

課題番号 : 2014A-E23
利用課題名 (日本語) : 軽水炉用オーステナイト系鋼/合金の表面酸化皮膜性状への過渡的環境変動の影響に関する高温高压水中 In-situ 実験
Program Title (English) : High temperature & high pressure water In-situ XRD study on effect of transient temperature change on oxide film on Alloy 600.
利用者名(日本語) : 渡邊 真史¹⁾, 米澤 利夫¹⁾, 庄子 哲雄¹⁾, 菖蒲 敬久²⁾
Username (English) : M. Watanabe¹⁾, T. Yonezawa¹⁾, T. Shoji¹⁾, T. shobu²⁾
所属名(日本語) : 1) 東北大学 未来科学技術共同研究センター, 2) JAEA
Affiliation (English) : 1) NiChE, Tohoku Univ., 2) JAEA
キーワード : In-situ X線回折、応力腐食割れ、表面酸化皮膜、加圧水型軽水炉、Ni 基合金

1. 概要 (Summary)

軽水炉における「鋭敏化 (Cr 欠乏領域の形成)に起因しない硬化部での応力腐食割れ」のメカニズム解明、予測、防止技術の確立に資するため、これまでは当グループは一連の基礎データ収集を行ってきた。この中で、加圧水型軽水炉(PWR)一次冷却水中での酸化皮膜の状態と、大気中の事後観察における状態の違いの有無、すなわち、プラント停止時の降温、大気暴露による影響の有無を確認する必要が生じてきた。そこで、本課題では、Ni 基合金 600 の表面酸化皮膜について、PWR 一次冷却水の標準的模擬環境である 320℃と、次に 200℃、室温大気中と環境を変化させ、それぞれの条件下で X線回折実験を行い、酸化皮膜に大きな変化をもたらすかどうかを調べた。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

試験片として Ni 基合金 600 で CT タイプのものを作成し、ビームタイム開始まであらかじめ 1010 時間程度、加圧水型軽水炉一次冷却水模擬環境に浸漬しておいた。温度その他の条件は、温度: 320-322℃, Li as LiOH: 2 ppm, B as H₃BO₃: 1200 ppm, 圧力: 14 MPa, 溶存酸素濃度 DO: < 5 ppb、溶存水素濃度 DH: 30 cc/kg(H₂O) 引っ張り応力: 1.3 kN とした。なお、当該 CT 試験片ノッチ底部には 3x3 mm²の平面部分を設けてあり、この部分に X線を照射して実験を行った。入射 X線は 20 keV のものを使用した。SPring-8/BL22XU 水平振り 4 軸回折計から χ 、 ϕ 軸を撤去し、そこに専用オートクレーブを搭載して利用した。X線はオートクレーブに設けられた一対の人工ダイヤモンド製の窓から出入射する。測定は、まず 320℃で行い、続けて 200℃、室温大気中と段階的に条件を変更し、各条件で X線回折ピークの時間変化を調べた。測定対象はスピネル系酸化物の 113 反射と 222

反射とした。スピネル系酸化物の 222 ピークには NiO の 111 ピークが重畳しうるため、もし NiO が生成すれば、スピネルの 222 の位置で強度が増大する。以前の課題で、水の電位が上昇しうる変動により NiO が急速に成長することが観測されたため、スピネルと NiO の両者をモニターできる 2 つを選定した。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

今回の実験で生成した酸化皮膜が薄いため回折強度が弱く、320℃の高压水中ではスピネル系酸化物の 113 のピークのみが観測され、222 ピークは判別不能なほど弱い強度であった。従って、スピネル系酸化物 222 反射と重畳しうる NiO 111 反射もまた観測されていない。次に温度を 200℃に変化させ、10 時間にわたりモニターしたが目立った変化は観測されなかった。さらに、室温大気中でも同様の測定を行ったところ、スピネルの 222 の位置に 113 反射の 1/4 程度のピークが現れた。これは、水の散乱ノイズがなくなったことにより観測された可能性も皆無ではないが、その強度は水中でもギリギリ観測されうる可能性が高く、温度低下あるいは大気中への暴露によって、ごく少量の NiO が生じた可能性を示唆しているものと考えられる。この点については、微妙な変化であるので今後の再実験や他の Ni 基合金の結果との比較などにより、慎重かつ総合的に判断していく必要がある。スピネルの 113 のピークについては大きな変化は観測されなかった。

4. その他・特記事項 (Others)

なし