

JAERI-M
94-032

回転電極法で製造された
球状ベリリウムの特性評価

1994年3月

石塚 悦男・河村 弘・坂本 直樹*・西田 精利*
斎藤 実

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, 1994

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

回転電極法で製造された球状ベリリウムの特性評価

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部

石塚 悦男・河村 弘・坂本 直樹*

西田 精利*・斎藤 実

(1994年1月31日受理)

国際熱核融合炉 (ITER) の概念設計において、日本からペブル充填型ブランケットが提案されており、中性子増倍材として直径約1mmの球状ベリリウムの使用が検討されている。このため、球状ベリリウムに関する大量製造技術、熱的及び機械的特性の調査を行った。大量製造技術では回転電極法が最も優れており、電極材の製造方法を変えることで製造コスト及び不純物が改善された。熱的特性に関しては、熱膨張係数及び比熱をレーザ熱膨張計及び示差走査熱量計で測定した結果、ホットプレス材と同等の値であることが明らかとなった。また、機械的特性に関しては、圧潰試験結果から、破壊荷重が密封高純度ヘリウム中で600℃、1000時間の加熱によっても変化しないことが明らかとなった。

Evaluation of Beryllium Pebble Produced
by Rotating Electrode Method

Etsuo ISHITSUKA, Hiroshi KAWAMURA, Naoki SAKAMOTO*
Kiyotoshi NISHIDA* and Minoru SAITO

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

(Received January 31, 1994)

A proposal have been made by Japan on fusion blanket design carried out under the ITER/CDA (Conceptual Design Activity) to use of 1 mm diameter beryllium pebbles, i.e. the pebble-type tritium breeding blanket. In this paper, the production technology, thermal and mechanical properties of the beryllium pebbles were studied. For the fabrication technology, pebble production with the low impurity and low cost were developed by using improved rotating electrode method. The thermal expansion coefficient and specific heat of the unirradiated pebble samples were measured by the laser interferometer and differential scanning calorimetry (DSC), respectively. These thermal properties were almost identical to those of the hot-pressed beryllium. The collapse test was conducted for the evaluation of breaking properties. The breaking load of beryllium pebbles did not change by heating of 600°C and 1000 hour in high purity helium gas (6N).

Keywords : Tritium Breeding Blanket, Beryllium, Rotating Electrode
Methods, Thermal Expansion Coefficient, Specific Heat,
Collapse Test

* NGK Insulators, LTD.

目 次

1. 序論	1
2. 製造技術	1
2.1 概要	1
2.2 回転電極法の改良	2
3. 球状ベリリウムの物理的特性	3
3.1 粒度分布	3
3.2 内部ポア	3
3.3 密度	4
3.4 真球度	4
3.5 比表面積	4
3.6 表面粗さ	4
3.7 結晶粒度	5
4. 熱的特性	5
4.1 線熱膨張係数	5
4.2 比熱	5
5. 機械的特性	6
5.1 未処理試料の圧潰試験	6
5.2 加熱処理が破壊荷重に及ぼす影響	7
5.3 SUS316 構造材との反応性が破壊荷重に及ぼす影響	8
5.4 熱衝撃が破壊荷重に及ぼす影響	8
6. 結論	8
謝辞	9
参考文献	9

Contents

1. Introduction	1
2. Fabrication Technology of Beryllium Pebble	1
2.1 Summary of Fabrication Technology	1
2.2 Improvement of Rotating Electrode Method	2
3. Physical Properties of Beryllium Pebble	3
3.1 Diameter Distribution	3
3.2 Closed Pore	3
3.3 Density	4
3.4 Sphericity	4
3.5 Specific Surface	4
3.6 Surface Roughness	4
3.7 Grain Size	5
4. Thermal Properties of Beryllium Pebble	5
4.1 Thermal Expansion Coefficient	5
4.2 Specific Heat	5
5. Mechanical Properties of Beryllium Pebble	6
5.1 Collapse Test of Untreated Beryllium Pebble	6
5.2 Effects of Heating on Breaking Load	7
5.3 Effects of Compatibility with SUS316 on Breaking Load	8
5.4 Effects of Thermal Shock on Breaking Load	8
6. Conclusion	8
Acknowledgment	9
Reference	9

1. 序 論

国際熱核融合炉（ITER）の概念設計で進められた核融合炉増殖ブランケットの設計では、スエリングやスイープガス特性を考慮したペブル充填型ブランケットが選定されている¹⁾。この概念設計では、中性子増倍材として直径約 1mm の球状ベリリウムの使用が予定されており、原研の材料試験炉（JMTR）において実機のブランケット構造を模擬した照射試験が計画されている。本照射試験では、球状ベリリウムの大量製造技術の確立及び詳細な工学的データの取得が求められている。このため、球状ベリリウムに関する大量製造技術の調査、熱的及び機械的特性の測定を行った。本論文ではこれらの結果について報告する。

2. 製造技術

2.1 概 要

球状ベリリウムの製造方法は、大別して機械加工法、マグネシウム還元法及び溶融-凝固法¹⁾がある。これらの概略を Table 1 に示す。

(1) 機械加工法

機械加工法は、ベリリウムブロックを約 1mm のサイコロ型に切断したのち、球形に機械研磨する方法である。この方法は、切断及び機械研磨加工に多大な時間を要するために生産性が悪く、大量製造に適さず、製造コストも高くなる。

(2) マグネシウム還元法

マグネシウム還元法は、商業ベースで製造されるホットプレスベリリウムの製造工程で副産物として製造される。ホットプレスベリリウムの製造工程を Fig. 1 に示す²⁾。ベリリウム鉱石は、硫酸による溶解を経て水酸化ベリリウムとなった後、アンモニアと反応させてフッ化ベリリウムとなる。これを加熱してマグネシウムを添加すると Fig. 2 に示すような還元反応によってフッ化マグネシウムとベリリウムに分離する。この際ベリリウムは球状となり、浮力によって上層部に集まる。このように、マグネシウム還元法では副産物として製造できるために特別な装置を必要とせず、製造コストは低くなるが、多くの不純物を含んでいること等の問題を有している。

(3) 溶融-凝固法

① アトマイズ（噴霧）法

アトマイズ法は、溶融金属を細孔のノズル等から噴霧状に放出させて球状粒を製造する方法

1. 序 論

国際熱核融合炉（ITER）の概念設計で進められた核融合炉増殖ブランケットの設計では、スエリングやスweepガス特性を考慮したペブル充填型ブランケットが選定されている¹⁾。この概念設計では、中性子増倍材として直径約 1mm の球状ベリリウムの使用が予定されており、原研の材料試験炉（JMTR）において実機のブランケット構造を模擬した照射試験が計画されている。本照射試験では、球状ベリリウムの大量製造技術の確立及び詳細な工学的データの取得が求められている。このため、球状ベリリウムに関する大量製造技術の調査、熱的及び機械的特性の測定を行った。本論文ではこれらの結果について報告する。

2. 製造技術

2.1 概 要

球状ベリリウムの製造方法は、大別して機械加工法、マグネシウム還元法及び溶融-凝固法¹⁾がある。これらの概略を Table 1 に示す。

(1) 機械加工法

機械加工法は、ベリリウムブロックを約 1mm のサイコロ型に切断したのち、球形に機械研磨する方法である。この方法は、切断及び機械研磨加工に多大な時間を要するために生産性が悪く、大量製造に適さず、製造コストも高くなる。

(2) マグネシウム還元法

マグネシウム還元法は、商業ベースで製造されるホットプレスベリリウムの製造工程で副産物として製造される。ホットプレスベリリウムの製造工程を Fig. 1 に示す²⁾。ベリリウム鉱石は、硫酸による溶解を経て水酸化ベリリウムとなった後、アンモニアと反応させてフッ化ベリリウムとなる。これを加熱してマグネシウムを添加すると Fig. 2 に示すような還元反応によってフッ化マグネシウムとベリリウムに分離する。この際ベリリウムは球状となり、浮力によって上層部に集まる。このように、マグネシウム還元法では副産物として製造できるために特別な装置を必要とせず、製造コストは低くなるが、多くの不純物を含んでいること等の問題を有している。

(3) 溶融-凝固法

① アトマイズ（噴霧）法

アトマイズ法は、溶融金属を細孔のノズル等から噴霧状に放出させて球状粒を製造する方法

で、ガスアトマイズ法、真空アトマイズ法及び回転ディスクアトマイズ法等がある³⁾。これらの技術は種々の金属粉体を得る目的で開発されたが、ホットプレスベリリウムを製造するためのベリリウム粉末製造技術への応用として検討された³⁾。

ガスアトマイズ法は、Fig. 3 に示す様なノズルに高速でガスを流し、噴霧して球状ベリリウムを製造する方法である。真空アトマイズ法は、Fig. 4 に示す様な真空容器を用いて、水素過飽和溶解状態のベリリウム溶融金属を真空容器内に噴霧する方法である。回転ディスクアトマイズ法は、Fig. 5 に示す様な銅製の高速回転している円盤にベリリウム溶融金属を吹き付けて球状ベリリウムを製造する方法である。これらのアトマイズ法は、一度に大量のベリリウムペブルが製造できることが利点に挙げられるが、耐火物坩堝からの不純物混入及び製造粒径分布の大きなばらつき等の欠点を有している。

② 回転電極法

回転電極法の概念図を Fig. 6 に示す。回転電極法は、ベリリウム電極の一端をアークで溶解しながら高速回転させ、遠心力で溶滴を不活性ガス中に飛散させ、凝固させて球状ベリリウムを製造する方法である。回転電極法では、製造条件を細かく設定することで直径 1 mm の球状ベリリウムが得られること、坩堝等を用いないために不純物の混入が殆どないこと等の利点がある。このため、直径 1 mm 程度の球状ベリリウムの製造には回転電極法が最も適していると考えられる。

2.2 回転電極法の改良

本節では、球状ベリリウムの製造方法として最も適している回転電極法についての議論を進め、特に回転電極法で使用する電極材料や装置が球状ベリリウムの特性に与える影響について述べる。

(1) 電極材料の検討

従来のベリリウム電極材料は、入手が容易である理由からホットプレス材が使用されていた。しかし、ホットプレス材は Fig. 1 に示す様にベリリウム金属を一旦粉末にしてからホットプレスするために、作業工程が長くなりコストが高くなるだけでなく、不純物が混入する機会が増えるため不純物含有量が多い材料である。このため、真空鑄造にて製作した電極材料を用いて球状ベリリウムの製造を行い、ホットプレス材電極から製造した球状ベリリウムと比較した。

電極材料及びこれらの電極材料を用いて製造した球状ベリリウムの化学分析結果をTable 2 に示す。ホットプレス材の回転電極は、素材自体の不純物、特に酸化ベリリウムが多いのに対して、真空鑄造材の回転電極は真空溶解による精錬効果から不純物が少ない結果となった。また、2種類の電極材料から製造された球状ベリリウムの純度は電極材料と同程度であった。この結果から、球状ベリリウムの純度は電極材料に依存することが明らかとなった。球状ベリリウム中のタングステン濃度は、いずれの場合にも検出限界以下($<0.005\text{wt.}\%$)であることから、タングステン陰極から混入する不純物はほとんど無視できると考えられる。更に球状ベリリウムの純度を高める必要が生じた場合、ゾーンメルト法等で純度を上げた電極材を用いれば、超高純度の球状ベリリウ

ムの製造も可能になると考えられる。

電極材の改良をコストの面から考察すると、Fig. 1 からも明らかなように、真空鑄造材の工程は、ホットプレス材を電極材料として使用する方法と比べて短縮できることから、コストの低減化につながり、大量製造時に有利になると考えられる。

(2) 真空排気系の検討

真空排気系の改良を行い、回転電極装置内の到達真空度を一桁向上させて球状ベリリウムの製造を行った。真空排気系の改良前後の球状ベリリウムの表面酸化膜を測定したところ、改良前には酸化膜厚みが約 40 μm であったのに対して、改良後は金属光沢を有するベリリウム球の製造が可能となった。これは真空排気系の改良に伴って、製造雰囲気(ヘリウムガス)中の酸素濃度が低減したためと考えられる。また、酸素濃度を制御することによって任意の酸化皮膜を有する球状ベリリウムの製造が可能となれば、ベリリウムからのトリチウム放出の制御が必要となった場合に利用できる可能性もある。

3. 球状ベリリウムの物理的特性

ホットプレス材及び真空鑄造材を回転電極材として用いて製造した球状ベリリウムに対して物理的特性を調べ、両球状ベリリウムについて比較検討を行った。

3.1 粒度分布

球状ベリリウムの粒径は、電極間アーク電流に比例し、回転電極の周速度に反比例するため、電流と電極の回転速度を制御することによって必要な粒径の製造が可能である。現存装置における球状ベリリウムの製造限界は、直径 0.3~1.2 mm である。

ホットプレス材及び真空鑄造材を回転電極として製造した球状ベリリウムの粒度分布をX線マイクロフォーカス写真の画像処理によって測定した。画像処理には、日本アビオニクス社のTVIP-5100Sを用いた。この結果を Fig. 7 及び 8 に示す。同図の粒度分布測定結果から、球状ベリリウムの直径はガウス分布をしており、粒度分布は電極材料に依存しないことが明らかになった。また、直径約 1 mm を目標に球状ベリリウムを製造した場合、製造された球の粒度分布範囲は ± 0.3 mm 程度であり、製品の歩留りは 90 wt% 以上であった。

3.2 内部ポア

ホットプレス材及び真空鑄造材を電極材として製造した球状ベリリウムのX線マイクロフォーカス写真を Fig. 9 に示す。写真から明らかなように、回転電極法にて製造された球状ベリリウムには、そのほぼ中心にポアが存在している。これは、熔融状態の金属ベリリウムが凝固する際に、最外殻から凝固するため、凝固収縮によって生じたと考えられる。金属ベリリウムの凝固収縮率は約 3 vol%⁴⁾であり、ポアの体積から求めた値とほぼ一致している。

ムの製造も可能になると考えられる。

電極材の改良をコストの面から考察すると、Fig. 1 からも明らかなように、真空鑄造材の工程は、ホットプレス材を電極材料として使用する方法と比べて短縮できることから、コストの低減化につながり、大量製造時に有利になると考えられる。

(2) 真空排気系の検討

真空排気系の改良を行い、回転電極装置内の到達真空度を一桁向上させて球状ベリリウムの製造を行った。真空排気系の改良前後の球状ベリリウムの表面酸化膜を測定したところ、改良前には酸化膜厚みが約 40 μm であったのに対して、改良後は金属光沢を有するベリリウム球の製造が可能となった。これは真空排気系の改良に伴って、製造雰囲気(ヘリウムガス)中の酸素濃度が低減したためと考えられる。また、酸素濃度を制御することによって任意の酸化皮膜を有する球状ベリリウムの製造が可能となれば、ベリリウムからのトリチウム放出の制御が必要となった場合に利用できる可能性もある。

3. 球状ベリリウムの物理的特性

ホットプレス材及び真空鑄造材を回転電極材として用いて製造した球状ベリリウムに対して物理的特性を調べ、両球状ベリリウムについて比較検討を行った。

3.1 粒度分布

球状ベリリウムの粒径は、電極間アーク電流に比例し、回転電極の周速度に反比例するため、電流と電極の回転速度を制御することによって必要な粒径の製造が可能である。現存装置における球状ベリリウムの製造限界は、直径 0.3~1.2 mm である。

ホットプレス材及び真空鑄造材を回転電極として製造した球状ベリリウムの粒度分布をX線マイクロフォーカス写真の画像処理によって測定した。画像処理には、日本アビオニクス社のTVIP-5100Sを用いた。この結果をFig. 7及び8に示す。同図の粒度分布測定結果から、球状ベリリウムの直径はガウス分布をしており、粒度分布は電極材料に依存しないことが明らかになった。また、直径約1mmを目標に球状ベリリウムを製造した場合、製造された球の粒度分布範囲は ± 0.3 mm程度であり、製品の歩留りは90 wt%以上であった。

3.2 内部ポア

ホットプレス材及び真空鑄造材を電極材として製造した球状ベリリウムのX線マイクロフォーカス写真をFig. 9に示す。写真から明らかなように、回転電極法にて製造された球状ベリリウムには、そのほぼ中心にポアが存在している。これは、熔融状態の金属ベリリウムが凝固する際に、最外殻から凝固するため、凝固収縮によって生じたと考えられる。金属ベリリウムの凝固収縮率は約3 vol%⁴⁾であり、ポアの体積から求めた値とほぼ一致している。

粒度分布を測定したX線マイクロフォーカス写真を用いてポアについて再度画像処理し、ポアの直径測定を行った。この結果を Fig. 10 及び 11 に示す。ポア直径もガウス分布をしており、電極材料の違いによる相違は見られなかった。同様な画像処理によって球状ベリリウムの中心とポアの中心の距離を測定した。この結果を Fig. 12 及び 13 に示す。ポアのほとんどが中心に存在すると予想したが、中心からずれていることが明らかとなった。これは、球状ベリリウムが飛散して最外殻から凝固する際に、結晶の成長速度が結晶方位によって異なるためと考えられる。また、球状ベリリウムの直径と内部ポアの関係性を Fig. 14 及び 15 に示す。球状ベリリウムの直径が大きくなると内部ポアの直径も大きくなる傾向が見られた。この傾向も電極材料の違いによる相違は見られなかった。

3.3 密度

電極材料及び球直径をパラメータにして球状ベリリウムの密度測定を行った。密度測定方法はピクノメータ法で、5cc の球状ベリリウムを用いて測定した。この結果を Table 3 に示す。3回の密度測定の結果、球状ベリリウムの密度は電極材料及び球径に依存せず、一定の値であったが、金属ベリリウムの理論密度 (1.8477g/cm^3) より約 3 % 小さい値となった。これは、前述の内部ポアの影響と考えられ、理論密度との差は金属ベリリウムの凝固収縮率の値 (3 vol%) と一致した。

3.4 真球度

投影顕微鏡を用いて球状ベリリウムの真球度 (最大直径と最少直径の差を平均直径で割った値) を測定した。この時、測定時の投影倍率は 200倍 とした。この結果を Table 4 に示す。真球からのずれは直径の 1~2 % 程度であり、電極材料による差もほとんどなかった。

3.5 比表面積

球状ベリリウムの比表面積をBET法 (Brunauer-Emmett-Teller法、吸着法の一つ) によって測定した。測定は、10 cc の試料に対して各々 2 回行い、吸着ガスには 1 atm の窒素ガスを使用した。測定結果を Table 5 に示す。同表には、密度と平均直径から求めた比表面積も併せて示す。比表面積の測定結果は、密度と平均直径から求めた値より約1.5倍大きい値が得られた。これは、試料表面の凹凸の影響と考えられる。また、測定値にはばらつきがあるが、電極材料による顕著な差は見られなかった。

3.6 表面粗さ

ベリリウム球の表面粗さをRTH社の精密形状測定機 Form Talysurf で測定した。この測定結果を Table 6 及び Fig. 16 に示す。表面粗さの測定は電極材料及び球直径を変えて 5 回測定し、測定スパンを 1mm とした。測定結果から、表面粗さは粒径が大きいほど粗く、また、真空製造電極材よりホットプレス電極材の方が粗い傾向が見られた。

3.7 結晶粒度

球状ベリリウムの断面金相写真から球状ベリリウムの結晶粒度測定を行った。使用した金相写真の一例を Fig. 17 に示す。測定は『JIS H 0501 伸銅品結晶粒度試験方法』に示されている求積法に従って行った。

結晶粒度の算定には、以下の計算式を使用した。

$$d = \frac{1}{M} \sqrt{\frac{A}{n}} \quad , \quad n = z + \frac{W}{2} \quad (1)$$

ここで、

d : 結晶粒度 (mm)

A : 面積 (mm²)

M : 倍率

n : 結晶粒の個数

Z : 完全含有結晶粒の個数

W : 周辺結晶粒の個数

結晶粒度の測定結果を Table 7 に示す。ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製作した球状ベリリウムの結晶粒度の差はほとんどなく、約 0.53 mm であった。これは、冷媒として用いているヘリウムガス圧力等の製造条件が同一であるため、結晶粒の成長も同等になったためと考えられる。ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製作した球状ベリリウムでは、酸化ベリリウム等の不純物含有量に差があるが、結晶粒度にはほとんど差はなかった。

4. 熱的特性

4.1 線熱膨張係数

光干渉計法を利用した真空理工社のレーザ熱膨張計 LIX-1 を用いて球状ベリリウムの線熱膨張係数の測定を行った。この結果を Fig. 18 に示す。測定試料には、ホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムを用い、それぞれ3回測定した。また、同図にはバルク材の線熱膨張係数⁵⁾を示す。ベリリウムの熱膨張係数には結晶方位による異方性があり、C軸に垂直な線熱膨張係数は、平行な線熱膨張係数より約2~3割大きい⁶⁾。測定データのばらつきは、測定誤差の影響も含まれるが、球内部の結晶粒が大きいために、線熱膨張係数の異方性が影響すると考えられる。しかしながら、電極材料による違いは認められず、測定データを平均すればホットプレスベリリウムのデータとほぼ一致することが明らかになった。

4.2 比熱

セイコー電子工業社の示差走査熱量計 DSC-200 を用いて球状ベリリウムの比熱を測定した。測定試料には、ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムを用い、それ

3.7 結晶粒度

球状ベリリウムの断面金相写真から球状ベリリウムの結晶粒度測定を行った。使用した金相写真の一例を Fig. 17 に示す。測定は『JIS H 0501 伸銅品結晶粒度試験方法』に示されている求積法に従って行った。

結晶粒度の算定には、以下の計算式を使用した。

$$d = \frac{1}{M} \sqrt{\frac{A}{n}} \quad , \quad n = z + \frac{W}{2} \quad (1)$$

ここで、

d : 結晶粒度 (mm)

A : 面積 (mm²)

M : 倍率

n : 結晶粒の個数

Z : 完全含有結晶粒の個数

W : 周辺結晶粒の個数

結晶粒度の測定結果を Table 7 に示す。ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製作した球状ベリリウムの結晶粒度の差はほとんどなく、約 0.53 mm であった。これは、冷媒として用いているヘリウムガス圧力等の製造条件が同一であるため、結晶粒の成長も同等になったためと考えられる。ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製作した球状ベリリウムでは、酸化ベリリウム等の不純物含有量に差があるが、結晶粒度にはほとんど差はなかった。

4. 熱的特性

4.1 線熱膨張係数

光干渉計法を利用した真空理工社のレーザ熱膨張計 LIX-1 を用いて球状ベリリウムの線熱膨張係数の測定を行った。この結果を Fig. 18 に示す。測定試料には、ホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムを用い、それぞれ3回測定した。また、同図にはバルク材の線熱膨張係数⁵⁾を示す。ベリリウムの熱膨張係数には結晶方位による異方性があり、C軸に垂直な線熱膨張係数は、平行な線熱膨張係数より約2~3割大きい⁶⁾。測定データのばらつきは、測定誤差の影響も含まれるが、球内部の結晶粒が大きいために、線熱膨張係数の異方性が影響すると考えられる。しかしながら、電極材料による違いは認められず、測定データを平均すればホットプレスベリリウムのデータとほぼ一致することが明らかになった。

4.2 比熱

セイコー電子工業社の示差走査熱量計 DSC-200 を用いて球状ベリリウムの比熱を測定した。測定試料には、ホットプレス電極材と真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムを用い、それ

ぞれ3回測定した。この時の測定雰囲気には窒素ガス（純度 99.9 %）を用い、ガス流量は 3 l/min とした。

比熱の測定には空容器、既知の基準物質（ α -アルミナ粉末）及び球状ベリリウム試料の走査熱量を Fig. 19 のように測定し、以下の式から求めた。

$$C_{p_s} = \frac{Y_s}{Y_r} \times \frac{M_r}{M_s} \times C_{p_r} \quad (2)$$

ここで、

- C_{p_s} : 球状ベリリウム試料の比熱容量
- C_{p_r} : 基準物質（ α -アルミナ粉末）の比熱容量⁷⁾
- Y_s : 空容器と球状ベリリウムのDSC曲線差
- Y_r : 空容器と基準物質のDSC曲線差
- M_r : 基準物質重量
- M_s : 球状ベリリウム試料の重量

上式を用いて比熱を求めた結果を Fig. 20 に示す。また、同図にはホットプレスベリリウムの比熱⁶⁾を示す。測定データは、電極材料による違いは認められず、ホットプレスベリリウムの比熱とほぼ一致している。

線熱膨張係数及び比熱の測定を行った結果、ホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムの値は、従来用いられているホットプレス材の値とほぼ同じであり、電極材料の違いによる差も見られなかった。これは、球状ベリリウムには上述した様な内部ポアが存在しているが、その体積が約3%程度であるために熱定数に影響を与えないためと考えられる。

5. 機械的特性

球状ベリリウムの機械的特性を評価するために圧潰試験を行った。また、ヘリウム中での加熱が機械特性に与える影響を調べた。更に、構造材との反応性が機械的特性に与える影響を調べるために SUS316 粉末と混合して加熱し、圧潰強度を測定した。また、熱衝撃試験後の圧潰強度測定を行った。

5.1 未処理試料の圧潰試験

測定に使用した装置を Fig. 21 に示す。荷重は、下方向から 0.2 mm/min の速度で試料に印加される構造となっている。また、球状ベリリウムが潰れる際のクラックをモニタするための AE センサーを取り付けた。これらの荷重、変位、AEパルス数及びAE信号は、AD変換器を通してコンピュータに取り込まれるシステムとなっている。

ぞれ3回測定した。この時の測定雰囲気には窒素ガス（純度 99.9 %）を用い、ガス流量は 3 l/min とした。

比熱の測定には空容器、既知の基準物質（ α -アルミナ粉末）及び球状ベリリウム試料の走査熱量を Fig. 19 のように測定し、以下の式から求めた。

$$Cp_s = \frac{Y_s}{Y_r} \times \frac{M_r}{M_s} \times Cp_r \quad (2)$$

ここで、

- Cp_s : 球状ベリリウム試料の比熱容量
- Cp_r : 基準物質（ α -アルミナ粉末）の比熱容量⁷⁾
- Y_s : 空容器と球状ベリリウムのDSC曲線差
- Y_r : 空容器と基準物質のDSC曲線差
- M_r : 基準物質重量
- M_s : 球状ベリリウム試料の重量

上式を用いて比熱を求めた結果を Fig. 20 に示す。また、同図にはホットプレスベリリウムの比熱⁶⁾を示す。測定データは、電極材料による違いは認められず、ホットプレスベリリウムの比熱とほぼ一致している。

線熱膨張係数及び比熱の測定を行った結果、ホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウムの値は、従来用いられているホットプレス材の値とほぼ同じであり、電極材料の違いによる差も見られなかった。これは、球状ベリリウムには上述した様な内部ポアが存在しているが、その体積が約3%程度であるために熱定数に影響を与えないためと考えられる。

5. 機械的特性

球状ベリリウムの機械的特性を評価するために圧潰試験を行った。また、ヘリウム中での加熱が機械特性に与える影響を調べた。更に、構造材との反応性が機械的特性に与える影響を調べるために SUS316 粉末と混合して加熱し、圧潰強度を測定した。また、熱衝撃試験後の圧潰強度測定を行った。

5.1 未処理試料の圧潰試験

測定に使用した装置を Fig. 21 に示す。荷重は、下方向から 0.2 mm/min の速度で試料に印加される構造となっている。また、球状ベリリウムが潰れる際のクラックをモニタするための AE センサーを取り付けた。これらの荷重、変位、AEパルス数及びAE信号は、AD変換器を通してコンピュータに取り込まれるシステムとなっている。

測定結果の一例を Fig. 22 に示す。図はホットプレス電極材料から製造した球状ベリリウムの圧潰試験の結果である。荷重を徐々に印加すると、ある荷重で球状ベリリウムにクラックが入り、荷重が急激に変化することが明らかとなった。この荷重を破壊荷重と定義して、回転電極法（ホットプレス及び真空鑄造電極材を使用）で製造した球状ベリリウム及び機械加工法によって製作したホットプレス球状ベリリウムの破壊荷重を測定した。この結果を Table 8 に示す。

回転電極法で製作した球状ベリリウムは、多くの試料を測定したにもかかわらず、半数近くの球状ベリリウムに対して Fig. 22 で示した様な急激な荷重変化が見られず、破壊荷重のデータが得られなかった（Table 8 の試料数のカッコ内が全測定試料数、カッコ外がクラックを検出できた試料数）。これに対して、ホットプレス製ブロックから機械加工によって削りだした約 ϕ 3 mm の全試料に対し、Fig. 23 に示した様な急激な荷重変化とパルス状の AE 信号が観測された。この原因については、以下の様に考えられる。

ベリリウム結晶には、すべりやすさに異方性があり⁸⁾、約 0.5 mm の大きい結晶粒をもつ球状ベリリウムにはすべり面の影響で急激な荷重が吸収されて変化が少なく、たまたま粒界で破壊を起こした変化が観測されたと考えられる。これに対して、ホットプレス球状ベリリウムの結晶粒は、約 10 μ m と小さいためにすべりの影響が少なく、常に粒界で破壊した荷重の変化が観測されたと考えられる。

Table 8 で測定した破壊荷重と球直径の関係を Fig. 24 に示す。破壊荷重は、球直径に比例していることが明らかとなった。また、圧潰試験後の回転電極法で製作した試料の SEM 写真（真空鑄造電極使用）を Fig. 25 に示す。圧潰によって発生したクラックは複雑であり、粒界に沿った破壊であった可能性が高いことを示している。

球と同じ体積を有する高さ $2r$ （ r は球の半径）の円柱を想定し、荷重面積 s を次式により定義して破壊応力を求めた。この計算結果を Table 8 の最下欄に示す。

$$sr = \frac{4}{3}\pi r^3, \quad s = \frac{4}{3}\pi r^2 \quad (3)$$

破壊応力は、回転電極法試料及び機械加工法試料とほとんど同じ結果となり、破壊機構は同じ原因であると考えられる。

以上の考察から、圧潰試験で観測された急激な荷重変化は、粒界破壊が原因と考えられる。

5.2 加熱処理が破壊荷重に及ぼす影響

球状ベリリウムとヘリウムガス（純度 6 N, 0.5 気圧）を石英ガラスに封入し、電気炉中で加熱処理を行った後、室温で球状ベリリウムの圧潰試験を行った。この結果を Table 9 に示す。加熱条件は 400 及び 600 $^{\circ}$ C で各々 100、300、1000 時間である。ホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウム試料を各 5 個ずつ測定した。この結果から、ヘリウム中での加熱による圧潰強度への影響はほとんど観測されず、加熱によって球状ベリリウム中の結晶粒の粗大化や再結晶を起こしていないと考えられる。

5.3 SUS316構造材との反応性が破壊荷重に及ぼす影響

ITER の概念設計では、ブランケット構造材として SUS316 が候補材として取りあげられているため、SUS316 との反応性が球状ベリリウムの機械的特性に与える影響について調査した。

実験は、ベリリウム球と SUS316 粉末を混ぜ合わせてヘリウムガス雰囲気石英ガラス中に充填密封した後に加熱して、両者の反応性を X 線回折を用いて調べ、圧潰試験を行った。加熱条件は、400、600 及び 800 °C で各々 100、300、1000 時間である。

高温で長時間の加熱処理を行った後の球状ベリリウム表面は、黒色化し、表面粗さが増大していたが、X 線ピークの変化は検出できなかった。また、SUS316 粉末について X 線回折を行った結果、400°C 及び 600 °C では反応生成物は同定されなかったが、800 °C では Be_{11}Fe と思われる物質が同定され、X 線のピークは加熱時間が長くなるほど大きくなった。

加熱後のホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウム試料、各 3 個について圧潰試験を行った。この結果を Table 10 に示す。いずれの加熱条件での試料についても破壊強度の顕著な変化はなかった。

5.4 熱衝撃が破壊荷重に及ぼす影響

ITER の概念設計において、ブランケット内での発熱は軽水冷却を想定している。この場合、冷却水流出事故等によって、ベリリウムが軽水と接触する場合も想定される。この事故を想定して、水冷による球状ベリリウムの熱衝撃試験を行い、機械的特性の変化を調べた。

実験は、400、600 及び 800 °C でそれぞれ加熱した球状ベリリウムを水中に投下して圧潰強度の変化を調べた。水中投下によりベリリウム表面は若干酸化し表面が粗くなったが、クラック及び変形は観測されなかった。

水中投下後のホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウム試料、各 3 個について圧潰試験を行った。この結果を Table 11 に示す。同表から分かるように、破壊強度の顕著な変化は観測されなかった。これは、水中投下によって急冷しても、球状ベリリウムの直径が 1 mm と小さいために熱応力による歪みが小さく、結晶内部に変化が生じなかったためと考えられる。

6. 結 論

球状ベリリウムに関する大量製造技術の調査、熱的及び機械的特性の測定を行った結果、以下のことが明らかとなった。

- ① 回転電極法は直径約 1 mm の球状ベリリウムの製造が可能で、坩堝等を使用しないために不純物の混入がほとんどない。このため、球状ベリリウムの製造技術において、回転電極法が最も適している。
- ② 回転電極法において、電極材をホットプレス材から真空鑄造材に代えた結果、不純物及びコストの低減化が可能となった。また、電極材料を代えても球状ベリリウムの諸特性は、

5.3 SUS316構造材との反応性が破壊荷重に及ぼす影響

ITER の概念設計では、ブランケット構造材として SUS316 が候補材として取りあげられているため、SUS316 との反応性が球状ベリリウムの機械的特性に与える影響について調査した。

実験は、ベリリウム球と SUS316 粉末を混ぜ合わせてヘリウムガス雰囲気中の石英ガラス中に充填密封した後に加熱して、両者の反応性を X 線回折を用いて調べ、圧潰試験を行った。加熱条件は、400、600 及び 800 °C で各々 100、300、1000 時間である。

高温で長時間の加熱処理を行った後の球状ベリリウム表面は、黒色化し、表面粗さが増大していたが、X 線ピークの変化は検出できなかった。また、SUS316 粉末について X 線回折を行った結果、400°C 及び 600 °C では反応生成物は同定されなかったが、800 °C では Be_{11}Fe と思われる物質が同定され、X 線のピークは加熱時間が長くなるほど大きくなった。

加熱後のホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウム試料、各 3 個について圧潰試験を行った。この結果を Table 10 に示す。いずれの加熱条件での試料についても破壊強度の顕著な変化はなかった。

5.4 熱衝撃が破壊荷重に及ぼす影響

ITER の概念設計において、ブランケット内での発熱は軽水冷却を想定している。この場合、冷却水流出事故等によって、ベリリウムが軽水と接触する場合も想定される。この事故を想定して、水冷による球状ベリリウムの熱衝撃試験を行い、機械的特性の変化を調べた。

実験は、400、600 及び 800 °C でそれぞれ加熱した球状ベリリウムを水中に投下して圧潰強度の変化を調べた。水中投下によりベリリウム表面は若干酸化し表面が粗くなったが、クラック及び変形は観測されなかった。

水中投下後のホットプレス電極材及び真空鑄造電極材から製造した球状ベリリウム試料、各 3 個について圧潰試験を行った。この結果を Table 11 に示す。同表から分かるように、破壊強度の顕著な変化は観測されなかった。これは、水中投下によって急冷しても、球状ベリリウムの直径が 1 mm と小さいために熱応力による歪みが小さく、結晶内部に変化が生じなかったためと考えられる。

6. 結 論

球状ベリリウムに関する大量製造技術の調査、熱的及び機械的特性の測定を行った結果、以下のことが明らかとなった。

- ① 回転電極法は直径約 1 mm の球状ベリリウムの製造が可能で、坩堝等を使用しないために不純物の混入がほとんどない。このため、球状ベリリウムの製造技術において、回転電極法が最も適している。
- ② 回転電極法において、電極材をホットプレス材から真空鑄造材に代えた結果、不純物及びコストの低減化が可能となった。また、電極材料を代えても球状ベリリウムの諸特性は、

ほとんど変化しないことが明らかとなった。

- ③ 回転電極装置内の到達真空度を一桁向上させて球状ベリリウムの製造を行った結果、表面酸化膜厚が小さくなり、装置内の残留ガスを制御すれば表面状態の制御が可能であることが明らかとなった。
- ④ 球状ベリリウムの物理的特性を調べた結果、粒度分布、内部ポア、密度、真球度、比表面積、表面粗さ、結晶粒度が明らかとなった。
- ⑤ 球状ベリリウムの線熱膨張係数及び比熱を測定した結果、ホットプレスベリリウムとほぼ一致していることが明らかとなった。
- ⑥ 圧潰試験で観測された急激な荷重変化は、粒界破壊が原因と考えられる。
- ⑦ ヘリウム中での加熱、SUS316 粉末との混合加熱及び熱衝撃試験後の球状ベリリウムの圧潰による破壊強度を測定した結果、加熱による顕著な変化がないことが明らかとなった。

謝 辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部 小山田六郎次長にご助言を頂いた。また、圧潰試験に於いては、同部 ホットラボ課 薄井 洗課長代理、近江正男係長及びブランケット照射開発室 外来研究員 加藤将和氏（日本ガイシ）にご協力を頂いた。以上記して謝意を表します。

参考文献

- 1) T. Kuroda, H. Yoshida, H. Takatsu, Y. Seki et al., JAERI-M 91-133 (1991).
- 2) A. J. Stonehouse, J. Vac. Sci. Technol., A4(3), (1986) 1163.
- 3) D. J. Kaczynski, DOE/AL/18071--T10, DE87 001858, (1986).
- 4) D. W. White, JR. and J. E. Burk, "The Metal Beryllium", The American Society for Metals, Cleveland (1955).
- 5) N. P. Pinto, "Beryllium Science and Technology", edited by D.R.Floyd and J.N.Lowe (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 2, 319-350.
- 6) G. E. Darwin and J. H. Buddery, "Metallurgy of the rare metals - 7 Beryllium", Butterworths Scientific Publications, London (1960).
- 7) 日本熱測定学会編, "新熱分析の基礎と応用", リアライズ社, 東京 (1991) 210.
- 8) F. Aldinger, "Beryllium Science and Technology", edited by D. Webster and G. J. London (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 1, 30.

ほとんど変化しないことが明らかとなった。

- ③ 回転電極装置内の到達真空度を一桁向上させて球状ベリリウムの製造を行った結果、表面酸化膜厚が小さくなり、装置内の残留ガスを制御すれば表面状態の制御が可能であることが明らかとなった。
- ④ 球状ベリリウムの物理的特性を調べた結果、粒度分布、内部ポア、密度、真球度、比表面積、表面粗さ、結晶粒度が明らかとなった。
- ⑤ 球状ベリリウムの線熱膨張係数及び比熱を測定した結果、ホットプレスベリリウムとほぼ一致していることが明らかとなった。
- ⑥ 圧潰試験で観測された急激な荷重変化は、粒界破壊が原因と考えられる。
- ⑦ ヘリウム中での加熱、SUS316 粉末との混合加熱及び熱衝撃試験後の球状ベリリウムの圧潰による破壊強度を測定した結果、加熱による顕著な変化がないことが明らかとなった。

謝 辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部 小山田六郎次長にご助言を頂いた。また、圧潰試験に於いては、同部 ホットラボ課 薄井 洸課長代理、近江正男係長及びブランケット照射開発室 外来研究員 加藤将和氏（日本ガイシ）にご協力を頂いた。以上記して謝意を表します。

参考文献

- 1) T. Kuroda, H. Yoshida, H. Takatsu, Y. Seki et al., JAERI-M 91-133 (1991).
- 2) A. J. Stonehouse, J. Vac. Sci. Technol., A4(3), (1986) 1163.
- 3) D. J. Kaczynski, DOE/AL/18071--T10, DE87 001858, (1986).
- 4) D. W. White, JR. and J. E. Burk, "The Metal Beryllium", The American Society for Metals, Cleveland (1955).
- 5) N. P. Pinto, "Beryllium Science and Technology", edited by D.R.Floyd and J.N.Lowe (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 2, 319-350.
- 6) G. E. Darwin and J. H. Buddery, "Metallurgy of the rare metals - 7 Beryllium", Butterworths Scientific Publications, London (1960).
- 7) 日本熱測定学会編." 新熱分析の基礎と応用", リアライズ社, 東京 (1991) 210.
- 8) F. Aldinger, "Beryllium Science and Technology", edited by D. Webster and G. J. London (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 1, 30.

ほとんど変化しないことが明らかとなった。

- ③ 回転電極装置内の到達真空度を一桁向上させて球状ベリリウムの製造を行った結果、表面酸化膜厚が小さくなり、装置内の残留ガスを制御すれば表面状態の制御が可能であることが明らかとなった。
- ④ 球状ベリリウムの物理的特性を調べた結果、粒度分布、内部ポア、密度、真球度、比表面積、表面粗さ、結晶粒度が明らかとなった。
- ⑤ 球状ベリリウムの線熱膨張係数及び比熱を測定した結果、ホットプレスベリリウムとほぼ一致していることが明らかとなった。
- ⑥ 圧潰試験で観測された急激な荷重変化は、粒界破壊が原因と考えられる。
- ⑦ ヘリウム中での加熱、SUS316 粉末との混合加熱及び熱衝撃試験後の球状ベリリウムの圧潰による破壊強度を測定した結果、加熱による顕著な変化がないことが明らかとなった。

謝 辞

本報告書をまとめる上で、材料試験炉部 小山田六郎次長にご助言を頂いた。また、圧潰試験に於いては、同部 ホットラボ課 薄井 洗課長代理、近江正男係長及びブランケット照射開発室外来研究員 加藤将和氏（日本ガイシ）にご協力を頂いた。以上記して謝意を表します。

参考文献

- 1) T. Kuroda, H. Yoshida, H. Takatsu, Y. Seki et al., JAERI-M 91-133 (1991).
- 2) A. J. Stonehouse, J. Vac. Sci. Technol., A4(3), (1986) 1163.
- 3) D. J. Kaczynski, DOE/AL/18071--T10, DE87 001858, (1986).
- 4) D. W. White, JR. and J. E. Burk, "The Metal Beryllium", The American Society for Metals, Cleveland (1955).
- 5) N. P. Pinto, "Beryllium Science and Technology", edited by D.R.Floyd and J.N.Lowe (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 2, 319-350.
- 6) G. E. Darwin and J. H. Buddery, "Metallurgy of the rare metals - 7 Beryllium", Butterworths Scientific Publications, London (1960).
- 7) 日本熱測定学会編, "新熱分析の基礎と応用", リアライズ社, 東京 (1991) 210.
- 8) F. Aldinger, "Beryllium Science and Technology", edited by D. Webster and G. J. London (Plenum Press, New York, 1979), Vol. 1, 30.

Table 1 Comparison of production method.

Method	Equipment	Sphericity	Size (mm)	Impurity	Mass production	Cost	
Mechanical process	-	E	3	G	B	B	
Mg reduction	Fig. 2	G	0.2-5	B	E	E	
Atomization	Inert gas	Fig. 3	B	0.2-0.4	G	E	G
	Vacuum	Fig. 4	B	-	G	E	G
	Rotating disk	Fig. 5	B	0.1	G	E	G
Rotating electrode	Fig. 6	E	0.3-1.2	E	G	G	

E: excellent, G: good, B: bad

Table 2 Chemical Compositions of the beryllium electrode and pebble.

Sample		Chemical Composition (wt. %)								
		BeO	Al	Fe	Mg	Si	Mn	Cr	F	Co
Hot- pressed	Electrode	1.25	0.047	0.085	0.037	0.029	0.007	0.009	0.07	<0.001
	Pebble	1.36	0.048	0.084	0.031	0.022	0.002	0.003	0.05	<0.001
Vacuum cast	Electrode	0.53	0.047	0.028	0.005	0.092	0.008	0.008	0.04	<0.001
	Pebble	0.57	0.044	0.033	0.004	0.088	0.010	0.005	0.03	<0.001

Table 3 Density of beryllium pebbles.

No.	Density (g/cm ³)			
	Pebble type A ^{*1}		Pebble type B ^{*2}	
	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)
	1.19-1.0	1.0-0.84	1.19-1.0	1.0-0.84
1	1.803	1.811	1.804	1.795
2	1.795	1.776	1.785	1.798
3	1.788	1.802	1.781	1.783
Average	1.795	1.796	1.790	1.792

*1: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*2: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 4 Sphericity of beryllium pebbles.

No.	Sphericity (%) ^{*1}			
	Pebble type A ^{*2}		Pebble type B ^{*3}	
	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)
	1.19-1.0	1.0-0.84	1.19-1.0	1.0-0.84
1	0.1	0.1	0.6	0.1
2	7.0	1.4	0.8	1.4
3	1.5	1.2	1.4	1.2
4	0.6	1.0	1.1	1.0
5	0.6	1.7	1.5	1.7
Average	2.0	1.1	1.1	1.1

*1: $(D_{\max}-D_{\min})/D_{\text{ave}} \times 100$

*2: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*3: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 5 Specific surface of beryllium pebbles.

No.	Specific surface (m ² /g)			
	Pebble type A ^{*1}		Pebble type B ^{*2}	
	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)	Diameter (mm)
	1.19 - 1.0	1.0 - 0.84	1.19 - 1.0	1.0 - 0.84
1	5.69×10^{-3}	4.60×10^{-3}	4.56×10^{-3}	4.68×10^{-3}
2	3.51×10^{-3}	4.33×10^{-3}	6.83×10^{-3}	5.77×10^{-3}
Average	4.60×10^{-3}	4.47×10^{-3}	5.70×10^{-3}	5.23×10^{-3}
S ^{*3}	3.07×10^{-3}	3.63×10^{-3}	3.08×10^{-3}	3.64×10^{-3}

*1: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*2: produced from vacuum cast beryllium electrode.

*3: "S" was calculated from the density and average diameter.

Table 6 Surface roughness of beryllium pebbles.

No.	Surface roughness (μm)			
	Pebble type A ^{*1}		Pebble type B ^{*2}	
	Diameter (mm) 1.19 - 1.0	Diameter (mm) 1.0 - 0.84	Diameter (mm) 1.19 - 1.0	Diameter (mm) 1.0 - 0.84
1	Ra =0.65 Rmax=4.26	Ra =1.56 Rmax=8.37	Ra =0.28 Rmax=1.35	Ra =0.39 Rmax=2.09
2	Ra =0.33 Rmax=1.30	Ra =0.64 Rmax=3.57	Ra =0.21 Rmax=1.31	Ra =0.71 Rmax=3.02
3	Ra =0.25 Rmax=1.16	Ra =0.58 Rmax=3.47	Ra =0.25 Rmax=1.37	Ra =0.76 Rmax=3.94
4	Ra =0.60 Rmax=3.61	Ra =0.65 Rmax=3.58	Ra =0.50 Rmax=3.06	Ra =0.29 Rmax=1.61
5	Ra =0.64 Rmax=3.57	Ra =0.93 Rmax=5.17	Ra =0.39 Rmax=2.27	Ra =0.64 Rmax=3.57
Average	Ra =0.49 Rmax=2.78	Ra =0.87 Rmax=4.83	Ra =0.33 Rmax=1.87	Ra =0.56 Rmax=2.85

*1: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*2: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 7 Grain size of beryllium pebbles.

No.	Grain size (mm)	
	Pebble type A ^{*1}	Pebble type B ^{*2}
1	0.45	0.53
2	0.36	0.48
3	0.56	0.52
4	0.69	0.51
5	0.56	0.38
6	0.56	0.52
7	0.50	0.69
8	0.41	0.51
9	0.65	0.52
10	0.60	0.64
Average	0.53	0.53

*1: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*2: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 8 The results of collapse test for untreated beryllium pebbles.

Item	Rotating electrode method		Mechanical method (Hot-pressed)
	Pebble type A ^{*1}	Pebble type B ^{*2}	
Sample number ^{*3}	5 (26)	81 (124)	6 (6)
Average diameter (mm)	0.94	0.90	2.90
Average breaking load (kgf)	14	11	100
Average breaking displacement (mm)	0.17	0.15	0.19
Average breaking stress ^{*4} (MPa)	296	246	224

^{*1}: produced from hot-pressed beryllium electrode.

^{*2}: produced from vacuum cast beryllium electrode.

^{*3}: This sample number were effective sample data number, and the parenthesis were total tested samples number.

^{*4}: The loaded area was defined by equation (3).

Table 9 The effects of heating on breaking load.

Heating condition		Breaking load ^{*1} (kgf)	
Temp. (°C)	Time (h)	Pebble type A ^{*2}	Pebble type B ^{*3}
400	100	12	13
	300	12	12
	1000	12	13
600	100	13	15
	300	12	12
	1000	14	11

^{*1}: Average of 5 samples data.

^{*2}: produced from hot-pressed beryllium electrode.

^{*3}: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 10 The effects of heating with SUS316 powder on breaking load.

Heating condition		Breaking load* ¹ (kgf)	
Temp. (°C)	Time (h)	Pebble type A* ²	Pebble type B* ³
400	100	12	13
	300	13	11
	1000	13	12
600	100	13	12
	300	13	12
	1000	13	12
800	100	13	13
	300	12	12
	1000	14	12

*1: Average of 3 samples data.

*2: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*3: produced from vacuum cast beryllium electrode.

Table 11 The effects of thermal shock on breaking load.

Temperature (°C)	Breaking load* ¹ (kgf)	
	Pebble type A* ²	Pebble type B* ³
400	15	16
600	13	11
800	11	14

*1: Average of 3 samples data.

*2: produced from hot-pressed beryllium electrode.

*3: produced from vacuum cast beryllium electrode.

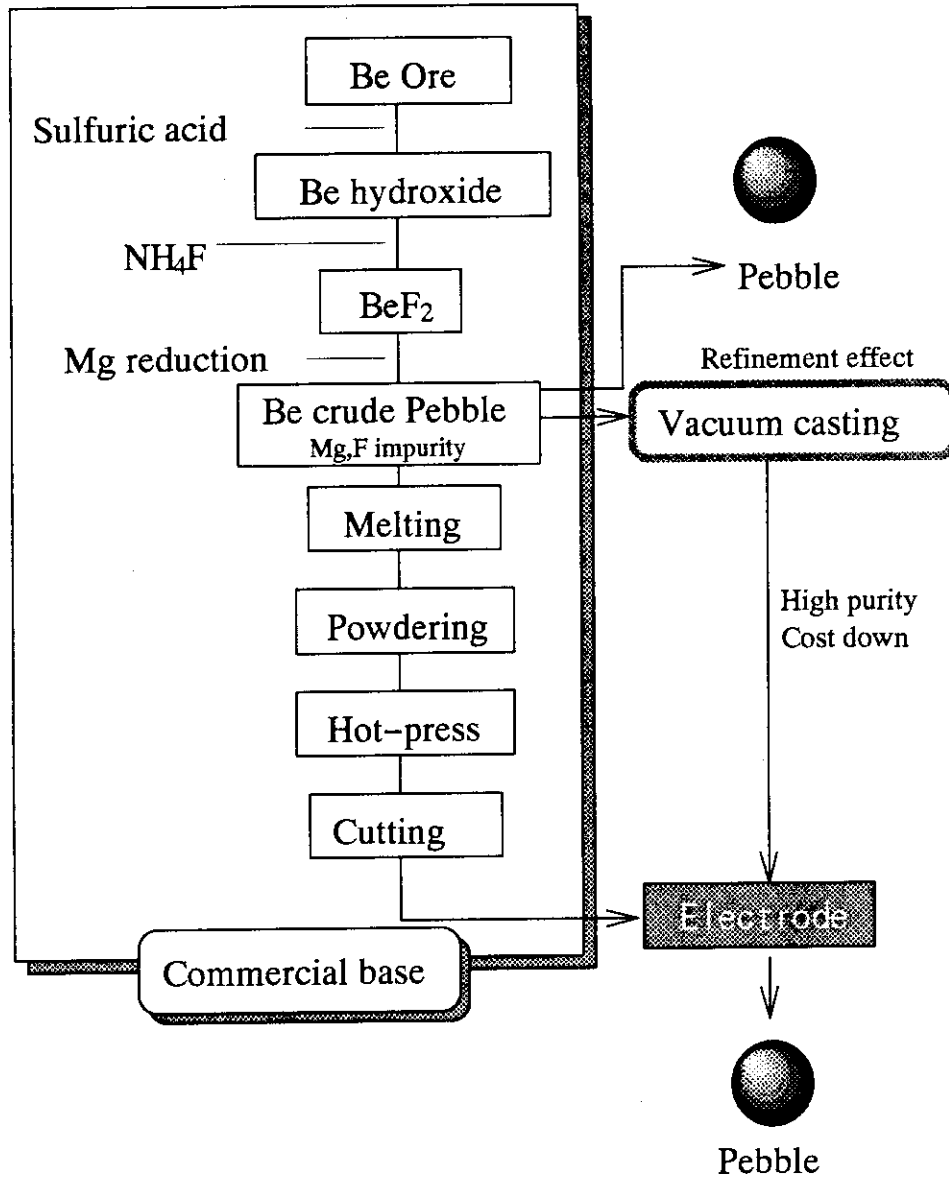


Fig. 1 Production processes of hot-pressed beryllium and pebble.

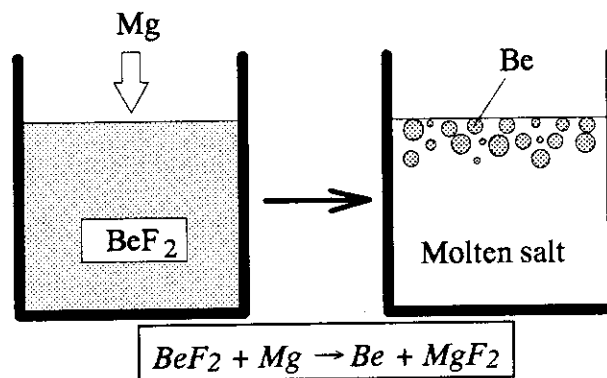


Fig. 2 Magnesium reduction method.

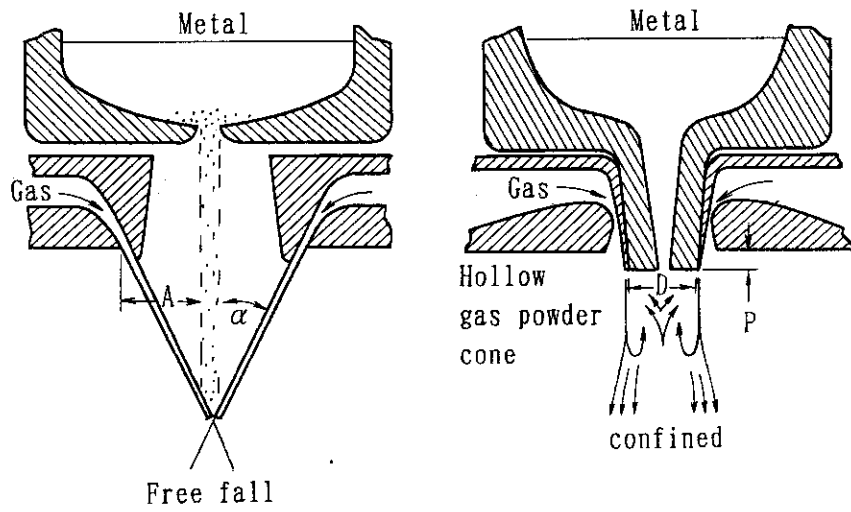


Fig. 3 Inert gas atomization method.

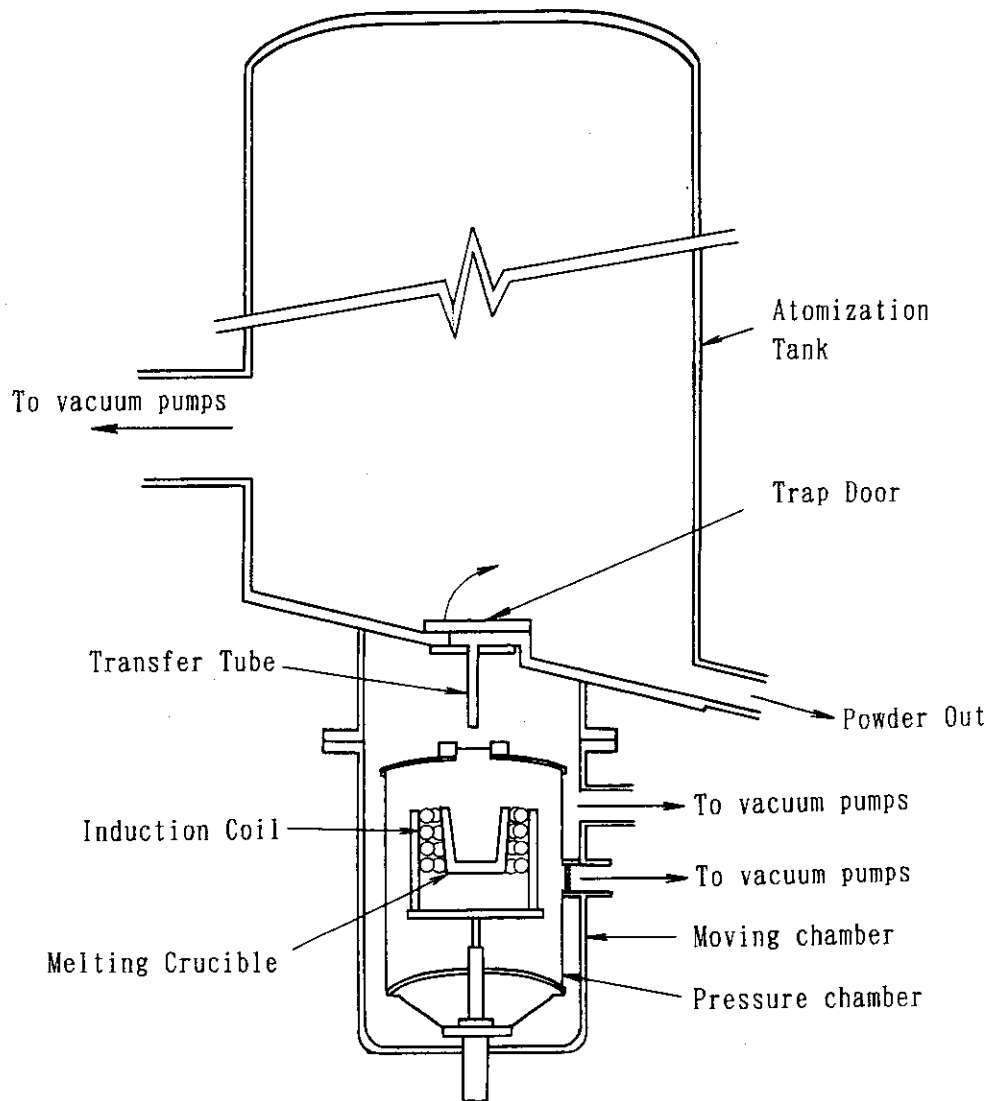


Fig. 4 Vacuum atomization method.

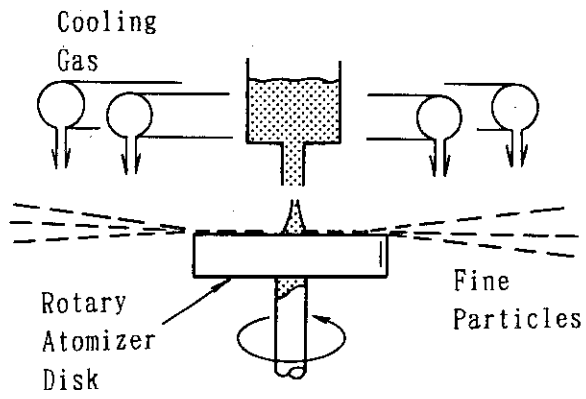


Fig. 5 Rotating disk atomization method.

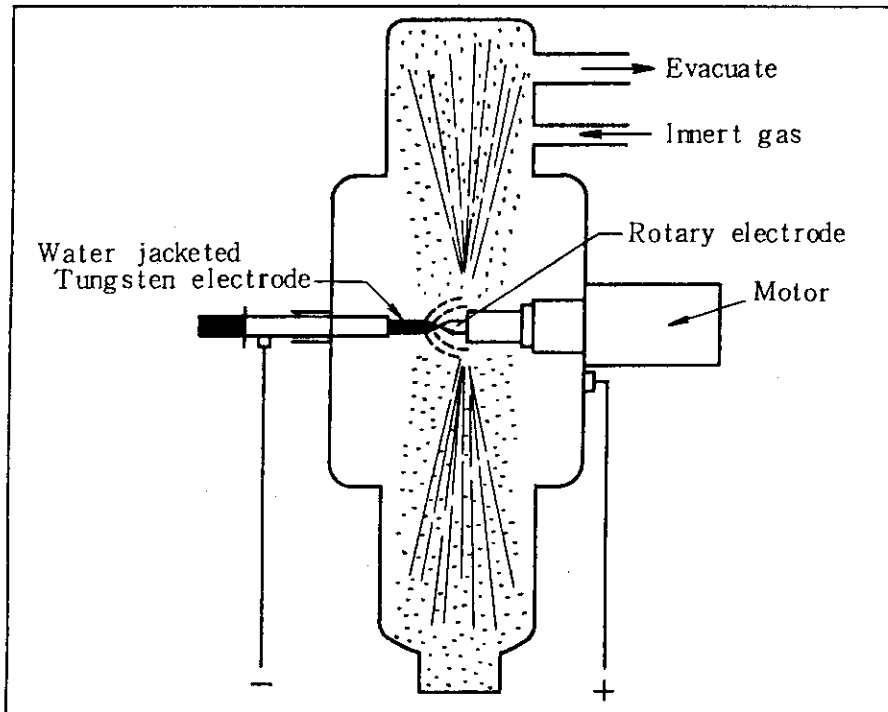


Fig. 6 Rotating electrode method.

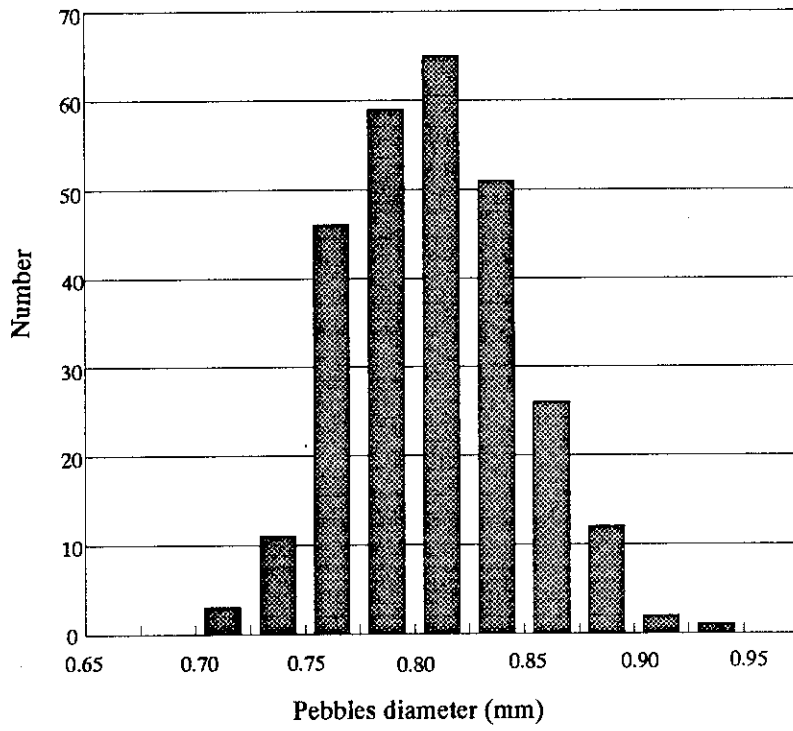


Fig. 7 Diameter distribution of beryllium pebbles made from hot-pressed electrode.

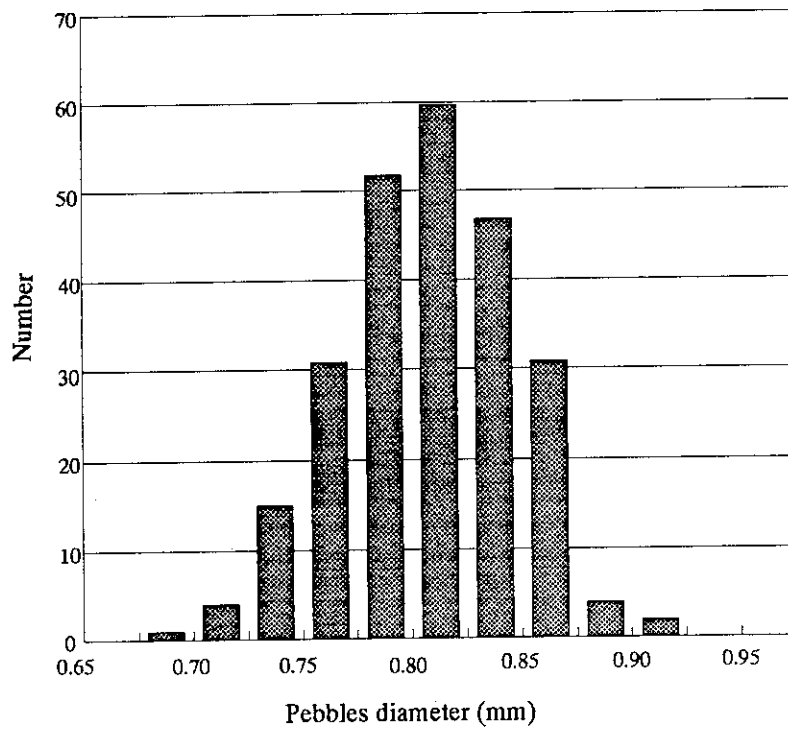
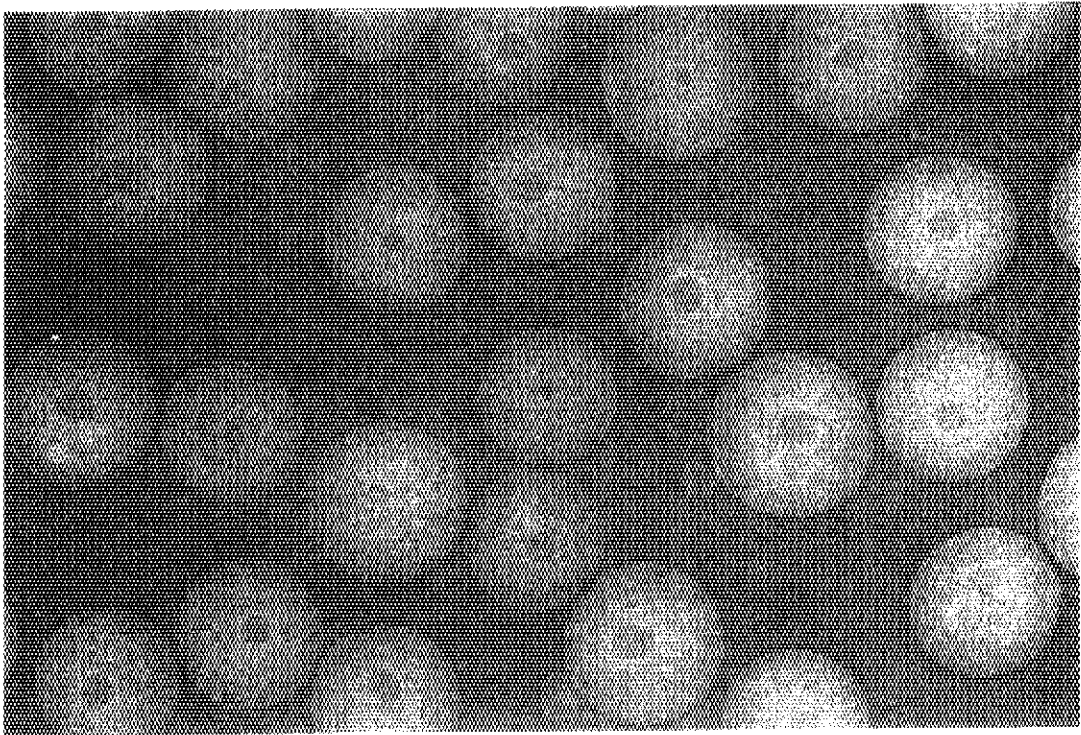
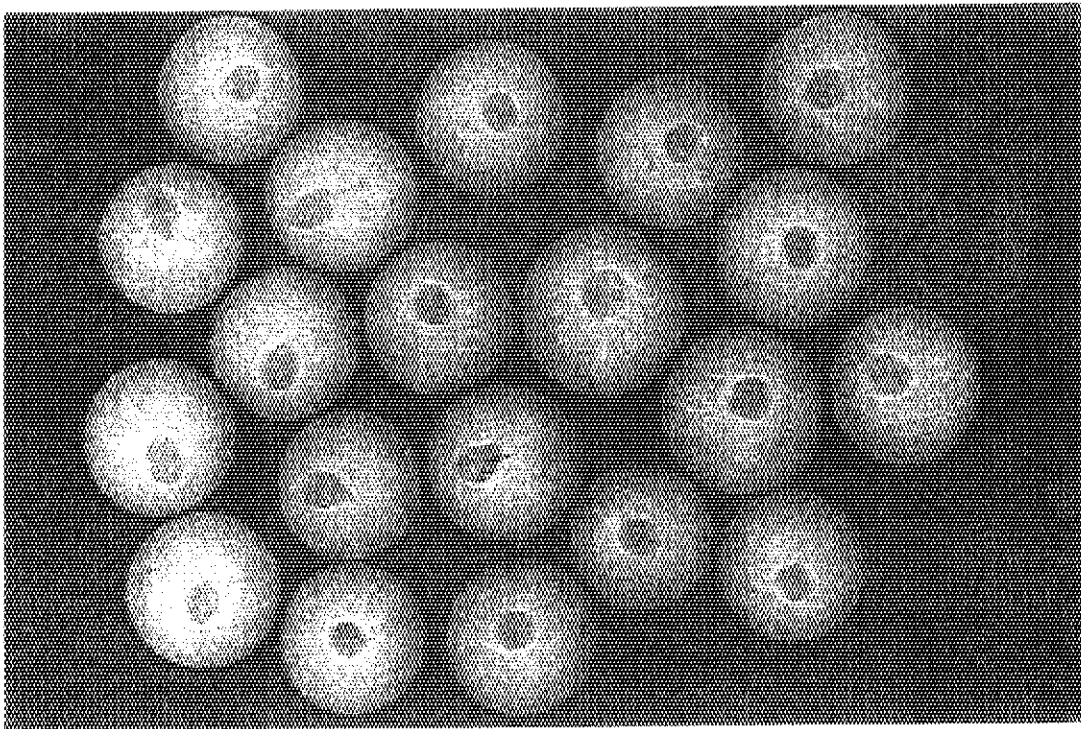


Fig. 8 Diameter distribution of beryllium pebbles made from vacuum cast electrode.



(a) Hot-pressed electrode



(b) Vacuum cast electrode

Fig. 9 Micro focused X-ray photograph of beryllium pebbles.

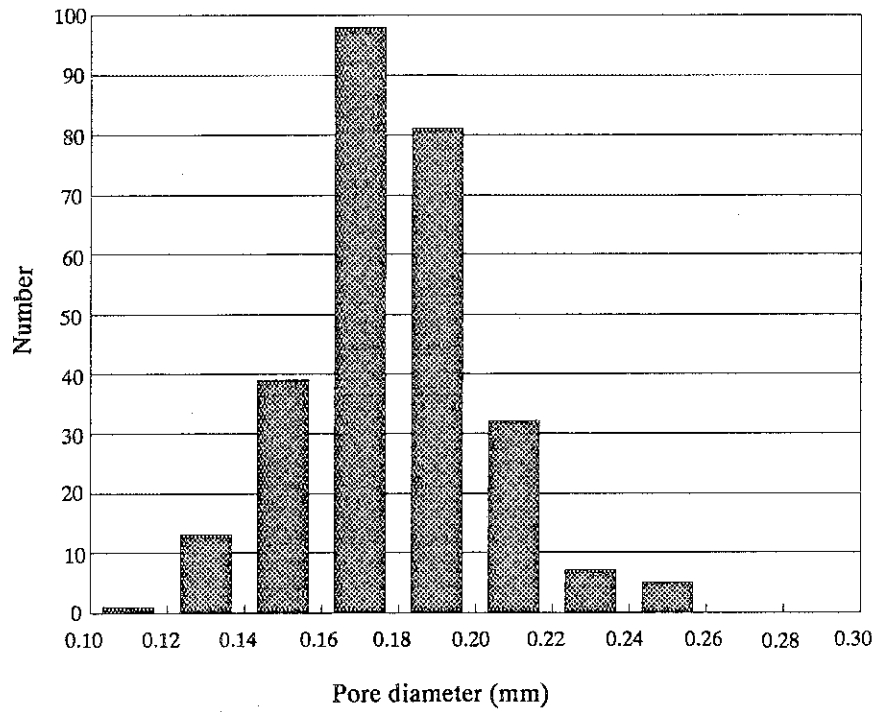


Fig. 10 Pore diameter distribution of beryllium pebbles made from hot-pressed electrode.

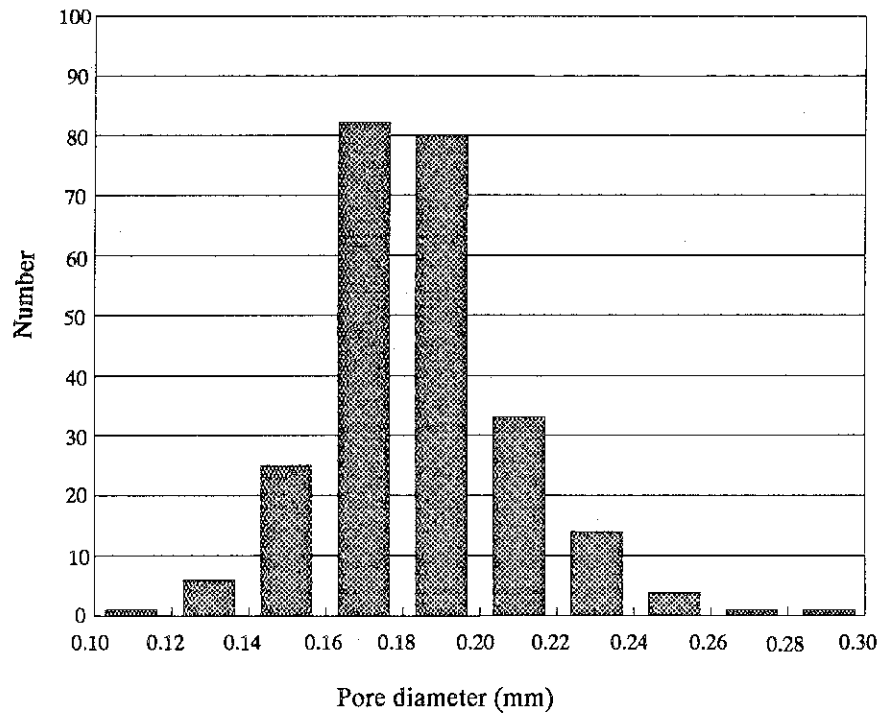


Fig. 11 Pore diameter distribution of beryllium pebbles made from vacuum cast electrode.

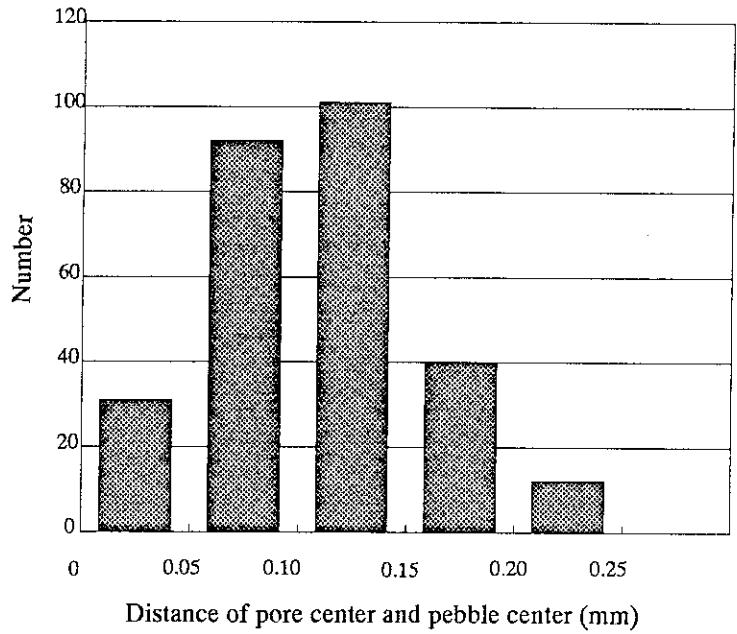


Fig. 12 Distance of pore center and pebble center of beryllium pebbles made from hot-pressed electrode.

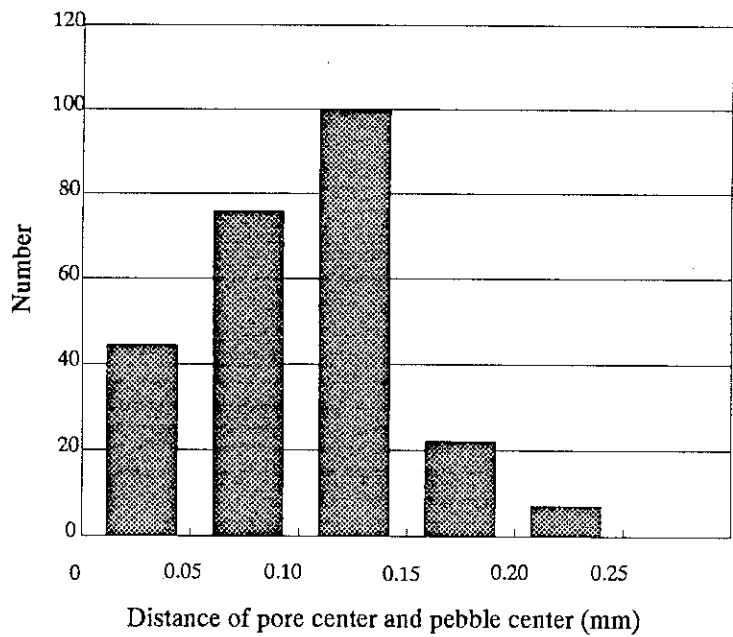


Fig. 13 Distance of pore center and pebble center of beryllium pebbles made from vacuum cast electrode.

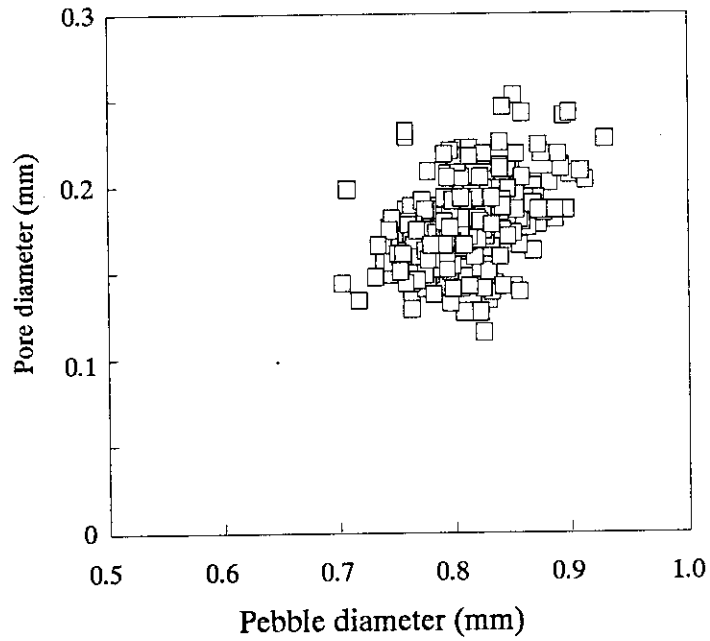


Fig. 14 Pore diameter and pebble diameter of beryllium pebbles made from hot-pressed electrode.

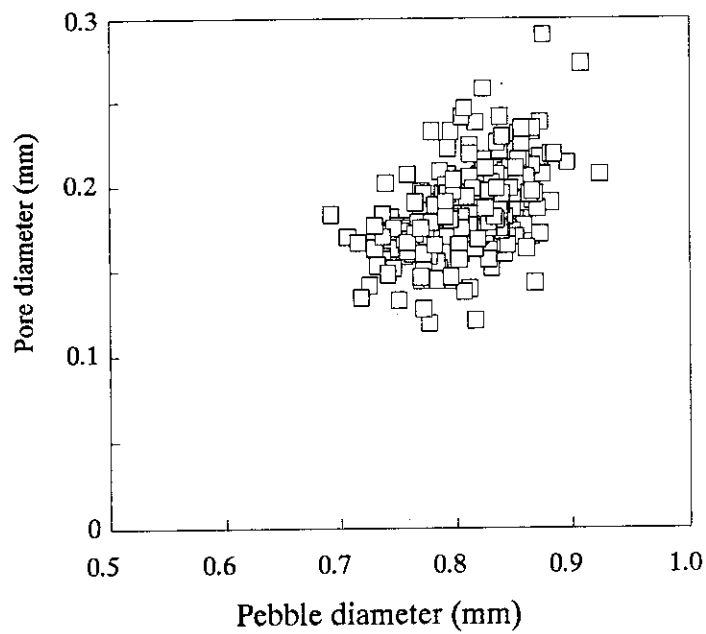
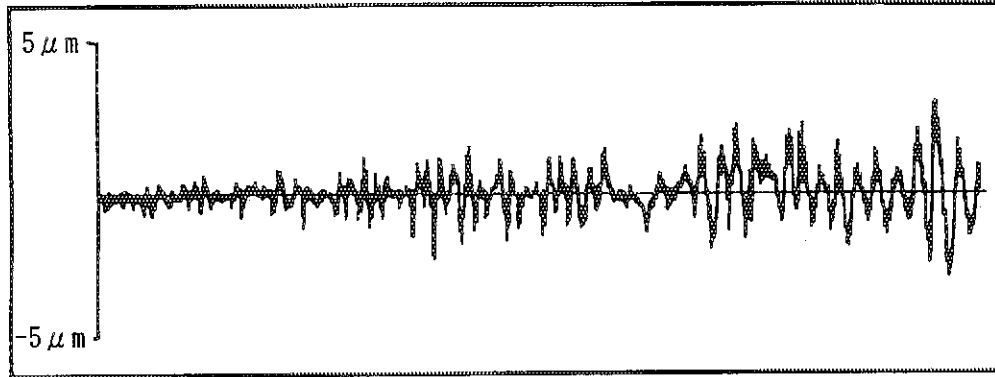
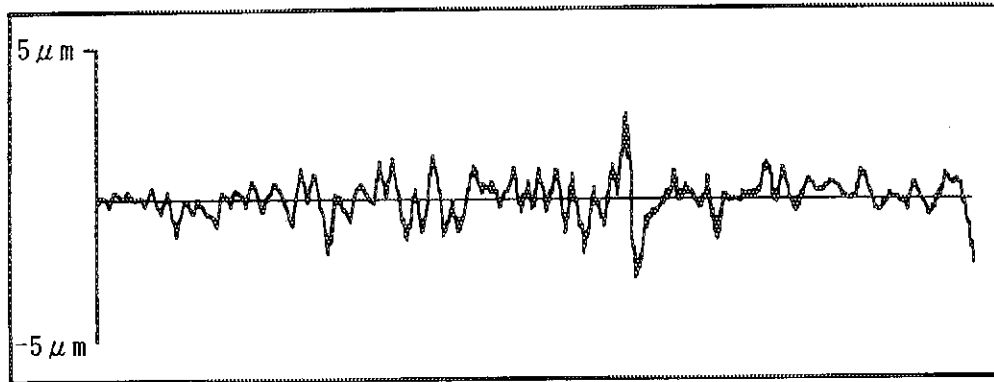


Fig. 15 Pore diameter and pebble diameter of beryllium pebbles made from vacuum cast electrode.

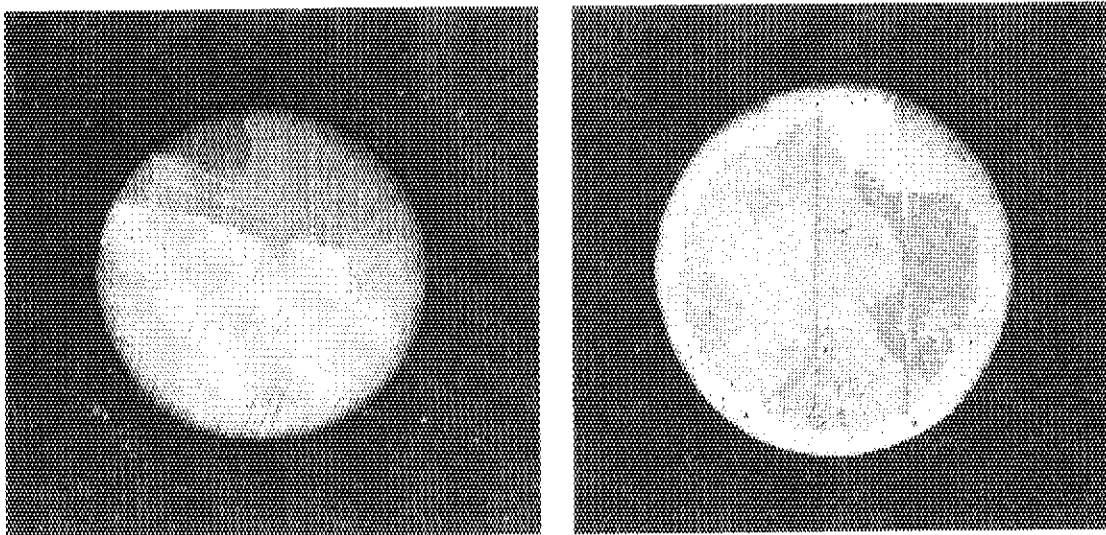


(a) Hot-pressed electrode



(b) Vacuum cast electrode

Fig. 16 Surface roughness of beryllium pebbles.



(a) Hot-pressed electrode

(b) Vacuum cast electrode

Fig. 17 Cross section of beryllium pebbles.

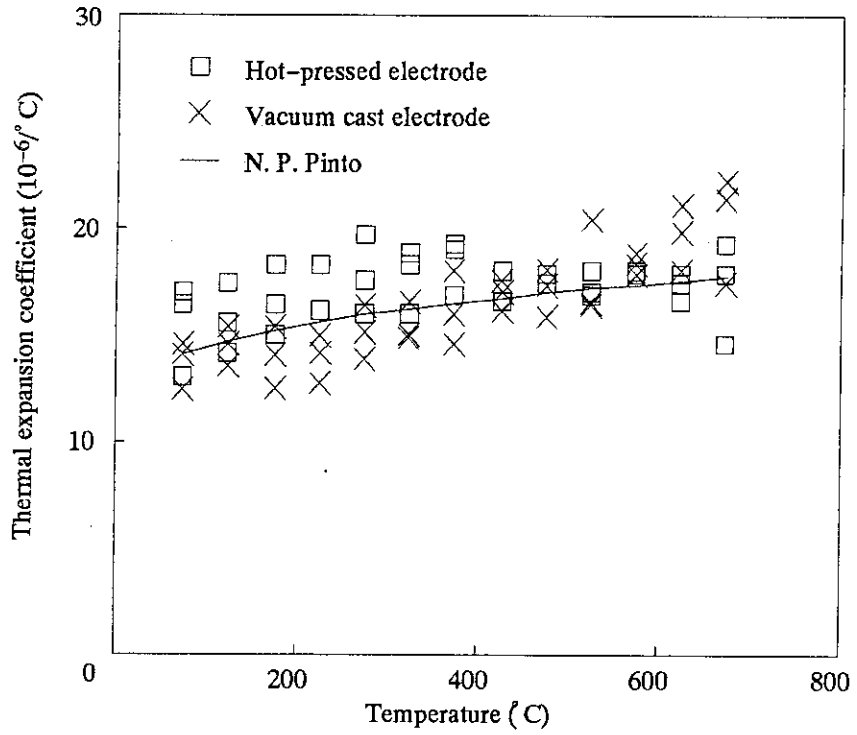


Fig. 18 Thermal expansion coefficient of beryllium pebbles.

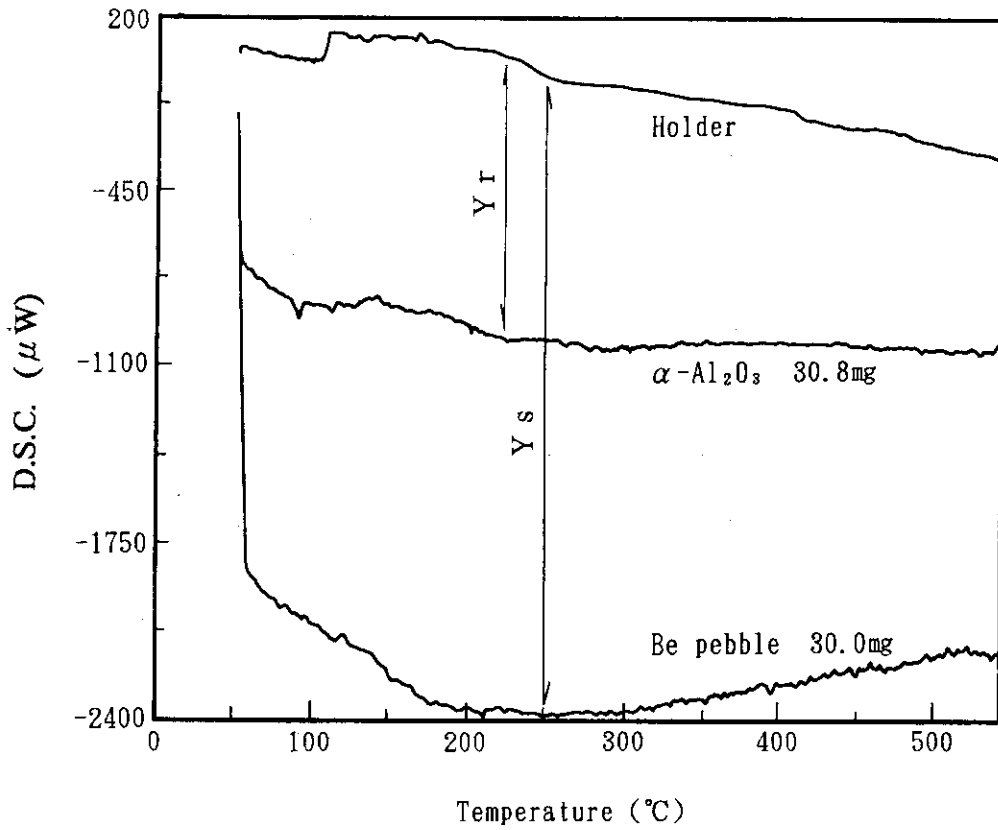


Fig. 19 Results of DSC measurement.

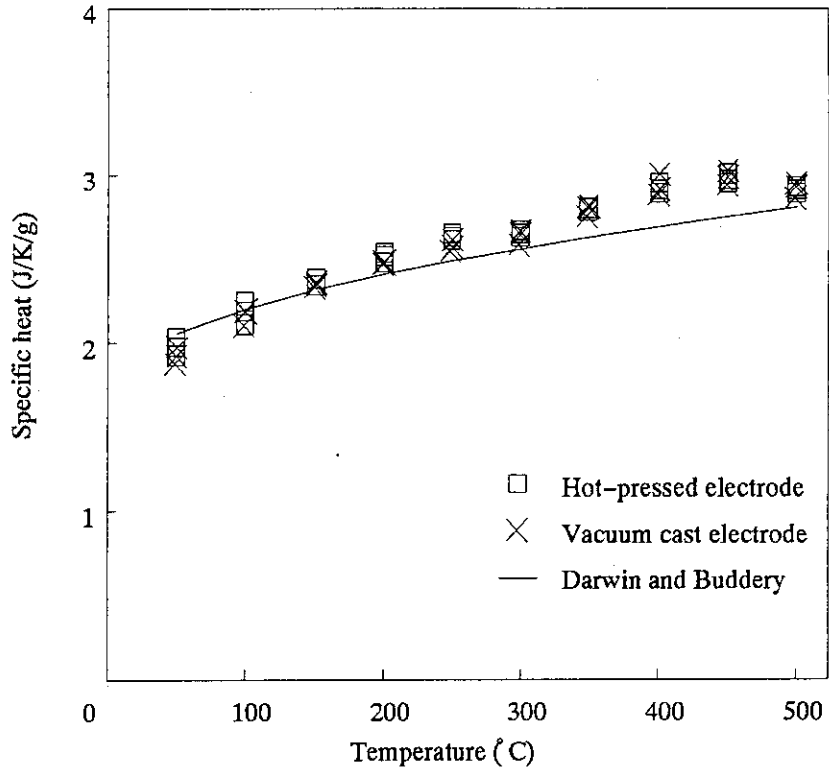


Fig. 20 Specific heat of beryllium pebbles.

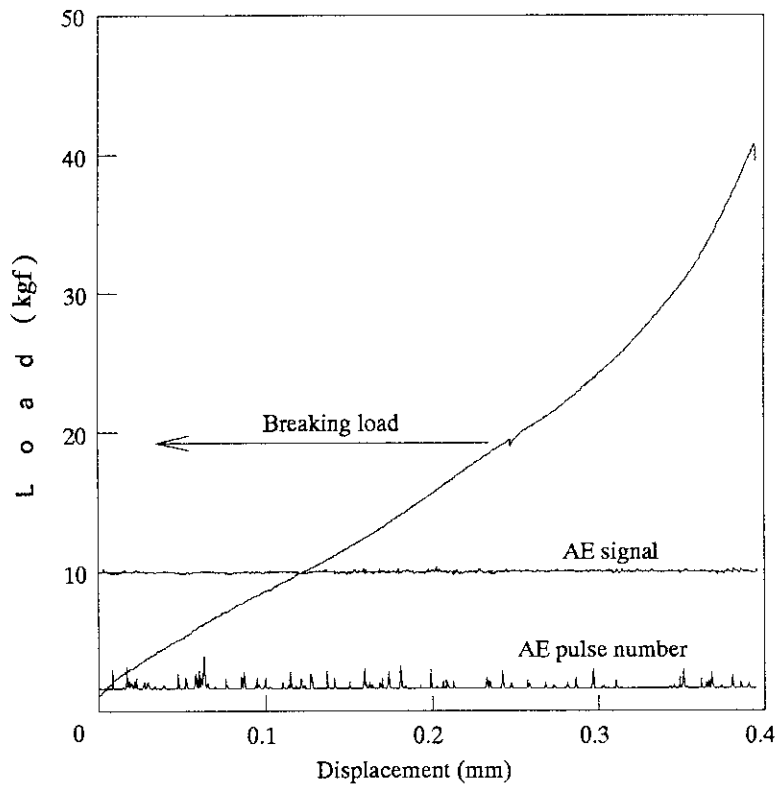


Fig. 22 Displacement and collapse load of beryllium pebbles made from hot-pressed electrode.

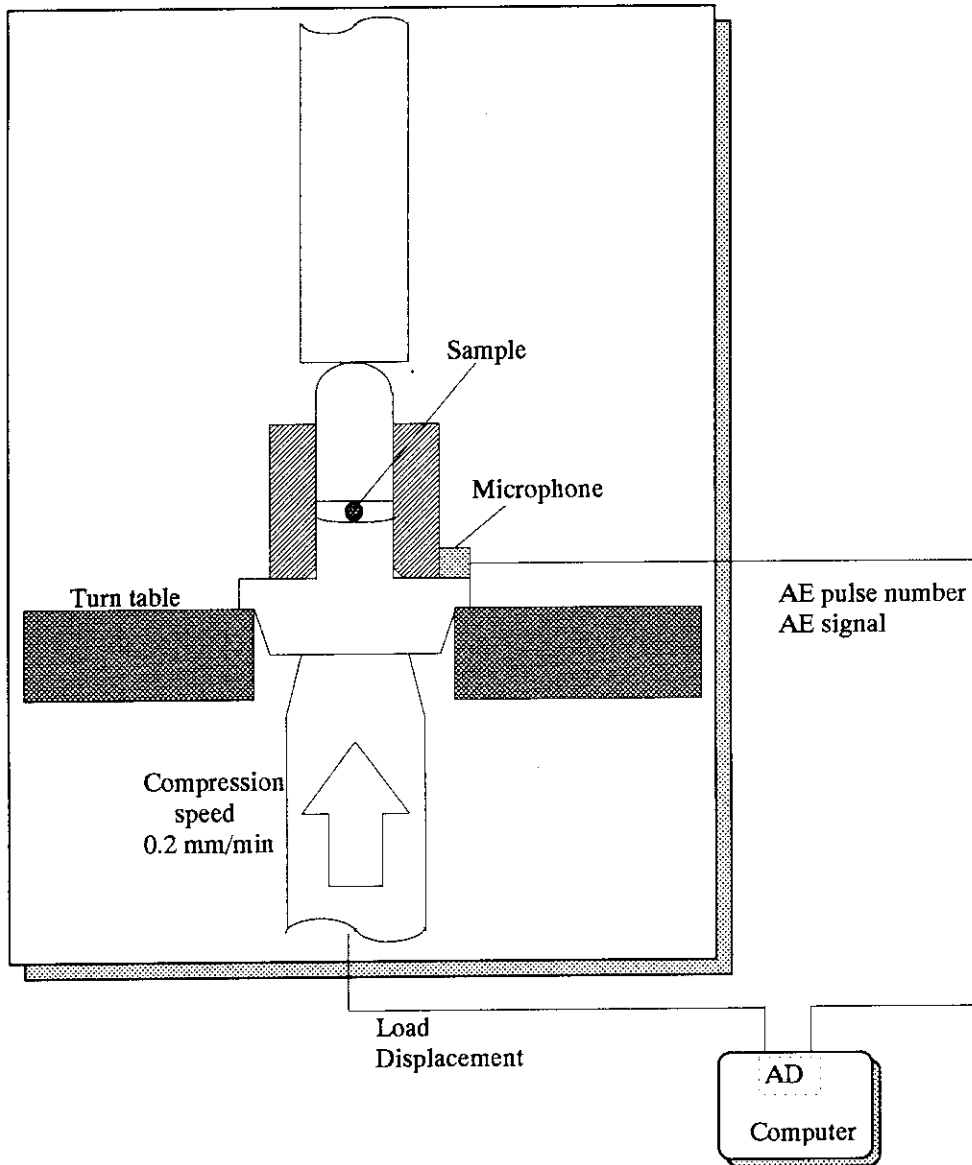


Fig. 21 System of collapse test.

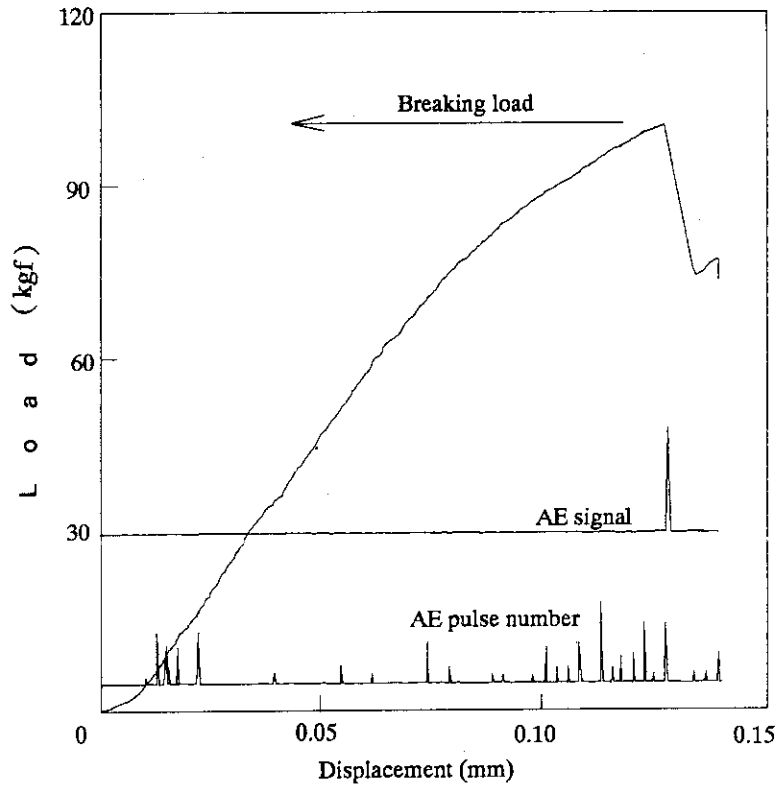


Fig. 23 Displacement and collapse load of hot-pressed beryllium pebbles.

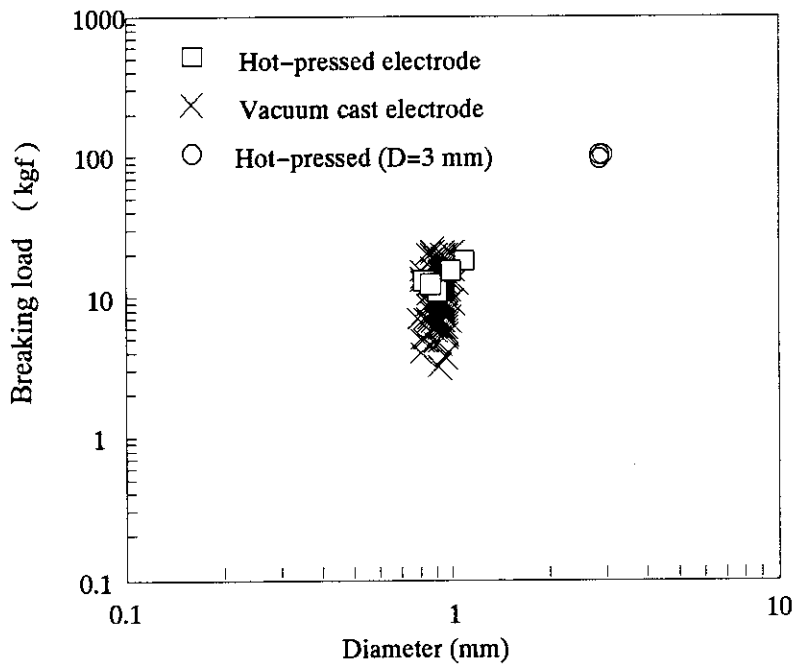


Fig. 24 Pebbles diameter and collapse load.

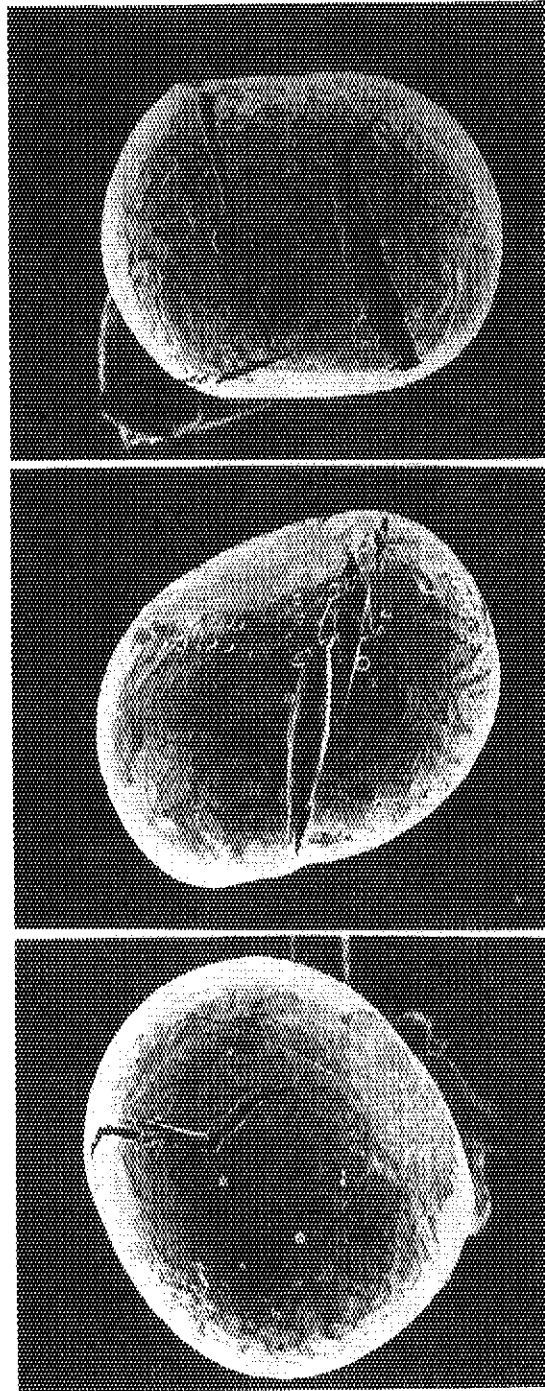


Fig. 25 SEM photograph of collapsed pebbles made from vacuum cast electrode.