

JAERI-M

6930

JRR-2改修工事に用いた塗料の
諸試験及び施工法

(塗料の耐放射線性, 耐熱性, 耐アルカリ性試験)

1977年2月

清水 堅一・宮坂 靖彦・番場 正男
山口 森・小金沢 卓

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問合せは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

JRR-2改修工事に用いた塗料の諸試験及び施工法

(塗料の耐放射線性, 耐熱性, 耐アルカリ性試験)

日本原子力研究所東海研究所研究炉管理部

清水堅一・宮坂靖彦・番場正男

山口 森・小金沢 卓⁺

(1977年1月24日受理)

JRR-2下段遮蔽体の燃料孔角型スリープの腐食にともない、上段遮蔽体を含む原子炉改修工事を昭和49年から50年にかけて実施した。

本報告は、炉心上部遮蔽体の構造材（耐食アルミニウム合金）に用いた塗料の選定・施工確認試験及び本施工法等についてまとめたものである。

選定試験は、各種塗料の照射前・後に、耐放射線性、耐熱性、耐アルカリ性、耐摩耗性、密着性等について行った。その結果、ポリアミドイミド（ポリアミド樹脂）、アマコート（エボキシ樹脂）、黒ワニス（タール系）の3種類の塗料を選定し、遮蔽体の製作時に、燃料孔等のスリープ類にポリアミド、遮蔽罐体内側にアマコート、遮蔽プラグ類の内側に黒ワニスを使用した。

JAERI-M 6930

TESTS OF PAINTS IN THE JRR-2 MODIFICATION AND THE PAINT COATING METHODS

(Tests of the radiation, heat and alkali resistances)

Kenichi SHIMIZU, Yasuhiko MIYASAKA, Masao BANBA

Shin YAMAGUCHI and Takashi KOGANEZAWA⁺

(Received January 24, 1977)

JRR-2 was shut down in December 1973 in order to the lower shielding plug concerning its corrosion and other aspects.

The tests of paints made in choosing suitable ones for the purpose and the works of coating with paints are described.

Tests were on the radiation, heat, alkali and wear resistances and the adhesivences before and after irradiation.

For corrosion radiation, heat and alkali resistance, the following were selected; polyamide imide (polyimide resin) for sleeve, amercoat (epoxy resin) for inside of shielding vessel and black varnish (tar succession) for inside of plug etc.

+) Division of Health Physics and Safety, Tokai, JAERI.

目 次

1.はじめに	1
2.旧遮蔽体のアルミスリープの腐食原因	1
3.新遮蔽体に用いる塗料の選択条件	1
4.実験経過の概要	2
5.塗料選択試験	3
5.1 塗料選択試験概要	3
5.2 照射方法	3
5.3 塗膜性能検査方法	3
5.4 塗膜検査結果	4
(1) 第1次試験結果	4
(2) 第2次 "	4
(3) 第3次 "	5
6.鉛鋲込みモックアップ試験(耐熱性塗料の試験)	12
6.1 目的	12
6.2 試験方法	12
6.3 試験結果	12
7.重コンクリートと塗料の共存試験	15
7.1 目的、概要	15
7.2 試験方法	15
7.3 試験結果	15
8.鉛及び重コン充填モックアップ試験後の塗膜検査	16
8.1 モックアップ試験概要	16
8.2 塗膜検査結果	16
9.遮蔽体製作時の塗装	21
9.1 施工法	21
9.2 塗装結果	21
10.まとめ	22
11.謝辞	22

1 はじめに

原子力関係に使用する塗料は、その使用目的別に分類すると、

- (a) 放射線汚染の除去又は浸透防止
- (b) 放射線環境下での構造材、器材の保護（防食、防水）に大別することが出来る。

本報は新たに製作する JRR-2 廉心上部遮蔽体（Fig-6 参照）の構造材である耐食アルミニウム合金の保護を目的とした、(1)試験片による耐アルカリ性、耐放射線性及び耐熱性の塗料選択試験・(2)鉛・重コンクリートの充填試験に用いたモックアップ遮蔽体による塗装施工法の確認試験・(3)本施工法などについてまとめたものである。

2 旧遮蔽体のアルミ構造材の腐食原因

JRR-2 旧廉心上部遮蔽体の構造材は耐食アルミニウム合金で、罐体内部に重コンクリートが充填されている。このうち、腐食孔を発生した燃料孔のスリーブにはアルミニウム合金 6061-T6 の材料が使用されていた。このスリーブの外面には重コンクリートとの接触をさけるため黒ワニス（タール系）が防食剤として塗られていた。しかしながら、遮蔽体の罐体構造が気密になっていたので重水蒸気が侵入し、アルミニウム・スリーブと重コンクリートとの間隙にアルカリ性水溶液が生成しスリーブにアルカリ腐食を起した。

これらの原因で、昭和43年に角型スリーブが腐食生成物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{D}_2\text{O}$) のため糸巻状（□）に変形した。このためスリーブの交換を行なった。また、47年には43年に交換したスリーブに、腐食孔が発生した。これを機会に遮蔽体の新造による交換計画を立案、実施した。

新たに製作する遮蔽体の防食対策としては、第1に、重水の侵入を防ぐ気密構造にすること、第2に密着性のよい優れた塗料を選択することであった。

3 新遮蔽体に用いる塗料の選択条件

新遮蔽体に用いる塗料は重コンクリートとの共存を考慮した耐食性、耐放射線性及び耐熱性の3要素を含め下記の選択条件を考慮した。

塗料の選択条件

- (1) 耐アルカリ性：重コンクリートと水分でアルカリ性となる。
- (2) 密着性：アルミニウム材との密着性がよいこと。
- (3) 被覆強度：重コンクリートの充填のさいに被覆が破損しないこと。
- (4) 耐放射線性：遮蔽体の下面で原子炉運転中の線量率が約 10^6 R/h であるため、積算照射量で約 $5 \times 10^8 \text{ R}$ まで耐えること。
- (5) 耐熱性：下段遮蔽体の底面に約 10cm の鉛を充填する、この際約 320°C (約 10 分間) となるが、この温度で塗膜が破損しないこと。

1. はじめに

原子力関係に使用する塗料は、その使用目的別に分類すると、

- (a) 放射線汚染の除去又は侵透防止
- (b) 放射線環境下での構造材、器材の保護（防食、防水）に大別することが出来る。

本報は新たに製作する JRR-2 炉心上部遮蔽体（Fig-6 参照）の構造材である耐食アルミニウム合金の保護を目的とした、(1)試験片による耐アルカリ性、耐放射線性及び耐熱性の塗料選択試験・(2)鉛・重コンクリートの充填試験に用いたモックアップ遮蔽体による塗装施工法の確認試験・(3)本施工法などについてまとめたものである。

2 旧遮蔽体のアルミ構造材の腐食原因

JRR-2 旧炉心上部遮蔽体の構造材は耐食アルミニウム合金で、罐体内部に重コンクリートが充填されている。このうち、腐食孔を発生した燃料孔のスリーブにはアルミニウム合金 6061-T6 の材料が使用されていた。このスリーブの外面には重コンクリートとの接触をさけるため黒ワニス（タール系）が防食剤として塗られていた。しかしながら、遮蔽体の罐体構造が気密になっていたので重水蒸気が侵入し、アルミニウム・スリーブと重コンクリートとの間隙にアルカリ性水溶液が生成しスリーブにアルカリ腐食を起した。

これらの原因で、昭和 43 年に角型スリーブが腐食生成物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{D}_2\text{O}$) のため糸巻状（□）に変形した。このためスリーブの交換を行なった。また、47 年には 43 年に交換したスリーブに、腐食孔が発生した。これを機会に遮蔽体の新造による交換計画を立案、実施した。

新たに製作する遮蔽体の防食対策としては、第 1 に、重水の侵入を防ぐ気密構造にすること、第 2 に密着性のよい優れた塗料を選択することであった。

3 新遮蔽体に用いる塗料の選択条件

新遮蔽体に用いる塗料は重コンクリートとの共存を考慮した耐食性、耐放射線性及び耐熱性の 3 要素を含め下記の選択条件を考慮した。

塗料の選択条件

- ① 耐アルカリ性：重コンクリートと水分でアルカリ性となる。
- ② 密着性：アルミニウム材との密着性がよいこと。
- ③ 被覆強度：重コンクリートの充填のさいに被覆が破損しないこと。
- ④ 耐放射線性：遮蔽体の下面で原子炉運転中の線量率が約 10^6 R/h であるため、積算照射量で約 $5 \times 10^8 \text{ R}$ まで耐えること。
- ⑤ 耐熱性：下段遮蔽体の底面に約 10cm の鉛を充填する、この際約 320°C (約 10 分間) となるが、この温度で塗膜が破損しないこと。

1 はじめに

原子力関係に使用する塗料は、その使用目的別に分類すると、

- (a) 放射線汚染の除去又は浸透防止
- (b) 放射線環境下での構造材、器材の保護（防食、防水）に大別することが出来る。

本報は新たに製作する JRR-2 廉心上部遮蔽体（Fig-6 参照）の構造材である耐食アルミニウム合金の保護を目的とした、(1)試験片による耐アルカリ性、耐放射線性及び耐熱性の塗料選択試験・(2)鉛・重コンクリートの充填試験に用いたモックアップ遮蔽体による塗装施工法の確認試験・(3)本施工法などについてまとめたものである。

2 旧遮蔽体のアルミ構造材の腐食原因

JRR-2 旧廉心上部遮蔽体の構造材は耐食アルミニウム合金で、罐体内部に重コンクリートが充填されている。このうち、腐食孔を発生した燃料孔のスリーブにはアルミニウム合金 6061-T6 の材料が使用されていた。このスリーブの外面には重コンクリートとの接触をさけるため黒ワニス（タール系）が防食剤として塗られていた。しかしながら、遮蔽体の罐体構造が気密になっていたので重水蒸気が侵入し、アルミニウム・スリーブと重コンクリートとの間隙にアルカリ性水溶液が生成しスリーブにアルカリ腐食を起した。

これらの原因で、昭和43年に角型スリーブが腐食生成物 ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{D}_2\text{O}$) のため糸巻状（□）に変形した。このためスリーブの交換を行なった。また、47年には43年に交換したスリーブに、腐食孔が発生した。これを機会に遮蔽体の新造による交換計画を立案、実施した。

新たに製作する遮蔽体の防食対策としては、第1に、重水の侵入を防ぐ気密構造にすること、第2に密着性のよい優れた塗料を選択することであった。

3 新遮蔽体に用いる塗料の選択条件

新遮蔽体に用いる塗料は重コンクリートとの共存を考慮した耐食性、耐放射線性及び耐熱性の3要素を含め下記の選択条件を考慮した。

塗料の選択条件

- (1) 耐アルカリ性：重コンクリートと水分でアルカリ性となる。
- (2) 密 着 性：アルミニウム材との密着性がよいこと。
- (3) 被 覆 強 度：重コンクリートの充填のさいに被覆が破損しないこと。
- (4) 耐 放 射 線 性：遮蔽体の下面で原子炉運転中の線量率が約 10^6 R/h であるため、積算照射量で約 $5 \times 10^8 \text{ R}$ まで耐えること。
- (5) 耐 热 性：下段遮蔽体の底面に約 10cm の鉛を充填する、この際約 320°C (約 10 分間) となるが、この温度で塗膜が破損しないこと。

⑥ 施工性：遮蔽体の製作手順上で塗装が容易であること。

4 実験経過の概要

塗料選択試験は、アルミニウム小試験片に塗装し、 ^{60}Co 線源による照射試験、耐熱試験によって、第1次試験で10種類選んだ塗料から、第2次試験及び第3次試験の段階で3種類（ポリアミドイミド、黒ワニス、アマコート）が特に優れていることが判明した。この間に、鉛誘込時の温度特性を知るためにモックアップ試験を行ない、最高温度約320°Cに達することが測定されたので、耐熱性試験ではこの温度特性に耐え得るような塗料を選定した。

さらに、重コンクリートとの共存性を確認する試験及び実物大試験による塗膜の健全性を確認する試験・検査を行なった。

以上の実験経過の概要はFig-1に示す。

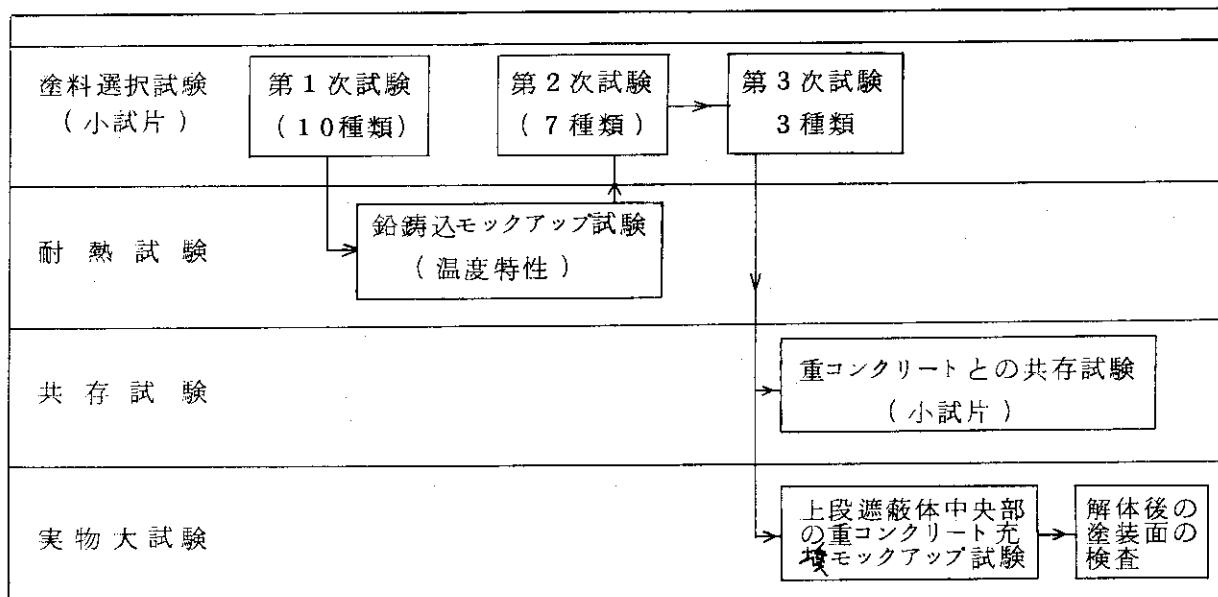


Fig-1 Outline of tests progress

⑥ 施工性：遮蔽体の製作手順上で塗装が容易であること。

4 実験経過の概要

塗料選択試験は、アルミニウム小試験片に塗装し、 ^{60}Co 線源による照射試験、耐熱試験によって、第1次試験で10種類選んだ塗料から、第2次試験及び第3次試験の段階で3種類（ポリアミドイミド、黒ワニス、アマコート）が特に優れていることが判明した。この間に、鉛鉄込時の温度特性を知るためにモックアップ試験を行ない、最高温度約320°Cに達することが測定されたので、耐熱性試験ではこの温度特性に耐え得るような塗料を選定した。

さらに、重コンクリートとの共存性を確認する試験及び実物大試験による塗膜の健全性を確認する試験・検査を行なった。

以上の実験経過の概要はFig-1に示す。

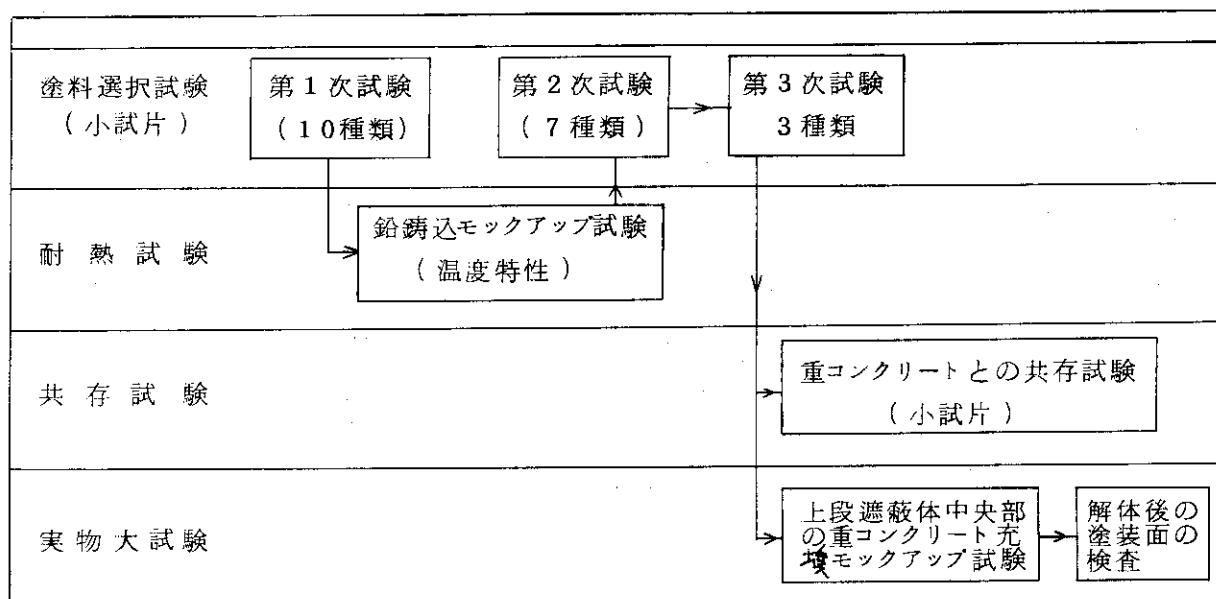


Fig-1 Outline of tests progress

5 塗 料 選 択 試 験

5.1 塗料選択試験概要

本試験の第1次、第2次及び第3次試験内容はTable-1及びTable-2にその概要を示す。

5.2 照射方法

(1) 第1次試験

高崎研究所、 ^{60}Co 平板線源（表面線量率 $1 \times 10^6 \text{ R/h}$ ）で空中照射を実施した。

(2) 第2次試験

JRR-2、S-F（使用済燃料）を平板線源に配列し、照射した。（表面線量率 $10^5 \text{ R/h} \sim 10^6 \text{ R/h}$ ）

試料は、Fig-2に示すように、照射容器を使用して、次の2通りの雰囲気中で照射した。

① 5% NaOH 溶液中

② 空気雰囲気中

(3) 第3次試験

高崎研究所、 ^{60}Co 平板線源（表面線量率 $1 \times 10^6 \text{ R/h}$ ）で空中照射を実施した。

5.3 塗膜性能検査方法

(1) 密着性試験

① クロスカット試験

片刃かみそりの刃で1mm間隙で100個のゴパンの目をつくり、JISZ1522に規定されるセロテープで強く押し、真上の方向に強く引きはがす。その結果をはがれのない場合を100/100としてそれぞれ試料ごとに評価した。

② 描画試験

所定の描画試験機の針で直径10mmの円を描きながら一定の速度で一方向に移動し、

①の場合と同様に真上にセロテープを強くひきはなす。はがれの程度を5段階に分け評価した。

(2) 硬さ試験

① 鉛筆引かき試験

鉛筆を使い塗面に45°の角度に芯をあて、芯がおれない程度に強く動かす（均一に10mm均一に動かす）。この操作を5回実施し、4回以上破れなかった場合の鉛筆硬度記号を引かき鉛筆強度として評価した。

② 耐摩耗試験

所定の試験装置を使用して、カーボンランダムを1mの高さから45°に傾斜した試験片に落下させ、その結果は塗膜の剥離するまでの時間（秒）を塗膜厚さで除した値であらわし、時間の長いほど耐摩耗性は良好とした。

(3) 耐食性試験

(1) 耐アルカリ性試験

試験片の塗面上に塩化ビニール製リングをシール剤で密着させ、リング内に 5 % Na OH 水溶液を注入し、室温で 24 時間放置する。

(2) 耐モルタル試験

上記と同じリング内に Ca(OH)_2 75 gr, 砂 225 gr, ポルトランドセメント 100 gr, 水 120 ml で作ったモルタルを入れ上部に水層をつくる。温度 38°C, 湿度 100 % の雰囲気中に 7 日間放置する。

(3) 耐モルタル水試験

上記と同じリング内に 10 % モルタル抽出液を入れ、温度 38°C, 湿度 100 % の雰囲気中で 7 日間放置する。

以上の各試験終了後、リングを取り去り、アルミニウムの腐食程度を観察した。

判定基準は次の 5 段階とする。

- ◎ まったく異常なし
- 塗膜のみやゝ変色
- △ 塗膜のみ変質
- × 塗膜劣化、アルミニウムやゝ腐食
- ×× 塗膜剥離、アルミニウム著るしく腐食

(4) 外観検査

γ 線照射による塗料の変色度を観察し、劣化程度との関連を見た。

5.4 塗膜検査結果

(1) 第 1 次試験結果

第 1 次試験の結果は、Table-2 に示す。また Fig-3 及び Photo-1 には塗膜試験の配置図を示す。

第 1 次試験では、先に記した選択条件のうち、耐放射線性、耐アルカリ性に重点をおいて実施した。耐放射線性試験では、一般的に塗料の耐放射線性の判定基準とされている。照射線量 10^8 R オーダで特性を比較した。

この結果、黒ワニス、アマコート、ポリアミドイミド、ジンクロ+黒ワニスの塗料 4 種類が有望となった。

このうち、ポリアミドイミドは日軽金(株)から提案された塗料、黒ワニスは JRR-2 旧遮蔽体内部に使用されている塗料、アマコートはアマコート社の製品で JRR-2 から推薦したものである。

(2) 第 2 次試験結果

第 2 次試験は第 1 次試験の結果から、ポリアミドイミド、黒ワニス、アマコートの 3 種類に塗料を選定し実験を行なった。Table-2 に 3 種類の塗料について詳細を記す。

Table-4 には第 2 次試験結果を示す。Table-4 に示すようにこの試験ではドライ照射と 5 % NaOH 液照射の 2 条件による結果である。

第 2 次試験の結果、ポリアミドイミドは照射条件の違いによる結果の変化は見られなく

安定していた。しかし JRR-2 S, F (使用済燃料)による照射であったので、照射容器が制限され、試験片が端の方から傷ついた。その結果、塗料がはがれ、照射による影響かどうか判断のむずかしい試験片もあった。特に、5%NaOH液照射の試験片は、アルカリ腐食とおもわれる腐食が発生し、その腐食生成物が膨張を起こし照射容器が大きくふくらんだ。

この現象は、JRR-2 燃料孔の変形（角管が内側に変形した原因）と同じような現象^{*1}と考えられる。この現象は試験片の端の方から腐食が進んでおり、塗料の密着性が悪かったり、塗料に傷があつたりした場合、腐食が一層速くなる。この結果から、塗装厚の均一化、異物の混入防止、微小傷、ボイド発生などには十分注意する必要がある。

第2次試験では以上のように、試験片の形状の関係で耐食性試験は除いてある。そのため、この3種類の塗料について、耐熱性を含めた第3次試験を実施することにした。

(3) 第3次試験結果

第2次試験までは、日輕金(株)で製作した試験片について実施したが、第3次試験は昭和アルミ(株)で製作した試験片について実施した。

ポリアミドイミドの色調は顔料の違いによって、クリヤとレッドの2種類がある。昭和アルミ(株)で使用したものはクリヤ及びレッドである。試験片の統一をはかるために、2社の塗料を赤外線分光分析を行なった。その結果、2社の塗料に成分の相違はなかった。

本試験の特徴的ことは、JRR-2 改修工事を施工する際、遮蔽体に鉛を流し込むので、その時さらされる温度(約320°C)を想定した耐熱試験を実施することにしたことであつた。

この試験は、加熱温度をそれぞれ350°Cで20分、400°Cで20分の2種類つくり、加熱しないものと組合せて照射を行なった。但し、黒ワニスはその性質から、加熱すると塗料が飛んでしまうので、加熱後の照射は行なわなかつた。

試験結果はTable-5に示す。第3次試験は10⁹Rの照射量ということで、条件が厳しく、過去においてもこの照射量での試験データが少なく重要な実験となつた。その中でも塗料の加熱後の照射という条件は殆ど例がないので特に注目された。

その結果、ポリアミドイミドについては、加熱したものが、加熱しないものより種々の試験結果が優れていることがわかつた。このことは塗装時の焼付け温度の適性値とも関連し、注目すべき結果であった。特に今度の実験では、耐熱性が主条件の一つとされていただけに、実験結果は意義のあるものであった。

エポキシ(アマコート)は、予想以上に耐熱性があり200°Cまでは十分使用に耐えることがわかつた。次に旧遮蔽体にも使われている黒ワニスは、耐食性が非常に秀れており、この結果から旧遮蔽体の腐食は放射線による塗料の劣化が原因とは考えられないものといえる。

*1

重コンクリート中のアルカリ水のPHは約13で、5%NaOH液に比べてアルカリ性は弱い。この結果実験条件は実際の重コンクリート中よりは厳しいものといえる。

Table - 1 Contents of the selection tests

	第1次試験	第2次試験 *	第3次試験
試 料 名	1. ジンクロメート (15~20) μ 2. 黒ワニス (50~70) μ 3. ジンクロ+黒ワニス (60~90) μ 4. シリコンワニス (10~20) μ 5. ポリアミドイミド (20~40) μ 6. エポニックス (40~50) μ 7. 四フッ化 (40~50) μ 8. エポキシ (80~100) μ (アマコート) 9. ダイメットコート (60~100) μ (無機亜鉛) 10. シリコンゴム (1 %)	a ポリアミド・イミド (20~30) μ b エポキシ (80~100) μ c 黒ワニス (50~70) μ (*試料詳細はTable-2 参照)	a ポリアミドイミド (30±10) μ b エポキシ 100 μ c 黒ワニス (50~70) μ
塗 装 条 件	1. 試料片寸法 $3^t \times 100^w \times 200^l$ 2. 試料母材 2S 試料は日軽金(株)製作	1. 試料片寸法 $3^t \times 50^w \times 100^l$ 2. 試料母材 A 6063 T5 日軽金(株)製作	1. 試料片寸法 ① $0.8^t \times 100^w \times 100^l$ ② $6.0^t \times 60^w \times 150^l$ 2. 試料母材 ① A 6061-H18 ② A 6061-S-F 昭和アルミ(株)製作
照 射 条 件	1. 線源 ^{60}Co 約 $1 \times 10^6 \text{R/h}$ 2. 照射線量 $5.3 \times 10^8 \text{R}$ 3. 照射環境 空気中(25°C)	1. 線源 JRR-2 SF $10^5 \text{R/h} \sim 10^6 \text{R/h}$ 2. 照射線量 $1 \times 10^9 \text{R}$ 以上 3. 照射環境 プール水中(25°C)	1. 線源 ^{60}Co 約 $1 \times 10^6 \text{R/h}$ 2. 照射線量 $1 \times 10^9 \text{R}$ 3. 照射環境 空気中(25°C)
検 査 項 目	1. クロスカット試験 2. 描画試験 3. 鉛筆硬度試験 4. JIS砂落し摩耗試験 5. 耐アルカリ性試験 6. 耐モルタル試験 7. 耐モルタル水試験 8. 外観検査	1. クロスカット試験 2. 描画試験 3. 鉛筆硬度試験 4. J I S 砂落し摩耗試験	1. クロスカット試験 2. 描画試験 3. 鉛筆硬度試験 4. J I S 砂落し摩耗 5. テーパー摩耗試験 6. 耐アルカリ性試験 7. 耐モルタル試験 8. 耐モルタル水試験

Table - 2 Paints of the first step tests

塗 料 名	商 品 名	メ ー カ	塗 料 条 件	備 考
ポリアミドイミド SK-6000(レッド)	ポリアミドイミド	桜宮化学(株) (大阪)	△塗料の調合 母液に対し専用シンナを20%程度加えて 調合(フォードカッブ40秒) △塗装方法 エアスプレ2回塗り(塗膜厚目標値30± 10μ) △乾燥条件 1回目雰囲気100°C15分,2回目200°C 10分,3回目270°C以下で焼付け 40	*1 旧遮蔽体で使用されている塗料はピチライトCA- エポキシ系ビチラックはペ ースと硬化剤の2液硬化型 塗料である。
エボキシ アマコート K6 66	エボキシ	日本アマコート(株) (横浜)	△塗料の調合 母液に対し硬化剤2対1の割合にメチルイ ソブチルケトンを5~10%加えて調合 (フォードカッブ70秒) △塗装方法 エアスプレ1回塗り(塗膜厚100μ程度) △乾燥条件 雰囲気60°C×40時間	*2 耐药品性のよい、タル エポキシ系ビチラックはペ ースと硬化剤の2液硬化型 塗料である。
ビチュラック *2 K6 203	黒ワニス *1	兎田化学(株)	△塗料の調合 母液に対し硬化剤9対1の割合に専用シン ナを5%前後加えて調合 △塗装方法 ハケ1回塗り(塗膜厚50~70μ) △乾燥条件 雰囲気 60°C×40時間	

Table - 3 Results of the first step tests

塗料名	試験内容	密着性				硬さ				耐食性				塗膜厚さ(μ)	外観検査
		クロスカット	描画試験	鉛筆硬度	耐摩耗性	耐アルカリ	耐モルタル	耐セメント水	前後	前後	前後	前後	前後		
1. ジンクロメート	90 90	4 4	H H	3~4H	80 54	××	×	×	前後	前後	前後	前後	前後	1.5~2.0	やゝ変化
2. 黒ワニス	90 0	4 2	4B 以下	4B	24 22	◎ ○	△ ○	○ △	前後	前後	前後	前後	前後	5.0~7.0	変化なし
3. ジンクロ十黒ワニス	10 40	2 3	4B 以下	4B	43 35	○ ○	△ ○	○ △	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	6.0~9.0	△ ○
4. シリコソワニス	100 100	5 5	4H	4H	— —	××	△	△	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	1.0~2.0	わざか変色
5. ポリアミドイミド	100 100	5 5	4H	4H	200 200	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	2.0~4.0	△ ○
6. エボニックス	100 30	5 3	2~3H	H	180 110	○ ○	××	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	△ ○	○ ○	4.0~5.0	△ ○
7. 四フッ化	100 40	5 2	H	4B 以下	200 10	○ ○	××	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	4.0~5.0	△ ○
8. エポキシ(アマコート)	100 100	5 5	F~HF~H	70 50	○ ○	△	○ ○	○ ○	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	△ ○	8.0~10.0	△ ○
9. ダイメッシュコート	20 70	3 4	4B	4	8	××	△	△ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	6.0~10.0	△ ○
10. シリコンゴム	— —	— —	4B 以下	— —	— —	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	○ ○	1%	△ ○

前：照射前

後：照射後 (^{60}Co : $5.3 \times 10^8 \text{ R}_\text{v}$)

Table-4 Results of the second step tests

塗料名	照射条件	密着性		耐摩耗性試験	塗膜厚(μ)
		クロスカット試験	描画試験		
ポリアミドイミド	照射なし	◎	◎	◎	30~35
	ドライ照射	◎	◎	◎	
	5%NaOH液照射	◎	◎	◎	
エボキシ (アマコート)	照射なし	◎	◎	△	80~100
	ドライ照射	○	◎	×	
	5%NaOH液照射	○	△	-	
黒ワニス	照射なし	○	◎	×	70~100
	ドライ照射	×	×	×	
	5%NaOH液照射	×	×	-	

◎ 良 ○ やゝ良好 △ 中程度 × 悪い - 試験できず
(S.F. ブール ; 10^9 Rad)

Table-5 Results of the third step tests

塗料名	照射 加熱 処理 前 後	密着性		耐食性			耐摩耗性			硬度					
		①クロスカット試験 ②描画試験		①耐アルカリ試験 ②耐セメント水試験 ③耐モルタル試験			①テーパー 摩耗試験 ②砂落し摩 耗試験			鉛筆硬度試験					
		前		後		前		後		前		後			
		①	②	①	②	①	②	③	①	②	③	①	②	①	②
ポリアミドイミド (クリヤー)	なし	○	○	○	○	×	△	○	×	○	○	○	○	○	○
	あり	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
ポリアミドイミド (レッド)	なし	○	○	○	○	×	○	○	×	○	○	△	△	△	△
	あり	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	○	○
エボキシ (アマコート)	なし	○	○	△	△	×	○	○	×	△	△	×	×	×	×
	あり	△	○	△	○	△	○	△	×	×	×	×	×	×	×
黒ワニス	なし	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	×	×	×	×

○ 異常なし △ 表面変色あり × 塗膜の異常あり
(^{60}Co ; 10^9 Rad)

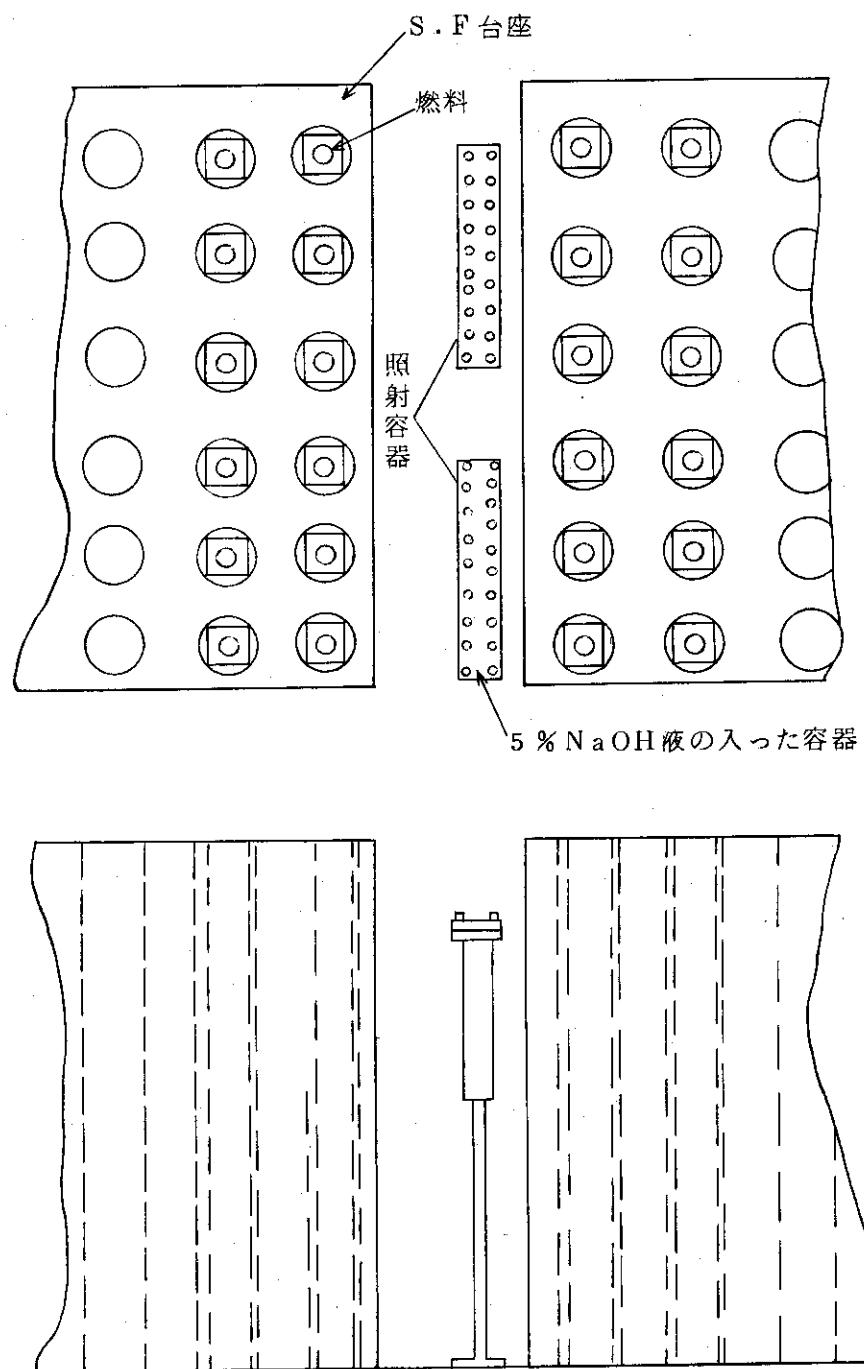


Fig-2 Irradiation system at the S.F of JRR-2

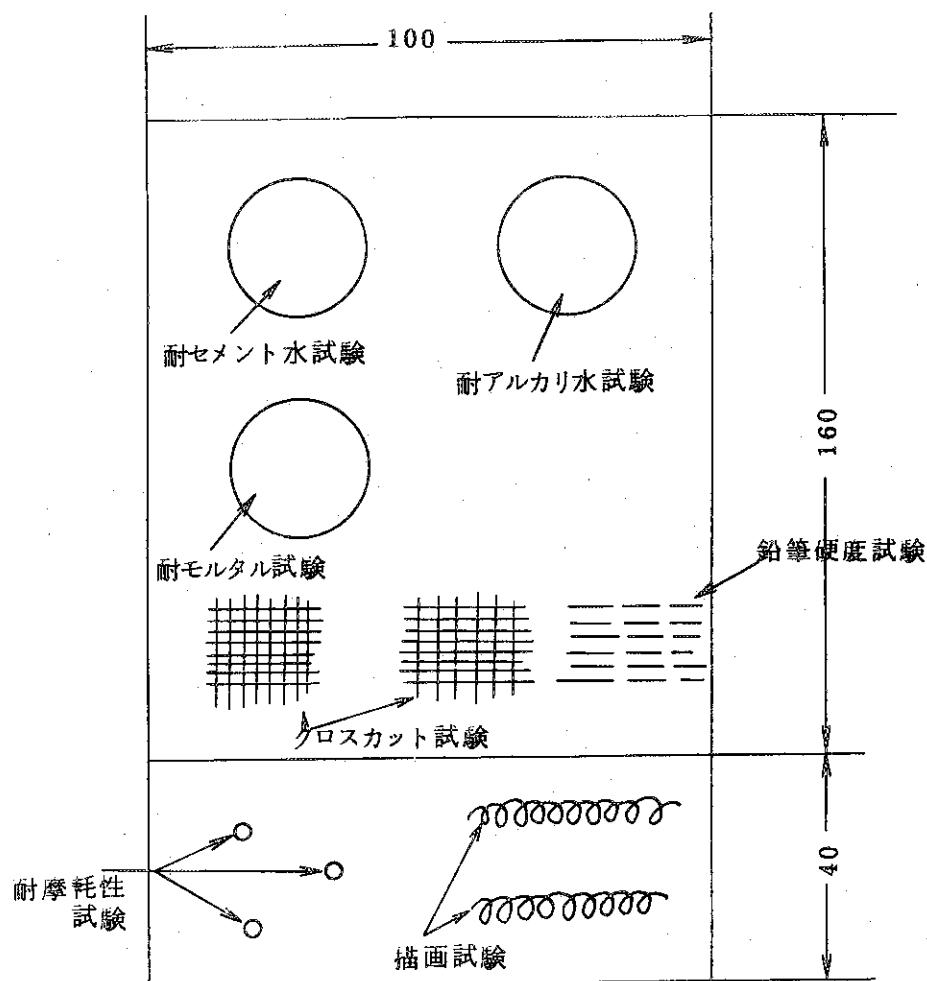


Fig-3 Placement of the film tests

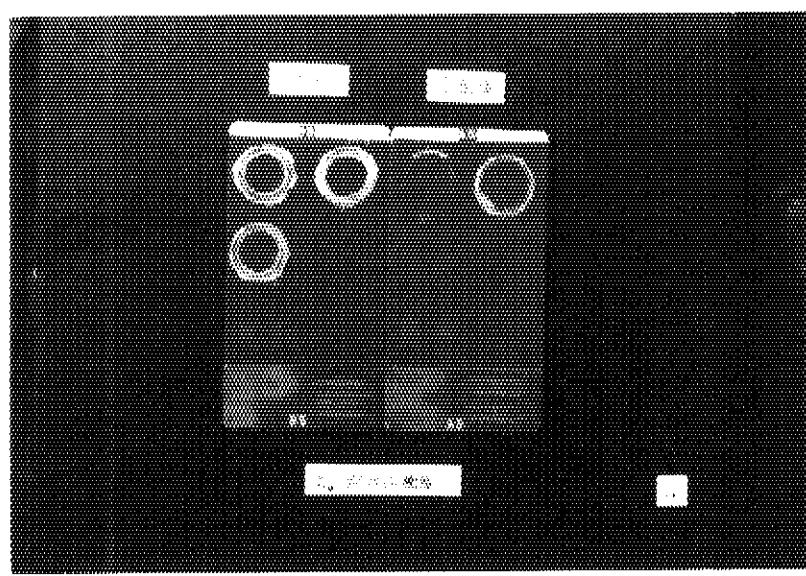


Photo-1 Results of tests of before and
after Irradiation
(Polyamidimid resin)

6 鉛鑄込モックアップ試験

6.1 目的

塗装試験体を単体として、加熱乾燥したことはあったが、鉛を流し込んだ際に塗装部分がどのようになるか、アルミニウムスリーブ等の温度分布がどうなるかなどについての試験が行われていないので、それらを確認するために実施した。

6.2 試験方法

鉛を流し込む罐体は、実際の遮蔽体を模擬した部分体であり、概略は Fig-5 に示す。実験は、罐体の一方から鉛を流し込み、鉛が流れる途中の温度変化、アルミニウムスリーブの温度変化を測定した。試験終了後模擬体を解体したがその状態を Photo-2 に示す。

6.3 試験結果

試験結果は Fig-5 に示すように、各部分の温度変化がはつきりと測定できた。塗料表面の温度についても、実際の工事の耐熱対策上重要な結果を得ることができた。

試験結果から、塗料の焼付け温度は 33°C 程度に耐えることを目標に実施しなければならない。

鉛温度は、鑄込み時 38°C で、罐体に流れる間に 33°C まで下がり、流し込んだ後、30 分経過後鉛温度は更に 210°C まで下がった。

この結果は、当初予想した温度より低く、ポリアミドイミド塗料の焼付け温度が 27°C 位必要となることを考慮すると、鉛の温度が塗料に悪影響を与えることはほとんどないものと判断される。

アマコート、黒ワニスについては、鉛温度で焼損する可能性があり、鉛鑄込部分に使用するには、必ずしもすいせんできない。しかし、ポリアミドイミドは焼付塗装であるので、遮蔽体の構造上罐体の内周部には塗装できない。そのため、Fig-7 に示すように、8.1 のモックアップ試験では罐体の内周部には下端から 10 cm 以上エポキシを塗り更にエポキシの上から罐体の上端まで黒ワニスを塗ることにした。

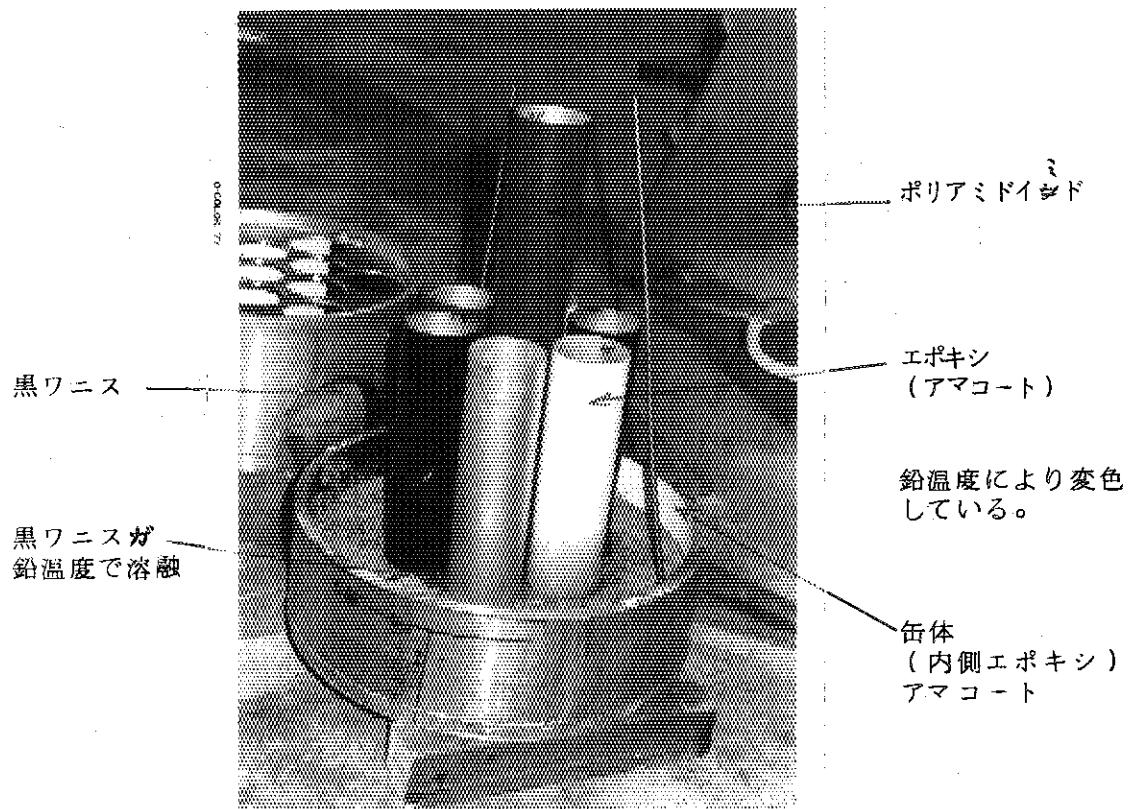


Photo-2 Lead casting

試驗日 Dec. 22. 1972

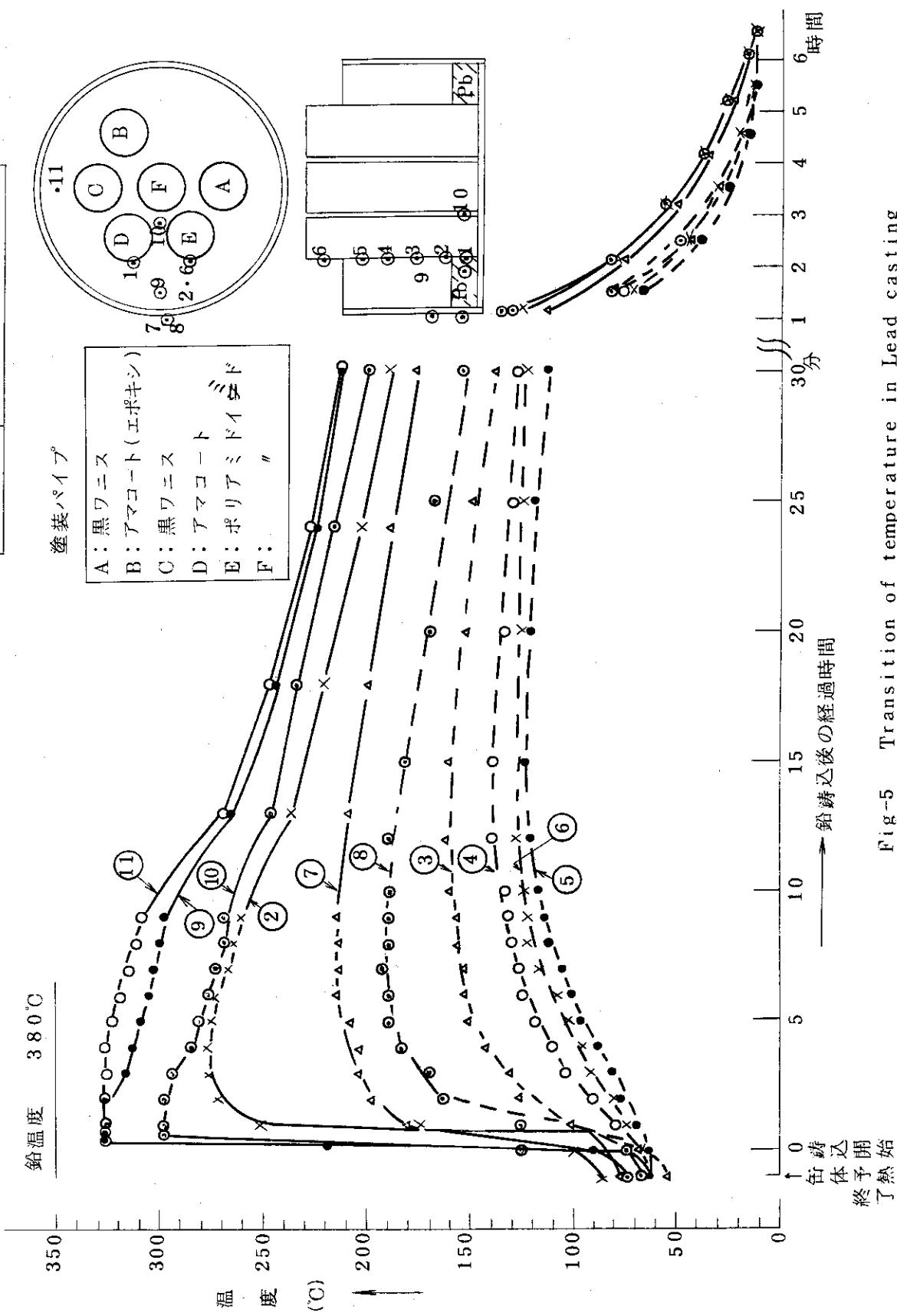


Fig-5 Transition of temperature in Lead casting

7 重コンクリートと塗料の共存試験

7.1 目的

第1次～3次までの試験で、改修工事で使用する塗料を決定することが出来たので、さらにこの3種類の塗料が、実際に重コンクリート中に浸った状態での試験を行った。この試験は塗料と重コンクリートとの共存期間を最高3ヶ月としてその中で3段階の共存期間を設定し、それぞれの期間ごとに試験片を取り出し、その外観検査を実施した。

7.2 試験方法

(1) 試験片

試験片は、Photo-3に示すように、寸法 $4^{\text{t}} \times 60^{\text{mm}} \times 60^{\text{mm}}$ のアルミニウム板に、3種類の塗料を塗装したものである。

(2) 重モルタルの組成

本試験に使用した重モルタルは下記のとおり実際の工事で使用するものとほとんど同じで、一部異なるのは中性子混和剤のB₄Cを砂鉄に代替したことである。

材 料 名	セメント	砂 鉄	水	イントルージョンエイド
重モルタル 1 ℥ 当りの重量 (kg)	0.913	1.095	0.448	0.011

(3) 試験片の処置

試験片を重モルタルに埋込んだ後、2日目に脱型し、水温 21°C の恒温養生水槽中に入れて所要期間放置した。これはできるだけ重モルタルの含水量を多くすることによって、アルカリ分の析出による塗膜への影響を強くしようとしたためである。

7.3 試験結果

試験結果から次のような事がわかった。

(1) 1～3ヶ月間の重モルタルとの共存によって、3種類の塗料とも、塗装面は特に異常が認められなかった。

(2) 塗装面に対するモルタルの付着量は、共存期間が長いほど多く認められる傾向にある。

3種類の試料を比較して、特記すべきことはポリアミド試験片の吊具ひっかけ用の穴部分にはったビニールテープをはがすと、塗膜の一部がテープに付着して剥離してくる現象があった。

この現象は、共存期間の違いには関係なく共通した現象で、しかもこれらの現象は露出して重モルタルと接した面に異常がないことから、塗膜と下地アルミニウムとの密着性に問題があるのではないかと推測された。他の2種類の塗料についてはこの現象はなかった。

8 鉛および重コンクリート充填 モックアップ試験後の塗膜検査

8.1 モックアップ試験概要

塗料が最終的に決定したので、Photo-4に示すように実物大モックアップ罐体を作り、その中に、鉛を罐体下端から約10cm流し、その上に重コンクリートを打設した。その後一定期間重コンクリートを養生させ、モックアップ罐体を解体して、重コンクリートと塗料の状態を観察するために、モックアップ罐体から、スリーブを取り扱いて外観検査を実施した。

8.2 塗膜検査結果

重コンクリート養生後、あらかじめ取出せるように設定したパイプを罐体から取り出し、パイプ表面の塗料を観察した。その結果、Photo-4及び5に見られる状態で次のようなことがわかった。

- (1) パイプの表面および罐体内面の塗装は、いずれも鉛との接触部分が茶褐色に変色した。
- (2) パイプ表面には、数ヶ所モルタルの付着している部分があったが、塗料自体には影響していないかった。
- (3) 重コンクリート充填時の突き棒によるパイプ表面の著しい傷は見当らず、小さい傷はあったが塗膜の破れるようなものはなかった。

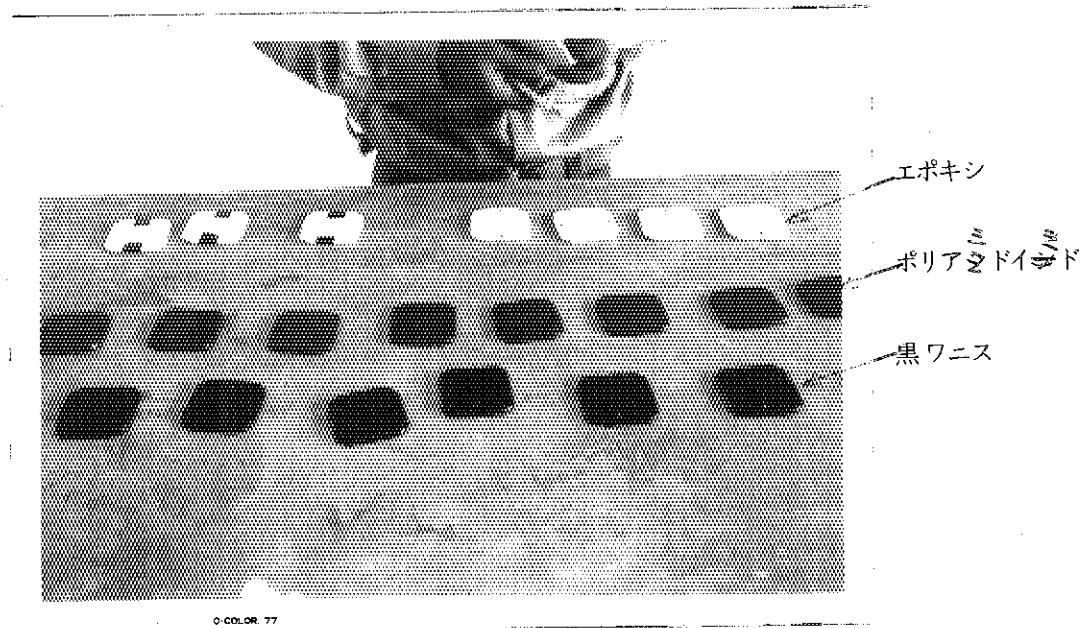
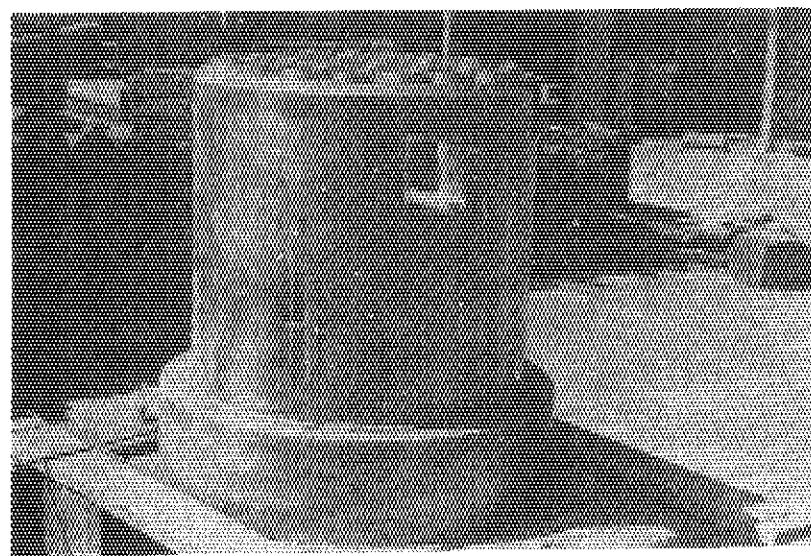
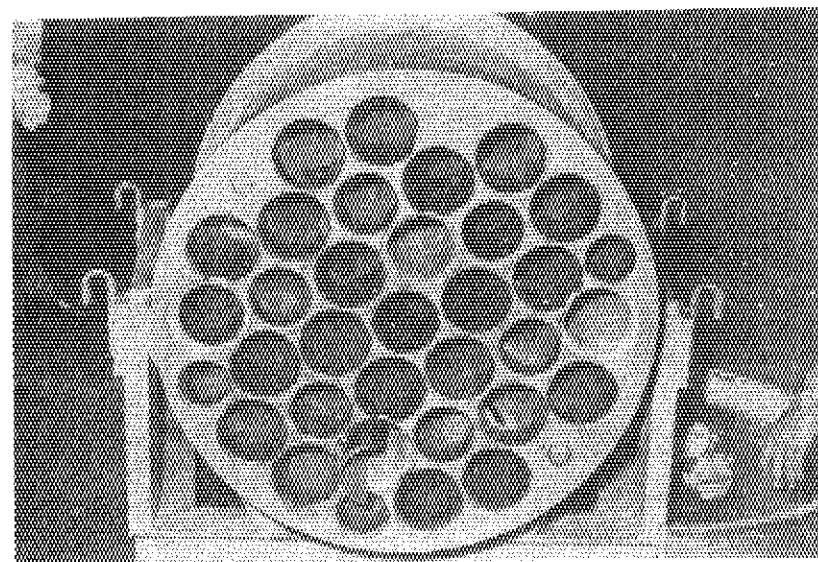


Photo-3 Coexistence tests of Heavy concrete and paints.

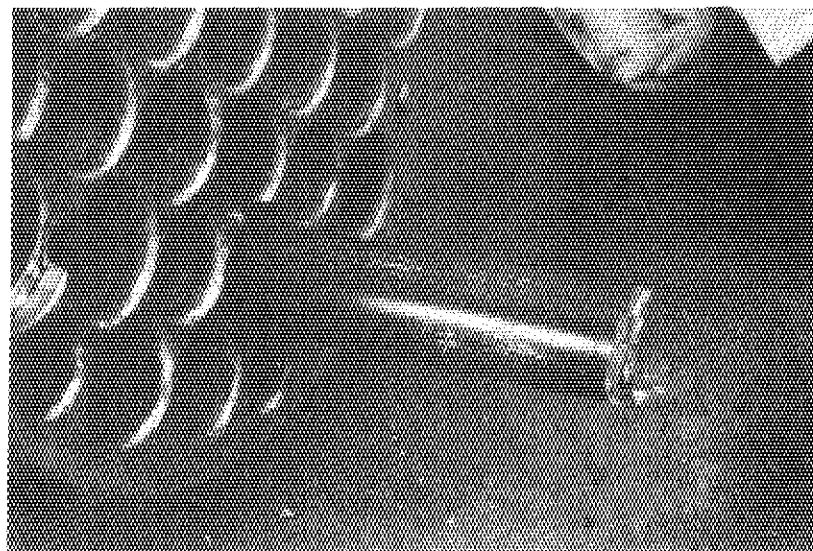


重コンクリート打設終了後の試験体

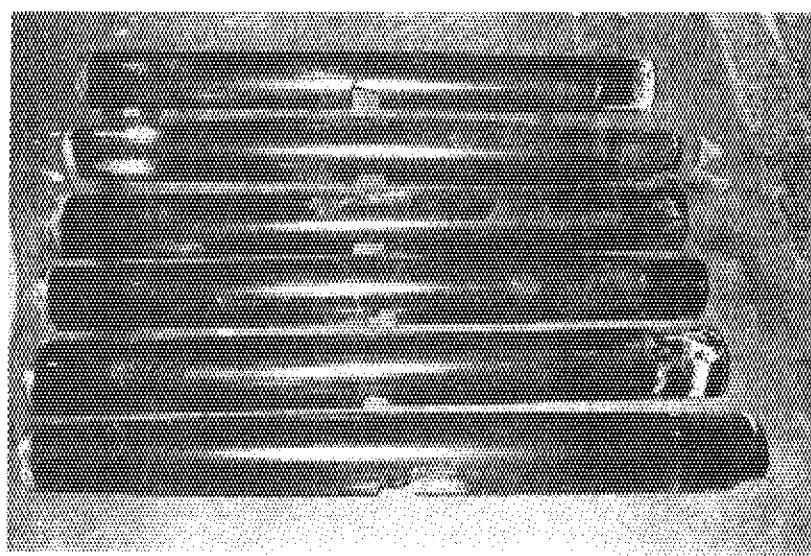


重コンクリート打設後、試験体を解体しているところ

Photo-4 Mock up test on scale $\frac{1}{4}$



解体でポリアミドイミド塗装のチューブを引き抜いているところ



引き抜き後のチューブ外観

Photo-5 Take out of the sleeves
(after of Mock up tests)

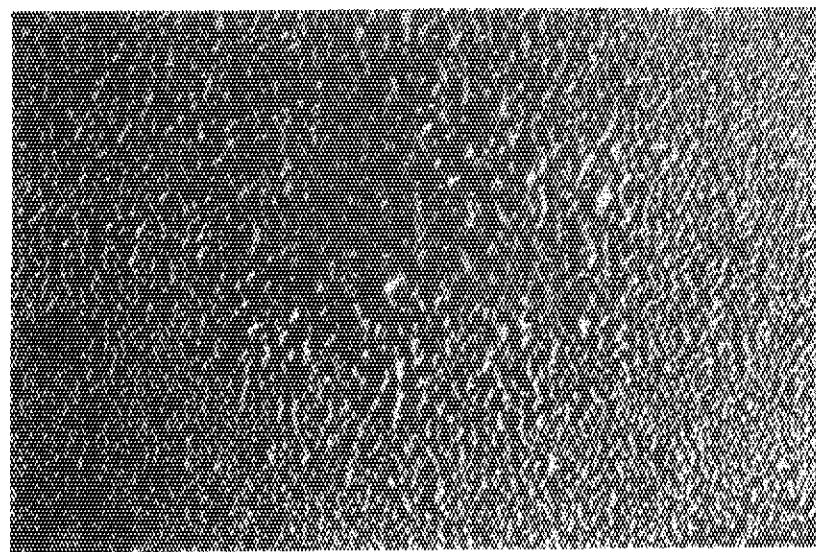


Photo-6 The rough of the film

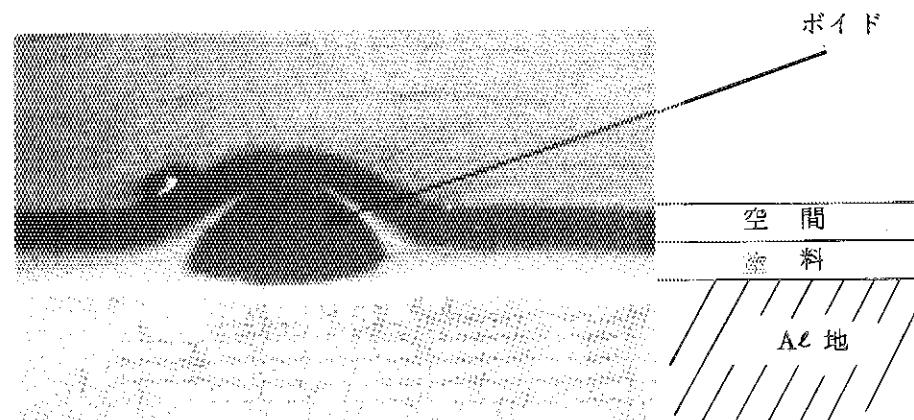


Photo-7 Magnification of the film

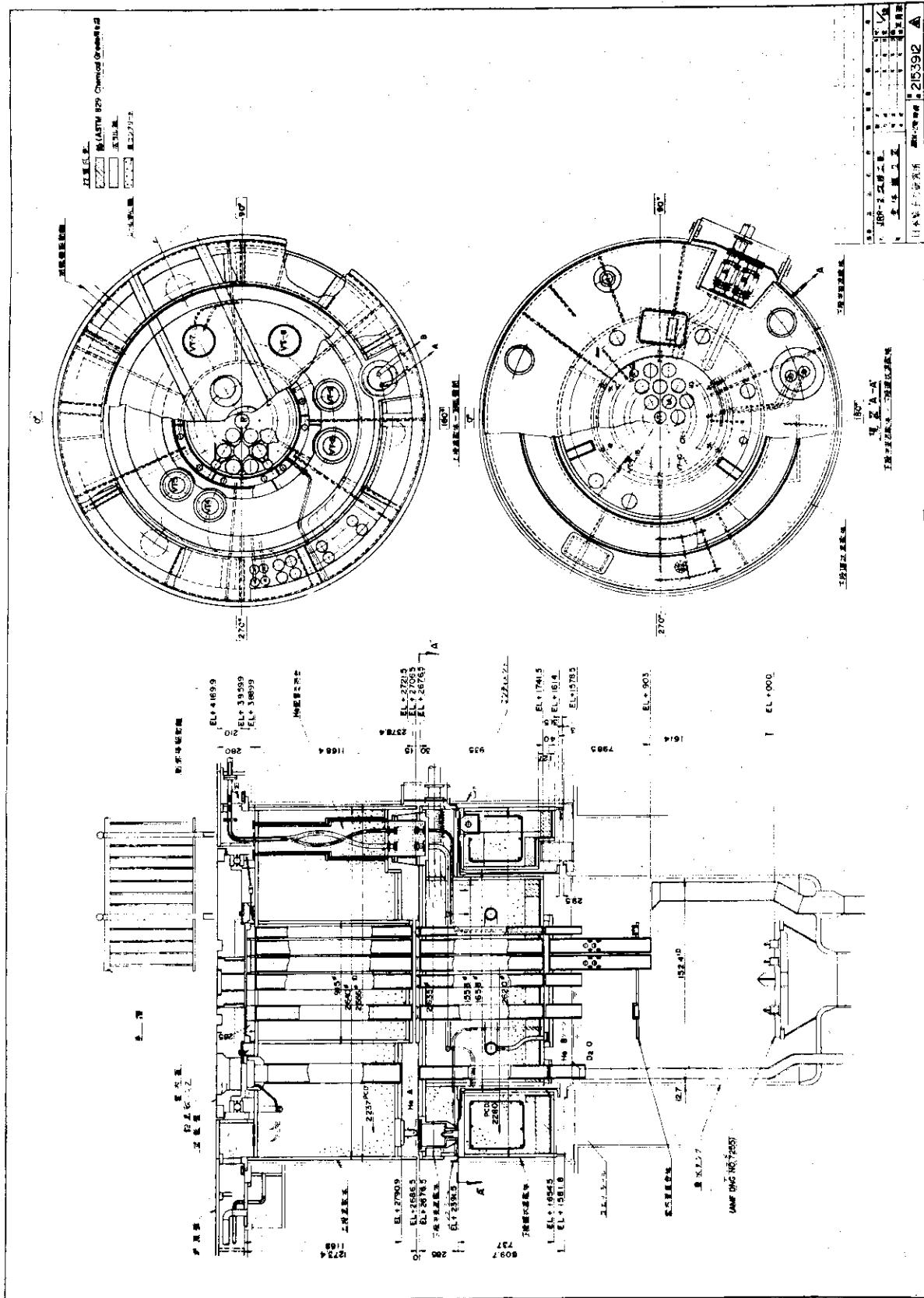


Fig-6 Outline of Upper shielding

9 遮蔽体製作時の塗装

9.1 施工法

各種試験終了後、以下の方法で施工した。

(1) スリープ類はポリアミドイミド使用

施工要領

- △ スリープ脱脂洗浄後、クロメート処理
- △ 塗装前の表面養生
- △ 第1回塗装 スプレー3～4回パス塗り（塗膜厚約20μ）
- △ 第1回乾燥 200°C 15分以上（熱風炉乾燥）
- △ 第2回塗装 スプレー3～4回パス塗り（塗膜厚約20μ）
- △ 第2回乾燥 200°C 20分以上
- △ 最終焼付け 250°C 15分以上
(最終塗膜厚30μ以上目標)

(2) 上下段遮蔽体罐体部アマコート（エポキシ系）使用

施工要領

- △ 罐体部はアセトンまたはトリクレン脱脂洗浄
- △ 塗装面の表面養生
- △ 塗装 スプレーまたはハケによる1回塗り（塗膜厚約100μ）

(3) プラグ類は黒ワニスを使用

施工要領

- △ プラグ類内側、アセトンによる脱脂洗浄
- △ 塗装面の表面養生
- △ 塗装 ハケまたはこれにかわる方法で1回塗り（塗膜厚約40～50μ）
- △ 乾燥 自然乾燥または強制乾燥

9.2 塗装結果

各塗料の塗装結果、スリープに塗装したポリアミドイミドは、Photo-6に示すように塗装面の荒れるものがあったが、塗料はスリープに接着していた（Photo-7）ので塗料の機能は維持出来ると判断した。

しかし、肌荒れているものは、除外または再塗装した。

肌荒れの原因としては、塗料の1パスあたりの厚さが厚すぎて、乾燥行程で十分乾燥しきれなかったことと、乾燥温度が低かった事等が考えられ、最終的には乾燥温度及び乾燥時間を変更して塗装し、その結果は良好であった。

アマコート、黒ワニスについては、予定通り施工し、問題となるような事はなく、施工を完了した。

10 まとめ

- (1) 日軽金(株)が製作した、試験片による塗料選択試験は、照射前後に密着性、硬さ、耐食性、耐摩耗性の試験項目について実施した。その結果、ポリアミドイミド(ポリアミド樹脂)、アマコート(エポキシ系)、黒ワニス(タール系)が特に優れていることが判明した。
- (2) ポリアミドイミドは、耐熱性塗料で最高乾燥温度が270°Cと高く、塗膜性能が3種類の塗料のうちでは優れていることを、照射前後の試験で知る事が出来た。また、照射後試験によると⁶⁰C_o線源で10⁹Rまでの耐放射線性塗料であることも判明した。耐熱性は鉛鋲込み時の温度330~210°C 30分間にも十分耐える事がわかった。ただし、この塗料は高温焼付が必要であるため、スリーブ以外の箇所には使用できなかった。
- (3) アマコートはポリアミドイミドにつき、優れた塗料で、耐熱性も約200°Cまで耐える事が判明した。この塗料は常温乾燥でよいこと、スプレまたはハケ塗りができるので、遮蔽体の罐体部に採用することにした。
- (4) 黒ワニスは旧遮蔽体のコンクリートとの接触面に全面的に採用されたものであるが、耐放射線性も優れていることが判明した。但し、密着性、硬度、耐摩耗性の点で他の2種類より劣ることがわかった。今回、JRR-2遮蔽体の製作に当っては、実験孔、燃料孔などのプラグ類に採用した。
- (5) 塗料選択に当って、鉛鋲込み時の耐熱性が問題となつたので、模擬試験を行ない、鉛鋲込み時の温度変化を測定し、アルミニウムスリーブ管で330~210°C(30分間)罐体で215~175°C(30分)程度であることが判明した。更にアルミニウムスリーブ管の塗料はポリアミドイミド、罐体はアマコートが使用に耐えることが判明した。
- (6) 重コンクリートと塗料の共存試験(最高3ヶ月間)でポリアミドイミド、アマコート、黒ワニスは塗装面に特に異常が認められなかつた。
- (7) 小型モックアップ罐体による、鉛・重コンクリート充填試験の結果、罐体を解体して塗膜検査を行なつたが、表面キズ、耐熱性の面で十分使用に耐える事が判明した。

11 謝 辞

本報告は、JRR-2改修工事にあたつて実施した塗料選定予備試験結果である。
 本試験の計画、実施にあたつては、日立造船(株)、清水建設(株)、日軽金(株)各メーカーの御協力、御援助を得たので厚く感謝の意を表します。
 本予備実験計画の立案から、終了まで、動力試験炉管理部日高丘平部長、研究炉管理部深沢邦武部長、本間俊次長の御指導に負うところが多かつたのでここに厚く謝意を表します。
 なお、試験片の作成、照射に当つては、大洗研、安中秀雄氏、高崎研、田島 訓氏、東海研、松野見爾氏にお世話になつたことを記し感謝いたします。

10 まとめ

- (1) 日軽金(株)が製作した、試験片による塗料選択試験は、照射前後に密着性、硬さ、耐食性、耐摩耗性の試験項目について実施した。その結果、ポリアミドイミド(ポリアミド樹脂)、アマコート(エポキシ系)、黒ワニス(タール系)が特に優れていることが判明した。
- (2) ポリアミドイミドは、耐熱性塗料で最高乾燥温度が270°Cと高く、塗膜性能が3種類の塗料のうちでは優れていることを、照射前後の試験で知る事が出来た。また、照射後試験によると⁶⁰Ce線源で10⁹Rまでの耐放射線性塗料であることも判明した。耐熱性は鉛鋳込み時の温度330~210°C 30分間にも十分耐える事がわかった。ただし、この塗料は高温焼付が必要であるため、スリーブ以外の箇所には使用できなかった。
- (3) アマコートはポリアミドイミドにつき、優れた塗料で、耐熱性も約200°Cまで耐える事が判明した。この塗料は常温乾燥でよいこと、スプレまたはハケ塗りができるので、遮蔽体の罐体部に採用することにした。
- (4) 黒ワニスは旧遮蔽体のコンクリートとの接触面に全面的に採用されたものであるが、耐放射線性も優れていることが判明した。但し、密着性、硬度、耐摩耗性の点で他の2種類より劣ることがわかった。今回、JRR-2遮蔽体の製作に当っては、実験孔、燃料孔などのプラグ類に採用した。
- (5) 塗料選択に当って、鉛鋳込み時の耐熱性が問題となつたので、模擬試験を行ない、鉛鋳込み時の温度変化を測定し、アルミニウムスリーブ管で330~210°C(30分間)罐体で215~175°C(30分)程度であることが判明した。更にアルミニウムスリーブ管の塗料はポリアミドイミド、罐体はアマコートが使用に耐えることが判明した。
- (6) 重コンクリートと塗料の共存試験(最高3ヶ月間)でポリアミドイミド、アマコート、黒ワニスは塗装面に特に異常が認められなかつた。
- (7) 小型モックアップ罐体による、鉛・重コンクリート充填試験の結果、罐体を解体して塗膜検査を行なつたが、表面キズ、耐熱性の面で十分使用に耐える事が判明した。

11 謝 辞

本報告は、JRR-2改修工事にあたつて実施した塗料選定予備試験結果である。

本試験の計画、実施にあたつては、日立造船(株)、清水建設(株)、日軽金(株)各メーカーの御協力、御援助を得たので厚く感謝の意を表します。

本予備実験計画の立案から、終了まで、動力試験炉管理部日高丘平部長、研究炉管理部深沢邦武部長、本間俊次長の御指導に負うところが多かつたのでここに厚く謝意を表します。

なお、試験片の作成、照射に当つては、大洗研、安中秀雄氏、高崎研、田島 訓氏、東海研、松野見爾氏にお世話をなつたことを記し感謝いたします。