

JNC TJ8430 2004-001

振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(3)
-熱伝導度測定-

(核燃料サイクル開発機構 契約業務報告書)

2004年2月

ニュークリア・デベロップメント株式会社

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松 4 番地 4 9

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

電話:029-282-1122(代表)

ファックス:029-282-7980

電子メール:jserv@jnc.go.jp

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section,

Technology Management Division,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-Mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184, Japan

©核燃料サイクル開発機構

(Japan Nuclear Cycle Development Institute)

2004

振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(3)

－熱伝導度測定－

(核燃料サイクル開発機構 契約業務報告書)

水野峰雄※ 高阪裕二※ 小川伸太※

要旨

粒子焼結による振動充填燃料の熱伝導度向上効果を調べるため、粒子焼結体の熱伝導度測定方法の検討を進めている。平成13年度は、粒子焼結体の製作条件を把握するための粒子焼結試験を実施した。平成14年度は平板比較法熱伝導度測定装置を製作し、ヘリウム雰囲気下において、測定試料平均温度を800°C以上に昇温し、試料肉厚温度差を50°C～250°Cの範囲で任意に設定できる事を確認した。

本年度はクリープ試験装置により粒子ネック比を変えた粒子焼結体を作製した上、平板比較法熱伝導度測定装置を使用して熱伝導度を測定した。

標準試料(石英ガラス)による熱伝導度測定値の評価結果より、測定試料温度700°C以上では、試料外周方向への熱移動による測定誤差が大きくなることがわかった。しかし測定試料と標準試料の位置を交換した2回の熱伝導度測定平均値は文献値と温度範囲600～800°Cで良く一致することを確認した。

粒子焼結体の熱伝導度測定試験により、600～800°Cの温度範囲でネック比37%の熱伝導度は1.96～2.05W/(m·K)と、ネック比0%の1.74～1.76W/(m·K)に比較して約13～16%大きくなる結果を得た。また、He圧力を1atmから0.1atmに変化させた時の熱伝導度の変化率は、ネック比37%では約7%と、ネック比0%の約40%に比較して小さくなることを確認した。

粒子焼結体の熱伝導度測定における今後の課題として下記が挙げられる。

- ① 低粒子ネック比焼結データの拡充
- ② 粒子ネック比の評価手法の改良
- ③ 热伝導度測定温度範囲の拡大(試料平均温度1000°Cまでの測定及び熱損失抑制)

本報告書はニュークリア・デベロップメント(株)が核燃料サイクル開発機構との契約により実施した業務成果に関するものである。

機構担当課室： 東海事業所 環境保全・研究開発センター

先進リサイクル研究開発部 プルトニウム燃料開発グループ

※ ニュークリア・デベロップメント(株)

Thermal conductivity measurement of sintered Vibro-packed fuel (3)

— thermal conductivity measurement —

(Document Prepared by Other Organization, Based on the Contract)

Mineo Mizuno^{*}, Yuji Kosaka^{*}, Shinta Ogawa^{*}

Abstract

The measurement method of the thermal conductivity has been studied on the sintered UO₂ particles bed to investigate the necking effects on the thermal conductivity of the Vibro-packed fuel. In 2002, an experimental study was carried out in order to survey the sintering condition of UO₂ particles fuel bed. The thermal conductivity measurement apparatus was constructed based on the Plate Comparison Method in 2003. It was certified that the test sample could be heated up beyond 800°C and, the temperature difference of the sample in thickness direction could be controlled in a range of 50~250°C in He atmosphere at 1atm.

In this work, two disc shaped beds of UO₂ particles are sintered in the different conditions so as to make the difference of the necking ratios between the two beds. Thermal conductivity of the beds are measured using the thermal conductivity measurement apparatus.

The characteristics of the measurement apparatus are surveyed using quartz glass disc as a standard sample. The results indicate that the error of the thermal conductivity measurements become larger above 700°C of sample mean temperature. It is considered that the error is caused by heat loss from the sample in radial direction. However it is confirmed that a mean of two measured values which were measured by exchanging relative position (upper or lower) of the measured sample and the standard sample showed good agreement with the reference data in 600~800°C.

The experimental results show that the thermal conductivity of the sintered UO₂ particles bed of which the necking ratio is 37%, are in the range of 1.96~2.05W/(m·K) in the temperature region 600~800°C. These values are larger by 13~16% than the thermal conductivity (1.74~1.76W/(m·K)) of 0% necking ratio UO₂ particles bed.

Future tasks on the thermal conductivity measurement of the sintered UO₂ particles bed are proposed as follows,

- ① To expand the data base concerning to the relation between necking ratio and the displacement of Vibro-packed fuel layer thickness during sintering.
- ② To improve the evaluation method of the necking ratio of particles.
- ③ To improve the apparatus in order to measure the thermal conductivity of the sample in higher temperature region(up to 1000°C) and decrease of heat loss from the sample in radial direction.

This work was performed by NDC under contract with Japan Nuclear Cycle Development Institute.

JNC Liaison: Plutonium Fuel Technology Group, Advanced Fuel Recycle Technology Division,
Waste Management and Fuel Cycle Research Center, Tokai Works JNC

^{*} Nuclear Development Corporation.

目 次

1.はじめに.....	1
2.実施内容.....	1
2.1 試験用粒子の製造・検査.....	1
2.2 粒子焼結体の製作.....	2
2.2.1 試験装置.....	2
2.2.2 試験方法及び条件.....	2
2.3 粒子焼結体の検査.....	3
2.4 热伝導度測定試験.....	4
2.4.1 試験装置.....	4
2.4.2 試験方法及び条件.....	5
3.試験結果.....	19
3.1 試験用粒子の検査.....	19
3.1.1 SEM 外観.....	19
3.1.2 比表面積測定.....	19
3.1.3 O/U 比測定.....	19
3.1.4 液浸密度測定.....	19
3.2 粒子焼結体の製作.....	20
3.2.1 粒子充填高さ及び充填密度.....	20
3.2.2 粒子充填層温度履歴及び歪量.....	20
3.2.3 粒子焼結体焼結密度.....	20
3.2.4 粒子焼結体外観.....	20
3.3 粒子焼結体の検査.....	21
3.3.1 重量・寸法測定.....	21
3.3.2 粒子ネック比測定.....	21
3.4 热伝導度測定試験.....	22
3.4.1 試験の経緯.....	22
3.4.2 热電対指示温度確認試験.....	22
3.4.3 標準試料測定試験.....	23
3.4.4 粒子焼結体热伝導度測定試験.....	25

4. 考察	74
4.1 粒子焼結体ネック比について.....	74
4.2 標準試料の熱伝導度測定結果.....	74
4.3 粒子焼結体の熱伝導度測定結果.....	74
5. おわりに.....	75
5.1 粒子焼結体製作試験.....	75
5.2 热伝導度測定試験.....	75
5.3 今後の課題.....	76
6. 参考文献.....	77
添付資料	78

表目次

表 2.1-1 粒子焼結体製作用粒子仕様	7
表 2.2-1 クリープ試験機 装置仕様	8
表 2.2-2 热伝導度測定用粒子焼結体製作条件	9
表 2.4-1 平板比較法熱伝導度測定装置仕様	10
表 2.4-2 カオウール 1700HA ボード（断熱材）の熱伝導度	10
表 2.4-3 热伝導度測定試験マトリックス	11
表 2.4-4 標準試料による較正試験用試料一覧	12
表 2.4-5 石英ガラスの熱伝導度	13
表 3.1-1 粒子焼結体製作用 UO ₂ 粒子の製造時データ	26
表 3.2-1 粒子焼結体製作試験条件	26
表 3.2-2 粒子焼結体製作試験における歪量測定結果	27
表 3.2-3 粒子焼結体の厚さ及び重量測定結果	27
表 3.3-1 热伝導度測定用粒子焼結体の寸法・重量及び密度	28
表 3.3-2 粒子焼結体のネック比測定結果	28
表 3.4-1 热電対指示温度確認試験結果	29
表 3.4-2 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(1)	30
表 3.4-3 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(2)	31
表 3.4-4 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(3)	32
表 3.4-5 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(4)	33
表 3.4-6 UO ₂ 粒子焼結体①(ネック比 37 %)の熱伝導度測定結果(1)	34
表 3.4-7 UO ₂ 粒子焼結体①(ネック比 37 %)の熱伝導度測定結果(2)	35
表 3.4-8 UO ₂ 粒子焼結体②(ネック比 0 %)の熱伝導度測定結果(1)	36
表 3.4-9 UO ₂ 粒子焼結体②(ネック比 0 %)の熱伝導度測定結果(2)	37
表 3.4-10 標準試料の熱伝導度測定結果のまとめ	38
表 3.4-11 粒子焼結体の熱伝導度測定結果のまとめ	38

図目次

図 2.2-1 クリープ試験装置概念図	14
図 2.2-2 粒子焼結試験における試験体構造	15
図 2.2-3 粒子ネック比の焼きしまり歪量依存（評価モデルによる計算値）と 試験データの比較	16
図 2.4-1 平板比較法熱伝導測定装置構造	17
図 2.4-2 石英ガラスの熱伝導度の温度依存性	18
図 3.2-1 粒子焼結体①製作試験における温度履歴及び歪量変化	39
図 3.2-2 粒子焼結体製作試験における歪量変化の比較	40
図 3.2-3 粒子焼結体②製作試験における温度履歴	41
図 3.4-1 热電対指示温度確認試験における測温履歴	42
図 3.4-2 標準試料による較正試験における測温履歴(その1)	43
図 3.4-3 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(1)	44
図 3.4-4 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(2)	45
図 3.4-5 標準試料による較正試験における測温履歴(その2)	46
図 3.4-6 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定値の He 壓力依存(1)	47
図 3.4-7 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定値の He 壓力依存(2)	48
図 3.4-8 標準試料による較正試験における測温履歴(その3)	49
図 3.4-9 標準試料(石英ガラス)の He 壓力 0.1 atm における熱伝導度測定結果(1)	50
図 3.4-10 標準試料(石英ガラス)の He 壓力 0.1 atm における熱伝導度測定結果(2)	51
図 3.4-11 粒子焼結体熱伝導度測定試験(1)における測温履歴	52
図 3.4-12 粒子焼結体熱伝導度測定試験(2)における測温履歴	53
図 3.4-13 粒子焼結体①の熱伝導度測定結果	54
図 3.4-14 粒子焼結体熱伝導度測定試験(3)における測温履歴	55
図 3.4-15 粒子焼結体熱伝導度測定試験(4)における測温履歴	56
図 3.4-16 粒子焼結体②の熱伝導度測定結果	57
図 3.4-17 粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較(1)	58
図 3.4-18 粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較(2)	59

写真目次

写真 3.1-1 粒子焼結体製作用粒子の SEM 外観	60
写真 3.2-1 製作試験後の粒子焼結体①の外観(1)	61
写真 3.2-2 製作試験後の粒子焼結体①の外観(2)	61
写真 3.2-3 製作試験後の粒子焼結体①の外観(3)	62
写真 3.2-4 製作試験後の粒子焼結体①の外観(4)	62
写真 3.2-5 製作試験後の粒子焼結体②の外観(1)	63
写真 3.2-6 製作試験後の粒子焼結体②の外観(2)	63
写真 3.3-1 热伝導度測定試験後の粒子焼結体(縦断面)金相写真	64
写真 3.3-2 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(縦断面)金相写真(1)	65
写真 3.3-3 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(縦断面)金相写真(2)	66
写真 3.3-4 热伝導度測定試験後の粒子焼結体(横断面)金相写真	67
写真 3.3-5 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(横断面)金相写真(1)	68
写真 3.3-6 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(横断面)金相写真(2)	69
写真 3.4-1 粒子焼結体①(上側)热伝導度測定における試験体組立手順(1)	70
写真 3.4-2 粒子焼結体①(上側)热伝導度測定における試験体組立手順(2)	71
写真 3.4-3 粒子焼結体②(下側)热伝導度測定における試験体組立手順(1)	72
写真 3.4-4 粒子焼結体②(下側)热伝導度測定における試験体組立手順(2)	73

1. はじめに

粒子充填燃料は炉内において長時間高温に保たれるため、初期状態である点接触の状況から、焼結によって粒子間の接触面積が増え面接触の状態(粒子間ネッキングの状態)に移行する。燃料粒子と充填ガスの熱伝導度は前者の方が1桁ほど大きいため、粒子間ネッキングは燃料の実効的な熱伝導度を大きくし、燃料中心の温度を低下させる効果があると考えられる。

本熱伝導度測定試験においては粒子充填層のネッキングの状態が異なる試料を作製し、実効的な熱伝導度を測定することによりネッキングと熱伝導度の相関を求める。

しかしながら、焼結した充填体の熱伝導度測定手法は確立されたものではなく、測定対象に合わせて測定方法を検討する必要がある。本熱伝導度測定試験においては以下のよう開発要素がある。

- (1) ネッキングの異なる熱伝導度測定用試料調製が可能かどうか
- (2) ネッキングした充填体の熱伝導度測定が可能かどうか

そこで本研究では、試験を次の3段階に分けて実施することとした。

- (1) 热伝導度測定試料作製方法の検討
- (2) 粒子充填燃料焼結体の熱伝導度測定手法の検討
- (3) 粒子充填燃料焼結体の熱伝導度測定

本年度の試験では、これまで 2 年間の実施結果をふまえて、(3)の項目を二酸化ウラン(UO_2)球状粒子を用いて実施したものである。

2. 実施内容

2.1 試験用粒子の製造・検査

転動造粒法により仕様を 表 2.1-1 に示す試験用 UO_2 球状粒子を製造する。

また製造した試験用 UO_2 球状粒子について、以下の試験を実施する。

- ① SEM による外観観察
- ② ふるい分級
- ③ 比表面積測定
- ④ 液浸密度測定
- ⑤ O/M 比測定

これらの試験により、試験用粒子が表 2.1-1 に示した仕様を満足することを確認する。

2.2 粒子焼結体の製作

2.2.1 試験装置

粒子焼結試験には クリープ試験機を使用する。図 2.2-1 に測定原理図、表 2.2-1 に装置仕様を示す。 UO_2 球状粒子を充填する焼結試験治具の構造・寸法及び材質を 図 2.2-2 に示す。

2.2.2 試験方法及び条件

2.2 の粒子及び 2.2.1 に示した試験装置 を用いて粒子焼結体を製作する。

H13 年度に製作した粒子焼結体の焼きしまり歪量と粒子ネック比の関係¹⁾ と評価モデルによる計算値の比較を図 2.2-3 に示す。

H14 年度は H13 年度実施の試験で得られた焼きしまり歪量と粒子ネック比の関係を用いて粒子焼結体を製作し、熱伝導度測定試験後の検査により、図 2.2-3 中に示すようにほぼ目標どおりの粒子ネック比の焼結体が得られる事を確認した。

本年度は粒子焼結体熱伝導度の粒子ネック比依存性を調べるために、粒子ネック比の異なる粒子焼結体を2個製作した。H13 年度および H14 年度製作試料の粒子ネック比²⁾ は 38~41% であったが、ネッキングによる熱伝導度変化を把握する上でネック比の小さい領域における粒子焼結体熱伝導度が必要とされることより、本年度は粒子焼結体①(粒子ネック比 20~30%) および粒子焼結体②(粒子ネック比 20%以下) の 2 条件の粒子焼結体製作を目指した。

粒子焼結体製作条件を表 2.2-2 に示すが、図 2.2-3 の焼きしまり歪量と粒子ネック比の関係をふまえ、粒子焼結体①に対しては 2.5%に設定した。粒子焼結体②については、目標粒子ネック比を 0%とし、焼きしまり歪量を 0%に設定した。

粒子焼結体製作手順を以下に示す。

① 焼結試験治具への粒子充填

UO_2 球状粒子を焼結試験治具内(内径:30.1mm ϕ)に約 6mm の厚さとなる概算された 29g を充填し、充填高さが変化しなくなるまでタッピングを行い、充填高さ測定値(充填層体積)、粒子焼結密度、理論密度:10.96g/cm³より充填率を算出し、充填率が 60%以上である事を確認する。

② 焼結試験治具のセット

UO_2 球状粒子を充填した焼結試験治具をクリープ試験機にセットし、雰囲気を UO_2 の化学量論比が変化する事のない安全ガス(Ar-5%H₂)に置換し一定流量(~80cc/min)でガスフローさせる。

③ 昇温

焼結試験体を所定試験温度まで昇温する。試験温度は UO_2 ペレットの製造実績より、 UO_2 粒子の焼結を進行させる上で十分と考えられ、また装置の最高使用温度(1800°C)以下である 1700°C とする。試験温度における荷重負荷時間を正確に把握するため、試験体昇温中は荷重負荷用重錐を荷重除荷装置によりリフトアップする事により、試験体への荷重負荷を行わない。(昇温中の試験体負荷荷重は焼結試験体上面に置く治具重量:約 215g のみ。)

④ 荷重負荷

試験温度到達後、焼結試験体に所定の軸方向圧縮荷重を負荷し軸方向歪量を測定、記録する。初期負荷荷重は H13 年度試験結果(JNC TJ8440 2002-003)を参考に試験体への負荷応力が約 7MPa となる、500kg に設定する。

荷重負荷は、荷重除荷装置でリフトアップする事により除荷していた重錐を電動で低速で降下させる事により、焼結試験体に衝撃が加わらない様に行う。

⑤ 歪量変化測定

焼結試験では上記の試験温度、荷重条件下での粒子充填体高さ歪量の経時変化測定を、表 2.2-2 に示した焼きしまり歪量に到達するまで実施し、所定歪量到達後に荷重負荷を中止し、降温を開始する。

⑥ 焼結試験治具取出

室温までの試験体降温後、焼結試験治具をクリープ試験機から取出した上、焼結試験体を焼結試験治具より取り外す。

2.3 粒子焼結体の検査

2.2 で製作した粒子焼結体の外観観察で粒子脱落の有無、表面状態を確認した上、寸法測定を行い、焼結体厚さが 5 mm 以上である事を確認した。

また 2.4 の熱伝導度測定試験後に金相観察を行い、粒子の割れの有無、充填状態及び焼結状態の均一性を確認し、熱流方向に生じたネック比を測定した。

粒子ネック比を算出するための粒子直径は縦断面金相写真（上面近傍、中間、下面近傍、倍率 : $\times 50$ ）において最も焼結が進んだ粒子焼結部の粒子直径を使用する。焼結部の幅は上記焼結部を倍率: $\times 150$ で撮影した写真上で測定した。

粒子直径は片側の粒子が変形している場合には形状が円形に近い粒子、また大きさの異なる粒子が焼結している場合には大きい側の粒子について、焼結部を外した直交する 2 方向の直径測定値を平均して求めた。

2.4 热伝導度測定試験

2.4.1 試験装置

粒子焼結体の熱伝導度試験には平板比較法(定常法)による熱伝導度測定装置を使用する。装置構造を 図 2.4-1、装置仕様を 表 2.4-1 に示す。

昨年度の装置からの主な変更点としては、試料外周の断熱材スペーサ(カオウール)を 5~7 本の細長い板状から、内径 30mm、高さ約 20mm、肉厚約 3mm の円筒とした事が挙げられる。

本装置では雰囲気ガスの対流による熱の散逸を抑えるため、上部ヒーターを高温側、下部ヒーターを低温側とし、下部ヒーターの下方にはヒートシンクを設けた。また試料外側には試料径方向表面温度と同一温度に保つことにより径方向の熱移動を抑制するためのガードヒーターを設け、ガードヒーター内面に、ガードヒーター内面温度調整用の熱電対を装着した。ガードヒータには平成 14 年度の試験で使用したものの中 200V のものを使用する。断熱材には 1700°Cまでの耐熱性を有する、セラミック・ファイバー(カオウール 1700HA ボード)を使用した。断熱材熱伝導度(カタログ値)を表 2.4-2 に示すが、600~800°Cにおける熱伝導度は He ガス熱伝導度³⁾の約 1/3 となっている。

本装置では熱電対を中心部に装着した 3 枚の均熱板(Mo)の間に熱伝導既知試料(標準試料)及び測定試料を挟んで重ね、上下に設けた円板ヒーター及びヒートシンクにより試料平均温度及び肉厚温度差を調整しながら試料肉厚方向の定常熱流を作り出す。各熱電対指示温度(5 点)は測定時間 10 秒毎に、同時にデジタルレコーダーに記録した。

測定試料の熱伝導度は、標準試料の肉厚温度差、試料肉厚ならびに熱伝導度と測定試料の肉厚温度差、試料肉厚より下式で求められる。

$$k_2 = k_1 \times (L_2 / L_1) \times (\Delta T_1 / \Delta T_2) \quad (2.4-1)$$

但し、 k_1 : 標準試料の熱伝導度 (W/(cm·K))

k_2 : 測定試料の熱伝導度 (W/(cm·K))

L_1 : 標準試料肉厚 (cm)

L_2 : 測定試料肉厚 (cm)

ΔT_1 : 標準試料の肉厚方向温度差 (K)

ΔT_2 : 測定試料の肉厚方向温度差 (K)

2.4.2 試験方法及び条件

2.2 で作成した粒子焼結体試料の熱伝導度を測定する。

測定は温度 3 水準、温度差 3 水準、He ガス圧力 2 水準、試料位置 2 水準で合計 28 点測定する。試験マトリックスを 表 2.4-3 に示す。熱流方向及び熱流に垂直な平面上に生じた温度分布を計測し、試料内部に生じた温度分布を見積もる。また、熱伝導度測定時のヒータ電圧及び電流についても経時的に記録する。

試験に使用した較正用試料一覧を表 2.4-4 に示す。試験には熱伝導度既知の標準試料として、石英ガラス（高純度溶融石英ガラス、住金石英製）を直径 30mm φ、高さ 5mm の円板に加工したものを使用した。石英ガラスには熱輻射による熱移動を防止するため、上面および下面にグラファイト・コーティングを施した。石英ガラス熱伝導度の温度依存データ（メーカー測定値）を表 2.4-5 に示す。表 2.4-5 のデータは、800K における石英ガラスの熱伝導度文献値⁴⁾ 2.17 (W/(m·K)) に近い値となっている。表 2.4-5 のデータより作成した石英ガラス熱伝導度の温度依存式を以下に、またその温度依存性を 図 2.4-2 に示す。

$$k_G = 4.24 \times 10^{-7} \cdot T^2 + 8.49 \times 10^{-4} \cdot T + 1.40 \quad (2.4-2)$$

但し、 k_G : 石英ガラス熱伝導度 (W/(m·K))

T : 温度 (°C)

測定対象試料には、上記標準試料と同一材質および形状寸法の石英ガラスを使用した。

標準試料測定試験に使用している上側及び下側の2個の試料は同一材質及び寸法の石英ガラスであるので、1測定で測定試料／標準試料の位置関係を入れ替えた評価を行うことができる。

熱伝導度測定試験手順を以下に示す。

1) 热電対指示値の確認

標準試料及び測定試料をセットせずに測定系を加熱し、各熱電対の指示値を確認する。

2) 標準試料による較正

① 標準試料のセット

熱伝導度測定標準試料(石英ガラス)2 枚を熱伝導度測定装置試験体部の標準試料及び未知試料部に組込み、熱電対及びヒーター配線接続を確認する。

② 雰囲気置換

ベルジャーの蓋を閉め、真空ポンプによりベルジャー内を排気した上、He ガスで置換する。

③ プレートヒーター昇温

試験体部のプレートヒーター(上下)への通電加熱により試料平均温度及び肉厚温度差の制御条件を調べる。

④ 外周ヒーター昇温

外周ヒーター(ガードヒーター)への通電によりヒーター内面温度を上昇させ、未知試料の径方向 2 カ所に設けた熱電対により試料半径方向の温度差を実測し、半径方向熱損失の影響を評価する。

⑤ 未知試料に見立てた標準試料の平均温度及び肉厚温度差より実測された熱伝導度を文献値と比較し、本測定体系における固体試料の熱伝導度測定精度を評価する。

3) 粒子焼結体の熱伝導度測定

① 標準試料及び粒子焼結体のセット

熱伝導度測定用標準試料及び粒子焼結体を熱伝導度測定装置の試験体部に組込み、熱電対及びヒーター配線接続を確認する。

② 霧囲気置換

ベルジャーの蓋を閉め、真空ポンプによりベルジャー内を排気した上、He ガスで置換する。

③ ヒーター昇温

試験体部のプレートヒーター(上下)への通電加熱により試料平均温度及び肉厚温度差を所定の値とする。

④ ガードヒーター昇温

ガードヒーターへの通電によりガードヒーター内面温度を標準試料平均温度と粒子焼結体平均温度の中間温度とし、熱電対半径方向の熱損失を抑制する。

⑤ 定常状態での試験体内温度分布測定

試験体内の各熱電対指示値の変動幅が 1 分間に 1 °C 以内となった時点で定常状態に到達したものとし、熱電対指示値およびヒーター電圧／電流値を記録する。

表 2.1-1 粒子焼結体製作用粒子仕様

項目	仕様	備考
粒子径	10~1000 μm の範囲内で選択した 1 種類の平均粒子径に対して、粒径変動幅が 20%以内であること	ばらつきは可能な限り小さくする
密度	93%TD 以上	可能な限り密度の高いものを使用する
O/M 比	2.00±0.01	
粒子形状	粒子の長径と短径の比が 1.5 以内	可能な限り真球に近い粒子を使用する
粒子重量	約 60g	重量約 29g の粒子焼結体 2 個分

表 2.2-1 クリープ試験機 装置仕様

項目	仕様	備考
最大負荷容量	3000kg 縦型単テコ荷重式 レバー比 1:10	荷重精度：±0.5%
試料加熱方式	タンクステンヒーター抵抗 加熱	ヒーター出力：200V 40kW
試料最高加熱温度	1800°C	均熱性：軸方向 20mm の範囲で±20°C
試料加熱雰囲気	不活性ガス (Ar,N ₂ ,He), 安全ガス	ガス流量計目盛：10～ 100cc/min
炉内温度測定方式	熱電対 (W-W/Re) または 放射温度計 (DGS500 デジ スコーポー) 切替方式	試験温度が熱電対 (W-W/Re) の測温上限値 (~2300°C, 測温 精度：±1%) を上回る場合に 放射温度計 (測温範囲：600～ 3000°C) を使用。 炉内の均温性 (軸方向 20mm の範囲で±20°C以内) は、複数 (Max : 3 本) の熱電対により 測定。
試料温度制御方式	プログラム調節計 によるヒーター電力制御	サイリスタ電力調節器
変位測定装置	リニアゲージによる圧縮板 間距離測定方式	測定レンジ：0～±5mm, 0～±2mm, 0～±1mm, 0～±0.5mm の 4 段階 測定精度：レンジフルスケールの±1% (最小レンジで±10 μm)
試料温度及び変位記録 方法	チャートレコーダー	

表 2.2-2 热伝導度測定用粒子焼結体製作条件

項目	粒子充填量(g)	試験雰囲気及び流量 (cc/min)	試験温度 (°C)	初期負荷応力 (MPa)	ネック比(%)	目標焼きしまり歪量(%)	試験時間 (min)	備考
焼結体①	約 29	Ar+5%H ₂ 約 80	1700	7	約 20~30	2.5	—	
焼結体②	約 29	Ar+5%H ₂ 約 80	1700	0	0%	0.0	—	熱履歴を焼結体①と同等とする。
H13 年度製作 (予備試験)	約 24	Ar+5%H ₂ 約 80	1700	7	41	4.7	154	
H13 年度製作 (本試験)	約 24	Ar+5%H ₂ 約 80	1700	7	38	4.5	154	
H14 年度製作	約 29	Ar+5%H ₂ 約 80	1700	7	38	4.8	120	

表 2.4・1 平板比較法熱伝導度測定装置仕様

項目	仕様	備考
試料加熱方式	抵抗ヒーター加熱	試料上部／下部加熱ヒーター： 15V-300W、 ガードヒーター：100V-1kW
試料最高温度	~1000°C	測定試料を高温側に配置
試料加熱雰囲気	不活性ガス (Ar または He)	max 1 気圧
温度測定方式	熱電対 (PR13 : Pt-Pt/Rh)	熱電対数 (5 本)
試料温度制御方式	プログラム調節計 によるヒーター電力制御	サイリスタ電力調節器
試料温度記録方法	デジタルレコーダー	

表 2.4・2 カオウール 1700HA ボード(断熱材)の熱伝導度

温度 (°C)	熱伝導度(W/ (m · K))	備考
200	0.05	He ガス熱伝導度 ³⁾
600	0.10	800K-0.307 (W/m · K)
800	0.12	1000K-0.363 (W/m · K)
1000	0.15	
1200	0.17	

(600°C以下は、カオウールボード共通の熱伝導度)

表 2.4・3 热伝導度測定試験マトリックス

測定条件 No	試料	測定温度(°C)			温度差(°C)			He ガス圧 (atm)		測定試料位置		試験目的
		600 ^{*1}	700 ^{*1}	800 ^{*1}	10 ^{*1}	50	250 ^{*1}	1.0	0.01 ^{*1}	上側	下側	
1	標準試料	○			○			○		○		測定温度及び 温度差依存性確認
2		○				○		○		○		
3		○					○	○		○		
4			○		○			○		○		
5			○			○		○		○		
6		○				○	○			○		
7				○	○			○		○		
8				○		○		○		○		
9				○			○	○		○		
10		○			○			○	○			
11			○			○			○	○		
12				○	○				○	○		
13	ネック比 20~30% ^{*3}	○			○ ^{*2}		○		○			測定温度依存性
14			○			○ ^{*2}		○		○		
15				○		○ ^{*2}		○		○		
16		○				○ ^{*2}			○	○		(He ガス圧依存性)
17		○				○ ^{*2}		○			○	測定試料位置依存性確認
18			○			○ ^{*2}		○			○	
19				○		○ ^{*2}		○			○	
20		○			○ ^{*2}			○			○	(He ガス圧依存性)
21	ネック比 <20% ^{*3}	○			○ ^{*2}		○		○			測定温度依存性
22			○			○ ^{*2}		○		○		
23				○		○ ^{*2}		○		○		
24		○				○ ^{*2}			○	○		(He ガス圧依存性)
25		○				○ ^{*2}		○			○	測定試料位置依存性確認
26			○			○ ^{*2}		○			○	
27				○		○ ^{*2}		○			○	
28		○			○ ^{*2}			○			○	(He ガス圧依存性)

*1 暫定条件

*2 標準試料の測定結果をもとに決定する

*3 目標値

表 2.4-4 標準試料による較正試験用試料一覧

No	試料名	形状寸法	備考
1	石英ガラス①	30mmφ x 5mmt	測定試料 肉厚実測値 : 5.07mm
2	石英ガラス②	30mmφ x 5mmt	標準試料 肉厚実測値 : 5.09mm

表 2.4・5 石英ガラスの熱伝導度

温度(°C)	熱伝導度 (W/(m/K))
0	1.32
100	1.49
200	1.63
300	1.74
400	1.84
500	1.95
600	2.07
700	2.20
800	2.33
900	2.45
1000	2.58
1100	2.79
1200	3.16

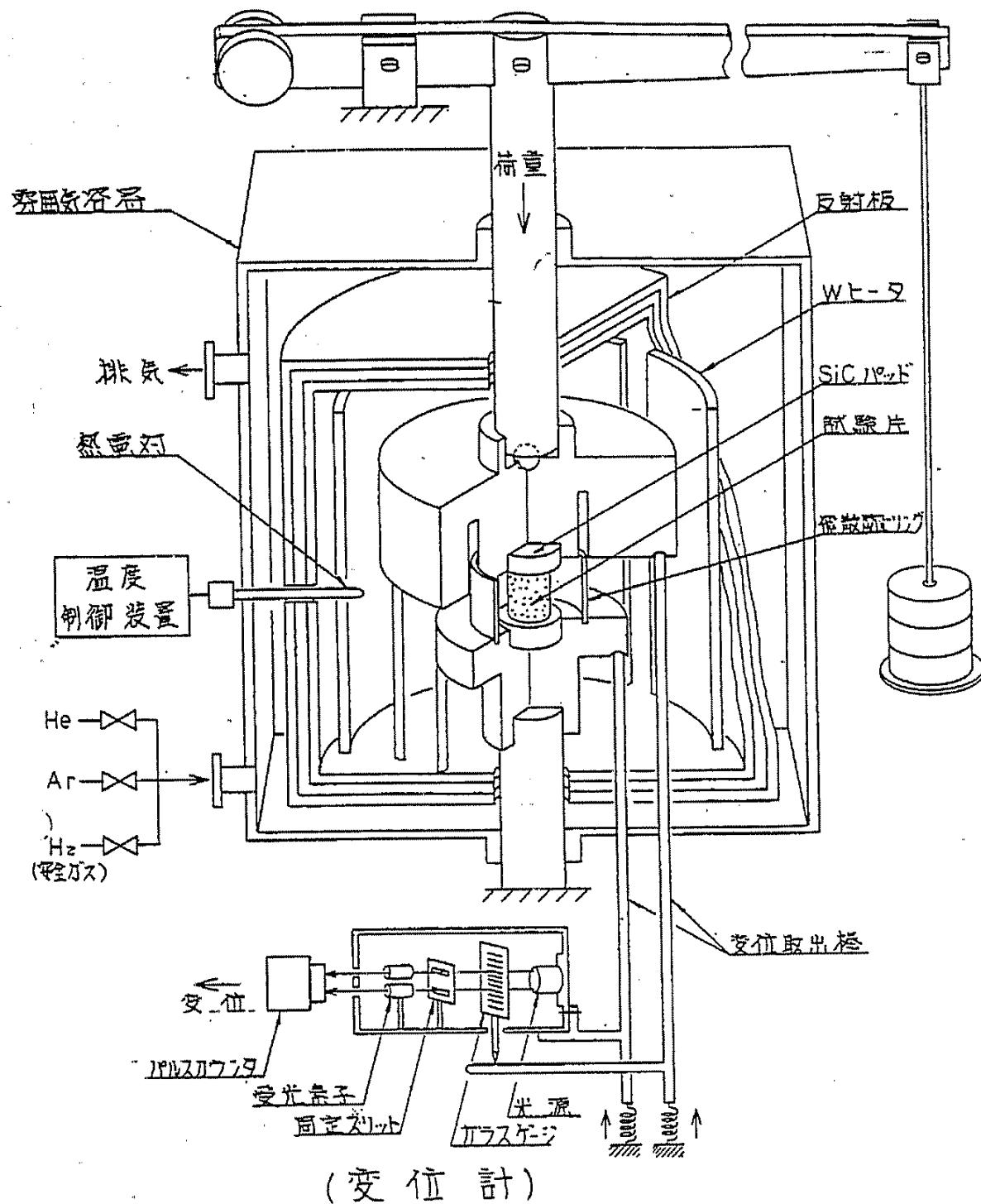
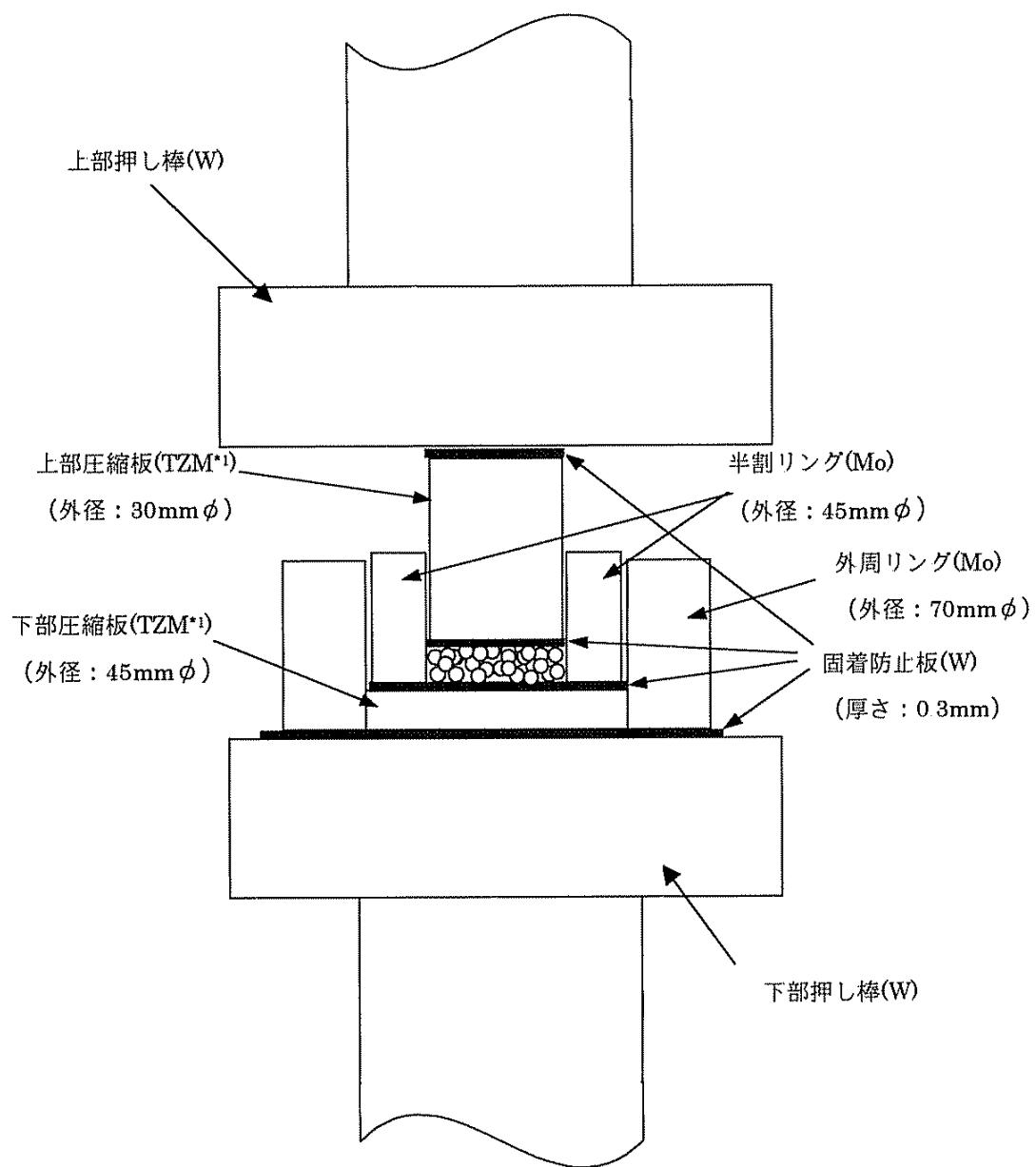


図 2.2-1 クリープ試験装置概念図



*1 Mo に 0.5 wt% Ti、0.08 wt% Zr を添加した固溶強化型 Mo

図 2.2-2 粒子焼結試験における試験体構造

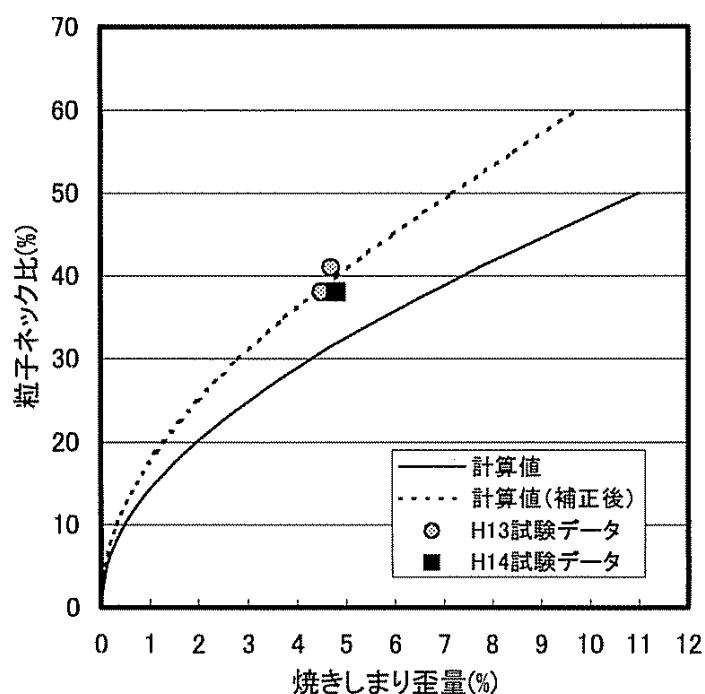


図 2.2-3 粒子ネック比の焼きしまり歪量依存（評価モデルによる計算値）と
試験データの比較

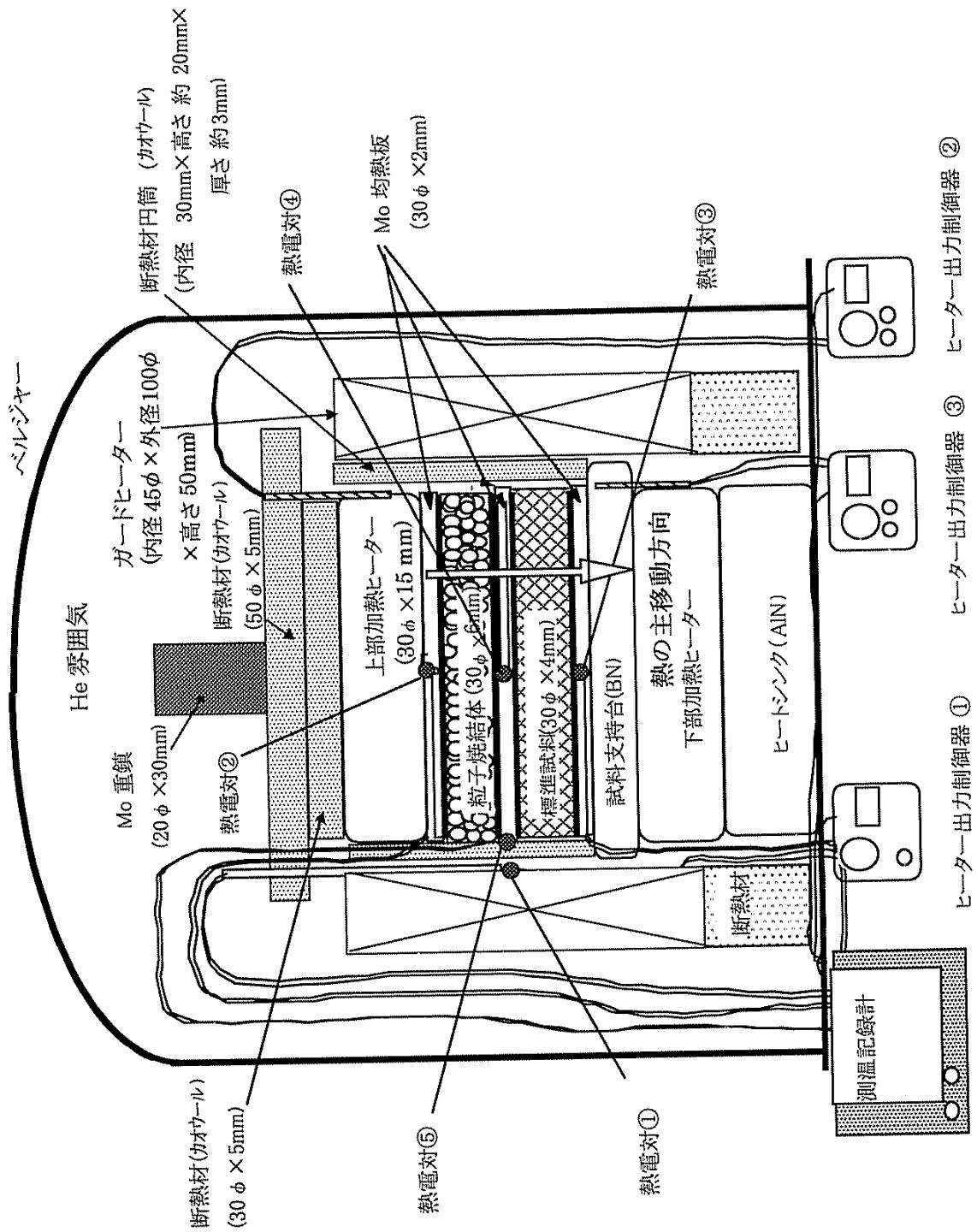


図 2.4-1 平板比較法熱伝導度測定装置構造

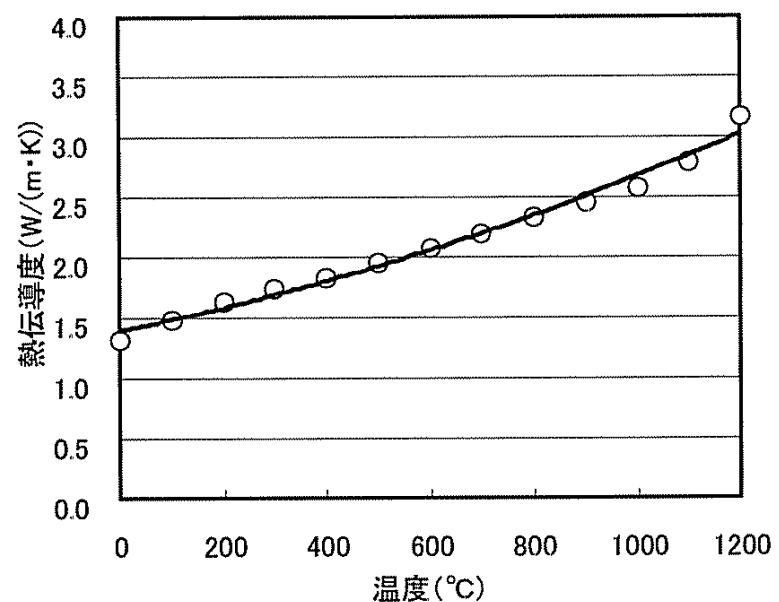


図 2.4-2 石英ガラスの熱伝導度の温度依存性

3. 試験結果

3.1 試験用粒子の製造・検査

転動造粒法で作製した UO_2 粒子のふるい分級により、粒子焼結体製作用に粒径範囲:500~600 μm (中間粒径:550 μm)の粒子を採取し、下記製造時データを取得した。

3.1.1 SEM 外観

粒径範囲: 500~600 μm のふるい分級後の UO_2 粒子(16 個)の倍率:20 倍での SEM 外観写真を 写真 3.1-1 に示す。写真 3.1-1 では、粒子形状は真球とはかなり異なるが、長径と短径の比は 1.5 倍以内にあるものと判定される。

3.1.2 比表面積測定

比表面積(BET)測定装置を使用して粒子約 29g での比表面積測定を実施し、粒子比表面積として 0.006 m^2/g を得た。(H14 年度粒子焼結体製作使用粒子(粒径:500~600 μm)の比表面積 0.006 m^2/g)

3.1.3 O/U 比測定

酸化重量法により、粒子焼結体製作に使用する粒子の O/U 比として 2.00 を得た。

3.1.4 液浸密度測定

粒子約 29g の液浸密度測定値は 94.85%TD であり、目標とした 93%TD 以上である事を確認した。

上記データは表 3.1-1 にまとめた。

3.2 粒子焼結体の製作

3.2.1 粒子充填高さ及び充填密度

表 3.2-1 に粒子焼結体製作用粒子を焼結治具内に充填し、タッピング(60 回)による充填高さ安定後の粒子充填高さ測定値及び粒子重量から求めた粒子充填率を示す。粒子充填率は粒子焼結体①(62.6%) 及び粒子焼結体②(63.4%) と計算され、H13 年度予備試験(63.5%) 及び H14 年度製作試験(60.5%) におけるものとほぼ同等であった。

3.2.2 粒子充填層温度履歴及び歪量

(粒子焼結体①)

粒子焼結体①製作試験(粒子充填量: 29.0g)における粒子充填層の温度履歴及び歪量変化を図 3.2-1 に示す。図 3.2-1 では荷重負荷時の歪量は 0.32mm(5.1%) と H14 年度粒子焼結体製作試験における 0.31mm(4.8%) と同等であった。本試験と H14 年度の粒子焼結体製作試験における歪量変化の比較を図 3.2-2 に示す。

粒子焼結体①製作試験では、初期歪発生終了後の焼きしまり歪量が 2.5% に到達するまでに要した時間は約 30 分であった。

(粒子焼結体②)

粒子焼結体②製作試験では、荷重負荷は行わずに熱処理条件を粒子焼結体①と同一の 1700°C – 30 分とした。図 3.2-3 温度履歴を示す。

粒子焼結体製作試験における歪量測定記録より求めた、荷重負荷時初期歪量、焼きしまり歪量、全歪量を表 3.2-2 にまとめた。

3.2.3 粒子焼結体焼結密度

表 3.2-3 に粒子焼結体製作試験で製作された粒子焼結体の厚さ、重量ならびにこれらの寸法・重量測定値を使用して求めた焼結体密度を示す。粒子焼結体①の焼結体密度は 63.8%TD となり、H14 年度製作の粒子焼結体の 63.0%TD と同等であることを確認したが、粒子焼結体②については粒子間焼結は認められず、目標どおりネック比 0 の粒子として回収した。

3.2.4 粒子焼結体外観

(粒子焼結体①)

粒子焼結体①製作試験後に粒子充填層外周のダイスを取り外した状態の充填層外観を写真 3.2-1 に示す。ダイス取り外し時に充填層表面から分離脱落する粒子は粒子への径方向圧縮荷重が小さくなる充填層側面のダイス隙間部に面する部分に限られ、脱落粒子重量は 0.26g と充填粒子重量の 0.9% であった。粒子焼結体側面を写真 3.2-2 に示すが、写真 3.2-2 から粒子焼結体が約 12 層の粒子で構成されているのが確認された。写真 3.2-3 及び写真 3.2-4 にそれぞ

れ直上方向から見た粒子焼結体の上面及び下面外観を示すが、上面及び下面では特に差違は認められなかった。

(粒子焼結体②)

試験後の上部圧縮版を取り除いた状態での粒子充填層外観を写真 3.2-5 に示す。この状態では充填層上面は平面形状を保っていたが、充填層周囲のダイスを取り外すと写真 3.2-6 に示すように充填層は完全に崩れ、粒子間固着も認められなかつたため、本試験では粒子間ネックイングは生じなかつたものと判定された。

3.3 粒子焼結体の検査

3.3.1 重量・寸法測定

熱伝導度測定試験用粒子焼結体の重量および寸法測定結果を表 3.3-1 に示す。粒子焼結体①の厚さは 5.79mm と 5mm 以上であることを確認した。断熱材容器内の粒子充填層厚さ及び重量より求めた粒子焼結体②の充填率は 60.0～62.8% の値となつた。

3.3.2 粒子ネック比測定

熱伝導度測定試験後の粒子焼結体の断面金相写真を写真 3.3-1～3.3-6 に示す。粒子ネック比を算出するための粒子直径は写真 3.3-2 の縦断面（上面近傍、中間、下面近傍、倍率：x50）及び写真 3.3-5 の横断面（外周、中間、中心、倍率：x50）において最も焼結が進んだ粒子焼結部の粒子（写真中に番号で示す）直径より求めた。焼結部の幅は上記焼結部を倍率:x150 で撮影した、写真 3.3-3（縦断面、上面近傍、中間、下面近傍）及び写真 3.3-6（横断面、外周、中間、中心）より測定した。横断面の焼結体肉厚方向位置は上面より約 3mm（肉厚中心近傍）である。

粒子直径は片側の粒子が変形している場合には形状が円形に近い粒子について、焼結部を外した直交する 2 方向の直径測定値を平均してもとめた。粒子焼結部のネック比測定結果（焼結部長さ／粒子直径）を表 3.3-2 に示した。

表 3.3-2 では粒子間焼結部ネック比は負荷応力が異なる縦断面と横断面でネック比が（縦断面：37%、横断面：28%）と大きく異なり、肉厚方向熱伝導への影響が大きいと考えられる縦断面ネック比については H14 年度製作の粒子焼結体のもの（38%）と大きな差異はなかつた。

3.4 热伝導度測定試験

3.4.1 試験の経緯

先行試験として熱電対指示値確認試験及び表 2.4-2 の測定試験マトリックスにおける低圧力側での He ガス圧(1条件)を決定するための試験を実施した。

熱電対指示値確認試験では熱電対(5本)の指示温度の差違を調べるために、標準試料及び測定試料をセットせずに、1atmHe 中でプレートヒーター(上下)及びガードヒーターを等温条件で昇温させる試験を行った。

目標温度は熱伝導度測定で予定されている測定試料肉厚平均温度が最高で 800°C であるため、300°C、600°C、800°C の 3 条件とした。試験ではプレートヒーター(上下)及びガードヒーター設定値をこれらの目標温度とし、定常(1分間の温度変化が±1°C 以内)となった時点まで保持した後、設定値を次の目標温度に変更した。試験中の各熱電対指示温度はデジタルレコーダーにより記録した。

表 2.4-2 の測定試験マトリックスでは試料部肉厚温度差(標準試料+測定試料合計)のノミナル値を50°Cとし、その影響を調べるため小さい側を 10°C、大きい側を 250°C に設定した。しかし試料肉厚温度差条件250°Cではガードヒーター設定温度を試料部平均温度とすると、下部試料へのガードヒーターからの入熱量が大きくなり、下部ヒートシンクによる除熱能力が不足し、試料肉厚温度差 250°C が得られない事が判った。そこで試料肉厚温度差 250°C の条件ではガードヒーター設定温度を試料部下面温度に設定して試料部への入熱量を抑制し、熱伝導度測定値への影響を調べた。なお標準試料測定試験に使用している上側及び下側の2個の試料は同一材質及び寸法の石英ガラスであるので、1測定で測定試料／標準試料の位置関係を入れ替えた評価を行った。

粒子焼結体には本年度ネック比を変えて製作した2個の焼結体を使用した。その中1個は断熱材で製作した測定容器内の Mo 製均熱板の間にネック比 0% の粒子を充填したものである。

熱伝導度測定試験における測定記録は添付資料に示した。

3.4.2 热電対指示値確認試験

図 3.4-1 に熱電対指示値確認試験における各熱電対指示値の経時変化を示す。本測定体系では昇温開始後、約 5 分と短時間で目標温度近傍に到達し、12~13 分で定常状態となった。スタート時(室温)と目標温度における各熱電対指示温度(定常と判定される直前1分間の平均値)を表5 にまとめた。表 3.4-1 より、300°C 以上の目標温度における各熱電対指示温度差最大は、300°C で 1.1°C、600°C で 2.3°C、800°C で 1.8°C と特に高温側で大きくなる傾向は認められなかった。指示温度5点の平均値の目標温度からの偏差は何れも±1°C 以内となっており、試料温度制御の精度は十分と考えられる。

3.4.3 標準試料測定試験

(試料平均温度及び試料部肉厚温度差の影響)

熱伝導度測定値に対する測定試料平均温度及び試料部肉厚温度差の影響を調べるための試験 S1～S9 の試験結果を 表 3.4・2 及び表 3.4・3 に示す。表 3.4・2 は測定試料を上側試料、表 3.4・3 は下側試料とした場合の測定値である。図 3.4・2 に S1～S9 における測温記録を示す。

図 3.4・3 に測定試料を上側試料とした場合の、S1～S9 における熱伝導度測定値の測定試料平均温度依存を示す。肉厚温度差 50°C では、本試験で使用した3条件の中では最も石英ガラス熱伝導度に近い測定値が得られている。試料平均温度 800°C で石英ガラス熱伝導度からの乖離が大きくなっているが、これは試料平均温度が高温となると上側試料から外周部への熱移動(ヒートロス)の影響が大きくなるためと考えられる。

肉厚温度差 250°C における熱伝導度測定値は 600°C～800°C で石英ガラス熱伝導度に対し 12～14% 低めの値となっている。この原因としてはガードヒーター内面温度(TC1)を下部均熱板温度に設定したことにより、高温側の上側試料(測定試料)の方が下側試料(標準試料)と比較してガードヒーター内面温度との差が大きくなり、その結果外周部への熱移動量(ヒートロス)が大きくなつたことが考えられる。

肉厚温度差 10°C では熱伝導度測定値は測定試料平均温度の上昇とともに大きく下降し、石英ガラス熱伝導度からの乖離も大きくなっているが、これは測定試料及び標準試料の肉厚温度差がそれぞれ約 5°C と小さいために、熱伝導度測定値に対する熱電対指示温度のバラつきや上側試料からのヒートロスの影響が大きくなるためと考えられる。

比較のため測定試料を上側及び下側試料とみなした場合の熱伝導度測定値及び両者の平均値を 図 3.4・4 に示した。図 3.4・4 では肉厚温度差 50°C 及び 250°C の条件では測定試料を上側及び下側試料とみなした場合の熱伝導度測定値は石英ガラス熱伝導度に対して大小関係がほぼ対称となっているが、肉厚温度差 10°C の条件では極端に非対称となっている。これは肉厚温度差 50°C 及び 250°C の条件では熱伝導度測定値の誤差の主因が試料外周方向への熱移動であるのに対し、肉厚温度差 10°C の条件では、試料温度差が小さいことにより、熱伝導度測定値に対する熱電対指示温度のばらつき、ヒートロス等の外乱要因の影響が大きくなるという別の要因が測定誤算の主因となっているためと考えられる。

上記結果より粒子焼結体熱伝導度測定における試料部肉厚温度差条件として本試験で測定した3条件の中では最も石英ガラス熱伝導度に近い測定値が得られている 50°C を選定した。

(He 壓力)

低圧力側での He 壓力条件(1条件)を決定するための先行試験として実施した測定 No T4～T9 の試験結果を 表 3.4・2 及び 表 3.4・3 に示す。表 3.4・2 は測定試料を上側試料、表 3.4・3 は下側試料とした場合の測定値である。T4～T9 における測温記録を 図 3.4・5 に示すが、当初予定していた He 壓力 0.01atm では試料肉厚温度差 50°C の条件でも試験体下部ヒートシンクによる除熱

能力が不足し、所定の肉厚温度差が得られないことが判った。これは He 圧力の降下によりヒートシンクを構成する部材間のギャップ熱伝達率が降下したためと推定される。

そこでガードヒーター内面温度(TC1)を下部均熱板温度に設定した状態で He 圧力を 0.01, 0.1, 0.3 並びに 1.0atm と増大させながら熱伝導度を測定したところ、図 3.4・6 に示すように He 圧力 0.1atm～1atm ではほぼ一定の熱伝導度を示すことが判った。図 3.4・6 で He 圧力 0.1atm～1atm における熱伝導度測定値は石英ガラス熱伝導度を約 20% 下回っているが、He 圧力 1atm でガードヒーター内面温度を試料部平均温度に変更した条件での測定値は石英ガラス熱伝導度と一致したことより、これはガードヒーター内面温度を下部均熱板温度に設定した影響によるものと考えられる。

比較のため測定試料を上側及び下側試料とみなした場合の熱伝導度測定値及び両者の平均値を 図 3.4・7 に示した。図 3.4・7 では He 圧力 0.1atm 以上では測定試料を上側及び下側試料とみなした場合の熱伝導度測定値は石英ガラス熱伝導度に対して上下にほぼ対称の関係にあるが、0.01atm では非対称となっている。これは、He 圧力 0.1atm 以上では熱伝導度測定値と石英ガラス熱伝導度の差違の主因が試料外周方向への熱移動であるのに対し、0.01atm ではヒートシンク部材間のギャップ熱伝達率降下等、異なる要因によるものであることを示している。

上記結果より、低圧力側での He 圧力条件として 0.1 atm を選定した。

He 圧力 0.1atm での標準試料測定試験 S10～S12 の試験結果を 表 3.4・4 及び表 3.4・5 に、測温記録を 図 3.4・8 に示す。S10～S12 における熱伝導度測定値の測定試料平均温度依存を 図 3.4・9 に示す。表 3.4・4 は測定試料を上側試料、表 3.4・5 は下側試料とした場合の測定値である。図 3.4・9 では測定試料平均温度が高くなると熱伝導度測定値と石英ガラス熱伝導度の差違が大きくなる傾向が認められる。測定試料を上側及び下側試料とみなした場合の熱伝導度測定値及び両者の平均値を 図 3.4・10 に示す。両者は石英ガラス熱伝導度度に対して上下にほぼ対称となっており、本測定条件における熱伝導度測定値の誤差の主因は試料外周方向への熱移動と考えられる。標準試料の熱伝導度測定結果は表 3.4・10 にまとめた。

3.4.4 粒子焼結体熱伝導度測定試験

(粒子焼結体①(ネック比 37%))

粒子焼結体①を上側試料、標準試料を下側試料とした測定試験 U1～U4 の試験結果を表 3.4-6 に示す。U1～U4 における測温記録を 図 3.4-11 に示した。

また粒子焼結体①を下側試料、標準試料を上側試料した測定試験 U5～U8 の試験結果を表 3.4-7 に、測温記録を 図 3.4-12 に示した。粒子焼結体①を上側試料とした測定試験における試験体組立手順を写真 3.4-1 及び写真 3.4-2 に示す。

上記の測定試験 U1～U4 及び U5～U8 における熱伝導度測定値及び上側／下側測定平均値の比較を図 3.4-13 に示した。図 3.4-13 では、粒子焼結体を上側とした場合と下側とした場合の熱伝導度測定値は熱伝導度大小方向に対称の関係となっていることから、測定誤差の主因は試料外周方向の熱移動と考えられる。粒子焼結体①では He 壓力が 0.1atm となることによる熱伝導度の変化は 10%程度と小さいことが判った。

(粒子焼結体②(ネック比 0%))

粒子焼結体②を上側試料とした測定試験 U9～U12 及び下側試料とした測定試験 U13～U16 の試験結果をそれぞれ 表 3.4-8 及び表 3.4-9 に示す。これらの試験における測温記録を 図 3.4-14 ～ 図 3.4-15 に示す。粒子焼結体②を下側試料とした測定試験における試験体組立手順を写真 3.4-3 及び写真 3.4-4 に示す。

粒子焼結体②を上側及び下側試料とした熱伝導度測定値及びその平均値の比較を 図 3.4-16 に示した。図 3.4-16 では粒子焼結体②を上側とした場合と下側とした場合の熱伝導度測定値は粒子焼結体①の測定結果と同様に熱伝導度大小方向に対称の関係となっていることが判る。図 3.4-16 より粒子焼結体②の He 壓力変化による熱伝導度測定値の差違(約 40%)は粒子焼結体①におけるもの(約 7%)に比較して大きいが、その原因はネック比の差違の影響、即ち He 壓力が低下することによる粒子間接触熱抵抗の変化は、ネック比が小さいほど大きくなることが考えられる。

粒子焼結体①と粒子焼結体②の熱伝導度測定値の上側／下側平均値の比較を 図 3.4-17 に示す。

図 3.4-17 では粒子焼結体②の He 壓力 1atm における熱伝導度は粒子焼結体①のものに比較して、測定試料平均温度 600°C～800°C で約 13～16% 低い値となっており、これは粒子焼結体②のネック比が粒子焼結体①に比して小さいことによると考えられる。

また粒子焼結体①と粒子焼結体②を上側試料とした場合の熱伝導度測定値と H14 年度の粒子焼結体(ネック比 40%、上側試料)測定値の比較を 図 3.4-18 に示す。

図 3.4-18 では、H14 年度の粒子焼結体熱伝導度は今回測定値に比して同等若しくは低めの値となっており、H14 年度と本年度測定データ間での明瞭なネック比依存性は認められなかった。その原因として推定ではあるが、H14 年度測定と本年度測定で試料外周部の断熱材の形状、配置の差違が影響していることが考えられる。粒子焼結体の熱伝導度測定結果は表 3.3-11 にまとめた。

表 3.1-1 粒子焼結体製作用 UO₂粒子の製造時データ

試験名	製造粒子重量 (g)	粒径範囲 (μm)	比表面積 (m ² /g)	O/M (-)	液浸密度 (%TD)
粒子焼結体製作	約 90	500~600	0.006	2.00	94.85

表 3.2-1 粒子焼結体製作試験条件

試験名	温度—荷重負荷条件					粒子充填条件		
	試験温度 (°C)	目標焼き しまり歪量 (%)	試験 時間 (min)	負荷荷 重 (kg)	負荷応力 (MPa)	充填量 (g)	充填層 厚 (mm)	充填率 (%)
粒子焼結体 ①	1700	約 2.5	30	500	6.93 ^{*1}	29.0	6.30	62.6 ^{*2}
粒子焼結体 ②	1700	0	30	0.0	0.0	29.0	6.22	63.4 ^{*2}
備考	*粒子充填後のタッピングは充填層厚が安定する 60 回とした。 *試験雰囲気は Ar+5%H ₂ フロー(約 80mL/min) *1 負荷荷重／上部圧縮板断面積: 7.07cm ² より計算 *2 UO ₂ 理論密度 10.96 g/cm ³ 、粒子焼結密度 94.85 %TD を使用して計算							

表 3.2・2 粒子焼結体製作試験における歪量測定結果

試験名	試験時 間	負荷 荷重	負荷 応力	初期 充填 層厚	荷重負荷時 初期歪量		荷重除荷時ま での総歪量		荷重除荷時まで の焼きしまり歪量	
	(min)	(kg)	(MPa)	(mm)	(mm)	(%)	(mm)	(%)	(mm)	(%)
粒子焼結体①	30	500	6.93	6.30	0.32	5.1	0.48	7.6	0.16	2.5
粒子焼結体②	30	0	0.0	6.22	0	0	0	0	0	0

表 3.2・3 粒子焼結体の厚さ及び重量測定結果

試験名	初期充填層厚 (mm)	焼結後の 粒子焼結体厚さ (mm)	重量 (g)	焼結体密度 (%TD)
粒子焼結体①	6.30	5.79	28.60	63.8*
粒子焼結体②	6.22	6.18	28.96	焼結せず

* 重量 (28.60g) / 体積 ($1.5^2 \times \pi \times 0.579 \text{ cm}^3$) / 理論密度 (10.96g/cm³) × 100 = 63.8%TD

表 3.3-1 热伝導度測定用粒子焼結体の寸法・重量及び密度

項目	粒子充填層厚さ(mm)	粒子焼結体厚さ(mm)	焼結体(粒子)重量(g)	焼結体密度(%TD)	粒子充填率(%)
粒子焼結体①	6.10	5.79	28.60	68.8	—
粒子焼結体② (上側装荷時)	5.52	—	27.14	—	62.7 ^{*1}
粒子焼結体② (下側装荷時)	5.85	—	27.55	—	60.0 ^{*1}

*1 粒子充填率：粒子焼結体②の断熱材容器内径 3.10cm、粒子焼結体密度 94.85%TD、

UO₂理論密度 10.96 g/cm³を使用して下式により計算

$$\text{粒子焼結体②(上側)} \quad 27.14g / (1.55^2 \times \pi \times 0.552\text{cm}^3) / (10.96\text{g/cm}^3 \times 0.9485) \times 100 = 62.7\%$$

$$\text{粒子焼結体②(下側)} \quad 27.55g / (1.55^2 \times \pi \times 0.585\text{cm}^3) / (10.96\text{g/cm}^3 \times 0.9485) \times 100 = 60.0\%$$

表 3.3-2 粒子焼結体のネック比測定結果

試験名	試験時間(min)	負荷応力(MPa)	粒子間焼結幅最大(μm)				粒子直径(μm)				ネック比(%)			
			縦断面		横断面		縦断面		横断面		縦断面		横断面	
粒子焼結体製作	120	7.0	上面	200	外周	110	上面 粒子①	560	外周 粒子④	450	上面	36	外周	24
			中間	200	中間	180	中間 粒子②	490	中間 粒子⑤	540	中間	41	中間	33
			下面	180	中心	150	下面 粒子③	510	中心 粒子⑥	530	下面	35	中心	28
											平均	37±2.6*	平均	28±3.7*

* 3データの標準偏差

表 3.4-1 熱電対指示温度確認試験結果

H16.1.23

測定 No	He圧力 (atm)	材質なし	肉厚 (mm)	材質測定なし	肉厚 (mm)												備考		
					①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬		
					下部 標準 材質 なし	上部 標準 材質 なし	下部 標準 材質 なし	上部 標準 材質 なし	中間 標準 材質 なし	中間 標準 材質 なし	中間 標準 材質 なし	中間 標準 材質 なし	中間 標準 材質 なし	測定十 標準 試料 平均 温度 (℃)	測定十 標準 試料 平均 温度 (℃)	測定十 標準 試料 平均 温度 (℃)	測定十 標準 試料 平均 温度 (℃)		
					自標(測 定試料 標準 試料 厚さ 差) (℃)														
T1	1	300	0	TC1	300	299.6	299.3	299.1	300.2	299.7	299.7	299.7	299.7	299.7	299.7	-1.0	1.1	299.6	0.4
T2	1	600	0	TC2	600	598.5	600.2	599.4	600.8	599.9	600.5	600.1	600.3	600.1	600.3	-0.6	1.4	599.7	0.8
T3	1	800	0	TC3	800	799.0	799.1	801.0	800.0	800.6	800.0	800.8	800.0	800.3	800.5	0.4	0.6	800.1	0.6

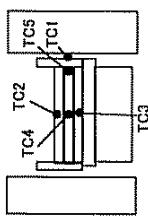
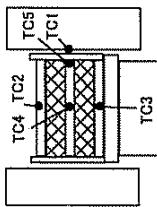


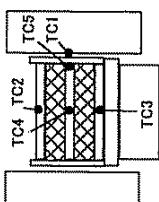
表 3.4-2 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(1)



下部	材質 標準	肉厚 (mm)	5.07	測定 石英 ガラス	肉厚 (mm)	5.09
上部	材質 標準	肉厚 (mm)	5.07	測定 石英 ガラス	肉厚 (mm)	5.09

測定試料熱伝導度計算値(kJ/L)																測定試料熱伝導度測定値(kJ/L)					
標準試験料平均温度(W/m·K)																					
測定試験料平均温度(W/m·K)																					
①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰	(L)				
He圧力(atm)	測定No.	目標測定試料平均温度(℃)	目標測定試料肉厚(℃)	目標測定試料肉温(℃)	目標測定試料肉温(℃)	下部ガートヒーター(PH)設定温度(℃)	上部ガートヒーター(PH)設定温度(℃)	中間板中央温度(℃)	中間板中央温度(℃)	中間板中央温度(℃)	中間板中央温度(℃)	測定試料平均温度(℃)	標準試験料平均温度(℃)	測定試料平均温度(℃)	標準試験料平均温度(℃)	測定試料平均温度(℃)	(k)				
S3	1	600	250	413	411.8	663.6	412.3	533.5	529.6	598.5	251.3	472.9	535.7	130.1	121.2	1.87	2.02	0.86 GH下部			
S2	1	600	50	588	613	563.5	581.3	613.8	562.8	587.2	586.4	600.5	51.0	575.0	587.7	24.4	1.99	1.83	2.02	0.91 GH平均	
S1	1	600	10	598	603	593.6	596.3	603.5	592.7	596.3	595.2	599.9	10.8	594.5	597.2	7.1	3.7	2.02	1.04	2.02	0.51 GH平均
S6	1	700	250	513	763	513.1	511.2	764.3	513.5	635.1	630.3	699.7	250.8	574.3	637.0	129.2	121.6	1.99	1.88	2.15	0.87 GH下部
S5	1	700	50	688	713	663.6	686.6	713.9	663.1	688.0	686.8	700.9	50.8	675.6	688.2	24.9	2.12	2.05	2.16	0.95 GH平均	
S4	1	700	10	698	703	693.6	696.4	703.9	692.9	696.0	694.4	700.0	11.0	694.4	697.2	7.9	3.1	2.15	0.85	2.15	0.39 GH平均
S9	1	800	250	613	863	613	611.4	848.0	612.2	726.7	721.6	787.4	235.7	669.5	728.4	121.2	114.5	2.11	2.00	2.28	0.88 GH下部
S8	1	800	50	787.5	813	763	786.3	814.5	762.8	787.2	785.6	800.8	51.6	775.0	787.9	27.3	24.4	2.26	2.03	2.30	0.88 GH平均
S7	1	800	10	797.5	803	793	796.2	804.3	793.2	795.2	794.4	799.7	11.1	794.2	797.0	9.1	2.0	2.29	0.51	2.29	0.22 GH下部
T4	0.01	600	50	584	609	559	586.6	613.8	580.7	592.0	592.0	602.9	33.2	586.3	594.6	21.8	11.3	2.00	1.05	2.03	0.52 GH平均
T5	0.01	600	50	563	613	563	561.6	613.7	561.5	579.2	578.4	596.4	52.2	570.3	583.4	34.5	17.7	1.98	1.02	2.02	0.51 GH下部
T6	0.1	600	50	563	613	563	561.4	613.7	561.6	584.6	583.4	599.1	52.1	573.1	586.1	29.1	23.0	1.99	1.58	2.02	0.78 GH下部
T7	0.3	600	50	563	613	563	561.5	613.7	562.8	584.9	583.8	599.3	50.9	573.9	586.6	28.8	22.1	1.99	1.53	2.02	0.76 GH下部
T8	1	600	50	587.5	613	563	561.5	613.7	562.8	585.6	583.7	599.6	50.9	574.2	586.9	28.1	22.8	1.99	1.62	2.02	0.80 GH下部
T9	1	600	50	587.5	613	563	586.5	613.8	562.8	588.0	587.1	600.9	51.0	575.4	588.2	25.8	25.2	1.99	1.95	2.02	0.96 GH平均

表 3.4-3 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(2)



測定 No.	He圧力 (atm)	目標試料平均温度 (°C)	目標試料平均温度差 (°C)	目標試料平均温度 (°C)	下部		材質		下部		測定		材質		下部		測定			
					②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮		
S3	1	600	250	413	663	411.8	663.6	412.3	533.5	529.6	472.9	251.3	598.5	535.7	121.2	130.1	2.02	2.18	1.87	
S2	1	600	50	568	613	563	581.3	613.8	562.8	587.2	586.4	575.0	510	600.5	587.7	24.4	26.6	2.02	2.22	1.99
S1	1	600	10	598	603	593	596.3	603.5	592.7	596.3	595.2	584.5	10.8	599.9	597.2	3.7	7.1	2.02	3.95	2.02
S6	1	700	250	513	763	513	511.2	764.3	513.5	635.1	630.3	574.3	250.8	698.7	637.0	121.6	129.2	2.15	2.30	1.99
S5	1	700	50	688	713	663	686.6	713.9	663.1	688.0	686.8	675.6	50.8	700.9	688.2	24.9	25.9	2.16	2.25	2.12
S4	1	700	10	698	703	683	696.4	703.9	692.9	696.0	694.4	684.4	11.0	700.0	697.2	3.1	7.9	2.15	5.49	2.15
S9	1	800	250	613	863	613	611.4	848.0	612.2	726.7	721.6	669.5	235.7	787.4	728.4	114.5	121.2	2.28	2.42	2.11
S8	1	800	50	787.5	813	763	786.3	814.5	762.8	787.2	785.6	775.0	51.6	800.8	787.9	24.4	27.3	2.30	2.58	2.26
S7	1	800	10	797.5	803	793	796.2	804.3	793.2	794.4	794.2	794.2	-11.1	789.7	797.0	2.0	9.1	2.29	10.43	2.29
T4	0.01	600	50	564	609	559	586.6	613.8	580.7	592.0	592.0	566.3	33.2	602.9	594.6	11.3	21.8	2.03	3.91	2.00
T5	0.01	600	50	563	613	563	561.6	613.7	561.5	579.2	578.4	570.3	52.2	596.4	583.4	17.7	34.5	2.02	3.94	1.99
T6	0.1	600	50	563	613	563	561.4	613.7	561.6	584.6	583.4	573.1	52.1	599.1	586.1	23.0	29.1	2.02	2.57	1.99
T7	0.3	600	50	563	613	563	561.5	613.7	562.8	584.9	583.9	573.9	50.9	599.3	586.6	22.1	28.8	2.02	2.64	1.99
T8	1	600	50	563	613	563	561.5	613.7	562.8	585.6	583.7	574.2	50.9	599.6	586.9	22.8	28.1	2.02	2.50	1.99
T9	1	600	50	587.5	613	563	586.5	613.8	562.8	588.0	587.1	575.4	51.0	600.9	588.2	25.8	25.8	2.02	2.08	1.99

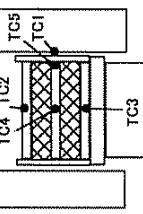


表 3.4-4 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(3)

標準
下部
材質
石英ガ
ラス
肉厚
(mm)
5.07
測定
材質
石英
ガラス
肉厚
(mm)
5.09

測定 No.	He圧力 (atm)	目標 測定試料 平均温度 (°C)	目標 測定試料 平均温度 (°C)	目標 (測定 試料 +標準 試料 肉 厚 差 (°C))	上部 ブレ ード ヒー タ (PH1)	上部 均熱 板 中央 温度 (°C)	中間 均熱 板 中央 温度 (°C)	中間 均熱 板 外 周 邊 温度 (°C)	測定 試料 平均 温度 (°C)	標準 試 料 平 均 温 度 (°C)	測定 試 料 溫 度 差 (°C)	標準 試 料 熱 伝 導 度 (W/m·K)	測定試料 熱 伝 導 度 (W/m·K)	測定試料 計算 値 (k)/(L)	参考				
S10	0.1	600	50	587.5	613.9	562.9	567.1	587.1	600.5	50.9	575.1	587.8	26.6	24.3	1.99	1.82	2.02	0.90 GH平均	
S11	0.1	700	50	687.5	713.7	663.1	667.2	686.5	700.7	51.0	675.2	687.9	26.9	24.1	2.12	1.90	2.16	0.88 GH平均	
S12	0.1	800	50	787.5	813.7	763.2	786.4	814.5	763.7	800.4	51.3	774.8	787.6	28.1	23.2	2.26	1.87	2.29	0.82 GH平均

表 3.4-5 標準試料(石英ガラス)による較正試験結果(4)

上部	材質 石英ガラス	肉厚 (mm)	下部	材質 石英ガラス	肉厚 (mm)	測定	標準
		5.07			5.09		

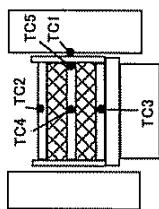
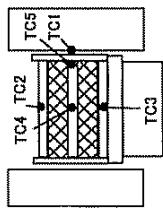


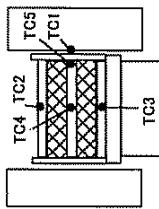
表3.4-6 UO_2 粒子焼結体①(ネック比37%)の熱伝導度測定結果(1)



下部	標準	材質 石英ガラス	肉厚 (mm)	主翼	材質	肉厚 (mm)	測定	UO2	5.79
			5.07						

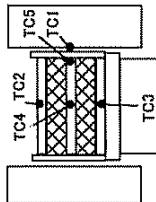
測定No	He圧力(atm)	目標測定試料平均温度(℃)										標準試料平均温度(℃)										測定試料導熱伝導度(W/m·K)	参考
		①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰	⑱	⑲	⑳		
U1	1 atm/He	600	50	588	613	563	586.4	613.8	562.8	587.9	588.1	600.8	51.0	575.3	588.1	25.9	25.1	1.99	2.20				
U2	1	700	50	687.5	713	663	686.1	714.0	663.1	687.2	687.9	700.6	50.9	675.2	687.9	26.8	24.1	2.12	2.17				
U3	1	800	50	787.5	813	763	786.7	814.5	763.2	784.9	786.4	799.7	51.3	774.1	786.9	29.5	21.7	2.26	1.90				
U4	0	600	50	568	613	563	586.9	613.8	562.8	586.4	587.2	600.1	51.0	574.6	587.3	27.4	23.6	1.99	1.96				

表3.4-7 UO_2 粒子焼結体①(ネット比37%)の熱伝導度測定結果(2)



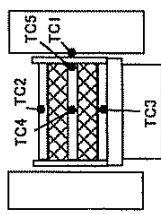
標準	上部	材質 石英刃 ヲス	肉厚 (mm)	下部	材質	測定	UO2	肉厚 (mm)
			5.07					5.79

測定 No.	He圧力 (atm)	目標 測定試料 平均溫度 (°C)	目標 測定試料 標準溫度 (°C)	目標 測定試料 標準溫度 (°C)				目標 測定試料 標準溫度 (°C)				目標 測定試料 標準溫度 (°C)				目標 測定試料 標準溫度 (°C)				
				①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	⑭	⑮	⑯	⑰
U5	1	600	50	610	635	585	608.6	635.9	584.9	613.0	612.9	599.0	510	624.5	611.7	28.1	22.9	2.05	1.91	
U6	1	700	50	710	735	685	711.4	736.2	685.2	714.4	714.0	699.8	510	725.3	712.6	29.2	21.8	2.19	1.87	
U7	1	800	50	810	835	785	808.5	836.6	785.4	814.5	814.4	800.0	51.1	825.5	812.7	29.1	22.0	2.33	2.02	
U8	0.1	600	50	610	635	585	608.6	635.9	584.9	613.4	612.8	599.1	51.0	624.6	611.9	28.5	22.5	2.05	1.86	

表3.4-8 UO₂粒子焼結体②(ネック比0%)の熱伝導度測定結果(1)


測定No	He圧力 (atm)	下部 材質 石英ガラス	肉厚 (mm) 5.07	材質 UO ₂ 粒子	肉厚 (mm) 5.52	測定試料 熱伝導度 (W/m·K)												備考	
						①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧	⑨	⑩	⑪	⑫	⑬	
U9	1	600	50	588	613	563	587.5	613.8	562.8	586.4	587.2	600.1	51.0	574.6	587.3	27.4	23.6	1.99	1.86
U10	1	700	50	687.5	713	663	686.5	714.1	663.1	685.6	686.4	699.9	51.0	674.4	687.1	28.5	22.5	2.12	1.82
U11	1	800	50	787.5	813	763	786.5	814.5	763.3	784.8	799.2	51.1	773.6	786.4	30.6	20.6	2.26	1.65	
U12	0.1	600	50	588	613	563	586.5	613.8	562.8	581.6	583.1	597.7	51.0	572.2	584.9	32.2	18.8	1.99	1.26

表3.4-9 UO₂粒子焼結体②(ネック比0%)の熱伝導度測定結果(2)



標準	主體 材質	肉厚 (mm)	下部 材質	UO ₂ 粒子	肉厚 (mm)	5.85
標準	石英ガラス	5.07	標準	標準	標準	標準

表 3.4-10 標準試料の熱伝導度測定結果のまとめ

測定No	He圧力(atm)	目標試料 温度 (°C)	試料肉厚 温度差 (°C)	測定試料平均温度(°C)			熱伝導度(W/cm/K)	
				測定試料位置		平均値	測定試料位置 上側	平均値
				上側	下側			
S3	1	600	250	598.5	472.9	535.7	1.74	2.18
S2	1	600	50	600.5	575.0	587.7	1.83	2.22
S1	1	600	10	599.9	594.5	597.2	1.04	3.95
S6	1	700	250	699.7	574.3	637.0	1.88	2.30
S5	1	700	50	700.9	675.6	688.2	2.05	2.25
S4	1	700	10	700.0	694.4	697.2	0.85	5.49
S9	1	800	250	787.4	669.5	728.4	2.00	2.42
S8	1	800	50	800.8	775.0	787.9	2.03	2.58
S7	1	800	10	799.7	794.2	797.0	0.51	10.43
T4	0.01	600	50	602.9	586.3	594.6	1.05	3.91
T5	0.01	600	50	596.4	570.3	583.4	1.02	3.94
T6	0.1	600	50	599.1	573.1	586.1	1.58	2.57
T7	0.3	600	50	599.3	573.9	586.6	1.53	2.64
T8	1	600	50	599.6	574.2	586.9	1.62	2.50
T9	1	600	50	600.9	575.4	588.2	1.95	2.08
S10	0.1	600	50	600.5	575.1	587.8	1.82	2.23
S11	0.1	700	50	700.7	675.2	687.9	1.90	2.42
S12	0.1	800	50	800.4	774.8	787.6	1.87	2.79
								2.33

表 3.4-11 粒子焼結体の熱伝導度測定結果のまとめ

試料名	He圧力(atm)	測定試料平均温度(°C)			熱伝導度(W/cm/K)		
		測定試料位置		平均値	測定試料位置		平均値
		上側	下側		上側	下側	
粒子焼結体①	1	600.8	599.0	599.9	2.20	1.91	2.05
	1	700.6	699.8	700.2	2.17	1.87	2.02
	1	799.7	800.0	799.8	1.90	2.02	1.96
	0.1	600.1	599.1	599.6	1.96	1.86	1.91
粒子焼結体②	1	600.1	599.9	600.0	1.86	1.65	1.76
	1	699.9	700.1	700.0	1.82	1.77	1.79
	1	799.2	800.4	799.8	1.65	1.82	1.74
	0.1	597.7	601.5	599.6	1.26	1.25	1.26

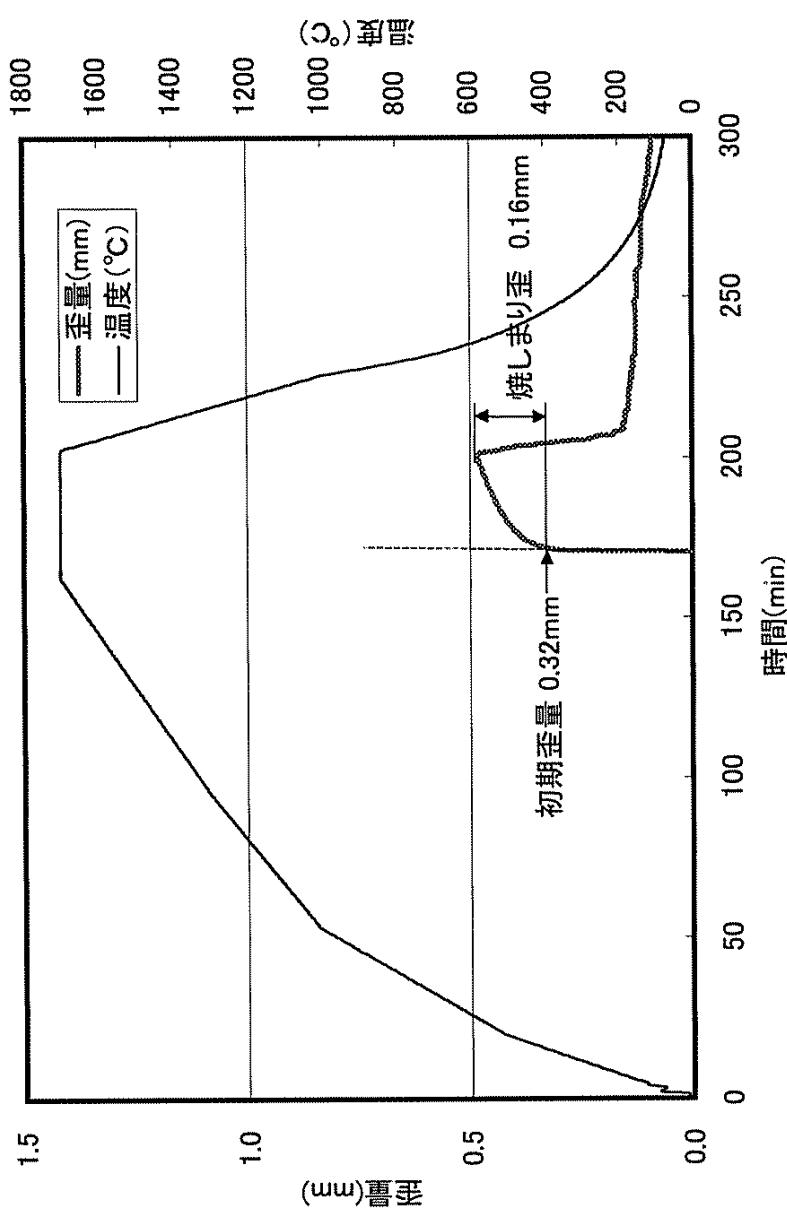


図3.2-1 粒子焼結体①製作試験における温度履歴および歪量変化

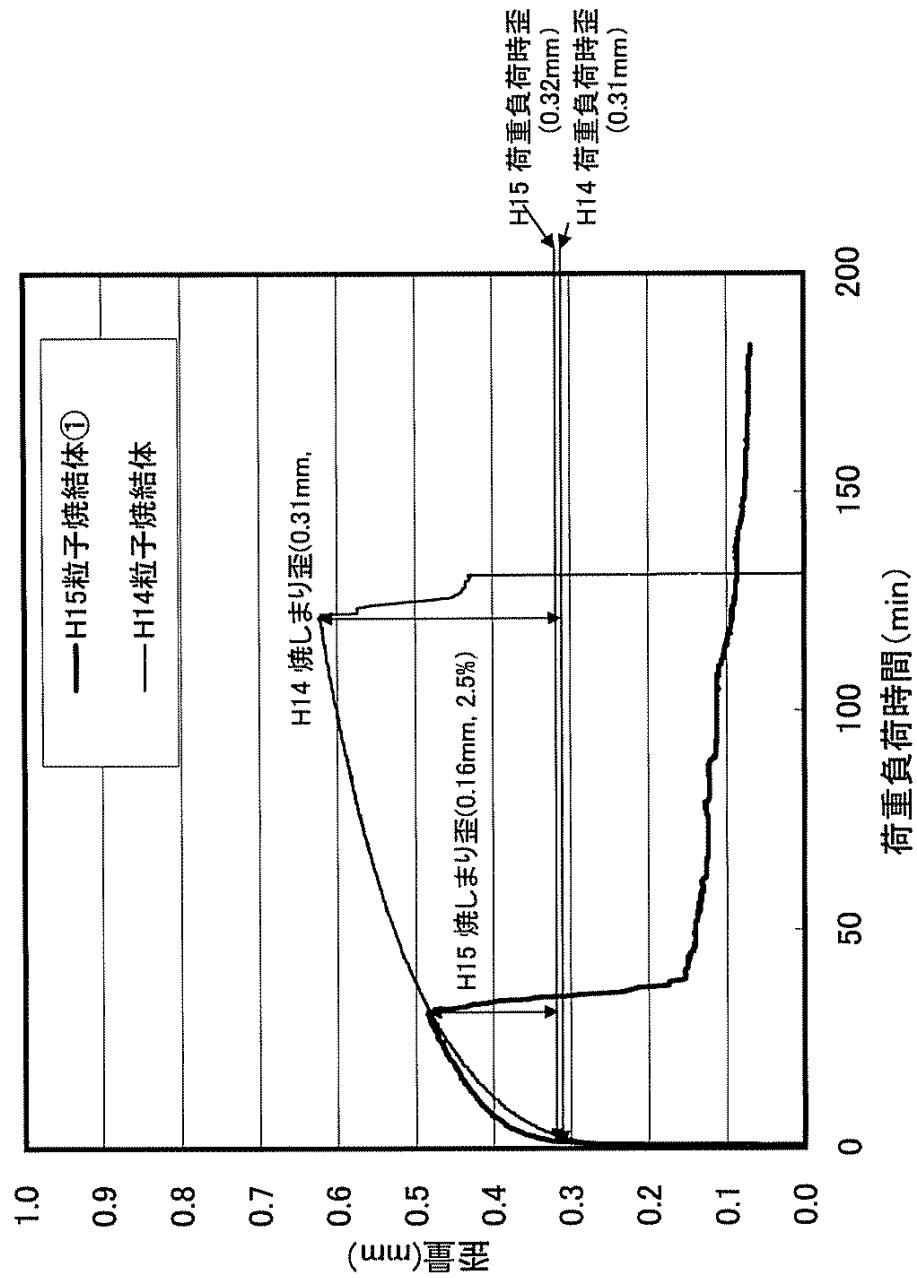


図3.2-2 粒子焼結体製作試験における歪量変化の比較

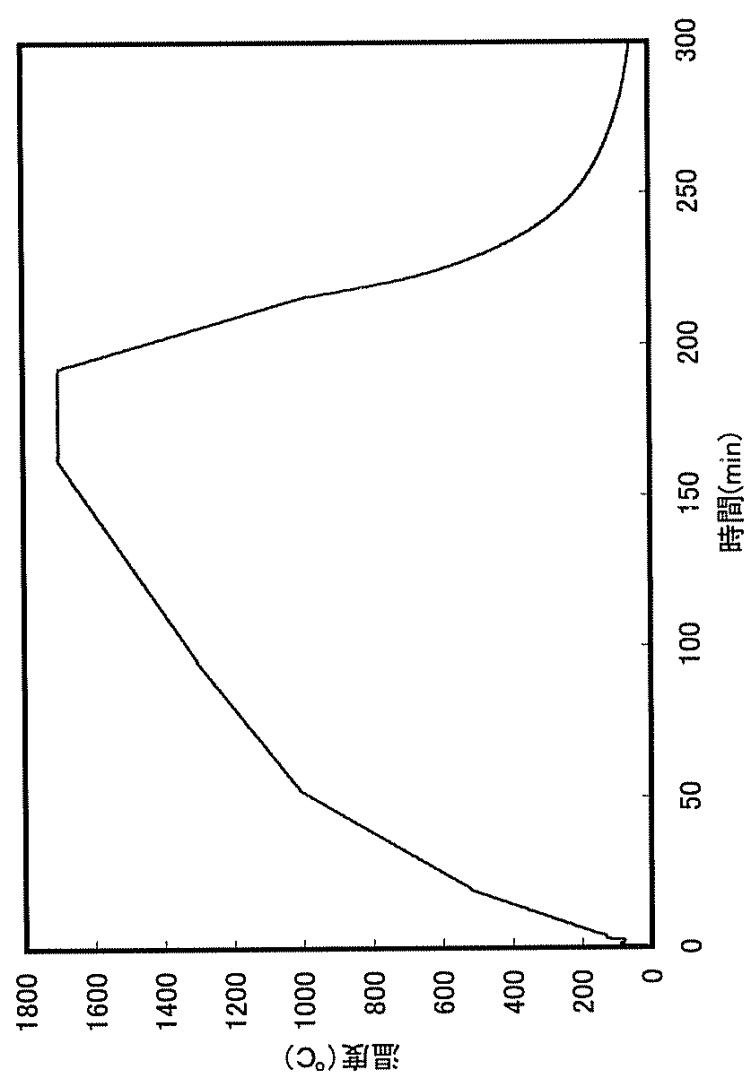


図3.2-3 粒子焼結体②製作試験における温度履歴

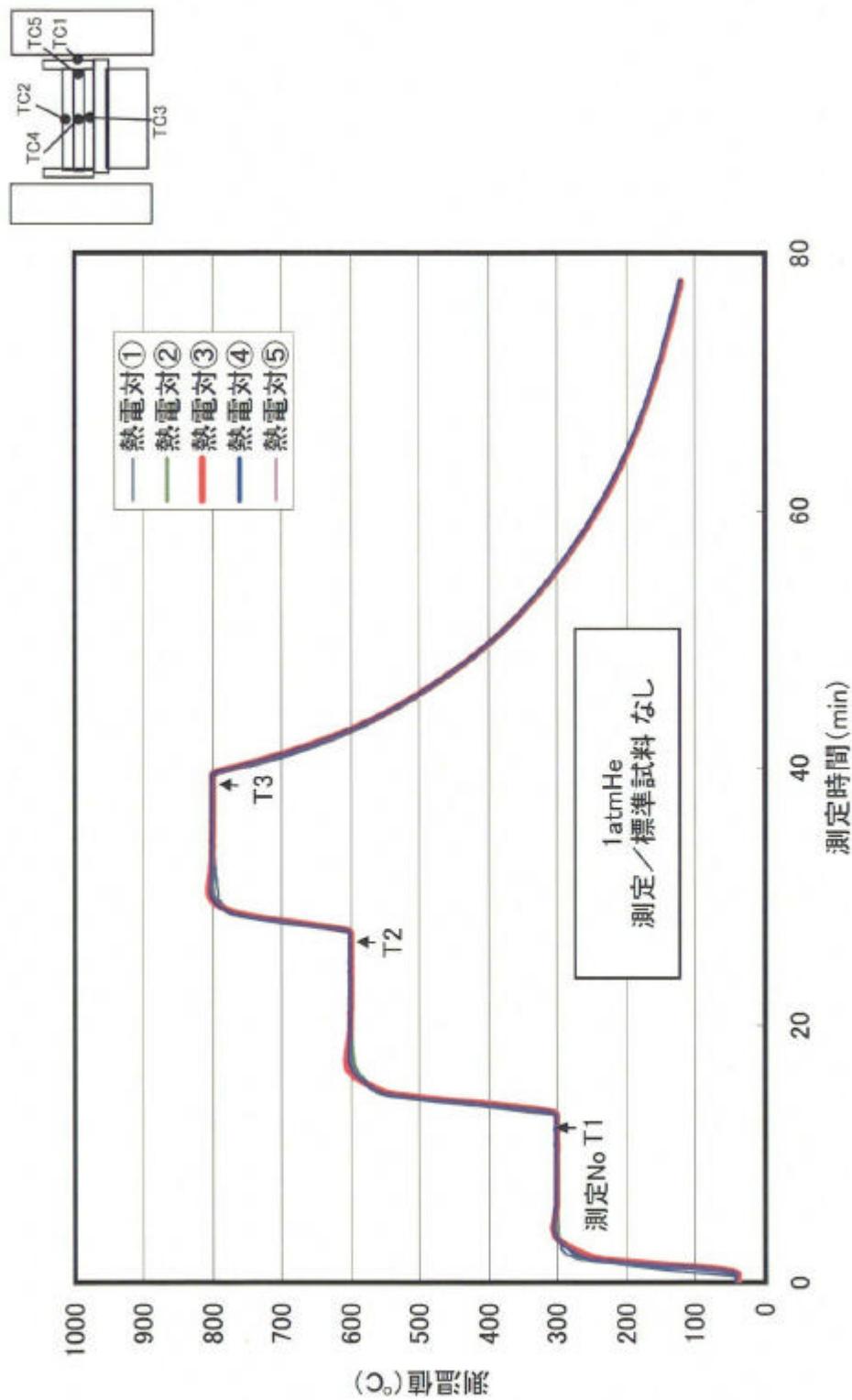


図3.4-1 热電対指示 温度確認試験における測温履歴

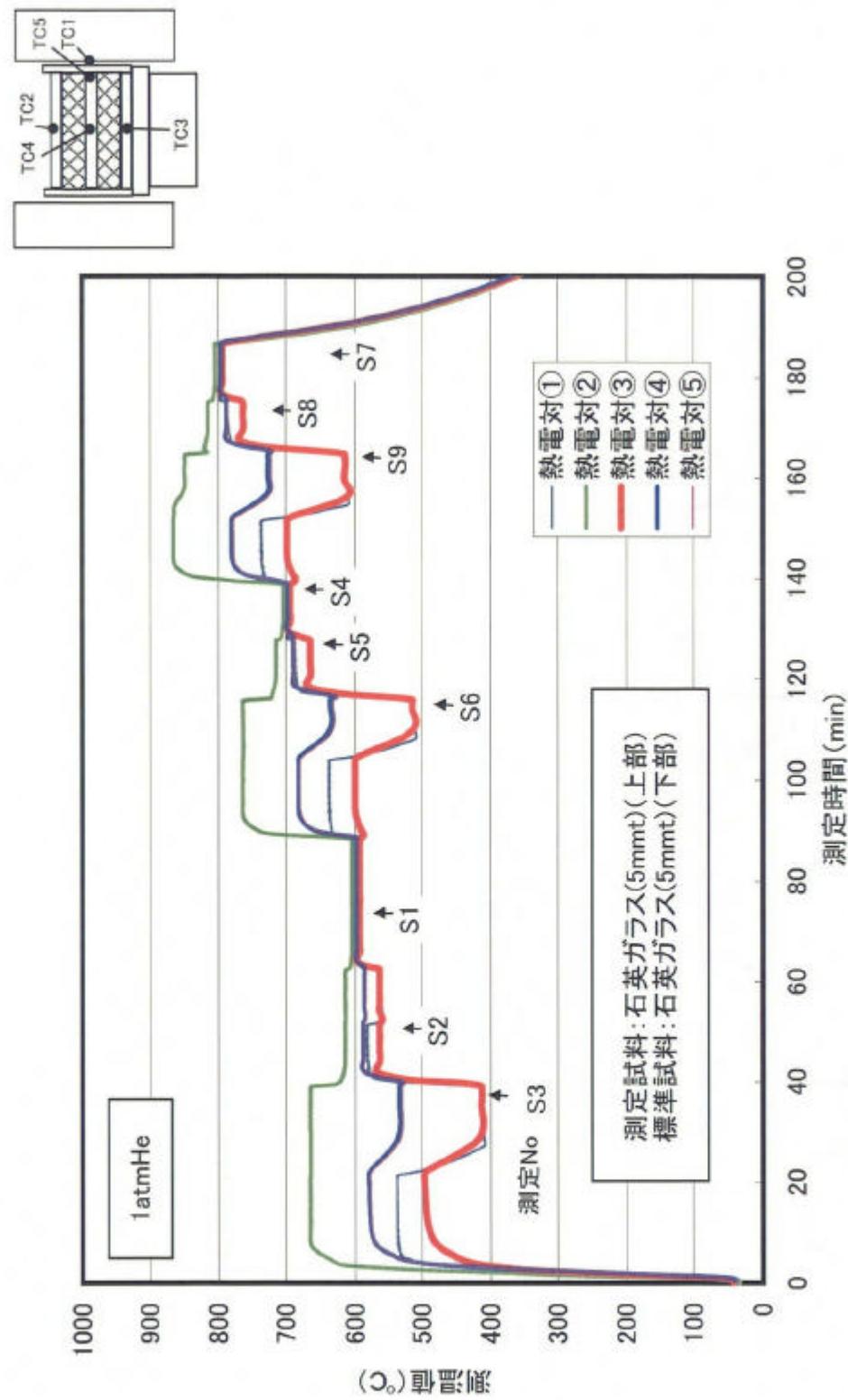


図3.4-2 標準試料による較正試験における測温履歴(その1)

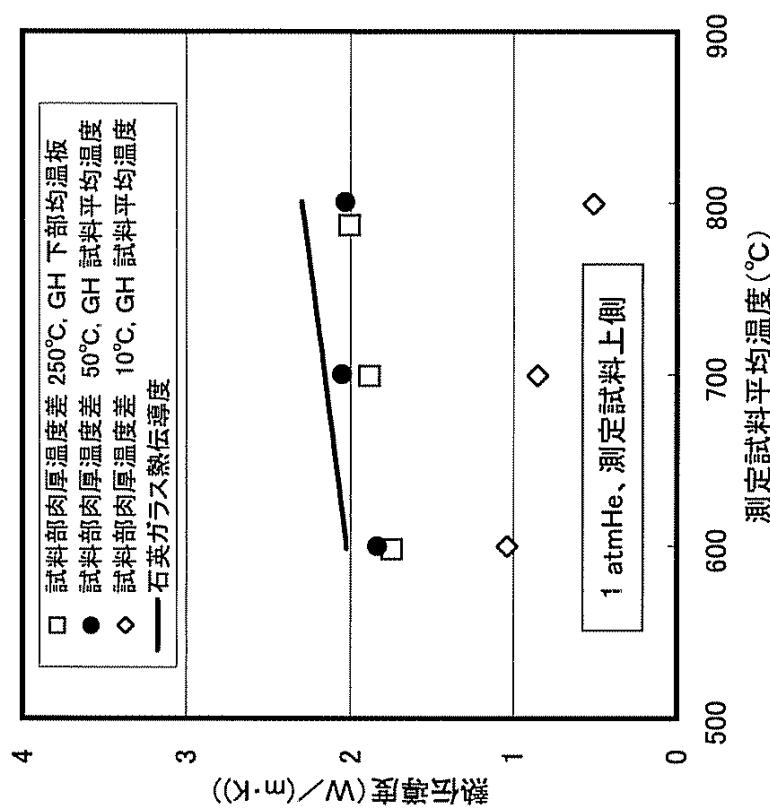


図 3.4-3 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(1)

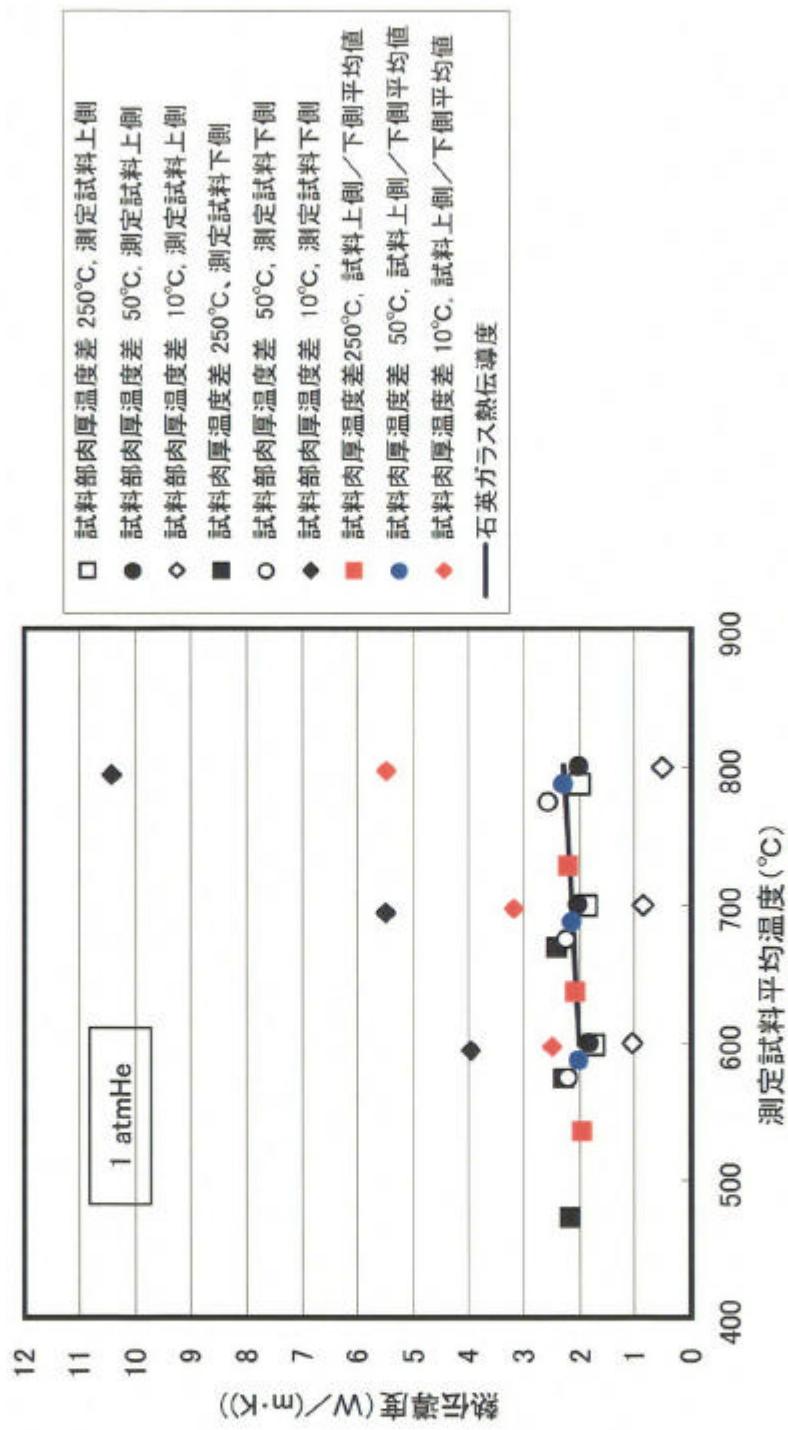


図 3.4-4 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(2)

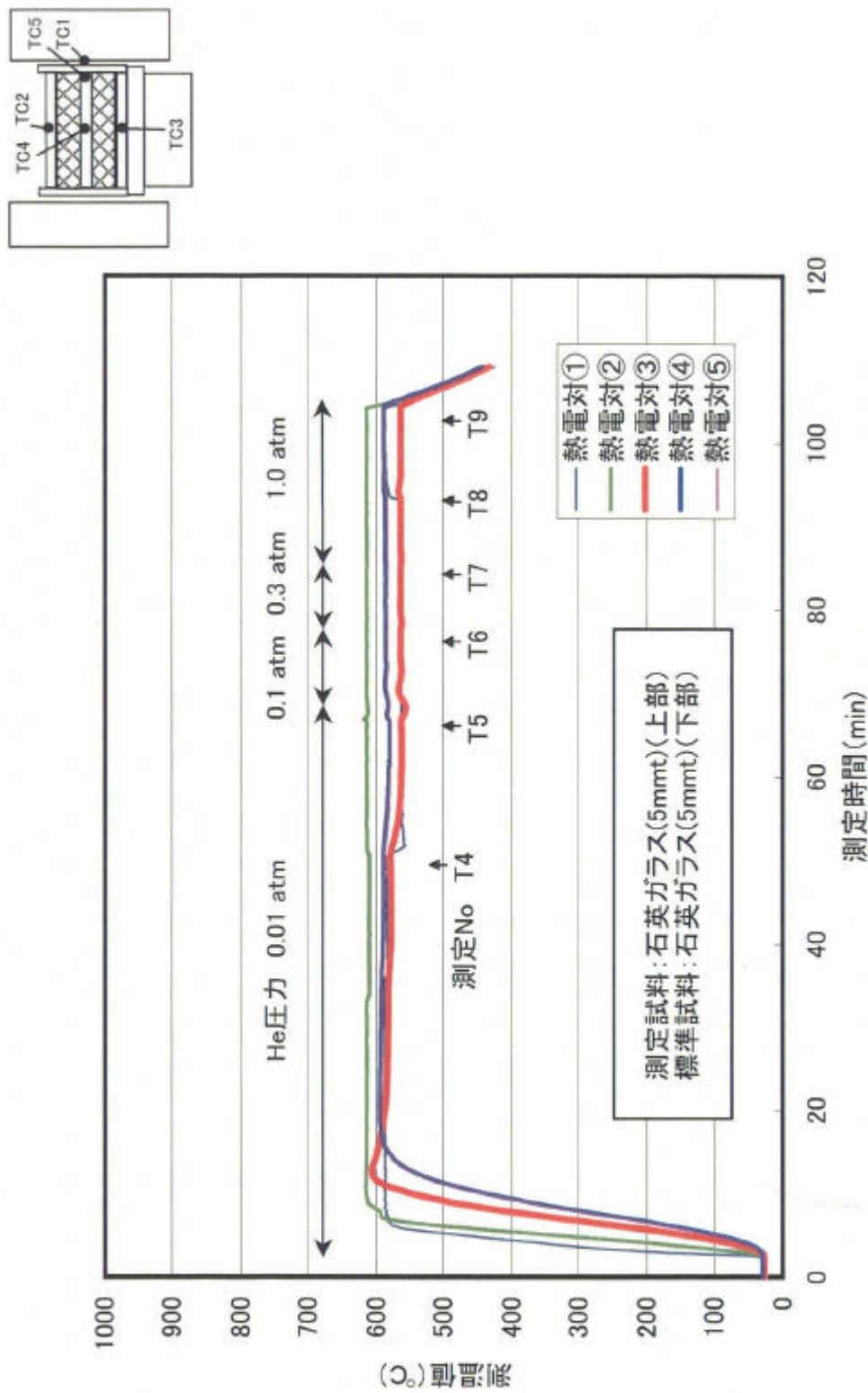


図3.4-5 標準試料による較正試験における測温履歴(その2)

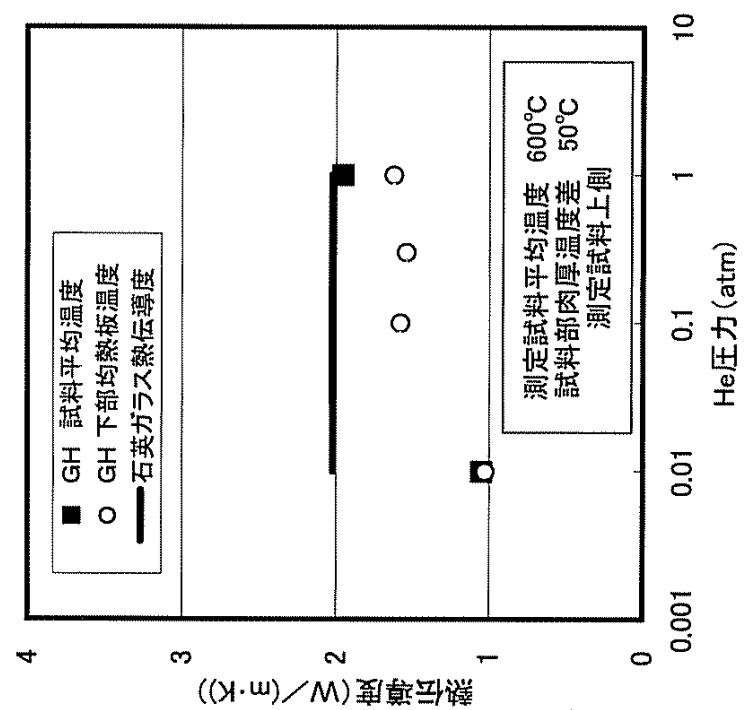


図3.4-6 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定値のHe圧力依存(1)

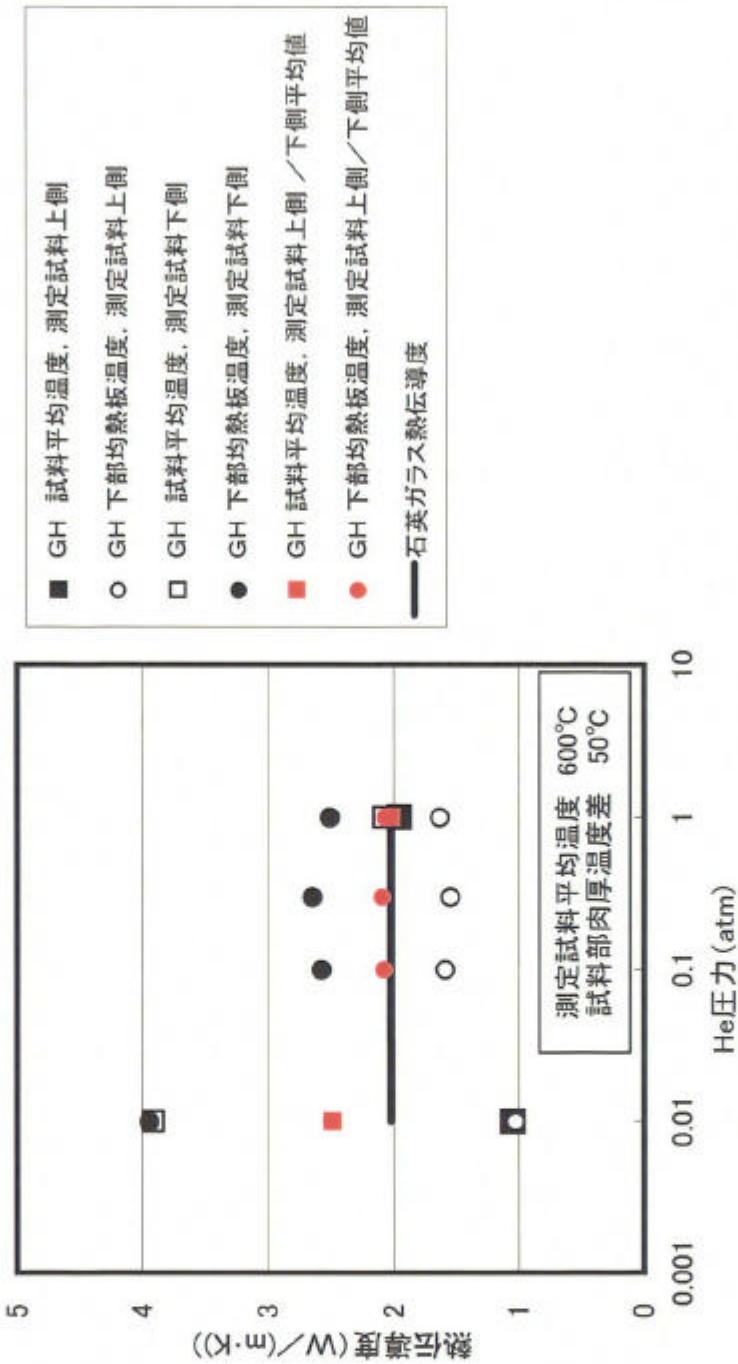


図3.4-7 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定値のHe圧力依存(2)

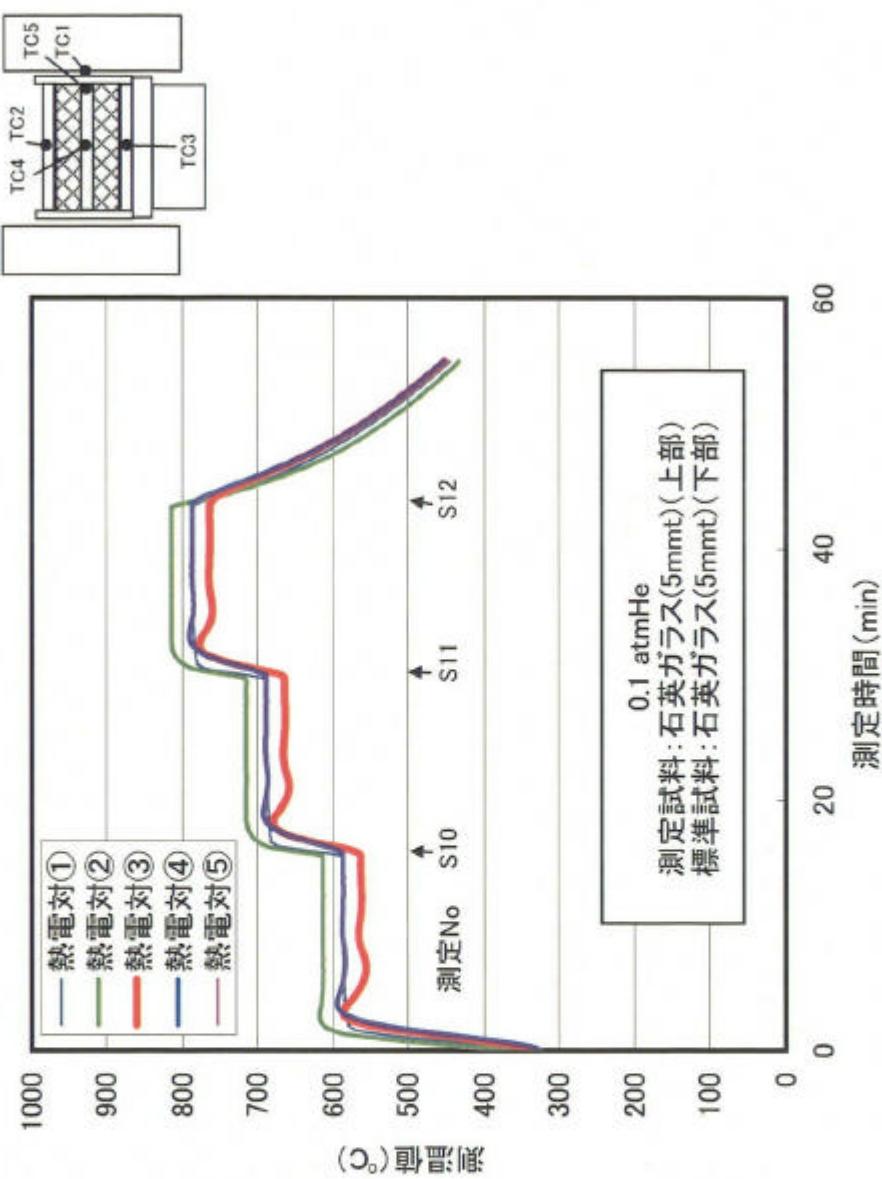


図3.4-8 標準試料による較正試験における測温履歴(その3)

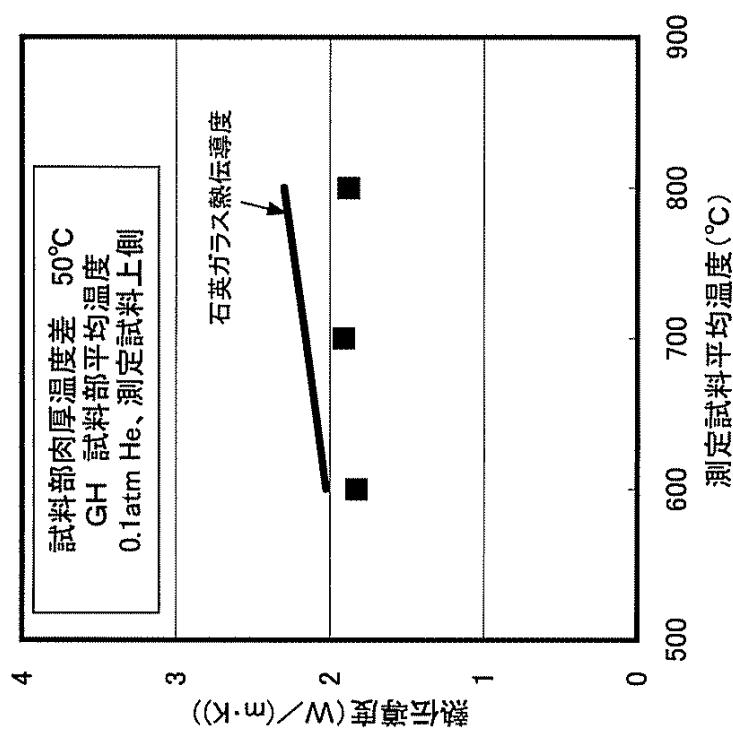


図3.4-9 標準試料(石英ガラス)のHe圧力0.1atmにおける熱伝導度測定結果(1)

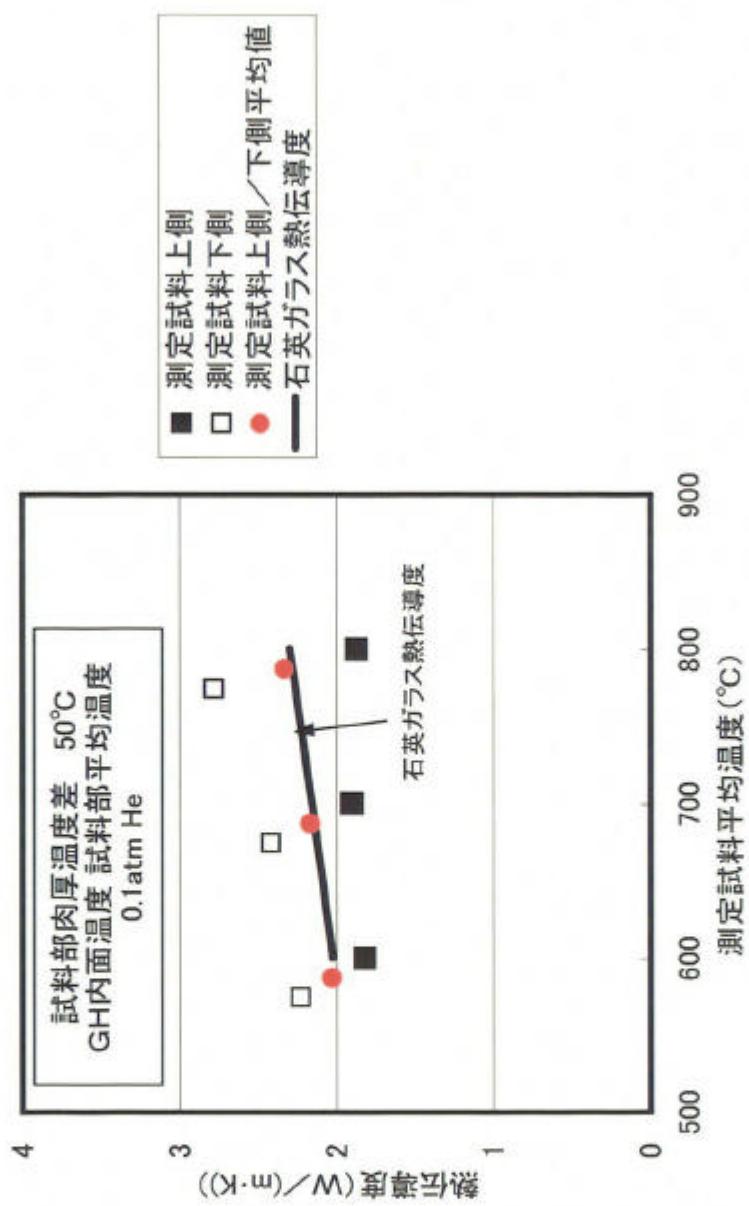


図3.4-10 標準試料(石英ガラス)のHe圧力0.1atmにおける熱伝導度測定結果(2)

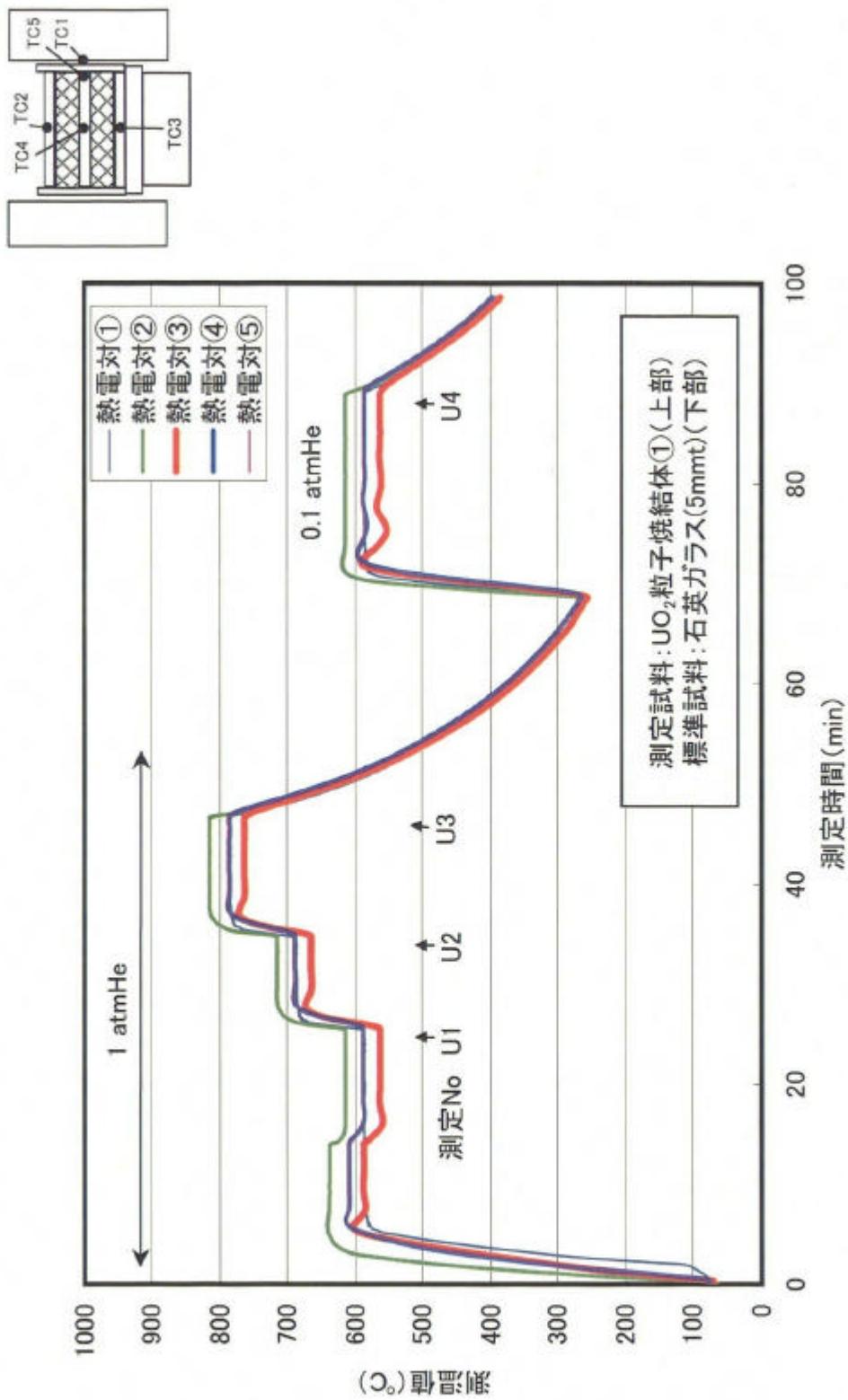


図3.4-11 粒子焼結体熱伝導度測定試験(1)における測温履歴

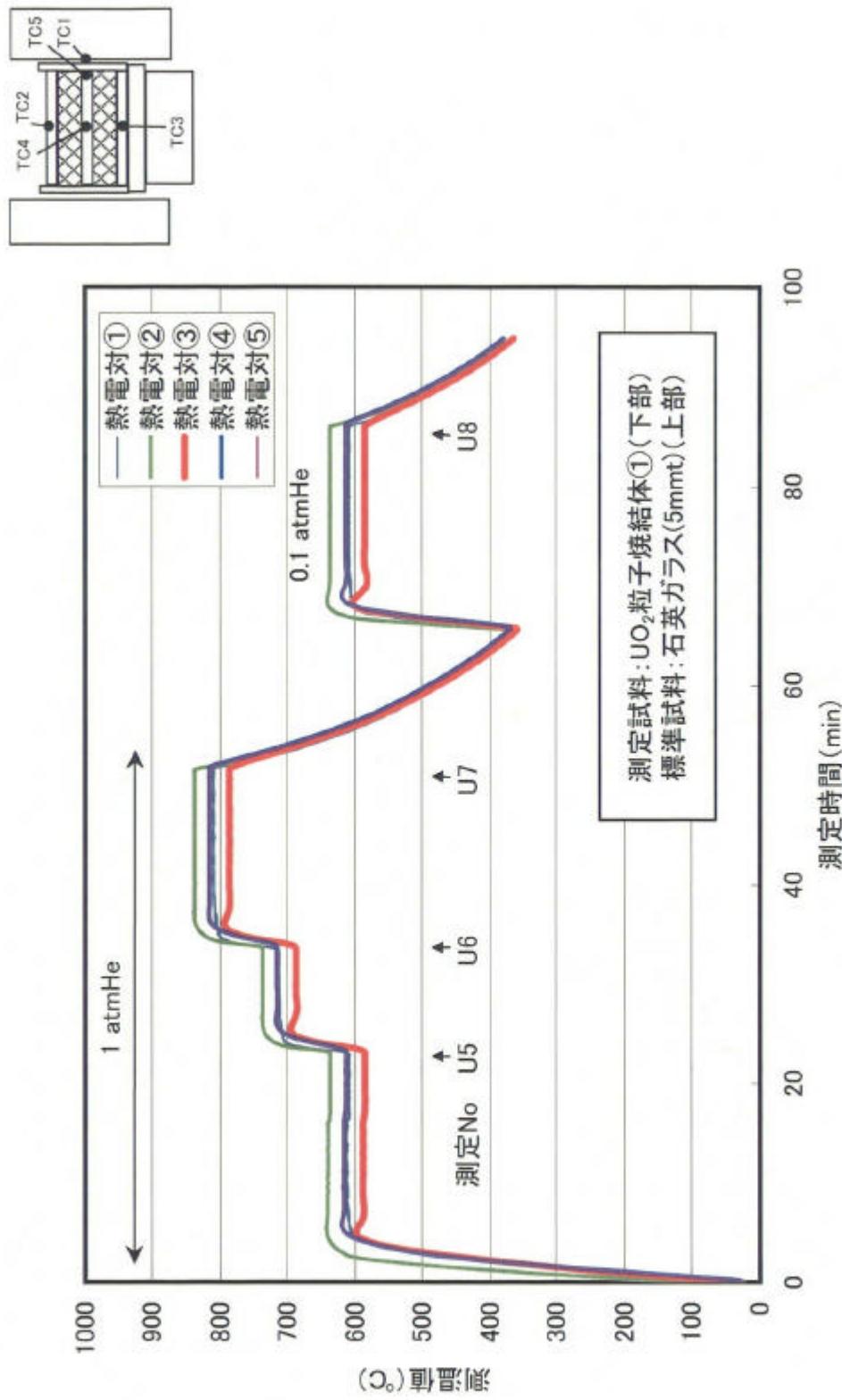


図3.4-12 粒子焼結体熱伝導度測定試験(2)における測温履歴

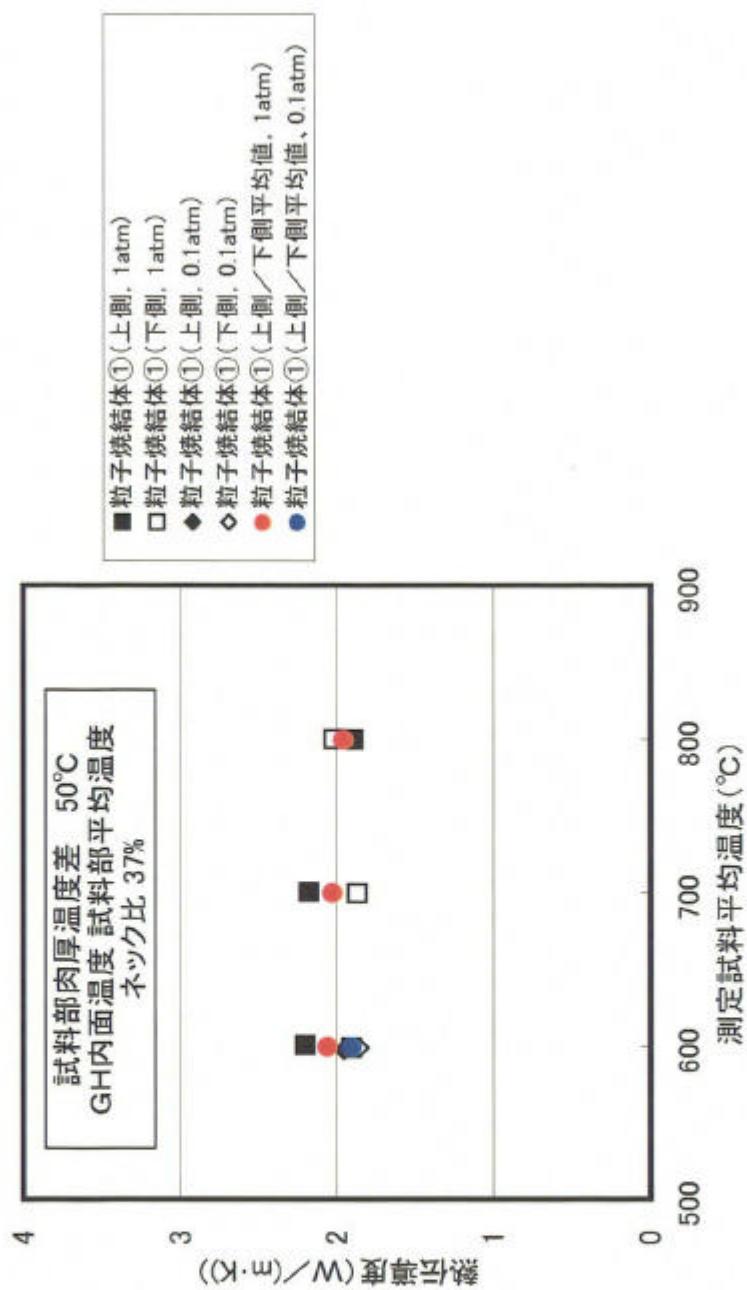


図3.4-13 粒子焼結体①の熱伝導度測定結果

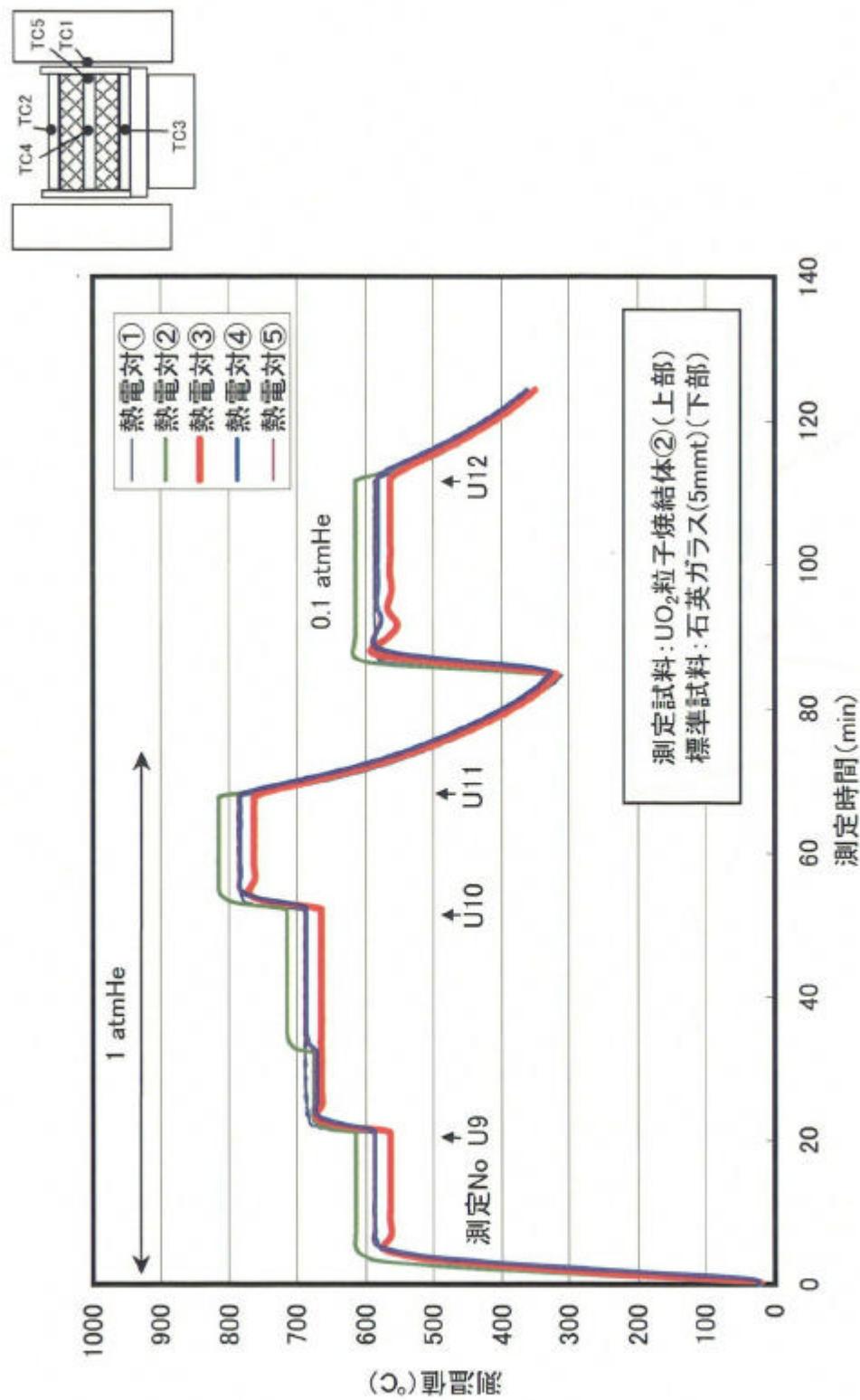


図3.4-14 粒子焼結体熱伝導度測定試験(3)における測温履歴

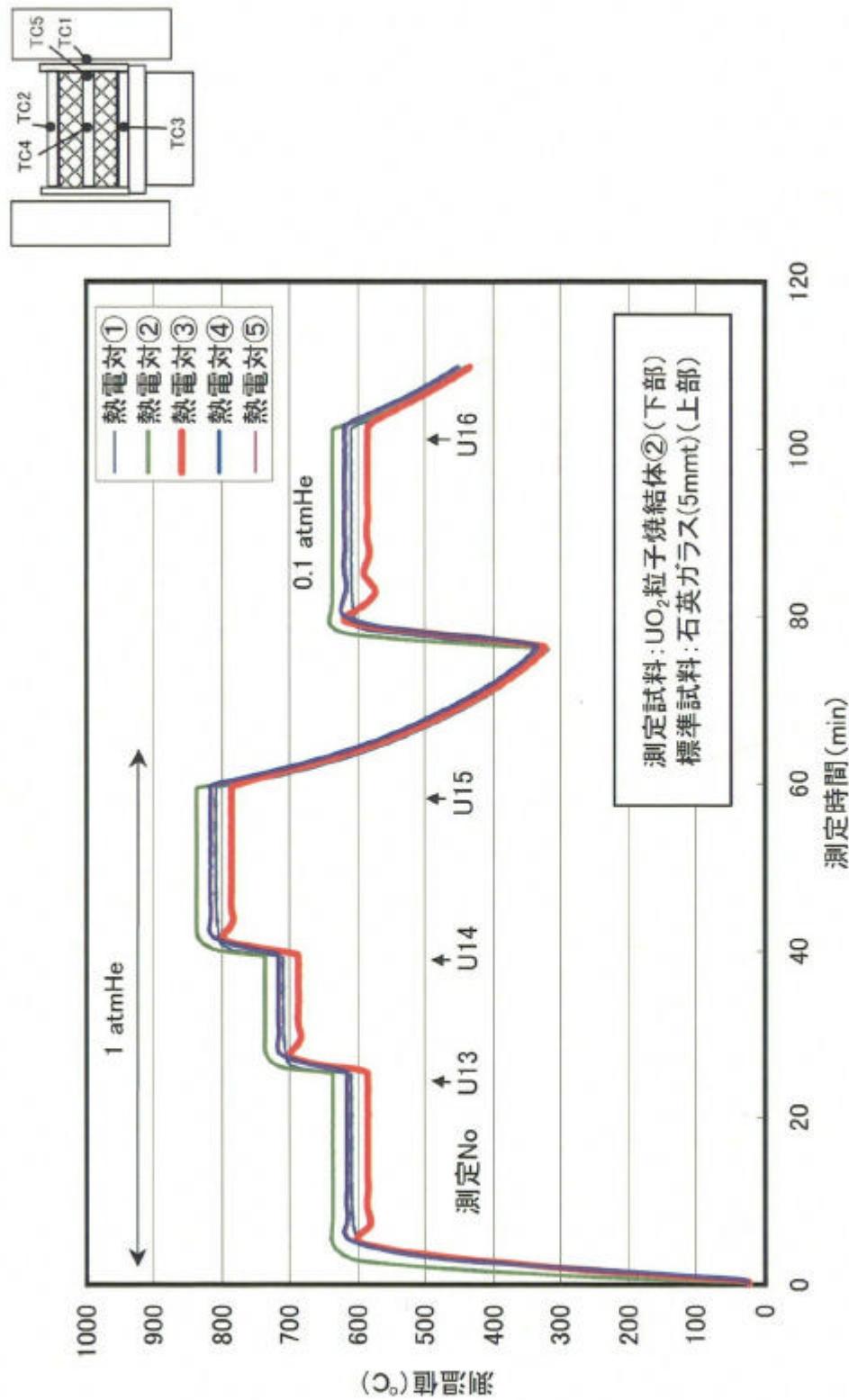


図3.4-15 粒子焼結体熱伝導度測定試験(4)における測温履歴

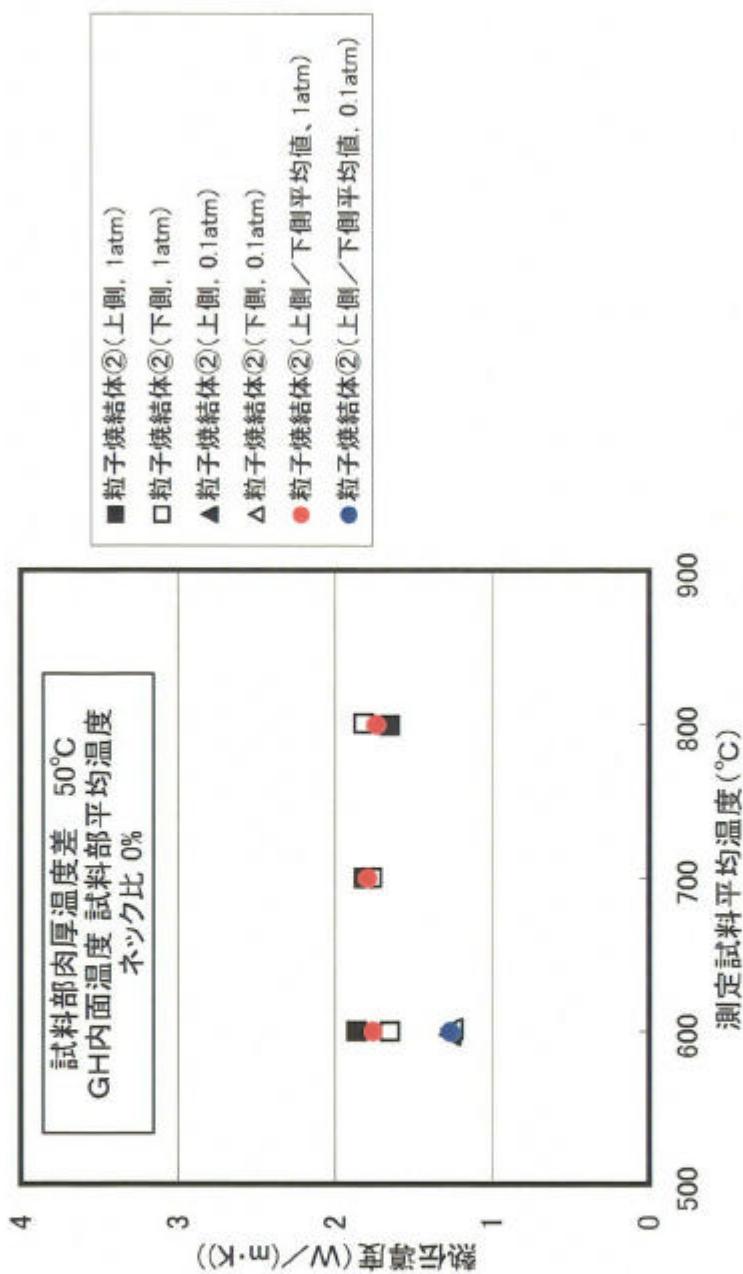


図3.4-16 粒子焼結体②の熱伝導度測定結果

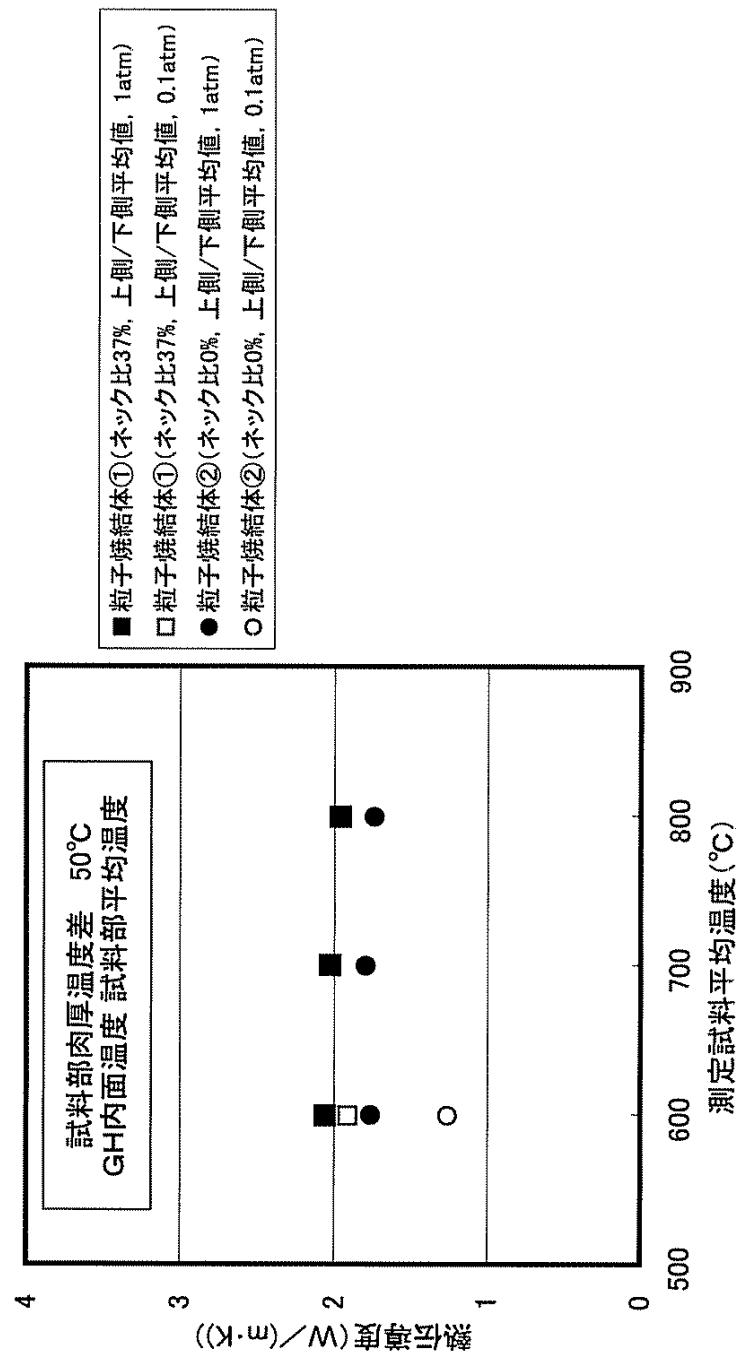


図3.4-17 粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較(1)

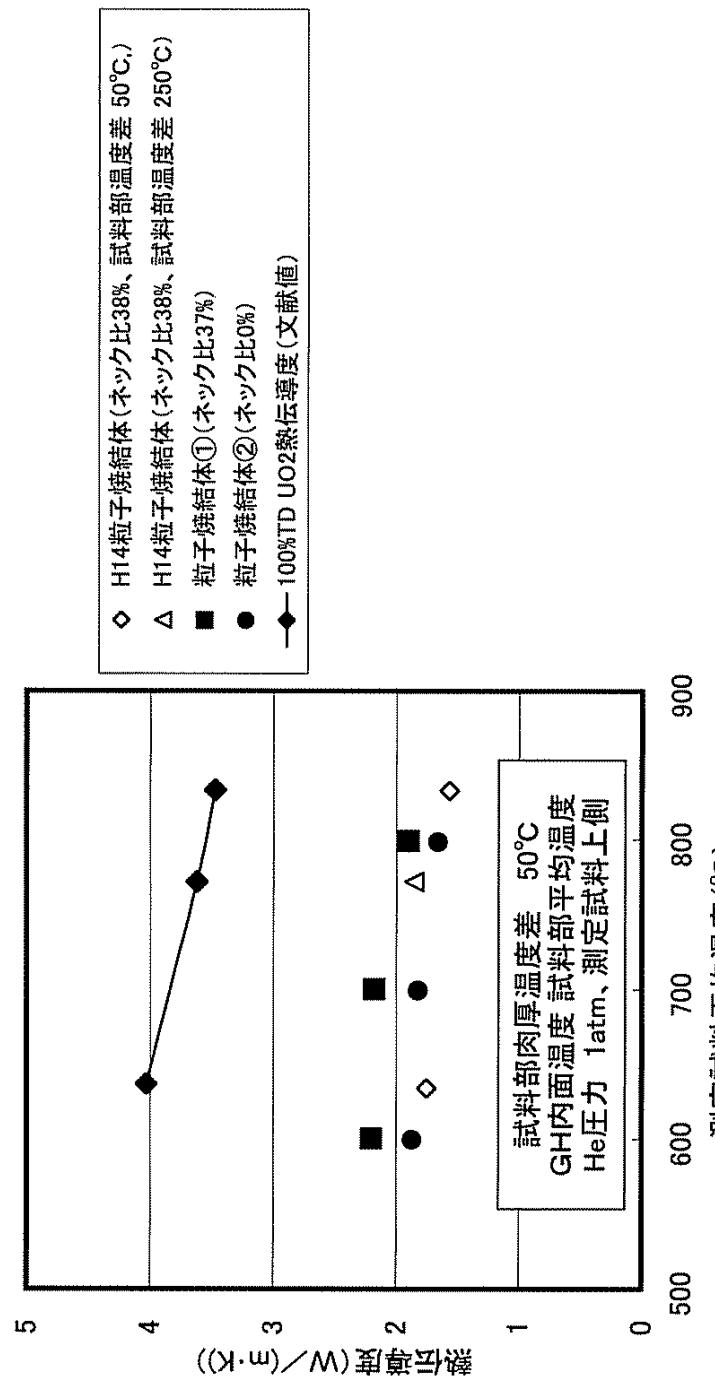


図3.4-18 粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較(2)



写真 3.1-1 粒子焼結体製作用粒子の SEM 外観

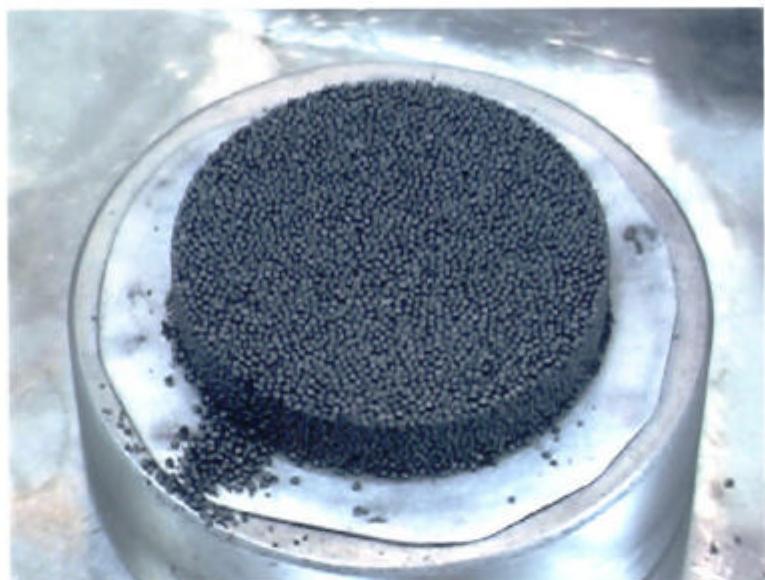
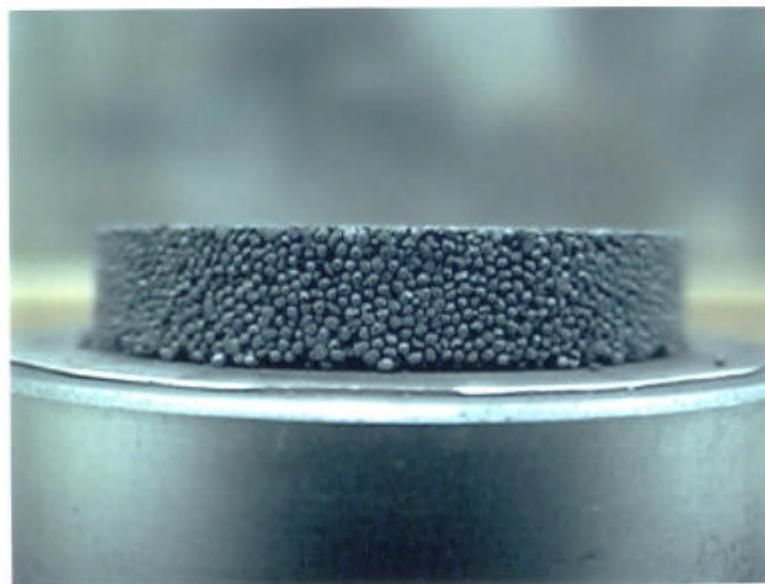


写真 3.2-1 製作試験後の粒子焼結体①の外観 (1)



(焼結体側面)

写真 3.2-2 製作試験後の粒子焼結体①の外観 (2)



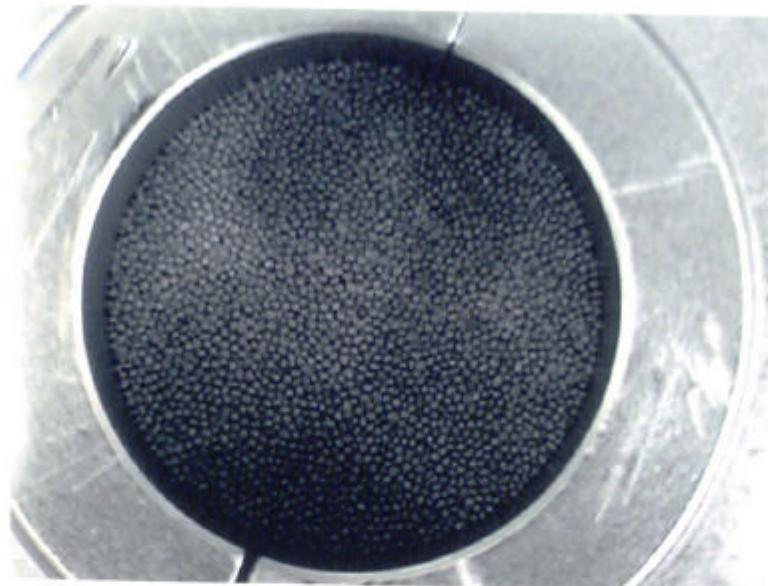
(焼結体上面)

写真 3.2-3 製作試験後の粒子焼結体①の外観 (3)



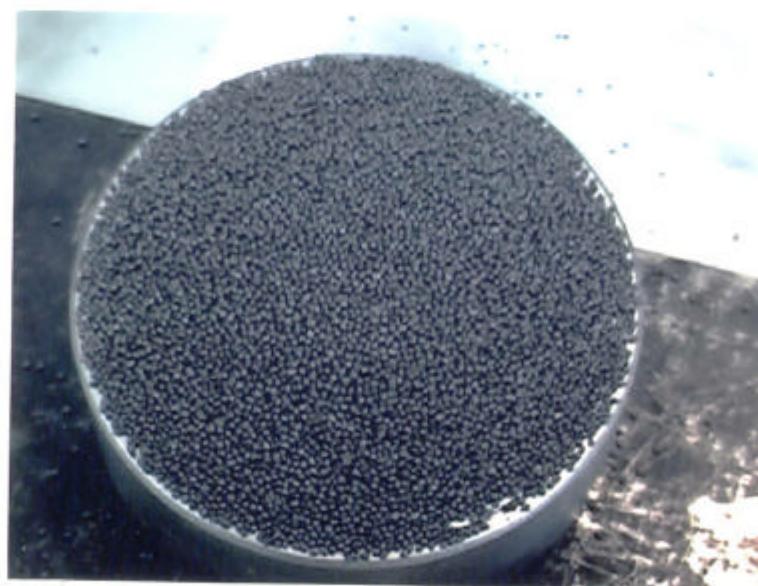
(焼結体下面)

写真 3.2-4 製作試験後の粒子焼結体①の外観 (4)



(ダイス内焼結体上面)

写真 3.2-5 製作試験後の粒子焼結体②の外観 (1)



(ダイス取外し後)

写真 3.2-6 製作試験後の粒子焼結体②の外観 (2)

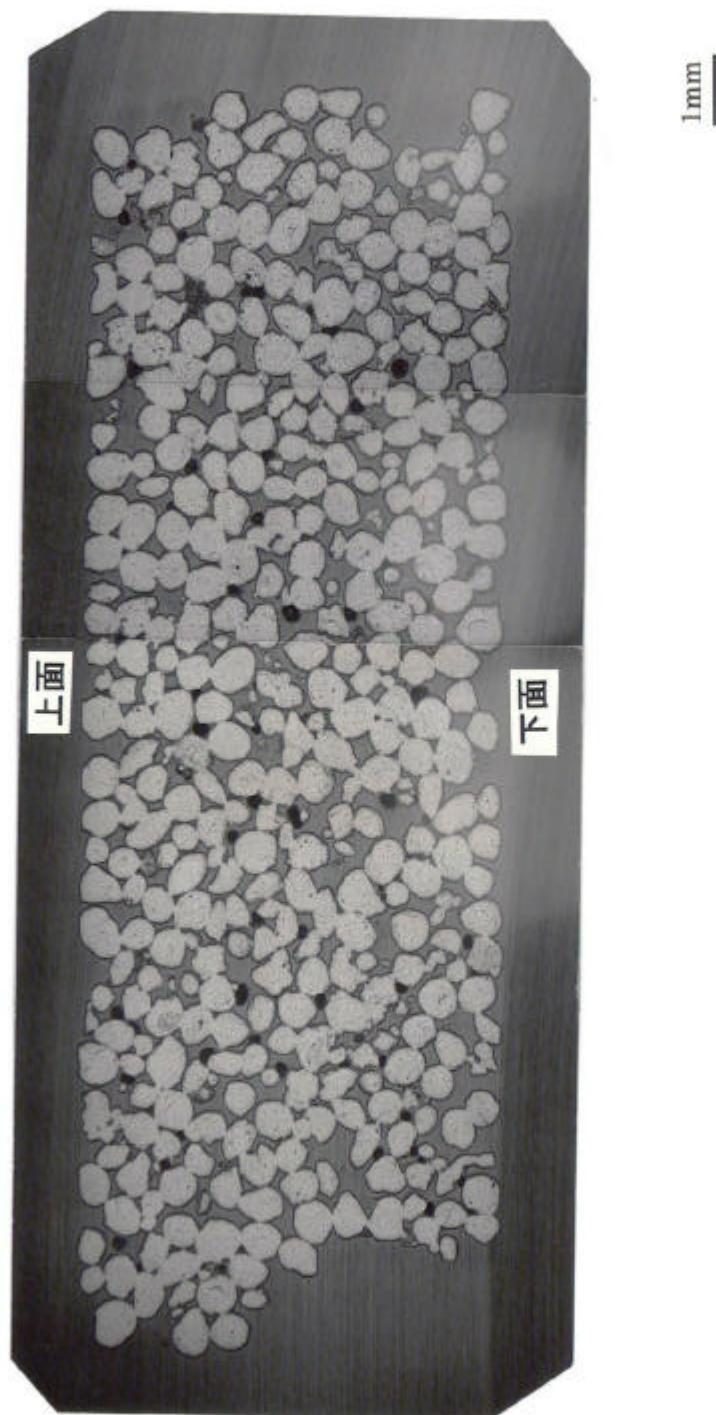


写真 3.3-1 热伝導度測定試験後の粒子焼結体(縦断面)金相写真

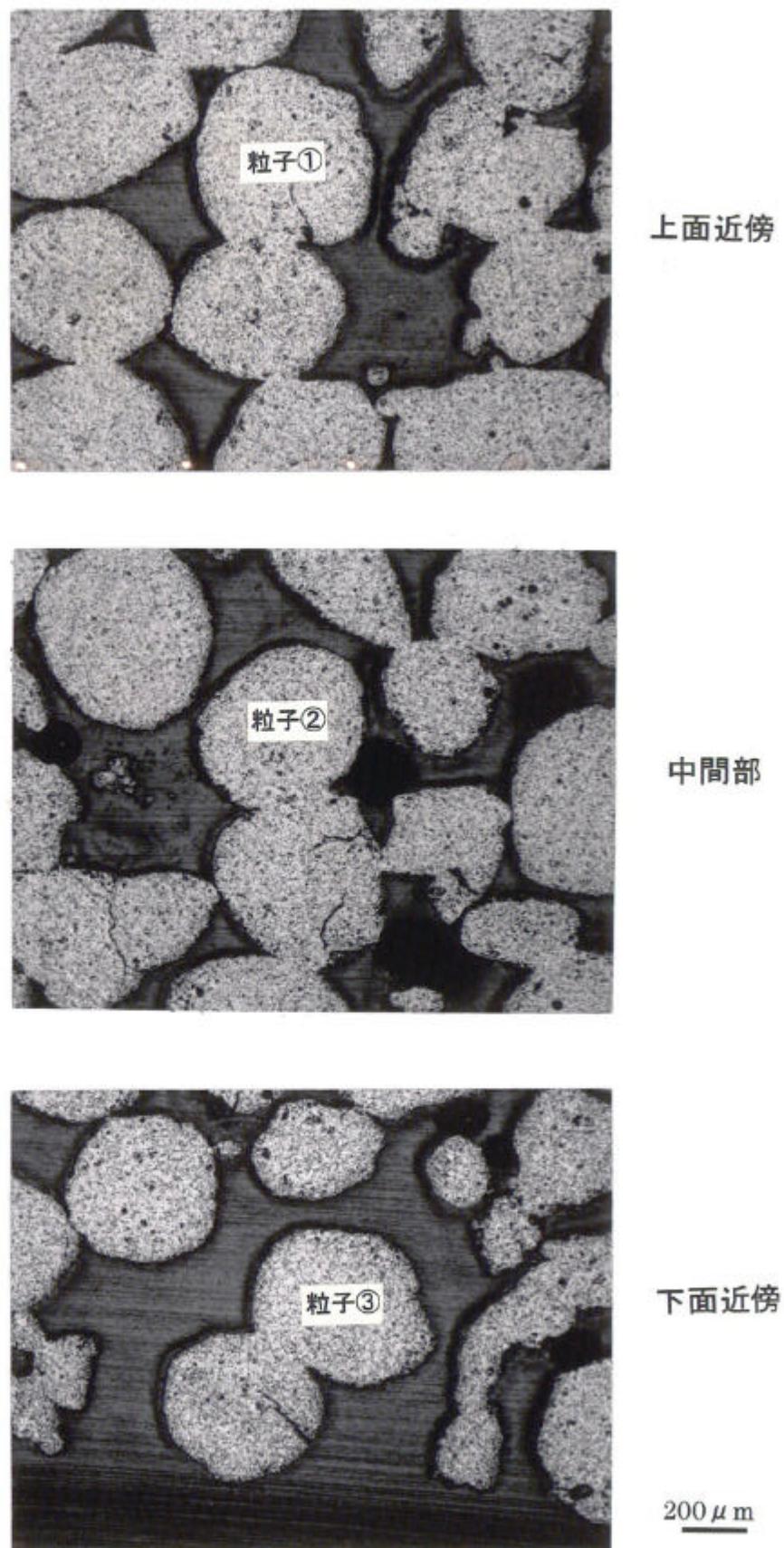
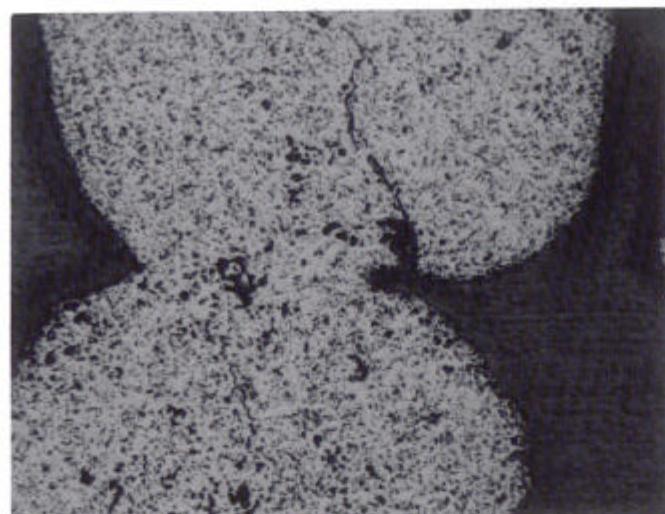
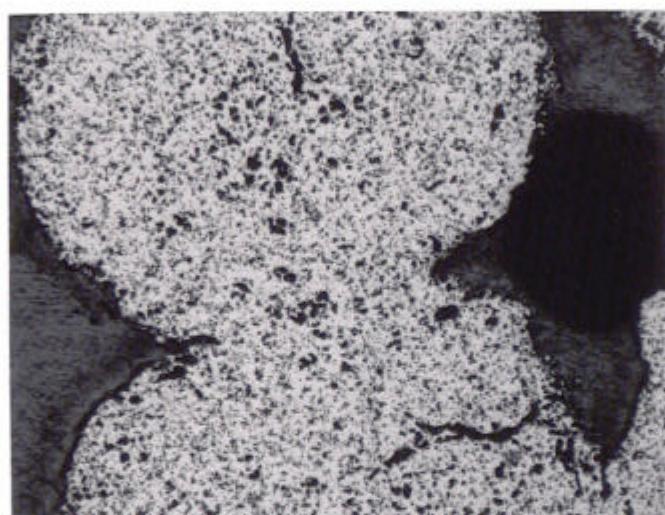


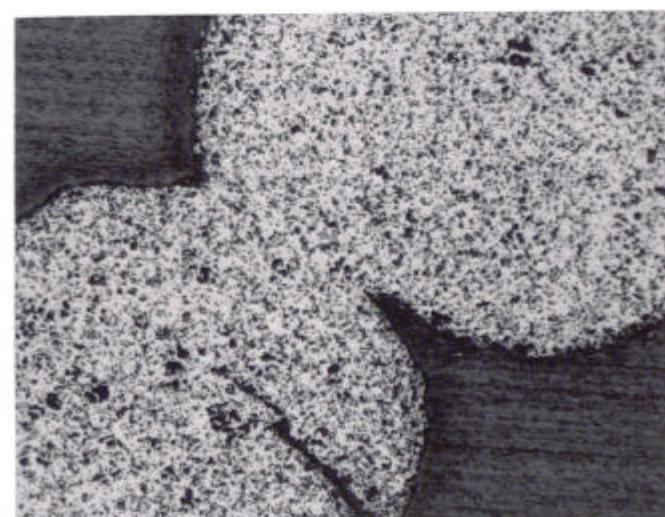
写真 3.3-2 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(縦断面)金相写真(1)



上面近傍



中間部



下面近傍

$100 \mu\text{m}$

写真 3.3-3 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(縦断面)金相写真(2)

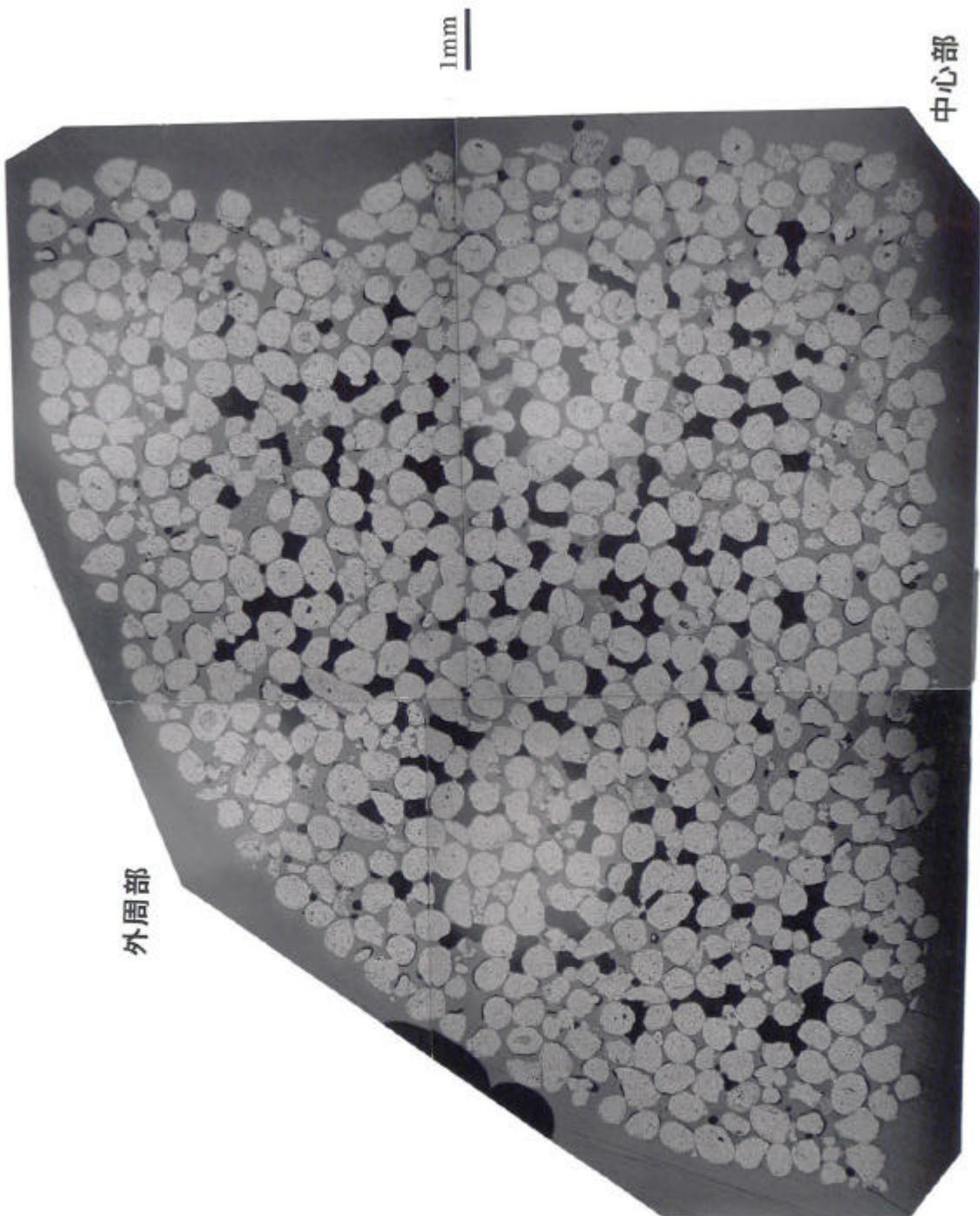
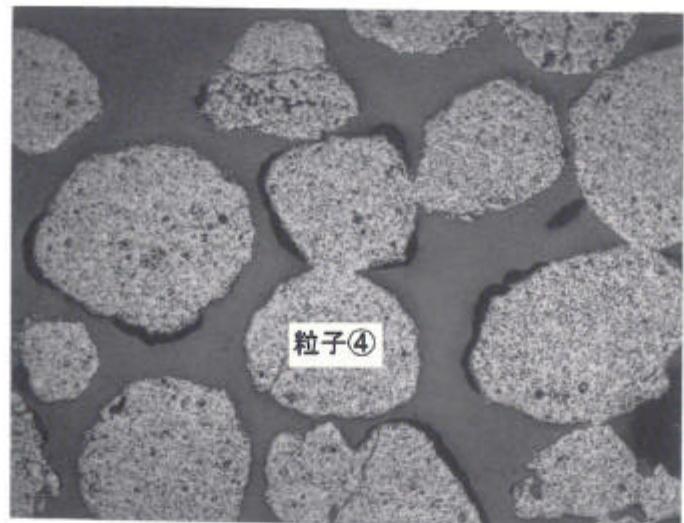
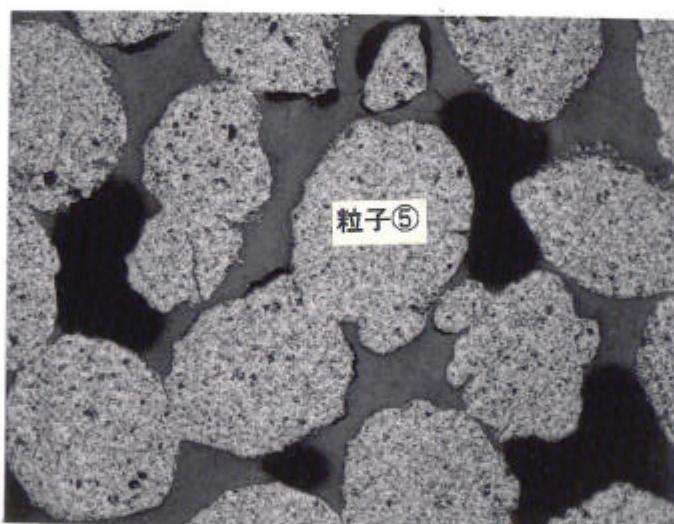


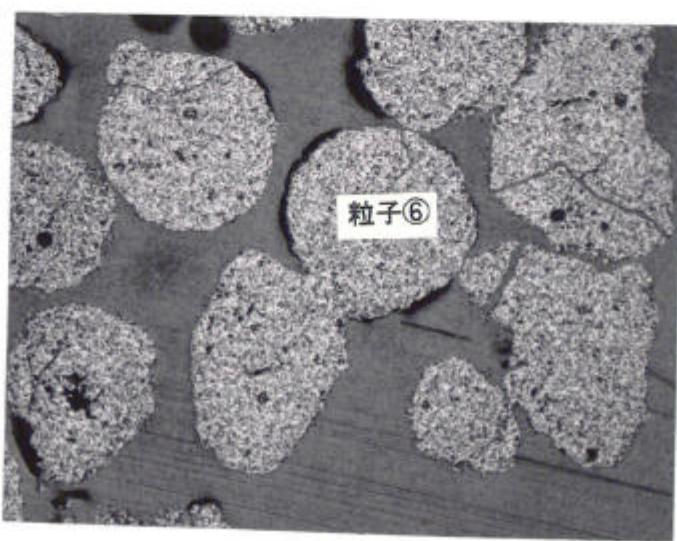
写真 3.3-4 熱伝導度測定試験後の粒子焼結体(縦断面)金相写真



外周部



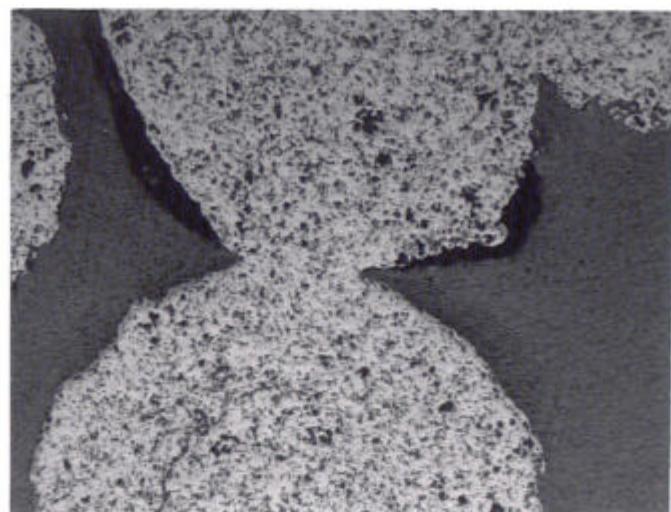
中間部



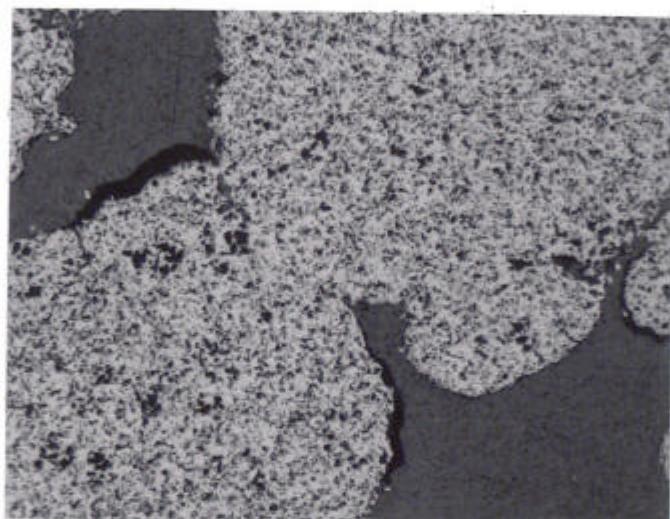
中心部

200 μm

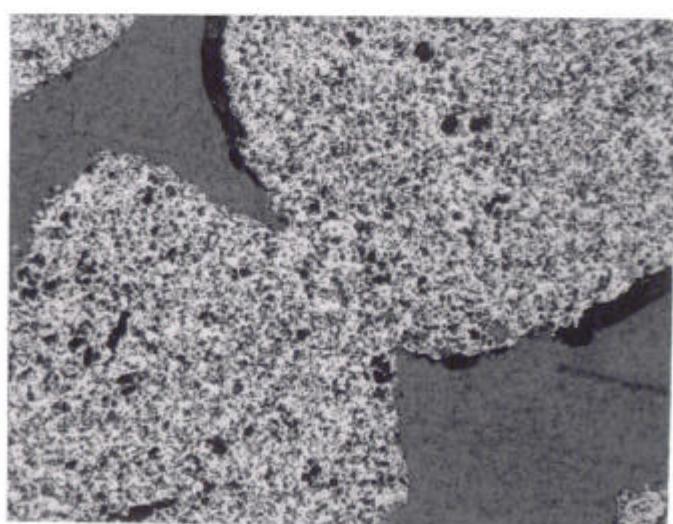
写真 3.3-5 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(横断面)金相写真(1)



外周部



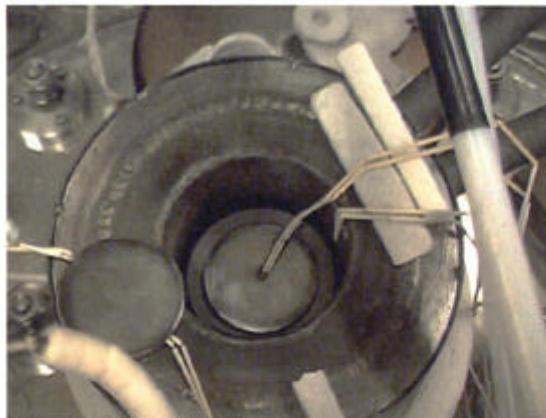
中間部



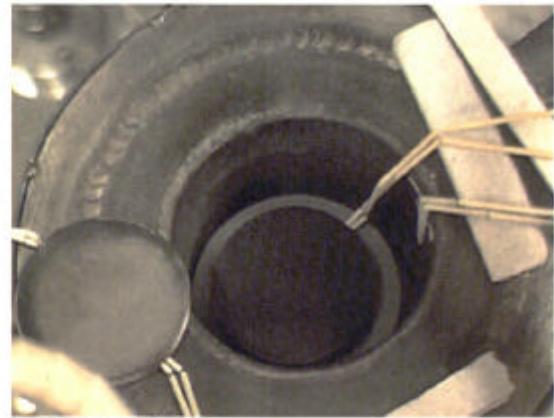
中心部

$100 \mu\text{m}$

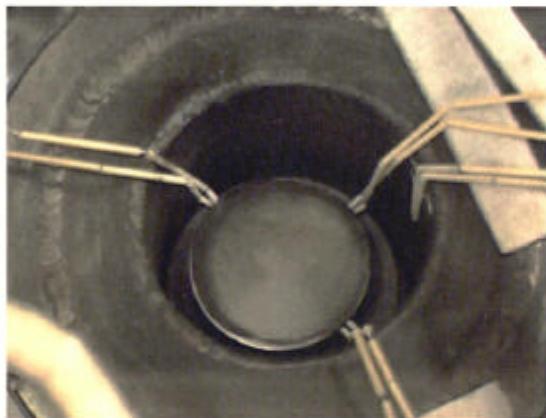
写真 3.3-6 热伝導度測定試験後の粒子焼結部(横断面)金相写真(2)



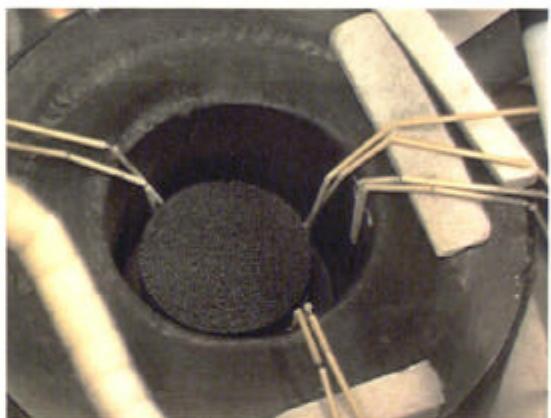
① 下部均熱板裝荷



② 標準試料裝荷



③ 中間均熱板裝荷



④ 粒子焼結体①装荷

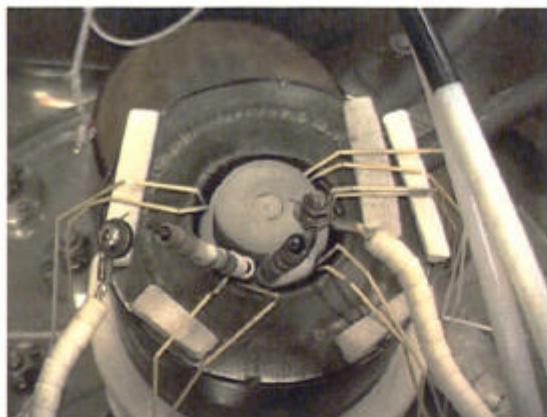


⑤ 試料外周断熱材装荷



⑥ 上部均熱板裝荷

写真 3.4-1 粒子焼結体①(上側)熱伝導度測定における試験体組立手順(1)



⑦ 上部プレートヒーター装荷

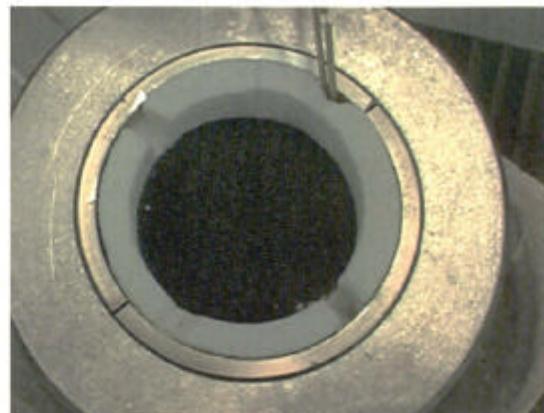


⑧ 上部断熱材装荷

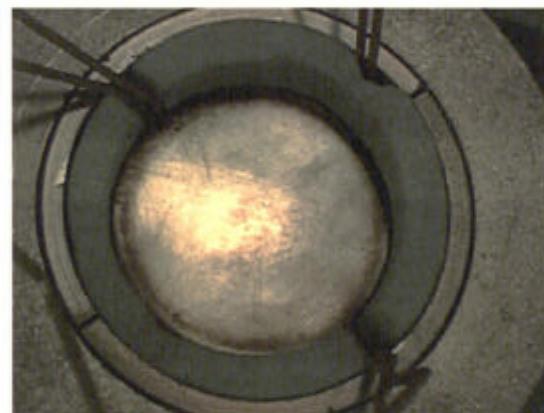
写真 3.4-2 粒子焼結体①(上側)熱伝導度測定における試験体組立手順(2)



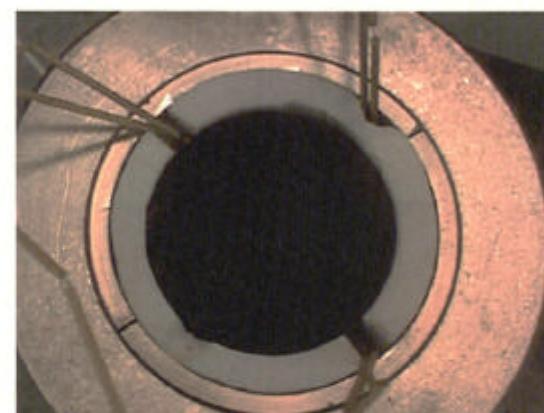
① 下部均熱板装荷（ダイス内）



② 粒子充填（下側）



③ 中間均熱板装荷



④ 標準試料（上側）装荷

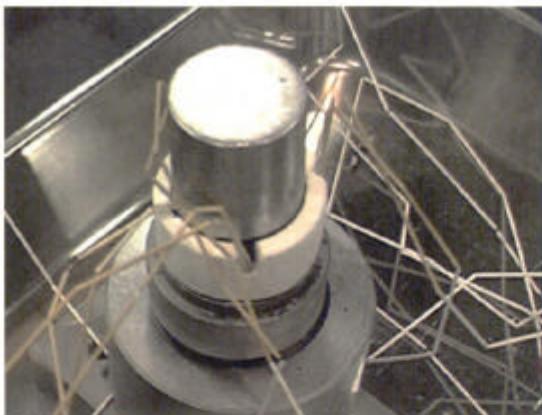


⑤ 上部均熱板装荷



⑥ タッピング後の試験体外観

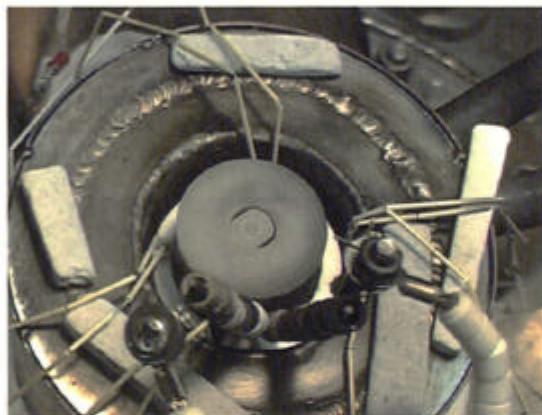
写真 3.4-3 粒子焼結体②(下側)熱伝導度測定における試験体組立手順(1)



⑦ ダイス取り外し後の試験体外観



⑧ ガードヒーター内試験体外観



⑨ 上部プレートヒーター装荷



⑩ 上部断熱材装荷

写真 3.4-4 粒子焼結体②(下側)熱伝導度測定における試験体組立手順(2)

4. 考察

4.1 粒子焼結体ネック比について

粒子焼結体製作試験では、H13 年度実施の試験で得られた粒子焼結条件と粒子ネック比(38～40%)の関係をもとに、解析曲線による推定でネック比が 20～30%になると推定される条件で粒子焼結体①を作成した。熱伝導度測定に供試後の粒子焼結体①の金相観察により、焼結体横断面では粒子ネック比は 28%と目標のネック比範囲となつたが、縦断面では 37%と、H14 年度に製作した粒子焼結体と同等である事が判った。粒子間焼結は一定の荷重および温度条件下では物質の相互拡散により進行すると考えられるが、上記より、荷重方向の粒子充填層縦断面では荷重負荷開始直後より粒子間焼結が進むのに対し、充填層横断面方向では、相対的に接触応力が小さいために焼結の進行が遅くなつたことが推定される。

従つて伝熱方向である荷重方向の粒子ネック比を低ネック比側で制御するには、本試験で使用した荷重負荷時間 30 分より短時間側でのネック比と荷重負荷時間及び荷重の関係を実測により把握することが重要と考えられる。

なお熱伝導度測定時の粒子焼結体温度は 840°C 以下と焼結体製作温度 1700°C に比較してはるかに低いことから、熱伝導度測定試験中に粒子焼結体ネック比が変化することはないと考えられる。

4.2 標準試料の熱伝導度測定結果

測定試料(石英ガラス)と標準試料(石英ガラス)を上側と下側に入れ替えた熱伝導度測定値の評価結果より、測定試料温度が高温側となるほど、試料外周方向への熱移動による測定誤差が大きくなることが判った。これは本装置では試料外周方向熱移動を抑制するため 1 台のガードヒーターの内面温度を上側試料と下側試料の境界温度に設定して使用しており、試料平均温度が高温側ほど上側試料では試料外周方向への放熱、下側試料ではガードヒーターからの入熱の影響が大きくなるためと考えられる。

石英ガラスの熱伝導度測定結果より、測定誤差の主因が試料外周方向の熱移動である測定条件では、測定試料の位置を上側および下側とした熱伝導度測定値の平均値は石英ガラス熱伝導度と良く一致することを確認した。

4.3 粒子焼結体の熱伝導度測定結果

上側及び下側試料位置での粒子焼結体熱伝導度測定平均値の比較により、本年度測定したネック比の異なる 2 個の粒子焼結体の熱伝導度には有意な差違(ネック比 0% の粒子焼結体の熱伝導度はネック比 37% の粒子焼結体の熱伝導度に比較して 13～16% 低い)が認められた。また、ネック比 0% の焼結体では、He 圧力を 1atm から 0.1atm に変化させた時の熱伝導度の変化は約 40% と、ネック比 37% の焼結体の変化(約 7%) に比較して大きくなることが判った。

昨年度製作した粒子焼結体(ネック比 38%)と本年度製作した粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較では、明瞭なネック比依存性は認められなかつたが、これは粒子焼結体①のネック比測定結果(ネック比 37%)より、粒子焼結体①のネック比が予想より大きくなり、昨年度の 38% と大差なくなつていたことが主因と考えられる。

5. おわりに

5.1 粒子焼結体製作試験

粒子焼結体製作試験では、H13年度及びH14年度実施の試験で得られた粒子焼結条件と粒子ネック比(38~40%)の関係をもとに、解析曲線による推定でネック比が20~30%になると推定される条件で粒子焼結体①を作成した。熱伝導度測定に供試後の粒子焼結体①の金相観察により、焼結体横断面では粒子ネック比は28%と目標のネック比範囲となつたが、縦断面では37%と、H14年度に製作した粒子焼結体と同等である事が判った。本結果より荷重方向の粒子ネック比を低ネック比側で制御するには、本試験で使用した荷重負荷時間30分より短時間側でのネック比と荷重負荷時間及び荷重の関係を実測により把握することが重要と考えられる。

5.2 热伝導度測定試験

本年度研究では標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定によりH14年度に製作した平板比較法熱伝導度測定装置の装置特性を調べた。この調査結果をもとに粒子焼結体の熱伝導度測定条件を選定し、本年度に粒子ネック比を変えて製作した粒子焼結体の熱伝導度を測定した。これらの試験結果をもとに粒子焼結体熱伝導度測定試験における課題を抽出した。本試験結果の主要な結果を以下に示す。

(標準試料の熱伝導度測定)

測定試料(石英ガラス)と標準試料(石英ガラス)を上側と下側に入れ替えた熱伝導度測定値の評価結果より、測定試料温度が高温側となるほど、試料外周方向への熱移動による測定誤差が大きくなることが判った。石英ガラスの熱伝導度測定結果より、測定誤差の主因が試料外周方向の熱移動である測定条件では、測定試料の位置を上側および下側とした熱伝導度測定値の平均値は石英ガラス熱伝導度と良く一致することを確認した。

(粒子焼結体の熱伝導度測定)

上側及び下側試料位置での粒子焼結体熱伝導度測定平均値の比較により、本年度測定したネック比の異なる2個の粒子焼結体の熱伝導度には有意な差違(ネック比0%の粒子焼結体の熱伝導度はネック比37%の粒子焼結体の熱伝導度に比較して13~16%低い)が認められた。また、ネック比0%の焼結体では、He圧力を1atmから0.1atmに変化させた時の熱伝導度の変化は約40%と、ネック比37%の焼結体の変化(約7%)に比較して大きくなることが判った。

昨年度製作した粒子焼結体(ネック比38%)と本年度製作した粒子焼結体の熱伝導度測定値の比較では、明瞭なネック比依存性は認められなかつたが、これは粒子焼結体①のネック比測定結果(ネック比37%)より、粒子焼結体①のネック比が予想より大きくなり、昨年度の38%と大差なくなつていたことが主因と考えられる。

5.3 今後の課題

①低粒子ネック比焼結データの拡充

H13 年度及び H14 年度実施の試験で得られた粒子焼結条件と粒子ネック比(38～40%)の関係をもとに、解析曲線による推定でネック比が 20～30%になると推定される条件での試験を実施した結果、荷重負荷方向のネック比は推定値と大きく異なることが判った。今後、低ネック比領域の粒子焼結体製作条件を設定する上で、粒子ネック比と荷重負荷時間及び荷重の関係の実測データの拡充が重要と考えられる。

②粒子ネック比の評価手法の検討

本研究で使用した粒子ネック比は金相断面上で測定される最大ネック比で焼結体の平均ネック比を代表させる簡易法であり、真球ではない粒子充填層に適用する場合には標本数を十分大きくしないと評価精度が低下することは避けられない。限られた標本数で粒子焼結体の平均ネック比に近いをネック比を評価できるようにする手法の開発が望まれる。

③熱伝導度測定温度範囲の拡大

本研究では試料平均温度 800°Cまでの熱伝導度を測定したが、粒子充填層の熱伝導度測定値を設計評価に反映させる上で、より高温域(約 1000°C)まで測定できるようにすることが望まれる。

800°Cを越える温度領域では測定精度を確保する上で試料毎に外周方向の熱損失を抑制する方策の検討が重要と考えられる。

6. 参考文献

- 1) 水野峰雄他、“振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(1)－試料作成方法の検討－”
(核燃料サイクル開発機構 契約業務報告書 JNC TJ8440 2002-003) (2002)
- 2) 水野峰雄他、“振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(2)－熱伝導度測定方法の検討－”
(核燃料サイクル開発機構 契約業務報告書 JNC TJ8430 2003-001) (2003)
- 3) 化学便覧 改訂3版 基礎編II、日本化学会、丸善 (1984)
- 4) 热物性ハンドブック、日本热物性学会編、養賢堂 (1990)

平板比較法による熱伝導度測定記録(2)

標準	下部	材質 石英ガラス	肉厚 (mm)	上部	材質 石英 ガラス	肉厚 (mm)	測定
			5.07				5.01

測定日	H16.1.27	項目	時刻	測定試料 標準肉厚 (℃)	初期測定試 料平均溫度 (℃)	PH1, PH2 設定溫度 (℃)	GH 設定溫度 (℃)	上部 均熱板中 央溫度 (℃)	下部 均熱板中 央溫度 (℃)	中間 均熱板中 央溫度 (℃)	中間 均熱板外 周溫度 (℃)	測定試 料平均 溫度 (℃)	測定十 標準試 料平均 厚度 (℃)	測定十 標準試 料平均 厚度 (℃)	試料平 均溫 度 (℃)	試料 厚度 合計 (℃)	標準試 料厚度 (℃)	標準試 料溫度 差 (℃)	變更 PH1設 定值 (℃)	變更 PH2設 定值 (℃)	GH 電壓 (V)	PH 電流 (A)	PH 電流 (A)	PH 電壓 (V)	PH 電流 (A)	PH 電壓 (V)
			1atmHe																							
19:30	0.01atmH	600	50	588	588	613	563																			
19:49	PH1, PH2 変更	600	50	588	584	609	559																			
20:18	定常	600	50	588	584	609	559	586.6	613.8	580.7	592.0	592.0	602.9	33.2	586.3	594.6	21.8	606.1	575.9	11.3	45	2	4	7	0	
20:19	GH変更	600	50	588	563	613	563																			
20:32	定常	600	50	588	563	613	563	561.6	613.7	561.5	578.2	578.4	596.4	52.2	570.3	583.4	34.5	616.1	560.3	17.7	45	2	4	7	0	
20:33	0.1atm	600	50	588	563	613	563																			
20:43	0.3atm	600	50	588	563	613	563	561.4	613.7	561.6	584.6	583.4	599.1	52.1	573.1	586.1	29.1	613.4	560.4	23.0	55	1	5	10	3	
20:44	0.3atm	600	50	588	563	613	563																			
20:53	定常	600	50	588	563	613	563	561.5	613.7	562.8	584.9	583.8	599.3	50.9	573.9	586.6	28.8	613.2	561.6	22.1	53	2	5	10	3	
20:54	1atm	600	50	588	563	613	563																			
21:03	定常	600	50	588	563	613	563	561.5	613.7	562.8	585.6	583.7	599.6	50.9	574.2	586.9	28.1	612.9	561.6	22.8	58	2	5	10	4	
21:04	GH変更	600	50	588	563	613	563																			
21:14	定常	600	50	588	588	613	563	586.5	613.8	562.8	588.0	587.1	600.3	51.0	575.4	588.2	25.8	611.6	561.5	25.2	46	3	5	11	3	

	下部 材質 (mm)	上部 材質 (mm)	肉厚 (mm)	肉厚 (mm)
柱質	石英ガラス	J02	5.07	5.75
標準	標準	測定	5.07	5.75

平板比較法による熱伝導度測定記録(4)

平板比較法による熱伝導度測定記録(7)

平板比較法による熱伝導度測定記録(7)