

表面硬化材のナトリウム中試験(III)

「もんじゅ」燃料集合体用ラッパ管パッド材のナトリウム中浸漬試験

1979年4月

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)

表面硬化材のナトリウム中試験(III)

「もんじゅ」燃料集合体用ラップ管パッド材のナトリウム中浸漬試験

長谷川成生* 加納 茂機* 中山 敏一*
小坪 亨* 柚原 俊一* 中筋 孝*

要 言

高速増殖炉の機器にはナトリウム中で接触、摺動する多くの部分があり、それら部分には耐摩耗、耐摩耗、耐自己融着材の適用が図られている。これは燃料集合体ラップ管パッド部にも適用される。

今回、4種類の材料(ステライト6, コルモノイ6, L-C-1C各コーティング材およびインコネル718母材)をそれぞれ使用したパッド材を取付けたもんじゅナイスラップ管部分供試品が試作された。この4種類の材料は、過去の試験によつて選択されたものである。

このラップ管部分供試品から切出したパッド部試験片を、600℃のナトリウム中で2,000時間浸漬試験を行ない、次の結果が得られた。

- (1) いずれの材料を使用したパッド材もパッド部表面とラップ管内面間の寸法は、浸漬時の加熱のため局部的増減を示し、最大200μmにおよんだ。
- (2) ステライト6: 表面は全面腐食および粒界の選択腐食が認められた。かたさは若干低下したが、なおHv600を保った。表面粗さも若干粗くなった。
- (3) コルモノイ6: 表面は全面腐食が比較的軟しく、B, Si等の元素の減少および表面変質層の生成が認められた。又かたさの減少が顕著でHv300に低下し、表面粗さも若干粗くなった。
- (4) L-C-1C: 表面の全面腐食は認められたが、断面組織は変化なく安定であった。かたさは若干増加してHv1,100に達し、また表面粗さも若干粗くなった。
- (5) インコネル718: 表面の全面腐食は軽微であったが、Ti, Nb, Mo等の元素の減少が認められた。かたさの増減はなくHv500を保ち、表面粗さも変化はなかった。

表面硬化材のナトリウム中試験(III)

「もんじゅ」燃料集合体用ラップ管パッド材のナトリウム中浸漬試験

正 誤 表

頁	行	誤	正
Figure List	6	Fig.6	Test
"	15	Fig.13	Colmonoy
Photo. List	4	Photo.4	Micrographs
"	7	Photo.6	Colmonoy
17	Fig.4	図 中	Chromium
22	Fig.10	Misured	Measured
26	Fig.14	Xpray	X-ray
40	Photo. 8-1	sodium	Sodium

目 次

1. ま え が き	1
2. 供 試 材	2
3. 試 験 方 法	4
3.1 試 験 装 置	4
3.2 ナトリウム中浸漬条件	4
3.3 解 析 方 法	4
4. 試 験 結 果 お よ び 考 察	6
4.1 寸 法 測 定	6
4.2 か た さ 測 定	6
4.3 表 面 ざ ら さ 測 定	7
4.4 断 面 組 織 観 察	7
4.5 表 面 腐 蝕 お よ び 表 面 分 析	8
5. 結 び	11
6. あ と が き	12
7. 文 献	14

In-Sodium Tests of Hard Facing Materials (III)

In-Sodium Exposure Test on Pad Materials
of a Fuel Assembly for "MONJU"

Naruo Hasegawa* Shigeki Kano*
Kohichi Nakayama* Tohru Koakutsu*
Shunichi Yuhara* and Takashi Nakasuji*

Abstract

Friction, wear and self-welding resistant materials are applied for many contact and/or sliding parts in FBR components. The pad material of a fuel assembly wrapper tube is a typical example.

Wrapper tube pads of "MONJU" size were trially manufactured with four kinds of hard facing material selected by up to date R&D tests (①Stellite No.6 ② Colmonoy No.6, ③ LC-LC (Chromium Carbide), ④ Inconel 718).

In this study, these pads were exposed to 600°C sodium for 2,000 hrs.. The following results were obtained.

- (1) The dimension between the inside of wrapper tube and the pad surface partially changed max. 200μm due to the heating during sodium exposure.
- (2) Stellite No.6: After exposure, the surface showed general corrosion and selective corrosion at the grain boundary. The hardness slightly decreased to Hv 600 and surface roughness slightly increased.
- (3) Colmonoy No.6: After exposure, the surface showed severe general corrosion, then the depletion of boron and silicon and the degraded layer were observed in the vicinity of the exposed surface. The hardness of this layer significantly decreased to Hv 300 and the surface roughness slightly increased.
- (4) LC-LC: After exposure, the surface showed slight general corrosion but cross-sectional micrograph was stable. The hardness increased to Hv 1,100 and the surface roughness slightly increased.
- (5) Inconel 718: After exposure, the surface corrosion was slight, but titanium, niobium and molybdenum were depleted in the vicinity of the exposed surface. The hardness and surface roughness did not change before and after exposure.

* Sodium Technology Section, Sodium Engineering Division, O-arai Engineering Center, PNC.

Figure List

Fig. 1 Wrapper Tube with pad.....15

Fig. 2 Size of Test Specimens.....16

Fig. 3 Test Specimens of Stellite No.6 and Colmonoy No.6.....16

Fig. 4 Test Specimen of LC-1C.....17

Fig. 5 Test Specimen of Inconel 718.....17

Fig. 6 Flow Sheet of Self-Welding and Wearing Tert Loop.....18

Fig. 7 Test Section.....19

Fig. 8 Specimen Holder.....20

Fig. 9 Results of Thickness Change after Exposure to Sodium.....21

Fig.10 Change of Hardness before and after Test in Sodium.....22

Fig.11 Change of Surface Roughness before and after Test in Sodium.....23

Fig.12 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Stellite No.6.....24

Fig.13 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Colmonoy No.6.....25

Fig.14 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of LC-1C.....26

Fig.15 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Inconel 718.....27

Table List

Table 1 Test Condition.....28

Table 2 Results of Thickness Measurement of Stellite No.6 before and after Exposure in Sodium.....29

Table 3 Results of Thickness Measurement of Colmonoy No.6 before and after Exposure in Sodium.....30

Table 4 Results of Thickness Measurement of LC-1C before and after Exposure in Sodium.....31

Table 5 Results of Thickness Measurement of Inconel 718 before and after Exposure in Sodium.....32

Table 6 Results of Energy Dispersive X-ray Analysis (EDS) on the Surface before and after Sodium Exposure.....33

Photograph List

Photo. 1 Cross-Sectional Micrographs of Stellite No.6..... 34

Photo. 2 Cross-Sectional Micrographs of Colmonoy No.6 35

Photo. 3 Cross-Sectional Micrographs of LC-1C..... 36

Photo. 4 Cross-Sectional Micrographs of Inconel 718..... 37

Photo. 5 Cross-Sectional Micrographs of Stellite No.6 (Coating Method: Oxy-Acetylene Gas Weld)..... 38

Photo. 6 Cross-Sectional Micrographs of Colmonoy No.6 (Coating Method: Oxy-Acetylene Gas Weld)..... 38

Photo. 7 Ion Image of Stellite No.6 Surface before and after Sodium Exposure..... 39

Photo. 8 Ion Image of Colmonoy No.6 Surface before and after Sodium Exposure..... 40

Photo. 9 Ion Image of LC-1C Surface before and after Sodium Exposure..... 42

Photo.10 Ion Image of Inconel 718 Surface before and after Sodium Exposure..... 43

1. ま え が き

高速増殖炉機器にはナトリウム中で接触、滑動する多くの部分があり、その部分には摩擦、摩耗、自己融着の観点より表面硬化材のコーティングの適用が考えられている。

これは燃料集合体のラットパッド部材に關しても適用される問題であり、昭和47年度より大洗工學センターナトリウム技術開発室において各種材料のナトリウム中の摩擦、摩耗、自己融着^{(1),(2)}について試験を実施してきた。この結果、耐摩擦、耐摩耗、耐自己融着に優れた材料として4候補材を選定し、更に種々の条件下で試験を継続している。

昭和51年度に選定された4候補材を使用したパッド部を取付けたラット管(もんじゅサイズ)の部分供試品が試作された。この試作品から試験片を製作し、次の各種試験が実施された。

- (イ) 照射試験 (燃料G.F.担当)
- (ロ) 熱サイクル試験 (東海, 検査開発課担当)
- (ハ) ナトリウム中侵蝕試験 (大洗, ナトリウム技術開発室担当)

上記の各種試験は製作上の問題点および各種試験条件下における性状、問題点の抽出を目的とした。

本報告書は上記試験項目の内、(イ)項のナトリウム中侵蝕試験結果についてまとめたものである。

2. 供 試 材

今回の試験に供した試料は51年度にFBR本部より東京芝浦電気㈱に「ラップ管パッドの試作」として委託研究に出され、製作されたものである。この試作に関する製作方法、試作結果等については報告書SJ201 76-32を参照されたい。

2.1 パッド部の種類

パッド部の形状についてはプレートパッド、コーナパッドおよび全周パッドの3タイプが提案され、試作されたが、ここではナトリウム中浸漬試験に供されたプレートパッドのみについて記載した。

Fig.1にラップ管パッドの試作品の形状、寸法を示す。ラップ管へのパッド母材の取付けはTIG溶接で行なわれた。パッド母材への耐摩耗、耐自己融着材のコーティングは溶接の影響を避けるためにラップ管へパッド母材を取付けた後に施行された。

2.2 コーティング材の種類、加工法

パッド部には次の4種類の材料が使用された。

- (1) SUS316 パッド母材上にステライト66 (コバルト基合金) を溶射。
溶射方法……… プラズマ溶射
- (2) SUS316 パッド母材上にコルモノイ66 (ニッケル基合金) を溶射。
溶射方法……… プラズマ溶射
- (3) SUS316 パッド母材上にLC-1C (クロムカーバイド) を溶射。
溶射方法……… デトネーション溶射
- (4) インコネル718 圧延板材をそのまま使用

上記の溶射を行なった後、パッド表面はFig.1に示すパッド対面間距離が所定の寸法になるよう、研磨加工された。

2.3 試験片

ナトリウム浸漬試験片はFig.1に示す試作品を放電加工切断によりFig.2～Fig.5に示す寸法形状に加工したものをを用いた。

Fig.2は切断後の試験片の平面図である。斜線部がコーティング層である。

Fig.3～5に各試験片の断面図を示す。Fig.3はステライト66とコルモノイ66の試験片の断面寸法である。ラップ管の肉厚は3mm、パッド部はパッド母材(SUS316) 厚さが1.4mm、コーティング層厚さが0.6mmの計2mmである。

Fig.4はLC-1Cの断面寸法を示す。ラップ管の肉厚は3mm、パッド部はパッド母材(SUS 316)厚さが1.9mm、コーティング層厚さが0.1mmの計2mmである。

Fig.5はインコネル718の断面寸法である。インコネル718は板厚2mmの材料がそのままパッド部に使用された。

以上の形状、寸法の試験片が各材料毎に3個づつ、ナトリウム中浸漬試験用に支給された。この各3個の試験片の内、各2個をナトリウム中浸漬試験片とし、残りの各1個を未浸漬試験片として比較評価に使用した。

3. 試験方法

3.1 試験装置

Fig.6に試験に使用した自己融着・摩耗試験ループのフロッピーを示す。ホループはナトリウム精製系と3つの試験部(SW-1, SW-2, SW-3)からなっている。今回使用した試験部はナトリウムが常時循環供給されるSW-3ポットである。試験中はコールトラップにより精製されたナトリウムが試験部に供給される。但しSW-3とSW-1あるいはSW-2を同時運転し、SW-1あるいはSW-2を精製する間はナトリウム弁VN-301, 302およびVN-304とVN-107, 209あるいはVN-201, 208の適宜切換えにより細度管理されたナトリウムをSW-3系に閉じ込めて同系の単独循環運転方法で試験した。

Fig.7にSW-3ポット断面と試験片の浸漬位置を示す。試験片はFig.8に示すSUS316製ホルダーに各材料2個、計8個を取付けてポットに浸漬された。

3.2 ナトリウム中浸漬条件

Table 1にナトリウム中浸漬条件を示す。

試験温度600°C, コールトラップ温度140°C, ナトリウム流量5ℓ/minの条件で試験を実施した。試験時間は上記条件下にあった時間の累計値とし、その時間は2063時間である。ナトリウム純度はコールトラップにより制御し、適宜ブラグ温度測定により監視した。

3.3 解析方法

浸漬前後の試験片について下記の項目の解析, 検査を行ない, ラップ管パッド材としてのナトリウム効果について検討した。

- (1) 寸法測定
マイクロメータにより肉厚測定(浸漬前のデータは東芝の測定値を採用)
- (2) かたさ測定
浸漬前後の試験片表面のマイクロビッカースかたさをAKASHI製MVK-C型微小かたさ計により測定した。
- (3) 表面あらかさ測定
浸漬前後の試験片表面あらかさは小坂研究所製, SE-3C型万能表面形状測定機により, 中心線平均あらかさ(以下“Ra”と略称)を測定した。
- (4) 断面組織観察
ライヘルトMeF型金属顕微鏡により, 浸漬前後の試験片断面組織を観察した。

(5) 表面観察および表面の成分元素分析

浸漬前後の試験片表面観察を日本電子製200C型透過型電子顕微鏡付偏光顕微鏡により行った。又表面の成分元素の分析は同付属のTRACOR NORTHERN社製非分散型X線分析器および日立製IMA-2型イオンマイクロアナライザーにより行った。

4. 試験結果および考察

4.1 寸法測定

Table 2～5にナトリウム中浸漬前後の測定位置および測定結果を示す。測定値はラッパ管内面からパッド部表面までの寸法である。

各試験片の浸漬前 (Unexposed (a)) の測定値は東京芝浦電気機における試験片製作時の測定結果である。又浸漬後 (Exposed (b)) の測定値と浸漬前 (Unexposed (a)) の測定値はナトリウム技術開発部において測定した結果である。測定値にはバラッキもあるが、各材料の未浸漬試験片の S72, M48, C24, I96 の内、東京芝浦電気における測定値とナトリウム技術開発部における測定値の差 (a-b) の最大が 0.06 であるのに対し、浸漬試験片の S70, S71, M46, M47, C22, C23, I94, I95 の差 (b-a) の最大は 0.20 で数倍異なることとは測定者の違いによる誤差を考慮してもなおナトリウム中への浸漬の影響によるものである。この寸法変化は、主にナトリウム浸漬に伴う加熱によつてラッパ管に溶接されたパッド母材に生じた変形に基づくものと考えられ、コーティング材の変形あるいはナトリウム腐食による寸法変化は格段に小さいために把握されていない。Fig. 9 に各試験片の各測定位置での変形量の平均およびそれぞれの最大値、最小値を示す。SUS316 パッド母材に耐摩耗材をコーティングしたものに比べ、板材をそのままパッド部に使用したインコネル 718 の変形量が少ないことがわかる。

4.2 かたさ測定

ナトリウム中への浸漬前後の試験片表面かたさをマイクロロッカースカナタカ計により測定した。その測定結果を Fig. 10 に示す。測定は図に示すように X 方向に 7 点、Y 方向に 5 点測定した。図中には X, Y 方向の測定結果の平均値をプロットした。

Fig. 10 よりナトリウム中浸漬前後のかたさの変化量を検討すると次の通りである。

- (1) ステラライト 6 は浸漬後に若干低下の傾向を示した (Hv 100~200)。
- (2) コルモノイ 6 は浸漬後のかたさが顕著であった (Hv 600~650)。
- (3) LC-1C は浸漬後のかたさが高くなる傾向を示した (Hv 100~250)。
- (4) インコネル 718 は浸漬前後でほとんど変化がみられず、Hv 500 前後で安定であった。⁽³⁾ ステラライト 6 の浸漬後の若干のかたさ低下については著者が別に行なった腐食試験⁽⁴⁾ (試験温度 600°C) および WARD で行なわれた腐食試験 (試験温度 650°C) 結果では、今回の試験結果とは逆に浸漬後かたさが高くなる傾向を示している。この理由はこの材料が 600°C~650°C において時効されるためと考えられている。

今回の試験で若干低くなったのはコーティング処理方法の違いによるものと思われる。即

今回のコーティング方法はブラズマ溶射のままで完全な溶融状態にない。従来、著者らが行なってきた試験片は酸素-アセチレンガスによる肉盛溶接で製作したものであり完全な融着状態にある。このように処理方法の違いが従来と異なった結果を示したと思われる。

コルモノイ 6 のかたさ低下の原因は後述の断面組織から明らかにならずに、ナトリウム接液面で変質層を生じたためである。この現象は別に別に行なった腐食試験⁽³⁾においても同様の結果が得られている。

LC-1C は 600°C ナトリウム中へ浸漬後、かたさが高くなる結果が得られた。この理由は文献⁽⁵⁾によると、LC-1C にバインダー材として含まれている Ni-Cr 中に炭素が拡散し、そこで別の炭化物を形成するためであると言われている。

インコネル 718 のかたさはナトリウム中浸漬前後でほとんど変化なく、ナトリウムの影響は今回の試験では認められなかった。

かたさは摩耗、摩耗に大きな影響を及ぼし、一般に摩耗、摩耗はかたさに反比例すると云われ⁽⁶⁾、今回のことを考えれば、今回のコルモノイ 6 のようにナトリウム中浸漬後にかたさが顕著に低下することは好ましくない現象である。

4.3 表面あらさ測定

Fig. 11 に各材料のナトリウム中浸漬前後の表面あらさ変化を示す。

測定は X 方向、Y 方向で各 5 点の中心線平均あらさを求め、Fig. 11 はその各 5 点の平均値をプロットしたものである。図より明らかのように各材料ともナトリウム中浸漬により浸漬前に比べ表面あらさが大きくなっている (0.1~0.8 μm)。あらさの変化程度は各材料間で特に顕著な差はなく、若干インコネル 718 が少ない程度であった。

4.4 断面組織観察

Photo. 1~4 に各材料のナトリウム中浸漬前後の断面組織観察結果を示す。

Photo. 1 はステラライト 6 の浸漬前後の断面組織である。この観察結果では浸漬前後でほとんど変化はみられず、ナトリウムの影響は断面組織でみれば明瞭でなかった。但しコーティング方法がブラズマ溶射のままで再溶融していないため、ポーラスな部分 (写真の塊状の黒色部) や粒子間の密着の悪い部分 (線状の黒色部) が多くみられる。このように密着が不完全な状態にあると長期の使用中にナトリウムによる腐食が優先的に進み、粒子の脱落が生ずることが予想される。現に Photo. 1 の浸漬後の表面では、粒子の脱落らしい形跡が認められる。Photo. 5 に同じステラライト 6 の酸素-アセチレンガス肉盛溶接法でコーティングした断面組織を参考に示す。Photo. 1 と Photo. 5 を比較すると組織的に全く異なっており、肉盛溶接の方が健全であることは明らかである。

Photo. 2 に示したコルモノイ灰6の場合、写真から明らかのようにナトリウム接液面近傍で変質層がみられた。その深さは表面から $\sim 5.0\mu\text{m}$ にも達している。この現象は別に行われた表面硬化材のナトリウム中試験の腐食試験⁽³⁾においてもコルモノイ系材料は全く同様な傾向を示した。そして、Fig. 10 に示したよりなかつた著しい低下も同様であった。これら2回の同様な試験結果からコルモノイ系材料はナトリウムとの共存性は悪いことは確かと考えられる。

この材料のコテーティング法についても前述のステテライト灰6と同じくブラズマ溶射法が用いられたが、ポラス部の存在、密着性の問題等同様である。又写真からも明らかのように球状の粒子も若干みられる。(ブラズマ溶射した時、ノズルより噴射された溶射した粒子は被コテーティング材にあたり扁平になる状態が好ましい。従って球状の粒子が存在することは未溶融粒子の付着あるいははねかえり粒子の付着等が考えられ、これらは密着力不足の原因となる。)

Photo. 6 に従来から行われてきた酸素-アセチレンガス肉盛溶射法でコーティングしたコルモノイ灰6の断面組織を参考に示す。この場合も前述のステテライト灰6と同様に健全性の差異は明らかである。

Photo. 3 に LC-1C の浸漬前後の断面組織観察結果を示す。この結果、特に組織の変化は認められなかつた。但し、コテーティング層と母材との境界に介在物がみられるが、これらを出来るだけ少なくなるようにコーティング時の品質管理が必要である。なお、100倍の写真でみられるコテーティング層と母材との境界の黒色の線は試料研磨時にできた段差で欠陥ではない。

次に Photo. 4 にインコネル 718 の浸漬前後の断面組織を示す。浸漬後にはナトリウム接液面近傍で粒界に析出物状のものがみられた。これは一見、浸炭のようであるが、今回の試験では確認していない。

4.5 表面観察および表面分析

Fig. 12~15 に各材料試験片のナトリウム中浸漬前後の表面観察を透過型電子顕微鏡付属の走査型電子顕微鏡(以下"SEM"と略称)により行ない、表面の主要成分元素の分析を透過型電子顕微鏡付属の非分散型X線分析装置(以下"EDS"と略称)により行なった結果を示す。

EDSによる分析は加速電圧50 keVで Total Count 数を約60,000に統一し、その間の特定元素の Count 数を求めたものである。その結果をまとめて Table 6 に示すが、これは同一試料内における各成分の Count 数を示すもので、絶対量を示すものではない。

Photo. 7~Photo. 10 には各材料における浸漬前後のイオンイメージ(以下

"IMA"と略称)によるイオンイメージ像(ビーム径:約500 μm 、深さ:約20 μm)を示す。像の明暗は各成分元素のイオン密度に比例する。

Fig. 12 にステテライト灰6のナトリウム中浸漬前後の表面観察および表面分析結果を示す。表面観察では前述の断面組織観察でもみられた粒子間の空隙がみられ、その空隙が浸漬後は広がっている様子もみられ、かつ粒内も全面的にナトリウムによる腐食を受けている様子が観察された。次に Table 6 に示す EDS による表面分析結果から浸漬によって、ニッケルの相対的減少、クロム、鉄の相対的増加が認められた。しかし、クロム、鉄の増加は相対的なことであつて、表面観察結果が腐食による析出傾向であることより、Photo. 7 に示す IMA によるイオンイメージ像により浸漬後減少を示していることから、これら元素も減少していることは明らかである。Photo. 7 にはステテライト灰6に含有するコバルト、クロム、鉄の浸漬前後のイオン像を示しているが、浸漬後は浸漬前に比べいずれの元素のイオン密度も大きく、減少していることを示している。

又このステテライト灰6で特徴的なことは600 $^{\circ}\text{C}$ ナトリウム中へ浸漬後に磁性を有した点である。この理由については詳細な検討を行なっていないので断定はできないが、磁性を有する場合、炭素において使用中、その部分に異物が付着、堆積しトラップの原因となる可能性もあろう。

次に Fig. 13 にコルモノイ灰6のナトリウム中浸漬前後の SEM による表面観察結果および EDS による表面分析結果を示す。表面観察ではステテライト灰6と同様、粒子間に空隙がみられ、浸漬後にはその空隙はやはり拡大していた。又ナトリウムによる試験片表面の腐食もステテライト灰6より多いようになり、EDS による表面分析結果では Fig. 13 と Table 6 に示すように、浸漬後クロムと鉄が相対的に減少し、ニッケルは相対的に増加しているがこれも前述のステテライト灰6と同様、絶対量の変化ではない。これは Photo. 8-1 に示すイオン像より明らかで、ニッケルもクロム、鉄と同様浸漬前に比し浸漬後のイオン密度が若干なくなつており各元素の減少を示した。その他の元素として酸素、ケイ素のイメージ像を Photo. 8-2 に示すが、やはり浸漬により減少していることが明白であつた。特に酸素の減少は顕著である。この酸素はその多くがクロム化合物としてこの材料中に含まれているが、これが極端に減少していることは、化合物の分解、析出が顕著であつたものと思われる。この現象が前述の炭質層の生成およびかたさの低下の一因をもたらしっていると考えられる。

Fig. 14 に LC-1C のナトリウム中浸漬前後の表面観察結果および表面分析結果を示す。SEM による表面観察では浸漬前後で特に顕著な変化はみられなかつた。EDS による表面分析では相対的にクロムの減少を示したが、Photo. 9 に示す IMA によるイオン像でも顕著ではないが若干減少傾向を示した。一方この材料中にバインダー材として含まれているニッケルは EDS では相対的に増加しているように見えるが、Photo. 9 に示

サイオン像では浸漬前後でほとんど変化がみられなかった。従ってLC-1Cはナトリウムによる影響は比較的少ないと思われる。

Fig.15にはインコネル718の表面観察結果および表面分析結果を示す。表面観察ではナトリウム中浸漬後、腐食により浅い研磨キズが一部消失しているが、深い研磨キズは残っており、腐食の程度は軽い。一方、EDSによる表面分析では相対的に若干ニッケルが減少し、鉄が増加しているが、前述と同じくPhoto.10-1に示すIMAによるイオン像の結果は浸漬前後で大きな変化がなく、鉄が若干減少しているよりである。この材料に含有されているその他のチタン、ニオブ、モリブデンについてはPhoto.10-2に示すイオン像より、明らかに浸漬後減少傾向がみられた。

しかしこのインコネル718は溶射によるステラライト相6、コルモノイ素6に比べ比較的ナトリウムに対して安定なようである。

5. 結 び

以上、4種類の試作パッドを取付けた実験機鏡の「もんじゅ」ラップ管から、パッド部を切出した試験片を600℃のナトリウム中で浸漬試験した結果、次のことがわかった。

寸法変化：

(1) ラップ管内面とパッド部表面間の寸法はナトリウム浸漬後、最大200μm増加した。

これは加熱によるパッド部の変形と考えられる。
かたさ変化：

(1) ステラライト相6の浸漬前後のかたさ変化は少ない。

(2) コルモノイ素6は浸漬後に暗しいかたさの低下を示した。

(3) LC-1Cは浸漬後にかたさが高くなった。

(4) インコネル718の浸漬前後のかたさ変化はほとんどない。

断面組織：

(1) プラズマ溶射でコーティングされたステラライト相6、コルモノイ素6は粒子が選択的に腐食される傾向がみられ、そのため表面で溶射粒子の一部脱落が認められた。

(2) コルモノイ素6は浸漬後ナトリウム接液面から約50μmの深さで浸蝕面を生じた。

(3) LC-1Cは浸漬前後で顕著な変化はみられなかった。

(4) インコネル718はナトリウム接液面近傍で粒界に析出物状のものが認められた。表面観察および表面分析：

(1) いずれの材料もナトリウムによる全面腐食を受けているが、コルモノイ素6が比較的多く、インコネル718は極く軽微であった。

(2) ステラライト相6はナトリウム接液面近傍でコバルト、クロムの若干の減少がみられた。

(3) コルモノイ素6はナトリウム接液面近傍でニッケル、クロム、ボロン、シリコンの減少がみられ、特にボロンについては顕著であった。

(4) LC-1Cはクロムの若干の減少がみられたが、顕著でなく、又バインダー材として含まれているニッケルにはほとんど変化がなく、比較的ナトリウムに対して安定であった。

(5) インコネル718は顕著ではないがニッケル、鉄が若干減少傾向にあり、チタン、ニオブ、モリブデンは減少した。

その他：

(1) ステラライト相6は浸漬後、磁性を有した。

6. あ と が き

高速増殖炉の燃料集合体ラップ管パッド部に摩耗、自己融着の観点より表面硬化材あるいは硬質合金が使用されることは各国の趨勢である。今回の試作試験においては候補材として従来、大洗工務センターナトリウム技術開発室で各種試験を行なった結果を基に前述の4材料が選ばれた。しかしコナーティング法は、ステライト6とコルモノイ66について、従来の方法と全く異なるラップ管と同一冷間加工状態を保持する必要があるためである。スウェーデンの問題からパッド部材はラップ管と同様に冷間加工状態を保持する必要があるためである。

今回の試験の結果、ブラズマ溶射法によるコナーティングは前述の断面組織、表面観察でも明らかのように、その特性に起因してナトリウムの影響を受け易く不安定な性状を示した。今後とも同方法を採用するとすればコナーティング施行技術を格段にレベルアップする必要がある。

以上の結果および従来の摩耗、自己融着等の試験結果を合わせて総合的に判断した場合は

ステライト6 :

(1) コバルトの放射の問題がある。

(2) 耐摩耗、耐摩耗、耐自己融着性は優れている。

(3) 耐ナトリウム性は比較的良い

組織変化、かたさ変化等は少ない。

(4) ブラズマ溶射は溶射層自体の強度、母材との密着強度、ナトリウムによる粒界浸食等の問題がある。

コルモノイ66 :

(1) 耐ナトリウム性は悪い。

腐食が多く、変質層の生成、かたさの顕著な低下等摩耗、摩耗に好ましくない現象を示す。

(2) ブラズマ溶射は溶射層自体の強度、母材との密着強度、ナトリウムによる粒界浸食等の問題がある。

LC-1C :

(1) 耐摩耗、耐摩耗、耐自己融着性は優れている。

(2) 耐ナトリウム性は良い。

組織変化、かたさ変化等が少ない。

(3) デトネーション溶射によるのでブラズマ溶射よりすぐれるが、なま品質の向上が望まれる。

インコネル718 :

(1) 耐摩耗、耐摩耗、耐自己融着性は他の材料より劣る。

(2) 耐ナトリウム性は比較的良い。

腐食は少なく、組織変化、かたさ変化も少ない。

(3) パッド部材としては硬質合金材料という特性から、曲げ、磨耗等の加工性および製作上の問題がある。

以上の結果からラップ管パッド部に使用される表面硬化材としては施行時に温度上昇もなく溶射できるデトネーションガンでコーティングしたクロムカーバイド系のLC-1C材が有望と思われる。但し、この材料は更に改良され、FFTfで切妻荷燃料集合体へ使用された同じクロムカーバイド系のLC-1Hが開発されている。我々もそれを試験すべく計画し現在材料の手配中である。

終りに臨み、本計画遂行にあたり御指導賜った三本部長 (Na技術部)、吉利室長代理 (Na技術室)、FBR本館山本研Naグループリーダー、永瀬元生副主研 (Naグループ)、斎藤副主研 (原型炉準備室)、尾崎哲研究員 (燃料グループ)および安藤久隆副主研 (東館、検査開発課)に感謝の意を表します。又SEM, IMAの観察、分析に多大の尽力をいただいた平野徳郎研究員 (Na技術室) に感謝します。

最後にグループ運転に協力していただいた常陽産業の方々にも併せて感謝します。

7. 文 献

- 1) 加納, 薄淵他, 「高速炉材料のナトリウム中摩耗試験」(I)~(V)
SN941 73-14, SN941 74-12, SN941 74-80, SN941 75-73,
SN941 76-81, SN941 78-100
- 2) 薄淵, 加納他, 「高温ナトリウム中における自己蝕着試験」(I)~(V)
SN941 73-32, SN941 74-18, SN941 75-12,
SN941 75-13, SN941 75-49, SN941 76-32
- 3) 加納, 長谷川他「表面硬化材のナトリウム中試験(I), 2,000時間腐食試験」,
SN941 77-11
- 4) G. A. Whitlow, et. al., "Sodium Corrosion Behavior of Alloys for Fast
Reactor Applications," Proc. Symp. Chemical Aspects of Corrosion and
Mass Transfer in Liquid Sodium (1971).
- 5) Thomas A. Taylor "Phase Stability of Chrome-Carbide Ni-Cr Coating in
Low-Oxygen Environments," J. of Vacuum Science & Technology, Vol. 12, No. 4,
July/August. 1975, PP.790-794.
- 6) 金属表面技術協会編, 「金属表面技術便覧」, 1976
- 7) 薄淵, 加納他, 「ナトリウム中における摩耗, 摩耗および自己蝕着現象に関する諸外国の
試験研究(I)」ZN942 74-08
- 8) 伊東祐光, 「摩耗とハードフューズング」産報, 溶接叢書22巻
- 9) R. N. Johnson, et. al., "Wear Resistant Coatings for Reactor Components
in Liquid Sodium Environments" J. of Vacuum Science & Technology, Vol.
11, No. 4, July/August. 1974, PP.759-764.
- 10) T. A. Wolfe, et. al., "Refractory Metal Carbide Coatings for LMFBR
Applications-A Systems Approach" J. of Vacuum Science & Technology, Vol.
12, No. 4, July/August, 1975 PP.777-783.
- 11) 山本, 柚原他. : 海外出張報告, 「ナトリウムおよびカバークラス中の材料挙動に関する日
米専門家会議」, SN260 78-12, 1978

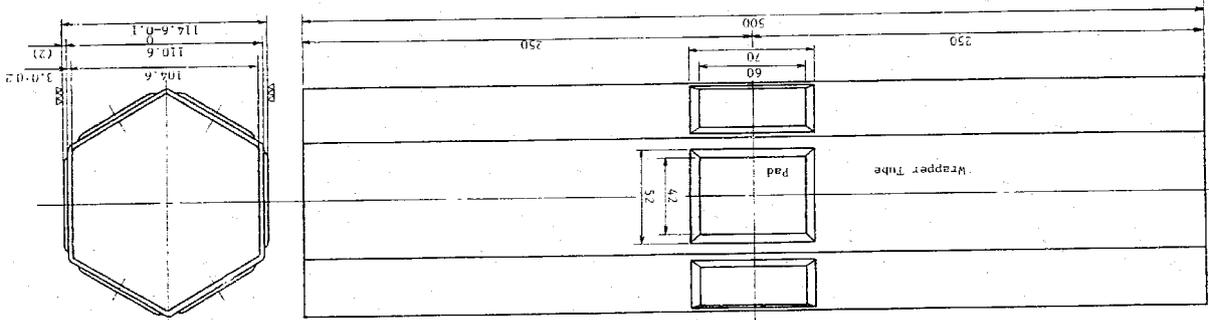


Fig.1 Wrapper Tube with pad

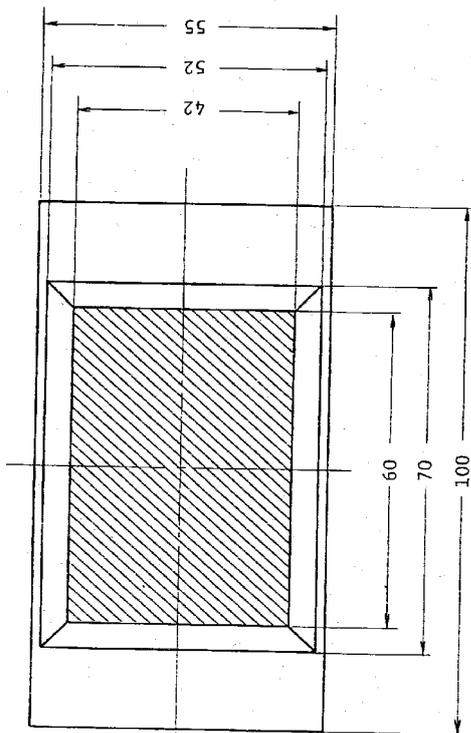


Fig. 2 Size of Test Specimens

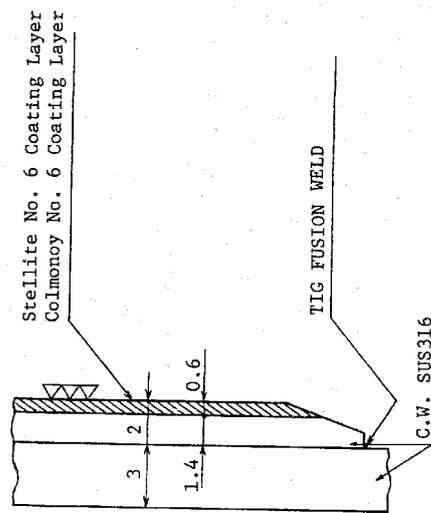


Fig. 3 Test Specimens of Stellite No. 6 and Colmonoy No. 6 Coating

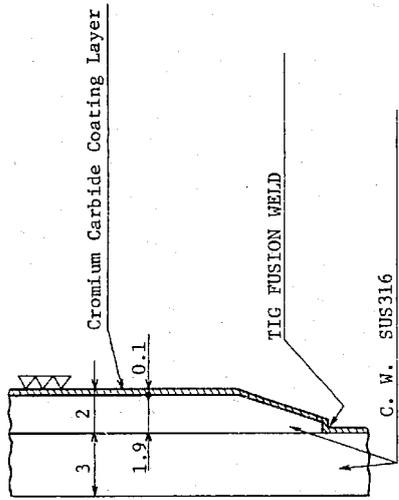


Fig. 4 Test Specimen of LC-1C

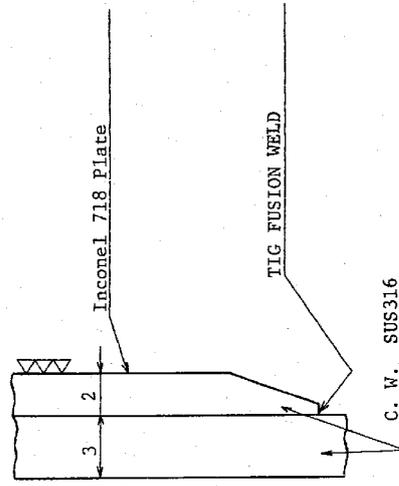


Fig. 5 Test Specimen of Inconel 718

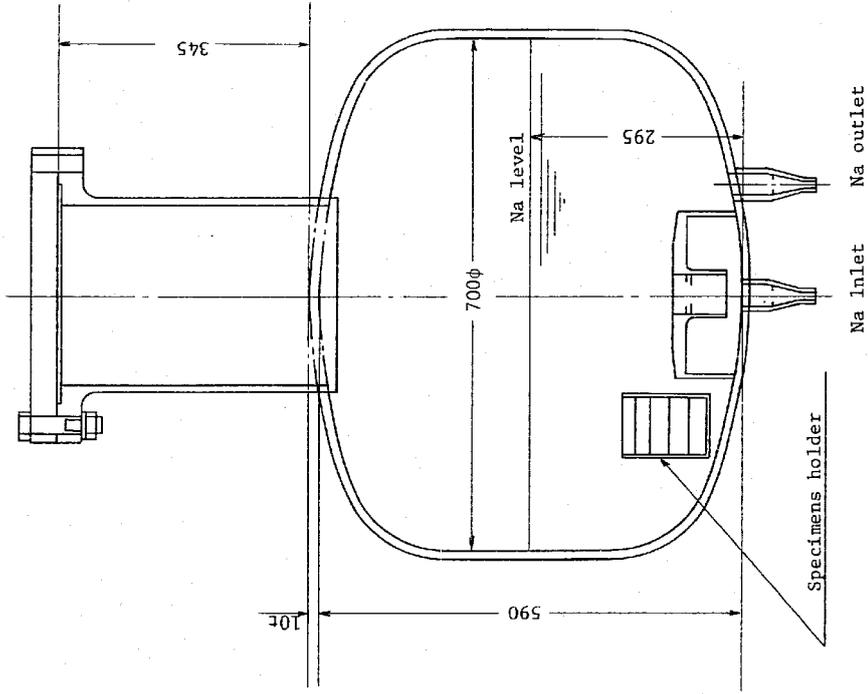


Fig. 7 Test Section (SW-3 pot)

Fig. 6 Flow Sheet of Self-Welding and Wearing Test Loop

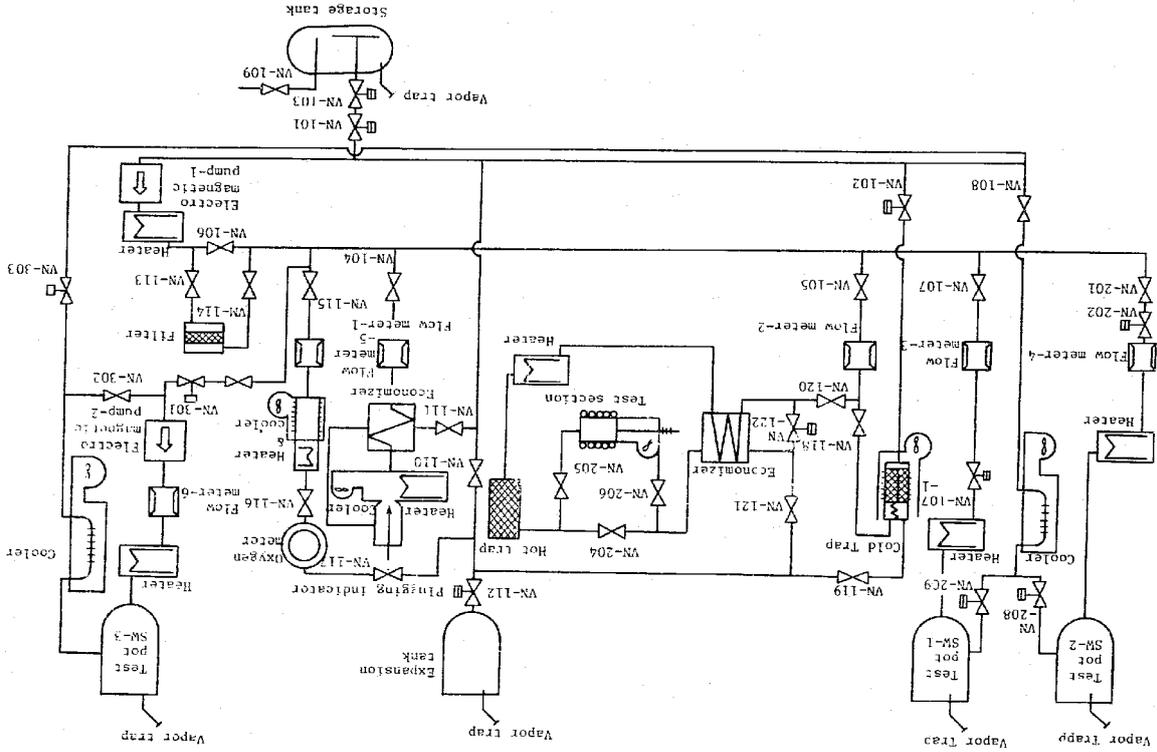


Fig.9 Results of Thickness Change after Exposure to Sodium

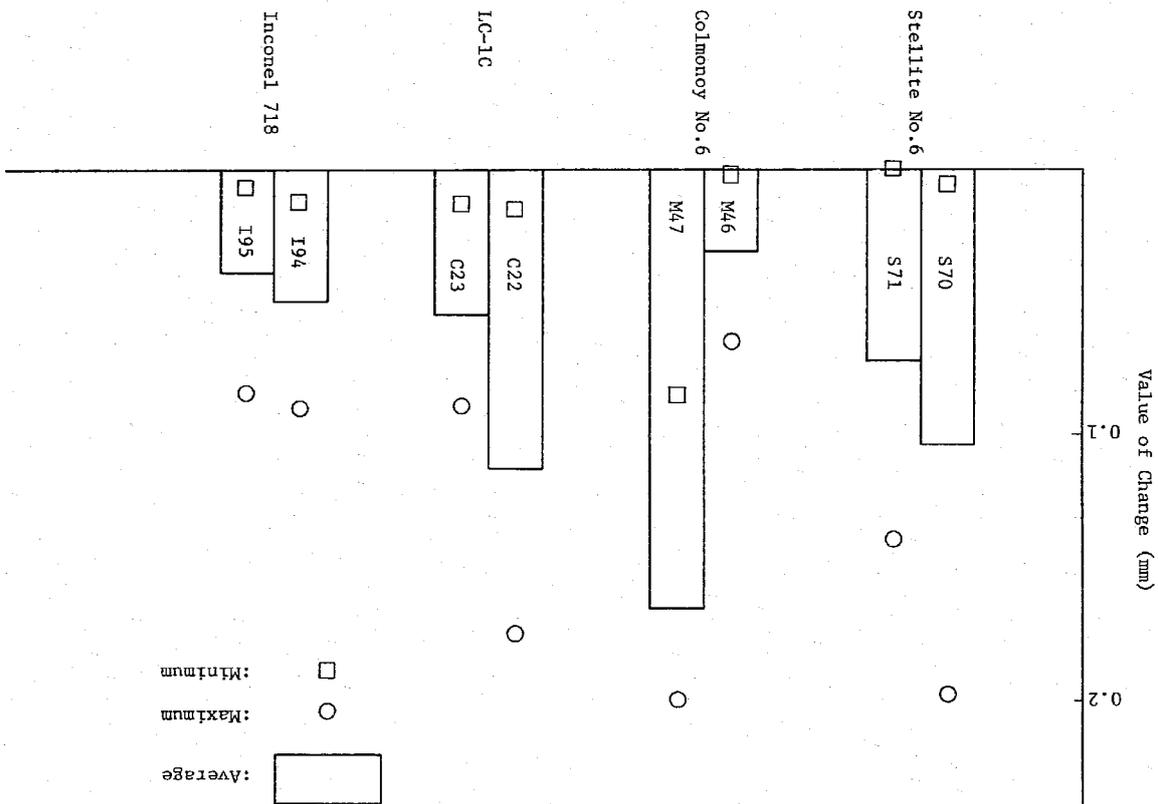
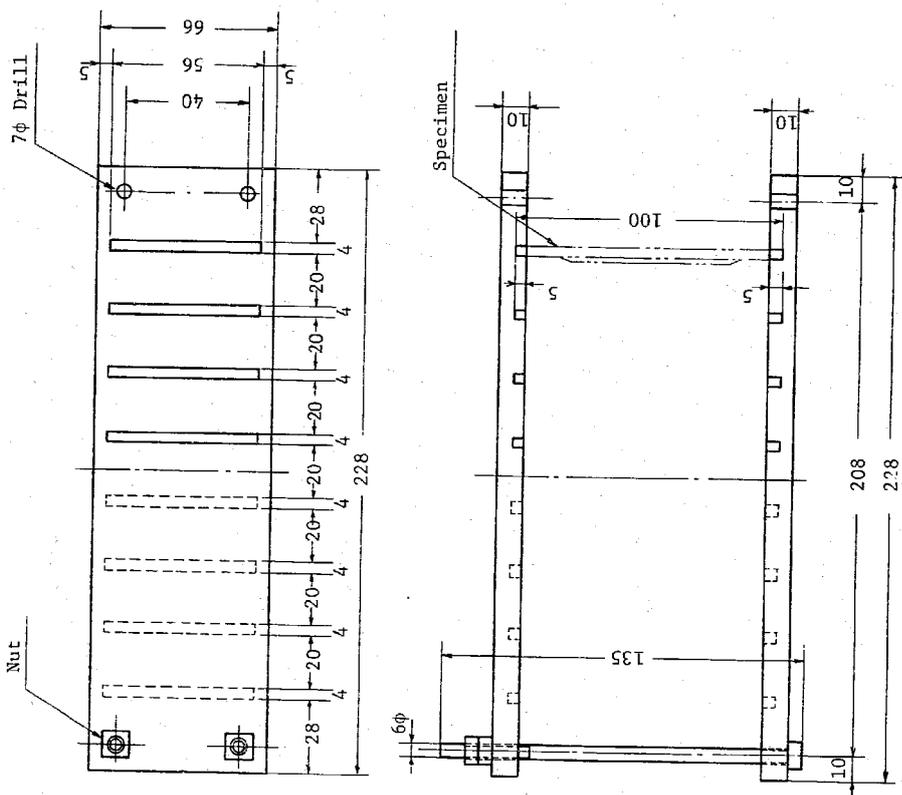
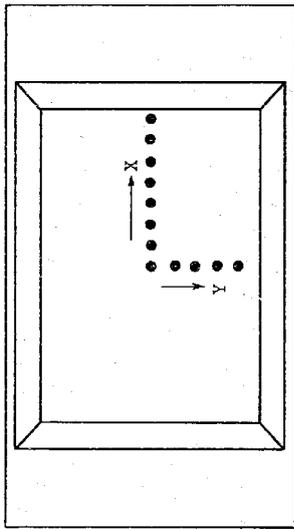
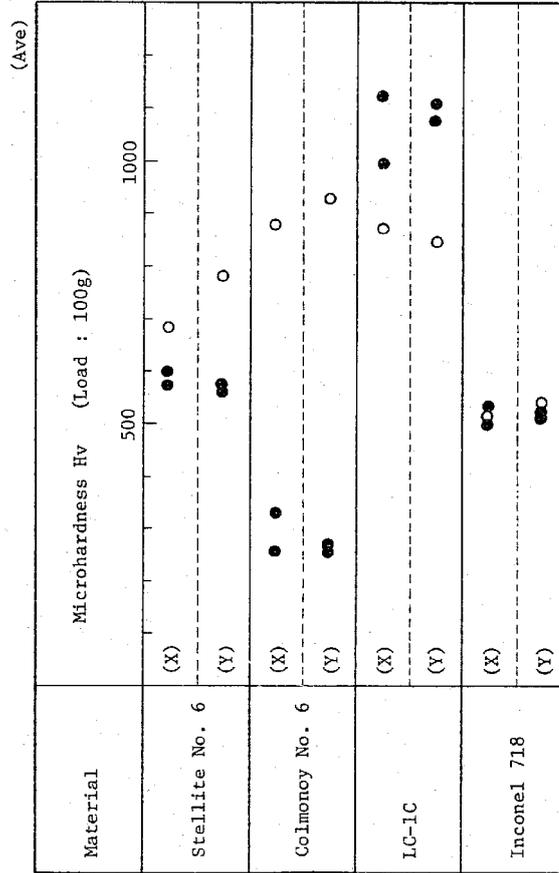


Fig.8 Specimen Holder



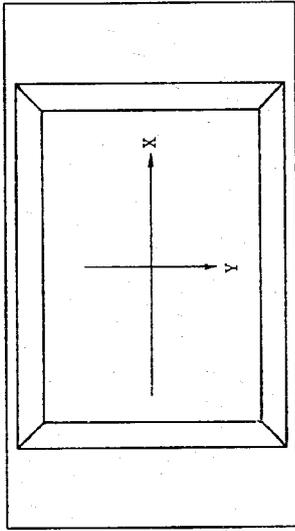


Measured Points

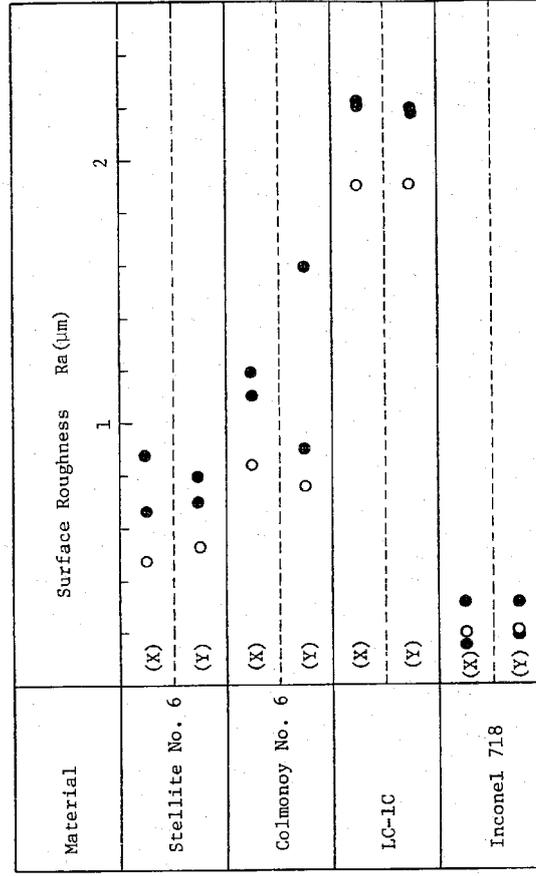


○ : Unexposed
● : Sodium Exposed

Fig.10 Change of Hardness before and after Test in Sodium



Measured Points



○ : Unexposed
● : Sodium Exposed

Fig.11 Change of Surface Roughness before and after Test in Sodium

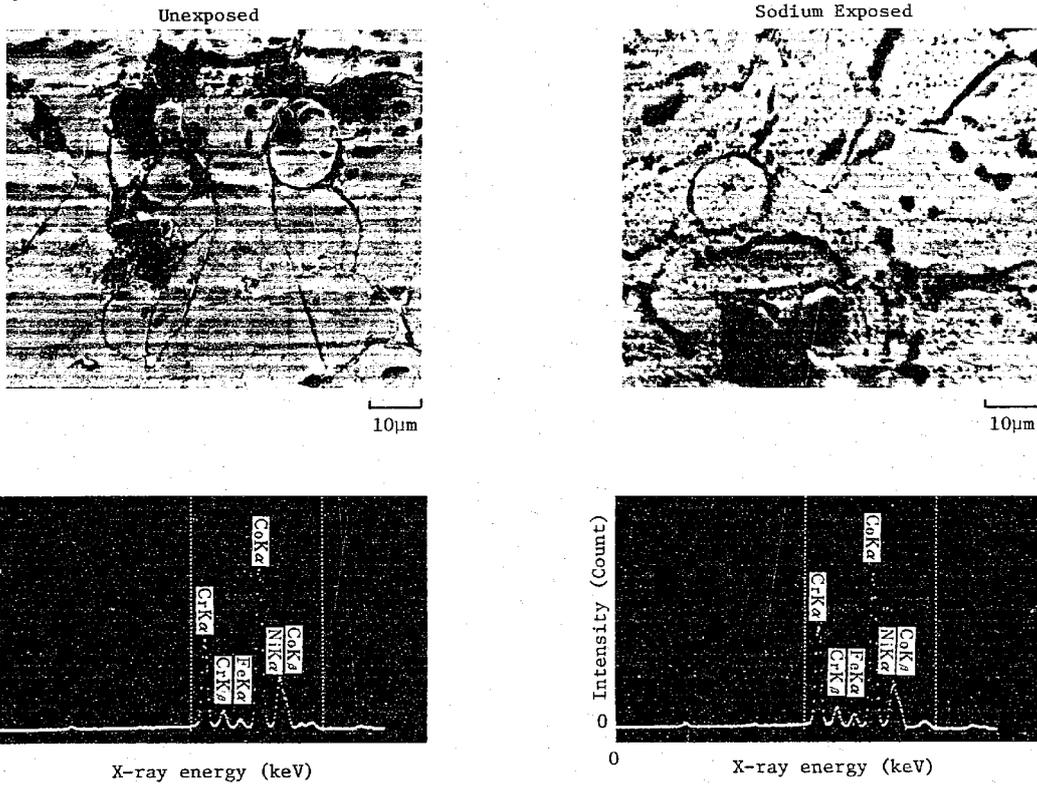


Fig.12 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Stellite No. 6

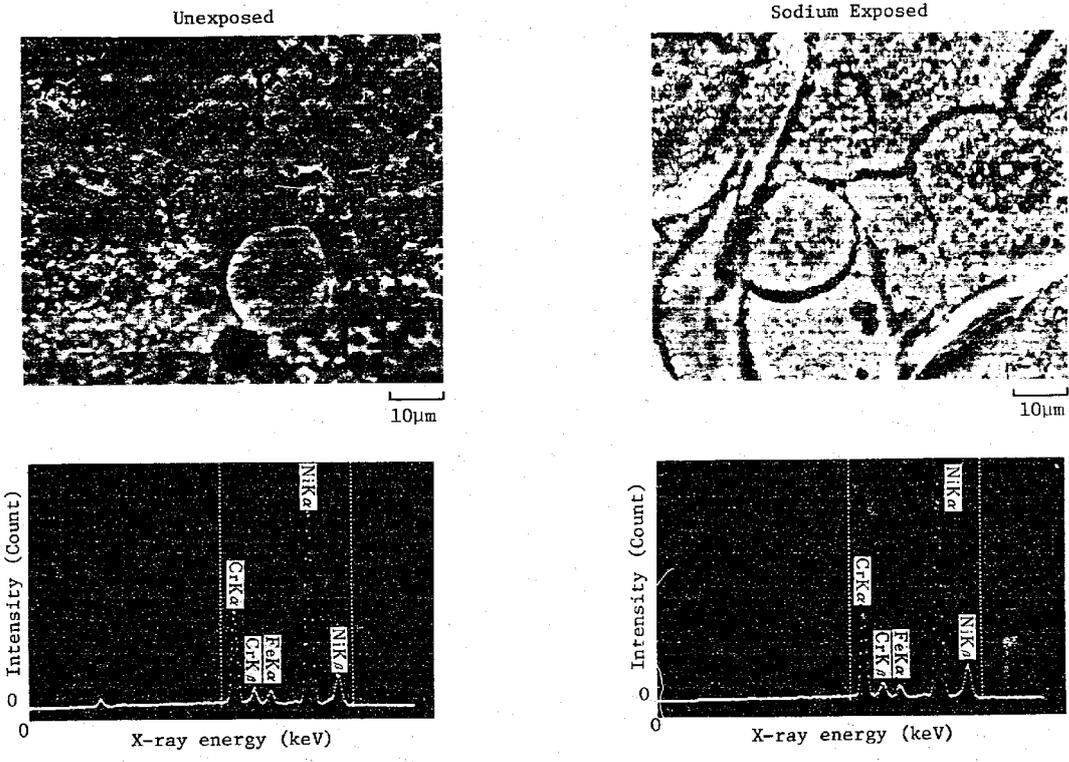


Fig.13 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Colmonoy No. 6

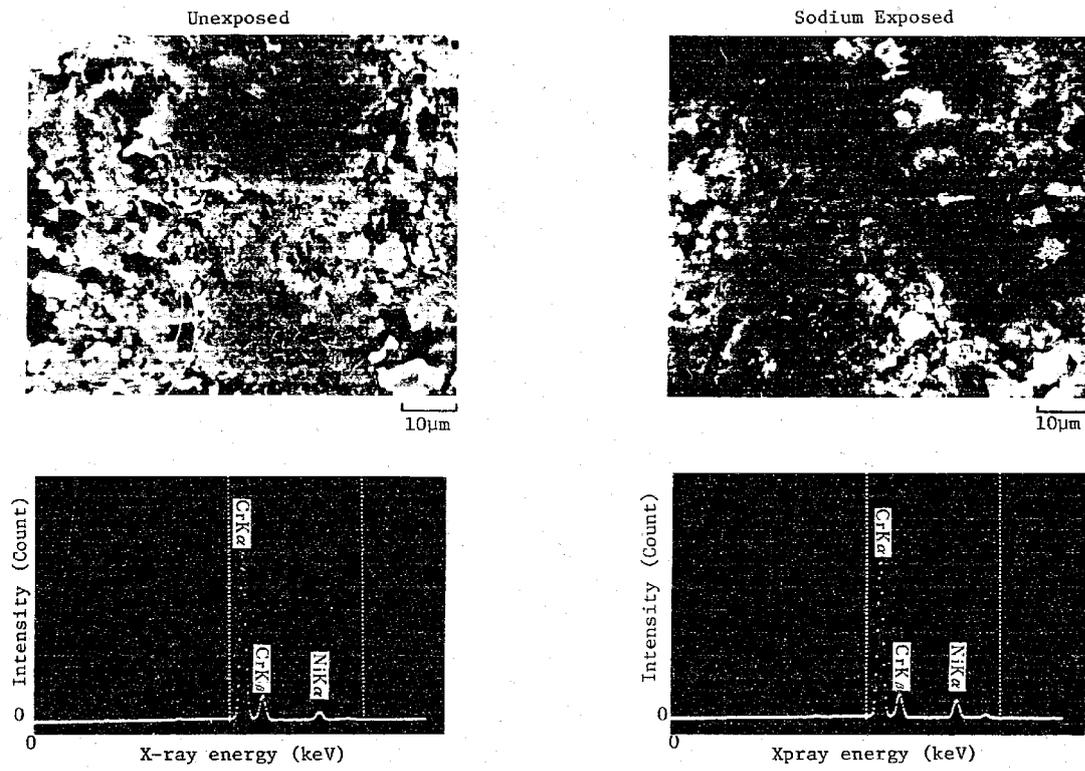


Fig.14 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of LC-1C

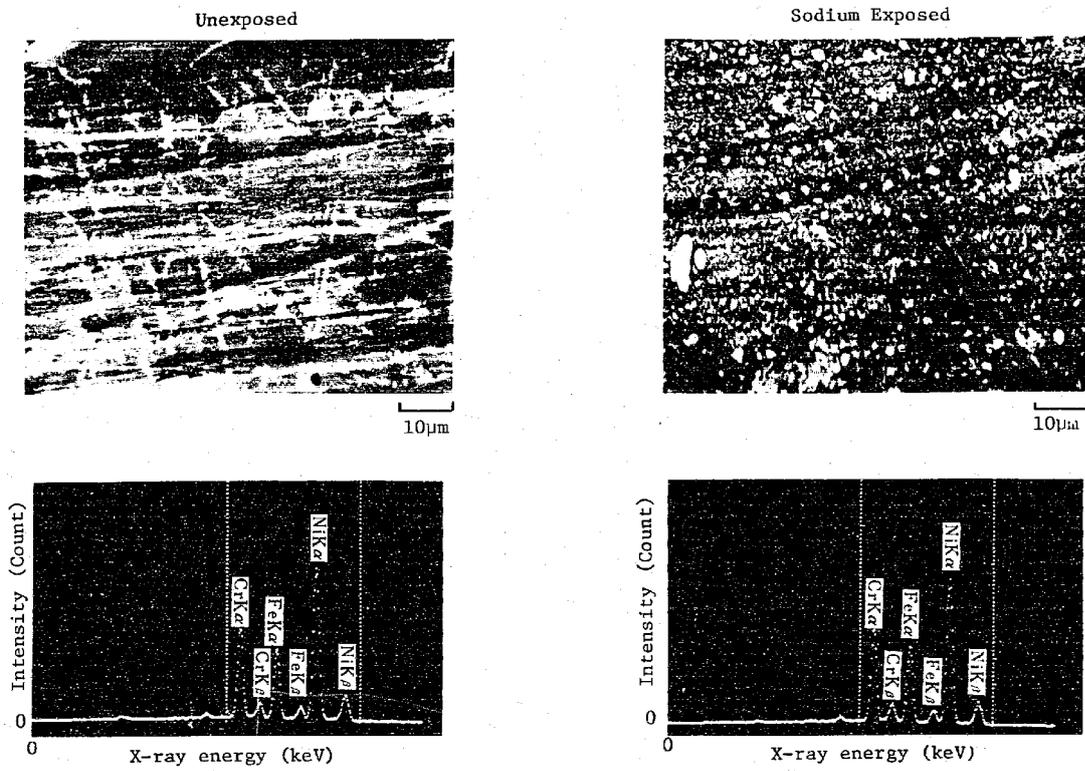
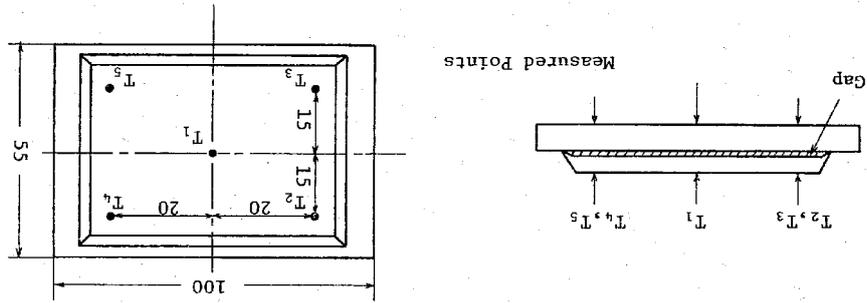


Fig.15 Secondary Electron Image of SEM and Result of X-ray Analysis on the Surface of Inconel 718

Table 1. Test Condition

Test Temperature	(°C)	600
Cold Trap Temperature	(°C)	140
Sodium Flow Rate	(%/min)	5
Test Duration	(hrs)	2,063

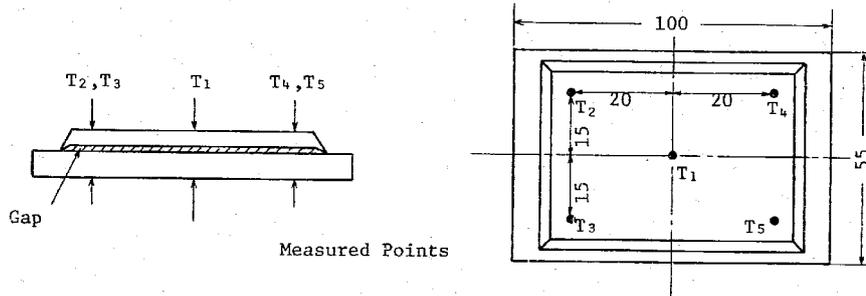
Table 2. Results of Thickness Measurement of Stellite No. 6 before and after Exposure to Sodium



Specimen No.	Condition	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
S 70	Unexposed (a)	5.182	5.175	5.127	5.167	5.102
	Exposed (b)	5.360	5.131	5.242	5.171	5.259
S 71	Unexposed (a)	5.202	5.160	5.212	5.162	5.200
	Exposed (b)	5.305	5.300	5.205	5.270	5.200
S 72	Unexposed (a)	5.195	5.193	5.213	5.170	5.197
	Unexposed (a')	5.190	5.185	5.155	5.200	5.190
	(a') - (a)	-0.005	-0.008	-0.058	+0.030	-0.003
	(b) - (a)	+0.103	+0.140	-0.007	+0.108	±0.000

Unit:mm

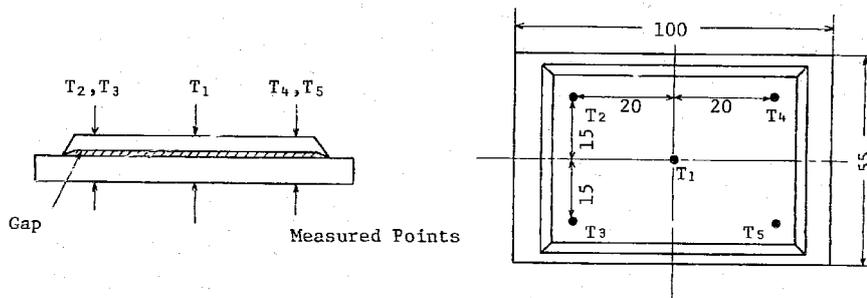
Table 3. Results of Thickness Measurement of Colmonoy No. 6 before and after Exposure to Sodium



Specimen No.	Condition	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
M 46	Unexposed (a)	5.162	5.105	5.125	5.150	5.147
	Exposed (b)	5.171	5.170	5.182	5.148	5.125
	(b) - (a)	+0.009	+0.065	+0.057	-0.002	-0.022
M 47	Unexposed (a)	5.200	5.228	5.240	5.070	5.125
	Exposed (b)	5.115	5.065	5.050	5.270	5.275
	(b) - (a)	-0.085	-0.163	-0.190	+0.200	+0.190
M 48	Unexposed (a)	5.012	4.980	4.988	4.952	4.973
	Unexposed (a')	5.000	4.955	4.955	4.915	4.925
	(a') - (a)	-0.012	-0.025	-0.033	-0.037	-0.048

Unit:mm

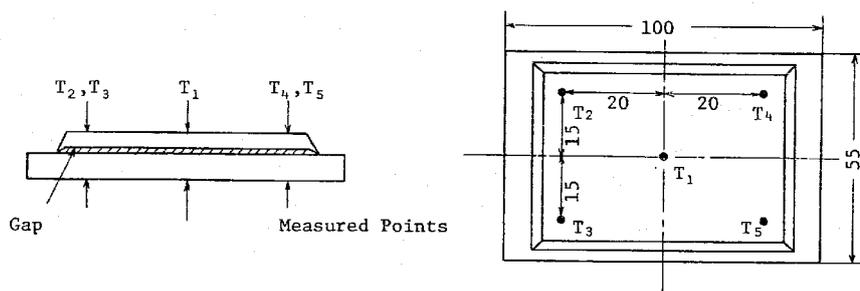
Table 4. Results of Thickness Measurement of LC-1C before and after Exposure to Sodium



Specimen No.	Condition	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
C 22	Unexposed (a)	4.880	4.930	4.785	4.950	4.835
	Exposed (b)	4.895	4.821	4.955	4.775	4.935
	(b) - (a)	+0.015	-0.103	+0.170	-0.175	+0.100
C 23	Unexposed (a)	4.972	4.975	4.910	4.987	4.935
	Exposed (b)	4.985	4.925	4.995	4.898	4.975
	(b) - (a)	+0.013	-0.050	+0.085	-0.089	+0.040
C 24	Unexposed (a)	5.195	5.130	5.124	5.160	5.150
	Unexposed (a')	5.185	5.115	5.138	5.100	5.105
	(a') - (a)	-0.010	-0.015	+0.014	-0.060	-0.045

Unit:mm

Table 5. Results of Thickness Measurement of Inconel 718 before and after Exposure to Sodium

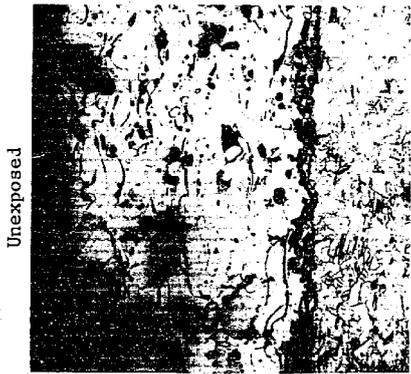


Specimen No.	Condition	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄	T ₅
I 94	Unexposed (a)	5.135	5.162	5.133	5.124	5.122
	Exposed (b)	5.225	5.150	5.165	5.165	5.195
	(b) - (a)	+0.090	-0.012	+0.032	+0.041	+0.073
I 95	Unexposed (a)	4.961	4.967	4.987	4.970	4.956
	Exposed (b)	5.045	4.990	4.980	5.015	4.990
	(b) - (a)	+0.084	+0.023	-0.007	+0.045	+0.034
I 96	Unexposed (a)	5.055	5.050	4.983	5.120	5.073
	Unexposed (a')	5.070	5.075	4.960	5.112	5.025
	(a') - (a)	+0.015	+0.015	-0.023	-0.008	-0.048

Unit:mm

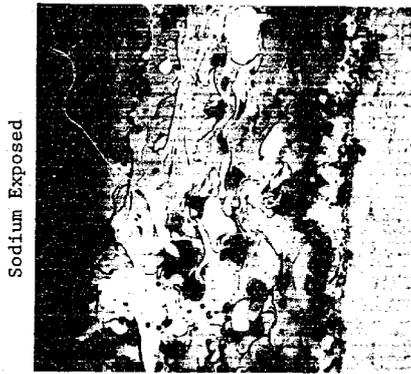
Table 6. Results of Energy Dispersive X-ray Analysis (EDS) on the Surface before and after Sodium Exposure.

Material	Element Condition	Count			
		Co	Ni	Cr	Fe
Stellite No.6	Unexposed	25,600	11,700	13,800	2,120
	Sodium Exposed	23,700	10,800	15,800	2,750
Colmonoy No.6	Unexposed	—	31,000	14,200	2,930
	Sodium Exposed	—	32,400	13,000	2,580
LC-1C	Unexposed	—	2,740	47,200	—
	Sodium Exposed	—	5,570	43,700	—
Inconel 718	Unexposed	—	23,400	13,900	10,700
	Sodium Exposed	—	22,100	14,100	11,800



Unexposed

x100



Sodium Exposed

x100



x400



x400

Photo.1 Cross-Sectional Micrographs of Stellite No. 6

Unexposed



x100

Sodium Exposed



x100



x400



x400

Photo.2 Cross-Sectional Micrographs of Colmonoy No. 6

Unexposed



x100

Sodium Exposed



x100



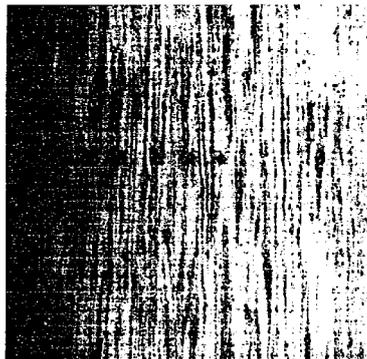
x400



x400

Photo. 3 Cross-Sectional Micrographs of LC-1C

Unexposed

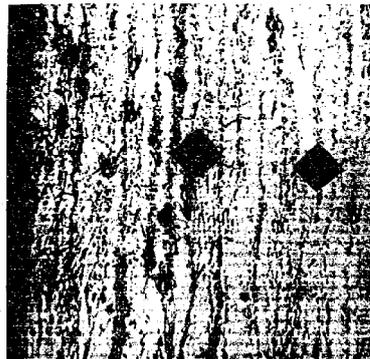


x100

Sodium Exposed



x100

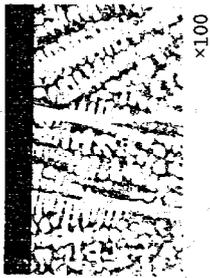


x400

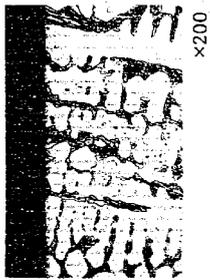


x400

Photo. 4 Cross-Sectional Micrographs of Inconel 718

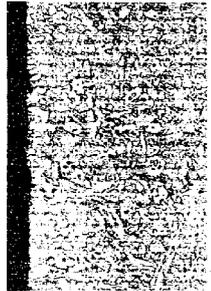


x100

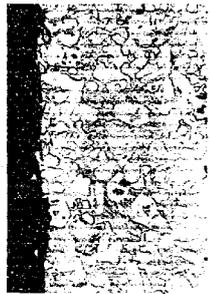


x200

Photo.5 Cross-Sectional Micrographs of Stellite No. 6
(Coating Method: Oxy-Acetylene Gas Weld)



x100



x200

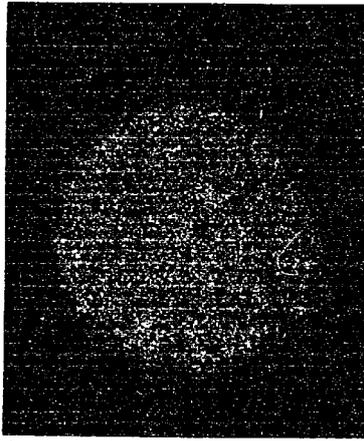
Photo.6 Cross-Sectional Micrographs of Colmonoy No. 6
(Coating Method: Oxy-Acetylene Gas Weld)

Unexposed

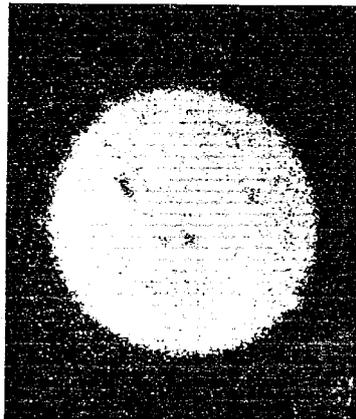


Co⁺

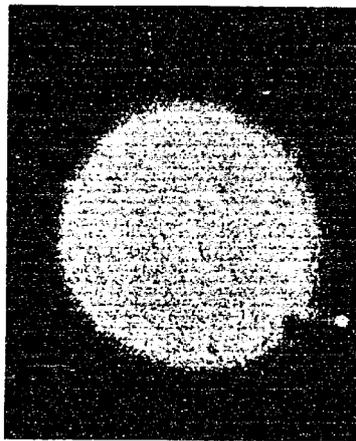
Sodium Exposed



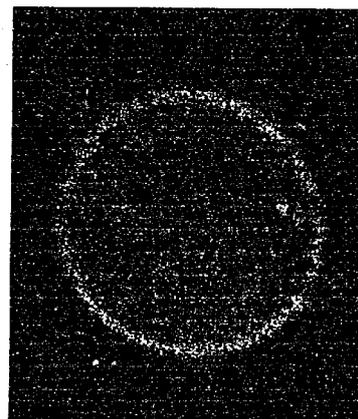
Co⁺



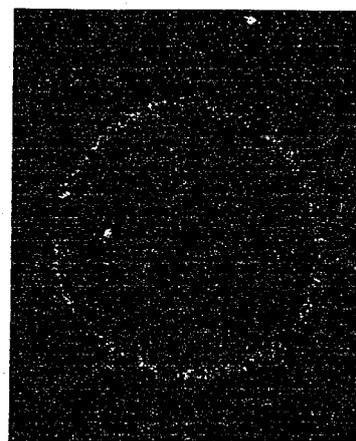
Cr⁺



Cr⁺



Fe⁺



Fe⁺

Photo.7 Ion Image of Stellite No. 6 Surface before and after Sodium Exposure

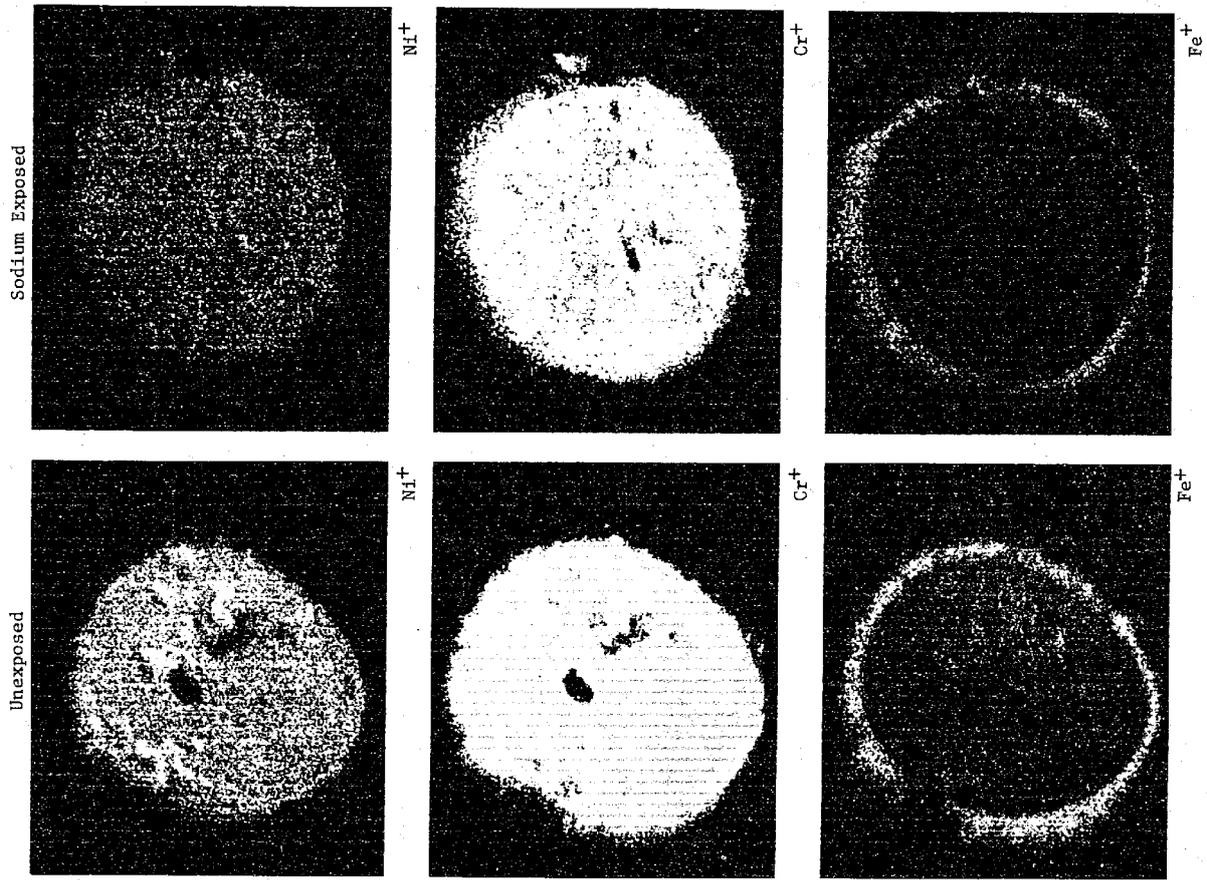


Photo.8-1 Ion Image of Colmonoy No. 6 Surface before and after sodium Exposure

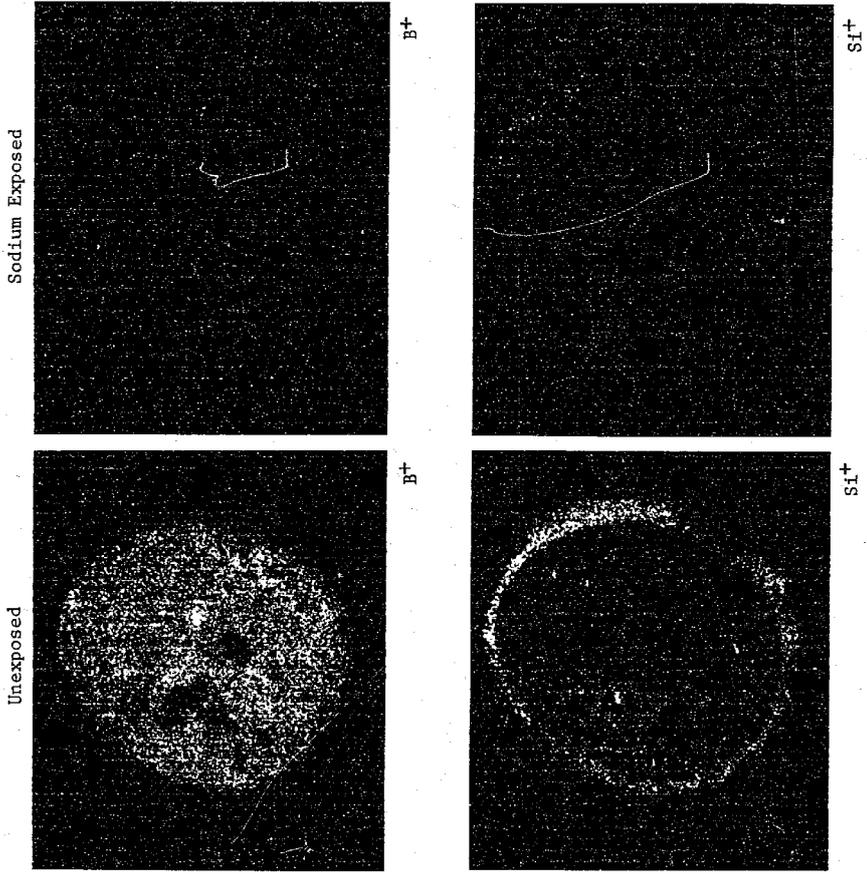


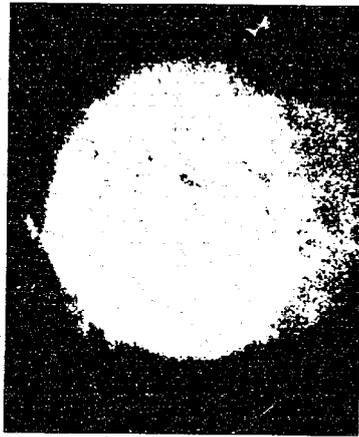
Photo.8-2 Ion Image of Colmonoy No. 6 Surface before and after Sodium Exposure

Unexposed



Cr+

Sodium Exposed

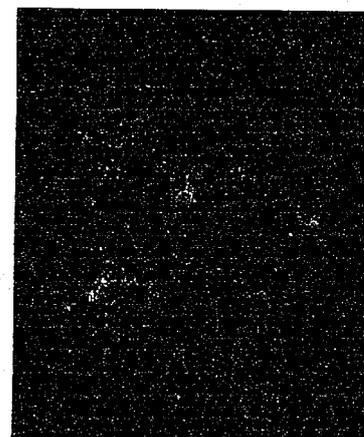


Cr+

Ni+



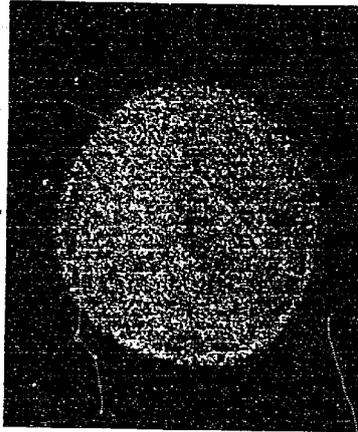
Ni+



Ni+

Photo.9 Ion Image of LC-1C Surface before and after Sodium Exposure

Unexposed

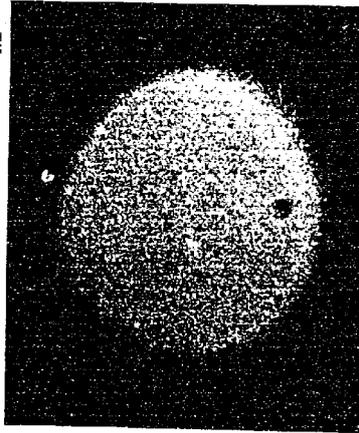


Ni+

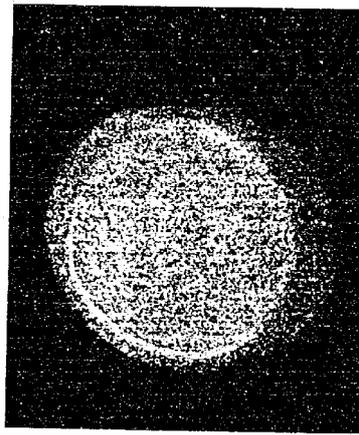
Sodium Exposed



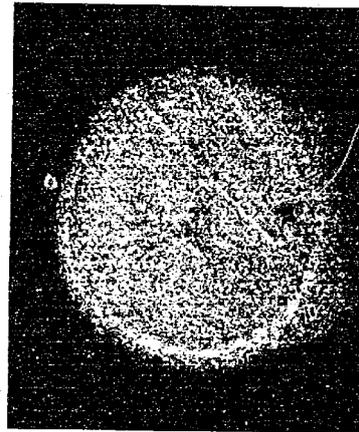
Ni+



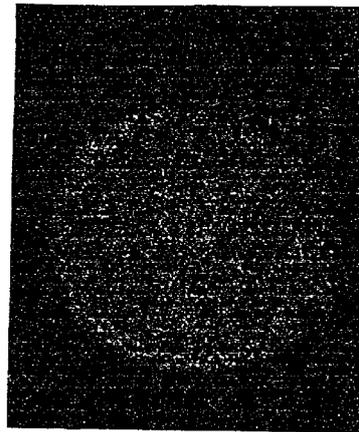
Cr+



Cr+



Fe+



Fe+

Photo.10-1 Ion Image of Inconel 718 Surface before and after Sodium Exposure

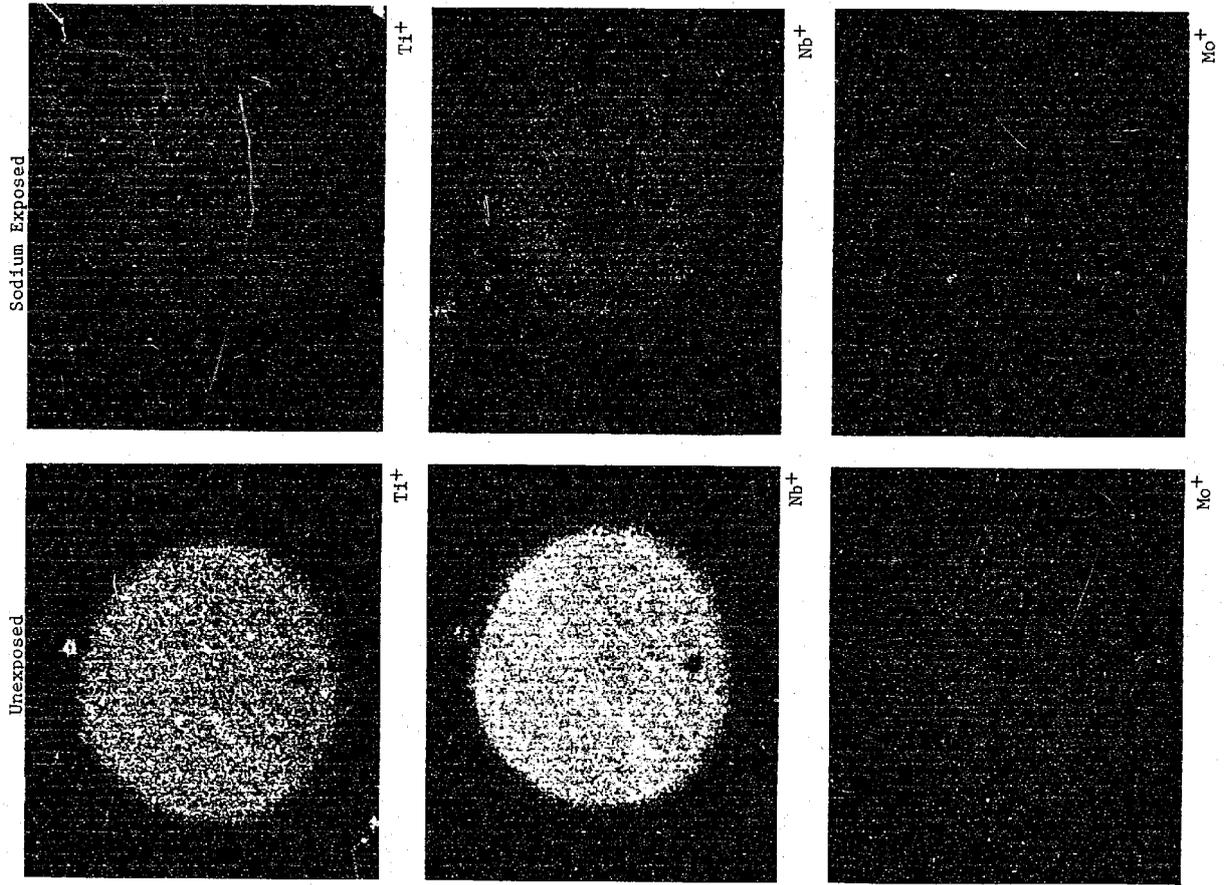


Photo.10-2 Ion Image of Inconel 718 Surface before and after Sodium Exposure