

## 経年劣化研究実験設備の紹介

### Experimental Apparatus for Material Aging Study

技術システム研究所では、原子力発電所の安全性と信頼性の一層の向上を図るための研究に取り組んでいます。4つの研究プロジェクトの1つである経年劣化研究プロジェクトでは、加圧水型原子炉（PWR）1次系に使用されている低合金鋼，オーステナイト系ステンレス鋼，オーステナイト・フェライト2相ステンレス鋼や600合金（インコネル600）の経年変化メカニズムの解明と耐用限界の予測に関する研究を進めています。

ここでは、経年劣化に関する様々な研究に活用している主要な設備を紹介します。

#### 1. 機械試験設備

材料の機械的性質は引張試験機，衝撃試験機，硬さ試験機，疲労試験機を用いて求めています。引張試験機は島津オートグラフAG-100K NG M1型，衝撃試験機は島津計装化落錘式で大小2容量対応の試験機としています。硬さ試験機は明石ビッカース硬さ試験機AVK-C1V3型とマイクロビッカース硬さ試験機MVK-H2V3型を，疲労試験機は島津サーボパルス疲労試験機EHF-EG200KN-70L型を採用しています。



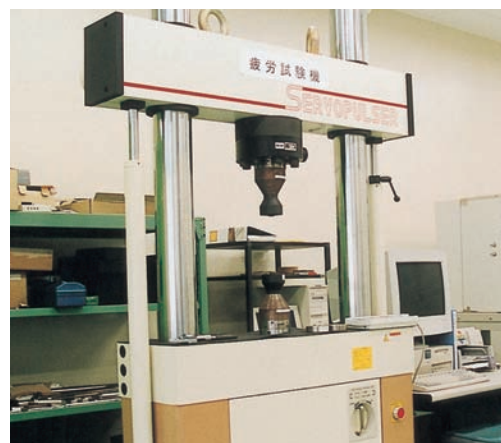
引張試験機



衝撃試験機



硬さ試験機



疲労試験機

## 2. 腐食試験装置

PWR 1次冷却材中での金属材料の応力腐食割れと腐食疲労現象に関して、割れの発生と進展に関する実験を進め、寿命予測モデルの構築を目指しています。

試験機としては、3連式ミニ循環型低歪速度引張腐食試験装置を2式、5連式循環型定荷重腐食試験装置を2式、循環式腐食疲労試験装置を3式設置しており、うち1式はオートクレーブ本体を690合金で内張りし、より厳しい水質環境下での試験もできるようにしています。また、365 までの高温高压水での試験が可能です。さらに、全ての試験装置はポテンショスタットを備えており、電位規制下での試験も可能です。また、腐食疲労試験装置では、割れの進展を直流電位差法によりオンラインで計測しています。

試験水溶液の分析には高周波誘導結合プラズマ発光分光分析装置とイオンクロマトグラフを用いています。



定荷重腐食試験装置

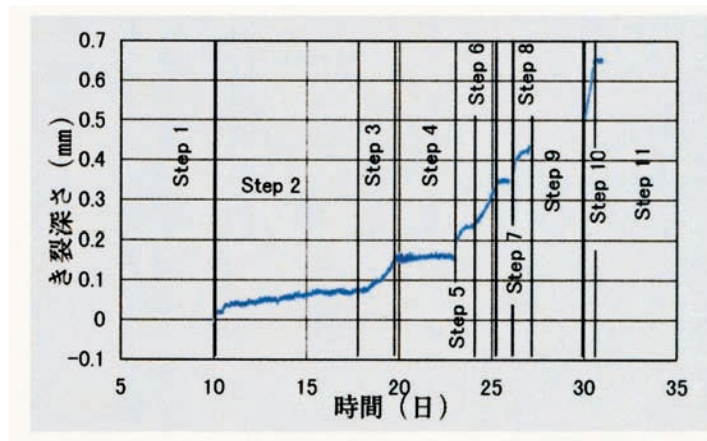


定歪速度引張腐食試験装置

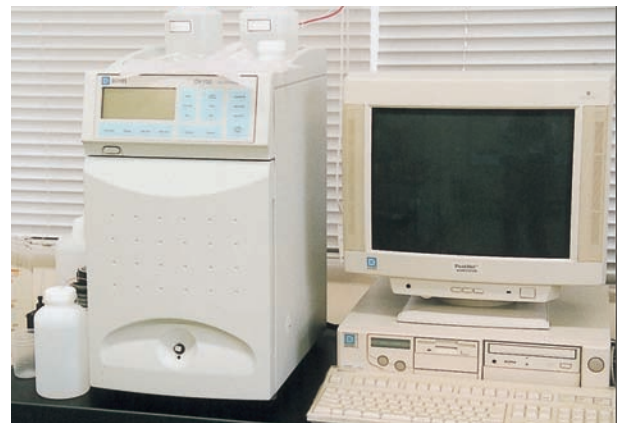




腐食疲労試験装置

304ステンレス鋼のき裂進展量の測定結果の例  
( max = 300MPa , R = 0.9 )

プラズマ発光分光分析装置



イオンクロマトグラフ

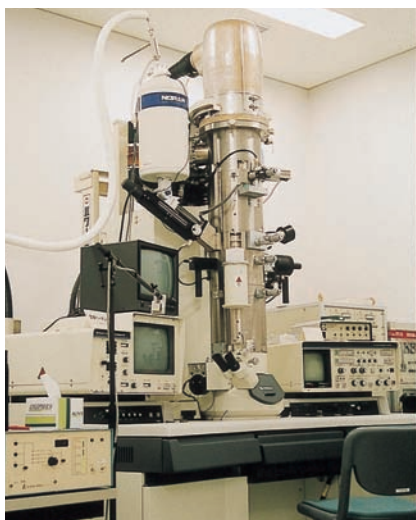
### 3. 物性分析装置

透過電子顕微鏡(TEM), 走査電子顕微鏡(SEM), オージェ電子分光分析装置(AES), 2次イオン質量分析装置(SIMS), X線回折装置(XRD)と光学顕微鏡などを用いて, 前記の金属材料の物性分析を行っています. 例えば, 熱処理を施した場合や種々のイオンを当てた場合の微細析出物, 転位, ポイド等の観察・分析, あるいは高温水中で生成した酸化皮膜の組織・構造分析や破面の形態分析などは研究対象の一例です. これらの得られたデータを総合して材料の経年変化メカニズムの究明に反映させています.

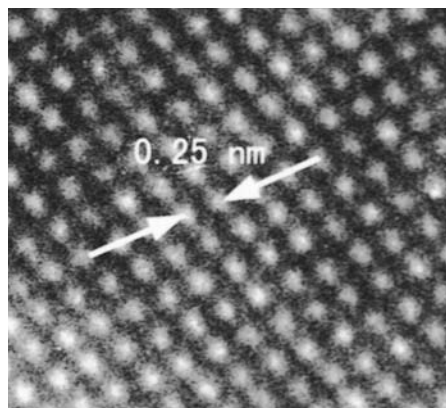
電子顕微鏡としては, まず, 日立電界放射型透過電子顕微鏡 HF3000があります. これは, 加速電圧 300kVの冷陰極型で走査像観察装置とエネルギー分散X線分析装置(EDX)も備えていますので, 材料の超微

細構造の観察，解析，元素分析に適しています．この薄膜試料作製用に日立集束イオンビーム加工装置(FIB)を有しています．Gaイオンスパッタ法を利用するものですが，試料ホルダーが透過電子顕微鏡と共用になっており，また，目的とする微小箇所の観察に最適です．

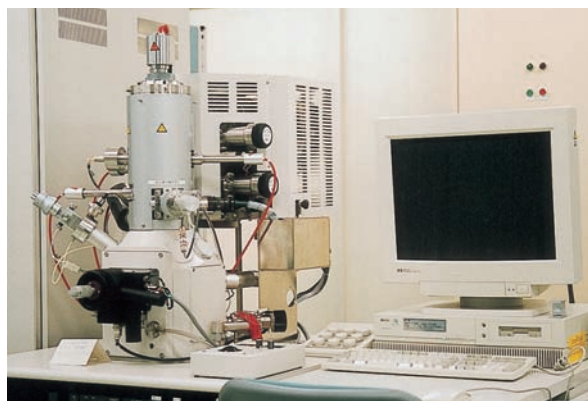
さらに，日立走査電子顕微鏡S2460Nも設置されており，これには，エネルギー分散X線分析装置と後方散乱電子回折分析装置(EBSD)を付加していますので，微小部分の元素分析や結晶方位の測定も可能です．



透過電子顕微鏡



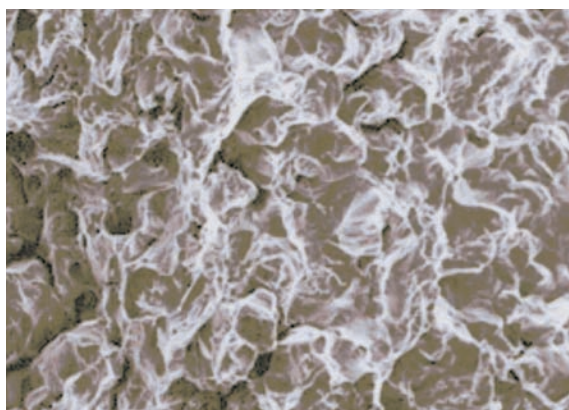
オーステナイトステンレス鋼の結晶格子像



集束イオンビーム加工装置



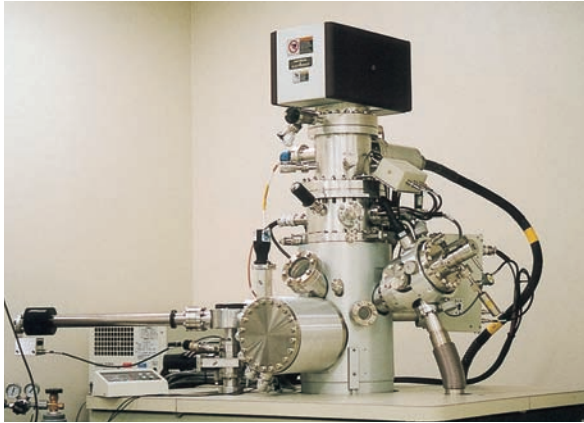
走査電子顕微鏡



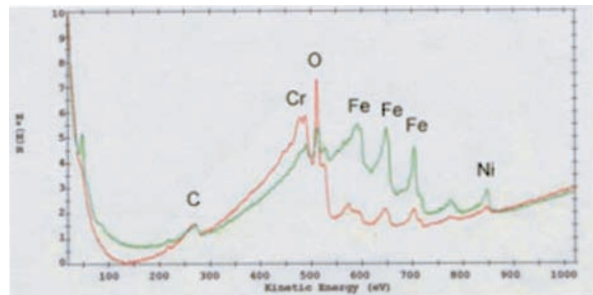
高温水中での600合金の粒界応力腐食割れ破面SEM像



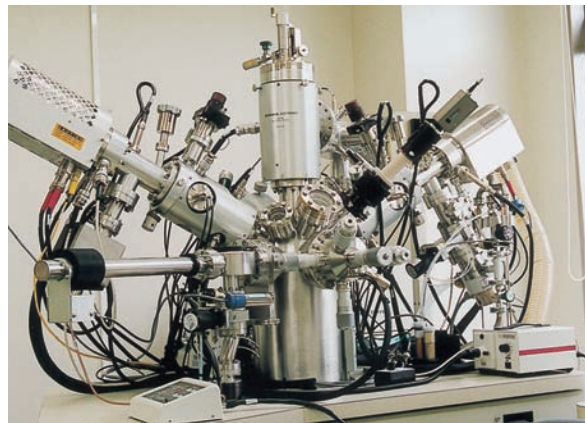
微小領域の化学分析用として、アルバックファイ走査型・電界放射型オージェ電子分光分析装置PHI680とアルバックファイ二次イオン質量分析装置PHI6650が設置されています。前者では、極微小領域の表面から深さ方向の元素分析が可能です。後者は、腐食酸化皮膜及び金属中に取り込まれている水素、ボロン、リチウムの軽元素と他の微量元素の組成分析などに適用できます。



オージェ電子分光分析装置



高温水中で生成した600合金酸化膜表面のオージェ分析結果の一例



二次イオン質量分析装置

ほかに、リガク自動X線回折装置RINT2200が設けられており、高温水中で生成した酸化皮膜等の結晶構造の同定を行っています。設定条件を若干変更することにより、X線によるひずみ測定も可能です。

また、オリンパス3眼鏡筒式光学顕微鏡があり、金属材料の金属組織の変化を種々のエッチング液を用いて観察しています。



X線回折装置



光学顕微鏡

#### 4. 試験片加工設備

応力腐食割れ試験，腐食疲労試験，引張試験，衝撃試験，疲労試験や金相試験などに使用する寸法や形状の異なる試験片を研究員が自ら作製しています。これは，材料の実験研究においては，研究者が自ら試験片を作ることが重要であると判断したためですが，設備の機種を選定に際しては，研究員の労力の軽減化に配慮し，数値制御型の工作機械を導入しています。



フライス盤



平面研削盤



放電加工機



旋盤



作製した試験片の例

## 5. 美浜ラボラトリー

低レベルの放射能を有する実機材料の分析も行うため、関西電力(株)美浜発電所3号機管理区域内にも実験室があり、材料分析に必要な試験設備を持っています。まず、機械試験設備として引張試験機と硬さ試験機があります。また、物性分析装置として、光学顕微鏡、X線回折装置、走査電子顕微鏡およびオージェ電子分光分析・2次イオン質量分析複合装置を設置し、活用しています。