

令和4年度

文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業
原子力システム研究開発事業

次世代原子力システム用事故耐性被覆管の照
射特性評価技術の開発

成果報告書

令和5年3月
国立研究開発法人
日本原子力研究開発機構

本報告書は、文部科学省の原子力システム研究開発事業による委託業務として、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が実施した令和元年度—令和4年度「次世代原子力システム用事故耐性被覆管の照射特性評価技術の開発」の成果を取りまとめたものです。

目次

概略	VIII
1. はじめに	1-1
2. 業務計画	2-1
2.1 全体計画	2-1
2.2 各年度計画	2-3
3. 業務の実施内容および成果	3-1
3.1 評価対象材料	3-1
3.2 非照射高温～超高温強度試験および組織構造解析	3-2
3.2.1 強度試験	3-2
3.2.2 マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析 (再委託先：九州大学)	3-17
3.2.3 SAXS および SANS による ODS 鋼ナノ組織の定量化 (再委託先：北海道大学)	3-21
3.3 照射材高温～超高温強度試験および組織構造解析	3-24
3.3.1 強度試験、組織評価	3-24
3.3.2 事故模擬超高温加熱試験	3-25
3.3.3 アトムプローブによる 3 次元ナノスケール組成分布解析 (再委託先：東北大学)	3-27
3.4 総合評価 (再委託先：全機関)	3-30
3.4.1 ナノスケール組織解析技術の比較 (再委託先：全機関)	3-30
3.4.2 事故時超高温環境でも ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界 マップの整備 (再委託先：全機関)	3-32
3.4.3 相関式策定に向けた検討 (再委託先：全機関)	3-33
3.5 研究推進	3-41
4. 結言	4-1

表一覧

表 3. 1-1	本事業で評価対象とする材料仕様一覧	3-46
表 3. 2-1	不活性(Ar ガス)雰囲気を実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管の リング引張試験結果	3-47
表 3. 2-2	令和 4 年度に実施した 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管非照射材の高温周方向 クリープ試験条件	3-47
表 3. 2-3	模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管の リングクリープ試験条件	3-48
表 3. 2-4	9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の内圧クリープ試験結果	3-48
表 3. 2-5	9Cr-ODS 鋼被覆管のリングクリープ試験結果	3-49
表 3. 2-6	模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管の リングクリープ試験結果	3-50
表 3. 2-7	9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の急速加熱バースト試験結果	3-51
表 3. 2-8	定常クリープ歪み速度の応力指数とクリープ変形機構の関係	3-52
表 3. 2-9	LMP-Life fraction 式整備の工学的意義	3-53
表 3. 2-10	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入れままとクリープ試験材の転位密度	3-54
表 3. 2-11	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入れままとクリープ試験材の酸化物分散 パラメータ	3-54
表 3. 2-12	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材の酸化物分散パラメータ	3-54
表 3. 3-1	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の超高温リング引張試験結果	3-55
表 3. 3-2	熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果 (試験温度：室温)	3-56
表 3. 3-3	熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果 (試験温度：熱時効温度)	3-57
表 3. 3-4	熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果 (試験温度：1000℃)	3-58
表 3. 3-5	事故模擬超高温加熱試験を実施した試験片の照射条件および試験一覧	3-59
表 3. 3-6	12Cr-ODS 鋼 (F14) 被覆管照射材の事故模擬超高温加熱試験後の ビッカース硬さ試験結果	3-60
表 3. 3-7	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入ままと照射材の事故模擬超高温 加熱試験後の引張試験結果	3-61
表 3. 3-8	照射材および事故模擬超高温加熱材の酸化物分散状態	3-62
表 3. 4-1	ナノスケール組織解析手法の比較	3-63
表 3. 4-2	降伏応力の計算に用いたパラメータ	3-64
表 3. 4-3	フィッティングにより得られた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) のナノスケール 組織パラメータ (SAXS を用いて過年度に北海道大学で取得したデータ)	3-65
表 3. 4-4	9Cr-ODS 鋼モデル合金の材料仕様	3-66

図一覧

図 2. 1-1	本事業の全体計画図	2-9
図 2. 1-2	本事業で用いるマルチスケール組織解析技術	2-10
図 3. 2-1	リング引張試験の模式図及びリング引張試験片の形状	3-67
図 3. 2-2	9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の各種試験雰囲気におけるリング引張特性： (a) 0.2%耐力、(b) 引張強さ、(c) 一様伸び、(d) 破断伸び	3-68
図 3. 2-3	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の各種試験雰囲気におけるリング引張特性： (a) 0.2%耐力、(b) 引張強さ、(c) 一様伸び、(d) 破断伸び	3-69
図 3. 2-4	内圧クリープ試験片の形状と外観写真	3-70
図 3. 2-5	内圧クリープ試験装置の機器構成	3-70
図 3. 2-6	内圧クリープ試験片のふくれ率の測定方法	3-71
図 3. 2-7	リングクリープ試験装置の機器構成	3-71
図 3. 2-8	9Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温内圧クリープ破断試験結果	3-72
図 3. 2-9	9Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温リングクリープ破断試験結果	3-72
図 3. 2-10	11Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温内圧クリープ試験結果	3-73
図 3. 2-11	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ 破断時間の関係 (800°C)	3-74
図 3. 2-12	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と定常クリープ 速度の関係 (800°C)	3-74
図 3. 2-13	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ 破断時間の関係 (1000°C、41 MPa)	3-75
図 3. 2-14	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と定常クリープ 速度の関係 (1000°C、41 MPa)	3-75
図 3. 2-15	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ 破断時間の関係 (1000°C、34 MPa)	3-76
図 3. 2-16	模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と 定常クリープ速度の関係 (1000°C、34 MPa)	3-76
図 3. 2-17	9Cr-ODS 鋼被覆管クリープ試験の高温～超高温周方向クリープ 破断試験結果	3-77
図 3. 2-18	11Cr-ODS 鋼被覆管クリープ試験の高温～超高温周方向クリープ 破断試験結果	3-78
図 3. 2-19	9Cr、11Cr-ODS 鋼被覆管のクリープ強度、改良 SUS316 オーステナイト鋼 (PNC316) および耐熱オーステナイト鋼 (AH4) のクリープ強度の比較	3-79
図 3. 2-20	9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性 (リングクリープ)	3-80
図 3. 2-21	9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性 (リングクリープ、 クリープ構成方程式に基づき定常クリープ歪速度と応力を補正)、 (a) 定常クリープひずみ速度補正値の応力補正値依存性、 (b) 9Cr-ODS 鋼の剛性率、(c) 鉄の自己拡散係数	3-81
図 3. 2-22	9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性 (内圧クリープ、 クリープ構成方程式に基づき定常クリープ歪速度と応力を補正)	3-82
図 3. 2-23	Monkman-Grant 則の 9Cr-ODS 鋼への適用性評価	3-82
図 3. 2-24	急速加熱バースト試験装置外観と試験模式図	3-83
図 3. 2-25	9Cr、11Cr-ODS 鋼被覆管の急速加熱バースト試験結果	3-84
図 3. 2-26	9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の急速加熱バースト試験における試験片温度 と試験片外径の関係 (昇温速度: 0.05°C/s)	3-85
図 3. 2-27	9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP24) の急速加熱バースト試験における試験片温度 と試験片外径の関係 (昇温速度: 0.05°C/s)	3-86

図 3. 2-28	11Cr-ODS 鋼被覆管 (15P) の急速加熱バースト試験における試験片温度と試験片外径の関係 (昇温速度: 0. 05°C/s)	3-87
図 3. 2-29	LMP-life fraction 法の概要	3-88
図 3. 2-30	9Cr-ODS 鋼被覆管の LMP-Life fraction 法による解析結果 (α 母相のクリープデータのみを用いて最適化した式と各種データとの比較)	3-89
図 3. 2-31	9Cr-ODS 鋼 α 相のクリープ強度式の適用範囲内外の境界条件	3-90
図 3. 2-32	9Cr-ODS 鋼の状態図	3-90
図 3. 2-33	クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験における歪み速度の応力依存性比較	3-91
図 3. 2-34	クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験における歪み速度の応力依存性 (構成方程式に基づき補正した定常クリープひずみ速度と応力の関係)	3-91
図 3. 2-35	分散強化合金で想定されるひずみ速度と変形メカニズムの関係 (模式図)	3-92
図 3. 2-36	9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23、M11) の引張強度の試験温度依存性 (リング引張試験)	3-92
図 3. 2-37	R4 LMP-Life fraction 式、R4 クリープ強度式およびクリープ実測データの比較	3-93
図 3. 2-38	温度が大きく経時変化する超高温内圧試験における予測破裂温度と実測値の比較、(a) R4 クリープ強度式と CDF を用いた予測破裂温度と実測値の比較、(b) LMP Life fraction 式と CDF を用いた予測破裂温度と実測値の比較	3-94
図 3. 2-39	9Cr-ODS 鋼被覆管 (R4 LMP-Life fraction 式) と PNC316 被覆管の強度比較	3-95
図 3. 2-40	リング試験片の 3 次元 1/8 解析モデル	3-96
図 3. 2-41	9Cr-ODS 鋼 (MP23) の 700°C における真応力-真ひずみ曲線	3-96
図 3. 2-42	負荷応力 200 MPa のときのゲージ部中央断面におけるコンター図: (a) 相当応力、(b) 相当塑性ひずみ	3-97
図 3. 2-43	負荷応力 200 MPa のときのリング試験片内面におけるコンター図: (a) 相当応力、(b) 相当塑性ひずみ	3-98
図 3. 2-44	負荷応力 200 MPa のときのゲージ部中央断面における各応力と塑性ひずみのコンター図: (a) 相当応力、(b) 相当塑性ひずみ、(c) 最大主応力、(d) 垂直応力	3-99
図 3. 2-45	ゲージ部中心における各応力と相当塑性ひずみの肉厚方向分布: (a) 相当応力、(b) 相当塑性ひずみ、(c) 最大主応力、(d) 垂直応力	3-100
図 3. 2-46	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の STEM-BF 像、(a) 受入れまま、(b) 700°C、94. 4 MPa のクリープ試験材、(c) 700°C、108. 3 MPa のクリープ試験材、(d) 700°C、112. 6 MPa のクリープ試験材	3-101
図 3. 2-47	ひずみ速度と転位密度・応力の積の相関	3-102
図 3. 2-48	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の 700°C、112. 6 MPa のクリープ試験片の STEM-BF 像、(a) 回折波 $g = 101$ 、(b) 回折波 $g = 101$	3-102
図 3. 2-49	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材のビッカース硬さ	3-103
図 3. 2-50	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 超高温時効材の G-ROD マップ、(a) 1000°C×1 h (b) 1250°C×1 h (c) 1350°C×1 h	3-103
図 3. 2-51	MA957 (14Cr-ODS 鋼) の SAXS プロファイル	3-104
図 3. 2-52	図 3. 2-51 のフィッティングより得られたナノ酸化物粒子およびやや大きな粒子の累積体積分率	3-105
図 3. 2-53	Fe-Cr-Al-ODS 鋼の SAXS/SANS 複合評価	3-105
図 3. 2-54	Fe-Cr-Al-ODS 鋼の累積体積分率	3-106
図 3. 2-55	超高温暴露した 11Cr-ODS 鋼の SAXS プロファイル	3-107
図 3. 2-56	SAXS プロファイルより得られた累積体積分率変化	3-108

図 3.2-57	(a) 粒子サイズおよび (b) 累積体積分率の温度変化	3-109
図 3.3-1	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) のリング引張試験結果	3-110
図 3.3-2	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) のリング引張試験結果	3-111
図 3.3-3	事故模擬加熱試験に使用した熱膨張率測定装置	3-112
図 3.3-4	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の事故模擬超高温加熱試験後の硬さ試験結果	3-113
図 3.3-5	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の事故模擬超高温加熱試験後の引張試験結果	3-113
図 3.3-6	9Cr-ODS 鋼 (Mm14) の事故模擬超高温加熱後のミクロスケール TEM 観察像	3-114
図 3.3-7	9Cr-ODS 鋼 (Mm14) の事故模擬超高温加熱後のナノスケール TEM 観察像	3-114
図 3.3-8	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材および中性子照射材のアトムマップ	3-115
図 3.3-9	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布	3-115
図 3.3-10	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 中性子照射材 (16 dpa, 410 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布	3-116
図 3.3-11	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 中性子照射材 (28 dpa, 830 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布	3-116
図 3.3-12	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 中性子照射材 (33 dpa, 735 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布	3-116
図 3.3-13	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材および中性子照射材中の酸化物粒子の平均ギニエ直径	3-117
図 3.3-14	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材および中性子照射材中の酸化物粒子の数密度	3-117
図 3.3-15	9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材および中性子照射材 (33 dpa) 中の酸化物粒子の透過電子顕微鏡観察結果	3-117
図 3.4-1	9Cr-ODS 鋼と MA957 (14Cr-ODS 鋼) 受入れまま材および 9Cr-ODS 鋼クリープ試験材のナノスケール組織を高分解能 SEM、SAXS、3D-AP および透過型電子顕微鏡 (TEM) で解析した結果の比較	3-118
図 3.4-2	9Cr-ODS 鋼標組成の析出相に関するメカニカルアロイング粉末固化温度 (1150°C) での化学平衡計算結果 (Thermo-calc)	3-119
図 3.4-3	9Cr-ODS 鋼超高温加熱材の SAXS および高分解能 SEM によるナノスケール組織解析結果の比較	3-120
図 3.4-4	9Cr-ODS 鋼 (MP23) 超高温加熱材のナノ組織解析結果とビッカース硬さの比較	3-121
図 3.45	9Cr-ODS 鋼 (MP23) の使用限界マップ (硬さ低下割合 15% を基準とした場合)	3-122
図 3.4-6	12Cr-ODS 被覆管 (F14) の規格化硬さ (1000°C 比) の LMP 依存性	3-123
図 3.4-7	12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の使用限界マップ	3-123
図 3.4-8	粒界 3 重点での応力集中と粒界すべりが関与する 9Cr-ODS 鋼高温変形モデルの模式図	3-124
図 3.4-9	ODS 鋼のナノスケール組織とクリープ特性をつなぐ相関式の基本的考え方	3-125
図 3.4-10	超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の高温引張強度のナノスケール組織依存性	3-126
図 3.4-11	超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の高温引張強度のナノスケール組織依存性	3-127
図 3.4-12	超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) のクリープ試験結果、(a) 700°C、(b) 800°C、(c) 1000°C	3-128

図 3. 4-13	超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の定常クリープひずみ速度と破断時間の関係 (Monkman-Grant 則への適用性評価)	3-129
図 3. 4-14	超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の定常クリープひずみ速度のナノスケール組織依存性	3-130
図 3. 4-15	9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープ歪み速度 (700°C)	3-131
図 3. 4-16	ST-1 を基準とした応力補正值 ($\Delta \sigma_p'$) のナノスケール組織	3-131
図 3. 4-17	ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の応力依存性	3-132
図 3. 4-18	ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の σ - $\Delta \sigma_p'$ 依存性	3-132
図 3. 4-19	ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の σ - $\Delta \sigma_p'$ 依存性 (定常クリープ速度の構成方程式に基づいて、定常クリープ歪速度と σ - $\Delta \sigma_p'$ を補正)	3-133
図 3. 4-20	ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管の高温クリープデータ (α 母相、 γ 母相) および高温引張データ (α 母相) の LMP 依存性、(a) 相当応力 (σ_e) vs LMP、(b) σ_e - $\Delta \sigma_p'$ vs LMP	3-134
図 3. 4-21	ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管の γ 母相温度での高温引張データの LMP 依存性、(a) 相当応力 (σ_e) vs LMP、(b) σ_e - $\Delta \sigma_p'$ vs LMP	3-135

略語一覧

CDF	: Cumulative Damage Fraction (累積損傷和)
DBA	: Design Basis Accident (設計基準事故)
DEC	: Design Extension Condition (設計拡張状態)
dpa	: Displacement Per Atom (原子当たりの弾き出し回数)
EBSD	: Electron BackScattered Diffraction (電子後方散乱回折)
FCMI	: Fuel-Cladding Mechanical Interaction (燃料-被覆管機械的相互作用)
FIB	: Focused Ion Beam (集束イオンビーム)
FP	: Fission Product (核分裂生成物)
LBE-FR	: Lead-Bismuth Eutectic Cooled Fast Reactor (鉛ビスマス冷却型高速炉)
LMP	: Larson-Miller Parameter (ラーソン・ミラー・パラメータ)
NT	: Normalizing-and-Tempering (焼きならし・焼き戻し)
ODS	: Oxide Dispersion Strengthened (酸化物分散強化)
SA	: Severe Accident (過酷事故)
SANS	: Small Angle Neutron Scattering (中性子小角散乱)
SAS	: Small Angle Scattering (小角散乱)
SASS	: Self-Actuated Shutdown System (自己作動型炉停止機構)
SAXS	: Small Angle X-ray Scattering (X線小角散乱)
SCW-FR	: SuperCritical Water Cooled Fast Reactor (超臨界圧水冷却型高速炉)
SE	: Secondary Electron (2次電子)
SEM	: Scanning Electron Microscope (走査型電子顕微鏡)
SFR	: Sodium-Cooled Fast Reactor (ナトリウム冷却型高速炉)
SMR	: Small modular reactor (小型モジュール炉)
STEM	: Scanning Transmission Electron Microscope (走査透過電子顕微鏡)
TEM	: Transmission Electron Microscope (透過型電子顕微鏡)
ULOF	: Unprotected Loss of Flow (冷却材流量喪失時スクラム失敗事象)
3D-AP	: Three-Dimensional Atom Probe (3次元アトムプローブ)

概略

本事業では、世界的に開発実績が豊富であり、最も技術成熟度が高い次世代原子力システムであるナトリウム冷却高速炉(SFR)で使用する高燃焼度燃料被覆管の健全性評価の信頼性を高めるための技術開発を行う。燃料被覆管は、原子炉からの放射性物質の漏洩を防ぐために設けられた多重障壁の一つであり、高温と高速中性子照射が重畳した過酷な炉内環境下で核分裂生成物を燃料ピン内に閉じ込めるとともに、燃料集合体内の冷却材流路(冷却能力)を維持する重要な安全機能を担う。これまで日本原子力研究開発機構(以下、原子力機構)を中心として、高温強度と耐照射性に優れた酸化物分散強化型(ODS)鋼被覆管(9~12Cr-ODS 鋼被覆管、以下、SFR用 ODS 鋼被覆管)の開発を進めてきた。この SFR 用 ODS 鋼被覆管は、プラントの経済性向上およびマイナーアクチノイドの核変換率向上による環境負荷低減を達成するために必要な燃料の高燃焼度化や高温でのプラント運転に対する適合性に優れるだけでなく、その優れた強度特性から安全性向上にも有効である。

原子力機構では、SFR 用 ODS 鋼被覆管の材料開発、加工技術開発および検査技術開発を進め、ラボスケールでの基本的な技術開発を既に完了している。ODS 鋼は、大型の SFR 用の被覆管だけでなく、鉛ビスマス冷却高速炉(LBE-FR)、超臨界圧水冷却高速炉(SCW-FR)、およびナトリウム冷却型等の小型モジュール炉(SMR)の高燃焼度被覆管材料、また軽水炉の安全性を高めるための事故耐性燃料被覆管材料としても期待されており、国内外で各システムの必要性能に応じた素材開発が進められてきた。これら新素材開発の最終目標である実機適用による安全性を含むプラントの性能向上を達成するためには、照射性能の実証と材料強度基準の整備を行い、照射下での特性の正確な把握に基づく燃料ピン設計を実現することが不可欠である。しかし、これに必要な照射データの取得には相応の時間が必要となり、これが基盤的な新素材開発を工学的な実機適用に繋げるための大きなハードルとなってきた。

本研究では、次世代原子力システムの安全性向上に有効な被覆管材料として期待される ODS 鋼の材料強度基準を合理的かつ効率的に整備するため、ODS 鋼被覆管の照射性能把握、および材料強度基準整備を加速するため、最新の材料科学に関わる手法を最大限活用し、非照射材および照射材の組織構造および高温変形・破壊機構を解明し、ODS 鋼の高温・照射環境下での組織構造と機械的特性を繋げる相関式を整備することを目的とする。

上記目的の達成に向けて高温(650°C近傍)から超高温(1000°C近傍)、超長時間(>50,000 h)、中性子重照射といった極限環境下での ODS 鋼被覆管の機械的特性およびマルチスケール組織データを系統的に評価する。マルチスケール組織解析には、高分解能走査型電子顕微鏡、電子線トモグラフィ法、X線/中性子小角散乱法およびアトムプローブ(3D-AP)法を用い、相補的且つ多角的なデータの取得を行う。

本事業4年目となる令和4年度は、過年度に整備した強度試験技術および組織解析手法を用いて、ODS 鋼被覆管(非照射材、照射材)の高温~超高温での強度データとマルチスケール組織データを拡充した。これらのデータを用いて、1200°Cまでの事故時高温環境における被覆管破断寿命予測に適用可能な9Cr-ODS 鋼被覆管の強度式を定めた。また、過年度分を含めてこれまで取得したデータを金属材料の高温変形モデルに基づき解析し、9Cr-ODS 鋼特有の高温変形・破壊メカ

ニズムを明らかにし、9Cr-ODS 鋼の強度と組織を繋ぐ相関式を策定した。更に、照射材の超高温加熱試験を実施し、令和3年度に整備した高温～超高温環境下で ODS 鋼の組織と優れた強度が維持される条件を示すマップ(温度-時間)が照射材にも適用できることを明らかにした。具体的な、研究開発の進捗は以下の通りである。

- (1) 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管(非照射材)の不活性雰囲気(Ar ガス)での周方向クリープ試験データを拡充し、850℃以上の高温側での予測精度を高めた 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管のクリープ強度式を策定した。また、9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管について、最高 1200℃までの不活性ガス雰囲気での引張試験データを拡充した。
- (2) 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管について、事故時環境を模擬した温度が大きく経時変化する超高温内圧試験データを拡充した。令和4年度は、大型炉で想定される低昇温速度での高温内圧試験データを取得した。過年度までに取得したデータを含めて、9Cr-ODS 鋼被覆管のクリープデータ、引張データおよび急速加熱バーストデータを LMP-Life fraction 法により統一的に解析し、様々な温度変動および変形モードに対応可能な強度式を策定した。LMP-Life fraction 式もしくは(1)で定めたクリープ強度式とクリープ累積損傷和を用いることで、温度および応力が大きく変化する事故時環境における 9Cr-ODS 鋼被覆管の破断寿命を 1200℃近傍まで予測可能であることを示した。
- (3) LMP-Life fraction 式を用いることで、照射データの取得を大幅に合理化できる。即ち、従来のようにクリープ、引張および急速加熱バーストすべての照射データを取得する必要はなく、いずれかのデータを取得し、LMP-Life fraction 式への照射影響(強度補正係数)を明らかにすることで、照射下の様々なモードでの強度予測が可能となる。
- (4) マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析により、前年度までに実施したナノ～マイクロ組織評価と微視的機械特性の評価を長時間クリープ試験材および長時間熱時効材に適用し、クリープ変形や熱時効に伴う ODS 鋼の組織弱さを定量化した。特に巨視的なクリープ強度(ひずみ速度)の変化を説明するために、酸化物粒子による分散強化機構を明らかにした。
- (5) 11Cr-ODS 鋼被覆管のナノスケール(1 nm 領域)の組織構造データを拡充し、SFR 用 ODS 鋼強度試験材および加熱材のナノスケール(1 nm 領域)の組織構造定量化を完了した。11Cr-ODS 鋼被覆管においても 9Cr-ODS 鋼被覆管と同様に Y-Ti-O 系では酸化物は概ね 3 nm 程度と極めて微細であり、1200℃程度までは 1～5 時間程度の暴露で生じる粗大化は比較的小さく、極めて安定な強化粒子であることを明らかにした。また、SAXS/SANS 法による平均構造の評価は室温での強度との定量的な相関を決定する上で有効であることが明らかにした。SAXS および SANS で取得したこれら定量組織データと力学特性との相関を系統的に整理した。
- (6) 「常陽」で約 650℃、約 32 dpa まで照射した 12Cr-ODS 鋼被覆管の 900℃および 1000℃でのリング引張試験を実施した。また、9Cr および 12Cr-ODS 鋼の照射時間相当の熱時効試験後リング引張試験を実施した。これらのデータから、12Cr-ODS 鋼被覆管が 9Cr-ODS 鋼被覆管と同様に優れた耐照射性を有することを明らかにした。

- (7) 9Cr, 12Cr いずれの ODS 鋼においても、事故模擬超高温加熱によるナノスケール酸化物分散組織安定性に及ぼす明確な照射の影響は認められなかった。これより、令和 3 年度に整備した「事故時超高温環境での ODS 鋼の優れた特性が維持される限界マップ（非照射材）」が、照射材にも適用可能であることがわかった。
- (8) 「常陽」で最大 30 dpa まで中性子照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管のナノスケール組織を 3D-AP で調べた。酸化物粒子の寸法や数密度は、中性子照射前後でほとんど変化しないことが分かった。酸化物粒子は中性子照射に対して安定であることが示された
- (9) 異なる手法（SAXS/SANS、アトムプローブ、高分解能 SEM 等）によるナノスケール組織の定量評価結果の整合性（絶対評価値、相対評価値）を検証し、各手法の得失および限界を明らかにした。組織解析データおよび高温強度データに基づき、非照射・照射環境下における ODS 鋼被覆管の高温変形・破壊メカニズムについて考察し、9Cr-ODS 鋼のナノスケール組織とビッカース硬さ、引張強度、クリープ強度の相関式を整備した。また、照射材にも適用可能な事故時超高温環境での使用限界マップを整備した。

1. はじめに

本事業では、世界的に開発実績が豊富であり、最も技術成熟度が高い次世代原子力システムであるナトリウム冷却高速炉(SFR)で使用する高燃焼度燃料被覆管の健全性評価の信頼性を高めるための技術開発を行う。燃料被覆管は、原子炉からの放射性物質の漏洩を防ぐために設けられた多重障壁の一つであり、高温と高速中性子照射が重畳した過酷な炉内環境下で核分裂生成物を燃料ピン内に閉じ込めるとともに、燃料集合体内の冷却材流路(冷却能力)を維持する重要な安全機能を担う。

これまで日本原子力研究開発機構(以下、原子力機構)を中心として、高温・高燃焼度で使用可能なSFR用燃料被覆管として、照射下での形状安定性(耐スエリング性)に優れるフェライト/マルテンサイト母相に、ナノメータスケールの熱的安定性に優れた酸化物粒子を均一分散することにより、高温(通常運転時、異常な過渡変化時)および超高温(設計基準事故時、設計拡張状態時)での強度を飛躍的に高めた酸化物分散強化型(ODS)鋼被覆管(9~12Cr-ODS鋼被覆管、以下、SFR用ODS鋼被覆管)の開発を進めてきた。このSFR用ODS鋼被覆管は、プラントの経済性向上およびマイナーアクチノイドの核変換率向上による環境負荷低減を達成するために必要な燃料の高燃焼度化や高温でのプラント運転への適合性に優れるだけでなく、その優れた強度特性から安全性向上にも有効である。ODS鋼被覆管の採用により、事故時超高温環境での燃料破損の抑止または燃料破損までの時間的裕度の確保が可能となる結果、以下の観点でプラントの安全性向上が期待できる。

- ・ 万一事故が生じた場合、燃料破損に至るまでの時間を大幅に遅らせること。
- ・ 炉を安全に静定させるための受動型安全システムの作動や運転員による手動操作に要する時間的な裕度を確保すること。
- ・ 流路閉塞から炉心溶融等の過酷事故に至るリスクを低減すること。

原子力機構では、SFR用ODS鋼被覆管の材料開発、加工技術開発および検査技術開発を進め、ラボスケールでの基本的な技術開発を既に完了している。ODS鋼は、大型のSFR用の被覆管だけでなく、鉛ビスマス冷却高速炉(LBE-FR)、超臨界圧水冷却高速炉(SCW-FR)、およびナトリウム冷却型等の小型モジュール炉(SMR)の高燃焼度被覆管材料、また軽水炉の安全性を高めるための事故耐性燃料被覆管材料としても期待されており、国内外で各システムの必要性能に応じた素材開発が進められてきた。これら新素材開発の最終目標である実機適用による安全性を含むプラントの性能向上を達成するためには、照射性能の実証と材料強度基準の整備を行い、照射下での特性の正確な把握に基づく燃料ピン設計を実現することが不可欠である。しかし、これに必要な照射データの取得には相応の時間が必要となり、これが基盤的な新素材開発を工学的な実機適用に繋げるための大きなハードルとなってきた。

本研究では、次世代原子力システムの安全性向上に有効な被覆管材料として期待されるODS鋼被覆管の照射性能把握、および材料強度基準整備を加速するため、最新の材料科学に関わる手法を最大限活用し、非照射材および照射材の組織構造および高温変形・破壊機構を解明し、ODS鋼の高温・照射環境下での組織構造と機械的特性を繋げる相関式を整備することを目的とする。

上記目的の達成に向けて、高温から超高温、超長時間(>50,000 h)、中性子重照射といった極限環境下でのODS鋼被覆管の機械的特性評価を行う。また、高分解能走査型電子顕微鏡、電子線

トモグラフィ法、X線/中性子小角散乱および3D-AP法を相補的且つ多角的に用いて ODS 鋼被覆管のマルチスケール組織データ正確に把握するための手法整備を行い、これを用いた ODS 鋼被覆管の高温～超高温試験材および中性子照射材組織の系統的な評価を行う。これらのデータを整理することで、事故時超高温環境でも ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界マップを整備することができる。このような使用限界を示すマップの整備は、事故時の燃料健全性を正確に把握する上で重要な指針となる。

本研究目標の達成により、限られた照射スペースで微小試験片を用いた照射データ取得が容易なマルチスケールの組織構造や硬さのデータから、工学的に重要な引張特性およびクリープ特性を把握することが可能となる。これは、材料強度基準用の照射効果に係るデータベースを拡大し、ODS 鋼被覆管の構造健全性評価の信頼性向上をもたらすものであり、工学的な意義は高い。

なお、本研究では、「高温」、「超高温」を以下の通り定義して用いる。

- ・ 高温 $\leq 830^{\circ}\text{C}$ (通常運転時、異常な過渡変化時)
- ・ 超高温 $> 830^{\circ}\text{C}$ (設計基準事故時、設計拡張状態)

2. 業務計画

2.1 全体計画

本業務の全体計画図を図 2.1-1 に示す。本研究では、SFR 用燃料被覆管としての要求性能（高温強度、耐照射性、耐食性、加工性、溶接性および品質安定性）の観点から、原子力機構において、材料仕様および製造技術の最適化を図った SFR 用 ODS 鋼被覆管を用いる [2-1, 2-2, 2-3]。これを用いて、高温、長時間、中性子照射および応力負荷が被覆管の強度と組織に及ぼす影響に係るデータを取得し、強度と組織の相関を系統的に評価する。ここで、事故時を想定した超高温 (>830°C) までの温度範囲、高燃焼度被覆管で想定される超長時間 (>50,000 h)、高燃焼度に対応する高照射量レベル (>150 dpa)、応力負荷・無負荷でのデータを取得し、従来型の鉄鋼材料(改良オーステナイト鋼、高強度フェライト/マルテンサイト鋼)では著しい組織と強度の劣化が生じるような極限環境を含む試験データを取得する。

原子力機構では、機構が有する高温～超高温での強度試験技術、超高温加熱試験技術および関連する試験インフラを活用し、非照射材および照射材の強度データや事故模擬超高温加熱試験データを取得する。なお、強度特性評価として、被覆管にとって特に重要な引張特性とクリープ特性の評価を実施する。燃料被覆管に加わる主な応力は、核分裂生成(FP)ガスに起因する内圧および過出力時等に生じる燃料スエリングによる燃料-被覆管機械的相互作用(FCMI)である。また、ODS 鋼被覆管の場合、製管のための圧延により形成された集合組織の影響で、しばしば強度の異方性が生じることから [2-2, 2-3]、管周方向の強度を直接的に取得することが重要である。本事業では、原子力機構が有する周方向のクリープ強度評価技術として、内圧封入型クリープ試験技術およびリングクリープ試験技術を適用する。リングクリープ試験技術は、リング状の試験片にマンドレルを挿入し周方向の引張応力を加える手法である。内圧封入型クリープ試験技術は、予め端栓を接合した内圧試験片に不活性ガス(本事業では He ガス)を封入し、高温に加熱保持することで内圧を負荷するクリープ試験手法である。予めガス封入した試験片を電気炉内に装荷する試験手法であるため、一度に複数の試験を並行して実施できるメリットがある。本試験技術は、元々、炉内クリープ試験用に米国から導入した手法であるが、現在、試験を実施可能な機関は世界的に見ても原子力機構のみである。引張試験としては、周方向の引張特性を直接的に評価可能なリング引張試験技術を用いる。

上記強度試験前後の SFR 用 ODS 鋼被覆管の微細組織解析を実施する。微細組織解析には、電子線トモグラフィー法(透過型電子顕微鏡(TEM)によるナノスケールの 3 次元組織解析技術)、小角散乱法、および 3D-AP 法等の最先端のナノメータスケールの組織解析技術および高分解能 SEM(走査型電子顕微鏡)/EBSD(電子線後方散乱回折)等のミクロンスケールの組織解析技術を適用する(図 2.1-2)。これらの組織解析技術一式を ODS 鋼被覆管の高温長時間試験材、中性子照射材、および事故を模擬した超高温加熱材に適用することで、空間分解能、化学組成、および定量性の観点で信頼性の高いマルチスケール組織データの取得を進める。九州大学は、電子線トモグラフィー観察により受入ままの ODS 鋼中の酸化物粒子を 3 次元的に可視化する技術、および高分解能 SEM を用いてナノスケールの微細な酸化物粒子を 2 次元平

面上で観察する技術を有している。これらの技術を用いて上記強度試験材のうち非照射材のマルチスケール・マルチディメンジョン組織解析を行う。粒子分散状態の定量解析には2次元平面での観察・評価が適しているが、これら両手法を組み合わせることで、粒子の3次元空間的な分布を把握した上でより高精度な分散状態評価を可能とする。さらに高分解能SEMにより低倍率・高解像度での観察を行えば、広範な視野中での粒子分散状態の不均一性までをも考慮することができる。

ナノスケールの組織を高分解能で観察するためには、観察倍率を高める必要がある。その結果、観察視野が狭くなり、取得したデータの定量性および代表性の確保が重要な課題となる。本事業ではナノスケールの組織解析技術として、上述の手法に加えてX線および中性子小角散乱法(SAXS および SANS)および3D-AP法を適用する。北海道大学は、SAXS および SANSを用いて、ODS鋼バルク材からナノスケール組織の定量データ(数密度、サイズ分布、粒子化学組成)を取得する手法を既に確立しており、これを極限環境での試験材(非照射材)に適用する。SAXS および SANSは電子線トモグラフィー法や3D-AP法のような3次元像の取得はできないが、測定体積がSAXSで約 10^{-10} m³、SANSで約 10^{-7} m³と電子線トモグラフィー法(10^{-21} m³)や3D-AP法(10^{-22} m³)に比べて格段に大きいため、バルク材の平均的なナノスケール組織データを取得可能である。これにより、観察領域が局所的となる他手法に比べて、データの再現性が高くマクロ特性である機械的特性との相関を得やすい特徴がある。東北大学は、3D-AP法で材料中のナノスケールの3次元的な組成分布を可視化する技術およびこれを中性子照射材に適用するためのインフラを有しており、これを用いて上記極限環境での試験材(非照射材、照射材)の3D-AP法によるナノ組織解析を実施する。

上記で取得したデータを整理した上で、以下のデータ解析・評価を実施する。

- ① 非照射・照射環境下におけるODS鋼被覆管の高温・変形メカニズムの整理
- ② ①に基づく非照射・照射環境下におけるODS鋼被覆管の微細組織構造と機械的特性(引張、クリープ、硬さ)を繋ぐ相関式、および機械的特性(引張、クリープ、硬さ)間を繋ぐ相関式の整備
- ③ 非照射材・照射材の事故模擬超高温加熱試験結果に基づくSFR用ODS鋼被覆管の使用限界マップ(ODS鋼の組織構造が安定に維持される温度-時間条件を示すマップ)の整備
- ④ クリープ累積損傷和を用いて、温度および応力が大きく変化する事故時環境における破断寿命を評価する手法の適用可能性および精度の評価

現状の材料強度基準用のデータ取得は、工学的に評価が必要な試験項目(引張、クリープ等)ごとにデータを取得する手法をとってきた。ここで、統計処理による信頼性を高めるため、照射データについても相応の数量のデータが必要となる。一方、本事業の中で特に重要な上記②では、材料の組織構造と機械的特性の相関を解析・評価し、組織構造、硬さ、引張強度、クリープ強度といった工学的に重要な特性の相関を明らかにすることで、照射後試験で得ることができる情報量を高めるための技術開発を実施する。これを完遂することで、ODS鋼を各次世代原子力システム(SFR, SCW-FR, LBE-FR, SMR等)に適用するために不可欠となる

材料強度基準の整備やその信頼性向上、および事故時超高温環境での強度特性の把握を加速することが期待できる。

本事業では、3つの最先端のナノスケール組織解析技術（電子線トモグラフィ法、X線/中性子小角散乱法、および3D-AP）をODS鋼被覆管の組織構造解析に適用する。同一の試料に3種類のナノスケール組織解析技術を適用し、各データを直接比較することが可能であり、各技術の信頼性検証や高度化に繋がる技術情報の取得が期待できる。これにより、原子力分野に留まらず、ナノテクノロジー分野での基盤技術の高度化への寄与を図る。

2.2 各年度計画

酸化物分散強化型（ODS）鋼被覆管の実機適用に必須となる照射特性の把握および材料強度基準の整備を加速するため、非照射材並びに照射材の組織構造と合わせて高温変形・破壊機構を解明し、ODS鋼の組織構造と機械的特性を繋げる相関式を整備することを目的とした。各年度の計画概要は以下の通りである。

(1) 非照射高温～超高温強度試験および組織構造解析

① 強度試験（原子力機構）

・令和元年度

SFR用ODS鋼被覆管の高温～超高温に渡る系統的な強度データベースとするための試験マトリックスを作成する。SFR用ODS鋼被覆管の超高温引張試験（大気雰囲気）を実施する。SFR用ODS鋼被覆管の高温周方向クリープ試験を実施する。

・令和2年度

SFR用ODS鋼被覆管について系統的な強度データを取得するため、前年度に作成した試験マトリックスに沿って、大気雰囲気および不活性ガス雰囲気での高温～超高温リング引張試験を実施する。不活性ガス雰囲気での高温～超高温環境でのSFR用ODS鋼被覆管の内圧クリープ試験およびリングクリープ試験を実施する。不活性ガス雰囲気において、温度が大きく経時変化する事故時環境を模擬した超高温内圧試験を実施する。

・令和3年度

SFR用ODS鋼被覆管について系統的な強度データを取得するため、超高温でのリング引張試験、内圧クリープ試験およびリングクリープ試験を実施する。また、照射材の超高温リング引張試験（大気雰囲気）の実施に向けて、超高温引張特性に及ぼす雰囲気の影響を評価する。温度が大きく経時変化する事故時環境を模擬した超高温内圧試験を実施する。

・令和4年度

SFR用ODS鋼被覆管の超高温でのリング引張試験、内圧クリープ試験およびリングクリープ試験を実施し、系統的な強度データを取得する。不活性雰囲気において、温度が大きく経時変化する事故時環境を模擬した超高温内圧試験データを取得する。温度および応力一定の試験データに基づき整備するクリープ破断強度式とクリープ累積損傷和を用いて、温度および応力が大きく変化する事故時環境における破断寿命を評価する手法の信頼性を評価する。

② 事故模擬超高温加熱試験（原子力機構）

・令和元年度

SFRの代表的な事故条件を整理し、使用限界マップを整備するための事故模擬超高温加熱試験マトリックスを作成した後、予備試験を実施する。

・令和2年度

前年度に作成したSFR用ODS鋼被覆管の使用限界マップを整備するための試験マトリックスについて、事故のリスク低減が有効となる材料強度データを整理して、SFR用ODS鋼被覆管の事故模擬超高温加熱試験と試験材のマクロレベルの組織状態評価を実施する。

・令和3年度

SFR用ODS鋼被覆管の事故模擬超高温加熱試験と試験材のマクロレベルの組織状態評価を実施する。実施項目(1)④のデータも含めて総合評価し、SFR用ODS鋼被覆管のナノスケール組織を安定に維持できる非照射材の使用限界マップ(温度-時間)を整備する。

③ マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析（九州大学）

・令和元年度

SFR用ODS鋼の受入れ材の高分解能走査電子顕微鏡（SEM）観察を行い、酸化物粒子分散状態の定量化からしきい応力を算出する。酸化物分散状態の不均一性にも着目した観察・定量評価も実施する。

・令和2年度

ODS鋼受け入れ材の電子線トモグラフィー観察を行い、前年度に実施した高分解能SEM観察結果と照らし合わせて定量性の検証を行う。また、比較的短時間のクリープ試験材についても電子線トモグラフィー観察と高分解能SEM観察を行い、酸化物粒子の分散状態を定量化ならびにしきい応力の算出を行う。

・令和3年度

SFR用ODS鋼の比較的短時間のクリープ試験材に関して、TEM観察、SEM電子線チャネリングコントラスト観察により転位密度およびその分布状態を評価する。ここで評価されたしきい応力値と巨視的なクリープ試験で測定されたしきい応力の対応から、クリープ変形において変形を支配している組織部位について検討する。

・令和4年度

前年度までに実施したナノ～マイクロ組織評価と微視的機械特性の評価を長時間クリープ試験材および長時間熱時効材に適用し、クリープ変形や熱時効に伴うODS鋼の組織弱화를定量化する。特に巨視的なクリープ強度(ひずみ速度)の変化を説明するために、酸化物粒子による分散強化機構を明らかにする。

④ SAXS および SANS による ODS 鋼ナノ組織の定量化（北海道大学）

・令和元年度

SFR 用 ODS 鋼の受入れ材および高温クリープ試験材について、ナノ構造解析を小角散乱 (SAXS/SANS) 法を用いて実施し、高温長時間・応力負荷環境における SFR 用 ODS 組織の安定性を定量評価する。

・令和 2 年度

SFR 用 ODS 鋼の受入れ材、高温クリープ試験材、および超高温加熱材について、ナノ構造解析を SAXS を用いて実施し、高温長時間・応力負荷環境における SFR 用 ODS 組織の安定性を定量評価する。また、SAXS と SANS の複合利用により、ナノ粒子の組成に関わるデータを取得する。

・令和 3 年度

SFR 用 ODS 鋼の超高温加熱材について、SAXS による組織構造解析を実施し、超高温環境における SFR 用 ODS 鋼のナノメータからサブマイクロメータ領域までの組織データを拡充する。SANS と SAXS の複合利用により、ナノスケール分散粒子の組成に係るデータを取得する。これら定量組織データと力学特性との相関を検討する。

・令和 4 年度

SFR 用 ODS 鋼強度試験材および加熱材のナノスケール(1 nm 領域)の組織構造定量化を完了し、組織の定量的予測に向けた系統的データとする。SAXS および SANS で取得したこれら定量組織データと力学特性との相関を系統的に整理する。

⑤ アトムプローブによる 3 次元ナノスケール組成分布解析(東北大学)

・令和元年度

SFR 用 ODS 鋼の受入れ材について、アトムプローブを用いて ODS 鋼中のナノスケール酸化物粒子の 3 次元像を取得するための試料調整技術およびナノ組織解析技術を整備する。

・令和 2 年度

SFR 用 ODS 鋼の温度並びに応力負荷環境における組織構造変化を明らかにするため、SFR 用 ODS 鋼の受入れ材、クリープ試験材について、アトムプローブ(3D-AP)を用いて ODS 鋼中のナノスケール酸化物粒子の 3 次元像を取得する。

・令和 3 年度

SFR 用 ODS 鋼の高温クリープ試験材について、アトムプローブによるナノ組織解析を行い、ODS 鋼のナノ組織の高温環境下での安定性を評価する。

(2) 照射材高温～超高温強度試験および組織構造解析

① 強度試験、組織評価

・令和 2 年度

SFR 用 ODS 鋼の強度に及ぼす照射の影響を評価するため、「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管の 900℃までの超高温リング引張試験(大気雰囲気)を実施する。

・令和 3 年度

SFR 用 ODS 鋼の強度に及ぼす照射の影響を評価するため、実施項目(1)①の評価結果を反映し、「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した SFR 用 ODS 鋼被覆管の超高温リング引張試験(大気雰囲気)を実施する。

・令和 4 年度

「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した SFR 用 ODS 鋼被覆管の超高温リング引張試験(大気雰囲気)を実施し、SFR 用 ODS 鋼の強度に及ぼす照射の影響を評価する。

② 事故模擬超高温加熱試験

・令和 3 年度

「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した SFR 用 ODS 鋼被覆管の超高温加熱試験を実施し、マクロレベルの組織状態評価を実施する。実施項目(1)②で整備した使用限界マップへの照射の影響を評価する。

・令和 4 年度

「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した SFR 用 ODS 鋼被覆管の超高温加熱試験を実施し、電子顕微鏡等を用いたナノ～ミクロスケールの組織評価を実施する。これをもとに、照射材にも適用できる使用限界マップ(温度-時間)を整備する。

③ アトムプローブによる 3 次元ナノスケール組成分布解析 (再委託先：東北大学)

・令和 2 年度

SFR 用 ODS 鋼の組織に及ぼす照射の影響を評価するため、原子力機構との協力のもと、「常陽」で最大約 150 dpa まで照射した ODS 鋼試験片を東北大学金属材料研究所(大洗)のホットラボに受け入れる。

・令和 3 年度

「常陽」で約 150 dpa まで照射した ODS 鋼試験片のアトムプローブによるナノ組織解析を行い、ODS 鋼のナノ組織の高温・高照射環境下での安定性を評価する。

・令和 4 年度

「常陽」で最大 30 dpa まで照射した SFR 用 ODS 鋼被覆管のアトムプローブによるナノ組織解析を行い、透過型電子顕微鏡組織との比較のもと、SFR 用 ODS 鋼被覆管の照射下の組織安定性を評価する。

(3) 総合評価

・令和 4 年度

異なる手法(SAXS/SANS、アトムプローブ、高分解能 SEM 等)によるナノスケール組織の定量評価結果の整合性(絶対評価値、相対評価値)を検証し、各手法の得失および限界を明らかにする。組織解析データおよび高温強度データに基づき、非照射・照射環境下における ODS 鋼被覆管の高温変形・破壊メカニズムについて考察し、ビッカース硬さ-引張強さ-クリープ強度間の相関式を整備する。事故時超高温環境での使用限界マップを整備する。

(4) 研究推進

- ・ 令和元年度～令和4年度

各機関および各研究項目間が連携し効果的に研究を進めるため、研究計画等について協議する会議を開催し、研究代表者の下で各研究項目間の連携を密にして、研究推進を行う。

参考文献

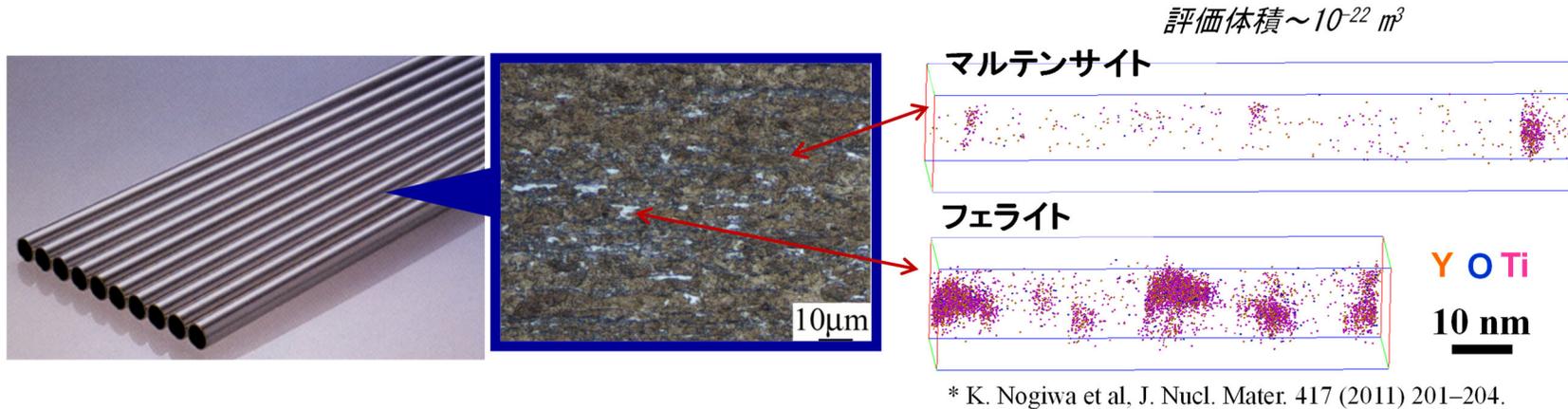
- (2- 1) S. Ohtsuka, T. Tanno, H. Oka, Y. Yano, Y. Tachi, T. Kaito, R. Hashidate, S. Kato, T. Furukawa, C. Ito, T. Yoshitake, Development of ODS tempered martensitic steel for high burn up fuel cladding tube of SFR, Proceedings of GIF symposium 2018 (2020) 305-314. https://www.gen-4.org/gif/jcms/c_117863/2018-gif-symposium-proceedings?details=true.
- (2- 2) S. Ukai, T. Okuda, M. Fujiwara, T. Kobayashi, S. Mizuta and H. Nakashima, Characterization of High Temperature Creep Properties in Recrystallized 12Cr-ODS Ferritic Steel Claddings, J. Nucl. Sci. Technol. 39(8) (2002) 872-879.
- (2- 3) T. Kaito, S. Ohtsuka, M. Inoue, Progress in the R&D on oxide dispersion strengthened and precipitation hardened ferritic steels for sodium cooled fast breeder reactor fuels, in: Proc. GLOBAL 2007, Boise, Idaho, September 9-13, 2007, pp. 37-42 (CD-ROM).

項目	年度	令和元年度	令和2年度	令和3年度	令和4年度
(1) 非照射高温～超高温強度試験および組織構造解析	① 強度試験	試験マトリックス、予備試験	高温～超高温強度試験		
	② 事故模擬超高温加熱試験	試験マトリックス、予備試験	事故模擬超高温加熱試験		
	③ マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析 (再委託先：九州大学)	受入れ材、クリープ試験材の組織解析			
	④ SAXSおよびSANSによるODS鋼ナノ組織の定量化 (再委託先：北海道大学)	受入れ材、クリープ試験材、超高温加熱試験材のナノ～サブミクロンスケール組織解析			
	⑤ アトムプローブによる3次元ナノスケール組成分布解析 (再委託先：東北大学)	技術整備	受入れ材、長時間クリープ試験材、超高温加熱材の3次元ナノスケール組成分布解析		
(2) 照射材高温～超高温強度試験および組織構造解析	① 強度試験、組織評価	超高温引張試験、組織評価			
	② 事故模擬超高温加熱試験	事故模擬超高温加熱試験			
	③ アトムプローブによる3次元ナノスケール組成分布解析 (再委託先：東北大学)	照射材輸送(JAEA→東北大)	照射材の3次元ナノスケール組成分布解析		
(3) 総合評価	相関式、使用限界マップ整備				
(4) 研究推進	打合せ・調査・まとめ				

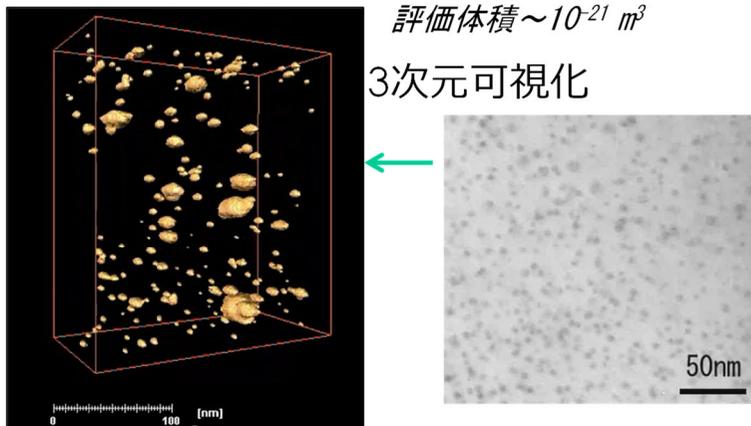
図 2.1- 1 本事業の全体計画図

アトムプローブ法

最高レベルの原子分解能元素分析/局所不均質性の可視化



電子線トモグラフィー法



小角散乱 (SAXS, SANS) 解析

大体積 (直接観察の10万倍以上) の平均サイズ評価

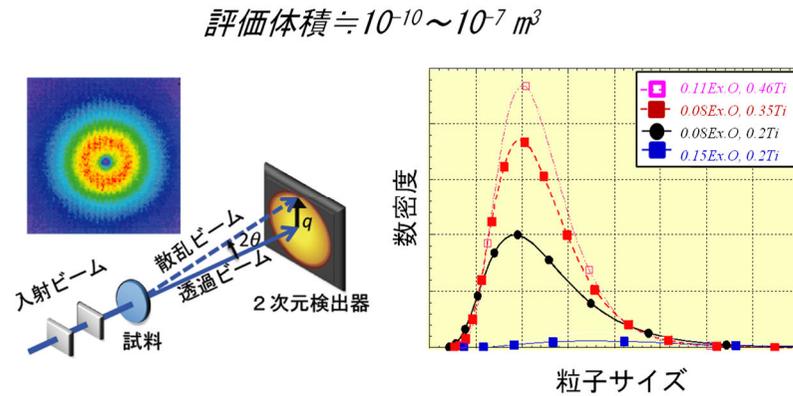


図 2.1- 2 本事業で用いるマルチスケール組織解析技術

3. 業務の実施内容および成果

3.1 評価対象材料

本研究では、SFR 用燃料被覆管としての要求性能(高温強度、耐照射性、耐食性、加工性、溶接性および品質安定性)の観点から、原子力機構において、材料仕様および製造技術の最適化を図った SFR 用 ODS 鋼被覆管[2-1]を主対象とした評価試験を進める。表 3.1-1 に本事業で用いる ODS 鋼被覆管の化学組成と最終熱処理条件を示す。このうち、9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管は、耐照射性および加工性に優れる焼き戻しマルテンサイト組織を主母相とし、高温強度の改善のために残留フェライト相を含むフェライト/マルテンサイト複相組織を有する材料である[2-1, 3-1, 3-2, 3-3]。原子力機構では、9Cr, 11Cr-ODS 鋼を SFR 用被覆管の本命鋼種として研究開発を進めている。一方、12Cr-ODS 鋼被覆管は、粗大な再結晶フェライト組織を有する材料である。12Cr-ODS 鋼被覆管は Cr 濃度が高く優れた耐食性が期待できるが、原子力機構では耐照射性および製造性を重視し、9Cr, 11Cr-ODS 鋼よりも優先順位を下げた研究開発を進めている。本事業では、これら 9Cr, 11Cr, 12Cr-ODS 鋼に加えて、米国で SFR 用に開発された 14Cr-ODS 鋼(MA957)の中性子照射材も評価対象とする。MA957 は、1980 年代に開発された材料であり最新材ではないが、JAEA の 9Cr, 11Cr, 12Cr-ODS 鋼と同様に Y_2O_3 と Ti の複合添加により母相にナノスケールの Y-Ti-O 複合酸化物粒子を分散した ODS 鋼である。よって、ナノスケールの組織に着目することで、SFR 用 ODS 鋼の照射特性に関わる重要な技術情報を得ることができる。

JAEA では、SFR 用 ODS 鋼被覆管の開発を長年にわたり進めており、照射試験や強度試験の結果に基づき、被覆管としての要求性能を満たすための材料仕様および製造プロセスの改良を重ねてきた。表 3.1-1 にも示すように、JAEA の SFR 用 ODS 鋼の製造プロセスには、大きく分けて以下の 3 種類の製造方法があり、このうち「完全プレアロイ法」が最新の製造方法である。

- ・完全プレアロイ法：同手法では、ODS 鋼被覆管の品質安定性を確保するため、粉末冶金技術の最適化による材料中の不均質性(介在物等)の低減を図っている。具体的には、原料粉末として、予め真空溶解炉で合金元素を均一に溶かした後、Ar ガス吹付により粉末状にした高純度の合金粉末(プレアロイ粉末)と Y_2O_3 粉末のみを原料粉末として用いる。このプレアロイ粉末と Y_2O_3 粉末を機械的に合金化するメカニカルアロイング工程、その後の熱間工程を含む粉末の取り扱いプロセスを介在物形成や異物混入防止の観点から厳格に管理する特別な製造要領を定め、それを適用する手法である。完全プレアロイ法で製造することで、材料中の介在物が大幅に低減し、被覆管の品質安定性が高まることを確認済みである。
- ・プレミックス法：製造コスト低減等のため、原料粉末として単体元素粉末を用いる方法である。この手法の場合、Ti や Cr の酸化物・窒化物系の介在物、単体金属の介在物が形成しやすく、品質安定性に劣ることが判明している[2-1]。
- ・部分プレアロイ法：原料粉末として主にプレアロイ粉末と Y_2O_3 粉末を用いるが、化学組成の微調整のため、微量の単体元素粉末も用いる方法である。

本事業では、基本的に最新の製造プロセスである完全プレアロイ法を適用した 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管を用いるが、非照射材の長時間クリープ試験材については、部分プレアロイ材の評価も実施する。これは、クリープ試験には長期を要し、本事業における主要な評価内容の一つである超長時間の影響評価のためには、過去から長期に渡り実施してきたクリープ試験材を用いる必要があるためである。また、12Cr-ODS 鋼被覆管は部分プレアロイ材しかないため、比較用として、この材料のデータ取得も行う。中性子照射材としては、プレミックス法で製造した 9Cr-ODS 鋼や米国の 14Cr-ODS 鋼(MA957)を用いる。ここで、変形挙動や微細組織の調査を進めるが、最新の被覆管にも適用できる知見を得るため、超長時間や照射の影響を基礎的な観点まで掘り下げて明らかにするための組織解析等が必要である。

3.2 非照射高温～超高温強度試験および組織構造解析

3.2.1 強度試験

【R1-R3】

リングクリープ試験技術等、被覆管の強度試験技術を整備した上で 9Cr, 11Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管の 1200℃までの引張強度データ、1000℃までのクリープ強度データおよび急速加熱バースト試験データを拡充した。取得したデータに基づき、9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の暫定的なクリープ強度式を作成した。9Cr-ODS 鋼被覆管を予め 1200～1350℃で最長 5 時間まで加熱してナノスケール組織を模擬的に劣化させた 9Cr-ODS 鋼のリングクリープ試験(700℃)を実施し、組織とクリープ強度の相関式策定のための基礎データを拡充した。

また、9Cr-ODS 鋼被覆管について、温度が大きく経時変化する超高温内圧試験を実施した。上記で求めたクリープ強度式とクリープ累積損傷和 (CDF:Cumulative Damage Fraction) [3-4]を用いて、温度が大きく経時変化する超高温内圧試験における破裂温度の予測値を計算し、実測値と比較した。

$$CDF = \sum_i \Delta t_i(T, \sigma) / t_{ri}(T, \sigma) \quad (1)$$

ここで、 $t_{ri}(T, \sigma)$ は、温度 T 、応力 σ におけるクリープ破断時間であり、クリープ強度式から求めることができる。 $\Delta t_i(T, \sigma)$ は、部材が温度 T 、応力 σ で保持される時間である。経時的に応力、温度が変化する事象における寿命比 $\Delta t_i / t_{ri}$ を積算した値が CDF であり、これが 1.0 に達するとクリープ破断が生じるという考え方である。

令和 3 年度に策定した 9Cr-ODS 鋼クリープ強度式は、高温・短時間側での予測精度に問題があり、このクリープ強度式と CDF を用いて予測した破断温度と実測値の整合性は低かった。一方、引張強度データ、クリープ強度データおよび急速加熱バーストデータを統一評価する LMP-Life fraction 法による強度式の策定も試みた。ここで暫定的に定めた LMP-Life fraction 式は、クリープ強度式に比べて、高温・短時間側でのクリープ破断寿命の予測精度が向上した。この式を用いた場合、CDF を用いた温度が大きく経時変化する超高温内圧試験における破裂温度の予測精度も向上した。以上の検討により、強度式を改善することにより、

短時間で大きく温度が変動する事象においても、CDF を用いた破断寿命予測は成立することが確認された。

【R4】

(1) 目的

令和4年度は、事故時超高温環境に適用可能な信頼性の高い9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の強度式を策定すること、およびここで策定した強度式とCDFを用いた被覆管破断寿命予測の信頼性と限界を明らかにすることを目的とした。このため、以下の検討を実施した。

- (i) 令和3年度までの検討で課題として残った高温・短時間側のクリープ強度データを含む高温強度データ（引張、クリープ、急速加熱バースト）を拡充した。
- (ii) 取得したデータに基づき9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の強度式を策定した。本検討では、9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の両方について、1000℃までのデータに基づくクリープ強度式を策定した。一方、9Cr-ODS 鋼被覆管については、様々な変形・破壊モードに対応可能な強度式策定を目指して、LMP-Life fraction 法による引張強度データ、クリープ強度データおよび急速加熱バーストデータの統一評価を行い、LMP-Life fraction 式も整備した。
- (iii) 上記で策定した9Cr-ODS 鋼被覆管強度式とCDFを用いた場合の破断寿命予測精度について検証した。
- (iv) 9Cr-ODS 鋼被覆管を予め1200～1350℃で最長5時間まで加熱してナノスケール組織を模擬的に劣化させた9Cr-ODS 鋼の800℃および1000℃でのリングクリープ試験を実施し、ナノスケール組織とクリープ強度の相関式策定のための基礎データを拡充した。ここで取得したデータは、3.4.3における組織と強度を繋げる相関式策定に用いた。
- (v) リングクリープ試験技術は、微小なリング試験片を用い、内圧クリープ試験のように管両端への端栓接合や内部へのガス内圧導入も不要であるため、照射後試験への適用性も高い簡易的な周方向クリープ試験手法として、原子力機構で技術整備を進めてきた。これまでに取得したデータの範囲では、内圧クリープ試験データと同等のデータを取得できることを確認している。しかしながら、本手法は規格化された方法ではなく、リング試験片の形状から由来する曲げ応力や肉厚方向の応力勾配の影響が考えられるため、リング試験片による高温強度評価の信頼性を明らかにする必要がある。そこで、リング試験片に負荷される応力とひずみの分布を計算できる有限要素法解析を用いて、リング試験片の試験開始直後に発生する応力集中と塑性ひずみの分布を明らかにすることで、本事業で適用しているリングクリープデータの信頼性について考察した。

(2) リング引張試験

① 方法

完全プレアロイ法で製造した 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) と部分プレアロイで製造した 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) について、不活性 (Ar ガス) 雰囲気での超高温リング引張試験を実施した。各材料の化学組成等は表 3.1-1 に示す通りである。リング引張試験片の形状は、図 3.2-1 に示す通りである。9Cr-ODS 鋼被覆管については、令和 3 年度までに既に系統的なデータを拡充できたことから、令和 4 年度の主な評価対象試料は 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) とした。令和 4 年度の試験温度は、12Cr-ODS 鋼被覆管が 1000°C、1100°C および 1200°C、9Cr-ODS 鋼被覆管が 1200°C である。ここで、9Cr-ODS 鋼被覆管の 1200°C でのリング引張試験を実施した理由は、令和 3 年度までのデータ取得において、9Cr-ODS 鋼被覆管の 1200°C のリング引張強度が真空中試験と Ar ガス中試験で大きな差があったためである。この温度での引張強度について信頼性の高い知見を得るため、再試験を実施することとした。

リング引張試験は、原子力機構が所有する非照射材用の引張試験機 (ロードセル容量 20kN) を用いて実施した。試験は「鉄鋼材料及び耐熱合金の高温引張試験方法 (JIS G0567 (2020))」に準拠した。クロスヘッド移動速度は、0.1 mm/min 一定とし、変位量はクロスヘッド移動量から評価した。引張試験は、試験温度で 10 分間等温保持した後に開始した。本試験では、0.2% オフセット耐力を 0.2% 耐力と定義し、一様伸びおよび全伸びについては、荷重-変位曲線から算出した。

② 結果

試験結果を表 3.2-1、図 3.2- 2 および図 3.2- 3 に示す。ここで、図 3.2- 2 および図 3.2- 3 には、本事業で過年度までに取得した大気中および Ar ガス雰囲気中でのデータ、および過去に取得して公開済みの真空中でのリング引張試験データ [3-5] もプロットしている。図 3.2- 2 では、プロットの重なりを防ぐため令和 4 年度の不活性ガス雰囲気中試験結果の温度を +15°C ずらして表示している。9Cr-ODS 鋼は 1200°C で引張試験を行い、令和 3 年度同様に真空中に比べて強度が低下することが分かった。真空中では、大気中や不活性ガス雰囲気中に比べて、摩擦係数が大きくなることから、試験片と治具の間に BN 系高温用潤滑材を塗布しているが、この場合でも摩擦係数が軽減できず、真空中では摩擦力の影響で引張強度が過大評価された可能性がある。

12Cr-ODS 鋼では、弾性変形後にほぼ塑性変形することなく破断したため、0.2% 耐力は算出できなかった。12Cr-ODS 鋼被覆管の引張特性については明確な雰囲気依存性は確認されなかった。これは、12Cr-ODS 鋼の一様伸びが小さいため、引張試験中の変形が少なく、治具と試験片内面の摩擦力の影響が小さかった可能性が考えられる。

以上の通り、9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管について、不活性ガス雰囲気中 1200°C までの系統的な引張特性データを拡充した。

③ まとめ

- ・ SFR 用 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管について、最高 1200°C までの不活性ガス雰囲気での引張特性データを拡充し、系統的なデータを整備した。

- ・過年度までに取得した大気雰囲気での試験結果との比較から、1000℃までであれば、大気中で試験しても信頼性の高いデータを取得可能であることを明らかにした。
- ・真空中では、不活性雰囲気中に比べて強度が高めに出ることを明らかにした。これは、真空中では、治具と試験片の内面の摩擦係数が高くなるためと考えられる。

(3) クリープ試験

① 方法

令和元年度に定めた試験マトリックスに則り、前年度に引き続き、関連モデルの基準となる非照射材強度式の高信頼性化に必要な内圧クリープ試験およびリングクリープ試験（ともに Ar ガス雰囲気）を実施した。試験対象材および試験手法は前年度と同様である。

内圧クリープ試験片の形状を図 3.2-4 に示す。内圧クリープ試験装置の機器構成を図 3.2-5 に示す。本試験装置は、試験片の高温酸化を極力防止する観点から、Ar ガス雰囲気（G1 グレード、99.9999wt%以上）としており、1000℃までの試験が可能である。試験片の破断は、試験片内部に充填したヘリウムガスが炉心管内に漏出した際のヘリウムガス濃度上昇を炉心管内と連通が図られたヘリウムリークディテクターにより検知することができる。内圧クリープ試験のふくれ率の測定方法を図 3.2-6 に示す。軸方向 7 か所、径方向 4 か所の計 28 か所について直径の変化量の測定を行った。直径の測定には有効桁数小数点以下 6 桁で測定可能な LED 変位測定計を用いた。

リングクリープ試験片の形状は、リング引張試験のものと同じである（図 3.2-1）。リングクリープ試験装置の機器構成を図 3.2-7 に示す。リングクリープ試験装置の最高試験温度と試験雰囲気は上述の内圧クリープ試験装置と同様である。本装置は、最大負荷容量 100 kgf の直接負荷型であり、負荷荷重の精度は、設定値に対して±0.5%である。今年度実施した内圧クリープ試験およびリングクリープ試験の条件を表 3.2-2 に示す。今年度はクリープ強度式の短時間側の予測精度を向上させるため、9Cr-ODS 鋼を対象に 700～850℃および 975℃で短時間リングクリープ試験を実施した。目標破断時間に応じた応力設定は令和 3 年度報告書で提案した暫定式を参考に設定した。また、クリープ試験が終わるたびに従来データと新データを用いて暫定的にクリープ破断強度式を作成し、都度最新の関係式をもとに応力設定を行った。

さらに、ODS 鋼の組織状態とクリープ強度の関連モデル式策定に必要なデータを取得するため、9Cr-ODS 鋼被覆管を予め超高温に加熱することで、模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管を準備し、これらのクリープ試験を実施した。ここで、試験手法としてはリングクリープ試験を用いた。試験片形状および試験方法は上記と同様である。リングクリープ試験条件を表 3.2-3 に示す。模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管の試験温度は異常過渡に対応する温度(800℃)および事故時に対応する温度(1000℃)とし、試験応力は熱処理を行っていない受入れまま材が約 100 時間(一部試験は約 550 時間)で破断する応力を設定した。

② 試験結果

・ 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管受入れ材の周方向クリープ試験

令和4年度は9Cr-ODS鋼のクリープ破断強度式の短時間領域の精度を向上させるため、100時間以下で破断する条件のリングクリープ試験と、以前から継続していた内圧クリープ試験を実施した。試験結果を表3.2-4と表3.2-5に示す。内圧クリープ試験は、継続していた2試験が終了し、計画していたすべての試験が終了した。リングクリープ試験は、今年度新規に計画した13試験がすべて終了した。図3.2-8と図3.2-9に9Cr-ODS鋼被覆管の内圧クリープ試験結果とリングクリープ試験結果をそれぞれ示す。また、図3.2-10に11Cr-ODS鋼被覆管の内圧クリープ試験結果を示す。ここで、以下の通り内圧から相当応力(σ_e)を算出し、これを縦軸に示している。

内圧クリープ試験では、試験片に周方向の応力(σ_θ)と軸方向の応力(σ_z)が加わり、径方向応力(σ_r)はゼロである。周方向応力(σ_θ)と軸方向応力(σ_z)は、それぞれ次式の通り表すことができる。

$$\text{周方向応力} \quad \sigma_\theta = (d/2t) \cdot P \quad (2)$$

$$\text{軸方向応力} \quad \sigma_z = (d/4t) \cdot P \quad (3)$$

ここで、Pは内圧、dは管の外径、tは管の肉厚である。上式をVon Mises応力の式に代入することで、以下の通り、内圧からの相当応力(σ_e)を算出する式を得ることができる。

相当応力 (Von Mises)

$$\sigma_e = \sqrt{\{(\sigma_\theta - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_r)^2 + (\sigma_r - \sigma_\theta)^2\}/2} = (\sqrt{3}/2) \cdot \sigma_\theta = (\sqrt{3}d/4t) \cdot P \quad (4)$$

・ 模擬的に組織状態を劣化させた9Cr-ODS鋼被覆管のクリープ試験結果

令和4年度は過年度と同じく1200℃～1350℃で1時間または5時間熱処理して組織構造を劣化させた9Cr-ODS鋼を用いて、異常過渡時温度(800℃)および事故時温度(1000℃)でクリープ試験を実施した。試験結果を表3.2-6に示す。熱処理温度と800℃でのクリープ破断時間の関係を図3.2-11に、熱処理温度と定常クリープ速度の関係を図3.2-12に示す。800℃のクリープ試験では、令和3年度に実施した700℃での試験結果と同様に1300℃以上の熱処理で強度が大幅に低下し、定常クリープ速度が増大した。1000℃でのクリープ試験結果について、熱処理温度と破断時間および熱処理温度と定常クリープ速度の関係を図3.2-13～図3.2-16に示す。700℃と800℃の試験では強度への影響が小さかった1250℃の熱処理であっても、1000℃のクリープ試験では短時間で破断し、受入れまま材と比較して大幅に強度が低下し定常クリープ速度が増大した。

1300℃と1350℃熱処理材の1000℃におけるクリープ試験は、より低応力(受入れまま材が約550時間で破断する応力)で実施した。結果として、低応力条件であっても熱処理によるナノ組織の劣化の影響が大きいためか0.1～17h程度での破断となり、定常クリープ速度

は 10～1000 倍に増大した。以上の結果から、9Cr-ODS 鋼は熱処理によりナノ組織が劣化し、特に 1300℃ 以上の熱処理ではほとんど強度を維持できないことが示された。これらのクリープの強度と組織の関係については、3.4.3 で議論する。

③クリープ破断強度式の整備

令和元年度から令和 4 年度に取得した 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の 700～1000℃ のクリープ試験データおよび原子力機構で過去に取得した MP23 の 1000℃ [3-6] のクリープ試験データを用いて、9Cr-ODS 鋼被覆管用に 700～1000℃ を対象としたクリープ破断強度式を策定した。また、11Cr-ODS 鋼被覆管 (15P) についても今年度分を含めて本事業で取得したクリープ試験データを用いて、11Cr-ODS 鋼被覆管用に 650～1000℃ を対象としたクリープ破断強度式を策定した。クリープ破断強度式は次式の通りクリープデータに合うように、 $\log_{10} \sigma_e$ をパラメータとした 1 次式で最小二乗法によりフィッティングすることで求めた。

$$\begin{aligned} & \text{9Cr-ODS 鋼のクリープ式 (T} \leq 1000 \text{ } ^\circ\text{C)} : \\ & (T+273.15) (\log_{10} t_r + 19.52085 + ZS) = 45017.21 - 10751.49 \log_{10} \sigma_e \quad (5) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{11Cr-ODS 鋼のクリープ式 (T} \leq 1000 \text{ } ^\circ\text{C)} : \\ & (T+273.15) (\log_{10} t_r + 16.19139 + ZS) = 41401.91 - 11029.12 \log_{10} \sigma_e \quad (6) \end{aligned}$$

ここで、T は温度 (°C)、 t_r は破断時間 (h)、 σ_e は相当応力 (MPa) である。S は標準偏差であり、9Cr-ODS の式 (5) および 11Cr-ODS の式 (6) における S 値は、それぞれ 0.394788、0.432555 である。Z は、標準正規分布に基づいて信頼区間を定める定数であり、例えば 99% 信頼区間では Z は 2.33、95% 信頼区間では Z は 1.64 となる。LMP (= (T+273.15) ($\log_{10} t_r + C$)) の定数 C は、試験データに合うようにフィッティングして最適化した。

クリープ変形・破断における最も基本的なパラメータである自己拡散係数は、 α 相 (体心立方構造) と γ 相 (面心立方構造) で大きく異なる (γ 相における自己拡散係数は、 α 相におけるものよりも小さい)。よって、精緻な定式化の観点からは、変態点 (9Cr-ODS 鋼の場合、Ac1 ($\alpha \Rightarrow \gamma$ 相変態の開始温度) が 869℃、Ac3 ($\alpha \Rightarrow \gamma$ 相変態の完了温度) が 963℃) で区分した式をそれぞれ策定すべきであるが、相変態前後で別々に作成したクリープ破断強度式と相変態前後を一つの式でフィッティングした上記 (5)、(6) の式とで予測破断時間の精度に大きな差はなかった。このため、クリープ破断強度式の利便性を考慮して上記 (5)、(6) の式を 9Cr-ODS 鋼、11Cr-ODS 鋼のクリープ破断強度式として採用した。令和 3 年度までの検討の結果、9Cr-ODS 鋼、11Cr-ODS 鋼の両者において相変態温度域 (α / γ 2 相状態となる温度域) に相当する 900℃、950℃ でリングクリープ試験を実施すると、大きなデータのばらつきが生じるが、内圧クリープではこのような事象が生じないことが分かっている。これより、 α / γ 2 相状態でリングクリープ試験特有の曲げ変形が加わった場合、正確なクリープ強度評価が実施できないと判断し、900℃、950℃ でのリングクリープデータは今回のクリープ強度式策定には用いなかった。

上記(5)、(6)の式は、任意の破損確率に応じた Z を標準正規分布から設定することで、ばらつきを考慮したクリープ強度を計算できる。図 3.2-17 に 9Cr-ODS 鋼の、図 3.2-18 に 11Cr-ODS 鋼の相当応力-クリープ破断時間のグラフを示す。図 3.2-17 に式(5)に示す 9Cr-ODS 鋼 (lot MP23) の 700~1000°C を対象としたクリープ破断関係式を、図 3.2-18 に式(6)に示す 11Cr-ODS 鋼 (lot 15P) の 650~1000°C を対象としたクリープ破断関係式を示す。図 3.2-17、図 3.2-18 より、破損確率に応じた Z (例として、平均強度を表す $Z=0$ および 5%破損確率に相当する $Z=1.64$) をクリープ破断強度式に導入することで、試験データを包括的に評価できていることが確認できる。

今回、700~1000°C のデータを用いてクリープ強度式を策定したことで、従来の予測式 [3-6] では範囲外としていた 850~1000°C についても応力-破断時間の関係を信頼性高く評価できるようになった。また、これまでクリープ強度式が策定されていなかった 11Cr-ODS 鋼についてもデータを拡充してクリープ強度式を策定したことで、650~1000°C の温度域で応力-破断時間の関係を信頼性高く評価できるようになった。

④ 構成方程式に基づく 9Cr, 11Cr-ODS 鋼クリープ特性の系統的評価

本事業で取得した高温クリープデータに加え、既往研究で取得されたデータを加えて、9Cr-ODS 鋼、耐熱オーステナイト鋼 (AH4) [3-7]、および改良 SUS316 オーステナイト鋼 (PNC316) [3-8] のクリープ強度を比較した結果を図 3.2-19 に示す。これらより、事故時に相当する 900°C、1000°C といった高温において、9Cr-ODS 鋼は、高温材料用に材料設計が行われた耐熱オーステナイト AH4 [3-7] に比べて、特に高温、長時間側 (高 LMP 側) で格段に優れたクリープ強度を有する。また、SFR の燃料被覆管に負荷される応力は、照射末期で 100 MPa 程度であるが、9Cr-ODS 鋼被覆管では、特にこの低応力域でのクリープ強度に優れる。この結果は、9Cr-ODS 鋼が燃料の高燃焼度化に加えて、事故耐性向上の観点で優れた被覆管材料であることを示している。

9Cr-ODS 鋼被覆管と 11Cr-ODS 鋼被覆管を比較すると、11Cr-ODS 鋼被覆管のクリープ強度は、850°C 以下の温度 (母相で α 母相の温度) では、9Cr-ODS 鋼被覆管の強度よりも低めとなるが、900°C 以上 (母相が α/γ 2 相、 γ 相となる温度) では、両者の強度は同等であった。この結果は、11Cr-ODS 鋼被覆管が 9Cr-ODS 鋼被覆管と同等の事故時破損抵抗性を有することを示している。

次に、ODS 鋼の組織とクリープ特性を繋げる相関式整備に向けた基礎知見を得るため、9Cr-ODS 鋼の相関式の基礎となるクリープ構成方程式 (式(7)) [3-9, 3-10] および Monkman-Grant 則 (式(8)) [3-11, 3-12] への 9Cr-ODS 鋼クリープ特性の適用性を調べた。相関モデル式の考え方と策定については、3.4.3 で詳細に議論することとし、ここでは、両モデル式の 9Cr-ODS 鋼被覆への適用性のみ議論する。

$$\dot{\epsilon}_s \propto (G/T) \cdot D \cdot (d_g)^p (\sigma/G)^n \quad (7)$$

$$\dot{\epsilon}_s \propto 1/t_r \quad (8)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常クリープひずみ速度、Gは母相の剛性率、Tは温度、Dは母相の自己拡散係数、 d_g は結晶粒径、 σ は応力、 t_r はクリープ破断時間である。

図 3.2-20 に、9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性を示す。これより、9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力指数は、分散強化型鋼特有の高い応力指数 ($n \sim 10$) となっている。このデータをクリープ構成式(式(7))に基づいて、定常クリープひずみ速度と応力を温度、剛性率、自己拡散係数で補正した図が図 3.2-21 と図 3.2-22 である。これより、9Cr-ODS 鋼のクリープひずみ速度は、母相構造毎 (α 相、 γ 相) に整理することができ、9Cr-ODS 鋼のクリープ構成方程式への適用性が極めて高いことが明らかとなった。

図 3.2-23 は、9Cr-ODS 鋼の定常クリープひずみ速度と破断時間の関係を示した図である。母相 (α 、 γ) 毎に傾向が異なるが、いずれの母相においてもクリープ破断寿命が定常クリープひずみ速度に逆比例する関係 (Monkman-Grant 則) に則っている。

⑤ まとめ

- ・ 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管について、最高 1000°C までの不活性ガス雰囲気でのクリープデータを拡充し、系統的なデータを整備した。
- ・ 700~1000°C のデータを用いて 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管のクリープ強度式を策定した。これにより、従来の予測式[3-6]では範囲外としていた 850~1000°C についてもクリープ強度を信頼性高く評価できるようになった。
- ・ 9Cr-ODS 鋼クリープ特性は、金属材料の高温・変形・破壊に関する古典的なモデルである定常クリープ速度の構成方程式および Monkman-Grant 則との整合性が極めて高いことを明らかにした。

(4) 温度が大きく経時変化する超高温内圧試験

① 試験方法

令和 4 年度は、温度が大きく経時変化する超高温内圧試験データを拡充するため、負荷内圧を一定とし、通電加熱で昇温し、破裂温度を計測する急速加熱バースト試験を従来よりも低昇温速度で実施した。対象鋼種は、9Cr-ODS 鋼(MP23, MP24)および 11Cr-ODS 鋼(15P)である(表 3.1-1)。各鋼種の被覆管を 70 mm ずつ切断し、両端に圧力導入可能な電極を、被覆管試験片中央付近に温度モニタ用の R 熱電対を装着した。これを高温強度評価装置に装着し、雰囲気を真空、試験片内を Ar ガスにて所定の圧力をかけた状態で通電加熱し、急速加熱バースト試験を実施した。

急速加熱バースト試験は、高速炉の異常な過渡変化の評価対象である冷却能力低下型事象 (Loss of Coolant Flow; LOF) 等の事象を模擬するために開発された試験である [3-13]。図 3.2-24 に装置の外観写真と試験方法の試験の概要を示す。ここに示すように、一定内圧を負荷した後、直接通電加熱により任意の一定昇温速度で加熱し、試験片の破裂温度を測定する試験である。

令和4年度は、従来の $0.1^{\circ}\text{C}/\text{s}$ よりも低昇温速度で試験を実施するため、事前に確認試験を実施した。これにより、 $0.02^{\circ}\text{C}/\text{s}$ での試験を実施可能であることがわかったが、低応力条件では試験時間が長くなり、試験体系の過熱や気密の破れの恐れが懸念されたことから、 $0.05^{\circ}\text{C}/\text{s}$ での試験とした。SFR大型炉では、過出力に対する温度の応答が緩慢になるため、 $0.05^{\circ}\text{C}/\text{s}$ は事象として生じ得る条件である。試験応力（初期の周応力）は令和3年度までと同様に50, 100, 150, 200 MPaとした。ここで、急速加熱バースト試験では、厳密には試験中の高温変形により、肉厚が減少することで試験中の被覆管への負荷応力が増加するが、本研究では、近似的に試験中の被覆管への負荷応力は初期応力のまま一定として評価した。よって、以下で記載する「周応力」とは厳密には「試験初期の周応力」である。

② 試験結果

急速加熱バースト試験結果を表3.2-7に示す。また、9Cr-ODS鋼被覆管(MP23)と11Cr-ODS鋼被覆管(15P)について、過年度に取得したデータも含めて比較した結果を図3.2-25に示す。負荷応力の増加による破裂温度の低下に加えて、昇温速度の低下によっても破裂温度が低下する傾向が確認された。この傾向は、急速加熱バースト試験において、熱活性化プロセス(クリープ)の影響が支配的であることを示している。9Cr-ODS鋼と11Cr-ODS鋼を比較すると、両者のデータは同等となっている。これは、3.2.1における「事故時に相当する高温側では、9Cr-ODS鋼と11Cr-ODS鋼は同等のクリープ強度を有する」との結論と整合する。

今回実施した急速加熱バースト試験における試験片外径と試験片温度の関係を図3.2-26～図3.2-28に示す。破裂直前に温度が不安定になっている試験片があるが、これは破裂直前になると肉厚が不均一になり、局所的な温度ムラが生じるためと考えられる。原理的にはどのような昇温速度であっても発生する事象であるが、今回昇温速度を従来よりも遅くしたため、時間に対して温度の揺らぎがより顕著に観測されたと考えられる。また、9Cr-ODS鋼および11Cr-ODS鋼を周応力100 MPaで試験した場合において、外径変化に2つの屈曲点が見られ、その外側は平坦であった。いずれの屈曲点も過去に取得した変態点(MP23: 869°C , 963°C 、MP24: 864°C , 949°C 、15P: 847°C , 953°C)の間にあることから、これら屈曲点は変態点(Ac1, Ac3)と考えられる。以上の結果は、9Cr, 11Cr-ODS鋼の相変態が確かに生じていることを示すものである。急速加熱バースト試験において、破裂温度と外径変化挙動だけでなく、相変態に関する情報を取得できることを示している。急速加熱バースト試験における材料挙動評価技術高度化の観点でも重要な知見と位置付けることができる。

③ まとめ

- ・9Cr-ODS鋼(MP23)と11Cr-ODS鋼(15P)について、事故時環境を模擬した温度が大きく経時変化する超高温内圧試験データを拡充し、系統的なデータとして整備した。

(5)クリープ破断強度式とクリープ累積損傷和を用いて、温度および応力が大きく変化する事故時環境における破断寿命を評価する手法の信頼性評価

① 解析方法

事故時被覆管破損寿命評価用の信頼性の高い強度式を策定するため、上述のクリープデータのみに基づくクリープ強度式(式(5))に加えて、クリープデータ、引張データおよび急速加熱バーストデータを統一的に取り扱う LMP-Life fraction 法[3-14]による強度式(以下、LMP-Life fraction 式) 策定を令和3年度に引き続いて実施した。クリープ強度式(式(5))と LMP-Life fraction 式それぞれを用いて、「(3) 温度が大きく経時変化する超高温内圧試験」における応力、温度条件での CDF を計算し、CDF=1.0 となる破断予測温度を算出した。これら破断予測温度と実測値を比較評価することで、クリープ強度式(式(5))もしくは LMP-Life fraction 式と CDF を用いた破断寿命予測の信頼性を検証した。

LMP-Life fraction 法の概要を図 3.2-29 に示す。クリープデータについては、試験温度と破断時間を LMP の定義式に代入し、LMP を算出する。この値を横軸、試験応力値を縦軸としてプロットする。引張試験の場合、引張強さを応力とする。また、破断伸びを歪み速度で除した値を破断時間として、LMP を算出する。急速加熱バースト試験の場合、試験応力は一定であるが、温度を一定速度で昇温するため、クリープ試験のように試験温度と破断時間から LMP 値を算出することができない。そこで、LMP と CDF の定義式を用いて、急速加熱バースト試験で CDF が 1.0 となる温度の計算値と実際の破裂温度が一致する LMP 値を算出する。これらクリープデータ、引張試験データおよび急速加熱バースト試験データが一つの回帰曲線に載るよう最小二乗法により、応力を変数とする回帰曲線および LMP の定数 C の値を最適化する。本事業で取得した 800~1000℃までの内圧クリープおよびリングクリープデータ、700~1200℃でのリング引張データ、急速加熱バースト試験データに加えて、既往研究[3-5, 3-6]で取得した 650~850℃および 1000℃での内圧・リングクリープデータ、1300℃までのリング引張試験データ、急速加熱バースト試験データを用いて、9Cr-ODS 鋼の LMP-Life fraction 式を整備した。

② 結果

LMP-Life fraction 式の導出では、令和3年度はクリープデータ、引張データおよび急速加熱バーストデータといった変形・破壊メカニズムが異なると考えられるデータを同列で扱い、これらデータに最も合うように $LMP = (T+273.15)(\log_{10}t_r+C)$ の C 値および LMP-Life fraction 式を最適化した。一方、この場合、LMP-Life fraction 法をフィッティングツールとして扱っている側面が強い。今年度は、9Cr-ODS 鋼被覆管の高温変形・破壊メカニズムの考察に基づく定式化を行うため、LMP 本来の材料学的な意味に則りデータを解析した。LMP は本来、クリープ変形の律速因子が材料母相の自己拡散係数(熟活性化プロセス)であること前提として導出された温度-時間パラメータであり[3-15]、主に試験温度の異なるクリープ破断寿命を統一評価するためのパラメータとして用いられてきた。LMP の定数 C は材料の種類や母相状態(結晶構造)に固有の値である。今回の検討では、この考え方に基づき、まず、母相が焼き戻しマルテンサイト相となる温度域(9Cr-ODS 鋼の Ac1 点(869℃)未満)におけるクリープデータのみで、 α 母相におけるクリープ強度式を定めた。 α 母相におけるクリープ強度式と他データ(α 相および γ 相での引張データ、 γ 相でのクリープデータおよび急速加熱バーストデータ)を比較することで、金属材料の高温変形・破壊モデルに則した強

度式の導出を試みた。ここで、3.2.1で α 相と γ 相で、母相の拡散係数が異なるにも関わらず、両母相のクリープデータを統一的に定式化できることを既に示しているが、ここでは、LMP本来の定義および材料的な意味を重視した議論を行うため、 α 母相におけるクリープ強度式をベースに議論を進めた。

図3.2-30に解析結果を示す。ここで、9Cr-ODS鋼被覆管の α 母相域の温度での内圧およびリングクリープ強度データを用いて定数Cの最適値を最小二乗法で求めたところ、19.567となった。このC値を用いて、すべての強度データをプロットした。図中実線は、 α 母相温度でのクリープ強度のノミナル線である。これより以下の知見を得た。

- ・3.2.1で述べた通り、 γ 母相域でのクリープデータは、 α 母相でのクリープデータの外挿線上にあり、母相（自己拡散係数、迂り系）の違いにも関わらず両者のデータは整合する。
- ・一方、引張強度については、母相の相状態の影響が確認され、 γ 母相の強度は α 母相よりも高い。
- ・急速加熱バーストデータについては、破裂温度が α 母相温度のものと γ 母相温度のものがあるが、大半のデータが α 母相のクリープと整合する。但し、低応力側の試験の一部は、 α 母相温度でのクリープ強度のノミナル線よりも低めに評価される。

図3.2-30には、 α 母相のクリープデータのノミナル線に対して、時間係数を10とした上下限線も点線で示した。この上下限線内のデータは、 α 相のクリープ強度式を適用可能と整理した。この考えに基づいて、適用範囲内外の境界条件を図3.2-31の通り、温度-応力マップとして示した。ここで、上下限を時間係数10で定めた理由は、クリープデータの評価においては、材料の均質性等に応じて、一定の偏差を考慮する必要があり、この上下限線を定めるため、しばしば時間係数10が用いられるためである。金属材料の高温変形理論に基づくと、変形メカニズムを支配する主要パラメータは温度および応力であり、高温変形機構線図は、両パラメータを縦軸、横軸としたマップとして示される。そこで、図3.2-31では、両パラメータを用いたマッピングを行っている。以上より、 α 母相のクリープ強度式は、 γ 母相のデータの多くにもそのまま適用できるが、図3.2-31中の境界-I、II、IIIに示す限界もある。

ここで、境界-Iについては、過年度までの研究より δ -フェライト相形成・酸化物凝集によるクリープと引張強さの低下によるものと考えられることができる[3-16, 3-17, 3-18]。9Cr-ODS鋼の状態図(図3.2-32)より、9Cr-ODS鋼の母相は1200°Cを超えると、 $\gamma \Rightarrow \delta$ 変態が生じ、軟らかい δ フェライト相が生成し始める。この際、酸化物粒子の粗大化も開始する。この結果、材料の強度が大きく低下し、 α 母相および γ 母相に比べて、強度が大きく低下する(図3.2-2)。

境界-IIよりも外側のデータは、 γ 母相($T > Ac_3$ (963°C))の引張データである。これらのデータは、 α 母相クリープノミナル線よりも高い強度を示した。このメカニズムについて考察するため、クリープと引張の整合性についてのデータ解析を実施した。図3.2-33は

クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験における歪み速度の応力依存性を比較した図である。この変形速度の応力依存性は、金属の変形メカニズムに依存する（表 3.2-8） [3-9, 3-10]。ここで、LMP-Life fraction 法での考え方に則り、引張試験データの応力としては、引張強さ(UTS)を用いている。 α 母相では、クリープの変形速度の外挿線上に引張変形速度があり、両者が同様なメカニズムで変形していることが示唆される。一方、 γ 母相では、引張データとクリープデータは不連続となっており、高温変形機構の遷移が示唆される。

図 3.2-34 は、定常クリープ構成式に基づき、応力とひずみ速度を剛性率、拡散係数、温度で補正した図であり、クリープデータ、引張データともに異なる温度のデータが、母相構造 (α 、 γ) ごとに単一傾向に収束することを示している。図 3.2-35 に分散強化合金で想定されるひずみ速度と変形メカニズムの関係 (模式図) を示す。低応力側では、金属材料の塑性変形に必要な転位の迂回変形が酸化粒子により阻害され、転位の運動による有意なクリープ変形 (転位クリープ) が進行しない。その結果、応力を緩和する方向に自己拡散が生じる拡散クリープや粒界のすべり変形がクリープ変形の主体となる。この場合、応力指数は 1 近傍になる。一方、転位による分散粒子の乗り越えが可能となるレベルに負荷応力が高まると、転位クリープ変形が支配的となる。この場合、応力指数は 3~4 となる。この拡散クリープ領域と転位クリープ領域の境界近傍では、変形速度の急激な低下が生じる、この境界近傍で分散強化合金特有の高い応力指数が確認される。一方、転位クリープ領域よりも高応力側になると、熱活性化プロセスを介さない引張変形が生じる。この変形メカニズムでは、熱活性化プロセスを介さないため歪み速度の応力依存性がなくなる (図 3.2-35 における傾き n が無限大となる)。これらを考慮すると、9Cr-ODS 鋼の場合、 α 母相ではクリープ試験と引張試験で同様な変形メカニズムにより変形が進行する。一方、 γ 母相の場合、クリープ試験 (降伏応力未満の低応力負荷) では、熱活性化プロセスに基づくクリープ変形が生じるが、引張試験 (降伏応力を超える高応力負荷) では、非熱的な変形モードが支配的になり、両者で基本的な変形メカニズムが異なると考える。この傾向は、引張強度の温度依存性 (図 3.2-36) [3-5, 3-19] から認めることができる。即ち、図 3.2-36 において、400°C から 850°C (α 母相温度 < 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の Ac1 点 (869°C)) では、引張強さの温度依存性が著しく大きく、温度の上昇により、引張強さが急激に低下する。この強度低下は、クリープ (熱活性化プロセス) の影響によるものであり、この温度域における引張試験においてクリープ試験と同じ変形メカニズムが支配的になっているとの上記考察と整合する。このように引張変形時にクリープ (熱活性化プロセス) が支配的な役割を担う要因として、9Cr-ODS 鋼の微細粒組織の影響が挙げることができる。ODS 鋼は、9Cr-ODS 鋼に限らず、分散粒子のピン止め効果により、しばしば母相組織が微細粒となる。この結果、結晶粒界での転位の熱的回復が促進され、高温引張でクリープ (熱活性化プロセス) が支配的な影響を担うことが報告されている [3-20]。一方、1000°C 以上の温度 (γ 母相温度 > 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の Ac3 点 (963°C)) では、温度依存性の傾きが極端に低下する。この低下の理由の一つとして、 γ 母相では自己拡散係数が α 母相よりも低く、この温度域の引張試験では、クリープ変形とは異なり非熱活性化プロセスが支配的となっていることが考えられる。

境界-Ⅲ（低応力・1000℃超）については、低応力化によるクリープ変形・破壊機構遷移の可能性が示唆されるが、この点については今後の課題である。

以上より、図 3.2-31 に示す α 母相クリープ強度式の適用可能範囲では、いずれのデータも熱活性化プロセスを介した類似のメカニズムで変形が生じていると判断され、この範囲内でのクリープ、引張、急速加熱バースト試験データ全数を用いて、LMP-Life fraction 式を策定することとした。最小二乗法により、相当応力の 1 次式で LMP-Life fraction 最適式と定数 C の最適値を求めたところ、次式を得ることができた。

R4 LMP-life fraction 式：

$$(T+273.15)(\log_{10}t_r+19.647) = 44,475 - 10,443 \log_{10} \sigma。 \quad (9)$$

上式を本事業で定めた事故時被覆管破断寿命予測に適用可能な LMP-Life fraction 式とする（適用可能範囲：図 3.2-31 の通り）。

図 3.2-37 は、この LMP-Life fraction 式(式(9))、R4 クリープ強度式(式(5))およびクリープ実測データを比較した図である。これより、両式ともに幅広い温度範囲でクリープデータ実測値とよく整合していることがわかる。図 3.2-38 に、LMP-Life fraction 式と CDF を用いて温度が大きく経時変化する超高温内圧試験における予測破裂温度を計算し、実測値と比較した図を示す。両式ともに、CDF と組み合わせることで、事故を模擬した超高温内圧環境において約 1200℃近傍まで破断寿命を精度よく予測することができた。以上より、1200℃近傍までに適用可能な事故時超高温環境での 9Cr-ODS 鋼被覆管の強度式を整備することができた。

表 3.2-9 に本研究による LMP-Life fraction 式策定の工学的意義をまとめた。まず、本検討により、1000℃までのクリープデータに基づきクリープ強度式を策定したことに加えて、クリープ、引張、急速加熱等様々なモードに対応可能な LMP-Life fraction 式を策定することができた。これにより、SFR の通常運転時(400～700℃)、異常な過渡変化時(700～850℃)および事故時(>850℃)の 9Cr-ODS 鋼被覆管破断寿命予測の信頼性を大きく高めることができた。また、LMP-Life fraction 解析を行うことで、微細粒組織を有する ODS 鋼被覆管特有の性質により、変形・破壊モードの異なるクリープデータ、引張データおよび急速加熱バーストデータを統一的に扱えることを材料学的に明らかにした。この成果は、照射後試験の効率化・合理化に繋がるものである。即ち、従来は、限られた空間の照射キャプセルにクリープ試験片、引張試験片および急速加熱バースト試験片を装荷して、多くの試験を実施することが不可欠であり、十分な数量のデータ取得は容易ではなかったが、9Cr-ODS 鋼被覆管の場合には、いずれかの試験手法で照射材データを取得し、LMP-Life fraction 式への照射影響（強度補正係数）のみを明らかにすれば、この強度補正を行った LMP-Life fraction 式と CDF を用いることで、異常過渡時および事故時超高温環境での信頼性の高い破断寿命予測が可能となる。この特徴は 9Cr-ODS 鋼だけでなく、微細粒組織を有する ODS 鋼全般に当てはまると考えられる。この考え方の妥当性については、3.4.3 で検証する。

図 3.2-39 に 9Cr-ODS 鋼被覆管の R4 Life-fraction 式と PNC316 被覆管のクリープ強度[3-8]を示す。9Cr-ODS 鋼被覆管は、高温・長時間側（高 LMP 側）で PNC316 よりも格段に優れた強度特性を有している。これより、9Cr-ODS 鋼を燃料被覆管に適用することで、シビアアクシデントの起因事象となる事故時燃料破損に対する抵抗性が大きく向上する。

③ まとめ

- ・ LMP-Life fraction 法により 9Cr-ODS 鋼強度式を整備した。また、その使用可能範囲(温度、応力)を示した。この LMP-Life fraction 式は、クリープ変形モード（負荷応力<降伏応力）だけでなく引張変形モード（負荷応力 \geq 降伏応力）や急速加熱バーストモードにも適用可能である。
- ・ ここで定めた LMP-Life fraction 式(式(9))および上記 3.2.1 で定めた R4 クリープ強度式(式(5)) とともに、CDF と組み合わせることで、事故を模擬した超高温内圧環境において約 1200°C 近傍まで破断寿命を精度よく予測可能であることを示した。
- ・ 9Cr-ODS 鋼被覆管の LMP-Life fraction 法への適用性が高いことを明らかにした。9Cr-ODS 鋼被覆管の場合、照射データとして、クリープ、引張および急速加熱バーストすべてを取得する必要はなく、いずれかのデータを取得し、LMP-Life fraction 式への照射影響（強度補正係数）のみを明らかにすれば、この強度補正を行った LMP-Life fraction 式と CDF を用いて、異常過渡時および事故時超高温環境での信頼性の高い破断寿命予測が可能となる。この考え方の妥当性については、3.4.3 で検証する。

(6) リングクリープ試験の有限要素法解析

① 有限要素法解析モデルおよび解析方法

(3)において、内圧クリープ試験とリングクリープ試験で得た強度データの整合性を確認した上で、内圧クリープ試験データに加えてリングクリープ試験データもクリープ強度式の策定に用いた。一方、リングクリープ試験は規格化された手法ではなく、且つ試験中のゲージ部に加わる曲げ変形の影響で応力・歪み分布は複雑になることが想定される。そこで、本検討では、リングクリープ試験で取得されるクリープ強度データの信頼性を把握するため、有限要素法解析による応力・歪み分布評価を実施した。

図 3.2-1 にリング試験片の寸法を示す。本試験片の寸法は、外径 6.9 mm、内径 6.1 mm（肉厚 0.4 mm）、軸方向長さ 5.0 mm、ゲージ部長さは 2 mm である。肩部の曲率半径は 1.25 mm である。治具（mandrel）の外形寸法は直径 6.0 mm、軸方向長さ 5.0 mm とした。これらの寸法を基にリング試験片の幾何学的対称性を考慮して、図 3.2-40 に示す 8 節点六面体要素の 3 次元 1/8 解析モデルを作成した。なお、リング試験片の形状から、X 方向を径方向（被覆管の肉厚方向）、Y 方向を被覆管の軸方向、Z 方向は鉛直方向と定めた。リング試験片と治具が干渉する部分以外は不要であるため、治具は表面のみをモデル化して剛体として取り扱った。リング試験片への荷重は治具との接触によって負荷される。リング試験片と治具との接触における摩擦係数 μ はゼロとした。有限要素法解析におけるリング試験片と治具の間における摩擦の影響は予備的な解析により、摩擦係数 μ が 0.5

以下では摩擦による影響は極めて小さいことが分かっている。なお、大気中および不活性ガス雰囲気中での鉄同士の摩擦係数は 0.5 程度であり、実際の試験では高温用 BN 系潤滑材を試験片内面と治具外面の間に塗布していることから、試験時の試験片内面と治具外面の摩擦係数は 0.5 よりも小さいと考えることができる。有限要素法解析には汎用非線形構造解析コード FINAS (FInite Element Nonlinear Structural Analysis System) 20.0 を用いた。

700°Cにおける 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の物性値として、ヤング率は 125.0 GPa、ポアソン比は 0.37、平均熱膨張率は $12.82 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ とした[3-21]。金属材料の弾塑性挙動を定義するため、図 3.2-41 に示す 9Cr-ODS 鋼の 700°Cにおける真応力-真ひずみ曲線を用いた。この真応力-真ひずみ曲線は、9Cr-ODS 鋼 (MP23) の $\phi 6$ mm の JIS 規格丸棒試験片を用いて得られた比例限 : 104 MPa、降伏応力 (YS) : 227 MPa と引張強さ (UTS) : 364 MPa (一様伸び : 6.1%) を基に、Ludwik 則[3-22]を適用して以下のように導出した。

$$\sigma(\varepsilon_{pl}) = 104 + 571(\varepsilon_{pl})^{0.25} \quad (10)$$

ここで、 ε_{pl} は相当塑性ひずみ (mm/mm) である。塑性現象の硬化則には大ひずみ問題に適した等方硬化則を用いた。以上より、700°Cにおける 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の物性値と(10)式を入力値として、有限要素法による弾塑性解析を実施した。

以下で「負荷応力」という用語を使用するが、これはリングクリープ試験における治具への負荷荷重をリング試験片の平行部断面積 ($1.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2$) で除した値のことである。

② 結果

図 3.2-42 に負荷応力 200 MPa のときのゲージ部中央断面における相当応力および相当塑性ひずみのコンター図を示す。相当応力のコンター図ではリング試験片内面から外面に向かって応力勾配があった。相当塑性ひずみについても同様にリング試験片内面から外面に向かって塑性ひずみ量は小さくなった。図 3.2-43 に負荷応力 200 MPa のときのリング試験片内面における相当応力および相当塑性ひずみのコンター図を示す。リング試験片内面における相当塑性ひずみに着目すると、ゲージ部において正の値を示しており、その他の領域では塑性ひずみ量がゼロ (紫色) であった。負荷応力はゲージ部に対して適切に負荷されていることが分かる。以降の解析結果においては、ゲージ部中央断面のコンター図に着目する。図 3.2-44 に負荷応力 200 MPa のときの各応力と塑性ひずみのゲージ部中央断面におけるコンター図を示す。図 3.2-44(a)に示す相当応力より、リング試験片内面において 272 MPa の応力集中が発生している。また、ゲージ部中心における肉厚方向に対する相当応力の分布に着目すると、リング試験片内面から外面に向かって 272 MPa から 127 MPa に減少した。相当応力がリング試験片内面から外面に向かって小さくなることから、同様に図 3.2-44(b) に示す相当塑性ひずみの分布もリング試験片内面から外面に向かって塑性ひずみ量は小さくなっている。なお、図 3.2-44(c) に示す最大主応力より、リング試験片内面の最大主応力は正の値を示していることから、この応力集中は引張応力であることが分かる。

図 3.2-45 にゲージ部中心における各応力と相当塑性ひずみの肉厚方向分布を示す。抽出した数値データは要素中心解である。リング試験片内側の要素を 0.05 mm、外側の要素を 0.35 mm として肉厚方向の各応力および相当塑性ひずみの分布を示している。図 3.2-45(a) に示す相当応力より、40 MPa の低い負荷応力であっても、リング試験片内面において 190 MPa の応力集中が発生することが分かった。図 3.2-45(d) に示す垂直応力より、負荷応力が 40 MPa から 170 MPa の応力範囲では内側の要素 (0.05 mm の要素) と外側の要素 (0.35 mm の要素) では垂直応力がそれぞれ正の値と負の値を示していることから、リング試験片内面では引張応力、外面では圧縮応力が負荷される曲げ変形モードであることが分かる。図 3.2-45(b) に示す相当塑性ひずみの分布に着目すると、応力集中域である内側の要素 (0.05 mm の要素) において塑性ひずみ量は大きく、負荷応力の増加に伴って塑性ひずみ量は増加した。また、200 MPa 付近を境に負荷応力が増加すると、外側の要素 (0.35 mm の要素) においても塑性ひずみが発生した。負荷応力が 200 MPa を超えると、荷重負荷直後において引張変形による塑性ひずみの影響が肉厚方向の全域に渡って現れ始めると考えられる。

ただし、実際のリングクリープ試験では荷重負荷が完了するまでに数分間を要する。その荷重負荷の過程において応力集中域では初期のクリープ変形が進行し、応力集中は緩和される。これにより肉厚方向の応力および歪み分布が平坦化する結果、実験では、リングクリープ試験データと内圧クリープ試験データが整合するものと考えられる。但し、本解析結果を考慮すると、条件によっては、リングクリープデータは保守側の評価値となる可能性がある。

④ まとめ

- ・リングクリープ試験では、リング試験片平行部に曲げ応力が加わり、試験片内面で応力集中が発生する。今回解析した条件 (材質: 9Cr-ODS 鋼、温度: 700°C、負荷応力: 40~300MPa) では、塑性ひずみも生じる。
- ・実際のリングクリープ試験の場合、荷重負荷の過程において応力集中域では初期のクリープ変形が進行し、応力集中は緩和されているため、曲げ変形成分がない内圧クリープと同等のデータを取得できているものと考えられる。
- ・このメカニズムを考慮すると、材質および試験条件によっては、リングクリープデータの方が内圧クリープデータよりも保守側となる可能性がある。

3.2.2 マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析 (再委託先: 九州大学)

【R1-R3】

令和元年度は、高温長時間クリープ強度データが豊富な 9Cr-ODS 鋼被覆管 (M11、部分プレアロイ) を対象として、高分解能 SEM 観察による酸化物粒子分散状態の定量化方法について検討した。令和 2 年度は、受入れまま 9Cr-ODS 鋼被覆管 (M11 と MP23)、クリープ試験材 (M11、750°C)、超高温時効材 (MP23、1200°C と 1300°C で 1 h 保持) に対して、走査透過型電子顕微鏡観察 (STEM)、電子線トモグラフィー観察または高分解能走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた多角的な組織観察を実施し、それぞれの観察手法を用いた酸化物分散状態評価の定量性について検証した。受入れまま 9Cr-ODS 鋼被覆管 (M11) とクリープ試験材 (M11、750°C-73.6 MPa)

の酸化物分散パラメータを比較した結果、ほとんど変化は認められなかった。また、算出した酸化物分散パラメータから算出したしきい応力もクリープ試験前後で変化しなかった。このことから、酸化物分散強化は有効に作用していると実証された。令和3年度は、12Cr-ODS鋼被覆管受入れまま材(F14)とクリープ試験材(F14、700°Cおよび750°C試験材)に対して、透過型電子顕微鏡観察(TEM)と走査型電子顕微鏡(SEM)による電子チャネリングコントラストイメージ(ECCI)法を用いた組織観察を実施し、転位の分散状態および密度を評価した。クリープ試験材では、変形中の転位下部組織の発達を観察されず、転位は均一に分散している様相が確認された。また、算出した転位密度はクリープ試験前後で大きな差は認められなかった。これらの結果は、酸化物が極めて密に分散しているODS鋼に特徴的なクリープ変形中の転位組織発達であるといえる。1本の運動転位に数多くの酸化物が同時に作用することで、転位の運動は自由飛行的挙動を失い、その結果として、転位間相互作用が生じにくい。そのため、転位壁や亜粒界などの、変形後に一般に観察されるような転位組織が、ODS鋼においては形成されにくいと考察された。

【R4】

(1) 目的

令和4年度は、「前年度までに実施したナノ～マイクロ組織評価と微視的機械特性の評価を長時間クリープ試験材および長時間熱時効材に適用し、クリープ変形や熱時効に伴うODS鋼の組織弱さを定量化する。特に巨視的なクリープ強度(ひずみ速度)の変化を説明するために、酸化物粒子による分散強化機構を明らかにする。」ことを達成目標とした。以下では、達成目標に対する実験方法とその結果を述べる。

(2) 方法

目標達成のため、12Cr-ODS鋼被覆管長時間クリープ試験材(F14、700°C-94.4 MPa)とクリープ試験材(F14、700°C-108.3 MPa、112.6 MPa)に対して、STEMを用いた転位組織観察と高分解能SEMを用いた組織観察を実施し、酸化物分散状態について定量的に評価した。また、長時間熱時効材(F14、1300°Cと1350°Cで1h保持)とクリープ試験材(F14、750°C-64.1 MPa、69.3 MPa)に対してSEMを用いて組織観察を行った。

前年度までに実施した12Cr-ODS鋼被覆管(F14)のクリープ試験材の転位組織の検討から、転位は見かけ上、粘性的に移動することが示唆された。更なる検討を進めるため、ひずみ速度と転位密度の関係性について調査を行った。

前年度までに実施した酸化物によるしきい応力について更なる考察を深めるため、TEMを用いて、クリープ試験材(F14、700°C-112.6 MPa)に対して転位のキャラクターゼーションを行った。

(3) 結果

図3.2-46に、観察結果の一例として、12Cr-ODS鋼被覆管クリープ試験材(F14)のSTEM-BF像を示す。比較として、前年度までに実施した12Cr-ODS鋼被覆管(F14)受入れまま材のSTEM-

BF 像についても記載している。図から、前年度までの結果と同様に、クリープ変形後の組織では、いずれの応力においても転位壁や亜粒界といった転位下部組織の発達は認められず、転位は孤立して存在していることが伺える。また、固溶強化型合金において、転位が固溶元素と相互作用する溶質雰囲気引きずり機構によって生じる均一分散した転位組織に酷似していることがわかる。一般的な分散強化型材料では、強化因子である分散物(析出物)を長距離障害物として考えることが妥当であり、分散物間を自由飛行的に運動する転位は、それらの相互作用により、転位壁等の転位下部組織を発達させる。一方で、ODS 鋼では、一つの転位に数多くの酸化物が同時に作用することによって、運動転位は自由飛行的挙動を失い、結果として、転位-転位間相互作用は生じにくく、転位下部組織が形成されにくいという特徴を持つと考えられる。

表 3.2-10 に、前年度実施した転位密度の算出方法により、STEM-BF 像から算出した 12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)の受入れまま材とクリープ試験材の転位密度を示す。これらは、主亀裂から十分離れた場所の転位組織を観察して得られた値であり、12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)のクリープ曲線の 2 次クリープ領域の変形状態に対応すると考えることができる。155.9 MPa の転位密度は 112.6 MPa より低いものの、112.6 MPa 以下では応力の上昇に伴って転位密度は増加している。2 次クリープにおける転位密度は、転位の増殖と消滅の釣り合いで決定されるため、応力の上昇とともに転位密度が増加することは合理的である。また、受入れままでは、製管の際の加工により導入された転位の密度に相当する。クリープ変形後では、その応力に応じた転位密度へと変化していることが推察される。

前述したように、12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)クリープ試験材では、転位は固溶体合金中のように振る舞うことが示唆される。そこで、12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)のクリープ曲線の 2 次クリープ領域から得られるひずみ速度と転位密度との関係を調査した。次式に固溶体合金の溶質雰囲気引きずり機構に基づくひずみ速度式[3-23]を示す。

$$\dot{\gamma} = 2 \rho b B_d (\sigma - \bar{\sigma}_i) / M^2 \quad (11)$$

ここで、 $\dot{\gamma}$ はひずみ速度、 M はテーラー因子、 ρ は転位密度、 b はバーガースベクトル、 B_d は易動度、 σ は引張応力、 $\bar{\sigma}_i$ は平均引張内部応力である。ただし、 M 、 b 、 B_d は定数である。図 3.2-47 に、ひずみ速度を転位密度と応力の積で整理した結果を示す。図より、ひずみ速度は転位密度と応力の積に対して良い線形関係を示す。酸化物による分散強化を利用している ODS 鋼の転位組織やひずみ速度が、固溶体合金中のような力学的性質を示すという結果は非常に興味深い。長距離障害物である第二相析出粒子に対する転位の通過機構と短距離障害物である固溶原子による溶質雰囲気引きずり機構は本質的に異なる。しかし、以上の結果から、極めて微細かつ緻密な酸化物分散状態を持つ ODS 鋼において、その酸化物による抵抗力は、あたかも短距離障害物のように議論するべきであることを示唆している。

表 3.2-11 に、12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)の受入れままとクリープ試験材の SEM 観察によって得られた酸化物の分散パラメータを示す。また、Orowan 機構と Climbing 機構を想定して算出したしきい応力も併記している。さらに比較のため、前年度までに観察を実施した試料につ

いても、各値を記載している。表より、すべての試料において、クリープ試験前後で酸化物の分散状態に有意な変化は認められない。さらに、クリープ試験条件の違いによる分散状態の差も確認できない。以上のことから、酸化物は数万時間に及ぶ内圧クリープ試験を行ったにも関わらず、安定に存在しており、酸化物分散強化は有効に作用しているといえる。さらに、Orowan 機構を想定した際のしきい応力はすべての条件において、加えられた応力よりも高い値が算出されている。試料は試験中の負荷応力によって確実に変形し破断しており、これらのことから、転位と酸化物の相互作用を考える上で、Orowan 機構は適していないと考えられる。一方、Climbing 機構を想定した際のしきい応力は、与えられた応力より小さい、もしくは近い値を示している。また、前年度に考察を行ったとおり、12Cr 鋼と 12Cr-ODS 鋼 (F14) の応力-破断時間線図の比較によって概算したしきい応力である 60~90 MPa 程度である。したがって、結晶粒界近傍などの応力が集中しやすい領域を除き、転位が酸化物を通過する機構として、Orowan 機構ではなく Climbing 機構を想定することが正しいようである。

転位が酸化物を乗り越える場合において、らせん転位は交差すべし容易に酸化物を乗り越えることが可能である。そのため、酸化物が転位運動に対して有効な抵抗となっていることを証明する上で、クリープ変形後の試料の内部に、刃状成分を持つ転位が存在していることを確かめておく必要がある。そこで、12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の内圧クリープ試験片に対して、STEM を用いて転位のキャラクタリゼーションを行った。図 3.2-48 に、12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の 700°C で 112.6 MPa の条件におけるクリープ試験材に対して (a) 回折波 $\vec{g} = 101$ の条件と (b) 回折波 $\vec{g} = 10\bar{1}$ の条件で転位を同視野観察した STEM-BF 像を示す。回折波と転位のバーガスベクトルが直行する場合、STEM 像においてコントラストは消滅し不可視となる。図 3.2-48 (a) に示す回折波 $\vec{g} = 101$ の条件下では、 $\vec{b} = [1\bar{1}1]$ または $\vec{b} = [111]$ を持つ転位が観察できる。この場合、組織中には純らせん転位は観察されず、転位には刃状成分が含まれることが実証された。同じく、図 3.2-48 (b) に、(a) とは異なる回折波で観察を行った例を示すが、この場合においても、ほとんどの転位に刃状成分が含まれていることがわかる。以上の結果は、酸化物が転位運動に対して有効な障害物であることを裏付けるものである。

表 3.2-12 に、12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材の酸化物の分散パラメータを示す。表中には、比較として、前年度までに実施した 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材の結果も併記している。表 3.2-11 に示す 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の初期材の酸化物の分散状態と比較すると、超高温時効による分散状態の変化はほとんどないことがわかる。また、時効温度による変化についても、1350°C で 5 時間保持した試料のみ平均粒子径は成長しているものの、それ以外の条件では有意な差はない。さらに、平均粒子表面間距離と粒子数密度にも大きな差は認められない。このことから、酸化物は少なくとも 1350°C で 1 h の条件までは極めて安定に存在しており、酸化物分散強化は有効に作用すると考えられる。

図 3.2-49 に、12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材に対してビッカース硬さ試験を行った結果を示す。時効温度が上昇するに伴って硬さは徐々に減少していき、1300°C 以上の温度で硬さは急激に減少していることがわかる。前述の結果から、本鋼の強化の主たる要因である酸化物は、12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) では 1350°C で 5 h 保持した条件を除き、粗大化は顕著ではない。すなわち、1350°C で 5 h 保持した試料では、酸化物粒子の粒子表面間距離が大きくな

ることによるしきい応力の減少が硬さの変化の要因であると推察される。しかし、それ以外の条件では、時効温度上昇に伴う硬さの低下は、酸化物以外の組織因子の影響を考慮する必要がある。そこで試料の母相に注目し、図 3.2-50 に、12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)の 1000℃、1250℃および 1350℃で 1 h 保持した試料の母相について EBSD 測定を行い、GROD マップを取得した結果を示す。緑色に色づいている領域にひずみが存在していることを表しており、温度の上昇に伴ってひずみがやや減少していることがわかる。したがって、超高温で長時間保持することによって組織が回復することが、硬さが低下することの一因であると推察される。

(4) まとめ

マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析により、長時間クリープ試験材および長時間熱時効材の酸化物分散状態と転位組織を観察した結果、以下のことがわかった。

《クリープ変形や熱時効に伴う ODS 鋼の組織弱化的定量化》

- ・ F14 では、クリープ試験前後で酸化物の分散状態に有意な変化は認められなかった。したがって、酸化物は数万時間に及ぶクリープ試験中も安定に存在しており、酸化物分散強化は有効に作用していると推察される。
- ・ F14 のクリープ試験後の転位は刃状成分を含んでおり、酸化物は転位運動に対して有効な障害物であることが裏付けられた。
- ・ F14 の超高温時効材の酸化物の分散パラメータを取得したところ、1350℃で 5 h 保持した条件を除き、酸化物の粗大化は顕著ではなかった。超高温時効材における硬さの低下の一因として、組織の回復を考慮する必要性が示唆された。

《酸化物分散粒子による分散強化機構》

- ・ TEM 観察による転位組織観察の結果、F14 の長時間クリープ試験材では、他のクリープ試験材と同様に、母相内に安定且つ緻密に分散した酸化物粒子分散により、転位壁や亜粒界といった転位下部組織の発達は認められず、運動する転位は孤立して存在していた。
- ・ F14 のクリープ試験材では、クリープ試験中の応力が増加するほど、破断材における転位密度は増加していた。また、クリープ試験中のひずみ速度は転位密度と応力の積に対して良い線形関係を示した。これらのことから、極めて微細かつ緻密な酸化物分散状態を持つ ODS 鋼において、その酸化物による抵抗力は、あたかも短距離障害物のように振る舞うことがわかった。
- ・ 結晶粒界近傍などの応力が集中しやすい領域を除き、転位が酸化物を通過する機構として、Orowan 機構ではなく Climbing 機構が支配的であることが示唆された。

3.2.3 SAXS および SANS による ODS 鋼ナノ組織の定量化（再委託先：北海道大学）

【R1-R3】

令和元年度は TEM 観察に用いられる FC 材と実際に使用する NT 材の微細組織に違いがないことを SAXS 法を用いて確認した。また、9Cr-ODS 鋼 (M11) 管材の 750℃における長時間クリ

ープにおいて強化機構であるナノサイズ酸化物は微細な粒子サイズを維持していることを確認した。

令和2年度は、9Cr-ODS 鋼(MP23、M11) および 12Cr-ODS 鋼(F14) の受入れ材、高温クリープ試験材、および超高温加熱材について、SAXS/SANS によるナノ組織解析を実施し、1000℃までの超高温加熱材でもナノサイズ酸化物は微細な粒子サイズを維持していることを確認した。

令和3年度は、9Cr-ODS 鋼(MP23)および 12Cr-ODS 鋼(F14)について 1200℃から 1350℃までの温度で 10 min, 1 h, 5 h 暴露した超高温加熱試料について SAXS 測定を行い、1200℃までナノ酸化物サイズがほとんど変化しないことを確認した。1250℃以上では粗大化が生じ、力学特性が変化するが、その変化はナノ組織のサイズ D と数密度 N の積 ND の平方根をとった強化因子パラメータでよく説明できることを確認した。

【R4】

(1) 目的

SFR 用 ODS 鋼強度試験材および加熱材のナノスケール(1nm 領域)の組織構造定量化を完了し、組織の定量的予測に向けた系統的データとする。SAXS および SANS で取得したこれら定量組織データと力学特性との相関を系統的に整理する。

(2) 方法

令和4年度は、他手法との比較を進める上で重要となる MA957(14Cr 鋼)の SAXS による評価、Ti 系との比較を進める目的で Fe-Cr-Al 系 ODS 鋼の SAXS および SANS による評価、11Cr-ODS 鋼(15P)の超高温暴露による組織変化の SAXS による評価の3項目を実施した。

SAXS 測定は北海道大学高エネルギーラボ SAXS 装置を用いて実施した。SANS 測定は北海道大学中性子源 HUNS を用いて行った。SAXS 測定用試料は 50 μm 程度の厚さ、SANS 測定は 2 mm 前後の厚さに調整して透過配置で測定を行なっている。散乱強度はグラッシーカーボンと呼ばれる標準試料を用いて線源強度、検出効率などの装置定数を決定した上で、試料厚さにより規格化している。得られたプロファイルは球状の粒子を過程し、2種類のサイズ分布およびバックグラウンドを仮定して以下の式で解析を行なっている。

$$I(q) = \Delta\rho_1^2 \int_0^{R_1^{max}} A_1 N_1(R_1) V_1(R_1) |F_1(q, R_1)|^2 dR_1 + \Delta\rho_2^2 \int_0^{R_2^{max}} A_2 N_2(R_2) V_2(R_2) |F_2(q, R_2)|^2 dR_2 + A_3 q^{-4} + A_4 \quad (12)$$

ここで下付きの数字は異なるサイズ分布を有した粒子であることを表す。 $\Delta\rho^2$ は粒子と母相の組成と原子密度で決まる散乱長密度の差を表している。 $F(q)$ は球状粒子の形状因子、 $N(R)$ は体積の重み付き頻度分布であり、それぞれ以下の式で与えられる。

$$F(q, R) = \frac{3[\sin(qR) - (qR)\cos(qR)]}{(qR)^3} \quad (13)$$

$$N(R) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma R} \exp\left(-\frac{(\ln R - \ln R^{peak})^2}{2\sigma^2}\right) \quad (14)$$

本研究課題では分布関数 $N(R)$ として対数正規分布を使用している。A₃ および A₄ は試料に起因するバックグラウンドである。2種類の球状粒子のうち、より小さなサイズ分布を有する球状粒子（ここでは添字 1 とする）はこれまでの SANS/SAXS 強度比比較と透過電子顕微鏡観察から得られた知見により、Y₂Ti₂O₃ 酸化物であると特定しており、酸化物相の主たる体積分率を占める。実測したプロファイルに対して、Y₂Ti₂O₃ 酸化物の $\Delta\rho^2$ を使用してフィッティングを行う。この結果、得られたパラメータ A_1 , R^{peak} , σ_1 を使って、この Y₂Ti₂O₃ 酸化物の形成量（体積分率）を計算し、形成量の半値を与える R_{ave} から平均直径 $D_{ave}(=2R_{ave})$ を決定した。さらに、形成量を R_{ave} より求めた平均体積で割った値を酸化物の平均数密度として算出している。第 2 粒子は Ti リッチな酸化物と推定されるが、総量も小さく、以下の議論では割愛している。

(3) 結果

① MA957 (14Cr 鋼) の SAXS による評価

図 3.2-51 に MA957 の SAXS プロファイル測定結果を示す。図 3.2-52 には上述のモデルを使って求めた累積体積分率を示した。この試料については TEM および 3D-AP での評価も行われているため、図 3.2-52 に示した評価結果の数値データを各グループと共有し、評価手法の相補的利用についての検討を行った。

② Fe-Cr-Al 系 ODS 鋼の SAXS および SANS による評価

Ti 系の ODS 鋼との微細組織の比較のため、Fe-Cr-Al 系 ODS 鋼について SAXS および SANS 測定を実施した。図 3.2-53 中に緑色で示した Ti 系の ODS 鋼と比較すると、図 3.2-53 の赤および青で示した Al 系の ODS 鋼ではプロファイル形状が大きく異なり、肩状の散乱が low-q 側に出現しているため、酸化物粒径が大きいことがわかる。これらについて上述の式を用いて解析した結果を図に示す。ここでは $\Delta\rho^2$ を決定していないため、酸化物の体積分率は相対値である。矢印で示した酸化物の平均粒子サイズは Al を含まない ODS 鋼と比較するとほぼ倍の大きさとなっていることがわかった（図 3.2-54）。また、SAXS/SANS 強度比も Y-Ti-O の複合酸化物で典型的な 30~40 とは大きく異なり、65 に近い値となる。これは酸化物に Al が含まれることにより SAXS における酸化物の散乱長コントラストが大きくなっていることによる。以上のように SAXS/SANS 併用により、ナノスケールで分散する酸化物の組成に関する情報を獲得可能であることを示すことができた。

③ 11Cr-ODS 鋼(15P)の超高温暴露による組織変化の SAXS による評価

図 3.2-55 および図 3.2-56 には 11Cr-ODS 鋼の 1200°C~1350°C までの超高温暴露試験の結果を示す。これらの図で明らかな通り、この系では 1200°C—1 時間、1250°C—10 min および 1 h では微細組織の変化は小さいが、1350°C では明確な粗大化が生じていることがわかった。図

3. 2-57 (a)に示した粒子直径の変化も 1350°Cでは 8 nm まで粗大化が進んでいる。一方、図 3. 2-57 (b)に示した粒子体積は高温暴露により若干の増加傾向が見られた。

(4) まとめ

Y-Ti-O 系では酸化物は概ね 3 nm 程度と極めて微細であり、1200°C程度までは 1～5 時間程度の暴露で生じる粗大化は比較的小さく、極めて安定な強化粒子であることが明らかとなった。また、SAXS および SANS 法による平均構造の評価は室温での強度との定量的な相関を決定する上で有効であることが明らかとなった。昨年度までのデータ取得および上記の今年度のデータ取得により、ODS 鋼の高温環境下における組織の定量的予測に向けた系統的データを整備した。この定量組織データと力学特性との相関については、3. 4. 1 で系統的に整理する。

3. 3 照射材高温～超高温強度試験および組織構造解析

3. 3. 1 強度試験、組織評価

【R2-R3】

令和 2 年度は、ODS 鋼照射材の超高温での引張強度における照射の影響を評価するため、「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管および 12Cr-ODS 鋼被覆管照射材の 900°Cでのリング引張試験を実施し、900°C引張強度特性への有意な照射がないことを確認した。

令和 3 年度は、「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管照射材の 1000°Cでのリング引張試験を実施し、1000°C引張強度特性への有意な照射がないことを確認した。

【R4】

(1) 目的

「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 12Cr-ODS 鋼被覆管の 1000°Cまでのリング引張試験を実施し、超高温引張強度に及ぼす照射の影響を明らかにすることを目的とした。

(2) 方法

強度試験に供した照射材試験片は 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) である (表 3. 1-1)。試験片は、高速実験炉「常陽」の炉心材料照射リグ (Core Material Irradiation Rig) (3- 24) を用い、温度 650°Cで照射量 32 dpa まで照射された。この照射時間に相当する 4, 660 時間の熱時効を 9Cr-ODS 鋼 (Mm14) および 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) について実施し、これらについても強度試験を実施して比較を行った。

照射材のリング引張試験は、原子力機構がホットセル内に所有する引張試験機 (ロードセル容量 50kN) を用いて、大気雰囲気下の 900°Cおよび 1000°Cにて実施した。試験治具には、クリアランス (試験片内径と治具外径の差) が 0. 1 mm のものを用いた。試験条件は、クロスヘッド移動速度 0. 1 mm/min 一定とし、変位量はクロスヘッド移動量から評価した。引張試験は、試験温度で 10 分間等温保持した後に開始した。試験片温度の許容範囲および試験手順は、「鉄鋼材料および耐熱合金の高温引張試験方法 (JIS G 0567 (2012))」に準拠して実施した。本試験では、0. 2%オフセット耐力を 0. 2%耐力と定義し、一様伸びおよび全伸びについて

は、荷重-変位曲線から算出した。熱時効のみを施した試験片については、管理区域外にて同様に試験を実施した。

(3) 結果

表 3.3-1～表 3.3-4 に令和 4 年度に実施した照射材のリング引張試験結果および熱時効試験片のリング引張試験結果の一覧を示す。また、図 3.3-1 と図 3.3-2 に照射材の引張強さを受入まま材と比較した結果を示す。ここで、比較のため、過年度に取得したデータもプロットした。12Cr-ODS 鋼被覆管の中性子照射後の 1000℃までの引張強度は、受入まま材のデータのばらつきを考慮すると、受入まま材や熱時効材と同等であることが確認できた。9Cr-ODS 鋼についても、照射による明らかな強度低下は認められない。この結果は、照射下でもナノスケール酸化物粒子が安定に分散しているためと考えられる。

(4) まとめ

「常陽」で 650℃、32 dpa まで照射した 12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)の 900℃および 1000℃でのリング引張試験（大気雰囲気）、並びに 9Cr および 12Cr-ODS 鋼の照射時間相当の熱時効試験後リング引張試験を実施し、12Cr-ODS 鋼被覆管が 9Cr-ODS 鋼被覆管と同様に優れた耐照射性を有することを明らかにした。

3.3.2 事故模擬超高温加熱試験

【R3】

令和 3 年度は、非照射材を対象として整備した 9Cr-ODS 鋼の使用限界マップへの照射の影響を明らかにするため、9Cr-ODS 鋼被覆管照射材について事故模擬超高温加熱試験を実施した。これにより、事故模擬超高温加熱後の強度に、明確な照射の影響が認められないことを確認した。

【R4】

(1) 目的

以下のデータ取得を行うことで、令和 3 年度に非照射材で整備した使用限界マップへの照射影響を明らかにし、照射材に適用可能な使用限界マップ(温度-時間)を整備することを目的とした。

- ・「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管の 1100℃加熱後のナノスケール酸化物粒子分散状態を TEM で観察する。
- ・「常陽」で最大約 30 dpa まで照射した 12Cr-ODS 鋼被覆管の事故模擬超高温加熱試験およびその後の TEM によるナノスケール酸化物粒子分散安定性評価を実施する。

(2) 方法

評価対象材は 12Cr-ODS 鋼(F14)被覆管と 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)である（表 3.1-1）。これらは、高速実験炉「常陽」で表 3.3-5 に示す条件で照射された。

・事故模擬超高温加熱後強度試験(12Cr-ODS 鋼被覆管)

12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)を対象として、熱膨張率測定装置のSiC炉と雰囲気調節器を使用しHe雰囲気(99.9999%)で実施した。試験片は、試験片装荷部に図3.3-3のようにセットし、R熱電対を試験片に接触させ温度を計測した。

事故模擬超高温加熱試験の昇温速度は、室温から700℃までは10℃/minとし、700℃から各試験温度までは5℃/minで行った。試験温度は、1100℃とし、試験温度に到達後1時間保持した後、炉冷を実施した。照射材の超高温加熱後にリング引張試験、ビッカース硬さ試験を実施した。リング引張試験の方法は、3.3.1に記載したものと同一である。試験治具には、クリアランス0.2mmのものを用いた。硬さ試験片は、樹脂埋めした後、耐水研磨紙で粒度5μmまで機械研磨し、ダイヤモンドスラリー(1μm)で鏡面研磨を実施した。ビッカース硬さは、遠隔操作型微小硬さ試験機[FUTURE-TECH FM-100s]を用い、試験荷重500g、保持時間10sで測定した[JIS Z2244 準拠]。また、硬さの測定位置は、試料の肉厚中心位置とし、10点以上測定した。

・事故模擬超高温加熱後微細組織観察(9Cr-ODS 鋼)

SFR用ODS鋼の中で最も開発優先度が高い9Cr-ODS鋼被覆管Mm14を対象に超高温加熱後のTEMによる微細組織観察を実施し、酸化物分散状態の安定性を評価した。超高温加熱試験条件は、試験温度1100℃、保持時間1時間であり(上記F14と同様の条件)、令和3年度に実施された。

ホットセル内で試験片を両面機械研磨により厚さ0.15mmまで研削し薄板とした。その後、グローブボックス内で外径3mmのTEMディスクに打ち抜き、電解研磨液(CH₃COOH:HClO₄=19:1)を用いたツインジェット法による電解研磨を行い、TEM観察用試料とした。微細組織観察は、加速電圧200keVの日本電子製JEM-2010F TEMを用いて実施した。酸化物分散粒子の数密度は観察視野の試料厚さを100nmとして評価した。

(3) 結果

・事故模擬超高温加熱後強度試験(12Cr-ODS 鋼被覆管)

受入まま材と照射材の事故模擬超高温加熱試験後のビッカース硬さ試験結果およびリング引張試験結果を表3.3-6、表3.3-7、図3.3-4および図3.3-5に示す。受入まま材と照射材に事故模擬超高温加熱試験を行った被覆管のビッカース硬さおよび引張強度は同等であった。令和3年度までの成果で、ODS鋼のビッカース硬さはその微細組織と一対一の関係にあり、マクロな組織評価と見なせることが分かっており、この結果は照射下での12Cr-ODS鋼の優れた組織安定性を示すものである。強度についても照射の有無による明らかな差異はなかった。以上より、令和3年度に確認した9Cr-ODS鋼と同様に、12Cr-ODS鋼についても照射による明確な影響は認められないと判断される。

・事故模擬超高温加熱後微細組織観察(9Cr-ODS 鋼被覆管)

受入まま材と照射材の事故模擬超高温加熱試験後の TEM 観察結果を図 3.3-6（ミクロスケール）、図 3.3-7（ナノスケール）に示す。また、この定量評価結果を表 3.3-8 に示す。ここで、受入れまま材と照射材それぞれの超高温加熱後の組織が令和 4 年度に取得したデータである。その他は、既往研究によるデータである[3-25]。受入れまま材、照射材ともに酸化物粒子を明瞭に観察するため、TEM 観察前に炉冷熱処理（ $\alpha \Rightarrow \gamma$ 相変態後、マルテンサイト変態が生じないように低速度で冷却）を施して、母相の転位密度を低下させた。分散粒子の大きさは受入れまま材、受入れまま材+超高温加熱、照射材+超高温加熱で同等であった。よって、1100℃の超高温を経験しても、酸化物分散粒子は健全であり、それまでの照射履歴の影響は小さいと判断できる。酸化物粒子の数密度も受入れまま材+超高温加熱と照射材+超高温加熱で同等である。以上より、超高温でのナノスケール酸化物粒子分散の安定性への照射の影響は認められなかった。

(4) まとめ

9Cr, 12Cr いずれの ODS 鋼においても、事故模擬超高温加熱によるナノスケール酸化物分散組織安定性に及ぼす明確な照射の影響は認められず、令和 3 年度に整備した事故時超高温環境での ODS 鋼の優れた特性が維持される限界マップ（非照射材）が、照射材に対しても適用可能であることがわかった。本公募で整備した限界マップの詳細は、3.4.2 に示す。

3.3.3 アトムプローブによる 3 次元ナノスケール組成分布解析（再委託先：東北大学）

【R1-R3】

令和元年度は、3 次元アトムプローブ（Three-Dimensional Atom Probe：3D-AP）を用いて ODS 鋼中のナノスケール酸化物粒子の 3 次元像を取得するための試料調整技術およびナノ組織解析技術を整備した。SFR 用 ODS 鋼の受入れまま材を供試材として、集束イオンビーム（FIB）を用いて 3D-AP 試料を作製し、適切な 3D-AP 測定条件（レーザーパルスエネルギー：50 pJ、レーザーパルス周波数：200 kHz、測定温度：50 K）を見出した。

令和 2 年度は、ODS 鋼被覆管の受入れ材およびクリープ試験材について、3D-AP を用いて ODS 鋼中のナノスケール酸化物粒子の 3 次元像を取得した。供試材は、9Cr-ODS 鋼被覆管（M11）の受入れ材とクリープ試験材、および 14Cr-ODS 鋼（MA957）の受入れ材とした。3D-AP 測定の結果、M11 および MA957 の受入れ材では酸化物粒子が高密度に形成していること、M11 に関する今回のクリープ試験条件では酸化物粒子の組成には若干の変化が見られるものの平均直径および数密度の変化は小さいことを明らかにした。

令和 3 年度は、9Cr-ODS 鋼被覆管（M11）の受入れ材、熱時効材（750℃×60000 時間）、クリープ試験材（750℃@74 MPa×45500 時間）について酸化物粒子を 3D-AP で観察し、酸化物粒子の高温環境下での安定性を調べた。さらに、「常陽」で 158 dpa といった高照射量まで高温で中性子照射された ODS 鋼（14Cr-ODS 鋼、MA957）についても酸化物粒子を 3D-AP で観察し、酸化物粒子の高温・高照射環境下での安定性を調べた。前者では、700℃および 750℃で長時間保持しても 9Cr-ODS 鋼のナノスケール組織は安定であることを明らかにした。後者では、158 dpa といった高照射量でも酸化物粒子は微細かつ高密度に分散していることを明らか

にし、14Cr-ODS 鋼(MA957)中のナノスケール酸化物粒子は中性子照射下での安定性に優れることを明らかにした。

【R4】

(1) 目的

令和4年度は、「常陽」で最大30 dpa まで照射した9Cr-ODS 鋼被覆管の原子プローブによるナノ組織解析を行い、透過型電子顕微鏡組織との比較のもと、9Cr-ODS 鋼被覆管の照射下の組織安定性を評価した。

(2) 方法

供試材は、「常陽」で中性子照射された9Cr-ODS 鋼(ロット:Mm14)である。試料の化学組成を表3.1-1に示す。受入れ材(未照射材)および3種類の中性子照射材(16 dpa@410°C、28 dpa@830°C、33 dpa@735°C)について、3D-AP 観察を行った。試料および中性子照射の詳細は、文献[3-25, 3-26]に記載されている。3D-AP 測定条件は、令和元年度～令和3年度の条件と同様である。

(3) 結果

図3.3-8に、受入れ材および中性子照射材の原子マップを示す。受入れ材中では、ナノスケールの酸化物粒子が高密度に観察された。いずれの中性子照射材でも、同様に、ナノスケールの酸化物粒子が高密度に観察された。これら酸化物粒子の寸法および数密度を、標準的な解析方法であるCluster Analysis 解析を用いて解析した。解析におけるパラメータは、令和2年度報告書で述べた方法に準拠して、 $D_{max} = 1.1 \text{ nm}$ 、 $N_{min} = 20$ 、 $L = 1.1 \text{ nm}$ 、 $d_{erosion} = 1.1 \text{ nm}$ とした。図3.3-9から図3.3-12に、得られたギニエ直径の頻度分布を受入れ材および中性子照射材について示す。いずれの試料でも、約5 nmの酸化物粒子が最頻であった。いずれの中性子照射材でも、受入れ材と比較したときの変化は小さいことが分かった。これら頻度分布から、平均ギニエ直径は受入れ材:5.5 nm、16 dpa 照射材:5.0 nm、28 dpa 照射材:5.2 nm、33 dpa 照射材:4.9 nmとそれぞれ求められた。その結果を図3.3-13に示す。中性子照射による変化は小さいことが分かった。図3.3-14に、受入れ材および中性子照射材中の酸化物粒子の数密度を示す。数密度に関しても、中性子照射による変化は小さいことが分かった。

これら4試料に対しては、透過型電子顕微鏡による組織観察が行われており(例として、図3.3-15に、受入れ材および最も照射量が高い33 dpa 照射材について、酸化物粒子の透過型電子顕微鏡観察結果を示す)、酸化物粒子の寸法や数密度に対する中性子照射効果が調べられている[3-26]。その結果、16 dpa 照射材、28 dpa 照射材、33 dpa 照射材のいずれでも、酸化物粒子の寸法および数密度は受入れ材と比較してほとんど変化しないことが報告されている。したがって、今回3D-AP 観察から得られた結果は、透過型電子顕微鏡観察から得られた結果とよく一致することが分かった。

以上より、「常陽」で 33 dpa まで照射した 9Cr-ODS 鋼被覆管中の酸化物粒子を 3D-AP で観察し、透過型電子顕微鏡観察の結果とも比較したところ、酸化物粒子は中性子照射に対して安定であることを明らかにした。よって、照射下でも 9Cr-ODS 鋼被覆管は受け入れまま材と同等の強度を有すると考えられる。図 3.2-39 において、PNC316 被覆管は照射による強度低下が生じるが、9Cr-ODS 鋼の場合、耐照射性にも優れ、燃料の高燃焼度化と燃料事故耐性向上の両方を実現可能な被覆管材料であると言える。

(4) まとめ

- ・「常陽」で最大 30 dpa まで中性子照射された 9Cr-ODS 鋼を 3D-AP で調べた。
- ・酸化物粒子の寸法や数密度は、中性子照射前後でほとんど変化しないことが分かった。
- ・酸化物粒子は中性子照射に対して安定であることが示された。

3.4 総合評価（再委託先：全機関）

3.4.1 ナノスケール組織解析技術の比較（再委託先：全機関）

(1) 各手法で解析した結果の比較

図 3.4-1 に 9Cr-ODS 鋼と MA957(14Cr-ODS 鋼)受け入れまま材および 9Cr-ODS 鋼クリープ試験材のナノスケール組織を高分解能 SEM、SAXS、3D-AP および TEM で解析した結果を示す。ここで、平均粒子径(d)および粒子数密度(N)は、本事業で取得したナノスケール組織解析データ (SAXS、3D-AP、高分解能 SEM) と既往研究による公開データ (TEM) [3-27]そのものであり、粒子中間距離(1)と粒子体積分率は、d と N から算出した値である。

$$l = 1/\sqrt{N \times d} \quad (15)$$

$$N = \frac{\pi}{6} \times d^3 \times N \times 100 \quad (16)$$

9Cr-ODS 鋼被覆管のデータを見ると、いずれの解析手法で解析した場合でも、受け入れまま材、高温・長時間クリープ試験材のナノスケール組織解析結果は同等である。即ち、いずれの解析手法を用いた場合でも 9Cr-ODS 鋼被覆管内のナノスケール組織は、高温、長時間、応力負荷が重畳した環境において安定であるという定性的には同一の結果を得た。一方、定量値に着目すると、組織解析手法への依存性があった。粒子数密度(N)および粒子間距離(1)は強化モデルに基づく材料強度の計算値に影響するパラメータであるが、TEM 観察の場合、他手法に比べて明らかに粒子数密度が低く、粒子間距離は大きかった。また、SAXS と 3D-AP では、両パラメータがよく一致した。図 3.4-1 の一番右側に MA957(14Cr-ODS 鋼)受け入れ材の評価結果を示すが、この場合も 9Cr-ODS 鋼と同様に SAXS と 3D-AP で、粒子数密度と粒子間距離の評価値が良く一致した。

粒子体積分率については、TEM 観察データ[3-27]が他データに比べて特に低い値を示した。この結果は、TEM 観察結果において、粒子数密度の値が他手法による値よりも著しく低かったことによる。SAXS と 3D-AP の解析結果を比較すると、750°C-74 MPa-45,550 h クリープ試験材において、3D-AP による粒子体積分率評価値が SAXS 評価値よりも大きい結果となった。3D-AP 解析では、粒子と母相の界面の同定について一定の不確実性が存在する。粒子体積は粒子の3乗に比例することから、仮に粒子直径が 25%程度、過大に評価されるだけで粒子体積分率は真の値の約 2 倍となることを考慮すると、この粒子体積分率評価値の不一致の要因として、3D-AP による粒子径評価（粒子と母相の界面同定）の不確実性の影響が考えられる。

図 3.4-2 に熱力学計算コード Thermo-calc[3-28]で計算した 9Cr-ODS 鋼中の析出相に関する化学平衡計算結果を示す。ここで、熱力学データベースとしては、TCFE3/SSUB3 に加えて、 $Y_2Ti_2O_7$ と Y_2TiO_5 の熱力学データ文献値[3-29]を用いた。図中にある通り、9Cr-ODS 鋼の標準組成である Fe-9Cr-0.13C-2W-0.2Ti-0.28Y-0.160 (in wt%) に対して、1150°C（メカニカルアロイング後の粉末熱間固化温度）における化学平衡計算を行った結果である。ここで、0.28Y-0.160 (in wt%) は、Y が安定的な化学形態である Y_2O_3 となる場合、0.35wt%の Y_2O_3 と 0.08wt%の過剰酸素に相当する。温度を 1150°Cとして計算した理由は、ODS 鋼の場合、メカニ

カルアロイング(MA)により、一旦、 Y_2O_3 が強制固溶し、その後のMA粉末の熱間固化時にY-Ti-O複合酸化物として再析出するためである。図3.4-2に示す通り、9Cr-ODS鋼標準組成では、YとTiが複合酸化物を形成し、約0.35wt%の $Y_2Ti_2O_7$ と約0.2wt%の Y_2TiO_5 が形成する。 $Y_2Ti_2O_7$ 、 Y_2TiO_5 、9Cr-ODS鋼の密度はそれぞれ4.99 g/cm³、4.73 g/cm³および7.83g/cm³であり、 $Y_2Ti_2O_7$ および Y_2TiO_5 を合計した体積分率は、約0.9vol%と算出される。この体積分率は、図3.4-1に示すSAXS、3D-APおよび高分解能SEMによる評価結果とよく一致し、TEMによる評価結果よりも高い値である。TEM観察結果に基づく体積分率評価値が、他手法による評価値および化学平衡計算結果よりも著しく小さかった要因として、以下の2つの可能性が考えられる。

- (i) 局所領域を拡大観察しているため、酸化物粒子の分散状態に粗密がある場合、粗大粒子(体積の大きな粒子)をカウントできていない。
- (ii) 9Cr-ODS鋼は、転位や境界密度の高い焼き戻しマルテンサイト母相を有しており、ナノスケールの酸化物粒子の一部を観察・検知できていない。

図3.4-3は、9Cr-ODS鋼超高温加熱材のナノスケール組織解析結果(SAXS、高分解能SEM)を比較した図である。この場合でも高分解能SEMとSAXSによる解析結果は同様な傾向を示した。即ち、両手法ともに、9Cr-ODS鋼のナノスケール組織は1200℃までは安定であるが、この温度を超えると粒子の粗大・凝集化が進行し、1350℃ではこれが顕著となるという定性的な結果は一致する。

図3.4-4に9Cr-ODS鋼(MP23)超高温加熱材のナノ組織解析結果とビッカース硬さを比較した結果を示す[3-18]。ここで、横軸は、粒子間距離の逆数(l^{-1})としている。分散強化理論に基づくと、分散強化量は、この粒子間距離の逆数に比例する[3-30, 3-31]。図3.4-3より、両手法によるナノ組織解析結果で求めたNとdで算出した l^{-1} とビッカース硬さ(室温強度)は、概ね線形関係にあり、分散強化理論と整合する傾向が確認できた。特にSAXS解析データを用いた場合の l^{-1} とビッカース硬さとの相関性が優れていた。表3.4-1は、各種ナノ組織解析手法の得失をまとめたものである。SAXS用の試験片は、ディスク状のバルク材であり、TEM、3D-APに比べて測定体積が桁違いに大きい特徴を有する。このため、バルク材平均の定量的なナノ組織データを取得可能である。SAXSデータとビッカース硬さ(マクロな強度特性)において優れた相関性が確認された要因として、この測定体積の影響が考えられる。

以上より、機械的特性予測のためのナノ組織解析技術としては、いずれの手法も適用可能であるが、強度に直結し、最も信頼性の高い定量データを取得できる手法はSAXSであることを本研究で明らかにした。一方、SAXSによるナノ組織解析では、ナノ粒子の散乱長密度、即ち分散粒子の組成、密度(結晶構造、格子定数)をインプットデータとして用いる必要があり、これらを求めるためには、TEMや3D-AP等の直接観察が必要である。また、酸化物粒子の分散状態が均一でなく、空間分布の影響を明らかにする必要がある場合には、高分解能SEMを用いて母相(粒界、粒内、結晶方位等)とナノ組織の関係等について精緻な調査が必要となる。よって、強度特性把握の観点ではSAXSが最も有効なツールであるが、他手法を相補的に活用することが不可欠である。なお、3D-APについては、測定体積が極めて小さいが、強度特性予測の観点で重要な数密度および粒子間隔の評価値はSAXSデータと良く一致した。この

要因として、9Cr-ODS 鋼のナノスケール酸化物組織がよく最適化されており、粗密（分散状態空間分布）が小さかったこと、および 3D-AP は TEM とは異なり焼き戻しマルテンサイト相当の母相構造による影響（高密度の転位、境界によりナノスケール酸化物粒子を観察・検知し難くなること）がなく、ナノ粒子を漏れなく検知できていたことが考えられる。3D-AP による ODS 鋼照射材のナノスケール組織安定性評価を行い、最大約 160 dpa までの中性子照射試験でも Y-Ti-O 系酸化物分散は安定であること示したが、この結果は、Y-Ti-O 系酸化物分散を有する 9Cr-ODS 鋼の強度がこの照射量まで維持されることを示す。

(2) まとめ

- ・ ODS 鋼クリープ試験材および超高温加熱材のナノスケール組織解析に 3 つの異なる手法（SANS/SAXS、高分解能 SEM、3D-AP）を適用した。いずれの手法でも定性的には同様な傾向を示したが、定量値（粒子平均径、数密度）は異なっていた。一方、手法によりナノスケール組織評価結果（粒子平均径、数密度）の絶対値は異なっていた。
- ・ 強化量の算出に影響する粒子間距離は、SAXS と 3D-AP による評価値が良く一致していた。これは、両手法においてナノ粒子の検知能力が高いためと考えられる。
- ・ SANS/SAXS による評価値および高分解能 SEM による評価値ともに室温強度データ（ビッカース硬さ）と相関性が認められた。相関性は、SANS/SAXS データの方がより優れていた。これは、SANS/SAXS の測定体積が他手法に比べて大きいためと考えられる。
- ・ SAXS/SANS で取得できる情報はナノ組織に関わるバルク平均情報であり、分散状態の空間分布に関する情報は得られない課題がある。また、SAXS/SANS データから定量値（粒子サイズ、数密度）を導出するためには、ナノ粒子の組成・密度に関する情報が必要である。このため、ナノスケールの 3 次元的な組成分布を可視化できる 3D-AP、母相組織（結晶方位等）に関わる情報も取得可能な高分解能 SEM、微小領域の組成・原子配列の直接観察等が可能な TEM 等の相補的な活用が不可欠である。

3.4.2 事故時超高温環境でも ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界マップの整備（再委託先：全機関）

【R3】

R3 年度は、9Cr-ODS 鋼被覆管非照射材の事故模擬高温加熱試験データに基づいて、ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界マップを整備した。

【R4】

令和 4 年度は、事故時の燃料健全性を正確に把握する上で重要な指針として、事故時超高温環境でも ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界マップの整備を行った。本マップ整備には、9Cr、12Cr-ODS 鋼被覆管を対象として本事業でこれまでに取得したデータ（照射材を含む）を用いた。

これまでの評価結果に基づき、事故時超高温環境でも ODS 鋼の優れた特性が維持される温度-時間限界マップの整備には、数量が豊富なビッカース硬さデータを用いた。図 3.4-5 に最新の改良プロセスで製造した 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) を対象とした限界マップを示す。ここ

で、マップ上のラインは、超高温加熱後の規格化硬さ(1000°C比)の LMP 依存性の式 (図 3.4-5 中に示した式) を用いて、1000°C 炉冷材からの低下割合が 5~30% となる加熱条件を示した線である。図中の○×印は、一連の事故模擬超高温加熱試験条件において、硬さの低下が 15% 未満であるかを基準とした場合の可否をマークしたものである。また、9Cr-ODS 鋼の EBSD 解析結果より、マクロ組織(結晶粒径)が粗大化する可能性がある領域も図示している。これらを総合して、本事業内での試験により安定性が確認できている範囲の外側、基準とした硬さの低下割合が 15% を超える領域、明らかな組織変化が認められる、あるいはその可能性がある領域を保守的に灰色に塗り分け、その内側が ODS 鋼被覆管の組織が安定であると考えられる領域である。3.3.2 で述べた通り、超高温での強度特性や組織変化に照射の明らかな影響は認められなかったことから、本限界マップは照射材に対しても適用可能である。

同様の手法、基準により 12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)を対象とした限界マップを作成した。図 3.4-6 に示した超高温加熱後の規格化硬さ(1000°C比)と超高温加熱条件に対応する LMP から LMP 依存性の式を導出する際には、ナノ組織の劣化により傾向から大きく外れた 2 条件を除いたデータを用いて 2 次式近似を行った。得られた LMP 依存性の式が下記である。

$$\text{規格化硬さ } Y = H_v / H_{v1000} \quad (17)$$

$$Y = -0.001186 \times \text{LMP}^2 + 0.1337 \times \text{LMP} - 2.7472 \quad (18)$$

$$\text{LMP} = (T+273.15) \times (42 + \log(t_{\text{age}})) / 1000 \quad (19)$$

これを用いて得た限界マップが図 3.4-7 である。12Cr-ODS 鋼についても、3.3.2 にて照射の明らかな影響は認められなかったことから、こちらのマップも照射材に対しても適用可能である。

3.4.3 相関式策定に向けた検討 (再委託先：全機関)

(1) 基本的考え方

材料の強度に及ぼす照射効果を把握するためには、その強化因子(粒子分散組織、析出組織および転位組織等の材料組織)への照射影響を把握することが重要である。加えて、材料が中性子照射を被ると核変換により He 等の希ガスが生成し、粒界等に蓄積することで強度および延性の低下をもたらす恐れがある。よって、照射による強化因子の劣化や核変換 He の影響について把握する必要がある。一方で ODS 鋼の場合、マトリックスに高密度分散した酸化物粒子と母相の界面が核変換 He の捕獲サイトとして機能するため、核変換 He 生成への抵抗性が極めて高いことが知られている[3-32]。加えて、ODS 鋼は、母相を耐スエリング性に優れたフェライトもしくは焼き戻しマルテンサイト母相(体心立方構造の Fe-Cr 母相)とするため、Ni を含有しない、もしくは含有量が極めて低くするよう材料設計が行われる。この場合、高速炉の炉心環境において、He 生成速度は約 0.2 atomic ppm He/dpa[3-33]と低くなる。このため、ODS 鋼の場合、照射が強化因子(材料組織)に及ぼす影響および強化因子の変化が材料強度に及ぼす影響を明らかにすることで、高速炉心環境での強度特性把握が可能になる。ODS 鋼は、耐スエリング性に優れたフェライトもしくは焼き戻しマルテンサイト母相に

ナノスケールの酸化物粒子を緻密に分散させることで高温強度を向上させた先進鉄鋼材料である。ODS 鋼の強化因子として、酸化物分散強化、固溶強化、転位強化、微細粒強化が考えられるが、このうち最も支配的な強化因子は、酸化物分散強化である。過去に海外で開発・製造された 13Cr-ODS 鋼被覆管を仏・高速炉 (PHENIX) での燃料ピン照射試験に供したところ、酸化物粒子の母相への溶解等、酸化物分散組織の著しい劣化が生じたとの報告がある [3-34, 3-35]。また、高速炉での材料照射やイオン照射試験で、酸化物粒子が粗分散化した若しくは微細分散化した等の変化が生じたとの報告がある [3-36, 3-37]。JAEA で開発を進めている 9Cr, 11Cr-ODS 鋼中に分散するナノスケール酸化物粒子は、熱力学的な安定性の高い Y-Ti-O 複合酸化物であり、高速実験炉「常陽」での照射実績は最大約 30 dpa であるものの、分散粒子の安定性が損なわれていないことを 3D-AP にて確認できた (3.3.3 参照)。また、令和 3 年度に本事業にて、高速実験炉「常陽」で最大約 160 dpa まで照射した米国材 MA957 (14Cr-ODS 鋼) のナノスケール組織を 3D-AP で解析し、9Cr-ODS 鋼に分散しているナノ粒子と同じ Y-Ti-O 複合酸化物は、高温・照射環境下で安定であることを示した [3-18, 3-38]。しかしながら、酸化物の安定性は照射温度に加えて照射量にも依存すること [3-36, 3-37]、SFR 被覆管として高燃焼度を達成するため、中性子照射量 160 dpa を超えて可能な限り高照射量 (例えば 250 dpa) までの健全性維持が求められることから、照射下での ODS 鋼の強度予測のため、酸化物粒子の安定性、および酸化物分散状態が変化した場合、それが高温強度に及ぼす影響を正確に把握することが重要となる。そこで、3.4.1 では、ODS 鋼のナノ組織定量評価手法について検討し、SAXS で取得したナノ組織定量データと室温強度 (ビッカース硬さ) の相関性が優れることを明らかにすることができた。

以下では、照射後のナノ組織解析データから照射下高温強度データを把握するための新たな照射特性評価手法の成立性を確認するため、ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼と SAXS によるナノ組織解析結果の相関性を評価する。また、金属材料の高温変形・破壊モデルに基づき両者をつなぐ相関モデルを提示する。世界的に中性子照射場が希少となっている現状において、照射下の強度評価のためには、貴重な中性子照射スペースに定められた寸法の強度試験片を装荷し、長期の照射試験を実施する必要がある。ここで、可能な限り照射スペースを有効活用するため、試験片のミニチュア化が進められてきたが、これにも限界がある。強度特性のうち、クリープ特性については、チューブ状の試験片の両端に端栓を接合し、内部に He ガス等のガス封入を行った後、炉内に装荷することで照射下クリープ特性を評価する手法があるが、これを実施するためには、専用の照射リグの設計・製作が必要となり、莫大なリソースの投入が必要となる。また、実施できたとしても取得できるデータ数量は限定的であり、より簡易的な代替手法の開発が必要である。照射材料のナノスケール組織解析であれば、極めて小さな微小片であっても中性子照射材があれば、その組織状態を正確に定量解析することで、照射による強度特性変化を評価できる可能性がある。この観点で、以下を進めるナノ組織-高温強度相関モデルの開発は、新材料の実機適用に不可欠な照射性能実証および強度基準整備を加速する重要な試みと位置づけることができる。

(2) ODS 鋼のナノ組織と材料強度をつなぐ相関式の整備方針

3.2.3で議論した通り、12Cr-ODS 鋼被覆管クリープ試験材のTEM観察を実施したところ、ナノ粒子の数密度が極めて高く、転位は酸化物粒子にピン止めされ孤立して存在することが確認された。これより、転位組織は固溶体合金中のように粘性的にふるまうことが考えられた。一方、クリープ試験材の粒内転位を評価したところ、負荷応力の上昇（クリープ歪み速度の増加）に伴い転位密度が上昇する傾向が認められた。この結果は、理論的に計算されるオロワン応力よりも低い応力負荷にも関わらず、転位の増殖、回復による変形が生じることを示唆している。この事象を説明するモデルとして熱活性化プロセスにより、転位が酸化物粒子を乗り越えるために必要なしきい応力がOrowan 応力の40%程度になるモデル（climbing機構）を提案した。従来、9Cr-ODS 鋼高温変形モデルとしては、応力が集中する粒界3重点近傍において、局所的な応力がしきい応力を超えることで、転位クリープと粒界すべりの重畳するモデル（図3.4-8）を考えていたが、本研究では、これに加えて、climbing機構による粒内変形も考慮する必要があることを新たに示した。即ち、ODS 鋼がしきい応力未満の応力負荷を受けた場合でも、応力が集中する粒界近傍だけでなく、粒内においても、熱活性化プロセスによる転位の運動を伴うクリープ変形が生じることがわかった。いずれの考え方でも、酸化物粒子は転位の迂回運動を阻害することから、クリープ歪み速度の応力依存性評価の際には、試験負荷応力について、分散強化量に応じた応力補正が必要となることが想定される。

図3.4-9にナノスケール組織とクリープ特性をつなぐ相関式の基本的考え方を示す。材料の室温強度および硬さは、材料の強化因子（微細組織）に依存する。その強化因子として、分散強化、転位強化、微細粒強化が考えられ、これらを加算することで全体の強化量を得ることができる。ODS 鋼を対象とした各強化因子の加算則として、例えば以下が提案されている[3-39]。

$$\sigma_y = \sigma_g + \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_d^2} \quad (20)$$

ここで、 σ_g 、 σ_p および σ_d はそれぞれ微細粒強化量、分散強化量、転位強化量であり、微細組織因子を用いて次式により強化量を算出することができる。

$$\sigma_g = \alpha_g \cdot M \cdot G \cdot \sqrt{\frac{b}{d_g}} \quad (21)$$

$$\sigma_d = \alpha_d \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_d} \quad (22)$$

$$\sigma_p = M \cdot A_X \frac{Gb}{2\pi\lambda} \left[\ln\left(\frac{\bar{D}}{r_0}\right) + B_0 \right] \quad (X = \text{Orowan or Strohovitz}) \quad (23)$$

ここで、 G は剛性率、 λ は粒子表面間距離、 b はバーガースベクトル、 r_0 は転位芯の cut-off 半径である。また、 \bar{D} は平均粒子表面間距離 $\bar{\lambda}$ と平均粒子直径 \bar{d}_s の調和平均で、次式で与えられる。

$$\frac{1}{\bar{D}} = \frac{1}{\bar{\lambda}} + \frac{1}{\bar{d}_s} \quad (24)$$

また、高温では熱活性化プロセスの影響を考慮する必要がある。3.2.1 で議論した通り、9Cr-ODS 鋼は 400°C以上の温度で特に熱活性化プロセス（クリープ）の影響を大きく受ける。これは、ODS 鋼特有の微細粒組織によるものである。このため、9Cr-ODS 鋼被覆管では、異なる温度の引張強度およびクリープ強度を LMP で統一的に整理可能である。よって、本相関式の策定においては、400°C以上の高温では、引張変形およびクリープ変形の両方が熱活性化プロセスの影響を受けると考え、両者を区別せず扱うことを試みた。

金属材料の強度は、その酸化物分散組織等の微細組織因子（強化因子）に依存するが、材料のクリープ強度（破断寿命）と微細組織の関係を直接的に結びつけるモデルはない。本検討では、微細組織と定常クリープひずみ速度を繋げる機構論的なクリープ構成方程式[3-9, 3-10]、および定常クリープひずみ速度と破断寿命を繋げる Monkman-Grant 則[3-11]を組み合わせることで、微細組織からクリープ破断寿命を評価する相関式を導出することとした。この検討においては、LMP-Life fraction 法による検討と同様に、クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験におけるひずみ速度を同様に扱った。また、クリープ試験時間と引張試験時間を同様に扱った。これにより、クリープ試験データと引張試験データを区別せず取り扱うことを試みた。

定常クリープ歪み速度は、式(7)に示すクリープ構成方程式で表される[3-9, 3-10]。この構成方程式は、Weertman らにより策定された転位クリープモデル、拡散クリープモデルを組み合わせたモデル式である[3-9, 3-10]。本研究では、上述の 9Cr-ODS 鋼の強化機構に関する研究成果も踏まえ、この構成方程式における応力をナノ粒子分散状態に依存するパラメータ $\Delta\sigma_p'$ で補正することで、次式の通り、ナノ粒子分散状態の異なる ODS 鋼の定常クリープ歪み速度を統一的に表すことを試みた。

$$\dot{\epsilon}_s \propto \frac{G}{T} \cdot D \cdot (d_g)^p \left((\sigma - \Delta\sigma_p') / G \right)^n \quad (25)$$

また、定常クリープ歪み速度と破断寿命には、式(8)の通り、しばしば逆比例の関係性が認められる（Monkman-Grant 則[3-11]）。これは、材料のクリープ損傷がクリープ変形依存、即ち、クリープ変形の粒界 3 重点等への集中、クループボイドの発生、連結といったプロセスに支配されることを意味している、9Cr-ODS 鋼にも同様なメカニズムが働く場合、Monkman-Grant 則が適用できる。ODS 鋼で式(8)、式(25)が成立する場合、ODS 鋼のナノスケール組織とクリープ破断寿命を結びつけることができる。この場合、ナノ組織が変化した場合の 9Cr-ODS 鋼のクリープ強度式（照射材のクリープ強度式）は、9Cr-ODS 鋼のクリープ強度の基準式に対

して、負荷応力からナノ粒子分散状態に依存する係数 $\Delta \sigma_p'$ で差し引くことで得ることができる。9Cr-ODS 鋼のクリープ強度の基準式を式(9)とする場合、次式が成り立つ。

$$(T+273.15)(\log_{10}t_r+19.647) = 44,475 - 10,443 \log_{10}(\sigma_e - \Delta \sigma_p') \quad (26)$$

以上の考え方の成立性を確認するため、以下では、室温で式(20)、高温で式(8)、式(25)の関係性が9Cr-ODS 鋼で成立するか検証する。

・室温強度とナノスケール組織の関係

図 3.4-10 は、9Cr-ODS 鋼を超高温加熱することでナノスケール組織を系統的に変化させた9Cr-ODS 鋼被覆管(表 3.4-3[3-18])のリング引張強度とナノスケール組織を含む微細組織データに基づき計算した降伏応力を比較した図である。この9Cr-ODS 鋼被覆管は、9Cr-ODS 鋼受け入れまま材と同じ母相状態とするため、9Cr-ODS 鋼標準の最終熱処理(焼きならし・焼き戻し: 1050°C×1 h, 不活性ガス冷却 ⇒ 800°C×1 h, 不活性ガス冷却)で仕上げたものである。図の横軸には、分散粒子間隔の逆数に相当するパラメータ $l^{-1}(\sqrt{N \times d \times 10^9})$ をとっている。ここで、降伏応力は、式(20)～(22)を用いて計算した。計算に用いたパラメータを表 3.4-2 に示す。ここで、結晶粒径は、過去の9Cr-ODS 鋼(焼き戻しマルテンサイト母相)のEBSP 解析結果[3-40]に基づき、1 μm とした。転位密度は、TEM 観察結果に基づき $\rho_d = 2.3 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ [3-41] とした。分散粒子の平均径および数密度は、本事業で過年度に北海道大学で取得した SAXS データ(表 3.4-3) [3-18] を用いた。図 3.4-10 に示す通り、室温における9Cr-ODS 鋼の降伏応力の計算結果は、実測値とよく一致した。強度計算においては、 α_g 、 α_d 等の係数値については複数の報告があり、一定の不確実性があることを考慮すると、実測値と計算値の整合性は高いと評価できる。即ち、室温においては、分散強化理論通りの強化量が9Cr-ODS 鋼で得られている。

・高温引張強度とナノスケール組織の関係

図 3.4-11 は、700°C および 1000°C における引張強度の実測値と計算値を比較したものである。ここで、700°C の引張データ実測値としては、9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材(表 3.4-4) [3-42] のデータもプロットした。これより、高温では式(20)～式(24)に示す強化モデル式による計算値と実測値に大きな乖離が生じることがわかった。これは、3.2.3 に示す9Cr-ODS 鋼の高温環境での変形メカニズムを考慮すると、式(20)～式(24)では考慮されていないローカルクラッキング、粒界での転位回復等の熱活性化プロセス(高温クリープ)によるものと考えることができる。この結果は、図 3.4-9 で示した引張強度とクリープ強度を区別せず扱う考え方の妥当性を示唆するものである。

・高温クリープ強度とナノスケール組織の関係

図 3.4-12 に超高温加熱でナノ組織を変化させた9Cr-ODS 鋼被覆管(MP23)(表 3.4-3[3-18])の700°C、800°C および 1000°C でのクリープ試験結果を示す。これより、いずれの試験温度で

も、予め超高温加熱を行った 9Cr-ODS 鋼被覆管は、超高温加熱していないものに比べてクリープ強度が低下する傾向が確認できる。ここで、図 3.4-1 に示す通り、クリープ試験中にはナノスケール組織の変化は生じないことから、このクリープ強度の差は試験前におけるナノスケール組織の状態の差によるものである。1300°Cおよび 1350°Cで加熱した試験片については、分散強化していない高強度フェライト-マルテンサイト鋼(PNC-FMS)と同等レベルにまでクリープ強度が低下している。図 3.4-13 に超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管(MP23)の定常クリープひずみ速度の破断時間依存性を示す。超高温加熱でナノスケール組織を劣化させた場合でも、9Cr-ODS 鋼被覆管受入れまま材と同様に、クリープ破断時間が定常クリープひずみ速度に反比例する Monkman-Grant 則が成立する。これら定常クリープひずみ速度データを分散粒子間隔の逆数 l^{-1} で整理した結果を図 3.4-14 に示す。ここで、横軸は、SAXS データを用いて算出した値である。これより、クリープ強度の明確なナノ組織依存性が確認できる。一方、分散強化していない PNC-FMS と同等の強度レベルになっている 1300°Cおよび 1350°Cで加熱した試験片(図 3.4-12)については、他データと異なる傾向にある。母相の結晶粒径は、クリープ強度に影響を及ぼす重要な組織因子であり、1300°Cおよび 1350°Cでの加熱材が他データと傾向が異なるのは、結晶粒径の違い[3-18]によるものと考えられる。

以上の結果から、9Cr-ODS 鋼の引張およびクリープ強度は、大きく母相組織が変化しない範囲では、その内部のナノスケール酸化物粒子の分散状態および熱活性化プロセスに支配されている。

・ナノスケール組織に依存する応力補正パラメータの導出[3-42]

以上の結果は、相関式策定の考え方(図 3.4-9)において引張強度とクリープ強度ともに熱活性化プロセスが支配的であり両者を区別せず取り扱うという考え方、および負荷応力をナノスケール組織に依存するパラメータで差し引くことで補正するという考え方の両方と整合する。以下では、ナノスケール組織が異なる 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材のクリープ強度データを用いて、この応力補正パラメータを導出する。ここで、9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材のデータを用いた理由は、ナノスケール組織の分散状態が大きく異なる 9Cr-ODS 鋼について、系統的なクリープ強度データが取得されているため、このデータを解析することで信頼性の高いモデル式の導出ができると考えたためである。図 3.4-15 に 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の応力依存性を示す。この定常クリープひずみ速度は、Bailey-Norton 則に基づきクリープ破断ひずみから算出した値である[3-42, 3-43]。ここで、各試料の SAXS 解析結果から求めた l^{-1} (分散粒子間隔の逆数)も示している。この図より、分散粒子間隔が狭くなるに従ってクリープひずみ速度が低下する明確な傾向が認められる。9Cr-ODS 鋼の標準的な仕様である ST-1 を基準として、他データと合うよう応力の補正值 ($\Delta \sigma_p'$) を最小二乗法で求めた結果を図 3.4-16 に示す。これより、 l^{-1} (分散粒子間隔の逆数)の増加、即ち分散粒子間隔の低下に伴って、パラメータ $\Delta \sigma_p'$ は増加する明確な関係性が認められる。パラメータ $\Delta \sigma_p'$ の l^{-1} (分散粒子間隔の逆数)依存性は以下の通り、 l^{-1} が 3.22×10^7 を境として、2つの領域から成る。

$$\Delta\sigma_p' = \begin{cases} 7.363 \times 10^{-6} \times \text{ls}^{-1} - 238.6 (\sqrt{N \times d} > 3.22 \times 10^7) \\ 2.722 \times 10^{-6} \times \text{ls}^{-1} - 89.32 (\sqrt{N \times d} \leq 3.22 \times 10^7) \end{cases} \quad (27)$$

酸化物粒子がより高密度に分散している領域-IIでは、パラメータ $\Delta\sigma_p'$ の l^{-1} 依存性の傾きは約 7.4×10^{-6} であり、図3.4-11に示す引張強度に及ぼす l^{-1} 依存性の傾きの計算値(9.4×10^{-6})と同等である。これより、ナノ粒子が高密度に分散している高 l^{-1} 側(領域II)では、分散強化モデルから予測される分散強化機構が機能しており、熱活性化プロセスの寄与が相対的に小さいものと考えられる。一方、ナノ粒子が粗分散化し、その粒子間距離が広がる低 l^{-1} 側(領域-I)では、傾きが低下する。これは、熱活性化によるLocal climbing機構の寄与がより大きくなることで、分散強化の効果が理論値よりも低下しているものと考えられる。

・導出した応力補正パラメータ($\Delta\sigma_p'$)の妥当性検証(クリープ強度への適用性)

超高温加熱により、ナノ組織を変化させた9Cr-ODS鋼被覆管のリングクリープ試験データを用いて、上記で導出した $\Delta\sigma_p'$ の妥当性検証を実施する。試験に供した9Cr-ODS鋼被覆管のナノ組織解析結果は表3.4-3[3-18]に示す通りである。図3.4-17にナノスケール組織の異なる9Cr-ODS鋼被覆管(MP23)超高温加熱材および9Cr-ODS鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の応力依存性を示す。このように横軸を単純に試験応力とした場合、ナノスケール組織の異なる9Cr-ODS鋼の定常クリープひずみ速度を単一傾向で表すことはできない。一方、図3.4-18に示す通り、横軸の負荷応力を $\Delta\sigma_p'$ で差し引くことにより、試験温度毎に単一傾向のデータとして整理することができる。ここで、9Cr-ODS鋼超高温加熱材のうち、1300°Cまたは1350°Cの加熱で母相組織の粗大化した9Cr-ODS鋼については、他データと傾向が異なる。

一方、3.2.1での議論から、9Cr-ODS鋼の定常クリープ変形速度の構成方程式への適用性が高いことがわかっている。そこで、ナノスケール組織の異なる9Cr-ODS鋼の700~1000°Cのクリープデータの構成方程式への適用性を確認した結果が図3.4-19である。ここで、9Cr-ODS鋼の剛性率G、自己拡散係数Dとしては、図3.2-21に示した値を用いている。図3.4-19に示す通り、負荷応力から $\Delta\sigma_p'$ を差し引くとともに、構成方程式に基づき、定常クリープ歪み速度、「負荷応力- $\Delta\sigma_p'$ 」を補正することで、定常クリープ速度を母相構造(α 、 γ)毎の単一ラインとして表すことができた。図3.4-19と図3.4-13は、9Cr-ODS鋼で式(8)と式(26)が成立し、定常クリープ変形速度とナノスケール組織が図3.4-9に示す考え方で相関性を有することを示している。

・ナノスケール組織の異なる9Cr-ODS鋼のクリープ、引張強度の統一評価手法

次にクリープ強度と引張強度を統一的に評価する手法について検討する。ここでは、3.2.1での議論に基づき、①クリープ強度(α 母相、 γ 母相)と α 母相の引張強度、② γ 母相での引張強度に分けて、データ解析を行う。

図 3.4-20 (a)は、ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管の高温クリープデータに加えて、高温引張データを LMP で整理した結果である。この図に含まれるのは、9Cr-ODS 鋼の母相が α 相 (700°C、800°C) および γ 相 (1000°C) の場合のクリープ強度データと 9Cr-ODS 鋼母相が α 相 (700°C) の場合の引張強度のデータである (γ 母相での引張データは対象外)。実線は、9Cr-ODS 鋼受け入れ材の LMP-Life fraction 解析で求めたノミナル式(式(9))であり、点線はノミナル式に対して時間係数 10 の線である。この図より、超高温加熱によりナノ組織が劣化した 9Cr-ODS 鋼のクリープ強度、引張強度ともに、受け入れまま材のノミナル式よりも低い傾向にあり、一部のデータは時間係数 10 のラインよりも低くなっていることがわかる。図 3.4-20(b)は、縦軸を「試験応力- $\Delta\sigma_p'$ 」とした図であり、この応力補正により、母相が α 相の範囲では、母相結晶粒が粗大化した 1300°C および 1350°C 加熱材を除いて、ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼のクリープ、引張データのすべてが受け入れまま材のノミナル式に対して時間係数 10 の範囲に入る。一方、母相が γ 母相となる 1000°C (母相： γ 相) のクリープ試験では、1250°C で 5 時間加熱した 9Cr-ODS 鋼に結晶粒径の著しい粗大化はなかったものの [3-18]、1000°C、時間係数 10 の中に入らなかった。 $\Delta\sigma_p'$ は、700°C の 9Cr-ODS 鋼 (α 母相) のデータを用いて導出したものである。よって、この結果は、 $\Delta\sigma_p'$ は母相毎に定める必要があること、即ち母相が γ 相となる 1000°C では γ 母相用の $\Delta\sigma_p'$ を導出する必要があることを示唆している。

図 3.4-21 (a)に γ 母相での引張強度を LMP で整理した結果を示す。図 3.4-20 と同様に超高温加熱によるナノスケール組織が劣化した 9Cr-ODS 鋼のクリープ強度、引張強度ともに、受け入れまま材のノミナル式よりも低い傾向にあり、一部のデータは時間係数 10 のラインよりも低くなっている。一方、図 3.4-21 (b)の通り、縦軸を「試験応力- $\Delta\sigma_p'$ 」とすることで、ナノ組織の劣化した 9Cr-ODS 鋼の引張強度は、1300°C および 1350°C 加熱材を除いて受け入れまま材のノミナル式に対して時間係数 10 の範囲に入った。

以上より、今回の検討では、母相が α 相の範囲 (<Ac1 (869°C)) であれば、式(26)と式(27)に SAXS 等による定量的なナノ組織解析結果を代入することで、ナノスケール組織変化後の高温強度を評価することができる。Ac1 点以上で母相が γ 相を含む場合、現状の応力補正パラメータ ($\Delta\sigma_p'$) では、信頼性が劣るため、 γ 母相専用の $\Delta\sigma_p'$ の導出が必要である。

・ナノスケール組織、ビッカース硬さ、引張強度、クリープ強度をつなぐ関連式

ナノスケール組織とビッカース硬さの相関については、図 3.4-4 に示す関係式で表すことができる。ビッカース硬さは、降伏応力の約 1/3 となることから [3-44]、式(20)で算出した降伏応力値を 1/3 することでも算出可能である。

ナノスケール組織とクリープ強度、およびナノスケール組織と引張強さ (UTS) の相関については、母相が α 相の範囲 (<Ac1 (869°C)) であれば、式(26)と式(27)を用いることで評価可能である。UTS 評価の際の試験時間としては標準的な試験時間である 0.03 h (2 min) を用いることができる。

3.5 研究推進

各機関および各研究項目間が連携し効果的に研究を進めるため、Web 会議 5 回と対面会合 1 回を開催し、令和 4 年度の研究進捗と成果とりまとめについて議論を進めた（第 1 回(Web 会合)：令和 4 年 6 月 14 日、第 2 回(Web 会合)：令和 4 年 9 月 13 日、第 3 回(Web 会合)：令和 4 年 9 月 22 日、第 4 回(Web 会合)：令和 4 年 10 月 27 日、第 5 回(Web 会合)：令和 4 年 12 月 22 日、第 6 回(対面会合)：令和 5 年 3 月 22 日）。

参考文献

- (3- 1) S.Ukai, T.Kaito, S.Ohtsuka, T.Narita, M.Fujiwara and T.Kobayashi, Production and properties of nano-scale oxide dispersion strengthened (ODS) 9Cr martensitic steel claddings, *ISIJ Int.* 43(12) (2003) 2038-2045.
- (3- 2) S.Ohtsuka, S.Ukai, M.Fujiwara, Nano-mesoscopic structural control in 9Cr-ODS ferritic/martensitic steels, *J. Nucl. Mater.* 351 (2006) 241-246.
- (3- 3) S.Ohtsuka, T.Kaito, S.Kim, M.Inoue, T.Asayama, M.Ohnuma, J.Suzuki, Effect of Nano-Size Oxide Particle Dispersion and delta-Ferrite Proportion on Creep Strength of 9Cr-ODS Steel, *Mater. Trans.* 50(7) (2009) 1778-1784.
- (3- 4) U.Stigh, Continuum Damage Mechanics and the Life-Fraction Rule, *J. Appl. Mech.* 73(4) (2006) 702-704.
- (3- 5) Y.Yano, T.Tanno, H.Oka, S.Ohtsuka, T.Inoue, S.Kato, T.Furukawa, T.Uwaba, T.Kaito, S.Ukai, N.Oono, A.Kimura, S.Hayashi, T.Torimaru, Ultra-high temperature tensile properties of ODS steel claddings under severe accident conditions, *J.Nucl.Mater.* 487 (2017) 229-237.
- (3- 6) Y.Yano, Y.Sekio, T.Tanno, S.Kato, H.Oka, S.Ohtsuka, T.Furukawa, T.Uwaba, T.Kaito and S.Ukai, Ultra-high temperature creep rupture and transient burst strength of ODS steel claddings, *J.Nucl.Mater.* 516 (2019) 347-353.
- (3- 7) S. Yamamoto, Y. Nishiyama, Y. Fukumura, Heat-Resistant Austenitic Stainless Steel, Nippon steel & Sumitomo metal technical report No.106 July 2014.
- (3- 8) S. Ukai, S. Mizuta, T. Kaito, H. Okada, In-reactor creep rupture properties of 20% CW modified 316 stainless steel, *J. Nucl. Mater.* 278 (2000) 320-327.
- (3- 9) J.Weertman, Dislocation climb theory of steady-state creep, *Trans.ASME* 61 (1968) 681-694.
- (3- 10) 中島英治、「2. 変形機構領域図」、高温強度の材料科学(訂正1版)、内田老鶴圃、(2002) p.15-24.
- (3- 11) G.Sundarajan, The Monkman-Grant Relationship, *Mater.Sci.Eng.* A112 (1989) 205-214.
- (3- 12) D.C.Dunand, B.Q.Han, and A.M.Jansen, Monkman-Grant analysis of creep fracture in dispersion strengthened and particulate-reinforced Aluminum, *Metall.Mater.Trans.A* 30A (1999) 829-838.
- (3- 13) T.Yoshitake, T.Ohmori, S.Miyakawa, Burst properties of irradiated oxide dispersion strengthened ferritic steel claddings, *J.Nucl.Mater.* 307-311 (2002) 788-792.
- (3- 14) J.L. Straalsund, R.L. Fish, and G.D. Johnson, Correlation of transient-test data with conventional mechanical properties data, *Nucl. Technol.* Vol.25 (1975) 531.

- (3- 15) F.R.Larson, J.Miller, A Time-Temperature Relationship for rupture and creep stresses, Transactions of American Society of Mechanical Engineers, Trans.ASME 74(7) (1952) 765-775.
- (3- 16) 光原、栗野、矢野、大塚、外山、大沼、中島、「9Cr または 12Cr 系酸化物分散強化鋼の高温力学特性と微細組織」、鉄と鋼 109(3) (2023) 189-200.
<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2022-080>
- (3- 17) Y. Yano, T. Tanno, H. Oka, S. Ohtsuka, T. Inoue, S. Kato, T. Furukawa, T. Uwaba, T. Kaito, S. Ukai, N. Oono, A. Kimura, S. Hayashi, T. Torimaru, Ultra-high temperature tensile properties of ODS steel claddings under severe accident conditions, J.Nucl.Mater. 487 (2017) 229-237.
- (3- 18) 令和3年度文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業原子力システム研究開発事業、「次世代原子力システム用事故耐性被覆管の照射特性評価技術の開発」成果報告書 (令和4年3月) .
- (3- 19) 宮澤、丹野、今川、橋立、矢野、大塚、皆藤、光原、中島、大沼、外山、「9Cr-ODS 鋼高温強度特性へのLMP-Life fraction法の適用性評価」、日本金属学会 2022年秋期 (第171回)講演大会.
- (3- 20) J.H. Schneibel, M. Heilmaier, W. Blum, G. Hasemann, T. Shanmugasundaram, Acta Mater. 59 (2011) 1300-1308.
- (3- 21) K. Hatakeyama and S. Ukai, JAEA-TN9400 2001-108 「ODS フェライト鋼の設計評価用物性式の策定 (研究報告) 」 (2001年12月) .
- (3- 22) P. Ludwik: Elemente der Technologischen Mechanik, Julius Springer, Berlin (1909) p. 32 (in German).
- (3- 23) 中島英治、「4. 固溶体の高温変形」、高温強度の材料科学(訂正1版)、内田老鶴圃、(2002) p. 43-70.
- (3- 24) 矢野、大塚、山下、小川、関根、遠藤、山県、関尾、丹野、上羽、皆藤、赤坂、吉武、JAEA-Research-2013-030 「CMIR-6 で照射したODS 鋼被覆管の照射挙動評価」 (2013年11月) .
- (3- 25) Y. Yano, R. Ogawa, S. Yamashita, S. Ohtsuka, T. Kaito, N. Akasaka, M. Inoue, T. Yoshitake, K. Tanaka, Effects of neutron irradiation on tensile properties of oxide dispersion strengthened (DS) steel claddings, J. Nul. Mater. 419 (2011) 305 - 309.
- (3- 26) S. Yamashita, Y. Yano, S. Ohtsuka, T. Yoshitake, T. Kaito, S. Koyama, K. Tanaka, Irradiation behavior evaluation of oxide dispersion strengthened ferritic steel cladding tubes irradiated in JOYO, J. Nucl. Mater. 442 (2013) 417-424.
- (3- 27) H. Oka, T. Tanno, Y. Yano, S. Ohtsuka, T. Kaito, Y. Tachi, Microstructural stability of ODS steel after very long-term creep test, J. Nucl. Mater. 547 (2021) 152833.

- (3- 28) B. Sundaman: 'Thermo-calc user' s guide', Division of Computational Thermodynamics, Department of Materials Science and Engineering, Royal Institute of Technology, S-10044, Stockholm, Sweden, 1993.
- (3- 29) 横川、「熱力学データベース MALT 2 について」、熱物性、7(1) (1993)63-65.
- (3- 30) D. J. Bacon, U. F. Kocks, and R. O. Scattergood, The effect of dislocation self-interaction on the Orowan stress, *Phil. Mag.* 28(6) (1973) 1241-1263.
- (3- 31) D. J. Srolovitz, M. J. Luton, R. Petkovic-Luton, D. M. Barnett and W. D. Nix, Diffusionally modified dislocation-particle elastic interactions, *Acta Metall.* 32 (7) (1984) 1079-1088.
- (3- 32) G. R. Odette, Recent Progress in Developing and Qualifying Nanostructured Ferritic Alloys for Advanced Fission and Fusion Applications, *JOM* 66(12) (2014) 2427-2441.
- (3- 33) F. A. Garner, B. M. Oliver, L. R. Greenwood, The dependence of helium generation rate on nickel content of Fe-Cr-Ni alloys irradiated to high dpa levels in EBR-II, *J. Nucl. Mater.* 258-263(1998)1740-1744.
- (3- 34) P. Dubuisson et al., Behavior of an oxide dispersion strengthened ferritic steel irradiated in Phenix, *ASTM STP* 1325 (1999) 882-898.
- (3- 35) P. Dubuisson et al., ODS Ferritic/martensitic alloys for Sodium Fast Reactor fuel pin cladding, *J. Nucl. Mater.* 428 (2012) 6-12.
- (3- 36) T. R. Allen et al., Radiation response of a 9 chromium oxide dispersion strengthened steel to heavy ion irradiation, *J. Nucl. Mater.* 375 (2008) 26-37.
- (3- 37) I. Monnet, P. Dubuisson, Y. Serruys, M. O. Ruault, O. Kaitasov, B. Jouffrey, Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels, *J. Nucl. Mater.* 335(2004)311-321.
- (3- 38) 外山、柴原、D. Yufeng、井上、永井、矢野、大塚、光原、中島、大沼、「常陽で重照射された ODS 鋼中の酸化物粒子の 3D-AP 観察」、日本金属学会 2022 年秋期(第 171 回)講演大会.
- (3- 39) A. Chauhan, F. Bergner, A. Etienne, J. Aktaa, Y. deCarlan, C. Heintze, D. Litvinov, M. Hernandez-Mayoral, E. Onorbe, B. Radiguet, A. Ulbricht, Microstructure characterization and strengthening mechanisms of oxide dispersion strengthened (ODS) Fe-9%Cr and Fe-14%Cr extruded bars, *J. Nucl. Mater.* 495 (2017) 6-19.
- (3- 40) S. Ohtsuka, Y. Yano, T. Tanno, T. Kaito and K. Tanaka, Microstructure Characterization of Oxide Dispersion Strengthened Steels Containing Metallic Chromium Inclusions after High-Temperature Thermal Aging, *Mater. Trans.* 54(10) (2013) 2018-2026. doi:10.2320/matertrans.M2013217.
- (3- 41) S. Yamashita, Y. Yano, S. Ohtsuka, T. Yoshitake, T. Kaito, S. Koyama, K. Tanaka, Irradiation behavior evaluation of oxide dispersion strengthened

ferritic steel cladding tubes irradiated in JOYO, J.Nucl.Mater. 442 (2013) 417-424.

- (3- 42) S.Ohtsuka, Y.Shizukawa, T.Tanno, Y.Imagawa, R.Hashidate, Y.Yano, T.Onizawa, T.Kaito, M.Ohnuma, M.Mitsuhara and H.Nakashima, High-temperature creep properties of 9Cr-ODS tempered martensitic steel and quantitative correlation with its nanometer-scale structure, J.Nucl. Sci Technol.60(3) (2023) 288-298. <https://doi.org/10.1080/00223131.2022.2096147>.
- (3- 43) 令和2年度文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業原子力システム研究開発事業、「次世代原子力システム用事故耐性被覆管の照射特性評価技術の開発」成果報告書（令和3年3月）。
- (3- 44) E. J. Pavlina and C. J. Van Tyne, Correlation of Yield Strength and Tensile Strength with Hardness for Steels, J. Mater. Eng. Perform.17(2008)888-893. DOI: 10.1007/s11665-008-9225-5.

表 3.1-1 本事業で評価対象とする材料仕様一覧

材料	ID	製造方法	化学分析値 (wt%)																	計算値 (wt%)	
			C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Cr	W	Ti	Y	O	N	Al	Mo	Fe	Ar	Y ₂ O ₃ ^{a)}	Ex.O ^{b)}
9Cr-ODS	MP23	完全ブレアロイ	0.13	0.08	0.05	<0.002	0.001	<0.20	—	9.16	1.94	0.21	0.28	0.151	0.010	—	—	Bal.	0.004	0.36	0.075
9Cr-ODS	MP24	完全ブレアロイ	0.11	0.08	0.05	<0.002	0.003	<0.20	—	9.10	1.89	0.20	0.28	0.14	0.009	—	—	Bal.	0.005	0.36	0.059
9Cr-ODS	M11	部分ブレアロイ	0.13	0.05	0.044	0.002	0.002	0.021	—	9.00	1.95	0.20	0.29	0.14	0.013	—	—	Bal.	0.0025	0.37	0.062
9Cr-ODS	Mm14	プレミックス	0.13	0.01	<0.01	<0.005	0.003	<0.01	—	8.83	1.97	0.20	0.28	0.17	0.012	—	—	Bal.	0.0053	0.36	0.094
11Cr-ODS	15P	完全ブレアロイ	0.14	0.04	0.05	<0.005	0.003	0.40	—	10.82	1.28	0.22	0.27	0.13	0.006	—	—	Bal.	0.004	0.34	0.057
12Cr-ODS	F14	部分ブレアロイ	0.044	0.052	0.09	0.005	0.004	0.08	—	11.39	1.87	0.26	0.18	0.10	0.010	—	—	Bal.	0.0045	0.23	0.051
14Cr-ODS	MA957	—	0.017	0.044	0.038	<0.003	0.0049	0.13	0.031	13.9	—	1.0	0.2	0.18	0.053	0.049	0.31	—	—	0.25	0.126

a) Y分析値より、Yが全てY₂O₃の形態で存在する場合の含有量を算出

b) 過剰酸素量: Ex.O = [Total O] - [O in Y₂O₃]

[最終熱処理条件]
・9Cr-, 11Cr-ODS : 焼きならし・焼き戻し熱処理 (1050 °C×1 h => 800 °C×1 h)
・12Cr-ODS : 再結晶熱処理熱処理 (1150 °C×1 h)

表 3.2-1 不活性(Ar ガス)雰囲気で行った 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果

材料	鋼種	試験 雰囲気	試験 温度[°C]	0.2%耐力 [MPa]	引張強さ [MPa]	一様伸び [%]	全伸び [%]
9Cr-ODS 鋼	MP23	不活性	1200	17.6	26.9	4.52	7.23
			1000	-	71.1	0.21	0.65
			1000	-	98.5	0.25	0.67
12Cr-ODS 鋼	F14	不活性	1100	-	48.1	0.13	0.25
			1100	-	41.6	0.20	0.45
			1200	-	37.5	0.14	0.30
			1200	-	32.6	0.18	0.35

表 3.2-2 令和 4 年度に実施した 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管非照射材の高温周方向クリープ試験条件

鋼種	試験温度 (°C)	負荷応力 (相当応力、MPa)	
		内圧	リング
9Cr-ODS (完全プレアロイ, MP23)	700	-	220, 200
	750	-	200, 165, 125
	800	82 (過年度より継続の 試験)	150, 135, 100
	850	-	125, 105
	975	-	53, 50, 48
11Cr-ODS (完全プレアロイ, 15P)	800	69 (過年度より継続の 試験)	-

表 3.2-3 模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管のリングクリーブ試験条件

素材	熱処理履歴	試験温度 [°C]	応力 [MPa]	予想破断時間 [h]
9Cr-ODS 鋼 (MP23)	1200°C×1 h	800	105	100
	1200°C×5 h	800	105	100
	1250°C×1 h	800	105	100
	1250°C×5 h	800	105	100
	1300°C×1 h	800	105	100
	1300°C×5 h	800	105	100
	1350°C×5 h	800	105	100
	1200°C×1 h	1000	41	100
	1200°C×5 h	1000	41	100
	1250°C×1 h	1000	41	100
	1250°C×5 h	1000	41	100
	1300°C×1 h	1000	34	550
	1300°C×5 h	1000	34	550
	1350°C×5 h	1000	34	550

表 3.2-4 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の内圧クリーブ試験結果

素材	試験片番号	試験温度 [°C]	応力 [MPa]	破断時間 [h]	ふくれ率 [%]	破断位置※1	破損形態
9Cr-ODS 鋼 (MP23)	MP23-36	800	95	8406.0	0.7586	D' ⑥-⑦間	Fissure
11Cr-ODS 鋼 (15P)	15P-30	800	80	6018.2	0.814	A①-②間	Fissure

※1：破断位置の定義

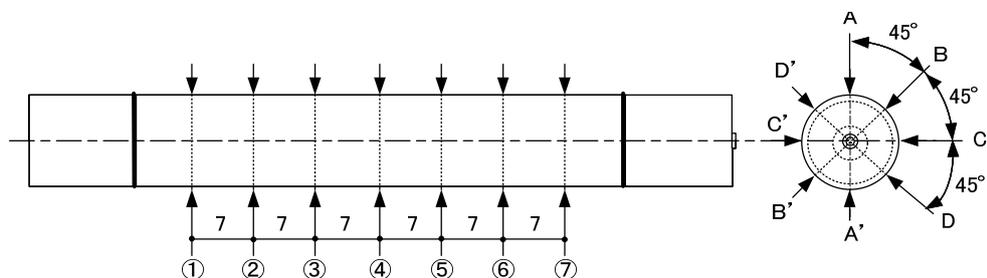


表 3.2-5 9Cr-ODS 鋼被覆管のリングクリープ試験結果

素材	試験片 番号	試験 温度[°C]	応力 [MPa]	破断時間 [h]	定常 クリープ 速度[%/h]	破断位置 ^{※2}
9Cr-ODS 鋼 (MP23)	P46	700	220	4.1	1.178E-01	A(片側)
	P45	700	200	3.0	2.593E-01	A(片側)
	P54	750	200	2.1	3.544E-01	A(片側)
	P55	750	165	27.0	4.501E-02	A(両側)
	P56	750	125	87.4	1.163E-02	A(両側)
	P57	800	150	3.2	1.615E-01	A(両側)
	125	800	135	15.7	4.862E-02	A(片側)
	P58	800	100	95.8	2.323E-02	A(両側)
	P59	850	125	6.4	1.235E-01	A(片側)
	121	850	105	24.3	3.509E-02	A(片側)
	P47	975	53	50.4	4.806E-02	A(両側)
	P48	975	50	60.8	4.731E-02	A(両側)
	P49	975	48	724.9	1.182E-02	A(両側)

※2：破断位置の定義



表 3.2-6 模擬的に組織状態を劣化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管のリングクリープ試験結果

素材	熱処理履歴	試験片 番号	試験 温度 [°C]	応力 [MPa]	破断 時間 [h]	定常 クリープ 速度 [%/h]	破断位置 ^{※2}
9Cr-ODS 鋼 (MP23)	1200°C × 1 h	03A	800	105	125.6	1.392E-02	A (両側)
	1200°C × 5 h	03B	800	105	114.9	1.182E-02	A (両側)
	1250°C × 1 h	02C	800	105	105.0	1.274E-02	A (両側)
	1250°C × 5 h	02D	800	105	21.0	2.818E-02	A (両側)
	1300°C × 1 h	02E	800	105	18.0	3.782E-02	A (両側)
	1300°C × 5 h	88	800	105	0.8	1.452E+00	A (片側)
	1350°C × 5 h	156	800	105	1.0	9.441E-01	A (両側)
	1200°C × 1 h	04A	1000	41	6.9	1.851E-01	A (両側)
	1200°C × 5 h	04B	1000	41	31.0	7.836E-02	A (両側)
	1250°C × 1 h	04C	1000	41	5.6	3.306E-01	A (両側)
	1250°C × 5 h	03D	1000	41	0.01	-	A (両側)
		05D	1000	41	0.13	1.126E+01	A (両側)
	1300°C × 1 h	03E	1000	34	0.5	2.221E+00	A (両側)
	1300°C × 5 h	89	1000	34	17.6	2.871E-01	A (両側)
		90	1000	34	0.1	1.462E+01	A (両側)
	1350°C × 5 h	157	1000	34	0.9	4.121E+00	A (両側)

※2：破断位置の定義



表 3.2-7 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の急速加熱バースト試験結果

鋼種	試験片番号	周応力 (MPa)	内圧 (kgf/cm ²)	試験温度 (°C/s)		外径 (mm)		破裂 予想 温度 (°C)	破裂	
				目標	実測	加圧後	破裂時		温度 (°C)	形状
MP23	MP23-1	200	251.2	0.05	0.05	6.907	7.115	831	813	Violent
	MP23-2	150	188.4	0.05	0.05	6.911	7.271	895	907	Violent
	MP23-3	100	125.6	0.05	0.05	6.911	7.230	984	1012	Fissure
	MP23-4	50	62.8	0.05	0.05	6.903	7.184	1136	1070	Fissure
MP24	MP24-1	200	251.2	0.02	0.02	6.914	7.131	811	803	Violent
	MP24-2	100	125.6	0.02	0.02	6.909	7.115	961	965	Fissure
	MP24-3	200	251.2	0.05	0.05	6.913	7.151	831	823	Violent
	MP24-4	150	188.4	0.05	0.05	6.912	7.157	895	896	Violent
	MP24-5	100	125.6	0.05	0.05	6.909	7.133	984	994	Fissure
	MP24-6	50	62.8	0.05	0.05	6.911	7.147	1136	1046	Fissure
15P	15-01	200	251.2	0.05	0.05	6.911	7.183	831	785	Violent
	15-02	150	188.4	0.05	0.05	6.909	7.262	895	870	Violent
	15-03	100	125.6	0.05	0.05	6.908	7.196	984	989	Fissure
	15-04	50	62.8	0.05	0.05	6.907	7.249	1136	1057	Fissure

表 3.2-8 定常クリープ歪み速度の応力指数とクリープ変形機構の関係

基本モデル	2次クリープ歪み速度 の応力指数 (n)	2次クリープ歪み速度 の粒径指数 (p)
格子拡散クリープ(+粒界すべり)、 粒界拡散クリープ	n=1	2~3
転位クリープ(すべり律速)	n=3	0
転位クリープ(回復律速)	n=4~5	0
粒子分散強化	n>10	-

表 3.2-9 LMP-Life fraction 式整備の工学的意義

	対象	従来の評価	新たな LMP-Life fraction 式の適用 で可能となる事項
(1)	通常運転時 (400～700℃) における破損寿命	<ul style="list-style-type: none"> 想定される温度・応力履歴に関して、クリープ強度式、CDF、引張特性に基づき評価。 	<ul style="list-style-type: none"> 同左 (但し、<u>850℃を超える温度での強度式の信頼性が向上</u>)。
(2)	異常な過渡変化時 (700～850℃)・事故時 (>850℃) の破損寿命		
(3)	燃料許容設計限界 (被覆管温度)	<ul style="list-style-type: none"> 想定される異常な過渡変件事象に対して、保守的な昇温速度での急速加熱バースト試験(照射材)を実施し、限界温度を評価。 	<ul style="list-style-type: none"> 事象に応じて、急速加熱バーストデータ、クリープ強度式を使い分ける必要がなくなる。 想定される温度・応力履歴に関して、LMP-Life fraction 式(照射による強度補正後)と CDF を用いて限界温度を評価可能となる。 想定条件に応じた昇温速度での急速加熱バースト試験データ取得(照射材)が難しい場合でも、<u>照射後クリープもしくは照射後引張試験データを取得し、LMP-Life fraction 式の照射による強度補正係数を算出可能</u>。

表 3.2-10 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入れままとクリープ試験材の転位密度

	製造ままと	700°C			
		94.4 MPa	108.3 MPa	112.6 MPa	155.9 MPa
転位密度 / m ⁻²	3.3 × 10 ¹³	9.9 × 10 ¹²	4.5 × 10 ¹³	5.5 × 10 ¹³	4.6 × 10 ¹³

表 3.2-11 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入れままとクリープ試験材の酸化物分散パラメータ

	製造ままと	F14							
		94.4 MPa	108.3 MPa	112.6 MPa	155.9 MPa	750°C		1000°C	
						64.1 MPa	69.3 MPa	4.6 MPa	
平均粒子径 / nm	6.4	6.8	7.8	6.6	6.1	6.2	6.4	5.1	
平均粒子表面間距離 / nm	75	125	160	142	91	117	134	108	
粒子数密度 / 個・m ⁻³	3.9 × 10 ²²	1.4 × 10 ²²	7.2 × 10 ²¹	1.1 × 10 ²²	2.7 × 10 ²²	1.8 × 10 ²²	1.3 × 10 ²²	2.5 × 10 ²²	
Orowan応力 / MPa	326	199	163	174	270	211	182	211	
Climbing応力 / MPa	130	80	65	70	108	84	73	84	

表 3.2-12 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材の酸化物分散パラメータ

F14	1000°C	1250°C	1350°C	1300°C	1350°C
	× 1 h			× 5 h	
平均粒子径 / nm	6.7	6.0	6.5	6.0	8.0
平均粒子表面間距離 / nm	117	92	111	85	94
粒子数密度 / 個・m ⁻³	1.6 × 10 ²²	2.7 × 10 ²²	1.8 × 10 ²²	3.2 × 10 ²²	1.9 × 10 ²²

表 3.3-1 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の超高温リング引張試験結果

材料	鋼種	照射条件	試験温度 (°C)	試験片 ID	G.L. (mm)	引張速度 (mm/min)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様伸び (%)	破断伸び (%)
12Cr-ODS	F14	650°C,31.5dpa	900	Q500f	2.0	0.1	135.7	146.9	0.7	3.8
			1000	Q501f	2.0	0.1	97.0	97.0	0.2	1.2
		受入まま材	900	F52	2.0	0.1	161.2	170.0	0.7	2.4
			1000	F53	2.0	0.1	117.0	117.0	0.2	1.4

表 3.3-2 熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果(試験温度：室温)

熱時効条件	材料	試験温度(°C)	試験片ID	G.L.(mm)	引張速度(mm/min)	0.2%耐力(MPa)	引張強さ(MPa)	一様伸び(%)	破断伸び(%)
400°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	155m	2.0	0.1	912.3	1150.4	4.0	16.1
		RT	156m	2.0	0.1	935.3	1129.5	3.9	14.2
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F135	2.0	0.1	830.6	990.0	3.4	11.7
		RT	F136	2.0	0.1	863.7	982.7	3.2	13.8
450°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	163m	2.0	0.1	981.0	1147.6	3.6	13.6
		RT	164m	2.0	0.1	936.3	1152.7	3.9	14.6
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F143	2.0	0.1	872.5	981.2	3.1	12.2
		RT	F144	2.0	0.1	811.2	978.4	3.4	12.2
500°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	171m	2.0	0.1	923.4	1137.7	3.7	14.4
		RT	172m	2.0	0.1	918.8	1137.9	3.6	13.8
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F151	2.0	0.1	820.7	955.9	3.3	12.3
		RT	F152	2.0	0.1	795.0	955.2	3.2	12.1
550°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	179m	2.0	0.1	900.9	1133.0	3.8	12.6
		RT	180m	2.0	0.1	929.9	1138.9	3.6	13.2
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F159	2.0	0.1	770.0	943.6	3.5	10.5
		RT	F160	2.0	0.1	820.9	950.3	3.2	10.4
600°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	187m	2.0	0.1	925.6	1132.8	3.5	14.0
		RT	188m	2.0	0.1	917.1	1132.3	3.5	13.2
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F167	2.0	0.1	791.1	947.9	3.5	6.4
		RT	F168	2.0	0.1	807.9	953.2	3.2	8.5
650°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	195m	2.0	0.1	974.8	1126.7	3.4	14.3
		RT	196m	2.0	0.1	968.4	1125.8	3.2	13.5
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F175	2.0	0.1	740.6	932.4	3.0	7.5
		RT	F176	2.0	0.1	783.4	944.4	3.3	7.8
700°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	203m	2.0	0.1	947.4	1109.6	3.3	16.4
		RT	204m	2.0	0.1	962.7	1107.8	3.1	17.6
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F183	2.0	0.1	769.7	947.6	3.5	10.8
		RT	F184	2.0	0.1	780.0	941.0	3.2	10.2
750°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	211m	2.0	0.1	903.0	1093.2	3.3	17.2
		RT	212m	2.0	0.1	937.4	1093.9	3.2	17.7
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F191	2.0	0.1	799.5	931.3	3.2	8.8
		RT	F192	2.0	0.1	769.7	936.4	3.3	9.4
800°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	219m	2.0	0.1	936.5	1072.9	3.2	18.6
		RT	220m	2.0	0.1	917.9	1086.7	3.2	17.5
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F199	2.0	0.1	827.8	980.4	3.1	5.8
		RT	F200	2.0	0.1	753.8	924.9	3.1	4.6
850°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	RT	227m	2.0	0.1	841.2	1073.5	3.7	16.6
		RT	228m	2.0	0.1	878.5	1064.4	3.3	16.6
	12Cr-ODS (lot F14)	RT	F207	2.0	0.1	778.1	912.6	2.7	4.4
		RT	F208	2.0	0.1	733.0	913.0	3.1	5.1

表 3.3-3 熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果(試験温度：熱時効温度)

熱時効条件	材料	試験温度 (°C)	試験片 ID	G.L. (mm)	引張速度 (mm/min)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様伸び (%)	破断伸び (%)
400°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	400	157m	2.0	0.1	761.9	886.7	2.9	12.0
		400	158m	2.0	0.1	679.4	880.5	3.5	9.8
	12Cr-ODS (lot F14)	400	F137	2.0	0.1	639.4	771.6	2.9	11.7
		400	F138	2.0	0.1	562.7	759.0	3.1	13.1
450°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	450	165m	2.0	0.1	742.4	830.2	2.6	7.5
		450	166m	2.0	0.1	672.0	824.0	3.1	12.1
	12Cr-ODS (lot F14)	450	F145	2.0	0.1	578.7	718.3	2.7	9.6
		450	F146	2.0	0.1	605.4	723.6	2.1	8.3
500°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	500	173m	2.0	0.1	584.1	755.7	3.3	13.4
		500	174m	2.0	0.1	546.3	751.8	3.6	12.3
	12Cr-ODS (lot F14)	500	F153	2.0	0.1	549.1	637.1	2.7	11.6
		500	F154	2.0	0.1	542.3	633.9	2.8	11.8
550°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	550	181m	2.0	0.1	521.0	643.2	3.1	15.5
		550	182m	2.0	0.1	531.1	647.6	2.9	14.3
	12Cr-ODS (lot F14)	550	F161	2.0	0.1	457.2	544.3	3.1	13.0
		550	F162	2.0	0.1	499.2	534.3	2.3	10.7
600°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	600	189m	2.0	0.1	458.6	532.3	3.4	13.6
		600	190m	2.0	0.1	431.7	534.5	3.5	12.4
	12Cr-ODS (lot F14)	600	F169	2.0	0.1	394.8	457.5	3.5	14.2
		600	F170	2.0	0.1	360.3	451.4	3.2	14.0
650°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	650	197m	2.0	0.1	336.2	434.8	3.8	10.8
		650	198m	2.0	0.1	334.5	435.9	4.1	12.6
	12Cr-ODS (lot F14)	650	F177	2.0	0.1	290.9	367.8	4.1	12.7
		650	F178	2.0	0.1	299.9	367.8	3.9	14.0
700°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	700	205m	2.0	0.1	214.9	333.9	4.6	6.7
		700	206m	2.0	0.1	230.8	337.2	4.7	9.6
	12Cr-ODS (lot F14)	700	F185	2.0	0.1	208.4	280.5	3.3	9.6
		700	F186	2.0	0.1	254.1	284.0	3.6	12.8
750°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	750	213m	2.0	0.1	180.5	261.7	5.1	7.7
		750	214m	2.0	0.1	149.4	251.4	3.1	5.5
	12Cr-ODS (lot F14)	750	F193	2.0	0.1	173.8	231.1	4.2	12.7
		750	F194	2.0	0.1	158.8	224.6	3.9	12.8
800°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	800	221m	2.0	0.1	143.5	201.5	3.1	7.0
		800	222m	2.0	0.1	160.9	192.4	1.2	3.5
	12Cr-ODS (lot F14)	800	F201	2.0	0.1	150.7	203.1	3.4	12.5
		800	F202	2.0	0.1	183.8	204.3	2.2	11.2
850°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	850	229m	2.0	0.1	129.2	155.8	1.6	6.0
		850	230m	2.0	0.1	113.1	134.4	1.1	4.6
	12Cr-ODS (lot F14)	850	F209	2.0	0.1	132.1	178.4	1.8	7.7
		850	F210	2.0	0.1	167.6	182.1	1.7	11.2

表 3.3-4 熱時効のみを実施した 9Cr, 12Cr-ODS 鋼被覆管のリング引張試験結果(試験温度 : 1000℃)

熱時効条件	材料	試験温度 (°C)	試験片 ID	G.L. (mm)	引張速度 (mm/min)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様伸び (%)	破断伸び (%)
400°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	159m	2.0	0.1	129.6	169.9	1.9	5.5
		1000	160m	2.0	0.1	97.1	172.3	3.0	5.7
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F139	2.0	0.1	118.2	131.5	0.8	2.2
		1000	F140	2.0	0.1	114.1	128.6	0.8	2.9
450°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	167m	2.0	0.1	75.2	171.6	3.6	5.8
		1000	168m	2.0	0.1	70.7	172.1	4.1	6.1
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F147	2.0	0.1	120.1	124.7	0.4	1.7
		1000	F148	2.0	0.1	114.6	119.8	0.5	1.4
500°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	175m	2.0	0.1	82.2	170.8	3.8	5.8
		1000	176m	2.0	0.1	89.7	169.5	3.9	6.0
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F155	2.0	0.1	124.0	134.2	0.8	2.8
		1000	F156	2.0	0.1	113.5	128.7	0.9	2.4
550°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	183m	2.0	0.1	84.1	170.0	4.2	5.7
		1000	184m	2.0	0.1	87.7	168.3	3.5	6.0
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F163	2.0	0.1	119.1	126.7	0.6	1.9
		1000	F164	2.0	0.1	118.8	131.8	0.7	2.6
600°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	191m	2.0	0.1	90.7	169.4	4.3	5.7
		1000	192m	2.0	0.1	88.5	169.4	3.8	5.1
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F171	2.0	0.1	116.1	125.5	0.7	1.8
		1000	F172	2.0	0.1	113.1	126.6	0.8	1.6
650°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	199m	2.0	0.1	80.8	166.8	4.3	5.7
		1000	200m	2.0	0.1	94.6	166.0	3.5	5.3
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F179	2.0	0.1	123.0	132.9	0.9	1.9
		1000	F180	2.0	0.1	122.8	130.6	0.8	1.8
700°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	207m	2.0	0.1	80.2	158.5	4.7	5.7
		1000	208m	2.0	0.1	75.3	158.6	4.8	5.8
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F187	2.0	0.1	118.7	132.2	1.0	2.2
		1000	F188	2.0	0.1	124.1	135.0	1.1	2.1
750°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	215m	2.0	0.1	60.7	139.6	5.9	7.3
		1000	216m	2.0	0.1	64.3	141.2	5.4	6.8
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F195	2.0	0.1	123.7	140.1	1.2	2.4
		1000	F196	2.0	0.1	119.0	139.2	1.5	3.3
800°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	223m	2.0	0.1	47.9	81.8	4.7	7.4
		1000	224m	2.0	0.1	49.1	92.5	6.0	10.0
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F203	2.0	0.1	121.8	133.6	0.6	1.6
		1000	F204	2.0	0.1	123.7	134.3	0.8	1.4
850°C ×4660hr	9Cr-ODS (lot Mm14)	1000	231m	2.0	0.1	43.7	71.0	4.6	7.7
		1000	232m	2.0	0.1	48.7	74.3	3.8	6.9
	12Cr-ODS (lot F14)	1000	F211	2.0	0.1	82.6	108.6	1.6	2.4
		1000	F212	2.0	0.1	82.1	83.5	0.3	0.5

表 3.3-5 事故模擬超高温加熱試験を実施した試験片の照射条件および試験一覧

材料	鋼種	試料番号	照射温度 (評価値, °C)	高速中性子照射量 (n/m ² , E>0.1MeV)	損傷量 (dpa)	実施済 引張試験 温度 (°C)	加熱試験後の試験内容			備考
							引張試験 温度 (°C)	硬さ試験	TEM	
12Cr-ODS	F14	q571f	420	3.5E+26	17.5	420	-	○	-	
		q546f	465	3.5E+26	17.5	-	1,000	○	-	
		q560f	560	6.2E+26	31.0	550	-	○	-	
		q502f	650	6.3E+26	31.5	-	RT	○	-	
		q503f	650	6.3E+26	31.5	-	1,000	○	-	
		q524f	665	6.2E+26	31.0	650	-	○	-	
		q515f	750	6.6E+26	33.0	750	-	○	-	
		q504f	835	5.2E+26	26.0	835	-	○	-	
		q508fb2	585	6.5E+26	32.5	-	-	○	-	
		q506fb2	635	6.0E+26	30.0	-	-	○	-	
		q503fb2	775	6.4E+26	32.0	-	-	○	-	
		F79	—				RT	○	-	
		F80	—				RT	-	-	
		F81	—				1,000	-	-	
F82	—				1,000	-	-			
9Cr-ODS	Mm14	q504mb2	585	6.5E+26	32.5	-	-	-	○	
		80m	—				-	-	○	

表 3.3-6 12Cr-ODS 鋼 (F14) 被覆管照射材の事故模擬超高温加熱試験後のビッカース硬さ試験結果

材料	鋼種	試験片 ID	刻印	照射温度 (評価値, °C)	高速中性子照射量 (n/m ² , E<0.1MeV)	損傷量 (dpa)	平均硬さ 【HV0.5】	最大硬さ 【HV0.5】	最小硬さ 【HV0.5】
12Cr-ODS	F14	q571f	71F	420	3.50E+26	17.5	315.3	320.5	306.7
		q546f	46F	465	3.50E+26	17.5	320.4	328.4	314.6
		q560f	60F	560	6.20E+26	31.0	323.1	331.5	311.5
		q502f	02F	650	6.30E+26	31.5	324.0	333.1	311.3
		q503f	03F	650	6.30E+26	31.5	319.1	331.9	309.5
		q524f	24F	665	6.20E+26	31.0	317.0	326.4	307.4
		q515f	15F	750	6.60E+26	33.0	309.5	319.2	295.6
		q504f	04F	835	5.20E+26	26.0	315.6	325.7	305.0
		q508fb2	08FB	585	6.50E+26	32.5	315.4	324.1	301.5
		q506fb2	06FB	635	6.00E+26	30.0	310.8	319.9	299.6
		q503fb2	03FB	775	6.40E+26	32.0	309.4	321.1	300.3
		—	F79	受入まま材_加熱試験のみ				313.5	327.2

表 3.3-7 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の受入まま材および照射材の事故模擬超高温加熱試験後の引張試験結果

材料	鋼種	照射条件	試験片 ID	熱処理条件	試験温度 (°C)	G.L. (mm)	引張速度 (mm/min)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	一様伸び (%)	破断伸び (%)
12Cr-ODS	F14	—	F83	製造まま材	RT	2.0	0.1	861.8	946.8	2.3	8.1
		—	F84	製造まま材	1000	2.0	0.1	71.2	72.7	0.5	0.9
		—	F79	1100°C×1h	RT	2.0	0.1	766.2	859.3	2.9	14.2
		—	F80		RT	2.0	0.1	778.7	869.8	2.9	13.3
		—	F81		1000	2.0	0.1	—	59.4	0.2	0.4
		—	F82		1000	2.0	0.1	58.0	59.3	0.6	0.9
		650°C,31.5dpa	q502f	1100°C×1h	RT	2.0	0.1	732.2	868.2	2.5	8.6
		465°C,17.5dpa	q546f		1000	2.0	0.1	—	56.3	0.2	1.8
		650°C,31.5dpa	q503f		1000	2.0	0.1	—	54.6	0.1	0.8

表 3.3-8 照射材および事故模擬超高温加熱材の酸化物分散状態
 (受入れまま材と照射材の超高温加熱後のデータ以外は既往研究による公開データ)

鋼種 [Lot.]	照射温度 (°C)	照射量 ($\times 10^{26}$ n/m ² , E>0.1MeV)	照射量 (dpa)	事故模擬 超高温加熱 1100°C/1h	酸化物 平均径 (nm)	酸化物 数密度 (/m ³)
9CrODS [Mm14]	-	-	-	-	7.6	3.53×10^{21}
	-	-	-	○	7.7	2.10×10^{22}
	585	6.5	32.5	○	6.8	1.34×10^{22}
	625	6.4	32	-	7.8	5.00×10^{21}
	715	6.5	32.5	-	8.6	3.50×10^{21}
	815	5.6	28.0	-	12.2	2.04×10^{21}

表 3.4-1 ナノスケール組織解析手法の比較

手法	測定体積 (m ³)、 観察面積 (m ²)	分解能、 測定精度	標準試料	長所	短所
SAXS/SANS (ナノ～サブマイクロメータ)	<ul style="list-style-type: none"> • SAXS: 3.14 x (1 x 10⁻³)² x (50 x 10⁻⁶) = 1.6 x 10⁻¹⁰ m³ • SANS: 3.14 x (5 x 10⁻³)² x (1 x 10⁻³) = 7.9 x 10⁻⁸ m³ 	—	<ul style="list-style-type: none"> • SAXS: Glassy Carbon • SANS: Al ボイド スエリング材 	<ul style="list-style-type: none"> • バルク材の平均的なナノ組織情報を再現性高く取得可能。 • SAXSとSANSを組み合わせることで、ナノ粒子の組成を推定可能。 	<ul style="list-style-type: none"> • インพุット情報として直接観察情報(粒子形状、組成等)が必要。 • 取得できる情報は限定的(サイズ分布、数密度)。
高分解能SEM (ナノ～マイクロメータ)	(900 x 10 ⁻⁹) x (150 x 10 ⁻⁹) = 1.4 x 10⁻¹³ m²	—	—	<ul style="list-style-type: none"> • マルチスケール(nm~mm)の組織評価が可能。 • EBSP, EDXを用いることで、同一試料から、微小領域の組成、母相の結晶方位情報を取得可能。 	<ul style="list-style-type: none"> • ナノ粒子のサイズ分布評価が、高分解能SEM像のコントラスト及び二値化処理に依存(検出可能な最小サイズ等)
AP-FIM (ナノメータ)	3.14 x (50 x 10 ⁻⁹) ² x (200 x 10 ⁻⁹) = 1.3 x 10⁻²² m³	—	—	<ul style="list-style-type: none"> • 微量元素の空間分布(原子レベル)を3次的に可視化可能。 	<ul style="list-style-type: none"> • 測定体積が小さいため、測定対象によっては、データの代表性が確保できないケースが想定される。
TEM (ナノ～サブマイクロメータ)	(50 x 10 ⁻⁹) x (200 x 10 ⁻⁹) x (200x10 ⁻⁹) = 2.0 x 10⁻²¹ m³	0.1-0.2nm	• Au等	<ul style="list-style-type: none"> • HRTEM, EDXを用いることでナノ組織、微小領域の組成、原子配列の直接観察が可能。→ ナノ構造に関する大部分の定性的評価が可能。 	<ul style="list-style-type: none"> • 定量性(分解能自体は高いが、観察視野が小さいため、観察対象によっては、視野ごとに一定のバラツキが生じる)。 • 精度が母相組織に依存。

表 3.4-2 降伏応力の計算に用いたパラメータ

分類	パラメータ
共通的なパラメータ	バーガースベクトル $b = 2.48 \times 10^{-10}$ m 剛性率 G (室温) = 84GPa G (700°C) = 60GPa G (1000°C) = 43GPa テーラー因子 $M = 3.06$ 転位芯のカットオフ半径 $r_0 = 2b$
微細粒強化に関わるパラメータ	$\alpha_g = 0.2$ *1 結晶粒径 $d_g = 1 \times 10^{-6}$ m
転位強化に関わるパラメータ	$\alpha_d = 0.33$ 転位密度 $\rho_d = 2.3 \times 10^{14}$ m ⁻² *2
分散強化に関わるパラメータ (Orowan モデル)	刃状転位 : $A_{or}=1.0$ 、 $B_0=0.7$ らせん転位 : $A_{or}=1.4$ 、 $B_0=0.6$
分散強化に関わるパラメータ (Srolovitz モデル)	刃状転位 : $A_v=0.90$ 、 $B_0=0.7$ らせん転位 : $A_v=0.56$ 、 $B_0=0.6$

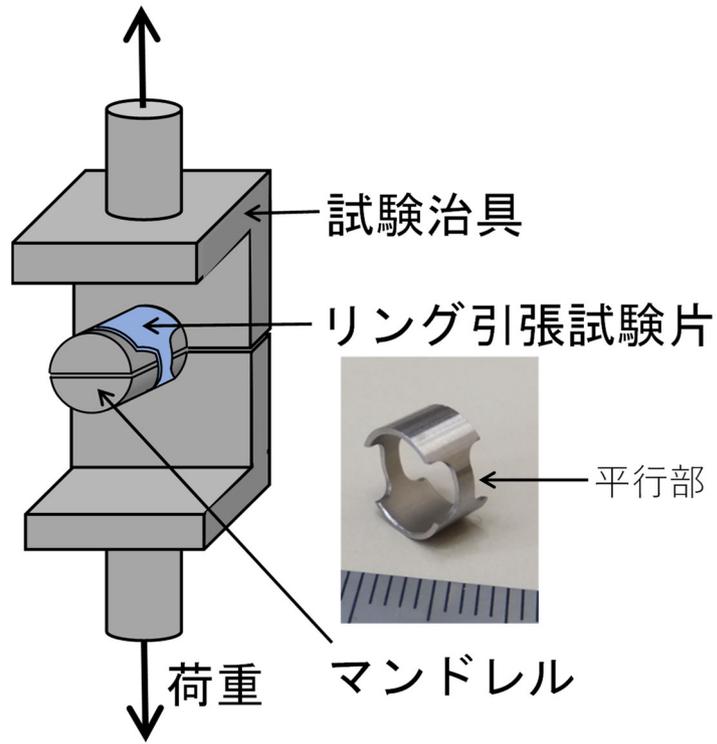
表 3.4-3 フィッティングにより得られた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) のナノスケール組織パラメータ (SAXS を用いて過年度に北海道大学で取得したデータ)

暴露温度	暴露時間	平均粒径 (nm)	総体積分率 (-)	数密度 (m^{-3})
受入まま		4.1	0.008	2.2×10^{23}
1200°C	10 min	4.5	0.007	1.5×10^{23}
	1 h	4.7	0.009	1.7×10^{23}
	5 h	4.8	0.009	1.6×10^{23}
1250°C	10 min	5.3	0.008	1.1×10^{23}
	1 h	5.1	0.009	1.3×10^{23}
	5 h	5.3	0.009	1.2×10^{23}
1300°C	10 min	6.3	0.010	0.7×10^{23}
	1 h	6.0	0.009	0.8×10^{23}
	5 h	8.0	0.009	0.4×10^{23}
1350°C	10 min	7.3	0.009	0.5×10^{23}
	1 h	8.0	0.010	0.4×10^{23}
	5 h	12.6	0.011	0.1×10^{23}

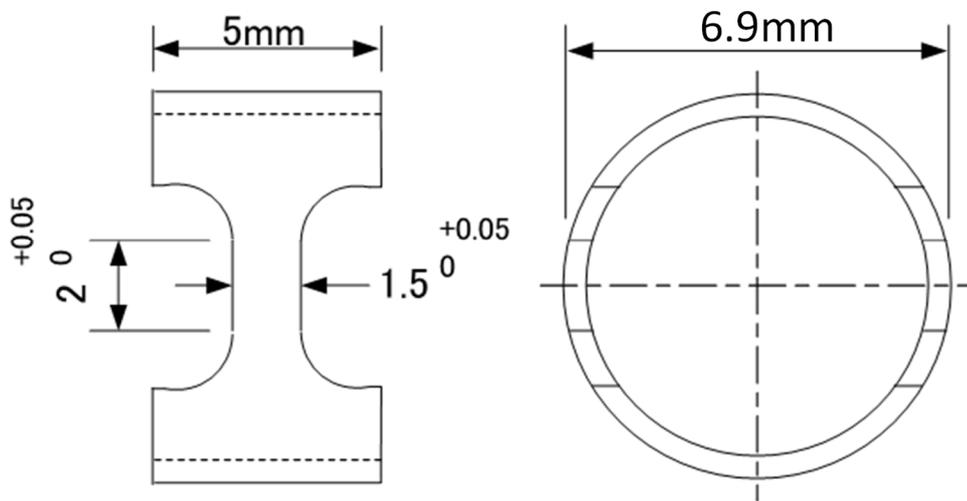
表 3. 4-4 9Cr-ODS 鋼モデル合金の材料仕様

ID	化学分析結果 (wt%)								計算値 (wt%)		熱間押出温度 (°C)
	C	Cr	W	Ti	Y	O	N	Ar	Y ₂ O ₃	Ex. O	
ST-1	0.13	8.9	2.0	0.21	0.28	0.16	0.0087	0.0048	0.36	0.084	1150
Hi-0	0.13	8.8	1.9	0.21	0.27	0.22	0.012	0.0049	0.34	0.15	〃
M-Ti	0.14	9.0	2.0	0.35	0.28	0.16	0.012	N. A.	0.36	0.084	〃
M-Ti (H)	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	1200

※最終熱処理条件：焼きならし・焼き戻し（1050°C×1 h、空冷 ⇒ 800°C×1 h、空冷）



(a) リング引張試験の模式図



(b) リング引張試験片の形状

図 3.2-1 リング引張試験の模式図及びリング引張試験片の形状

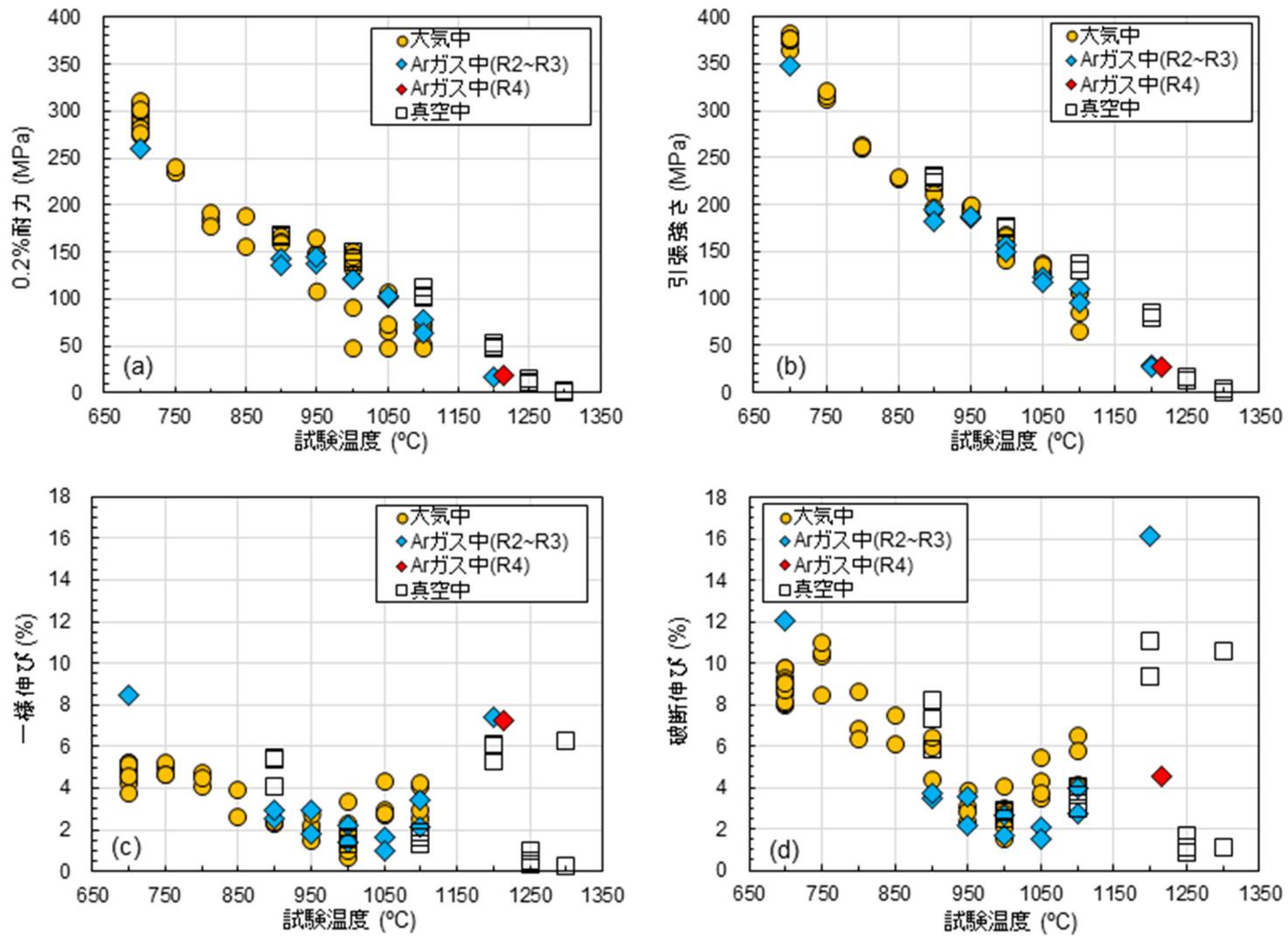


図 3.2- 2 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の各種試験雰囲気におけるリング引張特性 : (a) 0.2%耐力、(b)引張強さ、(c)一様伸び、(d)破断伸び

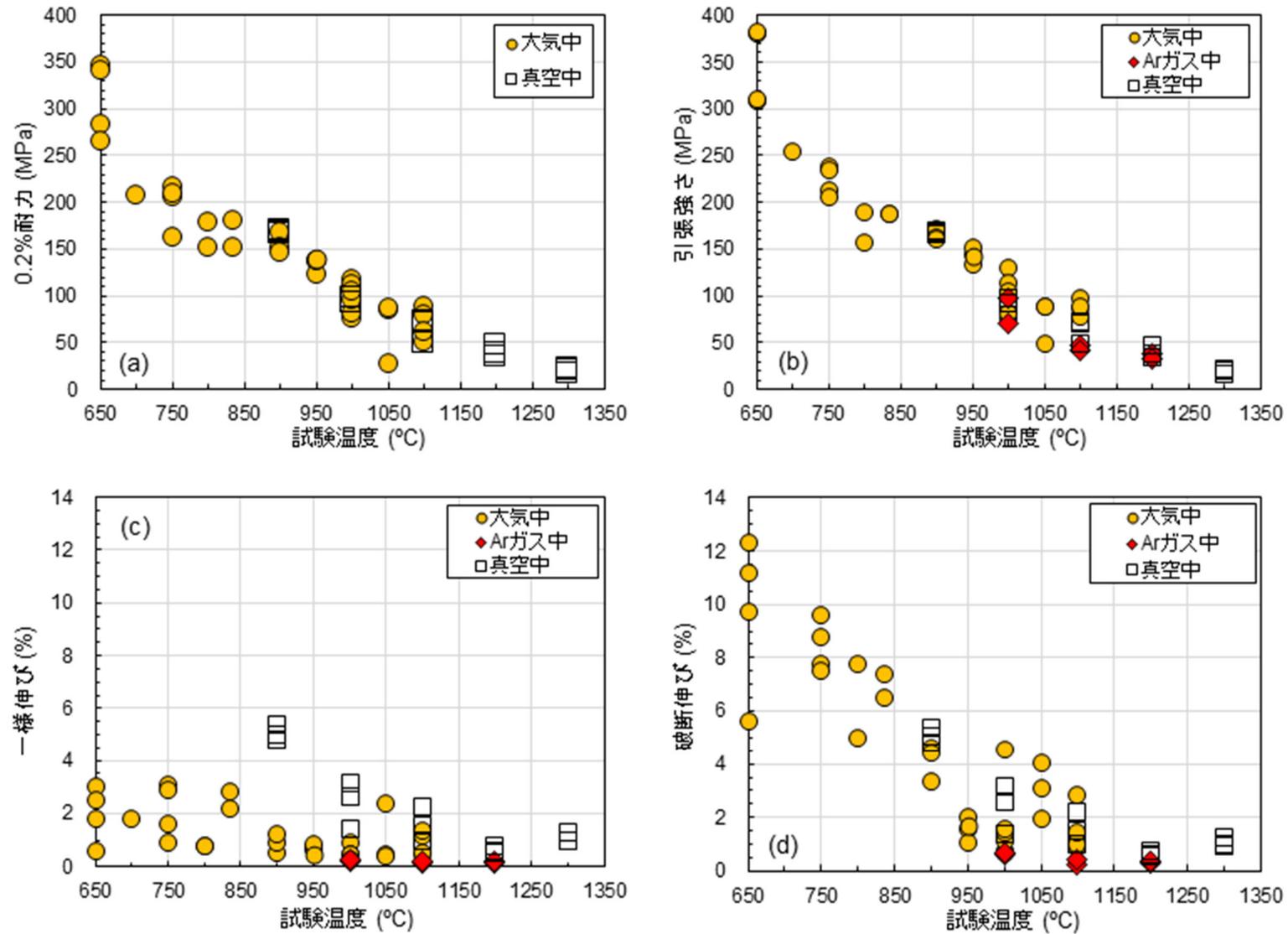


図 3.2-3 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14)の各種試験雰囲気におけるリング引張特性：(a) 0.2%耐力、(b)引張強さ、(c)一様伸び、(d)破断伸び

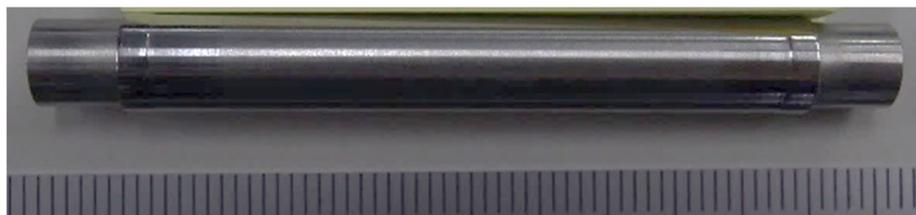
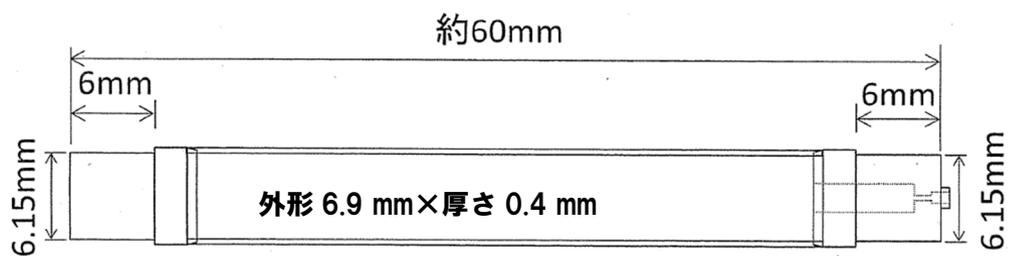


図 3.2-4 内圧クリープ試験片の形状と外観写真

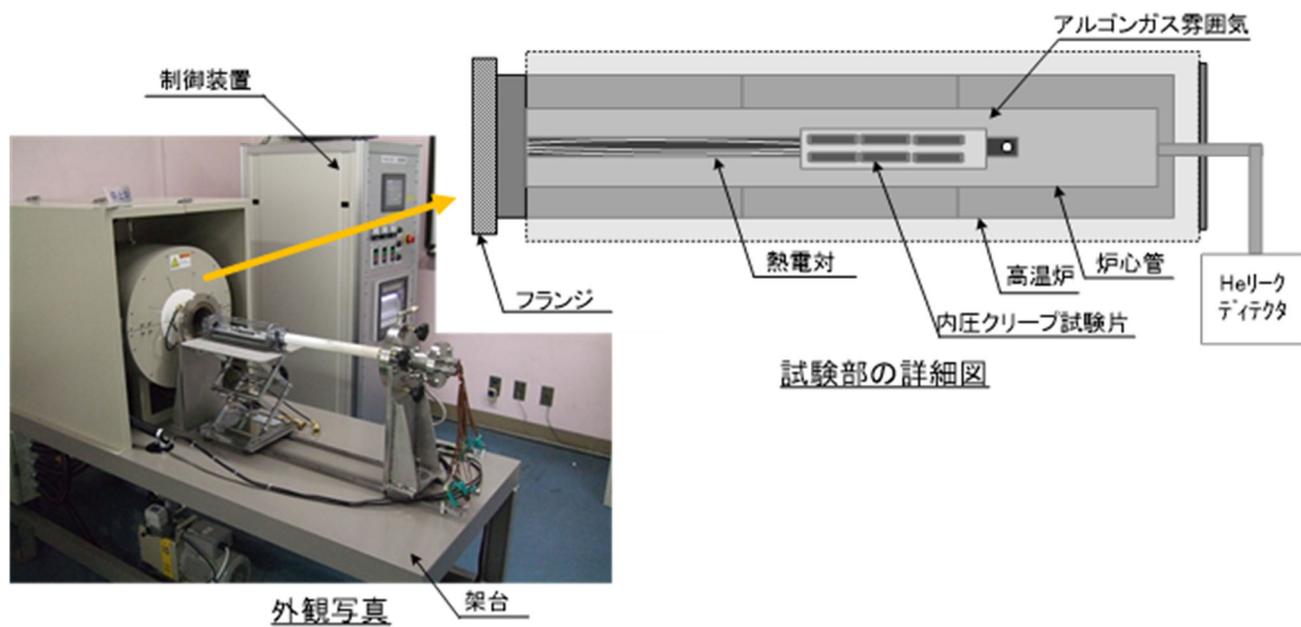


図 3.2-5 内圧クリープ試験装置の機器構成

クリープひずみ量計測位置：軸方向①～⑦ × 径方向A～D（計28箇所）

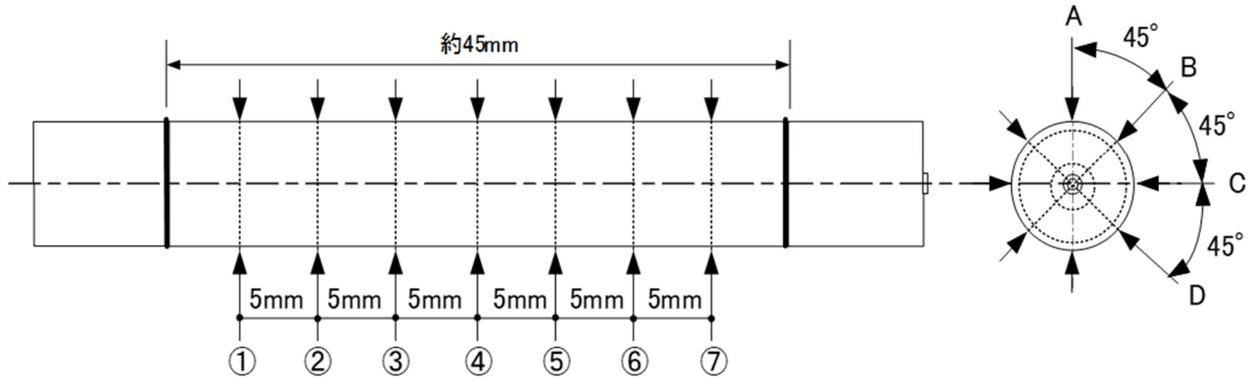


図 3.2-6 内圧クリープ試験片のふくれ率の測定方法

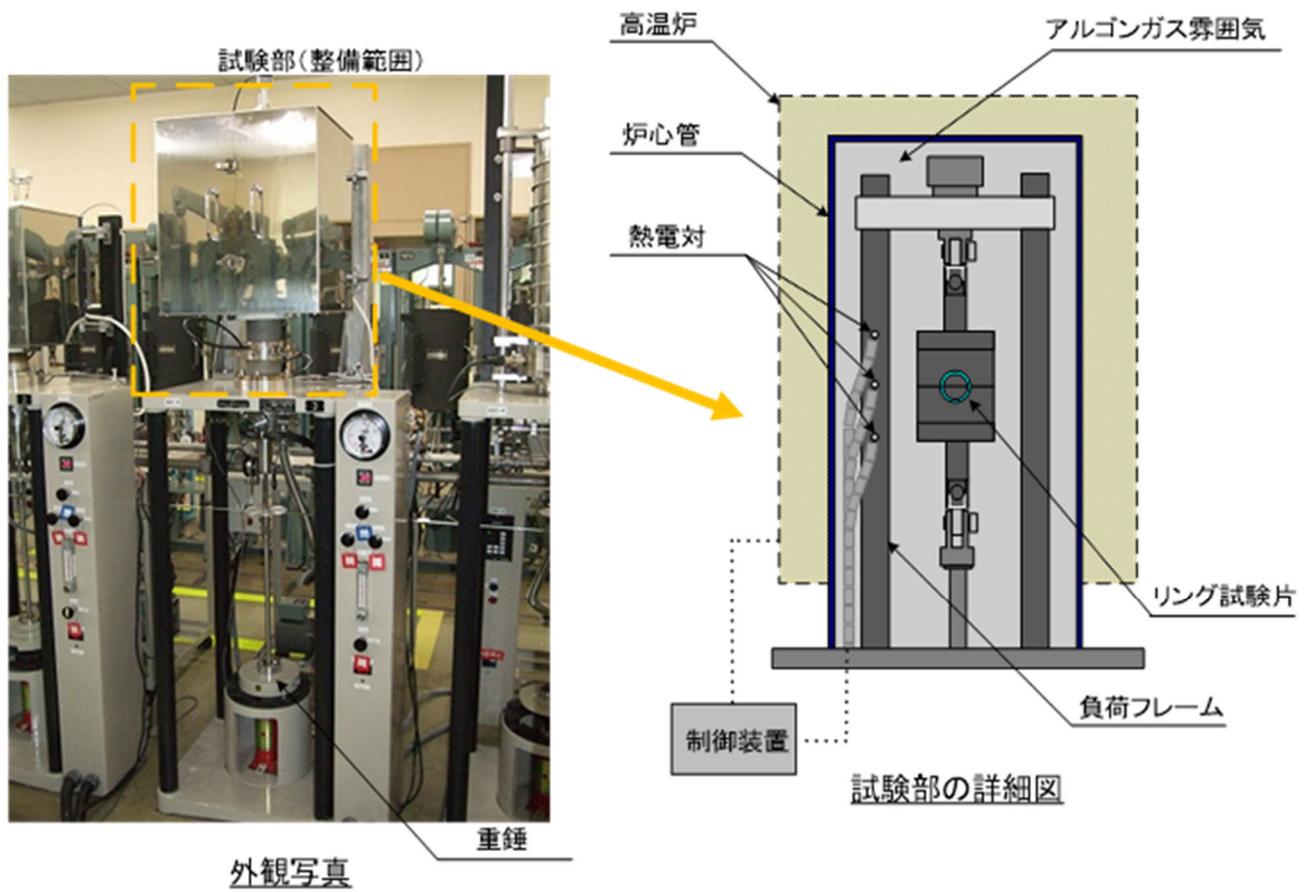


図 3.2-7 リングクリープ試験装置の機器構成

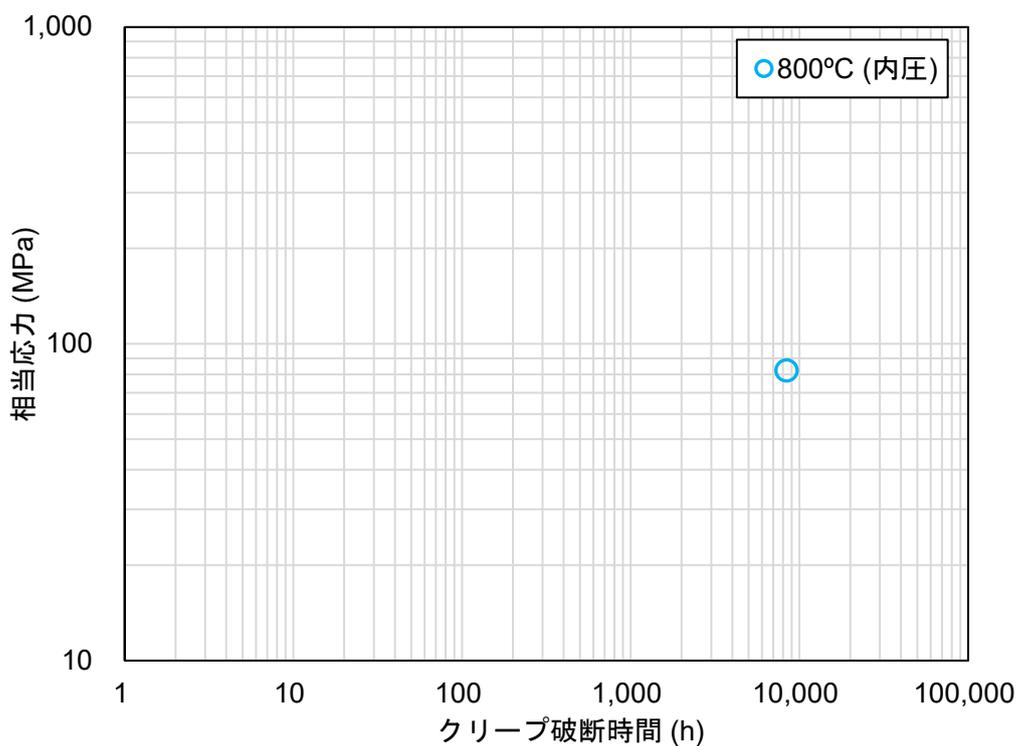


図 3.2-8 9Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温内圧クリープ破断試験結果

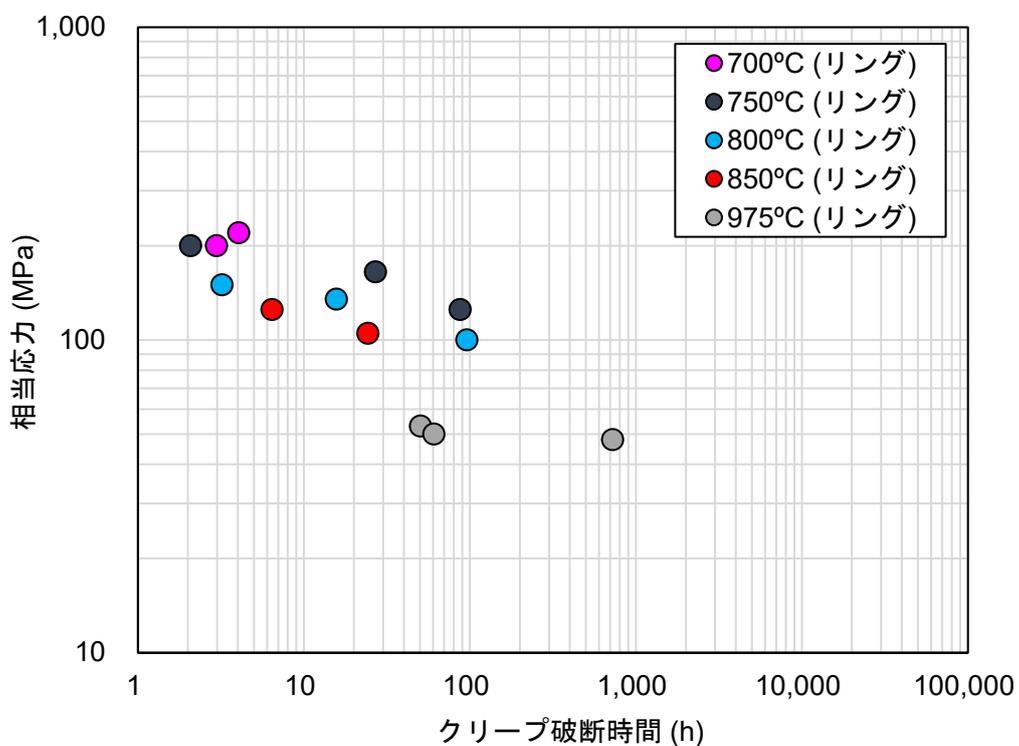


図 3.2-9 9Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温リングクリープ破断試験結果

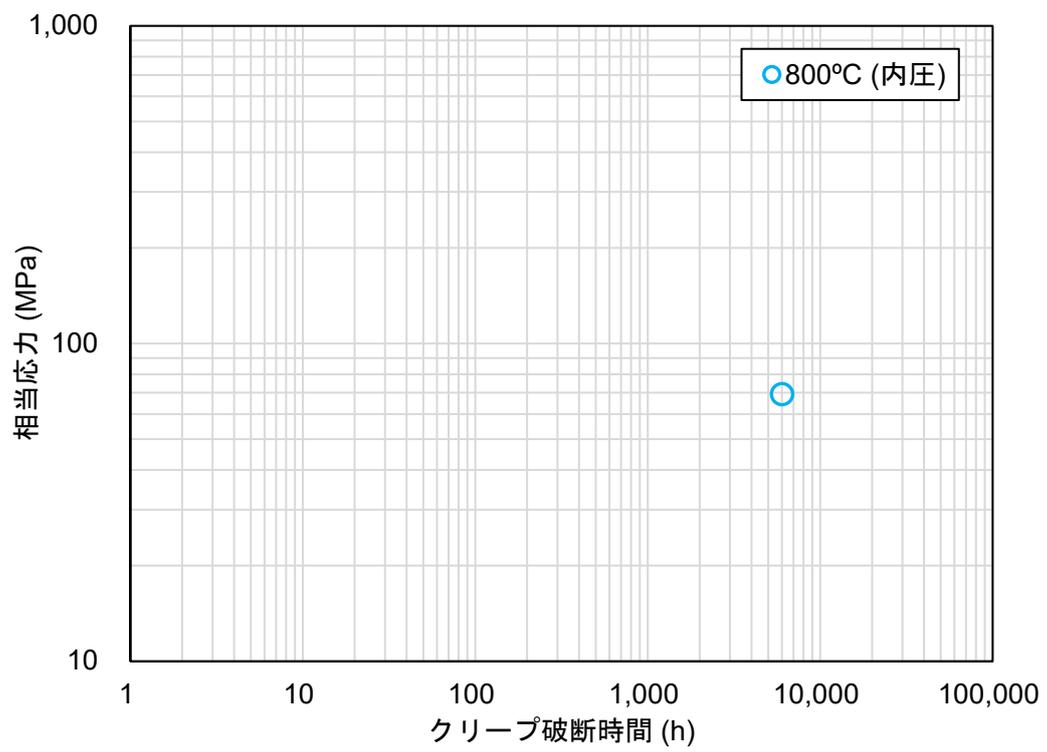


図 3.2-10 11Cr-ODS 鋼被覆管の高温～超高温内圧クリープ試験結果

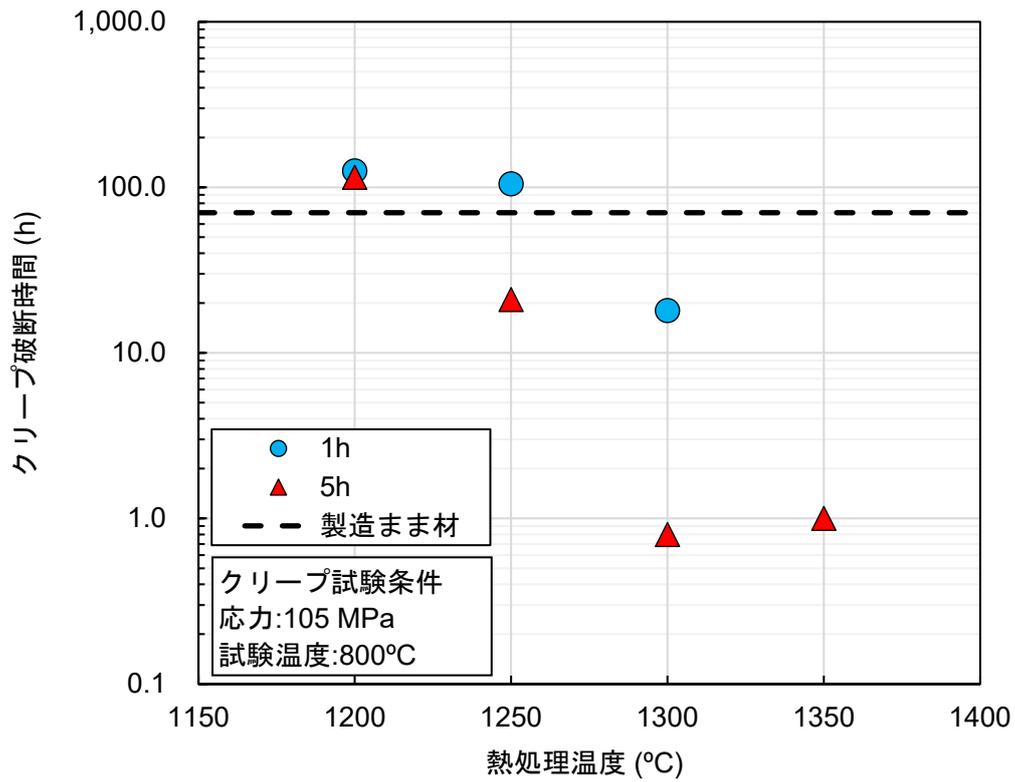


図 3.2-11 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ破断時間の関係(800°C)

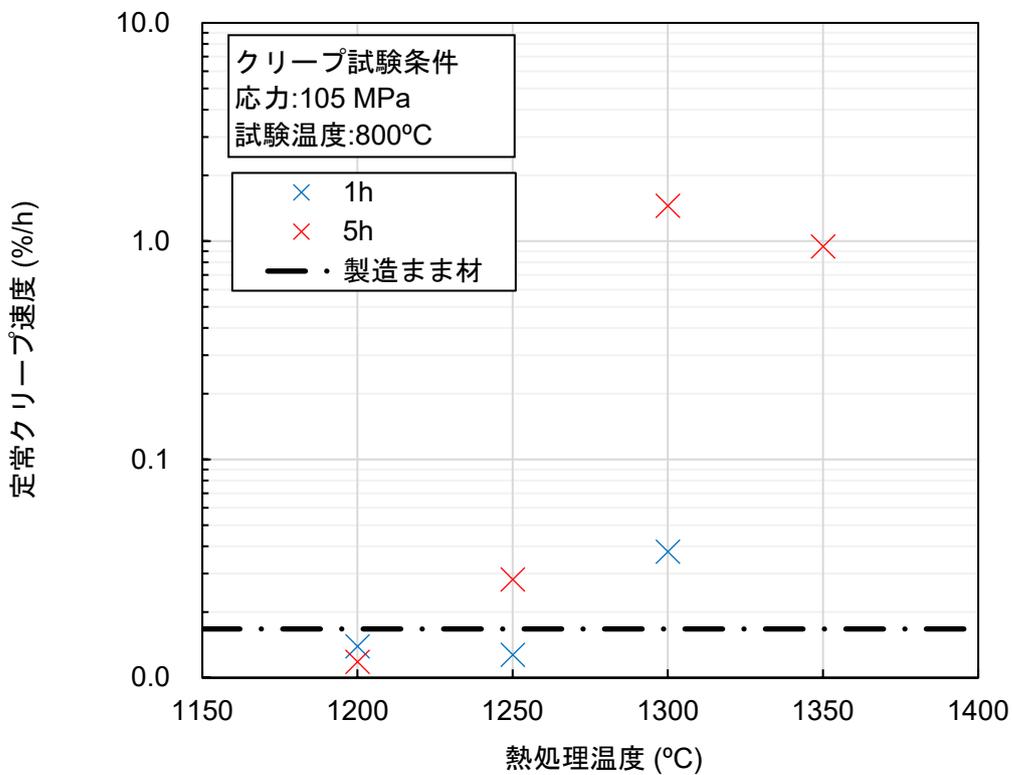


図 3.2-12 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と定常クリープ速度の関係(800°C)

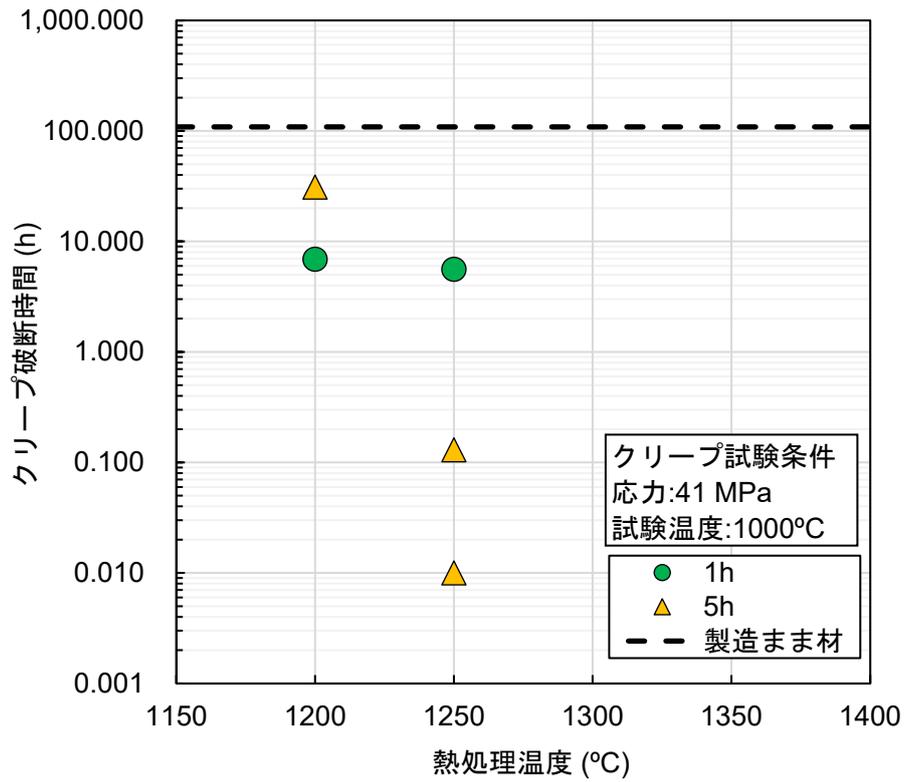


図 3.2-13 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ破断時間の関係(1000°C、41 MPa)

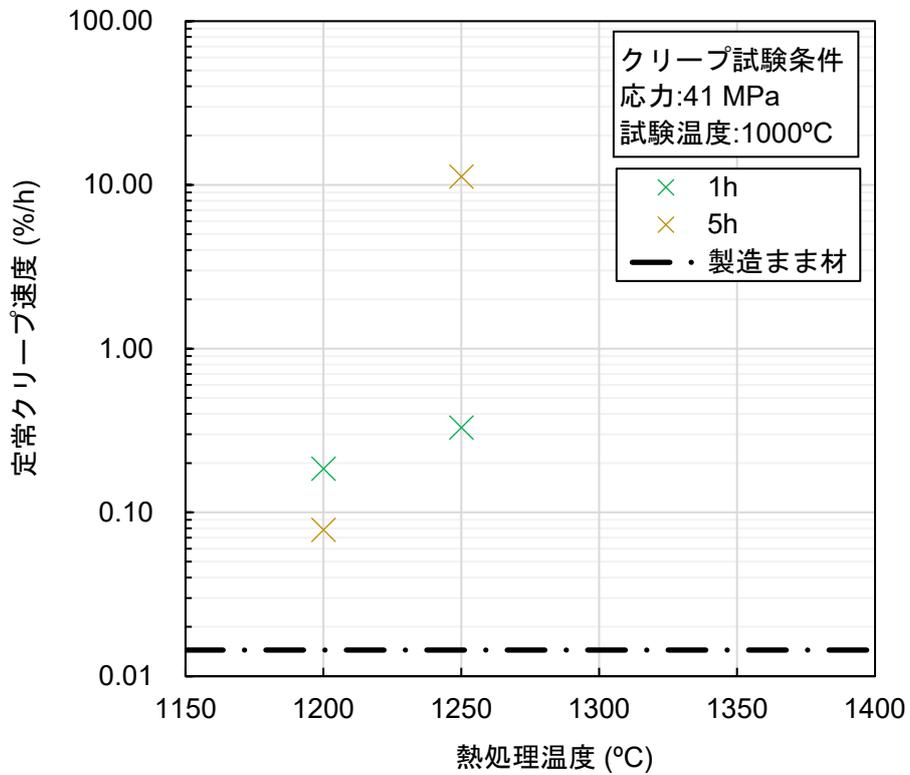


図 3.2-14 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と定常クリープ速度の関係(1000°C、41 MPa)

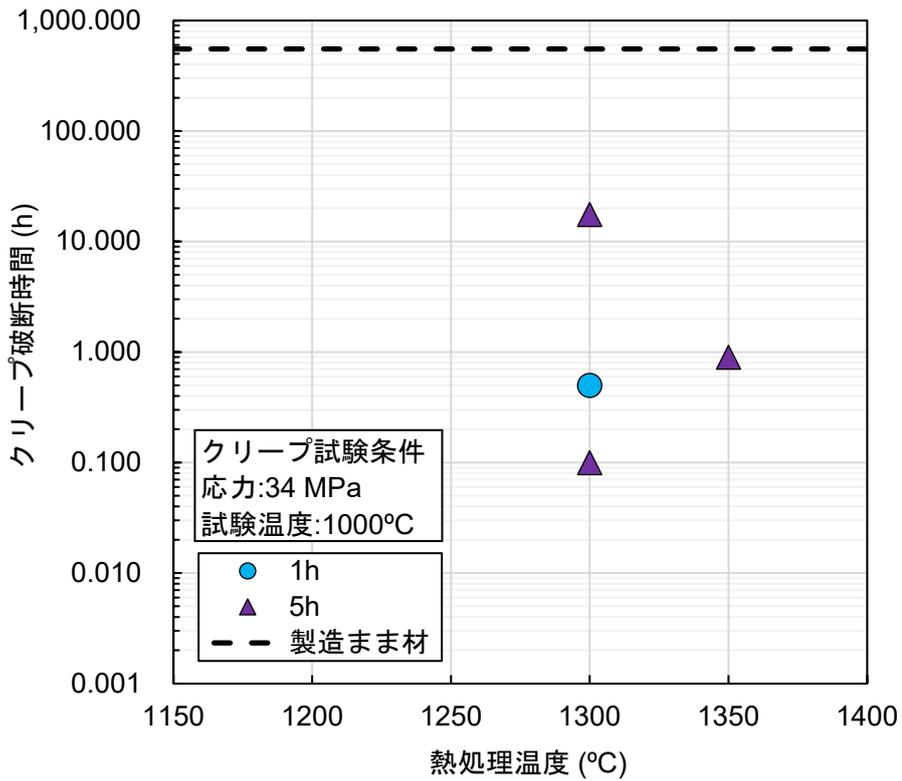


図 3.2-15 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度とクリープ破断時間の関係 (1000°C、34 MPa)

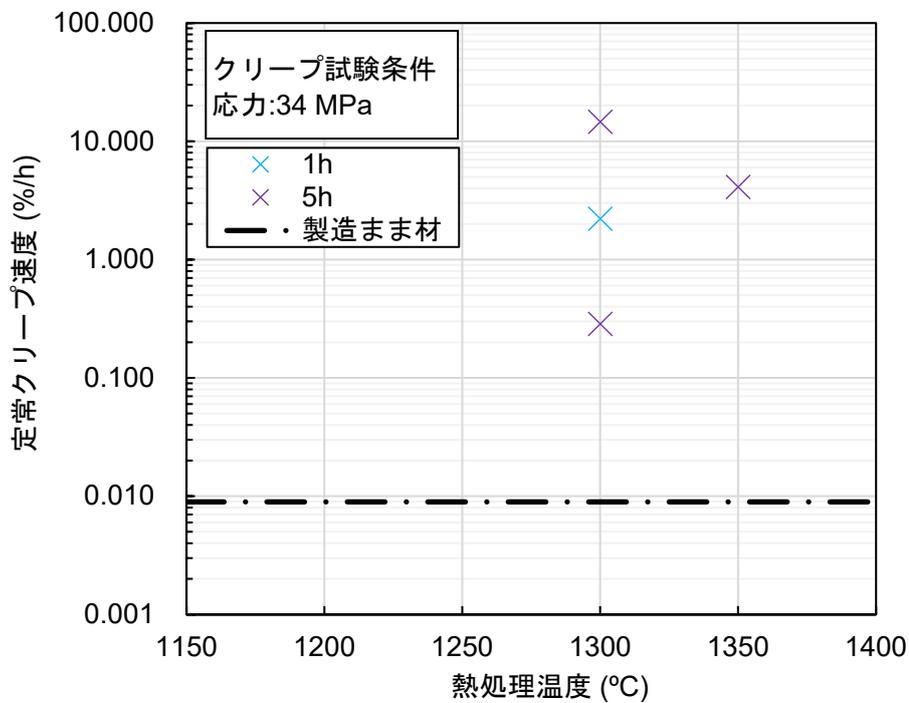


図 3.2-16 模擬的に組織状態を劣化させるため実施した熱処理温度と定常クリープ速度の関係(1000°C、34 MPa)

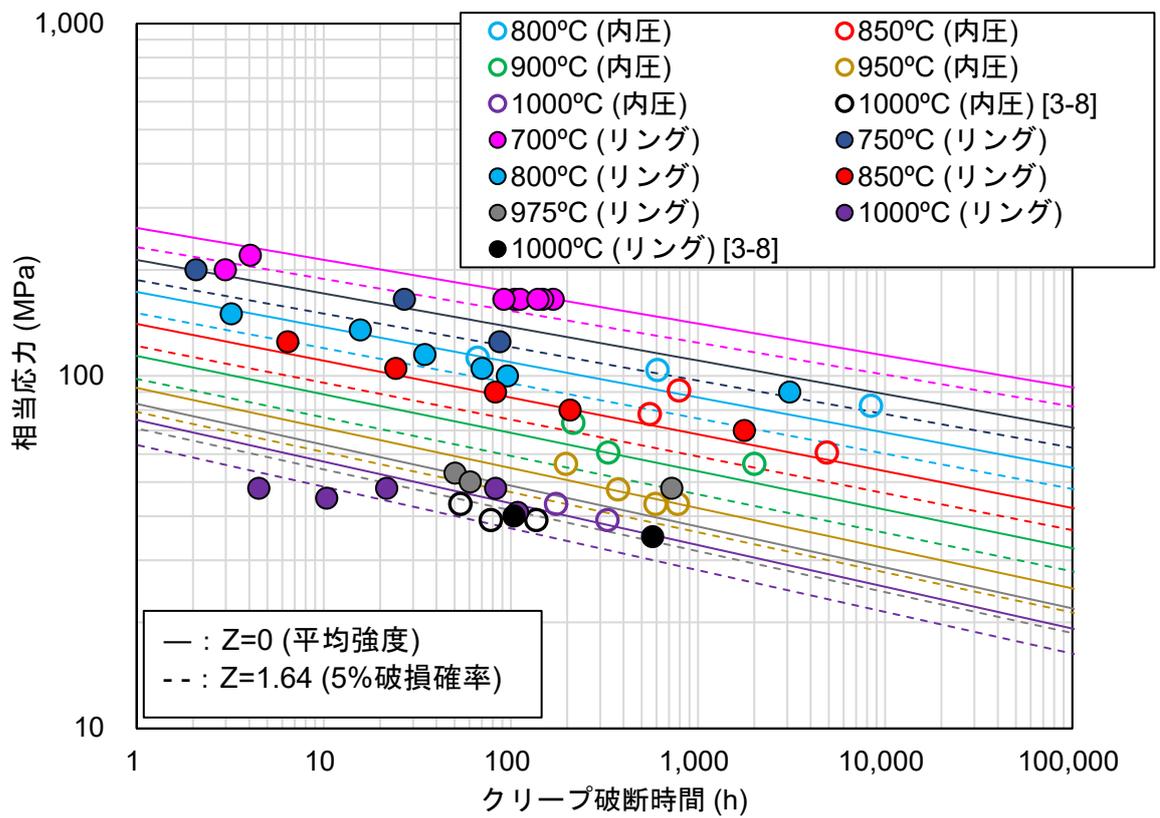


図 3.2-17 9Cr-ODS 鋼被覆管クリープ試験の高温～超高温周方向クリープ破断試験結果

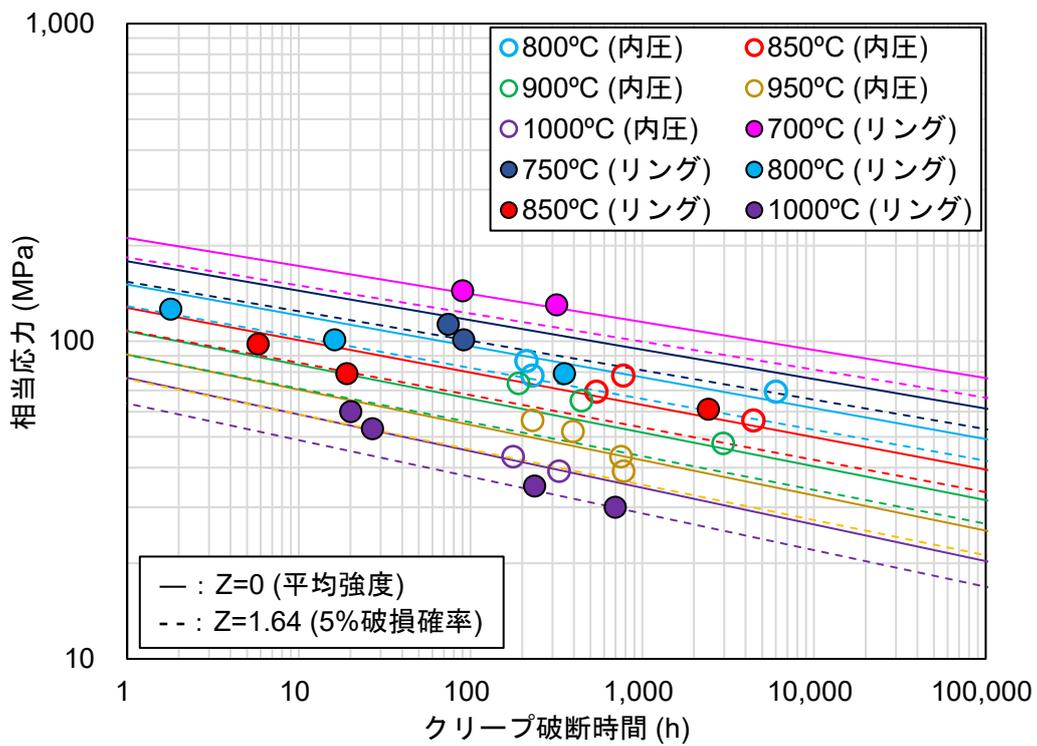


図 3.2-18 11Cr-ODS 鋼被覆管クリープ試験の高温～超高温周方向クリープ破断試験結果

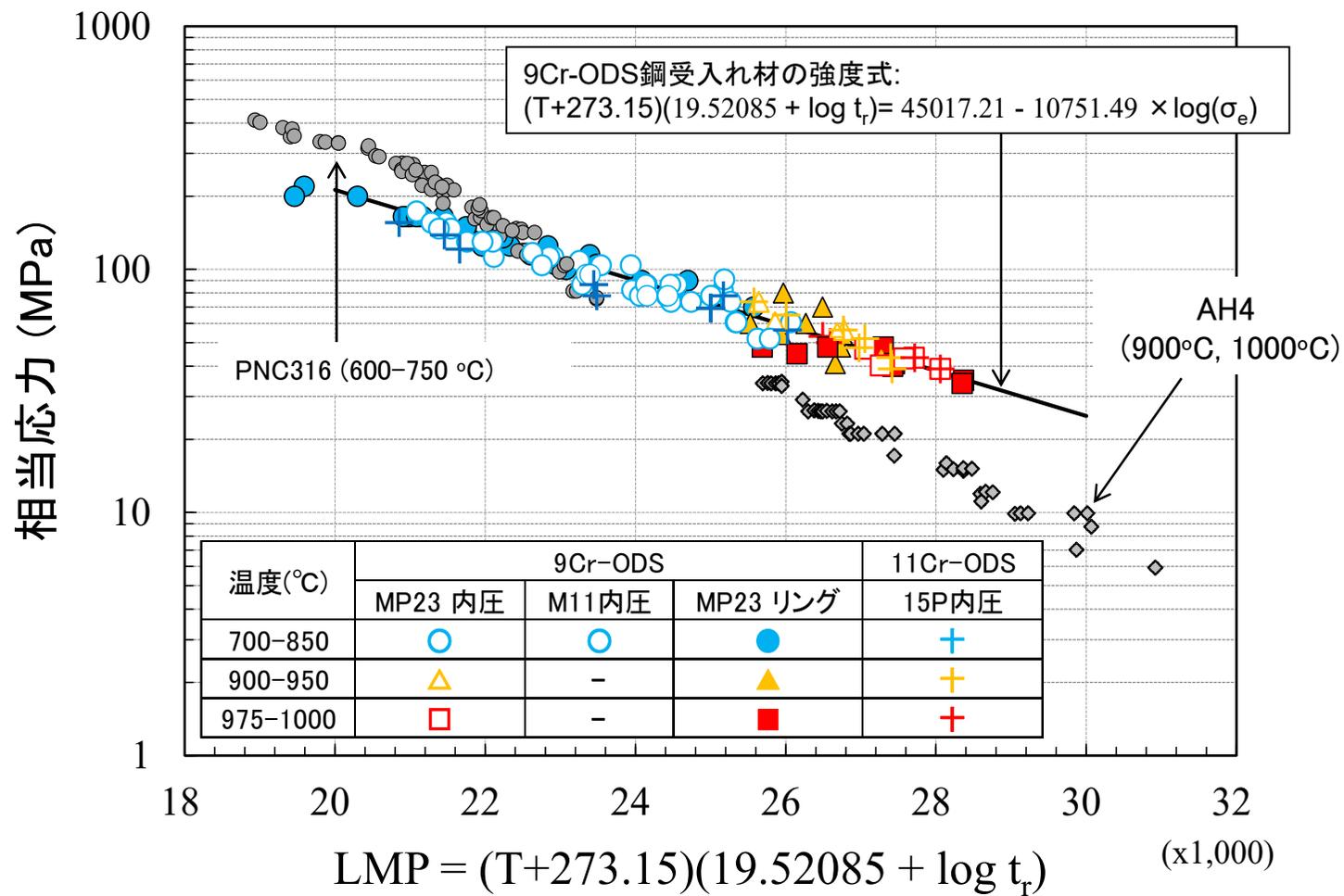


図 3.2-19 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管のクリープ強度、改良 SUS316 オーステナイト鋼 (PNC316) および耐熱オーステナイト鋼 (AH4) のクリープ強度の比較

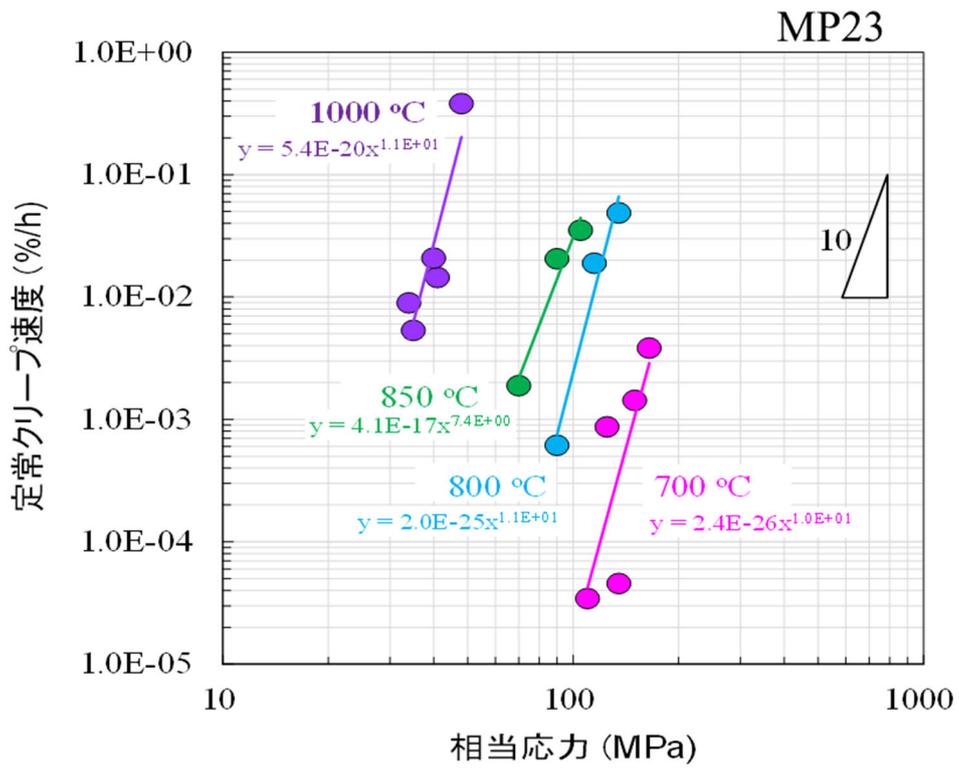


図 3.2-20 9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性(リングクリープ)

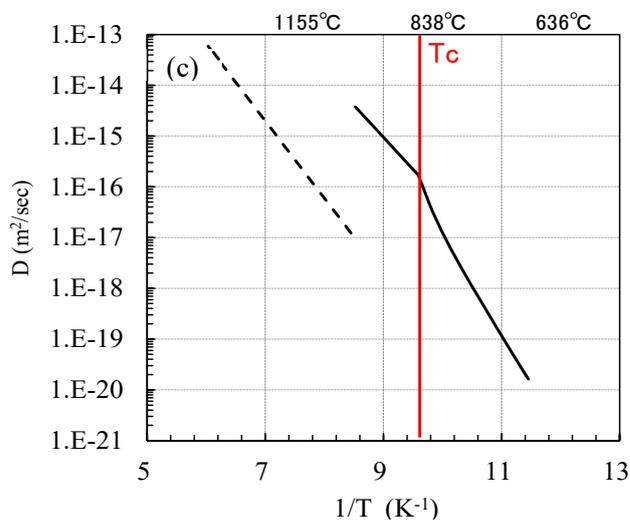
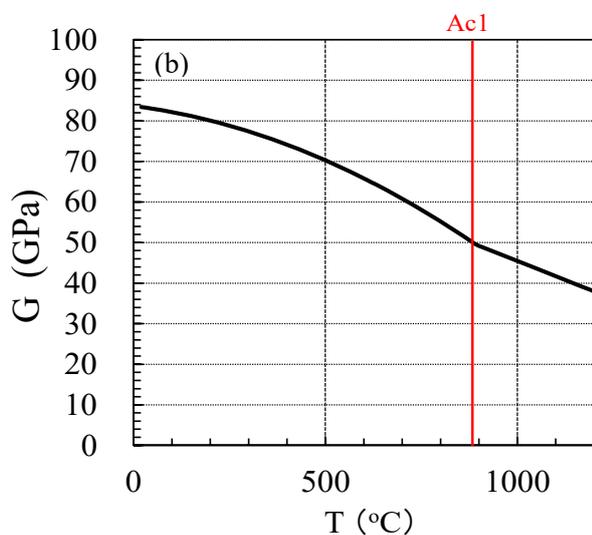
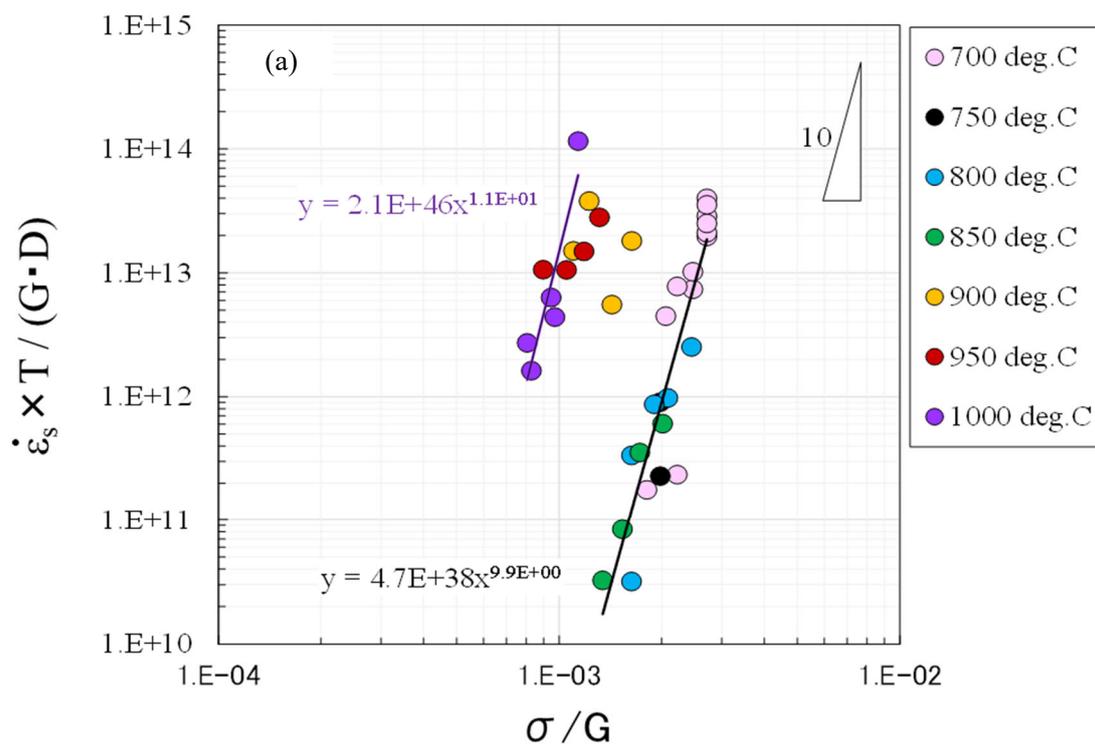


図 3.2-21 9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性(リングクリープ、クリープ構成方程式に基づき定常クリープ歪速度と応力を補正)、(a) 定常クリープひずみ速度補正值の応力補正值依存性、(b)9Cr-ODS 鋼の剛性率、(c) 鉄の自己拡散係数

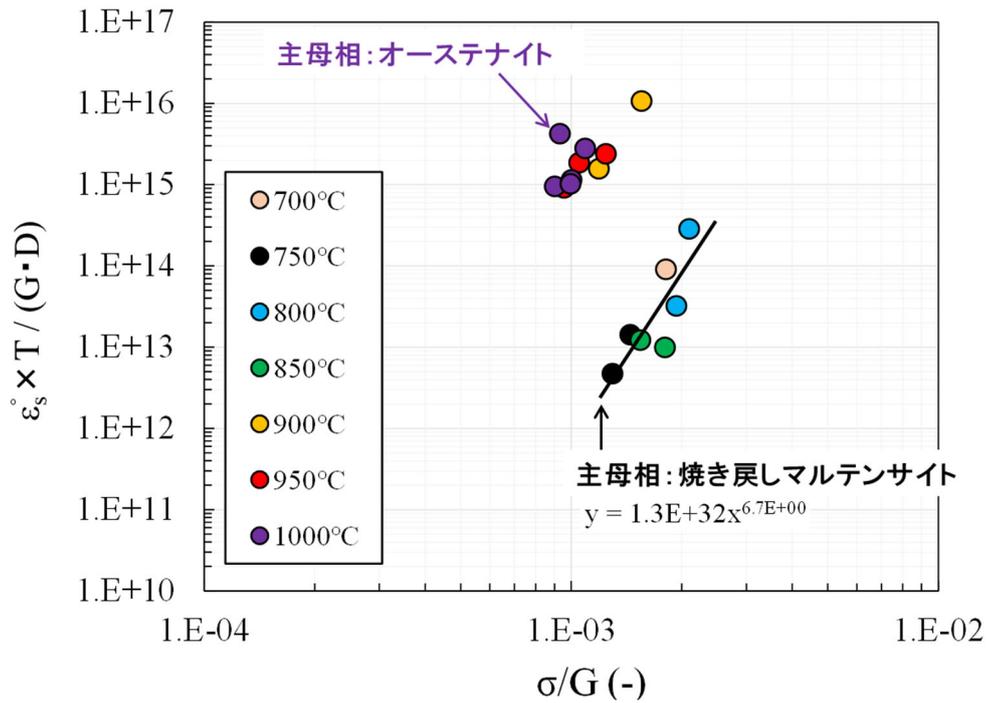


図 3.2-22 9Cr-ODS 鋼定常クリープひずみ速度の応力依存性(内圧クリープ、クリープ構成方程式に基づき定常クリープ歪速度と応力を補正)

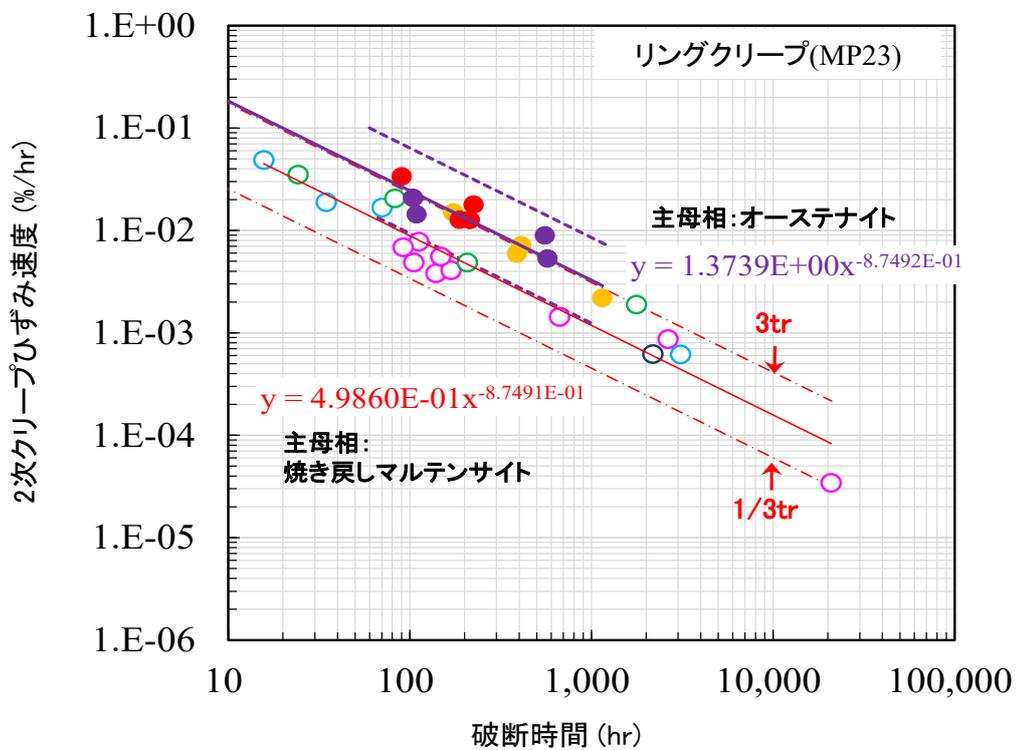


図 3.2-23 Monkman-Grant 則の 9Cr-ODS 鋼への適用性評価

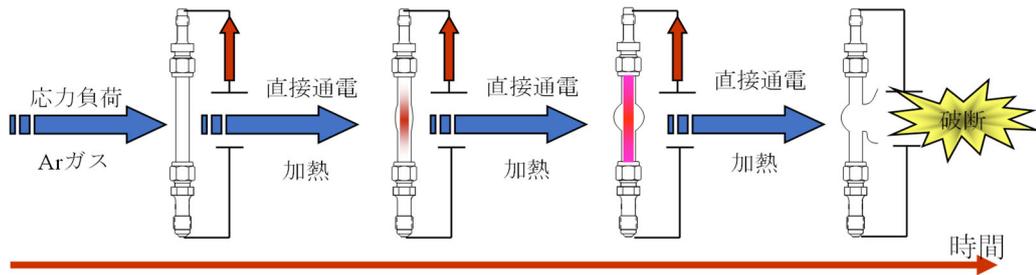
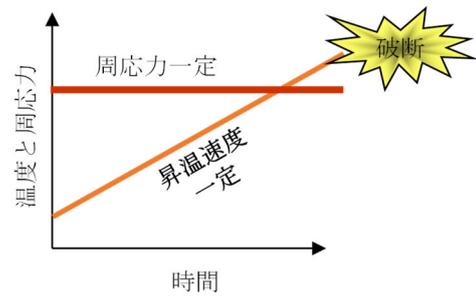


図 3.2-24 急速加熱バースト試験装置外観と試験模式図

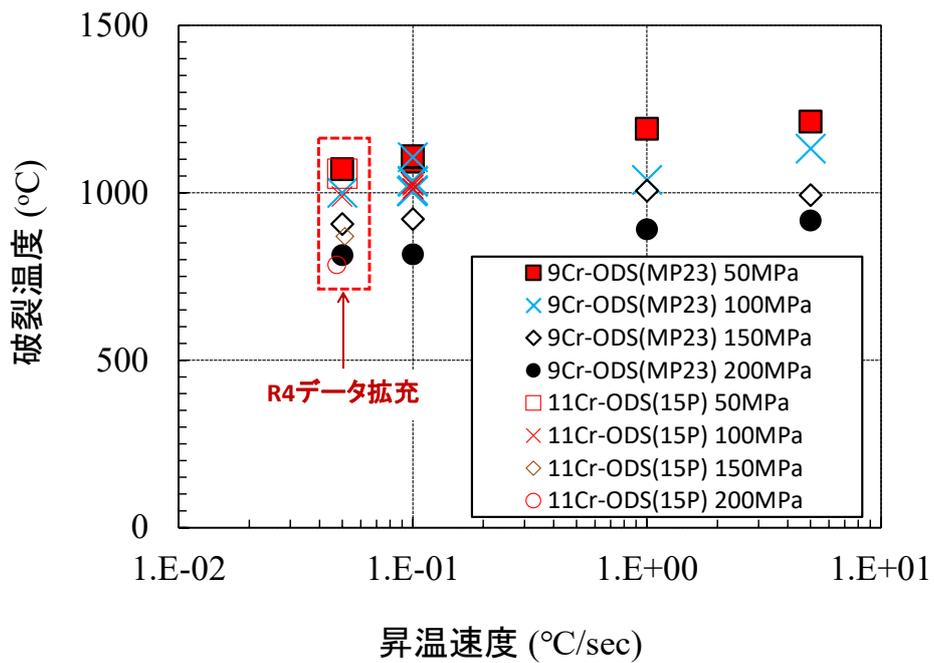
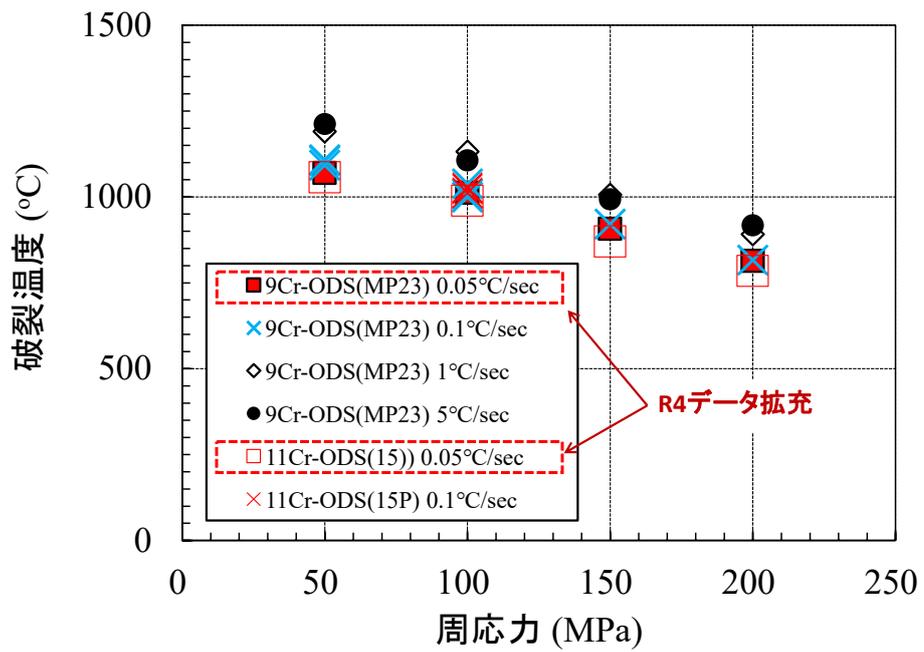
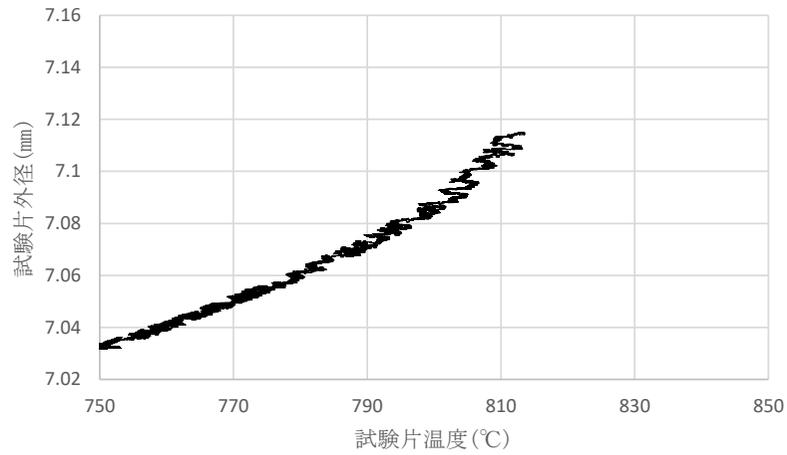
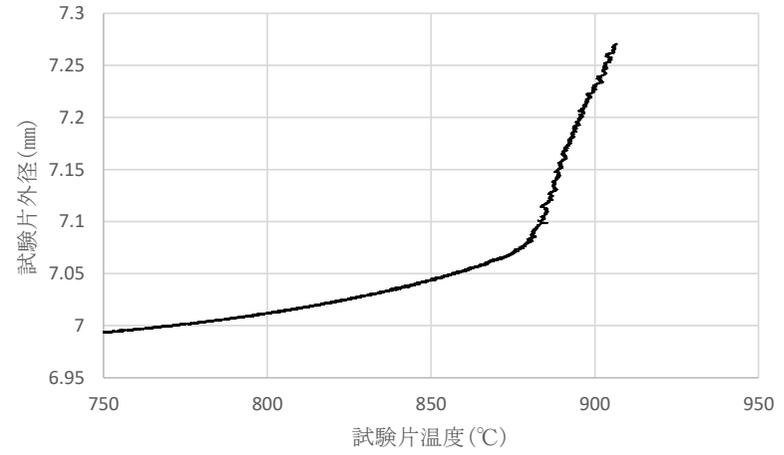


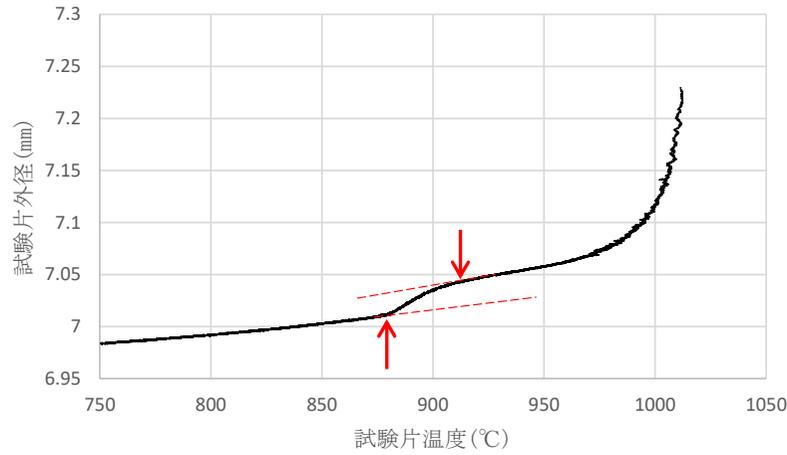
図 3.2-25 9Cr, 11Cr-ODS 鋼被覆管の急速加熱バースト試験結果



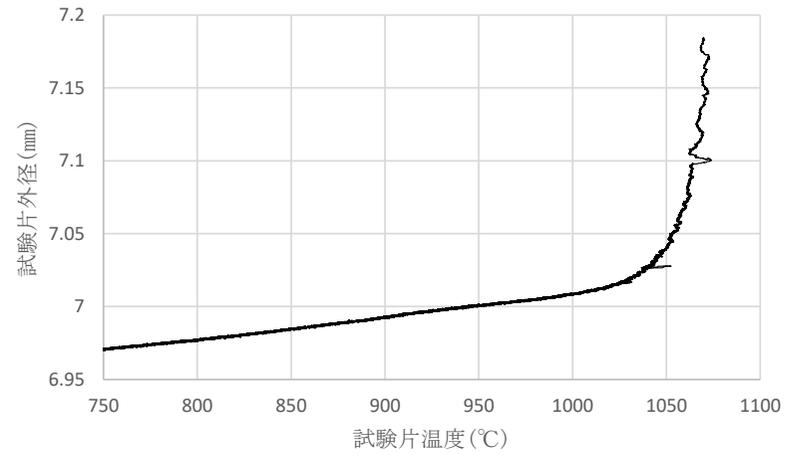
周応力200MPa (MP23-1)



周応力150MPa (MP23-2)

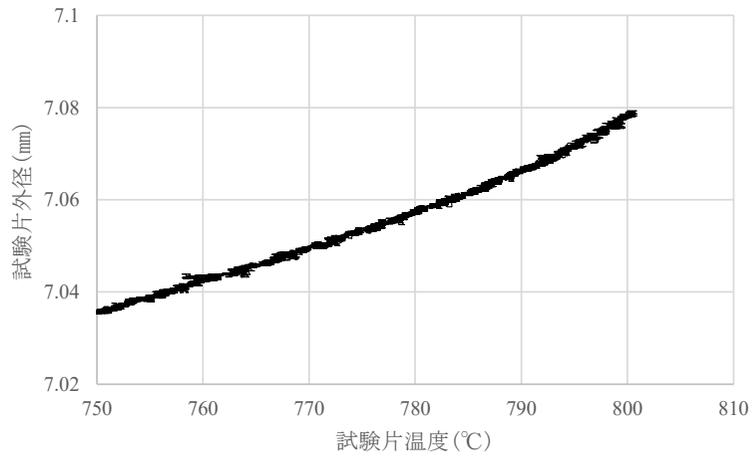


周応力100MPa (MP23-3)

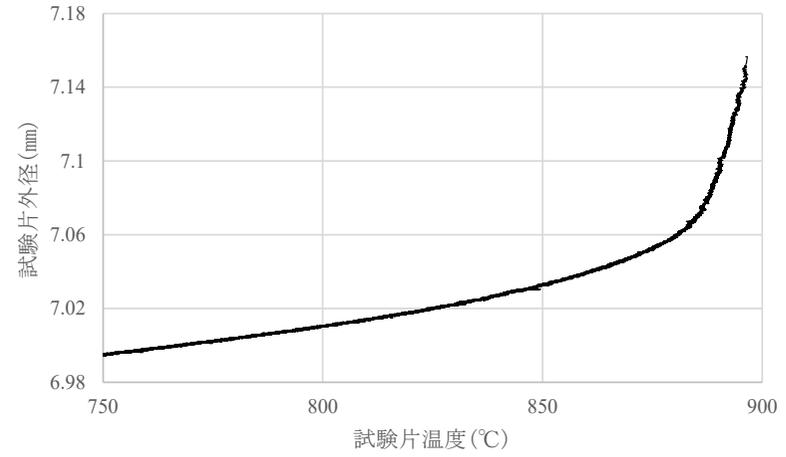


周応力50MPa (MP23-4)

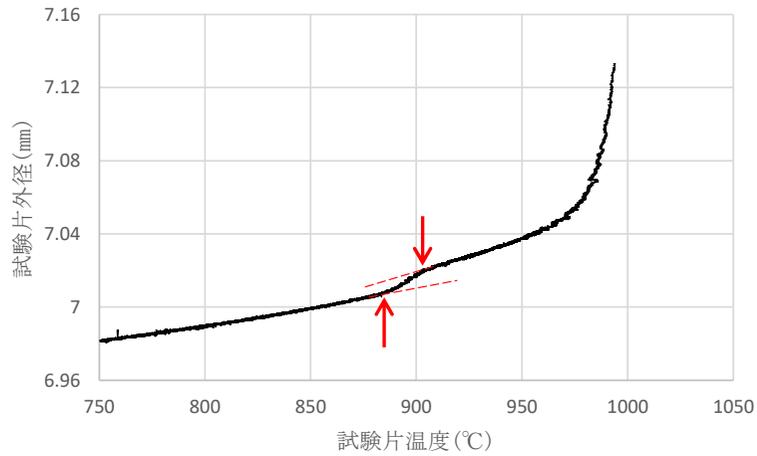
図 3.2-26 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の急速加熱バースト試験における試験片温度と試験片外径の関係(昇温速度:0.05°C/s)



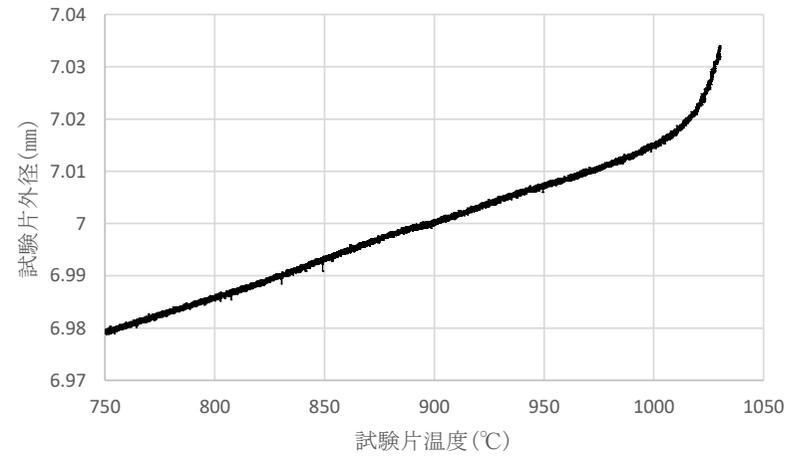
周応力200MPa (MP24-1)



周応力150MPa (MP24-2)

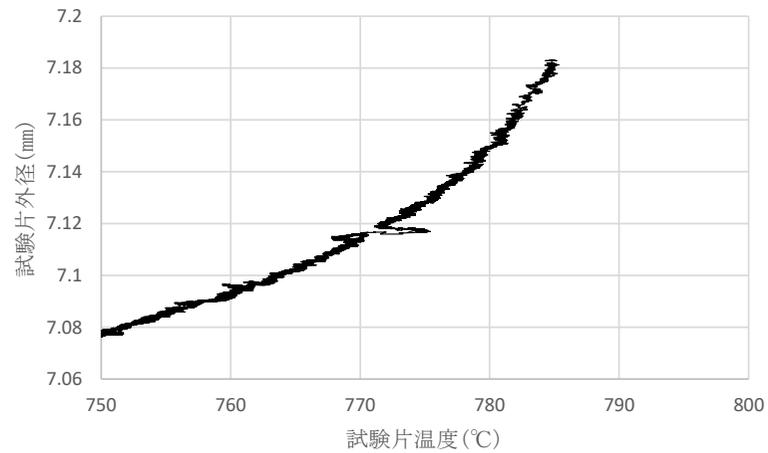


周応力100MPa (MP24-3)

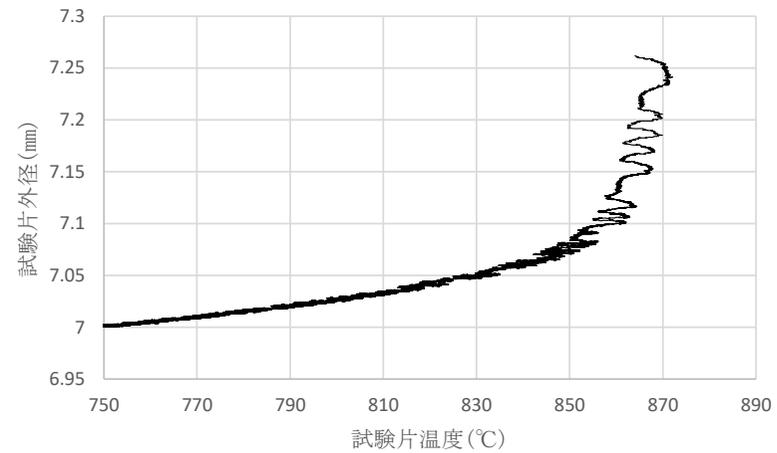


周応力50MPa (MP24-4)

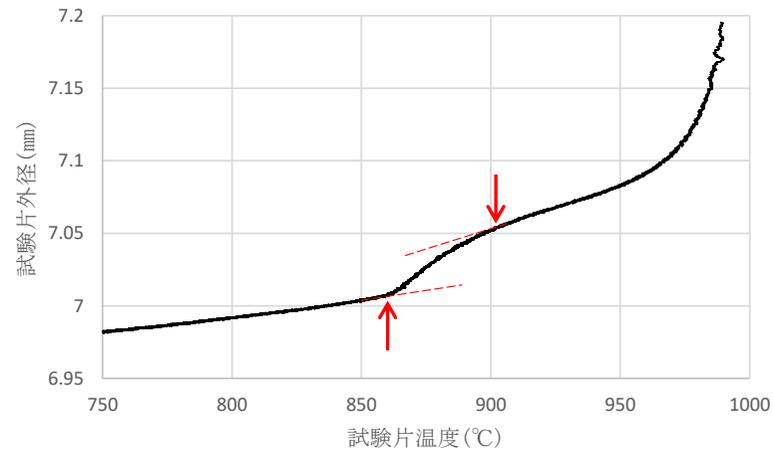
図 3. 2-27 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP24) の急速加熱バースト試験における試験片温度と試験片外径の関係(昇温速度:0.05°C/s)



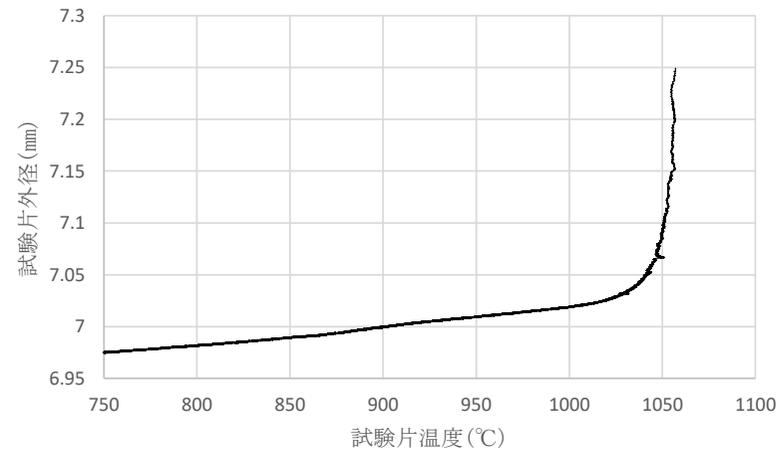
周応力200MPa (15P-1)



周応力150MPa (15P-2)



周応力100MPa (15P-3)



周応力50MPa (15P-4)

図 3.2-28 11Cr-ODS 鋼被覆管 (15P) の急速加熱バースト試験における試験片温度と試験片外径の関係 (昇温速度:0.05°C/s)

●内圧クリープ試験結果の解析

Larson-Miller Parameter:

温度と時間を統一的に示す指標

$$LMP = T_{test}(\log_{10} t_r + C) \quad (1)$$

- T_{test} : 試験温度
- t_r : 破断時間
- C : 定数

●高温引張試験結果の解析

以下のパラメータを用いて、内圧クリープと同様な評価を実施。

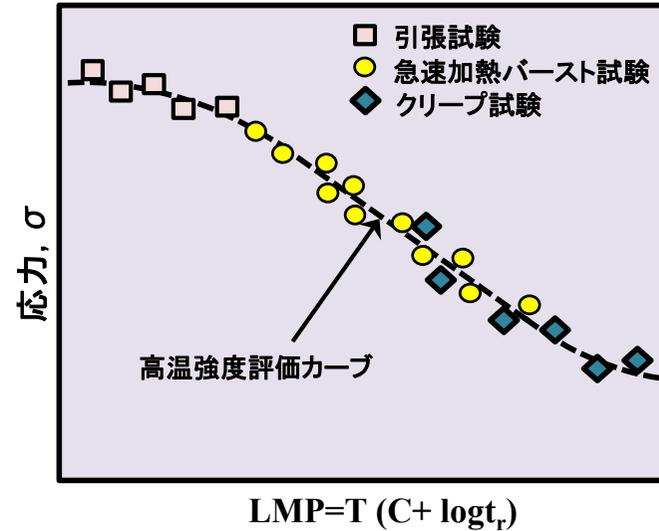
- 破断時間 = 全伸び / 歪み速度
- 破断応力 = UTS

●急速加熱バースト試験結果の解析
(一定応力下での昇温破損試験)

Life fraction rule (寿命分数和)

$$CDF(t) = \int_0^{t^*} \frac{dt}{t_r(\sigma, T_{test})} = 1 \quad (2)$$

- t^* : 急速加熱バースト試験での破損時間



(1)(2)より、

$$CDF(t) = 10^c \int_0^{t^*} \exp\left(-\frac{2.3LMP}{T_{test}}\right) dt = 1 \quad (3)$$

$$T_{test} = \underbrace{\dot{T}}_{\text{昇温速度}} \times t + \underbrace{T_1}_{\text{初期温度}} \quad (4)$$

(3)(4)および破損温度からLMPを評価

図 3.2-29 LMP-life fraction 法の概要

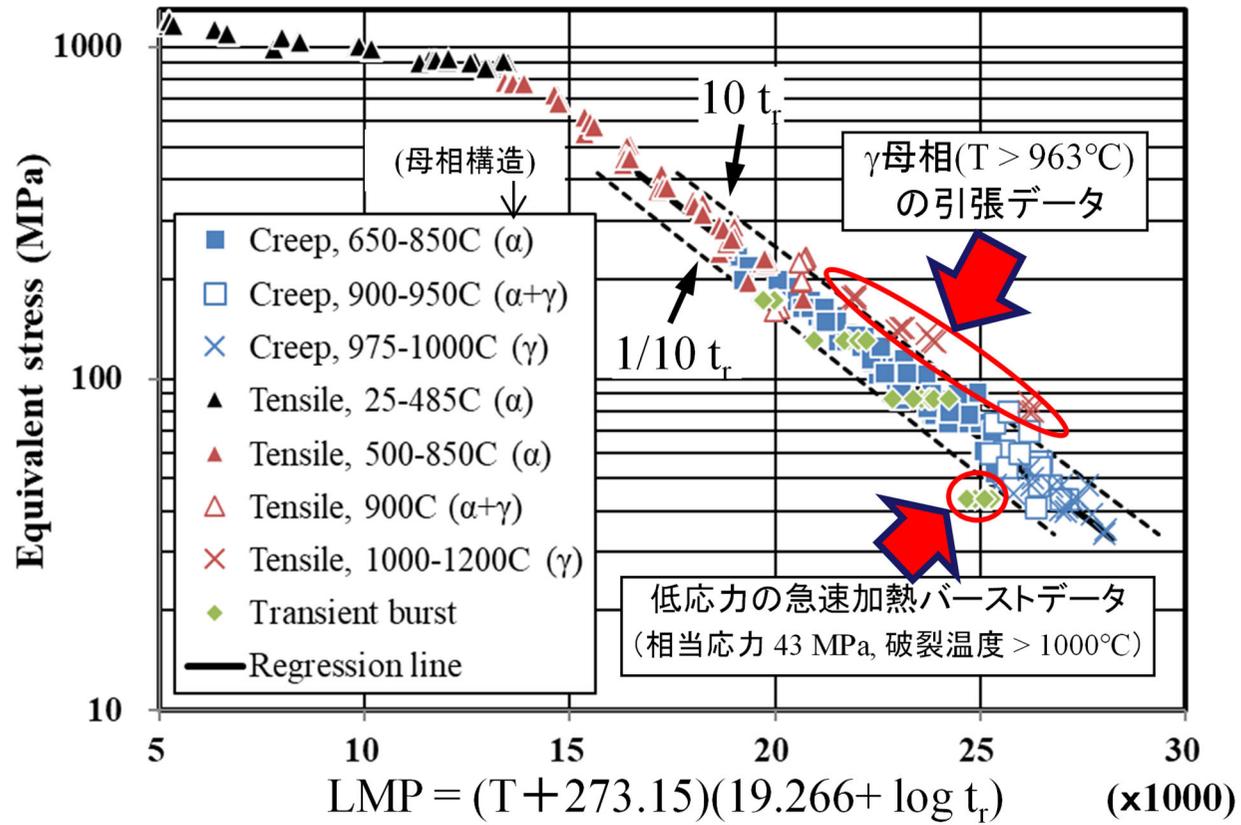


図 3.2-30 9Cr-ODS 鋼被覆管の LMP-Life fraction 法による解析結果 (α 母相のクリープデータのみを用いて最適化した式と各種データとの比較)

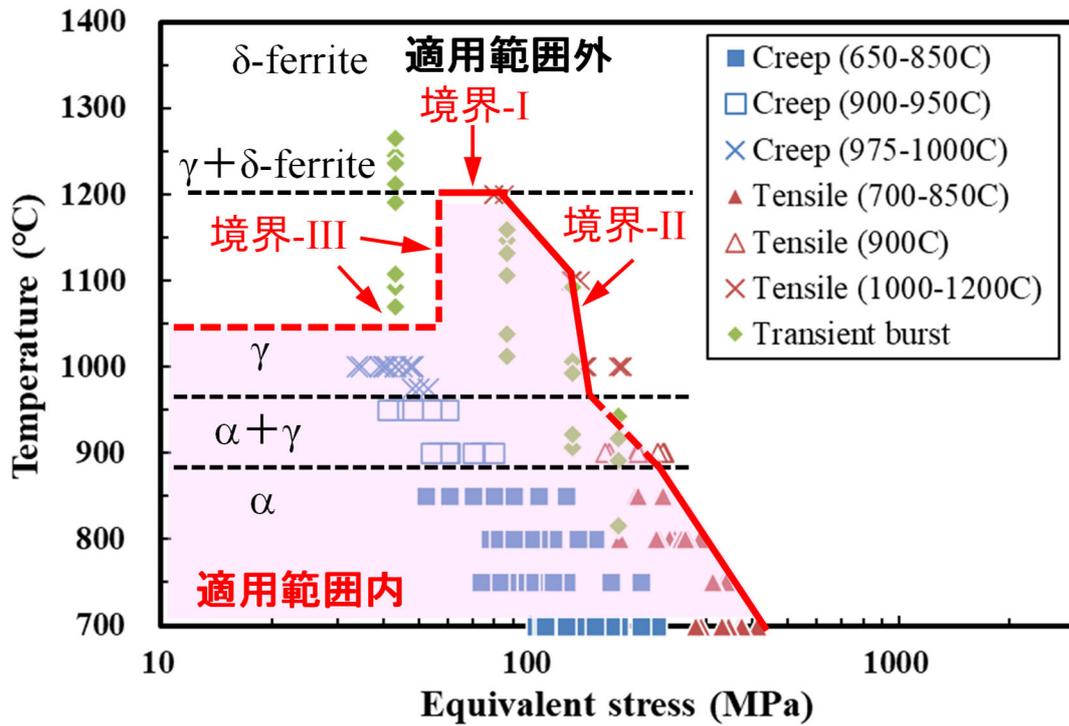


図 3.2-31 9Cr-ODS 鋼 α 相のクリープ強度式の適用範囲内外の境界条件

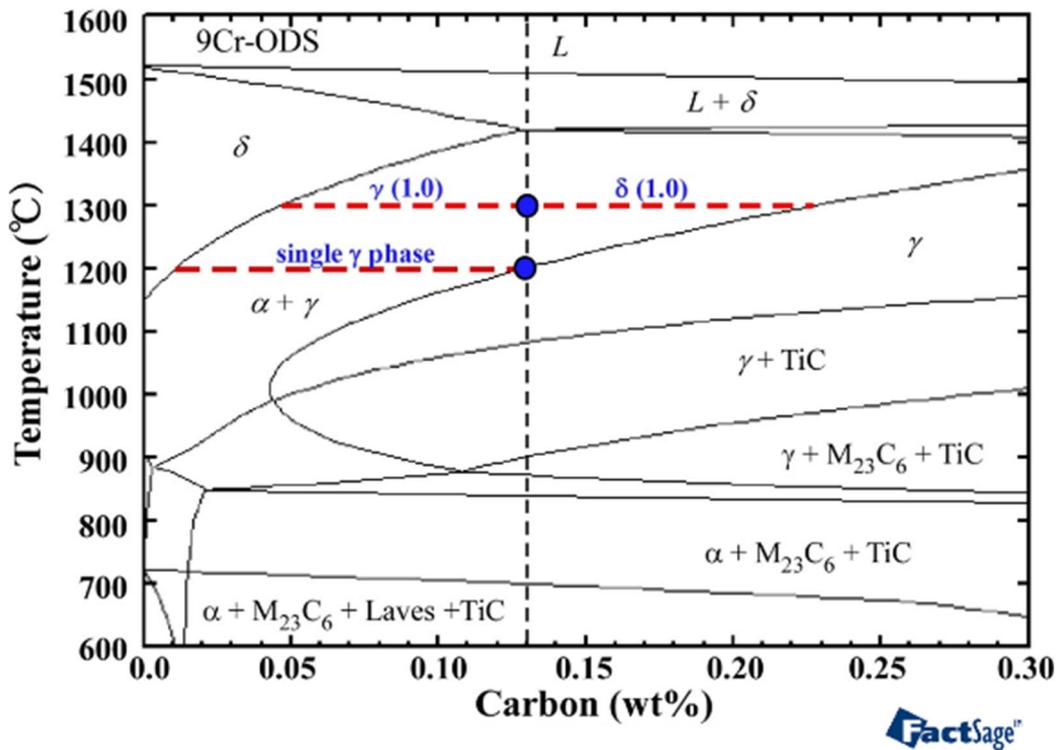


図 3.2-32 9Cr-ODS 鋼の状態図

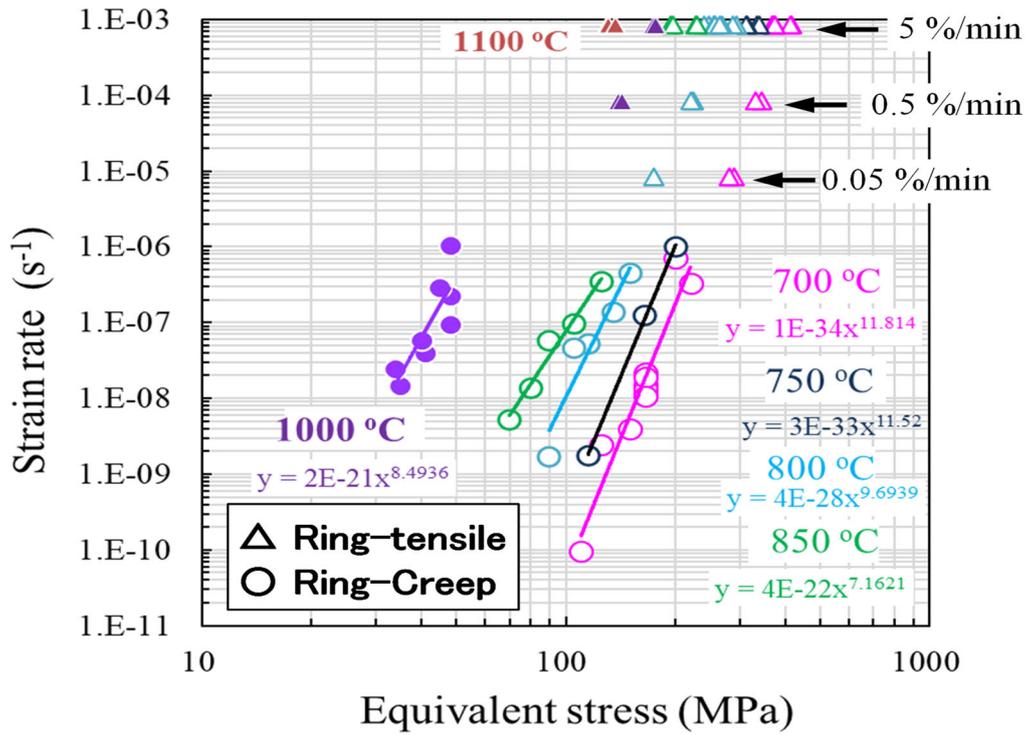


図 3.2-33 クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験における歪み速度の応力依存性比較

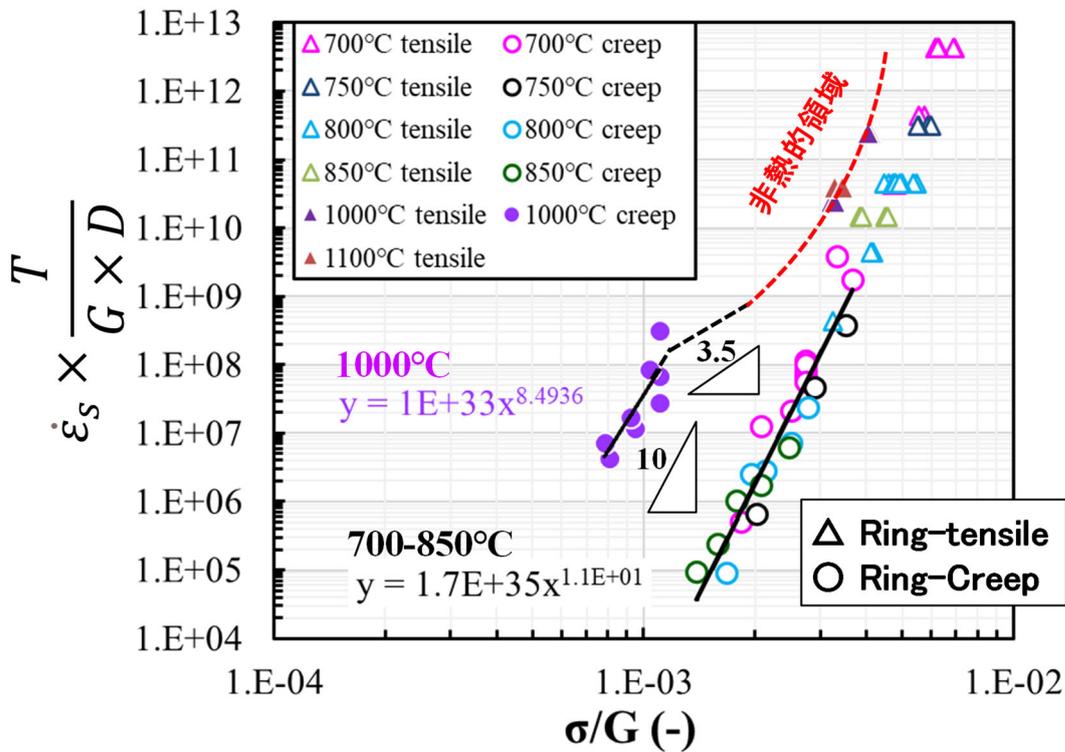


図 3.2-34 クリープ試験における定常クリープひずみ速度と引張試験における歪み速度の応力依存性（構成方程式に基づき補正した定常クリープひずみ速度と応力の関係）

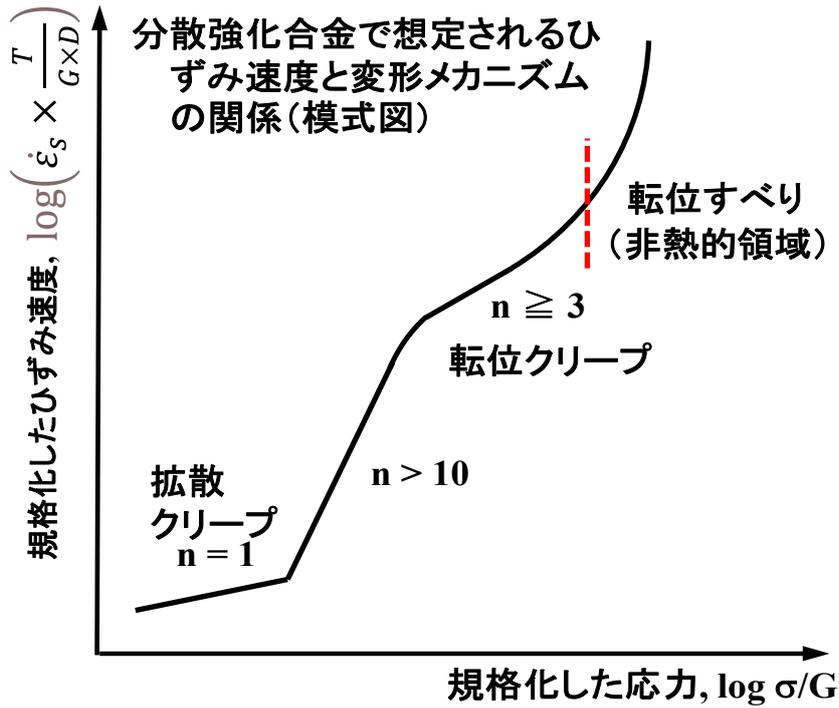


図 3.2-35 分散強化合金で想定されるひずみ速度と変形メカニズムの関係 (模式図)

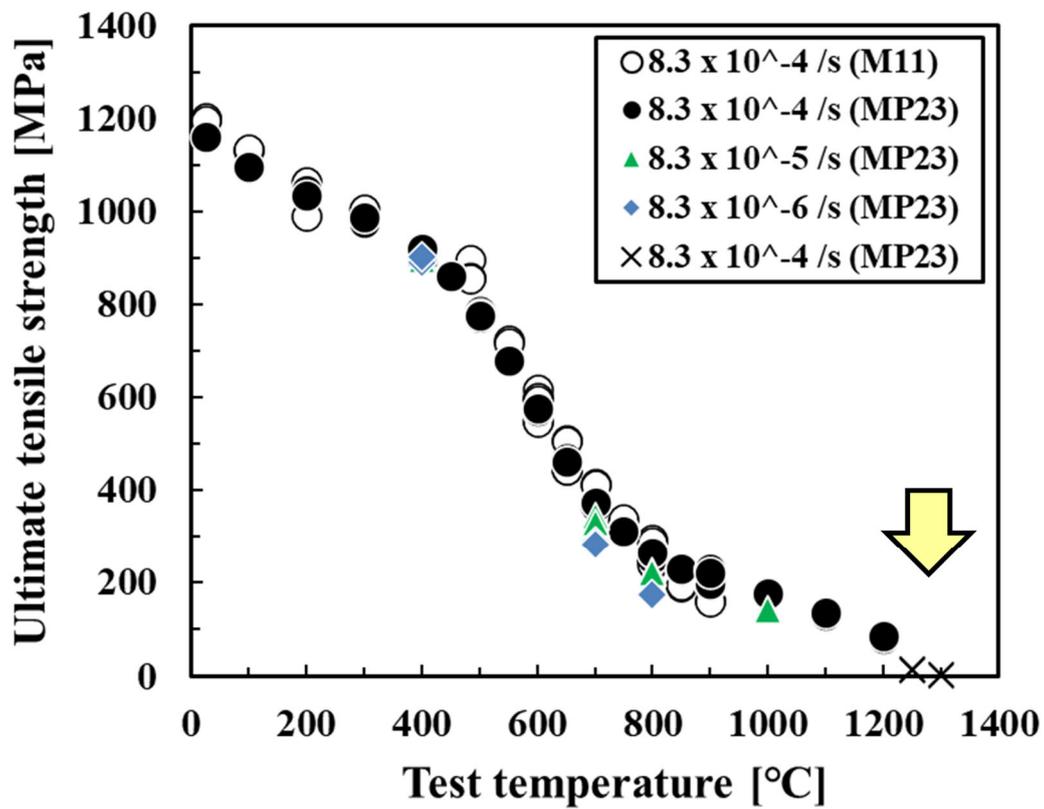


図 3.2-36 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23、M11) の引張強度の試験温度依存性 (リング引張試験)

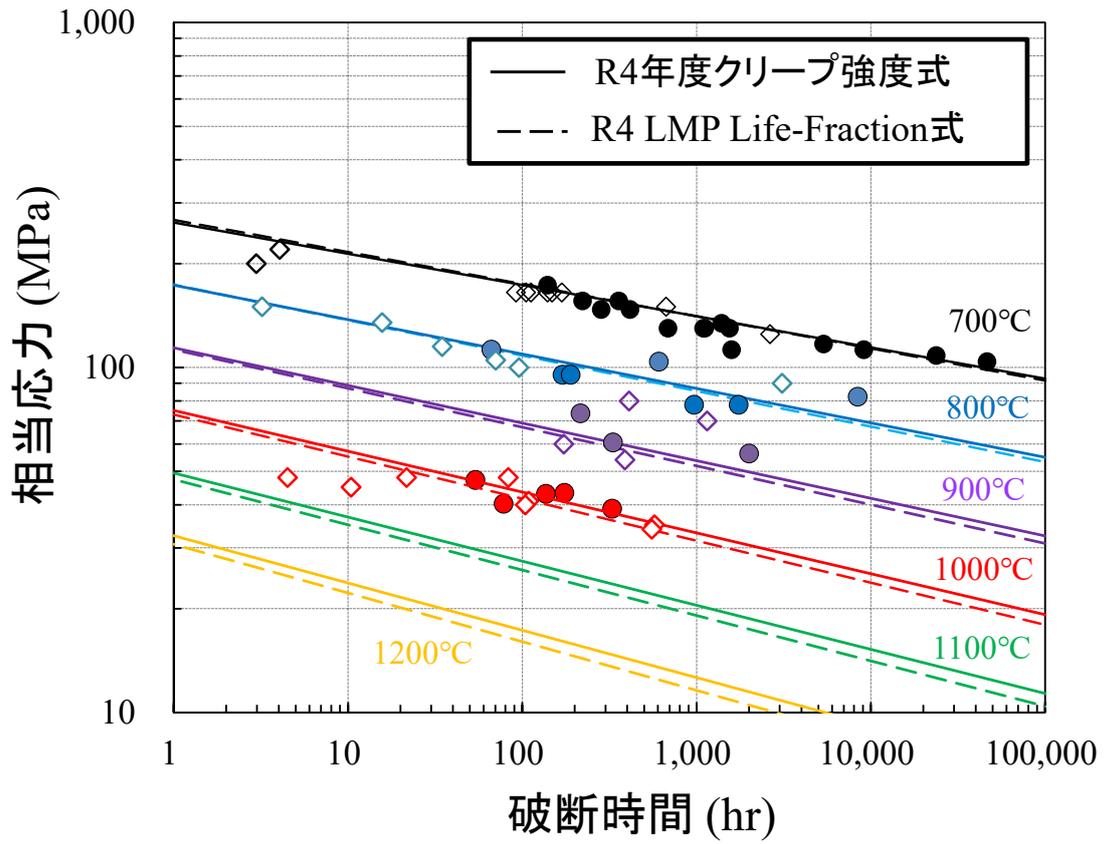
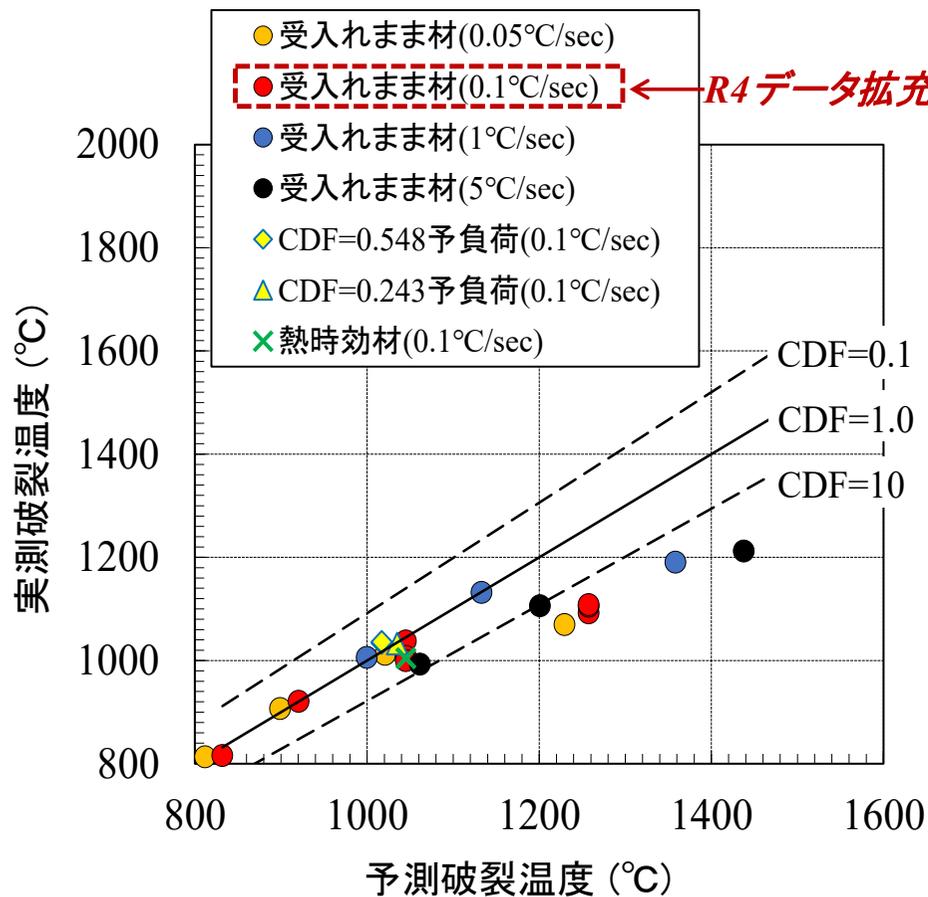
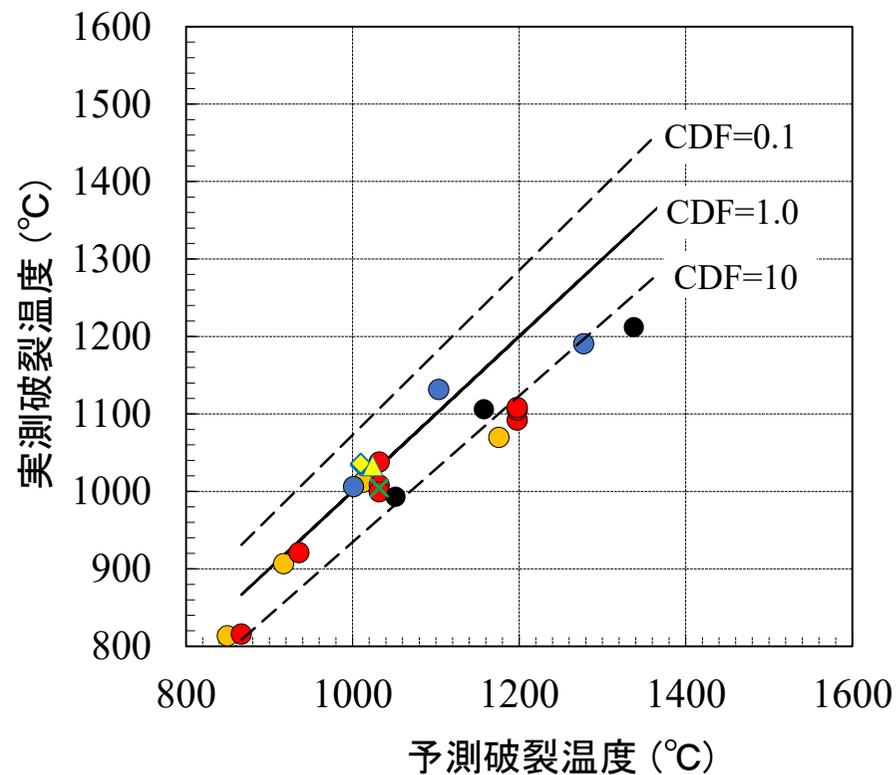


図 3.2-37 R4 LMP-Life fraction 式、R4 クリープ強度式およびクリープ実測データの比較



(a) R4 クリープ強度式



(b) R4 LMP Life-Fraction式

図 3.2-38 温度が大きく経時変化する超高温内圧試験における予測破裂温度と実測値の比較、(a) R4 クリープ強度式と CDF を用いた予測破裂温度と実測値の比較、(b) LMP Life fraction 式と CDF を用いた予測破裂温度と実測値の比較

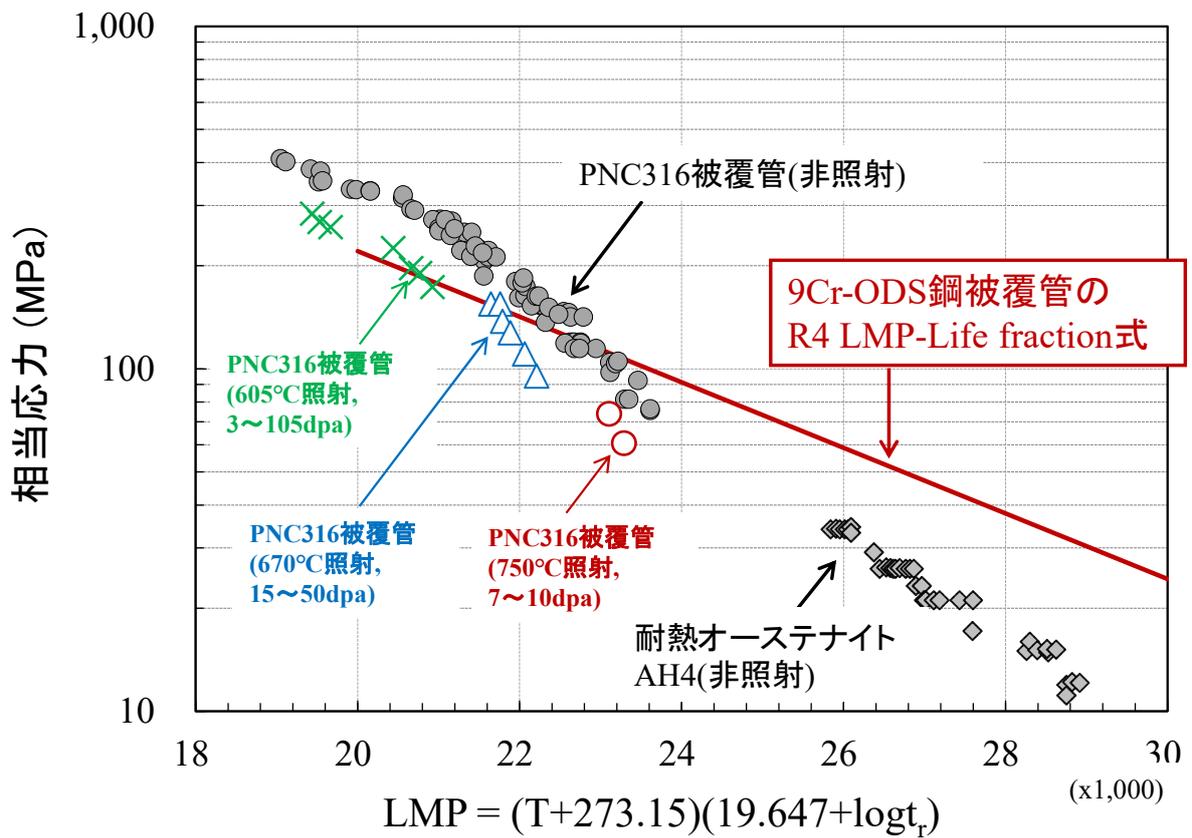


図 3.2-39 9Cr-ODS 鋼被覆管 (R4 LMP-Life fraction 式) と PNC316 被覆管の強度比較 (PNC316 被覆管のデータは既往研究による公開データ)

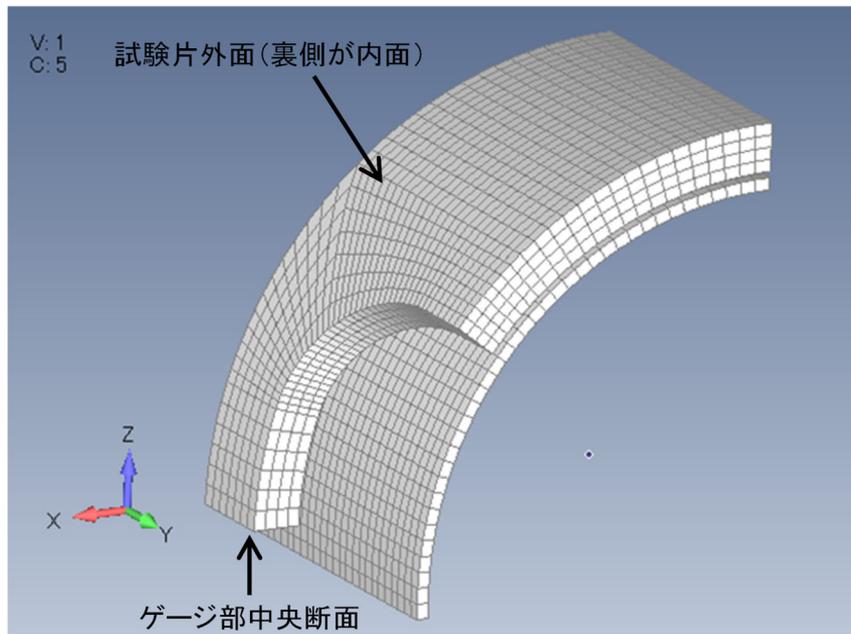


図 3.2-40 リング試験片の3次元1/8解析モデル

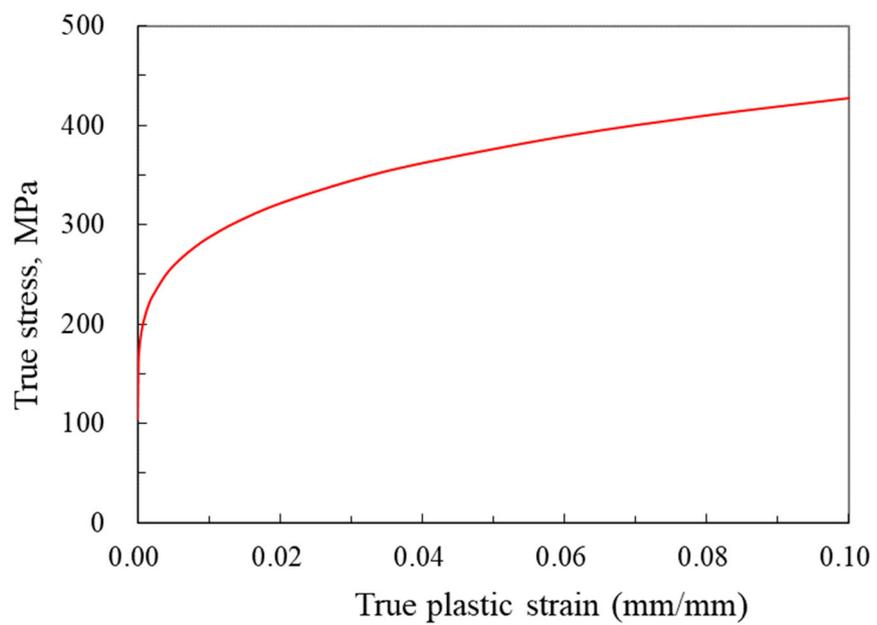


図 3.2-41 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の700°Cにおける真応力-真ひずみ曲線

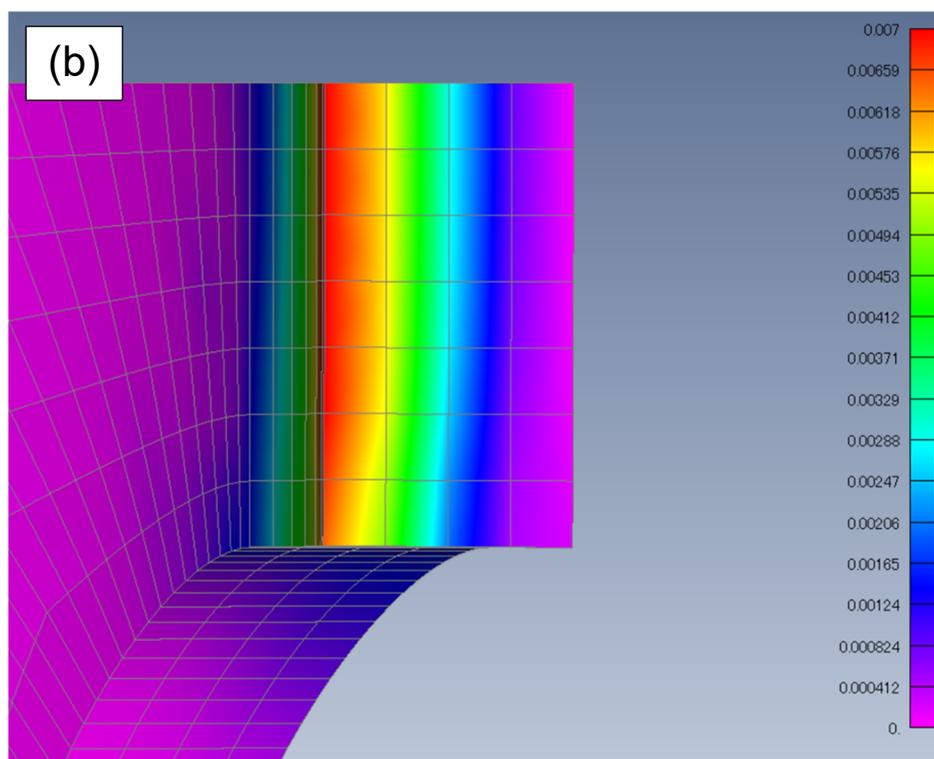
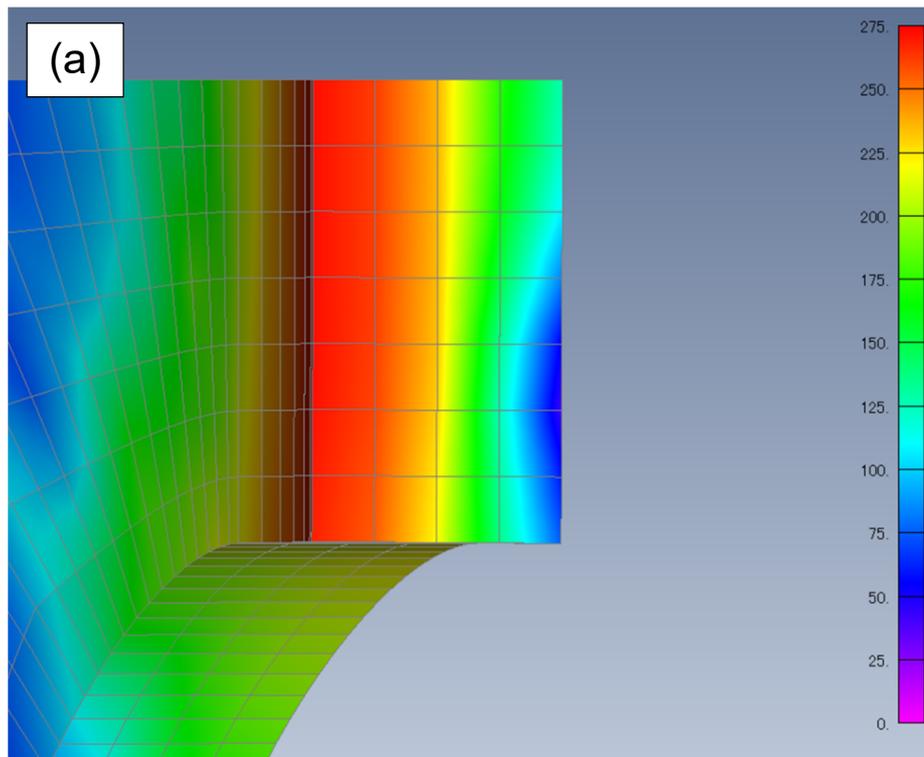


図 3. 2-42 負荷応力 200 MPa のときのゲージ部中央断面におけるコンター図：(a)相当応力、
(b)相当塑性ひずみ

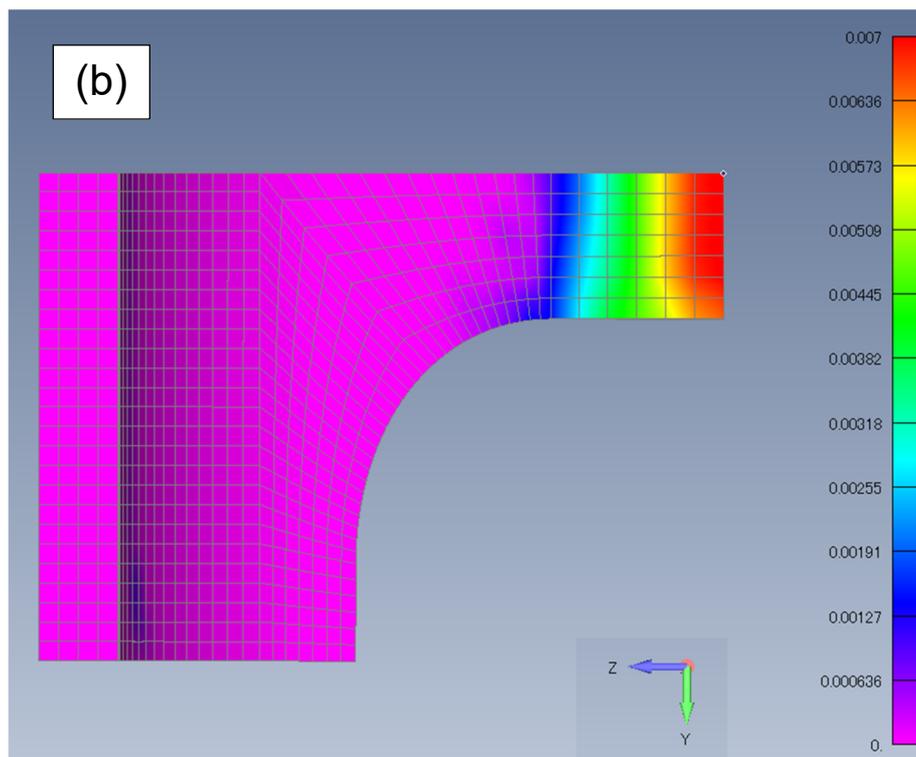
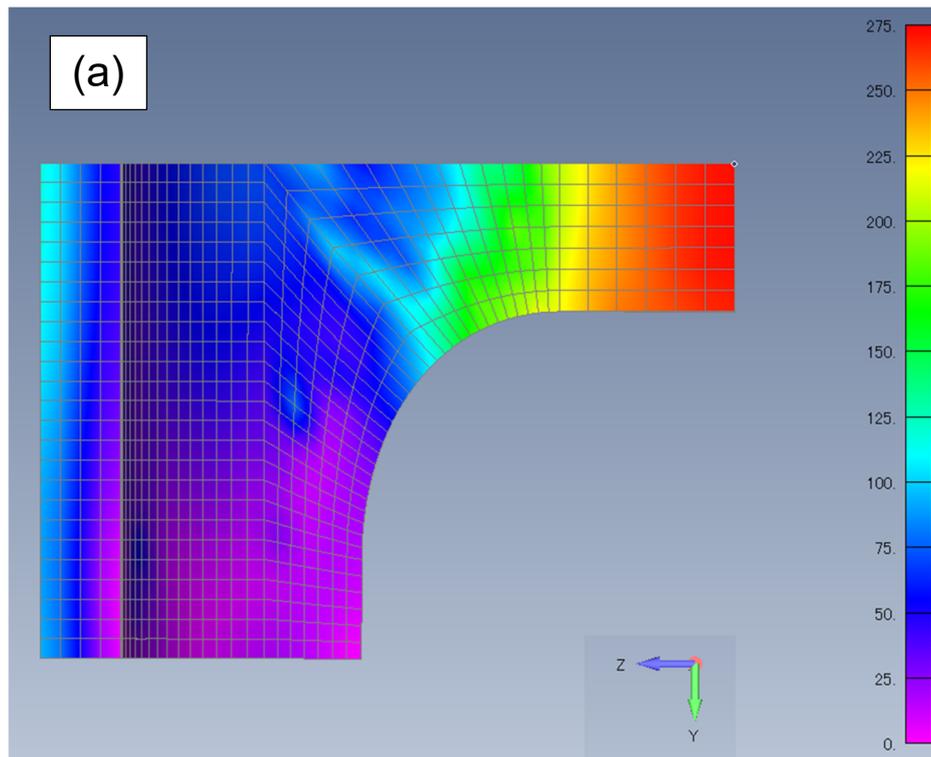


図 3.2-43 負荷応力 200 MPa のときのリング試験片内面におけるコンター図：(a)相当応力、
(b)相当塑性ひずみ

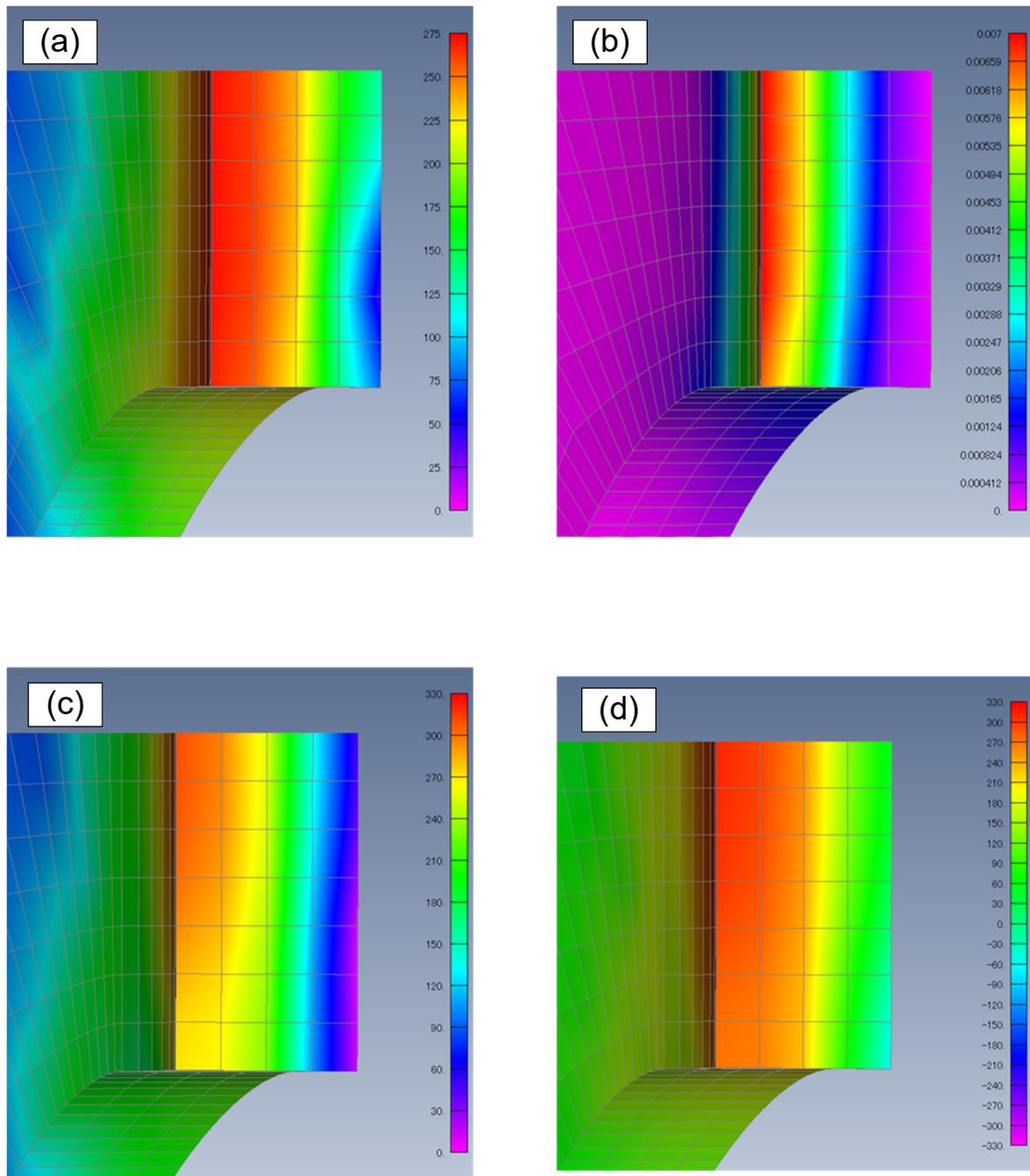


図 3.2-44 負荷応力 200 MPa のときのゲージ部中央断面における各応力と塑性ひずみのコンター図： (a)相当応力、(b)相当塑性ひずみ、(c)最大主応力、(d)垂直応力

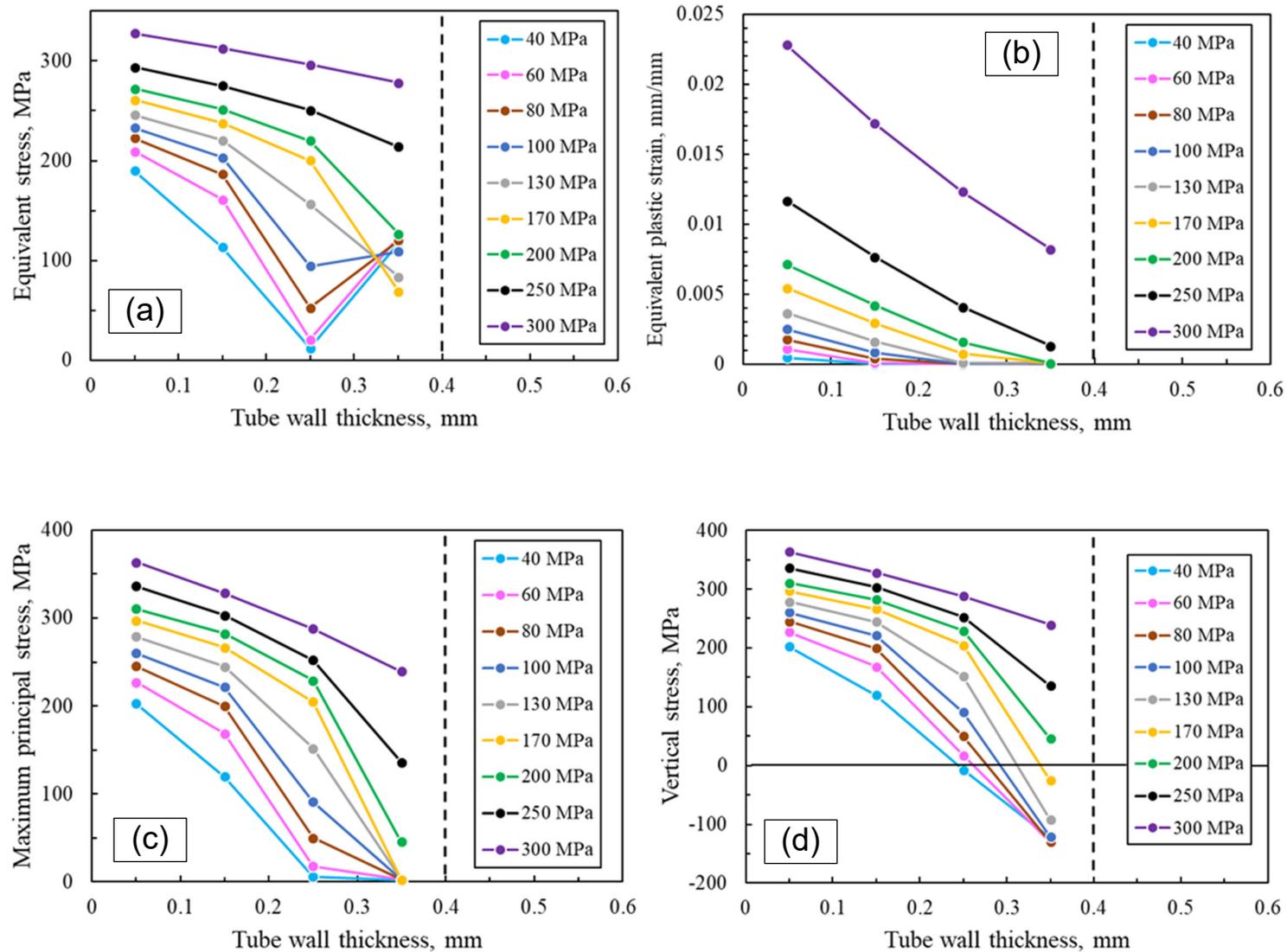


図 3.2-45 ゲージ部中心における各応力と相当塑性ひずみの肉厚方向分布：(a)相当応力、(b)相当塑性ひずみ、(c)最大主応力、(d)垂直応力

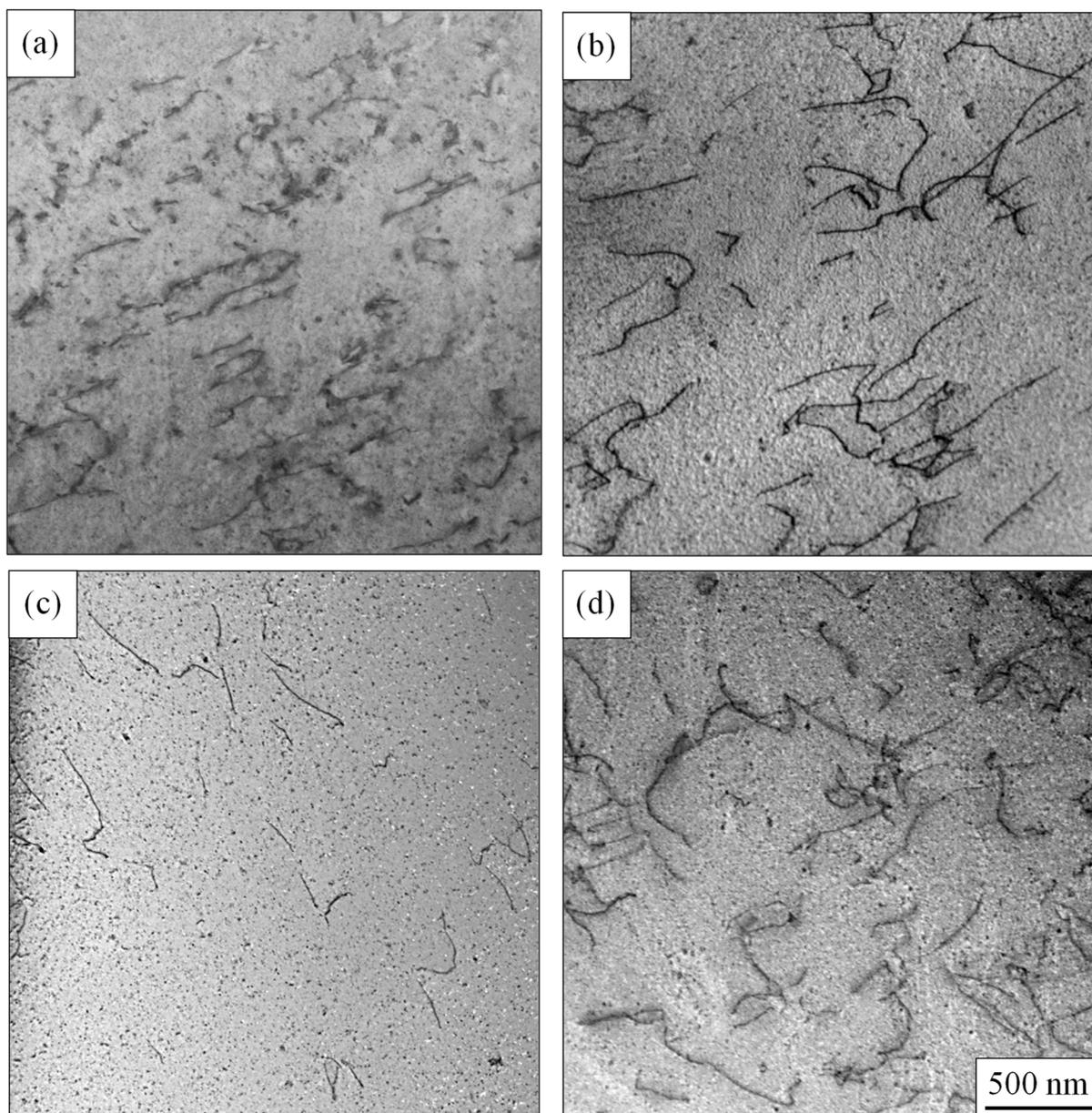


図 3.2-46 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の STEM-BF 像、(a) 受入れまま、(b) 700°C、94.4 MPa のクリープ試験材、(c) 700°C、108.3 MPa のクリープ試験材、(d) 700°C、112.6 MPa のクリープ試験材

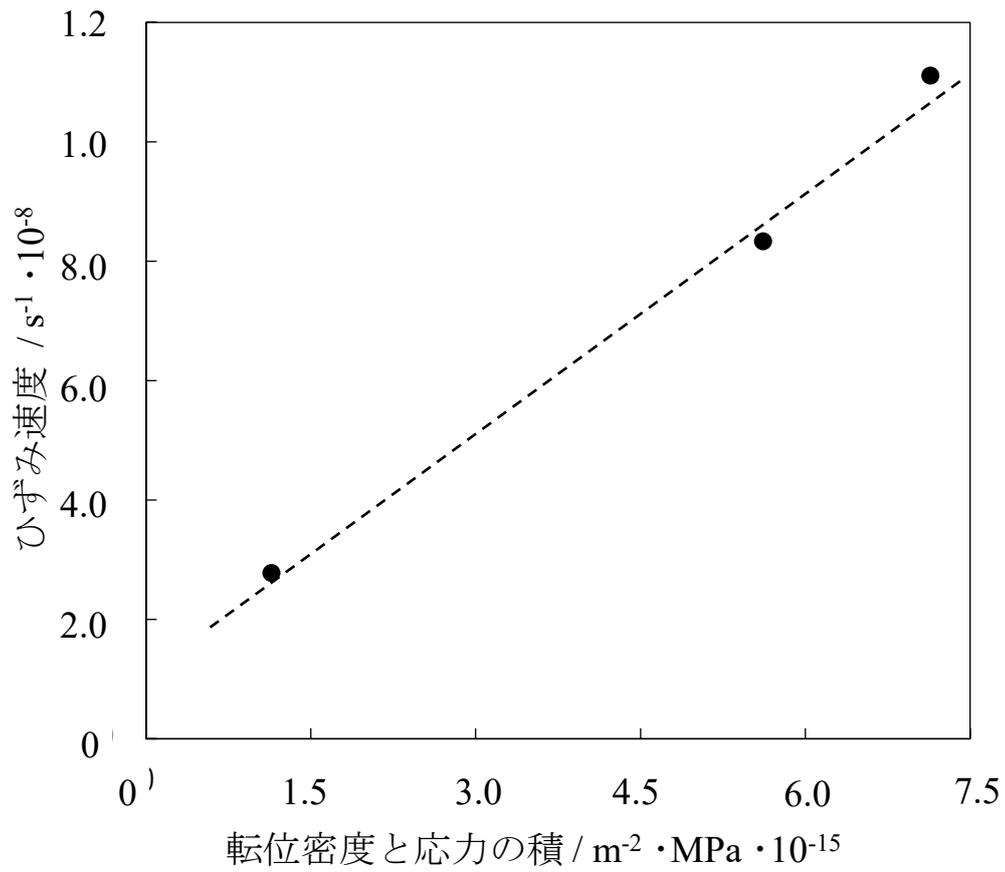


図 3.2-47 ひずみ速度と転位密度・応力の積の相関

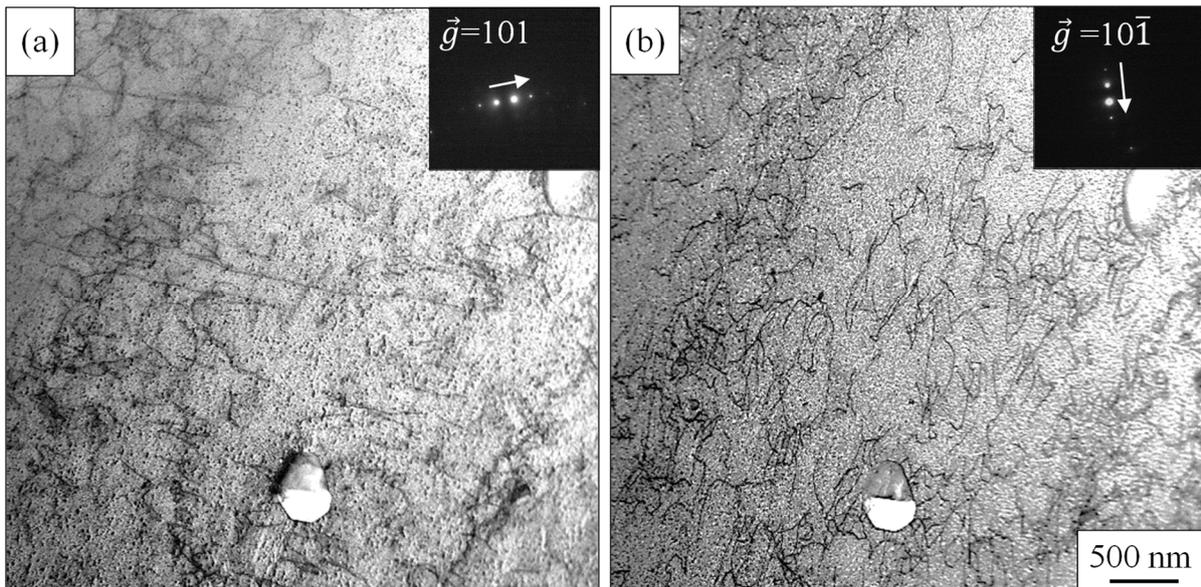


図 3.2-48 12Cr-ODS 鋼被覆管(F14)の700°C、112.6 MPaのクリープ試験片のSTEM-BF像、(a) 回折波 $\vec{g} = 101$ 、(b) 回折波 $\vec{g} = 10\bar{1}$

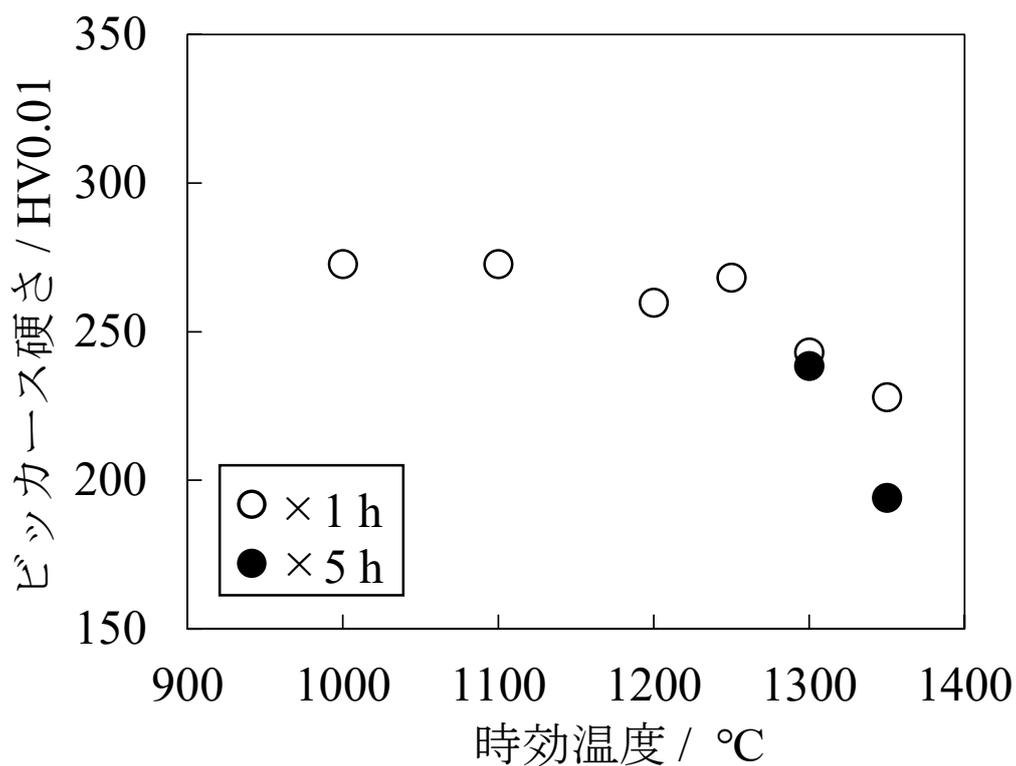


図 3.2-49 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の超高温時効材のビッカース硬さ

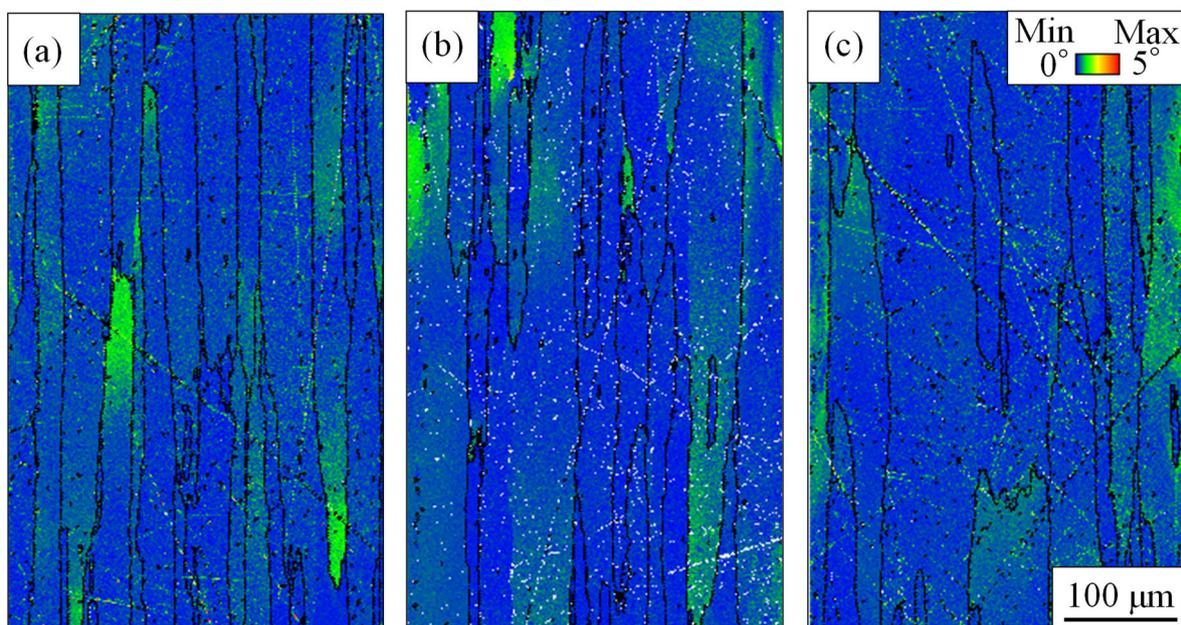


図 3.2-50 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 超高温時効材の GROD マップ、(a) 1000°C × 1 h (b) 1250°C × 1 h (c) 1350°C × 1 h

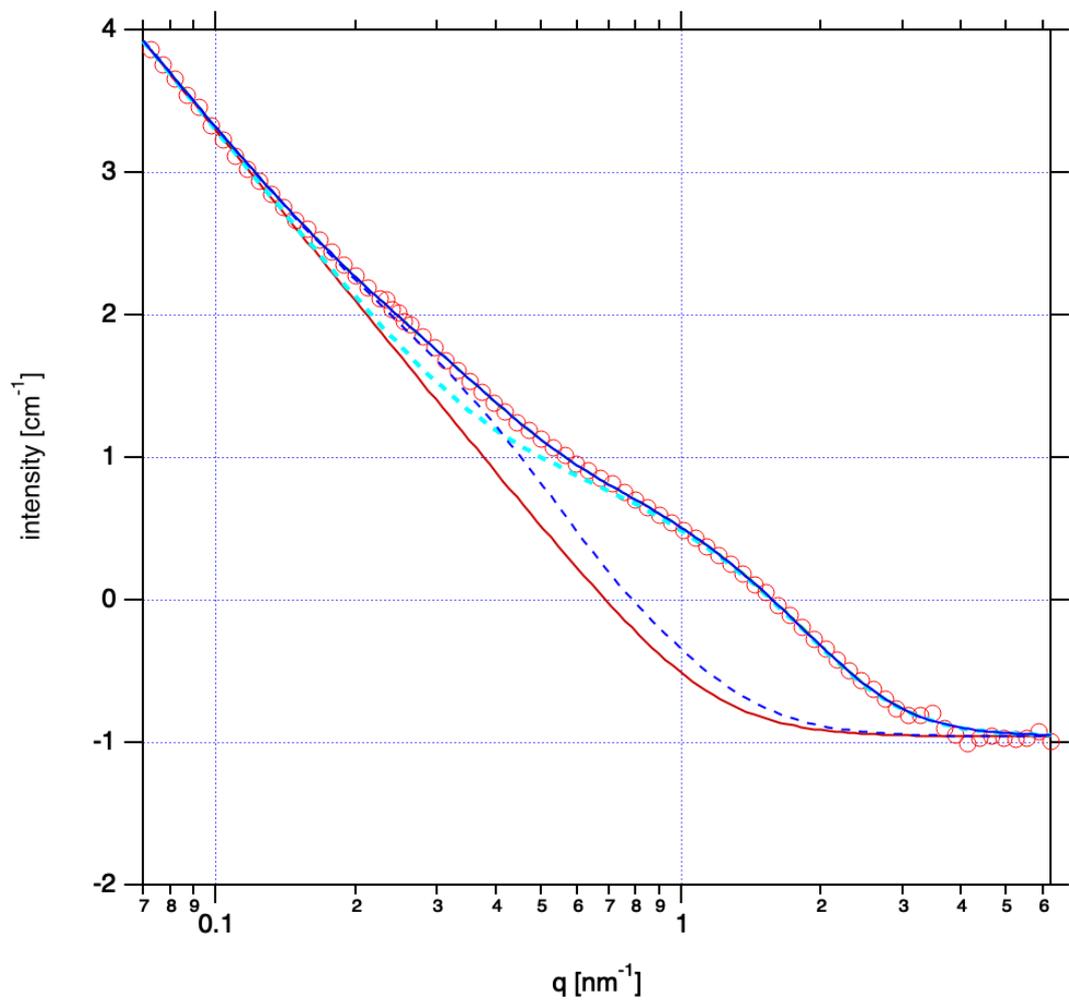


図 3.2-51 MA957(14Cr-ODS 鋼)の SAXS プロファイル
 (赤曲線：想定したバックグラウンド、青点線：やや大きな粒子であり、これらを除いた成分をナノ酸化物粒子として解析している。)

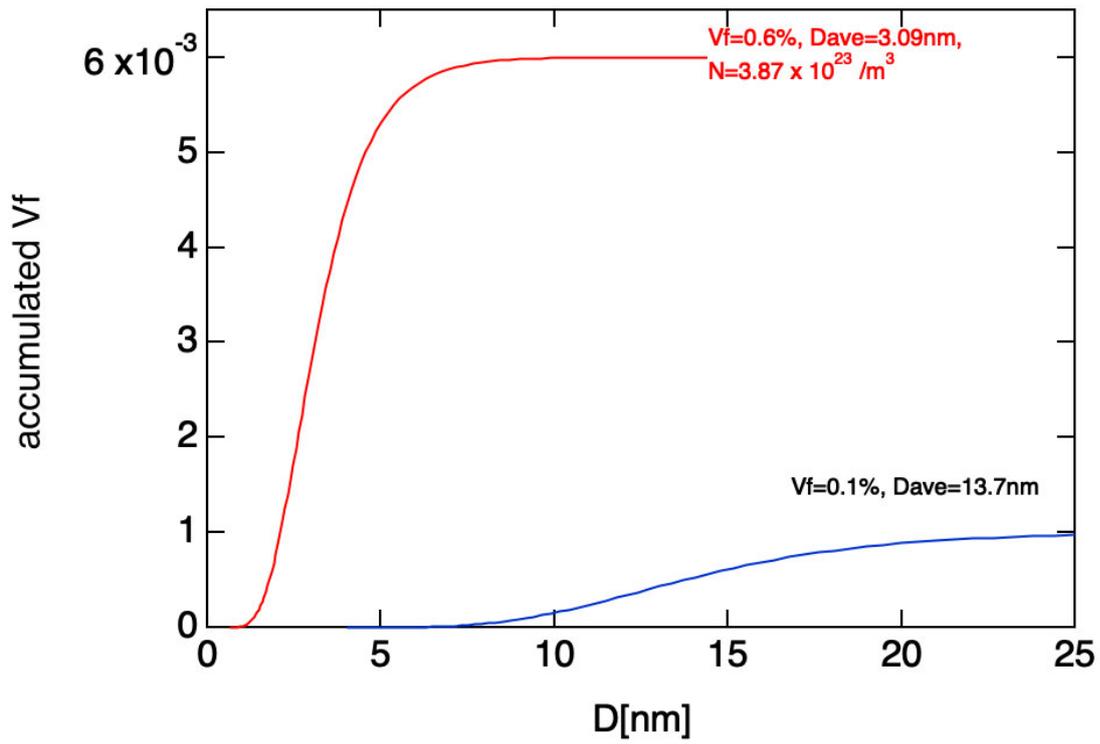


図 3.2-52 図 3.2-51 のフィッティングより得られたナノ酸化物粒子およびやや大きな粒子の累積体積分率

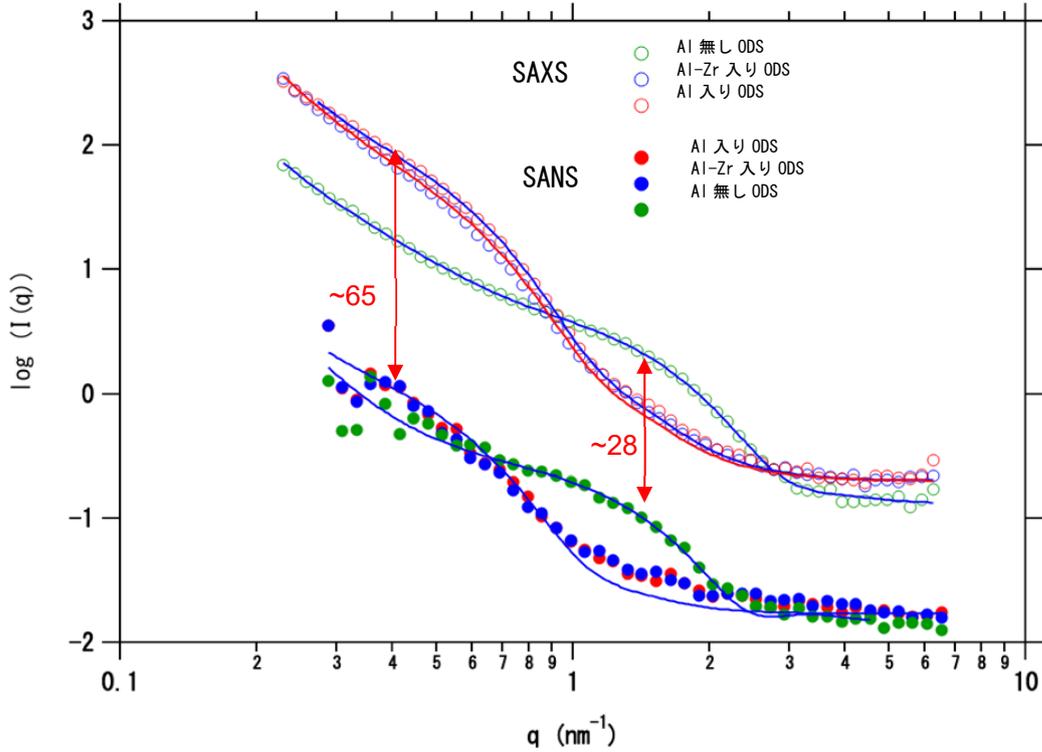


図 3.2-53 Fe-Cr-Al-ODS 鋼の SAXS/SANS 複合評価

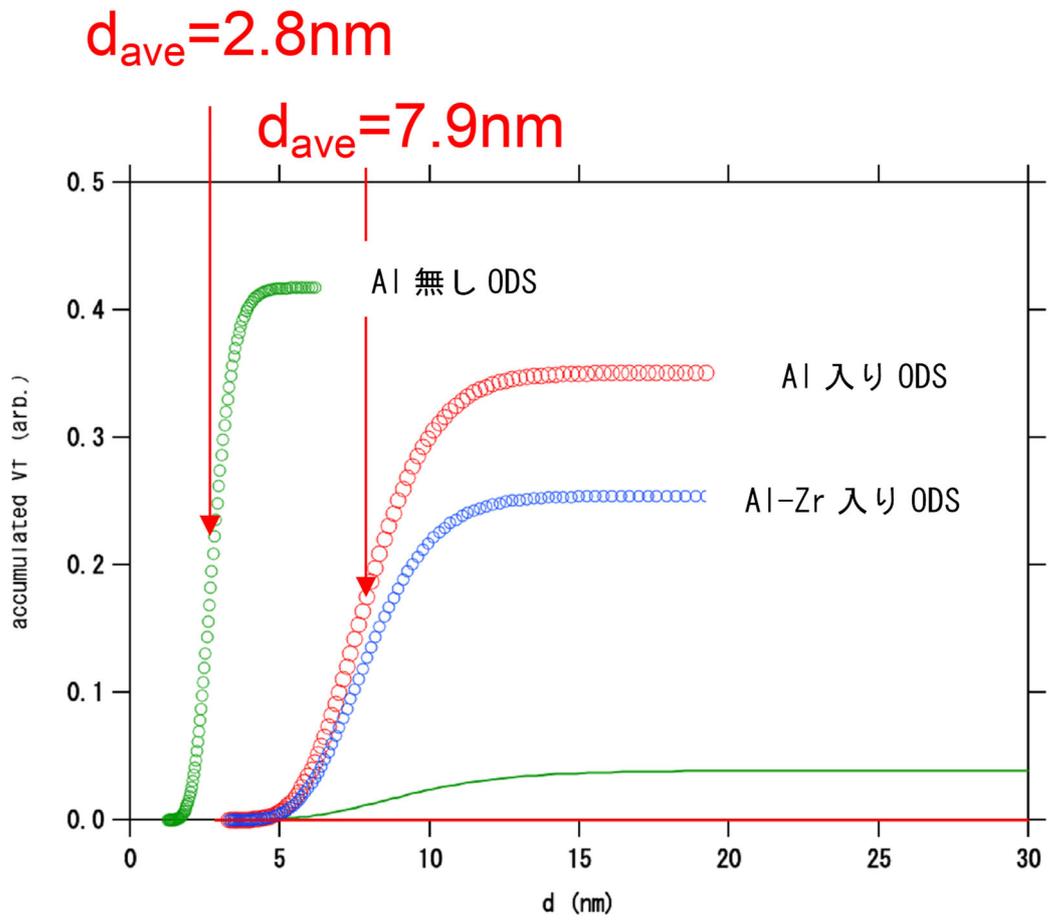


図 3.2-54 Fe-Cr-Al-ODS 鋼の累積体積分率

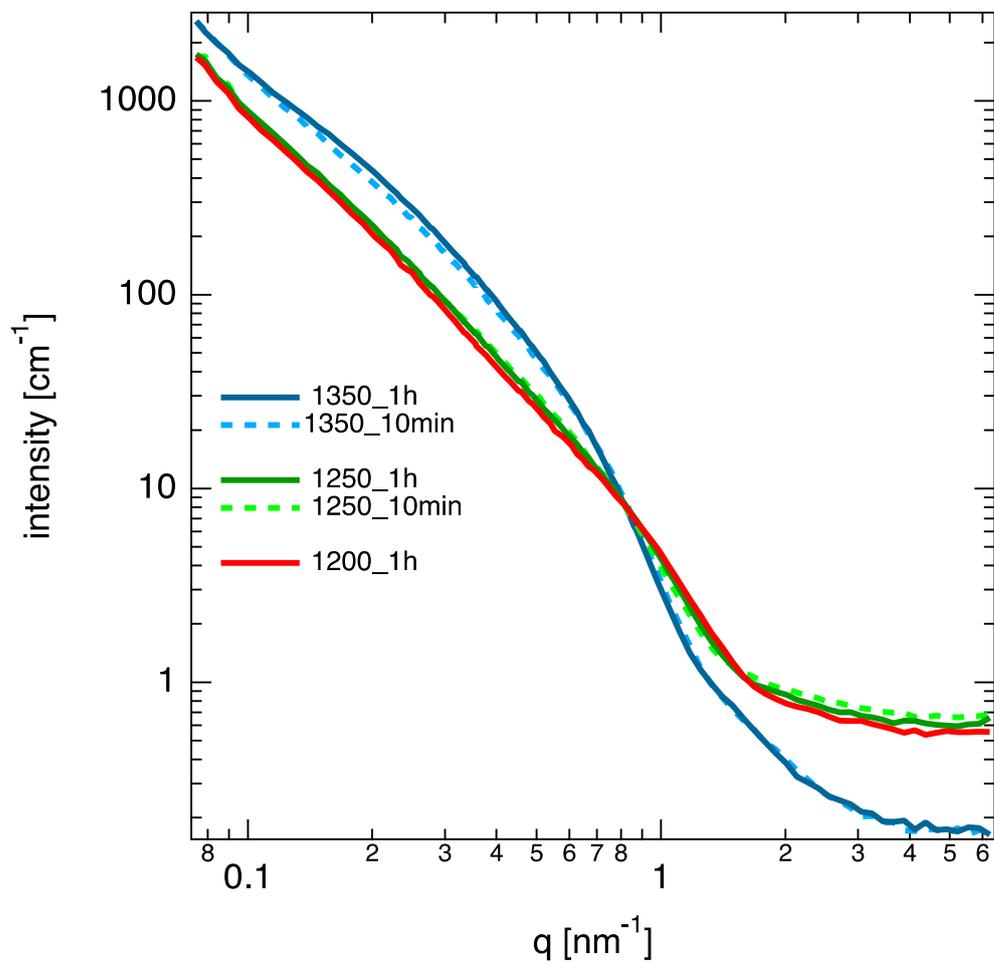


図 3.2-55 超高温暴露した 11Cr-ODS 鋼の SAXS プロファイル

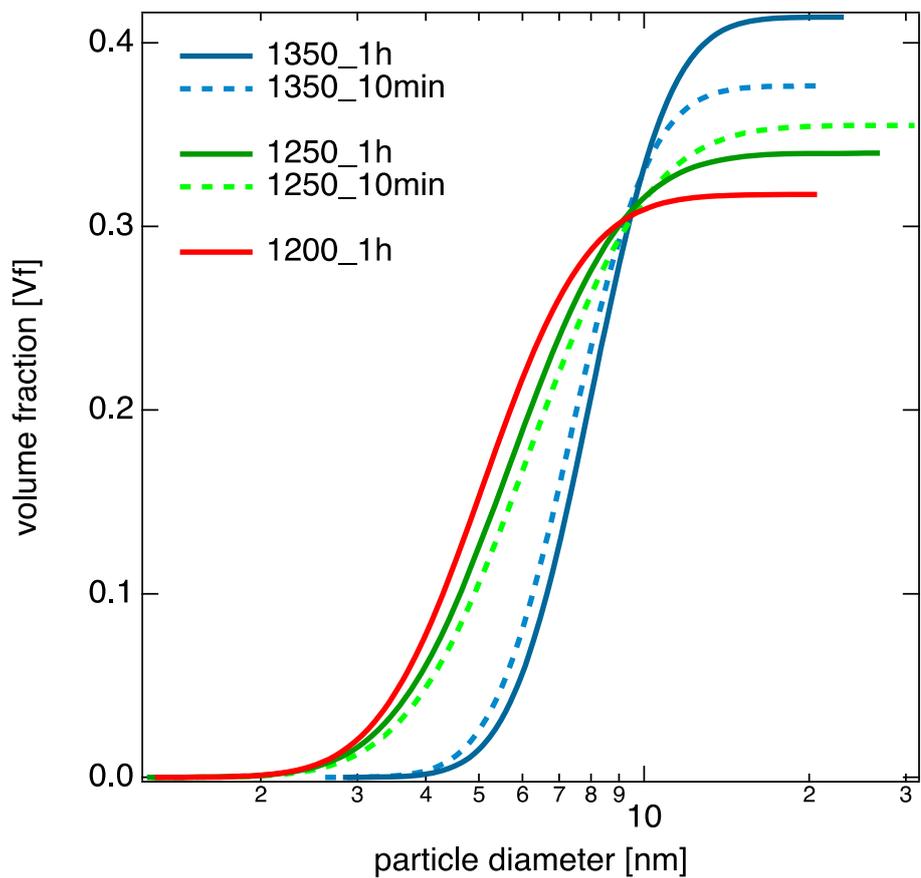


図 3.2-56 SAXS プロファイルより得られた累積体積分率変化

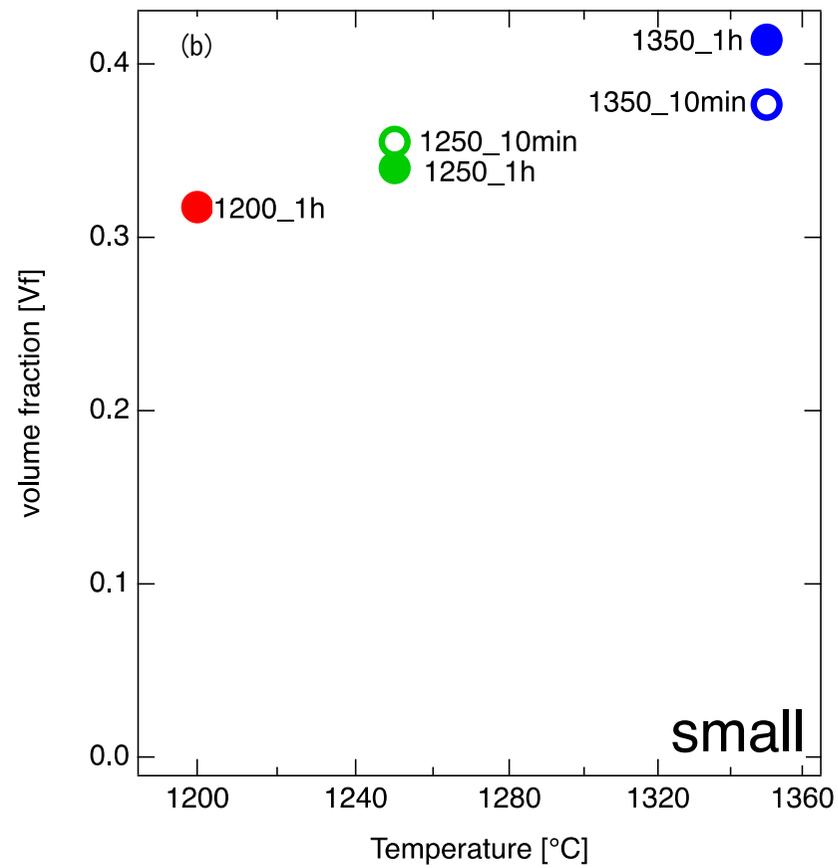
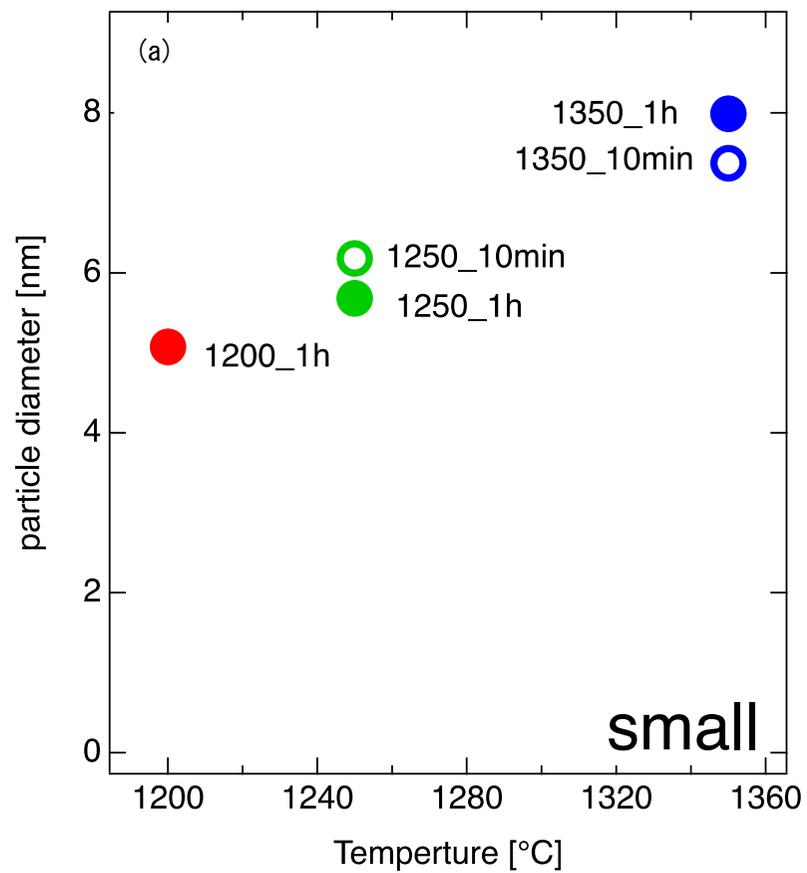


図 3. 2-57 (a) 粒子サイズおよび(b) 累積体積分率の温度変化

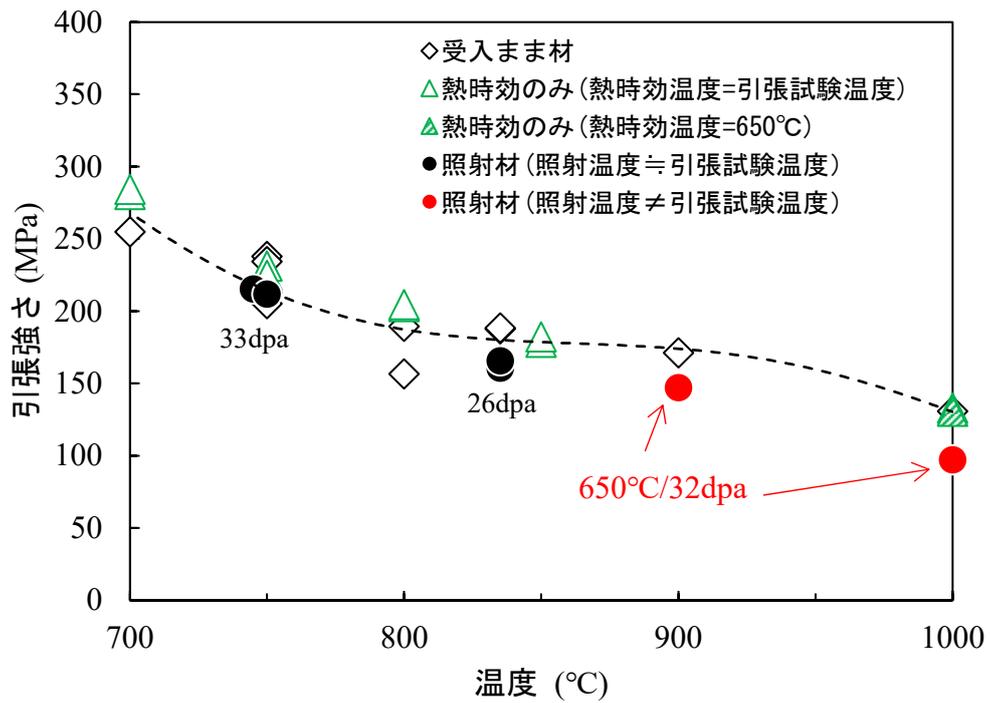
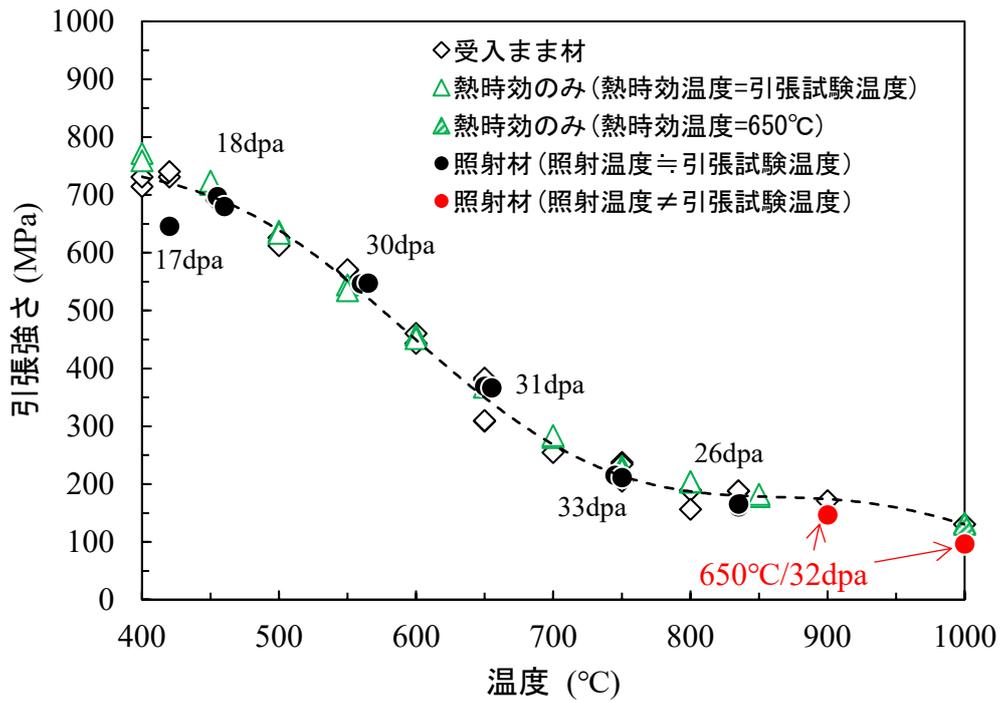


図 3.3-1 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) のリング引張試験結果
(下段は 700°C 以上を拡大したもの)

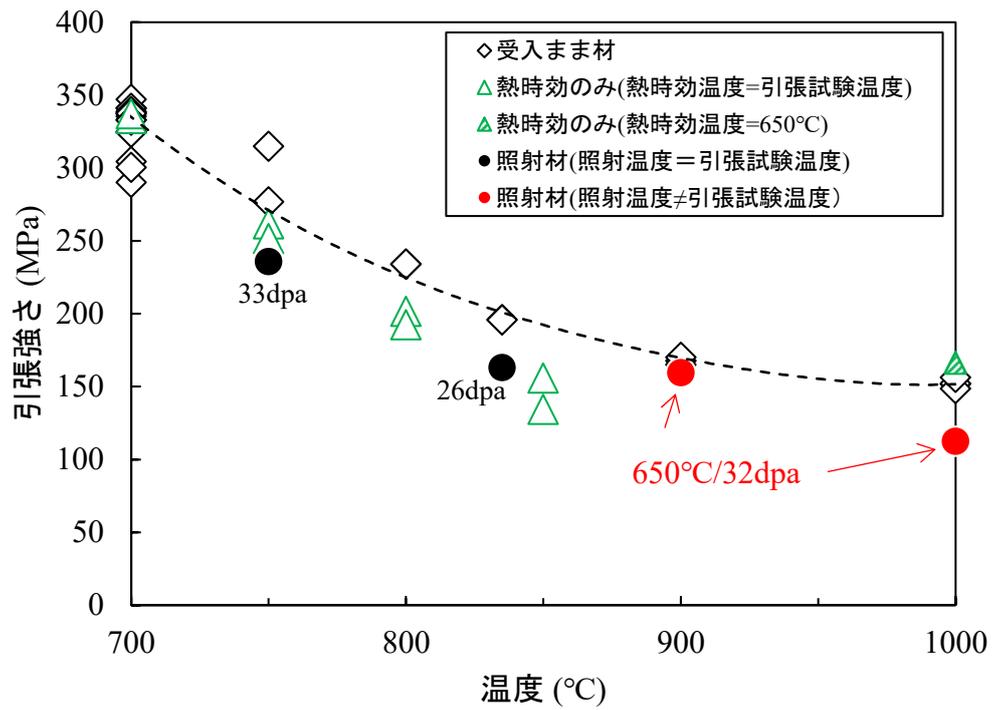
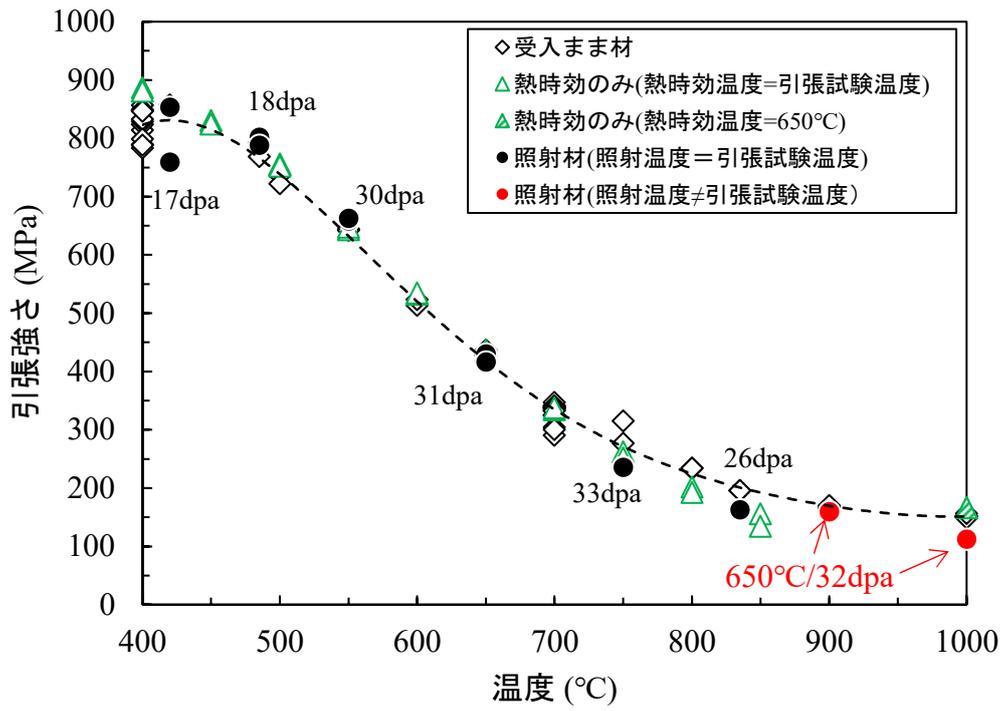


図 3.3-2 9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) のリング引張試験結果
(下段は 700°C 以上を拡大したもの)

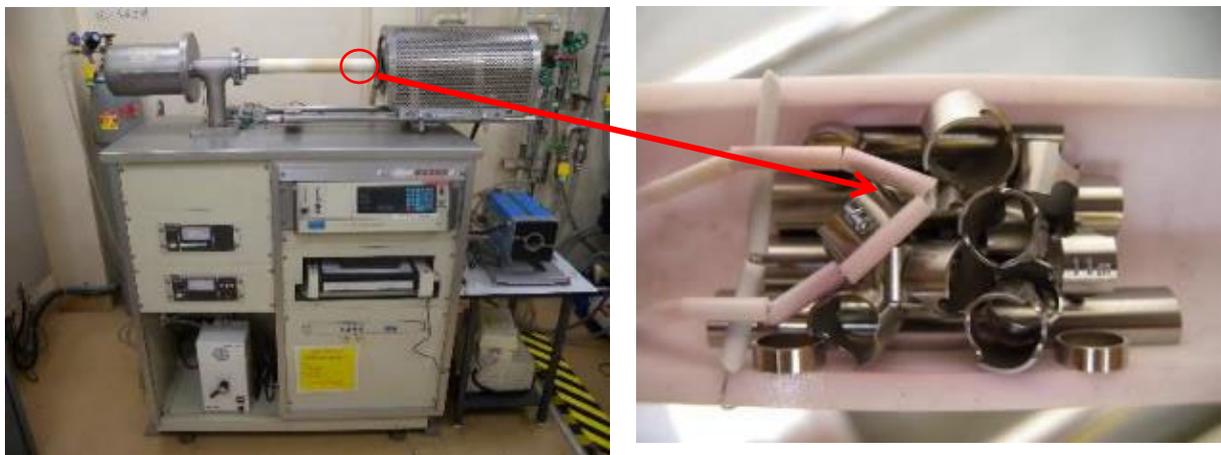


図 3.3-3 事故模擬加熱試験に使用した熱膨張率測定装置
(左：外観、右：試験片装荷部拡大写真)

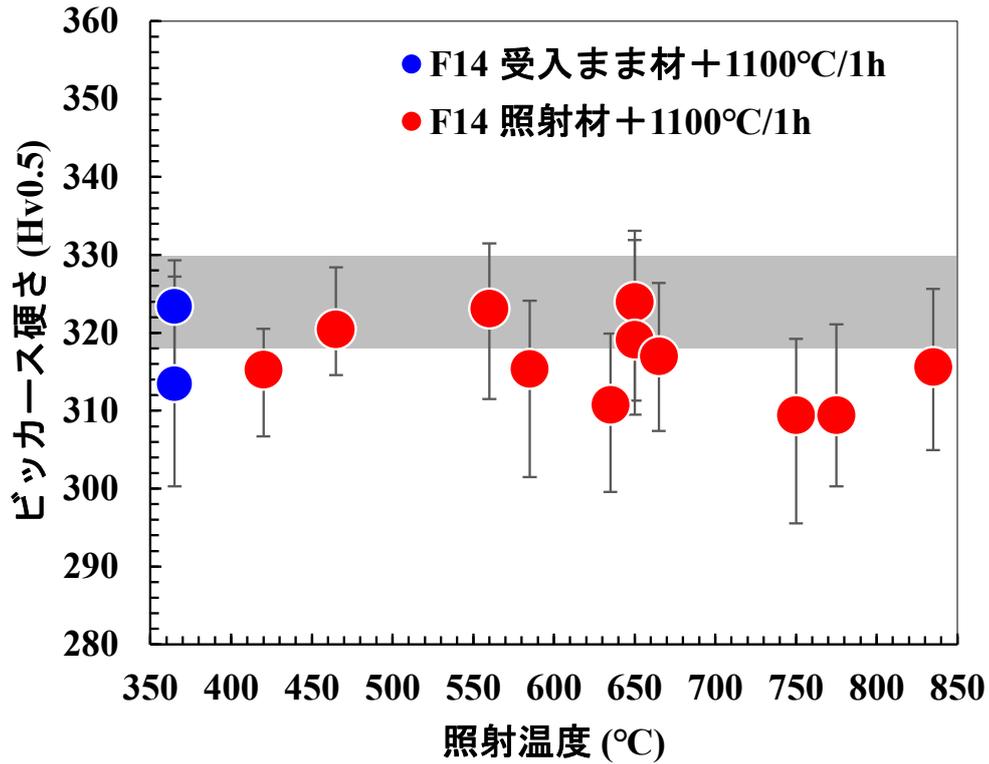


図 3.3-4 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の事故模擬超高温加熱試験後の硬さ試験結果 (ハッチングは加熱試験前の受入まま材の硬さの範囲)

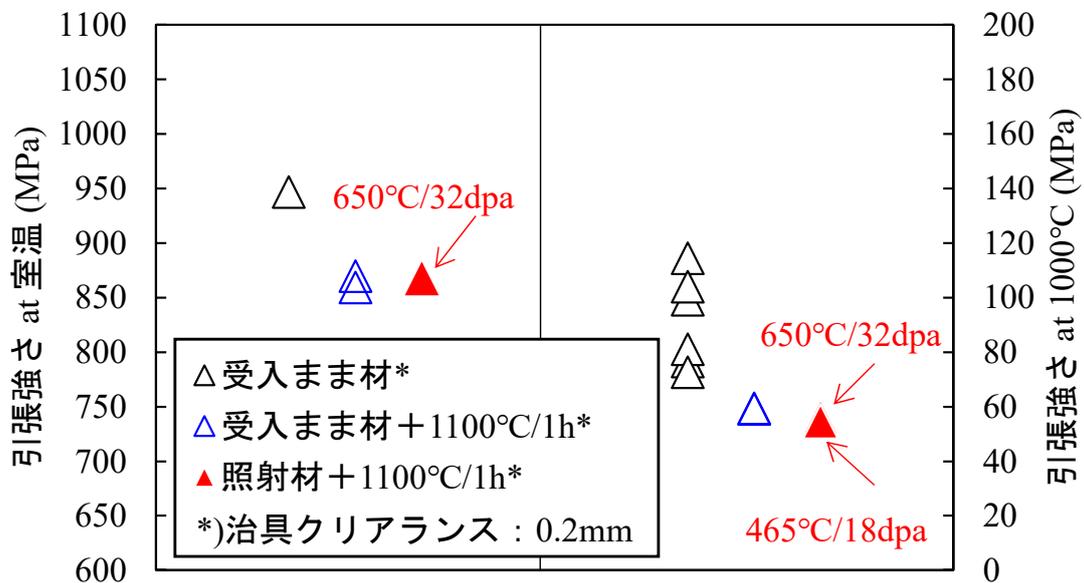


図 3.3-5 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) 照射材の事故模擬超高温加熱試験後の引張試験結果

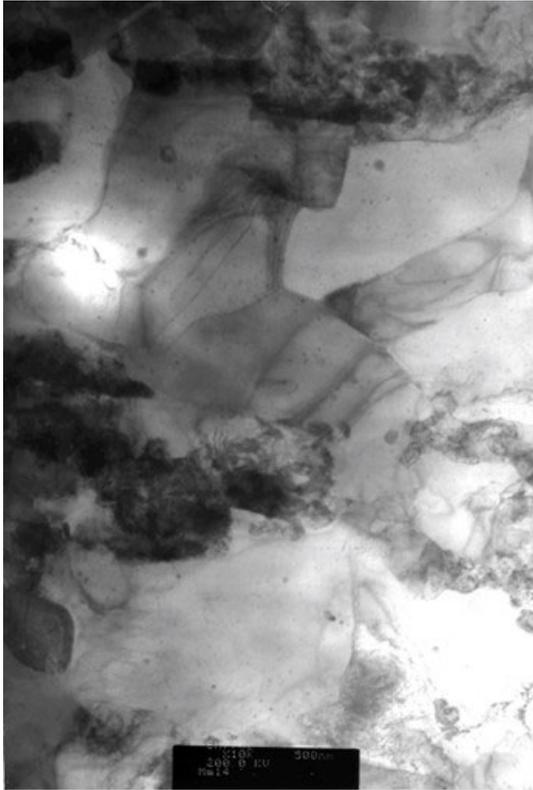


図 3.3-6 9Cr-ODS 鋼 (Mm14) の事故模擬超高温加熱後のミクروسケール TEM 観察像
 (左 : 受入まま材+加熱試験、右 : 585°C/32.5 dpa 照射材+加熱試験)

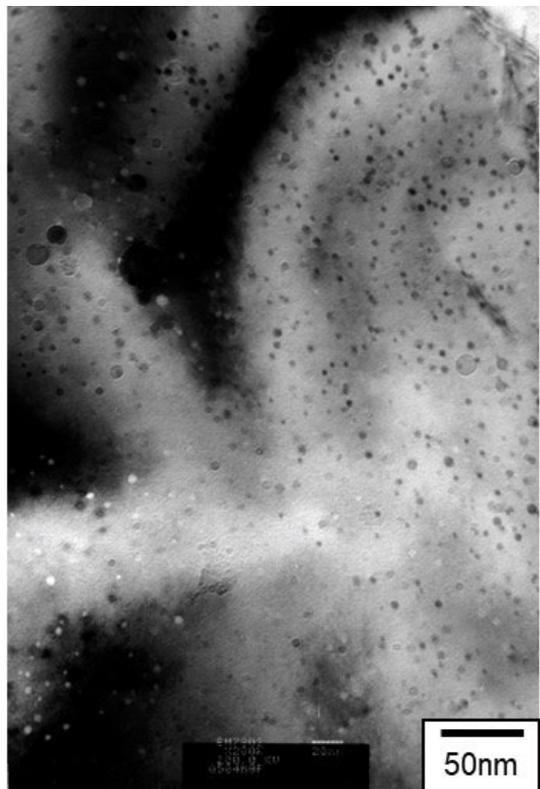
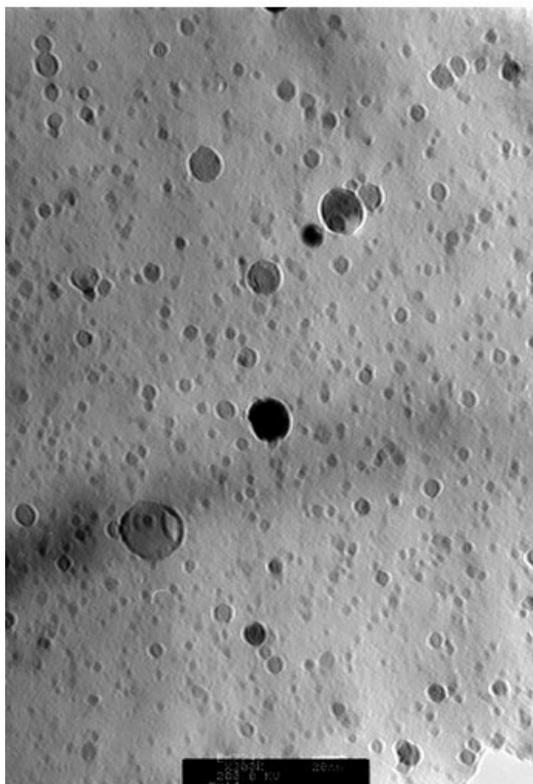


図 3.3-7 9Cr-ODS 鋼 (Mm14) の事故模擬超高温加熱後のナノスケール TEM 観察像
 (左 : 受入まま材+加熱試験、右 : 585°C/32.5 dpa 照射材+加熱試験)

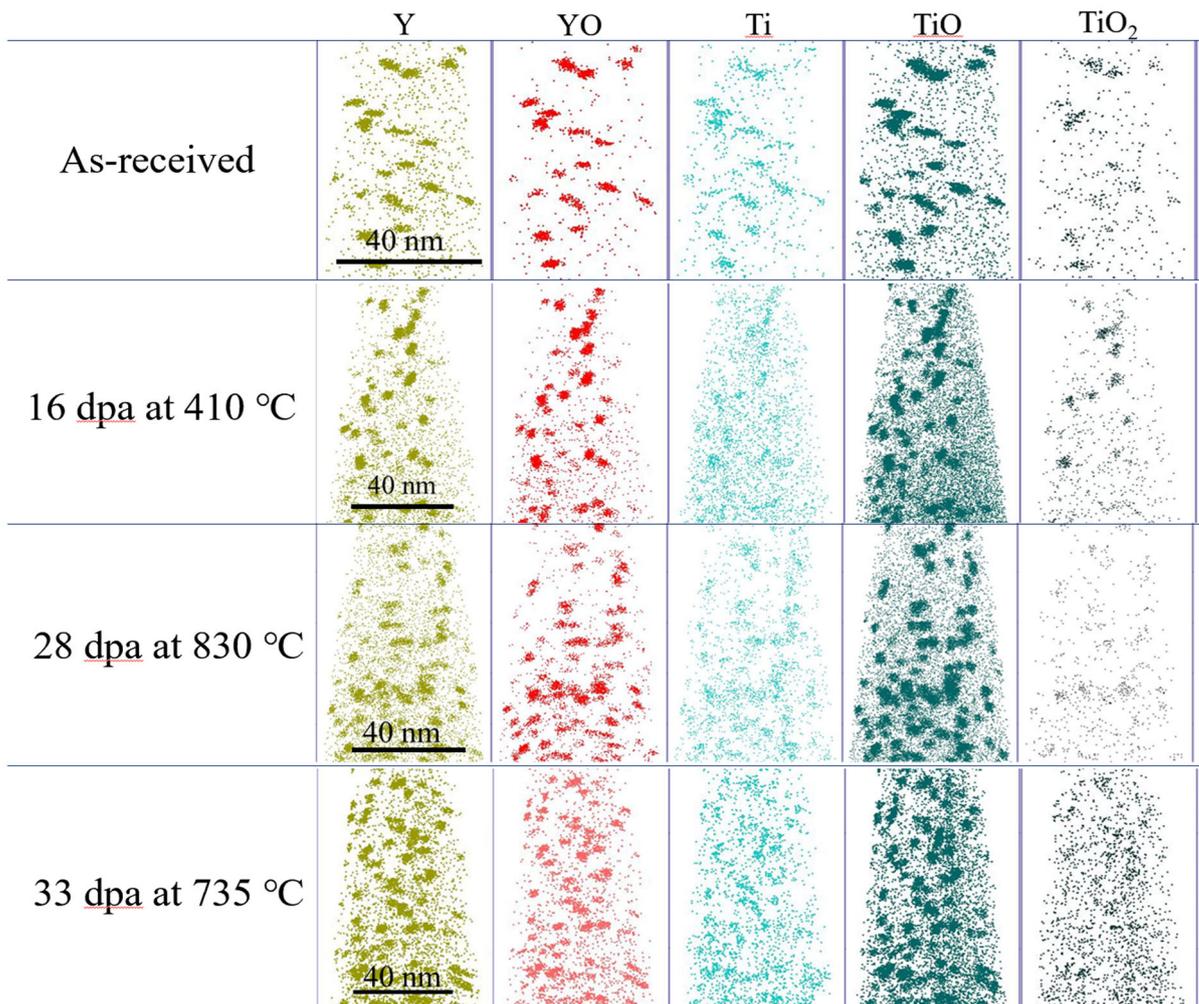


図 3.3-8 9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材および中性子照射材のアトムマップ

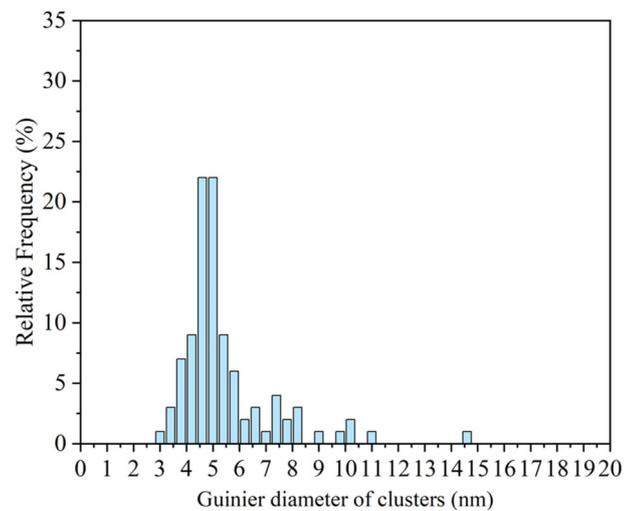


図 3.3-9 9Cr-ODS 鋼被覆管 (Mm14) 受入れ材中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布

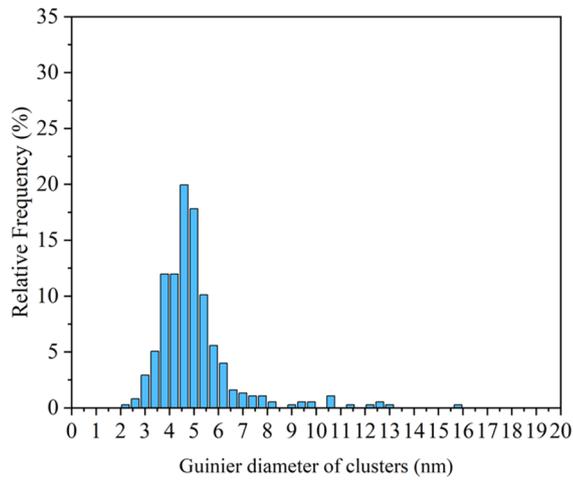


図 3.3-10 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)中性子照射材 (16 dpa, 410 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布

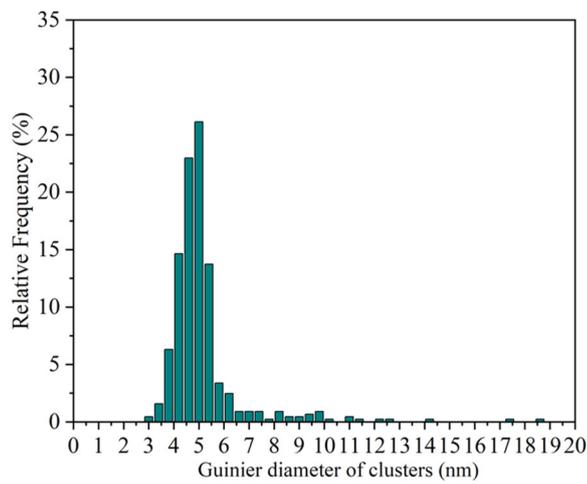


図 3.3-11 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)中性子照射材 (28 dpa, 830 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布

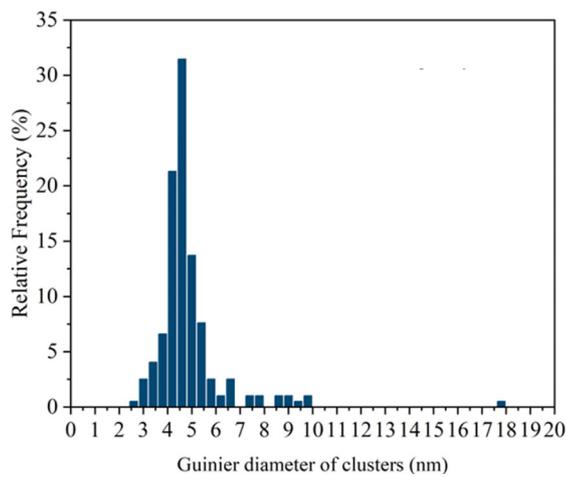


図 3.3-12 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)中性子照射材 (33 dpa, 735 °C) 中の酸化物粒子のギニエ直径の頻度分布

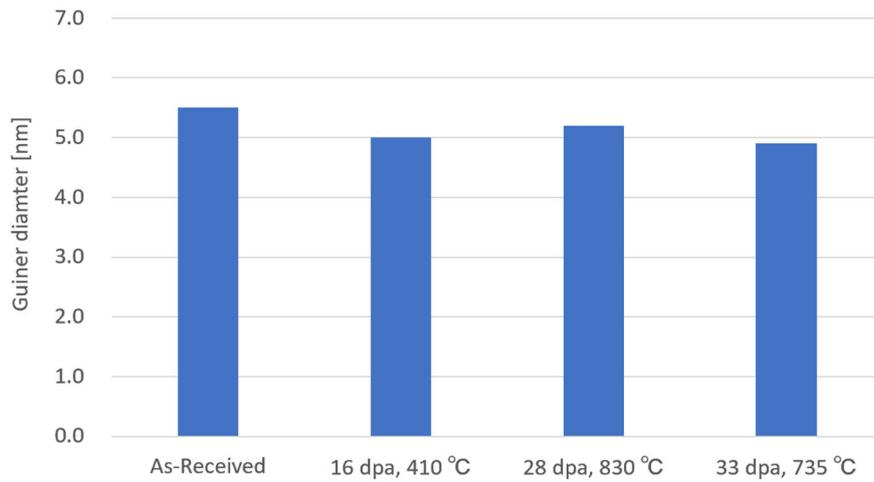


図 3.3-13 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)受入れ材および中性子照射材中の酸化物粒子の平均ギニエ直径

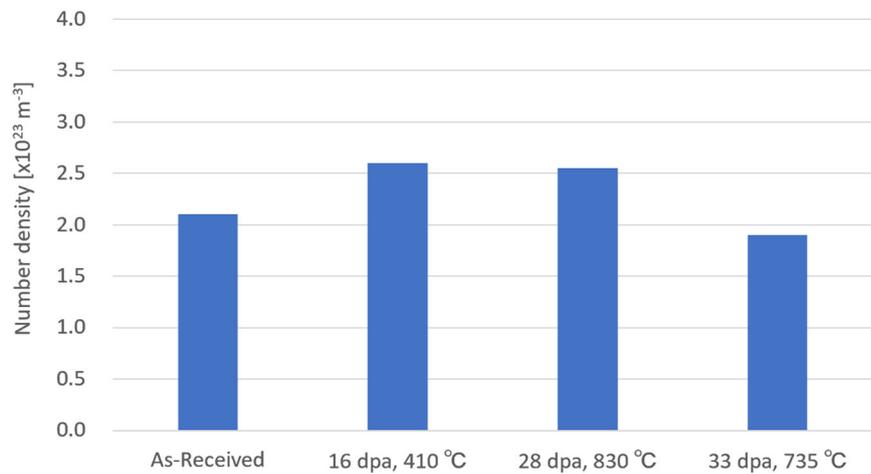


図 3.3-14 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)受入れ材および中性子照射材中の酸化物粒子の数密度

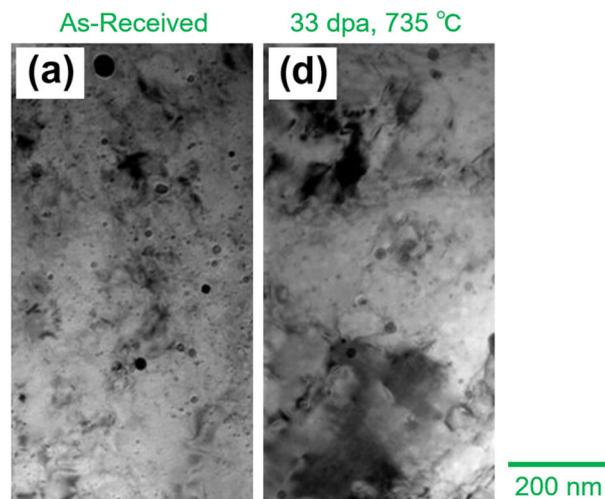


図 3.3-15 9Cr-ODS 鋼被覆管(Mm14)受入れ材および中性子照射材 (33 dpa) 中の酸化物粒子の透過電子顕微鏡観察結果 (文献[3-26]より抜粋)

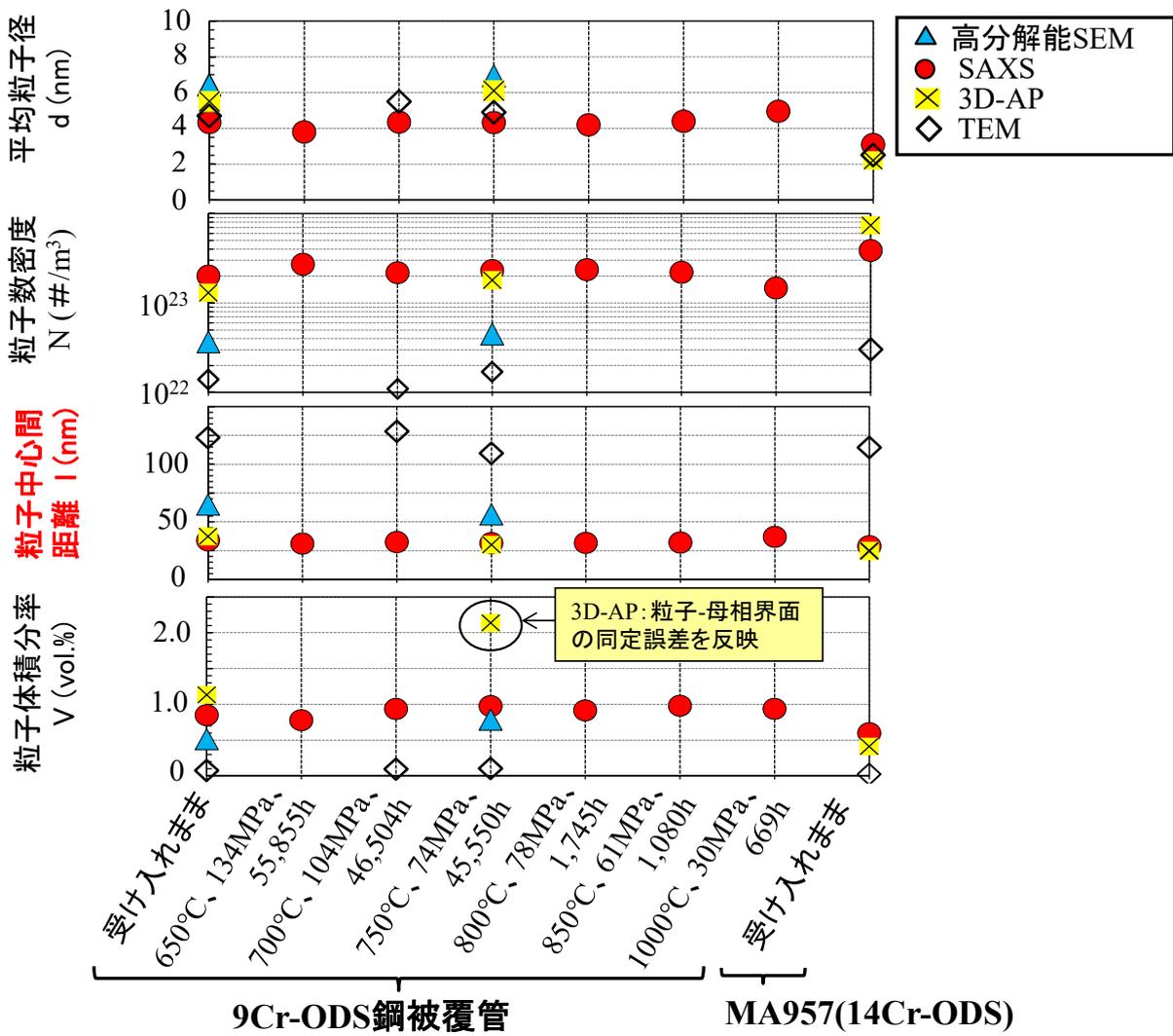
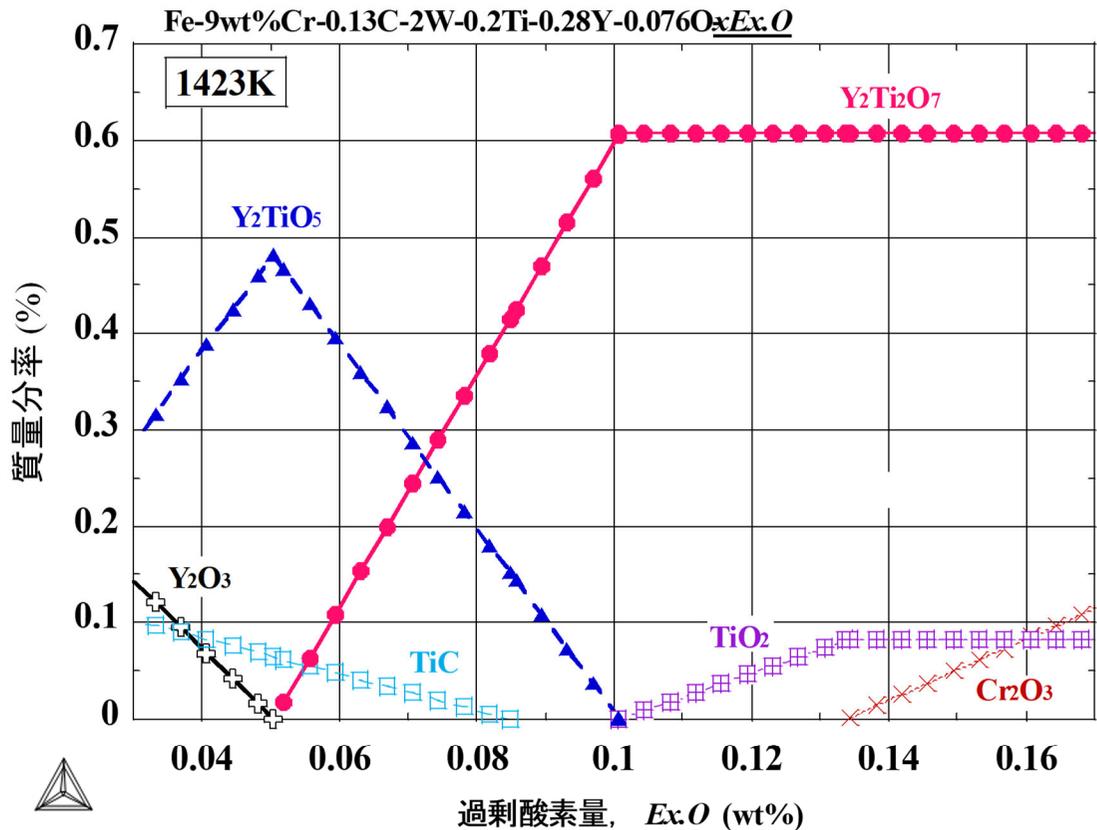


図 3.4-1 9Cr-ODS 鋼と MA957(14Cr-ODS 鋼)受け入れまま材および 9Cr-ODS 鋼クリープ試験材のナノスケール組織を高分解能 SEM、SAXS、3D-AP および透過型電子顕微鏡(TEM)で解析した結果の比較 (TEM データは既往研究による公開データ)



- $\rho(\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7) = 4.99 \text{ g/cm}^3$
- $\rho(\text{Y}_2\text{TiO}_5) = 4.73 \text{ g/cm}^3$
- $\rho(9\text{Cr-ODS}) = 7.83\text{g/cm}^3$



- 体積分率(Y₂Ti₂O₇)
≡ 質量分率(Y₂Ti₂O₇) × 1.6
- 体積分率(Y₂TiO₅)
≡ 質量分率(Y₂TiO₅) × 1.7

- Thermo-calc(ver.Q)
- Data base: TCFE3/SSUB3 + Y₂Ti₂O₇/Y₂TiO₅熱力学データ (Harumi Yokokawa)
- $\rho(\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7) = 4.99 \text{ g/cm}^3$, $\rho(\text{Y}_2\text{TiO}_5) = 4.73 \text{ g/cm}^3$, $\rho(\text{Y}_2\text{O}_3) = 4.84 \text{ g/cm}^3$, $\rho(9\text{Cr-ODS}) = 7.83\text{g/cm}^3$

図 3. 4-2 9Cr-ODS 鋼標組成の析出相に関するメカニカルアロイング粉末固化温度(1150℃)での化学平衡計算結果(Thermo-calc)

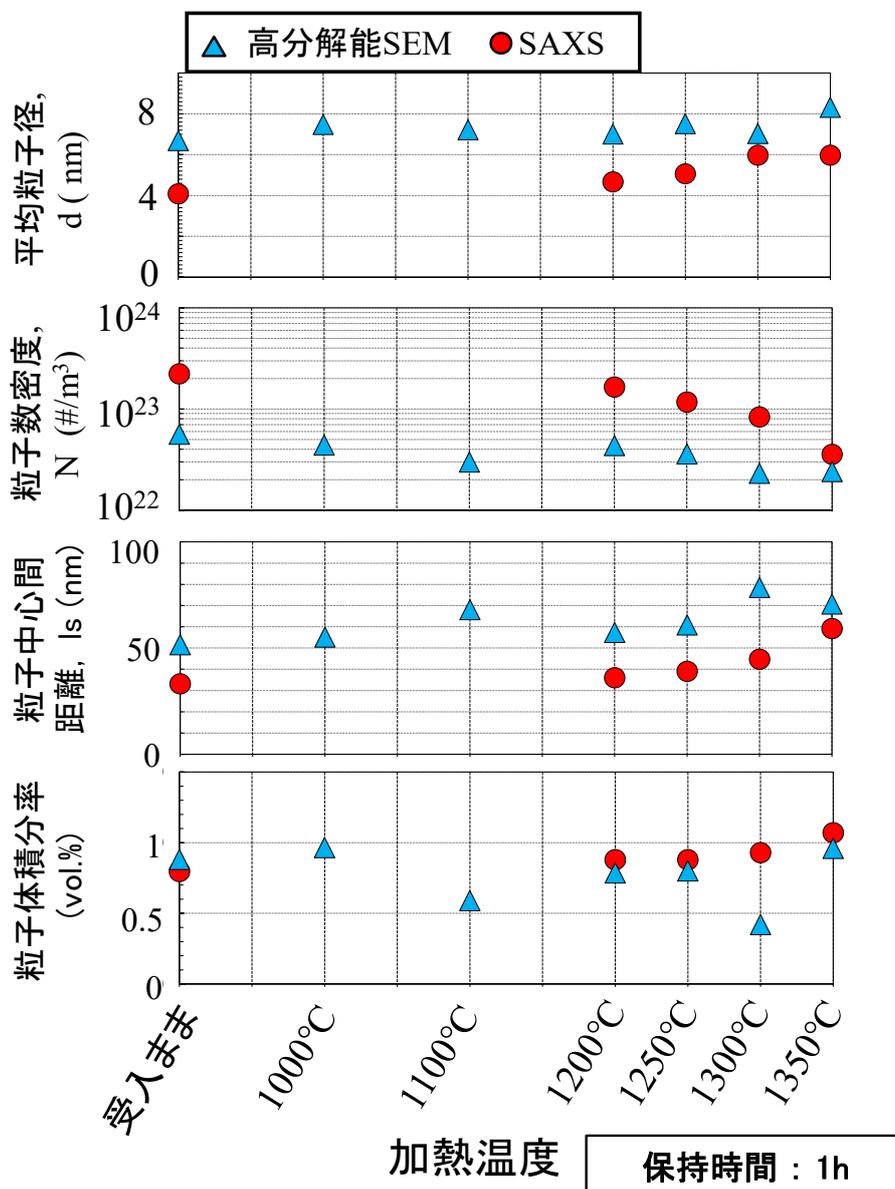


図 3.4-3 9Cr-ODS 鋼超高温加熱材の SAXS および高分解能 SEM によるナノスケール組織解析結果の比較

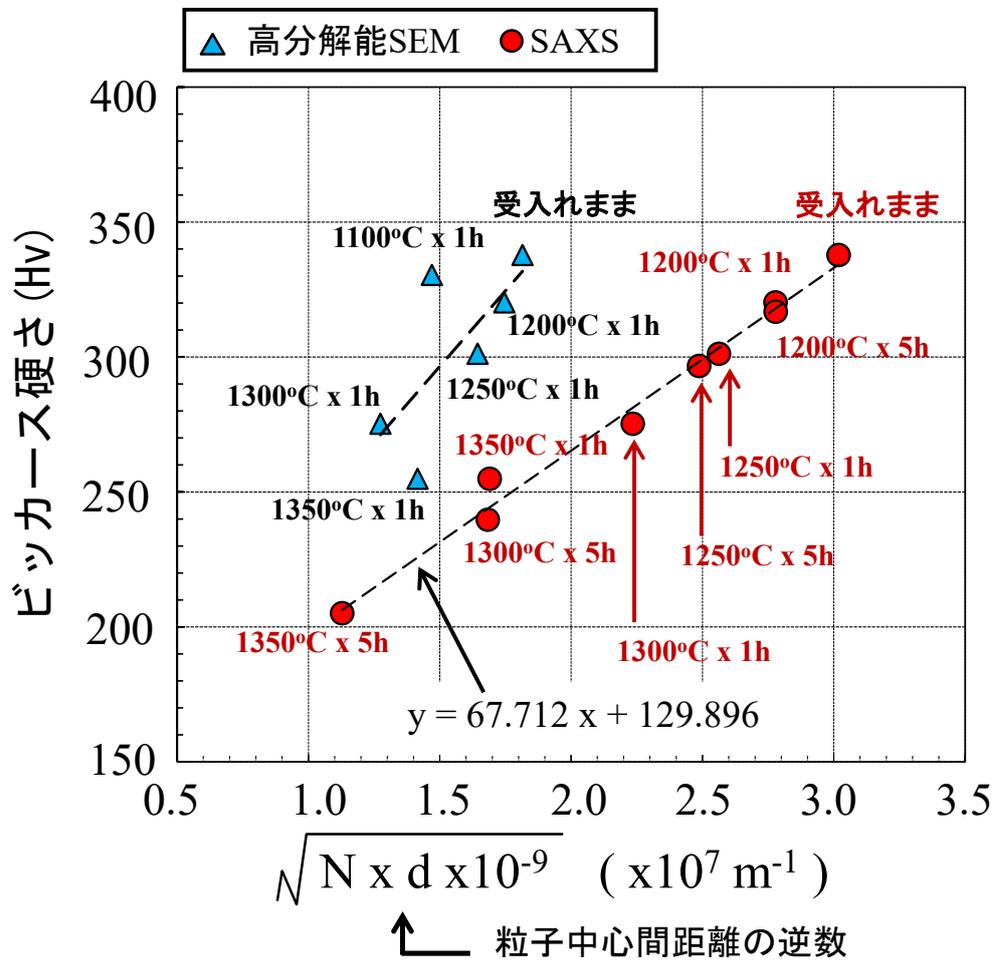
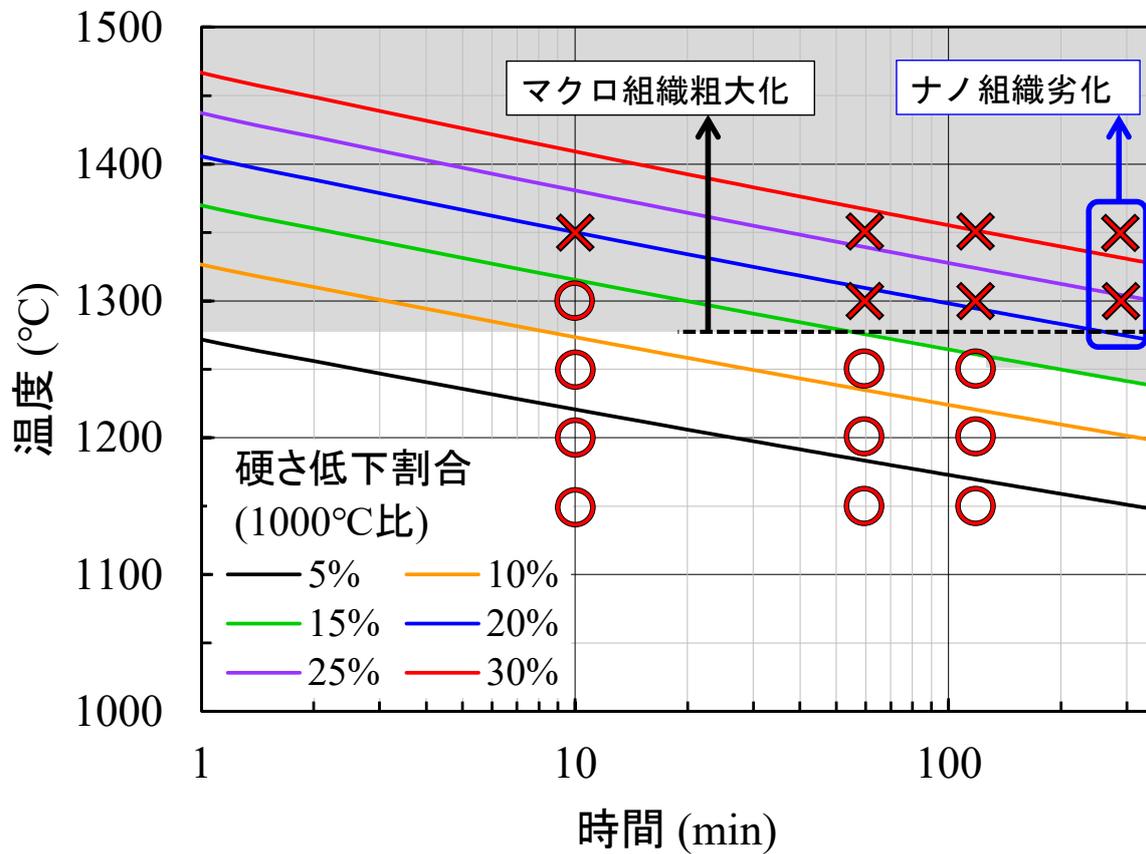


図 3.4-4 9Cr-ODS 鋼 (MP23) 超高温加熱材のナノ組織解析結果とビッカース硬さの比較



- ✓ 規格化硬さ(1000°C比) : $Y = H_v / H_{v1000}$
- ✓ $Y = -0.003229 \times LMP^2 + 0.2657 \times LMP - 4.4637$
- ✓ $LMP = (T+273.15) \times (31 + \log(t_{age})) / 1000$

図 3. 4-5 9Cr-ODS 鋼 (MP23) の使用限界マップ(硬さ低下割合 15%を基準とした場合)

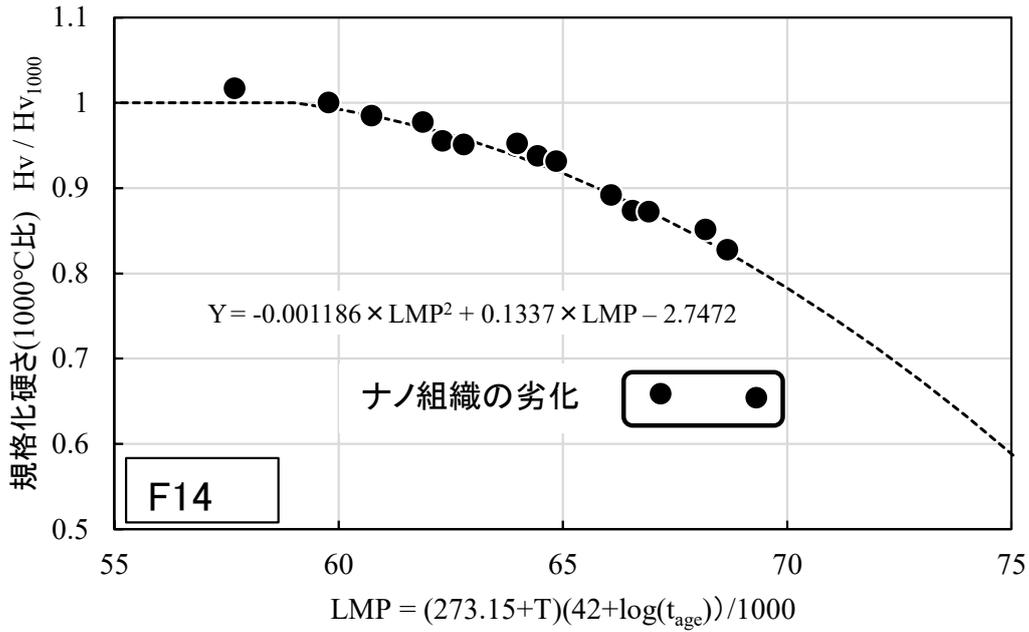


図 3.4-6 12Cr-ODS 被覆管 (F14) の規格化硬さ (1000°C比) の LMP 依存性

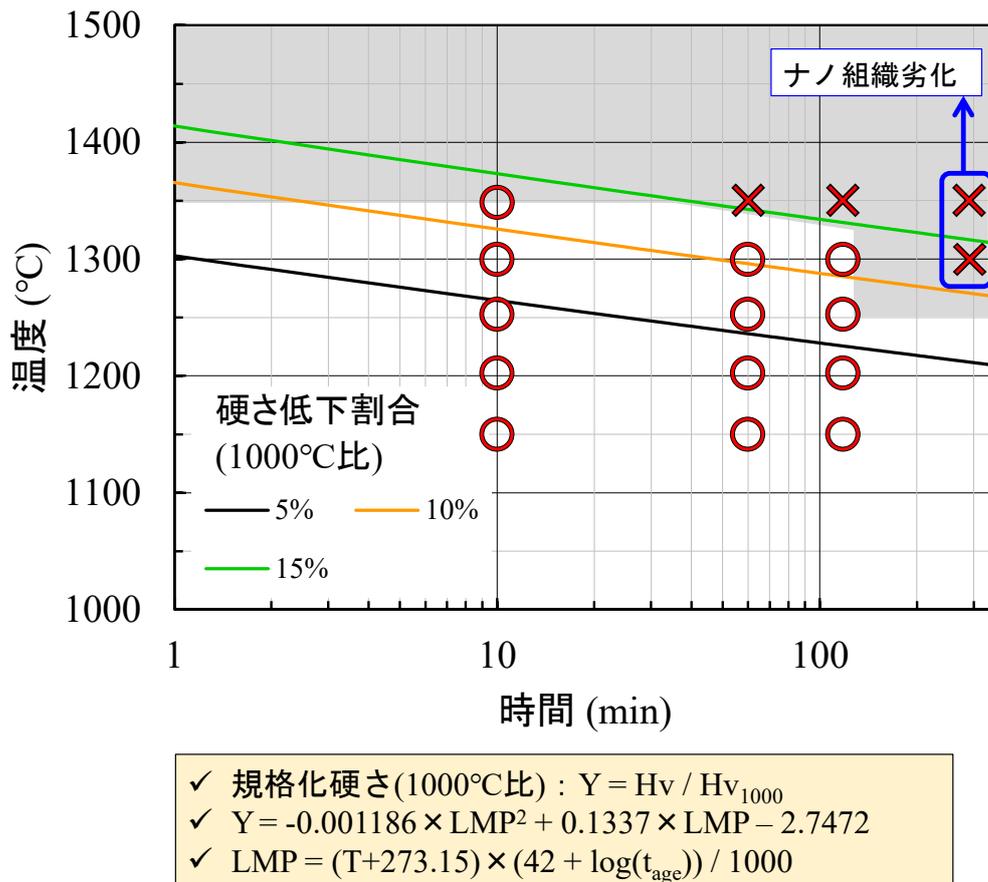
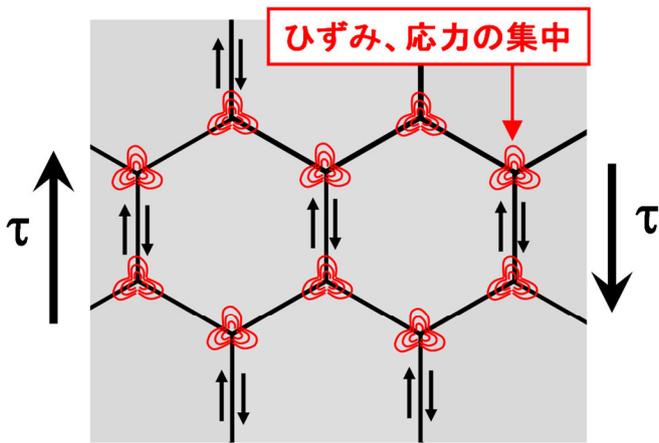


図 3.4-7 12Cr-ODS 鋼被覆管 (F14) の使用限界マップ (硬さ低下割合 15%を基準とした場合)

ODS鋼への応力負荷時のひずみ、応力の集中(従来モデルの模式図)



- ✓ ODS鋼結晶粒内は、酸化物粒子分散により高度に強化
⇒粒内の変形抵抗性が高く、
粒界3重点(GBTJ)に応力、ひずみが集中
- ✓ 粒界3重点近傍(GBTJ)で応力集中が発生
⇒ GBTJ近傍の転位クリープ変形による応力緩和
⇒ 転位クリープ律速の粒界すべりの進行

図 3. 4-8 粒界 3 重点での応力集中と粒界すべりが関与する 9Cr-ODS 鋼高温変形モデルの模式図

● 室温引張強度、硬さ

= (微細粒強化) + (分散強化量) + (転位強化)

$$\sigma_y = \sigma_g + \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_d^2}$$

本事業での成立性確認

マルチスケール組織
ビッカース硬さ

- ・ 析出組織
(ナノサイズ酸化物粒子、炭化物)
- ・ 転位密度
- ・ 結晶粒径

本事業で高温～超高温試験材を対象にデータ取得

● 高温クリープ、高温引張

定常ひずみ速度

$$\dot{\epsilon}_s \propto \frac{G}{T} \cdot D \cdot (d_g)^p \cdot \left(\frac{\sigma - \Delta\sigma_p'}{G} \right)^n$$

$\dot{\epsilon}_s$: 2次クリープひずみ速度

σ : 応力

$\Delta\sigma_p'$: 酸化物分散に依存する応力補正パラメータ

d_g : 結晶粒径

G : 剛性率

T : 温度

Monkman-Grant則

$$\dot{\epsilon}_s \propto 1/t_r$$

● 基準材(受入れまま材)のクリープ強度式
(T + 273.15) (C + logt_r) = F(σ)

● 照射材のクリープ強度式

$$(T + 273.15) (C + \log t_r) = F(\sigma - \Delta\sigma_p')$$

ここで、 $\Delta\sigma_p'$ は、酸化物分散状態に依存する応力補正係数

● 破断寿命 (高温クリープ、高温引張)

図 3.4-9 ODS 鋼のナノスケール組織とクリープ特性をつなぐ相関式の基本的考え方

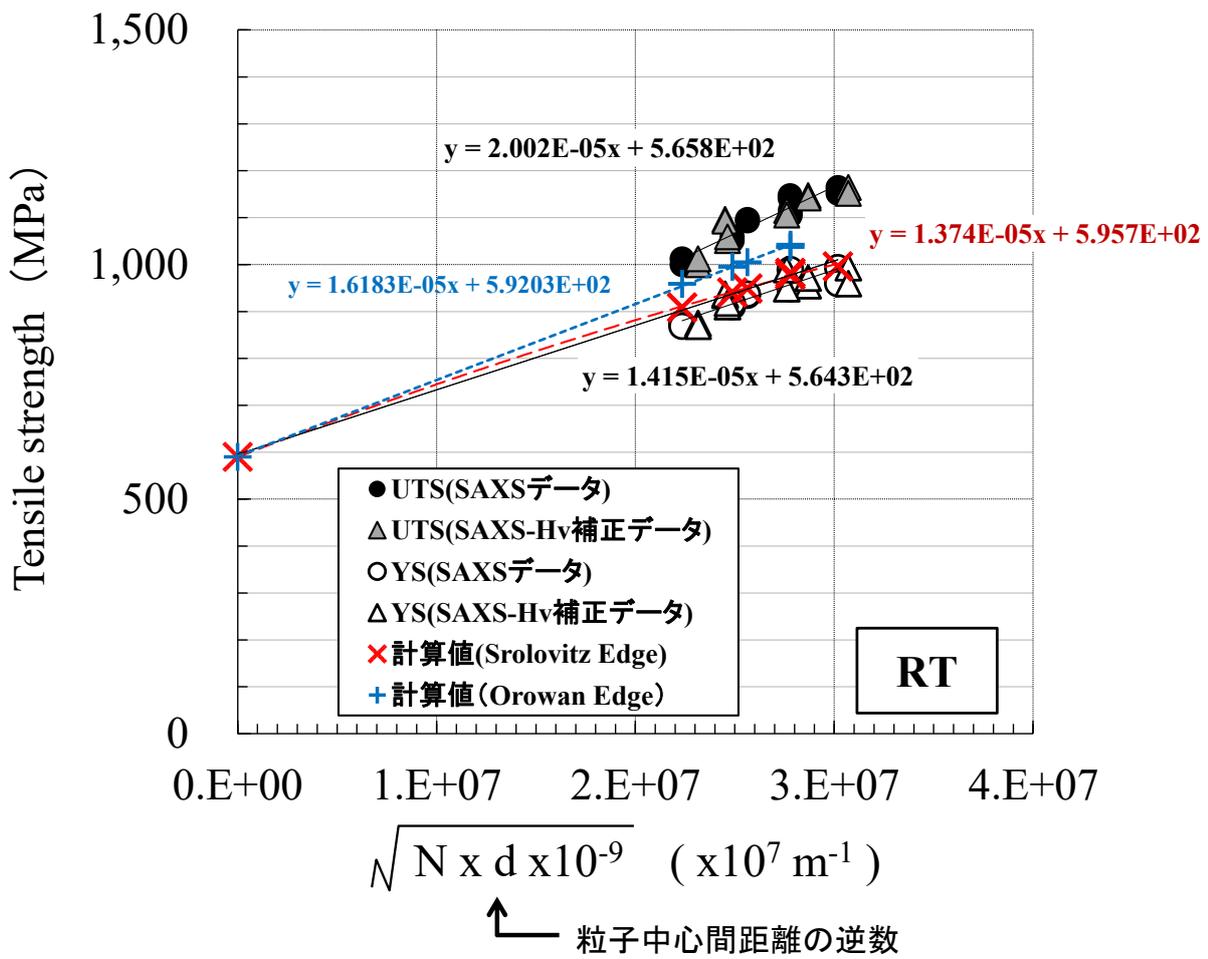


図 3. 4-10 超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の高温引張強度のナノスケール組織依存性

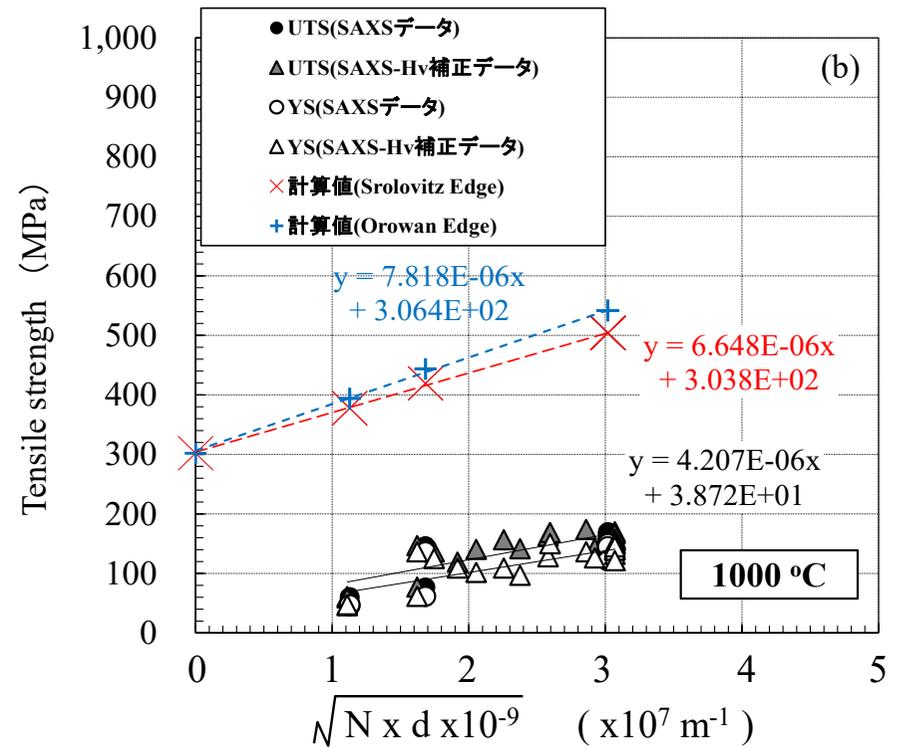
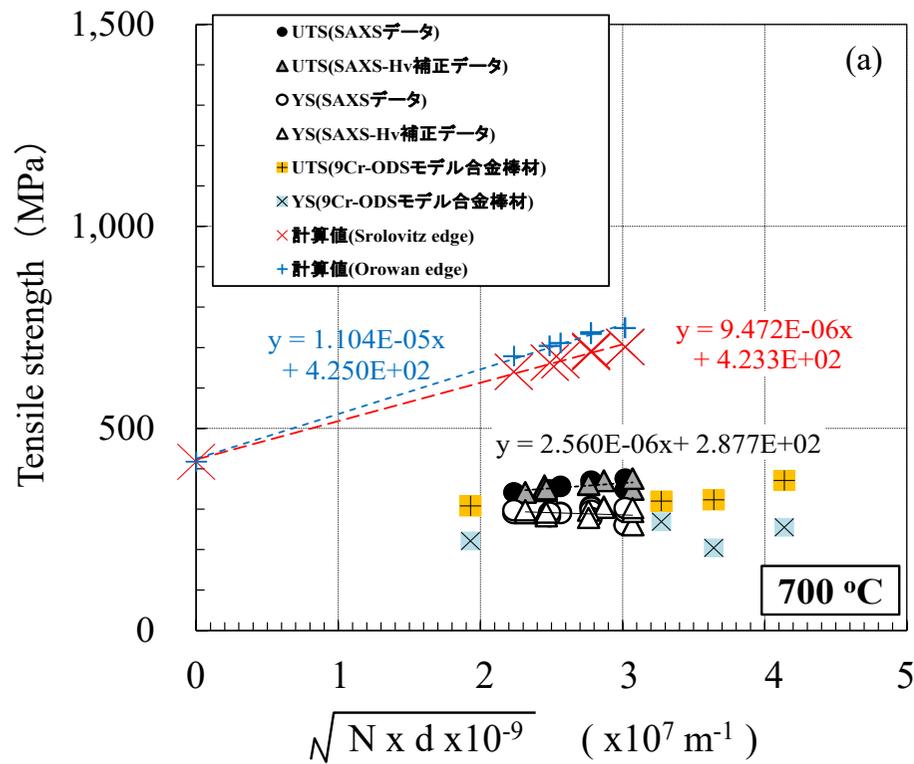


図 3.4-11 超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の高温引張強度のナノスケール組織依存性

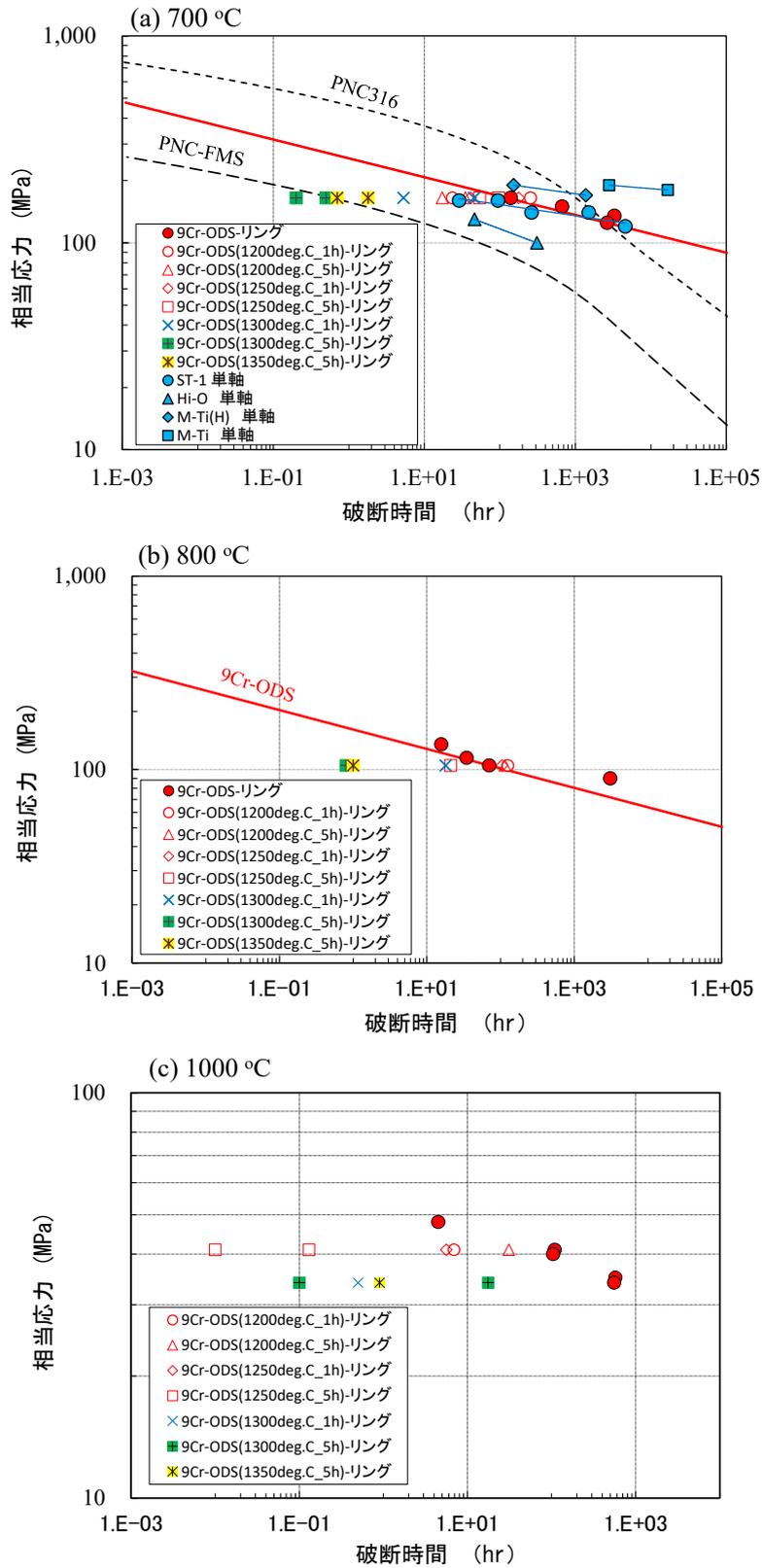


図 3.4-12 超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) のクリープ試験結果、
(a) 700°C、(b) 800°C、(c) 1000°C

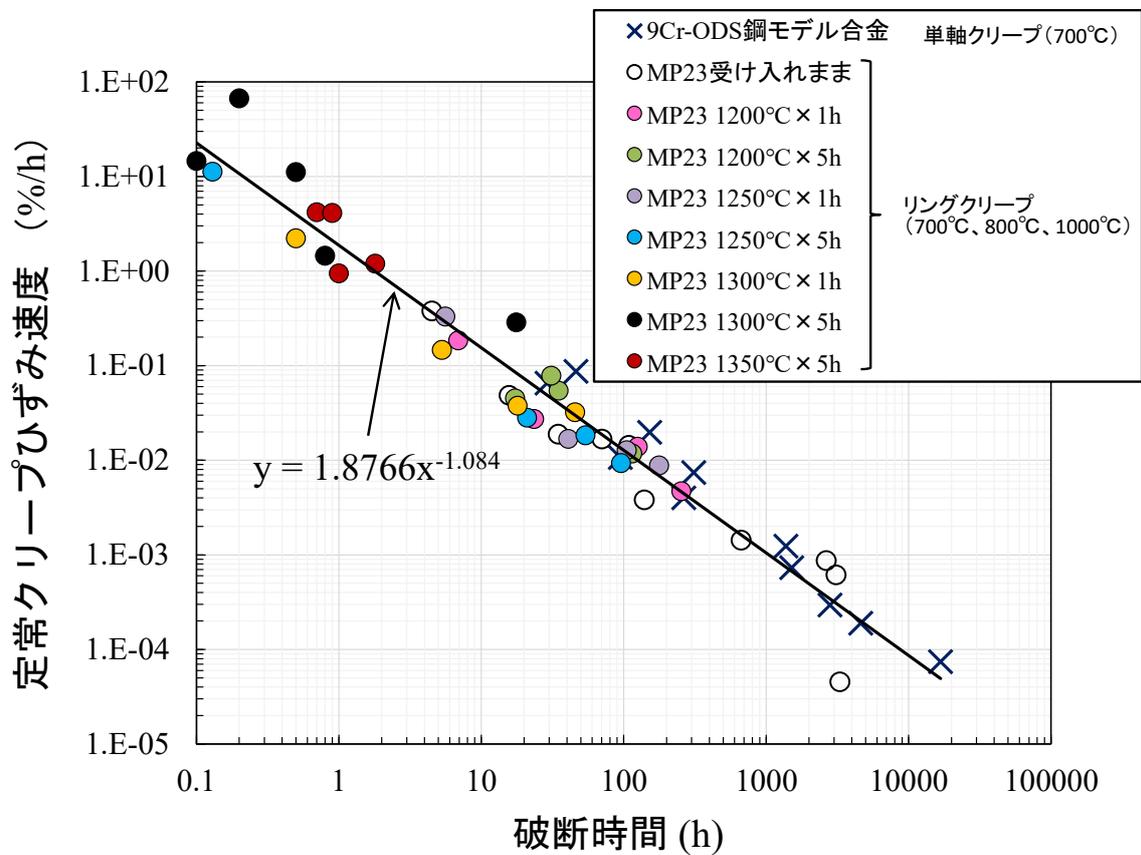


図 3.4-13 超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の定常クリープひずみ速度と破断時間の関係 (Monkman-Grant 則への適用性評価)

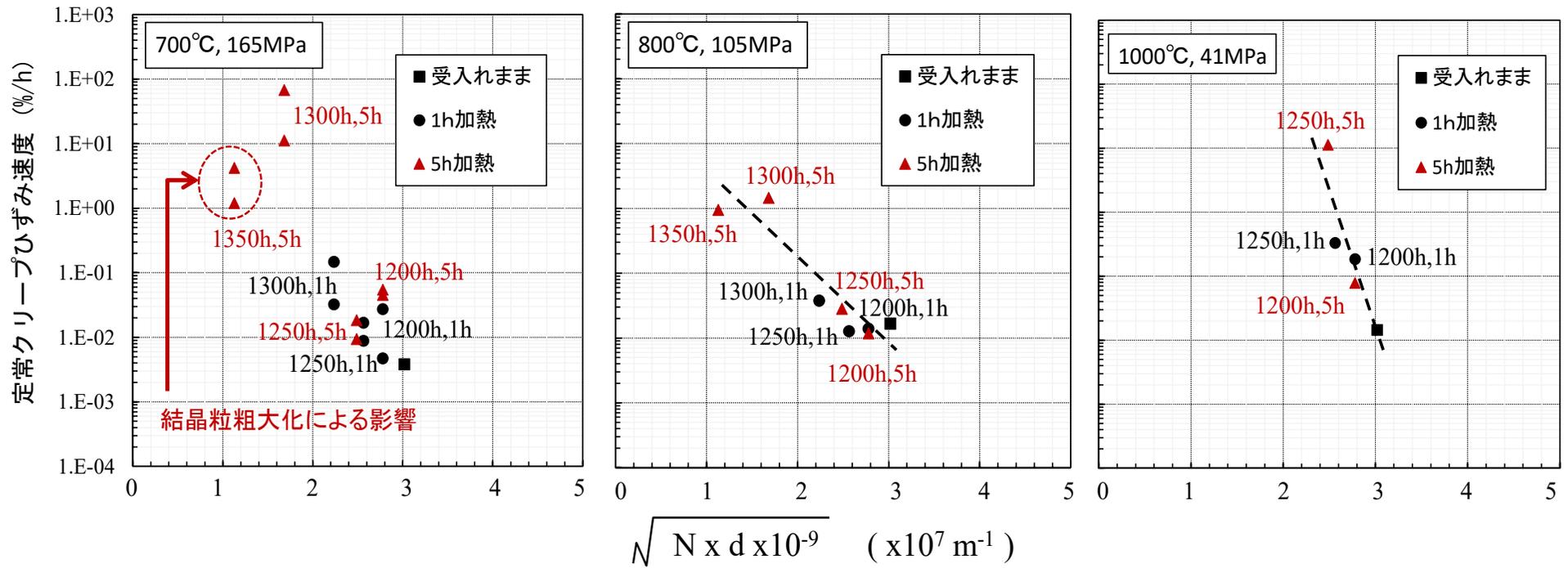


図 3.4-14 超高温加熱でナノ組織を変化させた 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) の定常クリープひずみ速度のナノスケール組織依存性

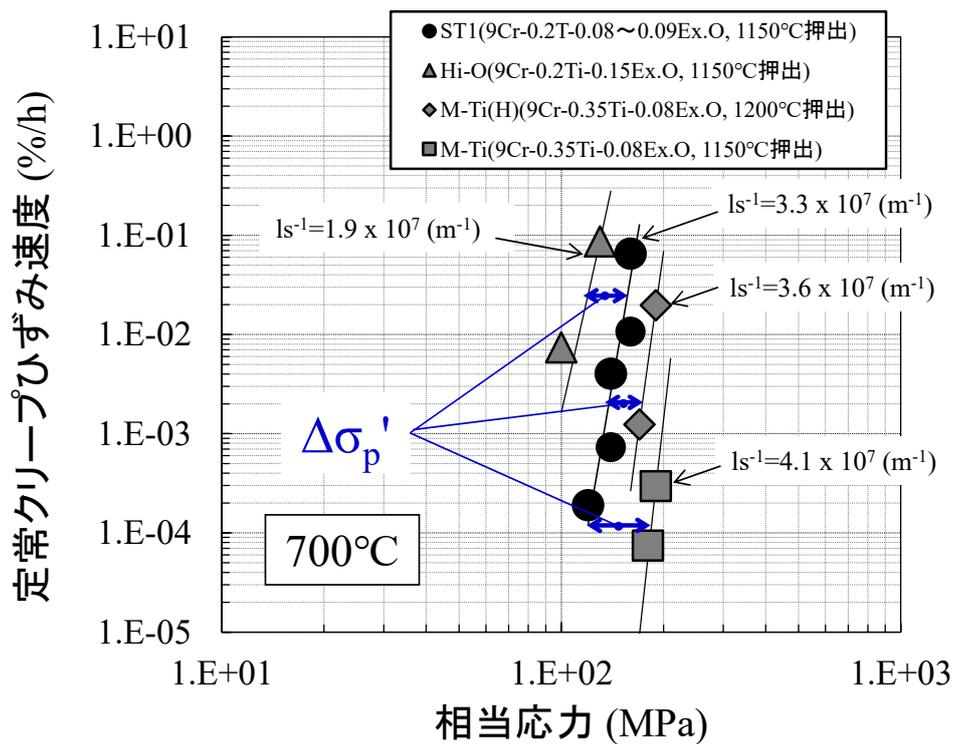


図 3.4-15 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープ歪み速度 (700°C)

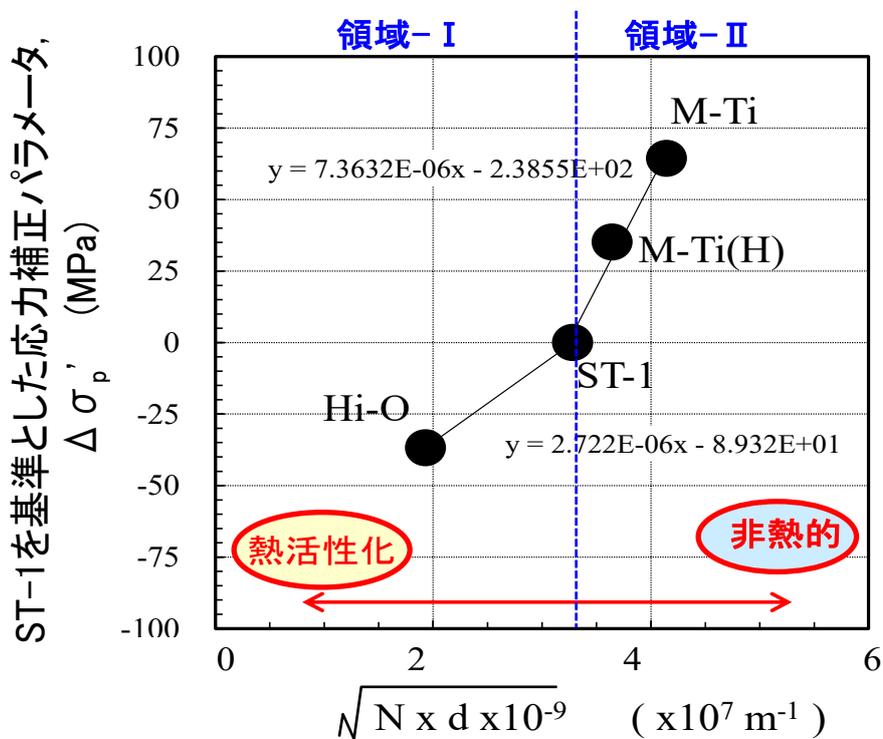


図 3.4-16 ST-1 を基準とした応力補正值 ($\Delta \sigma_p'$) のナノスケール組織

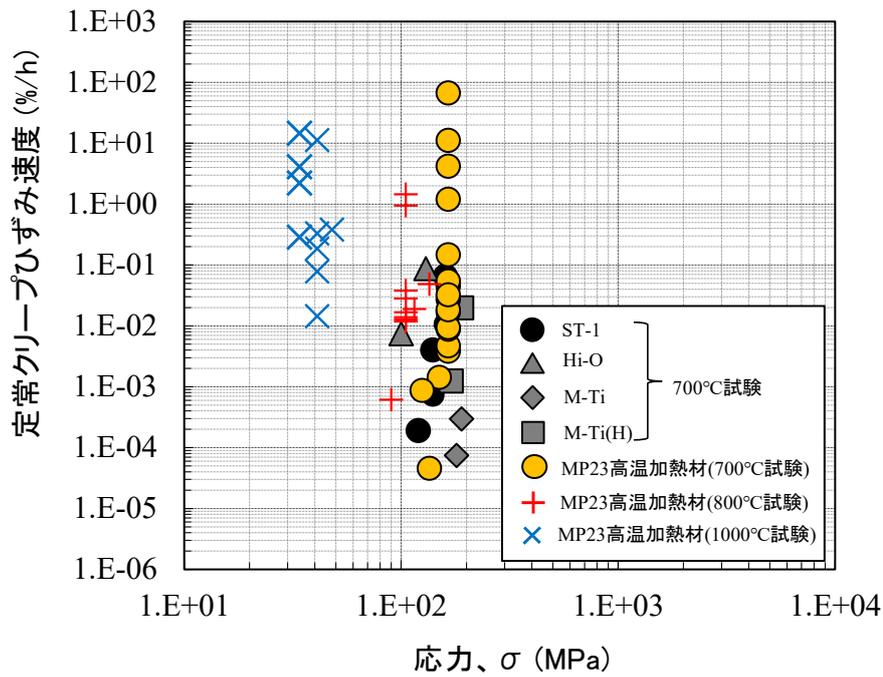


図 3.4-17 ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の応力依存性

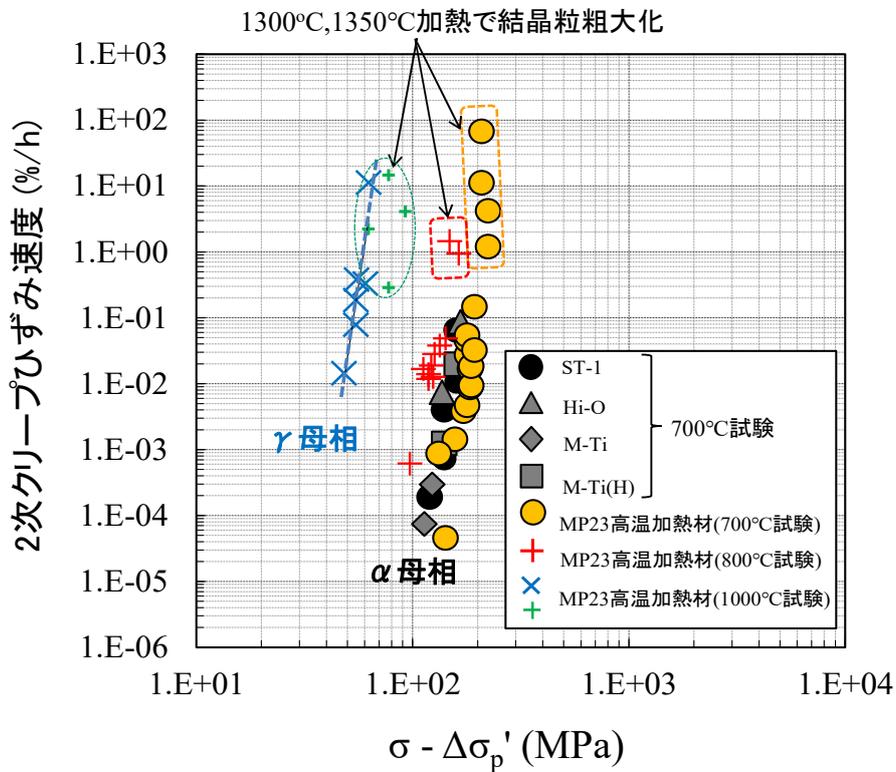


図 3.4-18 ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の $\sigma - \Delta \sigma_p'$ 依存性

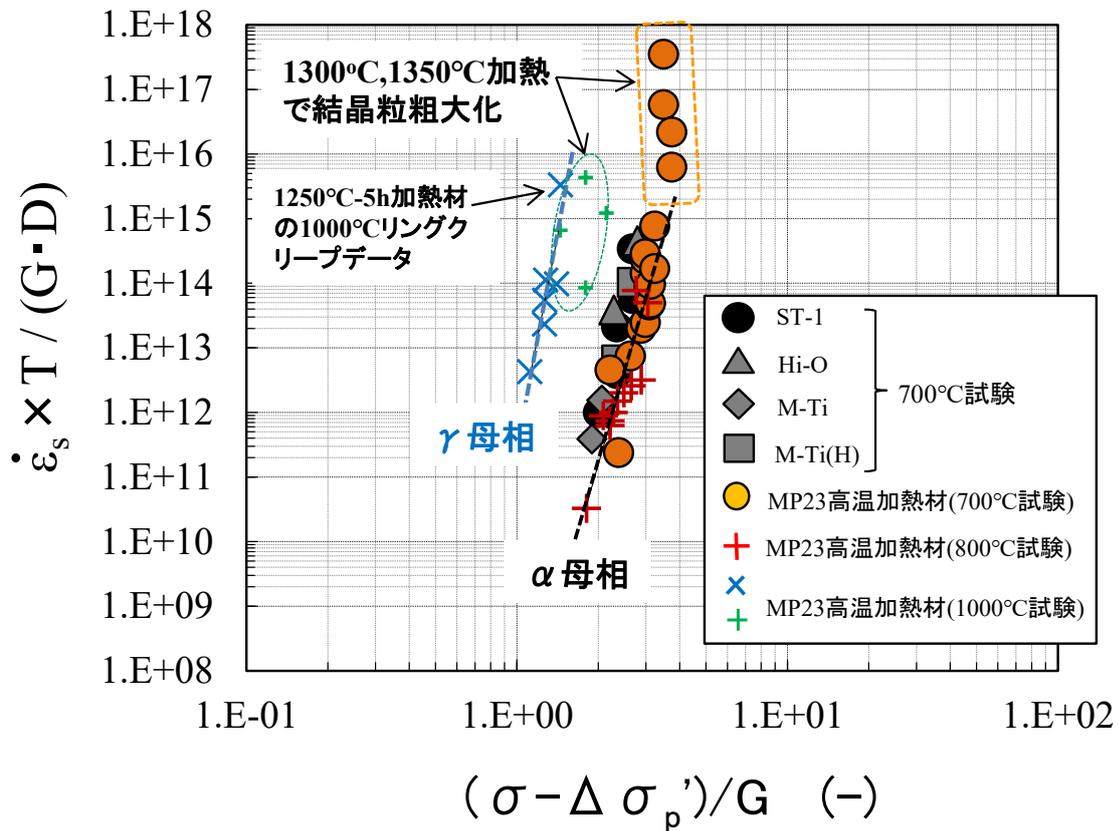


図 3.4-19 ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管 (MP23) 超高温加熱材および 9Cr-ODS 鋼モデル合金棒材の定常クリープひずみ速度の $\sigma - \Delta \sigma_p'$ 依存性 (定常クリープ速度の構成方程式に基づいて、定常クリープ歪速度と $\sigma - \Delta \sigma_p'$ を補正)

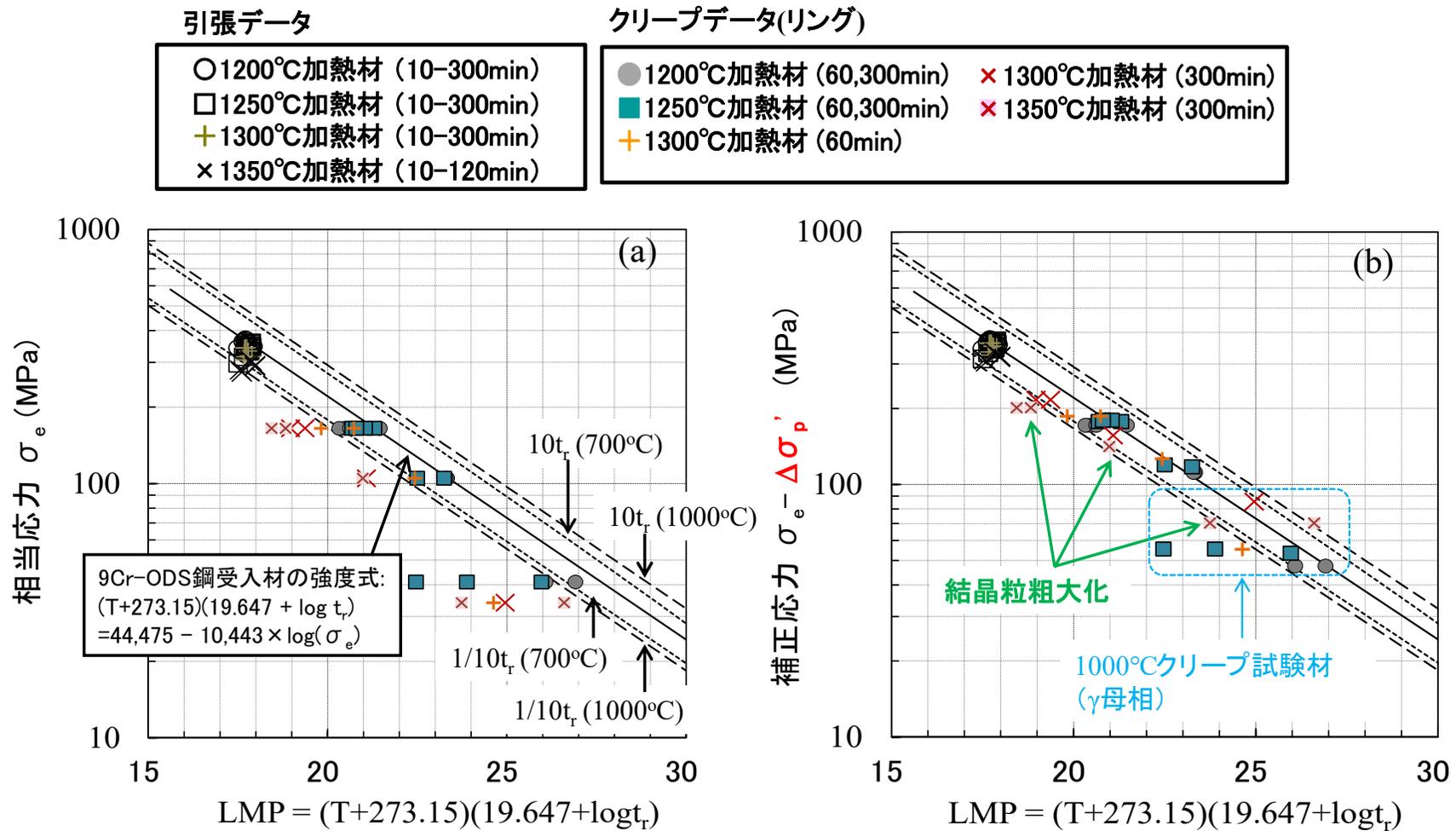


図 3.4-20 ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管の高温クリープデータ (α 母相、 γ 母相) および高温引張データ (α 母相) の LMP 依存性、(a) 相当応力 (σ_e) vs LMP、(b) $\sigma_e - \Delta\sigma_p'$ vs LMP

引張データ

○ 1200°C加熱材 (10,120min)	+ 1300°C加熱材 (10,120min)	× 1350°C加熱材 (10,120min)
□ 1250°C加熱材 (10,120min)	+ 1300°C加熱材 (300min)	× 1350°C加熱材 (300min)

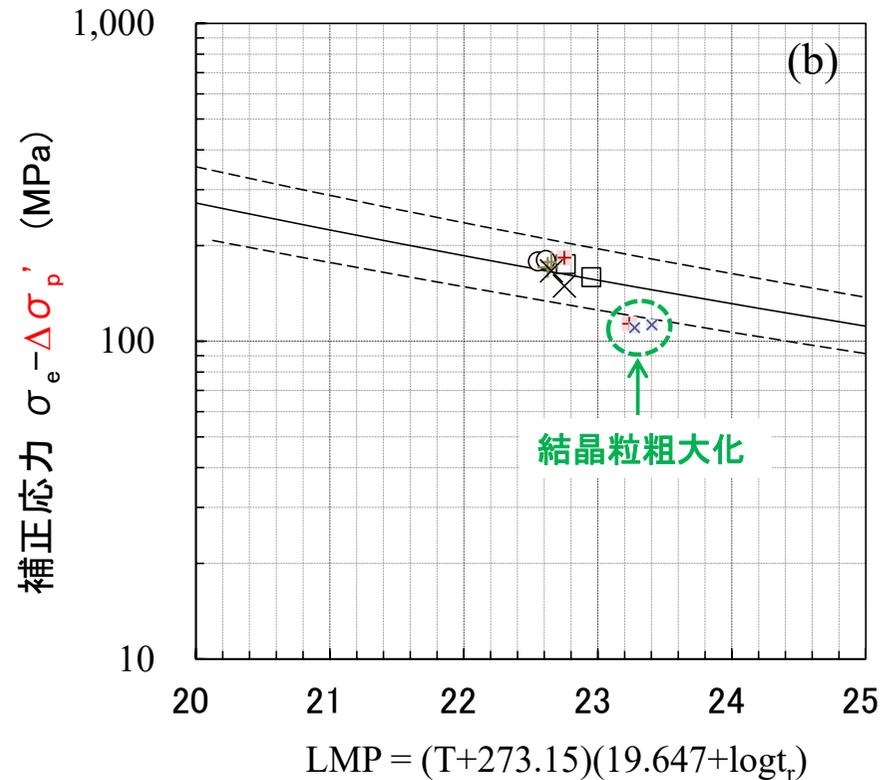
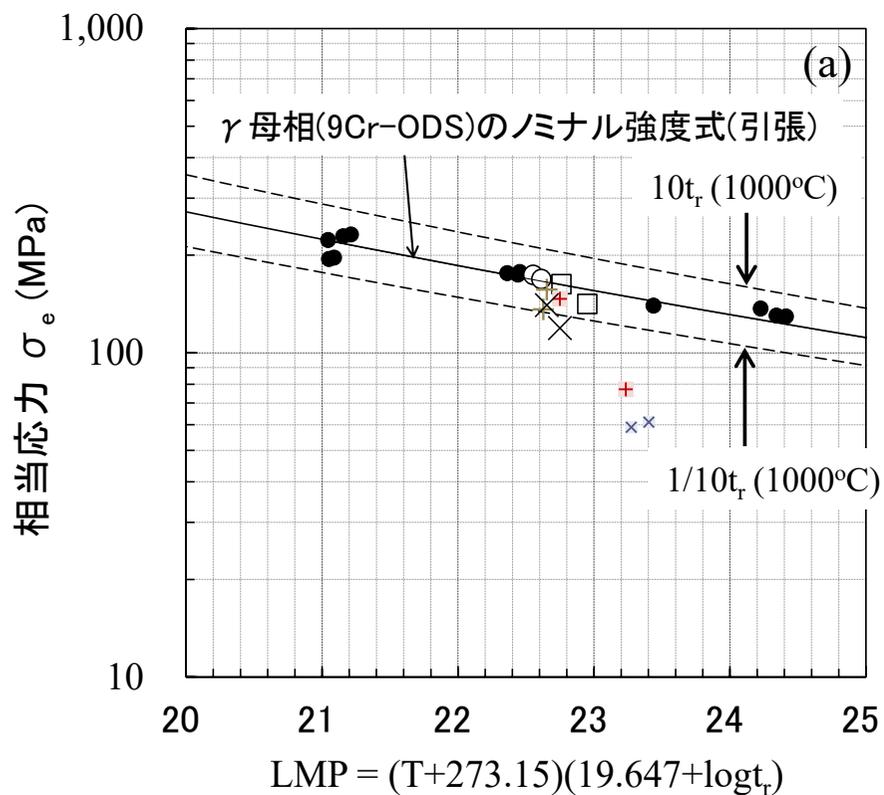


図 3.4-21 ナノスケール組織の異なる 9Cr-ODS 鋼被覆管の γ 母相温度での高温引張データの LMP 依存性、(a) 相当応力 (σ_e) vs LMP、(b) $\sigma_e - \Delta\sigma_p'$ vs LMP

4. 結言

本事業では、SFR用燃料被覆管としての要求性能(高温強度、耐照射性、耐食性、加工性、溶接性および品質安定性)の観点から、原子力機構において材料仕様および製造技術の最適化を図ったSFR用ODS鋼被覆管(9Cr, 11Cr, 12Cr-ODS)を対象として、高温、長時間、中性子照射および応力負荷が被覆管の強度と組織に及ぼす影響に係るデータを取得し、強度と組織の相関を系統的に評価した。ここで、事故時を想定した超高温(>830°C)までの温度範囲、高燃焼度被覆管で想定される超長時間(>50,000 h)、高燃焼度に対応する高照射量レベル(最大約160 dpa)、応力負荷・無負荷でのデータを取得した。加えて、小角散乱法、3D-AP法、電子線トモグラフィ法および高分解能SEM(走査型電子顕微鏡)/EBSD(電子線後方散乱回折)等の最先端のナノ～マイクロメートルスケール組織解析技術を用いて、試験前後のSFR用ODS鋼被覆管の微細組織解析を実施し、空間分解能、化学組成、および定量性の観点で信頼性の高いマルチスケール組織データを取得した。これにより、従来型の鉄鋼材料(改良オーステナイト鋼、高強度フェライト/マルテンサイト鋼)では著しい組織と強度の劣化が生じるような極限環境においてもSFR用燃料被覆管の組織安定性は高く、優れた強度特性を維持することを明らかにした。特に、「常陽」にて約700°Cで約160 dpaもの高照射量まで照射したODS鋼のナノスケール組織を3D-APで解析し、その照射下安定性を示したことは重要な成果である。

本事業で取得した9Cr-ODS鋼被覆管の強度データ(非照射)をLMP-Life fraction法により統一的に解析し、様々な温度変動および変形モードに対応可能な強度式を策定した。このLMP-Life fraction式とクリープ累積損傷和を用いることで、温度および応力が大きく変化する事故時環境における9Cr-ODS鋼被覆管の破断寿命を1200°C近傍まで予測可能であることを示した。LMP-Life fraction式を用いることで、照射データの取得を大幅に合理化できる。即ち、従来のようにクリープ、引張および急速加熱バーストすべての照射データを取得する必要はなく、いずれかのデータを取得し、LMP-Life fraction式への照射影響(強度補正係数)を明らかにすることで、照射下の様々なモードでの強度予測が可能となる。

異なる手法(SAXS/SANS、3D-AP、高分解能SEM等)によるODS鋼中ナノスケール組織の定量評価結果の整合性(絶対評価値、相対評価値)を検証し、各手法の得失および限界を明らかにした。特に測定体積の大きなSANS/SAXSによるナノスケール組織解析結果が、強度特性との相関性に優れることを明らかにした。

マルチスケール・マルチディメンジョン電子顕微鏡解析により、ナノ～マイクロ組織評価と微視的機械特性の評価を長時間クリープ試験材および長時間熱時効材に適用した。SFR用ODS鋼被覆管において、結晶粒界近傍などの応力が集中しやすい領域を除き、転位が酸化物を通過する機構として、Orowan機構ではなくClimbing機構が支配的であることを示唆する結果を得た。この知見およびナノスケール組織の異なるODS鋼の高温強度とナノスケール組織(SAXSデータ)の相関解析に基づいて9Cr-ODS鋼のナノスケール組織とビッカース硬さ、引張強度、クリープ強度の相関式を整備した。これは、中性子照射によりODS鋼被覆管のナノスケール組織が変化した場合、その組織をSAXS/SANS等で定量解析することで、照射による強度変化を評価するという従来にはない照射特性評価手法となる。

ODS 鋼被覆管の事故時環境での健全性把握のための基礎データとして、本公募事業で取得した事故を模擬した超高温加熱試験データを整理し、照射材および非照射材の組織と優れた強度が維持される条件を示すマップ(温度-時間)を整備した。

現状の燃料被覆管の材料強度基準、許容設計限界、事故時健全性評価用のデータ取得は、工学的に評価が必要な試験項目(引張、クリープ、急速加熱バースト等)毎にデータを取得する手法をとってきた。ここで、統計処理による信頼性を高めるため、照射データについても相応の数量のデータが必要となる。一方、本事業において整備した 9Cr-ODS 鋼被覆管の LMP-Life fraction 式、および材料の組織構造と機械的特性を繋ぐ相関式を適用することで、照射後試験で取得できる情報量を高めることが可能である。具体的には、従来のようにクリープ、引張および急速加熱バーストすべての照射データを取得する必要はなく、いずれかのデータを取得し、LMP-Life fraction 式への照射影響(強度補正係数)を明らかにすることで、照射下の様々なモードでの強度予測が可能となる。また、中性子照射後の微小な材料試験片のナノスケール組織解析データやビッカース硬さデータを取得し、本事業で整備した相関式に入力することでクリープ強度や引張強度等の工学的な重要な強度特性への照射影響(強度補正係数)を評価することができる。これにより、ODS 鋼を各次世代原子力システムに適用するために不可欠となる材料強度基準等の整備やその信頼性向上、および事故時超高温環境での強度特性の把握を加速することが期待できる。一方、本事業では、非照射材および組織劣化模擬材を用いた検証のみを実施しており、今後、照射材を対象とした本手法の運用・検証を行い、実際の照射材への適用経験を積む必要がある。また、ナノスケール組織と強度特性を繋ぐ相関式における最重要パラメータである応力補正パラメータ(σ_p')は、本研究では実験的に求めたが、本研究で進めた微細組織観察に基づく機構論研究をこのパラメータの導出に反映するためには、計算科学的なアプローチも必要となる。加えて、今回は特に強度特性への影響が大きいナノスケール組織の影響のみを考慮したが、転位組織や結晶粒組織の影響を相関式に取り込むことで評価精度の向上が期待できる。

以上