及び薄井洸氏の各位に深く感謝いたします。電気化学的腐食試験法についてご指導を頂いた東北大学工学部 庄子哲雄教授、照射試料の移送にご協力いただいたアイソトープ部製造課 伊藤康博氏、有益な御討論をいただいた日本鋼管(株) 稲積透氏並びに照射解析研究室 浜田省三氏及び実川資朗氏の各位に謝意を表します。

参考文献

- [1] T. Tsukada, K. Shiba, G. E. C. Bell and H. Nakajima: NACE Corrosion/92, Paper No. 104, 1992.
- [2] 菱沼章道: 日本原子力学会誌、33(1991)926.
- [3] M. L. Grossbeck, E. E. Bloom, J. W. Woods, J. M. Vitek and K. R. Thoms: Proc. Conf. on Fast, Thermal and Fusion Reactor Experiments, vol. I, ANS, p. 1-119, 1982.
- [4] 原研燃料・材料工学部: "HFIR/ORR 核融合炉構造材料の日米協力試験(第1期照射実験概要)", 1991.
- [5] 芝清之、塚田隆、中島甫他: 日本原子力研究所研究報告書、JAERI-M 92-166, 1992.
- [6] P. L. Andresen, F. P. Ford, S. M. Murphy and J. M. Perks: Proc. 4th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, p. 1-83, 1990.
- [7] A. J. Jacobs and G. P. Wozadlo: Proc. Int. Conf. Nuclear Power Plant Aging, Availability Factor and Reliability Analysis, ASM, p. 173, 1985.
- [8] 薄田寛: "軽水炉構造材料", 7化'91, p. 102, 1989.
- [9] B. M. Gordon and G. M. Gordon: Nucl. Eng. Des., 98(1987)109.
- [10] IAEA, "Research and Development Needs for ITER Engineering Design", ITER/DS/No. 20, IAEA, 1991.
- [11] T. Tsukada, K. Shiba, M. Ohmi, M. Kizaki, H. Matsushima and H. Nakajima, Proc. 3rd Asian Symp. Research Reactor, JAERI, p. 621, 1991.
- [12] 芝清之、塚田隆、中島甫、松島秀夫、高橋五志生、園部清美、小松俊雄: 日本原子力研究所研究報告書, JAERI-M 91-024, 1991.
- [13] 例えば、梅村文夫、川本輝明: 日本金属学会会報, 22(1983)894.
- [14] 梅村文夫、明石正恒、川本輝明: 防食技術, 29(1980)163.
- [15] 塚田隆: 「微小試験片材料評価技術」研究専門委員会報告書 "微小試験片材料評価技術の進歩", 日本原子力学会, p. 357, 1992.
- [16] T. Inazumi, G. E. C. Bell, E. A. Kenik and K. Kiuchi, Corrosion, 46, 10(1991)786.
- [17] G. E. C. Bell, T. Inazumi, E. A. Kenik and T. Kondo: J. Nucl. Mat., 187(1992)170.
- [18] 桂了英、西村誠二: 日本原子力学会、「平成2年秋の大会」、H38, 1990.
- [19] 庄子哲雄: Presented at 8th Meeting of International Cooperative Group on Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, 1992.
- [20] S. M. Breummer, E. P. Simonen and L. A. Charlot: Proc. 4th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, NACE, p. 14-1, 1990.
- [21] 塚田隆、芝清之、中島甫: 腐食防食'90講演集, 90A-304, 1990.
- [22] W. L. Clarke: NUREG/CR-1095, GEAP-24888, R-5, 1981.
- [23] JIS G-0580: "ステンレス鋼の電気化学的再活性化率の測定法", 1986.
- [24] 岩淵義昌: 東北大学工学研究科修士学位論文, 1992.
- [25] 浜田省三: 私信

- [26] T. Inazumi and G. E. C. Bell: Fusion Reactor Materials, DOE/ER-0313/8, p. 272, 1990.
- [27] E. A. Kenik, T. Inazumi and G. E. C. Bell: J. Nucl. Mat., 183(1991)145.
- [28] S. Dumbill and T. M. Williams: Proc. Conf. Materials for Nuclear Core Applications, BNES, p. 119, 1987.
- [29] K. Fukuya, S. Nakahigashi, S. Ozaki, M. Terasawa and S. Shima: Proc. 3rd Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors, AIME, p. 665, 1988.
- [30] 実川資朗：私信

Table 1 Chemical composition of specimen material. (mass %)
The material is type 316 stainless steel and solution-annealed.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ti	B	N	Fe
0.058	0.61	1.80	0.028	0.003	13.52	16.57	2.46	0.07	0.005	0.009	bal.

Table 2 Irradiation condition in the Oak Ridge Research Reactor(ORR).

Capsule ID	Irradiation Temperature (°C)	Equivalent full-power days	Thermal fluence (n/m ²)	Fast fluence (n/m ²)	Displacement damage (dpa)	Helium production* (appm)
MFE-6J	60, 200	474.7	7.35x10 ²⁵	1.73x10 ²⁶	6.92	62.4
MFE-7J	330, 400	474.7	9.47x10 ²⁵	2.04x10 ²⁶	7.97	96.8

(*) not including 2.0appmHe from ¹⁰B

Table 3 Chemical composition of wrapper tube material irradiated in the experimental FBR "JOYO". (mass %)
The material is type 316 stainless steel and 20% cold-worked.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ti	B	N
0.05	0.48	1.72	0.024	0.006	13.60	16.80	2.18	-	0.0001	0.0254
Co	Al	As	Cu	Nb+Ta	V	Fe				
0.31	0.01	0.004	0.25	0.004	0.037	bal.				

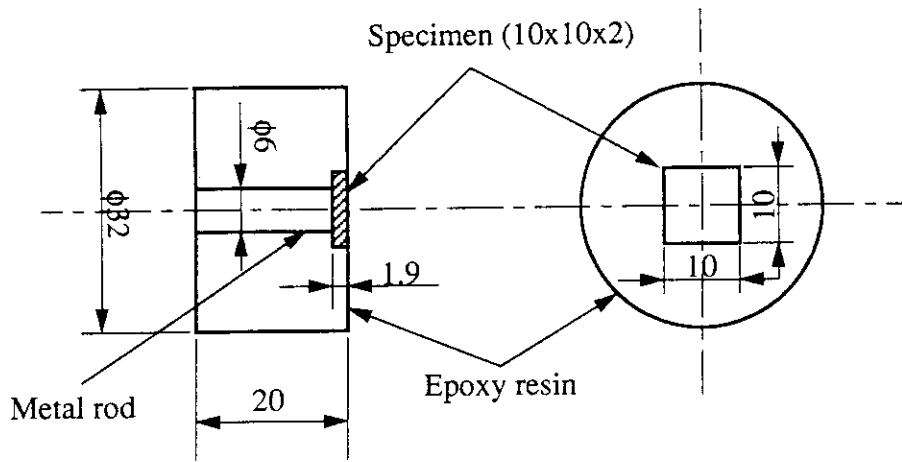


Fig. 1 Specimen for electrochemical corrosion tests mounted in epoxy resin with metal rod. (mm)

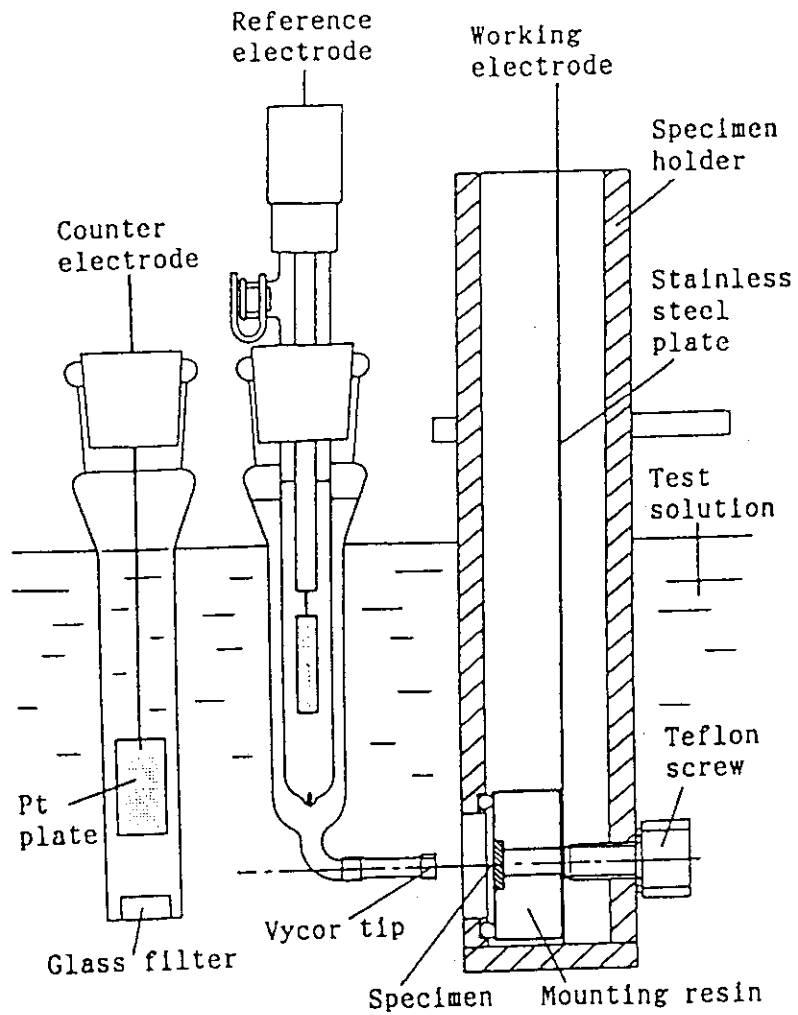


Fig. 2 Electrodes set up in test solution for electrochemical tests.

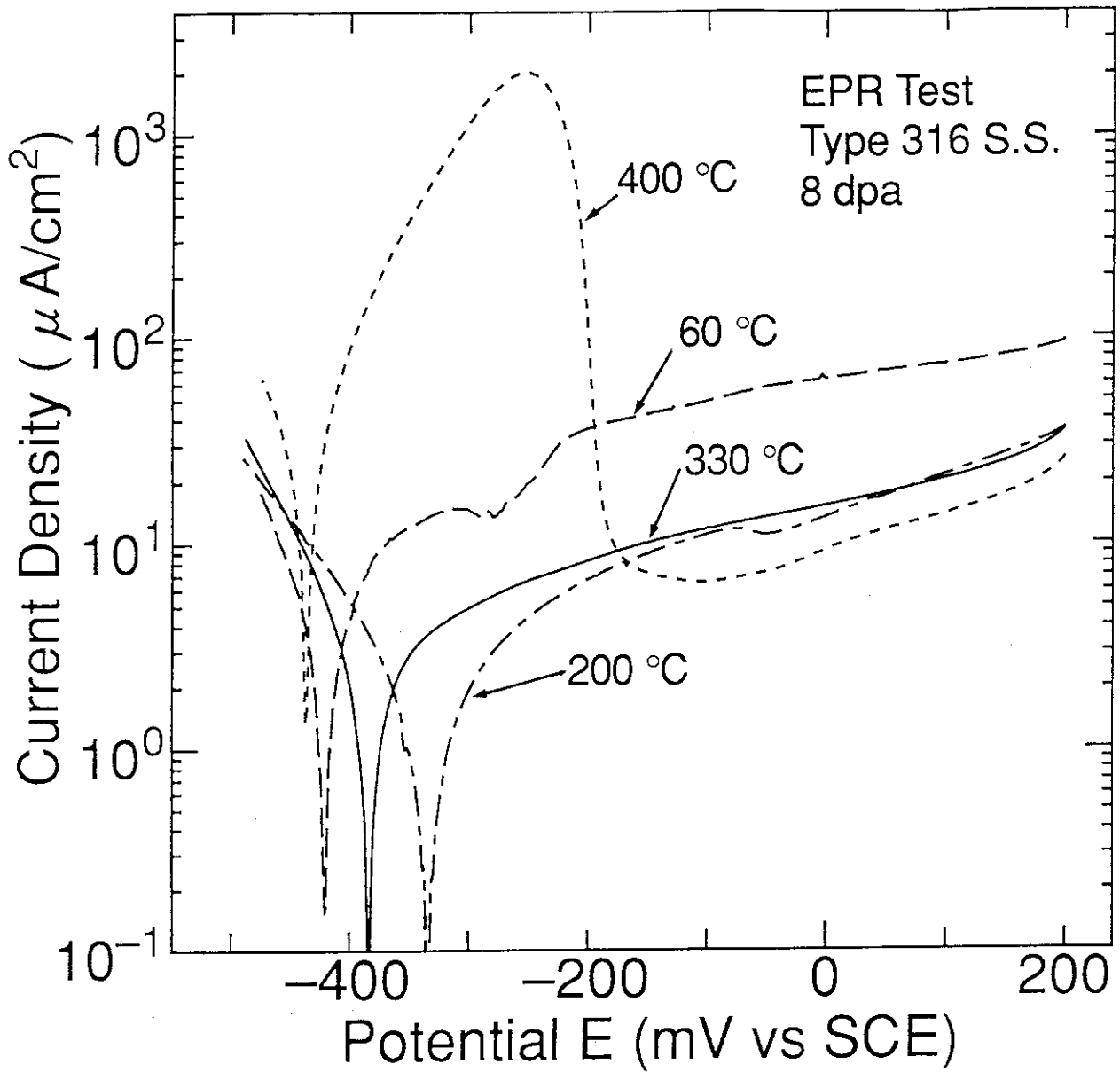


Fig. 3 Result of single loop electrochemical potentiokinetic reactivation(EPR) test on the specimens irradiated in ORR up to 8 dpa.

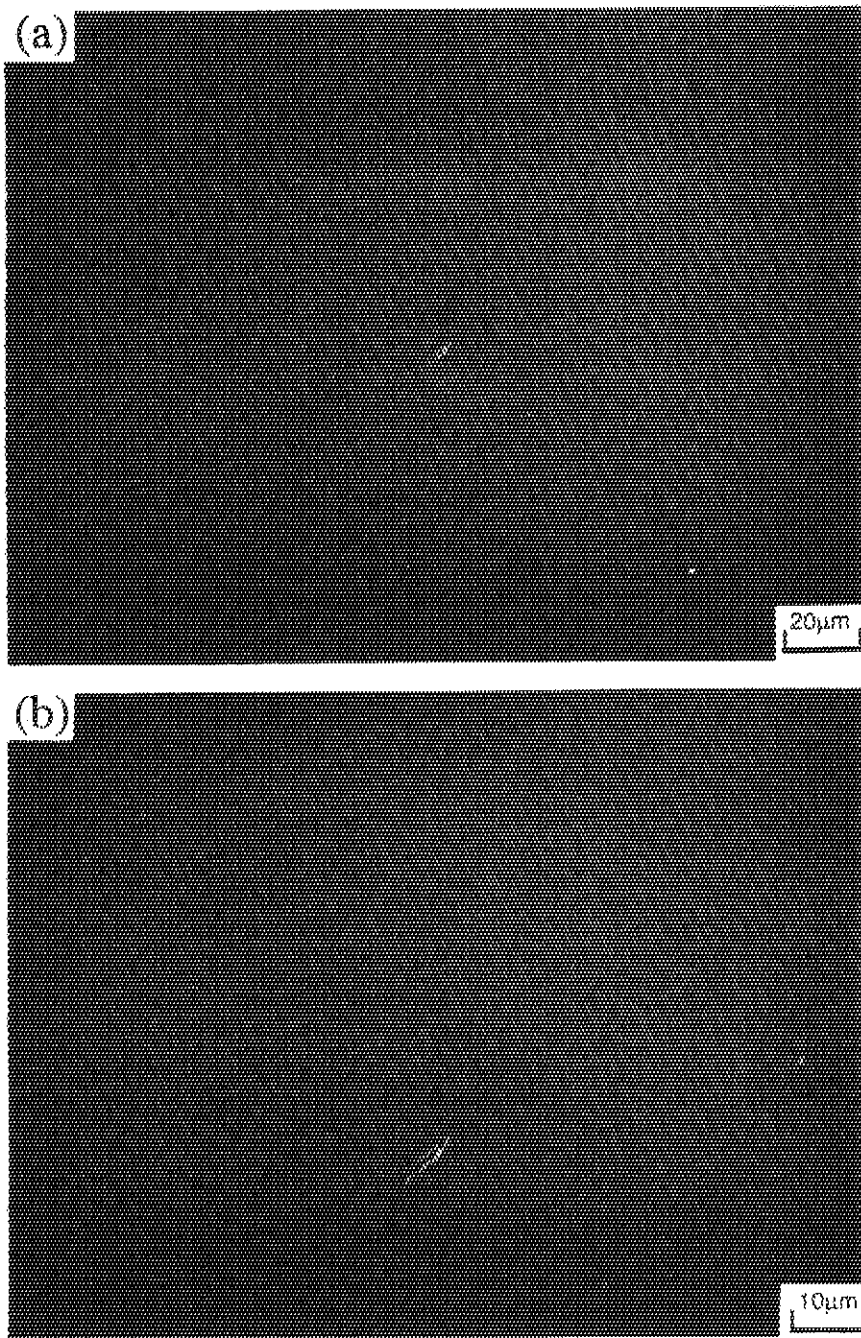


Fig. 4 SEM photographs of specimen surface after EPR test.
The specimen was irradiated at 60 °C to 8 dpa in ORR.

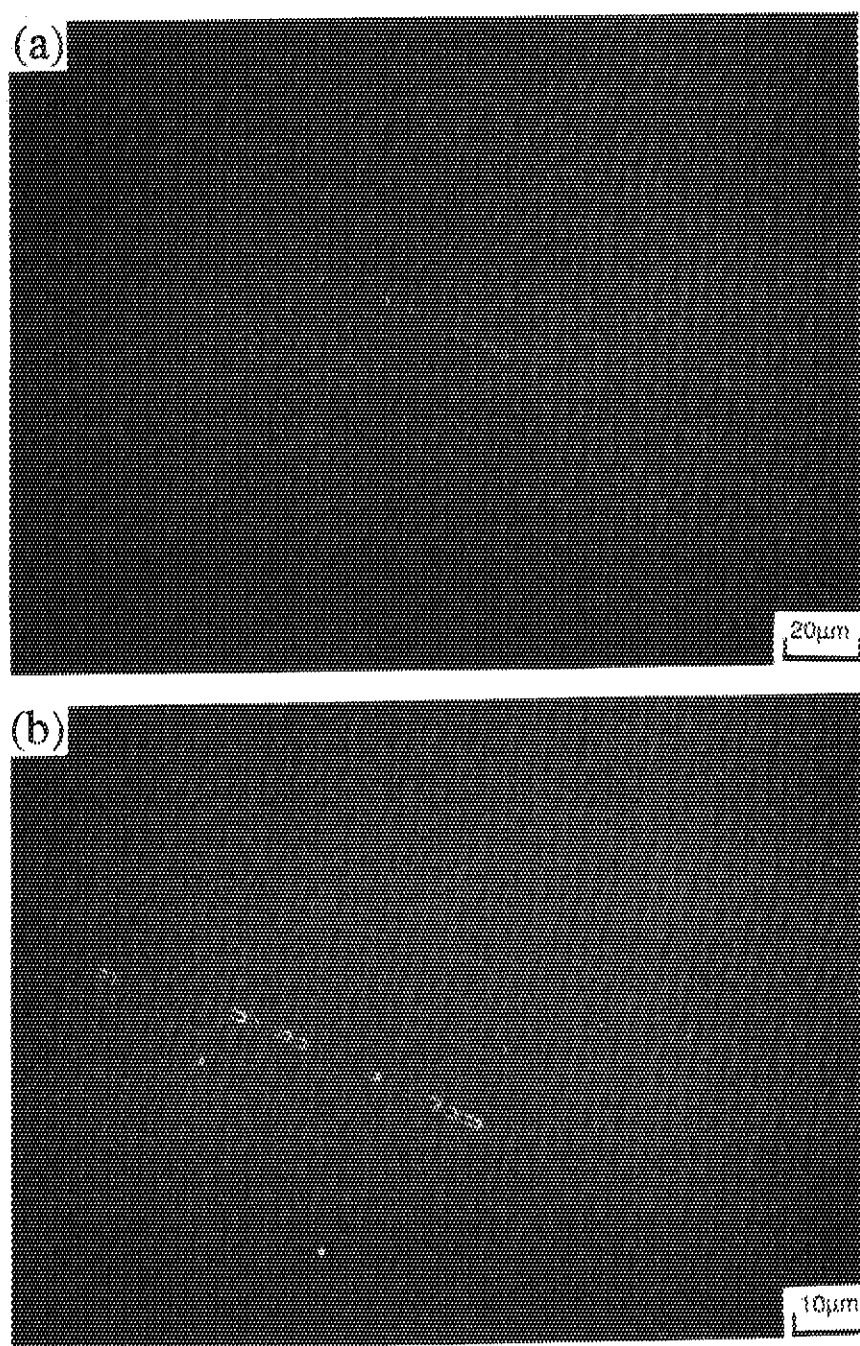


Fig. 5 SEM photographs of specimen surface after EPR test.
The specimen was irradiated at 200 °C to 8 dpa in ORR.

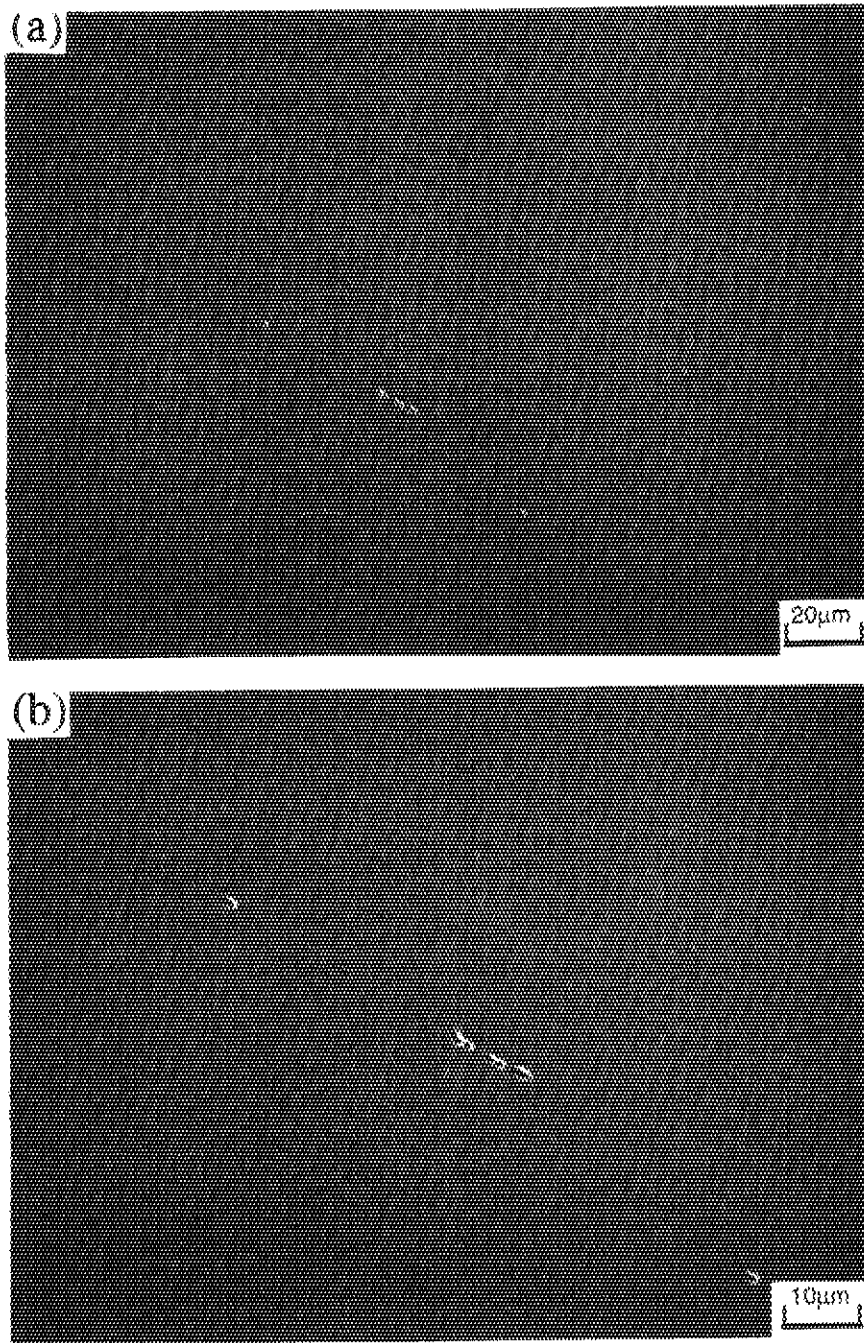


Fig. 6 SEM photographs of specimen surface after EPR test.
The specimen was irradiated at 330 °C to 8 dpa in ORR.

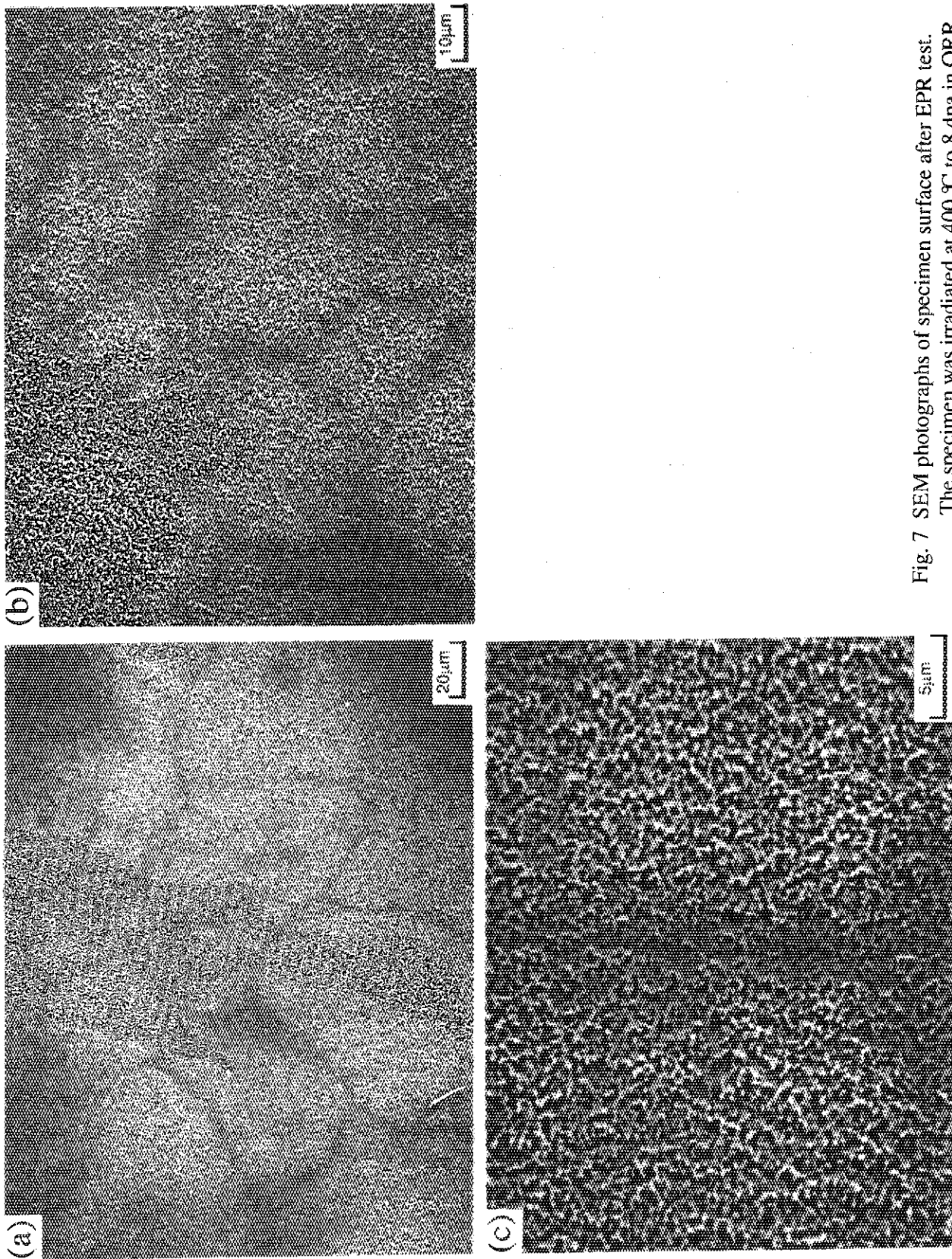


Fig. 7 SEM photographs of specimen surface after EPR test.
The specimen was irradiated at 400 °C to 8 dpa in ORR.

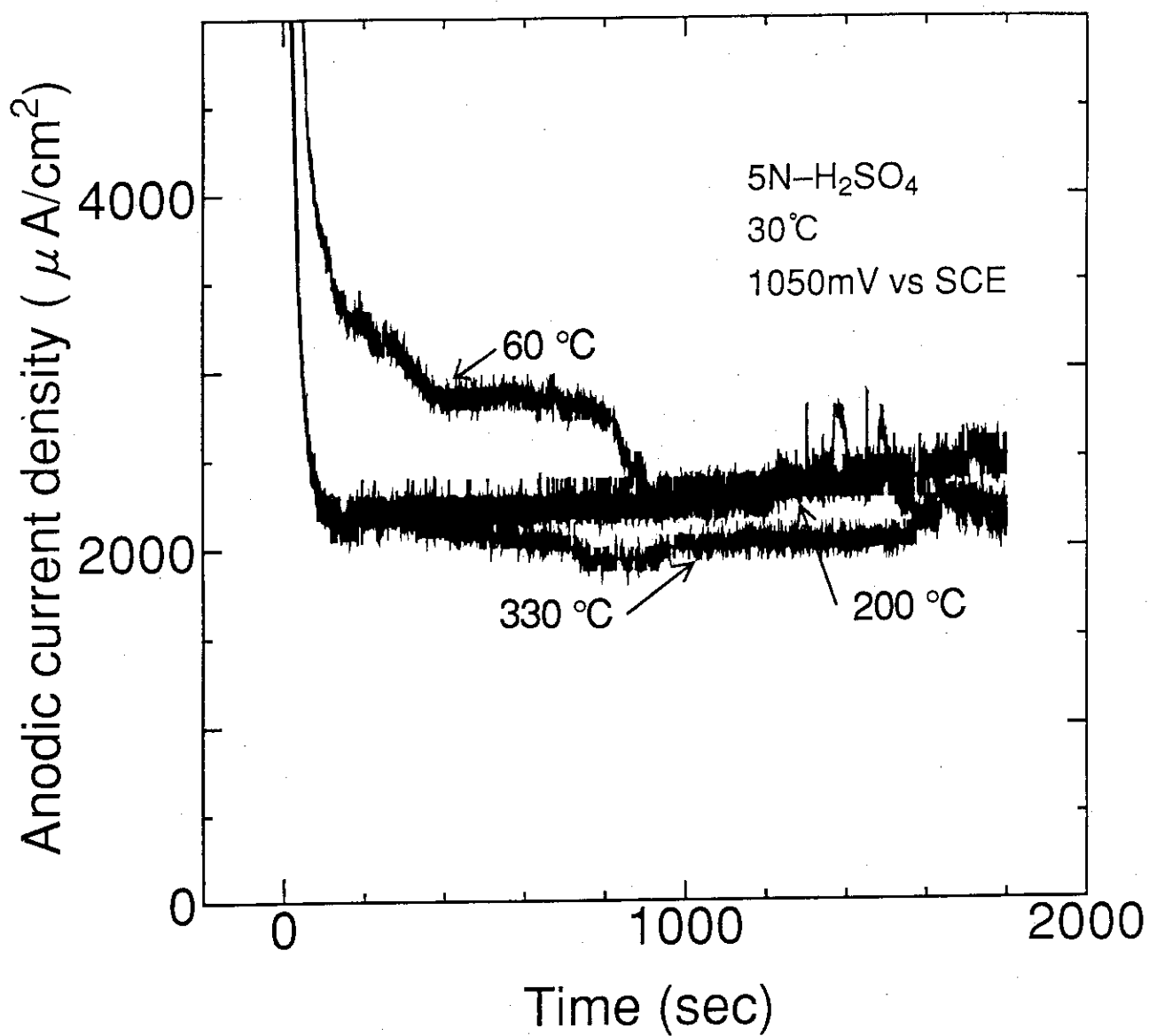


Fig. 8 Result of potentiostatic electrolytic(PSE) tests on the specimens irradiated in ORR. Current density was measured at potential, 1050 mV in transpassive region.

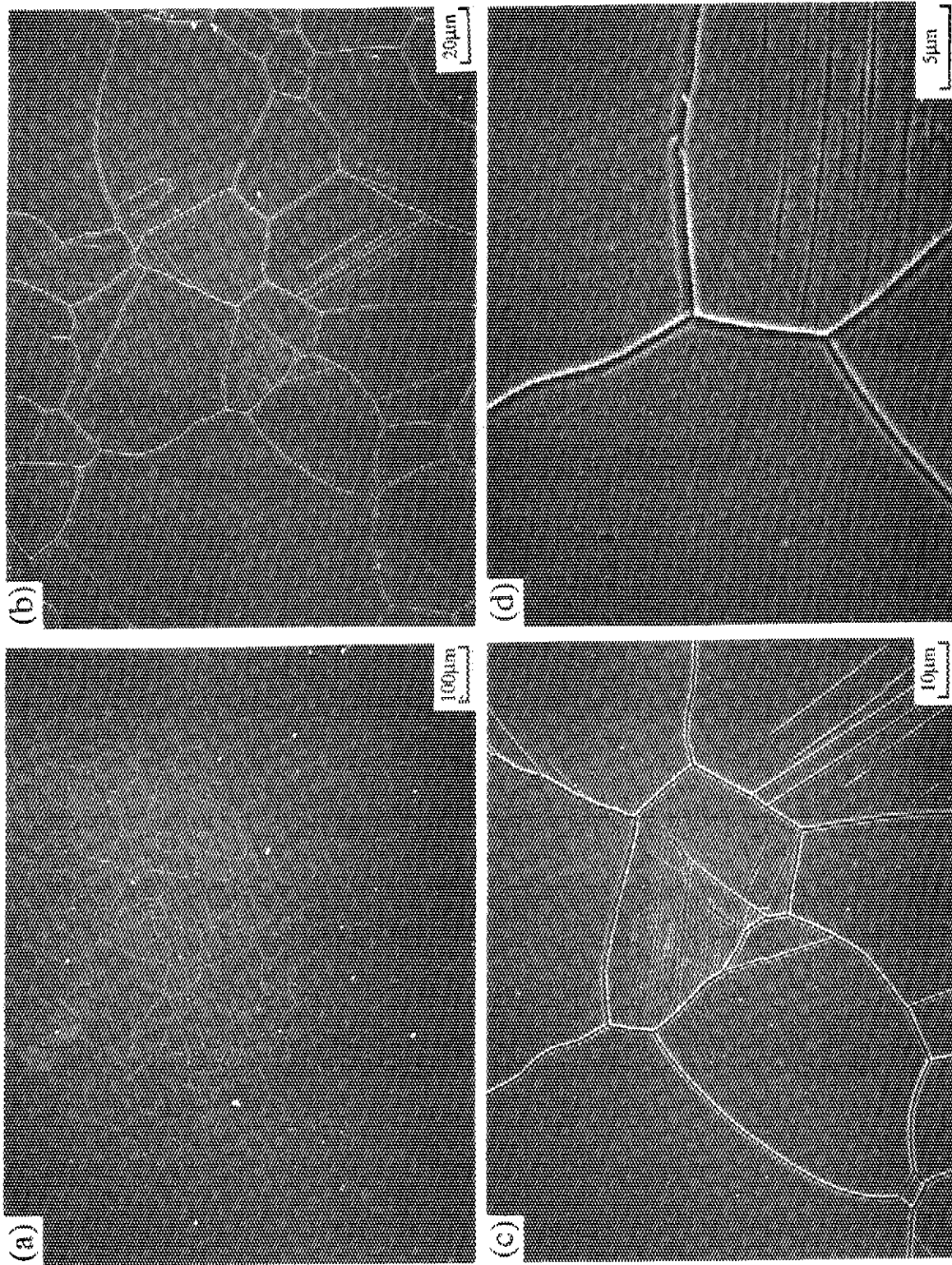


Fig. 9 SEM photographs of specimen surface after PSE test. The specimen was irradiated at 60 °C to 8 dpa in ORR.

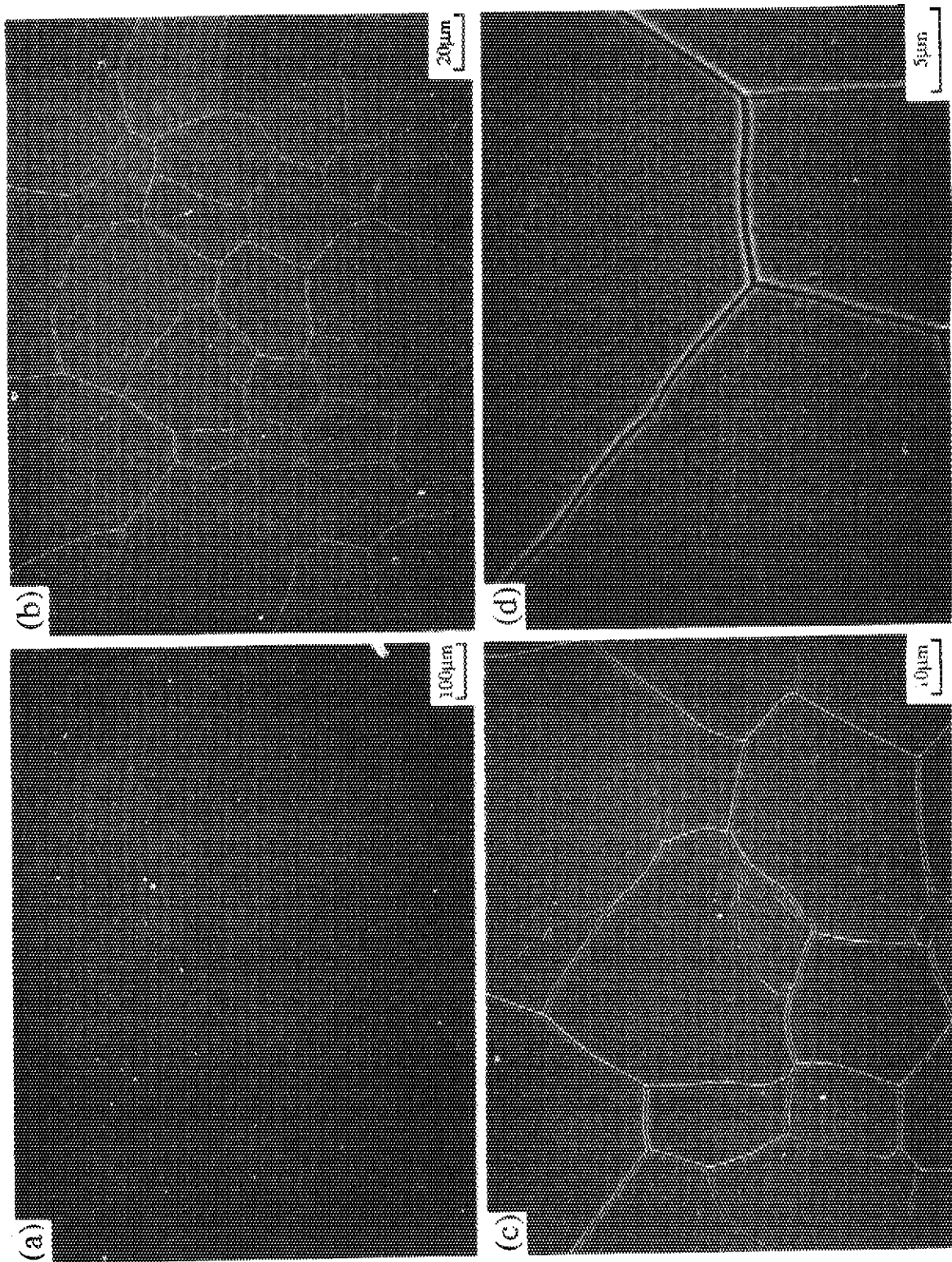


Fig. 10 SEM photographs of specimen surface after PSE test. The specimen was irradiated at 330 °C to 8 dpa in ORR.

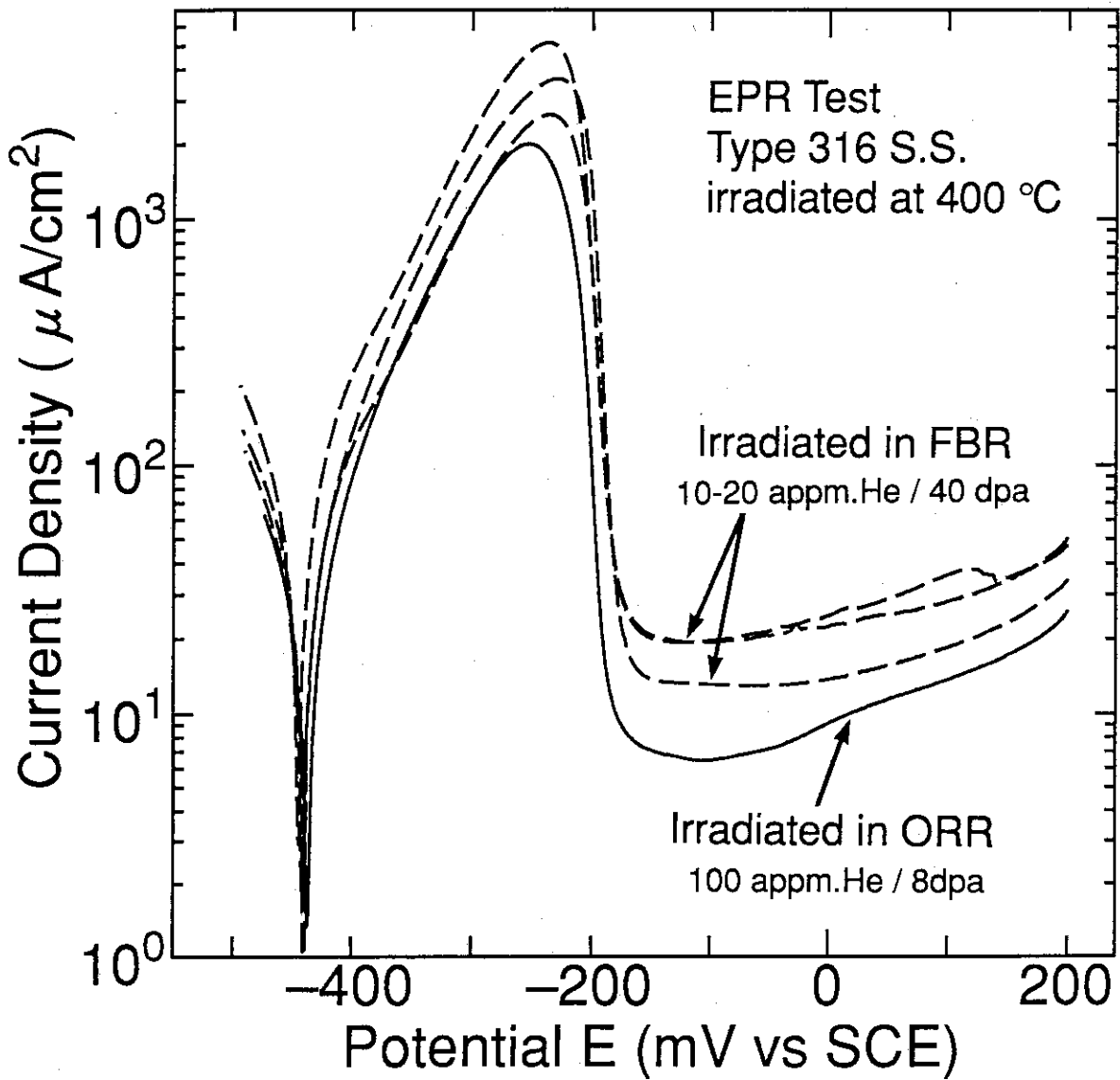


Fig. 11 Comparison of EPR test results carried out on the material irradiated in ORR and FBR at 400 °C. Reactivation was detected on the both materials.

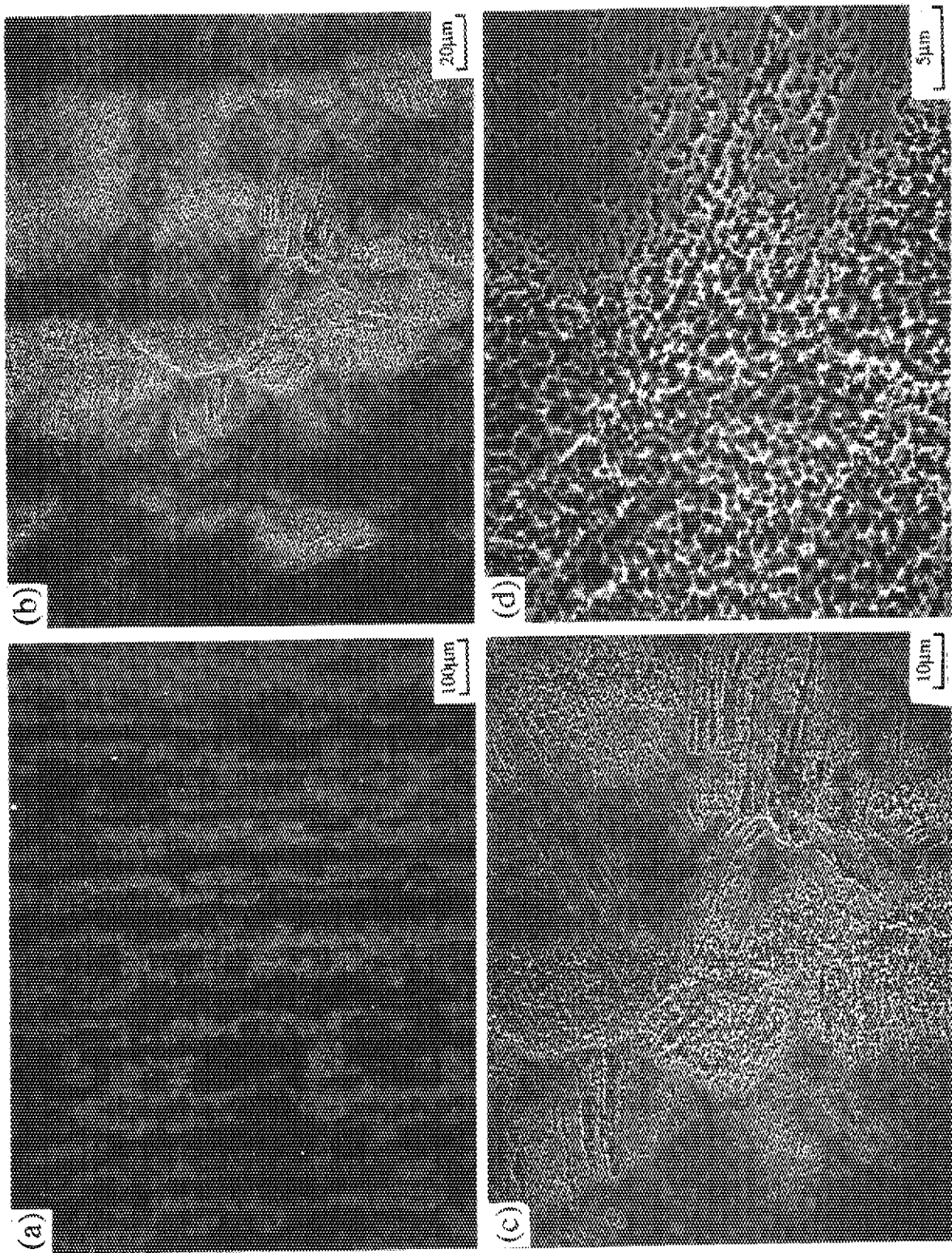


Fig. 12 SEM photographs of specimen surface after EPR test. The specimen was irradiated at 400 °C up to 40 dpa in the FBR "JOYO".

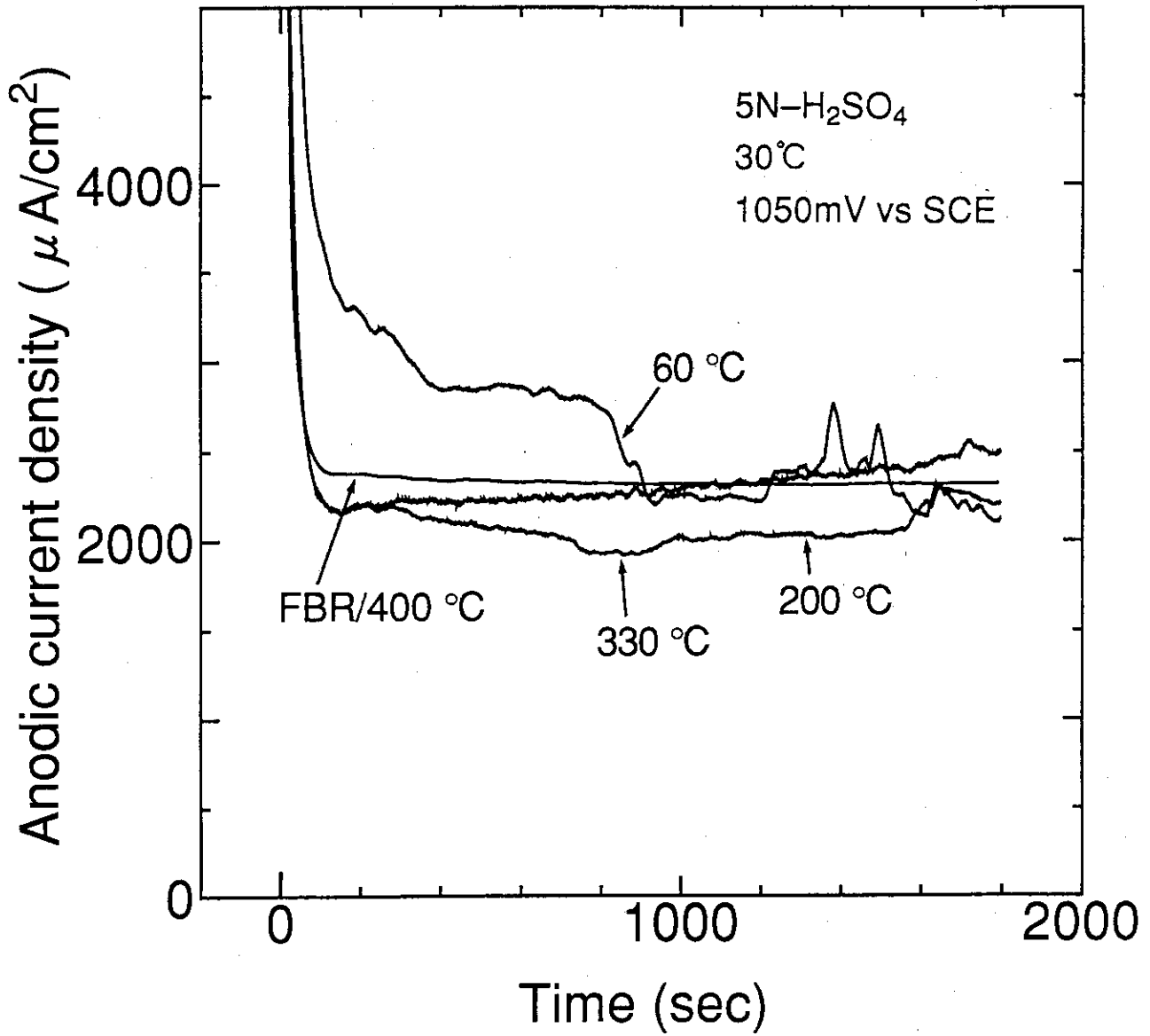


Fig. 13 Comparison of PSE test results carried out on the material irradiated in ORR and FBR.

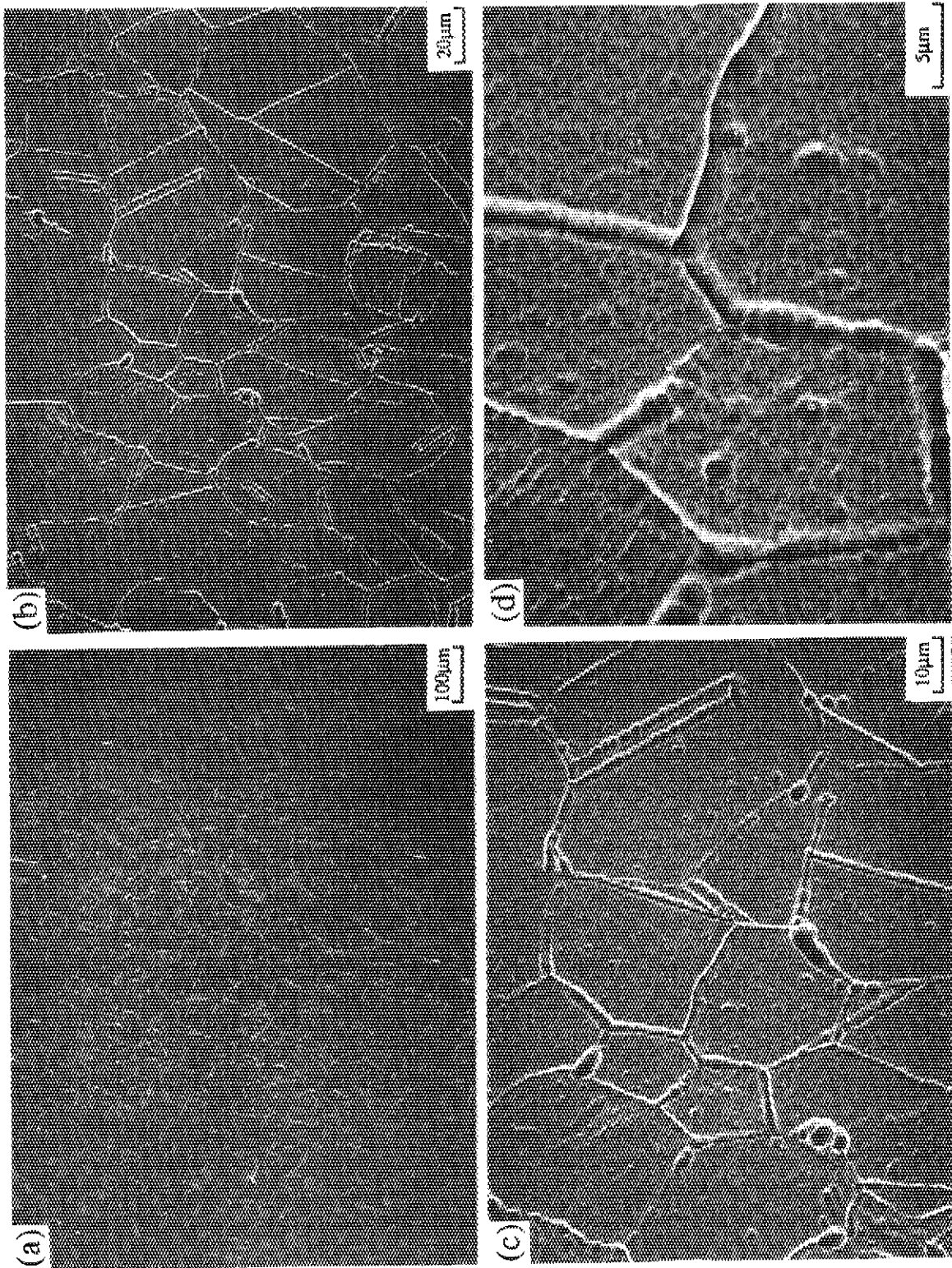


Fig. 14 SEM photographs of specimen surface after PSE test. The specimen was irradiated at 400 °C up to 40 dpa in the FBR "JOYO".

J316-SA: 8 dpa irradiated in ORR

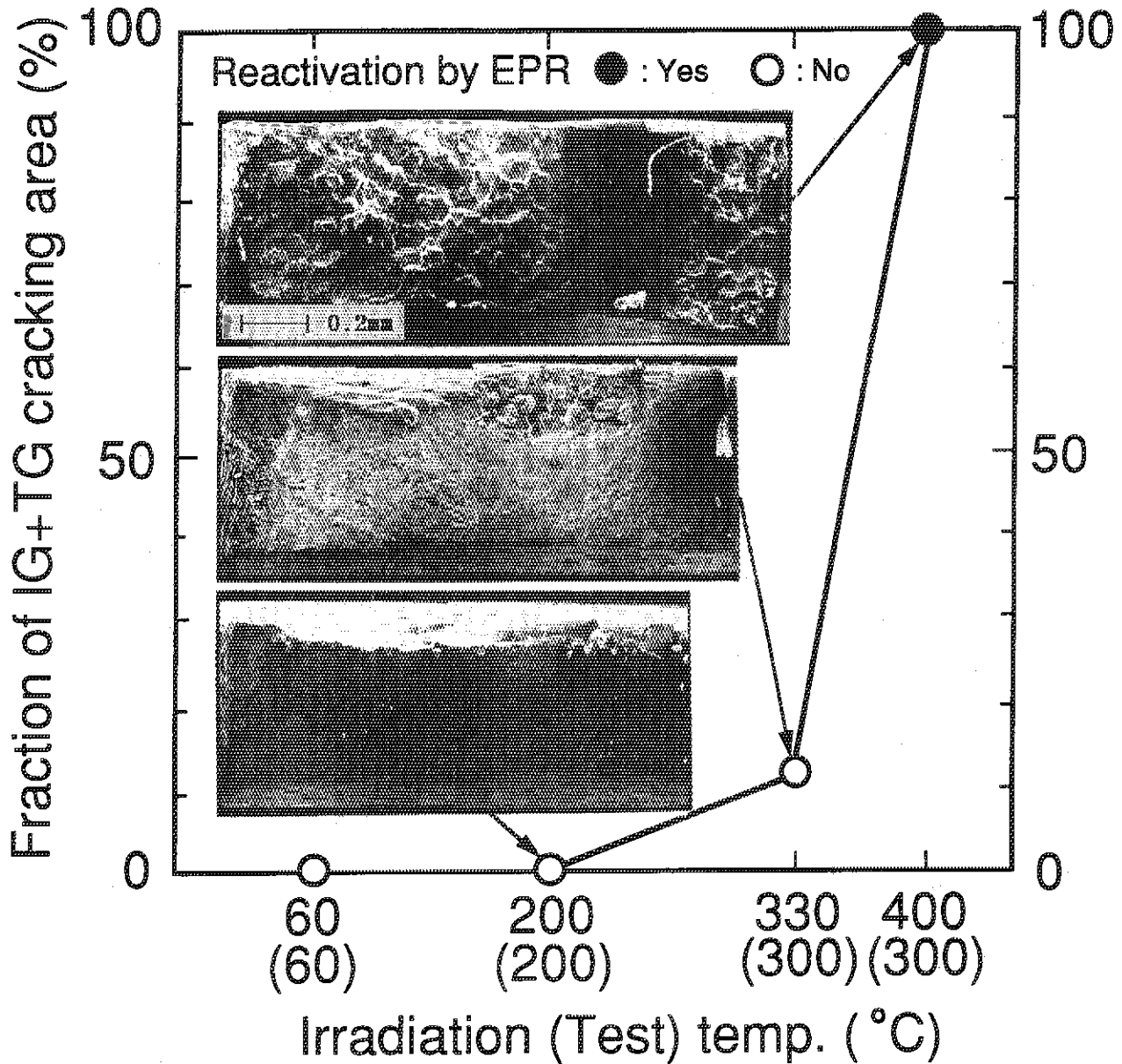


Fig. 15 Result from the stress corrosion cracking test by slow strain rate technique(SSRT) on the materials irradiated in ORR. Specimens for the electrochemical tests were made from the fractured SSRT specimens. The specimen fractured by fully intergranular(IG) + transgranular(TG) mode showed a reactivation by EPR test.