

CMIR-4、5で照射した酸化物分散強化型 (ODS)

フェライト鋼被覆管 (温間加工材) の

照射後強度特性評価

(研究報告書)

2001年7月



核燃料サイクル開発機構

大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4-49

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section,

Technology Management Division,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184

Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)

2001

CMIR-4、5で照射した酸化物分散強化型（ODS）フェライト鋼被覆管（温間加工材）の  
照射後強度特性評価  
（研究報告書）

吉武庸光<sup>1</sup>、大森 雄<sup>1</sup>、宮川俊一<sup>1</sup>

要 旨

サイクル機構で開発を進めている酸化物分散強化型（Oxide Dispersion Strengthened ; ODS）フェライト鋼被覆管の基本的な中性子照射特性、特に照射後の機械的性質（強度・延性特性）を把握するために、「常陽」CMIR-4、CMIR-5にて照射された開発初期試作被覆管（1DS、1DK）について引張試験、リング引張試験、バースト試験及びミニチュアシャルピー衝撃試験を行った。本1DS、1DK鋼は温間加工を用いて製管され、また管軸方向と周方向で内圧クリープ強度の異方性を有する等、現行の組織制御を適用した改良鋼種とは異なっているが、ODSフェライト鋼の基本的な照射特性を評価する上では大変貴重なデータである。本報告では、上述した各照射後機械試験データをもとに1DS、1DK被覆管の強度・延性特性に及ぼす中性子照射効果を評価した。

本試験・評価で得られた主な結果は以下の通りである。

- 1) 本照射条件範囲では、1DS、1DK鋼では照射硬化による強度の上昇がPNC316等のオーステナイト系鋼種よりもより高温域（約600～650℃）まで維持された。
- 2) 材料特有の結晶組織（竹状組織）に起因して、照射後においても、短時間強度試験における管軸方向の強度特性に対して周方向の強度がやや劣る傾向を示した。
- 3) 伸び特性については、2)と同様の理由から、照射後の周方向の延性は管軸方向に比較して著しく低い値を示した。
- 4) 本照射条件範囲では、照射による延性低下は顕著でなく、衝撃特性（ミニチュアシャルピー試験）の低下はほとんど見られなかった。
- 5) 組織観察の結果、本1DS、1DKでは照射材では粒界にラーベス相が析出した以外は照射前後での大きな組織変化は観察されず、酸化物粒子とその分散状態が中性子照射に対して安定であることが示唆された。

---

<sup>1</sup> 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター 照射施設運転管理センター 燃料材料試験部  
照射材料試験室

The Evaluation of Irradiation Effect on the Mechanical Properties  
of the Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steel Claddings  
Irradiated at JOYO/CMIR-4 & 5

Tsunemitsu Yoshitake<sup>1</sup>, Tsuyoshi Ohmori<sup>1</sup>, and Shun-ichi Miyakawa

Abstract

The effect of fast neutron irradiation on the mechanical properties of the oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steel claddings (1DS & 1DK) which were manufactured by warm working as the first trial cladding tube manufacturing in JNC, were investigated. The samples were irradiated in JOYO/CMIR-4 & 5. Uni-axial tensile test, ring-tensile test, burst test and miniaturized Charpy impact test were carried out to study the mechanical properties such as strength and elongation, of irradiated ODS ferritic claddings.

The results of this study showed that there was no considerable deterioration on the mechanical properties of these ODS ferritic steel cladding samples under the irradiation conditions examined. The results obtained in this study are as follows;

- 1) The increase in strength due to irradiation hardening appeared in higher temperatures (~600, 650°C) than that of austenitic steels such as PNC316.
- 2) There was an anisotropy in the short time range strengths after irradiation due to its particular crystalline structure so called "bamboo structure".
- 3) The elongation of hoop direction after irradiation was significantly tended to be much lower than that of longitudinal direction because of its particular "bamboo structure".
- 4) There was no obvious decrease in elongation and miniaturized Charpy impact properties under irradiation conditions examined.
- 5) TEM observation showed that there was no significant change in microstructure before and after irradiation except the precipitation of Laves phase on grain boundary after irradiation and that Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles and their fine distribution might be stable during irradiation.

---

<sup>1</sup> Materials Monitoring Section, Fuels and Materials Division, Irradiation Center, Oarai Engineering Center, JNC.

CMIR-4、5で照射した酸化物分散強化型（ODS）  
フェライト鋼被覆管（温間加工材）の照射後強度特性評価  
（研究報告書）

目次

1. 緒言	1
2. 供試材	2
2.1 1DK	2
2.2 1DS	2
2.3 1DK、1DS被覆管の基本的な機械的性質	2
3. 照射試験	3
3.1 CMIR-4	3
3.2 CMIR-5	3
4. 試験方法	3
4.1 引張試験	3
4.1.1 引張試験片	3
4.1.2 引張試験方法	4
4.2 リング引張試験	4
4.2.1 リング引張試験片	4
4.2.2 リング引張試験方法	4
4.3 バースト試験	4
4.3.1 バースト試験片	4
4.3.2 バースト試験方法	5
4.4 ミニチュア・シャルピー衝撃試験	5
4.4.1 ミニチュア・シャルピー試験片	5
4.4.2 ミニチュア・シャルピー試験方法	5
5. 試験結果	6
5.1 引張試験結果	6
5.2 リング引張試験結果	6
5.3 バースト試験結果	7
5.4 ミニチュア・シャルピー試験結果	8

6. 考 察	8
6.1 1DS、1DK被覆管の機械的性質に及ぼす照射の影響	9
6.1.1 短時間強度特性	9
6.1.2 伸び特性	10
6.2 機械的性質と微細組織の関係	12
7. 結 言	14
謝 辞	15
参考文献	15

表目次

表 2-1 1DK 被覆管の化学成分 (wt%)	17
表 2-2 1DS 被覆管の化学成分 (wt%)	17
表 4.1-1 CMIR-5 照射 1DS 引張試験片の照射条件	18
表 4.2-1 CMIR-5 照射 1DS リング引張試験片の照射条件	18
表 4.3-1 CMIR-4 照射 1DK、1DS バースト試験片の照射条件	18
表 4.4-1 CMIR-4 照射 1DS ミニチュア・シャルピ <sup>®</sup> -試験片の照射条件	18
表 5.1-1 CMIR-5 照射 1DS 被覆管の引張試験結果	19
表 5.2-1 CMIR-5 照射 1DS 被覆管のリング引張試験結果	20
表 5.3-1 CMIR-4 照射 1DK、1DS 被覆管のバースト試験結果	21
表 5.4-1 CMIR-4 照射 1DS ミニチュア・シャルピ <sup>®</sup> -衝撃試験結果 (1.5mm 角サイズ)	22

図目次

図 2.3-1 1DK、1DS の降伏応力、引張強さと温度の関係	23
図 2.3-2 1DK、1DS の破断伸びと温度の関係	23
図 4.1-1 被覆管試験片	24
図 4.2-1 リング引張試験片	24
図 4.4-1 ミニチュアシャルピー試験片	24

図 5.1-1	降伏応力、引張強さと試験温度の関係 (1DS 管引張)	25
図 5.1-2	一様伸び、破断伸びと試験温度の関係 (1DS 管引張)	25
図 5.2-1	降伏応力と試験温度の関係 (1DS リング引張)	26
図 5.2-2	引張強さと試験温度の関係 (1DS リング引張)	26
図 5.2-3	一様伸びと試験温度の関係 (1DS リング引張)	27
図 5.2-4	破断伸びと試験温度の関係 (1DS リング引張)	27
図 5.3-1	破裂応力と試験温度の関係 (1DS&1DK バースト試験)	28
図 5.3-2	破裂直前の外径ひずみと試験温度の関係 (1DS&1DK バースト試験)	28
図 5.4-1	1DS 非照射材の全吸収エネルギーと試験温度の関係 (1.5mm 角サイズ ミニチュアシャルピー衝撃試験結果)	29
図 5.4-2	全吸収エネルギーと試験温度の関係 (1DS L方向) (CMIR-4 1.5mm 角サイズミニチュアシャルピー試験)	30
図 5.4-3	全吸収エネルギーと試験温度の関係 (1DS T方向) (CMIR-4 1.5mm 角サイズミニチュアシャルピー試験)	30
図 6.1-1	照射材の降伏応力の非照射材に対する比と温度の関係	31
図 6.1-2	照射材の引張強さの非照射材に対する比と温度の関係	31
図 6.1-3	引張強さと破裂応力 (相当応力換算値) の試験温度との関係	32
図 6.1-4	降伏応力と引張強さの比と試験温度の関係	33
図 6.1-5	降伏応力と照射量の関係 (管軸方向引張)	33
図 6.1-6	照射材の一様伸びの非照射材に対する比と温度の関係	34
図 6.1-7	照射材の破断伸びの非照射材に対する比と温度の関係	34
図 6.1-8	破断伸びと破裂時外径ひずみ (相当ひずみ換算値) の 試験温度との関係	35
図 6.1-9	一様伸びと破断伸びの比と試験温度の関係	36
図 6.1-10	一様伸びと照射量の関係 (管軸方向引張)	36

## 1. 緒言

優れた耐スエリング性能と酸化物分散強化による優れた高温強度をあわせ持つ酸化物分散強化型 (Oxide Dispersion Strengthened; ODS) フェライト鋼は、FBRサイクル実用化戦略調査研究において高燃焼度用被覆管材料の最重要候補材のひとつとして位置付けられている。

サイクル機構では、高速炉燃料被覆管としてのODSフェライト鋼の開発を1987年から本格的に開始し、1989年度に初めて国産ODSフェライト鋼被覆管 (目標基本成分  $\text{Fe-13Cr-3W-0.5Ti-0.35Y}_2\text{O}_3$  (以下、1DK)、 $\text{Fe-0.12C-11Cr-3W-0.5Ti-0.5Y}_2\text{O}_3$  (以下、1DS)) の試作に成功した<sup>1)</sup>。この初めて製管試作したODSフェライト鋼被覆管では、材料が非常に硬いことから温間抽伸、温間圧延により製管した。材料の難加工性、製管品が管軸方向の強度に対して周方向 (内圧方向) の強度が著しく低いという強度の異方性等が明らかとなり、その後のODSフェライト鋼被覆管の開発では、冷間加工の実現及び組織制御による機械的性質の改善を目標として再結晶技術、相変態技術を取り入れた材料製管技術開発を進めている<sup>2~7)</sup>。

一方、ODSフェライト鋼の高温強度特性への中性子照射の影響を調べるため、「常陽」MK-II炉心材料照射用反射体CMIR-4及びCMIR-5にて1DK、1DS被覆管の各種強度試験片を照射した。これまでに引張 (管軸方向)、リング引張、バースト及びミニチュア・シャルピー試験片 (1.5mm角棒材) についてMMS等で照射後試験を行った。その他では、1DK、1DS被覆管はEBR-IIにて実施されたORT試験において燃料ピン照射試験を実施し、燃料と被覆管の化学的相互作用 (Fuel-cladding chemical interaction; FCCI) の評価が行われている。

1DK、1DS鋼は上記のように開発初期の試作被覆管であるため現在のODSフェライト/マルテンサイト鋼被覆管の合金・製管設計とは異なる材料であるが、1DK、1DS以降の開発材の照射後強度試験データが「常陽」MK-II SVIR-1で照射した平成9年度試作被覆管のリング引張片のみである点を考慮すると、本1DK、1DS照射材の強度試験結果はサイクル機構で開発したODSフェライト鋼の照射後の基本的な機械的性質を評価するうえでは非常に貴重で重要なデータである。本報告では、現在開発を進めている組織制御を適用したODSフェライト鋼被覆管の照射後強度・延性特性評価に資することを目的として、これまでに実施した1DK、1DS被覆管の照射後強度試験結果に基づき、ODSフェライト鋼被覆管の機械的性質に関する基本的な照射特性を評価した。



## 2. 供試材

### 2.1 1DK

1DKは平成元年度に（株）神戸製鋼所にて製造された被覆管であり、基本目標成分は $\text{Fe-13Cr-3W-0.5Ti-0.35Y}_2\text{O}_3$ である。

化学成分 $\text{Fe-13Cr-3W-0.5Ti}$ の母合金粉末を真空溶解及びアルゴンガスアトマイズにより作製し、この粉末に $\text{Y}_2\text{O}_3$ 粉末、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 粉末を所定量混合してアトライターを用いてメカニカルアロイング（以下、MA）を施して原料粉末を作製した。その後粉末を軟鋼製の缶に脱気・密封した後、 $1150^\circ\text{C}$ にて熱間押出を行って固形化し、機械加工により被覆管のもととなる素管を製作した。

被覆管試作では、押出棒材の予備試験結果等から加工性が悪く冷間加工が不可能であることが予想されたため、温間抽伸、温間圧延法を適用して被覆管に加工した。抽伸温度は $700\sim 900^\circ\text{C}$ 、圧延温度は $300\sim 500^\circ\text{C}$ で行った。また工程途中での熱処理は $1080^\circ\text{C}$ （最終は $1150^\circ\text{C}$ ）で行った。試作した被覆管の公称寸法は、外径 $7.5\text{mm}$ 、内径 $6.7\text{mm}$ 、肉厚 $0.4\text{mm}$ である。表2-1に製管した1DK被覆管の化学成分を示す。

### 2.2 1DS

1DSは同じく平成元年度に住友金属工業（株）にて製造された被覆管であり、基本目標成分は $\text{Fe-0.12C-11Cr-3W-0.5Ti-0.5Y}_2\text{O}_3$ である。

真空溶解及びアルゴンガスアトマイズにより作製した目標成分の3倍組成の合金粉末と純鉄粉末を1：2の割合で混合し、これに所定量の $\text{Y}_2\text{O}_3$ 粉末を加えてアトライターを用いてMAし原料粉末を作製した。この粉末をステンレス鋼製の缶に入れて脱気・密封後 $1150^\circ\text{C}$ で熱間押出して固形化した。その後 $1100^\circ\text{C}$ 1時間空冷、 $800^\circ\text{C}$ 1時間空冷の熱処理を行い押出し棒材を得た後機械加工により素管を作製した。

被覆管試作では、前項と同じく素管の硬さ測定等から冷間加工は不可能と判断されたことから、温間圧延と途中熱処理（ $1100^\circ\text{C}$  x 1時間、空冷）を6回繰り返して製管した。試作した被覆管の公称寸法は、1DKと同じく外径 $7.5\text{mm}$ 、内径 $6.7\text{mm}$ 、肉厚 $0.4\text{mm}$ である。表2-2に1DS被覆管の化学成分を示す。

### 2.3 1DK、1DS被覆管の基本的な機械的性質

1DK、1DS被覆管受け入れ材の管軸方向引張試験特性（大気中、JIS G0567に準拠）を図2.3-1、2.3-2に示す。なお図中には比較のためにPNC316及びPNC/FMS被覆管の試験結果を合わせて示した。ここで、図2.3-1のPNC316及びPNC/FMSの降伏応力、引張強さは取得データの平均値を示した。

図2.3-1に示すように、ODSフェライト鋼の降伏応力、引張強さは溶解铸造材のPNC/FMS被覆管に比べて全温度範囲において概ね2倍程度の強度を示している。また、

オーステナイト系鋼種であるPNC316と比較しても、約700℃まではODS鋼のほうが強度が高く、それ以上の温度ではほぼ同等あるいはやや高い強度レベルであることがわかった。1DKと1DSを比較すると、1DKのほうが強度レベルがやや高いことがわかる。

一方ODSフェライト鋼の破断伸びは、データのばらつきを考慮すると概ね400～700℃の温度範囲ではPNC316やPNC/FMSとほぼ同等であるが、室温及び800℃ではこれらに比較して伸びが小さい傾向にある。また、1DKと1DSを比較すると、強度の差に対応して若干1DKのほうが1DSより伸びが小さい傾向が見られる。

### 3. 照射試験

材料照射試験は、「常陽」MK-II炉心材料照射用反射体CMIR-4及びCMIR-5にて行った。

#### 3.1 CMIR-4

CMIR-4は「常陽」MK-II炉心第24、25、26～27サイクルで照射され、装荷位置は全てのサイクルとも1A1であった（炉心装荷日：平成4年2月28日、取り出し日：平成5年4月6日）。CMIR-4の最大中性子照射量は $4.51 \times 10^{26} \text{n/m}^2 (E > 0.1 \text{MeV})$ 、EFPDは176.0であった<sup>8)</sup>。

#### 3.2 CMIR-5

CMIR-5は「常陽」MK-II炉心第29、31、33、及び34サイクルで照射され、装荷位置はそれぞれ3D2 (29cy)、3A2 (31cy)、3A1 (33cy)、3E3 (34cy)であった（炉心装荷日：平成6年7月27日、取り出し日：平成12年7月3日）。CMIR-5の最大中性子照射量は $4.19 \times 10^{26} \text{n/m}^2 (E > 0.1 \text{MeV})$ 、EFPDは216.0であった<sup>8)</sup>。

### 4. 試験方法

#### 4.1 引張試験

##### 4.1.1 引張試験片

引張試験片は、CMIR-5で照射された1DS被覆管3本（長さ75mm）である。表4.1-1に引張試験片の照射条件を示す。図4.1-1に被覆管試験片の形状を示す。

試験片は、MMF研磨セルにて刻印番号のついていない側の端部（装荷状態で下側）

から5mm長の組織観察用試料を採取した後、被覆管試験セルにて油圧コレット法の試験片つかみ治具を取り付けて試験に供した。なお、治具取り付け前に試験片外径及び内径を測定し実測値により試験片断面積を評価した。

#### 4.1.2 引張試験方法

引張試験はMMF被覆管試験セル内の島津オートグラフAG-50kND（ホットセル用にプルロッド等を改造、ロードセル容量50kN）にて行った。変位は上下試験片チャック間の変位を差動トランス方式の伸び計を用いて測定した。

試験方法はJIS G0567「鉄鋼材料及び耐熱合金の高温引張試験方法」に準拠した。試験温度は原則として照射温度とし、具体的には400、525、550℃とした。また引張速度は降伏点を過ぎるまでは0.3%/minとしその後は7.5%/minとした。なお、本試験では0.2%オフセット耐力を降伏応力とした。応力評価には、前項の実測断面積を用いた。また一様伸び及び全伸び（破断伸び）は荷重-変位チャートから求めた。

### 4.2 リング引張試験

#### 4.2.1 リング引張試験片

リング引張試験片は、CMIR-5で照射された1DS被覆管9試料（3照射条件×3試料）である。表4.2-1にリング引張試験片の照射条件を、図4.2-1にリング引張試験片形状をそれぞれ示す。

#### 4.2.2 リング引張試験方法

リング引張試験は、MMF試験セル内のインストロン1185型引張試験機（ロードセル容量100kN）を用いて行った。変位はクロスヘッドの移動量から測定した。試験温度は原則として照射温度とし、具体的には400、525、550℃とした。また引張速度はクロスヘッドスピード0.1mm/min一定とした。なお、本試験では0.2%オフセット耐力を降伏応力とした。応力評価には、試験片製造時の検査記録に記載された寸法測定結果から求めた断面積を用いた。また一様伸び及び全伸び（破断伸び）は荷重-変位チャートから求めた。

### 4.3 バースト試験

#### 4.3.1 バースト試験片

バースト試験片は、CMIR-4で照射された1DK、1DS被覆管それぞれ2本の合計4試料（長さ75mm）である。表4.3-1に各試験片の照射条件を示す。なお被覆管試験片は引張試験片と同一の形状である（図4.1-1参照）。

試験片は、MMF研磨セルにて刻印番号のついていない側の端部（装荷状態で下側）から5mm長の組織観察用試料を採取した後、被覆管試験セルにて端部にスエジロック

チューブ継ぎ手キャップ及び内圧負荷のための圧力導入管を取り付けて試験に供した。なお、治具取り付け前に試験片外径及び内径を測定し実測値により試験片断面積を評価した。

#### 4.3.2 バースト試験方法

バースト試験は、MMF被覆管試験セル内のバースト試験機を用いてクローズドエンド方式で行った。試験温度は試験片の照射温度に基づいてそれぞれ450、550、580、600℃とした。また加圧ガスはArガス（99.99%）とし、加圧速度は19.6MPa/min（200kgf/cm<sup>2</sup>/min）とした。また、試験片の軸方向中心部1点について試験中の外径変化をレーザ外径測定装置により測定した。

### 4.4 ミニチュア・シャルピー衝撃試験

#### 4.4.1 ミニチュア・シャルピー試験片

ミニチュア・シャルピー試験片はCMIR-4で照射された1DS鋼の1.5mm角サイズ試験片で、T方向（ノッチが圧延方向に平行）については5照射条件で計41本、L方向（ノッチが圧延方向に垂直）については3照射条件で27本である。表4.4-1に各試験片の照射条件を示す。また試験片形状を図4.4-1に示す。

試験片は7本または10本ずつキャプセルに封入されて照射されたことから、MMF研磨セルにてキャプセルを切断して試験片を取り出した後、東北大学金属材料研究所附属材料試験炉利用施設に搬出した。

#### 4.4.2 ミニチュア・シャルピー試験方法

ミニチュア・シャルピー衝撃試験は、東北大学金属材料研究所附属材料試験炉利用施設のホットセルに設置された計装化シャルピー衝撃試験機を用いて行った<sup>9)</sup>。本試験機は電気油圧式の高速度引張疲労試験機（（株）東京衝機製造所製）を衝撃試験用に改造したものである。試験に際してはアンピル間のスパンは12.5mmとし、試験温度-110～42℃の範囲とした。熱媒体は、室温より低温側では液体窒素とエチルアルコールの混合溶液、室温より高温側ではシリコンオイルとした。試験実施にあたっては、試験片の周囲に熱媒体が注がれてから試験片に衝撃荷重を負荷するまでの時間は10分程度としてその間熱電対を試験片に接触させ試験片温度をモニタした。

なお、本ミニチュア・シャルピー衝撃試験は平成6年度に東北大学への委託研究として実施されたものである<sup>9)</sup>。

## 5. 試験結果

### 5.1 引張試験結果

引張試験結果を表5.1-1に示す。なお表には本照射材試験と合わせて実施した非照射材の試験結果を併記した。図5.1-1に降伏応力及び引張強さと試験温度の関係を、図2.3-1に示した1DS非照射材の既取得データとともに示す。また、一様伸び及び破断伸びと試験温度の関係を図5.1-2に示す。

非照射材の本試験結果をこれまでに取得された非照射材データと比較すると、降伏応力及び引張強さは図5.1-1に示すとおり本試験結果は既取得データとほぼ一致した。一方伸びについては、既取得データに一様伸びがないために、両者で比較できる破断伸びについて見ると、温度依存性は概ね既取得データと同様の傾向を示したが、破断伸びの値はやや小さい傾向を示した。この原因は両者の試験片形状の違いによるものと推察される。本試験片は、被覆管形状のまま標点間距離は約44mmであるのに対して、既取得データの試験片は放電加工によりゲージ部加工されており標点間距離は10mmである。一般に破断伸びは標点間距離の影響を受け、これが小さいほうが破断伸び値が大きくなる<sup>10</sup>ことから、本試験結果もこの影響によると思われる。

次に今回の試験結果に基づき照射前後の強度特性を比較すると、本照射温度範囲では全て非照射材よりも照射材のほうが強度が数%から20%程度上昇しており、照射による強度上昇の程度は引張強さ(約5~8%)よりも降伏応力(約8~20%)のほうが顕著であった。また、本照射量範囲では照射硬化の明らかな照射量依存性は見られなかった。図5.1-1の非照射材と照射材の強度の温度依存性の傾向から推察すると、1DS鋼では照射温度600℃程度までは照射硬化による強度上昇が生じていることが推測される。

一様伸びは、非照射材と比較して400℃では約30%低下し、525、550℃では約40%程度増加した。破断伸びは、400、525℃では非照射材とほぼ同等であり、550℃では約20%低下した。

### 5.2 リング引張試験結果

CMIR-5照射1DS鋼のリング引張試験結果を表5.2-1に示す。なお表には本照射材試験と合わせて実施した非照射材の試験結果を合わせて記した。本試験では、400℃で試験した照射材L9XSA、L9XSBは試験開始後、0.2%耐力取得前に破断したことから、表中の引張強さ及び一様伸び欄にはそれぞれ破断応力及び破断伸びを記載した。また同様に、照射材L9XSJ及び非照射材XSNは0.2%耐力取得後、加工硬化途中に荷重が極大値を示さずに、言い換えれば塑性不安定(絞り)を示さずに破断したことから、表中の引張強さ及び一様伸び欄にはそれぞれ破断応力及び破断伸びを記載した。

降伏応力及び引張強さと試験温度との関係を図5.2-1、図5.2-2にそれぞれ示す。なお図には本試験と同形状の試験片、試験方法で取得した1DS被覆管非照射材のリング引張試験結果<sup>11)</sup>を合わせて示す。はじめに非照射材については、今回取得した各試験温度

での非照射材の降伏応力、引張強さは既報告データと概ね一致し、本試験結果は妥当な値を示したと判断される。ただし、試験片XSN（試験温度525℃）では、荷重の極大値を示さずに破断したために厳密な意味での引張強さは測定できなかった。このことから、1DS被覆管では短時間強度に関しても周方向の靱性、延性が管軸方向に比べて低いことが示された。

次に照射材の結果では、降伏応力については、上述のように400℃では3試験片中2本が降伏応力取得前に破断して、照射により加工硬化性能、延性の低下が生じていることがわかった。照射材の試験結果はばらつきが大きくなっているが、強度の平均値でみると、降伏応力を取得できた400℃の1試験片及び525、550℃の試験結果では、照射材の降伏応力、引張強さ（一部については破断応力）はともに400、550℃では非照射材とほぼ同じであり、525℃では約10%程度増加した。照射後の強度上昇は、前項に述べた管軸方向引張試験結果と比較すると全体的にやや小さい傾向を示した。

一様伸び及び破断伸びと試験温度の関係を図5.2-3、図5.2-4にそれぞれ示す。図5.2-3からわかるように、非照射材の一様伸びは本試験温度範囲では既取得データ、本試験結果ともに小さく、全て1%未満であった。一方破断伸びについては、既報告データ（図中◇）<sup>1)</sup>に比較して本試験結果が大幅に低いことがわかった。調査の結果、引用した既取得データは破断伸びを破断後の外観写真から評価したことが判明したことから、本試験と同様に報告書に記載された荷重-変位曲線から再評価したところ、既取得データの破断伸びは全体に低く評価され本試験結果に近くなった。両者を比較すると、本試験結果の破断伸びのほうが見直した既取得データ（図中×）よりもやや大きい傾向となったものの、伸びそのものは0.4~1.1%であり周方向の延性が非常に小さいことがわかった。

一方照射材では、400、550℃の一様伸びは非照射材に比べて約50~60%低下し、525℃ではほぼ同等であった。破断伸びは400、550℃では非照射材よりも約60%低下した。525℃では約20%低下した試験片もあったが、逆に2倍まで増加した試験片もあった。リング引張試験では、強度に比べて伸びの測定はデータのばらつきが大きく評価が難しいことを考慮すると、本1DS被覆管照射材では全体としては照射材の伸びは非照射材に比較して低下する傾向にあった。

### 5.3 バースト試験結果

1DK、1DS鋼被覆管のバースト試験結果を表5.3-1に示す。なお表には本CMIR-4照射材のバースト試験とあわせて試験した非照射材の結果を示した。破裂応力と試験温度の関係、及び破断外径ひずみと試験温度の関係を図5.3-1、図5.3-2にそれぞれ示す。

はじめに非照射材についてみると、引張試験結果（2.3項）に一致して1DKの破裂応力のほうが1DSよりも若干高い傾向を示した。破断外径ひずみは、全体に小さく試験温度580℃以下の場合には1DK、1DSともに1%未満であったが、試験温度600℃では580℃以下と比較してひずみは2倍以上増加して2.5%程度であった。

次に照射材についてみると、1DS、1DKともに全試験温度において照射材の破裂応力は非照射材よりも高く、照射硬化による強度上昇が見られた。照射による強度増加の温度に対する傾向は管軸方向引張試験結果と概ね同様であった。両鋼を比較すると、同じ試験温度で比較することができないが、照射による強度上昇は1DKのほうが大きい傾向を示した。特に1DKでは600℃においても明確な照射硬化による強度上昇が見られた。図5.3-1の傾向から見ると、650℃付近で照射、非照射材の強度は同等になると推察される。また、強度上昇の温度依存性は、両鋼ともに低温側のほうが強度の上昇が大きかった。

破断外径ひずみは、いずれの照射条件でも非照射材よりも低下する傾向を示したが、照射材のひずみは非照射材の約70～90%であり本照射条件範囲では照射に伴う著しい伸びの低下は見られなかった。

#### 5.4 ミニチュア・シャルピー試験結果

はじめに1DS鋼非照射材のミニチュア・シャルピー衝撃試験による、全吸収エネルギーと試験温度の関係を図5.4-1に示す。図からわかるように、1DSでは試験片の採取方向によって吸収エネルギーに違いが見られ、T方向のほうがL方向よりも吸収エネルギーが小さい傾向を示した。吸収エネルギーは、約40℃付近を境にして上部棚域から下部棚域に遷移した。しかしながら、L方向、T方向ともに下部棚エネルギーは上部棚エネルギーの約65%であることから、一般的な定義である上部棚エネルギーの1/2のエネルギーを示す温度としたDBTTは、本試験温度範囲では見られなかった<sup>12)</sup>。

次にCMIR-4照射材のミニチュア・シャルピー衝撃試験結果を表5.4-1に示し、L、T方向それぞれの全吸収エネルギーと試験温度の関係を図5.4-1に示した非照射材の結果と比較して図5.4-2、図5.4-3にそれぞれ示す。L方向、T方向ともに照射温度502℃までの条件では、全吸収エネルギーは非照射材と比較して顕著な変化は見られなかった。一方、L方向の520℃及びT方向の572℃では上部棚エネルギーと下部棚エネルギーの低下傾向がみられたものの、全体としては本照射条件範囲では照射による顕著な衝撃特性の低下は見られなかった。

## 6. 考 察

1DS、1DK鋼被覆管は、もともと材料が非常に硬いこと及び製管時に結晶粒が被覆管軸方向に長く伸長したいわゆる竹状組織を有する結果、燃料被覆管としての機械的特性で重要となる内圧クリープ強度が管軸方向のクリープ強度に比較して低い<sup>3)</sup>という課題を有している。したがって今回取得した照射後試験データに関しても、このような1DS、

1DK被覆管の基本的な機械的性質の特徴を十分考慮して検討する必要がある。

## 6.1 1DS、1DK被覆管の機械的性質に及ぼす照射の影響

### 6.1.1 短時間強度特性

今回照射後試験を行った管軸方向引張試験、リング引張試験及びバースト試験では、いずれの試験においても試験温度600℃までの条件では照射材の強度は同じ温度条件での非照射材よりも高くなっており、概ね600～650℃程度までの温度範囲では、照射硬化による強度の上昇が生じていることがわかった。PNC316をはじめとして、これまでに高速炉炉心材料として広く使用されている316ステンレス系の材料では、照射材料の強度は概ね照射温度500℃を境にして高温側では非照射材よりも低くなることが知られているが<sup>13)</sup>、本試験結果ではこれとは異なりより高温域まで照射硬化による強度上昇が維持されていることが示された。

ところで、ODSフェライト鋼が高速炉の燃料被覆管として照射された実績はいまだ非常に少ないが、高照射量まで照射されたデータとしては仏国Phenixにて最大81dpaまで燃料ピン照射されたDT2203Y05被覆管のデータがある<sup>14)</sup>。DT2203Y05（目標基本成分；Fe-13Cr-1.5Mo-2.2Ti-0.4O-0.4Y）はベルギーのモル原子力研究所（SCK-CEN）にて高速炉用燃料被覆管材料として開発されたODS鋼であり、 $Y_2O_3$ と $TiO_2$ の分散及び粒界に析出した $\chi$ 相（70%Fe-15%Cr-7%Ti-6%Mo）によって高温強度の向上を狙った材料である。そこで、DT2203Y05の照射後引張試験結果と本試験結果について、照射前後での強度の比を求め、試験温度で整理して図6.1-1、図6.1-2に示す。1DS、1DK被覆管では照射量がDT2203Y05と比べて小さいことを考慮する必要があるものの、両者の強度比の温度依存性の傾向はよく似ていることが分かる。降伏応力と引張強さ（バースト試験の破裂応力含む）を見ると、試験データが得られている約400～600℃の範囲では、強度の比は温度500～550℃付近が最も大きくなる傾向を示した。この結果からみても、ODSフェライト鋼照射材では、少なくとも600℃までは照射硬化による強度の上昇が見られ、この結果はODSフェライト鋼特有の性質であると推察される。このように316SS等と比較して高温域まで強度上昇が生じる要因としては、分散粒子による転位のピン止め効果による転位の回復の抑制、照射に伴う析出の影響等が考えられるが、詳細には微細組織面からの検討が必要である。

次に今回の引張試験結果、リング引張試験結果及びバースト試験結果をもとに被覆管軸方向と周方向の強度（短時間強度）を比較して図6.1-3に示す。なお、ここではバースト試験での破裂応力をvon Mises型の相当応力（ $\sigma_M = \sqrt{3/2} \times \sigma_H$ （ $\sigma_H$ ；破裂周応力））に換算して示した。図に示すように、相当応力に換算したバースト破裂応力は軸方向引張試験の引張強さよりも低い値を示し、概ねリング引張時の引張強さと同程度である。この結果から、本1DS、1DK被覆管の短時間強度に関しては、内圧クリープ破断強度に見られるような周方向強度の著しい低下は見られないことから、強度の異方性は比較的



小さいと推察される。しかしながら、図中の各強度の温度依存性を考慮すると、バースト破裂応力の温度の上昇に伴う強度低下の傾向は特に高温域で比較的大きくなっていることから見て、600℃を超える高温ではバースト破裂強度（周方向強度）の低下が大きくなる可能性がある。

また、照射による加工硬化性能の変化を見るために、引張試験とリング引張試験での降伏応力（YS）と引張強さ（UTS）の比（YS/UTS）と試験温度の関係を図6.1-4に示す。一般に照射材料では降伏応力が引張強さに近づくことが知られている<sup>14)</sup>が、本結果においても管軸方向引張試験ではCMIR-5照射材で比が大きくなる傾向が見られるが、非照射材のデータのばらつき（約0.76～0.94）を考慮すると照射による著しい加工硬化性能の低下はないと考えられる。一方リング引張試験については、非照射材の比自身が管軸方向引張よりも大きい（全て0.9を超える）こと、さらに照射により非照射材に比べて比が大きくなった（約0.94～1）結果を考慮すると、1DS、1DK被覆管照射材では周方向の加工硬化性能が大きく低下しているものと考えられる。図6.4-1にはDT2203Y05の結果<sup>14)</sup>も合わせて示してあるが、非照射材については室温付近の低温側では1DSに比べて加工硬化性能が高いことが分かるが、400℃以上では両者は概ね同様の加工硬化挙動を示すと考えられる。照射材に関しても1DSの管軸方向引張とほぼ同様の加工硬化性能の低下を示している。

一方強度の照射量依存性については、代表として1DS鋼管軸方向引張試験の降伏応力を照射量で整理して図6.1-5に示す。なお図中には比較のために高照射量データであるDT2203Y05の結果<sup>14)</sup>を示した。1DSとDT2203Y05を比較すると、1DS被覆管の方が各温度における強度レベルが高いために両鋼のほぼ同温度条件の強度レベルが大きく異なっているものの、強度の照射量依存性を見ると、1DSの550℃での強度増加が顕著に大きいことを除けば、両鋼の強度の照射量依存性はほぼ同様であると推察される。316SS等では、照射量約 $3\sim 5 \times 10^{26} \text{n/m}^2 (E > 0.1 \text{MeV})$ 以上では強度は飽和する傾向にあるが、現在のデータでは、1DS、1DKについては高照射量データが無いこと、またDT2203Y05では中間域の照射量データが無いことから、現状では十分な検討を行うことはできない。

### 6.1.2 伸び特性

1DS、1DK被覆管の伸びについては材料（被覆管）自身の傾向として管軸方向に対して周方向（リング引張）の伸びが小さいことが挙げられるが、5項で述べたように今回の照射条件範囲では、各強度試験において照射による著しい伸びの低下は見られなかった。そこで前項と同様に一樣伸びと破断伸び（破裂ひずみ含む）の照射前後での比をとり試験温度で整理して図6.1-6、図6.1-7にそれぞれ示す。なお図には前出のDT2203Y05の試験結果<sup>14)</sup>を合わせて示す。はじめに一樣伸びについてみると、1DSはやはりリング引張試験よりも管軸方向の引張試験の方が照射後の伸びが大きい傾向が本図からも

読み取れる。温度の影響については、400℃ではいずれの試験結果ともに照射後の伸びは非照射時よりも小さくなり（比が1未満）、照射に伴う延性低下が明らかであるが、525、550℃では比が1を超える結果も見られ、照射による一様伸びの低下はあまり顕著ではないことが分かる。一方、DT2203Y05では、図に示したように1DSに比べて照射量が大きいことを考慮しなければならないが、各温度において比は概ね0.6以下となっており、照射による一様伸びの低下が1DSに比較して非常に多きことが分かる。また破断伸び（バースト試験の破裂外径ひずみ含む）についても概ね一様伸びと同様の傾向が見られる。破断伸びの場合は、材料の塑性不安定発生（絞り発生）から破断に至るまでの延性が含まれる。一様伸びの場合と比較して図6.1-7を見ると、1DSでは525℃のリング引張で比が2になったデータについては伸び測定上の問題によるところが大きいと判断されることから、これを除いて全体を見ると概ね破断伸びの比は一様伸びの場合よりも小さくなる傾向が見られることから、加工硬化後から破断に至るまでの変形能が照射脆化により低下したことが推察される。しかしながら、照射脆化が著しいことが明らかとなっているDT2203Y05と比べると、1DS、1DK（バーストのみ）の伸びの低下は小さいこと（比が大きい）から、これと比較すると照射脆化の程度はあまり大きくないと考えられる。この点はミニチュアシャルピー衝撃試験結果から判断しても妥当であると考えられる。

次に軸方向の延性と周方向の延性を比較するために、1DS、1DK被覆管の引張、リング引張及びバースト試験での破断伸びと温度との関係を図6.1-8に示す。なおここでは、バースト試験の破裂時外径ひずみはvon Mises型の相当ひずみに変換して示してある（ $\epsilon_M = 2/\sqrt{3} \times \epsilon_H$ （ $\epsilon_H$ ；破裂時外径ひずみ））。図から分かるように、バースト試験の破裂直前の外径ひずみから換算した相当ひずみは、管軸方向引張の破断伸びに比較して非常に小さくなっており、短時間強度試験においても伸び特性では異方性が顕著であることが推察される。またリング引張試験の破断伸びはバースト試験の破裂外径ひずみと同等であり、1DS、1DK鋼被覆管ではその特有の結晶組織に起因して周方向の延性が非常に小さいことが明らかとなった。

ところで、316-Ti等のオーステナイト系鋼種ではスエリングの増大によって照射脆化が進むにつれて破断伸びが一様伸びに近づくことが知られている<sup>10)</sup>。本1DS、1DK鋼照射材では照射量条件から見て有意なスエリングは発生していないがフェライト鋼では照射脆化が重要という観点から、一様伸び（UE）と破断伸び（TE）の比（UE/TE）を試験温度で整理して図6.1-9に示す。なお図にはDT2203Y05の引張試験結果<sup>10)</sup>を併記した。1DSについて見ると、リング引張試験全体として照射前後での比の変化が比較的小さく、データによっては照射後のほうが比が小さいものも見られる。リング引張試験では伸びの測定誤差が大きいことを考慮しても、1DSの照射による伸び、絞り発生から破断までの変形能の変化（低下）は比較的小さいと推察される。一方DT2203Y05では、照射前後での比（UE/TE）の変化が大きく、かつ照射材では比が約0.85～1（410～570℃

で全て1)と非常に大きいことから、DT2203Y05照射材ではほとんど塑性不安定を示さずに破断したことを示唆している。DT2203Y05は照射脆化が非常に大きいことが報告されており本図もこれと良く対応していると考えられる。よって1DS鋼被覆管では、DT2203Y05と比較して照射による延性低下は小さく、照射後の伸び特性は比較的良好であると推察される。

一方1DS鋼被覆管の伸びの照射量依存性を把握するために前項と同様に代表として管軸方向引張試験結果の一樣伸びを照射量で整理して図6.1-10に示す。1DSでは400℃では照射により一樣伸びは低下し、逆に525、550℃では照射材の一樣伸びは増加している。上述のように本CMIR-5の照射条件では高い照射量データまで得られていないために、現時点で伸び特性の照射量依存性を判断することはできないが、DT2203Y05の結果を合わせてみると、約400℃で一樣伸びが照射量の増大に伴い低下する傾向は両鋼とも同じであるのでほぼ間違いないと考えられる。これ以上の温度条件では、1DSよりもやや高い温度条件であるがDT2203Y05では1DSとは反対に、照射量約 $13 \times 10^{26}$ 、 $18 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )で一樣伸びが大きく低下したデータが得られている。1DS、1DK鋼とDT2203Y05では同じODS鋼とはいえ後述するように組織的に見て大きく異なった設計による材料であるために、両者を直接的に比較して照射量依存性を評価することはできない。

## 6.2 機械的性質と微細組織の関係

ODSフェライト鋼では、基本的に材料中に微細に分散した第2相粒子（ここでは $\text{Y}_2\text{O}_3$ 及び $\text{Y}_2\text{O}_3$ と $\text{TiO}_2$ の複合酸化物）による転位のピン止め効果によって優れた高温強度を維持していることから、本鋼を高速炉炉心材料に適用するためにはこれらの微細粒子の中性子照射下における分散状態の安定性が重要となる。すなわち、中性子照射により分散粒子の粗大化や大規模な組織変化が生じた場合には期待する高温強度を示さないことになるからである。そこで、CMIR-4で照射したバースト試験片から採取した試料について実施したTEM組織観察結果<sup>17)</sup>に基づいて微細組織面から照射後の強度延性特性を考察する。

はじめに非照射材の微細組織は、1DKは全体として管軸方向に長く伸長したサブグレインから成る竹状組織で転位密度は高い。析出物及び分散粒子は、Tiの化合物と考えられる $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ の析出物と $0.1 \mu\text{m}$ 以下の微細な $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ の複合酸化物が観察されている<sup>17)</sup>。1DSについても同様な高転位密度の竹状組織を有しており、比較的大きい炭化物と約 $5 \text{ nm}$ の微細な酸化物粒子が観察されている<sup>17)</sup>。以上の観察結果からみて、非照射材に関しては両鋼ともに概ね微細な酸化物粒子が一樣に分散していると判断される。また、ラーベス相及び $\alpha'$ の析出は観察されていない。

照射後組織では、観察した4照射条件(1DK;  $542^\circ\text{C} / 4.2 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ 、 $605^\circ\text{C} / 2.1 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ 、1DS;  $450^\circ\text{C} / 3.6 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ 、 $580^\circ\text{C} / 3.4 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$ )を総合すると、概ね鋼種

の違いはなく、照射前後での転位密度の変化についても605°Cにおいてやや低下する傾向が見られたものの、大きな変化は見られていない。酸化物粒子の分散状態も照射前後で顕著な変化は無く、本照射条件では分散粒子が概ね安定であることが示唆されたが、照射により粒界にラーベス相が形成されていた。なお、 $\alpha'$ の析出は見られなかった。一方、ボイドについては本照射条件範囲ではいずれの試料でも明確なボイドの形成は観察されなかった。よって本観察結果から、本照射条件範囲では1DK、1DSの微細組織が中性子照射に対して概ね安定であるといえる。

本照射後強度試験では上述のように、照射温度約600°C程度までの範囲で照射により強度上昇が見られたが、これを微細組織結果から見ると強度上昇の要因としては、

- 1) 分散粒子の再配列（更なる微細分散化）
- 2) ラーベス相の析出
- 3) 転位密度の増加（フランクループの形成、ネットワーク転位の増加）

が考えられる。このうち3)については照射前後で明確な転位密度の変化が見られなかった<sup>17)</sup>ので、直接強度上昇にはつながらないが、照射後においても酸化物の微細な分散が維持されていた結果を考慮すると、分散粒子による転位のピン止め効果により転位の上昇が抑制された結果、高転位密度の状態がより高温側まで維持されると推察される。したがって、照射による欠陥の導入と熱的な転位の回復のバランスを考えた場合に、ODS鋼では前者の効果が比較的大きくためにPNC316等よりも高温側まで強度上昇が見られたと解釈できると思われる。また1)、2)の可能性も考えられるが、現状でははっきりした原因を特定することはできない。2)については一般にラーベス相は延性低下、衝撃特性の低下の方向に働き脆化の要因となると考えられている。しかしながら今回の引張、リング引張、バースト試験では確かに延性が低下する傾向が得られたが、ほぼ同様の照射条件のミニチュア・シャルピー衝撃試験では衝撃特性の低下はほとんど見られなかった<sup>12)</sup>。これまでの照射済材料の機械試験結果を考慮すると、照射硬化による延性低下と照射脆化（脆性的な破壊様式）は一義的に結びつくとは考えにくいので、照射材料の機械的性質を評価する上では、加工硬化性能、伸び、破壊様式それぞれについて十分検討して総合的に判断することが重要であるといえる。

一方、1)に挙げた分散粒子に関しては本TEM観察結果では照射後において一部酸化物粒子の成長が観察されているが、全体としては、照射前後において酸化物粒子の分散状態に大きな変化が認められなかったことから判断して、本照射量範囲では $Y_2O_3$ 粒子は中性子照射に対して概ね安定であると推察される。また、試作したODSフェライト鋼についてこれまでに実施してきたイオン照射試験や電子線照射試験結果からも、 $Y_2O_3$ 粒子が安定であることが示されている<sup>18)</sup>。しかしながら、本鋼の原料粉末をMAした際に $Y_2O_3$ が一旦消失（固溶）しその後の熱間押し出しによる固形成の過程で再び $TiO_2$ との複合酸化物としてより微細に析出すると考えられること、また前出のDT2203Y05では中性子照射により酸化物粒子が固溶する<sup>14)</sup>ことが報告されていることを考慮する

と、本ODSフェライト鋼の分散粒子の安定性については、目標照射量 ( $\sim 50 \times 10^{26} \text{n/m}^2$ ) までの中性子照射データを取得して確認する必要がある。

ところで、本1DK、1DS鋼の機械試験結果では照射による延性低下の傾向は見られたものの、その程度はそれほど顕著ではなく、かつミニチュア・シャルピー衝撃特性についても照射による劣化は認められなかったことから、本照射条件範囲においては本ODS鋼の照射脆化は大きくないと推察される。しかし、Phenixで燃料ピン照射されたDT2203Y05の例を見ると照射脆化は大きく、PIEでの試験片取扱い時において被覆管の割れが発生したとの報告がある<sup>14)</sup>。本1DS、1DKの照射量はDT2203Y05の照射量と比較してかなり低いことから直接的な比較はできないが、延性低下と照射脆化の挙動が異なった理由としては、両者の組織の違いが挙げられる。DT2203Y05では、もともとの合金設計思想として、第2相粒子である $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ による分散強化と、 $\chi$ 相の粒界上への析出による粒界の強化を狙った材料であるが、結果としては照射に伴い概ね照射温度 $500^\circ\text{C}$ 以下の低温側では $\alpha'$ の析出と転位ループの形成により、またこれより高温側では元来粒界に析出していた $\chi$ 相に加え、組織全体への新たな $\chi$ 相の析出により延性の低下及び照射脆化が生じたと解釈されている<sup>14)</sup>。このようなDT2203Y05の結果を踏まえ、1DS、1DKではMoを添加せずに $\chi$ 相の析出を抑え、またCr量を $\alpha'$ 析出抑制の観点から12%程度<sup>19)</sup>に規定している。1DS、1DK被覆管ではこのような合金設計の効果により、本照射条件・照射後試験では比較的延性低下と照射脆化が現れなかったものと推察される。

## 7. 結 言

CMIR-4、5で照射されたサイクル機構の初期開発・試作材であるODSフェライト鋼被覆管（1DS、1DK）試験片について引張試験、リング引張試験、バースト試験試験、及びミニチュア・シャルピー衝撃試験を実施し、合わせて照射後TEM組織観察を行ってODSフェライト鋼被覆管の短時間強度・延性特性に及ぼす中性子照射効果を評価して以下の結論を得た。

- 1) 本照射条件範囲では、1DS、1DK鋼では照射硬化による強度の上昇がPNC316等よりもより高温域（約 $600\sim 650^\circ\text{C}$ ）まで維持された。
- 2) 材料特有の結晶組織（竹状組織）に起因して、照射後においても、短時間強度試験における管軸方向の強度特性に対して周方向の強度がやや劣る傾向を示した。
- 3) 伸び特性については、2)と同様の理由から、照射後の周方向の延性は管軸方向に比較して著しく低い値を示した。
- 4) 本照射条件範囲では、照射による延性低下は顕著でなく、衝撃特性（ミニチュア・

シャルピー試験)の低下はほとんど見られなかった。

- 5) 組織観察の結果、本1DS、1DKでは照射材では粒界にラーベス相が析出した以外は照射前後での大きな組織変化は観察されず、本照射条件範囲においては酸化物粒子とその分散状態が中性子照射に対して安定であることが示唆された。
- 6) 以上の結果から、本照射条件範囲では1DS、1DK鋼被覆管の照射特性は概ね良好であると考えられるが、現状の照射データは非常に限られているため、今後組織制御を適用した現行鋼種について効率的に照射試験を実施し、目標照射量までの照射特性を把握することが重要である。

## 謝 辞

本報告をまとめるにあたり、ご指導いただきました大洗工学センター システム技術開発部 核燃料工学Gr 鶴飼重治研究主幹、燃料材料試験部 照射材料試験室 小野瀬庄二副主任技術員に深く感謝いたします。

引張試験、リング引張試験及びバースト試験の実施に多大なるご尽力を頂きました検査開発株式会社 重藤好克氏、原子力技術株式会社 益子真一氏に深く感謝いたします。

またTEM組織観察を実施していただきました 燃料材料試験部 照射材料試験室 赤坂尚昭副主任研究員、原子力技術株式会社 関根学氏、北海道大学研究生 山下真一郎氏に深く感謝いたします。

ミニチュア・シャルピー衝撃試験は、東北大学金属材料研究所 栗下裕明助教授への委託研究として実施されました。この場を借りて謝意を表します。

## 参考文献

- 1) S. Nomura et al.: "Development of Long Life FBR Core Materials", Proc. of Int. Conf. on Fast Reactors and Related Fuel Cycles FR'91, Vol. I pp7.4-1, 1991.
- 2) S. Ukai et al.: "Alloying design of oxide dispersion strengthened ferritic steel for long life FBRs core materials", J. Nucl. Mater. 204, pp65-73, 1993.
- 3) S. Ukai et al.: "Tube manufacturing and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel", J. Nucl. Mater. 204, pp74-80, 1993.
- 4) S. Ukai et al.: "Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels for FBR core application, (I) Improvement of mechanical properties by re-crystallization processing", J. Nucl. Sci. and Tech., Vol. 34, No. 3, pp256-263,

1997.

- 5) S. Ukai et al.: "Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels for FBR core application, (II) Morphology improvement by martensitic transformation", J. Nucl. Sci. and Tech., Vol. 35, No. 4, pp294-300, 1998.
- 6) S. Ukai et al.: "R&D of oxide dispersion strengthened ferritic martensitic steels for FBR", J. Nucl. Mater. 258-263, pp1745-1749, 1998.
- 7) S. Ukai et al.: "Tube manufacturing and characterization of oxide dispersion strengthened ferritic steels", J. Nucl. Mater. 283-287, pp702-706, 2000.
- 8) 「常陽」照射試験サイクル報 (第35サイクル)、JNC TN9440 2000-008, 2000.
- 9) 茅野秀夫ら：フェライト鋼照射材料試験 照射材料の評価試験(5)、PNC ZJ9601 95-004, 1995.
- 10) 日本材料学会編：金属材料強度試験便覧、養賢堂、東京、pp113、1977.
- 11) 岡田浩一ら：酸化物分散強化型 (ODS) フェライト鋼の物性評価、PNC ZN9410 92-255, 1992.
- 12) T. Kuwabara et al.: "Superior Charpy impact properties of ODS ferritic steel irradiated in JOYO", J. Nucl. Mater. 258-263, pp1236-1241, 1998.
- 13) G. D. Johnson et al.: "A microstructural interpretation of the fluence and temperature dependence of the mechanical properties of irradiated AISI 316", ASTM STP725, pp393-412, 1981.
- 14) P. Dubuisson et al.: "Behavior of an oxide dispersion strengthened ferritic steel irradiated in Phenix", ASTM STP 1325, pp882, 1999.
- 15) J.J. Holmes et al.: "Effects of fast reactor exposure on the mechanical properties of stainless steels", Proc. Int. Conf. Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials, Scottsdale, The Metallurgical Society of AIME, New York, pp.53-63 (1977).
- 16) A. Fissolo et al.: "Influence of swelling on irradiated CW Titanium modified 316 Embrittlement", Effects of Radiation on Materials : 14<sup>th</sup> Int. Symp., ASTM STP 1046 Vol. II, pp.700-713 (1990).
- 17) 山下真一郎：中性子照射ODSフェライト鋼 (1DS、1DK) に関する研究、平成9年度研究生研究成果報告書、PNC TY9600 98-004, 1998.
- 18) 吉田直亮ら：ODSフェライト鋼被覆管のイオン照射によるスエリング特性に関する研究 (核燃料サイクル開発機構-九州大学共同研究報告書)、JNC TY9400 2001-013, 2000.
- 19) P. Dubuisson et al.: "Microstructural evolution of ferritic-martensitic steels irradiated in the fast breeder reactor Phenix", J. Nucl. Mater. 205, pp178-189, 1993.

表2-1 1DK被覆管の化学成分 (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	W	Ti	N	O (free O)	Y (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Fe
0.045	0.019	0.013	<0.005	0.001	12.87	0.16	2.81	0.52	0.0152	0.186 (0.113)	0.27 (0.34)	bal.

試験材分析値

(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=Y x 1.27

(free O)=O - Y x 0.27

表2-2 1DS被覆管の化学成分 (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	W	Ti	Co	B	N	O (free O)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe
目標値	0.12	<0.10	<0.10	<0.01	<0.01	11.0	<0.1	<0.1	3.0	0.5	<0.1	<0.005	<0.05	(0.07)	0.5	bal.
分析値	0.09	0.05	0.03	0.003	0.002	10.98	0.15	<0.01	2.67	0.40	<0.05	0.0003	0.014	0.204 (0.07)	0.40	bal.



表4.1-1 CMIR-5照射1DS引張試験片の照射条件

照射試験	装荷位置	試験片No.	鋼種	照射温度、°C	照射量 <sup>1)</sup>
CMIR-5	軸-4 (2)-4	L9XS11	1DS	394	1.35
	軸-10 (2)-9	L9XS21	1DS	525	3.56
	軸-14 (2)-12	L9XS31	1DS	539	0.45

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )

表4.2-1 CMIR-5照射1DSリング引張試験片の照射条件

照射試験	装荷位置	試験片No.	鋼種	照射温度、°C	照射量 <sup>1)</sup>
CMIR-5	軸-4 (2)-4	L9XSA	1DS	394	1.35
		L9XSB	1DS		
		L9XSC	1DS		
	軸-10 (2)-9	L9XSE	1DS	520	3.56
		L9XSF	1DS		
		L9XSG	1DS		
	軸-14 (2)-12	L9XSH	1DS	539	0.45
		L9XSJ	1DS		
		L9XSK	1DS		

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )

表4.3-1 CMIR-4照射1DK、1DSバースト試験片の照射条件

照射試験	装荷位置	試験片No.	鋼種	照射温度、°C	照射量 <sup>1)</sup>
CMIR-4	軸-6 (2)-6	H61S11	1DS	450	3.6
	軸-10 (2)-9	H61S21	1DS	580	3.4
	軸-9 (2)-8	H61K11	1DK	542	4.2
	軸-11 (2)-10	H61K21	1DK	605	2.1

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )

表4.4-1 CMIR-4照射1DSニチュア・シャルビ-試験片の照射条件

照射試験	装荷位置	試験片No.	鋼種	照射温度、°C	照射量 <sup>1)</sup>	備考
CMIR-4	軸-1 (2)-1	H6PS3	1DS	373	0.3	T方向 1.5mm角サイズ 10個入
	軸-2 (2)-2	H6PS4	1DS	377	0.5	T方向 1.5mm角サイズ 10個入
	軸-4 (2)-4	H6PSB	1DS	394	1.4	T方向 1.5mm角サイズ 7個入
	5-2	H6PSC	1DS	502	3.8	T方向 1.5mm角サイズ 7個入
	2-2	H6PSF	1DS	572	3.8	T方向 1.5mm角サイズ 7個入
	軸-1 (2)-1	H6PS1	1DS	373	0.3	L方向 1.5mm角サイズ 10個入
	軸-2 (2)-2	H6PS2	1DS	480	0.5	L方向 1.5mm角サイズ 10個入
	軸-4 (2)-4	H6PSA	1DS	520	1.4	L方向 1.5mm角サイズ 7個入

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )

表5.1-1 CMIR-5照射1DS被覆管の引張試験結果

照射区分	装荷位置	試験片 No.	鋼種	照射温度、 ℃	照射量 <sup>1)</sup>	試験温度、 ℃	0.2%耐 力、MPa	引張強さ、 MPa	一様伸び、 %	破断伸び、 %	実測断面 積、mm <sup>2</sup>
CMIR-5	軸-4 (2)-4	L9XS11	1DS	394	1.35	400	1083	1138	2.1	5.7	9.1
	軸-10 (2)-9	L9XS21	1DS	525	3.56	525	857	974	3.6	9.0	9.1
	軸-14 (2)-12	L9XS31	1DS	539	0.45	550	789	936	3.1	9.6	9.1
非照射		1SC	1DS			400	1005	1075	2.9	5.4	9.3
		XS4	1DS			525	728	925	2.5	8.8	9.2
		1SE	1DS			550	658	864	2.3	12.2	9.1

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ )

表5.2-1 CMIR-5照射1DS被覆管のリング引張試験結果

照射区分	装荷位置	試験片 No.	鋼種	照射温度、℃	照射量 <sup>1)</sup>	試験温度、℃	0.2%耐力、MPa	引張強さ、MPa	一様伸び、%	破断伸び、%	実測断面積、mm <sup>2</sup>	備考
CMIR-5	軸-4 (2)-4	L9XSA	1DS	394	1.35	400	測定不可 <sup>2)</sup>	876 <sup>3)</sup>	0.15 <sup>4)</sup>	0.15	1.22	
		L9XSB	1DS				測定不可 <sup>2)</sup>	938 <sup>3)</sup>	0.17 <sup>4)</sup>	0.17	1.27	
		L9XSC	1DS				972	991	0.3	0.4	1.27	
	軸-10 (2)-9	L9XSE	1DS	520	3.56	525	768	801	0.3	0.8	1.27	
		L9XSF	1DS				840	852	0.28	0.32	1.25	
		L9XSG	1DS				857	914	0.5	0.8	1.24	
	軸-14 (2)-12	L9XSH	1DS	539	0.45	550	708	708	0.2	0.3	1.25	
		L9XSJ	1DS				794	815 <sup>3)</sup>	0.4 <sup>4)</sup>	0.4	1.27	
		L9XSK	1DS				702	723	0.4	0.6	1.27	
非照射		XSM	1DS			400	908	985	0.5	0.6	1.27	
		XSN	1DS			525	731	770 <sup>3)</sup>	0.4 <sup>4)</sup>	0.4	1.26	
		XSR	1DS			550	728	765	0.6	1.1	1.26	

1)  $\times 10^{26} \text{n/m}^2$  ( $E > 0.1 \text{MeV}$ )

2) 0.2%耐力取得前に破断。

3) 荷重が極大値を示さずに破断した(塑性不安定(絞り)を示さずに破断した)ため、破断応力を示す。

4) 一様伸び取得前に破断したことから、破断伸びを記載した。

表5.3-1 CMIR-4照射1DK、1DS被覆管のバースト試験結果

照射区分	装荷位置	試験片No.	鋼種	照射温度、 ℃	照射量 <sup>1)</sup>	試験片外 径、mm	試験片内 径、mm	試験片肉 厚、mm	試験温 度、℃	昇圧速度、 kgf/cm <sup>2</sup> /min	破裂周応 力、MPa	破断ひず み <sup>2)</sup> 、%	破断形態
CMIR-4	軸-6、 (2)-6	H61S11	1DS	450	3.6	7.518	6.675	/	450	200	1071	0.48	violent
	軸-10、 (2)-9	H61S21	1DS	580	3.4	7.516	6.671		580	200	757	0.46	violent
	軸-9、 (2)-8	H61K11	1DK	542	4.2	7.516	6.678		550	200	983	0.78	violent
	軸-11、 (2)-10	H61K21	1DK	605	2.1	7.515	6.667		600	200	801	2.19	violent
非照射	/	Z81DS2C	1DS	/	0	7.518	/	0.410	450	200	1002	0.54	violent
		Z81DS1C	1DS		0	7.523		0.429	580	200	719	0.70	violent
		Z81DS1CA	1DS		0	7.520		0.414	500	200	971	0.67	violent
		Z81DK1C	1DK		0	7.513		0.412	550	200	867	0.86	violent
		Z81DK2C	1DK		0	7.512		0.412	600	200	740	2.54	violent

1)  $\times 10^{26} \text{ n/m}^2$  (E>0.1MeV)

2) 破断直前の外径ひずみ

表5.4-1 CMIR-4照射1DSミニチュアシャルピー衝撃試験結果(1.5mm角サイズ)

		全吸収エネルギー、J							
		1DS L方向			1DS T方向				
試験片		H6PS1	H6PS2	H6PSA	H6PS3	H6PS4	H6PSB	H6PSC	H6PSF
照射温度、°C		373	480	520	373	377	394	502	572
照射量*)		0.3	0.5	1.4	0.3	0.5	1.4	3.8	3.8
試験温度、°C	17	0.794	0.706	0.529	0.441	0.480	0.382	0.470	0.382
	-12	0.764	0.549	0.584	0.441	0.411	0.431	0.490	0.363
	-40	0.755	0.676	0.598	0.383	0.381	0.407	0.509	0.298
	-62	0.617	0.696	0.451	0.449	0.391	0.389	0.431	0.255
	-80	0.637	0.421	0.480	0.387	0.304	0.323	0.399	0.211
	-110	0.453	0.402	0.370	0.200	0.259	0.341	0.268	0.169
	-110	0.529	失敗	0.451	0.329	0.292	0.304	0.248	失敗
	40	0.686	0.715						
	42				0.529	0.411			

\*)  $\times 10^{26}$  n/m<sup>2</sup> (E>0.1MeV)

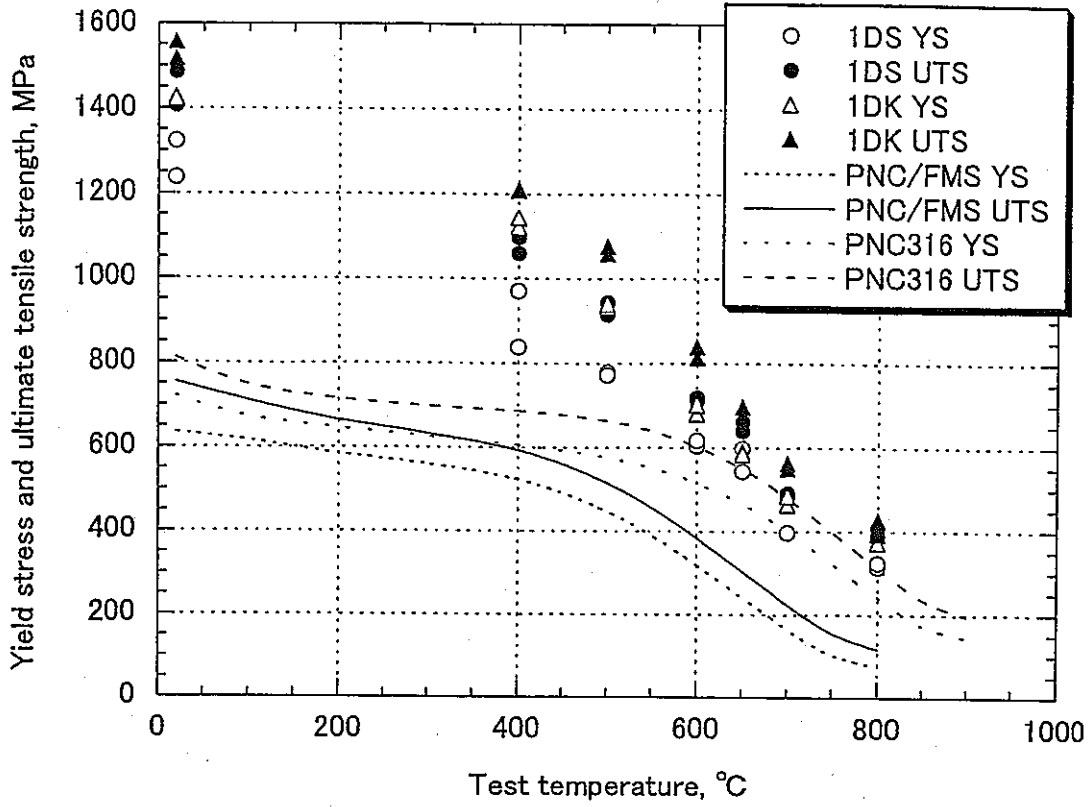


図2.3-1 1DK、1DSの降伏応力、引張強さと温度の関係

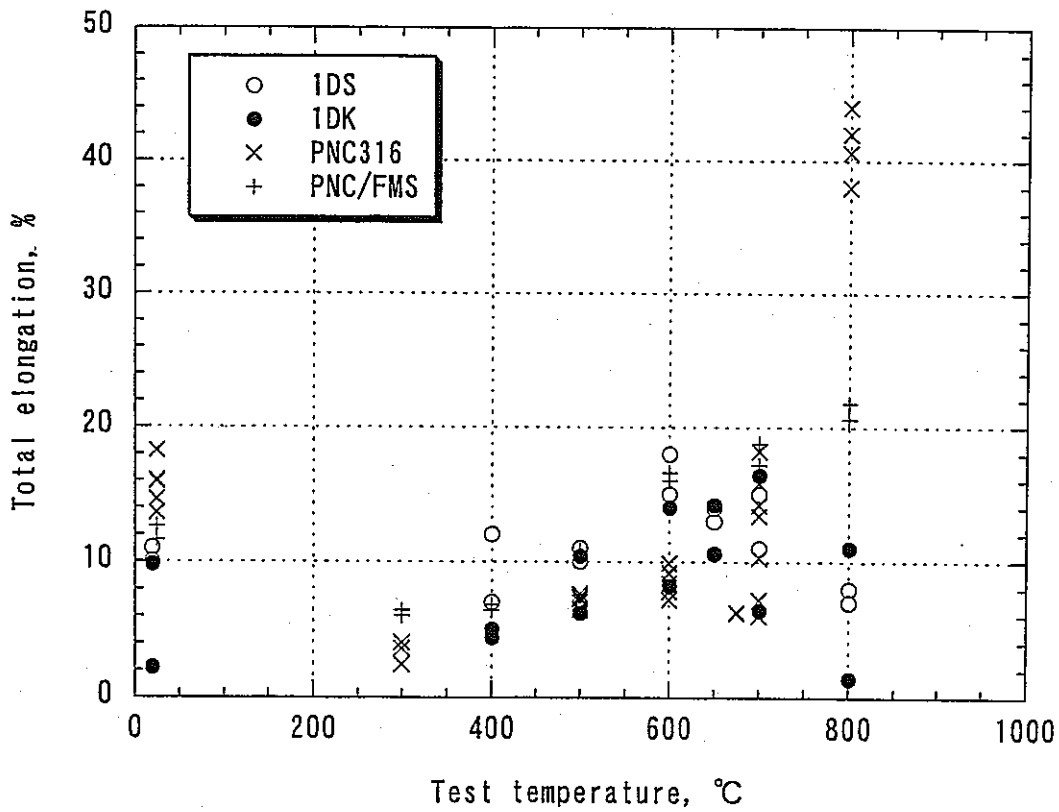


図2.3-2 1DK、1DSの破断伸びと温度の関係

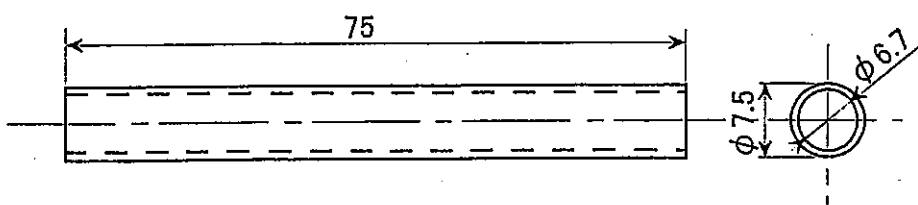


図4.1-1 被覆管試験片 (mm)

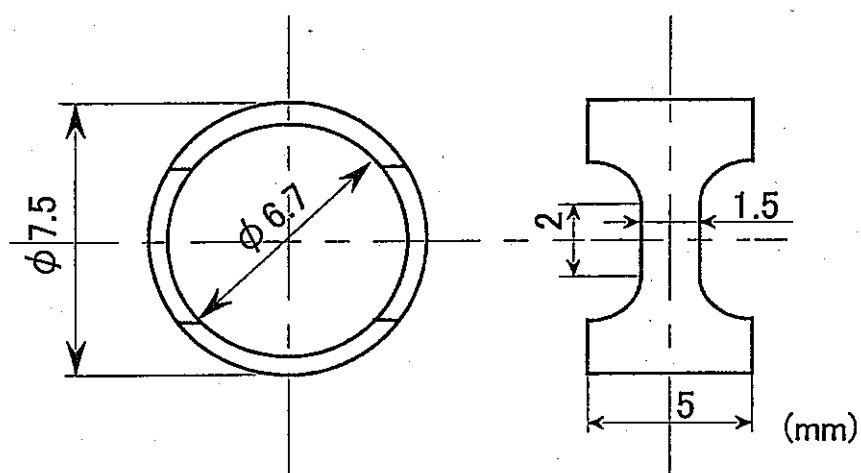


図4.2-1 リング引張試験片

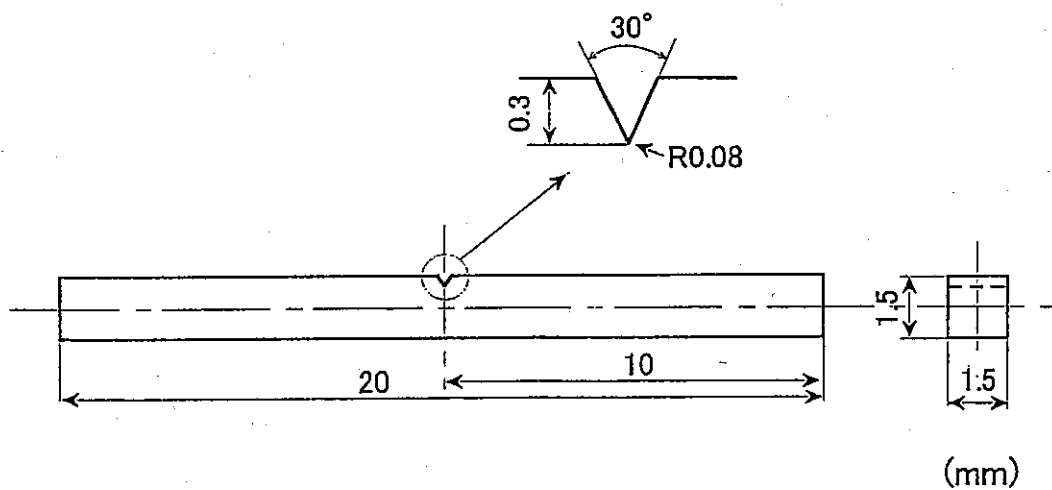


図4.4-1 ミニチュアシャルピー試験片

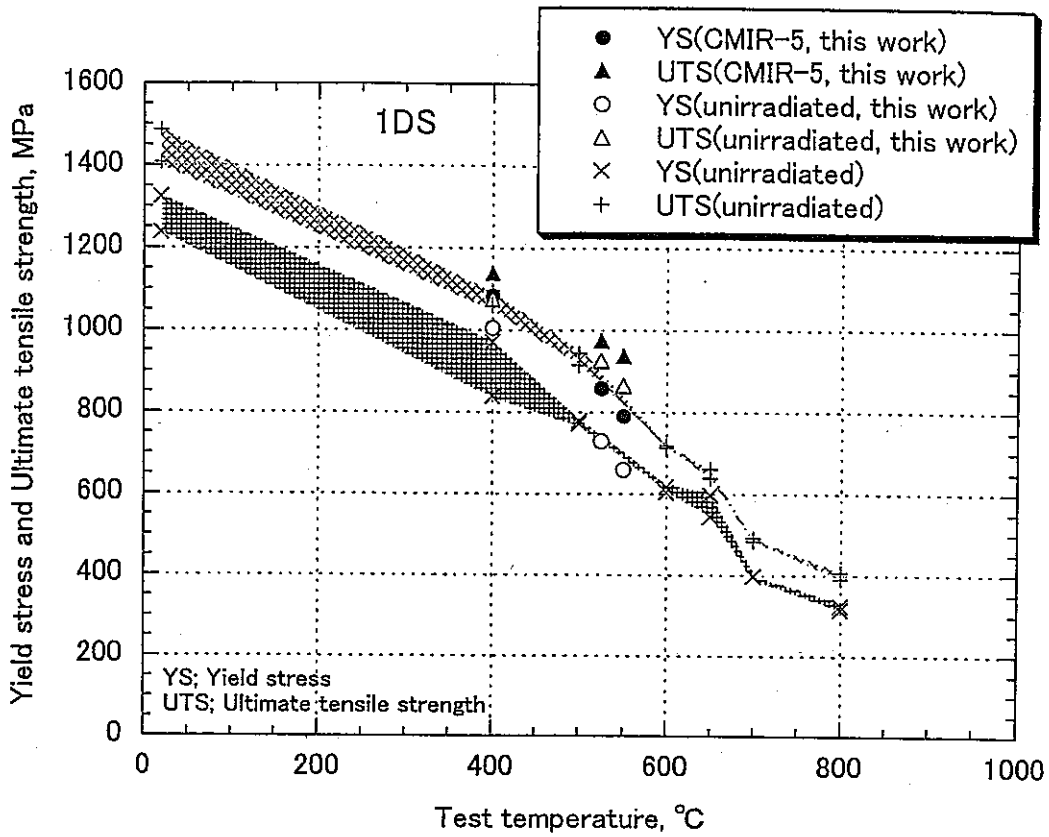


図5.1-1 降伏応力、引張強さと試験温度の関係(1DS 管引張)

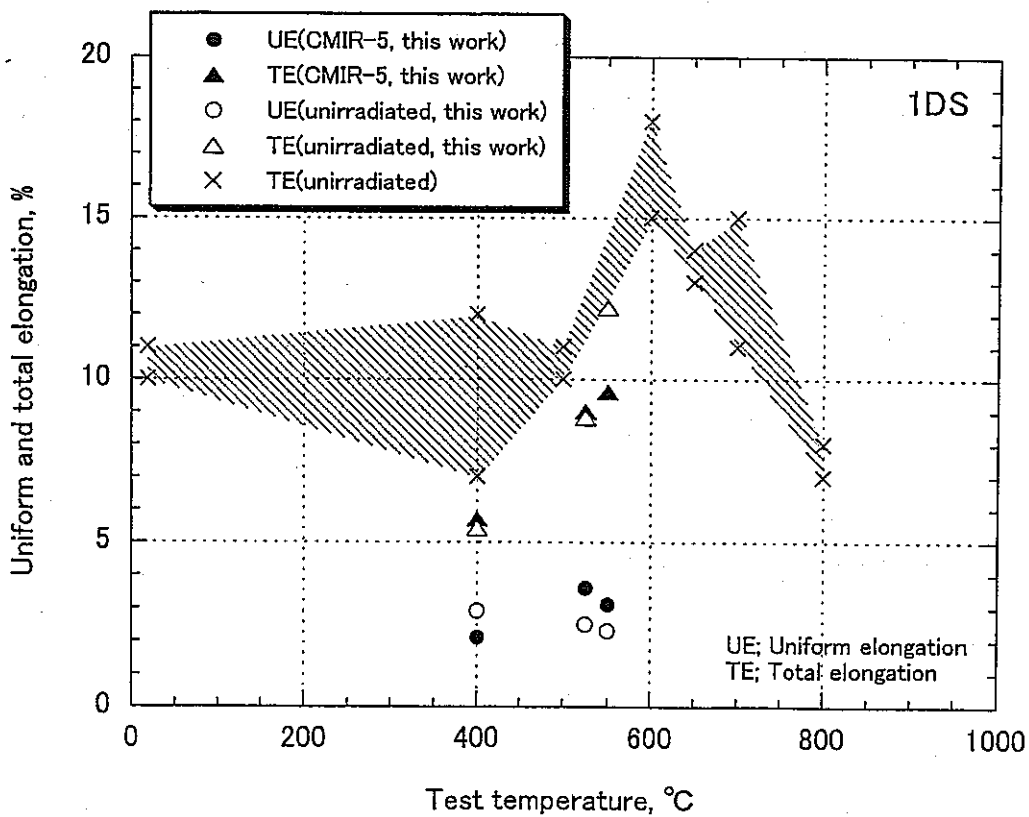


図5.1-2 一様伸び、破断伸びと試験温度の関係(1DS 管引張)



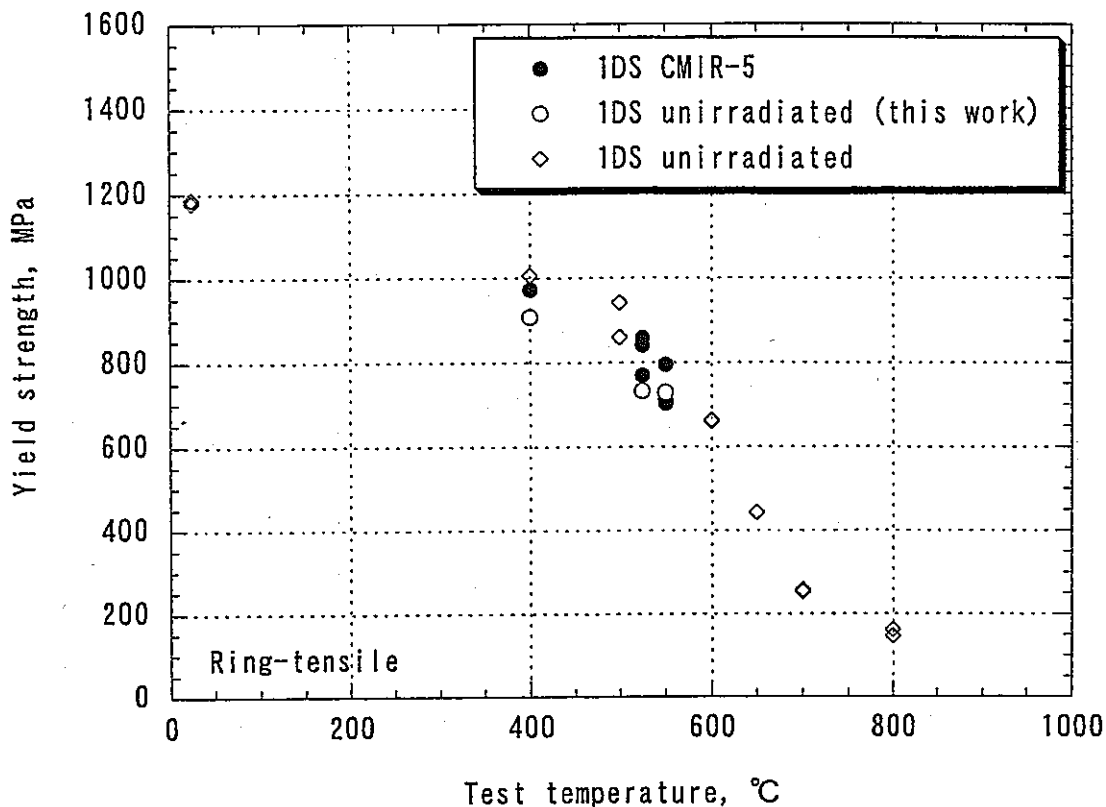


図5.2-1 降伏応力と試験温度の関係(1DS リング引張)

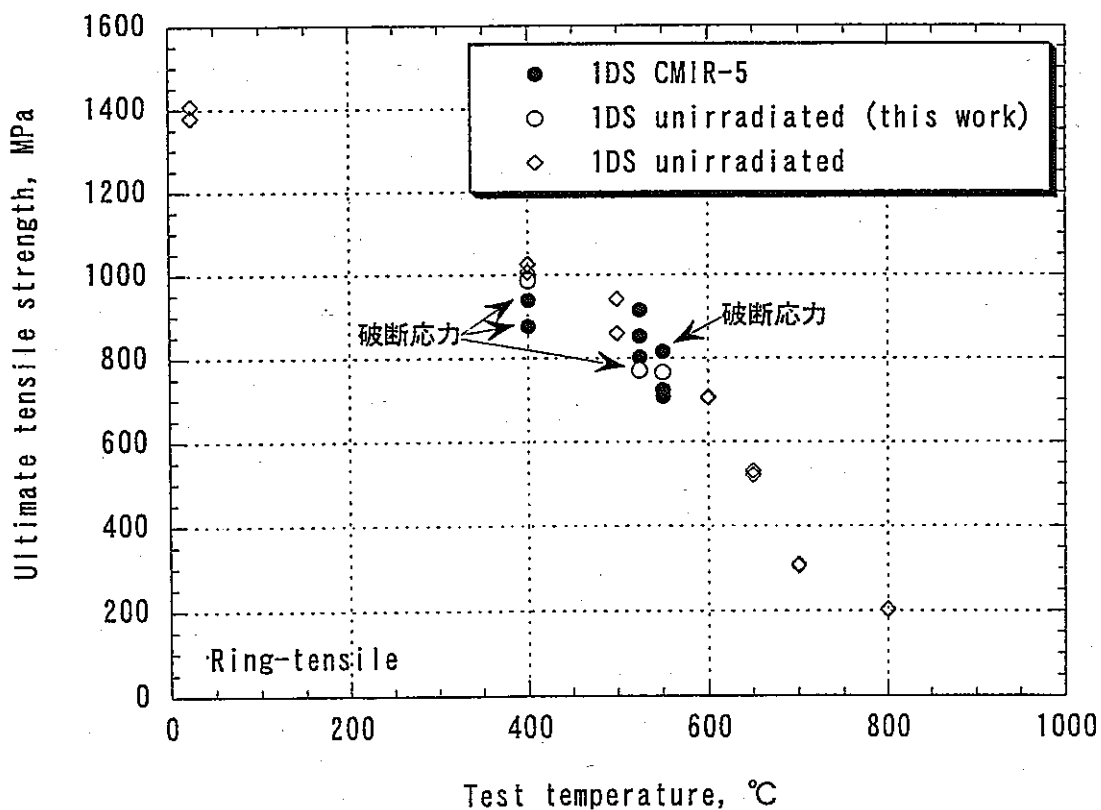


図5.2-2 引張強さと試験温度の関係(1DS リング引張)

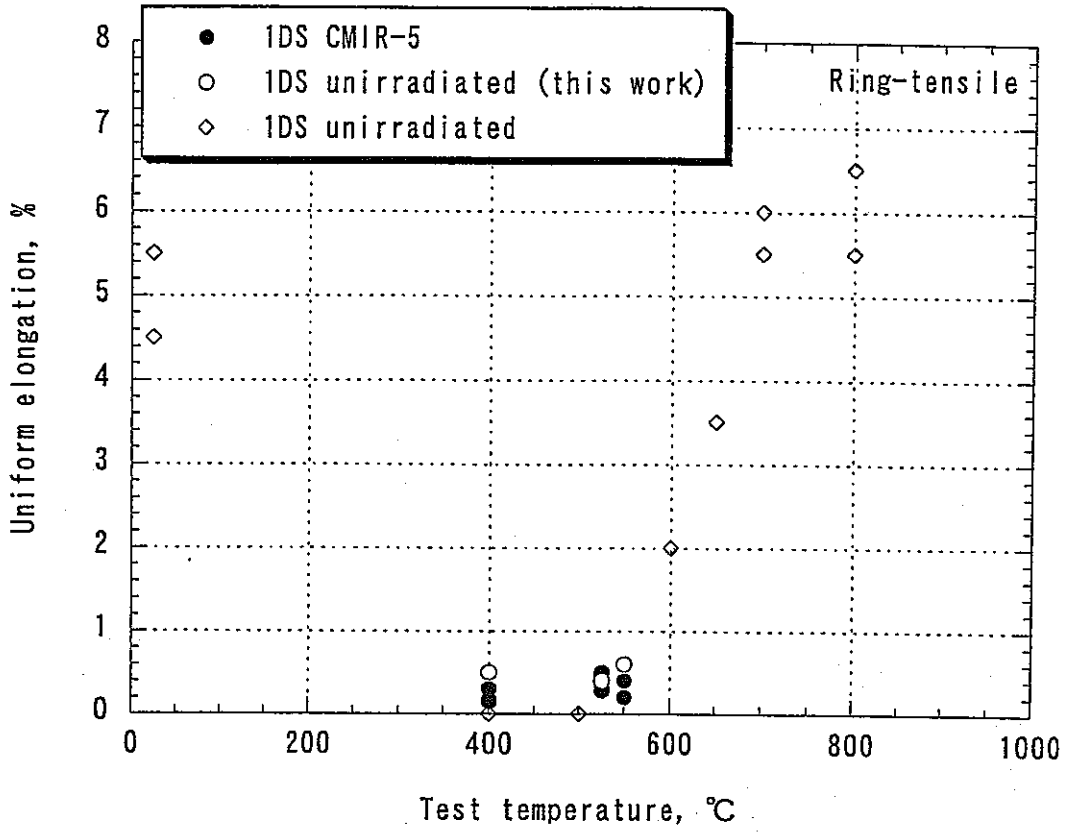


図5.2-3 一様伸びと試験温度の関係(1DS リング引張)

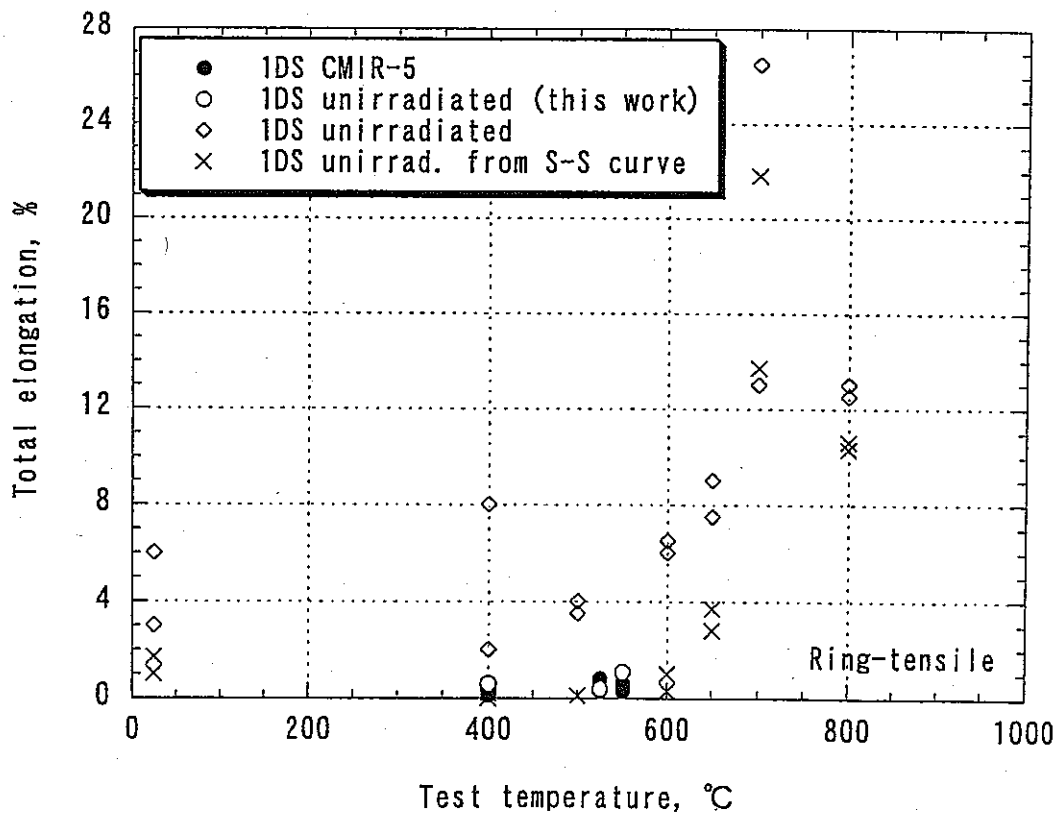


図5.2-4 破断伸びと試験温度の関係(1DS リング引張)

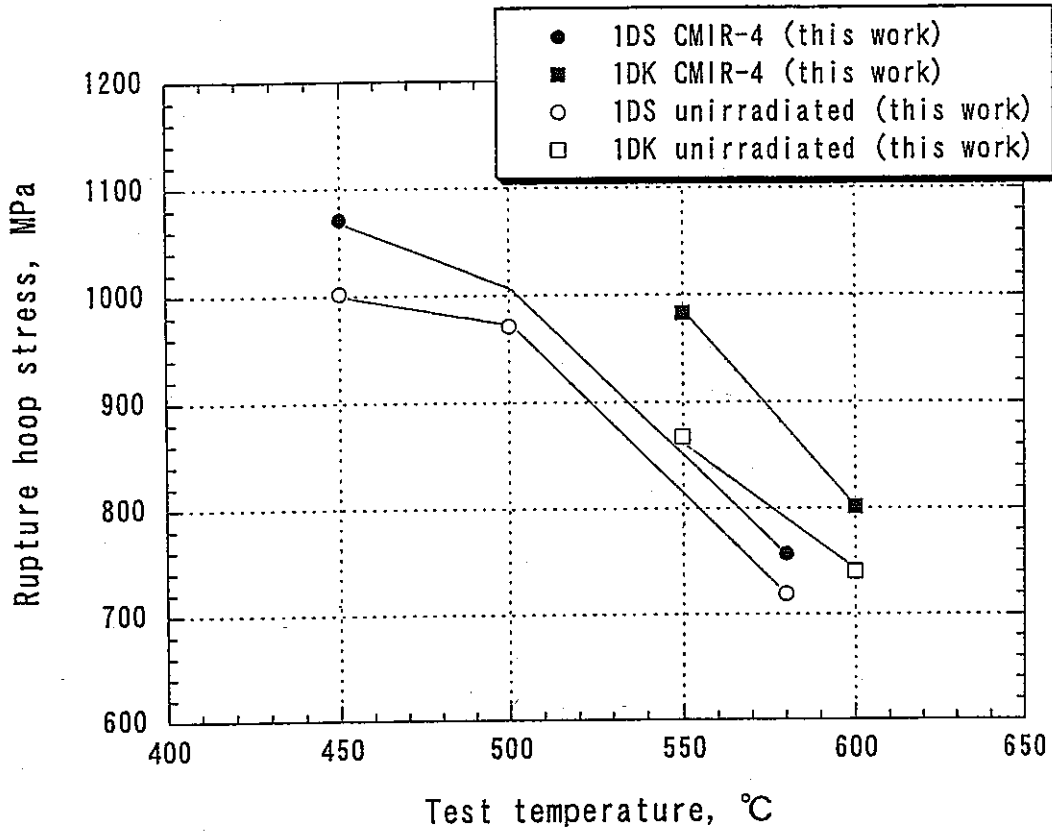


図5.3-1 破裂応力と試験温度の関係(1DS&1DK バースト試験)

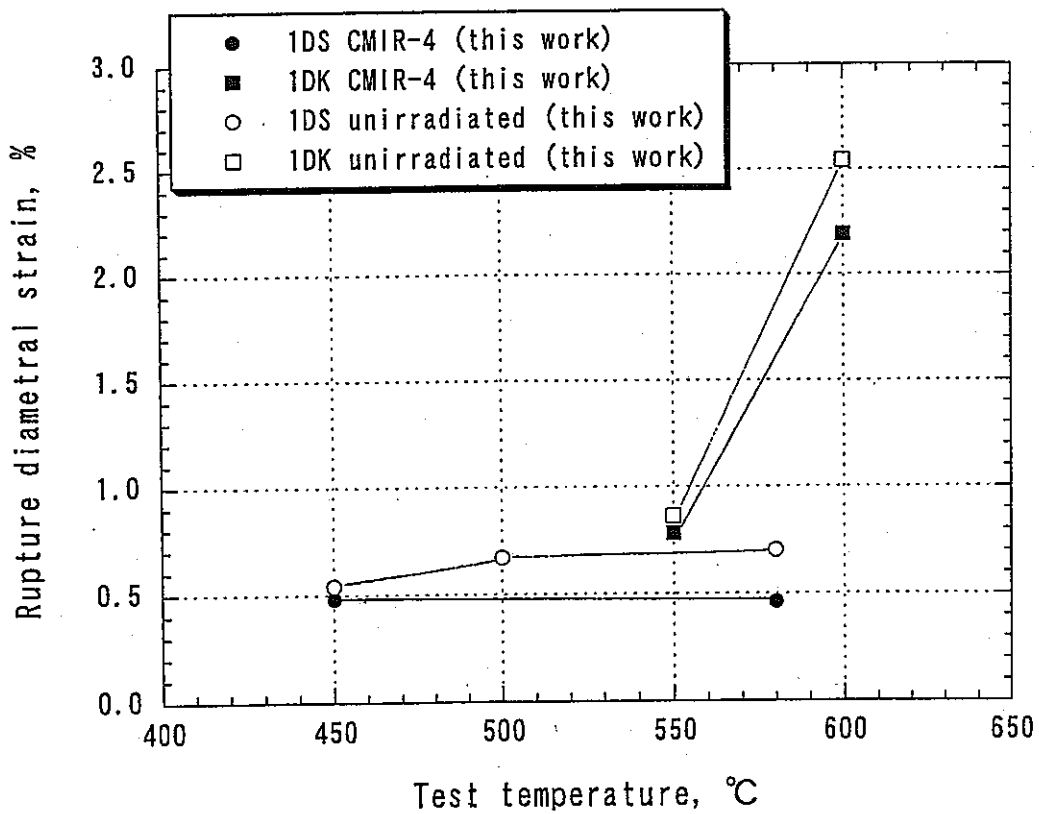


図5.3-2 破裂直前の外径ひずみと試験温度の関係(1DS&1DK バースト試験)

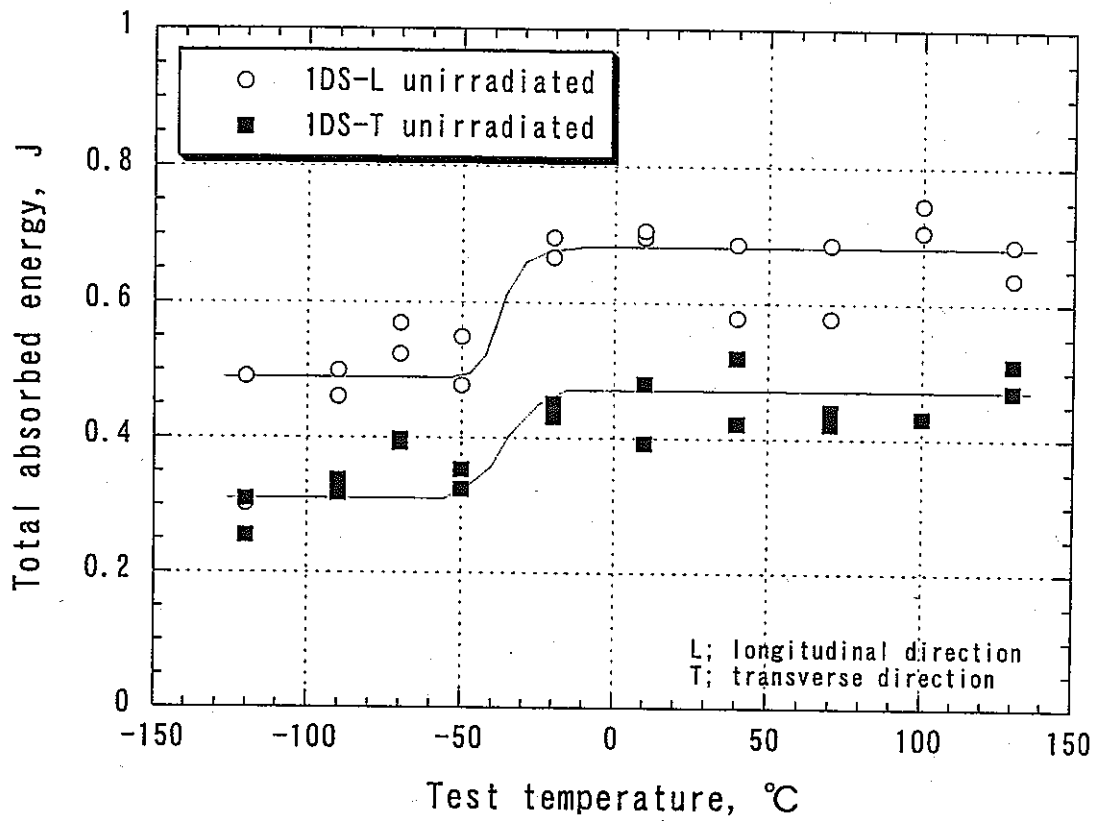


図5.4-1 1DS非照射材の全吸収エネルギーと試験温度の関係  
 (1.5mm角サイズ ミニチュアシャルピー衝撃試験結果)

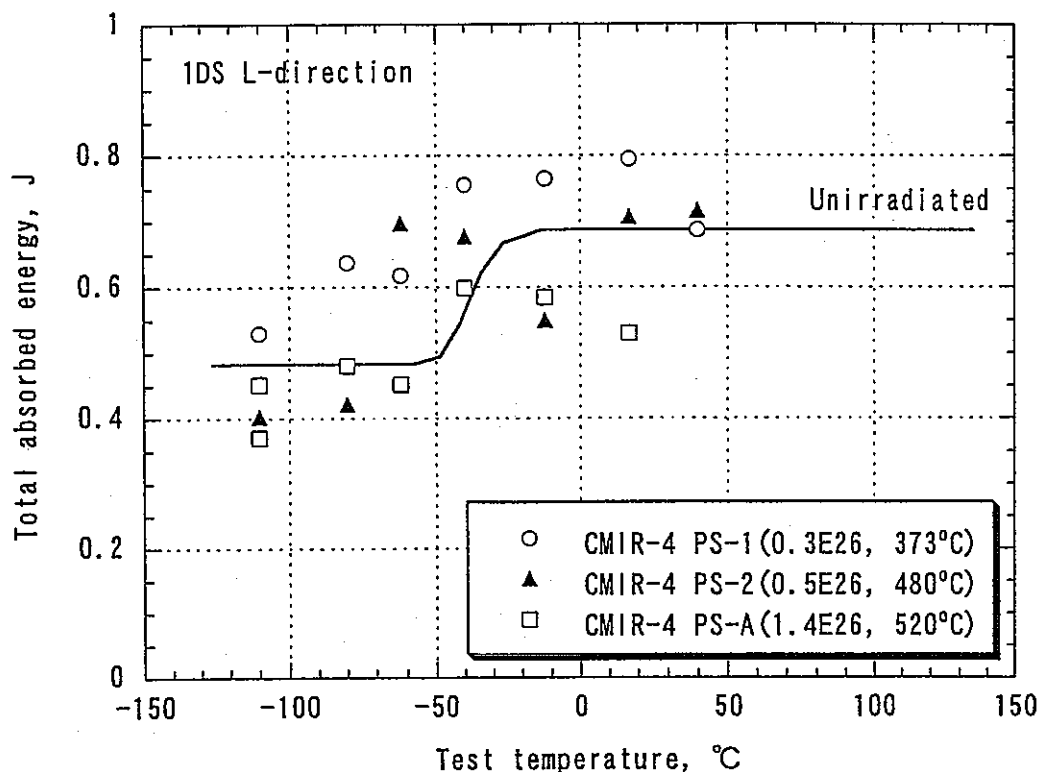


図5.4-2 全吸収エネルギーと試験温度の関係(1DS L方向)  
(CMIR-4 1.5mm角サイズミニチュアシャルピー試験)

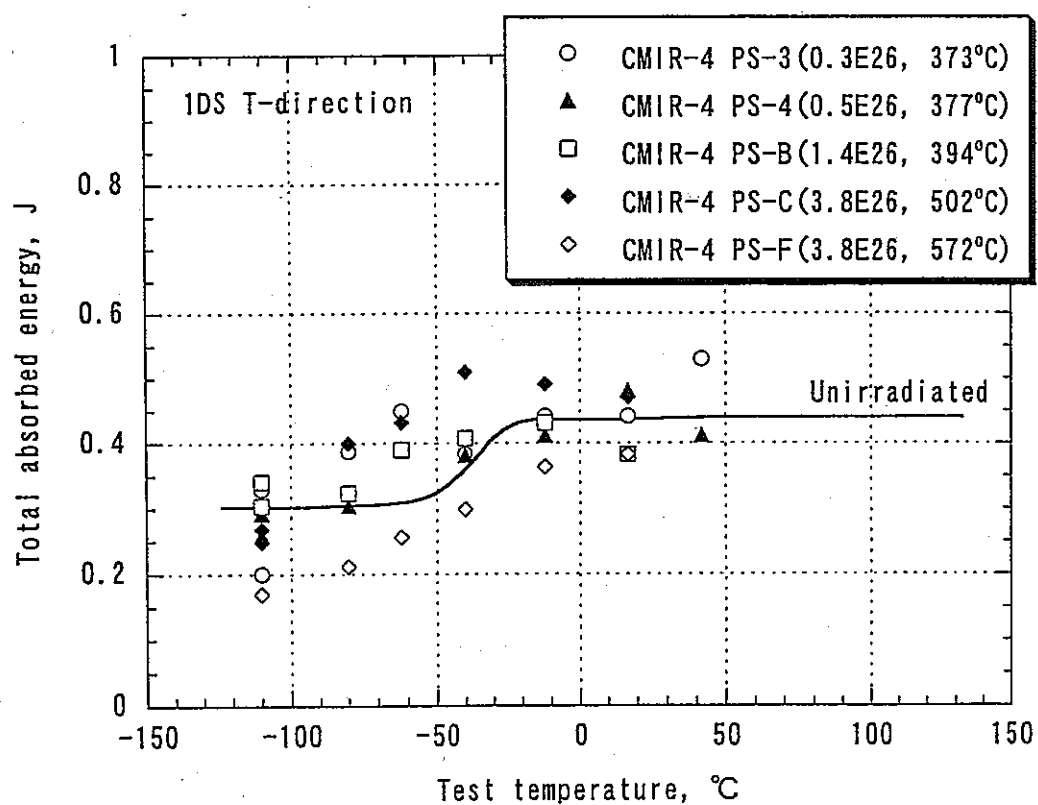


図5.4-3 全吸収エネルギーと試験温度の関係(1DS T方向)  
(CMIR-4 1.5mm角サイズミニチュアシャルピー試験)

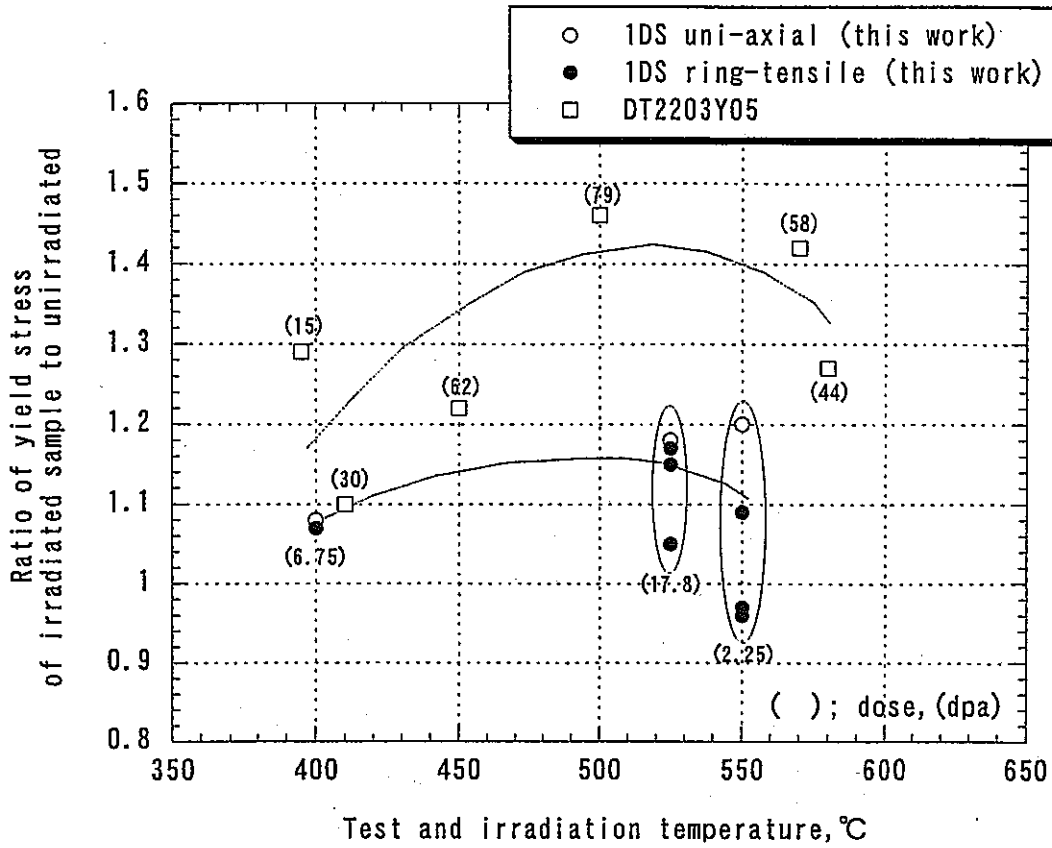


図6.1-1 照射材の降伏応力の非照射材に対する比と温度の関係

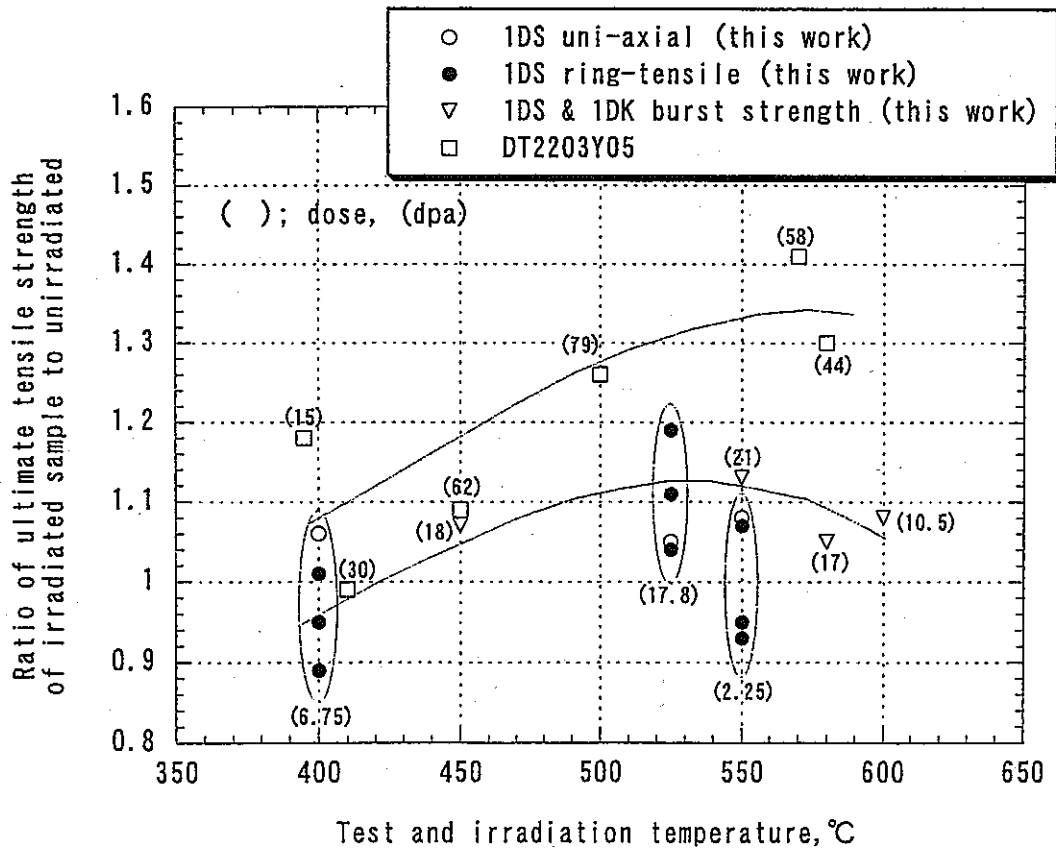


図6.1-2 照射材の引張強さの非照射材に対する比と温度の関係

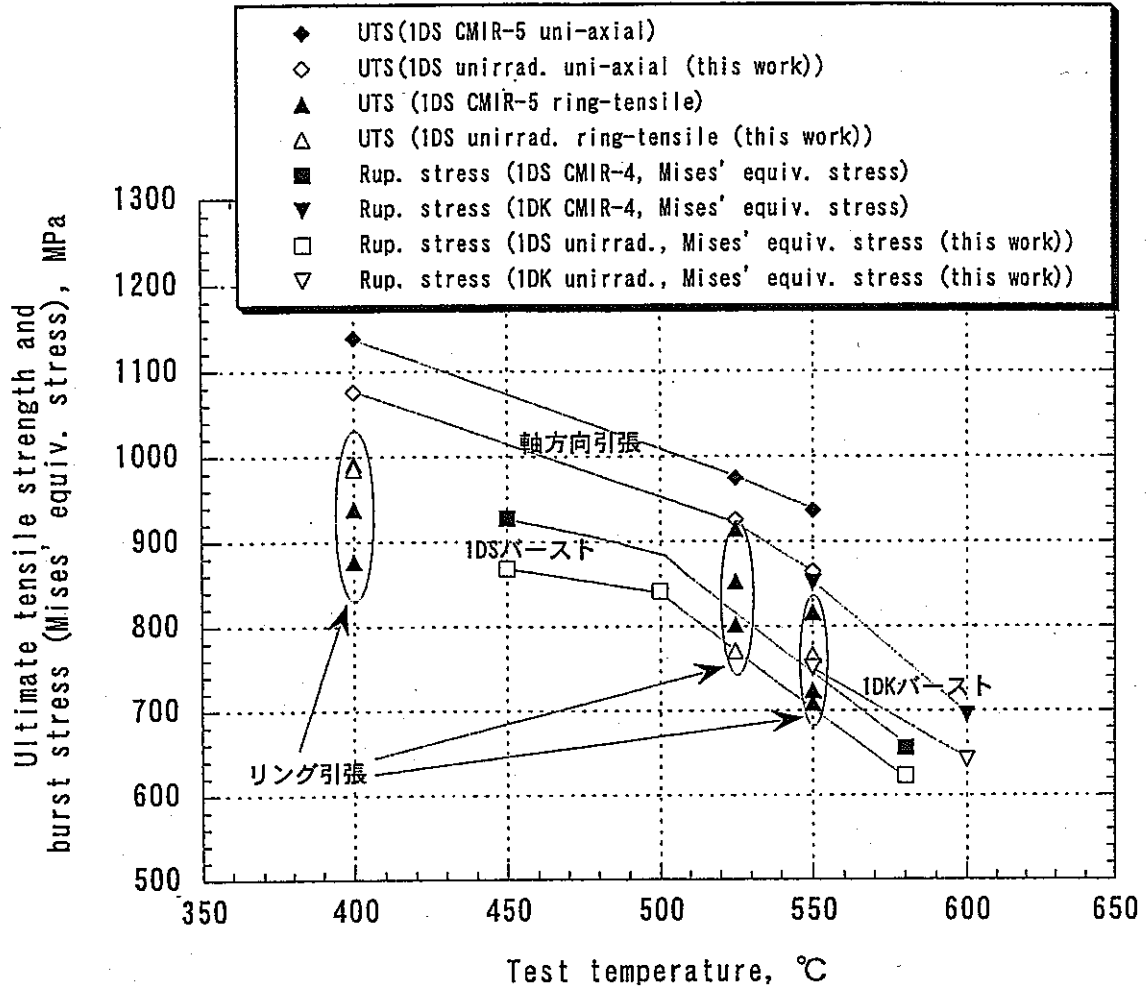


図6.1-3 引張強さと破裂応力(相当応力換算値)の試験温度との関係

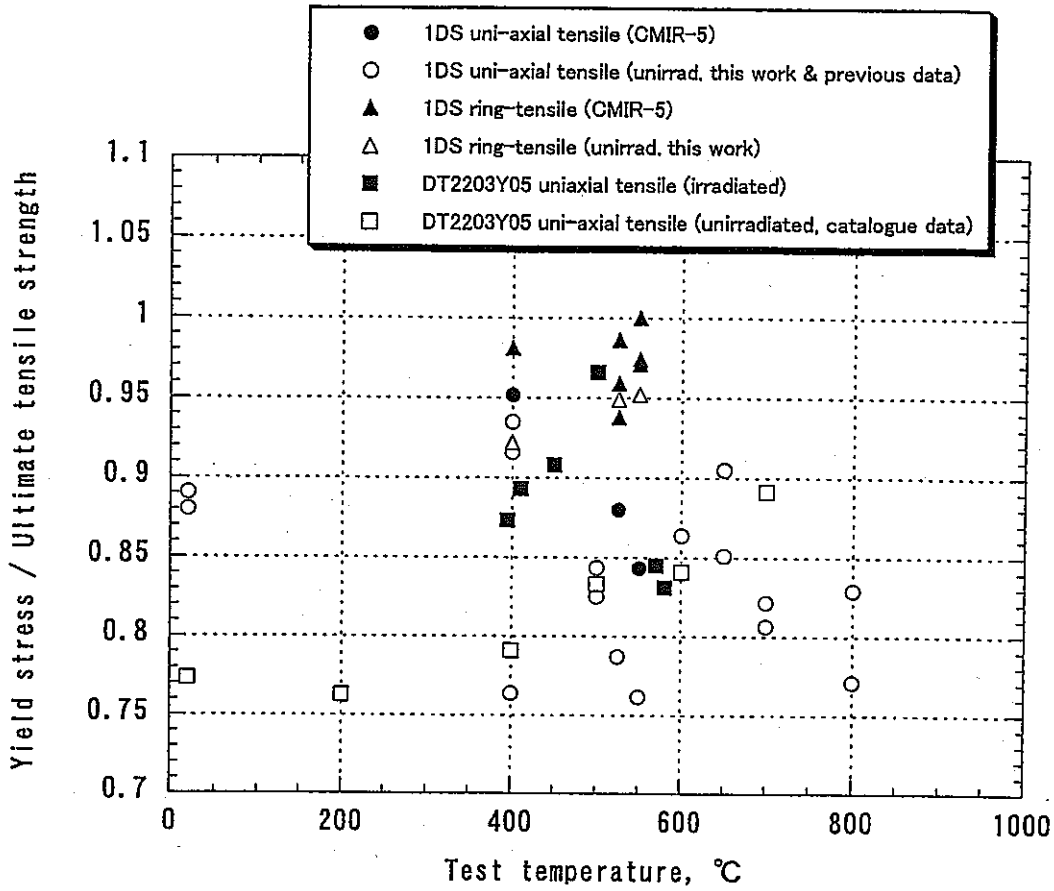


図6.1-4 降伏応力と引張強さの比と試験温度の関係

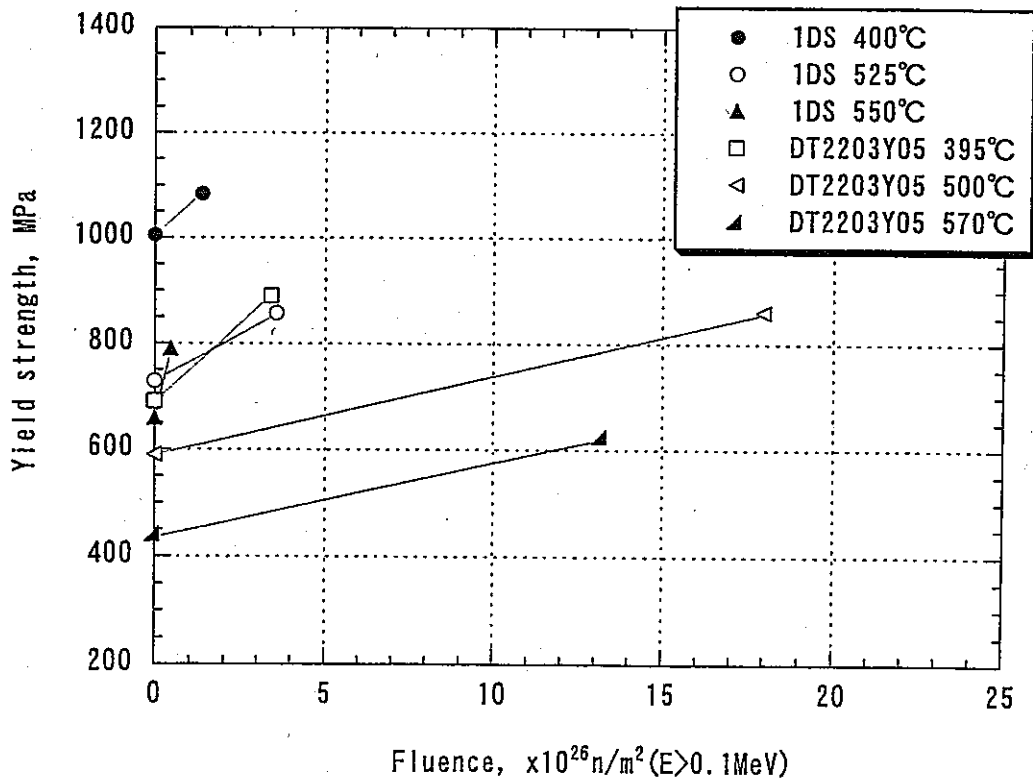


図6.1-5 降伏応力と照射量の関係(管軸方向引張)



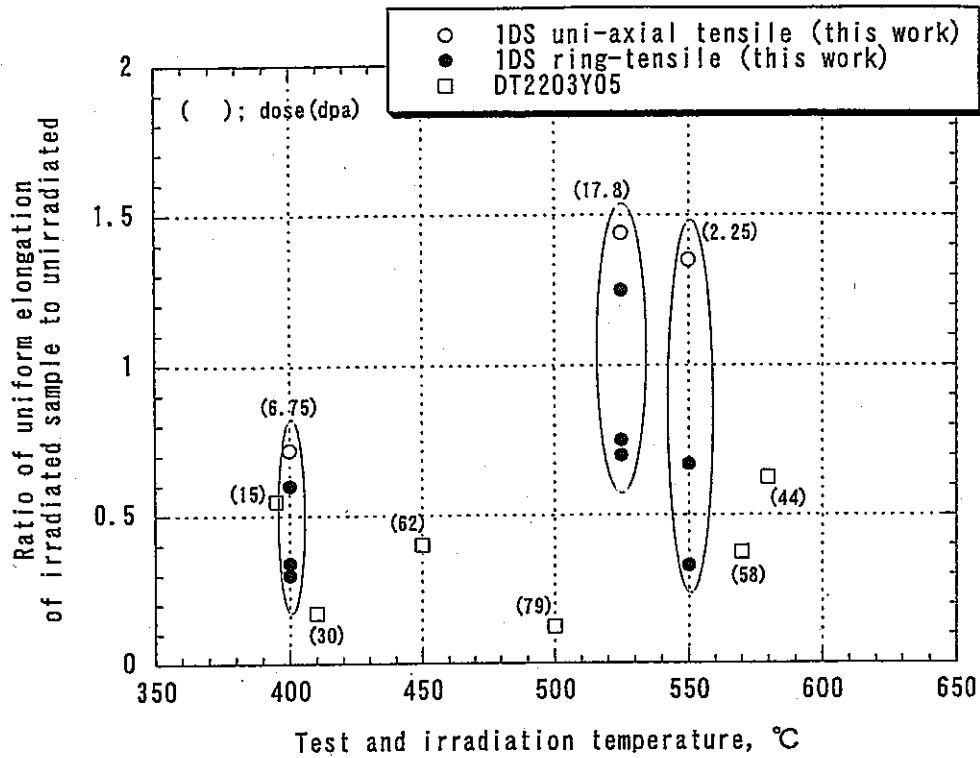


図6.1-6 照射材の一樣伸びの非照射材に対する比と温度の関係

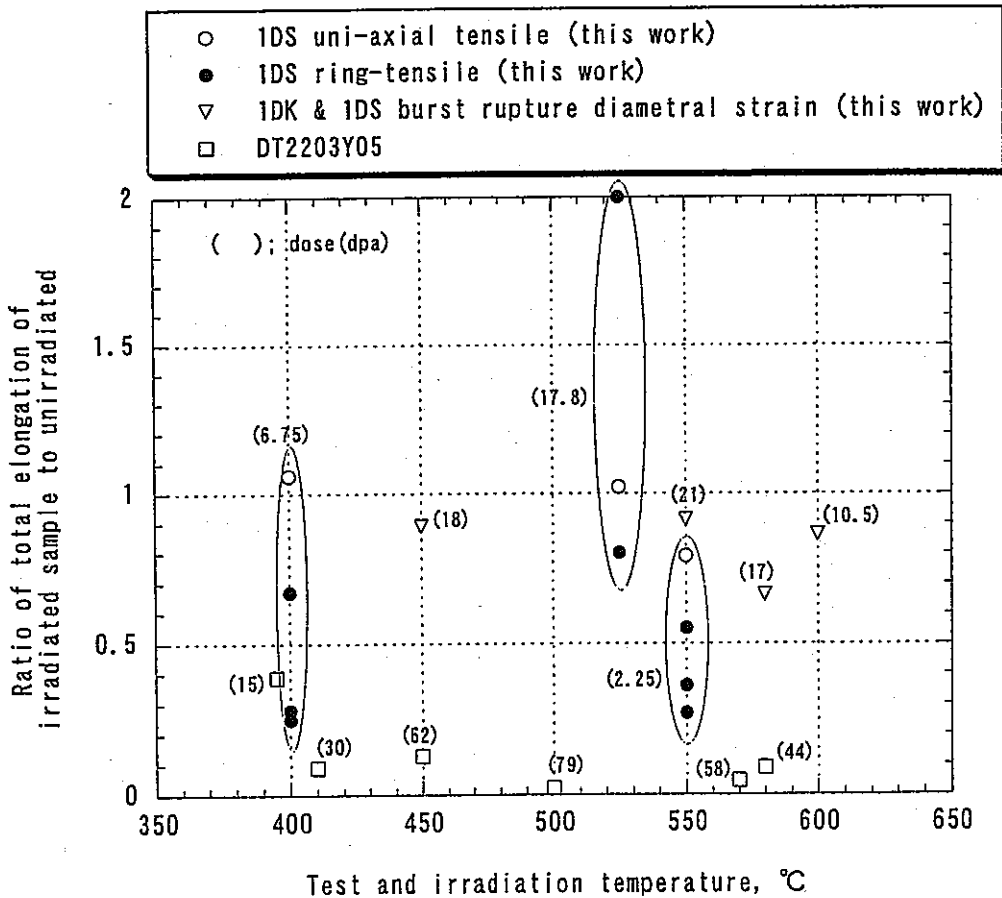


図6.1-7 照射材の破断伸びの非照射材に対する比と温度の関係

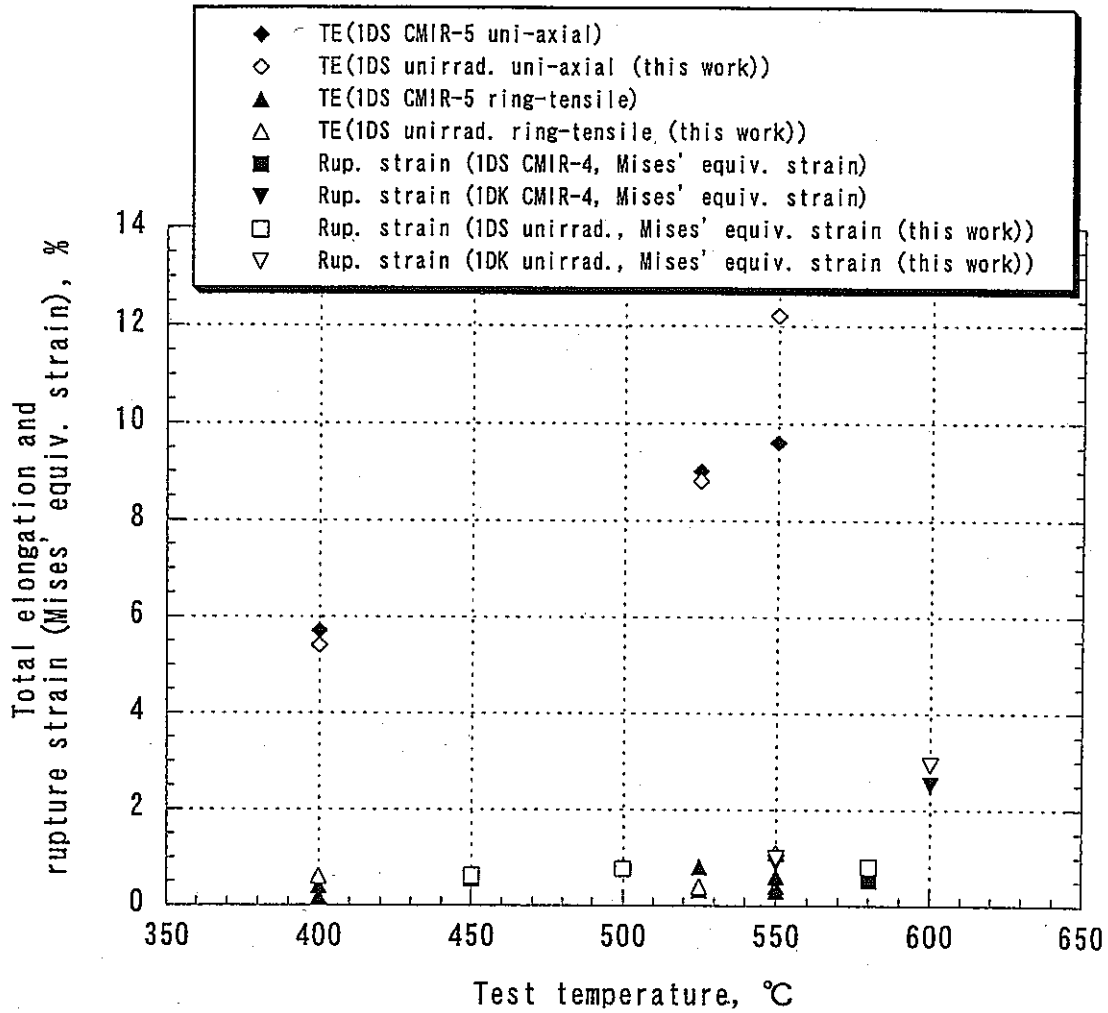


図6.1-8 破断伸びと破裂時外径ひずみ(相当ひずみ換算値)の試験温度との関係

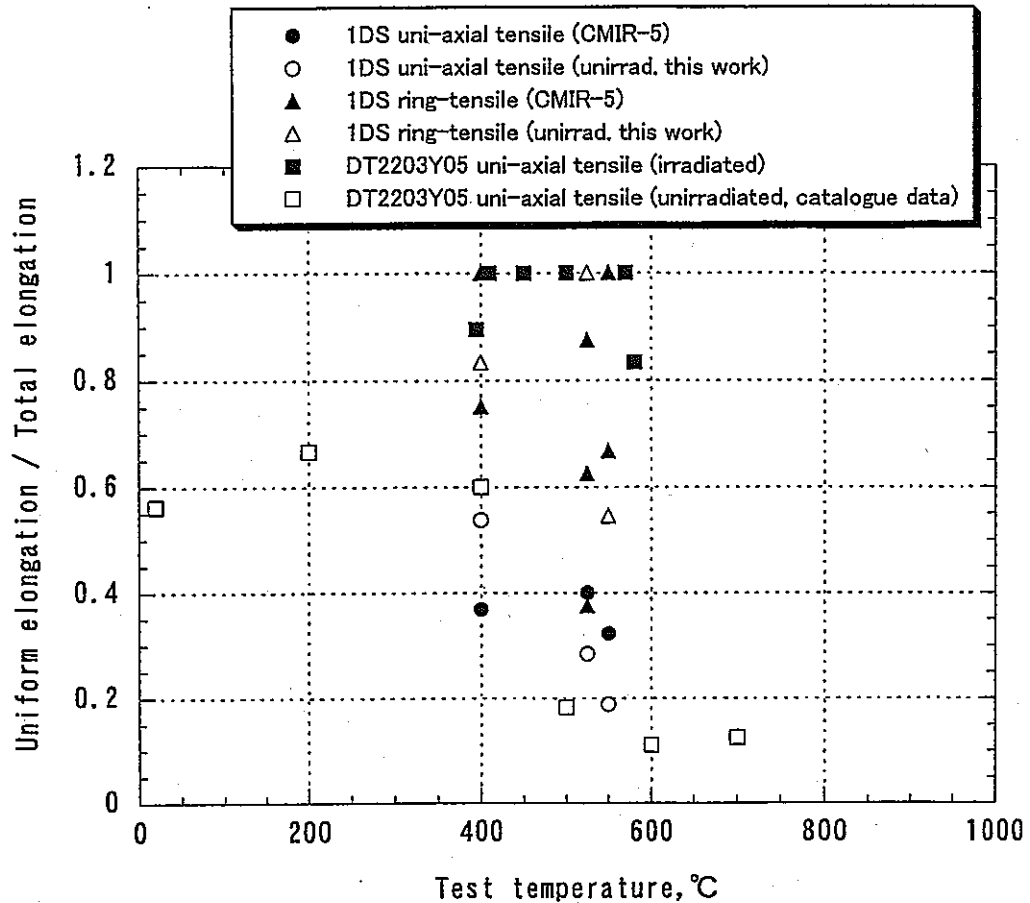


図6.1-9 一様伸びと破断伸びの比と試験温度の関係

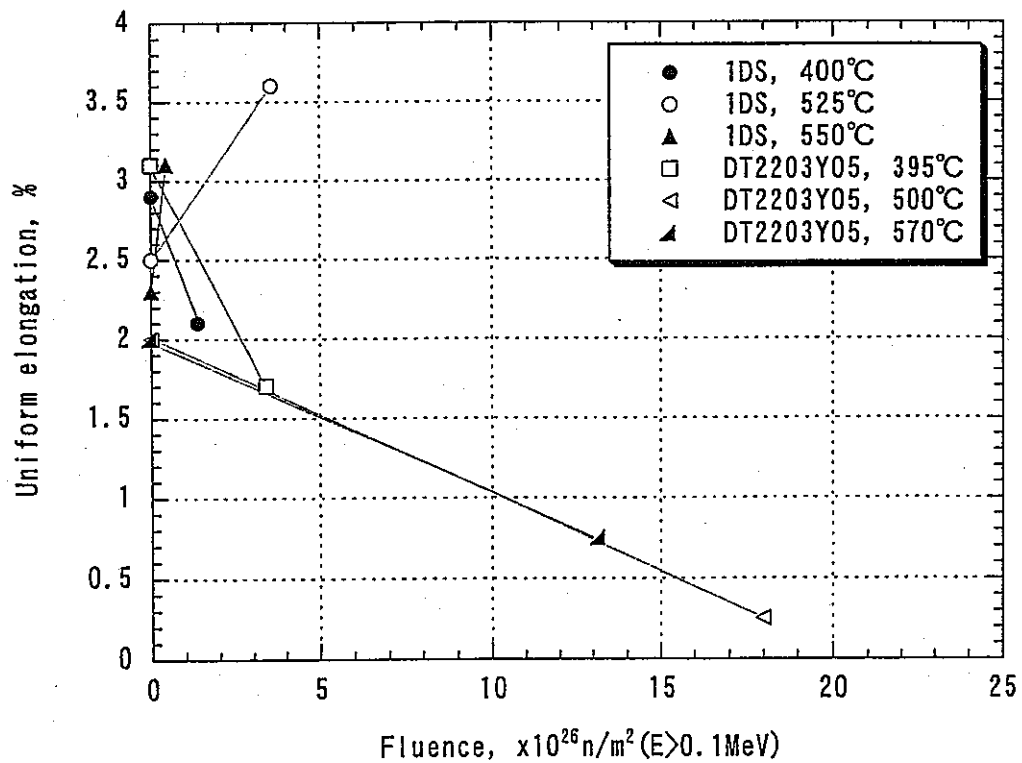


図6.1-10 一様伸びと照射量の関係(管軸方向引張)