

JAERI-Research

96-021



沸騰硝酸中におけるジルコニウム  
溶接継手の腐食疲労挙動  
(受託研究)

1996年3月

本岡隆文・木内 清

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

本レポートは、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、お申し越してください。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。

This report is 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, 1996

編集兼発行 日本原子力研究所  
印 刷 (株)原子力資料サービス

沸騰硝酸中におけるジルコニウム溶接継手の腐食疲労挙動

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

本岡 隆文・木内 清

(1996年3月1日受理)

ジルコニウム製の核燃料再処理機器の耐久性の評価試験として、沸騰硝酸中におけるジルコニウムのTIG溶接継手の腐食疲労挙動を調べた。き裂成長速度の応力拡大係数依存性を沸騰硝酸中と常温大気中で調べたほか、走査型電子顕微鏡による破面解析も実施した。

急凝固組織を持つ溶接金属のき裂成長速度は、母材に見られた切り出し方向による結晶配向性の影響を示さなかった。常温大気中に比べて沸騰硝酸中ではき裂成長速度が一桁程度増大した。破面には、大気中では針状組織上にストライエーションが認められたが、硝酸中では脆性ストライエーションと擬劈開状の破面が合わせて観察された。母材と溶接金属(DEPO)の腐食疲労挙動を比較した結果から、沸騰硝酸中では疲労き裂が母材よりも溶接金属中の方でより速く進展することが明らかとなった。

---

本報告は、科学技術庁電源開発特別研究受託研究として実施した「大型再処理施設環境安全試験研究(再処理プラント材料技術の開発)」の成果の一部である。

東海研究所：〒319-11 茨城県那珂郡東海村白方白根2-4

Corrosion Fatigue Behavior of Zirconium Weldments in Boiling Nitric Acid

Takafumi MOTOOKA and Kiyoshi KIUCHI

Department of Material Science and Engineering  
Tokai Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received March 1, 1996)

The corrosion fatigue behavior of zirconium in boiling nitric acid has been studied to evaluate the reliability of zirconium used for nuclear fuel reprocessing plants. The crack growth rate of zirconium weldments made by TIG was measured as a function of the stress intensity factor both in boiling nitric acid and in air at temperature. The fracture morphology was examined with a scanning electron microscope.

The crystal orientation of a base metal did not influence the crack growth rate in DEPO of weldments. The crack growth rate in boiling nitric acid was ten times faster than that in air. The fracture formed in air showed ductile striation along needle-like grains, and the fracture formed in nitric acid showed a brittle striation and quasi-cleavage type facets. Comparing with the results for a base metal, it was found that the crack exposed in boiling nitric acid propagates more easily in weld metal than in base metal.

Keywords: Corrosion, Fatigue, Nitric Acid, Zirconium, Weld Metal, Base Metal, Stress Intensity Factor

---

This research is sponsored by the Science & Technology Agency under contact of the "Development of material technologies applied for reprocessing plant".

## 目 次

1. 緒 言 .....	1
2. 実験方法 .....	2
2.1 供試材 .....	2
2.2 試験片 .....	2
2.3 疲労試験と破面解析 .....	2
3. 結果と考察 .....	2
3.1 溶接継手の金属組織 .....	2
3.2 応力拡大係数範囲とき裂進展速度の関係 .....	3
3.3 母材と溶接金属のき裂進展速度の違い .....	3
3.4 破面のミクロ観察 .....	4
4. 結 論 .....	4
謝 辞 .....	5
参考文献 .....	5

## Contents

1. Introduction .....	1
2. Procedures .....	2
2.1 Materials .....	2
2.2 Test Specimen .....	2
2.3 Corrosion Fatigue Tests and Fracture Analysis .....	2
3. Results and Discussions .....	2
3.1 Metallographic Observation .....	2
3.2 Relation between the Stress Intensity Factor Range and the Crack Propagation Rate .....	3
3.3 Difference in Crack Growth Rates between Base Metal and Weld Metal .....	3
3.4 Fractography of Fracture Surface .....	4
4. Summary .....	4
Acknowledgments .....	5
References .....	5

## 1. 緒 言

ジルコニウムを再処理施設用の構造部材として使用する上で課題の一つは、稠密六方晶に関連して結晶学的異方性の強い性質を持つことである。圧力バウンダリー等の構造部材に用いる金属材料には、機械的強度と長期耐久性が要求されるので、必然的に肉厚材である必要性が生じてくる。現在、燃料被覆管として用いられているジルコニウム合金（主にジルカロイ）では、管の表面には諸性質の優れた最密面を優先的に配向させる特殊な加工成形法が、製造工程に組み入れられている<sup>1)</sup>。これにより、使用期間中に燃料被覆管に応力腐食割れ（SCC）が発生するのを防止している。一方、管内外の圧力バランスを利用して薄肉材を用いている燃料被覆管に比べて、肉厚材を必要とする再処理施設の硝酸反応容器用のジルコニウムでは、SCCの発生を防止する加工成形法を利用して金属組織を制御することが非常に困難である。仮に母材の金属組織が制御できても、溶接継手の金属組織の制御をどのように行うかという技術的な課題が残される。

金属ジルコニウムは約860℃に変態点を持ち、その温度を境にしてh c p型の $\alpha$ 相とb c c型の $\beta$ 相に相転移し<sup>2)</sup>、それ以下の温度では $\alpha$ 相が、それ以上では $\beta$ 相が熱力学的に安定な相となる。溶接継手は、溶接金属（DEPO）と熱影響部（HAZ）がこの温度以上に加熱されている。加熱の影響のない母材と加熱された履歴を持つ溶接金属及び熱影響部とは金属組織の様相は異なることになる。

我々は、再処理施設用構造部材の候補材料の一つである金属ジルコニウムについて、これまでに低歪速度引張り試験（SSRT）により、沸騰した硝酸溶液中での母材と溶接継手（溶接金属と熱影響部）のSCC感受性の評価試験を行っている。その中で、熱影響部が母材及び溶接金属に比べてSCC感受性が高いことが明らかになってきた<sup>3)</sup>。

これまでの沸騰硝酸溶液中のジルコニウムの腐食挙動に関する研究の多くは、Uベント、Cリング試験といった歪拘束型の試験法及びSSRTといった低速歪制御によりSCC感受性の評価試験が主に実施されている<sup>4, 5)</sup>。それに比べて、沸騰硝酸溶液中のジルコニウムの環境割れについての破壊力学の観点からの調査及び研究を行った事例は数少ない<sup>6)</sup>。

そこで我々は平成4年度から、科学技術庁電源開発特別研究受託研究「大型再処理施設環境安全試験研究（再処理プラント材料技術の開発）」の一部として、沸騰硝酸溶液中のジルコニウムの腐食疲労挙動の破壊力学的評価を目的として、油圧サーボ制御型試験機を用いた疲労試験を進めてきた。前報<sup>7)</sup>では、破壊力学的なき裂進展速度の評価、X線回折法による結晶面の配向性の調査、衝撃試験により得た機械特性値及び光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡による破面観察の結果等について、総合的な解析・評価を行った。大気中ではジルコニウム母材のなき裂進展速度が圧延の方向性に依存して大きく異なること及び沸騰硝酸溶液中でき裂進展が大きく加速されることを明らかにした。

一般に、鉄鋼などの汎用材料を使用した構造部材において、SCCや熱・腐食疲労などの環境割れにより破損・破壊などの危険性にさらされる可能性が高い箇所は、溶接継手である。

本報では、ジルコニウムについて、溶接継手の溶接金属でのなき裂進展挙動を疲労試験により、常温大気と沸騰3規定硝酸溶液中で調査して、既知の母材の結果との比較を行い、ジルコニウム溶接継手のなき裂進展特性の一部を明らかにしたので報告する。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

試験素材は、ASTM規格 (R60702) の厚さ6mmの純ジルコニウム板である。このジルコニウム板は、VAR法によりインゴットを作成した後、これを $\alpha$ 相が安定な上限温度域で温間圧延を行い、所定の厚さに仕上げたものである。最終熱処理として $\alpha$ 相安定化熱処理を施している。Table 1と2に、試験素材の化学組成を示す。

溶接継手材は、上記の板材を純ジルコニウム線を用いてTIG溶接したものである。溶接方法は、突き合わせ開先加工後の3層、4パスのTIG溶接であり、その溶接仕様の詳細はTable 3に示すように、住友化学工業で実施した実証試験のそれと同一である。

### 2.2 試験片

試験片として、Fig. 1に示すように、上述の溶接施工により作成した溶接継手材から、ノッチがビード部中央上にあるようなTDCB型の試験片を切り出した。この後、表面歪みが残らないように側面をアルミナ研磨した後、脱脂洗浄を行い疲労試験に用いた。この際、切り出した試験片の母材側と溶接金属 (DEPO) 側の金属組織の違いを、光学顕微鏡により観察した。

試験中、き裂は溶接ビード部の中央に沿ってそれと平行に進展していく。これから文中では、試験素材の圧延方向に対して、負荷する荷重の方向が平行である試験片をL材、垂直なものをT材とする。き裂の成長方向はそれぞれ圧延方向に対して、L材では垂直、T材では平行となる。

### 2.3 疲労試験と破面解析

疲労試験方法は、前報<sup>7)</sup>のジルコニウム母材に対する腐食疲労挙動の評価試験と同じである。常温大気中と沸騰3規定硝酸溶液中で、き裂成長速度を測定した。応力繰返し速度は0.1Hz、応力比 $R$ は0.1、応力波形は正弦波である。

また、疲労試験後に大気中で強制破断させて、破面とき裂断面について光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察を行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 溶接継手の金属組織

Photo. 1と2はT材の溶接継手の金属組織を光学顕微鏡により観察したものである。Photo. 1は母材、Photo. 2は溶接金属の金属組織である。当初予想されたように、母材と溶接金属の金属組織は明らかに異なっていた。 $\alpha$ 相安定化熱処理してある母材は、焼鈍された $\alpha$ 相の再結晶組織を呈しており、数十 $\mu$ m程度の大きさの微細な結晶粒で構成されている。

一方、約860 $^{\circ}$ Cの変態温度以上に加熱された熱履歴を有する溶接金属と熱影響部は、 $\beta$ 相が安定な温度域から $\alpha$ 相が安定な温度域に急速に冷却されたことにより、ラス状の針状金属組織となっている。この針状の組織はマルテンサイト型の変態でできた $\alpha$ 相であり、 $\alpha'$ 組織とも呼ばれ、通常の $\alpha$ 相状態と比べて若干硬化する<sup>8)</sup>。結晶粒の大きさにはばらつきが見られるが、平均す

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

試験素材は、ASTM規格(R60702)の厚さ6mmの純ジルコニウム板である。このジルコニウム板は、VAR法によりインゴットを作成した後、これを $\alpha$ 相が安定な上限温度域で温間圧延を行い、所定の厚さに仕上げたものである。最終熱処理として $\alpha$ 相安定化熱処理を施している。Table 1と2に、試験素材の化学組成を示す。

溶接継手材は、上記の板材を純ジルコニウム線を用いてTIG溶接したものである。溶接方法は、突き合わせ開先加工後の3層、4パスのTIG溶接であり、その溶接仕様の詳細はTable 3に示すように、住友化学工業で実施した実証試験のそれと同一である。

### 2.2 試験片

試験片として、Fig. 1に示すように、上述の溶接施工により作成した溶接継手材から、ノッチがビード部中央上にあるようなTDCB型の試験片を切り出した。この後、表面歪みが残らないように側面をアルミナ研磨した後、脱脂洗浄を行い疲労試験に用いた。この際、切り出した試験片の母材側と溶接金属(DEPO)側の金属組織の違いを、光学顕微鏡により観察した。

試験中、き裂は溶接ビード部の中央に沿ってそれと平行に進展していく。これから文中では、試験素材の圧延方向に対して、負荷する荷重の方向が平行である試験片をL材、垂直なものをT材とする。き裂の成長方向はそれぞれ圧延方向に対して、L材では垂直、T材では平行となる。

### 2.3 疲労試験と破面解析

疲労試験方法は、前報<sup>7)</sup>のジルコニウム母材に対する腐食疲労挙動の評価試験と同じである。常温大気中と沸騰3規定硝酸溶液中で、き裂成長速度を測定した。応力繰返し速度は0.1Hz、応力比 $R$ は0.1、応力波形は正弦波である。

また、疲労試験後に大気中で強制破断させて、破面とき裂断面について光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡(SEM)による観察を行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1 溶接継手の金属組織

Photo. 1と2はT材の溶接継手の金属組織を光学顕微鏡により観察したものである。Photo. 1は母材、Photo. 2は溶接金属の金属組織である。当初予想されたように、母材と溶接金属の金属組織は明らかに異なっていた。 $\alpha$ 相安定化熱処理してある母材は、焼鈍された $\alpha$ 相の再結晶組織を呈しており、数十 $\mu\text{m}$ 程度の大きさの微細な結晶粒で構成されている。

一方、約860 $^{\circ}\text{C}$ の変態温度以上に加熱された熱履歴を有する溶接金属と熱影響部は、 $\beta$ 相が安定な温度域から $\alpha$ 相が安定な温度域に急速に冷却されたことにより、ラス状の針状金属組織となっている。この針状の組織はマルテンサイト型の変態でできた $\alpha$ 相であり、 $\alpha'$ 組織とも呼ばれ、通常の $\alpha$ 相状態と比べて若干硬化する<sup>8)</sup>。結晶粒の大きさにはばらつきが見られるが、平均す



ると約 $300\mu\text{m}$ 程度であり、母材に比べて著しく肥大化している。結晶の成長方向にはTIG溶接の肉盛り方向との対応関係が見られず乱雑であり、全体として金属組織が網の目状に複雑に絡み合っており、 $\beta$ 相から $\alpha$ 相へ相変態した様相が見られる。

L材の、母材と溶接金属との金属組織の違いも、T材のPhoto. 1及び2とほぼ同じであった。

### 3.2 応力拡大係数範囲とき裂進展速度の関係

最初に、常温大気中におけるき裂進展速度 ( $da/dN$ ) と応力拡大係数範囲 ( $\Delta K$ ) の関係をFig. 2に示す。 $da/dN$ は応力変動サイクル当たりのき裂の進展速度である。母材の圧延方向に対してき裂の進展方向が垂直となるL材と平行となるT材間のき裂進展速度には、ほとんど違いが見られなかった。この傾向は、前報<sup>7)</sup>で示した母材のそれと大きく異なっている。

この理由の一つとして次のことが考えられる。L材、T材ともそのTIG溶接施工方法は同じであるから、両材の溶接金属の化学組成はほぼ同一となると予想され、その金属組織は一旦溶解した金属ジルコニウムが急冷され再結晶化して形成されるため、L材、T材の両者で金属組織はほぼ同じになることである。化学組成と金属組織が同じであれば、当然その機械的性質も同一であると推測される。金属にとって環境作用が少ない不活性に近い環境、例えば、金属ジルコニウムでは、常温大気中において、そのき裂進展挙動に大きく影響を与えるのは機械的性質と考えられる。したがって、その機械的性質が同じと考えられるL材、T材の二つの溶接金属において、 $da/dN$ と $\Delta K$ の関係が類似していることは妥当である。

沸騰3規定硝酸溶液中における $da/dN$ と $\Delta K$ の関係をFig. 3に示す。大気中での結果と同じように、L材、T材の間にき裂進展挙動の大きな違いは認められなかった。この要因として、上述のように、L材、T材での溶接金属の化学組成・金属組織及びそれに関連した機械的性質が同一であるためと考えられる。

溶接金属の化学組成と機械的性質については現在調査中であり、続報にて母材とのき裂進展挙動の違いを含めて詳細に検討する予定である。

### 3.3 母材と溶接金属のき裂進展速度の違い

試験片に加えた荷重方向により、試験片をL材とT材と区別したうえで、常温大気中と沸騰3規定硝酸溶液中での $da/dN$ と $\Delta K$ の関係を整理し、硝酸の環境作用の有無の確認を行った。ここでは、純ジルコニウムのき裂進展特性をより明確にするために、前報<sup>7)</sup>の母材の試験結果と比較した。

Fig. 4は、母材と溶接継手のL材について、 $da/dN$ の $\Delta K$ 依存性をまとめたものである。同じ応力拡大係数範囲で比較した場合、例えば $\Delta K=10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ のとき、母材では大気中に比べて硝酸中で、き裂進展速度が約5倍高くなっている。溶接金属では約7倍である。硝酸によるき裂進展の加速率は溶接金属は母材より約40%高い。

同様に、母材と溶接継手のT材について、これまでの結果を整理したものがFig. 5である。母材では約4倍、溶接金属では約10倍、大気中よりも硝酸中でき裂進展が加速している。T材の硝酸中のき裂進展速度の加速率は溶接金属と母材を比較した場合、約150%となり、L材のそれと比べてかなり高い。

L材、T材のいずれにおいても、母材よりも溶接金属でのき裂進展の加速率が高いことがわかった。つまり、沸騰硝酸環境中では、母材よりも溶接金属の方がき裂の進展が加速される傾向があることがわかった。

また、母材ではき裂進展速度が母材の切出し方向により異なる。この原因はZr特有の細密六方晶の結晶学的異方性によるものであるが、溶接金属では母材部の結晶配向性と相関性がなく、L材とT材のき裂進展速度はほぼ同であることから、溶接金属特有の金属組織の影響が強いことがわかった。

### 3.4 破面のマイクロ観察

Photo. 3は、常温大気中で疲労試験を行った試験片の破面について、その表面をSEMで観察したものである。き裂は粒内を進展していた。針状の結晶組織ごとに、疲労破面に特有なストライエーションが観察された。矢印1はストライエーションの進展方向を、矢印2はき裂の成長方向を示している。ストライエーションの進展方向は針状組織の延びの方向と同じであるが、全体的なき裂の成長方向とは必ずしも一致しておらず、各結晶粒での金属組織の影響が大きいものと推察される。

Photo. 4は、沸騰3規定硝酸溶液中でき裂を進展させた破面のものである。き裂の多くは粒内を進展していた。破面には、脆性ストライエーション模様及び溝状のパターン（リバーパターンとも呼ぶ）が観察された。常温大気中と同様にストライエーションの進展の方向は結晶粒ごとに異なっていた。

一般にステンレス鋼が応力腐食割れを起こした破面では溝状のパターン（リバーパターン）が観察される。ジルコニウムと同じ稠密六方晶のチタンでも、応力腐食割れ破面ではリバーパターンが観察されることが報告されている<sup>9, 10, 11</sup>。したがって、本試験でも、沸騰硝酸中では、ジルコニウムにSCCが生じているものと判断される。

Photo. 4に示したように、SCCが発生した材料で見られるミクロの破壊様相が沸騰硝酸中で試験したジルコニウム材のみ観察された事実と、Fig. 2と3から得たように沸騰硝酸中でき裂進展速度が大きく増大する結果から、ジルコニウム溶接継手の溶接金属においても、母材と同じように、沸騰硝酸中のき裂の成長は、SCCにより加速されているものと推察される。

## 4. 結 論

ジルコニウム溶接継手の溶接金属における疲労き裂の進展挙動について、常温大気中と沸騰3規定硝酸溶液中でのき裂成長速度の測定と破面解析等から、以下の知見を得た。

- (1) 溶接金属のき裂進展特性は、母材の圧延方向や荷重負荷方向に依存せず、溶接金属特有の金属組織に影響されることがわかった。
- (2) 常温大気中と沸騰硝酸溶液中のき裂成長速度の相対的な加速率は、母材よりも溶接金属が高く、後者の環境効果が顕著に現れる。沸騰硝酸溶液中のき裂成長速度は、溶接金属の方が母材のそれよりも大きい。

L材、T材のいずれにおいても、母材よりも溶接金属でのき裂進展の加速率が高いことがわかった。つまり、沸騰硝酸環境中では、母材よりも溶接金属の方がき裂の進展が加速される傾向があることがわかった。

また、母材ではき裂進展速度が母材の切出し方向により異なる。この原因はZr特有の細密六方晶の結晶学的異方性によるものであるが、溶接金属では母材部の結晶配向性と相関性がなく、L材とT材のき裂進展速度はほぼ同であることから、溶接金属特有の金属組織の影響が強いことがわかった。

### 3.4 破面のマイクロ観察

Photo. 3は、常温大気中で疲労試験を行った試験片の破面について、その表面をSEMで観察したものである。き裂は粒内を進展していた。針状の結晶組織ごとに、疲労破面に特有なストライエーションが観察された。矢印1はストライエーションの進展方向を、矢印2はき裂の成長方向を示している。ストライエーションの進展方向は針状組織の延びの方向と同じであるが、全体的なき裂の成長方向とは必ずしも一致しておらず、各結晶粒での金属組織の影響が大きいものと推察される。

Photo. 4は、沸騰3規定硝酸溶液中でき裂を進展させた破面のものである。き裂の多くは粒内を進展していた。破面には、脆性ストライエーション模様及び溝状のパターン（リバーパターンとも呼ぶ）が観察された。常温大気中と同様にストライエーションの進展の方向は結晶粒ごとに異なっていた。

一般にステンレス鋼が応力腐食割れを起こした破面では溝状のパターン（リバーパターン）が観察される。ジルコニウムと同じ稠密六方晶のチタンでも、応力腐食割れ破面ではリバーパターンが観察されることが報告されている<sup>9, 10, 11</sup>。したがって、本試験でも、沸騰硝酸中では、ジルコニウムにSCCが生じているものと判断される。

Photo. 4に示したように、SCCが発生した材料で見られるミクロの破壊様相が沸騰硝酸中で試験したジルコニウム材のみ観察された事実と、Fig. 2と3から得たように沸騰硝酸中でき裂進展速度が大きく増大する結果から、ジルコニウム溶接継手の溶接金属においても、母材と同じように、沸騰硝酸中のき裂の成長は、SCCにより加速されているものと推察される。

## 4. 結 論

ジルコニウム溶接継手の溶接金属における疲労き裂の進展挙動について、常温大気中と沸騰3規定硝酸溶液中でのき裂成長速度の測定と破面解析等から、以下の知見を得た。

(1) 溶接金属のき裂進展特性は、母材の圧延方向や荷重負荷方向に依存せず、溶接金属特有の金属組織に影響されることがわかった。

(2) 常温大気中と沸騰硝酸溶液中のき裂成長速度の相対的な加速率は、母材よりも溶接金属が高く、後者の環境効果が顕著に現れる。沸騰硝酸溶液中のき裂成長速度は、溶接金属の方が母材のそれよりも大きい。

(3) 沸騰硝酸中で疲労試験後の、試験片の破面には、脆性ストライエーション模様とリバーパターンが観察された。このことは、沸騰硝酸溶液中の疲労き裂の成長においてもSCCが重要な加速要因であることが示唆される。ジルコニウムは母材・溶接金属ともに沸騰硝酸中でき裂進展が加速されるが、その傾向は溶接金属の方がより大きい。

## 謝 辞

当該試験の遂行に当たり御指導並びに御助言をいただきました界面工学研究室菊地正彦氏並びに遠山晃氏に深謝いたします。

## 参 考 文 献

- 1) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.530 (1977)
- 2) 小西：チタニウム・ジルコニウム，32, 2 (1984)
- 3) 加藤ら：「1995年秋の大会」予稿集，p.512，日本原子力学会 (1995)
- 4) J.A.Bearers, et al. : Corrosion, 37, 292 (1981)
- 5) T.L.Yau : Corrosion, 39, 167 (1983)
- 6) 島田ら：「昭和63年秋の大会」予稿集，p.135，日本原子力学会 (1988)
- 7) T.Motooka and K.Kiuchi : JAERI-Research 95-032, (1995)
- 8) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.522 (1977)
- 9) I.Aitchison and B.Box : Corrosion, 28, 83 (1972)
- 10) R.J.H.Wanhill : Corrosion, 29, 435 (1973)
- 11) 柴田俊夫：日本金属学会報，18, 505 (1979)

(3) 沸騰硝酸中で疲労試験後の、試験片の破面には、脆性ストライエーション模様とリバーパターンが観察された。このことは、沸騰硝酸溶液中の疲労き裂の成長においてもSCCが重要な加速要因であることが示唆される。ジルコニウムは母材・溶接金属ともに沸騰硝酸中でき裂進展が加速されるが、その傾向は溶接金属の方がより大きい。

## 謝 辞

当該試験の遂行に当たり御指導並びに御助言をいただきました界面工学研究室菊地正彦氏並びに遠山晃氏に深謝いたします。

## 参 考 文 献

- 1) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.530 (1977)
- 2) 小西：チタニウム・ジルコニウム，32, 2 (1984)
- 3) 加藤ら：「1995年秋の大会」予稿集，p.512，日本原子力学会 (1995)
- 4) J.A.Bearers, et al. : Corrosion, 37, 292 (1981)
- 5) T.L.Yau : Corrosion, 39, 167 (1983)
- 6) 島田ら：「昭和63年秋の大会」予稿集，p.135，日本原子力学会 (1988)
- 7) T.Motooka and K.Kiuchi : JAERI-Research 95-032, (1995)
- 8) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.522 (1977)
- 9) I.Aitchison and B.Box : Corrosion, 28, 83 (1972)
- 10) R.J.H.Wanhill : Corrosion, 29, 435 (1973)
- 11) 柴田俊夫：日本金属学会報，18, 505 (1979)

(3) 沸騰硝酸中で疲労試験後の、試験片の破面には、脆性ストライエーション模様とリバーパターンが観察された。このことは、沸騰硝酸溶液中の疲労き裂の成長においてもSCCが重要な加速要因であることが示唆される。ジルコニウムは母材・溶接金属ともに沸騰硝酸中でき裂進展が加速されるが、その傾向は溶接金属の方がより大きい。

## 謝 辞

当該試験の遂行に当たり御指導並びに御助言をいただきました界面工学研究室菊地正彦氏並びに遠山晃氏に深謝いたします。

## 参 考 文 献

- 1) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.530 (1977)
- 2) 小西：チタニウム・ジルコニウム，32, 2 (1984)
- 3) 加藤ら：「1995年秋の大会」予稿集，p.512，日本原子力学会 (1995)
- 4) J.A.Bearers, et al. : Corrosion, 37, 292 (1981)
- 5) T.L.Yau : Corrosion, 39, 167 (1983)
- 6) 島田ら：「昭和63年秋の大会」予稿集，p.135，日本原子力学会 (1988)
- 7) T.Motooka and K.Kiuchi : JAERI-Research 95-032, (1995)
- 8) 長谷川正義、三島良績著：原子炉材料ハンドブック，日刊工業新聞社，p.522 (1977)
- 9) I.Aitchison and B.Box : Corrosion, 28, 83 (1972)
- 10) R.J.H.Wanhill : Corrosion, 29, 435 (1973)
- 11) 柴田俊夫：日本金属学会報，18, 505 (1979)

Table 1 The chemical composition of zirconium plates used for welding (mass%).

Zr + Hf	Hf	Fe + Cr	C	H	N	O
$\geq 99.2$	0.3	0.1	0.01	$< 0.0005$	0.008	0.15

Description : Zircadyne 702 Plate

Specification : ASTM B551-85 (Gr. R60702)

Material condition : Hot rolled and annealed.

Table 2 The chemical composition of zirconium wires used for welding (mass %).

Zr + Hf	Hf	Fe + Cr	C	H	N	O
$\geq 99.2$	1.1	0.16	0.01	$< 0.0005$	0.007	0.14

Description : Zr R60702 (ERZr2) wire with 0.079 inches in diameter.

Specification : ASTM B550-85 (Gr.R60702)

Material condition : Cold worked (drawing) and annealed.

Table 3 Welding conditions of testing specimens

Welding method	TIG (DC, SP)		
Base metal	Zr ( B551 - R60702, 6t mm )		
Weld wire	Zr ( B550 - R60702, $\phi$ 2 mm)		
Groove geometry			
Voltage	12 ~ 15 V		
Current	80 ~ 160 A		
Welding speed	100 mm / min.		
Gaseous shielding	Torch gas	Backside gas	Trailing gas
	Min. 10 $\ell$ / min	Min. 50 $\ell$ / min	Min. 50 $\ell$ / min
Number of layer and pass	3 - layer, 4 - pass		
Temperature between pass	< 150°C		
Inspections	Appearance survey Liquid penetrant testing Radiographic test		



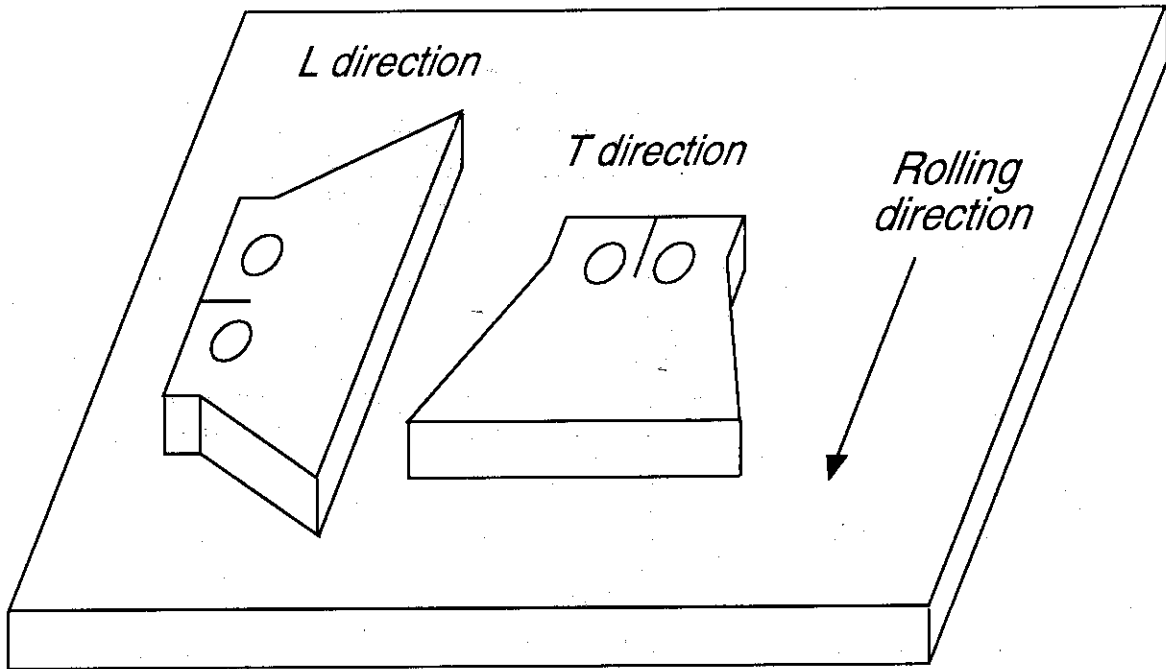


Fig.1 Location of Tapered-Double-Cantilever-Beam (TDCB) specimens.

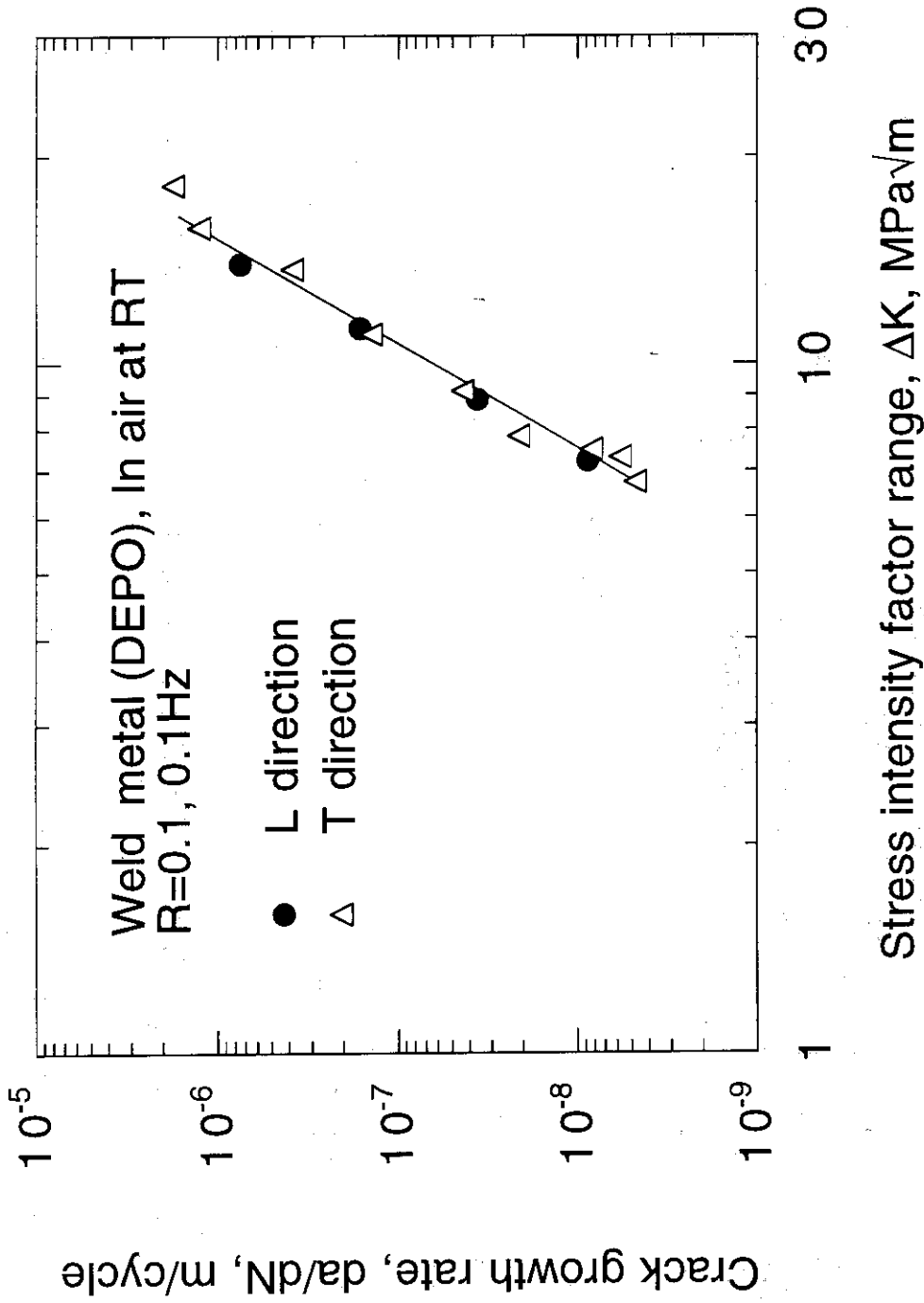


Fig. 2 Crack propagation rates of weld metal of zirconium weldments in air at room temperature.

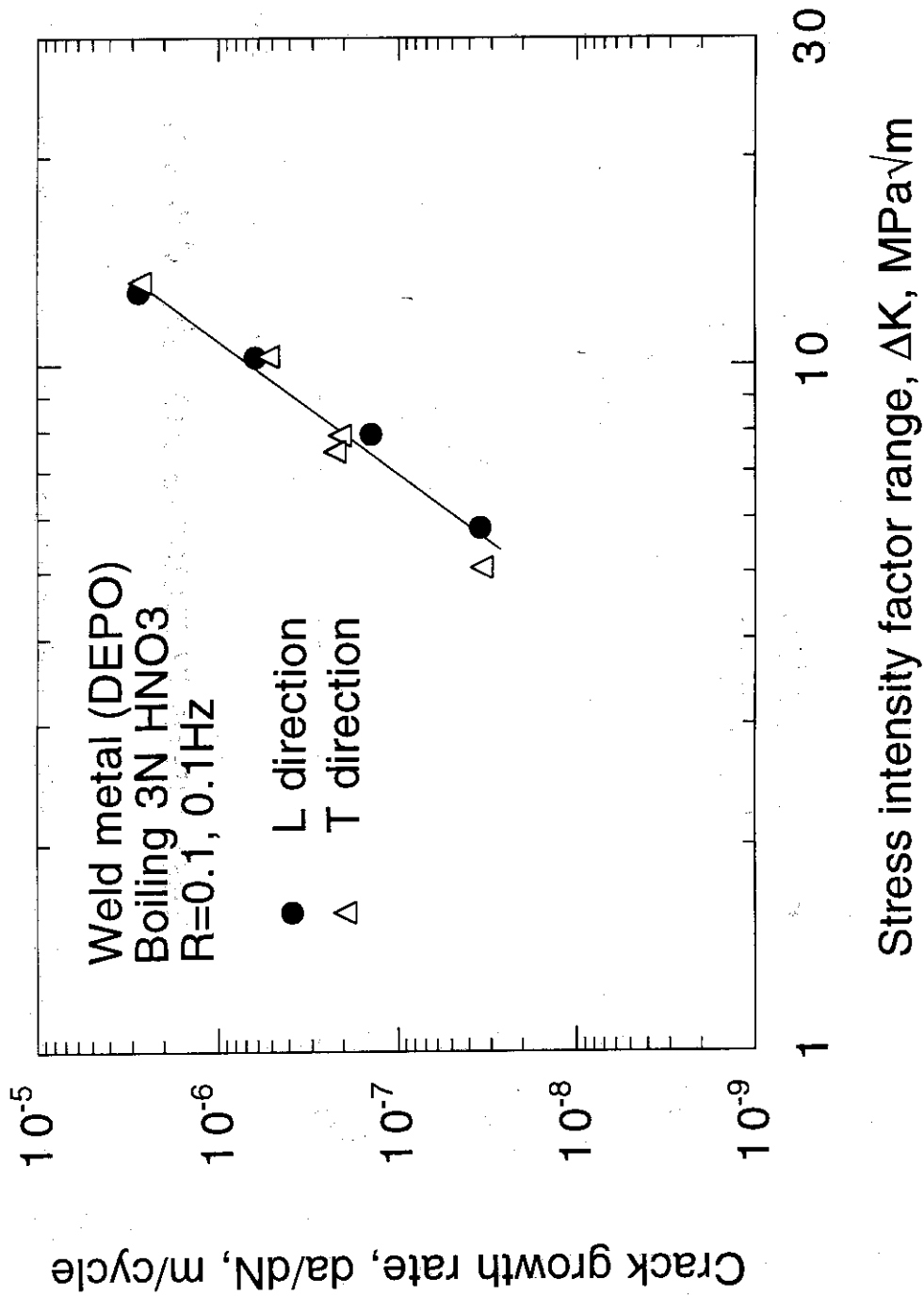


Fig. 3 Crack propagation rates of weld metal of zirconium weldments in boiling 3N nitric acid.

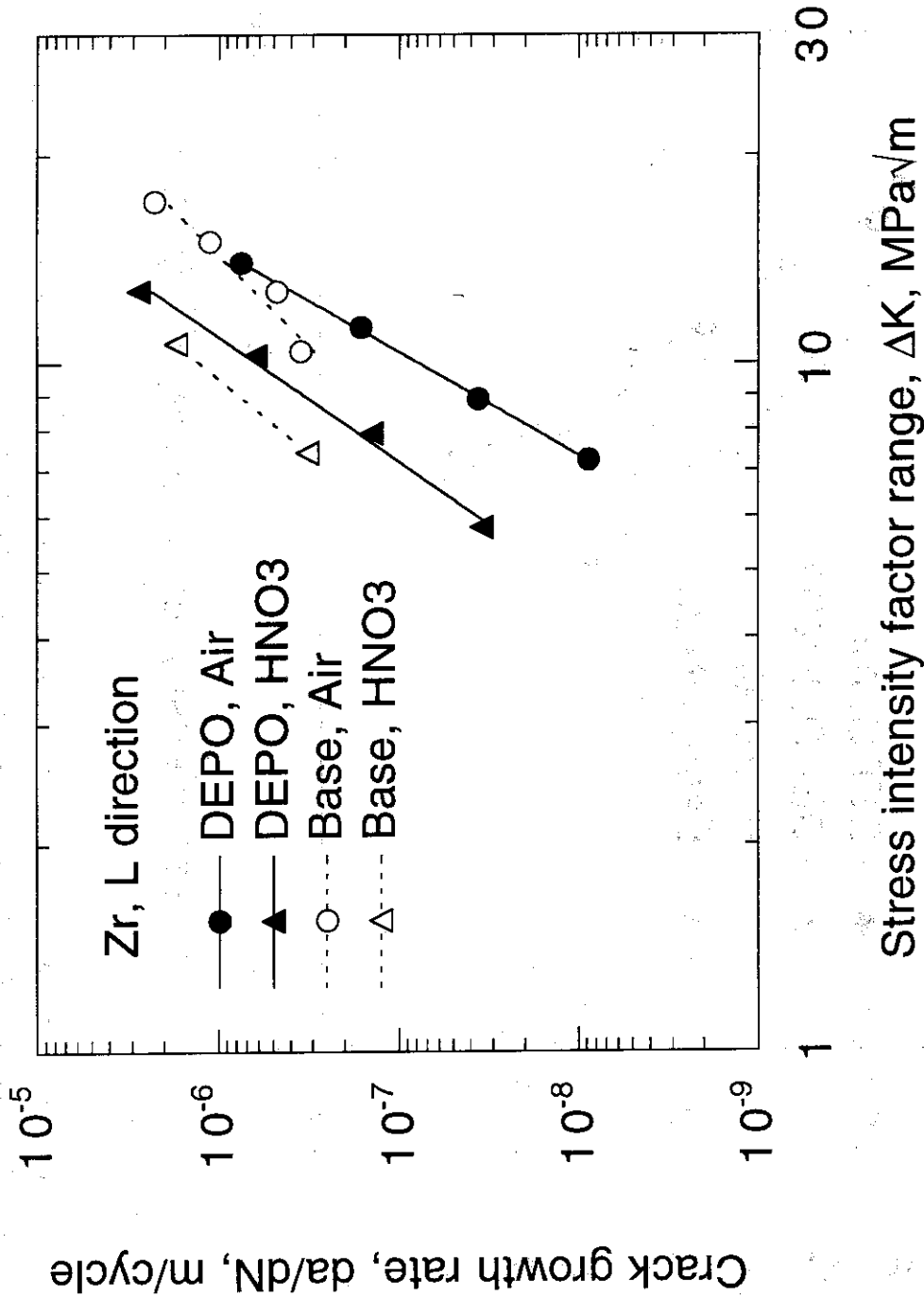


Fig. 4 Crack propagation rates of weld metal and base metal of zirconium weldments in air at room temperature and in boiling 3N nitric acid.

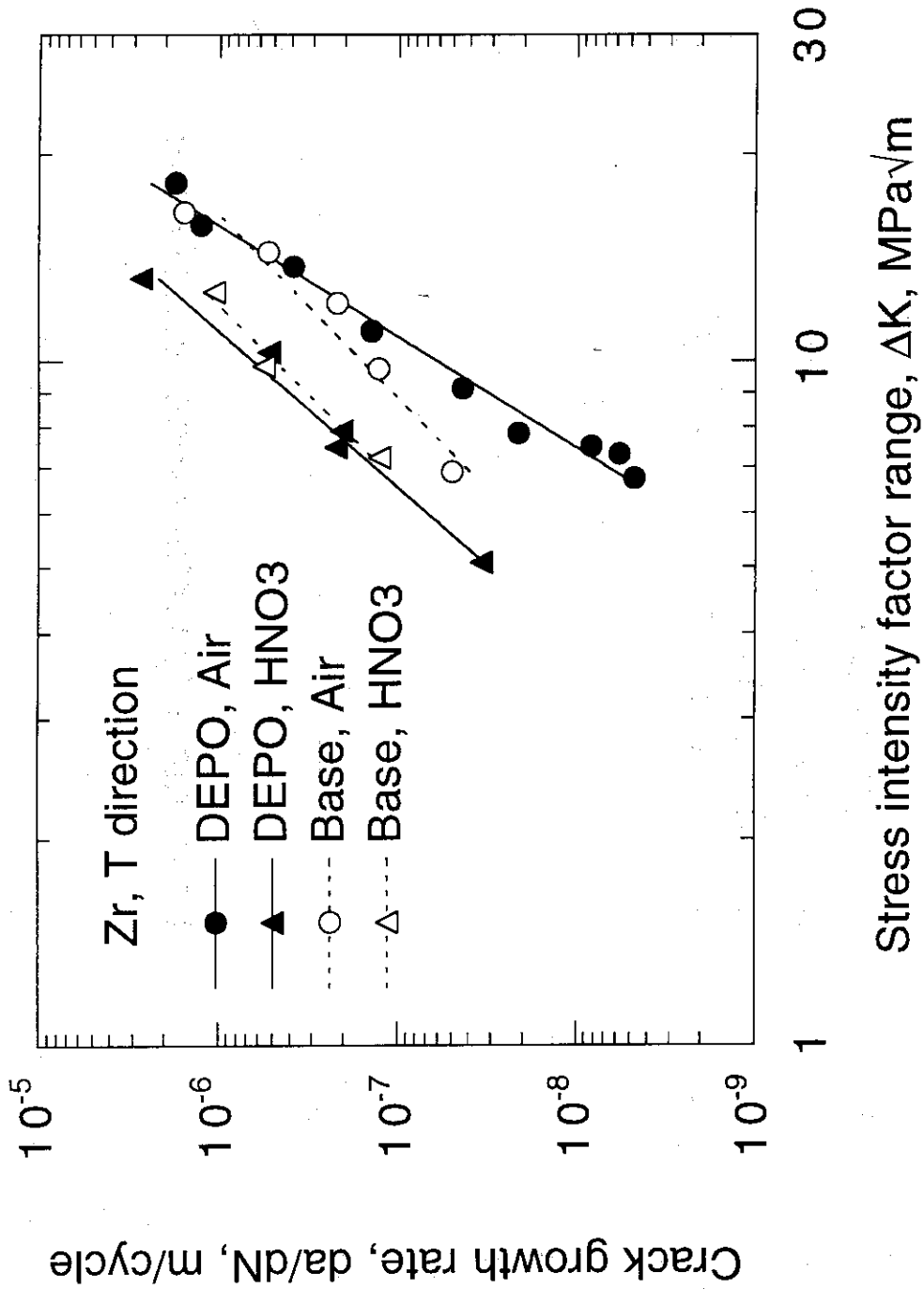


Fig. 5 Crack propagation rates of weld metal and base metal of zirconium weldments in air at room temperature and in boiling 3N nitric acid.

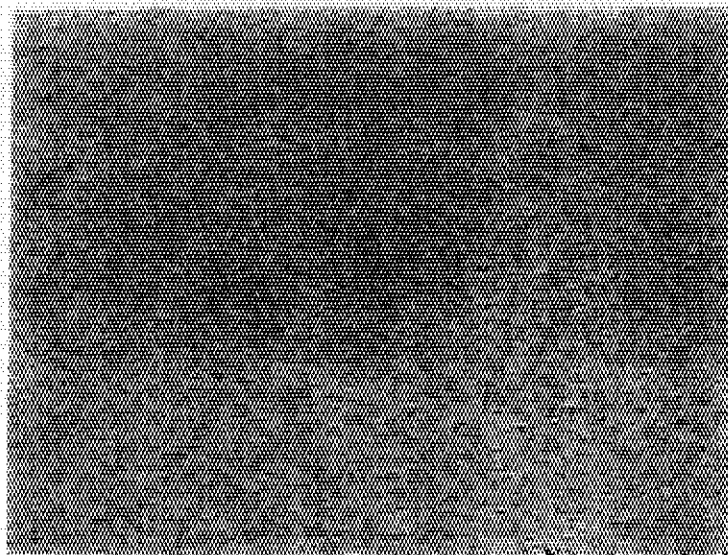


Photo.1 Microstructure of base metal of zirconium weldments.



Photo.2 Microstructure of weld metal (DEPO) of zirconium weldments.

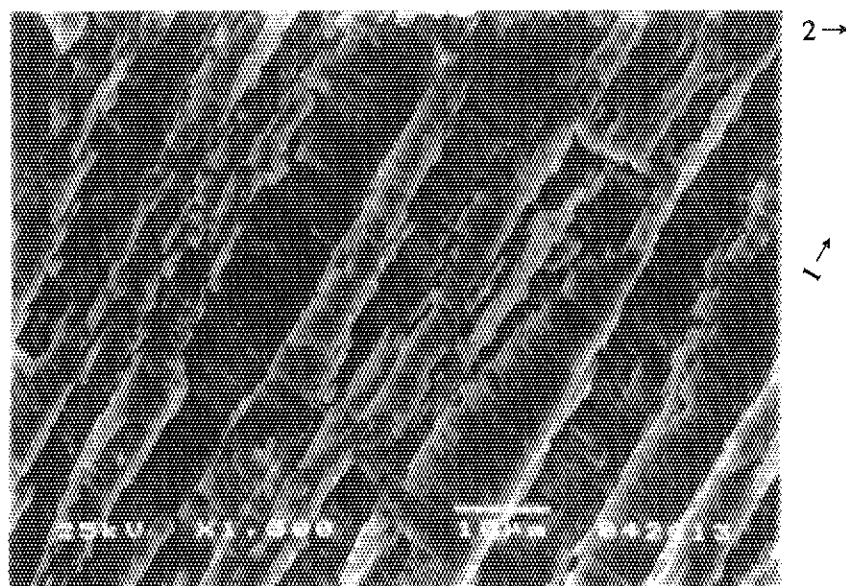


Photo. 3 Fracture surface morphology of weld metal (DEPO) of zirconium weldments after fatigue testing in air at room temperature.  
Arrow 1: Direction of striation, Arrow 2: Direction of crack propagation

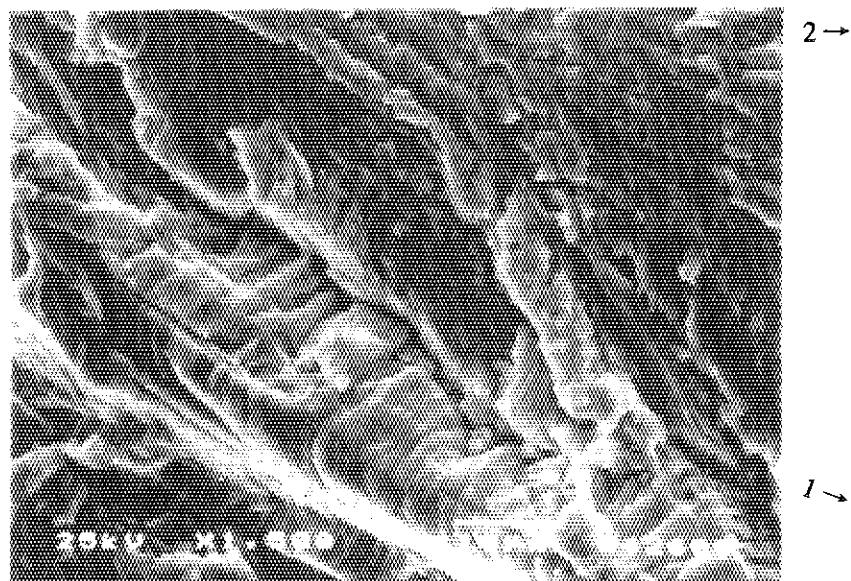


Photo. 4 Fracture surface morphology of weld metal (DEPO) of zirconium weldments after fatigue testing in boiling 3N nitric acid.  
Arrow 1: Direction of striation, Arrow 2: Direction of crack propagation