

JAERI-Tech

97-002



溶融塩電解及び合金調製用不活性ガス雰囲気
グローブボックス並びに内装機器の製作

1997年1月

荒井康夫・岩井 孝・中島邦久・白井 理
 笹山龍雄・塩沢憲一・鈴木康文

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

本レポートは、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、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-11 茨城県那珂郡
東海村）あて、お申し越しください。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)で複写による実費頒布をおこなって
おります。

This report is issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research
Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy
Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1997

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

溶融塩電解及び合金調製用不活性ガス雰囲気
グローブボックス並びに内装機器の製作

日本原子力研究所東海研究所燃料研究部
荒井 康夫・岩井 孝・中島 邦久・白井 理
笹山 龍雄・塩沢 憲一・鈴木康文

(1997年1月6日受理)

アクチニド塗化物の溶融塩電解と実験用アクチニド合金試料の調製を主な使用目的とするアルゴンガス雰囲気グローブボックス並びに内装機器を製作した。

グローブボックスはプルトニウムやネプツニウム等のアクチニドを安全に取り扱うことに加えて、酸素や水分と反応しやすい塗化物や合金試料、さらには塩化物溶融塩等を組成変化なしに取り扱うために、良好な負圧維持機能を有するとともに、高純度の不活性ガス雰囲気を確保することに重点をおいて設計した。その結果、グローブボックス内における酸素及び水分濃度をともに1ppm以下に保持することに成功し、所定の製作目標が達成できた。

主な内装機器として、溶融塩電解装置、電極処理装置、電解試験装置、アーク溶解炉、試料焼鈍装置及び熱量測定装置を上記グローブボックス内に格納した。これらの内装機器についても、それぞれの実験目的に合致した性能に加えて、安全性、操作性についても所定の設計仕様を満足していることを確認した。

Design and Installation of Gloveboxes with Inert Gas Atmosphere
for Molten Salt Electrolysis and Preparation of Alloy Samples

Yasuo ARAI, Takashi IWAI, Kunihisa NAKAJIMA, Osamu SHIRAI
Tatsuo SASAYAMA, Ken-ichi SHIOZAWA and Yasufumi SUZUKI

Department of Chemistry and Fuel Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 6, 1997)

Gloveboxes with argon gas atmosphere were equipped for the investigation of direct electrolysis of actinide mononitride in molten salt and subsequent preparation of alloy samples for experimental use.

Design of the gloveboxes was focused on keeping high purity enough to prevent the reaction of nitride and alloy samples and also chloride -molten salt with oxygen and moisture besides the safty for handling actinides such as plutonium and neptunium. As a result, both the oxygen and moisture contents in the gloveboxes could be kept less than 1 ppm, which would be in accord with the above purpose.

A molten salt electrorefiner, a cathode processor, an electrolysis testing apparatus, an arc furnace, two furnaces for heat treatment and a differential scanning calorimeter were installed in the gloveboxes. It was confirmed that these apparatus had an excellent ability for the respective experimental use and met with specifications for safty and operation.

Keywords:Glovebox, Inert Gas Atmosphere, Molten Salt, Electrolysis, Alloy Samples, Actinide Elements, Nitride Fuel Cycle

目 次

1. まえがき	1
2. アルゴンガス雰囲気グローブボックス	2
2. 1 基本設計条件	2
2. 2 グローブボックス本体	2
2. 3 循環精製系	3
2. 4 圧力制御系	5
2. 5 分析系	6
2. 6 制御及び警報系	7
2. 7 性能確認試験	9
3. 内装機器	12
3. 1 溶融塩電解装置	12
3. 2 電極処理装置	14
3. 3 電解試験装置	15
3. 4 アーク溶解炉	17
3. 5 試料焼鈍装置	21
3. 6 熱量測定装置	24
4. あとがき	27
参考文献	28

Contents

1. Introduction	1
2. Gloveboxes with Argon Gas Atmosphere	2
2.1 Basic Design Concept	2
2.2 Gloveboxes	2
2.3 Gas Purification System	3
2.4 Pressure Control System	5
2.5 Impurity Analyzing System	6
2.6 Control and Alarm System	7
2.7 Performance Tests	9
3. Apparatus	12
3.1 Molten Salt Electrorefiner	12
3.2 Cathode Processor	14
3.3 Electrolysis Testing Apparatus	15
3.4 Arc Furnace	17
3.5 Heat-treatment Furnaces	21
3.6 Differential Scanning Calorimeter	24
4. Postscript	27
References	28

1. まえがき

原研は、昭和62年の原子力長期計画において示された「群分離・消滅処理研究計画」（オメガ計画）の下で、高レベル廃棄物の最終処理技術の効率化のための研究開発に取り組んできた¹⁾。一方、平成6年に策定された原子力長期計画の中では、将来のエネルギー供給において原子力が重要な役割を果たすための技術選択の幅を広げることを目的として、経済性の一層の向上、環境負荷の低減、核不拡散性への配慮等を重視した先進的リサイクル技術の研究開発が唱えられている²⁾。この先進的リサイクル技術の研究開発計画とオメガ計画の間には技術的に共通する基盤も多く、例えば、オメガ計画の中でマイナーアクチニド消滅用の窒化物燃料専焼炉が提案されているのに対し、現在、国レベルで議論されている先進的リサイクル技術の中の一つのオプションとして、乾式再処理を導入した窒化物燃料高速炉サイクルが挙げられている。

窒化物燃料は、従来より、優れた核的性質（中性子スペクトルが硬く、また中性子経済が良い）、熱的性質（熱伝導度が高いために太径燃料の採用あるいはコールドフュエルコンセプトの実現が可能となる）、照射挙動（高燃焼度の達成が期待できる）等から、MOX燃料に代替しうる高速炉用新型燃料の位置づけで研究開発が進められてきた³⁾。その窒化物燃料と乾式再処理を組み合わせることにより、上記の経済性、対環境負荷性、核不拡散性に優れた新しい燃料サイクルを実現することが期待されている⁴⁾。

しかしながら、窒化物燃料全般について言えば、MOX燃料はもちろんのこと合金燃料あるいは炭化物燃料と比較しても、研究実績に乏しいのが実状である。現在でも、米国が高速炉路線から撤退したため、フランスを中心とした欧州、ロシア、インド、そして日本において小規模な燃料研究が継続されているにすぎない。さらに、先進的リサイクル技術の鍵となる溶融塩電解を用いた乾式再処理については、米国アルゴンヌ国立研究所における研究成果⁵⁾が大部分適用可能と考えられるとは言え、ウラン窒化物に関して原研やロシアで基礎的な研究が行われているものの、プルトニウムやマイナーアクチニドを含む窒化物燃料による試験結果は、これまでに報告されていない。従って、窒化物燃料と乾式再処理を組み合わせたりサイクル技術を実証するためには、アクチニド窒化物の溶融塩電解プロセスに関する研究を遂行することが必須である。

溶融塩電解を行った場合、陰極で回収されるのはアクチニドの金属あるいは金属間化合物である。窒化物燃料サイクルのスキームでは、これらを窒化して窒化物に再転換する。しかし、回収されるアクチニド金属は貴重な実験試料でもあるため、ここではそれらを原料としてアクチニド合金を調製し、その特性研究のためにも利用することとした。アクチニド合金の特性研究は単に合金燃料の挙動評価に役立つばかりでなく、酸化物や窒化物等のセラミックス燃料の挙動評価の基盤にもなる。さらに、未知領域の多いアクチニド系列科学全般の理解に貢献することも期待できる。

本報告書は、以上の観点に基づき、平成5年度末から8年度にかけて行ったアクチニド窒化物の溶融塩電解及びアクチニド合金調製を主な使用目的とする、不活性ガス雰囲気グローブボックス並びに内装機器の整備についてまとめたものである。次章では、グローブボックスの基本設計条件、システム構成等について、また、第3章では、それぞれの内装機器の仕様、性能試験結果等について記述した。

2. アルゴンガス雰囲気グローブボックス

2.1 基本設計条件

2.1.1 構成

本アルゴンガス雰囲気グローブボックスは、以下の装置等によって構成される。

- ①アルゴンガス雰囲気溶融塩電解用グローブボックス（114-DGB）
- ②アルゴンガス雰囲気合金調製用グローブボックス（115-DGB）
- ③空気雰囲気物品搬出入用グローブボックス（113-DGB）
- ④アルゴンガス循環精製装置
- ⑤圧力制御系統
- ⑥ガス分析系統
- ⑦制御及び警報系統

2.1.2 基本性能

使用条件を考慮した上で、本アルゴンガス雰囲気グローブボックスが有すべき、基本性能を以下の様に決定した。

①負圧維持

グローブボックスでは高放射性のアクチニドを使用するため、グローブボックス内は如何なる場合にも負圧（ $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ ）に維持されること。

②包藏性

上記負圧維持に加えて、HEPAフィルタ等の採用により、高放射性のアクチニドは如何なる場合にも限定された領域内に閉じ込められること。

③雰囲気条件

溶融塩電解用グローブボックス及び合金調製用グローブボックス内の雰囲気は、負圧に維持された状態で酸素3 ppm以下、露点-60°C以下の純度であること。但し、設計目標値としては酸素1 ppm以下、露点-70°C以下とする。

④信頼性

長期間にわたり安全及び機能を確保させるため、高い信頼性を有すること。また、保守性も考慮された設計であるとともに、グローブボックスの立ち上げ、停止、精製塔の再生時を除いては、無人運転が可能であること。

2.2 グローブボックス本体

グローブボックス本体の材質はSUS304ステンレス鋼とし、板厚については耐震設計の結果を踏まえて6mmとした。内表面は、不純物ガス等の吸着を小さくするために、バフ400番相当の研磨処理を施した。操作方式は両面パネル方式とし、窓材には厚み10mmのポリカーボネイ

ト（アルゴンガス雰囲気グローブボックス）及びアクリル（空気雰囲気グローブボックス）を採用した。その外側には、さらに遮へい用の含鉛アクリル樹脂板を取り付けている。

グローブボックスの気密性は雰囲気ガスの純度を維持する上で最も重要な因子であるため、不活性ガス雰囲気グローブボックスにおいては、通常の空気雰囲気のプルトニウム取扱い用グローブボックスに求められている以上の高い気密性が要求される。このためグローブボックス本体は溶接構造を原則とし、また窓枠を除くガスケット部は真空規格に準ずるものとした。最終的な不活性ガス雰囲気グローブボックスの気密性は、装着するグローブのガス透過からの寄与を除いて 0.01 Box Vol.%/hr 以下に設定するとともに、グローブには通常のネオプレンに比較して水分透過率の低いハイパロン製を採用した。

今回燃料研究棟 101 号室に設置した 3 台のグローブボックスの配置を Fig. 1 に、完成後の外観を Photo. 1 に示す。物品搬出入用空気雰囲気グローブボックスを 113-DGB、溶融塩電解、合金調製用アルゴンガス雰囲気グローブボックスを、それぞれ、114-DGB、115-DGB と呼称している。2 台のアルゴンガス雰囲気グローブボックスの寸法は、格納する内装機器の寸法に合わせてともに 2000 mm 幅 × 1200 mm 奥行 × 1000 mm 高さとし、一方、空気雰囲気の 113-DGB の寸法は 900 mm 幅 × 1000 mm 奥行 × 1000 mm 高さとした。グローブポートの数は、アルゴンガス雰囲気グローブボックスでは各面 8ヶ所、113-DGB については各面 4ヶ所とした。また、雰囲気の純度を保ったままでグローブボックス間で物品を移動できるように、113-DGB と 114-DGB 間のトランスファーポートには、ワンスルー方式によるガス置換のできるエアロック機構を設けた。

また、グローブボックス側壁等には、それぞれの内装機器に供するためのガス給排用ノズル、冷却水用ノズル、電源及び電気信号用ハーメチックシール型電流導入端子、フィルタ交換ユニット付真空排気孔、停止蓋付予備孔等を付設した。さらに、114-DGB 床には、溶融塩等の物品貯蔵用大型ストレージ孔 2 個並びに将来の内装機器増設に備えた大型予備孔 1 個を設けた。

2.3 循環精製系

2.3.1 構成

循環精製系は、ガス精製塔、循環ガスプロア、ガス流量計、特殊 HEPA フィルタ、バルブ及びこれらを連結する SUS 配管等から構成される。また、並列に 2 系列設けられている精製塔を交互に再生するためのガス加熱器、真空ポンプ、再生及び冷却用ガス給排配管等からなる再生系も組み込まれている。定常運転時は、循環プロアから吐出されて精製塔に送り込まれたアルゴンガスが精製後、特殊 HEPA フィルタを経てグローブボックスに導入され、再び特殊 HEPA フィルタを経て循環プロアに吸引される。この主循環回路に加えて、グローブボックスを経由しないバイパス回路を併せて設けている。なお、アルゴンガスは燃料研究棟建屋屋外に設けられた液化アルゴン貯蔵施設から供給される。本アルゴンガス雰囲気グローブボックスのガス系統図を Fig. 2 に示す。

2.3.2 循環精製装置

循環精製装置本体については、精製能力に加えてこれまでの使用実績等から株式会社美和製作所製のMP5-H120W型を基本として、さらに保守性を考慮して一部について改造を加えたものを使用した。循環精製装置本体には、ガス精製塔、循環ガスプロア及び精製塔の再生系が設けられている。さらに、精製塔は、銅触媒を用いて酸素除去を目的とする触媒塔（SUS304鋼製、200A、1000mm高さ）、モレキュラーシーブを用いて水分除去を目的とするモレキュラ塔（SUS304鋼製、300A、1200mm高さ）、触媒塔で発生する反応熱除去を目的とするガス冷却塔（SUS304鋼製、200A、1000mm高さ）が、それぞれA、B2系列から構成されている。触媒塔及びモレキュラ塔については、銅触媒やモレキュラーシーブが劣化した際に、簡便に交換できる構造とした。また、ガス冷却塔については、循環式冷却水が常時流れるジャケット構造とした。

循環ガスプロアには、気密性、耐久性、保守性を考慮してベルト型のルーツプロアを採用している。この場合、循環ガスプロア自体はケーシングされていない。また、循環ガスプロアに対するバイパス回路を設けて、バルブの開度調節による流量調節ができる設計とした。

循環精製装置の外観を、グローブボックス制御盤等とともにPhoto. 2に示す。

2.3.3 再生系

精製能力が低下した触媒塔及びモレキュラ塔は、アルゴン-8%水素混合ガス（再生ガス）、アルゴンガス（冷却ガス）及び再生用真空ポンプ等を利用して再生する。再生工程は、先ず触媒塔ヒータ及びモレキュラ塔ヒータを作動させて所定温度（触媒温度：約175°C、モレキュラシーブ温度：約200°C）まで加熱し、次いで再生ガスを5~10 l/minの流量で約4時間流す。その後、再生ガスのフローと触媒塔ヒータを停止すると同時に真空ポンプを作動させて、系内を真空排氣する。約2時間後にモレキュラ塔ヒータと真空ポンプが停止した後、系内に冷却ガスが導入され、0.5kg/cm²に加圧される。約15分経過後にパージされ、系内に再びアルゴンガスが導入されるという動作を約4時間繰り返して再生工程が終了する。

以上述べた再生工程は循環精製装置に予めプログラミングされており、再生開始のスイッチ操作のみで再生が開始され、一工程終了までに要する時間は約11時間である。

2.3.4 特殊HEPAフィルタ

主循環回路のグローブボックス出入口に設けるフィルタには、循環精製装置等の汚染を防止するための高い捕集効率に加えて、雰囲気純度確保のための外系に対する高い気密性と耐圧構造が要求される。そのため、円筒型HEPAフィルタ（捕集効率99.97%以上）をSUS304鋼製の円筒ケース内に置き、溶接で密封構造とした特注品を使用している。また、フィルタと循環系主配管との接続はフランジを用いたOリング合わせとし、フィルタ交換時の汚染拡大を避けるために、ビニルバッグを用いたクローズド法により容易に着脱できる構造とした。

2.4 圧力制御系

2.4.1 グローブボックス

プルトニウム等を取り扱うグローブボックス本体及び汚染の可能性がある系は、閉じ込めの観点から常時大気圧に対して負圧に維持する必要がある。本アルゴンガス雰囲気グローブボックス及び循環精製系は上述したような気密構造であるため、グローブ操作あるいは温度変化によりグローブボックス圧力は大きく変化する。ここでは、比例制御とON-OFF制御を独立に組み合わせた方式を採用することにより、グローブボックス内圧力を通常の空気雰囲気グローブボックス同様に、実験室内圧力に対して常時 $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ に維持することとした。すなわち、 $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ 範囲内の圧力変動に対しては比例制御のみにより、また、 -30 mmAq に対して $\pm 20 \text{ mmAq}$ を超える圧力変動を伴う外乱があった場合には、まずON-OFF制御で $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ の範囲内に抑え、次いで比例制御により設定圧力の -30 mmAq に戻す。

グローブボックスの圧力変化の検出には、信頼性が高く応答性の速い圧力伝送器を使用し、設定圧力の -30 mmAq に対する偏差を検出して圧力調節計に伝送する。比例制御においては圧力調節計の出力に対応した空気操作式の比例制御弁、ON-OFF制御においては同じく空気操作式の開閉弁の操作により、グローブボックス雰囲気ガスの給排気量を調節している。

供給ガスには液化アルゴンから気化した高純度アルゴンガスを使用する一方、排出ガスは建屋の排気ダクト（約 -120 mmAq ）に排出される。また、給気系のラインにはグローブボックスの急激な圧力変動に対しても瞬時に相当変化量のアルゴンガスを供給できるように、圧力調節用サージタンク（SUS304鋼、300A、900mm高さ）を設けている。

グローブボックスの循環精製運転を開始する前には、予めワンスルー方式でグローブボックス内をアルゴンガス置換して、酸素濃度を所定の値（約100 ppm以下）にまで下げておく必要がある。この場合には、上述のON-OFF制御用の給気側の開閉弁を開として置換用アルゴンガスをグローブボックスに導入するとともに、比例制御とON-OFF制御の組合せにより、グローブボックス内圧力を $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ の範囲内に調整している。

2.4.2 循環精製系

循環精製装置はグローブボックス以上の耐圧、高気密構造であるため、グローブボックス循環回路での運転時の圧力変動は、基本的にグローブボックスの圧力変動に吸収される。また、循環精製装置とグローブボックス間には前述したHEPAフィルタが設けられているため、通常運転時の循環精製系の圧力変動が安全性に影響を及ぼすことはない。しかし、グローブボックスのバイパス回路での運転時や運転停止時には系は完全密閉系となるので、その場合の系の温度変化等に起因した圧力変動を調節し、さらに通常運転時のグローブボックスの圧力制御を2次的にバックアップすることを目的として、循環精製系にもON-OFF制御方式の圧力制御機構を設けている。圧力検出には接点付ダイヤフラム圧力指示計を用いており、その信号により給気側あるいは排気側に設けた電磁式開閉弁を作動させている。

理想的には循環精製系内もグローブボックス同様負圧に維持することが望ましいが、採用した

循環精製装置ではプロアの吐出ガスを精製塔に押し込む方式がとられているため、ここでは系の一部は正圧になることを許容した設計としている。

2.5 分析系

酸素、水分に対して活性なアクチニド窒化物や合金試料、あるいは吸湿性に富む溶融塩等を安全、かつ組成変化なしに取り扱うためには、グローブボックス内雰囲気ガスの純度を常時監視しておくことが望ましい。このため、循環精製運転中のグローブボックス内の酸素及び水分濃度については連続的にモニタすることとしている。また、114-DGBにおいて塩化物系溶融塩中で電解試験を行う際、電解条件が適切でない場合には塩素ガスが発生する恐れがある。このため、万一の場合に備えて、有害な塩素ガスから配管、循環精製装置等を保護することを目的として、塩化物系溶融塩の電解試験中には、グローブボックス内の塩素濃度も併せてモニタすることとした。

2.5.1 酸素分析計

酸素分析計には、ジルコニアセンサを利用した酸素濃度計（東レエンジニアリング(株)製 Model LC-800）を用いている。その原理は、測定ガスと基準ガス（大気）の酸素濃度差により発生する起電力を測定し、ネルストンの理論式を用いて酸素濃度に換算するものである。

被測定ガスは、ダイヤフラム式の吸引ポンプで採取する。採取位置は、グローブボックス出口、精製塔出口及び113-DGBと114-DGB間のエアロック室の3箇所として、切換スイッチ操作により任意の位置を選択することができる。これらのうち、グローブボックス出口及び精製塔出口の採取箇所は、前述した特殊HEPAフィルタ以降の循環精製回路に設けられているため、分析計セル内へのプルトニウム等の汚染移行は起こらない。また、エアロック室からのサンプリング配管にも小型ガスラインHEPAフィルタを設けて同じく汚染の移行を阻止している。被測定ガスは、さらにもう一段のHEPAフィルタを経由して排気ダクトに放出するか、もしくは再び採取した系に戻すかを選択できる。

2.5.2 水分計

雰囲気ガスの水分濃度測定には、酸化アルミの薄膜を利用したキャパシタンス式の露点計（日本パナメトリクス(株)製 MD 2型）を用いている。測定範囲は-80°C～+20°C露点であり、水分濃度には測定された露点においての飽和水蒸気圧から換算する。循環精製運転時には、グローブボックス出口及び精製塔出口の2箇所の測定位置における露点をモニタしている。

2.5.3 塩素分析計

塩化物系溶融塩を用いて電解試験を行う際のグローブボックス内雰囲気の塩素濃度は、定電位電解法を利用した毒性ガス検知装置（新コスマス電気(株)製 KS-3D型）を用いて測定する。その測定原理は、目的成分ガス（塩素ガス）の電解反応を選択的に行わせ、その際に生ずる電解電流を取り出して測定するものである。被測定ガスは酸素分析計の場合と同一仕様の吸引ポンプ

で採取するが、採取位置については特殊HEPAフィルタ通過後のグローブボックス出口1箇所とした。

2.6 制御及び警報系

2.6.1 制御盤

グローブボックスの運転状況をまとめて把握することを念頭に置いて、本グローブボックス関係の操作系と警報系機器を1台の制御盤内に組み込んでいる。制御盤に組み込まれている主要機器は次のとおりである。

- ①各種電源
- ②警報・インターロック回路及び警報表示（ランプ、ブザー）
- ③グラフィックパネル
- ④グローブボックス圧力指示調節計
- ⑤酸素、水分、塩素濃度指示計
- ⑥循環ガス流量計
- ⑦循環精製装置運転スイッチ
- ⑧グローブボックス圧力、酸素及び水分濃度記録計
- ⑨精製時間積算計及び運転時間積算計
- ⑩各種操作、切換スイッチ

また、循環精製系内圧力、各種ガス（アルゴン、アルゴン-水素、圧縮空気）供給圧力及び冷却水供給圧力等測定用のダイヤフラム式接点付圧力計についても、循環精製装置脇の一枚のパネル盤にまとめて設置している。

2.6.2 警報装置

本グローブボックスにおいて発生した異常事象の把握とそれに対応したインターロックを作動させるため、以下に述べるような様々な警報装置を設けている。これらの異常事象は、警報ランプ及びブザーにより現場表示されるとともに、燃料研究棟保安管理室の集中監視盤においても警報受信される。

①グローブボックス負圧警報

グローブボックスが負圧破壊（圧力： -5 mm Aq 以上）あるいは負圧超過（圧力： -55 m Aq 以下）を起こした場合に警報を発信する。グローブボックスの圧力検知は、ダイヤフラム式接点付圧力計により行う。

アルゴンガス雰囲気グローブボックスの負圧破壊警報発信時には、圧力制御用の排気側の開閉弁が開となるとともに、バッファタンク出口に設けた供給元用の電磁弁が閉となる。

一方、アルゴンガス雰囲気グローブボックスの負圧超過警報発信時には、圧力制御用の給気側の開閉弁が開となる。

②グローブボックス温度上昇

火災対策の一環として、グローブボックス内の温度が設定温度（60°C）を超えた場合には、警報が発信する。温度検知は、各グローブボックスの天井付近に設けた測温抵抗体により行う。

③酸素濃度異常

グローブボックス出口あるいは精製塔出口から採取している雰囲気ガス中の酸素濃度が、設定値（通常は50 ppm）を超えた場合に警報を発信する。

警報発信と同時に、精製塔の保護のために、主循環回路で運転中の場合には、バイパス回路に切り換わる。

④塩素濃度異常

グローブボックス出口から採取している雰囲気ガス中の塩素濃度が、有意な値を超えた場合に警報を発信する。

酸素濃度異常の場合と同様に、警報発信と同時に主循環回路で運転中の場合には、バイパス回路に切り換わる。

⑤圧縮空気圧力異常

空気作動式の比例制御弁や自動開閉弁の作動を司っている圧縮空気圧力が設定値（1 kg/cm²）以下となった場合に警報が発信する。圧縮空気の圧力検知はダイヤフラム式接点付圧力計により行う。

安全上及び機能上重要な箇所に多くの空気作動式の弁を用いているため、圧縮空気の圧力低下は、グローブボックスの圧力制御や循環精製装置の運転に重大な影響を及ぼす恐れがある。従って、圧縮空気圧力低下の警報と同時にシステムの全モードが停止するような設計とした。すなわち、循環精製装置は運転が停止し、酸素及び塩素分析計用の吸引ポンプも運転が停止する。空気作動式の比例制御弁や自動開閉弁については、供給空気圧低下の時に開となるいわゆるノルマルオープン型のバイパス弁を除いて全て閉となる。また、電磁作動弁についても全て閉となる。

⑥アルゴンガス圧力異常

グローブボックス及び循環精製装置に供給するアルゴンガスの元圧が設定値（2 kg/cm²）以下となった場合に警報が発信する。アルゴンガスの供給圧力検知もダイヤフラム式接点付圧力計により行う。

アルゴンガス圧力低下の警報が精製塔の再生中に発信した場合には、再生は即座に中断される。

⑦再生ガス圧力異常

精製塔の再生時に、再生用アルゴン-水素混合ガスの供給圧が設定値（0.2 kg/cm²）以下となった場合に警報が発信する。アルゴン-水素混合ガスの供給圧力検知も、ダイヤフラム式接点付圧力計により行う。

再生ガス圧力異常の警報の発信と同時に、再生は即座に中断される。

⑧冷却水異常

循環精製装置用の冷却水の供給圧が設定値（0.5 kg/cm²）以下となった場合もしくは水量低下が起きた場合に、警報が発信する。冷却水の供給圧力検知はダイヤフラム式接点付圧力計、水量の検知は循環精製装置に予め設けられている接点付流量計により行う。

冷却水異常の警報の発信と同時に、循環精製装置は運転を中止すると同時に、主循環回路からバイパス回路に切り換わる。

⑨精製装置過昇

精製塔の再生時に、循環精製装置内に予め設けられている4箇所の接点付温度計のいずれかの指示が設定値（触媒塔：200°C、モレキュラ塔：250°C）を超えた場合に、警報が発信する。

精製装置過昇の警報の発信とともに、再生は即座に中断される。

⑩精製装置プロア過負荷

循環精製装置運転中に、循環プロアに予め設けられている過負荷の信号が検知された場合に、警報が発信する。

精製装置プロア過負荷の警報の発信とともに、循環精製装置は運転を中止すると同時に、主循環回路からバイパス回路に切り換わる。

⑪精製装置再生ポンプ過負荷

精製塔の再生時に、再生用真空ポンプに予め設けられている過負荷の信号が検知された場合に、警報が発信する。

精製装置再生ポンプ過負荷の警報の発信とともに、再生は即座に中断される。

⑫酸素サンプリングポンプ過負荷

酸素濃度分析用の吸引ポンプに設けられた過負荷の信号が検知された場合に、警報が発信する。

酸素サンプリングポンプ過負荷の警報の発信とともに、吸引ポンプの運転は停止する。

⑬塩素サンプリングポンプ過負荷

塩素濃度分析用の吸引ポンプに設けられた過負荷の信号が検知された場合に、警報が発信する。

塩素サンプリングポンプ過負荷の警報の発信とともに、吸引ポンプの運転は停止する。

⑭シーケンサ異常

制御盤内に設けられているシーケンサに何らかの異常が生じた場合に、警報が発信する。

シーケンサの異常は、グローブボックスの圧力制御や循環精製装置の運転に支障をきたす恐れがあるため、圧縮空気圧力低下の場合と同様に、システムの全モードが停止するような設計としている。

2.6.3 停電対策

本装置のうち、再生ヒーターやグローブボックス照明等を除く、安全上重要な系統については、停電した場合には30秒以内に商用電源から非常用電源に切り換わる電源系統を使用しているので、停電の際にもグローブボックスの負圧や雰囲気純度は引き続き維持される。

さらに、圧力制御系統には小型の無停電電源装置を設けてもう一段のバックアップしているので、商用電源から非常用電源に切り換わる瞬時においても、グローブボックスの負圧変動は防止され、 $-30 \pm 20 \text{ mmAq}$ に保たれるので安全上問題はない。

2.7 性能確認試験**2.7.1 グローブボックス気密度**

空気雰囲気の113-DGBを含めた3台のグローブボックスの気密性能は、いずれもグロー

ブポートにベークライト製の蓋をした状態で、ハロゲンガスによる漏洩試験及び大気圧比較法による気密試験により確認した。

ハロゲンガスによる漏洩試験では、予めグローブボックス内をハロゲンガスにて試験圧力 (+50 mmAq) に加圧した状態で、 1×10^{-5} atm.cc/sec の漏洩を検知できるハロゲンリークディテクタを用いて、溶接部並びにパッキング面等からのハロゲンガスの漏洩の有無を確認した。その結果、いずれの検査箇所からもハロゲンガスの漏洩は検出されなかった。

大気圧比較法による気密試験では、予めグローブボックスを規定の負圧(約 -50 mmAq) に保ち安定させた後、給排気系の手動バルブを閉じた状態で一定時間(約30分) 経過後のグローブボックス内の圧力変化を測定し、測定中の大気圧の変化と温度変化に対する補正を施した上で、漏洩率を計算した。その結果、いずれのグローブボックスも試験方法に帰する誤差(±0.029Box.Vol.%/h) を越えるような漏洩はみとめられず、設計仕様に定められた気密性を有していることが確認された。

2.7.2 精製能力

精製能力については、主循環回路で循環精製運転をした状態での精製塔出口の酸素及び水分濃度から検討した。その結果、酸素濃度についてはA系列で運転した場合0.31 ppm、B系列で運転した場合0.23 ppm、また水分濃度については、A系列、B系列とも露点が-80°C以下の指示を示したことから、両系列とも仕様に定められた十分な精製能力を有していることが確認できた。

2.7.3 精製容量

精製容量については、約1ヶ月間のグローブボックスに対する最大漏洩量 430 l を想定して、精製塔の再生後に、これに相当する量の空気を水中でバーリングさせた上でグローブボックスに供給した時の、精製塔出口での酸素及び水分濃度の変化から確認した。

その結果、空気供給停止後から一定時間経過後の精製塔出口の酸素及び水分濃度が、強制供給開始以前の値にほぼ復帰したことから、通常の運転条件下では最低1ヶ月間以上の連続運転を可能とする精製容量を有することが確認された。

なお、試験的に主循環回路で循環精製連続運転を行った経験からは、約3ヶ月間同一の塔で循環させた場合でも、グローブボックス内の酸素濃度が1 ppm以下、露点は-70°C以下に保たれ続けることが確認されている。

2.7.4 再生

精製塔二系列(A系列、B系列)とも、定められた再生モードに従い安全に再生が行われること並びに切換後の精製能力が所定のものまで復帰することを確認した。

2.7.5 グローブボックス内雰囲気

(1) グローブボックス内ガス置換

前述したように、主循環回路で循環精製運転を開始するためには、ワスルー方式のアルゴン

ガス置換により、予めグローブボックス内の酸素濃度を100 ppm程度にまで下げておく必要がある。この際には、圧力制御用給気側の開閉弁を開としてグローブボックス内に強制的にアルゴンガスを導入して、それに見合う分だけ排気側の比例制御弁を開いて、負圧を一定に保ちながらグローブボックス内をガス置換する。

建屋の供給設備から供給されるアルゴンガスは、酸素1 ppm以下、水分2.5 ppm以下の純度を有するものである。置換用のアルゴンガスの供給量を約10 m³/hrとした時、置換開始後約5時間経過後にグローブボックス出口側で測定した酸素濃度は100 ppm以下まで低下しており、循環を開始できる状態にあることが確認された。

(2) 循環精製運転

上記の操作に引き続き、主循環回路で循環精製運転を行った時、グローブボックス内酸素濃度は速やかに低下し、運転開始後から約10時間後には、ほぼグローブボックスの漏洩分に相当する1 ppm以下の値まで低下して飽和した。一方、グローブボックス内水分濃度については、露点-50°Cまでは循環精製開始後速やかに低下するが、それ以降の低下は緩慢となり、-70°C以下に達するまでには数日間を要した。これはグローブボックス内面に吸着した水分が容易には放出されないと推定された。

(3) 物品搬出入

循環精製運転中に114-DGBもしくは115-DGBに物品を搬入する場合は、搬入物品を113-DGBから一旦エアロック室に入れた後、エアロック室内をガス置換してから114-DGB側に搬入する。その際には、エアロック室内の酸素濃度をモニターして、酸素濃度が十分低下するまでガス置換を行う。置換に要する時間は、搬入物品の量や性状にもよるが、例えば比較的吸湿性の高い綿ガーゼ（ベンコット）等の場合でも、10～20分程度であった。物品搬入後のグローブボックス内酸素及び水分濃度は、僅かながら一旦上昇する傾向が見られるが、その後は徐々に回復する。

2.7.6 圧力制御

運転中のグローブボックスに対して温度変化以外の外乱がない場合には、前述した様に、グローブボックスの負圧は設定値の30 mmAqを保ち続ける。一方、グローブ操作を伴う場合でも、グローブの出し入れを含む通常の作業範囲内においては、負圧は比例制御弁のみが動作する範囲の30±20 mmAqを越えることはない。また、意図的に瞬時に大きな外乱を与えた時でも、一旦は給気側若しくは排気側の開閉弁が作動するが、その後負圧は比例制御弁のみの動作範囲内に収束する。

2.7.7 安全性

前述した様に、本グローブボックス関連機器に関する異常事象は直ちに検出され、警報発信と同時にインターロックが作動して、安全が確保されるよう考慮されている。ここでは、2.6節で述べた全ての事象について人為的に発生させた場合、いずれの場合も現場並びに燃料研究棟保安管理室で警報が発信すること及びインターロックが正常に作動すること、さらに異常事象の原因が取り除かれた後に警報復帰が速やかに行えること等について確認した。

3. 内装機器

本章では、114-DGB及び115-DGB内に設置した主要内装機器について述べる。内装機器の配置については、Fig. 3に示すとおりである。すなわち、114-DGBには溶融塩電解装置、電極処理装置及び電解試験装置を、また、115-DGBにはアーク溶解炉、試料焼純装置及び熱量測定装置を配置した。以下、それぞれの装置について、設計仕様や性能試験結果等について述べる。

3.1 溶融塩電解装置

3.1.1 概要

オメガ計画等の中では、窒化物燃料と乾式再処理を組み合わせた革新的な燃料サイクルが提案されているが、その概念を構築する上で重要なのは、乾式再処理プロセスに係わるデータの取得と技術的検討である。乾式再処理の主要プロセスである溶融塩電解のスキームは、陽極に装荷した窒化物を電解することにより溶融塩中に溶解させるとともに、陰極にウラン、プルトニウムを選択的に析出させることより、核分裂生成物(FP)と分離して回収するものである。

この溶融塩電解に関する基礎データの取得のために設置されたのが、溶融塩電解装置である。以下に、本装置の設計、製作及びグローブボックスへの据付け、さらに据付け後に行った試運転の結果について述べる。

3.1.2 装置の設計

本装置はプルトニウム金属換算で総量100 gの取扱いを想定して設計された。すなわち、約1 kgの溶融塩中に約50 gのプルトニウムが塩化物($PuCl_3$)として溶解しており、陽極に約50 gのプルトニウム窒化物(PuN)を装荷して電解するという想定である。ここから、るっぽの大きさが決定された。また、電解温度はLiCl-KCl系では約500°Cの予定であるが、溶融塩の組成の変更や実験条件に余裕をもたせるため、装置の最高使用温度は800°Cとした。

本装置の概略図をFig. 4に示す。操作性とスペースの有効利用を考慮して、装置全体はグローブボックス床面のフランジに吊り下がる形で設置した。るっぽは、フランジでグローブボックス床面に固定される保護容器内に収納される。実験の際には、さらにこのるっぽ内にセラミックス製容器を設置する。るっぽ及び電極を容易に上下に移動させるために、カウンターバランスを用いることとした。保護容器のまわりを電気炉が囲み、さらに外側に水冷付き外筒を設置した。これは、保護容器壁は加熱され、グローブボックス壁と同等のバリアと見なすことが困難なため、外筒にバリアとしての機能をもたせるためである。外筒の熱除去のため、外周に銅管を巻き冷却水を流す構造とした。メンテナンス時にも気密を保持するため、電気炉ヒータへの通電は一度グローブボックス外部から電流導入端子を介してグローブボックス内に導入し、さらに気密端子を介して外筒内へ送る構造とした。加熱時の装置表面温度の上昇を防止するため、グローブボック

ス内のフランジにも冷却水を流している。るつぼ及び外筒内にはそれぞれスイープガスを流せるように配管した。陽極及び陰極はグローブボックス内のモータを駆動源として、それぞれ独立に回転する。電気炉ヒータの制御及び電解槽内の攪拌用モータの制御については1台の制御盤に組み込んだ。また、電解のための電源及び各種測定装置類は別のラック内に組み入れた。

3.1.3 装置の構成

(1) 溶融塩電解炉本体

るつぼ：材質 S 2 5 C、内径 1 3 0 mm × 外径 1 4 0 mm

保護容器：材質 S U S 3 1 0、内径 1 5 5 mm × 外径 1 6 5 mm

ヒータ：材質 カンタル、

上・中・下の3分割型。分割されたそれぞれの部分に制御装置が1台ずつ対応し、独立にヒータ電流を制御するが、温度制御は中央の温度制御を優先させ、上下の制御装置間にフィードバックをかける設計となっている。

外筒：材質 S U S 3 0 4、外径 4 0 6 mm

(2) 電解及び解析装置

直流電源

電位差計

クーロン計

温度指示計

(3) 電源部及び保安回路

漏電ブレーカ、パワースイッチ、電流計、警報ランプ、警報ブザー、

警報接点付き温度記録計及び保安管理室警報接続スイッチ。

断水及び過加熱の時、電気炉の加熱電源が遮断されるとともに、警報ランプが点灯し、ブザーが吹鳴するインターロック機構付き。

3.1.4 装置の据付け

溶融塩電解炉本体を 1 1 4—D G B に設置するため、グローブボックス床面に予め厚さ 2 6 mm、外径 5 2 0 mm のフランジを溶接した。グローブボックス内側からは、保護容器及びヒータをセットしたフランジを取り付けた。また、グローブボックス外側からは、外筒をセットしたフランジを取り付けた。外筒は、ヒータを取り付けたのちに組みめるように、予め上下に 2 分割した。

ヒータ電源、電解用電源、熱電対出力などはすべてグローブボックス内から気密端子を介してグローブボックス外に引き出し、接続した。グローブボックス内のフランジ用冷却水はグローブボックス壁から導入し、スエジロック式継手を用いて固定配管で接続した。この冷却水出口には警報接点付き流量計を設置し、断水信号を出力するようにした。るつぼ内のスイープガスはポンベマニホールドから H E P A フィルタを介してグローブボックス内に導入し、出口も H E P A フィルタを介して換気ダクトへ排気するように配管した。

据付け後、電極等をグローブボックス内へ引き上げた時の本装置の外観写真を Photo. 3 に示す。

3.1.5 試運転結果

溶融塩電解炉を許可条件である最高使用温度 800°C に加熱した場合に、表面温度が 50°C 以下であること及び各部分の構造に有害な歪み等が生じないことを確認した。また、断水及び過加熱の事象を人為的に発生させて、警報の発報及びインターロックの作動が正常であることを確認した。

さらに性能試験の一環として、450°Cにおいて CeCl₂ を LiCl-KCl 共晶塩中に溶解した上で、装置の特性確認試験を実施した。しかし、詳細な実験条件の検討や技術的課題の抽出等については、今後の検討課題である。

3.2 電極処理装置

3.2.1 概要

溶融塩電解で固体陰極にアクチニド金属を析出させた場合には、アクチニドは溶融塩を巻き込んだり表面に付着した形で回収される。また、溶融カドミウムを陰極に用いた場合には、アクチニドとカドミウムが混在した形で回収される。アクチニド金属単体を回収するには、加熱して溶融塩あるいはカドミウムと分離・精製することが必要である。

以上の実験目的のために設置したのが電極処理装置である。以下に、本装置の設計、製作及びグローブボックスへの据付け、さらに据付け後に行った試運転の結果について述べる。

3.2.2 装置の設計

電極処理装置の概略図を Fig. 5 に示す。本装置は上下に 2 分割されており、上部るつぼに陰極回収物をセットし、加熱して蒸発したものが装置の壁を伝って下部のるつぼに溜まる構造になっている。上下のるつぼそれぞれの底に熱電対をセットし、加熱温度を測定するとともに、ステンレス製の反応塔の外側にも別の熱電対を配して電気炉のコントロールに用いている。下部るつぼの取付部は 2 重構造になっており、内部に冷却水を流してるつぼを冷却できるようにした。これは、下部るつぼに溜まつてくる物質（溶融塩やカドミウム）を効率よく回収するためである。反応塔の外側は石英の保護管で覆われている。反応塔内及び石英保護管内はスイープガスを流せる構造とした。電気炉は上下のるつぼに対応した大きさの赤外線集光式電気炉を 2 個連結し、本体には冷却水を流すための配管を施した。制御装置及び指示記録計等は 3.1 で述べた溶融塩電解装置の制御盤の空きスペースを利用して組み込んだ。

3.2.3 装置の構成

(1) 電極処理装置本体

反応塔 : 材質 SUS310、外径 60mm

保護管 : 材質 石英、外径 90mm

電気炉 : 真空理工(株)製 RHL-P65C (ランプ 6 本、定格 200V、3.6kVA)
及び RHL-P62C (ランプ 4 本、定格 200V、2.2kVA)

上下連結型。分割されたそれぞれの部分に制御装置及び電源が1台ずつ対応しており、独立にヒータ電流を制御する。

ベース板： 材質 S U S 3 0 4、厚さ 1 0 mm、2 8 0 mm×4 0 0 mm

(2) 電源部及び制御装置

ブレーカ、プログラム温度コントローラー、電流計、警報ランプ、警報ブザー、警報接点付き温度記録計、保安管理室警報接続スイッチ。

断水及び過加熱の時、電気炉の加熱電源が遮断されるとともに、警報ランプが点灯し、ブザーが吹鳴するインターロック機構付き。

3.2.4 装置の据付け

電極処理装置本体を114-DGBに設置するため、ベース板固定用のM6スタッドボルト4本をグローブボックス床面に用意した。ヒータ電源及び熱電対出力はグローブボックス壁に設けられた気密端子を介して、グローブボックス内外に接続した。冷却水は電気炉用に2系統（左右のブロック毎）及び下部るっぽ用に1系統の計3系統を導入した。電気炉の開閉等の操作上の理由から、冷却水配管にはナイロンフレキシブルチューブ（ステンレスメッシュカバー付）を多用し、スエジロック式継手で接続した。スイープガスはガスマニホールドからHEPAフィルタを介して1系統を導入し、グローブボックス内で分岐して2系統とした。排気は溶融塩電解装置からの排気と合流させ、吸着塔及び2段のHEPAフィルタをとおして建屋の排気ダクトへ排出させている。また、真空ポンプにも接続し、バルブの切替えにより反応塔内の真空排気ができるようにした。冷却水出口には警報接点付き流量計を設置し、断水信号を出力するようにした。

グローブボックス据付け後の本装置の外観を、Photo. 4に示す。

3.2.5 試運転結果

本装置の許可条件である最高使用温度1000°C（上部。下部は500°Cに設定）に加熱して、反応塔内の温度勾配を確認するとともに、装置の表面温度が50°C以下であること及び各部分の構造に有害な歪み等が生じないことを確認した。また、断水及び過加熱の事象を人為的に発生させて、警報の発信及びインターロックの作動が正常であることを確認した。

今後、溶融塩電解に関する試験を実施するにあたっては、様々な形態の陰極への析出が予想される。本装置を用いて、貴重な実験試料となるアクチニド金属等を分離・回収するとともに、乾式再処理に係る一つの工学的課題である陰極処理方式についても検討を行う予定である。

3.3 電解試験装置

3.3.1 概要

本装置は、塩化リチウム-塩化カリウム(LiCl-KCl)共晶塩等の溶融塩中でのプルトニウム、ネプツニウム等のアクチニド元素の電極反応等を調べることを主目的とした装置である。サイクリックボルタンメトリー、クーロメトリー等により酸化還元電位を測定し、そのデータか

ら金属間結合エネルギーの評価を行う。また、インピーダンス測定により拡散等の電極近傍での元素の挙動を把握するとともに、アクチニドとFP等の分配に係わる基礎的な試験を行う。

以下に、本装置の設計、製作、グローブボックスへの据え付け、試運転の結果について述べる。

3.3.2 装置の設計

本装置は、電解槽内（溶融塩）の温度を500°Cから800°Cの範囲で適切に調節できるようにし、攪拌棒、ガスバーピング用石英管、熱電対插入用被覆管及び電極（作用極、対極及び参照極）は上下可動式にして冷却時に溶融塩相から切り離せるようにした。また、溶融塩相を攪拌できる構造にして、溶媒（LiCl-KCl共晶塩のような媒体となるもの）に測定対象物（アクチニド塩化物）を添加した際に溶融塩の組成がすみやかに均質になるようにした。なお、電解時に塩素ガス等の腐食性ガスが微量であるが発生する恐れがあるため、電解槽内はアルゴンガスフローが可能な構造とした。本装置の概略図をFig. 6に示す。

本装置は、溶融塩電解に係わる種々の実験ニーズに対応できる点に重点を置いて設計した。本装置を利用して行う電気化学測定とは、元素（イオン）の酸化還元反応によって引き起こされる作用電極と溶媒中の元素（イオン）の間の電子授受反応を、基準電極（参照電極）に対する作用電極の電位（酸化還元に必要なエネルギーに相当する）と作用電極一対極間に流れる電流（反応した元素量に相当する）の関係として、あるいは、それらの時間依存性を測定するものである。電気化学測定は、溶融塩中のアクチニド元素の溶存状態及び酸化還元反応を調べるために適しているが、一つの測定法のみではデータに信頼性がない場合もあり得る。したがって、電気化学測定装置としては、サイクリックボルタンメトリー、クーロメトリー、ポテンシャルステップ法等の各種測定法を容易に使用できるコンピューター制御型電気化学測定装置が適していると考えられる。ここでは、インピーダンス測定等、さらに多くの測定法を追加することができ、測定が簡単に行えるBAS社製CV-50Wボルタンメトリー・アナライザを測定装置として選定した。

3.3.3 装置の構成

- (1) 電気炉 赤外線集光式電気炉（真空理工(株)製 P65C改造品、炉体上下に水冷ジャケットを付着）
 - 電気炉取付台
- (2) 電解槽 ステンレス製外筒（SUS310製、シース付K-タイプ熱電対装着、外径89.1mm、肉厚4.0mm、高さ244mm）
 - 水冷ジャケット付ステンレス製蓋（SUS304製、O-リング使用アダプター付）
 - 電解槽内温度測定用熱電対（シース付K-タイプ）
 - 反射板一式
- (3) 攪拌装置 モーター（回転範囲0～280rpm、取付部を含む）
 - 羽根付攪拌棒（タンタル製；1枚羽根付及び2枚羽根付）
 - フレキシブルシャフト（ステンレス製；径8mm）
- (4) 制御盤 電気炉温度コントローラー、トランス、警報接点付温度記録計、

電源スイッチ、漏電ブレーカー、電流計、断水及び過温用警報（警報ブザー、警報ランプ、警報停止ボタン、保安管理室警報接続スイッチ付）
温度が設定値以上に上昇する場合や冷却水断水時に、電気炉出力が断となり、警報表示灯が点灯するとともに、ブザーが吹鳴状態となるインターロック機構付。

(5) 電気化学測定装置

B A S 社製 C V - 5 0 W ボルタンメトリー アナライザ

3.3.4 装置の据付け

本装置のうち、電気炉、電解槽及び攪拌装置については、114-DGB内に据え付けた。グローブボックス内の配置については前述したとおりである。据付けは主に耐震上の理由から、予め装置を厚さ6mmのSUS304製架台に固定し、さらに架台を固定ボルトによりグローブボックス床面に固定した。グローブボックス据付け後の電解試験装置本体の外観を、Photo. 5に示す。据付け位置に関しては、試料や電極等のセッティング等の操作性や電解槽の交換等の保守性を考慮して決定した。

電源、熱電対出力、電気化学信号などは全てグローブボックス壁に設けられている気密端子を介してグローブボックス外に引き出し、制御盤及び電気化学測定装置に接続した。冷却水配管には、操作上の理由から固定配管以外にもナイロンフレキシブルチューブ（ステンレスメッシュカバー付）を多用し、いずれもスエジロック式継手で接続した。また、冷却水出口には警報接点付き流量計を設置し、冷却水量を監視するとともに断水信号を出力するようにした。電解槽内スイープガスはポンベマニホールドからHEPAフィルタを介してグローブボックス内に導入し、出口側にもHEPAフィルタを介して排気ダクトへ排出するように配管した。

3.3.5 試運転結果

電気炉を使用最高温度である800°Cに加熱保持した際の、電気炉及び電解槽の表面は50°C以下であった。また、温度制御にも異常は観察されなかった。

さらに、コールド試験の一環として500°Cにおいて希土類元素を溶解したLiCl-KCl共晶塩の電解試験を行い、電極反応について調べるとともに、サイクリックボルタンメトリーに関するデータを取得し、本装置が所定の性能を有していることを確認した。当面の試験計画としては、今後の試験の基本となるウラン、ネプツニウム、プルトニウムの酸化還元電位を測定するとともに、LiCl-KCl/Cd系における希土類とアクチニドの分配実験等を行うことを予定している。

3.4 アーク溶解炉

3.4.1 概要

本装置は、アクチニドを含む合金試料の作成を主目的とするアーク溶解炉であり、アーク溶解

炉チャンバー、電極、銅ハース、真空排気系、電源、制御盤等から構成される。本装置には、酸化性に富む合金試料を作製するに当たり、酸素等の侵入型不純物の混入を極力抑える目的で、試料用のほかにゲッター用にもアーク電極が設けられている。また、グローブボックス内作業での視界を考慮して、チャンバーには透明のパイレックス管を採用している。

3.4.2 装置の設計

(1) アーク溶解炉の原理

良く知られているように、気体中に置かれた一対の電極間に電圧を加えて陰極から光電子を放出させガス分子を電離すると、陰極を出発した電子が電子なだれとなって陽極に達し、電流は急激に大きくなる。さらに電離によってできたイオンが陰極に達して二次電子を出すようになると、電流の増し方は更に激しくなる。こうして、イオンの衝撃により、陰極に置かれた試料の温度は高くなり、短時間のうちに溶解する。以上の原理に基づき、陰極に置かれた異種金属から合金試料が作成される。

(2) 基本設計

今回設置したアーク溶解炉の概略図をFig. 7に示す。

本装置のうち、チャンバー、電極、銅ハース及び真空排気系の一部はグローブボックス内に、電源、制御盤及び真空排気系の一部はグローブボックス外に配置した。試料作成にあたっては、予めチャンバー内を真空排気した後、高純度のアルゴンガスを導入して、約1気圧中で放電させることとした。

アクチニド金属は非常に酸化しやすいため溶解時の酸素等の不純物混入を極力抑える工夫が必要である。そこで、試料用以外にゲッター用にアーク電極を設け、試料の溶解中、ゲッター側でもアーク放電を起させ不純物を選択的に取り込める構造とした。また、均質な合金試料を調製するためには試料を反転させながら繰り返し溶解する必要があるので、そのための試料反転用の操作棒を設けた。

アーク溶解炉本体はグローブボックス内に設置されるため、作業空間が大幅に限られてくる。そのため、チャンバー内がグローブボックス外から広く見渡せるようになっていることが好ましい。そこで、本装置のチャンバーには透明のパイレックス管を使用することとした。パイレックス管を使用する場合、割れの危険性が考えられるが、内側に輻射熱遮へい用に別のパイレックス管を設けることにより、二重構造とすることとした。

銅ハースは定期的に清掃を行うとともに、以後の実験目的に合わせて形状の異なるものも用意した。このため、銅ハースの交換等の際にグローブボックス内の水分濃度を上昇させないよう、また、冷却水をグローブボックス雰囲気で汚染させないような間接水冷式構造とした。また、チャンバー内がアーク放電時に生じる飛散物で汚れるのを極力抑えるための石英管を、試料側及びゲッター側銅ハース近くに設けた。

3.4.3 装置の構成

(1) アーク溶解炉本体

アーク炉チャンバー 本体ベルジャー $\phi 250 \times 200H$ (パイレックス)

	上下フランジ $\phi 285 \times 15t$ (SUS304鋼、水冷ジャケット構造)
	輻射熱遮断用管 $\phi 230 \times 105H$ (パイレックス)
アーク電極棒	ベローズシール式水冷タンクスチル電極 $\phi 3.2 \times 150\ell$ (W-2%CeまたはW-2%Th)
	試料溶解用及びゲッター用
銅ハース	間接水冷式、脱着交換可能、透明石英飛散防止カバー付 試料溶解用 $\phi 60 \times 12t$ 、 ゲッター用 $\phi 35 \times 10t$ 透明石英管 試料用 $\phi 66 \times 3t \times 40H$ 、 ゲッター用 $\phi 40 \times 2t \times 40H$
(2) 真空排気系	
ターボ分子ポンプ	排気速度 $50\ell/s$ 2台、 冷却ファンユニット付
ロータリーポンプ	ヘリウム回収型 (オイルミストトラップ付) 排気速度 $150\ell/min$
真空配管	1式、SUS304鋼製、バルブ付き
真空計	電離真空計、ピラニ真空計各1台
HEPAフィルタ	ターボ分子ポンプ排気口とロータリーポンプ吸気口間に設置 ワンタッチ式交換ユニット付き
(3) 電源	
アーク電源	300A定格 アークスタートフットスイッチ付き 10回転ポテンショメータによる電流調製可能
ゲッター電源	150A定格 アークスタートフットスイッチ付き 10回転ポテンショメータによる電流調製可能
(4) 冷却水配管	銅ハース及びアーク電極冷却用
(5) ガス導入配管	SUS316鋼及びテフロン系樹脂製、バルブ付き
	SUS316鋼製、バルブ付き グローブボックス入口側にHEPAフィルター設置
(6) 制御盤	
Powerスイッチ	
漏電ブレーカー (操作回路用、アーク及びゲッター電源部用、真空排気系機器用)	
電流計 (アーク電源電流用、ゲッター電源電流用)	
ブザー及び警報ランプ、保安管理室警報接続スイッチ付き	
安全警報系として以下の機能を有する。	
・水圧低下	冷却水量低下によりアーク放電、ゲッター放電は停止し、このとき警報表示灯が点灯するとともに、ブザーおよび警報が吹鳴状態となる。なお、水量が復帰しても放電は自動復帰しない。冷却水量検知は冷却水配管下流側に設けた流量スイッチにて行う。
・アーク過電流	試料側、ゲッター側とも設定値以上アーク電流が流れた時、電気出力が断になり、警報表示灯が点灯するとともに、ブザーおよび警報が吹鳴状態となる。電流検知は、接点付電

流計にて行う。

- ・ターボ分子ポンプ異常

ターボ分子ポンプのパワーサプライからの信号を検知し、異常時にはポンプは停止する。

- ・ロータリーポンプ過負荷

ロータリーポンプがサーマルトリップした時点灯し、ポンプは停止する。

3.4.4 装置の据付

本装置のうち、アーク溶解炉本体及び2台のターボ分子ポンプについては、115-DGB内に据え付けた。115-DGB内の内装機器の配置については前述したとおりである。据付は主に耐震上の理由から、予めアーク溶解炉本体及びターボ分子ポンプを厚み15mmのSUS304鋼製架台に固定し、さらに架台を固定ボルトによりグローブボックス床面に固定した。グローブボックス内に据付けられたアーク炉本体の外観をPhoto. 6に示す。据付位置に関しては、試料のセッティングやベルジャー上下駆動用ハンドルの操作性等を考慮して決定した。

真空排気用配管についてはSUS304鋼製を原則として、ターボ分子ポンプの排気口とロータリーポンプ吸気口間のHEPAフィルタ交換ユニット付のフランジでグローブボックス内外を取り合っている。ターボ分子ポンプの吸気口、ロータリーポンプの吸気口及び排気口には適宜バルブを設けた。また、ロータリーポンプからの排気はオイルミストトラップを経由した上に、さらにもう一段のHEPAフィルターを経由させて建屋の排気ダクトに放出させている。

冷却水配管は概ねSUS316鋼製としているが、電極間の水配管には絶縁性を確保するためテフロン樹脂製のものを用いた。冷却水下流側には、警報設定レベルが可変の流量スイッチを設けている。また、アルゴンガス供給用の配管にもSUS316鋼製を用いた。冷却水配管並びにアルゴンガス供給用の配管の接続には原則としてスエジロック式の継手を用いた。

動力用及び電気信号用の電気配線については、予めグローブボックスの側面に設けられた電流導入端子を経由して、制御盤に引き込んだ。それとは別に、アーク放電用の大電流容量の電流導入端子をグローブボックス天井に2個（試料用及びゲッター用）設けて、電源と電極の接続専用に用いている。

ロータリーポンプ、電源及び制御盤については、電気配線を施した上で115-DGBの床下の適当な位置に配置した。

3.4.5 性能試験

本装置の性能試験として、到達真空度確認試験、試験試料を用いての試料溶解試験、警報及びインターロック機構の作動試験を実施した。到達真空度については、ターボ分子ポンプとロータリーポンプの組み合わせにより、 1×10^{-5} Torr以下の真空度まで到達することを確認した。実際の試料作成時には、真空排気とアルゴンガスリークを何度か繰り返した後に、放電を開始する予定である。予備的な溶解試験として、試料側には試験試料としてステンレス鋼製のナットを、ゲッター側には金属チタンを置いて放電させ、試料の溶解を確認した。また、アーク電流として300A程度、ゲッター電流として100A程度まで流しても、チャンバーの表面温度は60°Cよりも十分低い温度であることを確認した。溶解試料の均質性の確保、不純物、特に酸素含有量

の評価については今後の検討課題である。警報及びインターロック機構については、前述した事象を人為的に発生させて、警報の発信とインターロックの作動が正常であることを確認した。

以上の結果から、本アーク溶解炉は所定の実験目的に合致した性能と安全性を兼ね備えていることが確認された。

3.5 試料焼鈍装置

3.5.1 概要

本装置は、小型の赤外線加熱炉 2 台から構成され、3.4 で述べたアーク溶解炉等で調製された小試料の均一化熱処理や室温への急冷を行うことを主目的としたものである。熱処理後の試料の特性を調べることにより、高温での状態図や熱力学的性質に関する情報を得ることが期待できる。2 台の加熱炉の最高使用温度は 800 °C 及び 1500 °C である。以降、最高使用温度 800 °C の加熱炉を低温用焼鈍炉、1500 °C の加熱炉を高温用焼鈍炉と呼ぶ。前述した様に、115-DG-B 内に 2 台の加熱炉を 1 双のグローブで取り扱える位置に並べて配置した。

3.5.2 装置の設計

上述した様に、本装置を使用する実験の主目的の一つに小試料の長時間の熱処理があり、場合によっては数週間にわたる連続加熱も考えられる。従って、通常の加熱炉に求められる温度制御特性等に加えて、連続加熱に耐えうるような耐久性と安全性を有することを本装置の基本設計条件とした。種々の市販品を中心に検討した結果、真空理工(株)製の小型赤外線加熱イメージ炉 (MR 炉) を選択し、それに対して冷却水配管のフレキシブル化等の改造を加えた。MR 炉の特徴は、試料部のみを集光加熱することにより省力化を図り、炉体を小型化した点にある。また、無人運転に耐え得るよう安全性を高める目的で、冷却水断水に加えて、冷却ガス停止、過電流、過昇温等に対する安全警報系を設けて、いずれの場合にも警報発信と同時に加熱電源が断となるようなインターロック機構を付加した。

熱処理温度からの急冷には、ヘリウムガス吹きつけ方式を採用した。すなわち、試料室に入るフローガスの配管とは別に急冷用のヘリウムガスの配管を設けておき、加熱電源断と同時にヘリウムガスを試料に吹きつけることにより、出来るかぎり高温相を保持することを想定した。

低温用焼鈍炉と高温用焼鈍炉については、以下に述べるように最高出力に 2 倍の差があるほか、赤外線ランプの冷却方式として、前者は簡易ファンを用いているのに対し、後者はアルゴンガスによる強制冷却方式である点が異なる。

3.5.3 装置の構成

(1) 低温用焼鈍炉 1 台

熱処理温度範囲：室温～800 °C

熱処理雰囲気：不活性ガスフロー

加熱方式：回転槽円面反射赤外線集光輻射加熱

制御出力 : A C 1 0 0 V 最高 1 kW
 熱電対 : J I S R (白金-白金ロジウム)
 ランプ冷却方式: ファン

(2) 高温用焼鈍炉 1台

熱処理温度範囲: 室温～1500°C
 热処理雰囲気 : 不活性ガスフロー
 加熱方式 : 回転槽円面反射赤外線集光輻射加熱
 制御出力 : A C 1 0 0 V 最高 2 kW
 熱電対 : J I S R (白金-白金ロジウム)
 ランプ冷却方式: アルゴンガス強制冷却

(3) 試料系 2式 (低温用焼鈍炉及び高温用焼鈍炉用)

加熱チャンバー : 透明石英製保護管、ステンレス製マニホールド付
 热電対処理ゾーン: ~10mm × ~10mm
 クエンチ機構 : ヘリウムガス吹きつけ方式
 試料容器 : 8mmφ × 10mm、アルミナ製

(4) ガス配管 1式

フローガス用ガス配管 (低温用焼鈍炉及び高温用焼鈍炉用) : 外径 $\frac{1}{4}$ インチSUS316管
 炉入口、炉出口、バルブ付
 ランプ冷却用ガス配管 (高温用焼鈍炉用) : 外径 $\frac{1}{4}$ インチSUS316管、炉入口、バルブ付
 クエンチ用ガス配管 (低温用焼鈍炉及び高温用焼鈍炉用) : 外径 $\frac{1}{4}$ インチSUS316管
 炉入口、バルブ付

(5) 冷却水配管 1式

外径 $\frac{1}{4}$ インチSUS316管。一部についてはフレキシブル管使用。流量スイッチ付。

(6) 制御盤 1式

所用電源: A C 1 0 0 V、3 kVA、NFB付
 プログラム温度コントローラー: P I D - S C R 位相制御、2台
 接点付温度記録計: 2台
 接点付電流計: 2台
 安全警報系: 冷却水断水、冷却ガス停止、過電流、過昇温の信号で警報が発信するとともに、電気炉出力が断となるインターロック機構付。燃料研究棟保安管理室用接続スイッチ付。

3.5.4 装置の据付け

2台の加熱炉は、それぞれ、厚み3mmのSUS304鋼製架台に固定し、さらに架台をM6ボルト4本ずつ用いてグローブボックス床に固定した。グローブボックス据付け後の本装置の外観をPhoto. 7に示す。据付け位置については、1双のグローブによる2台の加熱炉の操作性を考慮して決定した。

ガス及び冷却水の配管には、予め内装機器用のユーティリティとしてグローブボックス側面に

用意されているノズルを利用し、配管の接続にはスエジロック方式の継手を用いた。ガス配管は全て固定金属配管を原則としたが、冷却水配管については一部フレキシブル管を利用している。これは、石英保護管や赤外線ランプの交換の必要が生じた時、冷却水をグローブボックスの雰囲気にさらすことなく保守作業ができるように配慮したためである。ガスの出入口にはHEPAフィルターを設けているほか、排ガスについては、さらにアルゴングローブボックスの循環精製装置の排気ラインに設けたHEPAフィルターを経由した後に、建屋の排気ダクトに放出される。高温用焼鈍炉で用いているランプ冷却用のアルゴンガスは、グローブボックスに直に放出される。また、冷却水用配管の下流側には、警報設定レベルが可変の流量スイッチを設けている。動力用及び電気信号用の電気配線については、予めグローブボックスの側面に設けられた電流導入端子を経由して、全て制御盤に引き込んでいる。

制御盤は、電気配線を施した上でグローブボックス脇の適当な位置に配置した。

3.5.4 性能試験

装置の性能確認試験として、2台の加熱炉とも最高使用温度で加熱保持した時の温度制御特性、ヘリウムガス吹きつけによるクエンチを施した時の冷却速度の測定及び前述した安全警報系の動作確認を行った。これらの試験では、空のアルミナ製試料容器を用いた。

まず、低温用焼鈍炉をアルゴンガスフロー ($\sim 2 \text{ l/min}$) 中で室温から 800°C まで昇温した後、1時間加熱保持した。その際の温度制御は、温度保持開始時に約 5°C のオーバーシュートが観測されたが、保持期間中の熱電対の指示値は $800 \pm 1^{\circ}\text{C}$ であった。続いて 800°C にて電気出力を断にして自然冷却した場合と、ヘリウムガス吹きつけによるクエンチを施した場合の冷却速度 ($800^{\circ}\text{C} \rightarrow 200^{\circ}\text{C}$) を比較した。その結果、前者の冷却速度は約 15°C/sec であったのに対し、後者の場合は約4倍の約 60°C/sec であった。

高温用焼鈍炉についても同様の試験を行った。同じ条件で室温から 1500°C まで昇温した後、1時間加熱保持した。低温用焼鈍炉と同様に、約 5°C のオーバーシュートが観測されたが、保持期間中の温度偏差は $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以内であった。冷却速度 ($1500^{\circ}\text{C} \rightarrow 500^{\circ}\text{C}$) についても同様の試験を行った結果、自然冷却の場合は約 45°C/sec であったのに対し、クエンチを施した場合は2倍以上の約 100°C/sec であった。

以上の結果から、2台の加熱炉とも温度制御特性に問題点はなく、また、長時間の熱処理にも十分耐え得るものと思われることから、実験目的に合致した性能を有していると判断された。一方、ここで採用したヘリウムガス吹きつけによるクエンチは、他の方式、例えば試料を封入したアンプルを水中に落下させる方式等に比較すると冷却速度の面では劣ると考えられる。実際、この方式が高温の状態図等に関する研究に適用できるか否かは、相変態の速度や試料自身の熱容量に依存する問題であるが、今後の検討課題である。

一方、安全警報系については、冷却水断水、冷却ガス停止（高温用焼鈍炉のみ）、過電流、過昇温のいずれの事象に対しても警報が発信すると同時に電気出力断のインターロック機構が働くことが確かめられた。

3.6 热量測定装置

3.6.1 概要

本装置は、アクチニドを含む合金系試料等の比熱容量、変態点や融点、さらには変態熱や融解熱等の熱物性値の取得を主目的として整備した示差走査型熱量計（DSC）である。比熱容量はそれ自身の持つ重要性に加え、レーザフラッシュ法等で測定した熱拡散率から熱伝導度を算出する上でも必要となる熱物性値である。また、状態図に関連した研究を行う際には、変態点や融点等についての情報は極めて重要であるが、DSCを利用してそれらを得るとともに、変態熱や融解熱等に関しても、示差熱分析計（DTA）等に比較すると精度良く求めることができる。

以下に、本装置の設計、製作及び115-DGBへの据付、さらには据付後に行った性能試験の結果について述べる。

3.6.2 装置の設計

(1) 測定原理

DSCの原理を簡単に述べると、物質の温度を連続的に変えていった時に生ずる熱の出入り（吸熱あるいは発熱）を、定量的に測定するものである。

Fig. 8に模式的に示した様な均一な温度に保たれている電気炉内に、測定対象試料と基準となる試料が同じプレート上の対称な位置に置かれている時、電気炉の温度を一定の速度で上昇（あるいは下降）させていくと、両試料の温度もこれに追随する。もし、測定試料がある温度で吸熱（あるいは発熱）反応を起こすと、基準試料の間に温度差が生じるが、この温度差は試料が置かれているプレートに生ずる熱流束によって緩和される。この時、試料に単位時間当たりに流れ込む（または出ていく）熱量は、試料と周囲との温度差、すなわち測定試料と基準試料との温度差に比例するはずである。従って、この温度差が生じてから再び同じ温度になるまでの温度差を時間について積分すれば、試料に出入りした熱量を知ることができる。

また、両試料の間に熱容量の差がある場合、両者の間には昇降温速度に比例した温度差が生ずるという性質を利用して比熱容量の測定が可能となる。

(2) 基本設計

アクチニド、特にアクチニド合金系の試料は極めて高価であるばかりでなく、入手が困難な物質である。また、実験に携わる作業者の外部被ばく低減の点からも、測定に用いる試料はできるだけ少量で済むことが望ましい。さらに、前述したグローブボックス内の限られた空間を使用するために、装置自体も小型であることが望ましい。これらの点が、比熱容量測定等にDSCを採用した理由の一つである。

一般にDSCは高温における高精度の比熱容量測定には難点があるとされているが、出来るかぎりこの問題を解決するために、低ノイズ、高感度、安定したベースラインの確保に重点を置いて機種を選定した。ここでは、比熱容量の温度領域を室温～1100°Cに規定した上で、さらに、熱電対の交換等の保守性を考慮して、市販品の中から(株)リガク製のDSC-8270Hを選定した。ただし、市販品を一部改造して、試料部及び熱流束測定回路のみをグローブボックス内に設置する構造とした。これらの部分は、先に述べたグローブボックスのバッゲポートを通して搬出入が

できる程度の大きさである。また、取り扱う試料が酸化性に富むことが予想されるため、試料室内はガスフローが可能な構造とし、グローブボックス外からHEPAフィルターを通して高純度アルゴンガスを導入して、再びHEPAフィルターを通して排気ダクトに排出できる構造とした。

3.6.3 装置の構成

(1) 示差走査熱量計(DSC-8270H)モジュール

測定方式：熱流束方式

試料容器： $\phi 5 \times 2.5$ ，蓋付，白金，石英，アルミナ製等

電気炉：白金ロジウムヒーター，冷却ファンユニット付

測定雰囲気：不活性ガスフロー

DSC測定レンジ： $\pm 1 \text{ mW} \sim \pm 100 \text{ mW}$ ／フルスケール

試料ホルダー交換：プラグイン方式

(2) 热分析ステーション

ハードウェア：コンピュータモデル：HP 9000/712ワークステーション

プリンタ：キャノンBJC-400J

ソフトウェア：Rigaku Thermo Plus システム

機能：測定，解析，編集，比熱容量，ユーティリティ他

(3) 電源部及び保安回路

Powerスイッチ，漏電ブレーカー，電流計，ブザー，保安管理室警報接続スイッチ。

電流が設定値以上流れた時、電気炉出力が断となり、警報表示灯が点灯するとともに、ブザーが吹鳴状態となるインターロック機構付。

3.6.4 装置の据付け

本装置のうち、DSCモジュール本体及び熱流束測定回路については、115-DGB内に据付けた。グローブボックス内の内装機器の配置については前述したとおりである。据付けは主に耐震上の理由から、予め装置を厚み6mmのSUS304製架台に固定し、さらに架台を固定ボルトによりグローブボックス床面に固定した。グローブボックス内に据付けられたDSCモジュール本体の外観をPhoto. 8に示す。据付け位置に関しては、試料のセッティング等の操作性や試料ホルダーの交換等の保守性を考慮して決定した。

試料室ガスフロー用の配管は、グローブボックス内については外径 $1/4$ インチのステンレス製チューブを用い、スエジロック式継手方式により接続した。なお、ガスの出入口にはHEPAフィルターを設けているほか、排ガスについてはさらにアルゴンガス循環精製装置の排気用に設けたHEPAフィルターを経由した後に、排気ダクトに放出される。3.1-3.5までに述べた装置類に比較して、極めて多くの信号線を必要とするのが本熱量測定装置の特徴の一つである。このため、予めグローブボックスに設けられた動力用及び信号線用の電流導入端子に加えて、本装置専用の48P信号線用の電流導入端子をグローブボックス側面に設置している。

ワークステーション、プリンタ、電源部及び保安回路については、電気配線を施した上でグローブボックス脇の適当な位置に配置した。

3.6.5 性能試験

本装置の性能試験として、DSC信号のドリフト量を見るための昇温ブランクテスト、標準物質として金を用いての融点並びに融解熱の測定、及び白金を用いての1100°Cでの比熱容量測定を実施した。融点等の熱物性値は、試料の純度に大きく依存することが知られているが、ここでは装置の製作メーカー(株)リガクが社内の品質保証検査に用いている標準試料を譲り受けで使用した。

DSC信号のドリフト量は一般に高温になるに従い大きくなる傾向を持つため、高温での比熱容量等測定の際の誤差の一因となる。Fig. 9は、試料なしで20°C/minで1500°Cまで昇温した際のDSC信号のドリフト量を見た結果である。その結果からは、ドリフト量はたかだか2.15mcal/sであり、この程度であれば課題とされている高温での比熱容量測定等にも対処が可能であることが確認された。

また、Fig. 10には、金(11.39 mg)をアルミナ製のセル中で20°C/minで1500°Cまで昇温した際のDSC信号を解析処理した結果を示す。融解に伴う吸熱のピークが観測されており、ここから求めた試料の融点及び融解熱は、それぞれ1064.8°C、15.6cal/g (65.3J/g) であった。これらの結果を金についての文献値と比較した場合、融点は文献値の1064.4°Cに対して差は1°C以内、また、融解熱は文献値の16.1cal/g (67.4J/g) に対して差は5%以内であり、状態図、熱力学的性質等に関する研究を行う上では十分な精度を有していることが確認できた。

Fig. 11には、白金(239.53 mg)の1300 K付近の比熱容量を測定した結果のプロットを示す。この場合の測定には、白金製の試料容器を用い、基準試料にはサファイア(37.835 mg)を用いている。また、DSC信号からの比熱容量値の導出には、ソフトウェアに組み込まれている比熱容量の機能を利用した。ここで1300 Kにおける試料の比熱容は0.158 J/K.gと求められ、この値は白金についての文献値の0.160 J/K.gに対して±5%の範囲内に入っている。この結果からは、本装置を用いての高温での比熱容量の測定も可能であることが示された。ただし、この試験は開放空気雰囲気中で注意深く行ったものであり、不活性ガスフロード下で試験を行う場合には、ベースラインの変動等の理由から幾分精度が低下することも予想される。

以上述べた性能試験の結果から、本装置は当初の実験目的に合致した諸性能を有していることが確認された。

4. あとがき

本報告書の中で述べたグローブボックス及び内装機器の整備は、許認可対応業務も含めて、平成5年度末からスタートした。原研内外の各部署からの支援もあり、整備は順調に進み、グローブボックスについては、阪神淡路大震災の影響を多少受けたものの、6年度中に整備はほぼ終了した。内装機器についても、一部はグローブボックスと並行する形で整備を進め、電解試験装置を除いて7年度前半までに整備をほぼ終了した。性能確認試験や装置の一部改造を経た後に、グローブボックス並びに電解試験装置を除く内装機器については、8年2月に国の施設検査を受検し、合格した。電解試験装置に関しては、8年度前半に整備を進め、8年10月には同じく国の施設検査を受検し、合格した。

平成8年12月には、非放射性物質を用いたグローブボックス内装機器のコールド試験を終了して、核燃料物質の取扱いを開始した。対象試料がアクチニドを含む溶融塩や多元合金等取扱いが厄介な物質であることに加えて実験上にも制約が多いことが予想されるが、それだけに本装置を利用して得られるであろう研究成果は、次世紀の新しい燃料サイクル確立に向けて貴重なものであると確信している。今後とも原研内外の関係者との情報交換を密にして、実りある研究活動を進めたいと考えている。

最後に、本研究に対して当初から変わらぬ御支援を頂いた半田宗男前燃料研究部長、星三千男燃料研究部長、室村忠純燃料研究部次長に深く感謝の意を表します。また、福島撰前大洗研管理部次長、酒井陽之大洗研管理部次長以下、燃料研究棟関係者の皆様には、本装置の整備に関して大変お世話になりました。さらに、グローブボックス製作メーカーである木村化工機(株)を中心として、各内装機器の製作メーカーの方々にも、色々と御協力を頂きました。改めて、お礼申し上げます。

参考文献

- (1) T. Mukaiyama, et al., "Partitioning and Trasmutation Program OMEGA at JAERI", Proc. GLOBAL'95, Versailles, p.110 (1995).
- (2) 原子力委員会, 「原子力の研究、開発及び利用に関する長期計画」 (1994).
- (3) Hj. Matzke, "Science of Advanced LMFBR Fuels", North-Hollands, Amsterdam (1986).
- (4) Y. Arai, et al., "Research and Development of Nitride Fuel and its Fuel Cycle for FRs in JAERI", IAEA Advisory Group Mtg. on Fuel Technology and Performance on Non-Water Cooled Reactors, Vienna (1994).
- (5) Y. I. Chang, "The Integral Fast Reactor", Nucl. Technol., 88 (1989) 129.

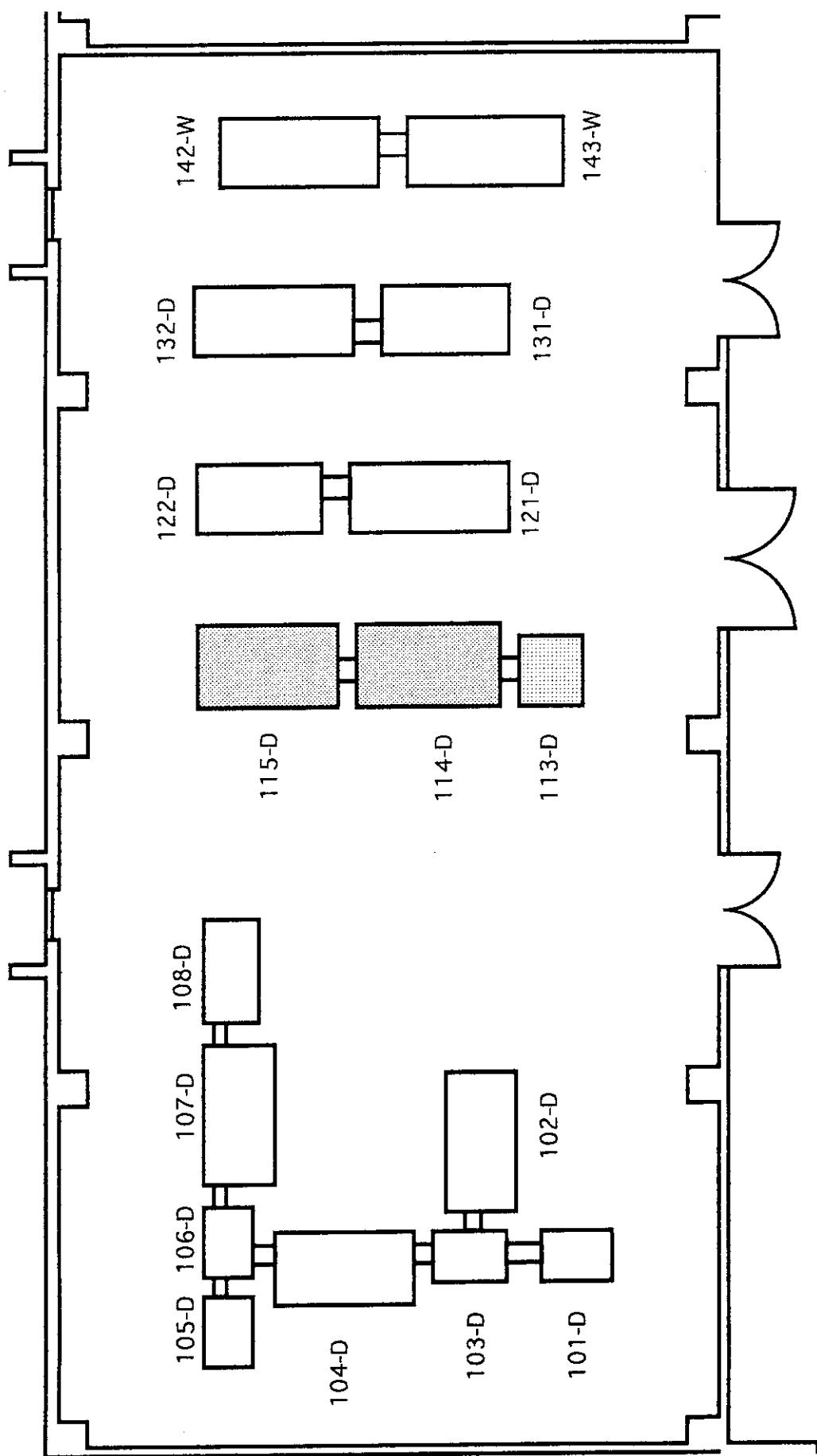


Fig. 1 Arrangement of the gloveboxes 113-D, 114-D and 115-D in the room 101

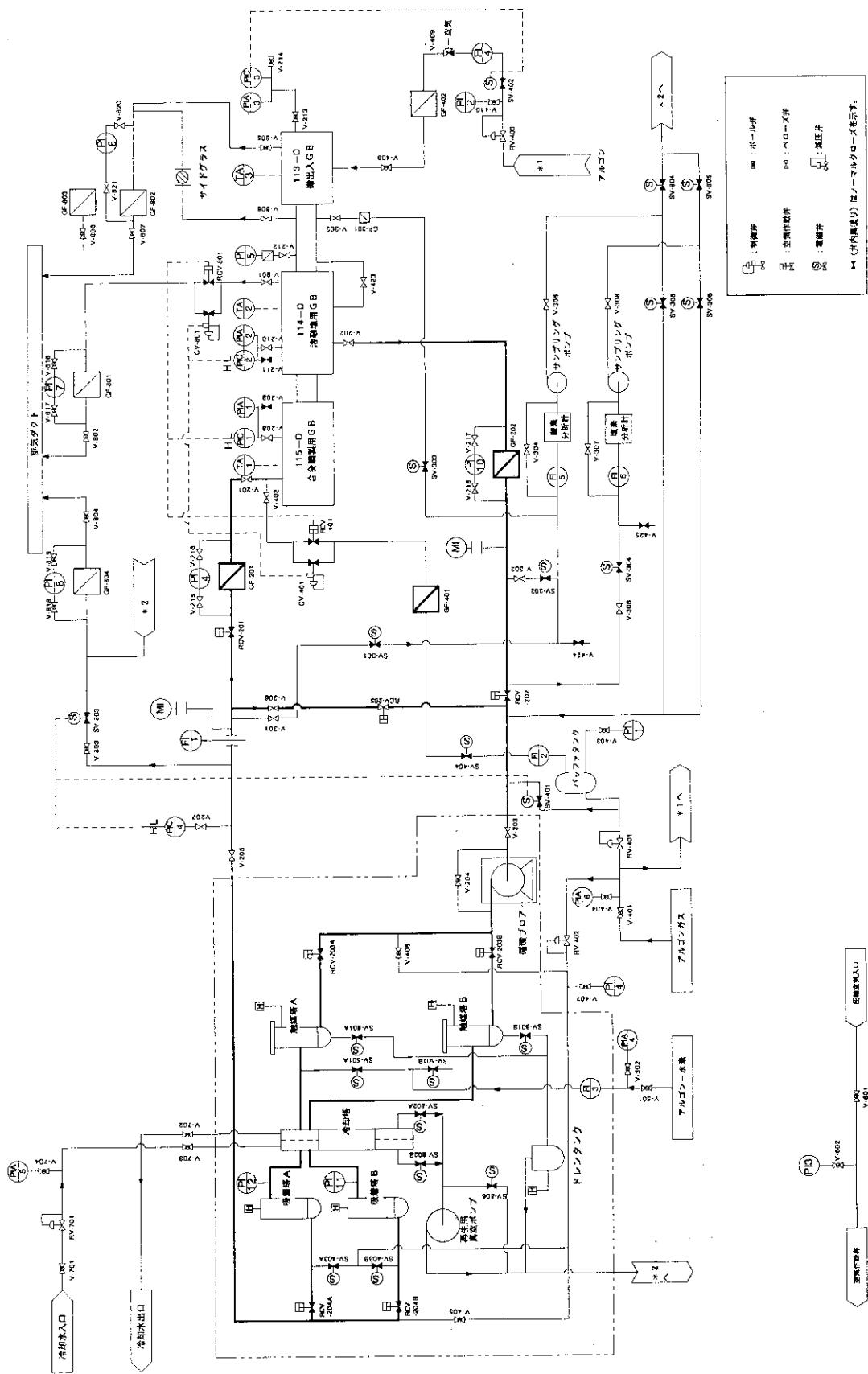
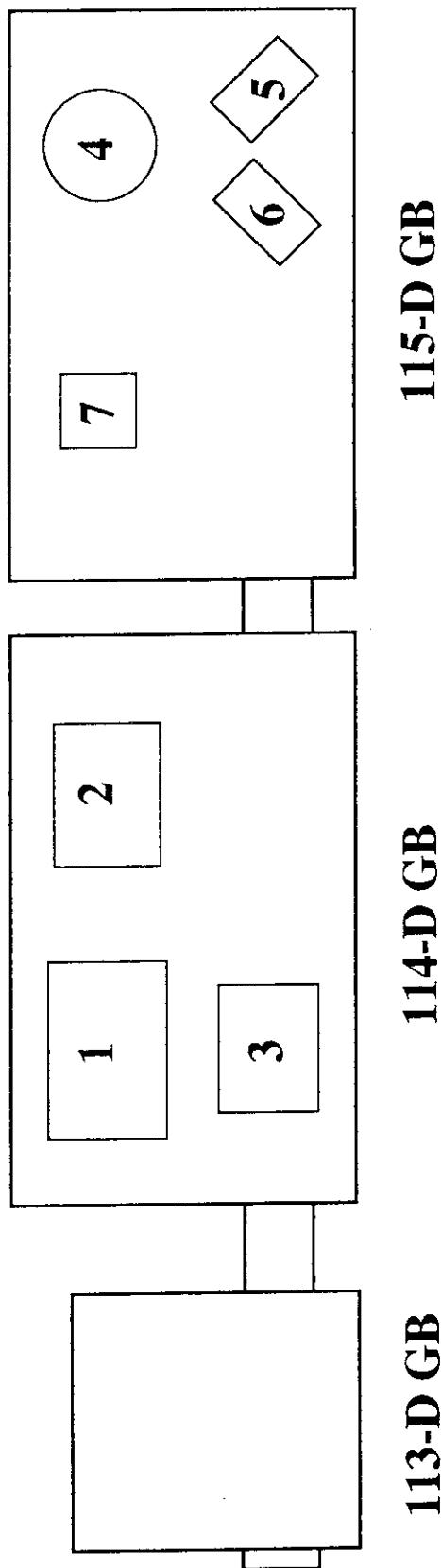


Fig. 2 Illustration of the argon gas circulating system



1. Molten salt electrorefiner
2. Cathode processor
3. Electrolysis testing apparatus
4. Arc furnace
5. Heat-treatment furnace for high temperature
6. Heat-treatment furnace for low temperature
7. Differential scanning calorimeter

Fig. 3 Arrangement of the apparatus in gloveboxes 114-D and 115-D

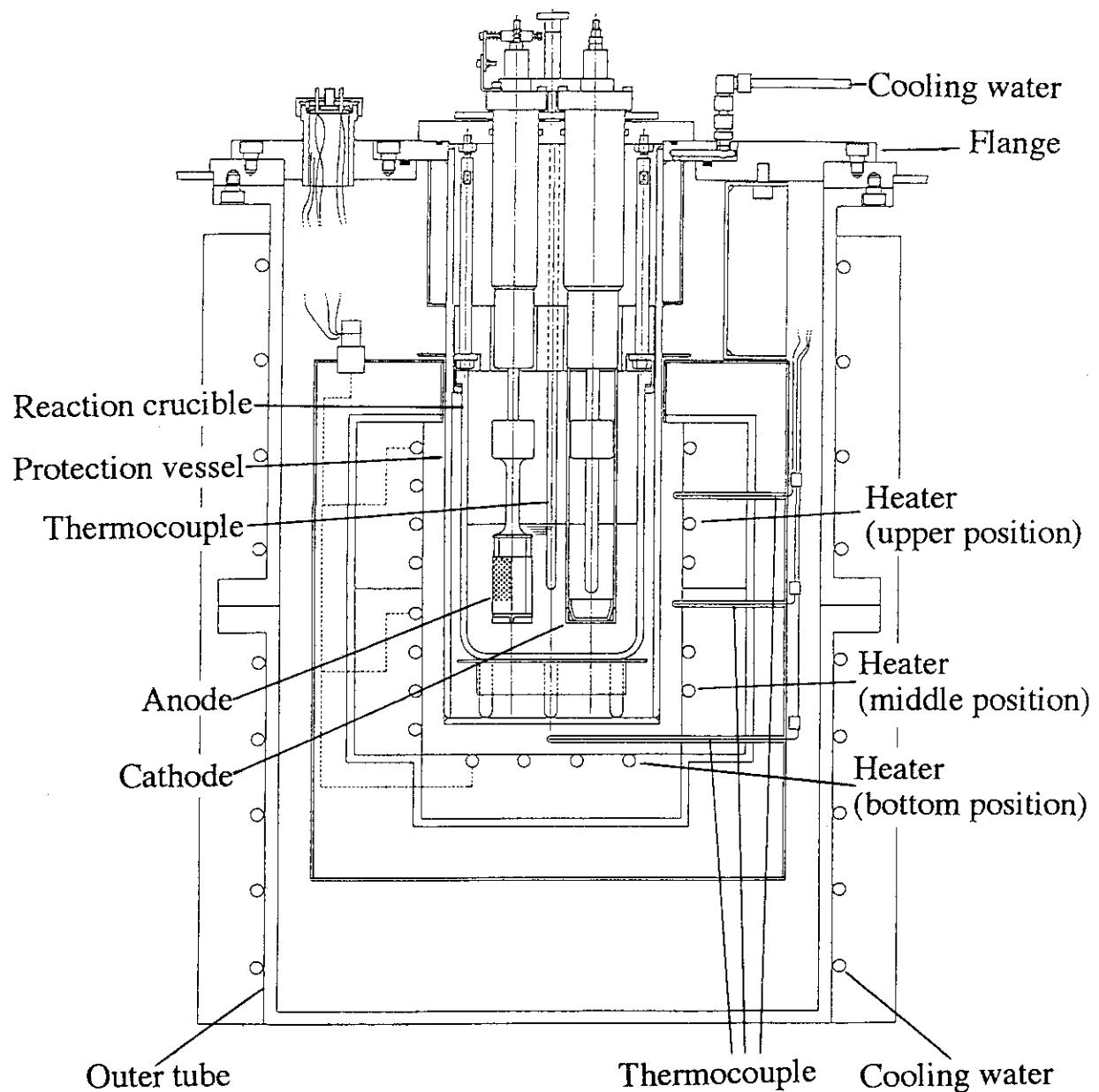


Fig. 4 Schematic of the molten salt electrorefiner

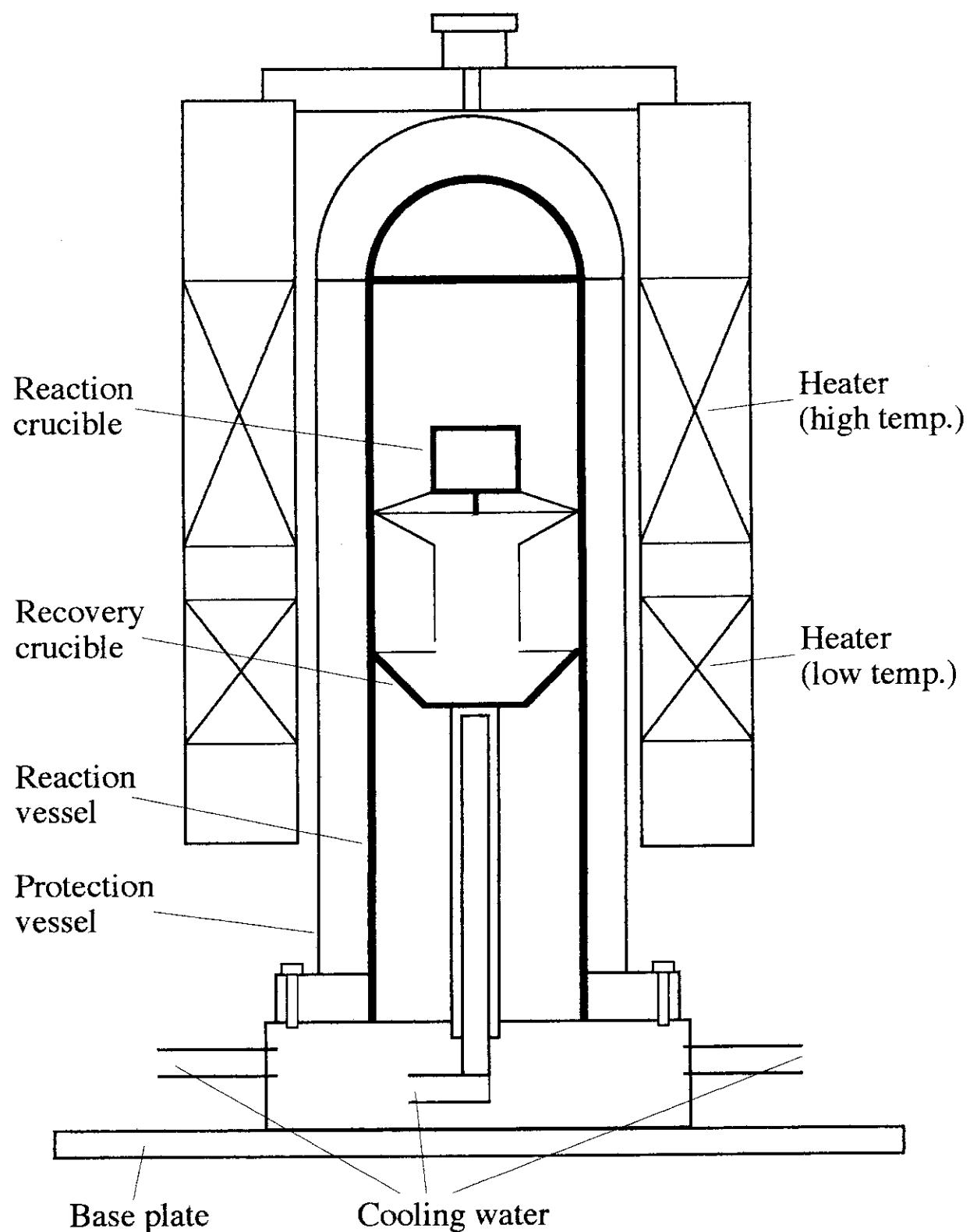


Fig. 5 Schematic of the cathode processor

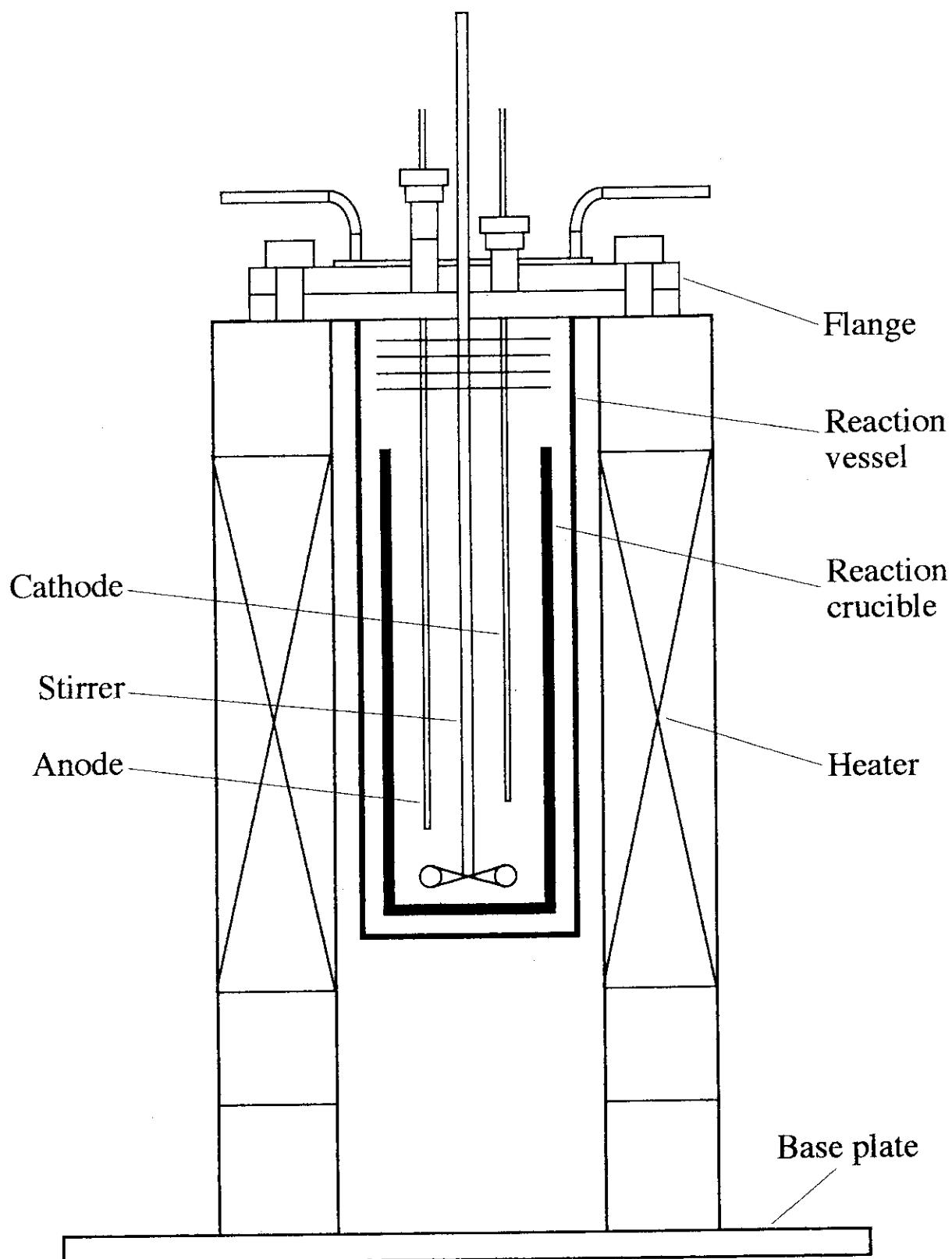


Fig. 6 Schematic of the electrolysis testing apparatus

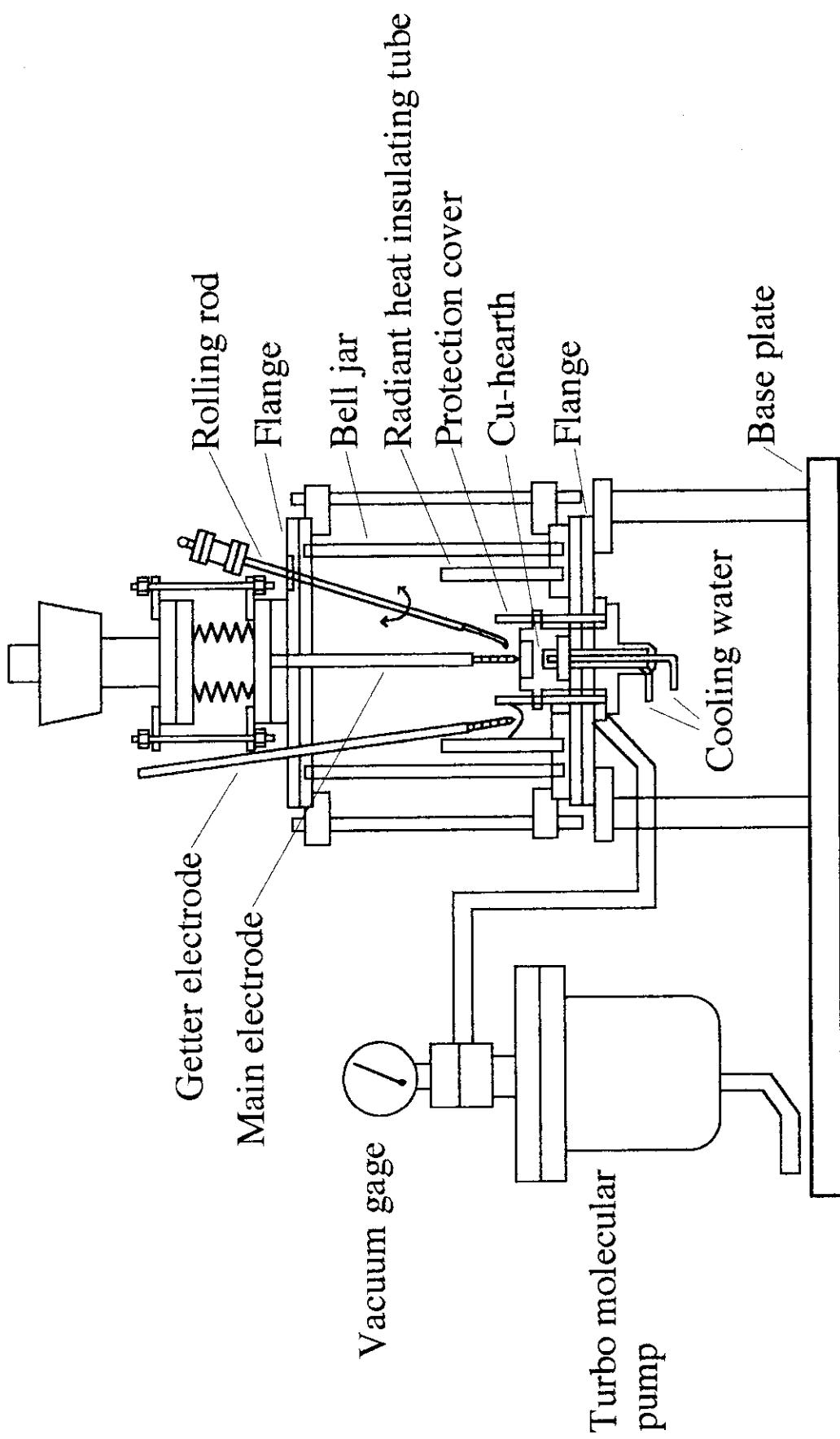


Fig. 7 Schematic of the arc furnace

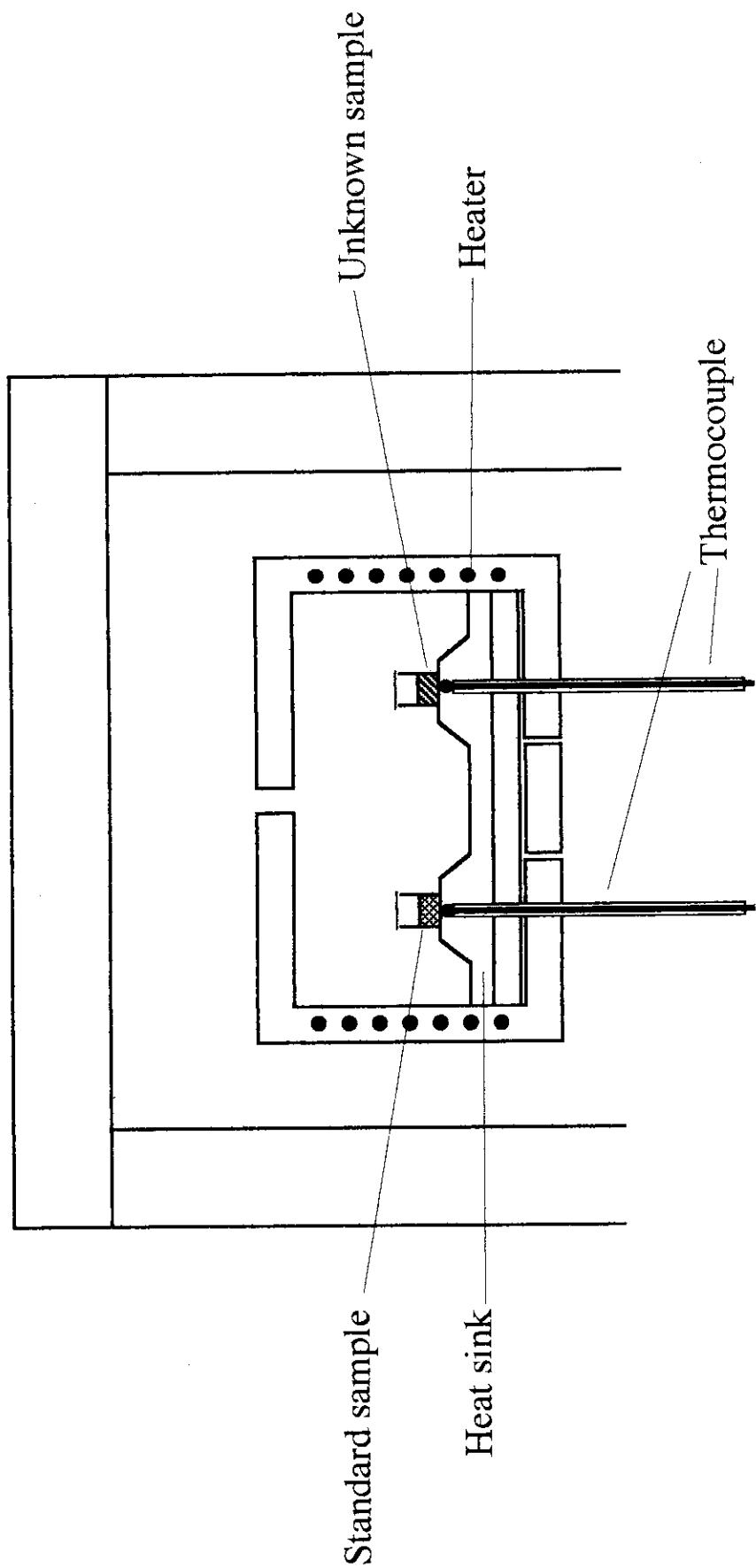


Fig. 8 Schematic of the differential scanning calorimeter

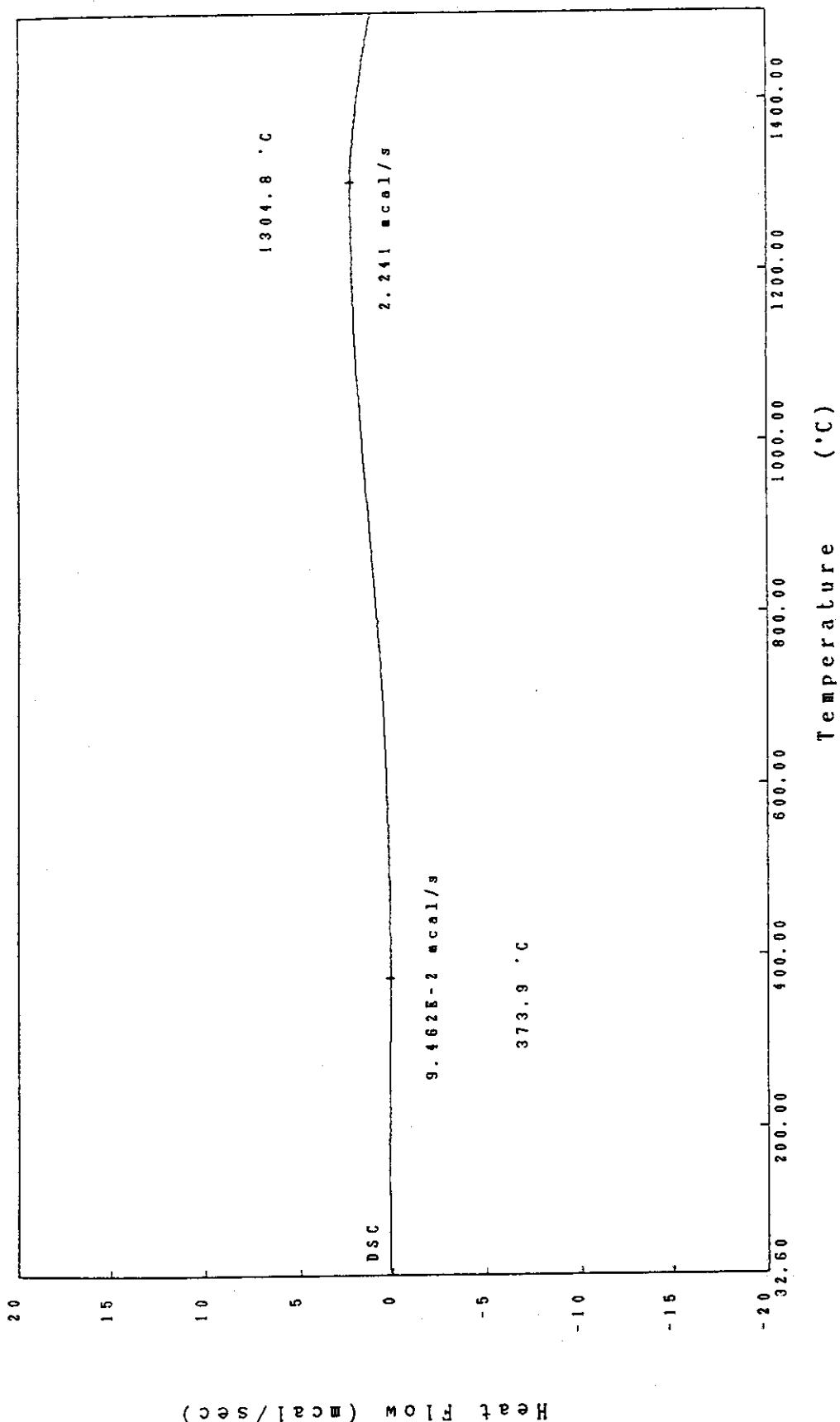


Fig. 9 Result of blank heating test of the differential scanning calorimeter

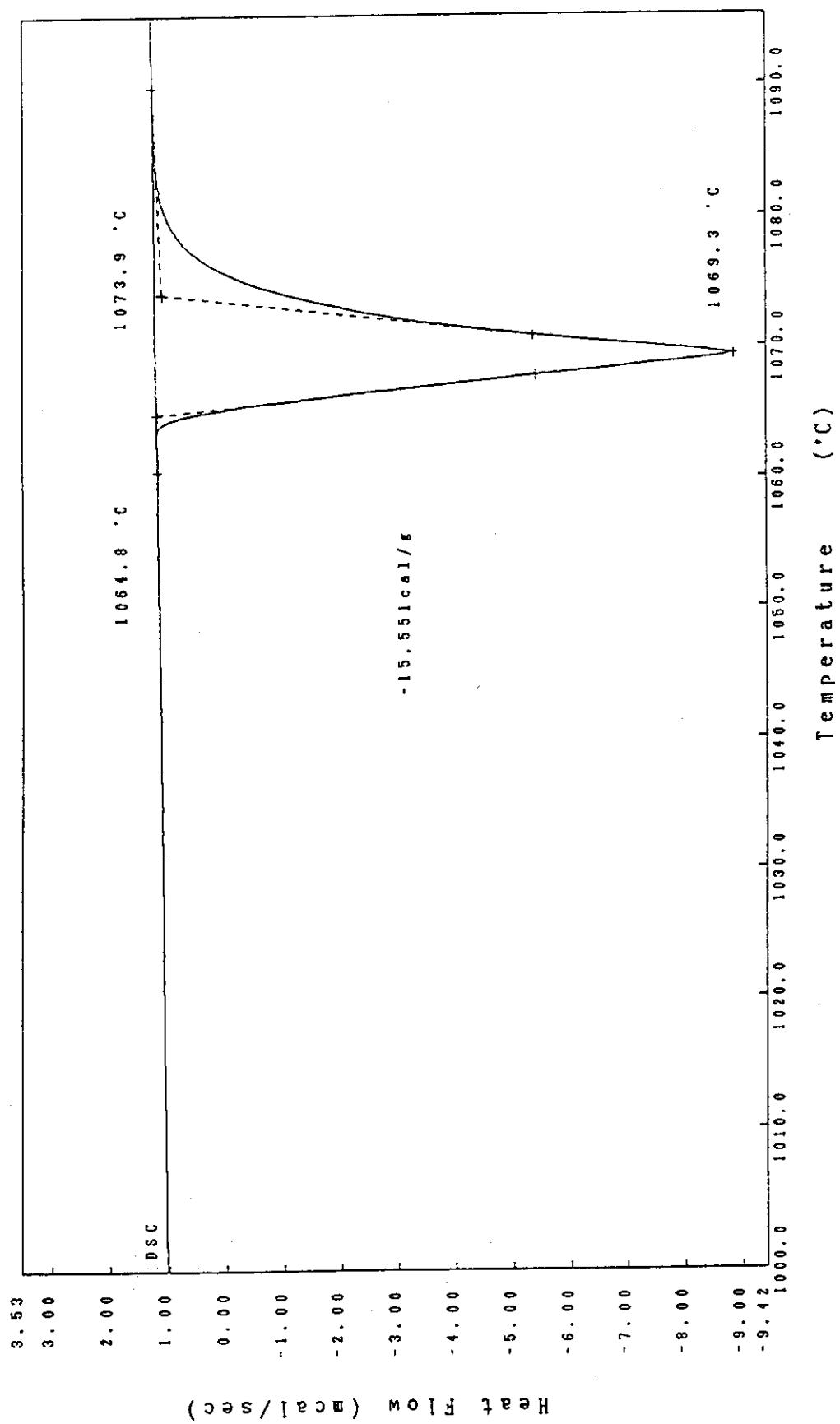


Fig.10 Result of melting temperature and heat of fusion measurements for Au

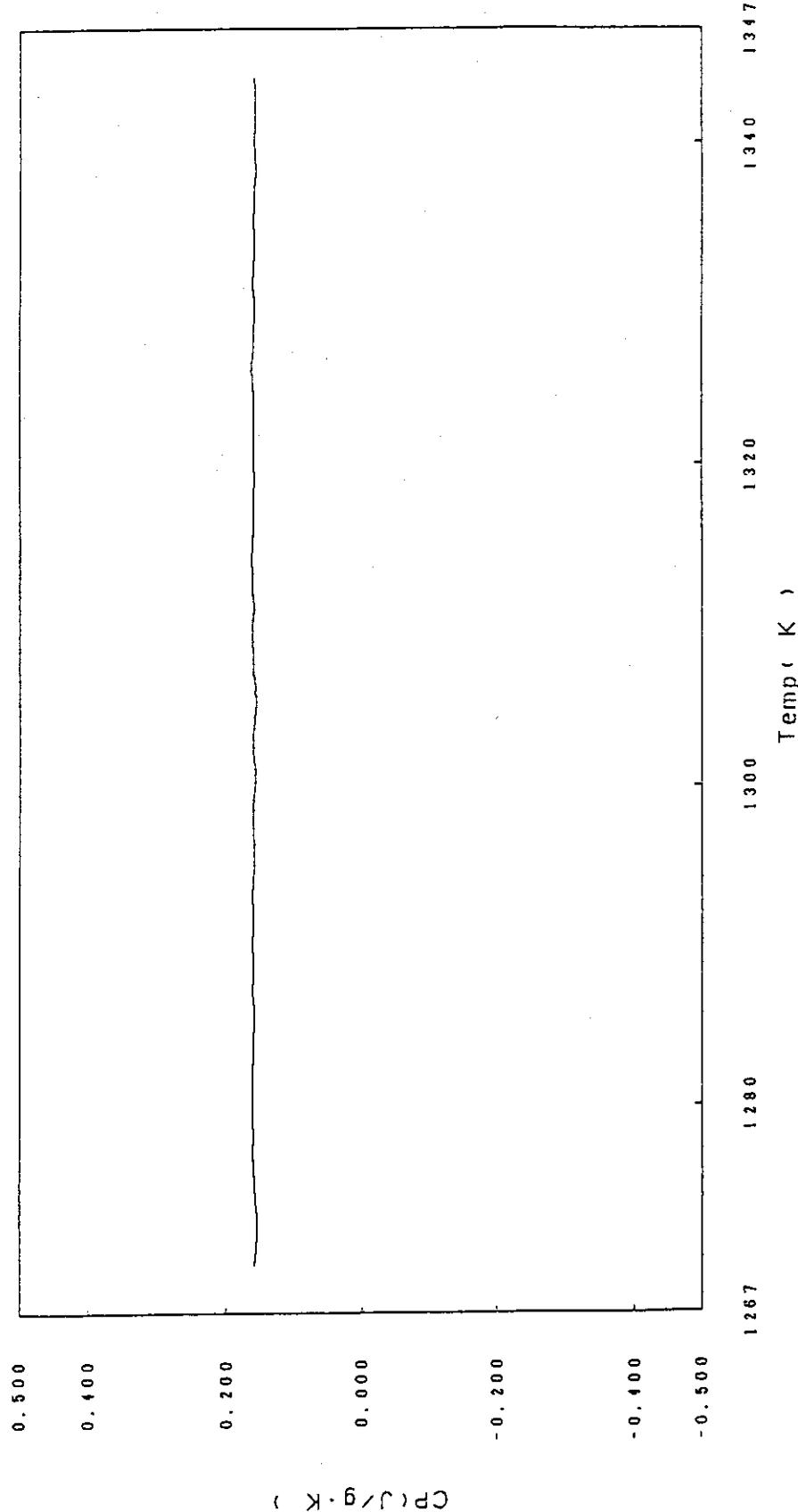


Fig.11 Result of specific heat capacity measurement for Pt

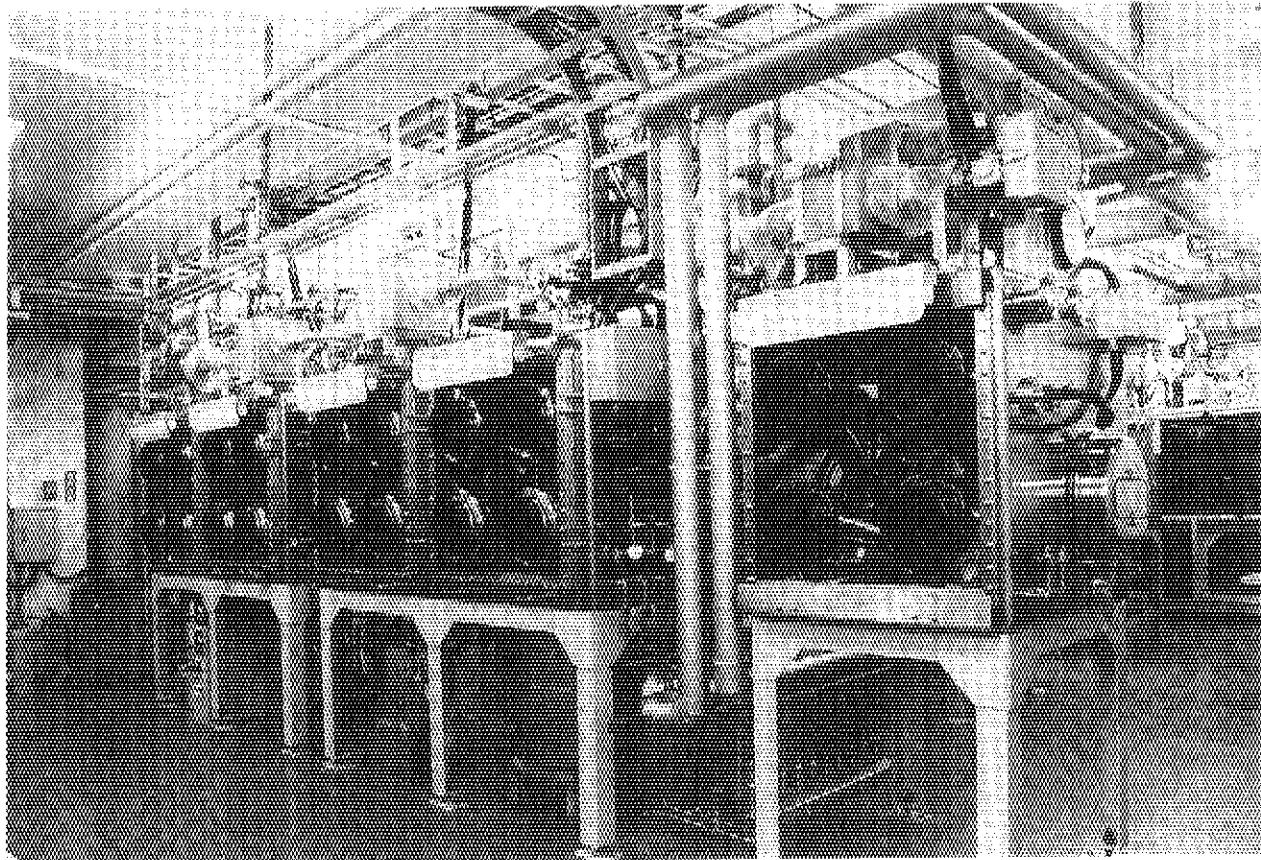


Photo. 1 Appearance of the gloveboxes

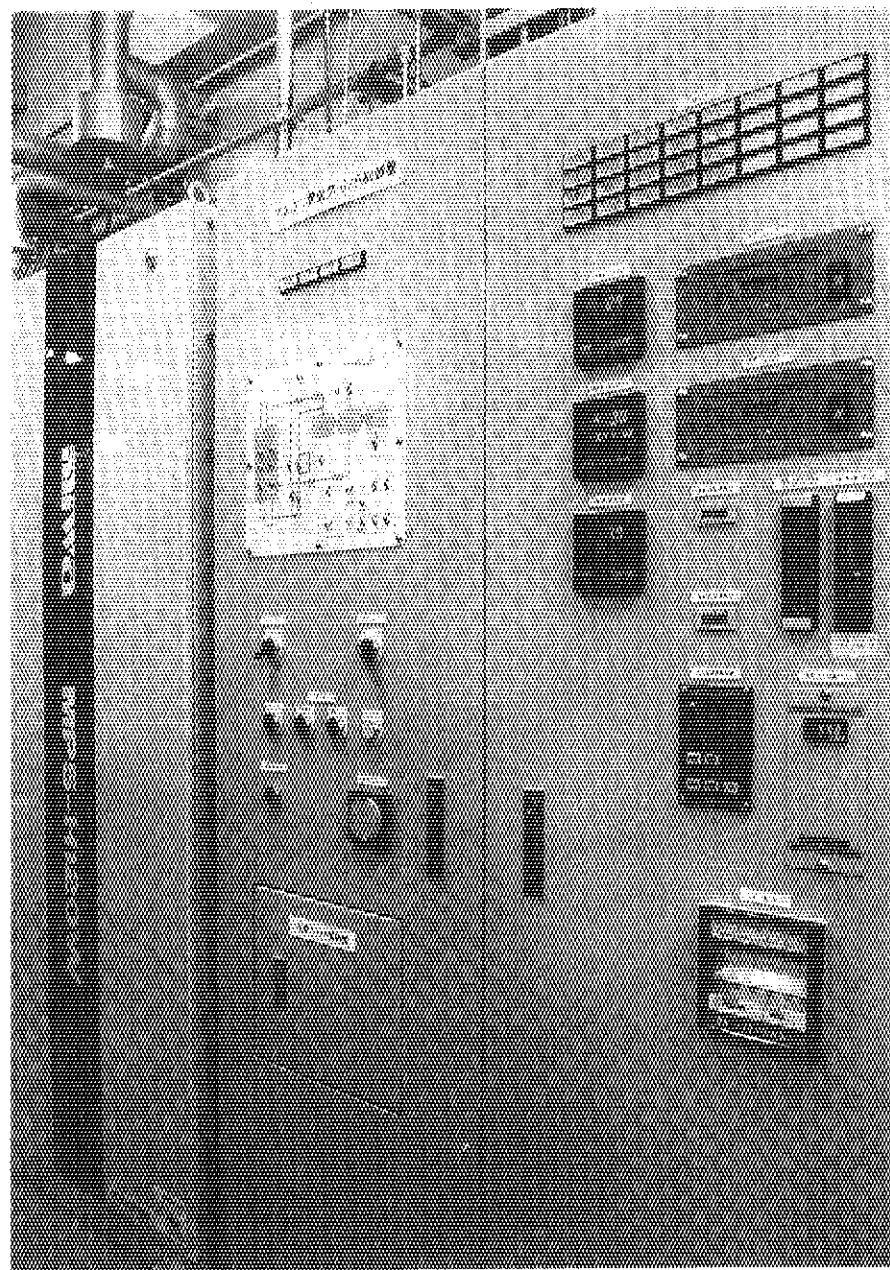


Photo. 2 Appearance of the argon gas purification system

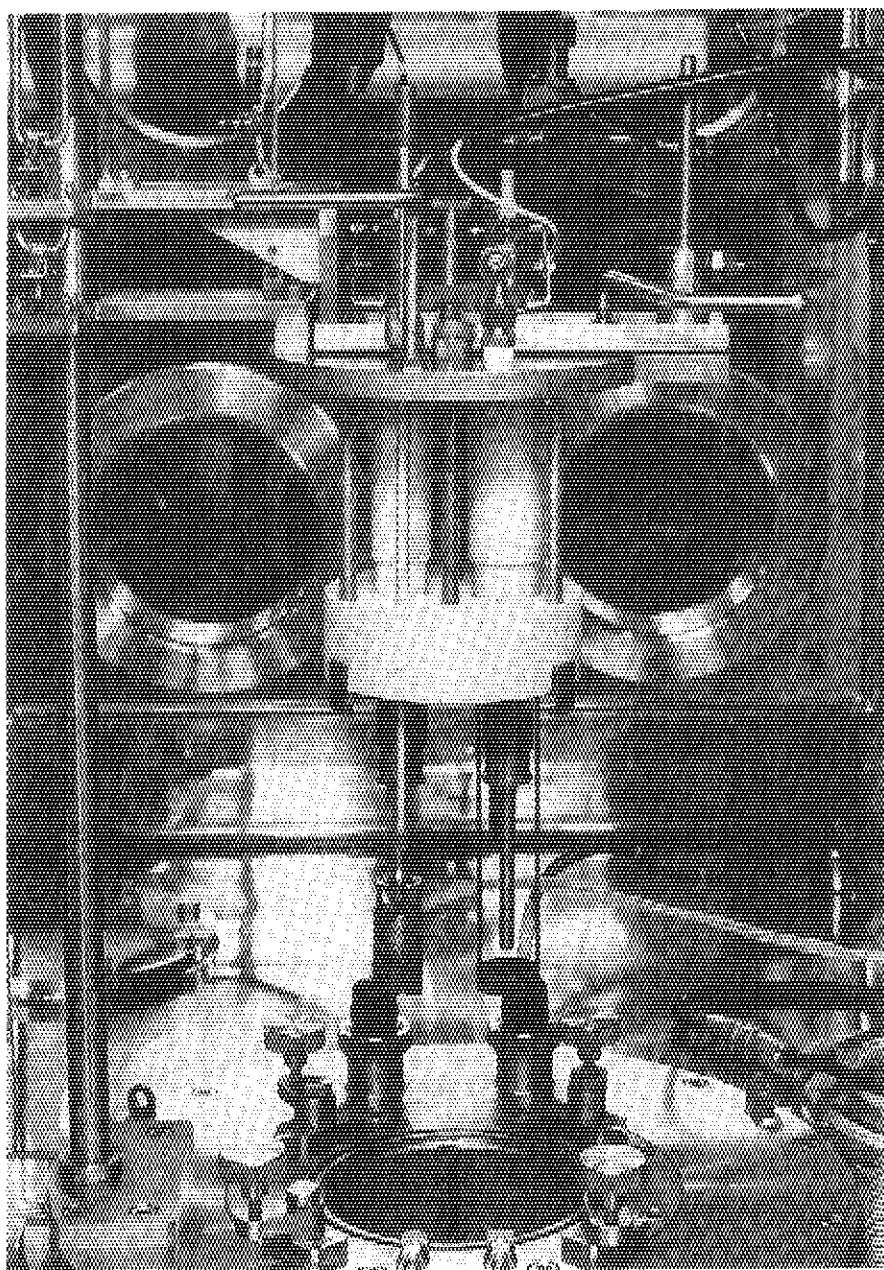


Photo. 3 Appearance of the molten salt electrorefiner

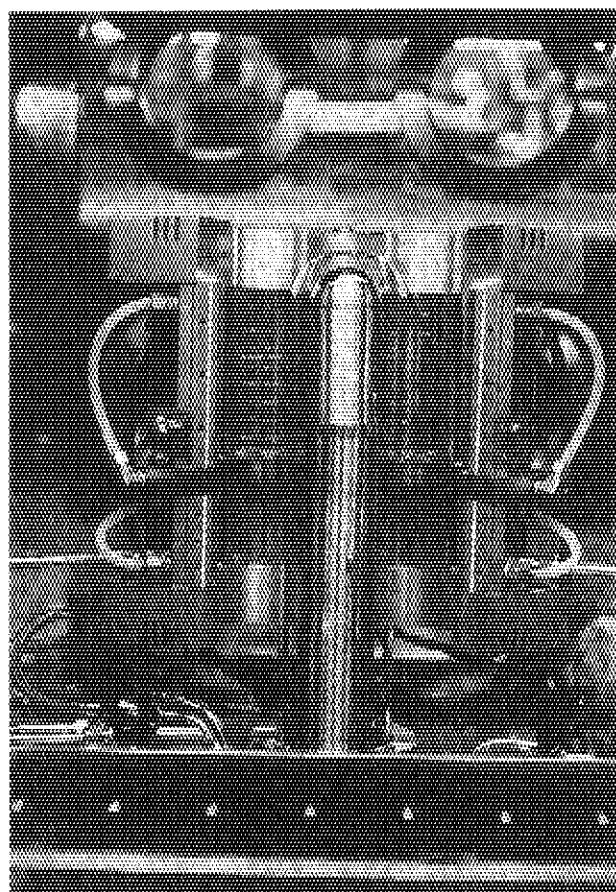


Photo. 4 Appearance of the cathode processor

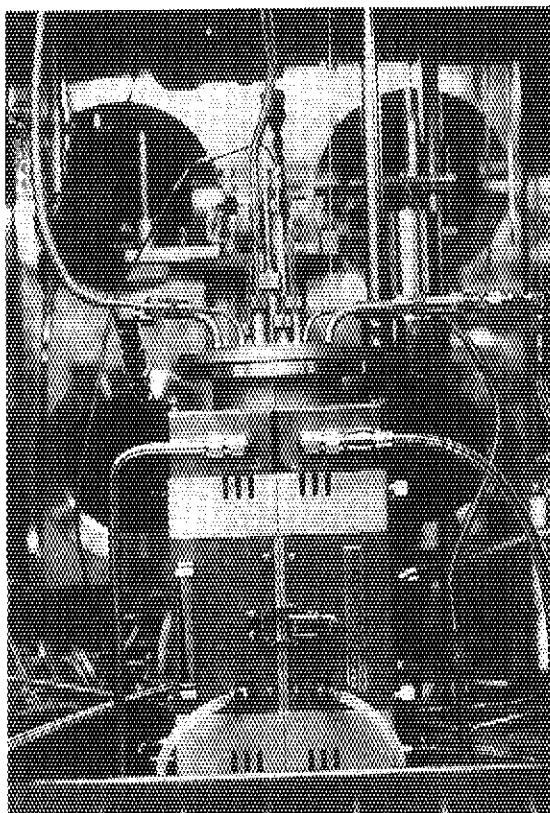


Photo. 5 Appearance of the electrolysis testing apparatus

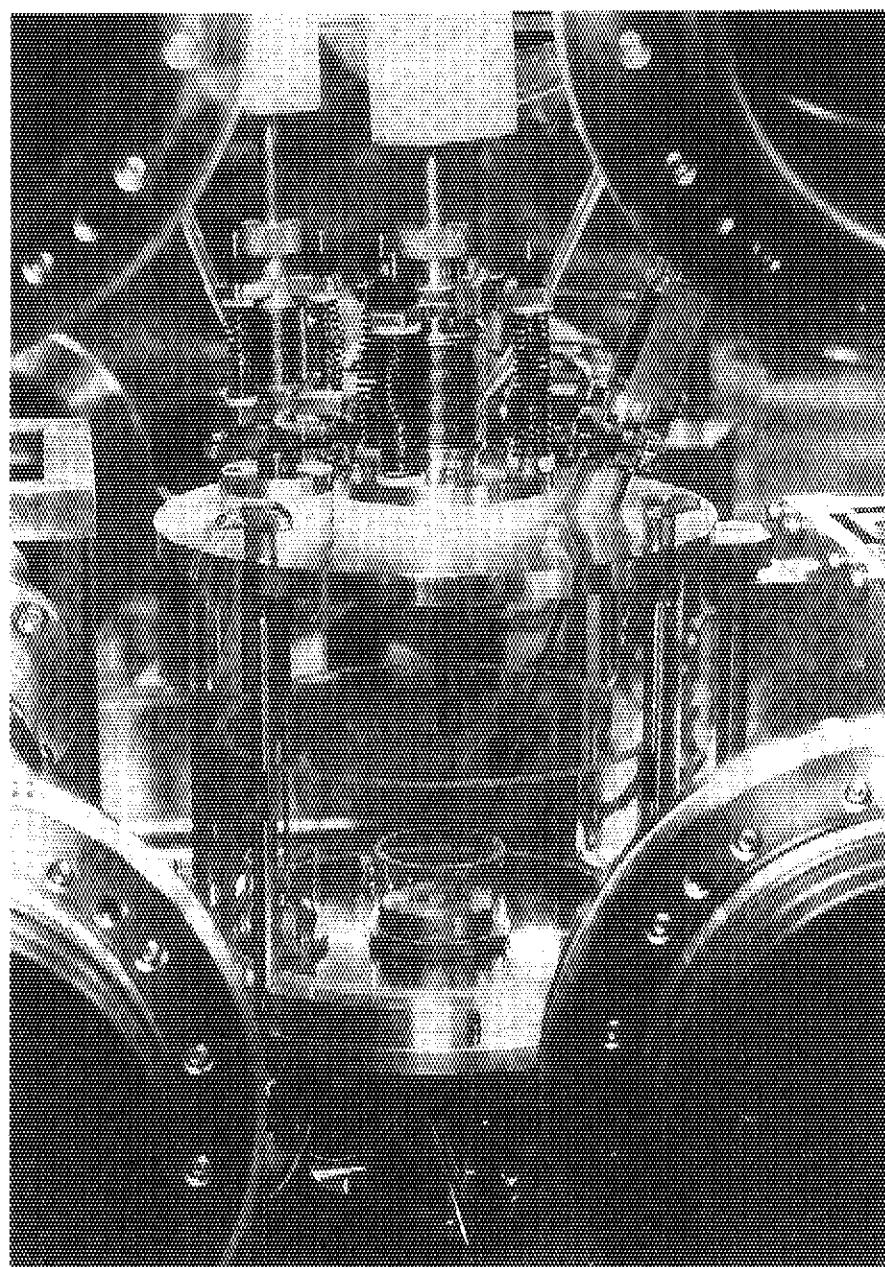


Photo. 6 Appearance of the arc furnace

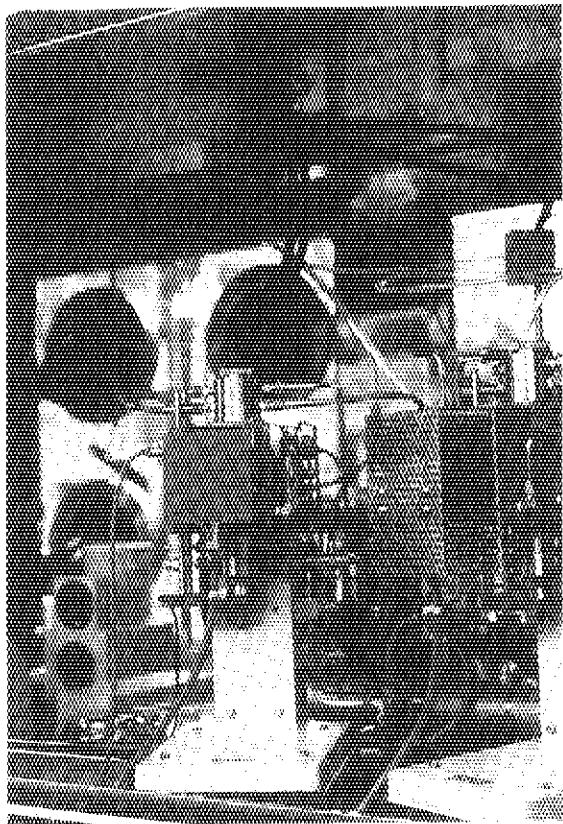


Photo. 7 Appearance of the heat-treatment furnaces

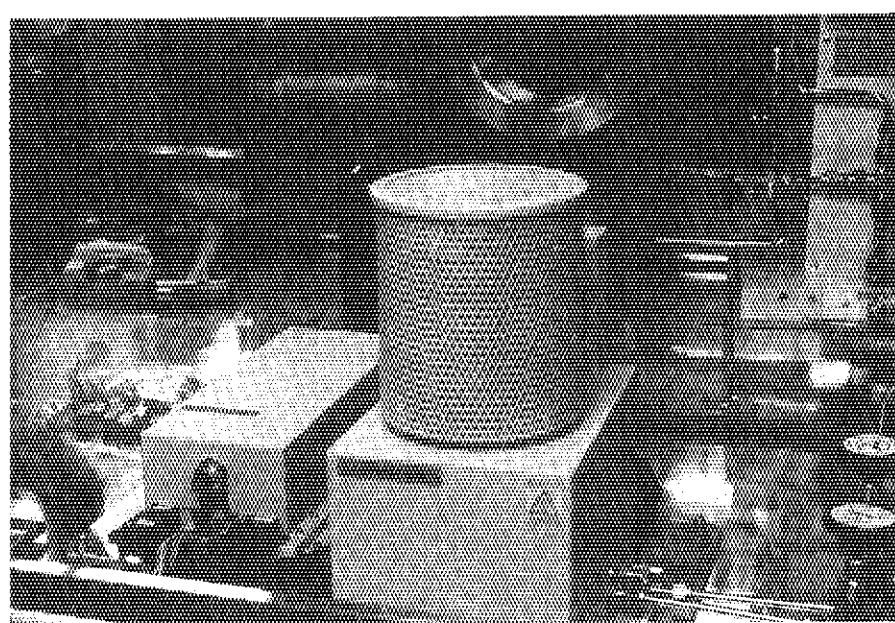


Photo. 8 Appearance of the differential scanning calorimeter