

ショートプロセス技術開発計画
－基礎試験実施計画書－
(技術報告)

1999年4月

核燃料サイクル開発機構
東海事業所

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下さい。

〒319-1194 茨城県那珂郡東海村大字村松 4-33

核燃料サイクル開発機構 東海事業所

運営管理部 技術情報室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technical Information Section,

Administration Division,

Tokai Works,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-33 Muramatu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, 319-1194

Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
1999

(S)

ショートプロセス技術開発計画
－基礎試験実施計画書－
(技術報告)

山口 俊弘*、大代 操*、小幡 真一*
木原 義之**、遠藤 秀男**

要 旨

FBR発電コストの低減に向け、MOX燃料製造コストを低減することが重要課題の一つと考えられる。

MOX燃料製造コストの低減は、①建設費、②運転費及び③部材費のそれぞれの低廉化することが重要である。そして、この低廉化は主として設備・機器の高度化・コンパクト化とプロセスの合理化等により達成することができる。

この開発ステップとして、プロセスの簡素化による設備数の削減、稼働率の向上、製品品質の安定化、ホールドアップ量の低減、核物質搬送の効率化や運転員の削減による運転費の削減のためのプロセスの合理化を初めに進めることができると考えている。

そこで、このプロセスの合理化の方策として、平成7年に「ショートプロセス技術開発」が提案された。また、平成10年度の外部評価委員会での審議を受け、了解が得られた。

本計画書は、ショートプロセス技術開発の概要を述べるとともに、今後の4年間で実施する基礎試験の実施計画書を示したものである。

* プルトニウム燃料センター 製造加工部 技術開発室

** 環境・保全センター 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
兼 プルトニウム燃料センター 製造加工部 技術開発室

目 次

1.はじめに	1
2.ショートプロセス技術開発の概要	1
2.1 ショートプロセスの概念	1
2.2 ショートプロセスにより得られるメリット	2
2.3 技術開発の目標	3
2.4 技術開発の進め方	3
3.基礎試験の概要	4
3.1 基礎試験の目的	4
3.2 基礎試験の進め方	5
4.試験内容	6
4.1 Pu富化度調製技術開発	6
4.2 粉末流動性改良技術開発	7
4.3 ペレット直接成型試験及び焼結試験	10
4.4 ペレット溶解性評価試験	15
4.5 ダイ潤滑型成型機の開発	16
4.6 粉末気流搬送システム開発	17
4.7 各試験におけるC&R項目の判断基準	18
4.8 試験スケジュール	18
5.試験実施体制	18

1. はじめに

事業団では、原料粉の製造から焼結ペレット法による一貫したMOX燃料製造技術開発を行ってきており、約30年にわたる技術開発の結果、これらの技術についてはほぼ確立できた。今後は、FBR発電コストの低減に向け、MOX燃料製造コストを低減することが重要課題の一つと考えている。

MOX燃料製造コストの低減は、①建設費、②運転費及び③部材費のそれぞれを低廉化することが重要である。しかし、前二者は主として設備・機器の高度化・コンパクト化とプロセスの合理化等により達成することができる。

このMOX燃料製造プロセスを合理化するための方策は、原料粉を直接成型する「ショートプロセス技術開発」を平成7年度の報告と講演の会で提案するとともに、平成10年度の外部評価委員会での審議を受け、了解が得られた。

ショートプロセス技術開発は、最初の4年間を基礎試験期間として技術の成立性確認を行う。この結果についての外部評価委員会によるチェック&レビューを経て次のステップである小型試験設備の整備とそれを使用した小規模試験を実施し、システムとして性能が現行プロセスよりも優れていることを確認する。その後、「もんじゅ」中空ラインでペレット量産性を確認して技術を実証するとともに、最終的には実規模プラント(50トンMOX/年規模)の設計及び運転等のエンジニアリング技術を蓄積し、必要に応じてプラントの設計情報を提供できる準備を整えて技術を完成させ、2015年にはショートプロセス技術開発を完了する。

本計画書は、ショートプロセス技術開発の概要を述べるとともに、今後の4年間で実施する基礎試験の実施計画を示したものである。

2. ショートプロセス技術開発の概要

2.1 ショートプロセスの概念

ショートプロセスの概念フローを現行プロセスと比較して図2.1に示す。

現行プロセスは、MOX(Pu/U=1/1)粉末、UO₂粉末、乾式回収粉末の3種類を所定のPu/U比に調整するための混合、ペレット成型のための添加剤混合、添加剤を除去するための予備焼結・脱ガスなどを含め、全部で23の工程から構成されている。このプロセスは、粉末取扱い工程が多いことによる設備内核物質滞留量の増大、工程数が多いことによるメンテナンス頻度あるいは運転員の被ばくの増大などの問題に加え、原料粉末が3種類であることにより焼結挙動に影響を与える因子が多くなるという問題がある。

これらの問題の因子を整理すると次の2つに集約できる。

- ①3種類の原料粉末を用いていること。
- ②添加剤混合・造粒を経てペレット成型していること。

上記の問題を解決するため、「転換施設でのプルトニウム-ウラン富化度調整とMOX施設での直接ペレット成型」を基本とする以下のような開発あるいは改善を図る。

- ①プルトニウム-ウランを溶液段階で、燃料仕様に合ったPu富化度調整を行うとともにペレット成型に適した流動性のあるMOX粉末を製造する技術を開発することにより、秤量、均一化混合、造粒工程を削除する。

- ②原料粉末に潤滑剤を添加せず、ペレット成型時にダイスの内側に潤滑剤を塗布するダイ潤滑型成型機を開発することにより、添加剤混合、予備焼結、脱ガス工程を削除する。
- ③ペレットの寸法／密度検査、外周研削及び外観検査の4工程を一括して行なえる機能複合化設備を開発し、検査工程を簡素化するとともに、設備設置スペースの低減を図る。また、気流搬送技術を用いることによって、MOX粉末の搬送経路及びMOX粉末保管スペースの削減を図る。
- ④各工程から規格外品等として回収される粉末／ペレットを硝酸に溶解し、Pu富化度調整のための溶液混合にリサイクルすることにより、乾式回収工程を削除する。

2.2 ショートプロセスにより得られるメリット

ショートプロセスは現行プロセスを簡素化して工程数を大幅（8工程）に削減する技術であることから、ショートプロセス技術が完成することにより、建設費が低減するとともに、生産性向上、運転員の削減、廃棄物発生量の低減等により運転費を低減化することが可能となり、経済性が向上する。ショートプロセスにより得られるメリットを図2.2に示す。

なお、従来の転換工程はPu/U比が1となるよう溶液混合していたが、ショートプロセスを実施することにより、Pu/U比を3/7に調整するため、転換工程でのPuの処理能力を従来通りとするためには、設備規模を5/3倍にする必要があり、その分のコストアップが考えられるが、再処理コストに占める転換コストは極わずかであり、全体に及ぼす影響は小さいと考えられる。

(1)建設費低減効果

ショートプロセス技術が完成することによって、原料調製、粉末調製、製品検査及び回収品リサイクルの各プロセスが大幅に簡素化される。その結果、ペレット製造工程のコンパクト化が図れ、単位面積当たりの生産能力が向上し、設備投資額の低減が見込まれる。

(2)生産性向上

①稼動率の向上

工程設備が少ないとことから、設備の停止及び再立ち上げ期間が短縮できるとともに、中間査察の前の設備内クリーンアウト作業時間の削減が期待でき、200日/年から250日/年まで稼動率が向上する。

②製品品質の安定化

ショートプロセスは、原料粉末が従来の3種類(MOX粉末+UO₂粉末+乾式回収粉末)から均一性のある1種類になるため、ペレット焼結時の制御因子が単純化でき、また、溶液段階で原料調整するため、焼結ペレット中のプルトニウムスポットの発生が防止できる。さらに、各工程から回収される規格外品は、乾式回収ではなく硝酸に溶解後、溶液混合して原料粉末に転換して再利用する。これらにより安定した製品品質並びに製品収率が期待できる。

③ホールドアップ量の低減

ペレット製造プロセスで最も滞留量が多い粉末工程を大幅に削減できることから、設備内に滞留する核物質量を従来プロセスの20%程度以下にまで低減することができる。

④核物質搬送の効率化

MOX粉末の気流搬送方式の導入により、容器への粉末詰替工程が削減され、核物質搬送の効率化が図られる。

(3)運転員の削減

工程の大幅な削減及び設備数の低減による保守・点検頻度が極端に軽減することから、運転員が約半分にまで削減できる。

(4)廃棄物発生量の低減

工程数が約1/3、運転員が約1/2となることから、毎日発生するチオックス等の管理器材 I 廃棄物（主に、難燃物）の量が、約1/6までに低減できる^{注1)}と予想される。また、設備数の大幅な削減に伴い、設備機器の保守・点検頻度が減少し、機器の交換等、これに伴う放射性廃棄物（主に、不燃・可燃物）が減少する。

さらに、設備に取り付けられるグローブ数も大幅に減少することから、グローブの定期交換に伴い発生する放射性廃棄物（主に、難燃・可燃物）が減少する。

このように、放射性廃棄物及び廃棄物処理費が大幅に低減できる。

注1)：現行の23工程それぞれから発生する廃棄物量は同じと仮定した場合の検討であり、実際は、粉末取扱い工程から発生する廃棄物量が多く、ショートプロセスではこの粉末取扱い工程を削除するため、この値以上の廃棄物発生量の低減効果が期待できる。

2.3 技術開発の目標

ショートプロセス技術開発の到達目標は、以下に示す3項目である。

- ①50トンMOX/年規模の燃料製造プラントを建設するとした場合、MOX燃料製造コストが軽水炉用ウラン燃料加工費の3倍以下を達成すること。
- ②製品品質については、最終到達密度が「常陽」用燃料ペレット程度の理論密度(95%T.D)で製品収率95%以上^{注2)}を安定して達成すること。
- ③また実用プラントの設計・運転等のエンジニアリング技術を蓄積すること。

注2)：FBR実用化時代の燃料製造プラントである50トンMOX/年に対応する再処理施設の規模は240トンS.F./年であり、燃料製造側での製品収率を95%とした場合、発生する規格外品を再処理側へリサイクルする必要があるが、この量は2.5トンMOX/年(再処理の年間処理量の約1%)であり影響を及ぼす量ではないと考えられる。

2.4 技術開発の進め方

ショートプロセスの技術開発スケジュールを図2.4-1に示す。さらに、ショ

ートプロセス技術開発は、図2.4-2に示すように3つの開発ステップに分けて実施し、2015年頃にはショートプロセス技術を完成させる。1999年(平成11年度)からの最初の4年間を基礎試験期間とし、ショートプロセスの成立性評価及び基盤技術の確立に向けた課題解決あるいはR&Dを実施する。この基礎試験は、現行プロセスの開発や運転経験等の知見を十分活用して進める。

その後チェック＆レビューを経て、次のステップとして、基礎試験では判断できないペレットの量産性及びシステムとしての成立性を評価するために小型試験設備を整備し、これを使用して小規模試験を実施する。この小規模試験で評価が終了した技術は、逐次、プルトニウム燃料第三開発室「もんじゅ」中空ラインに導入を図り、量産実証試験を行う。

小規模試験の結果を受け、2008年頃からプルトニウム燃料第三開発室に量産設備を整備し、2012年から量産実証試験と位置付け、ショートプロセスによる「もんじゅ」中空ペレットでの量産試験を実施する^{注3)}。本試験で量産システムを実証するとともに、50トンMOX/年規模の燃料製造プラントを想定してプラントの詳細設計を構築し、放射性廃棄物の徹底した低減化、スクラップが極力発生しないプロセス等の技術的な観点及びコスト等の観点から総合評価を図り、2015年にはショートプロセス技術を完成させる。

以上の技術開発を通じて燃料製造プラントの設計および運転等のエンジニアリング技術を蓄積し、実用プラントの設計情報を提供できる準備を整える。なお、2015年頃からは、「もんじゅ」ドライバー燃料として、ショートプロセスにて中空ペレットを製造開始し、燃料を供給する。

注3）：本ケースは、現在検討している91本バンドルのもんじゅへの導入時期が最も早い場合(図2.4-3に示す)を想定した。

3. 基礎試験の概要

3.1 基礎試験の目的

基礎試験では、ショートプロセスの成立性評価及び技術の完成に向けた基盤技術の確立を目的として試験を進める。

ショートプロセスは、転換施設でのプルトニウム-ウラン富化度調整とMOX施設での直接ペレット成型を基本とし、工程を大幅に削減したプロセスであるため、まず、現在考えている大幅に簡素化したプロセスでのペレット製造の可能性を確認することが重要である。さらに、プロセスが成立するためには、①Pu富化度調整技術、②粉末流動性改良技術、③ペレット直接成型試験及び焼結試験、④ペレット溶解性確認、⑤ダイ潤滑形成型機の開発、⑥粉末気流搬送システム開発、以上の6つの基盤技術の確立が不可欠である。

Pu富化度調整技術では、Pu富化度を所定の誤差範囲(任意のPu富化度に対して2.5%^{±1)})以内に調整するため、原料受入計量槽の改良、液面微調整方法の開発及び高精度計量器の開発を行う。

粉末流動性改良としては、MH粉末のみを無造粒で直接ペレット成型するため、焙焼温度又は焙焼時間等の焙焼条件の最適化を図り、粉末流動性を向上させる。また、焙焼・還元後の粉末の特性を変化させないため、解碎条件の最適

化も行う。さらに、粉末流動性を向上させる方法の一つである、脱硝後の粉末を、粉碎・加湿して転動造粒する試験にも着手する。なお、流動性の善し悪しの目安となる指標を確立する。

また、ペレット成型・焼結条件を把握してその特性を評価し、無造粒・添加剤無添加でのペレット製造の可能性について評価し、直接ペレット成型技術を確立する。

さらに、成型時に自動的に潤滑剤を金型内側に塗布する機構を有するダイ潤滑型成型機については、技術調査を行い、機構と構造について検討評価するとともに、試作機を設計・製作する。

粉末気流搬送システム技術では、工程間の粉末搬送に用いている粉末搬送容器を廃止し、粉末搬送工程を簡素化するため、試験機を設計製作し、搬送条件と配管内粉末滞留量あるいは配管内の磨耗等の性能評価を行う。

製造プロセスから生じる規格外品は、乾式回収せず、硝酸に溶解してリサイクルするため、ショートプロセスで製造したMOX燃料の溶解性評価を行い、溶解データの蓄積を行うとともに、溶解条件の最適化を図る。

注4) : 等価フィッサイル富化公差 $\Delta \varepsilon_{Pu}$ は、Pu富化度を ε_{Pu} とした場合、 $\Delta \varepsilon_{Pu} = (0.0025 + 0.0162 \times \varepsilon_{Pu})$ で表すことができる。この式を用い、等価フィッサイル富化が 22.3 と 30.0 wt% の時、公差はそれぞれ、0.60 と 0.72 となる。従って、種々の等価フィッサイル富化燃料を考慮し、公差を 0.5 とした。なお、この公差を任意の PuO₂ 富化度に対する相対公差で表すと、2.5% になる。

3.2 基礎試験の進め方

3.1項で述べたように、基礎試験で行う開発及び試験のテーマは 6 つある。

基礎試験の実施スケジュール概略を図3-1に示す。

転換技術課で行う主テーマは、Pu富化度調整技術開発と粉末流動性改良技術開発（高温焙焼・還元試験）である。しかし、この基礎試験期間内では、ホット試験設備が整っていない等の理由から、多量の粉末を取り扱う量産試験が実施できない。従って、まず少量の溶液を取り扱うビーカースケールの試験を行い、約300 g のPu富化度調整済粉末及び熱処理を行った粉末を得る。また、その得られた粉末を、技術開発室に隨時供給する。

技術開発室では、転換技術課から供給される粉末を使用し、無造粒・添加剤無添加でのペレット直接成型試験、焼結のみで不純物を除去するための焼結試験及び粉末の流動性指標の確立、簡便測定機器の選定を行う。

なお、転換技術課で粉末調整を開始するのは、平成11年度末になる予定である。従って、製造試験Ⅰは、旧核燃料技術開発部 燃料製造プロセス開発室で、硝酸プルトニウム溶液と硝酸ウラニル溶液を用いてPu富化度が30 % になるよう溶液混合して調整した粉末を使用し、ショートプロセスの技術的 possibility について評価するとともに、ペレット直接成型に係わる課題の抽出を行う。

製造試験Ⅱは、転換技術課でPu富化度調整した粉末と、現行法である1:1 MOX粉末とウラン粉末を機械混合してPu富化度を30 % に調整した粉末から成型体及び焼結体を作製する。各粉末から得られた成型体と焼結体の特性を比

較・評価し、Pu富化度調整粉末の品質を確認する。

製造試験Ⅲは、流動性を改良した粉末を用いてペレット製造試験を行い、ペレット仕様が満足できる粉末特性を定量化する。なお、本試験で得られた結果は、隨時転換技術課へ提供し、粉末流動性向上に反映させる。

また、ショートプロセスは、予備焼結及び脱ガス工程が削除されたプロセスであるため、ペレット中の不純物（炭素、ガス等）を除去する条件を確立する必要がある。従って、焼結のみで不純物を除去する条件を把握する、焼結試験を実施する。

さらに、製造試験Ⅳは、製造試験Ⅲと高温焙焼・還元試験とから、流動性をより向上させた粉末を用い、焼結試験で確立した条件で、ペレット製造試験を行い、ショートプロセスの成立性を評価する。

なお、ペレット溶解性確認は、上述の製造試験で得られるペレットを使用し、溶解条件の最適化を行う。

また、高精度溶液計量開発や脱硝造粒試験については、まずそれぞれの方法を検討し、コールド試験設備の整備を行う。その後、ホット試験条件の確立をするため、模擬粉末を使用したコールド試験を開始する。

ダイ潤滑型成型機の開発と粉末気流搬送システム開発に関しては、技術的調査を行い、試作機を選定する。次に、試作機の設計及び試作機の製作、並びに性能試験を行い、実機設計に必要なデータを整理する。

以上の試験及び開発を実施することにより、表3-2に示す小規模試験に移行するため必要な成果を得る。その成果あるいは結果に基づき、平成14年度の外部評価委員会によるC&Rを受ける。

4. 試験内容

4.1 Pu富化度調整技術開発

(1) 目的及び実施内容

ショートプロセスにおけるPu富化度調整においては、溶液でペレット仕様を満足するプルトニウム濃度に調整するため、精度の高い混合法が必要となる。しかし、現在使用している原料溶液受入計量槽の液面調整及び計量器の精度（検量精度）では、混合溶液中のプルトニウム濃度を微調整することが困難である。

従って、本開発では、プルトニウム濃度を任意のPu富化度に対し±2.5%の誤差範囲内で調整するため、原料受入計量槽の改良及び液面微調整方法の開発、並びに高精度計量器の開発を行う。

(2) 試験内容

1) 高精度溶液計量法開発

現在用いられている送液方法の一つであるエアリフト方式の改善及び溶液槽の液面ゆれ防止対策や液面の高精度調整が可能な小型設備を試作し、コールド試験を実施する。そして、Pu富化度調整が公差2.5%の範囲内で行える見通しを図る。

2) ピーカースケール試験（試験粉末供給）

ピーカースケールにて硝酸プルトニウム溶液と硝酸ウラニル溶液をPu富化度が30%になるよう混合（混合溶液で約1ℓ）し、脱硝オーブンを用い脱硝した後約300gの粉末を得る。また、得られた粉末を製造試験設備へ供給し、脱硝体の粉体特性及び粒子表面形状等を測定・観察する。

① 試験方法

(a) 粉末調整試験

硝酸プルトニウム溶液と硝酸ウラニル溶液をピーカースケールでPu富化度が30%になるよう混合・調整する。次に、その溶液を脱硝オーブンを用い脱硝し、Pu富化度調整粉末を得る。

(b) 熱分解試験

示差熱分析装置を用い、室温から800℃までの粉末の熱重量変化を求める。

② 試験フロー

試験フローを図4.1に示す。

③ 試験場所及び試験装置

・試験場所：Pu転換技術開発施設 基礎実験室

A-128 (P-41B-02、P-41B-03、P-41B-04)

・試験装置：混合転換試験設備（A-128）、熱分析装置（A-128）、EDX付きSEM（A-128）

(3) C&R（達成すべき）項目

本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。

- ① 任意のPu富化度に±2.5%で調整することができるのか。
- ② 安定したPu富化度調整済粉末供給が可能か。
- ③ 実機設備のコストはどの位になるのか。

4.2 粉末流動性改良技術開発

(1) 目的及び実施内容

これまでの試験・研究で、脱硝後の粉末の焙焼処理温度を従来の700℃よりも高い温度で処理した時、粉末の一次粒子間でネック成長が生じ、SEM観察の結果、粒子表面がなめらかになることが分かった。（図4.2-1参照）

なお、この粉末の定量的な流動性は測定していないが、本研究では、この焙焼処理によって、従来の粉末流動性よりも優れた特性が得られるとしている。

従って本開発では、これらの結果を踏まえ、粉末の流動性を定量的に把握するとともに、これらの粉末の流動性について評価する。

また、粉末の流動性を向上させる方法の一つである、脱硝後の粉末を、粉碎・加湿して転動造粒する試験にも着手する。本試験では、この造粒法の技術的見通しを評価するため、模擬粉末を用いたコールド試験を行い、ホット

試験条件の把握を行う。

(2) 試験内容

1) 高温度焙焼・還元試験

前回の試験において、粒子の結晶形態等の特性を決定づけるのは、最初の熱処理となる焙焼温度であると推定した。そこで、本試験では、焙焼温度及び焙焼時間をパラメータにして粉末の流動性を向上させる。なお、還元温度及び還元時間は、700°Cと2時間と一定とする。

解碎試験は、小型粉碎機を用い、回転数及び粉碎時間をパラメータにし、粉末の粒度等を評価して、解碎条件の最適化を図る。なお、本試験は、技術開発室にて実施し、得られる結果を粉末流動性改良の量産設備へ反映させる。

また、本試験では、プルトニウム濃度が粉末特性（流動性）に及ぼす影響について調べるために、Pu富化度もパラメータとする。

① 試験方法

(a) 高温度焙焼・還元試験

表4.2-3に示す試験パラメータにて、Pu富化度調整したMH脱硝体を焙焼及び還元して、熱処理した粉末を得る。（始めは、Pu富化度30%をベースにした試験を行う。）

なお、得られる粉末特性の測定等については、技術開発室にて実施する。

(b) 解碎試験

熱処理した粉末を用い、小型粉碎機の回転数や粉碎時間等をパラメータにし、得られる粉末の粒度等を評価する。その結果から、解碎の最適条件を把握する。

② 試験フロー及び試験パラメータ

試験フローを図4.2-2及び試験パラメータを表4.2-3に示す。

③ 試験場所及び試験装置

・試験場所：第1開発室

R-232 (G-4)、R-134 (G-40)、R-129 (G-56、65)

Pu転換技術開発施設 基礎実験室

A-128 (P-41B-03、P-41B-04)

・試験装置：粉末試験設備 (R-232)、SEM (R-134)、製造試験設備 (R-129)、混合転換試験設備 (A-128)、EDX付きSEM (A-128)

2) 脱硝造粒試験

本試験では、脱硝皿の回転数及び回転角度、湿度等をパラメータにしたコールド試験を行い、ホット試験条件を設定する。

また、ファインセラミックスなどの一般産業界においては、原料粉末の造粒にSpray Dry法や流動床による造粒法が用いられている。これらの造

粒法についても技術的調査を行い、調査結果を整理する。その後、MOX 製造に適した造粒法を選定する。

① 試験方法

表4.2-5に示す試験パラメータにて、模擬粉末を用いたコールド試験を行う。

② 試験フロー及び試験パラメータ

試験フローを図4.2-4及び試験パラメータを表4.2-5に示す。

③ 試験場所及び試験装置

・試験場所：Pu転換技術開発施設 基礎実験室

A-128 (P-41B-03, P-41B-04)

・試験装置：混合転換試験設備 (A-128) 、EDX付きSEM (A-128)

3) 粉末流動性評価試験

ショートプロセスでは、Pu富化度調製粉末の直接ペレット成型が基本となるため、ダイスにスムーズに、かつバラツキなく充填できる流動性の良い粉末が必要不可欠となる。しかし現在、流動性についての指標が確立されていないため、流動性の向上についての目安となる判断材料がない。そこで、流動性に関する国内外の文献等を利用し、種々の測定方法や測定機器について調査及び整理する。次に、測定機器をグローブボックス内で取り扱うため、(a)操作性、(b)機器の容積、(c)メンテナンス性及び(d)測定に必要な粉末量などの項目を考慮し、最適な流動性評価法を、選定あるいは開発する。さらに、決定した方法から得られる値と成型しやすさ等の特性との総合判断から、流動性の指標を確立する。

一般に、流動性については、粉体の安息角・圧縮度・スパチュラ角度・均一度からの総合判断やオリフィスからの流出速度から表されている。さらに流動性は、粉体の力学的諸物性間の関係を示した表4.2-6中の粉体の垂直応力と剪断応力との関係から求められる破壊包絡曲線を基礎とした値から表現される。

さらに、Pu富化度調整粉末を使用し、熱処理（約100°Cから150°CでO/M比が急激に変化する）を施しO/M比を変化させる。その粉末を使用し、O/M比が流動性に及ぼす影響について調べる試験も実施する。

① 試験方法

(a) 流動性試験

ストロンチウム、バリウムフェライト、モリブデン粉末及び多種酸化物粉末並びに三菱高活性ウラン粉末^{注5)}について流動性測定機を使用し、その粉末の流動度を測定する。また、R-232の粉末試験設備を用い、試料粉末の粒度分布、比表面積等を求める。

注5) : UF₆ガスを蒸気で乾式加水分解し、UO₂F₂水溶液と4HFに分離させ、焙焼・還元より得たUO₂粉末である。従来のADU法より得られた粉末より、比表面積が大きく、流動性の目安である安息角が小さい（流動性が良い）。

(b) 流動性指標の確立

(a)で使用した粉末の成型のしやすさ（成型体高さあるいは充填量のバラツキ等）を求め、流動度と成型しやすさの関係から流動性指標を決定する。

(c) O/M比の影響評価試験

Pu富化度が30%に調整された粉末を使用し、熱処理によりO/M比を変化させる。O/M比が変化した粉末を用い、粉末特性を測定する。

② 試験パラメータ

試験パラメータを表4.2-7に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.2-8に示す。

④ 試験場所及び試験装置

・試験場所：第一開発室

R-232 (G-4)、R-134 (G-40)、R-129 (G-56、65)

燃料製造機器試験室（モックアップ室）

・試験装置：粉末試験設備 (R-232)、走査型電子顕微鏡 [SEM]

(R-134)、流動性測定機、製造試験設備 (R-129)

(3) C&R（達成すべき）項目

本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。

- ① 粉末がダイスにスムーズに、かつ安定に供給できるように向上させることができたか。
- ② 流動性指標の確立ができたか。
- ③ 流動性を測定する簡便な機器の選定ができたか。

4.3 ペレット直接成型試験及び焼結試験

(1) 目的及び実施内容

無造粒・添加剤無添加粉末を使用したペレット成型の可能性評価及び予備焼結と脱ガス工程を削除するための焼結条件の把握を行う。

本試験では、Pu富化度調整された粉末を用いた以下に示す、ペレット製造試験と焼結試験を実施する。

①ペレット製造試験は、転換技術課から供給されるPu富化度調整粉末と粉末流動性改良粉末を使用し、無造粒で直接成型が可能か否かを評価する。

また、従来法である機械混合法から得られるペレットとPu均一性、焼結密度やグリーンペレットの収縮特性等の焼結特性を比較する。

②焼結試験は、焼結のみで、十分脱ガスが可能であることを確認する。

(2) 試験粉末

本試験で使用する試験粉末をまとめて表4.3-1に示す。

(3) 試験内容

1) 製造試験 I

マイクロ波加熱脱硝法による転換粉末の特性を調べるため、従来の1:1MOX粉末を用い造粒有り及び無しでペレットを調製し、その成型及び焼結特性について調べる。ただし、造粒無しの場合については、通常の成型高さ（充填量）20mmは不可能だと考えられるので、成型可能な限界ペレット高さを把握する試験も同時に行う。また、ダイ潤滑型成型機の開発に反映させるため、ルブリカント量をパラメータにして試験を行い、ルブリカント塗布量の最適量を求める。

次に、旧燃プロ室で調製を行った粉末^{注6)} [(Pu0.3U0.7)O₂、50 g] を用い、富化度調整した粉末の持つ粉体特性を調べる。さらに、その粉末を使用し造粒無しで上記の試験で把握したペレット高さで中実ペレットの成型・焼結を行い、その成型性・焼結性を把握する。

得られた結果より、ショートプロセスの技術的可能性を評価するとともに、ペレット直接成型に係わる課題を摘出、整理する。

注6) : Np含有MOX粉末を得るためにリファレンスとして、ピーカースケールで硝酸Pu溶液と硝酸U溶液を混合・調整し、マイクロ波脱硝、粉碎（めのう乳鉢にて手粉碎）、焙焼・還元（焙焼：400°C × 2時間、750°C × 2時間、還元：750°C、3時間）された粉末である。

① 試験方法

(a) 1:1MOX粉末ペレット調製

1:1MOX粉末を用い、バインダーを混合せず造粒有り及び無しでペレットを成型・焼結する。なお、成型時にはステアリン酸亜鉛をアセトンを溶媒として溶解したものをルブリカントとして用い、それをダイスに塗布する。

(b) 粉体特性評価

Pu富化度調整粉末の粒度のバラツキ、粉末の活性度合い、粒子形状等の粉体の特性をR-232の粉末試験設備、R-134のSEM及びC-101の分光分析装置を用い測定する。

(c) Pu富化度調整粉末ペレット調製

Pu富化度調整粉末を使用し、(a)試験で把握したペレット高さで成形体及び焼結体を得る。なお、ルブリカント、成型圧力及び焼結時間等の諸条件は(a)試験と同様である。

(d) 成型体評価

(a)及び(c)にて得られた成型体を用い、キャッピング、ラミネーション等の有無、密度を評価する。

(e) 焼結体評価

(a)及び(c)にて得られた焼結体を用い、かけ、割れの有無、Pu均一性などの特性をR-134の金相写真設備、R-232のX線回折装置、C-101のαオートラジオ設備を使用し評価する。

(f) 収縮特性試験

ペレットの焼結時の収縮特性をR-232の高温加熱炉を用い調べる。

② 試験フロー及び試験パラメータ

試験フローを図4.3-2及び試験パラメータを表4.3-3に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.3-4に示す。

④ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.3-5に示す。

2) 製造試験Ⅱ

転換技術課から供給されるPu富化度調整粉末を用い、調整粉末の特性について評価する。また、従来法である1：1MOX粉末と劣化ウラン粉末を機械混合・粉碎して得られたペレットと均一性・固溶度について比較、評価し、Pu富化度調整粉末の品質を確認する。

① 試験方法

(a) 粉体特性評価

Pu富化度調整粉末の粒度のバラツキ、粉末の活性度合い、粒子形状等の粉体の特性をR-232の粉末試験設備、R-134のSEM及びC-101の分光分析装置を用い測定する。

(b) 1：1MOX粉末ペレット調製

1：1MOX粉末と劣化ウラン粉末をPu富化度30%になるよう秤量・混合・粉碎を行い、成型及び焼結し、ペレットを得る。

(c) Pu富化度調整粉末ペレット調製

Pu富化度調整粉末を使用し、造粒有り・無しの場合で成型及び焼結ペレットを得る。

(d) 成型体評価

(b)及び(c)にて得られた成型体を用い、キャッピング、ラミネーション等の有無、密度を評価する。

(e) 焼結体評価

(b)及び(c)にて得られた焼結体を用い、かけ、割れの有無、Pu均一性などの特性をR-134の金相写真設備、R-232のX線回折装置、C-101の α オートラジオ設備を使用し評価する。

(f) 収縮特性試験

ペレットの焼結時の収縮特性をR-232の高温加熱炉を用い調べる。

(g) 残存不純物測定

(c)で得られる焼結ペレットの残存不純物を調べる。

② 試験フロー

試験フローを図4.3-6に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.3-7に示す。

④ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.3-8に示す。

3) 焼結試験

前回の試験で、予備焼結及び焼結雰囲気である95%Ar-5%H₂中のステアリン酸亜鉛（融点：約140°C、分子式：[CH₃(CH₂)₁₆COO]₂Zn）の熱減量曲線を求めるに、熱減量は3段からなり、第1段は230~450°C、第2段は650~780°C、第3段は1030°C~であること、なお予備焼結温度である800°Cでステアリン酸亜鉛がほぼ完全に熱分解することが分かった。これらの事から、焼結パターンは不純物除去プロセスとペレット緻密化プロセスの2段階焼結が必要だと推定される。よって、2段階焼結の第1段目の不純物除去プロセスの温度をパラメータにして試験を行い、焼結のみでCやN等の不純物を除去できるか調査する。

① 試験方法

(a) 昇温パターン試験

4.3項2) (f)の収縮特性試験で得られた最大収縮温度X_t°Cから予備焼結温度800°Cの間で任意に温度を3点求め(X₁、X₂、X₃)、その温度をパラメータで4.3項2) (c)Pu富化度調整粉末ペレット調製にて得られたペレットを用い試験を行う。

(b) 分解ガス測定試験

(a)時における分解ガスの成分及び量を、ガスクロマトグラフィーを用いて調べる。

(c) 残存不純物測定

(a)後の焼結ペレットの残存不純物を調べる。

② 試験フロー及び試験パラメータ

試験フローを図4.3-9及び試験パラメータを表4.3-10に示す。

③ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.3-11に示す。

4) 製造試験Ⅲ

転換技術課において、粉末の流動性を改良させた粉末を用い、その粉末の流動性指標を測定する。次に、その粉末から得られる成型体及び焼結体の特性を測定する。ただし、流動性や製造上で不具合があった場合には、その問題点を抽出し、粉末流動性の向上に反映させる。

① 試験方法

(a) 流動性試験

流動性改良粉末の流動性指標を求める。その結果については、隨時転換技術課へ反映させる。

(b) 流動性改良粉末ペレット調製

4.3項2) 製造試験Ⅱでの条件を用い、R-129で中実ペレットを作製する。

(c) 成型体評価

(b)で得られた成型体を用い、キャッピング、ラミネーション等の有無、密度を評価する。

(d) 焼結体評価

(b)で得られた焼結体を用い、かけ、割れの有無、Pu均一性不純物などの特性をR-134の金相写真設備、R-232のX線回折装置、C-101のαオートラジオ設備等を用い評価する。

(e) 収縮特性試験

ペレットの焼結時の収縮特性をR-232の高温加熱炉を用い調べる。

② 試験フロー

試験フローを図4.3-12に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.3-13に示す。

④ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.3-14に示す。

5) 製造試験IV

転換技術課において粉末の流動性が最も改善された粉末を用い、R-129で中実ペレットをR-125で中空ペレットを4.3項3) 焼結試験で求めた焼結条件を用い調製し、ショートプロセスの成立性について評価・検討する。

また、4.2項2) 脱硝造粒試験で調整した粉末を用い、ペレットを調製して脱硝造粒法がMOX燃料製造に適しているかの見通しを図る。

① 試験方法

(a) 流動性改良粉末ペレット調製

4.3項3) 焼結試験から得られた条件を用い、R-129で中実ペレット、R-125で中空ペレットを作製する。

(b) 脱硝造粒法粉末ペレット調製

脱硝造粒法で得られた模擬粉末を用い、中実及び中空ペレットを作製する。

(c) 成型体評価

(a)、(b)で得られた成型体を用い、キャッピング、ラミネーション等の有無、密度を評価する。

(d) 焼結体評価

(a)、(b)で得られた焼結体を用い、かけ、割れの有無、Pu均一性不純物などの特性をR-134の金相写真設備、R-232のX線回折装置、C-101のαオートラジオ設備等を用い評価する。

② 試験フロー

試験フローを図4.3-15に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.3-16に示す。

④ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.3-17に示す。

(4) C&R（達成すべき）項目

本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。

- ① 無造粒で直接成型できたか。
- ② 焼結密度が95%T.D.以上、かつバラツキが現行と又はそれ以下のペレットができたか。
- ③ Pu均一性が現行と比べて同等又はそれ以上になったか。
- ④ ペレット収率が95%以上を達成できそうか。
- ⑤ Pu富化度が焼結挙動等に及ぼす影響について整理できたか。

4.4 ペレット溶解性評価試験

(1) 目的及び実施内容

ショートプロセスでは、工程から発生する規格外品となったスクラップは硝酸に溶解後、Pu富化度調整に供給することで、従来の乾式回収工程を省略することも考慮している。このため、Pu富化度調整粉末から得られた燃料（焼結体）の溶解性が従来の機械混合燃料と同等以上であることを確認する。

また、粉末状態で熱処理することで、溶解性に支障ない程度までPu-Uの固溶が進行すれば、固溶化処理のための「成型」を省略できることから、粉末を1700°C以上で熱処理し、その溶解性についても確認する。

(2) 試験内容

MOX燃料の溶解性について、文献調査した結果、共沈法やゾル・ゲル法で製造したペレットは、機械混合法によるペレットと比べて溶解性が良好であるとされている。すなわち、PuO₂とUO₂の固溶化を促進すると溶解性が向上する。従って、Pu富化度調整粉末にて得られるペレットの方が、従来法である機械混合よりも溶解性が良いと推定される。そこで、ショートプロセスにて調製されるペレットの硝酸への溶解性が従来法によるペレットと同等以上であることを確認する。

なお、Pu富化度、焼結時間及び溶解液酸濃度をパラメータとした試験を行い、溶解の最適条件を見出す。また、粉末をペレット焼結温度（1700°C）で処理し、その溶解性を調べる。

本試験では、溶解温度を沸騰温度（約120°C）、溶解時間を6時間と一定にする。しかし、MOX中の不純物が溶解に及ぼす影響について調査するDS・MOX溶解試験では、溶解温度と溶解時間についてもパラメータとして試験を実施する予定である。その試験から得られる結果を踏まえ、これら溶解温度と溶解時間についても、本試験に反映させる予定である。

- ① 試験方法
 - (a) 試験試料調製

Pu富化度調整粉末を用いて、ペレット及び試験粉末を調製する。
 - (b) 固溶度確認

(a)で調製したペレット及び4.3項1) (a)1 : 1MOX粉末ペレット調製で得られたペレットの固溶度をR-232のX線回折装置を用い測定する。
 - (c) 溶解試験

(a)で調製したペレット及び4.3項1) (a)1 : 1MOX粉末ペレット調製で得られたペレットを表4.4-2に示す条件で溶解させる。また、溶解液については、Pu、U、Am及び酸濃度の分析を行う。
 - (d) 不溶解残渣性状確認

不溶解残渣は、乾燥した後重量を測定し、Pu、U、Am、酸濃度及び不純物の分析を行う。また、R-134のSEMを用い残渣の形状を観察する。
 - ② 試験フロー及び試験パラメータ

試験フローを図4.4-1及び試験パラメータを表4.4-2に示す。
 - ③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.4-3に示す。
 - ④ 試験場所及び試験装置

本試験を実施する場所及び使用する設備、装置を表4.4-4に示す。
- (3) C&R（達成すべき）項目
- 本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。
- ① Pu富化度調整粉末を用いて得られたペレットの硝酸に対する溶解性が現行と比較して、同等又はそれ以上の結果が得られたか。
 - ② 溶解残差はどの位あるか。
 - ③ どんな条件で溶解するのかが明確になっているか。

4.5 ダイ潤滑型成型機の開発

(1) 目的及び実施内容

ショートプロセスでは、Pu富化度調整された原料粉末を直接成型する方法であり、添加剤混合工程が存在しないことから、原料粉末に潤滑剤を添加せず、ペレット成型時にダイスの内側に潤滑剤を塗布する機構を有するダイ潤滑型成型機を開発する。

本開発は、平成12年度から、国内外のダイ潤滑型について技術調査（現時点の調査では、ベルギー：カートトイ社、ドイツ：FETTE社の2社製確認）し、MOX燃料製造に適した機構と構造であるか技術的検討評価を行う。その結果を基に試験機の選定・概念設計を行い、試作機を製作する。

また、各メーカーにて、模擬MOX粉末（バリウムフェライト、モリブデン）を用いた成型試験を実施し、成型体の潤滑剤量、密度、外観等を調べ、

選定材料の一つとする。

(2) 試験内容

1) 成型試験

国内外の技術調査において選定した機種にて、模擬MOX粉末粉末（バリウムフェライト、モリブデン）を用い、ペレット高さ20mm（又は最大高さ）・直径7.6mmの成型体及び焼結体を調製し、その成型体については密度、外観検査等、焼結体については密度、外観検査及び有機物残存量と種類について調査する。なお、本試験はメーカー側とJNCとの共同によるものとする。

① 試験方法

(a) 成型体評価

メーカーで成型した成型体のキャッピング、ラミネーション等の有無、密度を評価する。

(b) 焼結体評価

得られた成型体をR-129の製造試験設備を使用し、焼結体を得る。

その焼結体のかけ、割れの有無、不純物について評価する。

② 試験フロー

試験フローを図4.5-1に示す。

③ 評価項目と分析物性測定項目

本試験で実施する測定項目をまとめて表4.5-2に示す。

④ 試験場所及び試験装置

・試験場所：第一開発室

R-131 (G-16)、R-129 (G-56、65)

第二開発室

C-101 (C-11、15、24)、C-102 (C-20)

・試験装置：窒素分析装置（R-131）、分光分析装置（C-102）、ガス分析装置（C-101）、水分分析装置（C-101）、炭素分析装置（C-101）、製造試験設備（R-129）

(3) C&R（達成すべき）項目

本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。

- ① MOX燃料製造に適した機能・機構を有する成型機（試作機を含め）が実現できる見通しが得られたか。
- ② 実機設計に必要なデータは整っているか。

4.6 粉末気流搬送システム開発

(1) 目的及び実施内容

MOXプラントのコンパクト化によるMOX粉末保管・搬送容器の廃止及び粉末搬送経路スペースの削減を図るために、粉末気流搬送システムを開発する。

第三開発室及び転換技術課での気流搬送技術開発結果を評価し、気流搬送システムを導入した場合の問題点（空気輸送の場合には、グローブボックス内の負圧管理、搬送経路等）を整理する。その結果を基に、搬送システムの可能性について検討する。次に、配管内表面粗さや表面コーティング、配管曲げ部の数、配管経路の長さ等を考慮し、試作機の概念及び詳細設計を行い、試作機を製作する。

次に、その試作機を用い、気流速度、配管内の磨耗、配管内粉末滞留量及び輸送に適応する粉末の特性について調査し、気流搬送の最適条件を把握する。並びに輸送時におけるトラブル対策について検討を行い、量産試験機の設計に反映させる。

(2) 試験内容

1) 性能確認試験

模擬MOX粉末（バリウムフェライト、モリブデン等）を用い、気流速度及び配管の長さ、経路をパラメータにした試験を行い、粉末投入量と回収量から配管内粉末滞留量を調べ、気流搬送の最適条件を把握する。また、その際の粉末の形状がどのように変化したかも確認し、搬送に適した粉末特性を調べる。

なお、得られた結果から、搬送時におけるトラブル及び課題を抽出し、量産試験機の概念・詳細設計に反映させる。

(3) C&R（達成すべき）項目

本開発にて、平成14年度中に達成しなければならない項目は、以下のとおりである。

- ① 試作機を用いて性能試験を実施し、最適な粉末輸送条件を見出すことができたか。
- ② 輸送時における課題を解決することができたか。
- ③ 実機設計に必要なデータは整っているか。

4.7 各試験におけるC&R項目の判断基準

各試験におけるC&R項目の判断基準を表4.7にまとめて示す。

4.8 試験スケジュール

図4.8に各試験のスケジュールをまとめて示す。なお、本試験の主体となる製造試験設備を有するR-125及び129室にて、平成11年4月から9月まで、「常陽」MK-II最終照射試験用の燃料製造を実施する計画があり、そのスケジュールも合わせて示す。

5. 試験実施体制

本試験における実施体制を図5に示す。

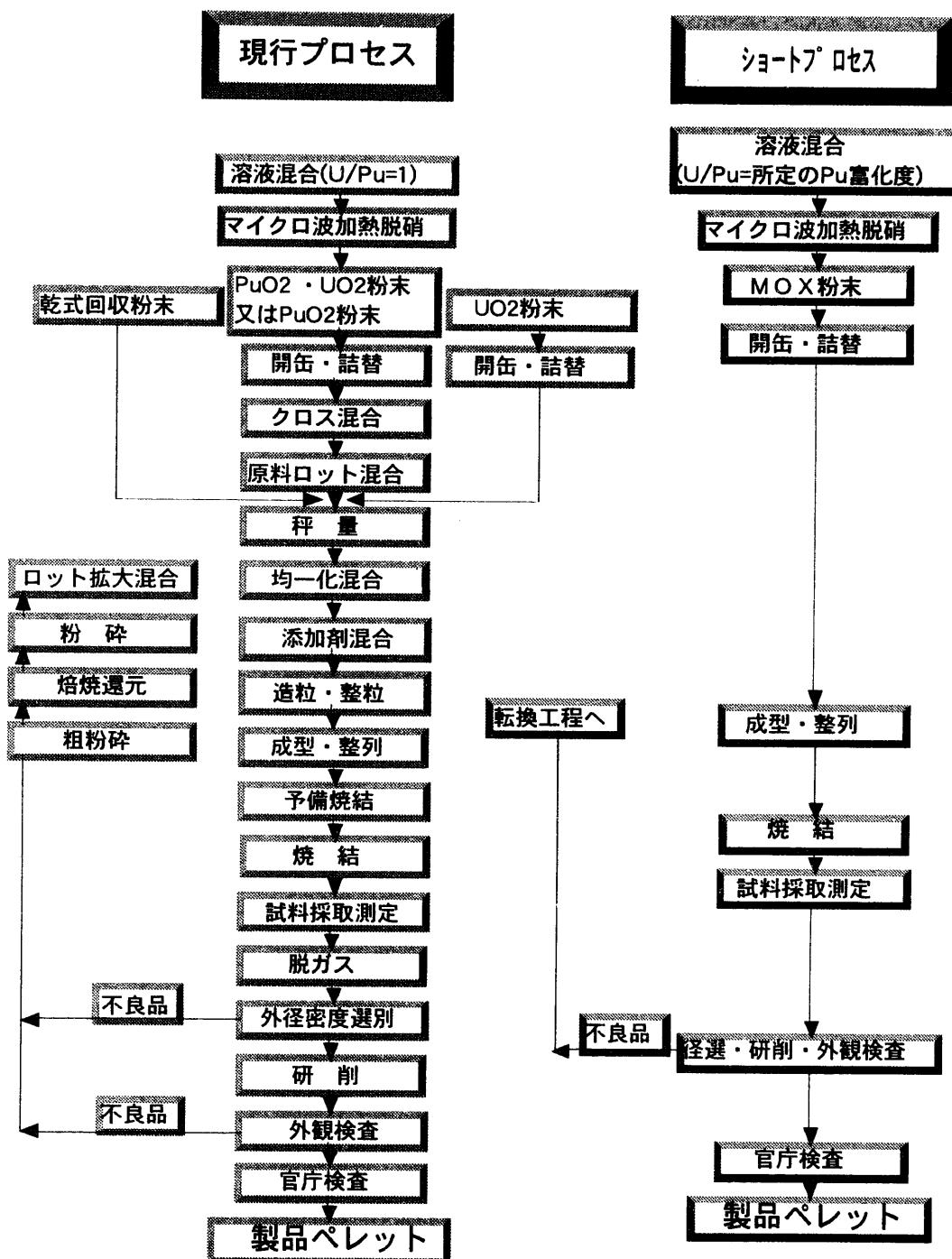


図2.1 現行プロセスとショートプロセスの比較

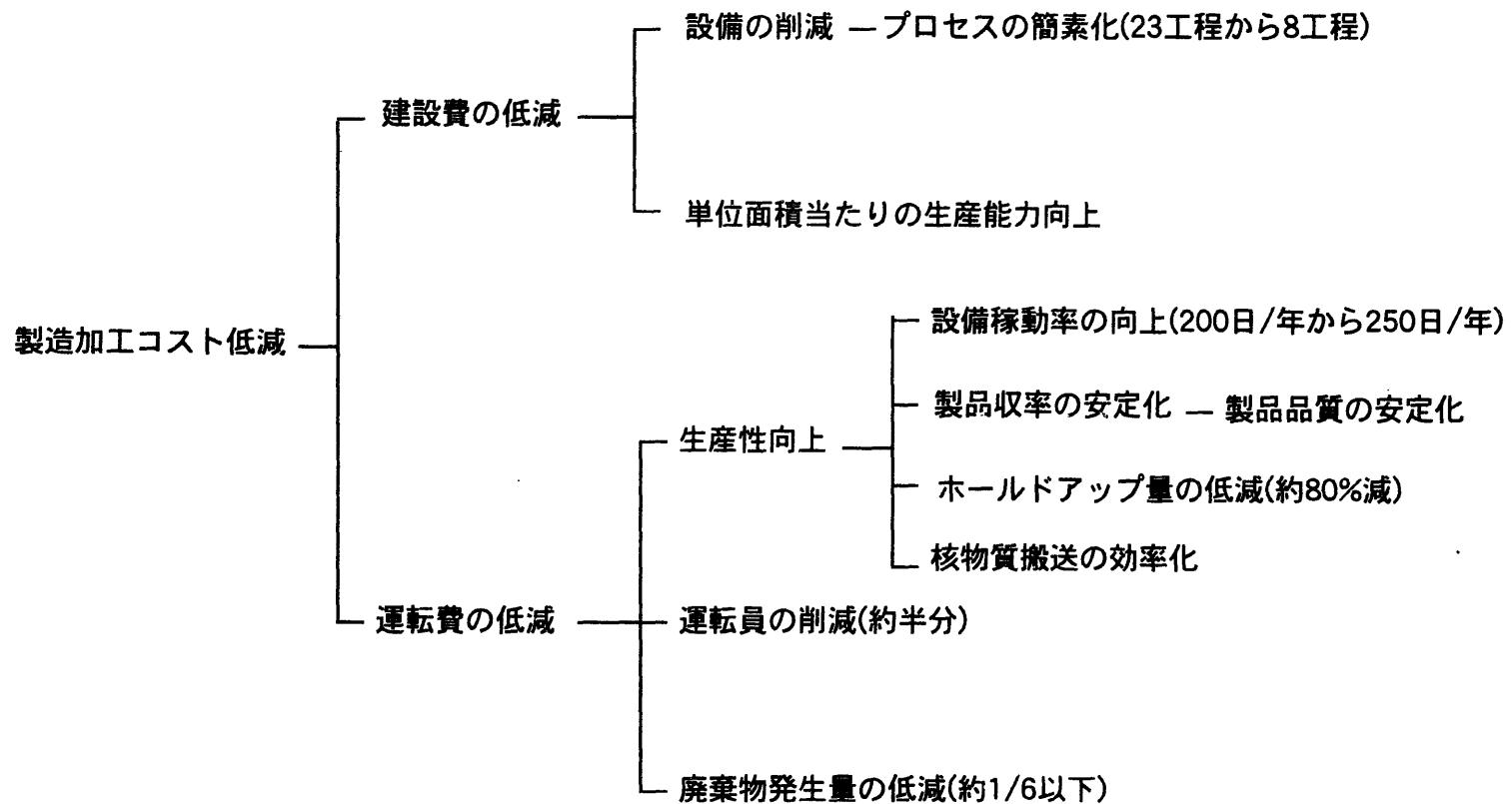


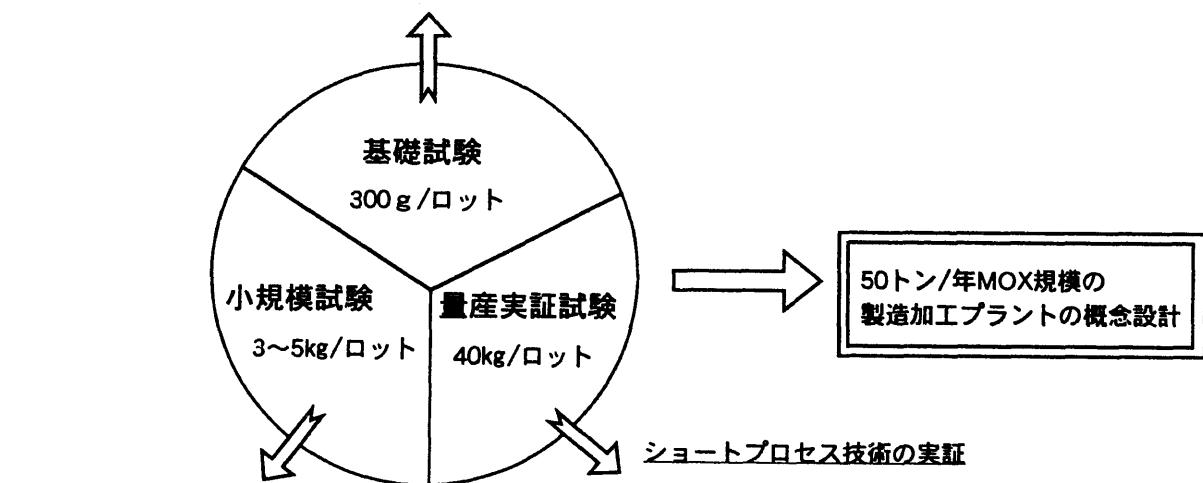
図2.2 ショートプロセスにより得られるメリット

図2.4-1 ショートプロセスの開発スケジュール

	1999	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021
基礎試験																							
1. Pu富化度調整技術開発	gスケール試験 量産試験設備整備																						
2. 粉末流動性改良技術開発	gスケール試験 コールド試験																						
3. ヘレット直接成型試験 及び焼結試験																							
4. ヘレット溶解性確認																							
5. ダイ潤滑型成形機の開発	技術調査・設計・試作機の製作																						
6. 粉末気流搬送システムの開発	試作機製作 性能試験																						
7. 付加的基礎試験	C&R																						
小規模試験																							
1. 小規模試験設備の整備																							
2. 原料粉を安定に供給できる Pu富化度調整技術開発	概念・詳細設計 設備の整備																						
3. ヘレット安定化条件の確立																							
4. ヘレット無研削製造条件の確立																							
5. システムの性能確認																							
6. 「常陽」照射試験燃料製造																							
7. 付加的小規模試験	C&R																						
量産実証試験																							
1. 量産設備の整備																							
2. 量産システムの実証																							
3. 「もんじゅ」ドライバ・燃料製造																							
4. 製造加工プラントの詳細設計																							
5. コスト評価																							

ショートプロセス技術の成立性及び基礎技術の確立

1. Pu富化度調整基本技術の確認
2. 粉末流動性向上方法の確認
3. 製造条件の把握
4. ベレット溶解性確認
5. ダイ潤滑型成形機の開発
6. 粉末気流搬送システムの開発



ペレット製造システム性能の確認

1. 量産システムの実証
2. 製造加工プラントの詳細設計構築
3. コスト評価

1. 原料粉を安定に供給できるPu富化度調整技術開発
2. ベレット安定化製造条件の確立
3. ベレット無研削製造条件の確立
4. ベレット製造システムの機能・性能確認

図2.4-2 ショートプロセスの開発ステップ

図2.4-3 もんじゅの実証炉的活用（ケーススタディ）

1999.4.19

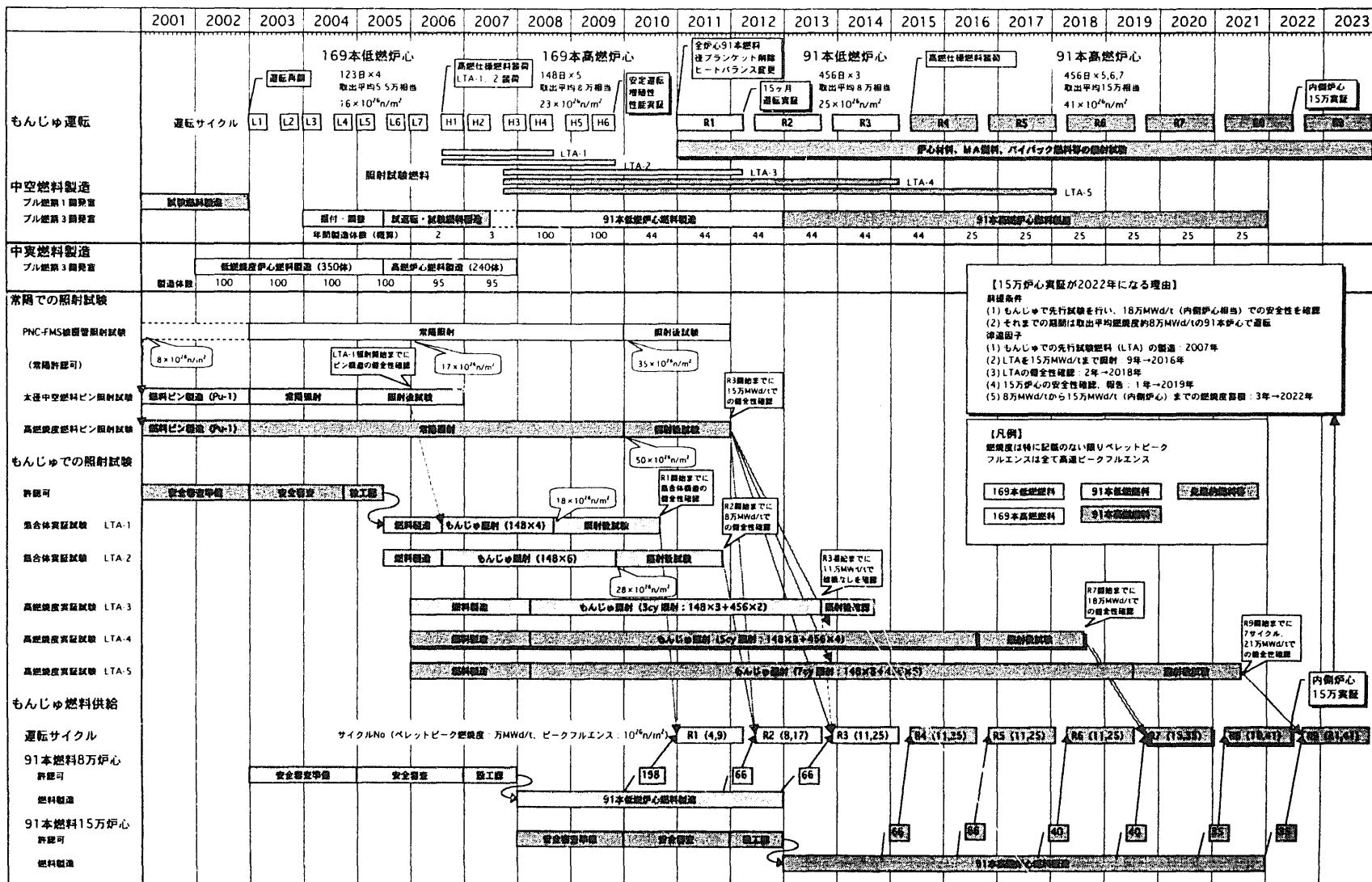


図3-1 基礎試験のスケジュール概要

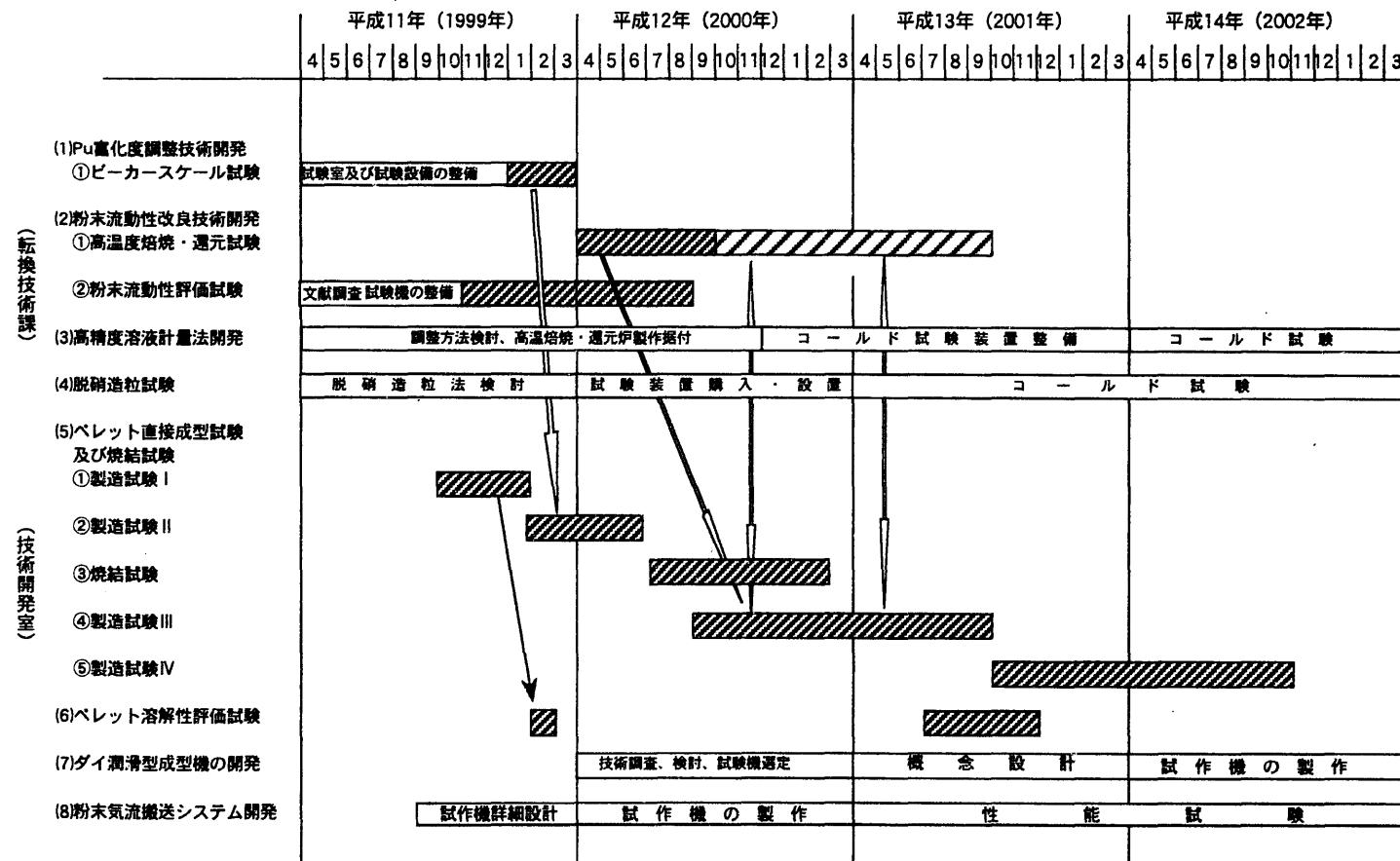


表3-2 基礎試験で得られる成果

1. Pu富化度調整基本技術の確認 : (1)原料受入計量槽の改良、(2)液面微調整方法の開発、(3)高精度計量器の開発
2. 粉末流動性向上方法の確認 : (1)焙焼条件及び解碎条件の最適化、(2)流動性指標の確立、(3)脱硝造粒ホット試験条件の把握
3. ペレット直接成型及び焼結試験 : (1)無造粒での直接ペレット成型技術の確立、(2)収率95%達成の製造条件の把握
4. ペレット溶解性確認 : (1)硝酸での溶解データの蓄積、(2)溶解条件の最適化
5. ダイ潤滑型成型機の開発 : (1)添加剤無添加粉末の成型技術の確立
6. 粉末気流搬送システムの開発 : (1)粉末輸送条件の最適化、(2)輸送時における課題の抽出とその解決策

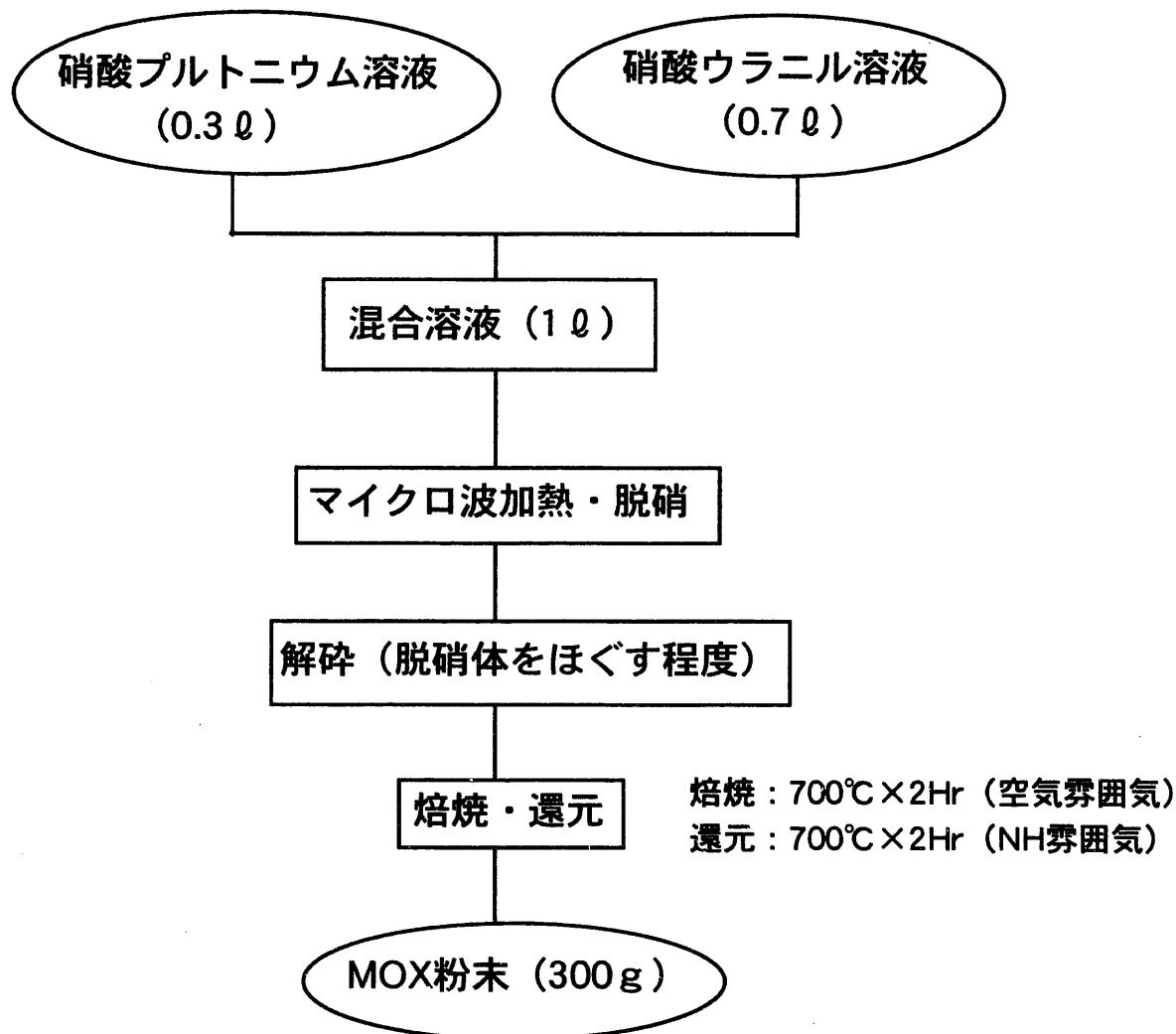


図4.1 ビーカースケール試験の試験フロー



一次粒子間の
ネック成長が
生じている



焙燒溫度 : 900°C
還元溫度 : 800°C

焙燒溫度 : 700°C
還元溫度 : 700°C

図4.2-1 高温焙焼試験結果

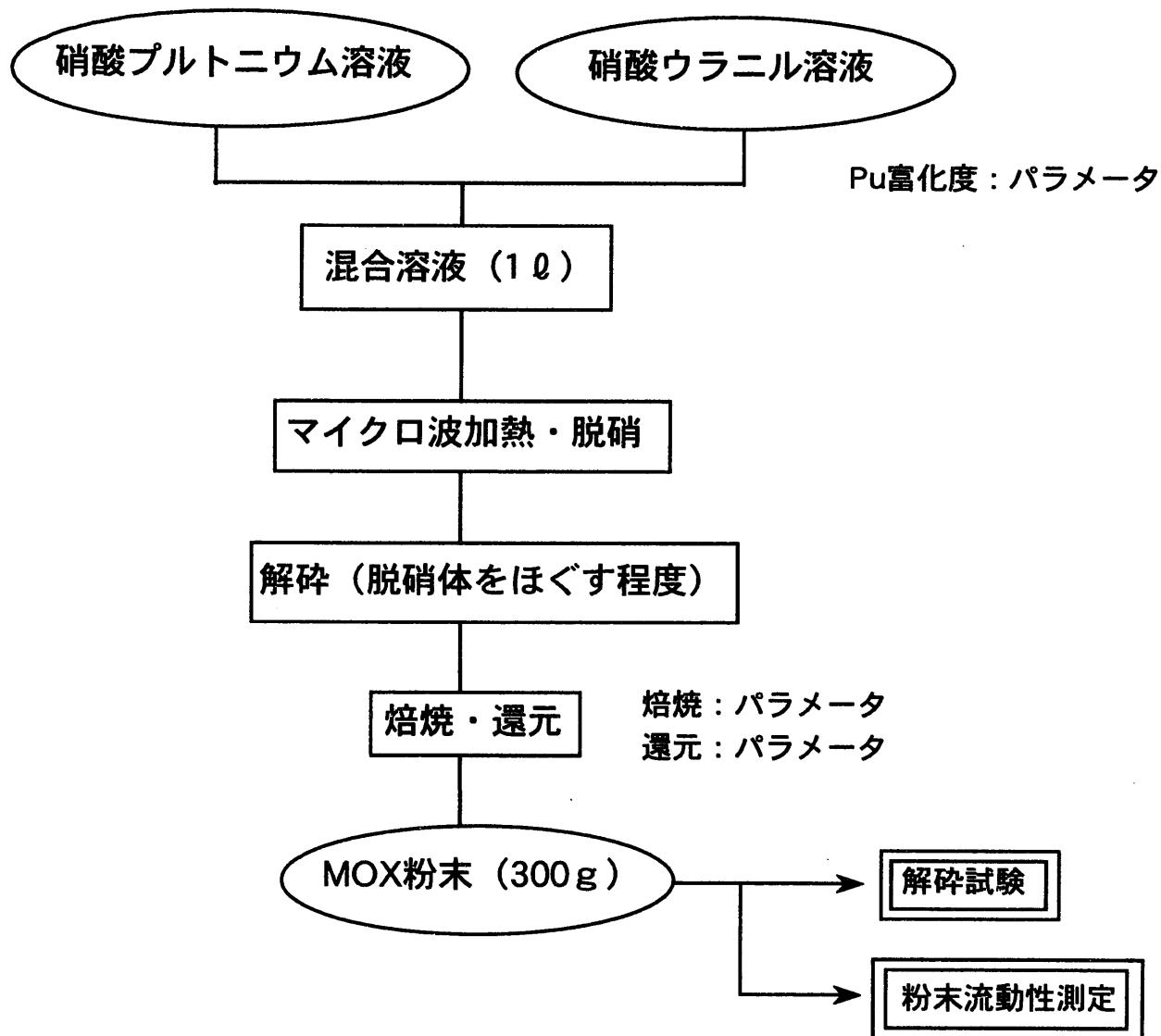


図4.2-2 高温度焙焼・還元試験の試験フロー

表4.2-3 高温度焙焼・還元試験のパラメータ

Pu富化度 (%)	焼結温度 (°C)	還元温度 (°C)	焙焼時間 (hr)	還元時間 (hr)
10	750		2	
20	850			2
30	950	700	4	
40	1050			

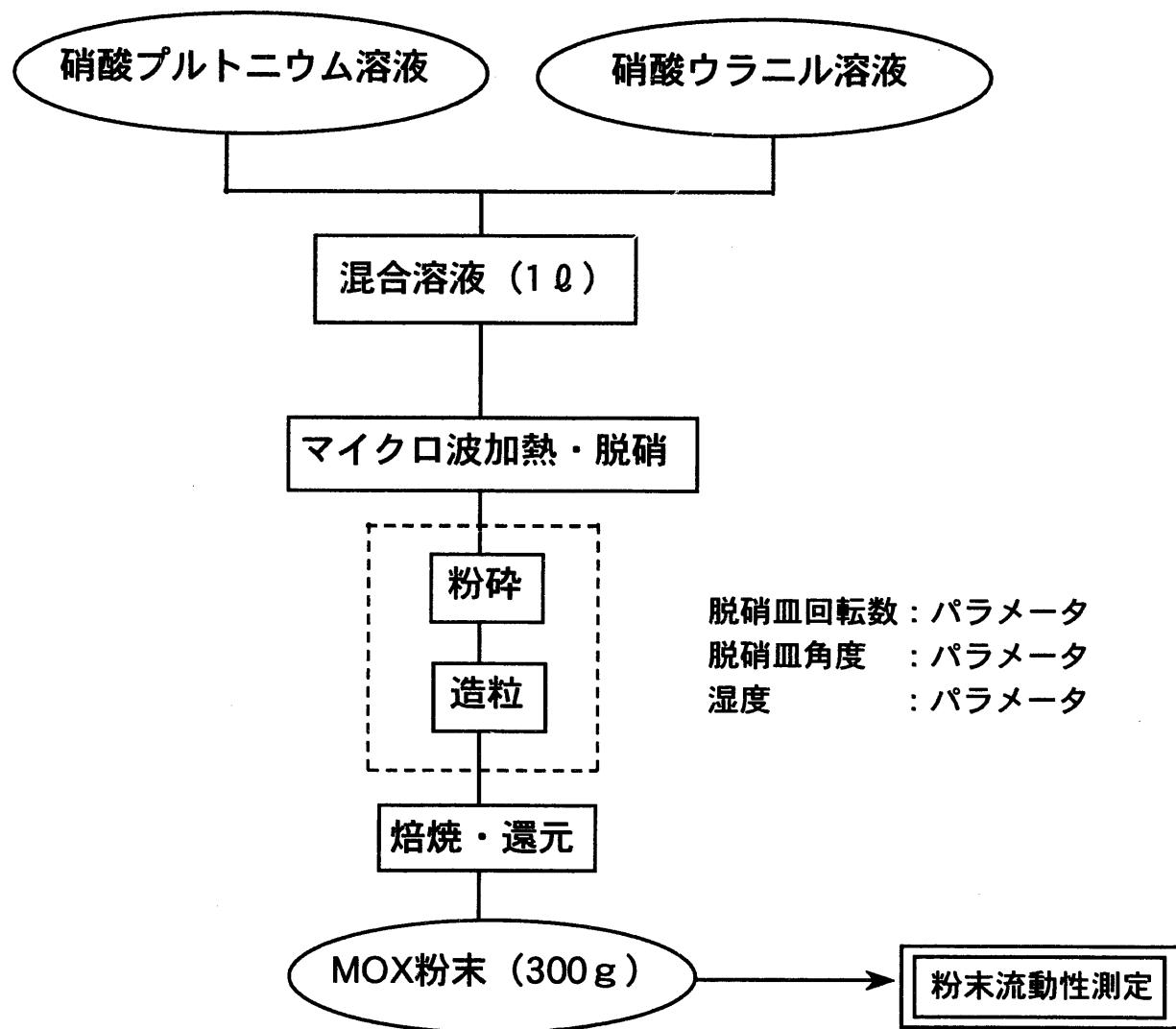


図4.2-4 脱硝造粒試験の試験フロー

表4.2-5 脱硝造粒試験のパラメータ

パラメータ	焼結温度 (°C)	還元温度 (°C)	焙焼時間 (hr)	還元時間 (hr)
脱硝皿の回転数				
脱硝皿の回転角度	750	700	2	2
湿度				
等				

表4.2-6 粉体の力学的諸物性間の関係

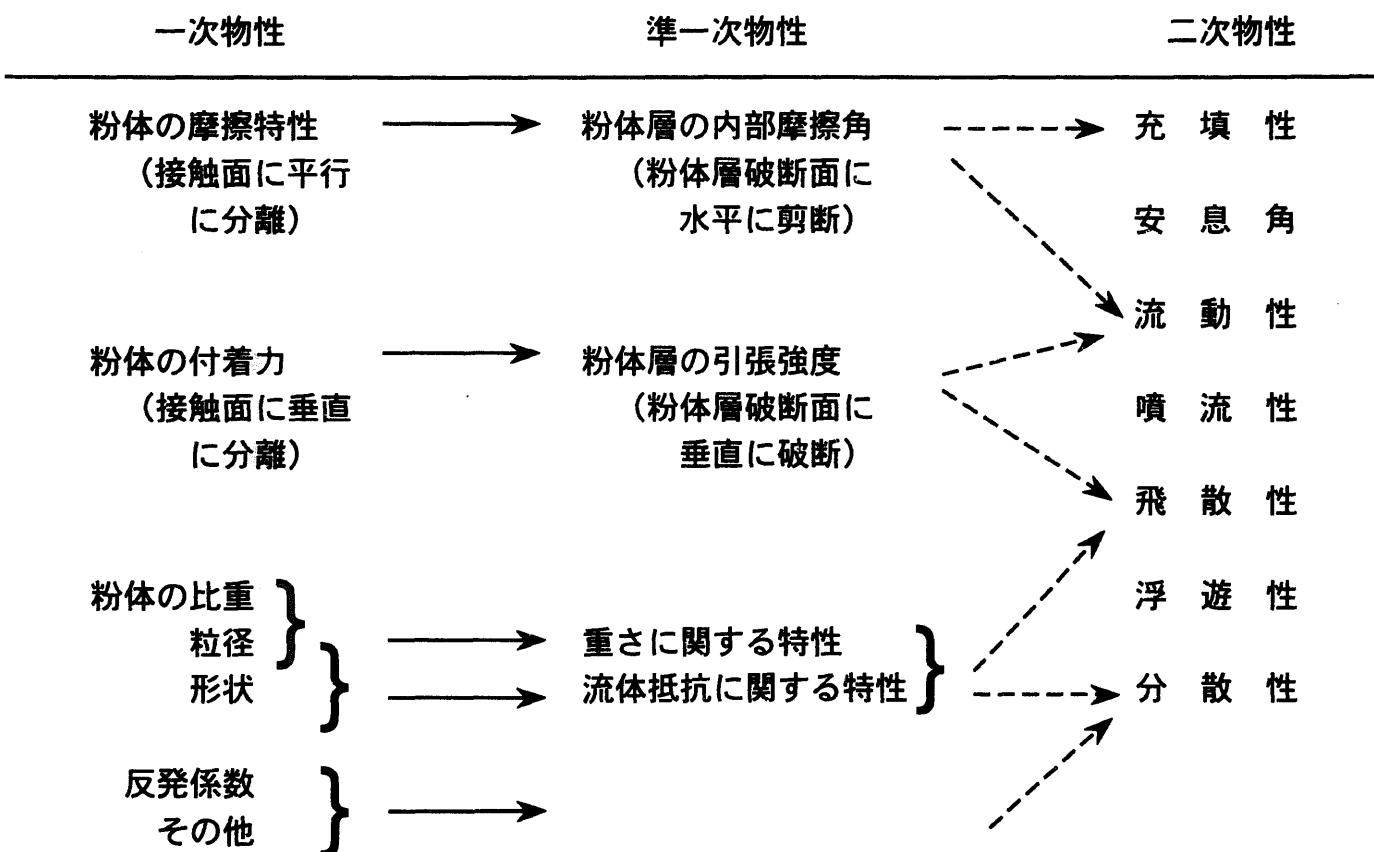


表4.2-7 粉末流動性改良技術のパラメータ

加熱温度 (°C)	加熱時間 (h)	雰囲気
室温		
100	100	空気
120		
150		

表4.2-8 粉末流動性改良技術の評価項目

	(1)測定値	(2)相 関 関 係	(3)評 価 項 目	(4)期待される結果	(5)C&R (達成すべき) 項目
評 価	1. バルク・タップ密度 2. 安息角 3. 粒子密度 4. 粒径とその分布 5. 比表面積 6. SEM観察 7. 剪断応力 等	<ul style="list-style-type: none"> ①圧縮度と安息角 (流動性) ②比表面積径と平均粒子径 ③比表面積径と粒子観察 ④分散状態と凝集粒子観察 ・圧縮度、充填量 	①流動性 ②凝集状態の度合い ③一次粒子径 ④凝集粒子の硬さの度合い 6.一次粒子及び凝集粒子の形状 7.流動性指標	1. 流動性評価	1. 粉末がダイスにスムーズに、かつ安定に供給できるように向上させることができたか 2. 流動性指標の確立ができたか 3. 流動性を測定する簡便な機器の選定ができたか

表4.3-1 ペレット直接成形試験及び粉末流動性試験で使用する試験粉末

試験名	試験粉末
1. 製造試験Ⅰ	1:1 MOX粉末 (Pu/U=1/1)、燃プロPu富化度調整粉末 ¹⁾
2. 製造試験Ⅱ	Pu富化度調整粉末 ²⁾ 、1:1 MOX+ウラン粉末 (Pu/U=3/7)
3. 製造試験Ⅲ	流動性改良粉末-1 ³⁾
4. 製造試験Ⅳ	流動性改良粉末-2 ⁴⁾

1) 燃プロPu富化度調整粉末 : Np含有MOX粉末を得るためにリファレンスとして、旧燃プロ室で溶液調整したPu富化度30%のMOX粉末

2) Pu富化度調整粉末 : 転換技術課で調整するPu富化度30%のMOX粉末

3) 流動性改良粉末-1 : 転換技術課で流動性を改良するPu富化度30%のMOX粉末

4) 流動性改良粉末-2 : 転換技術課で流動性をさらに向上するPu富化度30%のMOX粉末

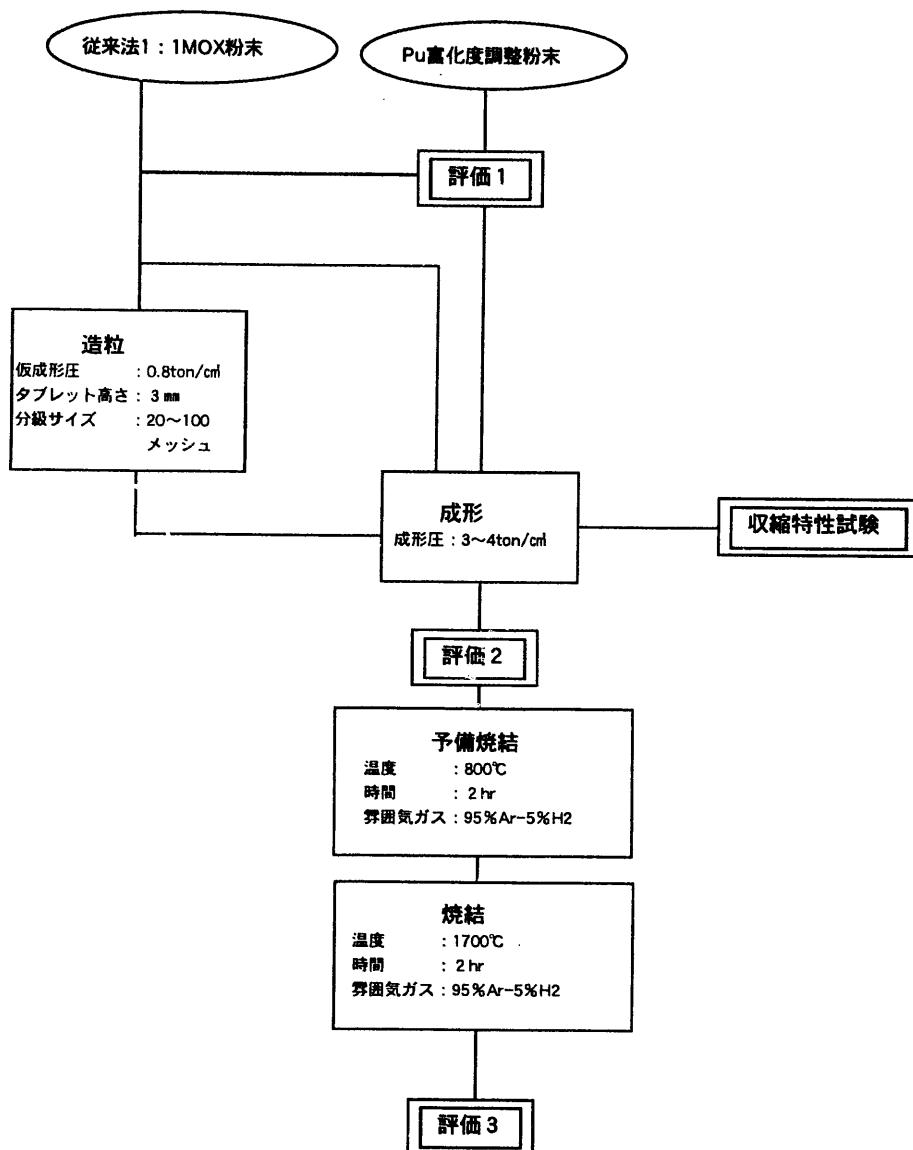


図4.3-2 製造試験1の試験フロー

表4.3-3 製造試験 I のパラメータ

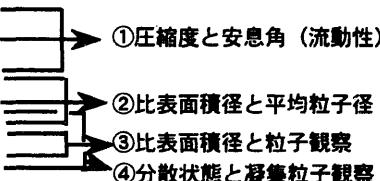
① ルブリカント量条件

添加剤	添加量 (アセトン10mlに対して)
ステアリン酸亜鉛	0.3 wt%
	0.1 wt%
	0.05 wt%

② 成形充填量条件

充填高さ	20 mm 15 mm 10 mm 5 mm 3 mm
------	---

表4.3-4 製造試験Ⅰの評価項目

	(1)測定値	(2)相関関係	(3)評価項目	(4)期待される結果	(5)C&R(達成すべき)項目
評価1	1. バルク・タップ密度 2. 安息角 3. 粒子密度 4. 粒径とその分布 5. 比表面積 6. SEM観察 7. 不純物 8. Pu富化度 9. 水分 10. O/M比 11. X線回折	 <ul style="list-style-type: none"> ①圧縮度と安息角(流動性) ②比表面積と平均粒子径 ③比表面積と粒子観察 ④分散状態と凝集粒子観察 	①流動性 ②凝集状態の度合い ③一次粒子径 ④凝集粒子の硬さの度合い 6.一次粒子及び凝集粒子の形状 7.粉末中の不純物の種類と量 8.粉末のPu富化度 9.粉末中の水分量 10.粉末のO/M比 11.結晶形態	1. 1:1 MOX粉末とPu富化度調整粉末のデータを比較することによって成形体と焼結体を評価する	1. 無造粒で直接成型できたか 2. ショートプロセスの技術的見通しを得る 3. 技術的課題の抽出
評価2	1. 外観検査 2. 成形体密度 3. 成形体高さ	・バルク・タップ密度、安息角	1.ラミネーション、キャッピング等の有無 2.密度、バラツキ 3.充填量のバラツキ		
評価3	1. 外観検査 2. αオートラジオ 3. O/M比 4. 焼結体密度 5. 不純物 6. 金相写真 7. X線回折	・バルク・タップ密度、粒径、比表面積、成形体密度	1.かけ、割れ等の有無 2.Pu均一性 3.焼結体のO/M比 4.密度、バラツキ 5.焼結体中の不純物の種類と量 6.結晶粒径、ポア分布 7.相状態、相分離、固溶度		

注：燃プロPu富化度調整粉末は、50gしかないので、評価1項目の1.バルク・タップ密度、
 2.安息角、3.粒子密度は測定しない。

表4.3-5 製造試験Ⅰを行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-232 (G-2、4、36) R-129 (G-56、65) R-134 (G-27、40) R-131 (G-16)	X線回折装置 (R-232)、粉末試験設備 (R-232)、 高温加熱炉 (R-232)、製造試験設備 (R-129)、 投影機及び金属顕微鏡 (R-134)、SEM (R-136)、 窒素分析装置 (R-131)
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001)	αオートラジオ設備 (C-103)、O/M比分析設備 (C-101)、分光分析設備 (C-102)、Pu分析設備 (C-101)、ガス分析装置 (C-101)、水分分析装置 (C-101)、炭素分析装置 (C-101)

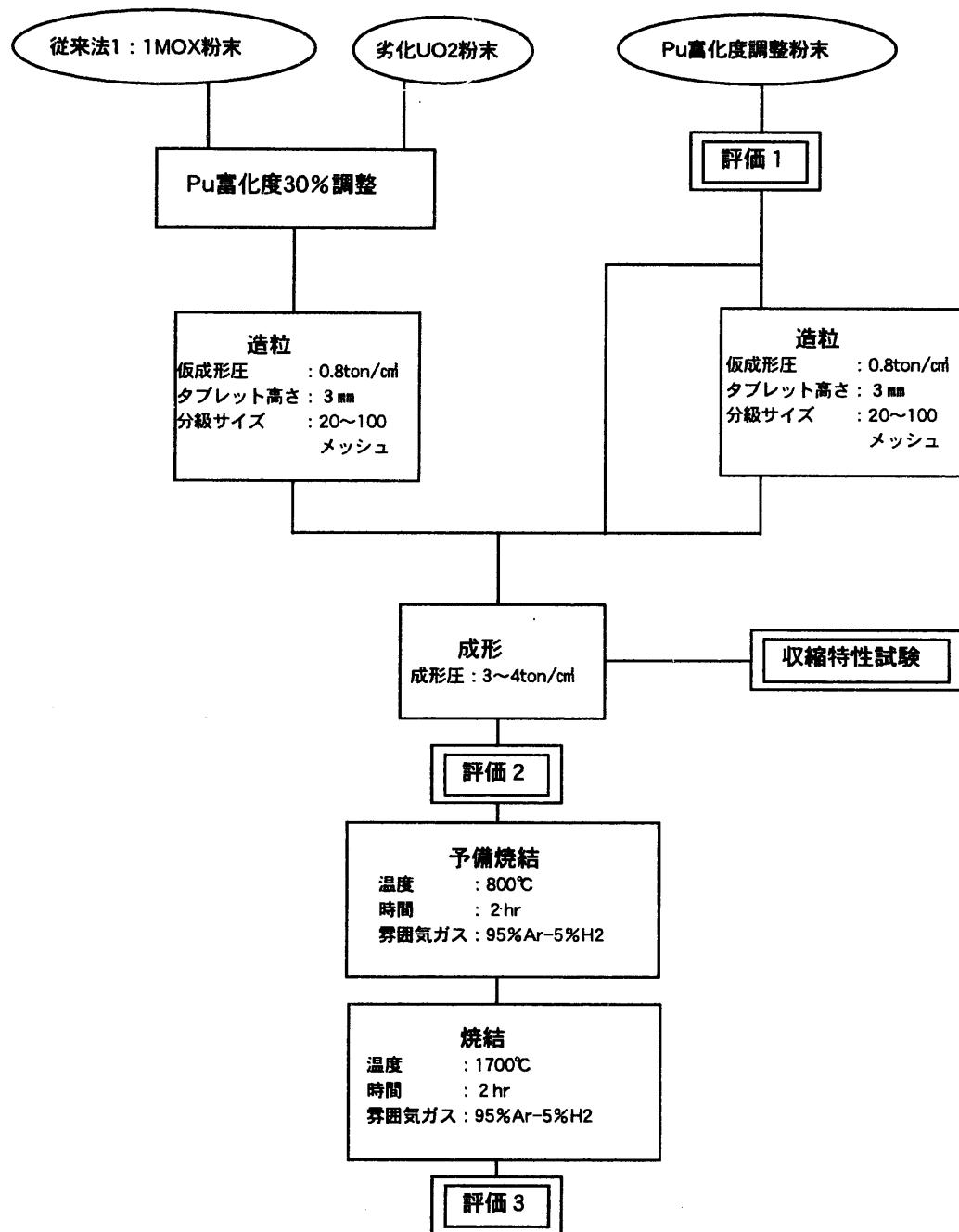


図4.3-6 製造試験IIの試験フロー

表4.3-7 製造試験Ⅱの評価項目

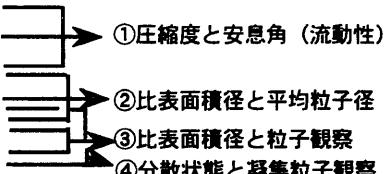
	(1)測定値	(2)相関関係	(3)評価項目	(4)期待される結果	(5)C&R(達成すべき)項目
評価 1	1. バルク・タップ密度 2. 安息角 3. 粒子密度 4. 粒径とその分布 5. 比表面積 6. SEM観察 7. 不純物 8. Pu富化度 9. 水分 10. O/M比 11. X線回折	 ①圧縮度と安息角(流動性) ②比表面積径と平均粒子径 ③比表面積径と粒子観察 ④分散状態と凝集粒子観察	①流動性 ②凝集状態の度合い ③一次粒子径 ④凝集粒子の硬さの度合い 6.一次粒子及び凝集粒子の形状 7.粉末中の不純物の種類と量 8.粉末のPu富化度 9.粉末中の水分量 10.粉末のO/M比 11.結晶形態	1. 現行法(ボールミル混合)粉末とPu富化度調整粉末の粉末、成形体及び焼結体の定量的に評価する	1. ベレット仕様を満足するか否かの評価 2. 無造粒で直接成型できたか 3. Pu均一性が現行と比べて同等又はそれ以上になったか
評価 2	1. 外観検査 2. 成形体密度 3. 成形体高さ	・バルク・タップ密度、安息角	1.ラミネーション、キャッピング等の有無 2.密度、バラツキ、収率 3.充填量のバラツキ		
評価 3	1. 外観検査 2. α オートラジオ 3. O/M比 4. 焼結体密度 5. 不純物 6. 金相写真 7. X線回折	・バルク・タップ密度、粒径、比表面積、成形体密度	1.かけ、割れ等の有無 2.Pu均一性 3.焼結体のO/M比 4.密度、バラツキ、収率 5.焼結体中の不純物の種類と量 6.結晶粒径、ポア分布 7.相状態、相分離、固溶度		

表4.3-8 製造試験Ⅱを行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-232 (G-2、4、36) R-129 (G-56、65) R-134 (G-27、40) R-131 (G-16)	X線回折装置 (R-232) 、粉末試験設備 (R-232) 、 高温加熱炉 (R-232) 、製造試験設備 (R-129) 、 投影機及び金属顕微鏡 (R-134) 、SEM (R-136) 、 窒素分析装置 (R-131)
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001)	α オートラジオ設備 (C-103) 、O/M比分析設備 (C-101) 、分光分析設備 (C-102) 、Pu分析設備 (C-101) 、ガス分析装置 (C-101) 、水分分析装置 (C-101) 、炭素分析装置 (C-101)

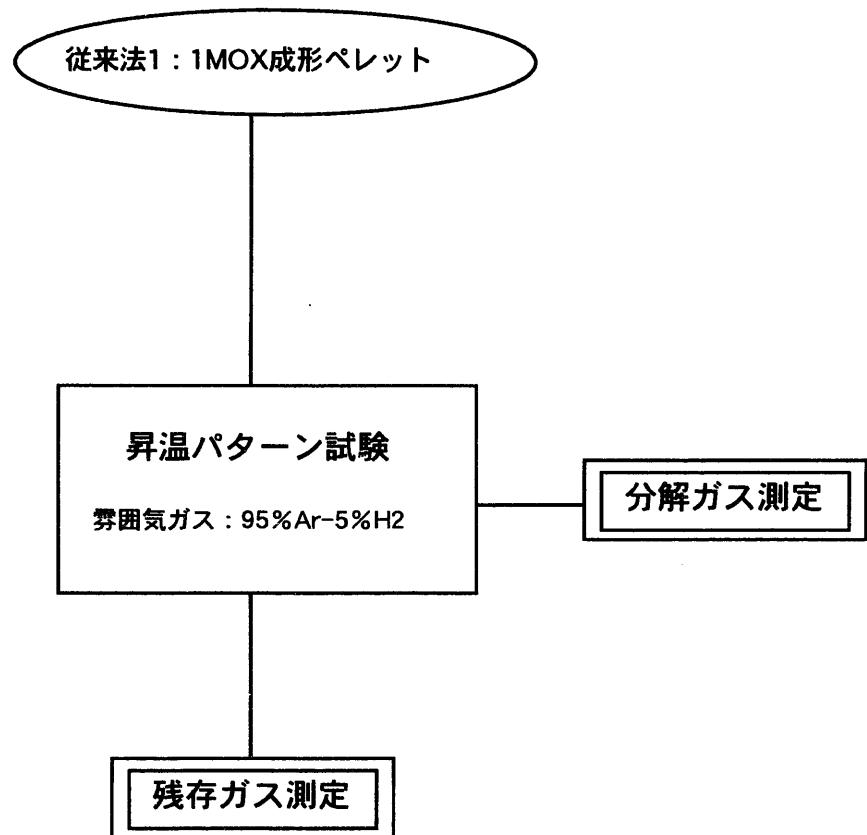


図4.3-9 焼結試験の試験フロー

表4.3-10 焼結試験のパラメータ

① 昇温パターン試験条件

昇温速度(1) (°C/hr)	保持温度 (°C)	保持時間 (hr)	昇温速度(2) (°C/hr)	焼結温度 (°C)
200	X1 ^{*1}	2	400	1700
400	X2			
	X3			
	なし ^{*2}			

* 1 : 収縮特性試験で得られた最大収縮温度Xt°Cから予備焼結
温度(800°C)の間の任意な3点

* 2 : 保持温度及び保持時間なしで、1700°Cまで昇温速度(1)の
値で昇温するパターン

表4.3-11 焼結試験を行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-129 (G-56、65) R-131 (G-16)	製造試験設備 (R-129) 、ガスクロマトグラフィ (R-129) 、窒素分析装置 (R-131)
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001)	分光分析設備 (C-102) 、ガス分析装置 (C-101) 、 炭素分析装置 (C-101)

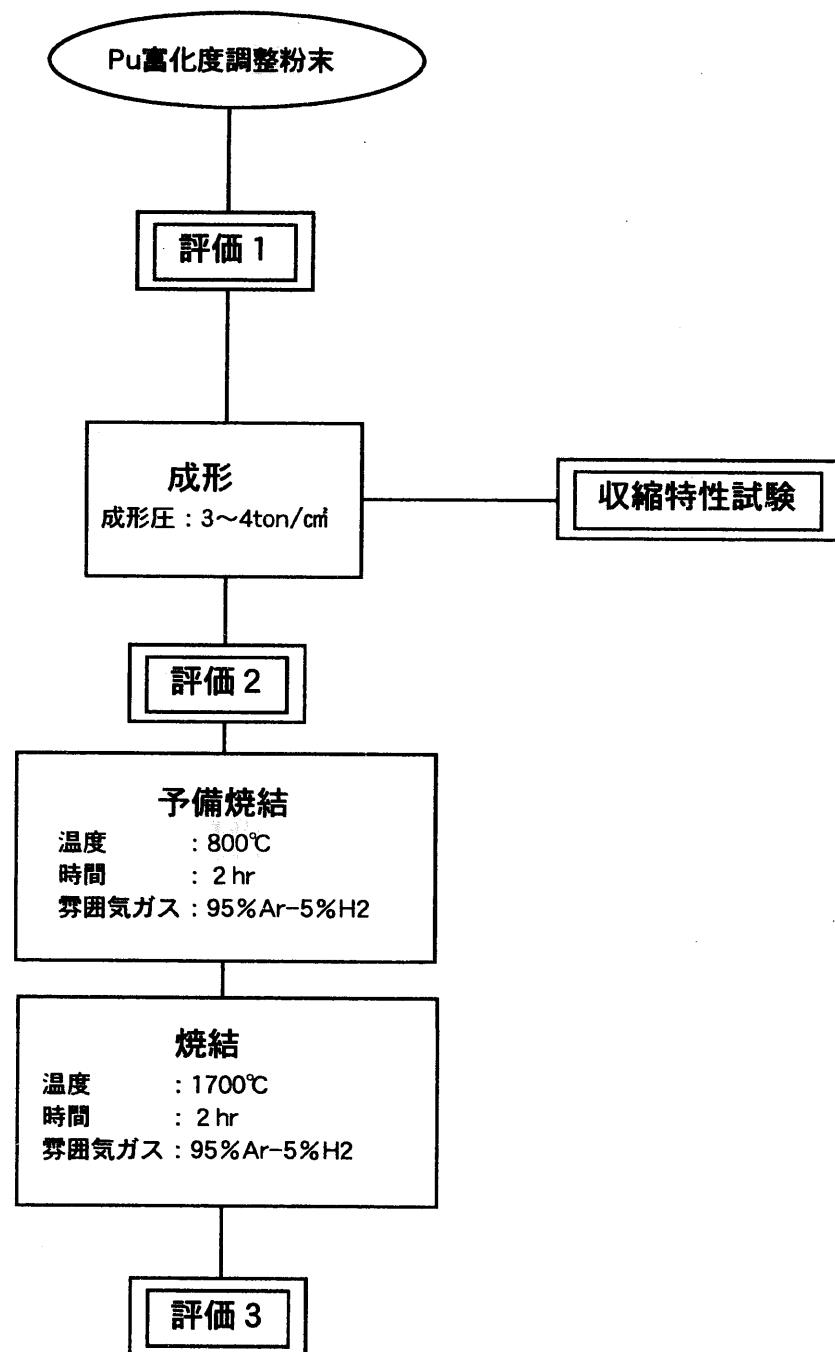


図4.3-12 製造試験IIIの試験フロー

表4.3-13 製造試験Ⅲの評価項目

	(1)測定値	(2)相関関係	(3)評価項目	(4)期待される結果	(5)C&R(達成すべき)項目
評価 1	1. バルク・タップ密度 2. 安息角 3. 粒子密度 4. 粒径とその分布 5. 比表面積 6. SEM観察 7. 不純物 8. Pu富化度 9. 水分 10. O/M比 11. X線回折 12. 剪断応力 等	 ①圧縮度と安息角(流動性) ②比表面積と平均粒子径 ③比表面積と粒子観察 ④分散状態と凝聚粒子観察 - 圧縮度、充填量	①流動性 ②凝聚状態の度合い ③一次粒子径 ④凝聚粒子の硬さの度合い 6.一次粒子及び凝聚粒子の形状 7.粉末中の不純物の種類と量 8.粉末のPu富化度 9.粉末中の水分量 10.粉末のO/M比 11.結晶形態 12.流動性指標	1. 転換条件を変えて粉末特性(流動性)を向上させた粉末の流動性指標 2. その粉末を使用して得られる成形体・焼結体特性の評価	1. ベレット仕様を満足させる粉末特性の定量 2. 無造粒で直接成型できたか 3. Pu均一性が現行と比べて同等又はそれ以上になったか 4. Pu富化度が焼結挙動等に及ぼす影響について整理できたか
評価 2	1. 外観検査 2. 成形体密度 3. 成形体高さ	-	1.ラミネーション、キャッピング等の有無 2.密度、バラツキ、収率 3.充填量のバラツキ		
評価 3	1. 外観検査 2. α オートラジオ 3. O/M比 4. 焼結体密度 5. 不純物 6. 金相写真 7. X線回折	- バルク・タップ密度、粒径、比表面積、成形体密度	1.かけ、割れ等の有無 2.Pu均一性 3.焼結体のO/M比 4.密度、バラツキ、収率 5.焼結体中の不純物の種類と量 6.結晶粒径、ボア分布 7.相状態、相分離、固溶度		

表4.3-14 製造試験Ⅲを行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-232 (G-2、4、36) R-129 (G-56、65) R-134 (G-27、40) R-131 (G-16)	X線回折装置 (R-232)、粉末試験設備 (R-232)、 高温加熱炉 (R-232)、製造試験設備 (R-129)、 投影機及び金属顕微鏡 (R-134)、SEM (R-136)、 窒素分析装置 (R-131)、流動性測定機
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001)	α オートラジオ設備 (C-103)、O/M比分析設備 (C-101)、分光分析設備 (C-102)、Pu分析設備 (C-101)、ガス分析装置 (C-101)、水分分析装置 (C-101)、炭素分析装置 (C-101)

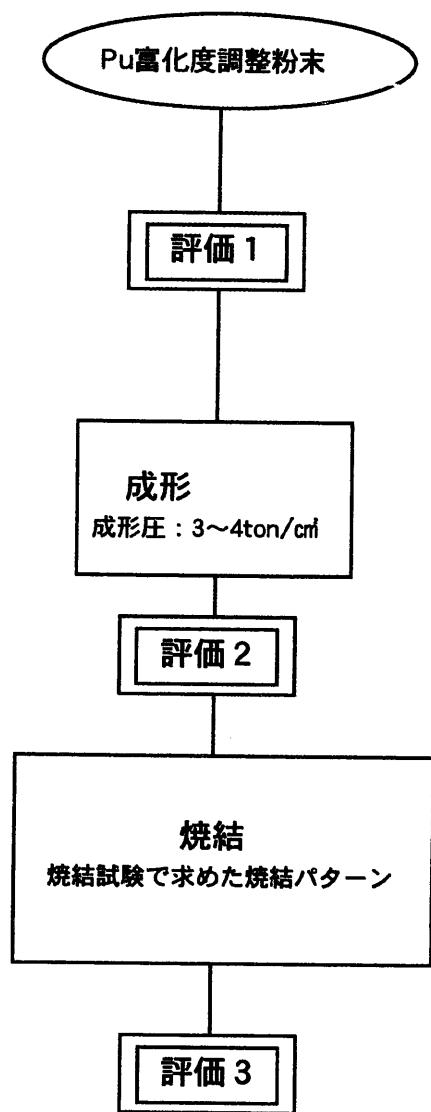


図4.3-15 製造試験IVの試験フロー

表4.3-16 製造試験IVの評価項目

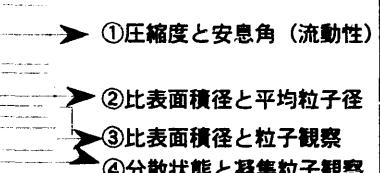
	(1)測定値	(2)相関関係	(3)評価項目	(4)期待される結果	(5)C&R(達成すべき)項目
評価1	1. バルク・タップ密度 2. 安息角 3. 粒子密度 4. 粒径とその分布 5. 比表面積 6. SEM観察 7. 不純物 8. Pu富化度 9. 水分 10. O/M比 11. X線回折 12. 剪断応力等	 <ul style="list-style-type: none"> ➡ ①圧縮度と安息角(流動性) ➡ ②比表面積と平均粒子径 ➡ ③比表面積と粒子観察 ➡ ④分散状態と凝集粒子観察 <p>・圧縮度、充填量</p>	①流動性 ②凝集状態の度合い ③一次粒子径 ④凝集粒子の硬さの度合い 6.一次粒子及び凝集粒子の形状 7.粉末中の不純物の種類と量 8.粉末のPu富化度 9.粉末中の水分量 10.粉末のO/M比 11.結晶形態 12.流動性指標	1. 転換条件を変えて粉末特性(流動性)をさらに向上させた粉末の流動性指標 2. その粉末を使用して得られる成形体・焼結体特性の評価	1. 無造粒で直接成型できたか 2. 焼結密度が95%T.D.以上、かつバラツキが現行と同等又はそれ以下のペレットができたか 3. Pu均一性が現行と比べて同等又はそれ以上になったか 4. ペレット収率が95%以上を達成できそうか 5. Pu富化度が焼結挙動等に及ぼす影響について整理できたか 6. ショートプロセスの成立性の評価
評価2	1. 外観検査 2. 成形体密度 3. 成形体高さ	・バルク・タップ密度、安息角	1.ラミネーション、キャッピング等の有無 2.密度、バラツキ、収率 3.充填量のバラツキ		
評価3	1. 外観検査 2. α オートラジオ 3. O/M比 4. 焼結体密度 5. 不純物 6. 金相写真 7. X線回折	・バルク・タップ密度、粒径、比表面積、成形体密度	1.かけ、割れ等の有無 2.Pu均一性 3.焼結体のO/M比 4.密度、バラツキ、収率 5.焼結体中の不純物の種類と量 6.結晶粒径、ポア分布 7.相状態、相分離、固溶度		

表4.3-17 製造試験IVを行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-232 (G-2、4、36) R-129 (G-56、65) R-134 (G-27、40) R-131 (G-16) R-125 (G-102、103、104、 105、106、107、108、109、 110、112)	X線回折装置 (R-232)、粉末試験設備 (R-232)、 高温加熱炉 (R-232)、製造試験設備 (R-129)、 投影機及び金属顕微鏡 (R-134)、SEM (R-136)、 窒素分析装置 (R-131)、流動性測定機、 製造試験設備 (R-125)
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001)	α オートラジオ設備 (C-103)、O/M比分析設備 (C-101)、分光分析設備 (C-102)、Pu分析設備 (C-101)、ガス分析装置 (C-101)、水分分析装置 (C-101)、炭素分析装置 (C-101)

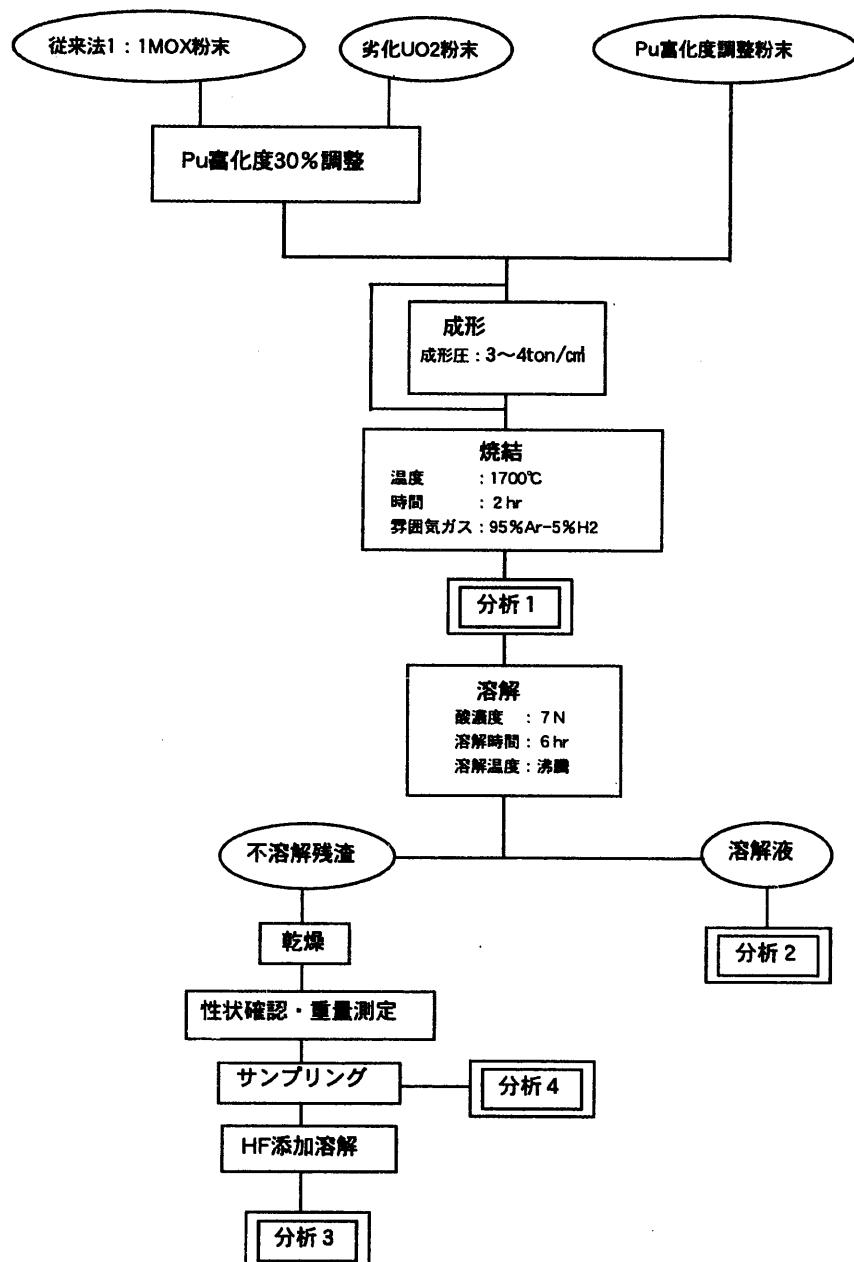


図4.4-1 ペレット溶解性評価試験の試験フロー

表4.4-2 ペレット溶解性評価試験のパラメータ

方法	Pu富化度 (%)	試料形態	焼結温度 (°C)	焼結時間 (hr)	溶解溶液酸濃度 (N)
現行法	30	ペレット	1700	2	7
	30	粉末			
	40	ペレット			
	50	ペレット			
ヒュームプロセス法	30	ペレット	1700	2	10
	40	ペレット			
	30	ペレット	1700	4	4
	30	粉末			
	30	粉末	4	2	7
	50	粉末			

表4.4-3 ペレット溶解性評価試験の評価項目

分析 1	分析 2	分析 3	分析 4	C&R (達成すべき) 項目
Pu U N F、Cl Am 不純物 C 水分 X線回折 比表面積 SEM 金相 α オートラジオ 粒度分布	Pu U Am 酸濃度 不純物	Pu U Am 酸濃度 不純物	SEM	<p>1. Pu富化度調整粉末を用いて得られたペレットの硝酸に対する溶解性が現行と比較して、同等又はそれ以上の結果が得られたか</p> <p>2. 溶解残差はどの位あるか</p> <p>3. どんな条件で溶解するかが明確になっているか</p>

表4.4-4 ペレット溶解性評価試験を行う試験場所及び使用する設備、装置

試験場所	試験装置
第一開発室 R-232 (G-2、4) R-129 (G-56、65) R-134 (G-27、40) R-131 (G-16、19)	X線回折装置 (R-232) 、粉末試験設備 (R-232) 、 製造試験設備 (R-129) 、投影機及び金属顕微鏡 (R- 134) 、SEM (R-136) 、窒素分析装置 (R-131) 、 F、Cl分析設備 (R-131)
第二開発室 C-101 (C-11、14、15、24) C-102 (C-20) C-103 (P-001) F-114 (W-31)	αオートラジオ設備 (C-103) 、O/M比分析設備 (C-101) 、分光分析設備 (C-102) 、Pu分析設備 (C-101) 、ガス分析装置 (C-101) 、水分分析装置 (C-101) 、炭素分析装置 (C-101) 、湿式試験設備 (F-114)

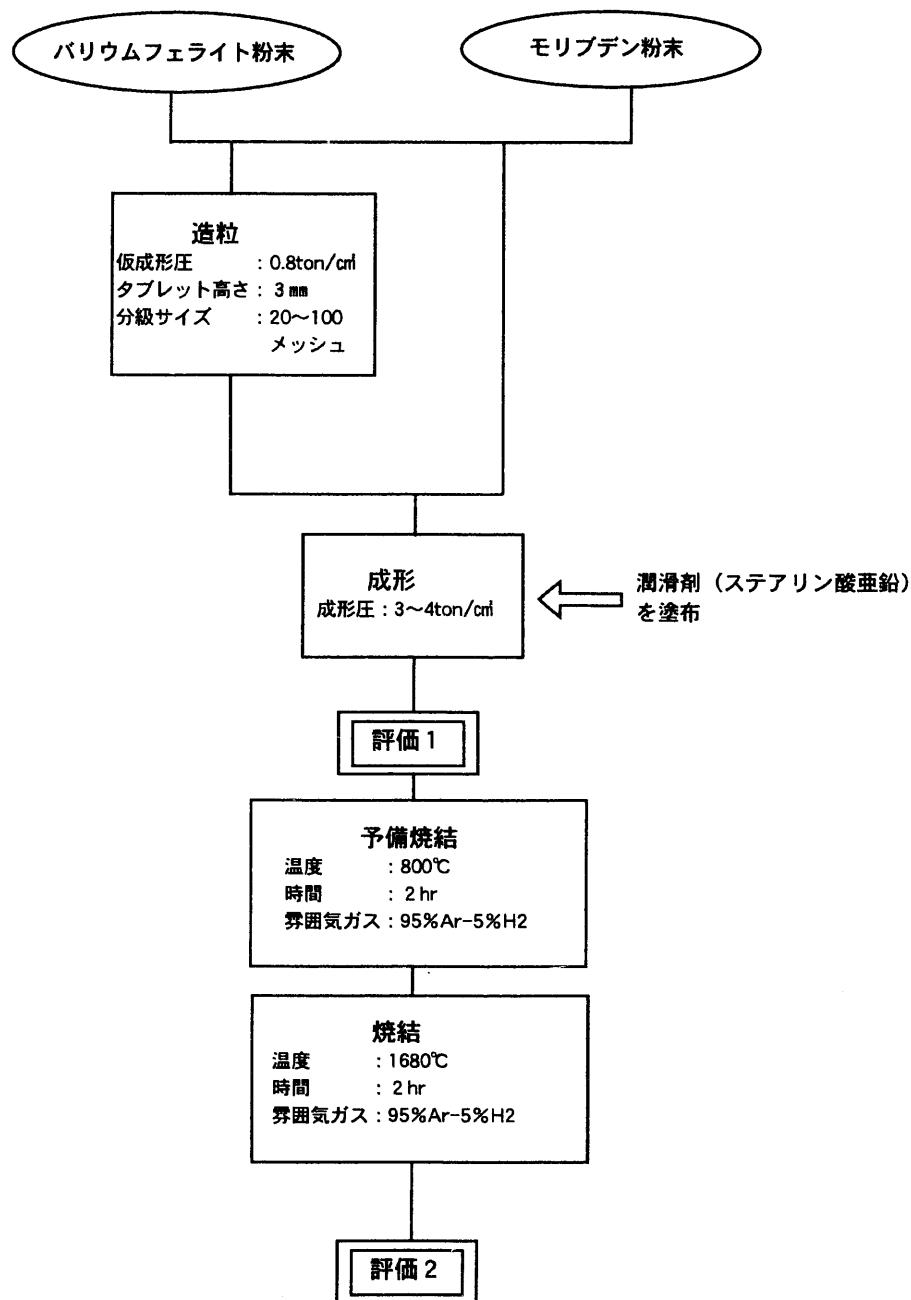


図4.5-1 成形試験の試験フロー

表4.5-2 成形試験の評価項目

評価1	外観検査（ラミネーション、キャッピング等の有無） 成形体密度 不純物 ペレット強度
評価2	外観密度（かけ、割れ等の有無） 焼結体密度 不純物 金相（結晶粒径、ポア分布）

表4.7-1 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
(1) Pu富化度調整技術開発 ① 任意のPu富化度に±2.5%で調整することができるのか。 ② 安定したPu富化度調整済粉末供給が可能か。 ③ 実機設備のコストはどの位になるのか。	① 4年度中に所定精度を有する計量槽が開発でき、現行のプロセスに組み込むことができるのか確認する。 ② 粉末中の不純物の組成及び量、比表面積・粒度分布・流動性等がロット間で一定になるか検討し、大きなロットになった場合の問題点を整理する。 ③ ショートプロセス技術完成時の経済コストが目標通り達成できるかを確認する。

表4.7-2 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
<p>(2) 粉末流動性改良技術開発</p> <p>① 粉末がダイスにスムーズ、かつ安定に供給できるように向上させることができたか。</p> <p>② 流動性指標の確立ができたか。</p> <p>③ 流動性を測定する簡便な機器の選定ができたか。</p>	<p>① ダイスの径が8mm、充填高さが25mm（中実ペレットの場合）、20mm（中空ペレットの場合）の条件にて成型を行い、その結果ペレット重量のバラツキが $\sigma \ll 0.1\text{ g}$ であることを確認する。</p> <p>② 流動性と充填量の相関関係を模擬粉末を使用し、明確にする。また、その指標を用いて、Pu富化度調整済粉末の流動性について調べる。</p> <p>③ 測定時間が短い、使用する粉末量が約100g程度、測定誤差が小さいなどを有する機器を選定あるいは開発する。</p>

表4.7-3 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
(3) ペレット直接成型試験及び焼結試験 ① 無造粒で直接成型できたか。 ② 焼結密度が95%T.D.以上、かつバラツキが現行と同等又はそれ以下のペレットができたか。 ③ Pu均一性が現行と比べて同等又はそれ以上になったか。 ④ ペレット収率が95%以上を達成できそうか。 ⑤ Pu富化度が焼結挙動等に及ぼす影響について整理できたか。	① 無造粒で成型したペレットが、従来法のペレットと外観や強度等が同等又はそれ以上であることを確認する。 ② 密度バラツキが $\sigma \ll 0.2\%$ であることを確認する。 ③ Puスポット径が $100\mu\text{m}$ 以下であることを確認する。 ④ 投入原料粉と製品ペレット回収量の比率が95%以上であることを確認する。また、その場合の課題の摘出及び整理をする。 ⑤ Puが粉末特性、成型体及び焼結体特性に及ぼす影響について、明確に整理する。

表4.7-4 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
<p>(4) ペレット溶解性評価試験</p> <p>① Pu富化度調整粉末を用いて得られたペレットの硝酸に対する溶解性が現行と比較して、同等又はそれ以上の結果が得られたか。</p> <p>② 溶解残差はどの位あるのか。</p> <p>③ どんな条件で溶解するのかが明確になっていいるのか。</p> <p>④ ペレット収率が95%以上を達成できそうか。</p>	<p>① ペレット溶解が99%以上であることを確認する。</p> <p>② 溶解残差中のPu含有率を調べ、Puの存在が確認された場合に、このPuを溶解させる方策を立てることができたかを確認する。</p> <p>③ 酸濃度、溶解時間・温度を明確にする。</p>

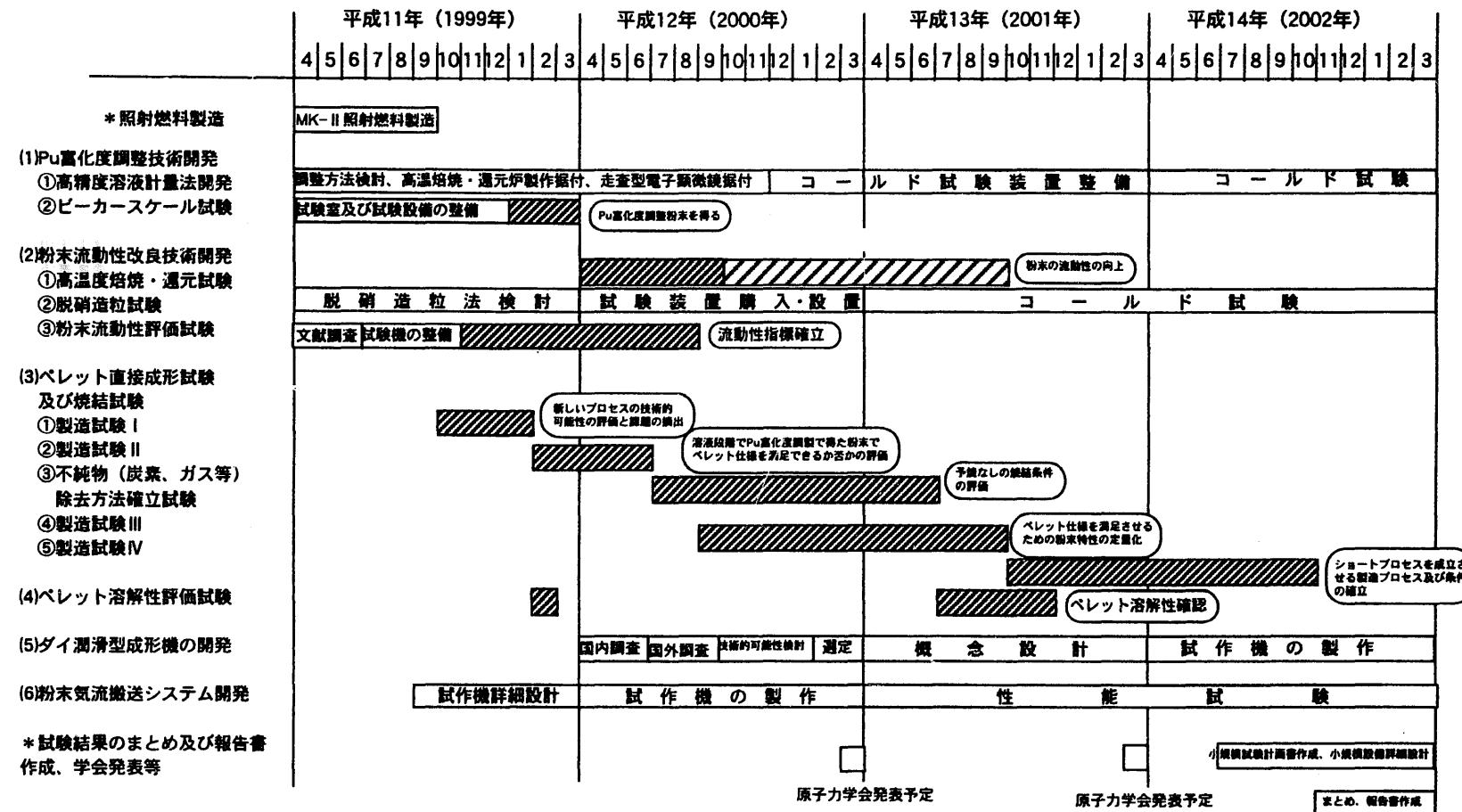
表4.7-5 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
<p>(5) ダイ潤滑型成型機の開発</p> <p>① MOX燃料製造に適した機能・機構を有する成型機（試作機を含め）が実現できる見通しが得られたか。</p> <p>② 実機設計に必要なデータは整っているか。</p>	<p>① 中空ペレット技術開発での成型機（ペレット6連式）をベースに試作機を製作する場合に、以下の点をチェックする。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・潤滑剤が均等、かつ均一に塗布できたか。 ・得られる成型体の外観、強度等が現行のものと比較して、同等であるか。 ・塗布する潤滑剤の量が0.2wt%以下であるか。 ・部品交換等のメンテナンスが簡単か。 <p>② 以下に示すデータを整理する。</p> <ul style="list-style-type: none"> ・実機の大きさ ・1分間に成型可能なペレット個数 ・最適潤滑剤量 ・塗布速度

表4.7-6 C&R項目に対する判断基準

C&R項目	判断基準
(6) 粉末気流搬送システム開発 ① 試作機を用いて性能試験を実施し、最適な粉末輸送条件を見出すことができたか。 ② 輸送時における課題を解決することができたか。 ③ 実機設計に必要なデータは整っているか。	① 以下の条件を明確にする。 <ul style="list-style-type: none"> ・搬送速度 ・混合比（粉体と空気の割合） ・粉末の密度（かさ密度、真密度） ・輸送管内径 ・粉末供給量 ② 次に示すトラブルについての対策を実施できるか。 <ul style="list-style-type: none"> ・閉塞 ・付着 ・磨耗 ・ホールドアップ対策 ・グローブボックス負圧対策 ③ 以下に示すデータを整理する。 <ul style="list-style-type: none"> ・配管経路の長さ ・搬送条件 ・管内コーティング材質

図4.8 試験スケジュール



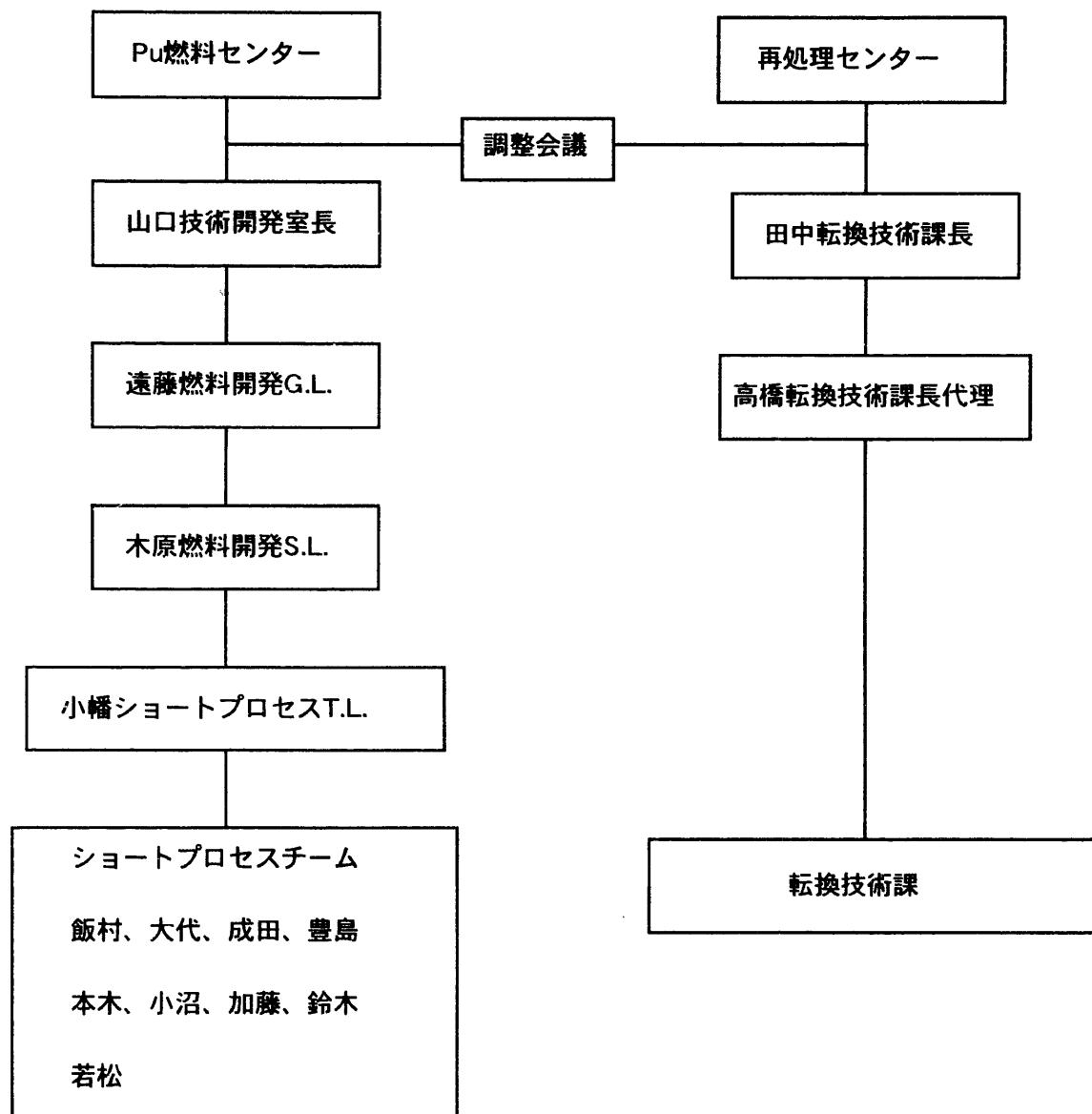


図5 試験実施体制