

JAERI-M
91-064

電子線照射不融化装置の製作と運転特性

1991年4月

笠井 昇・西井 正信・瀬口 忠男

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。
入手の問合わせは、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、お申しこしてください。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）で複写による実費頒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, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1991

編集兼発行	日本原子力研究所
印刷	日立高速印刷株式会社

電子線照射不融化装置の製作と運転特性

日本原子力研究所高崎研究所開発部
笠井 昇・西井 正信・瀬口 忠男

(1991年3月11日受理)

電子線照射不融化装置は、有機ケイ素系繊維を電子線照射により架橋させるとともに、最大 1173 K (900°C) まで加熱処理して残存する活性種を消滅させて不融化処理を行うものである。本装置は、試料皿、照射容器、中間箱、熱処理槽、電気炉および真空ポンプから構成されている。照射容器、中間箱および熱処理槽には気密シャッターが設けられ、試料の移動は気密シャッターを介して行われる。気密シャッターにより各容器内の気密が十分に保持でき、空気(酸素)の無い条件で照射容器からの試料の取り出しや熱処理槽への試料の移し換えが行える。本装置により、350×350 mm の大きさの試料を2個同時に電子線照射開始からその後の熱処理終了まで、空気を遮断した条件で行うことができる。吸収線量は 2 MeV, 1 mA, および試料皿の移動速度 100 cm/min の条件で照射窓の下を1往復すると 14.4 kGy (1.44 Mrad) であった。照射による試料の発熱を防止するため、照射容器内に液体窒素のラジエターを設け、試料温度の上昇を抑えることができた。熱処理槽は、高い温度になるほど試料位置での温度分布が大きくなることが明らかになった。なお、本装置は有機ケイ素系繊維の電子線照射・熱処理のため製作されたが、有機物等の放射線酸化が大きく影響する材料を空気を完全に遮断した条件で、比較的大線量を照射して、熱処理あるいは化学処理を施して安定な状態にする必要のある場合にも、応用できるものである。

Construction of Apparatus for Curing by Electron
Irradiation and its Characteristics

Noboru KASAI, Masanobu NISHII and Tadao SEGUCHI

Department of Development
Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Watanuki-cho, Takasaki-shi, Gunma-ken

(Received March 11, 1991)

An apparatus was designed and constructed for electron irradiation curing treatments of organic silicone fibers as the precursor of silicon carbide (SiC) fibers. Using the apparatus, the organic silicone fibers were cured by electron beam crosslinking, and the active species formed were quenched by heating up to 1173 K (900°C) in oxygen free atmosphere. This apparatus is composed of two sample trays, irradiation chamber, middle container, heating container, electric furnace, and vacuum pump. The sample tray is moved from irradiation chamber to heating container through the middle container. Irradiation chamber, middle container and heating container are separated by airtight shutters. It was observed that the air leak is negligible, and the oxidation was well prevented during the radiation curing. The absorbed dose was 14.4 kGy per double pass by using electron beam of 2MeV and 1mA with 100 cm/min of sample tray moving speed. The temperature rise of sample by electron irradiation was depressed by Helium gas flow and with the supply of liquid nitrogen to the radiator inside of irradiation container. The temperature in the heating container showed rather large distribution at the higher temperature.

Keywords: Radiation, Curing, Electron-Beam, Irradiation-Apparatus,
Silicon-Carbide

目 次

1. はじめに	1
2. 装置の概要	1
2.1 装置の製作目的	1
2.2 装置の構成	2
2.2.1 試料皿	2
2.2.2 照射容器	2
2.2.3 中間箱	2
2.2.4 熱処理槽	3
2.2.5 電気炉	3
2.2.6 真空ポンプ	3
2.3 装置運転の方法	3
3. 装置の運転特性	4
3.1 真空排気	4
3.2 線量分布	5
3.3 照射による温度変化	6
3.4 電気炉の温度制御と温度分布	8
4. まとめ	8
謝 辞	9
参考文献	10
付 録	25

Contents

1. Introduction	1
2. Outline of apparatus	1
2.1 Purpose of construction of apparatus	1
2.2 Components of apparatus	2
2.2.1 Sample tray	2
2.2.2 Irradiation chamber	2
2.2.3 Middle container	2
2.2.4 Heating container	3
2.2.5 Electric furnace	3
2.2.6 Vacuum pump	3
2.3 Operation procedure	3
3. Characteristics of the apparatus	4
3.1 Evacuation	4
3.2 Dose distribution	5
3.3 Temperature change during irradiation	6
3.4 Temperature controll and its distribution in electric furnace ...	8
4. Summary	8
Acknowledgements	9
References	10
Appendix	25

1. はじめに

宇宙・航空機や核融合などの高度技術分野，高温ガスの発電などのエネルギー分野において，耐熱性，耐磨耗性，高比強度，高比剛性，耐酸化性に優れた構造材料が要求されており，活発に研究開発が行われている¹⁾。炭化ケイ素繊維は，セラミック繊維で耐熱性，耐酸化性，高強度，柔軟性を有することから，繊維強化金属（FRM：Fiber Reinforced Metal）や繊維強化セラミックス（FRC：Fiber Reinforced Ceramics）などの先進複合材料（ACM：Advanced Composite Materials）の耐熱繊維として有望視され，開発研究が行われている²⁻⁴⁾。炭化ケイ素繊維は，有機ケイ素化合物であるポリカルボシランまたはポリチタノカルボシランを熔融紡糸して繊維とし，熱酸化による不融化处理の後，焼成することにより得られる⁵⁾。現在は，ポリカルボシランから得られた繊維がSiC繊維，ポリチタノカルボシランから得られた繊維がSi-Ti-C-O繊維で，それぞれ「ニカロン」，「チラノ繊維」の商品名で製造販売されている。

これらの繊維は，熱酸化による不融化工程において導入された酸素が，1300℃以上の温度で余剰炭素と反応し分解が起こるため，高温では急激に強度が低下する⁶⁾。炭化ケイ素繊維の高温特性を改善するため，熔融紡糸した繊維を不活性ガス中で電子線照射により不融化した（放射線不融合法）炭化ケイ素繊維は，酸素量が少ないため高温特性の向上に有効な方法であることが見いだされた⁷⁾。

本報告は，有機ケイ素繊維を電子線照射で不融化する研究を行うために製作した「電子線照射不融化解装置」の構成とその特性について調べたものである。本装置は，数百グラムの繊維を不融化するために製作されたものであり，その運転特性である真空排気特性，線量率や照射容器内の温度などの照射特性および電気炉の加熱特性を明らかにした。

2. 装置の概要

2.1 装置の製作目的

電子線照射不融化解装置は，有機ケイ素系繊維を空気（酸素）の無い条件で電子線照射して架橋を起こさせ，焼成してセラミック繊維に転換させる際に繊維の形状を保持させる不融化解処理を行うためのものである。さらに，不融化解処理後に残存する反応活性種を酸化させずに消滅させる空気遮断加熱の機能をもたせたものである。具体的には，有機ケイ素繊維を350×350×50⁸⁾mmの金属皿に置いて照射容器に挿入し，真空中に排気した後，ヘリウムガスを流しながら1号加速器⁹⁾を用いて電子線を照射する。ヘリウムガスにより電子線（2 MeV，5～20mA）照射で発熱する熱が除去され，繊維温度は融点（約250℃程度）以下の温度に保持される。試料は電子線照射後，空気に接触させることなく加熱用容器内に移し換え，アルゴンガスを流し

1. はじめに

宇宙・航空機や核融合などの高度技術分野，高温ガスの発電などのエネルギー分野において，耐熱性，耐磨耗性，高比強度，高比剛性，耐酸化性に優れた構造材料が要求されており，活発に研究開発が行われている¹⁾。炭化ケイ素繊維は，セラミック繊維で耐熱性，耐酸化性，高強度，柔軟性を有することから，繊維強化金属（FRM：Fiber Reinforced Metal）や繊維強化セラミックス（FRC：Fiber Reinforced Ceramics）などの先進複合材料（ACM：Advanced Composite Materials）の耐熱繊維として有望視され，開発研究が行われている²⁻⁴⁾。炭化ケイ素繊維は，有機ケイ素化合物であるポリカルボシランまたはポリチタノカルボシランを溶融紡糸して繊維とし，熱酸化による不融化处理の後，焼成することにより得られる⁵⁾。現在は，ポリカルボシランから得られた繊維がSiC繊維，ポリチタノカルボシランから得られた繊維がSi-Ti-C-O繊維で，それぞれ「ニカロン」，「チラノ繊維」の商品名で製造販売されている。

これらの繊維は，熱酸化による不融化工程において導入された酸素が，1300℃以上の温度で余剰炭素と反応し分解が起こるため，高温では急激に強度が低下する⁶⁾。炭化ケイ素繊維の高温特性を改善するため，溶融紡糸した繊維を不活性ガス中で電子線照射により不融化した（放射線不融合法）炭化ケイ素繊維は，酸素量が少ないため高温特性の向上に有効な方法であることが見いだされた⁷⁾。

本報告は，有機ケイ素繊維を電子線照射で不融化する研究を行うために製作した「電子線照射不融化解装置」の構成とその特性について調べたものである。本装置は，数百グラムの繊維を不融化するために製作されたものであり，その運転特性である真空排気特性，線量率や照射容器内の温度などの照射特性および電気炉の加熱特性を明らかにした。

2. 装置の概要

2.1 装置の製作目的

電子線照射不融化解装置は，有機ケイ素系繊維を空気（酸素）の無い条件で電子線照射して架橋を起こさせ，焼成してセラミック繊維に転換させる際に繊維の形状を保持させる不融化解処理を行うためのものである。さらに，不融化解処理後に残存する反応活性種を酸化させずに消滅させる空気遮断加熱の機能をもたせたものである。具体的には，有機ケイ素繊維を350×350×50⁸⁾mmの金属皿にいれて照射容器に挿入し，真空中に排気した後，ヘリウムガスを流しながら1号加速器⁹⁾を用いて電子線を照射する。ヘリウムガスにより電子線（2 MeV，5～20mA）照射で発熱する熱が除去され，繊維温度は融点（約250℃程度）以下の温度に保持される。試料は電子線照射後，空気に接触させることなく加熱用容器内に移し換え，アルゴンガスを流し

ながら電気炉で最大 900°C (1173 K) まで加熱した後、室温まで放冷して大気中に取り出すようになっている。

本装置は、電子線照射開始から熱処理終了までの一連の工程において、一度も空気と接触することなく、全て空気の無い条件下で行うことのできる特殊な装置である。

2.2 装置の構成

本装置は試料皿、照射容器、中間箱、熱処理槽、電気炉および真空ポンプから構成されている。なお、照射容器、中間箱および熱処理槽には気密シャッターが取付けられている。気密シャッターは容器内の試料と空気を接触させないように容器内の真空またはガス雰囲気気密を保持するとともに、照射容器内の試料の取り出しや他の容器への移し換えを試料と空気(酸素)を遮断した状態で行うためのものである。

2.2.1 試料皿

試料皿は有機ケイ素系繊維を入れて照射、熱処理を行う正方形の金属皿で 350 × 350 × 50^H mm の寸法である。照射による発熱を低減するため、底面は厚さ 50 ~ 100 μm の SUS 板張りで、駆動装置により冷却板の上に接触させて照射窓の下を繰り返し移動される。また、照射終了後は試料を入れた状態で中間箱に、さらに中間箱から熱処理槽に移し換えられ、最大 900°C (1173 K) まで加熱される。

2.2.2 照射容器

照射容器は真空排気後に He ガスを導入し、空気の無い条件で試料皿を同時に 2 個、冷却板の上を移動させながら試料の電子線照射を行うもので、略図を Fig. 1 に示した。2 個の試料は 2 基のコンベヤーにより、それぞれ独自の速度 (10 ~ 120 cm/min) で移動できる。照射容器には 100 × 400 mm に厚さ 50 μm のチタン板を取りつけた照射窓 (2 カ所)、60 × 380 mm の窓を有する空気遮断用の気密シャッター (2 個)、試料皿を照射窓の下で反復移動させるための駆動装置 (コンベヤー)、電子線照射による発熱を防止するための上部冷却板・内部冷却板、照射容器内の温度上昇を抑制するための液体窒素用ラジエーター、真空排気用バルブおよび He ガス導入・排出用バルブ等が設置されている。

試料皿の移動速度および照射容器内の温度 (熱電対により測定) 等は、照射室内の照射容器からスリーブを通した配線により照射室外の制御盤で表示、制御される。また、液体窒素や He ガスは同じようにスリーブを通して配管が接続しており、照射室外から供給する。

2.2.3 中間箱

照射後の試料を空気に接触させずに、試料皿に入れた状態で照射容器から熱処理槽に移し換えるためのものであり、略図を Fig. 2 に示した。中間箱には気密シャッター、フック、覗き窓、ハンドバーおよび真空排気用バルブ等が取り付けられている。

2.2.4 熱処理槽

熱処理槽は、照射後の試料を空気に接触させずに、アルゴンガス中で加熱して反応活性種（ラジカル）を消滅させるため、電気炉で加熱するための容器である。Fig. 3に略図を示した。熱処理槽には気密シャッター、熱遮蔽板、真空排気バルブおよびアルゴンガス導入・排出用バルブが取り付けられている。なお、気密シャッター部は熱によるシャッター、Oリングのパッキンおよびフランジの変形等を考慮して、加熱時に水で冷却できる構造である。

2.2.5 電気炉

電気炉はFig. 4に示したように上下2段に加熱口を有し、熱処理槽を同時に2個、独自の条件で加熱できる。電気炉には4 kWのヒーター（ニクロム線）が2組組み込まれており、最大1000°C（1273 K）まで加熱できる。なお、昇温速度、到達温度および保持時間等はプログラムコントローラーにより設定し、制御される。

2.2.6 真空ポンプ

試料は空気に接触させることなく、照射開始から加熱終了までの一連の工程を行う必要がある。このため、照射容器、中間箱、熱処理槽内をガス置換と流通の前に1 Pa以下（ 10^{-3} torr台）まで真空排気する。真空ポンプはメカニカルブースターポンプ排気装置VPM-050（真空機工製）で到達圧力 4×10^{-2} Pa（ 3×10^{-4} torr）、排気速度 $50 \text{ m}^3/\text{h}$ の能力を有するタイプのものである。メカニカルブースターポンプは油回転真空ポンプと組み合わせて使用され、約 4×10^3 Pa（30 torr）程度から作動し、大きな排気速度を持つため排気時間を大幅に短縮できる。

2.3 装置運転の方法

照射試料の入った試料皿（2個）を照射容器内の所定位置に設置した後、気密シャッターを閉めて真空ポンプにより照射容器内を真空排気する。1 Pa以下（ 10^{-3} torr台）の真空度になった時点で排気を終了し、Heガスを導入して照射容器内がプラスの圧力になる条件で流通させる。照射はコンベヤーにより試料皿を内部冷却板上に所定の速度で反復移動（試料皿を押し、冷却板上を滑らせる）させ、 $100 \times 400 \text{ mm}$ の照射窓（厚さ $50 \mu\text{m}$ のチタン板）の下を試料が通過する際に行われる。この際、上部冷却板および内部冷却板に冷却水を流して、照射による発熱を防止する。また、必要に応じて液体窒素用ラジエーターに液体窒素を流し、照射容器内を冷却する。照射終了後、中間箱を照射室内に運び込む。照射容器の気密シャッターに中間箱の気密シャッターをOリングのパッキンを介してフックで接続した後、中間箱の気密シャッターを開けて中間箱および気密シャッター間の空間部分の真空排気を行う。排気後に照射容器の気密シャッターを開き、ハンドバーを照射容器内の試料皿に引っ掛けて試料皿（照射を終了した試料）を中間箱に移す。中間箱と照射容器の気密シャッターを閉めた後、切り離して中間箱を照射室外に運び出す。熱処理槽の気密シャッターに中間箱の気密シャッターをOリングのパッキンを介してフックで接続し、熱処理槽の気密シャッターを開けて熱処理槽および気密シ

ャッター間の空間部分の真空排気を行う。排気後にアルゴンガスを導入して熱処理槽内を大気圧以上（プラスの圧力）にする。中間箱の気密シャッターを開き、ハンドバーにより試料皿を熱処理槽に移す。熱処理槽と中間箱の気密シャッターを閉めた後、切り離して熱処理槽を電気炉内に挿入する。熱処理槽にアルゴンガスを流通させながら、所定の温度で試料を最大 900°C（1173 K）まで加熱し、室温まで放冷した後に大気中に試料を取り出す。なお、加熱時において、熱処理槽の気密シャッターのOリングパッキン、シャッターおよびフランジなどの熱による変形を防止するため、気密シャッター部を水で冷却する。

3. 装置の運転特性

3.1 真空排気

本装置において、照射開始から加熱終了まで空気を遮断して行う必要がある。このため、ガス置換前に真空ポンプにより照射容器、中間箱、熱処理槽内を 1 Pa 以下 (10^{-3} torr 台) まで真空排気する。気密シャッターを閉めた状態で照射容器、中間箱および熱処理槽内を真空排気した時の排気開始からの時間と真空度の関係を調べ、各気密シャッターの気密効果を調べた。また、実際の運転操作において、照射容器からの試料の取り出しや熱処理槽への試料の移し換え時に、それぞれの気密シャッター同士を接続した後、気密シャッター間の空間についても真空排気する必要がある。このため、中間箱については照射容器の気密シャッターと接続した後に中間箱の気密シャッターを開け、熱処理槽については、中間箱の気密シャッターと接続した後に熱処理槽の気密シャッターを開け、パッキンを介して接続した気密シャッター間の空間を一緒に真空排気した時の時間と真空度の関係を調べ、真空排気に対する気密シャッター同士の接続効果を確認した。真空計は $1.0 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa ($7.6 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{-3}$ torr) まで測定でき、2レンジ自動切替え（1レンジ = $1.0 \times 10^5 \sim 9.3 \times 10^1$ Pa : 2レンジ = $1.3 \times 10^2 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa）のピラニー真空計 P T - 9 P（大亜真空製）を用いて真空度を測定し、記録計により記録した。

Fig. 5 に、照射容器（容積約 110 ℓ）を真空ポンプにより真空排気した時の時間と真空度の関係を示した。排気開始後、油回転真空ポンプにより真空度が緩やかに上昇する。真空度が約 2×10^4 Pa に達するとメカニカルブースターポンプが作動するため真空度が急激に上昇（93 Pa で真空計のレンジが切り替わった）し、排気開始から約 5 分で 4 Pa に達した。その後、真空度は緩やかに上昇し、1 Pa は約 17 分、0.5 Pa は約 35 分で到達した。以上のように、照射容器のような大きな容積の空間を 17 分程度で 1 Pa 程度まで真空排気できたことから、気密シャッターにより容器内の気密が十分保たれていることが明らかになった。

Fig. 6 に、中間箱（容積約 10 ℓ）を真空排気した時の時間と真空度の関係を示した。（A）は気密シャッターを閉めて中間箱を真空排気したもので、（B）は照射容器の気密シャッターとパッキンを介して接続し、中間箱の気密シャッターを開けた状態で中間箱と気密シャッター間の空間（容積約 350 m ℓ）を真空排気した時の真空度の変化を示した。中間箱（A）は照射

ャッター間の空間部分の真空排気を行う。排気後にアルゴンガスを導入して熱処理槽内を大気圧以上（プラスの圧力）にする。中間箱の気密シャッターを開き、ハンドバーにより試料皿を熱処理槽に移す。熱処理槽と中間箱の気密シャッターを閉めた後、切り離して熱処理槽を電気炉内に挿入する。熱処理槽にアルゴンガスを流通させながら、所定の温度で試料を最大 900°C（1173 K）まで加熱し、室温まで放冷した後に大気中に試料を取り出す。なお、加熱時において、熱処理槽の気密シャッターのOリングパッキン、シャッターおよびフランジなどの熱による変形を防止するため、気密シャッター部を水で冷却する。

3. 装置の運転特性

3.1 真空排気

本装置において、照射開始から加熱終了まで空気を遮断して行う必要がある。このため、ガス置換前に真空ポンプにより照射容器、中間箱、熱処理槽内を 1 Pa 以下 (10^{-3} torr 台) まで真空排気する。気密シャッターを閉めた状態で照射容器、中間箱および熱処理槽内を真空排気した時の排気開始からの時間と真空度の関係を調べ、各気密シャッターの気密効果を調べた。また、実際の運転操作において、照射容器からの試料の取り出しや熱処理槽への試料の移し換え時に、それぞれの気密シャッター同士を接続した後、気密シャッター間の空間についても真空排気する必要がある。このため、中間箱については照射容器の気密シャッターと接続した後に中間箱の気密シャッターを開け、熱処理槽については、中間箱の気密シャッターと接続した後に熱処理槽の気密シャッターを開け、パッキンを介して接続した気密シャッター間の空間を一緒に真空排気した時の時間と真空度の関係を調べ、真空排気に対する気密シャッター同士の接続効果を確認した。真空計は $1.0 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa ($7.6 \times 10^2 \sim 1.0 \times 10^{-3}$ torr) まで測定でき、2レンジ自動切替え（1レンジ = $1.0 \times 10^5 \sim 9.3 \times 10^1$ Pa : 2レンジ = $1.3 \times 10^2 \sim 1.3 \times 10^{-1}$ Pa）のピラニー真空計 P T - 9 P（大亜真空製）を用いて真空度を測定し、記録計により記録した。

Fig. 5 に、照射容器（容積約 110 ℓ）を真空ポンプにより真空排気した時の時間と真空度の関係を示した。排気開始後、油回転真空ポンプにより真空度が緩やかに上昇する。真空度が約 2×10^4 Pa に達するとメカニカルブースターポンプが作動するため真空度が急激に上昇（93 Pa で真空計のレンジが切り替わった）し、排気開始から約 5 分で 4 Pa に達した。その後、真空度は緩やかに上昇し、1 Pa は約 17 分、0.5 Pa は約 35 分で到達した。以上のように、照射容器のような大きな容積の空間を 17 分程度で 1 Pa 程度まで真空排気できたことから、気密シャッターにより容器内の気密が十分保たれていることが明らかになった。

Fig. 6 に、中間箱（容積約 10 ℓ）を真空排気した時の時間と真空度の関係を示した。（A）は気密シャッターを閉めて中間箱を真空排気したもので、（B）は照射容器の気密シャッターとパッキンを介して接続し、中間箱の気密シャッターを開けた状態で中間箱と気密シャッター間の空間（容積約 350 m ℓ）を真空排気した時の真空度の変化を示した。中間箱（A）は照射

容器に比べて内容積が約10ℓと小さいことから、短時間に真空度が上昇し、約1分で1 Paに、約2分で0.5 Paになった。また、接続した気密シャッターの片方を開けて、約350 mℓの容積を有する気密シャッター間の空間を一緒に真空排気した(B)では、2 Pa程度の真空度まで(A)とほとんど同じ時間で到達するが、その後上昇が緩やかとなり、排気開始から2分近くで1 Pa、4分で0.5 Paに達した。このことは、(A)に比べて排気の容積が約350 mℓ増えたことよりも、気密シャッターの片方が開いているためと思われる。しかし、気密シャッター同士をパッキンを介して接続した状態においても、パッキンからの真空洩れがなく、気密が保たれることが分かった。また、実際の運転操作では(B)の状態で行うが、2分程度の排気時間で照射容器内の試料を取り出せる真空度になることが分かった。

Fig. 7に、熱処理槽(容積約18ℓ)を真空ポンプにより真空排気した時の時間と真空度の関係を示した。(A)は気密シャッターを閉めて熱処理槽内を真空排気したもので、(B)は中間箱の気密シャッターとパッキンを介して接続し、熱処理槽の気密シャッターを開けた状態で熱処理槽と気密シャッター間の空間(約350 mℓ)を真空排気した時の真空度の変化を示した。約18ℓの容積を有する熱処理槽の真空排気において、1 Paの真空度に達するまでの時間は中間箱に比べて長くなるが(A)、(B)共に約4分となり、ほとんど同じ時間となった。

以上の真空排気の結果から、照射容器については20分程度、中間箱については2分程度、熱処理槽については4分程度の排気時間で運転操作が行えることが分かった。また、本装置に設置されている気密シャッターは容器内を気密状態にでき、気密シャッター同士の接続状態においても気密を保持できることが分かった。このことにより、照射試料の取り出しや移し換えの操作においても、空気の侵入を防止できることが明らかになった。

3.2 線量分布

1号加速器で本装置により試料を照射する場合の吸収線量を、CTA (cellulose triacetate) フィルム線量計⁹⁾(幅8 mm, 厚さ125 μm)により調べた。CTAフィルム線量計(富士フィルム製)は、Fig. 8に示したように試料皿の底に張り付け(加速器スキャナーの窓から39 cmの位置)、加速器の加速電圧2 MV、ビーム電流0.5 mA、試料皿の移動速度100 cm/min (No. 1とNo. 2両方のコンベヤーとも同じ)の条件で、照射窓の下に試料皿を10往復(10 run)通過させて照射を行った。照射終了後、フィルムの吸光度を測定して、下記の式より吸収線量を計算した。

$$\text{Dose} = (\text{OD}_s - \text{OD}_B) / 0.063 \quad \text{Mrad} (\times 10 \text{ kGy})$$

ここで、 OD_s は照射したCTAフィルムの吸光度、 OD_B は未照射のCTAフィルムの吸光度である。

照射したフィルムの吸光度を端から端まで連続的に測定して得られたパターンをFig. 9に示した。なお、フィルム両端部では試料皿の枠による散乱等の影響を受けるため、測定時において両端部を1 cm程度切り落として測定した。吸光度はフィルム内でバラツキが生じており、特に片方の端部(Aの試料皿では右端、Bの試料皿では左端)が一様に少し低下したパターン

となった。このため、今回の線量測定においては、中心部の平坦域の吸光度から線量を求めることとした。Table 1 に得られた吸光度から吸収線量に変換した値を示した。A の試料皿の線量は平均 73.5 kGy (7.35 Mrad)、B の試料皿の線量は平均 70.7 kGy (7.07 Mrad) であった。A の試料皿と B の試料皿で約 4 % の違いであることや 2 基のコンベヤーを同じスピードに設定しても誤差が生じること等の問題はあるが、今回の線量測定により得られた線量は、A と B の平均値を取り 72.1 kGy (7.21 Mrad) とした。この値から、加速電圧 2 MV、コンベヤースピード 100 cm/min、電流 1 mA の条件で試料が照射窓の下を 1 往復 (1 run) すると 14.4 kGy (1.44 Mrad) の吸収線量となることが分かった。

線量測定で得られた 14.4 kGy/mA・run (1.44 Mrad/mA・run) の線量率は、CTA フィルムの中心部の平坦域から求めた値であり、試料皿の端部にまで試料を入れて照射する場合には注意する必要がある。なぜならば、Fig. 9 で示したようにフィルムの端部の吸光度 (線量) が低下したパターンになっていることから、平均値から照射する線量を決めた場合、試料皿の端部に入れた試料について線量が不足することが考えられる。今回の線量測定で得られた最低の吸収線量は 57.9 kGy (5.79 Mrad) で 11.6 kGy/mA・run (1.16 Mrad/mA・run) の線量率となる。この値は平均値と比較すると 81 % で約 20 % 少ない線量率となっている。このため、本装置で試料皿の端部にまで試料を入れて照射する場合において、照射に必要な最低線量は 11.6 kGy/mA・run (1.16 Mrad/mA・run) の線量率から決めた方がよいものと考えられる。

今回の線量測定において、A の試料皿に張りつけたフィルムのすべての右端部、B の試料皿に張りつけたフィルムのすべての左端部が低い吸光度であった。すなわち、照射容器に試料皿を入れて照射した場合、照射容器の中心側に当たる面 (A では右側、B では左側) の吸収線量が少ない結果となった。この原因として、Fig. 10 の加速器スキャン点と試料皿の関係で強調して示したように照射容器中心側の試料面に直接電子が到達しない (照射されない) 影の部分が生じているためと考えられる。すなわち、加速器からの電子が、試料面上部の位置にある照射容器の照射窓と照射窓の間の上部冷却板や照射窓のフランジ部分で遮られるため、線量が少なくなる。今後、照射容器を設計する際には、照射窓の途中に未照射部分を設ける場合や照射窓を加速器スキャンナーの中心部からずらして設ける場合等においては、照射する試料に対して照射窓を大きくする必要がある。

3.3 照射による温度変化

電子線加速器を用いて照射する場合、被照射物や照射容器の発熱が大きくなり、その対策が問題となる。ビーム電流や出力が大きいほど照射時の発熱量が増大する⁹⁾。しかし、ビーム電流や出力を低くして照射すると、線量率が小さいために長時間に渡り照射が必要となる。有機ケイ素系繊維は熱に対して不安定であり、照射開始初期に高い温度に曝されると熔融し、繊維形状を保てなくなり、これを照射後の加熱処理すると発泡するようになる。このため、本装置において照射による試料温度の上昇を抑制するために下記の対策を講じた。

〔照射による温度上昇の対策〕

- ① 試料を載せる試料皿の底面を厚さ50～100 μm (SUS製)の薄板とし、照射による試料皿の発熱を抑えるとともに熱の拡散を高めた。
- ② 移動照射により試料または試料皿の上昇する温度の上限を抑える。試料は照射窓の下を通過する時に照射され、通り過ぎると照射されない。すなわち、照射一空冷の繰り返しとなる。移動照射(繰り返し照射)は固定照射(連続照射)に比べて、到達飽和温度が小さくなる⁸⁾。
- ③ 試料皿の底面を冷却板の上に接触させながら移動させる。このため、試料または試料皿が照射により温度が上昇してもすぐに冷却される。
- ④ 試料や試料皿の温度上昇を抑えても、照射容器内の温度が上昇するため結果的に試料の温度が上昇することが考えられる。このため、照射容器内の上部に液体窒素用ラジエーターを設け、照射容器内の温度(Heガスの温度)上昇を抑制する。
- ⑤ 照射すると架橋が起こり、熱に対する安定性が向上する。このため、照射開始初期のビーム電流を低く抑え、線量が増大して架橋が進行するにつれてビーム電流を上昇させる照射方式とする。

照射による試料温度の上昇は試料と熱電対の比熱の違いや熱電対への照射による流入電子が影響をおよぼすため測定が難しい。このため、Fig. 1に示したように照射を受けない部分(照射窓の下以外)で照射容器内の液体窒素用ラジエーターと内部冷却板の間の空間温度を熱電対Kにより測定した。照射による温度上昇を液体窒素用ラジエーターに液体窒素を流さないで照射した場合と液体窒素を流しながら照射した場合について、熱電対を用いて測定した一例をFig. 11に示した。なお、温度は照射時における各ビーム電流値の変更時に読み取りプロットした。液体窒素で冷却しないで照射した場合、今回の照射条件では照射容器内の温度がほとんど直線的に上昇して、照射終了時に約90°C(363 K)程度まで達した。液体窒素を約80g/minで供給して冷却しながら照射した場合、6 mAまでの温度上昇速度は冷却しないで照射した場合に比べて若干速いが、その後ほとんど同じ上昇速度で10～15°C程度低い温度となり、照射終了時に約80°C(353 K)であった。このように、液体窒素用ラジエーターに液体窒素を流しながら照射することにより、照射容器内の温度を低く抑えることができ、有効であることが分かった。Fig. 12はFig. 11と同じ線量を照射する場合において、照射回数(照射時間)を減少させるために照射の後半部分の電流値を大きくした(線量率が高い)時の温度上昇を示した。なお、液体窒素の供給速度は約35g/minでFig. 11の場合の約1/2であった。温度上昇は10 mAで大きく上昇し、15 mAでは急激に上昇して照射終了時に約120°C(393 K)に達した。液体窒素で冷却しているものの、Fig. 11の冷却しないで照射した場合にくらべても非常に高い温度まで達した。このように、照射時の電流値により照射容器内の温度が影響を受け、同じ線量を照射する場合においても、電流値が大きいほど高い温度まで上昇するため、熱の影響を受けやすい試料の照射の場合には注意する必要がある。

3.4 電気炉の温度制御と温度分布

本装置において電気炉は上段と下段の加熱口により試料を同時に2個、プログラムコントローラーによりそれぞれ独自の条件で最大1000°C (1273 K)まで加熱できる。電気炉に組み込まれた2組のニクロム線ヒータ(4 kW)により加熱温度を制御する場合、設定温度に対してどの程度の温度差となるか、また、位置による温度分布がどの程度かを調べた。温度は、試料皿の入った熱処理槽を電気炉内に挿入設置した状態で、電気炉内の温度を熱電対(K)により測定した。電気炉内の熱電対の位置と試料皿の関係をFig.13に示した。なお、電気炉の温度は上段では図中②の熱電対により、下段では⑤の熱電対により検知して制御される。Fig.14は上段と下段の電気炉内の設定温度条件を室温から100°C (373 K)まで40分、100°Cから400°C (673 K)まで3時間(昇温速度100°C/h)とした場合の電気炉内の各温度を示した。低温での温度制御は難しく、100°C以下の温度では一定の温度上昇が得られなかった。100°C以上において、温度を検知・制御している②、⑤の温度は直線的に上昇してほとんど設定温度になっているが、③、⑥では少し遅れて上昇して設定温度付近で②、⑤と一致した。しかし、電気炉の出口に近い①、④では上昇速度も遅く、到達温度も設定温度に比べて約30°C低い結果となった。また、①と④、②と⑤、③と⑥が同じ温度を示しており、電気炉の上段と下段の加熱口の違いによる温度差は認められなかった。Fig.15に、設定温度を900°C (1173 K)(昇温速度100°C/h)にした場合の電気炉内の各温度を示した。900°Cにおいても400°Cの場合と同様に、上段と下段の加熱口による温度差は認められなかった。しかし、400°Cに比べて設定温度に対する位置による温度差が顕著に見られるようになった。すなわち、②、⑤は900°Cであるのに対して、③、⑥は10~20°C高い温度となり、①、④は55°C程度低い温度となった。

以上のことから、試料を加熱する場合に試料皿の前後で温度の分布が生じ、高い温度に設定するほど電気炉内の試料位置で温度差が大きくなり、900°C (1173 K)では最大55°C程度の温度差が生じることが分かった。このため、試料を加熱する場合には、温度差が生じることや均一に加熱する場合に試料を置く位置を考慮する必要があることが明らかになった。

4. ま と め

電子線照射不融化装置の運転特性は、以下のとおりである。

- (1) 照射容器、中間箱および熱処理槽は内容積の違いによる到達時間差が有るものの1 Pa以下(10⁻³ torr台)まで容易に排気できることから、本装置に設置されている気密シャッターは各容器内を気密状態にできる。
- (2) パッキンを介して気密シャッターと気密シャッターを接続し、片方の気密シャッターを開いて真空排気を行っても所定の真空度まで容易に到達することから、空気(酸素)の無い条件で照射容器からの試料の取り出しや熱処理槽への試料の移し換えを行うことができる。

3.4 電気炉の温度制御と温度分布

本装置において電気炉は上段と下段の加熱口により試料を同時に2個、プログラムコントローラーによりそれぞれ独自の条件で最大1000°C (1273 K)まで加熱できる。電気炉に組み込まれた2組のニクロム線ヒータ(4 kW)により加熱温度を制御する場合、設定温度に対してどの程度の温度差となるか、また、位置による温度分布がどの程度かを調べた。温度は、試料皿の入った熱処理槽を電気炉内に挿入設置した状態で、電気炉内の温度を熱電対(K)により測定した。電気炉内の熱電対の位置と試料皿の関係をFig.13に示した。なお、電気炉の温度は上段では図中②の熱電対により、下段では⑤の熱電対により検知して制御される。Fig.14は上段と下段の電気炉内の設定温度条件を室温から100°C (373 K)まで40分、100°Cから400°C (673 K)まで3時間(昇温速度100°C/h)とした場合の電気炉内の各温度を示した。低温での温度制御は難しく、100°C以下の温度では一定の温度上昇が得られなかった。100°C以上において、温度を検知・制御している②、⑤の温度は直線的に上昇してほとんど設定温度になっているが、③、⑥では少し遅れて上昇して設定温度付近で②、⑤と一致した。しかし、電気炉の出口に近い①、④では上昇速度も遅く、到達温度も設定温度に比べて約30°C低い結果となった。また、①と④、②と⑤、③と⑥が同じ温度を示しており、電気炉の上段と下段の加熱口の違いによる温度差は認められなかった。Fig.15に、設定温度を900°C (1173 K)(昇温速度100°C/h)にした場合の電気炉内の各温度を示した。900°Cにおいても400°Cの場合と同様に、上段と下段の加熱口による温度差は認められなかった。しかし、400°Cに比べて設定温度に対する位置による温度差が顕著に見られるようになった。すなわち、②、⑤は900°Cであるのに対して、③、⑥は10~20°C高い温度となり、①、④は55°C程度低い温度となった。

以上のことから、試料を加熱する場合に試料皿の前後で温度の分布が生じ、高い温度に設定するほど電気炉内の試料位置で温度差が大きくなり、900°C (1173 K)では最大55°C程度の温度差が生じることが分かった。このため、試料を加熱する場合には、温度差が生じることや均一に加熱する場合に試料を置く位置を考慮する必要があることが明らかになった。

4. ま と め

電子線照射不融化装置の運転特性は、以下のとおりである。

- (1) 照射容器、中間箱および熱処理槽は内容積の違いによる到達時間差が有るものの1 Pa以下(10⁻³ torr 台)まで容易に排気できることから、本装置に設置されている気密シャッターは各容器内を気密状態にできる。
- (2) パッキンを介して気密シャッターと気密シャッターを接続し、片方の気密シャッターを開いて真空排気を行っても所定の真空度まで容易に到達することから、空気(酸素)の無い条件で照射容器からの試料の取り出しや熱処理槽への試料の移し換えを行うことができる。

- (3) 照射における試料の吸収線量は、加速電圧 2 MV、コンベヤースピード 100 cm/min、電流 1 mA の条件で試料が照射窓の下を 1 往復 (1 run) すると 2 個の試料皿の平均で 14.4 kGy (1.44 Mrad) であった。また、位置により線量に分布があり最低は 11.6 kGy/mA・run (1.16 Mrad/mA・run) であった。この値は平均値の 81% で約 20% 少ない線量である。このため、試料皿の端部にまで試料を入れて照射する場合において、注意を要する。
- (4) 本装置の照射容器のように、照射窓の途中で未照射部分を設ける場合や照射窓を加速器スキャンナーの中心部分をずらして設ける場合等においては、入射電子が遮られて線量の低い部分が生じるため、照射する試料に対して照射窓を大きくする必要がある。
- (5) 本装置において、照射による試料温度の上昇を防止するため 3.3 節に記したように 5 項目の対策を講じた。この結果、今回の照射条件では照射容器内の温度が照射終了時に約 80 °C (353 K) であった。
- (6) 電気炉で試料を加熱する場合に試料皿の前後で温度の分布が生じ、高い温度に設定するほど電気炉内の試料位置で温度差が大きくなる。900 °C (1173 K) では最大 55 °C (55 K) 程度の温度差が生じた。このため、試料を加熱する場合には温度差が生じることや、均一に加熱する場合に試料を置く位置を考慮する必要がある。

最後に、本装置は有機ケイ素系繊維の電子線照射・熱処理のために製作されたが、有機物等の放射線酸化の恐れのある材料、あるいは耐熱性に劣る材料を空気を完全に遮断した条件で、比較的多くの量を照射して、熱処理あるいは化学処理を施して安定な状態にする必要のある場合には、本装置を応用できる。

謝 辞

本装置の設計に当たり、有益な助言をいただいた照射施設課四本圭一課長代理、金沢孝夫、春山保夫の各氏、および装置の安全面について助言をいただいた安全管理課穴沢豊課長、綿貫孝司課長代理に感謝致します。また、本装置を用いて炭化ケイ素繊維の不融化実験を行い、装置の運転に協力していただいた宇部興産佐藤光彦氏および日本カーボン武田道夫氏に感謝致します。最後に、加速器による照射、本装置の運転作業をしていただいた放射線照射振興協会の山田力造、三木宣誉、川島郁夫の各氏にお礼を申し上げます。

- (3) 照射における試料の吸収線量は、加速電圧 2 MV、コンベヤースピード 100 cm/min、電流 1 mA の条件で試料が照射窓の下を 1 往復 (1 run) すると 2 個の試料皿の平均で 14.4 kGy (1.44 Mrad) であった。また、位置により線量に分布があり最低は 11.6 kGy/mA・run (1.16 Mrad/mA・run) であった。この値は平均値の 81% で約 20% 少ない線量である。このため、試料皿の端部にまで試料を入れて照射する場合において、注意を要する。
- (4) 本装置の照射容器のように、照射窓の途中に未照射部分を設ける場合や照射窓を加速器スキャンナーの中心部分をずらして設ける場合等においては、入射電子が遮られて線量の低い部分が生じるため、照射する試料に対して照射窓を大きくする必要がある。
- (5) 本装置において、照射による試料温度の上昇を防止するため 3.3 節に記したように 5 項目の対策を講じた。この結果、今回の照射条件では照射容器内の温度が照射終了時に約 80 °C (353 K) であった。
- (6) 電気炉で試料を加熱する場合に試料皿の前後で温度の分布が生じ、高い温度に設定するほど電気炉内の試料位置で温度差が大きくなる。900 °C (1173 K) では最大 55 °C (55 K) 程度の温度差が生じた。このため、試料を加熱する場合には温度差が生じることや、均一に加熱する場合に試料を置く位置を考慮する必要がある。

最後に、本装置は有機ケイ素系繊維の電子線照射・熱処理のために製作されたが、有機物等の放射線酸化の恐れのある材料、あるいは耐熱性に劣る材料を空気を完全に遮断した条件で、比較的多くの量を照射して、熱処理あるいは化学処理を施して安定な状態にする必要のある場合には、本装置を応用できる。

謝 辞

本装置の設計に当たり、有益な助言をいただいた照射施設課四本圭一課長代理、金沢孝夫、春山保夫の各氏、および装置の安全面について助言をいただいた安全管理課穴沢豊課長、綿貫孝司課長代理に感謝致します。また、本装置を用いて炭化ケイ素繊維の不融化実験を行い、装置の運転に協力していただいた宇部興産佐藤光彦氏および日本カーボン武田道夫氏に感謝致します。最後に、加速器による照射、本装置の運転作業をしていただいた放射線照射振興協会の山田力造、三木宣誉、川島郁夫の各氏にお礼を申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 林龍一：次世代産業基盤技術「第1回超耐環境性先進材料シンポジウム講演集」 p. 3 (1990)
- 2) 市川宏：工業材料, 36, No.11, 25 (1988)
- 3) 和久芳春, 山村武民：工業材料, 36, No.11, 46 (1988)
- 4) 山村武民：工業材料, 36, No.13, 41 (1988)
- 5) 岡村清人：高分子, 37, 464 (1988)
- 6) K. Okamura, M. Sato, T. Matuzawa, Y. Hasegawa : Polym, 25, 6 (1984)
- 7) 岡村清人：放射線化学, 45, 41 (1988); K. Okamura, M. Sato, T. Seguchi, and S. Kawanishi : Controlled Interphases in Composite Materials, p 209 (1990), Elsevier Sci. Pub.
- 8) 金沢孝夫, 春山保幸, 宇野定則, 四本圭一, 田中隆一, 鷲野正光, 吉田健三 : JAERI-M 86-005 (1986) 「高崎研1号加速器(デュアルビーム型, 2MeV, 60KW)の電子線出力特性」
- 9) 田中隆一, 三友昭一, 須永博美, 松田光司, 田村直幸 : JAERI-M 82-033 (1982) 「CTA線量計マニュアル」

Table 1 Dosimetry in irradiation chamber by CTA film.

film No.	dose (kGy)	average dose (kGy)	average dose (kGy)
1	69.8	73.5	72.1 *
2	73.8		
3	77.0		
4	68.4	70.7	
5	70.6		
6	73.0		

* 14.4kGy/mA · run (conveyer speed 100cm/min)

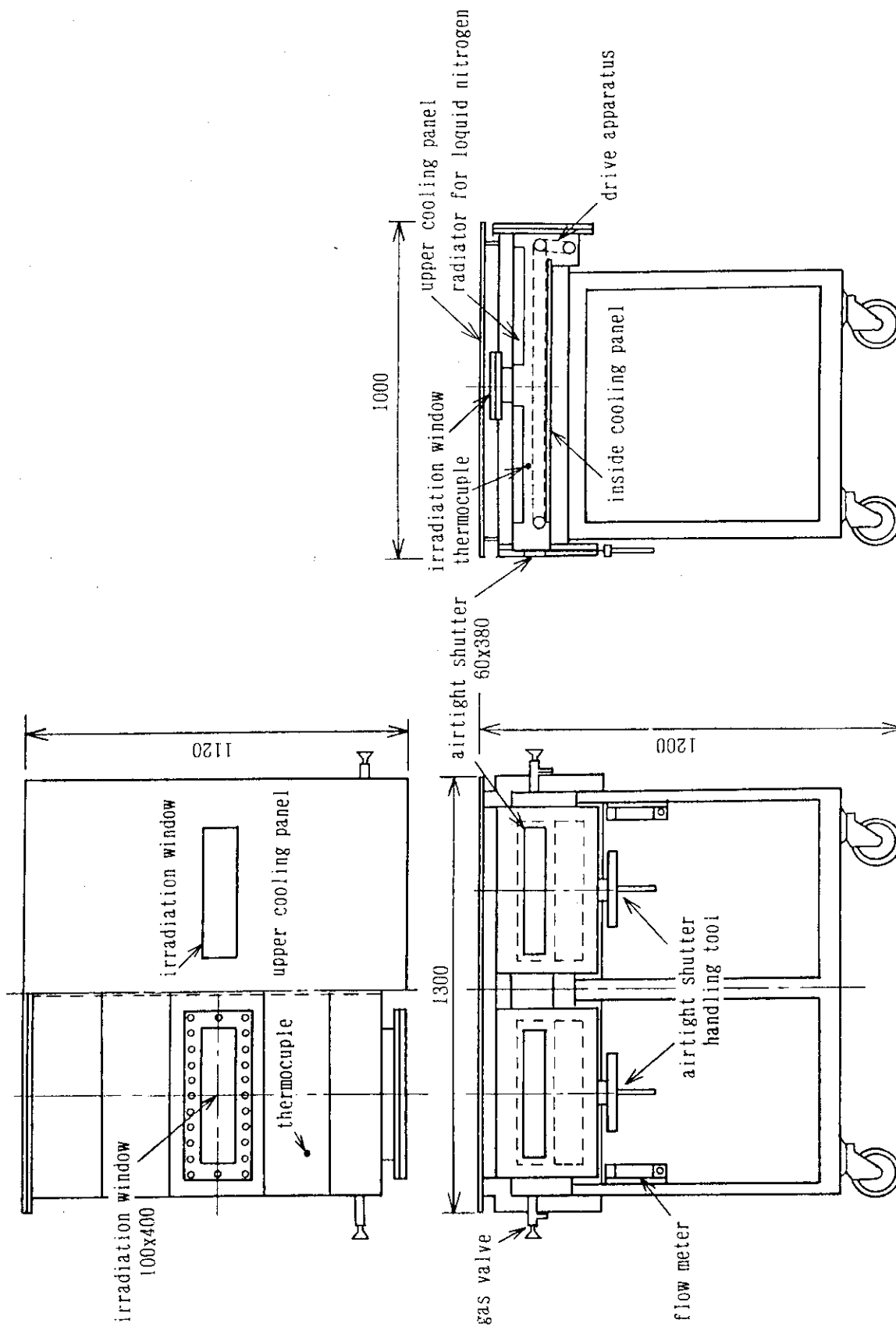


Fig.1 Design drawing of irradiation chamber.

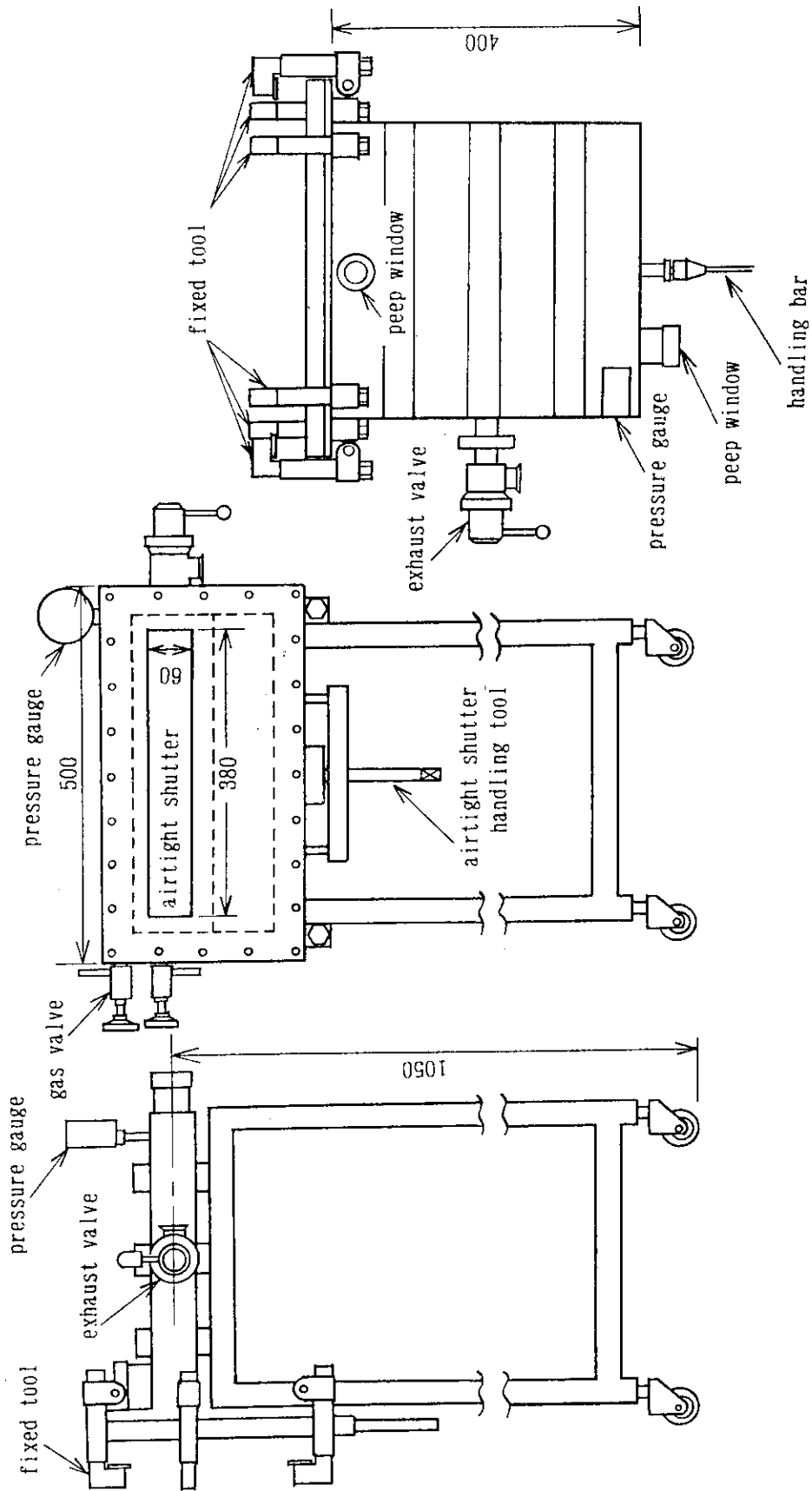


Fig.2 Design drawing of middle container.

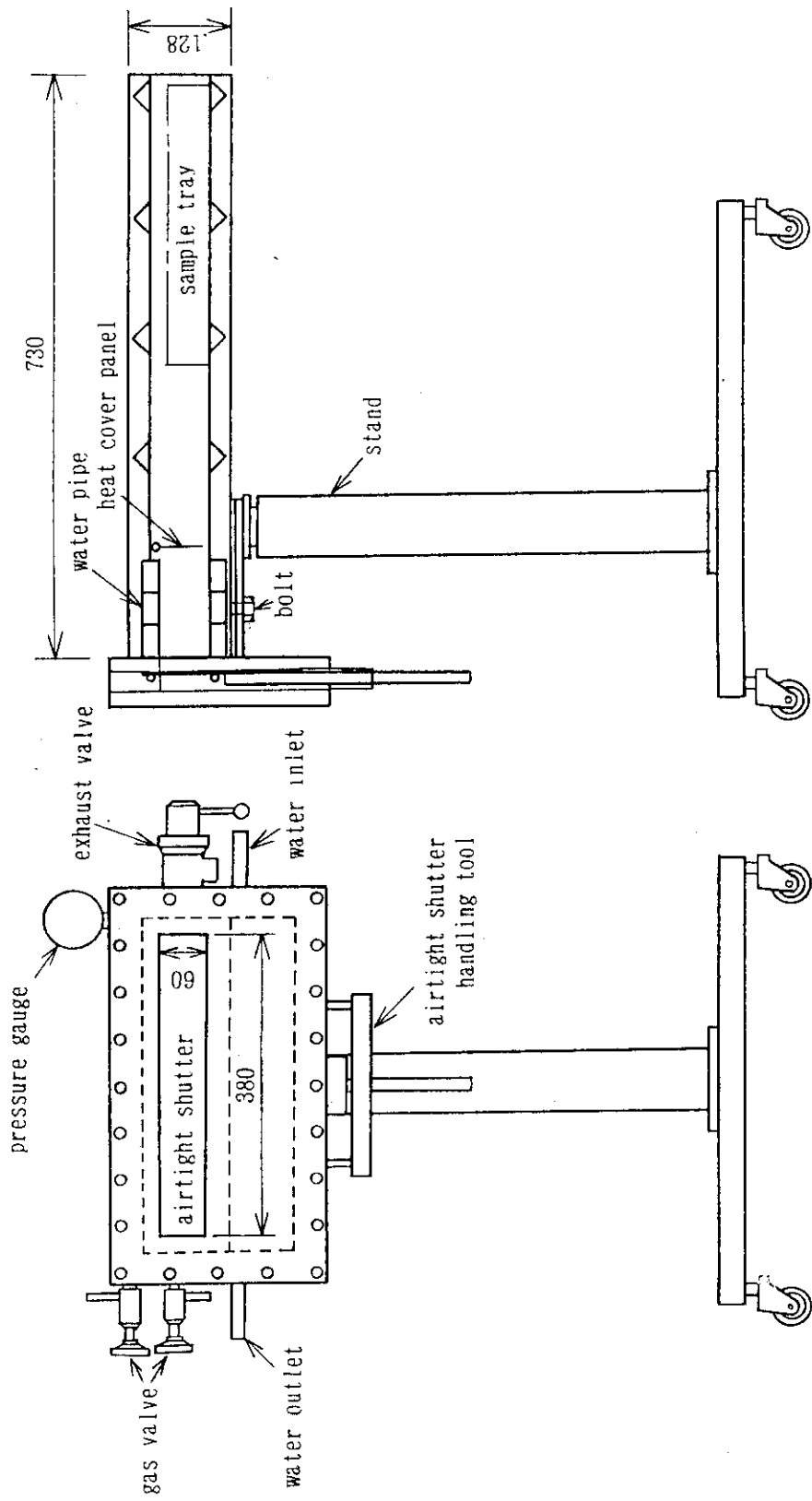


Fig.3 Design drawing of heating container.

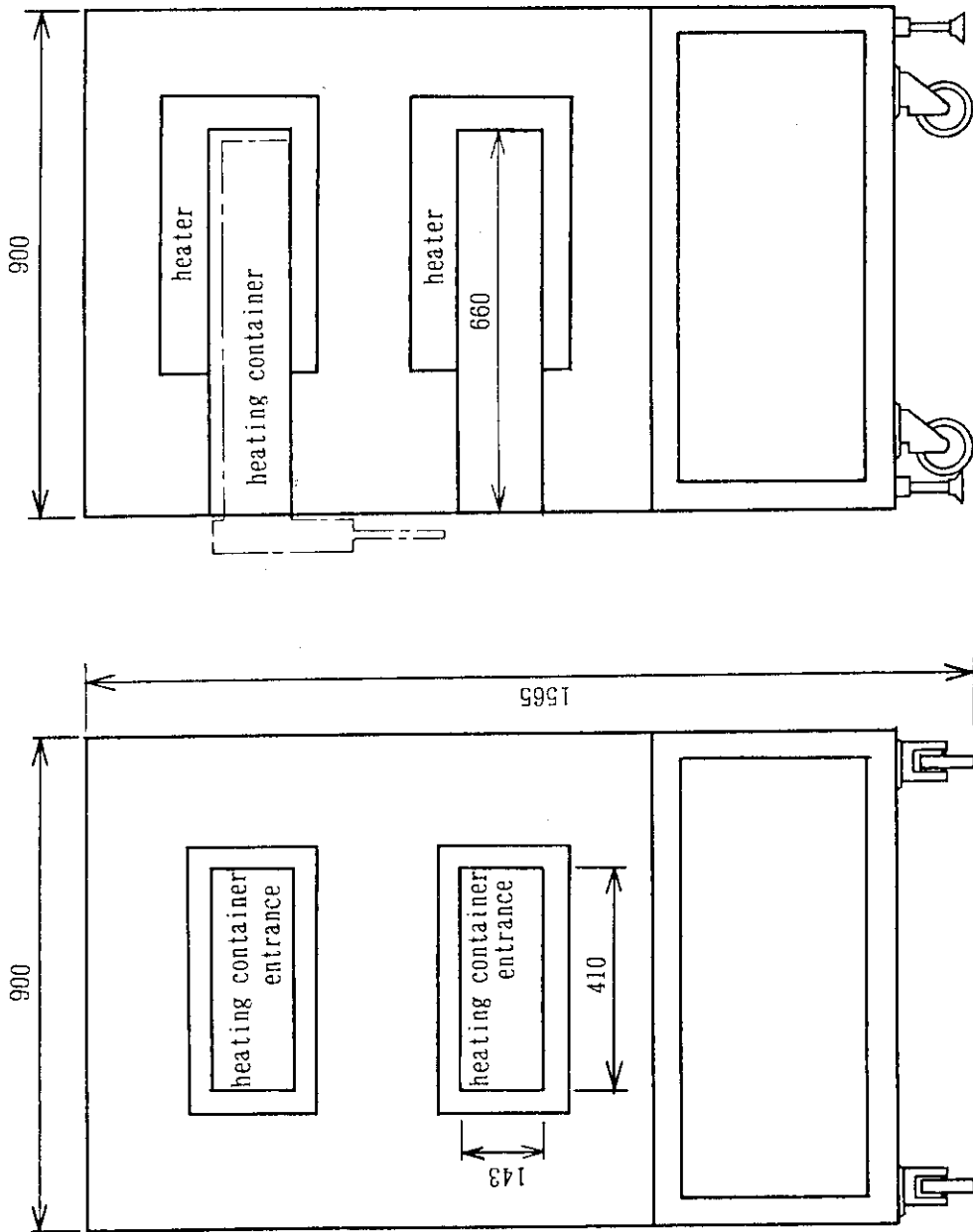


Fig.4 Design drawing of electric furnace.

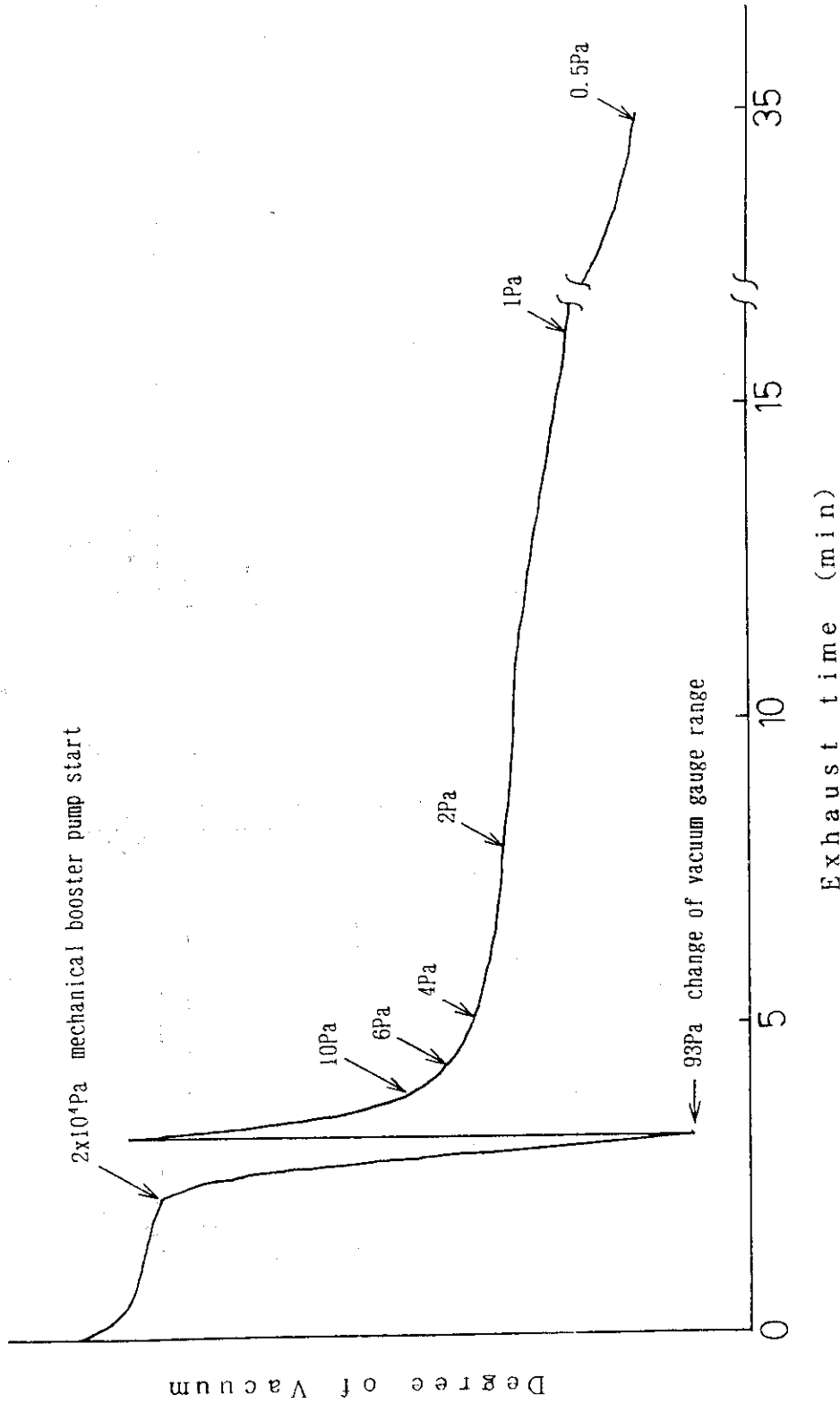


Fig.5 Vacuum vs. evacuation time in irradiation chamber.

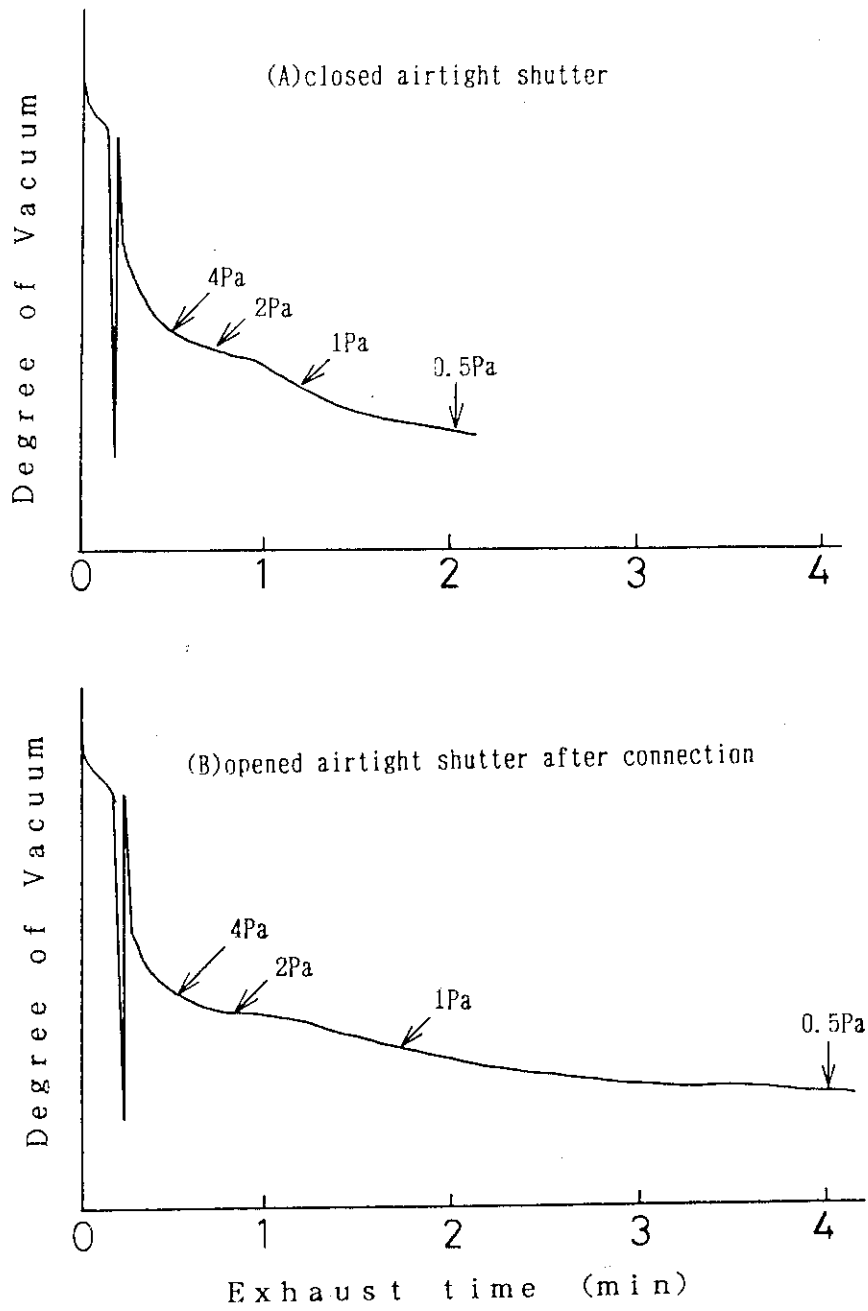


Fig.6 Vacuum vs. evacuation time in middle container.

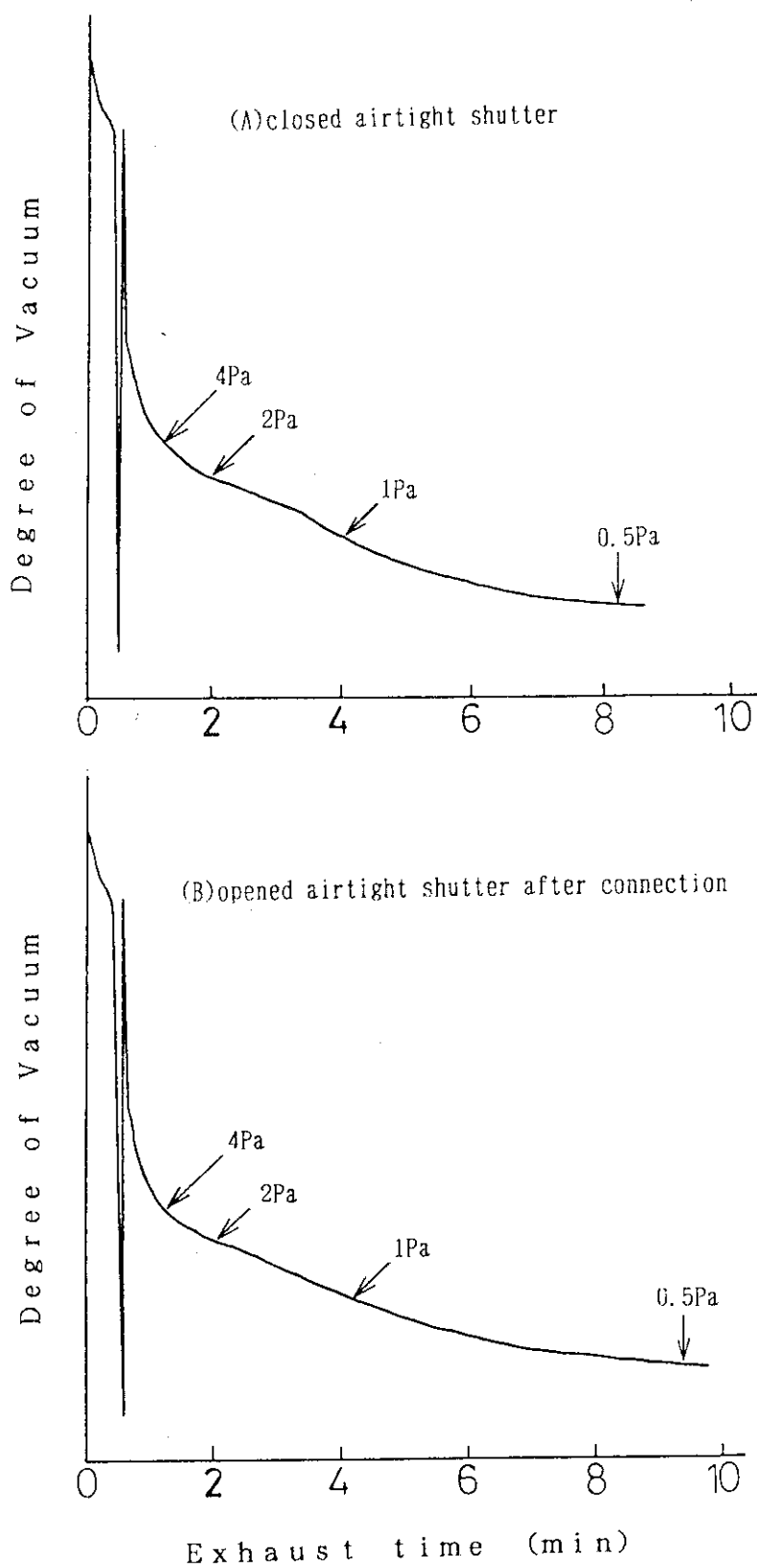


Fig.7 Vacuum vs. evacuation time in heating container.

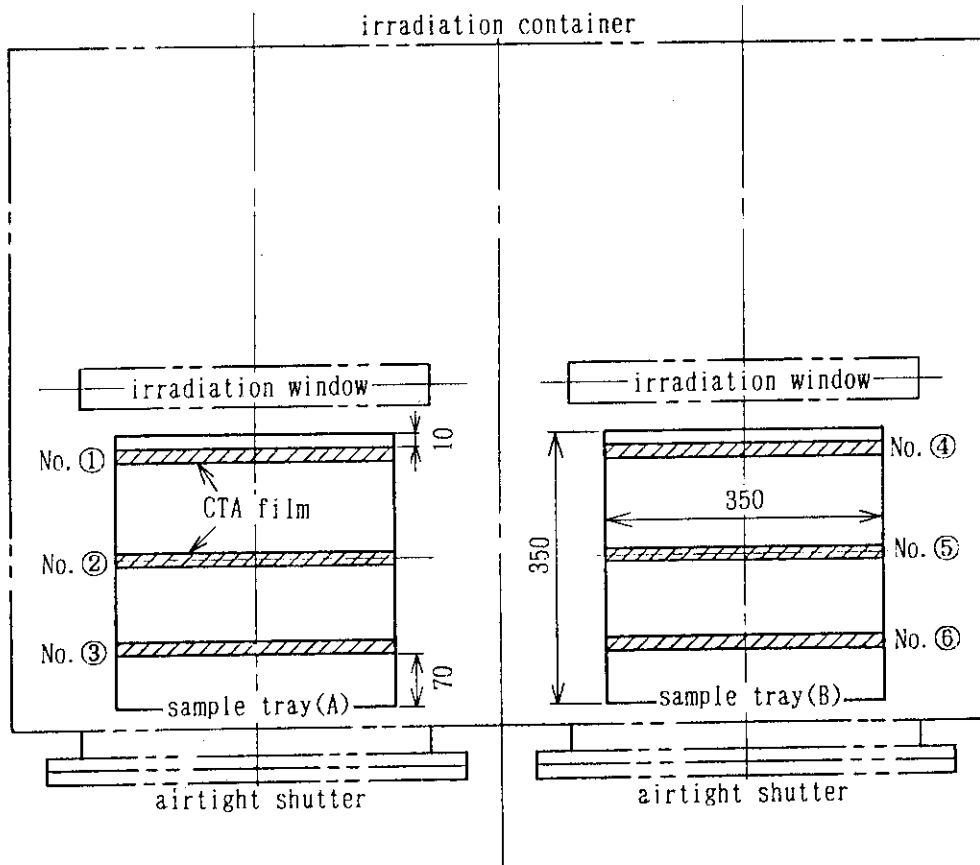


Fig.8 Position of CTA film in sample tray for dose determination.

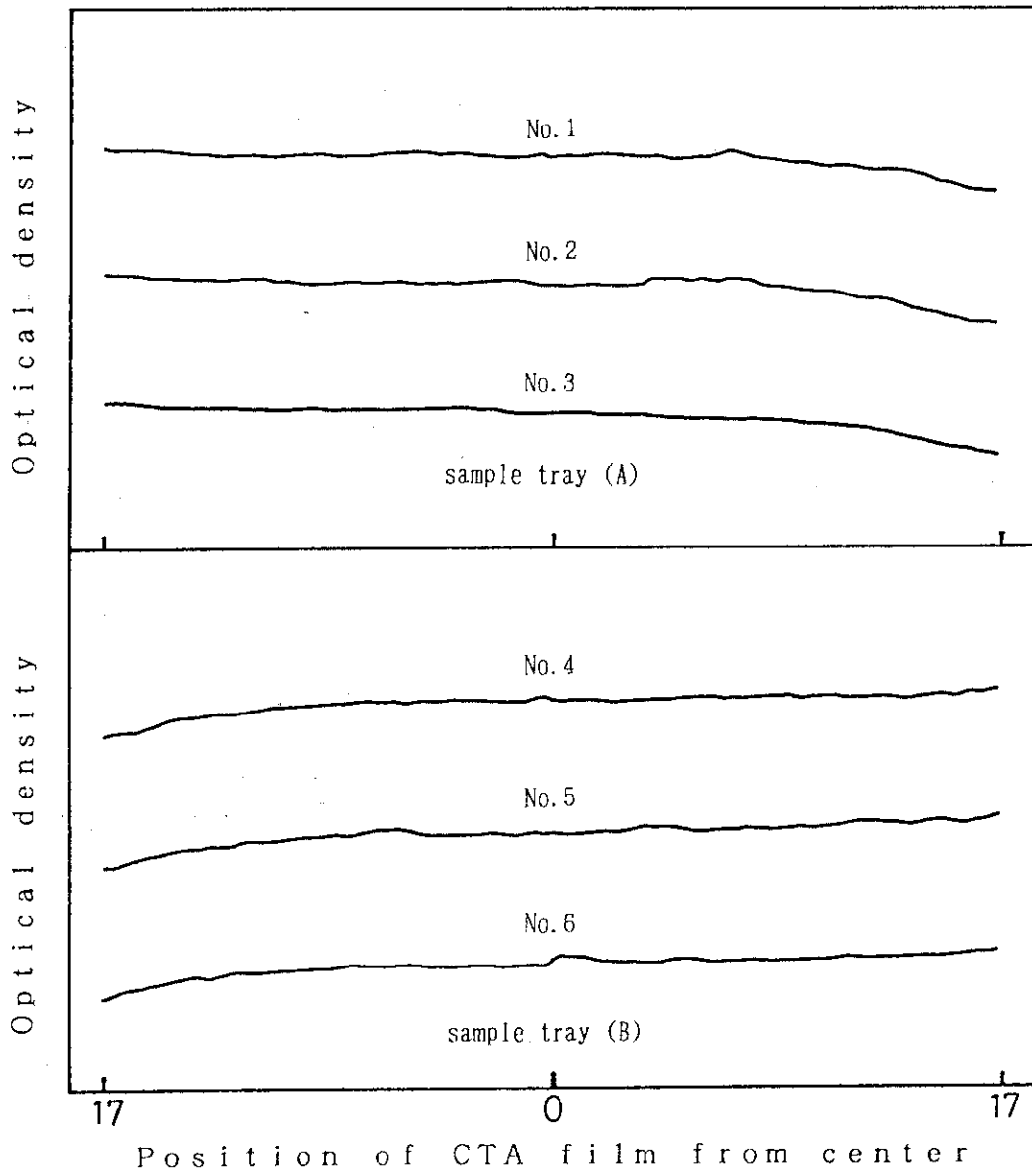


Fig.9 Distribution of optical density in irradiated CTA film dosimeter.

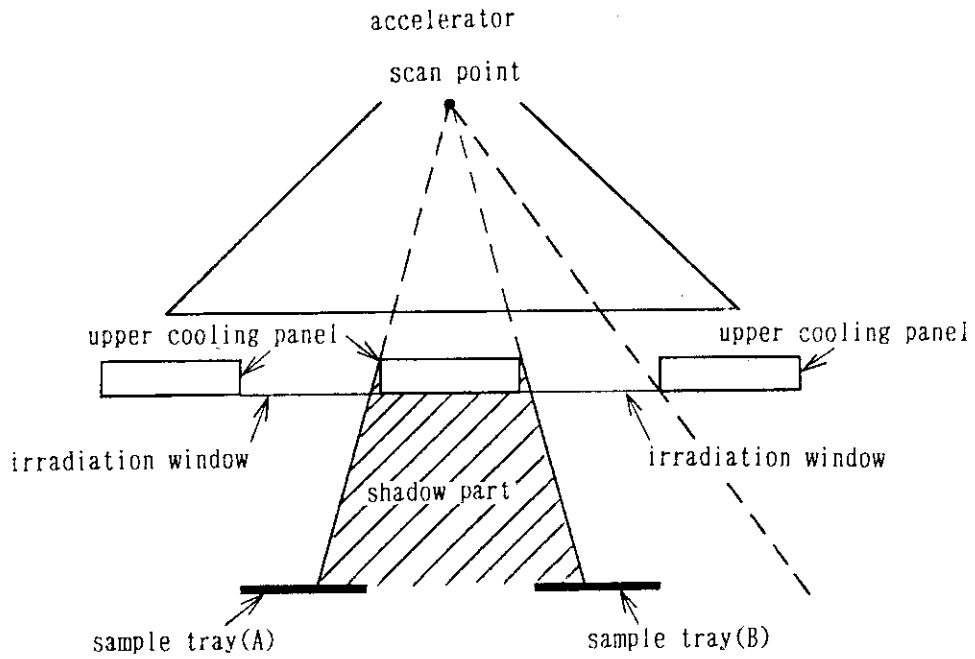


Fig.10 Relationship between electron beam of accelerator and sample tray in irradiation chamber.

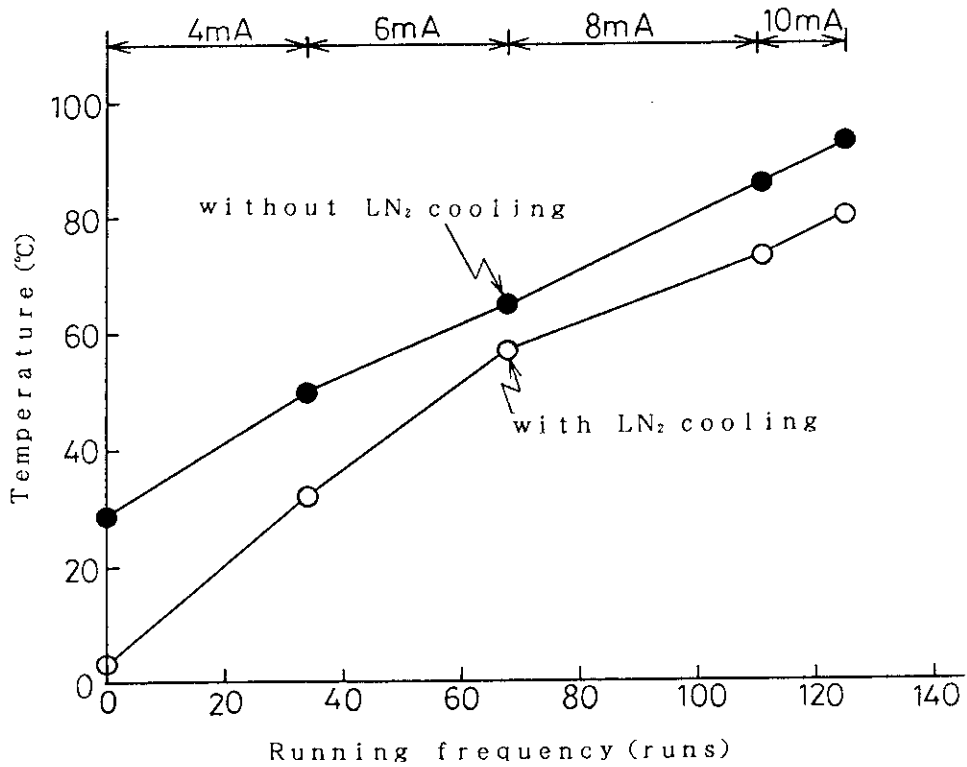


Fig.11 Temperature in irradiation chamber during electron irradiation by stepwise increase of beam current with and without LN₂ cooling.

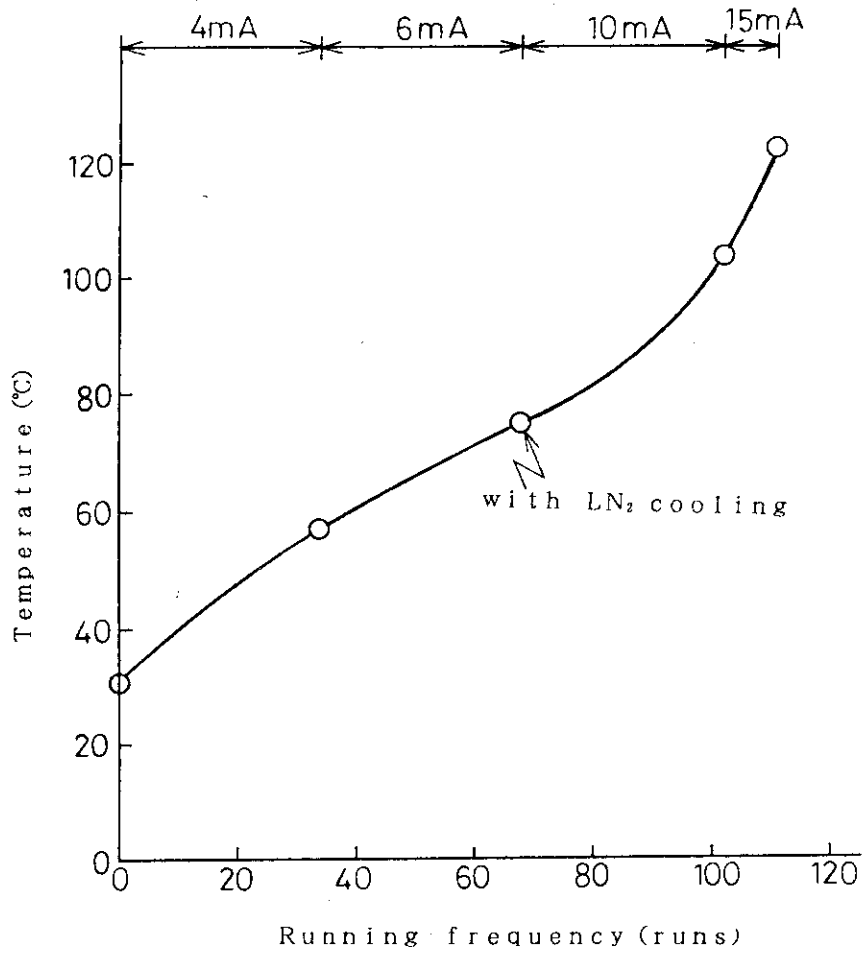


Fig.12 Temperature in irradiation chamber during electron irradiation by stepwise increase of beam current with LN₂ cooling.

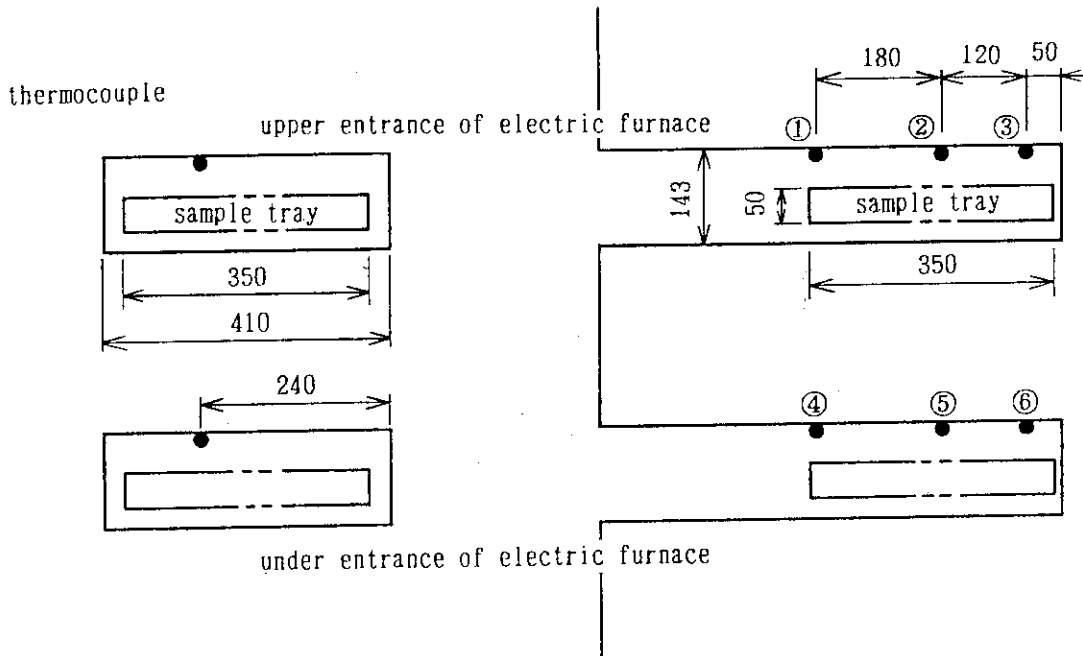


Fig.13 Position of thermocouple in electric furnace.

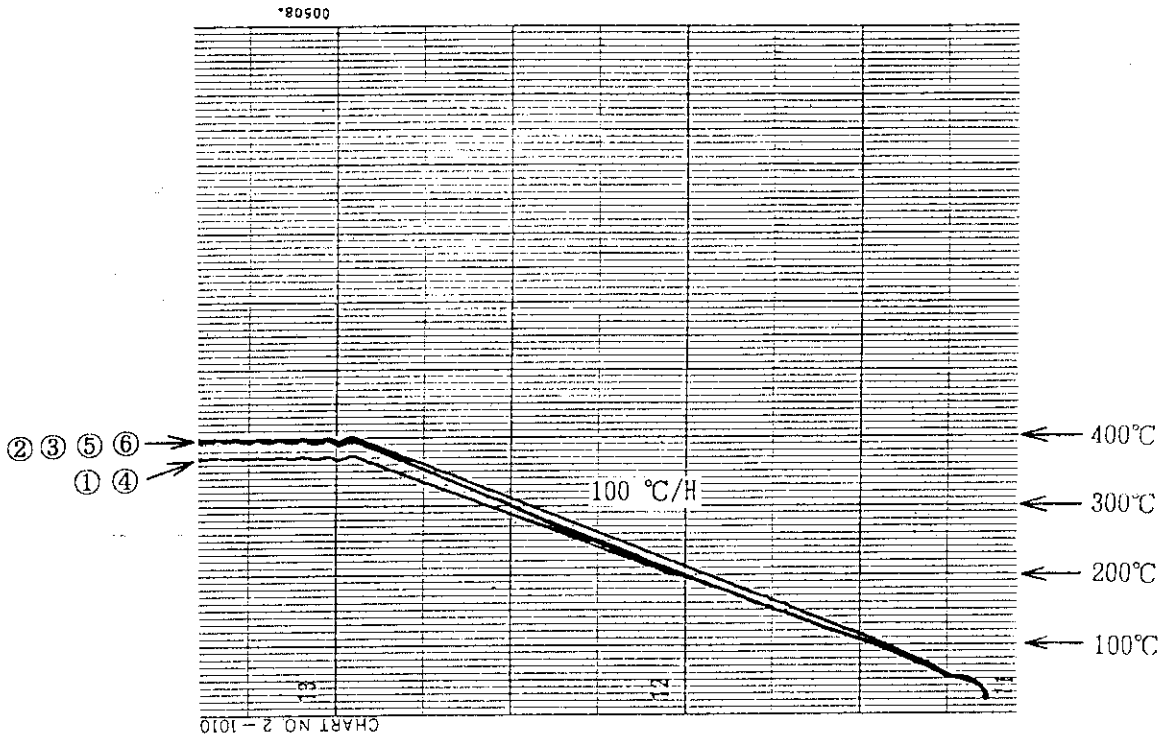


Fig.14 Temperature distribution in electric furnace.

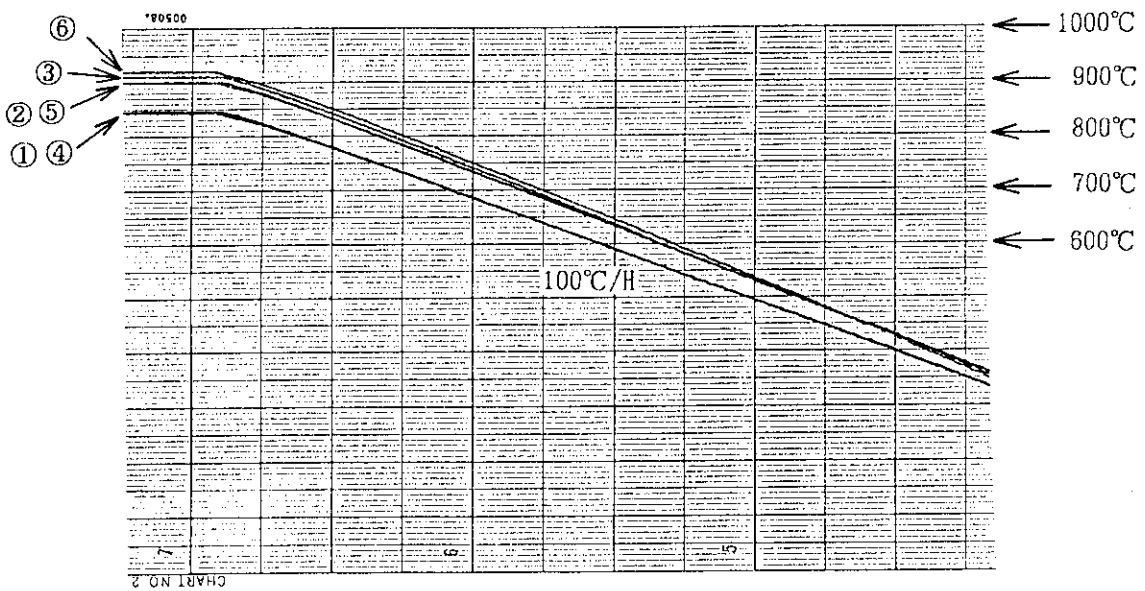


Fig.15 Temperature distribution in electric furnace.

付録

電子線照射不融化装置の運転手順

1. 運転の一般的注意事項

- (1) 1号加速器照射室の使用を開始する時や照射室内に立ち入る時は、照射担当者の指示に従う。
- (2) 照射開始前に装置が正常に作動していることを確認した後、照射担当者に連絡して照射を開始する。
- (3) 照射室の使用を終了した時は、照射担当者に連絡する。
- (4) 照射室内への装置の搬入および搬出の際、他の装置類と接触しないよう気を付ける。

2. 運転準備

- (1) 装置運転に先立ち、あらかじめガスボンベを用意する。通常は電子線照射時にヘリウムガス、熱処理時にアルゴンガスが必要である。
- (2) 液体窒素を用意する。
- (3) 照射施設課係員および照射担当者と、照射条件等を前もって打ち合わせておく。

3. 運転

3.1 照射準備

- (1) 照射室の扉を開け搬入・搬出用の波板を取り付ける。
- (2) 照射室内に照射容器を搬入し、所定位置でキャスターをストッパーで固定する。
 - * 照射室外から圧力計が見えるような向きに設置する。
 - * 上部冷却板が所定の位置（インジケーターが倒れている状態）にあることを確認した後、照射容器の照射窓の中心と加速器照射窓の中心をきっちり合わせる。
- (3) 照射容器に冷却水（上部と内部冷却板の2カ所）、ヘリウムガス、液体窒素の配管および配線等を接続する。（図A.1参照）
- (4) リークバルブを開けて照射容器内のヘリウムガスを排出する。
 - * 照射容器はヘリウムガスを入れた状態で保管しておくため。
- (5) 照射室外で照射室内が見える位置に照射容器の制御盤を設置し、配線を接続する。
- (6) 制御装置の電源を入れ、コンペアー1、2の取り出し位置移動スイッチを押して、照射容器内のコンペアーを試料皿が入れられる、取り出し位置に移動させる。
 - * 取り出し移動スイッチのランプが点灯していれば、コンペアーが取り出し位置にある状態のためスイッチを押さなくて良い。また、押しても動かない。

- (7) ヘリウムガスボンベおよび液体窒素容器を室外に設置し、配管を接続する。
- (8) ヘリウムガスの二次圧力を減圧弁で 0.3 kg/cm^2 程度に調整した後、照射容器の流量計バルブとガス導入バルブを開けてヘリウムガスを流し、照射容器までの配管内のガス置換を行った後、バルブを閉める。
- * 必ずガス置換し、二次圧は 0.5 kg/cm^2 以上にしない。
- (9) 照射容器のコンタクト圧力計で上限設定圧力を 0.4 kg/cm^2 程度に設定する。
- * 必ず 0.5 kg/cm^2 以下に設定する。
- (10) 照射容器の気密シャッターNo. 1 と 2 をゆっくり開ける。
- * ハンドルを右に回すとシャッターが開く。
- (11) 試料の入った試料皿を照射容器コンベアー部にそれぞれ挿入する。
- (12) 制御装置のコンベアー 1, 2 の起動スイッチを押して起動させ、速度調整ボリュームにより速度計を見ながら速度調節する。
- * 試料皿がそれぞれコンベアーにより正常に移動することを気密シャッターを覗き確認する。
- (13) コンベアー 1, 2 の停止スイッチを押した後、取り出し位置移動スイッチを押して、試料皿を取り出し位置に移動する。
- (14) 照射容器の気密シャッターNo. 1 と 2 を閉める。
- * ハンドルを左に回し、きちんと閉める。
- (15) リークバルブを閉める。
- (16) 真空ポンプを照射室に搬入し、照射容器の真空排気バルブに接続する。
- (17) 真空ポンプのメインスイッチをONにする。
- * 最初に油回転ポンプが作動し、自動的にメカニカルブースターポンプが作動する。
- (18) 真空排気バルブを開けて照射容器内を真空排気する。
- * この際、洩れがないか調べる。
- (19) 所定の真空排気が終了したら、真空排気バルブを閉める。
- (20) 真空ポンプのメインスイッチをOFFにして、照射容器から切り離す。
- * この際、真空ポンプをリークし、常圧にする。
- (21) ヘリウムガスの二次圧を 0.4 kg/cm^2 程度に調整した後、照射容器側のガス導入バルブ（2個）と流量計バルブ（2個）を全開にして、圧力計を見ながら大気圧以上になるようにヘリウムガスを導入する。
- (22) 大気圧以上になったら電磁弁に付いている排ガスバルブを全開にする。
- (23) 圧力が 0.3 kg/cm^2 程度になったらリークバルブをゆっくり開けて、圧力計を見ながら $0.25 \sim 0.3 \text{ kg/cm}^2$ 程度になるよう、バルブの開きを調節する。
- (24) 照射室内の水道バルブを全開にして上部冷却板と内部冷却板に通水する。
- * 照射容器内のガス置換が終了した後に通水し、必ず水が流れていることを排水口で確認する。
- (25) 液体窒素ボンベの液供給バルブを開けて供給し、窒素排ガスパイプ（左右2個）からガスが出ることを確認する。

26) 真空ポンプを照射室外に搬出する。

* この時点で、下記の事項についても一度確認する。

- ① 上部冷却板と内部冷却板に水が流れていること（排水口で確認）
- ② 上部冷却板が照射容器の所定の位置にあること（インジケーターが倒れていること）
- ③ 配線・配管がしっかり接続されていること
- ④ 照射室内に機器や工具等の忘れものがないこと

27) 搬入・搬出用の波板を取り外す。

28) 照射準備が終了したことを照射担当者に連絡し、照射室の扉を閉めてもらう。

29) 制御装置のコンベアー 1, 2 の起動スイッチを押して起動させ、所定の速度であることを確認する。

30) 停止スイッチを押した後、取り出し位置スイッチを押してコンベアーを取り出し位置に移動させる。

31) 回数計によりコンベアーの移動回数をそれぞれ設定する。

* 回数計は 1 往復で 1 回として設定される。

〔移動回数設定手順〕

- ① WR I T E キーを押して設定しようとする桁の数字を点滅させる。大きな桁数から設定する方式であり、WR I T E キーを押す毎に 1 桁下の数字が点滅する。
- ② 設定しようとする桁の数字を点滅させたら、PRESET キーを押して所定回数の数字にする。1, 2 を繰り返して移動回数を設定する。
- ③ 1 桁目の設定が終了したら WR I T E キーを押して数字の点滅を止める。まだ点滅していたら、再度 WR I T E キーを押す。
- ④ R E S E T を押して回数設定を終了する。この時、表示窓は O F F 表示となる。O F F 表示にならない場合には、回数設定をやり直す。

3.2 照射

(1) 照射担当者に連絡し、照射を開始する。

(2) ビームのシャッターが開いたら、コンベアー 1, 2 の起動スイッチを押して起動させて、試料の照射を開始する。

* 必ず、ビームのシャッターが開いてからコンベアーを起動させる。

(3) 照射中は照射容器内の温度に気を付ける。

* 制御装置内温度センサー番号と測定位置

- ① コンベアー 1 の窒素冷却フィンの温度
- ② コンベアー 1 の窒素冷却フィンと下部冷却板の間の空間温度
(試料取り出し口側)
- ③ コンベアー 1 の窒素冷却フィンと下部冷却板の間の空間温度
(照射窓を挟んで試料取り出し口と反対側)
- ④ コンベアー 2 の窒素冷却フィンの温度

- ⑤ コンペアー 2 の窒素冷却フィンと下部冷却板の間の空間温度
(試料取り出し口側)
- ⑥ コンペアー 2 の窒素冷却フィンと下部冷却板の間の空間温度
(照射窓を挟んで試料取り出し口と反対側)
- (4) 照射の途中で電流値等の照射条件を変える場合、照射担当者と連絡を密に取り合う。
- (5) コンペアーが設定回数移動し、停止したら照射担当者に連絡して照射を終了してもらう。
 - * この時点では制御盤の電源は絶対切らない。電源を切ると照射容器の量磁弁が開きヘリウムガスが流出するため、照射容器内に空気が侵入する可能性がある。
- (6) 取り出し位置移動スイッチを押して、試料皿を取り出せる位置に移動させる。
- (7) 液体窒素ポンベの液供給バルブを閉める。

3.3 照射容器からの試料皿取り出し

照射が終了したら、照射容器内から試料を中間箱に取り出す。

- (1) 照射室内に真空ポンプと中間箱 2 個を搬入する。
- (2) 上部冷却板を移動つまみで移動させる。(インジケーターが立った状態)
- (3) 中間箱の気密シャッターを完全に開ける。
 - * 完全に開けないと試料皿が引っ掛かる恐れがある。
 - * 中間箱気密シャッター周りに、Oリングが付いているのを確認する。
- (4) 照射容器の気密シャッターに中間箱の気密シャッターを取付け、フックを締めて固定する。
- (5) 真空ポンプを中間箱の真空排気バルブに接続する。
- (6) 真空ポンプのスイッチのメインスイッチをONにする。
 - * 最初に油回転ポンプが作動し、自動的にメカニカルプースターポンプが作動する。
- (7) 真空排気バルブを開けて中間箱を真空排気する。
 - * 通常、10分間程度真空排気すると真空度は 0.001 torr (10^{-3} torr) 台になる。
- (8) 排気が終了したら真空排気バルブを閉める。
- (9) 真空ポンプのメインスイッチをOFFにして、中間箱から切り離す。
- (10) 照射容器の気密シャッターを完全に開ける。
 - * 中間箱の覗き窓で確認する。
- (11) 中間箱のハンドバーを押し込み、先端のフックを試料皿の引っ掛け部に掛けて引っ張り、試料皿を中間箱に移動する。
- (12) 中間箱と照射容器の気密シャッターの両方を完全に閉める。
- (13) フックをゆるめ、中間箱を照射容器から外す。
- (14) 同様にして残りの試料皿も中間箱に移動する。
- (15) 試料皿の入った中間箱を照射室内から搬出する。

3.4 再照射

照射した試料皿を 3.3 節の手順で取り出した後、再び次の照射を行う場合。

- (1) 中間箱を照射室内に搬入し、気密シャッターを全開にする。
- (2) 照射する試料を入れた試料皿を中間箱に挿入する。挿入の際、試料皿の引っ掛け部を中間箱のハンドバー先端のフックに引っ掛けて中間箱に引っ張り込む。
- (3) 照射容器の気密シャッターに中間箱の気密シャッターを取付け、フックを締めて固定する。
- (4) 真空ポンプを中間箱の真空排気バルブに接続する。
- (5) 真空ポンプのスイッチのメインスイッチを ON にする。
 - * 最初に油回転ポンプが作動し、自動的にメカニカルブースターポンプが作動する。
- (6) 真空排気バルブを開けて中間箱を真空排気する。
- (7) 排気が終了したら真空排気バルブを閉める。
- (8) 真空ポンプのメインスイッチを OFF にして、中間箱から切り離す。
- (9) 照射容器の気密シャッターを全開にし、ハンドバーで中間箱内の試料皿を照射容器に移動する。
- (10) 照射容器と中間箱の気密シャッターの両方を完全に閉める。
- (11) フックをゆるめ、中間箱を照射容器から外す。
- (12) 中間箱と真空ポンプを照射室内から搬出する。
- (13) 上部冷却板を移動つまみで元の位置まで移動させる。
- (14) 液体窒素ポンベの液供給バルブを開けて供給する。

3.5 照射容器の後片付け

照射が終了したら、照射容器の後片付けを行う。

- (1) リークバルブを閉めた後、ガス導入バルブを閉める。
 - * 空気が侵入しないように照射容器内の圧力を必ずプラス圧にしておく。
- (2) 照射容器の電磁弁に付いている排ガスバルブを閉める。
 - * 試料皿取り出し後の照射容器を、ヘリウムガスを充填したまま保管するため。
- (3) ヘリウムポンベの元栓を閉める。なお、ホースは減圧弁につないだ状態にしておく。
- (4) 制御装置の電源コンセントを抜く。
- (5) 液体窒素容器の配管を外す。
- (6) 制御盤周りの配線や配管等を整理する。
- (7) 照射室入口に搬入・搬出用の波板を取り付ける。
- (8) 冷却水を止める。
- (9) 照射容器の照射窓にカバーをする。
 - * 照射窓がまだ熱い場合は後でする。
- (10) 照射容器から配管や配線を取り外す。
- (11) キャスターのストッパーを解除して、照射容器を照射室外に搬出する。
- (12) 照射容器を所定の場所に片付ける。

- (13) 搬入・搬出用の波板を取り外す。
- (14) 照射の後片付けが終了したことを照射担当者に連絡する。

3.6 試料皿の熱処理槽への移動

- (1) アルゴンガスポンペを電気炉の近くに設置して、電気炉側面に付いているガス配管（流量計が付いている）に接続する。
- (2) 熱処理槽の気密シャッターを全開にする。
 - * この際、熱処理槽内が空になっていることと、熱遮蔽板がスムーズに回転することを確認する。
- (3) 熱処理槽の昇降台を操作して、中間箱の高さに合わせる。
- (4) 中間箱に取付け、フックを締めて固定する。
- (5) 熱処理槽とアルゴンガスの配管を接続する。
 - * 配管は電気炉側面に取り付けてあるアルゴンガス導入系を利用する。延長用ホースの一端をアルゴンガス導入ホースに接続し、もう一端を熱処理槽に接続する。
- (6) 真空ポンプを熱処理槽の真空排気バルブに接続する。
- (7) 真空ポンプのメインスイッチをONにする。
- (8) 真空排気バルブを開ける。
- (9) 真空度が0.01 torr程度になったら真空排気バルブを閉める。
- (10) アルゴンガスポンペの元栓を開けて、減圧弁で二次圧を0.4 kg/cm²程度に設定する。
- (11) 電気炉側面の流量計バルブと熱処理槽のガス供給バルブを開き、圧力計で50cmHG（赤字）程度になるまでアルゴンガスを熱処理槽に導入し、ガス供給バルブを閉める。
- (12) 再び、真空排気・アルゴンガスの供給を繰り返す。
- (13) 真空排気バルブを開ける。
- (14) 所定の真空度になったら、真空排気バルブを閉める。
- (15) ガス供給バルブを開けて槽内にアルゴンガスを導入し、圧力を0.2 kg/cm²程度にした後バルブを閉める。
- (16) 真空ポンプのメインスイッチをOFFにして、熱処理槽から外す。
- (17) 中間箱の気密シャッターを全開にする。
- (18) 中間箱のハンドバーを操作して試料皿を熱処理槽に押し入れる。
 - * 試料皿は完全に奥まで入れる。
- (19) 中間箱の覗き窓を見ながらハンドバーの握りを水平にして、ハンドバーを引き抜く。
- (20) 熱処理槽と中間箱の気密シャッターの両方を完全に閉める。
- (21) 中間箱を熱処理槽から取り外す。
- (22) 熱処理槽からアルゴンガスの配管を外し、電気炉側面に付いているガス配管と延長用ホースを取り外す。
- (23) 熱処理槽の昇降台を操作して電気炉入口の高さに調節する。
 - * 電気炉入口は上下2カ所あり、昇降台が上部用と下部用がある。

⑭ 熱処理槽を電気炉に差し込む。

- * 下部入口は昇降台の構造上、熱処理槽を深く差し込むと、後で昇降台を取り除けなくなる。

⑮ 熱処理槽と昇降台の固定ボルトを外し、昇降台を下げて取り除く。

3.7 電気炉による加熱

(1) 熱処理槽に給排水の配管を接続する。

- * 配管の接続は、熱処理槽を1槽だけ電気炉に入れて加熱する場合と、2槽入れて加熱する場合では接続方法が違う。1槽だけの場合は電気炉右側の継手だけを用いるが、2槽の場合は電気炉左右の継手を用いる。いずれにしても、水が熱処理槽に入って出ていく経路を確認しながら配管の接続を行う。経路は下側から水が入って、上側から出ていくようにする。

(2) 熱処理槽に水を流す。

- * 流量を多くする。
- * 給排水の配管の接続に誤りがあると水が排水されないことがあるので、必ず排水されていることを確認する。

(3) 電気炉側面に付いているガス配管（流量計が付いている）を熱処理槽に接続する。

(4) 排気バルブ（ボールバルブ）に排ガス用のホースを接続し、出口をドラフト内に入れてドラフトを作動させる。

- * 試料の分解ガスや熱せられたアルゴンガスが排気されるため、必ずドラフトを作動させる。

(5) 流量計バルブとガス供給バルブを開けた後、排気バルブを全開にする。

(6) 流量計バルブを調整して、アルゴンガスの流量を調整する（通常1ℓ/min程度）。

(7) 配電盤と電気炉のブレーカー電源をONにする。

(8) 電気炉の運転スイッチを押した後、以下の手順によりプログラム温度調節器を設定する。

- * プログラム温度調節器の名称や機能については図A.2参照。

[設定方法]

設定例として50℃から900℃まで8時間30分（昇温速度100℃/h）で上昇させて、1時間保持した後に加熱を終了して自然冷却するプログラムの設定方法について記述する。

- ① 調節器の保護カバーを開ける。
- ② CONTROLスイッチをSTOPにする。
- ③ PROGRAMスイッチをSETにする。
- ④ MODEキーを押す。通常PVの2桁目の数字が点滅する。SET時にはPVに時間を設定し、SVに温度を設定する。
- ⑤ →キーを押して1桁目の数字を点滅させる。
- ⑥ ↑キーまたは↓キーで点滅数字を8にする。
- ⑦ →キーを押して小数点以下1桁目の数字を点滅させて3にする。
- ⑧ 同じように小数点以下2桁目の数字を点滅させ0にする。

- ⑨ →キーを2回押してSVの3桁目を点滅させ、↑キーまたは↓キーで点滅数字を9にする。
- ⑩ 同じように2桁目と3桁目を0にする。
- ⑪ →キーと↑キーまたは↓キーでBを0にする。
- ⑫ →キーと↑キーまたは↓キーでSTEPを00にする。
(これで0B(0バンク)の00STEP(00ステップ)に8時間30分で900°Cになるプログラムの設定が終了)
- ⑬ WRITE/NEXT を押す。STEPが01表示になりPVの2桁目の数字が点滅する。
- ⑭ →キーと↑キーまたは↓キーでPVの表示を1.00にする。
- ⑮ →キーと↑キーまたは↓キーでSVの表示を900にする。
(これで0B(0バンク)の01STEP(01ステップ)に1時間、900°Cに保持するプログラムの設定が終了)
- ⑯ WRITE/NEXT を押した後(STEPが02表示になる)、→キーを押し続けてSTEPの数字(1桁目でも2桁目でもよい)を点滅させる。
- ⑰ ENDキーを押す。PVに--、--が表示され、SVに0.00が表示される。
(これで0B(0バンク)の02STEP(02ステップ)にヒーター電源OFFのプログラムの設定が終了)
- ⑱ PROGRAMスイッチをLOCKにする。
- ⑲ CONTROLスイッチをRUNにする。
- ⑳ 保護カバーを閉める。
- ㉑ 停止ボタンを押す。(設定終了後は一度停止ボタンを押す)
これでプログラム温度調節器のプログラムの設定は終了した。
- (9) 運転スイッチを押してプログラムによる加熱を開始する。昇温速度、到達温度および保持時間はプログラム制御で自動的に行われる。
- * PV値はセンサーで測定している炉内の実際の温度で、SV値は設定温度である。
 - * 昇温は設定温度(SV値)が少しずつ上がり、その温度を追い掛けて炉内温度が上昇する。
- (10) プログラム制御で自動的に加熱が終了したら、電気炉内が100°C以内に冷えるのを待つ。
- * 高い温度で熱処理槽を取り出したとき、熱処理槽を破損する原因となる。早急に熱処理槽内の試料を取り出したい場合は、加熱が終了してある程度温度が低下したら、電気炉口から熱処理槽を少し引き出して早く熱処理槽が冷えるようにする。
- (11) 配電盤のブレーカー電源をOFFにする。
- (12) 熱処理槽から給排水の配管を取り外し、ダミーのカプラーを取り付ける。
- * 熱処理槽と配管はカプラーで接続する方式のため配管を取り外すと圧力の逃げ場がなくなる。見掛け上、電気炉内温度が低下しても熱処理槽内の温度が高かった場合等において、内圧が上がり熱処理槽の破損の原因となるため、ダミーを取付け熱処理槽の冷却部分に圧力が掛からない状態にする。

- (13) 流量計バルブとガス供給バルブを閉めて、アルゴンガスの供給を停止する。
- (14) アルゴンガスの配管を取り外す。
- (15) 排気バルブ（ボールバルブ）から排ガス用のホースを取り外し、ドラフトを止める。
- (16) 電気炉から熱処理槽を少し引き出し、昇降台にボルトで固定する。
- (17) 電気炉から熱処理槽を引き出した後、昇降台を一番下まで下げる。
- (18) 気密シャッターを開けて、引き出し棒（2本）で熱遮蔽板を押し上げるようにして開け、試料皿を引き出す。
- (19) 試料皿を取り出したら気密シャッターを閉める。
- (20) 熱処理槽の真空排気バルブに真空ポンプを接続して真空排気を行い、圧力計で加熱後の漏れがないことを確認する。
 - * 漏れのある場合は 10^{-3} torr 台の高い真空度に到達せずに、低いところで真空が一定となる。
- (21) 熱処理槽の排気バルブ（ボールバルブ）を取り外し、バルブ内をアセント等の溶剤で洗浄する。
- (22) 洗浄して乾燥した排気バルブを熱処理槽に取り付ける。

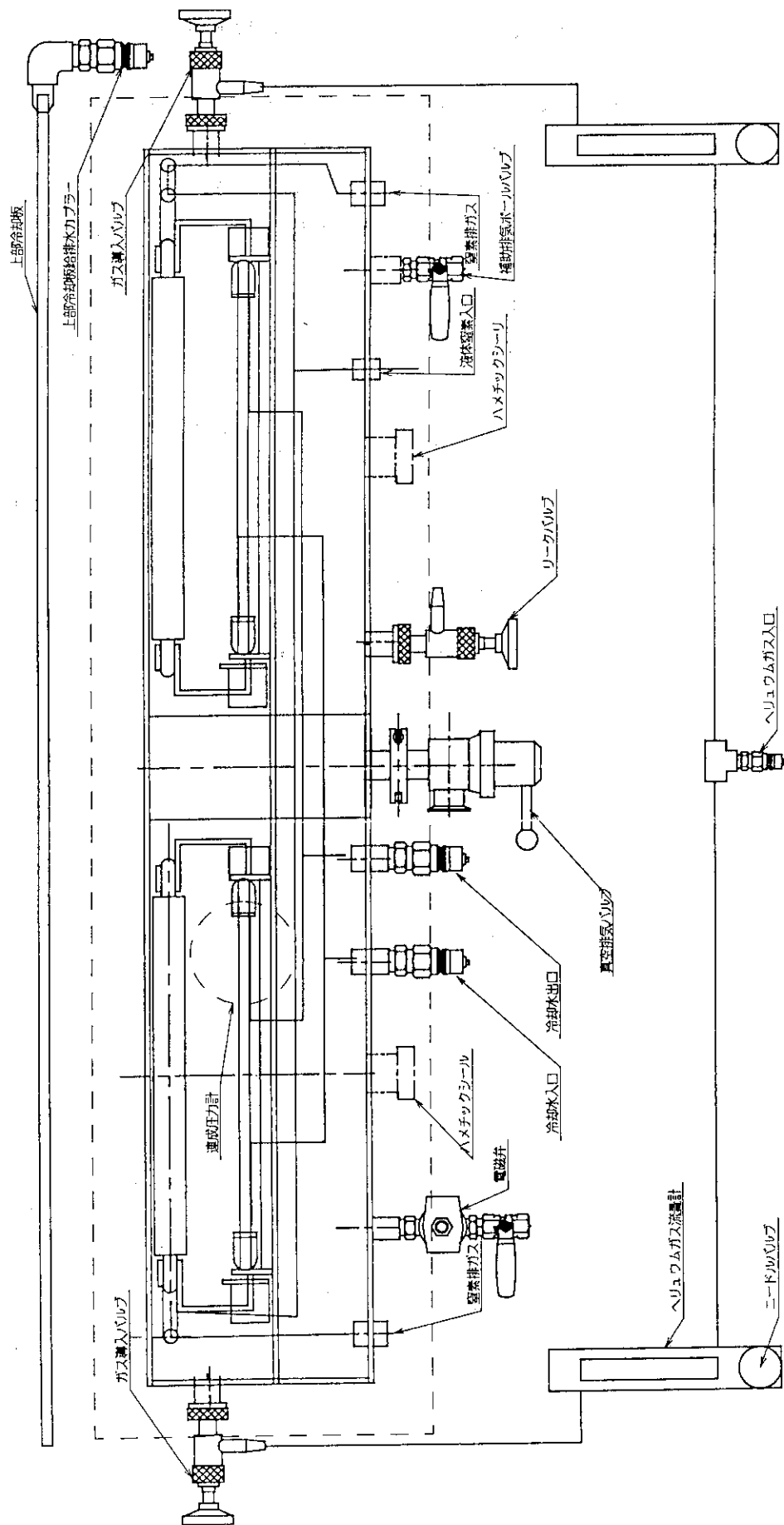
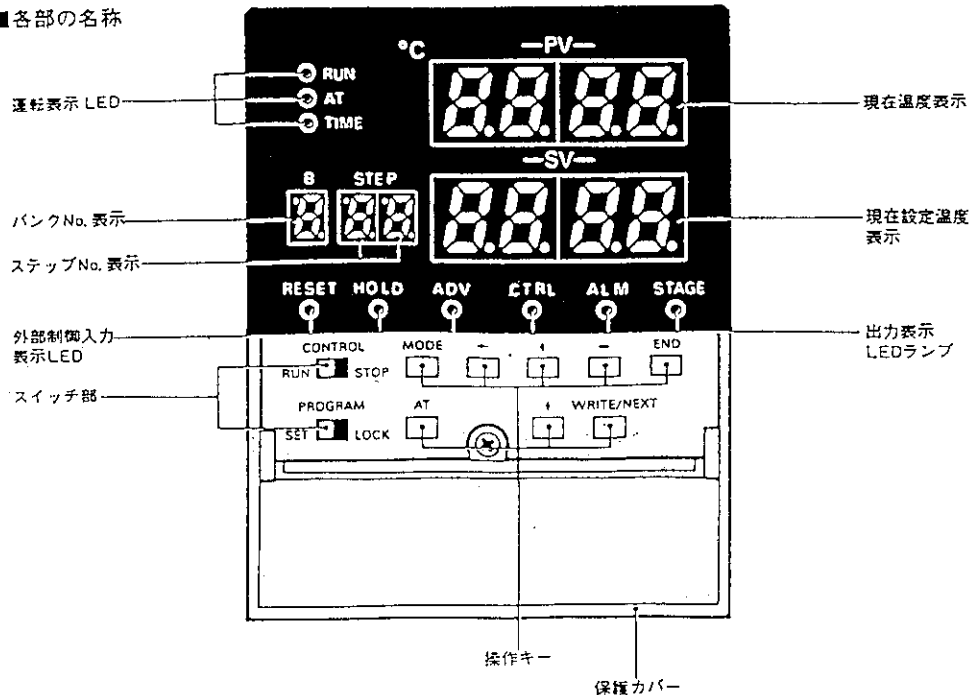


図 A.1 照射容器配管接続部

■各部の名称



■各部の説明

●表示部

表示	機能
	制御時：主に現在温度を指示します。 プログラム時：主に設定データのキャラクタを表示します。 モニタ時
	制御時：主に設定温度を指示します。 プログラム時：プログラム・データを表示します。 モニタ時
	ステップNo.を表示します。
	バンクNo.を表示します。
<input type="radio"/> RUN	プログラムを実行しているとき点灯します。
<input type="radio"/> AT	オート・チューニングを行なっているとき点滅します。
<input type="radio"/> TIME	時間データを表示または設定するとき点灯します。
RESET <input type="radio"/>	リセット信号が入っているとき点灯します。
HOLD <input type="radio"/>	ホールド信号が入っているとき点灯します。
ADV <input type="radio"/>	アドバンス信号によりステップが進んだとき、そのステップが終了するまで点灯します。
CTRL <input type="radio"/>	制御出力がONのとき点灯します。 (電流出力タイプは点灯しません。)
ALM <input type="radio"/>	警報出力がONのとき点灯します。
STAGE <input type="radio"/>	ステージ出力がONのとき点灯します。

●スイッチ部

スイッチ	機能
CONTROL RUN <input type="checkbox"/> STOP	RUN : プログラムの実行を開始します。 STOP : プログラムの実行を停止し、出力をOFFにします。
PROGRAM SET <input type="checkbox"/> LOCK	SET : プログラム・データを書込みます。 LOCK : プログラム・データの書込みを禁止します。 モニタはできません。

●操作キー

キー	名称	機能
<input type="checkbox"/>	モード・キー	モード0～モード4を指定します。
<input type="checkbox"/>	エンド・キー	モード0(制御モニタ)に戻します。
<input type="checkbox"/>	ライト・ネクスト・キー	プログラムを書込みます。 また、ステップの順送りを行ないます。
<input type="checkbox"/>	左シフトキー	プログラム・データを設定できる点滅桁を左へシフトします。 押し続けると自動シフトします。
<input type="checkbox"/>	右シフトキー	プログラム・データを設定できる点滅桁を右へシフトします。 押し続けると自動シフトします。
<input type="checkbox"/>	アップ・キー	設定数値を1づつ加算します。 押し続けると自動歩進します。
<input type="checkbox"/>	ダウン・キー	設定数値を1づつ減算します。 押し続けると自動歩進します。
<input type="checkbox"/>	オート・チューニングキー	オート・チューニングを開始します。

図 A.2 プログラム温度調節器