

本資料は 年 月 日付で登録区分、
変更する。 2001. 6. 6

[技術情報室]

熱処理材 Zr-2.5 wt %Nb 壓力管の脆性特性

三点曲げ試験法による破壊靄性

Brittle Fracture Properties of Heat-Treated
Zr-2.5 wt % Nb Pressure Tubing

Fracture Toughness in Three-Point Bending

1979年2月

動力炉・核燃料開発事業団
東海事業所

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

1979年登録区分

2001.6.6

変更表示

熱処理材 Zr-2.5 wt%Nb圧力管の脆性特性

Brittle Fracture Properties of Heat-Treated
Zr-2.5wt%Nb Pressure Tubing

三点曲げ試験法による破壊靄性

Fracture Toughness in Three-Point Bending

実施責任者 三浦 信* 林 清純**

報告者 山田 常雄*

大森 拓郎* 日高 康雄*

堂本 一成** 太田 猛雄***

期間 1976年8月～1979年2月

目的 新型転換炉原型炉「ふげん」に用いられる熱処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の炉外脆性特性を調べ、原子炉運転における安全解析の基礎資料とする。

要旨

弾性保持応力下で水素富化した圧力管について、室温で静的三点曲げ破壊試験を行った。

保持応力および吸収水素量を変えて得られた結果から、破壊靄性 K_c を求め ATR 運転状態での圧力管の炉外における脆性特性を評価した。その結果は以下に示すとおりである。

- (1) 保持応力なしで水素富化した材料の K_c 値は約 160 kg/mm^2 となる。
- (2) 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した材料の K_c 値は $100 \sim 60 \text{ kg/mm}^2$ となり、保持応力なしの場合の 6割から 4割の値に低下する。
- (3) 保持応力 4 kg/mm^2 および 6 kg/mm^2 でも同様の試験を行ない、保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ の場合と同じ結果が得られた。
- (4) 以上のことから圧力管の設計応力 12 kg/mm^2 の下でもほぼ同じ K_c 値になるものと予想される。
- (5) 保持応力なしで水素富化した試験片はプリ・クラックの入っていないノッチ材であり、 K_c 値のばらつきが大きかった。一方、保持応力下で水素化した材料は、ノッチ材あるいはプリ・クラッチ入り材とも同じ K_c 値を示した。また保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ の場合の K_c 値のばらつきは極めて小さかった。

* 技術部 検査開発課

** 新型転換炉開発本部

*** 敦賀建設事務所 開発研究室

目 次

1. 諸 言	1
2. 供試材および試験方法	2
2.1 供 試 材	2
2.2 試験条件	3
2.3 試験方法および試験装置	3
3. 試験結果と検討	5
3.1 試験結果の整理式	5
3.2 保持応力なしで水素富化した場合の破壊靱性	6
3.3 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した場合の破壊靱性	6
3.4 保持応力 6 kg/mm^2 下で水素富化した場合の破壊靱性	7
3.5 保持応力下で水素富化した試料の水素化物	8
3.6 他論文との比較	9
3.7 破壊面のマクロ写真	10
4. 総 括	11
5. 謝 辞	12
6. 参考文献	13

1. 緒 言

新型転換炉原型炉「ふげん」の圧力管の供用期間中の強度解析のため、炉心の特殊燃料集合体には照射加速試験用監視試験片が組込まれている。この中には脆性特性評価試験用曲げ試験片が含まれているが、この試験片には実機圧力管に作用する応力が負荷されていない。従って、このようにして得られた破壊靭性については炉外における応力負荷条件下および無負荷条件下で水素富化した試験片の曲げ試験結果と対応させて解析・評価することが必要である。

そこで、著者らはR&D用熱処理材Zr-2.5%Nb圧力管の炉外脆性特性試験を実施した。

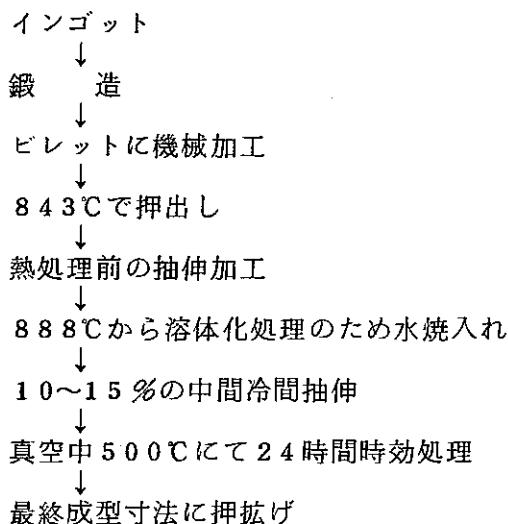
2. 供試材および試験方法

2.1 供 試 材

本試験の供試材は原型炉圧力管のR&D用として用いられているZr-2.5%Nb熱処理材のシームレス管から採取された。その製造履歴および寸法は下記のとおりである。

インゴット溶製メーカー	Wah Chang Albany
	Corporation (U.S.A)
管加工メーカー	Chase Brass & Copper
	Company (U.S.A)

製造履歴



寸 法

実寸管

内径	117.8 +0.762 -0	mm
肉厚	4.3 mm ± 7.5 %	
長さ	5,300 mm	

供試材のミルシートの一部を表1～表3に示す。供試材の強度特性を管番号9によって代表したが、試験に用いた他の管番号6および10でもあまり差はみられなかった。管を適当な幅で輪切りにし、各輪はさらに瓦状に四分割し、1つの輪から4個の曲げ試験片が製作された。試験片の形状を図1および写真1に示す。試験片の端面中心部には、写真2aに示すような先端角度60°のスリット加工が施されている。写真2には放電加工ノッチも併せて示されている。曲げ試験治具の組立図を図2に示す。

2.2 試験条件

「ふげん」設計条件によれば圧力管は最高使用温度 296°Cで最高使用圧力として $82 \text{ kg/cm}^2 \cdot \text{a}$ がかかるとされている。よってフープ応力に換算して 12 kg/mm^2 を中心応力条件の設定を行った。すなわち水素富化時の目標保持応力を $0, 6, 12, 18 \text{ kg/mm}^2$ とし、目標水素富化量を 10 (受入材を代表させる), $50, 100, 250 \text{ ppm}$ と変化させた。その時の試験繰り返し数は表 4 に示すとおりである。

ここで試験は、ノッチの形状により I 試験, II 試験, III 試験および III' 試験と分けて行われた。I 試験はフライス加工によるノッチ材, II 試験は放電加工によるノッチ材, III 試験はフライス加工ノッチにプリ・クラックを入れて破壊した試験片である。III' 試験は水素富化前にプリ・クラックを入れた試験片である。

2.3 試験方法および試験装置

本試験は保持応力下の水素富化処理、クラック付加作業および三点曲げ破壊試験からなっている。応力負荷は鶴島津製作所製の万能引張試験機 RH-10(10トン)によってあらかじめ一定の荷重を負荷し、その荷重に対する歪ゲージの歪量を読みとり、次に応力負荷治具で同じ歪量に達するまで負荷用ボルトを締めつけることにより圧縮力を加え、一定の応力保持状態をうる。この後試験片および治具はアセトンおよびダイフロン等の溶剤で洗浄後水素富化装置に組み込まれた。応力負荷治具による応力負荷の様子を図 3 および写真 3 に示す。

水素富化処理は写真 4 に示すようなガス法で行った。水素富化の熱サイクルを図 4 に示す。試験後の水素分析の結果によると、応力負荷治具と一緒に水素富化された試験片については予想したほどの水素量が吸収されていなかった。これは試験片固定治具および応力負荷治具のネジ部に付着する潤滑油が高温で気化し、水素の吸収を妨害したためと考えられる。

水素の分析は真空加熱定容測定法により行い、 $1,650^\circ\text{C}$ で 5 分間加熱保持した。吸収水素量の目標値、推定値および分析値との関係を表 5 ~ 表 7 に示す。これらの表をみると、試験片固定治具および応力負荷治具と一緒に水素富化した試験片では、重量増による推定値と分析値との差が大きく、一方、B-154 から B-163 に見るように治具なしの試験片単体で処理した場合には、推定値と分析値がよく対応しているのがわかる。

水素富化作業では 500°C 保持による応力緩和が予想されるので、水素富化を終えて室温で除荷作業を行う時には応力負荷の際と同様な方法で緩和後の負荷応力を測定した。緩和量はえた応力によって変化するが、その値は表 5 ~ 表 7 に示すとおりである。実際の応力表示に緩和後の応力を用いた。

クラック付加作業は鶴東京衡機製造所製の「リング万能引張試験機 (50 トン, 1 Hz)」で行った。装置の外観写真を写真 5 に示す。疲労荷重の負荷は、ゼローコンプレッション(zero-

compression)と称する負荷方式で、3mm深さの機械加工ノッチが引張応力を受けるような三点曲げ試験方式で行った。最初比較的大きな荷重でクラックを入れ、疲労クラックの進展と共に徐々に荷重を下げていく。つまり最初(5kg↔160kg)の圧縮荷重で開始すると、順に(5↔130),(5↔90),(5↔60~70)と下げていく。応力拡大係数(以下△Kと略す)で表現すると、 $33\text{kg/mm}^{\frac{3}{2}}$, 30, 25, 21となる。このような応力レベルでクラックを伝播させると約 10^5 回の繰り返し数でほぼ3mmの最終クラック長さに達する。ここで表4の保持応力 6kg/mm^2 のⅢ試験における疲労クラックの付加はリング万能引張試験機の故障のため、株日立製作所機械研究所のご協力の下で行われた。用いた疲労試験機はSIBER HEGNER&Co. LTD製の「バイブロフォ(2トン, 100Hz)」である。繰り返し荷重は最初比較的大きくしておき、クラックの進展とともに徐々に低下させていった。すなわち最初300kg位の圧縮荷重でクラックの伝播を開始し、その後順次荷重を下げ最終荷重は100~150kgまで持っていく。△Kで表現すると、最初は $64\text{kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ で、最終は $30\sim45\text{kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ となる。

繰り返し応力下の進展クラック長さの確認は、リング万能引張試験機の場合は抵抗ひずみゲージを応用したクラックゲージによって行った。一方、株日立製作所で使用した試験機「バイブルフォ」についてはクラック進展の確認はクラックに赤色浸透液を染み込ませて肉眼で観察した。いずれも最終長さ測定は破壊試験後に顕微鏡下で行った。クラック長さの測定方法はASTMの規準⁽¹⁾に従って行った。その結果を表8に示す。

疲労クラックの付加、水素富化などの処理を施した試験片を図2に示す治具に取り付け、株島津製作所製の万能引張試験機RH-10(10トン)(写真6参照)により室温で静的に破壊した。破壊速度はクロスヘッドの移動速度で約 0.83mm/min であった。

破壊後の試料をHF(1)とHNO₃(9)の混酸で腐食し、光学顕微鏡下で水素化物の観察を行った。

3. 試験結果と検討

3.1 試験結果の整理式

徳島津製作所製の万能引張試験機 RH-10(10トン)による静的曲げ破壊試験機では、図5^{(1), (2)}に示すような曲線は描けない。

よって、試験片に歪ゲージを貼って、歪一時間曲線を描かせた。負荷中に歪ゲージの歪量が大きく変化する最初の位置における荷重を試験機から読みとて、その値をポップ・イン(pop-in)荷重(図5では P_q で示す位置)として、破壊靱性(以下 K_c と略す)値の計算を行った。静的曲げ破壊試験における歪一時間線図を図6に示す。

K_c は上で得られた P_0 を用いて次式⁽³⁾⁽⁴⁾から求めた。

$$K_C = \sigma_{\text{nom}} \sqrt{a} Y \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

ここで、

$$\sigma_{\text{nom}} = \frac{6 M}{T H^2 \cos \theta}$$

K_c : 破壊革性, $\text{kg}/\text{mm}^{\frac{3}{2}}$

σ_{nom} : 公称应力, kg/mm^2

H : 試験片の高さ, mm (30)

a : クラック長さ, mm

θ : 傾斜角度, 14.5°

P_0 : 荷重, kg

L : スパン, mm(200)

であり $\gamma^{(4)}$ は

$L/H = 8$ に対しては、

$L/H = 4$ に対しては、

$$Y = 1.93 - 3.07 \left(\frac{a}{H}\right) + 14.53 \left(\frac{a}{H}\right)^2 - 25.11 \left(\frac{a}{H}\right)^3 + 25.80 \left(\frac{a}{H}\right)^4 \dots \quad (3)$$

である。本試験の場合には $L/H = 6.25$ となり、上式の間にある値を用いて計算した。また
川日立製作所の報告書⁽³⁾や米国バッテル研究所 (Battelle Pacific Northwest Laboratories)⁽¹²⁾ の報告書では(3)式を用いて計算しており、この方法で計算すると K_c 値が、せいぜい 1~2% 低くなる程度で本報告書の K_c 値との間には大きな差はない。

また水素富化時の保持応力は次式⁽³⁾から求めた。

$$\sigma_f = \frac{6 M}{T (H-a)^2 \cos \theta} \quad . \quad (4)$$

ここで σ_f は実断面応力を表わす。

3.2 保持応力なしで水素富化した場合の破壊靄性

表4に示す保持応力 0 kg/mm^2 の場合について、I試験を行った結果を表5に示す。これをグラフ化すると図7のようになる。受入材での K_c は約 $190 \text{ kg/mm}^{3/2}$ となり、水素が入ると $160 \text{ kg/mm}^{3/2}$ に低下している。データのはらつきが大きいが、これはフライス加工によるノッチ先端の形状に差があるためと考えられる。線形破壊力学的処理では、対象とする材料が脆性的であることはもちろんだが、クラック先端は鋭いクラック（たとえば疲労クラック）となっており^{(1), (5)} クラック先端の形状によっても K_c 値に差が生じる。破壊靄性（fracture toughness）は試験片や部材にき裂あるいはき裂状の欠陥が存在する場合に、それを起点として荷重増加をともなうことなく破壊が急速に進行する、いわゆる不安定破壊が生ずる際に材料が示す抵抗値である。いま、破壊応力と降伏応力を比較し、破壊が脆性的であったかどうかを検討してみる。

本材料の円周方向から採取した試験片の引張強度を、すでに得られている軸方向引張強度⁽⁶⁾、^{(7), (8)} から推定すると、軸方向 0.2%耐力 57.0 kg/mm^2 に対し、円周方向での耐力は $62 \sim 65 \text{ kg/mm}^2$ となる。降伏強さ $62 \sim 65 \text{ kg/mm}^2$ を用いて三点曲げ破壊における実断面破壊応力と降伏応力の比 $\sigma_f / \sigma_{0.2}$ を計算すると表9のようになる。ここで疲労クラック材は予備的に試験したもので後述するようにもう少し低い値になると予想されるが、大きな差は生じないだろう。表9に示すように機械加工ノッチ材では降伏点を越えて破壊しているが、疲労クラック材では $\sigma_f / \sigma_{0.2}$ が 1 以下となり、脆性的であり線形破壊力学で処理できることを示している。

保持応力下で水素富化した材料については引張試験を実施していないので、 $\sigma_f / \sigma_{0.2}$ を計算できない。しかしながら、 K_c 値、歪一時間曲線、そして破面などの破壊の状況から判断して、脆性破壊しているものと推定される。破壊面の写真は写真10～写真12に示す。

3.3 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した場合の破壊靄性

表4において目標保持応力 12 kg/mm^2 では I, II, III 試験が行われた。これらの結果を表6（その1～その3）に示す。保持応力については前述したように緩和後の実応力で表示する。表6（その1～その3）をみると、その値は 10 kg/mm^2 台から 16 kg/mm^2 台までひろがっているが、平均して $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で代表される。これを吸収水素量の分析値と破壊靄性の関係で整理すると図8～図10になる。これらを一つにまとめると図11のようになる。図11と図7を比較すると圧力管材を保持応力状態で水素富化し、徐冷すると無負荷材の K_c 値 $144 \sim 176 \text{ kg/mm}^{3/2}$ に比べて $80 \sim 100 \text{ kg/mm}^{3/2}$ ほど破壊靄性が低下することがわかる。保持応力も $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ はもちろん、実際には $10.3 \text{ kg/mm}^2 \sim 16 \text{ kg/mm}^2$ までこの傾向が支配的である。

また図11で明らかのように、保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ 以下においてはⅠ試験、Ⅱ試験、Ⅲ試験ではほぼKc値に差がないことから、水素富化に際して圧力管材に弾性保持応力が存在するとその材質のKc値はクラック先端の形状に無関係になることがわかる。またKc値は吸収水素の増大によりゆるやかに低下するが、それも 150ppm 以上では飽和して一定値に落ち着くことがわかる。

いま保持応力下で水素富化したZr合金のKc値はクラック先端の形状には影響されないと述べたが、残留応力が生じるようなクラック付加方法の場合、Kc値は高くなり正しい値は得られない。表6(その4)および図12は($30\text{kg}\leftrightarrow230\text{kg}$)の荷重で開始し、($30\text{kg}\leftrightarrow210\text{kg}$)、($30\text{kg}\leftrightarrow190\text{kg}$)として($30\text{kg}\leftrightarrow170\text{kg}$)と荷重を下げていった例である。 ΔK で表わすと大体 $40\sim50\text{kg/mm}^{3/2}$ である。図12を図10と比較すると図13のようになる。 $\Delta K = 40\sim45\text{kg/mm}^{3/2}$ で疲労クラックを付加した試料の方が $5\sim6\text{kg/mm}^{3/2}$ 高くなっている。これはクラック先端に生じた残留応力により高くなったものと推定される。以上のことから推察すると、クラックを開始させる時は少々高い荷重でもよいが、最終クラック伝播荷重は小さくし、 ΔK で言うならば、おおよそその材料のもつKc値の $\frac{1}{2}$ 位までに下げるといいだろう。

3.4 保持応力 6kg/mm^2 下で水素富化した場合の破壊非性

表4における目標保持応力 6kg/mm^2 ではⅠ、Ⅲ試験およびⅢ'試験を行った。これらの結果を表7(その1~その3)に示す。水素富化による保持応力の緩和は小さかった。試番B-153のように水素富化前後で増えているものもある。これは応力負荷治具ボルトの締め具合とか、試験機の目盛の読みとり誤差などであろう。むしろ保持応力 6kg/mm^2 の場合にはほとんど緩和はないと考えた方がよいであろう。表7(その1~その3)を吸収水素量の分析値と破壊非性の関係で整理すると、図14~16になる。図14では目標水素量 250ppm の試験片では水素がうまく吸収されず、分析の結果では 70ppm 位であった。したがってデータが一箇所に集中してしまい、適正なる曲線を引くことは困難であるが、保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のデータを参考にして曲線を引いた。図15もまた同じような考え方で曲線を引いた。図16のⅢ'試験は疲労クラックを付加した後に水素富化された試料で、そのねらいとするところは次の通りである。Kc値はクラック伝播の開始点での荷重から計算されるので、材料にクラックが存在し同時にクラックに作用する応力が存在する場合に、そのクラックを伝播開始させるに必要なエネルギー、すなわち材料の抵抗能である。

さてⅢ試験は水素富化した後に疲労クラックを入れており、クラックの先端の大部分が水素ガスにさらされていない材料の内部に存在することになる。そこでⅢ'試験ではクラック先端が水素ガスにさらされる場合を想定し、最初に疲労クラックを入れ、その後水素富化した場合にKcはどう変化するかをみた試験である。原子炉運転中においても軽水にさらされた圧力管の

内面では上述の両方の場合が予想されよう。このような考えに基づきⅢ'試験を追加して行った。

表7(その3)よれば、Ⅲ'試験においても水素富化前後の応力緩和量は誤差範囲内にあると考えてよいだろう。Ⅲ'試験では保持応力が 4kg/mm^2 となっているが、これは疲労クラック付加後に保持応力下で水素富化しているので、5頁の(4)式により保持応力を決める際にクラック長さの見積りが真の値より大きすぎたためによるものである。

図14～図16を1つの図にまとめると、図17のようになる。この図でノッチのみのI試験のKcを比較すると、後者が $30\sim40\text{kg/mm}^{3/2}$ ほど高い値になっている。一般に鋭い疲労クラック付き試験片のKc値は疲労クラックのついてない(ノッチのみの)試験片の場合より低くなるのが必然的であることから考えて、クラックの付加方法に不具合があったものと考えられる。Ⅲ試験のクラック付加条件は最終荷重が $\Delta K = 30\sim45\text{kg/mm}^{3/2}$ であり、これは図13に示す保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のⅢ試験において、 $\Delta K = 40\sim45\text{kg/mm}^{3/2}$ の場合の結果から判断して、そう高くない荷重といえよう。図15および図17に示すⅢ試験は容量2トンの試験機バイブロフォでクラックを付加しており、荷重の読みとりは光学的方法で行っており、非常に目盛の粗いものであった。クラック付加中にクラック長さの確認のためしばしば試験機を止めることがあり、その際安定応力状態に行く過渡時に荷重不安定があり、最終荷重 $100\sim150\text{kg}$ ($\Delta K = 30\sim45\text{kg/mm}^{3/2}$)を越えることがあったものと思われる。かくしてクラック先端に残留応力が生じたため本来の値よりもKcが高くなつたものと考えられる。このような理由により、図15のⅢ試験データは失敗例としては参考になるが、本試験の考察に採用できない。しかしながら、I試験とⅢ'試験が非常に接近した値になっており、また水素量の増大にともなうKcの変化も、保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のデータ(図11)と類似した傾向にあることから、これらのデータで保持応力 $4\sim6\text{kg/mm}^2$ の場合のKcを代表させることができよう。図17と図11を比較して前者の方が水素量150ppm前後でKc値が少々高くなっているようにみえるが、このことは、図17ではI試験の80ppm以上のデータが欠けていること、さらにⅢ試験が失敗していることおよび保持応力 6kg/mm^2 のKcは保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のKcより若干ばらつきが大きいことなどから考えて、今後追試験により確認すべき問題であろう。

以上保持応力 6kg/mm^2 のKcが保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のKcとほぼ同じ値になつたこと、また保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のデータは実際には $10\sim16\text{kg/mm}^2$ まであり、Kcのばらつきが保持応力 $4\sim6\text{kg/mm}^2$ の場合に比べて比較的少ないとことなどから、圧力管にかかるとされている目標保持応力 12kg/mm^2 においても保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ のKcと同じ値になるものと予想される。

3.5 保持応力下で水素富化した試料の水素化物

保持応力下で水素富化した試験片と保持応力なしで水素富化した試験片では図11に示

すように K_c 値にかなりの差がみられる。これらの試料について水素化物の析出状態を顕微鏡下で観察すると写真 7 および写真 8 のようになる。これは試料番号 B-10 (保持応力なし, 吸収水素量 108 ppm) の試料についてノッチ先端近傍における水素化物の析出方位を比較したものである。

写真 7 は 20 倍で写真 8 は 50 倍で観察したものである。写真 7 は撮影上の都合で観察状態とは逆に写っている。つまり写真 7 を紙面上で左右に裏返しすると写真 8 と一致する。これらの写真から水素化物の析出方位はあきらかに保持応力の影響をうけていることが示される。これはいわゆる応力配向^{(9),(10)}と呼ばれる現象であり、応力をかけない場合は、水素化物は円周方向に並んでおり、引張応力が加えられると水素化物は応力に垂直の方向になるものと考えられる。管肉厚の外表面側では未だもとの方位が残っているものもあるが内表面側ではほぼ完全に応力に垂直の方向に水素化物が析出している。このような有害な水素化物の配向のために材料の延性が著しく低下し、低い K_c 値になったものと考えられる。

また保持応力なしの状態では水素化物が円周方向に析出しているが、これは次のように解釈できよう。通常、管の外面に引張応力、内面に圧縮応力が残留している場合が多い。仮にこのような残留応力が存在していたとしても、本試験の場合には 500°C, 4~5 hr の均熱保持を伴なう水素富化作業中に応力除去されたものと考えられる。したがって応力除去状態では水素化物の析出方位は圧延集合組織に支配され⁽¹¹⁾、円周方向に平行になったものと考えられる。

3.6 他論文との比較

本報告と同様の保持応力下で水素富化した試験片の曲げ試験例としては、株日立製作所第 4 次報告書「圧力管炉外脆性特性試験」⁽³⁾に数点の測定例がみられる。また保持応力なしの照射データとしては英国 SGHWR 炉で照射し、米国バッテル研究所で試験した結果がある⁽¹²⁾。これらを本報告の結果と比較すると、表 10、図 18 のようになる。株日立製作所第 4 次報告書のデータは 300°C で水素富化しており、水素量は明示されていない。しかしながら両者の K_c 値を比較すると、それは本報告の水素量 40~60 ppm 位のところに相当するようである。SGHWR の照射材については本報告書をまとめる時点では未だ水素分析が進捗していない。しかしながら、疲労クラック材は K_c が $160 \sim 170 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ で、保持応力なしの炉外データと近い値になっている。それに対して機械加工ノッチ材は少し高めの値になっている。株日立製作所第 4 次報告書、SGHWR 照射材のいずれのデータにおいても疲労クラック材は K_c のばらつきが少なく、一方、機械加工ノッチ材のはらつきが大きくなっているのが特徴的である。株日立製作所第 4 次報告書の試験片の機械加工ノッチの先端は半円状であるが、一方 SGHWR 照射材では先端 60°C の鋭角ノッチである。

次に ATR 圧力管材料強度検討会報告書⁽⁷⁾に示されている K_c 値を本報告の結果と比較する。

上記の報告書の表1, 表2において、特に表1のK_cに関係する部分を引用すると、表11のようになる。この表によると限界値は 80kg/mm^2 ^{3/2} となる。条件としては、欠陥形状が疲労クラックであり、吸収水素量が 300 ppm となっている。一方、本報告では、すでに述べたように保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ 下で吸収水素量 200 ppm 以上では、欠陥形状に無関係に K_c は約 60kg/mm^2 ^{3/2} となる。しかしながら、水素量を 70 ppm 位に抑えると、K_c は 80kg/mm^2 ^{3/2} となる。すなわち ATR圧力管材料強度検討会に述べる値 80kg/mm^2 ^{3/2} に近づけるには吸収水素量を 70 ppm 位に抑えるとよい。

3.7 破壊面のマクロ写真

破壊はノッチ先端から進行し、試料を二分する（写真9）。その破面を低倍率の顕微鏡下で観察した。しかしながら、ポップ・イン（pop-in）に伴なうクラックの生長は認められなかった。

低倍率の破面観察を行ったので以下に示す。保持応力なしで水素富化した試験片の破面を写真10に示す。写真は分析水素量の低いものを上に、順に下に行くにしたがって水素量が多くなるように並べた。写真の下の番号は試験片番号である。水素量が少ないと破面が滑らかで、水素量の増大とともに、凹凸が著しくなるのが特徴的である。保持応力 $14\sim15\text{kg/mm}^2$ 下で水素富化した試験片の破面を写真11に示す。写真11（その3, その4）では水素富化後に入れた疲労クラックが白く写っている。保持応力 4kg/mm^2 および 6kg/mm^2 下で水素富化した試験片の破面を写真12に示す。写真12（その3）は疲労クラック付加後に水素富化した試料で、クラック表面が部分的に酸化し、変色しているのが観察される。

4. 総括

弾性保持応力下で水素富化した圧力管について静的三点曲げ破壊試験を行った。保持応力および吸収水素量を変えて得られた K_c 値により、同材料の室温における炉外脆性特性を評価した。

- (1) 受入材の K_c 値は約 $190 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ である。
- (2) 保持応力なしで水素富化した材料の K_c 値は、水素量 200 ppm 位までは水素量に関係なく一定値 $160 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ となる。しかしデータのはらつきの幅は士 $20 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ とやや大きい。
- (3) 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ (実際には $10.3 \sim 16.0 \text{ kg/mm}^2$ まで試験した) 下で水素富化した材料の K_c 値は、 $100 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}} \sim 60 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ となり、保持応力なしの場合の 6 割から 4 割の値になる。 K_c 値は水素量とともにゆるやかに低下し、水素量 200 ppm 位で一定値になる。また K_c 値のはらつきは極めて小さいのが特徴的である。
- (4) 保持応力 4 kg/mm^2 および 6 kg/mm^2 でも同様の試験を行い、保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ の場合とほぼ同じ K_c 値が得られた。この場合 K_c 値のはらつきは大きい。
- (5) 以上のことから、このような応力範囲では、保持応力下で水素富化した材料は、ある一定の K_c 値をとり、応力の違いによる K_c 値の相違はないことが判明した。したがって目標保持応力 12 kg/mm^2 でも同じ結果になるものと予想される。
- (6) 切欠先端形状を機械加工ノッチ、放電加工ノッチおよび疲労クラック入り材と変えて K_c 値の相違をみたが、上述の保持応力域下で水素富化した Zr 合金の破壊非性は切欠先端形状による影響をうけないことがわかった。
- (7) 金属組織観察によれば、保持応力下で水素富化した試料の水素化物はいわゆる応力配向を示しており、破壊応力に対して最も悪い方向に優先析出している。
- (8) 「ふげん」圧力管の設計脆性特性を検討した。それによると疲労クラック入り、吸収水素量 300 ppm および室温試験という条件下における圧力管の限界 K_c 値は $80 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ となっている。いま本試験の結果によると最小 K_c 値は $60 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ であるが、吸収水素量を約 70 ppm に抑えると限界値 $80 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ を満たすことができる。
- (9) 残留応力を伴なうような荷重で疲労クラックを付加すると、 K_c 値は実際の値より高めになる。最終クラック長さ直前における交番応力の最大値は、その材料の K_c 値の約 $\frac{1}{2}$ の ΔK になるように選ぶとよいことが確認された。

5. 謝 辞

本試験の実施にあたり、水素富化作業および金相試験などに多大な協力を頂いた小笠原甲士、田中康正、小幡真一の各氏に感謝の意を表します。

また本試験の遂行および結果の解析などに有益な助言と資料の提供を頂いた福田嘉男（株日立製作所 機械研究所）氏および有益な助言と資料の提供のみならずさらに疲労クラック付加作業にまで心よくご協力頂きました竹内 守（株日立製作所 機械研究所）氏に深謝の意を表します。

6. 参考文献

- (1) "Test for Plane-Strain Fracture Toughness of Materials" E 399-78, Annual Book of ASTM Standards, Part 10(1978), p.512-533
- (2) 越賀房夫：“破壊革性評価における力学的問題点”，鉄と鋼，64(1978)8, p.917~924
- (3) 楠本 韶，竹内 守ほか5名：“圧力管炉外脆性特性試験（第4次試験）”㈱日立製作所 ZJ 302 77-10(1977)
- (4) W. F. Brown, J.E. Srawley: "Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials", ASTM STP 410(1967)
- (5) 岡村弘之：“線形破壊力学入門”
- (6) 三浦 信，林 清純ほか5名：“熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 圧力管の単軸クリープ特性”，動燃事業団 東海事業所 N841-77-56 (1977)
- (7) 三島，朝田ほか9名：“新型転換炉原型炉圧力管材料強度検討会報告書”(1973), “敦賀事業所発電用原子力施設技術基準特殊設計施設認可申請書”動燃事業団(1974)
- (8) 三浦 信，林 清純ほか4名：“新型転換炉特殊燃料監視試験片”，動燃事業団東海事業所 ZN 841 78-52(1978)
- (9) 三島，大久保：“ジルカロイ中の水素化物に関する問題(I)”，新金属工業, 13 (1968), p. 6-10
- (10) 大久保：“ジルカロイ中の水素化物に関する問題(II)”，新金属工業, 13 (1968), p. 34-43
- (11) J. J. Kearns, C.R.Woods: "Effect of Texture, Grain Size, and Cold Work on the Precipitation of Oriented Hydrides in Zircaloy Tubing and Plate", J. Nucl. Mater. 20(1966), p.241-261
- (12) E. B. Schwenk: "Investigate the Post-Irradiation Tensile, Fatigue Crack Growth, Fracture Toughness and Corrosion Weight Gain of Zirconium-2-1/2% Niobium Pressure Tube Material for the Japanese Advanced Thermal Reactor", 2312002858, Revision 1, Battelle Pacific Northwest Laboratories, Monthly Report for Sept., 1978

表1 供試材の加工履歴など

46本A396 47.10.27 入荷 ATR
CHASE BRASS & COPPER CO. Zr-2.5%Nb圧力管
INCORPORATED 1873 H.T.物
SUBSIDIARY OF KENNECOTT COPPER CORPORATION No.1~15
Waterbury, Connecticut 06720 15年



TELEPHONE: 756-9444

October 25, 1972

Mr. J. A. Buonocore
 Assistant General Manager
 Nuclear Fuel
 Mitsui & Co. (U.S.A.), Inc.
 200 Park Avenue
 New York, New York 10017

東京都港区西新橋1丁目2番9号
 三井物産株式会社
 非鉄金属部原子燃料室

Ref: Contract No. 130387
Chase W.O. 80-2893

Dear Sir:

In connection with the above order which was shipped on September 27, 1972 I am enclosing two copies each of the following:

1. Ingot analysis
2. Tube inspection certificates containing data and results of measurements.

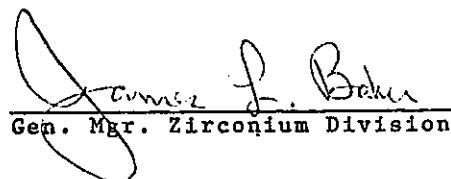
→ Test reports covering chemical analyses will be forwarded as soon as received.

The fabrication history was as follows:

1. Extrude at 1550°F
2. Draw to intermediate size for heat treatment
3. Solution heat treat by water quenching from 1630°F
4. Cold draw
5. Age 24 hours at 932°F in vacuum
6. Expand to final inside diameter and straighten

In addition, an extra polishing operation was performed on the outside surfaces of the tubes to improve the finish.

Very truly yours,


 James L. Baker
 Gen. Mgr. Zirconium Division

James L. Baker/ar
 Enclosures

表2 供試材の化学成分例



WAH CHANG ALBANY CORPORATION

A TELEDYNE COMPANY

P.O. BOX 460 - ALBANY, OREGON 97321 - TELEPHONE 503-920-4211

To Chase Brass & Copper Co., Inc.
Address Waterbury, CT 06720

DATE April 20, 1972
DATE SHIPPED April 20, 1972
QUANTITY SHIPPED 15 pcs. 2726.0 lbs.
PRODUCTION ORDER NO 1295-3
HEAT NO 386120Q Zr-2.5 Cb

ATTENTION OF: L. B. Conard

IN REGARD TO YOUR PURCHASE ORDER NO W 27941

ITEM NO 1
DESCRIPTION Zirconium 2.5 Cb Billets
DIMENSIONS 8.380" OD x 4.920" ID x 21.34"
SPECIFICATIONS MET-52 Issue 4 & P.O.

東京都港区西新橋1丁目2番8号
三井物産株式会社
非鉄金属部
原子炉用材室

Lay-Out Sheet Attached.

THE TEST REPORT FOLLOWS:

INGOT ANALYSIS COMPOSITION IN PERCENT				
Element	Spec.	Top	Middle	Bottom
Cb	2.40-2.80	2.6	2.6	2.5
B A L A N C E				
IMPURITY CONTENT, PPM				
Al	75	39	<35	38
B	0.5	0.2	<0.2	0.2
Cd	0.5	<0.2	<0.2	<0.2
C	270	120	130	130
Cr	200	<50	53	52
Co	20	<10	<10	<10
Cu	50	<10	<10	<10
Hf	200	<25	28	30
H	25	<5	5	10
Fe	1500	456	504	478
Pb	130	<50	<50	<50
Mg	20	<10	<10	<10
Mn	50	<25	<25	<25
Mo	50	<25	<25	<25
Ni	70	<35	<35	<35
O	900-1300	1080	1140	1150
N	65	34	39	33
Si	120	54	<50	54
Ta	200	<200	<200	<200
Sn	100	<10	<10	<10
Ti	50	<40	<40	<40
W	100	<25	<25	<25
U	3.5	0.9	<0.5	0.8
V	50	<25	<25	<25
INGOT HARDNESS, BHN				
Range			179-187	
Average			183	

INGOT ULTRASONIC TEST	
Results	- Acceptable

ANALYSIS
CERTIFIED BY

Cuk

W. W. Holcomb
for J. R. Sutherlin
Quality Assurance Mgr.

表3 供試材の強さなど

TUBE INSPECTION CERTIFICATE

CHINESE IMPORTS & EXPORTS CO., LTD.
INCORPORATED 1949

SUBSIDIARY OF KENNECOTT COPPER CORPORATION

Waterbury, Connecticut 06720

TELEPHONE 756-9044

W.O 80-2893

Zr-2.5% Nb Heat Treated Pressure Tube

Customer: Mitsui & Co. (U.S.A.), Inc.

Contract No. 130387

Specification No. ATR-M-300 Apr. 10, 1971

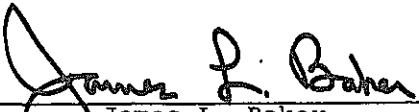
Ingot Identification 3861200 Lot No. B Tube No. 9

Solution Heat Treatment:

	Front End	Back End
Hardness-VPN	<u>239</u>	<u>239</u>
Percent Alpha	<u>97</u>	<u>10</u>

Amount of Cold Work - After Soln. H.T. 12.67 % After Aging H.T. Exp. 0.803Chemical Analysis of Tube Completed Yes _____ No (H, N & O) Attached Yes _____ No Tensile Test: Temp. °F U. T. S. 0.2% Y.S. Elong. in 4.5 \sqrt{A}
 Front End 572 89,800 psi 67,800 psi 21 %
 Back End " 92,900 psi 72,800 psi 20 %Hydrostatic Test: Test Pressure 3,600 psi Duration 30 secondsCracks, Deformation or Leaks Yes _____ No

Corrosion Test:

Duration 72 Hours Weight Gain Mg./Dm.² 24 Appearance OKDimensions: Length 209 InchesInternal Diameter: Air Gage Chart Attached Yes _____ No
 Wall Thickness: Vidigage Chart Attached Yes _____ No Straightness: Max. Bow 0.030" In 197"Ultrasonic Inspection: Free from Defects Greater than 3% Standard Yes No Weight 127.68 lbs.Date OCT 25 1972

 James L. Baker
 Gen. Mgr. Zirconium Division

Comments:

東京都港区西麻溝1丁目2番9号

三井物産株式会社

非鉄金属加工部機械開発室

表4 保持応力下の水素富化条件と試験くり返し数

水素量 (ppm) 目標応力 (kg/mm ²)	10	50	100	150	250
0	I 3	3	3	3	3
6		I - III, III' -	3 2	- -	3 2
12		I 3 II 3 III 2	3 3 2	3 3 2	3 3 2
18		I -	3	-	3

I 試験：機械加工ノッチ→保持応力下の水素富化→静的曲げ破壊試験

II 試験：放電加工ノッチ→保持応力下の水素富化→静的曲げ破壊試験

III 試験：機械加工ノッチ→保持応力下の水素富化→疲労クラック付加→静的曲げ破壊試験

III' 試験：機械加工ノッチ→疲労クラック付加→保持応力下の水素富化→静的曲げ破壊試験

表5 保持応力なしで水素富化した場合の熱処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の
破壊革性(機械加工ノッチ)

試験片 の番号	ノッチの 長さ(mm)	試験片の 厚み(mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊革性 (kg/mm ³)	保持応力(kg/mm ²)		吸収水素量(ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-69	3.000	4.323	877	189.5	-	-	-	-	12
B-70	3.000	4.325	863	186.4	-	-	-	-	12
B-71	3.000	4.403	868	184.1	-	-	-	-	12
B-61	3.000	4.330	673	145.2	-	-	50	104	46
B-62	3.000	4.300	721	156.6	-	-	50	110	41
B-63	3.000	4.350	732	157.2	-	-	50	99	42
B-53	3.000	4.360	708	151.7	-	-	100	145	78
B-54	3.000	4.335	692	149.1	-	-	100	133	67
B-55	3.000	4.320	758	163.9	-	-	100	112	64
B-6	3.000	4.328	816	176.1	-	-	150	211	96
B-34	3.000	4.295	782	170.1	-	-	150	237	130
B-46	3.000	4.288	808	176.0	-	-	150	239	120
B-10	3.000	4.370	679	145.1	-	-	250	355	170,108
B-13	3.000	4.328	596	128.6	-	-	250	362	230
B-14	3.000	4.350	730	156.7	-	-	250	324	200
B-154	3.000	4.305	728	157.9	-	-	80	145	120
B-155	3.000	4.310	765	165.8	-	-	80	122	107
B-156	3.000	4.308	794	172.1	-	-	100	140	119
B-157	3.000	4.300	714	155.1	-	-	100	182	160
B-158	3.000	4.325	770	166.3	-	-	120	138	150
B-159	3.000	4.413	788	166.8	-	-	120	188	176
B-160	3.000	4.278	714	155.9	-	-	140	209	205
B-161	3.000	4.405	678	143.8	-	-	140	183	188
B-162	3.000	4.410	762	161.4	-	-	160	205	176
B-163	3.000	4.308	567	122.9	-	-	160	231	217

表 6 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した場合の
熱処理材 Zr - 2.5%Nb 圧力管の破壊靶性 (その 1 ~ I 試験)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ (mm)	試験片の 厚み (mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靶性 ($\text{kg/mm}^{3/2}$)	保持応力 (kg/mm^2)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-64	3.000	4.335	424	91.35	18.0	15.8	50	65	43
B-65	3.000	4.330	370	79.81	18.0	15.1	50	80	60
B-66	3.000	4.340	408	87.81	18.0	15.3	50	74	38
B-56	3.000	4.159	336	75.46	18.0	15.9	100	113	84
B-57	3.000	4.403	331	70.22	18.0	14.5	100	96	81
B-58	3.000	4.328	344	74.24	18.0	14.5	100	130	82
B-48	3.000	4.340	315	67.79	18.0	12.5	150	105	110
B-49	3.000	4.345	310	66.64	18.0	13.2	150	111	130
B-50	3.000	4.318	297	64.24	18.0	14.8	150	165	120
B-38	3.000	4.358	270	57.87	18.0	14.1	250	278	190
B-42	3.000	4.290	270	58.78	18.0	14.1	250	308	160,171
B-8	3.000	4.325	264	57.01	18.0	13.3	250	311	260

表 6 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した場合の
熱処理材 Zr - 2.5%Nb 圧力管の破壊靶性 (その 2 ~ II 試験)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ (mm)	試験片の 厚み (mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靶性 ($\text{kg/mm}^{3/2}$)	保持応力 (kg/mm^2)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
C-10	3.000	4.328	396	85.46	18.0	15.5	50	90	62
C-11	3.000	4.340	488	105.0	18.0	14.2	50	87	40
C-12	3.000	4.275	409	89.36	18.0	16.0	50	93	43
C-7	3.000	4.350	340	73.00	18.0	15.2	100	154	76
C-8	3.000	4.318	351	75.92	18.0	16.2	100	173	84
C-9	3.000	4.333	333	71.78	18.0	15.1	100	178	82
C-4	3.000	4.300	338	73.42	18.0	14.4	150	179	110
C-5	3.000	4.290	316	68.80	18.0	15.2	150	161	98
C-6	3.000	4.343	314	67.53	18.0	14.8	150	149	100
C-1	3.000	4.350	261	56.04	18.0	13.9	250	292	210
C-2	3.000	4.315	280	60.61	18.0	13.0	250	319	190
C-3	3.000	4.303	323	70.11	18.0	13.7	250	334	130

表 6 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した場合の熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 圧力管の
破壊靱性 (その 3 ~ III 試験 $\Delta K = 21 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ (mm)	試験片の 厚み (mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靱性 (kg/mm ³)	保持応力 (kg/mm ²)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-9	6.527	4.358	283	89.16	18.0	13.1	250	88	42
B-19	6.558	4.355	315	99.60	18.0	10.3	250	-	37
B-88	6.235	4.260	289	90.78	18.0	16.0	50	109	34
B-89	6.067	4.323	287	87.49	18.0	15.7	50	132	53
B-86	6.175	4.375	302	91.82	18.0	15.6	50	192	34
B-87	6.944	4.360	275	89.78	18.0	15.5	50	189	38
B-90	6.142	4.378	267	80.91	18.0	15.7	250	223	70
B-91	6.628	4.330	290	92.77	18.0	15.3	250	187	62
B-92	5.901	4.353	292	87.08	18.0	15.2	250	247	62
B-93	5.939	4.280	282	85.86	18.0	15.2	250	224	61
B-84	6.065	4.270	210	64.80	18.0	10.9	250	249	98
B-85	6.071	4.348	205	62.15	18.0	11.7	250	241	92

表 6 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した場合の熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 圧力管
の破壊靱性 (その 4 ~ III 試験 $\Delta K = 40 \sim 45 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ (mm)	試験片の 厚み (mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靱性 (kg/mm ³)	保持応力 (kg/mm ²)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-67	6.367	4.330	317	99.11	18.0	15.7	50	74	41
B-68	6.625	4.363	306	96.91	18.0	15.5	50	79	37
B-59	6.251	4.338	292	90.19	18.0	13.5	100	156	68
B-60	6.229	4.378	305	93.13	18.0	14.2	100	125	49
B-51	6.333	4.395	294	90.27	18.0	14.9	150	159	82
B-52	6.487	4.385	222	69.26	18.0	14.5	150	186	110
B-16	6.240	4.343	229	70.59	18.0	13.7	250	227	120
B-17	6.267	4.330	222	68.82	18.0	14.2	250	236	160

表7 保持応力 6 kg/mm^2 水素富化した場合の
熱処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の破壊靱性(その1~I試験)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ(mm)	試験片の 厚み(mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靱性 (kg/mm ²)	保持応力 (kg/mm ²)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-107	3.000	4.345	360	77.4	6.4	6.1	100	115	53
B-108	3.000	4.328	318	68.6	6.4	5.9	100	134	70
B-114	3.000	4.358	370	79.3	6.4	5.9	100	142	58
B-146	3.000	4.320	377	81.5	6.4	5.2	250	169	72
B-147	3.000	4.330	462	99.7	6.4	6.0	250	185	66
B-151	3.000	4.305	399	86.6	6.4	6.4	250	187	72

表7 保持応力 6 kg/mm^2 で水素富化した場合の
熱処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の破壊靱性(その2~III試験)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ(mm)	試験片の 厚み(mm)	ポップイン 荷重 (kg)	破壊靱性 (kg/mm ²)	保持応力 (kg/mm ²)		吸収水素量 (ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-110	6.440	4.343	349	109.5	6.4	6.4	100	146	118
B-109	6.295	4.240	386	122.4	6.4	5.6	100	158	110
B-113	5.534	4.265	372	109.5	6.4	5.2	100	128	99
B-115	5.526	4.280	367	107.5	6.4	6.2	100	142	94
B-116	5.925	4.265	356	108.6	6.4	6.0	100	128	78
B-117	6.076	4.270	386	119.3	6.4	6.0	250	224	128
B-118	6.282	4.278	302	94.8	6.4	6.3	250	223	169
B-152	6.222	4.310	291	90.2	6.4	6.4	250	201	104
B-153	5.625	4.218	425	127.6	6.4	6.6	250	246	108

表7 疲労クラック付加後保持応力 4 kg/mm^2 で水素富化した場合の
熱処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の破壊靶性(その3~Ⅲ試験)

試験片 の番号	ノッチ・ クラックの 長さ(mm)	試験片の 厚み(mm)	ポップ・イン 荷重 (kg)	破壊靶性 (kg/mm ²)	保持応力(kg/mm ²)		吸収水素量(ppm)		
					水素 富化前	水素 富化後	目標値	推定値	分析値
B-94	5.764	4.368	259	77.7	4.1	3.8	100	167	61
B-95	6.338	4.318	264	86.2	4.3	4.6	100	113	67
B-96	6.785	4.400	224	72.3	4.3	4.3	150	202	142
B-97	6.707	4.360	301	98.9	4.3	3.4	150	176	96
B-98	7.414	4.308	191	67.0	4.4	4.2	250	264	166
B-99	6.905	4.345	184	62.2	4.4	4.4	250	283	126

表8 疲労クラック付き曲げ試験片のクラック長さ(その1)

試験片 の番号	ノッチの 長さ(mm)	クラックの長さ(mm)				ノッチ・ クラックの 長さ(mm)
		内	中	外	平均値	
B-9	3.000	3.460	3.629	3.738	3.609	6.609
B-19	3.000	3.871	3.646	3.411	3.643	6.643
B-84	3.000	3.090	3.242	3.197	3.176	6.176
B-85	3.000	3.124	3.266	3.213	3.207	6.207
B-86	3.000	3.355	3.343	3.218	3.305	6.305
B-87	3.000	3.778	4.120	4.312	4.070	7.070
B-88	3.000	3.273	3.325	3.280	3.293	6.293
B-89	3.000	3.212	3.123	3.043	3.126	6.126
B-90	3.000	3.277	3.362	3.271	3.303	6.303
B-91	3.000	3.595	3.755	3.778	3.709	6.709
B-92	3.000	2.890	3.176	3.148	3.071	6.071
B-93	3.000	2.888	3.100	2.964	2.984	5.984

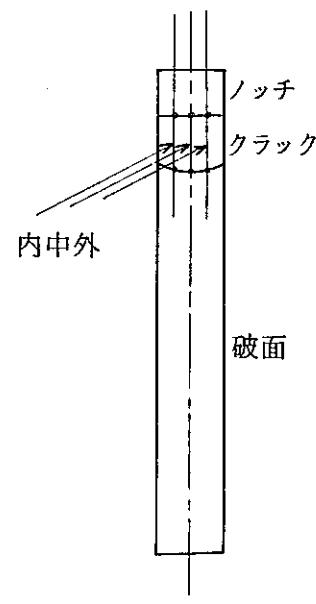


表8 疲労クラック付き曲げ試験片のクラック長さ(その2)

試験片 の番号	ノッチの 長さ(mm)	クラックの長さ(mm)				ノッチ・ クラックの 長さ(mm)
		内	中	外	平均値	
B-94	3.000	2.975	3.060	2.982	3.006	6.006
B-95	3.000	3.799	3.960	3.738	3.832	6.832
B-96	3.000	3.768	3.905	4.059	3.911	6.911
B-97	3.000	4.105	4.067	3.867	4.013	7.013
B-98	3.000	4.535	4.802	4.601	4.646	7.646
B-99	3.000	4.337	4.366	4.173	4.292	7.292
B-16	3.000	3.278	3.530	3.506	3.438	6.438
B-17	3.000	2.845	3.212	3.528	3.195	6.195
B-51	3.000	3.306	3.323	3.357	3.329	6.329
B-52	3.000	2.973	3.418	3.502	3.298	6.298
B-59	3.000	3.233	3.368	3.455	3.352	6.352
B-60	3.000	3.176	3.435	3.483	3.365	6.365
B-67	3.000	3.285	3.338	3.269	3.297	6.297
B-68	3.000	3.526	3.602	3.637	3.588	6.588

表8 疲労クラック(バイブロフォによる)付き曲げ試験片のクラック長さ(その3)

試験片 の番号	ノッチの 長さ(mm)	クラックの長さ(mm)				ノッチ・ クラックの 長さ(mm)
		内	中	外	平均値	
B-110	3.000	3.524	3.459	3.338	3.440	6.440
B-109	3.000	3.114	3.346	3.424	3.295	6.295
B-113	3.000	2.674	2.693	2.534	2.634	5.634
B-115	3.000	2.521	2.615	2.441	2.526	5.526
B-116	3.000	2.792	2.922	2.925	2.880	5.880
B-117	3.000	3.304	3.267	3.076	3.216	6.216
B-118	3.000	3.224	3.338	3.285	3.282	6.282
B-152	3.000	3.005	3.254	3.408	3.222	6.222
B-153	3.000	2.530	2.662	2.723	2.625	5.625

表9 受入材の実断面破壊応力と耐力の比など

	試料番号	破壊革性 Kc	実断面応力 σ_f	$\sigma_f / \sigma_{0.2}$
機械加工ノッチ材	B-69	189.5	74.8	1.18
	B-70	186.4	73.5	1.16
	B-71	184.1	72.6	1.14
疲労クラック材	B-77	158.0	54.3	0.86
	B-78	178.7	61.4	0.97
	B-82	166.5	57.0	0.90

表 10 保持応力なしおよび保持応力下で水素富化した
熱処理材 Zr - 2.5 % Nb 圧力管の炉外および炉内脆性特性

文 献 名	試 験 条 件	$K_c, \text{kg/mm}^{\frac{3}{2}}$
日立 4 次報告 ⁽³⁾	疲労クラック材 → 保持応力下の 水素富化(300°C) → 破壊 $\sigma = 18.6 \text{ kg/mm}^2$	85, 80
	平滑材 → 保持応力下の 水素富化(300°C) → 機械加工ノッチ → 破壊 $\sigma = 18.5 \text{ kg/mm}^2$ $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$	89 64
	機械加工ノッチ → 保持応力下の 水素富化(300°C) → 破壊 $\sigma = 17 \text{ kg/mm}^2$	98, 123
SGHWR 照射 ⁽²⁾	疲労 クラック付き 照射材 試番 13	162.5
	試番 14	165.8
	試番 15	168.7
	機械加工ノッチ付き 照射材 試番 4	227.2
	試番 5	247.4
	試番 6	243.6
	試番 25	198.7
	試番 26	243.1
	試番 27	236.5
本 報 告	I 試験 ($\sigma = 0$) : 図 6 表 5 参照	
	II 試験 ($\sigma = 14.5 \text{ kg/mm}^2$) : 図 7 表 6 (その 1) 参照	
	III 試験 ($\sigma = 15.5 \text{ kg/mm}^2$) : 図 9 表 6 (その 3) 参照	

表11 热処理材 Zr-2.5%Nb圧力管の脆性特性⁽⁷⁾

欠陥形状	温 度	水素吸收量 H (ppm)	破 壊 韧 性 Kc (kg/mm ³)
切欠き	室 温	~ 0	420
		~ 100	—
		~ 300	170 ~ 250
疲れき裂	室 温	~ 0	~ 350
		~ 100	~ 110
		~ 300	~ 80

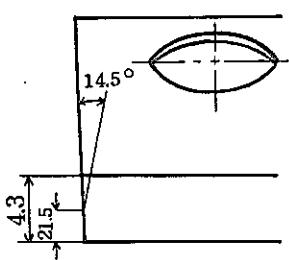
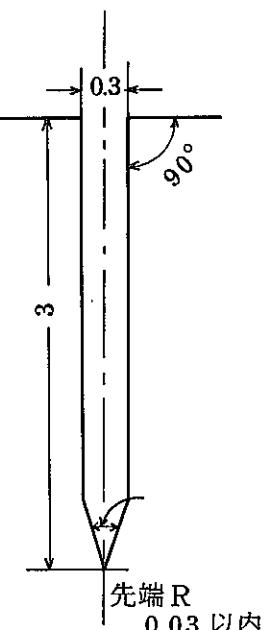
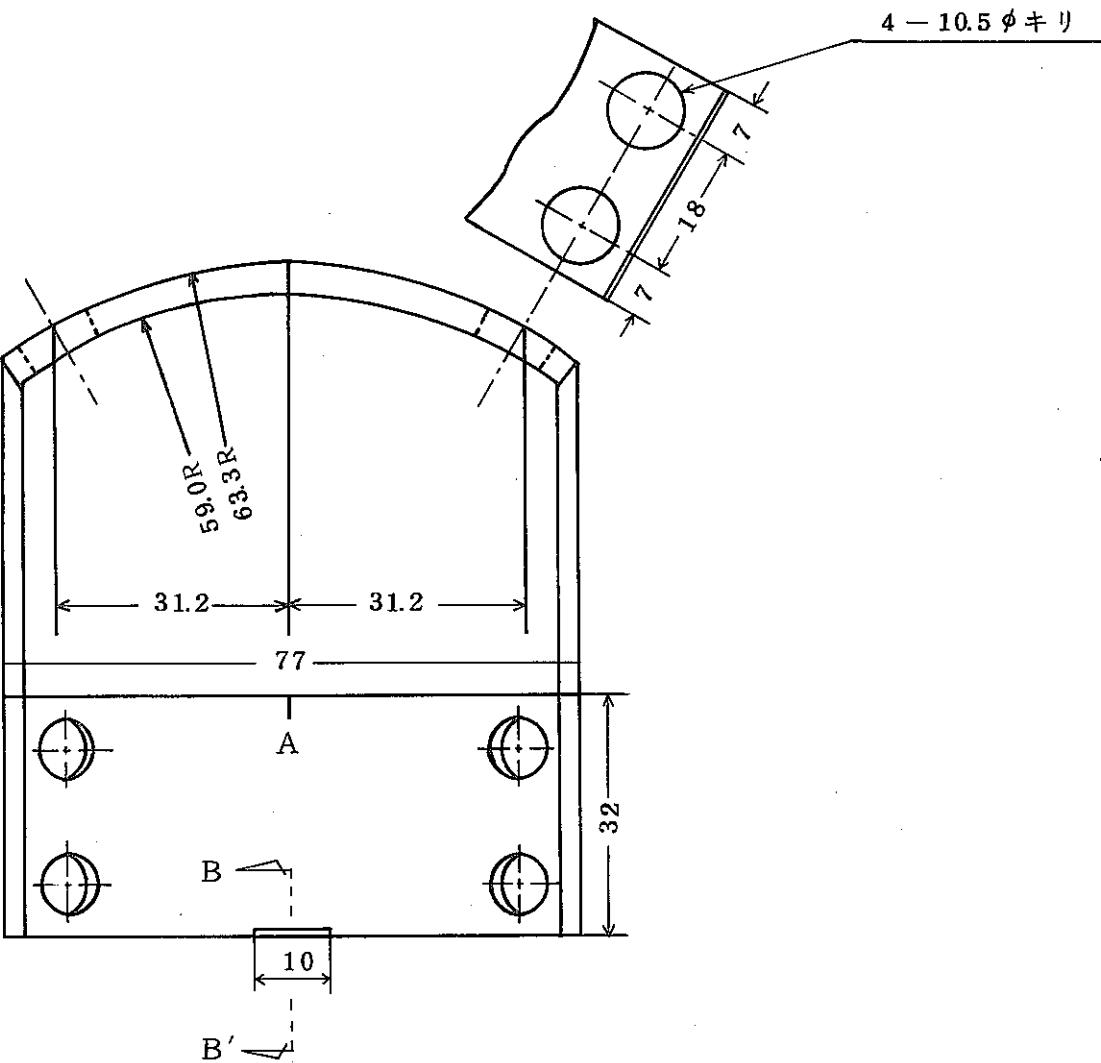
A部詳細B-B'断面

図1 曲げ試験片



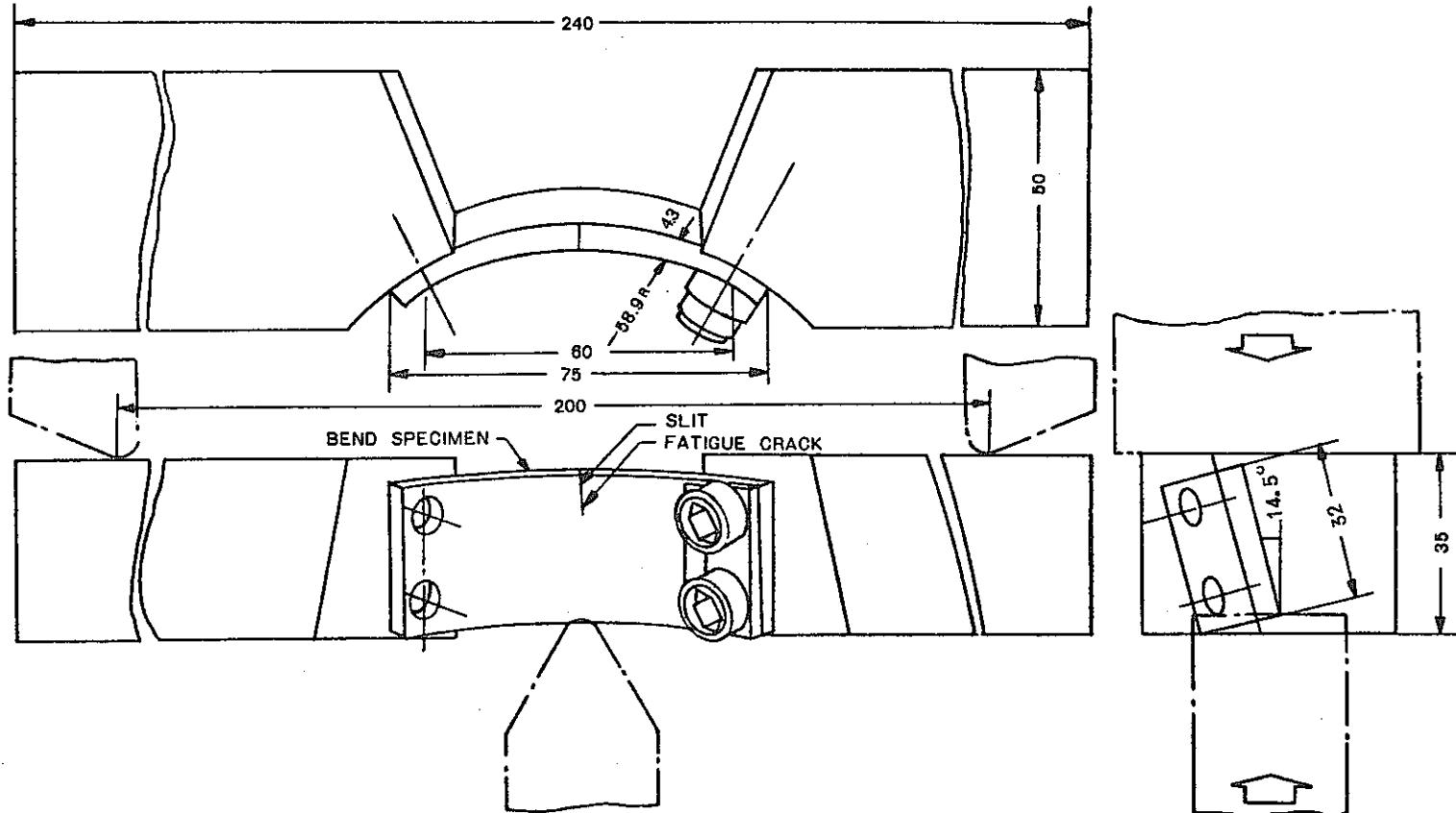


図2 曲げ試験治具の組立図

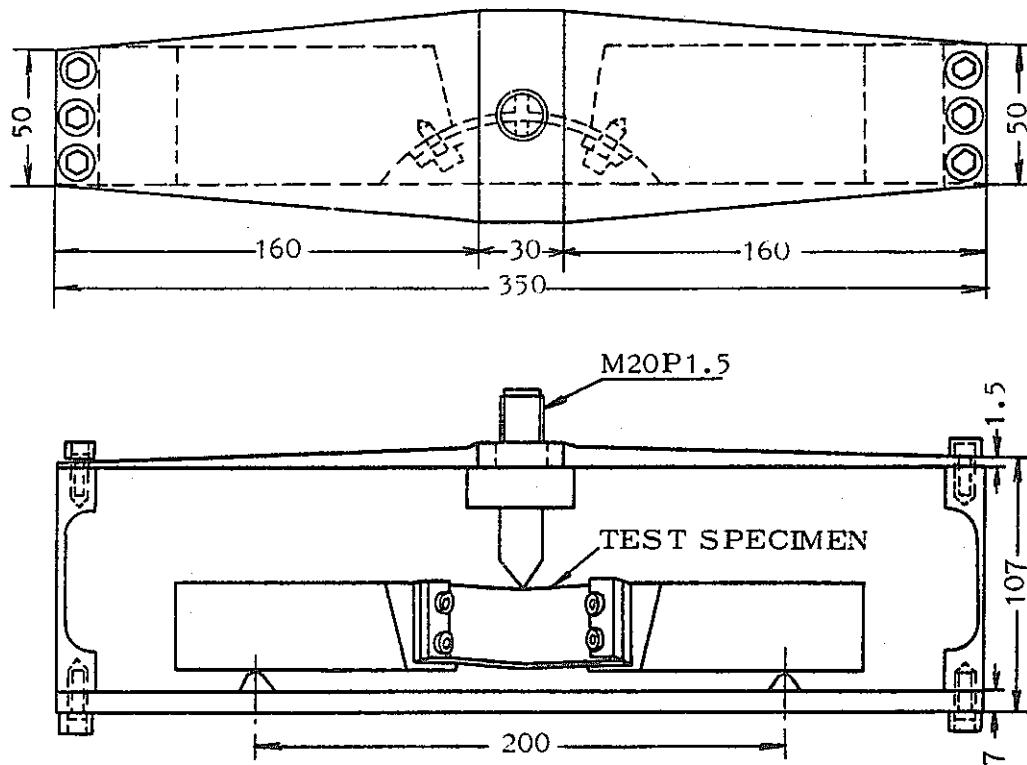


図3 応力負荷治具による応力負荷の様子

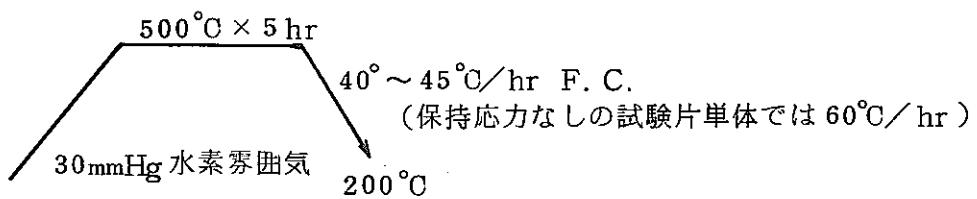


図4 水素富化の熱サイクル

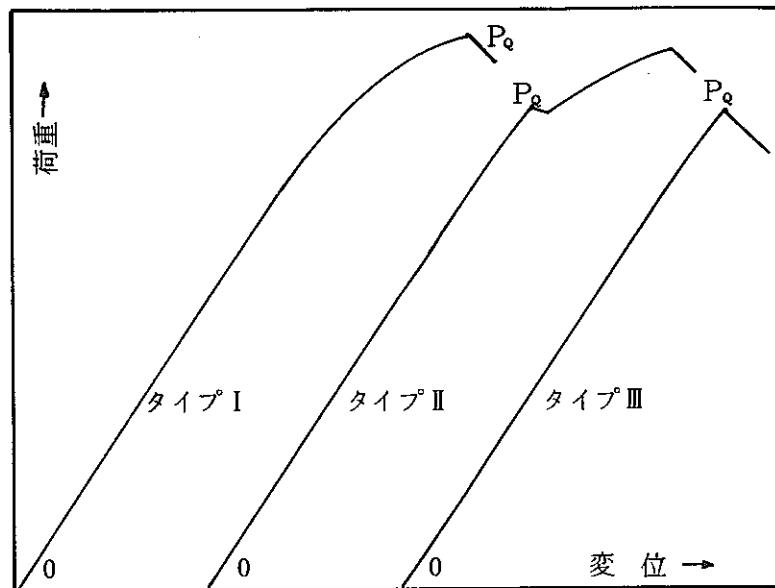


図 5 静的曲げ破壊試験における荷重 - 変位曲線の代表的タイプ⁽¹⁾⁽²⁾

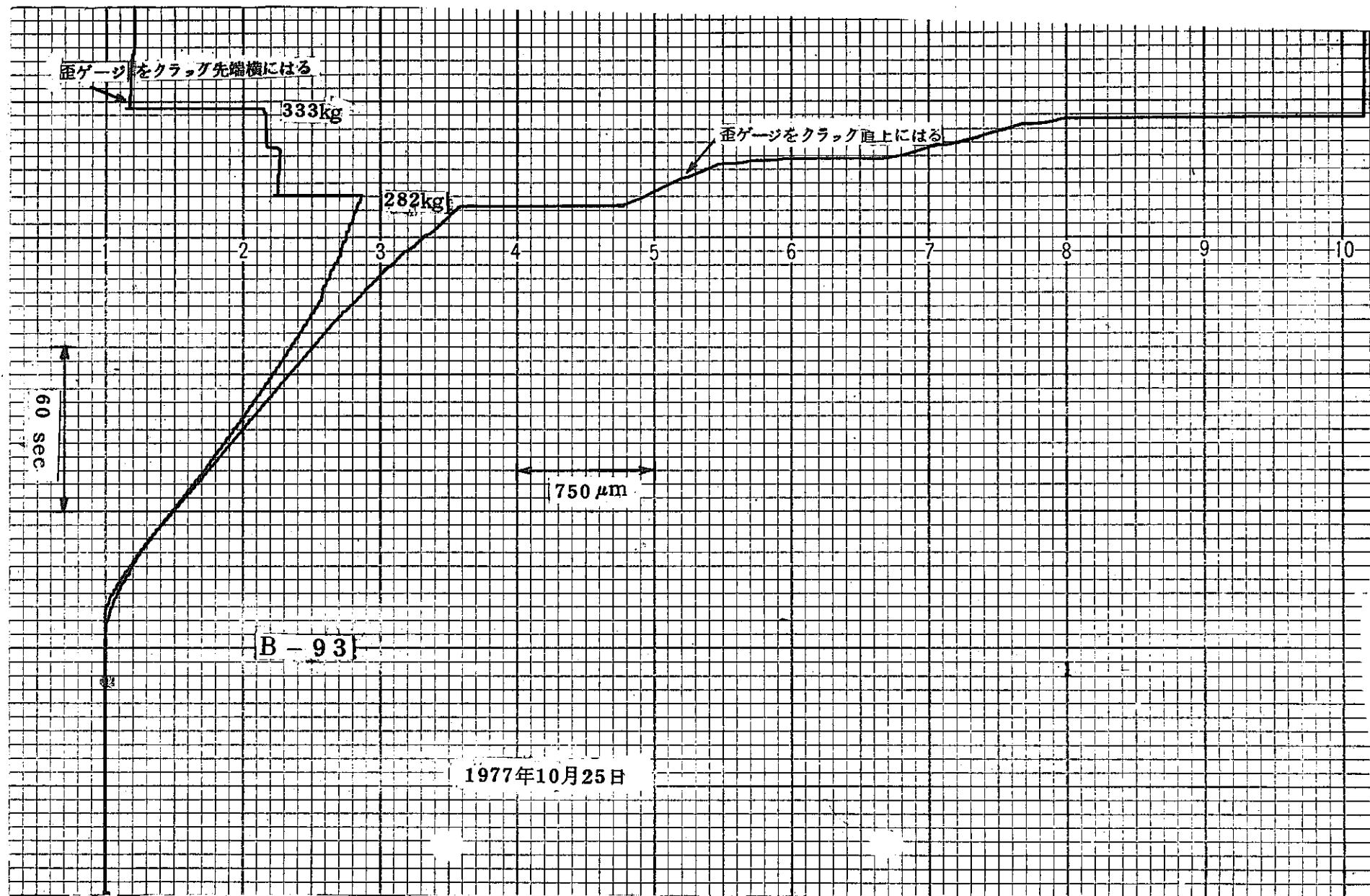


図6 静的曲げ破壊試験における熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の歪-時間線図

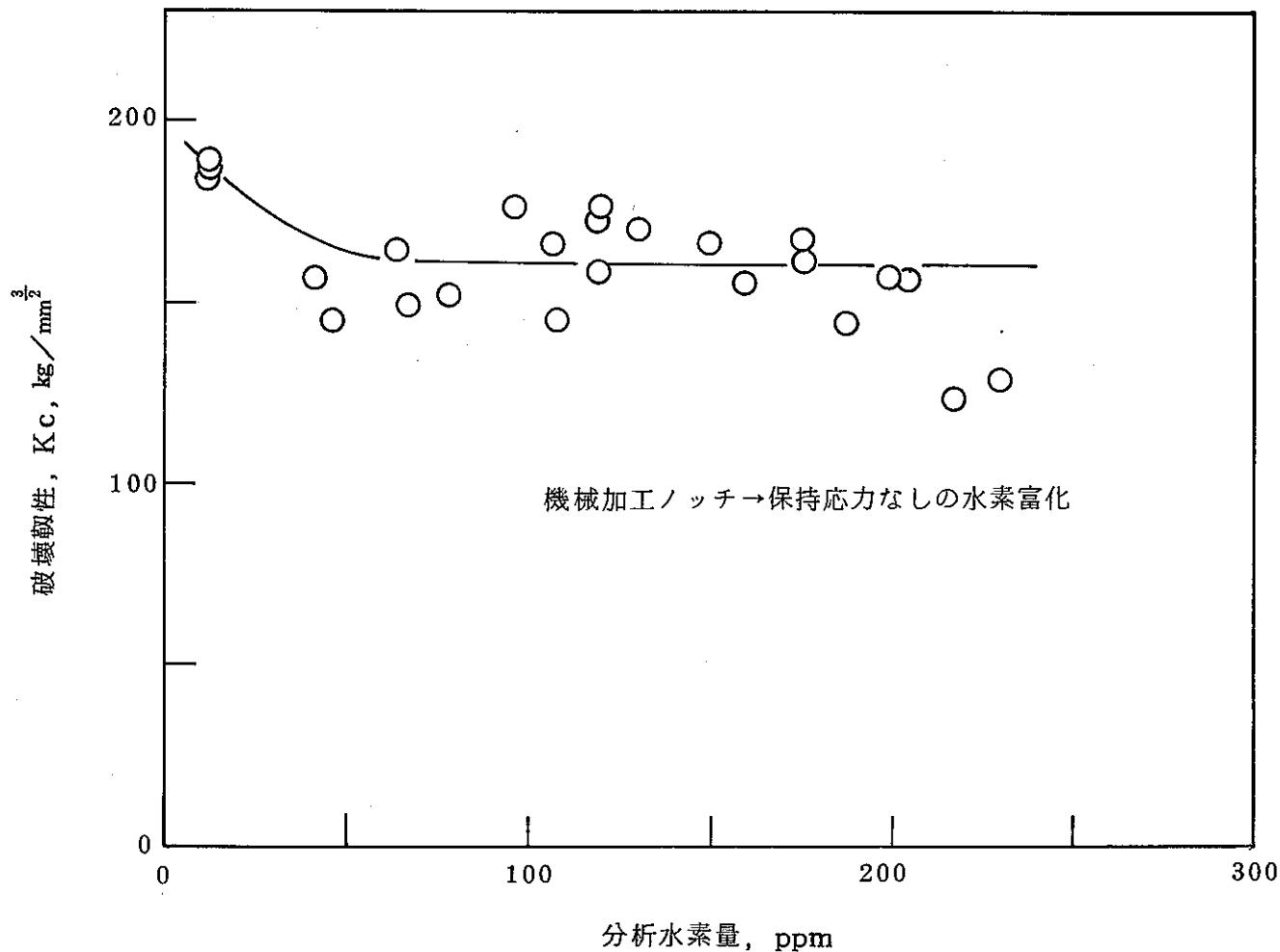
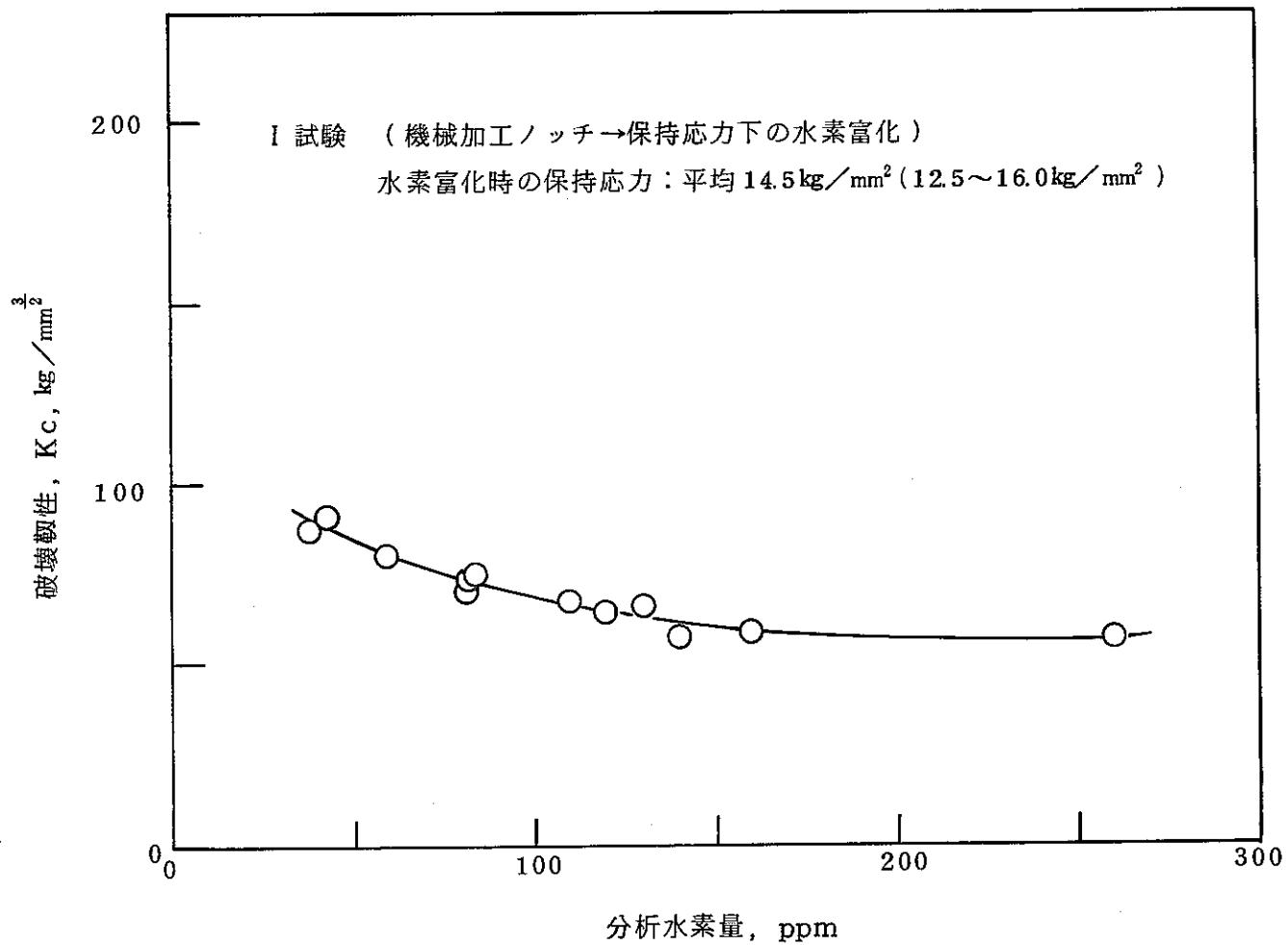


図 7 保持応力なしで水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊韌性

図 8 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊靱性

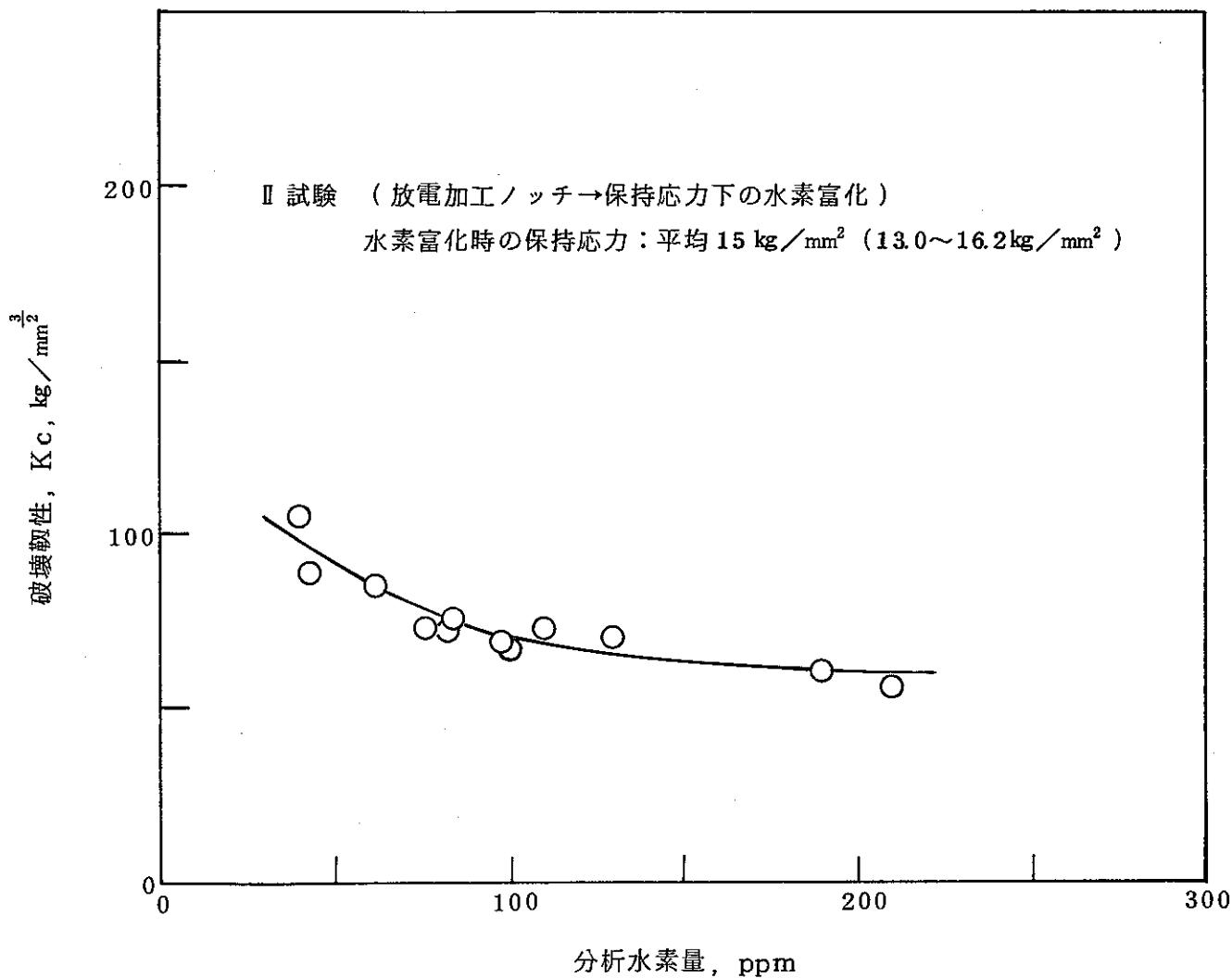
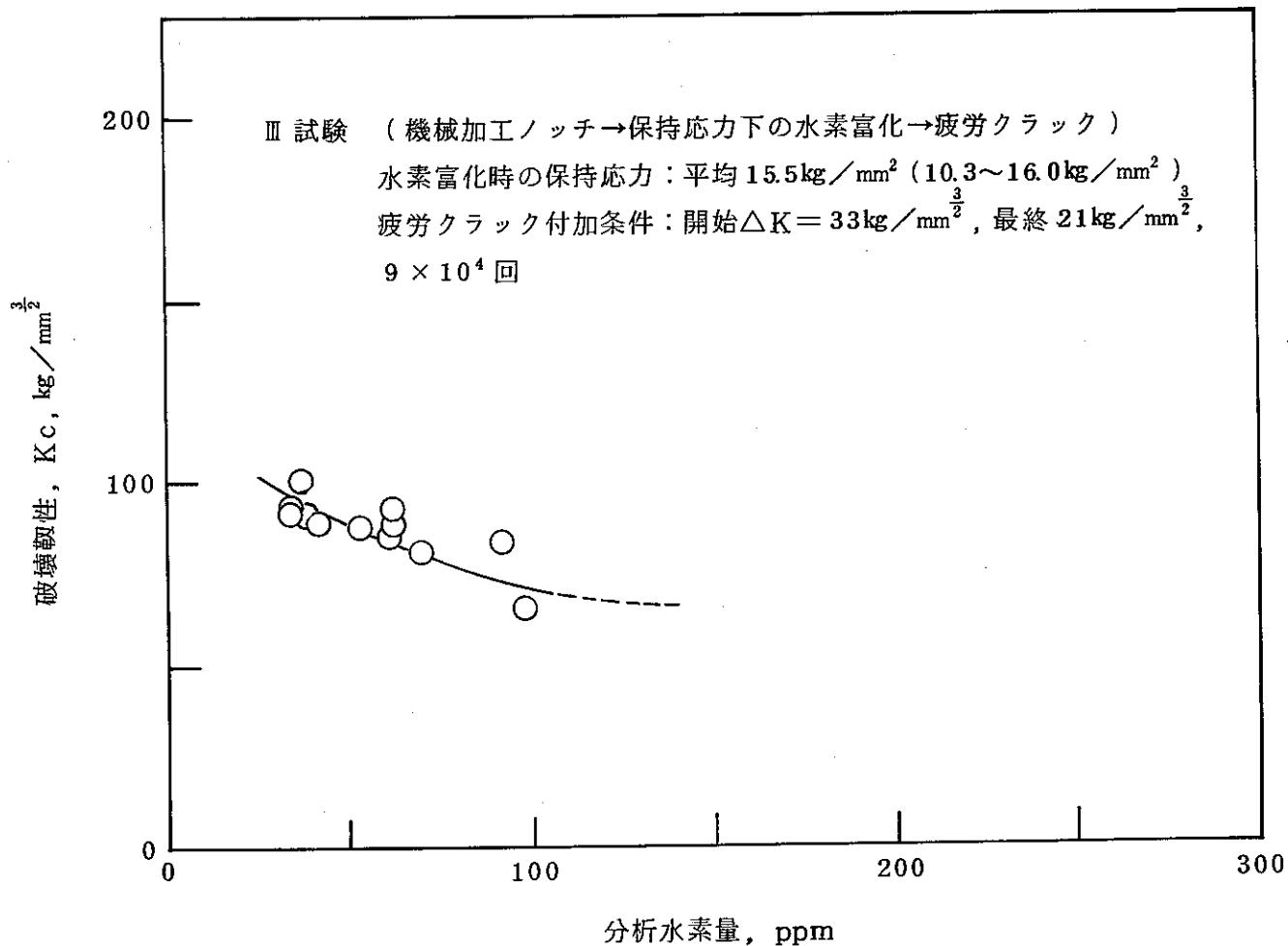


図 9 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊靱性

図 10 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 圧力管の破壊非性

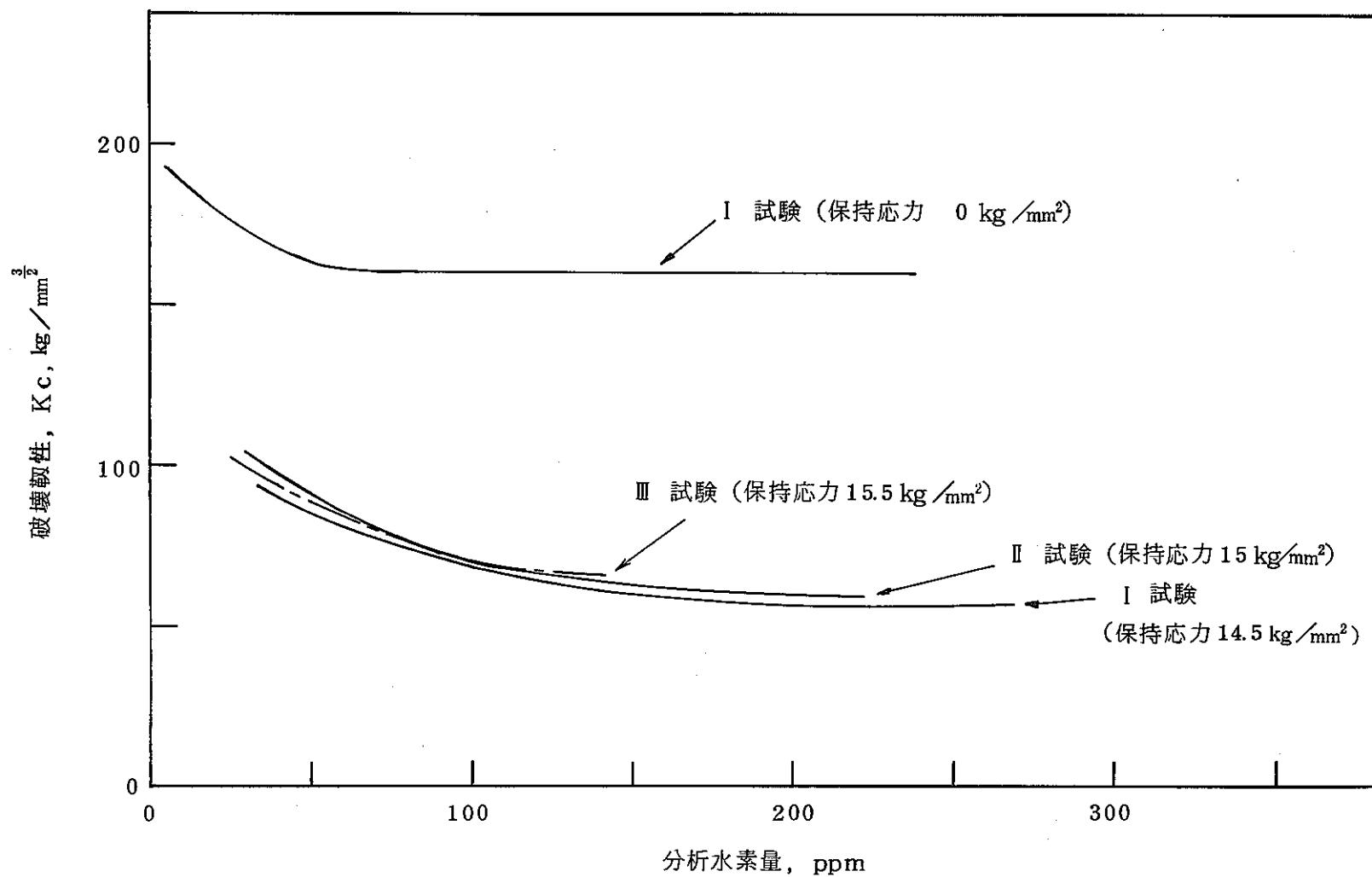
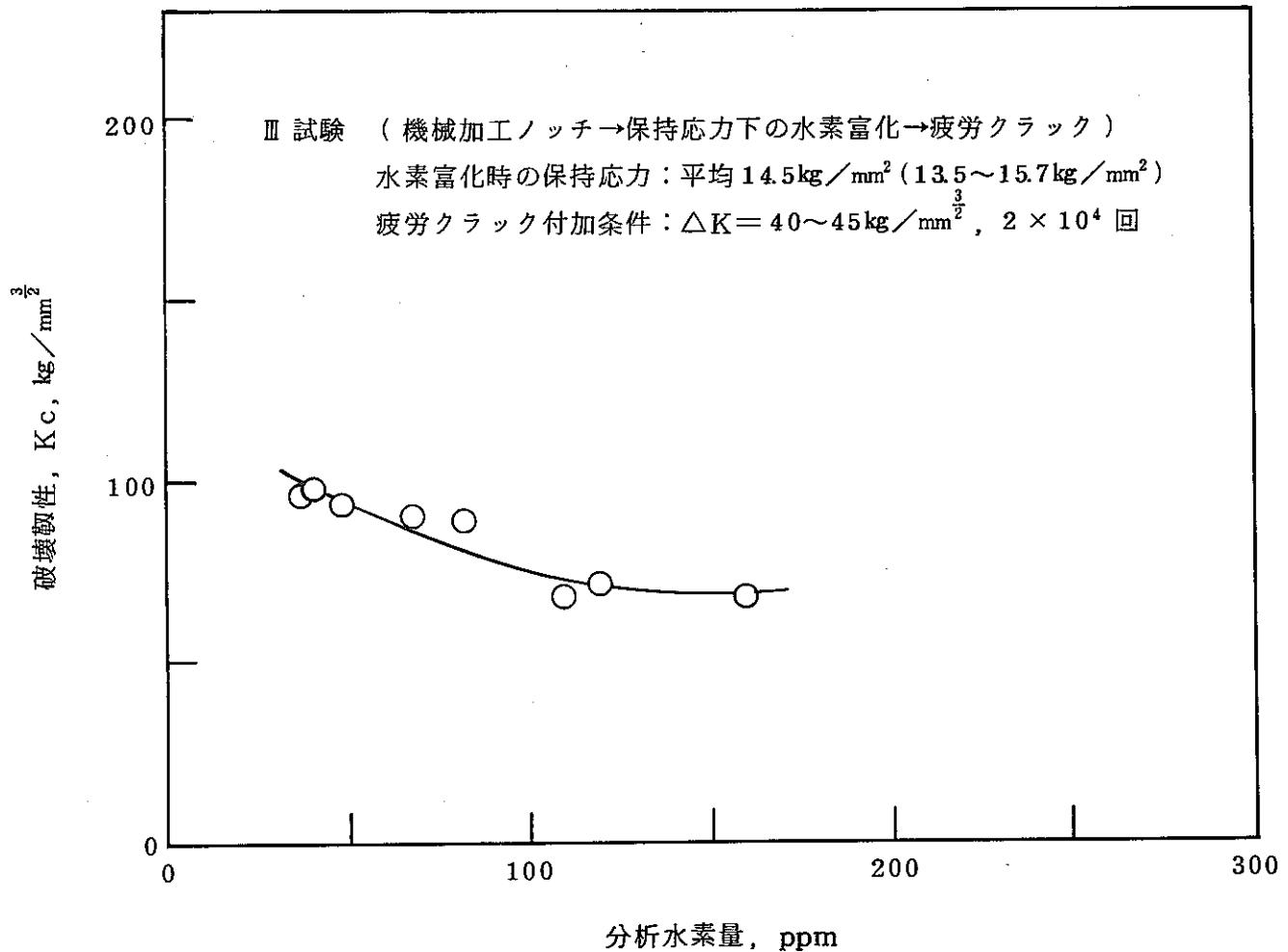


図 11 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊靱性

図 12 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 % Nb 壓力管の破壊韌性

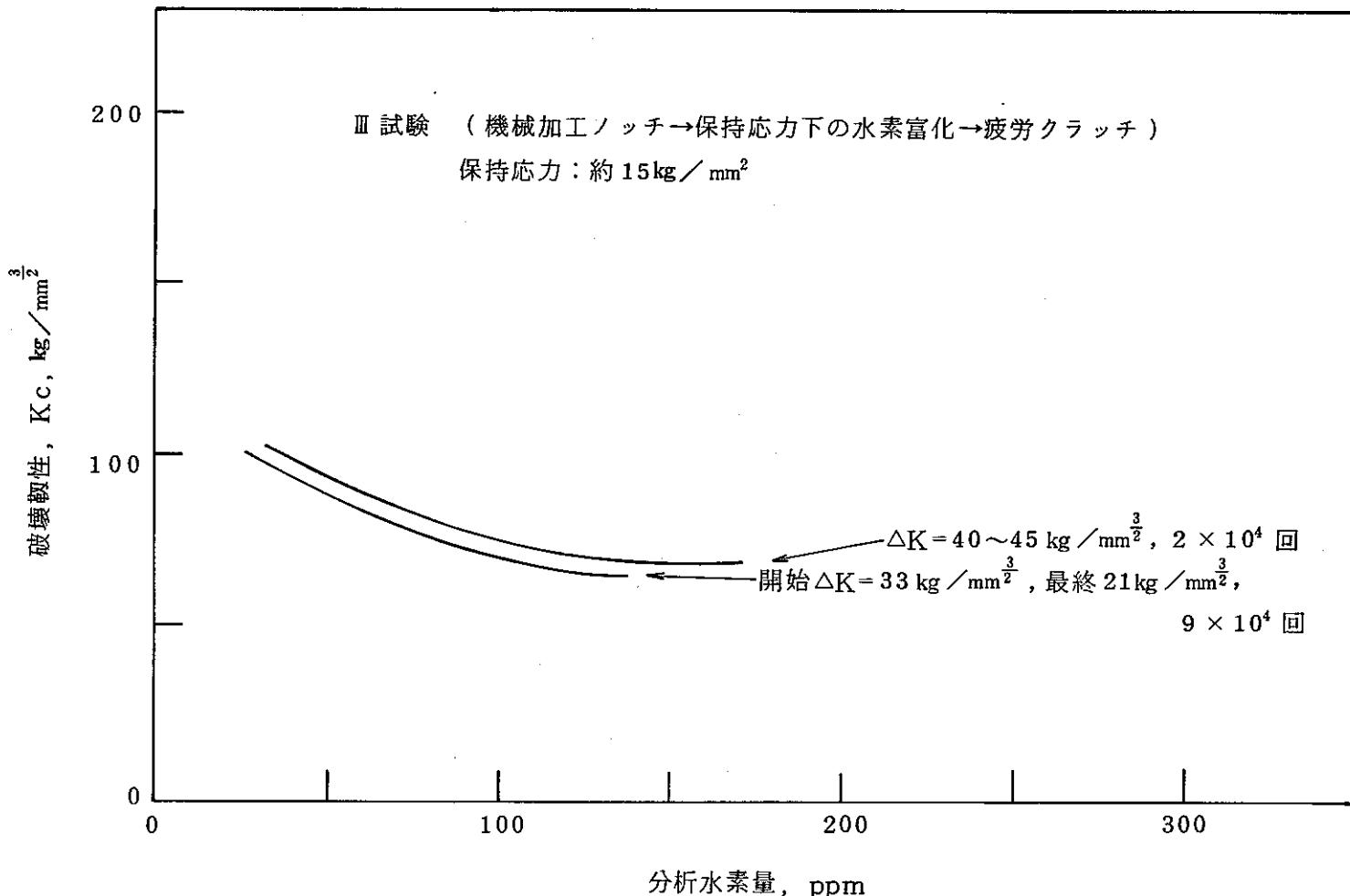
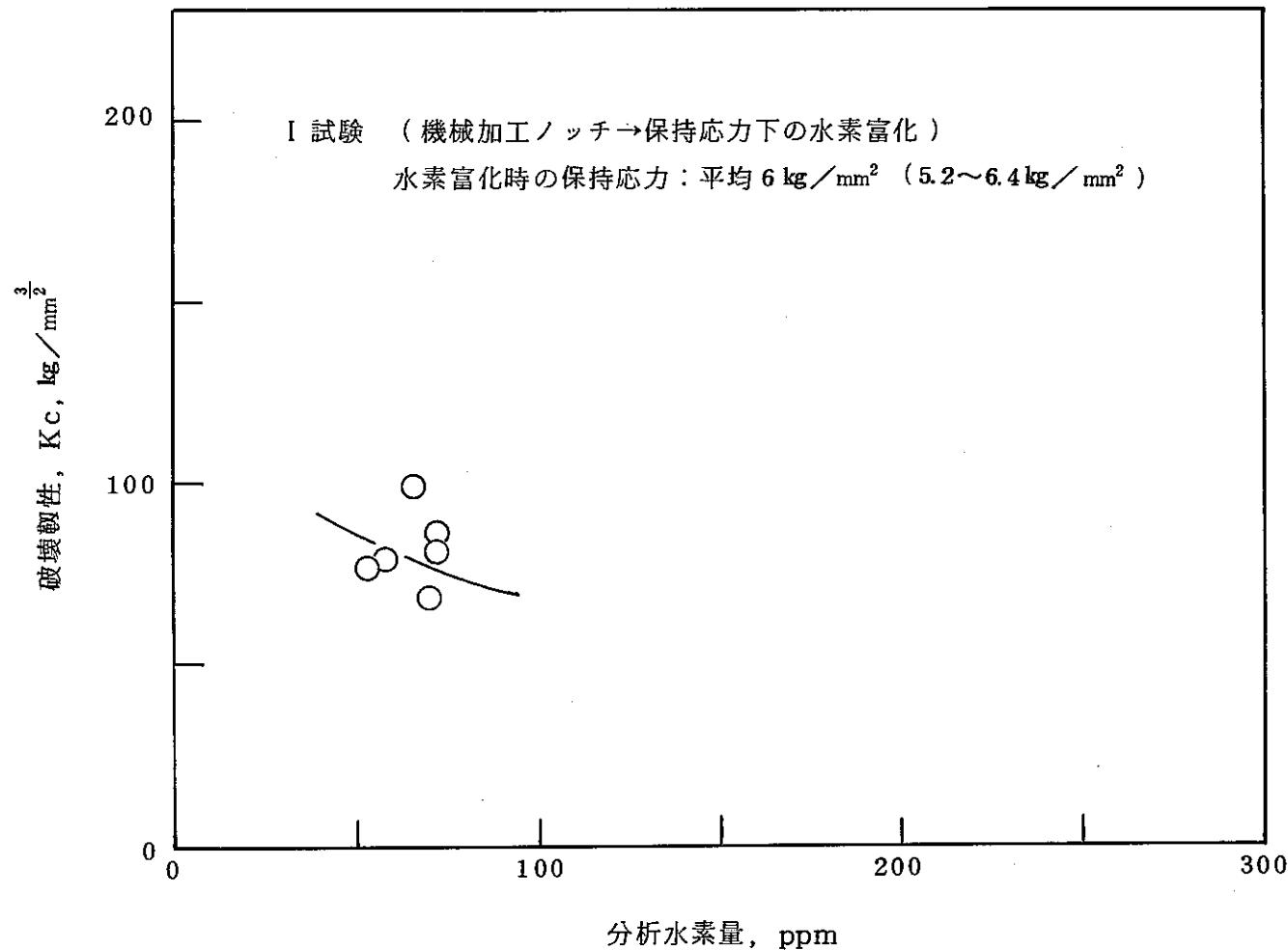


図 13 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管のクラック付加条件の違いによる破壊靱性の差

図 14 保持応力 6 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 圧力管の破壊靱性

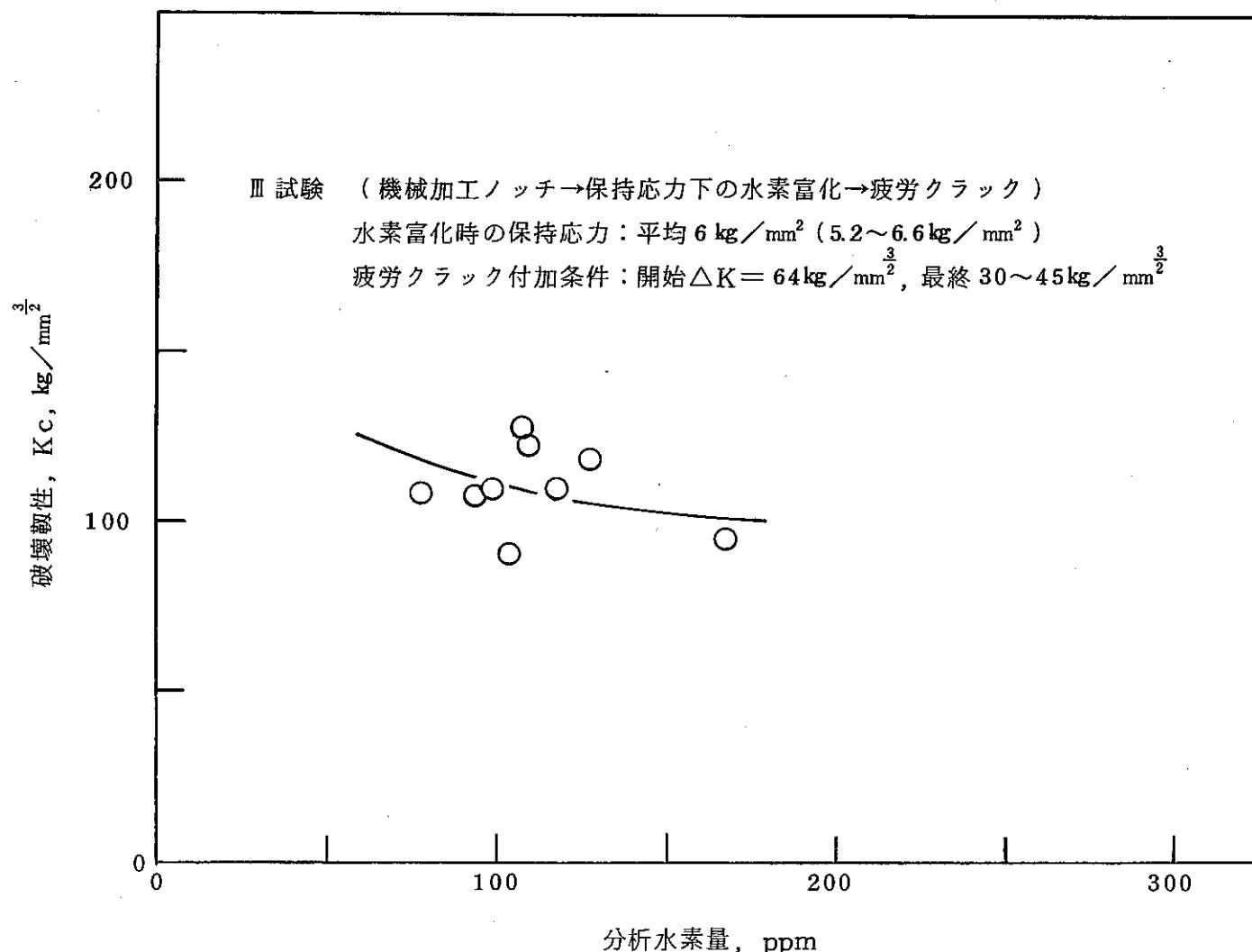


図 15 保持応力 6 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊非性

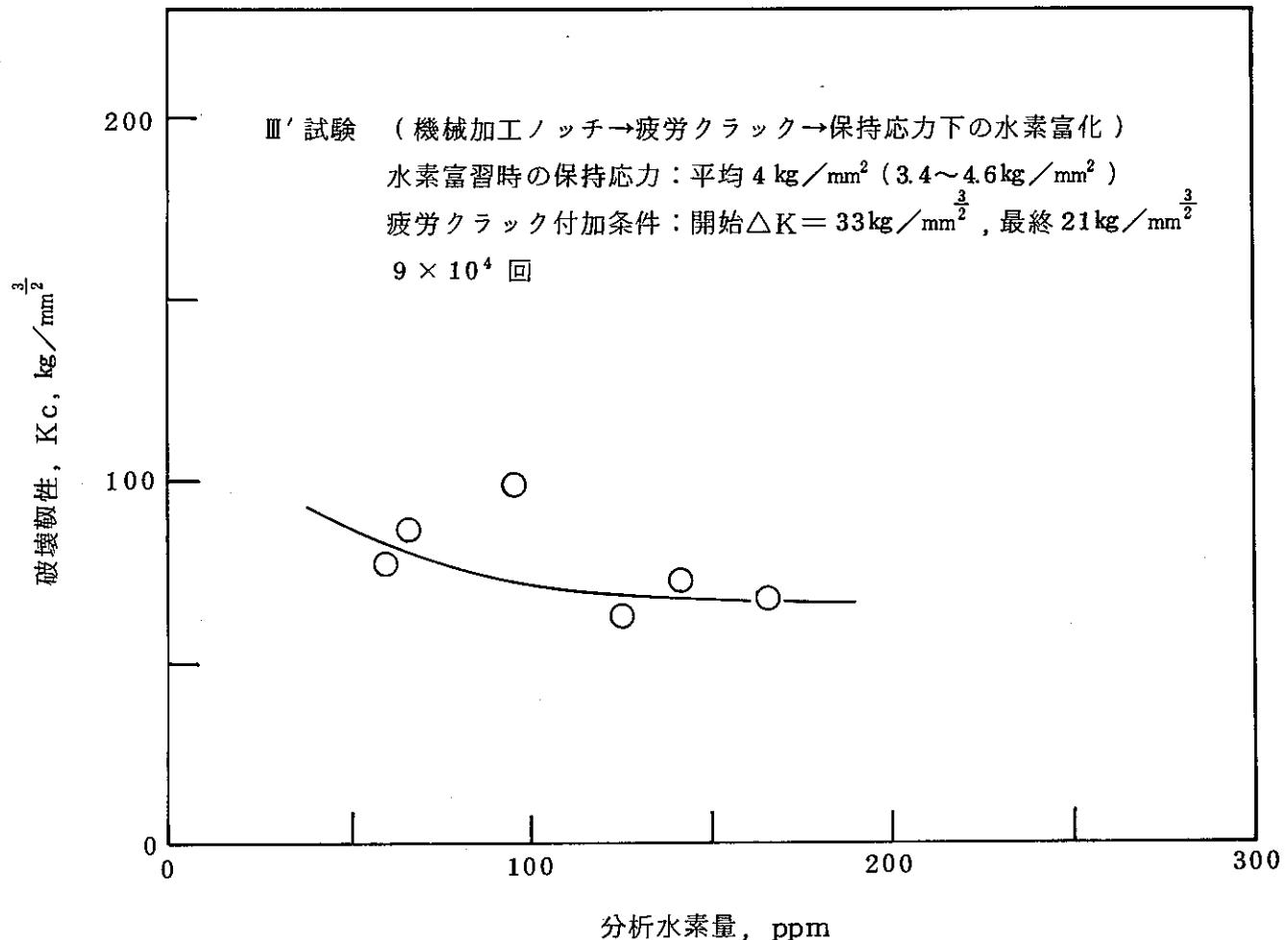


図 16 保持応力 4 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr - 2.5 %Nb 壓力管の破壊靱性

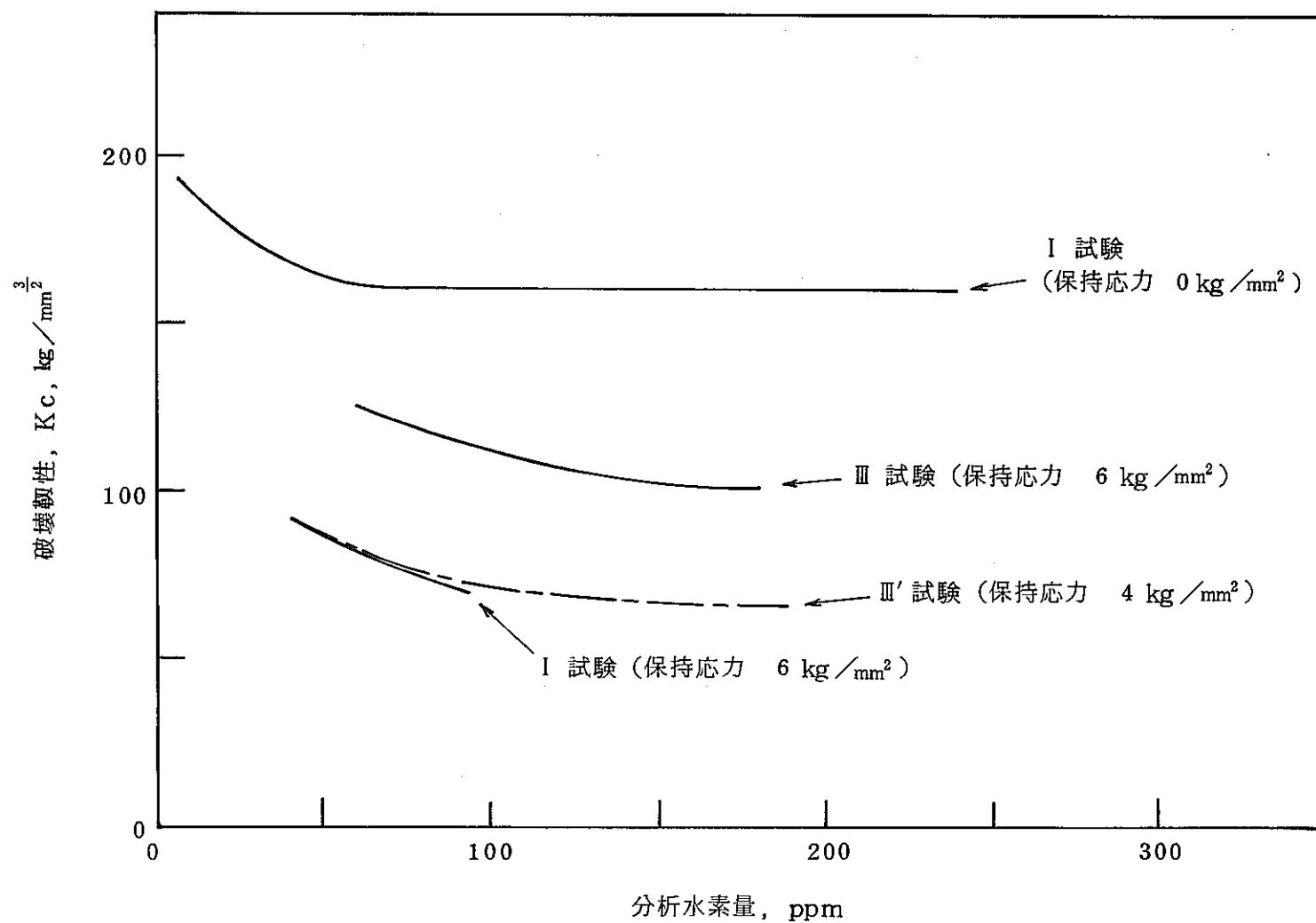


図 17 保持応力 $4 \text{ kg}/\text{mm}^2$ および $6 \text{ kg}/\text{mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の破壊靱性

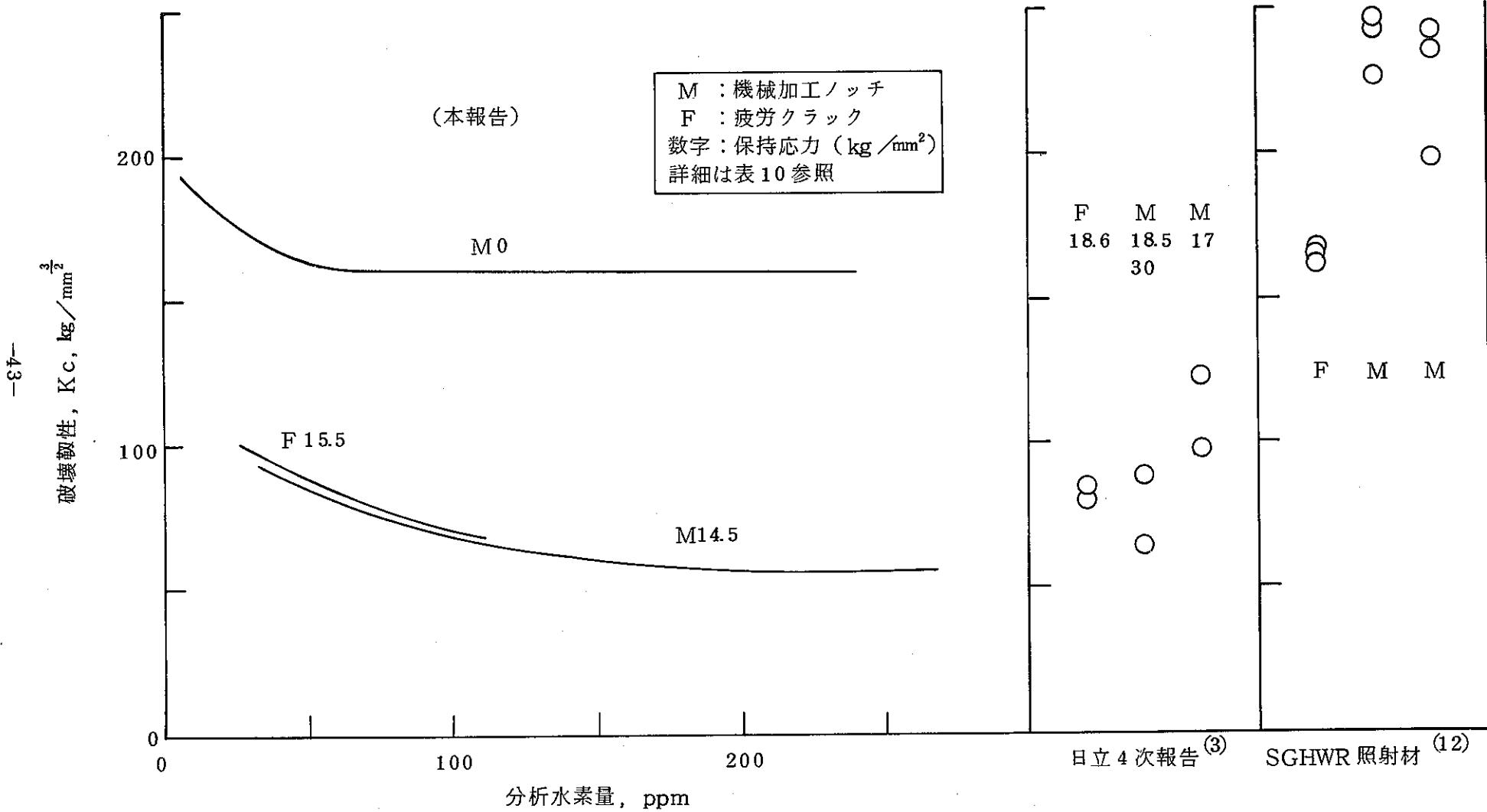


図 18 保持応力なしおよび保持応力下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の炉外および炉内脆性特性

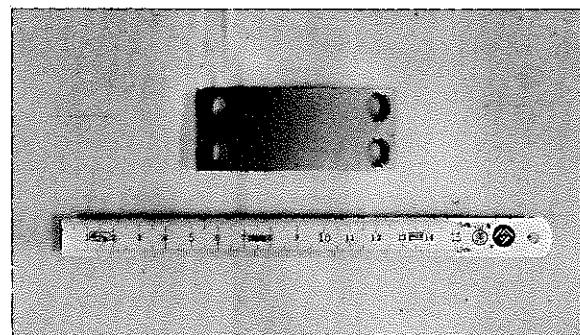


写真1 曲げ試験片（水素富化済み）

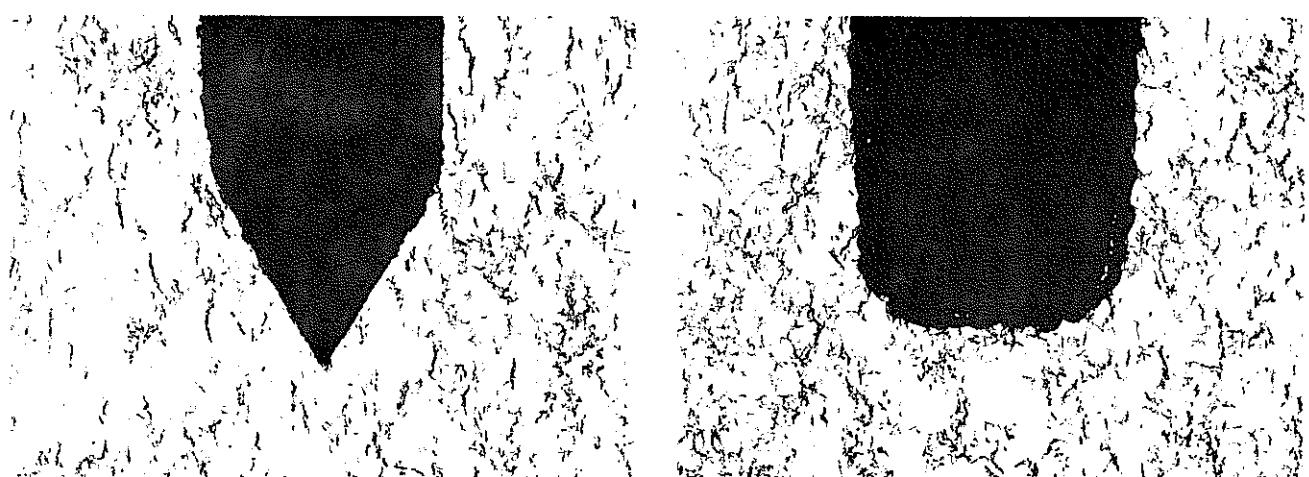


写真2 試験片のスリット先端の形状 ($\times 100$)

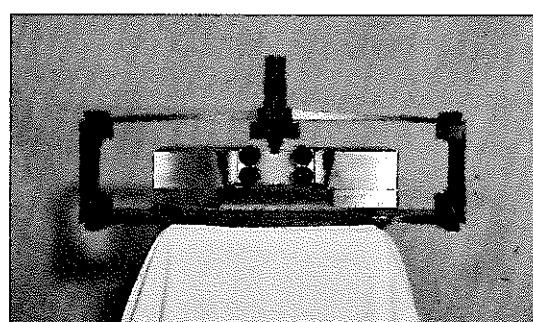


写真3 応力負荷治具

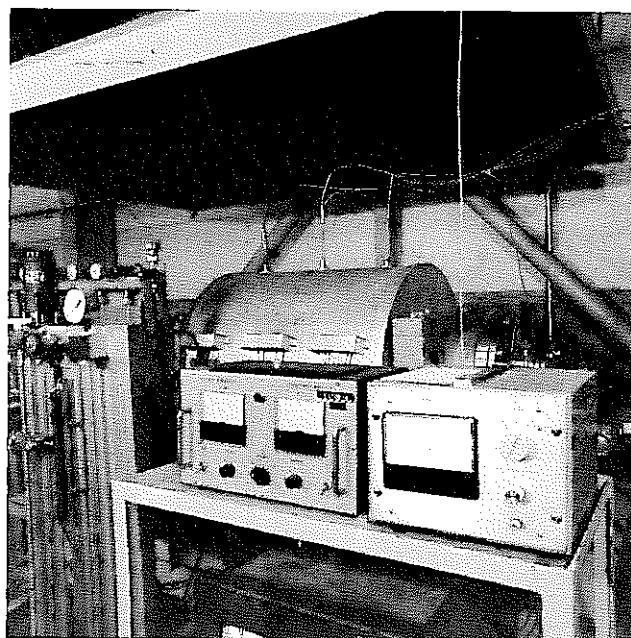
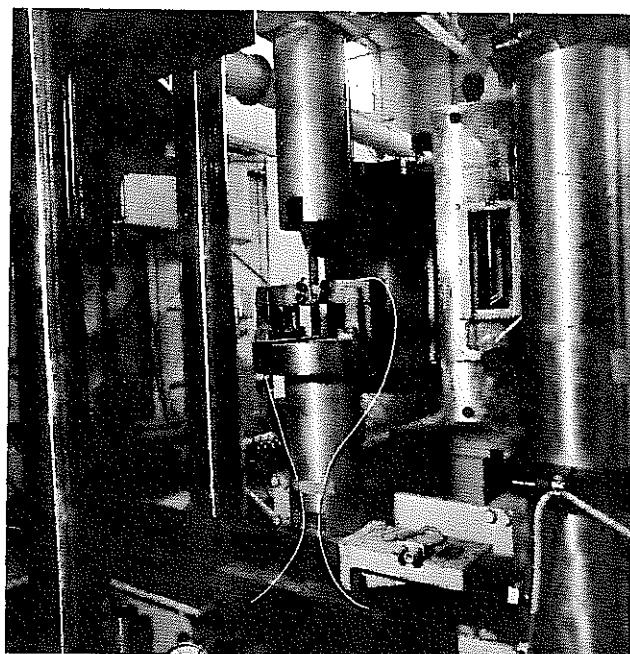
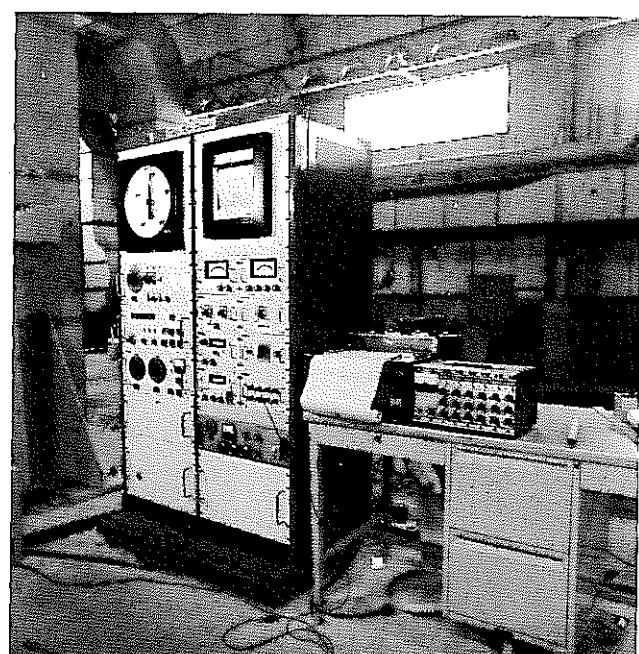


写真4 水素富化装置（電気炉内容積130 ℥）



a) 試験機本体



b) 制御盤

写真5 リング万能引張試験機（50トン）による疲労クラック付加作業

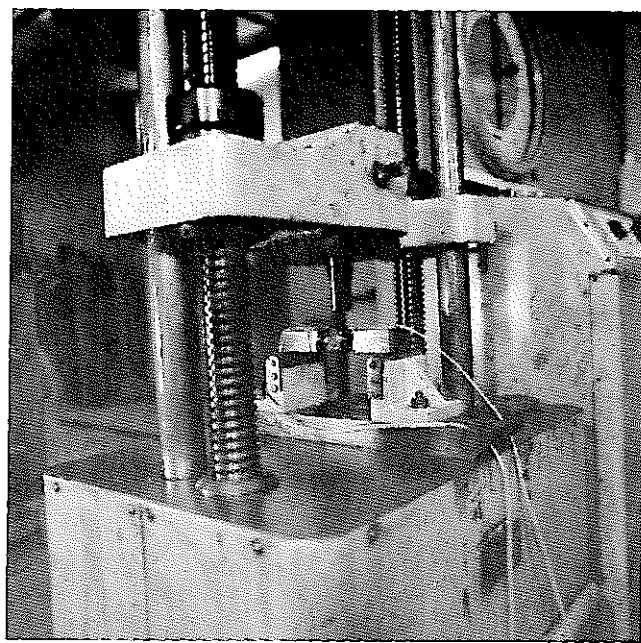


写真 6 万能引張試験による静的曲げ破壊試験

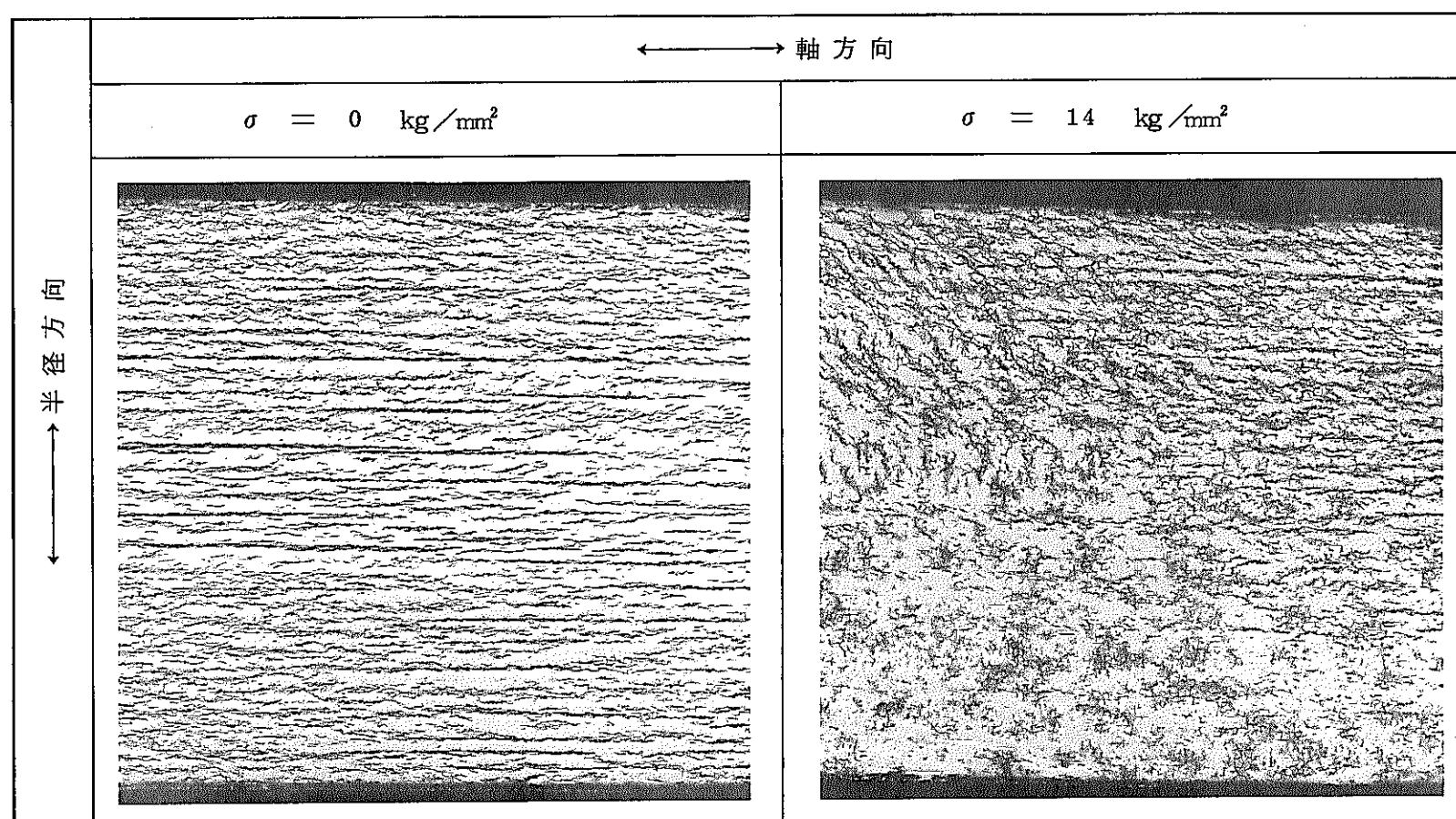
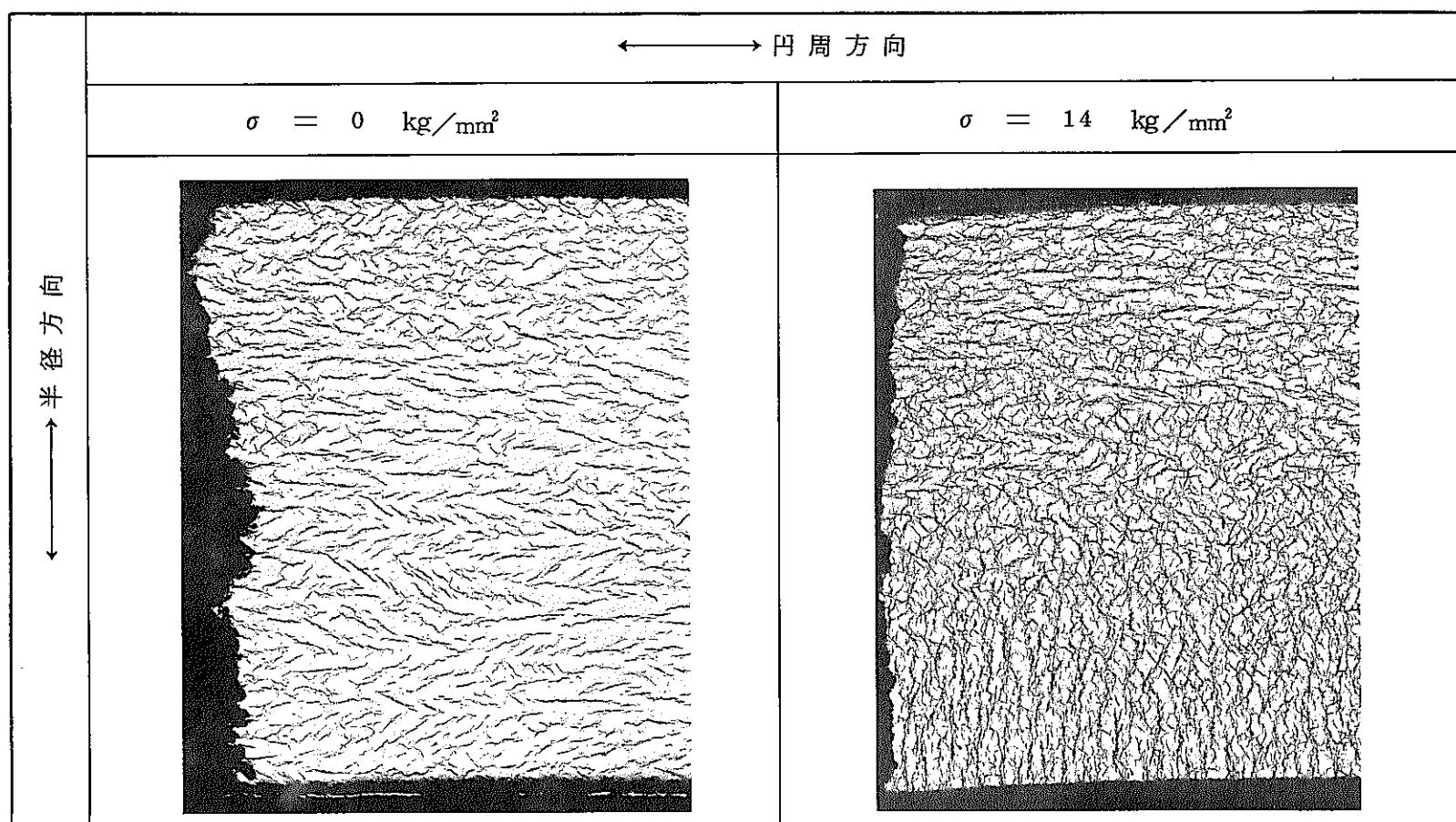
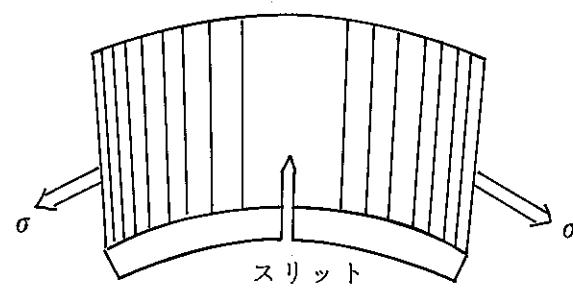


写真7 保持応力なしおよび保持応力 14 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb
圧力管の水素化物 ($\times 20$)

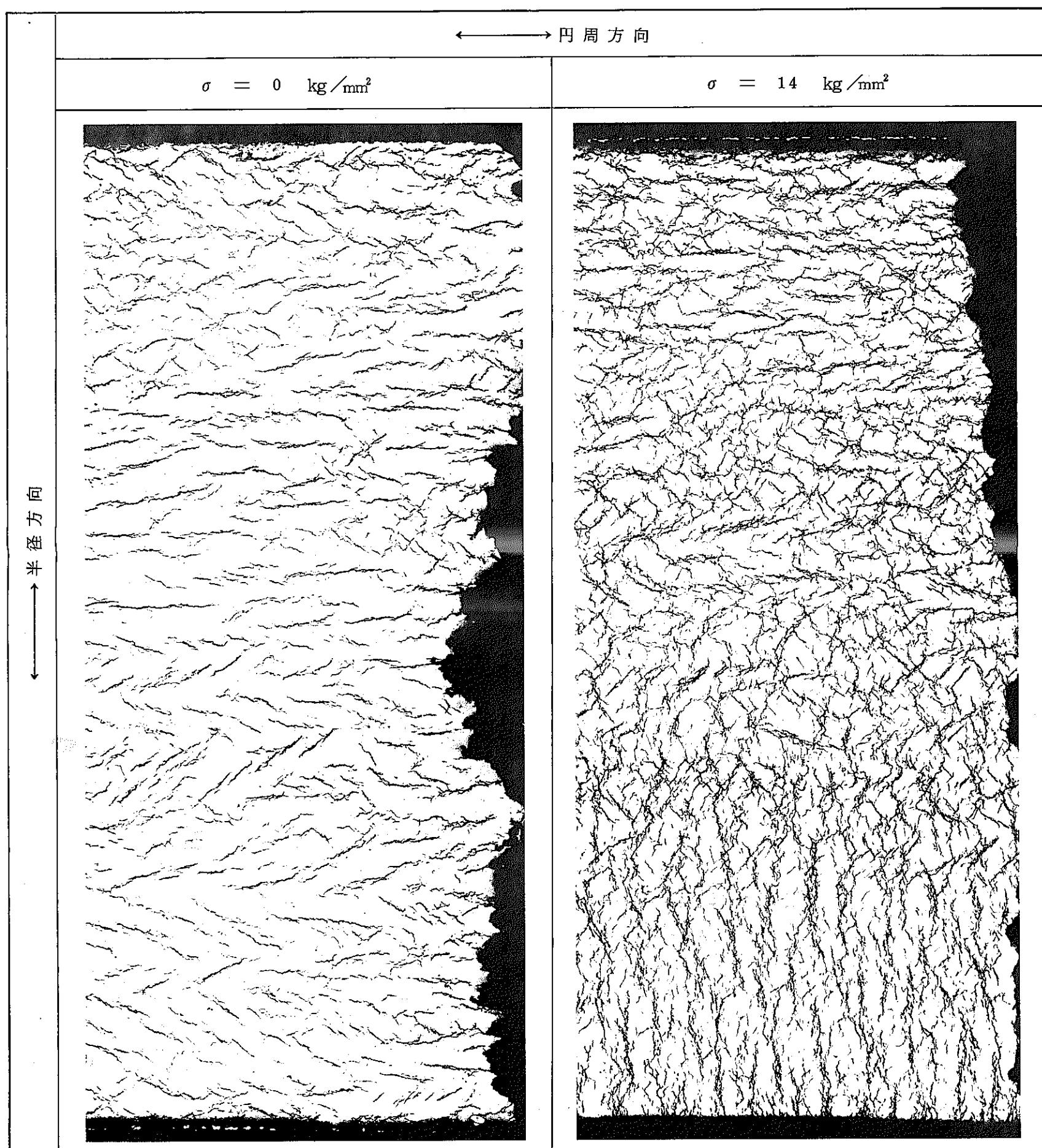
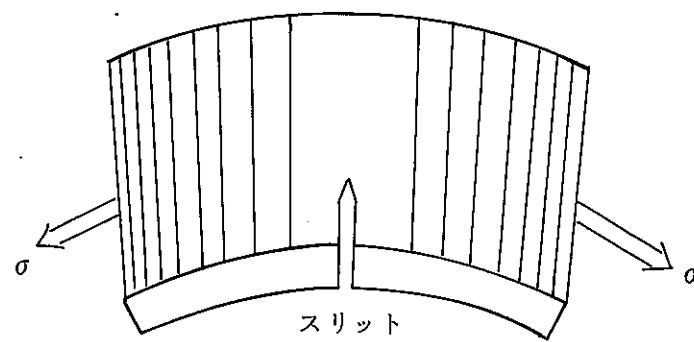


写真8 保持応力なしおよび保持応力 14 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の
水素化物 (その1) ($\times 50$)

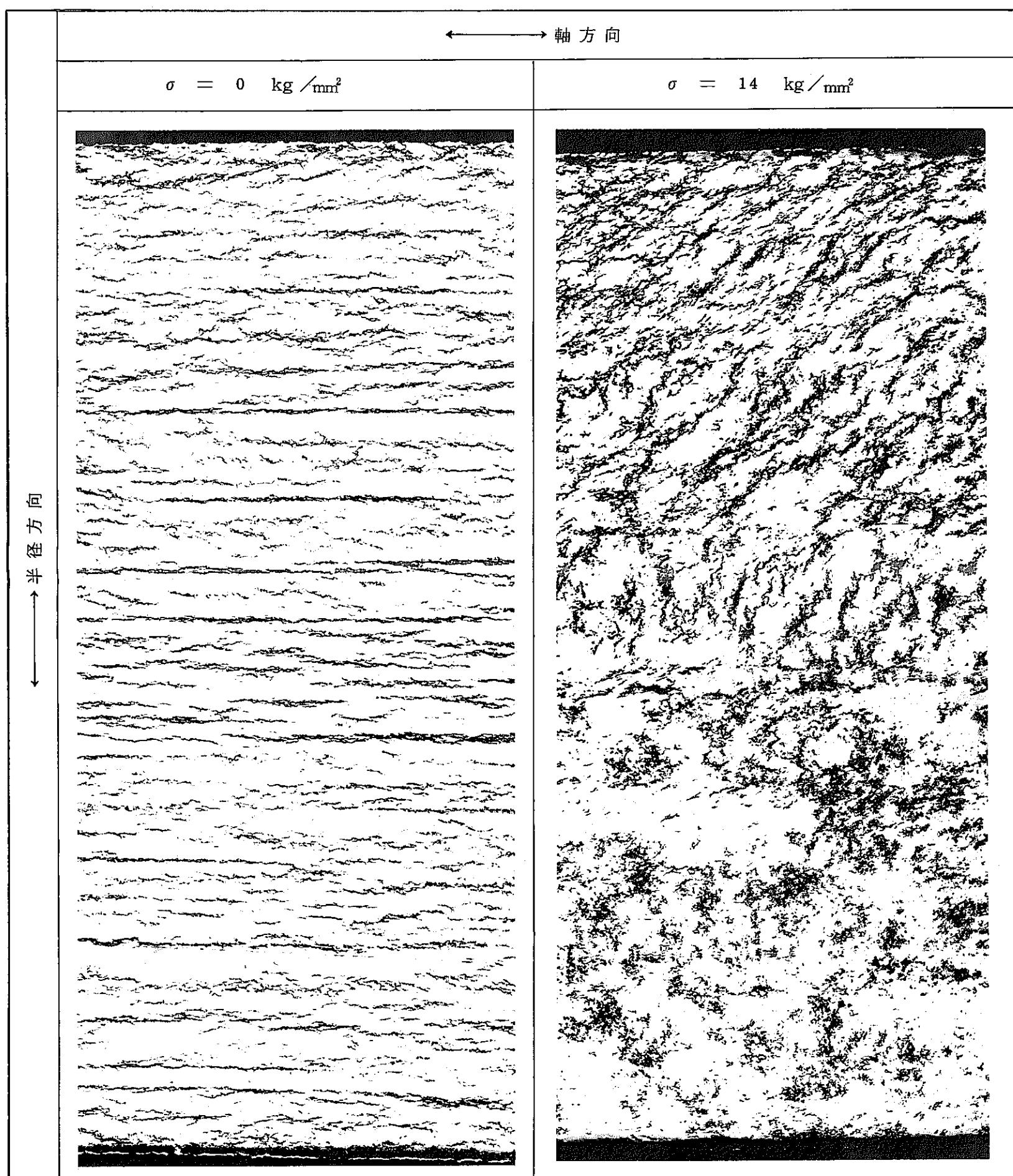
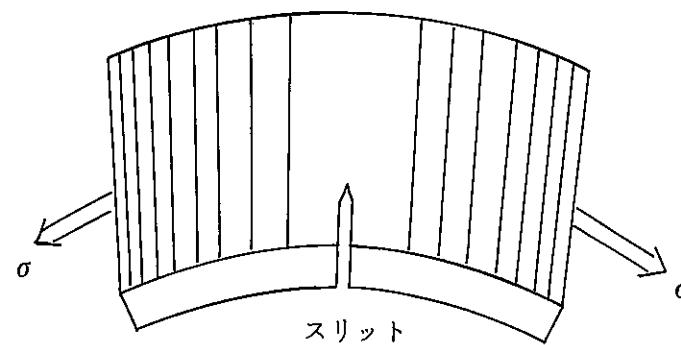


写真8 保持応力なしおよび保持応力 14 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の水素化物 (その2) ($\times 50$)

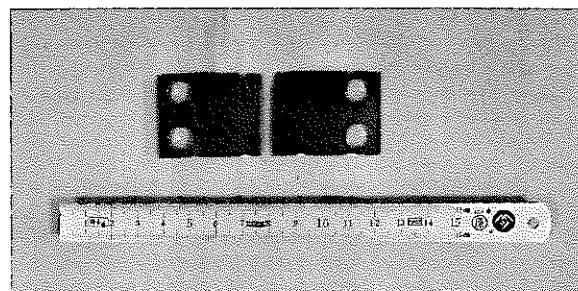
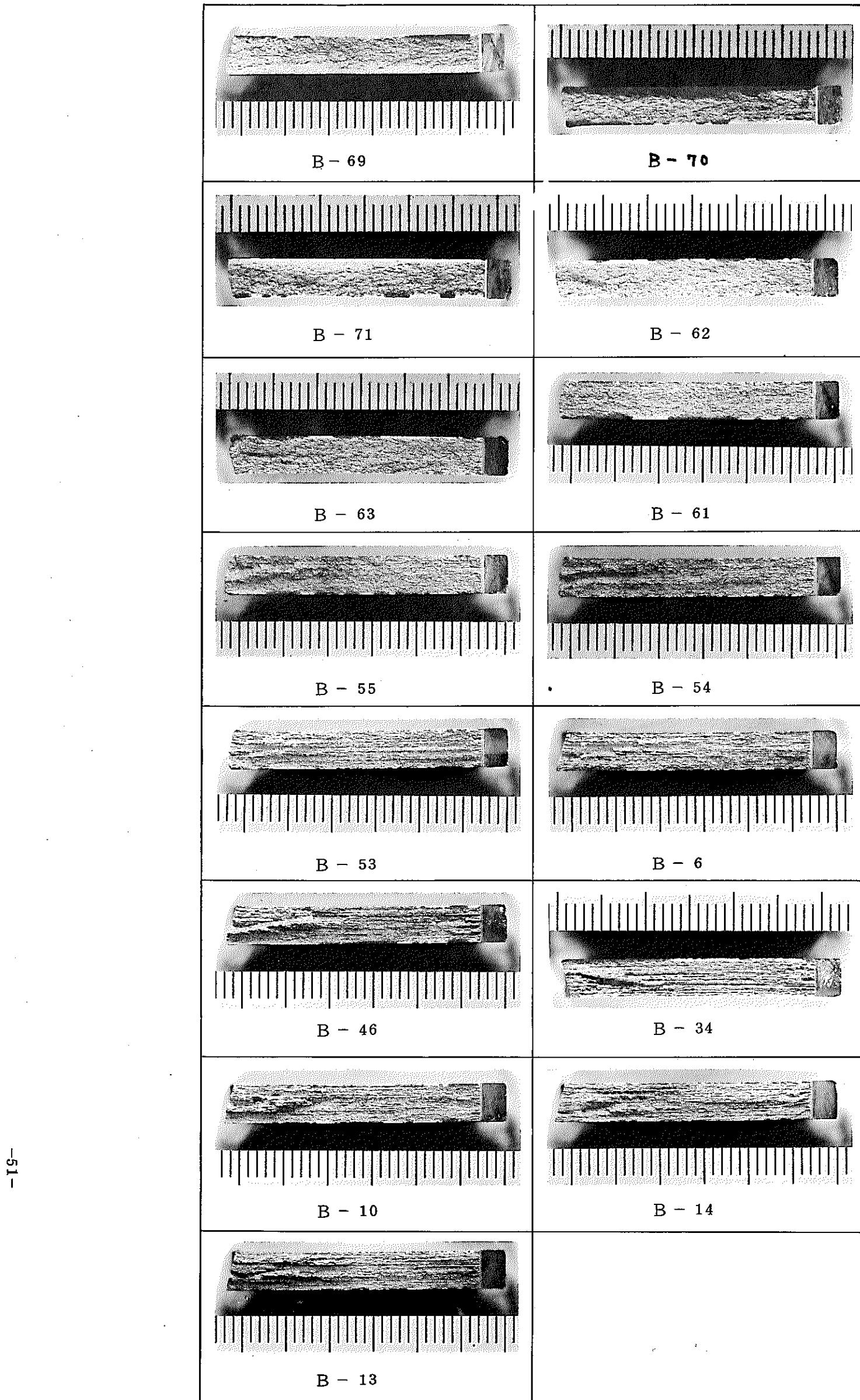


写真9 静的曲げ破壊後の試験片

写真10 保持応力なしで水素富化した熱処理材 Zr-2.5% Nb 壓力管の破面(その1) ($\times 2$)

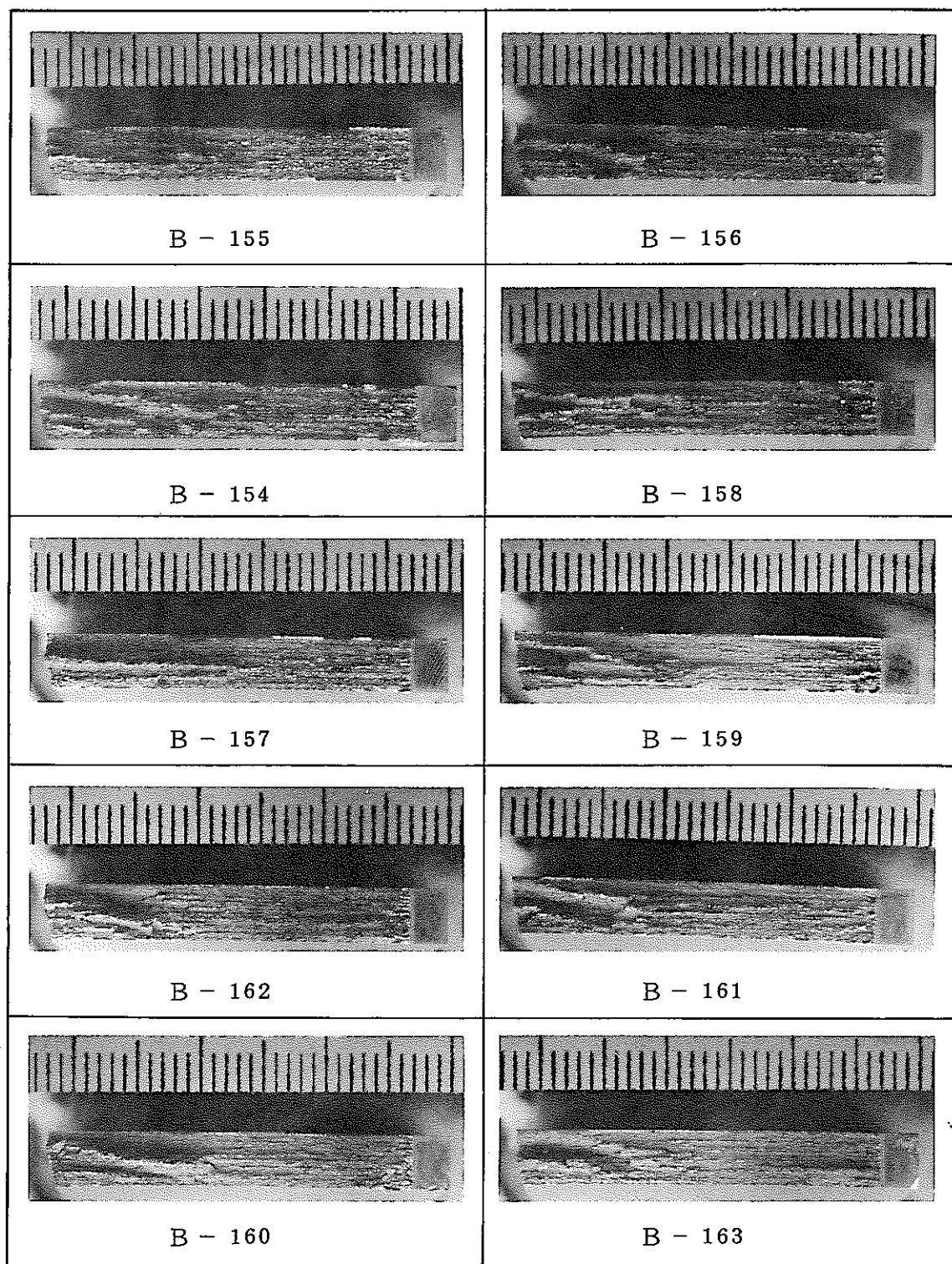


写真 10 保持応力なしで水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管の
破面(その2) (×2)

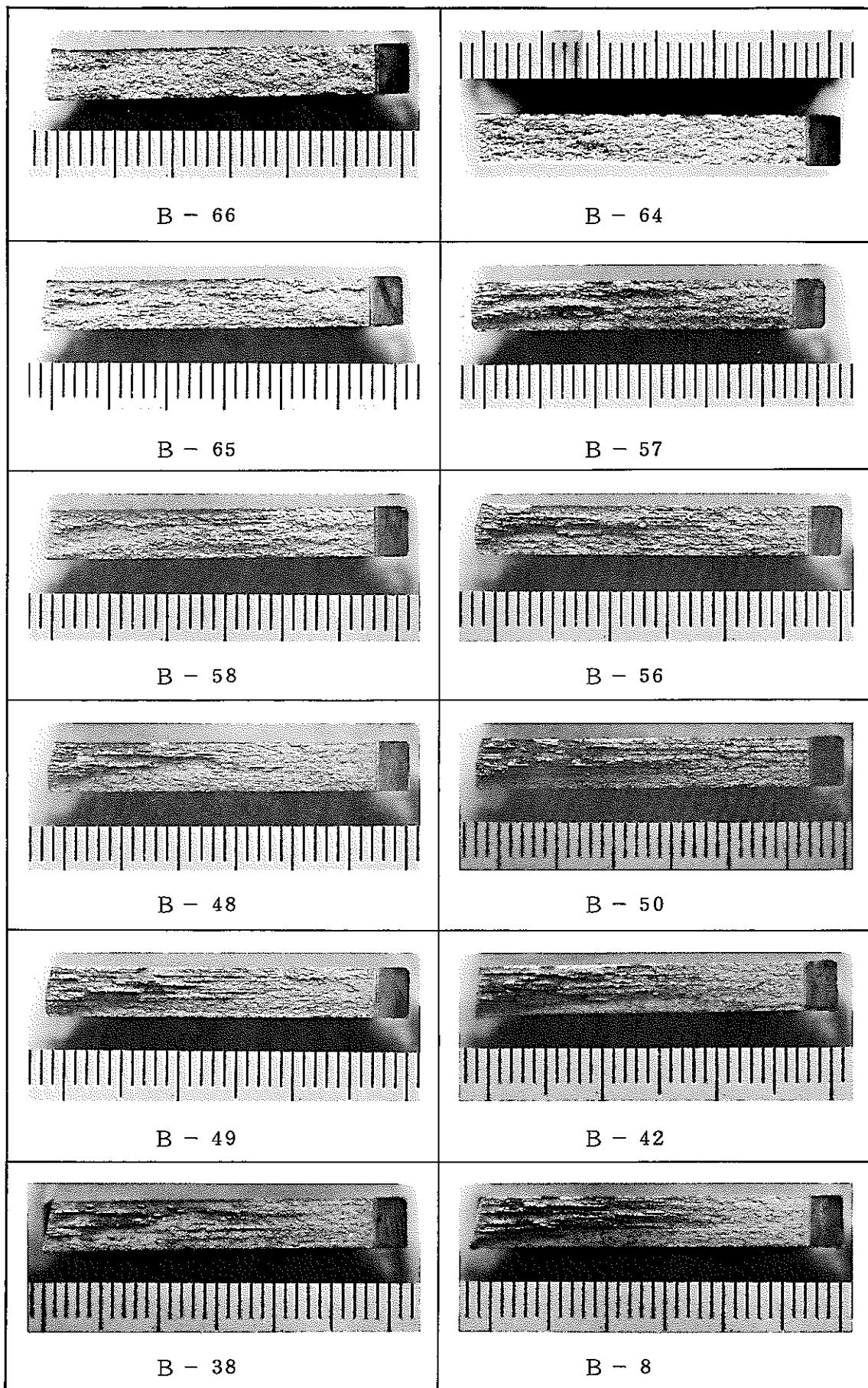


写真11 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb
圧力管の破面(その1~I試験) ($\times 2$)

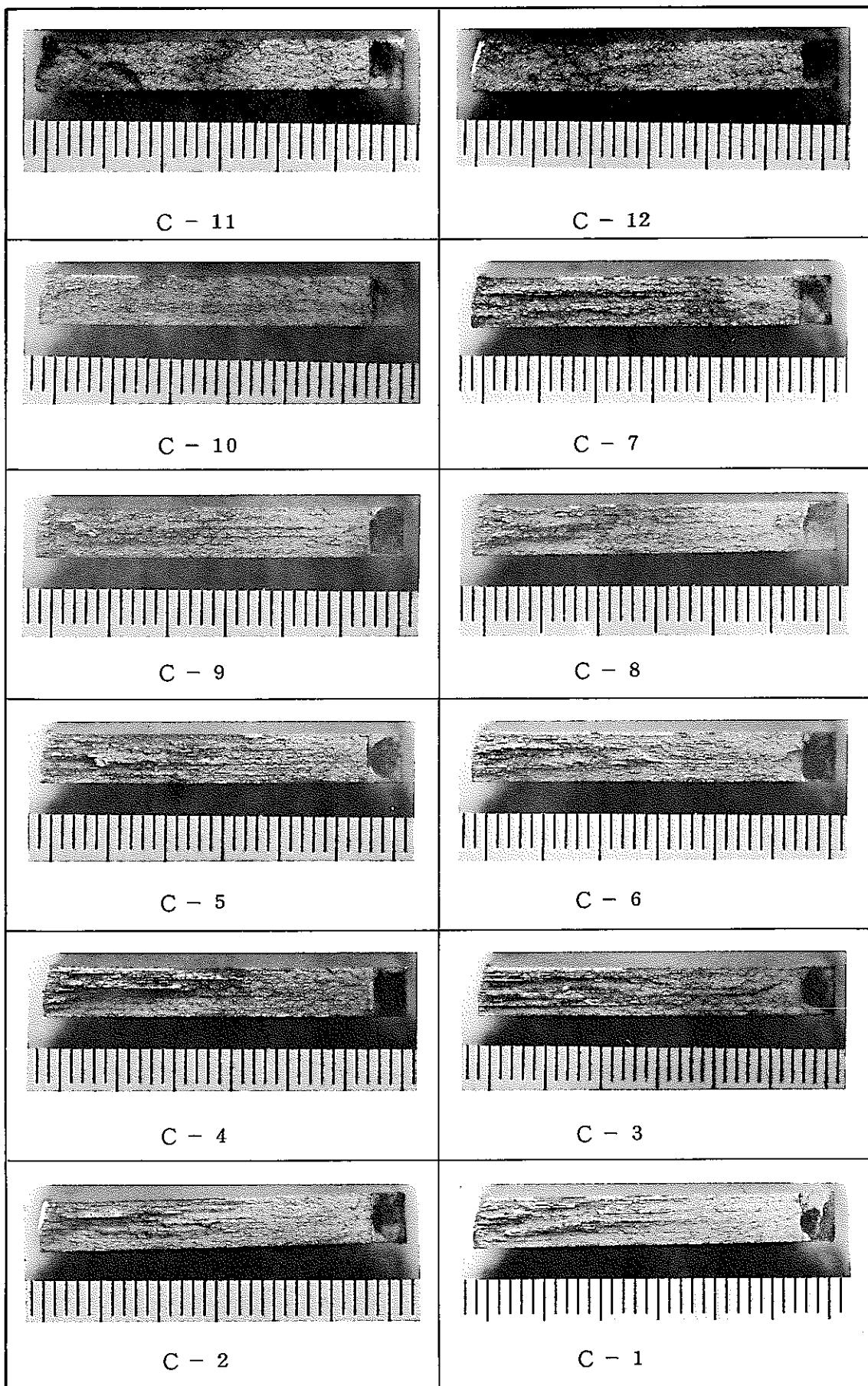


写真11 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb
圧力管の破面(その2~II試験) ($\times 2$)

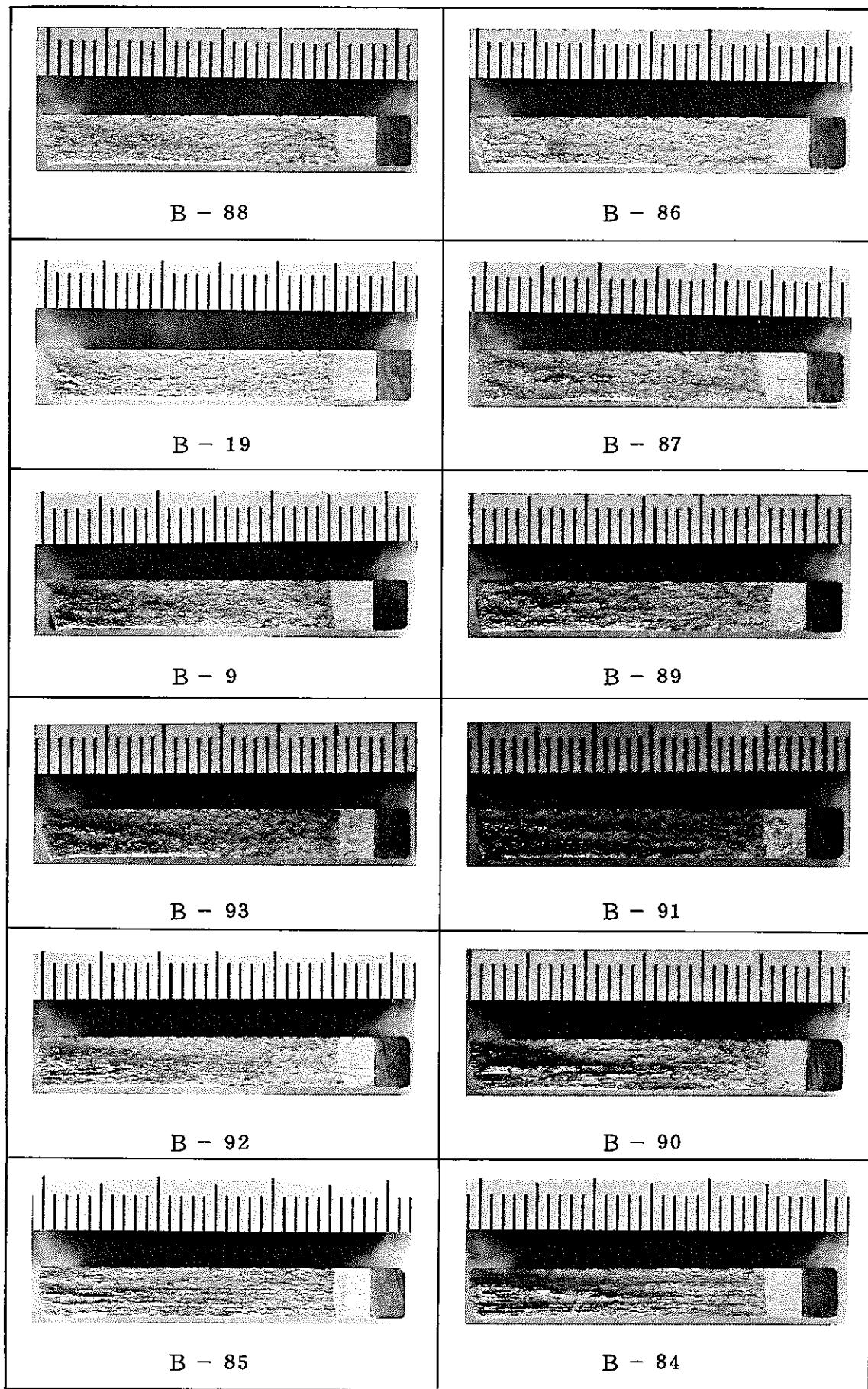


写真11 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb
圧力管の破面(その3~Ⅲ試験 $\Delta K = 21 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$) ($\times 2$)

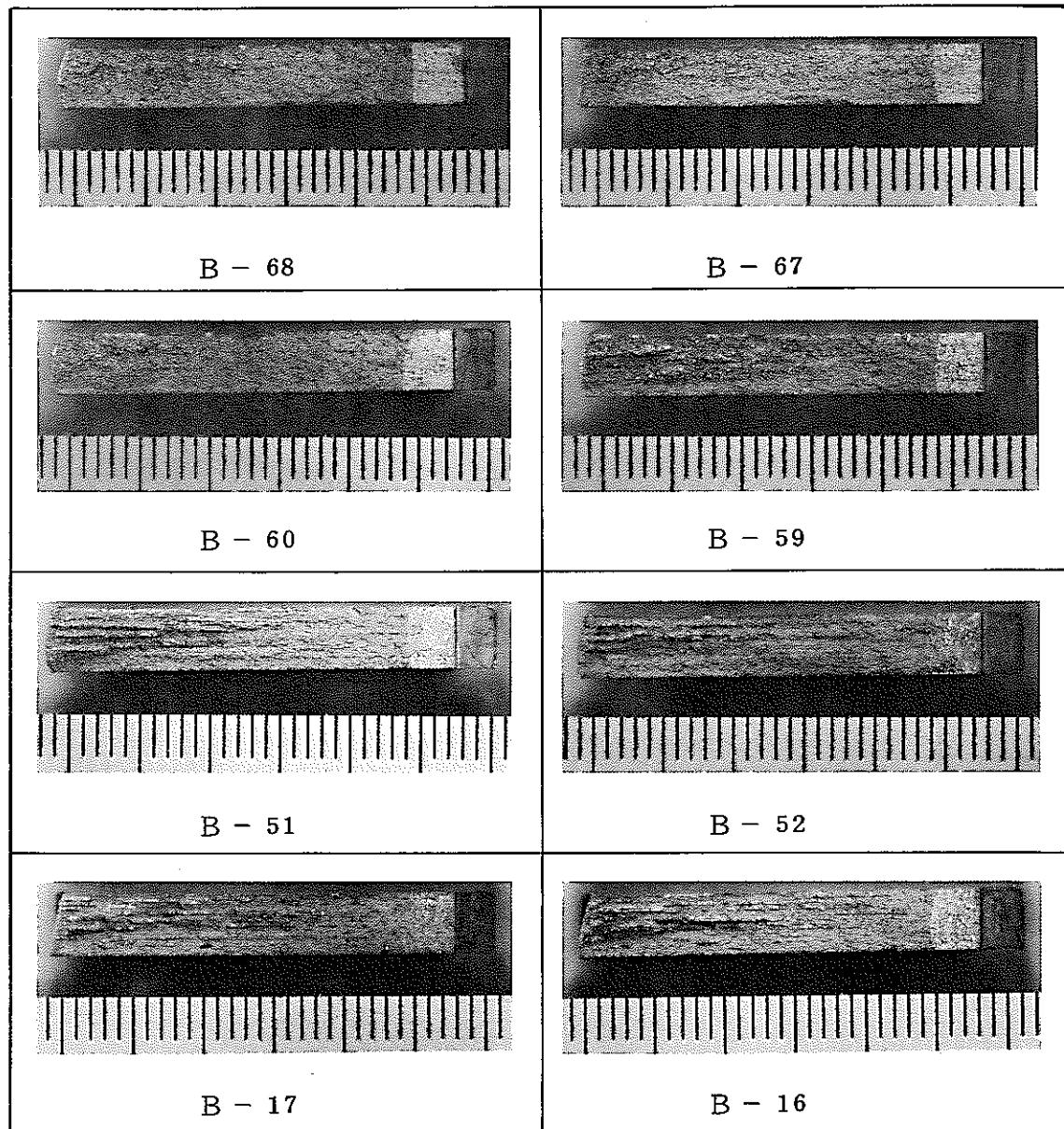


写真11 保持応力 $14 \sim 15 \text{ kg/mm}^2$ 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb
圧力管の破面 (その4~III試験 $\Delta K = 40 \sim 45 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$) ($\times 2$)

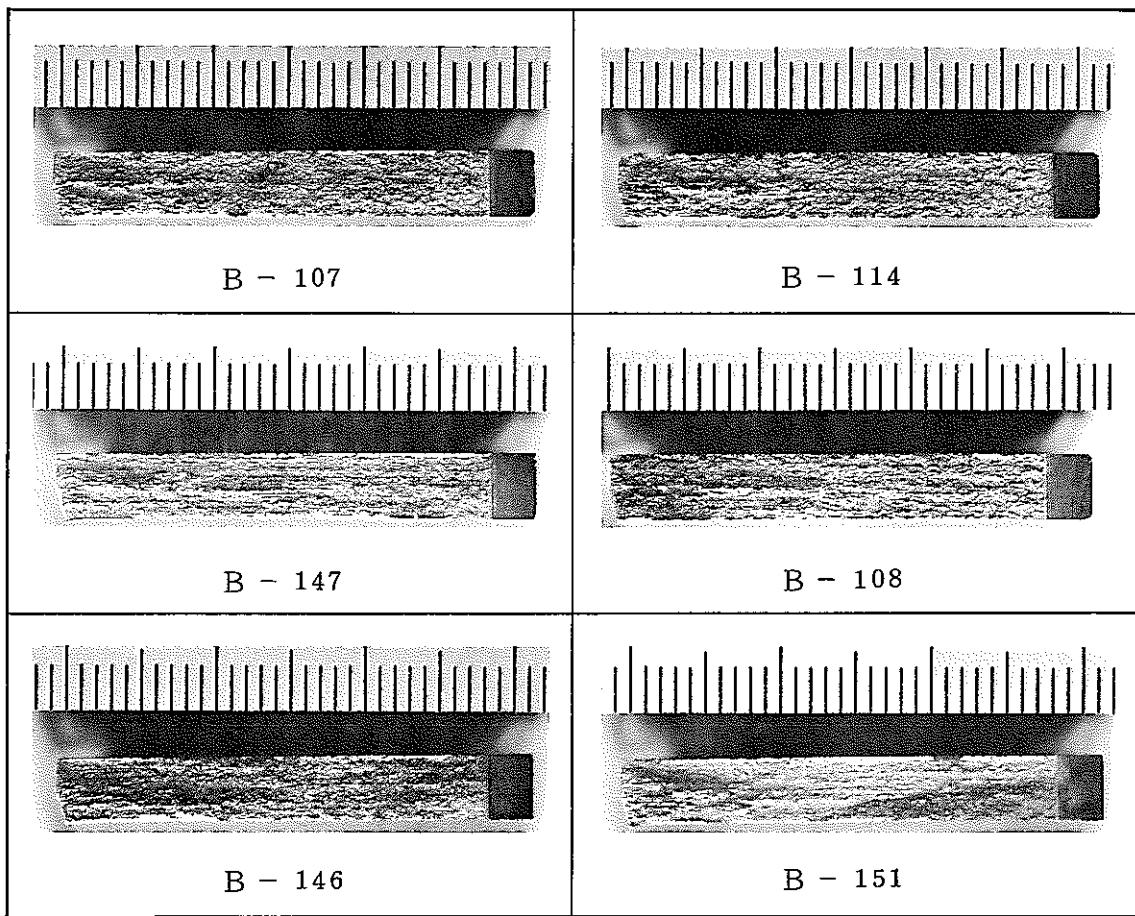


写真12 保持応力 6 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5%Nb 壓力管
の破面(その1~I試験) ($\times 2$)

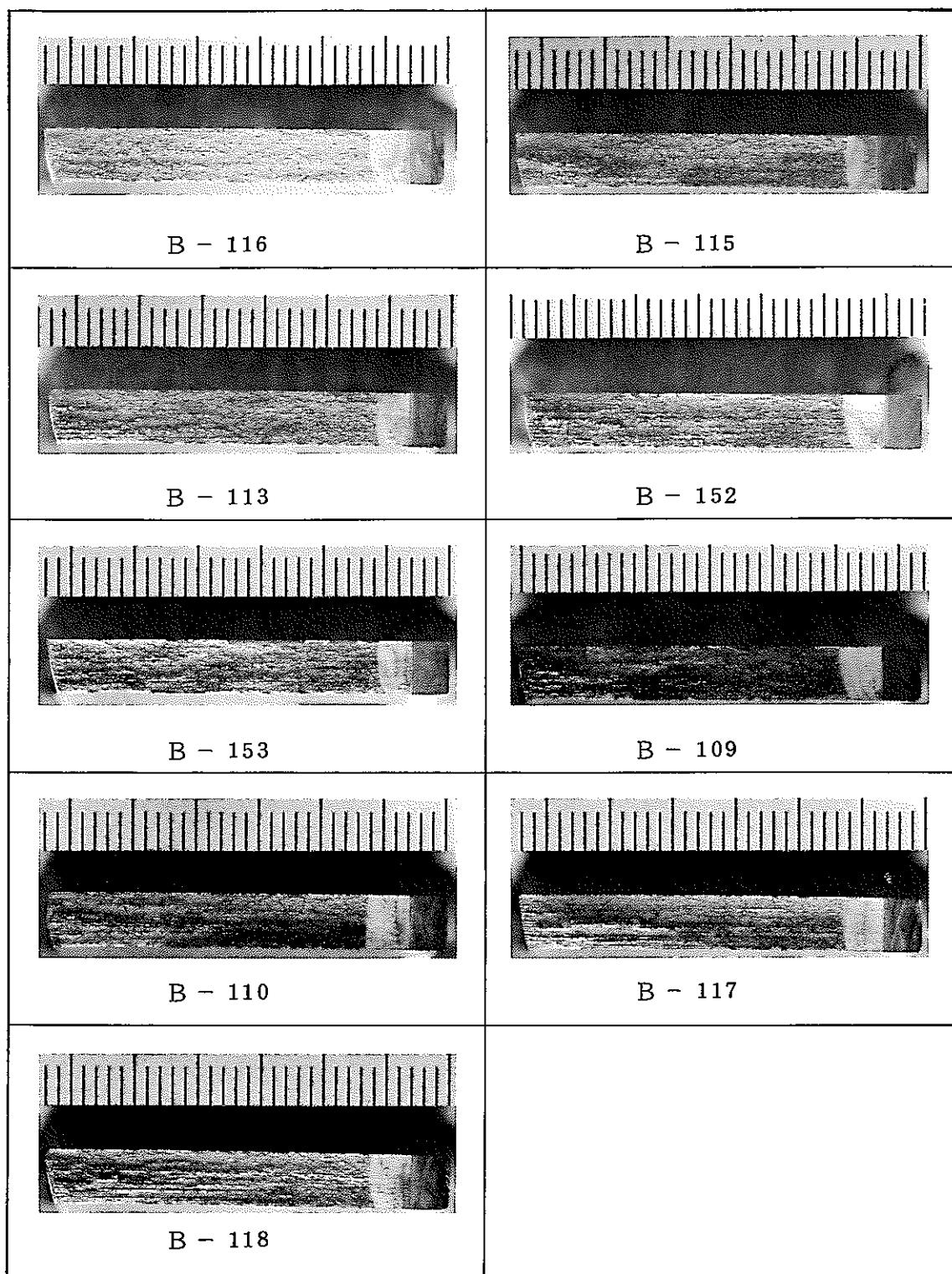


写真12 保持応力 6 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材 Zr-2.5% Nb 壓力管の破面(その2~Ⅲ試験) ($\times 2$)

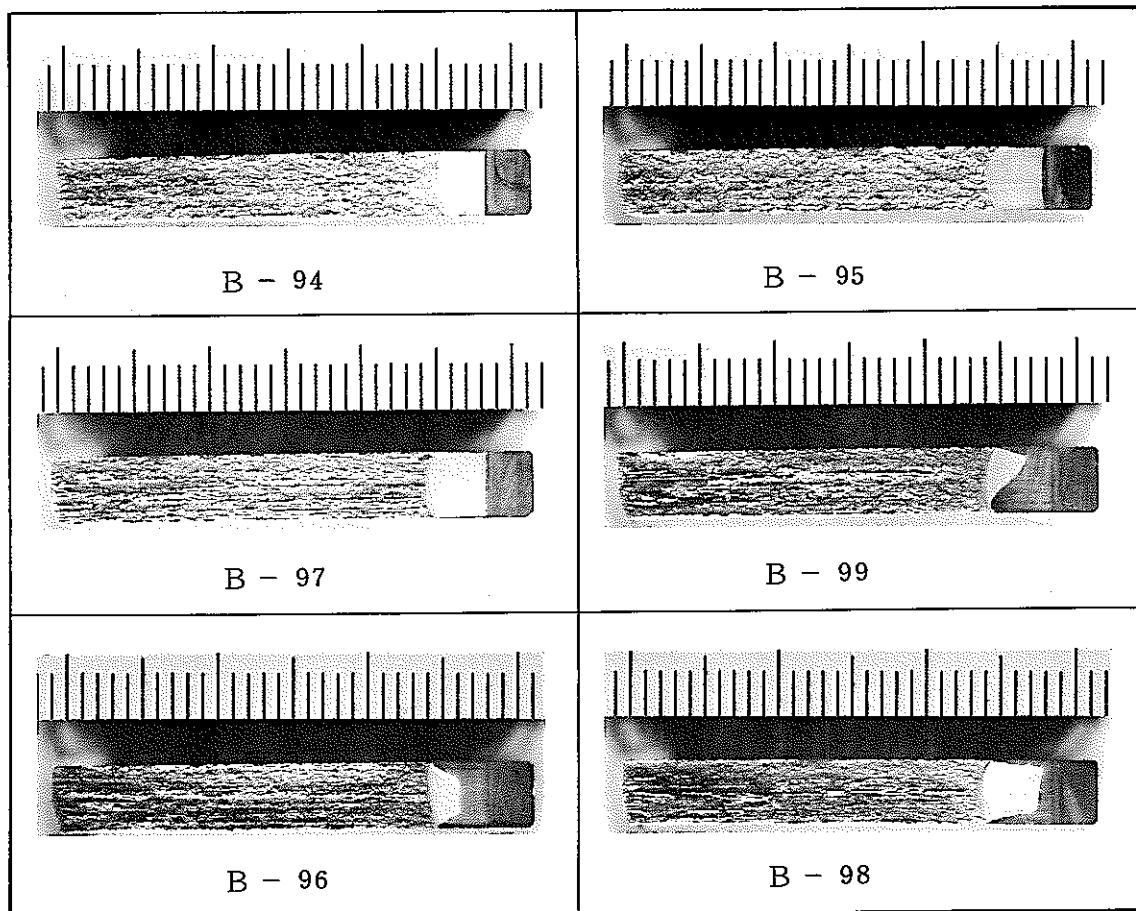


写真12 疲労クラック付加後に保持応力 4 kg/mm^2 下で水素富化した熱処理材
Zr-2.5%Nb圧力管の破面(その3~III'試験) ($\times 2$)