

本資料は 年 月 日付で登録区分、

変更する。 02. 3. 20

[技術情報室]

回収クリプトン貯蔵シリンダの健全性評価に関する研究

—ルビジウムによる腐食評価（II）—

昭和59年3月15日

科学技術庁 金属材料技術研究所

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番地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

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験材料	2
2.1 ダブルU-ペンド型試験片	2
2.2 ルビジウム	2
2.3 酸化ルビジウム	2
2.4 水酸化ルビジウム	2
3. 実験方法	3
3.1 グローブボックス	3
3.2 実験条件の設定	3
3.3 ダブルU-ペンド型試験片のRb中への浸せき	3
3.4 ダブルU-ペンド型試験片のRb中からの取出し	4
3.5 ダブルU-ペンド型試験片の評価方法	4
3.6 Rb-O系の熱分析の方法	4
4. 実験結果	6
4.1 Rb溶液の調製	6
4.2 試験片の目視観察	6
4.3 試験片の質量変化	6
4.4 試験片中の炭素,窒素及び酸素の濃度	6
4.5 試験片の表面観察	6
4.6 試験片の表面分析	7
4.7 試験片の断面観察	7
4.8 Rb-O系の熱分析	7
5. 考 察	9
6. まとめ及び今後の実験	11
参 考 文 献	12
図 表	13



配布限定
PNG-SJ 155 84-01
1984年3月

回収クリプトン貯蔵シリンダの健全性評価に関する研究*

一 ルビジウムによる腐食評価(II) 一

鈴木 正**

要 旨

回収クリプトンの高圧貯蔵シリンダの材料として用いられる316Lステンレス鋼は、クリプトン-85の β 崩壊によって生成するルビジウム、クリプトン中の酸素及びシリンダ内の吸着水による液体金属脆化、腐食及び応力腐食が懸念される。この研究は、316Lステンレス鋼のダブルU-ベンド型試験片を用いて実験を行い、316Lステンレス鋼の各種のルビジウム環境下における挙動を調べ、その健全性を評価しようとするものである。

今年度は、ルビジウムならびにルビジウム-酸素、ルビジウム-水酸基及びルビジウム-酸素-水酸基溶液中に316Lステンレス鋼製及び比較用の304ステンレス鋼製のダブルU-ベンド型試験片を浸せきし、2000時間の加熱後、腐食評価を行った。

高純度ルビジウム(200°C)及び水酸基を含むルビジウム(200及び130°C、水酸基約0.6 wt.%)の場合には試験片に変化が認められなかった。この結果から、クリプトン中に酸素の混入がなく、しかもシリンダ中に吸着水がない場合には貯蔵シリンダがほぼ健全なこと、また吸着水がある場合には貯蔵シリンダの使用開始後約半年以降の環境条件下でほぼ健全なことを推定した。

酸素を含むルビジウム(200°C、酸素約5wt.%)及び酸素と水酸基とを含むルビジウム(200°C、酸素約5wt.%, 水酸基約0.7wt.%)の場合には試験片に全面腐食及びピット腐食が認められ、また水酸基を含む場合にはピット腐食が多少増加することが認められた。この結

* 本報告書は科学技術庁金属材料技術研究所が動力炉・核燃料開発事業団の委託により実施した研究の成果である。

** 科学技術庁金属材料技術研究所原子炉材料研究部。

果から、クリプトン中に酸素が混入する場合には全面腐食及びピット腐食を予想する必要があり、同時にシリンダ中に吸着水がある時はさらにピット腐食が増加することがわかつた。

酸素を含むルビジウム中で進む腐食は316L及び304ステンレス鋼の成分元素である鉄及びクロムとルビジウム及び酸素とが関与する酸化反応であると推定した。

また、ルビジウム-酸素系溶液が0°C以下の低い凝固点をもつことがわかつたため、ルビジウム-酸素系のルビジウム側の組成について熱分析を行い、ルビジウム-酸化ルビジウム（恐らく Rb_4O ）系の酸素~9.5 at.%，-14°Cに共晶が存在することも明らかにした。

これらの結果をもとに、U-ベンド型試験片を用いる今後の実験方法、また全面腐食及びピット腐食の原因になる酸素のゲッター材の利用を考察した。

1. 緒 言

クリプトン貯蔵シリンダの健全性に影響を及ぼす因子として、クリプトン-85 (^{85}Kr) の崩壊に伴う β 線、 γ 線の照射及び発熱、生成したルビジウム (Rb), Kr 中の酸素、及びシリンダ中の吸着水による液体金属脆化、腐食及び応力腐食が考えられる。

^{85}Kr は、99.57% の確率で β 崩壊 (エネルギーの最大値 0.687 MeV, 平均値 0.266 MeV) により安定な ^{85}Rb になり、また 0.43% の確率で β 崩壊 (エネルギーの最大値 0.173 MeV, 平均値 0.0475 MeV) により励起状態の ^{85}Rb になり、その後 γ 線 (エネルギー 0.514 MeV) を放出して基底状態の ^{85}Rb となる¹⁾。しかし、 β 線及び γ 線のエネルギーが小さいため、シリンダ材料の格子組織から電子が放出されることによる格子欠陥の誘導はないと考えられる。¹⁾

したがって、316 L ステンレス鋼製のシリンダには崩壊熱の発生、生成した Rb, 回収 Kr 中の酸素、及びシリンダ中の吸着水による液体金属脆化、腐食及び応力腐食が検討の対象になる。

すでに、米国の Pinchback²⁾⁻⁴⁾ は、高純度 Rb, 酸素を含む Rb、及び水酸化ルビジウム (RbOH) の飽和水溶液中で、316 ステンレス鋼を含む各種の合金の O-リング型試験片及び WOL 型試験片を用いる実験、低歪速度引張試験などを行い、その結果から貯蔵シリンダ材料の劣化を防ぐため回収 Kr 中の酸素及び水蒸気の濃度の和を 100 vol. ppm 以下にする必要があること、またこの条件のもとで 316 ステンレス鋼が貯蔵シリンダ材料として好ましいことなどを報告している。しかし、実験に用いた Rb-O 溶液中の酸素濃度が不明確であり、水酸基を含む Rb 溶液について実験していない。

本研究では、前年度に準備した試験片、装置などを用い、316 L ステンレス鋼及び比較用の 304 ステンレス鋼のダブル U-ペンド型試験片を高純度 Rb, Rb-O, Rb-OH 及び Rb-O-OH 溶液中に 2000 時間浸せきし、その試験結果から回収 Kr 貯蔵シリンダの健全性の評価を行った。また、報告が全く見当らない Rb-O 系の相図を調べるために、Rb-O 系の Rb 側について熱分析を行って相図の一部を明らかにした。

2. 実験材料

2.1 ダブルU-ベンド型試験片 热間圧延板（厚さ $\frac{1}{2}$ in）から表1に示すようにつくったダブルU-ベンド型試験片を溶接用フィラーメタルで結びつけ、316 Lステンレス鋼製のカプセル内に入れた。カプセルの断面を図1に示す。また、試験片、カプセルなどに用いたステンレス鋼の分析値を表2に示す。

2.2 ルビジウム 米国のK B I社 (Kawecki Beryllco Industries, Inc., A Division of Cabot Corporation) からステンレス鋼シリンドラ入りの高純度Rb (1 lb.入り) を購入した。メーカーの不純物分析値を表3に示す。なお、前報⁵⁾に述べたようにこのRb中の酸素濃度は数10 wt.ppm程度と予想される。

2.3 酸化ルビジウム 米国のMorton Thiokol, Inc. から購入した。前報⁵⁾のように酸化ルビジウムは一般に Rb_2O , Rb_2O_2 , Rb_2O_3 及び RbO_2 の混合物として得られる。購入した酸化ルビジウムも水に溶かすと盛んに気泡を出したため、酸-アルカリ滴定を行ってその酸度を求めた。結果の代表例を表4に示す。酸化ルビジウムには不純物として炭酸ルビジウム (Rb_2CO_3) も含まれ、 Rb_2CO_3 を除けば Rb 及び O のみからなっていると仮定して組成を求めた。表4の結果をもとに、酸化ルビジウム中には CO_3 が 0.8 wt.%，及び Rb_2O よりも過剰の酸素が 17.0 wt.% 含まれ、 Rb_2CO_3 を除けば O / Rb の原子比が 1.76 になるとえた（実験式 $RbO_{1.76}$ ）。

2.4 水酸化ルビジウム 水酸化ルビジウムは一般に水溶液として市販されている。しかし、Rbに水溶液のまま加えるのはむずかしいため、固体の含水水酸化ルビジウムを K B I 社から購入した。酸化ルビジウムと同様に酸-アルカリ滴定を行ってその酸度を求めた（表4）。不純物として Rb_2CO_3 が含まれ、 Rb_2CO_3 を除けば $RbOH$ 及び H_2O のみからなっていると仮定して組成を求めた。表4の結果をもとに、含水ルビジウム中には CO_3 4.1 wt. %，また過剰の H_2O が 15.4 wt.% 含まれ、 Rb_2CO_3 を除けば $H_2O / RbOH$ のモル比が 1.32 になるとえた（実験式 $RbOH \cdot 1.32H_2O$ ）。また、メーカーの不純物分析値を表5に示す。

3. 実験方法

3.1 グローブボックス Rb, 酸化ルビジウム及び水酸化ルビジウムの取扱いはすべて希ガス雰囲気のグローブボックス中で行った。グローブボックス(縦75×横95×高さ110cm)は米国の Vacuum Atmospheres Company 製のもので、その中に入れたアルゴンガスは精製系に連続で循環させ、また付属の冷凍機を用いて内部の温度が過度に上昇しないようにした。アルゴンガス中の酸素及び水蒸気の濃度はそれぞれ 1 vol.ppm 以下に保ち、条件が悪い場合も 2 vol.ppm を越えないようにした。

3.2 実験条件の設定 回収 Kr 貯蔵シリンダについて経過時間、生成する Rb の質量、及び回収 Kr 中に仮定する酸素濃度の関係を表 6⁵⁾ に示す。また、前報に述べた回収 Kr 中の酸素濃度の予想範囲(～10～200 vol.ppm)⁵⁾について経過時間と Rb 中の酸素濃度との関係、及び経過時間と Rb の質量との関係を図 2 に示す。同様に、経過時間、シリンダ中に仮定する水蒸気濃度、及び Rb 中の水酸基濃度の関係を表 7⁵⁾ に、また回収 Kr 中の水蒸気濃度の予想範囲(～48 vol.ppm)⁵⁾について経過時間と Rb 中の水酸基濃度との関係などを図 3 に示す。

図 2 及び 3 をもとに 5 種類の Rb 環境条件を決め、図 1 に示したように 7 種類のダブル U-ペンド型試験片を入れた液体 Rb 及び 4 種類の Rb 溶液(5 本のカプセル)をつくり、表 8 に示すように実験した。

Rb-1 は高純度 Rb を用い、温度は加速実験をねらって 200°C にした。Rb-2 は貯蔵シリンダ中の水蒸気濃度～50 vol.ppm の場合の 0.5 年後を考え、高純度 Rb に水酸基 0.7 wt.% 目標で溶かし、200°C で加熱した。Rb-3 は Kr 中の酸素濃度～200 vol.ppm の場合の 0.5 年後を考え、高純度 Rb に酸素を 5.0 wt.% 目標で溶かし、200°C で加熱した。Rb-4 は Rb-2 の温度を貯蔵シリンダに近い 130°C に変えたものである。また、Rb-5 は貯蔵シリンダ中の水蒸気濃度～50 vol.ppm の場合の 0.5 年後を考えて Rb-3 に水酸基 0.7 wt.% を加え、その他の条件を Rb-3 と同様にした。

3.3 ダブル U-ペンド型試験片の Rb 中への浸せき 操作手順を図 4 に示す。Rb シリンダはマントルヒータを巻き、これとハンドドライアとで加熱し、アルゴンガス圧を加えて Rb を押し出す。カプセル中にとった Rb は電子天秤(感度 ± 10 mg)を用いて秤量し、Rb を液体にし、あらかじめ秤量した酸化ルビジウム及び含水酸化ルビジウムを少しづつ投入し、

ホットスターで加熱及びかき混ぜを行つてできるだけ均一な液体にした。つぎに、フィラーメタルでくくりつけたU-ペンド型試験片を溶液中に入れ、ふたをのせ、回転溶接台で3回転／分の速さで回転させながら約140Aの電流でTIG溶接をした。グローブボックスからカプセルを取り出し、その胴部に熱電対をくくりつけ、加熱装置中で所定温度に加熱した。

3.4 ダブルU-ペンド型試験片のRb中からの取出し 操作手順を図5に示す。あらかじめ切り込みを入れた後、グローブボックス内でカプセルを切断し、Rb溶液が固化していれば加熱しながら試験片を取出した。試験片及びRbが入ったカプセルは戸外に持出し、アルコールを加え、Rbをアルコレートに変えて溶解させた。このさい、穏やかに反応させるため最初にイソプロピルアルコールを、ついでエチルアルコールを用いた。試験片は流水で2時間以上洗浄し、超音波で水洗浄し、アセトンで乾燥させた後、真空デシケータ中に保存した。

3.5 ダブルU-ペンド型試験片の評価方法

Rb中への浸せき前後の試験片について下記項目の評価を行つた。

- (1) 目視観察(試験片全体)
- (2) 質量測定(試験片全体)
- (3) 炭素、窒素及び酸素の分析(試験片の外側板湾曲部)
- (4) 走査型電子顕微鏡(SEM)を用いる表面観察(試験片の外側板湾曲開始部)
- (5) エネルギー分散型X線分析装置(EDAX)を用いる表面分析(試験片の外側板湾曲開始部)
- (6) 光学顕微鏡(OM)を用いる断面観察(試験片の外側板湾曲開始部)

図6にダブルU-ペンド型試験片の詳細、外側板湾曲部及び外側板湾曲開始部を示す。

なお、項目(4)～(6)は試験片の外側板の湾曲開始部について調べたが、これは一般にU-ペンド型試験片の割れがこの部分でもっとも起こりやすいためである。

3.6 Rb-O系の熱分析の方法 図7に熱分析装置を示す。グローブボックス内で秤量したRb(～4g)またはRbと酸化ルビジウムの混合物を、底の付近の内径が14mmのパイレックスガラス容器に入れた。つぎに、ガス管、及び316ステンレス鋼でシースされた外径1.0mmのクロメル-アルメル熱電対のついたパイレックスガラスの蓋を取りつけ、グローブボックスの外へ出し、アルゴンと酸素の管をつけた真空装置に接続した。

装置内を充分に排気し、ガスだめ(52ml)のバイレックスガラス容器側コックを閉じた。あらかじめ計算した量の酸素を真空計を見ながら所定圧まで入れ、ガスだめのコックを閉じた。ガスだめ中の酸素を真空ゴムホース両端のコックを交互に開閉することにより徐々に容器内へ移し、Rbと反応させた。反応が終ってから装置全体にアルゴンガス(純度99.999%，～1.0気圧)を入れた後、熱分析を行った。

相変態温度は、アルゴンガス下で溶融させたRb-Oを冷却することにより得た。電気炉、及び塩化カルシウムと氷の混合物の寒剤を入れた魔法びんを用い、約±0.6℃の温度精度で温度一時間曲線を記録した。RbとRbO_{1.76}からつくった溶液の場合を除いてそれぞれの測定の前に適当な量の酸素をRb、またはRb-O溶液に加えた。熱分析は、加熱、冷却によりそれぞれの溶液について2回以上くりかえし行った。

4. 実験結果

4.1 Rb溶液の調製 液体Rb中に酸化ルビジウム($RbO_{1.76}$)及び含水水酸化ルビジウム($RbOH \cdot 1.32H_2O$)を溶かす場合に、Rbは還元剤、また $RbO_{1.76}$ 及び $RbOH \cdot 1.32H_2O$ は酸化剤の関係になるため、酸化剤を徐々に加えて突然あるいは爆発が起こらないようにした。Rbの融点は39℃を示し、文献値⁵⁾に一致したが、酸素が溶解していくと0℃以下の凝固点を示すことがわかった。

4.2 試験片の目視観察 Rb溶液から取出した試験片はRbで被覆されているため、アルコール及び水を用いる充分な洗浄が必要である。 $Rb-1$, 2 及び 4 の試験片は洗浄が容易で、外観も浸せき前に比べてほとんど変化がなかった。一方、 $Rb-3$ 及び 5 の試験片は表面が暗色のうすい被膜で覆われ、洗浄水が中性になるまでに長い時間を必要とした。

4.3 試験片の質量変化 $Rb-1$ から $Rb-5$ の各試験片についてRb中の浸せきによる質量減少を調べた。単位表面積当たりの質量減少、及び密度を 8.0 g/cm^3 と仮定して求めた表面の損耗量を表9及び図8に示す。試験片の表面積は、板が重なり合った部分を無視し、いずれの試験片についても 35 cm^2 になると仮定した。

$Rb-1$, 2 及び 4 では質量減少がほとんど認められない。一方、 $Rb-3$ 及び 5 では質量減少～ $1.5-5\text{ mg/cm}^2$ (損耗量～ $2-6\mu\text{m}$)が認められる。なお、 $Rb-3$ の試験片中で $06P03$ 及び $04P03$ 、及び $Rb-5$ の試験片中で $06P05$ 及び $04P05$ はRb溶液中に充分浸せきされていなかったが、他の試験片との著しい差は認められない。また、 $Rb-3$ と $Rb-5$ との環境の違いによる差、試験片の組成及び履歴の違いによる差もはつきりしない。

4.4 試験片中の炭素、窒素及び酸素の濃度 受入れのままの試験片、腐食しなかった試験片($Rb-1$)及び腐食した試験片($Rb-3$)についてC、N及びOの濃度を求めた(図9)。いずれの試験片も浸せき前に比べてC及びNの濃度はほとんど変化しないが、 $Rb-3$ ではOが増加している。このため、 $Rb-3$ の試験片の表面に認められた暗色の被膜は酸化物と考えた。

4.5 試験片の表面観察 図10から15に浸せき前後の試験片表面のSEM写真を示す。なお、溶接材(06W)はU型外板の底の溶接部の写真である。

図10(浸せき前)から、U-ペンド型試験片の曲線部表面が平滑でないことがわかり、スリップバンドも認められる。

図11(Rb-1), 12(Rb-2)及び14(Rb-4)から, 浸せき後の試験片はいずれもほとんど変化していないことがわかる。

図13(Rb-3)及び15(Rb-5)から, 浸せき後の試験片はいずれも全面が腐食され, また一部の試験片を除いてピット状の腐食が認められる。また, ピット状の腐食はRb-5で増加している。

4.6 試験片の表面分析

表10にRb中に浸せきしない試験片, 並びに明らかに腐食が認められたRb-3及び5の試験片表面の金属元素の濃度を示す。これはEDAXを用いて表面 $\sim 0.02\text{mm}^2$ を電圧20kVで走査分析した結果である。なお, 溶接材(0.6W)は外側板の底の溶接溶融部について調べた。

表10から, いずれの試験片についても浸せき前よりCrが増加してFeが減少し, Si, Mo, Mn及びNiはほとんど変わること, またCrの増加及びFeの減少はそれぞれ約1-3wt.%の範囲にあることがわかる。4.4に述べたように酸素濃度が増加しているため, 試験片の表面には酸化クロムが生成していると考えられる。

4.7 試験片の断面観察

図10から15に浸せき前後の試験片断面の光学顕微鏡写真を示す。

なお, 溶接材(0.6W)は外側板の底の溶接溶融部断面である。

図10(浸せき前)では試験片の曲線部表面が平滑でないこと, また図11(Rb-1), 12(Rb-2)及び14(Rb-4)では表面がほとんど変化していないことがわかる。

図13(Rb-3)及び15(Rb-5)では試験片表面にピットが認められる。一般に深さ約30 μm 以上のピットが生成する場合にピット腐食と呼ばれる。Rb-3では数は少ないが30 μm 程度のものがあり, またRb-5では30 μm 程度のものが多数あるため, Rb中に約5wt.%のOが含まれる場合にはピット腐食が起こることになる。さらに, Rb-3と5とを比べれば, OHも加わる場合にピットの頻度が多く, しかもピットの先端が若干鋭いことがわかる。

Rb-3及び5の溶接材(0.6W)の溶融部及び母材部の断面の光学顕微鏡写真をそれぞれ図16及び17に示す。いずれの場合も溶融部はフライメタルを何回かに分けて肉盛りしていること, 熱影響部がはつきりしないこと, また溶融部及び熱影響部の表面にはとくに著しい変化が認められないことがわかる。

4.8 Rb-O系の熱分析

得られた相変態温度を表11と図18に示した。また, 温度停止の時間の比も示した。 -14 と -11°C に2つの変態が明らかに観察され, また停止温度はかなりばらついたが, 約 $+20^\circ\text{C}$ にも変態が観察された。 -14°C の変態は液相線と図18に示した温度停止の時間をもとに, Rbとルビジウム酸化物(恐らくRb₂O)との間の共晶によるもの

である。液相線は、共晶組成（約 9.5 at.%）より低い酸素濃度では容易に得られたが、高い酸素濃度では求められなかつた。

O が 14 at.% 以上での初晶点は、ほとんど得られなかつたが、これは Rb-O 系の本質的な性質によるものか、またはバイレックスガラス容器及び熱電対のステンレス鋼シーズとの反応から生ずる不純物によるものと考えられる。溶液中の Rb と バイレックスガラス中のナトリウムとの間のイオン交換反応が起こる可能性がある。また、Gadd と Borgstedt⁸⁾ は、500 °C で Cr は Rb-O 系から酸素をうばい、Rb と Cr を含む三成分酸化物を生成することを報告している。Rb と RbO_{1.76} からつくった酸素濃度 14 at.% 以上の Rb-O 溶液を用いると、初晶点は、かろうじて得られた。しかし、RbO_{1.76} は Rb₂CO₃ を含んでおり、酸素と Rb の原子比も正確でないため、それ以上用いなかつた。

Cs-O 系の相図は Cs 濃度が大きい側についてすでに報告され（図 19），¹²⁾ Cs-Cs₂O の間では -2 °C に、また、Cs₂O-Cs₄O の間では 11 °C に共晶温度があり、また Cs₂O は分解する。¹⁰⁻¹²⁾ Rb はアルカリ金属のうちでは Cs に化学的性質がもつとも類似していること、及び図 18 の結果から、ルビジウム酸化物（多分 Rb₇O と Rb₄O）の生成が、Rb-O 系で考えられ、-11 及び +20 °C での温度停止がこれらの酸化物と関係があると思われる。

5. 考 察

Rb-1(高純度Rb)の試験片の評価から、Rb中のO及びOHの濃度が極めて小さい場合には腐食及び割れの徵候が全く認められない。したがって、回収Kr中の酸素及び貯蔵シリンダ中の吸着水量が極めて少なければ、316Lステンレス鋼製シリンダは回収Krガス充てん後の経過時間に關係なく健全であると考えられる。

Rb-2及び4(OH入りRb)の試験片の評価から、酸素濃度は極めて少さいが、OHを含む場合にも腐食及び割れの徵候が認められない。この場合の水酸基濃度は貯蔵シリンダ中に予想される最大水蒸気濃度(~48 vol.ppm)⁵⁾で0.5年後のRb中の水酸基濃度(~0.65wt.%)に近く、一方カプセル内のOHの量は貯蔵シリンダ中に予想されるOHの最大量(~0.055g)の約20倍に近い値である。また、カプセル実験ではRb溶液の調製をクローブボックスのアルゴンガス雰囲気中で行うため、Rbと水との反応により生成する水素ガスがカプセル中にほとんど残らないと思われるが、貯蔵シリンダ中ではモル数でOHの%の水素ガスが生成してシリンダ中に残る。この点で条件が違っているが、水素の量が少ないと、温度が室温よりも高くしかも200℃よりも低いこと、及び316Lステンレス鋼がオーステナイト系合金であることから、水素脆化及び水素アタックは考えられない。したがって、回収Kr中の酸素が極めて少なければ、シリンダ中の吸着水は影響を与えないこと、また経過時間0.5年以上の環境では健全であることがこの実験結果から推定できる。

Rb-3(O入りRb)及びRb-5(O及びOH入りRb)、Rb中に約5wt.%の酸素が含まれる場合には全面腐食及びピット腐食が起こること、とくにOのほかにOHが含まれる場合にはピット腐食が増加することがわかった。

貯蔵シリンダにとって重要なことは割れが発生しないことである。たとえ腐食が進んでも割れの発生及び進展がなければ問題はない。応力腐食割れは一種の局部腐食であり、全面腐食性が強い場合にはむしろ応力腐食割れは起りにくくなる。⁶⁾したがって、回収Kr中に酸素が含まれる場合にはピット腐食が問題である。

前報⁵⁾で述べたように、腐食反応を平衡論で考えれば、ステンレス鋼中のCrはRb-O溶液中で安定なCr₂O₃をつくるため腐食しやすい。しかし、さらに厳密にはステンレス鋼中のCrを含めた金属元素についてRb_xMyO_z(Mはアルカリ金属以外の金属元素)型の三成分酸化物の生成を考えて議論する必要がある。一般に、この種の三成分酸化物は二成分酸化物に比

べて標準生成自由エネルギー ($\mu_{\text{O}_2}^{\circ}$) がより卑な値をもっている ($-\mu_{\text{O}_2}^{\circ}$ が大きい)。たとえば、酸素濃度が非常に小さい液体ナトリウム中で、ステンレス鋼中の Fe は反応の中間体として Na_4FeO_8 を生成し、また Cr は NaCrO_2 を生成してステンレス鋼中の Fe 及び Cr が Na 中へ溶解すると考えられている。⁷⁾ さらに、 Rb_2O の標準生成自由エネルギーが Na_2O のそれよりも貴な値をもつため、平衡論的には Na 中の場合と同様に Rb 中の Fe 及び Cr は Rb_xMyO_z 型の三成分酸化物を生成して Rb 中へ溶解することは考えやすい。

最近、Gadd ら⁸⁾ は Rb-Cr-O 系中の化合物の生成について調べ、Cr が RbCrO_2 , $\text{Rb}_6\text{Cr}_2\text{O}_6$ などを生成して Rb 中の酸素をゲッターすることを明らかにした。この結果は Cr について上述の考察を裏づけるものであり、また Cr がステンレス鋼の腐食に有害な O のゲッターマーになることを示している。

Rb-3 及び 5 の Rb 中の酸素濃度は回収 Kr 中に予想される最大酸素濃度 (~200 vol. ppm) の場合の経過時間約 0.5 年後の Rb 中の酸素濃度に相当する。また、酸素の量は回収 Kr 中に予想される最大値 (~0.41 g) の約 20 倍である。また、Rb-5 の Rb 中の水酸基濃度は Rb-2 及び 4 の場合と同様に約 0.5 年後の Rb 中の水酸基濃度に近く、その量は貯蔵シリンドラに予想される量の約 20 倍に近い値である。したがって、Rb-3 及び 5 は O 及び OH の濃度では貯蔵シリンドラの 0.5 年以降を模擬するが、量では貯蔵シリンドラの予想量に比べ著しく大きい。今後の実験では、Cr を含む酸化物の生成によって Rb 中の O が枯渇することも考え、O 及び OH の濃度だけでなく貯蔵シリンドラ中に想定される O 及び OH の量を考えて Rb 環境を決める必要がある。

6. まとめ及び今後の実験

以上の実験から、回収 Kr 貯蔵シリンダ材料の 316 L ステンレス鋼の健全性は高純度 Rb, あるいは Rb とシリンダ中の吸着水によって損なわれないこと、また酸素を含む Rb 中では全面腐食のほかにピット腐食を起こしやすいこと、しかもシリンダ中の吸着水によってピット腐食が増加することがわかつた。したがつて、今後の実験は Rb 中に O が含まれる場合及び O と OH とが含まれる場合について行う必要がある。

また、ステンレス鋼中の Cr が O と反応して Cr を含む酸化物を生成して腐食が進むと考えられるため、時間が長くなれば腐食反応を起す O も枯渇してくる。したがつて、O 及び OH の量を注意すると同時に長時間の実験が必要になる。

これまでの実験は回収 Kr 貯蔵シリンダの経過時間約 0.5 年以上の場合をおもに考えてきたが、より短い場合を考える必要がある。経過時間が短い場合には Rb の量が少なく、しかも環境の変化が早いため、適当な実験方法を考えるのがむづかしいが、O のゲッター材として Cr を含む種々の金属を用いることも積極的な防食法として考えられる。

なお、Rb-O 溶液を調製したさいに Rb-O 系には 0 °C よりも低い凝固点があることを認めたので、実験を行つて Rb-O 系の Rb 側の相図を調べ、Rb と酸化ルビジウム（恐らく Rb_4O ）との間で約 9.5 at.% O, -14°C に共晶が存在することを明らかにした。

参考文献

- 1) 「軽水炉燃料の再処理施設で分離されたKr-85の処分方法の安全技術調査及び事故解析」
D.Niephaus, Jürich 原子力研究センター化学技術研究所 Jul- 1765 (1982).
- 2) T.R.Pinchback, J.R.Winkel, D.K.Matlock, D.L.Olson, "Corrosion of Structural Alloys in Liquid Rubidium", Nucl. Technology 54(1981)201.
- 3) T.R.Pinchback, "Material Screening Tests for the Krypton-85 Storage Development Program", TRE-1291(1979).
- 4) P.K.Nagata, T.R.Pinchback, "Material Screening Test for the Krypton-85 Storage Development Program-Final Report", ENICO-1081(1981).
- 5) 金属材料技術研究所「回収クリプトン貯蔵シリンドの健全性評価に関する研究 — ルビジウムによる腐食評価(I)」PNC-SJ 155 83-01 (1983).
- 6) 下平三郎, 「合金の応力腐食割れ」, 日本金属学会会報 14(1975)811.
- 7) 鈴木正, 野田哲二, 「液体アルカリ金属中の金属材料の腐食(I)」, 防食技術 24(1975) 529.
- 8) P.G.Gadd, H.U.Borgstedt, "Compound Formation in the Rubidium-Chromium-Oxygen System", J.Nucl. Mater. 119(1983)154.
- 9) F.B.White, Jr. and W.G.Lidman, "Rubidium and Rubidium Compounds", from Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, vol. 20, Third Edition, John Wiley & Sons, Inc. (1982)p. 492.
- 10) M.E.Rengade, "Sur les sous-oxydes de coesium", Compt. Rend. 148(1909)1199.
- 11) G.Brauer, Z.anorg. Chemie 255(1947)101.
- 12) C.F.Knights and B.A.Phillips, "The Cs-O System: Phase Diagram and Oxygen Potentials", J.Nucl. Mater. 84(1979)196.

表1 ダブルU-ベンド型試験片の材料及び製作条件

	材 料	製 作 条 件	備 考
(1)	SUS316L	削り出し材	
(2)	SUS316L	銛敏化熱処理材	(650℃, 2時間)
(3)	SUS316L	20%冷間加工材	
(4)	SUS316L	溶接材	
(5)	SUS316L	削り出し材	(1)と別ロットの溶解材
(6)	SUS304	削り出し材	比較材
(7)	SUS304	銛敏化熱処理材	(650℃, 2時間), 比較材

表2 ダブルU-ペンド型試験片、カプセルなどに用いたステンレス鋼のメーカー分析値

		分析値 (wt. %)									
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	O
316L	MIN	—	—	—	—	—	12.00	16.00	2.00	—	—
	MAX	0.030	1.00	2.00	0.045	0.030	15.00	18.00	3.00	—	—
試験片	06P	0.018 (0.012)	0.72	1.05	0.025	0.006	12.26	17.66	2.10	(0.013)	(0.003)
試験片	07P	0.019 (0.023)	0.98	1.00	0.034	0.011	12.28	16.50	2.25	(0.015)	(0.003)
カプセル		0.017	0.48	1.80	0.039	0.024	13.05	16.50	2.05	—	—
カプセルふた		0.009	0.64	1.24	0.028	0.003	12.68	16.87	2.06	—	—
304	MIN	—	—	—	—	—	8.00	18.00	—	—	—
	MAX	0.08	1.00	2.00	0.045	0.030	10.50	20.00	—	—	—
試験片	04P	0.06 (0.042)	0.51	0.84	0.032	0.002	8.47	18.17	—	(0.056)	(0.002)
フィラーメタル (試験片用)	MIN	—	0.25	1.0	—	—	11.00	18.0	2.0	—	—
	MAX	0.028	0.60	2.5	0.03	0.03	14.00	20.0	3.0	—	—
		0.010	0.45	1.69	0.025	0.008	11.42	19.62	2.16	—	—
フィラーメタル (保持用)	MIN	—	—	1.0	—	—	11.0	18.0	2.0	—	—
	MAX	0.030	0.60	2.5	0.03	0.03	14.0	20.0	3.0	—	—
		0.019	0.49	1.81	0.022	0.006	12.51	18.96	2.08	—	—

() 内は金材技研で分析

表3 高純度ルビジウムのメーカーの不純物分析値

	Lot 408-111	Lot 408	Lot 438-121	(wt.ppm)
Cs	300	730	825	
K	1100	250	1000	
Na	<10	<10	20	
Li	<10	<10	<10	
Al	<20	10	5	
Ba	<1	<10	-	
Ca	<1	<1	<1	
Cr	<1	<1	<1	
Cu	5	<1	1	
Fe	5	<1	5	
Mg	1	<1	5	
Mn	<1	<1	<1	
Ni	<1	<1	1	
Pb	<1	<1	<1	
Si	10	<10	10	

表4 酸化ルビジウム及び含水水酸化ルビジウムの水溶液の酸一アルカリ滴定の結果

	試 料 (g)	OH^- (mol)	CO_3^{2-} (mol)	CO_3^{2-} (wt. %)	酸化ルビジウム中の過剰のO, 含水水酸化ルビジウム中の過 剰の H_2O (wt. %)
酸 化 ルビジウム	0.42676	0.003741	0.000057	0.8 (注1)	17.0 (注2)
	0.43554	0.003822	0.000064		
	0.45041	0.003977	0.000056		
水 酸 化 ルビジウム	0.44388	0.003495	0.000303	4.1 (注3)	15.4 (注4)
	0.45389	0.003571	0.000313		
	0.46479	0.003637	0.000313		

$$(注1) (12.01 + 16.0 \times 3) \times \frac{\frac{0.000057}{0.42676} + \frac{0.000064}{0.43554} + \frac{0.000056}{0.45041}}{3} = 0.008$$

$$(注2) 1 - 0.008 - \frac{85.48 \times 2 + 16.0}{2} \times \frac{\frac{0.003741}{0.42676} + \frac{0.003822}{0.43554} + \frac{0.003977}{0.45041}}{3} = 0.170$$

$$(注3) (12.01 + 16.0 \times 3) \times \frac{\frac{0.000303}{0.44388} + \frac{0.000313}{0.45389} + \frac{0.000313}{0.46479}}{3} = 0.041$$

$$(注4) 1 - 0.041 - (85.48 + 1.008 + 16.0) \times \frac{\frac{0.003495}{0.44388} + \frac{0.003571}{0.45389} + \frac{0.003637}{0.46479}}{3} = 0.154$$

表5 含水水酸化ルビジウムのメーカーの不純物分純値

Lot No.82-14-0016 (wt.ppm)	
Cs	2500
K	5175
Na	90
Li	<10
Al	50
Ca	<1
Cr	<1
Cu	<1
Fe	<1
Mg	<1
Mn	<1
Ni	<1
Pb	<1
Si	200

表6 クリブトン貯蔵シリンドの経過時間、生成ルビジウムの質量、シリンド中に仮定した酸素濃度
及び生成ルビジウム中の酸素濃度

経過時間(年)	0.1	0.5	1	5	10	20
生成ルビジウムの質量 (g/シリンド)	2	8	18	79	135	207
ルビジウム 中の酸素濃度 (wt%) ^(注1)	シリンド中の酸素濃度が 1.0 vol. %の場合	> 8.6	> 8.6	> 8.6	> 8.6	> 8.6
	シリンド中の酸素濃度が 0.1 vol. %の場合	> 8.6	> 8.6	> 8.6	2.5	1.5
	シリンド中の酸素濃度が 0.01 vol. %の場合	> 8.6	2.5	1.1	0.26	0.15
	シリンド中の酸素濃度が 0.001 vol. %の場合	1.0	0.25	0.11	0.03	0.02

(注1) > 8.6と書いたものはルビジウムがすべてRb₂Oになり、なお酸素が過剰な場合。

$$\left(\frac{\text{Oの原子量}}{\text{Rb}_2\text{Oの分子量}} \times 100 = 8.6 \right)$$

表 7 クリプトン貯蔵シリンドの経過時間、生成ルビジウムの質量、シリンド中に仮定した水分濃度
及び生成ルビジウム中の水酸基(OH)濃度

経 過 時 間 (年)	0.1	0.5	1	5	10	20
生成ルビジウムの質量 (g/シリンド)	2	8	18	79	135	207
ルビジウム中の水酸基濃度(wt%) (注1)	シリンド中の水分濃度が1.0 vol. %の場合	16.6	16.6	16.6	1.2	7.5
	シリンド中の水分濃度が0.1 vol. %の場合	16.6	1.2	5.7	1.4	0.80
	シリンド中の水分濃度が0.01 vol. %の場合	5.1	1.3	0.60	0.13	0.08
	シリンド中の水分濃度が0.001 vol. %の場合	0.54	0.13	0.60	0.01	<0.01

(注1) 16.6と書いたものはルビジウムがすべてRbOHになり、なお水分が過剰な場合。

$$\left(\frac{\text{OHの分子量}}{\text{RbOHの分子量}} \times 100 = 16.6 \right)$$

表8 カプセル番号及び実験条件

カプセル 番号	Rb または Rb 溶液	Rb (g)	O (g)	OH (g)	加熱 温度 (°C)	加熱 時間 (h)	評価項目 (行ったものに●)					
							目視 観察	質量 変化	分析 O,N,C	表面観察 (SEM)	表面分析 (EDAX)	断面観察 (OM)
—	受け入れのまま	—	—	—	—	—	●	●	●	●	●	●
Rb-1	(cylinder Rb)	156.96	—	—	200	2000	●	●	●	●	—	●
Rb-2	(cylinder Rb)+(OH 0.6 wt. %)	149.57	—	0.87	200	2000	●	●	—	—	—	●
Rb-3	(cylinder Rb)+(O 5.8 wt. %)	137.57	8.48	—	200	2000	●	●	●	●	●	●
Rb-4	(cylinder Rb)+(OH 0.7 wt. %)	147.62	—	1.05	130	2000	●	●	—	—	—	●
Rb-5	(cylinder Rb)+(O 5.0 wt. %) OH 0.7 wt. %	157.81	8.38	1.17	200	2000	●	●	—	●	—	●

表9 Rb-1 から Rb-5 の実験の各試験片の質量減少及び損耗量

		Before exposure (g)	After exposure (g)	Weight loss ^註 (mg/cm ²)	Surface regression (μm)
Rb-1	06P01	33.1568	33.1551	0.05	0.06
	04P01	32.5482	32.5471	0.03	0.04
	200°C	07P01	32.9795	32.9781	0.04
	2000h	06H01	32.6150	32.6119	0.09
		04H01	32.4512	32.4472	0.11
		06C01	32.7844	32.7816	0.08
	06W01	33.2583	32.2557	0.07	0.09
Rb-2	06P02	33.1844	33.1843	0.00	0.00
	04P02	32.6431	32.6426	0.01	0.01
	0.6%OH	07P02	33.2698	33.2694	0.01
	200°C	06H02	32.8307	32.8296	0.03
	2000h	04H02	32.6104	32.6099	0.01
		06C02	32.8851	32.8854	-0.01
	06W02	33.3490	33.3483	0.02	0.03
Rb-3	06P03	33.1495	33.0715	2.23	2.79
	04P03	32.4544	32.3821	2.07	2.59
	5.8%O	07P03	33.2595	33.1659	2.67
	200°C	06H03	32.5503	32.4429	3.07
	2000h	04H03	32.4429	32.3616	2.32
		06C03	32.8101	32.7016	3.10
	06W03	33.3706	33.2074	4.66	5.83
Rb-4	06P04	33.2397	33.2406	-0.03	-0.04
	0.7%OH	04P04	32.5892	32.5890	0.01
		07P04	33.0217	33.0221	-0.01
	130°C	06H04	32.9255	32.9255	0.00
	2000h	04H04	32.3586	32.3584	0.01
		06C04	32.7423	32.7413	0.03
	06W04	33.3608	33.3618	-0.03	-0.04
Rb-5	06P05	33.1639	33.1045	1.70	2.13
	04P05	32.5188	32.4074	3.18	3.98
	5.0%O	07P05	33.1461	33.0083	3.94
	0.7%OH	06H05	32.8305	32.6686	4.63
	200°C	04H05	32.4916	32.3708	3.45
	2000h	06C05	32.8295	32.7067	3.51
	06W05	33.4389	33.3666	2.07	2.59

(表9のつづき)

(注) ダブルU-ペンド型試験片の表面積の計算

$$\text{外側板} \quad 6.5 \times 1.5 + 0.2 (6.5 + 1.5) \times 2 = 12.95 (\text{cm}^2)$$

$$\text{内側板} \quad 5.9 \times 1.5 + 0.2 (5.9 + 1.5) \times 2 = 11.81 (\text{cm}^2)$$

$$\text{ボルト} \quad 0.5\pi \times 2.5 \times 2 + 0.35 \times 0.46 \times 6$$

$$+ 0.25^2 \pi + 0.4^2 \pi = 9.52 (\text{cm}^2)$$

$$\text{ナット} \quad 0.35 \times 0.46 \times 6 + (0.4^2 - 0.25^2)\pi = 0.40 (\text{cm}^2)$$

$$\text{合 計} \quad 34.68 (\text{cm}^2)$$

表10 受け入れのまま、Rb-3及び5の試験片表面の金属元素の濃度^(注)

	Si(SiK)	Mo(MoL)	Cr(CrK)	Mn(MnK)	Fe(FeK)	Ni(NiK)
0 6 P 1 9 (Rb-5)	0.2 8	2.4 5	1 7.1 9	1.6 5	6 6.6 3	1 1.8 1
0 6 P 0 5 (+ 0.2 6)	0.5 4 (- 0.3 5)	2.1 0 (+ 2.6 4)	1 9.8 3 (+ 2.6 4)	1.9 5 (+ 0.3 0)	6 4.3 0 (- 2.3 3)	1 1.2 9 (- 0.5 2)
0 4 P 1 9 (Rb-3)	0.3 7	0.3 3	1 8.7 9	1.9 0	7 0.9 0	7.7 3
0 4 P 0 3 (+ 0.0 4)	0.4 1 (- 0.1 8)	0.1 5 (+ 1.6 5)	2 0.4 4 (+ 1.6 5)	1.8 4 (- 0.0 6)	6 9.5 0 (- 1.4 0)	7.6 7 (- 0.0 6)
0 4 P 0 5 (Rb-5)	0.4 8 (+ 0.1 1)	0.2 5 (- 0.0 8)	1 9.0 8 (+ 0.2 9)	1.8 1 (- 0.0 9)	6 9.9 1 (- 0.9 9)	8.4 8 (+ 0.7 5)
0 7 P 1 9 (Rb-3)	0.4 2 (+ 0.3 7)	2.5 4 (- 0.2 0)	1 8.0 9 (+ 2.9 1)	1.6 5 (- 0.3 3)	6 5.7 0 (- 2.6 9)	1 1.6 5 (- 0.0 8)
0 7 P 0 5 (Rb-5)	0.6 6 (+ 0.2 4)	2.5 8 (+ 0.0 4)	1 9.0 3 (+ 0.9 4)	1.6 8 (+ 0.0 3)	6 4.7 2 (- 0.9 8)	1 1.3 5 (- 0.2 8)
0 6 H 1 6 (Rb-3)	0.6 9 (- 0.1 5)	2.9 2 (- 0.5 8)	1 7.0 1 (+ 2.0 2)	1.5 5 (+ 0.0 6)	6 6.3 5 (- 1.2 4)	1 1.5 0 (- 0.1 2)
0 6 H 0 5 (Rb-5)	0.5 6 (- 0.1 3)	2.5 1 (- 0.4 1)	1 8.5 8 (+ 1.5 7)	1.4 3 (- 0.1 2)	6 5.5 7 (- 0.7 8)	1 1.3 7 (- 0.1 3)
0 4 H 1 6 (Rb-3)	0.2 9 (+ 0.0 5)	0.2 1 (+ 0.0 9)	1 8.8 0 (+ 0.9 0)	1.1 9 (- 0.0 1)	7 1.7 2 (- 1.3 6)	7.8 1 (+ 0.3 3)
0 4 H 0 5 (Rb-5)	0.3 3 (+ 0.0 4)	0.2 9 (+ 0.0 8)	2 0.0 4 (+ 1.2 4)	1.3 2 (+ 0.1 3)	7 0.3 1 (- 1.4 1)	7.7 2 (- 0.0 9)
0 6 C 1 9 (Rb-3)	0.3 0 (+ 0.1 2)	2.5 0 (- 0.6 7)	1 7.5 0 (+ 2.2 8)	1.4 3 (+ 0.3 1)	6 6.7 5 (- 1.2 9)	1 1.5 3 (- 0.7 4)
0 6 C 0 5 (Rb-5)	0.5 4 (+ 0.2 4)	2.0 9 (- 0.4 1)	1 8.6 2 (+ 1.1 2)	1.6 3 (+ 0.2 0)	6 5.5 0 (- 1.2 5)	1 1.6 5 (+ 0.1 2)
0 6 W 1 9 (Rb-3)	0.3 0 (+ 0.2 4)	2.4 1 (+ 0.2 1)	1 9.9 8 (+ 1.2 0)	1.5 8 (+ 0.4 9)	6 4.6 5 (- 1.9 5)	1 1.1 0 (- 0.1 9)
0 6 W 0 5 (Rb-5)	0.3 5 (+ 0.0 5)	2.2 2 (- 0.1 9)	2 0.0 8 (+ 0.1 0)	2.3 4 (+ 0.7 6)	6 4.6 9 (+ 0.0 4)	1 0.3 3 (- 0.7 7)

(注) Rb-3またはRb-5の表示のないものは受け入れのままの試験片、また()内はRb-3またはRb-5の試験片の値から受け入れのままの試験片の値を差し引いた値。

表11 Phase transition temperatures for the Rb-O system up to 25 at.% oxygen

Number of experimental series	Oxygen content of Rb (at.%)	Phase transition temperature (°C)			
—	Rb 0	+39.0*			
6	2.0	-17 (4)**	+32		
2	4.2	-15 (10)	+26		
6	6.3	-14 (11)	+ 8		
1	8.2	-14 (13)	—		
7	9.0	-12 (14)	- 6		
2	10.0	-13 (13)	-10		
6	10.9	-14 (4)	-11 (5)	- 7	
1	Rb ₇ O?	12.5	-12 (5)	-11 (5)	- 4
7		14.0	-14 (3)	-11 (3)	+22
2		15.0	-14 (3)	-11 (3)	+18
7		16.9	-14 (1)	-11 (2)	+13
6		17.0	-15 (1)	-11 (3)	+19
2		18.0	-13 (1)	-10 (3)	+19
1		18.8		-10 (3)	+14
6		19.9		-10 (3)	+26
1	Rb ₄ O?	20.0		-11 (3)	+22
(4)***		21.4		-11 (3)	+23 +140?
2		23.5			+19
(5)		25.0			+21 +144?

* Ref. 5).

** Relative interval of temperature arrest.

*** Number in parentheses means Rb-O system prepared from pure rubidium and rubidium oxide (empirical formula RbO_{1.76}).

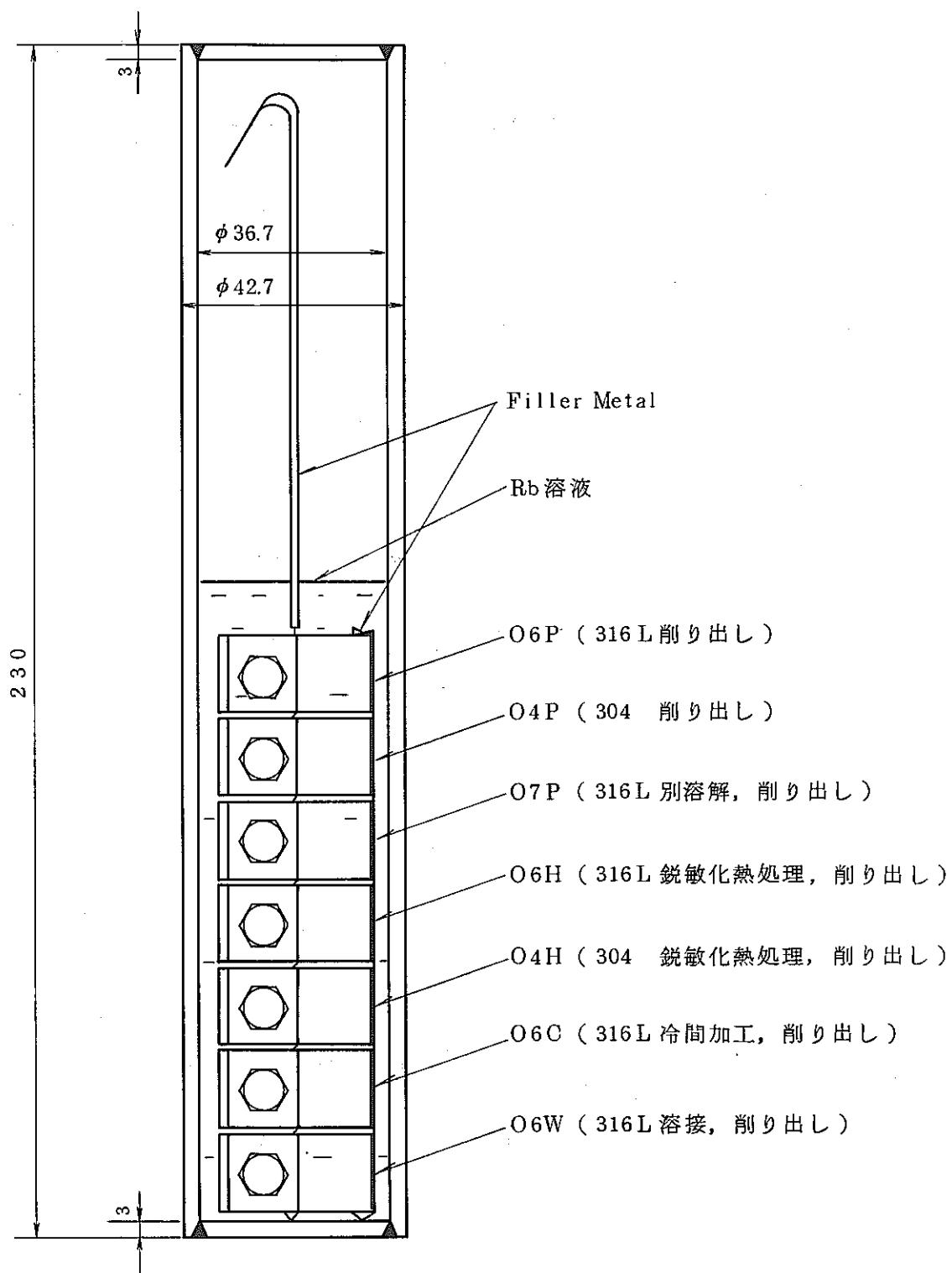


図1 ダブルU-ベンド型試験片入りカプセルの概略

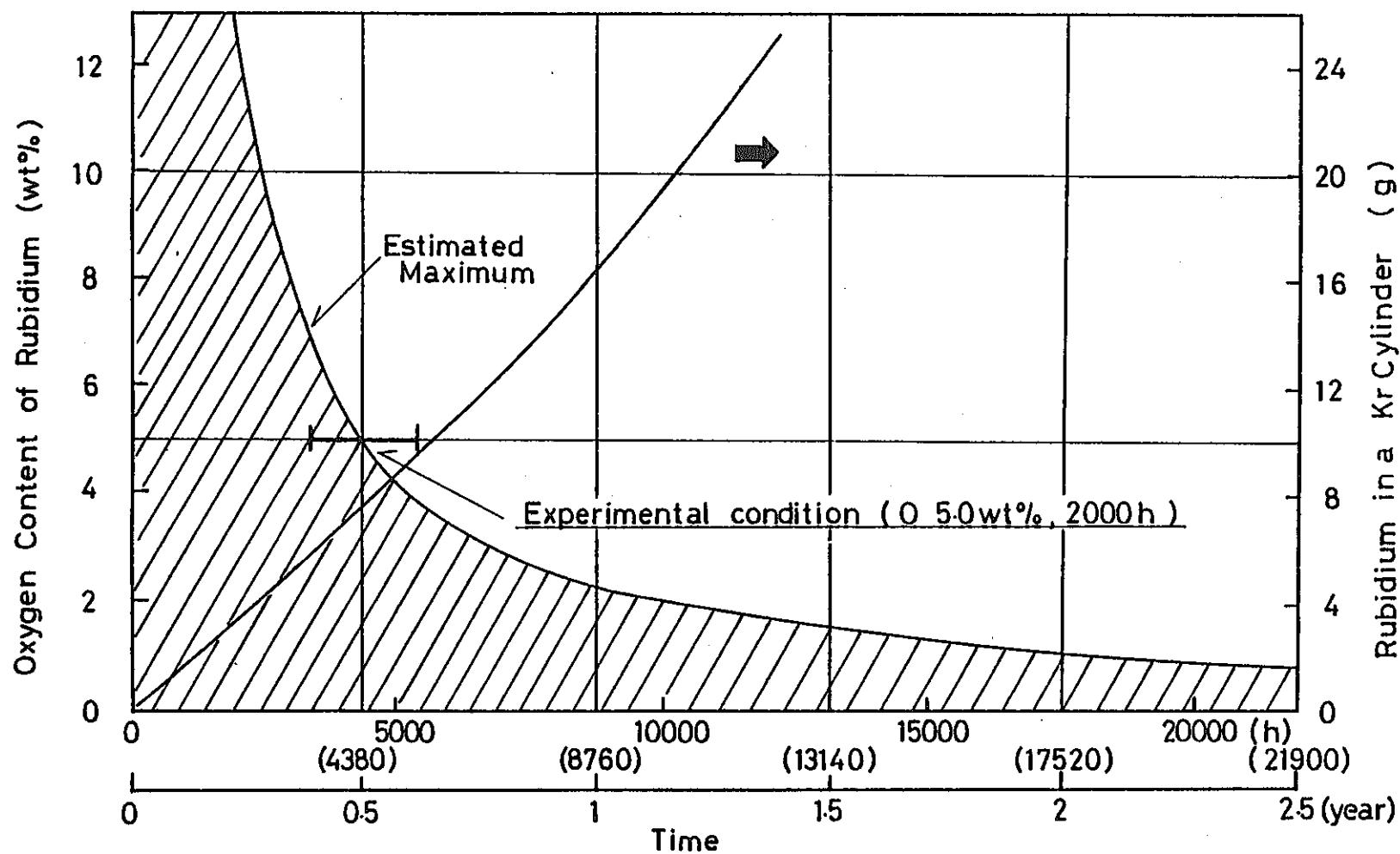


図2 回収クリプトン貯蔵シリンダの経過時間とRb中に予想される最大O濃度との関係、及び経過時間と生成するRbの質量との関係

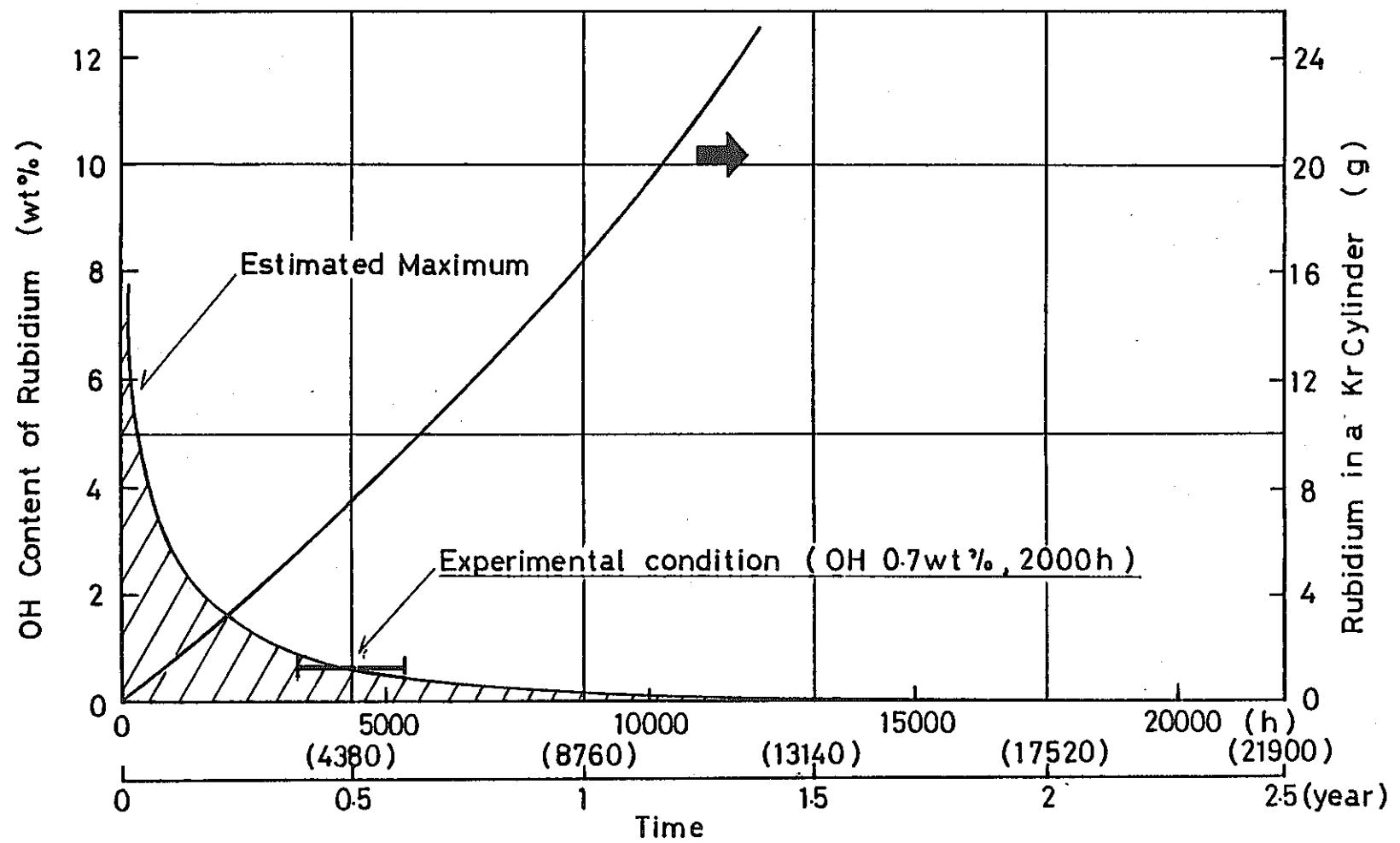


図3 回収クリプトン貯蔵シリンダの経過時間とRb中に予想される最大OH濃度との関係、及び経過時間と生成するRbの質量との関係

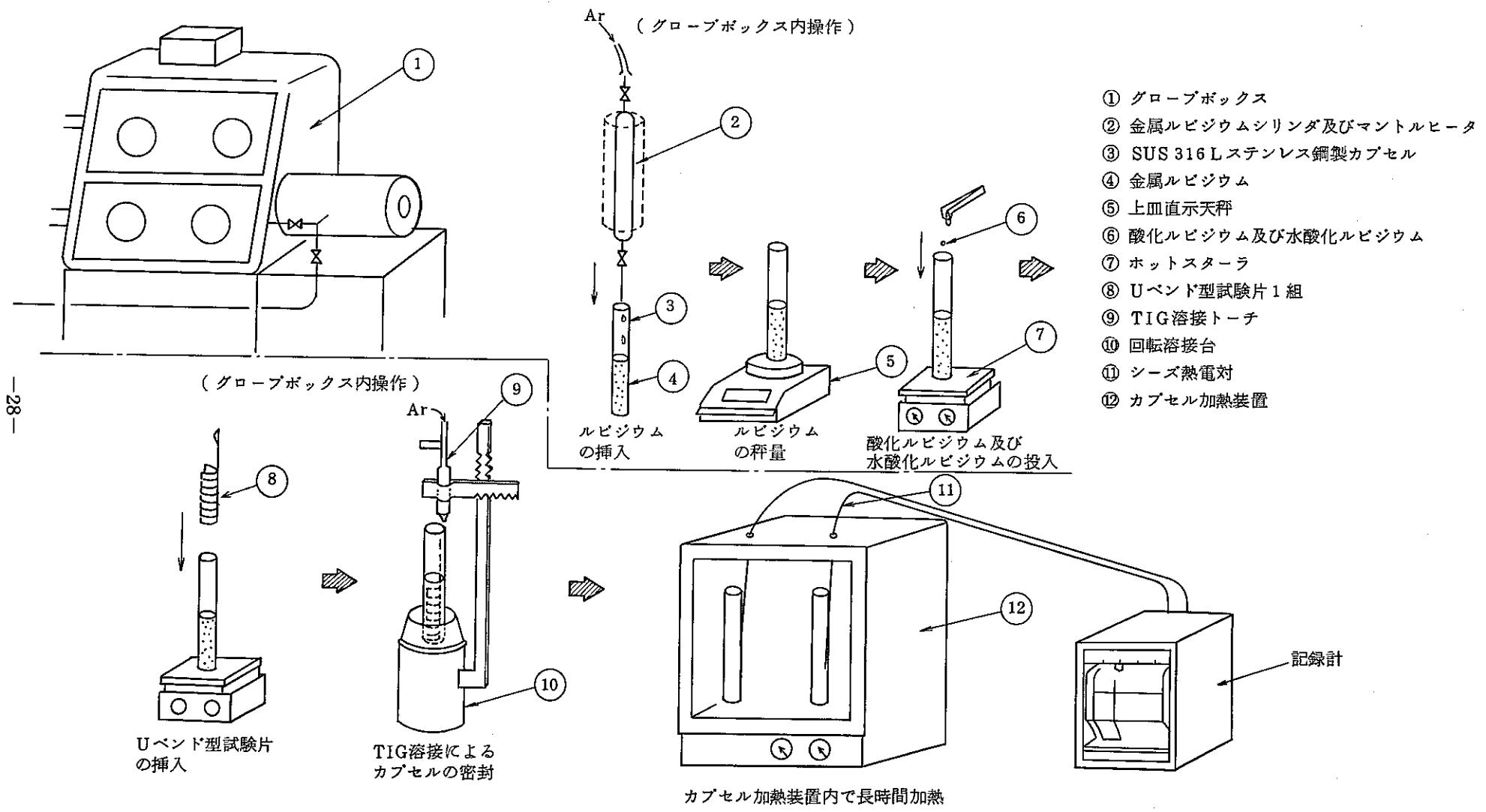


図4 ダブルU-ベンド型試験片を液体ルビジウム中に浸漬するための操作手順

(グローブボックス内操作)

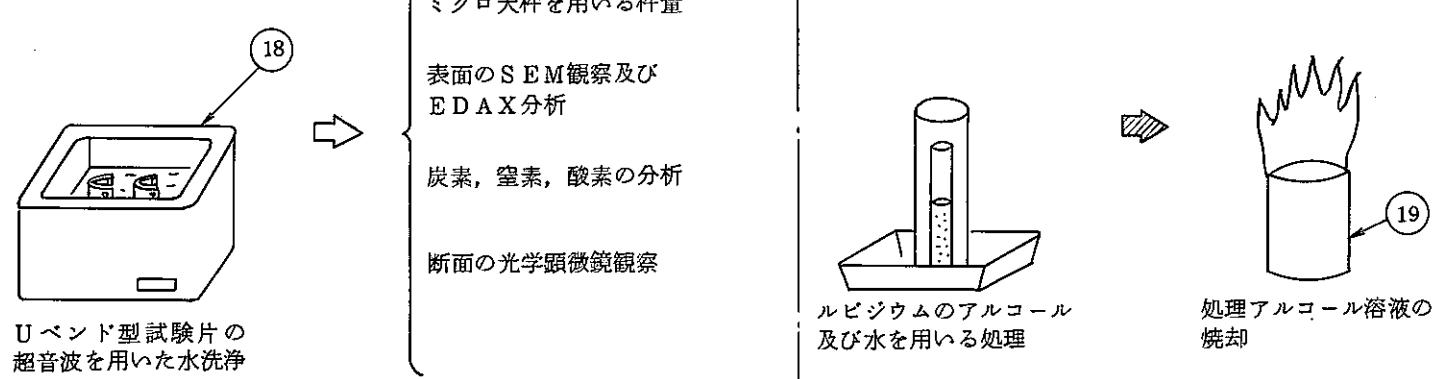
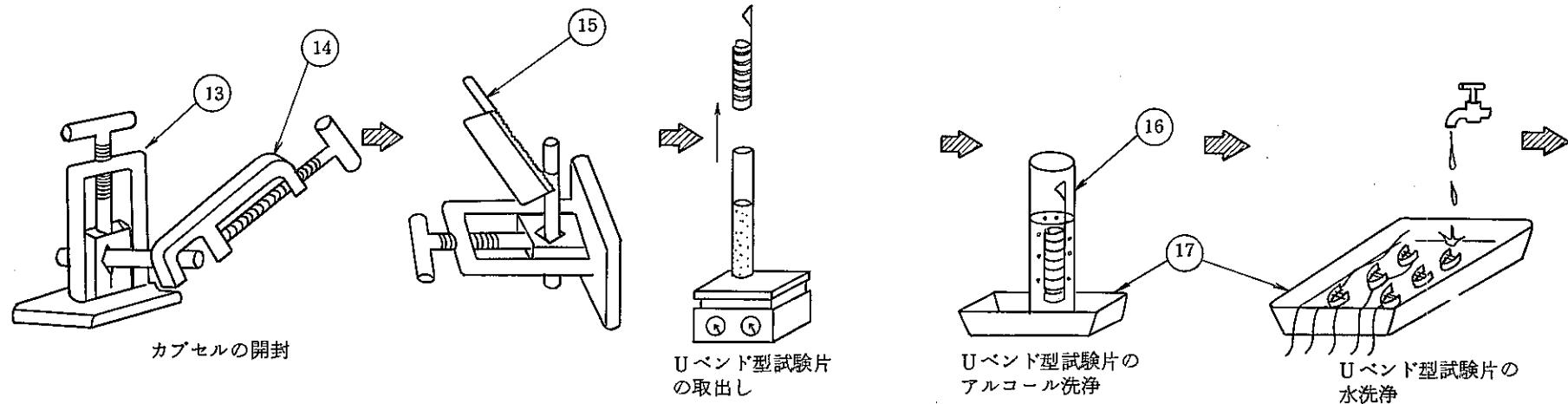
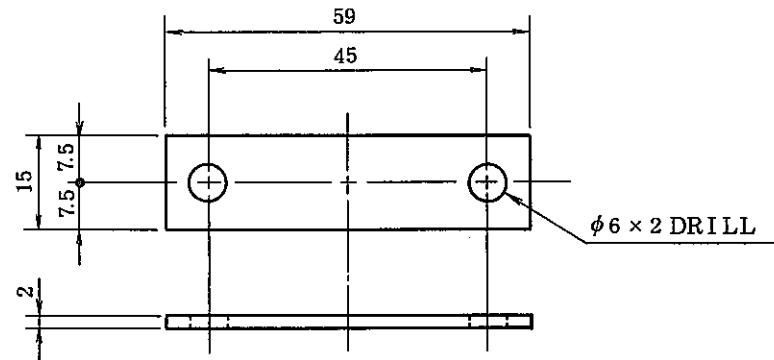
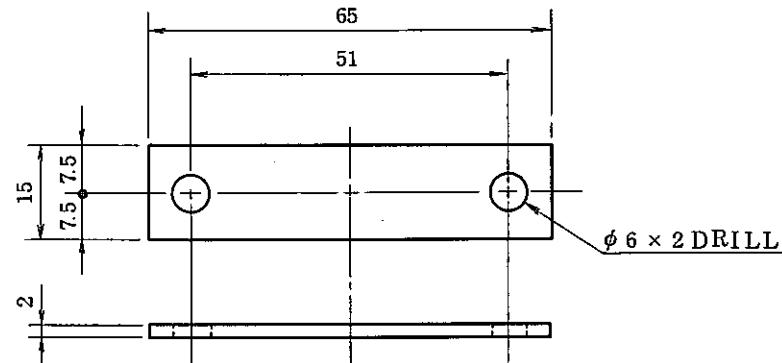


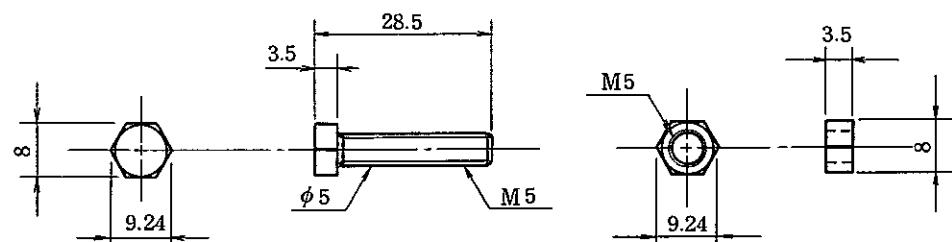
図5 ダブルU-ペンド型試験片の取り出し、及びルビジウム処理のための操作手順



(1) 内 側 板



(1) 外 側 板



(2) ボルト 及び ナット

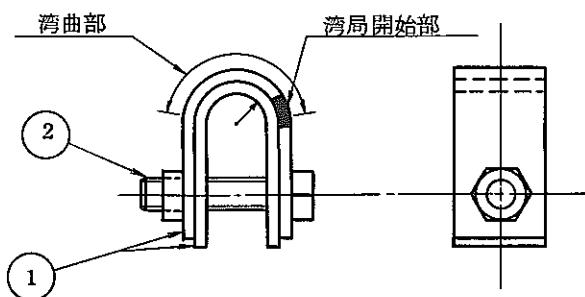


図 6 ダブル U - ベンド型試験片の組立図

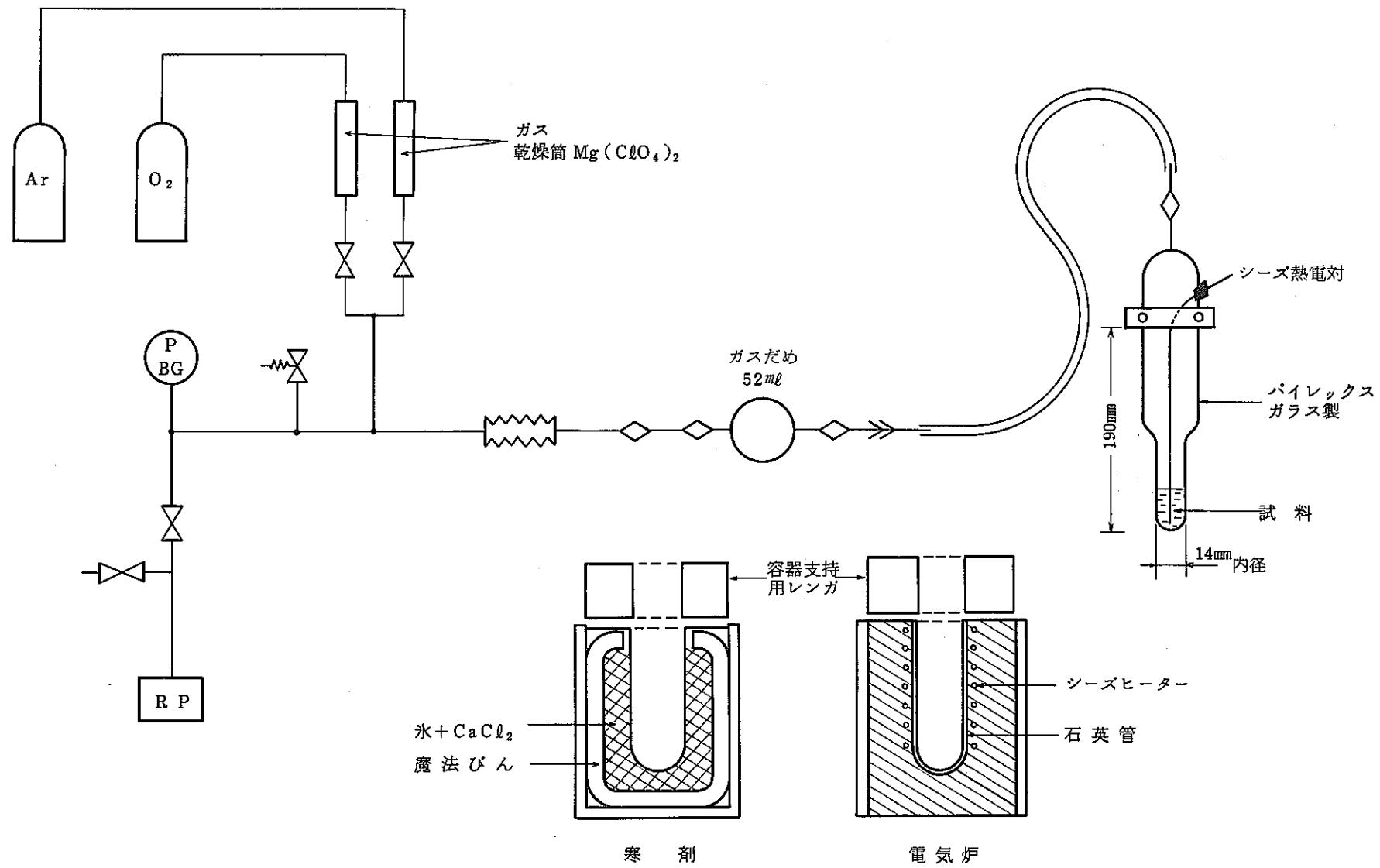


図7 热 分 析 装 置

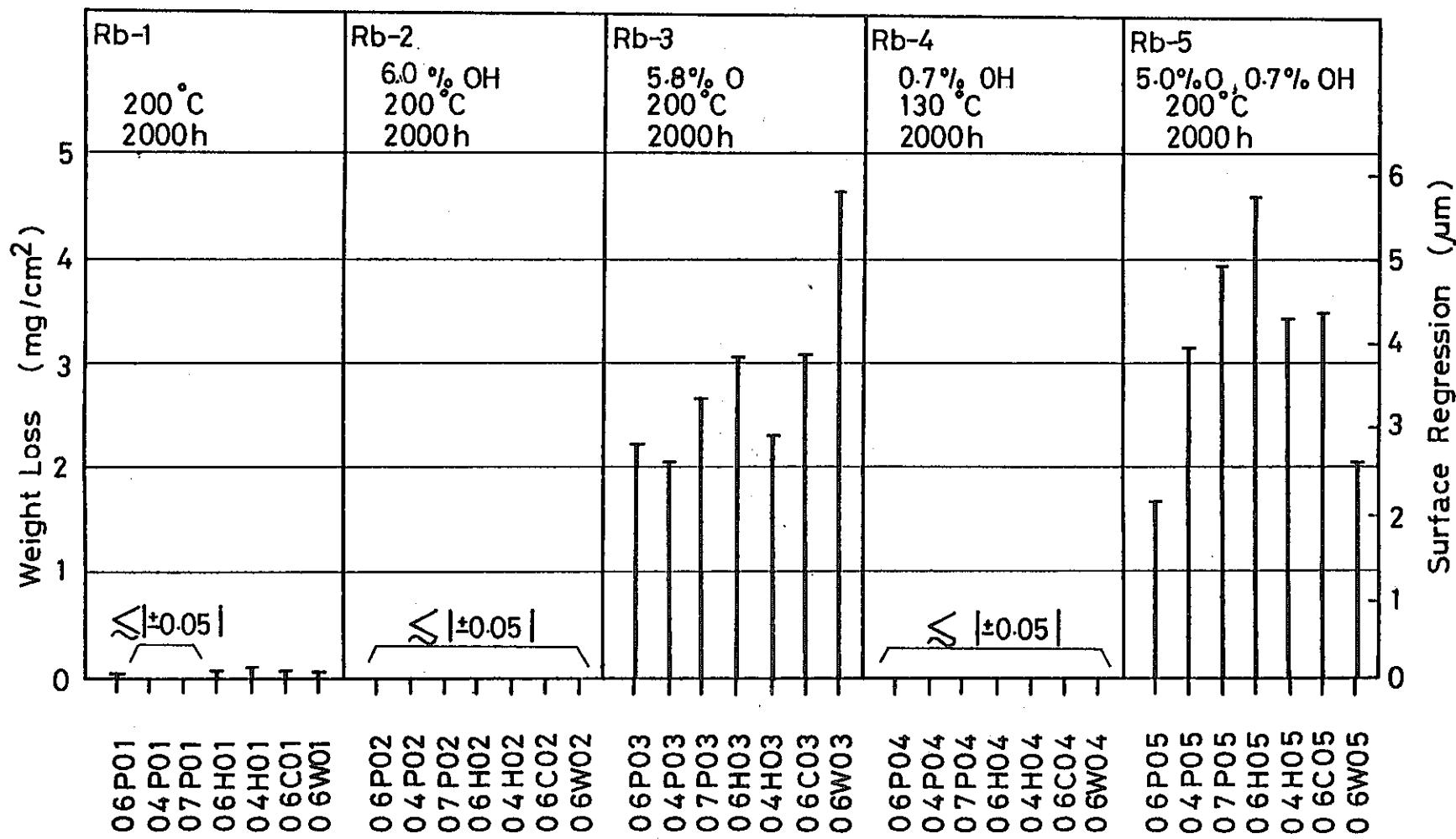


図8 ダブルU-ベンド型試験片のRb中の浸漬IC
による質量減少及び損耗量

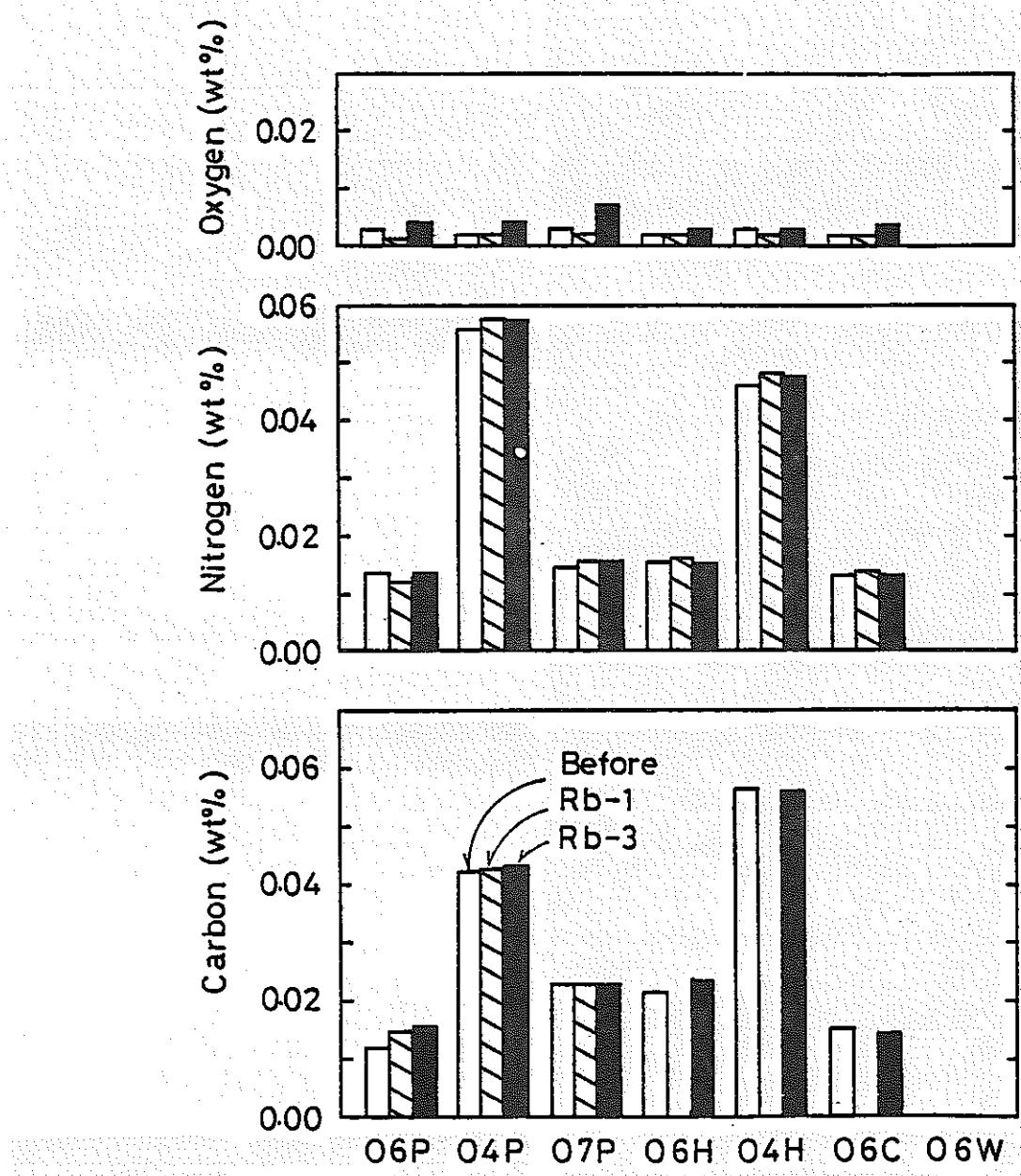


図9 Rb浸漬前後のダブルU-ベンド型試験片中の
C, N, Oの濃度

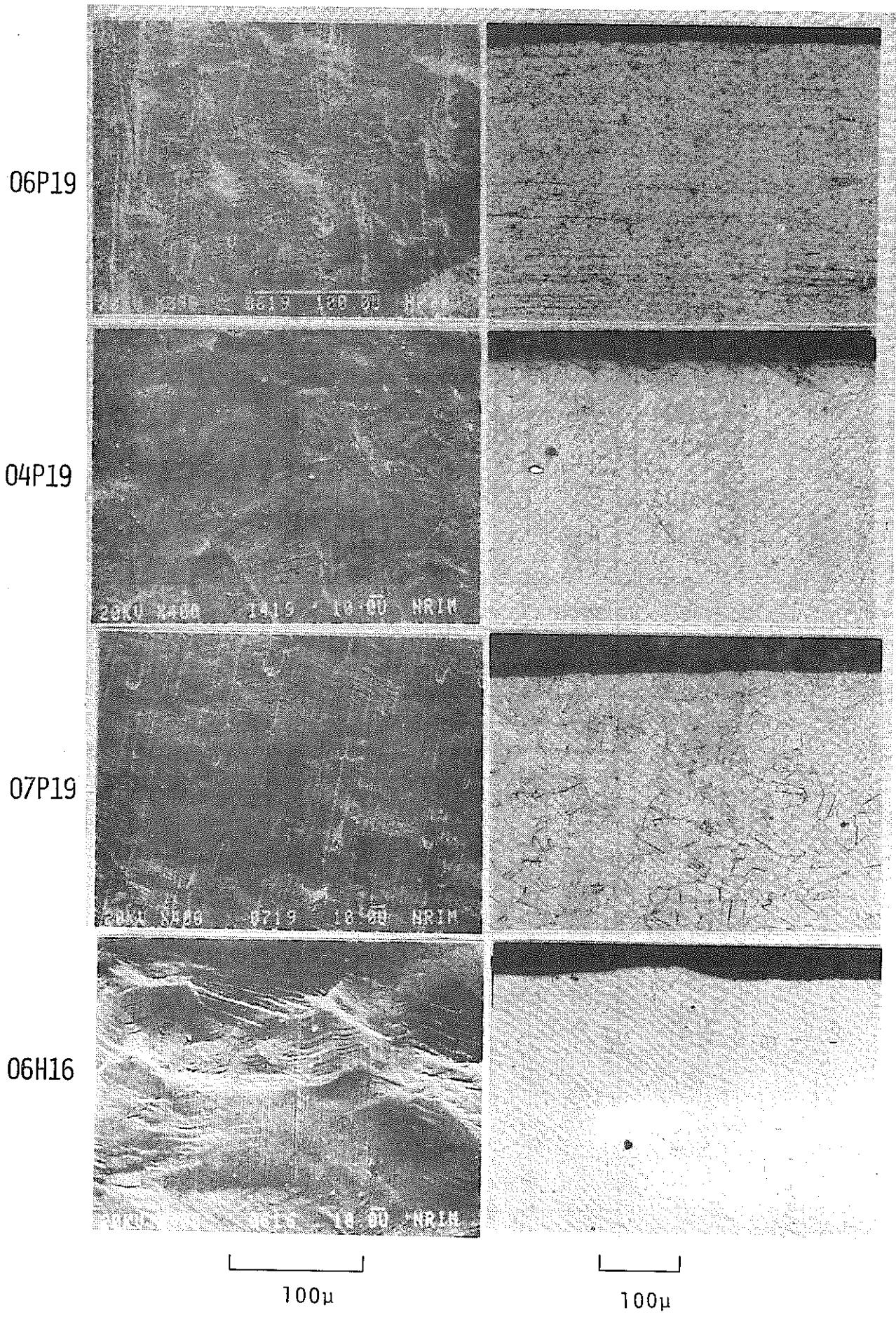
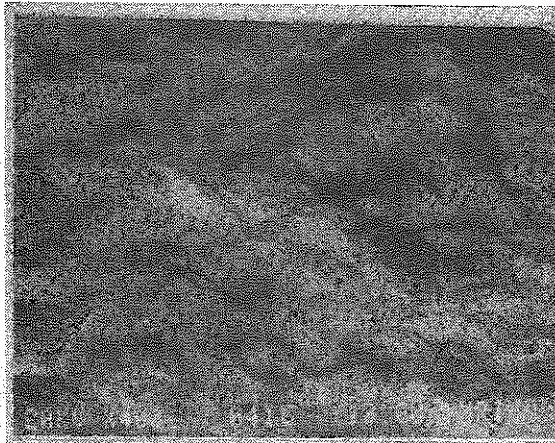


図10 Rb-VC浸せきしない試験片の表面のSEM写真及び断面の光顕写真

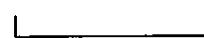
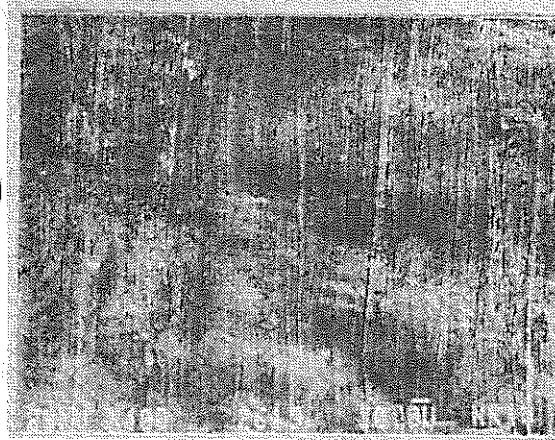
04H16



06C19



06W19



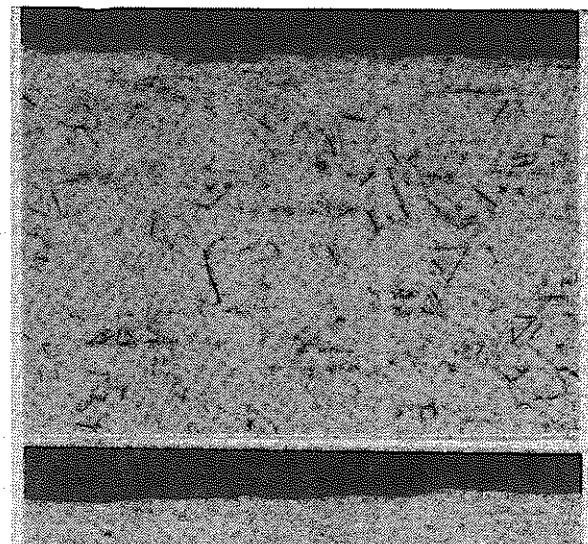
100 μ



100 μ

(図10 のつづき)

06P01



04P01



07P01



06H01



100 μ

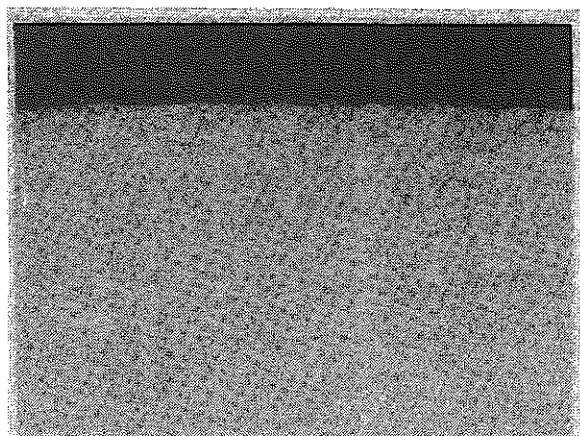
100 μ

図11 Rb-1の試験片の表面のSEM写真及び断面の光顕写真

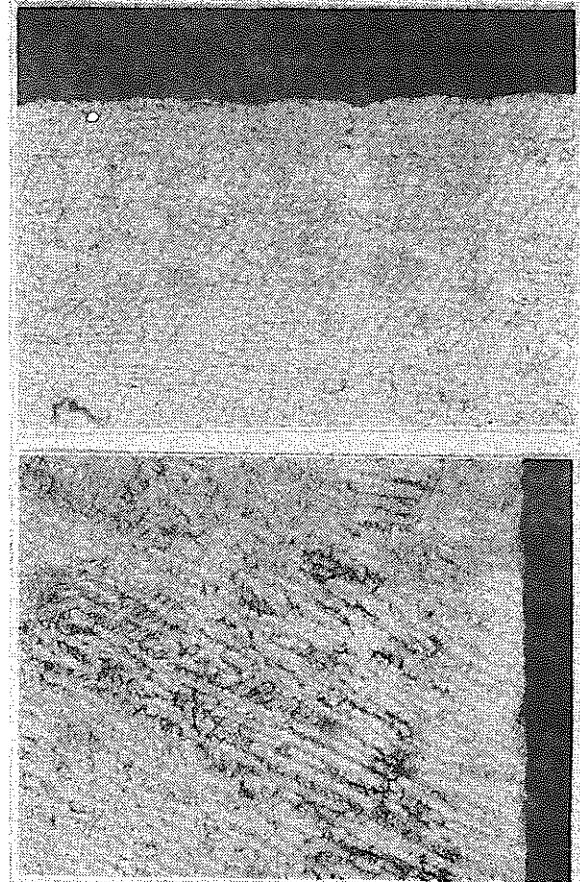
04H01



06C01



06W01



100 μ

100 μ

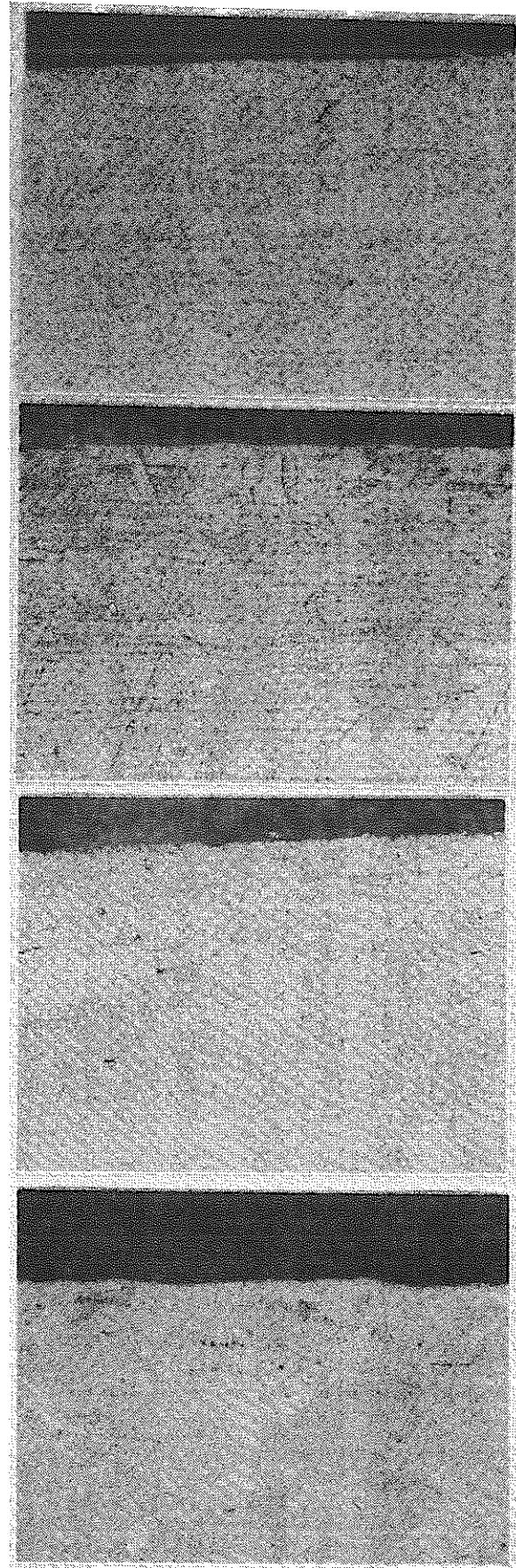
(図11 のつづき)

06P02

04P02

07P02

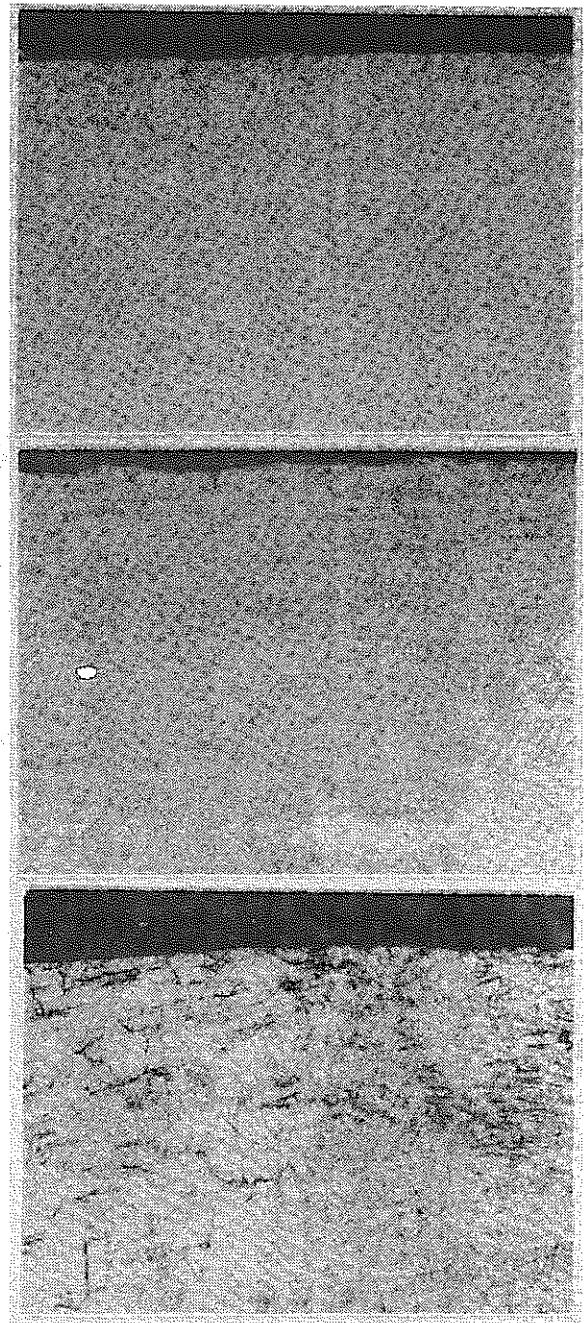
06H02



100 μ

図12 Rb-2 の試験片断面の光顕写真

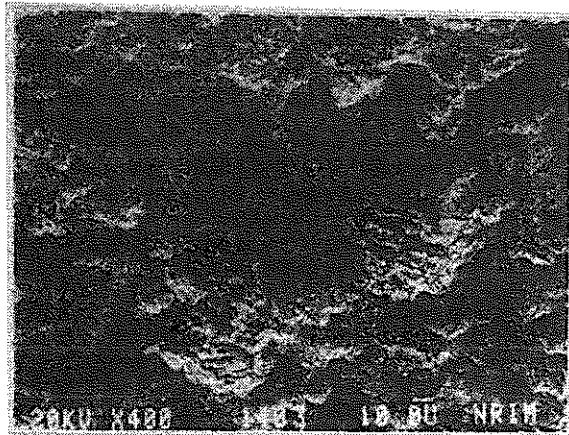
04H02



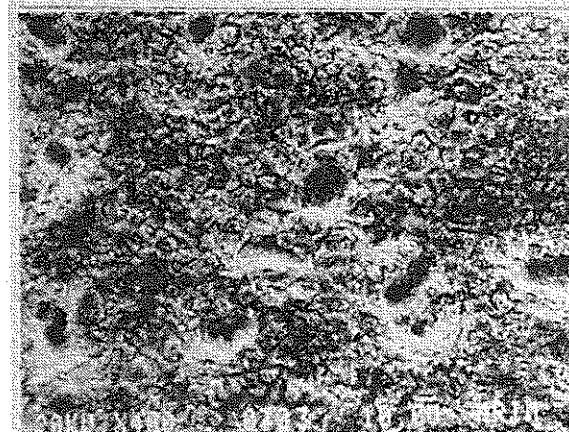
06C02

(図12 のつづき)

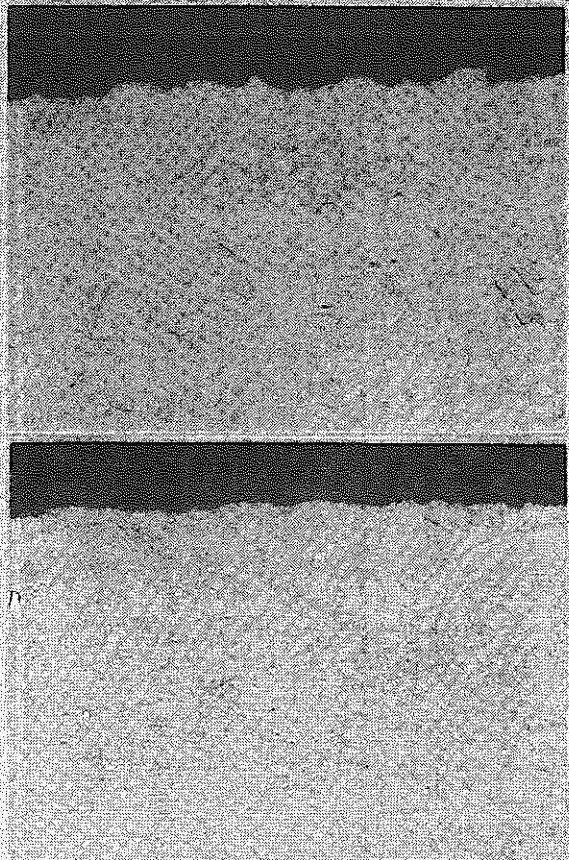
06P03



04P03



07P03



06H03

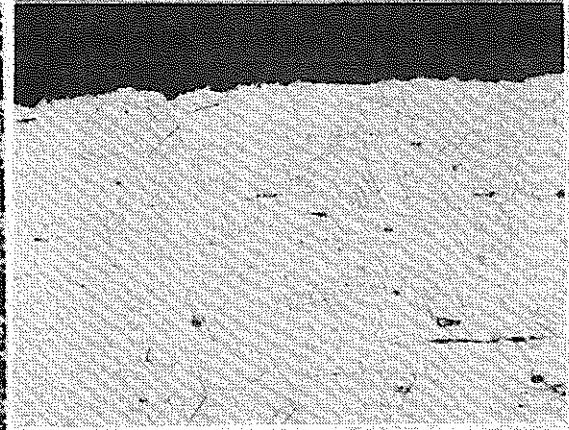
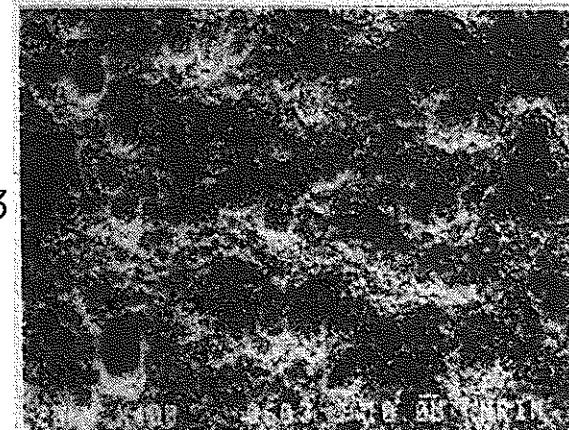
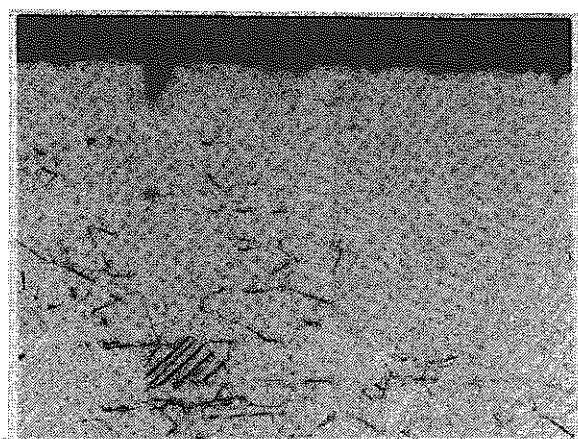
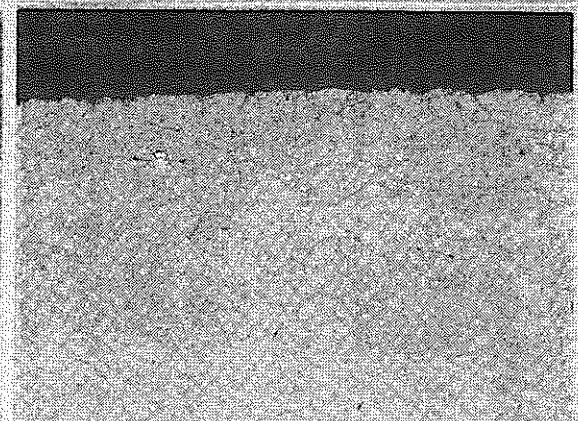
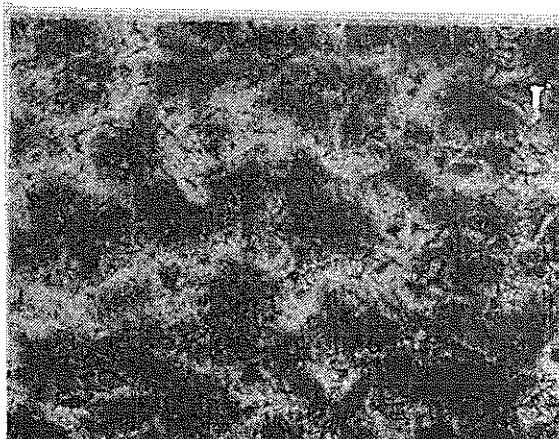


図13 Rb-3の試験片の表面のSEM写真及び断面の光顕写真

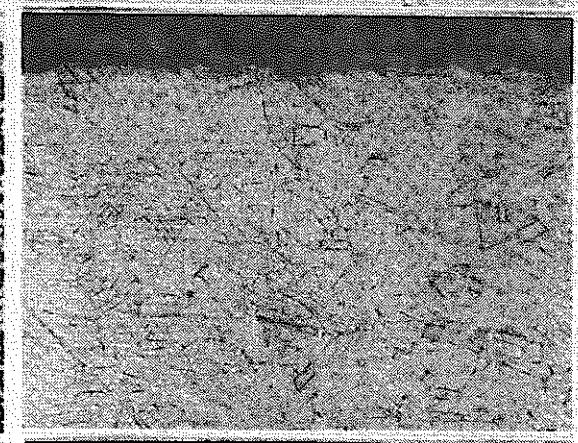
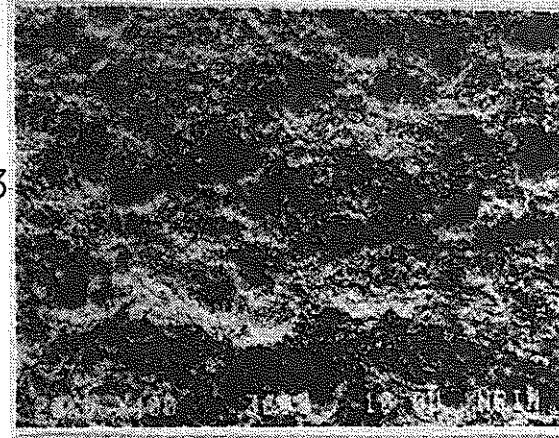
06H03



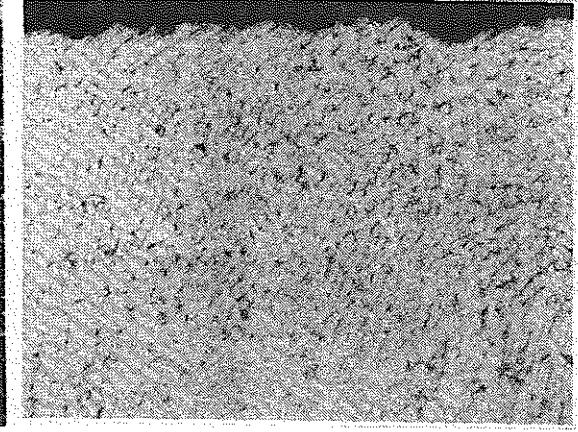
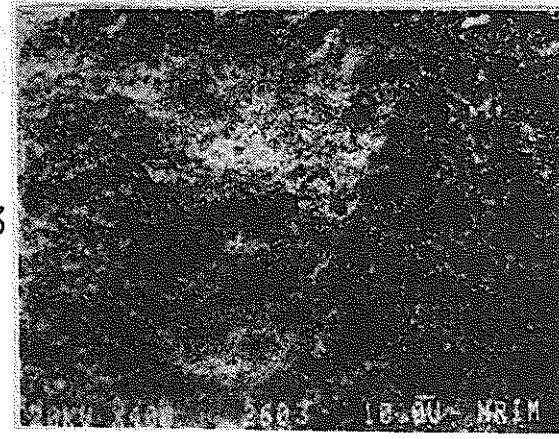
04H03



06C03



06W03

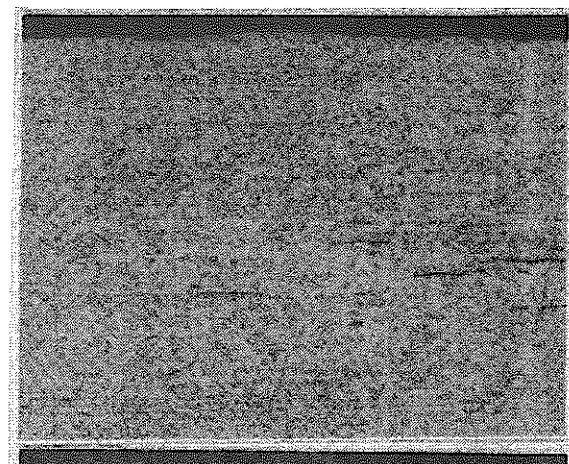


100 μ

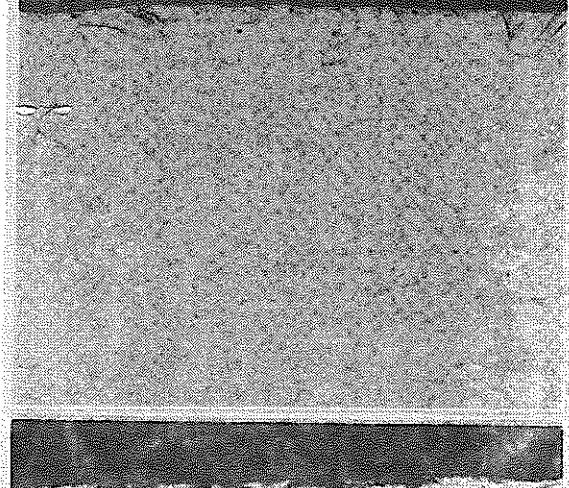
100 μ

(図13 のつづき)

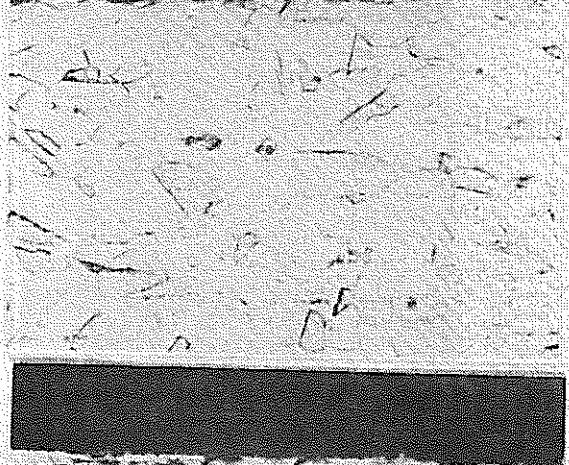
06P04



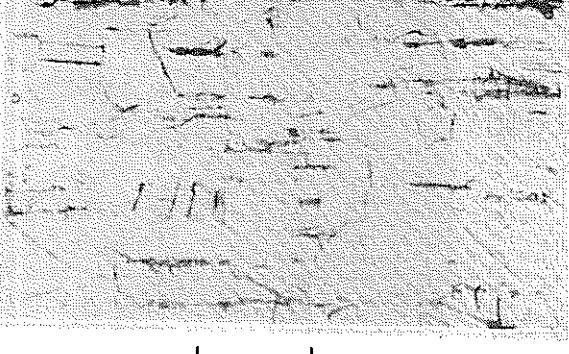
04P04



07P04



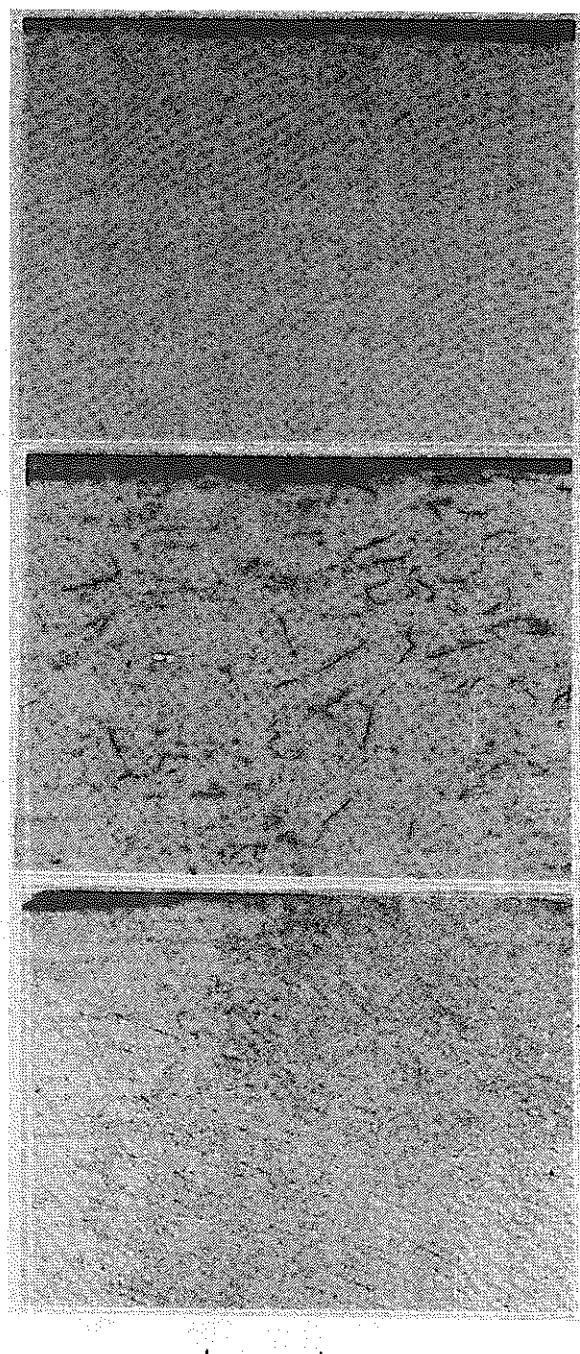
06H04



100 μ

図14 Rb-4の試験片断面の光顕写真

04H04



06W04

100 μ

(図14 のつづき)

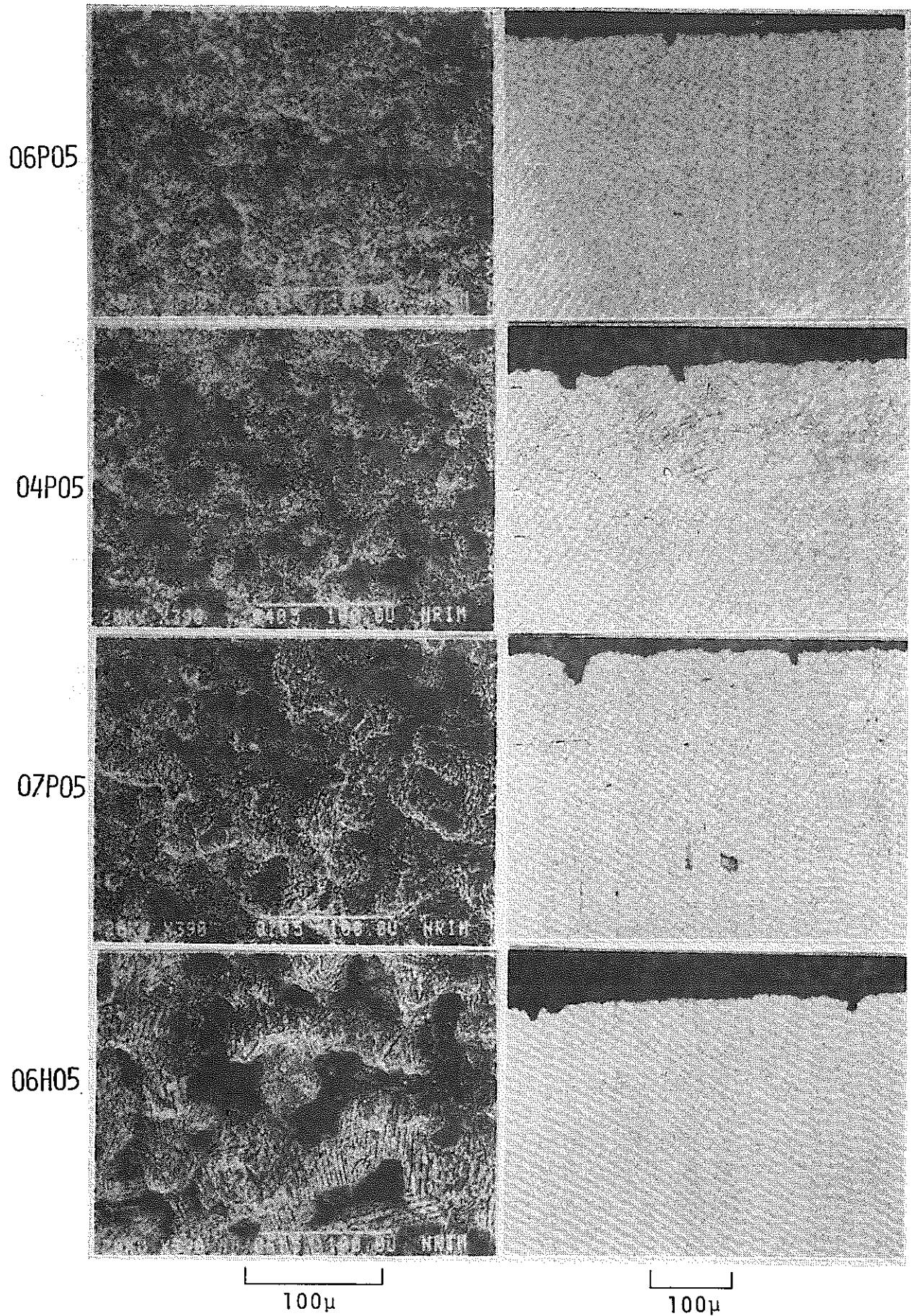
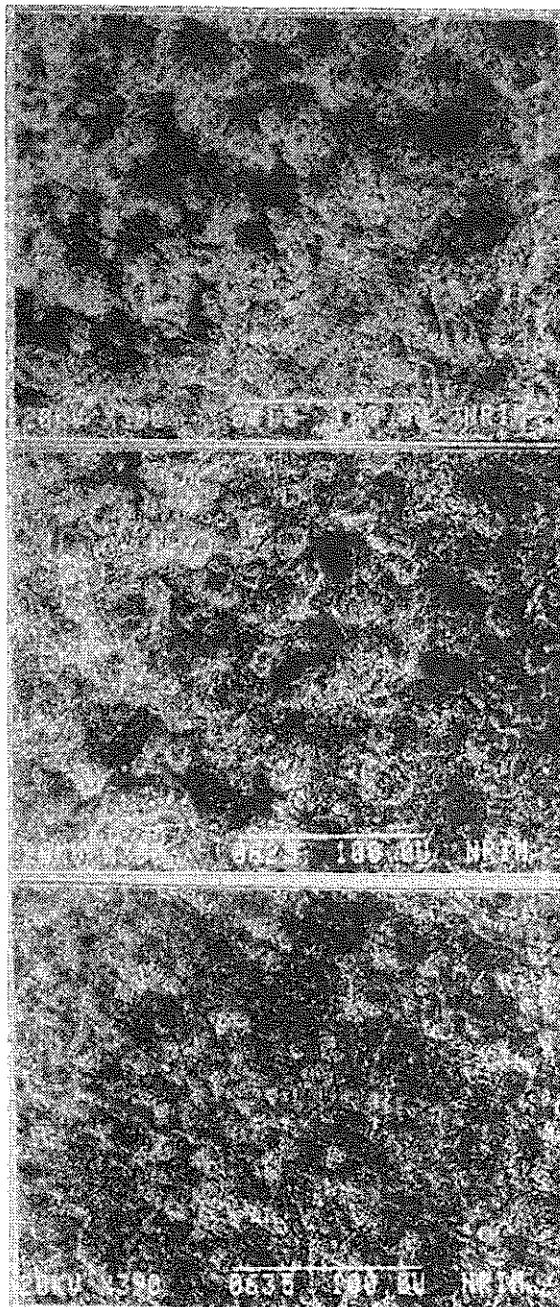


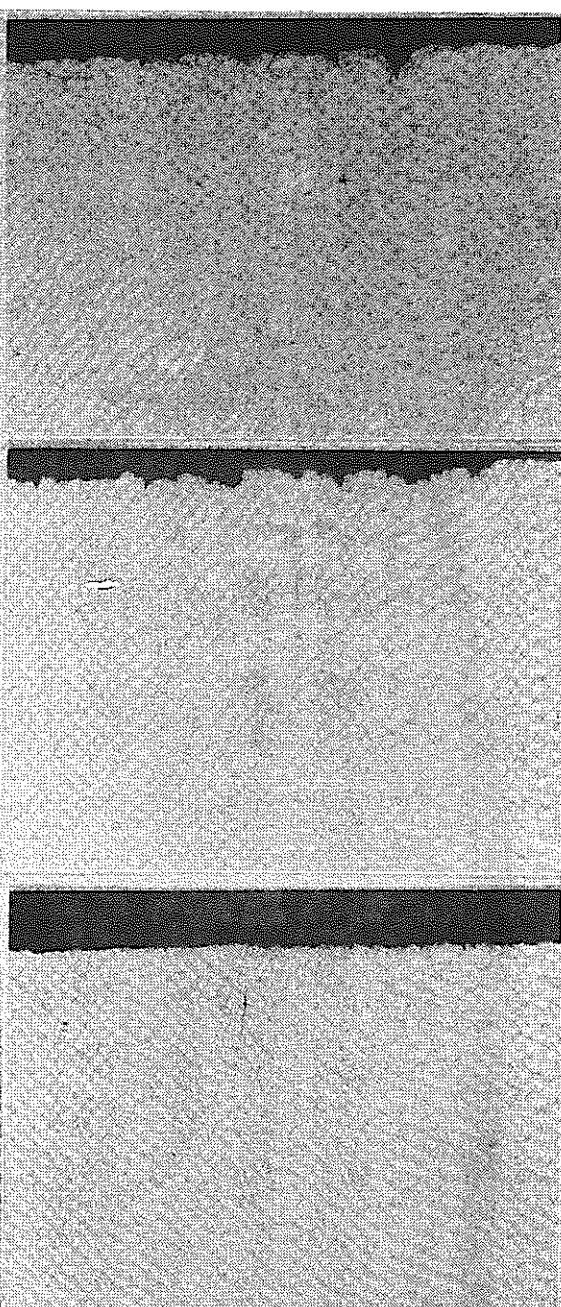
図15 Rb-5の試験片の表面のSEM写真及び断面の光頭写真

04H05



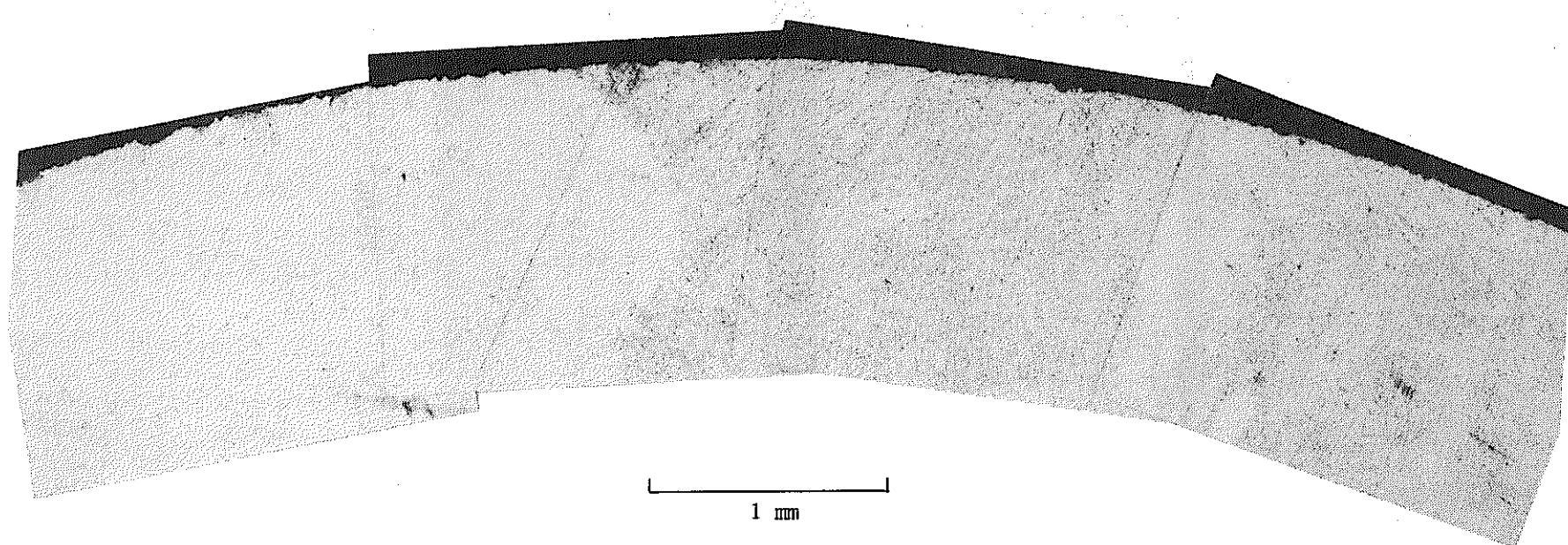
100μ

06C05



100μ

(図15 のつづき)



-46-

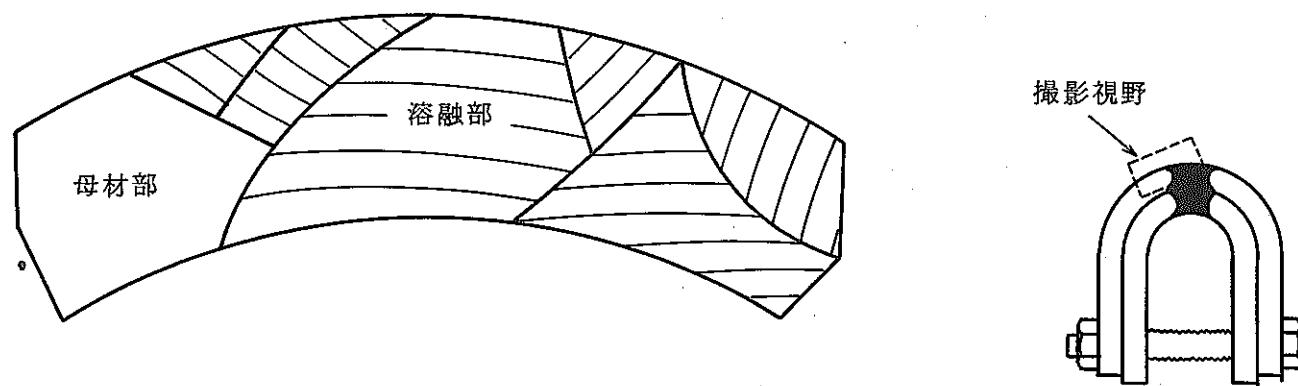


図 1 6 Rb - 3 の溶接材 (06W03) の溶融部及び母材部の断面写真

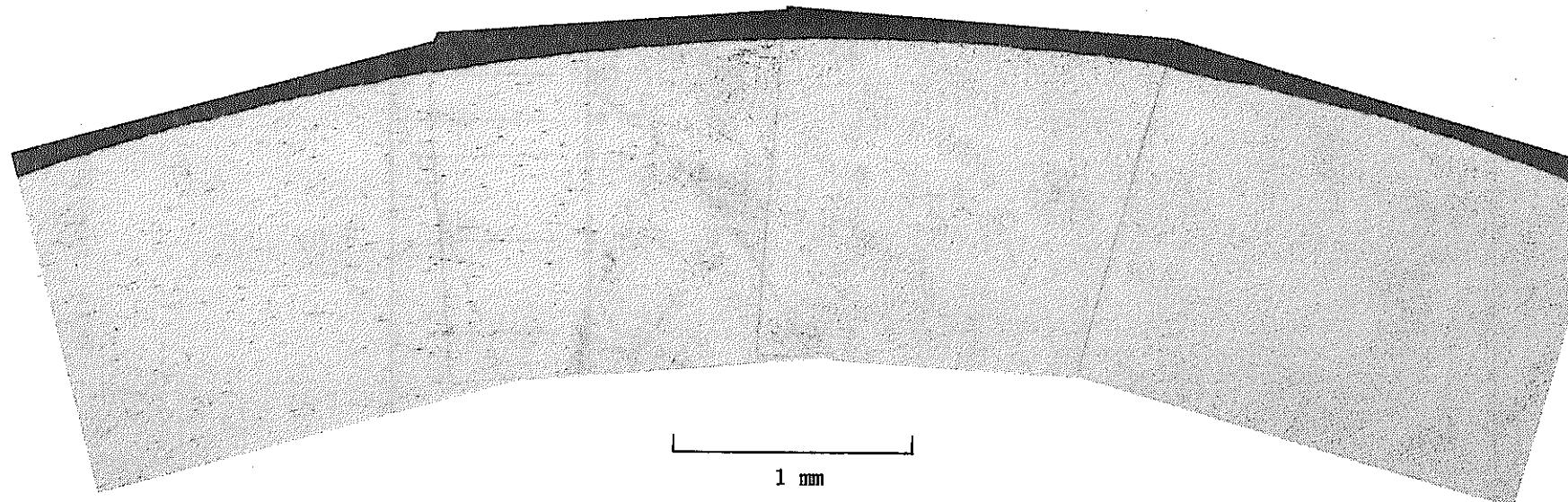
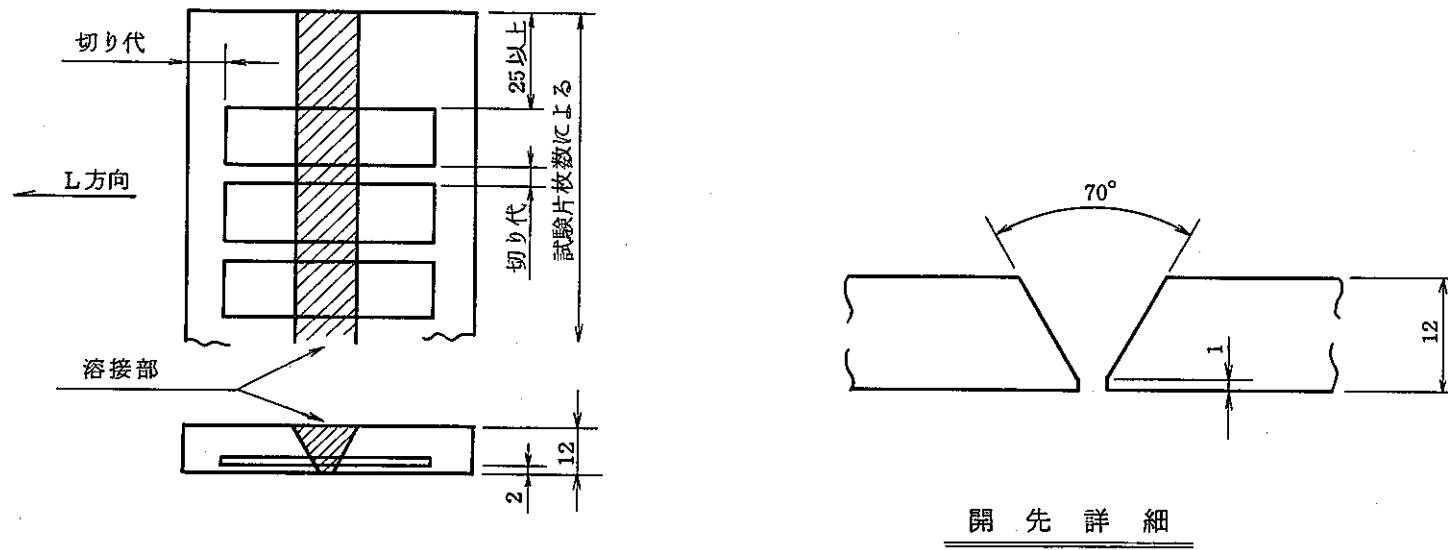


図17 Rb-5の溶接材(06W05)の溶接部及び母材部の断面写真

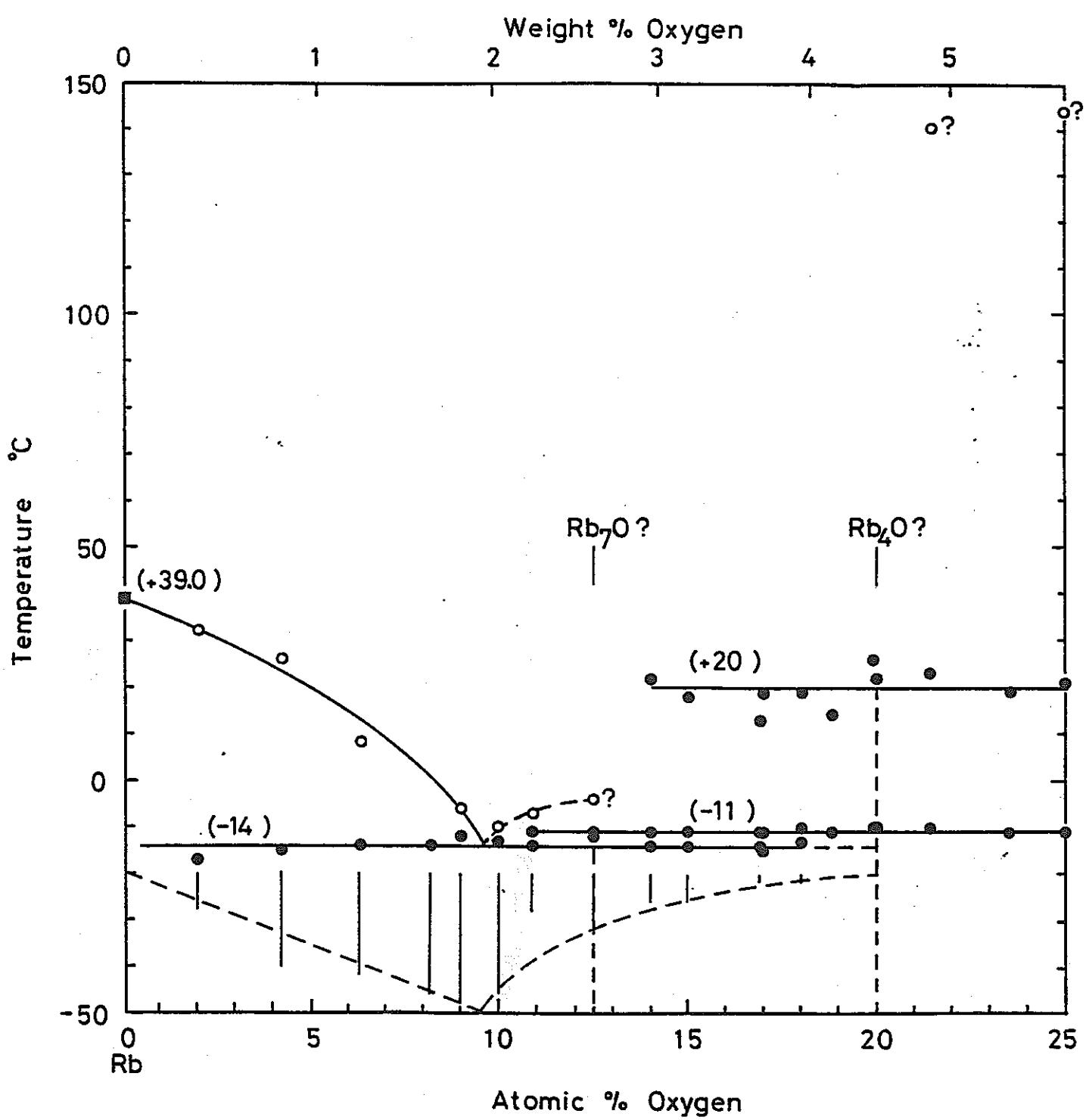


図 18 Phase Diagram of the Rb-O System in a Rubidium Rich Side.

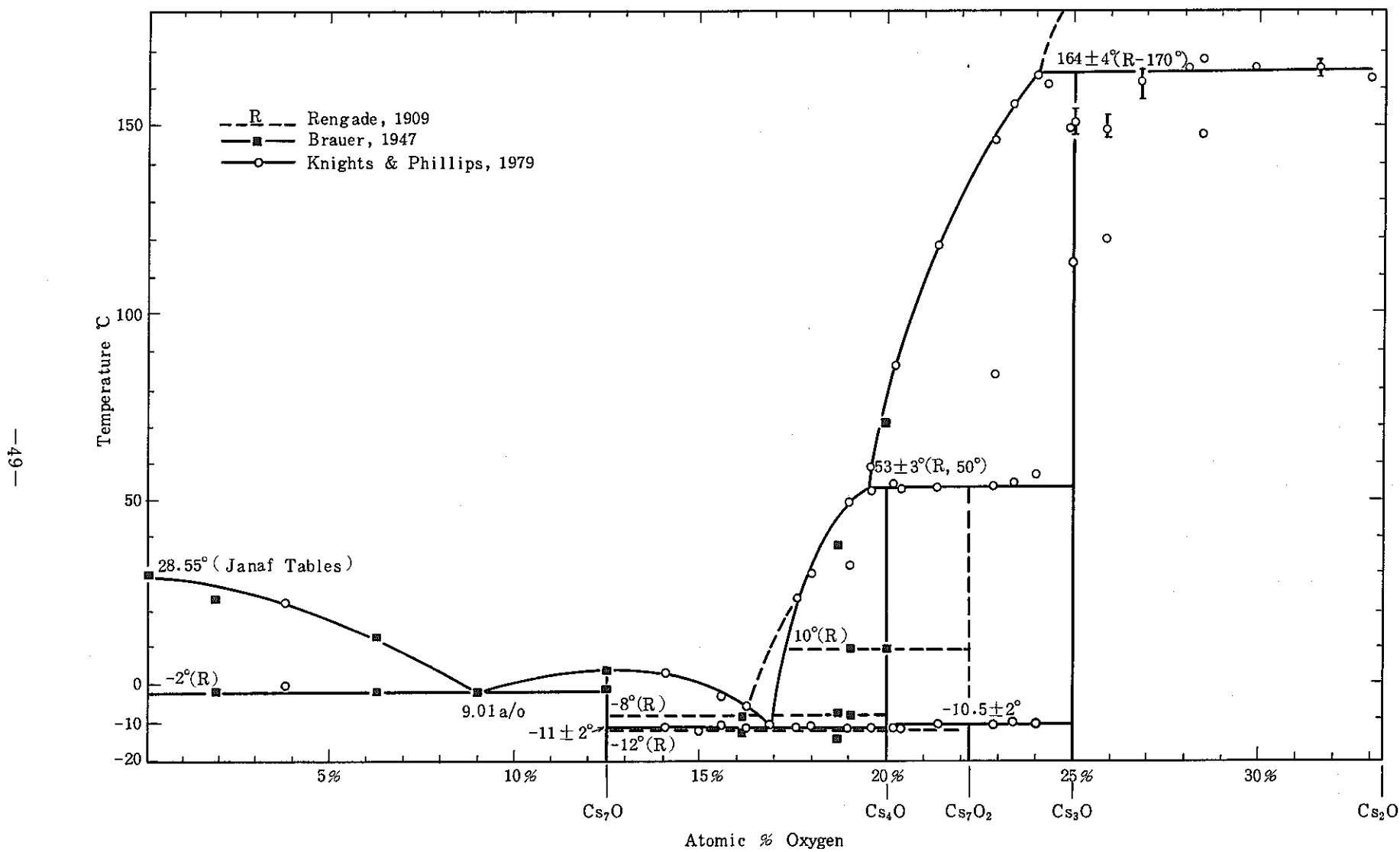


図 1 9 Cs-O 系相図