

振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(4)
(核燃料サイクル開発機構 契約業務報告書)

2005 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49

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)
2005

振動充填燃料焼結体の熱伝導度測定試験(4)

(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

粒子間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、平板比較法を用いた粒子焼結体の熱伝導度測定試験を実施している。

平成13～15年度の試験では、粒子間の焼結状態を制御できる試験試料の作製方法を把握し、平板比較法による粒子焼結体の熱伝導度測定装置を開発した。

本年度は熱伝導度測定装置の改良により、測定温度範囲の拡大及び高温領域での測定精度の向上を図った。また今後計画されている真球度の高い UO_2 粒子を使用した粒子焼結体の実効熱伝導度測定の見通しを得ることを目的として、同装置により真球度の高いYTZ粒子焼結体における粒子間ネックと熱伝導度の相関関係を調べた。

その結果、真球度の高い粒子を使用することでネック比の制御がより容易になるとともに、粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係が低ネック比領域にも適用できることが判った。

装置の改良により、測定温度の上限は従来の800 から900 に上昇し、石英ガラスを用いた装置特性試験における熱伝導度測定値の95%信頼幅は、600～900 で $\pm 3\%$ と、平成14年度試験における $\pm 8\%$ に比較して向上した。

YTZ粒子焼結体の熱伝導度には前年度の試験よりも大きなネック比依存性が認められた。これは真球度の高い粒子の使用により、粒子間の接触状態が焼結前の点接触から焼結後の面接触への理想的な変化に近づいたためであると考えられる。

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。

熱伝導度測定温度範囲の拡大
高温領域での測定精度向上
粒子ネック比測定精度の評価

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 (4)

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

Mineo Mizuno , Yuji Kosaka , Shinta Ogawa

Abstract

The thermal conductivity measurement of sintered UO_2 particles bed has been performed with the Guarded-Comparative Longitudinal Heat Flow Technique to investigate the necking effects on the thermal conductivity of the Vibro-packed fuel.

In the years from 2002 to 2004, the experimental study was carried out in order to survey the sintering condition of UO_2 particles fuel bed, and an apparatus for thermal conductivity measurement of the sintered particles bed with the Guarded-Comparative Longitudinal Heat Flow Technique was developed.

In this work, modification of the apparatus was carried out in order to increase the temperature range of the measurement and improve the precision of measurement at high temperature. Furthermore, the relation between necking ratio and the thermal conductivity of the sintered YTZ spherical particles bed is surveyed to apply this apparatus to the thermal conductivity measurements of UO_2 spherical particle bed with high sphericity in next stage of study.

The results indicate that necking ratio of particles can be controlled easily by the usage of spherical particles, and the relation between necking ratio and sintering strain can be applicable to low necking ratio region. The highest temperature limit of the measurement was increased from 800 to 900 with this modification. The characteristics of the measurement apparatus are surveyed using quartz glass disc as a standard sample, and the error of the thermal conductivity measurements is estimated $\pm 3\%$ (95% confidence limit) in 600 ~ 900 , which is smaller than $\pm 8\%$ estimated in the measurement of the thermal conductivity carried out in 2002. The thermal conductivity of the sintered YTZ spherical particle bed depends largely on necking ratio of particles than former measurement. This result is due to the ideal change of contacting surface of the particles from pointwise before sintering to areawise after sintering by the usage of spherical particles.

Future tasks on the thermal conductivity measurement of the sintered UO_2 particle bed are proposed as follows,

Extension of the temperature range of the thermal conductivity measurement

Improvement the accuracy of the thermal conductivity measurement in higher temperature region

Evaluation of the precision of measurement on the necking ratio between particles

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 測定試料の作製	1
2.1.1 模擬試料の調達	1
2.1.2 試験試料の作製	1
2.2 熱伝導度測定装置の改造	3
2.3 粒子焼結体の熱伝導度測定試験	3
2.3.1 試験装置	3
2.3.2 試験方法及び条件	3
2.4 試料の検査	5
3 . 試験結果	14
3.1 測定試料の作製	14
3.1.1 模擬試料の調達	14
3.1.2 試験試料の作製	14
3.2 熱伝導度測定装置の改造	16
3.2.1 特性試験#1	16
3.2.2 特性試験#2	17
3.2.3 特性試験#3	17
3.2.4 特性試験#4	18
3.3 粒子焼結体の熱伝導度測定試験	18
3.3.1 標準試料の熱伝導度測定	18
3.3.2 YTZ 粒子焼結体の熱伝導度測定	19
3.3.3 断熱材（カオウール）の熱伝導度測定	22
3.4 試料の検査	22
3.4.1 重量・寸法測定	22
3.4.2 粒子ネック比測定	22
4 . 考察	109
4.1 粒子真球度の焼結体ネック比の影響について	109
4.2 標準試料の熱伝導度測定結果	109
4.3 粒子焼結体の熱伝導度測定結果	110
5 . おわりに	113
5.1 測定試料の作製	113
5.2 熱伝導度測定装置の改造	113
5.3 粒子焼結体の熱伝導度測定試験	113

5.4 今後の課題	115
6 . 参考文献	116
付録	付(1)

表目次

表 2.1-1 クリープ試験機 装置仕様	6
表 2.3-1 平板比較法熱伝導度測定装置仕様	7
表 2.3-2 粒子焼結体熱伝導度測定試験マトリックス	8
表 2.3-3 標準試料による較正試験用試料一覧	8
表 2.3-4 石英ガラスの熱伝導度	9
表 2.3-5 カオウール 1700HA ボード (断熱材) の熱伝導度	9
表 3.1-1 粒子焼結体製作用 YTZ(95%ZrO ₂) 粒子の粒径分布	24
表 3.1-2 粒子焼結体製作試験条件	25
表 3.1-3 粒子焼結体製作試験における歪量測定結果	25
表 3.2-1 特性試験#1～#4 における装置構造の比較	26
表 3.2-2 特性試験#1 における温度測定結果	27
表 3.2-3 特性試験#2 における温度測定結果	28
表 3.2-4 特性試験#3 における温度測定結果	29
表 3.2-5 特性試験#4 における温度測定結果	30
表 3.3-1 標準試料 (石英ガラス) の熱伝導度測定結果 (測定試料上側)	31
表 3.3-2 ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ) の熱伝導度測定結果 (第 1 回)	32
表 3.3-3 ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ) の熱伝導度測定結果 (第 2 回)	33
表 3.3-4 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 37%) の熱伝導度測定結果 (第 1 回)	34
表 3.3-5 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 37%) の熱伝導度測定結果 (第 2 回)	35
表 3.3-6 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 20%) の熱伝導度測定結果	36
表 3.3-7 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 0%) の熱伝導度測定結果	37
表 3.3-8 断熱材 (カオウール、He 雰囲気中) の熱伝導度測定結果	38
表 3.3-9 標準試料 (石英ガラス) の熱伝導度測定結果 (測定試料下側)	39
表 3.3-10 石英ガラスの熱伝導度測定結果 (測定試料上側) のまとめ	40
表 3.3-11 石英ガラスの熱伝導度測定結果 (測定試料下側) のまとめ	40
表 3.3-12 ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ) の熱伝導度測定結果 (第 1 回) のまとめ	41
表 3.3-13 ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ) の熱伝導度測定結果 (第 2 回) のまとめ	41
表 3.3-14 YTZ 粒子焼結体(ネック比 37%)の熱伝導度測定結果(第 1 回)のまとめ	42
表 3.3-15 YTZ 粒子焼結体(ネック比 37%)の熱伝導度測定結果(第 2 回)のまとめ	42
表 3.3-16 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 20%) の熱伝導度測定結果のまとめ	42
表 3.3-17 YTZ 粒子焼結体 (ネック比 0%) の熱伝導度測定結果のまとめ	42
表 3.3-18 YTZ 粒子焼結体熱伝導度の He 圧力依存性	43
表 3.3-19 断熱材 (カオウール) の熱伝導度測定結果のまとめ	43
表 3.4-1 粒子焼結体の厚さ及び重量測定結果	44
表 3.4-2 先行試験における粒子焼結体のネック比測定結果	44
表 3.4-3 本試験(1) (目標ネック比 20%) における粒子焼結体のネック比測定結果	45
表 3.4-3 本試験(2) (目標ネック比 40%) における粒子焼結体のネック比測定結果	45

目次

図 2.1-1 クリープ試験装置概念図	10
図 2.1-2 粒子焼結試験における試験体構造	11
図 2.1-3 粒子ネック比の焼きしまり歪量依存性（計算値）と試験データの比較	12
図 2.3-1 平板比較法による熱伝導測定装置構造	13
図 3.1-1 粒子焼結体製作試験における焼きしまり歪量条件	46
図 3.1-2 粒子焼結体製作先行試験（目標ネック比 40%）における歪量変化	47
図 3.1-3 粒子焼結体製作本試験(1)（目標ネック比 20%）における歪量変化	48
図 3.1-4 粒子焼結体製作本試験(2)（目標ネック比 40%）における歪量変化	49
図 3.2-1 特性試験#1 における装置構造	50
図 3.2-2 特性試験#2 における装置構造	51
図 3.2-3 特性試験#3 における装置構造	52
図 3.2-4 特性試験#4 における装置構造	53
図 3.2-5 特性試験#1 における測温履歴	54
図 3.2-6 特性試験#2 における測温履歴	55
図 3.2-7 特性試験#3 における測温履歴	56
図 3.2-8 特性試験#4 における測温履歴	57
図 3.2-9 ZrO_2 熱伝導度測定値の比較(1)	58
図 3.3-1 標準試料（石英ガラス）熱伝導度測定における測温履歴	59
図 3.3-2 標準試料（石英ガラス）の熱伝導度測定結果	60
図 3.3-3 ZrO_2 (5.5% Y_2O_3 YSZ) 熱伝導度測定（第 1 回）における測温履歴	61
図 3.3-4 ZrO_2 (5.5% Y_2O_3 YSZ) 熱伝導度測定（第 2 回）における測温履歴	62
図 3.3-5 ZrO_2 熱伝導度測定値の比較(2)	63
図 3.3-6 YTZ 粒子焼結体(ネック比 37%)熱伝導度測定(第 1 回)における測温履歴	64
図 3.3-7 YTZ 粒子焼結体(ネック比 37%)熱伝導度測定(第 2 回)における測温履歴	65
図 3.3-8 YTZ 粒子焼結体熱伝導度測定値の温度依存性	66
図 3.3-9 YTZ 粒子焼結体熱伝導度測定値の温度依存性（参考データ）	67
図 3.3-10 YTZ 粒子焼結体熱伝導度測定値の粒子ネック比依存性	68
図 3.3-11 YTZ 粒子焼結体熱伝導度測定値の粒子ネック比依存性（参考データ）	69
図 3.3-12 YTZ 粒子焼結体（ネック比 20%）熱伝導度測定における測温履歴	70
図 3.3-13 YTZ 粒子焼結体（ネック比 0%）熱伝導度測定における測温履歴	71
図 3.3-14 断熱材（カオウール、He 雰囲気中）熱伝導度測定における測温履歴	72
図 3.3-15 断熱材（カオウール）熱伝導度測定値の温度依存性	73
図 3.3-16 断熱材（カオウール）熱伝導度測定値の温度依存性（参考データ）	74
図 4.1-1 粒子ネック比の焼きしまり歪量依存性(計算値)と試験データの比較	111
図 4.2-1 標準試料（石英ガラス）の熱伝導度測定結果の比較	112

写真目次

写真 3.1-1	焼結体製作用粒子の SEM 外観	75
写真 3.1-2	先行試験で製作した粒子焼結体の縦断面金相	76
写真 3.1-3	先行試験粒子焼結体 縦断面上面近傍金相($\times 50$)	77
写真 3.1-4	先行試験粒子焼結体 縦断面上面近傍金相($\times 200$)	77
写真 3.1-5	先行試験粒子焼結体 縦断面中央部金相 $\times 50$	78
写真 3.1-6	先行試験粒子焼結体 縦断面中央部金相($\times 200$)	78
写真 3.1-7	先行試験粒子焼結体 縦断面下面近傍金相($\times 50$)	79
写真 3.1-8	先行試験粒子焼結体 縦断面下面近傍金相($\times 200$)	79
写真 3.1-9	先行試験で製作した粒子焼結体の横断面金相	80
写真 3.1-10	先行試験粒子焼結体 横断面外周部金相($\times 50$)	81
写真 3.1-11	先行試験粒子焼結体 横断面外周部金相($\times 200$)	81
写真 3.1-12	先行試験粒子焼結体 横断面中間部金相($\times 50$)	82
写真 3.1-13	先行試験粒子焼結体 横断面中間部金相($\times 200$)	82
写真 3.1-14	先行試験粒子焼結体 横断面中心部金相($\times 50$)	83
写真 3.1-15	先行試験粒子焼結体 横断面中心部金相($\times 200$)	83
写真 3.1-16	先行試験粒子焼結体の上面	84
写真 3.1-17	先行試験粒子焼結体の側面	84
写真 3.1-18	本試験(1)粒子焼結体の上面	85
写真 3.1-19	本試験(1)粒子焼結体の側面	85
写真 3.1-20	本試験(2)粒子焼結体の上面	86
写真 3.1-21	本試験(2)粒子焼結体の側面	86
写真 3.3-1	熱伝導度測定装置の組立手順(1)	87
写真 3.3-2	熱伝導度測定装置の組立手順(2)	88
写真 3.3-3	熱伝導度測定試験前の粒子焼結体(ネック比 40%)の外観	89
写真 3.3-4	熱伝導度測定試験後の粒子焼結体(ネック比 40%)の外観	89
写真 3.3-5	熱伝導度測定試験前の粒子焼結体(ネック比 20%)の外観	90
写真 3.3-6	熱伝導度測定試験後の粒子焼結体(ネック比 20%)の外観	90
写真 3.3-7	熱伝導度測定試験前の粒子焼結体(ネック比 0%)の外観	91
写真 3.3-8	熱伝導度測定試験後の粒子焼結体(ネック比 0%)の外観	91
写真 3.3-9	粒子焼結体(ネック比 20%)の測定容器装荷状態(試験後)	92
写真 3.4-1	本試験(1)で製作した粒子焼結体(ネック比 20%)の縦断面金相	93
写真 3.4-2	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面上面近傍金相($\times 50$)	94
写真 3.4-3	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面上面近傍金相($\times 200$)	94
写真 3.4-4	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面中央部金相 $\times 50$	95
写真 3.4-5	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面中央部金相($\times 200$)	95
写真 3.4-6	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面下面近傍金相($\times 50$)	96
写真 3.4-7	粒子焼結体(ネック比 20%) 縦断面下面近傍金相($\times 200$)	96
写真 3.4-8	本試験(1)で製作した粒子焼結体(ネック比 20%)の横断面金相	97

写真 3.4-9	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面外周部金相(× 50)	98
写真 3.4-10	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面外周部金相(× 200)	98
写真 3.4-11	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面中間部金相(× 50)	99
写真 3.4-12	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面中間部金相(× 200)	99
写真 3.4-13	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面中心部金相(× 50)	100
写真 3.4-14	粒子焼結体 (ネック比 20%)	横断面中心部金相(× 200)	100
写真 3.4-15	本試験 (2) で製作した粒子焼結体 (ネック比 37%) の縦断面金相.....			101
写真 3.4-16	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面上面近傍金相(× 50)	102
写真 3.4-17	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面上面近傍金相(× 200)	102
写真 3.4-18	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面中央部金相(× 50)	103
写真 3.4-19	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面中央部金相(× 200)	103
写真 3.4-20	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面下面近傍金相(× 50)	104
写真 3.4-21	粒子焼結体 (ネック比 37%)	縦断面下面近傍金相(× 200)	104
写真 3.4-22	本試験 (2) で製作した粒子焼結体 (ネック比 37%) の横断面金相.....			105
写真 3.4-23	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面外周部金相(× 50)	106
写真 3.4-24	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面外周部金相(× 200)	106
写真 3.4-25	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面中間部金相(× 50)	107
写真 3.4-26	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面中間部金相(× 200)	107
写真 3.4-27	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面中心部金相(× 50)	108
写真 3.4-28	粒子焼結体 (ネック比 37%)	横断面中心部金相(× 200)	108

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（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桁ほど大きいいため、この粒子間焼結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。そのため、粒子間焼結の効果を適切に熱伝導度評価に反映し、設計を合理化する必要がある。

平成13～15年度の試験^{1),2),5)}では、転動造粒法により作製した UO_2 粒子を用いて、1)充填体の焼きしまり歪を制御することにより、粒子間の焼結状態を制御できる試験試料の作製方法を確立し、2)作製した試料を対象に平板比較法による熱伝導度測定を実施し、粒子間焼結の状態による熱伝導度の変化を測定し、粒子焼結体の実効熱伝導度の測定方法を開発した。

本年度は、前年度までの試験に使用した平板比較法による熱伝導度測定装置について、設計上有用である1400℃までの温度範囲のうち、熱伝導度測定試験中に粒子間焼結の状態が変化しないと考えられる1000℃までの測定温度範囲の拡大を目的とした装置の改良及び試験を実施する。また、前年度までの試験において、高温となるに従って熱伝導度測定精度が低下する傾向が見られたことから、更なる高温での測定に対応するため測定精度の向上を図る。さらに、今後計画されている真空凍結乾燥法による真球度の高い UO_2 粒子を用いた実効熱伝導度測定試験の見通しを得るため、同装置を用いて真球度の高い模擬粒子充填体の熱伝導度測定を実施し、粒子間ネッキングと熱伝導度の相関関係について評価する。

2. 実施内容

2.1 測定試料の作製

2.1.1 模擬粒子の調達

模擬粒子には、入手が容易な市販品を対象に、平成15年度に使用した転動造粒法による製作粒子に比較して真球度が高く、熱伝導度が UO_2 と同等のYttria Toughened Zirconia（以下、YTZと略す）ボールを選定する。粒径は800 μm 程度とし、高温での輻射による熱移動を抑制するため、粒子製造メーカーにてカーボンヒーター炉で N_2 雰囲気中、1400℃、100MPaの条件でHot Isometric Press（以下、HIPと略す）処理により着色処理した粒子を使用する。使用粒子の粒径及び形状は抜き取り（約10個）でSEM観察により検査する。

2.1.2 試験試料の作製

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2.1-1に測定原理図、表2.1-1に装置仕様を示す。模擬粒子を充填する焼結試験治具の構造・寸法及び材質を図2.1-2に示す。

2) 作製方法及び条件

試験試料は、2.1.1の粒子及び1)に示した試験装置を用いて外径30mm、厚さ5mm以上のディスク形で所定のネック比となるように作製する。ネック比は、目標値を0%及び0%～

40%の範囲内で2条件とする。ネック比0%の試料については、クリープ試験装置を用いた焼結は行わず、カオウル製断熱容器に直接模擬粒子を充填し熱伝導度測定に供する。

本年度は平成13～15年度の試験に使用したUO₂粒子より真球度の高い模擬粒子を使用して焼結体熱伝導度のネック比依存性を調べるために、ネック比の異なる粒子焼結体を2個製作する。模擬粒子では焼きしまり歪量と粒子ネック比の関係がこれまでの試験とは差異のあることが予想される。そこで先行試験として、図2.1-3に示す評価モデル(計算値)でネック比が約40%になると推定される焼きしまり歪量(約7.5%)まで模擬粒子充填層をクリープ試験機にかけ、試験後の粒子焼結体の断面金相観察を行う。断面金相観察で測定されたネック比と評価モデルによる計算値の関係を求め、これをもとに本試験における目標粒子ネック比および焼きしまり歪量を決定する。

粒子焼結体製作手順を以下に示す。

焼結試験治具への粒子充填

焼結試験治具内(内径:30.1mm)に約6mmの厚さとなると概算された重量の模擬粒子を充填し、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、理論密度より充填率を算出し、充填率を確認する。

焼結試験治具のセット

模擬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、雰囲気を不活性ガス(ArまたはHe)に置換し一定流量(～80cc/min)でガスフローさせる。

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YTZ粒子の焼結が確認されている1300以上で、装置の最高使用温度(1800)以下である1400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錘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。)

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錘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。

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、目標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。

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。

2.2 熱伝導度測定装置の改造

前年度までに適用した熱伝導度測定装置に関し、以下の改良を施す。改良後の装置構造を図 2.2-1 に示す。

測定上限温度を 800 から 1000 に引き上げる。装置の改造としてはプレートヒーター線材質の Mo から W への変更を行う。

測定時の試料外周方向への熱移動をよりきめ細かく制御できる試験体系とする。装置の改造としてはガードヒーターを上下 2 分割、各系統が独立制御可能とする。これに伴い給電系統を 3 系統から 4 系統へ増設する。

2.3 粒子焼結体の熱伝導度測定試験

2.3.1 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。装置仕様を表 2.3-1 に、装置構造(第 3.2 節に示した特性試験結果より決定したもの)を図 2.3-1 に示す。

本装置では熱電対を中央部に装着した 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、上下に設けたプレート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。

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。

$$k_2 = k_1 \times (L_2 / L_1) \times (T_1 / T_2) \quad (2.3-1)$$

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)

T_1 : 標準試料の肉厚方向温度差 (K)

T_2 : 測定試料の肉厚方向温度差 (K)

2.3.2 試験方法及び条件

2.1 で作成した粒子焼結体の熱伝導度を測定する。測定は表 2.3-2 に示した試験マトリックスに従い、合計 27 点測定する。試験に使用する標準試料(石英ガラス)の形状寸法を表 2.3-3 に、熱伝導度⁴⁾を表 2.3-4 に示す。また測定容器等に使用する断熱材(カオウール)の熱伝導度を表 2.3-5 に示す。表 2.3-5 中には参考データとして He ガスの熱伝導度³⁾を示した。

熱伝導度測定試験手順を以下に示す。

1) 熱電対指示値の確認

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

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み込み、熱電対及びヒーター配線接続を確認する。

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。

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。

ガードヒーター昇温

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、上部ガードヒーター内面温度を上側試料平均温度、下部ガードヒーター内面温度を下側試料平均温度とし、熱電対半径方向の熱損失を抑制する。

熱伝導度測定

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(ネック比 0%の充填体以外)の熱伝導度測定

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み込み、熱電対及びヒーター配線接続を確認する。

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。

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を所定の値とする。

ガードヒーター昇温

ガードヒーターへの通電により上部ガードヒーター内面温度を上側試料平均温度、下部ガードヒーター内面温度を下側試料平均温度とし、熱電対半径方向の熱損失を抑制する。

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。

4) 粒子焼結体(ネック比 0%)の熱伝導度測定

粒子充填準備

粒子焼結体製作に使用したダイス内に台座およびカオウル製測定容器を入れ、熱電対装着済みの下部均熱板、標準試料ならびに中間均熱板をセットする。粒子を入れない状態で上部圧縮板を中間均熱板の上に置き、高さ測定ゲージでダイス上面と上部圧縮板上面の距離を測定する。

粒子充填

所定重量の YTZ 粒子を測定容器内に入れ、さじ等で上面をある程度平坦にした後、上に上部圧縮板をのせた上、ダイス外周の周方向 4 カ所 (90°間隔) を各 10 回ハンマーでタッピングする。

高さ測定ゲージでダイス上面と上部圧縮板上面の距離を測定し、タッピング前後で有意な変化が認められなくなるまでタッピングを繰り返す。

測定装置組み立て

ダイスから台座および測定容器を取り外し、粒子充填層上の上部圧縮板を上部均熱板に替えた上で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。

以下、3)項の 雰囲気置換～ 定常状態での試験体内温度分布測定を同一手順で行う。

2.4 試料の検査

2.1 で作製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 以上であることを確認する。

先行試験で作製した粒子焼結体は製作後直ちに、本試験試料については 2.3 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する。

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 $\times 50$)それぞれ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 $\times 200$ で撮影した写真上で測定する。

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、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とめる。

粒子焼結体作製に用いた模擬粒子、作製後の粒子焼結体、熱伝導度測定後の粒子焼結体について、外観観察及び写真撮影を実施する。

表 2.1-1 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	タング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	均熱性：軸方向 20mm の範囲で±20
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 プ) 切替方式	試験温度が熱電対 (W-W/Re) の測温上限値 (2300 , 測温 精度：±1%) を上回る場合に 放射温度計 (測温範囲：600 ~ 3000) を使用。 炉内の均温性 (軸方向 20mm の 範囲で±20 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 2.3-1 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	W抵抗加熱 ヒーター出力：15V 300W	試料上部及び下部加熱用 (2台)
試料最高温度	~ 1000	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
ガードヒーター	ニクロム抵抗加熱 出力 100V / 200V 1kW	内面熱電対により温度制御 (2台)
温度測定方式	熱電対 (PR13 : Pt-Pt/Rh)	熱電対数 6本 (ガードヒーター内面 2本を含む)
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 2.3-2 粒子焼結体熱伝導度測定試験マトリックス

回数	試験試料		測定温度 []				温度差 []		Heガス圧 [atm]		試験目的	
			700	800	900	1000	50	~ 250	1	0.1		
1	標準試料										・測定体系の特性把握 ・測定精度評価	
2												
3												
4												
5												
6												
7												
8												
9	ネック比 [%]							注1			・実効熱伝導度温度依存	
10												
11			20									・充填ガス圧依存性 ・実効熱伝導度温度依存
12												
13												
14												
15			40									・測定データ再現性確認
16												
17												
18												
19												
20												
21			0									・充填ガス圧依存性 ・実効熱伝導度温度依存
22												
23												
24												
25												
26												
27										・充填ガス圧依存性		

注 1 : 標準試料を用いた試験により決定

表 2.3-3 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	30mm × 5mm t	測定試料 肉厚実測値 : 5.07mm
2	石英ガラス	30mm × 5mm t	標準試料 肉厚実測値 : 5.09mm

表 2.3-4 石英ガラスの熱伝導度

温度()	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

表 2.3-5 カオウル 1700HA ボード(断熱材)の熱伝導度

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

(600 以下は、カオウルボード共通の熱伝導度)

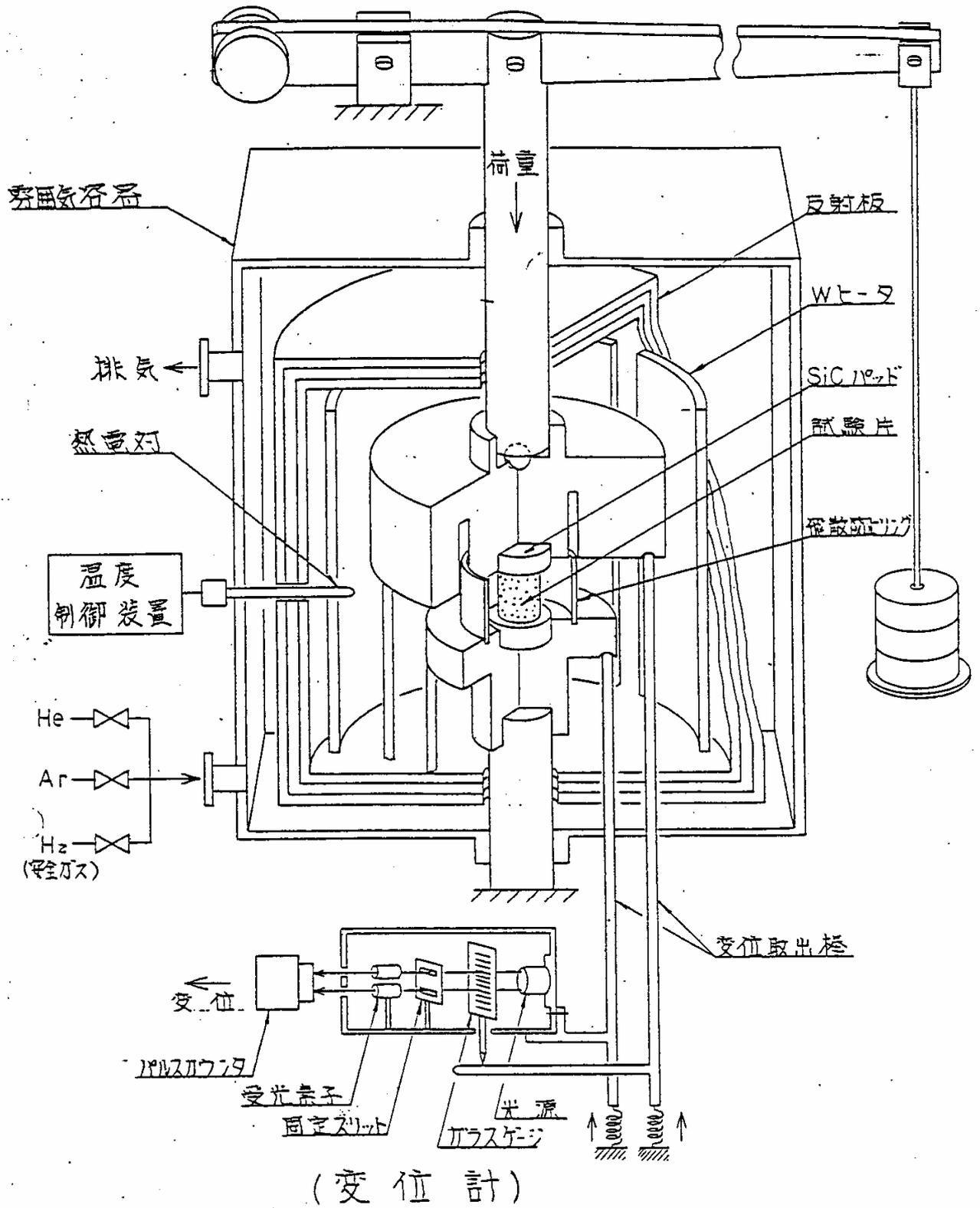
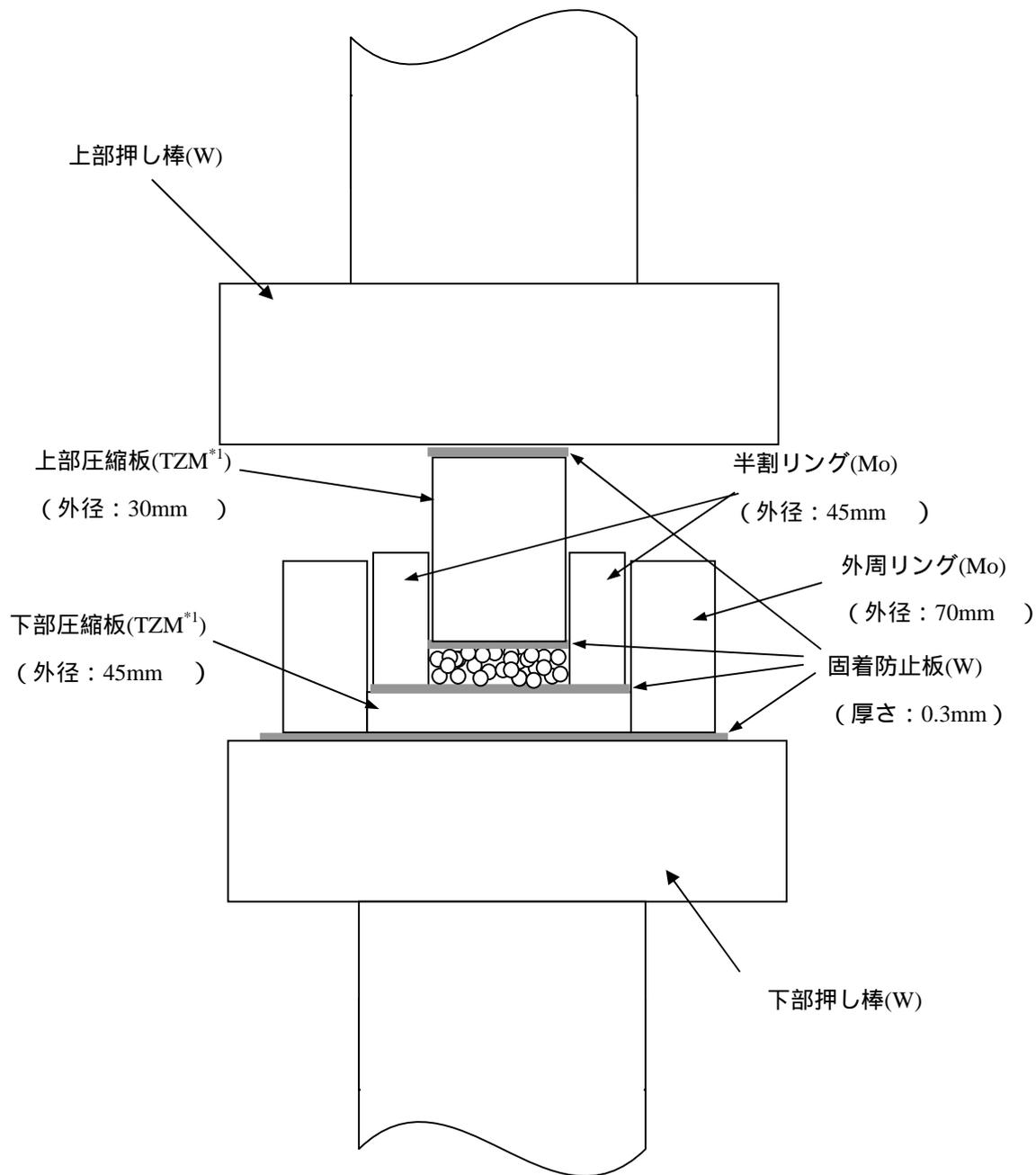


図 2.1-1 クリープ試験装置概念図



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

図 2.1-2 粒子焼結試験における試験体構造

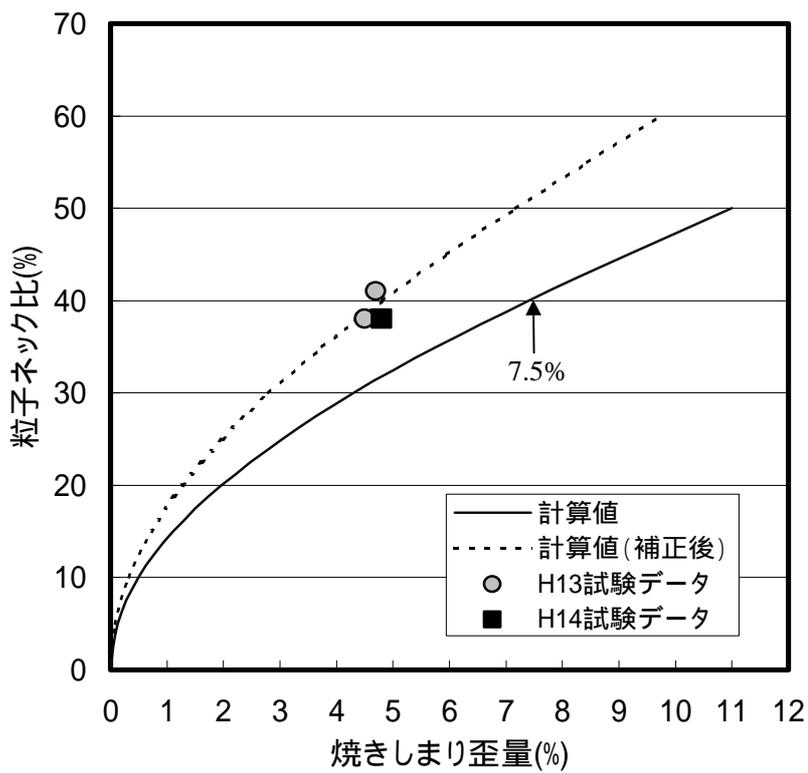


図 2.1-3 粒子ネック比の焼しまり歪量依存性 (計算値) と試験データの比較

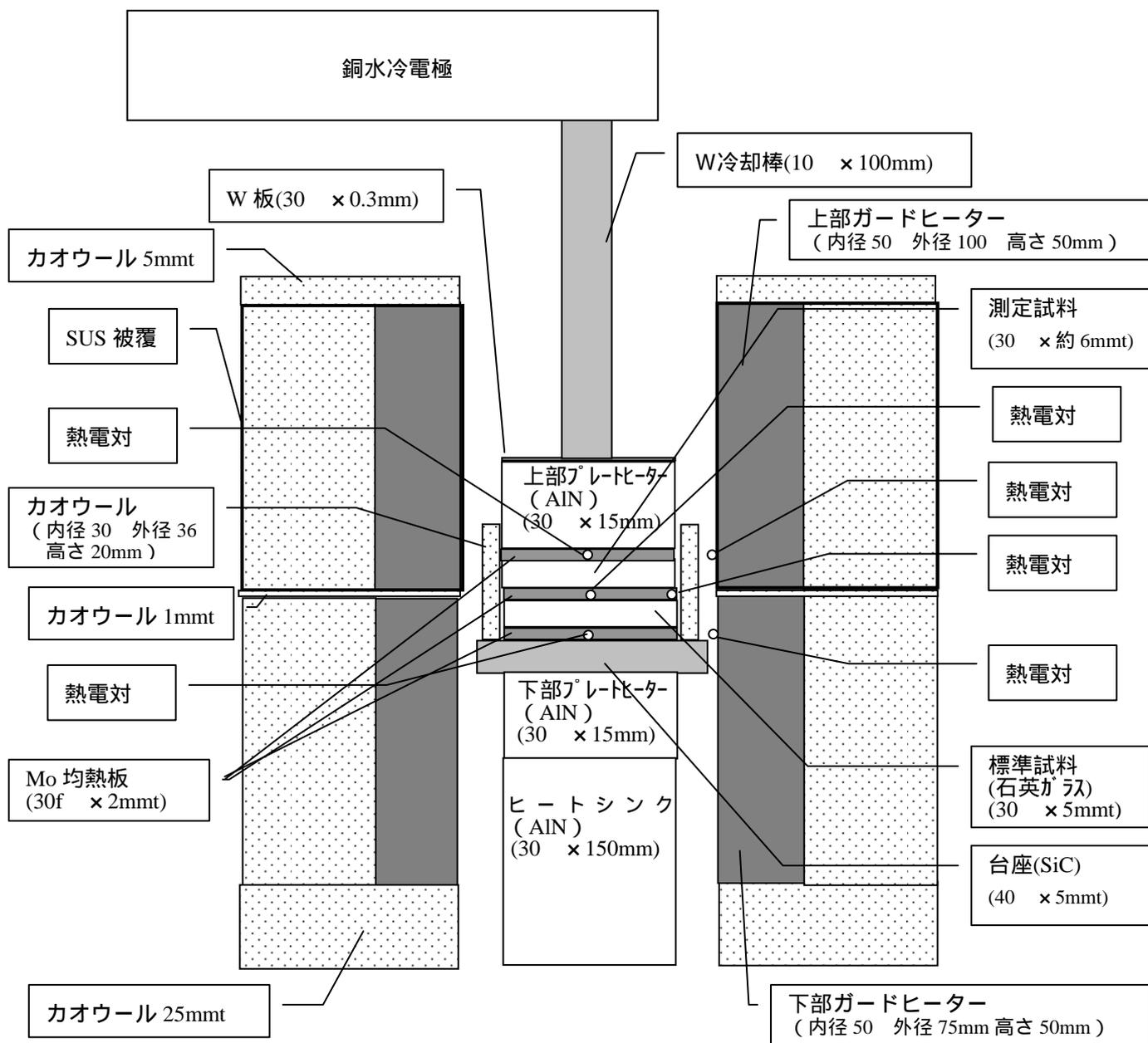


図 2.3-1 平板比較法による熱伝導度測定装置構造

3 . 試験結果

3.1 測定試料の作製

3.1.1 模擬粒子の調達

HIP 処理により灰色に着色したノミナル粒径 0.8mm の YTZ(5%Y₂O₃添加 ZrO₂)粒子(粒径分布測定済)の SEM 外観写真を写真 3.1-1 に示す。粒子の粒径分布(メーカー測定値)を表 3.1-1 に示す。

球の真球度は、表面に接する最小球面と球表面の各点との半径方向の距離の最大値であるが、写真 3.1-1 で直上より観察した球外周の最小直径と最大直径の差が 50 μm 以下であることより、調達した模擬粒子の真球度は 25 μm 程度と推定される。

3.1.2 試験試料の作製

1) 粒子焼結先行試験

粒子の焼結特性を調べるため、図 3.1-1 に示す真球粒子モデル計算値で粒子ネック比が 40%となる焼きしまり歪量(%) 7.5%まで粒子を 1300 °C・7MPa の温度・荷重条件でクリープ試験機にかけ、取出後の粒子焼結体の断面金相を観察した。

先行試験における粒子焼結体製作試験条件を表 3.1-2 に、歪履歴を図 3.1-2 に示す。また粒子焼結体の縦断面金相写真を写真 3.1-2 ~ 写真 3.1-8、横断面金相写真を写真 3.1-9 ~ 写真 3.1-15 に示す。

先行試験の結果を下記に示す。

粒子の真球度が高いことにより、充填層内の粒子は安定な位置に容易に移動した。表 3.1-2 に示すように粒子の初期充填率は約 63%となった。

表 3.1-3 に歪量測定結果を示すが、荷重負荷時初期歪量は 0.12mm と、平成 14 ~ 15 年度の真球度の低い UO₂ 粒子焼結試験時の 0.31 ~ 0.32mm と比較して約 1/3 程度となった。これは充填層内の大部分の粒子が荷重負荷開始時点で安定な位置にあることに起因するものと考えられる。

図 3.1-2 より YTZ 粒子の焼きしまりの進行は安定しており、焼きしまり歪量は約 56 分で目標値の 7.5% (0.45mm) に到達した。

試験後の粒子焼結体(写真 3.1-16、17)からは脱落粒子がほとんど認められず、焼結体の形状は良好で十分な強度を有するものであった。表 3.4-1 に試験後の粒子焼結体の厚さ及び重量測定結果を示すように、粒子焼結体の密度は約 68%TD(理論密度として YTZ 粒子密度 6.09 g/cm³を使用)であった。

金相試験では粒子間焼結が明瞭に観察された。平成 13 ~ 15 年度と同一の測定方法による粒子ネック比の測定値は表 3.4-2 に示すように縦断面(3カ所平均)約 35%、横断面(3カ所平均)約 28%と、荷重方向(縦断面)と荷重に対し垂直方向(横断面)で明瞭な差違が認められた。縦断面の粒子ネック比は真球モデルによる目標値 40%を約 5%下回る値となった。

粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係について、真球モデルによる計算値、UO₂ 粒子焼結

体の実測値による補正計算値、今回の先行試験結果による補正計算値の比較を図 3.1-1 に示す。図 3.1-1 より、本年度の模擬粒子焼結体の目標粒子ネック比（2 条件）を 20%及び 40%とした場合、目標焼きしまり歪量はそれぞれ、2.5%及び 9.0%となることが判った。

先行試験後の粒子焼結体の外観を写真 3.1-16～写真 3.1-17 に示すが、先行試験で使用した Ar 雰囲気では HIP 処理による粒子の着色がかなりの程度脱色することが判った。また Ar 雰囲気では炉内の反射体支持用の BN 製スペーサが消耗することが確認されたため、本試験(1)及び本試験(2)では Ar+5%H₂ 雰囲気を使用した。

2) 粒子焼結本試験(1)

粒子ネック比 20%の粒子焼結体を製作するため、図 3.1-1 より目標焼きしまり歪量を 2.5%とした試験を実施した。温度・荷重条件は先行試験と同一の 1300 / 7MPa を使用した。

本試験(1)における歪履歴を図 3.1-3 に、粒子焼結体の寸法及び重量測定値を表 3.4-1 に示す。焼結試験直後の粒子焼結体の外観を写真 3.1-18～写真 3.1-19 に示す。熱伝導度測定試験後に実施した金相試験における粒子焼結体の縦断面金相写真を写真 3.4-1～写真 3.4-7、横断面金相写真を写真 3.4-8～写真 3.4-14 に示す。

本試験(1)における荷重負荷時初期歪量は 0.07mm と先行試験での 0.12mm に比較して若干小さくなった。目標焼きしまり歪量 2.5% (0.15mm) への到達に要した時間は、荷重負荷開始後、約 5 分であった。金相試験により測定したネック比を表 3.4-3 に示すが、焼結体横断面におけるネック比約 14%に対し、熱流方向（焼結体縦断面）のネック比は約 20%と目標値と一致した。

試験後の粒子焼結体における粒子焼結の程度は先行試験に比較すると明らかに小さく、焼結試験直後に重量比で約 3%、試料取扱中に約 5%の粒子脱落が生じた。測定試験前の粒子焼結体外観を写真 3.3-1 に示すが、粒子脱落は主として焼結体外周部に観察され、焼結体上面の大部分および下面に粒子脱落は認められず、熱伝導度測定に供試できるものと判定した。

3) 粒子焼結本試験(2)

粒子ネック比 40%の粒子焼結体を製作するため、目標焼きしまり歪量を 9.0%とした試験を実施した。温度・荷重条件は先行試験及び本試験(1)と同一の 1300 / 7MPa とした。

本試験(2)における歪履歴を図 3.1-4 に、粒子焼結体の寸法及び重量測定値を表 3.4-1 に示す。粒子焼結体の外観を写真 3.1-20～写真 3.1-21 に示す。熱伝導度測定試験後の粒子焼結体の縦断面金相写真を写真 3.4-15～写真 3.4-21、横断面金相写真を写真 3.4-22～写真 3.4-28 に示す。

本試験(2)における荷重負荷時初期歪量は 0.03mm と本試験(1)での 0.07mm に比較してさらに小さくなった。目標焼きしまり歪量 9.0% (0.54mm) への到達に要した時間は、荷重負荷開始後、約 88 分であった。金相試験により測定したネック比を表 3.4-4 に示すが、焼結体横断面におけるネック比約 27%に対し、熱流方向（焼結体縦断面）のネック比は約 37%と目標値を若干下回る値となった。

試験後の粒子焼結体における粒子焼結の程度は本試験(1)に比較すると明らかに大きく、粒子脱落はほとんど生じなかった(0.1%以下)。ただし、粒子焼結体上部コーナー部に観察された上方に突出した数個の粒子は、上部均熱板と粒子焼結体の間にギャップが生じるのを防止するためピンセットにより除去した。

3.2 熱伝導度測定装置の改造

熱伝導度測定装置の配置・構造を決定するため、下記項目の試験を実施した。

(1) 特性試験#1

- ・ SUS リング内の軸方向温度勾配測定

(2) 特性試験#2

- ・ 試料側面に配置した上部ガードヒーター(GH1)下端温度と下部ガードヒーター(GH2)上端温度調整による試料径方向熱抑制の検討

(3) 特性試験#3

- ・ GH1 内面下端部と中央部ならびにヒーター線との温度差確認

(4) 特性試験#4

- ・ GH1 内面下端より 7mm 位置とヒーター線の温度差確認
- ・ 熱伝導度測定温度条件の検討

特性試験#1～#4 における装置構造を図 3.2-1～図 3.2-4 に示す。また各装置構造の比較を表 3.2-1 にまとめた。特性試験#1～#4 の結果を下記に示す。

3.2.1 特性試験#1

特性試験#1 は図 3.2-1 に示すようにガードヒーター間にステンレスリングを挟んだ体系で実施した。

特性試験#1 における各熱電対の測温履歴を図 3.2-5 に、定常状態における測温値を表 3.2-2 に示す。表 3.2-2 の測定 No1～4 より、装置等温条件下で発熱のない SUS リング部は外周部に断熱材を設けた状態でも周囲への熱損失により、400 均温条件で約 17 低くなった。

均温条件で SUS リング内垂直方向 2 カ所の温度差はほとんど生じず、上下のガードヒーター一端部との温度差は上下でほぼ等しい。

測定 No5～7、No11 に示すように SUS リング内面(垂直方向 2 カ所)の温度差は、試料部及びガードヒーター端部の温度差をつけていくと、大きくなるが、温度差のほとんどはガードヒーターと SUS リング間でつき、SUS リング内 2 カ所の温度勾配は平均温度勾配の 1/5～1/6 程度に留まることが判った。GH1 下端と SUS リング内面(上側)の温度差は GH2 上端と SUS リング内面(下側)の温度差に比較して大きくなった。

測定 No8～10 に示すように SUS リング内の温度勾配を試料部の平均温度勾配に近づけるために、試料部温度差(上部プレートヒーター(PH1)/下部プレートヒーター(PH2)温度差)を GH1/GH2 温度差より小さく設定しても、PH1 と GH1 の温度差が 50 以上になると、PH1

温度は GH1 設定温度側に移動することが判った。

上記より、SUS リングを使用して試料外周部に測定試料と同等の垂直方向温度勾配をつけることは困難と判断された。

代替方策として、SUS リングを撤去し、GH1 及び GH2 間に間隙調整用断熱材(厚さ 8mm)を挿入することで GH1 下端部及び GH2 上端部がそれぞれ上部試料と下部試料の側面にくるようにし、GH1 下端と GH2 上端の温度がそれぞれの試料肉厚平均温度となるように調整する方法を検討する(特性試験#2)こととした。

3.2.2 特性試験#2

特性試験#2 は図 3.2-2 に示すようにガードヒーター間に厚さ 8mm の断熱材を挟み、断熱材内面の肉厚中心および中間均熱板中心に熱電対を装着した体系で実施した。特性試験#2 における各熱電対の測温履歴を図 3.2-6 に、定常状態における測温値を表 3.2-3 に示す。

特性試験#2 では上部および下部試料の肉厚中心高さにある GH1 下端部および GH2 上端部の温度を試料肉厚平均温度に設定することは可能であるが、均熱条件下において GH1/GH2 の間に設置した断熱材内面温度は SUS リングと同様に低い温度となる(測定 No1、600 均温条件で約 50)ことが判った。

図 3.2-9 に示すように、上部および下部試料の肉厚温度差から求めた上部試料(5.5% Y₂O₃ YSZ、平成 14 年度測定と同一試料)の熱伝導度は、平成 14 年度測定値に比較的近い値となったが、温度依存性には文献値(ZrO₂ 2.4% Y₂O₃ YSZ)との相違が認められた。

3.2.3 特性試験#3

特性試験#3 は図 3.2-3 に示すようにガードヒーター間に厚さ 8mm の断熱材を挟み、上部ガードヒーター内面中心およびヒーター線近傍に熱電対を装着した体系で実施した。特性試験#3 では、PH1 上部の ZrO₂ ディスク(4mmt)を取り外して除熱能力を向上させるとともに、GH1 の内面下端部温度に加え、内面中央部温度並びに GH 内部(ヒーター線温度)温度を熱電対で測定した。試料部の昇温は均温状態で 700 まで 100 間隔で行った。特性試験#3 における各熱電対の測温履歴を図 3.2-7 に、定常状態における測温値を表 3.2-4 に示す。

図 3.2-7 より GH1 内面下端部温度は中央部温度およびヒーター線温度と、昇温速度及び到達温度で大きな差異のあることが判る。H15 年度までの試験で GH 温度制御に使用してきた内面中央部温度とヒーター線温度は概ね同等の昇温特性を示した。

別途調査により、GH 内面の下端部と中央部で温度に大きな差が生じる原因は、上下端部より約 7mm の部分に充填された絶縁体(MgO)によるものであることが判り、GH 制御熱電対の取付位置は、内面中央部温度との温度差を小さくするため、上下端部より少なくとも 7mm 以上中央側とする必要があると考えられた。また制御用熱電対の垂直方向位置は上下試料部の存在範囲(上部均熱板と下部均熱板の間)とすることが望ましい。

現有装置で上記を実現するため、制御用熱電対取付位置を GH1 上端部及び GH2 下端部よ

り7mmとし、GH1とGH2の間の断熱材厚さを8mmから1mmに変更することとした。熱伝導度測定に際してはGH1及びGH2温度をそれぞれPH1(上部均熱板温度)及びPH2(下部均熱板温度)に設定し、SUSリングで目指したようにGH1及びGH2の端部より7mmの部分に温度勾配がつくようにする。

3.2.4 特性試験#4

特性試験#4は図3.2-4に示すようにガードヒーター間に厚さ1mmの断熱材を挟み、上部ガードヒーター内面下端より7mmおよび下部ガードヒーター内面上端より7mmの位置に熱電対を装着した体系で実施した。特性試験#4では、GH1及びGH2の制御用熱電対取付位置をGH1上端部及びGH2下端部より7mmとし、GH1/GH2間の断熱材厚さを1mmとした。またGH1内面下端部およびヒーター線温度の実測により、GH内の温度分布および応答性を調べた。

特性試験#4における各熱電対の測温履歴を図3.2-8に、定常状態における測温値を表3.2-5に示す。図3.2-8より、GH1及びGH2の制御用熱電対位置の変更で昇温時及び定常状態での制御用熱電対指示温度とヒーター線温度の差異が顕著に小さくなったことが判る。ただし制御用熱電対指示温度とヒーター線温度の差は、試料部に温度差をつけた条件では均温条件下に比べて大きくなる。

900均温条件ではGH1内面下端部温度は846であった。PH1とPH2に50~200の温度差をつけ、GH1及びGH2温度をそれぞれPH1及びPH2と同温度とした測定では、GH1内面下端部温度は温度差50ではPH2温度に近いが、温度差100~200では概ねPH1とPH2の中間温度に近い温度となることが判った。

熱伝導度測定条件は安全を見込み、ヒーター線温度が1000~1050となる範囲を上限とする必要がある。特性試験#4の結果より、PH1温度：900、PH2温度：850の条件がこれに相当するので、標準試料の熱伝導度測定では試料平均温度：900、温度差：50を上限とした。

3.3 粒子焼結体の熱伝導度測定試験

3.3.1 標準試料の熱伝導度測定

前章での試験結果を基に構造を決定した装置による熱伝導度の測定精度を把握するため、石英ガラス(5mmt)及びZrO₂(5.5%Y₂O₃含有イットリア安定化ジルコニア：YSZ、5mmt)試料の熱伝導度測定を実施した。測定に使用した装置構造を図2.3-1に示した。

測定温度条件は特性試験#4の結果を考慮し、また平成14年度測定結果と比較するため、試料温度600、700、800において試料温度差50~200、試料温度900において試料温度差50とした。

なお測定試験を進める過程で、試料温度勾配がついた条件下で中間均熱板中心指示温度(TC2)が中間均熱板外周部指示温度(TC4)に比較して低くなり(試料平均温度700、試料部

肉厚温度差 150 で 6 以上) TC2 指示温度により評価した標準試料の熱伝導度測定値が文献値に比較して 15~20%低くなるケースが認められたが、調査の結果、これは中間均熱板中心温度測定用熱電対 (TC2) のスポット溶接部の脱落が原因であることが判った。調査の経緯については付録に示す。また他の測定データに類似の事例がないことを確認した。

以下に標準試料の測定結果を示す。

(1) 石英ガラス標準試料の熱伝導度測定

熱伝導度既知の石英ガラスの熱伝導度測定における各熱電対の測温履歴を図 3.3-1 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-1 に示す。昇温に際しては 100~500 (100 間隔)で試料部の均温性を確認した。表 3.3-1 に示すように、上記温度で各熱電対の指示温度は ± 2 以内であり、均温性および温度安定性は良好と判定された。

表 3.3-1 に示す石英ガラスの熱伝導度測定値 (測定試料: 上側) の温度依存性を図 3.3-2 に示すが、測定値は図中に示す文献値と良い一致を示した。図 3.3-2 では測定値の測定条件の差異による変動は小さく、600 から 900 の範囲で文献値とほぼ同一の温度依存性を示しており、高温領域における試料部からの熱損失による測定値への影響は抑制されているものと推定される。また石英ガラスの熱伝導度文献値 (1.98~2.31 W/(m·K)) を石英ガラスの真の熱伝導度 (標準試料における表示値) とした場合の熱伝導度測定値の 95%信頼幅 (標準偏差 $\times 1.967$) は $\pm 3\%$ (± 0.04 W/(m·K)) となった。

測定試料と標準試料の上下位置を変えた時の熱伝導度測定値 (測定試料: 下側) を表 3.3-9 に、温度依存性を図 4.2-1 に示す。図 4.2-1 では試料温度 850~900 では測定試料を上側及び下側とした場合の熱伝導度測定値には文献値を間におき約 8%の差異が認められるが 600 から 800 の範囲では両者は良く一致している。石英ガラスの熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-10 及び表 3.3-11 に示す。

(2) ZrO₂ の熱伝導度測定

ZrO₂ の熱伝導度測定を 2 回 (1 回は再現性確認) 実施した。ZrO₂ 熱伝導度測定 (2 回) における測温履歴をそれぞれ図 3.3-3 及び図 3.3-4 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-2 及び表 3.3-3 に示す。2 回の熱伝導度測定値の比較を図 3.3-5 に示す。ZrO₂ については同一組成材料 (5.5% Y₂O₃ 含有 YSZ) の熱伝導度文献データがなく、類似材料 (2.4% Y₂O₃ 含有 YSZ) の熱伝導度文献値を参考データとして図 3.3-5 中に示した。

2 回の熱伝導度測定値は良く一致しており、測定には十分な再現性があるものと判定された。ZrO₂ の熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-12 及び表 3.3-13 に示した。

3.3.2 YTZ 粒子焼結体の熱伝導度測定

(1) ネック比 37% (第 1 回及び第 2 回)

試験マトリックスに基づき、ネック比 37% (実測値) の粒子焼結体について 2 回 (2 回目は再現性確認) の熱伝導度測定を実施した。標準試料の熱伝導度測定結果より、試料部肉厚温度差による顕著な差違は認められなかったため、試料部肉厚温度差条件としては、試料平

均温度 900 での測定が可能な 50 を使用することとしたが、試料平均温度 600~800 では参考データとして試料部肉厚温度差 150 についても測定を実施した。また熱伝導度の雰囲気圧力依存性を調べるため、第 2 回測定では試料温度 700、He 圧力 0.1atm における測定を追加した。試験における熱伝導度測定装置の組立手順を写真 3.3-1~写真 3.3-2 に示す。

第 1 回及び第 2 回熱伝導度測定における測温履歴をそれぞれ図 3.3-6 及び図 3.3-7 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-4 及び表 3.3-5 に示す。表 3.3-4 及び表 3.3-5 に得られた熱伝導度測定値の温度依存性(試料部肉厚温度差 50)を図 3.3-8 に示すが、2 回の測定値は概ね一致しており、再現性のあることが確認された。参考データとして試料部肉厚温度差:150 での測定値についても図 3.3-9 に示すとおり、十分な再現性を有することが判った。

He 圧力依存性の測定では He 圧力を 1atm から 0.1atm に変化させると、700 均温状態で中間均熱板温度(TC2 及び TC4)が約 4 高い側にシフトすることが判り、補正した。

He 圧力依存性については図 3.3-10 中に示すように、ネック比 37%では大きな差は認められなかった。

試験前後の粒子焼結体外観の比較を写真 3.3-3 及び写真 3.3-4 に示すように、試験前には灰色であった粒子は試験後にはほぼ白色化していることが確認された。後述の試験を 1 回のみ実施したネック比 20%の粒子焼結体においてもほぼ同様の粒子白色化が生じており、粒子白色化は初回測定時に生じたものと推定される。粒子着色のための HIP 処理は還元性のカーボンヒーター炉及びグラファイトるつぼ内で行われており、着色を保持するには同等の還元性を有する雰囲気、若しくは炉の昇温にともない炉壁、ヒーター、断熱材等から放出される吸着ガスの除去が必要であったものと考えられる。第 3.4.2 節に示した粒子焼結体の断面金相(写真 3.4-16、写真 3.4-18)では粒子の大部分に灰色の微小斑点が観察されるが、ネック部を除く粒子外表面近傍では微小斑点が減少もしくは消滅しているのが認められる。雰囲気の影響を最も受けるのは粒子表面であることから、微小斑点の減少が粒子白色化に関係している可能性が考えられるが、微小斑点の存在と粒子着色状態の関係についてはなお調査が必要である。

ネック比 37%の粒子焼結体で 2 回の熱伝導度測定値に再現性が認められたことは、粒子着色は熱伝導度に有意な影響がなかったことを意味し、これは粒子着色による輻射熱伝導の抑制効果がなかったか、あるいは熱伝導に占める輻射熱伝導の寄与が無視できる程度のものであったことを示すと考えられるが、現時点ではどちらが主因かを特定することはできない。YTZ 粒子焼結体(ネック比 37%)の熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-14 及び表 3.3-15 に示す。

(2) ネック比 20%

ネック比 20%の粒子焼結体における粒子焼結の程度はネック比 37%の粒子焼結体に比較すると明らかに小さく、焼結試験直後の脱落粒子が約 3%、試料取扱中の脱落粒子が約 6%生じた。写真 3.3-5 に示すように粒子脱落はほとんどが焼結体外周部で生じているため、熱伝導

度を測定する上で大きな影響はないものと判断されたが、その影響を極力抑制するため、測定試験時には写真 3.3-9 に示すように粒子欠損部にネック比 0%の粒子を充填した。

ネック比 20% (目標値) の粒子焼結体の熱伝導度測定における測温履歴を図 3.3-12 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-6 に示す。表 3.3-6 に得られた熱伝導度測定値の温度依存性 (試料部肉厚温度差 50) を図 3.3-8 中に示すが、ネック比 20%の熱伝導度はネック比 37%の熱伝導度を全ての測定温度において 15~20%下回り、熱伝導度の明瞭なネック比依存性が認められた。図 3.3-9 に参考データとして示した試料部肉厚温度差 : 150 での測定値についてもネック比 20%の熱伝導度はネック比 40%に比較し全ての測定温度において 15~20%低い値となった。

ネック比 20%の熱伝導度は図 3.3-10 に示すように He 圧力 0.1atm では、1atm に比較して約 20%低い値となった。ただし、参考データとして図 3.3-11 に示した試料部温度差 150 での測定値では、He 圧力 0.1atm と 1atm で大きな差違は認められなかった。

試験前後のネック比 20%の粒子焼結体外観の比較を写真 3.3-5 及び写真 3.3-6 に示すように、試験前には灰色であった粒子焼結体はネック比 37%の粒子焼結体と同様に試験後にはほぼ白色化した。YTZ 粒子焼結体 (ネック比 20%) の熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-16 に示す。

(3) ネック比 0 %

表 3.1-2 に粒子充填条件を示すが、ネック比 0%の粒子の充填率は 64.7%であった。

ネック比 0%の粒子充填層の熱伝導度測定における測温履歴を図 3.3-13 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-7 に示す。表 3.3-7 に得られた熱伝導度測定値の温度依存性 (試料部肉厚温度差 50) を図 3.3-8 中に示すが、ネック比 0%の熱伝導度はネック比 20%の熱伝導度を 5~13%下回り、熱伝導度のネック比依存性が認められた。図 3.3-9 に参考データとして示した試料部肉厚温度差 150 での測定値についてもネック比 0%の熱伝導度はネック比 20%に比較し全ての測定温度において 4~5%低い値となった。

He 圧力依存性についてはネック比 0%の熱伝導度は図 3.3-10 に示すように He 圧力 0.1atm では、1atm に比較して約 15%低い値となった。参考データとして図 3.3-11 に示した試料部温度差 : 150 での測定値においても、He 圧力 0.1atm では 1atm に比べて約 20%低い値となった。

カオウール製測定容器は強度が低く、測定の繰り返しにより壁面部が摩耗するため、ネック比 0%の粒子充填層の熱伝導度測定に際しては、新規製作したものを使用した。また前述の炉昇温時の炉壁、ヒーター、断熱材等から放出される吸着ガス対策として He ガス流量をそれまで使用していた約 100mL/min の 10 倍となる約 1L/min とした。試験前後の充填粒子の外観の比較を写真 3.3-7 及び写真 3.3-8 に示すが、充填粒子の着色変化の程度はネック比 40%及び 20%の試験に比較すると明らかに小さくなった。YTZ 粒子焼結体 (ネック比 0%) の熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-17 に、YTZ 粒子焼結体熱伝導度の He 圧力依存性を表 3.3-18 に示す。

3.3.3 断熱材（カオウル）の熱伝導度測定

粒子焼結体の保持容器に使用した断熱材（カオウル）の He 雰囲気中での熱伝導度測定における測温履歴を図 3.3-14 に、定常状態における測温値及び熱伝導度評価結果を表 3.3-8 に示す。測定温度及び He 圧力条件は粒子焼結体におけるものと同一としたが、粒子焼結体に比較して熱伝導度は相当程度小さいと推定されたため、試料厚さは 3mm とした。熱伝導度測定値の温度依存性（試料部肉厚温度差 50 ）を文献値（大気中）及び He ガス熱伝導度とともに図 3.3-15 中に示すが、カオウルの 1atmHe 中での熱伝導度は約 0.4 ~ 0.45 W/(m・K)と文献値（大気中）の約 4 倍近くになることが判った。He 圧力 0.1atm（試料平均温度約 700 ）では 1atm に比較して熱伝導度は約 10%低い値となった。図 3.3-16 に参考データとして示す試料部肉厚温度差 150 での測定値についても上記と同様の傾向が認められた。断熱材（カオウル）の熱伝導度測定結果のまとめを表 3.3-19 に示す。

3.4 試料の検査

3.4.1 重量・寸法測定

粒子焼結先行試験、本試験(1)ならびに本試験(2)で製作した粒子焼結体の重量および寸法測定結果を表 3.4-1 に示す。粒子焼結体の厚さは 5.44 ~ 5.84mm と何れも 5mm 以上であることを確認した。粒子焼結体厚さ及び重量より求めた粒子焼結体密度は 65.1 ~ 70.0%の値となった。

3.4.2 粒子ネック比測定

熱伝導度測定試験後の粒子焼結体（本試験(1) 及び本試験(2)）の断面金相写真を写真 3.4-1 ~ 3.4-28 に示す。粒子ネック比を算出するための粒子直径は縦断面（上面近傍、中間、下面近傍、倍率：x50）及び横断面（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、縦断面（上面近傍、中間、下面近傍）及び横断面（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、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。

粒子焼結先行試験で製作した粒子焼結体のネック比測定結果を表 3.4-2、本試験(1)粒子焼結体（目標ネック比 20%）のネック比測定結果を表 3.4-3、本試験(2)粒子焼結体（目標ネック比 40%）のネック比測定結果を表 3.4-4 に示した。表 3.4-2 に示した先行試験で製作した粒子焼結体のネック比測定結果は縦断面と横断面でネック比がそれぞれ約 35%及び約 18%と大きく異なったが、表 3.4-3 に示した本試験(1)粒子間焼結体のネック比も同様に、縦断面（3カ所平均）が約 20%であるのに対し横断面（3カ所平均）は約 14%と低い値を示した。また表 3.4-4

に示した本試験(2)粒子間焼結体のネック比も縦断面(3カ所平均)は約37%、横断面(3カ所平均)は約27%と、縦断面と横断面でネック比が大きく異なった。

本試験結果より、粒子焼結体の熱流方向である縦断面におけるネック比については図3.3-1に示した先行試験における焼きしまり歪量とネック比の関係より推定した目標ネック比に近い粒子焼結体が得られたことが判った。

粒径分布

ヒストグラム 測定個数=100 単位：mm

以上	未満	%	0	10	20	30	40	50	度数	
0.62500/	0.65000:	0.00	0	
0.65000/	0.67500:	0.00	0	
0.67500/	0.70000:	0.00	0	
0.70000/	0.72500:	0.00	0	
0.72500/	0.75000:	0.00	0	
0.75000/	0.77500:	0.00	0	
0.77500/	0.80000:	22.00							.	22
0.80000/	0.82500:	51.00							.	51
0.82500/	0.85000:	20.00							.	20
0.85000/	0.87500:	6.00							.	6
0.87500/	0.90000:	1.00	1	
0.90000/	0.92500:	0.00	0	
0.92500/	0.95000:	0.00	0	
0.95000/	0.97500:	0.00	0	
0.97500/	1.00000:	0.00	0	
1.00000/	1.02500:	0.00	0	

最 小 : 0.7847
 最 大 : 0.8751
 平 均 : 0.8158
 標準偏差 : 0.0186

表 3.1-1 粒子焼結体製作用 YTZ(95% ZrO₂) 粒子の粒径分布

表 3.1-2 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		
	目標ネック比	試験温度	目標焼きしまり歪量	試験時間	負荷荷重	負荷応力	充填量	充填層厚	充填率 ^{*2}
	(%)	()	(%)	(min)	(kg)	(MPa)	(g)	(mm)	(%)
先行試験	40	1300	7.5	56	500	6.93 ^{*1}	16.4	6.05	63.0
本試験(1)	20	1300	2.5	5	500	6.93	16.4	6.00	63.5
本試験(2)	40	1300	9.0	88	500	6.93	16.4	5.98	63.7
熱伝導度測定試験(ネック比 0%)	0	-	-	-	-	-	16.4	5.89	64.7
備考	<p>・粒子充填後のタッピングはダイス外周の 90° 間隔の4カ所で各 10 回ずつ、充填層厚が減少しなくなるまで繰り返した。</p> <p>・試験雰囲気は先行試験: Ar フロー、本試験(1)及び本試験(2): Ar + 5% H₂ フロー</p> <p>*1 負荷荷重 / 上部圧縮板断面積: 7.07cm² より計算</p> <p>*2 ZrO₂ 粒子寸法密度測定値 6.09 g/cm³ を使用して計算</p>								

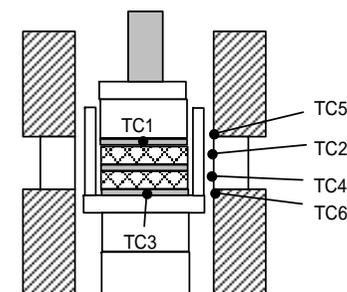
表 3.1-3 粒子焼結体製作試験における歪量測定結果

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)	(%)
先行試験	56	500	6.93	6.05	0.12	2.0	0.57	9.5	0.45	7.5
本試験(1)	5	500	6.93	6.00	0.07	1.2	0.22	3.7	0.15	2.5
本試験(2)	88	500	6.93	5.98	0.03	0.5	0.57	9.5	0.54	9.0

表 3.2-1 特性試験#1～#4 における装置構造の比較

特性試験 No	試験目的	構造の主要変更点	上部試料	下部試料	熱電対 (TC) 取付位置						構造図
					TC1 (PH1 制御用)	TC2	TC3 (PH2 制御用)	TC4	TC5 (GH1 制御用)	TC6 (GH2 制御用)	
# 1	・SUS リング内の軸方向温度勾配測定	・ GH1/GH2 間に SUS リング組込	ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ, 4mmt)	石英ガラス(4mmt)	上部均熱板中央	SUS リング上端より 3.5mm	下部均熱板中央	SUS リング下端より 3.5mm	GH1 内面下端	GH2 内面上端	図 3.2-1
# 2	・試料側面に配置した GH1 と GH2 の温度調整による試料径方向熱抑制の検討 (ZrO ₂ の熱伝導度測定)	・SUS リングを断熱材 (8mmt) に交換 ・PH1 上部重鎮+カオウール(5mmt)を W 冷却棒 + ZrO ₂ ディスク (4mmt) + W 板 (0.3mmt) に変更				断熱材内面肉厚中心		中間均熱板中央			図 3.2-2
# 3	・GH1 内面下端部と軸方向中央部およびヒーター線との温度差確認	・熱電対取付位置変更 ・ PH1 上部の ZrO ₂ ディスクを撤去				GH1 内面軸方向中央部		ヒーター内部			図 3.2-3
# 4	・GH1 内面下端より 7mm 位置とヒーター線の温度差確認 ・熱伝導度測定温度条件の検討	・熱電対取付位置変更 ・ GH1/GH2 間の断熱材厚さを 8mmt から 1mmt に変更	ZrO ₂ (5.5%Y ₂ O ₃ YSZ, 5mmt)	石英ガラス(5mmt)		GH1 内面下端			GH1 内面下端より 7mm 上方	GH2 内面上端より 7mm 下方	図 3.2-4

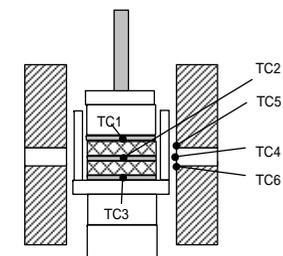
表3.2-2 特性試験 # 1における温度測定結果



下部	材質	肉厚 (mm)	上部	材質	肉厚 (mm)
標準	石英ガラス	4.03	測定	ZrO2 (YSZ)	4.03

測定 No	He圧力 (atm)	GH1/GH2 温度差 ()	PH1/PH2 温度差 ()	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 ()	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 ()	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 ()	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 ()	上部均熱板中央温度 ()	SUSリング内面温度1 ()	下部均熱板中央温度 ()	SUSリング内面温度2 ()	GH1内面下端温度 ()	GH2内面上端温度 ()	GH1下端部 - SUS内面(上側)温度差	SUS内面2点温度差	SUS内面(下側) - GH2上端部温度差	備考	
																		TC 1
	1atmHe																	
1	1	0	0	100	100	100	100	100.1	96.8	99.0	97.9	100.3	102.7	3.5	-1.1	-4.7		
2	1	0	0	200	200	200	200	199.8	189.6	199.0	189.6	200.4	199.8	10.8	0.0	-10.2		
3	1	0	0	300	300	300	300	299.9	285.6	299.2	286.0	300.3	300.3	14.7	-0.5	-14.3		
4	1	0	0	400	400	400	400	399.6	382.6	399.5	383.2	400.5	399.9	17.9	-0.6	-16.7		
5	1	50	50	450	400	450	400	449.6	399.8	399.4	396.2	450.7	399.8	50.9	3.5	-3.6		
6	1	100	100	500	400	500	400	499.8	417.6	399.5	409.6	500.1	399.9	82.5	8.0	9.7		
7	1	150	150	550	400	550	400	549.9	436.0	399.0	423.3	550.2	399.9	114.2	12.7	23.4		
8	1	150	100	550	400	500	400	499.8	436.0	399.3	424.0	550.5	400.0	114.5	12.0	24.0		
9	1	150	50	550	400	450	400	481.6	435.9	399.5	424.0	547.2	400.2	111.3	11.9	23.8		
10	1	100	50	500	400	450	400	449.6	418.0	399.5	410.3	500.2	400.0	82.2	7.8	10.2		
11	1	200	200	600	400	600	400	600.0	455.9	399.5	438.3	600.4	399.8	144.5	17.6	38.5		

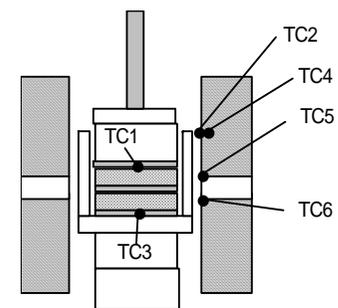
表3.2-3 特性試験 #2における温度測定結果



下部	材質	肉厚 (mm)	上部	材質	肉厚 (mm)
標準	石英ガラス	4.03	測定	ZrO2 (YSZ)	4.03

測定 No	He圧力 (atm)	GH1/GH2条件	PH1/PH2 温度差 ()	上部 ガードヒーター (GH1) 設定温度 ()	下部 ガードヒーター (GH2) 設定温度 ()	上部 プレートヒーター (PH1) 設定温度 ()	下部 プレートヒーター (PH2) 設定温度 ()	上部 均熱板中央温度 ()	中間 均熱板中央温度 ()	下部 均熱板中央温度 ()	GH1-GH2間 断熱材 内面温度 ()	GH1内 面下端温度 ()	GH2 内面上端温度 ()	上部 試料平均温度 ()	下部 試料平均温度 ()	試料 平均温度 ()	測定 試料温度差 ()	標準 試料温度差 ()	(j) 標準試料 熱伝導度 (W/(m·K))	(k) 測定試料 熱伝導度 測定値 ((W/(m·K)))	備考	
																						TC1
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6									
1	1	600 均熱	0	600	600	600	600	599.4	598.4	599.7	549.6	600.4	600.3	598.9	599.1	599.0	1.0	-1.3	2.02			
2	1	GH1:上部試料平均温度 GH2:下部試料平均温度	50	638	612	650	600	650.1	625.0	599.5	575.1	638.5	612.3	637.6	612.3	624.9	25.1	25.5	2.04	2.07		
3	1	同上	100	676	626	700	600	700.4	651.4	599.3	600.9	676.2	626.3	675.9	625.3	650.6	49.0	52.2	2.05	2.19		
4	1	GH1,GH2:(上部+下部) 試料平均温度	100	652	652	700	600	700.3	652.0	599.9	598.4	651.4	652.3	676.1	625.9	651.0	48.3	52.2	2.06	2.22		
5	1	GH1:上部試料平均温度 GH2:下部試料平均温度	150	715	639	750	600	750.4	679.1	599.4	627.2	715.5	639.5	714.8	639.2	677.0	71.4	79.7	2.07	2.32		
6	1	GH1,GH2:(上部+下部) 試料平均温度	150	679	679	750	600	750.6	687.2	617.9	623.2	678.8	679.4	718.9	652.6	685.7	63.4	69.3	2.09	2.28		
7	1	GH1,GH2:(上部+下部) 試料平均温度	50	625	625	650	600	650.3	625.5	599.5	573.6	625.0	625.1	637.9	612.5	625.2	24.8	26.0	2.04	2.14		
8	1	GH1:上部試料平均温度 GH2:下部試料平均温度	50	837	812	850	800	850.8	824.0	799.8	755.2	836.6	811.6	837.4	811.9	824.7	26.8	24.2	2.31	2.08		
9	1	GH1,GH2:(上部+下部) 試料平均温度	50	825	825	850	800	850.8	824.8	799.8	756.0	837.5	812.9	837.8	812.3	825.1	26.0	25.0	2.33	2.23		

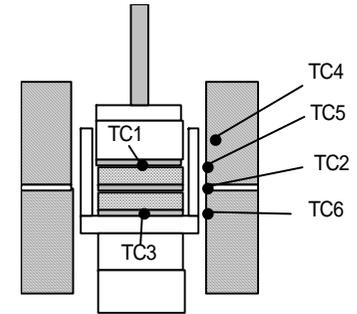
表3.2-4 特性試験 #3における温度測定結果



下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	4.03	測定	ZrO2 (YSZ)	4.03

測定 No	He圧力 (atm)	GH1/GH2条件	PH1/PH2温度差 ()	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 ()	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 ()	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 ()	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 ()	上部均熱板中央温度 ()	GH1内面中央部温度 ()	下部均熱板中央温度 ()	GH1内ヒーター線温度 ()	GH1内面下端温度 ()	GH2内面上端温度 ()	上部試料平均温度 ()	下部試料平均温度 ()	試料部平均温度 ()	昇温中ヒーター線最高温度 ()	備考
	1atmHe																	
1	1	100 均温	0	100	100	100	100	98.8	114.7	99.4	93.4	100.6	100.2	106.8	107.1	99.1	249.5	GH1昇温幅100
2	1	200 均温	0	200	200	200	200	198.9	229.5	199.8	195.9	200.1	200.1	214.2	214.6	199.3	370.1	同上
3	1	300 均温	0	300	300	300	300	299.2	342.2	300.9	307.8	300.3	300.5	320.7	321.5	300.0	477.0	同上
4	1	400 均温	0	400	400	400	400	399.5	462.6	399.5	434.4	400.1	399.9	431.1	431.1	399.5	591.5	同上
5	1	500 均温	0	500	500	500	500	500.2	589.6	499.6	578.3	499.3	500.1	544.9	544.6	499.9	655.8	GH1昇温幅50 x2回
6	1	600 均温	0	600	600	600	600	600.0	712.0	599.3	721.5	599.4	600.4	656.0	655.6	599.6	709.9	同上
7	1	700 均温	0	700	700	700	700	696.9	760.3	692.0	771.8	648.4	650.6	728.6	726.2	694.4	915.1	同上

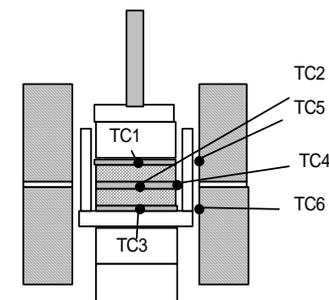
表3.2-5 特性試験 # 4における温度測定結果



下部	材質	肉厚 (mm)	上部	材質	肉厚 (mm)
標準	石英ガラス	509.00	測定	ZrO2 (YSZ)	5.03

測定 No	He圧力 (atm)	GH1/GH2 温度差 ()	PH1/PH2 温度差 ()	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 ()	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 ()	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 ()	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 ()	上部均熱板中央温度 ()	GH1 下端部温度 ()	下部均熱板中央温度 ()	GH1内ヒーター線温度 ()	GH1内面下端より7mm位置温度 ()	GH2内面上端より7mm位置温度 ()	GH1内面下端より7mm位置 / 下端部温度差 ()	GH1下端部 / GH2内面上端より7mm位置温度差 ()	試料部平均温度 (+) / 2 ()	昇温中ヒーター線最高温度 ()	備考
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	TC5-TC2	TC2-TC6			
1	1	0	0	600	600	600	600	599.6	567.2	599.7	612.7	600.3	599.9	33.1	-32.7	599.7		
2	1	0	0	700	700	700	700	700.4	659.1	699.6	733.7	699.6	700.4	40.5	-41.4	700.0		
3	1	0	0	800	800	800	800	800.7	752.2	800.1	857.2	799.3	800.1	47.0	-47.9	800.4		
4	1	0	0	900	900	900	900	900.9	845.3	900.1	980.6	898.8	900.4	53.6	-55.2	900.5		
5	1	50	50	700	650	700	650	699.6	649.1	648.6	755.1	700.0	649.9	50.8	-0.8	674.1		
6	1	100	100	700	600	700	600	699.7	638.4	598.9	777.8	700.5	600.0	62.1	38.4	649.3		
7	1	150	150	700	550	700	550	700.2	628.0	549.1	799.9	700.3	550.0	72.3	78.0	624.6		
8	1	200	200	700	500	700	500	700.3	616.8	499.8	821.0	700.3	500.1	83.5	116.7	600.0		
9	1	50	50	800	750	800	750	800.2	740.7	749.7	886.1	799.4	750.1	58.7	-9.4	774.9		
10	1	100	100	800	700	800	700	799.8	731.2	698.7	906.0	800.2	699.7	69.0	31.5	749.3		
11	1	150	150	800	650	800	650	800.1	720.0	649.4	928.6	800.2	650.6	80.2	69.5	724.7		
12	1	200	200	800	600	800	600	800.4	708.8	599.3	949.3	800.2	600.0	91.4	108.8	699.8		
13	1	50	50	900	850	900	850	900.0	832.7	850.0	1011.8	898.7	850.3	66.0	-17.6	875.0		

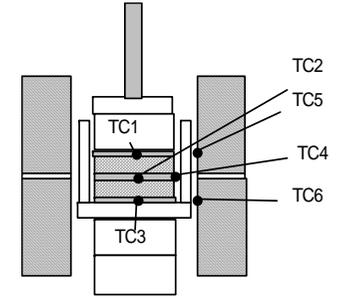
表 3.3-1 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(測定試料上側)



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

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度()	目標(測定試料+標準試料)肉厚温度差()	上部ガードヒーター(GH1)設定温度()	下部ガードヒーター(GH2)設定温度()	上部プレートヒーター(PH1)設定温度()	下部プレートヒーター(PH2)設定温度()	上部均熱板中央温度()	中間均熱板中央温度()	下部均熱板中央温度()	中間均熱板外周温度()	GH1内面温度()	GH2内面温度()	測定試料平均温度()	測定+標準肉厚温度差合計()	標準試料平均温度()	試料部平均温度()	測定試料温度差()	標準試料温度差()	(j)	(k)	備考
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.4	101.1	99.4	100.8	100.7	100.2	100.3	0.0	100.3	99.4	-1.7	1.7			
	1	200	0	200	200	200	200	199.5	201.6	199.8	200.0	200.5	200.1	200.5	-0.2	200.7	199.6	-2.1	1.8			
	1	300	0	300	300	300	300	299.7	301.6	300.1	299.2	300.3	300.3	300.6	-0.4	300.8	299.9	-1.9	1.5			
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	401.4	399.7	399.2	400.4	400.0	400.4	-0.2	400.6	399.6	-1.9	1.6			
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	500.0	499.8	498.4	500.6	500.2	499.9	0.0	499.9	499.8	-0.2	0.2			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.8	588.0	562.7	587.2	613.5	563.2	600.4	50.2	575.3	587.8	24.8	25.3	1.99	2.02	
2	1	600	100	625	525	625	525	625.5	575.3	524.4	574.6	625.7	525.5	600.4	101.0	549.9	575.0	50.2	50.9	1.96	1.98	
3	1	600	150	638	488	638	488	638.3	564.8	487.3	564.3	638.6	488.2	601.6	151.1	526.0	562.8	73.5	77.5	1.93	2.03	
4	1	700	50	713	663	713	663	713.3	688.1	663.0	687.2	713.5	663.3	700.7	50.3	675.6	688.1	25.1	25.1	2.12	2.11	
5	1	700	100	725	625	725	625	725.2	675.3	624.8	674.4	725.6	625.4	700.2	100.4	650.0	675.0	49.9	50.6	2.09	2.11	
6	1	700	150	738	588	738	588	738.6	664.0	587.3	664.0	738.6	588.5	701.3	151.3	625.7	663.0	74.6	76.7	2.06	2.10	
7	1	800	50	813	763	813	763	813.8	788.7	763.3	786.5	813.4	763.6	801.2	50.5	776.0	788.6	25.1	25.4	2.26	2.27	
8	1	800	100	825	725	825	725	825.3	776.0	725.1	775.2	825.7	725.3	800.7	100.3	750.5	775.2	49.3	51.0	2.22	2.29	
9	1	800	150	838	688	838	688	838.9	764.8	687.6	764.8	838.9	688.8	801.9	151.3	726.2	763.3	74.1	77.2	2.19	2.27	
10	1	900	50	913	863	913	863	914.0	876.7	840.3	875.2	912.8	832.6	895.3	73.7	858.5	877.1	37.3	36.4	2.38	2.31	

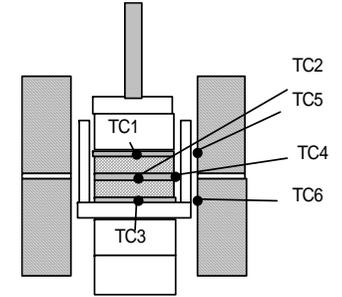
表 3.3-2 ZrO₂(5.5%Y₂O₃ YSZ)の熱伝導度測定結果(第1回)



下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	5.09	測定	ZrO ₂ (YSZ)	5.03

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度 (°C)	目標(測定試料+標準)試料肉厚温度差 (°C)	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 (°C)	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 (°C)	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 (°C)	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 (°C)	上部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板中央温度 (°C)	下部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板外周温度 (°C)	GH1内面温度 (°C)	GH2内面温度 (°C)	測定試料平均温度 (°C)	測定+標準肉厚温度差合計 (°C)	標準試料平均温度 (°C)	試料部平均温度 (°C)	測定試料温度差 (°C)	標準試料温度差 (°C)	(j) 標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	(k) 測定試料熱伝導度測定値 (W/(m·K))	備考
	1	100	0	100	100	100	100	99.4	100.8	99.4	100.8	100.6	100.1	100.1	0.0	100.1	99.4	-1.4	1.4			
	1	200	0	200	200	200	200	199.8	200.5	200.0	199.9	200.9	200.1	200.1	-0.2	200.2	199.9	-0.7	0.5			
	1	300	0	300	300	300	300	299.8	300.0	300.2	299.2	300.2	300.3	299.9	-0.4	300.1	300.0	-0.2	-0.2			
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	400.0	400.2	398.4	400.3	400.6	399.8	-0.7	400.1	399.9	-0.5	-0.2			
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	499.7	499.8	497.9	500.7	500.5	499.7	0.0	499.7	499.8	0.1	-0.1			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.8	589.9	562.7	588.0	613.6	563.6	601.4	50.2	576.3	587.8	22.9	27.2	1.99	2.34	
2	1	600	100	625	525	625	525	625.6	579.2	524.7	577.3	625.8	525.6	602.4	100.9	551.9	575.1	46.4	54.5	1.96	2.28	
3	1	600	150	638	488	638	488	638.3	570.4	487.8	568.0	638.5	488.6	604.4	150.6	529.1	563.1	68.0	82.6	1.93	2.32	
4	1	700	50	713	663	713	663	713.4	689.5	663.0	687.9	713.4	663.4	701.4	50.4	676.2	688.2	23.9	26.5	2.12	2.32	
5	1	700	100	725	625	725	625	725.7	679.2	624.8	675.9	725.4	625.8	702.4	100.9	652.0	675.2	46.5	54.4	2.09	2.42	
6	1	700	150	738	588	738	588	738.6	668.8	587.9	666.3	738.6	588.5	703.7	150.7	628.4	663.3	69.8	80.9	2.06	2.36	
7	1	800	50	813	763	813	763	814.1	789.6	763.3	786.4	813.4	763.6	801.8	50.8	776.4	788.7	24.5	26.3	2.26	2.40	
8	1	800	100	825	725	825	725	825.3	777.6	725.1	775.2	825.7	725.5	801.5	100.3	751.3	775.2	47.8	52.5	2.22	2.42	
9	1	800	150	838	688	838	688	838.9	768.0	688.1	764.8	838.9	688.8	803.5	150.8	728.1	763.5	70.9	79.9	2.19	2.44	
10	1	900	50	913	863	913	863	914.0	888.8	863.6	885.6	913.3	863.9	901.4	50.4	876.2	888.8	25.2	25.2	2.41	2.38	

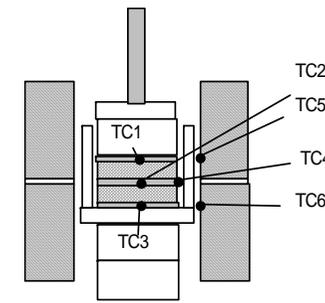
表 3.3-3 ZrO₂(5.5%Y₂O₃ YSZ)の熱伝導度測定結果(第2回)



下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	(mm)	測定	ZrO ₂ (YSZ)	(mm)
		5.09			5.03

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度()	目標(測定試料+標準試料)肉厚温度差()	上部ガードヒーター(GH1)設定温度()	下部ガードヒーター(GH2)設定温度()	上部プレートヒーター(PH1)設定温度()	下部プレートヒーター(PH2)設定温度()	上部均熱板中央温度()	中間均熱板中央温度()	下部均熱板中央温度()	中間均熱板外周温度()	GH1内面温度()	GH2内面温度()	測定試料平均温度()	測定+標準肉厚温度差合計()	標準試料平均温度()	試料部平均温度()	測定試料温度差()	標準試料温度差()	(j)	(k)	備考
																				標準試料熱伝導度(W/(m·K))	測定試料熱伝導度測定値(W/(m·K))	
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.4	100.2	99.1	100.8	101.1	100.1	99.8	0.4	99.6	99.3	-0.8	1.1			
	1	200	0	200	200	200	200	199.8	200.5	199.9	200.0	200.8	200.1	200.1	-0.1	200.2	199.8	-0.7	0.6			
	1	300	0	300	300	300	300	300.1	299.9	300.1	300.0	300.3	300.3	300.0	0.0	300.0	300.1	0.2	-0.2			
	1	400	0	400	400	400	400	399.7	399.7	399.5	399.2	400.6	400.6	399.7	0.2	399.6	399.6	0.1	0.2			
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	499.6	500.0	499.1	500.3	500.5	499.7	-0.2	499.8	499.9	0.2	-0.5			
1	1	600	50	613	563	613	563	613.7	590.3	562.7	590.3	613.6	563.7	602.0	51.0	576.5	588.2	23.4	27.6	1.99	2.31	
2	1	600	100	625	525	625	525	625.6	580.7	524.4	581.4	625.9	525.6	603.1	101.2	552.6	575.0	44.9	56.3	1.96	2.43	
3	1	600	150	638	488	638	488	638.3	572.3	487.2	572.8	638.5	486.7	605.3	151.2	529.7	562.8	66.0	85.1	1.93	2.46	
4	1	700	50	713	663	713	663	713.1	688.9	663.0	688.8	713.4	663.5	701.0	50.1	675.9	688.1	24.3	25.9	2.12	2.24	
5	1	700	100	725	625	725	625	725.9	680.1	624.8	680.0	725.4	625.4	703.0	101.1	652.4	675.3	45.8	55.4	2.09	2.50	
6	1	700	150	738	588	738	588	738.6	670.6	588.1	670.5	738.6	588.5	704.6	150.6	629.3	663.4	68.1	82.5	2.06	2.47	
7	1	800	50	813	763	813	763	813.6	789.1	763.3	788.8	813.4	763.6	801.3	50.3	776.2	788.4	24.4	25.8	2.26	2.36	
8	1	800	100	825	725	825	725	825.8	778.1	725.1	777.6	825.7	725.3	802.0	100.8	751.6	775.4	47.7	53.0	2.23	2.44	
9	1	800	150	838	688	838	688	838.9	769.7	688.1	769.6	838.5	688.8	804.3	150.8	728.9	763.5	69.3	81.6	2.19	2.55	
10	1	900	50	913	863	913	863	913.8	888.6	863.6	887.0	913.2	863.9	901.2	50.2	876.1	888.7	25.2	25.0	2.41	2.36	

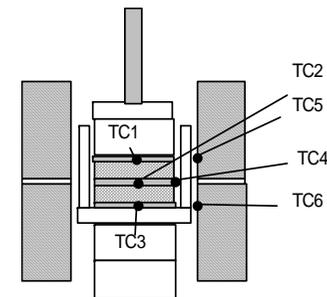
表 3.3-4 YTZ粒子焼結体(ネック比37%)の熱伝導度測定(第1回)結果



下部	材質	肉厚 (mm)	上部	材質	肉厚 (mm)
標準	石英ガラス	5.09	測定	YZZ焼結体	ネック比40% 5.44

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度()	目標(測定試料+標準試料)肉厚温度差()	上部ガードヒーター(GH1)設定温度()	下部ガードヒーター(GH2)設定温度()	上部プレートヒーター(PH1)設定温度()	下部プレートヒーター(PH2)設定温度()	上部均熱板中央温度()	中間均熱板中央温度()	下部均熱板中央温度()	中間均熱板外周温度()	GH1内面温度()	GH2内面温度()	測定試料平均温度()	測定+標準肉厚温度差合計()	標準試料平均温度()	試料部平均温度()	測定試料温度差()	標準試料温度差()	(j)	(k)	備考
																				標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	測定試料熱伝導度測定値 ((W/(m·K)))	
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.3	100.2	98.6	100.7	100.6	100.2	99.8	0.7	99.4	99.0	-0.9	1.6			
	1	200	0	200	200	200	200	199.4	199.6	199.4	199.8	200.8	200.3	199.5	0.0	199.5	199.4	-0.2	0.2			
	1	300	0	300	300	300	300	299.6	299.2	299.3	299.6	300.3	300.5	299.4	0.3	299.3	299.4	0.4	-0.1			
	1	400	0	400	400	400	400	399.1	398.7	399.5	399.2	399.8	400.6	398.9	-0.4	399.1	399.3	0.5	-0.8			
	1	500	0	500	500	500	500	499.2	498.8	499.8	498.7	500.7	500.9	499.0	-0.6	499.3	499.5	0.4	-1.0			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.9	584.0	562.7	585.3	613.3	563.7	598.4	50.2	573.3	587.8	28.8	21.3	1.99	1.57	
2	1	600	150	638	488	638	488	638.0	556.1	487.9	557.2	638.9	488.8	597.0	150.1	522.0	562.9	81.9	68.2	1.92	1.71	
3	1	700	50	713	663	713	663	712.3	684.1	663.0	685.5	713.2	663.8	698.2	49.3	673.6	687.7	28.2	21.1	2.12	1.70	
4	1	700	150	738	588	738	588	738.6	655.5	588.2	656.8	738.4	588.6	697.1	150.4	621.8	663.4	83.2	67.3	2.05	1.77	
5	1	800	50	813	763	813	763	812.5	783.7	763.3	784.5	813.0	763.7	798.1	49.2	773.5	787.9	28.8	20.4	2.26	1.71	
6	1	800	150	838	688	838	688	839.7	755.7	688.0	756.6	838.3	688.8	797.7	151.7	721.9	763.8	83.9	67.7	2.18	1.88	
7	1	900	50	913	863	913	863	912.7	883.7	863.6	884.5	913.3	863.9	898.2	49.1	873.6	888.1	29.0	20.1	2.40	1.78	

表 3.3-5 YTZ粒子焼結体(ネック比37%)の熱伝導度測定(第2回)結果

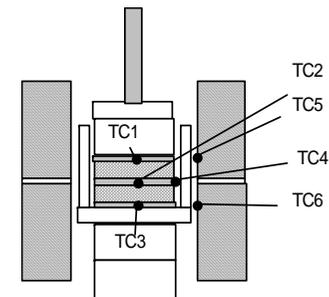


下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
	石英ガ	(mm)		YTZ焼	(mm)
標準	ラス	5.09	測定	ネック	5.44
				比40%	

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度()	目標(測定試料+標準試料)肉厚温度差()	上部ガードヒーター(GH1)設定温度()	下部ガードヒーター(GH2)設定温度()	上部プレートヒーター(PH1)設定温度()	下部プレートヒーター(PH2)設定温度()	上部均熱板中央温度()	中間均熱板中央温度()	下部均熱板中央温度()	中間均熱板外周温度()	GH1内面温度()	GH2内面温度()	測定試料平均温度()	測定+標準肉厚温度差合計()	標準試料平均温度()	試料部平均温度()	測定試料温度差()	標準試料温度差()	(j) 標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	(k) 測定試料熱伝導度測定値 ((W/(m·K)))	備考
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	()/2	-	()/2	()/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.3	100.2	98.6	100.7	100.6	100.0	99.8	0.7	99.4	99.0	-0.9	1.6			
	1	200	0	200	200	200	200	199.5	198.9	199.0	199.8	200.6	200.1	199.2	0.5	198.9	199.3	0.6	-0.1			
	1	300	0	300	300	300	300	299.1	299.2	299.2	299.6	300.3	300.3	299.1	-0.1	299.2	299.1	-0.1	0.0			
	1	400	0	400	400	400	400	399.0	398.9	399.5	399.3	400.4	400.6	398.9	-0.5	399.2	399.3	0.1	-0.6			
	1	500	0	500	500	500	500	499.2	498.8	499.8	498.8	500.6	500.2	499.0	-0.6	499.3	499.5	0.4	-1.0			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.6	583.9	562.7	585.1	613.6	563.6	598.3	49.9	573.3	587.7	28.7	21.2	1.99	1.57	
2	1	600	150	638	488	638	488	637.8	556.1	487.8	557.7	638.9	488.3	596.9	150.1	521.9	562.8	81.8	68.3	1.92	1.72	
3	1	700	50	713	663	713	663	712.5	684.1	663.0	685.5	713.5	663.4	698.3	49.5	673.6	687.8	28.4	21.1	2.12	1.68	
4	1	700	150	738	588	738	588	738.6	655.5	587.7	656.8	738.6	588.5	697.1	150.9	621.6	663.2	83.2	67.8	2.05	1.79	
5	1	800	50	813	763	813	763	812.8	784.4	763.3	784.6	813.4	763.6	798.6	49.5	773.8	788.1	28.5	21.1	2.26	1.78	
6	1	800	150	838	688	838	688	840.5	756.2	687.8	757.4	838.5	688.8	798.3	152.7	722.0	764.1	84.3	68.4	2.18	1.89	
7	1	900	50	913	863	913	863	912.7	883.8	863.6	884.5	913.3	863.9	898.2	49.1	873.7	888.1	28.9	20.2	2.40	1.80	
8	0.1	700	50	713	663	713	663	713.0	684.2	663.0	684.7	713.7	663.7	698.6	50.0	673.6	688.0	28.8	21.2	2.12	1.66	*
9	0.1	700	150	738	588	738	588	737.8	654.8	587.5	656.0	738.6	588.5	696.3	150.3	621.1	662.6	83.0	67.3	2.05	1.78	*

* He圧力変化によるTC2のバイアス(+4)補正

表3.3-6 YTZ粒子焼結体(ネック比20%)の熱伝導度測定結果

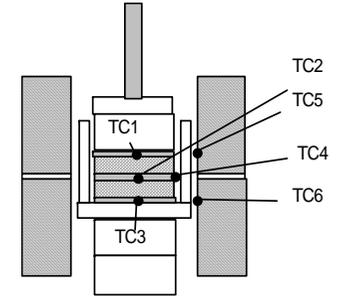


下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	5.09	測定	YTZ焼結体	5.84
				ネック比20%	

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度(°C)	目標測定試料+標準試料肉厚温度差(°C)	上部ガードヒーター(GH1)設定温度(°C)	下部ガードヒーター(GH2)設定温度(°C)	上部プレートヒーター(PH1)設定温度(°C)	下部プレートヒーター(PH2)設定温度(°C)	上部均熱板中央温度(°C)	中間均熱板中央温度(°C)	下部均熱板中央温度(°C)	中間均熱板外周温度(°C)	GH1内面温度(°C)	GH2内面温度(°C)	測定試料平均温度(°C)	測定+標準肉厚温度差合計(°C)	標準試料平均温度(°C)	試料部平均温度(°C)	測定試料温度差(°C)	標準試料温度差(°C)	(j)	(k)	備考
																				標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	測定試料熱伝導度測定値 ((W/(m·K)))	
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.3	100.2	98.8	100.7	100.6	100.1	99.8	0.5	99.5	99.1	-0.9	1.4			
	1	200	0	200	200	200	200	199.5	198.9	198.9	199.8	200.8	200.2	199.2	0.6	198.9	199.2	0.6	0.0			
	1	300	0	300	300	300	300	299.6	298.3	299.2	299.5	300.3	300.3	298.9	0.4	298.8	299.4	1.3	-0.9			
	1	400	0	400	400	400	400	399.3	398.2	399.5	398.7	400.3	400.6	398.7	-0.2	398.9	399.4	1.1	-1.3			
	1	500	0	500	500	500	500	499.2	498.1	499.8	498.6	500.7	500.7	498.6	-0.6	498.9	499.5	1.1	-1.7			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.6	581.2	562.7	582.5	613.6	563.8	596.9	49.9	571.9	587.7	31.5	18.5	1.99	1.34	
2	1	600	150	638	488	638	488	637.7	548.1	487.4	549.1	638.7	488.4	592.9	150.3	517.8	562.6	89.6	60.7	1.92	1.49	
3	1	700	50	713	663	713	663	712.4	681.6	663.0	682.3	713.7	664.0	697.0	49.4	672.3	687.7	30.8	18.6	2.12	1.47	
4	1	700	150	738	588	738	588	738.6	647.5	588.2	648.8	738.6	588.5	693.1	150.4	617.9	663.4	91.1	59.3	2.05	1.53	
5	1	800	50	813	763	813	763	812.5	780.7	763.3	781.4	813.4	763.8	796.6	49.2	772.0	787.9	31.8	17.4	2.25	1.42	
6	1	800	150	838	688	838	688	838.1	747.1	687.9	748.7	838.8	688.8	792.6	150.2	717.5	763.0	91.0	59.2	2.18	1.63	
7	1	900	50	913	863	913	863	912.7	880.6	863.6	881.3	912.5	863.9	896.6	49.1	872.1	888.1	32.1	17.0	2.40	1.46	
8	0.1	700	50	713	663	713	663	712.9	679.3	663.0	679.1	713.7	663.9	696.1	49.9	671.2	688.0	33.6	16.3	2.12	1.18	*
9	0.1	700	150	738	588	738	588	737.8	646.7	588.2	647.1	738.7	588.5	692.2	149.6	617.4	663.0	91.1	58.5	2.04	1.51	*

* He圧力変化によるTC2のバイアス(+4)補正

表3.3-7 YTZ粒子焼結体(ネック比0%)の熱伝導度測定結果

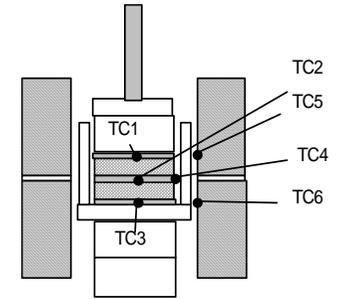


下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
	石英ガ	(mm)		YTZ焼	(mm)
標準	ラス	5.09	測定	ネック	5.89
				比0%	

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度()	目標(測定試料+標準試料)肉厚温度差()	上部ガードヒーター(GH1)設定温度()	下部ガードヒーター(GH2)設定温度()	上部プレートヒーター(PH1)設定温度()	下部プレートヒーター(PH2)設定温度()	上部均熱板中央温度()	中間均熱板中央温度()	下部均熱板中央温度()	中間均熱板外周温度()	GH1内面温度()	GH2内面温度()	測定試料平均温度()	測定+標準肉厚温度差合計()	標準試料平均温度()	試料部平均温度()	測定試料温度差()	標準試料温度差()	(j)	(k)	備考
																				標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	測定試料熱伝導度測定値 ((W/(m·K)))	
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.3	100.2	98.6	100.7	100.6	100.5	99.8	0.7	99.4	99.0	-0.9	1.6			
	1	200	0	200	200	200	200	199.0	198.9	199.1	199.8	200.8	200.1	199.0	-0.1	199.0	199.1	0.1	-0.3			
	1	300	0	300	300	300	300	298.8	298.3	299.2	298.8	300.2	300.3	298.6	-0.4	298.8	299.0	0.5	-0.9			
	1	400	0	400	400	400	400	399.4	397.8	399.5	398.7	400.6	400.6	398.6	-0.1	398.6	399.4	1.6	-1.8			
	1	500	0	500	500	500	500	500.2	498.8	499.8	498.0	500.6	500.5	499.5	0.4	499.3	500.0	1.4	-1.0			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.9	580.6	562.7	580.6	613.5	563.6	596.7	50.2	571.6	587.8	32.3	17.9	1.99	1.27	
2	1	600	150	638	488	638	488	637.8	546.0	487.3	545.1	638.6	489.7	591.9	150.5	516.7	562.6	91.8	58.8	1.92	1.42	
3	1	700	50	713	663	713	663	712.3	680.1	663.0	679.8	713.5	663.9	696.2	49.3	671.6	687.7	32.2	17.1	2.12	1.30	
4	1	700	150	738	588	738	588	738.6	645.0	587.6	644.3	738.4	588.0	691.8	151.0	616.3	663.1	93.6	57.4	2.04	1.45	
5	1	800	50	813	763	813	763	812.5	779.5	763.3	778.2	813.4	763.6	796.0	49.2	771.4	787.9	33.0	16.2	2.25	1.28	
6	1	800	150	838	688	838	688	838.0	744.6	688.0	743.1	838.9	688.8	791.3	149.9	716.3	763.0	93.4	56.6	2.18	1.53	
7	1	900	50	913	863	913	863	912.7	879.0	863.6	877.3	913.4	863.9	895.8	49.1	871.3	888.1	33.7	15.4	2.40	1.27	
8	0.1	700	50	713	663	713	663	713.0	678.5	663.0	679.1	713.5	663.3	695.8	50.0	670.8	688.0	34.5	15.5	2.11	1.10	*
9	0.1	700	150	738	588	738	588	738.4	638.0	587.9	639.2	738.8	588.5	688.2	150.4	613.0	663.2	100.4	50.1	2.04	1.18	*

* He圧力変化によるTC2のバイアス(+4)補正

表3.3-8 断熱材(カオウル、He雰囲気中)の熱伝導度測定結果

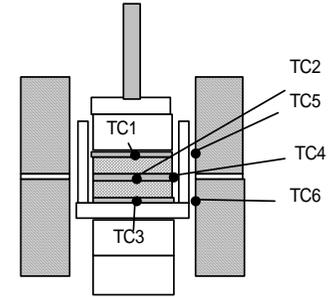


下部	材質	肉厚 (mm)	上部	材質	肉厚 (mm)
標準	石英ガラス	5.09	測定	カオウル	3.00

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度(°C)	目標測定試料+標準試料肉厚温度差(°C)	上部ガードヒーター(GH1)設定温度(°C)	下部ガードヒーター(GH2)設定温度(°C)	上部プレートヒーター(PH1)設定温度(°C)	下部プレートヒーター(PH2)設定温度(°C)	上部均熱板中央温度(°C)	中間均熱板中央温度(°C)	下部均熱板中央温度(°C)	中間均熱板外周温度(°C)	GH1内面温度(°C)	GH2内面温度(°C)	測定試料平均温度(°C)	測定+標準肉厚温度差合計(°C)	標準試料平均温度(°C)	試料部平均温度(°C)	測定試料温度差(°C)	標準試料温度差(°C)	(j)	(k)	備考		
																							TC1	TC2
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	(-)/2	(+)/2	(-)/2							
	1	100	0	100	100	100	100	98.7	100.3	99.6	100.8	100.6	99.8	99.5	-0.9	100.0	99.2	-1.6	0.7					
	1	200	0	200	200	200	200	199.1	199.8	199.9	200.3	200.9	200.1	199.5	-0.8	199.8	199.5	-0.6	-0.1					
	1	300	0	300	300	300	300	299.2	299.2	300.2	300.2	300.3	300.2	299.2	-1.0	299.7	299.7	0.0	-1.0					
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	399.2	400.4	400.3	400.5	399.8	399.3	-0.9	399.8	399.9	0.3	-1.2					
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	498.5	499.9	500.0	500.8	500.1	499.2	-0.1	499.2	499.9	1.3	-1.4					
1	1	600	50	613	563	613	563	612.8	576.0	563.6	576.5	613.5	563.0	594.4	49.3	569.8	588.2	36.8	12.4	1.98	0.39			
2	1	600	150	638	488	638	488	638.3	530.4	488.1	531.4	638.6	488.2	584.4	150.3	509.2	563.2	108.0	42.3	1.91	0.44			
3	1	700	50	713	663	713	663	713.1	675.9	663.9	675.4	713.4	663.3	694.5	49.3	669.9	688.5	37.3	12.0	2.11	0.40			
4	1	700	150	738	588	738	588	738.6	631.1	588.3	631.1	738.3	588.5	684.9	150.3	609.7	663.5	107.6	42.7	2.03	0.48			
5	1	800	50	813	763	813	763	813.4	776.0	763.6	775.1	813.4	763.5	794.7	49.9	769.8	788.5	37.4	12.4	2.25	0.44			
6	1	800	150	838	688	838	688	838.9	730.4	688.6	729.8	838.1	688.2	784.7	150.3	709.5	763.8	108.6	41.8	2.17	0.49			
7	1	900	50	913	863	913	863	913.8	875.2	864.1	873.9	912.7	863.5	894.5	49.6	869.7	888.9	38.6	11.1	2.40	0.41			
8	0.1	700	50	713	663	713	663	713.5	678.8	663.5	677.8	713.7	663.3	696.2	50.0	671.2	688.5	34.7	15.3	2.12	0.36	*		
9	0.1	700	150	738	588	738	588	738.6	627.5	588.3	627.5	738.6	588.4	683.1	150.3	607.9	663.5	111.1	39.2	2.03	0.42	*		

* He圧力変化によるTC2のバイアス(+4)補正

表 3.3-9 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果(測定試料下側)



上部	材質	肉厚	下部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	5.07	測定	石英ガラス	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+標準試料)肉厚温度差 (°C)	ガードヒーター(GH1)設定温度 (°C)	ガードヒーター(GH2)設定温度 (°C)	上部プレートヒーター(PH1)設定温度 (°C)	下部プレートヒーター(PH2)設定温度 (°C)	上部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板中央温度 (°C)	下部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板外周温度 (°C)	GH1内面温度 (°C)	GH2内面温度 (°C)	測定試料平均温度 (°C)	測定+標準肉厚温度差合計 (°C)	標準試料平均温度 (°C)	試料部平均温度 (°C)	測定試料温度差 (°C)	標準試料温度差 (°C)	(j)	(k)	備考
																				標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	測定試料熱伝導度 (W/(m·K))	
				定常	定常			TC 1	TC 2	TC 3	TC 4	TC 5	TC 6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.4	101.6	99.4	100.8	100.6	99.8	100.5	0.0	100.5	99.4	2.2	(2.2)			
	1	200	0	200	200	200	200	199.8	201.6	199.8	200.0	200.0	200.1	200.7	0.0	200.7	199.8	1.8	(1.8)			
	1	300	0	300	300	300	300	299.2	301.6	300.1	299.2	300.3	300.3	300.9	(0.9)	300.4	299.7	1.5	(2.4)			
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	401.6	399.5	399.2	399.8	400.6	400.6	0.0	400.6	399.5	2.1	(2.1)			
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	500.0	499.8	498.4	500.1	500.1	499.9	0.0	499.9	499.8	0.2	(0.2)			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.8	588.0	562.7	587.2	613.5	563.2	575.3	50.2	600.4	587.8	25.3	24.8	2.02	1.99	
2	1	600	100	625	525	625	525	625.5	575.3	524.4	574.6	625.7	525.5	549.9	101.0	600.4	575.0	50.9	50.2	2.02	2.00	
3	1	600	150	638	488	638	488	638.3	564.8	487.3	564.3	638.6	488.2	526.0	151.1	601.6	562.8	77.5	73.5	2.02	1.93	
4	1	700	50	713	663	713	663	713.3	688.1	663.0	687.2	713.5	663.3	675.6	50.3	700.7	688.1	25.1	25.1	2.16	2.17	
5	1	700	100	725	625	725	625	725.2	675.3	624.8	674.4	725.6	625.4	650.0	100.4	700.2	675.0	50.6	49.9	2.15	2.13	
6	1	700	150	738	588	738	588	738.6	664.0	587.3	664.0	738.6	588.5	625.7	151.3	701.3	663.0	76.7	74.6	2.16	2.11	
7	1	800	50	813	763	813	763	813.8	788.7	763.3	786.5	813.4	763.6	776.0	50.5	801.2	788.6	25.4	25.1	2.30	2.28	
8	1	800	100	825	725	825	725	825.3	776.0	725.1	775.2	825.7	725.3	750.5	100.3	800.7	775.2	51.0	49.3	2.30	2.23	
9	1	800	150	838	688	838	688	838.9	764.8	687.6	764.8	838.9	688.8	726.2	151.3	801.9	763.3	77.2	74.1	2.30	2.22	
10	1	900	50	913	863	913	863	914.0	876.7	840.3	875.2	912.8	832.6	858.5	73.7	895.3	877.1	36.4	37.3	2.44	2.50	

表 3.3-10 石英ガラスの熱伝導度測定結果(測定試料上側)のまとめ

測定No	目標試料温度 ()	試料肉厚温度差 ()	測定試料平均温度()	熱伝導度 (W/cm/K)	ガードヒーター設定値
1	600	50	600.4	2.02	GH1:PH1設定温度 GH2:PH2設定温度
2	600	100	600.4	1.98	
3	600	150	601.6	2.03	
4	700	50	700.7	2.11	
5	700	100	700.2	2.11	
6	700	150	701.3	2.10	
7	800	50	801.2	2.27	
8	800	100	800.7	2.29	
9	800	150	801.9	2.27	
10	900	50	895.3	2.31	

表 3.3-11 石英ガラスの熱伝導度測定結果(測定試料下側)のまとめ

測定No	目標試料温度 ()	試料肉厚温度差 ()	測定試料平均温度()	熱伝導度 (W/cm/K)	ガードヒーター設定値
1	600	50	575.3	1.99	GH1:PH1設定温度 GH2:PH2設定温度
2	600	100	549.9	2.00	
3	600	150	526.0	1.93	
4	700	50	675.6	2.17	
5	700	100	650.0	2.13	
6	700	150	625.7	2.11	
7	800	50	776.0	2.28	
8	800	100	750.5	2.23	
9	800	150	726.2	2.22	
10	900	50	858.5	2.50	

表 3.3-12 ZrO₂(5.5%Y₂O₃ YSZ) 試料の熱伝導度測定結果(第1回)のまとめ

測定No	目標試料温度 ()	試料肉厚温度差 ()	測定試料平均温度()	熱伝導度 (W/cm/K)	ガードヒーター設定値
1	600	50	601.4	2.34	GH1:PH1設定温度 GH2:PH2設定温度
2	600	100	602.4	2.28	
3	600	150	604.4	2.32	
4	700	50	701.4	2.32	
5	700	100	702.4	2.42	
6	700	150	703.7	2.36	
7	800	50	801.8	2.40	
8	800	100	801.5	2.42	
9	800	150	803.5	2.44	
10	900	50	901.4	2.38	

表 3.3-13 ZrO₂(5.5%Y₂O₃ YSZ) 試料の熱伝導度測定結果(第2回)のまとめ

測定No	目標試料温度 ()	試料肉厚温度差 ()	測定試料平均温度()	熱伝導度 (W/cm/K)	ガードヒーター設定値
1	600	50	602.0	2.31	GH1:PH1設定温度 GH2:PH2設定温度
2	600	100	603.1	2.43	
3	600	150	605.3	2.46	
4	700	50	701.0	2.24	
5	700	100	703.0	2.50	
6	700	150	704.6	2.47	
7	800	50	801.3	2.36	
8	800	100	802.0	2.44	
9	800	150	804.3	2.55	
10	900	50	901.2	2.36	

表 3.3-14 YTZ粒子焼結体(ネック比:37%)の熱伝導度測定結果(第1回)のまとめ

測定No	He圧力 (atm)	目標試料温 度 ()	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度(W/cm/K)	ガード ヒーター 設定値
1	1	600	50	598.4	1.57	GH1:PH1 設定温度 GH2:PH2 設定温度
2	1	600	150	597.0	1.71	
3	1	700	50	698.2	1.70	
4	1	700	150	697.1	1.77	
5	1	800	50	798.1	1.71	
6	1	800	150	797.7	1.88	
7	1	900	50	898.2	1.78	

表 3.3-15 YTZ粒子焼結体(ネック比:37%)の熱伝導度測定結果(第2回)のまとめ

測定No	He圧力 (atm)	目標試料温 度 ()	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度(W/cm/K)	ガード ヒーター 設定値
1	1	600	50	598.3	1.57	GH1:PH1 設定温度 GH2:PH2 設定温度
2	1	600	150	596.9	1.72	
3	1	700	50	698.3	1.68	
4	1	700	150	697.1	1.79	
5	1	800	50	798.6	1.78	
6	1	800	150	798.3	1.89	
7	1	900	50	898.2	1.80	
8	0.1	700	50	698.6	1.66	
9	0.1	700	150	696.3	1.78	

表 3.3-16 YTZ粒子焼結体(ネック比:20%)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 ()	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度(W/cm/K)	ガード ヒーター 設定値
1	1	600	50	596.9	1.34	GH1:PH1 設定温度 GH2:PH2 設定温度
2	1	600	150	592.9	1.49	
3	1	700	50	697.0	1.47	
4	1	700	150	693.1	1.53	
5	1	800	50	796.6	1.42	
6	1	800	150	792.6	1.63	
7	1	900	50	896.6	1.46	
8	0.1	700	50	696.1	1.18	
9	0.1	700	150	692.2	1.51	

表 3.3-17 YTZ粒子焼結体(ネック比:0%)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 ()	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度(W/cm/K)	ガード ヒーター 設定値
1	1	600	50	596.7	1.27	GH1:PH1 設定温度 GH2:PH2 設定温度
2	1	600	150	591.9	1.42	
3	1	700	50	696.2	1.30	
4	1	700	150	691.8	1.45	
5	1	800	50	796.0	1.28	
6	1	800	150	791.3	1.53	
7	1	900	50	895.8	1.27	
8	0.1	700	50	695.8	1.10	
9	0.1	700	150	688.2	1.18	

表 3.3-18 YTZ粒子焼結体熱伝導度のHe圧力依存性

He圧力 (atm)	粒子ネック比	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度 (W/cm/K)	ガードヒーター設定値
1	37	50	698.3	1.68	GH1:PH1設定温度 GH2:PH2設定温度
0.1	37	50	698.6	1.66	
1	20	50	697.0	1.47	
0.1	20	50	696.1	1.18	
1	0	50	696.2	1.30	
0.1	0	50	695.8	1.10	
1	37	150	697.1	1.79	
0.1	37	150	696.3	1.78	
1	20	150	693.1	1.53	
0.1	20	150	692.2	1.51	
1	0	150	691.8	1.45	
0.1	0	150	688.2	1.18	

表 3.3-19 断熱材(カオウール)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 ()	試料肉厚温 度差 ()	測定試料平 均温度()	熱伝導度(W/cm/K)	ガード ヒーター 設定値
1	1	600	50	594.4	0.39	GH1:PH1 設定温度 GH2:PH2 設定温度
2	1	600	150	584.4	0.44	
3	1	700	50	694.5	0.40	
4	1	700	150	684.9	0.48	
5	1	800	50	794.7	0.44	
6	1	800	150	784.7	0.49	
7	1	900	50	894.5	0.41	
8	0.1	700	50	696.2	0.36	
9	0.1	700	150	685.1	0.42	

表 3.4-1 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)	充填粒子重量(g)	焼結後の 粒子焼結 体厚さ (mm)	焼結体重量 (g)	脱落粒子 重量 (g)	焼結体密度 *1 (%TD)
先行試験	6.05	16.405	5.61	16.360	0.090	67.9
本試験(1)	6.00	16.404	5.84	15.890*2	0.514	65.1
				15.081*3	1.323	-
本試験(2)	5.98	16.396	5.44	16.390	0.006	70.0

*1 理論密度(100%TD)として YTZ 粒子密度 6.09 g/cm³を使用.

*2 焼結試験終了時

*3 熱伝導度測定時

表 3.4-2 先行試験における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	
先行試験	56	7.0	上面	295	外周	162	上面 粒子	780	外周 粒子	800	上面	37.8	外周	20.3
			中間	333	中間	112	中間 粒子	850	中間 粒子	860	中間	39.2	中間	13.0
			下面	219	中心	176	下面 粒子	760	中心 粒子	800	下面	28.8	中心	22.0
												平均	35.3	平均

表 3.4-3 本試験(1) (目標ネック比 20%) における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	
本試験 (1)	56	7.0	上面	125	外周	115	上面粒子	740	外周粒子	850	上面	16.9	外周	13.5
			中間	165	中間	115	中間粒子	810	中間粒子	740	中間	20.4	中間	15.5
			下面	150	中心	90	下面粒子	630	中心粒子	790	下面	23.8	中心	11.4
											平均	20.4	平均	13.5

表 3.4-4 本試験(2) (目標ネック比 40%) における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	
本試験 (2)	56	7.0	上面	265	外周	205	上面粒子	740	外周粒子	760	上面	35.8	外周	27.0
			中間	300	中間	255	中間粒子	770	中間粒子	750	中間	39.0	中間	34.0
			下面	305	中心	255	下面粒子	840	中心粒子	770	下面	36.3	中心	20.1
											平均	37.0	平均	27.0

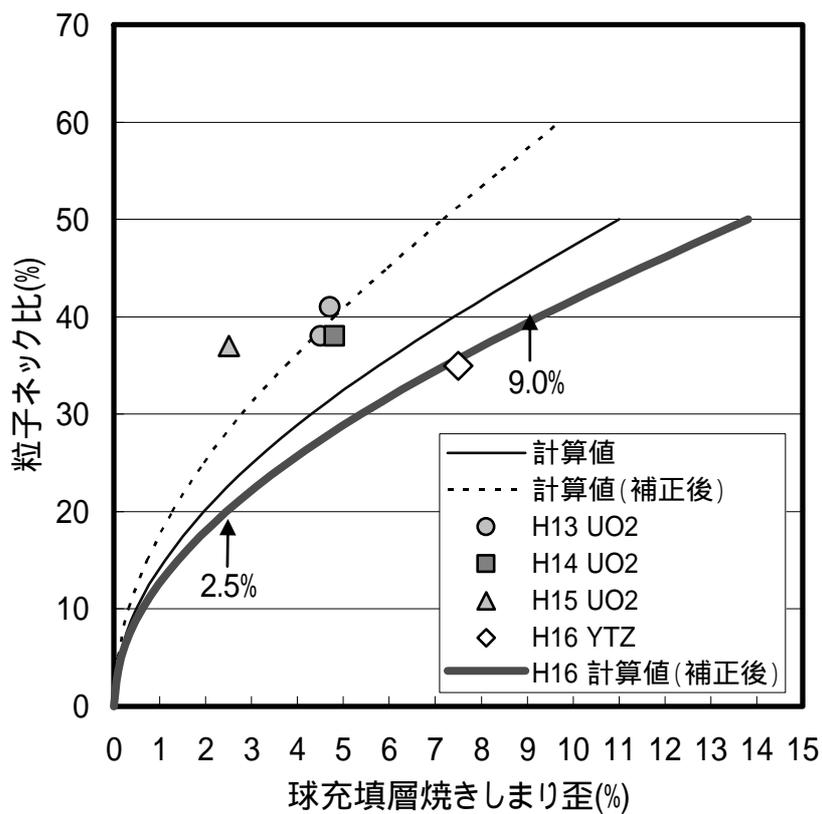


図3.1-1 粒子焼結体製作試験における焼きしまり歪量条件

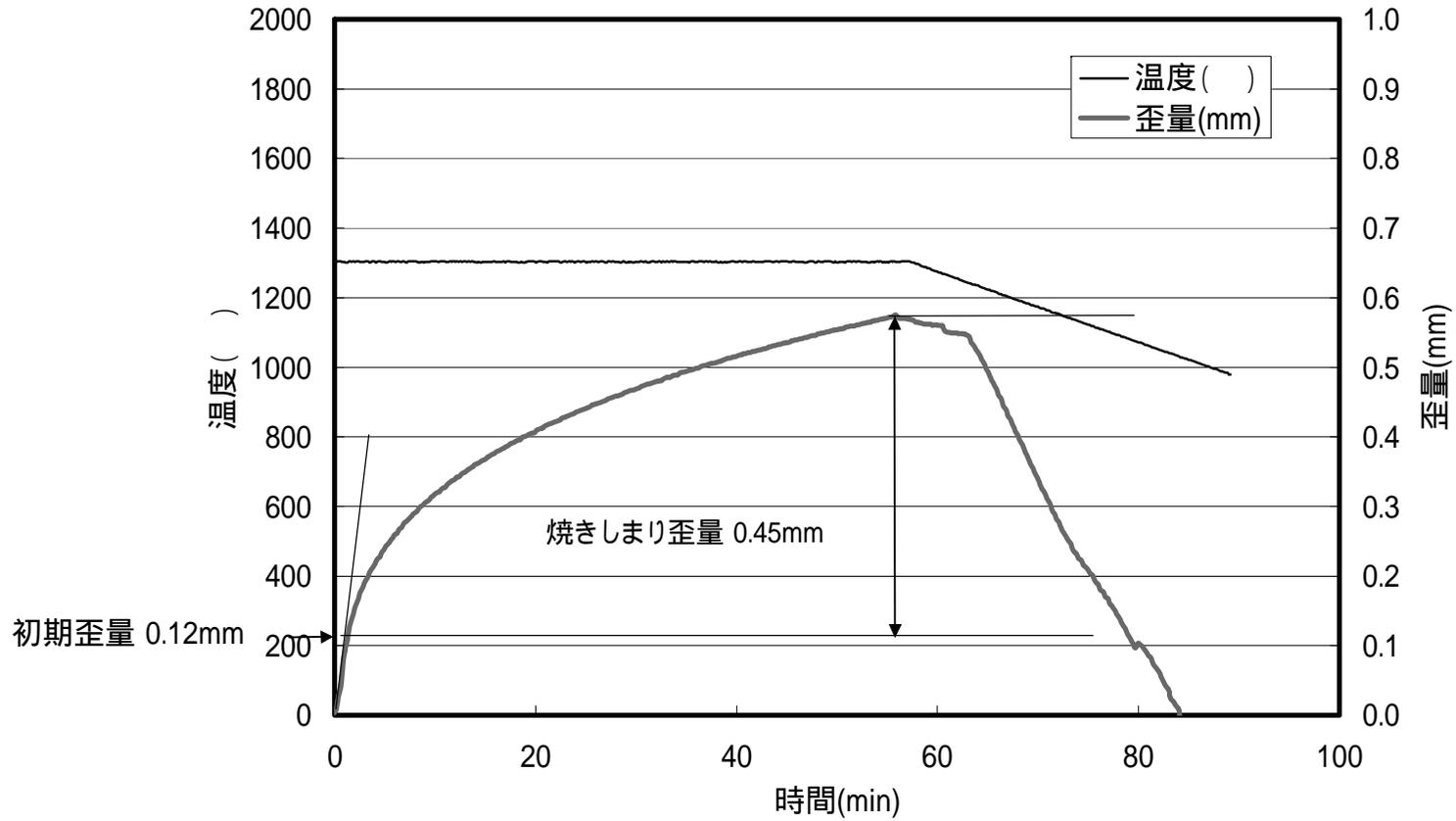


図3.1-2 粒子焼結体製作先行試験(目標ネック比40%)における歪量変化

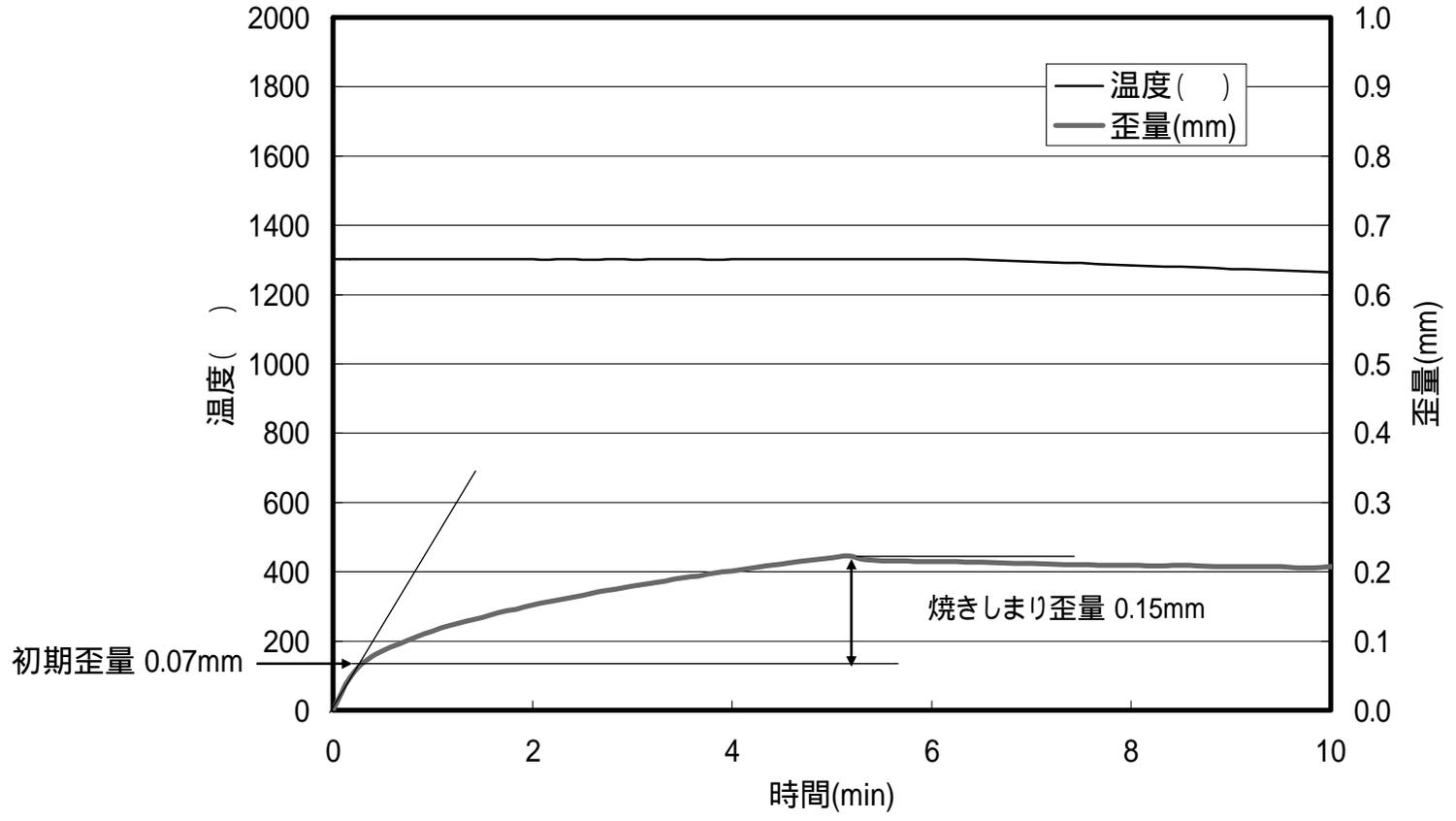


図3.1-3 粒子焼結体製作本試験(1)(目標ネック比20%)における歪量変化

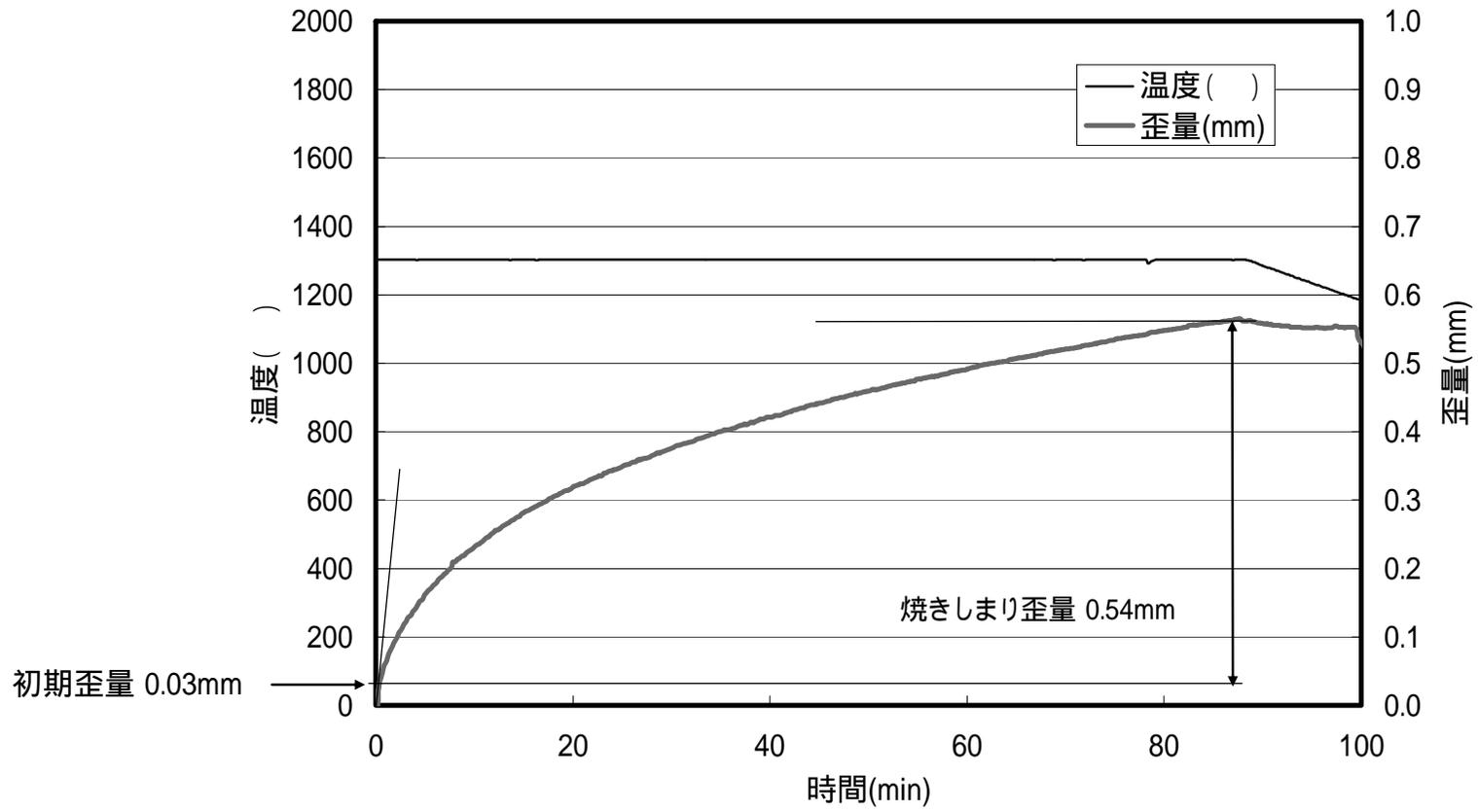


図3.1-4 粒子焼結体製作本試験(2)(目標ネック比40%)における歪量変化

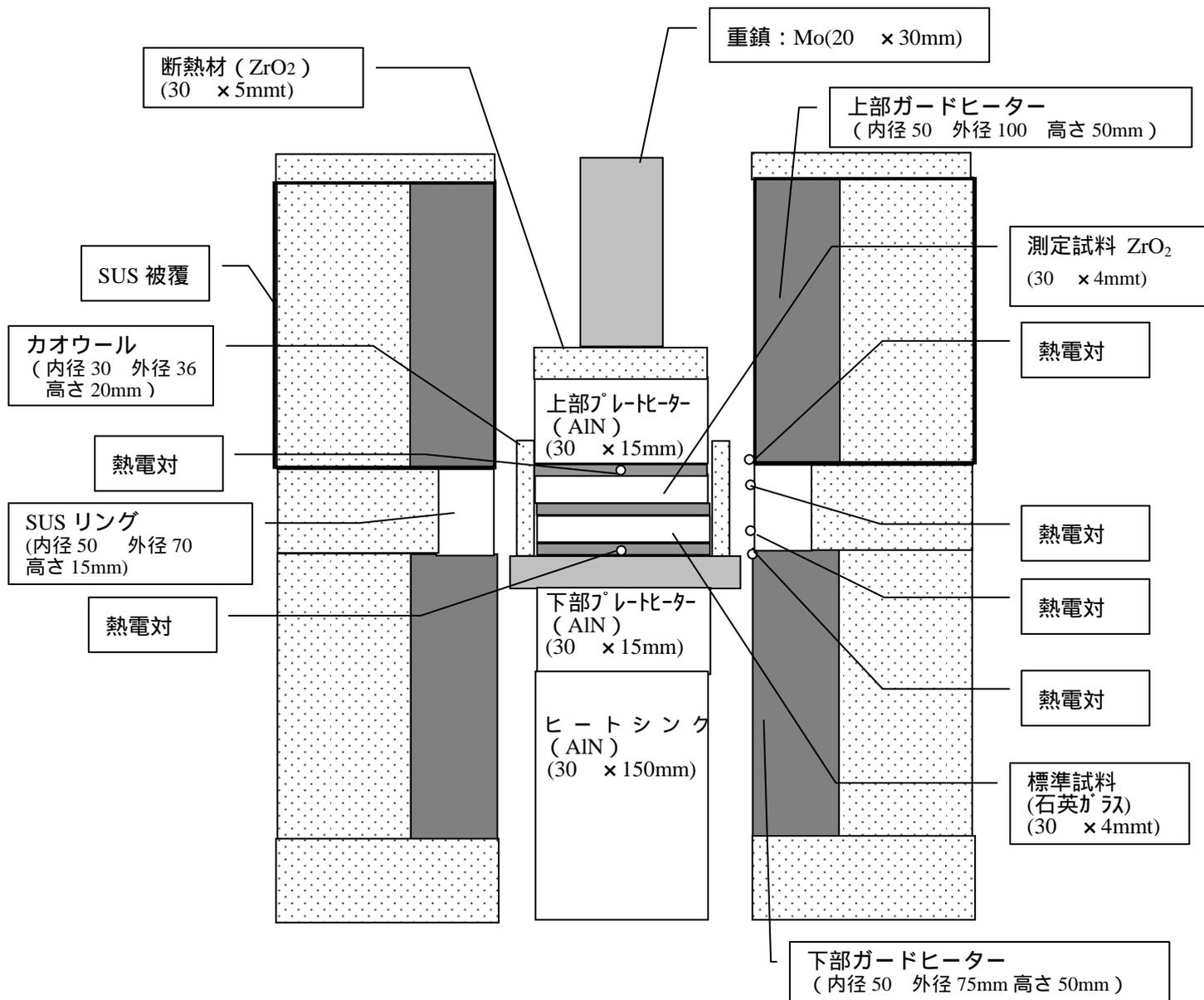


図 3.2-1 特性試験 # 1 における装置構造

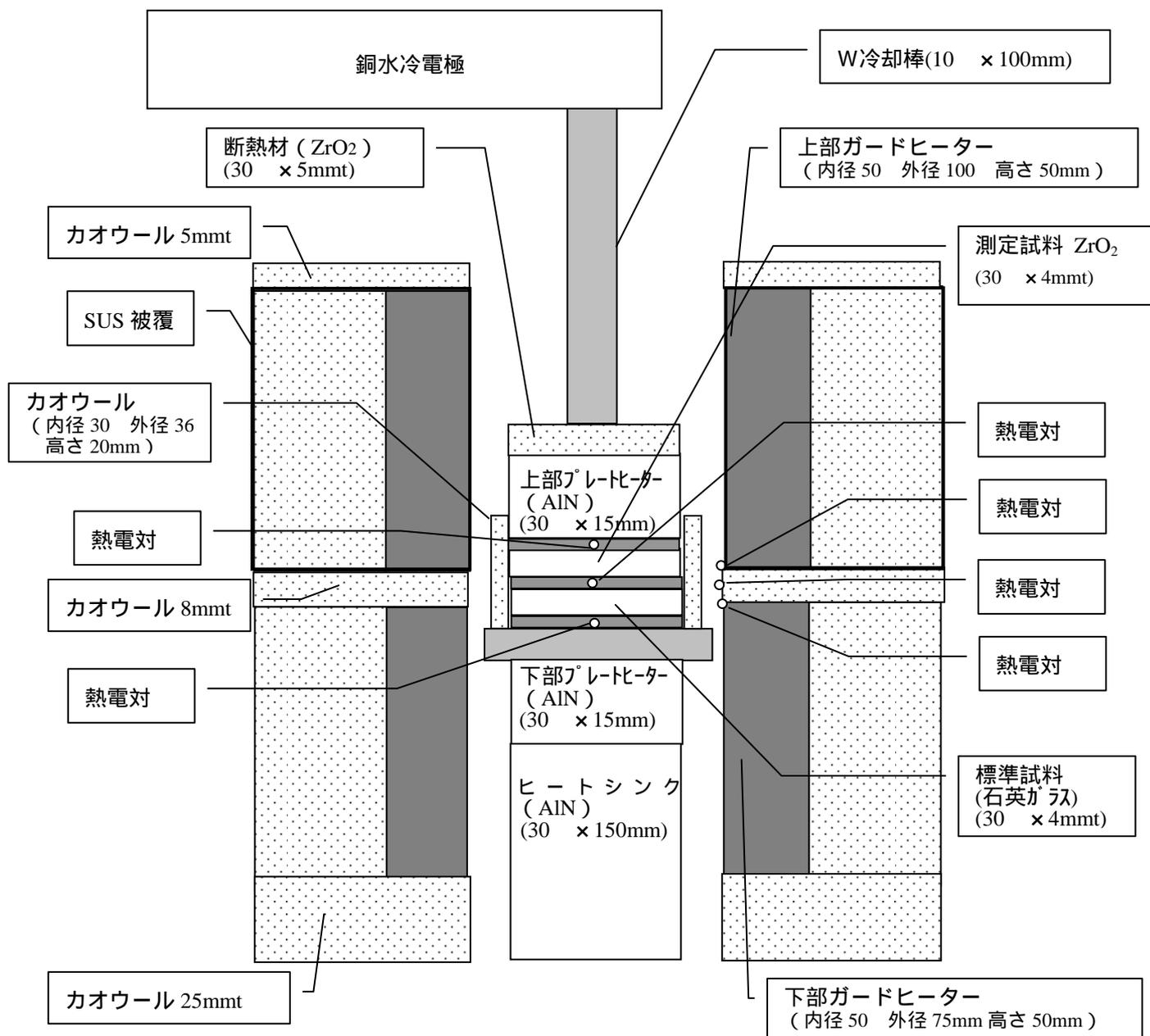


図 3.2-2 特性試験 #2 における装置構造

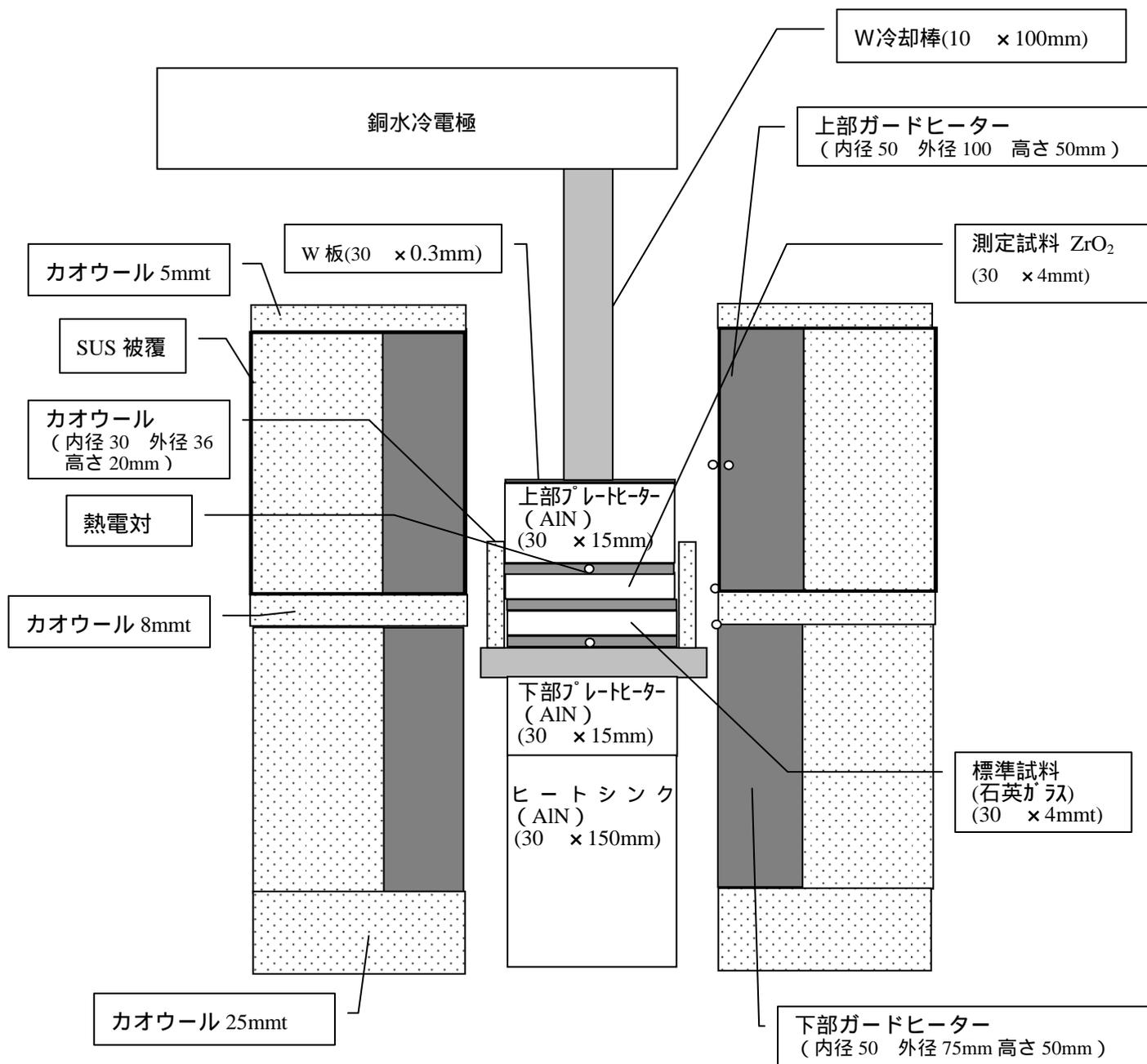


図 3.2-3 特性試験 #3 における装置構造

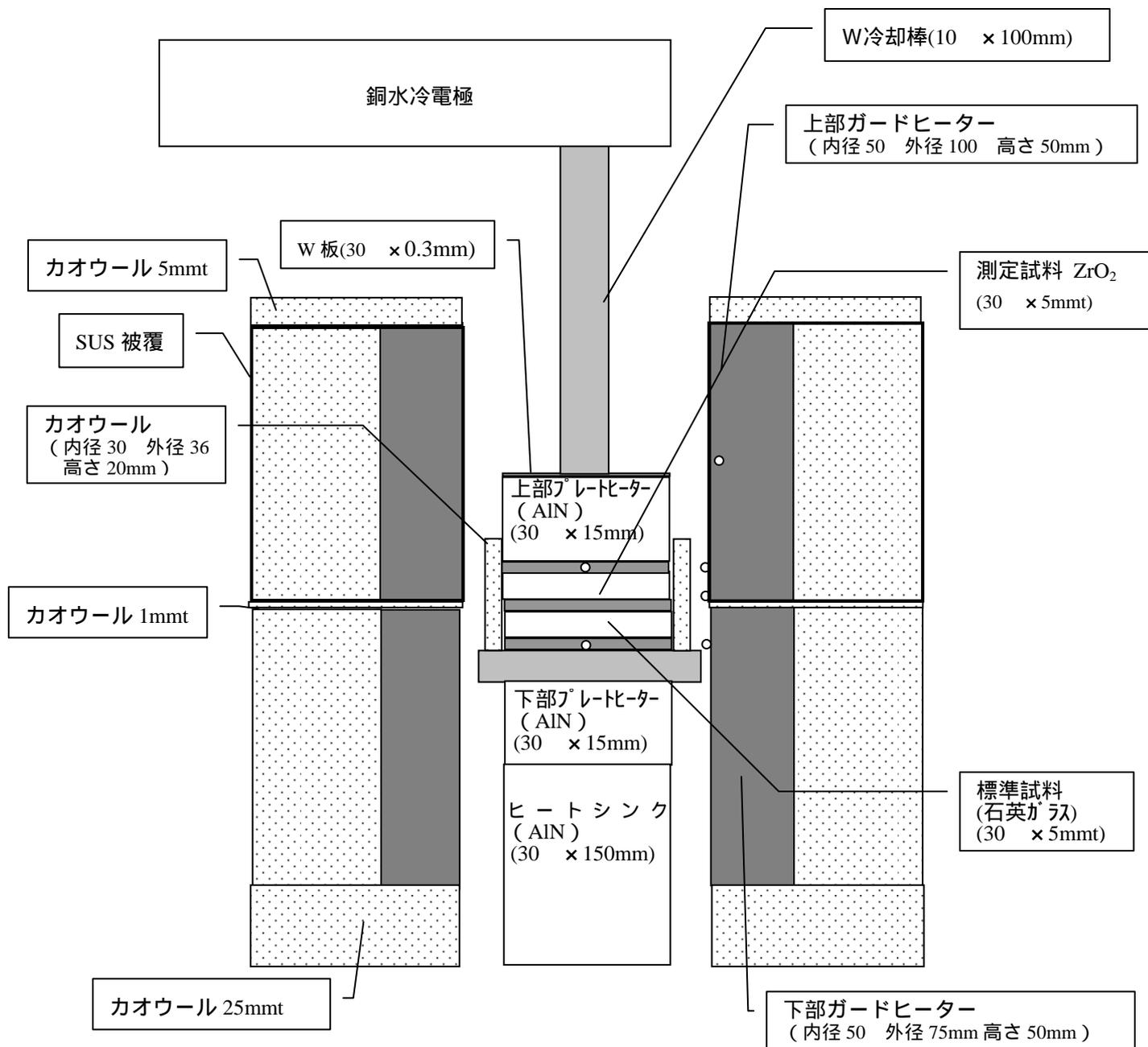


図 3.2-4 特性試験 # 4 における装置構造

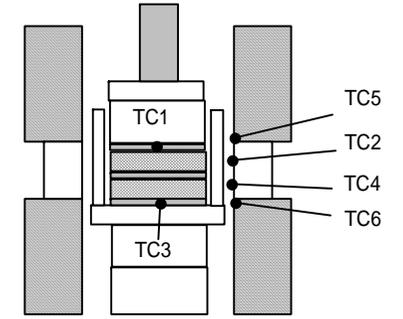
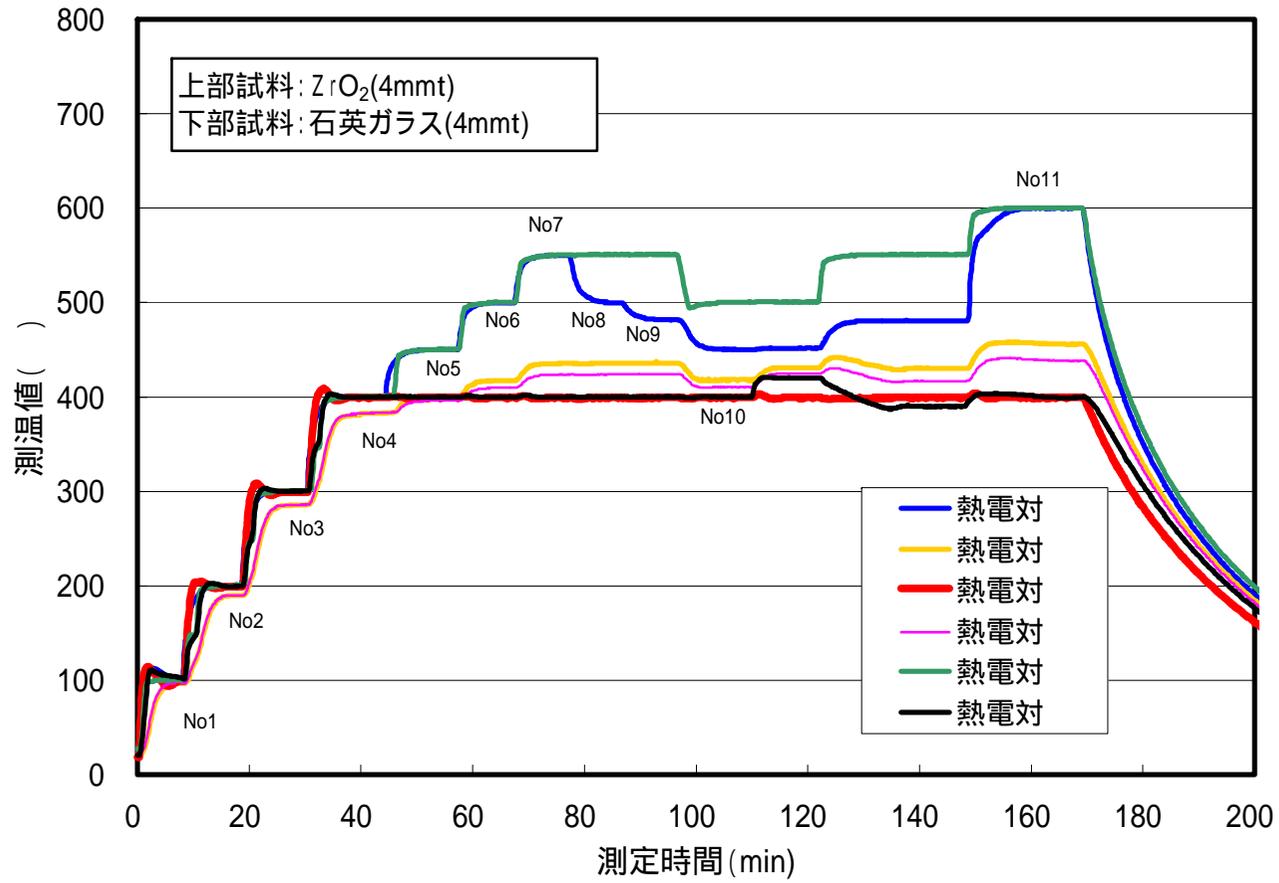


図3.2-5 特性試験#1における測温履歴

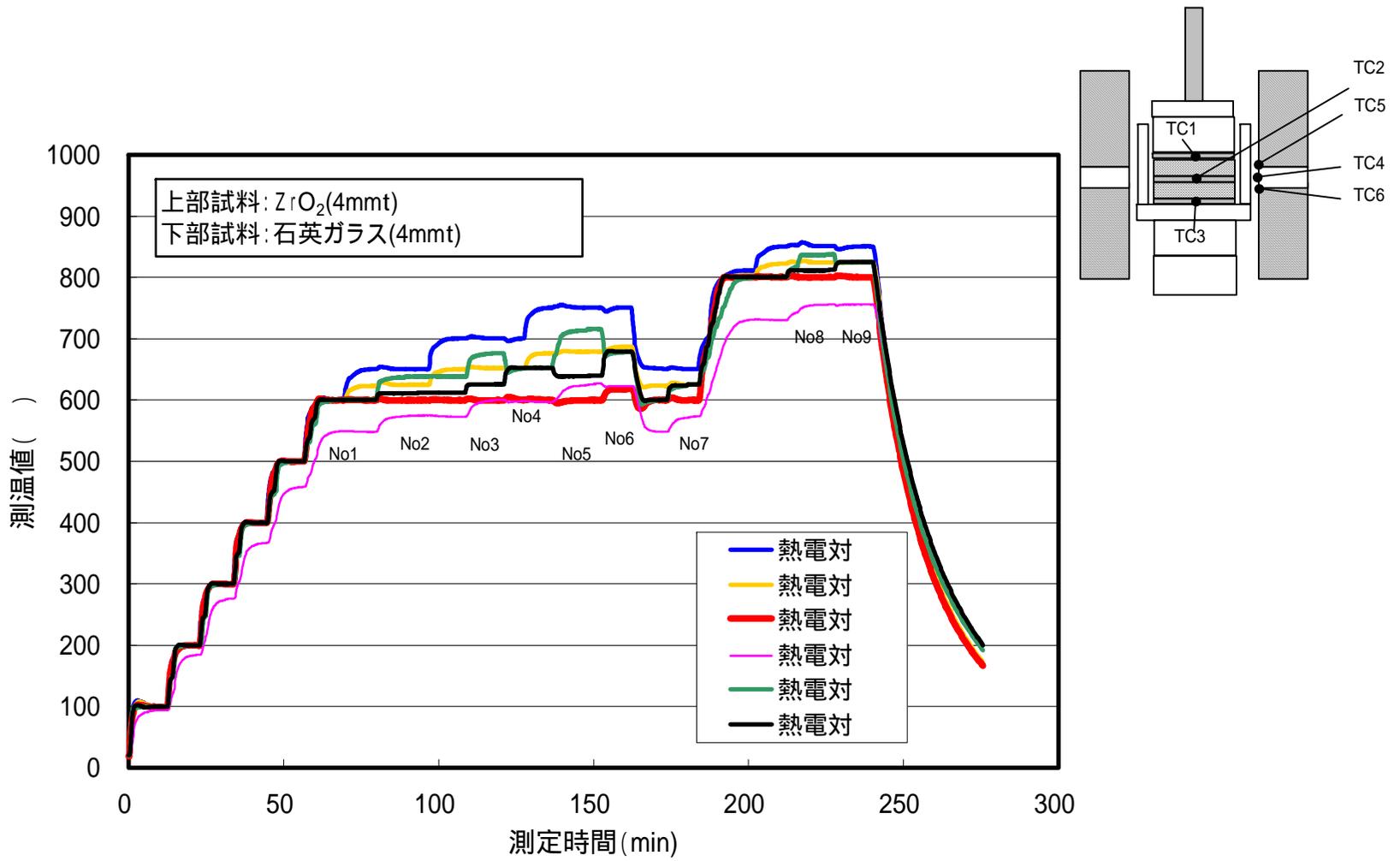


図3.2-6 特性試験#2における測温履歴

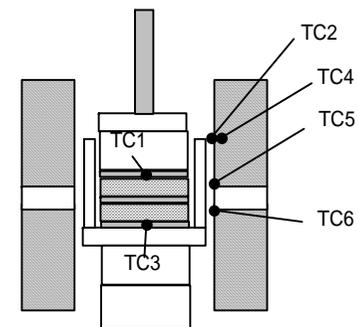
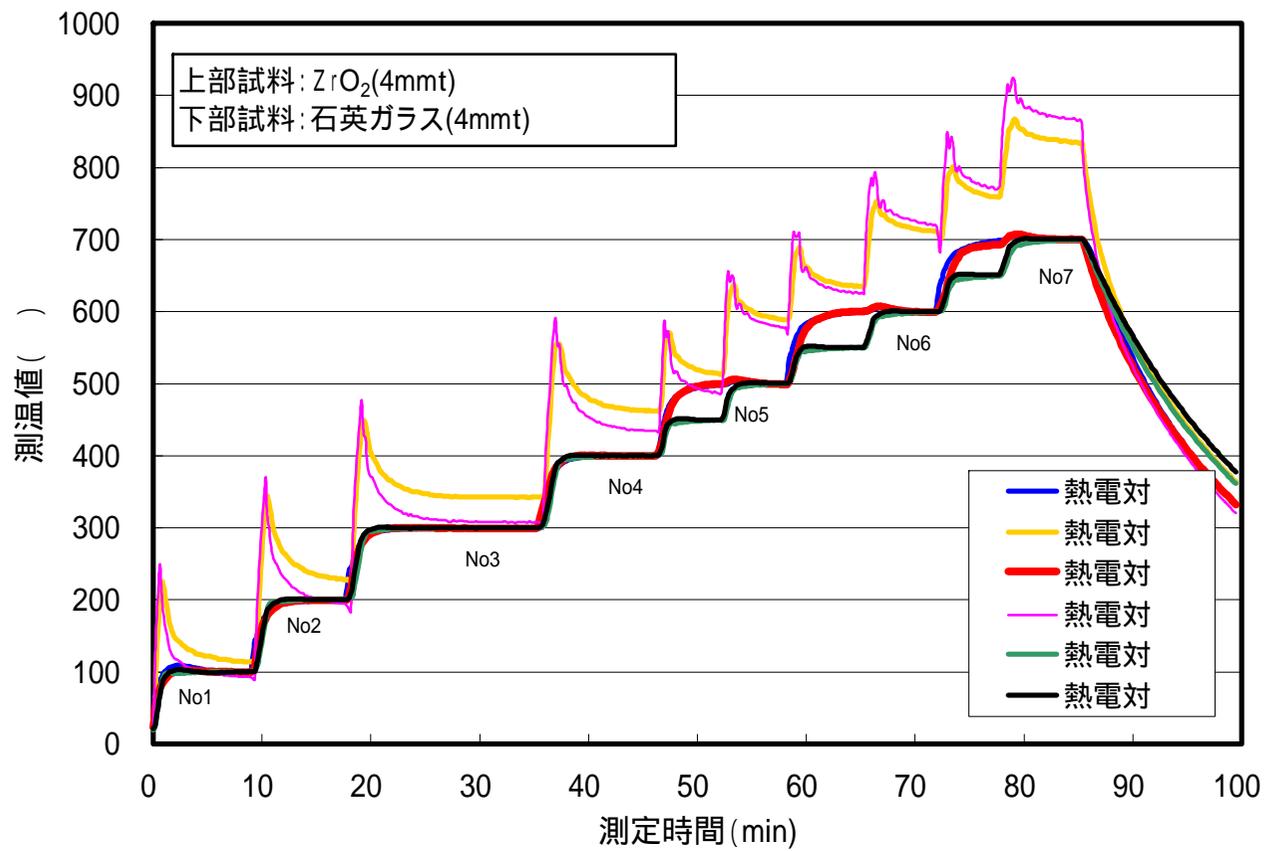


図3.2-7 特性試験#3における測温履歴

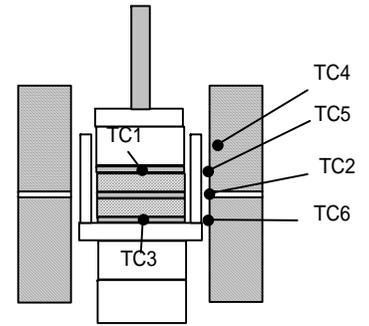
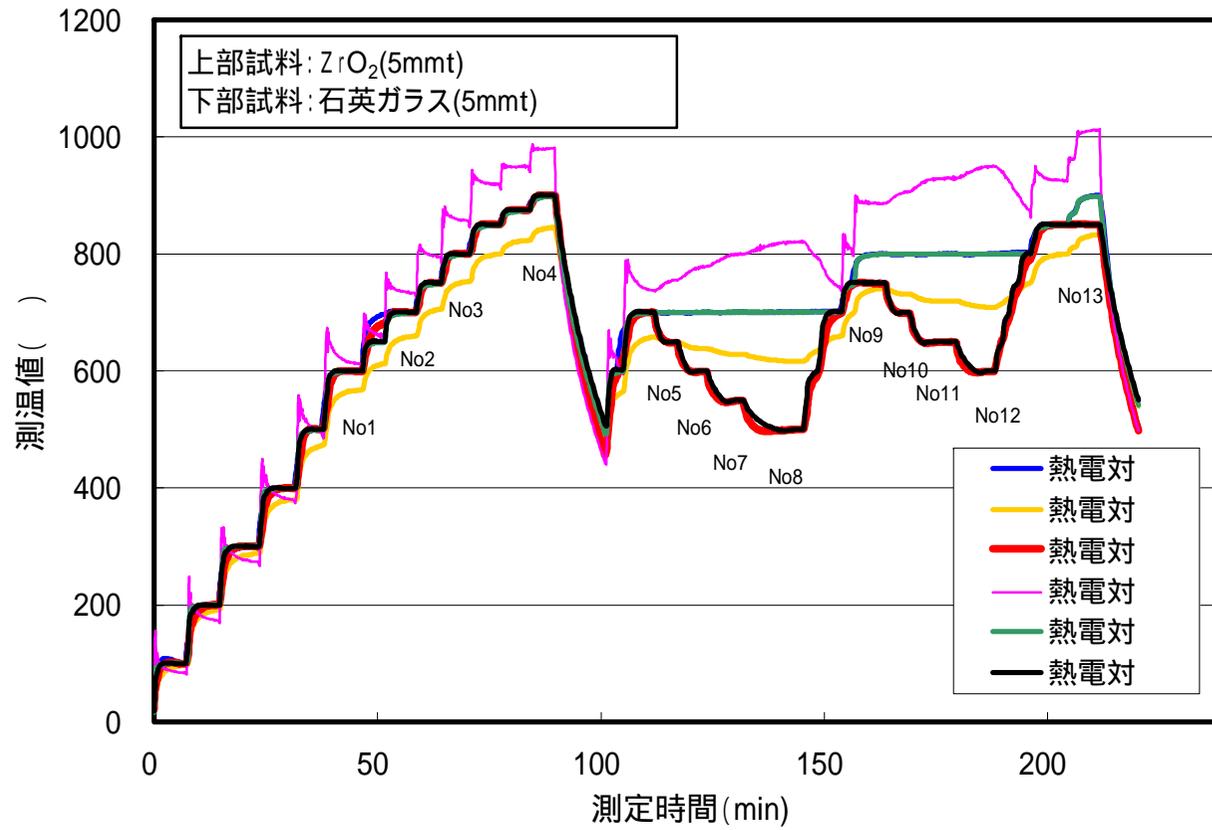


図3.2-8 特性試験#4における測温履歴

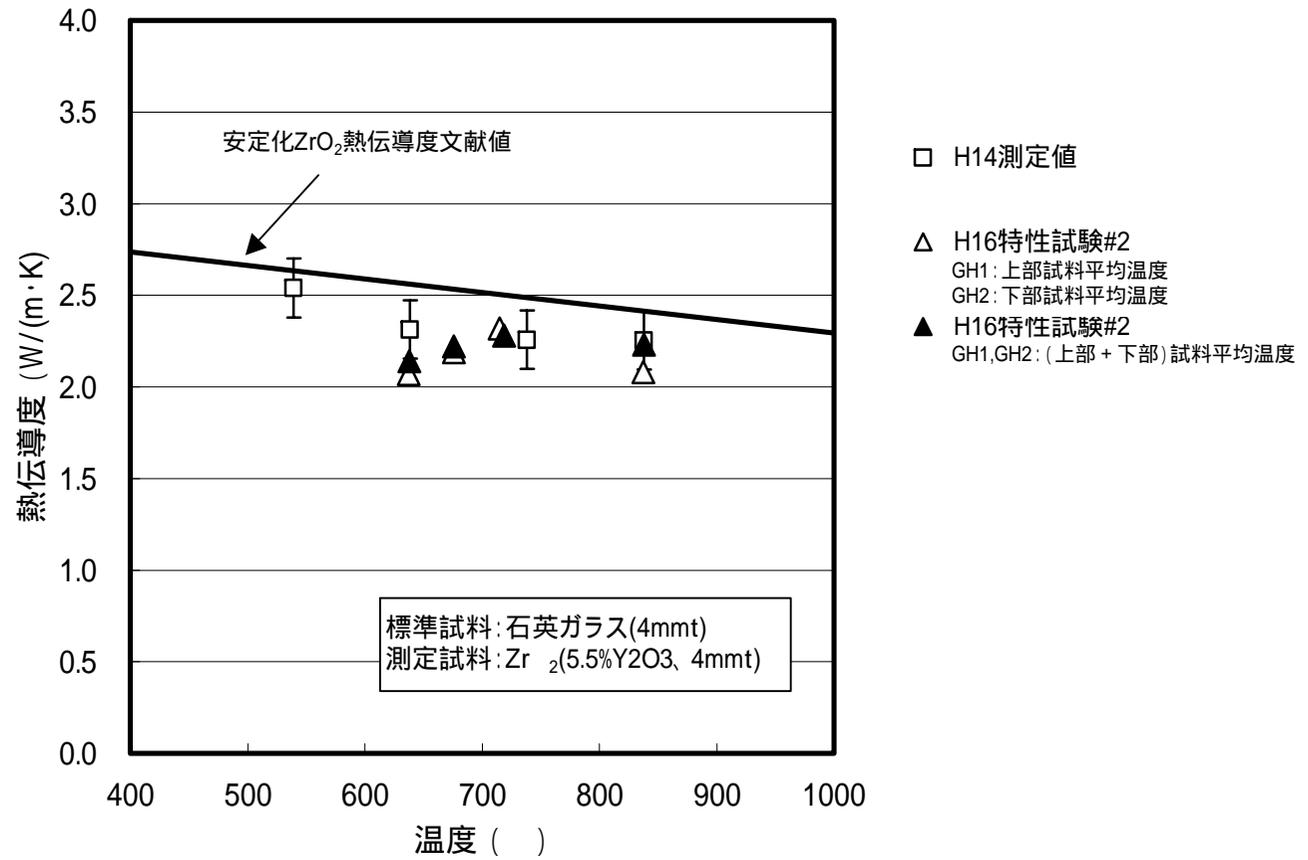


図3.2-9 ZrO₂熱伝導度測定値の比較(1)

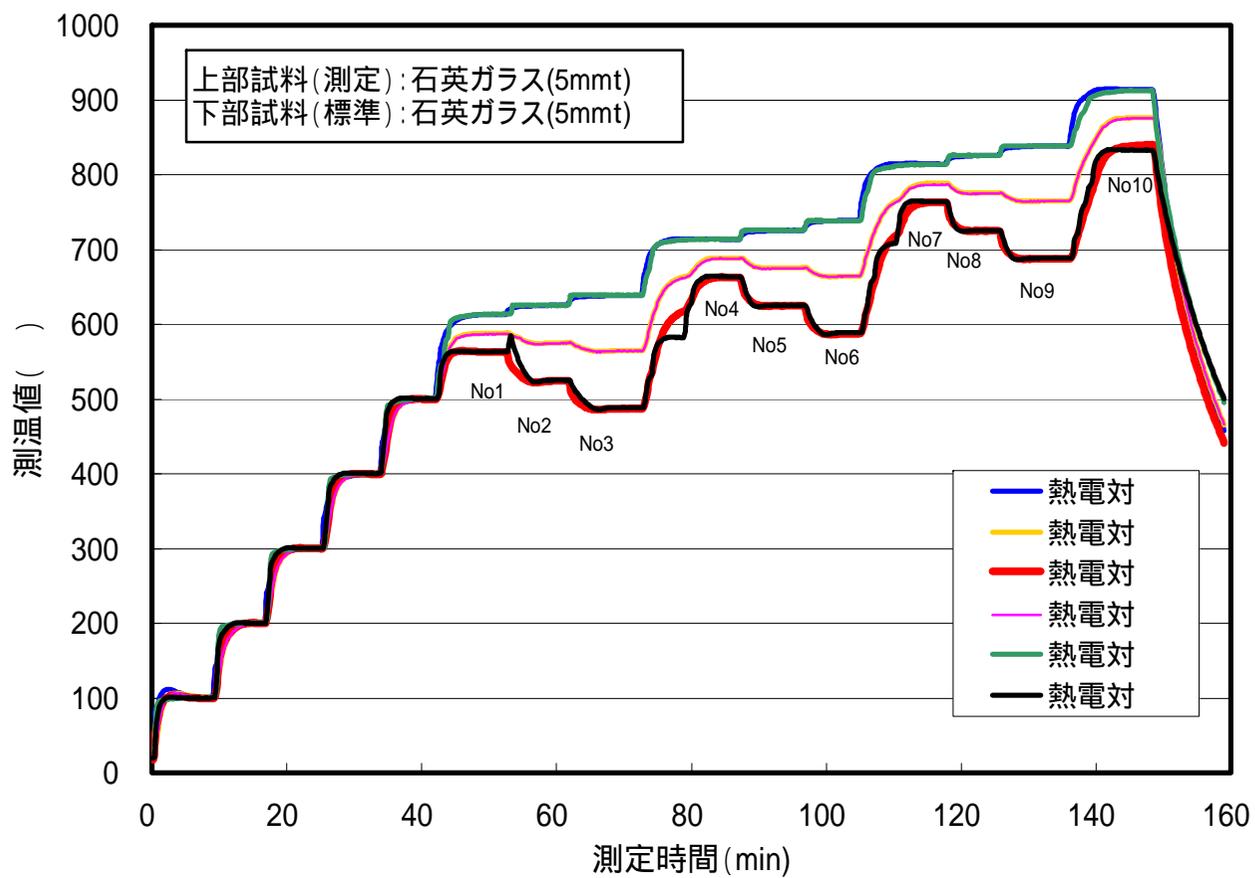


図3.3-1 標準試料(石英ガラス)熱伝導度測定における測温履歴

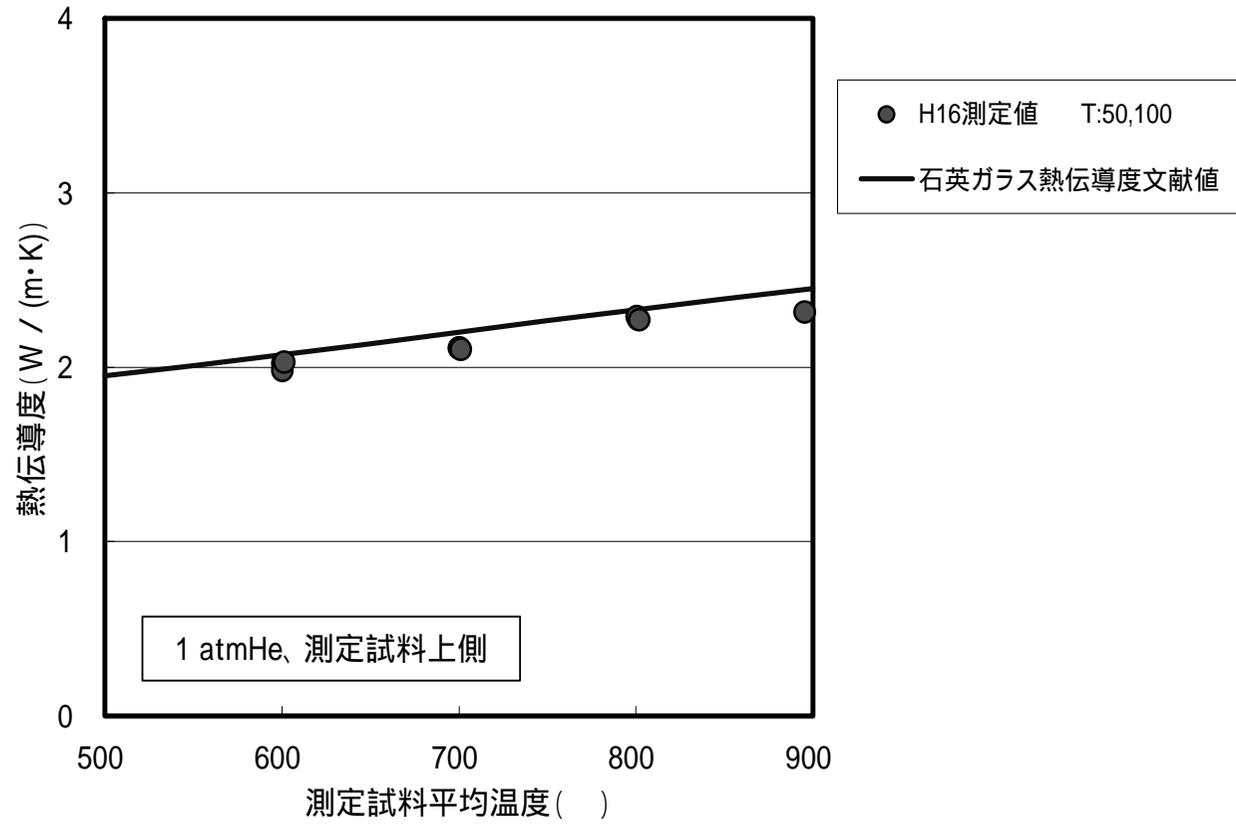


図3.3-2 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果

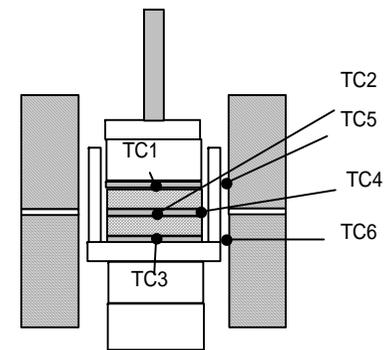
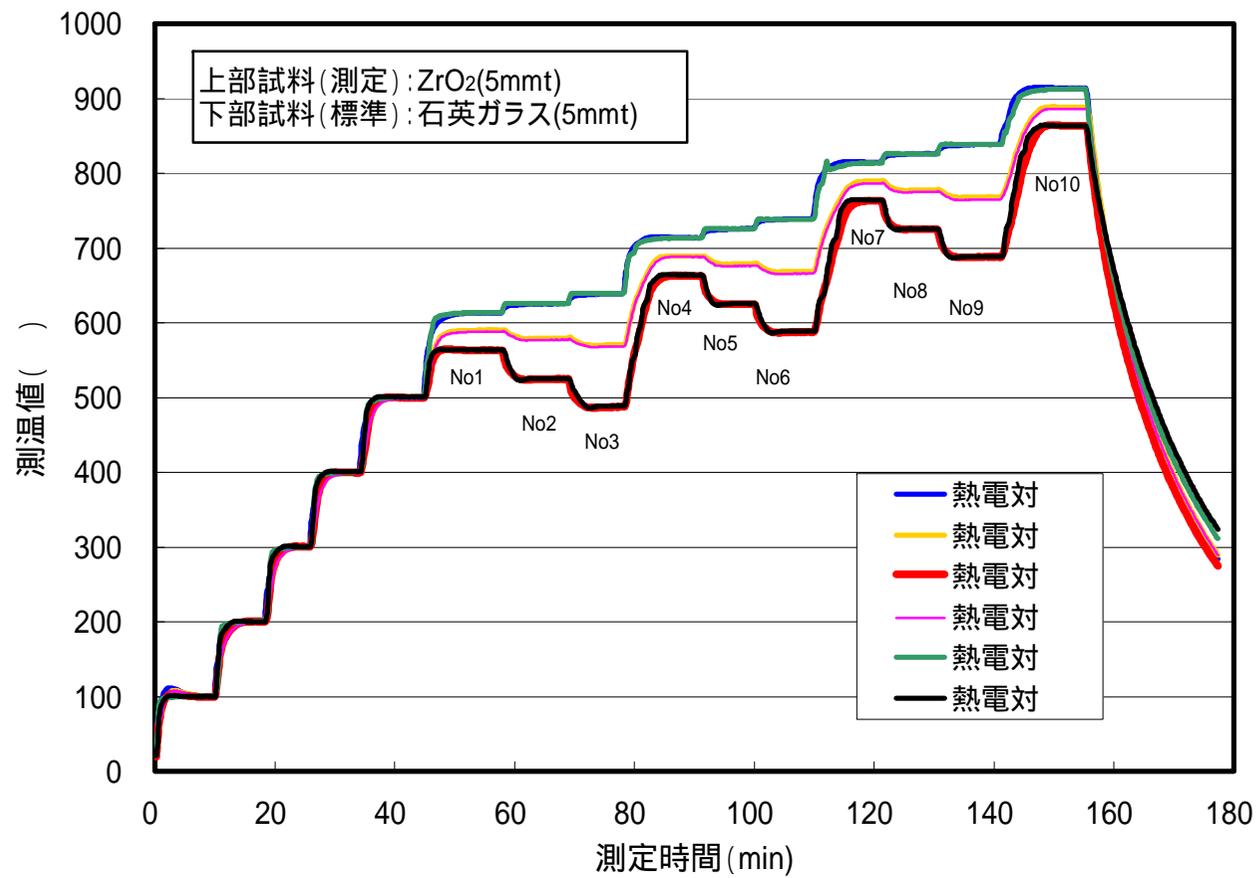


図3.3-3 ZrO₂ (5.5% Y₂O₃ YSZ) 熱伝導度測定 (第1回) における測温履歴

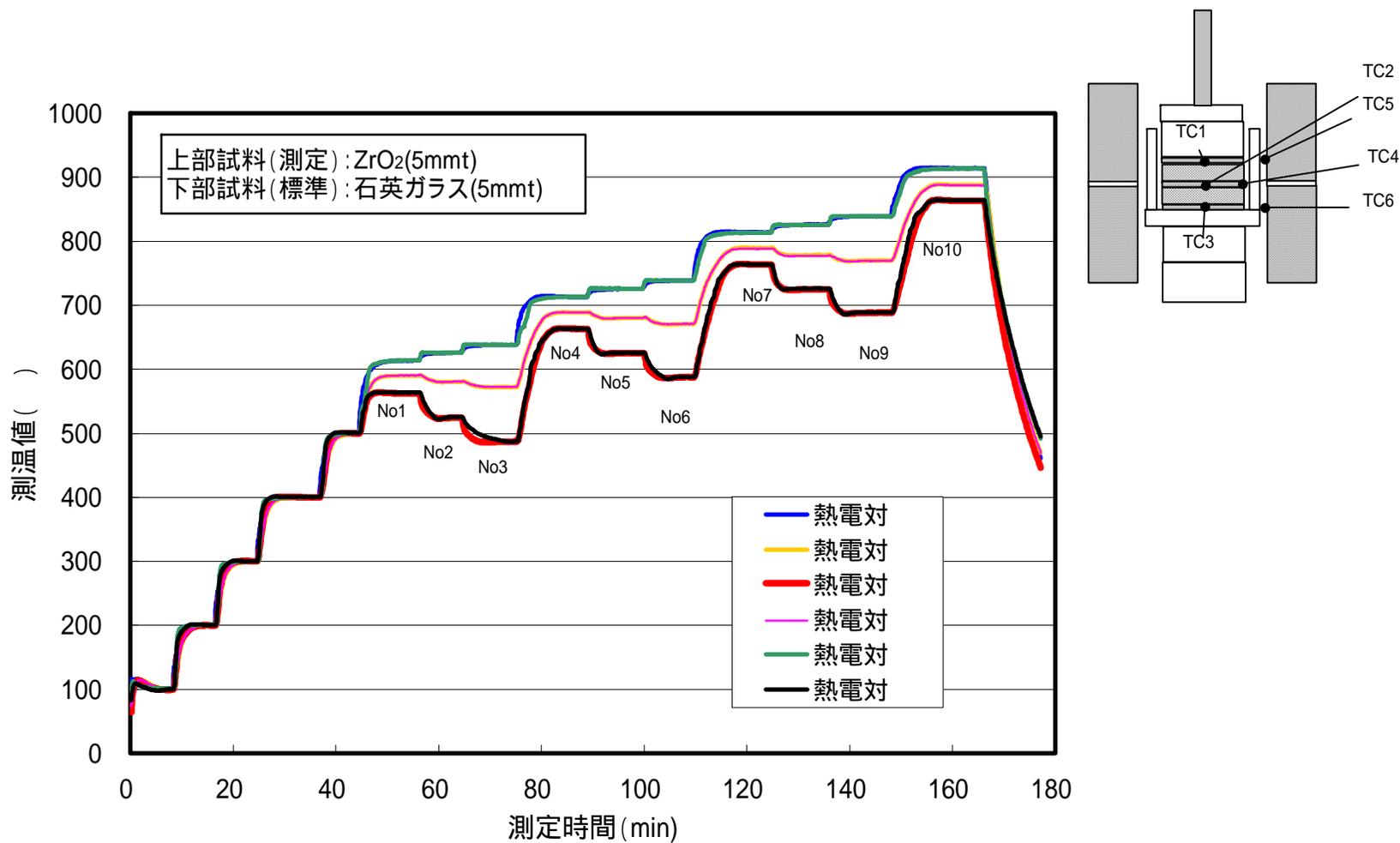


図3.3-4 ZrO₂(5.5% Y₂O₃ YSZ) 熱伝導度測定(第2回)における測温履歴

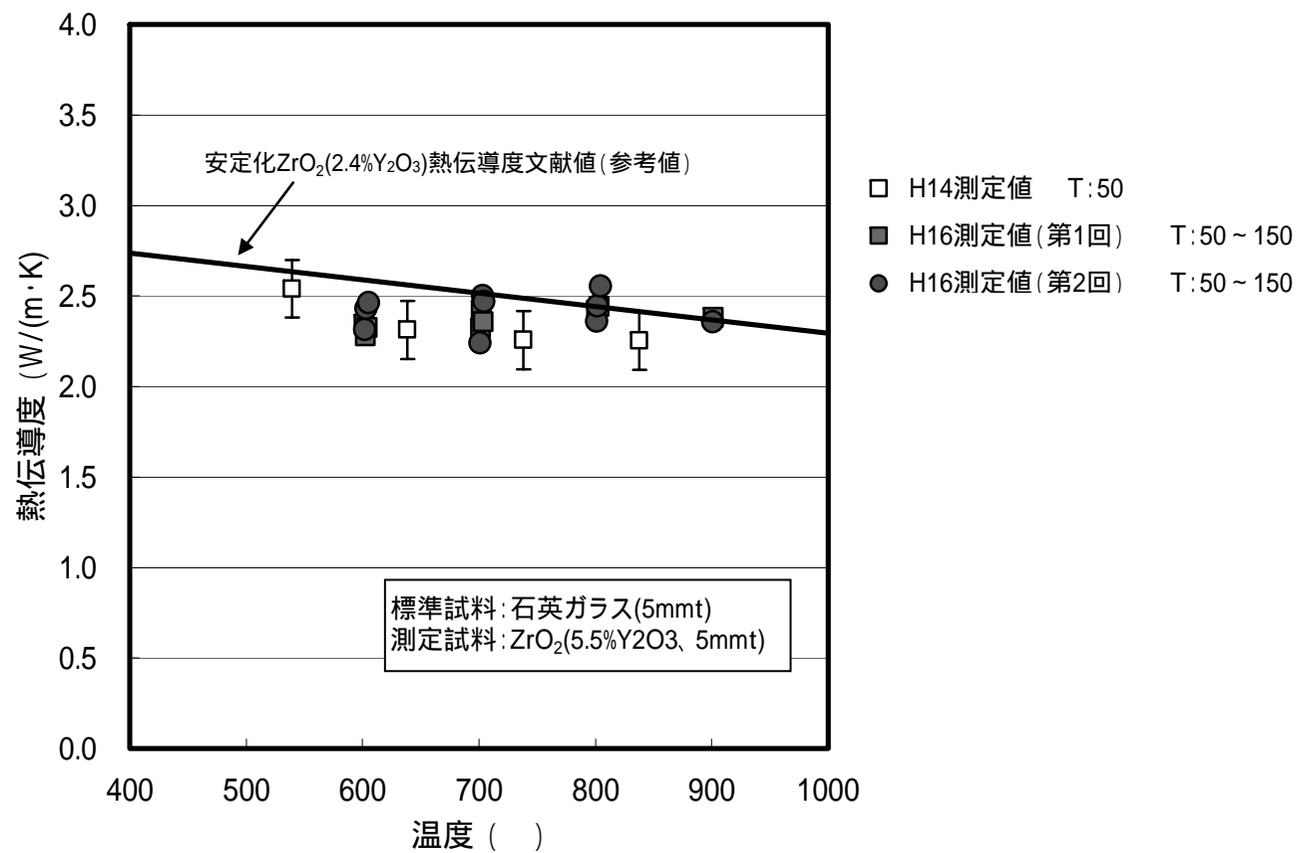


図3.3-5 ZrO₂熱伝導度測定値の比較(2)

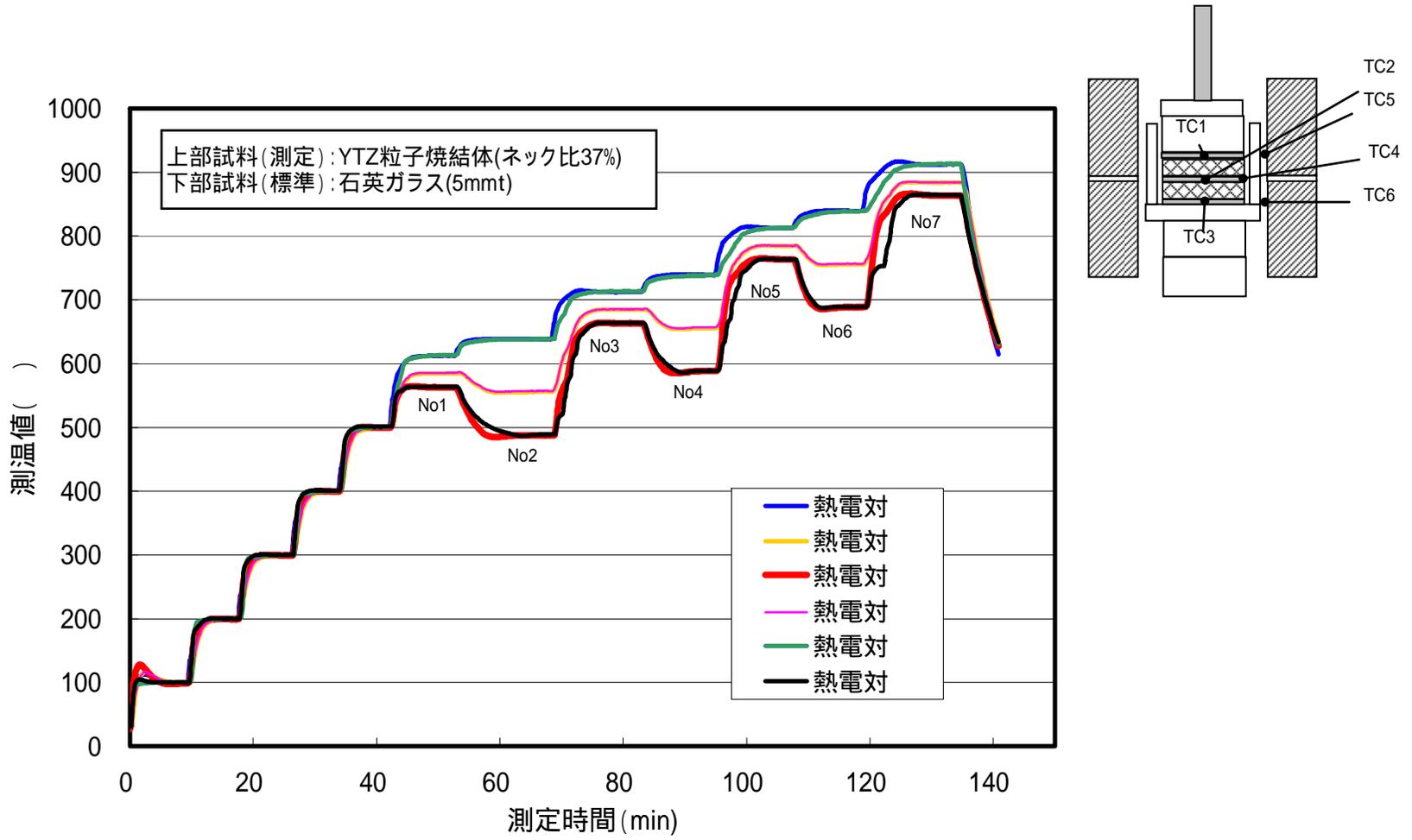


図3.3-6 YTZ粒子焼結体(ネック比37%)の熱伝導度測定(第1回)における測温履歴

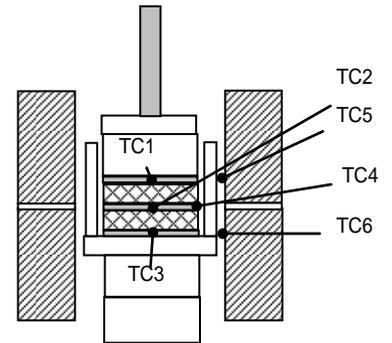
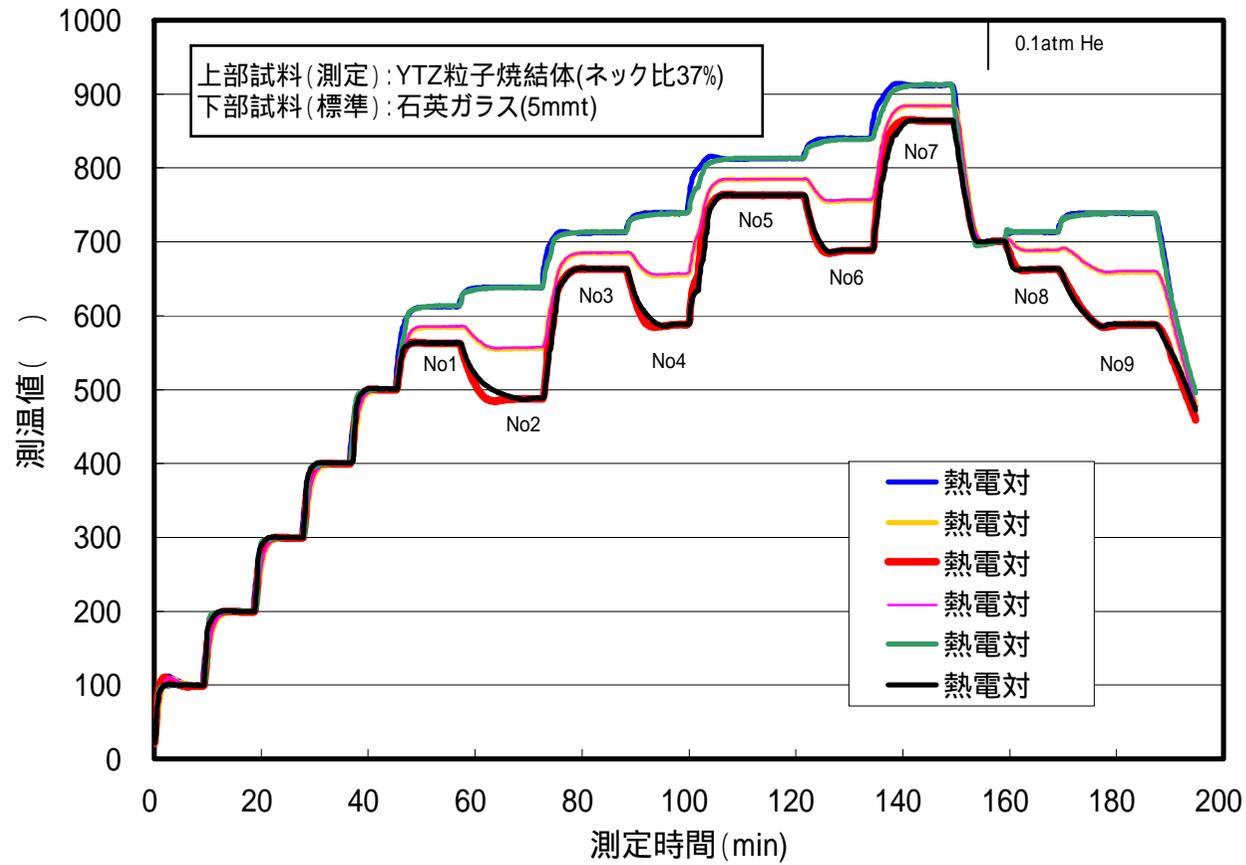


図3.3-7 YTZ粒子焼結体 (ネック比37%) の熱伝導度測定 (第2回) における測温履歴

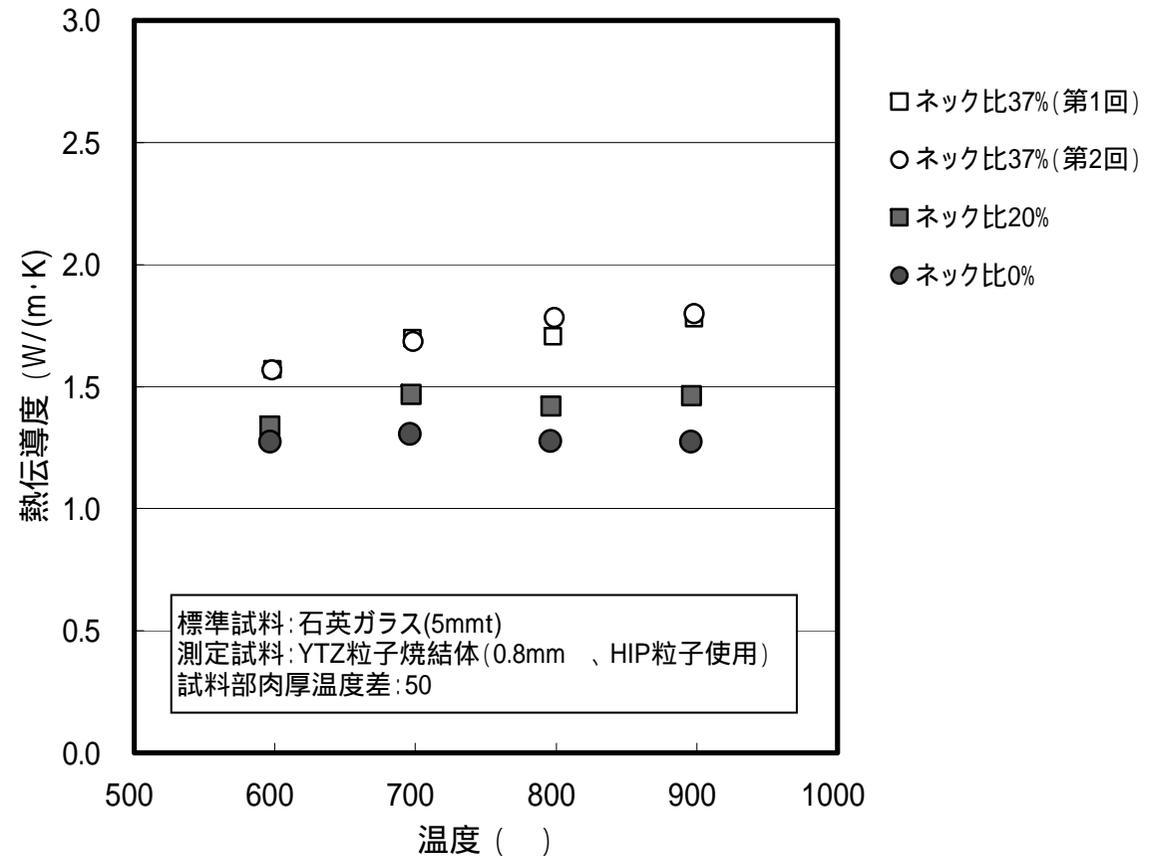


図3.3-8 YTZ粒子焼結体熱伝導度測定値の温度依存性

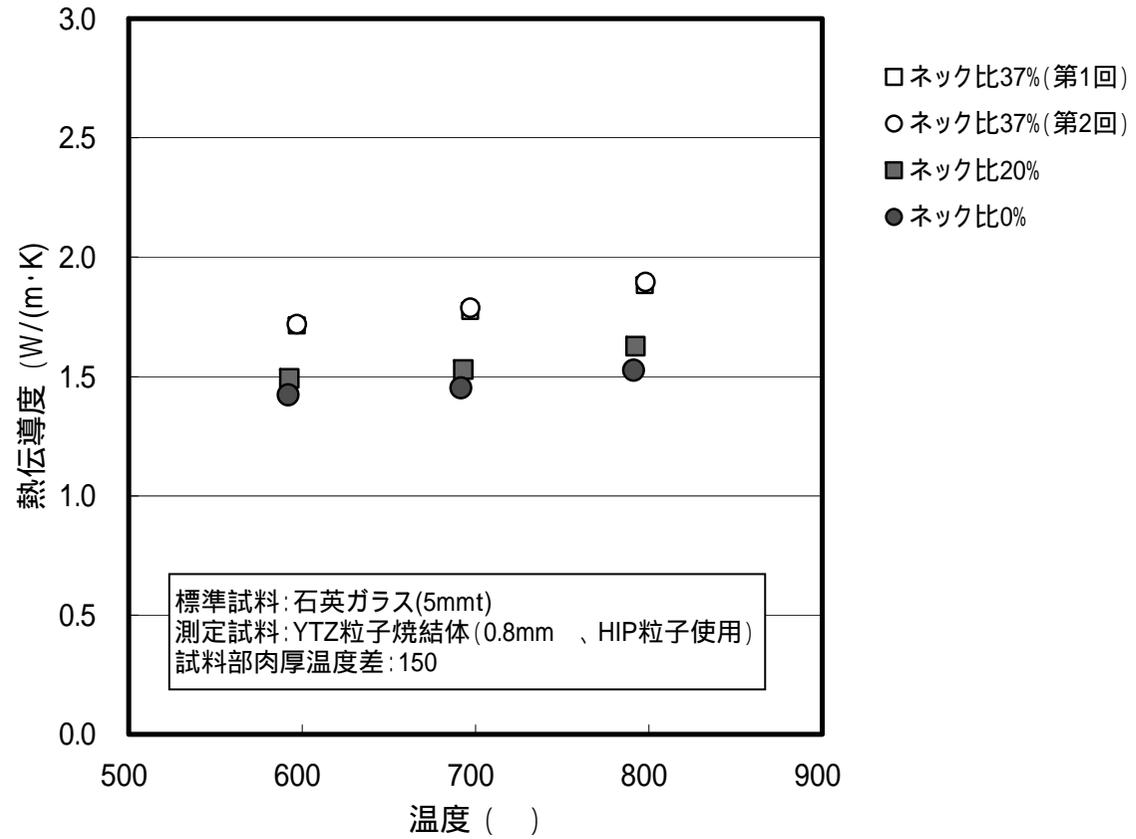


図3.3-9 YTZ粒子焼結体熱伝導度測定値の温度依存性(参考データ)

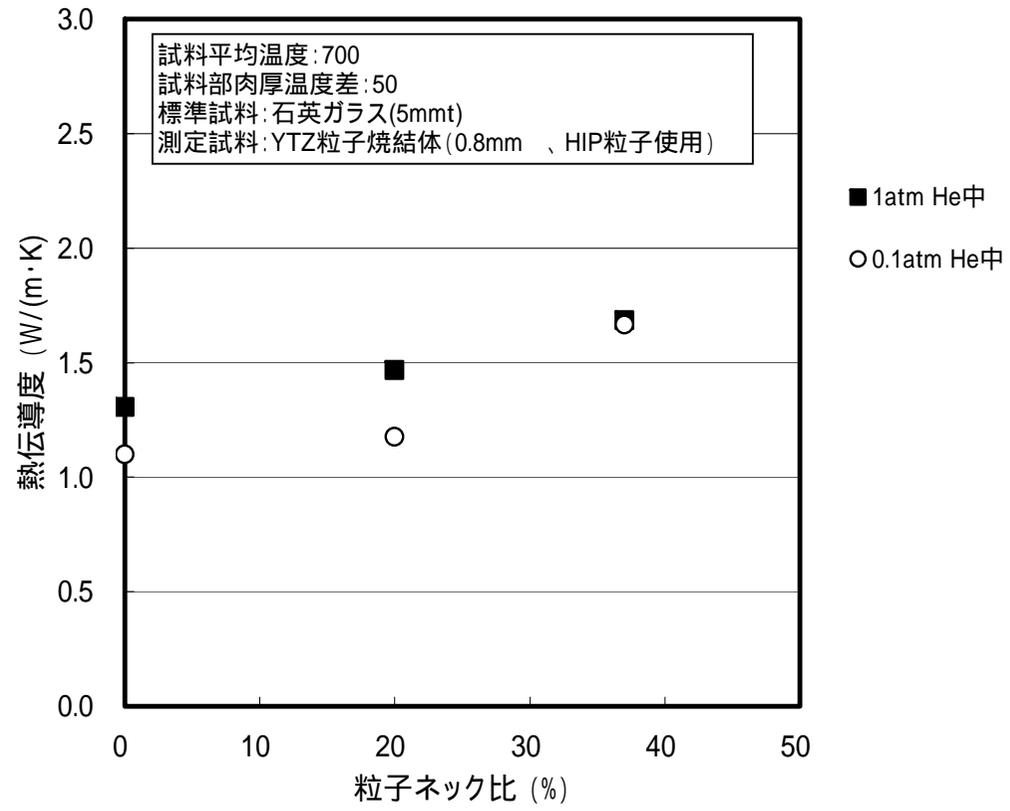


図3.3-10 YTZ粒子焼結体熱伝導度測定値の粒子ネック比依存性

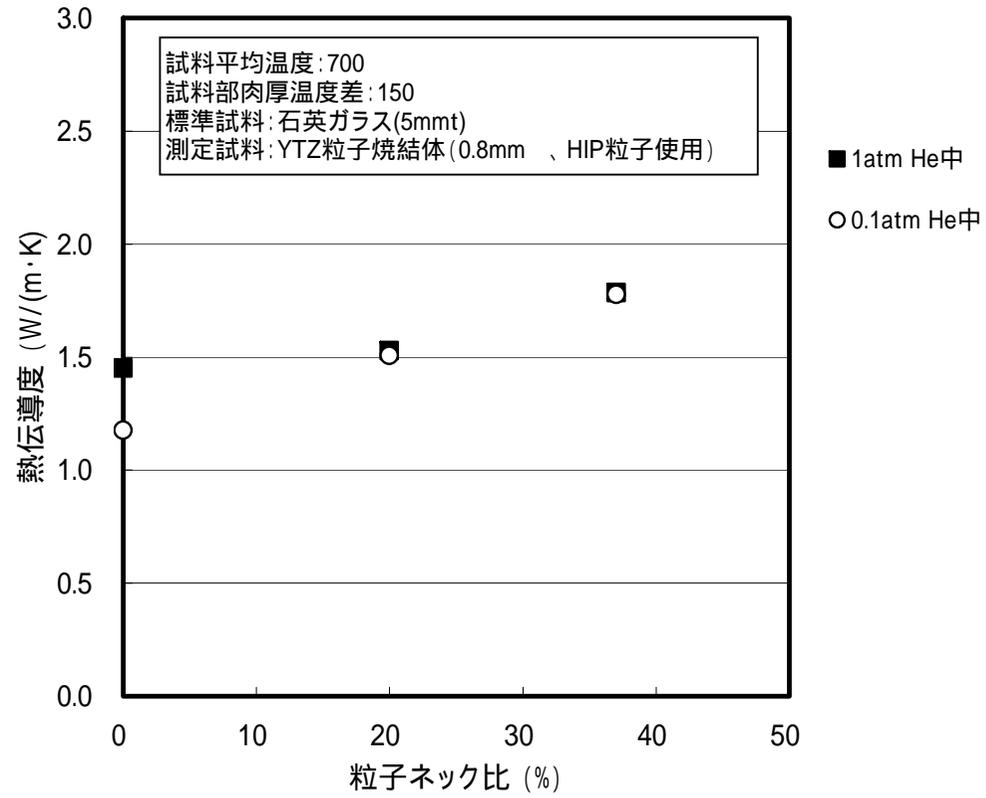


図3.3-11 YTZ粒子焼結体熱伝導度測定値の粒子ネック比依存性(参考データ)

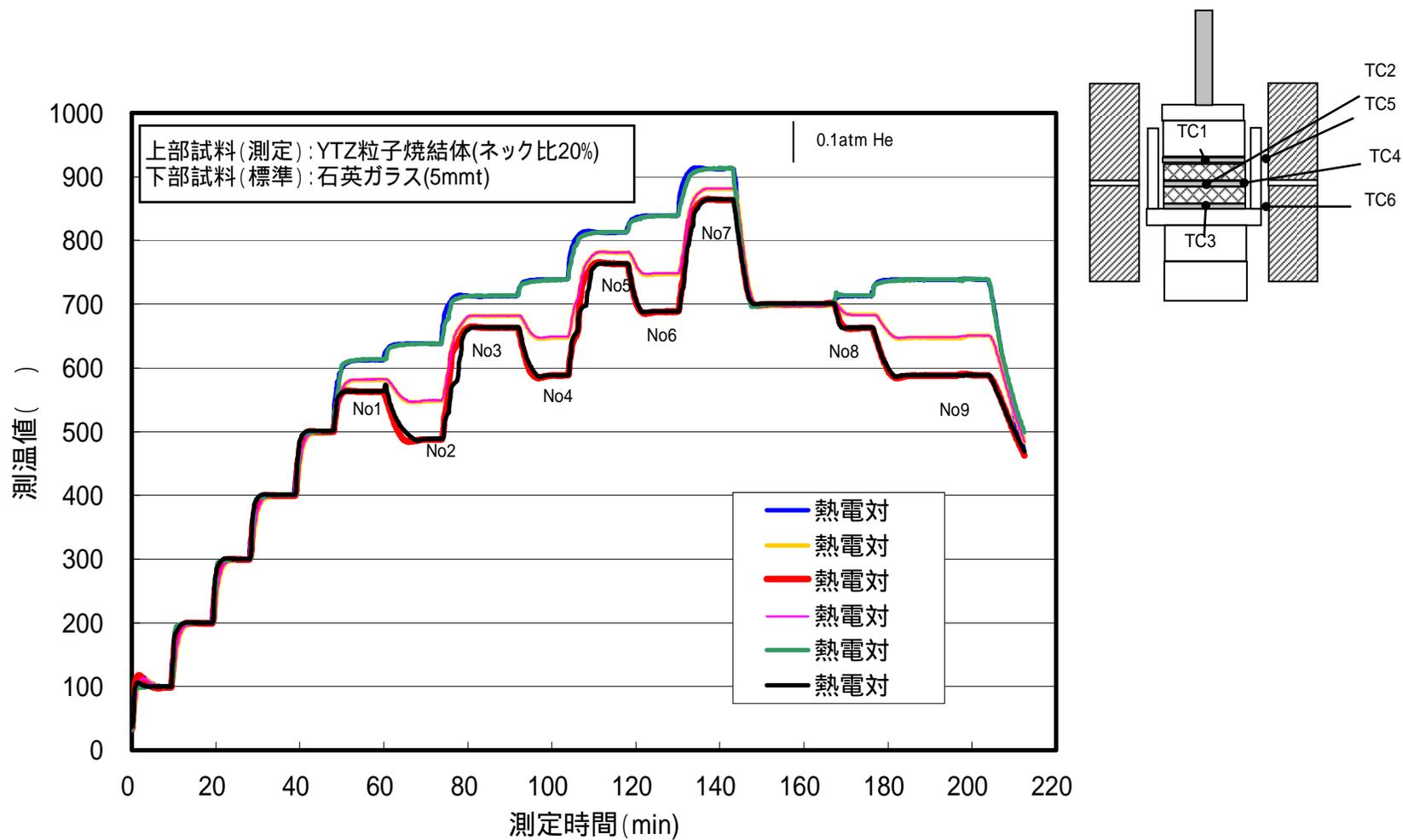


図3.3-12 YTZ粒子焼結体(ネック比20%)の熱伝導度測定における測温履歴

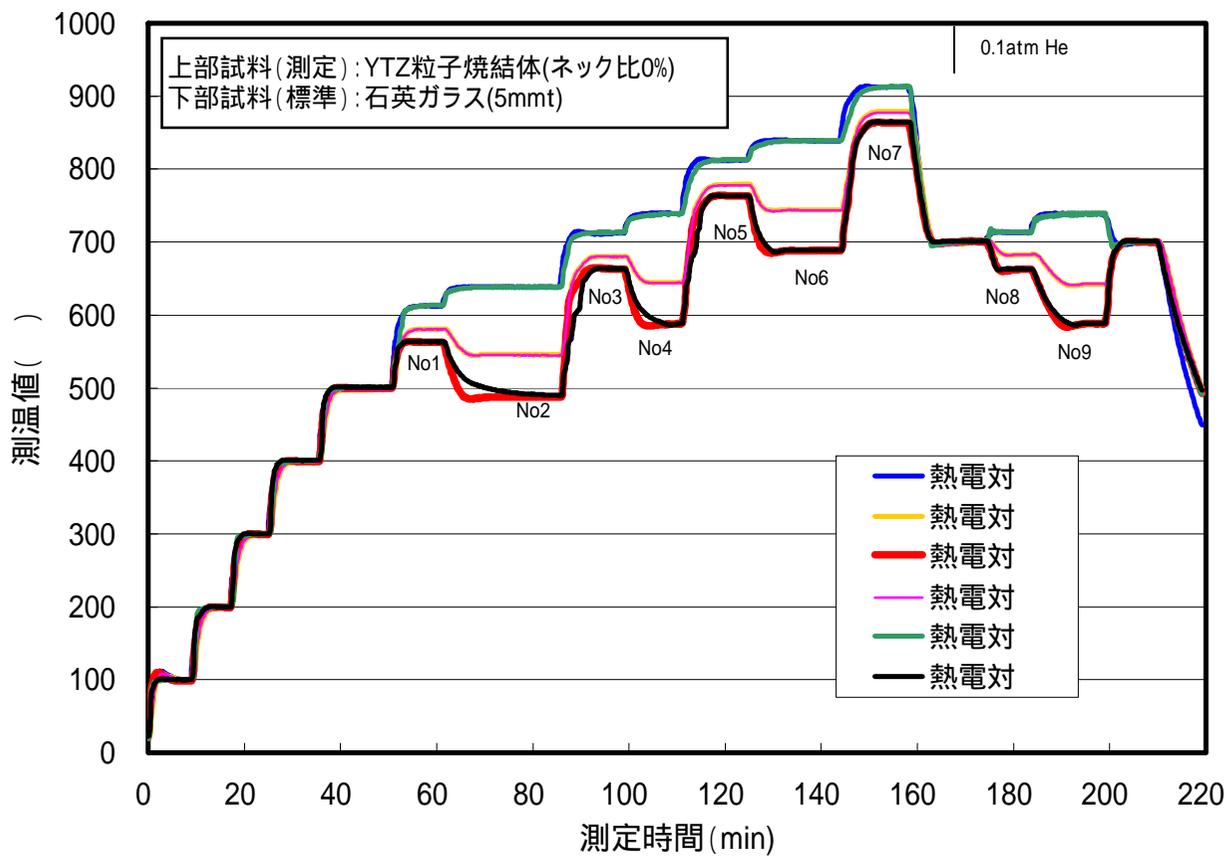


図3.3-13 YTZ粒子焼結体(ネック比0%)の熱伝導度測定における測温履歴

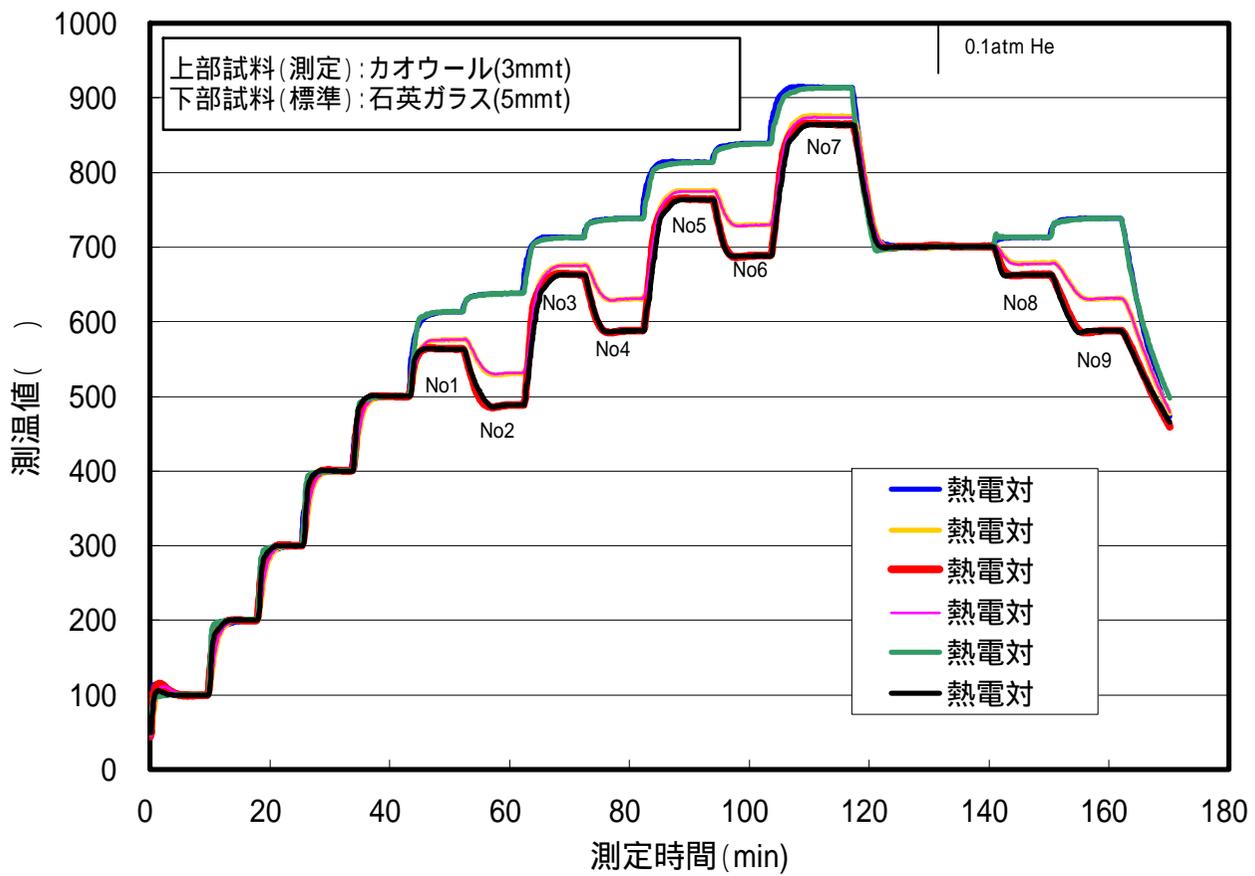


図3.3-14 断熱材(カオウール、He雰囲気中)の熱伝導度測定における測温履歴

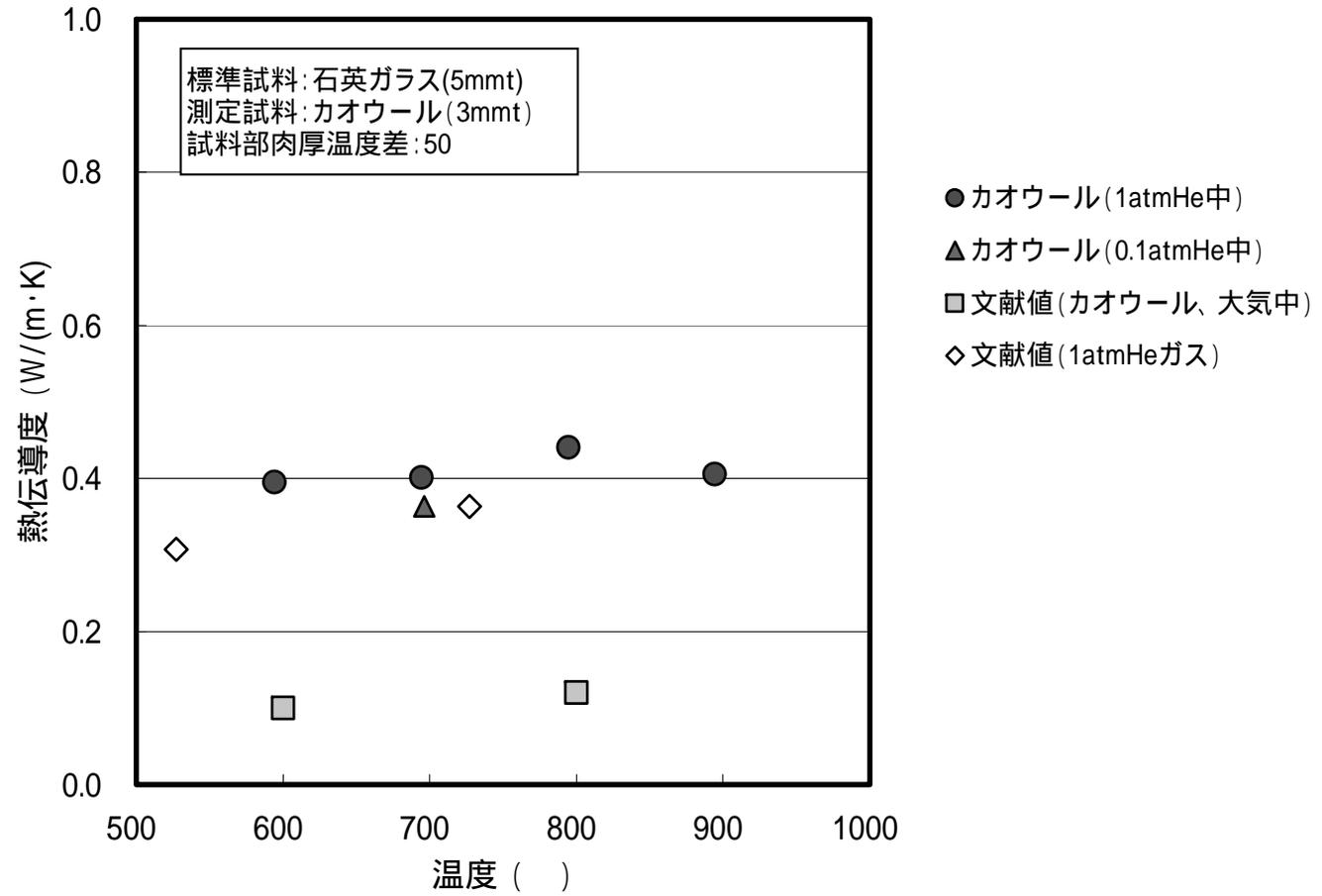


図3.3-15 断熱材(カオウール)熱伝導度測定値の温度依存性

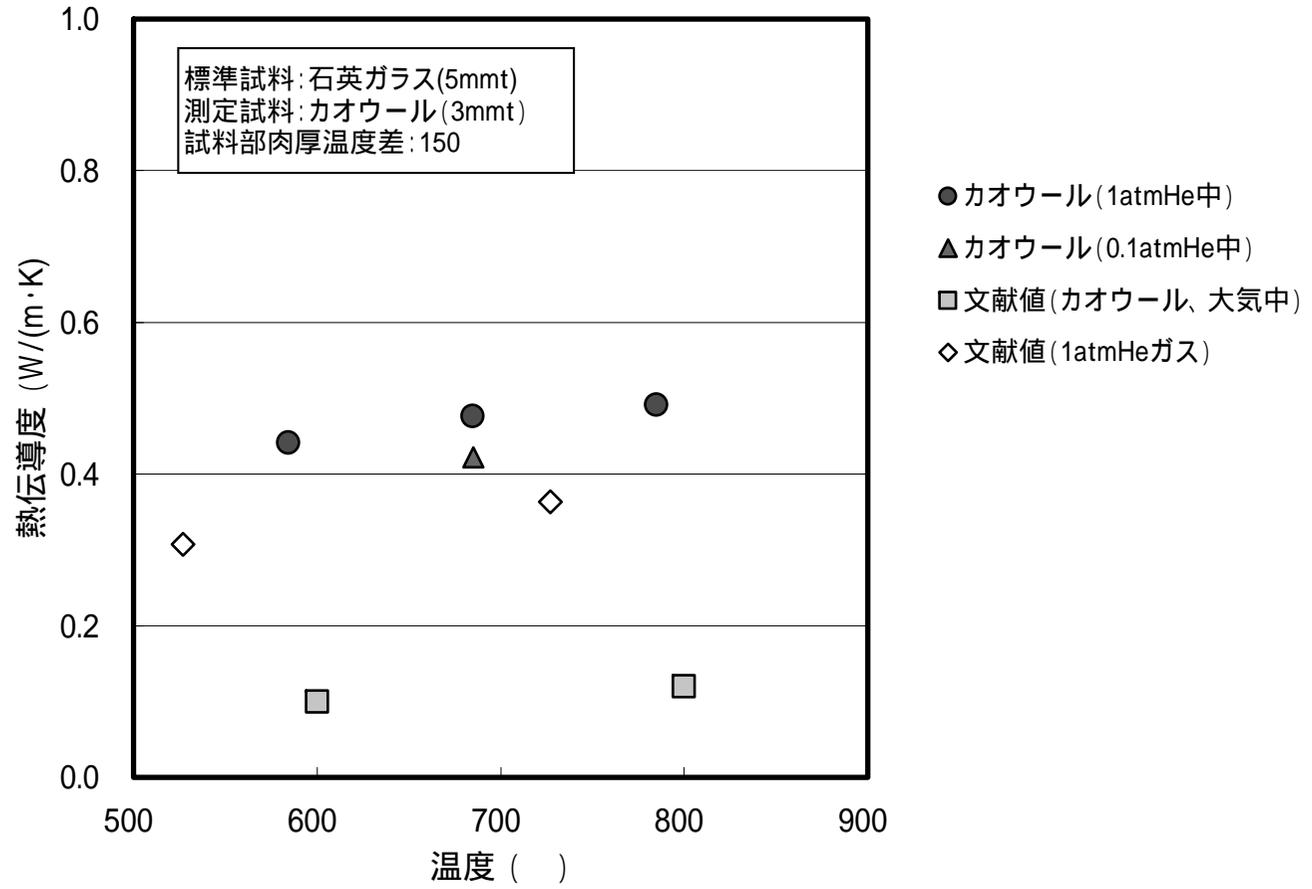


図3.3-16 断熱材(カオウル)熱伝導度測定値の温度依存性(参考データ)

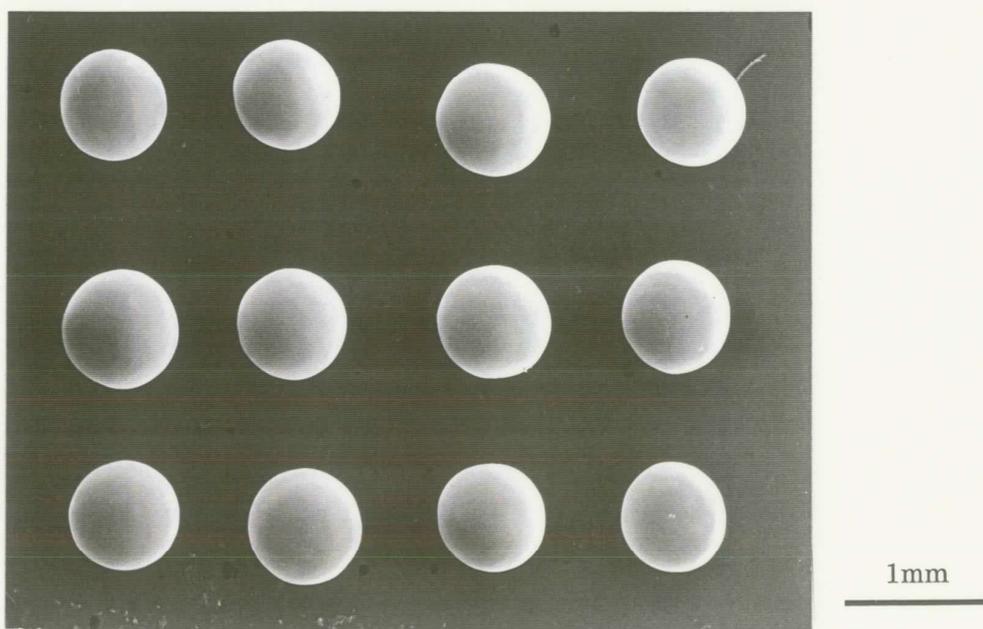
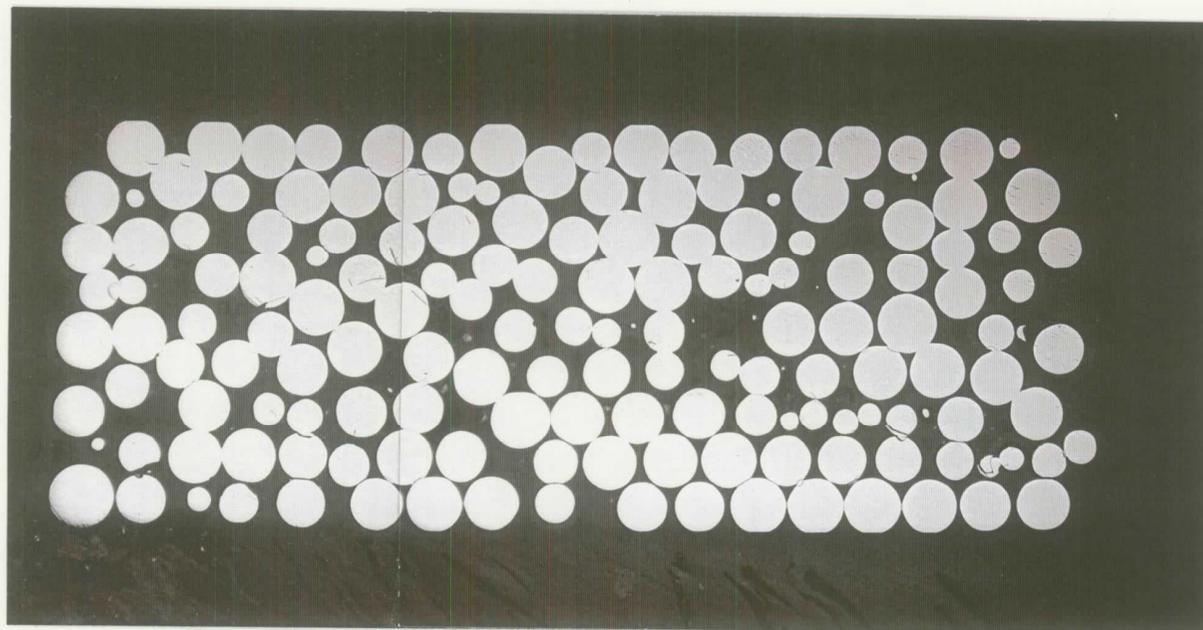


写真 3.1-1 焼結体製作用粒子の SEM 外観



1mm

写真 3.1-2 先行試験で製作した粒子焼結体の縦断面金相

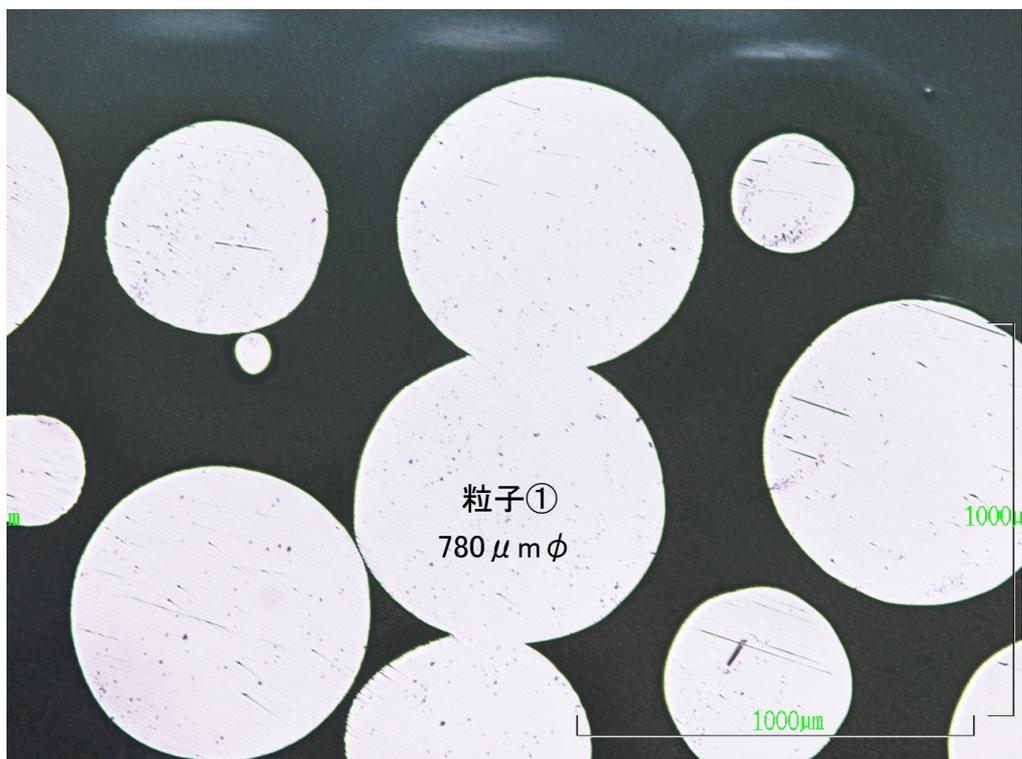


写真 3.1-3 先行試験粒子焼結体 縦断面上面近傍金相 ($\times 50$)

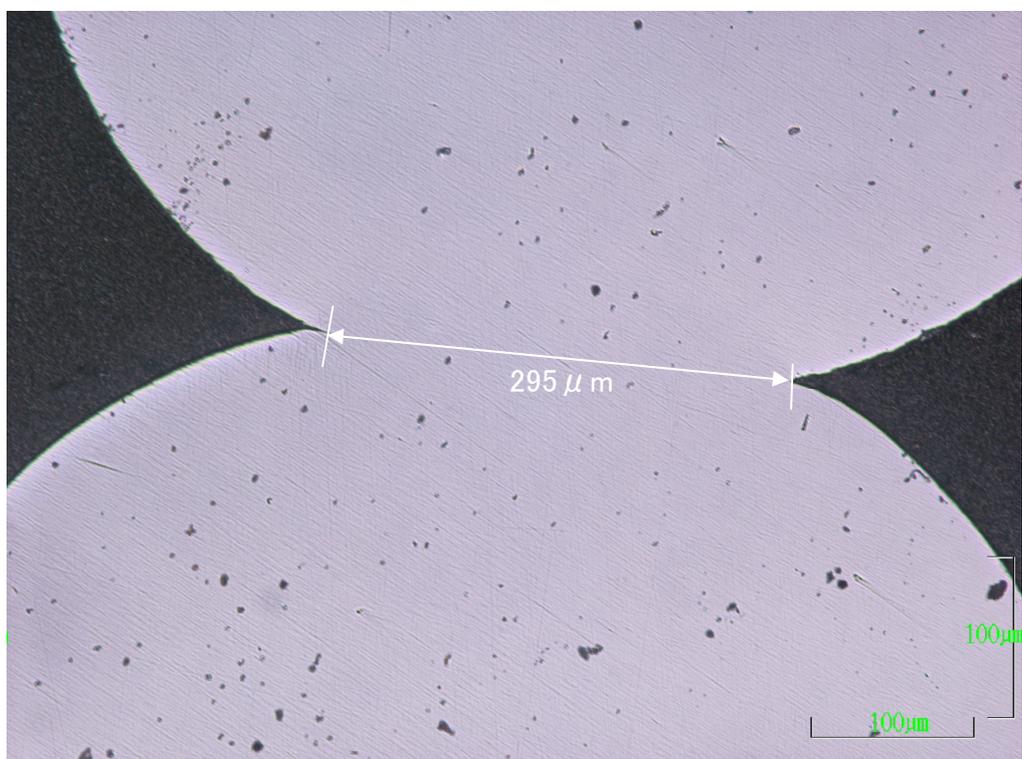


写真 3.1-4 先行試験粒子焼結体 縦断面上面近傍金相 ($\times 200$)

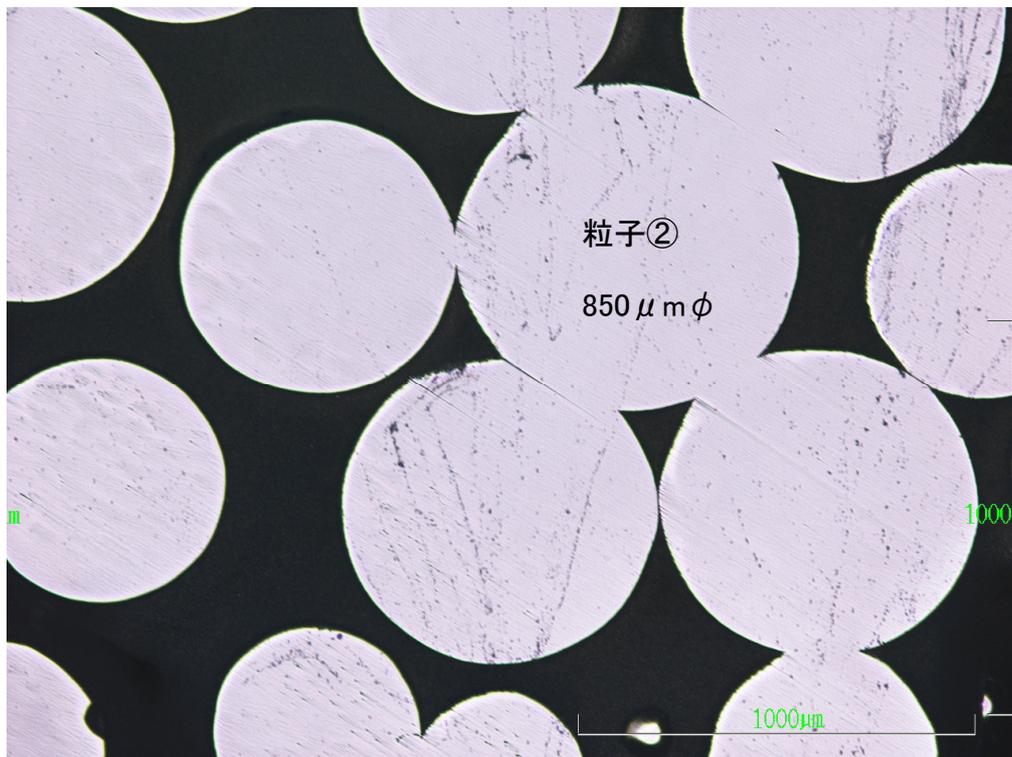


写真 3.1-5 先行試験粒子焼結体 縦断面中央部金相 (×50)

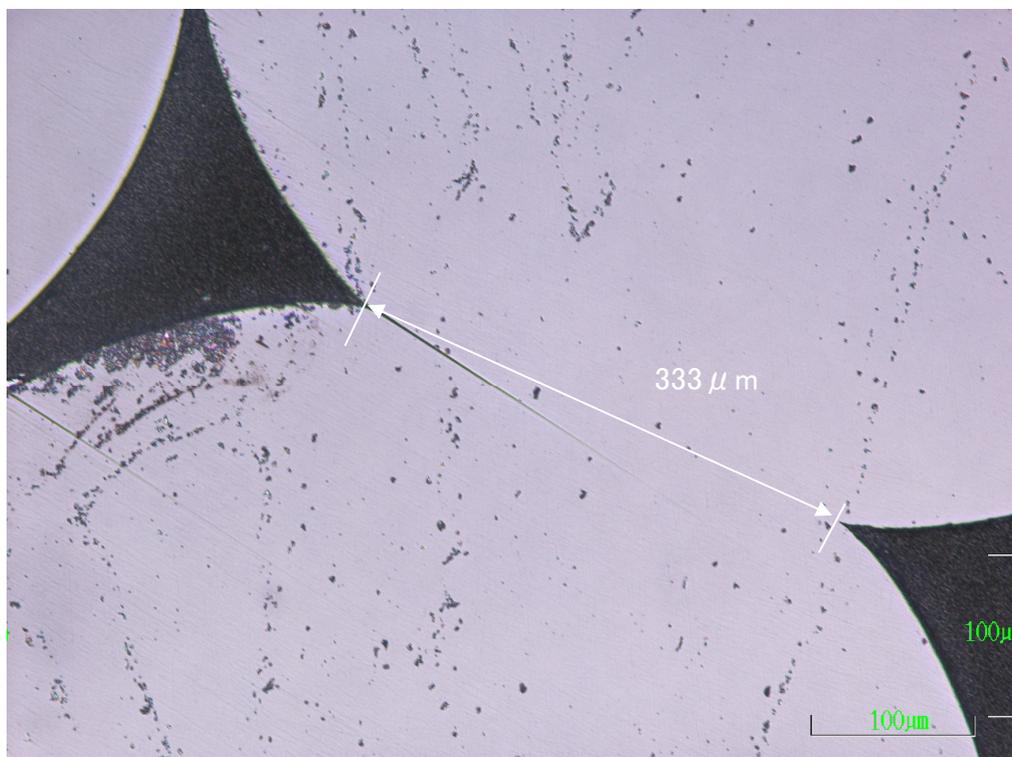


写真 3.1-6 先行試験粒子焼結体 縦断面中央部金相 (×200)

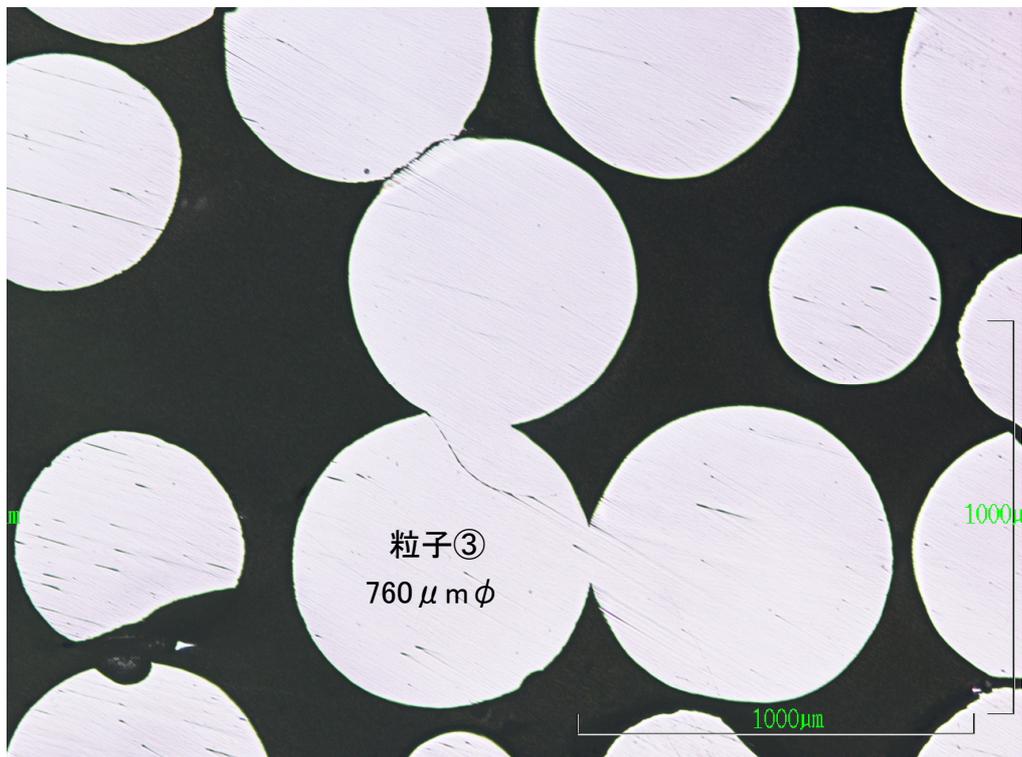


写真 3.1-7 先行試験粒子焼結体 縦断面下面近傍金相 (×50)

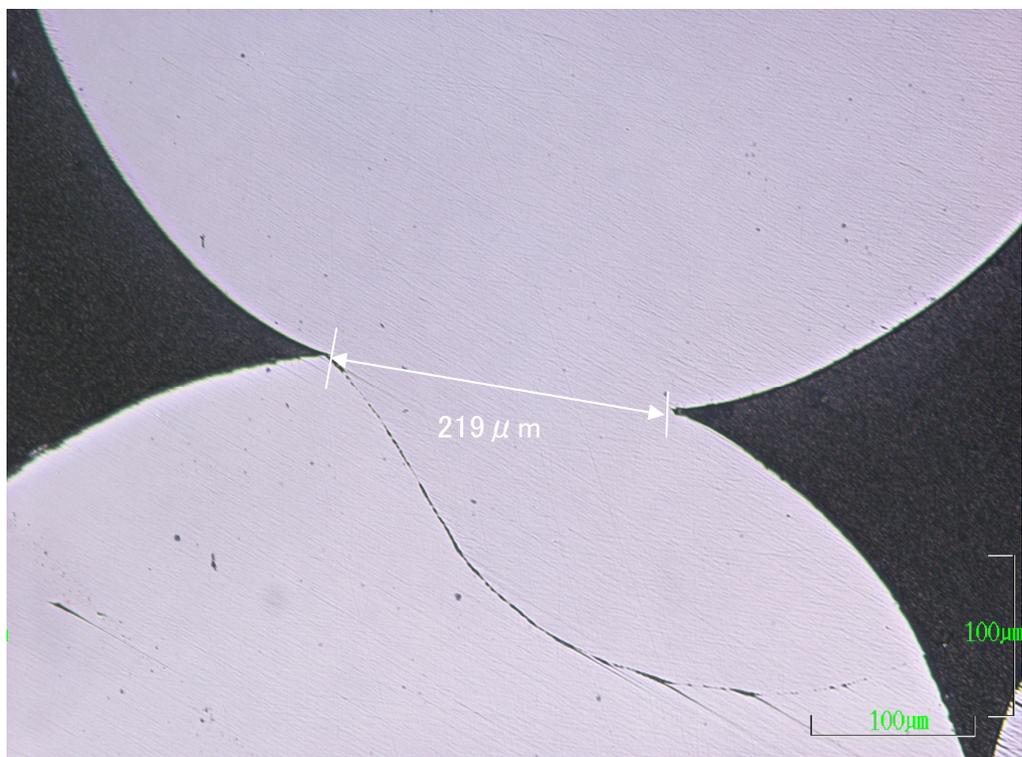


写真 3.1-8 先行試験粒子焼結体 縦断面下面近傍金相 (×200)



1mm

写真 3.1-9 先行試験で製作した粒子焼結体の横断面金相

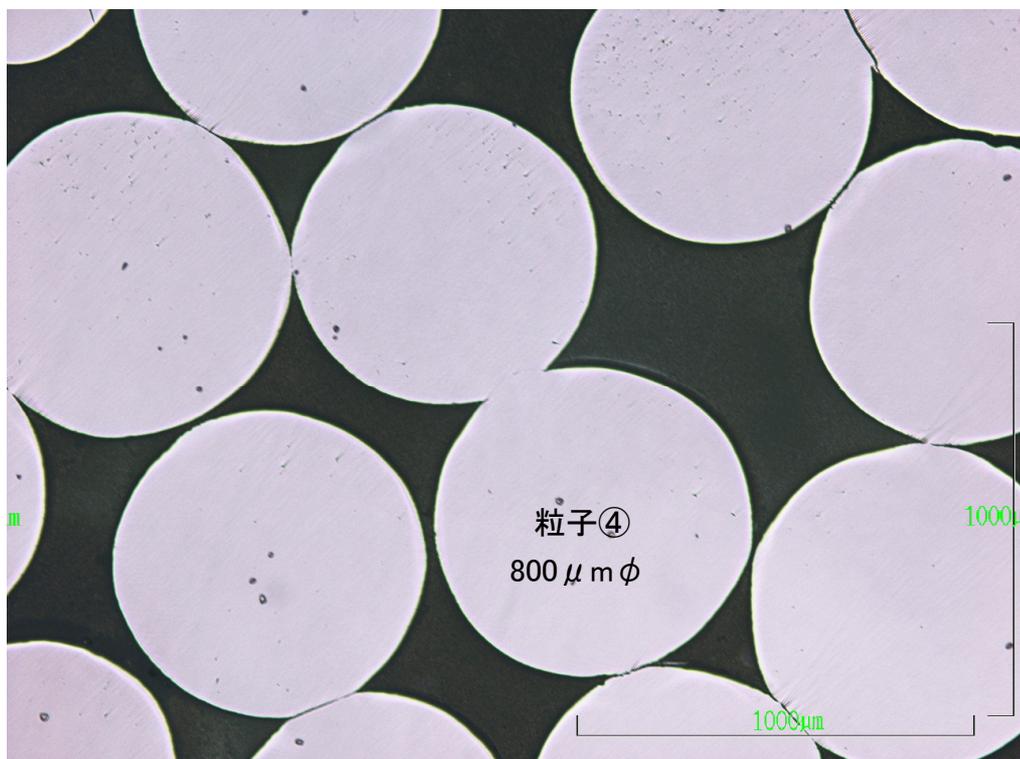


写真 3.1-10 先行試験粒子焼結体 横断面外周部金相 (×50)

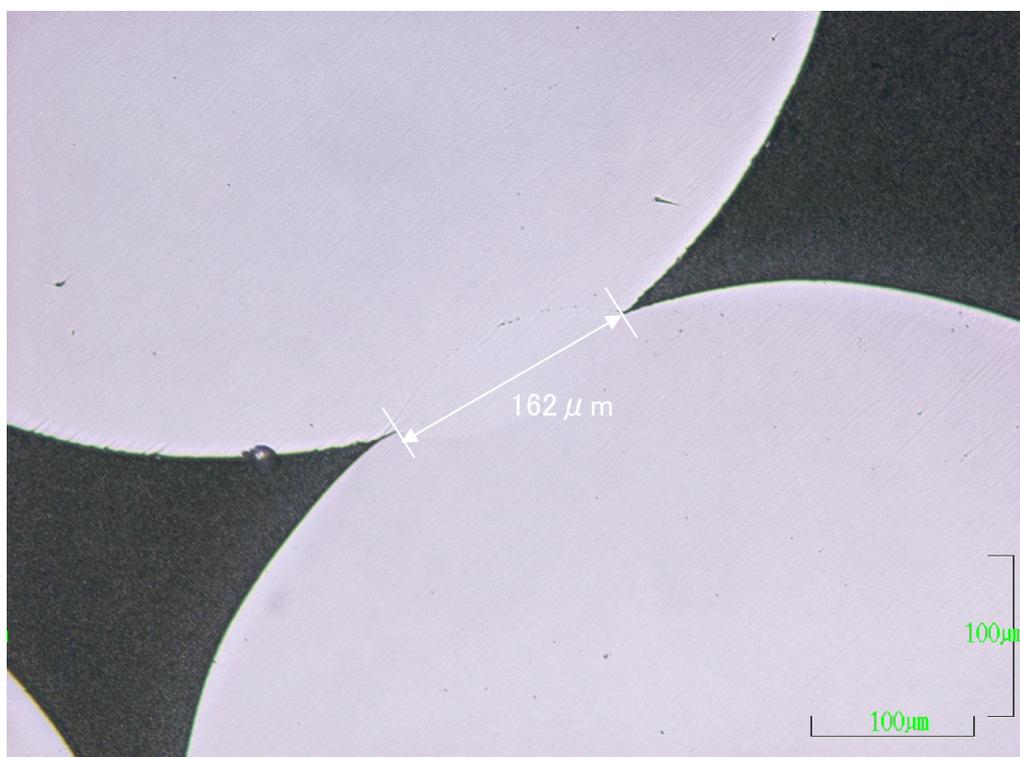


写真 3.1-11 先行試験粒子焼結体 横断面外周部金相 (×200)

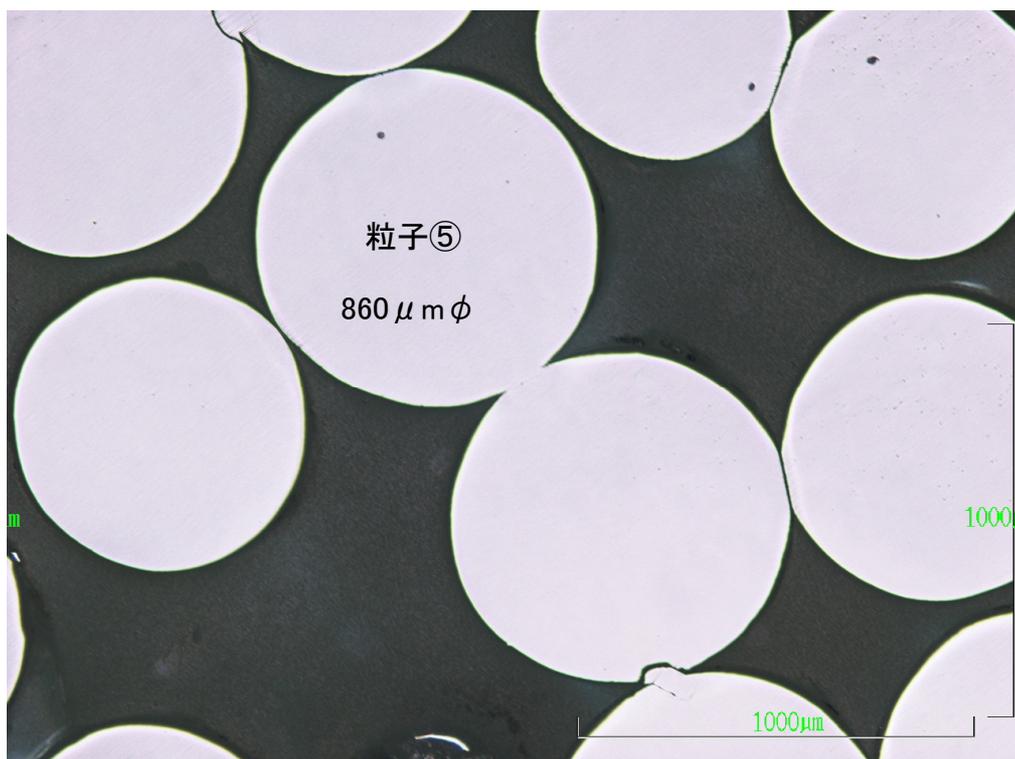


写真 3.1-12 先行試験粒子焼結体 横断面中間部金相 (×50)

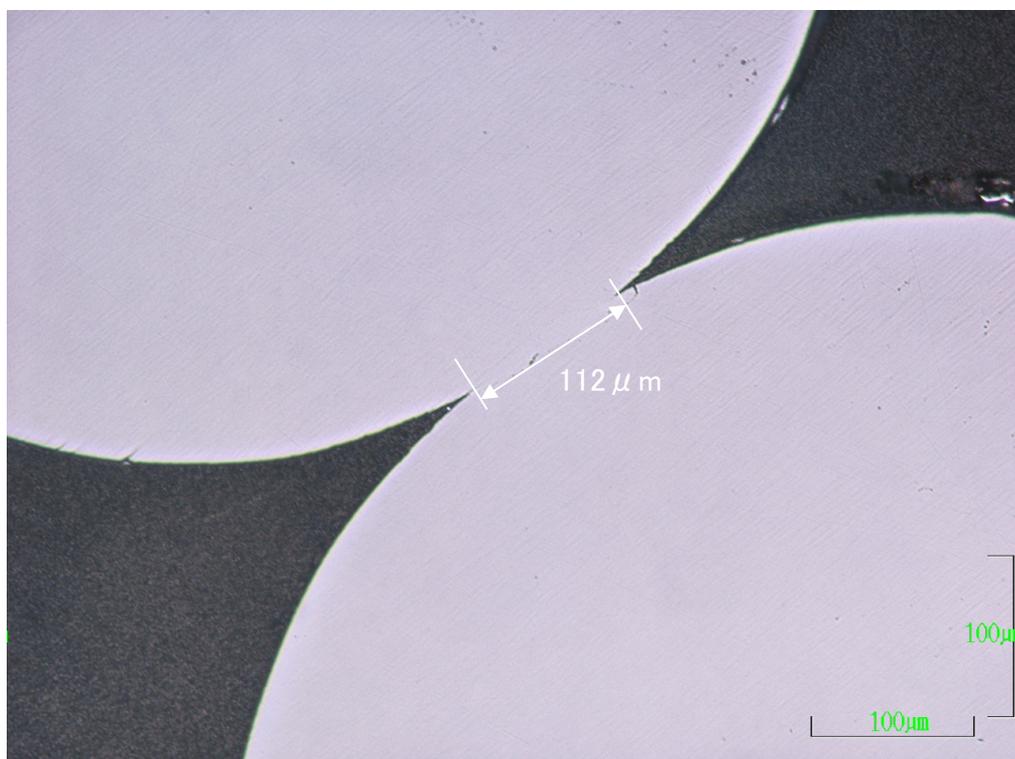


写真 3.1-13 先行試験粒子焼結体 横断面中間部金相 (×200)

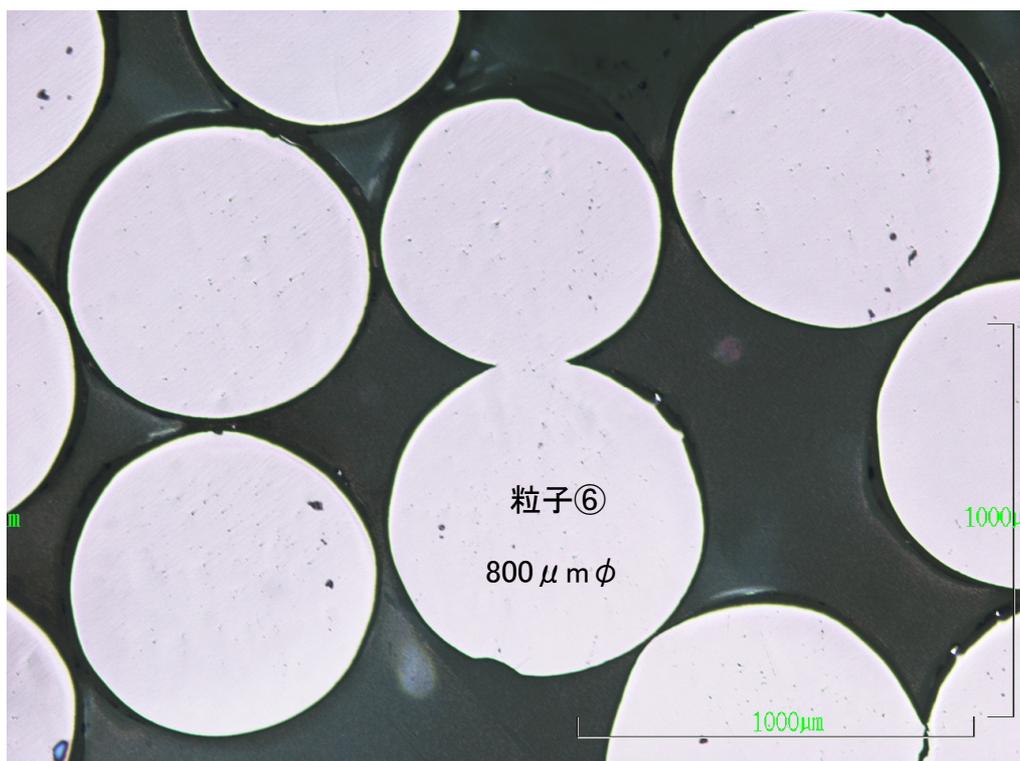


写真 3.1-14 先行試験粒子焼結体 横断面中心部金相 (×50)

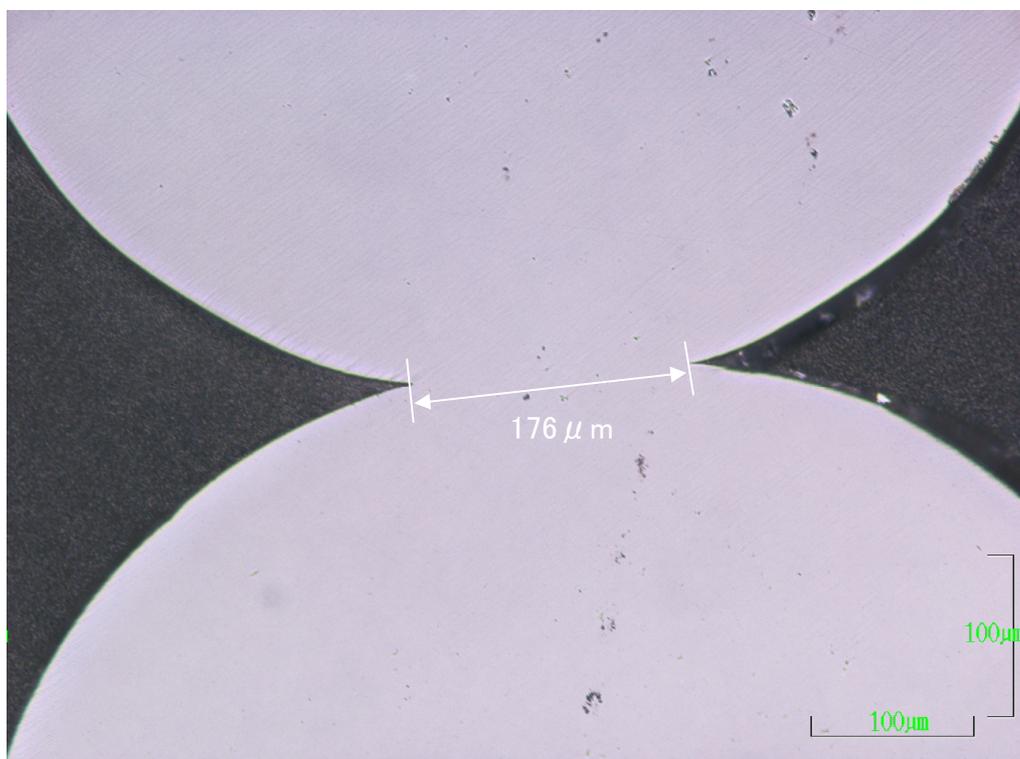


写真 3.1-15 先行試験粒子焼結体 横断面中心部金相 (×50)

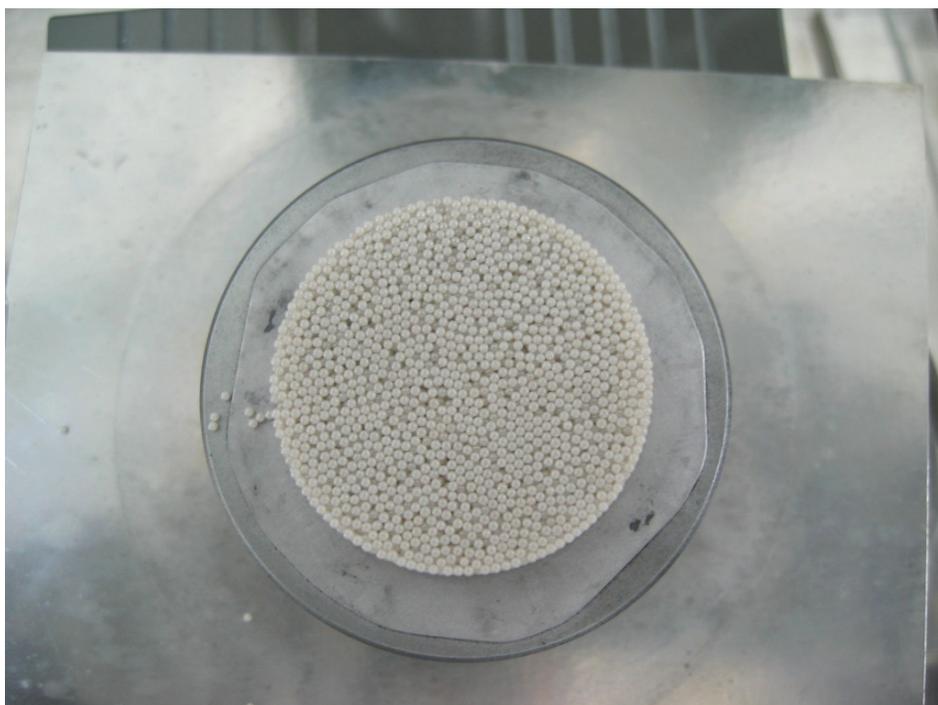


写真 3.1-16 先行試験粒子焼結体の上面



写真 3.1-17 先行試験粒子焼結体の側面

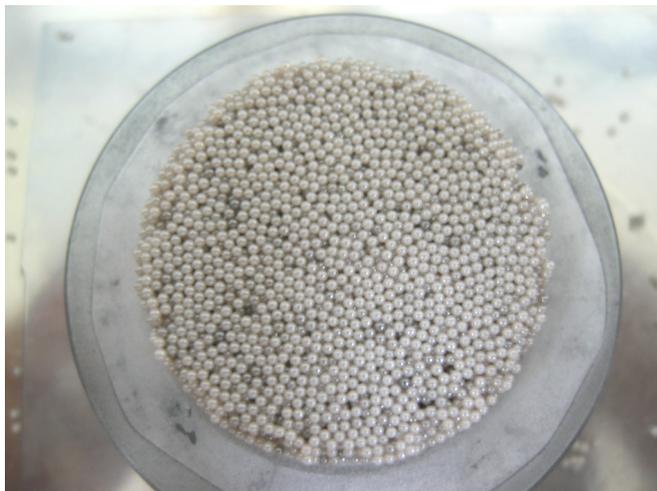


写真 3.1-18 本試験(1)粒子焼結体の上面



写真 3.1-19 本試験(1)粒子焼結体の側面

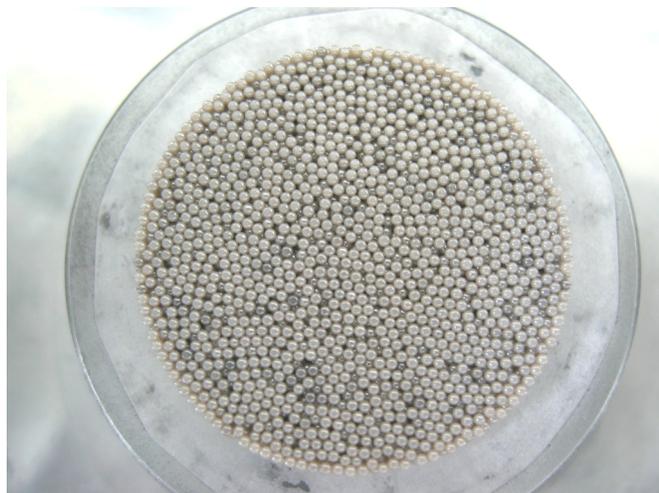
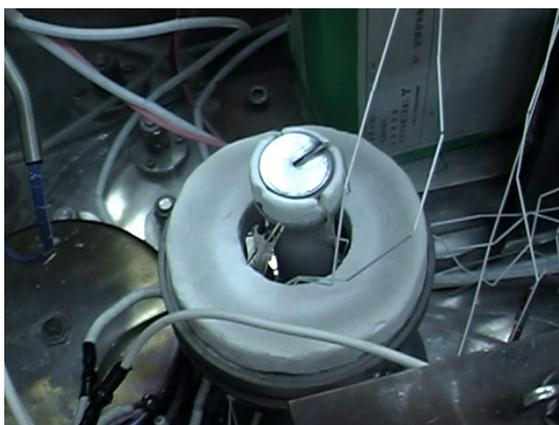


写真 3.1-20 本試験(2)粒子焼結体の上面



写真 3.1-21 本試験(2)粒子焼結体の側面



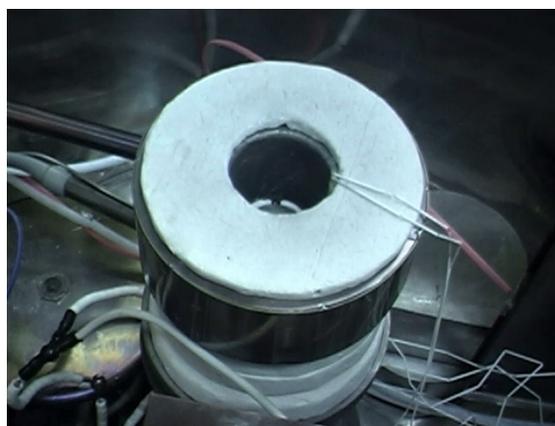
①測定容器セット、熱電対接続



②下部ガードヒーター装荷



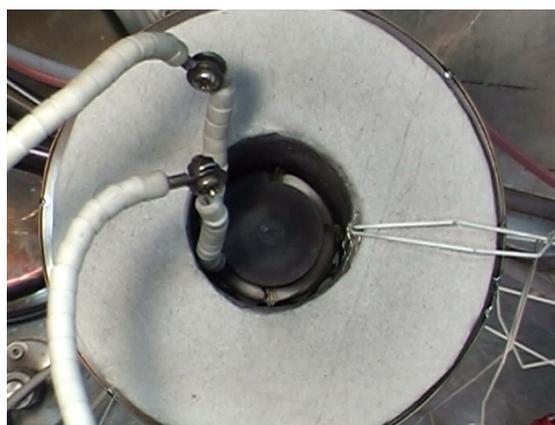
③測定試料（ネック比 37%）の上面



④上部ガードヒーター装荷



⑤上部ガードヒーター内測定容器

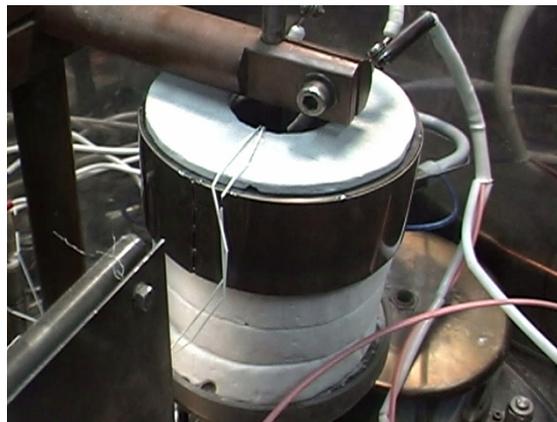


⑥上部プレートヒーター装荷

写真 3.3-1 熱伝導度測定装置の組立手順 (1)



⑦上部W冷却棒及び水冷電極接続



⑧組み上げ後の装置外観

写真 3.3-2 熱伝導度測定装置の組立手順 (2)

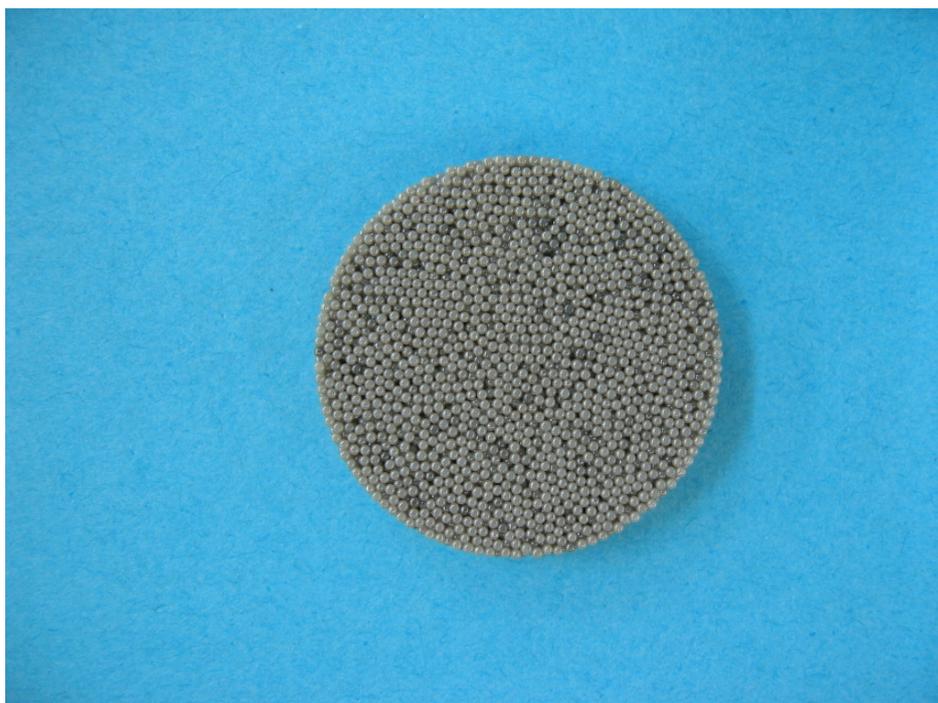


写真 3.3-3 熱伝導度測定試験前の粒子焼結体（ネック比 40%）の外観



写真 3.3-4 熱伝導度測定試験後の粒子焼結体（ネック比 40%）の外観



写真 3.3-5 熱伝導度測定試験前の粒子焼結体（ネック比 20%）の外観



写真 3.3-6 熱伝導度測定試験後の粒子焼結体（ネック比 20%）の外観



写真 3.3-7 熱伝導度測定試験前の粒子焼結体（ネック比 0%）の外観



写真 3.3-8 熱伝導度測定試験後の粒子焼結体（ネック比 0%）の外観



写真 3.3-9 粒子焼結体（ネック比 20%）の測定容器装荷状態（試験後）

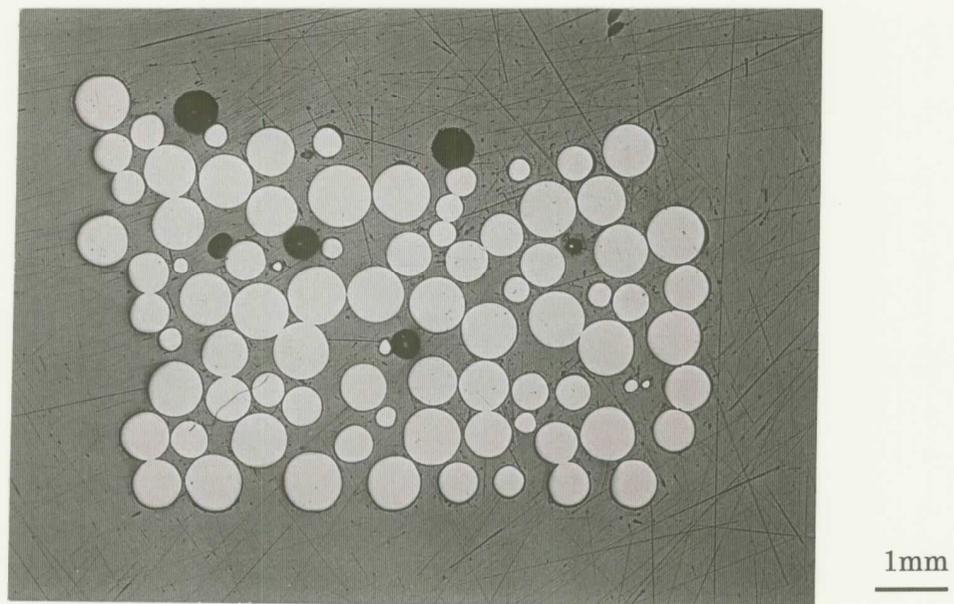


写真 3.4-1 本試験(1)で製作した粒子焼結体(ネック比 20%)の縦断面金相

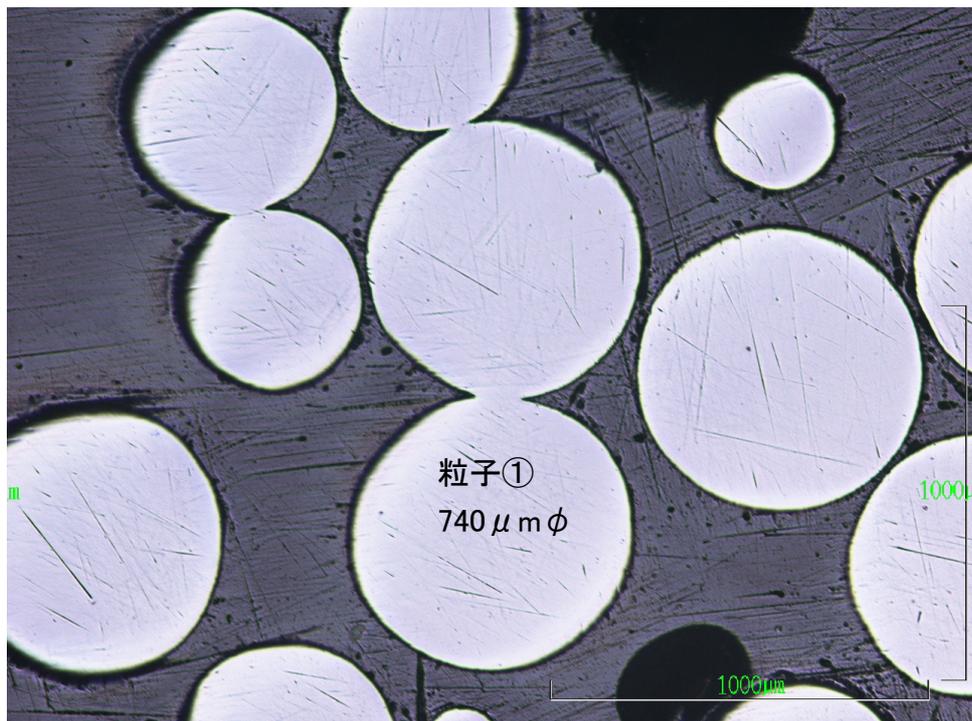


写真 3.4-2 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面上面近傍金相（×50）

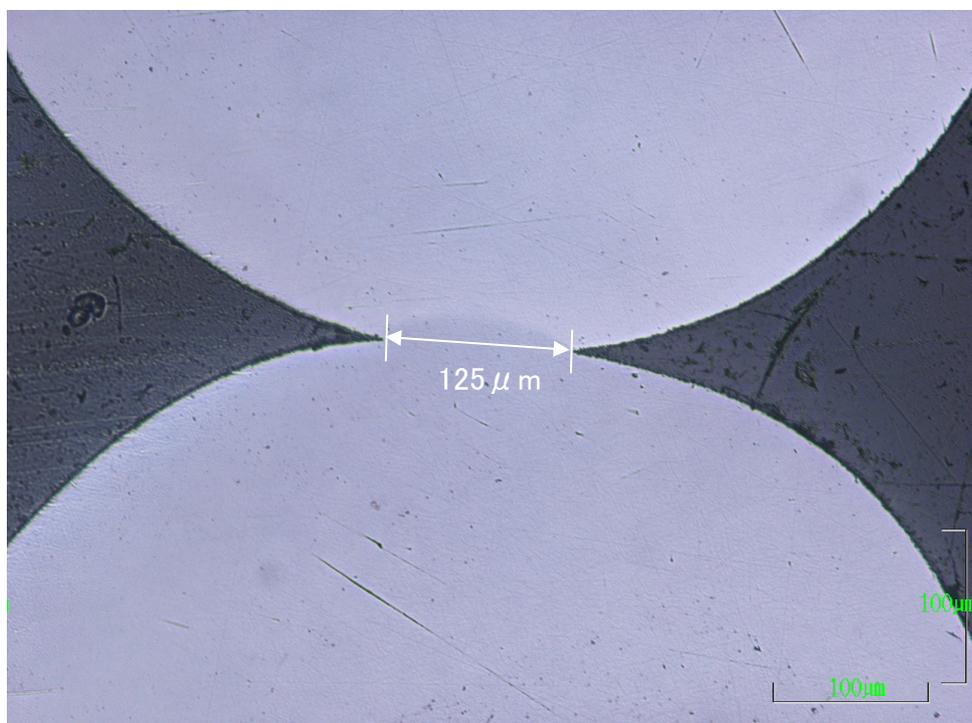


写真 3.4-3 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面上面近傍金相（×200）

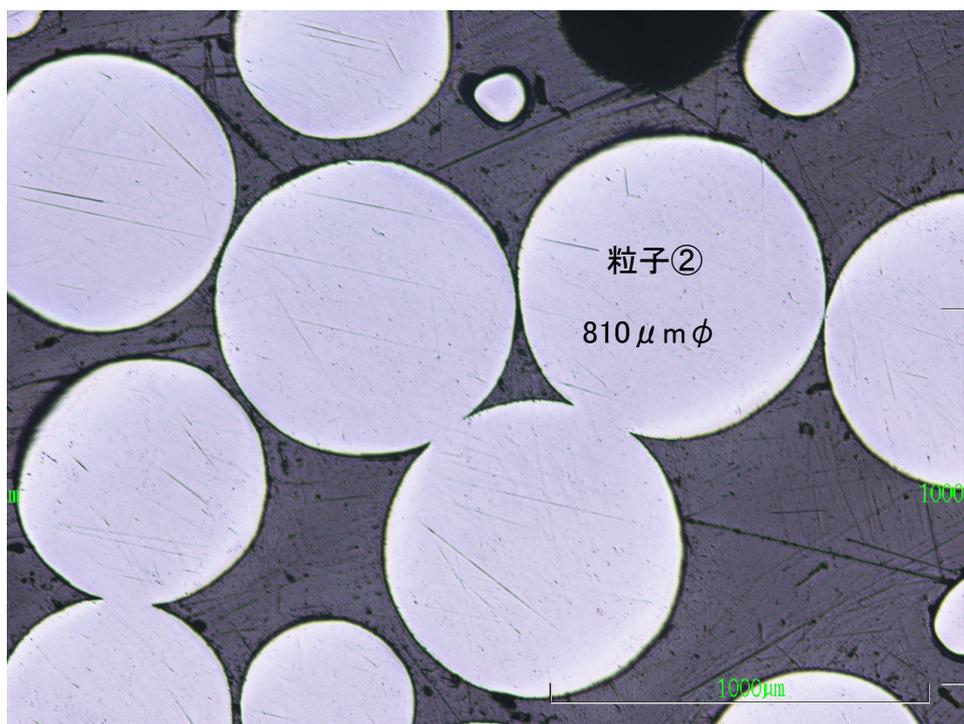


写真 3.4-4 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面中央部金相（×50）

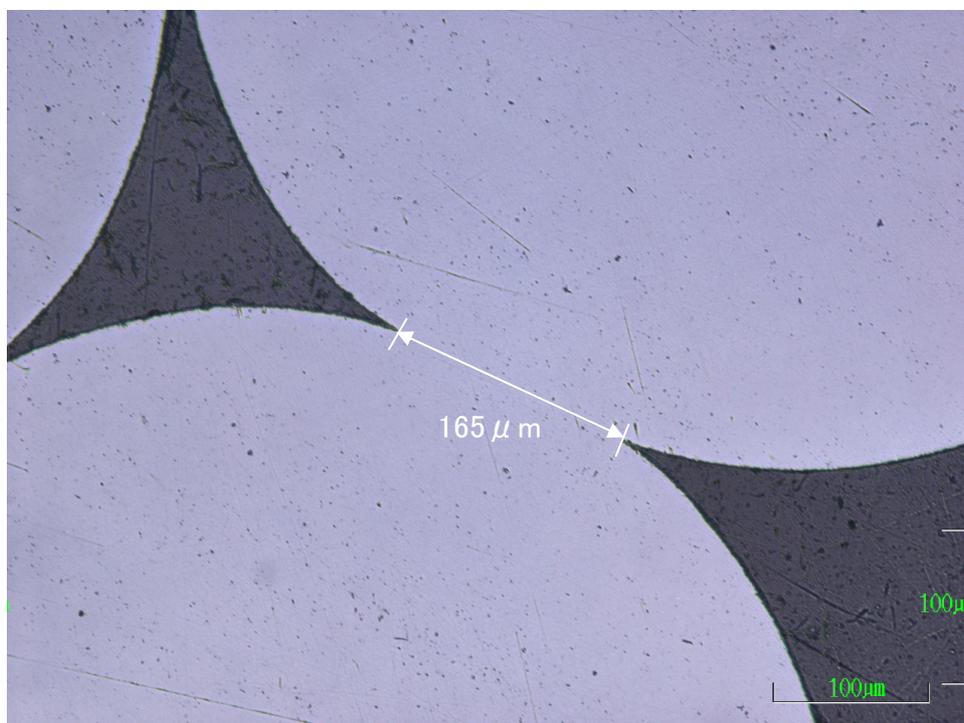


写真 3.4-5 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面中央部金相（×200）

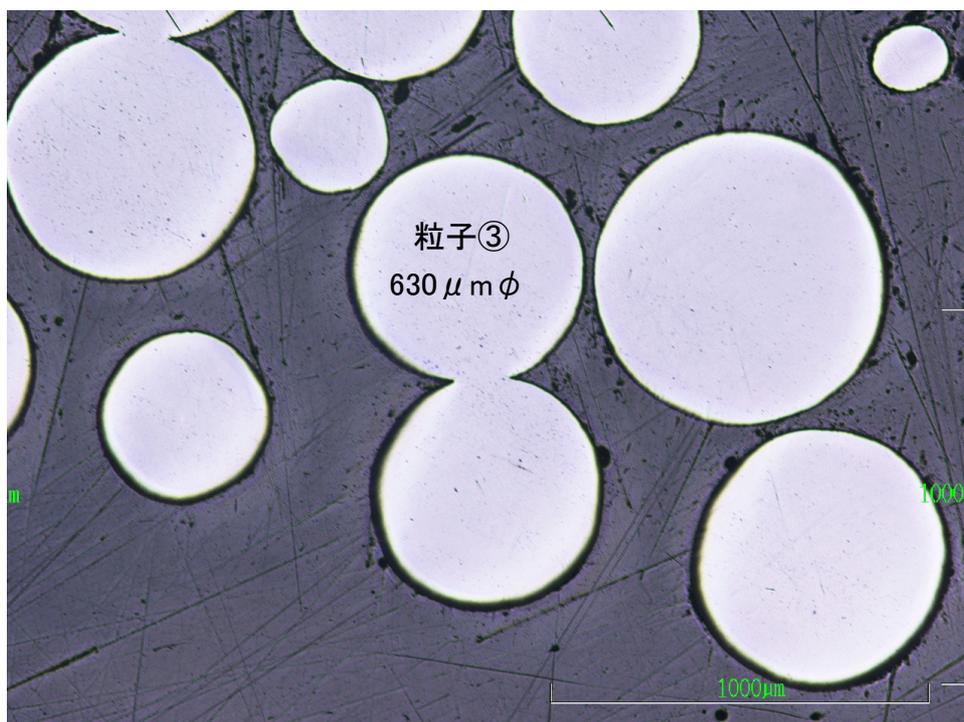


写真 3.4-6 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面下面近傍金相（×50）

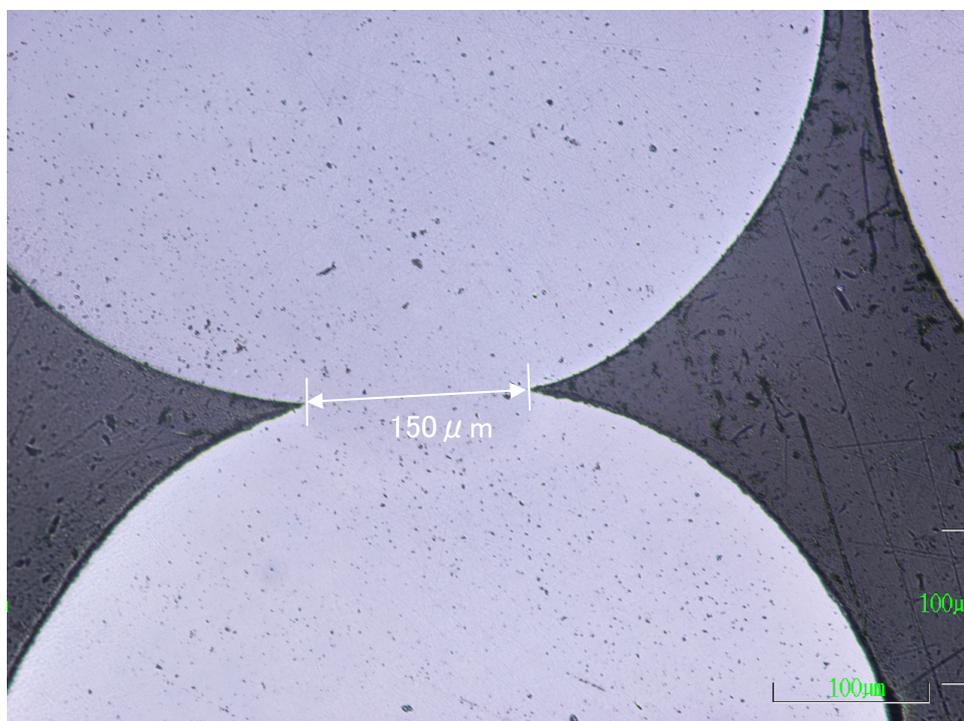


写真 3.4-7 粒子焼結体（ネック比 20%）縦断面下面近傍金相（×200）

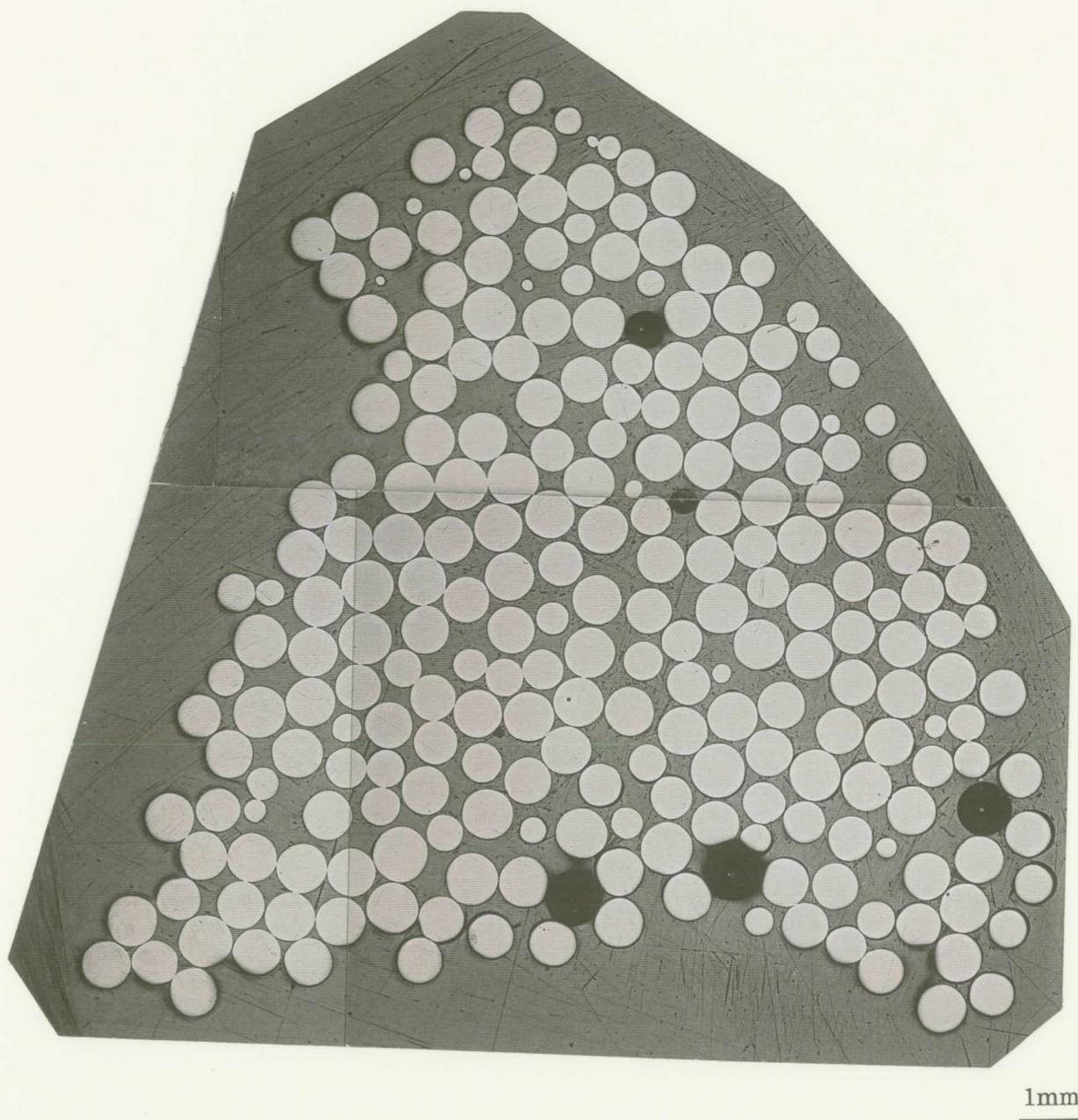


写真 3.4-8 本試験(1)で製作した粒子焼結体(ネック比 20%)の横断面金相

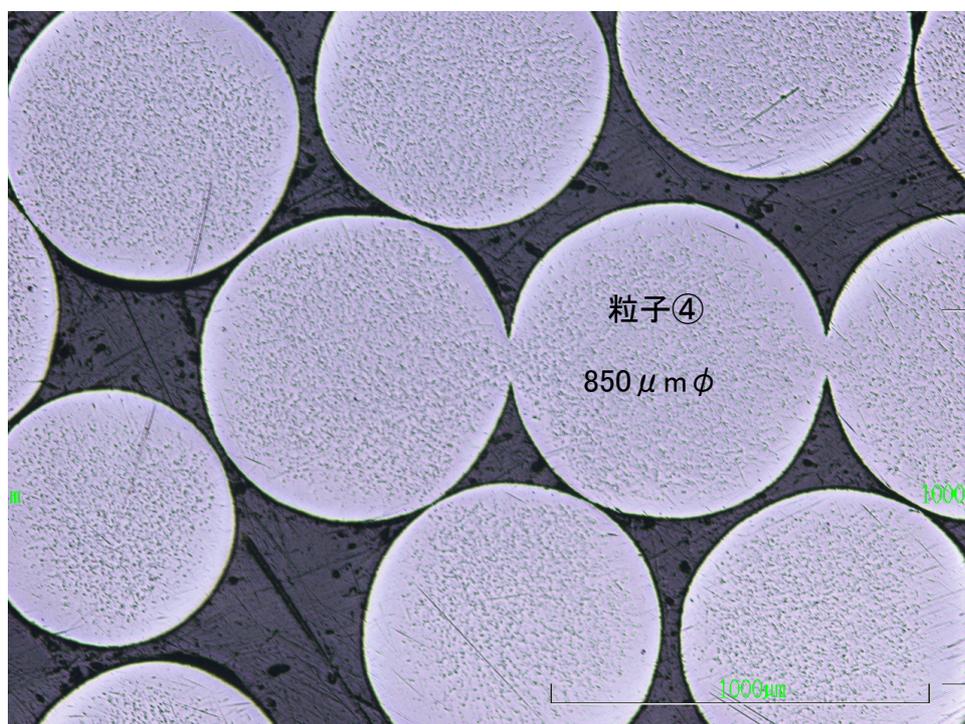


写真 3.4-9 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面外周部金相（ $\times 50$ ）

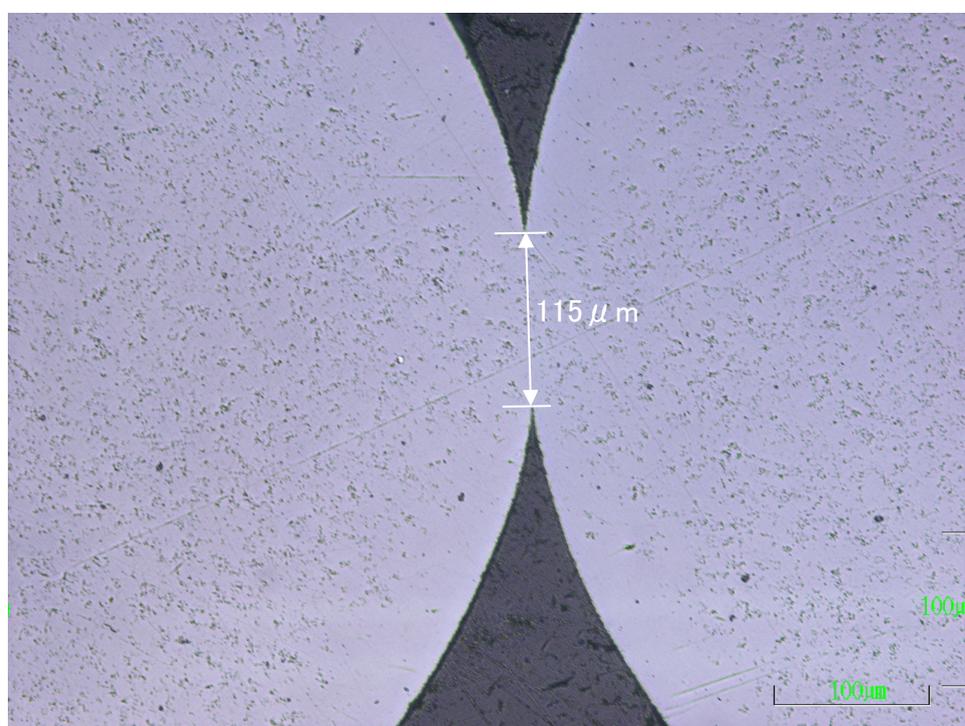


写真 3.4-10 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面外周部金相（ $\times 200$ ）

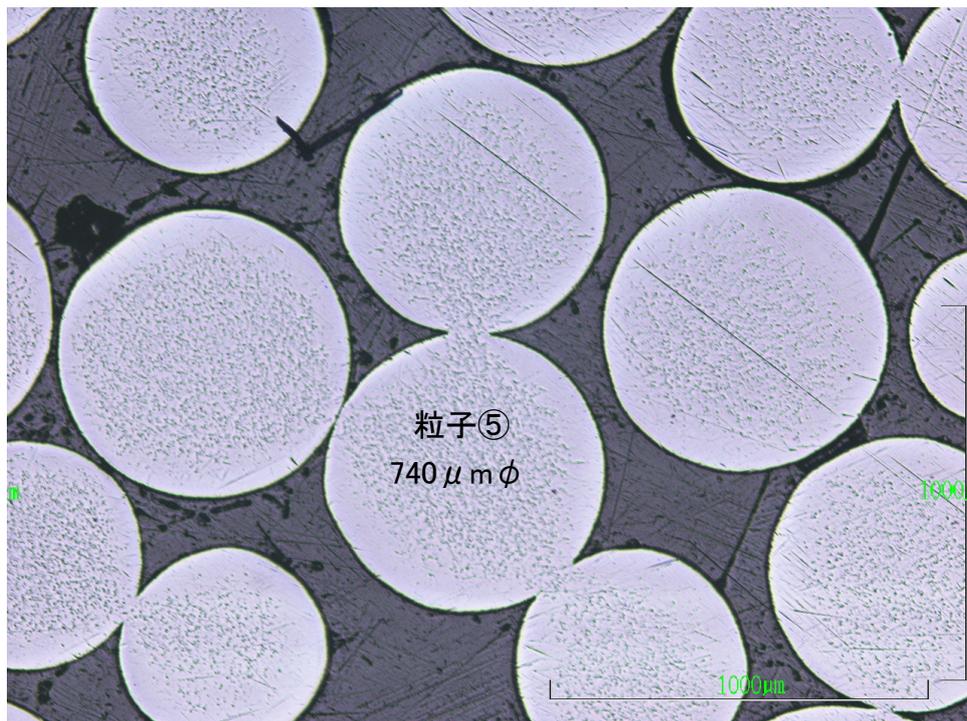


写真 3.4-11 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面中間部金相（×50）

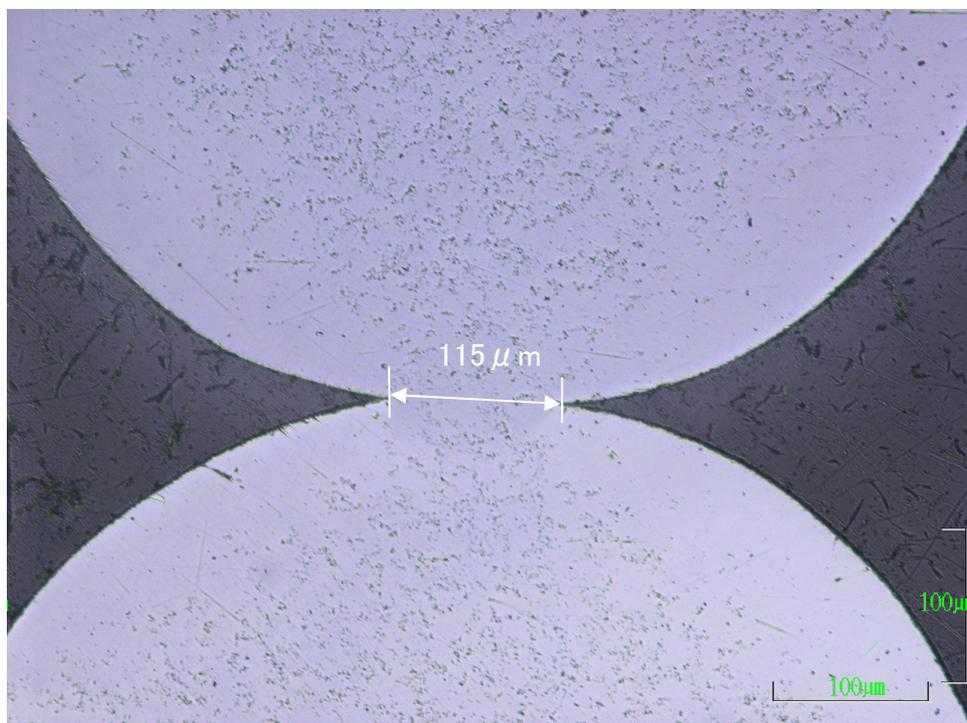


写真 3.4-12 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面中間部金相（×200）

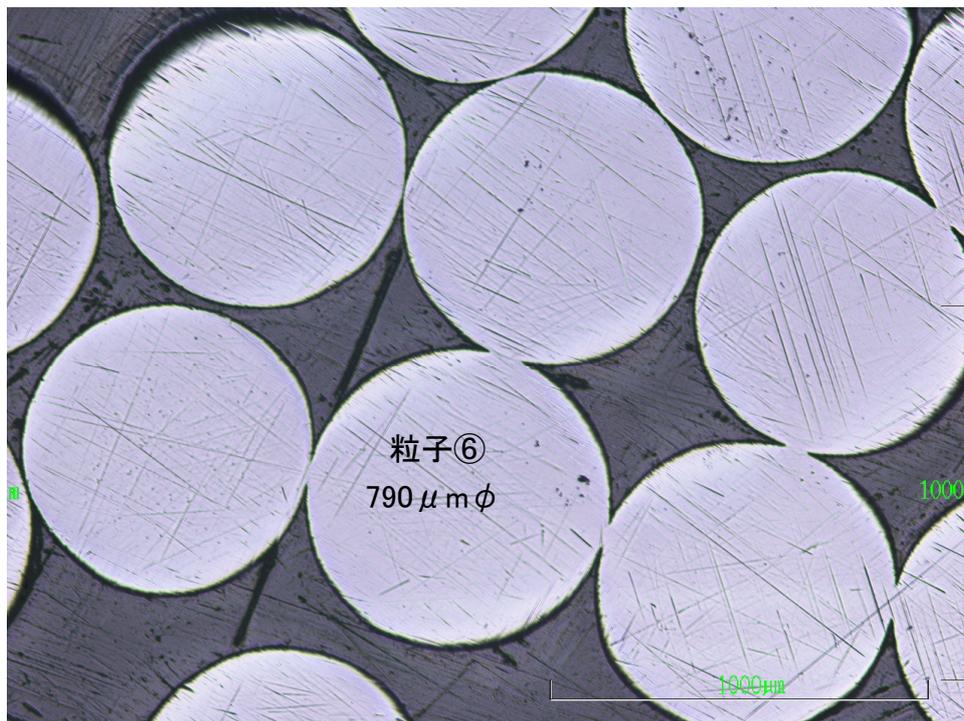


写真 3.4-13 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面中心部金相（×50）

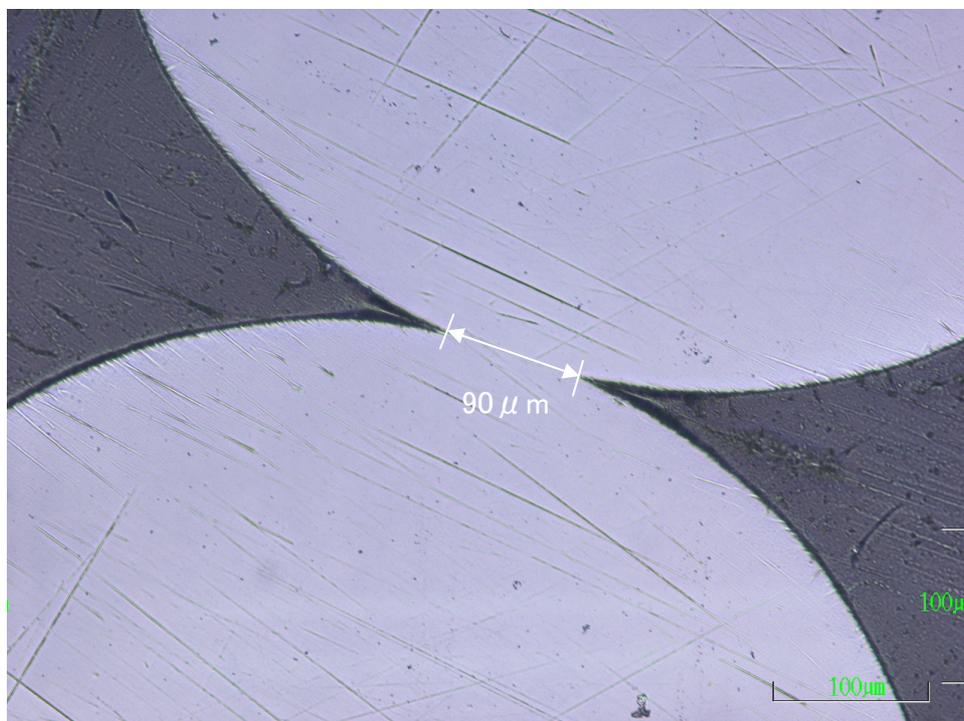


写真 3.4-14 粒子焼結体（ネック比 20%）横断面中心部金相（×200）

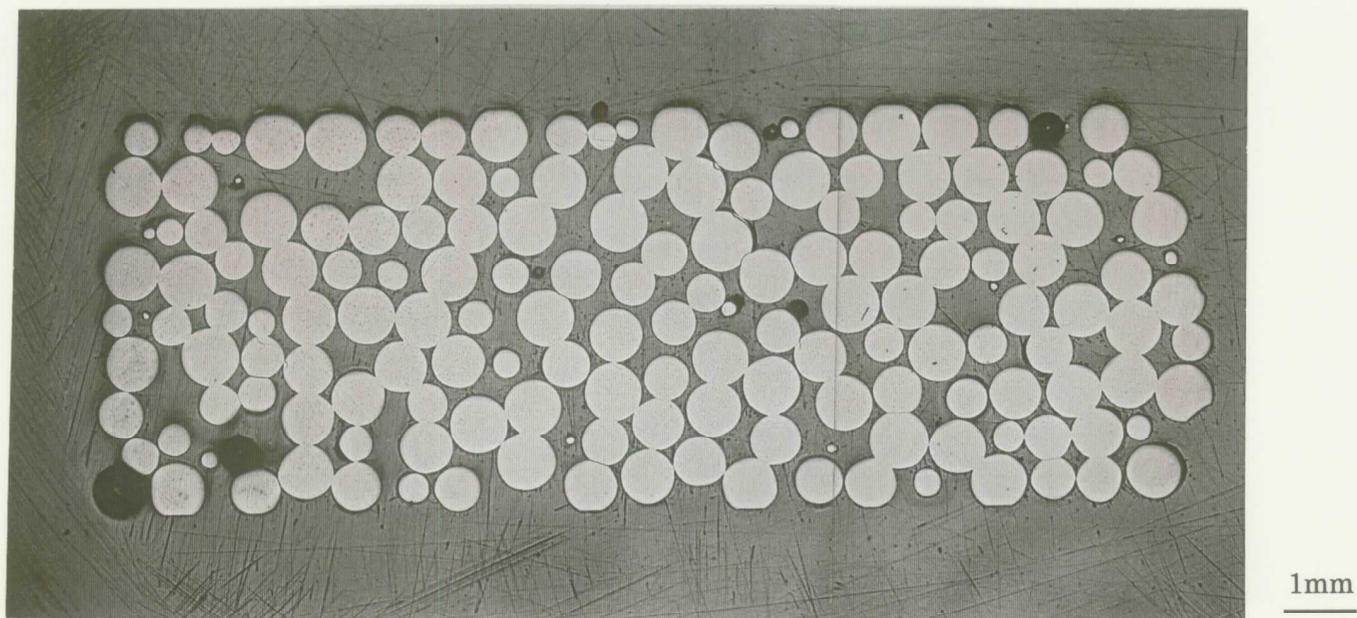


写真 3.4-15 本試験(2)で製作した粒子焼結体(ネック比 37%)の縦断面金相

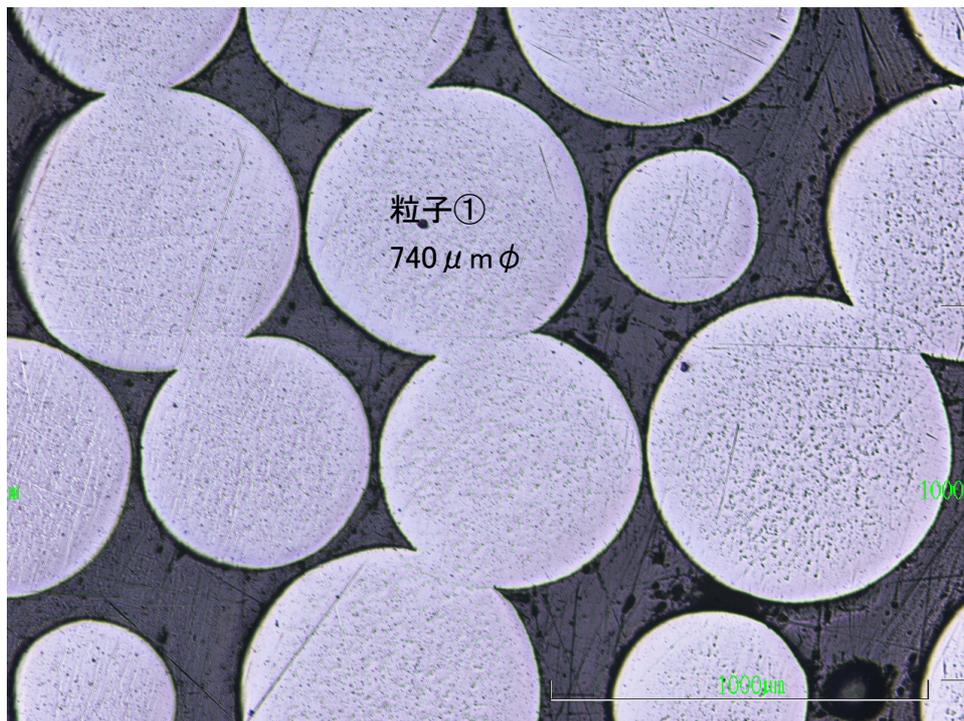


写真 3.4-16 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面上面近傍金相（×50）

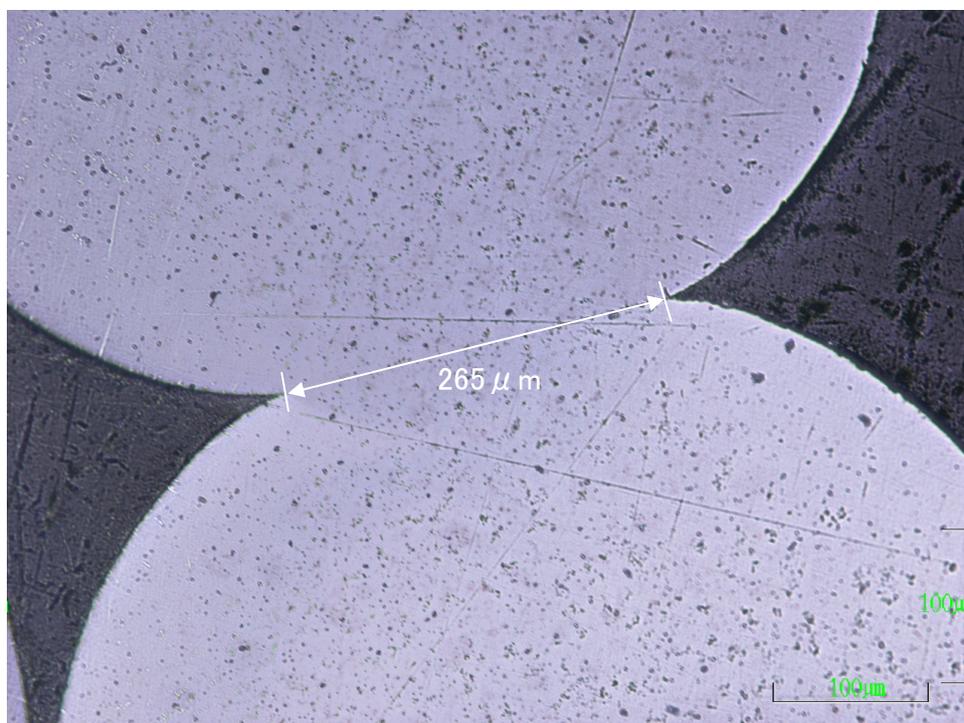


写真 3.4-17 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面上面近傍金相（×200）

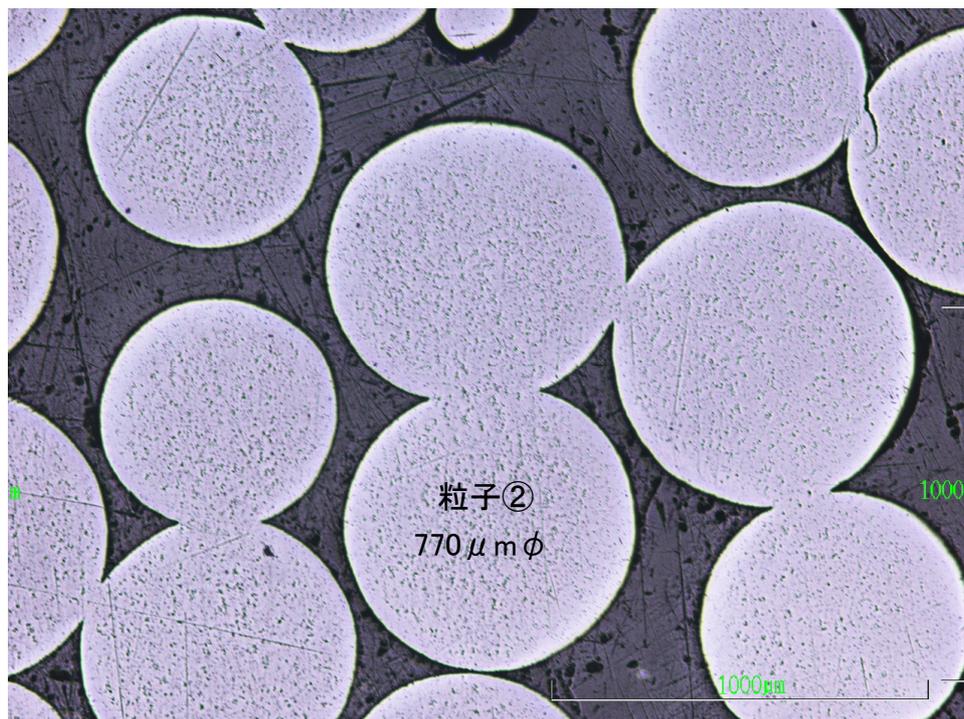


写真 3.4-18 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面中央部金相（×50）

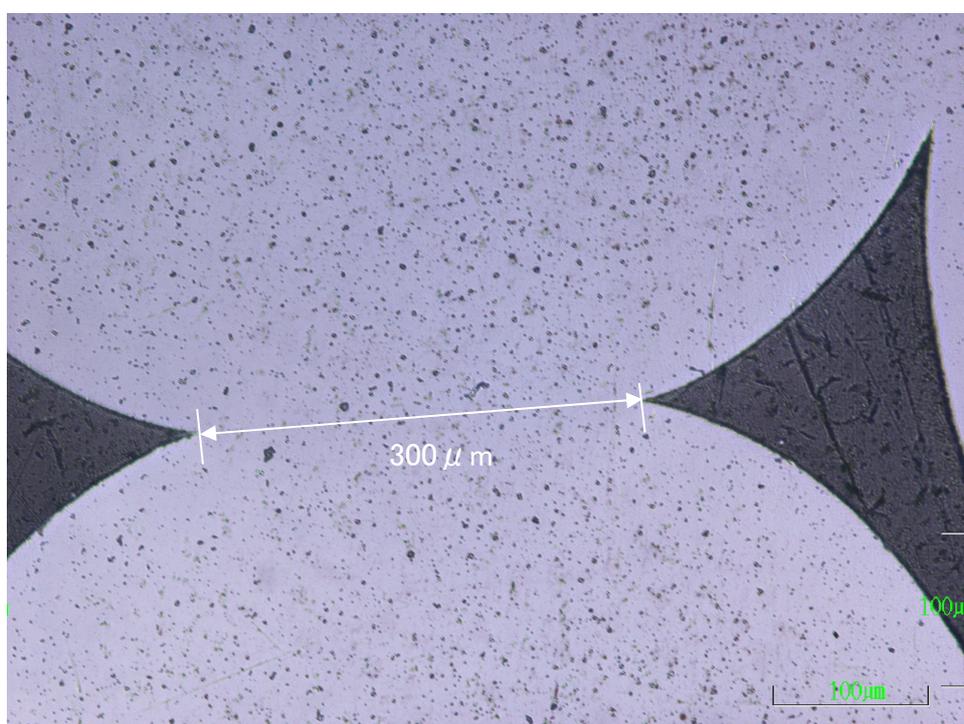


写真 3.4-19 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面中央部金相（×200）

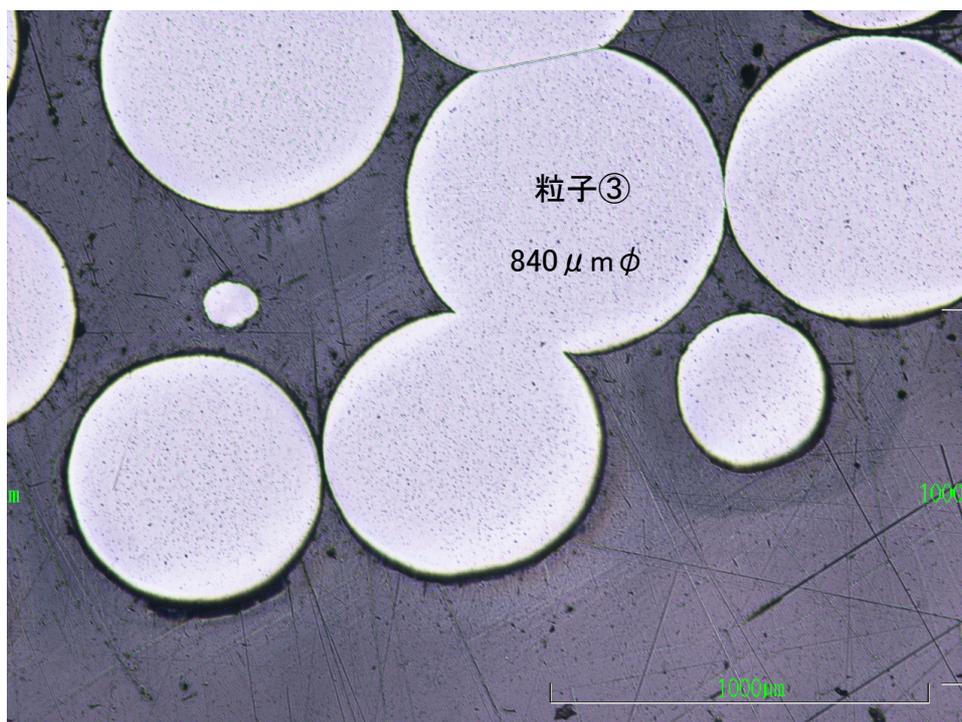


写真 3.4-20 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面下面近傍金相（×50）

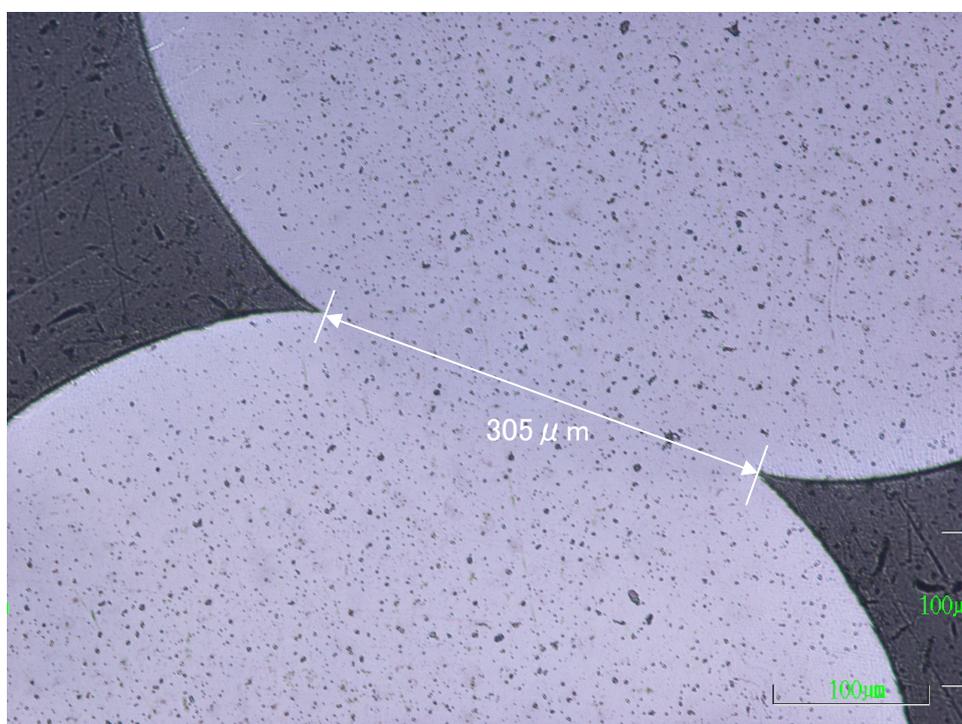


写真 3.4-21 粒子焼結体（ネック比 37%）縦断面下面近傍金相（×200）

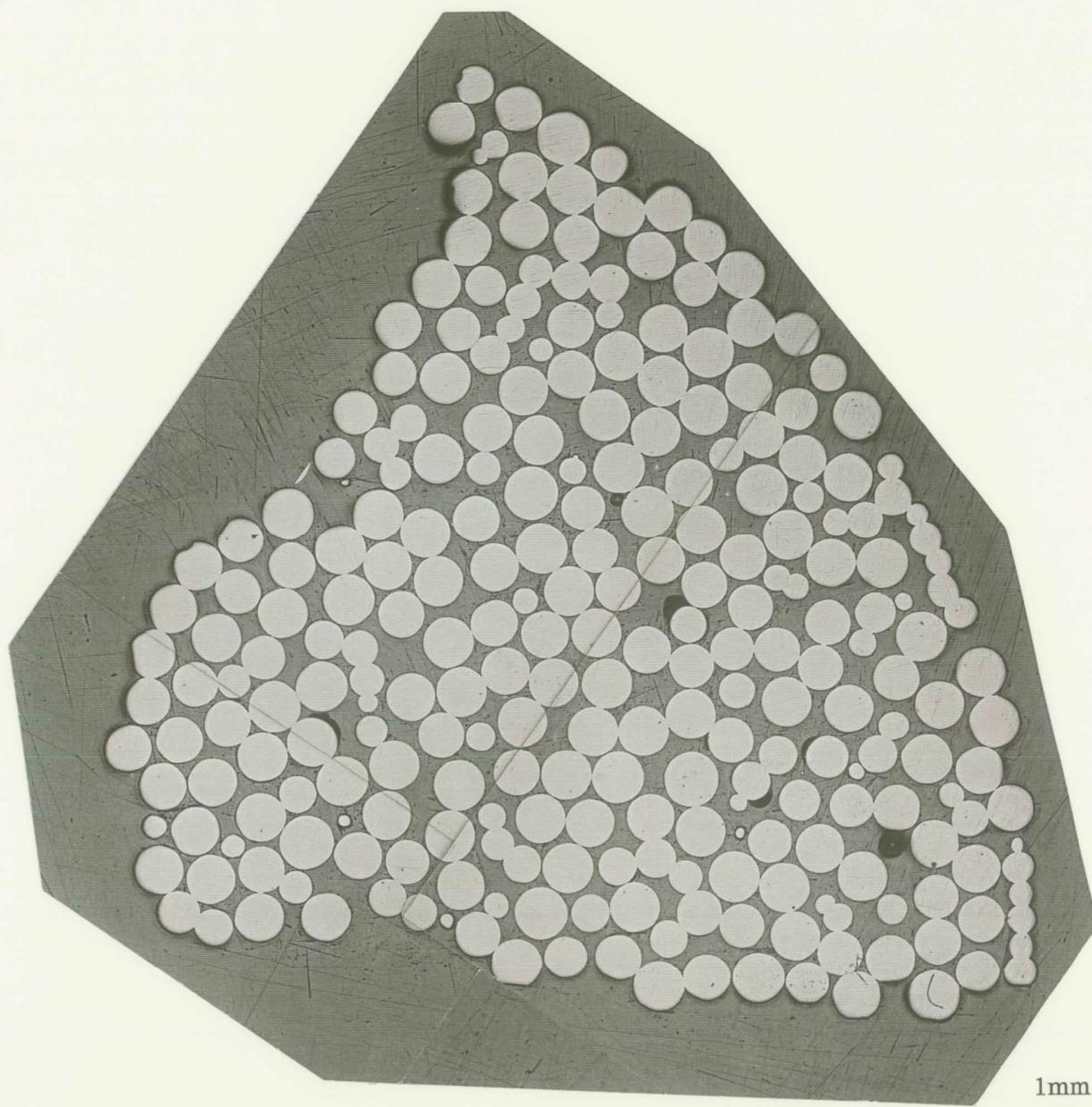


写真 3.4-22 本試験(2)で製作した粒子焼結体(ネック比 37%)の横断面金相

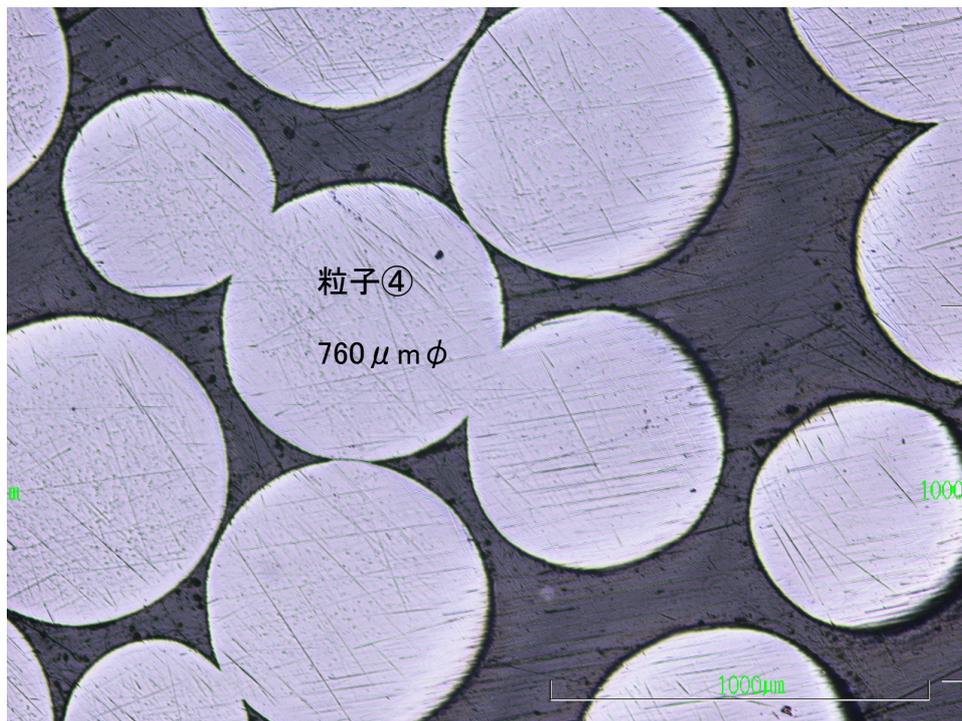


写真 3.4-23 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面外周部金相（×50）

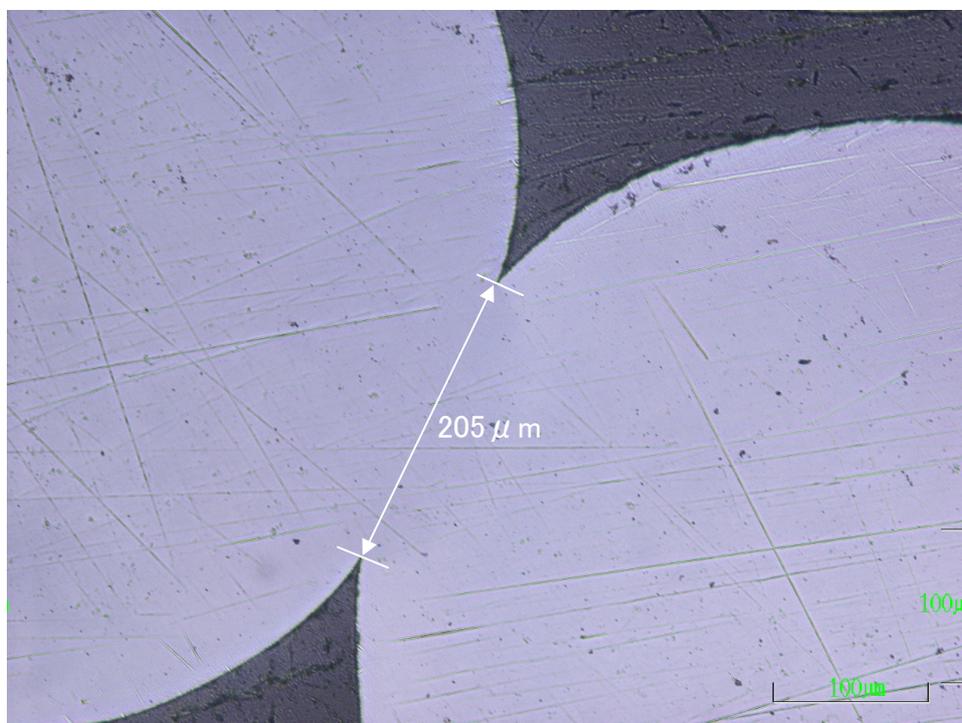


写真 3.4-24 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面外周部金相（×200）

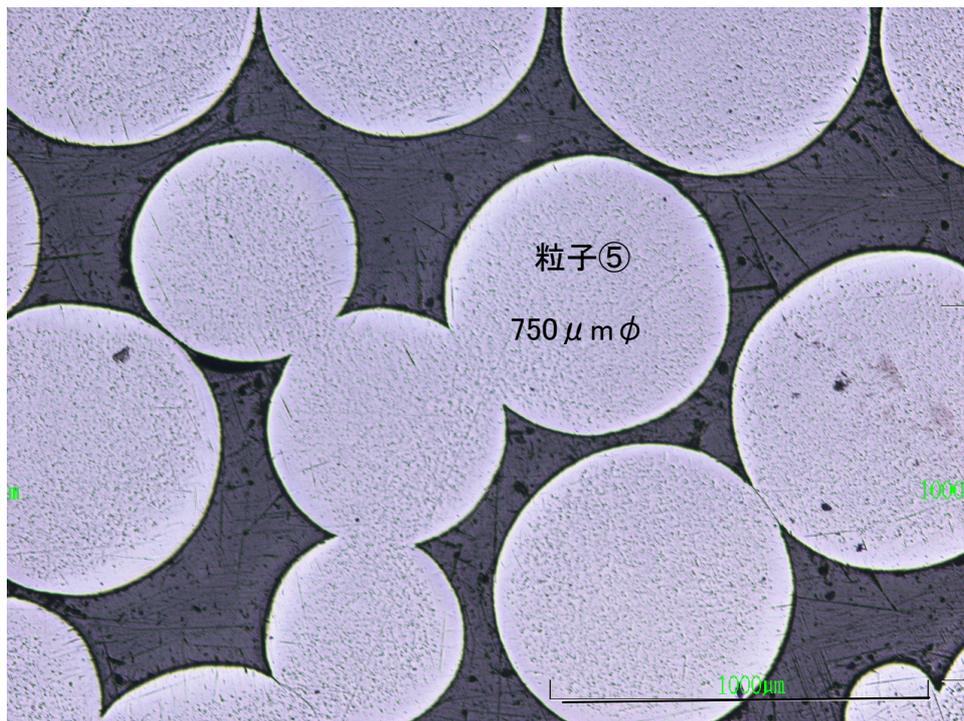


写真 3.4-25 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面中間部金相（ $\times 50$ ）

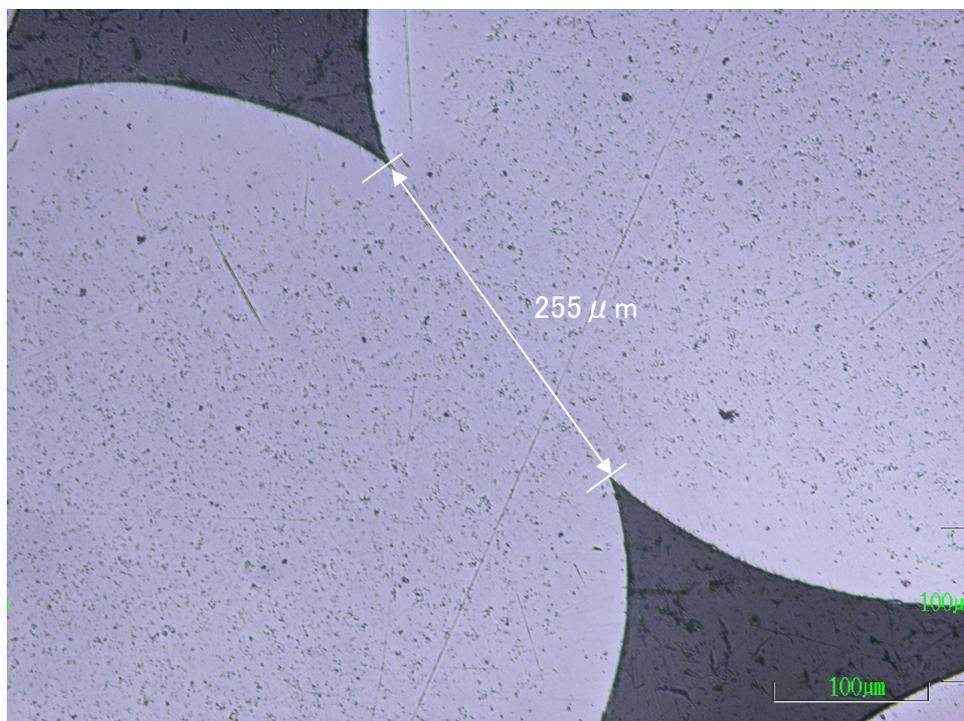


写真 3.4-26 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面中間部金相（ $\times 200$ ）

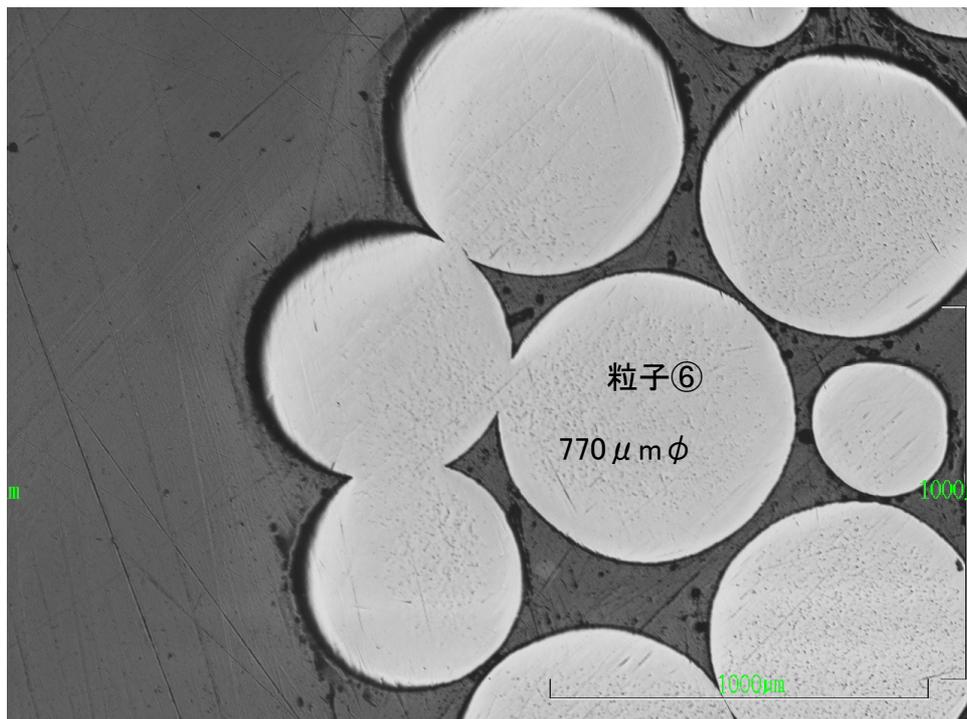


写真 3.4-27 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面中心部金相（×50）

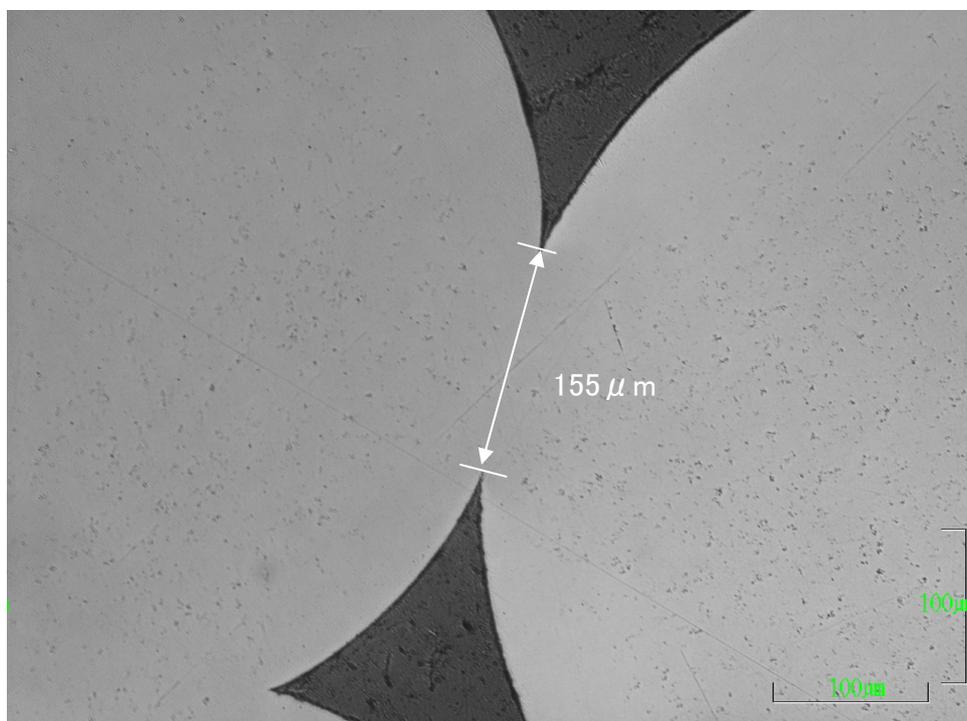


写真 3.4-28 粒子焼結体（ネック比 37%）横断面中心部金相（×200）

4. 考察

4.1 粒子真球度の焼結体ネック比への影響について

粒子焼結体製作試験では、平成 14～15 年度実施の試験で使用した UO_2 粒子に比較すると真球度の高い YTZ 粒子を使用した。粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係を把握するための先行試験では、解析曲線による推定でネック比が 40%になると推定される条件で粒子焼結体を製作した。

荷重負荷時初期歪量は平成 14～15 年度における真球度の低い UO_2 粒子を用いた同じ負荷荷重での試験の約 1/3 となった。これは充填層内の大部分の粒子が荷重負荷開始時点で安定な位置にあることによるものと考えられる。粒子焼結体の金相観察により、荷重方向である縦断面では粒子ネック比は約 35%と目標のネック比 40%に比較的近い値であったが、荷重方向に垂直の横断面では 18%と大きな差異のある事が判った。これは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るためと考えられる。

先行試験結果で補正した粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係より求めた焼きしまり歪条件で目標ネック比 20%及び 40%の粒子焼結体を製作し、図 4.1-1 に示すようにネック比実測値はそれぞれ 20%及び 37%と目標値に近い値となった。これは真球度の高い粒子を使用することで、ネック比の制御がより容易になるとともに、粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係が低ネック比領域に適用できることを示すものと考えられる。

粒子真球度が高いことによる粒子焼結特性に及ぼす効果として、充填層内で粒子間接触点数が多くなることによる粒子間接触荷重の均一化、接触部の形状が球に近いことによる粒子間ネックングの均一化等が挙げられ、これらによりネック比評価精度が向上したと考えられる。

4.2 標準試料の熱伝導度測定結果

平成 15 年度実施の試験では測定試料（石英ガラス）と標準試料（石英ガラス）を上側と下側で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。これは平成 15 年度まで使用した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た。

本年度は上記の試料からの試料外周方向への熱移動をより抑制するため、ガードヒーターを上下 2 台とし、試料外周部の肉厚方向温度分布を試料部の肉厚方向温度分布に近づける装置改良を行った。

平成 15 年度試験で使用した石英ガラス（2 枚）を使用し、測定試料と標準試料の上下位置を変えた時の熱伝導度測定値の温度依存性を図 4.2-1 に示す。図 4.2-1 では試料温度 850

～900℃では測定試料を上側及び下側とした場合の熱伝導度測定値には約8%の差異が認められるが600℃から800℃の範囲では両者の差異は1～5%と、平成15年度試験の同じ温度範囲における9～21%に比較して小さくなった。これは装置改良による試料径方向の熱損失抑制効果によるものと考えられる。

石英ガラスの熱伝導度文献値⁴⁾(1.98～2.31 W/(m・K))を石英ガラスの真の熱伝導度(標準試料における表示値)とした場合の熱伝導度測定値の95%信頼幅(標準偏差×1.967)は±3%(±0.04 W/(m・K))となった。

4.3 粒子焼結体の熱伝導度測定結果

本年度製作したネック比の異なるYTZ粒子焼結体の熱伝導度測定結果より、粒子焼結体の熱伝導度に有意なネック比依存性が認められた。ネックングの有無による熱伝導度の増加は、UO₂転動造粒粒子において測定した1.1倍程度から、1.2～1.4倍へと増大した。これは真球度の高い粒子の使用により、粒子間の接触状態が焼結前の点接触から焼結後の面接触への理想的な変化に近づいたためであると考えられる。

高温域での熱輻射による熱移動抑制策としてHIP処理により灰色に着色した粒子を使用した。ネック比20%及び37%の粒子焼結体では試験中の白色化が生じた。これはHIP処理は還元性の大きいカーボンヒーター炉及びグラファイトるつぼ内で行われており、着色を保持するには同等の還元性を有する雰囲気、若しくは炉の昇温にともない炉壁、ヒーター、断熱材等から放出される吸着ガスの除去が必要であったものと考えられる。粒子焼結体の断面金相では粒子の大部分に灰色の微小斑点が観察されるが、ネック部を除く粒子外表面近傍では微小斑点が減少もしくは消滅しているのが認められた。雰囲気の影響を最も受けるのは粒子表面であることから、微小斑点の減少が粒子白色化に関係している可能性が考えられるが、微小斑点の存在と粒子着色状態の関係についてはなお調査が必要である。

ネック比37%の粒子焼結体で2回の熱伝導度測定値に再現性が認められたことは、粒子着色は熱伝導度に有意な影響がなかったことを意味し、これは粒子着色による輻射熱伝導の抑制効果がなかったか、あるいは熱伝導に占める輻射熱伝導の寄与が無視できる程度のものであったことを示すと考えられるが、現時点ではどちらが主因かを特定することはできない。

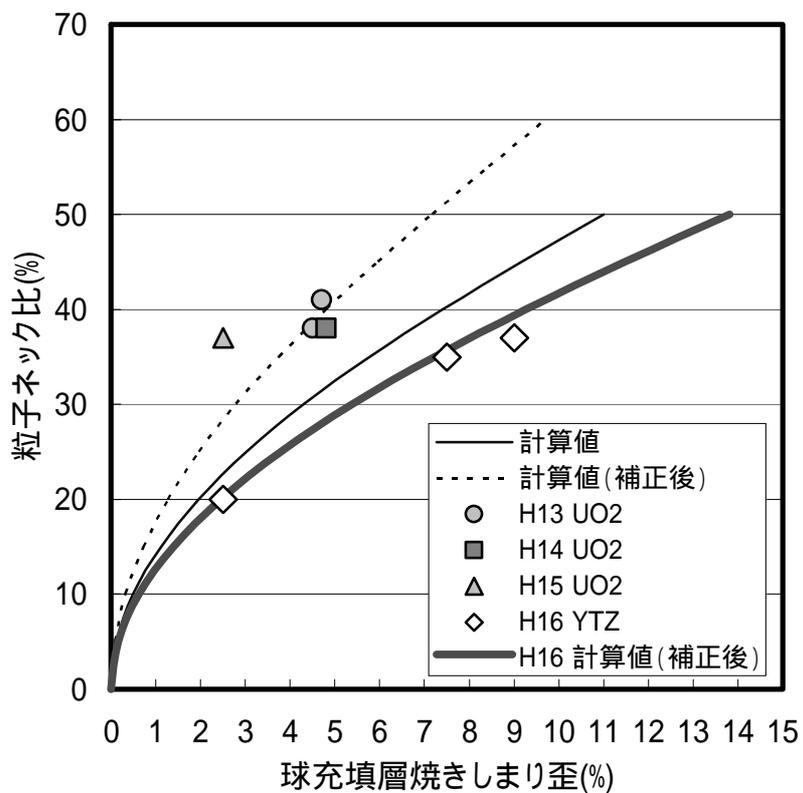


図4.1-1 粒子ネック比の焼きしまり歪量依存性(計算値)と試験データの比較

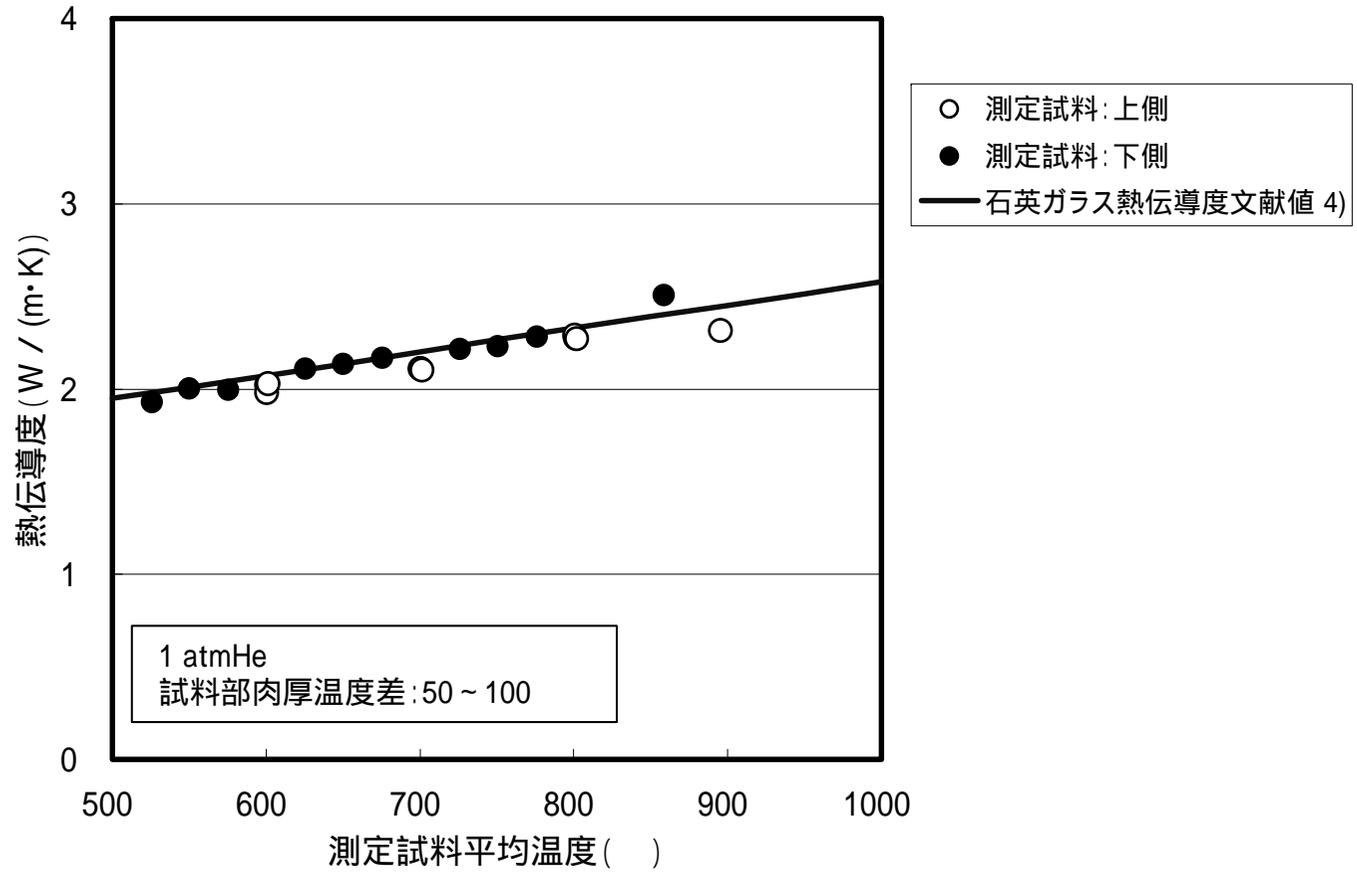


図4.2-1 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果の比較

5. おわりに

5.1 測定試料の作製

粒子焼結体製作試験では、平成 14～15 年度実施の試験で使用した転動造粒により作製した UO_2 粒子に比較すると真球度の高い YTZ 粒子を使用した。荷重負荷時初期歪量が平成 14～15 年度における真球度の低い UO_2 粒子を用いた同じ負荷荷重での試験の約 1/3 となった。これは充填層内の大部分の粒子が荷重負荷開始時点で安定な位置にあることによるものと考えられる。

先行試験により得られた焼きしまり歪条件で製作した粒子焼結体のネック比実測値はそれぞれ目標値に近い値となった。真球度の高い粒子を使用することで、ネック比の制御がより容易になるとともに、粒子ネック比と焼きしまり歪量の関係が低ネック比領域にも適用できることが判った。

粒子真球度が高いことによる粒子焼結特性に及ぼす効果として、充填層内で粒子間接触点数が多くなることによる粒子間接触荷重の均一化、接触部の形状が球に近いことによる粒子間ネッキングの均一化、さらにネック比評価精度の向上等が挙げられる。

5.2 熱伝導度測定装置の改造

本年度は平成 15 年度試験まで 1 台であったガードヒーターを 2 台（従来型）とし、測定試料及び標準試料からの径方向（熱流に対し垂直方向）への熱損失による熱伝導度測定値への影響を抑制することにより、従来より高温領域での測定を実現することを目指した。

改良装置を使用した標準試料（石英ガラス）の熱伝導度測定結果より、試料部からの熱損失抑制による熱伝導度測定精度の向上効果を確認した。また、熱伝導度測定温度範囲としては、これまでの上限 800 から 900 へ拡大した。しかし、ガードヒーターを上下 2 台としたことにより、ヒーター線温度と試料温度に差が生じ、ヒーター線（ニクロム 1 種、最高使用温度：1150）の断線防止の観点より測定試料平均温度を 900 以下とせざるを得ず、目標とした上限 1000 は達成できなかった。

より高温領域（1000 以上）での熱伝導度測定には、ガードヒーターのケーシング形状を改良し、ヒーター線温度と測定部温度との差を小さくする必要があると考えられる。

5.3 粒子焼結体の熱伝導度測定

（標準試料の熱伝導度測定）

石英ガラス（2 枚）の熱伝導度測定値の温度依存性において、試料温度 850～900 では測定試料を上側及び下側とした場合の熱伝導度測定値には約 8% の差異が認められるが 600 から 800 の範囲では両者の差異は 1～5% と、平成 15 年度試験の同じ温度範囲における 9～21% に比較して小さくなった。これは装置改良による試料径方向の熱損失抑制効果によるものと考えられる。

石英ガラスの熱伝導度文献値（1.98～2.31 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ）を石英ガラスの真の熱伝導度（標準試料における表示値）とした場合の熱伝導度測定値の 95% 信頼幅（標準偏差×1.967）は $\pm 3\%$ （ $\pm 0.04 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ）となった。

(YTZ 粒子焼結体の熱伝導度測定)

本年度製作したネック比の異なる YTZ 粒子焼結体の熱伝導度測定結果より、粒子焼結体の熱伝導度に有意なネック比依存性が認められた。ネッキングの有無による熱伝導度の増加は、 UO_2 転動造粒粒子において測定した 1.1 倍程度から、1.2 ~ 1.4 倍へと増大した。これは真球度の高い粒子の使用により、粒子間の接触状態が焼結前の点接触から焼結後の面接触への理想的な変化に近づいたためであると考えられる。

5.4 今後の課題

測定温度範囲の拡大

本年度試験ではガードヒーターを上下2台とした改良装置による標準試料の熱伝導度測定結果より、試料部からの熱損失抑制による熱伝導度測定精度の向上効果を確認した。しかし、ガードヒーター制御熱電対の装着位置を従来の内面軸方向中央部より端部に変更したことにより、ヒーター線温度と制御熱電対温度に差が生じ、ヒーター線（ニクロム1種、最高使用温度：1150℃）の断線防止の観点より測定試料平均温度を900℃以下とする必要のあることが判った。

上記対策として、ヒーターケースを熱伝導度の大きい耐熱セラミックス（例：窒化アルミニウム）とすることによりヒーターケースの均温化（軸方向位置およびヒーター線との温度差を含む）をはかるとともに、ヒーター線材質をタングステンとすることでガードヒーターの小型、高出力化を実現することが必要と考えられる。

高温領域での測定精度向上

本年度試験で測定対象とした平板試料は石英ガラスと $ZrO_2(5.5\%Y_2O_3)$ YSZ)の2種であるが、熱伝導度既知の試料は石英ガラスのみであった。装置の測定精度を把握する上で標準試料には2試料以上を用いることが有効であることから、レーザーフラッシュ法等による実測データのある材種の平板試料を入手し、標準試料に追加することが望ましい。

現行装置ではベルジャーの熱電対用フランジにおける熱電対取付本数が6本となっているが、試料外周部のガードヒーター内面の軸方向温度分布等、測定装置内の温度分布をよりきめ細かに把握し、ヒーター出力制御に反映させることが900℃以上の高温領域での測定精度を向上させる上で有効である。具体的には熱電対用フランジの改良等により熱電対取付可能本数を増やすことが考えられる。

粒子ネック比測定精度の評価

本年度実施した粒子焼結試験では真球度の高い粒子を使用することにより、焼きしまり歪量によるネック比制御がより容易となり低ネック比の粒子焼結体を製作することができた。

現在、粒子焼結体の重要な特性値であるネック比の測定に使用している金相観察法ではネック比条件の異なる粒子焼結体のネック比の差違を捉えており、金相観察法はネック比測定法として十分使用可能と考えられる。

しかし、粒子間のネックングが3次的に生じているのに対し、金相観察法によるネック比測定は2次元で観察しており、粒子間のネックング状態とネック比測定値の関係を把握しておく必要がある。その方法として粒子焼結体から採取した粒子の破面観察によるネック比測定値と金相観察法によるネック比測定値の比較が考えられる。

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) 日本化学会：化学便覧 改訂 3 版 基礎編 、丸善 (1984)
- 4) 日本熱物性学会編：熱物性ハンドブック、養賢堂 (1990)
- 5) 水野峰雄、他：“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 JNC TJ8430 2004-001 (2004)

付録

標準試料熱伝導度測定における低熱伝導度測定値の原因調査結果

1. 背景

図 1.1 に示すように ZrO_2 の初回熱伝導度測定値は H14 年度測定値に比較して 15～20% 低めの値となった。また測定時の中間均熱板中心温度(TC2)は均熱条件では中間均熱板外周温度(TC4)と同等なのに対し、温度勾配をつけた条件では TC4 より有意に低い温度となった。その原因を調査するため、 ZrO_2 の測定に使用したのと同じ装置体系で、熱伝導度既知の石英ガラス(5mmt)の測定を実施した。

ZrO_2 の初回熱伝導度測定における測温履歴を図 1.2、熱伝導度測定結果を表 1.1 に示す。

2. 調査結果

2.1 石英ガラスの熱伝導度測定(1)

ZrO_2 の初回熱伝導度測定に使用した装置体系による石英ガラスの熱伝導度測定結果を図 2.1 および表 2.1 に示す。図 2.1 では石英ガラスの熱伝導度測定値は文献値に対し約 15～20%低く、 ZrO_2 の測定値と同等の結果となり、熱伝導度測定値が低くなったのは装置の系統的要因によるものと考えられた。

そこで測定装置の熱電対装着部を点検したところ、中間均熱板中心温度測定用熱電対(TC2)のスポット溶接部の剥離が確認された。図 2.2 に示すように中間均熱板の TC2 装着用スリットは中間均熱板の下側に位置しており、熱電対スポット溶接部が剥離すると試料温度勾配がついた状態では熱電対指示温度は低い側となり、上記の TC2 測定値が低くなった説明がつくことが判った。

2.2 石英ガラスの熱伝導度測定(2)

TC2 熱電対を中間均熱板に再溶接後、再度測定した石英ガラスの熱伝導度測定結果を図 2.1 中及び表 2.2 に示すが、熱伝導度測定値は文献値と良く一致することが確認された。

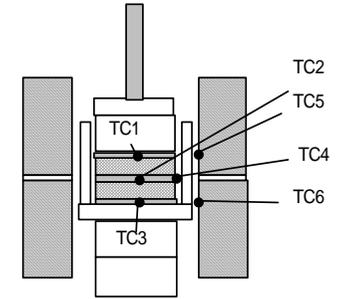
TC2 スポット溶接部修理前及び修理後の熱伝導度測定における測温履歴を図 2.3 及び図 2.4 に示す。

3. その他

標準試料の熱伝導度測定値が低くなる原因が特定されたことより、同じ装置体系での ZrO_2 試料の熱伝導度再測定(2回)を実施した。(測定結果は報告書に記載)

なお、原因が特定されない場合の対策案として外周を SUS で被覆され除熱性が大きいガードヒーター(GH1)を下側とする案が考えられたが、従来の下側ガードヒーター(GH2)は電流値が大きい 100V 仕様であり、電流値が大きいとヒーター線の僅かな劣化が断線につながり易く温度条件が低い側での使用が望ましいことから、ガードヒーター位置は変更しないものとした。

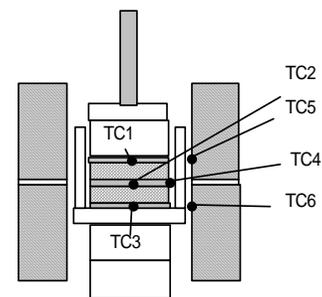
表 1.1 ZrO₂(5.5wt%Y₂O₃ YSZ) の初回熱伝導度測定結果



下部	材質	肉厚	上部	材質	肉厚
標準	石英ガラス	(mm)	測定	ZrO ₂	(mm)
		5.09			5.03

測定 No	He 圧力 (atm)	目標測定試料平均温度 (°C)	目標(測定試料+標準)試料肉厚温度差 (°C)	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 (°C)	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 (°C)	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 (°C)	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 (°C)	上部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板中央温度 (°C)	下部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板外周温度 (°C)	GH1内面温度 (°C)	GH2内面温度 (°C)	測定試料平均温度 (°C)	測定+標準肉厚温度差合計 (°C)	標準試料平均温度 (°C)	試料部平均温度 (°C)	測定試料温度差 (°C)	標準試料温度差 (°C)	(j)	(k)	備考		
																							(+)/2	-
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6											
	1	100	0	100	100	100	100	99.1	101.2	98.7	100.8	100.6	99.8	100.1	0.4	99.9	98.9	-2.1	2.4					
	1	200	0	200	200	200	200	199.4	201.5	199.8	200.2	200.9	200.1	200.4	-0.4	200.6	199.6	-2.1	1.8					
	1	300	0	300	300	300	300	299.3	301.1	299.9	300.0	300.6	300.2	300.2	-0.6	300.5	299.6	-1.7	1.1					
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	401.0	400.3	399.2	400.1	400.2	400.2	-0.8	400.7	399.9	-1.5	0.6					
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	501.0	499.8	498.4	500.5	500.1	500.4	0.0	500.4	499.8	-1.2	1.2					
1	1	600	50	613	588	625	575	612.8	588.6	562.6	589.7	613.6	563.0	600.7	50.3	575.6	587.7	24.2	26.0	1.99	2.11			
2	1	600	100	625	575	650	550	624.8	577.3	524.4	581.4	625.5	525.1	601.0	100.3	550.9	574.6	47.4	52.9	1.96	2.16			
3	1	600	150	638	563	675	525	638.3	567.1	487.2	572.8	638.7	488.2	602.7	151.2	527.1	562.8	71.3	79.9	1.93	2.14			
4	1	600	200	650	550	700	500	650.3	555.4	448.8	564.7	650.6	448.5	602.8	201.5	502.1	549.5	94.9	106.6	1.90	2.11			
5	1	600	250	663	538	725	475	663.0	547.3	412.3	557.7	663.8	434.6	605.2	250.8	479.8	537.6	115.7	135.1	1.87	2.16			
6	1	700	50	713	688	725	675	713.1	687.4	662.9	688.7	713.4	663.3	700.3	50.3	675.1	688.0	25.8	24.5	2.12	1.99			
7	1	700	100	725	675	750	650	725.1	675.4	624.8	679.2	725.5	625.1	700.2	100.3	650.1	674.9	49.6	50.7	2.09	2.11			
8	1	700	150	738	663	775	625	738.5	663.4	587.3	670.4	738.6	588.1	700.9	151.2	625.4	662.9	75.2	76.0	2.05	2.05			
9	1	700	200	750	650	800	600	750.6	651.4	549.1	661.6	750.8	549.9	701.0	201.5	600.3	649.8	99.1	102.3	2.02	2.06			
	1	800	0	800	800	800	800	800.4	800.5	800.1	798.4	800.2	800.1	800.5	0.4	800.3	800.3	0.0	0.4					
10	1	800	50	813	788	825	775	813.4	786.9	762.4	788.0	813.4	763.1	800.2	51.0	774.7	787.9	26.5	24.5	2.26	2.06			
11	1	800	100	825	775	850	750	825.3	772.6	724.2	777.1	825.7	725.3	799.0	101.2	748.4	774.8	52.8	48.4	2.22	2.01			
12	1	800	150	838	763	875	725	838.7	761.1	687.6	769.1	838.8	687.9	799.9	151.1	724.4	763.2	77.6	73.5	2.19	2.05			
13	1	800	200	850	750	900	700	850.7	747.9	649.4	759.2	851.2	650.3	799.3	201.3	698.7	750.1	102.8	98.5	2.15	2.04			
14	1	900	50	913	888	925	875	913.8	886.5	863.6	887.7	913.3	863.5	900.1	50.2	875.0	888.7	27.3	22.9	2.40	2.00			

表 2.2 石英ガラスの熱伝導度測定結果 (TC2スポット溶接修復後)



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

測定 No	He圧力 (atm)	目標測定試料平均温度 (°C)	目標(測定試料+標準)試料肉厚温度差 (°C)	上部ガードヒーター (GH1) 設定温度 (°C)	下部ガードヒーター (GH2) 設定温度 (°C)	上部プレートヒーター (PH1) 設定温度 (°C)	下部プレートヒーター (PH2) 設定温度 (°C)	上部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板中央温度 (°C)	下部均熱板中央温度 (°C)	中間均熱板外周温度 (°C)	GH1内面温度 (°C)	GH2内面温度 (°C)	測定試料平均温度 (°C)	測定+標準肉厚温度差合計 (°C)	標準試料平均温度 (°C)	試料部平均温度 (°C)	測定試料温度差 (°C)	標準試料温度差 (°C)	(j)		備考
																				標準試料熱伝導度 (W/(m·K))	測定試料熱伝導度測定値 ((W/(m·K)))	
	1atmHe							TC1	TC2	TC3	TC4	TC5	TC6	(+)/2	-	(+)/2	(+)/2	-	-			
	1	100	0	100	100	100	100	99.4	101.1	99.4	100.8	100.7	100.2	100.3	0.0	100.3	99.4	-1.7	1.7			
	1	200	0	200	200	200	200	199.5	201.6	199.8	200.0	200.5	200.1	200.5	-0.2	200.7	199.6	-2.1	1.8			
	1	300	0	300	300	300	300	299.7	301.6	300.1	299.2	300.3	300.3	300.6	-0.4	300.8	299.9	-1.9	1.5			
	1	400	0	400	400	400	400	399.5	401.4	399.7	399.2	400.4	400.0	400.4	-0.2	400.6	399.6	-1.9	1.6			
	1	500	0	500	500	500	500	499.8	500.0	499.8	498.4	500.6	500.2	499.9	0.0	499.9	499.8	-0.2	0.2			
1	1	600	50	613	563	613	563	612.8	588.0	562.7	587.2	613.5	563.2	600.4	50.2	575.3	587.8	24.8	25.3	1.99	2.02	
2	1	600	100	625	525	625	525	625.5	575.3	524.4	574.6	625.7	525.5	600.4	101.0	549.9	575.0	50.2	50.9	1.96	1.98	
3	1	600	150	638	488	638	488	638.3	564.8	487.3	564.3	638.6	488.2	601.6	151.1	526.0	562.8	73.5	77.5	1.93	2.03	
4	1	700	50	713	663	713	663	713.3	688.1	663.0	687.2	713.5	663.3	700.7	50.3	675.6	688.1	25.1	25.1	2.12	2.11	
5	1	700	100	725	625	725	625	725.2	675.3	624.8	674.4	725.6	625.4	700.2	100.4	650.0	675.0	49.9	50.6	2.09	2.11	
6	1	700	150	738	588	738	588	738.6	664.0	587.3	664.0	738.6	588.5	701.3	151.3	625.7	663.0	74.6	76.7	2.06	2.10	
7	1	800	50	813	763	813	763	813.8	788.7	763.3	786.5	813.4	763.6	801.2	50.5	776.0	788.6	25.1	25.4	2.26	2.27	
8	1	800	100	825	725	825	725	825.3	776.0	725.1	775.2	825.7	725.3	800.7	100.3	750.5	775.2	49.3	51.0	2.22	2.29	
9	1	800	150	838	688	838	688	838.9	764.8	687.6	764.8	838.9	688.8	801.9	151.3	726.2	763.3	74.1	77.2	2.19	2.27	
10	1	900	50	913	863	913	863	914.0	876.7	840.3	875.2	912.8	832.6	895.3	73.7	858.5	877.1	37.3	36.4	2.38	2.31	

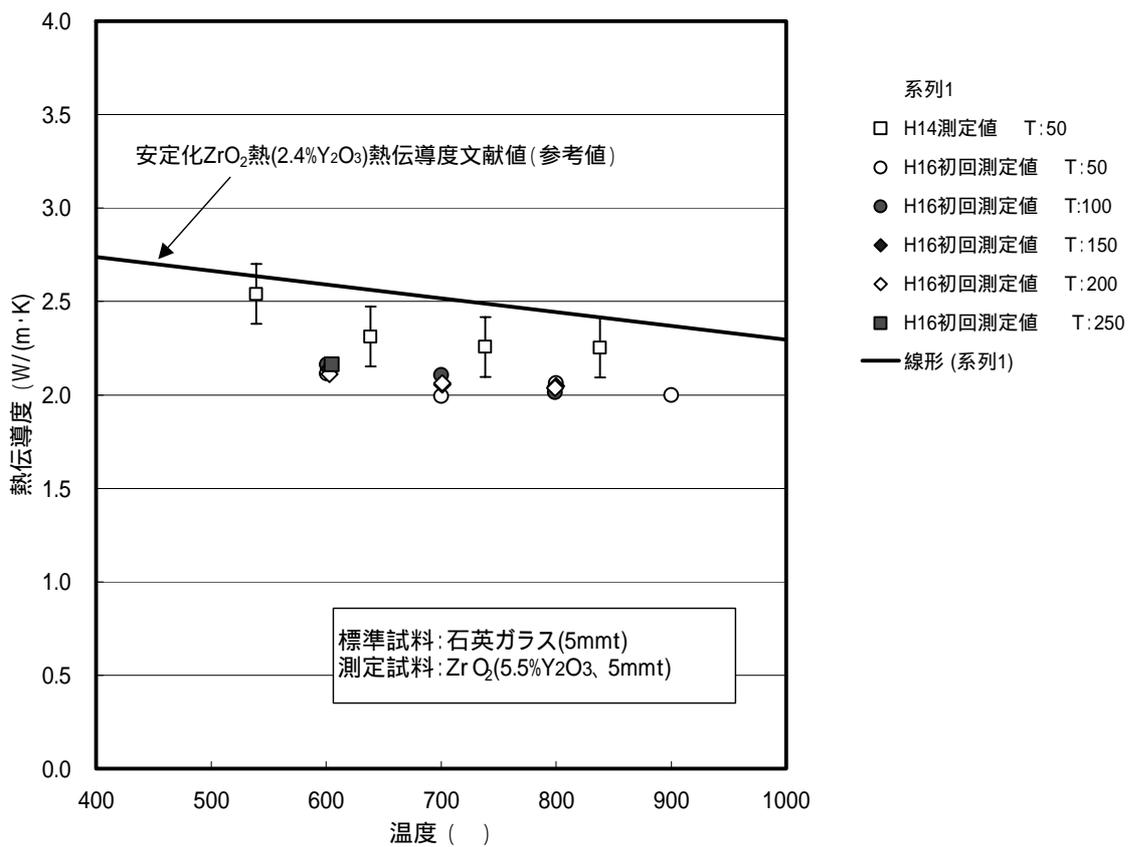


図1.1 ZrO₂熱伝導度測定値の比較

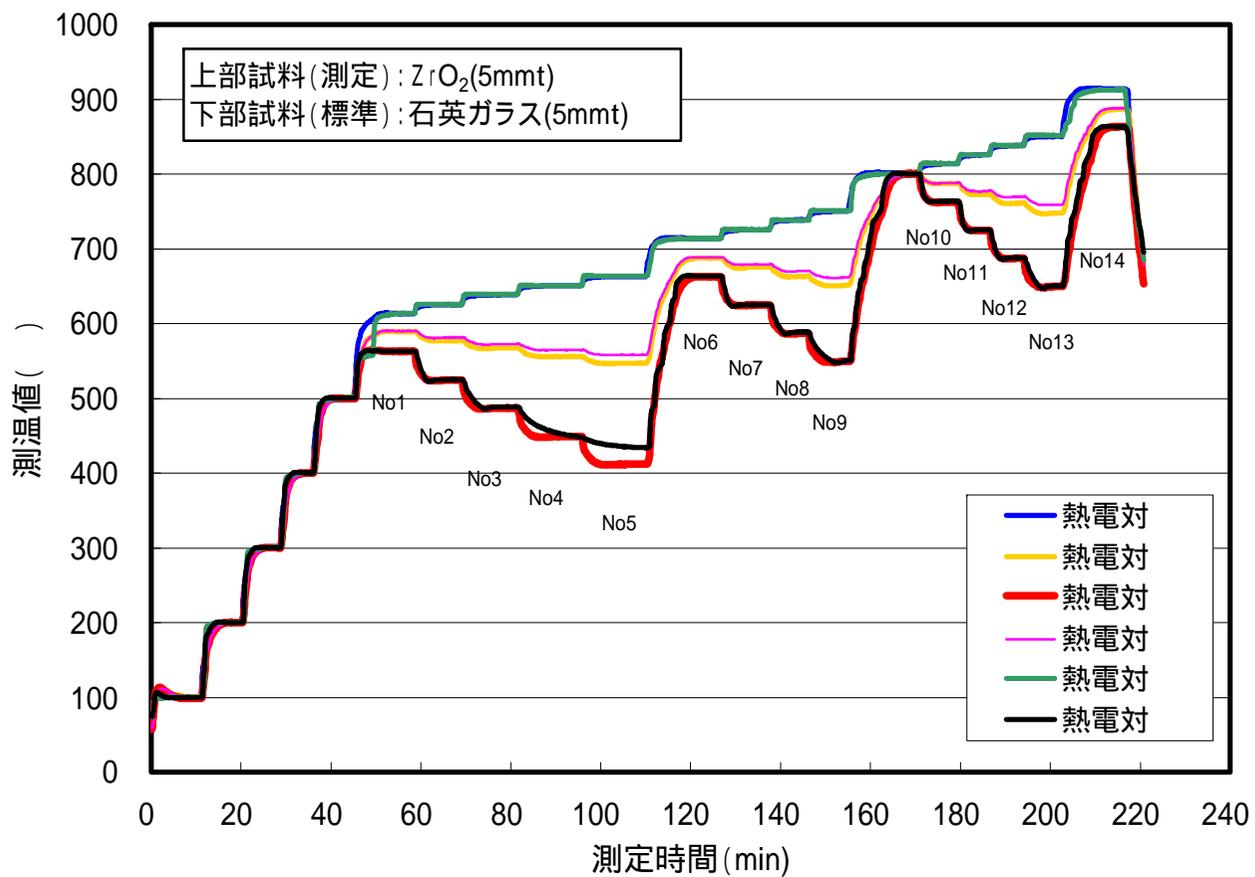


図1.2 $ZrO_2(5.5\%Y_2O_3 YSZ)$ の初回熱伝導度測定における測温履歴

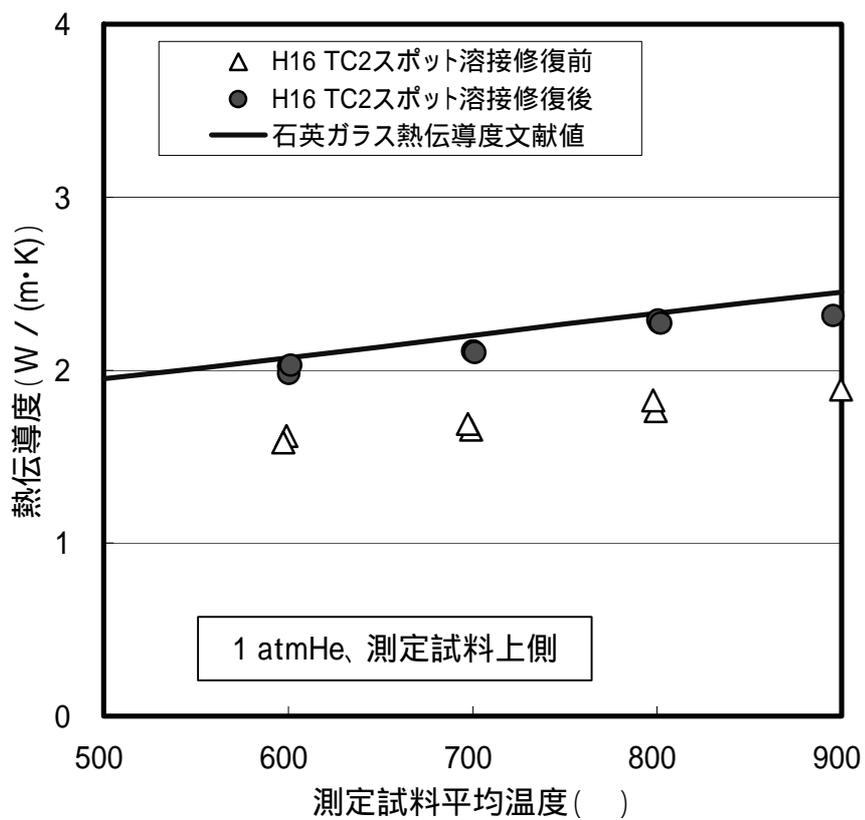
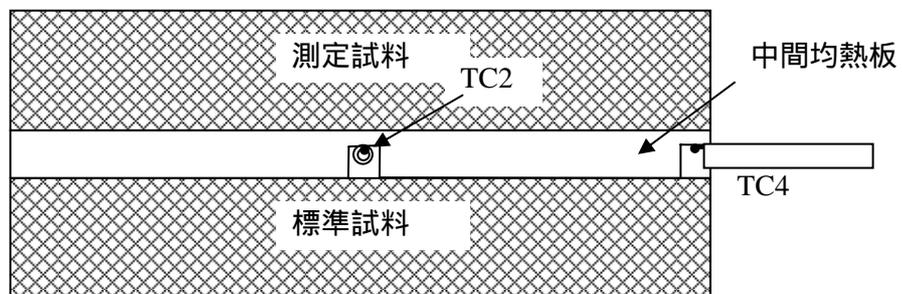
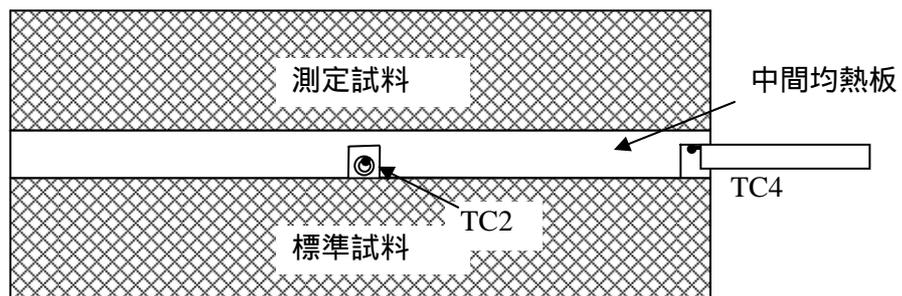


図2.1 標準試料(石英ガラス)の熱伝導度測定結果



(a) TC2 及び TC4 スポット溶接状態



(b) TC2 スポット溶接剥離状態

図 2.2 中間均熱板内の熱電対 (TC2 及び TC4) の装着位置

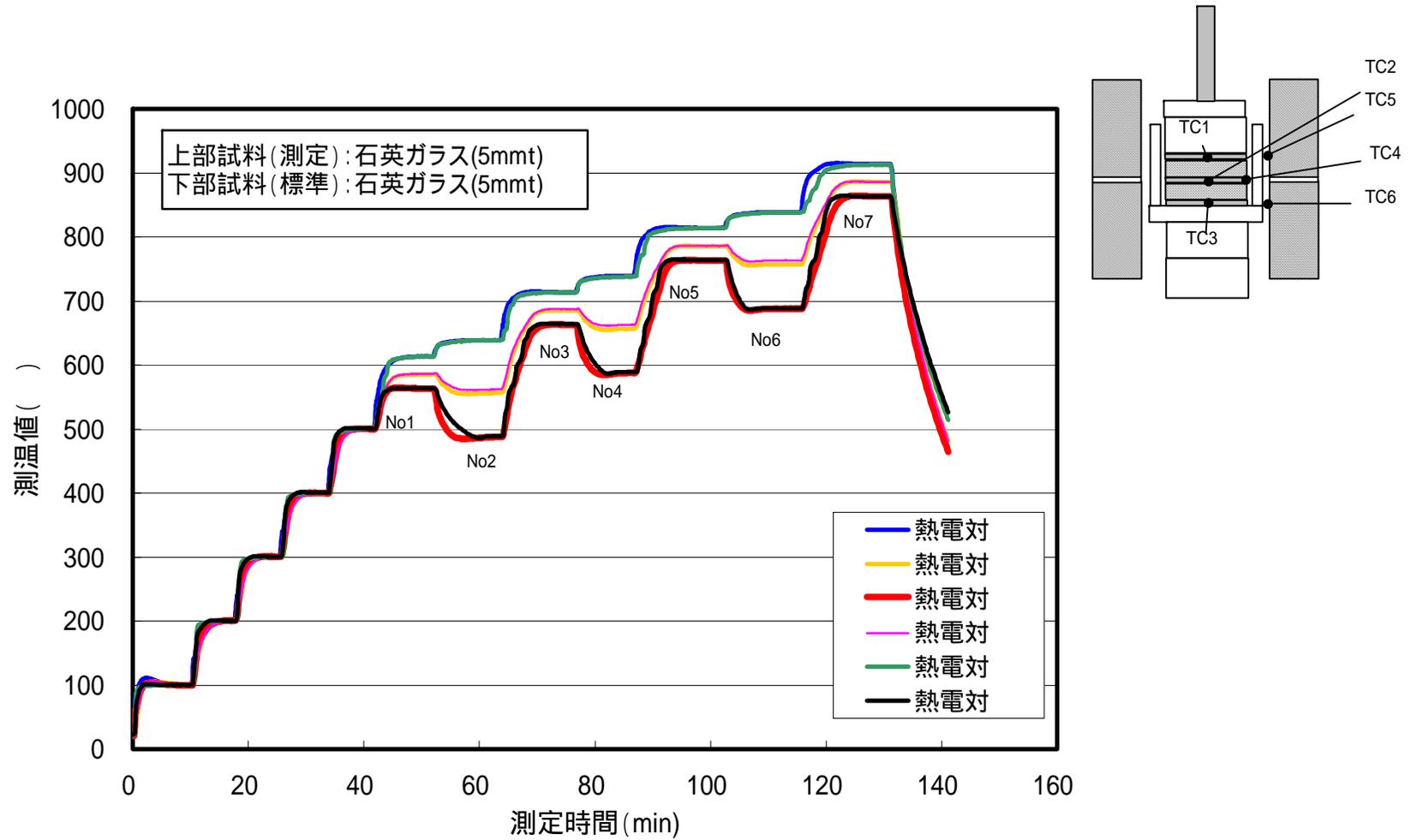


図2.3 標準試料(石英ガラス)熱伝導度測定(TC2スポット溶接修理前)における測温履歴

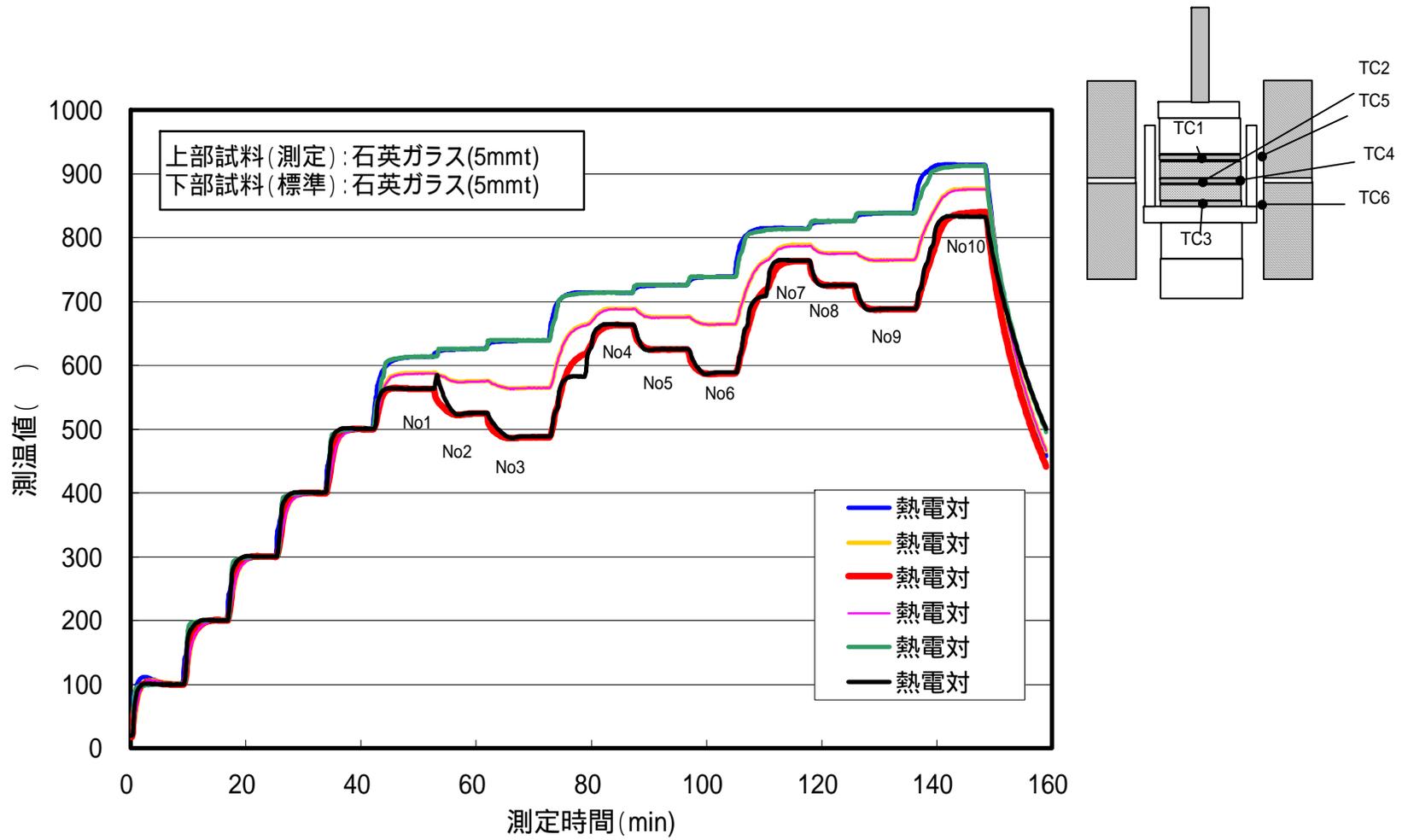


図2.4 標準試料(石英ガラス)熱伝導度測定(TC2スポット溶接修理後)における測温履歴