

論文 / 著書情報
Article / Book Information

論題(和文)	小特集 核融合炉ブランケット燃料増殖材・冷却材中の材料の共存性 3. 核融合炉ブランケットの共存性の評価手法
Title	Technology of compatibility study for fusion blanket system
著者(和文)	近藤 正聡
Authors	Masatoshi KONDO, Tsisar Valentyn, Takanori Hirose, Yoji Seki
出典 / Citation	プラズマ核融合学会誌, Vol. 86, No. 7, pp. 393-397
Citation(English)	The journal of the Japan Society of Plasma Science and Nuclear Research, Vol. 86, No. 7, pp. 393-397
発行日 / Pub. date	2010, 7
URL	http://www.jspf.or.jp/
権利情報 / Copyright	本著作物の著作権はプラズマ・核融合学会に帰属します。 Copyright (c) 2010 Japan Society of Plasma Science and Nuclear Fusion Research.

小特集 核融合炉ブランケット燃料増殖材・冷却材中の材料の共存性

3. 核融合炉ブランケットの共存性の評価手法

近藤 正 聡, チザールバレンティン¹⁾, 廣瀬 貴 規²⁾, 関 洋 治²⁾

核融合科学研究所, ¹⁾ウクライナ国立科学アカデミー物理機械研究所, ²⁾日本原子力研究開発機構

(原稿受付: 2010年6月1日)

核融合炉ブランケットの共存性を評価するために必要な実験や分析等の手法を包括的に紹介する。共存性試験の重要なパラメータについて整理し、その上で試験片の準備の仕方、液体中への浸漬方法とその装置、試験後の試験片の分析方法について具体例を交えて解説する。

Keywords:

compatibility, corrosion, experimental procedure, cleaning procedure

3.1 材料の共存性試験のパラメータ

核融合炉ブランケットの冷却材やトリチウム増殖材と構造材料との共存性に影響する条件を図1にまとめた。試験片の状態や液体の温度などの条件はもちろんのこと、装置の接液部の材質や状態、使用する液体の不純物濃度なども重要な要素として挙げられる。さらに、流動条件は共存性に大きく影響する。例えば、流動条件により共存性のメカニズムが大きく異なる場合もあり、流動加速腐食 (Flow accelerated corrosion), エロージョン・コロージョン (Erosion-corrosion) などの現象が生じる。

3.2 試験片の研磨と琢磨

試験片の表面粗さが粗い場合と滑らかな場合では、共存性が大きく異なるケースがある。例えば、流れ場のエロージョンなどの場合は、表面が粗いものの方が、エロージョンが生じやすい。また、液体金属鉛ビスマス (Pb-Bi) 中で粗い表面に形成された酸化皮膜は、割れが入りやすかったり剥がれやすかったりし、耐食性に影響することが報告さ

れている[1]。材料の表面を、研磨の工程と琢磨の工程により磨く。ここで、「研磨」とは、表面を削る作業で削りカスにその材料の組織が残るような工程をさし、「琢磨」とは材料の組織よりも小さい削りカスが発生する工程をさす。後者の場合はダイヤモンドやアルミナなどの、粒径1 μm 以下の非常に細かい粒子のペーストなどを使用して磨く。更に、これらの機械的研磨以外に、電解研磨というプロセスもあり、研究の目的に応じて材料の表面を徹底的に滑らかにすることが可能である。この研磨は、大気中で形成された酸化皮膜や腐食生成物などを取り除き、試験中に材料表面を露出させるという点でも重要なプロセスである。

3.3 共存性研究の装置の工夫

3.3.1 静止場ポット試験の長所と短所

試験装置の特徴を表1に挙げる。共存性試験装置の中で一番シンプルな装置は、いわゆる静止場試験ポットといわれるもので、液体を充填した容器の中に試験片を設置して高温に保持するものである (図2)。比較的小さいサイズの装置が多く、その中でも液体の体積が3 cm^3 というものもある[2]。少量でも高純度の液体が準備できれば、それだけで足りる試験が実施できるという長所がある。また、

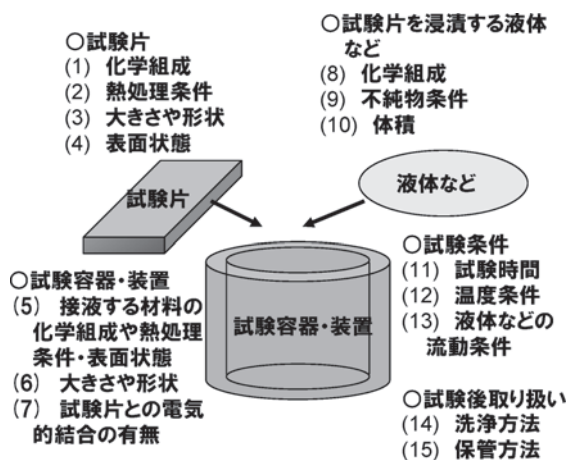


図1 共存性試験の主なパラメータ。

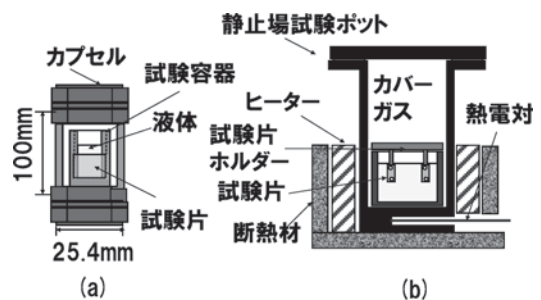


図2 静止場共存性試験のための (a) 試験カプセル (b) 試験ポット [2,3]。

コンパクトである点を生かし、液体を充填する容器の材質を変えた試験なども実施されている[3]。

この試験装置の欠点は、試験体系に温度差がないため、溶解型腐食の場合には、試験片や坩堝からの腐食による元素の溶出により、その液体中の濃度が溶解度に達してしまうと腐食が抑制されることである。また、液体の微小な対流のため液体内の物質の輸送が限定的で、試験片付近に溶出元素による高濃度の層ができる可能性があり、その場合は試験片表面との濃度差が小さくなり腐食の進行が抑制されてしまう。このポット試験装置は、材料表面の腐食反応の傾向を把握するたのに、実験のパラメータを変えて試験を繰り返し実施する際に有効な装置である。

3.3.2 自然対流ループ

静止場ポット試験の欠点を克服するものが、自然対流ループ(図3)である[4]。

ループに充填された液体は、温度差により生じる密度差を駆動力として流動するため、流動ポンプは必要ない。ブランケットの共存性を調べる場合には、流動させる液体が高温であるため、流動ポンプも特殊になることが多い。特殊なポンプを仕様する必要がないことは大きな長所である。自然対流ループ[4-6]における流速は、ループ高温部と低温部との密度差のヘッドとループ1周の管壁の圧力損失の釣り合いから次のように見積もることができる。

$$(\rho_1 - \rho_2)gh = \left(\frac{64}{\text{Re}} \right) \frac{L}{D} \frac{\rho}{2} V^2 \quad (1)$$

ここで ρ_1 は低温部での液体の密度、 ρ_2 は高温部での液体の密度、 ρ は平均の密度、 h は密度差があるループの高さ、 L

はループ1周の長さであり、 V は平均流速である。

液体金属の自然対流ループでは、図4に示すように、高温部における鋼材試験片および配管からの合金元素の溶出とその低温部における析出が生じることがわかっている[6]。これは、液体の温度が高いほど液体金属中の合金元素の溶解度も高く、温度が低いほど溶解度も低いことによる。ループ全体で、溶出型の腐食が発生する場合には、低温部ではその溶解度との差にあたる溶出元素が析出する。それにより、不純物がトラップされ、ループ高温部を非飽和の状態に保つことが可能である。静止場試験のような飽和条件での浸漬とは異なり、長時間の腐食の進行を観察することができる(表1)。

3.3.3 強制流動ポット

流動加速腐食(flow accelerated corrosion)やエロージョン・コロージョン(erosion-corrosion)を調べるためには、強制流動ポットが用いられる。強制流動ポットでは、試験片を固定してインペラ(攪拌羽根)を回転させて流動させるタイプ(図5(a),(b))や試験片そのものを回転さ

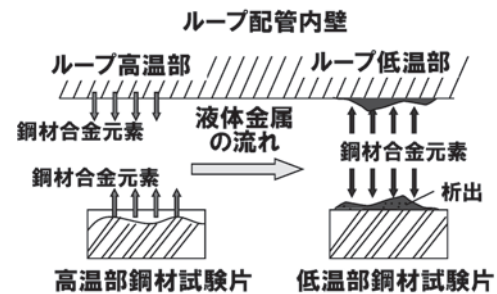


図4 液体金属自然対流ループにおける溶出と析出[6]。

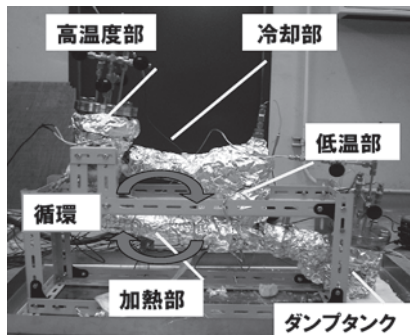


図3 自然対流ループ[4,5]。

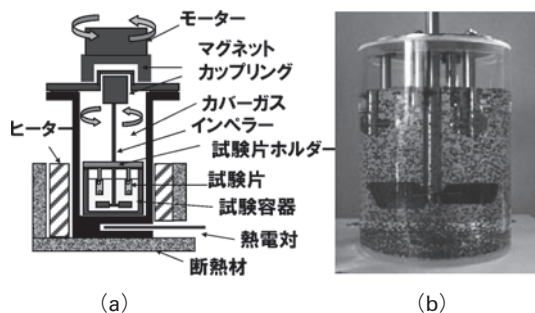


図5 (a)強制流動試験ポット、(b)ポット内流動可視化試験の様子。

表1 共存性試験装置の概要。

	目的	パラメーター制御		
		温度差	流動	電気化学
静止場試験ポット (Static pot)	材料表面の腐食傾向の把握	×	×	○
自然対流場試験ループ (Thermal convection loop)	非飽和条件腐食試験, 物質輸送評価	○	△	△
強制流動試験ポット (Forced convection pot)	流動加速腐食, エロージョン・コロージョン	△	△	○
強制流動試験ループ (Forced convection loop)	流動加速腐食, エロージョン・コロージョン, 物質輸送評価	○	○	△
電気化学セル (Electrochemical cell)	電気化学腐食 腐食電位測定	×	×	○

せるタイプ等がある。試験片を固定するタイプの装置の場合、試験片付近の流速は、十分時間が経過した後は液体が攪拌羽根と供回りをすると考えて、次のように見積もることができる。

$$V = \pi d n$$

(2)

ここで、 d は羽根の幅、 n は回転数である。核融合科学研究所の装置では最大流速は0.2 m/s程度である。しかし、装置内で、自然対流ループのような大きな温度差をつけるのは困難である。

3.3.4 強制流動ループ

前項の強制流動ポットよりも早い流速で試験することが可能なのがポンプを用いた強制流動ループである。液体金属の腐食試験ループでは、東京工業大学のPb-Biループ[7]があり試験片付近の流速は、早い場合で2 m/sに達する。ドイツFZKでは、PICOLOという名前の鉛リチウム用のループがあり、こちらの流速は0.22 m/sである[8]。強制流動ループは、高い流速条件のほか、システム内で大きな温度差をつけることが可能である。自然対流ループに比べて比較的大型な装置が多い。

3.3.5 電気化学セル

溶融塩の腐食として、電気化学腐食があり、その定量的な理解のためには、電気化学セルが必要である。静止場のポット試験装置に電極とポテンショ・ガルバノスタットを組み込んだものである[9]。

3.4 流動条件の解析

FACやエロージョン・コロージョンを評価する場合には、流動条件の解析が重要である。試験片表面では、流れにより壁面せん断応力や物質拡散が生じるため、流体现象と腐食減肉量の関係を正確に理解する必要がある。

例えば、高温高压水を用いた強制流動ポット試験では、高温高压水による壁面せん断応力を伴った材料腐食試験を実施する。これにより、試験片の回転数および位置において、腐食による減肉量を把握する。また、常温大気圧において、腐食実験装置内を模擬した流体の数値シミュレーションと流体可視化実験の結果を比較することにより、数値計算と実現象の整合性を実証する。特に流体の数値シミュレーションでは、流体塊の運動方程式にモデル化を施した乱流モデルを用いて解析を行い、詳細解析を行う。次に、腐食実験装置内の高温高压水を対象に流体の数値シミュレーションを実施し、実際の腐食実験装置内の流動を把握する。

3.5 試験片の洗浄方法

洗浄後の試験片表面を観察することにより、腐食の状態を把握する他、試験前後の重量変化を測定することにより試験片の減肉量評価や腐食率を評価することができる。しかし、表面に腐食生成物や固化した液体金属・溶融塩などが残存していれば、分析等を妨げる原因となる。そのため試験の内容に合わせて、適切な洗浄方法を選ぶことは非常に重要である。各種の洗浄方法を表2にまとめる。

高温高压水試験後の洗浄では、試験片の乾燥だけにとど

表2 試験後の試験片の洗浄方法。

主洗浄		主洗浄の特徴	仕上げ洗浄 特徴 参考文献等
高温高压水 (H ₂ O)		ブローによる試験片の乾燥	
液体金属	ナトリウム* (Na)	アルコール	[8]
		水蒸気	
		燃焼	
	リチウム (Li)	水	アセトン洗浄後乾燥 参考文献[6, 16]
		エタノール	
		アンモニア	
		高温蒸発	
	鉛リチウム (Pb-17Li)	Li	水、エタノール、アセトンで洗浄後、乾燥 [9-13, 17]
		酢酸水溶液 (酢酸 + 過酸化水素水)	
	鉛ビスマス* (Pb-Bi)	Na	水にて洗浄後、アセトンで洗浄 [7, 14, 18]
		グリセリン (酸化腐食)	
		硝酸 (液体金属腐食)	
溶融塩	フリナック (Flinak)	LiCl-KCl 中へ 溶解させて除去	水により LiCl-KCl を洗浄 [15]
	フリーベ (Flibe)		

* 高速炉の候補液体金属冷却材、参考内容として記述

め、試験中に試験片表面に形成された酸化被膜を除去せず分析する。

アルカリ金属であるリチウムの洗浄は、ナトリウムの洗浄方法[9]と似ており、水やアルコールを使用する方法がよく用いられる。水を用いた洗浄では、表面に付着したリチウムを良く除去するが、表面での水素ガスの発生や化学反応により発生する熱により、試験片表面に形成される腐食生成物および腐食層にも影響を与えてしまう。エタノールやアンモニアによる洗浄は、水洗浄よりも洗浄速度は遅いが、洗浄過程で生じる化学反応がマイルドなため、水洗浄よりは試験片を痛めにくい。

鉛系合金の洗浄では、洗浄後の試験片に比重の大きい鉛（水のおよそ10倍）が付着・残留してしまった場合に、腐食による試験片の重量損失評価に非常に大きな影響を与えてしまうため、特に慎重な作業が必要である。鉛リチウムの洗浄では、鉛リチウムがリチウムと合金化することを利用して、350℃程度のリチウム浴中で数時間そそぐことによりリチウム中に溶解させ、試験片に付着したリチウムは水により洗浄する[10,11]。もしくは酢酸と過酸化水素水を用いて、洗浄することより、除去することも可能であるが、試験片を痛めてしまう可能性がある[12,13]。

鉛ビスマス上の試験後の洗浄では、鉛ビスマス中で生じた腐食が、酸化腐食か液体金属腐食のどちらであるかにより異なり、酸化腐食の場合は、酸化皮膜を観察するために試験片表面に残すため、グリセリンを用いて鉛ビスマスだけを溶解させてそそぎ洗い流す[14]。この場合、液体金属中で形成された酸化皮膜は試験片表面に残存する。また液体金属腐食により鉛ビスマス成分が材料中に拡散した場合は、硝酸により鉛ビスマス成分を除去する[7]。しかし、試験片表面も硝酸により痛めてしまう欠点がある。

熔融塩 Flibe と Flinak の場合は、熔融塩 LiCl-KCl を用いて洗浄する。Flibe や Flinak が LiCl-KCl 中に溶解すること

により、除去される。洗浄後に試験片に付着する LiCl-KCl は、水によりそそぎ除去する[15]。

3.6 電子顕微鏡を用いた共存性の評価

図6は、分析のスケールと分析方法、主な目的である。基本的には、ミリメートル (mm) 程度の大きなスケールの観察から、マイクロメートル(μm)、ナノメートル(nm)のように段々とスケールを小さくしていき、腐食の原因などを明らかにしていく。腐食は均一に生じるケース (general corrosion) の他に、局部的に生じる腐食 (local corrosion) があるため、分析する箇所を低倍率の観察で決定してから、詳細な分析に進める。

腐食の深さを調べるのに、試験片を切断して断面を観察する。断面を観察するには、機械切断後の凹凸が分析の邪魔をするため、研磨と琢磨をする必要がある。この場合、切断した試験片を樹脂に埋め込み、研磨する。

これらの分析では、走査型電子顕微鏡 (SEM)、エネルギー分散形 X 線分光器 (EDX) が有効である。例えば、液体金属中では、腐食により試験片の表面から液体金属中へ材料の合金元素が選択的に溶出する現象がある。試験片断面を SEM/EDX で観察・分析することにより、溶出の強さや深さがわかる。また、高温高压水中の共存性を評価するためにも、断面観察・分析が重要である。元の材料表面から、酸化の影響を受けていない地金までの距離を減肉量とする。元の表面は酸素および低放射化マルテンサイト鋼の添加元素である Cr, W の分布状況から判定する。Cr 炭化物 (M23C6) が粒界に分布するので、この粒界に沿って分布した Cr が途切れるところを元の表面とする。

3.7 腐食した金属組織を浮かび上がらせるエッチング技術

腐食により材料の微細組織が変化することがある。たと

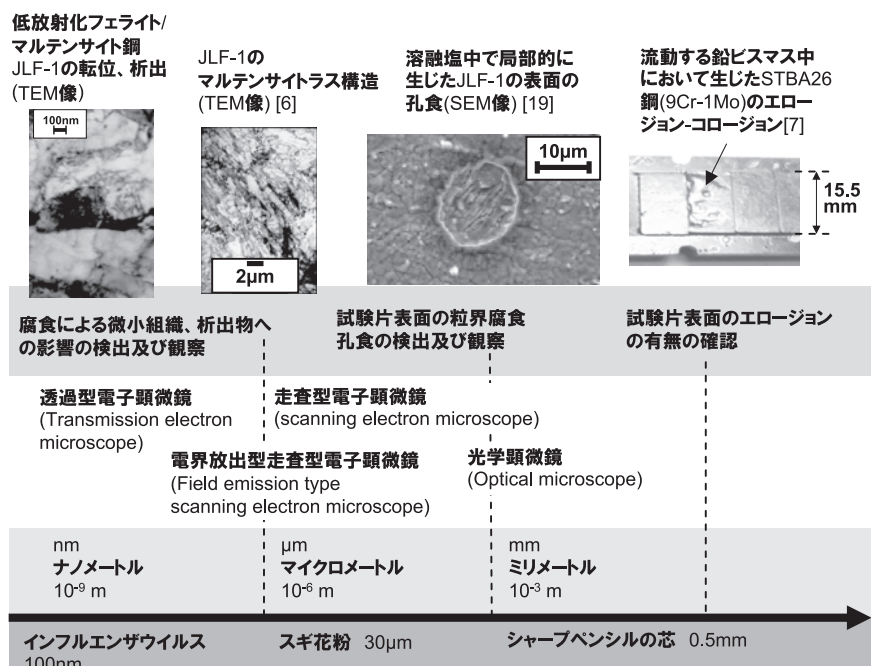


図6 共存性評価に用いる分析装置。

えば、低放射化マルテンサイト鋼 JLF-1 (9Cr-2W-0.2V, Ta) は、マルテンサイト組織を持つが、600℃以上のLiへの浸漬により材料表面で結晶中の炭素を失い、フェライト組織へと変化する。こういった場合には、エッチング技術により組織を浸漬前後で比較して、その現象を理解する。

エッチングには、主に溶液だけを用いる手法（化学エッチング）と溶液に電場をかけて行う手法（電解エッチング）の二つがある。化学エッチングでは、例えば JLF-1 と SUS 410 (Fe-12Cr) の組織を見るために、塩化鉄塩酸アルコールにより、数秒エッチングすることにより粒界などを得ることができる。電解エッチングでは、JLF-1の組織を観察するためには、過塩素酸－エチレングリコール－エタノール－アセトンの混合溶液に浸し、試験片に30 Vの電圧を与えて行う。これにより、粒界等の境界に析出した炭化物付近が腐食されて、そのむき出しとなった炭化物を観察することができる。これにより、微細組織の境界を知ることができる。

図7に、腐食試験後に電解エッチングした JLF-1の表層断面を示す。表面で腐食によるマルテンサイト組織からフェライト組織への相変態が生じていることがわかる[5]（詳細は4.3章）。

3.8 まとめ

本章では核融合炉ブランケットの共存性を評価するために必要な、実験や分析等の手法を包括的に解説した。共存性試験の重要なパラメータについて整理し、その上で試験片の準備の仕方、液体中への浸漬方法とその装置、分析準備、分析方法について具体例を交えて解説した。これらの手法を用いて評価した各種のブランケット冷却材やトリチウム増殖材と構造材料との共存性の詳細について、次の章以降で解説する。

参考文献

- [1] M. Kondo, M. Takahashi, S. Yoshida and N. Sawada, *Proceedings of International Conference of ICAPP04*, Pittsburg, PA, June 13-17, 2004, p. 4044.
- [2] M. Kondo, T. Nagasaka, Q. Xu *et al.*, *Fusion Eng. Des.* **84**, 1081 (2009).
- [3] Q. Xu, M. Kondo, T. Nagasaka, T. Muroga and O. Yeliseyeva, *J. Nucl. Mater.* **394**, 20 (2009).
- [4] M. Nagura, M. Kondo, A. Suzuki, T. Muroga and T. Terai, *Fusion Sci. Technol.* **52**, 630 (2007).
- [5] Q. Xu, M. Kondo, T. Nagasaka, T. Muroga, M. Nagura and A. Suzuki, *Fusion Eng. Des.* **83**, 1477 (2008).

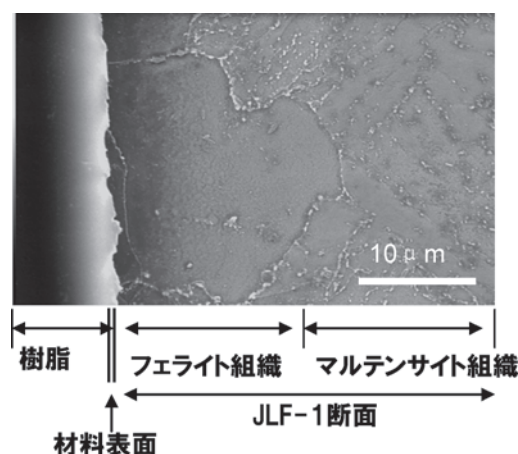


図7 Li中に浸漬したJLF-1の表層断面SEM像（電解エッチング処理後）白い粒は炭化物。

- [6] Q. Xu, Doctorate thesis, Department of Fusion Science, The Graduate University for Advanced Studies (2008).
- [7] M. Kondo, M. Takahashi, T. Suzuki, K. Ishikawa, K. Hata, S. Qiu and H. Sekimoto, *J. Nucl. Mater.* **343**, 349 (2005).
- [8] J. Kony, W. Krauss, J. Novotny, H. Steiner, Z. Voss and O. Wedemeyer, *J. Nucl. Mater.* **386-388**, 678 (2009).
- [9] 平川 康, 仲井 悟: サイクル機構技報 No.15 (2002) 6.
- [10] P.F. Tortorelli and J.H. DeVan, *J. Nucl. Mater.* **141-143**, 592 (1986).
- [11] V.N. Mikhailov, V.A. Evtikhin, I.E. Lyublinski, A.V. Vertkov and A.N. Chumanov, *Lithium for fusion reactors and space nuclear power systems of XXI century* (Moscow, Energoatomizdat, 1999).
- [12] G. Benamati, C. Fazio and I. Ricipito, *J. Nucl. Mater.* **307-311**, 1391 (2002).
- [13] H. Feuerstein, H. Griibner, J. Oschinski and S. Horn, *J. Nucl. Mater.* **233-237**, 1383 (1996).
- [14] M. Kondo, M. Takahashi, N. Sawada and K. Hata, *J. Nucl. Sci. Technol.* **43**, 107 (2005).
- [15] H. Nishimura, T. Terai *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **307-311**, 1355 (2002).
- [16] Z. Yao, A. Suzuki, T. Muroga and T. Nagasaka, *Fusion Eng. Des.* **81**, 2887 (2006).
- [17] 周興華: 修士論文, 東京工業大学原子核工学専攻 (2009).
- [18] 近藤正聡: 博士論文, 東京工業大学原子核工学専攻 (2006).
- [19] M. Kondo, T. Nagasaka, V. Tsisar, A. Sagara, T. Muroga, T. Watanabe, T. Oshima, Y. Yokoyama, H. Miyamoto, E. Nakamura and N. Fujii, *Fusion Eng. Des.* *in press.* (2010).