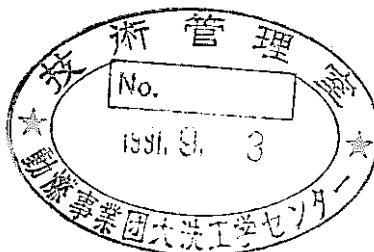


# 国産ODS材腐食評価試験

(動力炉・核燃料開発事業団 委託研究成果報告書)



1990年9月

技術資料コード	
開示区分	レポートNo.
T	J9124 90-003
<p>この資料は 図書室保存資料です 閲覧には技術資料閲覧票が必要です</p> <p>動力炉・核燃料開発事業団大洗工学センター技術管理室</p>	

株式会社 日立製作所

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団 大洗工学センター

システム開発推進部 技術管理室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:  
Technology Management Section, O-arai Engineering Center, Power Reactor  
and Nuclear Fuel Development Corporation 4002, Narita O-arai-machi Higashi-  
Ibaraki-gun, Ibaraki, 311-14, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development  
Corporation)

1990年9月

## 国産ODS材腐食評価試験\*

湯谷順明\*\* 細川隆徳\*\*  
米川智也\*\* 松塚龍二\*\*  
山中庸靖\*\*\* 小泉 章\*\*\*

### 要旨

国産ODS管材(13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wおよび11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W)および高強度フェライト/マルテンサイト管材1FKの腐食特性を把握するため、改良SUS316管材をレファレンス材とし、テルルおよびヨウ素を腐食剤として、温度500、600および700°C、時間100hの条件で腐食試験を行い、以下の結果を得た。

- (1) テルルに対する耐食性は試験温度700°Cでは、改良SUS316に比較して13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wは優れていたが、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKは劣っていた。
- (2) 試験温度500および600°Cでは、Cr含有量が高いほどテルルに対する耐食性が高くなる傾向が認められた。
- (3) ヨウ素による腐食試験で重量損失が認められ、4供試材とも重量損失は600°Cで最大であった。
- (4) 改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wおよび1FKのヨウ素に対する耐食性は劣っている。

\* 本報告書は、株式会社日立製作所が動力炉・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。

契約番号：010-D-241

事業団担当部課室および担当者：燃料材料開発部 照射燃料試験室（桑島幸夫）

\*\* 日本核燃料開発株式会社

\*\*\* 株式会社日立製作所

September 1990

**Corrosion Tests for Evaluation of Corrosion resistance of Domestic  
Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels\***

Toshiaki Yutani\*\*      Takanori Hosokawa\*\*  
Tomoya Yonekawa\*\*      Ryuji Matsuzaka\*\*  
Tsuneyasu Yamanaka\*\*\*    Akira Koizumi\*\*\*

**Abstract**

Corrosion tests with tellurium and iodine were conducted at 500, 600 and 700°C for 100 hours, to evaluate corrosion resistance to fission products. Domestic oxide dispersion strengthened ferritic steel tubes (13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W steel and 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W steel), high strengthened ferritic/martensitic steel tube (1FK) and modified SUS316 stainless steel tube were tested.

The results were summarized as follows.

- (1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W steel was superior to and 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5 Ti-2W steel and 1FK were inferior to the modified SUS316 stainless steel in corrosion resistance to tellurium at 700°C.
- (2) It was recognized that corrosion resistance to tellurium improved with chromium content at 500 and 600°C.
- (3) All steel specimens had the highest weight losses at 600°C in the corrosion tests by iodine.
- (4) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W steel, 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W steel and 1FK were inferior to the modified SUS316 satainless steel in corrosion resistance to iodine at 600°C.

---

\* Work performed by Hitachi, Ltd. under contract with Power Reactor and Nuclear Fuel Depelopment Corporation.

PNC Liaison: Alpha-Gamma Section, Fuel Materials Division,  
O-arai Engineering Center (Yukio Kuwashima)

\*\* Nippon Nuclear Fuel Development Co., Ltd.

\*\*\* Hitachi Works of Hitachi

## 目 次

1. 緒 言 -----	1
2. 試験方法 -----	2
2.1 供試材 -----	2
2.2 試料調整 -----	2
2.3 腐食試験 -----	3
2.4 金相観察 -----	3
2.5 機器分析 -----	4
3. 試験結果 -----	5
3.1 テルルによる腐食試験 -----	5
3.1.1 外観検査等 -----	5
3.1.2 縦断面金相 -----	5
3.1.3 横断面金相 -----	7
3.1.4 横断面の E P M A 観察結果 -----	12
3.2 ヨウ素による腐食試験 -----	15
3.2.1 重量損失 -----	15
3.2.2 横断面金層観察（試験方法 同時） -----	16
3.2.3 横断面金層観察（試験方法 単独） -----	18
3.2.4 横断面の E P M A 観察結果 -----	19
4. 検討および評価 -----	21
4.1 テルルによる腐食試験 -----	21
4.2 ヨウ素による腐食試験 -----	23
5. 結 言 -----	25
6. 参考文献 -----	26

L i s t   o f   T a b l e s

- Table 1 Chemical Composition
- Table 2 Conditions of Corrosion Tests
- Table 3 Number of Corrosion Tests Specimens
- Table 4 Specimen's Locations in the Quarz Tube at the Corrosion Tests  
by Iodine
- Table 5 Appearance of Cladding Specimen's Outer Surface Reacted with Te
- Table 6 Weight and Outer Diameter Changes of Cladding Specimens Reacted  
with Te
- Table 7 Attack Depths of Cladding specimens Reacted with Te
- Table 8 Results of Corrosion tests by I<sub>2</sub>
- Table 9 Attack Depths of Cladding specimens Reacted with I<sub>2</sub>

## List of Figures

- Figure 1 Corrosion Test Specimen with Tellurium.
- Figure 2 Heating Block for Corrosion Test.
- Figure 3 Apparatus for Corrosion Test with Iodine.
- Figure 4 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding. (TA-4 Specimen)
- Figure 5 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding. (TB-3 Specimen)
- Figure 6 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on 1FK Cladding. (TF-3 Specimen)
- Figure 7 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on Modified SUS316 Cladding. (TS-3 Specimen)
- Figure 8 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium. (TA-4 Specimen)
- Figure 9 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium. (TB-3 Specimen)
- Figure 10 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 1FK Cladding reacted with Tellurium. (TF-3 Specimen)
- Figure 11 Micrographs of Longitudinal Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium. (TS-3 Specimen)
- Figure 12 Relationships between Temperatures and Attack Depths by Tellurium.
- Figure 13 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TA-2 Specimen)
- Figure 14 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TA-3 Specimen)
- Figure 15 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TA-5 Specimen)
- Figure 16 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium.

- Figure 17 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W  
Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TB-1 Specimen)
- Figure 18 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W  
Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TB-2 Specimen)
- Figure 19 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W  
Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TB-4 Specimen)
- Figure 20 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W  
Cladding reacted with Tellurium.
- Figure 21 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with  
Tellurium at 500°C. (TF-1 Specimen)
- Figure 22 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with  
Tellurium at 600°C. (TF-2 Specimen)
- Figure 23 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with  
Tellurium at 700°C. (TF-4 Specimen)
- Figure 24 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with  
Tellurium.
- Figure 25 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding  
reacted with Tellurium at 500°C. (TS-1 Specimen)
- Figure 26 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding  
reacted with Tellurium at 600°C. (TS-2 Specimen)
- Figure 27 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding  
reacted with Tellurium at 700°C. (TS-4 Specimen)
- Figure 28 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding  
reacted with Tellurium.
- Figure 29 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-  
0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TA-2  
Specimen)
- Figure 30 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-  
0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TA-3  
Specimen)

- Figure 31 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TA-5 Specimen)
- Figure 32 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TB-4 Specimen)
- Figure 33 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 1FK Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TF-4 Specimen)
- Figure 34 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TS-4 Specimen)
- Figure 35 Relationships between Temperatures and Weight Losses by Iodine.
- Figure 36 Comparison of Weight losses.
- Figure 37 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IA-1 Specimen)
- Figure 38 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IA-2 Specimen)
- Figure 39 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IA-3 Specimen)
- Figure 40 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine.
- Figure 41 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IB-1 Specimen)
- Figure 42 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IB-2 Specimen)
- Figure 43 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IB-3 Specimen)
- Figure 44 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine.
- Figure 45 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with

Iodine at 500°C. (IF-7 Specimen)

Figure 46 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IF-8 Specimen)

Figure 47 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IF-9 Specimen)

Figure 48 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine.

Figure 49 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IS-2 Specimen)

Figure 50 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IS-5 Specimen)

Figure 51 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IS-8 Specimen)

Figure 52 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine.

Figure 53 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IA-4 Specimen)

Figure 54 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IB-4 Specimen)

Figure 55 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IF-12 Specimen)

Figure 56 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IF-10 Specimen)

Figure 57 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IS-12 Specimen)

Figure 58 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IA-2 Specimen)

Figure 59 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IF-8 Specimen)

Figure 60 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 1FK  
Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IF-9 Specimen)

Figure 61 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for  
Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IS-5 Specimen)

Figure 62 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for  
Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IS-8 Specimen)

Figure 63 Relationships between Cr Content and attack Depths by Tellurium.

## 1. 緒 言

高速炉の炉心材料は、高温強度と耐スエリング性のみならず核分裂生成物に対する耐食性が優れていることが重要である。動力炉・核燃料開発事業団（以下動燃事業団と略称）殿では、耐スエリング性の高い炉心材料として、酸化物分散強化型フェライト鋼（O D S材）とフェライト／マルテンサイト鋼を開発中である。また、動燃事業団殿は、材料開発に供するため以下の炉外腐食試験を行ってきている。

O D S材に関しては、Inco社製のMA957、MA957の板材、丸棒材、管材について、模擬F P腐食剤（I、Te、Cs系）による試験が行われた。この結果、板材ではテルル腐食の場合著しい腐食の異方性が観察されたが、丸棒材、管材に関しては改良SUS316被覆管と比較して耐食性に優れていることが分かった。これに引き続き、昨年度は国産O D S板材について、Te、Cs系腐食剤による腐食挙動が評価され、国産O D S板材はMA957と同等の耐食性を持つことが分かった。

一方、フェライト／マルテンサイト鋼に関しては、最適化管材である61FSFの腐食挙動が調べられ、改良SUS316鋼と比較してヨウ素腐食の場合わずかに劣るが、Te、Cs系腐食剤に対しては同等以上の耐食性を持つことが分かった。

以上の昨年度までに得られた結果を踏まえて、今年度は以下の試験を行い、腐食特性を評価した。

- (1) 添加元素の組合せにより高強度化が図られている国産O D S管材についてのヨウ素およびテルルによる腐食試験。
- (2) 61FSFと比べ合金組成を多少変えてある高強度フェライト・マルテンサイト管材1FKのヨウ素とテルルによる腐食試験。

なお、レファレンス材である改良SUS316被覆管の腐食試験も実施した。

## 2. 試験方法

### 2.1 供試材

試験に用いた供試材は以下の4管材である。これら供試材の化学成分をTable 1に示す。なお、供試材は動燃事業団殿から支給されたものである。

#### ① 国産ODS管材（2鋼種）

13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W 管材

（外径7.5mm、肉厚0.4mm）

11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W 管材

（外径7.5mm、肉厚0.4mm）

#### ② 高強度フェライト／マルテンサイト管材（1FK）

（外径6.85mm、肉厚0.56mm）

#### ③ 改良SUS316被覆管

（外径6.55mm、肉厚0.45mm）

### 2.2 試料調整

テルルを腐食剤とするときの試料の形状および寸法をFigure 1に示す。試料は、長さ40mmに切断した管材の両端に端栓をTIG溶接し、テルルを封入したものである。封入量は約1gで、精製したアルゴンガス（水分5ppm以下、酸素1ppm以下）中で封入した。また、端栓材として、管材が国産ODS材および1FKの場合はJIS材のフェライト鋼であるSUS403を、一方改良SUS316の場合はJIS材のSUS316を用いた。なお、下側の端栓を溶接した後、上記の精製したアルゴンガス中で上側の端栓を溶接し、腐食剤を封入したが、国産ODS材の下側の端栓溶接の際、溶接部に窪みが発生しその中央に何かが析出しているように見えた。しかし、ヘリウムリーク試験（全数）を行ったところリークは認められなかったので、そのまま試験に供した。

一方、ヨウ素を腐食剤とするときは、管材を長さ5mmに切断し、試料とした。これまでの腐食試験の経験から、ヨウ素による腐食の場合、表面に酸化皮膜が存在すると、腐食が進行しない可能性があるので、内外面をSiC研磨紙で#600まで研磨し、表面

に形成していると考えられる酸化皮膜を取り除いた。

### 2.3 腐食試験

試験条件および試料数をTable 2 および 3 に示す。

テルルを腐食剤とするときは、真空加熱炉にて同一試験温度の試料を同時に等温加熱した。なお、これまでの試験<sup>(1)</sup>と同様に試料間の温度差を極力少なくするため、試料をFigure 2 に示す均熱ブロック内に入れて加熱した。

ヨウ素を腐食剤とするときは、Figure 3 に示す試験装置を用いた。市販のヨウ素を精製した後、一定の蒸気圧のヨウ素中で試料を所定の温度および時間反応させるために、市販のヨウ素を入れる部分（温浴）、ヨウ素供給部（水一水浴）、反応管部および液体窒素トラップ等で構成されている。このうちヨウ素供給部は、投げ込み式の冷却器を用いて $0 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に制御した（水一水浴の容量約10 l）。また、市販のヨウ素は、大気に触れ水分および酸素を吸着していると考えられるので、腐食試験に先立ちヨウ素の精製を行った。市販のヨウ素および精製されたヨウ素が析出される部分（ヨウ素供給部）を予め室温で真空に引き、次に市販のヨウ素の部分を温浴に浸すとともにヨウ素供給部を $0^{\circ}\text{C}$ に制御してヨウ素供給部にヨウ素を析出させた。析出されないヨウ素は液体窒素トラップで捕集した。

ヨウ素精製後、反応管部を油拡散ポンプで十分真空（約 $2 \times 10^{-6}$ Torr）に引き電気炉の加熱を開始した。所定の温度に達した後ヨウ素の供給を開始し、100h経過後ヨウ素の供給を停止した。試験後、水およびアルコールで洗浄後重量を測定し、重量の減少割合により腐食の程度を評価した。

なお、これまでの試験結果<sup>(1)</sup>から、ヨウ素を腐食剤とするとき、たくさんの試料を並べて試験をすると、両端の試料の腐食量が大になり、また、ヨウ素供給側に近い方の試料の腐食量が大になる傾向が認められた。このため、1 FKを用いて予備試験を行って試料位置と腐食量との関係を求めるとともに、全供試材を同時に試験する際には両端に別途改良SUS316の試料を配置し、腐食量を評価する試料の条件が極力同等になるように考慮した。Table 4 に同時の場合の試料装荷位置を示す。

### 2.4 金相観察

テルルを腐食剤とする場合は、腐食試験後外観観察、外径変化および重量変化を測

定し、この後金相観察をした。初めに、試験温度700°Cのそれぞれ2試料あるうち片方の試料について、縦断面の金相観察を行い、この結果に基づき残りの試料の横断面観察位置、すなわち試料の軸方向切断位置を決めた。腐食深さは、横断面の金相観察により求めた。すなわち、周方向の任意のところを基準にして90度毎に角度を変えて顕微鏡上で非腐食層の厚さを測定し、元の肉厚からこの値を差し引いて腐食深さを求めた。また、確認のため観察位置の金相写真を撮影した。なお、試料を研磨する際、水を用いると試料が鎔びる恐れがあるので、水を用いるところは変わりにケロシンを用いた。

一方、ヨウ素を腐食剤とする場合は、代表的なものおよび特異なものについて横断面の金層観察を行い、腐食形態に特異な点が無いか否かを調べた。

## 2.5 機器分析

テルルおよびヨウ素を腐食剤とする試料の内、代表的なものおよび特異なものについて、SEM観察とEPMA面分析を行い、Cr、Fe（テルルを腐食剤とする場合はTeも、また、改良SUS316の場合Niも）の分布挙動を調べた。

### 3. 試験結果

#### 3.1 テルルによる腐食試験

##### 3.1.1 外観検査等

腐食試験後の試料の外観観察結果をTable 5に示す。また、重量および外径変化をTable 6に示す。

外観観察からは、各試料とも若干酸化しているが、クラックなどは発生していなかった。重量は、国産ODS管材の試験温度700°Cの条件のものを除いて、1mg前後の値しか増加していなかった。これに対し、国産ODS管材の試験温度700°Cの条件のものは、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wが約3mg、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wが約10mgと比較的重量増加が多かった。外径についてみると、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wの試験温度の700°C条件の試料が約10μm増加していたが、他の条件の試料には有意な変化は認められなかった。

以上のことから、外面が僅かに酸化しているのみで、試験中に試料からテルルがリークした様子はなく、金相観察により腐食量を評価できると考えられる。

##### 3.1.2 縦断面金相

試験温度700°Cの条件の各供試材試料の縦断面腐食深さ分布を、Figure 4~7に示す。腐食深さは、元の内面位置を同定することができないので、元の肉厚（測定値）から腐食していない部分の厚さを差し引いて求めた。

各供試材とも、下部端栓の内側付近のところで腐食深さが高い値になっているが、約15mm以上離れたところではほとんど腐食していない。13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの場合、腐食深さは下部端栓の内側から1~7mmの範囲で約180μmとほぼ均一な値（最大192μm）で、また、左右ともほぼ同じ値である。11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wの場合は、下部端栓の内側より1~6mmの範囲で高い値（最大322μm）であるが、ばらつきが大きく、また、左右の差が大きい。1FKは、2~5mmの範囲で軸方向にはほぼ均一（最大367μm）であるが、左右の差が著しい。改良SUS316の場合、2~5mmの範囲で高い値（最大293μm）で、また、全体にわたって左右の差が少ない。

以上の腐食深さ分布測定結果から、下部端栓の内側から約4mm離れた位置で横断面の金相観察をすれば、腐食深さがほぼ最大のところを観察できると考え、残りの試料の横断面観察位置は、約4mm離れたところとした。

縦断面金相写真をFigure 8~11 に示す。いずれも下部端栓の内側より約4mm離れたところである。テルルによる腐食の場合、元の内面位置を同定することが困難であるので、ここでは腐食層を腐食していない母材（非腐食層）側から第1層、第2層、・、・（Figureの中では、それぞれを①、②、・で示す）と呼ぶこととする。また、最も非腐食層から離れた層は、テルルを主成分とする層と考え、テルル層と呼ぶ。なお、元の内面位置に相当するところには、ボイドが多く見受けられることが多い。以下に各試料の金相観察結果を示す。

(1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W (試料: T A - 4)

腐食層の数は3である。第1層と第2層の境界は明確ではないが、第1層が軸方向に部分的に腐食してゐるのに対し、第2層は軸方向にすじ状に全面的に腐食している。しかし、写真に見られるように部分的には黒く見えるところが多い。また、軸方向のクラックが見られる。第3層はボイドが多い層で、また、この層とテルル層との間にはボイドが多く見られる。なお、写真的位置にはないが、外面のところどころに酸化と見られる外表面腐食が見られる。

(2) 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W (試料: T B - 3)

腐食層の数は3である。T A - 4と同じく第1層と第2層の境界は明確ではないが、第1層が軸方向に部分的に腐食してゐるのに対し、第2層は軸方向にすじ状に全面的に腐食している。しかし、T A - 4と異なり、第2層と第3層の間に隙間があり、また、それは軸方向に直線的ではなく、ところどころで大きく曲がっている。なお、酸化と見られる厚さ20μm程度の外表面腐食層が認められる。

(3) 1 FK (試料: T F - 3)

腐食層の数は3である。第1層と第2層の境界は明確ではない。第1層では局部的な腐食が起こっており、また、研磨の際生じたと考えられる剥離（写真で黒く見えるところ）が見られる。第2層は全面的腐食層であり、ところどころに軸方向のクラックが見られる。第3層はボイドが多い層である。

(4) 改良SUS316 (試料: T S - 3)

腐食層の数は3である。第1層と第2層との境界は明確ではない。第1層は局部的に、第2層は全面的に腐食した層である。なお、第2層の第3層側は、第2層の大部分より黒くなっていて少々組織が異なっているように見える。

### 3.1.3 横断面金相

横断面金相観察より求めた腐食深さの測定結果をTable 7に示す。ここで、腐食深さは、元の内面位置を同定することができないので、縦断面の場合と同様に元の肉厚から非腐食層の厚さを差し引いて求めた。この腐食深さの平均値について試験温度との関係をプロットしたものをFigure 12に示す。

Figure 12で $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ を除いて、試験温度が高くなるにつれ、腐食深さが高い値となる。 $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ の場合は、試験温度 $500^\circ\text{C}$ の場合よりも、 $600^\circ\text{C}$ のほうが若干腐食深さが低い値になっている。試験温度 $500^\circ\text{C}$ と $600^\circ\text{C}$ では、 $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ と1FKの腐食深さは同程度の値で、かつ、他の2供試材より高い。逆に、改良SUS316のそれが最も低い値である。また、 $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ のそれは中間の値である。試験温度 $700^\circ\text{C}$ では、 $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ 、1FKおよび改良SUS316の腐食深さは同程度の値で、 $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ のそれよりも高い。また、ばらつきすなわち周方向の腐食深さのばらつきは、 $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ と1FKが比較的大きいのに対し、 $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ と改良SUS316は小さい。なお、試験温度 $700^\circ\text{C}$ における最大腐食深さを縦断面金相の場合の最大腐食深さと比較してみると、4供試材とも $20\mu\text{m}$ 以内の差しかなく、よく一致している。

横断面の金相写真をFigure 13~28に示す。試料全体と腐食深さを測定したところの写真であり、このうち、Figure 16、20、24および28は、腐食深さを測定したところの一部を拡大したものである。この拡大写真で右側が非腐食層であり、↓で示すところが元の肉厚から推定した元の内面位置である(ただし、必ずしも視野内には存在しない)。Figureから分かるように元の内面位置には明確に境界を示すものではなく、腐食層の一部になっている。また、必ずしも明確に区別できない場合も多いが、Figureの↓で示す位置は、非腐食層と腐食層または腐食層同士の境界を示す。さらに、元の内面位置を含む層までを腐食層とし、非腐食層に近いほうから第1層、第2層、・、と呼ぶこととする。以下に、横断面金相観察結果を示す。

(1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W

(a) 試験温度500°C (試料: TA-2)

腐食層の数は4であり、また、非腐食層の厚さは周方向にほぼ均一である。非腐食層と第1層および第2層と第3層との間には、クラックがある。また、第3層の第2層側はボイド状である。非腐食層、第1層、第2層および第3層間の境界は明確であるが、第3層と第4層とのそれは不明確である。第1層はほぼ均質な層で、厚さも周方向にほぼ一定している。第3層は若干白っぽいところと若干黒っぽいところが混じった層である。

(b) 試験温度600°C (試料: TA-3)

腐食層の数は、試験温度500°Cの場合に比べて1つ少ない3であり、また、非腐食層の厚さは周方向にほぼ均一である。非腐食層と第1層の間にはクラックがあり、また、その境界も明確である。これに対し、第1層と第2層および第2層と第3層の境界は不明確である。3層のうち、第1層の組織は、試験温度500°Cのときの第1層のそれとよく似ている。

(c) 試験温度700°C (試料: TA-5)

腐食層の数は3であり、また、非腐食層の厚さは周方向にほぼ均一である。縦断面観察のときと同じく、元の内面位置にはボイドが多い。非腐食層、第1層、第2層および第3層間の境界は不明確である。試験温度500°Cおよび600°Cの場合と異なり、非腐食層と第1層との間には境界が不明確で、第1層は部分的に腐食した層である。また、第2層は縦断面観察のときと異なり、すじ状でなく、黒っぽい点が密集した組織になっている。

(d) 全体

試験温度500°Cの第1層、600°Cの第1層および700°Cの第2層はよく似た組織の層であり、また、500°Cと600°Cの第2層と700°Cの第3層もよく似た組織の層である。これらは、試験温度高くなるにつれ厚さが増していく傾向にある。また、試験温度500°Cと600°Cでは、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは

局部的に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。

(2) 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W

(a) 試験温度500°C (試料: T B - 1)

腐食層の数は4である。しかし、非腐食層および第3層の厚さが周方向に極めて不均一であるので、元の内面位置は、Figure 20に示すように第3層内にある場合もある。この点を除けば、境界の明確さ、クラックの存在および組織は、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの場合とほぼ同じである。ここでも、第1層は、比較的均一な層で、周方向にその厚さもほぼ一定している。

(b) 試験温度600°C (試料: T B - 2)

腐食層の数は3である。非腐食層の厚さは、試験温度500°Cの場合と同じく周方向に極めて不均一である。各腐食層の特徴は、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの場合とほぼ同じであるが、第3層の第2層側にボイドが多いのが異なっている。

(c) 試験温度700°C

腐食層の数は4である。試験温度500°Cおよび600°Cの場合と同じく非腐食層の厚さは軸方向に不均一である。13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの場合と同じく、第1層は部分的に腐食した層、第2層は黒っぽい点が密集した組織になっているが、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと異なり第2層と第3層の間に全周にわたってクラックがある。

(d) 全体

非腐食層の厚さが周方向に極めて不均一であるのが、3温度に共通する特徴である。腐食層は形態的に13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wとはほぼ同じである。この場合も、試験温度500°Cの第1層、600°Cの第1層および700°Cの第2層が、また、500°Cと600°Cの第2層と700°Cの第3層がよく似た組織の層である。さらに、試験温度500°Cと600°Cでは、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは局部的

に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。

(3) 1 F K

(a) 試験温度500°C (試料: T F - 1)

腐食層の数は4である。非腐食層の厚さは、周方向の大部分ではほぼ均一であるが、一部不均一なところがある。各腐食層は、形態的に $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ および $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ に似ているが、他より第3層に多くのボイドが存在する。

(b) 試験温度600°C (試料: T F - 2)

腐食層の数は3である。非腐食層の厚さは周方向に不均一である。各腐食層は形態的に $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ によく似ている。

(c) 試験温度700°C (試料: T F - 4)

腐食層の数は4である。非腐食層の厚さは周方向に不均一である。各腐食層は、形態的に $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ や $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ に似ているが、第2層は他より黒く見える。また、第1層では粒界に沿ってテルルが侵入しているように見える。

(d) 全体

非腐食層の厚さは周方向に不均一である。形態的に $13\text{Cr}-0.5\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-3\text{W}$ および $11\text{Cr}-0.25\text{Y}_2\text{O}_3-0.5\text{Ti}-2\text{W}$ とほぼ同じである。この場合も、試験温度500°Cの第1層、600°Cの第1層および700°Cの第2層が、また、500°Cと600°Cの第2層と700°Cの第3層がよく似た組織の層である。さらに、試験温度500°Cと600°Cでは、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは局部的に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。

(4) 改良SUS316

(a) 試験温度500°C (試料: T S - 1)

腐食層の数は3である。非腐食層の厚さは周方向にはほぼ均一である。第1層は均質のように見え、また、第2層と第3層の間には小さいボイドが比較的多く存在する。このような点はを除けば、第1層と第2層は形態的に他の供試材に似ている。また、非腐食層と第1層の間にクラックがある。

(b) 試験温度600°C (試料: TS-2)

腐食層の数は2である。非腐食層の厚さは周方向にはほぼ均一である。非腐食層と第1層の境界にクラックがあるが、また、第1層内にもクラックがある。第1層は他の供試材のそれよりも黒く見えるが、形態的には似ている。しかし、第2層は他の供試材の第2層よりむしろ第3層に似ている。

(c) 試験温度700°C (試料: TS-4)

腐食層の数は3である。非腐食層の厚さは周方向にはほぼ均一である。非腐食層と第1層および腐食層同士の境界は不明確で、また、クラックはない。各腐食層は形態的に他の供試材に似ており、第1層はテルルが部分的に侵入した層である。第2層のうち、第3層側のところは他のところより若干黒っぽく見える。

(d) 全体

非腐食層の厚さは、周方向にはほぼ均一である。一部異なるところがあるが、腐食層は形態的に他の供試材に似ている。また、試験温度500°Cと600°Cでは、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは局部的に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。

以上のように、テルルによる腐食は、細部で異なっているところがあるが、試験温度条件が同じであれば、形態的にはほぼ同じである。以下にテルルによる腐食の特徴を示す。

- (1) 元の内面位置は腐食層の一部になっていて同定することができない。

- (2) 腐食層は3～4の多くの層に分けらる。
- (3) 非腐食層の厚さは、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと改良SUS316の場合はほぼ均一であるが、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKの場合は不均一である。また、これは、縦断面金相の結果と対比してみると、再現性があると考えられる。
- (4) 試験温度500°Cと600°Cの条件では、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは局部的に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。
- (5) 試験温度500°Cと600°Cの条件の第1層は、周方向に厚さがほぼ一定である。

### 3.1.4 横断面のEPMA観察結果

13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの3試験温度における試料と他の供試材の試験温度700°Cにおける試料のEPMA観察を行った。Figure 29～34にEPMA観察写真を示す。また、以下に観察結果を示す。なお、腐食層の定義は金相観察の場合と同じであり、Figureの中では、第1層、第2層、・をそれぞれ①、②、・で示す。

#### (1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W

##### (a) 試験温度500°C (試料: TA-2)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層、第3層および第4層が含まれる。SEMでは、第3層と第4層との境界を除いて他の境界は明確に区別できる。Crは、第3層の第2層側のボイドが多いところ除く腐食層に存在する。濃度が最も高いのは第2層で、これに第1層が続く。Feは、第1層では極めて濃度が低くなっているが、第3層の第2層側すなわちCrの濃度が低いところとその近くで比較的濃度が高くなっている。また、明確ではないが、第2層でも比較的濃度が高いように見える。Teは全腐食層に存在するが、非腐食層には侵入していない。

##### (b) 試験温度600°C (試料: TA-3)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層および第3層が含まれる。SEMではその境界を明確に区別することができないが、第1層はクラック付近

を除くとその大部分が若干白っぽく見える。Crは第1層と第2層では全体にわたって存在し、濃度も比較的高い。しかし、第3層には、局部的しか存在しない。逆にFeは、第3層ではCrが局部的に存在するところを除いて濃度が高いが、第1層および第2層では低い。Teは全腐食層に存在するが、非腐食層には侵入していない。

(c) 試験温度700°C (試料: TA-5)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層および第3層が含まれる。SEMではその境界を明確に区別することができないが、金相写真によく対応しているように見える。第2層には、千鳥足状に白っぽくなっているところがあり、そこには粒状のものが集まっている。Crは、第1層で濃度が低くなっているが、第2層と第3層の第2層よりのところで全体にわたって存在し、濃度が比較的高い。また、第3層の残りの部分には局部的に存在する。逆にFeは、Crの濃度が低いところで濃度が高くなっている。また、第2層には局部的に粒状に若干濃度が高くなっている。Teは、第2層と第3層にはボイドのところを除いて存在し濃度も高いが、第1層では局部的にしか存在しない。なお、第1層のTeが局部的存在するところでは、Feの濃度が低いように見える。

(2) 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W

(a) 試験温度700°C (試料: TB-4)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層、第3層および第4層が含まれる。ただし、第4層は僅かしか含まれない。SEMの金相写真はとの対応はよく、金相写真と同じように見える。Crは第2層と第3層の全体にわたって存在し、その濃度も高いが、第1層では濃度が低い。なお、第4層の分布状況は観察範囲が狭くよくわからない。一方、Feは、第1層では濃度が高いが、第2層と第3層では低い。しかし、第2層と第3層で局部的に濃度が高いところがある。第2層では粒状になっており、そこではCrの濃度が低いように見える。Teは、第2層と第3層では濃度も高いが、第1層には局部的にしか存在しない。

### (3) 1 F K

#### (a) 試験温度700°C (試料: T F - 4)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層および第3層が含まれる。ただし、非腐食層は僅かである。SEMでは、第2層は粒状の窪みが多くある組織に見える。Crは、第2層と第3層で濃度が高い。しかし、第1層では濃度が低い。また、第2層ではところどころで粒状に、第3層では局部的に濃度が低くなっている。一方、Feは、第1層ではTeが局部的に存在するところを除いて、また、第2層ではところどころで粒状に、第3層ではCrの濃度が低いところで濃度が高い。Teは、ボイドのところを除いて第2層と第3層の全体にわたって存在し、第1層では、局部的に(粒界に沿ったように)存在する。

### (4) 改良SUS316

#### (a) 試験温度700°C (試料: T S - 4)

観察範囲には、非腐食層、第1層、第2層および第3層が含まれる。SEMの金相写真との対応はよいが、金相写真と同じく境界は明確でない。Crは、第1層で濃度が低く、また、第2層の第3層との境界付近で僅かに濃度が低くなっているが、第2層の他のところと第3層では濃度が比較的高い。一方、Feは、第1層では濃度が高いが、第3層では低い。第2層では比較的濃度が高く、この第2層内ではCrの濃度が僅かに低くなっている第3層と境界付近で最も濃度が高い。Niは、第1層、第2層および第3層のいずれの腐食層においても、濃度が低い。Teは、第1層を除い腐食層には全体にわたって存在するが、第1層では局部的である。

以上にのように、全試験条件について観察していないが、テルルによる腐食には以下の特徴がある。

- ① 試験温度700°Cでは、4供試材とも非腐食層に隣接した第1層で、Crの濃度が低く、逆にFeの濃度が高い。また、Teは局部的に存在する。
- ② 試験温度700°Cの条件の第1層とボイドのところを除いて、腐食層における

T e の濃度が高い。

- ③ 腐食層では、C r とF eの共存性が悪く、C r の濃度が高いところではF e のそれは低い。
- ④ 試験温度700°Cの条件の第1層を除いて、非腐食層に近い層ほどC r の濃度が高い。

### 3.2 ヨウ素による腐食試験

#### 3.2.1 重量損失

重量に関する試験結果をTable 8に示す。Tableで予備試験として試料位置と腐食量との関係を求めた結果（試験方法 同時、供試材 1 F K）を見ると、予想したように両端に置いた試料の重量損失が他より大きく、特にヨウ素供給側の試料（I F - 6）のそれが大きい（I F - 2、I F - 3 および I F - 4 の平均より約30%高い値である）。この2試料の次に重量損失が大きいのは、I F - 5 であるが、残りの3試料の平均より約10%高い値にすぎない。次に、全供試材同時に試験する際に、両端に別途改良SUS316の試料（Tableの備考欄に参考データと記した試料）を置いたが、これと中央付近に置いた試料を比較すると、いずれの試験温度でもヨウ素供給側の試料が最も重量損失が高い値であり、中央に置いた試料と重量損失の差が少ない試験温度500°Cの場合を除いて、反ヨウ素供給側に置いた試料のそれが次いで高い値となっている。以上のことから、両端に置いた試料を除いて重量損失量を比較すれば、比較的精度よく供試材間のヨウ素に対する耐食性を評価できると考えられる。なお、供試材別に2試料づつ試験をした（試験方法 単独）場合は、2試料間の重量損失に有意な差はない。

試験方法同時の場合の試験温度と重量損失の関係を、Figure 35に示す。各供試材とも重量損失が最も高い値であるのは、試験温度600°Cのときである。1 F Kを除いて、次いで重量損失が高い値であるのは700°Cの時であるが、600°Cとの差は少ない。しかし、1 F Kは3試験温度の中で、700°Cのときが最も低い値となっている。このような傾向を示すことから、評価する試験温度により供試材間の耐食性の優劣が変わってくるが、いずれの試験温度においても改良SUS316の重量損失が最も低い値で、これに対し13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wのそれは高い値である。

次ぎに、試験温度700°Cに於ける各供試材の重量損失を比較したものを、Figure 36に示す。試験方法により重量損失量は異なるが、いずれの供試材でも試験方法が単独の場合のほうが高い値である。Figureから、1FKと改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wの重量損失が試験方法を問わず高い値であることが分かる。

なお、試験方法同時の1FKの場合、試験温度600°Cの場合に比較して700°Cに於ける重量損失が大幅に低い値であったので、試験方法単独に於いて、試験温度600°Cの条件を追加した。その結果、Table 8に示すように600°Cに比較して700°Cのときの値は約60%であり、600°Cに比較して700°Cのほうが重量損失が大幅に低い値になる傾向があることを確認できた。

### 3.2.2 横断面金層観察（試験方法 同時）

試験方法同時の場合の耐食性評価に用いる全試料について、横断面の金層観察を行った。横断面の観察位置はテルルによる腐食試験の場合と同じく、断面の4カ所である。金相写真をFigure 37～52に示す。このうち、Figure 40、44、48および52は、観察したところの一部を拡大したものである。以下に観察結果を示す。なお、ヨウ素による腐食の場合、必ずしも腐食層が残らないことと内外面とも腐食することから、元の肉厚（実測値）から非腐食層の厚さを差し引いた値を肉厚減少量とした。

#### (1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W

##### (a) 試験温度500°C（試料：IA-1）

肉厚が約20μm減少しているが、腐食層は認められず、内表面は比較的滑らかである。

##### (b) 試験温度600°C（試料：IA-2）

肉厚が約70μm減少しているが、腐食層は認められない。内表面は試験温度500°Cの場合より滑らかである。

##### (c) 試験温度700°C（試料：IA-3）

肉厚が約 $80\mu$  m減少しているが、腐食層は認められない。内表面は若干凸凹している。

(2) 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W

(a) 試験温度500°C (試料: I B - 1)

肉厚が約 $30\mu$  m減少しているが、腐食層は認められず、内表面は比較的滑らかである。

(b) 試験温度600°C (試料: I B - 2)

肉厚が約 $90\mu$  m減少しているが、腐食層は認められない。内表面は試験温度500°Cの場合より滑らかである。

(c) 試験温度700°C (試料: I B - 3)

肉厚が約 $80\mu$  m減少しているが、腐食層は認められない。内表面は若干凸凹している。

(3) 1 F K

(a) 試験温度500°C (試料: I F - 7)

肉厚が約 $40\mu$  m減少しているが、腐食層は認められない。内表面は若干凸凹している。

(b) 試験温度600°C (試料: I F - 8)

肉厚が約 $90\mu$  m減少しているが、腐食層は認められない。内表面は凸凹している。

(c) 試験温度700°C (試料: I F - 9)

内表面は凸凹しており、また、厚さ $10\mu$  m程度の腐食層が認められる。この腐食層は、細かい小片になっており、徐々に剥離していったように見える。なお、肉厚は約 $40\mu$  m減少している。

#### (4) 改良SUS316

##### (a) 試験温度500°C (試料: IS-2)

顕著な肉厚減少は認められない ( $10\mu\text{m}$ 程度)。内表面は滑らかである。

##### (b) 試験温度600°C (試料: IS-5)

内表面は凸凹しており、また、厚さ  $10\mu\text{m}$  程度の腐食層が認められる。腐食層は、細かい小片のようになっており、徐々に剥離していったように見える。肉厚は約  $30\mu\text{m}$  減少している。

##### (c) 試験温度700°C (試料: IS-8)

厚さ  $15\mu\text{m}$  程度の多孔質状の腐食層が認められる。試験温度600°Cの場合と異なり、元の表面が残っているように見える。なお、肉厚は約  $40\mu\text{m}$  減少している。

### 3.2.3 横断面金層観察 (試験方法 単独)

試験方法単独の場合、同一条件の2試料の内1試料について、横断面の金層観察を行った。横断面の観察位置はテルルによる腐食試験の場合と同じく、断面の4カ所であるが、このうちの1カ所についての金相写真をFigure 53~57に示す。

##### (1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、試験温度700°C (試料: IA-4)

肉厚減少は約  $130\mu\text{m}$  と同時の場合に比較して大きいが、同様に腐食層は認められず、また、内表面は凸凹している。

##### (2) 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W、試験温度700°C (試料: IB-4)

肉厚減少は約  $120\mu\text{m}$  と同時の場合に比較して大きいが、同様に腐食層は認められず、また、内表面は凸凹している。

##### (3) 1FK、試験温度600°C (試料: IF-12)

肉厚減少は約  $140\mu\text{m}$  と同時の場合に比較して大きいが、同様に腐食層は認められず、また、内表面は凸凹している。

(4) 1 F K、試験温度700°C (試料: I F - 10)

表面は著しく凸凹しているが、同時のとき見られたような細かい小片になっているところはない。なお、肉厚は約90 $\mu$ m減少している。

(5) 改良SUS316、試験温度700°C (試料: I S - 12)

厚さ約50 $\mu$ mの多孔質状の腐食層が認められる。同時のときと異なり、腐食層の表面は全体として凸凹している。肉厚は約110 $\mu$ m減少している。

### 3.2.4 横断面のEPMA観察結果

試験方法同時の試料のうち、金相観察で腐食層が認められた試料を中心にEPMA観察を行った。Figure 58~62にEPMA観察写真を示す。また、以下に観察結果を示す。

(1) 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、試験温度600°C (試料: I A - 2)

金相観察と同様に腐食層は認められず、また、CrおよびFeの濃度も一様である。

(2) 1 F K、試験温度600°C (試料: I F - 8)

金層観察と同様に内表面は、凸凹しているが、腐食層は認められない。また、CrおよびFeの濃度も一様である。

(3) 1 F K、試験温度700°C (試料: I F - 9)

表面の凸凹は著しく、また、多孔質状の腐食層がある。非腐食層に比べて腐食層のCrの濃度は低くなっているが、Feのそれは変わらない。

(4) 改良SUS316、試験温度600°C (試料: I S - 5)

多孔質状の腐食層が認められる。そこでは、CrとFeの濃度が非腐食層に比較して低くなっている。逆にNiは濃度が高くなっている。

(5) 改良SUS316、試験温度700°C（試料：IS-8）

多孔質状の腐食層が認められる。腐食層では、Crはほぼ一様に濃度が低くなっている。Feは、SEMで白っぽく見えるところは非腐食層と濃度は変わらないが、窪んで見えるところは濃度が低くなっている。Niは、ほぼ一様に腐食層で濃度が高くなっている。

以上のように金相観察で腐食層が認められなかった試料では、CrとFeの濃度は全体にわたってほぼ均一である。一方、腐食層が認められた試料の場合、Crの濃度が低く、Niが多く含まれる改良SUS316ではNiの濃度が高い。また、Feは、試験温度700°Cの条件では、比較的濃度が高い。。

#### 4. 検討および評価

##### 4.1 テルルによる腐食試験

4 供試材のテルルに対する耐食性は、試験温度により評価が分かれるが、腐食深さの平均値でみると Figure 12 から、試験温度500°Cと600°Cでは、改良SUS316に比較して11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKの耐食性は悪いが、700°Cでは同程度と言える。一方、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの耐食性は、500°Cで悪く、600°Cで同程度、700°Cで優れているということになる。しかし、耐食性は平均値よりむしろ最大値で評価するほうが妥当と考えられるので、最高試験温度700°Cにおける最大腐食深さで評価すると、改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの耐食性は優れており、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKのそれは劣ると言える。

金相観察およびEPMA観察から、試験温度500°Cと600°Cの試料では、非腐食層とこれに隣接した腐食層である第1層との境界が明確であり、また、この第1層内のTeの濃度はほぼ均一である。これに対し、700°Cの試料では非腐食層と第1層と非腐食層の境界は明確でなく、また、第1層内ではTeが非腐食層に侵入する形で局部的にしか存在しない。しかし、第2層は500°Cと600°Cの第1層と組織的に、また、元素の分布状況が似ている。このことから、試験温度700°Cの第1層は、第2層と非腐食層とが反応した層と考えることもできる。そこで、もう一度 Figure 12 をながめると、4供試材とも700°Cにおける腐食深さが最大である。このことから、試験温度500°Cと600°C、試験時間100hの条件では、未反応のテルルが残っていてテルルと非腐食層がさらに反応していく余地があると判断できる。一方、700°Cの条件については次のように考えると、試験時間100h内にテルルのほとんどが反応している可能性が高い。

4供試材の主成分は、Cr、FeおよびNiであり、これらの原子量はよく似た値である。そこで、供試材はFeのみで成り立っており、その密度を8g/cm<sup>3</sup>とする。テルルと鉄の間には、FeTe<sub>0.9</sub>やFeTe<sub>2</sub>などの化合物ができることが知られている。1gのテルルのすべてが、FeTe<sub>0.9</sub>またはFeTe<sub>2</sub>になったとすると、供試材は体積でそれぞれ60mm<sup>3</sup>および27mm<sup>3</sup>が反応したことになる。次に Figure 4~7 の縦断面の腐食深さ分布から各供試材の腐食した部分の体積を求めるとき、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W 29.0mm<sup>3</sup>、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W 28.3mm<sup>3</sup>、1FK 30.1mm<sup>3</sup>および改良SUS316 31.9mm<sup>3</sup>となる。腐食深さの測定精度は約10μmであるので、腐食体積の計算精度は1.5mm<sup>3</sup>となり、4供試材の腐食体積は同程度と言える。FeTe<sub>0.9</sub>のみが生

成した考えると、未反応のテルルが残っていることになるが、腐食層は複数の層に分かれていることから、同一原子間で複数の化合物が生成したと考えるほうが妥当であり、実験により確認する必要があるがテルルのほとんどが反応したと推定される。

以上のことから、テルルによる腐食は、初めは、Teが合金内へ一様に拡散してCrと反応すると同時にFeは合金の外へ拡散する形で進行し、ある段階まで進むと腐食層と合金との反応が開始されると考えられる。試験温度500°Cと600°Cの条件では、初めの段階の途中であり、700°Cでは次の段階に進んでいることになる。したがって、腐食深さの大小は、試験温度500°Cと600°Cの条件では主に反応速度の相違に起因し、700°Cでは周方向のばらつきと軸方向分布の相違に起因すると考えられる。

Crが非腐食層の近くの腐食層に比較的多く存在することから、腐食速度にCr含有量が影響を与えていると考えられる。そこで、試験温度500°Cと600°Cについて、Cr含有量と腐食深さの関係をプロットしてみると、Figure 63 のようになる。Cr含有量が多いほど、腐食深さが小さくなる傾向がある。すなわち、Cr含有量が多いほど腐食速度が遅い。

周方向の腐食深さのばらつきについては、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKは、どの試験温度でもばらつきが多く、最大値／最小値の値は1.2を越えている。従来からレファレンス材として、改良SUS316を用いてきており、必ずしも同じロットのものでなく、試験年度によって製作年度および寸法が異なっていたが、腐食深さは周方向にはほぼ一定の値であった。また、他のオーステナイト鋼でもばらつきは少なかった。いずれも試験温度700°Cでは、最大値／最小値の値は、今回の13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wおよび改良SUS316と同様に1.2以下であった<sup>(2)</sup>。一方、フェライト／マルテンサイト鋼である61FSFは、ばらつきが多く、最大値／最小値の値1.48であった<sup>(3)</sup>。しかし、このように周方向にばらつきが生じる原因是よく分からないが、供試材固有のものと考えられる。一方、軸方向腐食深さ分布は、腐食深さが最大になる位置は供試材が異なってもほぼ同じ位置であるが、軸方向の分布形状は異なる。腐食深さが低い値である13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの場合、他の3供試材よりも比較的広い範囲で腐食深さが高い値になっており、また、急激には低下していない。このため、腐食体積でみると4供試材ともほぼ同じ腐食量であるが、軸方向腐食深さ分布の相違と周方向のばらつきの差により、試験温度700°Cでは13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wがよい耐食性を示す結果となった。

#### 4.2 ヨウ素による腐食試験

ヨウ素による腐食では、反応してできた鉄などのヨウ化物が試料のところから蒸発して試験装置の低温部へ析出して、試料の重量が減少する。この重量損失量が、試験方法により異なっている。すなわち、全供試材を同時に試験した場合より、供試材別に試験したほうが重量損失量は大きい（700°Cで、1.4~4.3倍）。そこで、最初にこの点について検討する。

試験温度700°C、試験方法同時と単独の供試材1FKに着目すると、重量変化の合計値は同時の場合が-173.1mg、単独の場合が-144.1mgで、同時の場合のほうが高い値である。これに対し、重量損失量は単独のほうが3倍近く高い値である。このことは、試料数すなわち表面積が大きくなるほど重量変化の合計値すなわちヨウ素の消費量が多くなるが、重量損失量すなわち表面積当りのヨウ素の消費量が少なくなることを示している。表面積が大きくなるほどヨウ素の消費量が増加することは、当然のこととしても、表面積当りのヨウ素消費量が減少するのは不自然である。

約10Pa以下のヨウ素圧では、ヨウ素圧が高くなるほど腐食速度が増加することは知られている<sup>(4)</sup>。このことから、同時と単独の場合ヨウ素圧が異なっており、ヨウ素消費量が多い同時のほうがヨウ素圧が低くなっていたと考えられる。この原因の1つと考えられるのは、試験方法である。本試験方法の場合、ヨウ素が消費されない場合は、ヨウ素供給部と試料が置かれる反応管部とは同じヨウ素圧と考えられるが、ヨウ素がどんどん消費されていく場合、反応管部のヨウ素圧が減少しうるとし、これを補う形でヨウ素供給部からヨウ素が供給される。このヨウ素供給速度は、反応管部のヨウ素圧が低いほど、すなわちヨウ素消費量が多いほど、早い。したがって、同一供試材の場合、表面積が大きいほどヨウ素消費量（重量変化の合計値）が多くなり、また、ヨウ素圧が低くなるので表面積当りのヨウ素消費量（重量減少量）は少なくなる。これに相当するのが、上述の1FKの同時と単独の場合である。また、同一表面積で供試材が異なる場合は、もともと腐食速度が早い供試材ほどヨウ素消費量が多いが、ヨウ素圧が低いので相対的に重量減少量が低い値になり、逆に腐食速度が遅い供試材の場合は、相対的に重量減少量が高い値になる。全供試材同時に試験をしたとき重量損失量が多かった13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと少なかった改良SUS316を例にあげると、重量損失量は同時に比較して単独の場合それぞれ1.7倍および4.3倍になっている。

このように考えることにより、全供試材を同時に試験をした場合と単独の場合の重

量損失量が異なることが説明でき、また、データもこのことを裏付けている。なお、同時の場合重量損失量は低い値であるが、ヨウ素圧が供試材ごとに変わることはないので、供試材間の耐食性の比較に適していると言える。したがって、供試材間の耐食性比較は全供試材同時に試験をしたときのデータを用いることとする。

重量損失量の試験温度依存性をみると、4供試材とも3試験温度の中で、600°Cで最高の値となっているので、600°Cでのデータで供試材間の耐食性を比較するほうが、妥当と考えられる。Figure 35 を再度ながめると、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wおよび1FKの重量損失量はほぼ同程度の値で、改良SUS316のそれの約3倍である。このように改良SUS316に比べてフェライト鋼のヨウ素に対する耐食性は悪いが、この理由はフェライト鋼にNiが含まれていないためと考えられる。金相観察およびEPMA観察から分かるように、試験温度600°Cで腐食層が認められたのは、改良SUS316のみで、そこにはNiが多く残っていた。この腐食層の存在がヨウ素の供給を制限して、改良SUS316の重量損失量を大幅に低い値にしたと考えられる。

なお、全供試材同時に試験をしたときの腐食深さをTable 9に示す。観察位置はテルルによる腐食試験の場合と同様である。ただし、ヨウ素による腐食の場合、必ずしも腐食層が残らないし、また、内外面とも腐食するので、腐食深さは肉厚減少量（元の肉厚-非腐食層の厚さ）とした。重量損失量が最大であった試験温度600°Cの結果を見ると、最大腐食深さは、改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wおよび1FKのいずれも高く2倍以上の値で、重量損失量と同様な結果となった。

## 5. 結 言

添加元素の組合せにより高強度化が図られている国産O D S管材(13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wおよび11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W)および61F SFと比べ合金組成を多少変えてある高強度フェライト/マルテンサイト管材1FKの腐食特性を把握するため、改良SUS316管材をレファレンス材とし、テルルおよびヨウ素を腐食剤として、温度500、600および700°C、時間100hの条件で腐食試験を行い、以下の結果を得た。

### (1) テルルによる腐食試験

- ① テルルによる腐食は、試験温度条件が同じであれば、供試材によらず形態的にはほぼ同じである。
- ② 腐食層は3~4と多くの層に分けられる(非腐食層側から第1層、第2層と呼ぶ)。
- ③ 非腐食層の厚さは、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wと改良SUS316の場合は周方向にほぼ均一であるが、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKは不均一である。
- ④ 試験温度500°Cと600°Cの条件では、非腐食層に隣接した第1層は、全面的に腐食しており、非腐食層との境界も明確であるのに対し、700°Cのそれは局部的に腐食した層で、非腐食層との境界も不明確である。
- ⑤ 試験温度500°Cと600°Cの条件の第1層は、周方向に厚さがほぼ一定である。
- ⑥ 試験温度700°Cでは、4供試材とも非腐食層に隣接した第1層で、Crの濃度が低く、逆にFeの濃度が高い。また、Teは局部的に存在する。
- ⑦ 腐食層では、CrとFeの共存性が悪く、Crの濃度が高いところではFeのそれは低い。
- ⑧ 試験温度700°Cの条件の第1層を除いて、非腐食層に近い層ほどCrの濃度が高い。
- ⑨ 最高試験温度700°Cでは、改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3Wの耐食性は優れているが、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wと1FKのそれは劣っている。
- ⑩ 試験温度500°Cと600°Cでは、Cr含有量が高くなるほど耐食性が高くなる傾向がある。

### (2) ヨウ素による腐食試験

- ① 肉厚の減少が認められ、また、試験温度600°Cの1FKと改良SUS316、700°Cの改良SUS316に腐食層が認められる。

- ② 改良SUS316の腐食層では、Niの濃度が高い。
- ③ 重量損失が認められ、4供試材とも重量損失量は試験温度600°Cで最大であった。
- ④ 全供試材同時に試験をした場合と供試材別に試験をした場合とで、重量損失量に大幅な差があり、前者のほうが低い値である。試験方法の特徴から、全供試材同時に試験するほうが供試材間の耐食性比較に適していると考えられる。
- ⑤ 改良SUS316に比較して、13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W、11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2Wおよび1FKの耐食性は悪い。

## 6. 参考文献

- (1) 例えば、湯谷ら：「ODS材炉外腐食試験」1989年5月。
- (2) 湯谷ら：「改良オーステナイト鋼のFCCI特性試験」PNC SJ9124 87-007。
- (3) 湯谷ら：「MA956・957フェライト鋼のFCCI試験」1988年5月。
- (4) 宮田ら：日本原子力学会「昭和63年年会」L30。

Table 1 Chemical Composition

供試材 化学成分	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Co	B	N	Cu	Ti	V	W	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nb*	As	Al	O	Zr
63DSA (13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W)	0.023						12.80					0.57		2.75	(0.5)						
63DSB (11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W)	0.11						11.20					0.60		2.00	(0.25)						
1FK (フェライト/マテンカ少鋼)	0.11	0.02	0.50	0.002	0.003	0.01	11.06	0.47	0.001		0.048		0.19	1.96		0.05					
61MK (改良SUS316)	0.061	0.79	1.69	0.030	0.003	13.95	16.48	2.52	<0.01	0.0046	0.0025	0.02	0.031	0.02		0.039	0.001	0.026	0.0018	<0.01	

• 改良SUS316の場合は、Nb+Ta

いずれもミルシートから引用

Table 2 Conditions of Corrosion Tests

項目		内 容		
腐食剤	種類	T <sub>e</sub>	I <sub>2</sub>	
	量または圧力	1 g	4.2 Pa	
供 試 材		① 国産ODS管材（2種） 13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W管材 11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W管材 ② 高強度フェライト／マルテンサイト鋼（1FK） ③ 改良SUS316被覆管		
試験温度		500、600および700°C		
試験時間		100 h		

Table 3 Number of Corrosion Tests Specimens

腐食剤		T <sub>e</sub>			I <sub>2</sub>					
試験方法		—			同時	同時			単独	
試験温度(°C)		500	600	700	700	500	600	700	600	700
供試材	13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	1	1	2		1	1	1		2
	11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	1	1	2		1	1	1		2
	1FK	1	1	2	6	1	1	1	2	2
	改良SUS316	1	1	2		3	3	3		2

- ・腐食剤 T<sub>e</sub>、試験温度700°Cの試料のうち1つは、縦断面観察用
- ・試験方法（腐食剤： I<sub>2</sub>）
  - 同時：全供試材あるいは全試料（1FKの6試料）を同時に試験
  - 単独：供試材別に2試料づつ試験
- ・腐食剤 I<sub>2</sub>、試験温度700°C、試験方法同時、供試材1FKの6試料は、試料位置と腐食量の関係確認用
- ・腐食剤 I<sub>2</sub>、試験方法同時、供試材改良SUS316の3試料のうち2試料は、両端に置き腐食量評価に用いない（試料位置と腐食量の関係から、両端の試料の腐食量は他の位置の試料のそれより高い値となると予想されたため）

Table 4 Specimen's Locations in the Quarz Tube at the Corrosion Tests by Iodine

試料位置		試料管						ヨウ素供給側
		試料	①	②	③	④	⑤	
試 料 番 号	試験順番1 (700°C)	I F - 1	I F - 2	I F - 3	I F - 4	I F - 5	I F - 6	
	試験順番2 (500°C)	I S - 1	I A - 1	I B - 1	I S - 2	I F - 7	I S - 3	
	試験順番3 (600°C)	I S - 4	I A - 2	I B - 2	I S - 5	I F - 8	I S - 6	
	試験順番4 (700°C)	I S - 7	I A - 3	I B - 3	I S - 8	I F - 9	I S - 9	

I A - 1、 . . . : 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W

I B - 1、 . . . : 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W

I F - 1、 . . . : I F K

I S - 1、 . . . : 改良SUS316

Table 5 Appearance of Cladding Specimen's Outer Surface Reacted with Te

供 試 材	試 験 温 度 ( °C )	試 料 番 号	外 観
13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	500	TA-2	光沢のない黒色
	600	TA-3	黄銅色と紫色の混色
	700	TA-4	光沢のある黒色
		TA-5	光沢のある黒色
11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	500	TB-1	やや光沢のある黒色
	600	TB-2	黄銅色に一部紫色が混じっている
	700	TB-3	光沢のある黒色
		TB-4	光沢のある黒色
I F K	500	TF-1	やや光沢のある黒色
	600	TF-2	黄銅色
	700	TF-3	光沢のない黄緑色
		TF-4	光沢のない黄緑色
改良 S U S 3 1 6	500	TS-1	黄銅色
	600	TS-2	光沢のある青色
	700	TS-3	やや光沢のある黄緑色
		TS-4	やや光沢のある黄緑色

Table 6 Weight and Outer Diameter Changes of Cladding Specimens Reacted with Te

供試材	試験温度 (°C)	試料番号	重量(g)			平均外径(mm)		
			試験前	試験後	差	試験前	試験後	差
13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	500	TA-2	7.0525	7.0529	0.0004	7.507	7.508	0.001
	600	TA-3	7.0684	7.0686	0.0002	7.506	7.507	0.001
	700	TA-4	7.0481	7.0518	0.0037	7.504	5.508	0.004
		TA-5	7.0271	7.0298	0.0027	7.497	7.500	0.003
11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	500	TB-1	7.1241	7.1254	0.0013	7.503	7.505	0.002
	600	TB-2	7.1309	7.1316	0.0007	7.503	7.507	0.004
	700	TB-3	7.1173	7.1282	0.0109	7.503	7.513	0.010
		TB-4	7.1407	7.1499	0.0092	7.504	7.512	0.008
1 FK	500	TF-1	7.1831	7.1846	0.0015	6.855	6.856	0.001
	600	TF-2	7.1889	7.1897	0.0008	6.856	6.856	0.000
	700	TF-3	7.1842	7.1858	0.0016	6.856	6.857	0.001
		TF-4	7.1916	7.1931	0.0015	6.855	6.855	0.000
改良SUS316	500	TS-1	6.3491	6.3495	0.0004	6.551	6.549	-0.002
	600	TS-2	6.3701	6.3707	0.0006	6.554	6.553	-0.001
	700	TS-3	6.3666	6.3678	0.0012	6.552	6.551	-0.001
		TS-4	6.3699	6.3711	0.0012	6.552	6.552	0.000

Table 7 Attack Depths of Cladding specimens Reacted with Te

供試材	試験温度 (°C)	試 料 番 号	腐食深さ (μm)				
			①	②	③	④	平 均
13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	500	TA-2	114	135	130	130	127
	600	TA-3	123	127	125	114	122
	700	TA-5	188	191	190	196	191
11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	500	TB-1	160	208	179	185	183
	600	TB-2	257	213	194	211	219
	700	TB-4	298	331	259	207	274
1 F K	500	TF-1	135	214	223	189	190
	600	TF-2	279	216	202	280	244
	700	TF-4	325	232	279	349	296
改良SUS316	500	TS-1	79	72	58	77	71
	600	TS-2	104	96	105	107	103
	700	TS-4	277	275	264	272	272

Table 8 Results of Corrosion tests by I<sub>2</sub>

試験方法	供試材	試験温度 (°C)	試 料 番 号	重量変化 (mg)	重量損失 (mg/cm <sup>2</sup> )	備 考
同 時*	1 F K	700	IF-1	-30.4	13.8	試料位置と腐食量との関係確認用データ
			IF-2	-26.4	12.0	
			IF-3	-25.5	11.5	
			IF-4	-26.9	12.1	
			IF-5	-29.3	13.3	
			IF-6	-34.6	15.5	
同 時*	13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	500	IA-1	-17.1	7.1	
		600	IA-2	-67.2	27.7	
		700	IA-3	-65.2	27.1	
	11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	500	IB-1	-21.9	9.2	
		600	IB-2	-76.3	31.5	
		700	IB-3	-74.2	30.7	
	1 F K	500	IF-7	-32.3	14.6	
		600	IF-8	-68.2	30.9	
		700	IF-9	-25.0	11.3	
	改良 S U S 316	500	IS-1	-7.6	3.6	参考データ
			IS-2	-7.9	3.7	
			IS-3	-8.5	4.0	参考データ
		600	IS-4	-19.3	9.1	参考データ
			IS-5	-18.7	8.9	
			IS-6	-20.2	9.5	参考データ
		700	IS-7	-17.7	8.3	参考データ
			IS-8	-16.3	7.7	
			IS-9	-23.6	11.2	参考データ
単 独*	13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	700	IA-4	-109.1	45.3	
			IA-5	-110.0	45.5	
			平均	-	45.4	
	11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	700	IB-4	-100.5	43.1	
			IB-5	-102.7	43.5	
			平均	-	43.3	
	1 F K	600	IF-12	-113.3	51.2	
			IF-13	-112.1	51.1	
			平均	-	51.2	
	改良 S U S 316	700	IF-10	-71.8	32.5	
			IF-11	-72.3	32.9	
			平均	-	32.7	

\* 同時：全供試材、または、全試料（1 F K の 6 試料）同時に試験

単独：供試材別に試験（2 試料同時に試験）

Table 9 Attack Depths of Cladding Specimens Reacted with I<sub>2</sub>

供試材	試験温度 (°C)	試料 番号	腐食深さ (μm)		
			最大値	最小値	平均値
13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W	500	IA-1	27	17	22
	600	IA-2	82	68	74
	700	IA-3	80	76	78
11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W	500	IB-1	33	27	29
	600	IB-2	93	83	87
	700	IB-3	86	79	83
I F K	500	IF-7	48	31	38
	600	IF-8	90	81	86
	700	IF-9	50	33	43
改良SUS316	500	IS-2	15	2	8
	600	IS-5	35	19	28
	700	IS-7	43	29	38

ヨウ素による腐食の場合、必ずしも腐食層が残らないし、また、内外面とも腐食するので、腐食深さは、肉厚減少量（元の肉厚－非腐食層の厚さ）を示す。

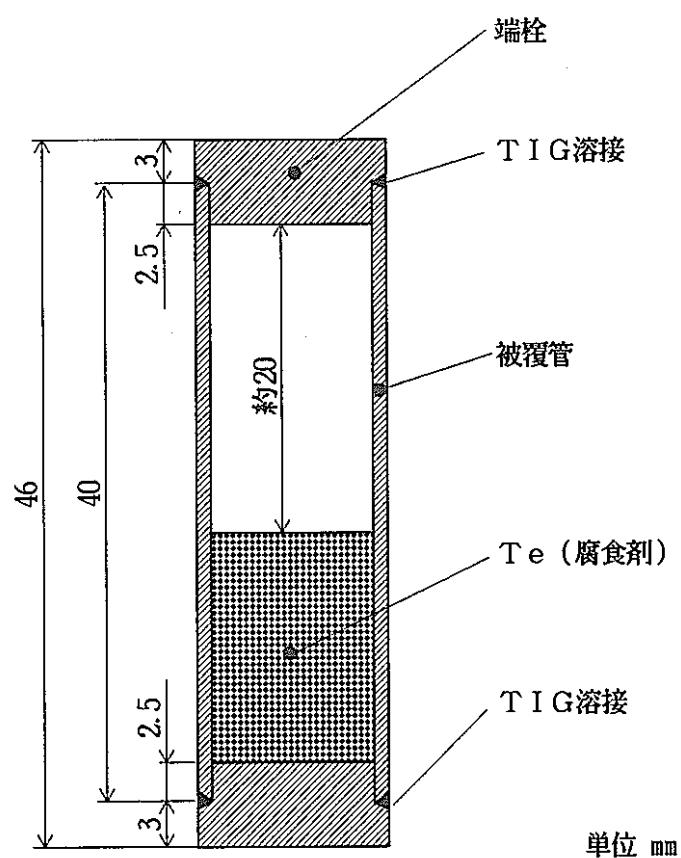


Figure 1 Corrosion Test Specimen with Tellurium.

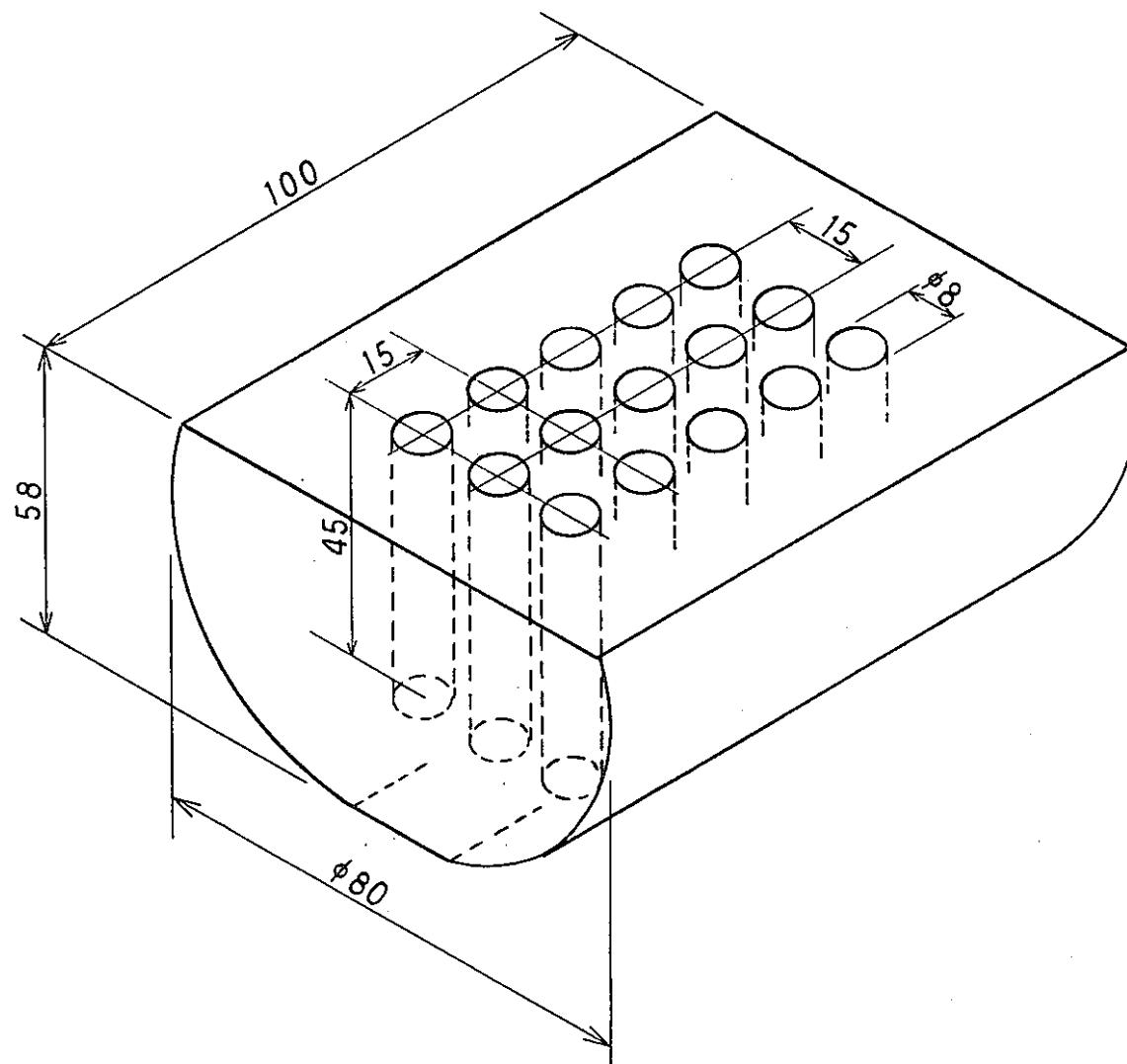


Figure 2 Heating Block for Corrosion Test.

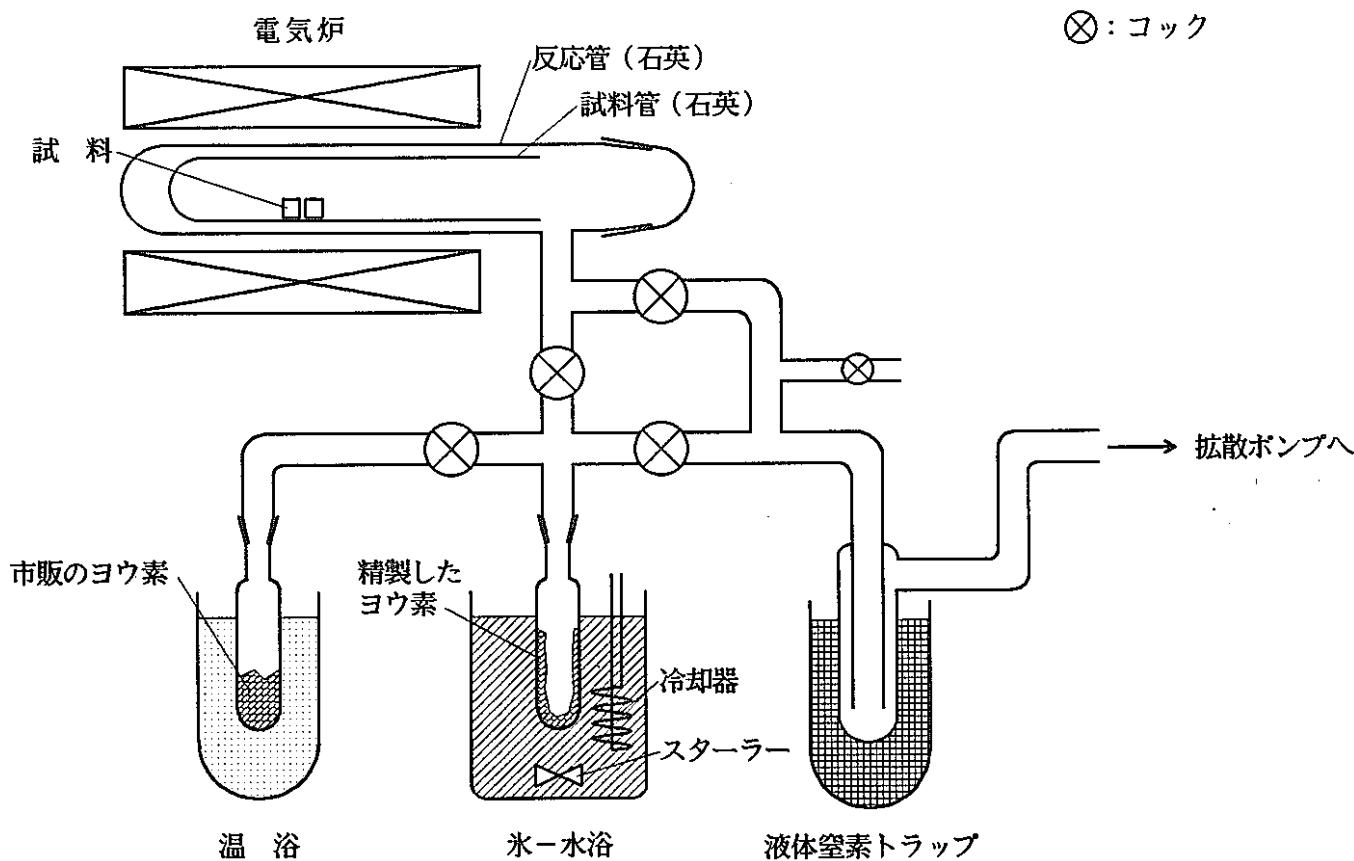


Figure 3 Apparatus for Corrosion Test with Iodine.

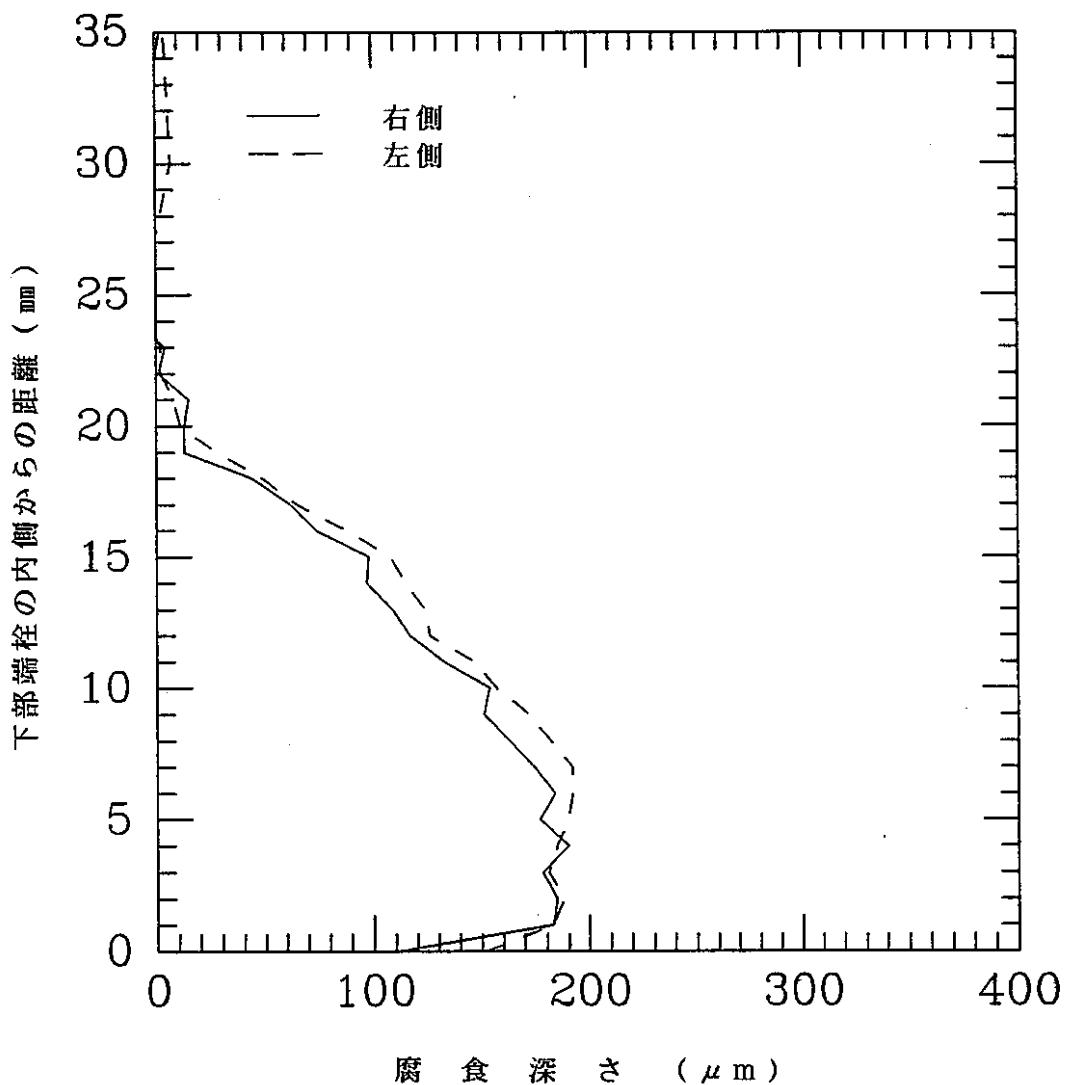


Figure 4 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on  
13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding. (TA-4 Specimen)

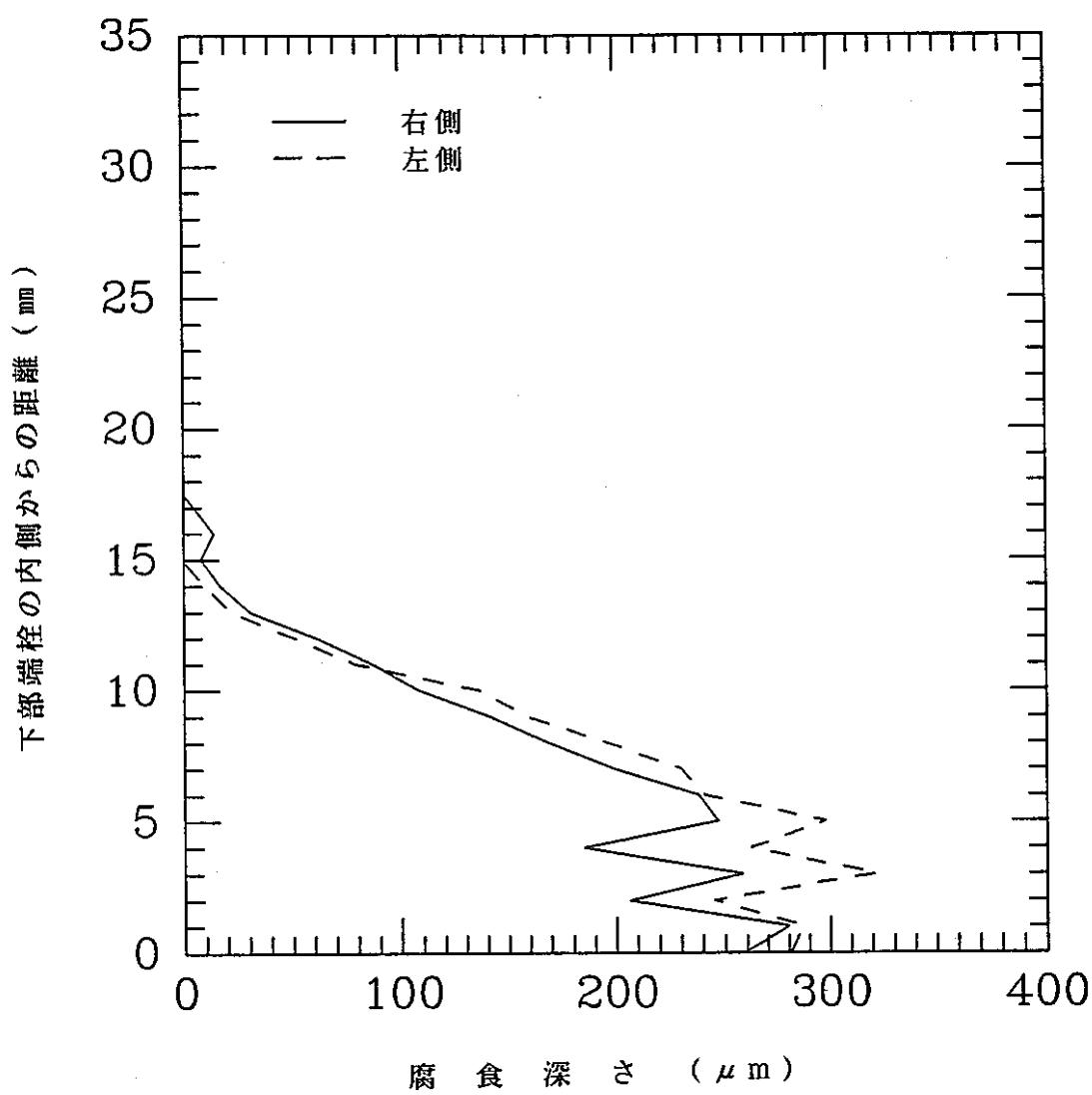


Figure 5 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on  
11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding. (TB-3 Specimen)

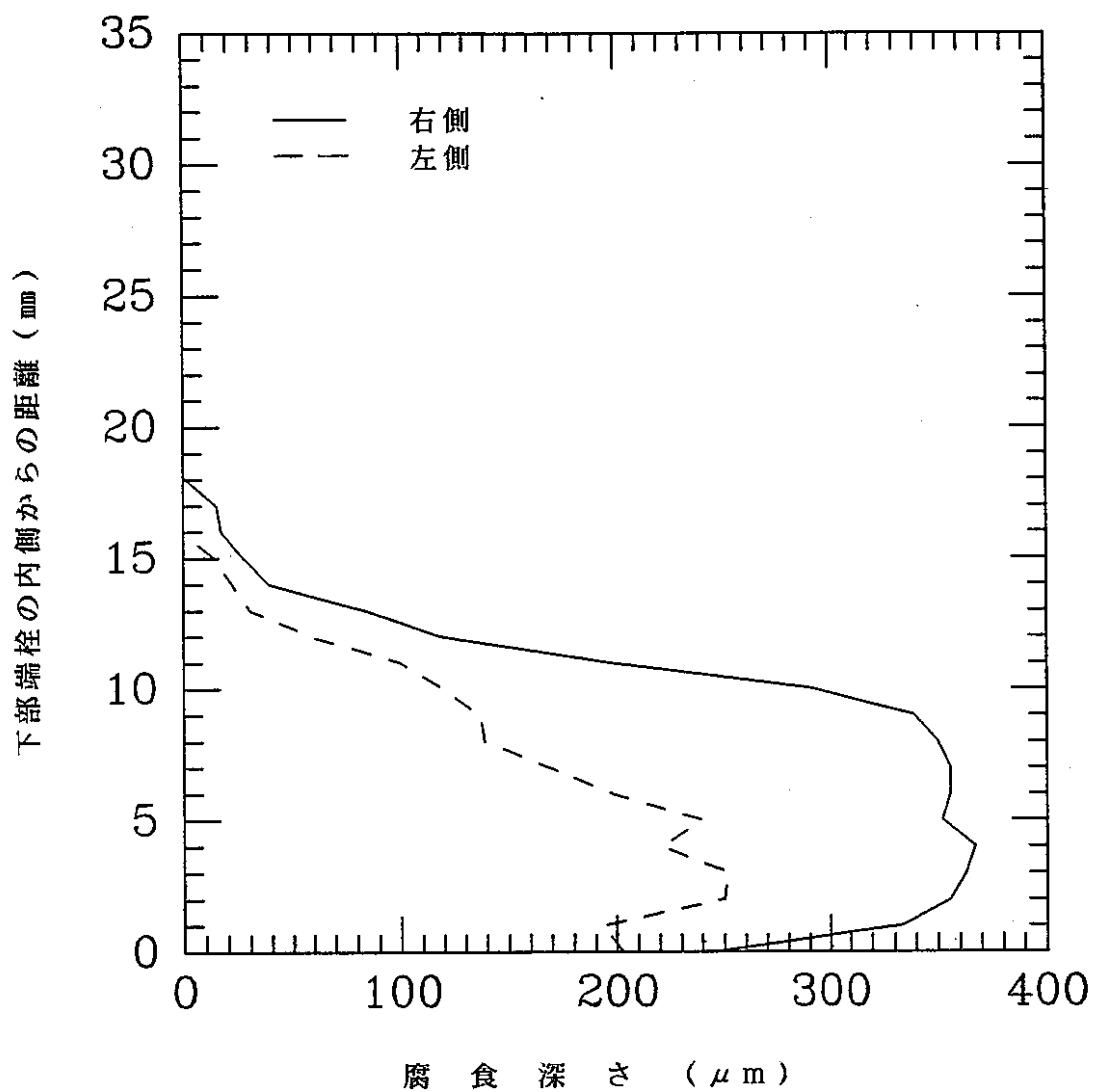


Figure 6 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on  
1FK Cladding. (TF-3 Specimen)

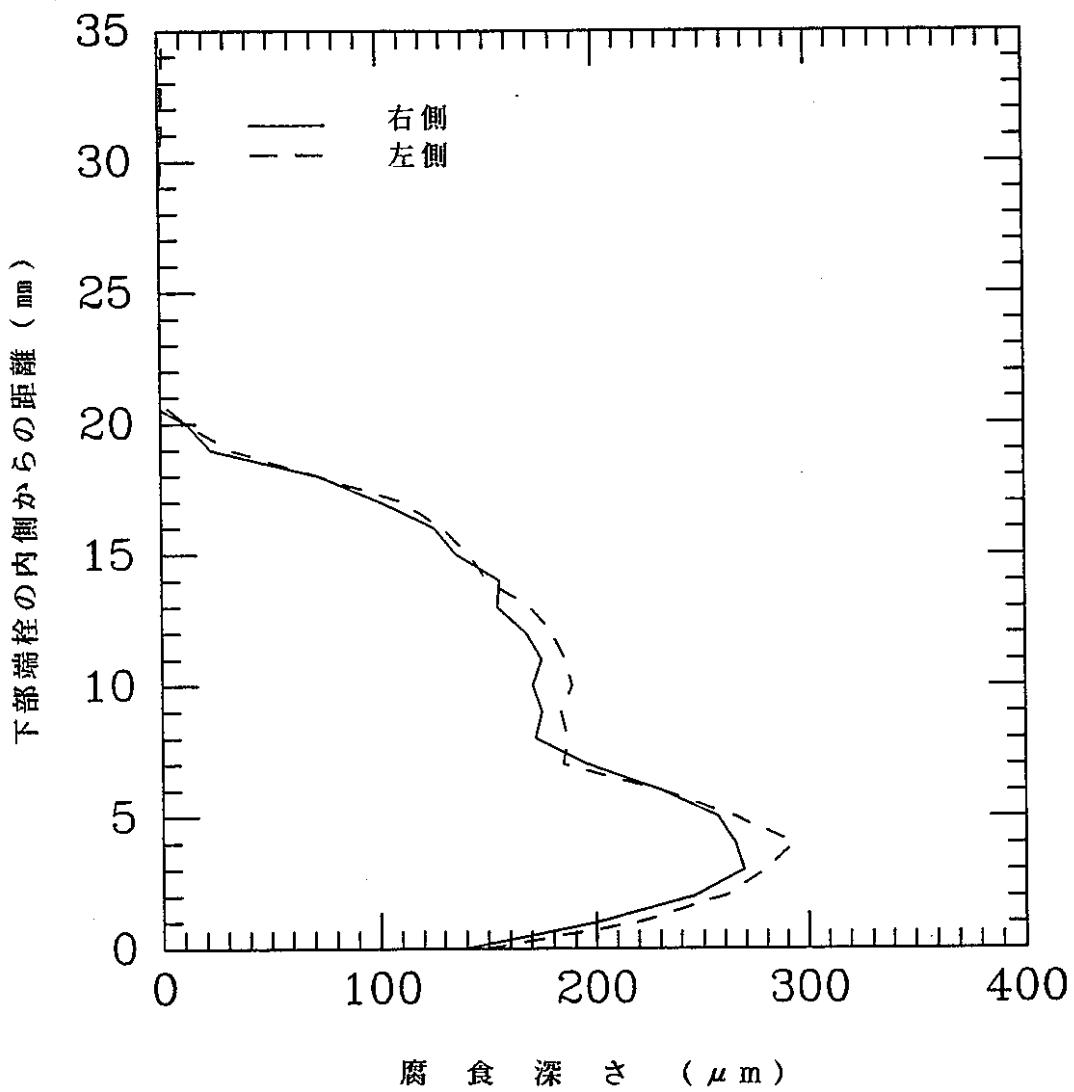


Figure 7 Longitudinal Distribution of Attack Depths by Tellurium on Modified SUS316 Cladding. (TS-3 Specimen)

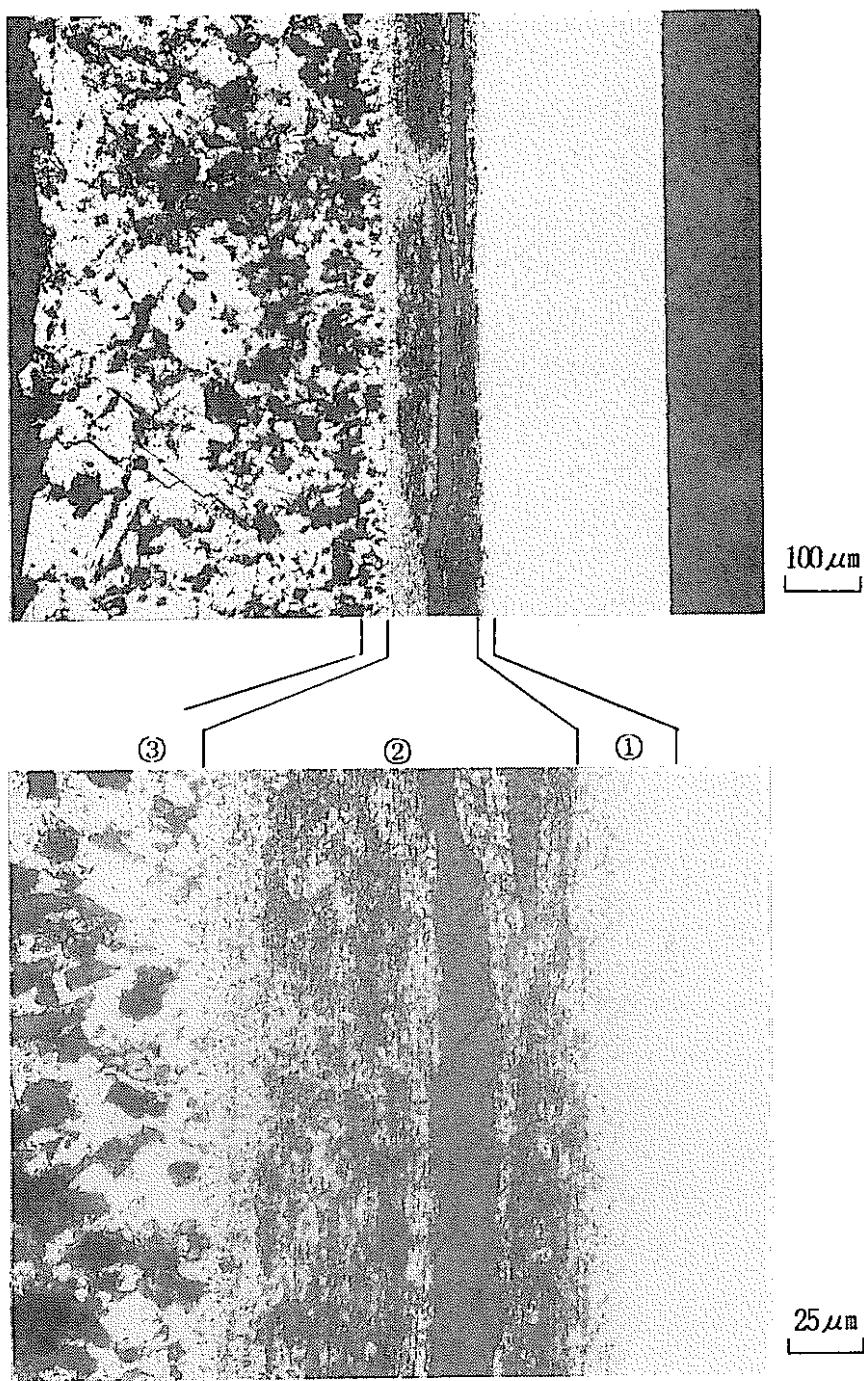


Figure 8 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium. (TA-4 Specimen)

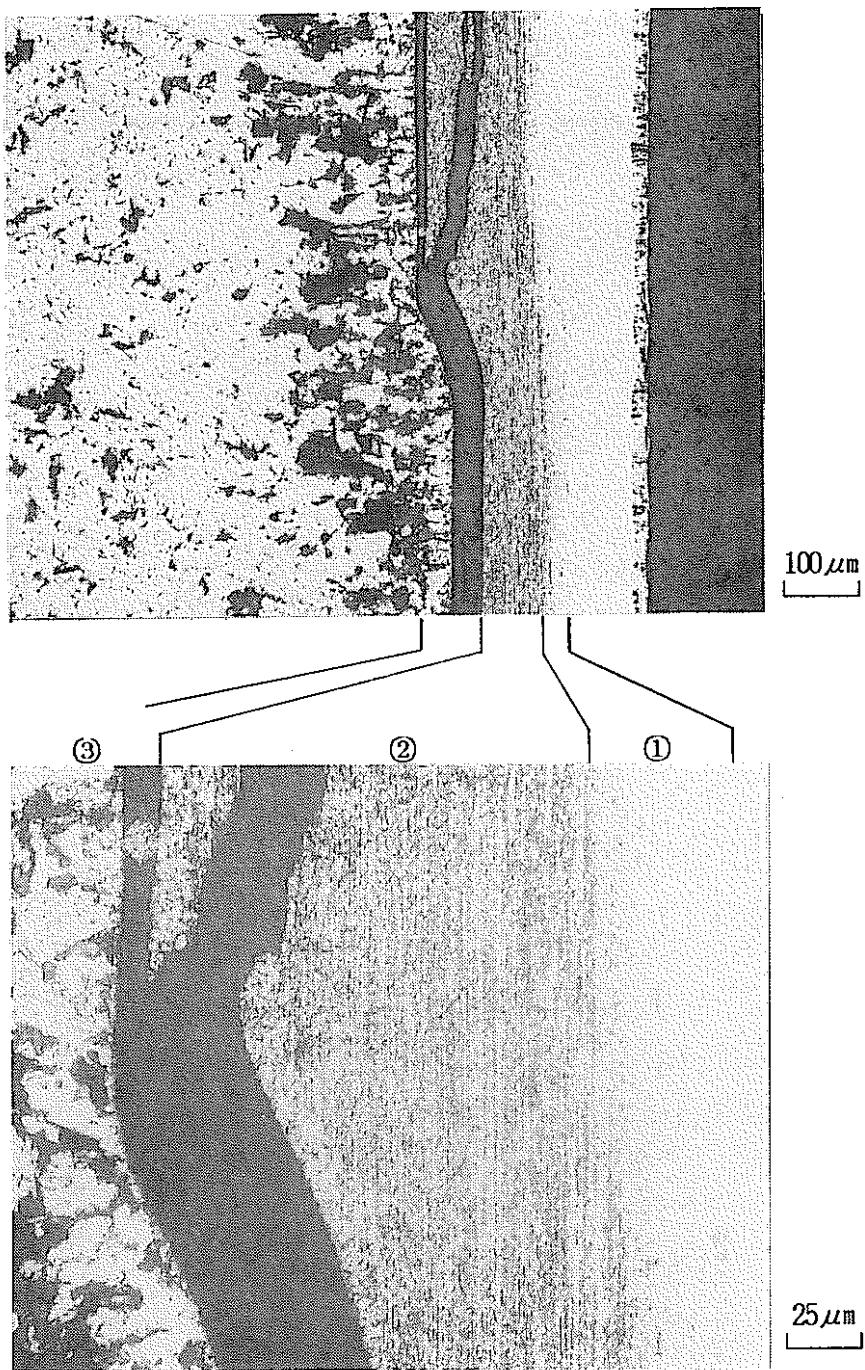


Figure 9 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium. (TB-3 Specimen)

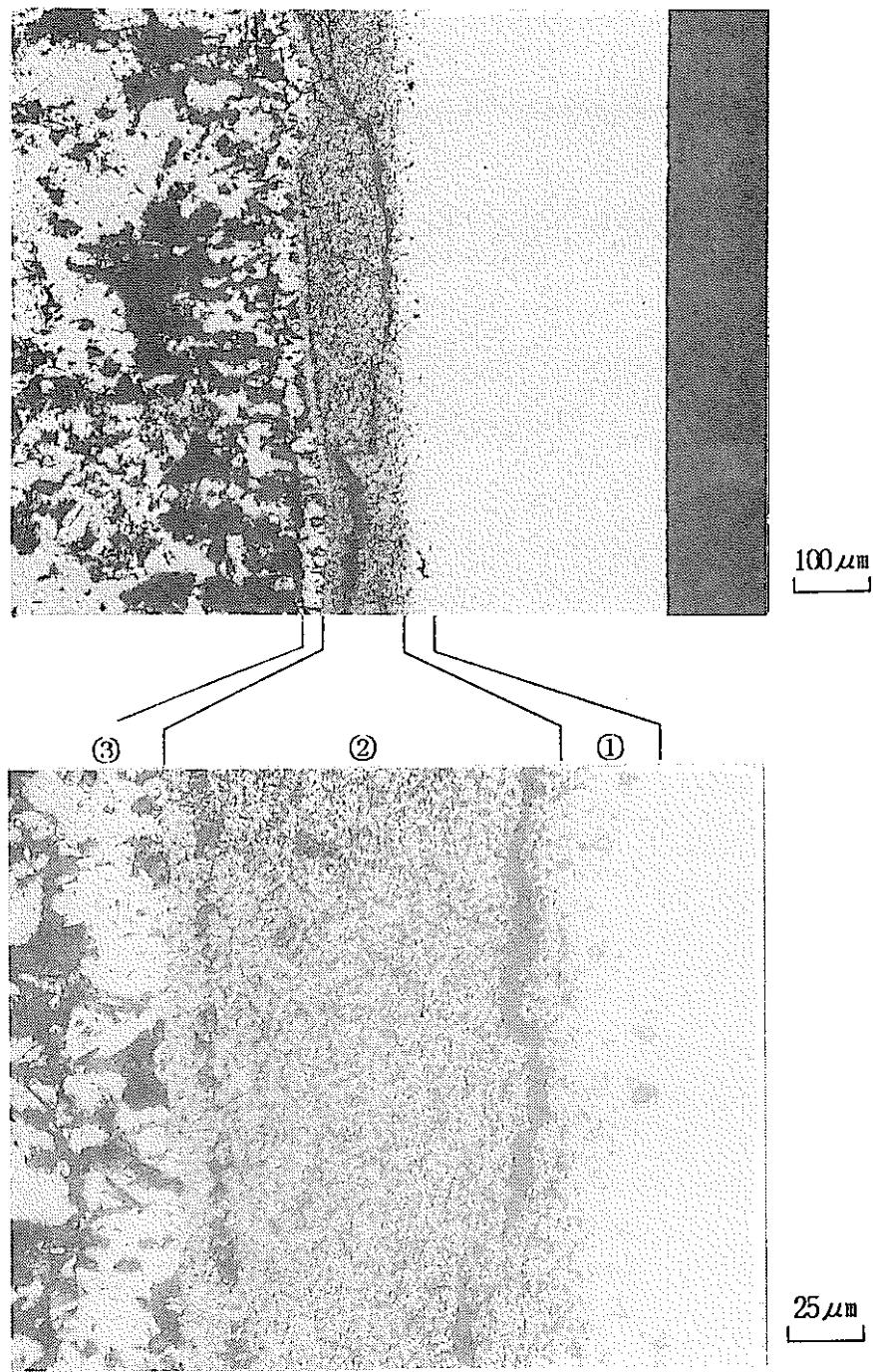


Figure 10 Micrographs of Longitudinal Cross Section for 1FK Cladding reacted with Tellurium. (TF-3 Specimen)

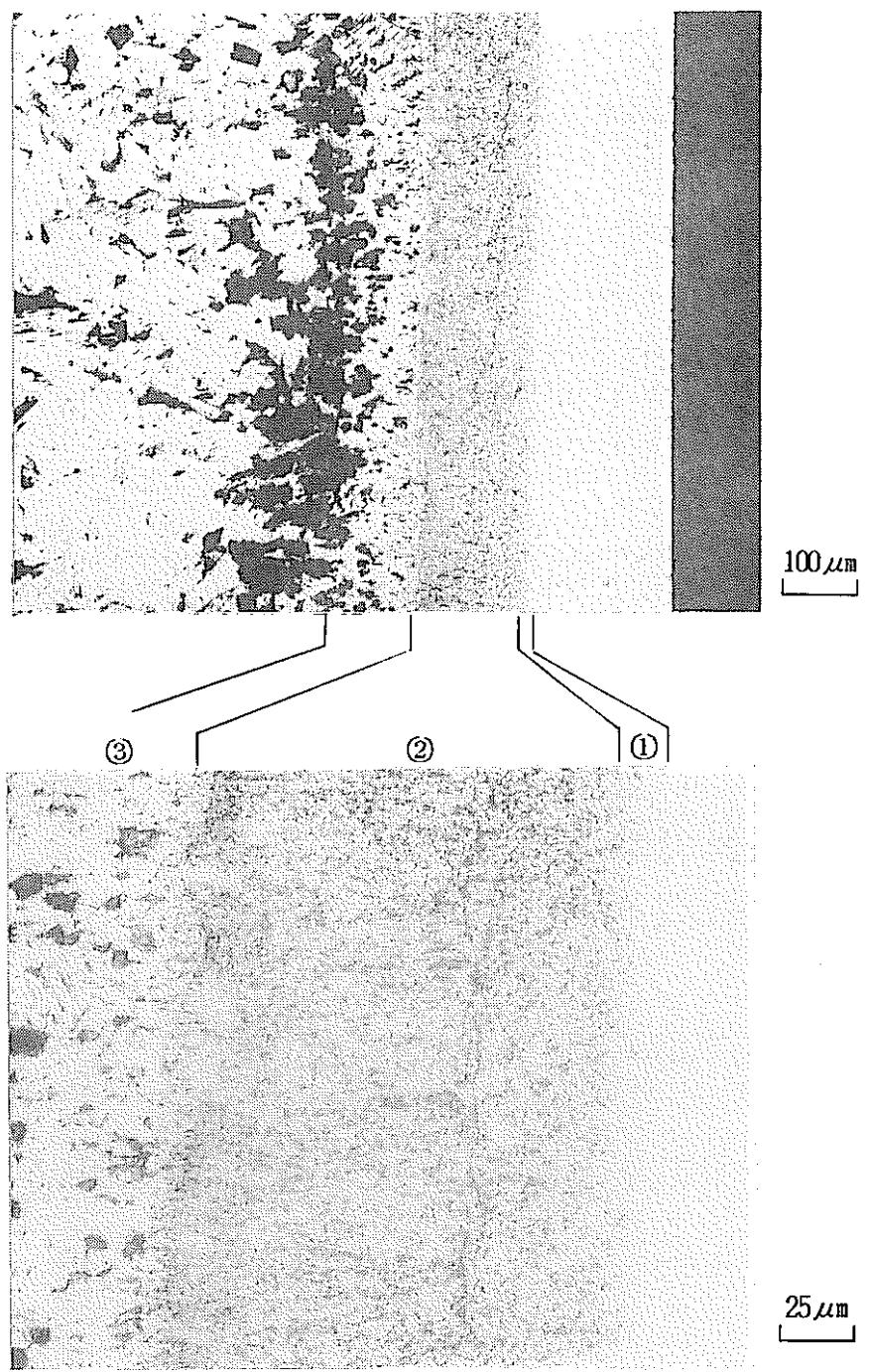


Figure 11 Micrographs of Longitudinal Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium. (TS-3 Specimen)

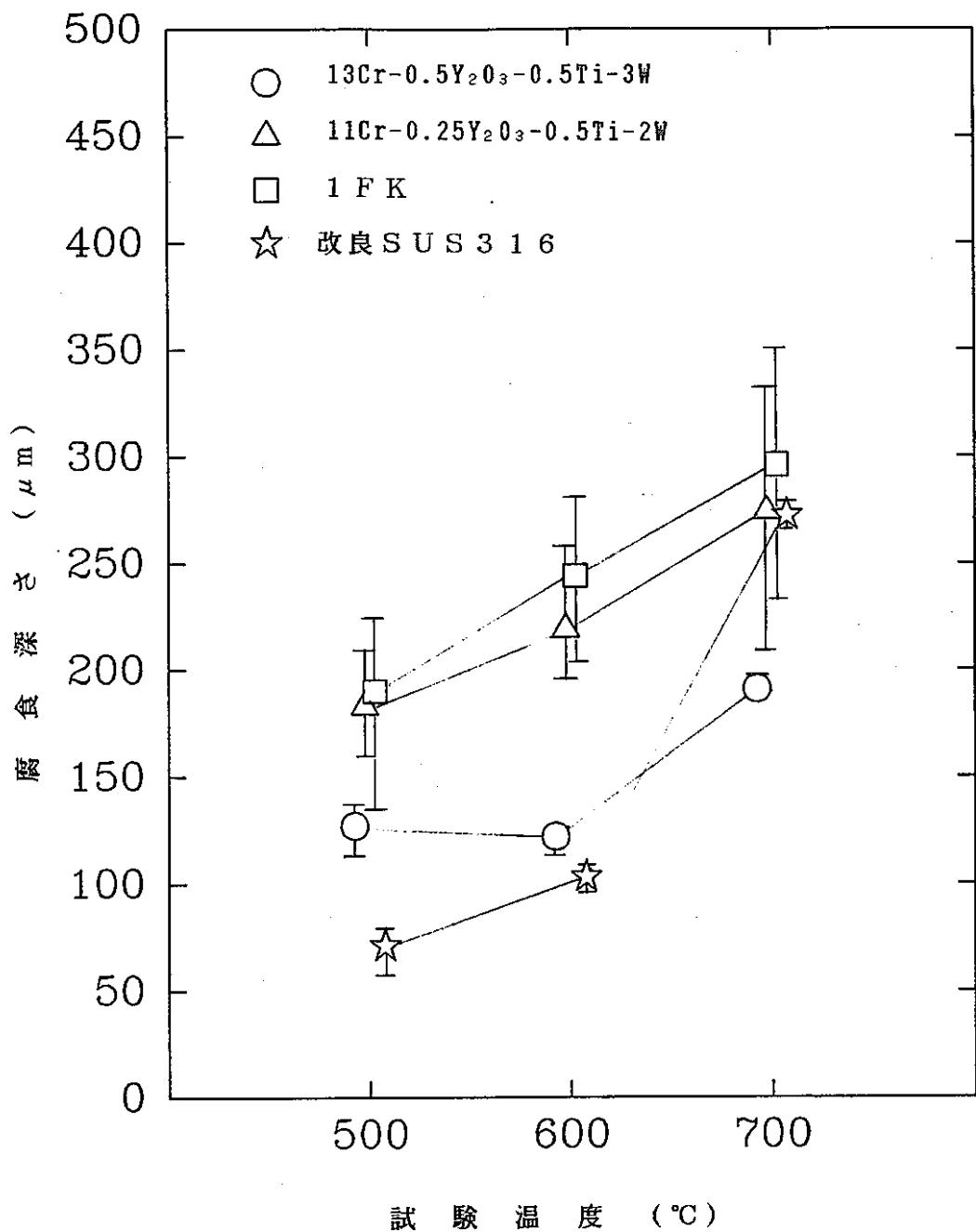


Figure 12 Relationships between Temperatures and Attack Depths by Tellurium.

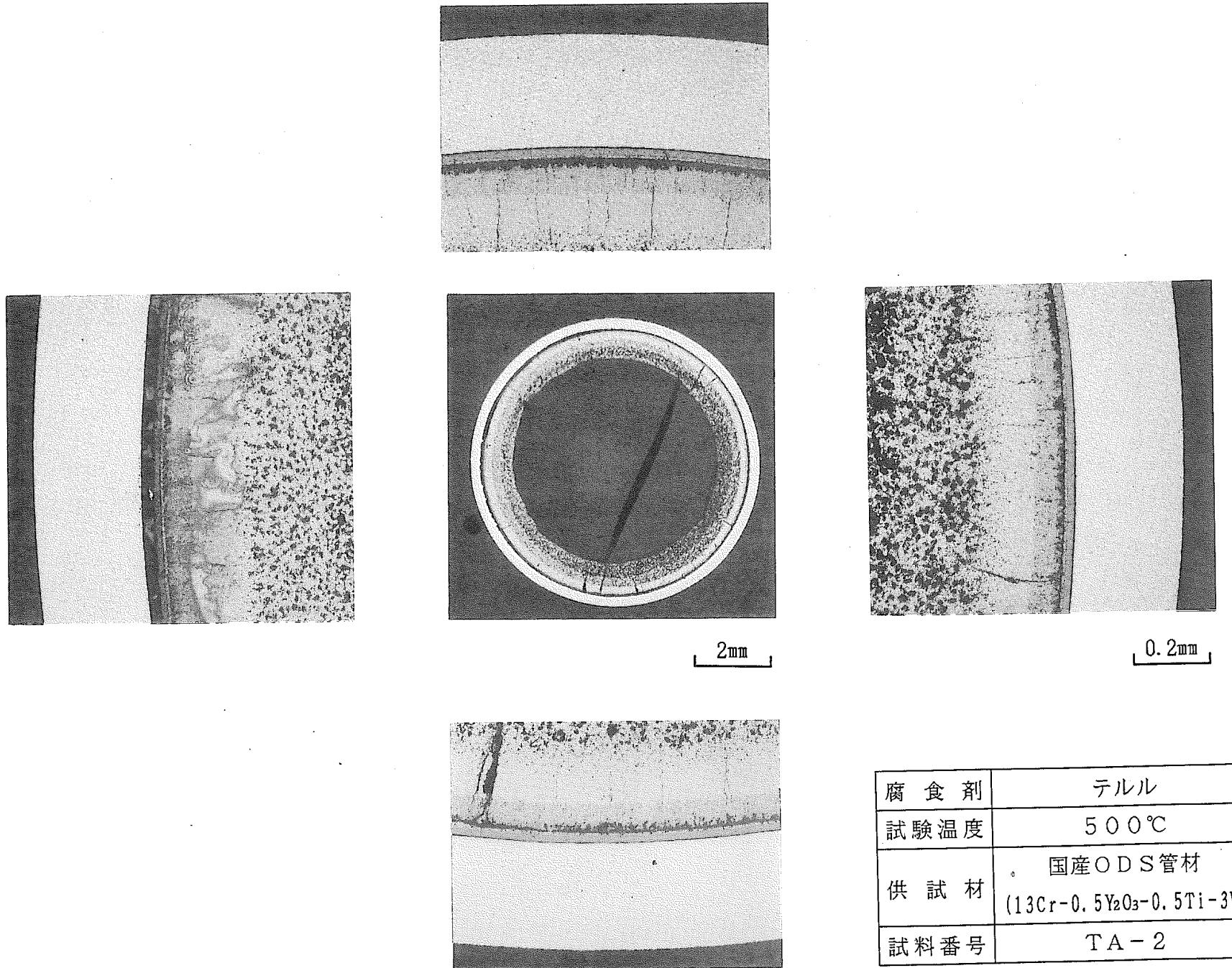


Figure 13 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TA-2 Specimen)

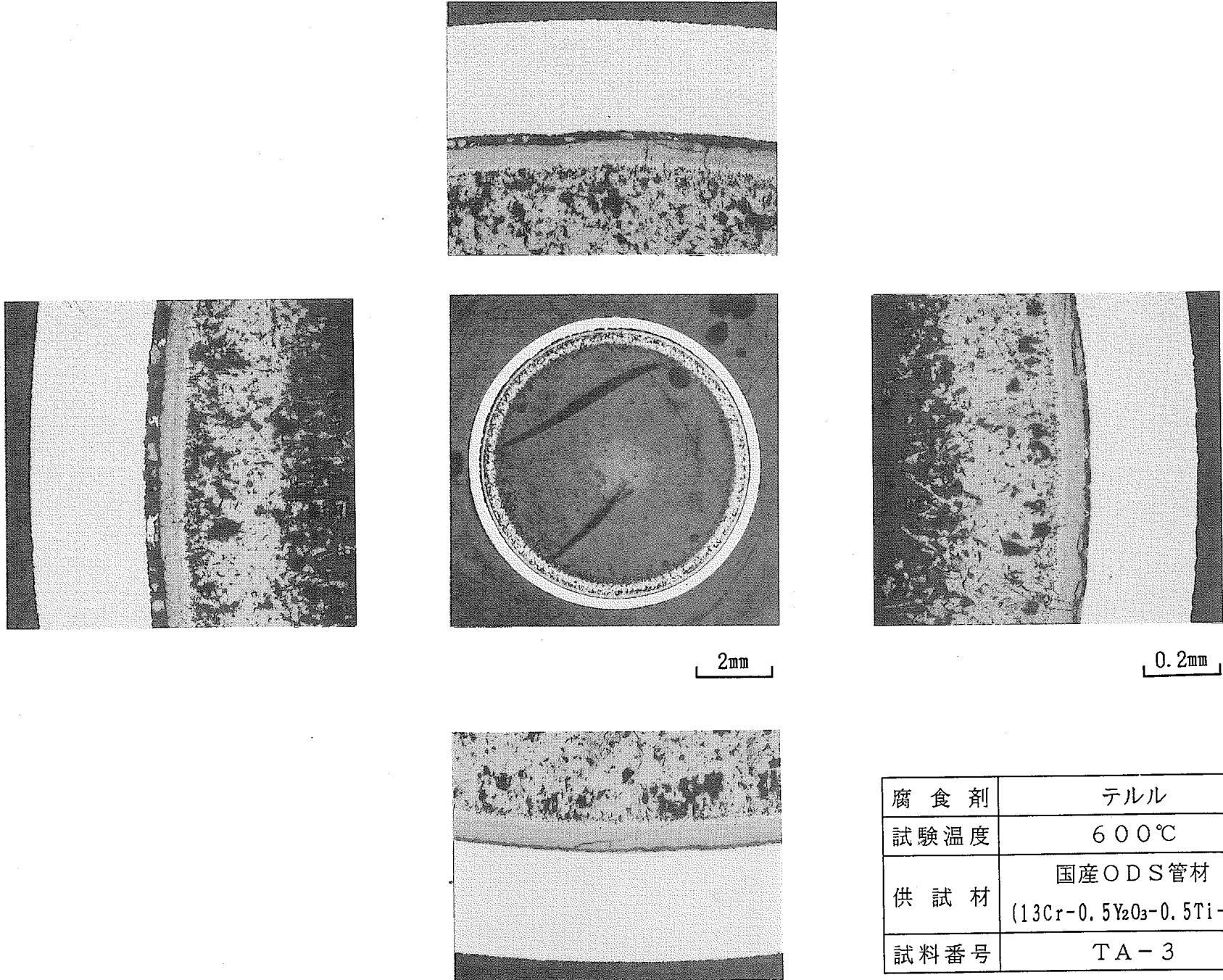
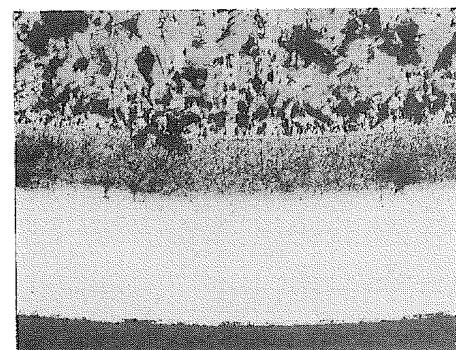
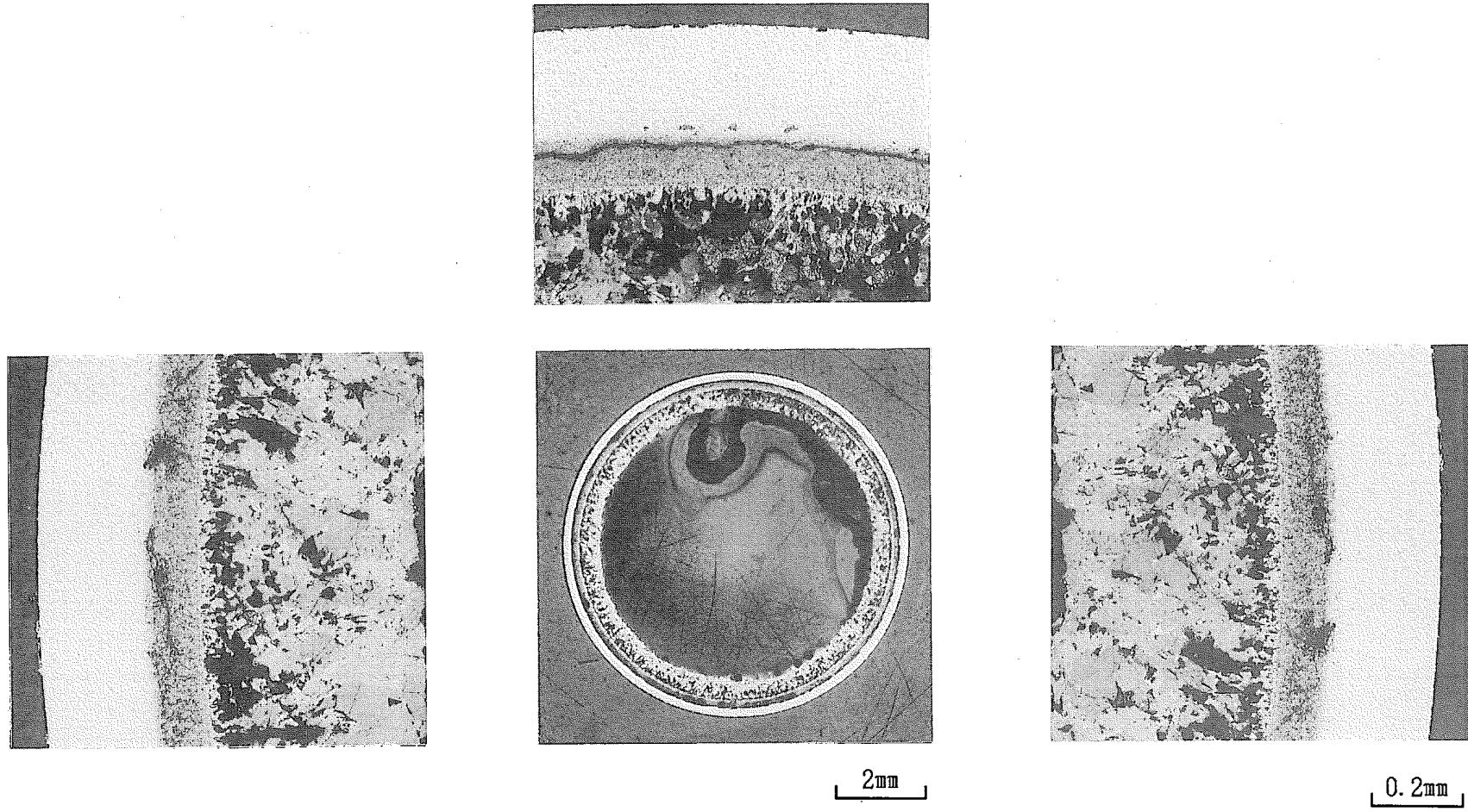


Figure 14 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TA-3 Specimen)



腐食剤	テルル
試験温度	700°C
供試材	国産ODS管材 (13Cr-0.5Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-3W)
試料番号	TA-5

Figure 15 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TA-5 Specimen)

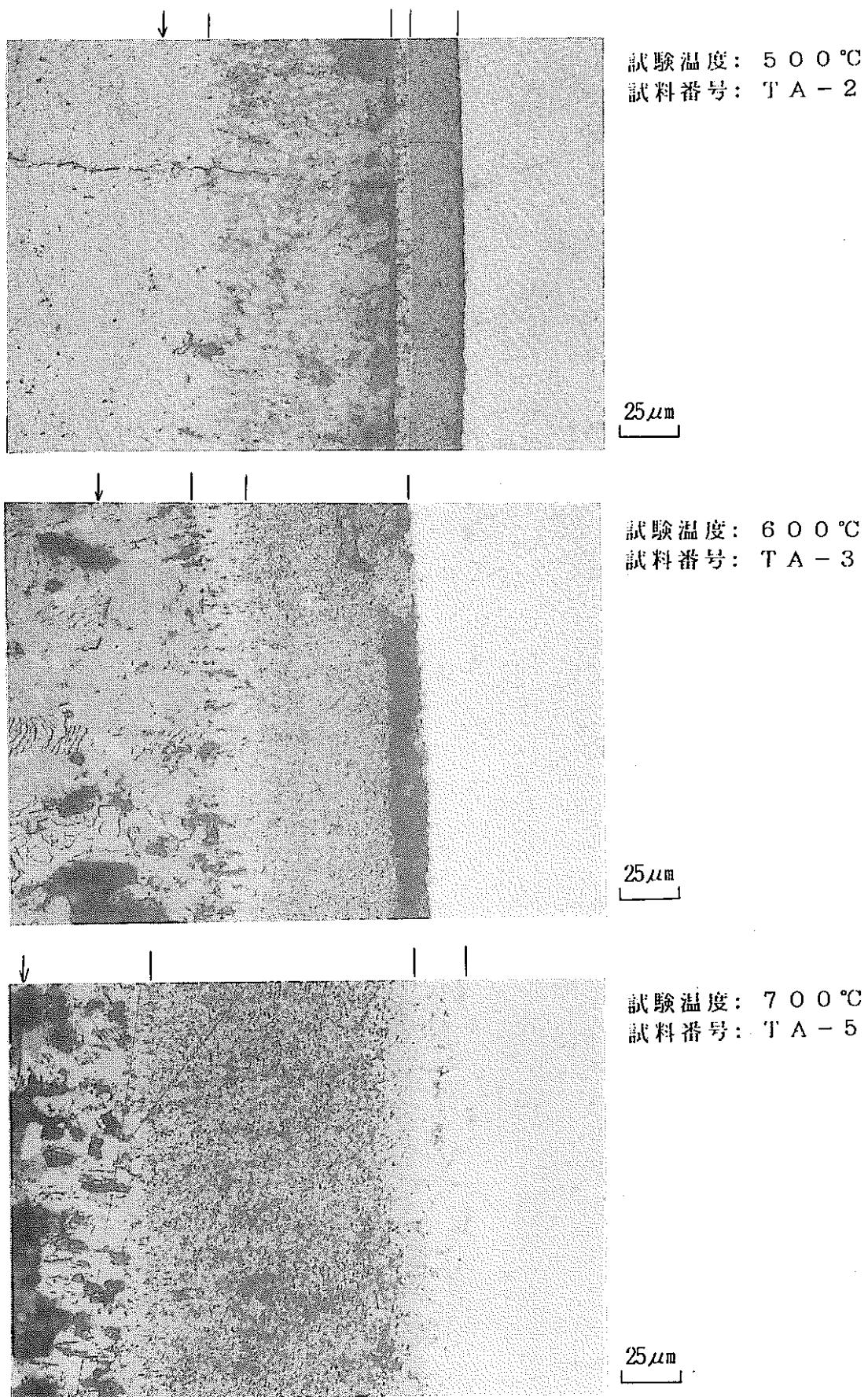


Figure 16 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium.

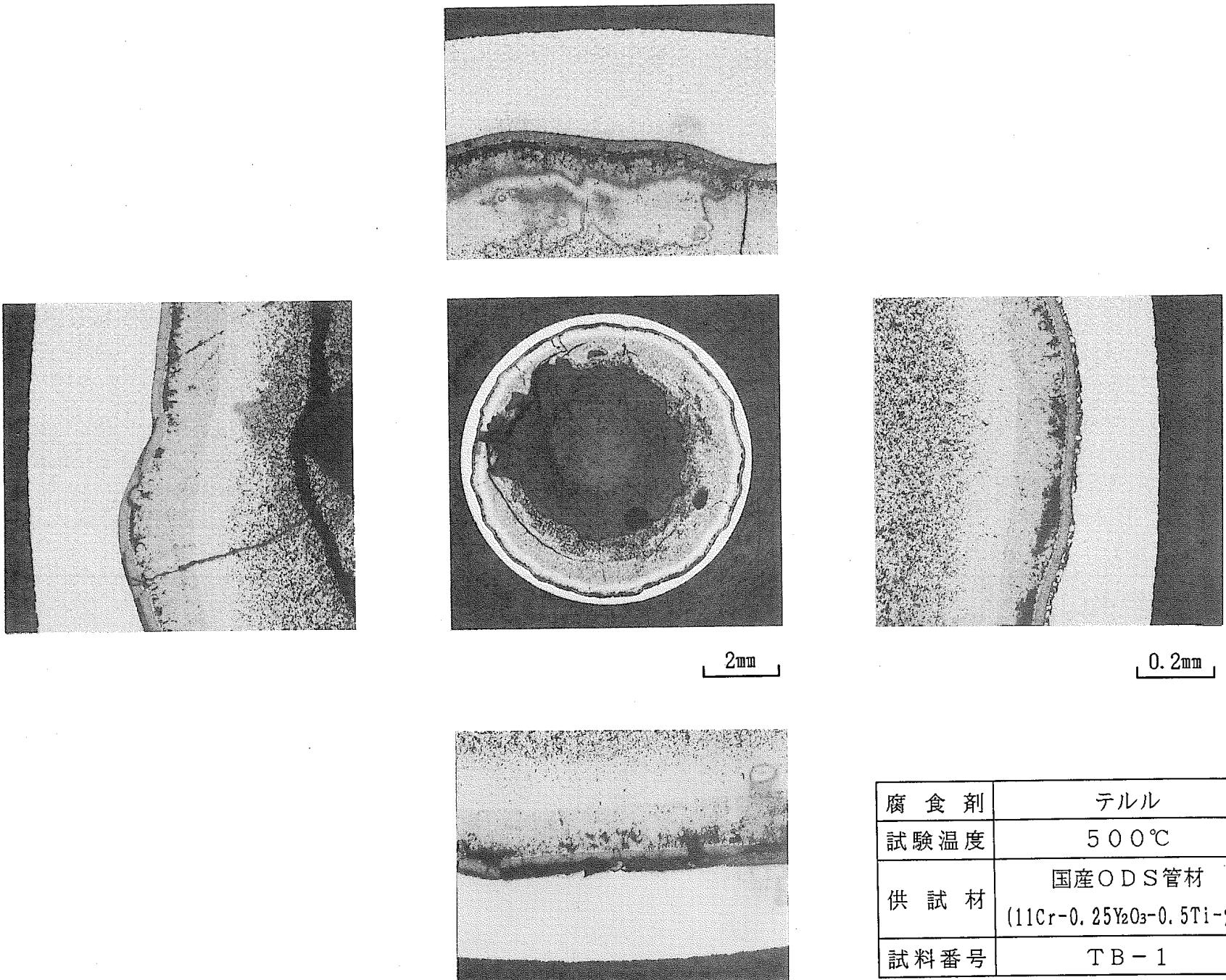
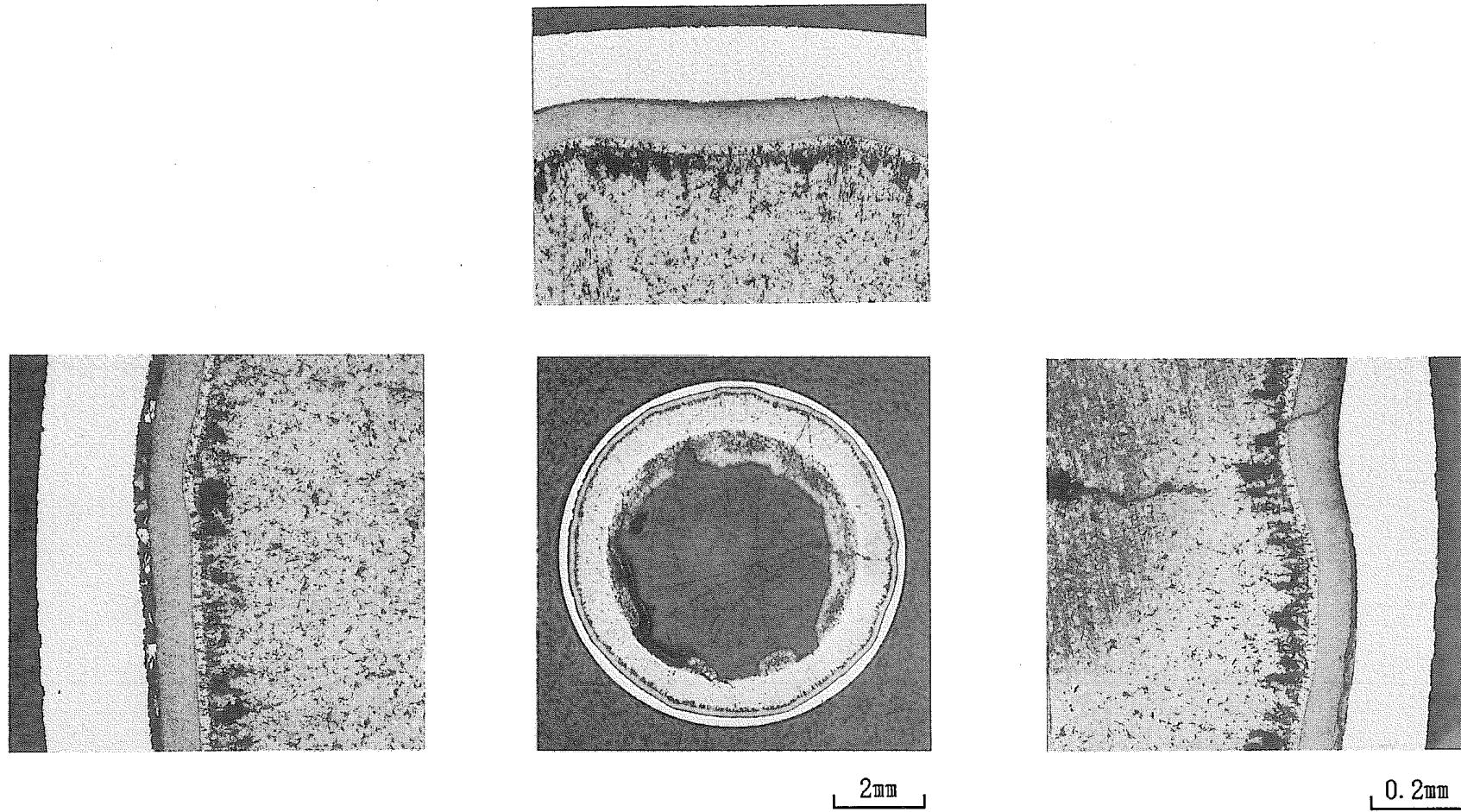


Figure 17 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TB-1 Specimen)

腐食剤	テルル
試験温度	500°C
供試材	国産ODS管材 (11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W)
試料番号	TB-1



腐食剤	テルル
試験温度	600°C
供試材	国産ODS管材 (11Cr-0.25Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.5Ti-2W)
試料番号	TB-2

Figure 18 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TB-2 Specimen)

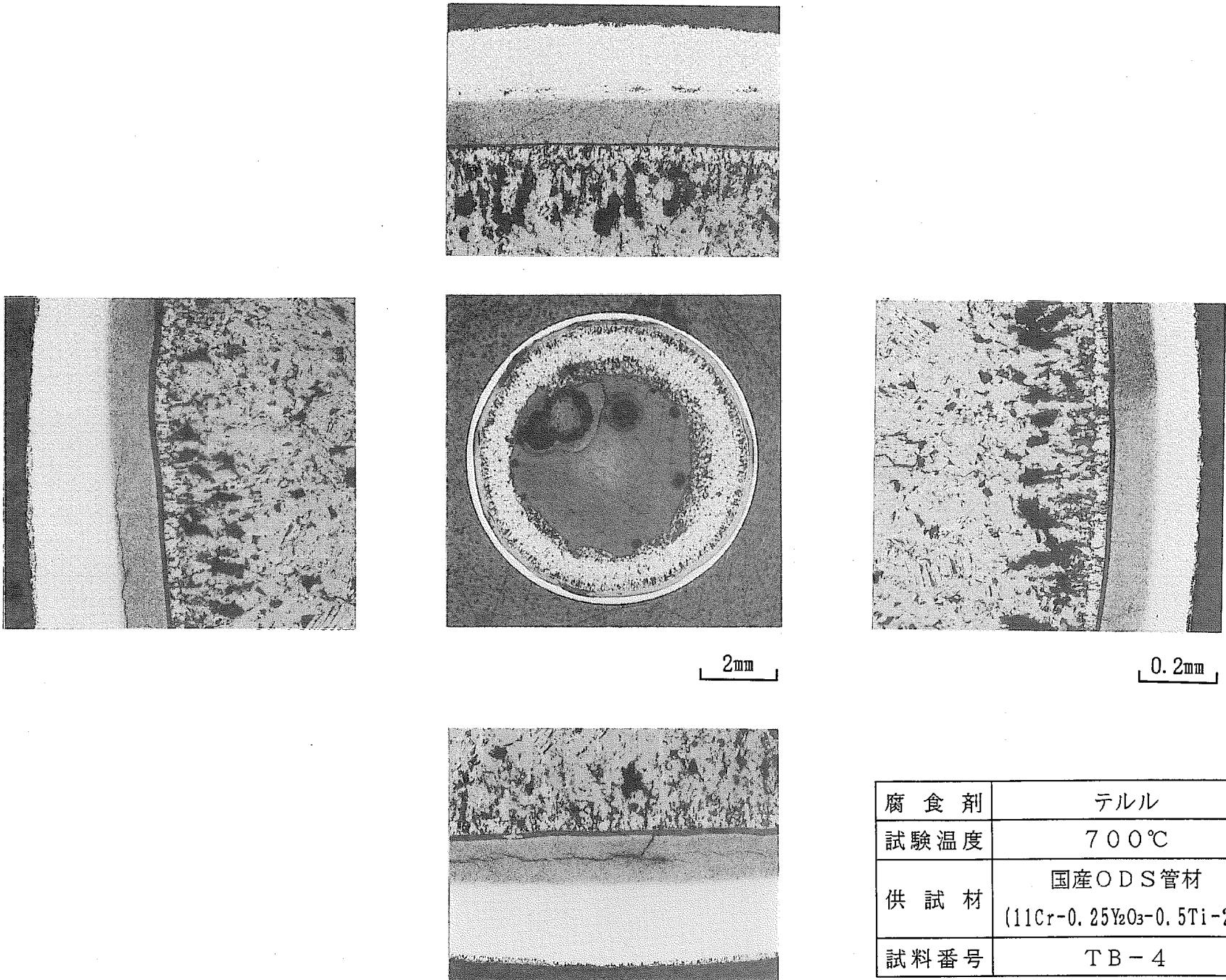
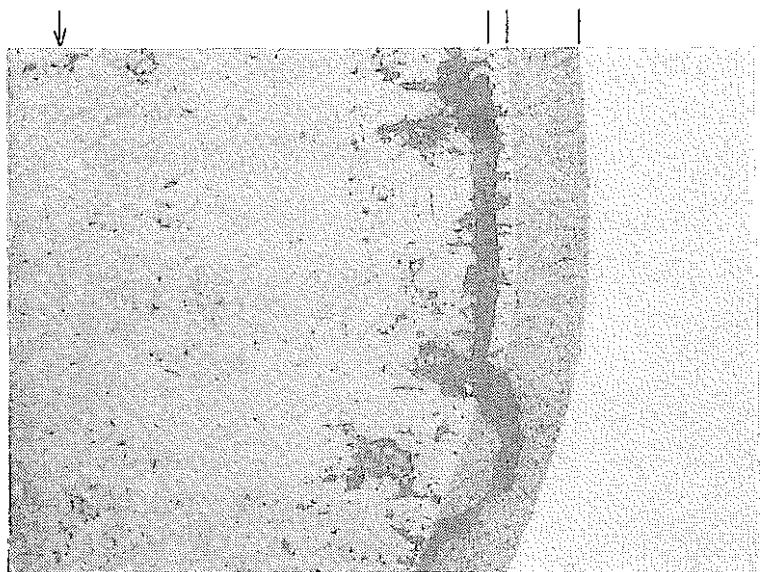
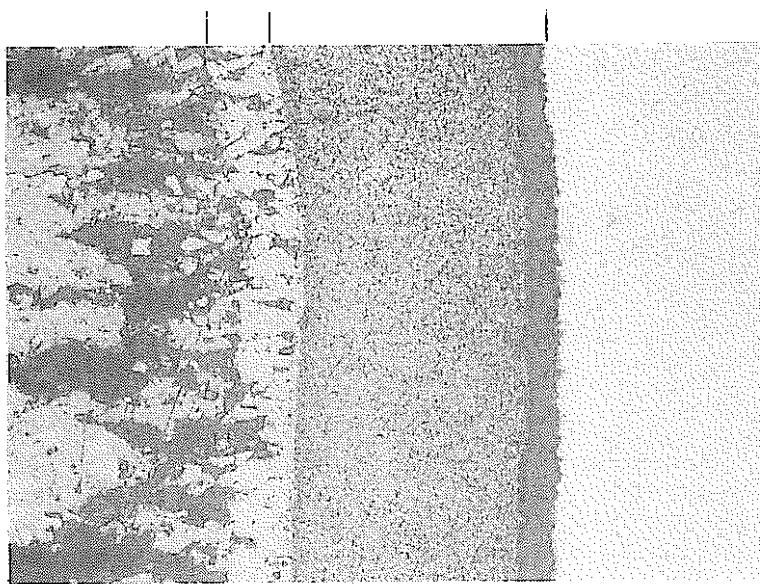


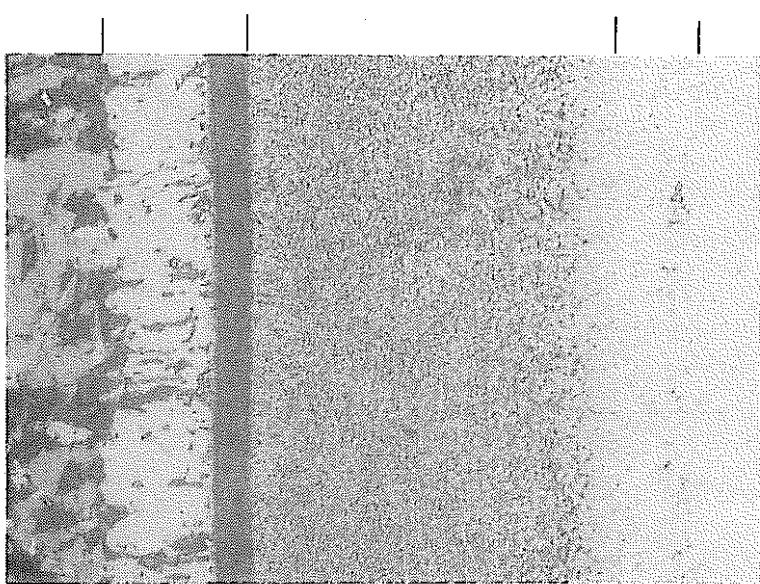
Figure 19 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TB-4 Specimen)



試験温度: 500 °C  
試料番号: TB-1

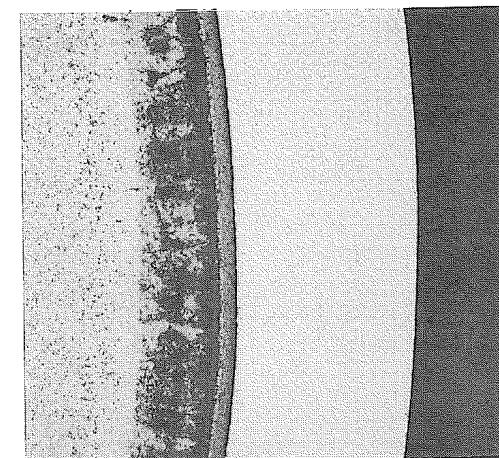
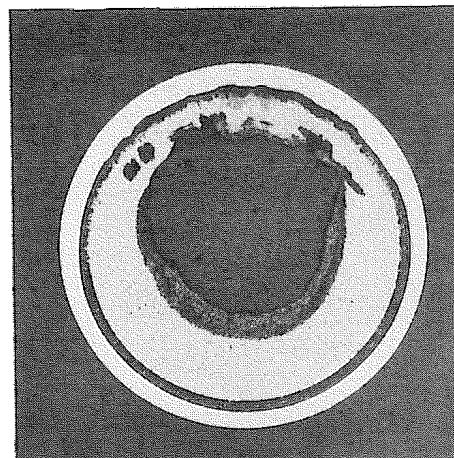
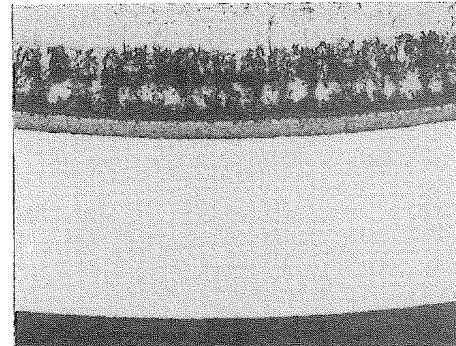
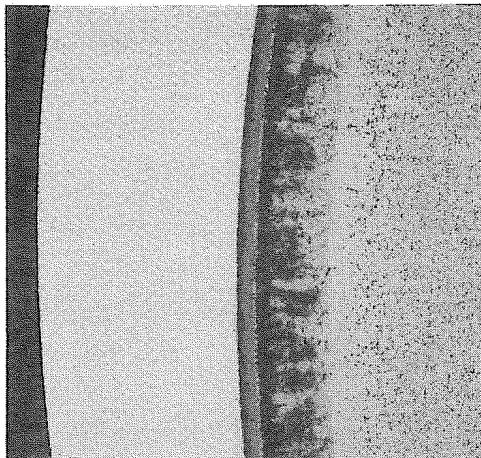


試験温度: 600 °C  
試料番号: TB-2



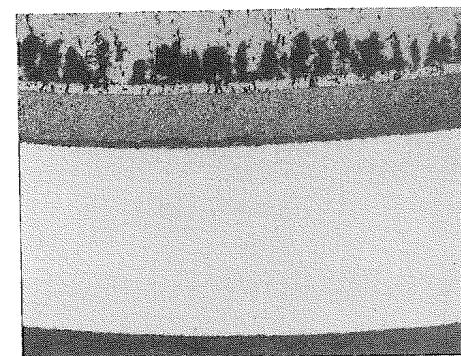
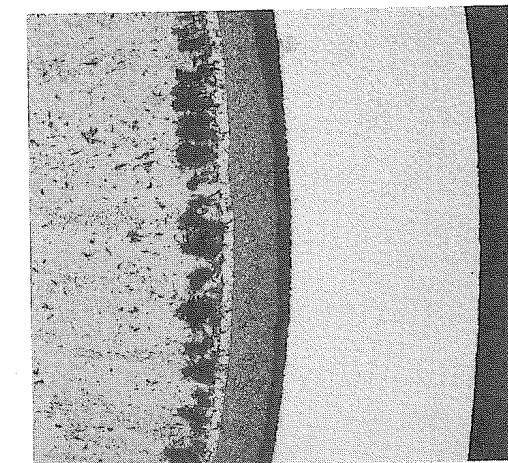
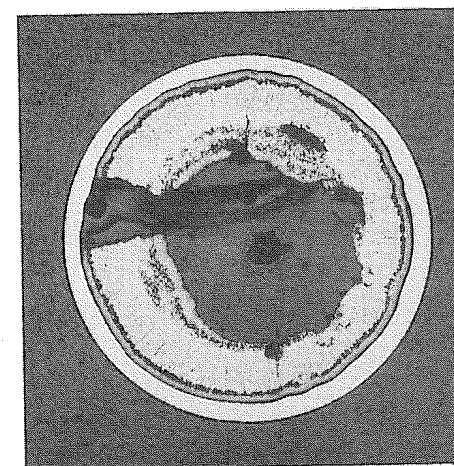
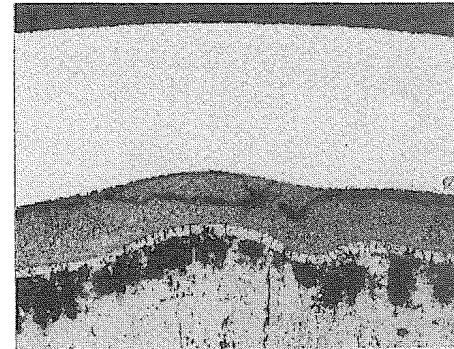
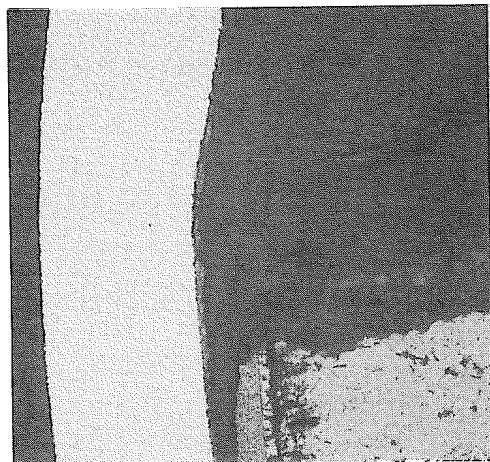
試験温度: 700 °C  
試料番号: TB-4

Figure 20 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium.



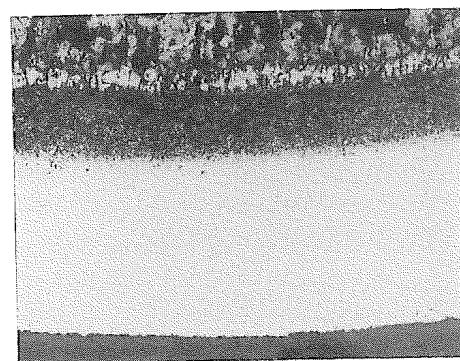
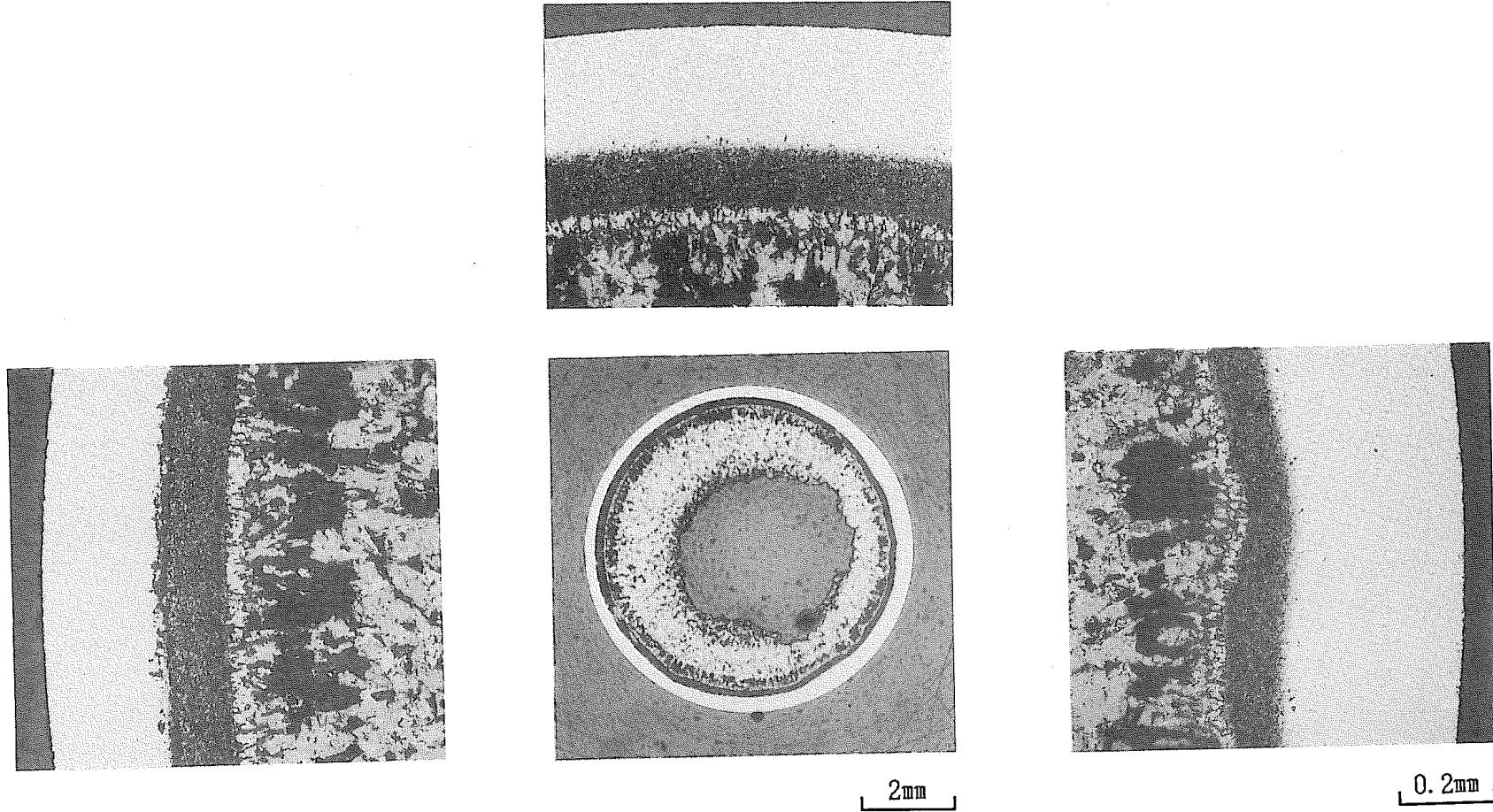
腐食剤	テルル
試験温度	500°C
供試材	フェライト／マルテンサイト管材 (1FK)
試料番号	TF-1

Figure 21 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TF-1 Specimen)



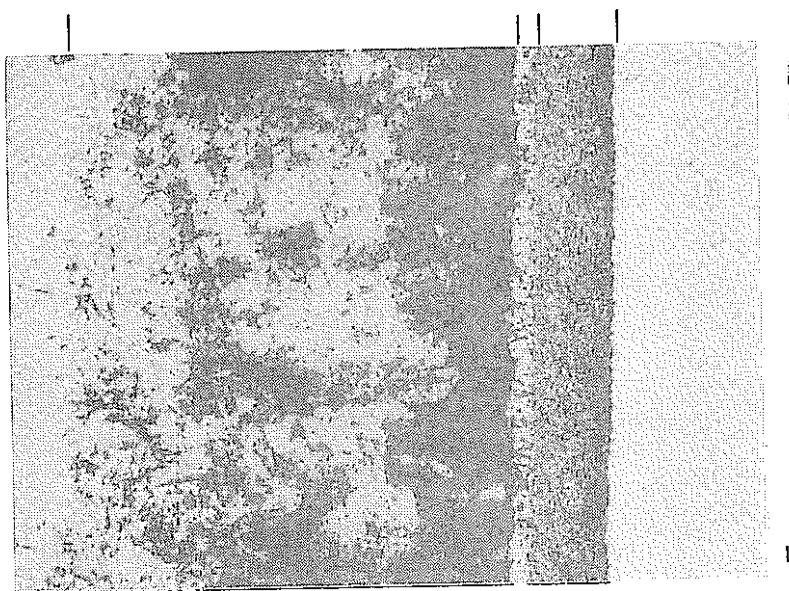
腐食剤	テルル
試験温度	600°C
供試材	フェライト／マルテンサイト管材 (1FK)
試料番号	TF-2

Figure 22 Micrographs of Transverse Cross Section for 1PK Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TF-2 Specimen)



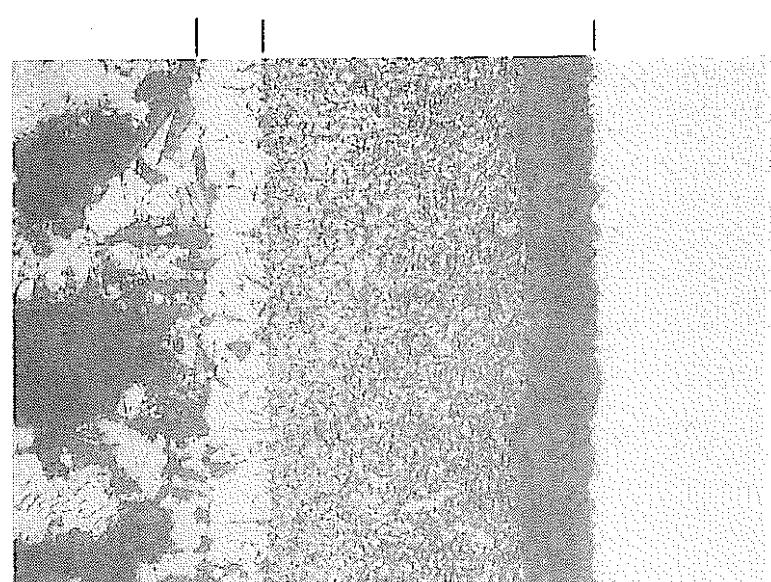
腐食剤	テルル
試験温度	700°C
供試材	フェライト／マルテンサイト管材 (1FK)
試料番号	TF-4

Figure 23 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TF-4 Specimen)



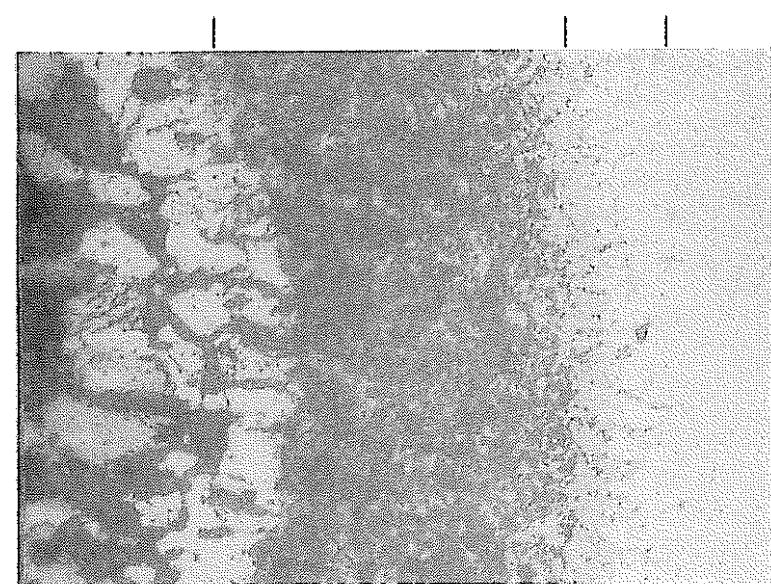
試験温度: 500 °C  
試料番号: TF-1

25μm



試験温度: 600 °C  
試料番号: TF-2

25μm



試験温度: 700 °C  
試料番号: TF-4

25μm

Figure 24 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Tellurium.

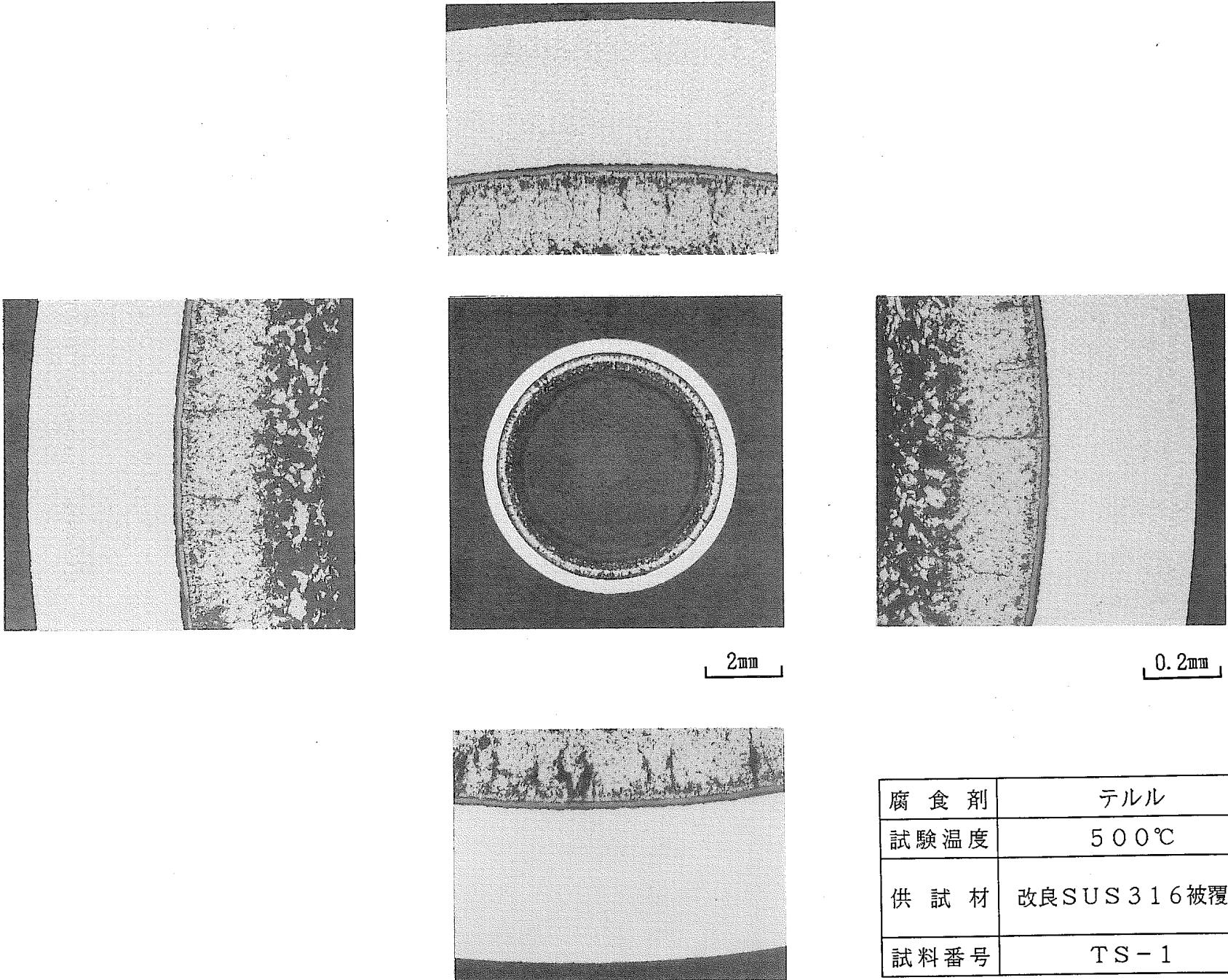


Figure 25 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TS-1 Specimen)

腐食剤	テルル
試験温度	500°C
供試材	改良SUS316被覆管
試料番号	TS-1

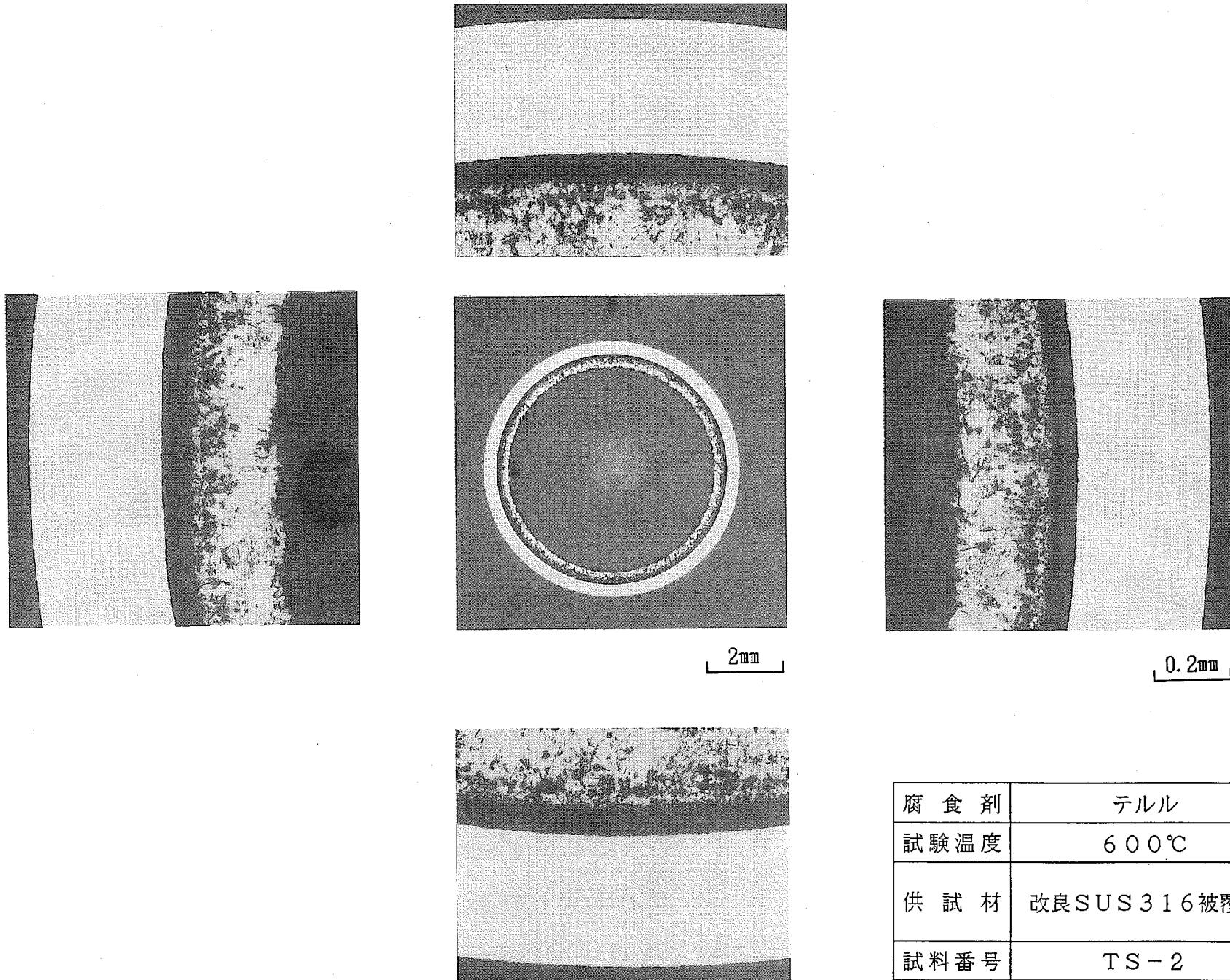


Figure 26 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TS-2 Specimen)

腐食剤	テルル
試験温度	600°C
供試材	改良SUS316被覆管
試料番号	TS-2

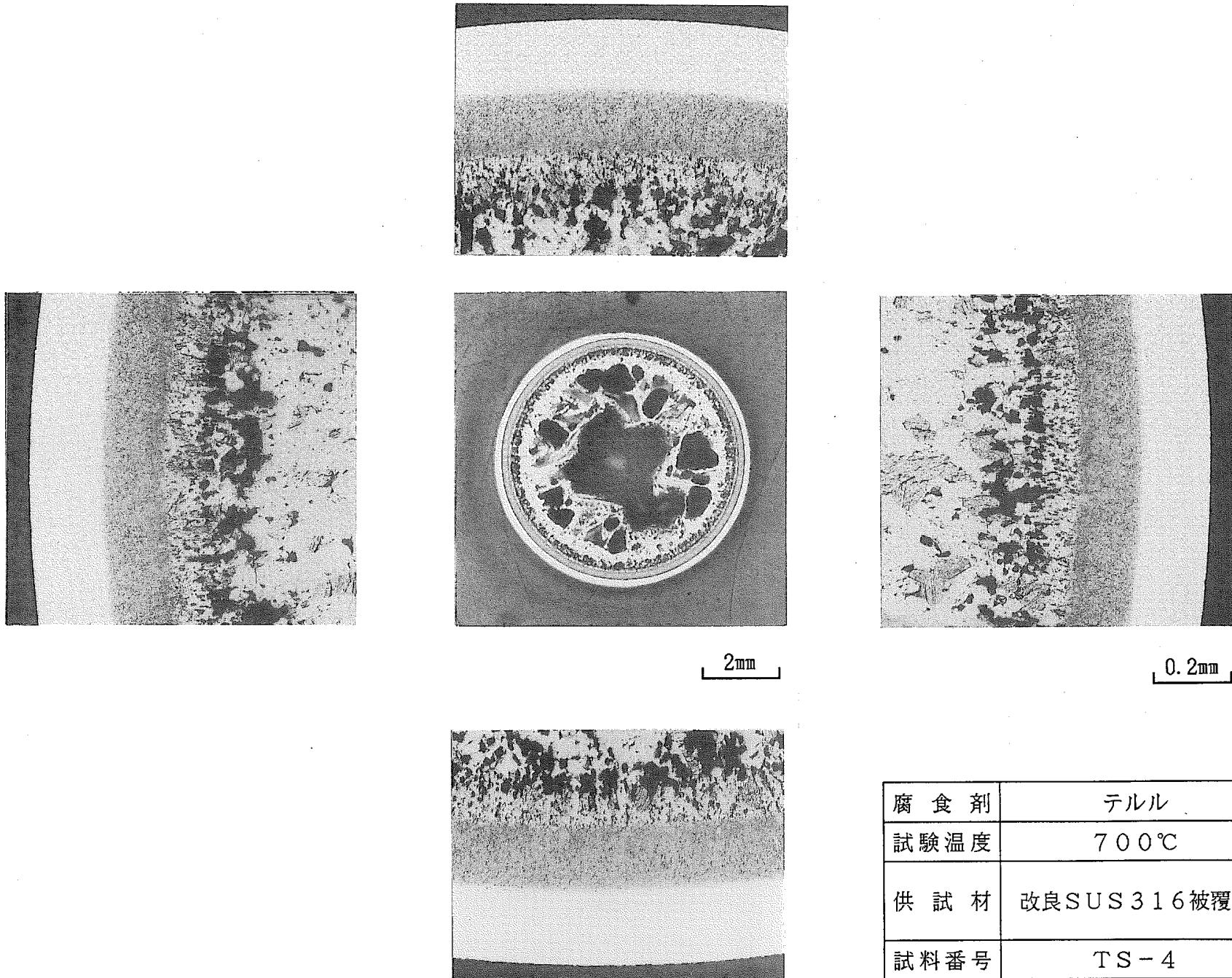
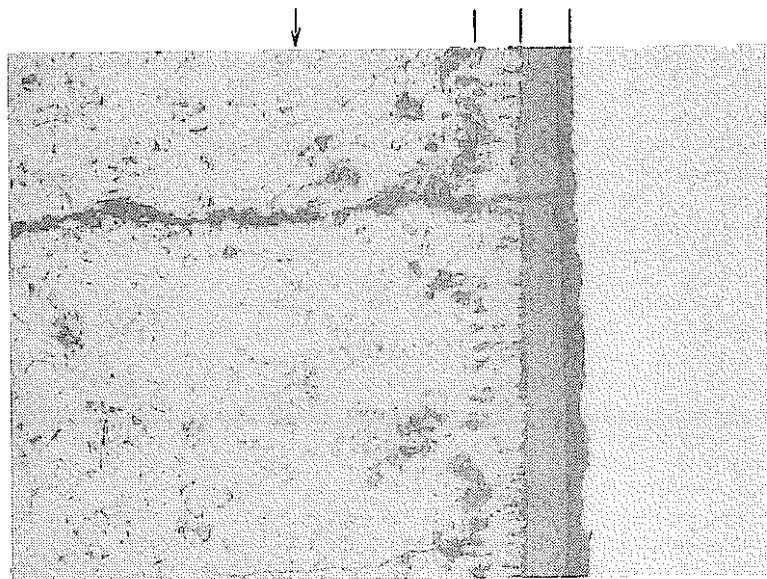
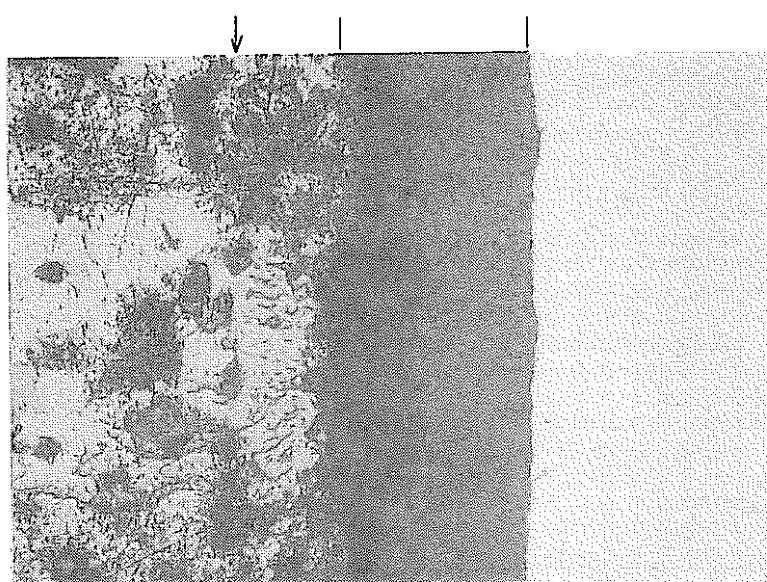


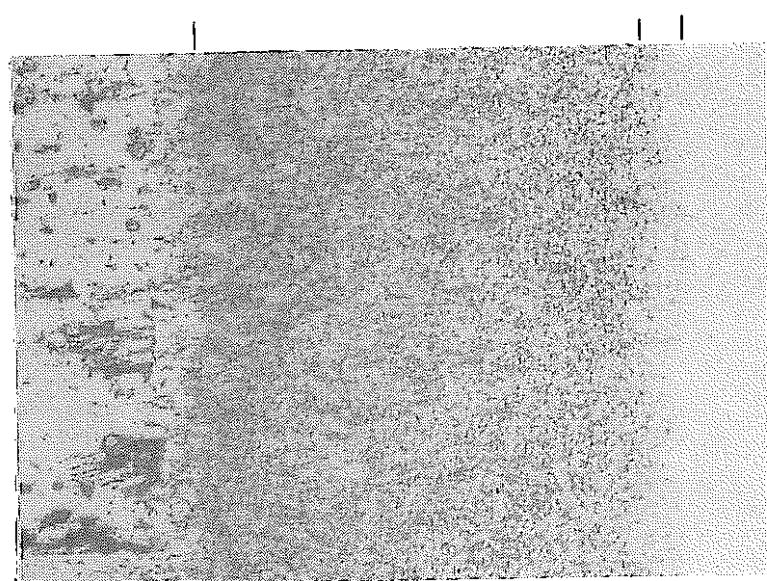
Figure 27 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TS-4 Specimen)



試験温度: 500°C  
試料番号: TS-1



試験温度: 600°C  
試料番号: TS-2



試験温度: 700°C  
試料番号: TS-4

Figure 28 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium.

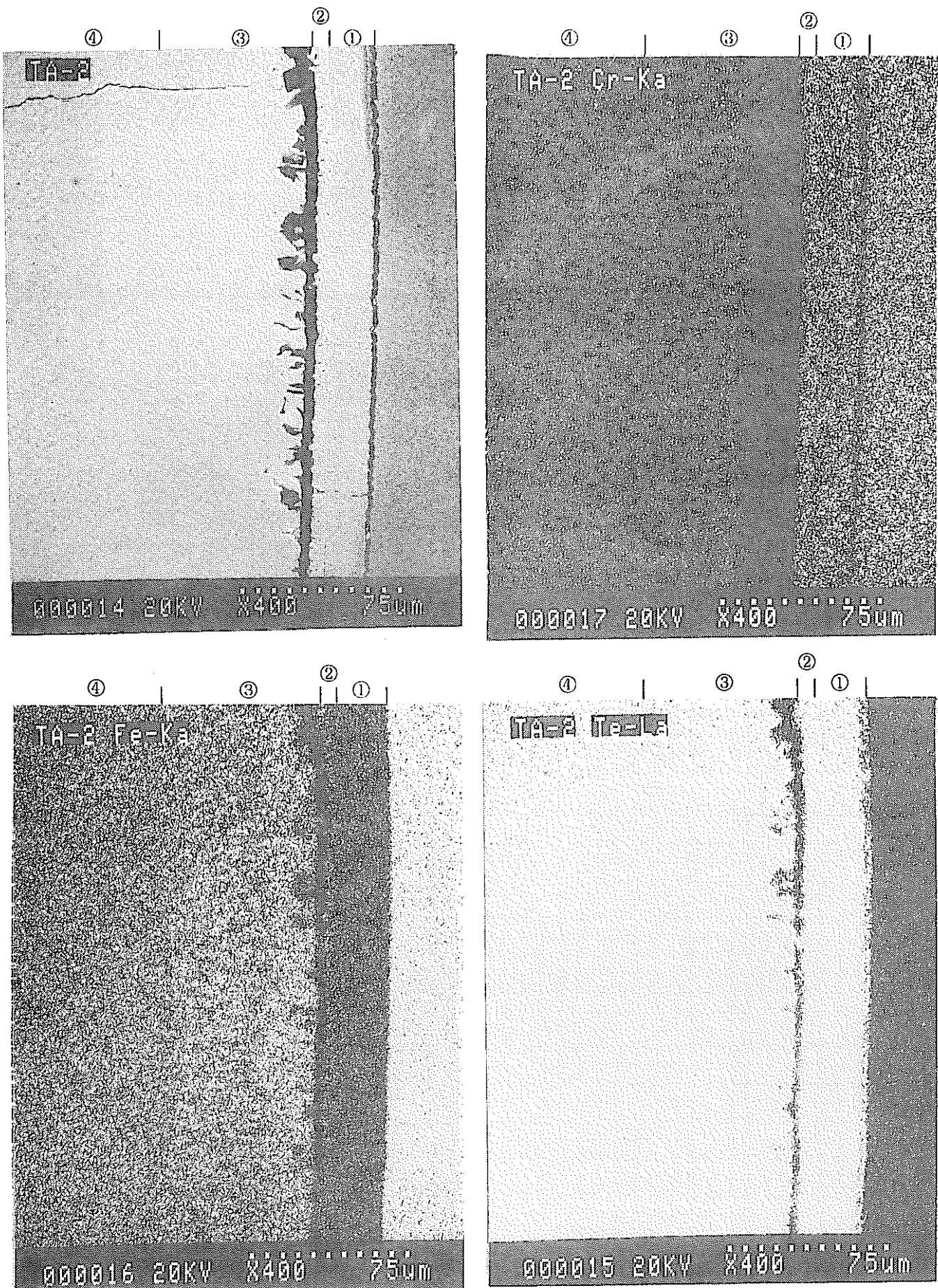


Figure 29 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 500°C. (TA-2 Specimen)

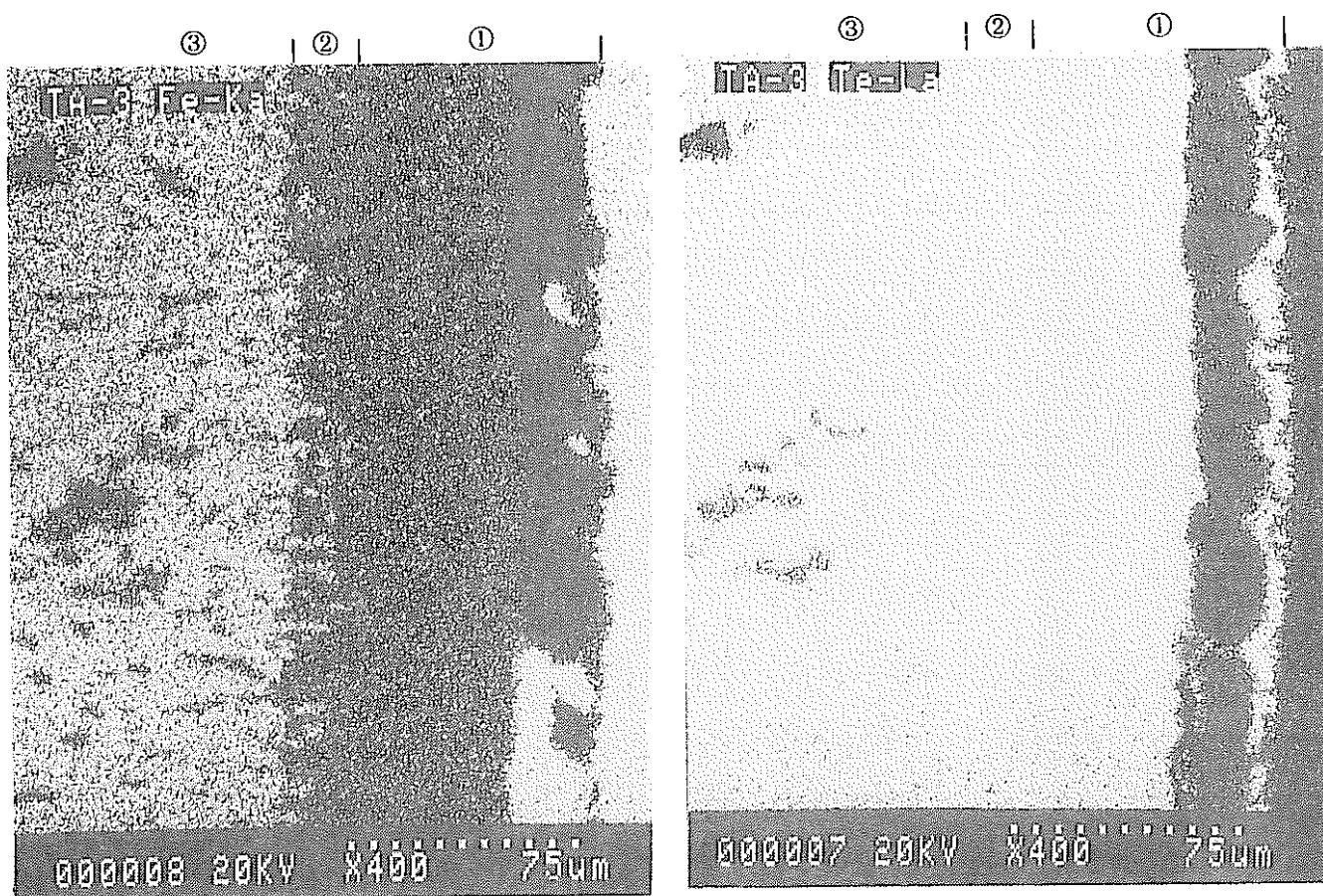
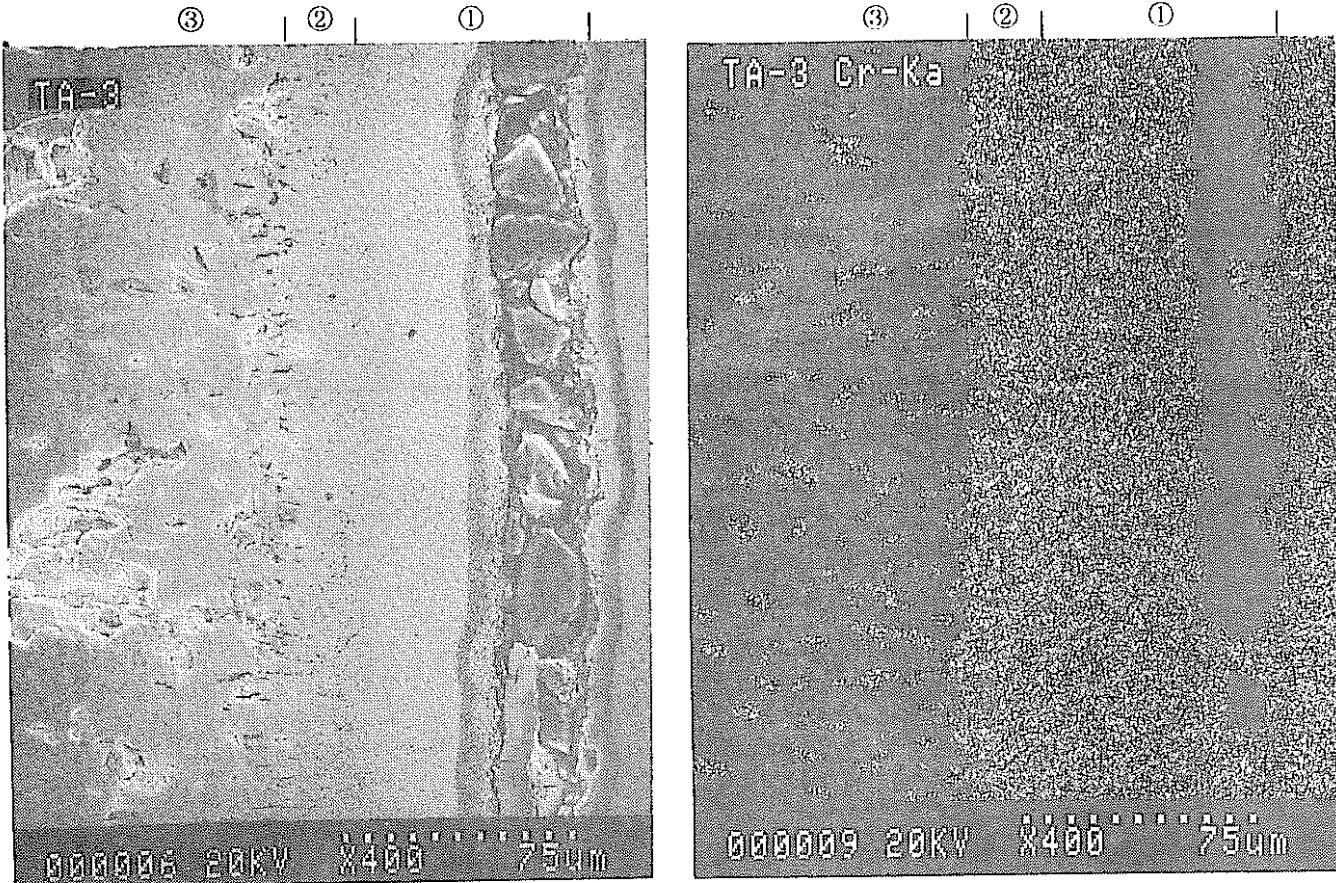


Figure 30 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 600°C. (TA-3 Specimen)

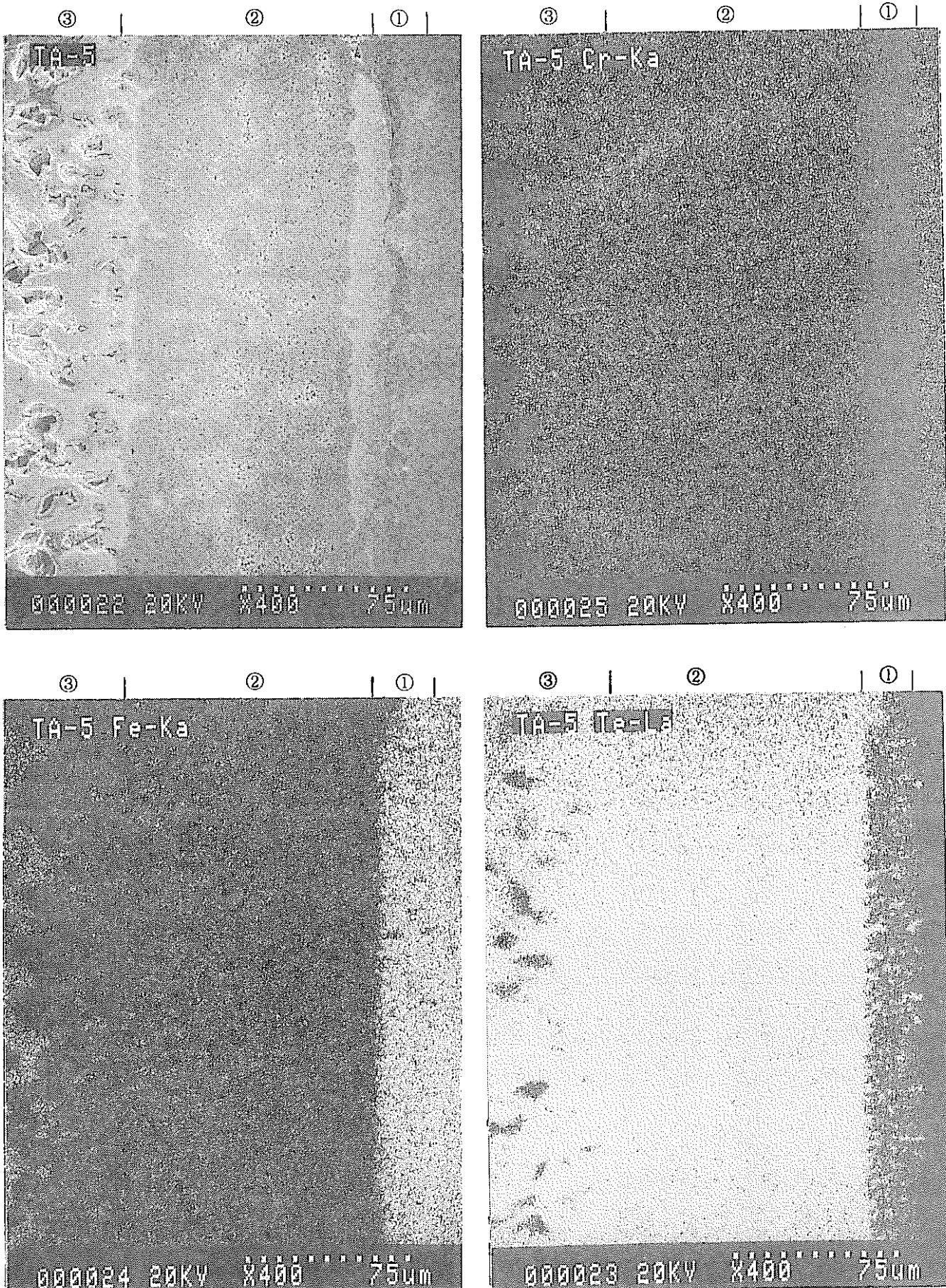


Figure 31 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Tellurium at 700°C. (TA-5 Specimen)

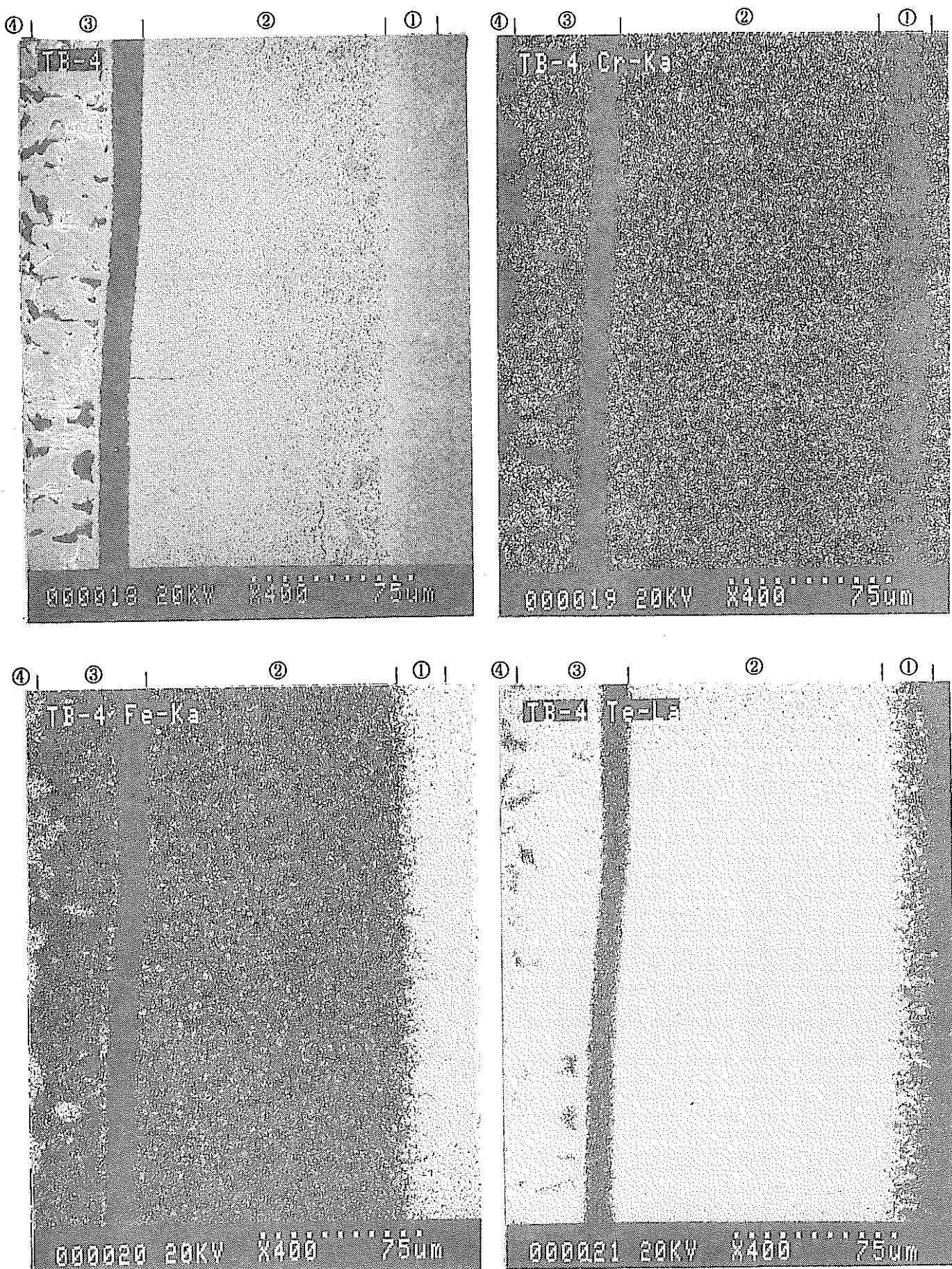


Figure 32 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Tellurium at  
700°C. (TB-4 Specimen)

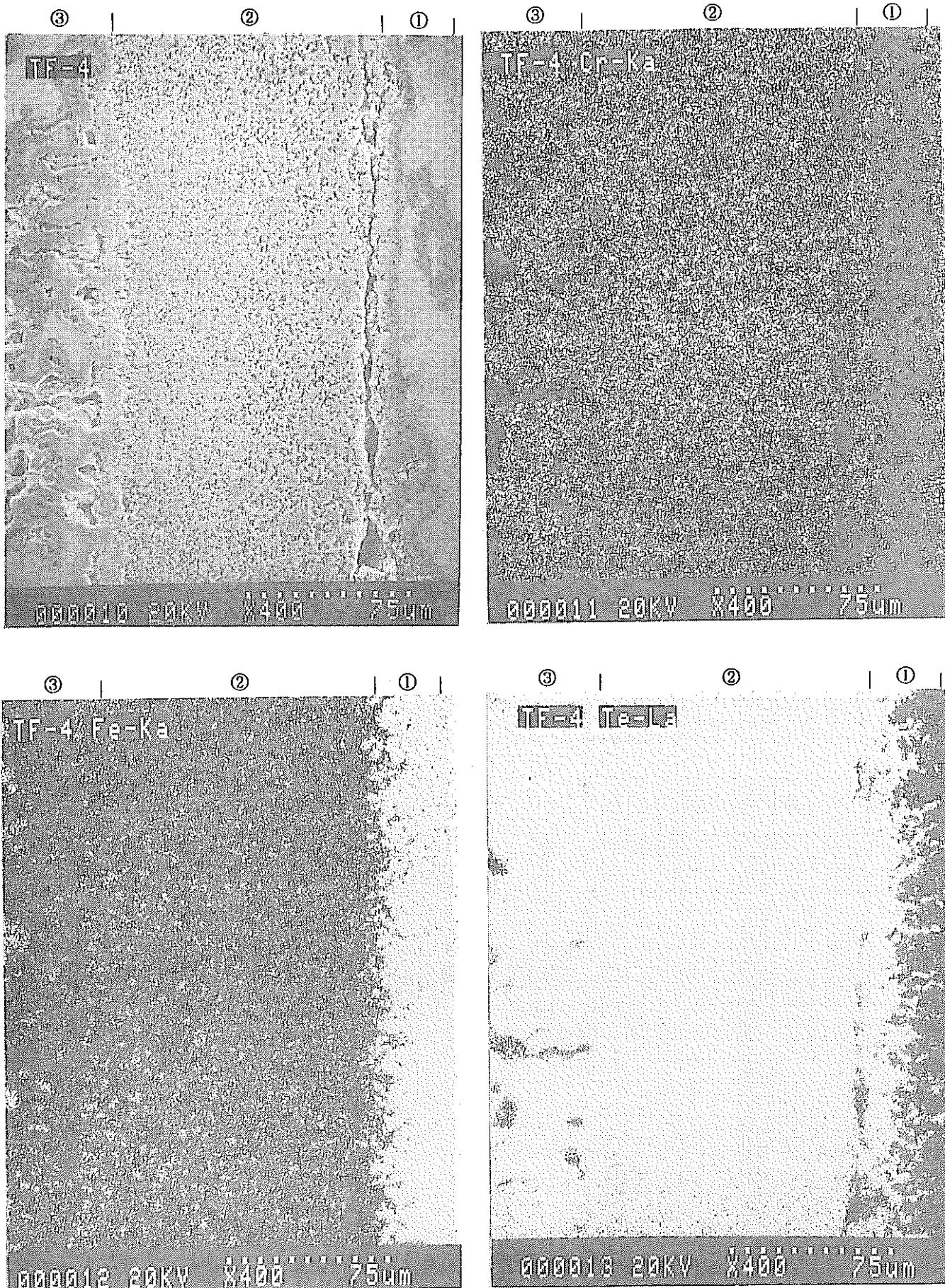


Figure 33 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 1FK Cladding reacted with Tellurium at 700°C.  
(TF-4 Specimen)

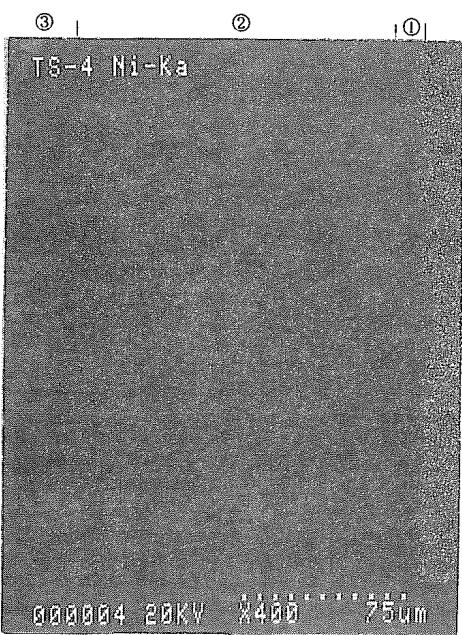
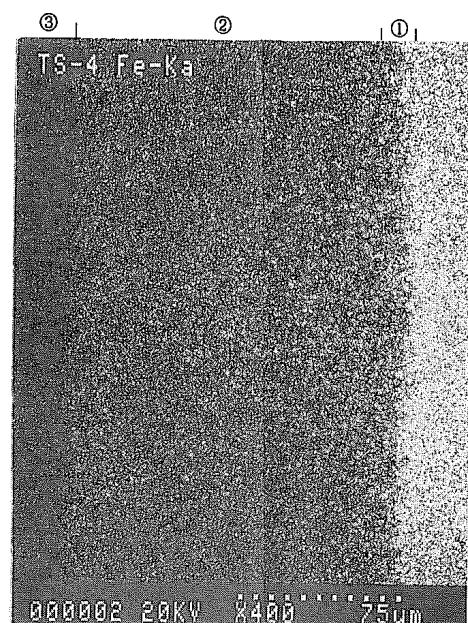
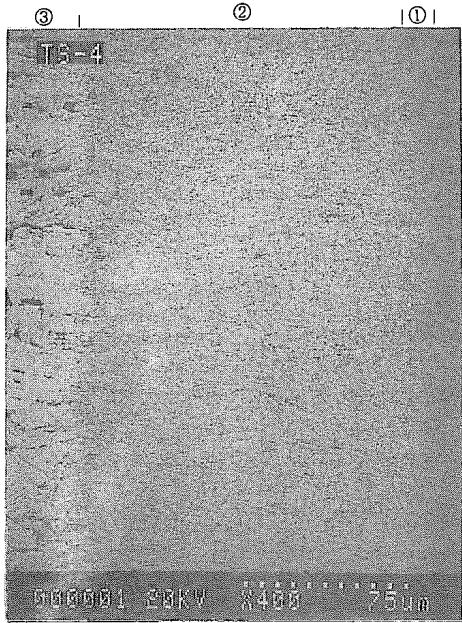


Figure 34 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for Modified SUS316 Cladding reacted with Tellurium at 700°C.  
(TS-4 Specimen)

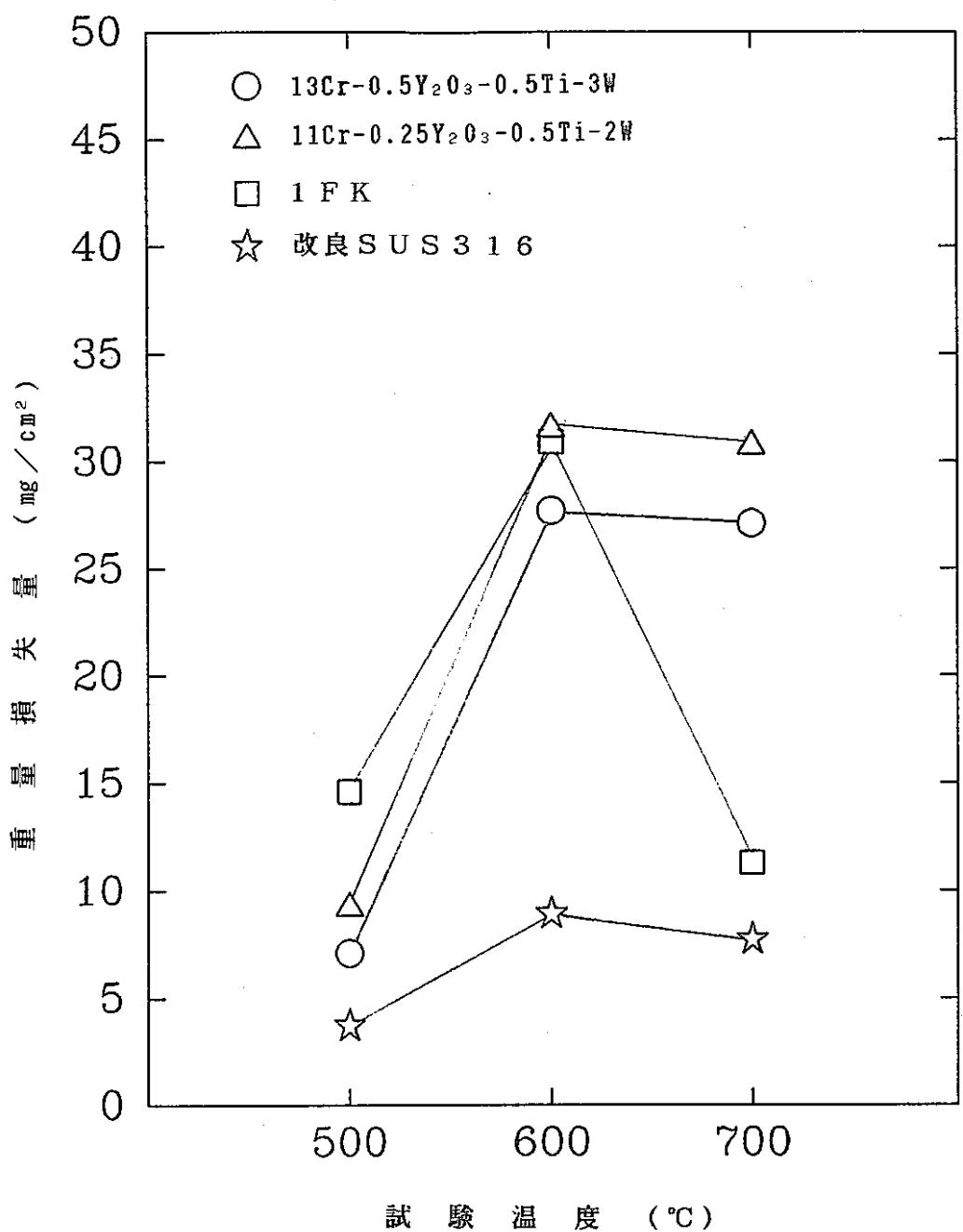


Figure 35 Relationships between Temperatures and Weight Losses by Iodine.

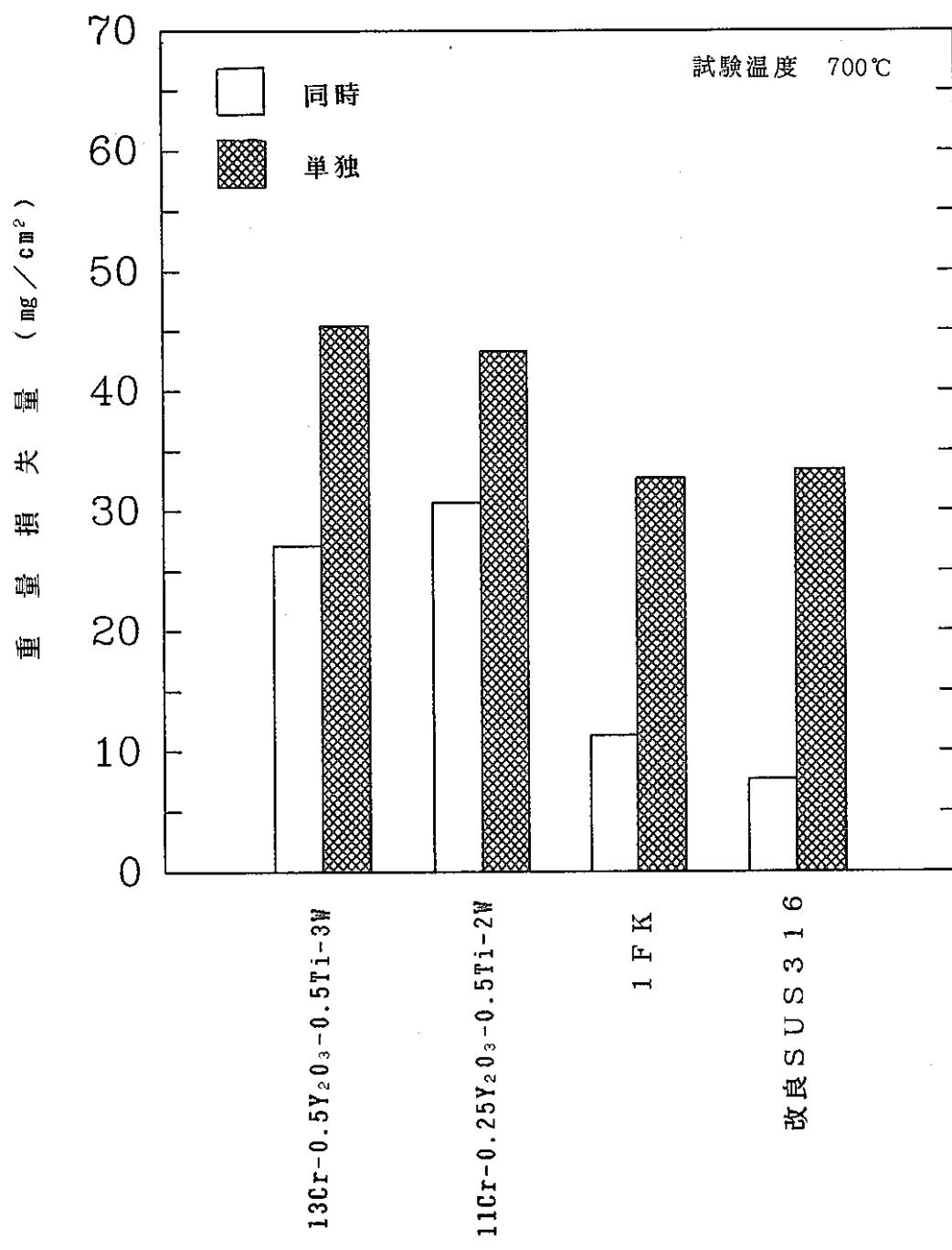


Figure 36 Comparison of Weight losses.

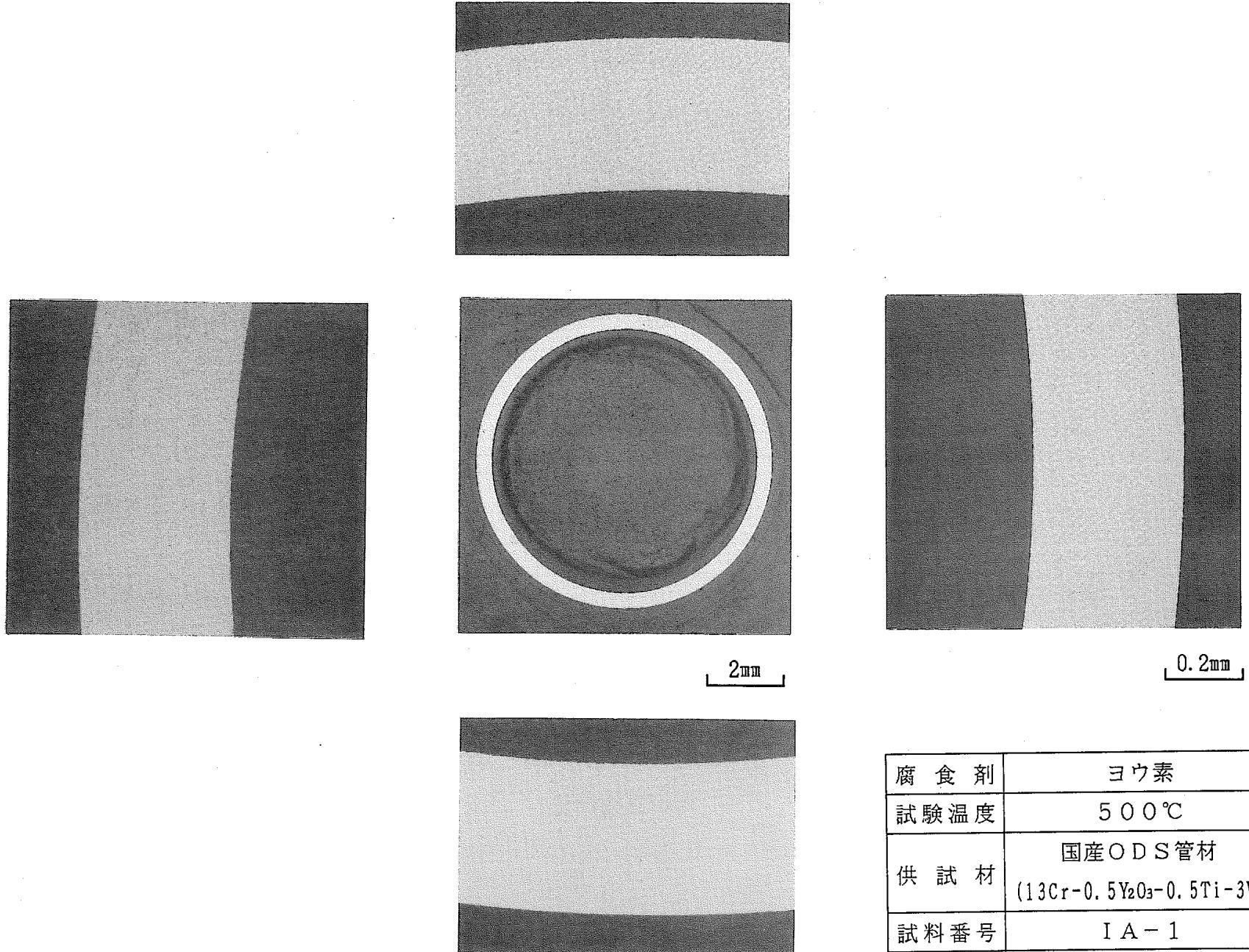


Figure 37 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IA-1 Specimen)

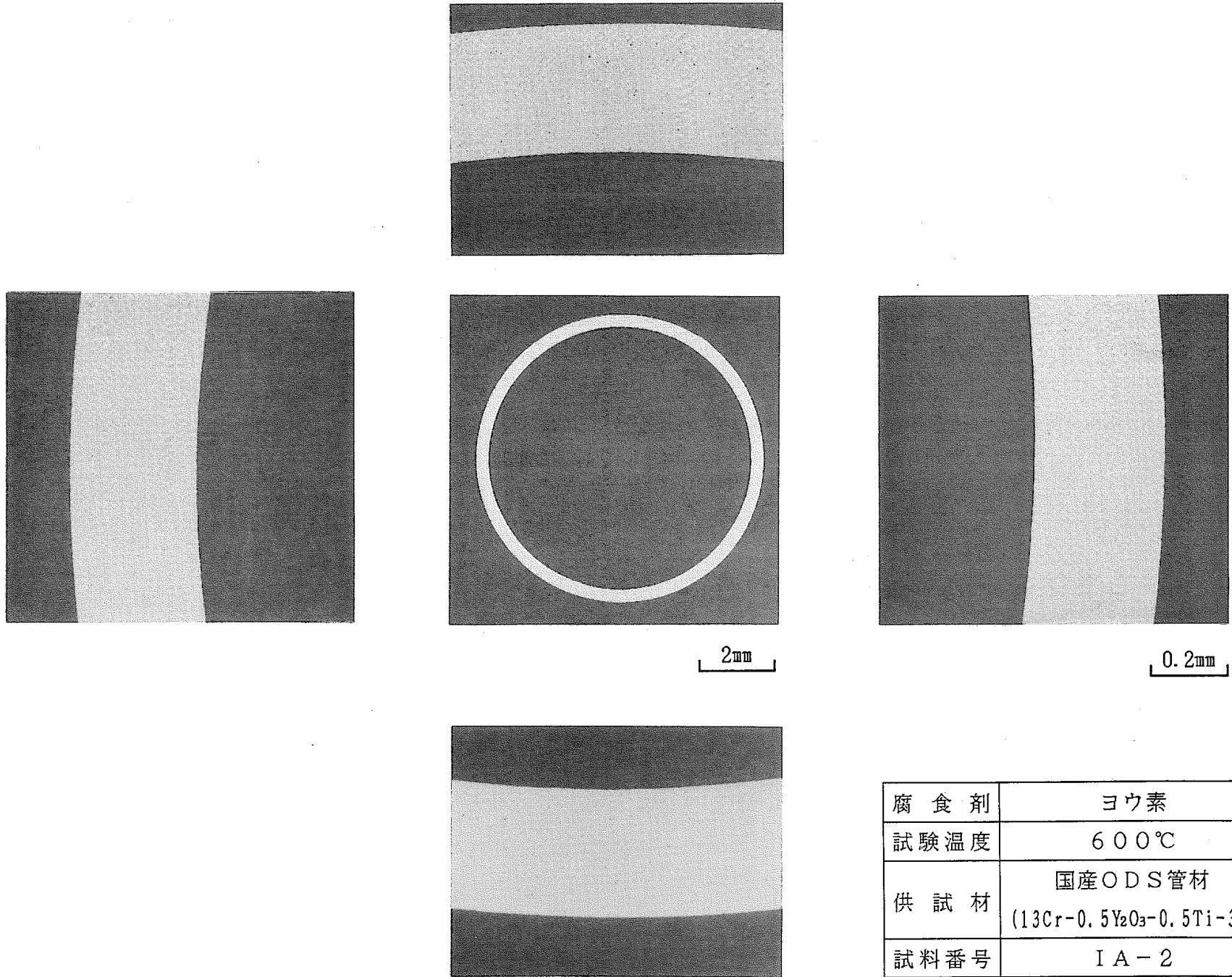


Figure 38 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IA-2 Specimen)

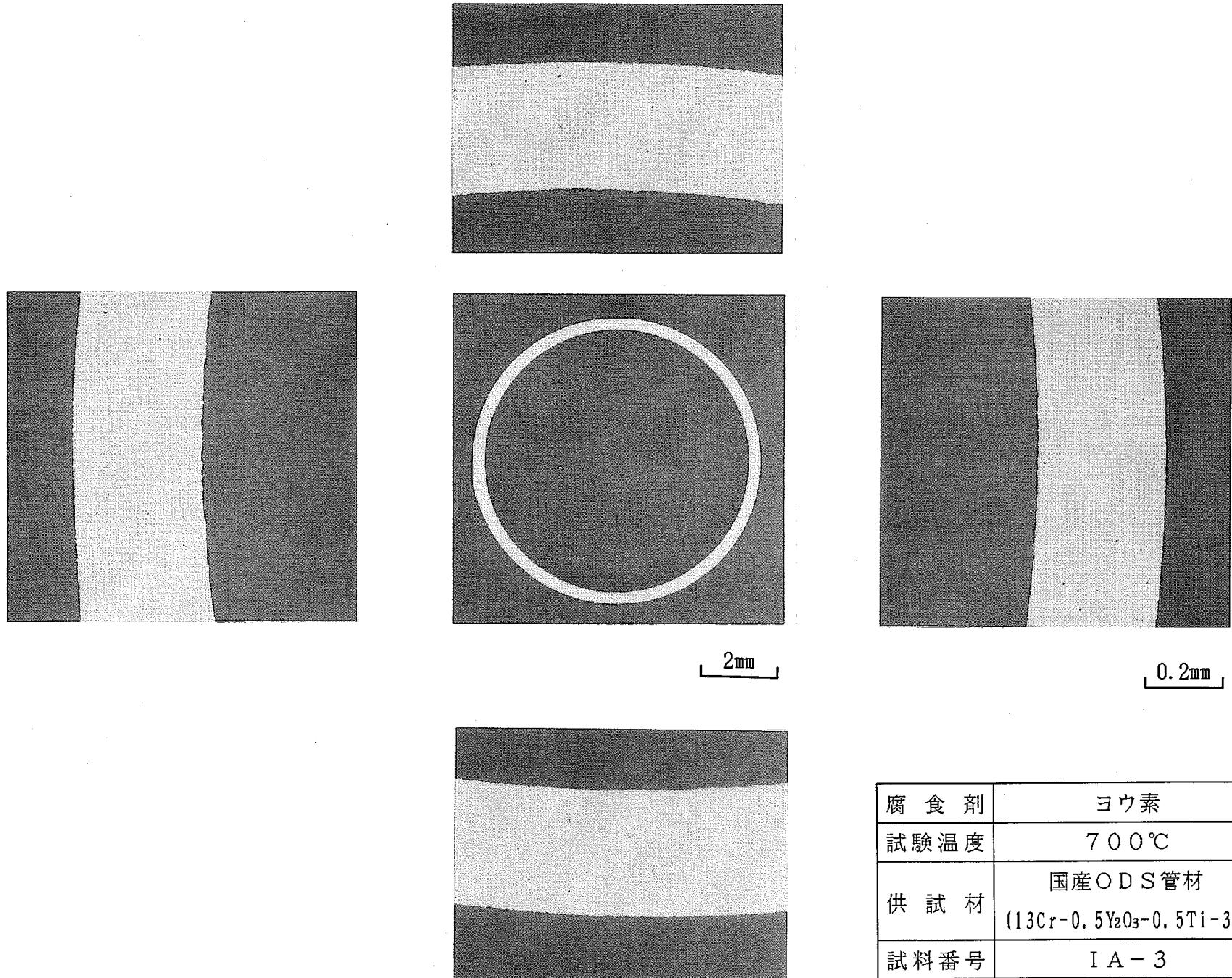
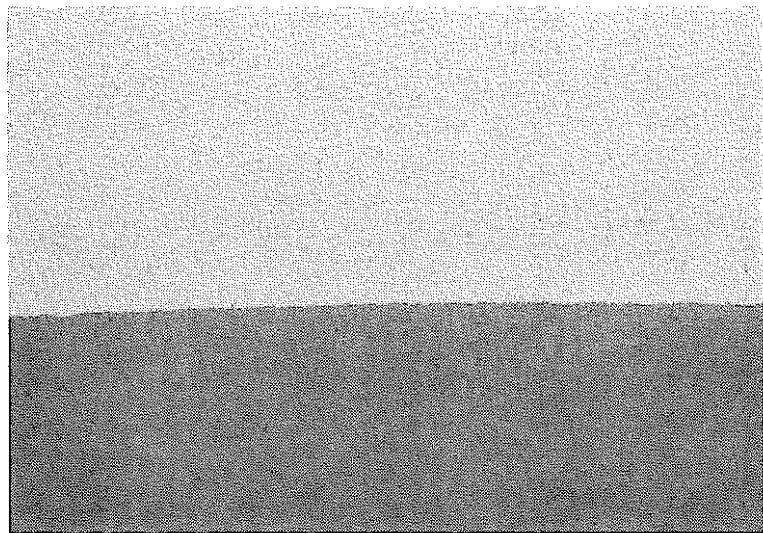
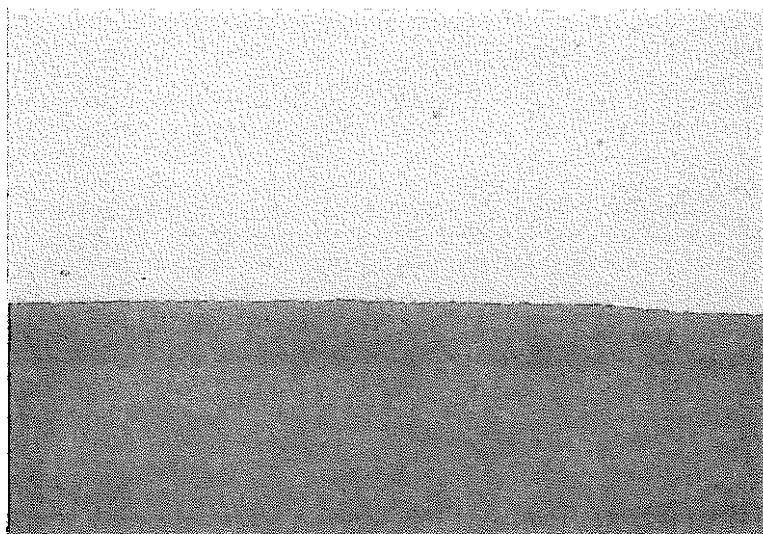


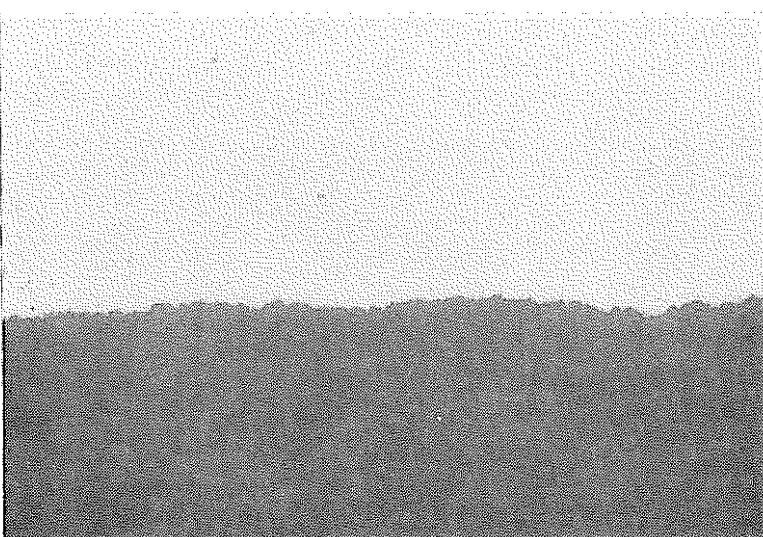
Figure 39 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IA-3 Specimen)



試験温度: 500 °C  
試料番号: IA-1



試験温度: 600 °C  
試料番号: IA-2



試験温度: 700 °C  
試料番号: IA-3

Figure 40 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine.

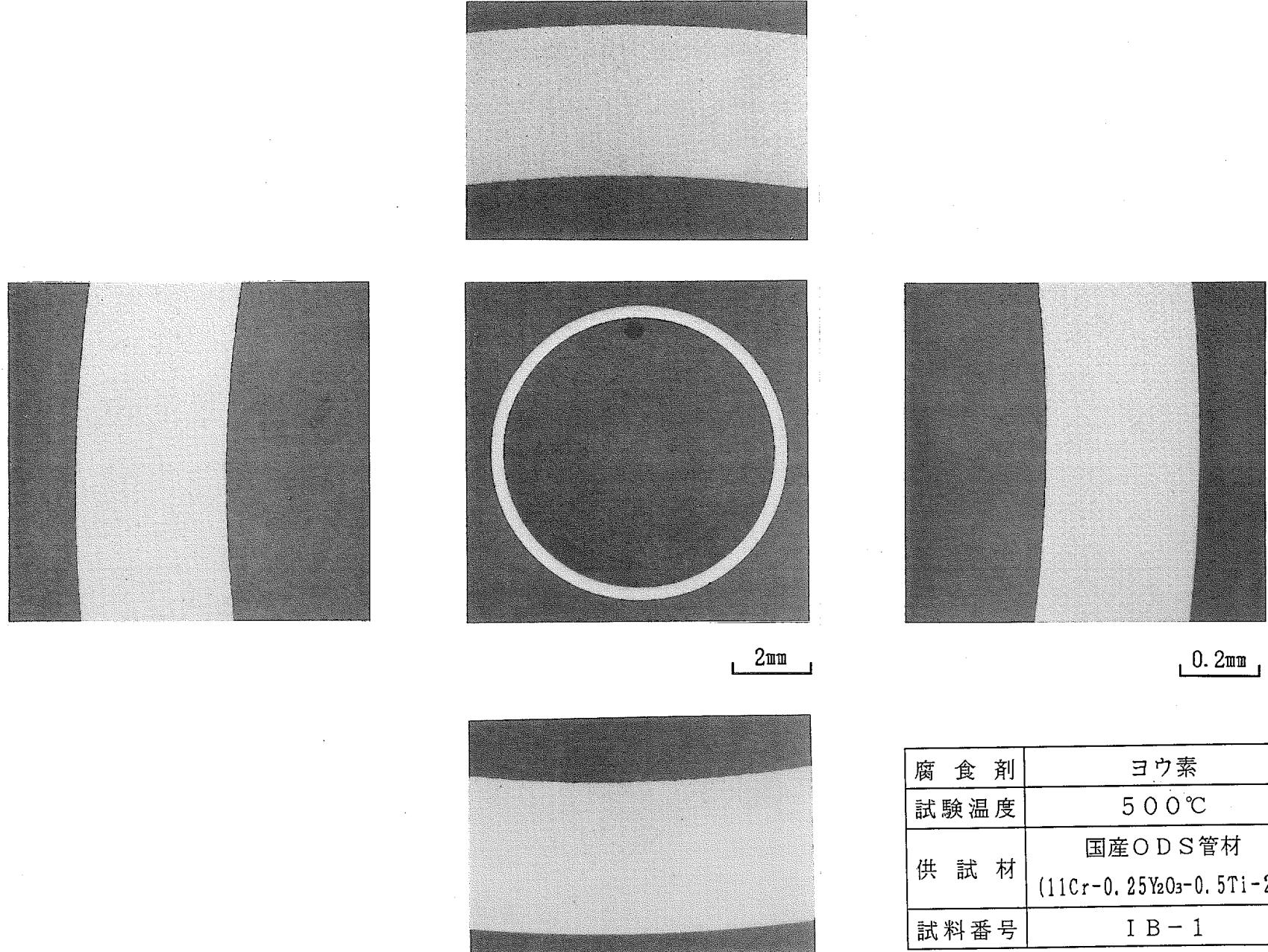


Figure 41 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IB-1 Specimen)

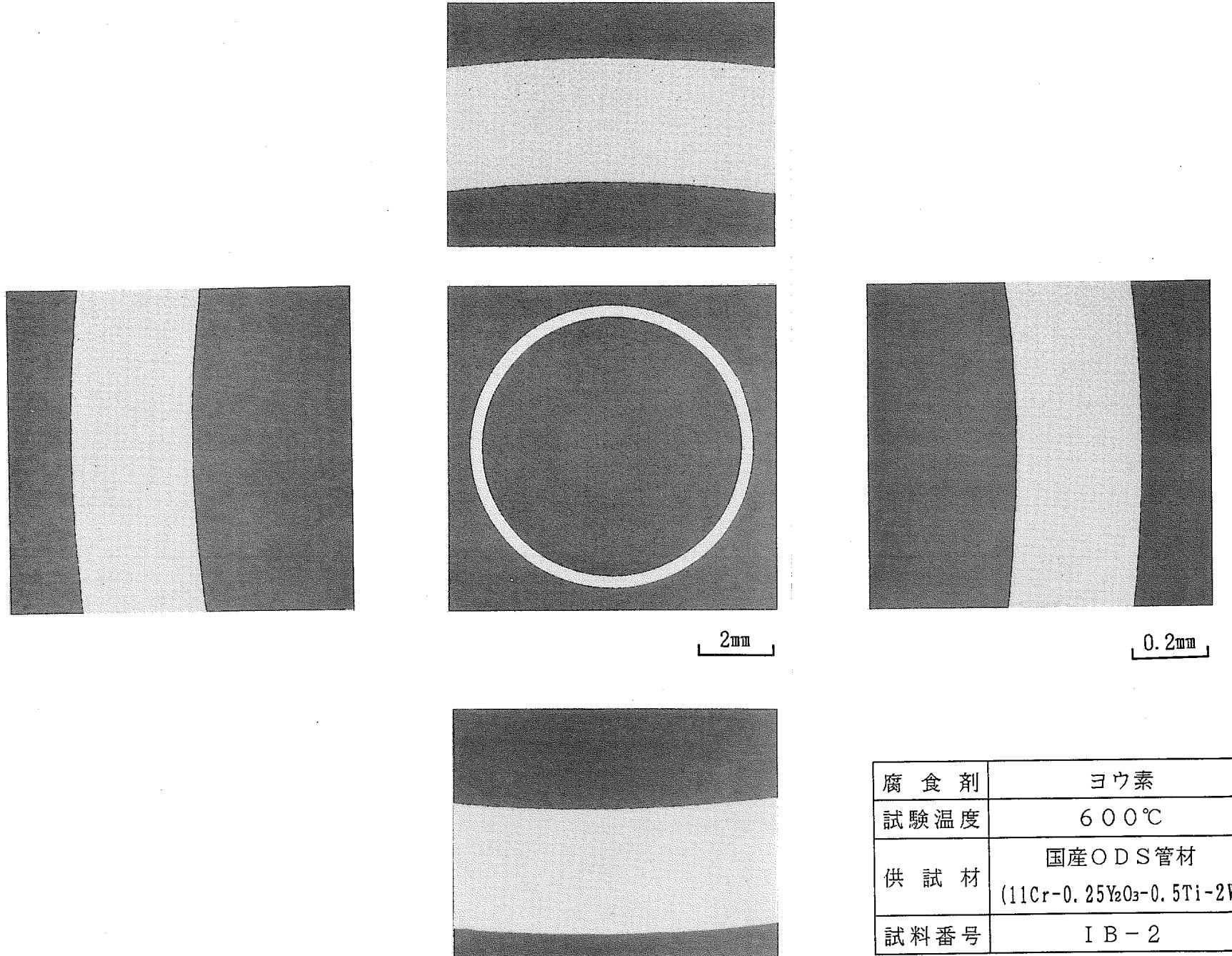


Figure 42 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IB-2 Specimen)

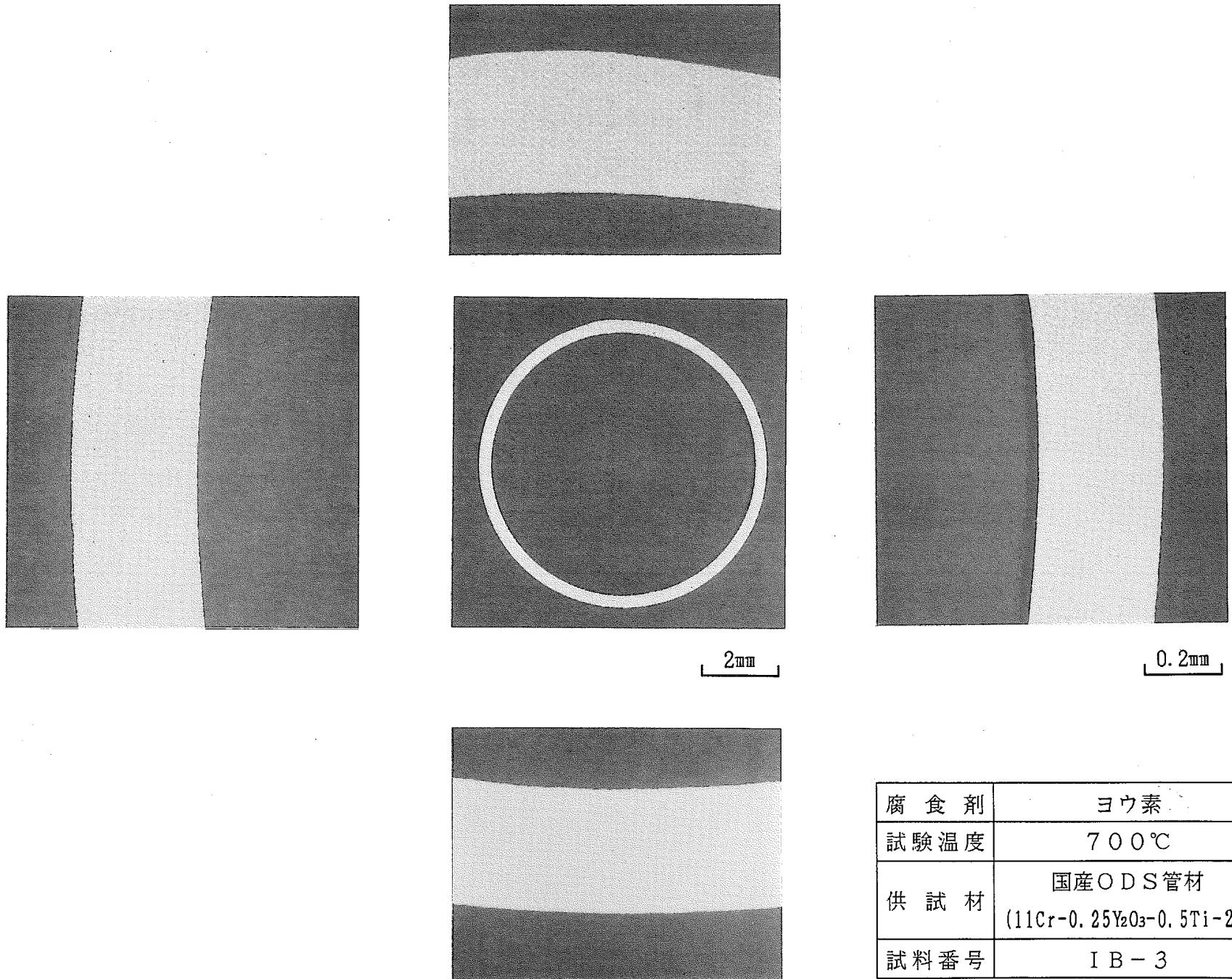
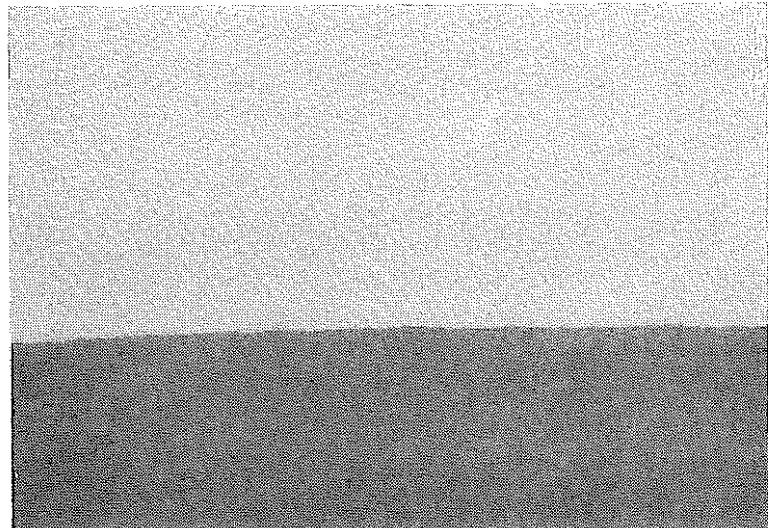
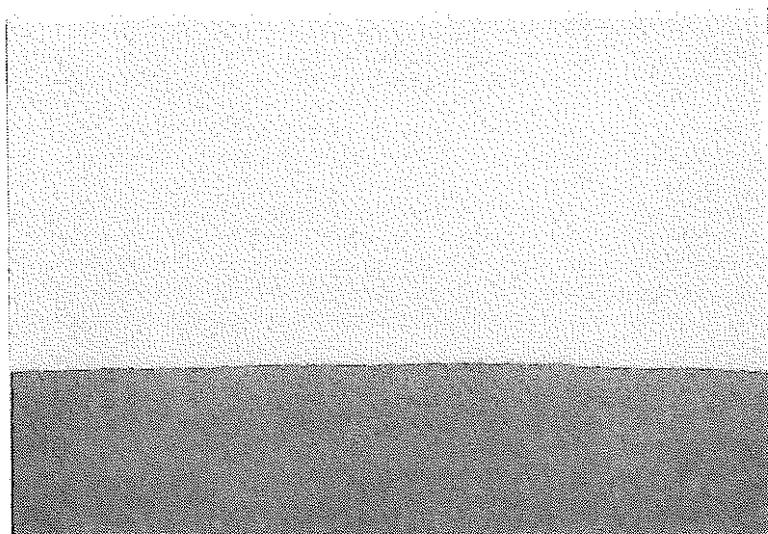


Figure 43 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IB-3 Specimen)



試験温度: 500 °C  
試料番号: I B - 1



試験温度: 600 °C  
試料番号: I B - 2



試験温度: 700 °C  
試料番号: I B - 3

Figure 44 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-  
0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine.

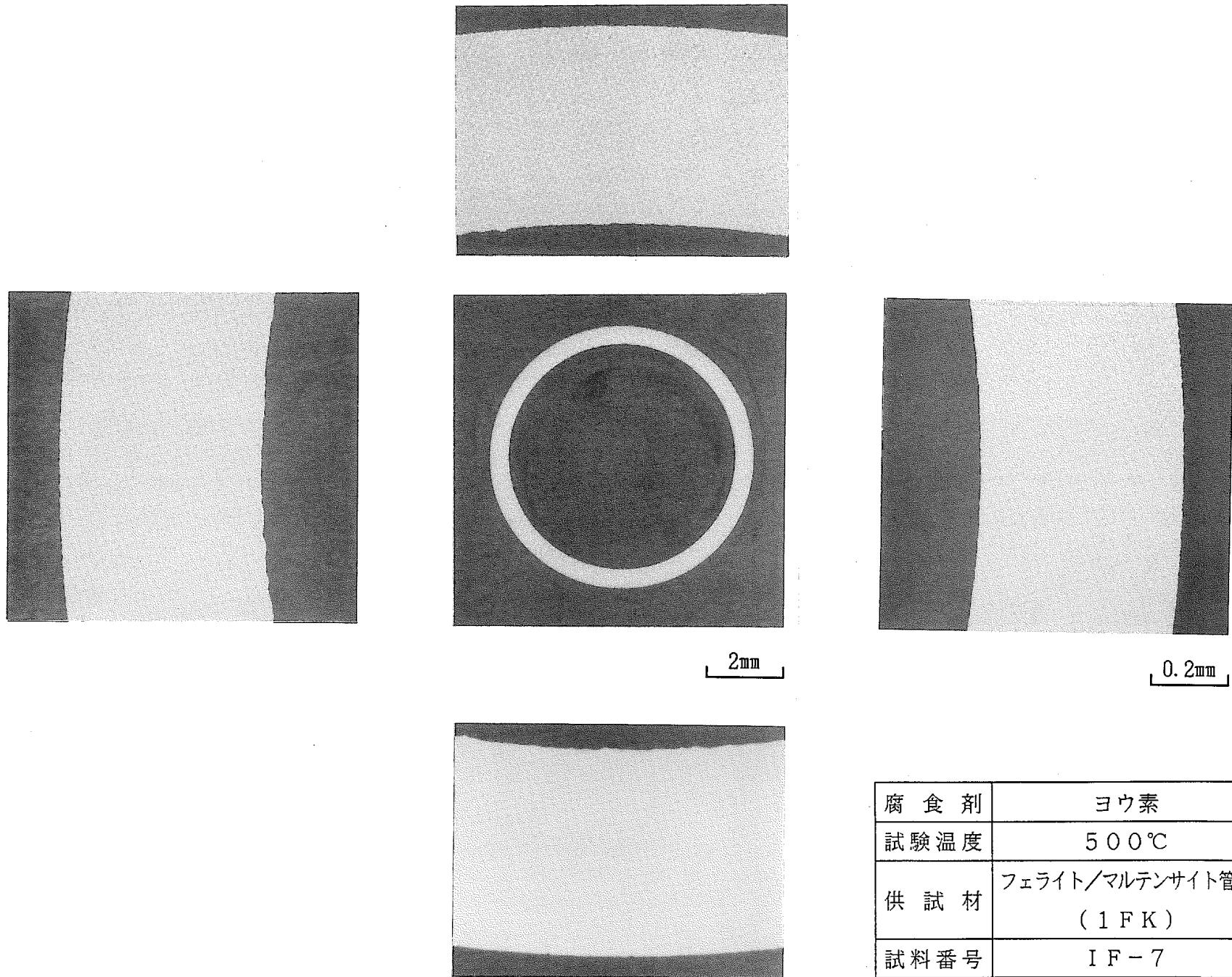


Figure 45 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IF-7 Specimen)

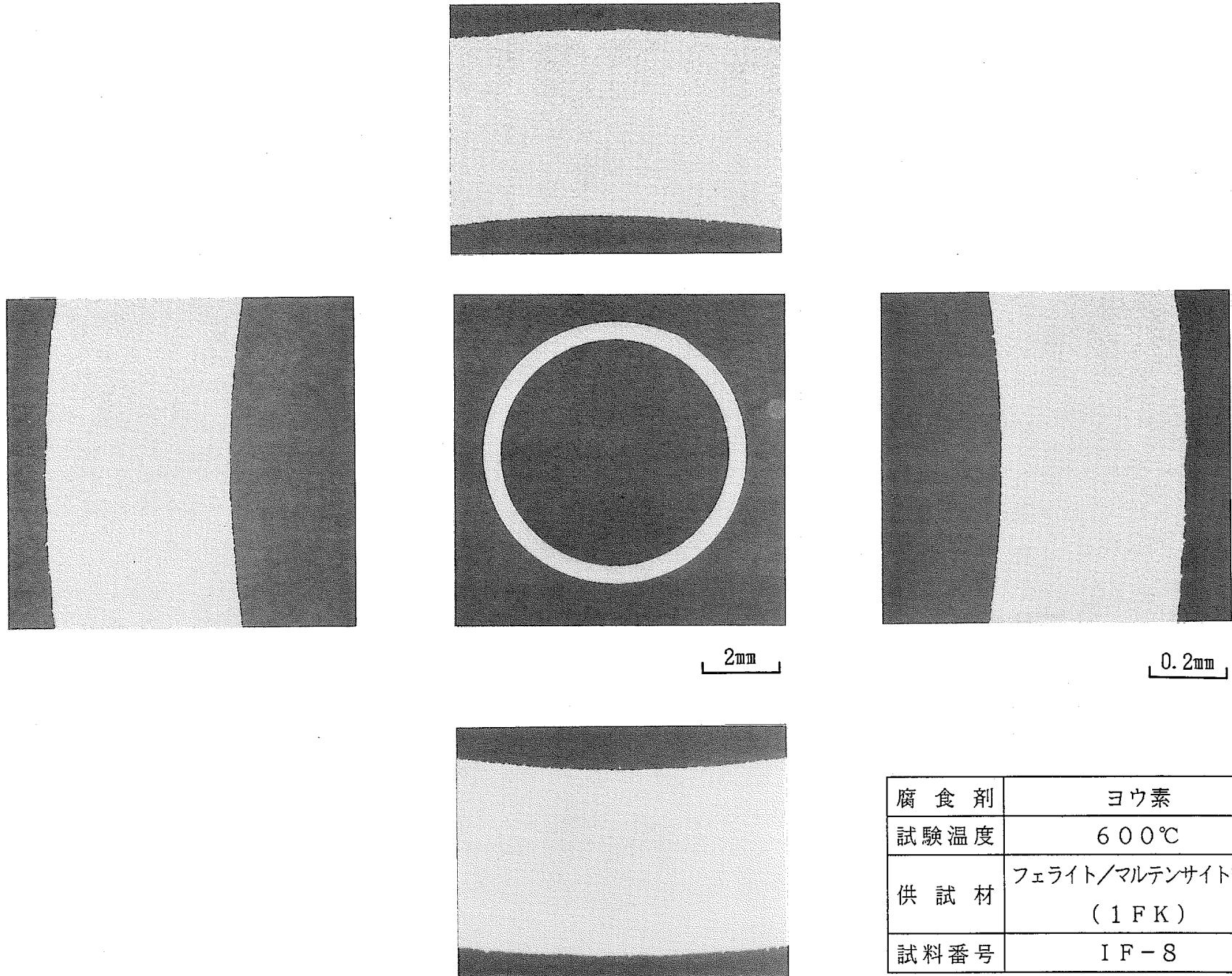


Figure 46 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IF-8 Specimen)

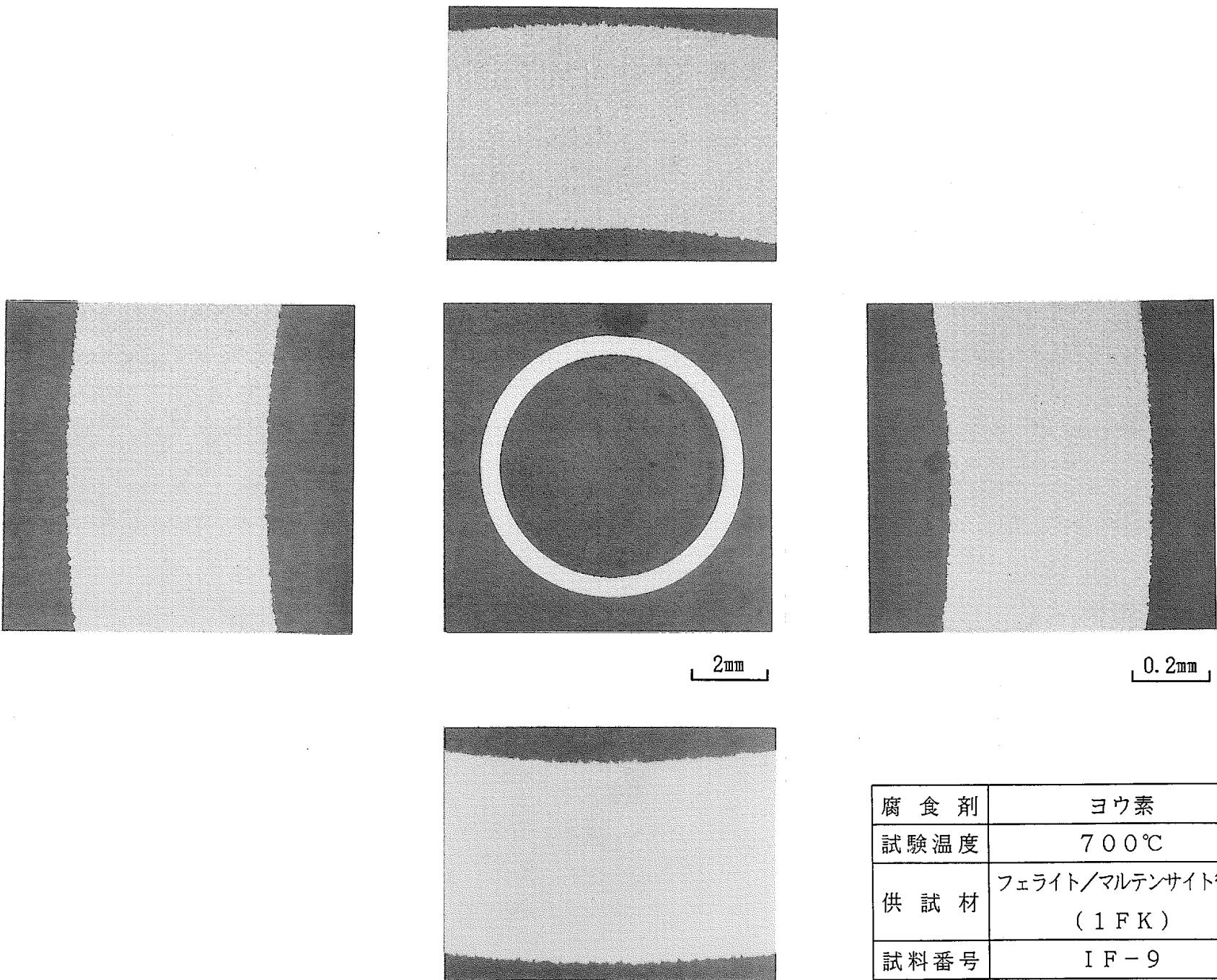
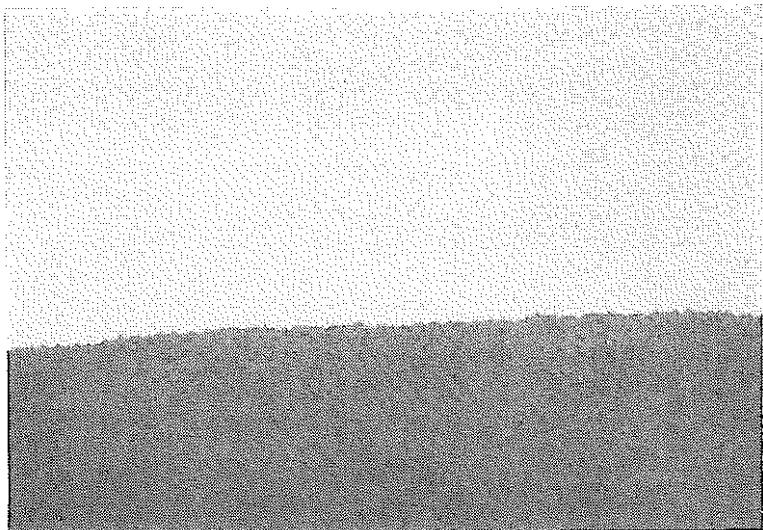
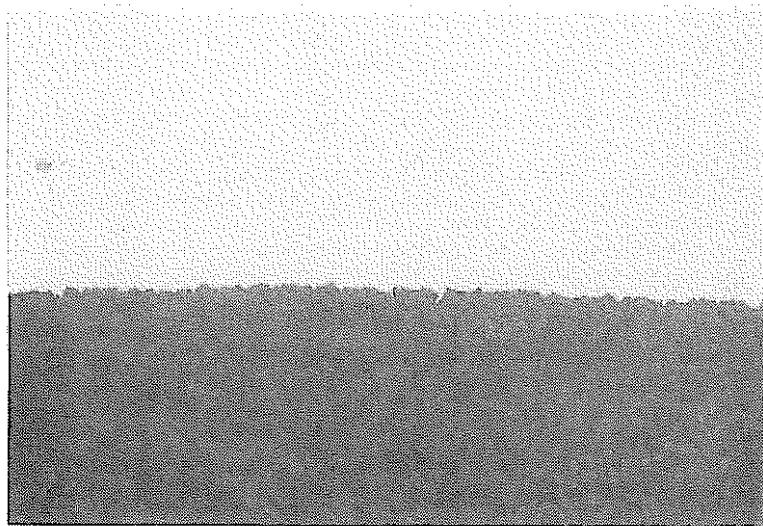


Figure 47 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 700°C. (1F-9 Specimen)



試験温度: 500 °C  
試料番号: I F - 7



試験温度: 600 °C  
試料番号: I F - 8



試験温度: 700 °C  
試料番号: I F - 9

Figure 48 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK  
Cladding reacted with Iodine.

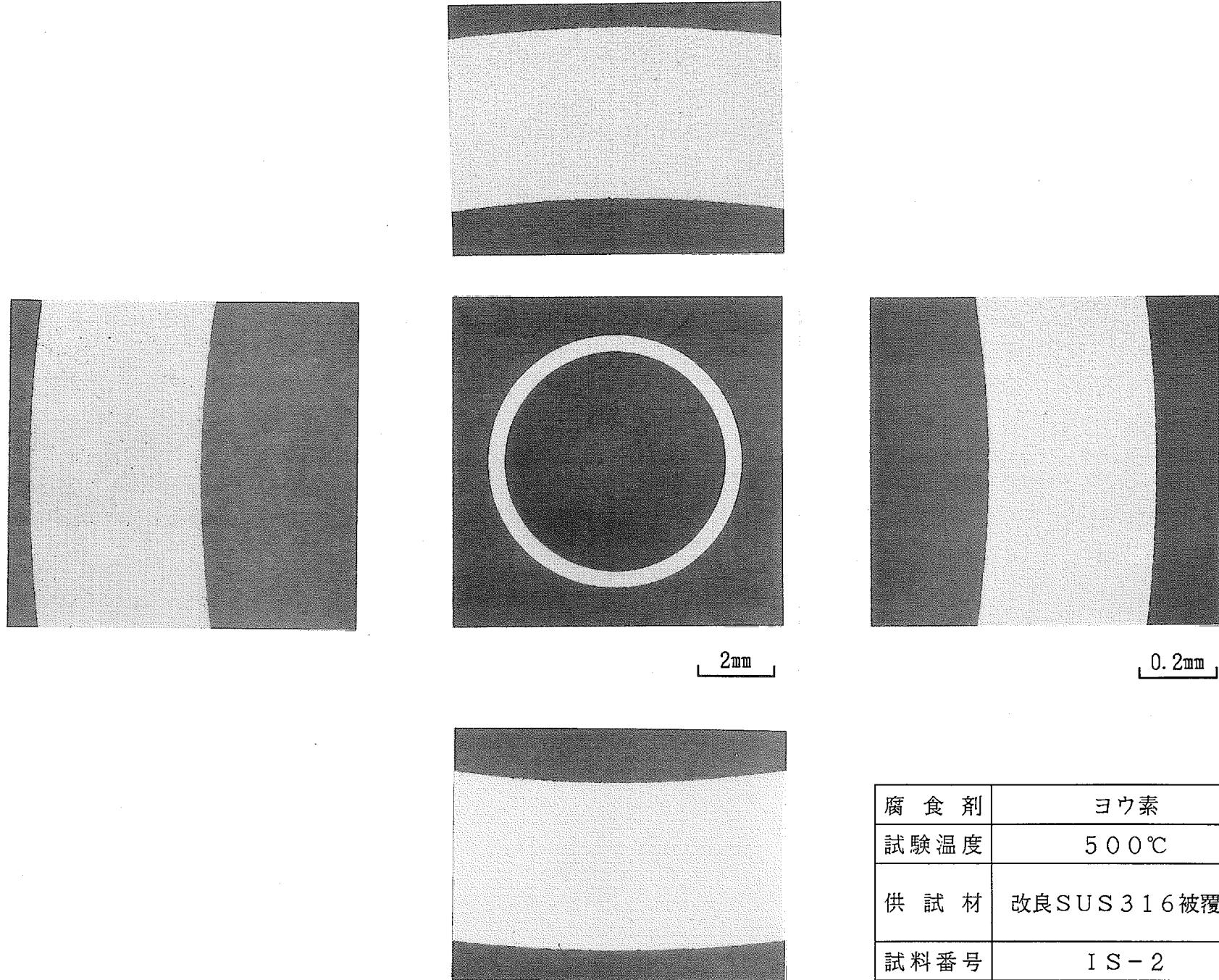
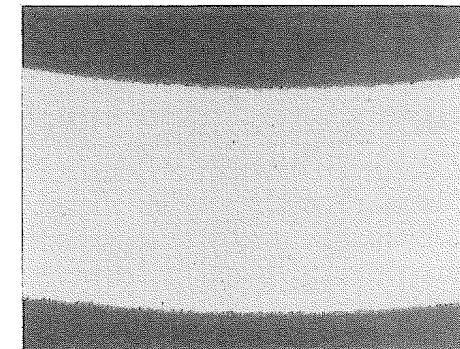
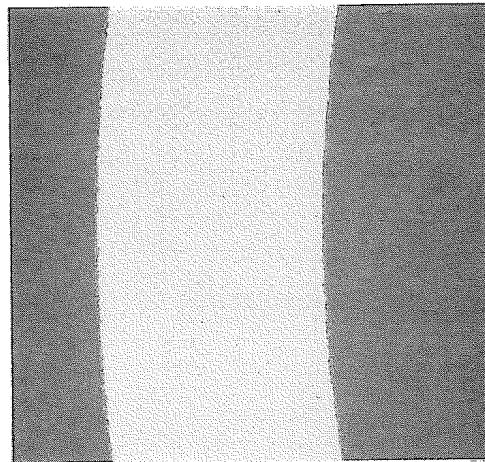
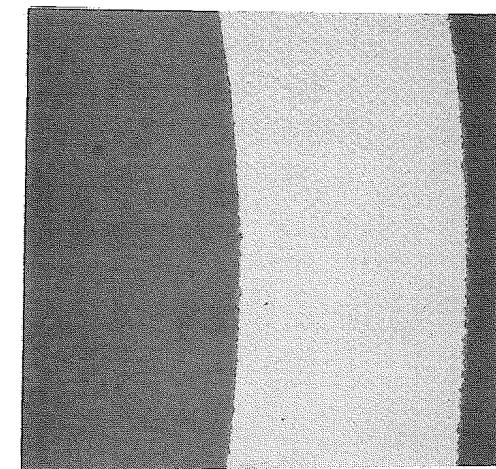


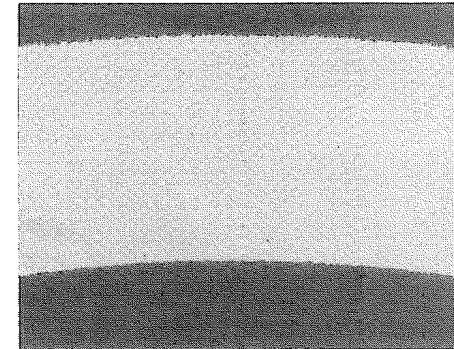
Figure 49 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 500°C. (IS-2 Specimen)



2mm



0.2mm



腐食剤	ヨウ素
試験温度	600°C
供試材	改良SUS316被覆管
試料番号	IS-5

Figure 50 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IS-5 Specimen)

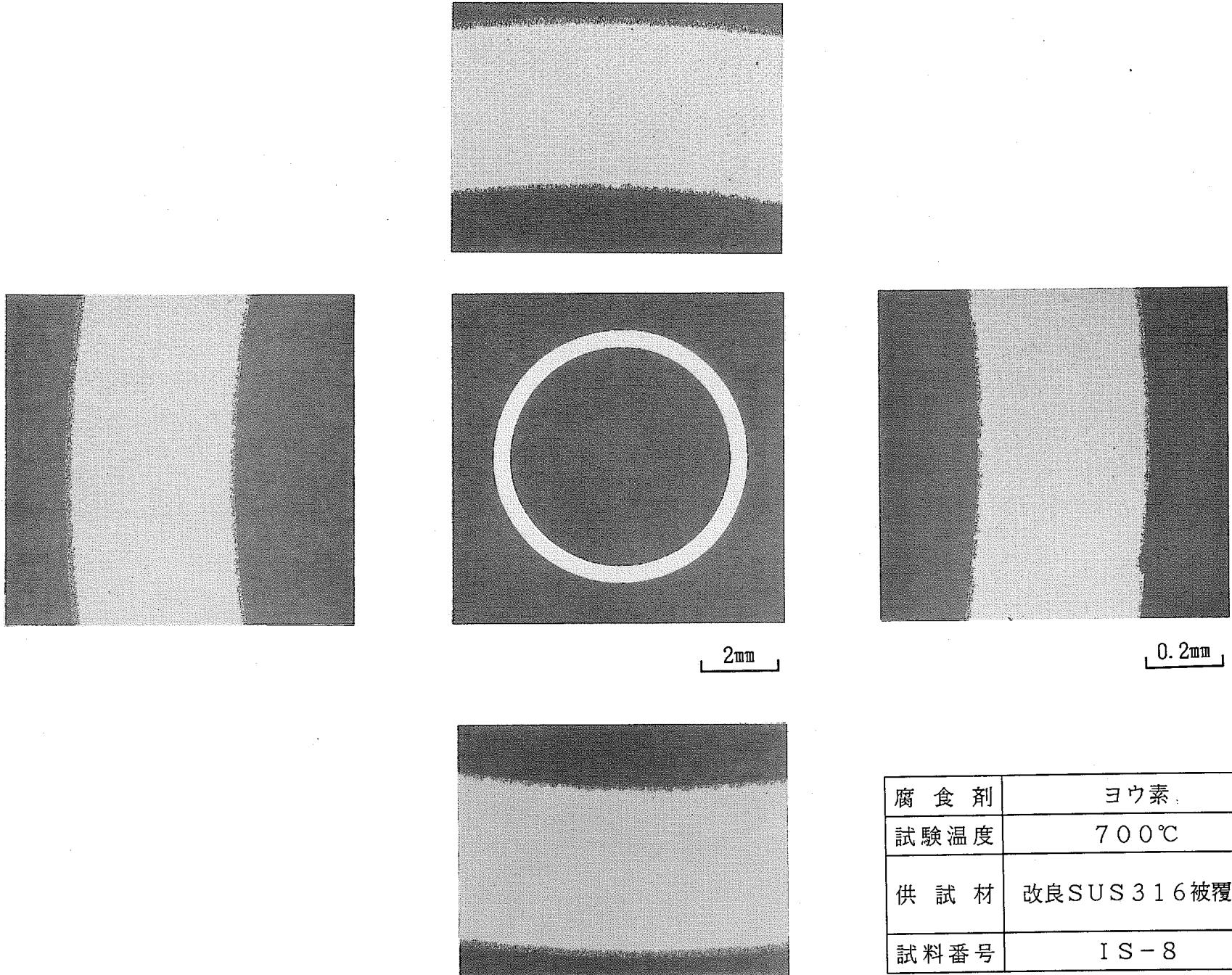
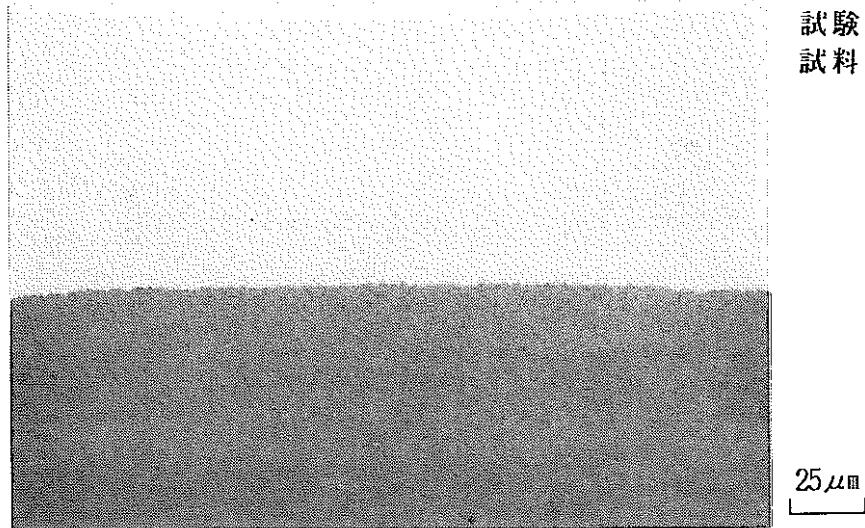
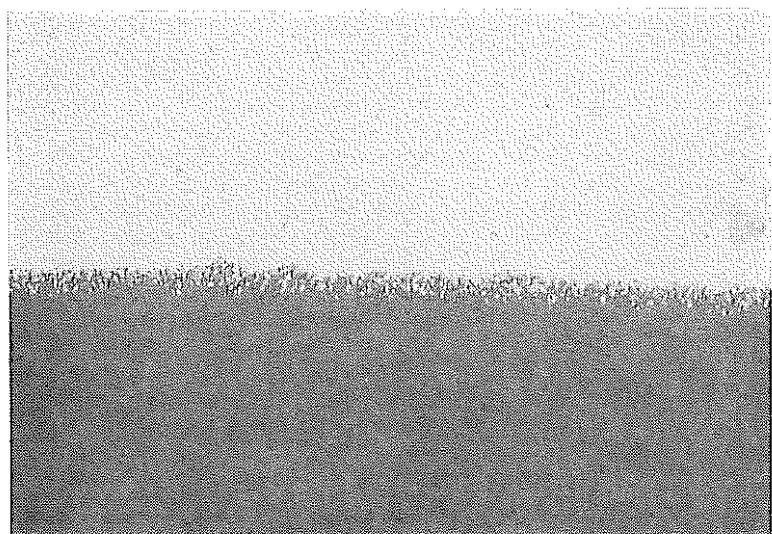


Figure 51 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IS-8 Specimen)

試験温度: 500 °C  
試料番号: IS-2



試験温度: 600 °C  
試料番号: IS-5



試験温度: 700 °C  
試料番号: IS-8

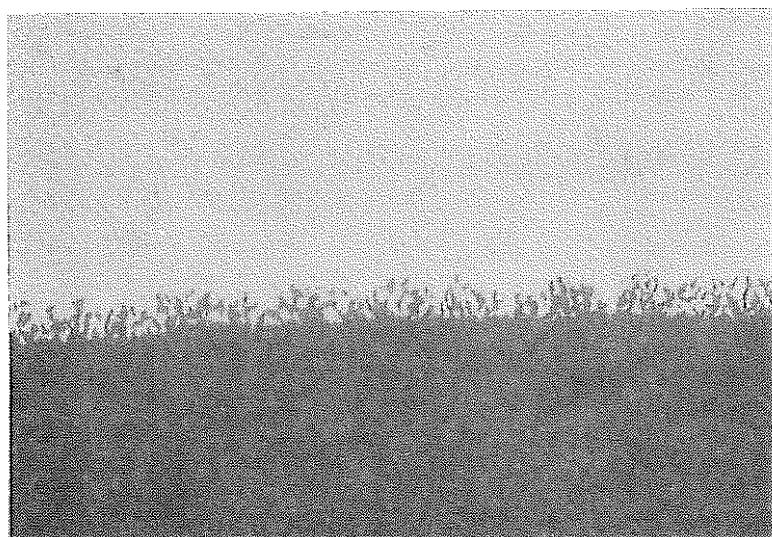


Figure 52 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine.

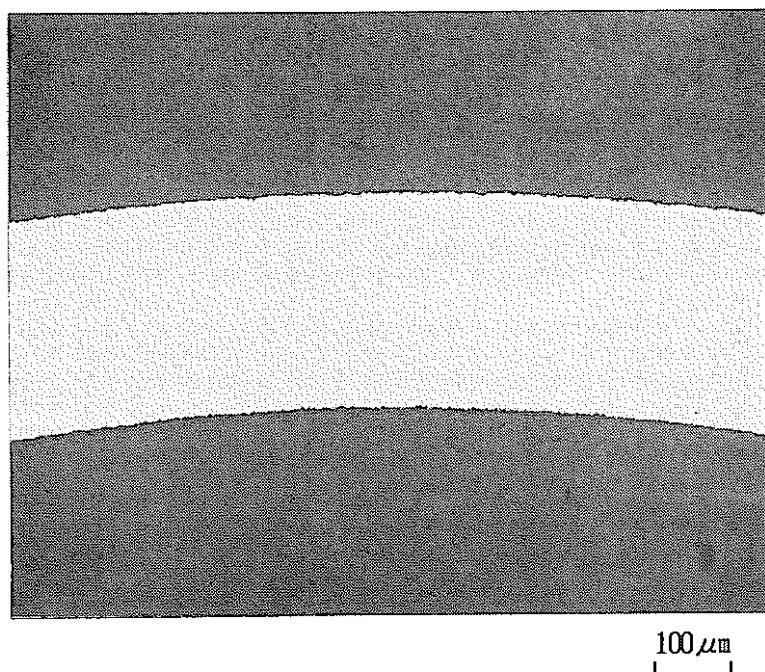


Figure 53 Micrographs of Transverse Cross Section for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 700°C.  
(IA-4 Specimen)

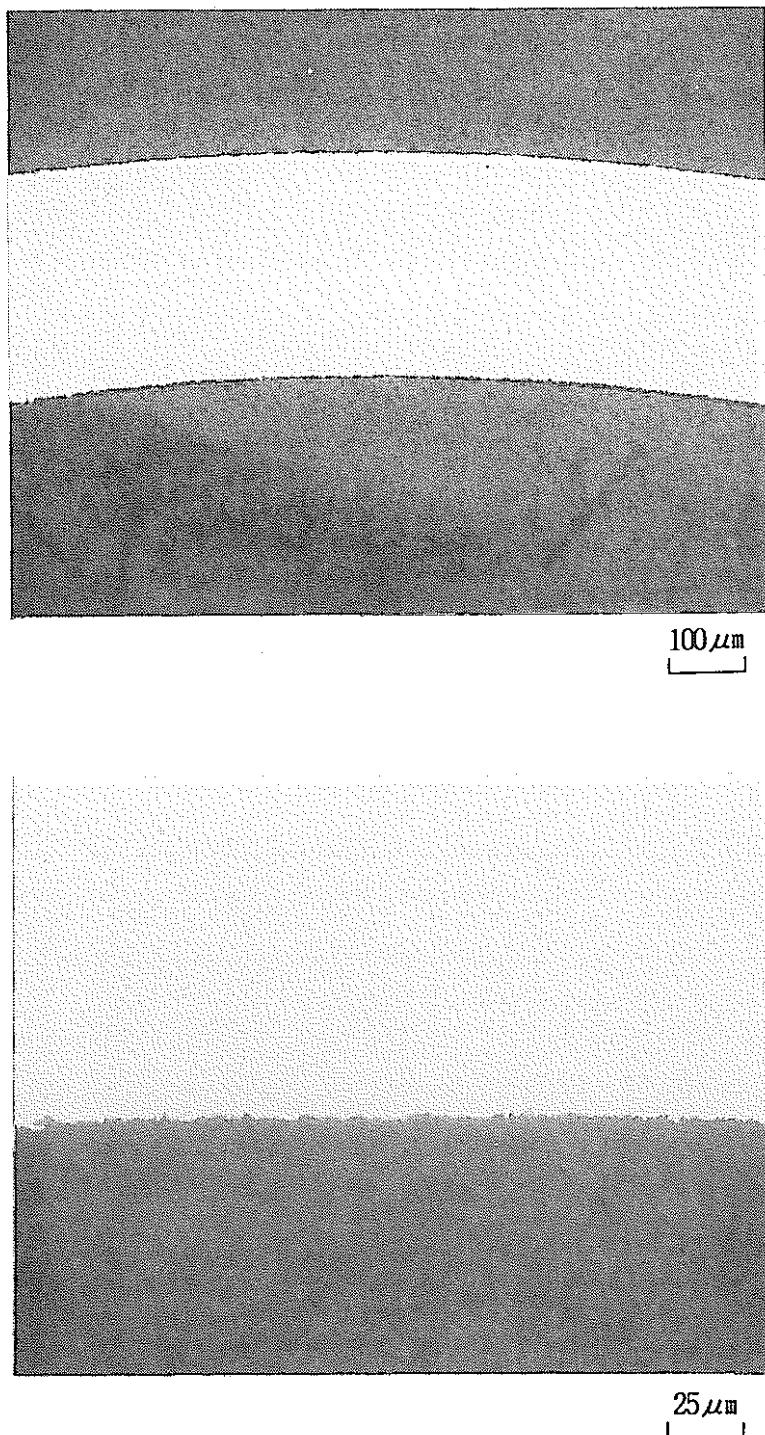


Figure 54 Micrographs of Transverse Cross Section for 11Cr-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-2W Cladding reacted with Iodine at 700°C.  
(IB-4 Specimen)

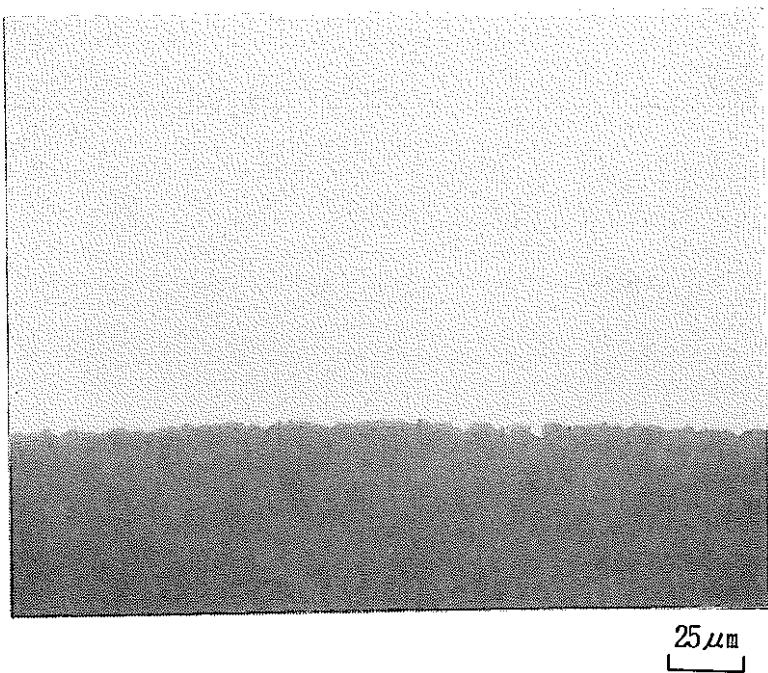
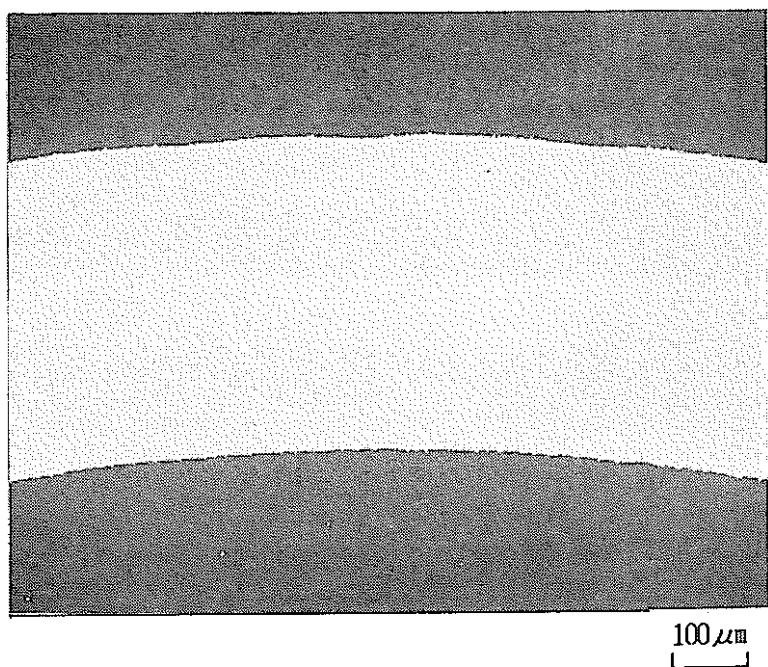


Figure 55 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IF-12 Specimen)

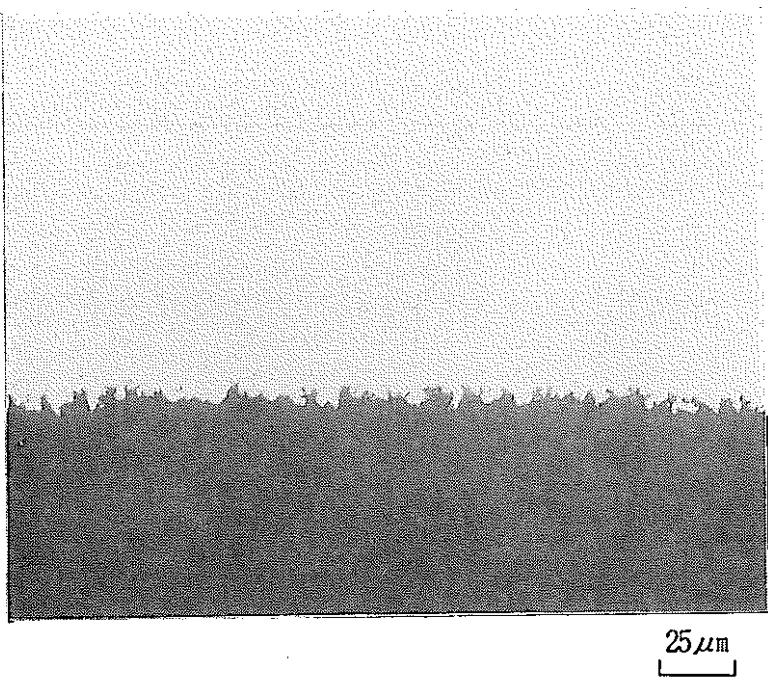
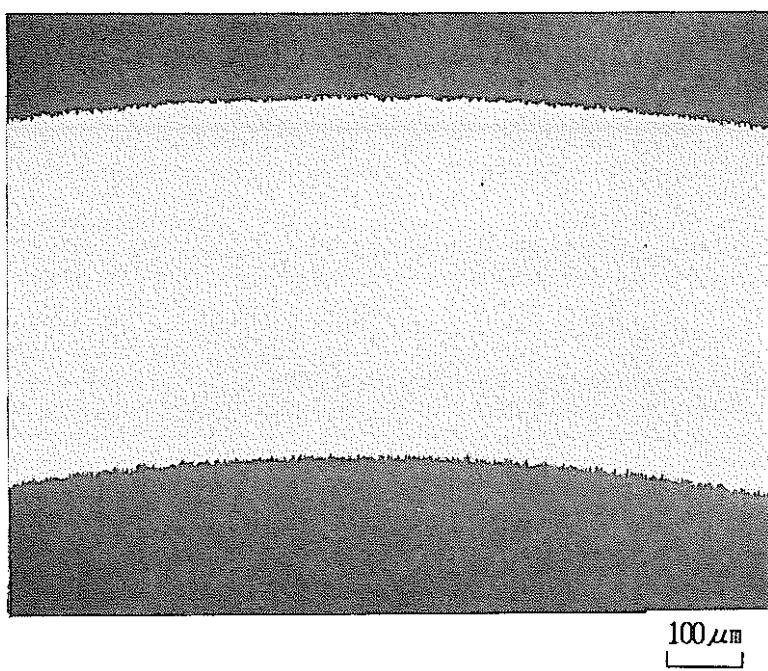


Figure 56 Micrographs of Transverse Cross Section for 1FK Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IF-10 Specimen)

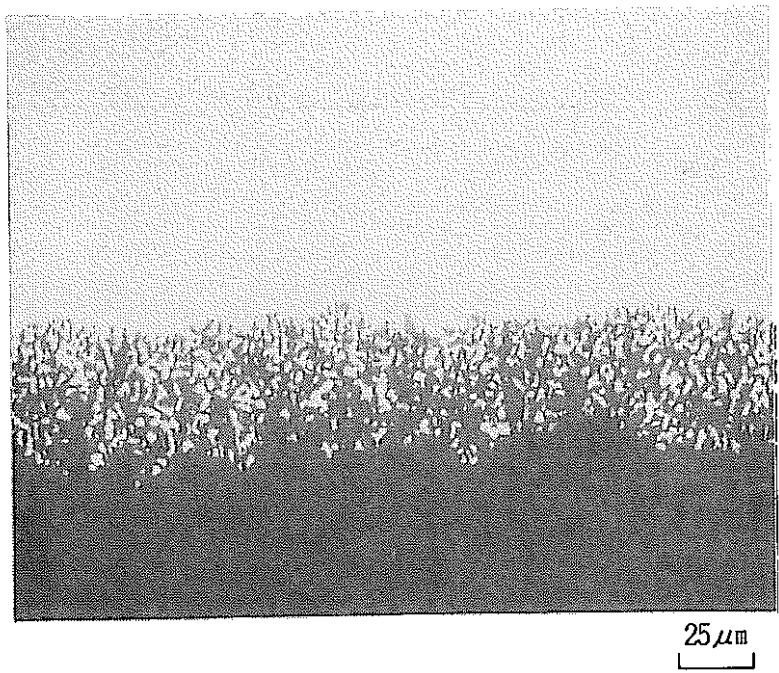
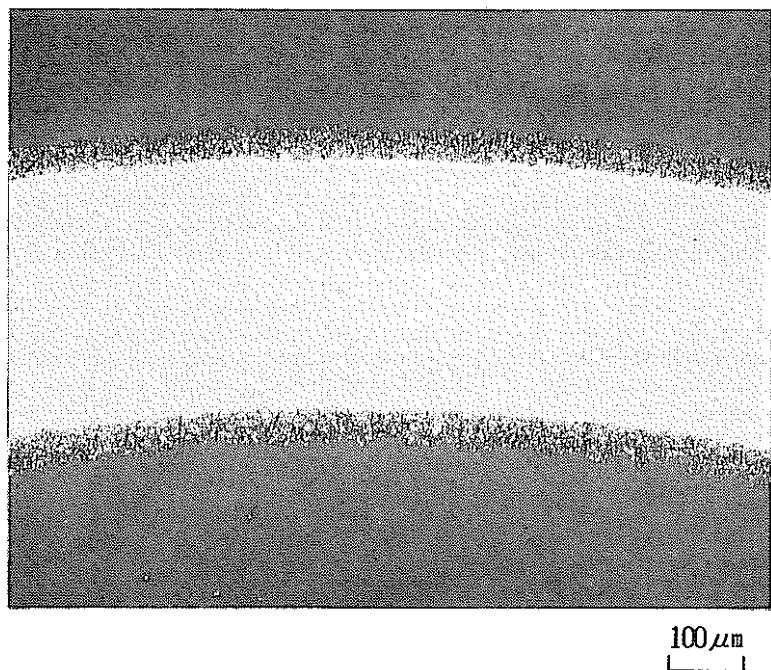


Figure 57 Micrographs of Transverse Cross Section for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C. (IS-12 Specimen)

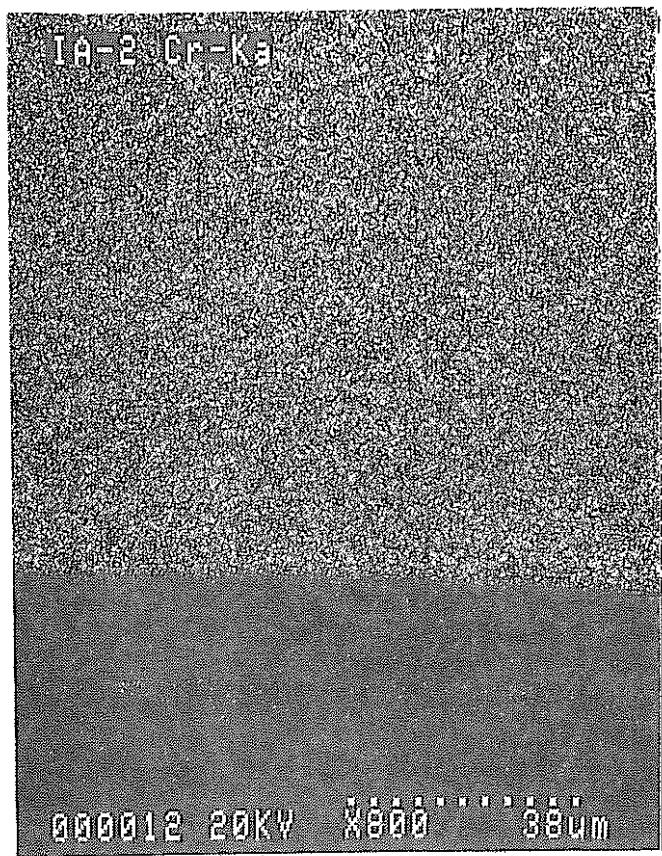
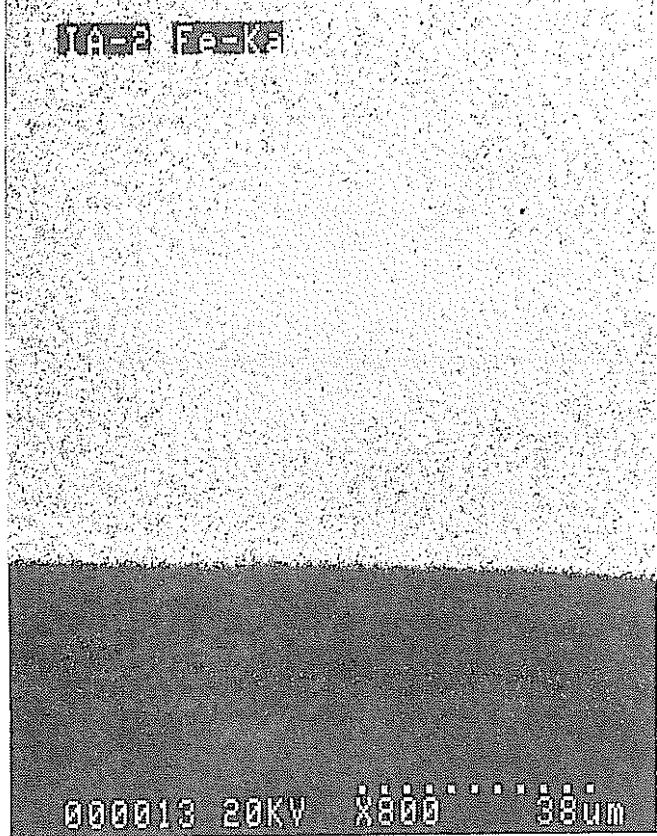
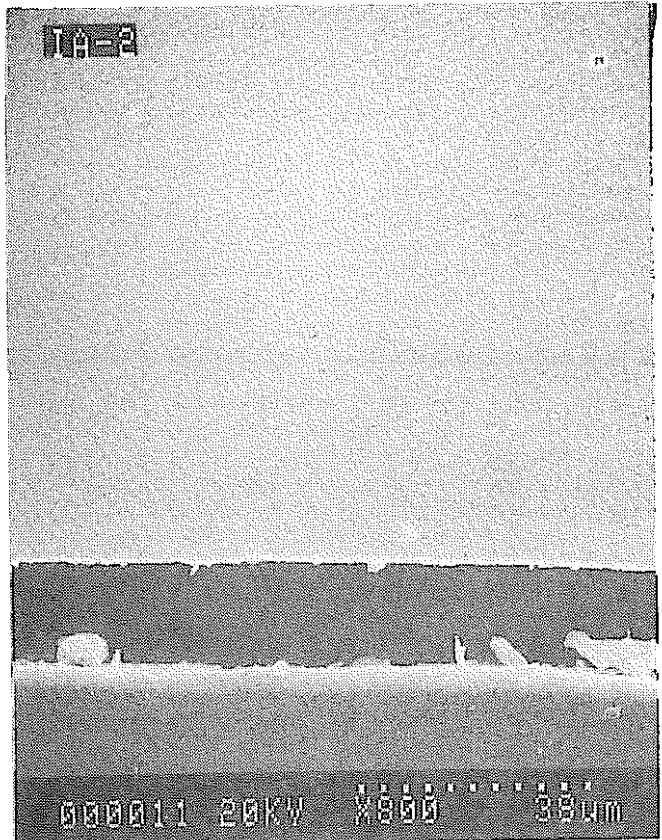


Figure 58 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA for 13Cr-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-0.5Ti-3W Cladding reacted with Iodine at 600°C. (IA-2 Specimen)

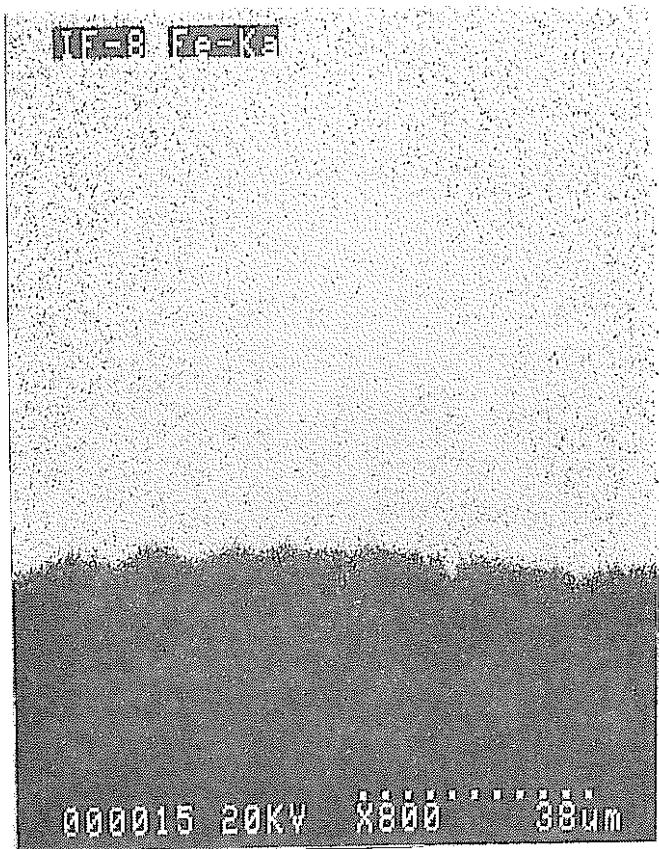
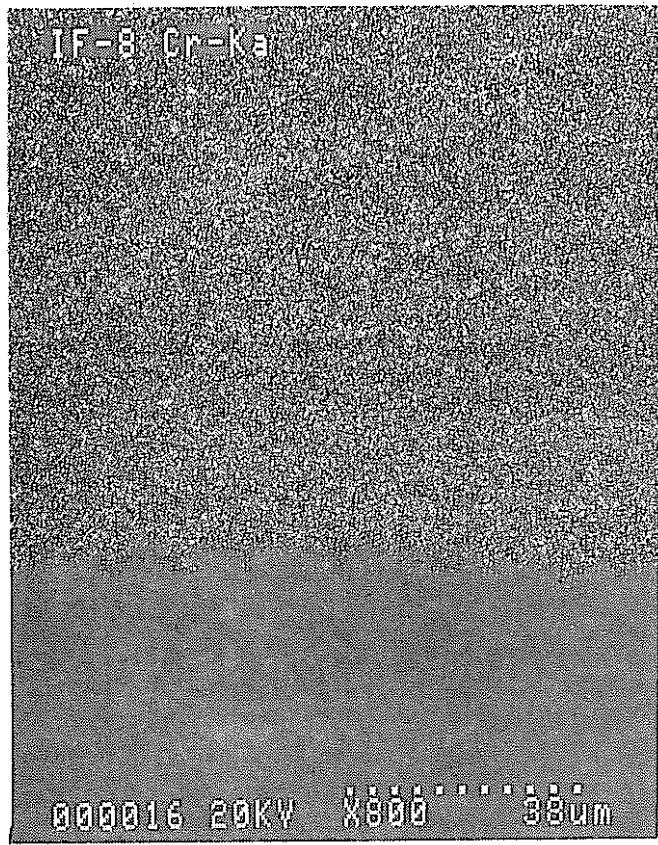
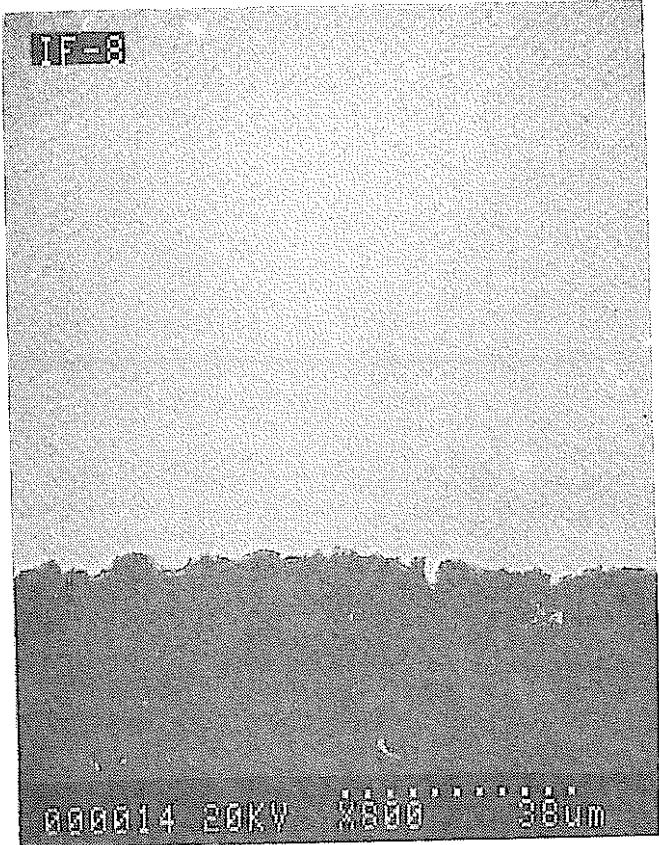


Figure 59 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for 1FK Cladding reacted with Iodine at 600°C.  
(IF-8 Specimen)

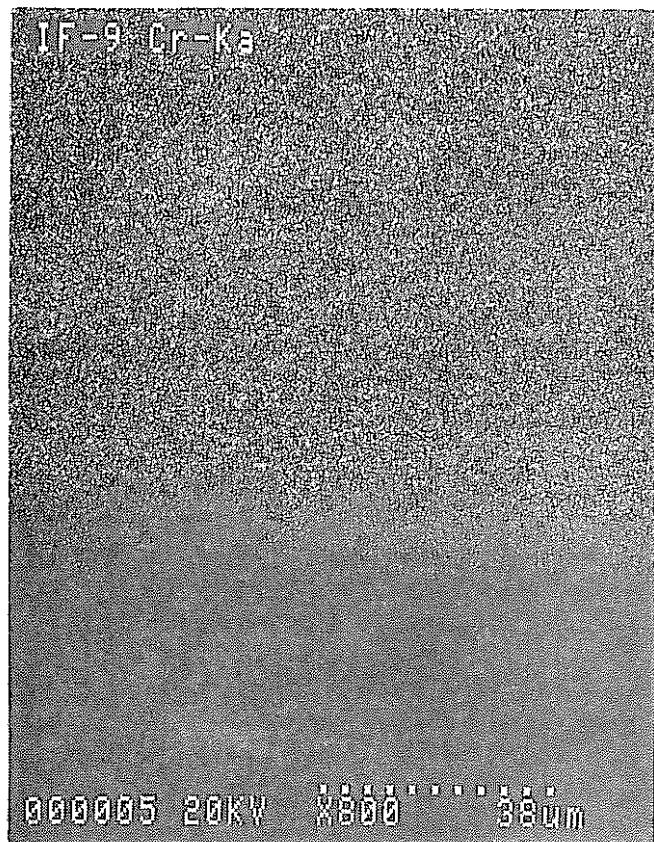


Figure 60 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for iFK Cladding reacted with Iodine at 700°C.

(IF-9 Specimen)

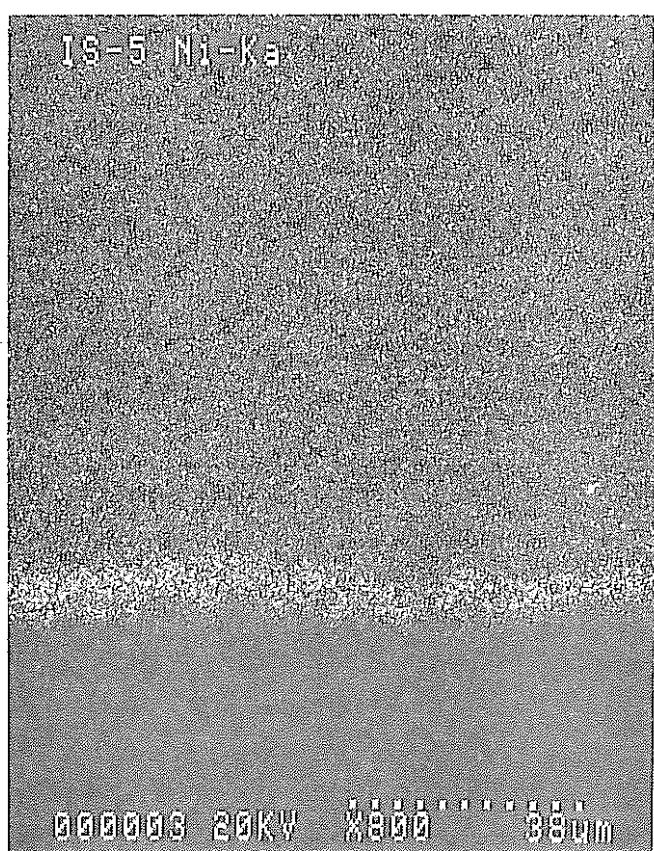
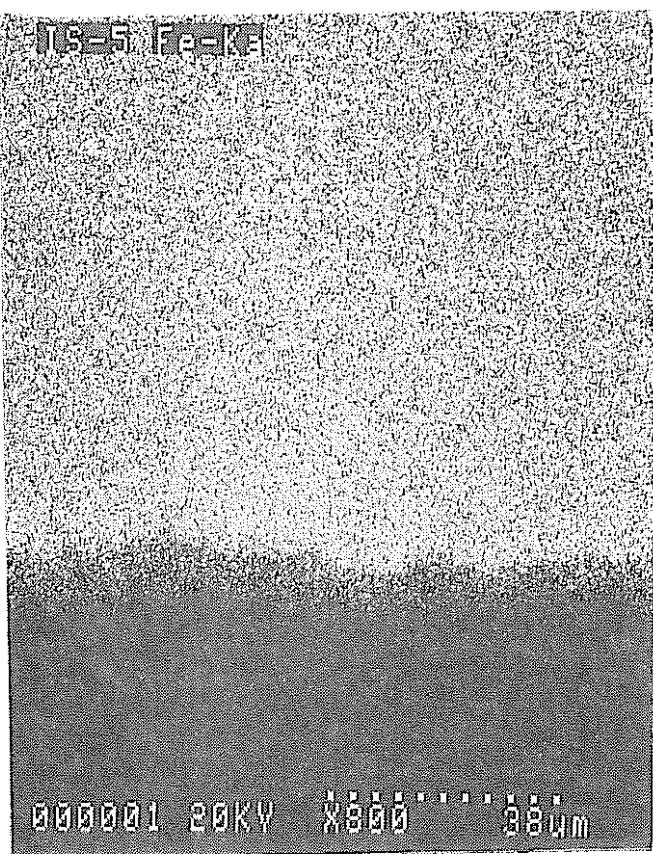
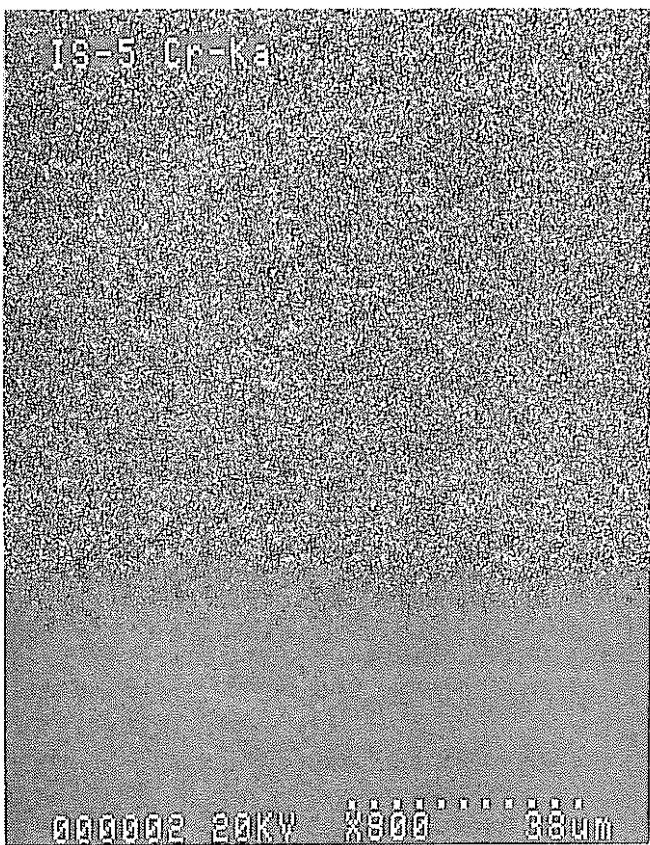
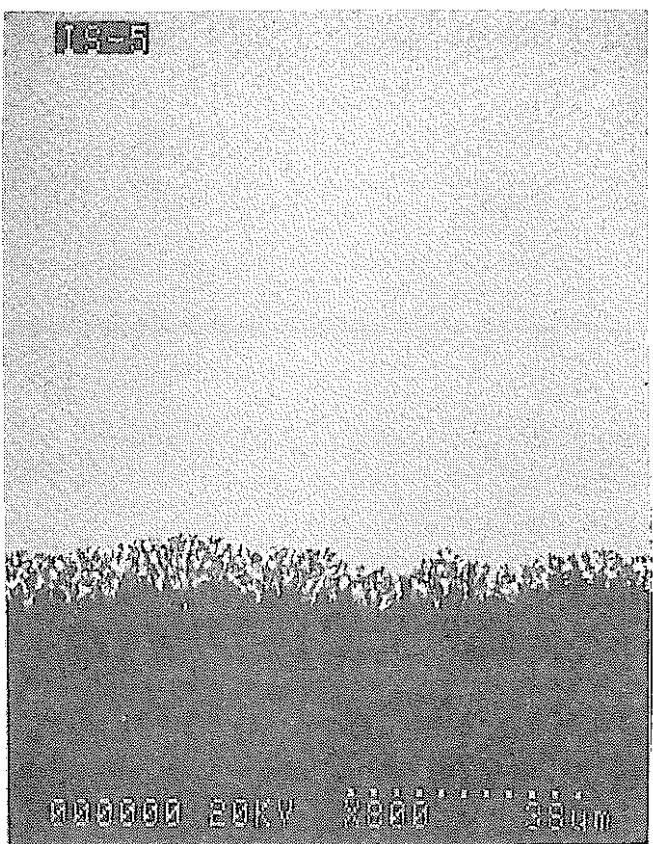


Figure 61 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 600°C.  
(IS-5 Specimen)

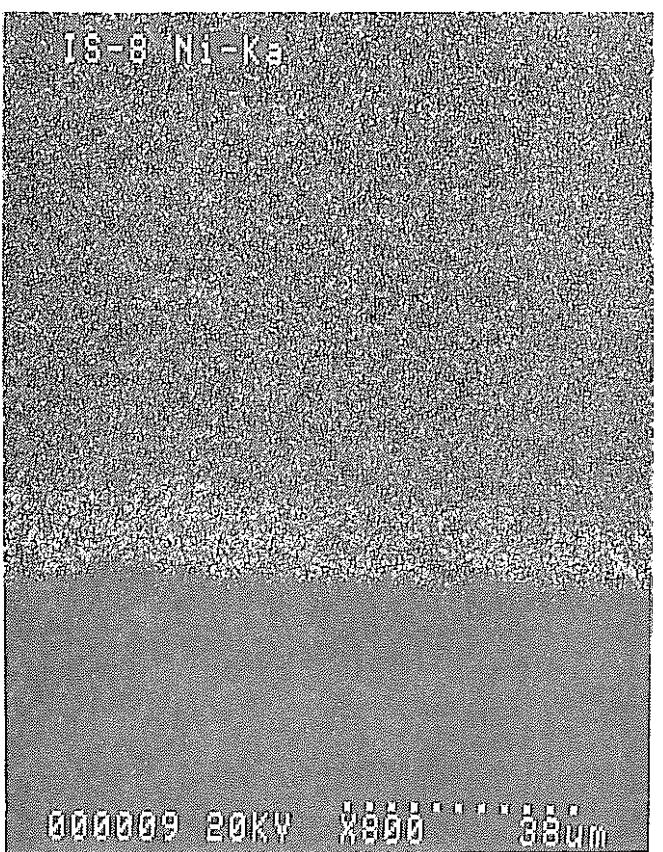
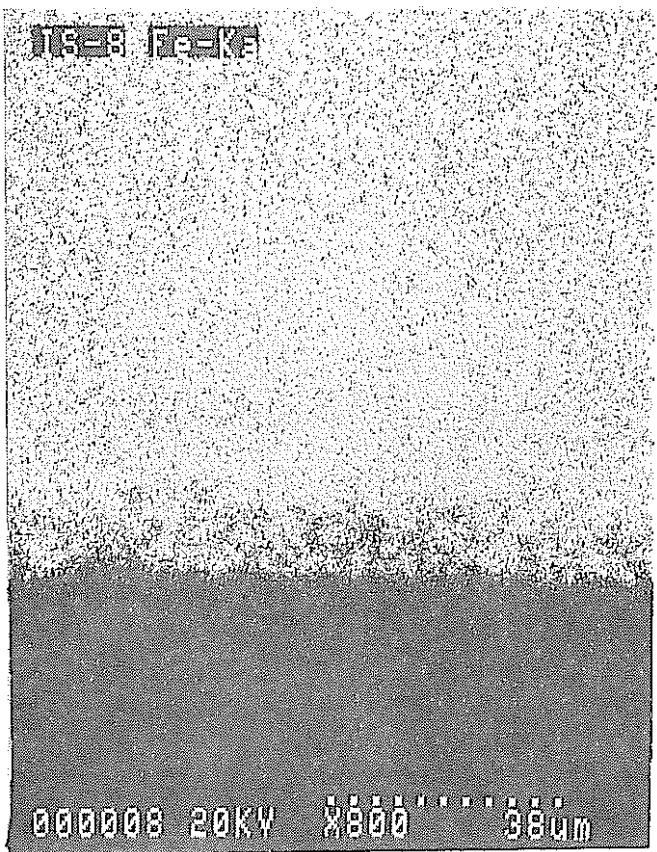
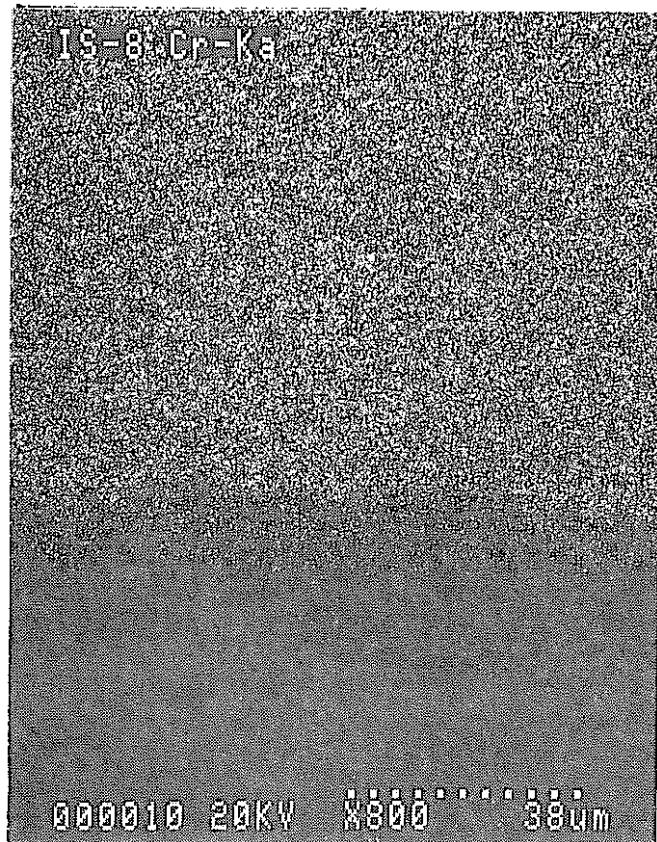


Figure 62 Scanning Electron Micrograph and Elemental Analysis by EPMA  
for Modified SUS316 Cladding reacted with Iodine at 700°C.  
(IS-8 Specimen)

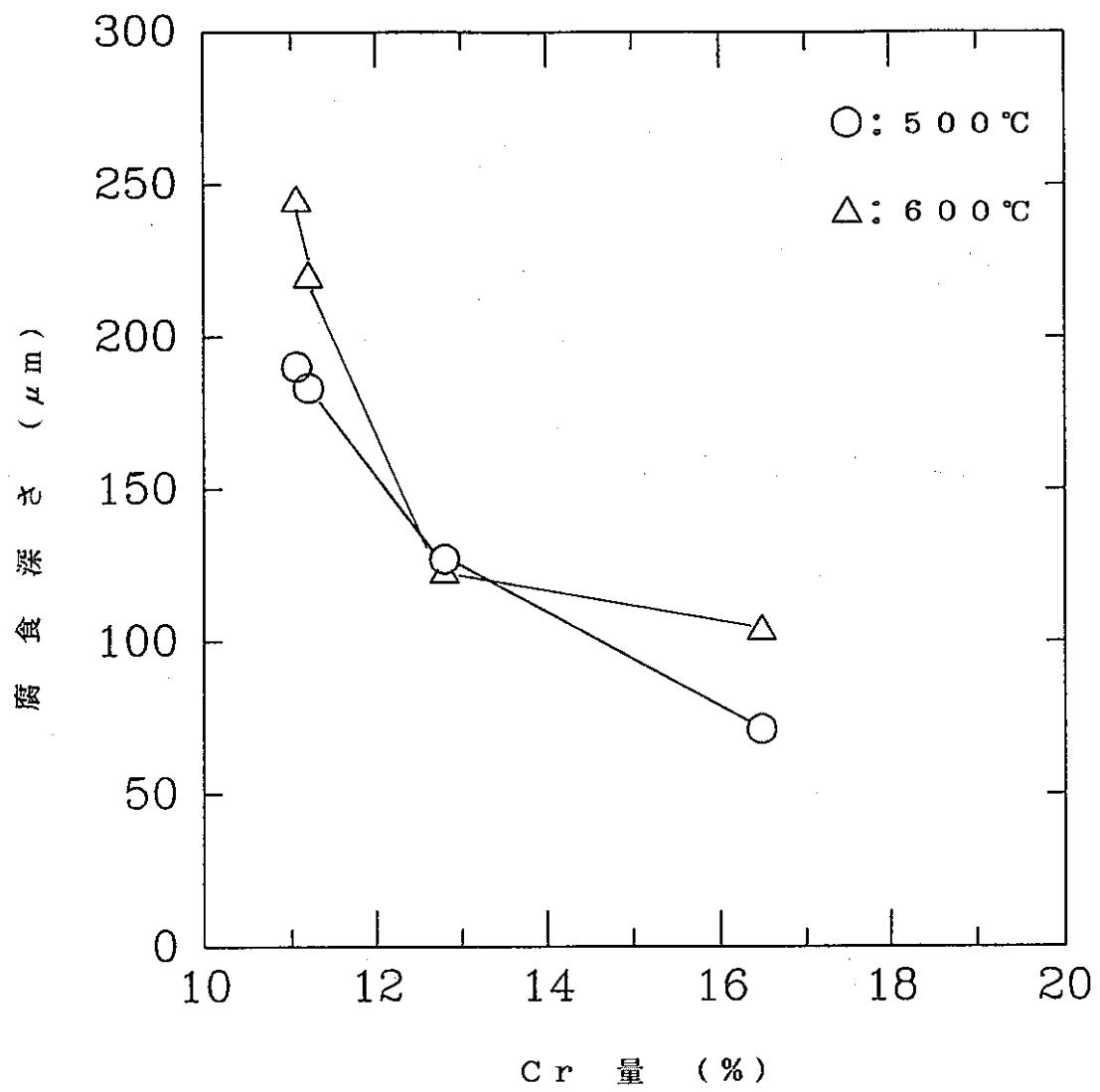


Figure 63 Relationships between Cr Content and attack Depths by Tellurium.