

JAERI-M
8299

U-Pu 混合炭化物系燃料用熱定数測定装置
の試作と性能試験

1979年6月

福島 奨・阿部 治郎・栗原 正義

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、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。

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.

U-Pu 混合炭化物系燃料用熱定数測定装置の試作と性能試験

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部
福島 奨・阿部治郎⁺・栗原正義⁺

(1979年6月4日受理)

U-Pu 混合炭化物系燃料を対象としたレーザフラッシュ法による測定温度範囲 500°~1800°C の熱定数測定装置を設計，製作した。装置は主として高温炉，熱パルス源であるルビーレーザ，試料温度変化検出素子である PbS セル，データ高速記憶器，レーザ出力計および空気雰囲気グローブボックスから構成される。このうち高温炉のみを必要に応じて Once-through 方式によりアルゴンガス雰囲気に置換できるグローブボックス内に格納している。グローブボックス組込みに伴う機械的振動は光学測定系を光学架台に設置すること，振動源を実験室床に固定することおよび振動伝播を阻止することなどによって防いだ。

黒鉛 (AXM-5Q) および純鉄を標準試料として測定した熱拡散率の測定精度は温度範囲 500°~1800°C で ±3% 以内であった。一方，試料に熱吸収板を接着する方法で測定した黒鉛 (AXM-5Q) およびアルミナの比熱は温度範囲 500°~1000°C では ±5% 以内，1000°~1500°C では ±10% 以内で文献値と一致した。これらの性能試験から，今後，Pu 燃料に対して精度のよいデータが取得できる見通しを得た。

+) 大洗研究所プルトニウム技術開発室

Construction and Performance Test of the Apparatus for
Measuring Thermal Properties of U-Pu Mixed Carbide Fuel

Susumu FUKUSHIMA, Jiro ABE⁺ and Masayoshi KURIHARA⁺

Division of Nuclear Fuel Research,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received June 4, 1979)

Apparatus was designed and constructed of measure thermal properties such as thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity in a temperature range of 500° to 1800°C by laser flash method. It consists of a high temperature furnace, a ruby laser as a source of heat pulses, a PbS cell as a temperature change detector, a high-speed memory of data transients, a laser power meter and an air atmosphere glove box. The furnace alone is enclosed in the glove box whose atmosphere can be changed to argon in once-through when required. The mechanical noise when enclosing in the glove box is suppressed by setting an optical measurement system on the optical bench, anchoring the sources of noise onto the laboratory floor and preventing propagation of the noise.

The accuracy of measurement of the thermal diffusivity for standard samples such as graphite (AXM-5Q) and pure iron was less than $\pm 3\%$ in the temperature range of 500° to 1800°C. The heat capacities measured for graphite (AXM-5Q) and alumina attached with a heat absorption disk were in agreement with those in the literature within $\pm 5\%$ in the temperature range of 500° to 1000°C and within $\pm 10\%$ in that of 1000° to 1500°C. These results of performance tests show its usefulness for Pu-containing fuel.

Keywords: Uranium-Plutonium Carbide Fuel, Thermal Property Measuring Apparatus, Thermal Diffusivity, Heat Capacity, Thermal Conductivity, Laser Flash Method, Glove Box, High Temperature Performance Test

⁺) Plutonium Fuel Technology Section, Oarai Research Establishment

目 次

1. まえがき	1
2. 測定原理	1
3. 基本設計	2
4. 装 置	3
4.1 熱定数測定装置本体	3
4.1.1 レーザヘッドおよびレーザー電源	4
4.1.2 レーザ出力計	4
4.1.3 高温炉	4
4.1.4 試料系	5
4.1.5 真空排気系	5
4.1.6 試料温度測定系	6
4.1.7 プログラム温度制御器	6
4.1.8 熱定数測定系	6
4.1.9 記憶系	7
4.1.10 反射率測定系	7
4.2 循環冷却水系	8
4.2.1 循環冷却水送水装置	8
4.2.2 冷却水回路	8
4.3 グローブボックス	8
4.3.1 グローブボックス本体	8
4.3.2 給排気系	9
4.3.3 装置とグローブボックスとのとり合い	10
4.4 簡易ボックス	10
4.5 配置	11
4.6 機械的振動防止対策	11
4.7 安全警報装置	13
5. 性能試験	14
5.1 熱定数測定装置の特性	14
5.1.1 真空排気特性	14
5.1.2 温度制御特性	14
5.1.3 レーザ特性	14
5.1.4 反射率測定の信頼性	15
5.1.5 PbS 光電導セルの出力特性	15
5.1.6 熱定数測定回路および高速信号記憶変換器	15

5.1.7	熱損失	16
5.2	グローブボックスの特性	16
5.3	熱拡散率測定信頼性の信頼性	17
5.4	比熱測定信頼性の信頼性	17
6.	あとがき	19

Contents

1.	Introduction	1
2.	Principle of Measurement	1
3.	Design Philosophy of Apparatus	2
4.	Constraction of Apparatus	3
4.1	Apparatus	3
4.2	Cooling Water System	8
4.3	Glovebox	8
4.4	Semi Glovebox	10
4.5	Arrangement	11
4.6	Protection of Mechanical Noise	11
4.7	Safety and Alarm System	13
5.	Performance Tests	14
5.1	Characteristics of Apparatus(Vacuum, Temperature Control, Laser, PbS cell, etc.) ...	14
5.2	Characteristics of Glovebox	16
5.3	Reliability of Measurement of Thermal Diffusivity	17
5.4	Reliability of Measurement of Heat Capacity ...	17
6.	Summary	19

図 表 リ ス ト

- | | |
|------|--|
| 表 1 | レーザー出力とレーザー発光持続時間との関係 |
| 図 1 | 熱定数測定装置ブロックダイアグラム |
| 図 2 | 熱定数測定装置外観 |
| 図 3 | 高温炉試料加熱容器部 |
| 図 4 | 高温炉, 試料系, レーザ光路および測定光路 |
| 図 5 | 試料保持部組立図 |
| 図 6 | 試料昇降機構部 |
| 図 7 | ガス供給系, 真空排気系, グローブボックスおよび簡易ボックス給排気系
フローシート |
| 図 8 | 簡易ボックス内真空排気装置 |
| 図 9 | 反射率測定系 |
| 図 10 | 冷却水フローシート |
| 図 11 | グローブボックスおよび簡易ボックス |
| 図 12 | 排気系HEPAフィルターおよび接続部 |
| 図 13 | 簡易ボックス床(受皿)の構造 |
| 図 14 | 実験室グローブボックス等の配置 |
| 図 15 | 機械的振動源およびその防止 |
| 図 16 | グローブボックス架台 |
| 図 17 | グローブボックス架台の床固定方法 |
| 図 18 | 冷却水関係装置および配管 |
| 図 19 | 排気系HEPAフィルターの設置方法 |
| 図 20 | 炉温度と消費電力の関係 |
| 図 21 | プログラム自動昇温および温度制御試験における温度変化 |
| 図 22 | レーザーパルスの形状 |
| 図 23 | レーザー発射エネルギー(レーザー出力計指示値)と励起入力電圧との関係 |
| 図 24 | レーザー出力計の検量線 |
| 図 25 | 反射率測定計の検量線 |
| 図 26 | 500℃付近におけるPbSセルの出力の温度変化 |
| 図 27 | PbSセルの出力の温度変化 |
| 図 28 | レーザー照射試料裏面温度の時間変化曲線 |
| 図 29 | 試料ホルダー部 |
| 図 30 | 熱損失の温度変化 |
| 図 31 | AXM-5Q グラファイト(密度 1.70 g/cm^3 , 厚さ $1 \sim 2 \text{ mm}$) の熱拡散率の温度変化 |

- 図 3 2 純鉄 (厚さ 1.5mm) の熱拡散率の温度変化
- 図 3 3 グラッシーカーボン (GC-20) (厚さ 1.0mm) の熱拡散率の温度変化
- 図 3 4 黒鉛の比熱の温度変化 (文献値)
- 図 3 5 870℃ における照射レーザーエネルギー (出力計指示値) に対するグラッシーカーボン (GC-20) の吸収熱量変化
- 図 3 6 グラッシーカーボン (GC-20) の比熱の温度変化
- 図 3 7 AXM-5Q グラファイト (密度 1.70 g/cm³) の比熱の温度変化
- 図 3 8 アルミナの比熱の温度変化

1. ま え が き

原子炉燃料の開発にとって、高温の熱定数（熱拡散率，比熱，熱伝導度）は欠くことのできない重要な物性値である。液体金属冷却高速増殖炉用U-Pu混合炭化物系燃料の研究開発をすすめている原研大洗研究所の燃料研究棟では，昭和51，52年の両年にわたってこれら炭化物系燃料の研究のため，一連の高温挙動研究装置を整備した。その一つに，レーザフラッシュ法による高温熱定数測定装置がある。レーザフラッシュ法を採用した決定的な理由は，他の測定法にくらべてつぎのような見地からPuを取扱う点で重要な安全性と操作性に優れていることに基づいた。

- ① 測定試料が少量でよい。
- ② 測定時間が短い。
- ③ 構成装置のうち，試料系および試料加熱炉のみをグローブボックス（以下GBと略す）内に格納し，その他の装置はGB外に設置できる。

Pu含有試料を対象としたこの種の装置の製作に関する報告は2，3あるが^{1,2,3)}，いずれも詳細な記述がない。また，本邦での製作の経験はない。本報告で述べる高温熱定数測定装置では，計測回路系は真空理工(株)TC-3000-UVHに基づいているが，その他の構成装置はPuを取扱うための安全性に加えて，操作性および測定精度を高めるためにすべてにわたり新たに設計，製作している。本報告書では，U-Pu混合炭化物系燃料を対象とした高温熱定数測定装置の設計，製作ならびに非核燃料物質の標準試料を用いた性能試験について述べる。

2. 測 定 原 理

レーザフラッシュ法による熱拡散率，比熱および熱伝導率の測定原理の概要をつぎにのべる。

(1) 熱拡散率

試料表面に照射したレーザ光が試料表面のごく薄い層で熱エネルギーとして吸収されるとき，つぎのような条件を満足していると仮定する。

- ① 試料が断熱的に保たれていて，試料に吸収された熱の損失がない。
- ② レーザ光の試料表面への照射時間（パルス巾）が，試料裏面の温度上昇に要する時間にくらべて十分に短い。
- ③ 試料に照射されるレーザ光のエネルギー密度が一様で，しかも表面での熱エネルギーの吸収も一様である。

これら3つの仮定を満足する初期条件と境界条件をもとに熱拡散微分方程式を解くと，試料表面よりxの位置での時間tにおける温度分布 $T(x, t)$ は次式で与えられる⁴⁾。

1. ま え が き

原子炉燃料の開発にとって、高温の熱定数（熱拡散率，比熱，熱伝導度）は欠くことのできない重要な物性値である。液体金属冷却高速増殖炉用U-Pu混合炭化物系燃料の研究開発をすすめている原研大洗研究所の燃料研究棟では、昭和51，52年の両年にわたってこれら炭化物系燃料の研究のため、一連の高温挙動研究装置を整備した。その一つに、レーザーフラッシュ法による高温熱定数測定装置がある。レーザーフラッシュ法を採用した決定的な理由は、他の測定法にくらべてつぎのような見地からPuを取扱う点で重要な安全性と操作性に優れていることに基づいた。

- ① 測定試料が少量でよい。
- ② 測定時間が短い。
- ③ 構成装置のうち、試料系および試料加熱炉のみをグローブボックス（以下GBと略す）内に格納し、その他の装置はGB外に設置できる。

Pu含有試料を対象としたこの種の装置の製作に関する報告は2，3あるが^{1,2,3)}、いずれも詳細な記述がない。また、本邦での製作の経験はない。本報告で述べる高温熱定数測定装置では、計測回路系は真空理工(株)TC-3000-UVHに基づいているが、その他の構成装置はPuを取扱うための安全性に加えて、操作性および測定精度を高めるためにすべてにわたり新たに設計、製作している。本報告書では、U-Pu混合炭化物系燃料を対象とした高温熱定数測定装置の設計、製作ならびに非核燃料物質の標準試料を用いた性能試験について述べる。

2. 測 定 原 理

レーザーフラッシュ法による熱拡散率，比熱および熱伝導率の測定原理の概要をつぎにのべる。

(1) 熱拡散率

試料表面に照射したレーザー光が試料表面のごく薄い層で熱エネルギーとして吸収されるとき、つぎのような条件を満足していると仮定する。

- ① 試料が断熱的に保たれていて、試料に吸収された熱の損失がない。
- ② レーザ光の試料表面への照射時間（パルス巾）が、試料裏面の温度上昇に要する時間にくらべて十分に短い。
- ③ 試料に照射されるレーザー光のエネルギー密度が一様で、しかも表面での熱エネルギーの吸収も一様である。

これら3つの仮定を満足する初期条件と境界条件をもとに熱拡散微分方程式を解くと、試料表面よりxの位置での時間tにおける温度分布 $T(x, t)$ は次式で与えられる⁴⁾。

$$T(x, t) = \frac{Q}{DC_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{n\pi x}{L}\right) \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right] \quad (1)$$

ここで、 α = 熱拡散率 (cm^2/sec)

Q = 試料表面に吸収された熱エネルギー (Joule/cm^2)

D = 試料の密度 (g/cm^3)

C_p = 比熱 ($\text{Joule}/\text{g} \cdot ^\circ\text{K}$)

L = 試料の厚さ (cm)

である。つぎに、レーザー光照射後の試料裏面 ($x = L$) の温度上昇が最高値 ΔT_{max} の $1/2$ に到達するのに要する時間を $t_{1/2}$ とすると、(1)式は

$$\alpha = \frac{1.38 L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (2)$$

となる。すなわち、熱拡散率 α の測定では試料の厚さと $t_{1/2}$ のみを知ればよい。 $t_{1/2}$ はレーザー光照射後の試料裏面の温度上昇曲線から読みとることができる。

(2) 比熱および熱伝導度

レーザー光を照射した試料裏面の最高温度上昇値 ΔT_{max} は、(1)式より次式で与えられる。

$$\Delta T_{\text{max}} = \frac{Q}{DC_p L} \quad (3)$$

したがって、試料表面に吸収された熱エネルギーを正確に知ることができれば、比熱を求めることができる。さらに、熱拡散率と比熱がわかればつぎの関係式から熱伝導度を求めることができる。

$$K = \alpha D C_p \quad (4)$$

3. 基本設計

本装置は、以下にのべるような基本的な考えに基づいて設計した。

測定数はルビーレーザーを用いたフラッシュ法により測定する。測定温度範囲は、液体金属冷却高速増殖炉で考えられる U-Pu 混合炭化物系燃料の運転温度を考慮して $500^\circ \sim 1800^\circ\text{C}$ を目標にする。500°C 以下の低温は試料加熱炉型式および試料裏面温度変化の検出方法が異ってくるので低温まで測定するには2つの装置が必要となる。しかし、GBの大きさ、製作費に制約があり、また室温までの値はある程度高温から外挿できるので高温用のみを対象とした。測定雰囲気は主として真空であるが、不活性ガスでも可能にする。2.(1)で述べた3条件をできるだけ満足し、熱拡散率の測定精度は±5%以内を目標とする。

Puは最大身体負荷量が $0.64 \mu\text{g}$ ときわめて小さい α -放射性元素であるので、装置のうちPuで汚染される部分は常時負圧に維持したGB内に設置する。現在、Puを包蔵するために規定されているGBの最大許容漏洩率は $0.1 \text{ Box Vol } \%/ \text{hr}$ である⁵⁾。一方、汚染の恐れのない系はGB外にできるだけ設置して安全、保守および操作性を確保する。

$$T(x, t) = \frac{Q}{DC_p L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{n\pi x}{L}\right) \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right] \quad (1)$$

ここで、 α = 熱拡散率 (cm^2/sec)

Q = 試料表面に吸収された熱エネルギー (Joule/cm^2)

D = 試料の密度 (g/cm^3)

C_p = 比熱 ($\text{Joule}/\text{g} \cdot ^\circ\text{K}$)

L = 試料の厚さ (cm)

である。つぎに、レーザー光照射後の試料裏面 ($x = L$) の温度上昇が最高値 ΔT_{max} の $1/2$ に到達するのに要する時間を $t_{1/2}$ とすると、(1)式は

$$\alpha = \frac{1.38 L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (2)$$

となる。すなわち、熱拡散率 α の測定では試料の厚さと $t_{1/2}$ のみを知ればよい。 $t_{1/2}$ はレーザー光照射後の試料裏面の温度上昇曲線から読みとることができる。

(2) 比熱および熱伝導度

レーザー光を照射した試料裏面の最高温度上昇値 ΔT_{max} は、(1)式より次式で与えられる。

$$\Delta T_{\text{max}} = \frac{Q}{DC_p L} \quad (3)$$

したがって、試料表面に吸収された熱エネルギーを正確に知ることができれば、比熱を求めることができる。さらに、熱拡散率と比熱がわかればつぎの関係式から熱伝導度を求めることができる。

$$K = \alpha D C_p \quad (4)$$

3. 基本設計

本装置は、以下にのべるような基本的な考えに基づいて設計した。

測定数はルビーレーザーを用いたフラッシュ法により測定する。測定温度範囲は、液体金属冷却高速増殖炉で考えられる U-Pu 混合炭化物系燃料の運転温度を考慮して $500^\circ \sim 1800^\circ\text{C}$ を目標にする。500°C 以下の低温は試料加熱炉型式および試料裏面温度変化の検出方法が異ってくるので低温まで測定するには2つの装置が必要となる。しかし、GBの大きさ、製作費に制約があり、また室温までの値はある程度高温から外挿できるので高温用のみを対象とした。測定雰囲気は主として真空であるが、不活性ガスでも可能にする。2.(1)で述べた3条件をできるだけ満足し、熱拡散率の測定精度は $\pm 5\%$ 以内を目標とする。

Puは最大身体負荷量が $0.64 \mu\text{g}$ ときわめて小さい α -放射性元素であるので、装置のうちPuで汚染される部分は常時負圧に維持したGB内に設置する。現在、Puを包蔵するために規定されているGBの最大許容漏洩率は $0.1 \text{ Box Vol } \%/ \text{hr}$ である⁵⁾。一方、汚染の恐れのない系はGB外にできるだけ設置して安全、保守および操作性を確保する。

炭化物系燃料は空気中では化学的に不安定な物質で、酸素、水分と容易に反応して変質する恐れがある。しかし、粉末を除く固形状のものは、空気中に長時間放置しない限り変質は極く表面に限られる。本装置ではペレット状の試料のみを測定対象とするので、GB 雰囲気は通常空気の問題ない。しかし、必要に応じて高純度アルゴンガスによってOnce-through 置換ができる。この置換はGB 内火災時の窒息消火の役目も兼ねる。

Pu の包蔵を考慮して、GB 圧力は定常時には -30 mmAq に、グローブ操作時においても $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ の範囲内に維持されなければならない。空気およびアルゴンガス雰囲気時のGB 換気回数はともに、圧力制御および置換速度を考慮して 10 回/hr 以上を維持する。GB の耐圧は、予想される最大負圧超過圧力が排気ダクト圧力 (-130 mmAq) であるので、これを上回るものでなければならない。GB につながる給排気にはHEPA フィルターを設けて、Pu 汚染領域をGB 内のみに限定する。

GB 内装機器は、グローブによる操作、保守が容易な構造および配置とする必要がある。また、事故の誘因になる恐れのある危険的要素は、GB 内から排除されなければならない。たとえば、内装機器の表面温度は、ネオプレングローブが機器に触れたときの機械的強度の低下あるいは燃焼を防止するために $60 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下に維持するよう規定されている⁵⁾。

実験室の床面積を有効に利用するために真空排気装置は、GB 下に設置する。さらに、真空排気装置はポンプのオイル交換のような保守作業時のPu 汚染拡大防止を目的に簡易ボックス内に格納する。この簡易ボックスは常時零汚染管理をするのでGB のような負圧管理はしないで、換気による風向管理のみである。

装置のうちGB 外および簡易ボックス内に位置する部分の冷却には、建屋に備えられている温度調節された循環冷却水 ($15 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下) を直接使用する。一方、GB 内に位置する機器の冷却には、万一の冷却水回路の破損等に備えて専用の密閉型循環冷却水送水装置を設け、その循環冷却水を使用する。

事故に発展する恐れのある装置の異常現象は、すべて検知し通報すると同時にインターロックが作動して、必要最少限の安全を確保する。

内装機器のGB 内組込みを容易にするために両者間のとり合いは、できるだけ簡単かつ少くすることが望ましい。

4. 装 置

本装置の構成は熱定数測定装置本体、循環冷却水送水装置、グローブボックス、簡易ボックスおよび安全警報装置に大別できる。

4.1 熱定数測定装置本体

熱定数測定装置本体のブロックダイアグラムは、図1に示すとおりである。このうち高温炉

炭化物系燃料は空気中では化学的に不安定な物質で、酸素、水分と容易に反応して変質する恐れがある。しかし、粉末を除く固形状のものは、空気中に長時間放置しない限り変質は極く表面に限られる。本装置ではベレット状の試料のみを測定対象とするので、GB雰囲気は通常空気の問題ない。しかし、必要に応じて高純度アルゴンガスによってOnce-through 置換ができる。この置換はGB内火災時の窒息消火の役目も兼ねる。

Pu の包蔵を考慮して、GB 圧力は定常時には -30 mmAq に、グローブ操作時においても $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ の範囲内に維持されなければならない。空気およびアルゴンガス雰囲気時のGB換気回数とともに、圧力制御および置換速度を考慮して10回/hr以上を維持する。GBの耐圧は、予想される最大負圧超過圧力が排気ダクト圧力 (-130 mmAq) であるので、これを上回るものでなければならない。GBにつながる給排気にはHEPAフィルターを設けて、Pu汚染領域をGB内のみ限定する。

GB内装機器は、グローブによる操作、保守が容易な構造および配置とする必要がある。また、事故の誘因になる恐れのある危険的要素は、GB内から排除されなければならない。たとえば、内装機器の表面温度は、ネオプレングローブが機器に触れたときの機械的強度の低下あるいは燃焼を防止するために 60°C 以下に維持するよう規定されている⁵⁾。

実験室の床面積を有効に利用するために真空排気装置は、GB下に設置する。さらに、真空排気装置はポンプのオイル交換のような保守作業時のPu汚染拡大防止を目的に簡易ボックス内に格納する。この簡易ボックスは常時零汚染管理をするのでGBのような負圧管理はしないで、換気による風向管理のみである。

装置のうちGB外および簡易ボックス内に位置する部分の冷却には、建屋に備えられている温度調節された循環冷却水 (15°C 以下) を直接使用する。一方、GB内に位置する機器の冷却には、万一の冷却水回路の破損等に備えて専用の密閉型循環冷却水送水装置を設け、その循環冷却水を使用する。

事故に発展する恐れのある装置の異常現象は、すべて検知し通報すると同時にインターロックが作動して、必要最少限の安全を確保する。

内装機器のGB内組込みを容易にするために両者間のとり合いは、できるだけ簡単かつ少くすることが望ましい。

4. 装 置

本装置の構成は熱定数測定装置本体、循環冷却水送水装置、グローブボックス、簡易ボックスおよび安全警報装置に大別できる。

4.1 熱定数測定装置本体

熱定数測定装置本体のブロックダイアグラムは、図1に示すとおりである。このうち高温炉

および試料系のみをGB内に格納している。(図2参照)

4.1.1 レーザヘッドおよびレーザー電源

(1) レーザヘッド

レーザーはルビーレーザー(波長 6943\AA)で、そのヘッドには日本電気(株)SLG2006型を使用している。本ヘッドの発振方式は通常発振で、ルビーロッドには端面に反射膜を蒸着した直径 $10\text{mm}\phi\times$ 長さ 100mm のものを使用している。ロッドの冷却は水冷ジャケット方式で、冷却水にはロッドを一定温度に保持してレーザー出力のばらつきを少なくするため恒温水(20°C)を使用している。レーザー出力は 8 Joule/pulse 以上である。また、トリガーからの発振の遅れは 1 msec 以下である。試料照射レーザー光束密度をできるだけ大きく維持するために、レーザービームの拡がり角は 15 ミリラジアン以下のものを特別選択している。レーザー光の位置調節を容易にするために、レーザー発射口に $10\text{mm}\phi$ の移動式平行光束投光器を設けている。

(2) レーザ電源

コンデンサ容量は $850\text{ }\mu\text{F}$ で、充電所要時間は約 1 min である。最大蓄積エネルギーは 2500 Joule 以上である。蓄積エネルギーは可変設定方式で、設定値に達するとチャイムで通報される。 15 sec 以内にレーザーの発振操作がない場合には、安全のために自動的に放電して無電荷になる。

4.1.2 レーザ出力計

発射レーザーの出力はシリコン光電導素子によってレーザーのピーク値を測定し、3桁のデジタルで表示される。通常の装置では検出素子をレーザー発射側に設け、発射レーザー光の一部を検出する方法が採られている。しかし、本装置ではレーザー発射側に平行光束投光器を設置しているので、検出素子を設置する場所がない。このために素子をロッドのレーザー反射側に設けて、反射膜から微量に漏れるレーザー光を検出する方法を採用している。

4.1.3 高温炉

真空チェンバーは堅型のベルジャで、加熱は抵抗加熱方式である。炉体、加熱部およびその周辺の概略は図3および4に示すとおりである。

ベルジャの大きさは外径 $280\text{mm}\times$ 高さ 560mm で、その材質はSUS304である。外壁温度を 60°C 以下に保持するために冷却はジャケット水冷方式である。炉体のベースプレートは炉体をGBに組込むための真空フランジ板(角型、横 $780\text{mm}\times$ 縦 $540\text{mm}\times$ 厚さ 20mm)と一体構造にして、フランジ板にベルジャを溶接でとりつけている。ベルジャ上部、側部にレーザー光入射および測温用石英窓($30\text{mm}\phi\times$ 厚さ 5mm)、計測用電流導入端子2個およびベルジャ内部保守用盲フランジ口($150\text{mm}\phi$)などを設けている。真空排気口はベルジャ下側面に設けて、呼び径 100\AA のL型配管でベースプレートを経てGB下の真空排気装置に導入している。この大口徑配管部に連成計($-760\text{mmHg}\sim 0.5\text{ Kg/cm}^2$)と炉体リークバルブを設けている。ベルジャ蓋の開閉操作はハンドルの回転による巻上げ方式である。

発熱体は円筒型タングステンメッシュヒータ($38\text{mm}\phi\times 150\text{mm}$)である。熱遮蔽板は6

層構造で、内層 3 重はタンタル製、外層 3 重はモリブデン製である。これらヒータと遮蔽板はさらに SUS 304 製の水冷ジャケット式円筒容器内に設置して、ベルジャ内加熱部を除く機器の温度上昇を防止している。試料加熱部はグローブ操作によって保守、交換作業が容易にできるようにベルジャ上部蓋付近に設置している。

4.1.4 試料系

試料系は図 3 に示したように、その大部分がベルジャ内に位置している。試料保持部はヒータの中心に位置するようにタンタル製の円筒（外径 18mm ϕ ）で下から垂直に支持されている。円筒はさらに後述する SUS 304 製の試料昇降軸に固定している。試料ホルダーは円板状試料（9.5～10.5mm ϕ ×0.5～2.0mm厚）のみを対象としており、円筒に対して試料を水平に保持する構造になっている。円筒最下部の位置に GB と炉体の石英窓を通して水平に入射したレーザー光束を上方向に直角に曲げる目的で石英プリズムを設けている。したがって、レーザー光は円筒の中を光路として通過し試料表面を照射する。プリズムを固定している試料昇降軸は、プリズムを水冷するために二重管構造になっている。試料保持部は図 5 に示すような組合せ構造で、しかもレーザー光照射で試料表面に吸収された熱量が伝導および輻射によって損失するのを最少限に抑える構造である。構成材は高温における機械的強度、光の透過性および加工性を考慮してすべてタンタルである。

レーザーフラッシュ法では、レーザー光を試料表面に一樣に照射するために試料を所定の位置に正確にセッティングする必要がある。このためグローブ操作による試料のセッティングを容易にし、しかもその状態を目視確認できるように試料部を炉外まで移動できる試料昇降機構を炉体下に設けている。（図 6 参照）移動時の試料のセッティング位置からのずれを防ぐため、機構は GB 外からハンドル回転操作によって円滑に昇降する構造である。駆動にともなう昇降軸と炉体との気密は、ウィルソンシールによって維持している。昇降軸駆動機構は簡易ボックス内に位置しているが、さらに気密函（高さ 300mm×巾 120mm×奥行 240mm）内に格納して昇降軸を介して炉内から移行してくる Pu 汚染に備えている。さらに気密函内を GB 圧に平衡にして常時負圧管理するために小型 HEPA フィルターを介して GB に連結している。HEPA フィルターを設けた理由は、GB にくらべて函内の汚染密度がきわめて小さいので Pu の移行を防ぐためである。

炉内を不活性ガス気流雰囲気維持できるようにガス給排回路を設けている。（図 7 参照）供給ガスは小型 HEPA フィルターを経て真空排気系からベルジャ内に導入する。一方、排出ガスは SUS 304 製の気密型オイルバブラーを経たあと、GB 雰囲気汚さないために GB 外の排気ダクトへ直接排出する。炉体のリークは GB 雰囲気ガスをベルジャ内に直接導入するか、ガス供給回路経由で GB 外から不活性ガスを供給することによって行う。

レーザーヘッドとプリズムおよびプリズムと試料との間の光軸距離は約 60 cm および 25 cm である。また、試料から PbS 光電導素子検出面までの光学距離は約 85 cm である。

4.1.5 真空排気系

真空排気系は油回転ポンプ、油拡散ポンプ、HEPA フィルターおよび真空計より構成され

ている。これら構成機器は、図 8 に示すように HEPA フィルターと真空計の測定部を除き簡易ボックス内に組込んでいる。油回転ポンプには、普通型にくらべて高気密構造 (1×10^{-6} atm cc/sec 以下) のヘリウム回収型 (排気速度 330 l/min) を使用している。HEPA フィルターの油蒸気による目詰りを防ぐためにポンプ吐出側に耐圧型オイルミストトラップ (0.5 Kg/cm^2) を取付けている。また、油の補充および交換を容易にするためにポンプにはロート付油注入口および排出ノズルを設けている。さらに油を容易に移しかえできるようにポンプを高さ約 10 cm の架台に設置して、ノズル口のボックス床面からの高さを確保している。

油拡散ポンプは SUS 304 製で、その排気口径および排気速度はそれぞれ 6 インチおよび 1200 cc/sec である。ポンプを解体しないで、オイルの交換作業ができるように油の排出および注入口を設けている。また、主として油の劣化をできるだけ防ぐ目的で液体窒素トラップを付設している。

真空度はピラニ真空計と電離真空計の組合せによって 1×10^{-8} ~ 20 Torr の範囲で測定できる。真空排気装置の手動バルブには、簡易ボックスの外側からハンドル操作ができるように延長シャフトを使用している。油回転ポンプ停止時の吸引側のリークは、Pu 汚染系を開放しないために図 7 に示したようにポンプ吐出側に対して行う。

4.1.6 試料温度測定系

試料温度は二色高温計 (測定温度範囲 $1000^\circ \sim 2000^\circ \text{C}$) によって GB 外から測定する。 1000°C 以下の試料温度は、あらかじめ Pt - Pt · 13% Rh 熱電対で校正した W · 5% Re - W · 26% Rh 熱電対によって測定する。

4.1.7 プログラム温度制御器

レーザー照射にともなう試料裏面の微少温度変化測定中に試料がヒータによって僅かでも温度変化を受けると、熱定数測定精度は大きな影響を受ける。したがって、ヒータの温度制御はきわめて重要になるので、精密自動温度制御方式を採用した。

プログラム温度制御器には、PID-SCR 制御方式の真空理工 (株) HPC-5000-3114 20KW 型を使用している。制御温度は W · 5% Re - W · 26% Re 熱電対によって検出される。温度検出位置は図 3 に示したようにヒータと試料保持部とのほぼ中心で、ヒータあるいは試料部までの距離は 5 mm 以下である。プログラム形式は一段台形 (定速昇温 → 保持 → 定速降温) であるが、プログラム進行中でも押ボタンスイッチ操作で任意にプログラムを変更できる。自動最大温度保持時間は 60 分で、設定は連続可変である。昇降温速度は 0.5° , 1° , 2° , 5° , 10° および 20°C/min で、切換えスイッチにより稼動中でも任意に変更できる。

4.1.8 熱定数測定系

(1) 微少温度差検出系

レーザー光を照射した試料裏面の微少温度変化は、非接触法によって GB 外側から検出する。検出素子には室温使用時の暗電流の変動を皆無とし、常に一定の暗電流値が得られるように液体窒素冷却型 PbS 光電導セル (受光面積 $1 \times 4 \text{ mm}$) を使用している。出力はプリアンプで増

巾してからメインアンプに送られる。

(2) 測定回路

本回路はつぎのような働きをする。

- (a) 測定開始スイッチ操作と同時に、遅延回路が作動して一定時間 (0.5 sec) 後にレーザを発射させる。
- (b) 測定時間中の温度制御動作を停止する。
- (c) 測定した試料裏面温度の時間変化を増巾して高速記憶変換器に記憶させる。
- (d) 記憶データを自動的に記録計に記録させる。

(3) その他

以上述べたほかに、測定精度を高めるためつぎのような回路を設けている。

- (a) レーザ発射の瞬間 ($t = 0$ 点) を光学的に検出し (検出応答速度 $10 \mu\text{sec}$ 以下), 記憶変換器を外部から駆動させる。
- (b) 微小温度差検出系によって検出されるレーザ照射前の試料温度を自動的に一定温度に補償する。

4.1.9 記憶系

(1) 高速信号記憶変換器

記憶容量は 1024 ワードで、サンプリングタイムは 25, 50, 100, 250, 500 μsec /ワード, 1, 2.5, 5, 10, 25 msec /ワードの 10 段切換えである。一方、記録計への読出し速度は 10, 20, 50, 100 msec /ワードの 4 段切換えである。

(2) 2 ペン記録計

試料温度および熱定数測定データまたは試料反射率を 2 ペン記録計によってそれぞれ記録する。記録紙送り速度は 2, 6, 20, 60 mm/h と 2, 6, 20, 60 mm/min の 8 段切換えである。

(3) モニタリング用シンクロスコープ

レーザ照射時の試料裏面の微小温度上昇をモニターするシンクロスコープは、岩崎通信機 (株) メモリスコープ MS-5019A 型で、その主な性能はつぎのとおりである。

- (i) ブラウン管有効面 10 Div \times 10 Div
(1 Div = 8 mm)
- (ii) 垂直軸感度 0.01 ~ 10 Volts/Div.
- (iii) 水平軸掃引速度 10 μsec ~ 5 sec/Div.

4.1.10 反射率測定系

試料表面の反射率は、He-Ne レーザ入射光に対する鏡面反射強度測定法によって測定する。測定手順は、図 9 に示すように、先ず He-Ne レーザ光 (波長 $0.64 \mu\text{m}$, 光径 $3 \text{mm}\phi$) を回転セクターで約 375 Hz の交流光に変換し、試料表面に入射角約 2 度で照射する。ついで試料表面で反射されたレーザ光の強度をシリコン光電導素子で測定する。レーザ光の試料への照射および反射光強度の測定は試料温度測定光路と同じである。

4.2 循環冷却水系

4.2.1 循環冷却水送水装置

GB内機器の冷却系では、冷却水回路の破損および補修時のPu汚染系への開放によって冷却水が汚染する恐れがある。このため、建屋の1次循環冷却水を直接使用しないで、2次循環冷却水を使用し、しかも回路は完全密閉となるようにした。

この系に設置している2次冷却水送水装置は、貯水槽、熱交換器、循環ポンプおよび戸過器から構成された完全密閉構造である。2次循環冷却水の冷却は、15℃以下に常時温度調節された1次循環冷却水による蛇管式熱交換方式である。貯水槽の大きさは外径165mm ϕ ×高さ1000mmで、その内容積は約20 ℓ である。ポンプの循環流量は20 ℓ /min以上である。

4.2.2 冷却水回路

1次および2次循環冷却水のフローシートを図10に示す。1, 2次系ともにマニホールドまでは大口径(呼び径40A)で配管し、そこで小口径(呼び径10A)配管に分岐して、各冷却部に送水している。これら循環回路は完全な密閉のために各回路の冷却水流量を目視確認できない。このためマニホールドに圧力指示計および圧力警報計を、また各回路の復路に流量警報計を設けて、各回路の適正流量を常時監視している。冷却水の汚れによる回路の目詰りを防ぐため、回路および冷却水送水装置の接水部には防錆処理した材料あるいはSUS304、銅を使用している。

4.3 グローブボックス

4.3.1 グローブボックス本体

GBは図11に示すように両面操作パネル型で、その大きさは巾1.8m×奥行1.0m×高さ0.9m、内容積約1.6m³である。GB本体は厚さ4mmのSUS304板の冷間成形およびTIG溶接によって組立てられている。窓は厚さ10mmの透明アクリル板で、1枚の大きさは横848mm×高さ812mmである。両面合せて4枚をU字形のネオプレンバックリングを介してGB本体にとりつけている。グローブポートは8インチグローブ用で、Oリング溝2本と金属締付けバンド溝1本を備えた合成樹脂製である。ポートはボックス片面4双をアクリル窓面にバックリングを介してとりつけている。

物品搬出入用バックポートは、Oリング溝3本および締付けバンド溝1本を有する内口径300mm ϕ のSUS304製で、ボックス本体に溶接でとりつけられている。ボックス内と外側にそれぞれ蓋を備えている。前者は開閉操作が容易なカウンターバランス式で、アームの中心で厚さ8mmのSUS304製の蓋をOリング付きフランジに押しつけて気密を保持する構造である。後者はポートに装着しているビニールバッグを保護する目的のもので、気密性はない。

熱定数測定に直接係わるものとして、高温炉および試料系を組込むための角型真空フランジ(横680mm×縦440mm×巾25mm)をGB床面に溶接でとりつけている。また、レーザー光入射用および测温用石英窓(34mm ϕ ×5mm厚さ)をそれぞれ側面と天井に設けている。

高温炉内深部観察用平面鏡（230mm×150mm）およびミニスポット式照明灯を炉体真上のGB天井に設けている。鏡および照明灯は自在式で、しかも測定中のGB測温窓の視野が確保できるようにスライドによる移動式である。GBでは有効床面積が小さいので、物品等を一時保管するSUS 304製の棚（600mm×250mm）を天井から吊り下げにより設置している。この他、ボックス側面には電流導入端子（動力用19芯1個、計測用6芯2個）、バルブ付ガスノズル3式、3インチ予備口（GB内外盲フランジ付）3個を予備として設けている。また、天井には後述するGB雰囲気ガス採取用ノズル1式、GB圧力検出用ノズル2式を設けている。

4.3.2 給排気系

GBの給排気系統を図7に示す。GB内は通常は空気雰囲気であるが、Once-through方式によるアルゴンガス雰囲気へに切換えることができる。アルゴンガス雰囲気への切換えは、GB内温度上昇および火災時の窒息消火も兼ねているので、瞬時に切換え操作ができるようにSUS 304製三方ボール型バルブを使用している。ボックス内給気口には、アルゴンガスによるOnce-through置換時は供給ガスがGB内既存雰囲気ガスとよく混合するようにガス拡散器を設けている。これはSUS 304管（呼び径50A、長さ710cm）に口径9mmφの孔を30mm間隔で長さ方向に2列あけた構造で、この小孔群からガスをGB内に散布する。給気口はバックポート側に、排気口は奥側天井に設けている。これはGB内風向をバックポート側から奥方向に維持することによって、ポート付近のPu浮遊汚染を小さく抑えることを目的としている。

給気および排気回路入口に設けているプレフィルターは、グラスウール製の捕集効率、圧力損失ともに小さいもので、単にHEPAフィルターの保護を目的としている。一方、HEPAフィルターはセルフコンテンド型で、その捕集効率は99.97%以上（0.3μ粒子に対して）である。また、最大規格風量およびそのときの圧力損失はそれぞれ1.43m³/minおよび25mmAq以下である。HEPAフィルターの交換方法は、塩化ビニール製グローブ付のビニールバックを用いたクローズド方式である。このためにフィルターと配管側に136mmφのビニールバック装着部を設けている。とくに配管側装着部は図12に示すようにグローブポートのグローブ装着部と同じ構造で、Oリング溝3本と金属バンド締付け溝1本を設けている。一方、フィルター側はあらかじめ粘着テープなどによってバックを装着するうえ、交換後の旧フィルターはバック装着のまま廃棄するのでOリング溝はとくに設けていない。

GB圧力の大きな変動を調節するために、GB排気系に背圧ダンパーを設けている。Once-through置換時のアルゴンガスは加圧（約0.5kg/cm²G）で供給されるので、GB負圧が破壊しないように供給回路に電磁開閉弁を設けてOPEN-CLOSE制御している。圧力検出指示調節計（PIC）にはダイヤフラム式接点付微圧計を使用し、その設定値は-10mmAqである。

アルゴンガス供給回路を除く給排気系回路は、呼び径50AのSUS 304管とこれに相当するバルブ類で構成している。一方、アルゴン供給回路には呼び径20AのSUS 304管を使用し、また流量計には浮子式にくらべて圧力損失が小さくしかも小型なオリフィス型を使用している。

置換アルゴンガスには液化アルゴン（貯槽容量2500Nm³）から気化した高純度アルゴンガス（酸素1ppm以下、窒素3ppm以下、水分3ppm以下）を使用している。置換時のGB内

純度は、他のGBと共通使用のセラミック式酸素メータ（測定範囲 $0 \sim 10^4$ ppm）で調べる。GB雰囲気ガスは排気ダクト圧（約 -130 mmAq）を利用して小型HEPAフィルター経由で酸素メータ検出セル内に採取している。分析後のガスは再びHEPAフィルターを経て排気ダクトに排出する。

4.3.3 装置とグローブボックスとのとり合い

内装装置とGBとのとり合いは、必要最少限にしかも簡単化するのが製作費の軽減になる。また、一般に両者の製作者は異なるので、二社間の技術的とり合い、性能の保証などの煩わしい問題を少しでも解消することになる。

上記理由から、本装置におけるとり合いは、角型真空フランジとレーザ光入射および測温用石英窓2個のみとした。GB内に係る電気、冷却水および真空排気系は高温炉および試料系とともにベースプレートである角型フランジ板にまとめて組込んだ。これらとり合い部の仕様については、内装装置製作者がGB製作者に製作図で指示を与える形式を採った。さらに熱定数測定性能に直接関係する石英窓については、前者が後者に石英窓ガラスを支給する方法を採った。

4.4 簡易ボックス

GB本体下に組込んだ真空排気装置を格納する簡易ボックスの大きさは、巾 1.5 m×奥行 1 m×高さ 0.95 mである。図11に示したように4側面はGB本体の架台の脚を利用して、厚さ 10 mmの透明アクリル板を組立てた構造である。床は図13に示すように外周囲に高さ 70 mmのふちを溶接でとりつけた厚さ 19 mmの鋼鉄製の受け皿状である。この受け皿状床は油回転ポンプ、油拡散ポンプの油交換時にこぼれたPu汚染油が実験室床に流出するのを防ぐため、白色エポキシ系塗料で表面仕上げして除染を容易にしている。天井はGB本体床面をそのまま利用している。グローブポートはGB本体と同じもので、保守作業を考慮した位置に両面合せて3対設けている。

以上のべたように、本ボックスは外観上はGBと同じ構造である。しかしながら、つぎのような理由から気密性については特別に考慮しないで、換気による風向管理のみをするいわゆるフード的な使用法を採用している。

① 真空排気系はすべて金属配管で組立てた完全密閉構造で、しかも負圧管理しているので定常時の汚染発生は考えられない。

② 本ボックスは飽くまでもPu汚染系保守作業時の万一の汚染拡大に備えているので、ボックス内は常時零汚染で管理する。

③ 真空排気ポンプによってあたたまるボックス雰囲気を換気によって熱除去する。

しかし、実際には排気ダクトの排気容量に制約があるのでフードのように大きな風量をとることができない。このため気密保持が容易にできるアクリル窓面の取付けにおいてはGBと同じ気密構造を採用している。一方、経費の増大をともなうあるいは技術的に難しい部分については気密構造を採用していない。たとえば、電気配線、冷却配管、真空排気系配管はアクリル面

に必要最少口径の貫通孔を設けて、そこから直接GB内に導入またはGB外に導出している。したがって、本ボックスでは排気系のみを設けて、給気はすべてボックスの隙間から供給する構造である。図7に示したように排気回路はGBの回路と同じ構造である。

4.5 配 置

実験室における構成装置、GB等の配置は図14に示すとおりである。配置にあたっては、つぎのような点を考慮して決定した。

- ① 緊急時の退避を考慮して装置周囲および出入口、非常口まで巾1 m以上の通路を確保する。
- ② GBの主作業面と構成装置の操作および監視面を一致させて集中的な作業性を確保する。
- ③ ビニールシーラの移動、物品搬出入作業を容易にするために、GBバックポートを実験室主通路(巾2.5 m)側に設ける。

このほか細部についてもつぎのような考えに基づいている。

- ① 機器間の配線、配管は床面より2.5 m以上の立上りにすることによって、通路および作業空間の安全を確保する。
- ② 冷却水の分岐細管による圧損失を最少にして流量を確保するために、マニホールドは冷却部に最も近いGB脇に設ける。
- ③ 大電流が流れるトランスとヒータ間の電極を最短距離にするため、ヒータ電源はGBに隣接して設置する。
- ④ 熱定数測定精度を高めるためにレーザーヘッド、光学測定検出部と試料との光学距離を最短にする。また、微少出力を検出して測定するので、検出部から測定部までの電気配線距離を最短にする。
- ⑤ GB内高温炉ベルジャの大きさと設置位置は、その主要部までグローブが十分に届き、通常操作は勿論のこと保守ができるように決める。すなわち、GB窓面から60 cm以内に配置する。簡易ボックス内真空排気装置についても同様である。
- ⑥ 実験室の床面積に制約があるのでつぎのように空間を利用する。
 - (i) GB給気系のうちHEPAフィルターと三方切換バルブおよび負圧警報指示計、負圧調節指示計はGB屋根上に設置している。
 - (ii) アルゴンガス供給系の減圧弁、流量計および電磁開閉弁は実験室壁に設けている。
 - (iii) GB、簡易ボックスおよび真空排気装置の排気系のHEPAフィルター3個、背圧ダンパーとそのHEPAフィルターは、実験室天井から吊下げによって設置している。
 - (iv) 計測、警報および操作部は床面積(53 cm × 63 cm)が小さくて、高さ方向に大きな(170 cm)パネル盤内にまとめて組込んでいる。

4.6 機械的振動防止対策

レーザーフラッシュ法によって熱定数を測定する場合、測定精度に大きな影響を与える一つに

機械的振動がある。レーザー照射にともなり試料裏面の温度上昇を非接触法で測定する場合は、接触法の場合にくらべて振動の影響をより大きく受け易い。これは主として試料と検出素子を結ぶ光軸がゆらいで受光量が変化することに起因する。測定対象試料がPu含有の場合は、さらにつきのような機械的振動の要素が加ってくるので、その防止はきわめて重要になる。図15に示すように、共鳴体構造であるGBおよび簡易ボックスに機械的振動源である油回転ポンプを始め、循環冷却水系、排気ダクト系を金属配管で組込んでいる。後者2つの振動は、循環ポンプおよび排風機の機械的振動が配管等を伝播してくるものである。これら振動源はGBおよび簡易ボックスに振動を与え、さらに共鳴して大きくなる。

このため本装置ではつきのような対策を講じて機械的振動の防止を図っている。

① 振動を実験室床に吸収させるために、油回転ポンプを簡易ボックス床の受皿を介して実験室床に頑強に固定している。すなわち、ポンプ固定架台を受皿に溶接でとりつけ、さらに受皿をアンカーボルトで実験室床に固定している。後者の固定部はボルトと受皿との隙間から汚染したポンプ油が実験室床に漏出しないような気密構造である(図13参照)。一方、受皿を介して振動が簡易ボックスさらにはGBに伝播しないように、受皿は厚さ19mmの鋼鉄板製の重量の大きいしかも頑強な構造である。また、ポンプを設置している部分の受皿とその周りの受皿とを図13のように区切り両者の間に約5mmの隙間を設けている。さらに受皿と簡易ボックスとの間にも1~3mmの間隙を設けている。

油回転ポンプに連結する配管にはSUS206製フレキシブルベローズを2重に設けて、炉体および試料系への振動の伝播を阻止している。

② 最も機械的振動を嫌い光学測定検出部(PbS光電導セル、反射率測定用レーザーヘッドおよびシリコン光電導セル、二色高温計)は、巾10cmのチャンネル鋼製の堅牢な光学架台(巾1.1m×奥行1.25m×高さ2m)上に設置している。また、ルビーレーザーヘッドも同一架台に設置して、レーザーヘッド→試料→光電導セルを結ぶ光軸の狂いを防止している。光学架台はGBをまたぐように設置して、アンカーボルトで実験室床に固定している。また、振動の伝播を避けるためにGBと架台は接触していない。

③ GB架台は図16に示すように標準のものより脚数(8本)、補強を増やして頑強な構造にしている。また、GBの架台への固定および架台の実験室床へのアンカーボルト(M10×深さ60mm)による固定を通常のものより増強している。(図17参照)

④ ポンプの振動を考慮して冷却水送水装置をGBから約3m離れた位置に設置している。(図18参照) 装置からマニホールドまでの1次、2次冷却水回路は往復ともに呼び径40Aの固定配管である。しかし、マニホールドから各冷却部までは、振動をできるだけ吸収させるために呼び径10Aの銅管による非固定配管である。

⑤ 排風機および他のGBからの振動が排気ダクト管を経由して、GBおよび簡易ボックスに伝播するのをつきのようにして阻止している。従来一体構造であったHEPAフィルターとその接続ボートの架台をそれぞれ分離して天井から吊下げ、両者の接続をビニールバックのみとしている。(図19参照)

⑥ 簡易ボックス内に係る配線および配管はアクリル面に貫通孔を設けて導入しているが、これら配線、配管がアクリル板に接触しないように両者間に僅かな間隙を設けている。

⑦ 電気出力が増大するにしたがって加熱電源変圧器の振動は大きくなるが、回路の一部にフレキシブル部を設けて振動の伝播を阻止している。

4.7 安全警報装置

本装置に発生した安全に係る異常現象は、すべて直ちに検出して通報される。そのうち事故に発展する恐れのある異常は、警報と同時に自動的に作動して必要最少限の安全を確保するインターロックを備えている。警報はランプおよびブザーで現場表示したあと、4系統にまとめて建屋の集中監視盤に発信される。さらに、無人時は24時間管理体制にある中央警備詰所に発信される。

(1) グローブボックス負圧異常

GB圧力が負圧破壊（ -5 mmAq 以上）および負圧超過（ -55 mmAq 以下）になったとき警報を発信する。これらGB圧力異常は、ダイヤフラム式上下限接点付微圧指示計（目盛範囲 $-150\sim+150\text{ mmAq}$ ）（PIA）によって検出する。警報は自己保持または自動復帰の選択ができる。アルゴンガス置換中にGB圧力が -10 mmAq 以上になったとき、アルゴンガス供給回路の電磁開閉弁は閉じて、GBの負圧破壊を防止する。

(2) グローブボックス温度上昇

GB内温度が $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ を超えたとき2min以内に警報を発信する。温度検知器は接点接触方式（密閉型）で、GB天井の中央付近に設置している。

(3) 冷却水断水

1次循環冷却水が断水または流量不足になったとき、警報発信と同時に高温炉および油拡散ポンプの電源が断になる。2次循環冷却水が断水のときは、警報と同時に高温炉ヒータ電源のみ断になる。

(4) 冷却水温度異常

1次循環冷却水の温度異常（設定 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）は、建屋機械室において検知通報される。一方、2次循環冷却水の温度が $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上になったとき警報を発信し、同時にヒータ電源は断になる。冷却水温度上昇は帰路側マニホールド内に設けた液体膨張式温度検知器（警報設定温度 $0\sim40\text{ }^{\circ}\text{C}$ で連続可変）によって検出する。

(5) ヒータ過電流

高温炉のヒータ電流が 650 A を超えたとき警報を発信し、同時に高温炉ヒータ電源が断になる。過電流は上限警報設点付電流計（設定可変式 $0\sim1200\text{ A}$ ）によって検出する。

以上のべたほかに、警報の発信はないが、安全の維持および誤操作防止を目的としたつぎのような対策を講じている。

- ① 構成機器電源ごとに適正容量のノーフェーズブレーカを設けている。
- ② 油回転ポンプが稼働しているときのみ油拡散ポンプヒータスイッチがONになる。
- ③ 真空雰囲気中で測定する場合、真空排気系主バルブが開いていることを確認してから、高温炉ヒータ電源をONにするためにバルブの開閉表示灯を設けている。
- ④ フィルターの目詰りの度合を監視するためにGB等の排気戦HEPAフィルターに差圧計

(0 ~ 100 mmAq) を設けている。

⑤ GB の最大負圧超過圧力は排気ダクト圧力 (約 - 130 mmAq) に相当すると考えられるので、GB 本体の耐圧設計は ± 150 mmAq である。

5. 性 能 試 験

装置の製作、取付け完了後に、以下に述べるように装置の特性、グローブボックスの特性を試験した。さらに熱拡散率や比熱の測定精度についてデータ既知の試料を用いて調べた。

5.1 熱定数測定装置の特性

5.1.1 真空排気特性

試料無装荷、室温における高温炉内到達真空度は、 2×10^{-6} Torr 以下であった。また、同条件下における真空排気所要時間は、760 Torr から 10^{-5} Torr 台まで 10 分以内であった。なお、真空排気停止後の真空度の時間変化から計算された炉体の漏洩率は、 1×10^{-5} atm cc/sec 以下である。

5.1.2 温度制御特性

炉内試料温度と消費電力との関係を図 20 に示す。温度制御用検出熱電対の温度検出が安定する約 400°C 以上から自動温度制御が有効になる。したがって、400°C 以下は手動操作によって昇降温を行い、それ以上でプログラム温度制御に切換える。切換えにともなう温度の不連続はほとんど認められない。

温度制御精度は被温度測定試料にグラッシーカーボンを用いて自動光電高温計 (米国、Leeds & Northrup 社 8642 - Mark II 型) によって調べた。その結果は図 21 に示すように一定温度保持時において 1063°C で ± 0.1°C、2000°C においても ± 0.5°C 以内である。また、昇降温過程においてもプログラムにしたがって保持時と同じ精度で制御される。

5.1.3 レーザ特性

ルビーレーザー光の波形およびパルス巾は光ダイオード (LSD39A) で検出し、シンクロスコープで調べた。その結果、レーザー光の波形は図 22 に示すような三角形状であった。パルス巾 (τ) は表 1 に示すようにレーザー発射エネルギーとともに僅かに増大している。また、波形が波高値になる時間は約 0.3 τ である。

レーザー発射エネルギーは図 23 に示すように励起入力電圧に直線的に依存している。レーザーエネルギーはヘッドから 50 cm 離れた位置でレーザーパワーメータ (西独、HADRON 社 102C 型) によって測定した。また、発射エネルギーと 4.1.2 で述べた本装置のレーザー出力計の指示値との検量線は、図 24 に示すようなきれいな直線関係にある。このことは比熱測定時の試料

(0 ~ 100 mmAq) を設けている。

⑤ GB の最大負圧超過圧力は排気ダクト圧力 (約 - 130 mmAq) に相当すると考えられるので、GB 本体の耐圧設計は ± 150 mmAq である。

5. 性 能 試 験

装置の製作、取付け完了後に、以下に述べるように装置の特性、グローブボックスの特性を試験した。さらに熱拡散率や比熱の測定精度についてデータ既知の試料を用いて調べた。

5.1 熱定数測定装置の特性

5.1.1 真空排気特性

試料無装荷、室温における高温炉内到達真空度は、 2×10^{-6} Torr 以下であった。また、同条件下における真空排気所要時間は、760 Torr から 10^{-5} Torr 台まで 10 分以内であった。なお、真空排気停止後の真空度の時間変化から計算された炉体の漏洩率は、 1×10^{-5} atm cc/sec 以下である。

5.1.2 温度制御特性

炉内試料温度と消費電力との関係を図 20 に示す。温度制御用検出熱電対の温度検出が安定する約 400°C 以上から自動温度制御が有効になる。したがって、400°C 以下は手動操作によって昇降温を行い、それ以上でプログラム温度制御に切換える。切換えにともなう温度の不連続はほとんど認められない。

温度制御精度は被温度測定試料にグラッシーカーボンを用いて自動光電高温計 (米国、Leeds & Northrup 社 8642 - Mark II 型) によって調べた。その結果は図 21 に示すように一定温度保持時において 1063°C で ± 0.1°C、2000°C においても ± 0.5°C 以内である。また、昇降温過程においてもプログラムにしたがって保持時と同じ精度で制御される。

5.1.3 レーザ特性

ルビーレーザー光の波形およびパルス巾は光ダイオード (LSD39A) で検出し、シンクロスコープで調べた。その結果、レーザー光の波形は図 22 に示すような三角形状であった。パルス巾 (τ) は表 1 に示すようにレーザー発射エネルギーとともに僅かに増大している。また、波形が波高値になる時間は約 0.3 τ である。

レーザー発射エネルギーは図 23 に示すように励起入力電圧に直線的に依存している。レーザーエネルギーはヘッドから 50 cm 離れた位置でレーザーパワーメータ (西独、HADRON 社 102C 型) によって測定した。また、発射エネルギーと 4.1.2 で述べた本装置のレーザー出力計の指示値との検量線は、図 24 に示すようなきれいな直線関係にある。このことは比熱測定時の試料

表面に吸収されたレーザーエネルギーを正確に定量できることを示唆している。

レーザー光が試料表面全体に様に照射していることはつぎの2つの方法によって確認した。1つは、感光して黒色になった写真印画紙に所定の試料位置でレーザー光を照射し、そのこげ目の一様性から目安をつける。もう一つは、レーザー光の照射位置を多少ずらしてグラッシーカーボンで熱拡散率を測定し、測定値にばらつきがないことを確認する。

5.1.4 反射率測定の信頼性

標準鏡試料（反射率 25, 50, 100%）を用いて求めた反射率測定装置の検量線精度は、図 25 に示すように $\pm 1\%$ 以内である。反射率測定光源に用いている He-Ne レーザ光の波長は $0.64\text{ m}\mu$ で、レビレーザ光の波長 $6.9\text{ m}\mu$ に比べて僅かに小さい。しかしながら、この波長の違いによる測定誤差は、一般物質の反射率の波長特性から $\pm 1\%$ 以内と推算される。また、 375 Hz のレーザー光を光源に採用しているので、高温度で試料以外の発熱体以外からの光線による妨害はほとんど除去されることが確認された。

5.1.5 PbS 光電導セルの出力特性

液体窒素で冷却した PbS 光電導セルの出力と試料温度との関係は、被写体試料にグラッシーカーボン (GC-20)* を用いて約 $0.5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ の一定速度で昇温させたときの出力変化の連続測定から求めた。その 1 例として、 $600\text{ }^\circ\text{C}$ 付近における温度に対する出力変化を図 26 に示す。この図から任意の小さい温度範囲では、PbS セルの出力は温度とともにほぼ直線的に増大していることがわかる。この直線の勾配から求めた PbS セルの単位温度変化あたりの出力変化を図 27 に示す。PbS セルの出力は約 $400\text{ }^\circ\text{C}$ から検出可能になり、約 $800\text{ }^\circ\text{C}$ で最大になっている。それ以上の温度では次第に減少し、約 $1350\text{ }^\circ\text{C}$ 以上で絞りまたはフィルターが必要になる。以上の結果は一般的に言われている PbS の出力特性と定性的に一致している⁶⁾。

5.1.6 熱定数測定回路および高速信号記憶変換器

熱定数測定回路および高速信号記憶変換器の作動性能は、グラッシーカーボンを用いて $500\text{ }^\circ\text{C} \sim 1800\text{ }^\circ\text{C}$ の温度範囲でレーザー照射にともなう裏面温度の上昇を測定することによって調べた。この結果得られた試料裏面の温度変化曲線の一例を図 28 に示す。曲線は測定回路で測定されたデータを一旦記憶器に記憶させたあと、記録計に記録した結果である。この結果、つぎのような点で測定データの読みとり精度が高いことが判った。

- ① レーザ発射点 ($t = 0$) が明瞭に確認できる。
- ② トリガー前の信号を記憶できるので、レーザー発射前後のベースラインが明瞭に確認できる。
- ③ 温度上昇曲線にノイズがほとんど認められないうえ、トレースに巾がない。曲線を記録紙上に任意に拡大して記録できる。
- ④ データの記憶開始から終了までの時間が曲線上明瞭である。

* 東海電極製造(株)で、 $2000\text{ }^\circ\text{C}$ で熱処理したもの。

5.1.7 熱損失

フラッシュ法による熱定数測定では、試料が断熱状態に保たれ、測定中の試料からのレーザー吸収熱の損失がないことが重要である。試料から熱が逃げる原因として、つぎのような3点が考えられる。

- ① 試料ホルダーから伝導によって逃げるもの。
- ② 測定雰囲気との対流によって逃げるもの。
- ③ 輻射によって逃げるもの。

このうち①については図29に示すように試料ホルダーと試料との熱接触を小さくする構造にすることにより、②については 10^{-3} Torr以下の真空雰囲気中で測定することによって解決している。③については熱反射板を多層設けることによってある程度解決できている。しかし、レーザー光入射および試料温度測定のために試料前後面を必要最小限開放しているため、輻射による熱の逃げを完全になくすことができない。

以上の理由から、測定中の輻射による試料からの熱損失について Heckmann が報告している方法⁷⁾によって温度変化曲線から間接的に調べた。図30は試料にグラッシーカーボン(厚さ1.00 mm)を用いて求めた $\Delta T_{10t_{1/2}} / \Delta T_{max}$ 比の温度変化をプロットしている。ここで、 ΔT_{max} は試料裏面の最高温度上昇値で、 $\Delta T_{10t_{1/2}}$ は $T_{max} / 2$ の温度に到達するに要する時間 $t_{1/2}$ の10倍の時間 ($10t_{1/2}$) における温度上昇値である。この結果は輻射による試料からの熱損失が1200°C付近から顕著になり、温度が高くなるにしたがって加速度的に増大するので、熱損失補正が必要になることを示唆している。しかしながら、輻射による試料からの熱損失は試料の放射率および $t_{1/2}$ に依存するので、試料によって熱損失補正は異ってくる。

5.2 グローブボックスの特性

GB本体、給排気系および真空排気系配管の溶接部は、染色浸透探傷試験法(JIS Z 2343)によって調べた。この結果、溶接全線に欠陥がないことが確認された。

GB本体の耐圧は、GB圧力を±150 mmAqに加圧および減圧して10分間保持後に外観検査および漏洩率を測定することによって調べた。この結果、いずれの場合も異常がないことが確認された。

GBの気密度は、GB内をあらかじめ負圧にしたあとGB圧力を大気圧との差圧として検出しその時間変化から求める、いわゆる大気圧比較法によって調べた。この結果得られたGBの漏洩率は0.02 Box Vol %/hrであり、現在Pu取扱用GBで規定されている最大許容漏洩率(0.1 Box Vol %/hr)を大きく下回っている。

空気雰囲気およびアルゴンガスによるOnce-through置換時のGB圧力制御特性は、通常のGB作業と同じ条件でグローブ1双を操作して、その時の圧力変動から調べた。この結果、いずれの場合も圧力変化は-30 ± 20 mmAqの範囲内に調節され、負圧破壊および超過の現象は認められなかった。

GB内雰囲気の換気回数は、空気雰囲気およびアルゴンガス置換時ともに20回/hr(32 m³/hr)以上保持された。GBの漏洩率と換気回数から計算されるアルゴンガス置換時のGB

内到達純度および所要時間は、完全混合置換過程を仮定するとおおよそ酸素 13 ppm で、40 min である。

5.3 熱拡散率測定信頼性

測定精度は2つの標準試料を用いて調べた。測定雰囲気はいずれの場合も真空度 ($3 \times 10^{-6} \sim 3 \times 10^{-5}$ Torr) である。試料としては、米国 POCO 社製超微粉末より製造された等方質黒鉛 AXM-5Q (密度 1.70 g/cm^3) と純鉄 (純度 99.9% 以上) を使用した。試料形状および大きさは直径 $10 \text{ mm} \phi \times$ 厚さ $1 \sim 2 \text{ mm}$ の円板状である。AXM-5Q 黒鉛は、1971年に国際的な協力下で実施された炭素材の熱的性質の協力測定で標準試料として採用されたもので、8研究室での熱拡散率の測定結果は $\pm 3\%$ 以内で一致している⁸⁾。温度による試料の厚さ変化は、黒鉛では補正していないが、純鉄については TPRC によって推奨されている線熱膨張係数を用いて補正した⁹⁾。高温における輻射による試料からの熱損失は Cowan の方法¹⁰⁾によって補正した。また、レーザーパルス幅の効果は Cape および Lehman の理論曲線¹¹⁾を用いて補正した。

以上の結果得られた AXM-5Q 黒鉛および純鉄の熱拡散率の温度変化は、図 3.1 および 3.2 に示すとおりである。AXM-5Q 黒鉛の結果は、前述した協同測定結果のばらつき ($\pm 3\%$ 以内) の範囲内にあることがわかる。純鉄の熱拡散率の温度変化において 770°C および 910°C に顕著な不連続が認められる。これらは $\alpha \rightarrow \beta$ 相転移温度 769°C および $\beta \rightarrow \gamma$ 相転移温度 909°C ¹²⁾ とそれぞれよく一致している。このことから2つの不連続は相転移に起因するものであることがわかる。また、測定値は TPRC の推奨値ときわめてよい一致を示している¹³⁾。

測定の再現性は東海電極製造 (株) 製 グラッシーカーボン GC-20 (2000°C で熱処理、密度 1.36 g/cm^3) を用いて、一定温度で 3 ~ 4 回測定することによって調べた。その結果は図 3.3 に示すように温度範囲 $500 \sim 1900^\circ\text{C}$ で 3% 以内であった。

5.4 比熱測定信頼性

比熱は(3)式で表わされるように原理的にはレーザーフラッシュ法によっても測定が可能である。しかし、実際には Q は次式で表わされるように試料表面の反射率と試料のレーザー光透過率に依存するので、 Q を直接測定することは不可能である。

$$Q = Q^* (1 - \gamma - \delta) \quad (5)$$

ここで、 Q^* = 試料表面に入射したレーザーエネルギー (Joule/cm^2)

γ = 試料表面の反射率

δ = 試料の透過率

である。

現在、レーザーフラッシュ法で比熱を測定する場合、 Q は標準試料を用いて間接的に求めるつぎのような2つの方法が報告されている。

① 比熱の測定値がほぼ一定しているニッケル、アルミナのような標準試料を用いて Q を(3)式に基づいて求める方法である。¹⁴⁾ この場合、標準試料と測定試料のレーザー照射面のレーザーエネ

ルギーの吸収率が一定になるようにコロイダルグラファイトを薄く均一に塗布する。さらに、両試料塗布面の反射率が等しいことを確認する必要がある。この結果、測定試料の比熱 $C_{p(s)}$ は次式で与えられる

$$C_{p(s)} = \frac{Q}{D_{(s)} L_{(s)} \Delta T_{\max}} \quad (6)$$

ここで、 $D_{(s)}$ および $L_{(s)}$ はコロイダルグラファイト塗布前の測定試料の密度と厚さである。

② Takahashi¹⁵⁾ によって開発された方法で、①で述べたコロイダルグラファイトのかわりに薄い熱吸収板を測定試料のレーザー照射面に接着して Q を知る方法である。この場合、あらかじめ吸収板と同じ物質を用いて Q^* に対する Q を測定する必要がある。Takahashi は熱吸収板にグラッシーカーボン、接着剤にはシリコングリスおよび銀ペーストを使用している。この方法による測定試料の比熱は次式で与えられる。

$$C_{p3} = \frac{\frac{Q}{\Delta T_{\max}} - (C_{p1} D_1 L_1 + C_{p2} D_2 L_2)}{D_3 L_3} \quad (7)$$

ここで、1, 2 および 3 は多層試料のうちの熱吸収板、接着剤および測定試料を表示している。

以上述べたように試料によるレーザーエネルギーの吸収の違いを一定にするための試料表面塗布剤または熱吸収板接着剤で 800°C 以上まで耐えるものはない。このため本実験では測定試料と熱吸収板(グラッシーカーボン)との間に白金板をはさみ、高温で圧着する方法を新しく開発した。この場合、グラッシーカーボン(GC-20)および白金板の厚さはそれぞれ $0.2 \sim 0.3 \text{ mm}$ および 0.05 mm である。一方、グラッシーカーボンの高温比熱は、Yokoyama¹⁶⁾ によって測定されたグラッシーカーボン GC-30 (3000°C で熱処理、密度 1.47 g/cm^3) の 800°C までの結果しか報告されていない。しかし、Takahashi および Westrum¹⁷⁾ によると 50°K 以上ではグラッシーカーボンと黒鉛の比熱は等しい。このため本実験では、図 3 4 に示すように AXM-5Q 黒鉛の比熱⁸⁾ と TPRC でまとめられた黒鉛の比熱¹⁸⁾ のうちからばらつきの比較的小さい 8 つのデータを選び、その平均値(図中実線)をグラッシーカーボンの比熱として用いた。レーザー照射に対するグラッシーカーボン GC-20 の熱吸収エネルギーは、図 3 5 に示すように照射エネルギーとともに直線的に増大する。熱吸収エネルギーは(3)式を用いて上述したグラッシーカーボンの比熱と測定された ΔT_{\max} から求めている。また、白金板を用いた高温圧着による熱吸収板と試料との熱的接触を調べるため、グラッシーカーボンの比熱を熱吸収板を用いた場合と用いない場合でそれぞれ測定した。この結果は、図 3 6 に示すように両者はよい一致を示している。

以上述べた方法によって測定した AXM-5Q 黒鉛(厚さ 1 mm) およびアルミナ(厚さ 0.5 mm 、密度 3.78 g/cm^3) の比熱の温度変化を図 3 7 および 3 8 に文献値^{8,19)} と比較して示す。図 3 7 には、室温における熱吸収板(グラッシーカーボン)と AXM-5Q 黒鉛の表面反射率がほぼ等しい(約 $3 \pm 1\%$) ことが確認されたので、熱吸収板を使用しない単体で測定した結果も示した。2 つの標準試料の結果から、比熱は $500^\circ \sim 1000^\circ\text{C}$ の範囲では $\pm 5\%$ 以内、 $1000^\circ \sim 1500^\circ\text{C}$ では $\pm 10\%$ 以内で測定できることが判った。しかし、本測定法では高温(約 1800°C) で圧着しているため白金と試料との両立性の検討が必要になる。

6. あ と が き

以上のべたように、Pu炭化物系燃料を対象としたレーザーフラッシュ法による非接触式測温の熱定数測定装置を製作し、性能試験の結果つぎのような性能を有することが明らかになった。

① 熱拡散率は真空中、 $500^{\circ}\sim 1800^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で精度 $\pm 3\%$ 以内で測定できる。

② 比熱は熱吸収板(グラスナーカーボン)を試料表面に接着することによって温度範囲 $500^{\circ}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ では $\pm 5\%$ 以内、 $1000^{\circ}\sim 1500^{\circ}\text{C}$ では $\pm 10\%$ 以内の精度で測定できる。

設計、製作および実際の熱定数測定から得られた今後同様な装置を製作するにあたって、とくに有用であると考えられる基本的事項をつぎに述べる。

① 操作および保守を考慮して、試料系および試料加熱炉を除く構成機器はすべてGB外側に設置する。

② グローブ操作による試料のセッティングを容易にするために、試料部を炉外まで移動できる構造にするのが望ましい。

③ 測定精度上重要になる機械的振動を防止するために

(i) 装置を設置する床は、防震構造にするのが望ましい。

(ii) 光学測定検出部、レーザーヘッドは頑強な一体構造の光学架台に設置する。

(iii) GB架台の構造強度は通常のものより強化する。

(iv) 機械的振動源の機器、振動を回避したい光学架台およびGBは床にアンカーボルトで頑強に固定する。

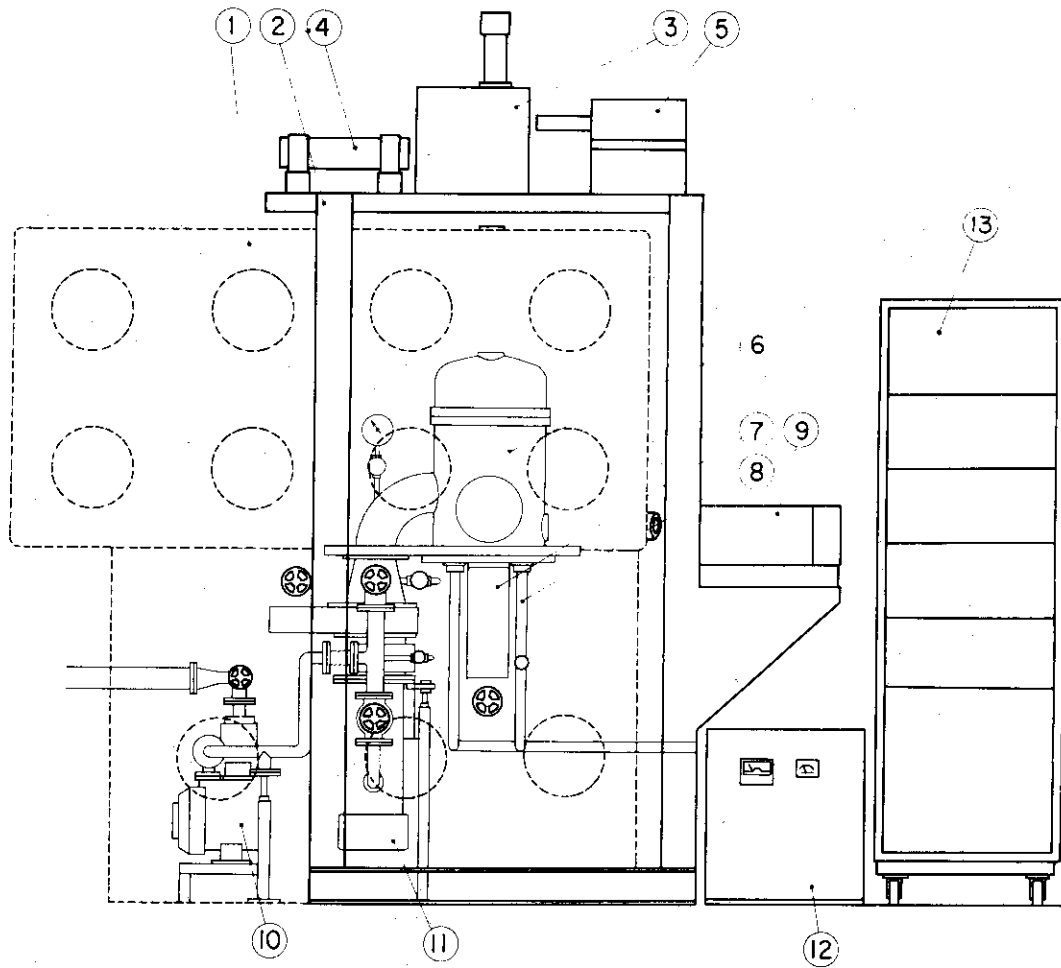
(v) 各構成機器は独立して設置し、機器相互間の振動伝播を避けた構造にする。

④ 試料部がGB内に組込まれるために構造上必然的に光学測定距離が増大する。さらにレーザー入射光路および測温光路の雰囲気遮断用窓の数が増大する。この結果、照射レーザーエネルギーの低下、レーザー光パターンの変形および光束の拡がりが生じるのでレーザーの出力、パターンおよび拡がり角については十分に吟味する。

おわりに、本装置を製作するにあたって終始ご指導をいただいた燃料工学部下川純一部長、同ブルトニウム燃料研究室渡辺齊室長並びに有益なご助言をいただいた燃料工学部の岩本多実次長、菊池武雄主任研究員、同燃料物性研究室高橋正氏に深く感謝の意を表します。また、装置の詳細設計ならびに製作を担当していただいた真空理工(株)の関係各位に厚く感謝いたします。

参考文献

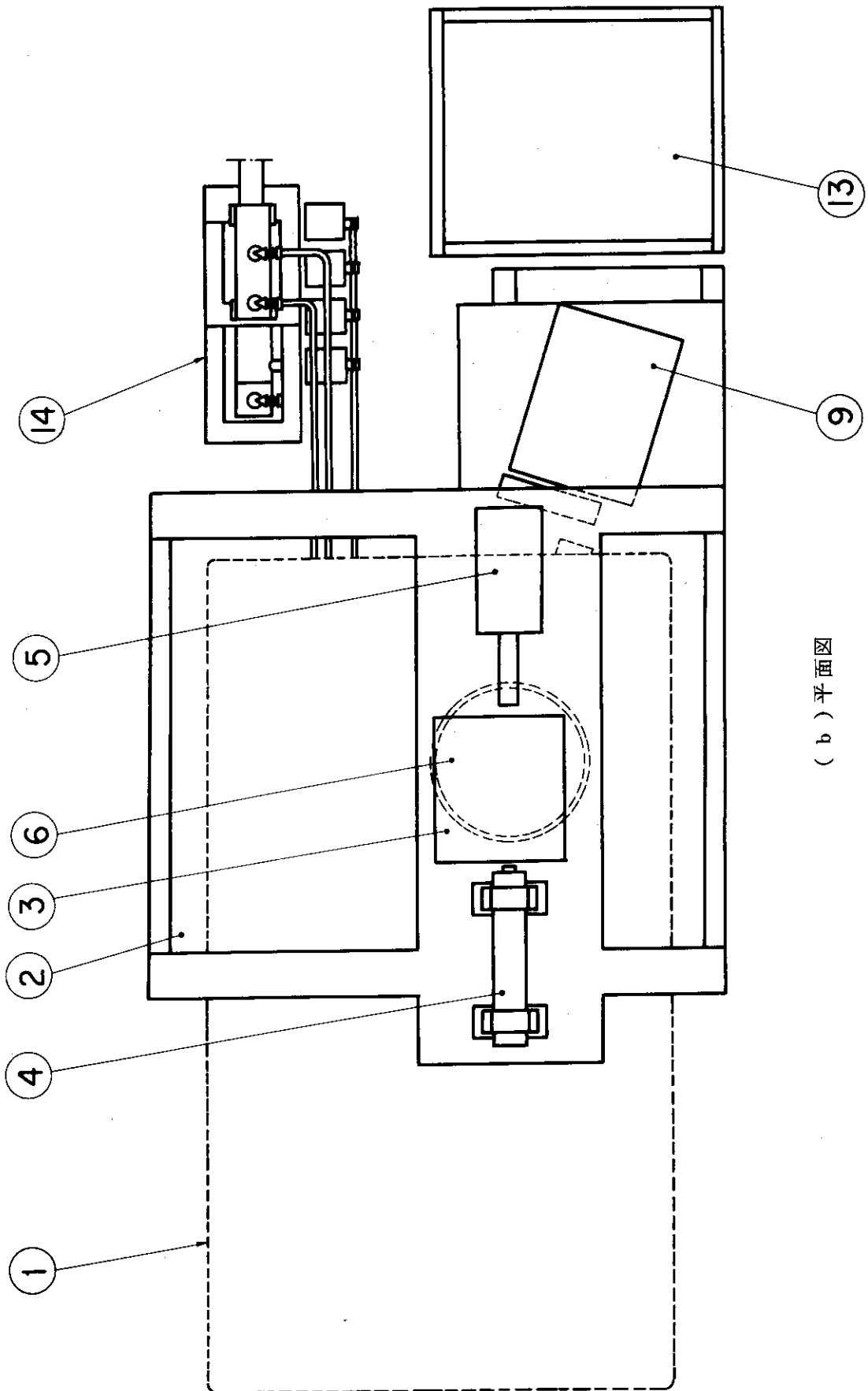
- 1) D.Shaw and L.A.Goldsmith ; J.Sci.Instrum. 43, 594 (1966)
- 2) R.L.Gibby ; BNWL-704 (1968)
- 3) J.F.Lagedrost, D.F.Askey, V.W.Storhok and J.E.Gates ; Nuclear Applications, 4, 54 (1968)
- 4) W.J.Parker, R.J.Jenkins, C.P.Butler and G.L.Abott ; J.Appl.Phys. 32, 1679 (1961)
- 5) 大洗研究所燃料研究棟本体施設使用手引(1977)
- 6) 吉永弘, 三石明善 ; 物理測定技術 5 卷, 飯田修一他編, 朝倉書店, 1967, P.68
- 7) R.C.Heckman ; J.Appl.Phys., 44, 1455 (1973)
- 8) S.Weisenburger ; High Temp. - High Press., 5, 475 (1973)
- 9) Thermophysical properties of matter, the TPRC series, vol.12, ed. Y.S.Touloukian, I F I / Plenum, 1973, P.157
- 10) R.D.Cowan ; J.Appl.Phys.34, 926 (1963)
- 11) J.A.Cape and G.W.Lehman ; J.Appl.Phys.34, 1909 (1963)
- 12) 金属学ハンドブック, 橋口隆吉編, 朝倉書店, 1962, P.589
- 13) Thermophysical properties of matter, the TPRC series, vol.10, ed.Y.S. Toulovkian, I F I / Plenum, 1973, P.83
- 14) J.B.Moser and O.L.Kruger ; J.Nucl. Mater., 17, 153 (1965)
- 15) Y.Takahashi ; J.Nucl. Mater., 51, 17 (1974)
- 16) 横山二郎, 村林真行, 高橋洋一, 向坊隆 ; 炭素 65, 44 (1971)
- 17) Y.Takahashi and E.F.Westrum ; J.Chem. Thermodynamics, 2, 847 (1970)
- 18) Thermophysical properties of matter, the TPRC series vol.5, ed. Y.S.Touloukian, I F I / Plenum, 1973, P.9
- 19) 文献 18) に同じ P.24



(a) 正面図

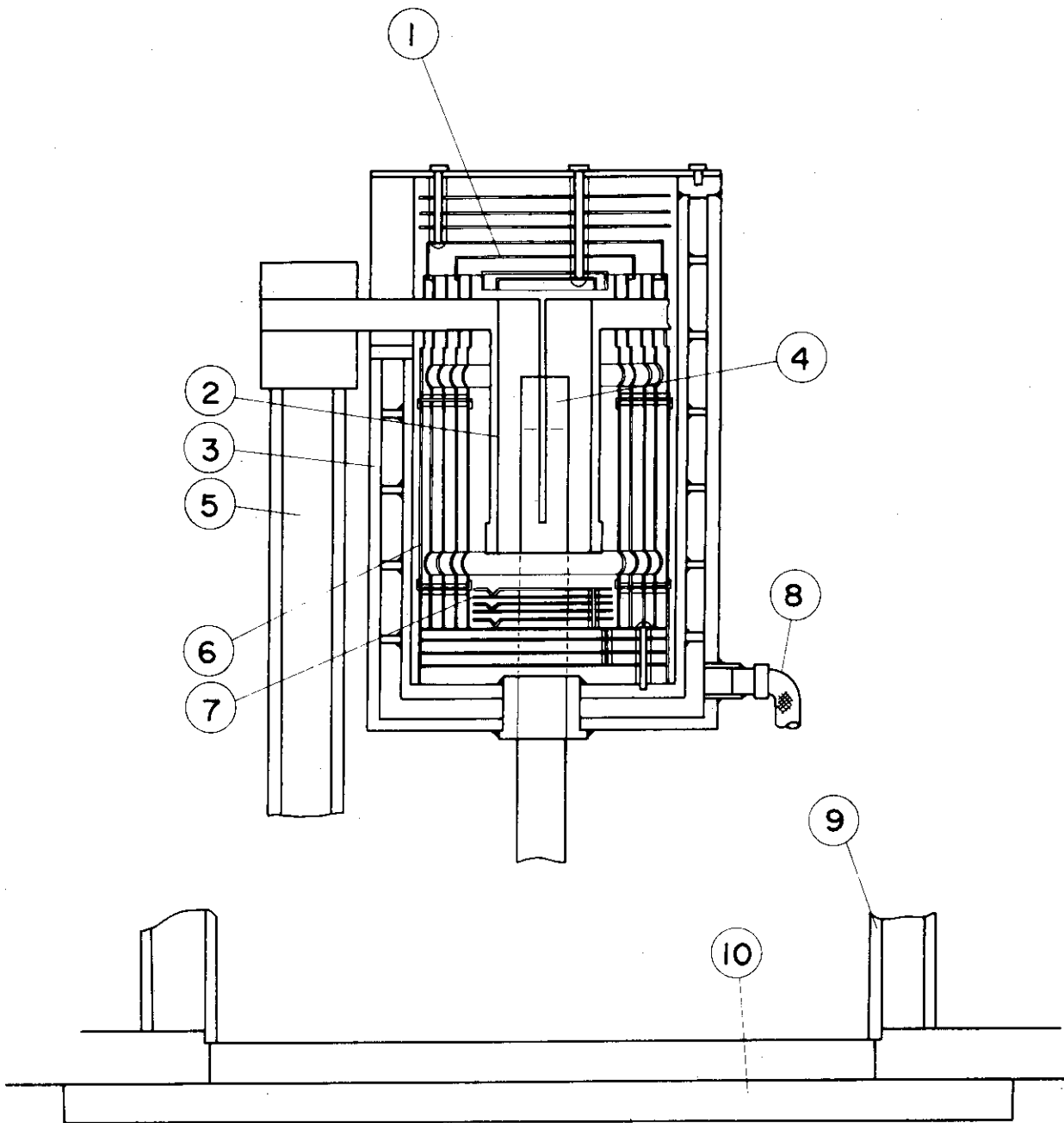
- | | |
|--|------------------|
| 1. グローブボックス | 8. 加熱用水冷電極 |
| 2. 光学架台 | 9. ルビーレーザーヘッド |
| 3. 光学測定部 (液体窒素冷却型 PbS 光伝導セル, 反射率測定用 Si 光伝導セル等) | 10. 油回転真空ポンプ |
| 4. He-Neレーザーヘッド | 11. 油拡散ポンプ |
| 5. 二色光温計 | 12. 加熱電源 |
| 6. 高温炉 | 13. 計測, 警報および操作部 |
| 7. 試料昇降機構部 | 14. 冷却水マニホールド |

図2 熱定数測定装置外観



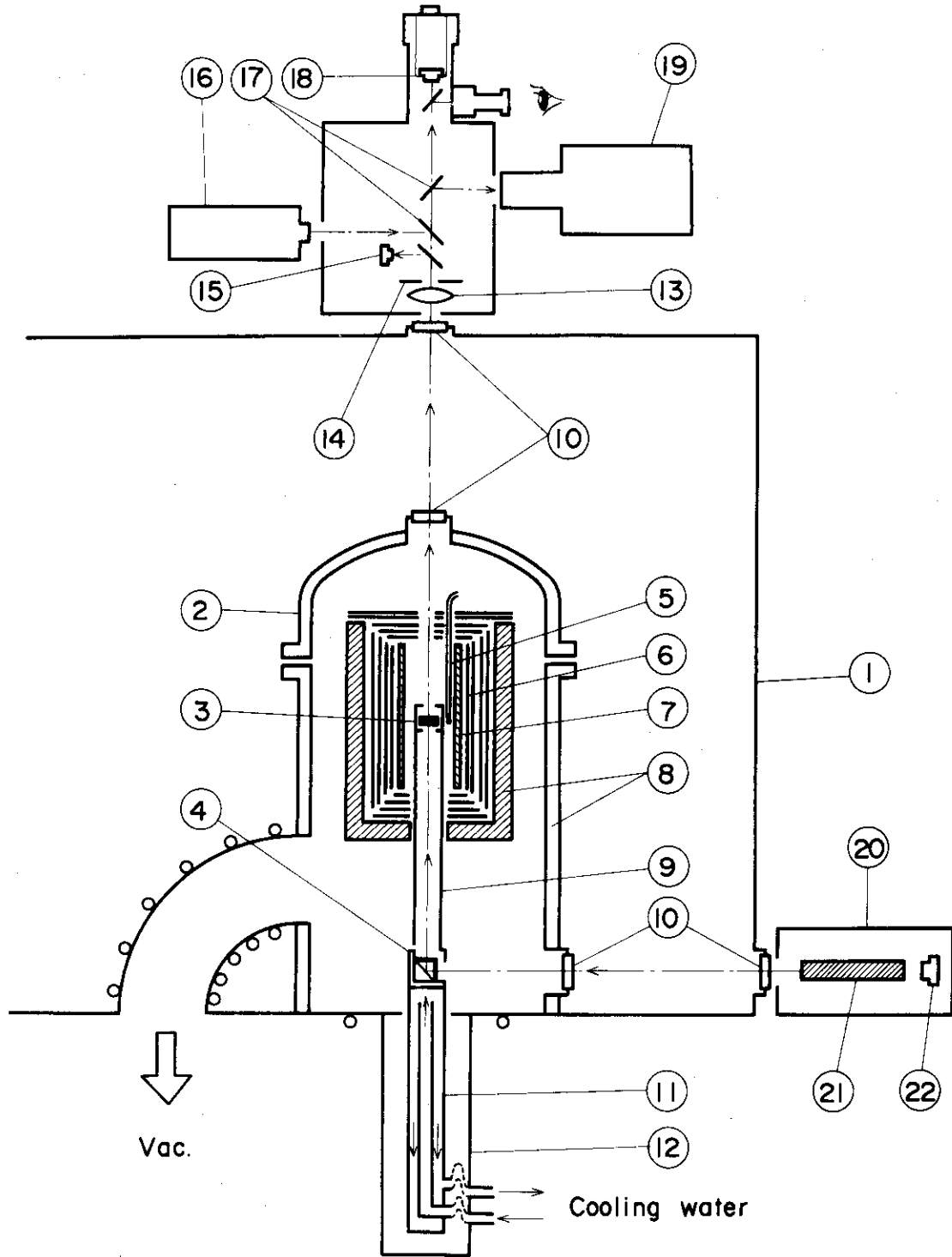
(b) 平面図

図 2 (b)



- | | |
|-----------------|------------|
| 1 上部リフレクター | 6 側面シールド |
| 2 タングステンメッシュヒータ | 7 下部シールド |
| 3 容器 | 8 冷却水管 |
| 4 試料台座およびタンタル筒 | 9 ベルジャ |
| 5 水冷電極 | 10 ベースプレート |

図3 高温炉試料加熱容器部



- | | | | |
|----|-----------------|----|-----------------|
| 1 | グローブボックス | 12 | 試料升降機構格納函 |
| 2 | 試料加熱炉 | 13 | レンズ |
| 3 | 試料 | 14 | 絞り |
| 4 | プリズム | 15 | Si光電導セル |
| 5 | 温度制御用熱電対 | 16 | He-Neレーザーヘッド |
| 6 | 熱遮蔽板 | 17 | 反射鏡 |
| 7 | 発熱体(タングステンメッシュ) | 18 | 液体窒素冷却型PbS光電導セル |
| 8 | 水冷ジャケット | 19 | 二色高温計 |
| 9 | タンタル筒 | 20 | ルビーレーザーヘッド |
| 10 | 石英窓 | 21 | ルビー結晶 |
| 11 | 試料升降軸 | 22 | Si光電導セル |

図4 高温炉，試料系，レーザー光路および測定光路

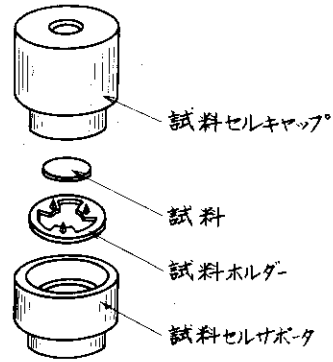
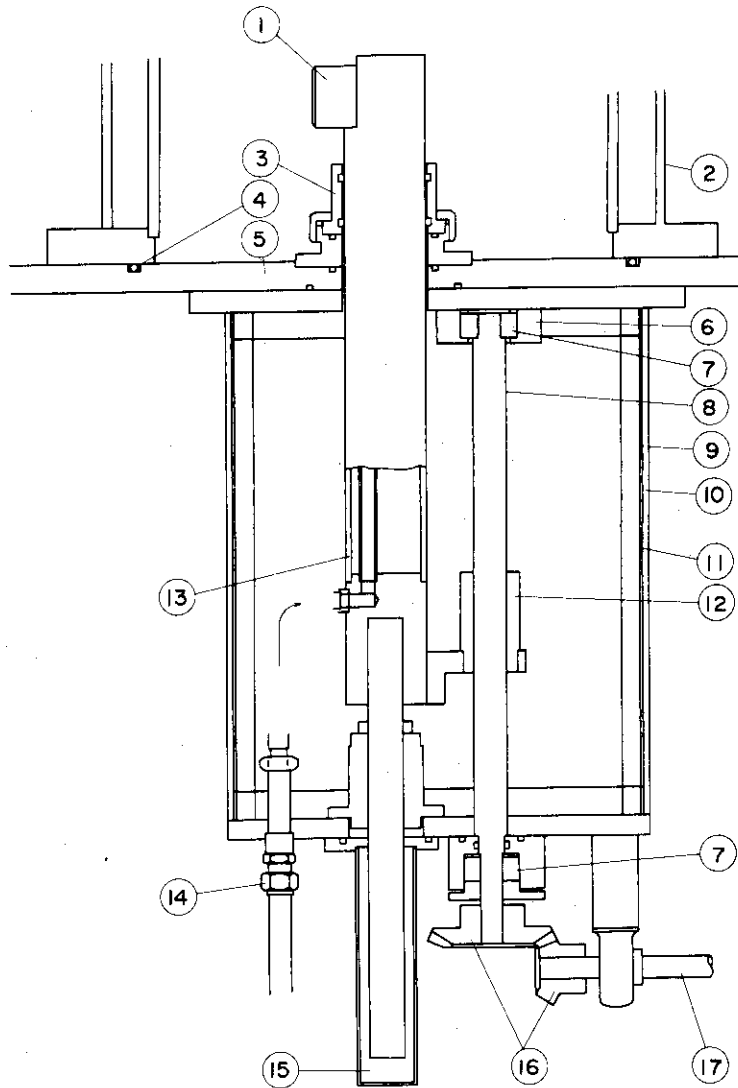
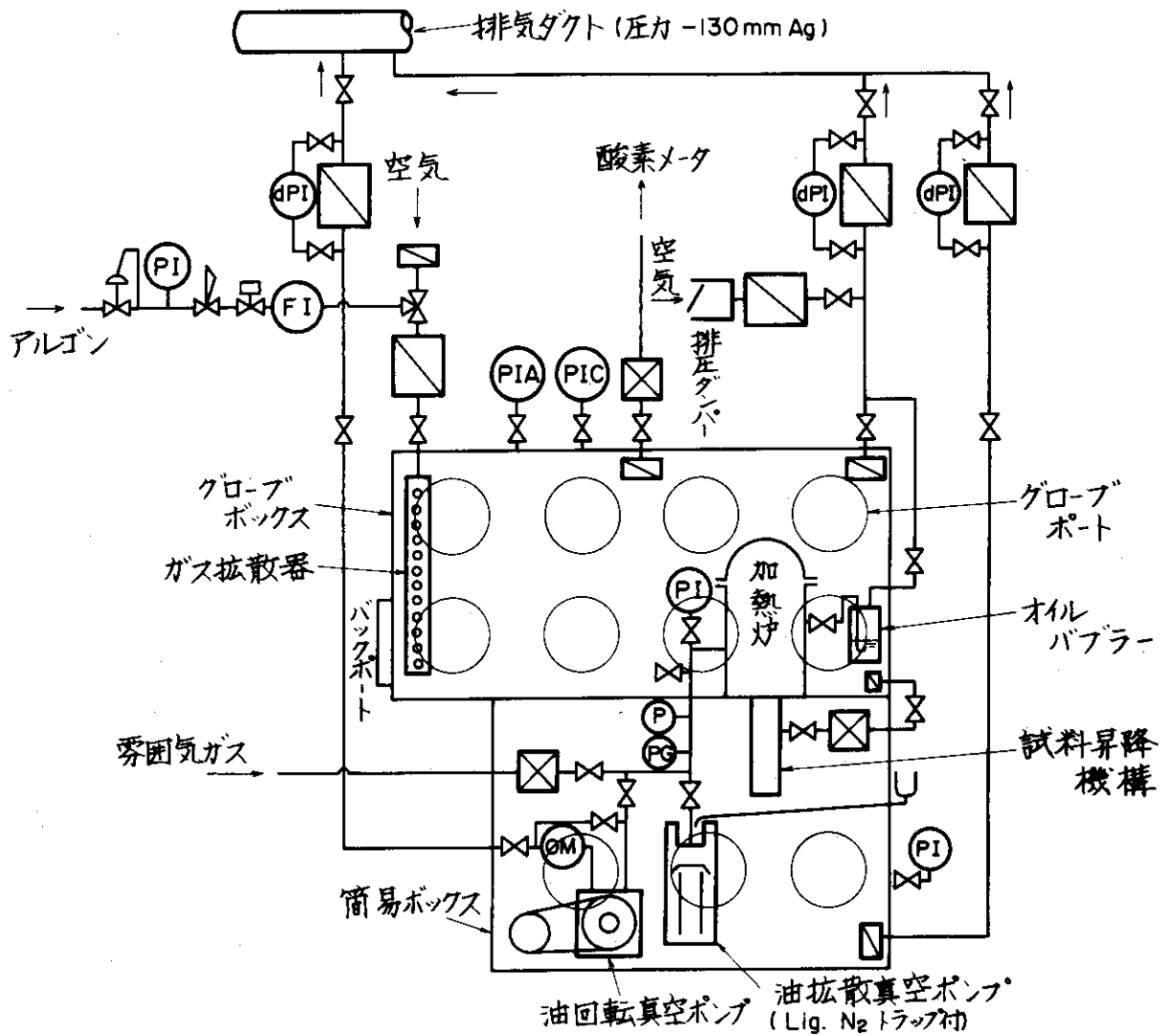


図5 試料保持部組立図



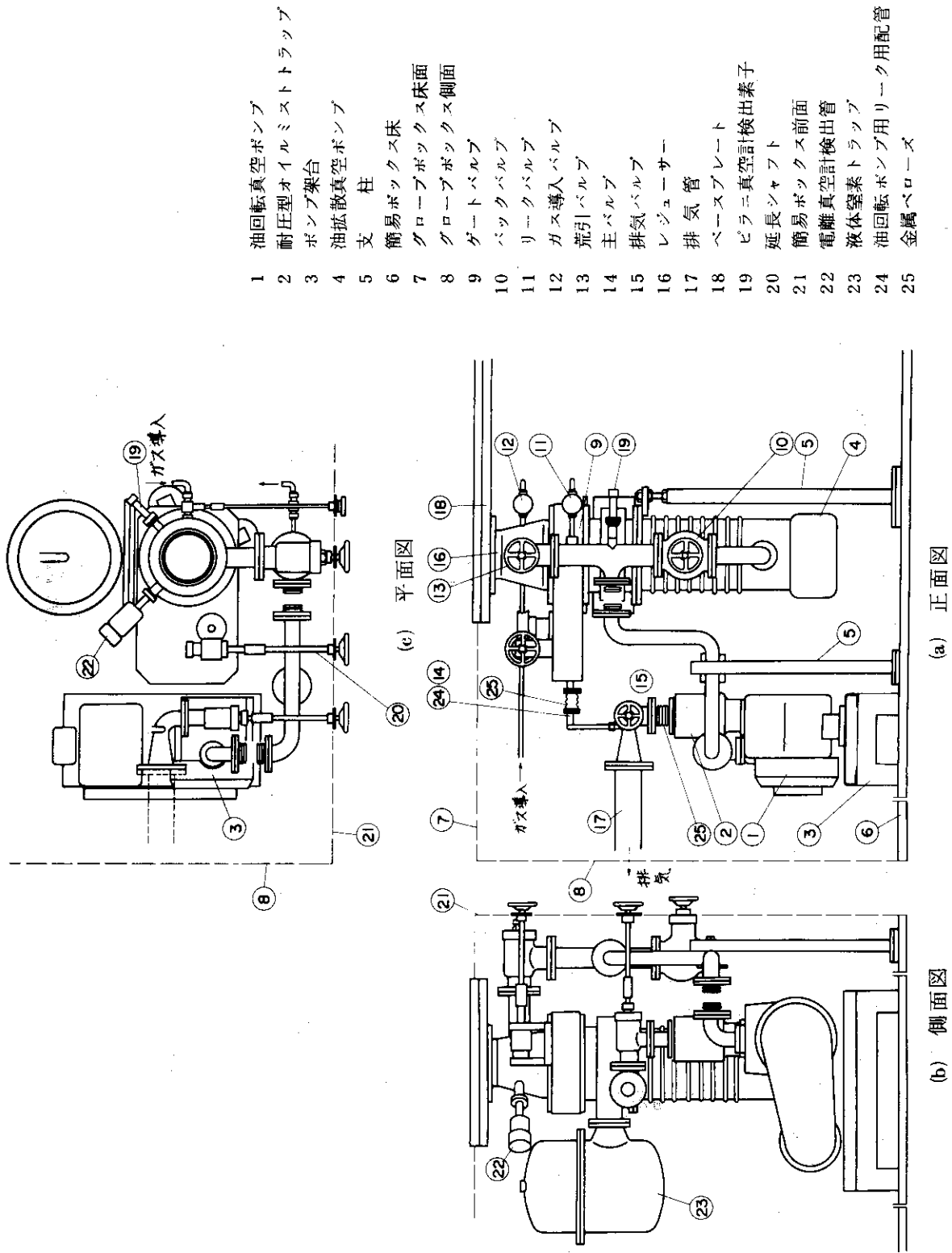
- | | | | |
|---|---------|----|--------|
| 1 | プリズム部 | 10 | 蓋 |
| 2 | ベルジャ | 11 | パッキング |
| 3 | シール金具 | 12 | 軸受 |
| 4 | Oリング | 13 | スライド軸 |
| 5 | ベースプレート | 14 | 冷却水管 |
| 6 | ベアリング金具 | 15 | 軸ストッパー |
| 7 | ベアリング | 16 | ギヤ |
| 8 | スライド軸 | 17 | 回転軸 |
| 9 | 気密函 | | |

図6 試料昇降機構部



- | | | | |
|-----|----------|-------|------------|
| ✕ | 開閉弁 (手動) | P | ペラニ真空計 |
| ⊗ | 電磁開閉弁 | PG | 電離真空計 |
| ⊘ | ニードル弁 | FI | 流量計 |
| ⊚ | 圧力調節弁 | OM | オイルミストトラップ |
| PI | 圧力指示計 | HEPA | HEPAフィルター |
| PIA | 微圧警報指示計 | ガスライン | ガスラインフィルター |
| PIC | 微圧調節指示計 | プレ | プレフィルター |
| dPI | 差圧計 | | |

図7 ガス供給系、真空排気系、グローブボックスおよび簡易ボックス給排気系フローシート



- 1 油回転真空ポンプ
- 2 耐圧型オイルミストトラップ
- 3 ポンプ架台
- 4 油拡散真空ポンプ
- 5 支柱
- 6 簡易ボックス床
- 7 グローブボックス床面
- 8 グローブボックス側面
- 9 ゲートバルブ
- 10 バックバルブ
- 11 リークバルブ
- 12 ガス導入バルブ
- 13 荒引バルブ
- 14 主バルブ
- 15 排気バルブ
- 16 レジューサー
- 17 排気管
- 18 ベースプレート
- 19 ビラニ真空計検出素子
- 20 延長シャフト
- 21 簡易ボックス前面
- 22 電離真空計検出管
- 23 液体窒素トラップ
- 24 油回転ポンプ用リーク用配管
- 25 金属ペロローズ

図8 簡易ボックス内真空排気装置

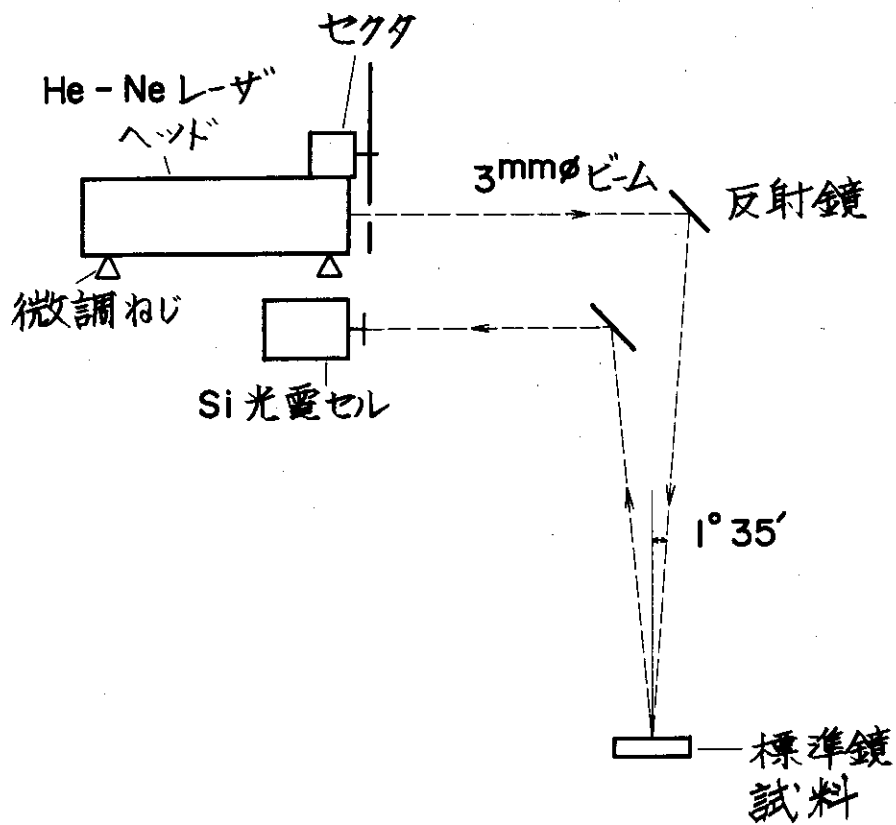


図9 反射率測定系

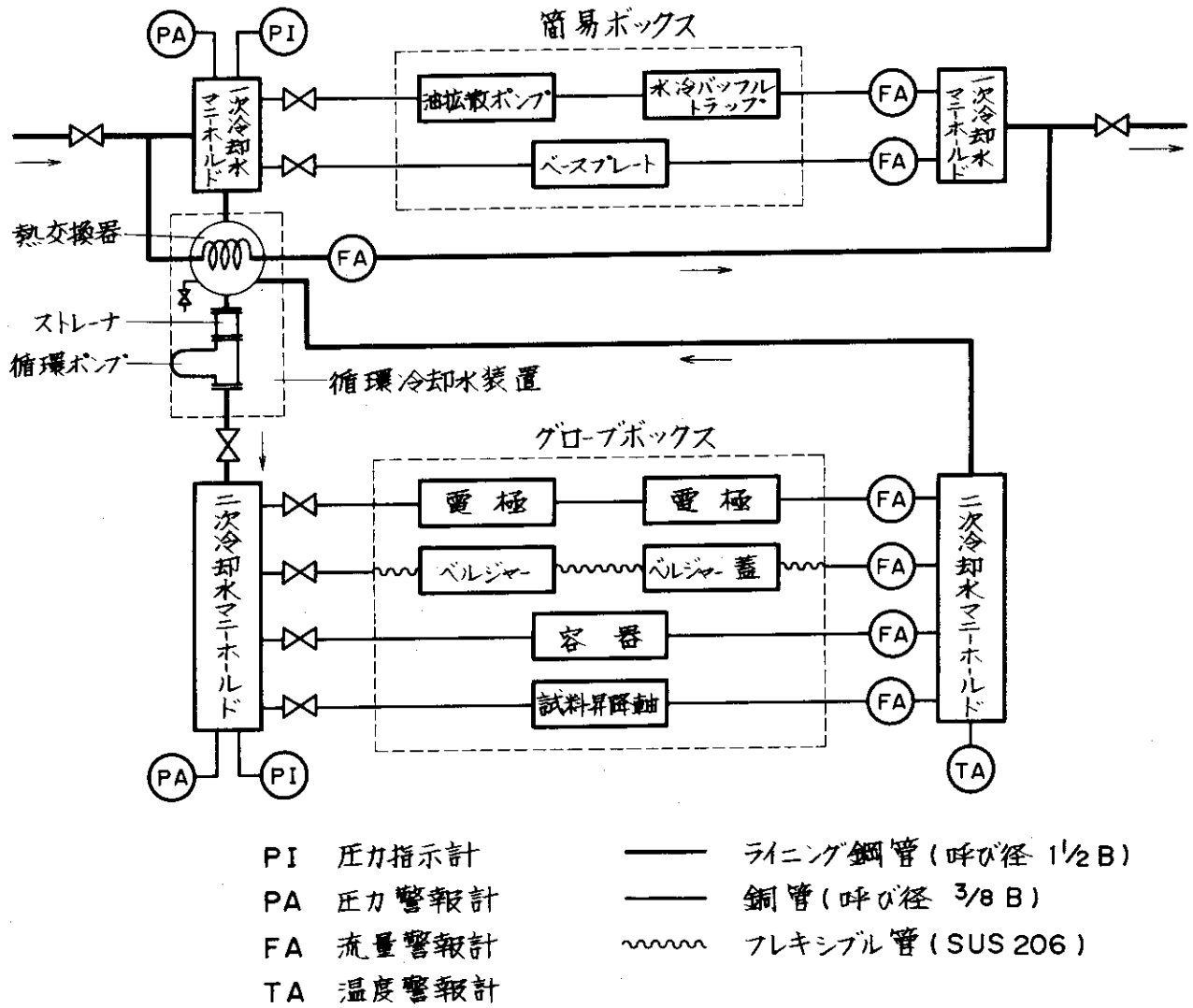
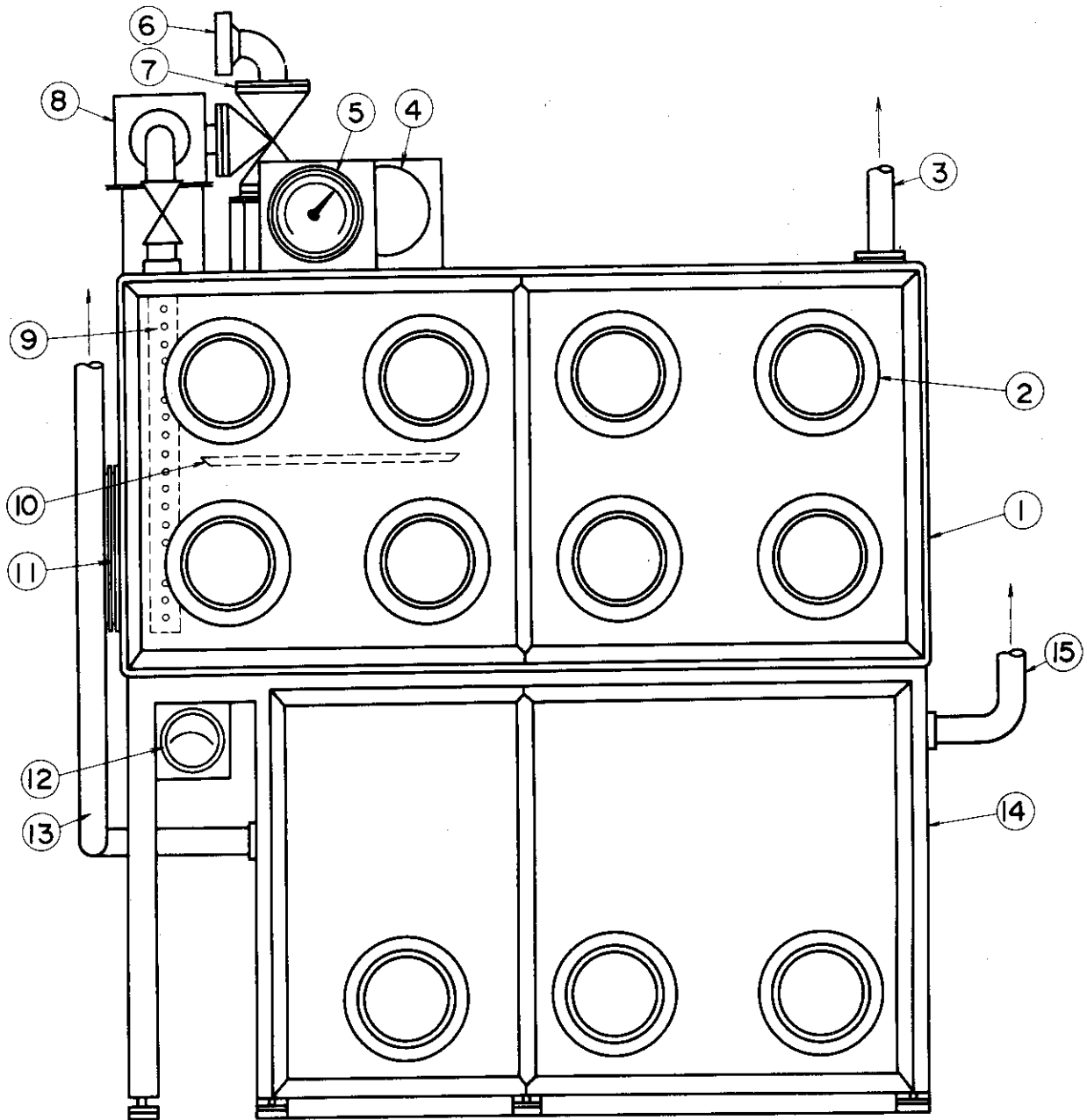


図10 冷却水フローシート



(a) 正面図

- | | |
|-----------------------|----------------------|
| 1 グローブボックス | 15 簡易ボックス排気管(呼び径50A) |
| 2 グローブポート | 16 金属ベローズ |
| 3 グローブボックス排気管(呼び径50A) | 17 流量計 |
| 4 微圧調節指示計(PIC) | 18 電磁開閉弁 |
| 5 微圧警報指示計(PIA) | 19 圧力調節弁 |
| 6 グローブボックス給気口 | 20 フィルター接続ポート |
| 7 三方弁 | 21 予備ガス導入ノズル |
| 8 HEPAフィルター | 22 予備口 |
| 9 ガス拡散器 | 23 電流導入端子箱 |
| 10 吊下げ棚 | 24 警報盤 |
| 11 バックポート | 25 電源盤 |
| 12 差圧計 | 26 測温窓 |
| 13 真空排気管 | 27 レーザ光入射窓 |
| 14 簡易ボックス | |

図11(a) グローブボックスおよび簡易ボックス

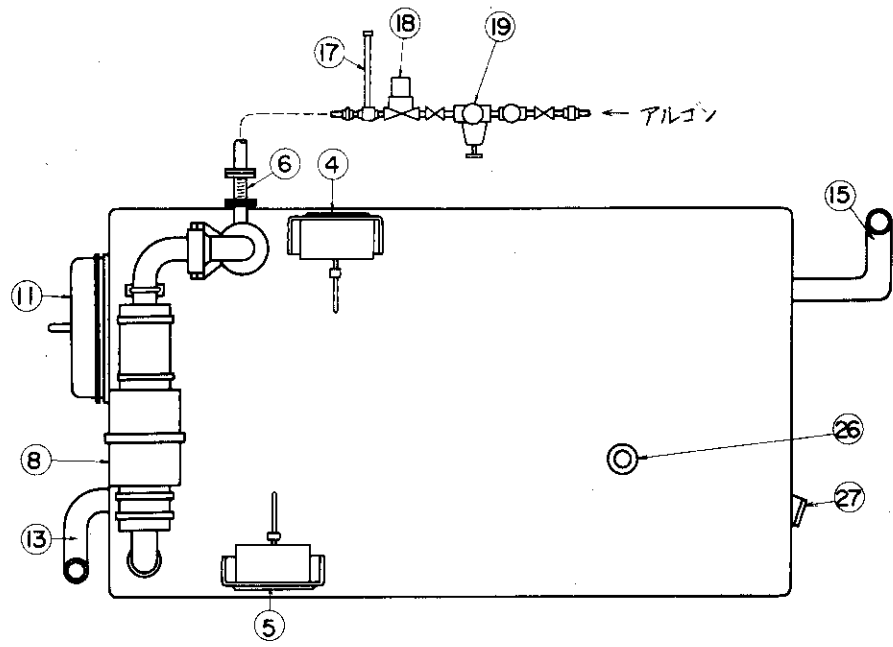


図 11 (b) 平面図

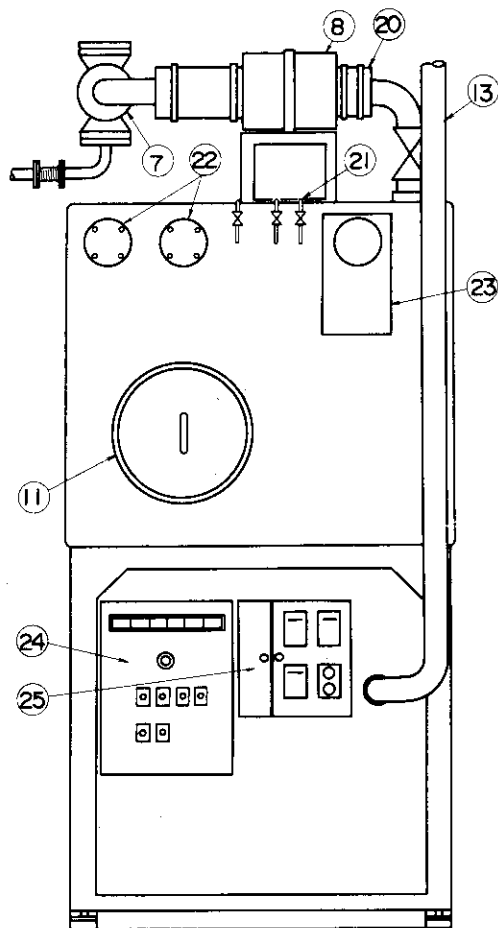
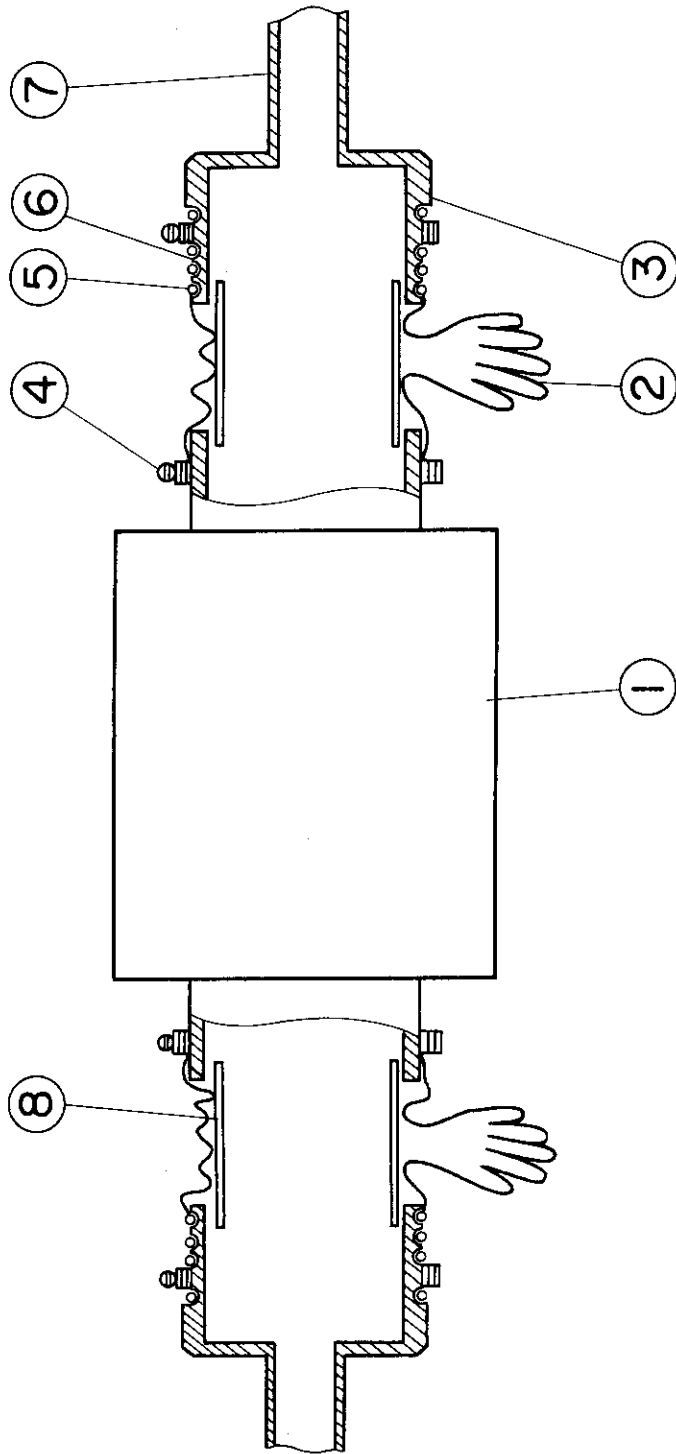
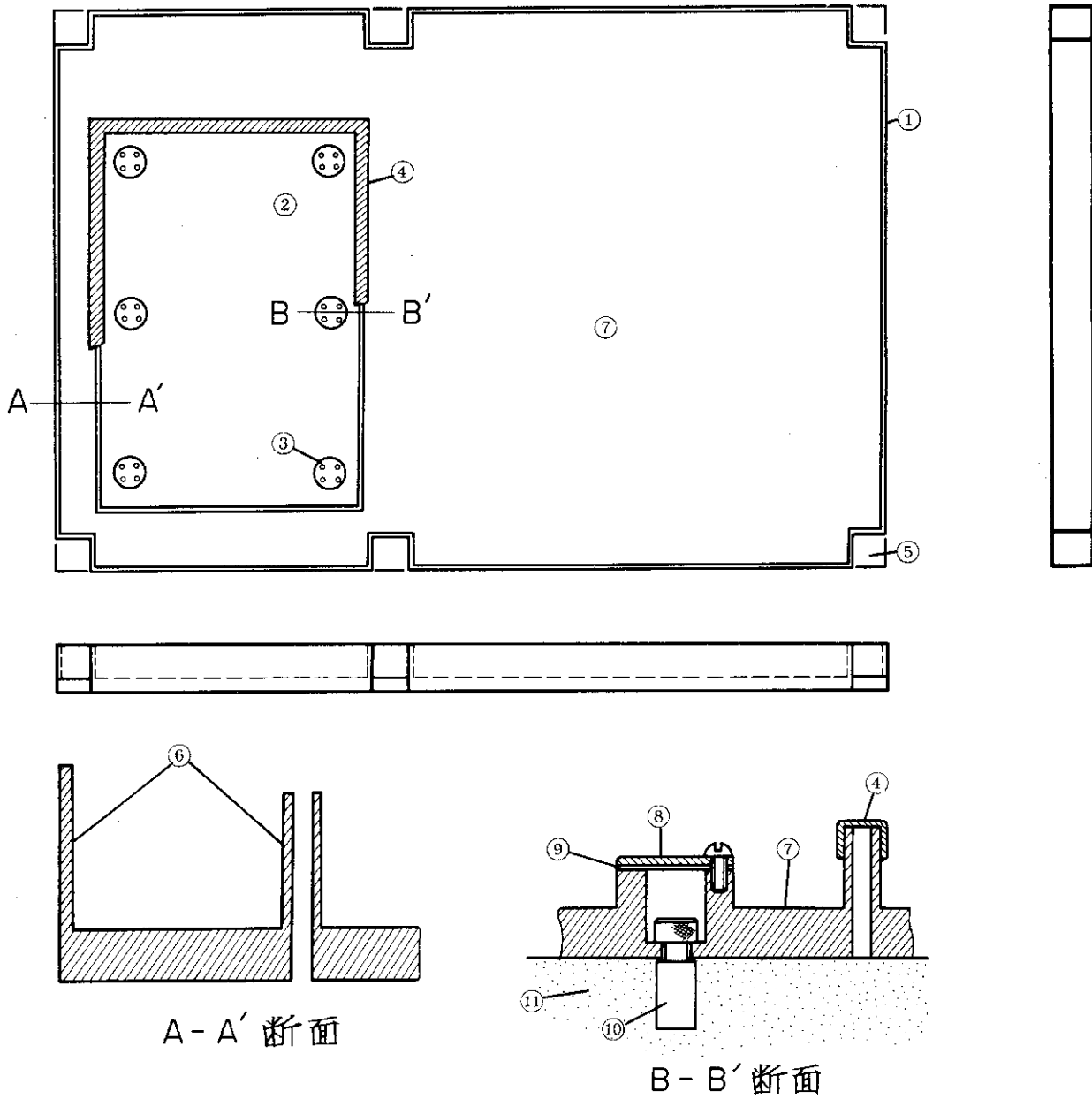


図 11 (c) 側面図



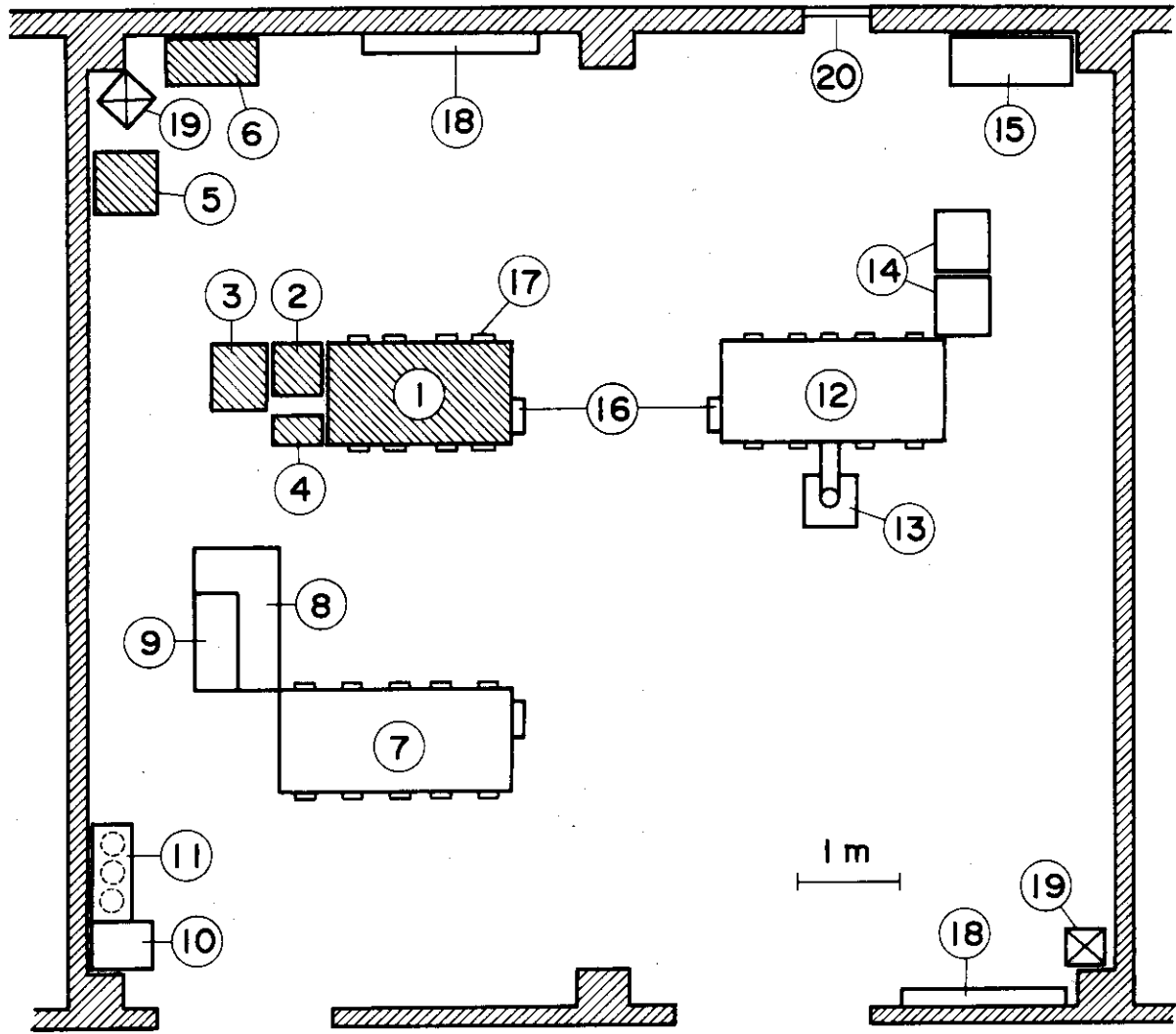
- 1. セルココンテンド型 HEPA フィルター
- 2. グローブ付ビニールバック
- 3. 接続ポート
- 4. 締付け用金属バンド
- 5. Oリング
- 6. Oリング溝
- 7. 配管(SUS 304, 呼び径 50A)
- 8. アクリル筒 (バック引込み防止用)

図12 排気系 HEPA フィルターおよび接続部



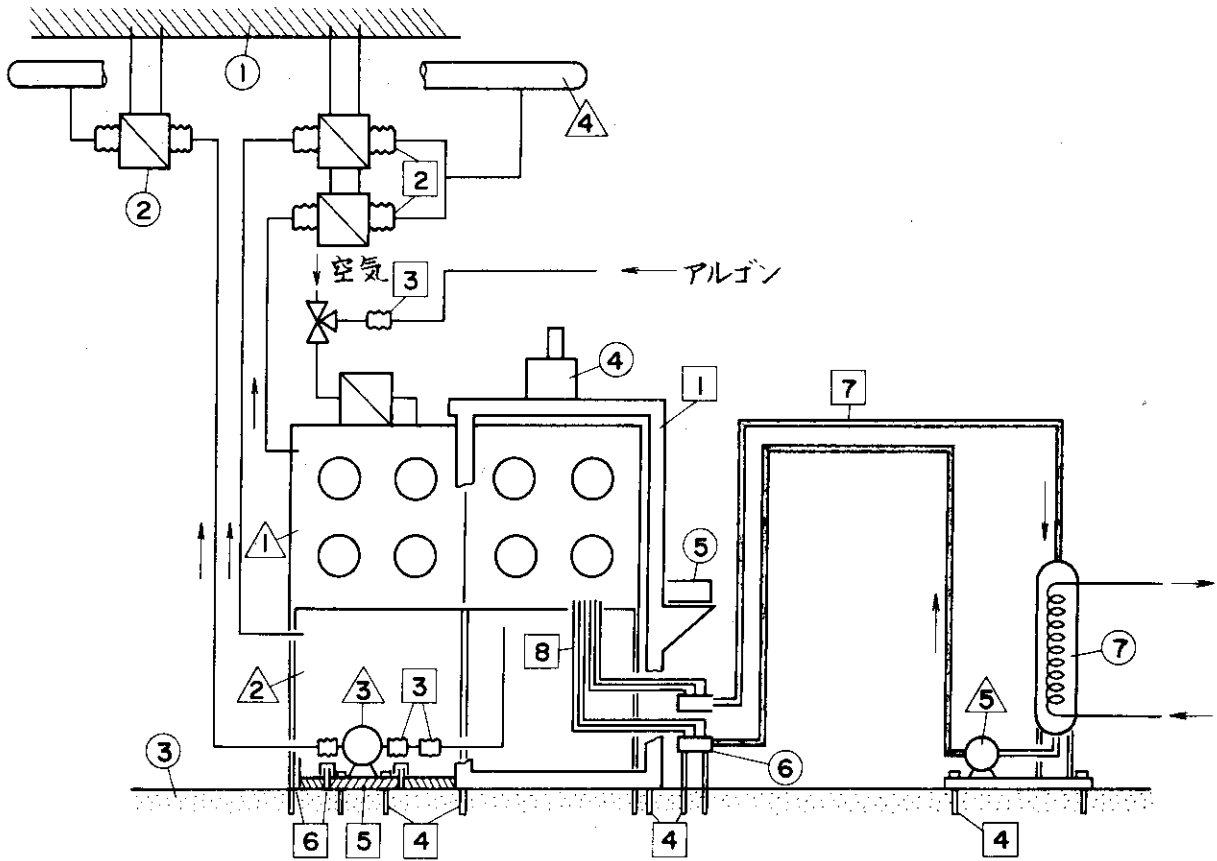
- | | |
|-----------------|------------|
| 1 簡易ボックス(受皿) | 6 立上り |
| 2 油回転真空ポンプ受皿 | 7 受皿底 |
| 3 アンカーボルト用孔 | 8 蓋 |
| 4 U型ネオプレンパッキング | 9 パッキング |
| 5 グローブボックス架台脚台座 | 10 アンカーボルト |
| | 11 実験室床 |

図13 簡易ボックス床(受皿)の構造



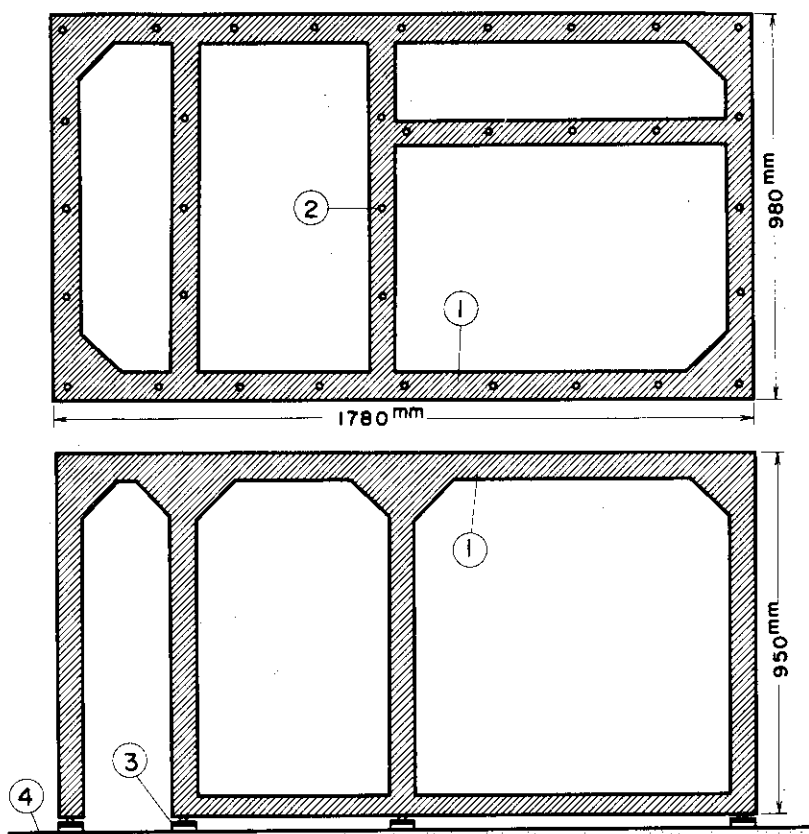
- | | |
|-----------------|------------------|
| 1 熱定数測定グローブボックス | 11 ガスポンベ立て |
| 2 同 上 加熱炉電源 | 12 蒸気圧測定グローブボックス |
| 3 同 上 計測制御盤 | 13 同 上 イオン真空ポンプ |
| 4 同 上 冷却水マニホールド | 14 同 上 計測制御盤 |
| 5 同 上 レーザ電源 | 15 同 上 冷却水循環装置 |
| 6 同 上 冷却水循環装置 | 16 バックポート |
| 7 高温熱処理グローブボックス | 17 グローブボックス |
| 8 同 上 計測制御盤 | 18 配電盤 |
| 9 同 上 簡易ボックス | 19 排気グリル |
| 10 同 上 冷却水循環装置 | 20 非常口 |

図14 実験グローブボックス



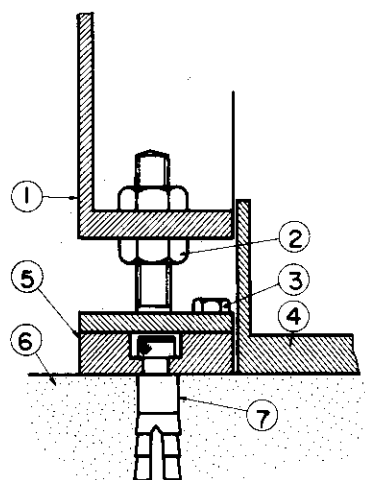
場所および機器名	振動源および共振体	振動防止
① 天井	△ グロブボックス	□ 1 光学架台
② HEPAフィルター	△ 簡易ボックス	□ 2 ビニールバック
③ 床	△ 油回転真空ポンプ	□ 3 金属ベローズ
④ PbS光電導セル	△ 排気ダクト	□ 4 アンカーボルト
⑤ レーザヘッド	△ 冷却水循環ポンプ	□ 5 受皿(床厚19mm)
⑥ 冷却水マニホールド		□ 6 非接触
⑦ 冷却水熱交換器		□ 7 配管(呼び径40A)
		□ 8 配管(Cu, 6A)

図 15 機械的振動源およびその防止



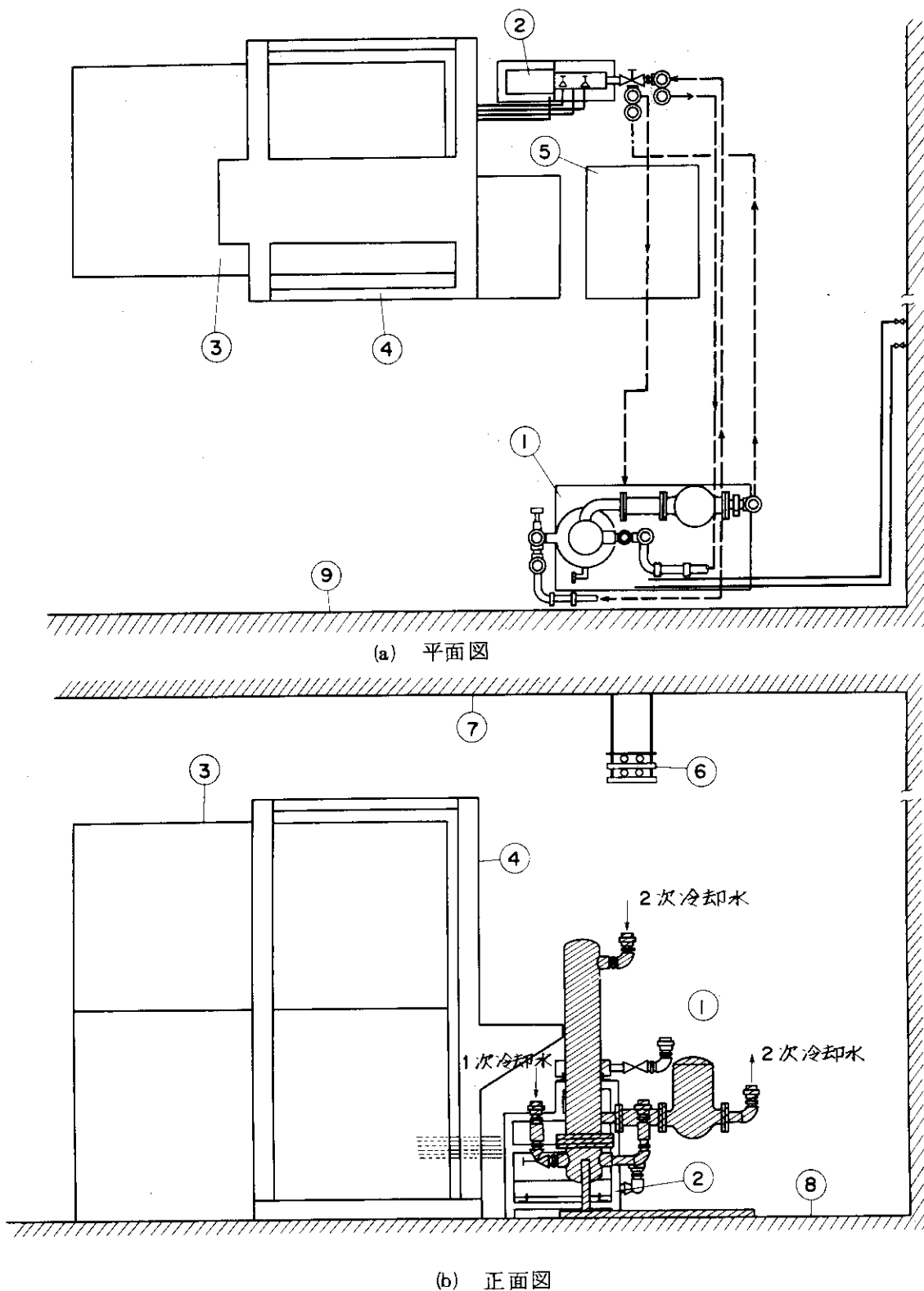
- | | |
|---------------------|---------------|
| 1 架 台 | 3 台座 (高さ微調付き) |
| 2 グローブボックスとの固定用ボルト孔 | 4 実験室床 |

図 16 グローブボックス架台
(上：平面図，下：正面図)



- | | |
|----------------|-----------------|
| 1 グローブボックス架台脚 | 5 台 座 |
| 2 固定ナット | 6 実験室床 |
| 3 固定ボルト | 7 アンカーボルト (M10) |
| 4 簡易ボックス床 (受皿) | |

図 17 グローブボックス架台の床固定方法



- | | |
|---------------------|---------|
| 1 冷却水循環装置 | 6 配管吊下げ |
| 2 冷却水 マニホールド | 7 実験室天井 |
| 3 グローブボックスおよび簡易ボックス | 8 実験室床 |
| 4 光学架台 | 9 実験室壁 |
| 5 計測制御盤 | |

図 18 冷却水関係装置配置および配管

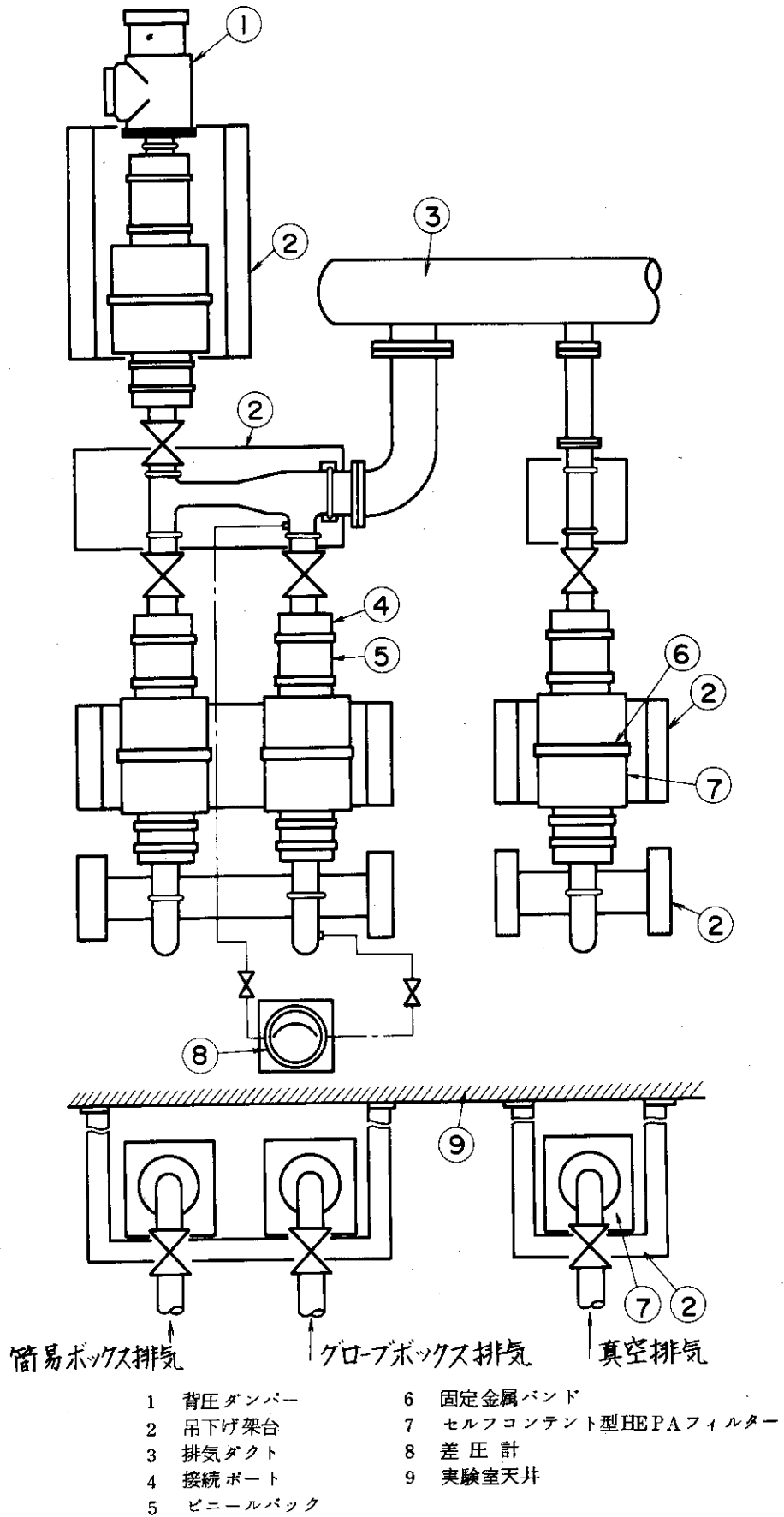


図 19 排気系HEPAフィルターの設置方法

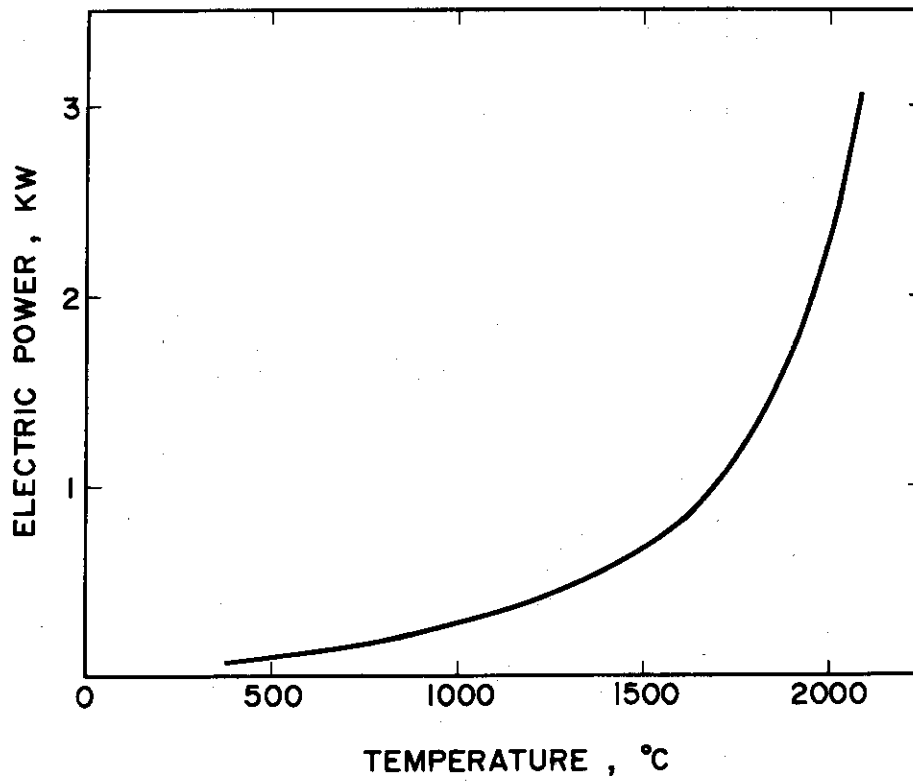


図20 炉温度と消費電力の関係

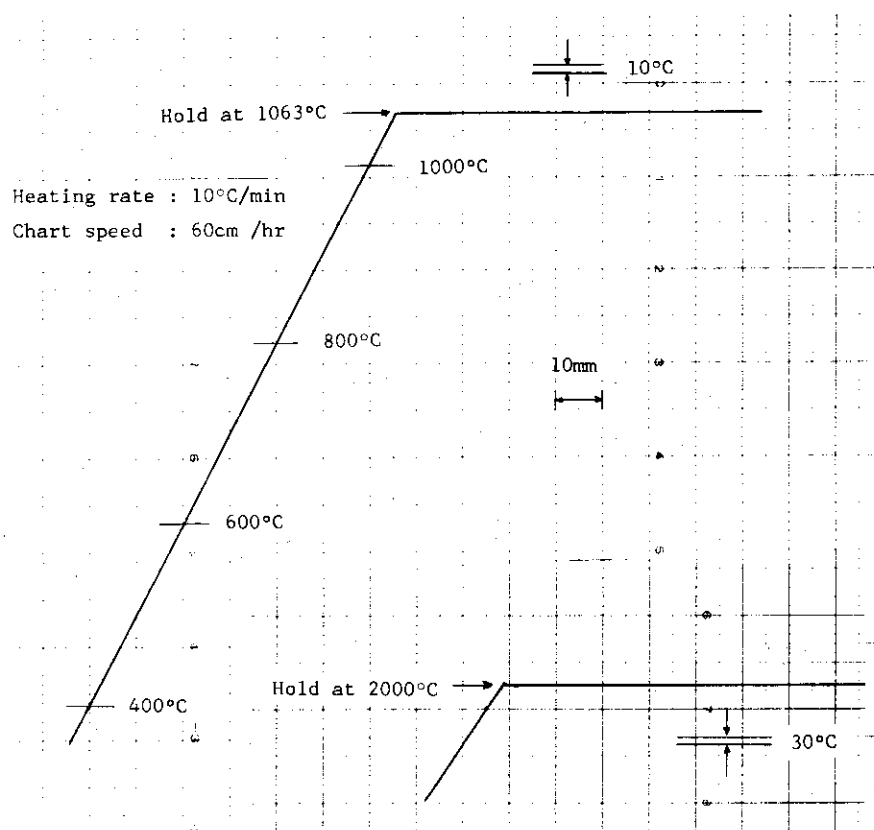


図21 プログラム自動昇温および温度制御試験における温度変化

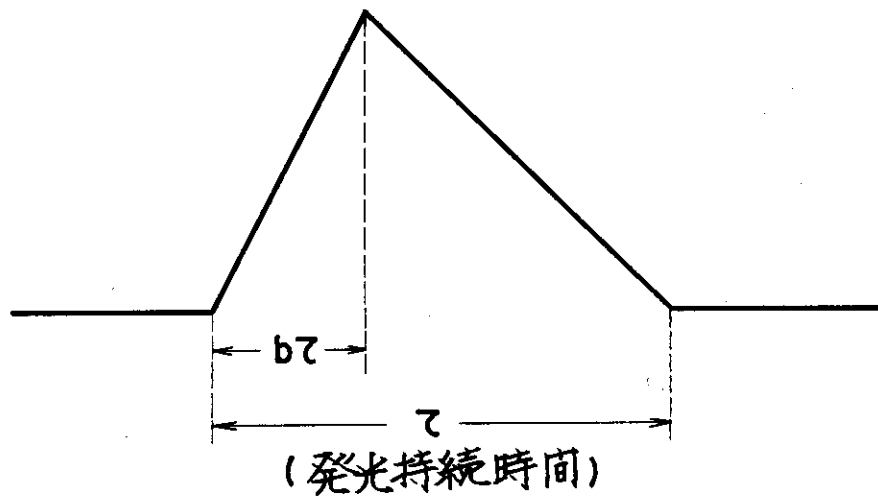


図 2 2 レーザパルスの形状

表 1 レーザ出力とレーザ発光持続時間との関係

発射エネルギー (Joule)	発光持続時間 τ (μsec)	最大エネルギー位置* $b\tau$ (μsec)	b
4	400	120	0.3
6	510	160	0.3
8	600	200	0.3

* 図 2 2 参照

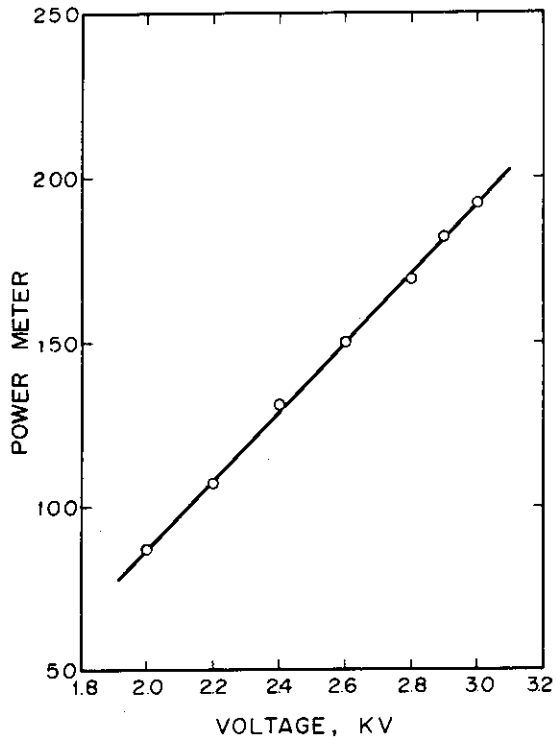


図 23 レーザ発射エネルギー（レーザ出力計指示値）と励起入力電圧との関係

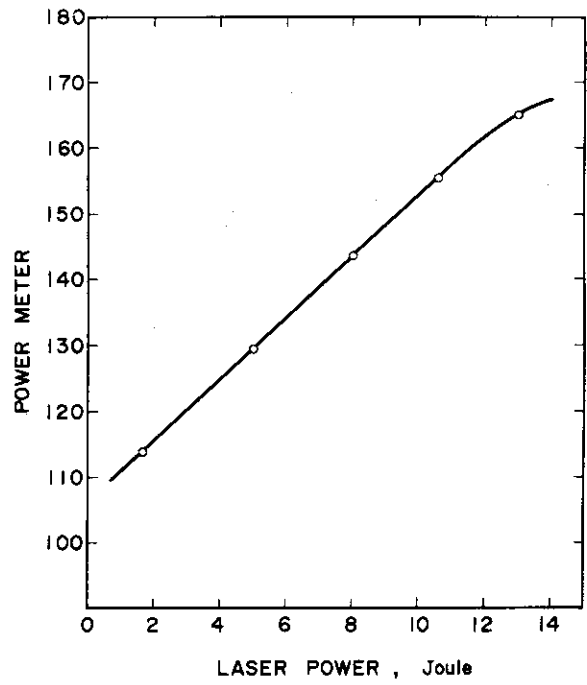


図 24 レーザ出力計の検量線

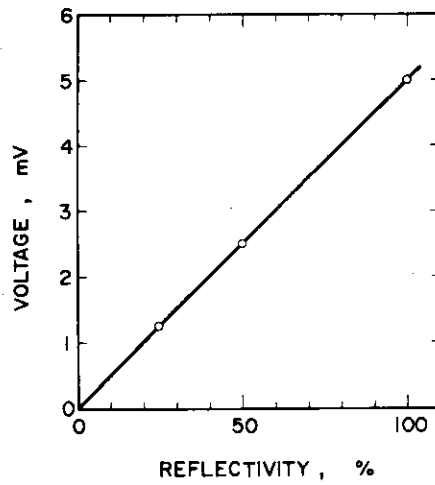


図 25 反射率測定計の検量線

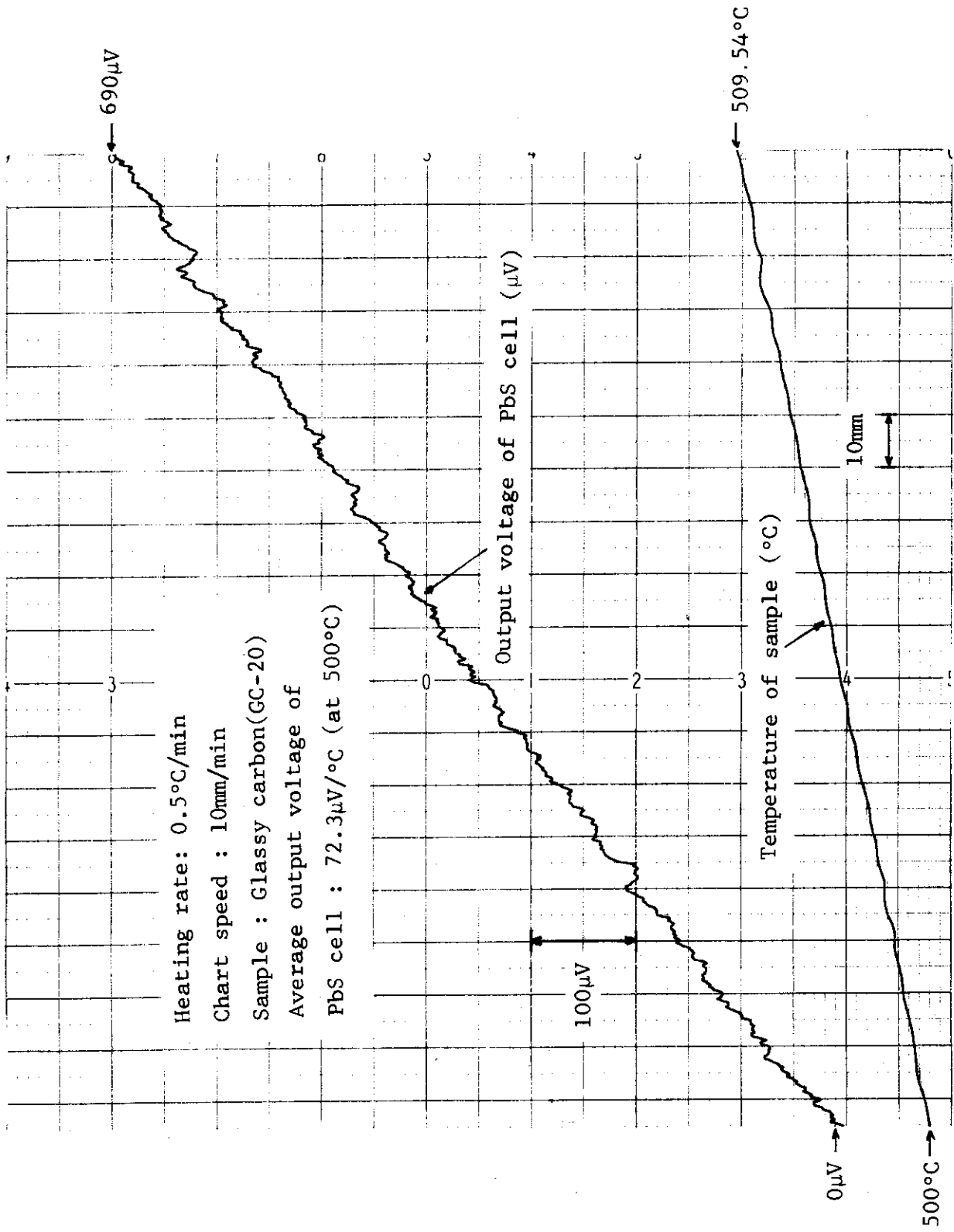


図 26 500°C 付近における PbS セルの出力の温度変化

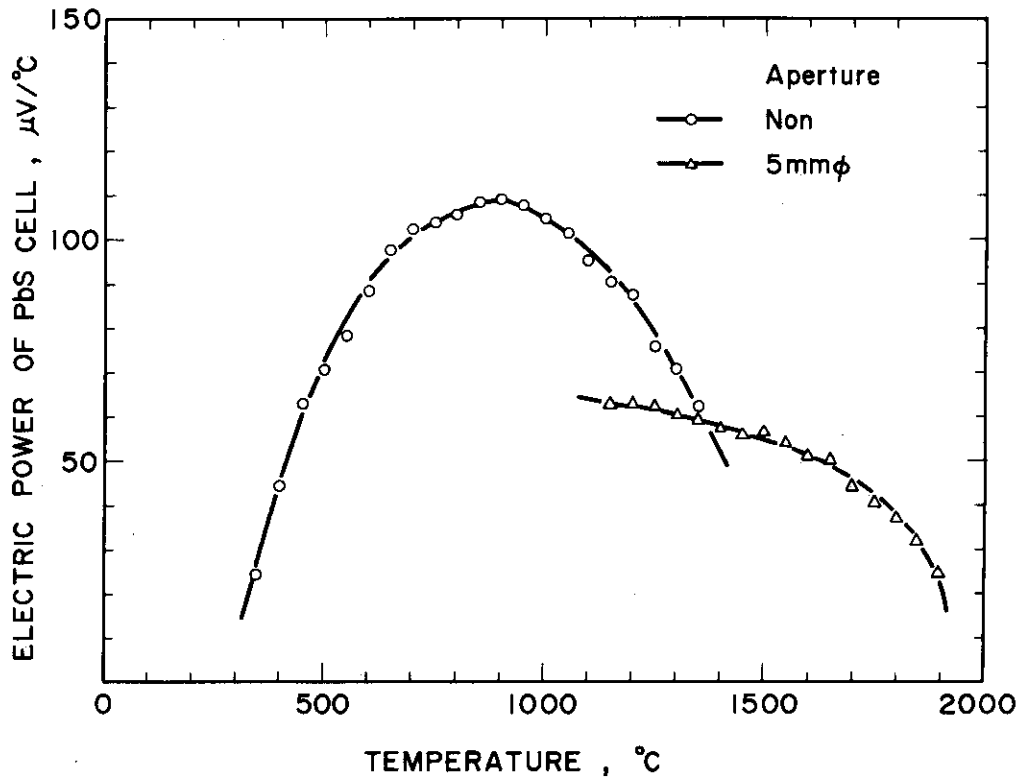


図 27 PbSセルの出力の温度変化

Sample: Glassy carbon(GC-20)

Dimension $10\phi \times 0.80_3$

Density $1.36\text{g}/\text{cm}^3$

Temperature 560°C

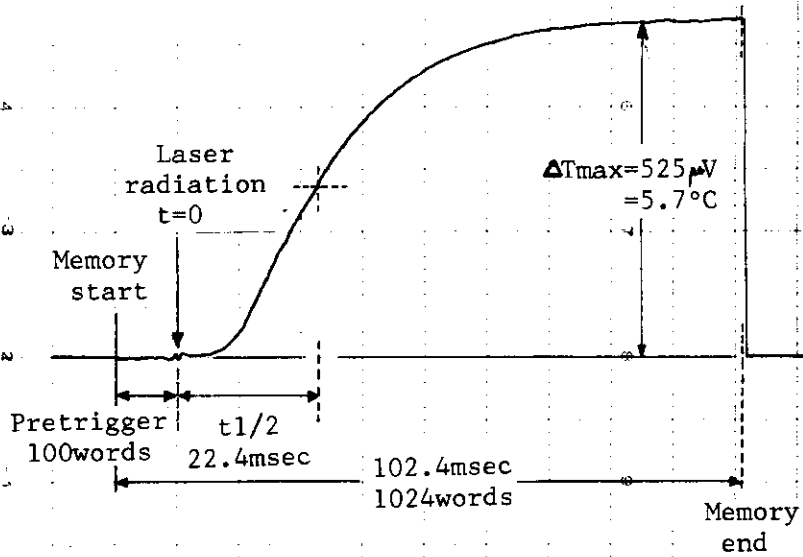
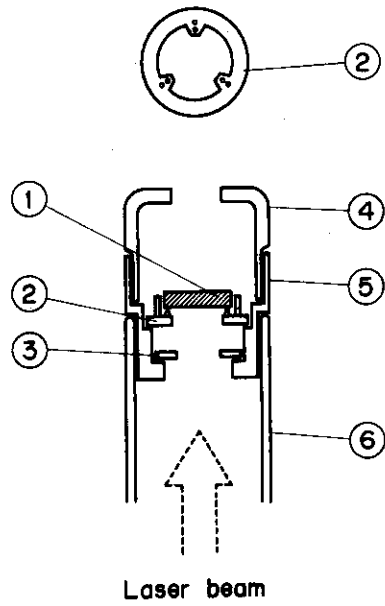


図 28 レーザ照射試料表面温度の時間変化曲線



- | | |
|----------|--------|
| 1 試料 | 4 蓋 |
| 2 試料ホルダー | 5 サポート |
| 3 スリット | 6 Ta筒 |

図29 試料ホルダー部

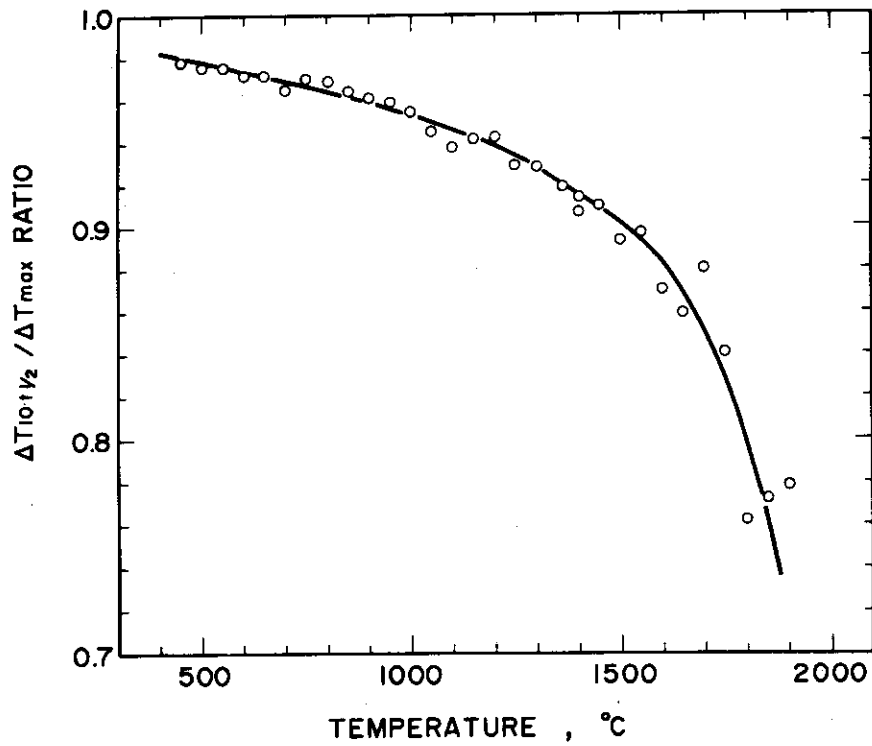


図30 熱損失の温度変化(試料: グラッシーカーボンGC-20, 厚さ: 1.0 mm)

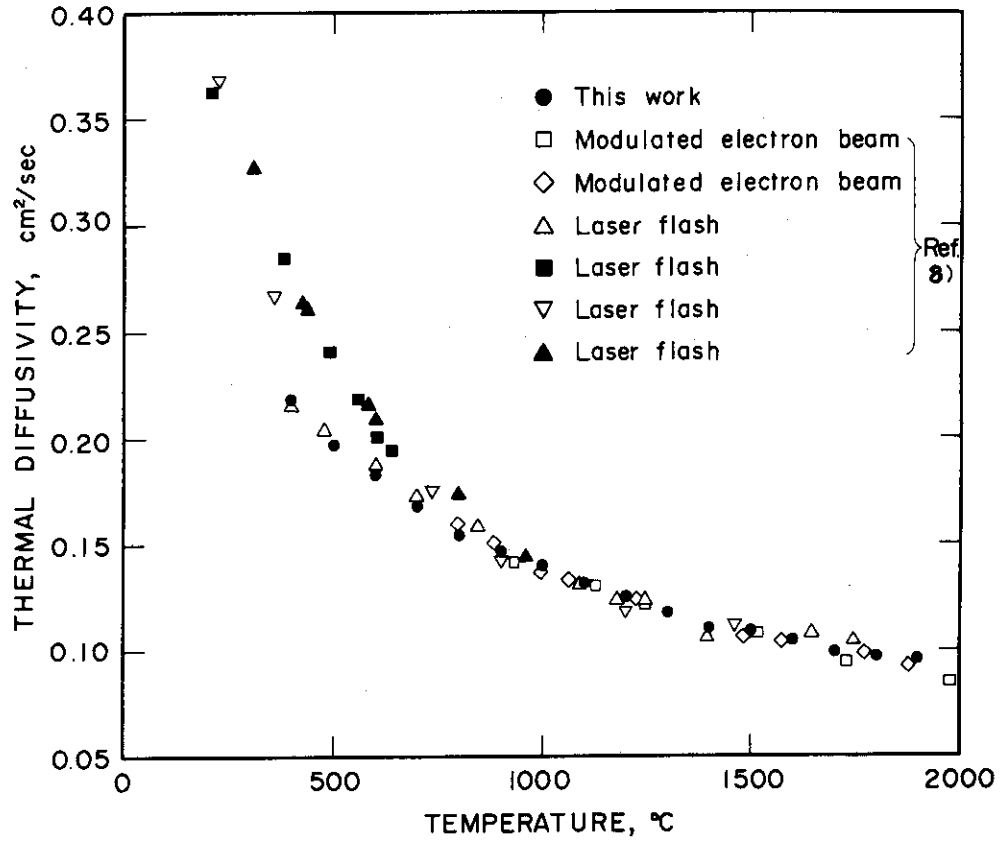


図 31 AXM-5Q グラファイト (密度 1.70 g/cm^3 , 厚さ $1 \sim 2 \text{ mm}$) の熱拡散率の温度変化

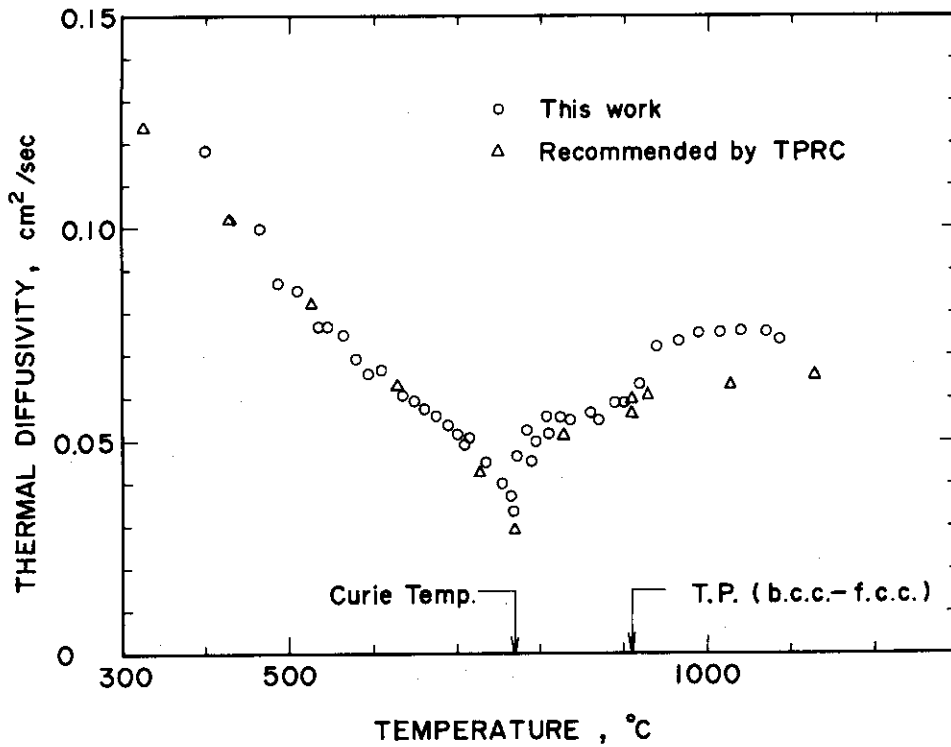


図 32 純鉄 (厚さ 1.5 mm) の熱拡散率の温度変化

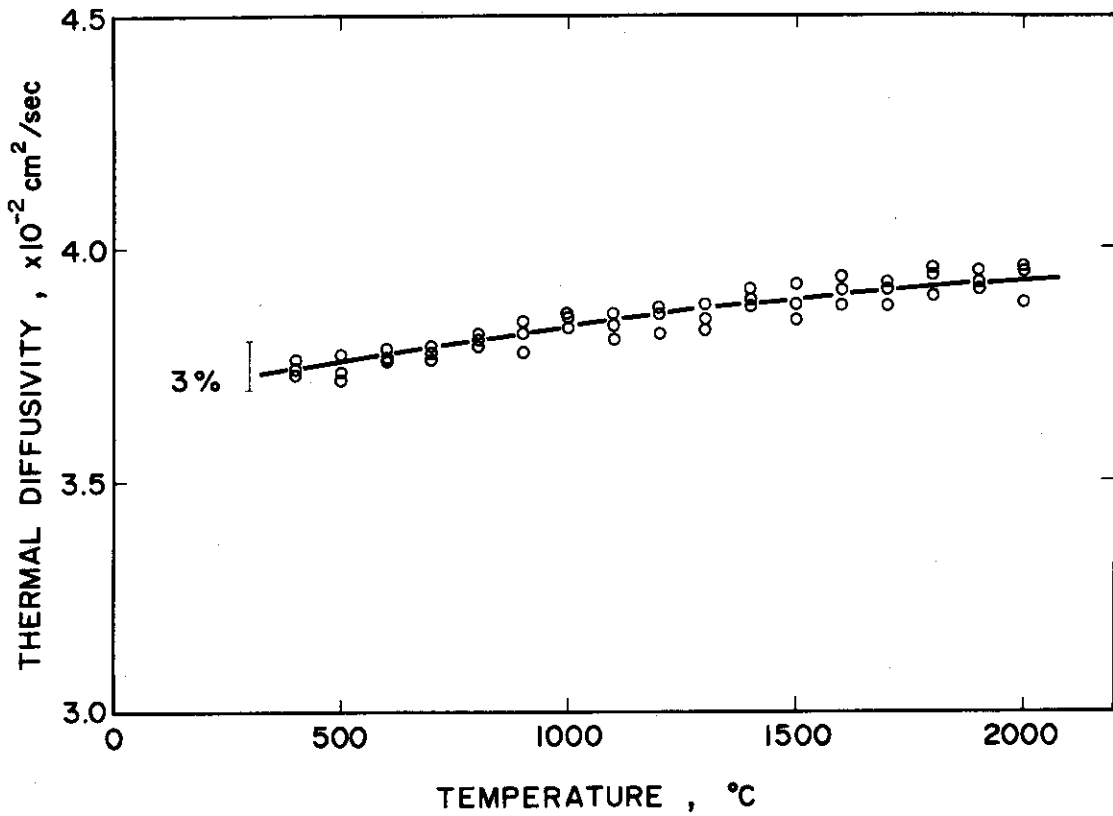


図 33 グラッシーカーボン (GC-20) (厚さ 1.0 mm) の熱拡散率の温度変化

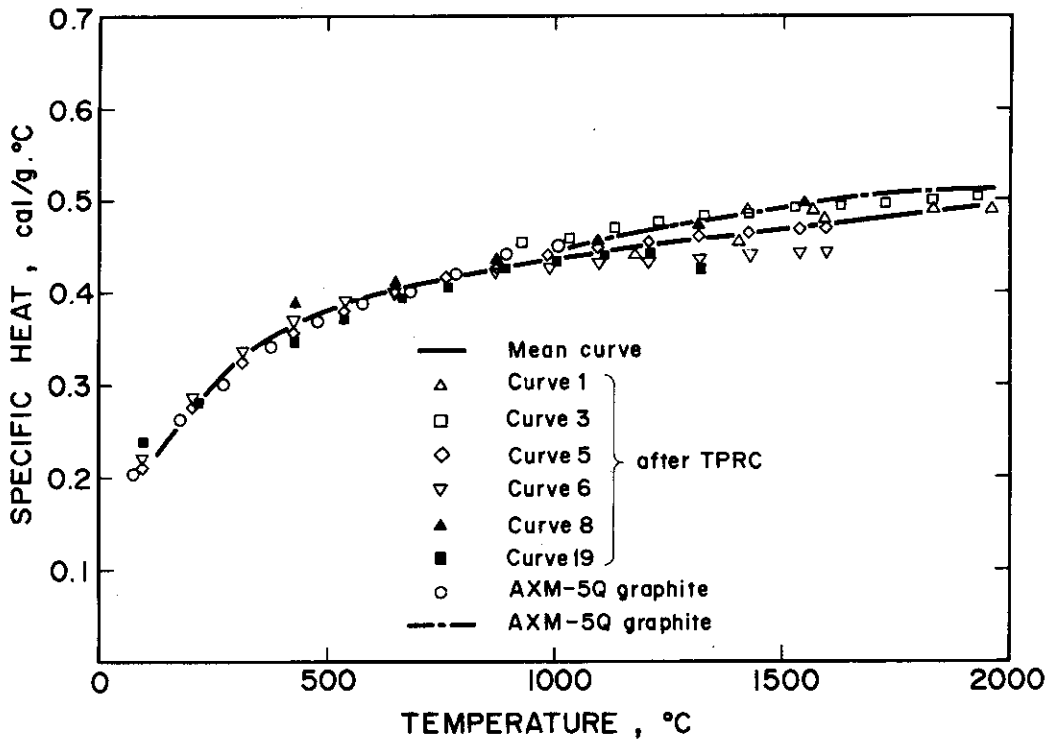


図 34 黒鉛の比熱 (文献値)

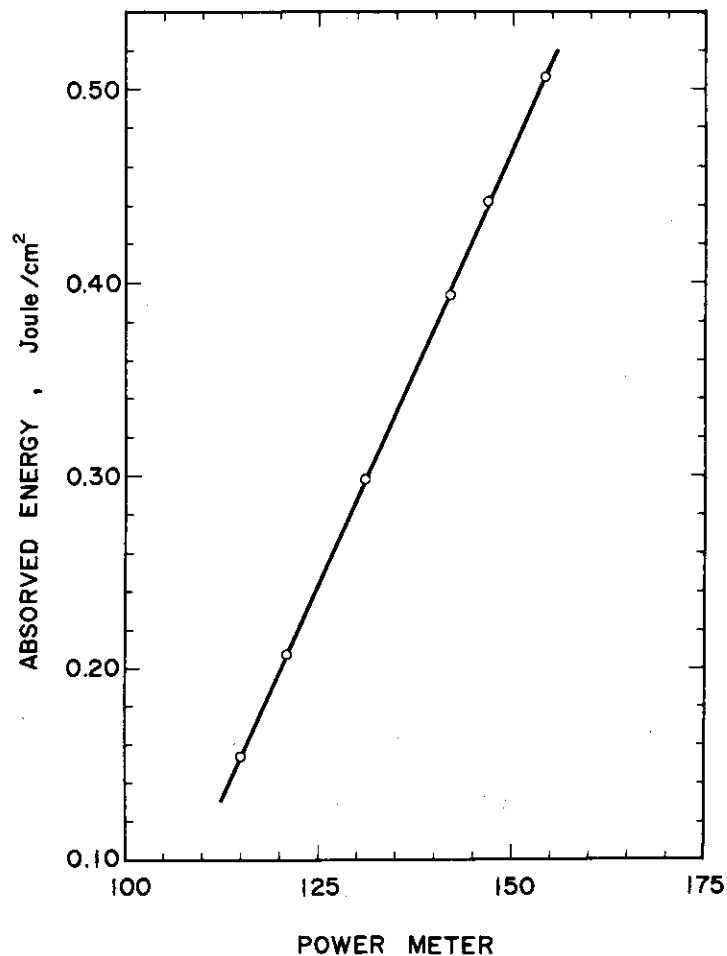


図 35 870°Cにおける照射レーザーエネルギー（出力計指示値）に対するグラッシーカーボン（GC-20）の吸収熱量変化

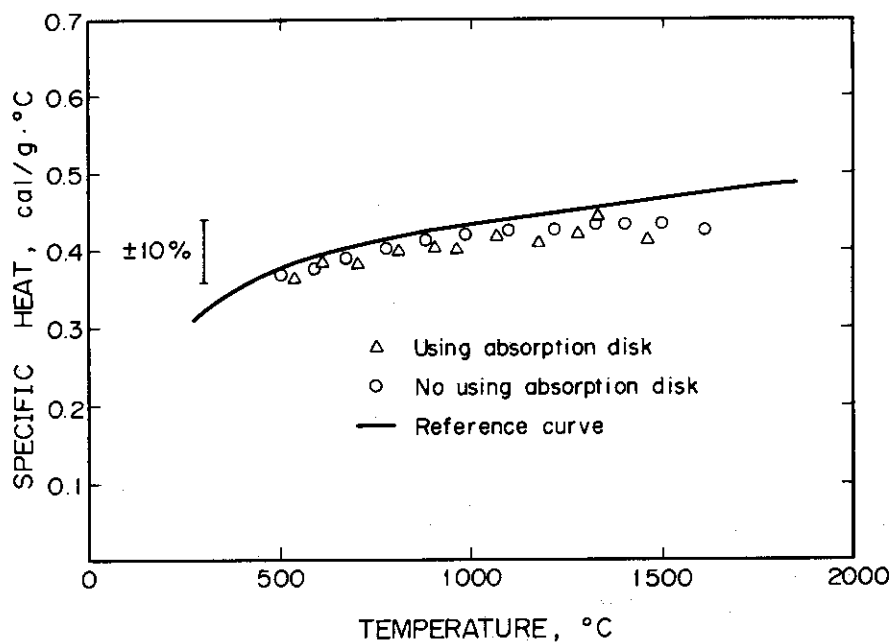


図 36 グラッシーカーボン（GC-20）の比熱の温度変化

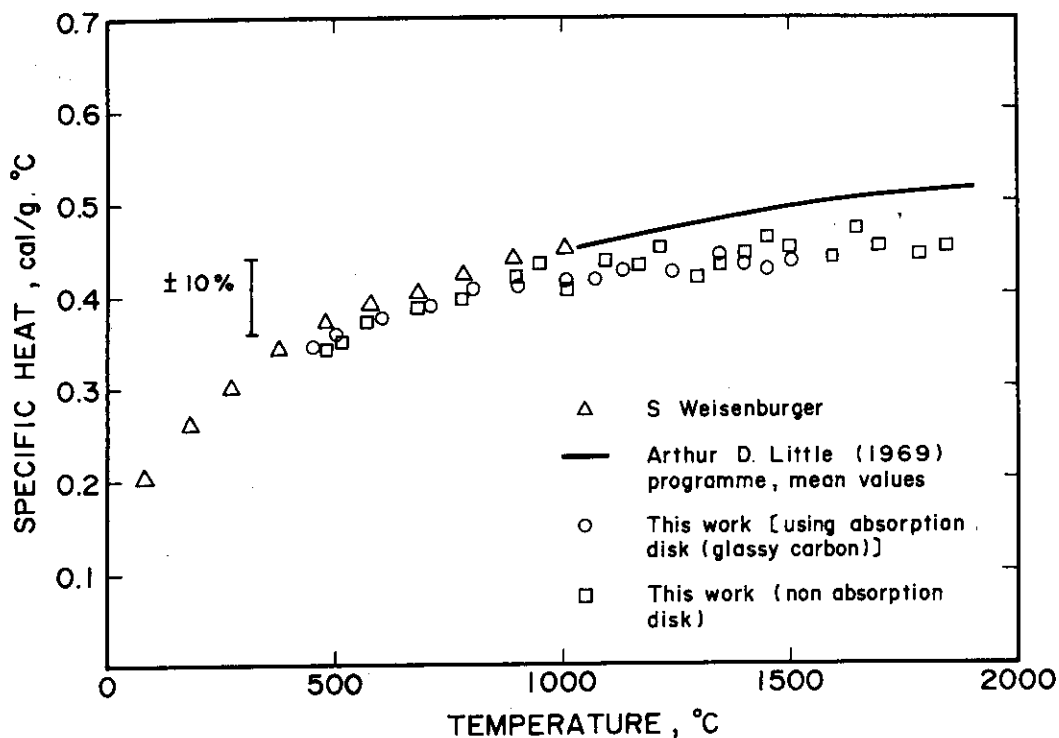


図37 AXM-5Q グラファイト (密度 1.70 g/cm^3) の比熱の温度変化

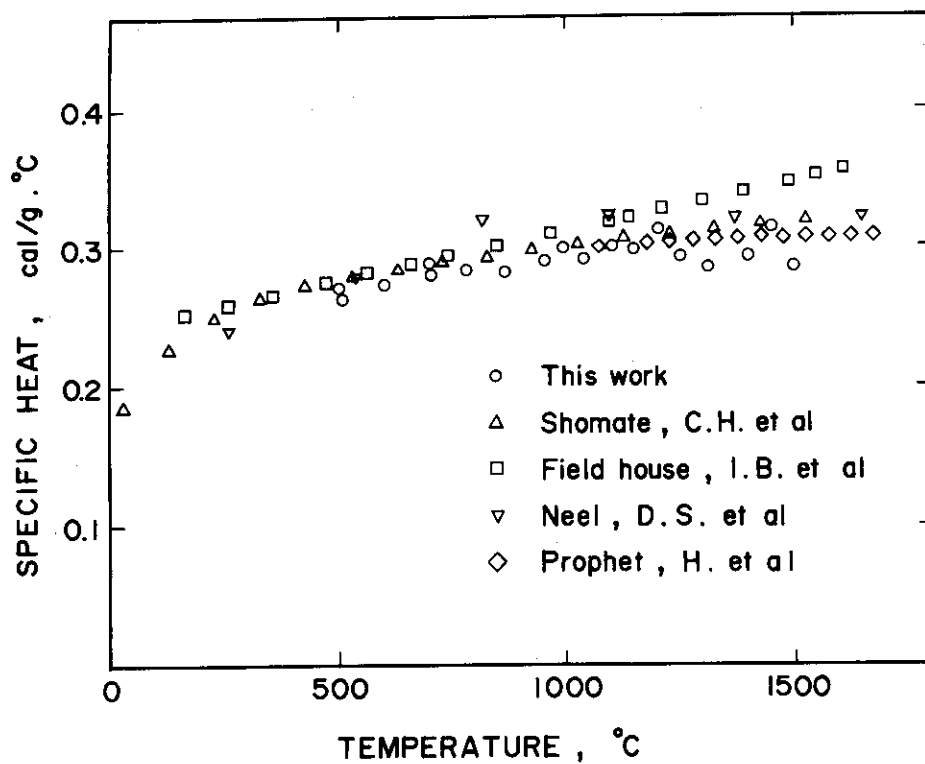


図38 アルミナの比熱の温度変化