

## 単独Na化合物と鉄基材料の高温化学反応基礎実験(2)

—金属組織的見地からの検討—

1997年7月

動力炉・核燃料開発事業団  
大洗工学センター

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 Nareta-machi, 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) 1996

公開資料  
PNC TN9410 97-092  
1997年7月

## 単独Na化合物と鉄基材料の高温化学反応基礎実験（2） - 金属組織的見地からの検討 -

永江 勇二\*, 古川 智弘\*, 吉田 英一\*, 青砥 紀身\*

### 要旨

本試験は、「もんじゅナトリウム漏えい事故」における炭素鋼材損傷の原因究明の一環として、高温化学反応による炭素鋼の損傷機構に関するデータを基礎的実験から取得し、現象解明することを目的としている。本報告では、試験後の金属組織観察を行い、炭素鋼の損傷状況について検討した。

試験は、アルゴンガス流中、単独Na化合物試薬( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ,  $\text{NaOH}$ )を用いて600~1200°Cの温度範囲で行われた。組織観察の結果、試験条件によっては試薬に接していた炭素鋼表面に孔が観察され、選択的な反応を生じていることが分かった。選択的な反応は、試薬と炭素鋼との反応後に起きると考えられ、高温で晒されている時間が長いと顕著になる。炭素鋼と反応生成物の界面の組成分析の結果、反応生成物中には炭素鋼に比べてMn濃度の高い場所が観察された。

---

\* 安全工学部 機器・構造安全工学室

COMMERCIAL PROPRIETARY  
PNC TN9410 97-092  
July, 1997

The basic experiment on the high-temperature chemical reaction between sodium compound and iron-base material

- <Part 2> Structure observations -

Y.Nagae\*, T.Furukawa\*, E.Yoshida\* and K.Aoto\*

Abstract

This experiment is carried out in the series of the investigation on the damage mechanism of carbon steel. In this paper, the damage situation is considered by structure observations.

The test were carried out in 600°C-1200°C temperature range, in blowing an argon gas. The reagents are Na<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and NaOH. From structure observations, the holes are observed on the surface of iron-base material in some test conditions. This result is indicated that the selective reaction occurs. The selective reaction is more obvious as the time exposed to the high temperature is longer. It is considered that the selective reaction occurs after the chemical reaction between iron-base material and sodium compound. The areas, in which Mn-concentration is higher, are observed in products on the surface of specimen.

---

\* Structure Safety Engineering Section

## 目次

1. 緒言	1
2. 実験方法	2
2.1 高温化学反応試験	2
2.2 組織観察	2
3. 組織観察結果	3
3.1 標準組織	3
3.2 高温化学反応試験後の組織	3
3.2.1 試験温度の影響	3
3.2.2 試験温度保持の影響	5
3.2.3 試薬量の影響	6
3.2.4 Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub> およびNaOHの試験	6
3.2.5 組織観察結果まとめ	7
4. 考察	8
4.1 選択的反応に関する検討	8
5. 結言	10
謝辞	
参考文献	

## 表リスト

表2.1 組織観察を行った試験条件	13
-------------------	----

## 図リスト

図2.1 組織観察切断方法	14
図2.2 EPMA分析手順	15
図3.1 受入材の断面観察結果	17
図3.2 热時効材の断面および表面組織観察結果(900°C, 30分保持)	19
図3.3 热時効材の断面および表面組織観察結果(1200°C, 30分保持)	21
図3.4(a) 試験後の断面組織観察結果(600°C~800°C)	23
図3.4(b) 試験後の断面組織観察結果(900°C~1200°C)	25
図3.5(a) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	27
図3.5(b) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	29
図3.5(c) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	31
図3.5(d) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	33
図3.5(e) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	35
図3.6 750°C, 保持なしの試験後の断面組織とEDX分析結果	37
図3.7 光学顕微鏡による断面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	39
図3.8 SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	41
図3.9 光学顕微鏡による断面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	43
図3.10(a) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	45
図3.10(b) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	47
図3.10(c) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.55g)	49
図3.11 光学顕微鏡による断面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.16g)	51
図3.12(a) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.16g)	53
図3.12(b) SEMによる表面組織観察結果(Na <sub>2</sub> O: 約0.16g)	55

図3.12(c) SEMによる表面組織観察結果( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.16g)	57
図3.13 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 試薬を用いた試験における断面組織観察結果( $\text{Na}_2\text{O}_2$ : 約0.55g)	59
図3.14(a) $\text{Na}_2\text{O}_2$ 試薬を用いた試験における表面組織観察結果( $\text{Na}_2\text{O}_2$ : 約0.55g)	61
図3.14(b) $\text{Na}_2\text{O}_2$ 試薬を用いた試験における表面組織観察結果( $\text{Na}_2\text{O}_2$ : 約0.55g)	63
図3.15 NaOH試薬を用いた試験における断面組織観察結果(NaOH : 約0.55g)	65
図3.16(a) NaOH試薬を用いた試験における表面組織観察結果(NaOH : 約0.55g)	67
図3.16(b) NaOH試薬を用いた試験における表面組織観察結果(NaOH : 約0.55g)	69
図4.1(a) $\text{Na}_2\text{O}$ 試薬において選択的反応を生じている試験条件	71
図4.1(b) $\text{Na}_2\text{O}_2$ およびNaOH試薬において選択的反応を生じている試験条件	72
図4.2(a) 反応生成物を除去していない試験体の断面組織観察結果	73
図4.2(b) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Feの濃度分布)	75
図4.2(c) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Oの濃度分布)	77
図4.2(d) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Naの濃度分布)	79
図4.2(e) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Mnの濃度分布)	81
図4.2(f) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Cの濃度分布)	83
図4.3 洗浄後の試験体のSEMによる断面組織観察結果( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)	85
図4.4 図4.3の部分のEDXによる面分析結果( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)	87

## 1. 緒言

平成7年12月8日の「高速増殖原型炉もんじゅナトリウム漏えい事故」において生じた炭素鋼製のグレーチング材や床ライナーの損傷の原因究明が精力的になされている。材料分析結果等に基づきこれらの損傷は、金属の高温溶融ではなく；Na-Fe-O系の化学反応によるものと推定している。つまり、ナトリウム漏えい燃焼に伴って生成されたナトリウム化合物である $\text{Na}_2\text{O}$ や $\text{Na}_2\text{O}_2$ と炭素鋼との反応による損傷と考えている[1]。

本試験では、炭素鋼損傷の原因究明のため、高温度域(600°C～1200°C)での炭素鋼と単独ナトリウム化合物との化学反応について基礎的知見を得ることを目的としている。これまでに実施した高温度域における化学反応実験について、炭素鋼と単独ナトリウム化合物( $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ,  $\text{NaOH}$ )との化学反応様相の観察結果や、減肉現象等の得られた知見については報告している[2 (Vol.1)]。本報告では、試験後の組織観察および元素分析を行い、組織的観点から炭素鋼とナトリウム化合物との高温化学反応について検討を加えた。

## 2. 実験方法

### 2.1 高温化学反応試験

高温化学反応試験の詳細な方法(試験装置, 試験条件等)は既に報告[2]してあるものと同様なので、ここでは試験の概略を述べるにとどめる。

培塙状のSS400試験体内に単独ナトリウム化合物を充填し、高純度Arガス(5N)を流しながら試験を行った。ナトリウム化合物には $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ を用いた。試験中の酸素の供給源はナトリウム化合物に限られていると考えられる。設定温度までの昇温速度は一定であり、 $48.6^\circ\text{C}/\text{min}$ であった。組織観察を行った試験条件を表2.1に示す。

試験終了後、冷却は赤外線炉の電源を切ることにより炉冷した。加熱炉に赤外線炉を使用しているために冷却速度は速く、 $900^\circ\text{C}$ から $500^\circ\text{C}$ まで約3~4分( $100\sim 130^\circ\text{C}/\text{min}$ )であった。

### 2.2 組織観察

組織観察のための切断は、蒸留水中の超音波洗浄により、反応生成物を除去した後に行った。まず、図2.1(a)のように試験体を切断し、走査型電子顕微鏡(以後、SEM)を用いてナトリウム化合物接触面の表面観察を行った。また、必要に応じエネルギー分散型X線分析(以後、EDX)により元素の定性分析を行った。

表面観察後、図2.1(b)のように切断後、樹脂埋めをした。その後、エメリー研磨→ダイヤモンド研磨→バフ研磨を行い、鏡面に仕上げた。その後、5%ナイタールで化学エッティングを行い、光学顕微鏡を用いて試験体断面を観察した。

また、洗浄を行わずに、反応生成物と試験体との界面を観察した。試料調整の工程を図2.2に示す。試料の縦割り切断以降の工程は、真空容器に入れる時間を除き大気雰囲気で行わざるを得ないが、暴露時間出来るだけ短くするように努めた。

### 3. 組織観察結果

#### 3.1 標準組織

図3.1に受入材の断面組織を示す。SS400に一般的に観察されるフェライト(図では白い部分)-パーライト(図では黒い部分)組織を有している。圧延方向に対して垂直な面を観察すると、フェライトはバンド状に存在している。一方、圧延面を観察すると、パーライトは不均一である。組織観察の結果を模式的に示すと図の右下のようになる。試験体は坩堝の底面が圧延方向に垂直になるように加工したものを用いた。

高純度Arガス流中、900°Cで30分保持した熱処理標準試料の断面組織および表面組織を図3.2に示す。熱処理を施してもフェライト-パーライト組織が試料表面まで存在しており、脱炭は生じていない。

高純度Arガス流中、1200°Cで30分保持した熱処理標準試料の断面組織および表面組織を図3.3に示す。900°Cでの熱処理試料や受入材の組織とは大きく異なっている。結晶粒の粗大化を生じており、ワイドマンステッテン組織が見られる。900°Cの熱処理標準試料と同様に脱炭は生じていない。

いずれの場合にも表面には加工傷が残っており、結晶粒界はほとんど観察されない。従って、加熱による結晶粒界の腐食(サーマルエッチング)の影響はないものと考えられる。

#### 3.2 高温化学反応試験後の組織

##### 3.2.1 試験温度の影響

試験温度の影響に関する組織観察は、 $\text{Na}_2\text{O}$ を用いた試験を対象とした。

600°C、750°C、800°C、900°Cおよび1200°Cでの光学顕微鏡による組織観察結果を図3.4(a)～(b)に示す。また、SEMによる表面観察結果を図3.5(a)～(e)に示す。いずれの場合も試薬量は約0.55gでほぼ同じである。観察の結果をまとめると以下のようになる。

- ・ 600°Cでは加工傷が観察され、ほとんど反応を生じていな。また、脱炭を生じていない。
- ・ 800°C以上では、脱炭を生じるようになる。800°Cでは、脱炭層中の結晶粒の粗大化は見られないが、900°C以上になると脱炭層中の結晶粒の粗大化が見られるようになる。
- ・ 750°Cでは加工傷は観察されなくなるが、結晶粒界は観察されない。
- ・ 800°C以上になると加工傷はなくなり、結晶粒界がはっきりとしている。
- ・ 900°Cでは部分的に細かな孔が観察される。
- ・ 1200°Cになると所々に孔が観察されるようになる。

標準組織では脱炭組織は観察されておらず、炭素単体が試料表面から抜けていくことは考えられない。試験は高純度Arガス流中で行われており、脱炭を生じるということは試験体中の炭素が、ナトリウム化合物中に抜け出ていったものと考えられる。

750°Cでの組織観察結果から、試験体と試薬との反応が起きているものと考えられる。そこで、断面組織をSEMを用いて観察した。その結果とEDX分析の結果を図3.6に示す。試験体表面に厚さ約 $10\mu\text{m}$ のFe酸化物があるのが観察される。このようなFe酸化物の生成は、 $\text{Na}_2\text{O}$ に約12%含まれている $\text{Na}_2\text{O}_2$ の分解によって生じた $\text{O}_2$ によるものであると考えられる[2]。組織観察用の750°Cの試験においてヒュームや減肉は確認されておらず、ヒューム発生前の段階では、 $\text{Na}_2\text{O}$ に含まれる $\text{Na}_2\text{O}_2$ の分解によって生じた $\text{O}_2$ と試験体との反応によりFe酸化物が形成されていると考えられる。

800°Cの試験においては、試薬と試験体の反応に伴い、試験体は減肉および脱炭を生じていた。また、Fe酸化物は確認されなかった。つまり、試薬と試験体の反応と減肉とはほぼ同時に起こり、さらに脱炭も生じるものと考えられる。また、750°CでFeの酸化物が観察されており、初期の段階では、Fe酸化物とNa化合物との反応が起こっているものと考えられる。しかし、その後、Feが酸化され、そのFe酸化物とNa化合物との反応が起こっているかどうかは分からぬ。

### 3.2.2 試験温度保持の影響

試験温度保持の影響についても、 $\text{Na}_2\text{O}$ を用いた試験を対象に、800°Cと900°Cの場合について組織観察を行った。いずれの場合にも試薬量は約0.55gである。

900°Cで保持なしおよび30分保持の光学顕微鏡による組織観察結果を図3.7、表面観察の結果を図3.8に示す。また、800°Cで保持なし、30分、60分および120分保持の光学顕微鏡による組織観察結果を図3.9、表面観察の結果を図3.10(a)～(b)に示す。ただし、120分保持については表面観察結果のみを示してある。保持なしの場合の表面観察結果は3.2.1に示してあるのでここでは示さない。組織観察の結果をまとめると以下のようになる。

#### (1) 900°Cの場合

- ・保持時間に関係なく脱炭を生じる。
- ・保持時間の増加に伴い、脱炭層の幅は増加する。保持なしの場合には脱炭層の深さは約 $60\ \mu\text{m}$ 、30分保持の場合には約 $100\ \mu\text{m}$ である。
- ・保持なしの場合には、細かな孔が観察される。30分保持になると大きな孔がほぼ全面に観察される。試験後、反応生成物が残存していた部分の表面はかなり凸凹している。

#### (2) 800°Cの場合

- ・保持時間に関係なく脱炭を生じる。
- ・脱炭層の幅は保持時間の増加に伴って増加する。脱炭層の幅は保持なしで約 $20\ \mu\text{m}$ 、30分保持で約 $150\ \mu\text{m}$ 、60分保持で約 $250\ \mu\text{m}$ であった。
- ・保持なしでは脱炭層中の結晶粒の粗大化はないが、保持を行うと脱炭層中の結晶粒の粗大化が起こる。
- ・800°Cで120分保持すると、孔が観察されるようになる。（以下に述べる900°Cで6分保持の組織と類似している。）

以上の結果、いずれの温度においても脱炭層の幅は保持時間とともに増加するが、孔は保持時間が同じ場合には高温の方が観察されやすいことが分かった。

### 3.2.3 試薬量の影響

試薬量の影響についても、 $\text{Na}_2\text{O}$ に注目して組織観察を行った。

試薬量0.55gの組織観察の結果については3.2.2に図示してあるので、ここでは示さない。試薬量が約0.16gの組織観察の結果について、900°Cで保持なし、6分保持および30分保持の場合を図3.11と図3.12(a)～(c)に示す。組織観察の結果をまとめると以下のようになる。

- ・試薬量に関係なく、脱炭を生じており、脱炭層中の結晶粒は粗大化している。
- ・試薬量0.16gの時の脱炭層の幅は約 $100 \mu\text{m}$ であり、保持時間に依存しない。
- ・保持なしの場合、中央部では結晶粒界が観察されるのみで、孔は観察されない。端の部分の表面はかなり凸凹している。
- ・6分保持において、孔は限られた場所にのみ観察される。
- ・30分保持になると孔がほぼ全面に観察される。試験後、反応生成物が残存していた部分の表面はかなり凸凹している。

試薬量の違いによって組織はほとんど異ならないが、以下の二つの点が異なる。

- ・試薬量が多くなると脱炭層の幅の保持時間依存性が現れる。
- ・試薬量が多くなると、孔が多く観察される。

### 3.2.4 $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ の試験

図3.13および図3.14(a)～(b)に $\text{Na}_2\text{O}_2$ 、図3.15および図3.16(a)～(b)に $\text{NaOH}$ の場合の断面組織および表面組織を示す。試験条件は900°Cで保持なし、30分保持である。 $\text{Na}_2\text{O}$ については3.2.2においてすでに述べているので、ここでは示さない。組織観察の結果をまと

めると以下のようになる。

- ・ いずれの試薬においても、脱炭を生じており、脱炭層中の結晶粒は粗大化している。
- ・  $\text{Na}_2\text{O}_2$ の場合の脱炭層の幅は保持時間に影響され、保持なしの時に約 $30 \mu\text{m}$ , 30分保持の時に約 $100 \mu\text{m}$ である。
- ・  $\text{NaOH}$ の場合には、保持時間に関係なく約 $100 \mu\text{m}$ である。
- ・  $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ の $900^\circ\text{C}$ で保持なしの場合には、保持ありに比べればかなり平坦である。しかし、所々に小さな孔は観察される。
- ・ いずれの試薬においても保持ありの場合には、ナトリウム化合物接接触面側に深さ $10\sim20 \mu\text{m}$ の孔が多数観察される。これらの孔は結晶粒界に関係なく存在している。

以上の結果、脱炭の有無や選択的反応に関する試薬の影響はほとんどないことが分かった。

### 3.2.5 組織観察結果まとめ

以上の組織観察の結果から得られた知見は以下の通りである。

- ・  $\text{Na}_2\text{O}$ の場合、まず $\text{Na}_2\text{O}$ に含まれる $\text{Na}_2\text{O}_2$ の分解によって生じた $\text{O}_2$ と試験体の反応によりFeの酸化を生じる。その後、試薬と試験体との反応と同時にヒュームの発生および試験体の減肉が起こり、さらに脱炭も生じているものと考えられる。
- ・  $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ の場合にも、脱炭を生じている。しかし、試薬と試験体の反応温度とヒューム発生温度が異なっており、脱炭はどの様な状況で生じるのかは分からぬ。
- ・ 選択的反応は試薬の種類に関係なく観察されるが、試験条件に依存している。また、選択的反応は結晶粒界に関係なく生じている。

## 4. 考察

### 4.1 選択的反応に関する検討

減肉機構について考えられる化学反応式に関しては先の報告書[2]で示してある。そこで、ここでは $\text{Na}_2\text{O}$ の場合に絞って、選択的反応について考察することにする。

上述したように、試験条件によっては選択的反応が起こっていることが分かった。孔が観察された試験条件を図4.1(a)～(b)に示す。図中、記号の白い部分の量は定性的な孔の量を示してある。このような選択的反応は、以下の4つの理由から、反応生成物を生じた後に、融体の反応生成物と試験体との間に選択的反応が起こっているものと考えられる。

- (1)炭素鋼とナトリウム化合物との反応が生じていない600°Cや750°Cでは孔は観察されない。
- (2)炭素鋼とナトリウム化合物との反応にともない反応生成物を生じた後、高温に晒されている時間が長いと選択的反応は明瞭になる。
- (3)ビデオカメラによる観察結果から[2]、試験中は反応生成物は融体として存在している。
- (4)900°Cで保持なしの試験において、堆積物のX線回折結果からは、 $\text{Na}-\text{Fe}-\text{O}$ 複合化合物のみが検出され、 $\text{Na}_2\text{O}$ は検出されていない[2]。

選択的反応の過程に関して知見を得る目的で、 $\text{Na}_2\text{O}$ の場合について反応生成物と試験体の界面付近の組織観察を行った。図4.2(a)に界面付近の組織観察結果を示す。明らかに母材とは異なる生成物が孔に進入しているのが観察される。この生成物に含まれている元素を知るために、EPMAにより元素分析を行った。その結果を図4.2(b)～(f)に示す。孔の部分のNa濃度は表面の反応生成物中に比べて低く、Fe濃度は反応生成物中に比べて

高くなっていることが分かる。O濃度は反応生成物中と孔の部分とでは大きくは異ならない。孔の部分の試験体表面はO濃度が高く、試験体表面では反応が進行しているものと考えられる。また、反応生成物中には試験体中に比べて、Mn濃度の高い部分があり、試験体中のMnが抜け出ていったものと考えられる。

また、洗浄後に900°Cで保持なしの断面組織をSEMによって観察した場合に、深さ2~3μmの小さな孔が観察された。この孔の部分にMn濃度が高い生成物が存在していた。断面組織観察の結果を図4.3に示す。ほとんどの孔の物質は洗浄によって取り除かれているが、極めてまれに母材とは異なる生成物が残っているのが観察されている。図中の矢印で示してあるものであり、その他の孔は樹脂がしみこんでいるものである。EDXにより元素分析を行った結果を図4.4に示す。進入している物質は、Mn濃度およびO濃度が試験体に比べて高いことが分かる。なお、洗浄後の分析であるので、Naはほとんど検出されなかった。

以上の結果をまとめると次のようになる。

- (1) 融体の反応生成物と炭素鋼との間に選択性的な反応を生じている。
- (2) 選択性反応によって生じる孔の中や反応生成物中に、Mn濃度の高い部分があつた。

## 5. 結言

不活性ガス中で、単独ナトリウム化合物とSS400との高温化学反応試験を行い、その後の組織観察から以下の知見を得た。

- ・  $\text{Na}_2\text{O}$ の場合には、800°C以上になると脱炭を生じる。 $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ については900°Cの試験しか行っていないが、900°Cにおいて脱炭を生じることは確認された。
- ・  $\text{Na}_2\text{O}$ の場合、初期の段階ではFe酸化物が生成され、そのFe酸化物と試薬の反応が起こっているものと考えられる。 $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ については不明である。
- ・ いずれの単独試薬においても選択的反応が観察された。ただし、選択的反応が観察されない試験条件もあった。また、選択的反応は、結晶粒界とは関係ない場所でも生じている。
- ・ 本試験における選択的反応は、融体の反応生成物とNa化合物との間に起こっているものと考えられる。
- ・ 選択的反応によって生じる孔の中や反応生成物中に、Mn濃度の高い部分があった。

## 謝辞

組織解析を行うに当たって、試料の切断や走査型電子顕微鏡の操作など、常陽産業(株)市毛勝義氏、富田正人氏の多大なる協力を得た。ここに感謝の意を表する。

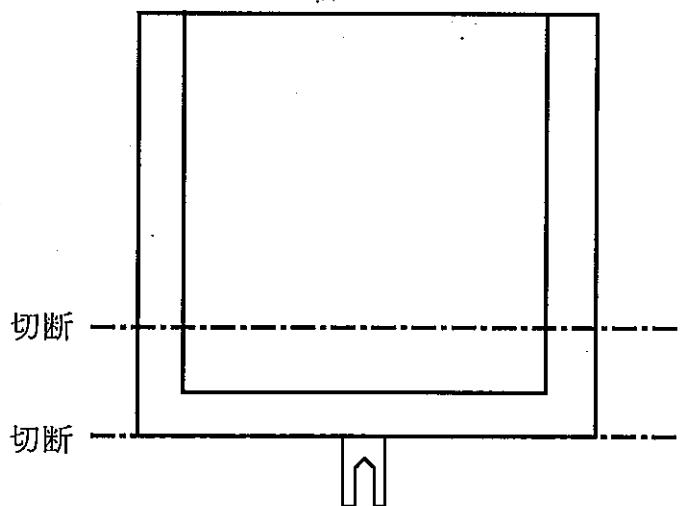
## 参考文献

- [1] 動力炉・核燃料開発事業団高速増殖原型炉もんじゅナトリウム漏えい事故の原因究明結果について、1997年2月20日、科学技術庁。
- [2] 古川 智弘ら：「単独Na化合物と鉄基材料の高温化学反応基礎実験（1）」，PNC TN9410 97-086 (1997)

表2.1 組織観察を行った試験条件

	試薬種類	量 / g	実験条件
昇温中の 組織変化	Na <sub>2</sub> O	0.52	600℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O	0.54	750℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O	0.57	800℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O	0.56	900℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O	0.54	1200℃, 保持なし
保持の影響	Na <sub>2</sub> O	0.51	900℃, 30分保持
	Na <sub>2</sub> O	0.57	800℃, 30分保持
	Na <sub>2</sub> O	0.51	800℃, 60分保持
	Na <sub>2</sub> O	0.51	800℃, 120分保持
試薬量の影響	Na <sub>2</sub> O	0.17	900℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O	0.17	900℃, 6分保持
	Na <sub>2</sub> O	0.16	900℃, 30分保持
試薬の種類の 影響	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0.53	900℃, 保持なし
	Na <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0.62	900℃, 30分保持
	NaOH	0.41	900℃, 保持なし
	NaOH	0.59	900℃, 30分保持

(a)



(b)

上図を上から見た場合

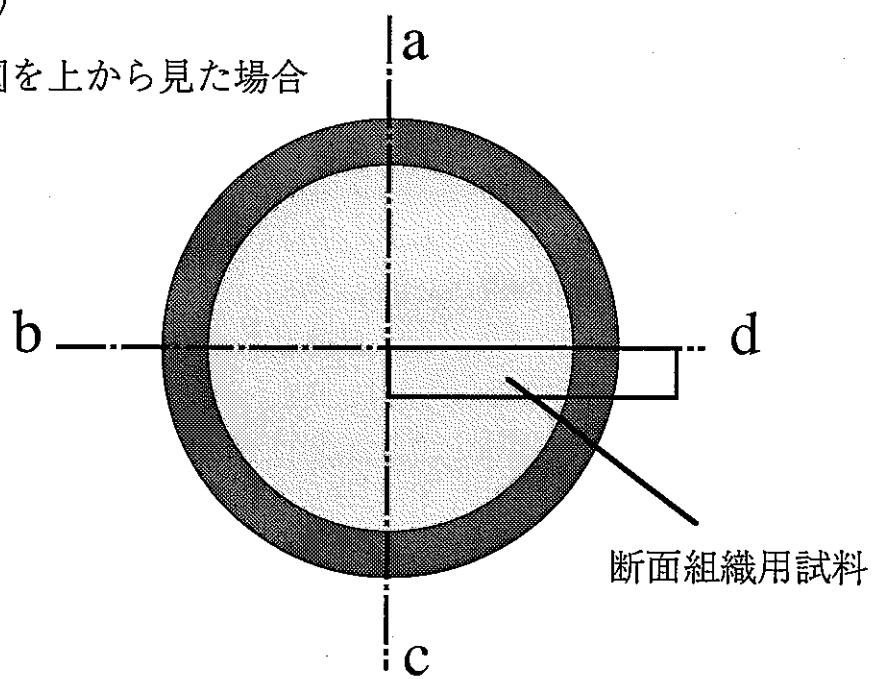


図2.1 組織観察切断方法

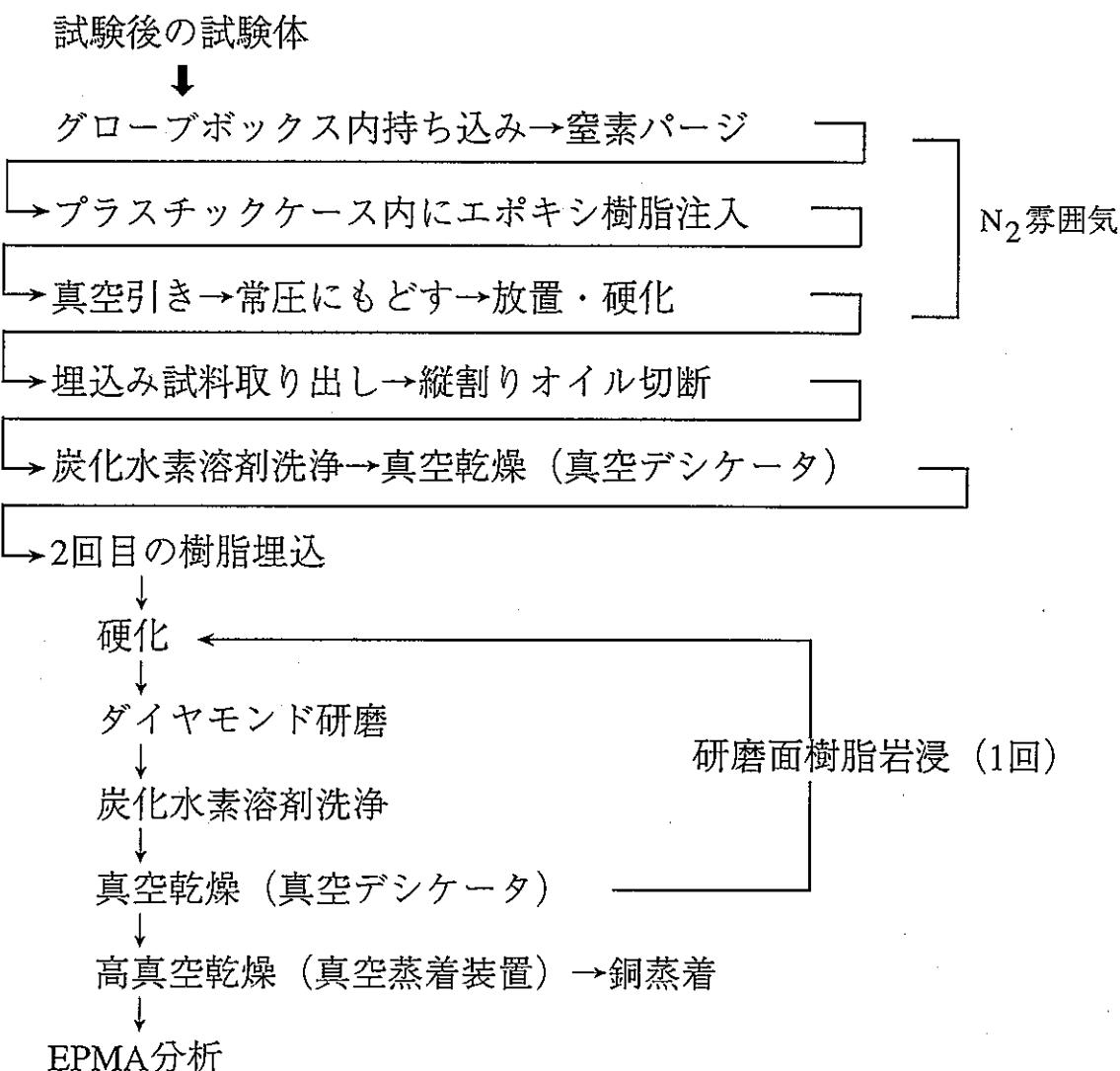


図2.2 EPMA分析手順

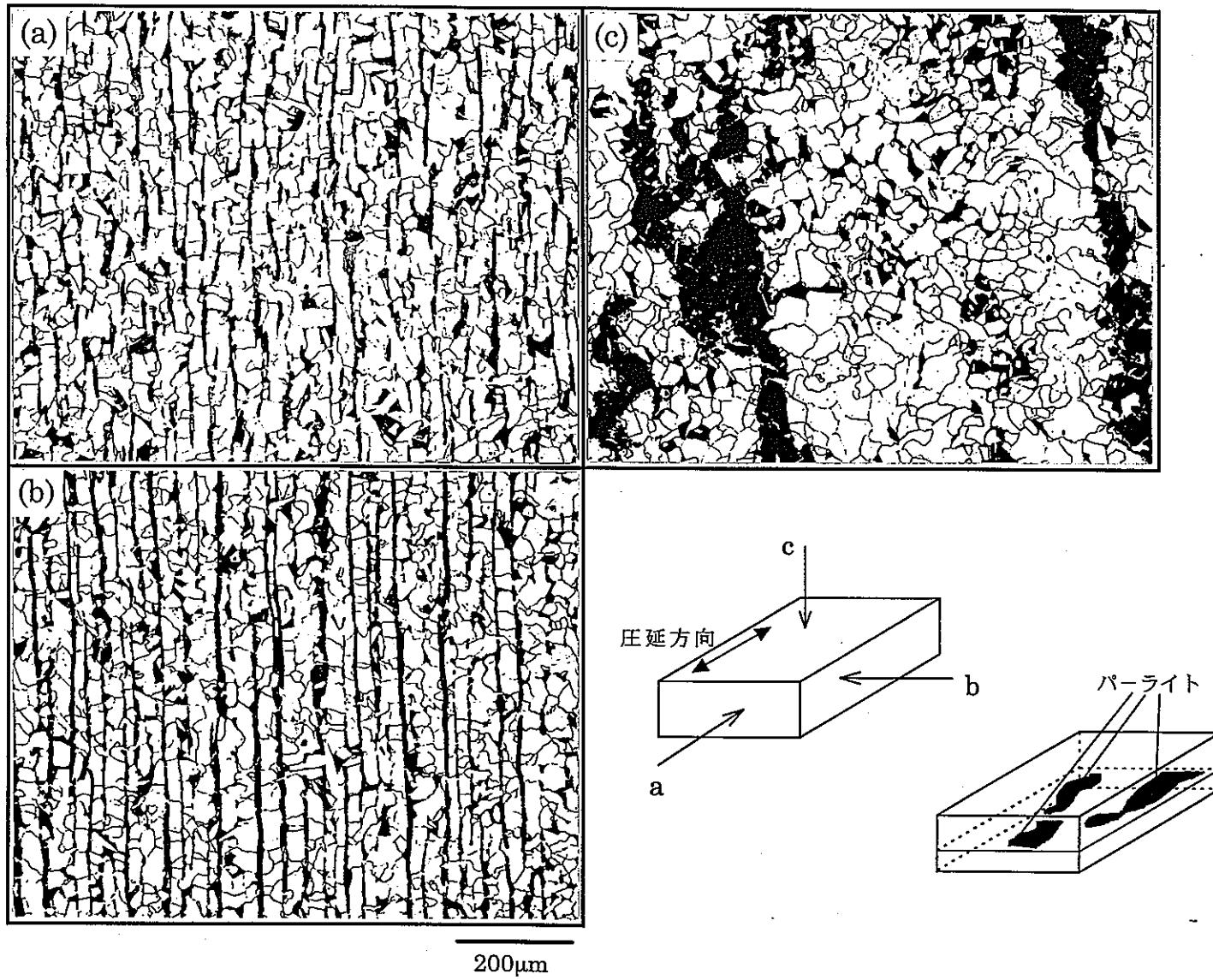
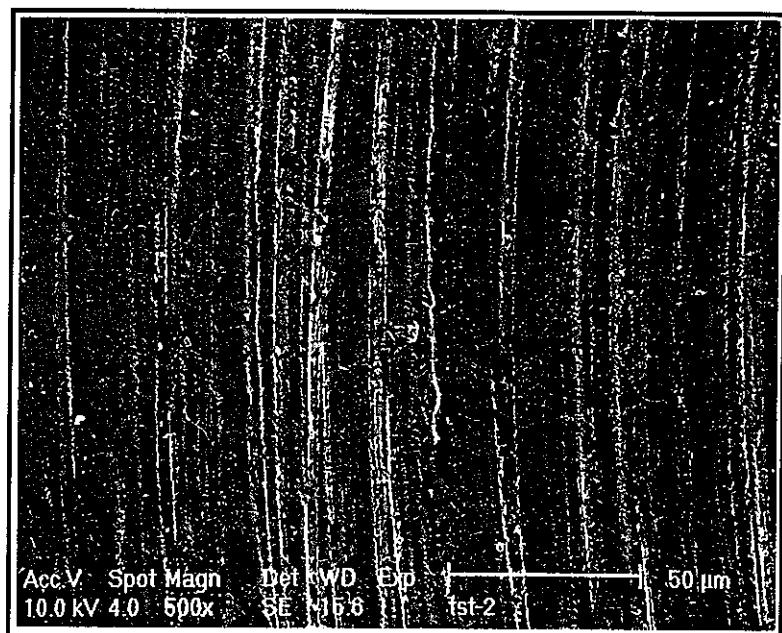
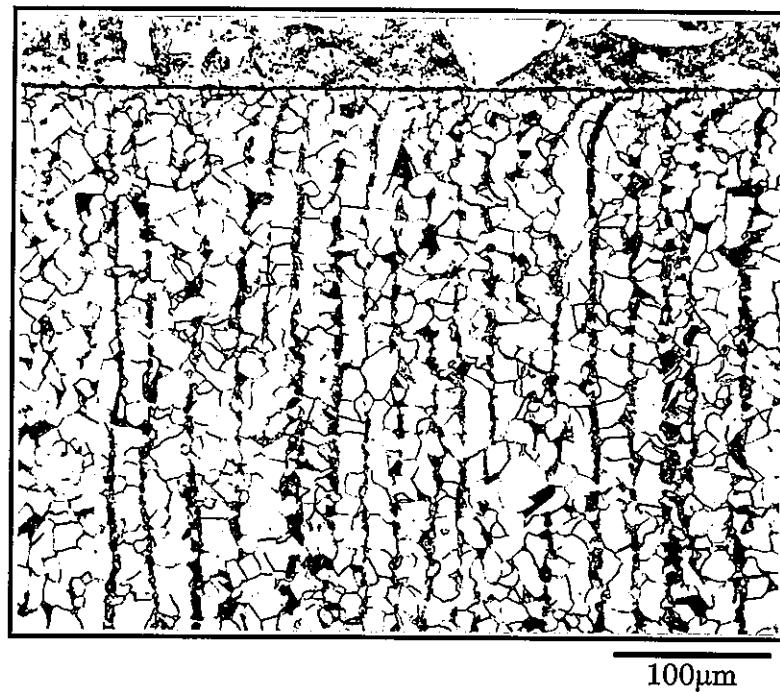
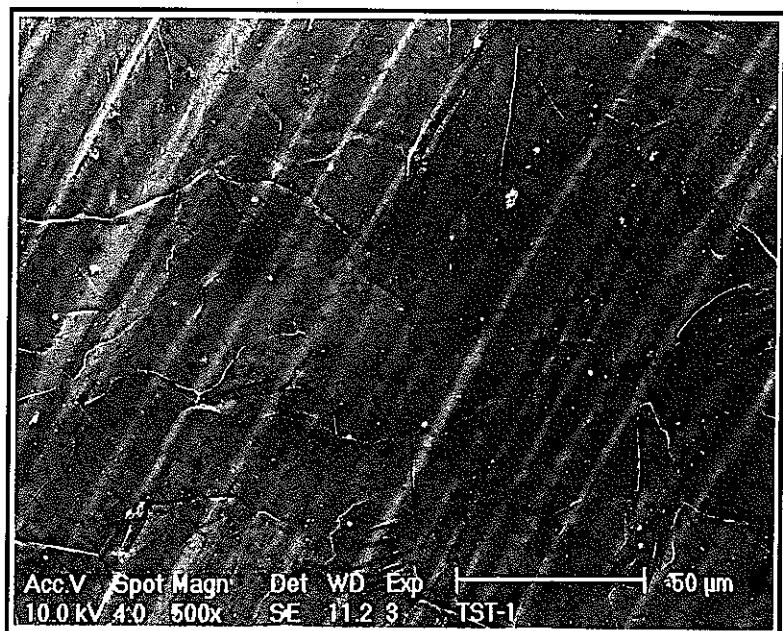
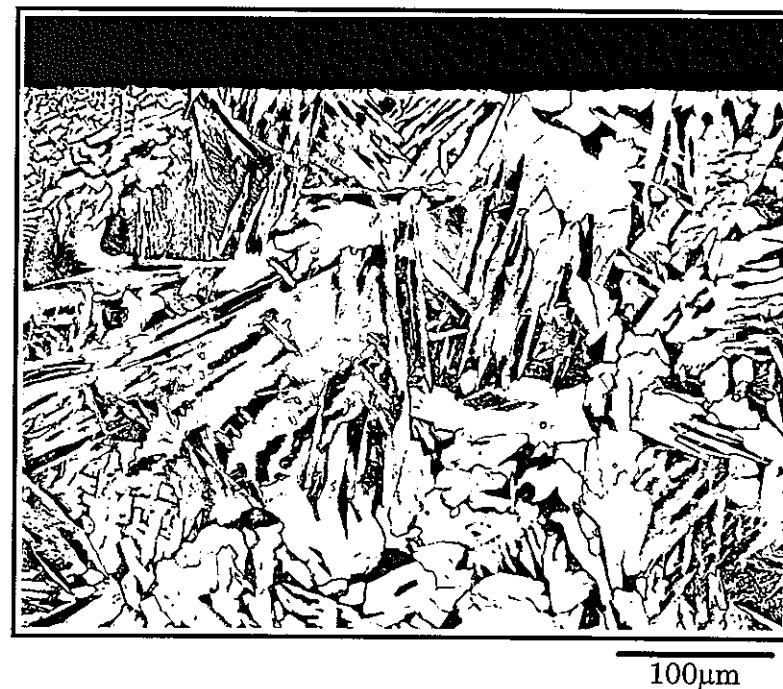


図3.1 受入材の断面観察結果



900°C , 30min

図3.2 热时効材の断面および表面組織観察結果(900°C, 30分保持)



1200°C , 30min

図3.3 热时効材の断面および表面組織観察結果(1200°C, 30分保持)

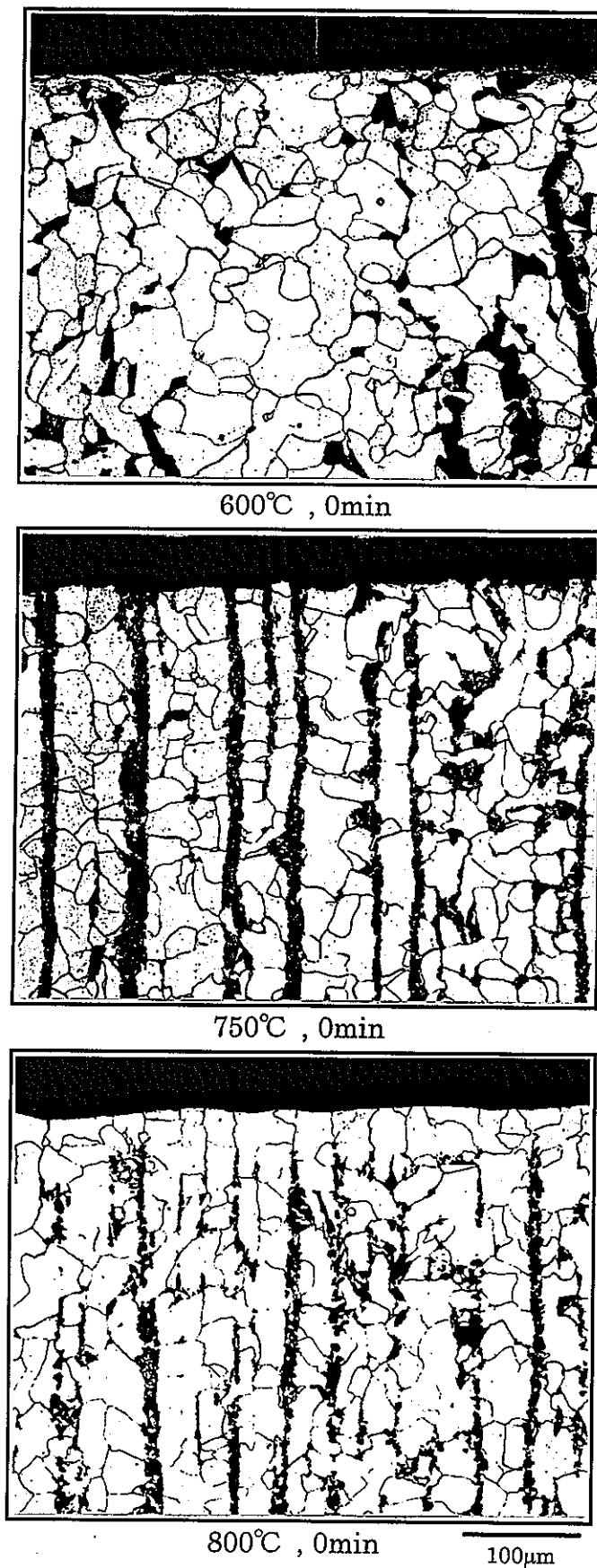
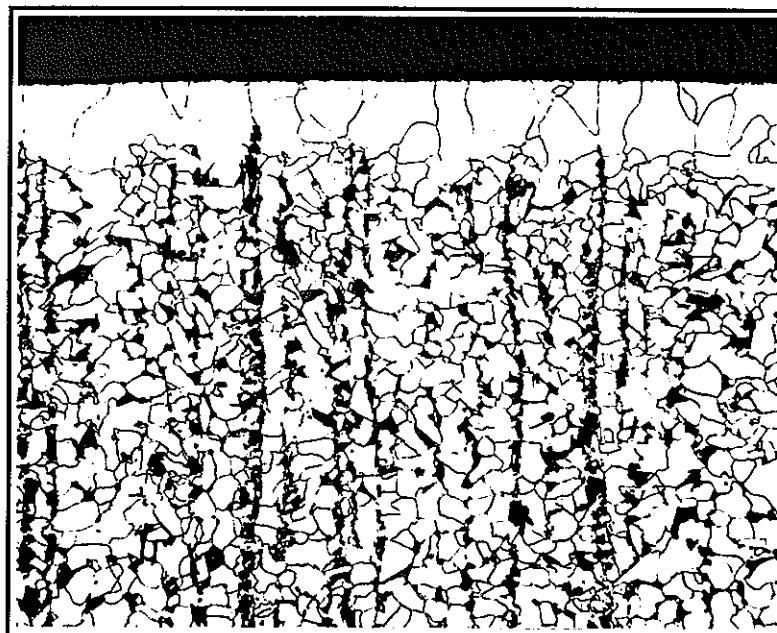


図3.4(a) 試験後の断面組織観察結果(600°C～800°C)

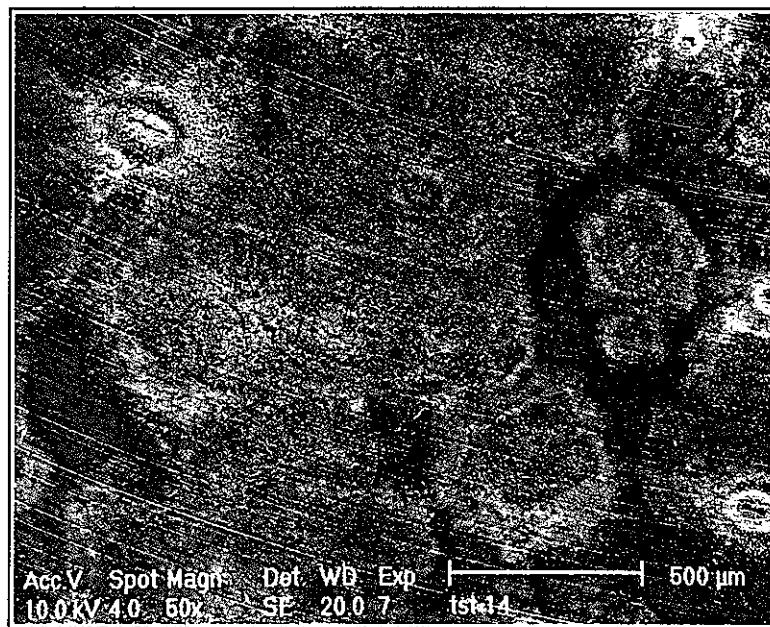


900°C , 0min



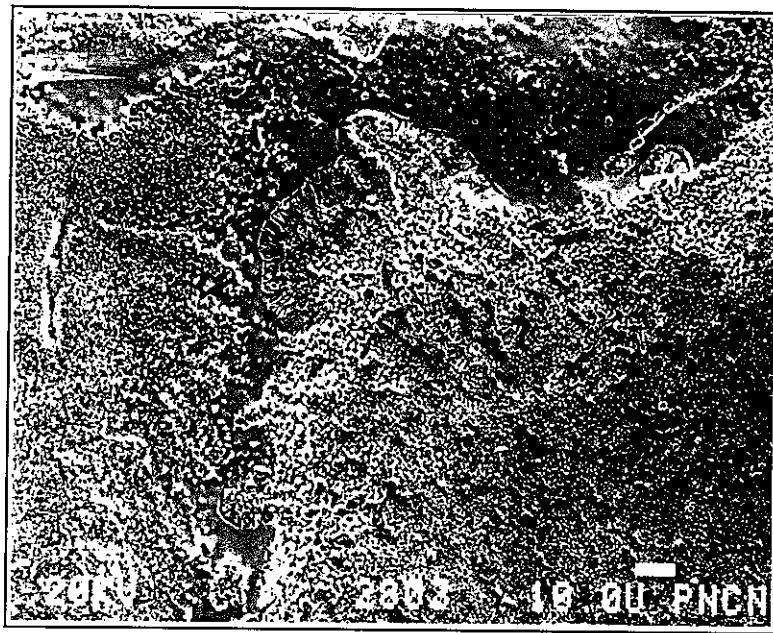
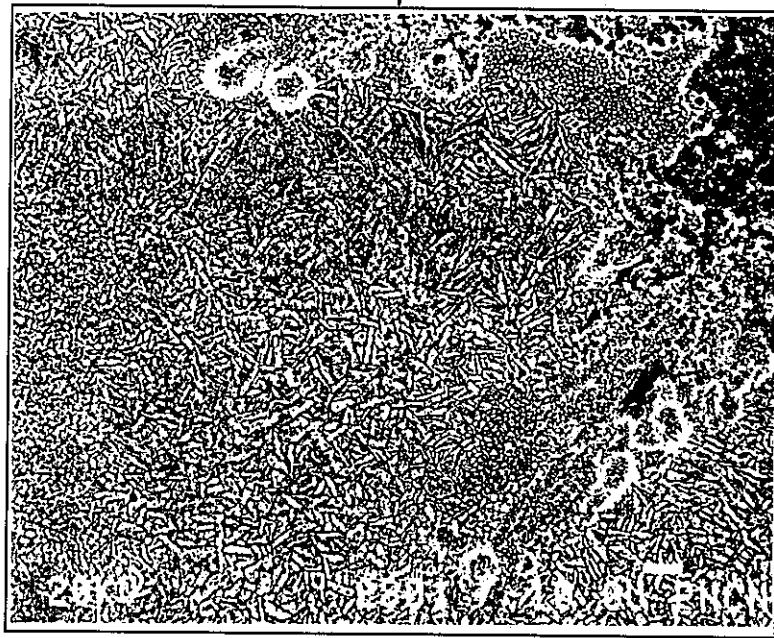
1200°C , 0min      100μm

図3.4(b) 試験後の断面組織観察結果(900°C～1200°C)



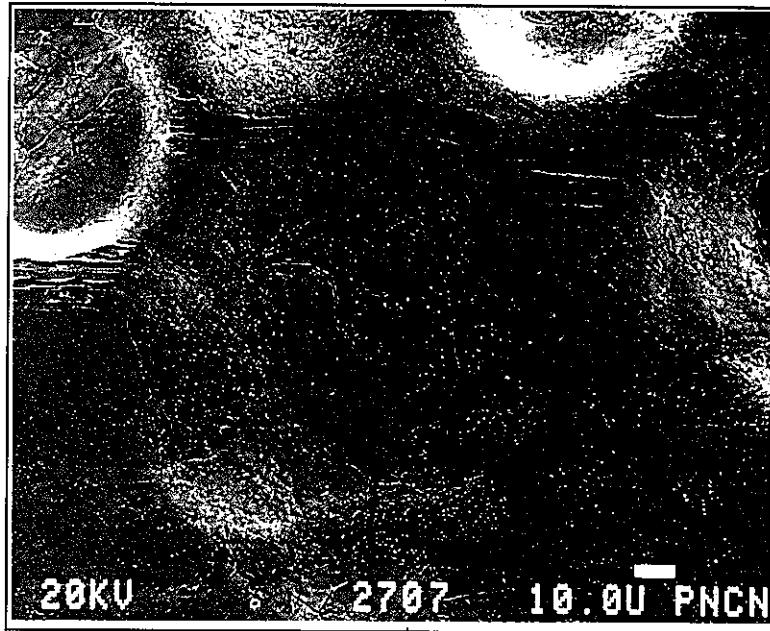
600°C, 保持なし

図3.5(a) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)



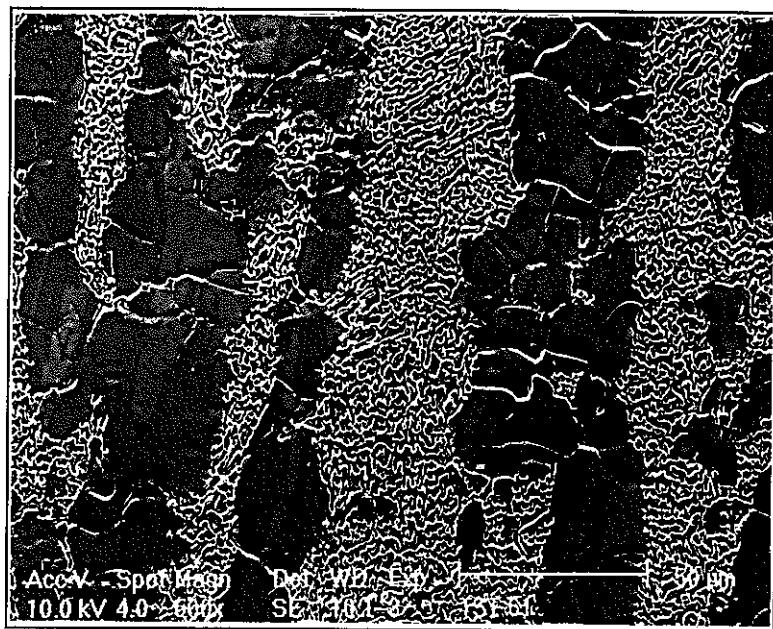
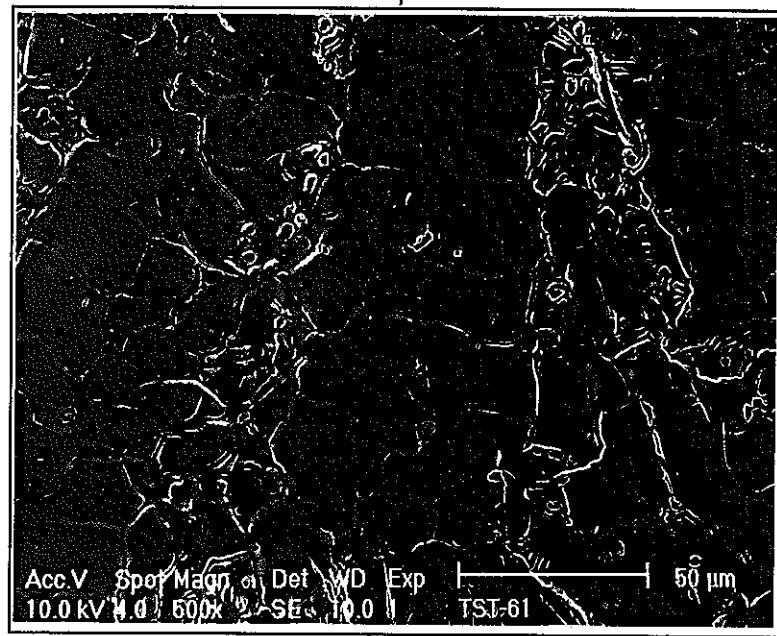
750°C, 保持なし

図3.5(b) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)



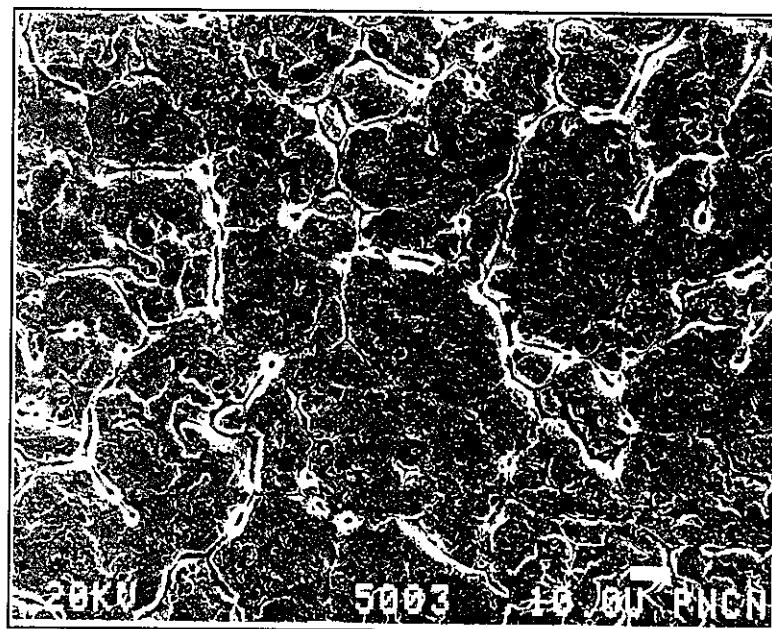
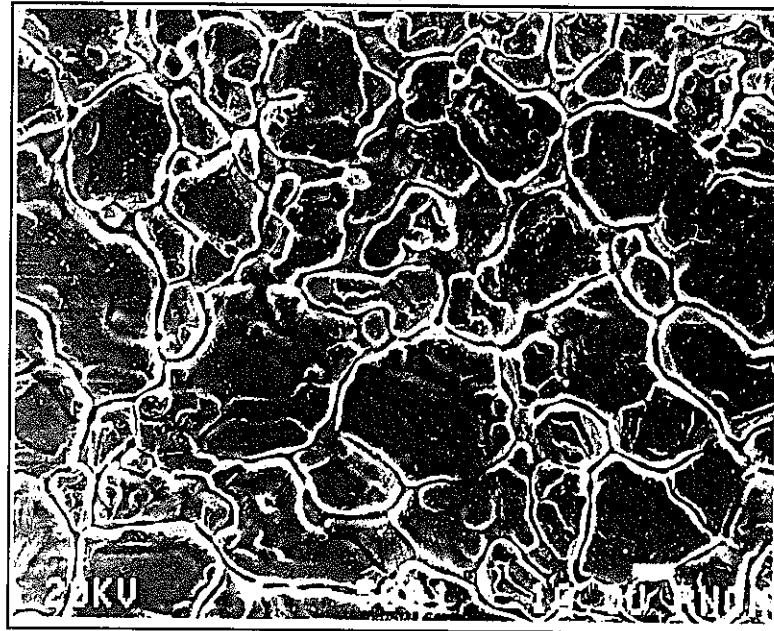
800°C, 保持なし

図3.5(c) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)



900°C, 保持なし

図3.5(d) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)



1200°C, 保持なし

図3.5(e) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)

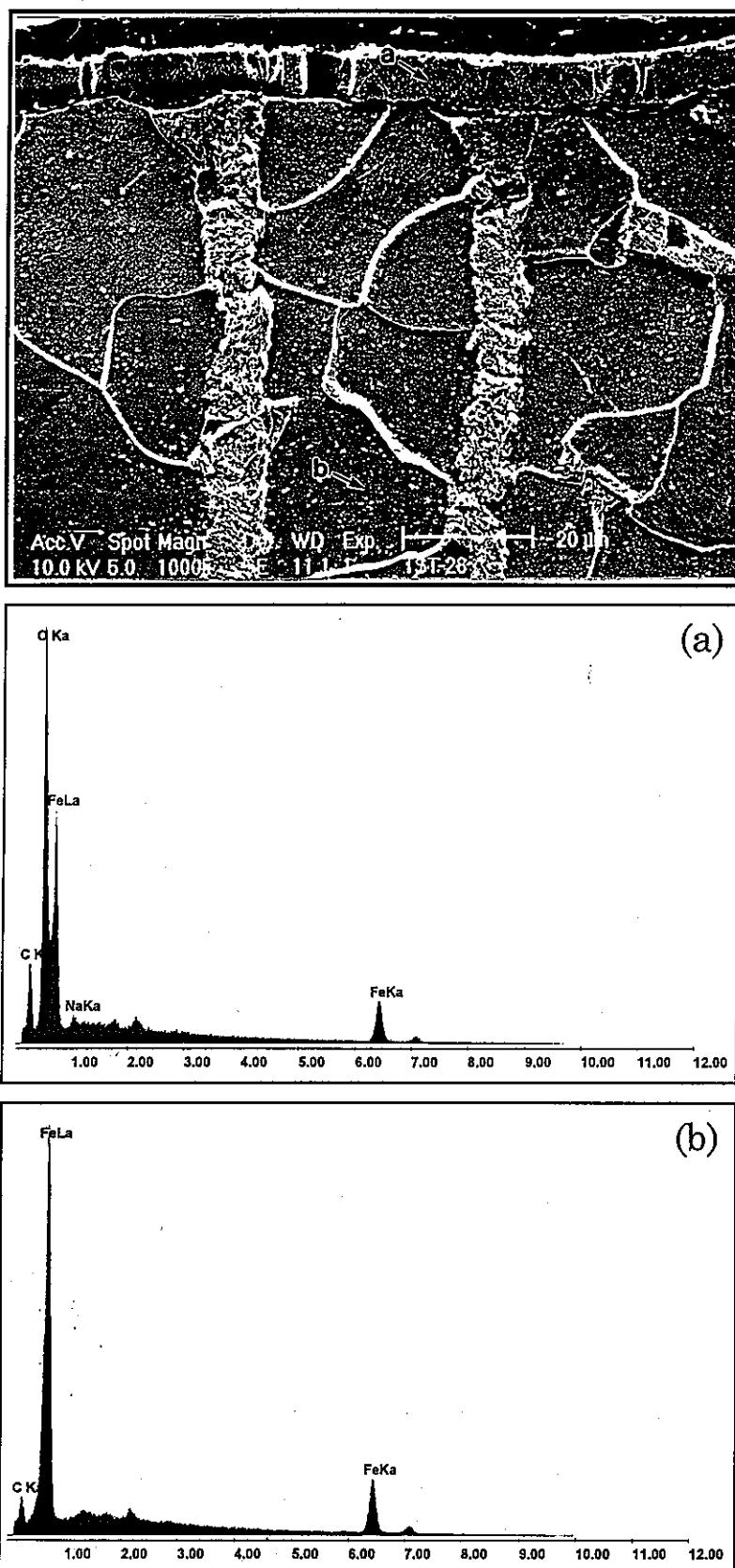
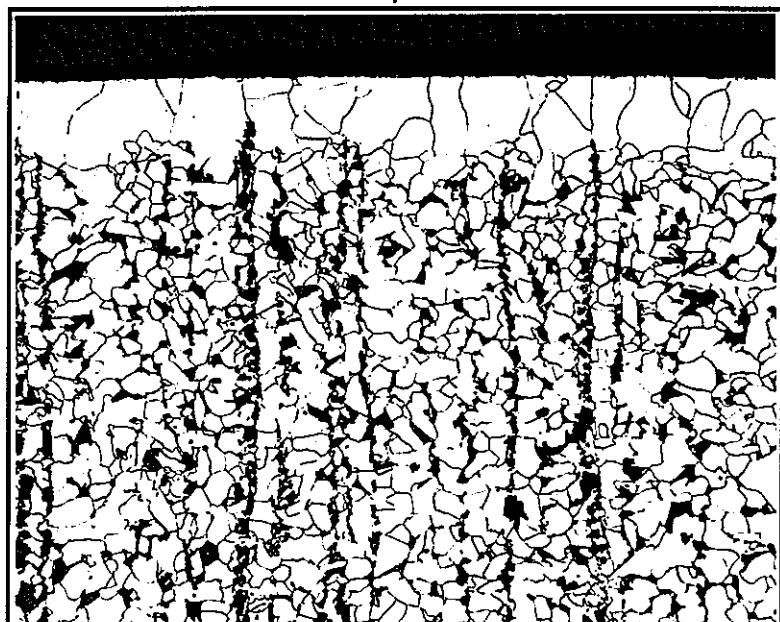
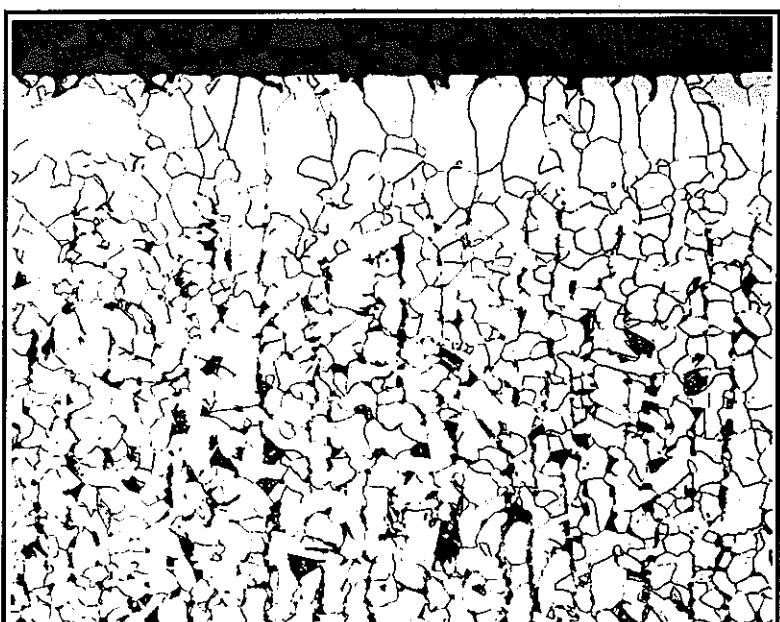


図3.6 750°C, 保持なしの試験後の断面組織とEDX分析結果

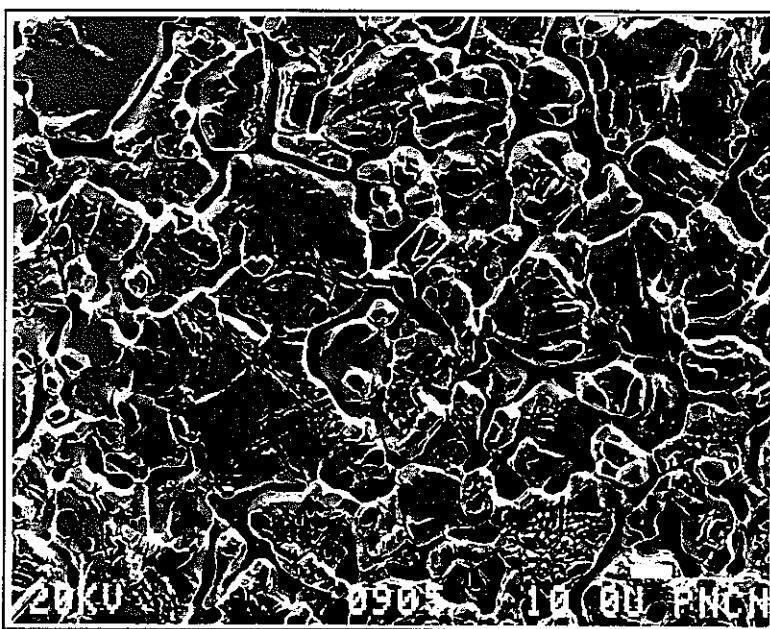
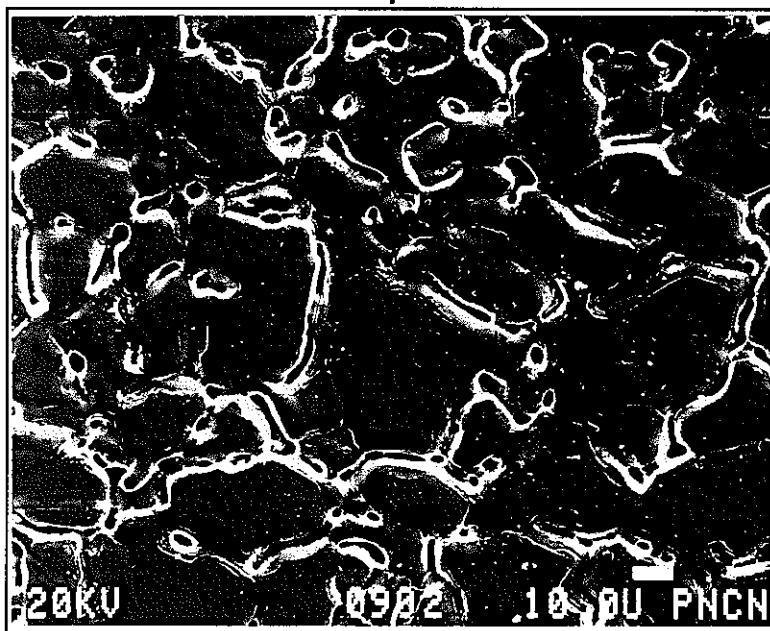


900°C , 0min



900°C , 30min      100μm

図3.7 光学顕微鏡による断面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)



900°C, 30分保持

図3.8 SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)

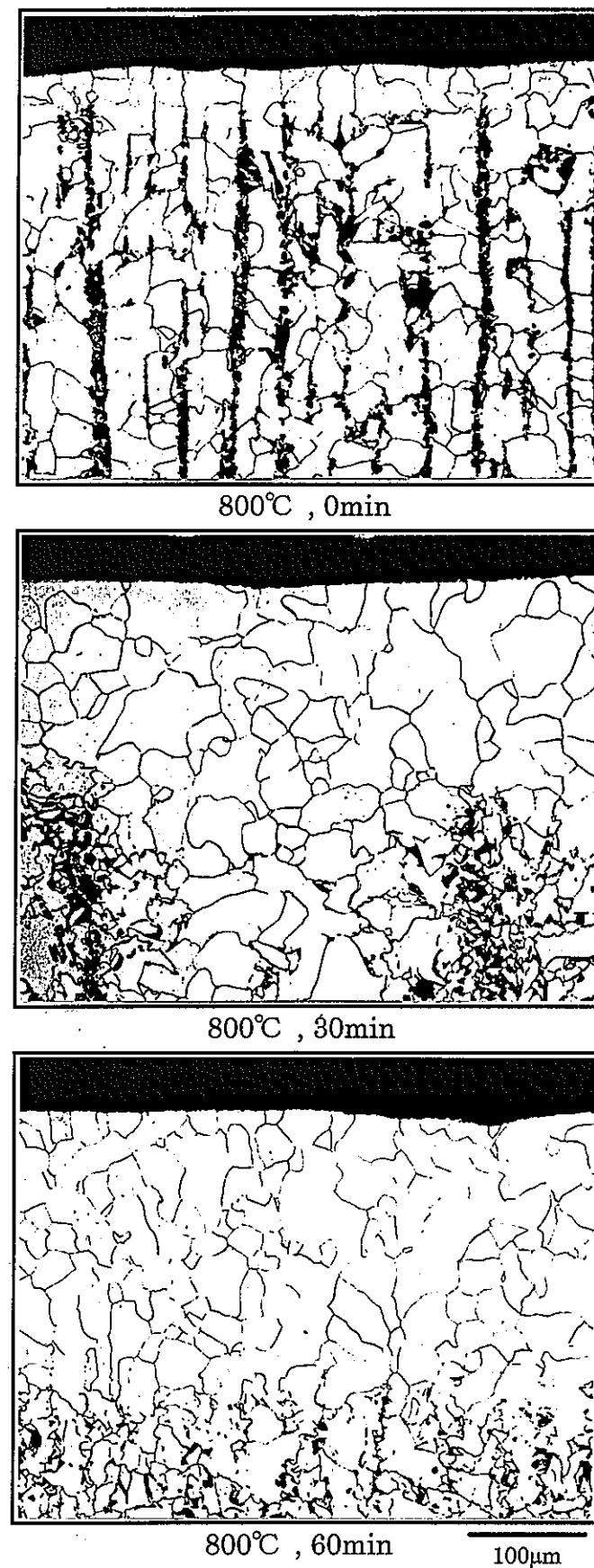
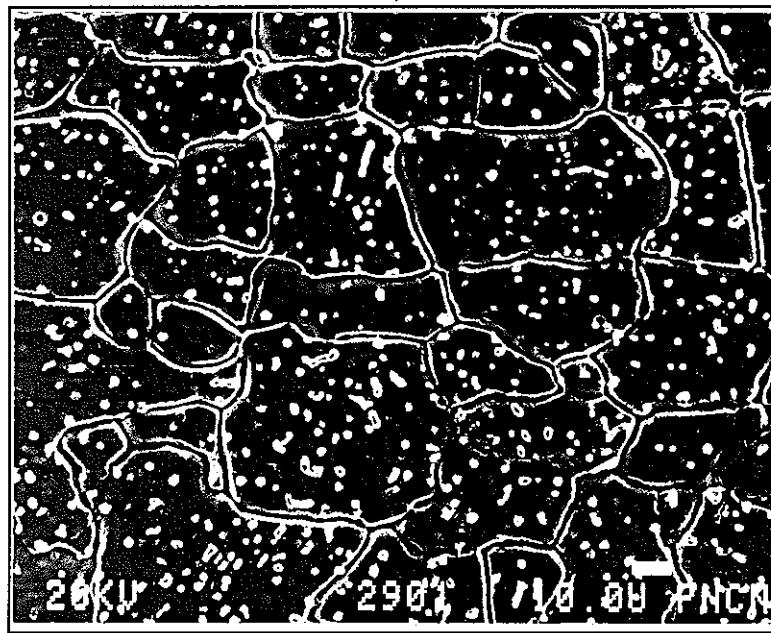
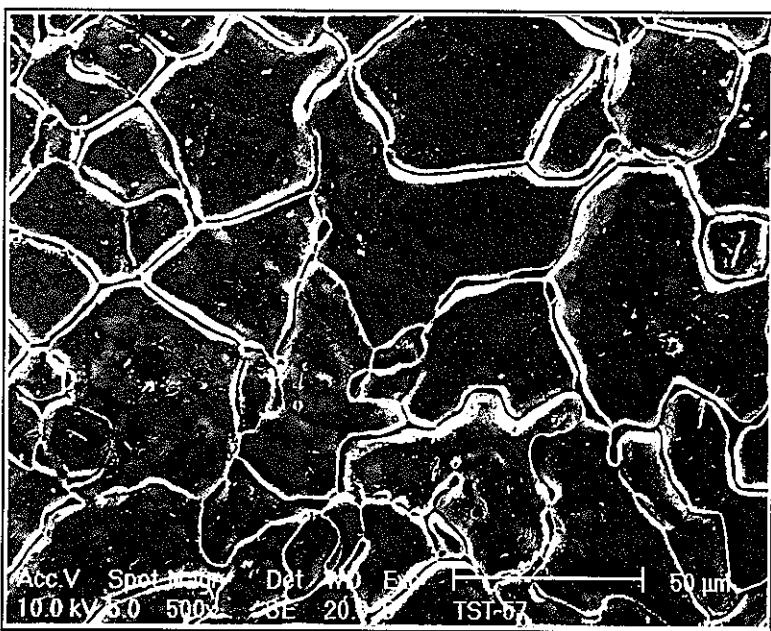
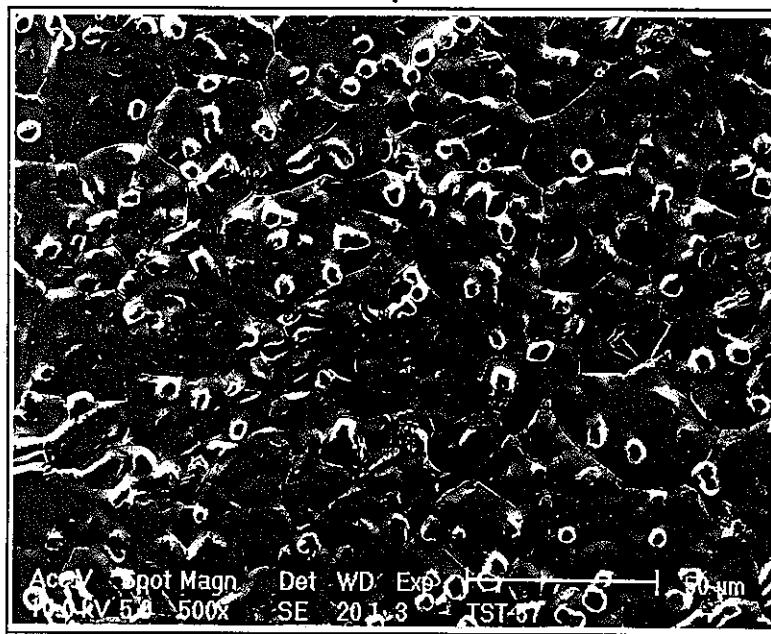


図3.9 光学顕微鏡による断面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)



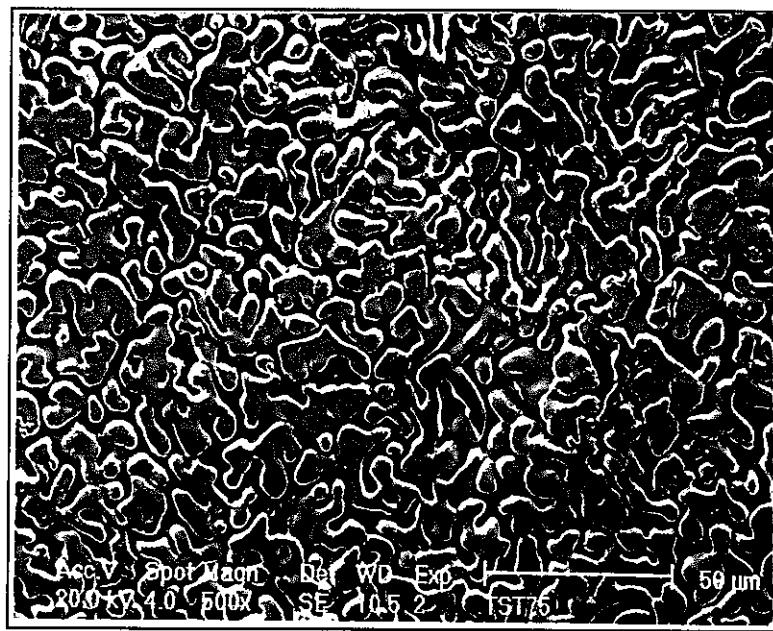
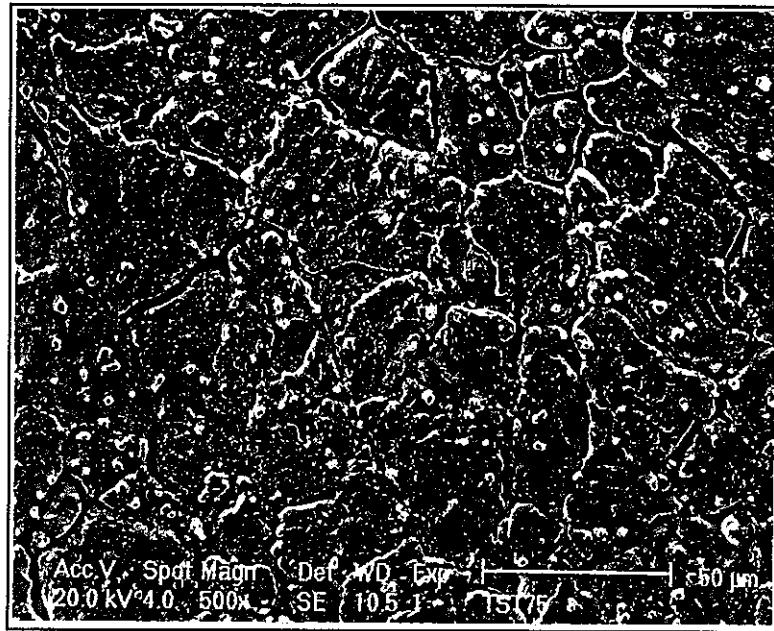
800°C, 30分保持

図3.10(a) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)



800°C, 60分保持

図3.10(b) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)



800°C, 120分保持

図3.10(c) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)

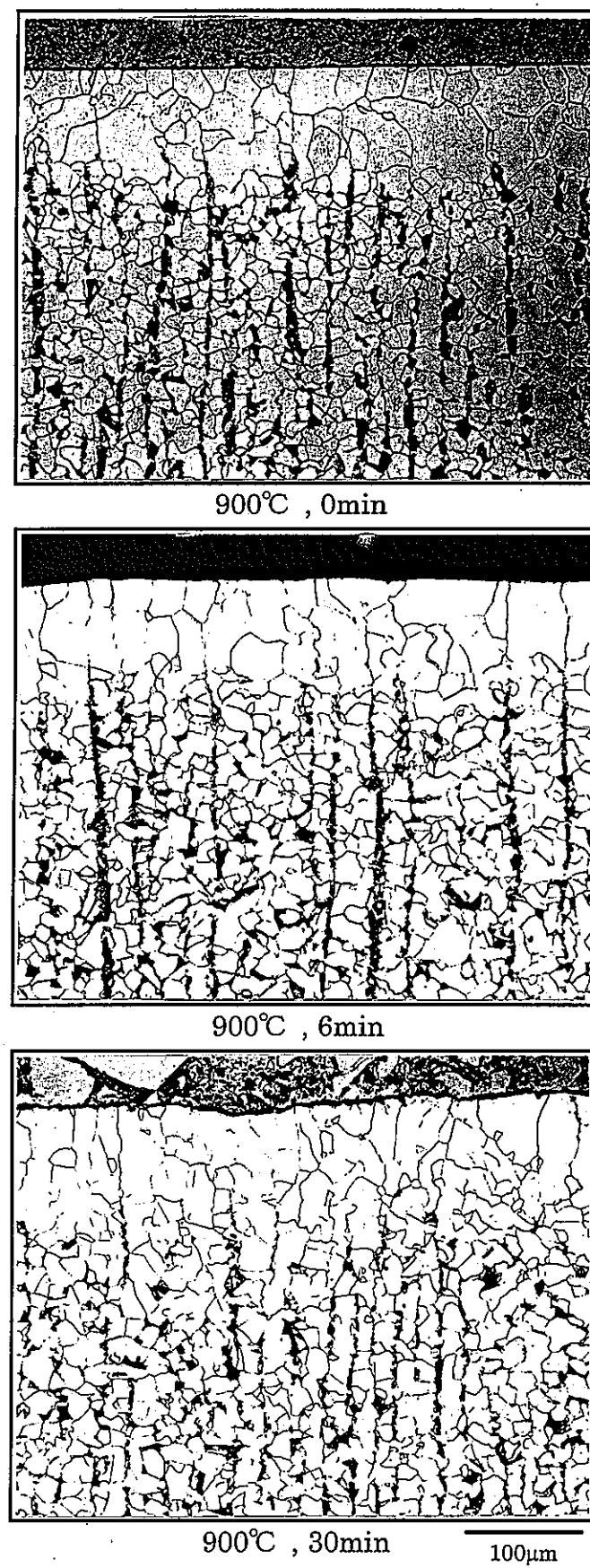
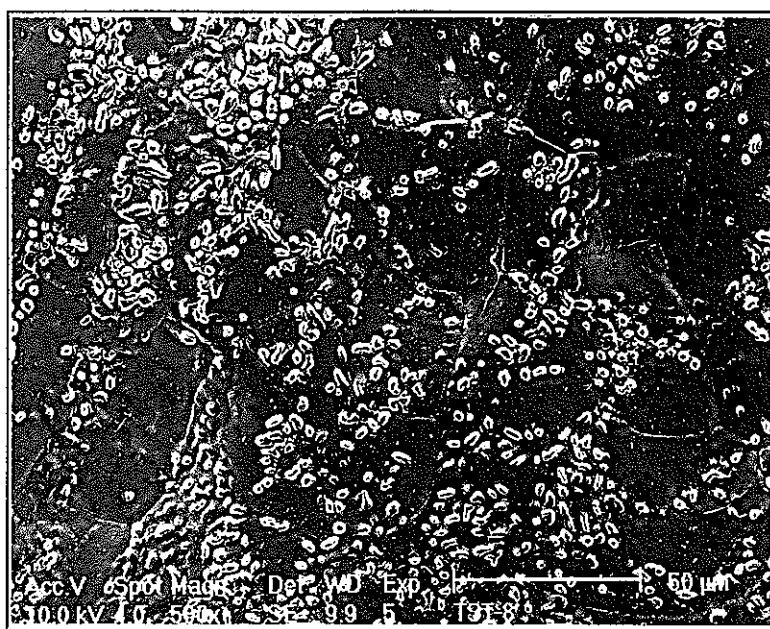
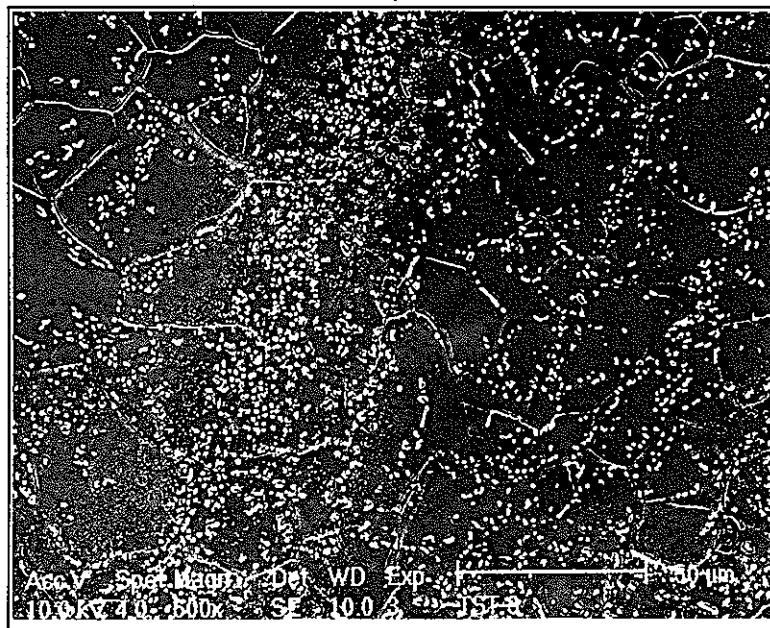
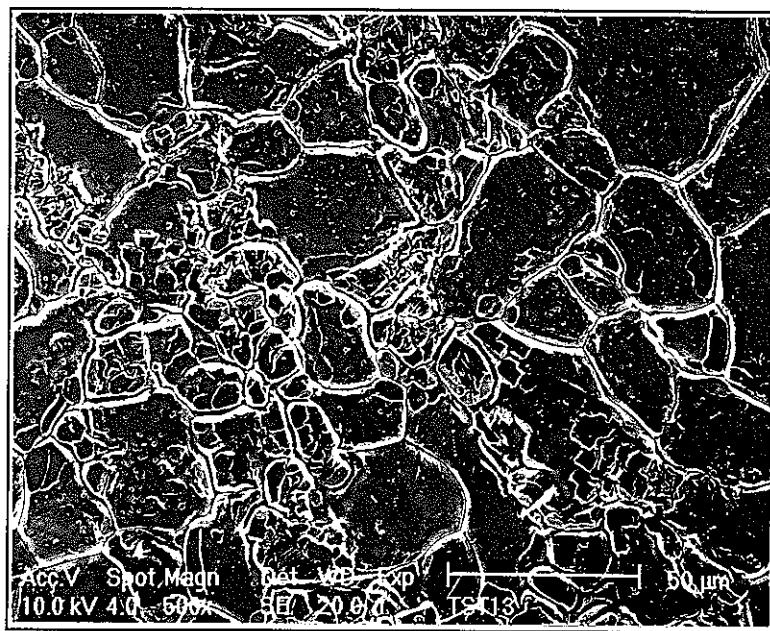
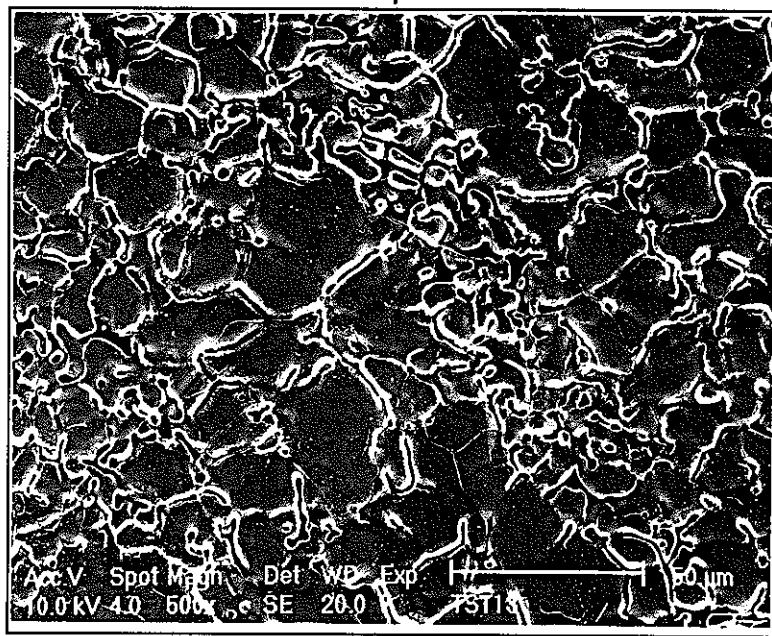


図3.11 光学顕微鏡による断面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.16g)



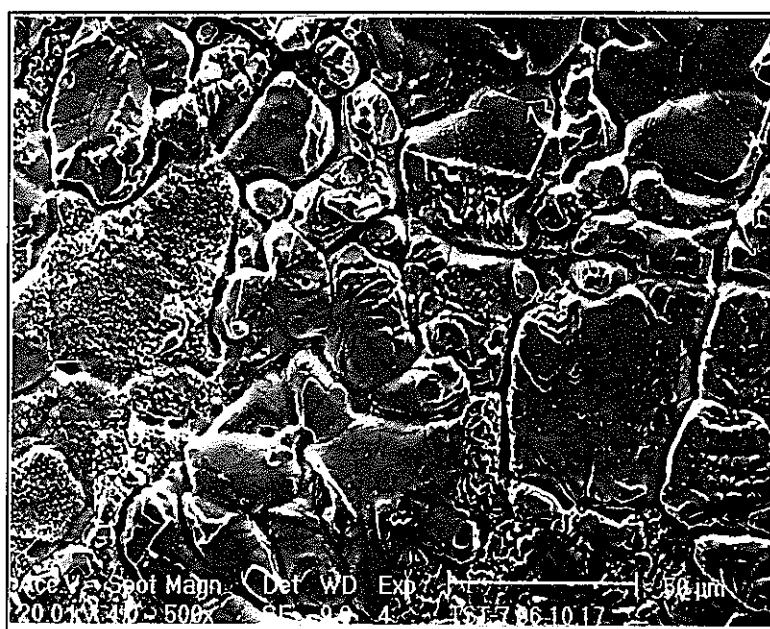
900°C, 保持なし

図3.12(a) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.16g)



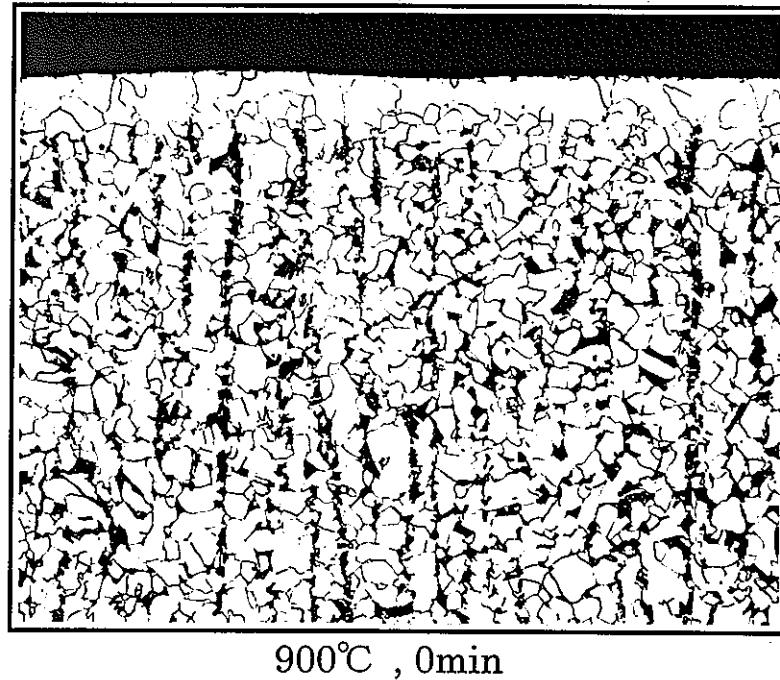
900°C, 6分保持

図3.12(b) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.16g)

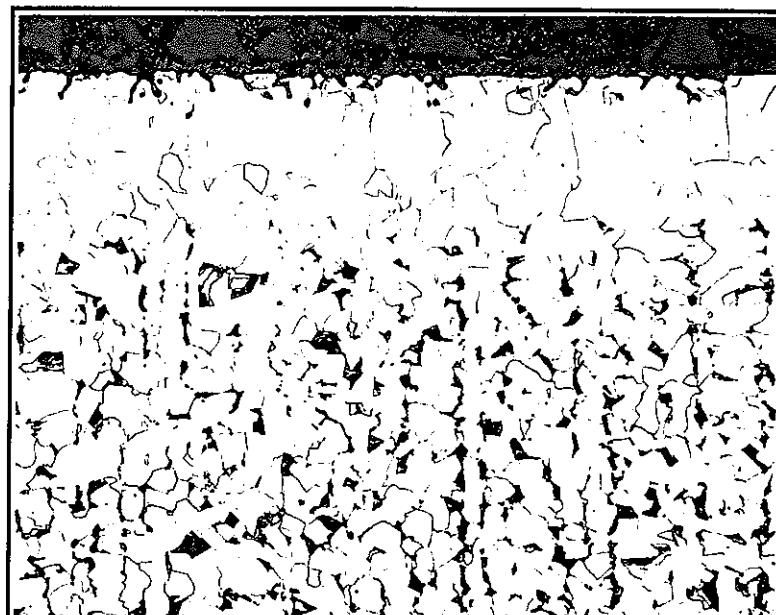


900°C, 30分保持

図3.12(c) SEMによる表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.16g)



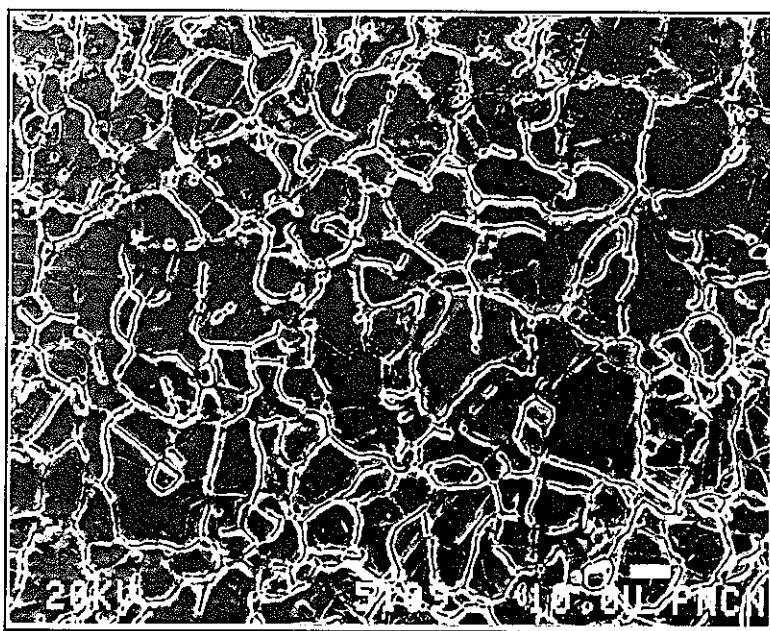
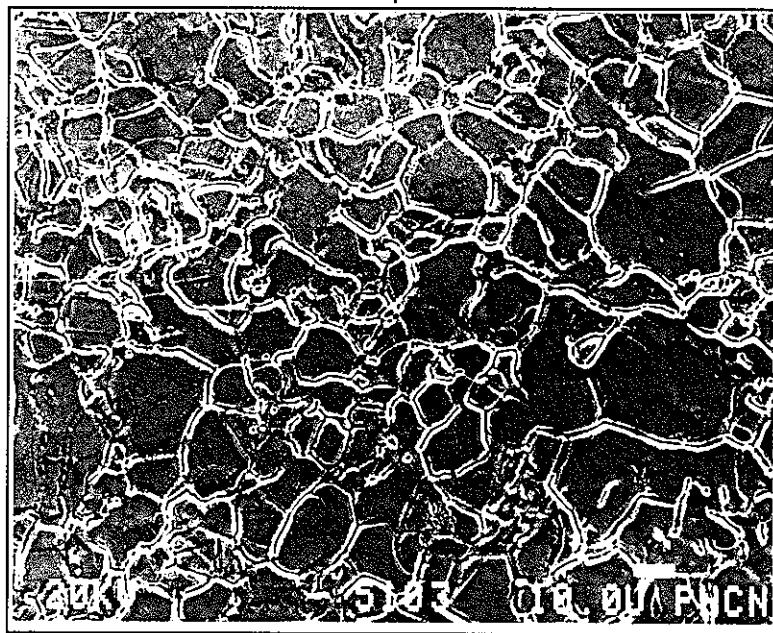
900°C , 0min



900°C , 30min

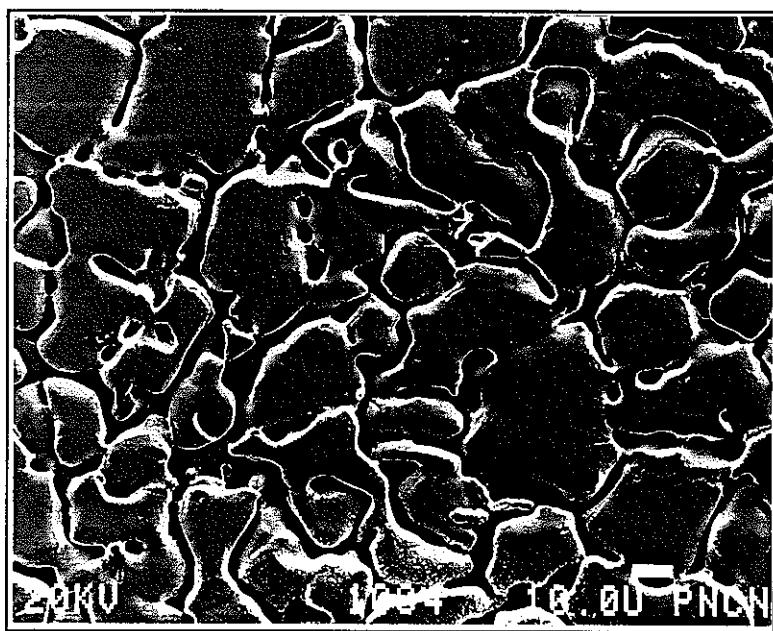
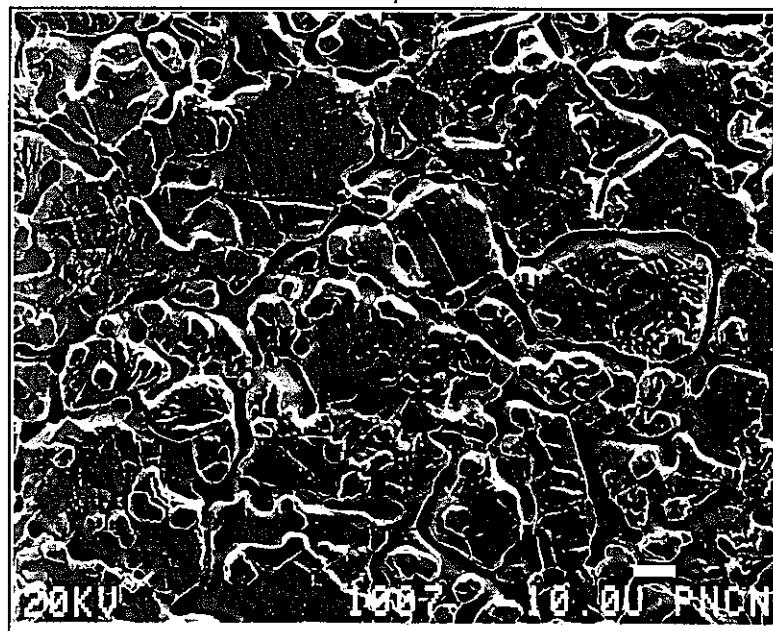
100μm

図3.13 Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>試薬を用いた試験における断面組織観察結果 (Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: 約0.55g)



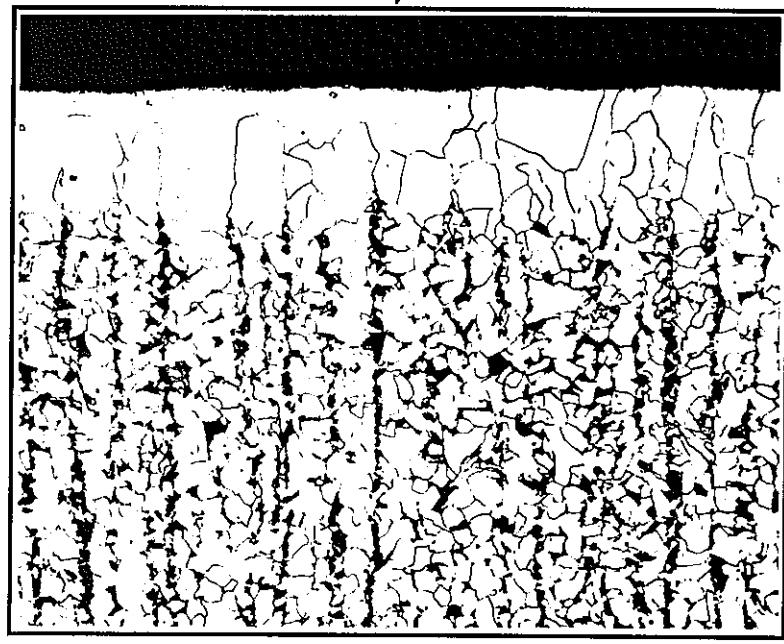
900°C, 保持なし

図3.14(a)  $\text{Na}_2\text{O}$ 試薬を用いた試験における表面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ : 約0.55g)

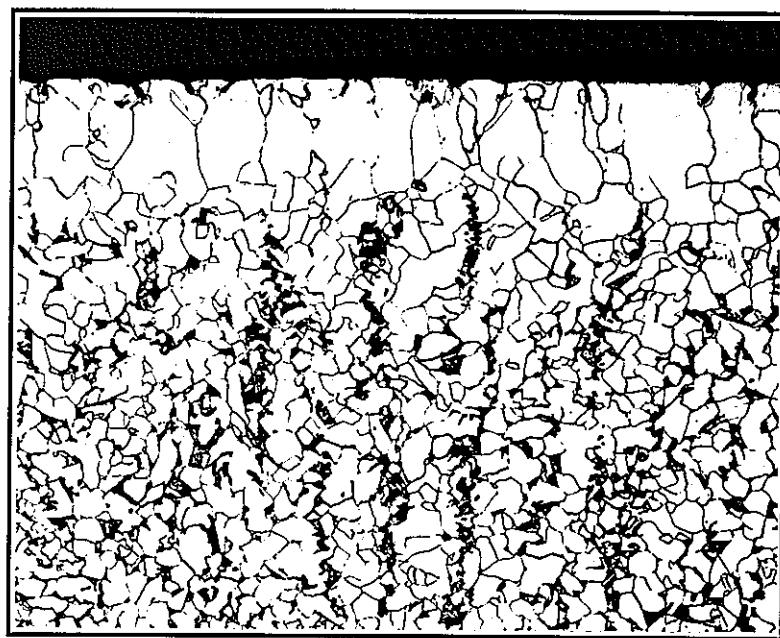


900°C, 30分保持

図3.14(b) Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>試薬を用いた試験における表面組織観察結果 (Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: 約0.55g)



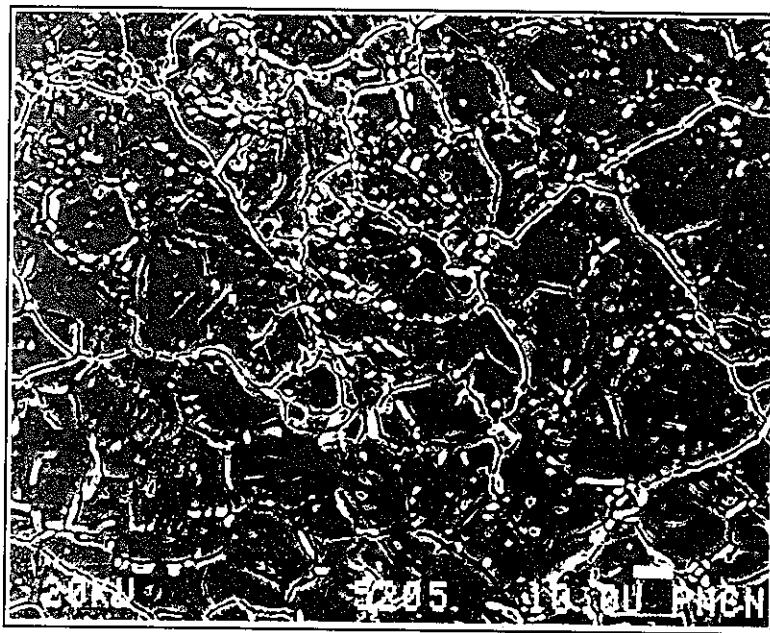
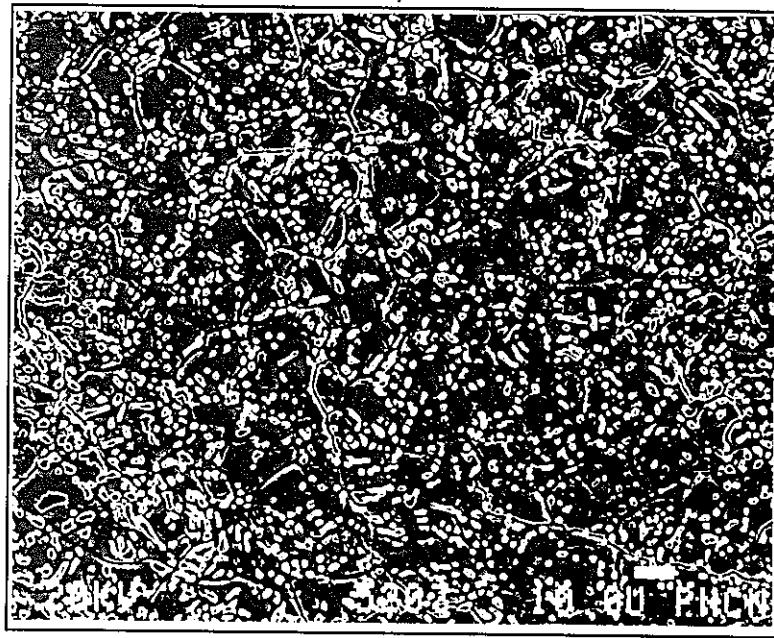
900°C , 0min



900°C , 30min

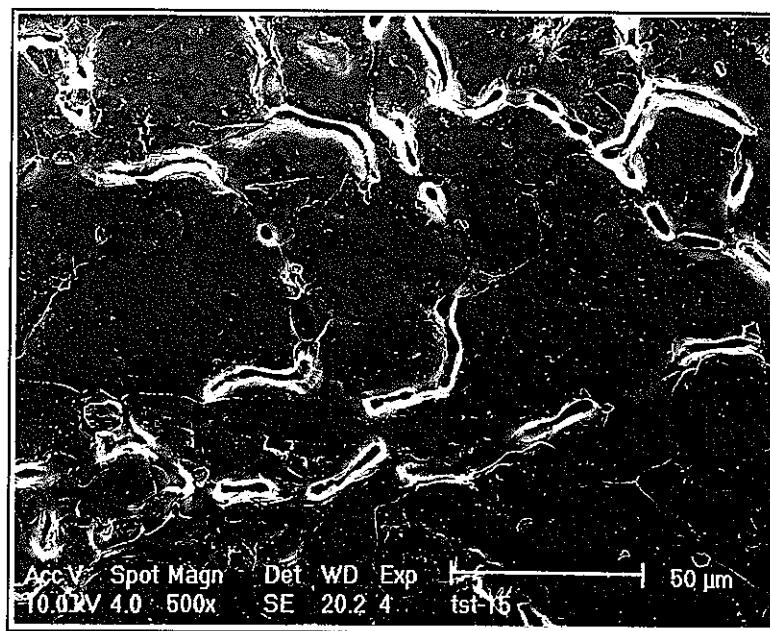
100μm

図3.15 NaOH試薬を用いた試験における断面組織観察結果 (NaOH: 約0.55g)



900°C, 保持なし

図3.16(a) NaOH試薬を用いた試験における表面組織観察結果 (NaOH: 約0.55g)



900°C, 30分保持

図3.16(b) NaOH試薬を用いた試験における表面組織観察結果 (NaOH: 約0.55g)

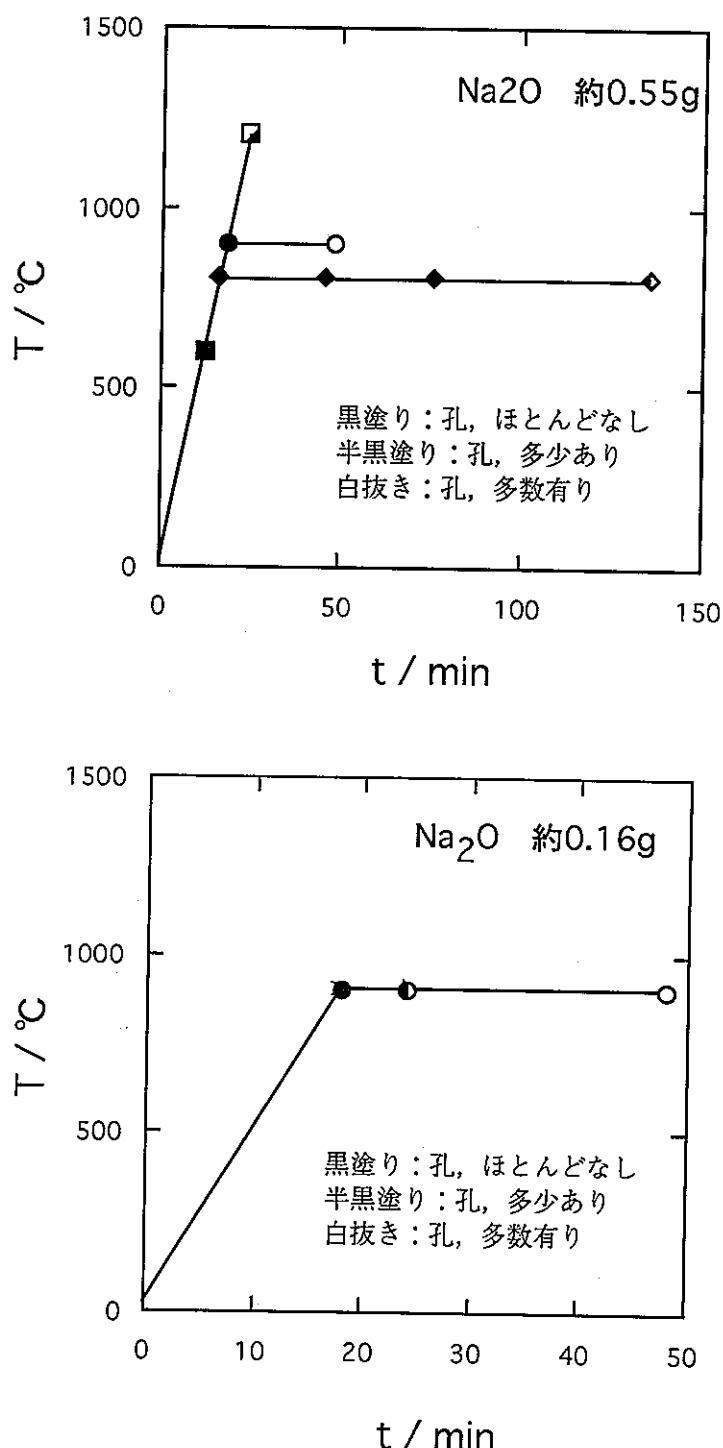


図4.1(a)  $\text{Na}_2\text{O}$ 試薬において選択的反応を生じている試験条件

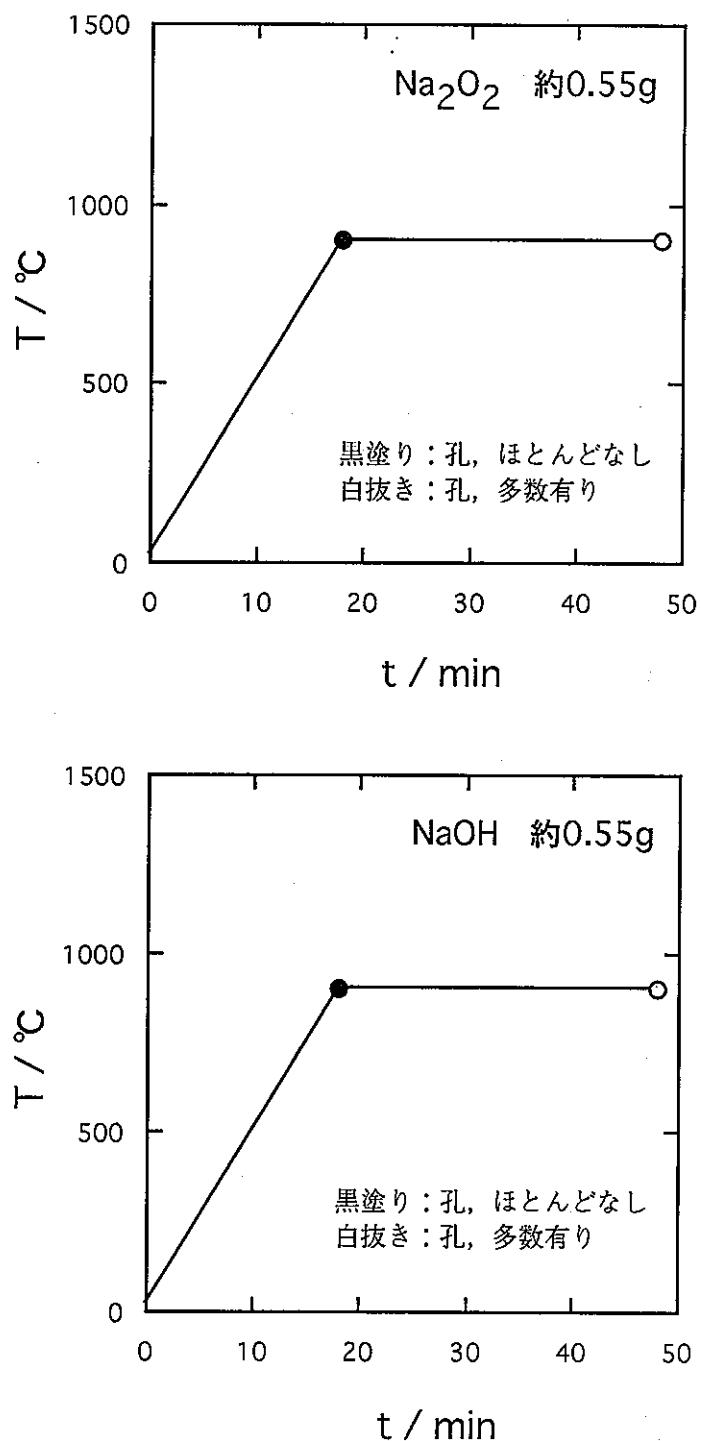


図4.1(b)  $\text{Na}_2\text{O}_2$ および $\text{NaOH}$ 試薬において選択的反応を生じている試験条件

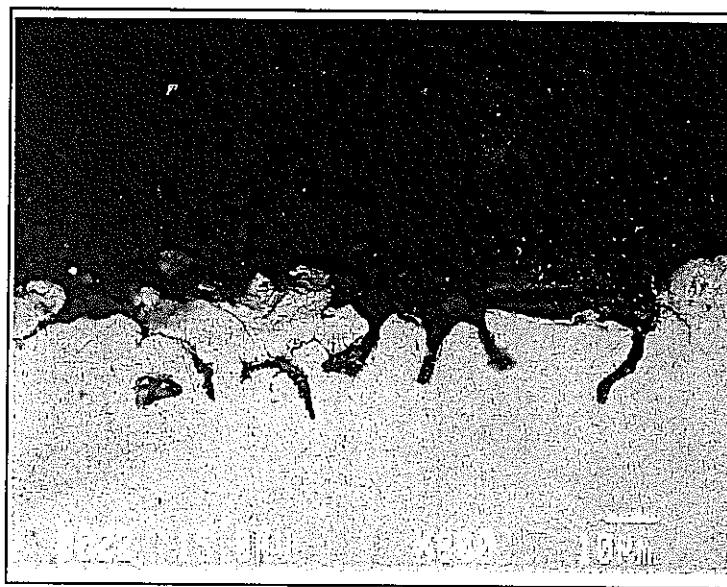
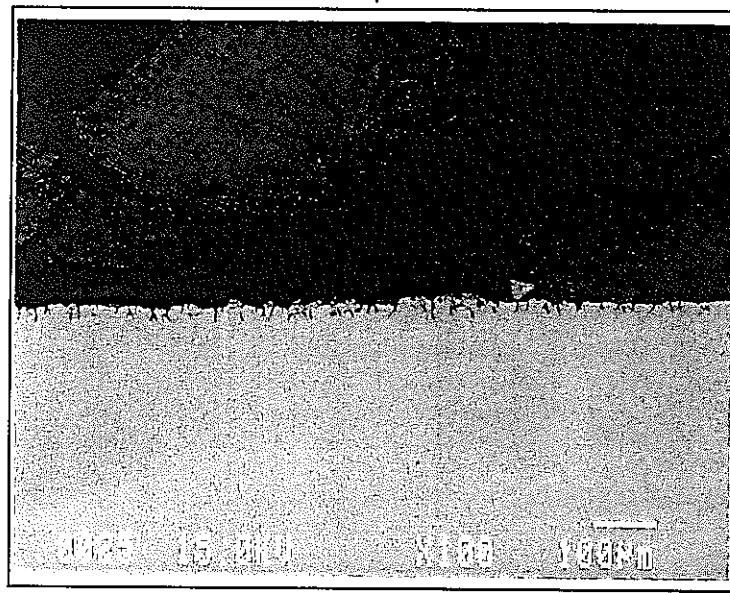


図4.2(a) 反応生成物を除去していない試験体の断面組織観察結果

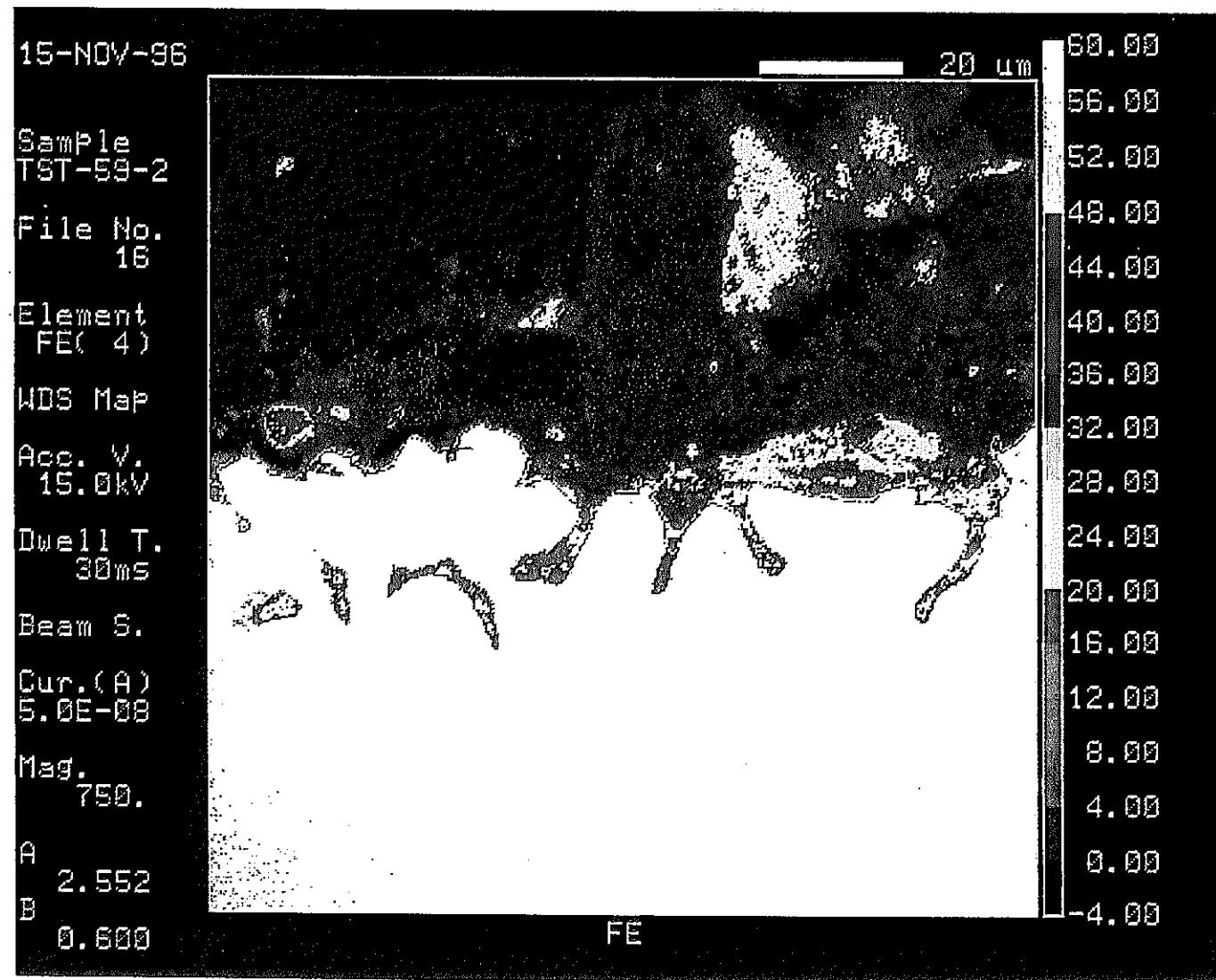


図4.2(b) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果 (Feの濃度分布)

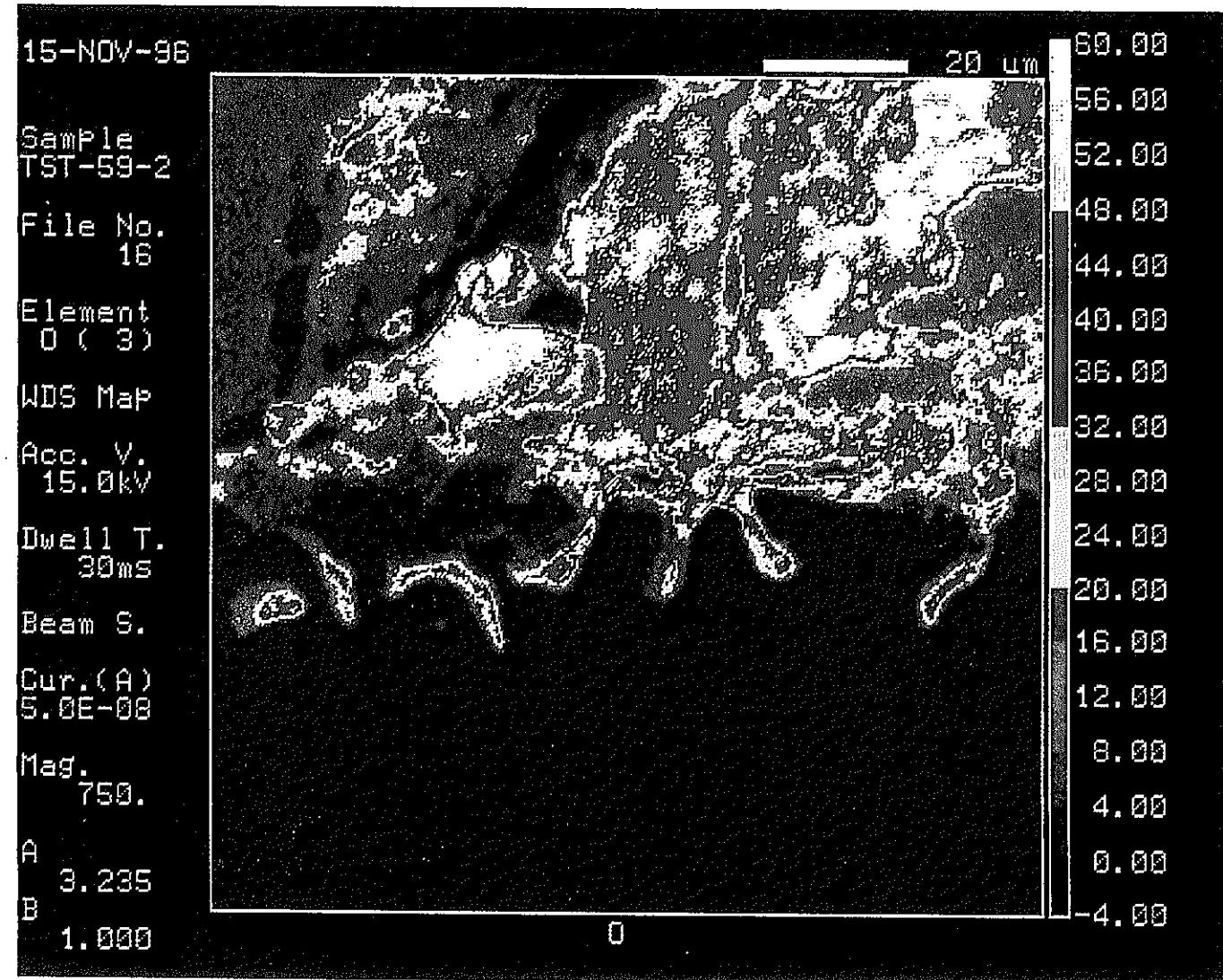


図4.2(c) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果(Oの濃度分布)

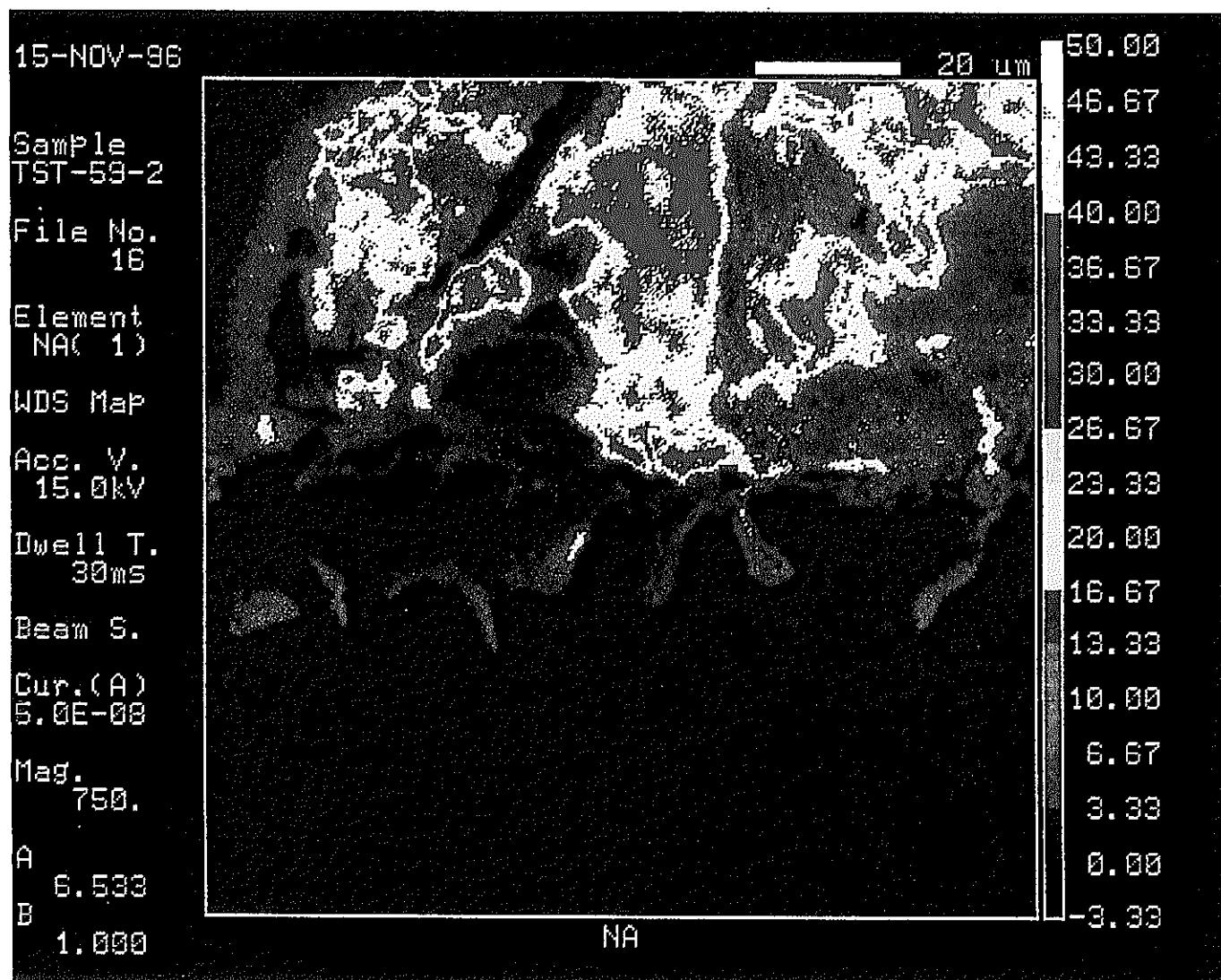


図4.2(d) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果 (Naの濃度分布)

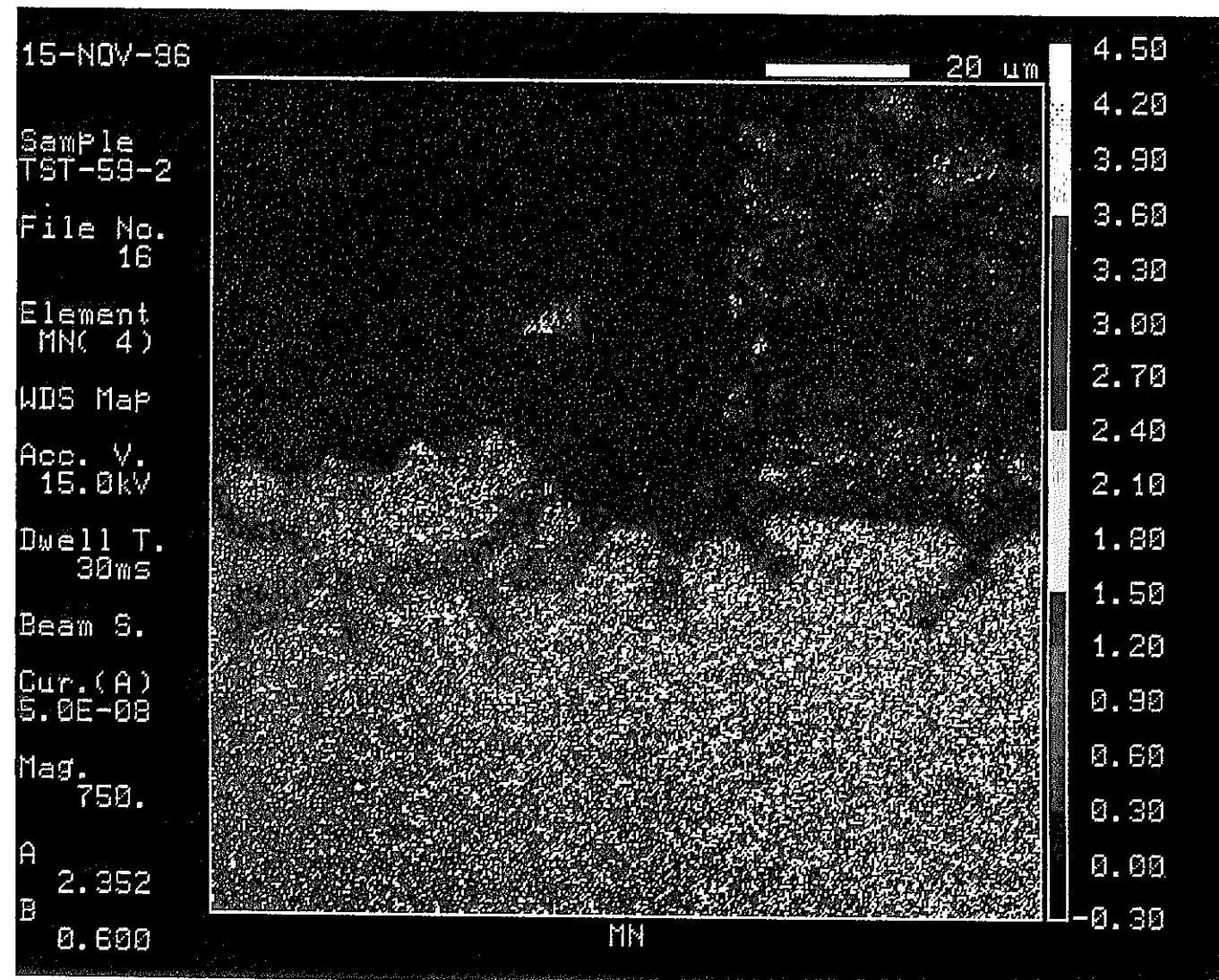


図4.2(e) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果 (Mnの濃度分布)

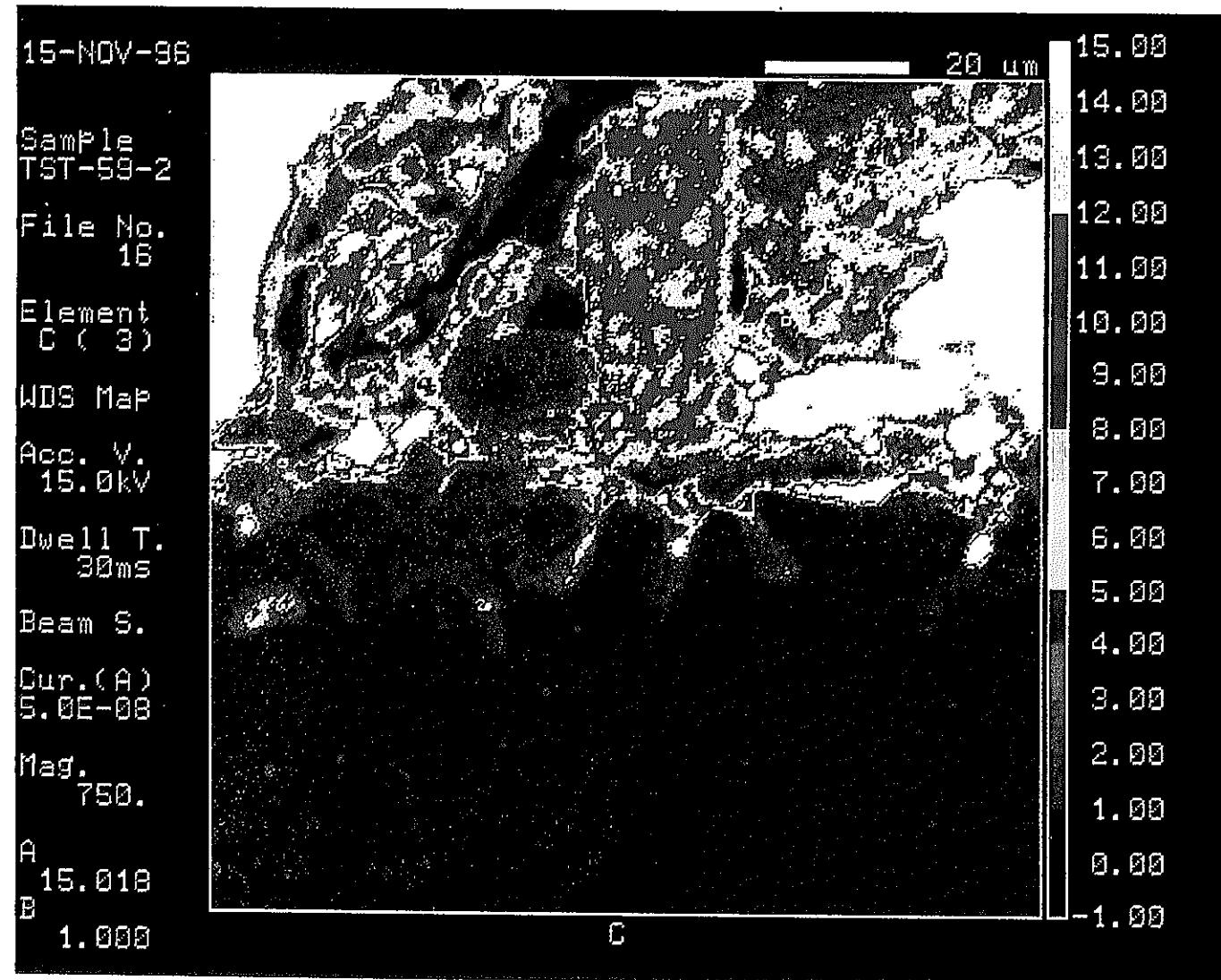


図4.2(f) 反応生成物を除去していない試験体断面のEPMA分析結果 (Cの濃度分布)



900°C , 0min

図4.3 洗浄後の試験体のSEMによる断面組織観察結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$  : 約0.55g)

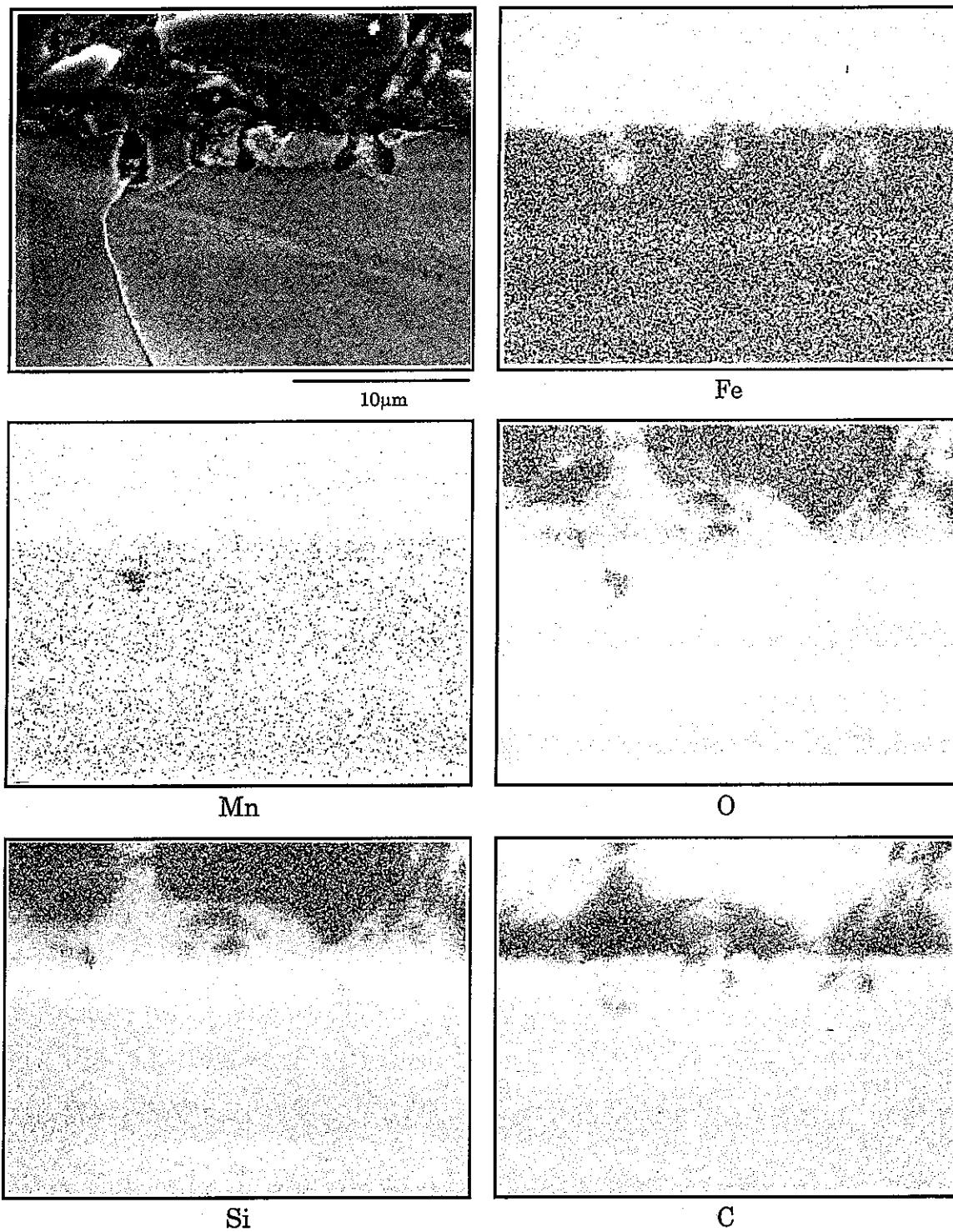


図4.4 図4.3の部分のEDXによる面分析結果 ( $\text{Na}_2\text{O}$ : 約0.55g)