



## 小特集 原型炉実現に向けた低放射化フェライト鋼研究開発の進展

### 3. 低放射化フェライト鋼製造技術の現状と課題

谷川 博康, 酒瀬川 英雄, 芝 清之, 廣瀬 貴規

日本原子力研究開発機構

(原稿受付: 2011年1月26日)

低放射化フェライト鋼は、フェライト/マルテンサイト系耐熱鋼の添加元素を低放射化制約に見合うものに置換することで設計されたことから、我が国の鉄鋼メーカーの高い先進耐熱鋼製造技術を背景として開発が進められている。よって製造技術の多くは新規開発を必要とはしないが、靱性および耐熱性能を担う元素として Nb と代替添加される Ta については一般的に製鋼に使われていないこと、脱酸材として一般的に用いられる Al については添加量が制限されることから、低放射化フェライト鋼特有の技術開発が必要となる。

#### Keywords:

reduced activation ferritic/martensitic steel, F82H, fabrication technology

#### 3.1 開発の歴史

低放射化鉄鋼材料は、25年近く欧州、米国、および日本で開発が進められてきた材料であり、熱交換器等に利用されていたフェライト/マルテンサイト系耐熱鋼（例えば Mod 9Cr-1Mo 鋼: T91）の組成を元に、添加元素の Mo や Nb を W や Ta 等で置き換えることで誘導放射能の低減を狙い、さらなる特性の改善が行われてきた材料である。耐熱鋼および代表的なフェライト鋼の化学組成を表 1 に示す。1983年6月に、火力用材料として着目されていたフェライト鋼の原子力利用の可能性について議論すべく米国ユタ州スノーバードで開催された国際会合で核融合構造材料としての可能性が議論され[1]、さらに低放射化概念が提唱された[2]。以来、米国、日本、欧州でそれぞれ開発が進められてきた。このうち米国では、初期に独自の低放射化フェライト鋼 (ORNL9Cr) を提案したものの[3]、その後開発が継続されず、現在は酸化物分散強化型鋼 (ODS 鋼) 開発が中心となっている。

日本において開発された低放射化鉄鋼材料としては、旧原研(現:原子力機構)と旧NKK(現:JFEスチール)が共同で開発したF82H鋼(Fe-8Cr-2W-0.2V-0.04Ta-0.1C)、および大学と新日鐵とが開発したJLF-1鋼(Fe-9Cr-2W-0.2V-0.08Ta-0.1C-0.05N)が代表的なものであり[4, 5]、1985年前後に相次いで提案されて以来、これらの鋼は世界をリードする立場にある。特にF82Hは、非照射環境下における総合的性能(基本強度特性、部材製作性、溶接性、時間依存強度特性)についての基本的検討がほぼ完了している。これまで5トンレベルの大型溶解材が5度溶製され、特に1994, 95年に溶解された5t溶解材は、その溶接材とともに1992年より開始されたIEA(International Energy Agency:国際エネルギー機関)国際協力のもと、ラウンド

ロビン試験に供された[6]。その結果、F82Hは現段階において世界で最もデータベースが充実した低放射化鉄鋼材料となっている[7, 8]。さらに、2007年より開始された「幅広いアプローチ」活動(BA活動)では、原型炉R&D活動の一環として原型炉ブランケットでの利用に要する材料技術開発について、F82Hを主たる材料として進めている[9]。

欧州では、1985年頃にLAシリーズ(LA12TaLC:Fe-9Cr-0.7W-0.10Ta-0.1C)[10, 11]が、1995年頃にOPTIFERシリーズ(OPTIFER-IV:Fe-8.5Cr-1.2W-0.10Ta-0.1C)[12, 13]が提案され、これらの材料とIEA協力で提供されたF82H-IEA材との比較を基盤として、1997年に欧州の候補材としてEUROFER97(Fe-9Cr-1W-0.12T-0.2V-0.14Ta)3.5t材が製作された[14, 15]。EUROFER97は、F82Hに対してより靱性を重視した結果、Wを減量し、Taを増量した合金設計となっており、これまで各特性評価はもちろん、ロシアの高速炉BOR-60での照射等多くの照射データの蓄積が進められた結果、非照射および照射初期の靱性はF82Hより優れるものの[16]、高照射量ではほとんど差はなく[17]、その一方で高温特性に劣り[18]、また溶接高温割れ感受性が高いことが明らかになっている[19]。欧州ではさらにEUROFER97-2(7t)[20]、EUROFER97-3(11t)が製作され、大型溶解に向けた評価が進められている。これらの溶解材は欧州のITERテストブランケットモジュール(ITER-TBM)開発に利用されるとともに、その一部が欧州側のBA活動における供試材として評価が進められている。

この他、近年では中国[21]、インド[22]、ロシア[23]において独自の低放射化フェライト鋼開発が開始されている。中国は日本の大学との共同研究を、インド、ロシアは過去の高速増殖炉用材料開発技術をベースとして、各々のITER-TBM構造材としての利用を目標として研究開発を

#### 3. Current Status and Issues in Manufacturing Technology of Reduced Activation Ferritic/Martensitic Steel

TANIGAWA Hiroyasu, SAKASEGAWA Hideo, SHIBA Kiyoyuki and HIROSE Takanori corresponding author's e-mail: tanigawa.hiroyasu@jaea.go.jp

進めている。

### 3.2 製造技術の現状と課題

フェライト／マルテンサイト系耐熱鋼は、オーステナイト相からマルテンサイト相に変態する時にオーステナイト結晶粒内にバケット境界，その中にブロック境界，さらにその中にマルテンサイトラス境界と，細かく導入される粒界上に安定な析出物を細かく析出させることにより高い高温強度を実現しており（図1），このような微細な構造は耐照射性の観点からも有効であると考えられている。

一方，体心立方構造をもつために低温で延性から脆性に遷移する傾向を示し，且つ，その遷移が発生する温度（延性脆性遷移温度，Ductile Brittle Transition Temperature：DBTT）が照射により上昇することが課題となっている。よって，低放射化フェライト鋼は，高温特性と靱性を確保しつつ，耐照射性，特に照射による脆化（DBTTシフト）を最小限になるように製造することが求められる。これらの強度特性上の要求を，低放射化性能を実現しつつ，満たしていくことが製造技術を選定していく上で求められる。以下にこれまでの実績と課題について述べる。

#### 3.2.1 溶解技術についての課題

ITER-TBM 製作において必要とされる低放射化フェライト鋼製造技術については，現時点ではほぼ実証済である。現在の TBM 設計では，最小 1.5 mm 最大 90 mm 厚さの板，外径 11 mm 肉厚 1.5 mm の薄肉円管から外径 76.3 mm 肉厚 9.5 mm までの厚肉円管，および一辺 11 mm 肉厚 1.5 mm の矩形管が必要であり，正味 2 t (5 t 溶解) の低放射化フェライト鋼の溶解が必要とされている。この規模での溶解は小型 (5 t) の真空誘導溶解炉 (VIM 炉) で対応可能であり，

且つ部材製作性も小規模設備にて実証済みである。

一方，原型炉では，現在の設計案ではブランケットシステム用だけで3000トンの低放射化鉄鋼材料が必要になると考えられている[24]。鉄鋼材料の大量製造技術自体は，非核融合分野において膨大な研究開発が進んでいることから，その恩恵に浴することができる。特に鋼中 W の制御が難しいが，超臨界火力発電に用いられている NF616 (ASME P92) を代表とする W 含有耐熱鋼が90年代後半から規格化されており[25]，これらの製造技術および知見が有益となっている。他方，低放射化フェライト鋼を大量製作する場合の課題として，実機レベルで生産する場合の製造仕様の策定，および低放射化対策がある。前者は材料の実用化を計る上で要求される一般的な課題ではあるが，核融合構造材料としては「材料の用途」すなわち「核融合環境下での利用」に対応した一定範囲の特性を実機レベル生産で保証できる製造仕様の策定となることから，5および6章で後述される照射効果を考慮した仕様が要求される点が課題となる。一方後者は，製造プロセスに依存する低放射化対策が主要課題となる。低放射化上問題となる元素は，利用後の廃棄のしやすさ，および再利用の可能性から，浅地埋設基準からハンズオンリミットの範囲で議論されている[26-29]。議論の対象となる元素は，不純物として混入する濃度で強度特性に影響のある元素 (Nb, Mo, Ni, Cu, Al, Ti, Co, N) と特に影響がない元素 (Ag, Bi, As, Sb 等) に大別される。前者の元素については，通常の製鋼で取り扱われておりデータの蓄積がある。ただし，低放射化上の目標となる濃度は元素によっては非常に低いため（例：Nbの目標値は1 ppm 未満），低放射化レベルを判断するためには高精度の分析技術の開発が必要である（例：現在の

表1 耐熱鋼および日欧米で開発された代表的な低放射化フェライト鋼の化学組成 (wt%)。

|                   | Cr       | W (Mo)      | V    | Ta (Nb) | C     | Si   | Mn   | B      | N      | Ti    | Ni    |
|-------------------|----------|-------------|------|---------|-------|------|------|--------|--------|-------|-------|
| Mod.9Cr-1Mo (T91) | 8.75     | (0.95)      | 0.21 | (0.08)  | 0.1   |      |      |        | 0.05   |       |       |
| NF616 (P92)       | 9        | 1.8 + (0.3) | 0.2  | (0.07)  | 0.1   | 0.5  | 0.5  |        | 0.05   |       | 0.4   |
| JLF-1 (Original)  | 9.04     | 1.97        | 0.19 | 0.07    | 0.097 | <0.1 | 0.46 | -      | 0.05   | 0.001 | <0.1  |
| F82H              | Original | 7.65        | 2    | 0.18    | 0.038 | 0.09 | 0.49 | 0.003  | 0.002  |       | 0.01  |
|                   | IEA      | 7.66        | 2    | 0.16    | 0.02  | 0.09 | 0.11 | 0.16   | 2E-04  | 0.005 | 0.01  |
| ORNL9Cr           | 8.9      | 2.01        | 0.23 | 0.06    | 0.11  | 0.21 | 0.44 | <0.001 | 0.022  |       | 0.01  |
| LA12TaLC          | 8.8      | 0.73        | 0.30 | 0.10    | 0.165 | 0.02 | 0.84 |        | 0.0190 |       |       |
| OPTIFER IV        | 8.5      | 1.16        | 0.23 | 0.15    | 0.11  |      | 0.57 | 0.004  | 0.06   |       |       |
| EUROFER97         | 9        | 1.1         | 0.2  | 0.13    | 0.11  | 0.05 | 0.4  | 0.001  | 0.03   | 0.01  | 0.005 |

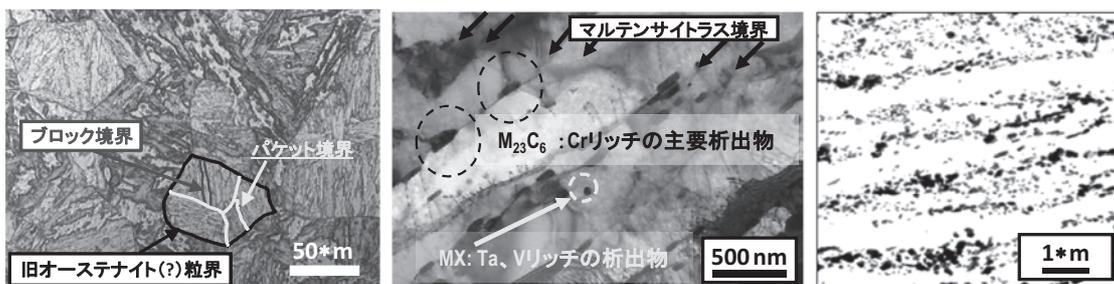


図1 低放射化フェライト鋼の組織構造：（左）光学顕微鏡金相，（中）薄膜試料の透過電子顕微鏡微細組織像，（右）抽出レプリカ試料の透過電子顕微鏡析出物像。

Nb の典型的な分析下限値は 5 ppm) . 後者の強度特性に特に影響のない元素については分析可能であっても通常の製鋼では分析対象外であることから、低放射化フェライト鋼の製造実績以外にデータがあまり存在しない点が問題となる。いずれの元素も、基本的には通常の製鋼過程で除去することは困難であることから、高純度原料を選択し、専用の炉で生産する他に解はないと考えられている。組成の大部分を占める Fe は工業レベルでは電解鉄（電解析出精製した Fe）の利用が唯一の解と考えられているが、工業規模で安価に高純度鉄を確保することが困難である点が原型炉建設段階では課題となり得る。なお、Fe 中の Co（目標 10 ppm 未満）は電解析出をもっても低減することができないことから、低減には Co 含有量の少ない原料（鉄鉱石）をつかった原料鉄の生産が必要となる。

製鋼プロセスの最適化によって低減可能な元素は Al および N である。Al は脱酸に一般的に利用されており、通常は溶湯中に 200 ppm 以上添加される。Al 以外の脱酸材としては低放射化対応として希土類（Ce 等）脱酸材の利用が考えられるが、非常に高価で入手も難しいことから、原型炉規模の生産を考慮すると適切とはいえない。よって、プロセス上は最小限の Al 添加によって脱酸すること、および脱酸反応によって生じるアルミナ ( $Al_2O_3$ ) の最終製品への混入を防ぐことが技術課題となる。N は VIM 炉では問題なく低減できるが、大型溶解で用いられる電気炉は大気雰囲気であり、Cr 量が増えると N が溶け込む傾向にあること等から 200 ppm 弱の混入は避けられないと考えられている。しかし、照射により  $^{14}C$  となることから他の不純物量によっては N 量は 20 ppm 未満が望ましいという考えもあり [30]、今後はこれらの点に留意した仕様の検討が課題となる。

低放射化フェライト鋼の主要添加元素の中で最もデータが無いのが Ta である。Ta は高温強度および靱性を向上させる重要な添加元素であるが [4]、その一方で酸化物を形成しやすい傾向をもち、殊に Ti 濃度が高い場合には Al 脱酸により形成された  $Al_2O_3$  と複合化し粗大な介在物を形成する傾向が明らかになっている [31, 32]。この粗大介在物が靱性および疲労特性に影響を与えることから [30, 33, 34]、可能な限りその生成混入を低減することが望ましいと考えられている。さらに、Ta 濃度および N 濃度が高い場合には、凝固時に Ta を含む介在物や Ta の偏析がインゴット中央部分で起こりやすくなり、板の厚さ方向中央部で圧延割れを起こす事例が確認されている。このため、最近の F82H 溶解では Ti 濃度低減 [32] に加え、介在物除去に有効な 2 次精錬手法であるエレクトロスラグ再溶解 (ESR) を適用し、Ta 系介在物の完全除去に成功している [31, 35]。今後は ESR 処理の強度特性に対する効果についてさらに確認を行うとともに、ESR 処理材における照射効果の確認、および ESR 処理による Ta 含有量の低下などの組成変化等の課題について取り組む必要がある。

### 3.2.2 加工、熱処理上の課題

一般に鉄鋼材料はその化学組成のみならず加工条件や熱処理条件によっても大きく変化する。とりわけ、低放射化フェライト鋼はマルテンサイト変態による非平衡組織を利

用して靱性および高温強度の確保を図った材料であるため、その製造プロセス過程における熱処理の最適化は極めて重要である。低放射化フェライト鋼に対する加工および熱処理としては、図 2 に示したように、①：均質化熱処理、②：鍛造、③：加工（熱間圧延／熱間押し出し、冷間加工）、④：焼きならし、⑤：焼き戻しが挙げられる。

【①：均質化熱処理】均質化熱処理は casting 後の元素偏析を解消するものである。この偏析は鍛造による機械的合金化でも低減できる。大量製造における安定した品質の確保のため、この熱処理条件の最適化は重要である。

【②：鍛造】引け巣などの casting 欠陥の解消、機械的合金化による元素偏析の低減が達成される。この段階で casting 欠陥が残された場合、後に続く熱間圧延過程で割れの原因となる。さらに大きな casting 塊でも中心まで鍛造効果を上げるには鍛造終了温度（鍛造を中断再加熱する温度）が低いことが望ましいが、鍛造の仕方によっては鍛造割れの危険を伴う。これらの鍛造条件の影響は、研究室規模の溶解（～300 kg）では問題とならなかったものであるが、大量溶解（数トン以上）となればその影響が懸念されている。

【③：加工】熱間圧延は板材加工のためのプロセスであり、その組織は後工程の熱処理によっても消えない場合が多い。特に圧延終了温度によって靱性（シャルピー衝撃特性）に影響を受けることが明らかとなっている [36]。また、製管においては熱間押し出しにより母管を製作し、これを冷間加工して所定のサイズに加工するが、途中で焼き鈍し熱処理を施す必要がある。この熱処理過程は組織形成に大きな影響を与えることがわかっている [37]。

【④：焼きならし】焼きならしは低放射化フェライト鋼の組織を均質化するものであり、またその後の急速冷却によってマルテンサイト変態を導入するものである。とりわけこの条件は低放射化フェライト鋼の母相の結晶粒（旧オーステナイト粒）の大きさに大きく影響を与える [38]。

【⑤：焼き戻し】焼き戻しは、焼きならしによって得られた極めて強度の高いマルテンサイト組織を軟化させ、靱性を確保するための熱処理である。最近の研究成果ではこの焼

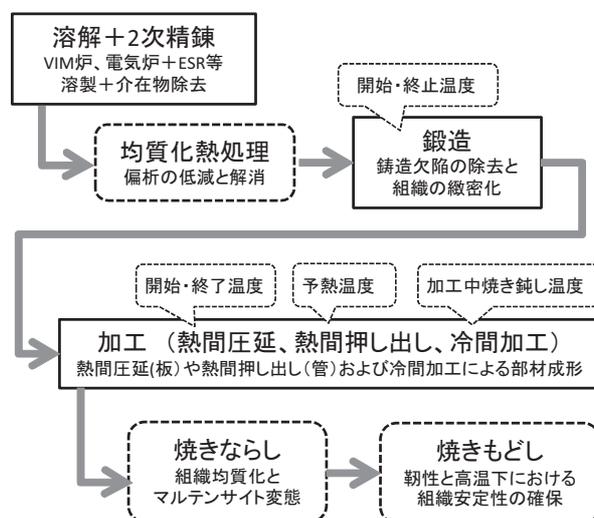


図2 溶解から最終製品までの加工および熱処理工程。

き戻し条件はバナジウムやタンタル系炭・窒化物の析出挙動[39]や耐照射特性[40-44]に大きく影響を及ぼすことがわかっている。

【その他：質量効果】原型炉のためには3500トンの溶解が見込まれている。そのブランケット部材としては、円形や矩形の冷却管に合わせて、25~90 mm厚さの板材製作(厚板)が見込まれている。このような厚板に対しては質量効果が発現する。様々な形状と体積を持つ部材に対し同等の熱処理を施したつもりでも、その形状と体積の違いによって熱処理感受性が大きく異なり、組織や強度特性にバラつきが生じる可能性がある。

以上に示された課題は、強度と組織を保証するために必須の条件であることから、その影響は精査すべくBA活動にて調査が進められている。

### 3.3 原型炉に向けた開発指針

ITER建設が本格的に開始されたことにより、原型炉に向けた研究開発は次のステップとして確たる技術的根拠を示すことが求められる段階に入った。低放射化フェライト鋼開発においては、材料の規格化に向けた研究開発が中心となる。日本では21世紀半ばに原型炉運転実証による動力炉への見通しを得ることを目標とすることから、2030年代前半の原型炉建設開始をめざすことになる。このためには核融合炉構造材料の仕様(さらには材料規格原案)は2020年前後には固まっている必要がある。

低放射化フェライト鋼においては、上述のように耐熱鋼開発で培われた技術と知見を利用することできることから、特に製造に関しては大きな技術的障害はないといえる。ITER-TBMで要求される3~5t規模の溶解についてはすでに実証済であり、現行の技術およびデータベースを精査していくことで十分対応可能と考えられる。一方、原型炉の構造材料としては、これまでの3~5t規模溶解の実績とデータベースを元に設計を検討することは十分可能ではあるが、規格としては原型炉で必要とされる大型溶解において、小規模溶解で実証されてきた性能をどの範囲で保証できるのか、ということを示すことが求められる。

ここで留意すべき点は、2章で論じられたように核融合ブランケットすべてが厳しい核融合中性子照射環境下におかれるわけではない点である。すなわち、ブランケットの第一壁のプラズマ対向面からわずかに50 mmまでの領域で核融合中性子フラックスは最表面の1/4弱まで低下し、その他の大部分は14 MeV中性子の影響は小さい。これは、とりまなおさず核融合エネルギーを面で受けなければならないという、システム上の厳しさを示すものではあるが、少なくとも構造材料としては、この最も重照射を受ける第一壁用に、理想的な低放射化制限を達成し、且つ重照射環境下での使用に対応したグレードの低放射化フェライト鋼(F82H-FWG)を、そしてブランケットの大部分を占める中~低照射量領域用に標準グレードの低放射化フェライト鋼(F82H)を、と二つのグレードに分けて仕様を固める、と考えれば良いことになる。この第一壁に要する低放射

化フェライト鋼の総重量は、現在の設計ならば70トン程度であり、この量に対応した製造技術を検討すれば良いことになる。

動力炉(商用炉)の構造材料として利用するには、核融合中性子照射データベースの蓄積に加え、さらなる耐照射性の向上が求められると考えられる。この点については照射効果に対する理解の深化を通して、材料仕様の最適化を計ることで、利用可能条件領域を拡張し、安全率を高めていくことになるであろう。

### 参考文献

- [1] D.R. Harries, *Proc. Topical Conf. on Ferritic Alloys for use in Nuclear Energy Technologies* (A.I.M.E. New York, 1984) p.141.
- [2] F.W. Wiffen and R.T. Santoro, *ibid.* ref. [1], p.195.
- [3] R.L. Klueh and P.J. Maziasz, *Metall. Trans.* **20A**, 373 (1989).
- [4] M. Tamura, H. Hayakawa, M. Tanimura *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **141-143**, 1067 (1986).
- [5] A. Kohyama, Y. Kohno, K. Asakura and H. Kayano, *J. Nucl. Mater.* **212-215**, 684 (1994).
- [6] *Proc. IEA Workshop on Low Activation Ferritic/Martensitic Steels*, Tokyo, Japan (Oct. 1992).
- [7] A.-A.F. Tavassoli, *J. Nucl. Mater.* **302**, 73 (2002).
- [8] S. Jitsukawa, A. Kimura, A. Kohyama *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **329-333**, 39 (2004).
- [9] T. Nishitani, H. Tanigawa, S. Jitsukawa *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **386-388**, 405 (2009).
- [10] D. Dulieu, K.W. Tupholme and G.J. Butterworth, *J. Nucl. Mater.* **141-143**, 1097 (1986).
- [11] K.W. Tupholme, D. Dulieu and G.J. Butterworth, *J. Nucl. Mater.* **155-157**, 650 (1988).
- [12] K. Ehrlich, S. Kelzenberg, H.-D. Röhrig *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **212-215**, 678 (1994).
- [13] L. Schäfer, M. Schirra and K. Ehrlich, *J. Nucl. Mater.* **233-237**, 264 (1996).
- [14] E. Daum and U. Fischer, *Fusion Eng. Des.* **49-50**, 529 (2000).
- [15] R. Lindau and M. Schirra, *Fusion Eng. Des.* **58-59**, 781 (2001).
- [16] J. Rensman, H.E. Hofmans *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **307-311**, 250 (2002).
- [17] C. Petersen, A. Povstyanko *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **367-370**, 544 (2007).
- [18] P. Fernandez, A.M. Lancha *et al.*, *Fusion Eng. Des.* **75-79**, 1003 (2005).
- [19] L. Forest, *Annual Report of the Association EURATOM-CEA* **2004**, 139 (2004).
- [20] E. Materna-Morris, *Scientific Report FZKA 7117*, 188 (2004).
- [21] QY. Huang, JG. Li, Y. Chen, *J. Nucl. Mater.* **329-333**, 268 (2004).
- [22] R. Baldev, T. Jayakumar, *presented at ICFRM-14*, Sapporo, Japan, 2009
- [23] A.K. Shikov and V.A. Beliaikov, *J. Nucl. Mater.* **367-370**, 1298 (2007).
- [24] K. Tobita, S. Nishio, H. Tanigawa *et al.*, *J. Nucl. Mater.* **386-388**, 888 (2009).

- [25] 大神正浩 他：新日鐵技報 第362号, 49 (1997).
- [26] 野田哲二：プラズマ・核融合学会誌 **74**, 701 (1998).
- [27] 野田哲二：プラズマ・核融合学会誌 **79**, 452 (2003).
- [28] E.T. Cheng, J. Nucl. Mater. **258-263**, 1767 (1998).
- [29] P. Rocco and M. Zucchetti, J. Nucl. Mater. **258-263**, 1773 (1998).
- [30] Y. Seki, T. Tabara, I. Aoki *et al.*, Fusion Eng. Des. **48**, 435 (2000).
- [31] H. Tanigawa, A. Sawahata, M.A. Sokolov *et al.*, Mater. Trans. **48**, 570 (2007).
- [32] A. Sawahata, H. Tanigawa, K. Shiba and M. Enomoto, Japan Inst. Metals, **71**, 244 (2007).
- [33] H. Tanigawa, M.A. Sokolov, A. Sawahata *et al.*, J. ASTM Inter. **6**, JAI101728 (2009).
- [34] S.W. Kim, H. Tanigawa, T. Hirose and A. Kohayama, J. ASTM Inter. **5**, JAI101104 (2009).
- [35] H. Tanigawa, K. Shiba, H. Sakasegawa, T. Hirose, S. Jitsukawa, "Technical issues of reduced activation ferritic/martensitic steels as the structural material of fusion blanket system", *Proceedings of 26th SOFT 2010*, Fusion Eng. Des. 2010, *to be published*.
- [36] K. Shiba, M. Enoeda, S. Jitsukawa, J. Nucl. Mater. **329-333**, 243 (2004).
- [37] T. Hirose, M. Enoeda, H. Ogiwara *et al.*, Fusion Eng. Des. **83**, 1176 (2008).
- [38] T. Hirose, K. Shiba, T. Sawai *et al.*, J. Nucl. Mater. **329-333**, 324 (2004).
- [39] H. Sakasegawa, H. Tanigawa, S. Kano, and M. Enomoto, "Stability of Fine Precipitates in RAFM during Heat Treatments of Blanket Fabrication", *26th SOFT* (2010), Port, Portugal.
- [40] E. Wakai, N. Okubo, M. Ando *et al.*, J. Nucl. Mater. **398**, 64 (2010).
- [41] M. Ando, H. Tanigawa, E. Wakai and R.E. Stoller, J. Nucl. Mater. **386-388**, 315 (2009).
- [42] E. Wakai, M. Ando, T. Sawai *et al.*, J. Nucl. Mater. **367-370**, 74 (2007).
- [43] N. Okubo, E. Wakai, S. Matsukawa *et al.*, J. Nucl. Mater. **367-370**, 107 (2007).
- [44] E. Wakai, T. Taguchi, T. Yamamoto and F. Takada, J. Nucl. Mater. **329-333**, 1133 (2004).