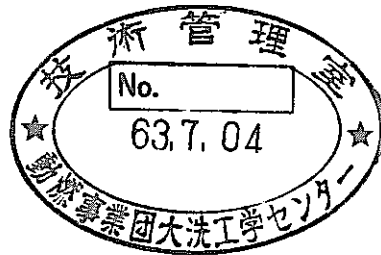


# Phenix PNC-3 燃料の照射後試験

燃料被覆管の透過型電子顕微鏡観察



1988年1月

技術資料コード	
開示区分	レポートNo.
	PNC TN9410 88-196
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 動力炉・核燃料開発事業団大洗工学センター技術管理室	

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター

燃料材料開発部

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ください。

〒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

Enquires about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-cho, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-ken, 311-13, Japan

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

Phenix PNC-3 燃料の照射後試験  
燃料被覆管の透過型電子顕微鏡観察

実施責任者 柚原 俊一  
小野瀬庄二 伊藤 正彦

要 旨

Phenix PNC-3 燃料は、「もんじゅ型」燃料ピンを含む高燃焼度確性試験として仏国の高速原型炉「フェニックス」で最高  $1.9 \times 10^{23} \text{ n/cm}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) まで照射された。これらの燃料ピンの二種類の SUS 316 鋼試作被覆管 (50 MK, 50 MS) について、照射による微細組織の変化をエネルギー分散型 X 線分析装置を備えた 200 KV 透過型電子顕微鏡を用いて調べた。この結果次のことが明らかになった。

- (1) 最大スエリング量 ( $\Delta V/V$ ) は、得られたデータの範囲では照射温度 520 °C で現われ、50 MK 及び 50 MS 材とも 11 % であった。
- (2) 50 MK 及び 50 MS 材のスエリング潜伏期は、以前の試作材 47 MK, 47 MS 材に比べ長くなっている。これはリンの含有率が 3 ~ 10 倍多く、リンの添加が耐スエリング性向上に寄与するためと考えられる。
- (3) 両照射材に照射誘起相として、 $M_6C$ ,  $r'$  相, G 相及び Laves 相の析出が観察された。

## 目 次

1. はじめに	1
2. 供試材	2
3. 照射条件	3
4. 試験要領	4
4.1 試料調整	4
4.2 TEMによる観察	5
4.3 光学顕微鏡による観察	5
5. 試験結果	6
5.1 ボイドの観察	6
5.2 転位組織の観察	6
5.3 析出物の観察	6
5.4 Niの偏析	8
6. 結果の検討	9
7. まとめ	10
8. 参考文献	11

## List of Tables

- |         |   |     |
|---------|---|-----|
| Table 1 | Cladding fabrication sheet  | 1-1 |
| Table 2 | Irradiation condition of PNC-3 fuel pin                             | 2-1 |
| Table 3 | Irradiation condition of TEM specimen                               | 3-1 |
| Table 4 | Void data of irradiated fuel cladding                               | 4-1 |
| Table 5 | Dislocation data of irradiated fuel cladding                        | 5-1 |
| Table 6 | Vickers hardness data of fuel cladding                              | 6-1 |
| Table 7 | Summary of observed precipitates<br>in irradiated fuel cladding     | 7-1 |
| Table 8 | Metallic composition of precipitates<br>in irradiated fuel cladding | 8-1 |

## List of Figures

- Fig. 1 Location of the fuel pin in the fuel subassembly
- Fig. 2 Variation of cladding temperature with irradiation
- Fig. 3 Irradiation condition of fuel cladding (98 K1)
- Fig. 4 Irradiation condition of fuel cladding (98 S1)
- Fig. 5 Irradiation condition of fuel cladding (88 K4)
- Fig. 6 Irradiation condition of fuel cladding (88 S4)
- Fig. 7 Void distribution of irradiated cladding (98 K1, 98 S1)
- Fig. 8 Void distribution of irradiated cladding (88 K4, 88 S4)
- Fig. 9 Preferentially formed void in grain boundary and twin
- Fig. 10 Void mean diameter as a function of irradiation temperature
- Fig. 11 Void number density as a function of irradiation temperature
- Fig. 12 Fluence dependence of swelling for fuel cladding
- Fig. 13 Irradiation temperature dependence of swelling
- Fig. 14 Dislocation structure of irradiated fuel cladding (98 K1, 98 S1)
- Fig. 15 Dislocation structure of irradiation fuel cladding (88 K4, 88 S4)
- Fig. 16 Frank loop mean diameter as a function of irradiation temperature
- Fig. 17 Frank loop number density as a function of irradiation temperature
- Fig. 18 Dislocation density as a function of irradiation temperature
- Fig. 19 Dislocation density as a function of neutron fluence
- Fig. 20 Optical micrographs of unirradiated fuel cladding
- Fig. 21 Optical micrographs of irradiated fuel cladding (98 K1)
- Fig. 22 Optical micrographs of irradiated fuel cladding (98 S1)
- Fig. 23 Optical micrographs of irradiated fuel cladding (88 K4, 88 S4)
- Fig. 24 Vickers micro hardness of fuel cladding as a function of irradiation temperature
- Fig. 25 Precipitates in irradiated fuel cladding (98 K1)
- Fig. 26 Precipitates in irradiated fuel cladding (88 K4)
- Fig. 27 Precipitates in irradiated fuel cladding (88 K4)
- Fig. 28 Precipitates in irradiated fuel cladding (88 S4)
- Fig. 29 Relationship between irradiation temperature range and precipitates for each pin
- Fig. 30 Ni content profiles in irradiated austenite matrix

Fig.31 Relation between swelling and nickel content in the matrix

Fig.32 Influence of irradiation condition and materials on precipitation behavior in under irradiation

## 1. はじめに

中性子照射（以下「照射」と略す。）によるボイドの生成、成長は、高速炉炉心材料にスエリングを発生させ燃料要素や燃料集合体の変形を引き起こし、高速炉燃料の使用寿命を制限する重要な因子として注目されてきた。このため、ボイドの生成、成長に関して幅広い研究が行なわれてきた<sup>(1),(2)</sup>。最近では、ボイドの生成・成長は照射下での材料内に起こる析出反応や溶質原子の偏析等の組織の変化と深く関わっていることが明らかになってきた。中でも照射誘起偏析の現象はOkamotoとWiedersich<sup>(3)</sup>によって初めて報告され、理論的、実験的な検討がなされ、溶質原子と溶媒原子の原子寸法の相違に依存する照射欠陥と溶質原子の相互作用に起因することが明らかになった。この照射誘起偏析はボイドの核発生・成長に影響することから、材料開発の立場から注目され始め、この種の研究に力が注がれている。一方、スエリングは照射初期のボイド核の発生までの潜伏期、照射量に比例して一定速度で増加する定常スエリング期および両者の間の遷移期に分けることができる。この中で組織変化の影響が顕著に現われる時期が遷移期である。そこで、ここではスエリングと組織変化の関係を明らかにすることを目的として、仏国の高速原型炉 Phenix 炉で照射された SUS 316 ステンレス鋼の組織変化について調べた結果について報告する。



## 2. 供 試 材

Phenix PNC-3 燃料の照射に使用された燃料被覆管は、「もんじゅ」50年度試作材の神戸製鋼製（以下「50 MK」と記す。）及び住友金属製（以下「50 MS」と記す。）のものが使用されている。

Table 1にこれら材料の化学成分を示す。50 MKと50 MSの化学成分はほぼ同じ組成となっている。

被覆管の製造履歴は次の通りである。

- 50 MK : 1080 °Cの溶体化処理, 19.8%の冷間加工, 結晶; ASTM No.8.2
- 50 MS : 1020 °Cの溶体化処理, 21%の冷間加工, 結晶粒度; ASTM No.8.0

### 3. 照 射 条 件

Phenix PNC-3 は仏国の高速原型炉「フェニックス」の炉心第4列 (Core 22 - 22\*)にて、昭和55年10月3日 (Phenix 21 cycle) から昭和50年11月23日 (Phenix 24 cycle) までの4サイクル (323.2 E.F.P.D) 及び昭和57年12月4日 (Phenix 28 cycle) から昭和59年3月5日 (Phenix 30 cycle) まで3サイクル (242.6 E.F.P.D) の2期間に渡り合計7サイクル (565.8 E.F.P.D) 照射された。4サイクル照射後に中間の解体検査が実施され、寸法変化の大きい燃料ピンが外され代りに新しい予備の燃料ピンが装荷された。Fig. 1 に中間検査直後の燃料ピンの配置を示す。

Table 2 に各ピンの照射履歴を示す。全期間照射した高燃焼度ピン (98 K1, 98 S1) のピーク燃焼度は  $95520 \text{ MWD/t}$ 、中性子照射量は最高  $1.9 \times 10^{23} \text{ n/cm}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) である。一方、後期間の3サイクル照射した低燃焼度ピン (88 K4, 88 S4) のピーク燃焼度は  $45229 \text{ MWD/t}$ 、中性子照射量は最高  $8 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) であった。

Fig. 2 には照射期間における燃料ピン被覆管の最高温度 (肉厚中心) の変化を示す。

Fig. 3 ~ 6 に各ピンの照射条件を、Table 3 にTEM及び光学顕微鏡観察に供した試料の照射条件を示す。照射温度は照射が進むに従い温度は下がり、中間検査後に一度上った後再び下がる履歴となっている。このため、データの整理には5サイクル始めの値を照射温度とした。

\* Core map についてはPNC SN 941-83-78 参照

## 4. 試 験 要 領

### 4.1 試料調製

Fig. 13 及び 14 に示す位置で切断採取した密度測定用試料を供試材とした。この試料は 25 mm 長であるため、これを約 15 mm 長と約 10 mm 長に切断し、前者を TEM 試料、後者を光学顕微鏡観察用試料とした。これらを更に半割りにしてそれぞれの試験に供した。

#### (1) 薄膜試料

試料の厚さは 0.47 mm であるため、化学研磨によって 0.15 ~ 0.2 mm の厚さとした。化学研磨液の組成は次のとおりである。

HCl	50 %
HNO <sub>3</sub>	10 %
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	5 %
H <sub>2</sub> O	35 %

化学研磨の終了した試料は、機械的に 3 mm 径に打ち抜いた。これを Twin - Jet 法にて薄膜試料とした。

Twin - Jet 法の研磨液及び研磨条件を次に示す。

電解研磨液	HClO <sub>4</sub>	5 %
	CH <sub>3</sub> COOH	95 %
研 磨 条 件	電 圧	70 V
	電 流	0.13 ~ 0.15 A
	液 温	15 ~ 17 °C

#### (2) レプリカ試料

レプリカ試料の採取は一段レプリカ法によって行った。

○採取の方法を次に示す。

- ① 試料の表面を鏡面にする。
- ② 10 % HCl - 90 % CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH 溶液中で、1.3 V の電圧で 10 ~ 60 秒電解腐食する。
- ③ 腐食面にカーボン蒸着を約 30 nm 厚施す。
- ④ ①と同じ液で、40 V の電圧で電解剥離するとカーボン膜が電解液中に浮き上がる。
- ⑤ カーボン膜を銅メッシュに固着させる。

#### (3) 光学顕微鏡試料

切断された試料をエポキシ樹脂に埋め込み、エメリー紙で粗研磨した後、アルミナペーストで鏡面仕上げを行った。これを 10 % NH<sub>4</sub>HSO 溶液中で電解腐食を行い、光学顕微鏡観察試料とした。

#### 4.2 TEMによる観察

エネルギー分散型X線分析装置（EDX）を取り付けた透過走査型電子顕微鏡H 700 Hによって、加速電圧 200 KVで観察を行った。

ポイドの観察は透過像によって行い、その観察倍率は 30000 ～ 70000 倍とした。

析出物については透過像によって分布状態を調べ、制限視野回析（SAD）によってその同定を行った。さらに析出物中の金属成分の定量分析をEDXによって行った。

転位については反射波  $g = \langle 111 \rangle$  又は  $\langle 200 \rangle$  の二波条件を満足する透過像（明視野像）で観察し、その解析は暗視野像より、Cutmanの交切解析法<sup>(4)</sup>に基づいて行った。なお膜厚の測定はステレオ法によって行った。

#### 4.3 光学顕微鏡による観察

ライヘルト光学顕微鏡によって、析出物の分布状態を調べることを目的として実施した。観察は 100 倍及び 400 倍で行った。

## 5. 試験結果

### 5.1 ボイドの観察

ボイドの分布状態を照射温度、照射量 ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) と共に Fig. 7 及び Fig. 8 に示す。ボイドは照射温度の最も高い試料 (602 °C) を除いてほぼ均一に分布している。602 °C の試料では偏在が認められる。ボイド径は照射温度が低い場合、分布幅は狭いが、照射温度が高くなると広範囲なものとなる。

50 MK材の高温 (520 °C) 高照射 ( $16.9 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) な試料において、結晶粒界及び双晶部の近傍に大きく成長した高密度のボイドが観られる。この様相を Fig. 9 に示す。

ボイドの定量結果を Table 4 に示す。また、照射温度 (Beginning of 5 th cycle) の関数としてのボイドの平均径と数密度を 20 %冷間加工 SUS 316 鋼のデータ (Phenix P-2, Papsodie P-5) と共にそれぞれ Fig. 10 Fig. 11 に示す。ボイドの平均径は照射温度が高いほど大きく、また、低照射量 ( $7.6 \sim 9.4 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) 試料より高照射 ( $13.1 \sim 18.8 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) 試料で大きい。本試験において、ボイド径に対する材料間 (50 MK, 50 MS) に差は認められない。ボイドの平均径及び数密度から求めたスエリングの照射量依存性を Fig. 12 に、照射温度との関係を Fig. 13 に示す。照射量が増すに従いスエリングは増加する。各材料における最大スエリングは 50 MK : 11.4 % (520 °C,  $18.8 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) , 50 MS : 10.8 % (527 °C,  $18.7 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) であり、材料間における差は認められない。スエリングと照射温度の関係は、両材料とも 520 °C 付近にスエリングのピークが現われる。

### 5.2 転位組織の観察

転位組織の暗視野像を Fig. 14 及び Fig. 15 に示す。照射温度が低い場合、高密度のフランクリープと転位網が認められるが、照射温度が高くなる ( $> 520 \text{ °C}$ ) とフランクリープは消失し、転位網のみの組織となる。フランクリープ及び転位網の定量結果を Table 5 に示す。また、フランクリープの平均径及び数密度と照射温度との関係を Fig. 16 及び Fig. 17 に示す。フランクリープの平均径は照射温度が高いほど大きくなる。数密度は照射温度が高いほど小さく、同温度の場合は照射量が高いほど小さい。平均径及び数密度の材料の違いによる差は、本試験における材料間 (50 MK, 50 MS) では認められないが、Rapsodie PNC-5 (47 MK, 47 MS) の結果に比べ平均径が小さく、数密度は多い。

転位密度と照射温度との関係を Fig. 18 に示す。照射温度が高くなるに従い転位密度は減少し、520 °C 付近でその減少率は小さくなる。転位密度の照射量依存性は認められない (Fig. 19)。

### 5.3 析出物の観察

未照射材の光学顕微鏡組織を Fig. 20 に示す。両材料とも未固溶炭化物が管軸方向に沿って連な

り、結晶粒内にはほぼ一様に析出しているのが認められる。この炭化物の量は 50 MS が 50 MK に比べ若干多い。TEM 及び EDX による解析によれば、この炭化物は  $M_{23}C_6$  であった。

照射材の光学顕微鏡組織を Fig. 21～Fig. 23 に示す。いずれの試料にも結晶粒界及び双晶部に析出物が認められ、照射温度が高くなるに従い結晶粒内への析出が増加する傾向が認められた。照射温度が高く高照射の試料では、結晶粒界が明瞭に見られず、再結晶の様相を呈している。低倍率写真に示されるように、被覆管内面側へ析出が顕著に見られ、このことは被覆管の肉厚方向に大きな温度差が生じたことを示唆している。

Table 6 に硬さ測定の結果を示す。また、Fig. 24 に硬さと照射温度の関係を示す。500 °C 付近で照射硬化の回復が見られ、550 °C 付近で回復は飽和する。これらの傾向は転位密度と照射温度の関係と一致する。

Fig. 25～Fig. 28 に結晶粒界と粒内の TEM 組織を示す。また、析出状況の要約を Table 7 に、各燃料ピンにおける析出相と照射温度との関係を Fig. 29 に示す。いずれの材料にも  $M_6C$ 、 $r'$  相、G 相、Laves 相及び Phosphide の析出が認められた。

$M_6C$  は全ての試料で見られ、照射温度が低い場合 (< 520 °C)、結晶粒界に沿って細長く、粒内では小さな粒状及び米固溶  $M_{23}C_6$  の周囲に析出している。照射温度が高くなるに従い (> 520 °C)、粒界の  $M_6C$  は塊状又は立方形で数密度が高くなっていく。粒内の  $M_6C$  は立方形又は棒状となる。

$M_6C$  の金属成分元素と照射温度の関係を Table 8 に示す。高温になるに従い Mo の含有量が多くなる。

$r'$  相は、高照射 ( $13 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) で照射温度が 520 °C 以下の試料において析出が認められる。結晶粒内に粒状 (20 nm 程度) で分散している。

G 相は、50 MK 材の場合 520～565 °C、50 MS 材では 492～527 °C の温度範囲で、いずれも高照射した試料に認められる。主に粒内に粒状及び立方状で  $M_6C$  と混在して析出している。

Laves 相は、照射温度の最も高い (602 °C) 試料にのみ認められた。主に棒状で粒内に分布している。

$Fe_2P$  と推定される針状のリン化合物は、510 °C 程度の照射温度で、低照射試料にのみ認められた。

50 MK 及び MS 材の析出挙動を照射温度でまとめると次のようになる。

- (1) 照射温度が 420～450 °C の試料は、 $M_6C$  が粒界に認められ、粒内には 20 nm 程度の  $M_6C$  が点在している。また、所々に未固溶な  $M_{23}C_6$  が認められる。
- (2) 照射温度が 490～560 °C の試料では、粒界は  $M_6C$  の成長と G 相の析出が認められる。粒内でも  $M_6C$  は粒状から立方状に成長し、同形状の G 相の析出が認められる。主体は  $M_6C$  である。照射量の低い試料 ( $7.6 \sim 7.9 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ ) では、粒内の  $M_6C$  は小さく G 相の析出は認められず、 $Fe_2P$  と推定される針状の析出が認められる (Fig. 27, 28)。
- (3) 照射温度が 602 °C の試料 (Fig. 26, ×D08E) では、Laves 相が粒界及び粒内の大勢を占め僅かに  $M_6C$  が認められる。粒界では長形で連なり、粒内では棒状、立方状及び粒状で析出して

いる。このような照射下における析出挙動の供試材間の相違，すなわち 50 MK 材と 50 MS 材の差は認められない。

#### 5.4 Ni の偏析

ポイドスエリングが大きい試料（2.3%以上）において母相中の Ni 濃度低下が認められ，最も低下したところでは 7%（初期濃度は約 13%）まで低下している。母相中の Ni は，高 Ni 相（ $M_6$  C, G 相, Laves 相）の析出及びポイド周囲への偏析等によって低下する。Ni の偏析の例を Fig. 30 に示すが，照射量が低くスエリングの小さい試料には偏析は認められない。これに，対し照射量が高くスエリングの大きな試料では Ni の偏析が認められる。母相中の Ni 偏析による，Ni 濃度とスエリングの関係を Fig. 31 に示すが，スエリングの大きいほど，母相中の Ni 濃度低下が著しい。

## 6. 結果の検討

SUS 316 ステンレス鋼のスエリングピーク温度は 570 °C 前後であると報告されている。本試験では、Fig.13に示すように 550 °C 以上の照射温度における高照射試料がないため、ピーク温度は明確とならなかった。以下、スエリングのピーク温度について検討する。

600 °C 付近で  $9.4 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$  照射された試料 (50 MS) のスエリングは 2.6 % であった。この温度における試料のスエリング挙動は、Fig.12及びFig.13に示すように 520 °C 付近の照射試料と同じ傾向、すなわち、 $15 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$  以上の照射域では、約 5 % /  $10^{22} \text{ n/cm}^2$  の割合でスエリングが増加するとすなわすと、この温度付近で  $19 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$  の照射を受けた場合は、11 % のスエリングを上廻ることが予想される。密度測定によれば、600 °C、 $1.8 \times 10^{23} \text{ n/cm}^2$  の照射で 5 ~ 6 % のスエリング値が得られている<sup>(7)</sup>。このことからスエリングピーク温度は 520 °C 以上にあると推定される。

50 MK 及び 50 MS 材は共に  $1.9 \times 10^{23} \text{ n/cm}^2$  の照射において約 11 % のボイドスエリングが計測されたが、Rapsodie PNC-5 の場合の同一照射条件におけるスエリングは、47 MS : 3 %、47 MK : 1 % であるのに対し、50 MK、50 MS では 0.1 % とスエリング潜伏期は長く、耐スエリング性に優れている。冷間加工度は 20 % と同じであるが、リンの含有量が 47 MS : 0.002 %、47 MK : 0.01 % であるのに対して 50 MK、50 MS では 0.03 % と異っている。

SUS 316 鋼へのリンの添加はスエリングの抑制に効果があると言われており<sup>(8)(9)</sup>、このリン含有量の相違がスエリングの潜伏期の相違の原因と考えられる。また、ボイドスエリングと相安定性も係っており、相安定性の低い材料の場合、耐スエリングは劣ると言われている<sup>(10)</sup>。本試験の材料は、Rapsodie PNC-5 の結果に比べ、結晶粒界の移動及びサブグレインの発生は少ない。また、47 MK、47 MS、50 MK、50 MS の析出相 ( $\text{M}_6\text{C}$ 、G) 等の析出挙動の照射量及び照射温度依存性を Fig.30 に示すが、50 年材の場合スエリング挙動に影響する Ni 濃度の高い G 相、Laves 相の析出する照射量は高くなる。このように相安定性も 50 年材はより安定なものとなっている。この事もスエリングの潜伏期を長くしている原因として推定される。



## 7. ま と め

「もんじゅ」型燃料ピンの確性試験として、仏国の高速原型炉「フェニックス」において最高  $18.8 \times 10^{22} \text{ n/cm}^2$  ( $E > 0.1 \text{ MeV}$ ) まで照射された PNC-3 燃料ピンについて、被覆管の透過型電子顕微鏡及び光学顕微鏡を行った結果次のことが明らかになった。

- (1) 最大スエリング量 ( $\Delta V/V$ ) は、得られたデータの範囲では照射温度 520 °C で現われ、50 MK 及び 50 MS 材とも 11 % であった。
- (2) 50 MK 及び 50 MS 材のスエリング潜伏期は、47 MK, 47 MS 材に比べ長くなっている。これはリンの含有率が 3 ~ 10 倍多く、リンの添加が耐スエリング性向上に寄与するためと考えられる。
- (3) 両照射材に照射誘起相として、 $M_6C$ ,  $\gamma'$  相, G 相及び Laves 相の析出が観察された。

## 8. 参 考 文 献

- (1) P. J. Barton, B. L. Eyre and D. A. Stow : J. Nucl. Mat. , 67 (1977), 181
- (2) H. P. Brager and F. A. Garner : J. Nucl. Mat. , 53 (1978), 9
- (3) P. R. Okamoto and H. W. Wiedersich : J. Nucl. Mat. , 53 (1974), 336
- (4) P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan : Electron Microscopy of Thin Metals (1965)
- (5) Rapsodie PNC-5 燃料の照射後試験, 燃料被覆管の透過型電子顕微鏡観察 PNC N 9410 87 - 092
- (6) P. J. Maziasz, ORNL 6121 (1985)
- (7) 燃料材料開発部試験実施報告, 61 (AGS) 36, 1986
- (8) 伊藤正彦, 小野瀬庄二 : 日本金属学会誌, 49 (1985), 389
- (9) F. A. Garner and H. R. Brager : J. Nucl. Mat. , 133 & 134 (1985), 511
- (10) 高橋平七郎, 竹山太郎 : 日本金属学会報, 22 (1983), 702

Table 1 Cladding fabrication sheet

Material	Pin No	Anneal temp.	Cold work (%)	Chemical composition (Wt %)										
				C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Co	Mo	B	N
50 MK	88 K 4 98 K 1	1080 °C	19.8	0.058	0.45	1.75	0.027	0.004	13.92	17.75	0.06	2.26	0.0019	0.0065
50 MS	88 S 4 98 S 1	1020 °C	21	0.059	0.54	1.63	0.029	0.010	13.05	17.35	0.01	2.44	0.0012	0.0080

Chemical composition (Wt %)							Hardness (Hv 500 g)	Grain size (ASTM No)
Al	As	Cu	Nb+Ta	V	O	Ti		
0.010	0.003	0.02	<0.005	0.03	0.0010	0.005	280 282	8.5
0.029	0.002	0.13	0.002	0.002	0.0017	0.002	287 281	8.0

Table 2 Irradiation condition of PNC-3 fuel pin

Reactor cycle		Pin No	
		98K1, 98S1	88K4, 88S4
1 (Phenix 21)	Liner power (W/cm)	453	
	Burn-up (MWd/t)	17640	—
	E. F. P. D	92.1	
2 (Phenix 22)	Liner power	428	
	Burn-up	31440	—
	E. F. P. D	167.1	
3 (Phenix 23)	Liner power	399	
	Burn-up	44470	—
	E. F. P. D	241.7	
4 (Phenix 24)	Liner power	400	
	Burn-up	58340	—
	E. F. P. D	323.2	
5 (Phenix 28)	Liner power	378	450
	Burn-up	67790	11278
	E. F. P. D	381.3	58.1
6 (Phenix 29)	Liner power	364	437
	Burn-up	82110	28513
	E. F. P. D	472.7	149.5
7 (Phenix 30)	Liner power	333	404
	Burn-up	95520	45229
	E. F. P. D	565.8	242.6
Peak burn-up (MW d / t)		95520	45229
Peak fluence ( $\frac{\times 10^{22} \text{ n}}{\text{E} > 0.1 \text{ MeV}} / \text{cm}^2$ )		18.8	8.0
Total EFPD (day)		565.8	242.6
Max cladding temp. (°C)		650	633
Core location		22 - 22 (4th inner row)	

Table 3 Irradiation condition of TEM specimen

Specimen No	Material	Pin No.	D.F.C.B *	Irradiation temperature (°C)			*2 Fluence $\times 10^{22}$ n/cm <sup>2</sup> E > 0.1 MeV
				1st cycle BOC *3	5th cycle BOC *3	7th cycle BOC *3	
×D0382	50MK	88K4	184 - 204	—	500	480	7.6
×D097		98K1	184.5 - 205.5	508	493	471	17.9
×D09B			284.5 - 303.5	551	520	496	18.8
×D09H			464.5 - 483.5	620	565	532	16.9
×D0463	50MS	88S4	229.8 - 248.5	—	515	492	7.9
×D083		98S1	4.5 - 23.5	428	428	420	13.1
×D085			74.5 - 93.5	455	453	440	15.3
×D087			184.5 - 203.5	508	492	472	17.9
×D0892			287.4 - 306.4	553	527	500	18.7
×D08E			704.5 - 723.5	653	602	560	9.4

- \* 1 : Distance from core bottom  
\* 2 : Cladding midwall temperature  
\* 3 : Beginning of cycle

Table 4 Voids data of irradiated fuel cladding

Specimen No.	Material	Pin No.	Temperature (°C) 5th cycle B.O.C	Fluence (n/cm <sup>2</sup> , E>0.1MeV)	Voids data		
					Swelling $\Delta V/V$ (%)	Mean dia. (nm)	Density (cm <sup>-3</sup> )
XD0382	50MK	88 K 4	500	$7.6 \times 10^{22}$	0.11	20.6	$2.2 \times 10^{14}$
XD097		98 K 1	493	17.9	2.31	34.3	7.0
XD09B			520	18.8	11.41	75.7	3.4
XD09H			565	16.9	9.47	73.3	3.2
XD0463	50MS	88 S 4	515	7.9	0.03	18.9	0.7
XD083		98 S 1	428	13.1	0.23	16.1	7.9
XD085			453	15.3	0.44	21.4	6.1
XD087			492	17.9	3.57	38.1	7.6
XD0892			527	18.7	10.84	78.4	2.8
XD08E			602	9.4	2.62	83.2	0.6

Table 5 Dislocation data of irradiated fuel cladding

Specimen No.	Material	Pin No.	Temperature* (°C)	Fluence (n/cm <sup>2</sup> E>0.1MeV)	Frank loop			Dislocation density except loop (×10 <sup>10</sup> cm/cm <sup>3</sup> )	Total dislocation density (×10 <sup>10</sup> cm/cm <sup>3</sup> )
					Mean loop diameter (nm)	Loop number density (×10 <sup>14</sup> /cm <sup>3</sup> )	Loop disloc- ation density (×10 <sup>10</sup> cm/cm <sup>3</sup> )		
XD0382	50MK	88K4	500	$7.6 \times 10^{22}$	20.6	13.2	2.4	4.2	6.6
XD097		98K1	493	17.9	55.0	1.2	0.2	4.4	4.5
XD09B			520	18.8	—	—	—	1.7	1.7
XD09H			565	16.9	—	—	—	2.0	2.0
XD0463	50MS	89S4	515	7.9	53.4	10.4	1.7	4.4	6.1
XD083		98S1	428	13.1	38.5	30.5	3.7	6.7	10.4
XD085			453	15.3	42.5	14.0	1.9	3.2	5.1
XD087			492	17.9	62.8	0.9	0.2	3.0	3.2
XD089			527	18.7	—	—	—	3.1	3.1
XD08E			602	9.4	—	—	—	1.7	1.7

\* 5 th cycle B. O. C.

Table 6 Vickers hardness data of fuel cladding

Specimen No	Material	Pin No	Temperature (°C) 5 th cycle BOC	Fluence (n/cm <sup>2</sup> ) E>0.1MeV)	Vickers hardness (HV 500 g)			
					Inner	Middle	Outer	Average
×D0382	50MK	88K4	500	$7.6 \times 10^{22}$	299	303	284	295
×D097		98K1	493	17.9	267	276	275	273
×D09B			520	18.8	234	227	210	223
×D09H			565	16.9	219	238	232	229
×D0463	50MS	88S4	515	7.9	274	285	284	281
×D085		98S1	428	13.1	330	315	303	316
×D087			453	15.3	291	312	322	308
×D089			492	17.9	262	297	294	284
×D08E			527	18.7	222	230	210	221
			602	9.4	242	241	240	241



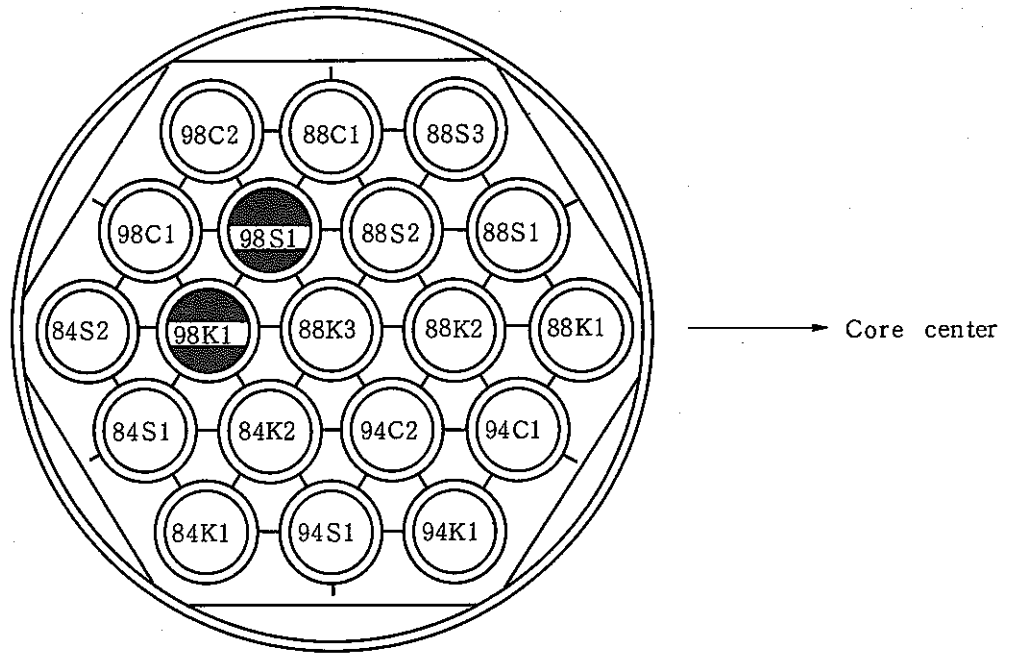
Table 7 Summary of observed precipitates in irradiated fuel cladding

Specimen No	Material	Pin No	Fluence ( $n/cm^2$ $E > 0.1MeV$ )	Irradiation temperature ( $^{\circ}C$ ) *	Intergranular precipitates	Intragranular precipitates	Remarks
XD0382	50MK	88K4	$7.6 \times 10^{22}$	500	$M_6C$	$M_6C, Fe_2P$	
XD097		98K1	17.9	493	$M_6C$	$M_6C, r'$	G.B.Migration
XD09B			18.8	520	$M_6C, G$	$M_6C, G, r'$	
XD09H			16.9	565	$M_6C$	$M_6C, G$	
XD0463	50MS	88S4	7.9	515	$M_6C$	$M_6C, Fe_2P$	
XD083		98S1	13.1	428	$M_6C, Ferrite$	$M_6C, r'$	
XD085			15.3	453	$M_6C$	$M_6C, r'$	G.B.Migration
XD087			17.9	492	$M_6C, G$	$M_6C, G, r'$	G.B.Migration
XD099			18.7	527	$M_6C, G$	$M_6C, G, r'$	G.B.Migration
XD08E			9.4	602	Laves, $M_6C$	Laves, $M_6C$	Subgrain

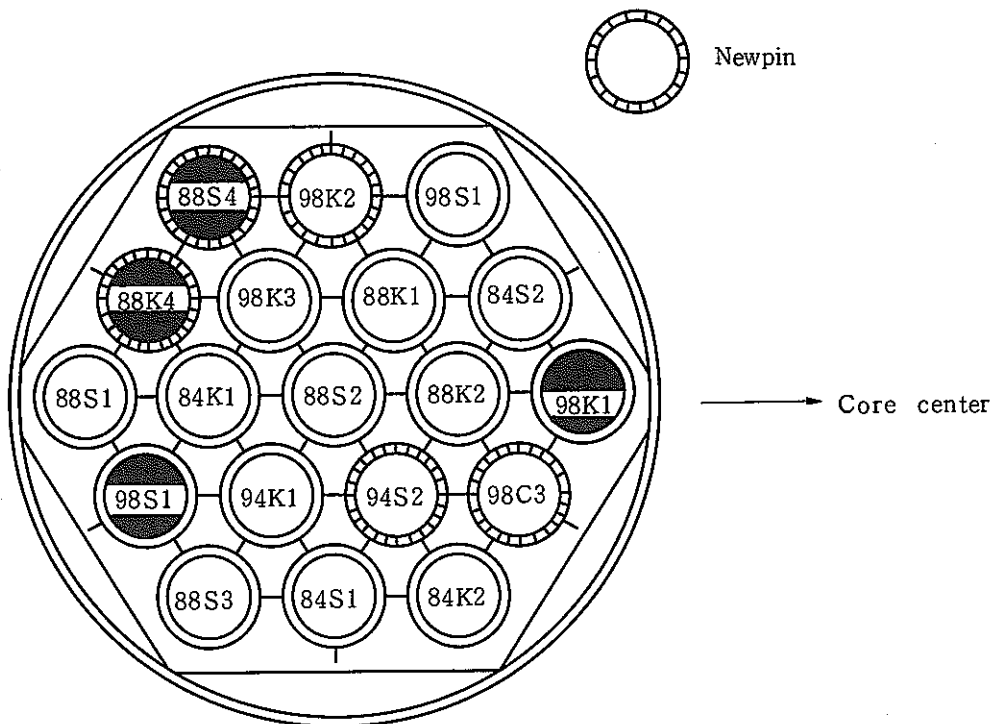
\* 5th cycle B.O.C

Table 8 Metallic composition of precipitates in irradiated fuel cladding

Specimen No.	Material	Irradiation temperature (°C) 5th cycle BOC	Fluence $\times 10^{22} \text{ n/cm}^2$ $E > 0.1 \text{ MeV}$	Phase	Metallic composition (wt %)					
					Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo
×D0382	50MK	500	7.6	M <sub>6</sub> C	9.5	37.8	—	11.8	30.5	8.5
×D097		493	17.9	M <sub>6</sub> C	6.9	39	—	15.7	32	5.3
×D09B		520	18.8	M <sub>6</sub> C	7.3	34.3	—	11.6	28.5	17.9
×D09H		565	16.9	G	11.9	7.1	14.5	8.2	58.3	—
				M <sub>6</sub> C	6.2	30.2	—	10.9	27.2	24.5
			G	16.1	4.7	9.1	5.7	55	9.4	
×D0463	50MS	515	7.9	M <sub>6</sub> C	7.6	39.3	—	11.1	34.7	6.7
×D083		428	13.1	M <sub>6</sub> C	8.9	37	—	18.7	31.3	3.8
×D085		453	15.3	M <sub>6</sub> C	7.1	38	—	16.9	33.5	3.6
×D087		492	17.9	M <sub>6</sub> C	8.7	35.6	—	14.8	30	11
				G	20.1	17.2	8.1	10.6	44.0	—
×D089		527	18.7	M <sub>6</sub> C	8.2	36.1	—	12.2	29	13.6
				G	15.5	6.3	12.1	5	58.9	—
×D08E		602	9.4	Laves	6.8	18	3	23	22.8	26.2
	M <sub>6</sub> C			7.8	25.5	—	8.2	24.2	33.3	



(1) PNC-3 Bigin of 1st cycle (Phenix No.21 cycle)



(2) PNC-3 Bigin of 5th cycle (Phenix No.28 cycle)

Fig.1 Location of the fuel pin in the fuel subassembly

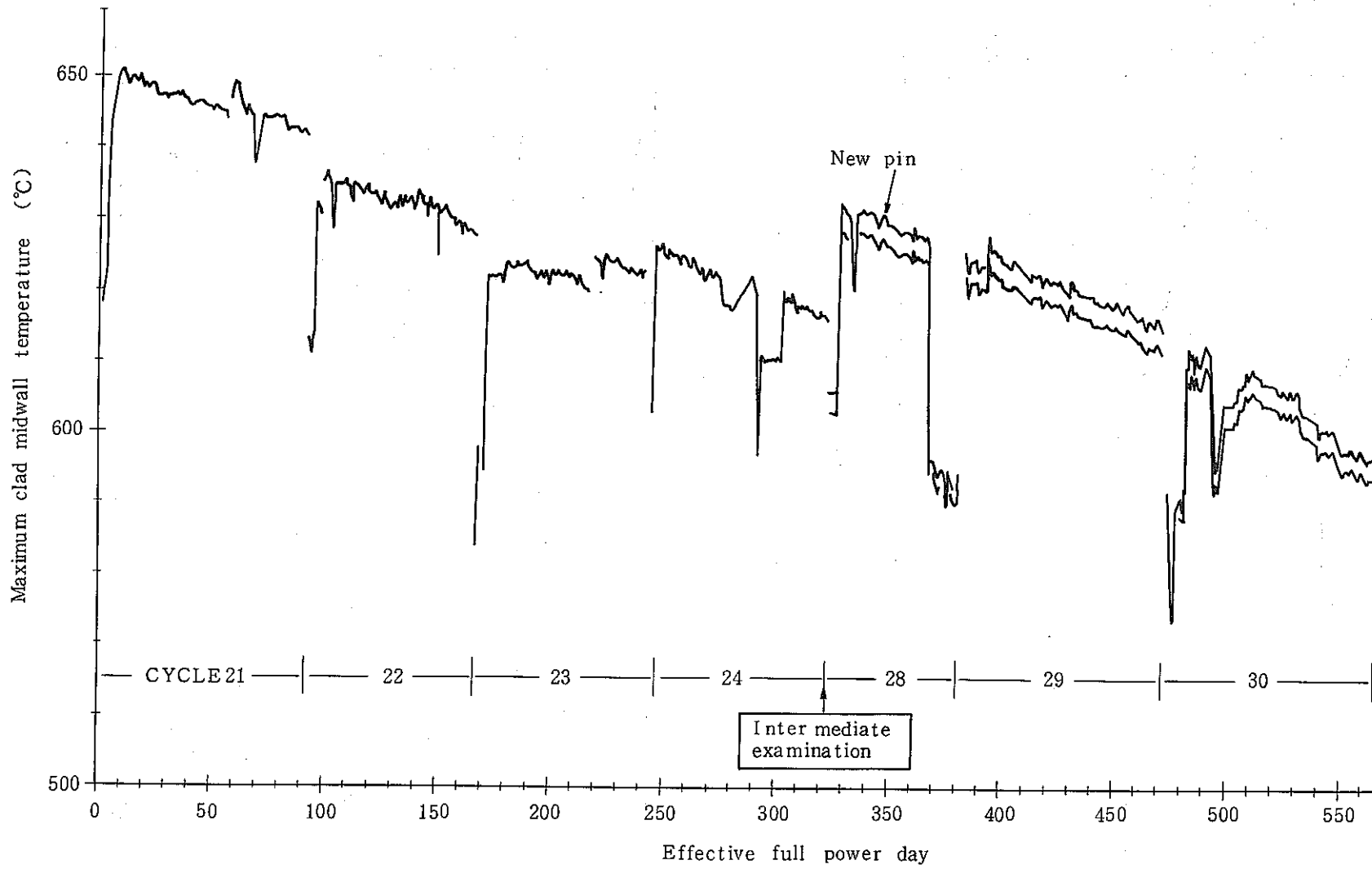


Fig.2 Variation of cladding temperature with irradiation

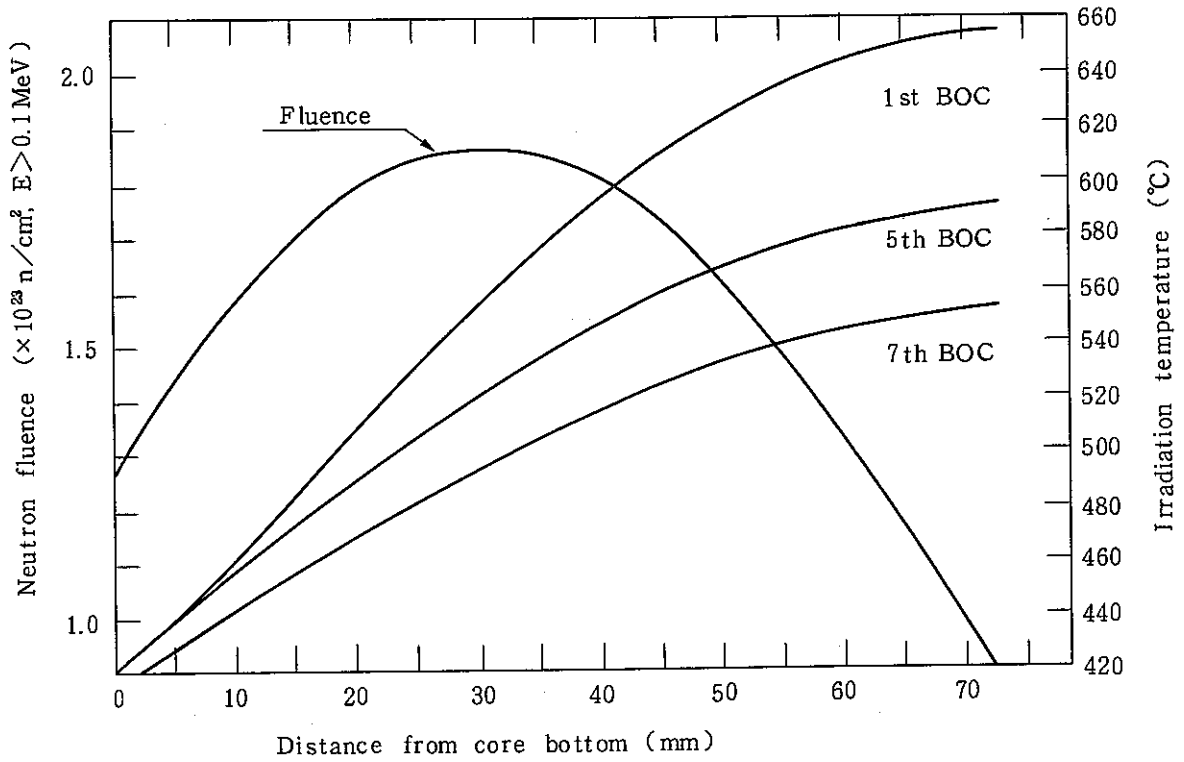


Fig.3 Irradiation condition of fuel cladding (98K1)

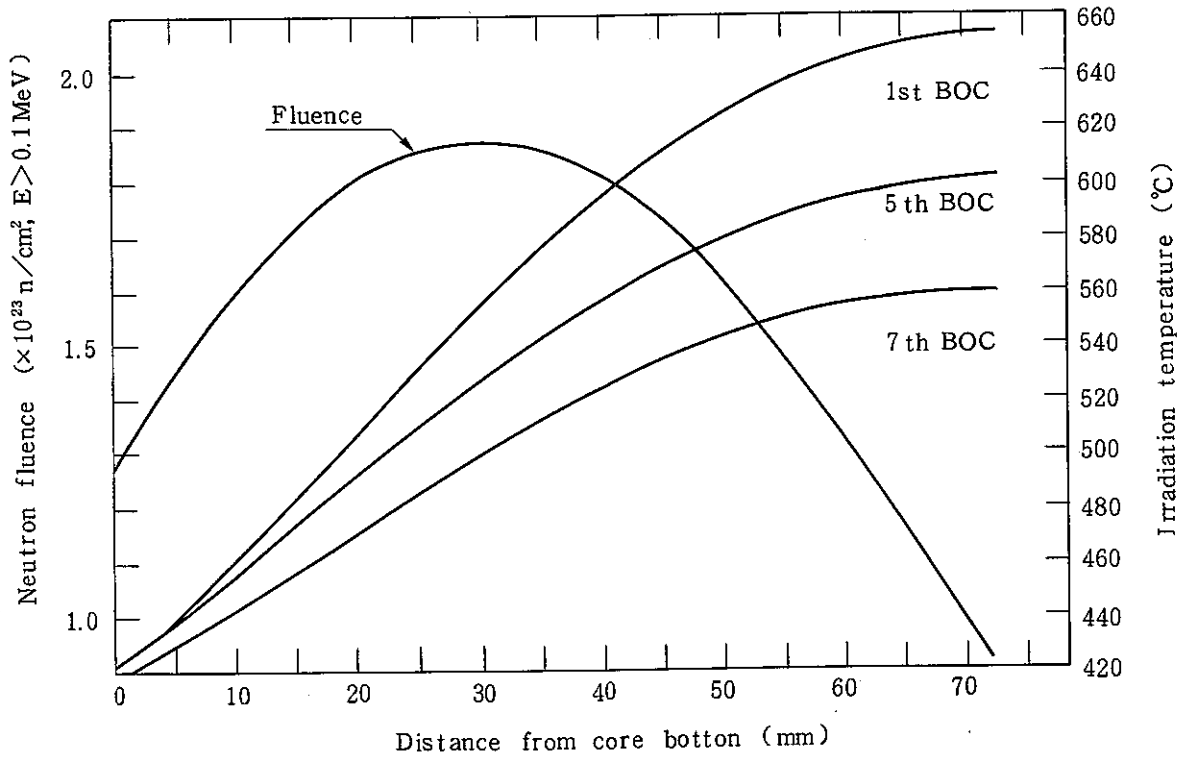


Fig.4 Irradiation condition of fuel cladding (98S1)

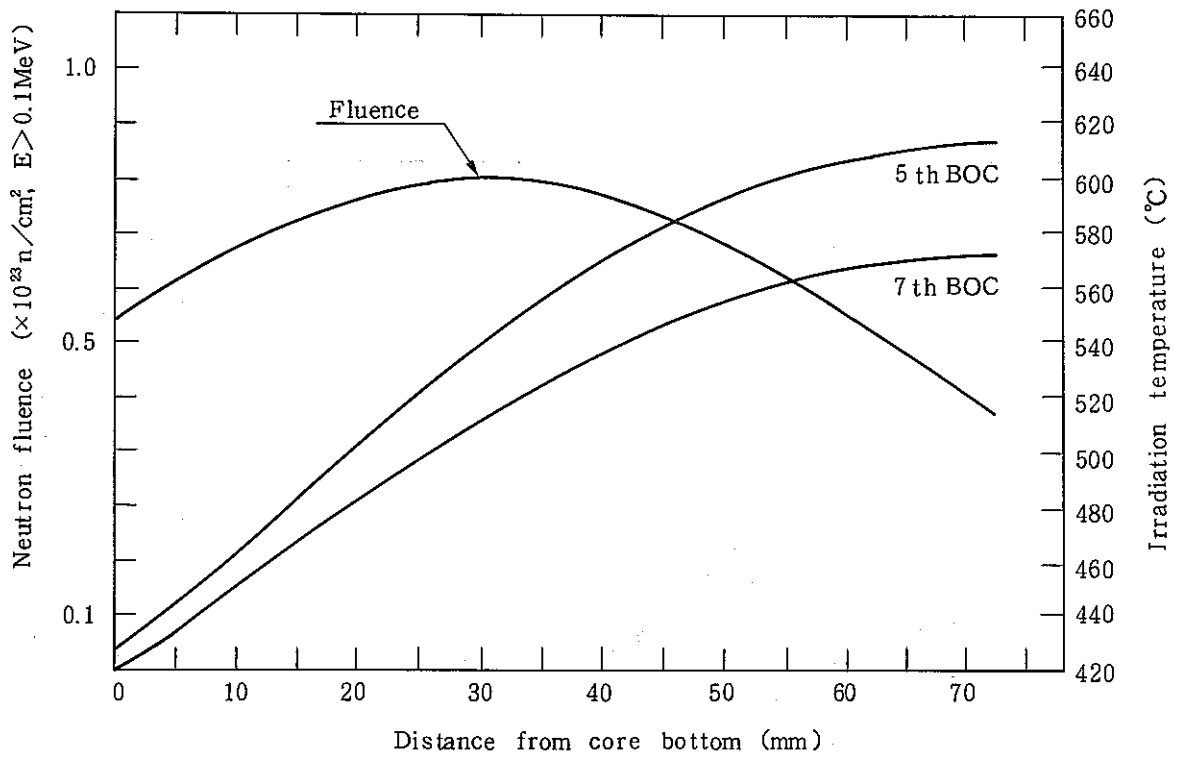


Fig.5 Irradiation condition of fuel cladding (88K4)

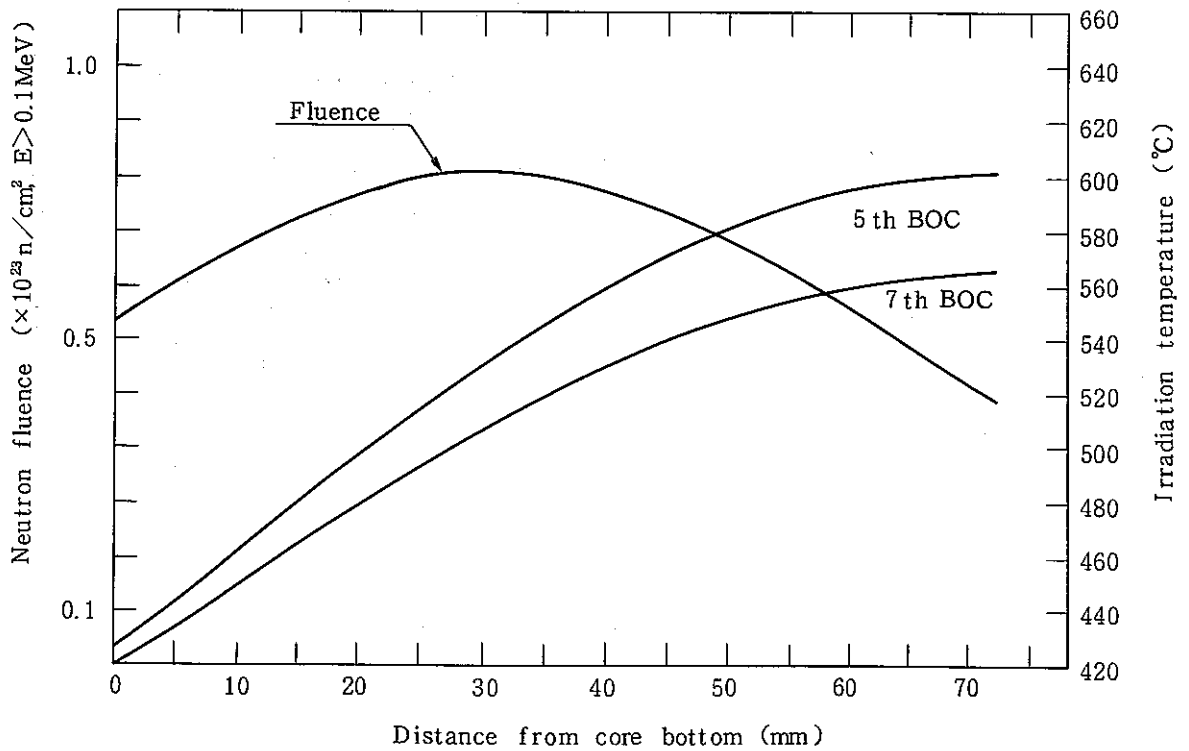


Fig.6 Irradiation condition of fuel cladding (88S4)

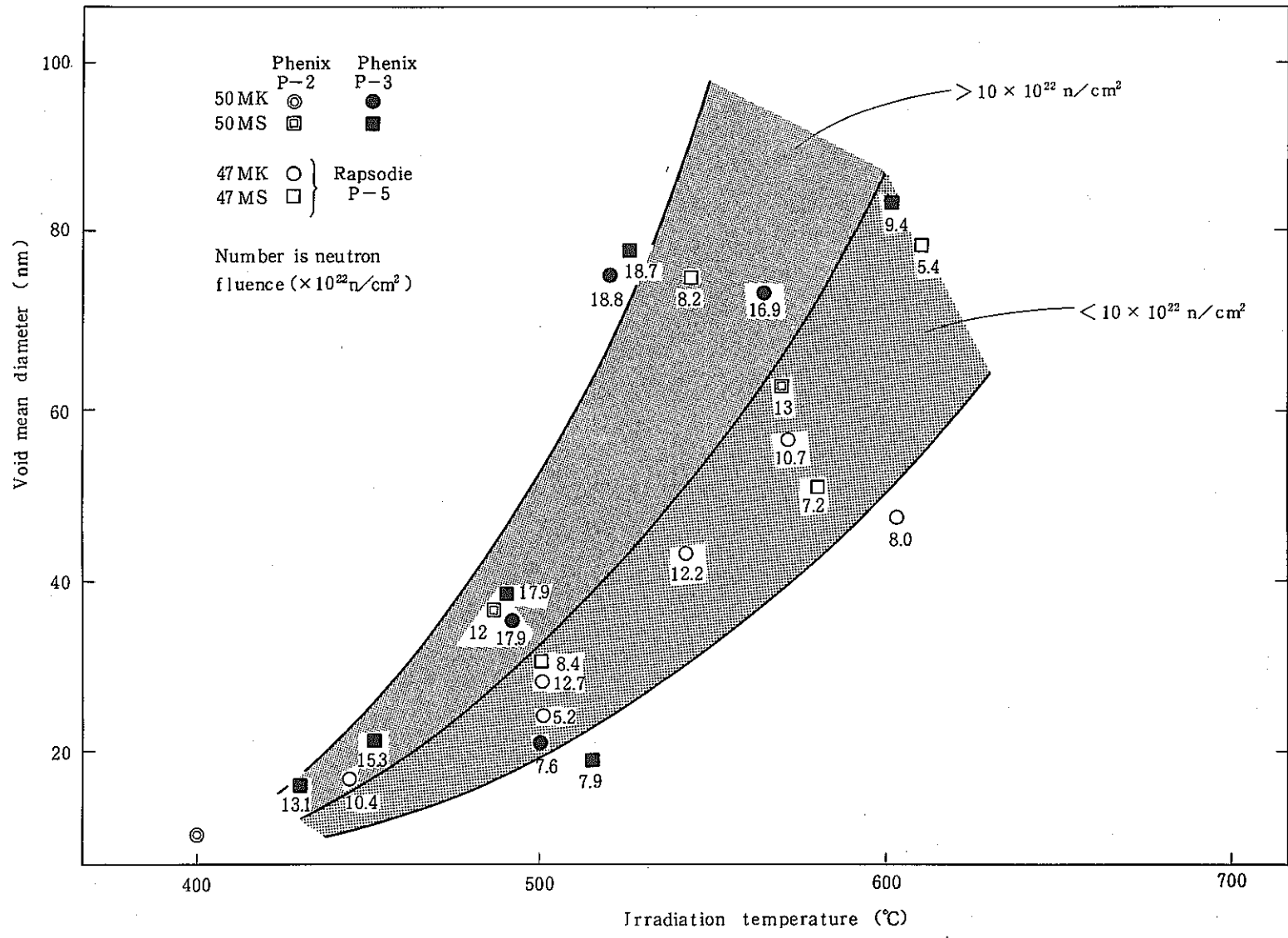


Fig.10 Void mean diameter as a function of irradiation temperature

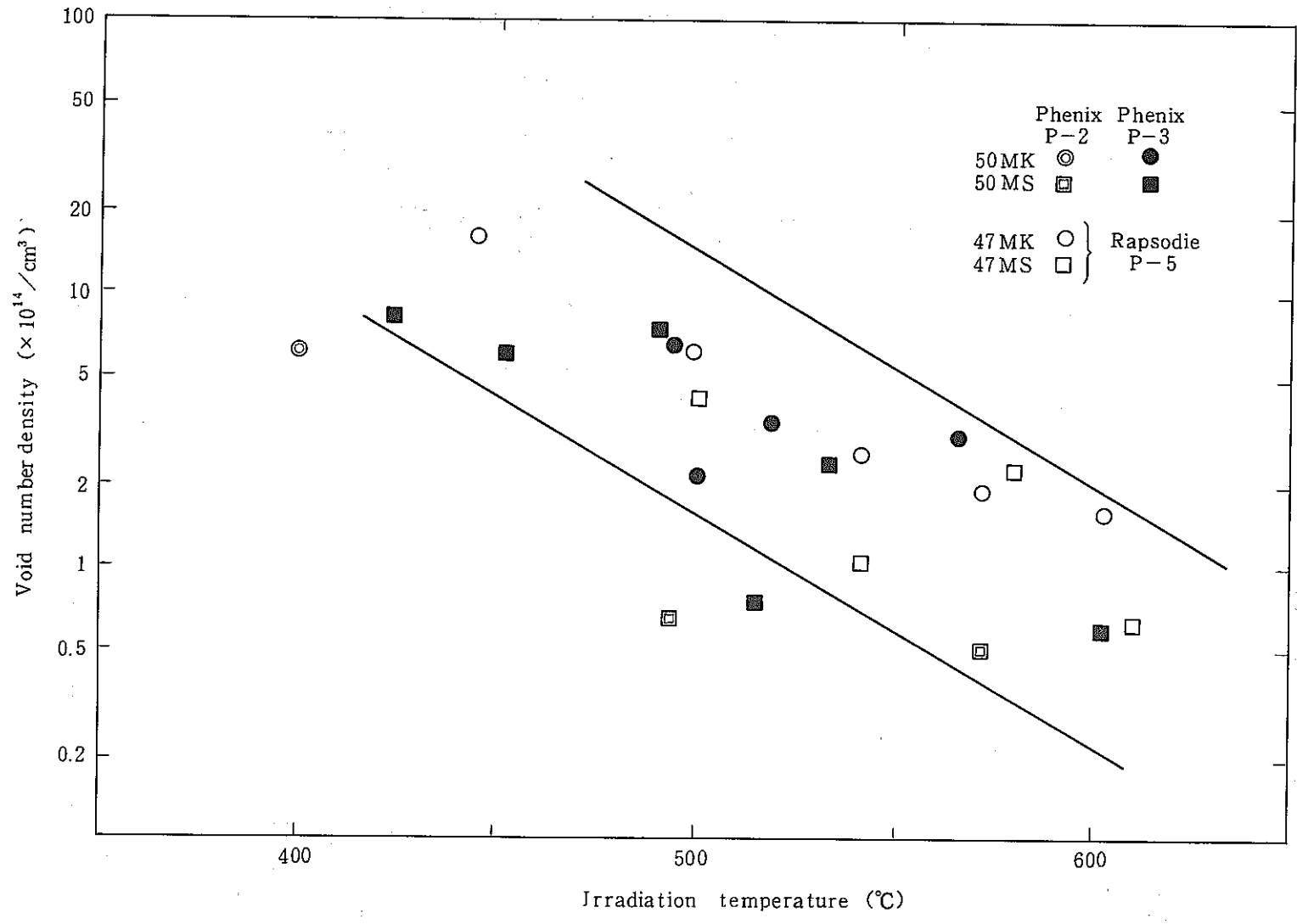


Fig.11 Void number density as a function of irradiation temperature.



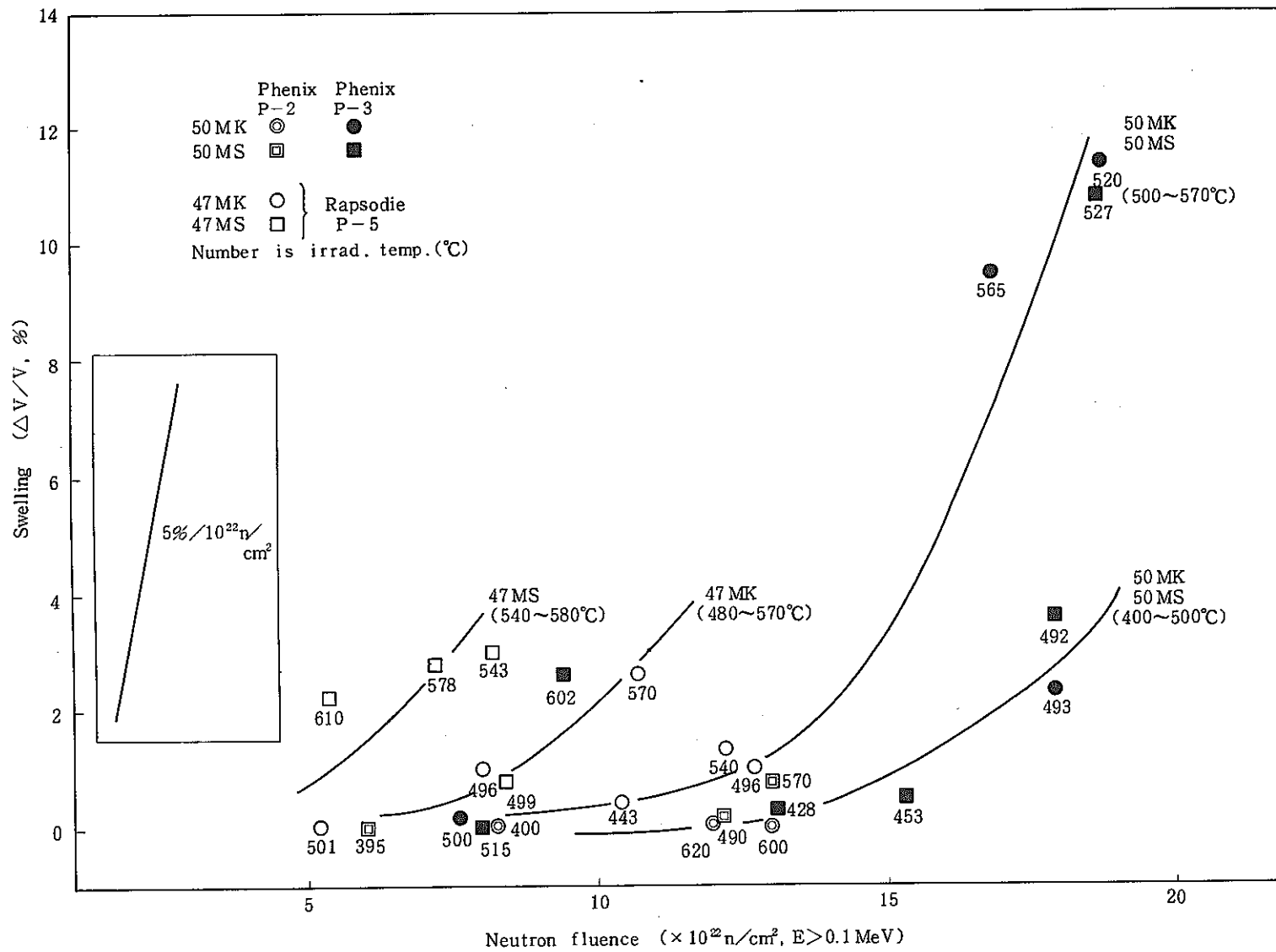


Fig.12 Fluence dependence of swelling for fuel cladding

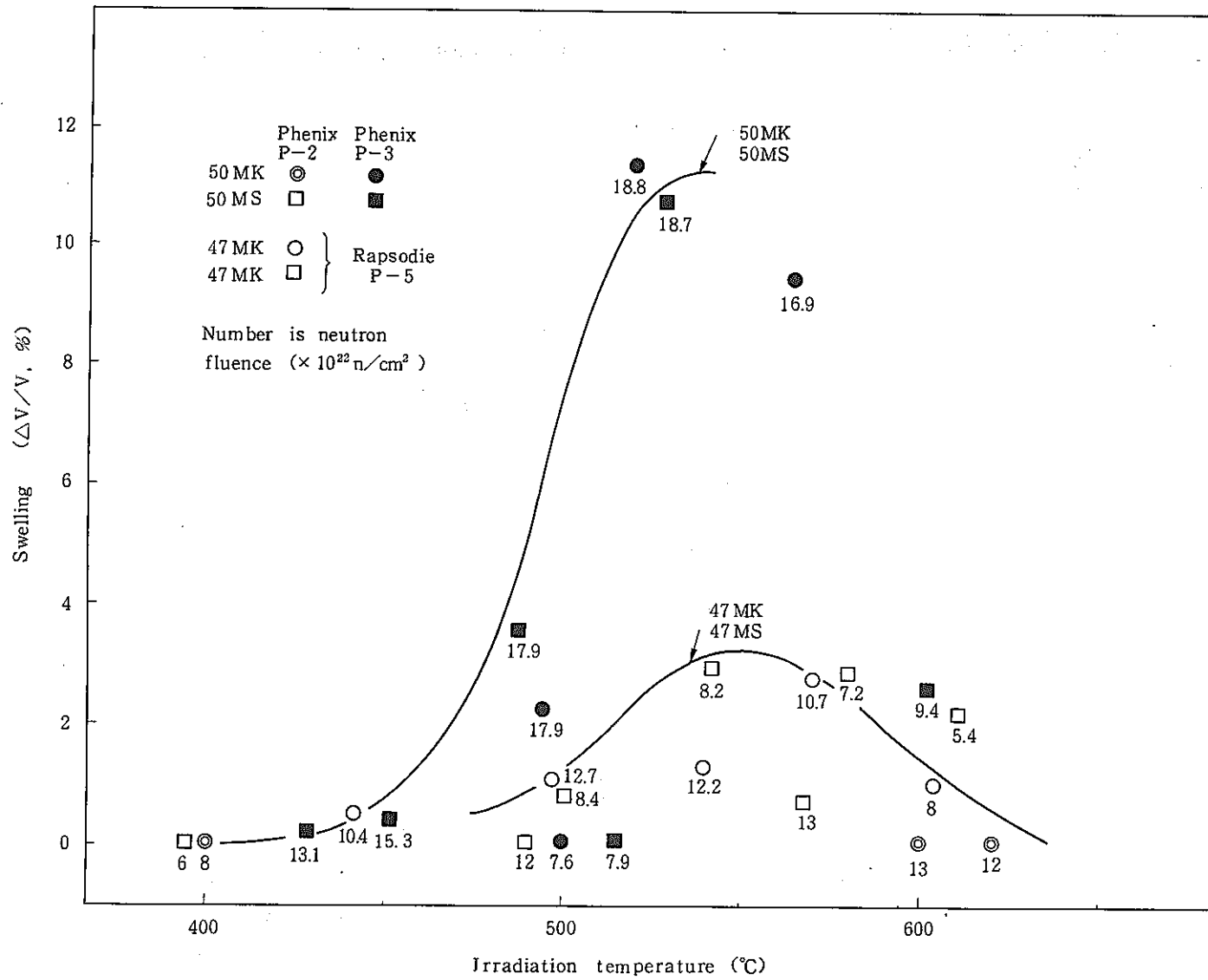


Fig.13 Irradiation temperature dependence of swelling

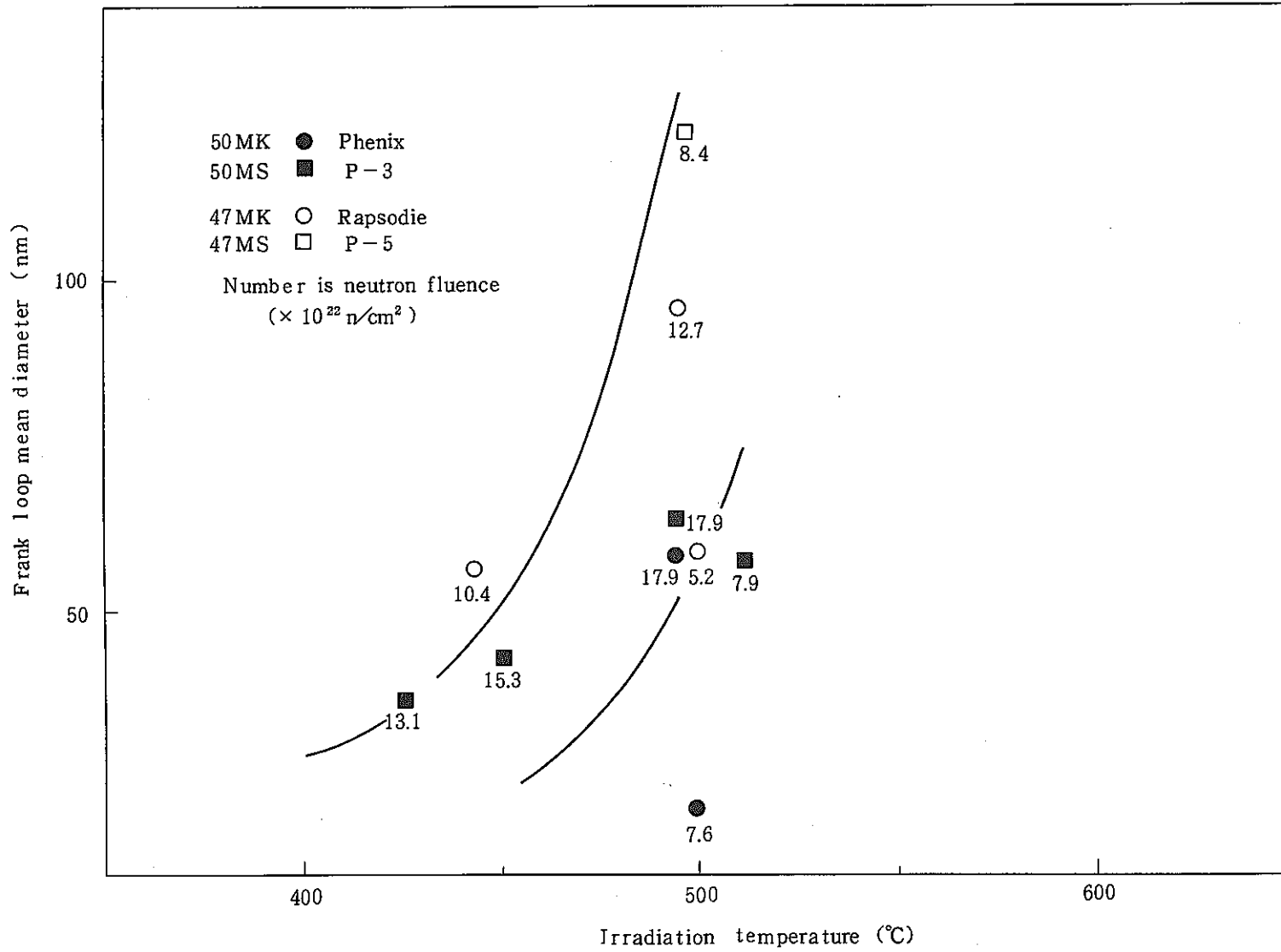


Fig.16 Frank loop mean diameter as a function of Irradiation Temperature

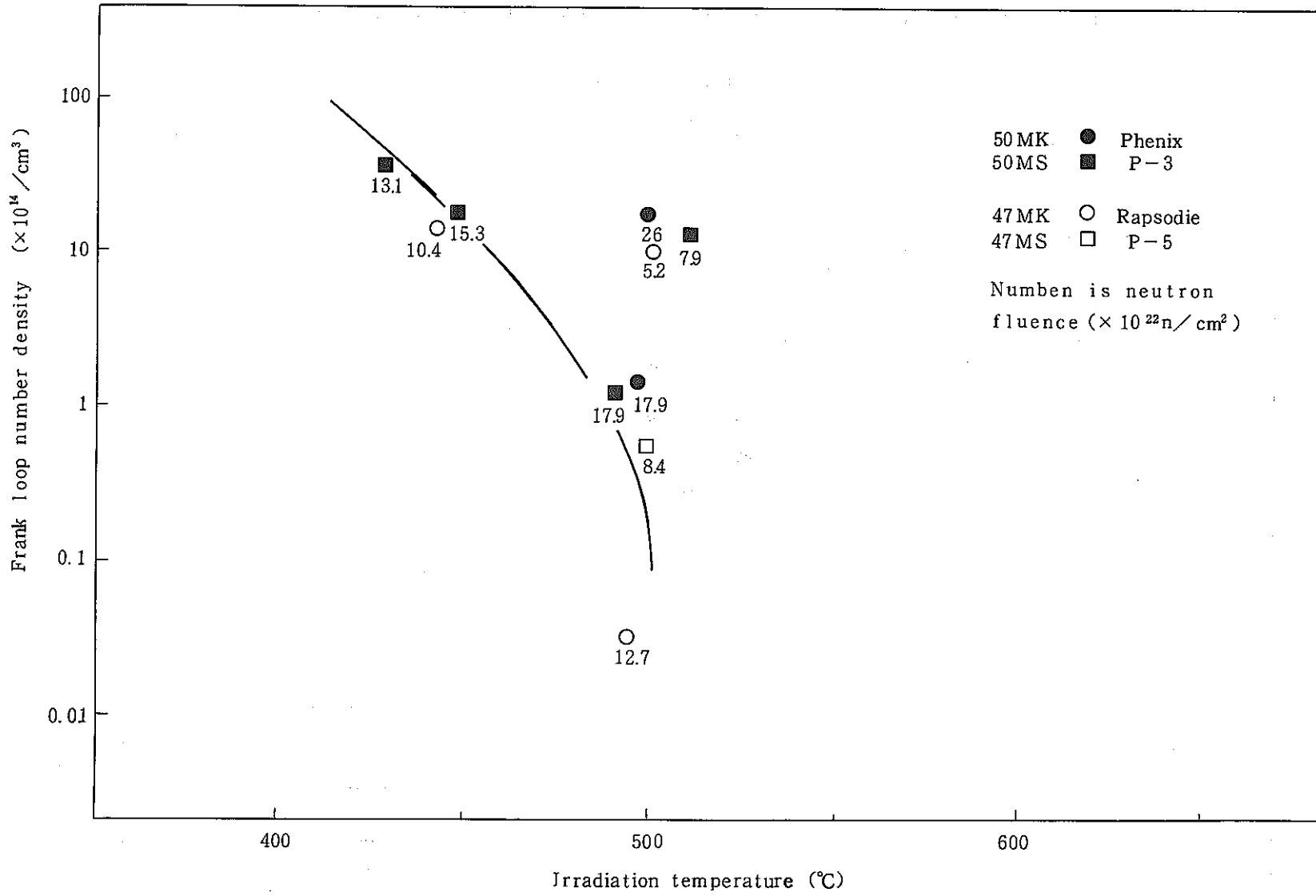


Fig.17 Frank loop number density as a function of irradiation temperature

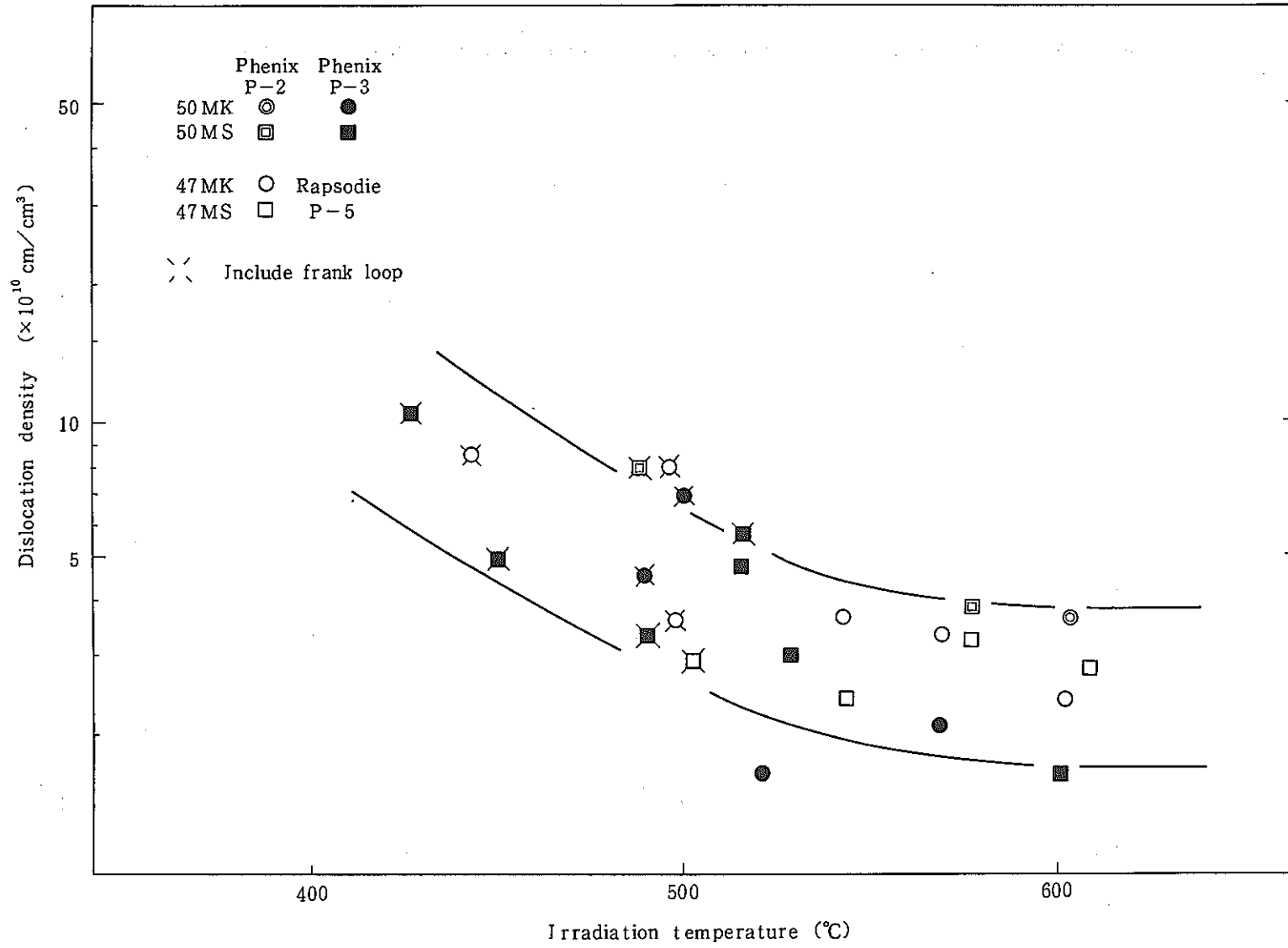


Fig.18 Dislocation density as a function of irradiation temperature

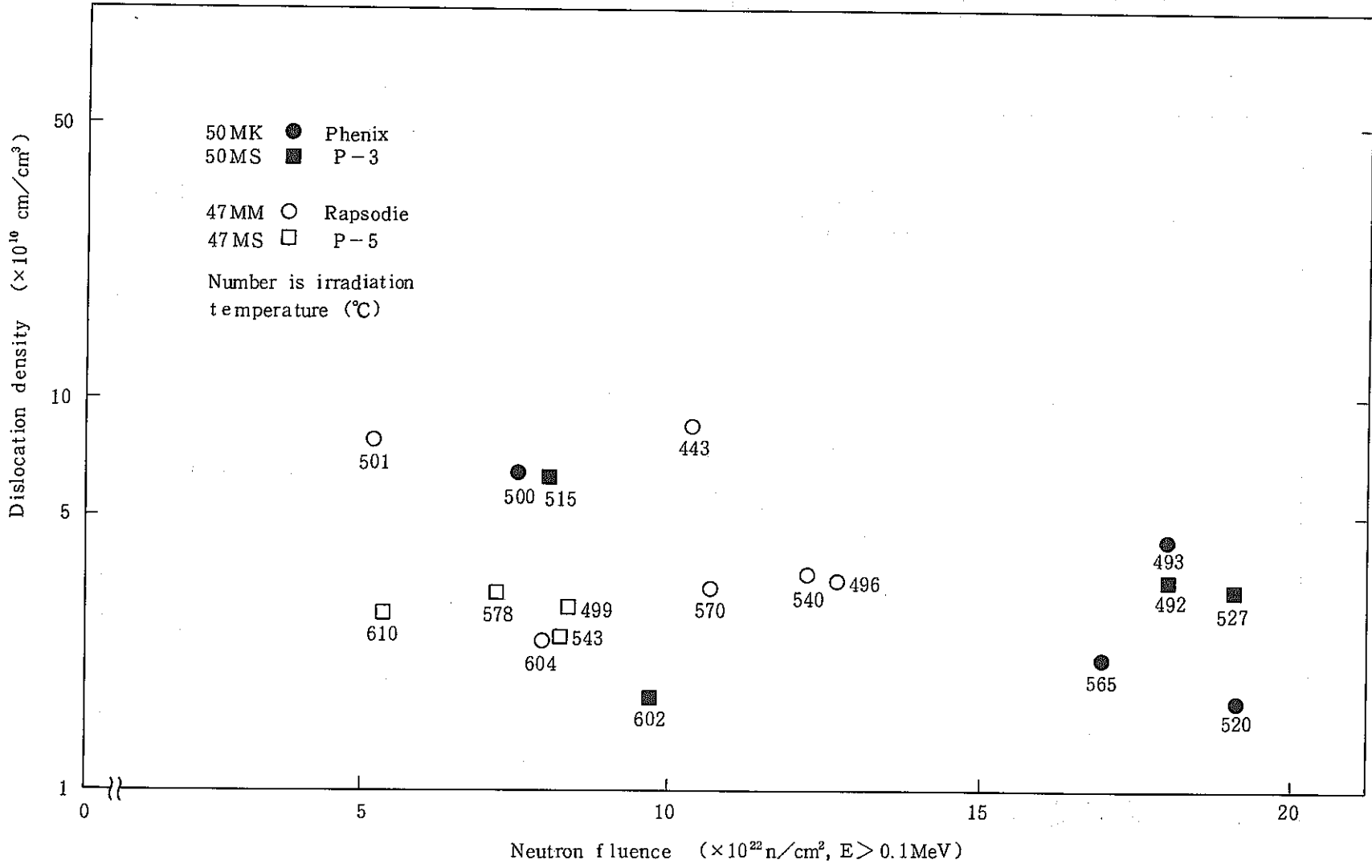


Fig.19 Dislocation density as a function of Neutron fluence

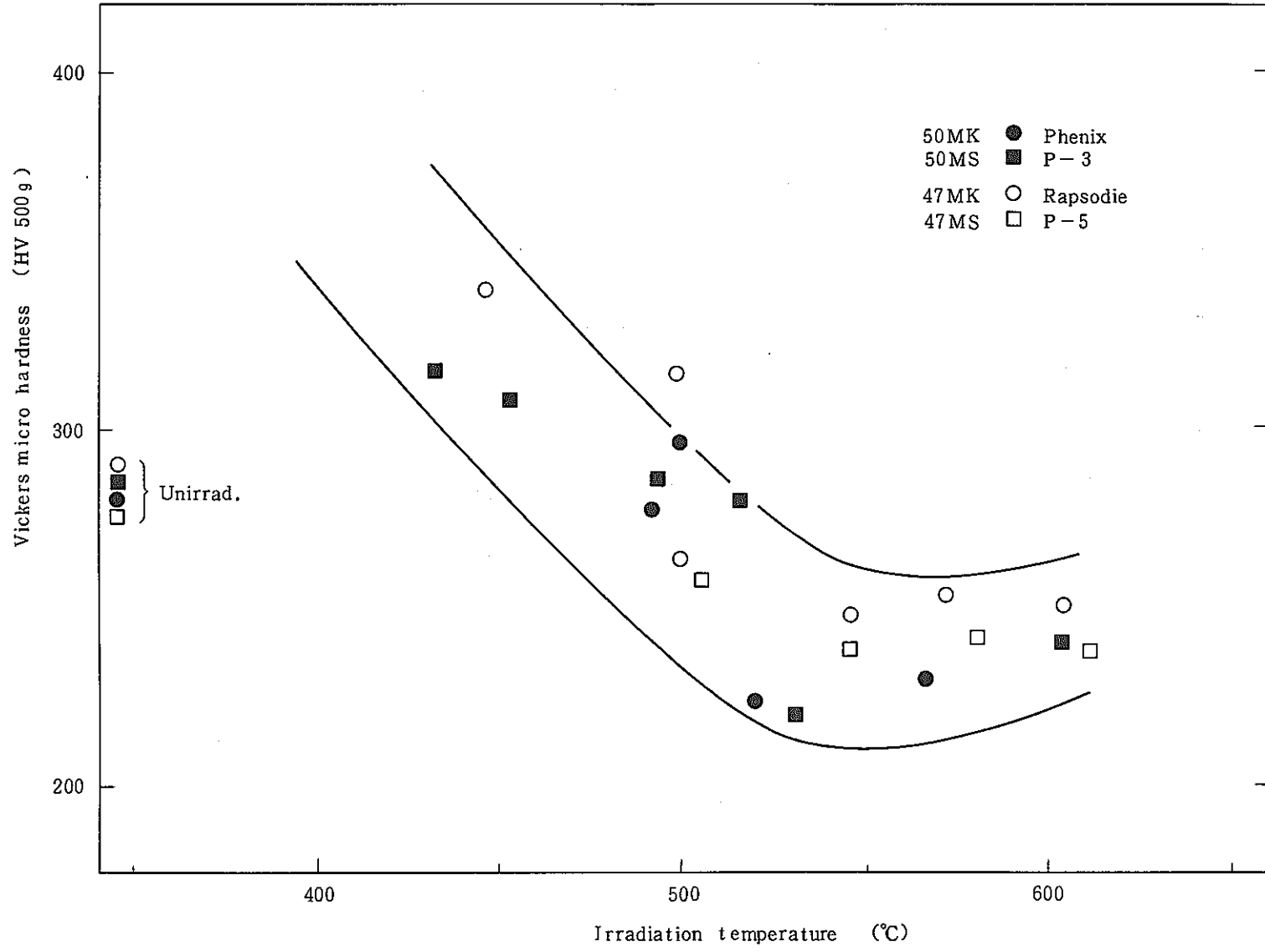


Fig.24 Vickers micro hardness of fuel cladding as a function of irradiation temperature

この頁は PDF 化されていません。  
内容の閲覧が必要な場合は、技術資料管理  
担当箇所を参照して下さい。



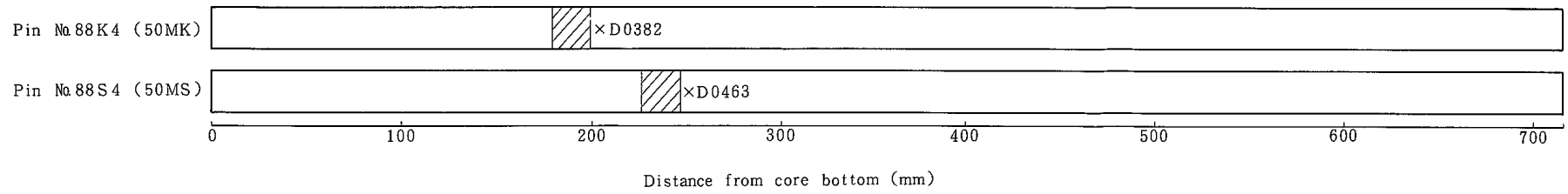
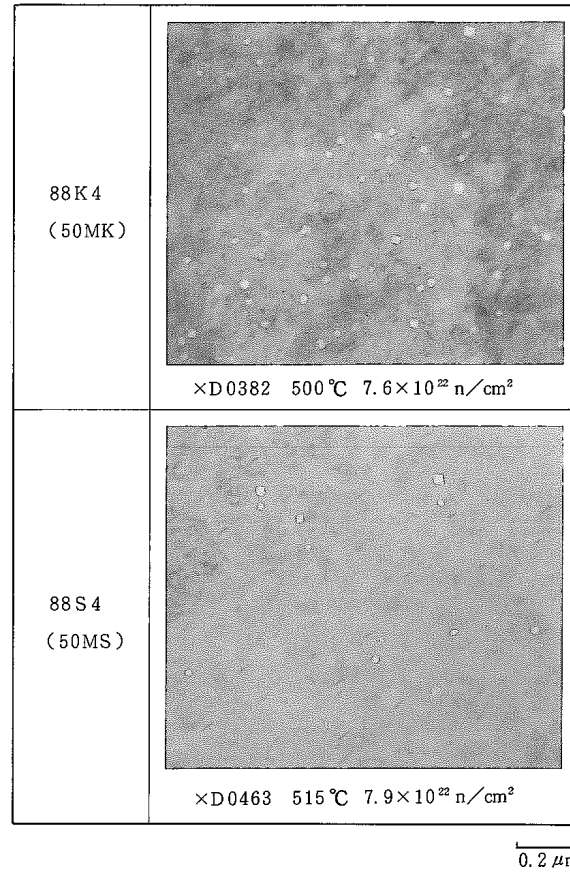
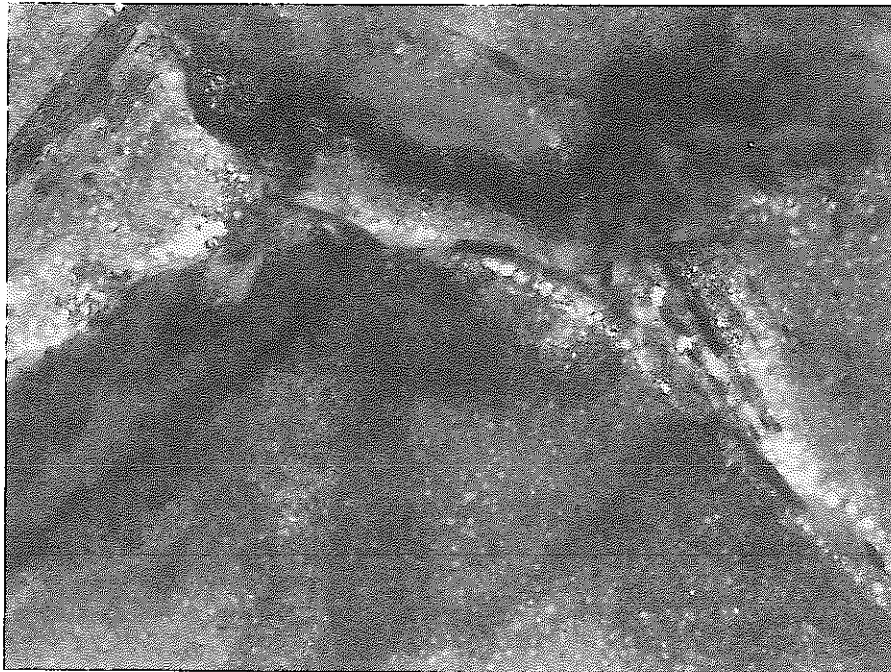
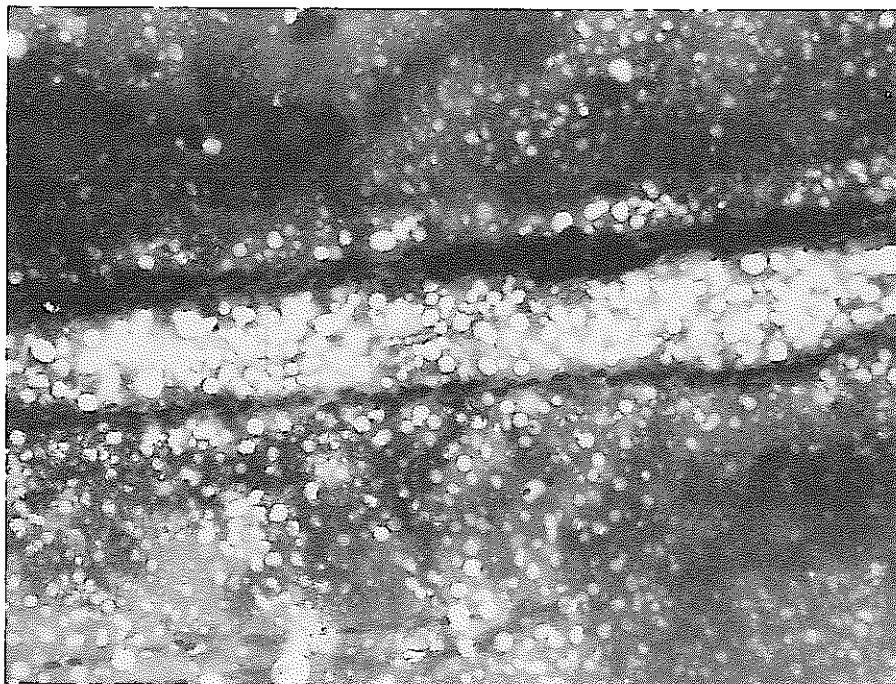


Fig.8 Void distribution of irradiated cladding (88K4, 88S4)



×D087 (50MS) 492°C,  $17.9 \times 10^{22}$  n/cm<sup>2</sup>

a) Grain boundary



×D09H (50 MK) 565°C,  $16.9 \times 10^{22}$  n/cm<sup>2</sup>

b) Twin

Fig.9 Preferentially formed void in grain boundary and twin

この頁は PDF 化されていません。  
内容の閲覧が必要な場合は、技術資料管理  
担当箇所を参照して下さい。

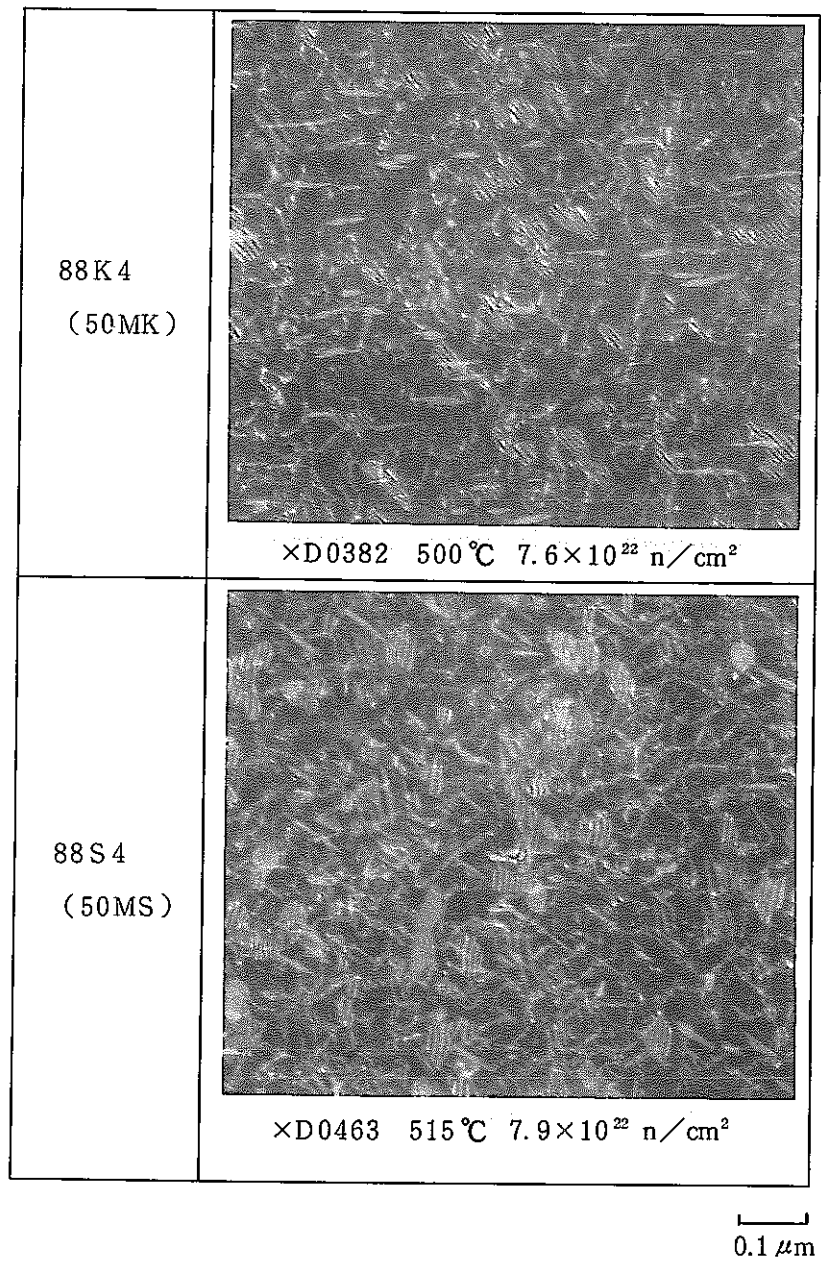
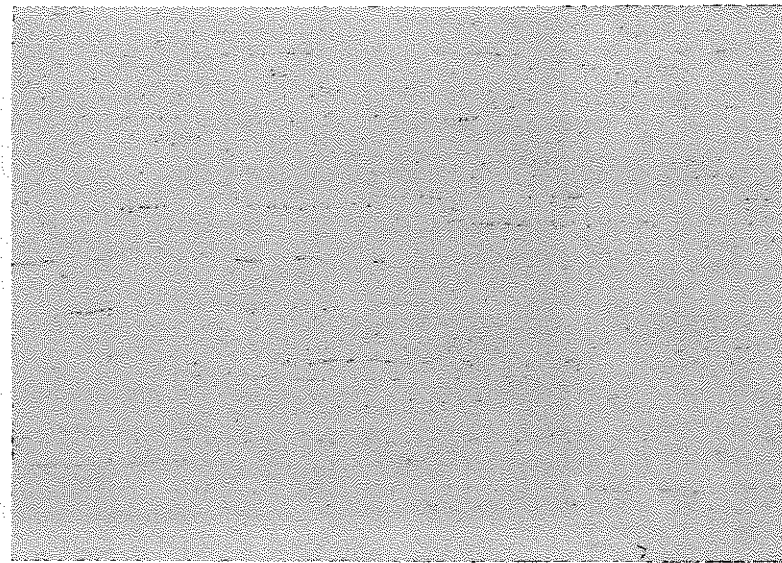
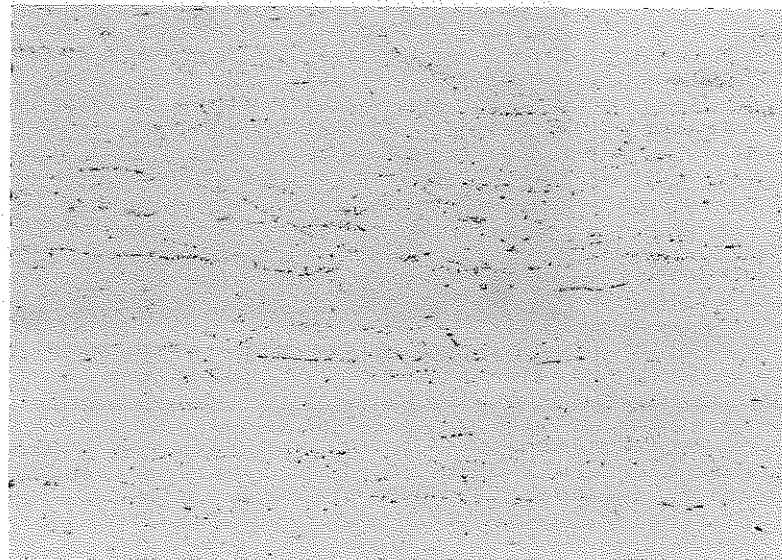


Fig.15 Dislocation structure of irradiated fuel cladding  
(88K4, 88S4)



50MK



50MS

25  $\mu$ m

Fig.20 Optical micrographs of unirradiated fuel cladding

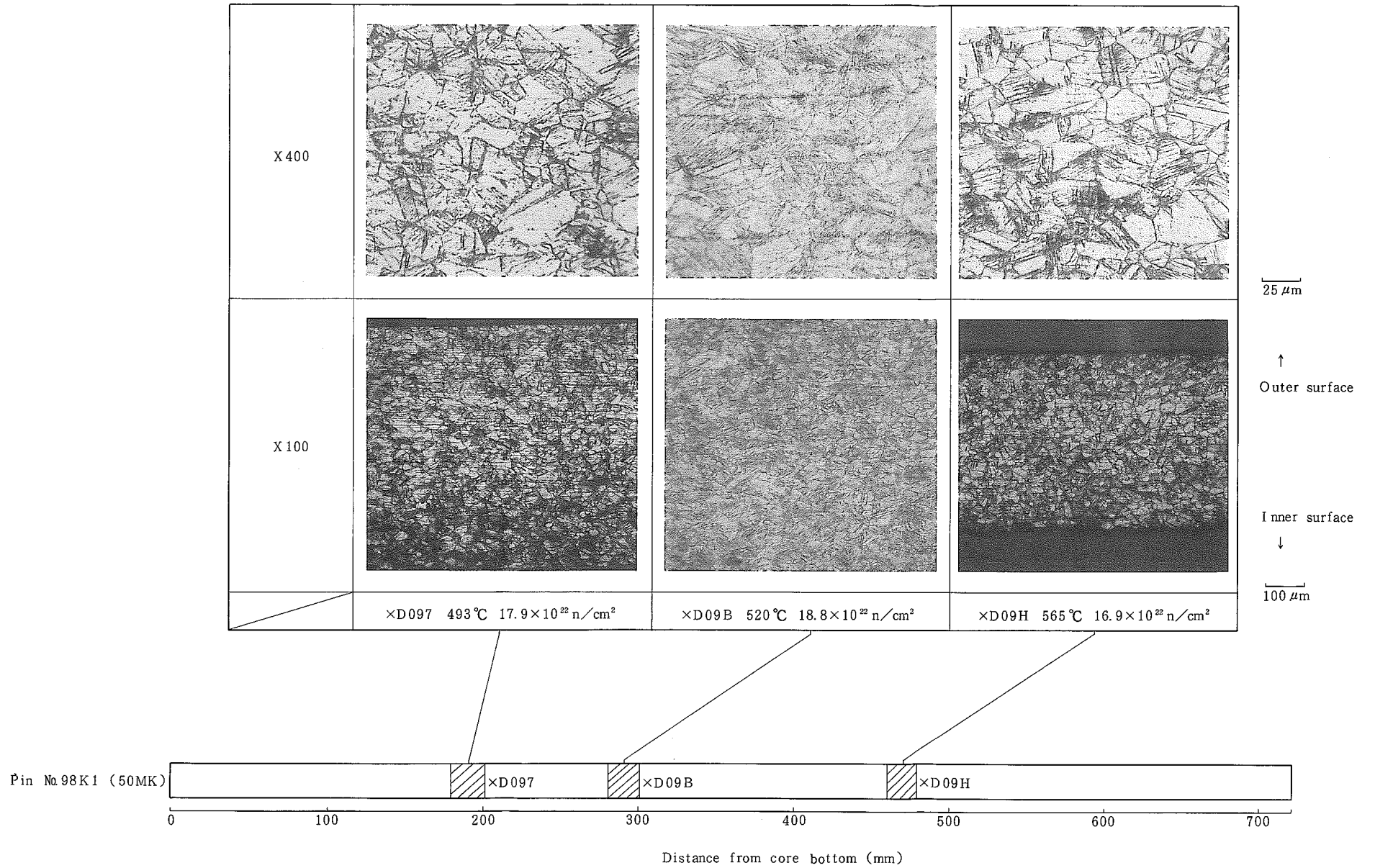


Fig.21 Optical micrographs of irradiated fuel cladding (98K1)

この頁は PDF 化されていません。  
内容の閲覧が必要な場合は、技術資料管理  
担当箇所を参照して下さい。

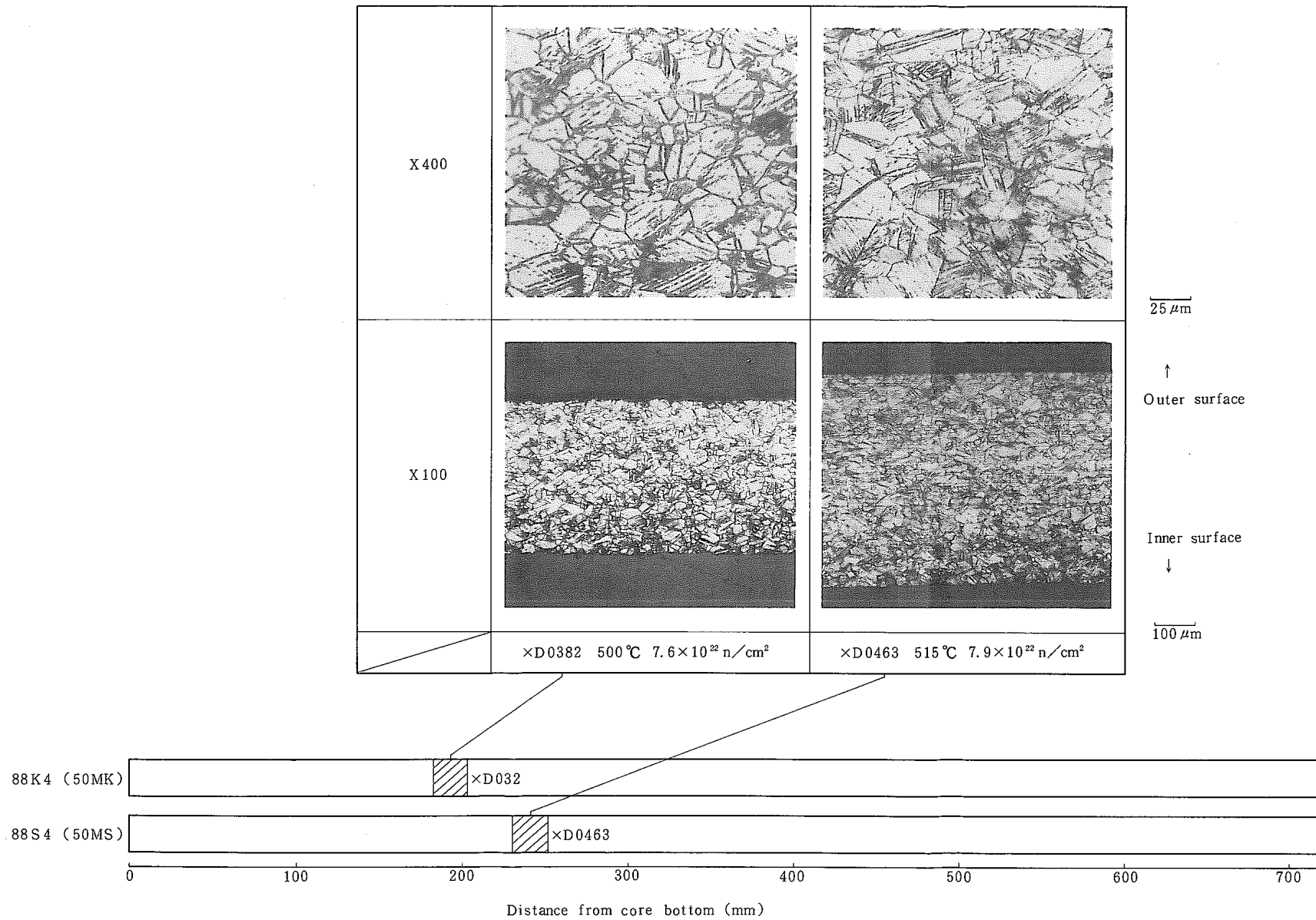


Fig.23 Optical micrographs of irradiated fuel cladding (88K4, 88S4)



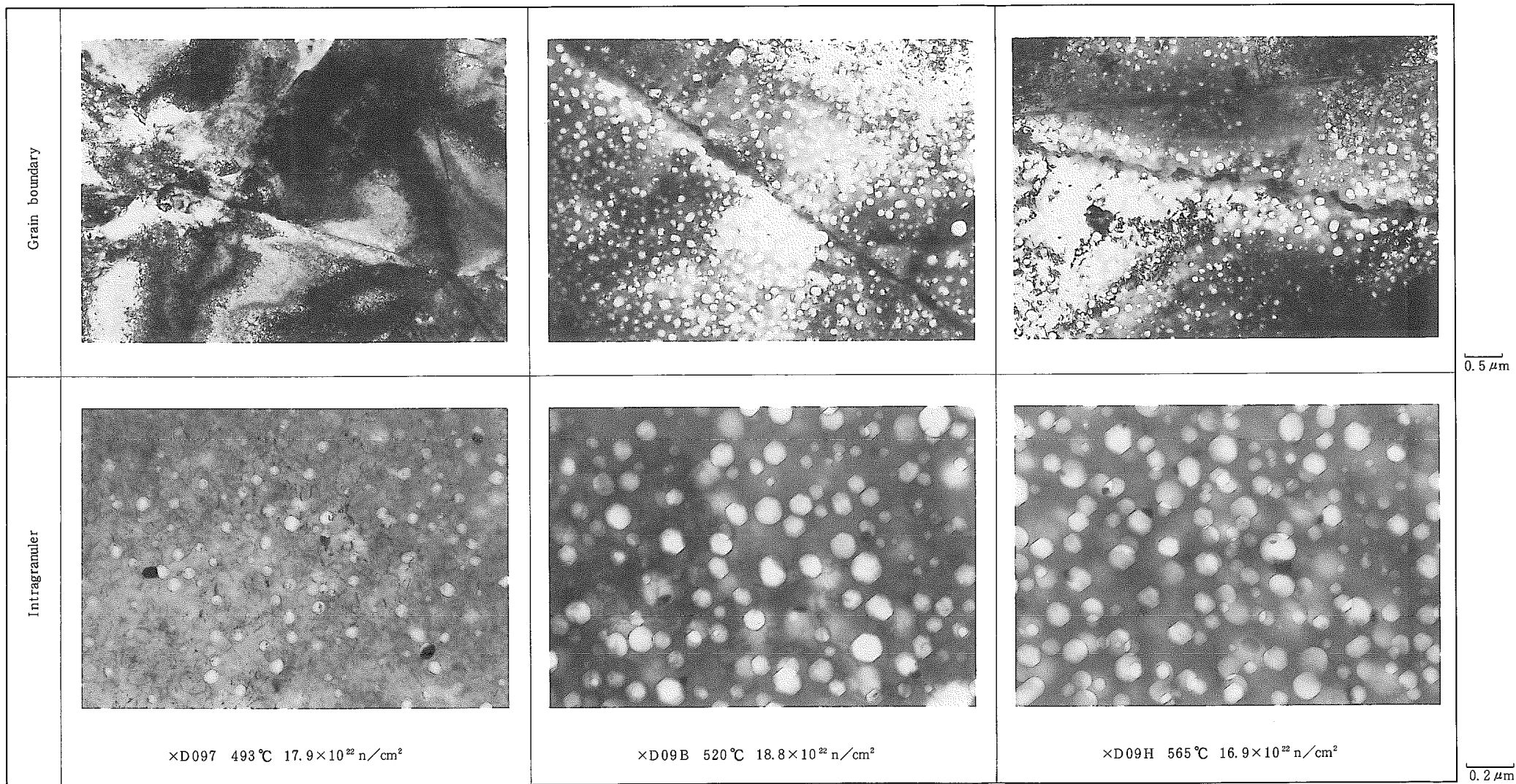


Fig.25 Precipitates in irradiated fuel cladding (98K1)

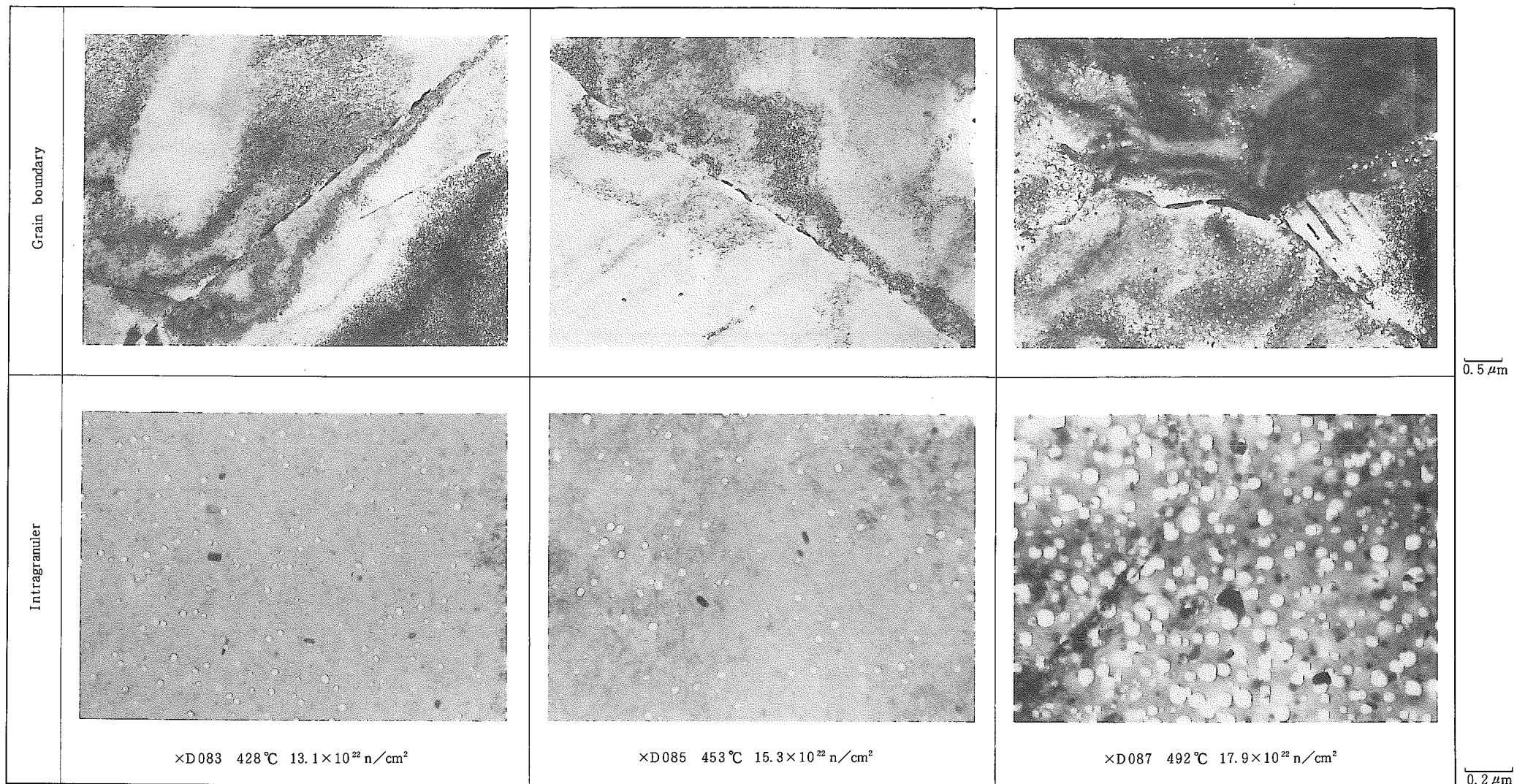


Fig.26 Precipitates in irradiated fuel cladding (98S1)

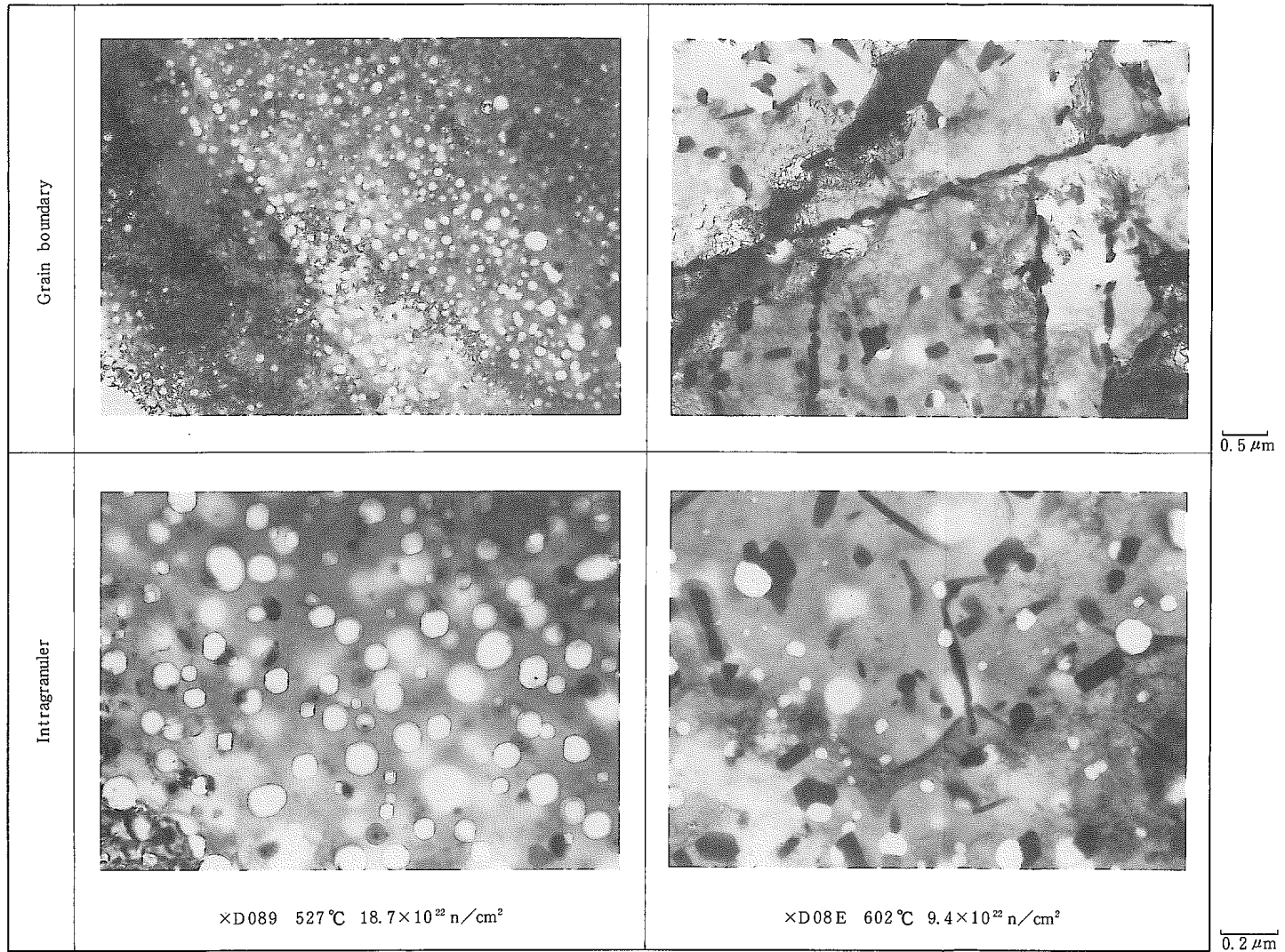


Fig.26 (Continued) Precipitates in irradiated fuel cladding (98S1)

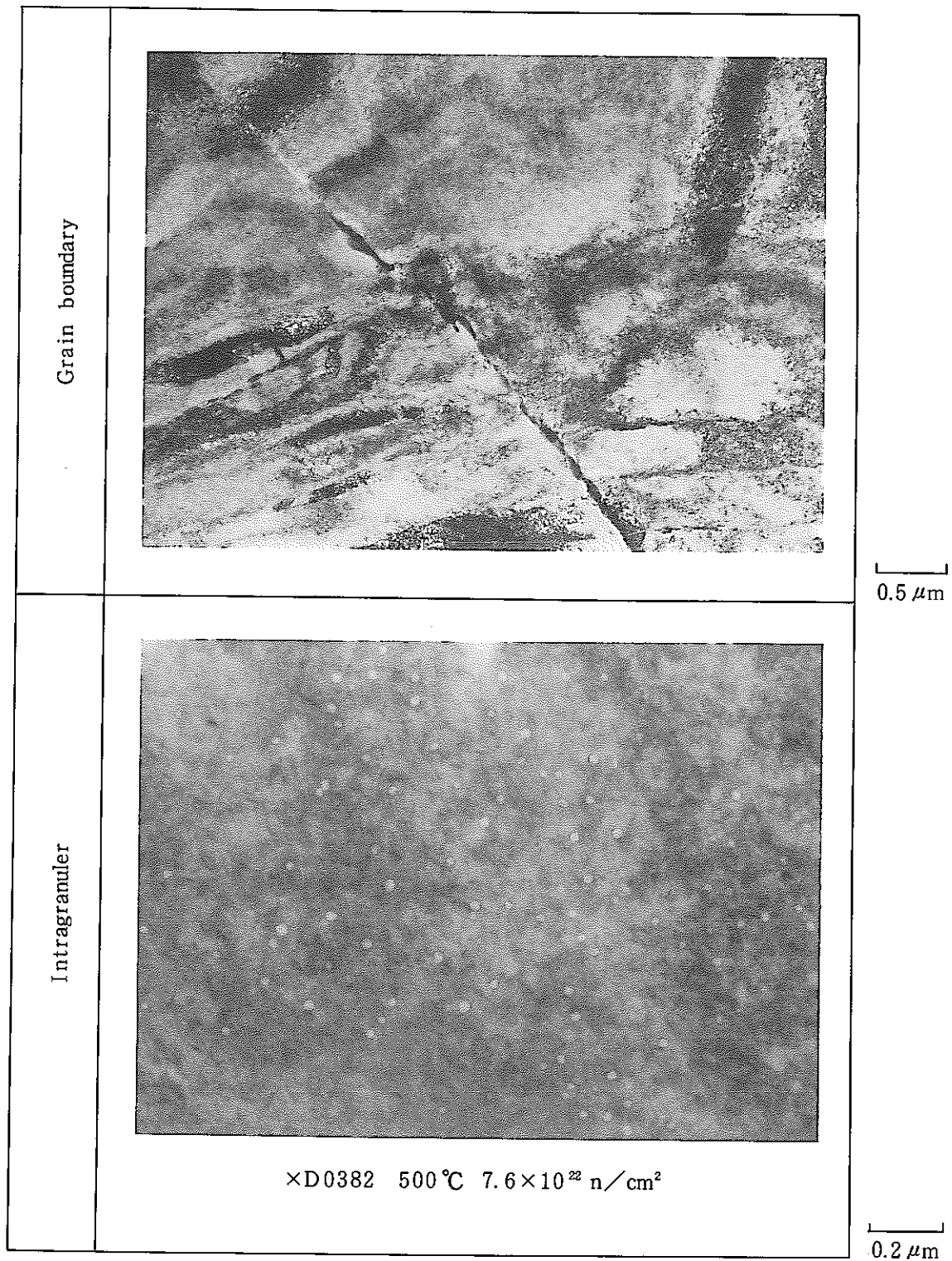


Fig.27 Precipitates in irradiated fuel cladding (88K4)

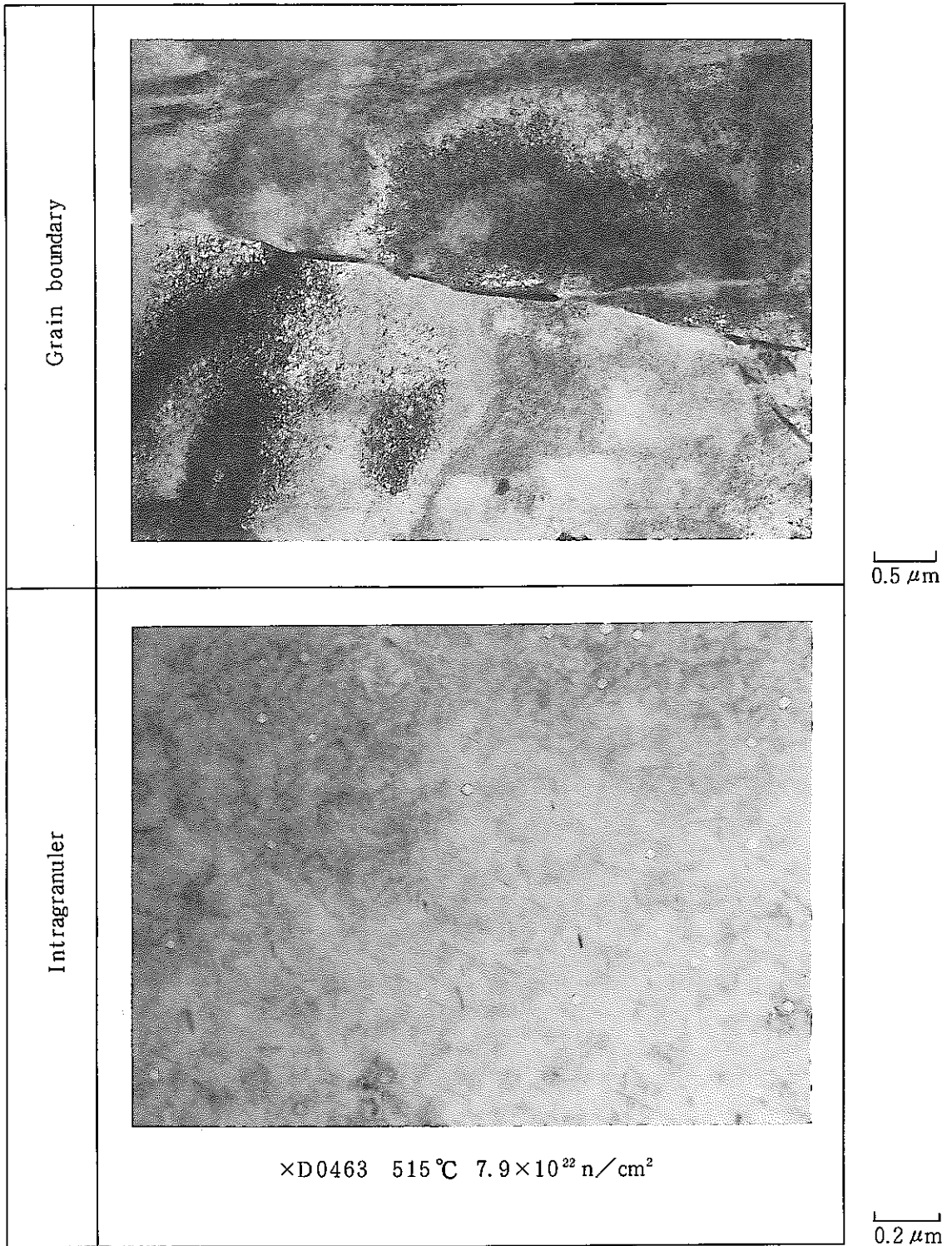
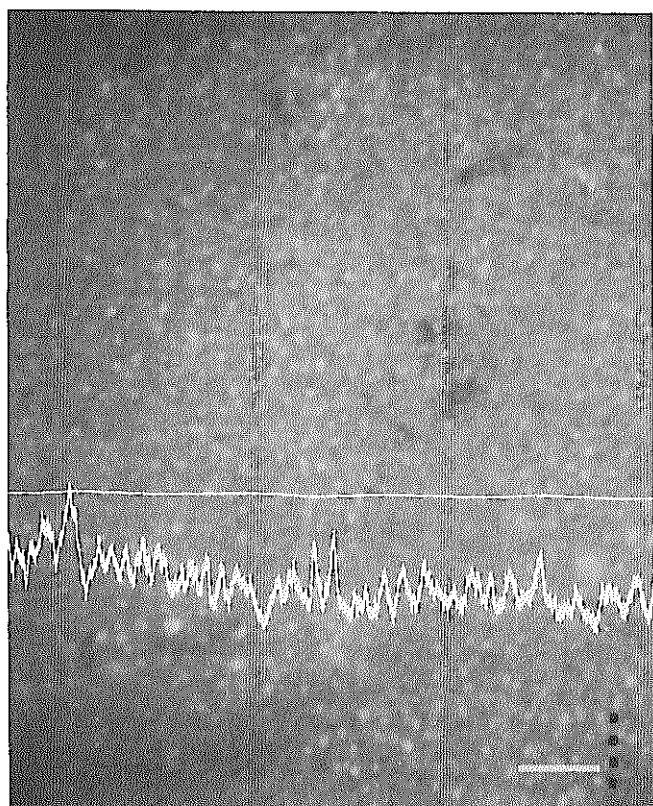


Fig.28 Precipitates in irradiated fuel cladding (88S4)

Irradiation temperature (°C)	50MK		50MS	
	98 K 1 Highburn-up	88 K 4 Low burn-up	98 S 1 Highburn-up	88 S 4 Lpw burn-up
450			M <sub>6</sub> C Ferrite	
			M <sub>6</sub> C r'	
500	M <sub>6</sub> C r'	M <sub>6</sub> C Phosphide	M <sub>6</sub> C G r'	M <sub>6</sub> C Phosphide
	M <sub>6</sub> C G r'		M <sub>6</sub> C G r'	
550	M <sub>6</sub> C Laves G			
600			M <sub>6</sub> C Laves	

Fig. 29 Relationship between irradiation temperature range and precipitates for each pin



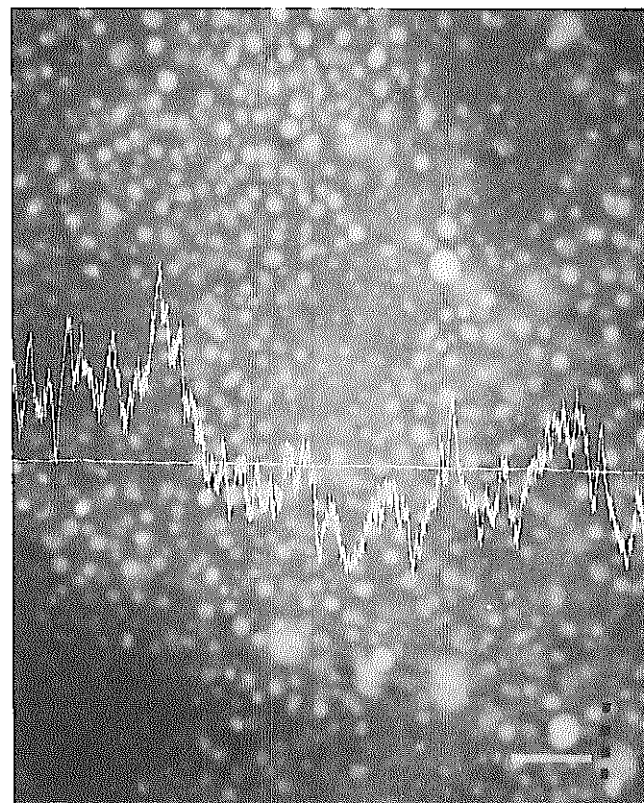
XD085 453°C,  $15.3 \times 10^{22}$  n/cm<sup>2</sup>

Low swelling specimen

( $\Delta V/V = 0.4\%$ )

← Analysis line

← Ni Content



XD09H 565°C,  $16.9 \times 10^{22}$  n/cm<sup>2</sup>

Higher swelling specimen

( $\Delta V/V = 8.4\%$ )

← Analysis line

← Ni Content

0.5 μm

Fig.30 Ni content profiles in irradiated austenite matrix

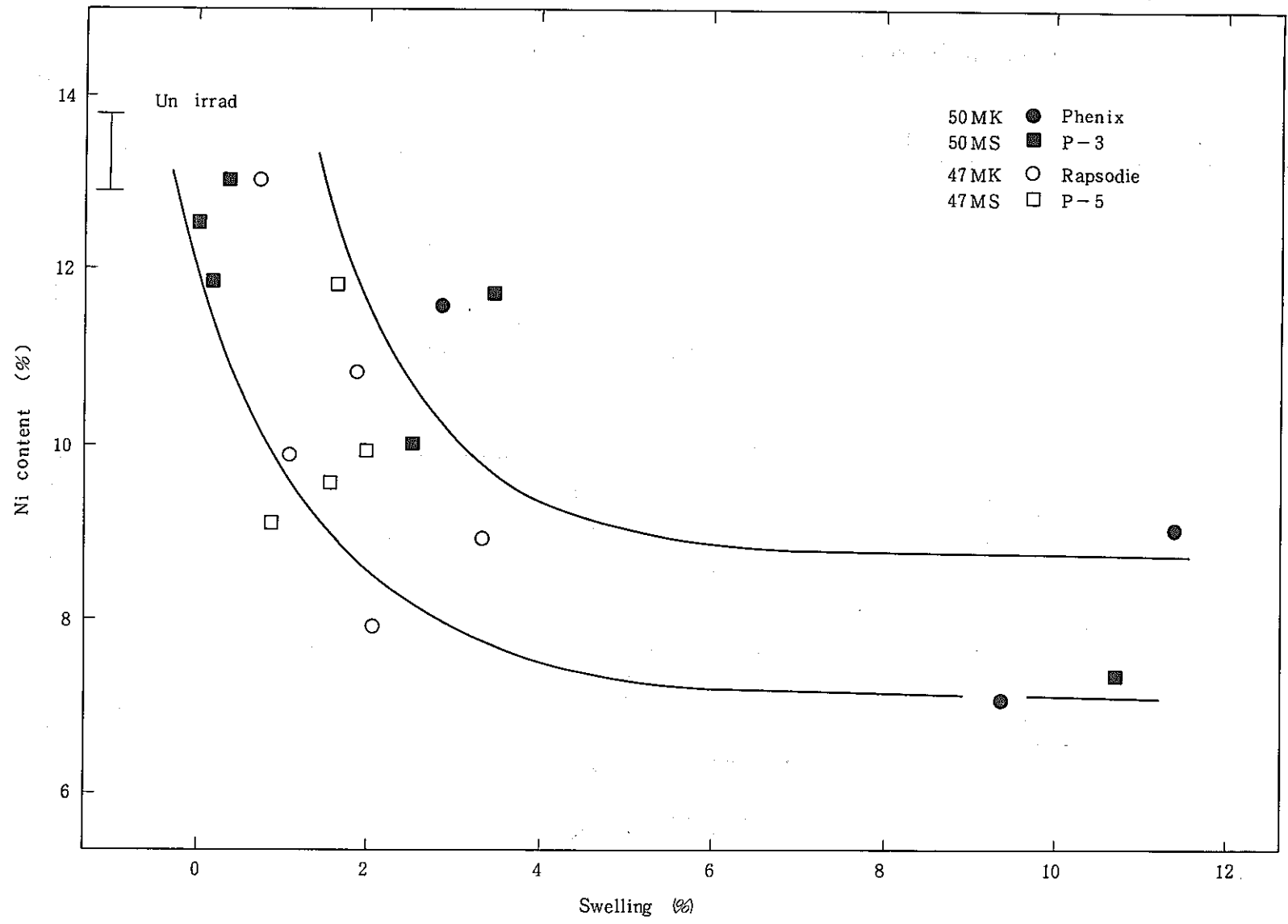


Fig.31 Relation between swelling and nickel content in the matrix



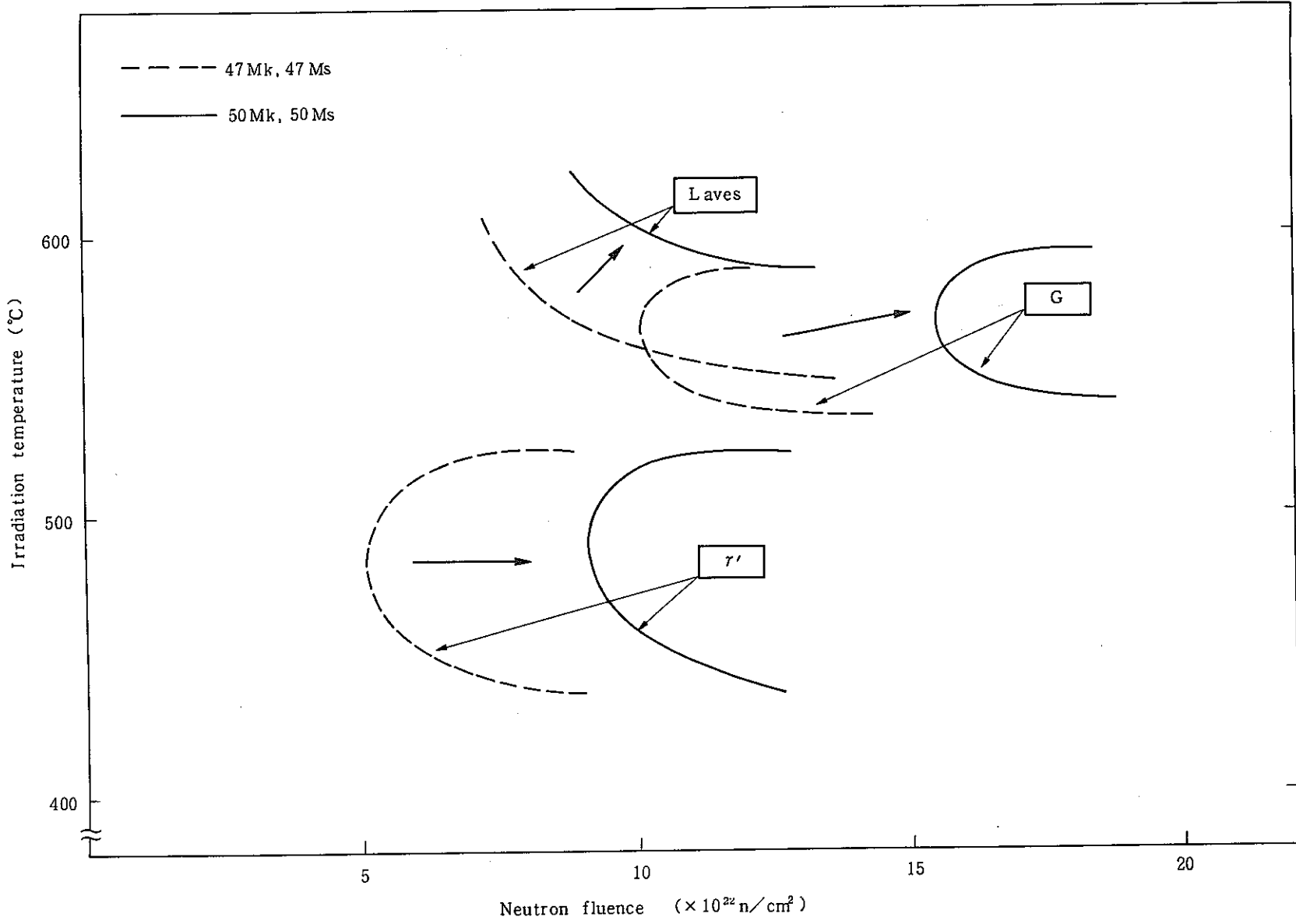


Fig.32 Influence of irradiation condition and materials on precipitation behavior in under irradiation