

JAEARI-M
90-037

ベリリウム中のトリチウム挙動実験(3)
—ベリリウム中のトリチウム分布測定手法の開発—

1990年3月

蓼沼 克嘉*・河村 弘・石塚 悅男
坂本 直樹**・中田 宏勝

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

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課(〒319-11 茨城県那珂郡東海村)あて、
お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター(〒319-11 茨城県那珂郡
東海村日本原子力研究所内)で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokaimura, Naka-gun, Ibaraki-
ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1990

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 ニッセイエプロ株式会社

ベリリウム中のトリチウム挙動実験(3)
—ベリリウム中のトリチウム分布測定手法の開発—

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部

蓼沼 克嘉^{*}・河村 弘・石塚 悅男

坂本 直樹^{**}・中田 宏勝

(1990年2月2日受理)

核融合炉において中性子増倍材としてベリリウムを用いる場合、ベリリウム中のトリチウム挙動を把握することは重要なことである。そこで、ベリリウム中のトリチウム分布を測定する方法として、電解研磨法を検討した。本法は、電解によってベリリウムを研磨し、それに伴って溶出してくるトリチウムを測定する方法である。

まず、予備実験として電解研磨液の種類、電解電圧と電流密度の関係、電解時の電極間距離、研磨液の温度や攪拌の影響、電流密度と研磨厚さの関係について検討を行なった。次に、最適電解研磨条件すなわち電解電圧と電流（密度）の関係を求めた。そしてその条件における電解電気量（クーロン量）と研磨量（研磨厚さ）あるいは発生水素ガス量との関係、発生水素ガスの酸化処理による回収性、更に研磨液中のトリチウム分析に関する検討を行なった。

以上の検討の結果、ベリリウムの電解研磨特性を把握することができ、本法によるトリチウム分布測定についての見通しが得られた。

Experiments on Tritium Behavior in Beryllium (3)

- Development of Method for Measuring Tritium Distribution in Beryllium -

Katsuyoshi TATENUMA*, Hiroshi KAWAMURA, Etsuo ISHIZUKA

Naoki SAKAMOTO** and Hirokatsu NAKATA

Department of JMTR Project
Oarai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Oarai-machi, Higashiibaraki-gun, Ibaraki-ken

(Received February 2, 1990)

It is necessary to understand the tritium behavior in Be, in the case that Be is used as the neutron multiplier in fusion reactor. Therefore, the electrolytic polishing method was examined to determine tritium distribution in Be.

In the preliminary experiment, we examined for the effect of the polishing solution, the distance between two electrodes, the temperature and stir of the polishing solution and current density for polishing.

In the next experiment, the suitable polishing condition, i.e. the relation between voltage and current density was examined. Under this condition, the various tests were conducted to get the relation between electric quantity and the polished depth of Be or generated hydrogen volume, and the treatment efficiency of generated hydrogen. Furthermore, the tritium analysis in polishing solution were examined.

From the results, the polishing condition was determined and the possibility of measuring tritium distribution in Be was ascertained.

Keywords: Hot-Pressed Beryllium, Tritium Behavior, Tritium Distribution, Electrolytic Polishing, Polishing Solution

* KAKEN Co. Ltd.

** NGK INSULATORS, LTD.

目 次

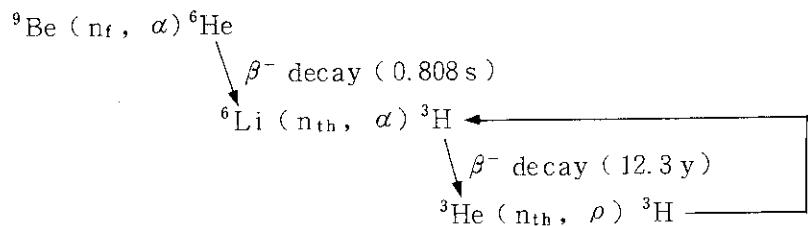
1. 序 論	1
2. 実 験	1
2.1 実験内容	1
2.2 実験方法	2
2.3 実験材料	3
2.4 実験装置	3
3. 結果及び考察	5
3.1 予備実験	5
3.2 本 実 験	6
4. 結 論	8
5. あとがき	9
謝 辞	9
参考文献	10

Contents

1. Introduction	1
2. Experiment	1
2.1 Content	1
2.2 Method	2
2.3 Specimen	3
2.4 Apparatus	3
3. Results and discussion	5
3.1 Preliminary experiment	5
3.2 Experiment	6
4. Conclusion	8
5. Concluding Remarks	9
Acknowledgements	9
Reference	10

1. 序 論

ベリリウムは密度が小さく、機械的、熱的及び化学的特性に優れているため^{1), 2)}、各種産業分野で利用されている。特に、原子力分野においては、試験研究炉で反射体要素として用いられ³⁾、また、核融合炉で中性子増倍材、リミッター材等としての使用が考えられている^{4)~11)}。ベリリウムを原子力分野で用いる場合、中性子照射によりベリリウム中にトリチウムが生成する。ベリリウム中のトリチウム生成核反応を以下に示す。



ベリリウム中のトリチウム挙動（拡散特性、固溶特性等）を正確に把握することが原子力での利用のために重要となるが、ベリリウム中のトリチウム挙動はあまり研究されていない^{12)~20)}。特に、核融合炉トリチウム増殖ブランケット材中で中性子増倍材として用いられる場合、上記の核反応によってベリリウム中に生成するトリチウム、さらにトリチウムの原料である Li 化合物（セラミックス）中に生成するトリチウムなどによるトリチウムイベントリー特性の解明のため^{21), 22)}、ベリリウム中のトリチウム挙動、ミクロ領域における分布特性を把握することは重要である。本報告書は、電解法によってベリリウム中のトリチウム分布を測定する手法の妥当性や条件についての検討結果をまとめたものである。

2. 実 験

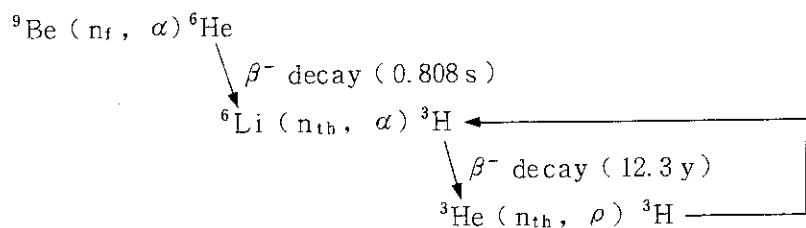
2.1 実験内容

ベリリウム中に存在するトリチウムの厚さ方向分布を測定するためには、ベリリウムを電解研磨することによってベリリウムを溶解するとともに、ベリリウム中に分布しているトリチウムを研磨液中に溶出させる。この際、陰極（対極：Pt 電極）から、電解によって水素ガス (H_2) が発生し、トリチウムが一部ガス状 (HT) となり、気相に逃げる。このため、発生ガスを窒素ガスでバージし、酸化剤 ($\text{CuO} + \text{Co}_3\text{O}_4$: 800 °C) で HTO に酸化して、水分として回収することが必要となる。

この電解研磨プロセスを完成するために、まず電解研磨の初期条件である電解電圧と電流密度の関係を調べ、更に電解電圧と電極間距離、研磨液温度、研磨液の搅拌の有無等の電解研磨への影響を調べた。電極間距離の検討のための実験は、Pt 対極とベリリウム作用極との距離をセル

1. 序 論

ベリリウムは密度が小さく、機械的、熱的及び化学的特性に優れているため^{1), 2)}、各種産業分野で利用されている。特に、原子力分野においては、試験研究炉で反射体要素材として用いられ³⁾、また、核融合炉で中性子増倍材、リミッター材等としての使用が考えられている^{4)~11)}。ベリリウムを原子力分野で用いる場合、中性子照射によりベリリウム中にトリチウムが生成する。ベリリウム中のトリチウム生成核反応を以下に示す。



ベリリウム中のトリチウム挙動（拡散特性、固溶特性等）を正確に把握することが原子力での利用のために重要となるが、ベリリウム中のトリチウム挙動はあまり研究されていない^{12)~20)}。特に、核融合炉トリチウム増殖ブランケット材中で中性子増倍材として用いられる場合、上記の核反応によってベリリウム中に生成するトリチウム、さらにトリチウムの原料である Li 化合物（セラミックス）中に生成するトリチウムなどによるトリチウムイベントリー特性の解明のため^{21), 22)}、ベリリウム中のトリチウム挙動、ミクロ領域における分布特性を把握することは重要である。本報告書は、電解法によってベリリウム中のトリチウム分布を測定する手法の妥当性や条件についての検討結果をまとめたものである。

2. 実 験

2.1 実験内容

ベリリウム中に存在するトリチウムの厚さ方向分布を測定するためには、ベリリウムを電解研磨することによってベリリウムを溶解するとともに、ベリリウム中に分布しているトリチウムを研磨液中に溶出させる。この際、陰極（対極：Pt 電極）から、電解によって水素ガス (H_2) が発生し、トリチウムが一部ガス状 (HT) となり、気相に逃げる。このため、発生ガスを窒素ガスでバージし、酸化剤 ($\text{CuO} + \text{Co}_3\text{O}_4$: 800 °C) で HTO に酸化して、水分として回収することが必要となる。

この電解研磨プロセスを完成するために、まず電解研磨の初期条件である電解電圧と電流密度の関係を調べ、更に電解電圧と電極間距離、研磨液温度、研磨液の搅拌の有無等の電解研磨への影響を調べた。電極間距離の検討のための実験は、Pt 対極とベリリウム作用極との距離をセル

外部よりそれぞれ保持して調節した後、行なった。また、研磨液温度の影響を検討するための実験は、電解セル下部よりホットスターで加温しながら行なった。研磨液の攪拌の有無による影響を検討するための実験は、研磨液をスターラを用いて一定の回転率で攪拌するかあるいは無攪拌で行なった。

これらの予備実験結果をふまえ、ベリリウムの最適電解条件を見出すため、電解電圧と電流密度の関係を求めた。この得られた最適電解条件において、電解電気量（クーロン量）と研磨厚さの関係、クーロン量と生成水素ガス量の関係、発生する水素ガスの酸化処理回収性、さらに研磨液中のトリチウム分析に関する検討などを行なった。以後、これらの実験を本実験と称す。

予備実験及び本実験におけるベリリウムの研磨特性の検討においては、未照射のベリリウム円板を用いたコールド実験であるためトリチウムは取扱わず、研磨液中のトリチウム分析の検討の場合においてのみ、微量のトリチウムを使用した。

2.2 実験方法

(1) 電解研磨溶液（以下「研磨液」と記す）

ベリリウムの研磨液については、次の溶液が候補として考えられる²³⁾。

研磨液A：グリセリン、リン酸、硫酸及びエタノールの混合液

研磨液B：過塩素酸、ブチルセロソルブ及びエタノールの混合液

研磨液C：グリセリン、酢酸及び硝酸の混合液

これら研磨液の中から、Table 1に示すペリリウムの耐食性ならびに液体シンチレーションカウンタによるトリチウム分析上の制約などを考慮し、研磨液としてはCを選定した。

(2) ベリリウムの研磨厚さ測定方法

ベリリウムの研磨厚さを測定する方法として、次の2つの方法を用いた。即ち研磨前後の重量差を厚さに換算する方法 [(1)式]、研磨液中の Be^{2+} を定量して厚さに換算する方法 [(2)式] である。電解による研磨厚さの理論値はクーロン量（通電量）より厚さに換算する方法 [(3)式] である。本検討においては、測定精度が優れている(2)式を基準として、理論値と比較した。

$$\Delta W \cdot S^{-1} \cdot \rho^{-1} = d \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

$$V \cdot C \cdot S^{-1} \cdot \rho^{-1} = d \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

$$F \cdot n \cdot M \cdot S^{-1} (i \cdot t \cdot \rho)^{-1} = d \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

d : Be 研磨厚さ [cm]

△W : 研磨前後の重量差 [g]

S : Be ペレット研磨面積 [cm²]

V : 研磨液容量 [l]

C : 研磨液中の Be^{2+} 濃度 [g/l]

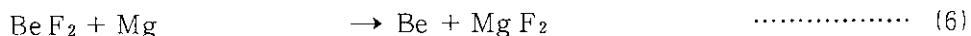
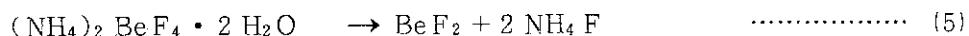
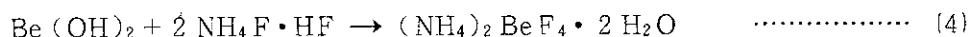
F : ファラデー定数 (= 96485) [coulomb]

n : Be の価数 (= 2)

i : 電 流	[A]
t : 通電時間	[s]
M : Be の 1 モル当たりの重量 (= 9.0)	[g]
ρ : Be の密度 (= 1.85)	[g/cm ³]

2.3 実験材料

実験試料は、日本ガイシ㈱製原子炉級ホットプレスベリリウムである。これは、金属ベリリウム粉末をホットプレスすることにより製造したものである。まず、金属ベリリウムの製造方法について述べ、次にそれ以降の製造プロセスについて述べる。金属ベリリウムは、硫酸法により鉱石中からカ性ソーダで水酸化ベリリウムの形で分離される。その水酸化ベリリウムを酸性フッ化アンモニウム溶液に溶解してフッ化ベリリウムアンモニウム溶液とし[(4)式]、蒸発させて高純度のフッ化ベリリウムアンモニウムが作られる。次に、そのフッ化ベリリウムアンモニウムを熱分解してフッ化ベリリウムが作られ[(5)式]、そのフッ化ベリリウムが約 1300 °C で金属マグネシウムで還元されて金属ベリリウムとなる[(6)式]。主な化学反応を(4)式から(6)式に示す。



金属ベリリウムからベリリウムのホットプレスブロックまでの製造工程を Fig.1 に示す。さらに、このブロックから実験試料 ($\phi 10 \times 1.4 \text{ mm}$) の作成に至る製造工程を Fig.1 に示す。また、実験試料の化学成分を Table 2 に示す。

2.4 実験装置

(1) 予備実験

予備実験は Fig.3 に示す簡易的な装置で行なった。この装置は、電解セル部〔作用極：Be 試料、対極：Pt、開放系ガラス製電解セル〕及び電解制御部〔ポテンショスタット、関数発生器〕から構成されている。実験試料のベリリウム ($\phi 10 \times 1.4 \text{ mm}$) は Fig.4 に示す試料ホルダーにセットし、電解セル中の電解液に浸漬し、実験を行なった。この場合のベリリウム試料研磨面積は 0.307 cm^2 ($\phi 6.2 \text{ mm}$) であった。

以下、予備実験の主な装置仕様について示す。

① 電解制御部

ポテンショスタット 北斗電工製 HA-3001 出力 ± 300V / 1A DC

ファンクションジェネレータ (関数発生器) 北斗電工製 HB-104

クーロンメータ 北斗電工製 HF-1004

② 電解セル部

電解セル ガラス製 500 ml 容量

付属品一式 試験片ホルダー (Fig.4 参照), 白金電極

(2) 本 実 験

実験装置のシステム概要を Fig.5 に、詳細システムを Fig.6 に示す。この装置は、電解セル部〔作用極：Be 試料、対極：Pt、恒温型閉鎖系ガラス容器〕及び電解制御部〔ポテンショスタット、関数発生器、クーロンメータ〕から構成されている。電解発生ガス (H_2) 处理回収部は ($CuO + Co_3O_4$) 酸化炉及び水分凝縮・捕集部から構成されており、また分析用液調整部は研磨液中の Be^{2+} (ベリリウムイオン) と将来のホット実験のための 3H (トリチウム) を分析するための希釈処理が無接触で可能なように、六方コックやテフロン配管・試料吸い込み用シリングなどから構成されている。実験試料のベリリウム ($\phi 10\text{mm} \times 1.4\text{mm}$) は Fig.7 に示す試料ホルダーにセットし、更に電解セル中に装着した。尚、研磨液温度を調節あるいは一定にするために、電解セル下部よりホットスターで加温し、同時に電解セルの冷却ジャケットを循環型冷却器で冷却した。電解電圧と電流密度の関係を検討するための実験はベリリウム試料の研磨面積が 0.785 cm^2 ($\phi 10\text{mm}$) と大きくなったため、電解電圧を段階的に増加させた時の電解電流値から、電解電圧と電流密度の関係を求めた。クーロン量と生成水素ガス量との関係を求めるための実験では、電解によって発生する水素ガスをテドラー・バッグに捕集し、熱伝導度型ガスクロマトグラフィーでその水素ガス濃度を測定することによって生成水素ガス量を求めた。また、電解セルを N_2 ガスでパージし、 $800^\circ C$ に加熱した酸化剤 ($CuO + Co_3O_4$) に通気することによって、電解によって生成する水素ガスの酸化処理効率を求めた。尚、研磨液中に一定量のトリチウムを添加し、研磨液中のトリチウムの分析特性についての検討も行なった。

以下、本実験の主な装置仕様について示す。

① 電解制御部

ポテンショスタット 高砂製作所製 GP0250 出力 $\pm 300\text{ V}/5\text{ A DC}$

ファンクションジェネレータ (関数発生器) 北斗電工製 HB-104

クーロンメータ 北斗電工製 HF-1004

② 電解セル部

電解セルガラス製 500 ml 容量 (冷却ジャケット付き)

付属品 1 式 試験片ホルダー (Fig.7 参照)

白金電極

ガス導入管

研磨液分取管

冷 却 管

白金測温体

尚、本セルは、ホットスター及び循環型チラーで、電解セル内研磨液の攪拌及び温度調節を行なうことができる機能を有している。

③ 発生ガス処理部

〔酸化部〕 $CuO + Co_3O_4$ 入り燃焼管 (通気型) 内蔵管状電気炉 (1 kw ヒーター)

最高 1000 °C (常用 800 °C)

[水分回収部] 冷却通気型インピングジャー

④ 分析用試料調整部

[構成] 計量管付き手動 6 方バルブ, シリンジポンプ, テフロン配管, 等。
(接液部テフロン)

⑤ その他の周辺機器類

[分析機器]	液体シンチレーションカウンタ: トリチウム測定用
紫外・可視分光度計	: ベリリウム吸光度法測定用
温度調節部	: 研磨液温, ガス処理電気炉温調
ガス流量調節部	: 電解セル内発生ガスページ用

3. 結果及び考察

3.1 予備実験

(1) 電解電圧と電流密度の関係

研磨液温度をほぼ30°Cに、電極間距離を20mmに設定し、電解電圧を1, 3, 10 v/s でスキャニングした場合の電圧電流密度曲線をFig.8~10に示す。これらの結果、得られた各曲線はほぼ同様の電解電圧と電流密度の関係を示し、電解電圧 80~100Vにおける電流値はプラトーとなり、それらの電流密度値は 0.766~0.835 A/cm² となった。

(2) 電極間距離の検討

ベリリウム試料（作用極）と白金対極との間の電極間距離について検討した。実験結果を、Table 3 及び Fig.11 に示す。この結果、電極間距離が 5 mm と 20 mm ではほぼ同等の結果となり、電極間の距離には大きくは影響されないことが分かった。

(3) 電解電流密度による研磨厚さの変化に関する検討

電解電流密度を変え (0.65 A/cm², 0.85 A/cm²) て、同じ電解量（クーロン量）において、研磨されるベリリウム厚さが同一になるかを検討した。実験結果を Fig.12 に示す。この結果、クーロン量が同じ場合にはその研磨量は同一となった。

(4) 研磨液の攪拌の有無による影響

電解時に研磨液の攪拌を行なわない場合には、Fig.12 に示すようにクーロン量に比例しない過剰のベリリウム研磨が起こり、しかも理論値と大きく異なる傾向がみられた。更に、研磨されたベリリウムの表面状態が鏡面にはならず、均一には研磨されなかった。

(5) ベリリウム厚さ測定法の検討

実験結果を Table 3 及び Table 4 に示す。その結果、次に示すように前記 2.1 (2) のいずれの方法でもベリリウムの研磨厚さは測定できることが明らかになった。研磨液中の Be²⁺ 量から求めた研磨量を基準として、ベリリウム試料の重量減少量から研磨厚さを算出し比較すると、双方の結果は良好に対応した。一方、クーロン量から算出した研磨厚さは理論値に比べ、10%

最高 1000 °C (常用 800 °C)

[水分回収部] 冷却通気型インピングジャー

④ 分析用試料調整部

[構成] 計量管付き手動 6 方バルブ, シリンジポンプ, テフロン配管, 等。
(接液部テフロン)

⑤ その他の周辺機器類

[分析機器]	液体シンチレーションカウンタ: トリチウム測定用
紫外・可視分光度計	: ベリリウム吸光度法測定用
温度調節部	: 研磨液温, ガス処理電気炉温調
ガス流量調節部	: 電解セル内発生ガスページ用

3. 結果及び考察

3.1 予備実験

(1) 電解電圧と電流密度の関係

研磨液温度をほぼ30°Cに、電極間距離を20mmに設定し、電解電圧を1, 3, 10 v/s でスキャニングした場合の電圧電流密度曲線をFig.8~10に示す。これらの結果、得られた各曲線はほぼ同様の電解電圧と電流密度の関係を示し、電解電圧 80~100Vにおける電流値はプラトーとなり、それらの電流密度値は 0.766~0.835 A/cm² となった。

(2) 電極間距離の検討

ベリリウム試料（作用極）と白金対極との間の電極間距離について検討した。実験結果を、Table 3 及び Fig.11 に示す。この結果、電極間距離が 5 mm と 20 mm ではほぼ同等の結果となり、電極間の距離には大きくは影響されないことが分かった。

(3) 電解電流密度による研磨厚さの変化に関する検討

電解電流密度を変え (0.65 A/cm², 0.85 A/cm²) て、同じ電解量（クーロン量）において、研磨されるベリリウム厚さが同一になるかを検討した。実験結果を Fig.12 に示す。この結果、クーロン量が同じ場合にはその研磨量は同一となった。

(4) 研磨液の攪拌の有無による影響

電解時に研磨液の攪拌を行なわない場合には、Fig.12 に示すようにクーロン量に比例しない過剰のベリリウム研磨が起こり、しかも理論値と大きく異なる傾向がみられた。更に、研磨されたベリリウムの表面状態が鏡面にはならず、均一には研磨されなかった。

(5) ベリリウム厚さ測定法の検討

実験結果を Table 3 及び Table 4 に示す。その結果、次に示すように前記 2.1 (2) のいずれの方法でもベリリウムの研磨厚さは測定できることが明らかになった。研磨液中の Be²⁺ 量から求めた研磨量を基準として、ベリリウム試料の重量減少量から研磨厚さを算出し比較すると、双方の結果は良好に対応した。一方、クーロン量から算出した研磨厚さは理論値に比べ、10%

程度研磨量が大きくなる傾向がみられた。この現象に関しては、後記3.2節の(2)項(クーロン量と研磨厚さの関係)に述べる。

(6) 研磨液温度の影響

実験結果をTable 4, Fig.13に示す。その結果、研磨液の温度が25°Cと40°Cの場合の研磨量には差が認められなかった。更に高温(57°C)においては、多少の正の影響が認められた。

以上の予備検討結果から、以下の諸点が明らかとなった。

- ① 実験した範囲内では、ベリリウム試料(作用極)と白金対極間の電極間距離の研磨率に対する影響は無い。これは、研磨液が強電解質であるためと考えられる。本実験においては電極間距離を20mmとして行なうこととした。
- ② 研磨液を攪拌することは、ベリリウム試料面が常に新しい研磨液に接触するようになるため、平滑な研磨を行なうためにも必要な操作である。更にこの攪拌操作は、電解によって電極上に発生するH₂, O₂ガスの気泡を電極面から除去し、安定した電解を行うためにも効果的である。また、この攪拌の効果は研磨液温度の影響にも現れ、研磨液温度が高くなると研磨液成分のグリセリンの粘性が低下し、研磨効果が向上する。以上の理由から、安定な電解研磨を行なうために、電解研磨液を強制的に攪拌し、しかも研磨液の温度を30°C程度にコントロールすることにした。
- ③ ファラデー則で示されるように、電解研磨による研磨量は電解電気量(クーロン量)に比例することが予備実験結果から確認できた。

3.2 本 実 験

(1) 電圧・電流密度曲線

電解研磨において最も重要な条件である、電解電圧と電流密度の関係(Jacquet線図)を求めた。Table 5に示す条件で実験を行なった。

測定した電圧・電流曲線の結果を、Fig.14に示す。この結果より、ベリリウムの電解電圧のプラート部は約120V程度で、その時の電流値は1.05A、電流密度1.34A/cm²となった。

(2) クーロン量と研磨厚さの関係

前節において得られた電解条件である電流密度1.34A/cm²(電解電圧120V)における電解電気量(クーロン量)とベリリウムの研磨厚さの関係を測定した。この結果、クーロン量とベリリウム研磨厚さとの間には良好な直線的比例関係があることが確認できた。Fig.15にこの結果を示す。尚、この結果において、ファラデー則から計算した理論値と実測値との間には差がみられた。この原因は明確には判明していないが、電解質溶液(酢酸・硝酸・グリセリン混合溶液)とベリリウム試料との間の反応によるベリリウムの化学的溶解であると考えられる。

(3) クーロン量と生成水素量の関係

研磨液中において下記の反応によって発生する水素ガス量は、ファラデー則から1ファラデー(96485クーロン)量の電解によって0.5モルのベリリウムが電解溶解し、同様に0.5モルの水素ガスが生成する。



実験は Fig. 16 に示す装置で行ない、水素ガス量の測定は TCD-GC (熱伝導度型ガスクロマトグラフィー) で行なった。電解による発生ガス量の測定条件及び結果を Table 6 に示す。

電解研磨時の水素ガス発生量とベリリウム研磨厚さのクーロン量に対する関係としては、 H_2 発生量が 5.18×10^{-6} モル/C であり、Be 研磨量が $8.21 \times 10^{-2} \mu\text{m}/\text{C}$ であるため、ベリリウムの研磨厚さに対する水素ガス発生理論量は、 6.31×10^{-5} モル $H_2/\mu\text{m}(\text{Be})$ となる。研磨液を 500 ml 使用すると仮定すると、硝酸中の H^+ 量は 0.744 モルであり、一方、酢酸中の H^+ 量は $pK = 1.86 \times 10^{-5}$ であるため、硝酸中の H^+ に比べ無視できる。このため、ベリリウム 1 μm を研磨する場合の研磨液 500 ml 当りの H_2 発生率は全水素イオン量の 0.017 % となり、生成する水素ガスがこの割合で気相に揮散することになる。Table 6 に示したように、クーロン量に対する発生水素ガス実測量は理論量の 89.0 % であった。

(4) 発生水素ガス酸化回収性

3.2節の(3)項の検討結果から、電解研磨によってベリリウムの研磨厚さ1μmごとに水素イオン(H⁺)の0.017%がガス状(H₂, HT)で研磨液中から気相に揮散することになる。ベリリウムが研磨されると共にその試料中のトリチウムが研磨液中に水素イオンとして溶出すると、同じ割合でトリチウムが気相に揮散することになる。そのため、生成トリチウムガスを回収する必要がある。トリチウムガスの回収は、生成したトリチウムガスを窒素ガス等でスイープして、酸化することによってトリチウム水とし、さらに冷却し凝縮することによって可能である。

一定量の水素ガスをこの酸化処理系に注入し、酸化処理効率を確認した。酸化剤として酸化銅と酸化コバルトの混合物を用い、酸化温度は 800 °C とした。酸化処理後の水素ガス濃度の分析は TCD-GC（熱伝導度型ガスクロマトグラフィー）を用いて測定した。また、酸化処理された水素ガスの水分としての回収性については、水分吸着剤である塩化カルシウムに吸着させ、その増加した重量値から求めた。その酸化回収条件及び結果を Table 7 に示す。この結果から、水素ガスをほぼ完全に酸化処理して水分として回収できることが確認できた。

(5) 研磨液中のトリチウム分析

研磨液は、グリセリン、酢酸及び硝酸を含んだ高粘性の混合溶液であるため、その研磨液中に溶出したトリチウムの分析は、研磨液成分による測定上の障害があるものと予想される。このため、研磨液に一定量のトリチウムを混合した分析試料について、その研磨液量の影響及びトリチウムの分析可能な濃度範囲等についての検討を行なった。

一定量のトリチウムを含む水と研磨液の合量を 3.0 ml とし、研磨液量を 0 ~ 2.9 ml の間で段階的に変えた。この溶液に一定量のシンチレータを添加し、液体シンチレーションカウンターでトリチウム計数効率に対する研磨液量の影響について検討した。この結果を、Table 8 及び Fig.17 に示す。これによれば、研磨液量が 1 ml 以上において、その液量の増加とともにトリチウムの計数効率が低下している。このことから、研磨液はトリチウム測定に対してクエンチングの影響を及ぼすが、0.5 ml あるいは 1.0 ml 程度の研磨液量ではトリチウム分析の計数効率

率に影響しないと判断できた。

次に、一定量の研磨液を含む場合のトリチウム測定範囲を検討した。この結果を、Table 9 及び Fig. 18 に示す。その結果から、トリチウムが $10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$ の間で、トリチウム量と計数値は直線関係となった。

JMTR の反射体一層目で 1 サイクル照射した場合、 $\phi 10\text{mm} \times 1.4\text{mm}$ のベリリウム試料中のトリチウム生成量は約 1.4 mCi となる。このトリチウムがベリリウム中に均一に分布しており、研磨液量を 500 ml として計算すると、ベリリウム試料を $1 \mu\text{m}$ 研磨することによって、研磨液 1 ml 中に約 $3 \times 10^{-3} \mu\text{Ci}$ のトリチウムが溶出することになる。したがって、ベリリウム試料の研磨厚さが大きくなるにつれて、研磨液中のトリチウム量は多くなる。しかしながら、分析のための研磨液を希釈することによって、直線関係が得られたトリチウムの測定範囲内 ($10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$: Fig. 18) で分析が可能となる。また、研磨液を希釈することによって、上記の研磨液のクエンチングに与える影響は無視できる。このトリチウム $10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$ の範囲内での測定、及びクエンチングの影響が無いことから、研磨液中のトリチウム測定は精度良く行なえる。

4. 結 論

電解研磨法によってベリリウム中のトリチウム分布を測定するため、研磨条件を検討した。まず研磨条件の予備検討の結果から、ベリリウムの電解効率は電極間の距離や研磨液温度には大きな影響を受けず、電解電流密度を変えてもクーロン量が同じ場合にはその研磨量は同じであり、研磨する際には研磨液を攪拌したほうが良いことなどが分かった。

この予備検討の結果をふまえて電解条件の最適化のための本実験を行ない、以下の結果が得られた。

- ① 電解電圧・電流密度曲線を求めた結果、ベリリウム研磨面積 0.785cm^2 ($\phi 10\text{mm}$) の場合の電解研磨の最適条件としては、電解電圧が 120 V で電流密度が 1.34A/cm^2 であることがわかった。
- ② クーロン量と研磨厚さの関係を求めた結果、それらには良好な直線的比例関係があった。しかし、ファラデー則による理論値とは若干のズレがあり、理論値よりも多く研磨される。これは、ベリリウムの化学的溶解によるものと推定される。
- ③ クーロン量と発生する水素ガス量の関係を求めた結果、ほぼ理論量の水素ガスが発生した。
- ④ 電解によるベリリウムの研磨の際に発生する水素ガスによって気相に揮散したトリチウムの酸化処理による回収について検討した結果、ほぼ完全に水分として回収できた。
- ⑤ 研磨液中のトリチウムの分析の検討を行なった結果、研磨液量の影響があったがその試料液量が 0.5 ml あるいは 1.0 ml 以下であれば、クエンチングの影響が無く、精度良く分析できた。

以上の検討結果から、ベリリウムは電解研磨法によりその電解電気量（クーロン量）をコントロールすることにより目的の厚さに研磨することが可能であり、その研磨量に対応する研磨液中

率に影響しないと判断できた。

次に、一定量の研磨液を含む場合のトリチウム測定範囲を検討した。この結果を、Table 9 及び Fig. 18 に示す。その結果から、トリチウムが $10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$ の間で、トリチウム量と計数値は直線関係となった。

JMTR の反射体一層目で 1 サイクル照射した場合、 $\phi 10\text{mm} \times 1.4\text{mm}$ のベリリウム試料中のトリチウム生成量は約 1.4 mCi となる。このトリチウムがベリリウム中に均一に分布しており、研磨液量を 500 ml として計算すると、ベリリウム試料を $1 \mu\text{m}$ 研磨することによって、研磨液 1 ml 中に約 $3 \times 10^{-3} \mu\text{Ci}$ のトリチウムが溶出することになる。したがって、ベリリウム試料の研磨厚さが大きくなるにつれて、研磨液中のトリチウム量は多くなる。しかしながら、分析のための研磨液を希釀することによって、直線関係が得られたトリチウムの測定範囲内 ($10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$: Fig. 18) で分析が可能となる。また、研磨液を希釀することによって、上記の研磨液のクエンチングに与える影響は無視できる。このトリチウム $10^{-5} \sim 10^{-3} \mu\text{Ci}$ の範囲内の測定、及びクエンチングの影響が無いことから、研磨液中のトリチウム測定は精度良く行なえる。

4. 結論

電解研磨法によってベリリウム中のトリチウム分布を測定するため、研磨条件を検討した。まず研磨条件の予備検討の結果から、ベリリウムの電解効率は電極間の距離や研磨液温度には大きな影響を受けず、電解電流密度を変えてもクーロン量が同じ場合にはその研磨量は同じであり、研磨する際には研磨液を攪拌したほうが良いことなどが分かった。

この予備検討の結果をふまえて電解条件の最適化のための本実験を行ない、以下の結果が得られた。

- ① 電解電圧・電流密度曲線を求めた結果、ベリリウム研磨面積 0.785cm^2 ($\phi 10\text{mm}$) の場合の電解研磨の最適条件としては、電解電圧が 120 V で電流密度が 1.34A/cm^2 であることがわかった。
- ② クーロン量と研磨厚さの関係を求めた結果、それらには良好な直線的比例関係があった。しかし、ファラデー則による理論値とは若干のズレがあり、理論値よりも多く研磨される。これは、ベリリウムの化学的溶解によるものと推定される。
- ③ クーロン量と発生する水素ガス量の関係を求めた結果、ほぼ理論量の水素ガスが発生した。
- ④ 電解によるベリリウムの研磨の際に発生する水素ガスによって気相に揮散したトリチウムの酸化処理による回収について検討した結果、ほぼ完全に水分として回収できた。
- ⑤ 研磨液中のトリチウムの分析の検討を行なった結果、研磨液量の影響があったがその試料液量が 0.5 ml あるいは 1.0 ml 以下であれば、クエンチングの影響が無く、精度良く分析できた。

以上の検討結果から、ベリリウムは電解研磨法によりその電解電気量（クーロン量）をコントロールすることにより目的の厚さに研磨することが可能であり、その研磨量に対応する研磨液中

のトリチウム量を測定することによって、ベリリウム中のトリチウム分布を測定できる見通しが得られた。

5. あとがき

主な問題点として考えられることが2つある。一つは、"トリチウム溶出がベリリウムの研磨量に対応するか"という点である。この点については、例えばイオンビーム法²⁴⁾ やオートラジオグラフィー^{25),26)}などの別な測定方法によるベリリウム中のトリチウム分布測定結果と本法による測定結果との比較を行なう必要がある。もう一つは、今回検討した装置についての問題点であるが、ベリリウム研磨にともなってトリチウムが研磨液中に蓄積するため、累積トリチウム溶出量を測らざるを得ないという点である。この後者の問題点については、研磨液を流通しながら Be^{2+} イオンとトリチウムの各濃度を連続的に測定できる装置を構成することによって解決できるものと考えている。

今後、このような点を考慮してさらに検討を加え、照射済のBe試料を用いたBe内トリチウム分布測定実験を行なう予定である。

謝 辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部二村嘉明部長、斎藤実前計画課長（現次長）及び原子炉第一課山本克宗課長代理にご助言を頂いた。さらに、日本ガイシ㈱金属事業部の西田精利氏並びに㈱化研の中村和氏及び前㈱化研の内田勝秀氏に、本実験を行なう上でのご助言及びご助力を頂いた。記して謝意を表します。

のトリチウム量を測定することによって、ベリリウム中のトリチウム分布を測定できる見通しが得られた。

5. あとがき

主な問題点として考えられることが2つある。一つは、"トリチウム溶出がベリリウムの研磨量に対応するか"という点である。この点については、例えばイオンビーム法²⁴⁾やオートラジオグラフィー^{25,26)}などの別な測定方法によるベリリウム中のトリチウム分布測定結果と本法による測定結果との比較を行なう必要がある。もう一つは、今回検討した装置についての問題点であるが、ベリリウム研磨にともなってトリチウムが研磨液中に蓄積するため、累積トリチウム溶出量を測らざるを得ないという点である。この後者の問題点については、研磨液を流通しながら Be^{2+} イオンとトリチウムの各濃度を連続的に測定できる装置を構成することによって解決できるものと考えている。

今後、このような点を考慮してさらに検討を加え、照射済のBe試料を用いたBe内トリチウム分布測定実験を行なう予定である。

謝辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部二村嘉明部長、斎藤実前計画課長（現次長）及び原子炉第一課山本克宗課長代理にご助言を頂いた。さらに、日本ガイシ㈱金属事業部の西田精利氏並びに㈱化研の中村和氏及び前㈱化研の内田勝秀氏に、本実験を行なう上でのご助言及びご助力を頂いた。記して謝意を表します。

のトリチウム量を測定することによって、ベリリウム中のトリチウム分布を測定できる見通しが得られた。

5. あとがき

主な問題点として考えられることが2つある。一つは、"トリチウム溶出がベリリウムの研磨量に対応するか"という点である。この点については、例えばイオンビーム法²⁴⁾やオートラジオグラフィー^{25,26)}などの別な測定方法によるベリリウム中のトリチウム分布測定結果と本法による測定結果との比較を行なう必要がある。もう一つは、今回検討した装置についての問題点であるが、ベリリウム研磨にともなってトリチウムが研磨液中に蓄積するため、累積トリチウム溶出量を測らざるを得ないという点である。この後者の問題点については、研磨液を流通しながら Be^{2+} イオンとトリチウムの各濃度を連続的に測定できる装置を構成することによって解決できるものと考えている。

今後、このような点を考慮してさらに検討を加え、照射済のBe試料を用いたBe内トリチウム分布測定実験を行なう予定である。

謝辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部二村嘉明部長、斎藤実前計画課長（現次長）及び原子炉第一課山本克宗課長代理にご助言を頂いた。さらに、日本ガイシ㈱金属事業部の西田精利氏並びに㈱化研の中村和氏及び前㈱化研の内田勝秀氏に、本実験を行なう上でのご助言及びご助力を頂いた。記して謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) James Stonehouse : "Physics and Chemistry of Beryllium" J. Vac. Sci. Technol., A4(3), 1163 (1986).
- 2) C. R. Tipton, et al. : "Reactor Handbook 2nd Edition: Vol. I Material" Interscience Publisher Inc., New York, 897 (1960).
- 3) 材料試験炉部編: JAERI-M 83-053, "JMTR 照射ハンドブック" (1983).
- 4) 太田 充: "核融合炉技術の現状と展望", 日本機械学会誌, Vol. 83, No. 12, 96 (1986).
- 5) 宮原 昭: "核融合装置におけるプラズマ・壁相互作用", 日本原子力学会誌, vol. 27, No. 3, 196 (1985).
- 6) 山脇道夫: "核融合炉材料工学 - 炉内材料", 核融合研究, vol. 56, No. 12, 96 (1986).
- 7) Starfire : A Commercial Tokamak Fusion Power Plant Study, ANL-FPP-80-1.
- 8) P. H. Rebut and K. J. Dietz : "The First Wall in JET Status and Perspectives," Proceeding of 12 th Symposium on Fusion Technology., vol. 1, 85 (1983).
- 9) M. F. Smith and A. W. Mullendore : "An Evaluation of Beryllium for Magnetic Fusion Components", J. Nucl. Mat., vol. 122 & 123, 855 (1984).
- 10) P. H. Edmonds, et al. : "The ISX-JET Beryllium Limiter Experiment", J. Nucl. Mat., vol. 128 & 129, 422 (1984).
- 11) J. Hackmann and J. Uhlenbusch : "Test of a Beryllium Limiter in the TOKAMAK UNITOR", J. Nucl. Mat., vol. 128 & 129, 418 (1984).
- 12) B. D. Doyle and D. K. Brice : J. Nucl. Mat., vol. 122 & 123, 1523 (1984).
- 13) J. B. Whitley, K. L. Wilson and D. B. Buchenauer : J. Nucl. Mat., vol. 155-157, 82 (1988).
- 14) C. E. Ells and W. Evans : AECL-1347 (1961).
- 15) G. E. Darwin and J. H. Buddery : "Beryllium", Butterworth Scientific Publications, London (1960).
- 16) J. P. Pemsler, et al. : AD-403370 (1963).
- 17) E. A. Gulbransen and K. F. Andrew : J. Electrochem. Soc., vol. 101, 566 (1954).
- 18) J. D. Fowler, et al. : J. Am. Ceram. Soc., vol. 60, No. 3-4, 155 (1977).
- 19) J. P. Pemsler and E. J. Rapperport : Trans. Met. Soc. AIWE, vol. 230, 90 (1964).
- 20) P. M. S. Jones and R. Gibson : AWRE-0-2/67 (1967).
- 21) 東稔ら: JAERI-M 87-017, "核融合ブランケット・システムの技術的検討" (1987).

- 22) M. NISIKAWA, K. MUNAKATA and T. KAWANO : FUSION REACTOR BLANKET AND FUEL CYCLE TECHNOLOGY, 70 (1986).
- 23) (社)電気化学協会編：“電気化学便覧”，丸善（1964）。
- 24) 石塚ら：JAERI-M 90-013，“ベリリウム中のトリチウム挙動研究(2)”（1990）。
- 25) 草開ら：富山大学トリチウム科学センター研究報告, 4, 51 (1984) .
- 26) M. H. Ransick and G. L. Downs : MLM-3602-OP (1989) .

Table 1 Corrosion-resistant properties of beryllium

Reagent	Corrosion-resistant properties
Water	resistant under 300°C without chloride ion
Hydrofluoric acid	react at R.T
Hydrochloric acid	react at R.T
Sulfuric acid (dil.)	rapidly react at R.T
(conc.)	slowly react at R.T
Nitric acid (dil.)	slightly react
(conc.)	hardly react
Acetic acid (glacial)	unreact
(dil.)	slightly react
Sodium hydroxide	severely react
Sodium carbonate	slightly react
Ammonium hydroxide	unreact
Glycerine	unreact
Butyl Cellosolve	unreact

R.T : Room Temperature

Table 2 Chemical composition of beryllium specimen

chemical component	analysis value (%)
B e	9 9 . 2 8
B e O	1 . 2 8
A l	0 . 0 3 2 0
B	0 . 0 0 0 9
C d	0 . 0 0 0 2
C a	0 . 0 0 3 1
C	0 . 0 9 5 0
C r	0 . 0 1 1
C o	0 . 0 0 0 7
C u	0 . 0 0 2 1
F e	0 . 0 6 1 0
P b	0 . 0 0 2 0
L i	0 . 0 0 0 3
M g	0 . 0 0 9 0
M n	0 . 0 1 0 0
N i	0 . 0 2 0
M o	0 . 0 0 1 9
S i	0 . 0 2 3 6
A g	0 . 0 0 0 4
C l	0 . 0 0 3 0
N	0 . 0 3 8 0

Table 3 Results of tests for effect on polishing characteristics
of electrode distance

Test No.	polishing time (s)	weight loss			Be in solution			electric quantity	
		W_1 (mg)	W_2 (mg)	$W_1 - W_2$ (mg)	p. d (μm)	v ol. (ml)	Be^{2+} (ppm)	Be^{2+} (mg)	p. d (μm)
①	40	205.493	204.815	0.678	11.94	395	1.37	0.54	9.53
	120	205.493	203.925	1.568	27.62	390	3.28	1.28	22.53
	240	205.493	202.597	2.895	51.00	385	7.07	2.72	47.92
	500	205.493	199.819	5.683	100.0	380	14.38	5.46	96.24
	40	207.655	207.000	0.655	11.54	395	0.99	0.39	6.87
	120	207.655	206.150	1.505	26.50	390	3.20	1.25	22.00
②	240	207.655	204.901	2.754	48.50	385	6.61	2.54	44.73
	510	207.655	202.069	5.586	98.39	380	14.24	5.41	95.29
								102	84.2

* 1 Taking each 5 ml at 0, 40, 120, 240 and 500s after polishing start

p. d : polished depth

- [Test conditions] Distance of electrode Test① : 5 mm Test② : 20 mm
- Charged polishing solution : 400ml with stir (stirrer size : 50mm)
- Exposed area of Be specimen : 0.307cm² ($\phi 6.25\text{mm}$)
- Current density : 0.65A/cm²
- Temperature of polishing solution : 25±1°C
- Electrode counter : pt
reference : Ag/AgCl

Table 4 Result of examination for temperature of polishing soultion

Test No.	polishing time (s)	weight loss			electric quantity				
		W_1 (mg)	W_2 (mg)	$W_1 - W_2$ (mg)	p. d (μ m)	vol. (ml)	Be^{2+} (ppm)	Be^{2+} (mg)	p. d (μ m)
③	40	—	—	—	—	4.95	0.78	0.39	6.80
	120	—	—	—	—	4.90	2.22	1.09	19.16
	240	—	—	—	—	4.85	5.20	2.52	44.42
	500	199.563	193.885	5.678	100.0	4.80	11.00	5.28	93.00
④	40	—	—	—	—	4.95	0.79	0.39	6.87
	120	—	—	—	—	4.90	3.04	1.49	26.20
	240	—	—	—	—	4.85	6.10	2.96	52.13
	500	199.652	193.568	6.084	107.2	4.80	11.91	5.72	100.7

p. d : polished depth

(conditions) Temperature Test ③ : 40 ± 1 °C Test ④ : 57 ± 2 °CElectrode distance : 20 mm (pt vs. Be)Exposed area of Be specimen : 0.307 cm² (ϕ 6.25 mm)Current density : 0.65 A/cm²Stir : done

Table 5 Polishing conditions of Be

Area (diameter) of polished Be	0.785 cm ² (φ 10 mm)
Composition of polishing solution	glycerine + CH ₃ COOH + HNO ₃ 4 + 3 + 1
Temperature of polishing solution	30 ± 3 °C
Electric source	Constant voltage/current source (TAKASAGO Co. GPO250)
Control method	Stepwise change of voltage and reading the current value
Scanning rate	5 V/s

Table 6 Conditions and results of examination for generated hydrogen gas

Conditions of electrolytic polishing	Specimen : Be $\phi 10\text{mm} \times 1.4\text{mm}$
	Polished area : 0.785cm^2
	Voltage : 120 V
	Current : 1.00 A
	Current density : 1.27 A/cm^2
	Eletrolytic time : 40 s
Theoretical volume of generated H_2 (a)	Electric quantity = 40 C $(4.14 \times 10^{-4}\text{ Faraday})$
	$5.07\text{ ml} (\text{H}_2)$ at 20°C 1atm.
Measured volume of generated H_2 (b) [$b/a \times 100\%$]	$4.51\text{ ml} (\text{H}_2)$ at 20°C 1atm. [89.0%]

Table 7 Oxidizing conditions and analytical results for recovery of generated hydrogen gas

Conditions & Results		
Oxidizing conditions	Catalyzer	CuO (wire ϕ 0.5 × 5 mm) + Co ₃ O ₄ (granule)
	Size	CuO : ϕ 10 × 180 mm Co ₃ O ₄ : ϕ 10 × 40 mm
	Temperature	800 ± 1 °C
Analytical Results	Inlet H ₂ conc.	1.04 Vol %
	Outlet H ₂ conc.	< 0.001 Vol %
	Decomposition rate of H ₂	> 99.9 %
	Recovery of H ₂ O	98.1 %

Table 8 Tritium measuring efficiency

No.	LS volume (mℓ)	polising solution volume (mℓ)	added H ₂ O volume (mℓ)	added ³ H activity (μCi)	counting efficiency (%)
1	1 0	0 . 0	3 . 0	1 0 ⁻³	8 2 . 0
2	1 0	0 . 1	2 . 9	1 0 ⁻³	8 5 . 7
3	1 0	0 . 5	2 . 5	1 0 ⁻³	8 2 . 6
4	1 0	1 . 0	2 . 0	1 0 ⁻³	7 8 . 0
5	1 0	1 . 5	1 . 5	1 0 ⁻³	6 0 . 3
6	1 0	2 . 0	1 . 0	1 0 ⁻³	3 4 . 4
7	1 0	2 . 5	0 . 5	1 0 ⁻³	2 3 . 1
8	1 0	2 . 9	0 . 1	1 0 ⁻³	1 8 . 5

LS : Liquid Scintillator

Table 9 Tritium measuring calibration

No.	LS volume (mℓ)	polishing solution volume (mℓ)	added H ₂ O volume (mℓ)	added ³ H activity (μCi)	³ H count rate (dpm)
1	1 0	1 . 0	2 . 0	0	1 . 5
2	1 0	1 . 0	2 . 0	1×10^{-5}	6 4 . 7
3	1 0	1 . 0	2 . 0	1×10^{-4}	6 5 3 . 5
4	1 0	1 . 0	2 . 0	1×10^{-3}	6 8 3 6 . 5

LS : Liquid Scintillator

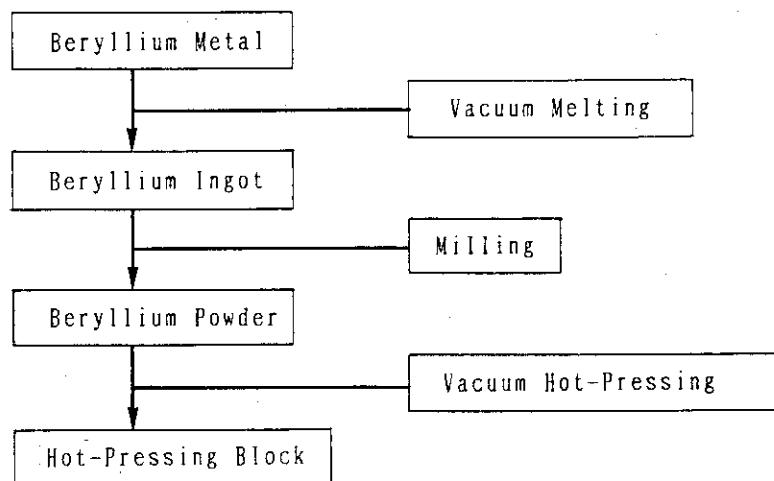


Fig. 1 Producing process of Hot-Pressing Be Block

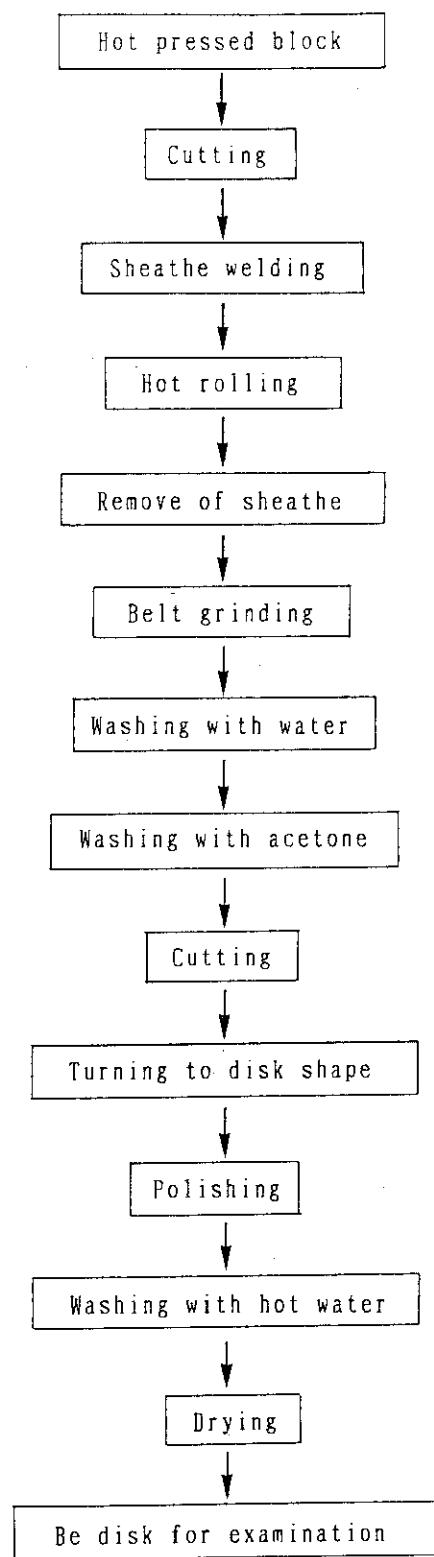


Fig. 2 Producing process of Be disk

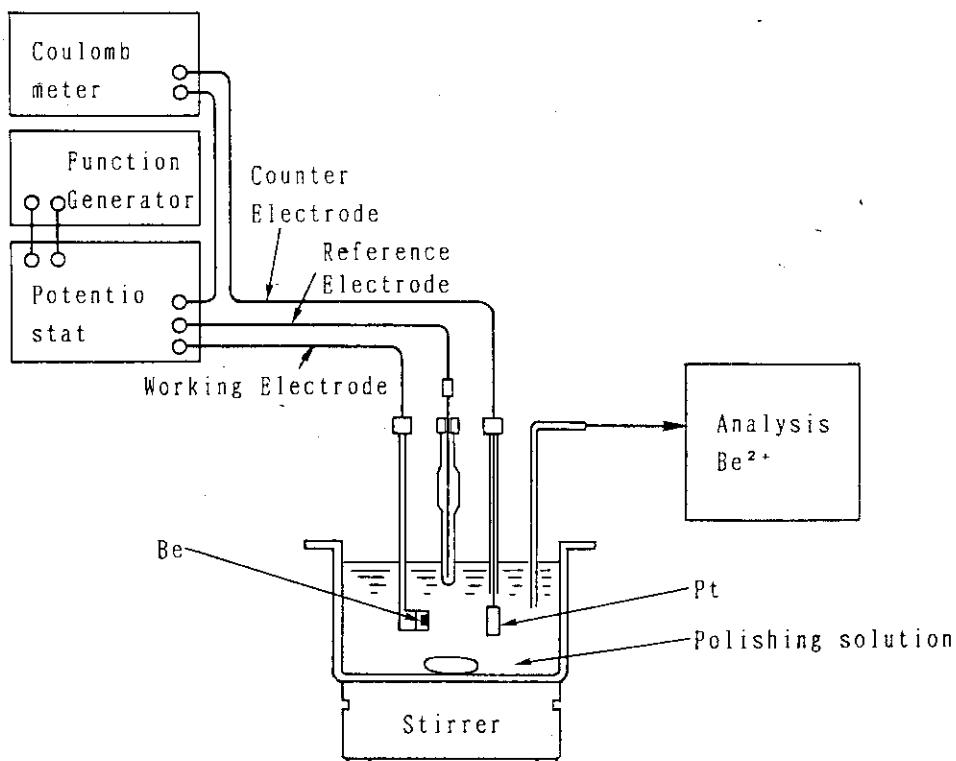


Fig. 3 Electrolytic polishing apparatus of preliminary test

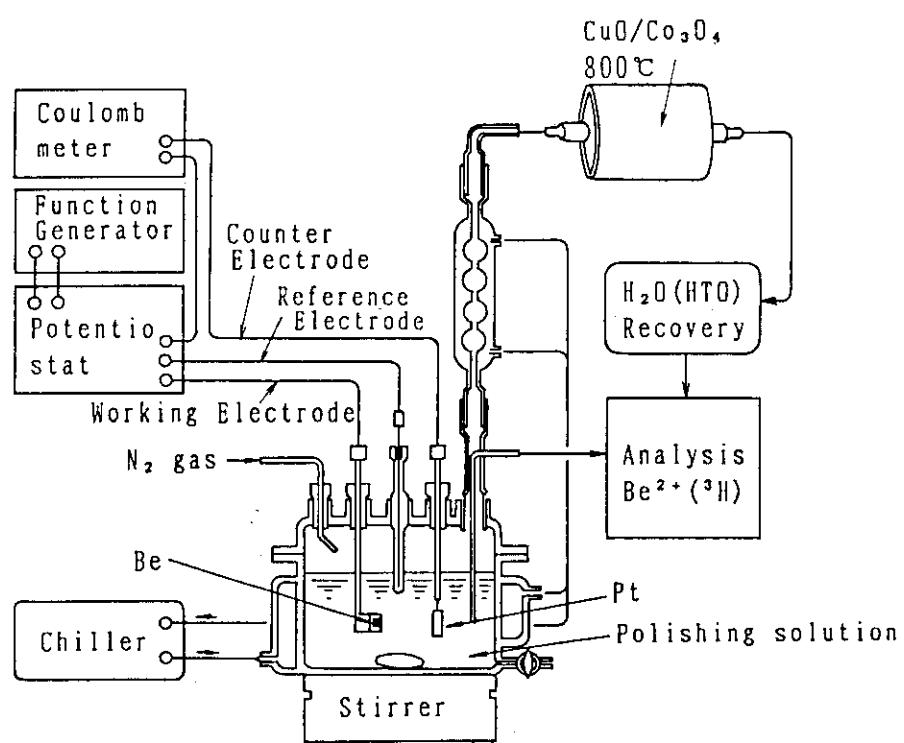


Fig. 5 Outline of electrolytic polishing apparatus

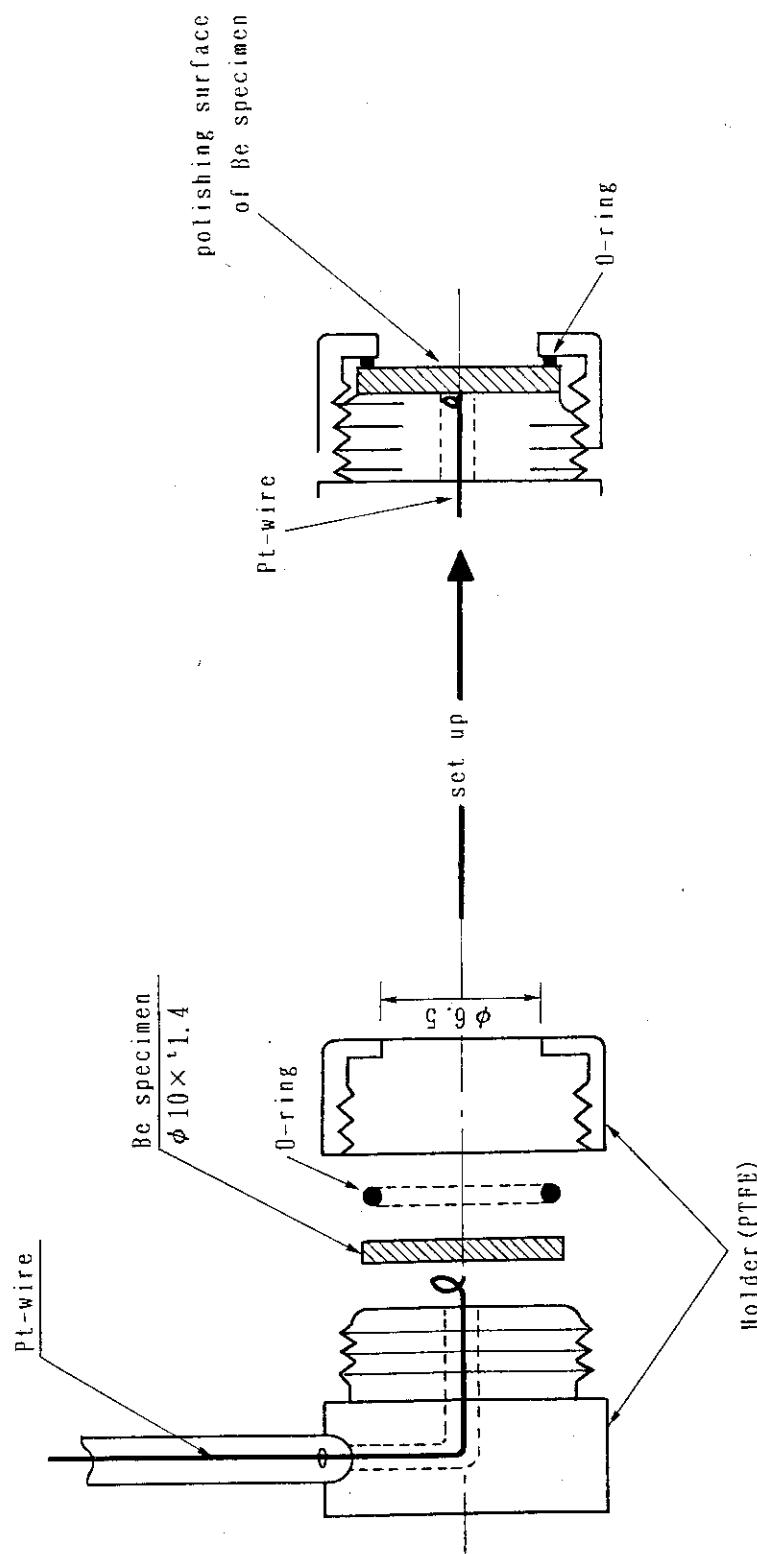


Fig. 4 Holder of specimen (Preliminary test)

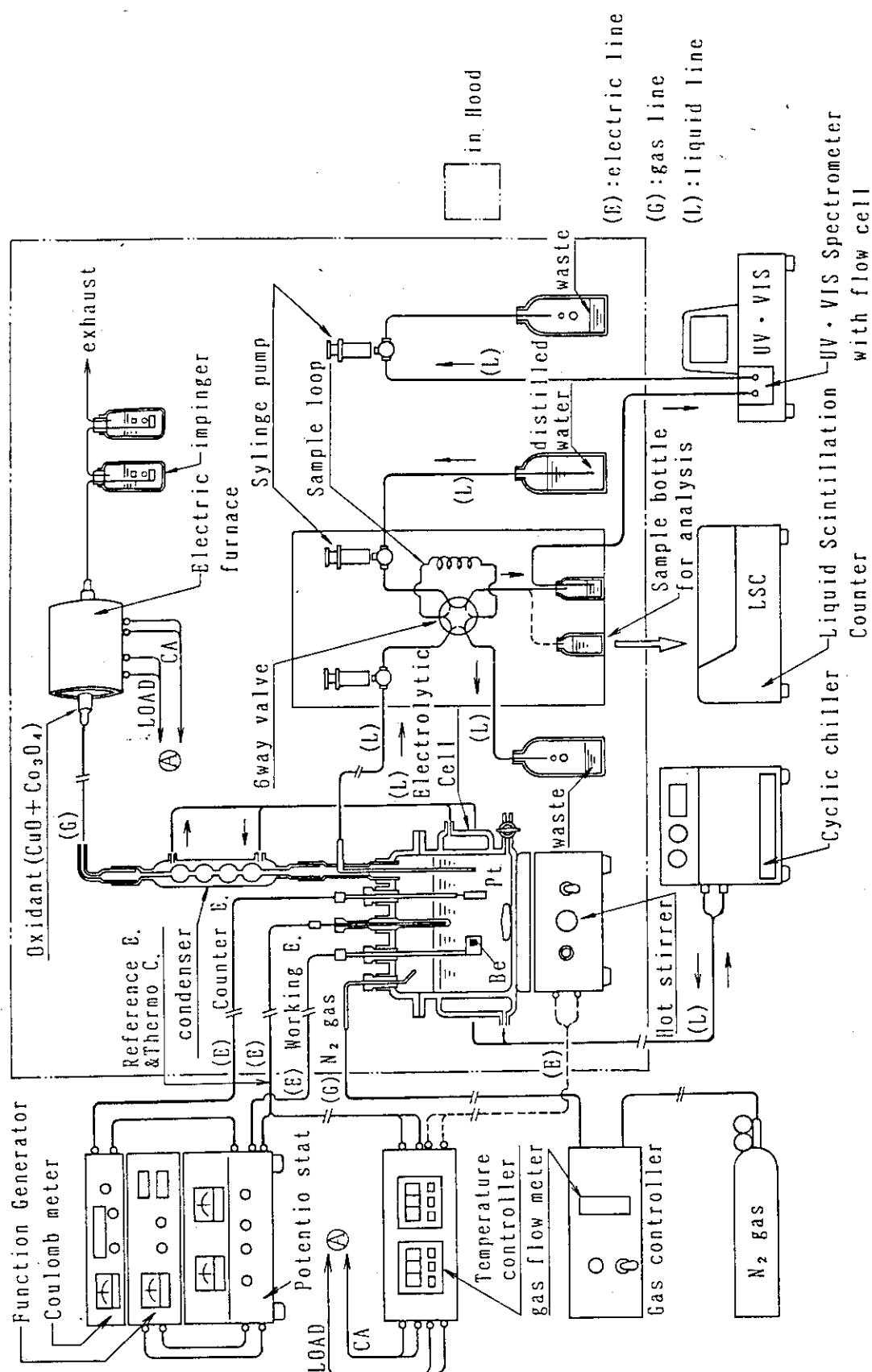


Fig. 6 System of electrolytic polishing apparatus

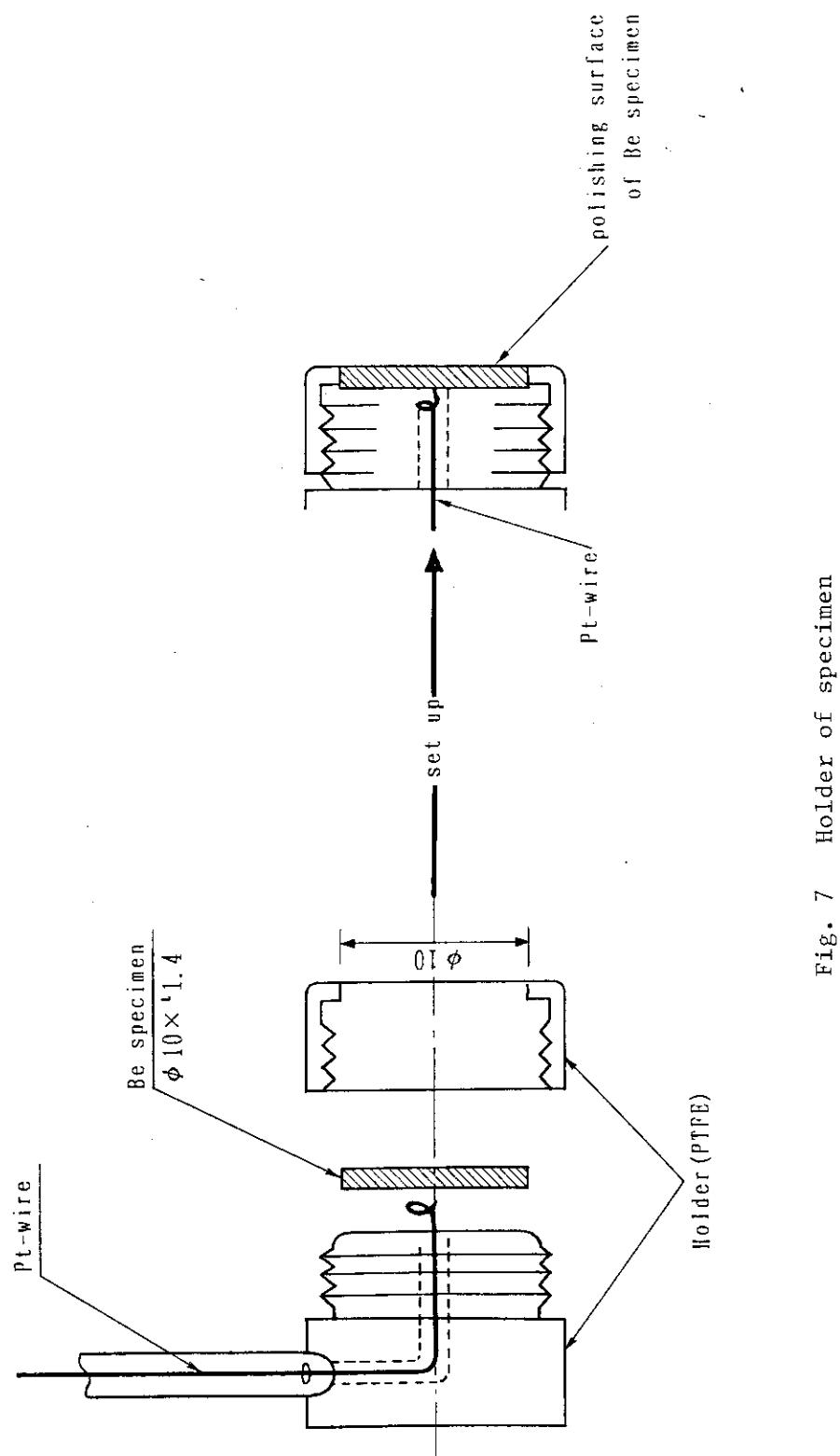


Fig. 7 Holder of specimen

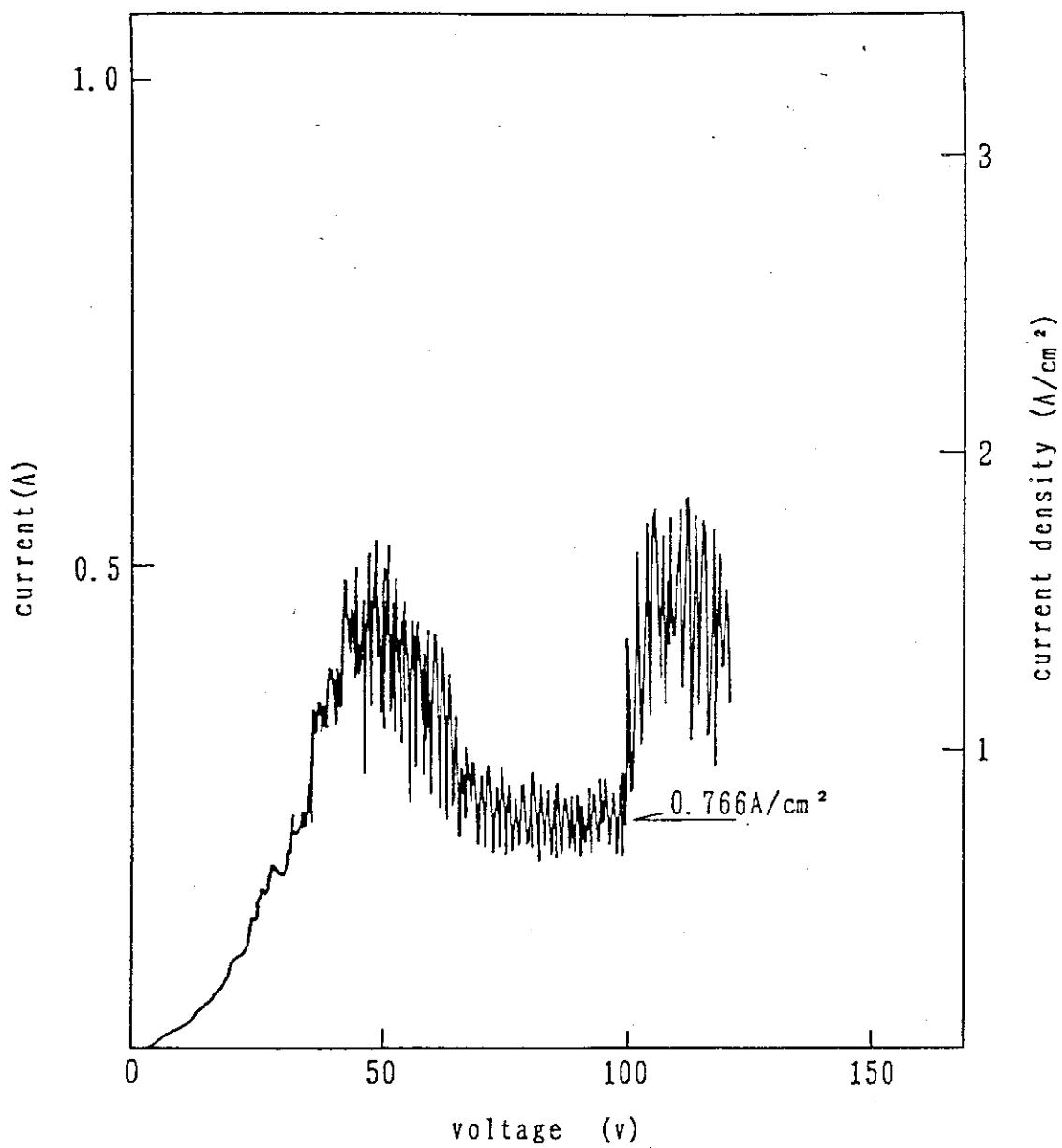


Fig. 8 Relation between voltage and current density
(partially exposed type ; voltage scanning
rate = 1 V/s)

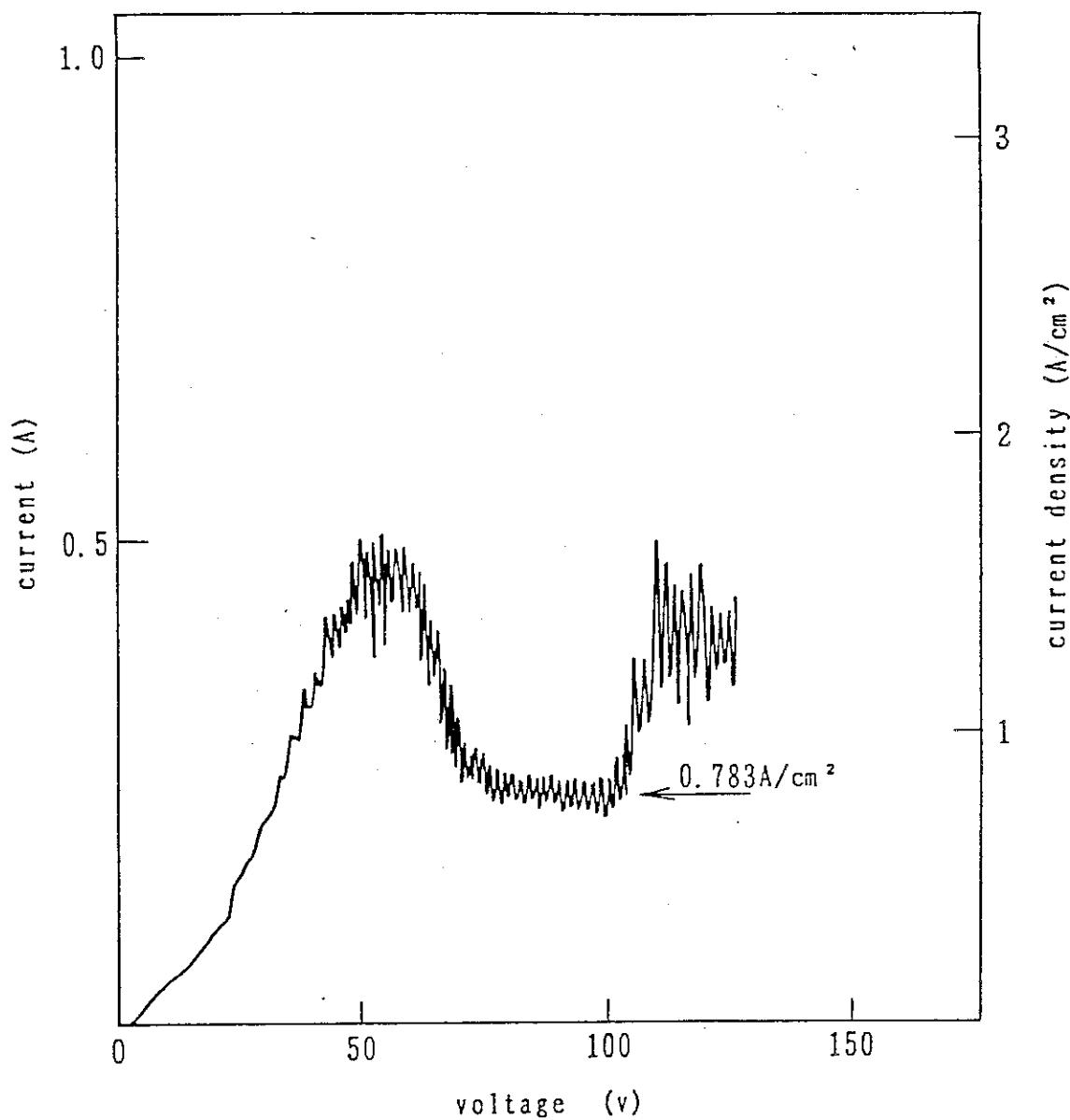


Fig. 9 Relation between voltage and current density
(partially exposed type ; voltage scanning
rate = 3 V/s)

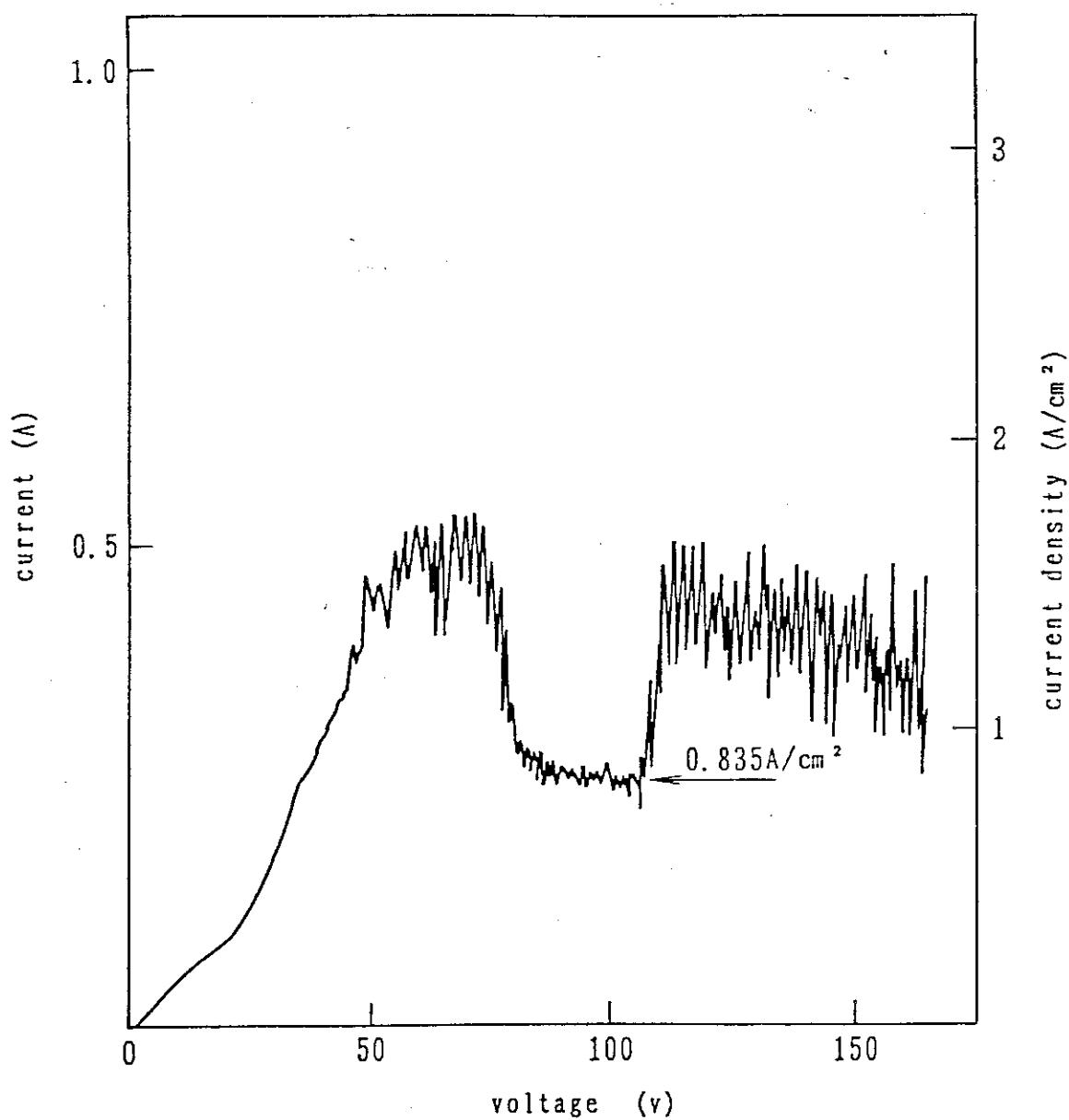


Fig. 10 Relation between voltage and current density
(partially exposed type ; voltage scanning
rate = 10 V/s)

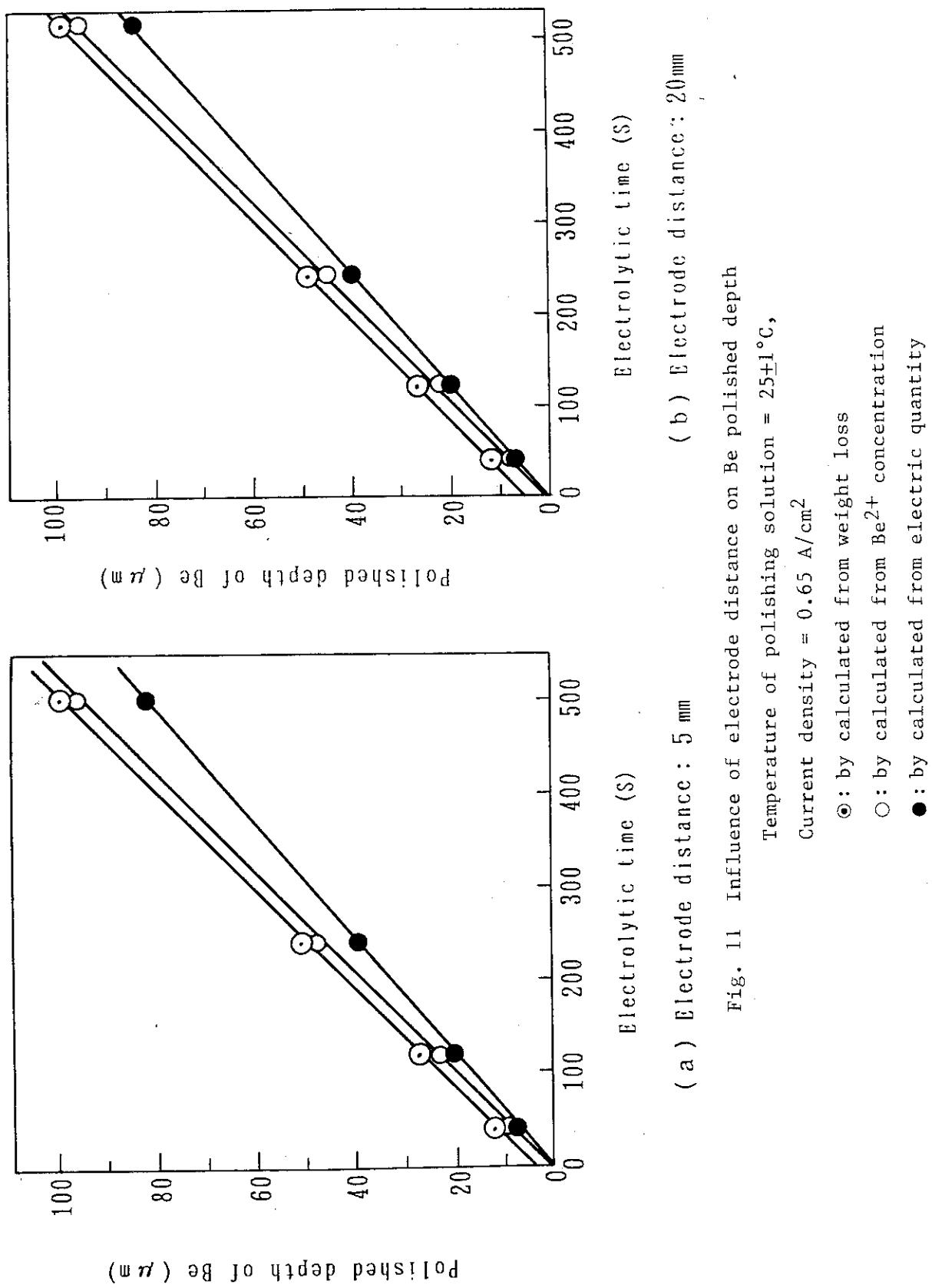


Fig. 11 Influence of electrode distance on Be polished depth
Temperature of polishing solution = $25 \pm 1^\circ\text{C}$,
Current density = 0.65 A/cm^2

- ◎ : by calculated from weight loss
- : by calculated from Be^{2+} concentration
- : by calculated from electric quantity

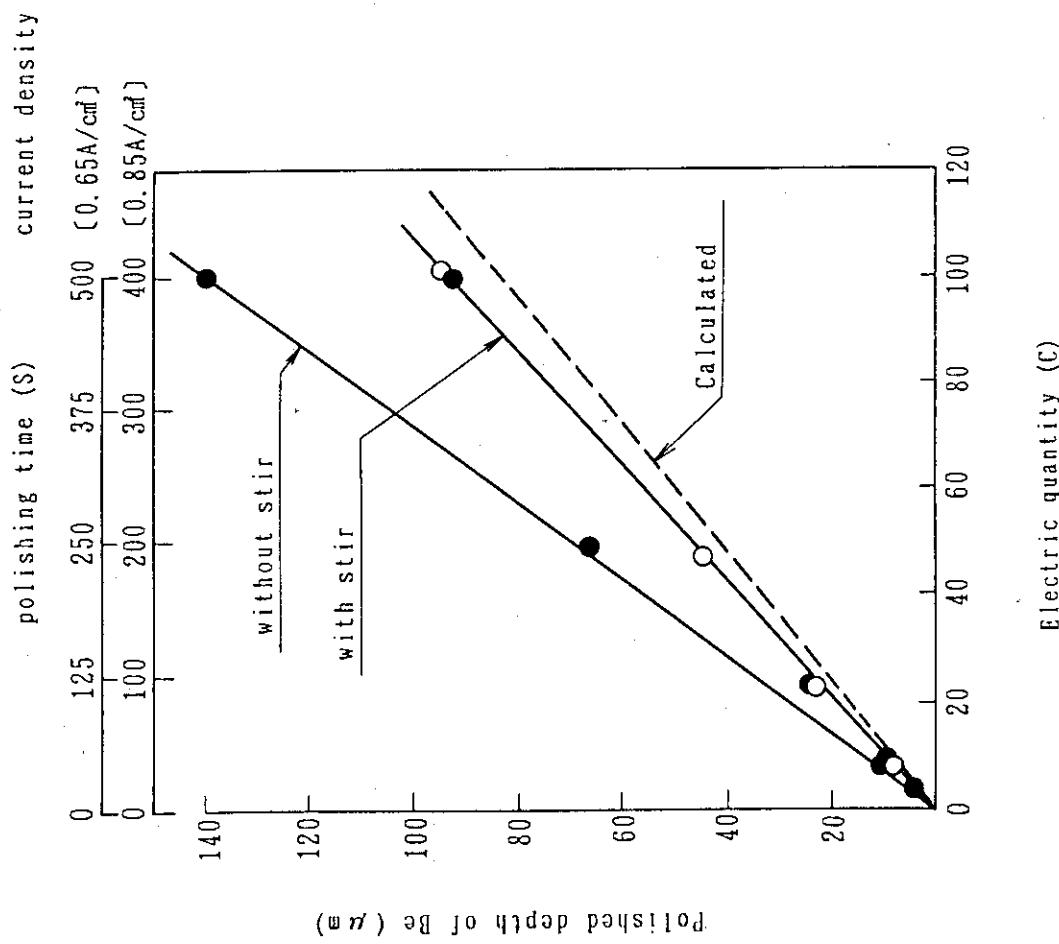


Fig. 12 Influence of current density and stir of polishing solution on polished depth of Be
(Current density: ●; 0.85 A/cm², ○; 0.65 A/cm²)

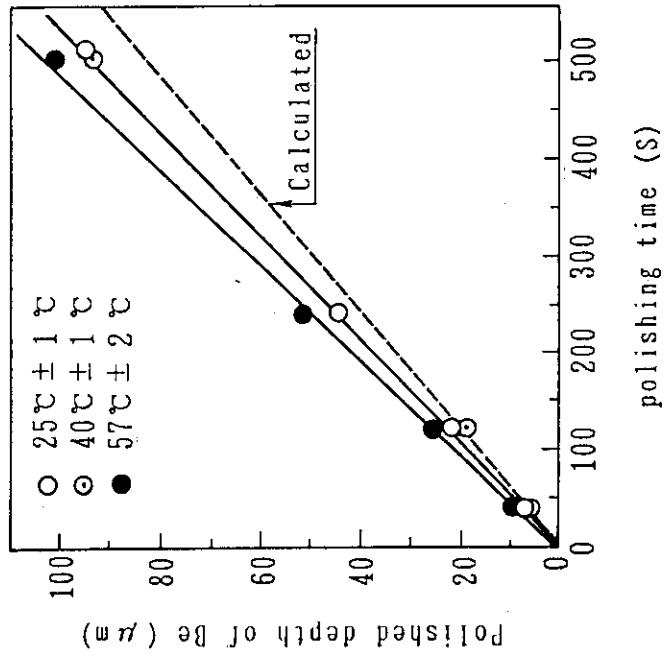


Fig. 13 Effect of the temperature of polishing solution on polishing characteristics

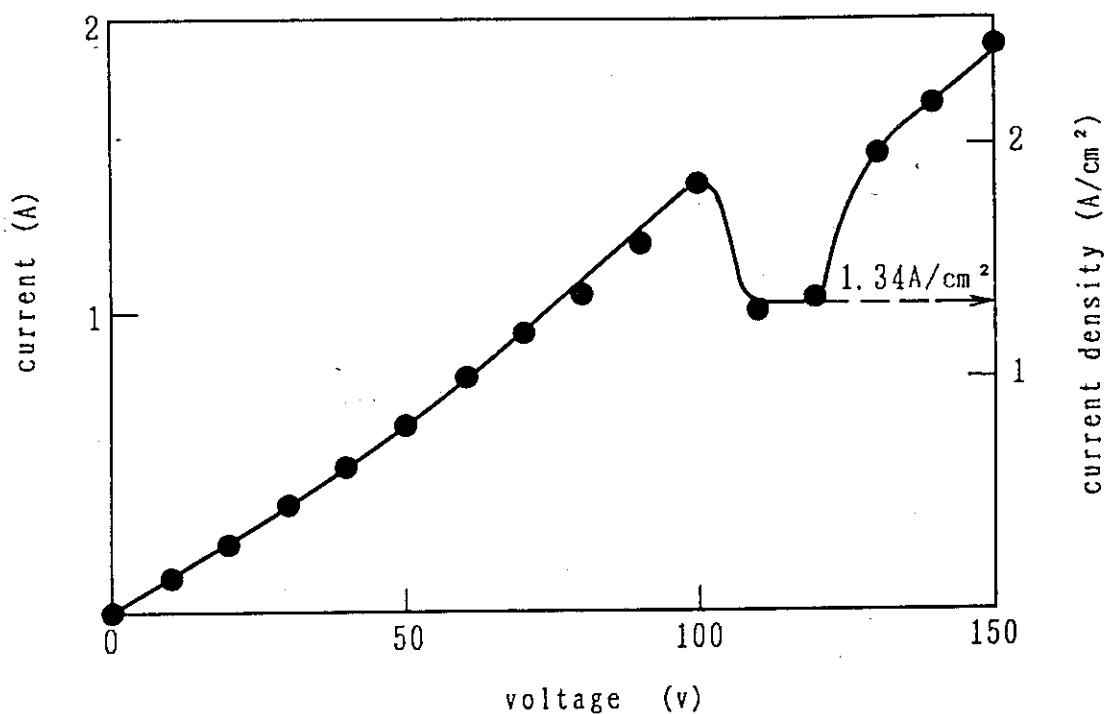


Fig. 14 Relation between voltage and current density

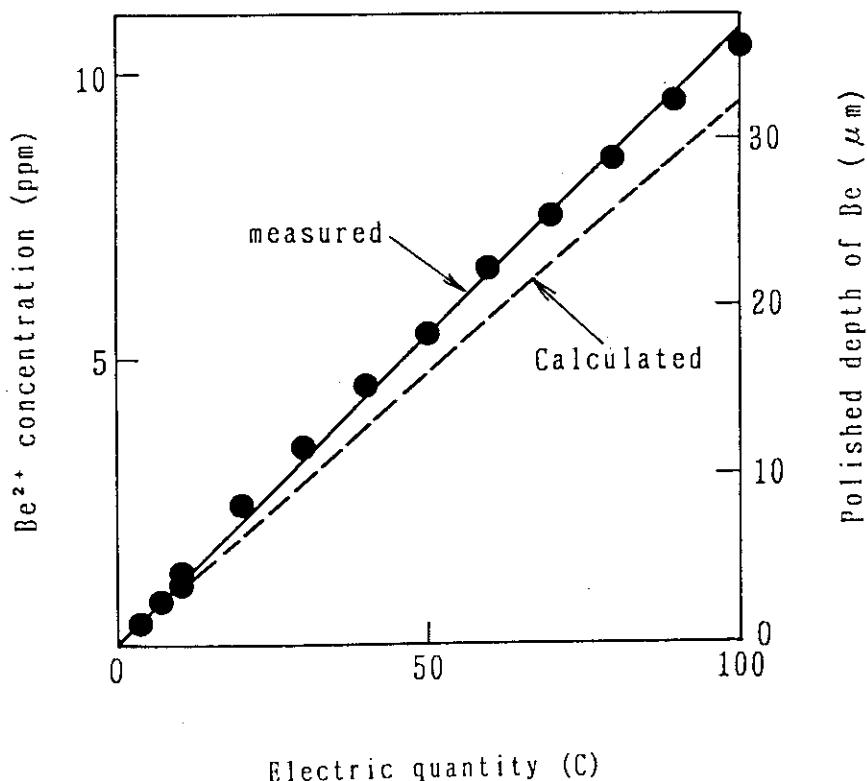


Fig. 15 Relation between electric quantity and polished depth of Be
(Polishing solution volume = 500 ml)

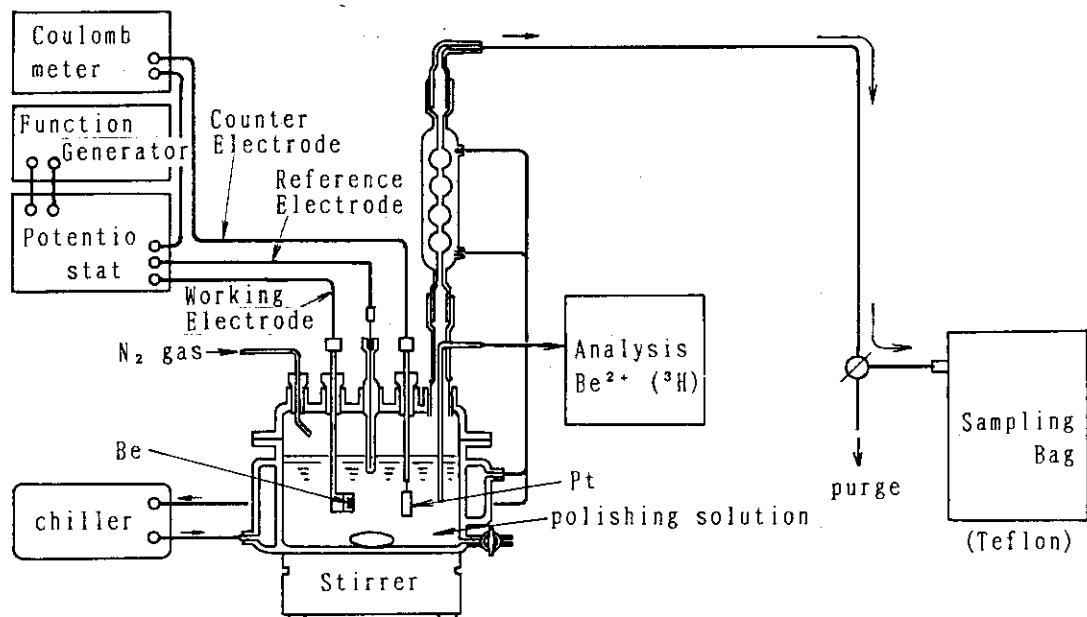


Fig. 16 Measuring system of generated hydrogen gas

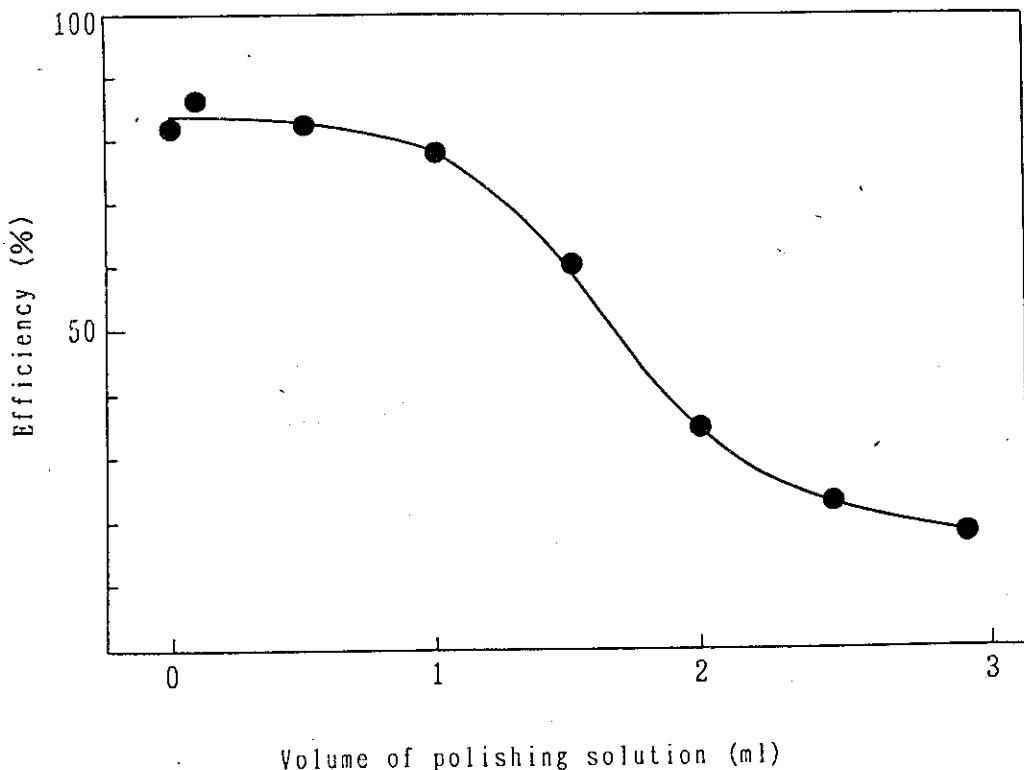


Fig. 17 Tritium measuring efficiency

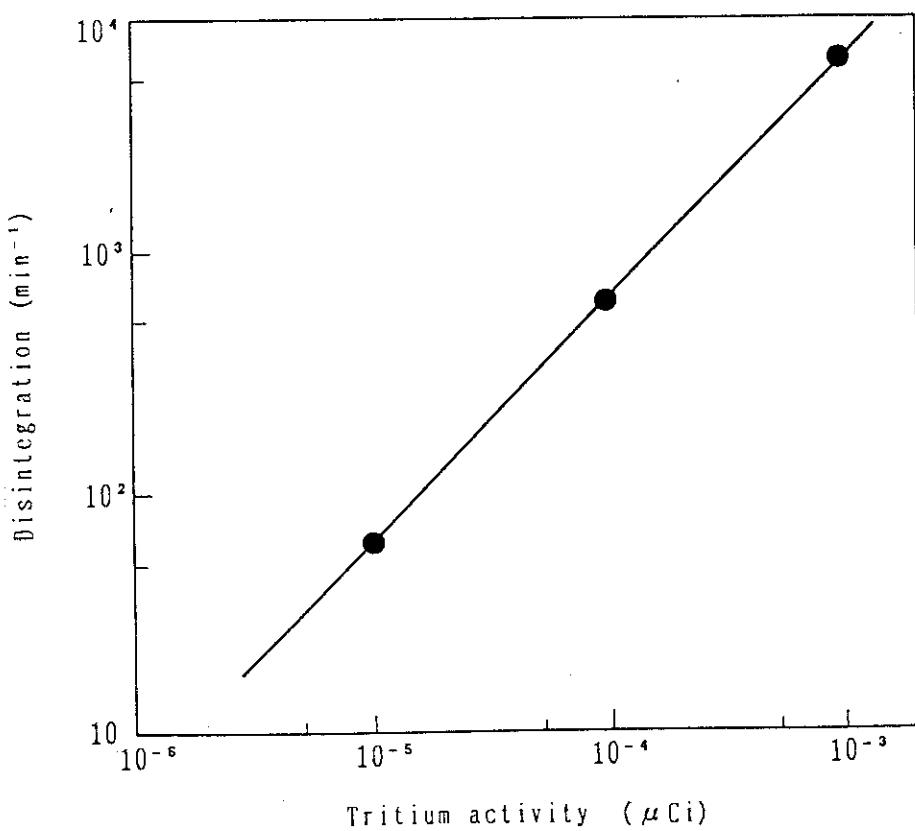


Fig. 18 Tritium measuring calibration