

JAERI-Tech

96-052



ウラン-ジルコニウム固溶体合金の
クリープひずみ速度測定試験

1996年11月

尾形孝成*・赤堀光雄・小川 徹

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。
入手の問い合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。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 Research Information Division, Department of Intellectual Resources, 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 日立高速印刷株式会社

ウラン-ジルコニウム固溶体合金の
クリープひずみ速度測定試験

日本原子力研究所東海研究所燃料研究部
尾形 孝成*・赤堀 光雄・小川 徹

(1996年10月25日受理)

小さなU-Zr合金試料のクリープひずみ速度を測定するため、圧縮-保持した場合の応力緩和挙動に基づく評価方法を考案し、757~911℃の範囲でU-10wt%Zr合金のクリープひずみ速度の測定に適用した。試験の結果、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、今回用いた評価方法は有効であると判断された。U-10wt%Zr合金のクリープ速度は、U金属に対する実験値やU-Pu-Zr合金に対する評価式に比べて格段に小さな値を示した。しかし、今回の測定結果には、試料に含まれていた析出物の影響等が現れていると考えられるため、今後より注意深い試験データの蓄積が必要である。

Measurement Test on Creep Strain Rate of
Uranium-Zirconium Solid Solutions

Takanari OGATA * , Mitsuo AKABORI , Toru OGAWA

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

(Received October 25, 1996)

In order to measure creep strain rate of a small specimen of U-Zr solid solution, authors proposed an estimation method which was based upon the stress relaxation after compression. It was applied to measurement test on creep strain rate of the U-10wt%Zr specimen in the temperature range of 757 to 911 °C . It may be concluded that the proposed method is valid, provided that the strain is within the appropriate range and that sufficient amount of the load decrement is observed. The obtained creep rate of U-10wt%Zr alloy indicated significantly smaller value, compared to the experimental data for pure U metal and evaluated data for U-Pu-Zr alloy. However, more careful measurement is desired in future since the present data are thought to be influenced by the precipitations included in the specimens.

Keywords: Creep, Uranium Alloy, Stress Relaxation, Material Test, Metallic
Fuel

* On leave from: Central Research Institute of Electric Power Industry,
Nuclear Systems Department.

目 次

1. まえがき	1
2. クリープひずみ速度の評価方法	2
3. 試験方法	4
3.1 ウラン-ジルコニウム合金試料	4
3.2 試験装置	4
3.3 試験手順	4
4. 試験結果および考察	5
5. 今後の課題	6
6. まとめ	7
謝 辞	7
引用文献	7

Contents

1. Introduction	1
2. Estimation Method for Creep Strain Rate	2
3. Experiment	4
3.1 Uranium-Zirconium Alloy Specimen	4
3.2 Test Apparatus	4
3.3 Test Procedure	4
4. Results and Discussion	5
5. Future Works	6
6. Conclusion	7
Acknowledgements	7
References	7

1. まえがき

ウラン-ジルコニウム (U-Zr) あるいはウラン-プルトニウム-ジルコニウム (U-Pu-Zr) 合金を用いる金属燃料は、近年高速炉用新型燃料のひとつとして注目されている。これらの燃料合金のスエリング量は、他のセラミクス燃料に比べて大きいことが知られており、その変形挙動は照射挙動解析の重要な項目のひとつになっている[1]。金属燃料の炉内の使用温度は、典型的な設計では700K~1200K ($T/T_m > 0.5$: T_m は融点)であり、このような高温ではガススエリングに加えてクリープ変形が重要となる。

U-Pu-Zr合金のクリープひずみ速度の実験値は、文献[2,3,4,5]に記載のものがあるが、測定方法が不明である。また、Gruber & Kramer [6]は金属燃料のガススエリングモデル開発に際し、U-Pu-Zr合金のクリープひずみ速度式として、次式を用いている。

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} &= (5000\bar{\sigma} + 6.0\bar{\sigma}^{4.5}) \exp(-26170/T) && : \alpha\text{-Uを含む相} \\ \dot{\epsilon} &= 0.08\bar{\sigma}^3 \exp(-14350/T) && : \gamma\text{-固溶体} \end{aligned} \quad (1)$$

この式は、図1に示すように、実験値[5]等を再現するように作成されたものと推察される。しかし、(1)式にはクリープ速度の合金組成依存性が含まれていない。U-Zr合金については、BMIによる測定例[7]があるが、47wt%以上の高Zr濃度の合金に関するものである。また、炉内においては照射クリープも無視できないと考えられるが、これに関するデータは今のところ見当たらない。

なお、Robinsonら[8]はU金属の定常クリープ速度を圧縮試験によって測定し、 α 相及び γ 相では、応力指数が各々6および5~7であること、クリープの拡散係数は各々の相の自己拡散係数の活性化エネルギーにほぼ一致すること、などを見い出している。 γ -U金属の定常クリープ速度と(1)式との比較を図2に示すが、U-Pu-Zr固溶体に対する(1)式は γ -Uの測定値に比べ格段に遅いクリープひずみ速度を与えることがわかる。

このように、燃料合金のクリープひずみ速度は重要な物性値であるにもかかわらず、その測定方法や相関式の設定根拠が明らかでなく、組成依存性や照射効果(照射クリープ)も不明である。そこで報告者らは、燃料合金のクリープひずみ速度に関するデータを拡充してゆく第一歩として、最も基本的な合金であるU-10wt%Zr固溶体合金のクリープひずみ速度の測定を試みた。本報告は、その評価方法と測定試験結果に関するものである。

2. クリープひずみ速度の評価方法

クリープひずみ速度は、通常、一定荷重をクリープ試験片に与え、長時間にわたって試験片の伸び量を直接測定することで求められる。しかし、ウラン金属あるいはその合金の場合には、数10mmの試験片を作成することは容易でないこと、長時間の高温保持では著しい酸化が予想されること、等の制約条件により、特殊な工夫が要求される。上述のRobinsonら[8]によるU金属の定常クリープ速度の測定では、予めクロスヘッドの変位と試料のひずみとの関係を求めた上で、直径6.35mm、高さ9.53mmの円柱状U金属を一定のクロスヘッド速度で荷重が一定となるまで圧縮した。即ち、一定値を示した荷重（応力）に対応するクリープひずみ速度が、設定値であるクロスヘッド速度より求められた。

今回の試験においても、クロスヘッドの変位と試料ひずみとの関係を得るべく試みたが、後述する高温真空炉内のスペース等の制約のため、試料ひずみを高温時に測定することが困難であった。そこで、試料のひずみを直接測定することなく、試料を圧縮-保持した場合の応力緩和挙動からクリープひずみ速度を評価する方法を試みた。

いま、図3に示すように、ある小さな試料を押し棒を介して圧縮し、ある荷重においてクロスヘッドの位置を一定に保ったとする。試料のクリープ変形に伴い、荷重は減少してゆく（応力緩和）。このとき、クロスヘッドと試験機台との間の距離は一定であることから、

$$dl_s + dl_R = 0 \quad (2)$$

ここで、 l_s は試料の高さ、 l_R はクロスヘッドと試験機台との間の長さから試料の高さを引いたもので、いずれも圧縮直後の寸法とする。 d は圧縮直後から測った変化を表わす。したがって、圧縮直後の寸法を基準にした試料のひずみを ϵ_s 、試料以外の部品のひずみの合計を ϵ_R とすると、

$$\epsilon_s l_s + \epsilon_R l_R = 0 \quad .$$

圧縮直後からの経過時間 t で微分して、

$$l_s \frac{d\epsilon_s}{dt} + l_R \frac{d\epsilon_R}{dt} = 0 \quad (3)$$

ここで、試料以外の部品のひずみは荷重に正比例すると仮定すると、

$$\epsilon_R = \frac{W}{C} = \frac{A_s}{C} \sigma \quad (4)$$

(4)式において、 W は荷重、 C はクロスヘッドと試験機台との間の部品（試料は除く）のバネ定数（一定）、 σ は試料にかかる応力で、試料の断面積 A_s は一定とみなすことがで

きるとした。また、試料の弾性ひずみはクリープひずみに対して無視できるとすると、

$$d\varepsilon_s = d\varepsilon_s^c \quad (5)$$

(4)式と(5)式を(3)式に代入すると、

$$\frac{d\varepsilon_s^c}{dt} + \frac{l_R}{C} \frac{A_s}{l_s} \frac{d\sigma}{dt} = 0 \quad (6)$$

この式を用いることにより、装置定数である l_R/C を予め求めておけば、圧縮保持後の応力（荷重）の減少率から、試料のクリープひずみ速度 $d\varepsilon_s^c/dt$ を計算することができる。さらに、定常クリープのみを考え、クリープひずみ速度が応力のべき乗に比例する形：

$$\frac{d\varepsilon_s^c}{dt} = B\sigma^m \quad (7)$$

で表わされると仮定すると、(6)式より、

$$\frac{d\sigma}{dt} = -\frac{C}{l_R} \frac{l_s}{A_s} B\sigma^m \quad (8)$$

圧縮直後 $t=0$ における応力を $\sigma = \sigma_0$ とすると、(8)式の解は、

$$t = \frac{l_R}{C} \frac{A_s}{l_s} \frac{1}{B(1-m)} (\sigma_0^{1-m} - \sigma^{1-m}) \quad (9)$$

で与えられる。(9)式は通常の応力緩和曲線[9]に似ているが、装置定数である l_R/C が含まれている点が異なる。

今回の試験では、(9)式によらず、(8)式に基づいてクリープひずみ速度を評価した。即ち、 $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ の測定値を最小二乗法で直線にフィッティングした時の傾きと切片から、各々応力指数 m と比例定数 B を求めた。

なお、装置定数 l_R/C は次のようにして求められる。図3において、クロスヘッドを下降させて荷重を ΔW だけ増加させたとする。合金試料のひずみの変化がクロスヘッドと試験機台との間の部品（試料は除く）のひずみ増分 $\Delta\varepsilon_R$ に比べて無視できる場合、クロスヘッドの下降量は $l_R\Delta\varepsilon_R$ に等しいと見做すことができる。そのとき、(4)式から、

$$\frac{l_R}{C} = \frac{l_R\Delta\varepsilon_R}{\Delta W} \quad (10)$$

となる。

3. 試験方法

3.1 ウラン-ジルコニウム合金試料

今回の試験に用いたウラン-ジルコニウム試料は、劣化ウラン金属とジルコニウム金属を原料として、アーク溶解法によって製造したものである。Zr濃度は $10 \pm 0.5 \text{wt}\%$ （原料投入量より計算）である。アーク溶解によって100g程度のボタン状の合金を製造し、これより約 $4 \text{mm} \times 4 \text{mm} \times 10 \text{mm}$ の大きさの直方体を切り出し、試料とした。アーク溶解後の均質化熱処理は行っていない。試料表面は、#1200のエメリ紙で研磨仕上げを施した。この光学顕微鏡写真を図4に示すが、Zrの酸化物あるいは窒化物と思われる不純物が数多く析出していることがわかる。

3.2 試験装置

試験装置の概略を図5に示す。装置は、引張試験機（島津オートグラフAG-2000C）に高温真空炉を設置したもので、高温（最高 1500°C ）での強度試験を可能としたものである。炉体内部を不活性雰囲気あるいは真空（ 10^6 torr 程度）に保持することができるように、炉体上部のステンレス製ベローズおよびMoロッドを介して圧縮あるいは引張荷重を加えるようになっている。ロードセルは、加えた荷重に応じて100Kgf用と2000Kgf用の2種類を使用した。試料の加熱は、内径約65mmの円筒状モリブデンメッシュヒータにより行う。炉体およびその他の構造物の過熱を防止するため、ヒータ回りの熱遮蔽板の外側、炉体、押し棒内部は水冷される。また、ヒータ部の押し棒は、高温に耐え得るよう、Mo製となっている。炉体正面には覗き窓が設置されており、試験中の試料を直接観察することができる。

試料周辺部の構造を図6に示す。当初、U-Zr合金試料の転倒を防止するため、下側のMo押し棒の上面には直径7mm、深さ3.5mmの穴を設けた。しかし、穴の低部は必ずしも平滑でなかったため、図6(b)のように試料下部にSiCプレートを設置するようにした。試料付近には2本の熱電対を設置し、一方のR熱電対によりPID温度制御を、片方のK熱電対により試料温度の測定を行った。この他2本のK熱電対を各々上下のMoロッドに設置し、高温真空炉内部の温度変化を監視した。

3.3 試験手順

U-10wt%Zr試料の加熱は、試料およびヒータの酸化防止のため、炉体内部を $2 \times 10^5 \text{ torr}$ まで真空引きした後に行った。室温から所定の試料温度までの昇温には1～2時間を要した。昇温後の真空度は約 $1 \times 10^6 \text{ torr}$ であった。

図5の上側Moロッドの温度分布が変化すると、Moロッドの熱膨張量が変わり、圧縮保持時の荷重値に対して無視できない影響を与えることが予備試験でわかった。そのため、Moロッドの温度変動を最小限に抑えるため、圧縮保持試験を行う前に1～3時間の均熱時間をとって、Moロッドに設置した熱電対の指示が一定であることを確認した。さらに、圧縮-保持試験中のMoロッドの上下動による温度変動を抑えるため、均

熱時間中には上側Moロッドを試料にできるだけ近付けておくように留意した。

Moロッドの温度が一定であることを確認した後、引張試験機のクロスヘッドを0.01ないし0.05 mm/minの速度で下降させ、試料に圧縮荷重を加えてゆき、所定の荷重になったところでクロスヘッドを停止させた。クロスヘッド停止中、試料のクリープによって応力緩和が生じ、それに伴って引張試験機の荷重の指示値が減少してゆくが、この値をペンレコーダにより記録した。

一定時間クロスヘッドを保持した後、引き続いて荷重を増加させることにより、圧縮—保持操作を1試料に対して連続して2～3回行った。また、異なる試験温度に対しては異なる試料を用いた。

装置定数 l_R/C は使用するロードセルによって変わる。各々のロードセルに対する装置定数 l_R/C を上記の圧縮—保持試験に前後して測定した。その結果、温度、炉内圧力、試料をセットするか否か、等にはほぼ無関係であり、表1に示すように、100Kgf用ロードセルの場合には $1.0\sim 1.1\times 10^3$ (mm/Kgf)、2000Kgf用ロードセルの場合には $2.8\sim 3.8\times 10^3$ (mm/Kgf)となった。

4. 試験結果および考察

U-10wt%Zr合金は約710℃以上で γ 相単相の固溶体となる。今回の試験では757～911℃の範囲で測定を行った。実験条件を表2に示す。

各温度で得られた圧縮保持時の試料の応力変化を図7に示す。図7に示した曲線をもとに $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ を計算し、プロットしたものが図8である。855℃、831℃、757℃の場合には、2.の評価方法((8)式)で示したように、 $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ との関係がほぼ直線で表わされる。また、855℃と831℃の場合には、圧縮—保持を繰り返してもほぼ同じ直線で表わされるが、757℃の場合には、2回目の圧縮—保持(test#2)の方が応力緩和が大きい。この原因としては、試料の変形が一様でなかったこと、遷移クリープが顕著に現れたこと、等が考えられる。807℃と766℃の場合、 $\ln(d\sigma/dt)$ のばらつきが大きい、これは図7に示すように荷重値の減少量が小さいためである。また、911℃の場合では、 $\ln(d\sigma/dt)$ のばらつきは小さいものの、 $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ の関係は直線から外れたものとなっている。これは、圧縮保持中に試料が座屈した(実際、測定中に観察された)ことが原因であると考えられる。

以上の結果より、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、2.で述べた評価方法は有効であると思われる。

$\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ との関係が直線で表わすことができた855℃、831℃、757℃の場合、それらの傾きより(7)式の応力指数 m を求めると、3.5～4.5の範囲であった。これは、固溶体合金は比較的高応力の場合に $m=3$ ないし $m=5\sim 6$ の応力依存性を示すとの一般傾向[10]に概ね合致する。

表1の装置定数および応力の減少速度から、(6)式を用いて算出したクリープひずみ速度を図9に示す。ただし、855℃と831℃の場合には3回目の圧縮—保持(test#3)の結

熱時間中には上側Moロッドを試料にできるだけ近付けておくように留意した。

Moロッドの温度が一定であることを確認した後、引張試験機のクロスヘッドを0.01ないし0.05 mm/minの速度で下降させ、試料に圧縮荷重を加えてゆき、所定の荷重になったところでクロスヘッドを停止させた。クロスヘッド停止中、試料のクリープによって応力緩和が生じ、それに伴って引張試験機の荷重の指示値が減少してゆくが、この値をペンレコーダにより記録した。

一定時間クロスヘッドを保持した後、引き続いて荷重を増加させることにより、圧縮—保持操作を1試料に対して連続して2～3回行った。また、異なる試験温度に対しては異なる試料を用いた。

装置定数 l_R/C は使用するロードセルによって変わる。各々のロードセルに対する装置定数 l_R/C を上記の圧縮—保持試験に前後して測定した。その結果、温度、炉内圧力、試料をセットするか否か、等にはほぼ無関係であり、表1に示すように、100Kgf用ロードセルの場合には $1.0\sim 1.1\times 10^3$ (mm/Kgf)、2000Kgf用ロードセルの場合には $2.8\sim 3.8\times 10^3$ (mm/Kgf)となった。

4. 試験結果および考察

U-10wt%Zr合金は約710℃以上で γ 相単相の固溶体となる。今回の試験では757～911℃の範囲で測定を行った。実験条件を表2に示す。

各温度で得られた圧縮保持時の試料の応力変化を図7に示す。図7に示した曲線をもとに $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ を計算し、プロットしたものが図8である。855℃、831℃、757℃の場合には、2.の評価方法((8)式)で示したように、 $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ との関係がほぼ直線で表わされる。また、855℃と831℃の場合には、圧縮—保持を繰り返してもほぼ同じ直線で表わされるが、757℃の場合には、2回目の圧縮—保持(test#2)の方が応力緩和が大きい。この原因としては、試料の変形が一様でなかったこと、遷移クリープが顕著に現れたこと、等が考えられる。807℃と766℃の場合、 $\ln(d\sigma/dt)$ のばらつきが大きい、これは図7に示すように荷重値の減少量が小さいためである。また、911℃の場合では、 $\ln(d\sigma/dt)$ のばらつきは小さいものの、 $\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ の関係は直線から外れたものとなっている。これは、圧縮保持中に試料が座屈した(実際、測定中に観察された)ことが原因であると考えられる。

以上の結果より、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、2.で述べた評価方法は有効であると思われる。

$\ln(d\sigma/dt)$ と $\ln\sigma$ との関係が直線で表わすことができた855℃、831℃、757℃の場合、それらの傾きより(7)式の応力指数 m を求めると、3.5～4.5の範囲であった。これは、固溶体合金は比較的高応力の場合に $m=3$ ないし $m=5\sim 6$ の応力依存性を示すとの一般傾向[10]に概ね合致する。

表1の装置定数および応力の減少速度から、(6)式を用いて算出したクリープひずみ速度を図9に示す。ただし、855℃と831℃の場合には3回目の圧縮—保持(test#3)の結

果を、757°Cの場合には2回目の圧縮-保持 (test#2) の結果を用いた。図9には、比較のために、図2で示したウラン金属の定常クリープひずみ速度の実験値およびU-Pu-Zr合金に対する評価式 ((1)式) も示しているが、今回の測定データはこれらの実験値や評価値に比べて格段に小さいことがわかる。U-Zr合金のクリープ速度がU金属やU-Pu-Zr合金に比べて小さいことは、U-Zr合金の融点がこの中で最も高くなる (Zr濃度一定の場合) ことと矛盾しないことではある。しかし、今回の試料中に観察された多くの不純物 (図4) の効果も現れていると考えられるため、ひずみ速度の値について議論するためには、さらにデータを蓄積する必要がある。

(7)式の係数Bは、 $T/T_m > 0.5$ の高温における純金属の定常クリープひずみ速度に対しては、

$$B = B_0 \exp(-Q/RT) \quad (B_0 \text{は定数}) \quad (11)$$

のように表わすことができ、活性化エネルギー Q はその金属の自己拡散係数の活性化エネルギーにほぼ等しいことが知られている[9,10]。 γ -Uおよび β -Zr (体心立方晶) の場合の自己拡散係数の活性化エネルギーは各々115.1 kJ/mol [11]、126 kJ/mol [11]と同程度であるため、U-Zr合金のクリープひずみ速度に対しても、これらにほぼ近い値をとることが予想された。そこで、応力指数 m を3.5、4.0、4.5の3通りとして、(8)式にフィッティングして得られた係数Bの温度依存性を図10に示す。図には、 γ -Uの活性化エネルギー $Q = 115.1$ kJ/mol に対応する傾きの直線も示しているが、今回測定結果の傾向は γ -Uより大きな活性化エネルギーを示す結果となっている。これについても、さらにデータを蓄積した上で検討する必要がある。

5. 今後の課題

今回の測定試験では、1回の試験時間が1時間以内と短く、そのため比較的高応力下での測定となった。これは、試験装置 (特にベローズ付近) を冷却するための水道水の温度変動に起因する試験装置の熱膨張が、1時間以上の試験時間では無視できなくなるためである。燃料挙動解析では、10MPa以下の領域でのクリープひずみ速度も必要であるため、試験装置の温度制御を工夫し、低応力・長時間のデータを取得する必要がある。

また、今回の試験温度におけるU-Zr合金のヤング率や降伏応力が得られていないため、試料の弾性ひずみがクリープひずみに対して無視できるとした(5)式の仮定の妥当性についても、何らかの別の方法で確認する必要がある。さらに、今回の評価では、クリープひずみを(7)式で示したような定常クリープとして扱ったが、遷移クリープとして取り扱うことも可能であることから、そのような検討を行うことも必要であろう。

したがって、今後燃料合金のクリープデータを取得するに際しては、試料の品質向上はもとより、温度制御を工夫して低応力・長時間の測定を可能とするとともに、評価方法の妥当性を十分に確認し、より信頼性の高い測定を行うことが望まれる。

果を、757°Cの場合には2回目の圧縮-保持 (test#2) の結果を用いた。図9には、比較のために、図2で示したウラン金属の定常クリープひずみ速度の実験値およびU-Pu-Zr合金に対する評価式 ((1)式) も示しているが、今回の測定データはこれらの実験値や評価値に比べて格段に小さいことがわかる。U-Zr合金のクリープ速度がU金属やU-Pu-Zr合金に比べて小さいことは、U-Zr合金の融点がこの中で最も高くなる (Zr濃度一定の場合) ことと矛盾しないことではある。しかし、今回の試料中に観察された多くの不純物 (図4) の効果も現れていると考えられるため、ひずみ速度の値について議論するためには、さらにデータを蓄積する必要がある。

(7)式の係数Bは、 $T/T_m > 0.5$ の高温における純金属の定常クリープひずみ速度に対しては、

$$B = B_0 \exp(-Q/RT) \quad (B_0 \text{は定数}) \quad (11)$$

のように表わすことができ、活性化エネルギー Q はその金属の自己拡散係数の活性化エネルギーにほぼ等しいことが知られている[9,10]。 γ -Uおよび β -Zr (体心立方晶) の場合の自己拡散係数の活性化エネルギーは各々115.1 kJ/mol [11]、126 kJ/mol [11]と同程度であるため、U-Zr合金のクリープひずみ速度に対しても、これらにほぼ近い値をとることが予想された。そこで、応力指数 m を3.5、4.0、4.5の3通りとして、(8)式にフィッティングして得られた係数Bの温度依存性を図10に示す。図には、 γ -Uの活性化エネルギー $Q = 115.1$ kJ/mol に対応する傾きの直線も示しているが、今回測定結果の傾向は γ -Uより大きな活性化エネルギーを示す結果となっている。これについても、さらにデータを蓄積した上で検討する必要がある。

5. 今後の課題

今回の測定試験では、1回の試験時間が1時間以内と短く、そのため比較的高応力下での測定となった。これは、試験装置 (特にペローズ付近) を冷却するための水道水の温度変動に起因する試験装置の熱膨張が、1時間以上の試験時間では無視できなくなるためである。燃料挙動解析では、10MPa以下の領域でのクリープひずみ速度も必要であるため、試験装置の温度制御を工夫し、低応力・長時間のデータを取得する必要がある。

また、今回の試験温度におけるU-Zr合金のヤング率や降伏応力が得られていないため、試料の弾性ひずみがクリープひずみに対して無視できるとした(5)式の仮定の妥当性についても、何らかの別の方法で確認する必要がある。さらに、今回の評価では、クリープひずみを(7)式で示したような定常クリープとして扱ったが、遷移クリープとして取り扱うことも可能であることから、そのような検討を行うことも必要であろう。

したがって、今後燃料合金のクリープデータを取得するに際しては、試料の品質向上はもとより、温度制御を工夫して低応力・長時間の測定を可能とするとともに、評価方法の妥当性を十分に確認し、より信頼性の高い測定を行うことが望まれる。

6. まとめ

小さなU-Zr合金試料にも適用可能なクリープひずみ速度測定法として、圧縮-保持した場合の応力緩和挙動に基づく評価方法を考え、757~911℃の範囲でU-10wt%Zr合金のクリープひずみ速度の測定に適用した。測定試験の結果、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、今回用いた評価方法は有効であると思われた。得られたU-10wt%Zr合金のクリープ速度は、U金属に対する実験値やU-Pu-Zr合金に対する評価式に比べて格段に小さな値を示した。しかし、今回の測定結果には、試料に含まれていた析出物の影響等が現れていると考えられるため、今後より注意深い試験データの蓄積が望まれる。

謝辞

本試験の遂行に際して、福田幸朔室長をはじめ燃料照射研究室の方々には試験装置の使用に際して協力を頂きました。融体・燃料プロセス研究室の伊藤昭憲氏には熱電対の製作および較正をお願い致しました。さらに、材料応用工学研究室の倉田有司氏ならびに(財)電力中央研究所金属材料部の緒方隆志氏と三浦直樹氏には、とりまとめに際して貴重なアドバイスやコメントを頂きました。

以上の方々に心より感謝致します。

引用文献

- [1] T. Ogata, et al., J. Nucl. Mater. 230 (1996) 129.
- [2] L. R. Kelman, et al., Proc. 3rd Int. Conf. on Plutonium (1965) 458.
- [3] F. G. Foote, et al., Argonne National Laboratory Report ANL-7155 (1966).
- [4] D. R. Harbur, et al., Los Alamos Scientific Laboratory Report LA-4512 (1970).
- [5] J. H. Kittel, et al., Nucl. Eng. Des., 15 (1971) 373.
- [6] E. E. Gruber and J. M. Kramer, Radiation-Induced Changes in Microstructure: 13th International Symposium (part I) ASTM STP 955 (1987) 432.
- [7] F. A. Rough, Battelle Memorial Institute Report BMI-1030 (1955).
- [8] S. L. Robinson, et al., J. Nucl. Mater. 46 (1973) 293.
- [9] 平修二、大谷隆一「材料の高温強度論」オーム社(1980).
- [10] 鈴木秀次監修「現代金属物理シリーズ・金属の強さ」アグネ(1972).
- [11] H. Mehrer ed., "Diffusion in Solid Metals and Alloys," Landort Börnstein, New Series, Group III vol.26, Springer Verlag, Berlin (1990).

6. まとめ

小さなU-Zr合金試料にも適用可能なクリープひずみ速度測定法として、圧縮—保持した場合の応力緩和挙動に基づく評価方法を考え、757~911℃の範囲でU-10wt%Zr合金のクリープひずみ速度の測定に適用した。測定試験の結果、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、今回用いた評価方法は有効であると思われた。得られたU-10wt%Zr合金のクリープ速度は、U金属に対する実験値やU-Pu-Zr合金に対する評価式に比べて格段に小さな値を示した。しかし、今回の測定結果には、試料に含まれていた析出物の影響等が現れていると考えられるため、今後より注意深い試験データの蓄積が望まれる。

謝辞

本試験の遂行に際して、福田幸朔室長をはじめ燃料照射研究室の方々には試験装置の使用に際して協力を頂きました。融体・燃料プロセス研究室の伊藤昭憲氏には熱電対の製作および較正をお願い致しました。さらに、材料応用工学研究室の倉田有司氏ならびに(財)電力中央研究所金属材料部の緒方隆志氏と三浦直樹氏には、とりまとめに際して貴重なアドバイスやコメントを頂きました。

以上の方々に心より感謝致します。

引用文献

- [1] T. Ogata, et al., J. Nucl. Mater. 230 (1996) 129.
- [2] L. R. Kelman, et al., Proc. 3rd Int. Conf. on Plutonium (1965) 458.
- [3] F. G. Foote, et al., Argonne National Laboratory Report ANL-7155 (1966).
- [4] D. R. Harbur, et al., Los Alamos Scientific Laboratory Report LA-4512 (1970).
- [5] J. H. Kittel, et al., Nucl. Eng. Des., 15 (1971) 373.
- [6] E. E. Gruber and J. M. Kramer, Radiation-Induced Changes in Microstructure: 13th International Symposium (part I) ASTM STP 955 (1987) 432.
- [7] F. A. Rough, Battelle Memorial Institute Report BMI-1030 (1955).
- [8] S. L. Robinson, et al., J. Nucl. Mater. 46 (1973) 293.
- [9] 平修二、大谷隆一「材料の高温強度論」オーム社(1980).
- [10] 鈴木秀次監修「現代金属物理シリーズ・金属の強さ」アグネ(1972).
- [11] H. Mehrer ed., "Diffusion in Solid Metals and Alloys," Landort Börnstein, New Series, Group III vol.26, Springer Verlag, Berlin (1990).

6. まとめ

小さなU-Zr合金試料にも適用可能なクリープひずみ速度測定法として、圧縮一保持した場合の応力緩和挙動に基づく評価方法を考え、757~911℃の範囲でU-10wt%Zr合金のクリープひずみ速度の測定に適用した。測定試験の結果、試料のひずみ量が適切で、かつ十分な荷重の変化量が観測される場合には、今回用いた評価方法は有効であると思われた。得られたU-10wt%Zr合金のクリープ速度は、U金属に対する実験値やU-Pu-Zr合金に対する評価式に比べて格段に小さな値を示した。しかし、今回の測定結果には、試料に含まれていた析出物の影響等が現れていると考えられるため、今後より注意深い試験データの蓄積が望まれる。

謝辞

本試験の遂行に際して、福田幸朔室長をはじめ燃料照射研究室の方々には試験装置の使用に際して協力を頂きました。融体・燃料プロセス研究室の伊藤昭憲氏には熱電対の製作および較正をお願い致しました。さらに、材料応用工学研究室の倉田有司氏ならびに(財)電力中央研究所金属材料部の緒方隆志氏と三浦直樹氏には、とりまとめに際して貴重なアドバイスやコメントを頂きました。

以上の方々に心より感謝致します。

引用文献

- [1] T. Ogata, et al., J. Nucl. Mater. 230 (1996) 129.
- [2] L. R. Kelman, et al., Proc. 3rd Int. Conf. on Plutonium (1965) 458.
- [3] F. G. Foote, et al., Argonne National Laboratory Report ANL-7155 (1966).
- [4] D. R. Harbur, et al., Los Alamos Scientific Laboratory Report LA-4512 (1970).
- [5] J. H. Kittel, et al., Nucl. Eng. Des., 15 (1971) 373.
- [6] E. E. Gruber and J. M. Kramer, Radiation-Induced Changes in Microstructure: 13th International Symposium (part I) ASTM STP 955 (1987) 432.
- [7] F. A. Rough, Battelle Memorial Institute Report BMI-1030 (1955).
- [8] S. L. Robinson, et al., J. Nucl. Mater. 46 (1973) 293.
- [9] 平修二、大谷隆一「材料の高温強度論」オーム社(1980).
- [10] 鈴木秀次監修「現代金属物理シリーズ・金属の強さ」アグネ(1972).
- [11] H. Mehrer ed., "Diffusion in Solid Metals and Alloys," Landort Börnstein, New Series, Group III vol.26, Springer Verlag, Berlin (1990).

表1 装置定数 l_R/C の測定結果

ロードセル	測定条件	l_R/C 値 (mm/Kgf)
100 Kgf用	U-Zr試料装荷、真空、600℃	1.07×10^{-3}
	SUS模擬体 ^(注) 装荷、真空、600℃	1.05×10^{-3}
	SiCプレートのみ装荷、真空、室温	1.03×10^{-3}
2000 Kgf用	SUS模擬体 ^(注) 装荷、大気圧、室温	3.82×10^{-4}
	SiCプレートのみ装荷、大気圧、室温	2.61×10^{-4}
	試料等なし、真空、室温	2.99×10^{-4}

(注) U-Zr試料と同じ4×4×10mmの寸法の304SS製模擬体

表2 実験条件

試験番号	試験温度	圧縮保持 繰り返し回数	試料装荷方法 (図5参照)
900	911℃	3	(b) SiCあり
850	855℃	3	(a) SiCなし
825	831℃	3	(b) SiCあり
800#1	766℃	2	(b) SiCあり
800#2	807℃	2	(a) SiCなし
750	757℃	2	(a) SiCなし

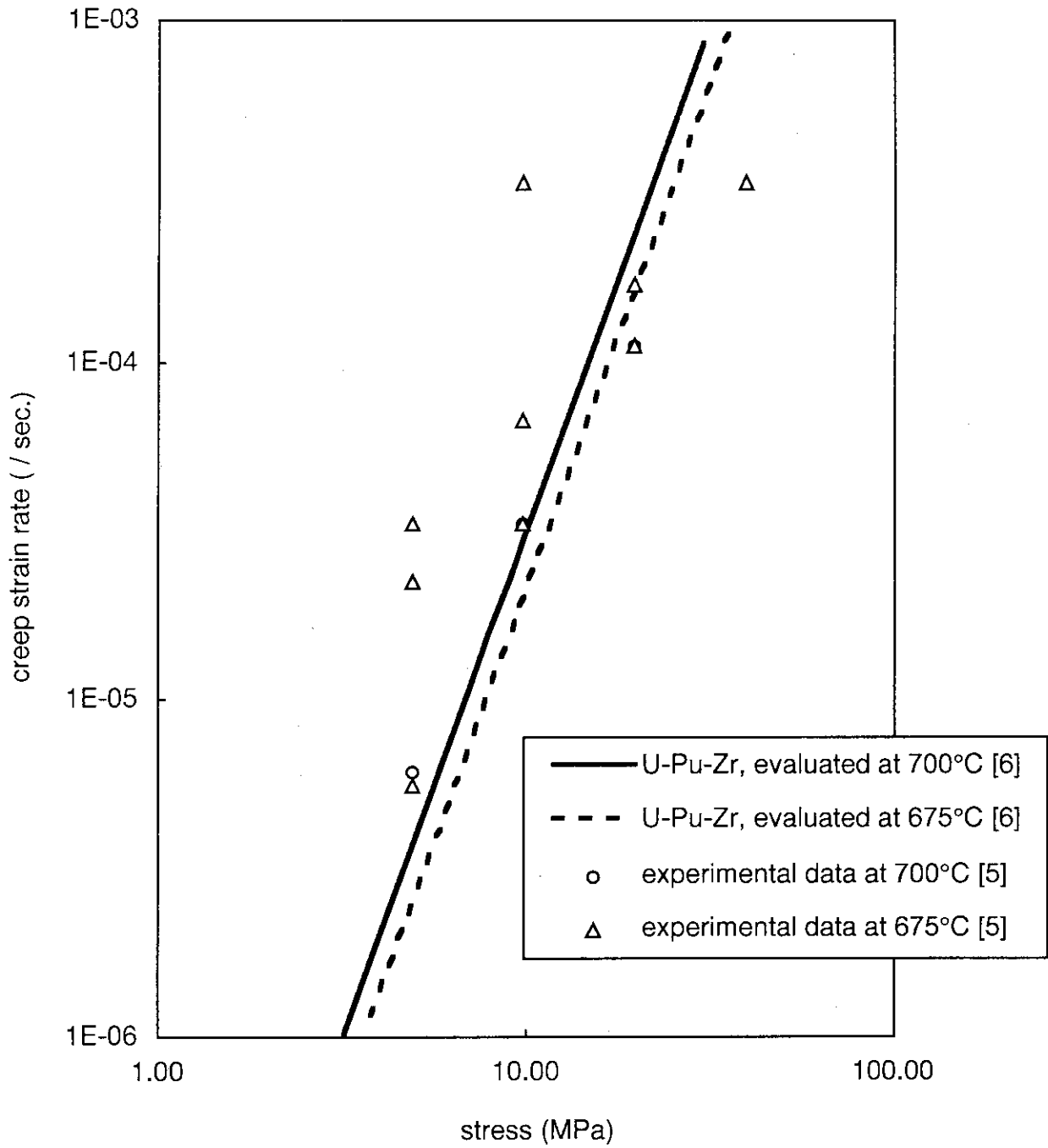


図1 U-Pu-Zr合金のクリープひずみ速度の実験値（文献[5]より計算）と評価式[6]との比較

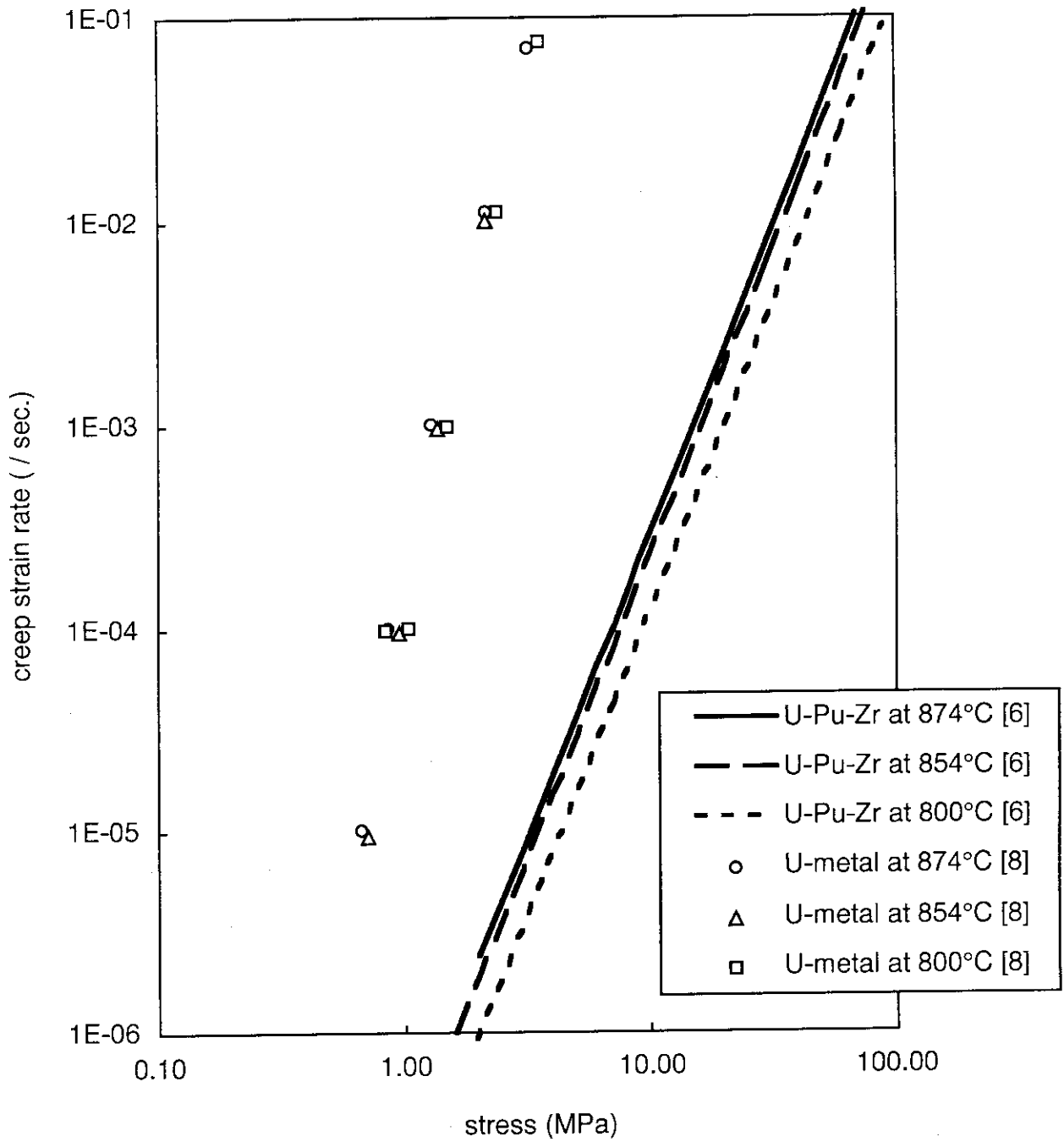


図2 U金属のクリープひずみ速度の実験値[8]とU-Pu-Zr合金に対する評価式[6]との比較

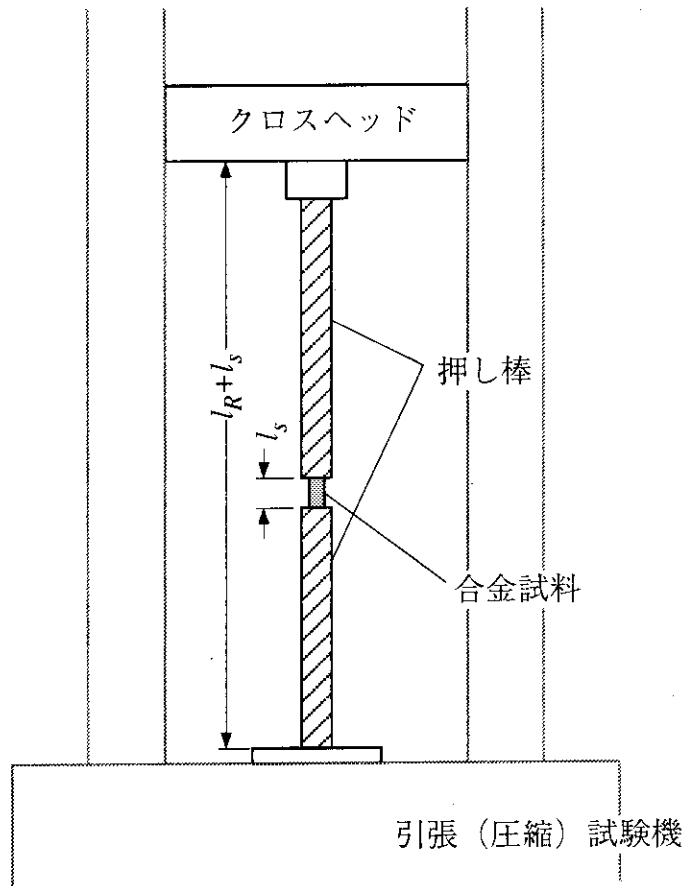
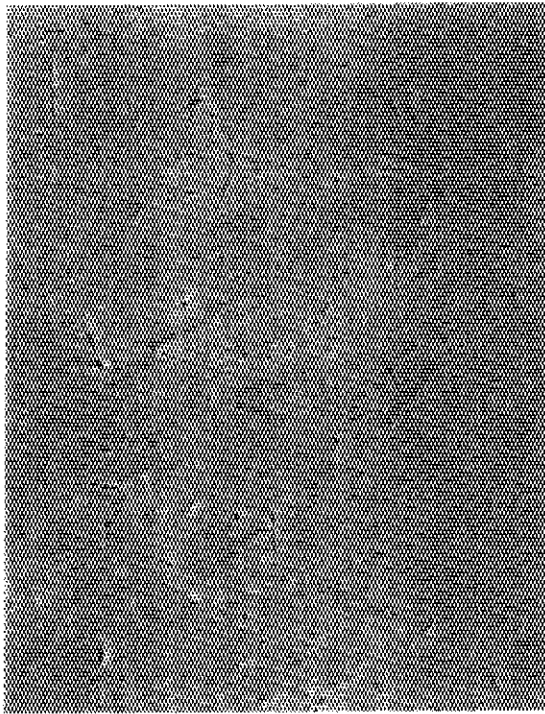
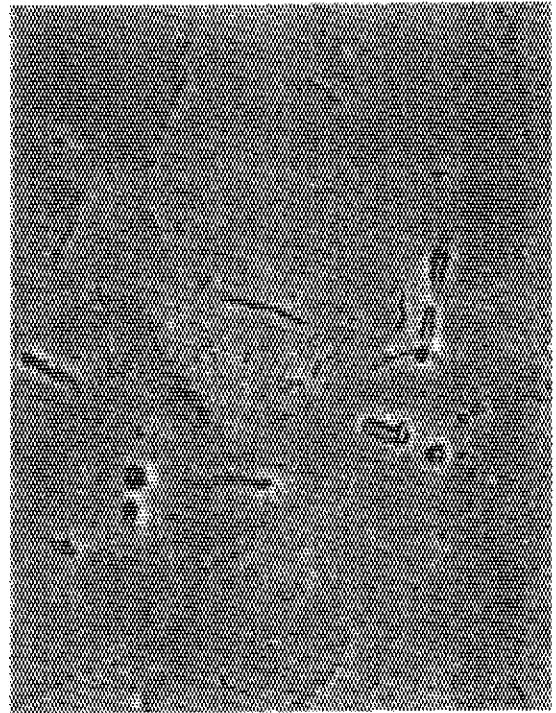


図3 合金試料圧縮－保持試験の概念図



× 50



× 400

図4 U-10wt%Zr合金試料表面の光学顕微鏡写真

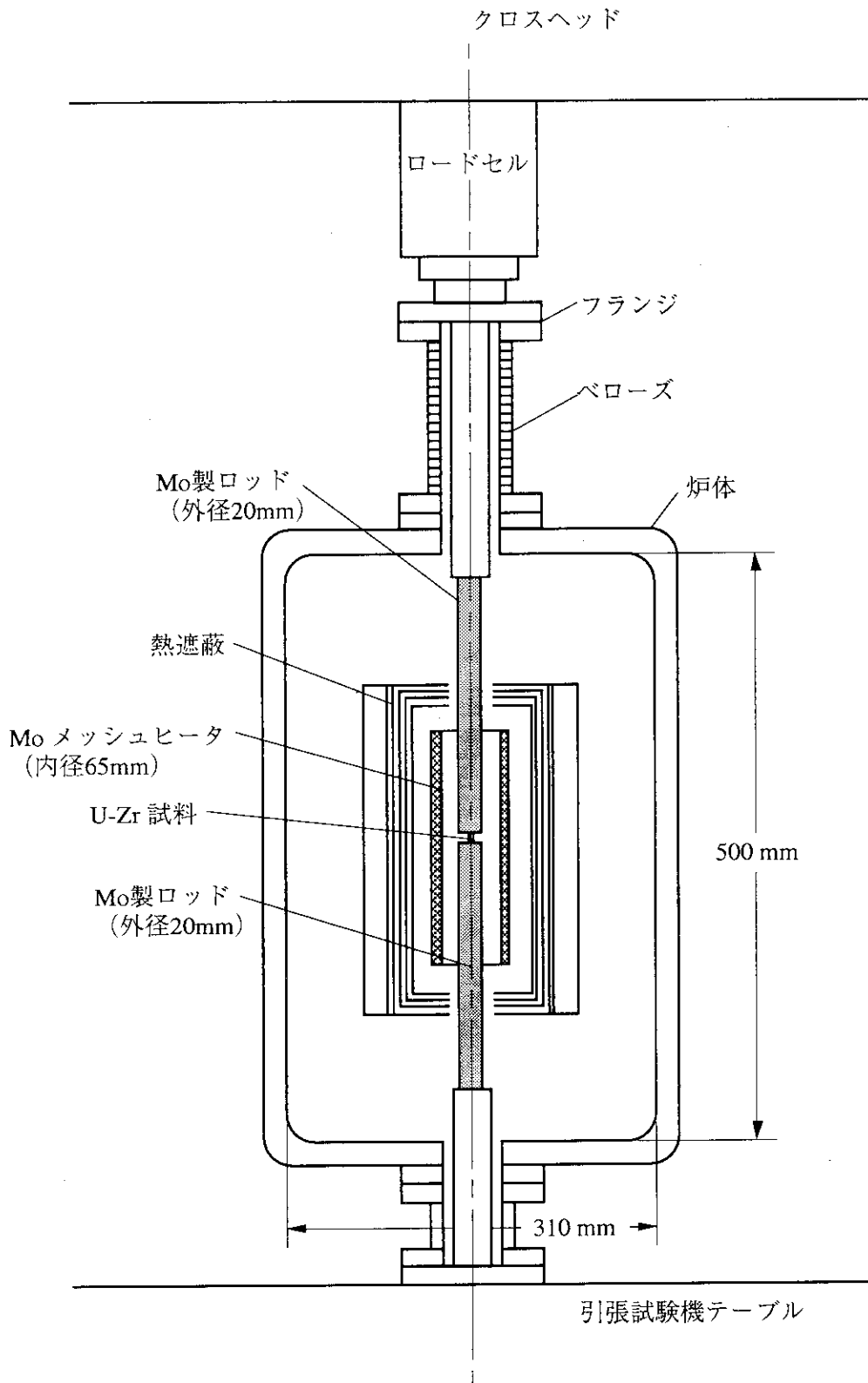


図5 試験装置の概略

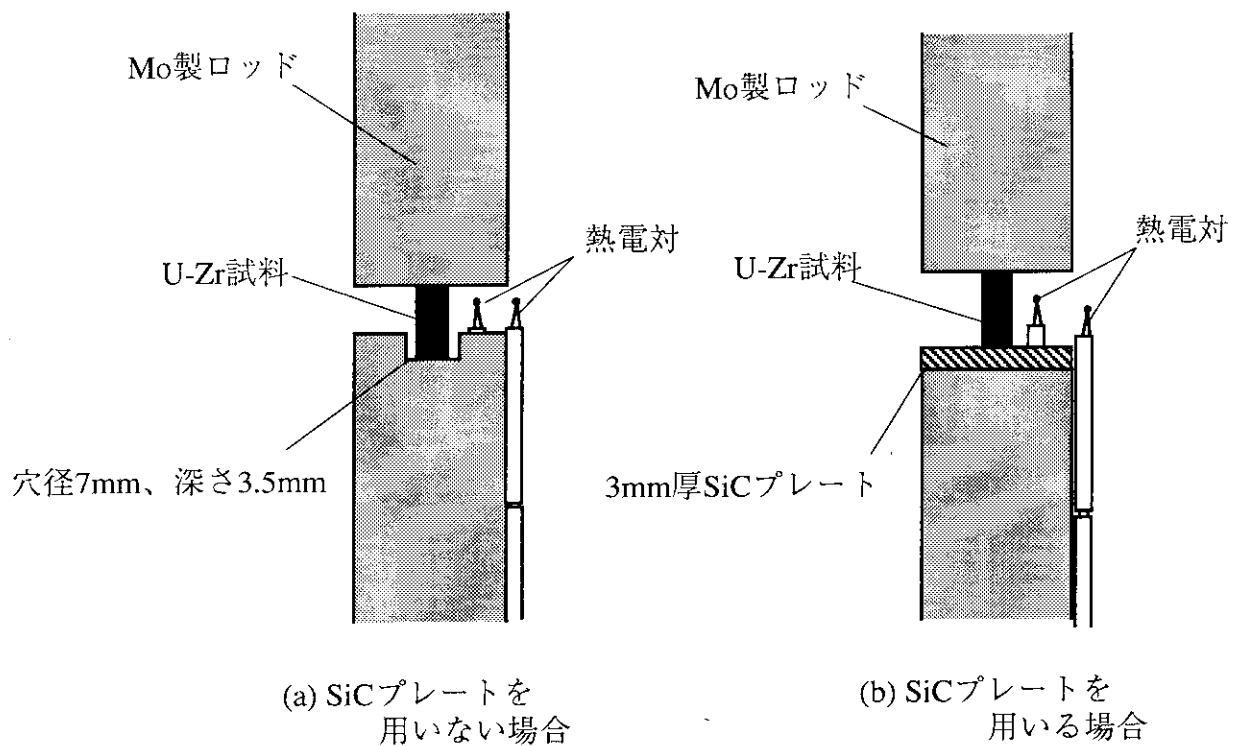
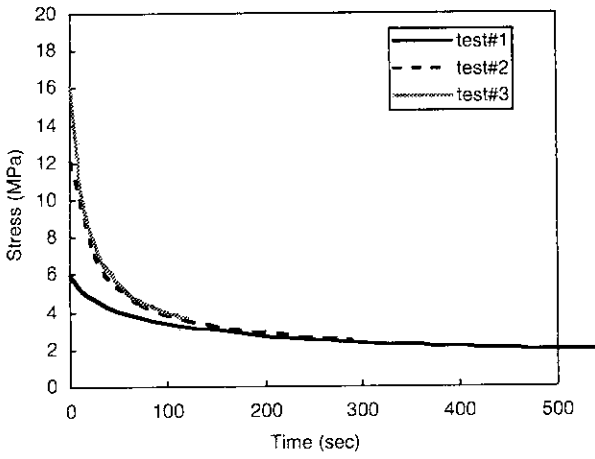
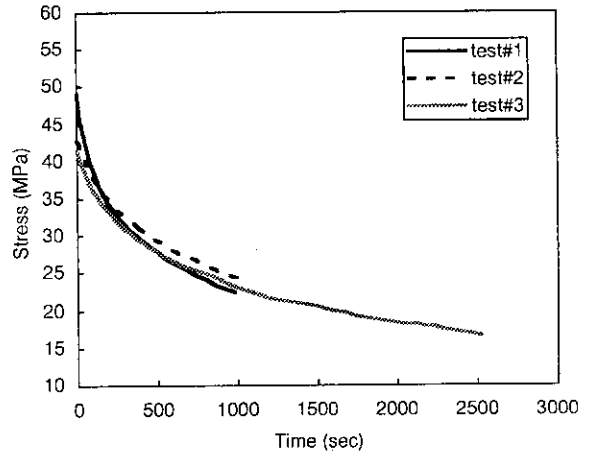


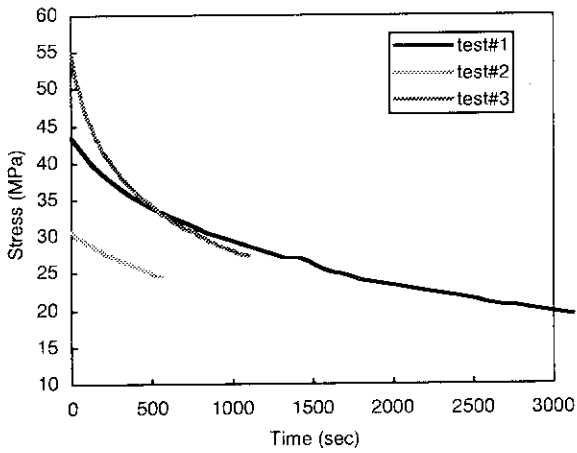
図6 試料周辺部の拡大図



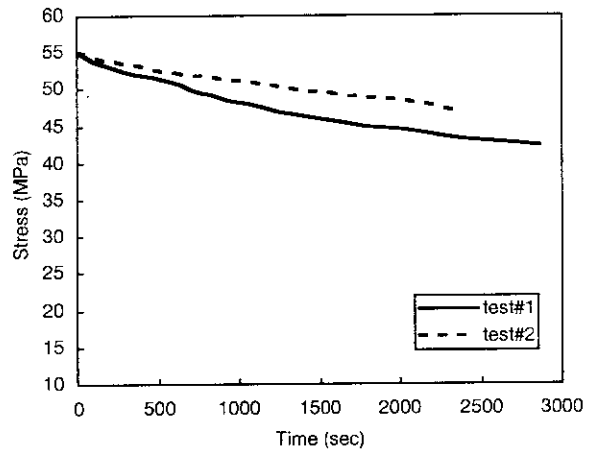
(a) 911°C



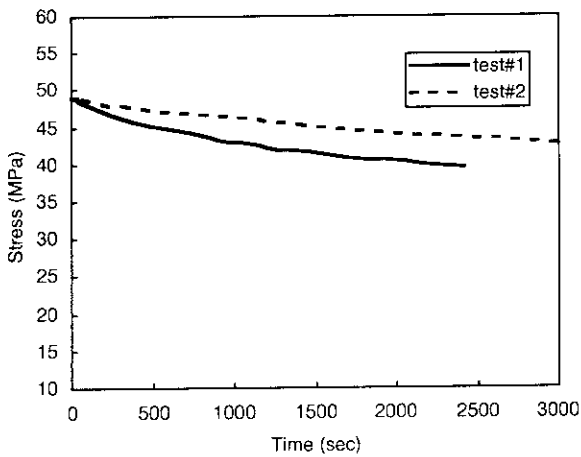
(b) 855°C



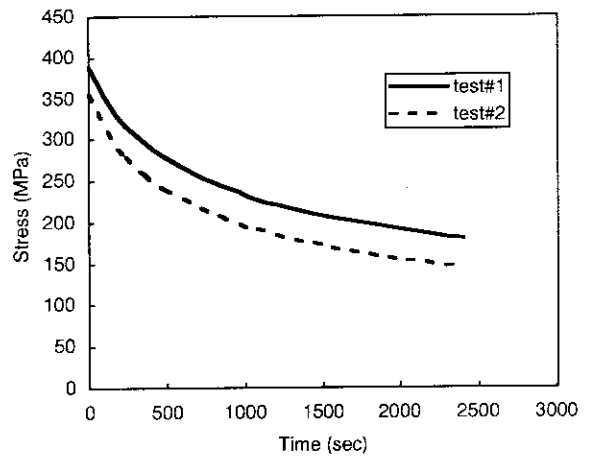
(c) 831°C



(d) 807°C

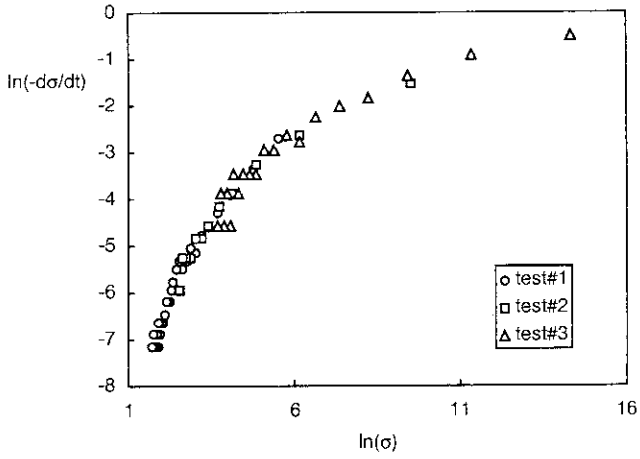


(e) 766°C

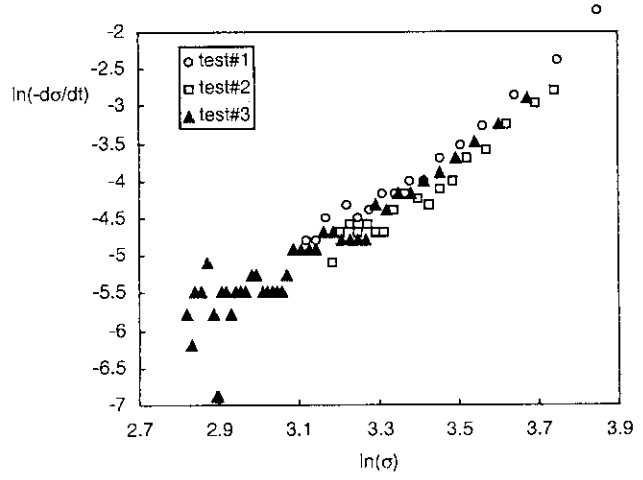


(f) 757°C

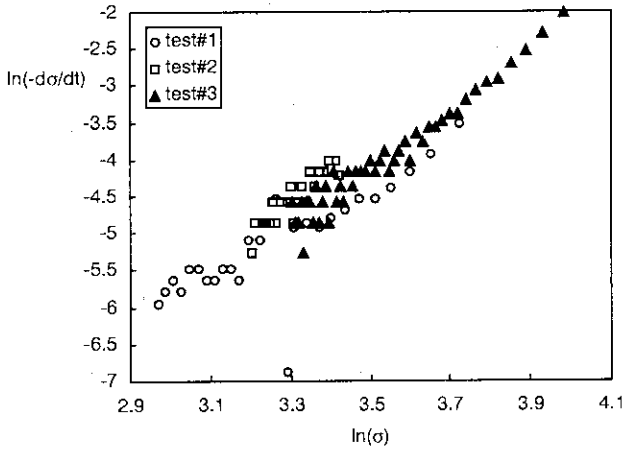
図7 各温度における圧縮保持時の応力緩和



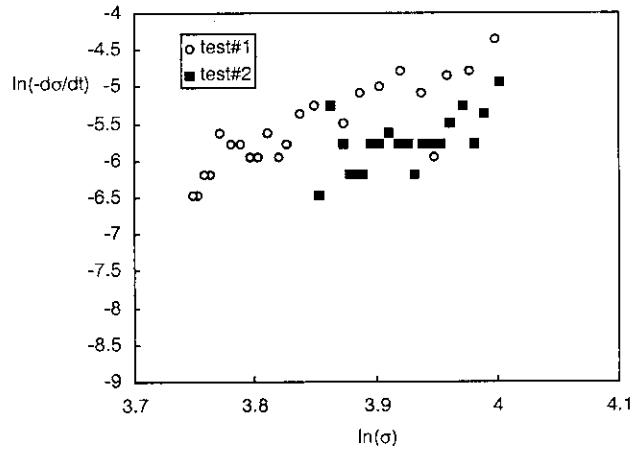
(a) 911°C



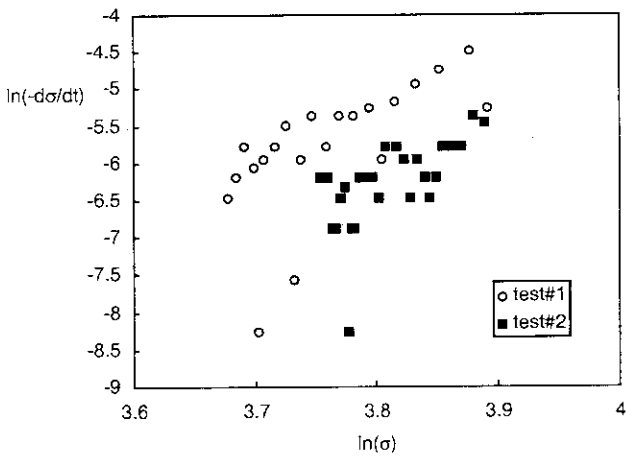
(b) 855°C



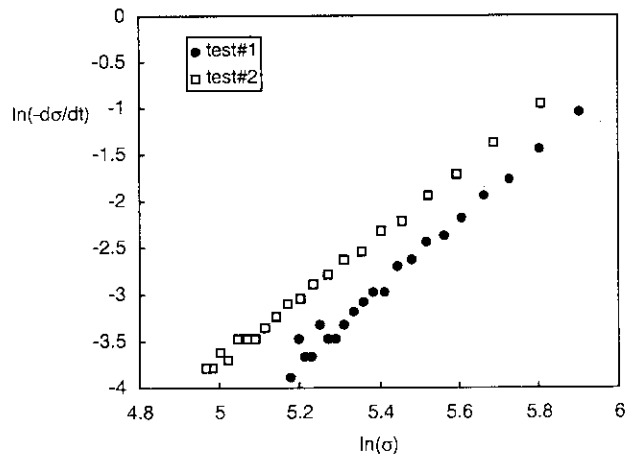
(c) 831 °C



(d) 807°C



(e) 766°C



(f) 757°C

図8 応力緩和速度の対数と応力の対数との関係

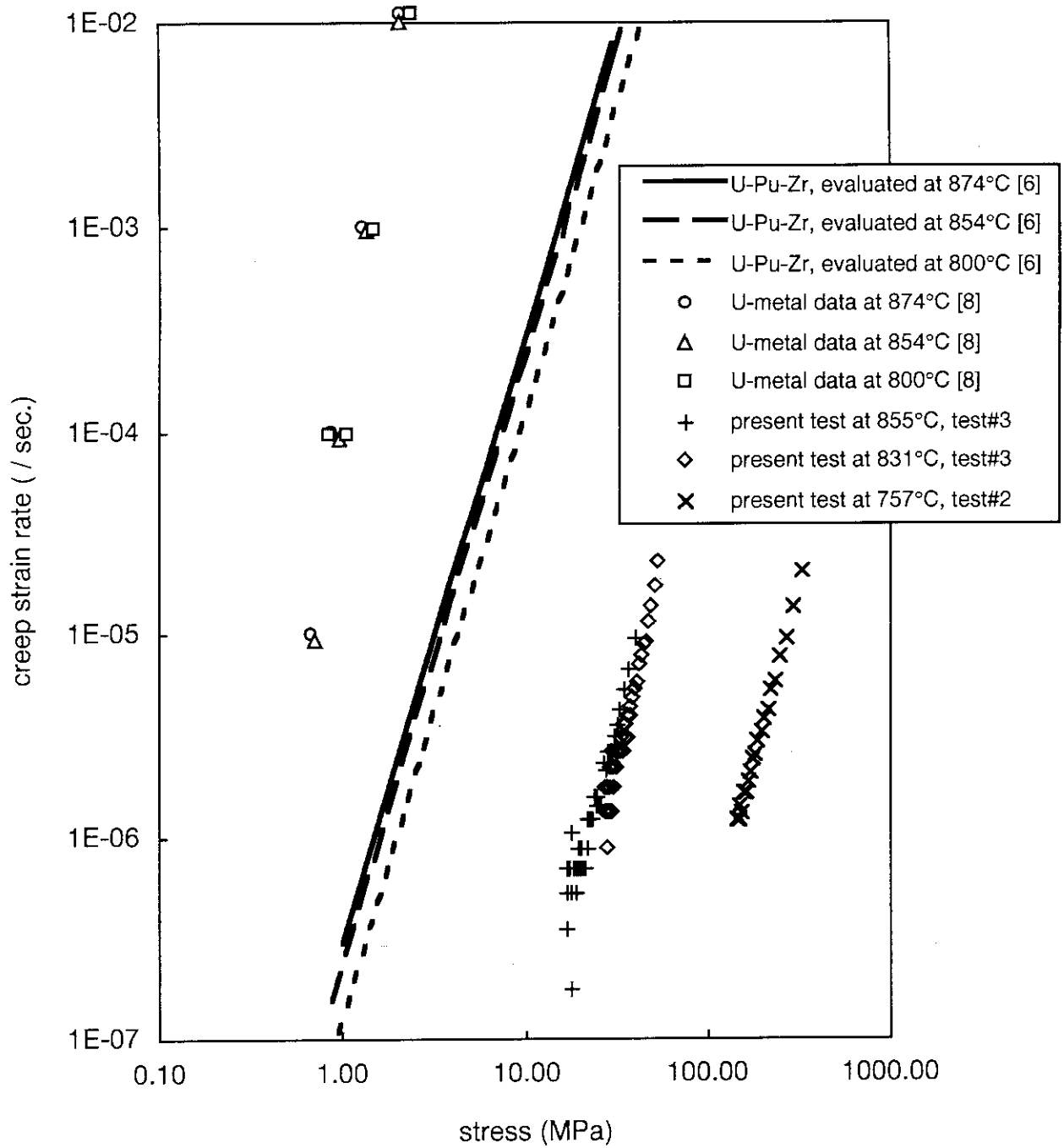


図9 今回の測定試験の結果とU金属のクリープひずみ速度の実験値[8]およびU-Pu-Zr合金に対する評価式[6]との比較

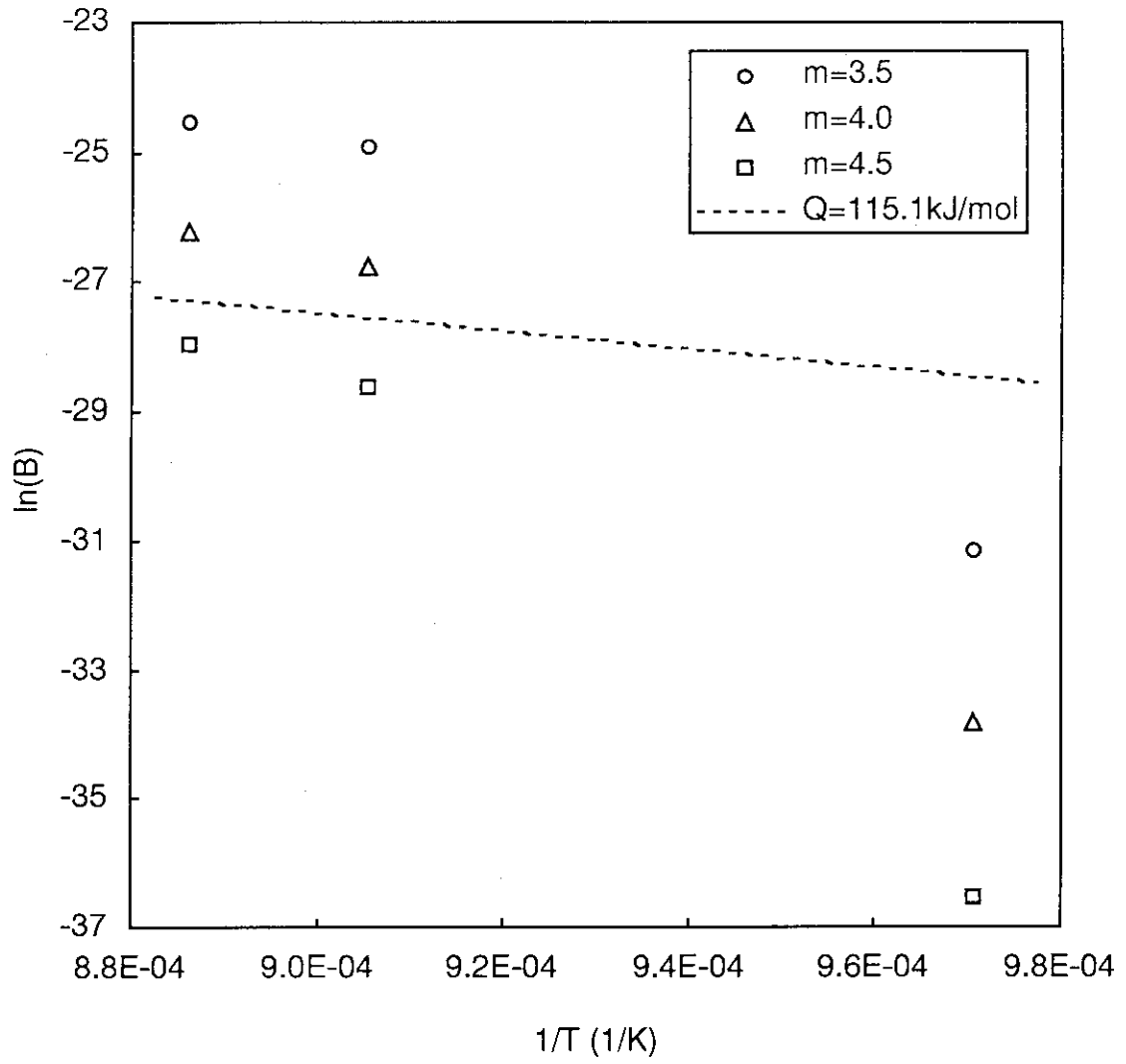


図10 クリープひずみ速度を $d\epsilon_s^c/dt = B\sigma^m$ にフィッティングして得られる係数Bの温度依存性