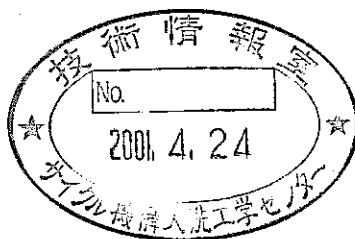


リチウム中材料腐食試験用キャプセル材の耐久性試験

(技術報告書)

2000年12月



核燃料サイクル開発機構
大洗工学センター

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

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)
2000

リチウム中材料腐食試験用キャプセル材の
耐久性試験
(技術報告書)

浅田 隆*¹、河井政隆*²

要 旨

耐熱合金のリチウムに対する腐食特性を評価するための試験に用いるキャプセルについて、キャプセルそのもののリチウムに対する耐食性を調べ、このキャプセルを用いて行う耐熱合金腐食試験方法を確定した。

試験は500℃から実施し、順次温度を上げ、最高1200℃まで行った。一回あたりの試験時間は100時間とし、各試験毎にキャプセル及びキャプセル内に入れたキャプセル部材試験片を観察し、リチウムに対する耐食性を調べた。その結果次のことが明らかになった。

- ① キャプセル材であるNb-1Zrについては、1200℃まで顕著な腐食はなく、リチウムに対して優れた耐蝕性を示した。
- ② Nb-1Zrの溶接部については、リチウムに対する耐食性を向上させるため、アルゴン雰囲気中で1200℃、1時間の熱処理を行った。この溶接部については、800℃加熱あたりからピード表面及び熱影響部に結晶粒模様が現れ、母材に比べてやや耐蝕性は劣っているようであった。しかし、深い浸食はなかった。
- ③ キャプセルについても上記と同様で、目に見える亀裂やリチウムの漏洩はなかった。またシール用のOリング（リチウムには接しない）についても1200℃までリチウムの漏洩はなかった。
- ④ 以上の試験結果（1200℃については試験時間を延長）から、リチウム試験に使用するキャプセルは、各温度に対して少なくとも以下の時間まで使用できることが確認できた。

温度	使用可能時間
800℃	600時間以上
1000℃	400時間以上
1200℃	200時間以上
- ⑤ Niの入っているステンレス鋼及びインコロイについては700～800℃あたりからはっきりとした浸食が始まり、1000℃を超えると著しく浸食された。

*1 大洗工学センター 要素技術開発部 管理グループ

*2 常陽産業株式会社

本報告書は、基盤技術開発部先進技術開発室において、1993年に実施された調査及び試験をまとめたものである。

The durability test of the capsule material used for corrosion test in lithium

Takashi Asada ^{*1}, Masataka Kawai^{*2}

Abstract

Durability in lithium of the capsule material which will be used for corrosion test of heat resisting metals was examined and the corrosion test procedure was confirmed.

The tests were carried out from 500°C till maximum 1200°C. Heating time per a test was 100 hr, and the capsule and the corrosion test specimens were observed after each test. The results were as follows.

- ① The capsule material of Nb-1Zr was not remarkably attacked till 1200°C.
- ② Welding part of capsule specimen was heat treated at 1200°C, 1hr in argon to improve corrosion resistance to lithium. At the surface of welding bead and heat affect zone of this part, grain boundaries were appeared from about 800°C. It shows that the welding part is less corrosion resistance compared with base metal. But deep corrosion was not observed.
- ③ The capsule used for these tests was also observed, and obvious crack and lithium leak was not found.
- ④ From these tests it is confirmed that Nb-1Zr capsule is usable to lithium corrosion test until following time at each temperature.

temperature	time
800°C	600hr or more
1000°C	400hr or more
1200°C	200hr or more

- ⑤ Corrosion of stainless steel include Ni was initiated at 700-800°C, and over 1000°C it became conspicuously.

*1 : Administrative Management Group, Advanced Technology Division

*2 : Joyo Industry Cooperation

目次

要旨	i
1. 概要	1
2. 試験方法	1
3. 試験結果要旨	2
3.1 500～1200℃加熱試験結果	2
3.2 Nb-1Zr 試験片のみによる 1200℃加熱試験結果	4
3.3 試験片の洗浄	5
4. 結論	5
5. 謝辞	6
添付資料	15
I リチウムを用いた材料試験要領	17
II 試験結果	59
III キャプセル材のリチウム中腐食試験結果	70

図一覧表

図1	リチウム中材料腐食試験要領	7
図2	蓋付キャプセル組立図	8
図3	キャプセル収納容器	9
図4	高温電気炉	10
図5	電気炉内温度分布	11
図6	リチウム中腐食試験片の重量変化（アセトン中超音波洗浄）	12
図7	リチウム中で加熱試験を行った試験片の洗浄法による重量差	13

1. 概 要

材料フロンティア研究の一つとして、高温リチウムに耐える耐熱合金の創製が計画され、そのための研究が進められている。ここではその耐熱合金のリチウムに対する腐食特性を評価するための試験に用いるキャプセルについて、キャプセルそのもののリチウムに対する耐蝕性を調べ、このキャプセルを用いて行う耐熱合金腐食試験方法を確定する。

2. 試験方法

耐熱合金の腐食試験は図1に示す手順で行うことを計画しており、それと同じ方法で本試験を行った。すなわち、腐食試験に用いるNb-1Zr製のキャプセルの中に、リチウムとキャプセル構成材試験片を入れ、温度を上昇させながらキャプセル及び試験片の腐食挙動を調べた。その手順の概要は以下のとおりである。

なお、標準的なリチウム中材料試験要領及び試験装置の詳細は、それぞれ添付資料の1及び2に示す。

(1) 試験用キャプセル

図2に示す下部を端栓溶接したNb-1Zr製の蓋付きのキャプセルを用いる。

(2) 試験片及びリチウムの組み込み

試験片及びリチウムのキャプセル内への組み込みはアルゴン雰囲気グローブボックス内で行う。組み込み手順は、リチウムを加熱する前に、先ずキャプセル内に棒状(10φ×50ℓ)のリチウムを入れ、バンドヒータでキャプセルを加熱してリチウムを溶かし、キャプセルの底にリチウムを集める。その上から試験片ホルダーを入れ、溶けたリチウム中に試験片ホルダーを沈め、冷却する。

試験片組み込み後のキャプセルは、同じグローブボックス内でNb-1Zr製のキャプセル収納容器(図3)の中に入れ、Oリングでシールする。

(3) 試験片の種類

Nb-1Zr母材	:	10×10×2mm,	2個
Nb-1Zr溶接部	:	約15×15×2mm,	2個
インコロイOリング	:	約20mmℓ	2個
(キャプセルの蓋のシール用)			

SUS304(参照材)	:	10×10×2mm,	2個
-------------	---	------------	----

(4) リチウム

バッテリーグレイド押し出し加工品

純度：99.8%以上

(5) キャプセルの加熱

図4に示す電気炉に、上述の収納容器に入ったキャプセルを挿入し、加熱する。

加熱条件は以下とする。

- ① 500℃、50時間
- ② 600℃、100時間
- ③ 700℃、100時間
- ④ 800℃、100時間
- ⑤ 900℃、100時間
- ⑥ 1000℃、100時間
- ⑦ 1100℃、100時間
- ⑧ 1200℃、100時間

なお、上記設定温度は電気炉ヒータ温度であり、炉内温度（軸方向中央部）はそれより約30℃低かった。また、電気炉内の軸方向温度分布は図5に示す通りで、試験片の設定位置ではヒータ温度より約50～70℃温度が低い。

(6) 加熱後の試験片の観察

各加熱終了後、リチウムを水洗浄し、試験片をキャプセルから取り出す。その後、試験片の重量測定及び外観観察を行い、腐食状況を調査する。

試験片観察後、同じ試験片を上述の手順に従ってキャプセルに組み込み、(5)に示す次の温度で加熱する。

以上を繰り返す。

3. 試験結果要旨

3.1 500～1200℃加熱試験結果

試験結果の詳細は、添付資料Ⅲの「キャプセルのリチウム中腐食試験結果」に示すので、ここではその要点を述べる。

キャプセル材であるNb-1Zrはリチウムに対する耐蝕性があり、1200℃程度まではリチウム中で使用できると言われている。しかし、溶接部については母材に比べて弱いとされており、溶接条件が悪い場合にはそこがリチウムに浸食される。腐食試験に使用する

キャプセルは図2に示すように溶接部を有しているため、この部分が最も問題になると思われる。本試験に用いたキャプセルの溶接については、高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内でTIG溶接により行った。

本試験に使用したキャプセル及び試験片の溶接部は、リチウムに対する耐食性を高めるため、1200℃、1時間の熱処理を行った。この熱処理は高真空中で行うことが望ましいが、真空熱処理炉がなかったため、腐食試験に使用する電気炉を用い、アルゴンガス中で熱処理を行った。

試験温度については、リチウムを用いる初めての試験であったため、500℃から開始し、保持時間については腐食特性を評価できるであろうと考えられる100時間（但し、500℃では50時間）とした。試験片の腐食状況は重量変化と表面観察によって調べ、キャプセルの健全性は表面観察によって調べた。

以下に各試験片およびキャプセル毎の結果の要旨を示す。

(1) SUS304試験片

500℃から表面がややくもりを帯び始め、700℃では表面に圧延跡のようなスジが見えるようになった。重量減少は900℃あたりから大きくなり、以降、温度の上昇と共に重量減少は加速度的に大きくなっていった（図6）。1000℃になると肉眼でははっきり分かるほど浸食が進み、1100℃では表面がえぐられ、1200℃では激しく浸食されて試験片が小さくなった。重量減の合計は350mgで、これは初期重量1.53gの23%にあたる。

リチウムによる浸食は、主にニッケルがリチウム溶けるためと言われており、SUS304の中に含まれている約10%のニッケルがリチウム中に溶けて出し、それによって重量が減少したものと推定される。900℃試験後のリチウムを分析した結果、リチウム中にNiが28ppm含まれていた。

(2) インコロイOリング試験片

インコロイはニッケルが約30%とSUS304よりニッケル量が多いため、重量減がより著しく、700℃ではっきりした減少を示し、以降急激に減少が進んだ（図6）。特に1000℃以降の減少が大きく、1000℃で初期重量（0.13g）の半分に、1100℃で1/4に、1200℃ではほとんど無くなってしまった。

(3) Nb-1Zr母材試験片

リチウムに対する耐蝕性が良いと言われるこの材料は、肉眼で見るかぎり浸食されてい

る様子はない。重量は800℃で僅かに減少したが、SUSおよびインコロイ試験片から溶けだしたものがこの試験片の表面に付着したため、900℃から重量が増加していった(図6)。その増加の程度は、SUSおよびインコロイ試験片の重量減が大きくなるにしたがって大きくなった。

(4) Nb-1Zr溶接部試験片

Nb-1Zr母材試験片とそれほど大きな差はないが、800℃での重量減が母材試験片よりは大きく、溶接熱影響部がやや荒れた感じになった。1000℃では結晶粒模様が表面に現れた。重量は母材試験片同様900℃から増加に転じ、増加量は段々大きくなっていった。

(5) キャプセル

キャプセルは1200℃まで特に大きな変化はなく、キャプセルとしての性能を維持した。溶接部については、900℃までは変化はなかったが、1000℃で下部の溶接熱影響部に肥大化した結晶模様が現れ、腐食が進行したことがうかがえた。しかし1100℃以降は、SUSおよびインコロイ試験片から溶けだしたものが表面に付着したため、その結晶模様ははっきりしなくなった。

(6) キャプセルのOリングシール

キャプセルにはインコロイ800製のOリングを用いた(上述のOリング試験片はこれから採った)。但し、高温での焼きつきを懸念して、締めつけはスパナは用いず手で行ったため、800℃と900℃の時にOリング部からいくらかリチウム(蒸気)が漏れた。そのため、その後は手による締めつけを強め、それによって漏れはなくなった。この結果から、1200℃、100時間まではこのOリング方式が採用できることが確認できた。

3.2 Nb-1Zr試験片のみによる1200℃加熱試験結果

Nb-1Zr試験片の浸食の程度を調べるため、引き続きNb-1Zr試験片のみによる試験を行った。試験温度は最高の1200℃とし、時間はこれまでと同じ100時間とした。キャプセルはこれまで使用していたものを用い、試験片については新たにNb-1Zr母材試験片を2個入れた。

結果は、この100時間試験後では、キャプセル内面に付着していたものが試験片に移行したためか、試験片はいずれも重量が増加した。その重量の増加量は、SUS及びインコロイ試験片を一緒に入れて行った1200℃の場合に比べると、継続試験片で約1/7になった。新規試験片の重量増は8mgで、継続試験片より約1桁大きかった。これは、

新規試験片の方が表面に付着しやすかったためと思われる。

キャプセル内面については、下部溶接部は付着物がほぼ取れ、溶接ビードがはっきりと見えるようになった。表面には結晶粒模様が現れていたが、深い浸食は肉眼では観察されなかった。上部溶接部は付着物が表面を覆っていて、ビードもはっきりせず、付着物が下部から上部へと移行した様子が見えた。

3. 3 試験片の洗浄

リチウム中で加熱した後の試験片は、水洗浄によってリチウムを完全に落とした後アセトンで洗浄したが、試験片の重量測定にあたっては、洗浄方法の差による影響を調べるため、超音波洗浄の前後で重量測定した。水洗浄後の試験片洗浄条件は以下の通りである。

- ① 静止アセトン中に30分保持（超音波洗浄前）
- ② その後アセトン中で超音波洗浄1時間

この超音波洗浄による重量減は、板状の試験片については最大0.3 mgであった（図7）。したがって微量の重量増減を問題にする場合には超音波洗浄が必要である。なお、インコロイDリング試験片については、中空試験片であるため、超音波洗浄による重量増減の変動が大きかった。

4. 結 論

リチウム中材料腐食試験に使用するキャプセル及びキャプセル材について、リチウムに対する耐蝕性を調べた。試験は最高1200℃まで実施し、次の結論が得られた。

- ① キャプセル材であるNb-1Zrについては、1200℃まで顕著な腐食はなく、リチウムに対して優れた耐蝕性を示した。
- ② Nb-1Zrの溶接部については、リチウムに対する耐蝕性を向上させるため、アルゴン雰囲気中で1200℃、1時間の熱処理を行った。この溶接部については、1000℃加熱後あたりからビード表面及び熱影響部に結晶粒模様が現れ、母材に比べてやや耐蝕性は劣っているようであった。しかし、深い浸食はなかった。
- ③ キャプセルについても上記と同様で、目に見える亀裂やリチウムの漏洩はなかった。またシール用のOリング（リチウムには接しない）についても1200℃までリチウムの漏洩はなかった。これらの結果から、リチウム試験に使用するキャプセルは各温度に対して少なくとも以下の時間まで使用することができる。

温度	耐久性
800℃	600時間以上
1000℃	400時間以上
1200℃	200時間以上

- ③ Niの入っているステンレス鋼及びインコロイについては700～800℃あたりからはっきりとした浸食が始まり、1000℃を越えると著しく浸食された。

5. 謝 辞

本試験のうち、リチウム中の窒素及びニッケルの分析については、実験炉部技術課の曾根さん（現東海事業所、プルトニウム燃料センター）、検査開発株式会社の永井さん、吉川さん、有馬さんに実施していただきました。感謝いたします。

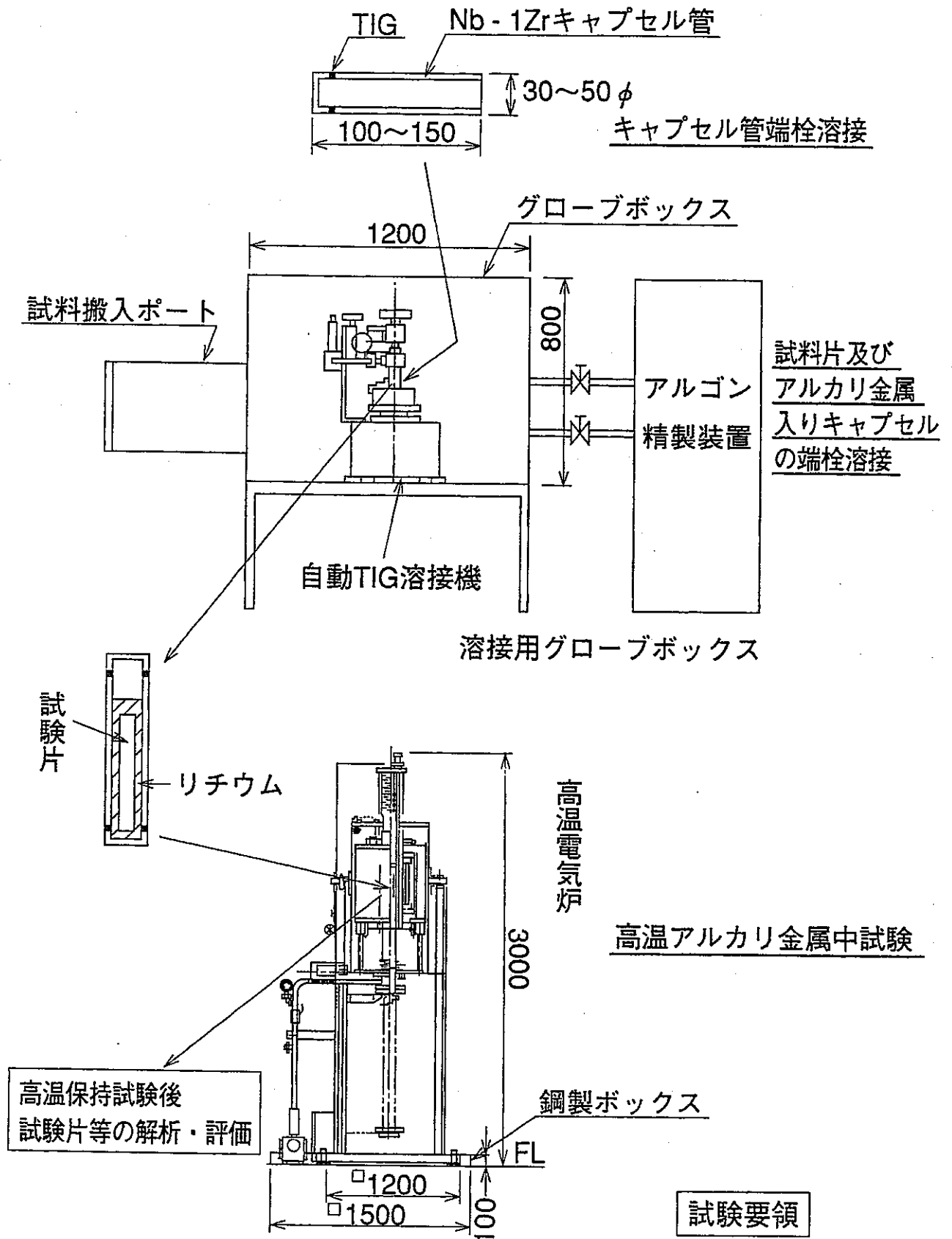
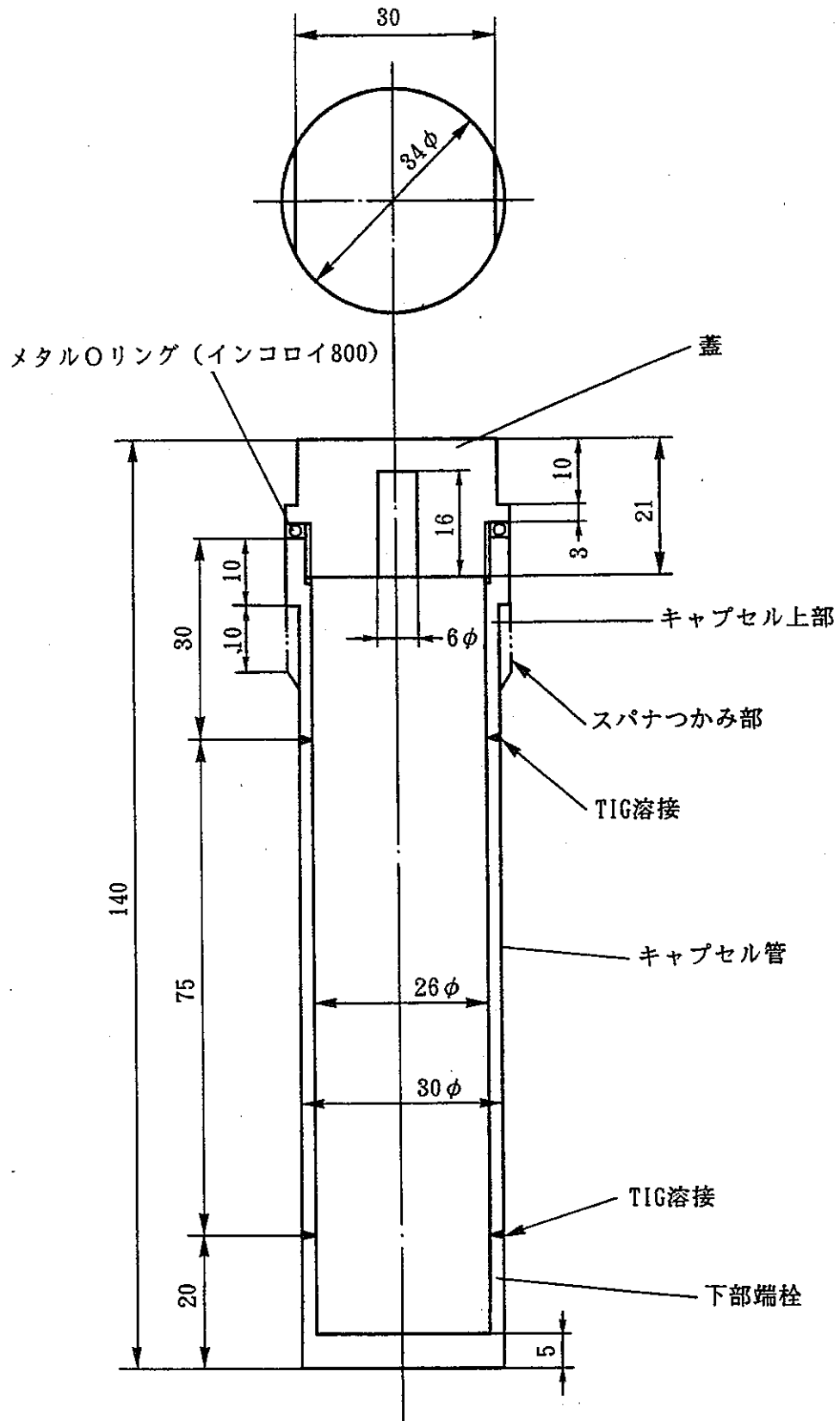


図1 リチウム中材料腐食試験要領



材質 Nb-1 Zr

図2 蓋付キャプセル組立図

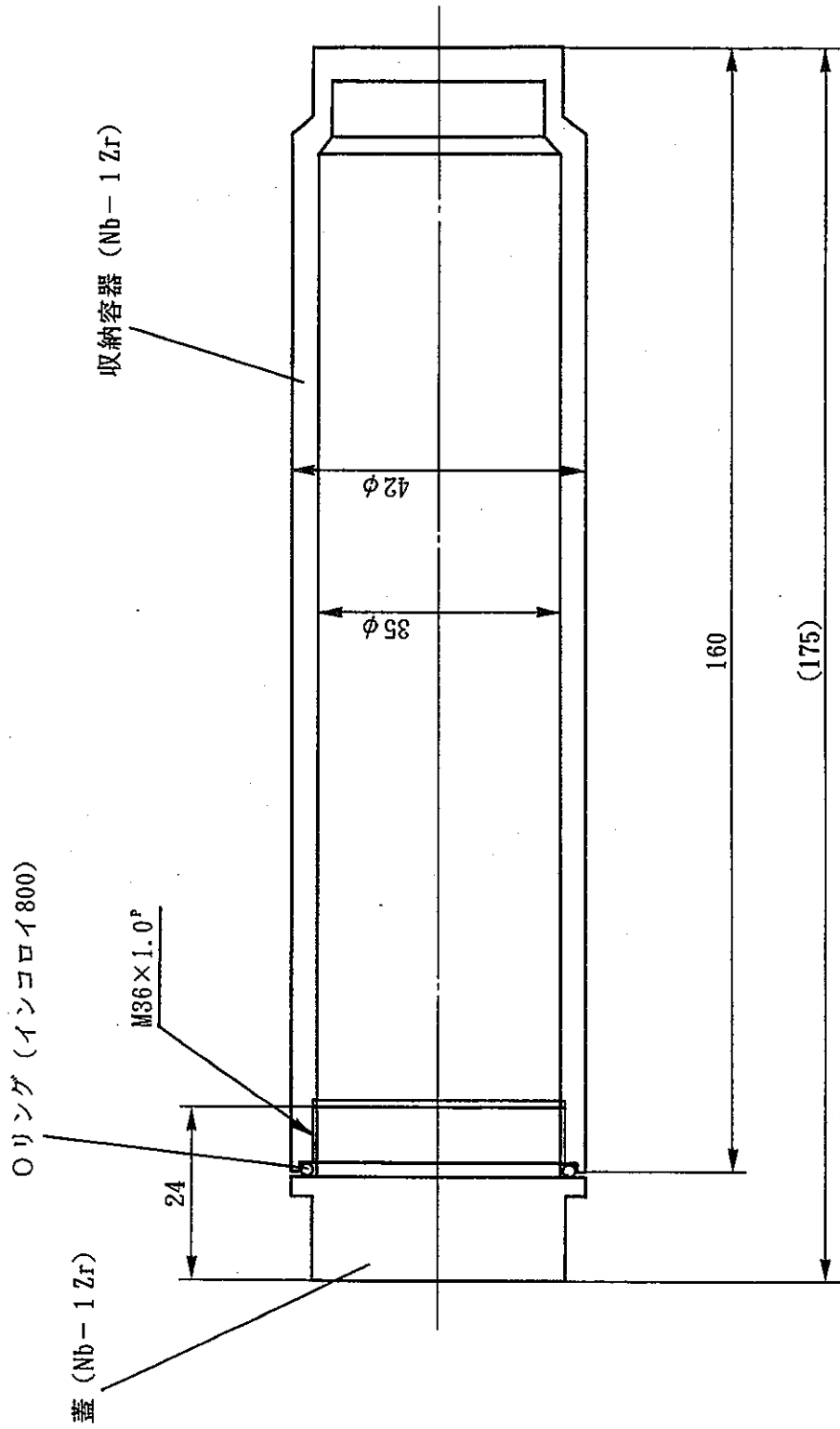


図3 キャプセル収納容器

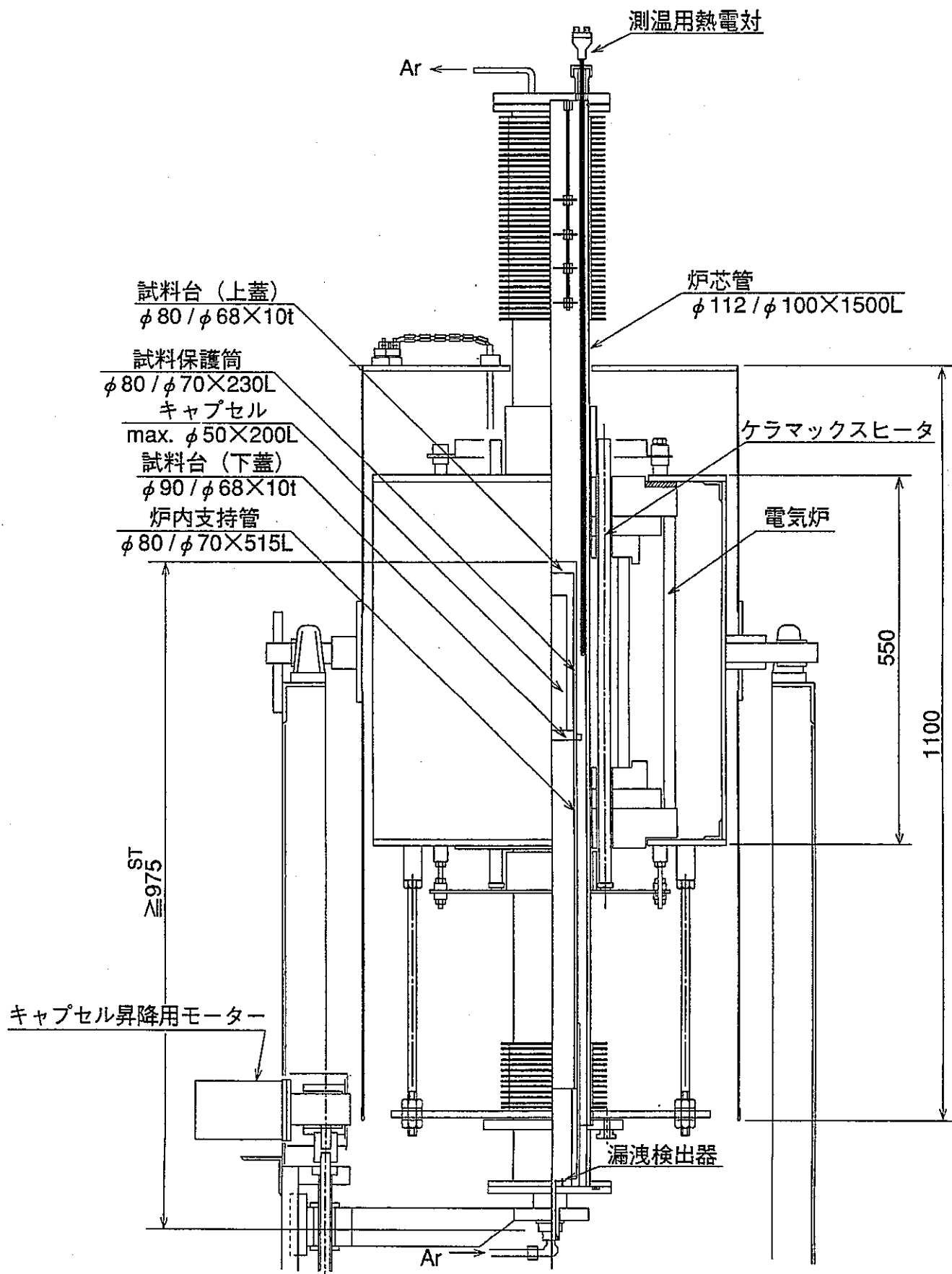
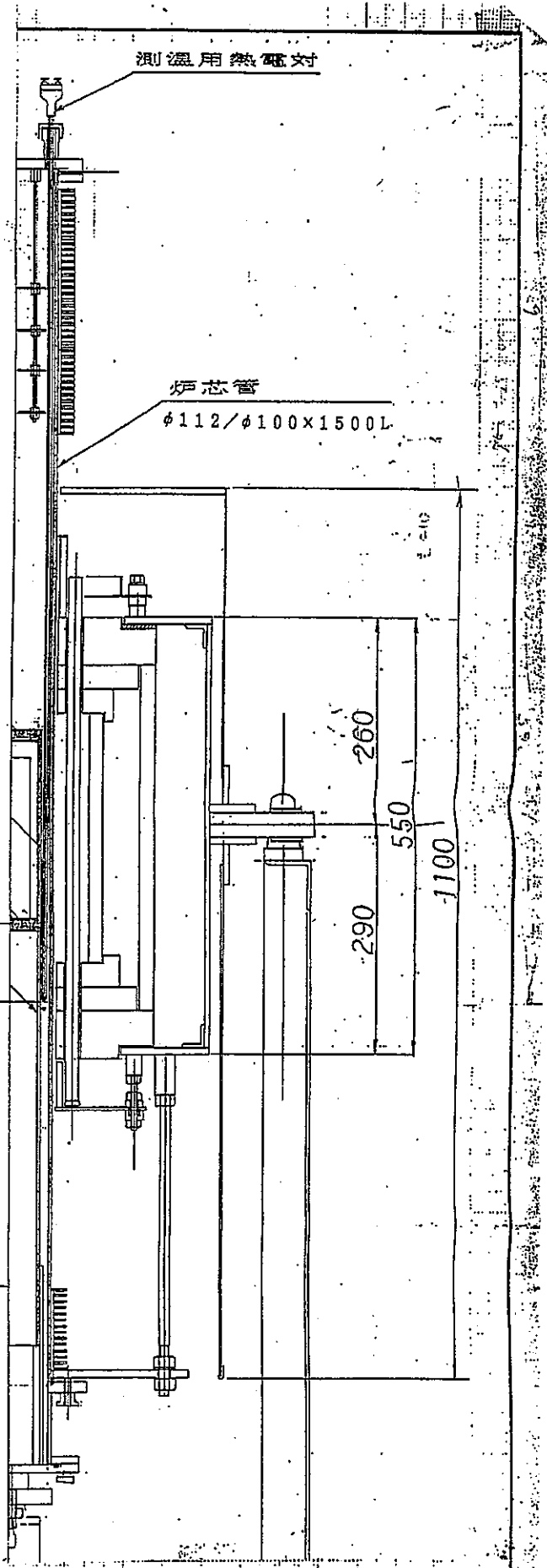
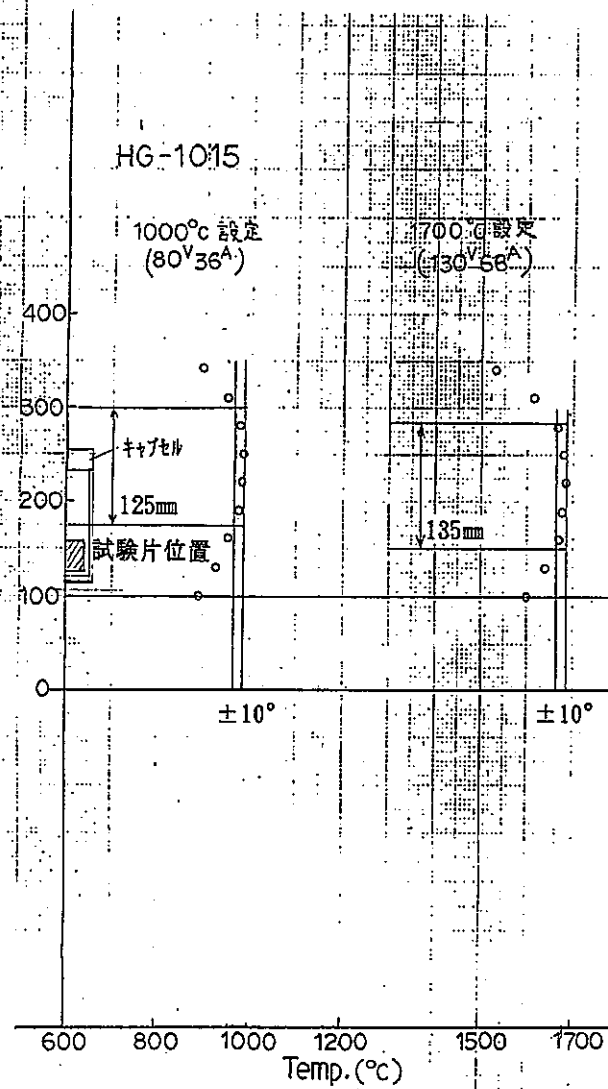


図4 高温電気炉

1991.9.19.

No.	位置 (mm)	1000℃	1700℃
1	100	890	1598
2	130	926	1641
3	160	953	1664
4	190	973	1678
5	220	983	1683
6	250	985	1678
7	280	976	1666
8	310	949	1617
9	340	897	1529



※試験台、フタの4ヶ所に穴有り。

図5 電気炉内温度分布

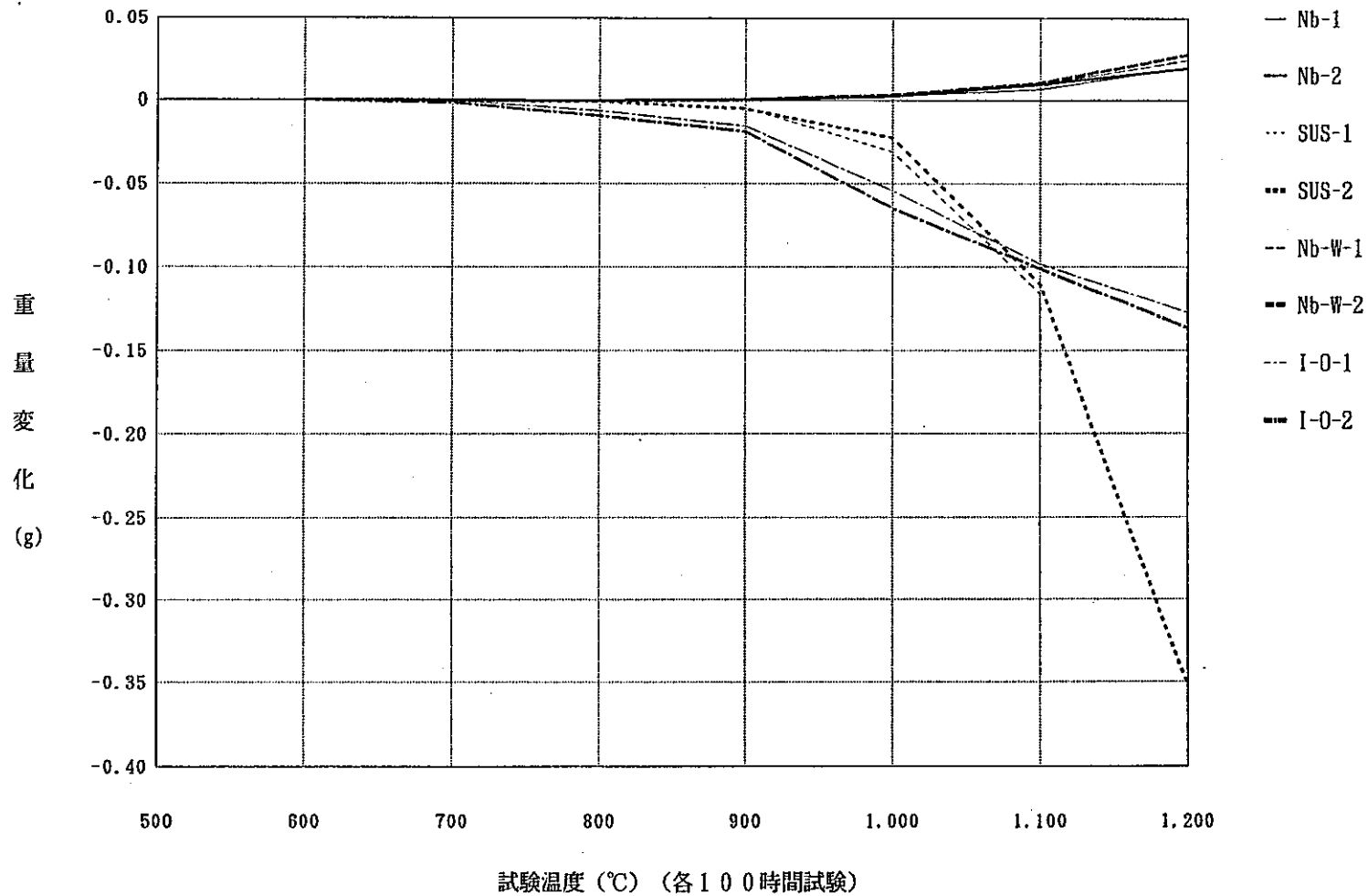


図6 リチウム中腐食試験片の重量変化 (アセトン中超音波洗浄後)

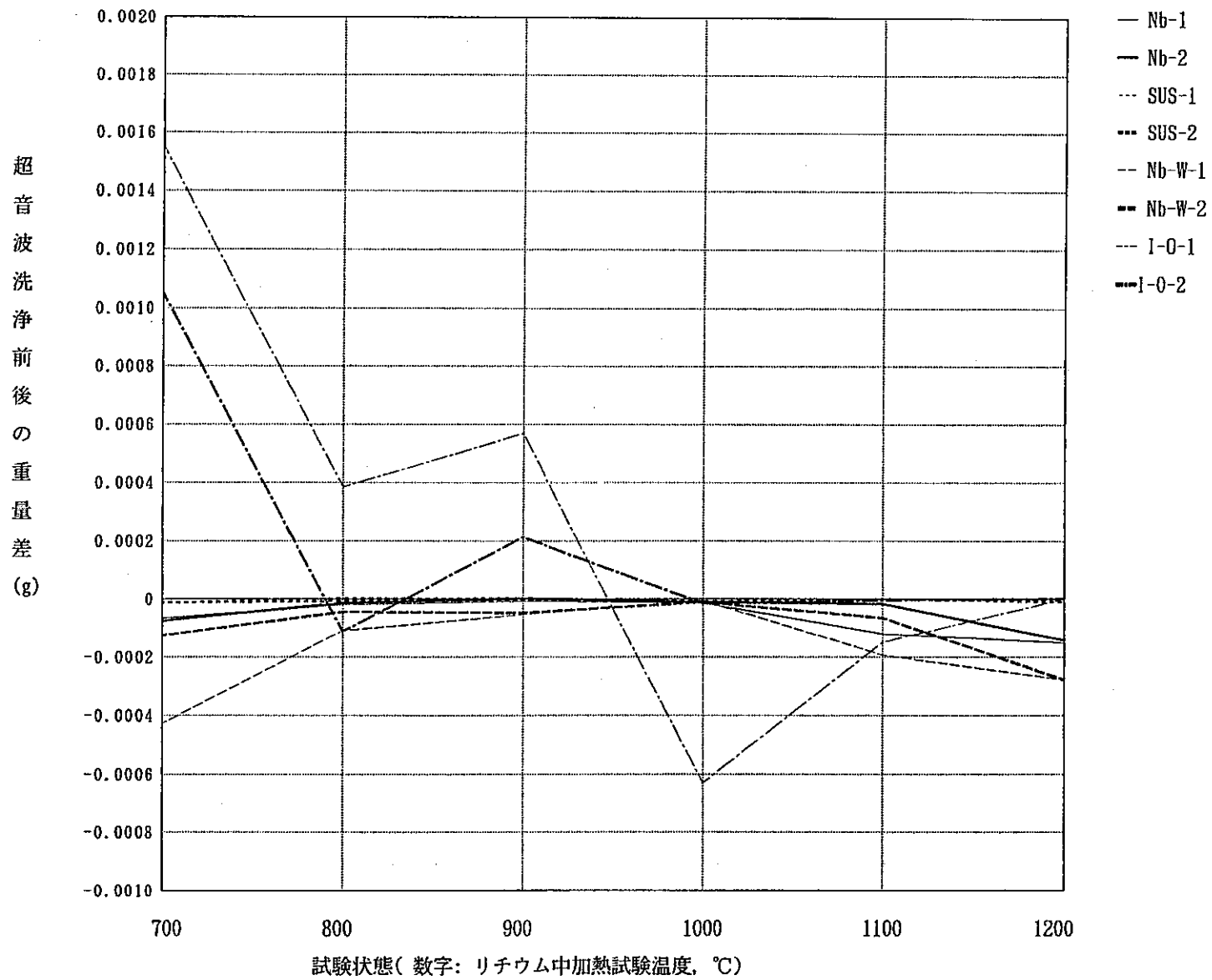


図7 リチウム中で加熱試験を行った試験片の洗浄法による重量差 (超音波洗浄後重量 - 粗洗浄後重量)

添付資料

- I リチウムを用いた材料試験要領
- II 試験装置
- III キャプセル材のリチウム中腐食試験結果

添付資料 I

リチウムを用いた材料試験要領

1. 概要

高温リチウムに耐える耐熱合金の創製を目的としたリチウム中材料腐食試験を安全に行うため、試験は次の要領で行う。

2. 試験要領

2. 1 試験キャプセル製作

試験は、キャプセル内に試験片とリチウムを入れ、それを電気炉内で加熱するキャプセル試験方式であるため、次の手順で試験用キャプセルを製作する。

(1) 試験用キャプセルの下部端栓溶接

高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内で、キャプセル用のNb-1Zr管と同材の下部端栓をTIG溶接によって溶接する。

(2) キャプセルへの試験片及びリチウムの組込み

高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内で、下部端栓溶接したキャプセルの中にリチウムを挿入し、バンドヒータで加熱しリチウムを溶かす。その溶かしたリチウム中に試験片を組み込んだホルダーを挿入する。冷却後、キャプセルの蓋をする。なお、リチウムは1回の試験に必要な量(約20g)をアルゴン封入したアルミパック内に入れておき、高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内で開封する。

(3) キャプセル収納容器へのキャプセルの挿入

キャプセルからリチウムが漏洩した場合にリチウムが外部へ漏れるのを防止するためのキャプセル収納容器へ、キャプセルを挿入する。挿入は高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内で行い、収納容器内もアルゴンガスで満たす。

2. 2 材料腐食試験

試験材料のリチウム中での腐食特性を調べるため、試験片の入ったキャプセルを高温電気炉内で加熱する。

(1) 電気炉内へのキャプセルの挿入

キャプセルの入ったキャプセル収納容器を電気炉内に挿入し、炉内をアルゴンガス雰囲気です。

(2) 電気炉昇温（腐食試験）

材料の試験温度まで昇温し、所定時間保持する。試験中は定期的に電気炉を点検し、温度に異常はないか、リチウムが漏洩していないかを確認する。なお、電気炉には過昇温警報、リチウム漏洩警報が備えてあり、それらの異常時には自動的に電源が切れるようになっている。

2. 3 腐食試験後の材料試験

腐食試験の終了後、キャプセルから試験片を取り出し、材料の金相試験等を行う。

(1) キャプセルの取り出し

キャプセル収納容器を電気炉から取り出し、高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内で収納容器の上蓋を開け、キャプセルを取り出す。

(2) 試験片の取り出し

高純度アルゴン雰囲気グローブボックス内でキャプセルの蓋を開け、バンドヒータでキャプセルを加熱してリチウムを溶かし、中から試験片ホルダーを取り出す。

(3) 分析用リチウムの採取

試験片ホルダー取り出し後、溶融したリチウム中にステンレスカップを入れ、不純物分析用のリチウムをカップ内に採取する。カップを冷却後、グローブボックス内でビニール袋に入れ、シールをする。

(4) 試験片の洗浄

試験片をホルダーごとアンモニア洗浄装置を用いてアンモニア洗浄し、試験片に付着したリチウムを除去する。洗浄に使用したアンモニアは蒸発させ、空気で薄めて排気系から大気中に排気する。

(5) リチウムの分析

ステンレスカップに採取したリチウムについて、リチウム中の不純物を分析する。

(6) キャプセルの洗浄

リチウムが入ったキャプセルは、鋼製の水槽に入れ、水で溶かして処理する。1 試験当たりのリチウム量は 20 g 以下であるので、室温で水と反応させれば、発火や爆発の危険はなく、リチウムは水と反応して水酸化リチウムになる。この水酸化リチウムを水で充分希釈して廃棄する。

(7) 試験片の金相試験

洗浄後の試験片について、マイクロ組織観察等の金相試験を行う。

高温リチウム中腐食試験手順（写真1～41）

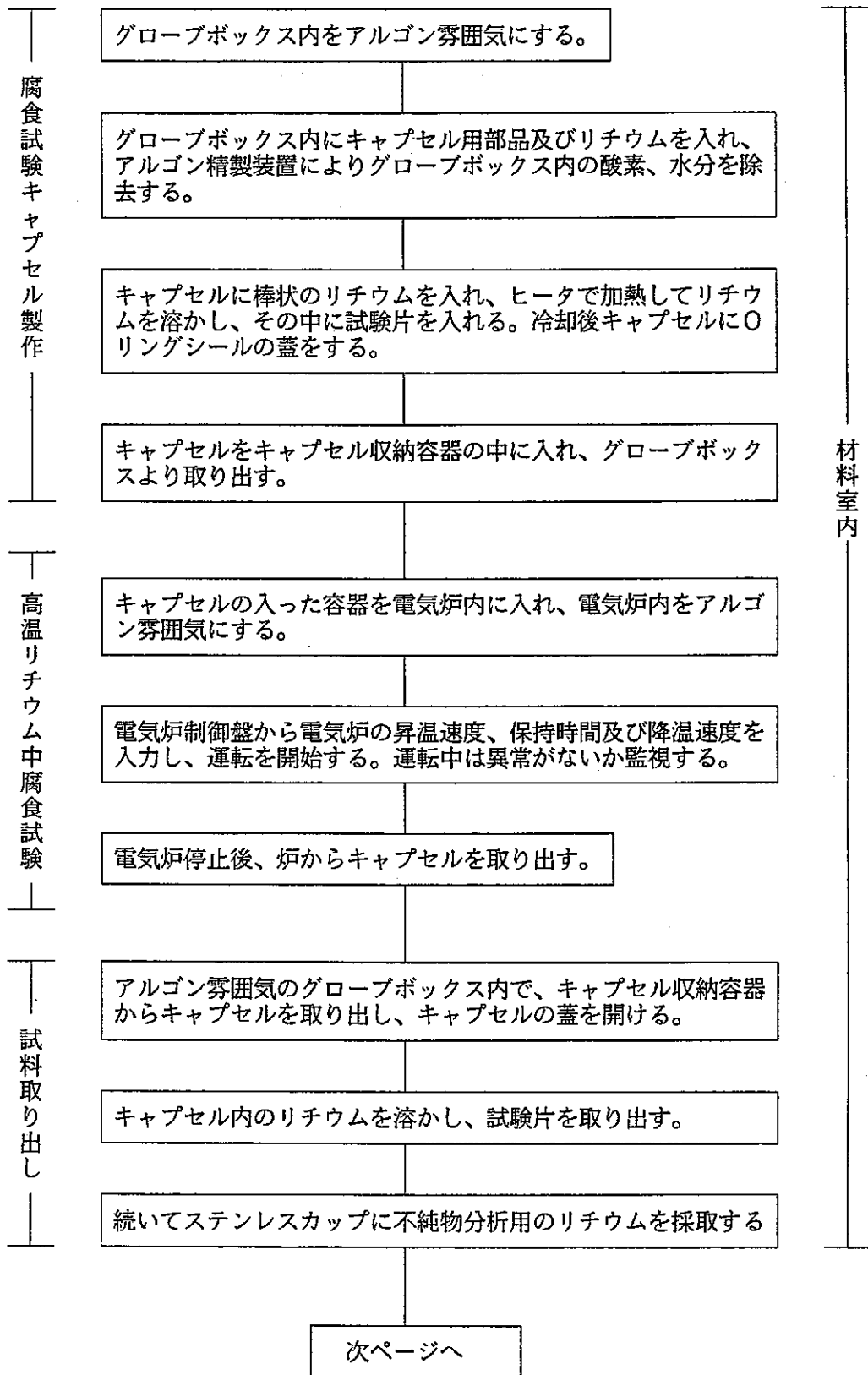


図1 高温リチウム中腐食試験手順（1）

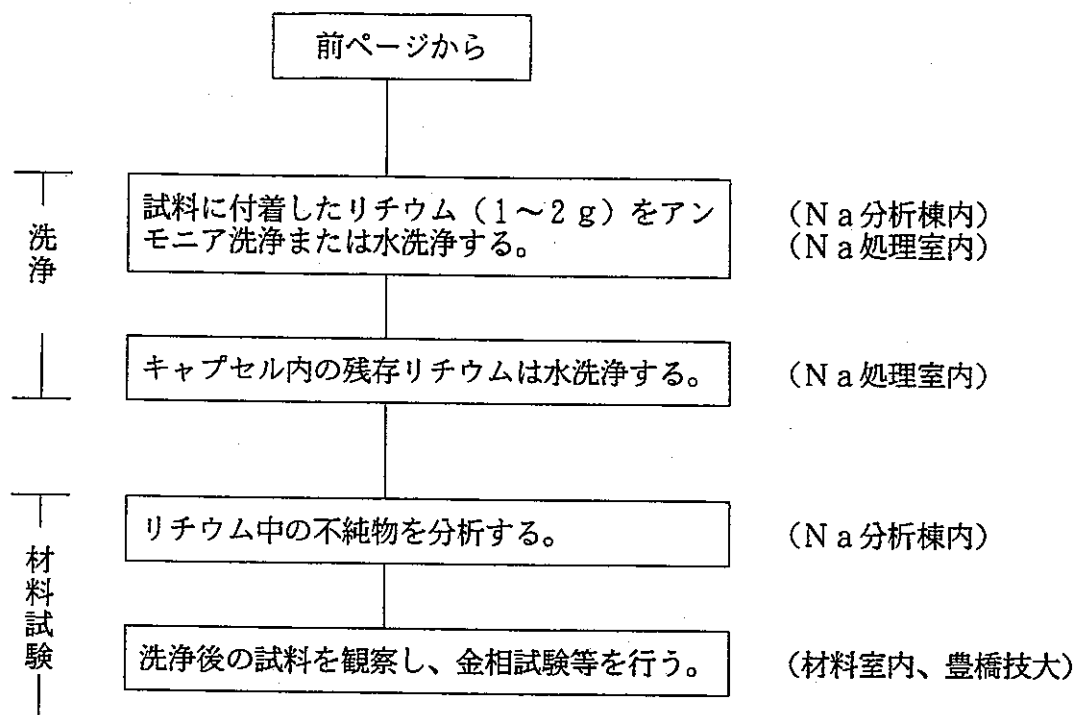


図1 高温リチウム中腐食試験手順(2)

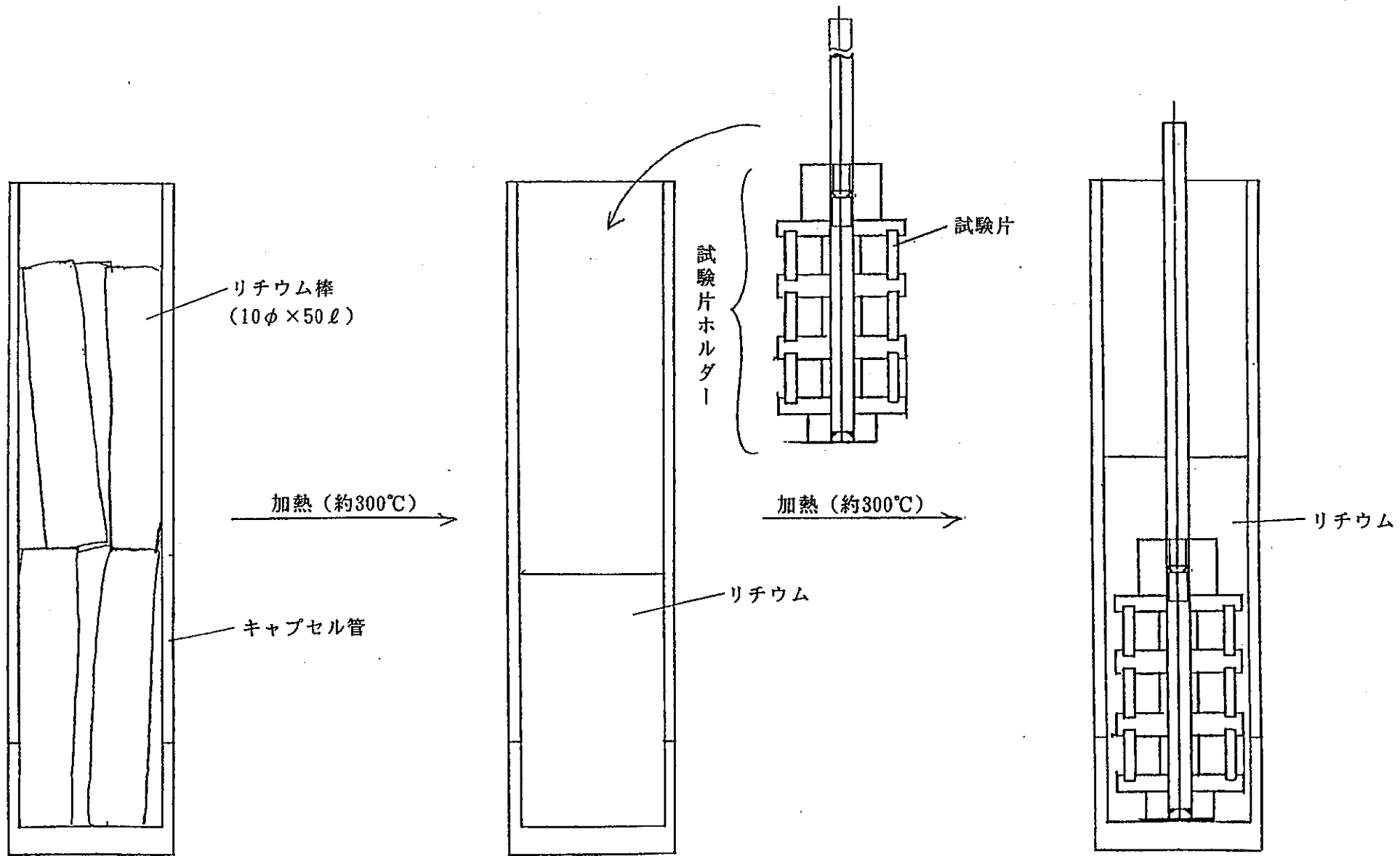


図2 試験片及びリチウムのキャプセルへの組み込み

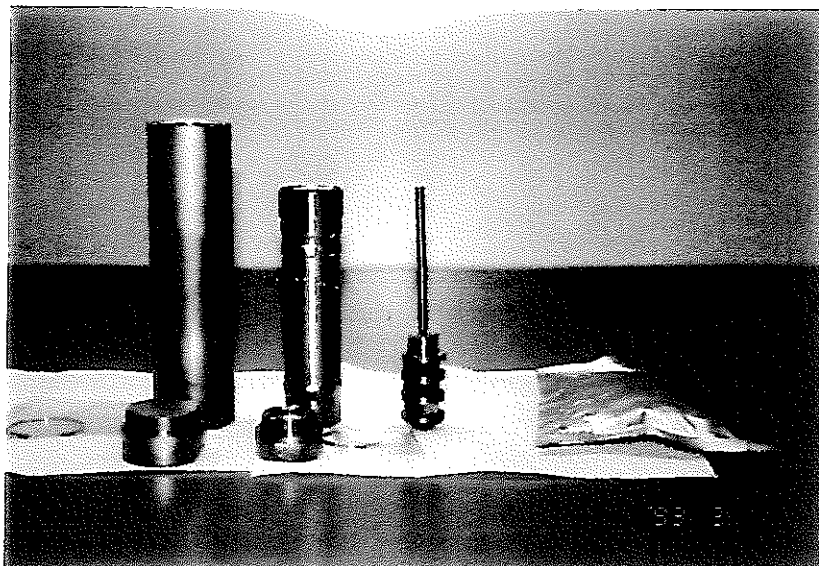


写真1

試験試料一式

左から

- ・キャプセル収納容器と同Oリング
- ・キャプセルと同Oリング
- ・試験片組込みホルダー
- ・リチウム
(アルミパック入り)

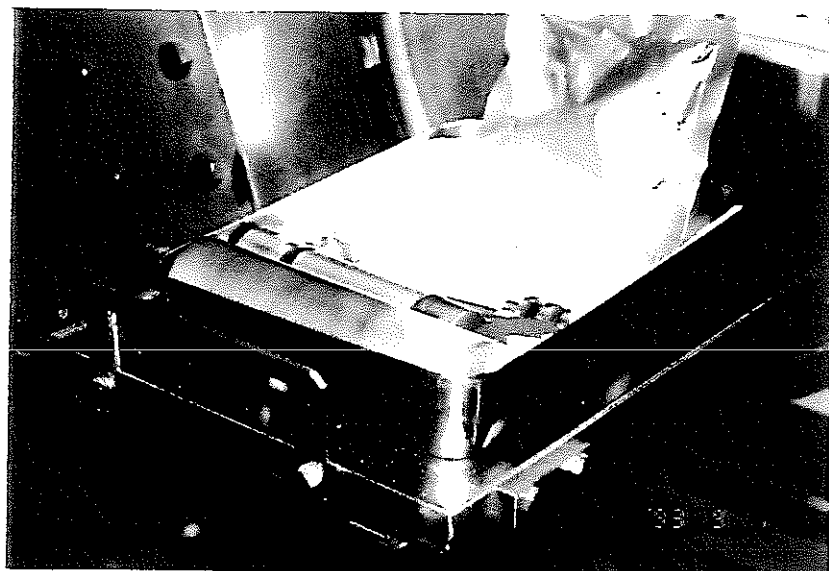


写真2

試験試料一式をグローブボックス内へ挿入

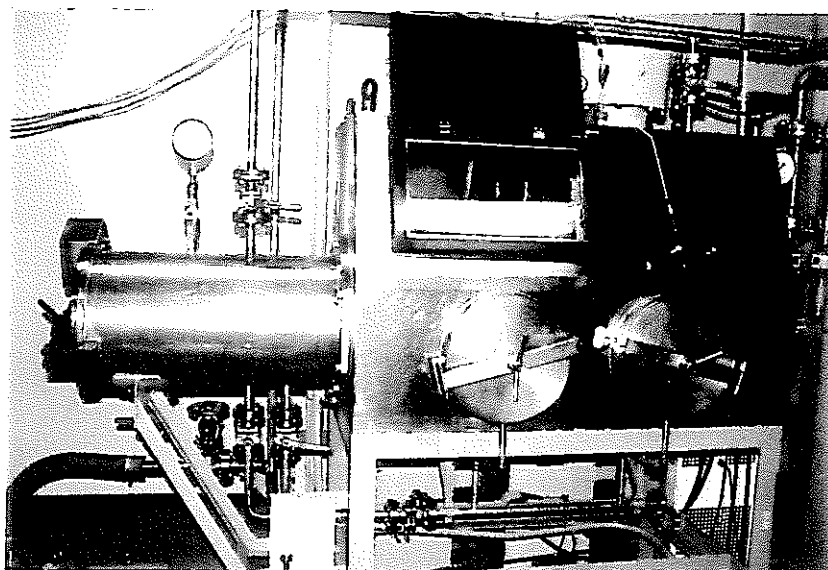


写真3

グローブボックス内を真空引き

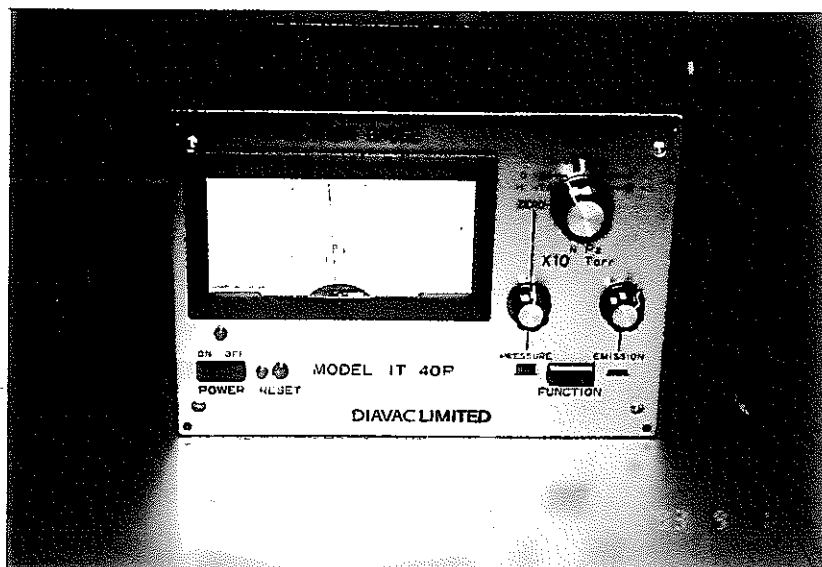


写真4
グローブボックス内を
 10^{-1} Torr以下にする。

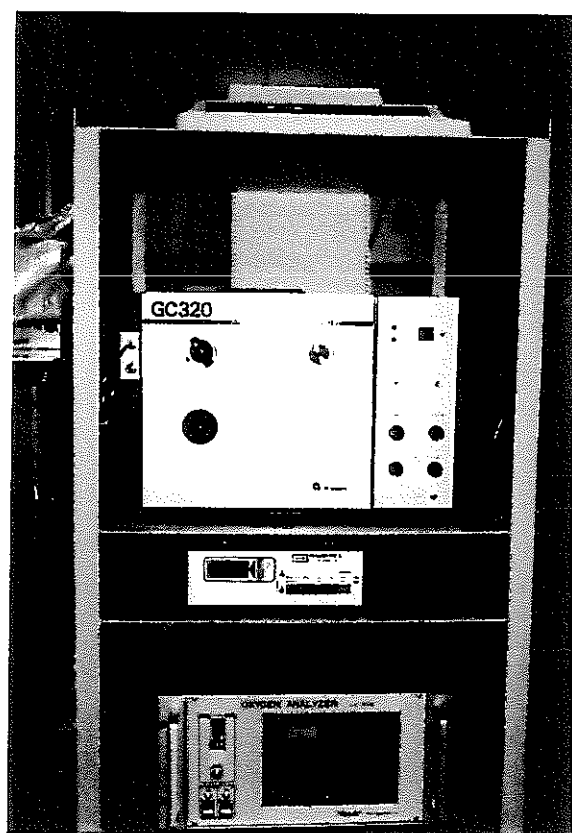


写真5
真空引き後、高純度アル
ゴンガスで置換し、アル
ゴン精製装置によって酸
素濃度を1 ppm以下に
(下段)、水分を露点で
 -61°C (水分10ppm)以下
(中段)にする。



写真6
グローブボックス内でリチウムの入ったアルミパックを開封

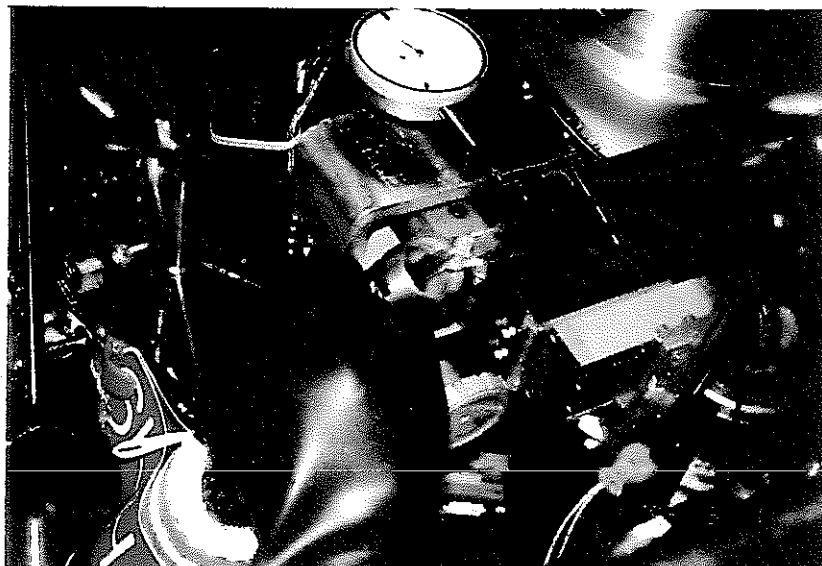


写真7
キャプセル内へ棒状のリチウムを挿入

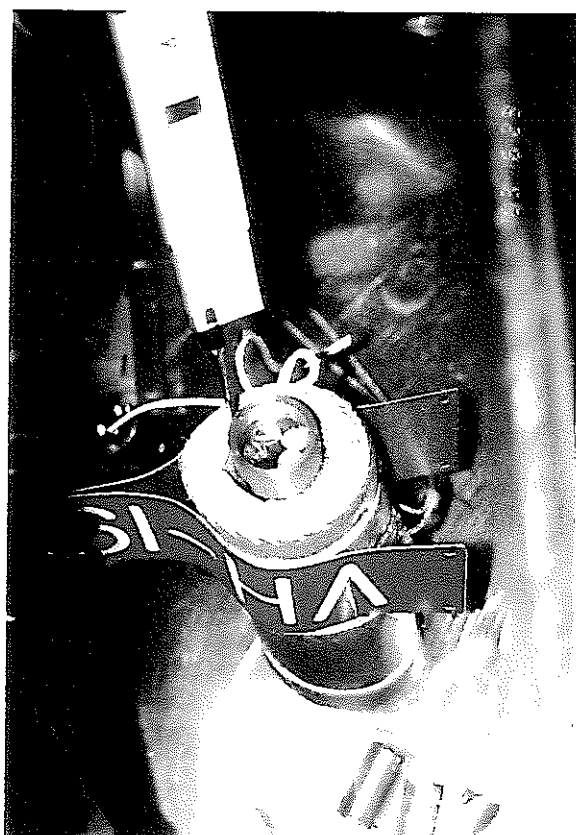


写真8
パイプヒータ内へキャプセルを入れ加熱

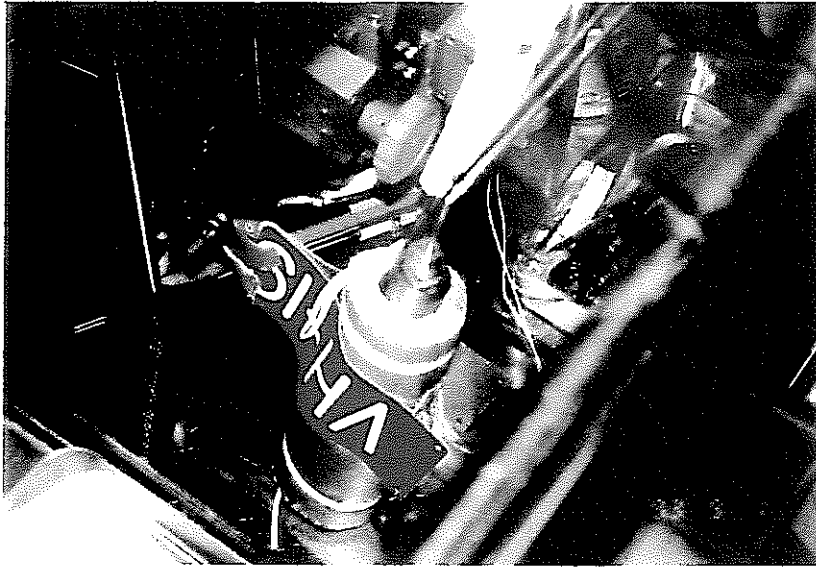


写真9
リチウム溶融後、キャプセル内へ試験片ホルダーを挿入

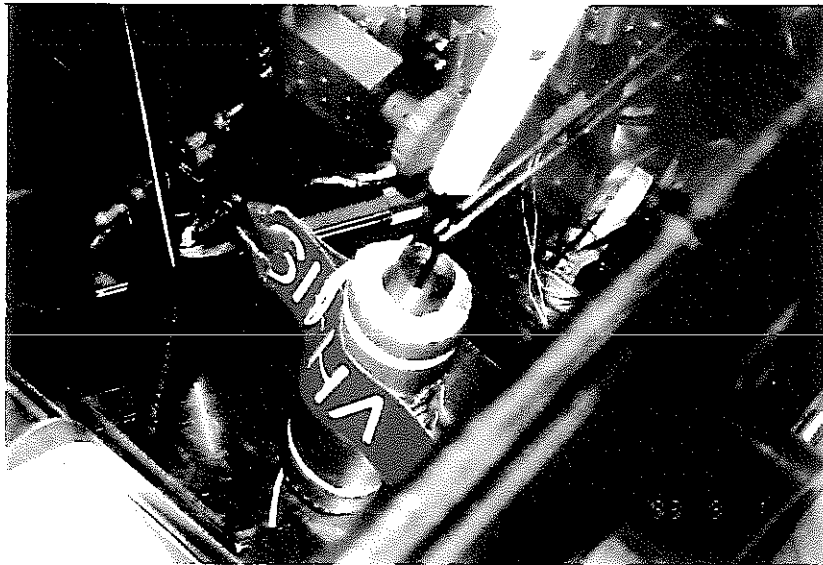


写真10
試験片ホルダー挿入後

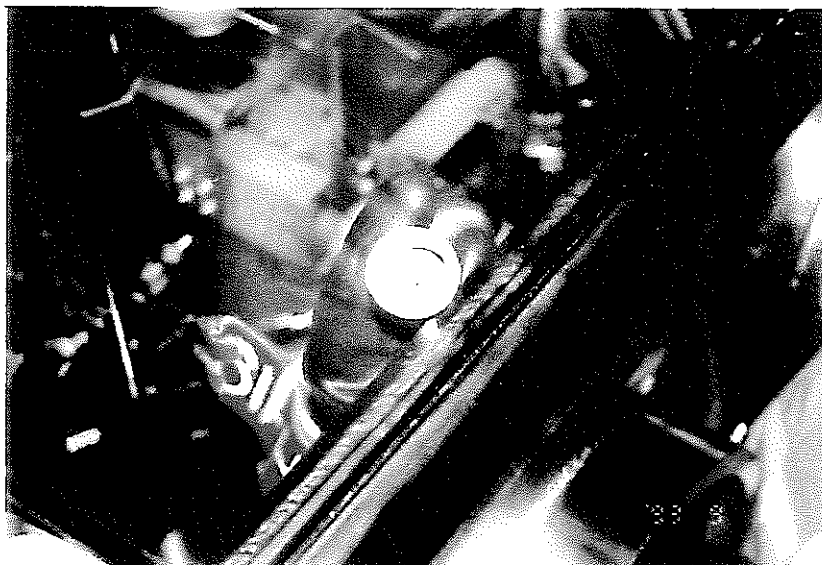


写真11
冷却後のキャプセル内リチウム

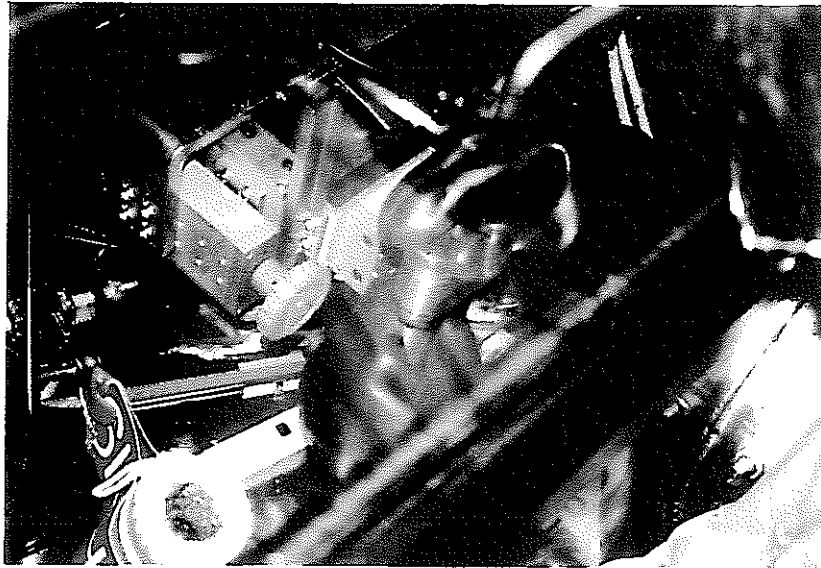


写真12
キャプセルに蓋をする

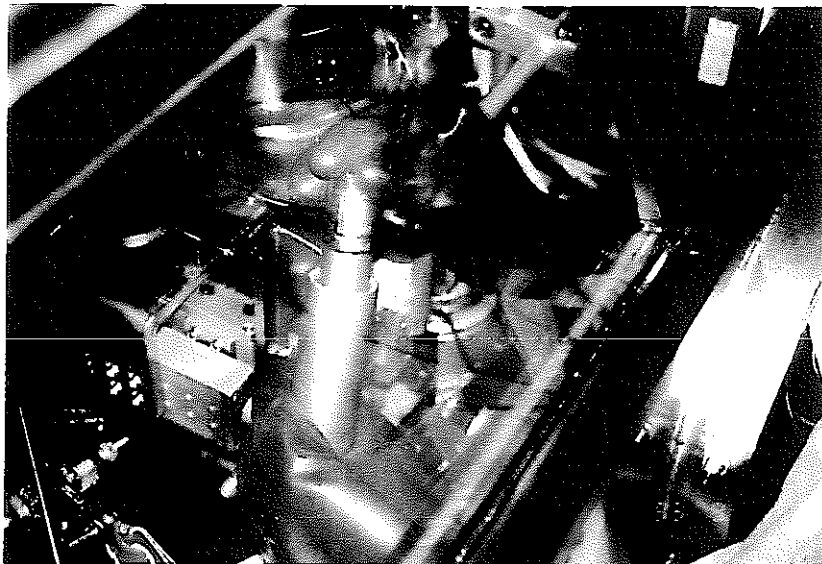


写真13
キャプセル収納容器内へ
挿入



写真14
キャプセル収納容器に蓋
をする。

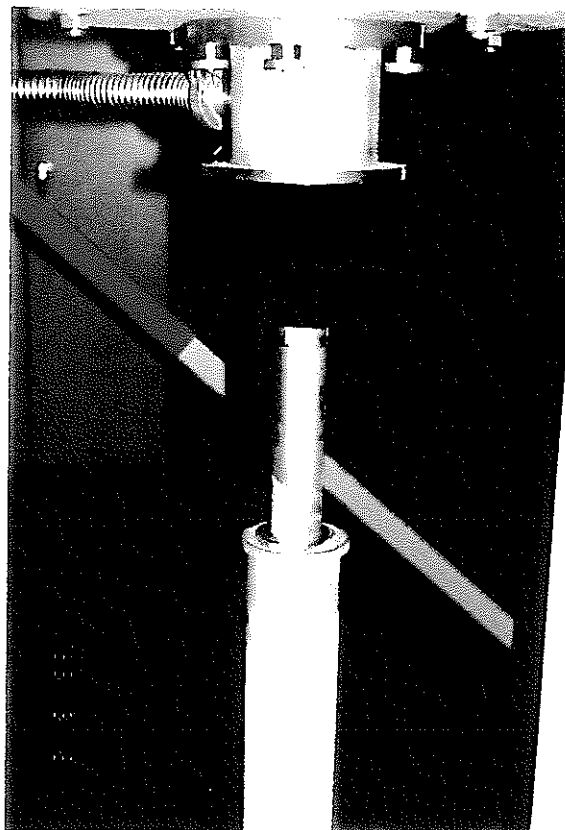


写真15
キャプセル（収納容器）
を電気炉試料台の上に置
く

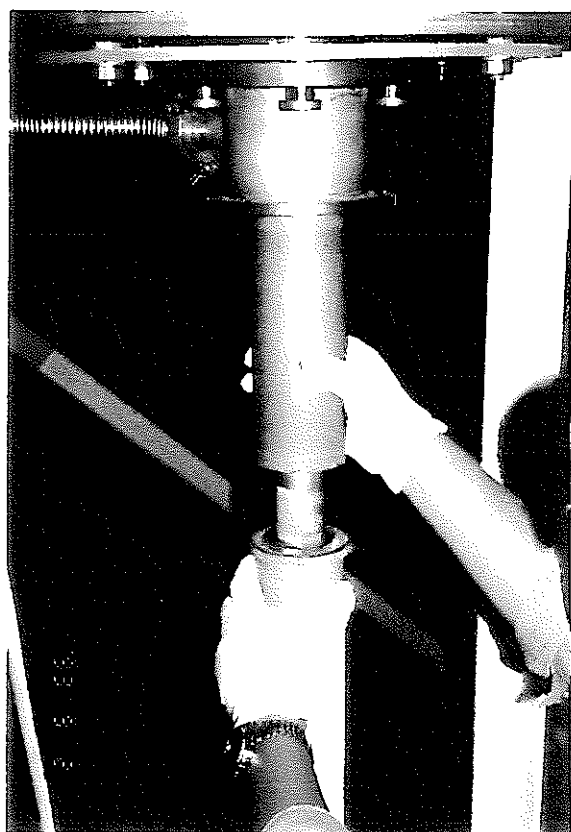


写真16
試料保護筒を挿入

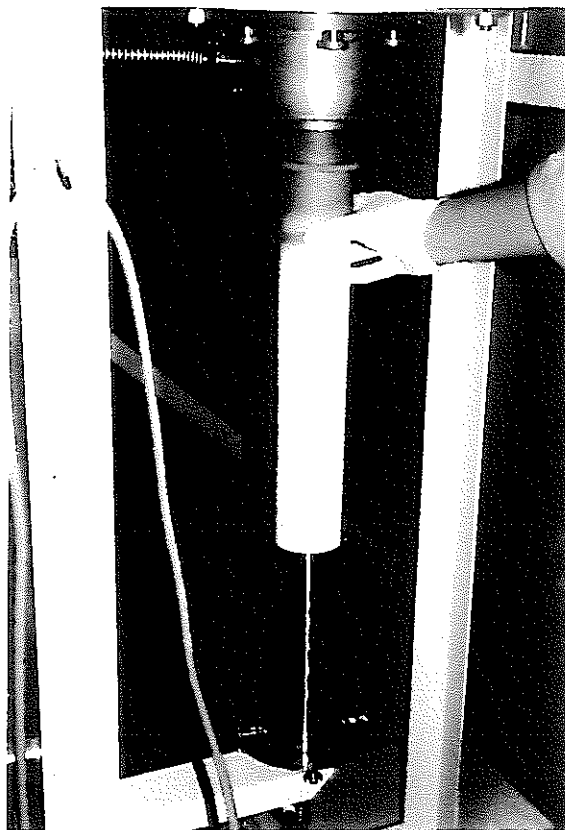


写真17
炉内支持管を電気炉内に
挿入

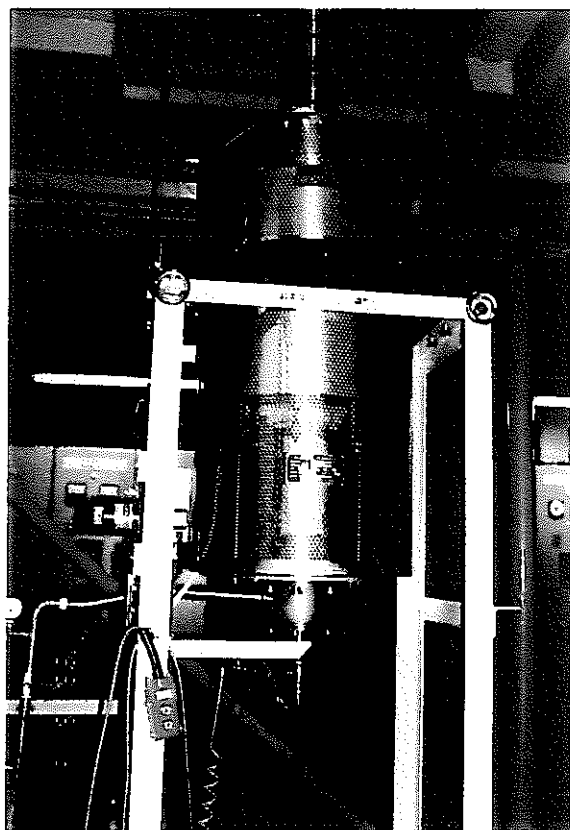


写真18
キャプセルの電気炉組込
み完了

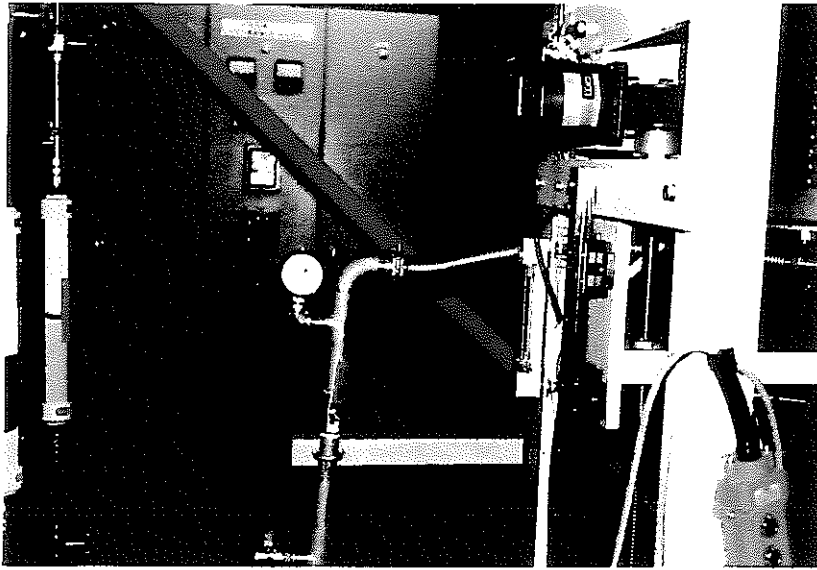


写真19
電気炉内を真空引きし、
アルゴンガスで置換

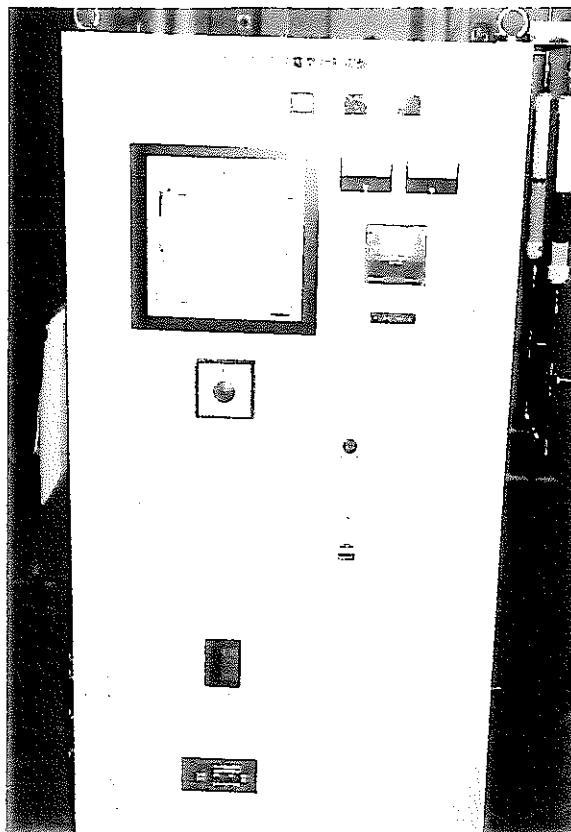


写真20
電気炉昇温

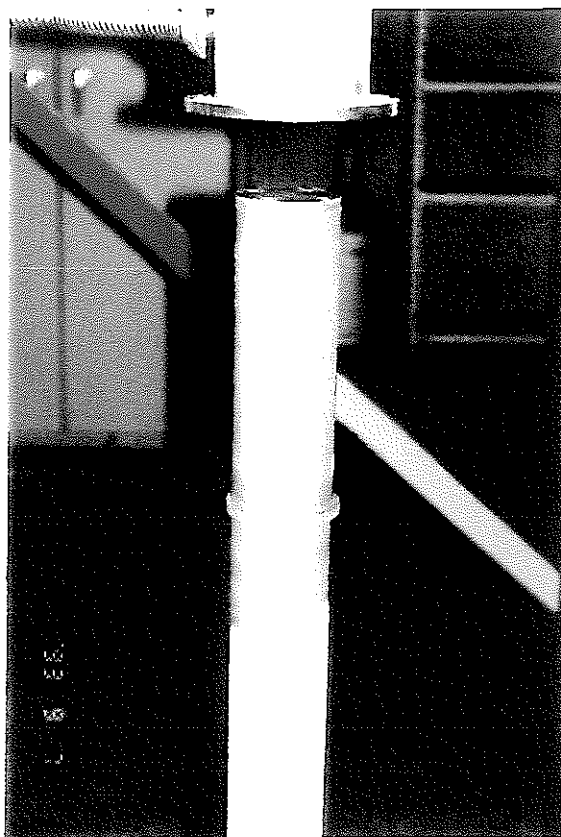


写真21
電気炉加熱終了
炉内支持管を下げ



写真22
キャプセル取り出し

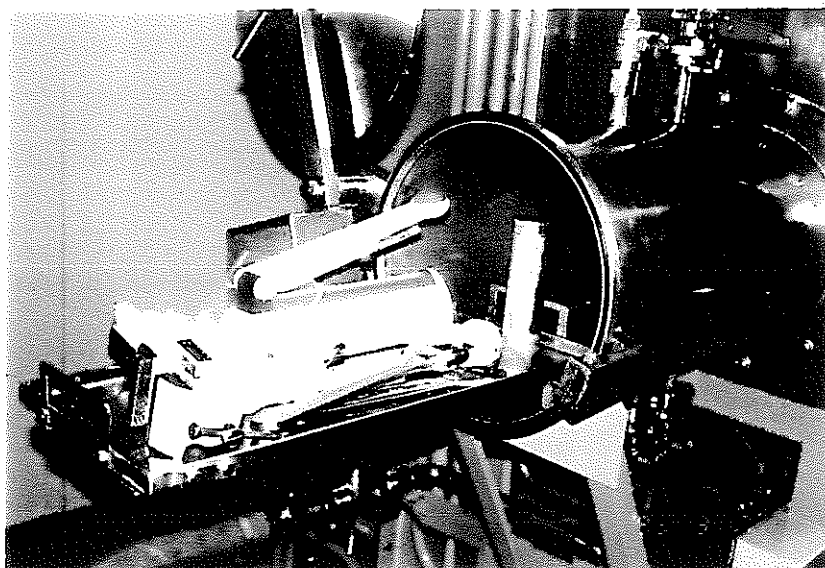


写真23
加熱後のキャプセル，試
料取り出し工具等をグロー
ーブボックス内に入れる

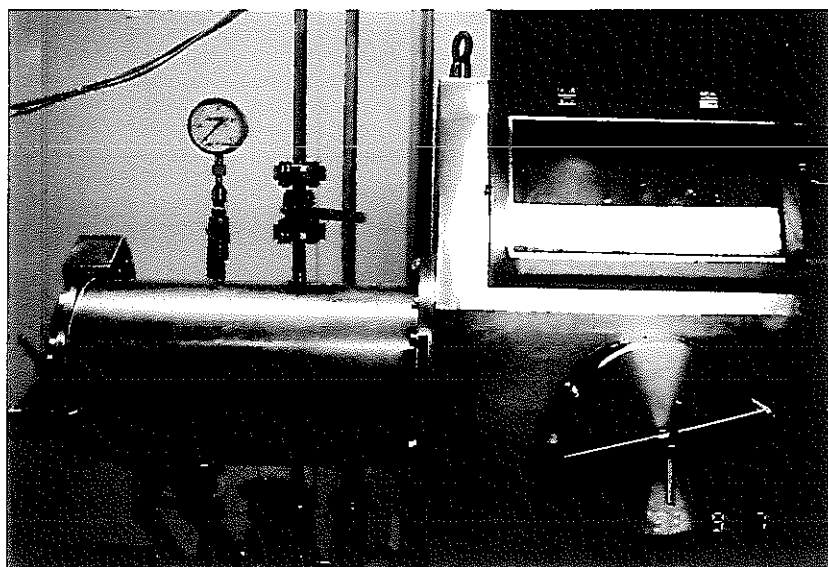


写真24
グローブボックス内を真
空引きし，アルゴンガス
で置換

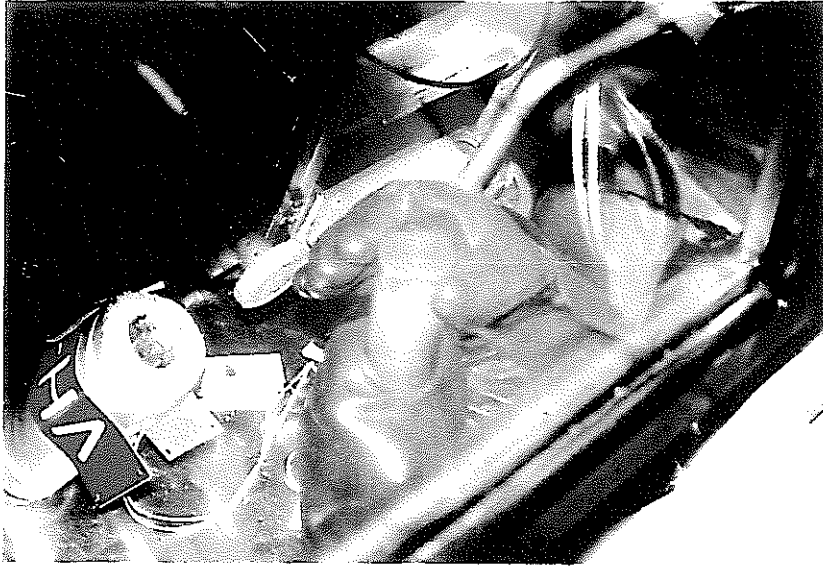


写真25
キャプセル収納容器の蓋
を開ける

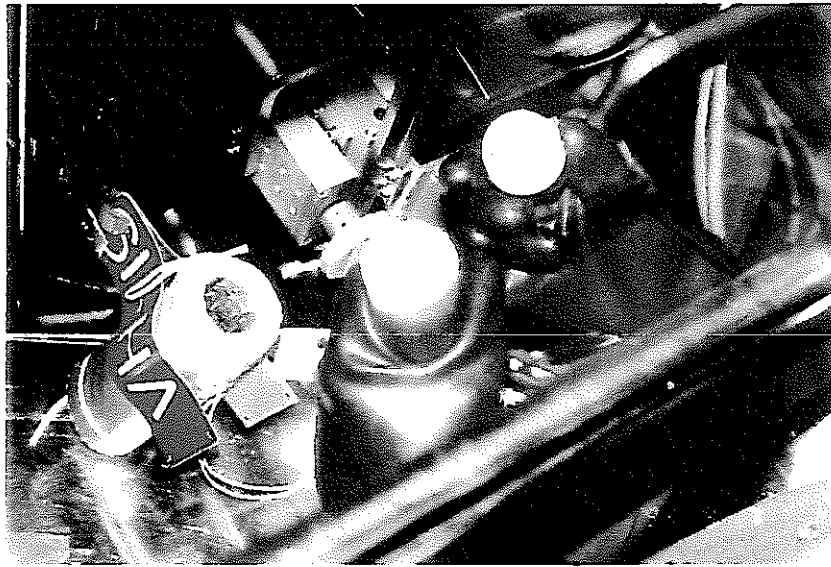


写真26
同 上

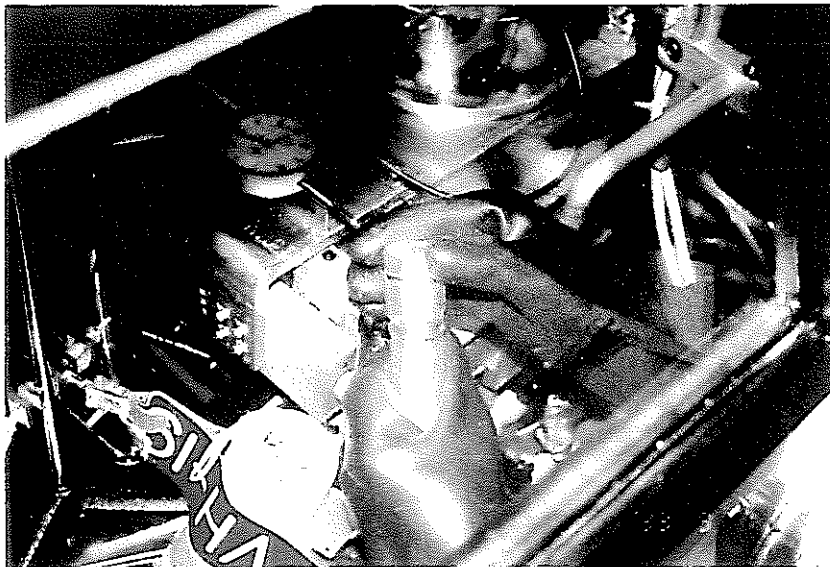


写真27
キャプセルを取り出し、
キャプセルの蓋を開ける

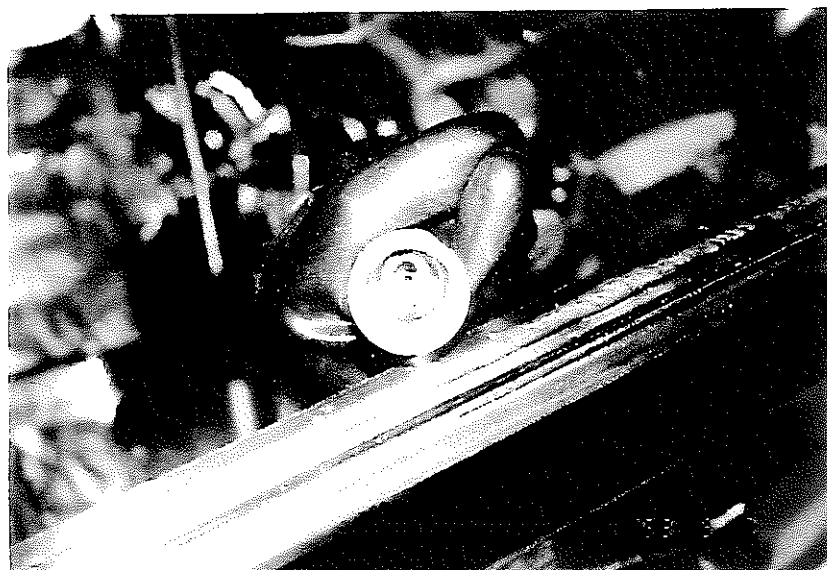


写真28
キャプセル内のリチウム

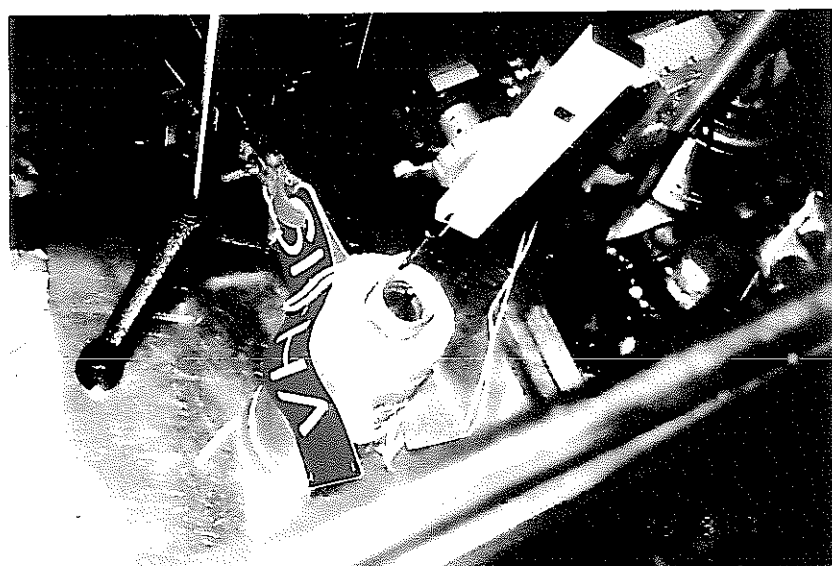


写真29
試験片取り出しのためキ
ャプセルを加熱

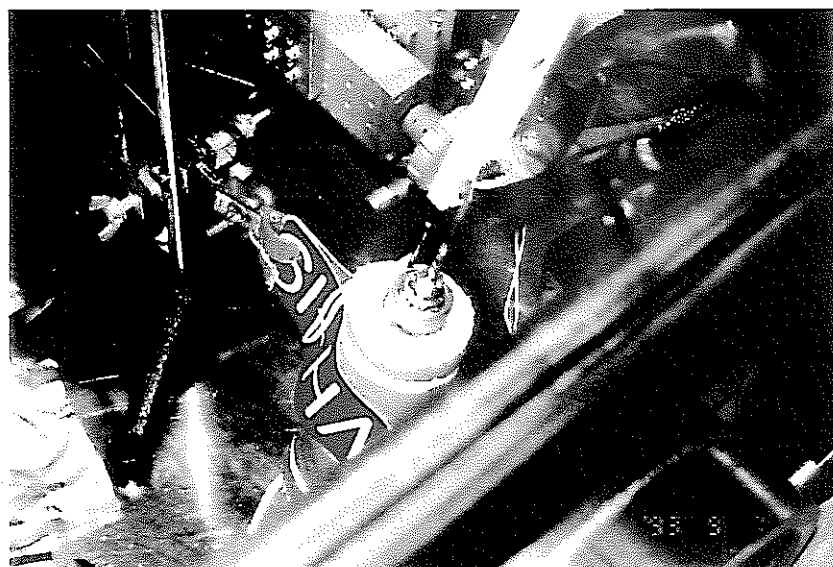


写真30
リチウム溶融後、試験片
ホルダーを取り出し



写真31
キャプセルから取り出し
た試験片ホルダー



写真32
リチウム分析用のリチウ
ムをステンレスカップで
採取



写真33
採取したリチウム

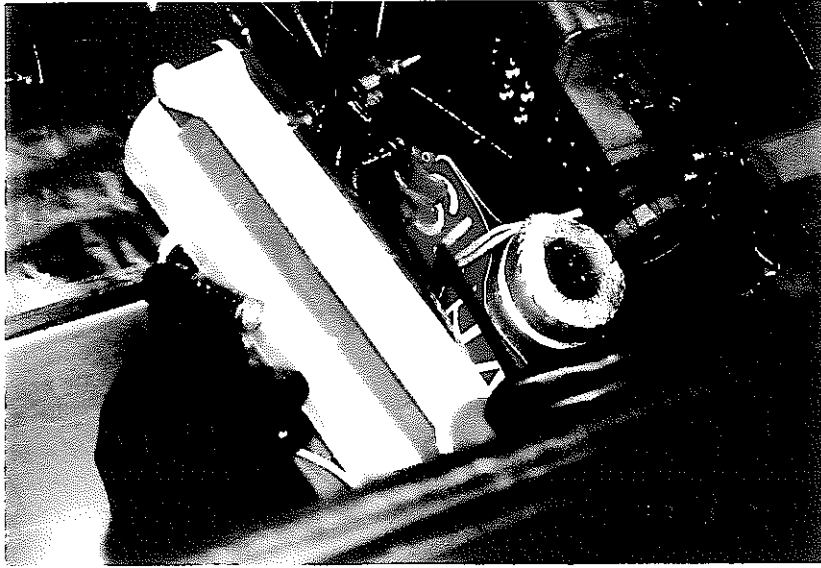


写真34

リチウムを採取したステンレスカップをビニール袋に入れシール



写真35

試料を取り出した後の試験治具一式

左から

- ・ステンレスカップ
- ・試験片ホルダー
- ・キャプセル
- ・キャプセル収納容器

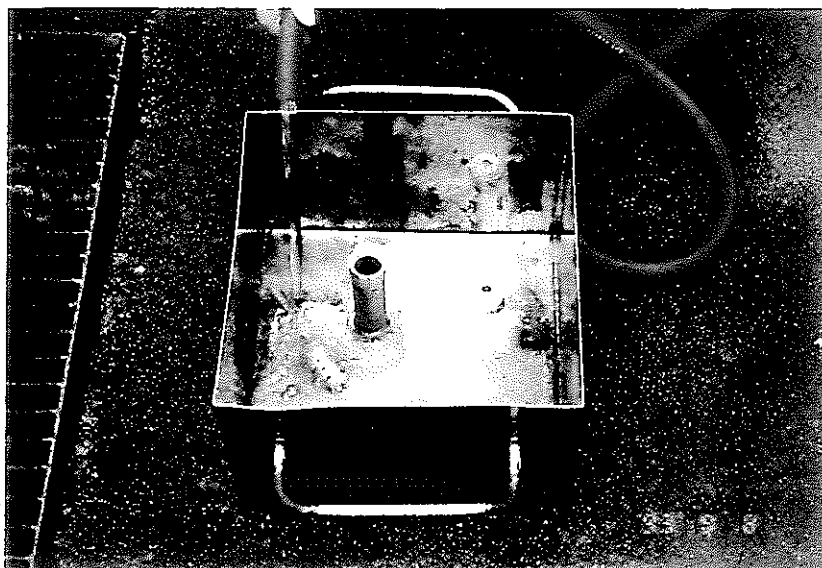


写真36
リチウムの水洗浄

(キャプセル及び
試験片ホルダー)

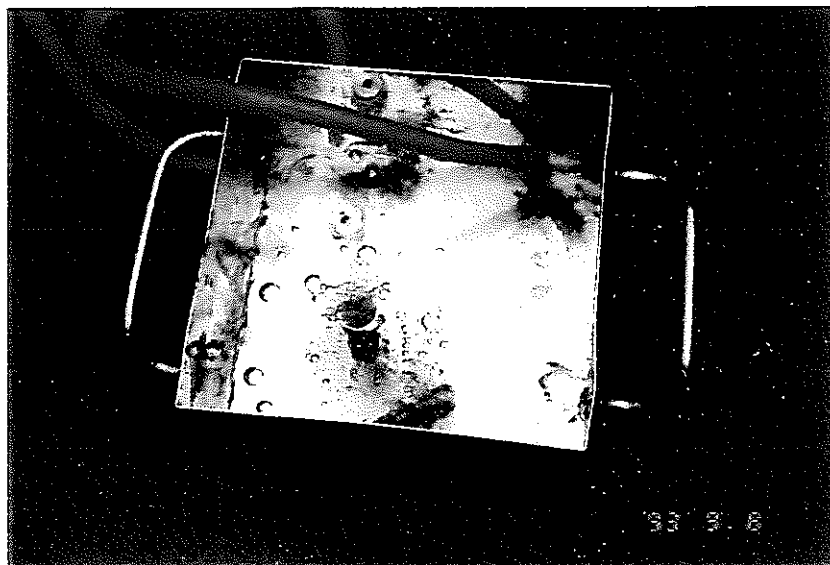


写真37
同 上



写真38
リチウム除去後の試験片
のアセトン中超音波洗浄



写真39
同 上

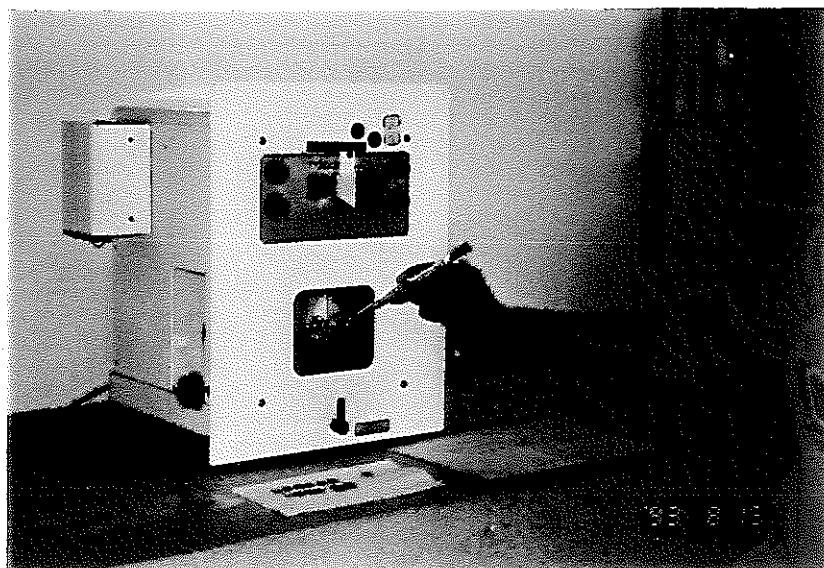


写真40
ウルトラ天秤による試験
片の秤量

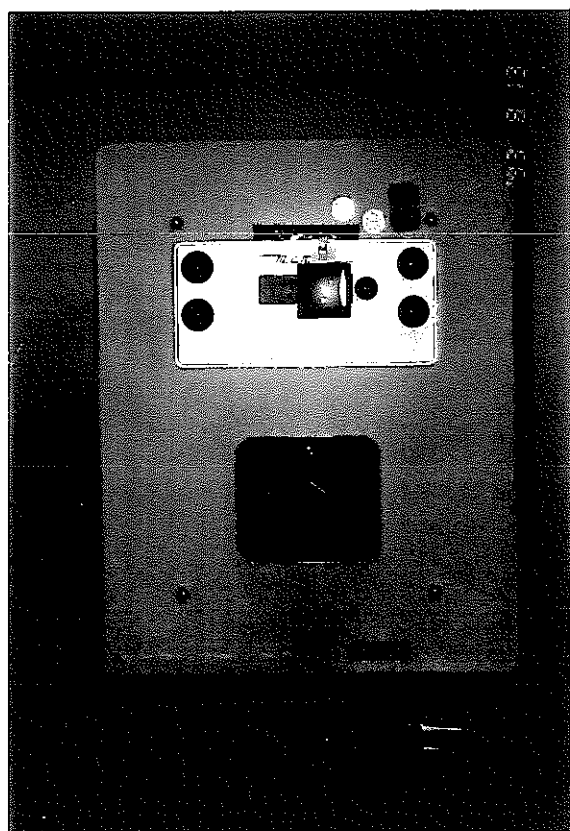


写真41
同 上

添付資料Ⅱ

試験装置

1. 試験装置

1. 1 装置概要

装置は、腐食試験用キャプセルをアルゴンガス中で溶接する「溶接用グローブボックス」、試料の入ったキャプセルを高温で長時間加熱する「高温電気炉」及びリチウムを洗浄する「アンモニア洗浄装置」とからなっている。これらの装置では、危険物第3類のリチウム及び特定化学物質であるアンモニアを取り扱うため、装置にはそれらを考慮した安全設備を設けている。

1. 2 設置場所

本装置のうち、溶接用グローブボックスと高温電気炉は、材料開発室第1試験室内の新材料試験装置（NMTF：New Materials Test Facility）架台に設置されている。架台は4階建て、その1階に高温電気炉（図1）が、2階に溶接用グローブボックス（図2）が設置されている。

また、アンモニア洗浄装置は、実験炉部ナトリウム分析棟内のドラフトチャンバー内に設置されている（図3）。

1. 3 試験装置

(1) 高温アルカリ金属試験装置

(HATA/High-Temperature Alkali-Metals Test Apparatus)

開発部材料開発室に設置されているもので、以下の装置より構成されている。

① 溶接用グローブボックス（図4）

(イ) 構成機器

(a) 真空型グローブボックス

- ・材質： ステンレス製
- ・使用温度： 常温
- ・使用圧力： 真空～2 kg/cm²G

(b) アルゴン精製装置

- ・型式： VAC 社製 M040

- ・性能：アルゴンガス中の水分および酸素を1 ppm 以下に精製

(c) 自動TIG溶接装置

- ・設置場所：真空型グローブボックス内
- ・溶接方式：自動TIG溶接
- ・雰囲気：アルゴンガス
- ・溶接電源：200V 3相、71A
- ・制御装置：電流、チャック回転速度、フィラワイヤ送り速度制御

(ロ) 用途

リチウムと腐食試験用の試料を入れるキャプセル (Nb-1Zr) の端栓をアルゴンガス中で溶接する。なお、1試験あたりのリチウム取扱い量は約20gである。

② 高温電気炉 (図5)

(イ) 構成機器

(a) ケラマックス管状炉

- ・最高使用温度：1800℃
- ・雰囲気：アルゴンガス
- ・使用圧力：大気圧
- ・発熱体：ケラマックス (LaCrO₃)
- ・炉心管材質：アルミナ
- ・電気容量：20KW

(b) 制御盤

- ・温度制御 (0～1300℃) / SCR制御で1300℃以下に設定
- ・過昇温警報・電源遮断

(ロ) 用途

液体金属と試料の入ったキャプセルを最大1200℃まで加熱し、腐食試験を行う。

(2) アンモニア洗浄装置 (図3)

実験炉部ナトリウム分析棟に設置されている装置で、仕様は以下の通り。

(イ) 構成機器

(a) アンモニア洗浄装置

- ・使用ガス：NH₃ (沸点：-33.4℃)
- ・装置の常用圧力：大気圧+200mmAq

- ・液体アンモニア (LNH₃) 使用量：約100ml / 1洗浄
- ・チャンバー作業開口部：W1600×H400 (半開)
- ・アンモニア原料容器：充填圧 7.5kg/cm²G (室温)、容器耐圧250kg/cm²G
使用温度40℃以下 (高圧ガス取締法より)

・ユーテリティ

液体窒素 (LN₂) (冷媒液 (ベンジン) 冷却用)

窒素 (N₂) ガス (弁作動用)

電源 100V (温度計測、電磁弁作動用)

(b) 付属機器

- ・液体アンモニア原料容器 (シリンダーキャビネット内設置)
- ・窒素ガス容器
- ・液化窒素容器

(ロ) 用途

腐食試験後に、試料に付いた残留リチウムを洗浄する。

(3) リチウムの保管

リチウムはアルゴン封入のアルミラミネートパック内に入れ、架台2階の保管棚の中で保管する。リチウムの最大保管量は1kg (消防署申請) で、年間の使用予定量もそれ以下である。ナトリウム分析棟への持込み量は1洗浄あたり約10gである。

2. 安全対策

2. 1 適用法規・規格・基準

装置は次の適用法規・規格・基準に従って製作し、危険物取扱いに関しては大洗町消防署の許可を得ている。

- (1) 日本工業規格 (JIS)
- (2) 高圧ガス取締り法
- (3) 消防法
- (4) 労働安全衛生法
- (5) その他関連法規及び規格

2. 2 装置の安全対策

試験を安全に行うため、装置には以下の安全上の配慮がなされている。

(1) 高温アルカリ金属試験装置

① 安全装置の設置

高温で長時間運転する高温電気炉には次の安全装置が設けられている。

- ・電気炉過昇温による警報及び電源断
- ・電気炉内でのアルカリ金属漏洩検出と漏洩検出による警報及び電源断

② 装置の監視

装置の運転状態を常時監視できるように、次の信号が機器構造開発部集中運転監視室（以下運転監視室と略）に転送される。

(a) 高温電気炉

- ・運転中
- ・炉内温度
- ・過昇温警報
- ・アルカリ金属漏洩警報

(b) TIG溶接装置

- ・運転中

③ リチウム漏洩火災への備え

リチウム漏洩による火災に備え、リチウム火災用の消火器及び火災探知器を装置周辺に設置している。なお消火器はリチウム消火用のナトレックスLを使用する。

④ 危険物取扱いに対する安全対策

危険物であるリチウムを扱うため、装置には次の安全上の配慮を行っている。

- ・電気炉に、リチウム漏洩用受皿を設置。
- ・溶接機及びアルゴン精製装置用冷却装置（水使用）は密封構造とし、冷却装置及び冷却水配管に、水漏洩用受皿を設置。
- ・腐食試験用キャプセルは、リチウムの漏洩に備え2重構造とする。
- ・電気炉内での腐食試験は、キャプセルの酸化、窒化による劣化を防止するため、不活性ガス（アルゴン）雰囲気中で行う。

⑤ 耐圧

本装置は、グローブボックス及び電気炉ともに大気圧以下で使用し、加圧はしない。リチウムを入れて腐食試験を行うキャプセルの耐圧は30 kg/cm²G 以上であり、キャプ

セルの加熱時最大内圧 $5 \text{ kg/cm}^2\text{G}$ はそれより十分小さい。

(2) アンモニア洗浄装置

本装置では、労働安全衛生法に定める特定化学物質等にあたるアンモニアを使用するため、次の安全対策を行っている。

- ・試験体洗浄槽に液体アンモニアを供給するアンモニア取出弁の操作は、ドラフトチャンバー外の窒素ガスの圧力を利用して遠隔で行う。
- ・使用後の液体アンモニアは、自然蒸発させ、ドラフトチャンバー内から排気ダクト（スクラバー設置）を通し放出する。
- ・液体アンモニア原料容器は、ドラフトチャンバー内に置いたジリンドーキャビネット内にセットし、安全を考慮して弁の開閉は外部より操作できるようにする。また取付け、取り外し時に漏洩したガスも、チャンバー内に導入してダクトより放出する。
- ・アンモニア供給系は加圧（常用設計圧力 $18 \text{ kg/cm}^2\text{G}$ 、 47°C になった場合の液化アンモニアの蒸気圧）するため、安全弁（設定圧 $21 \text{ kg/cm}^2\text{G}$ ）を設けている（チャンバー内放出）。
- ・アンモニアを扱うチャンバー内には、アンモニアガスの引火、爆発を避けるため、発熱体及び電気作動機器は置かない。（発火点： 651°C 、爆発限界： $16 \sim 29\%$ 。洗浄時温度は室温以下で、爆発の危険はない。リチウム洗浄はアンモニア液中で行うため、洗浄時の温度はアンモニアの沸点 -33.4°C 以上にはならない。）
- ・停電時には、アンモニアの供給を自動的に止める止め弁をアンモニア原料容器出口部に設ける。
- ・洗浄中は、アンモニア検知器で周囲のアンモニア濃度を測定する。
- ・アンモニア漏洩に備え、アンモニア用防毒マスクを常備している。
- ・洗浄用のリチウムの発火に備え、ナトレックスL消火器を装置付近に設置している。
- ・アンモニア洗浄は昼間のみ行い、夜間の無人運転は行わない。
- ・アンモニア取扱い中は、それを明示した立札を立てる。

2. 3 リチウム漏洩時の処置

- ① リチウムが装置から外部に漏れた場合には、その状態でリチウムが冷えるまで放置する。尚、リチウムは大気中では 500°C 以下では発火しない。
- ② 万一リチウムが発火した場合にも、一試験あたりのリチウム量が約 20 g と少量で

あるため、燃え尽きるまで放置する。

- ③ 火が周囲に広がるような場合には、ナトレックスL消火器で消火する。

☐ 火災報知器

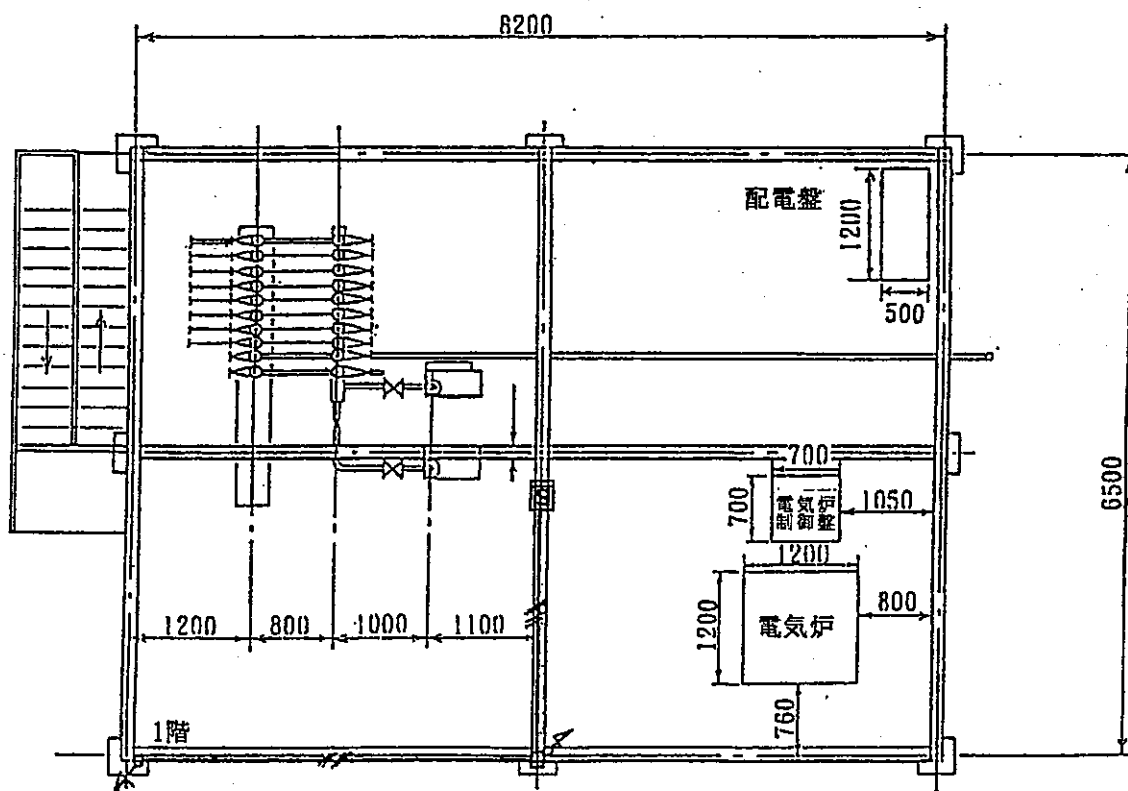
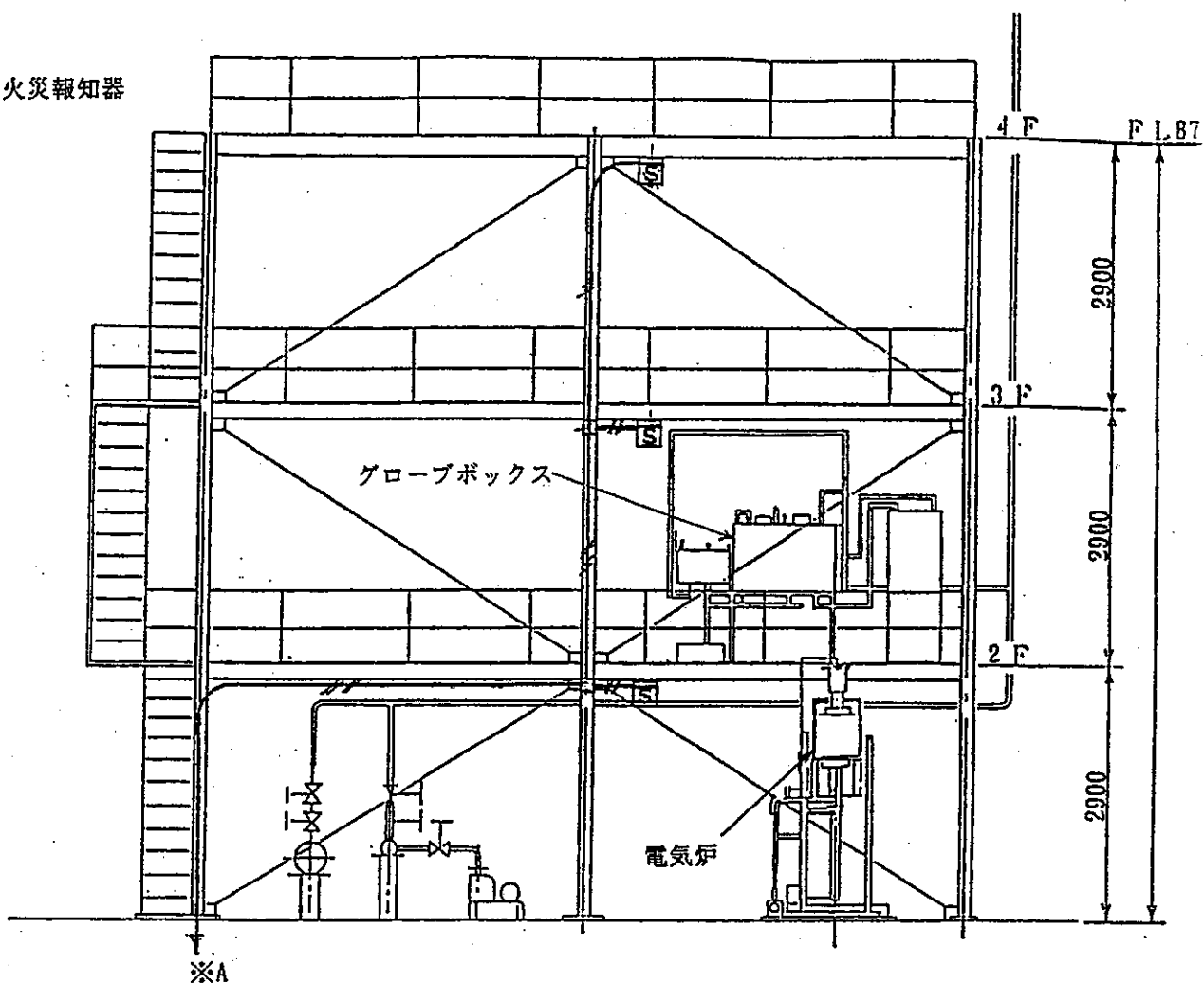


図1 試験装置配置図 (架台1階)

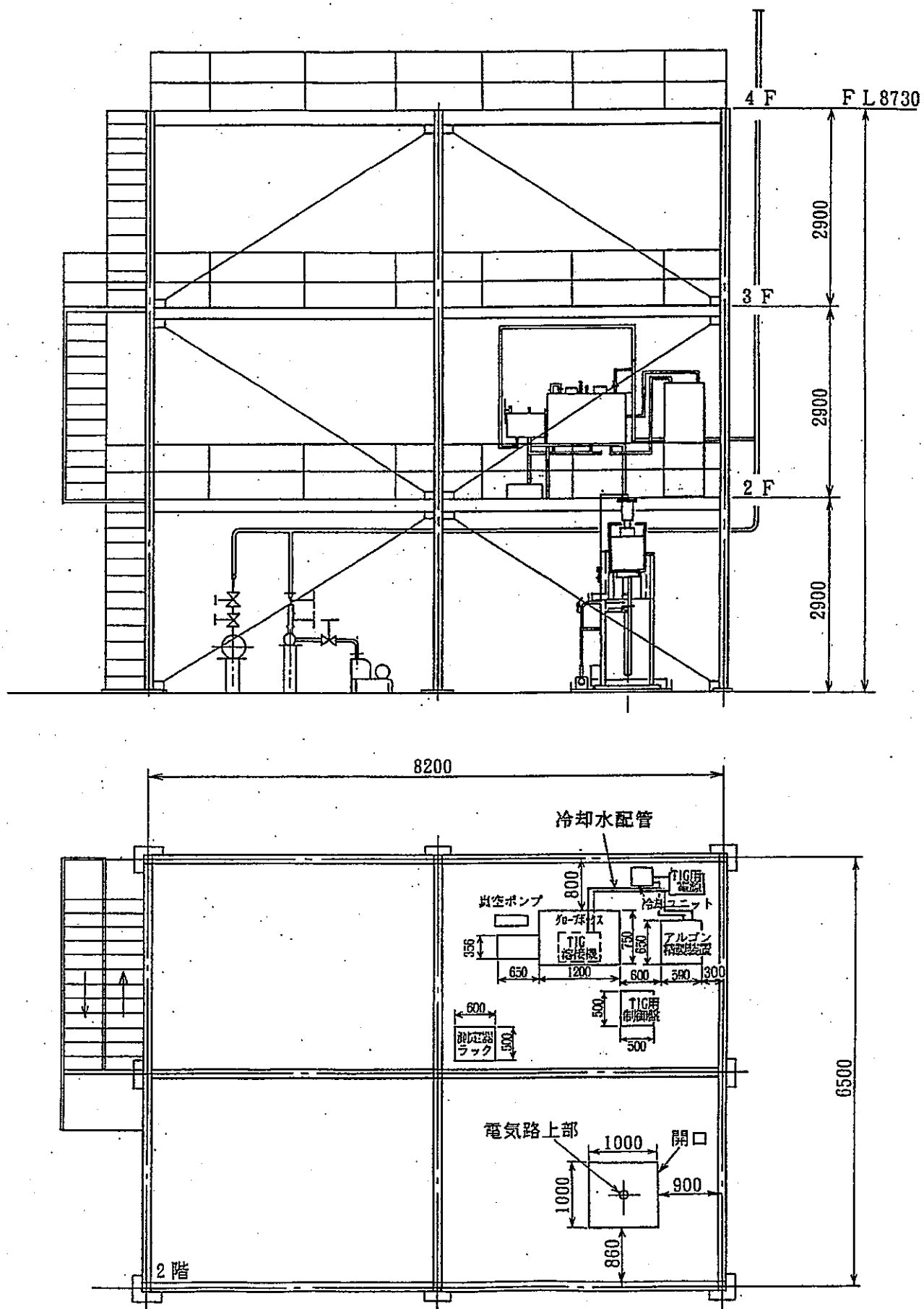


図2 試験装置配置図 (架台2階)

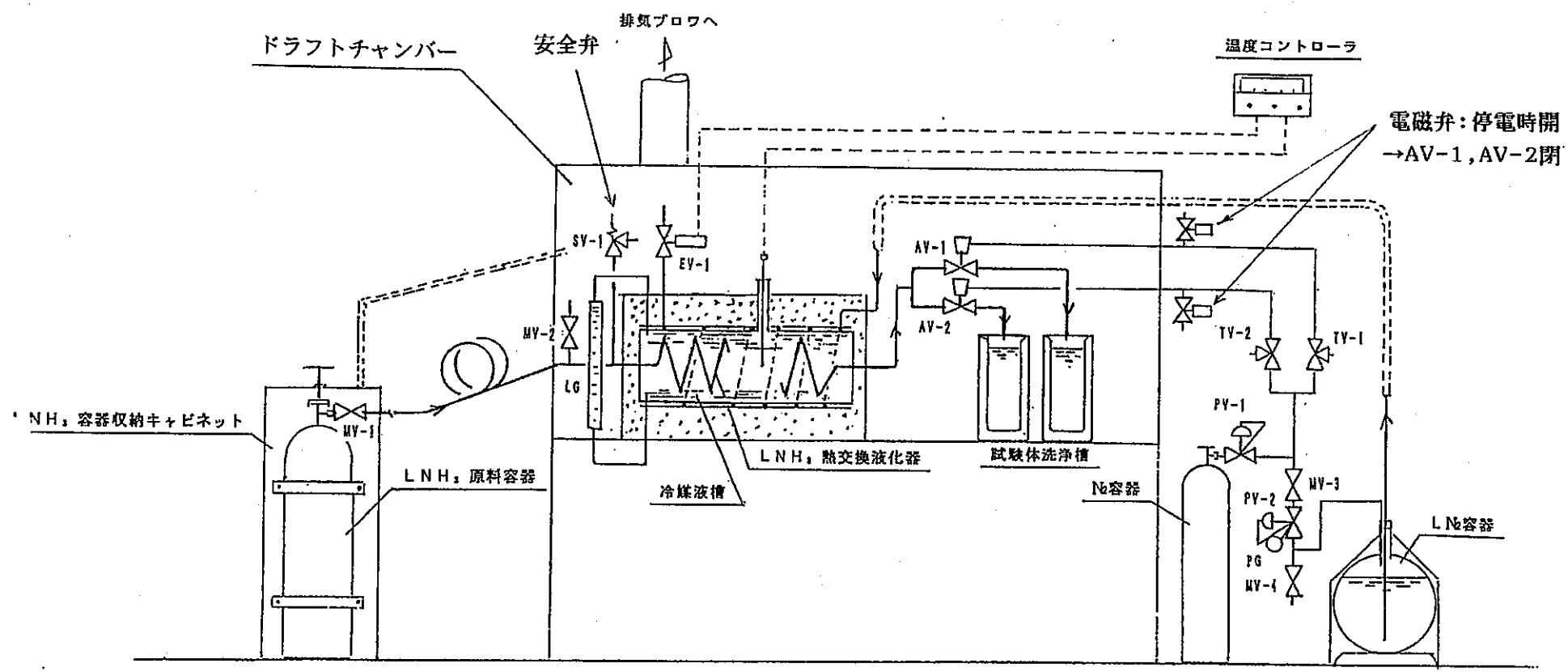


図3 アンモニア洗浄装置全体構成図

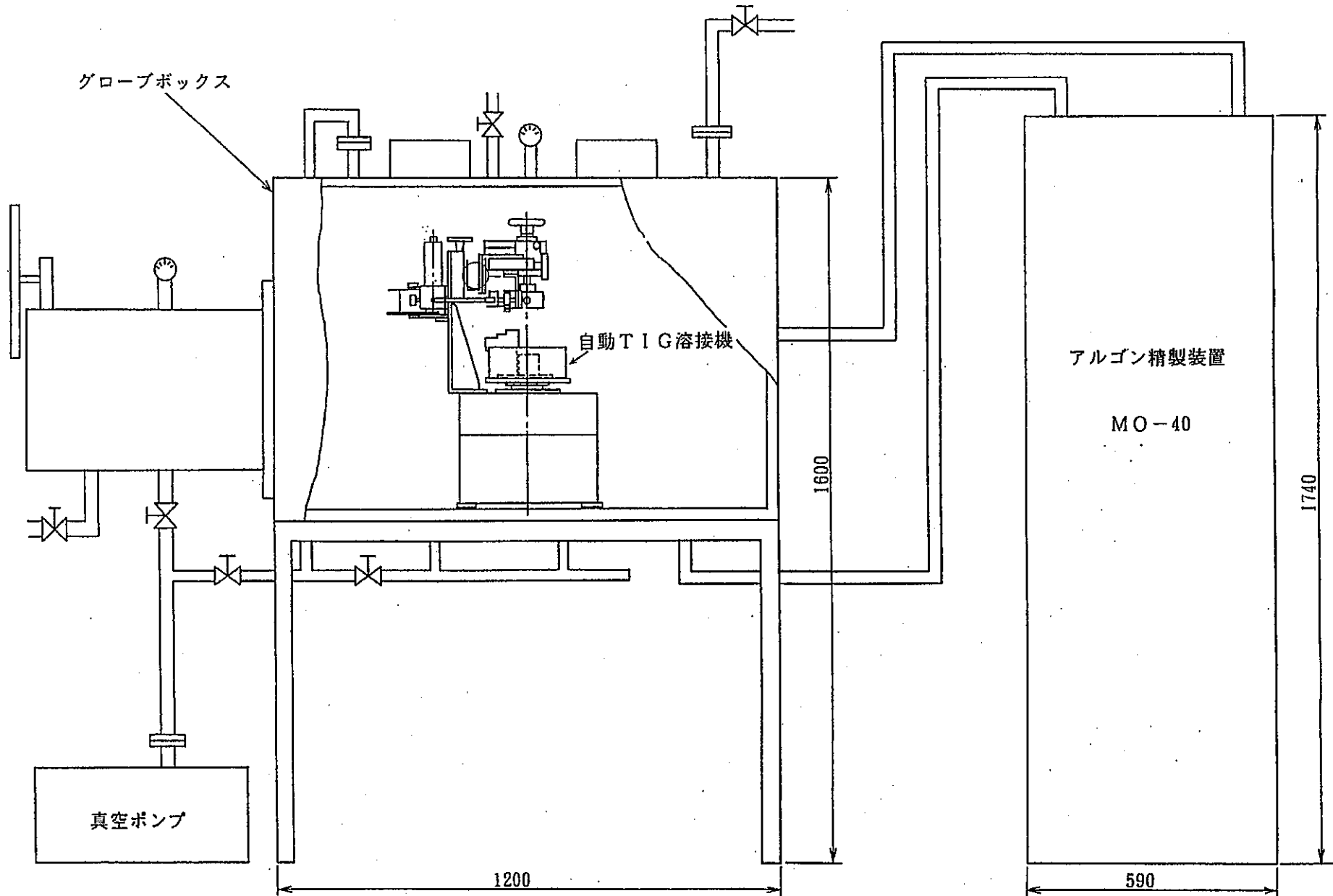
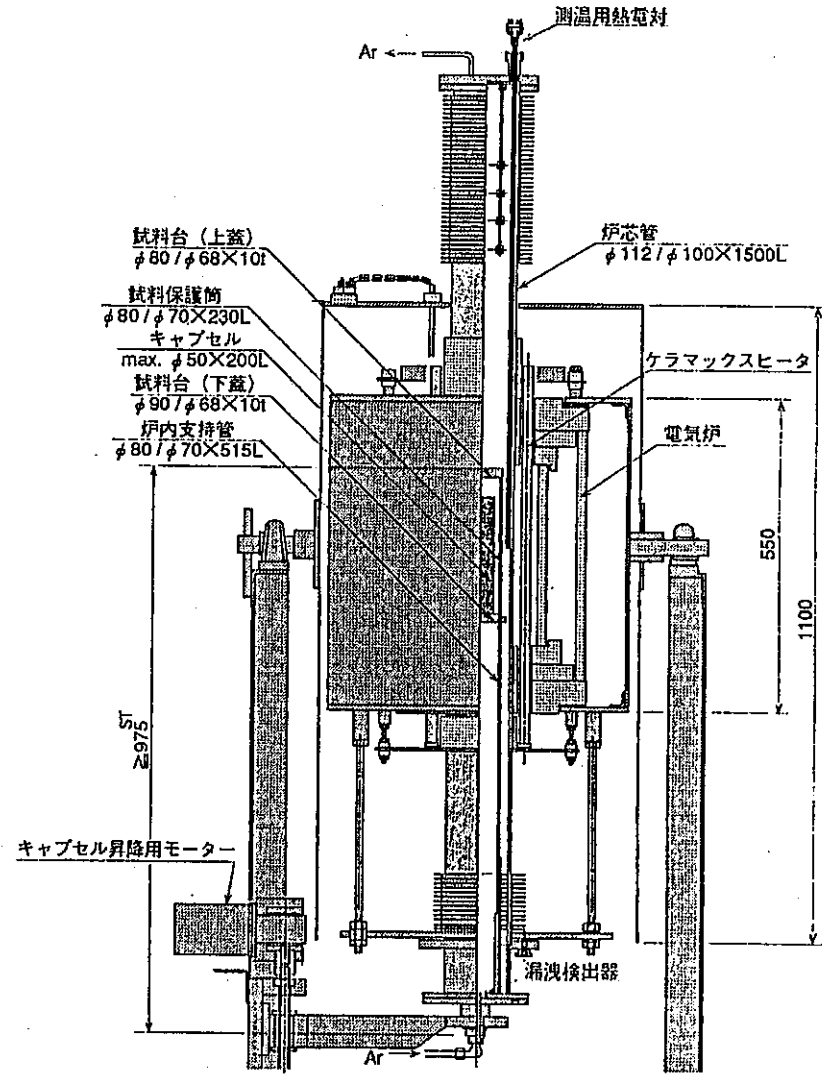
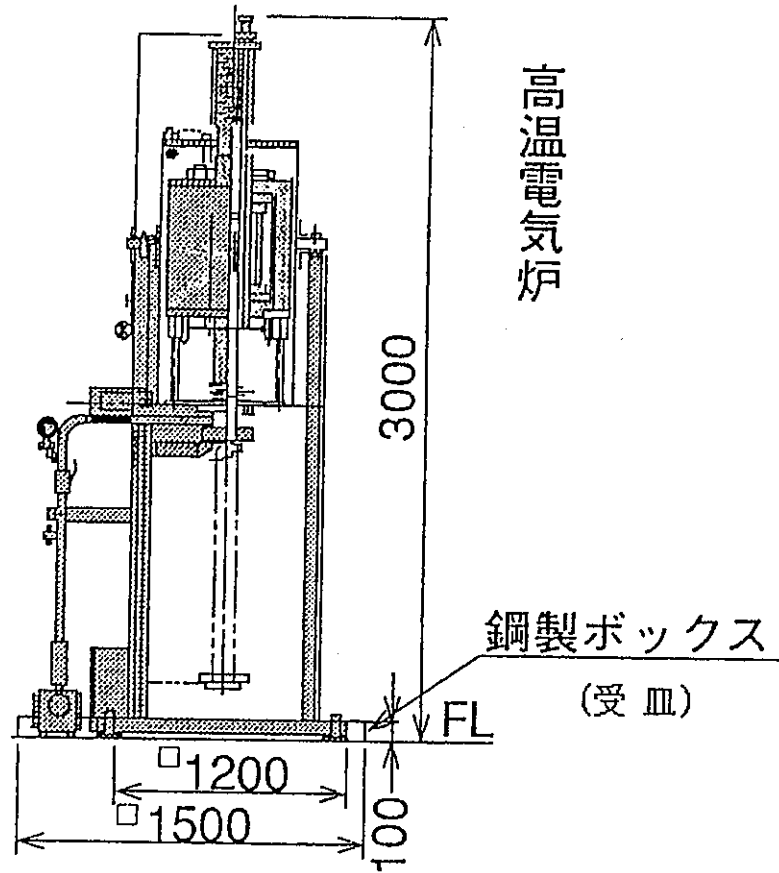


図4 溶接用グローブボックス



発熱体 : ケラマックス (LaCrO₃)
最高使用温度 : 1300°C

図5 高温電気炉

添付資料Ⅲ

キャプセル材のリチウム中腐食試験結果

1. 日時 1993年3月～9月

2. 試験装置 HATA

3. 試験実施者 浅田、河井

4. 試験目的

リチウム中の材料腐食試験に使用するキャプセル材について、リチウムに対するキャプセルの健全性を確認するため、リチウム中での腐食特性を調べる。

5. 試験方法

Nb-1Zr製のキャプセルの中に、キャプセルを構成する試験片を入れ、温度を上昇させながら試験片の腐食挙動を調べる。

(1) 試験用キャプセル

図1に示す下部を端栓溶接したNb-1Zr製の蓋付きのキャプセルを用いる。

(2) 試験片及びリチウムの組み込み

試験片及びリチウムのキャプセル内への組み込みはアルゴン雰囲気グローブボックス内で行う。組み込み手順は、リチウムを加熱する前に、先ずキャプセル内に棒状(10φ×501)のリチウムを入れ、バンドヒータでキャプセルを加熱してリチウムを溶かし、キャプセルの底にリチウムを集める。その上から試験片ホルダーを入れ、溶けたリチウム中に試験片ホルダーを沈める。

リチウムを加熱する前のグローブボックス内条件は以下とする。

グローブボックス内雰囲気条件

酸素濃度 10ppm以下

窒素濃度 100ppm以下

露点 -50℃(水分 39ppm)以下

試験片組み込み後のキャプセルは、同じグローブボックス内でNb-1Zr製のキャプセル収納容器の中に入れる。

(3) 試験片の種類(写真1)

Nb-1Zr母材 2個
 Nb-1Zr溶接部 2個
 インコロイOリング 2個
 SUS304 2個(参照材)

各試験材の化学成分は以下の通り。

Nb-1Zr (%)

C	≤0.01	Si	≤0.005
N	≤0.01	W	≤0.03
O	≤0.015	Ni	≤0.005
H	≤0.001	Mo	≤0.005
Zr	0.8-1.2	Hf	≤0.02
Ta	≤0.1	Nb	Bal
Fe	≤0.005		

インコロイ800 (%)

C	0.05	Cr	21.0
Si	0.50	Ti	0.38
Mn	0.75	Al	0.38
Ni	32.5	Fe	46

SUS304 (%)

C	≤0.08	S	≤0.030
Si	≤1.00	Ni	8.00-10.50
Mn	≤2.00	Cr	18.00-20.00
P	≤0.045		

(4) リチウム

純度 99.8 %

不純物 (%)

Na : 0.007	Ca : 0.006
Fe : 0.002	Mg : 0.001
K : 0.001	N ₂ : 0.005

重量 16g

(5) キャプセルの加熱

図2に示す電気炉に、上述のキャプセルを挿入し、加熱する。

加熱条件は以下とする。

- ① 500℃、50時間
- ② 600℃、100時間
- ③ 700℃、100時間
- ④ 800℃、100時間
- ⑤ 900℃、100時間
- ⑥ 1000℃、100時間
- ⑦ 1100℃、100時間
- ⑧ 1200℃、100時間

(6) 加熱後の試験片の観察

各加熱終了後、リチウムを水洗浄し、試験片をキャプセルから取り出す。その後、試験片の重量測定及び外観観察を行い、腐食状況を調査する。

試験片観察後、同じ試験片を上述の手順に従ってキャプセルに組み込み、(5)に示す次の温度で加熱する。

以上を繰り返す。

6. 試験結果

(1) 試験片の初期状態

試験前の試験片の外観を写真1～5に、キャプセル溶接部の内面を写真6、7に示す。また各試験片の初期重量を表1に示す。

(2) 試験1

- ① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真8、9
- ② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料1
 - 酸素濃度 1.3 ppm
 - 露点 -6.6℃ (水分5 ppm)
 - 窒素濃度 約 50 ppm (推定)
- ③ キャプセル内への棒状リチウム挿入状態 —— 写真10
- ④ 電気炉への組み込み —— 写真11

⑤ 試験片の加熱履歴 — 図 3

加熱温度 500℃

加熱時間 50 hr

⑥ 加熱後の試験片外観 — 写真12～16

特に変化なし。

⑦ キャプセル溶接部内面 — 写真17、18

特に変化なし。

⑧ 加熱後の試験片の重量 — 表1

変化なし。

(3) 試験2

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 — 写真19

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 — 添付資料2

酸素濃度 1.4 ppm

露点 -5.7℃ (水分16 ppm)

窒素濃度 約20 ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 — 写真20

④ 試験片の加熱履歴 — 図4

加熱温度 600℃

加熱時間 100 hr

⑤ 加熱後のキャプセル及びキャプセル収納容器外観 — 写真21～24

キャプセルの蓋の内面に点状の付着物あり。

⑥ リチウムの水洗浄 — 写真25

⑦ 加熱後の試験片外観 — 写真26～30

Nb-1Zr母材 変化なし

Nb-1Zr溶接部 前回まで表面にあった虹状の色(切断加工によるもの)が消えた。

SUS304母材 表面ややくもりを帯びた

インコロイDリング 表面やや荒れた感じ

⑧ キャプセル溶接部内面 — 写真31、32

特に変化なし。

⑦ 加熱後の試験片の重量 —— 表1

顕著な変化なし（この回から測定精度を上げて重量を測定）

(4) 試験3

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真33

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料3

酸素濃度 1 ppm

露点 -5.9℃（水分12 ppm）

窒素濃度 約80 ppm（推定）

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真34

④ 試験片の加熱履歴 —— 図5

加熱温度 700℃

加熱時間 100 hr

⑤ 加熱後キャプセル及びキャプセル収納容器外観 —— 写真35～38

⑥ 加熱後の試験片外観 —— 写真39～43

Nb-1Zr母材 Nb-1の表面に何かが付着したような汚れあり。
この汚れは超音波洗浄でもとれず。

Nb-1Zr溶接部 変化なし

SUS304母材 表面に圧延跡のようなスジが見えるようになった。

インコイOリング 表面が600℃試験後より滑らかになった。

⑦ キャプセル溶接部内面 —— 写真44, 45

特に変化なし。

⑧ 加熱後の試験片の重量 —— 表1

SUSとインコイで明らかな重量減があった。特にインコイの重量減が大きかった。なお、超音波洗浄の有無で100 μg程度の差が生じた。

(5) 試験4

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真46

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料4

酸素濃度 1 ppm

露点 -5.7℃（水分16 ppm）

窒素濃度 約20ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真47

④ 試験片の加熱履歴 —— 図6

加熱温度 800℃

加熱時間 100 hr

⑤ 加熱後のキャプセル及び収納容器外観

キャプセル収納容器 上部蓋の合わせ目付近に細い帯状に黒い変色あり (写真48)。これは水洗浄でも取れず、原因は不明。インコロイOリングからのものか。

キャプセル キャプセルの外面にリチウムの付着物と思われる点状の模様あり (写真49、50)。これは、800℃加熱で蒸気となったリチウムが、締めつけのゆるい上部蓋の隙間から漏れ、冷却過程で凝結したものである。これは水洗浄で洗い落とされた。また、蓋のネジ部にもリチウムがつまっております。800℃ではリチウムの蒸発が活発になることをうかがわせた。

リチウム キャプセルの蓋をあけた時のリチウム表面は金色をしており (写真51)、700℃試験までのように最初銀色で直ぐに黒色に変化するのとは異なった。これはインコロイOリング及びSUSから溶け出たと考えられるNiによるものか。

⑥ 加熱後の試験片外観 —— 写真52～56

Nb-1Zr母材 表面がいくらかくもりを帯びた。700℃試験後についた汚れのようなものはそのまま残っている。

Nb-1Zr溶接部 溶接部内面がやや荒れた感じで、溶接により結晶粒が肥大化した影響がでていようである。

SUS304母材 前回からはあまり変化なし。

インコロイOリング 前回からはあまり変化なし。

⑥ キャプセル溶接部内面 —— 写真57、58

リチウムに接していた下部溶接部の溶接開始点付近に茶褐色の変色が見られた。

⑦ 加熱後の試験片の重量 —— 表2

全体的に重量が減少した。特にインコロイの重量減が大きい。Nb-1 Zrについては母材の重量減は小さいが、溶接部試験片の重量減は比較的大きく、SUSのそれに近い。

(6) 試験5

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真46と同じ

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料5

酸素濃度	1 ppm
露点	-5.9℃ (水分12 ppm)
窒素濃度	約30 ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真59

④ 試験片の加熱履歴 —— 図7

加熱温度	900℃
加熱時間	100 hr

⑤ 加熱後のキャプセル収納容器外観

上部蓋の合わせ目のやや上に、前回同様、細い帯状の黒い変色あり (写真60)。インコロイOリングからのものか。

⑥ キャプセルからの試験片及びリチウムの取り出し

リチウム中の窒素分析のため、グローブボックス内でキャプセルから試験片及びリチウムを取り出した。

・グローブボックス内雰囲気条件 (リチウム溶融前→溶融後)

酸素濃度	5 ppm	→	0.01 ppm
露点	-5.3℃ (水分27 ppm)	→	-2.8℃ (水分462 ppm)

・キャプセル及びリチウム外観 (写真61)

キャプセル 外表面に点状のリチウム付着物多数あり。これは水拭きで落ちた。

リチウム 前回同様、表面はきれいな金色 (写真62)。

・リチウム溶融

溶融温度は純粋のリチウムの場合（ヒータ温度約300℃）より上昇した。

ヒータ温度 —— 425℃

溶融リチウムは表面張力が大きく、分析用の採取容器に入りずらく、容器吊り針金を3本から2本にしてやっと採取容器内に入れることができた（写真63）。採取後のリチウムは、分析のため2重のビニール袋に入れ、シールをした（写真64）。

・採取リチウム量 4.7 g（写真65）

・リチウム分析結果

分析元素	採取量 (g)	含有量 (μ g)	分析値 (wt. ppm)	ミルシート値 (wt. ppm)
N	0.65	8.74	13.4	50
	0.60	6.22	10.4 平均 12.0	
Ni	0.65	17.60	27.0	
	0.60	17.75	29.5 平均 28.3	

（注） Nの分析値はミルシート値より低いが、これは分析法（装置）の違いによる差と考えられる。なお、この受入材をここで分析したのと同じ分析装置で分析した結果は約5 ppmであった。

⑦ 加熱後の試験片外観 —— 写真66～70

Nb-1Zr母材 表面はくもりを帯びた状態。

Nb-1Zr溶接部 溶接部内面熱影響部がやや荒れた感じ。800℃後との差は顕著でない。

SUS304母材 表面はくもりを帯びた状態。1ヵ所、直径約3mm程度の円形状の模様が見られた。気泡の跡か？

インコロイOリング 前回よりやや白くなった。

⑧ キャプセル溶接部内面 —— 写真71, 72

前回見られた下部溶接部の溶接開始点付近の茶褐色の変色部の大きさはやや小さくなった。

⑨ 加熱後の試験片の重量 —— 表3

Nb-1Zr母材及び溶接部試験片はやや重量が増加した。これはステンレス及びインコロイ試験片から溶けだしたもの(Ni等)が付着したためか。

SUS試験片は前回より大幅に重量が減少(4mg減)、インコロイは前回並に重量が減少(10mg減)した。

(7) 試験6

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真73

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料6

酸素濃度	1 ppm
露点	-5.9°C (水分12 ppm)
窒素濃度	約30 ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真74

④ 試験片の加熱履歴 —— 図8

加熱温度	1000°C
加熱時間	100 hr

⑤ 加熱後の炉内管(アルミナ)

アルミナの内面が黒っぽく変化(写真75)。インコネル製の芯だし板から金属が飛散し、付着したものか。

⑥ 加熱後のキャプセル収納容器外観

特に変化なく、前回見られた上部蓋の合わせ目付近の帯状の黒い変色もなかった(写真76)。

⑦ 試験後のキャプセル及びリチウムの外観

キャプセル 外表面の点状のリチウム付着物は少なかった。これはOリングシールが良好だったためか(写真77)。

リチウム リチウム表面は、前回の金色に比べ銀色に近く

(写真78)、空気中での変色(窒化)も早かった。

⑧ 加熱後の試験片外観 —— 写真79~83

Nb-1Zr母材 表面はくもりを帯びた状態。試験片の重量が増加しているので、SUS及びインコロイ試験片から溶出したNi等が付着したためか。

Nb-1Zr溶接部 900℃試験後との差は余りなく、溶接熱影響部には肥大化した結晶粒のようなものが見える。

SUS304母材 表面がかなり侵食されている。オーステナイトステンレス鋼は900~950℃で再結晶するので、この試験片は再結晶が生じているものと思われる。その表面顕微鏡写真を写真84、85に示す。

インコロイOリング 表面が荒れ、かなり薄くなっている模様。

⑨ キャプセル溶接部内面 —— 写真86、87

下部溶接部、特に熱影響部に結晶粒の様相がはっきりと現れ、溶接部がリチウムによって腐食を受けはじめた。上部溶接部には変化は見られない。また、上部溶接部のやや上の部分が数mmの幅で全周にわたって白っぽくなっていた。理由は不明。

なお、前々回に生じた下部溶接部の溶接開始点付近の茶褐色の変色はなくなった。これは何かが付着したものか。

⑩ 加熱後の試験片の重量 —— 表4

Nb-1Zr母材及び溶接部試験片は約2mg重量が増加した。これはステンレス及びインコロイ試験片から溶けだしたもの(Ni等)が付着したためであろう。

SUS試験片は前回より更に大幅に重量が減少(計約30mg減)した。インコロイの重量減も大きく(約60mg減)、初期重量の約半分になった。

(8) 試験7

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真88

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料7

酸素濃度 1ppm

露点 - 5.7℃ (水分 16 ppm)

窒素濃度 約 30 ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真 89

④ 試験片の加熱履歴 —— 図 9

加熱温度 1100℃

加熱時間 100 hr

⑤ 加熱後の炉内管 (アルミナ)

アルミナの内面が黒く変化 (写真 90)。何かが付着した様子。但し下の方は黒の度合いが少ない (写真 91)。

今回から芯だし板をインコネル製から Nb-1Zr 製に変えたが、下部芯だし板は黒く変化していた (写真 92)。これは酸化によるためか。上部芯だし板は加熱前と変わらず銀色のままであった。

⑥ 加熱後のキャプセル収納容器外観

容器下部にガスの流れに対応したような黒い変色があった (写真 93)。下部芯だし板の変色と考え合わせると、アルゴンガスと共に下部から空気が流入し、それによって酸化が生じたと推定される。酸素が消費された後の上部では変色はない。

⑦ 試験後のキャプセル及びリチウムの外観

キャプセル 0リングシールが良好だったためか、外表面にリチウムの付着物はなかった。

リチウム リチウムは表面張力でキャプセル壁面の上端近くまではい上がっていた。またリチウム表面は前回同様うすい金色を呈していた (写真 94)。

⑧ 加熱後の試験片外観 —— 写真 95～99

Nb-1Zr 母材 表面はくもりを帯びた状態。試験片の重量が増加しているので、SUS及びインコロイ試験片から溶出した Ni 等が付着したためと思われる。

Nb-1Zr 溶接部 Ni 等が付着したためか、全体にくもりを帯び、溶接熱影響部についても結晶粒模様ははっきりしない。

SUS304母材 表面がかなり侵食され、えぐられているのが肉眼でははっきりと分かる。

インコイリング かなり浸食され、長さも短くなっている。

⑨ キャプセル溶接部内面 —— 写真100、101

リチウムが壁面近傍で上部溶接部にまで達していたので、上部溶接部もNi等が付着してくもりを帯び、ビードの模様もはっきり分からなくなっていた。下部も同様であるが、上部に比べて付着量が少なく、溶接ビードの模様も比較的良好に分かる。但し、前回見えた熱影響部の結晶粒模様ははっきりとは分からない。

⑩ 加熱後の試験片の重量 —— 表5

Nb-1Zr母材及び溶接部試験片は約7~10mg重量が増加した。これはステンレス及びインコイ試験片から溶けだしたもの(Ni等)が付着したためであろう。

SUS試験片は前回より大幅に重量が減少(計約110mg減)した。インコイの重量減も大きく(約100mg減)、初期重量の約1/4になった。

(9) 試験8

① 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真102

② 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料8

酸素濃度 1ppm

露点 -59°C (水分12ppm)

窒素濃度 約50ppm (推定)

③ 加熱前キャプセル収納容器外観 —— 写真103

④ 試験片の加熱履歴 —— 図10

加熱温度 1200°C

加熱時間 100 hr

⑤ 加熱後の炉内管(アルミナ)

アルミナの内面は黒く、一部に白色の粉のようなものが付着していた(写真4)。これはアルミナが反応したもののか。

Nb-1Zr製の芯だし板は、下部は黒く変色し、一部は赤みがかっていた(写真105)。これが酸化によるものかは不明。上部芯だし板は加

熱前と変わらず銀色のままであった。

⑥ 加熱後のキャプセル収納容器外観

容器下部にガスの流れに対応したような黒い変色が残っていたが、前回に比べてその黒色の度合いは小さくなっていた（写真106）。1200℃加熱によって、付着していたものが離れたためと考えられる。容器上部では変色はない。

⑦ 試験後のキャプセル及びリチウムの外観

キャプセル 0リングシールが良好だったためか、外表面にリチウムの付着物はなかった。

リチウム リチウムは表面張力でキャプセル壁面の上端近くまではい上がっていた。またリチウム表面は前回同様うすい金色を呈していた（写真107）。

⑧ 加熱後の試験片外観 —— 写真108～112

Nb-1Zr母材 表面はくもりを帯びた状態。試験片の重量が引き続き増加しているため、SUS及びインコロイ試験片から溶出したNi等が付着しているものと思われる。

Nb-1Zr溶接部 Ni等が付着したためか、全体にくもりを帯び、溶接熱影響部についても前々回見えた結晶粒のような模様ははっきりしない。

SUS304母材 表面がかなり侵食され、試験片の大きさも小さくなっていて、激しく侵食された様子が分かる。

インコロイOリング 触ると崩れてしまうほど侵食され、長さも極端に短くなっていた。

⑨ キャプセル内面 —— 写真113～115

内面全体にNi等が付着してくもりを帯び、ビードの模様も明確ではない。特に上部の付着量が多く、下部については付着物が取れてきてビード模様がだいぶはっきりしてきた。また内面全体に多数の細かい点状の付着物のようなものが観察された。これは光を当てるとキラキラと光った。他に、インコロイOリングが付着したような帯状の盛り上がりがある箇所があった。

以上のように、内面の様子はこれまでとかなり違っていたが、肉眼で見た限りでは溶接部に欠陥のようなものはなかった。

⑩ 加熱後の試験片の重量 —— 表6

Nb-1Zr母材及び溶接部試験片は約1.0mg重量が増加した。これはステンレス及びインコロイ試験片から溶けだしたNi等が付着したためと考えられる。

SUS試験片は前回より大幅に重量が減少(計約200mg減)した。インコロイは激しく浸食され、崩れてしまったため正確な重量測定は不可能であった。

以上の試験8までの重量変化の様子を図11から図15に示す。

図11 — 各試験毎の重量変化(全試験片)

図12 — 各試験毎の重量変化(Nb-1Zr試験片)

図13 — 各試験温度に対する重量変化(アセトン粗洗浄後)

図14 — 各試験温度に対する重量変化(アセトン中超音波洗浄後)

図15 — 洗浄法の差による重量差

(10) 試験9

以上で最初に予定した試験が終了したので、Nb-1Zr試験片に付着したものを除去する目的で、SUS304試験片及びインコロイOリング試験片を除いて引き続き試験を行った。試験温度は1200℃、試験時間は100時間とした。但し温度については、これまでヒータ設定温度をその所定の温度にしていたが、今回は炉内温度を1200℃とするため、試験7の実績(図10)からヒータ設定温度は1230℃とした。

試験片については新たにNb-1Zr母材試験片を組み込んだ。この試験片は、これまで試験をしてきたNb-1Zr母材試験片と同じ材料から切り出したもので、この試験片と比較することにより、継続試験片のそれまでのリチウムによる浸食の程度を求める。

① 試験片の種類(写真116、117)

・継続試験片

Nb-1Zr母材 2個

Nb-1Zr溶接部 2個

・新規試験片

Nb-1Zr母材 2個

② リチウム

純度 99.8 %

不純物 (%)

Na : 0.010 Ca : 0.003

Fe : 0.002 Mg : 0.001

K : 0.001 N₂ : 0.022

重量 16 g

③ 試験温度

1230°C (炉内1200°C), 100時間

④ 試験片のホルダーへの組み込み状態 —— 写真118

⑤ 試験片組み込み時のグローブボックス内雰囲気条件 —— 添付資料9

酸素濃度 1 ppm

露点 -5.9°C (水分12 ppm)

窒素濃度 約50 ppm (推定)

⑥ 加熱前キャプセル及びキャプセル収納容器外観 —— 写真119

⑦ 試験片の加熱履歴 —— 図10

加熱温度 1230°C (炉内1200°C)

加熱時間 100 hr

⑧ 加熱後の炉内管 (アルミナ)

アルミナの内外面が黒く変色していた (写真120)。アルミナが何かと反応したものか、あるいは何かが付着したものかは不明。

Nb-1Zr製の芯だし板は、下部については黒い変色度合いが減っていた。なお、下部芯だし板には、下側のガスの通る孔に相当するところに白くて固い塊が付いていた (写真121)。

上部芯だし板については加熱前と変わらず銀色のままであった。

⑨ 加熱後のキャプセル収納容器外観

全体に変色の程度は前回に比べて小さい (写真120)。それまでに表面に付着していたものが、1230°C加熱によって離れたためと考えられ

る。

⑩ キャプセルからの試験片及びリチウムの取り出し

リチウム中の窒素分析のため、グローブボックス内でキャプセルから試験片及びリチウムを取り出した。

- ・グローブボックス内雰囲気条件（リチウム溶融前→溶融後）

酸素濃度 0.7 ppm → 0.01 ppm

露点 -5.8℃（水分1.4 ppm） → -3.8℃（水分15.9 ppm）

- ・キャプセル及びリチウム外観

キャプセル 外表面にリチウム付着物はない。但しOリングの部分が一部黒くなっていた。これは空気混入による窒化と考えられる。

リチウム 表面は金色よりも銀色に近い。キャプセル内のリチウムが窒化している様子はない（写真122）。

- ・リチウム溶融

溶融温度はヒータ温度で約280℃であった。

溶融リチウムは表面張力が大きいため、分析用の採取容器には入りずらく、何回かカップ（採取容器）をリチウム中で上下させることによりカップ内に入れることができた。採取後のリチウムは、分析のため2重のビニール袋に入れ、シールをした。

- ・採取リチウム量 約4.5 g

⑪ 加熱後の試験片外観 —— 写真123～127

- ・試験片ホルダー 上部ほど付着物が多い。

- ・継続試験片

Nb-1Zr母材 表面はくもりを帯びた状態。試験片の重量が引き続き増加しているため、キャプセル内面に付着していたNi等が移行したと思われる。

Nb-1Zr溶接部 母材同様全体にくもりを帯びた状態。結晶粒模様ははっきりしない。

- ・新規試験片

Nb-1Zr母材 表面が部分的にくもりを帯び、まだら模様になっており、一か所他とは明らかに異なった楕円状の変色が見られた。試験片重量が増加しているので、キャプセル内面に付着していたものが移行したためと思われる。

⑫ キャプセル内面 —— 写真128～130

まだ内面にNi等が付着している。特に上部の付着量が多く、下部から上部へ付着物が移行しているようである。下部溶接部については付着物が取れてきてビード模様がはっきりしてきた。肉眼では溶接部に欠陥のようなものはなかった。

⑬ 加熱後の試験片の重量 —— 表7

継続及び新規試験片共重量が増加した。これはキャプセル内面に付着していたものが移行したものであるが、重量増は新規試験片の方が大きかった(図16)。継続試験片の前回からの重量増は約0.3mgで、前回に比べると増量は約1/7になった。新規試験片の増量は約8mgで継続試験片の約30倍である。

表1 リチウム中腐食試験片の重量変化 (700℃)

試験片 No.	重量 (g)												
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h			700℃ 100 h				700℃ 100 h (超音波洗浄後)			
			1*	2*	平均	1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663456	1.663462	1.663459	1.663531	1.663519	1.663525	0.000066	1.663455	1.663461	1.663458	-0.000001
Nb-2	1.67	1.66	1.665977	1.665988	1.665983	1.665974	1.665971	1.665973	-0.000010	1.665900	1.665893	1.665897	-0.000086
SUS-1	1.53	1.53	1.532224	1.532233	1.532229	1.531515	1.531528	1.531522	-0.000707	1.531506	1.531514	1.531510	-0.000719
SUS-2	1.52	1.52	1.526505	1.526517	1.526511	1.525888	1.525886	1.525887	-0.000624	1.525875	1.525872	1.525874	-0.000637
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357388	4.357391	4.357390	4.357283	4.357283	4.357283	-0.000107	4.356856	4.356853	4.356855	-0.000535
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505791	4.505788	4.505790	4.505843	4.505845	4.505844	0.000054	4.505716	4.505718	4.505717	-0.000073
I-0-1	0.12	0.13	0.127600	0.127610	0.127605	0.125525	0.125525	0.125525	-0.002080	0.127075	0.127069	0.127072	-0.000533
I-0-2	0.14	0.14	0.136766	0.136775	0.136771	0.134053	0.134065	0.134059	-0.002712	0.135110	0.135105	0.135108	-0.001663

* 2回測定

** 600℃を基準

表2 リチウム中腐食試験片の重量変化 (800℃)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h 平均	800 °C 100 h				800 °C 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.663433	1.663431	1.663432	-0.000027	1.663414	1.663410	1.663412	-0.000047
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.665878	1.665872	1.665875	-0.000108	1.665866	1.665855	1.665861	-0.000122
SUS-1	1.53	1.53	1.532229	1.531345	1.531341	1.531343	-0.000886	1.531351	1.531340	1.531346	-0.000883
SUS-2	1.52	1.52	1.526511	1.525684	1.525682	1.525683	-0.000828	1.525674	1.525677	1.525676	-0.000835
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357390	4.356356	4.356354	4.356355	-0.001035	4.356250	4.356241	4.356246	-0.001144
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505790	4.505466	4.505476	4.505471	-0.000319	4.505428	4.505424	4.505426	-0.000364
I-O-1	0.12	0.13	0.127605	0.120979	0.120983	0.120981	-0.006624	0.121368	0.121366	0.121367	-0.006238
I-O-2	0.14	0.14	0.136771	0.127668	0.127670	0.127669	-0.009102	0.127562	0.127550	0.127556	-0.009215

* 2回測定

** 600 °Cを基準

表3 リチウム中腐食試験片の重量変化 (900℃)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h 平均	900 °C 100 h				900 °C 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.663844	1.663856	1.663850	0.000391	1.663837	1.663847	1.663842	0.000383
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.666354	1.666362	1.666358	0.000375	1.666355	1.666363	1.666359	0.000374
SUS-1	1.53	1.53	1.532229	1.527939	1.527936	1.527938	-0.004291	1.527941	1.527941	1.527941	-0.004288
SUS-2	1.52	1.52	1.526511	1.521500	1.521511	1.521506	-0.005005	1.521499	1.521506	1.521503	-0.005008
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357390	4.357063	4.357056	4.357060	-0.000330	4.357003	4.357009	4.357006	-0.000384
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505790	4.506271	4.506272	4.506272	0.000482	4.506220	4.506227	4.506224	0.000434
I-0-1	0.12	0.13	0.127605	0.111570	0.111575	0.111573	-0.016032	0.112140	0.112143	0.112142	-0.015463
I-0-2	0.14	0.14	0.136771	0.117543	0.117550	0.117547	-0.019224	0.117757	0.117764	0.117761	-0.019010

* 2 回測定

** 600 °Cを基準

表4 リチウム中腐食試験片の重量変化 (1000℃)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h 平均	1000 ℃ 100 h				1000 ℃ 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.665948	1.665948	1.665948	0.002489	1.665931	1.665936	1.665934	0.002475
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.668411	1.668401	1.668406	0.002423	1.668395	1.668396	1.668396	0.002413
SUS-1	1.53	1.53	1.532229	1.501306	1.501303	1.501305	-0.030924	1.501298	1.501299	1.501299	-0.030930
SUS-2	1.52	1.52	1.526511	1.503745	1.503744	1.503745	-0.022766	1.503730	1.503736	1.503733	-0.022778
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357390	4.360006	4.360019	4.360011	0.002621	4.360004	4.360006	4.360005	0.002615
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505790	4.509242	4.509232	4.509237	0.003447	4.509226	4.509224	4.509225	0.003435
I-O-1	0.12	0.13	0.127605	0.073400	0.073994	0.073997	-0.053608	0.073363	0.073366	0.073365	-0.054239
I-O-2	0.14	0.14	0.136771	0.071832	0.071824	0.071828	-0.064943	0.071810	0.071814	0.071812	-0.064959

* 2回測定

** 600℃を基準

表5 リチウム中腐食試験片の重量変化 (1100℃)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h 平均	1100 ℃ 100 h				1100 ℃ 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.670145	1.670136	1.670141	0.006682	1.670021	1.670019	1.670020	0.006561
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.675473	1.675471	1.675472	0.009489	1.675461	1.675448	1.675455	0.009472
SUS-1	1.53	1.53	1.532229	1.416064	1.416067	1.416066	-0.116163	1.416073	1.416060	1.416064	-0.116165
SUS-2	1.52	1.52	1.526511	1.415927	1.415935	1.415931	-0.110580	1.415930	1.415930	1.415930	-0.110581
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357390	4.367231	4.367220	4.367226	0.009296	4.367035	4.367030	4.367033	0.009643
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505790	4.516205	4.516194	4.516200	0.010410	4.516136	4.516133	4.516135	0.010345
I-0-1	0.12	0.13	0.127605	0.029658	0.029652	0.029655	-0.097950	0.029512	0.029500	0.029506	-0.098099
I-0-2	0.14	0.14	0.136771	0.035714	0.035705	0.035710	-0.101061	0.035708	0.035704	0.035706	-0.101067

* 2回測定

** 600℃を基準

表6 リチウム中腐食試験片の重量変化 (1200°C)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500°C 50h	600°C 100 h 平均	1200 °C 100 h				1200 °C 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.683678	1.683670	1.683674	0.020215	1.683520	1.683525	1.683523	0.020064
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.685622	1.685623	1.685623	0.019640	1.685480	1.685480	1.685480	0.019497
SUS-1	1.53	1.53	1.532229	1.185500	1.185493	1.185497	-0.346732	1.185494	1.185499	1.185497	-0.346732
SUS-2	1.52	1.52	1.526511	1.173888	1.173895	1.173892	-0.352619	1.173882	1.173882	1.173882	-0.352629
Nb-W-1	4.36	4.36	4.357390	4.381878	4.381879	4.381879	0.024489	4.381600	4.381603	4.381602	0.024212
Nb-W-2	4.51	4.51	4.505790	4.533763	4.533765	4.533764	0.027974	4.533483	4.533491	4.533487	0.027697
I-0-1	0.12	0.13	0.127605	0.002750	—	—	-0.127605	—	—	—	-0.127605
I-0-2	0.14	0.14	0.136771	—	—	—	-0.136771	—	—	—	-0.136771

* 2回測定

** 600 °Cを基準

表7 リチウム中腐食試験片の重量変化 (1230℃)

試験片 No.	重量 (g)										
	初期	500℃ 50h	600℃ 100 h 平均	1230 °C 100 h				1230 °C 100 h (超音波洗浄後)			
				1*	2*	平均	増減**	1*	2*	平均	増減**
Nb-1	1.65	1.66	1.663459	1.683892	1.683885	1.683889	0.020430	1.683775	1.683765	1.683770	0.020311
Nb-2	1.67	1.66	1.665983	1.685951	1.685956	1.685953	0.019970	1.685875	1.685879	1.685877	0.019896
Nb-3	1.787418	—	—	1.795373	1.795373	1.795373	0.007955	1.795363	1.795363	1.795363	0.007945
Nb-4	1.798307	—	—	1.806073	1.806060	1.806067	0.007760	1.806052	1.806057	1.806055	0.007748
Nb-W-1	0.12	0.13	4.357390	4.382531	4.382533	4.382532	0.025142	4.382266	4.382271	4.382269	0.024879
Nb-W-2	0.14	0.14	4.505790	4.534356	4.534350	4.534353	0.028563	4.534115	4.534106	4.534111	0.028321

* 2 回測定

** 600 °Cを基準

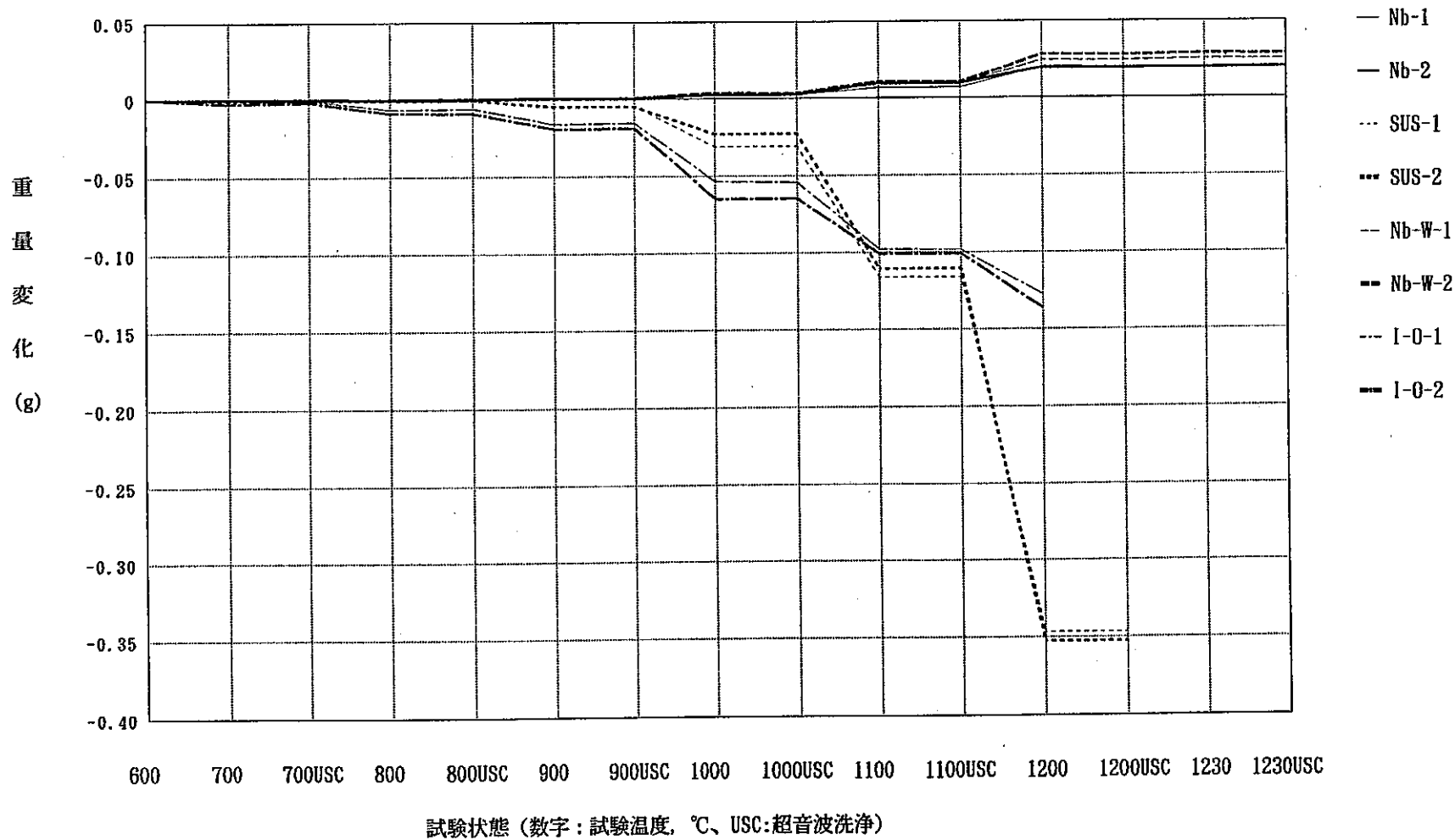


図11 リチウム中腐食試験片の各試験毎の重量変化 (全試験片)

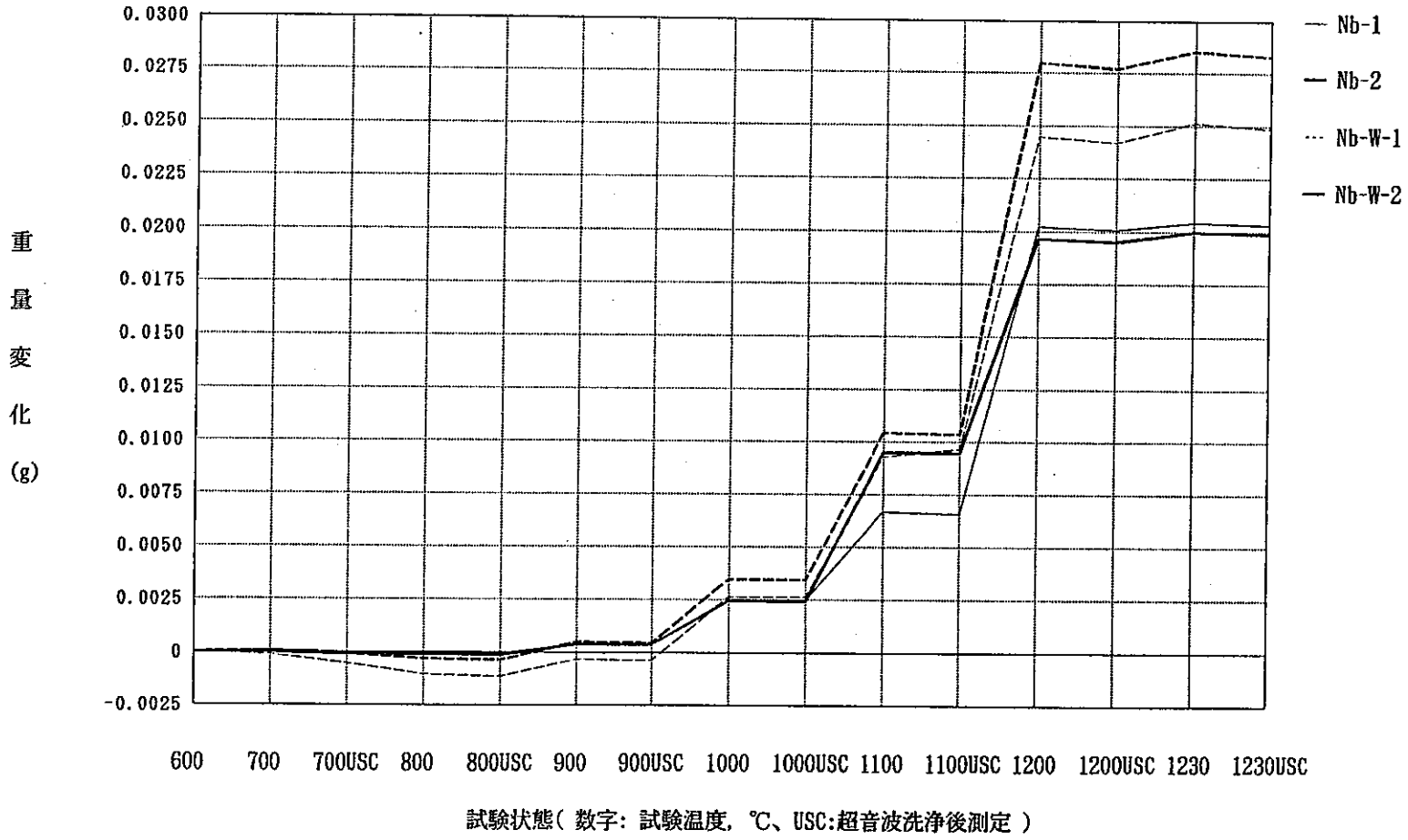


図12 リチウム中腐食試験片の各試験毎の重量変化 (Nb-1Zr試験片)

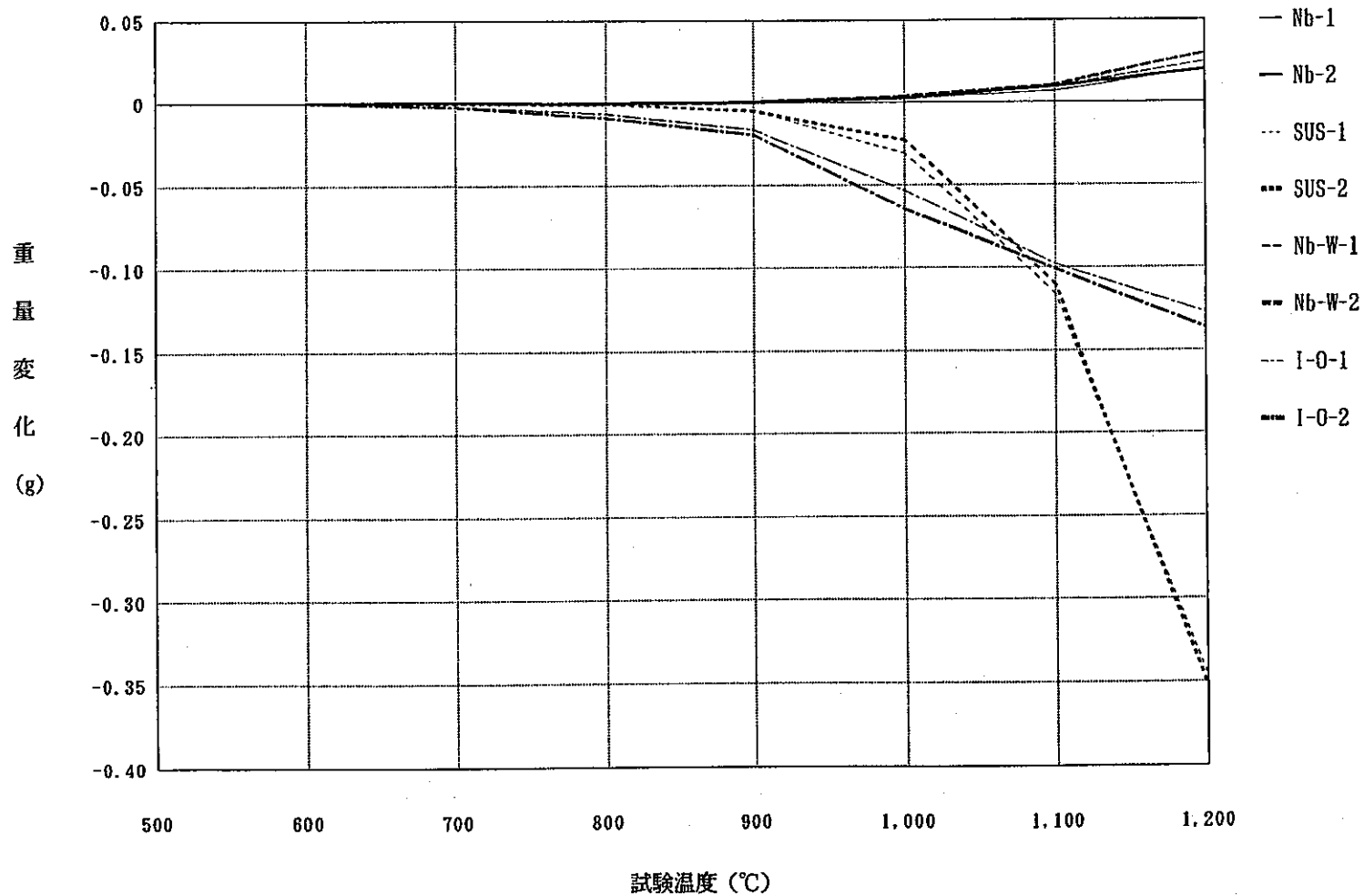


図13 リチウム中腐食試験片の重量変化 (アセトン粗洗浄後)

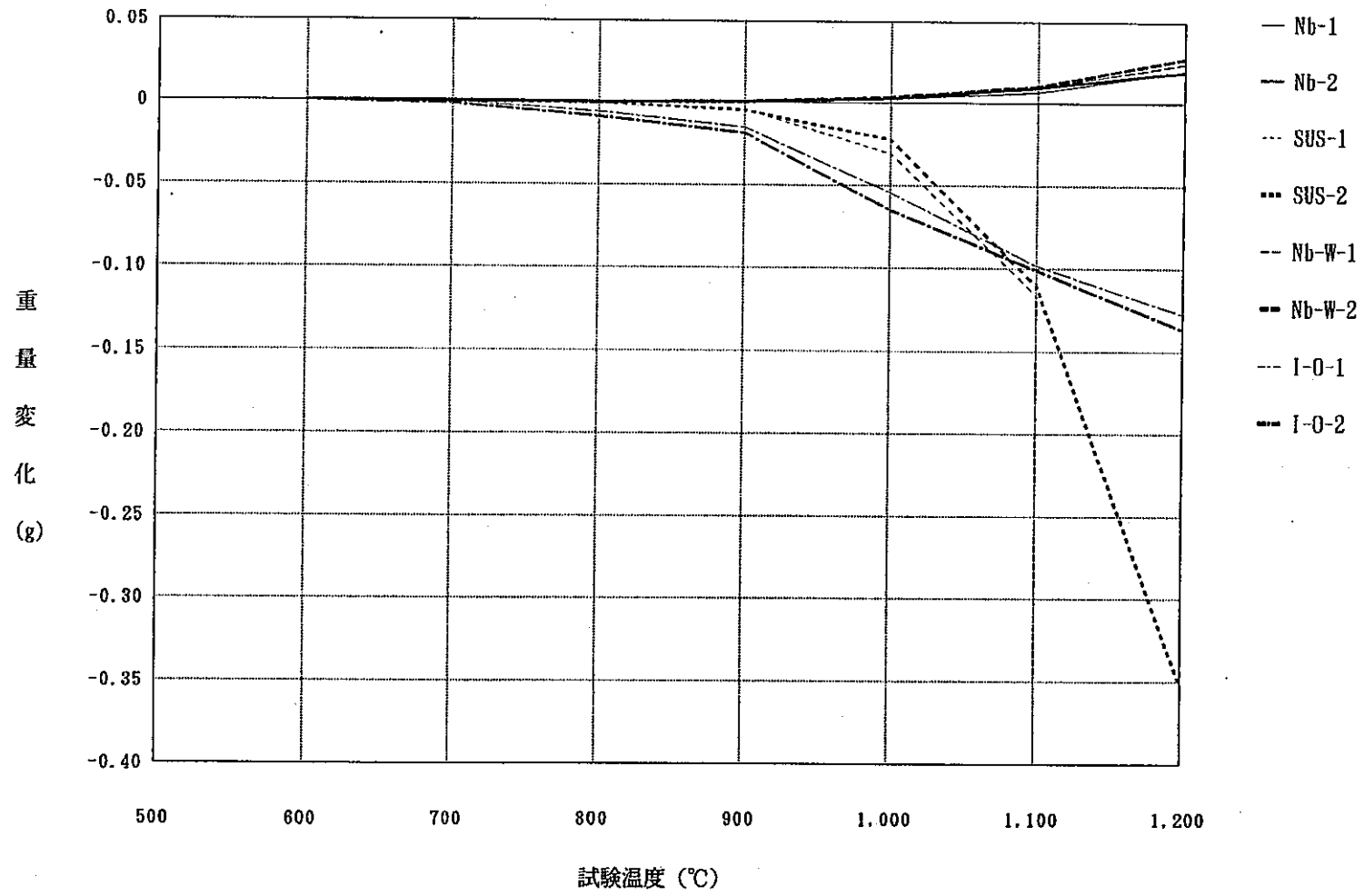


図14 リチウム中腐食試験片の重量変化 (アセトン中超音波洗浄後)

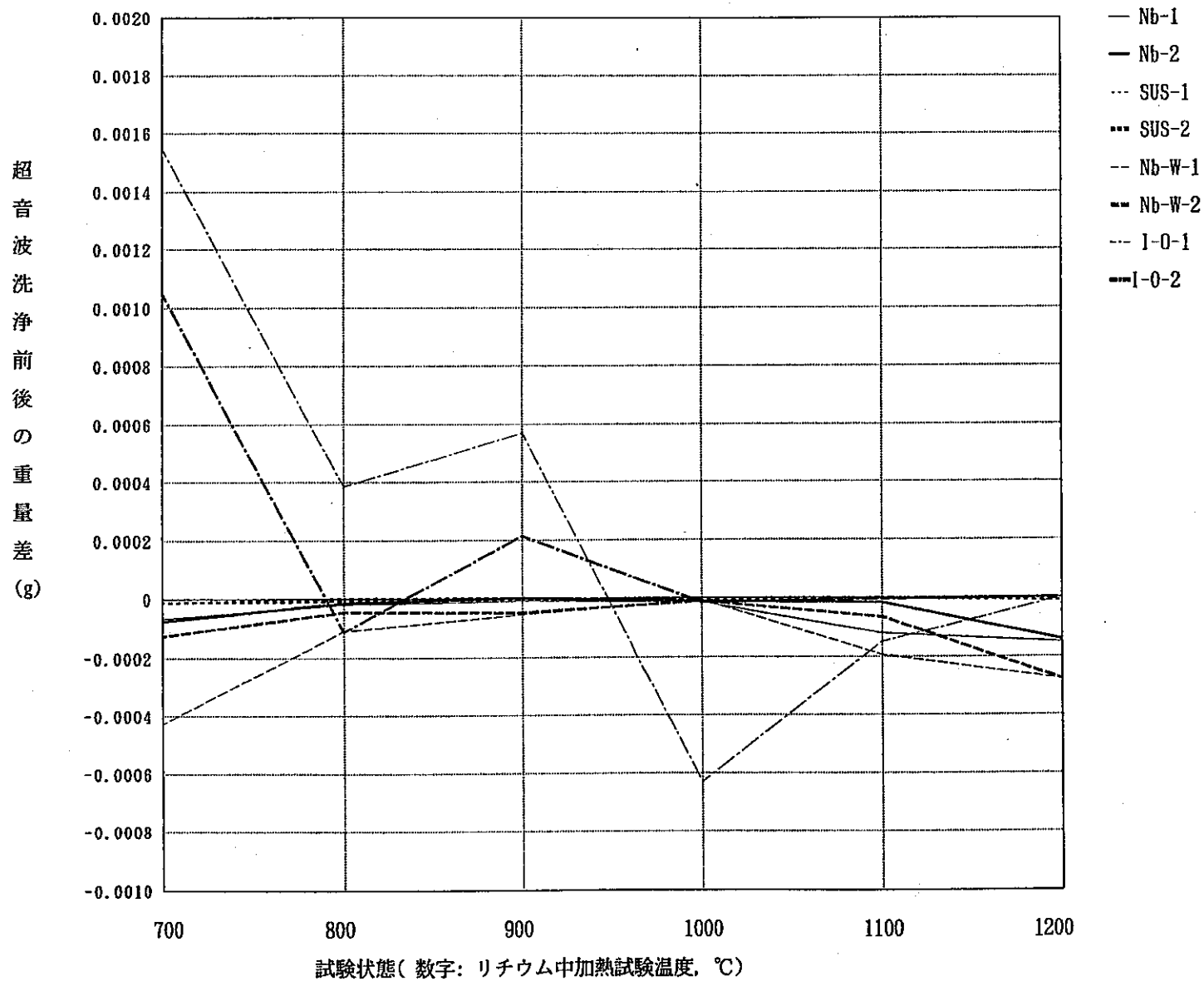


図15 リチウム中で加熱試験を行った試験片の洗浄法による重量差 (超音波洗浄後重量-粗洗浄後重量)

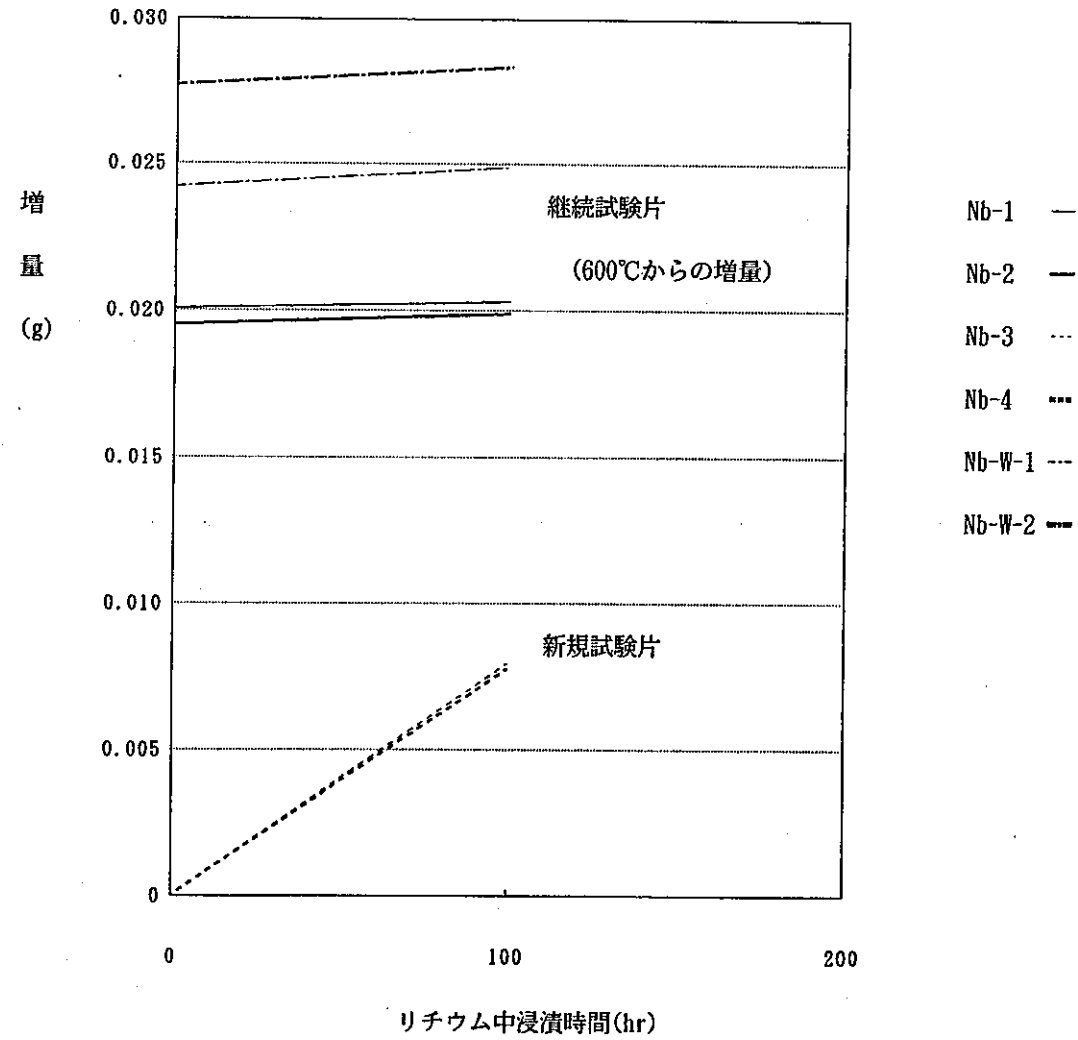
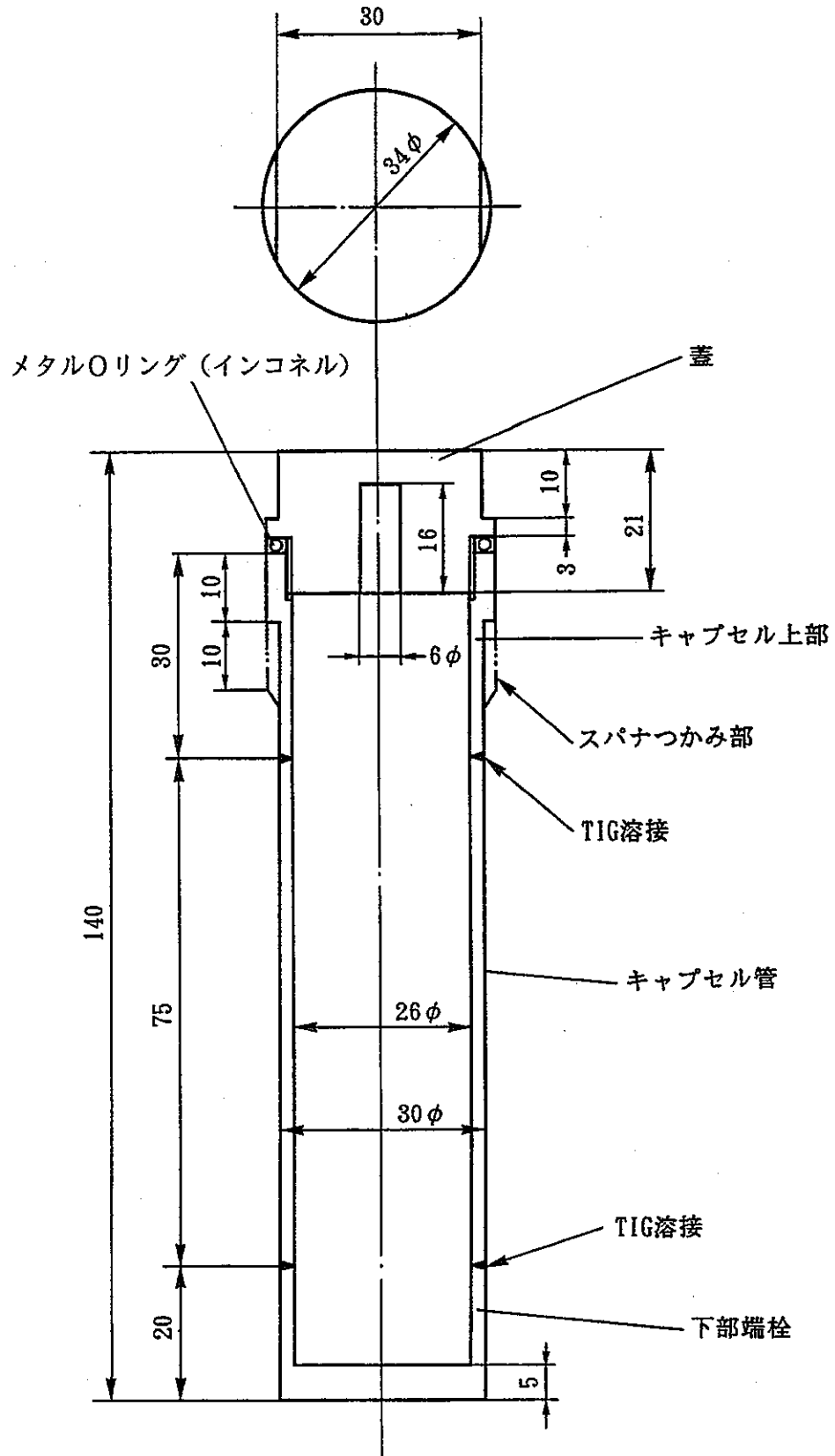


図16 1200°C (炉内温度) におけるNb-1Zr試験片の重量変化 (超音波洗浄後)



材質 Nb-1Zr

図1 蓋付キャプセル組立図

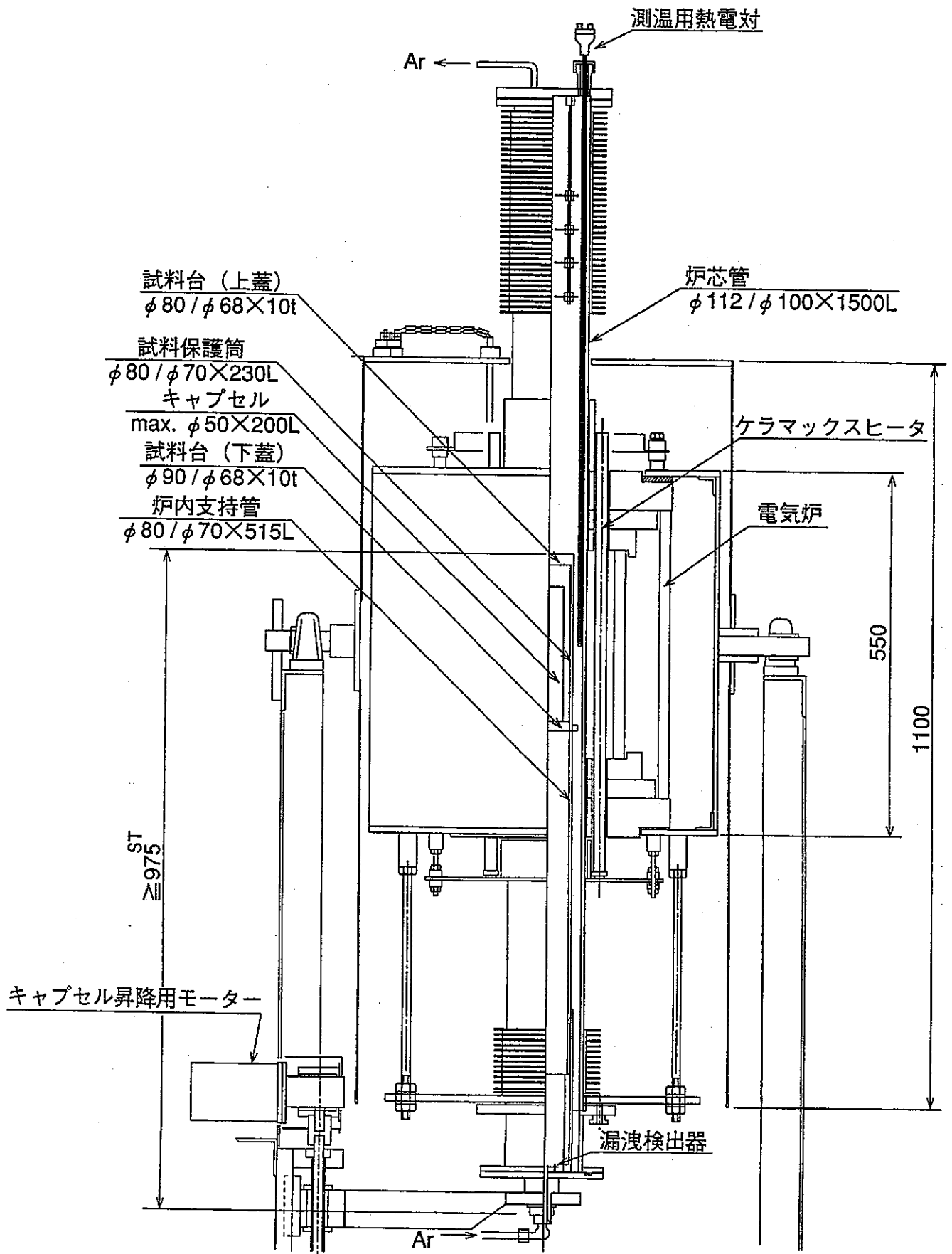


図2 高温電気炉

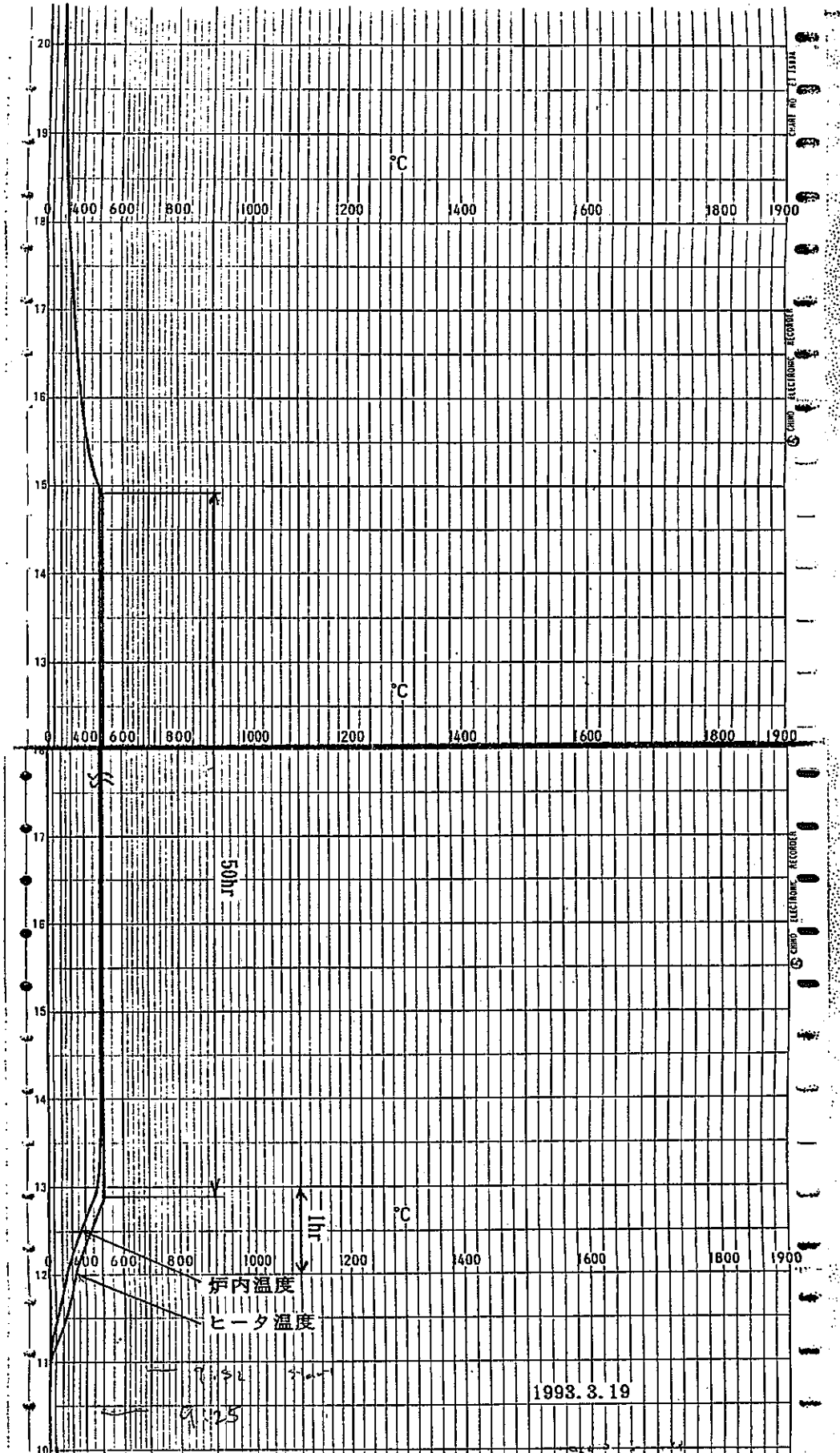


図3 試験1の加熱履歴

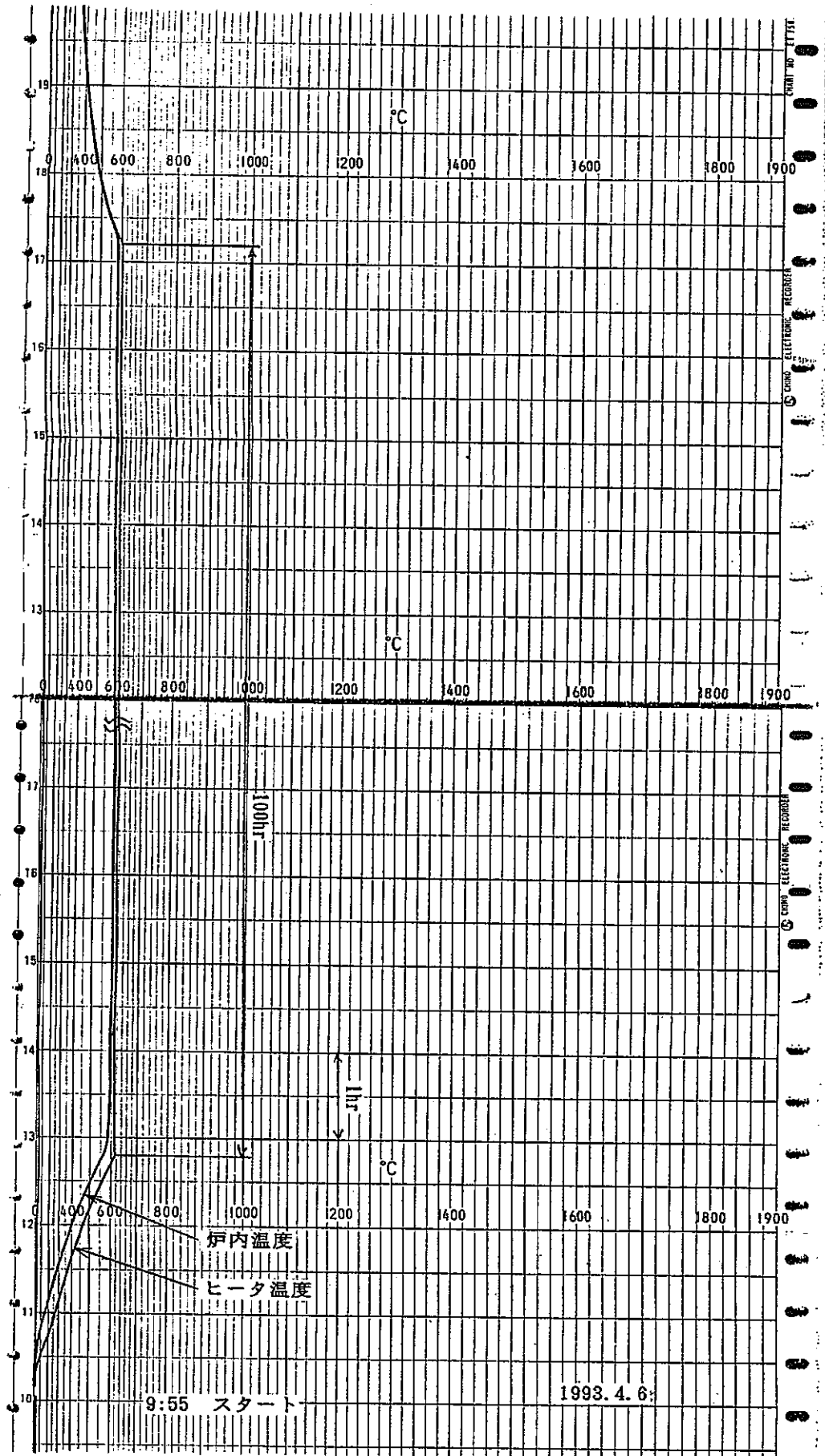


図4 試験2の加熱履歴

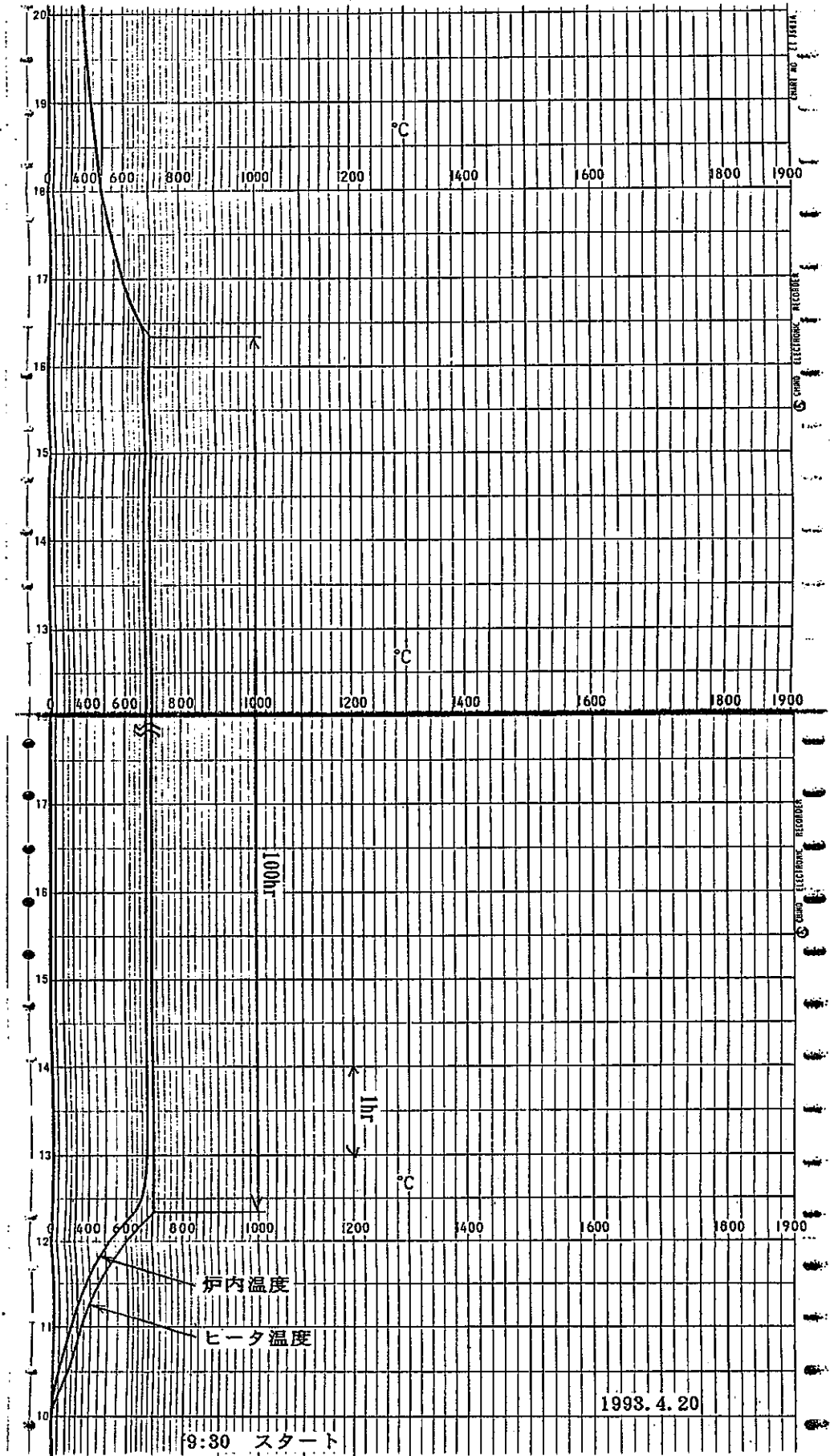


図5 試験3の加熱履歴

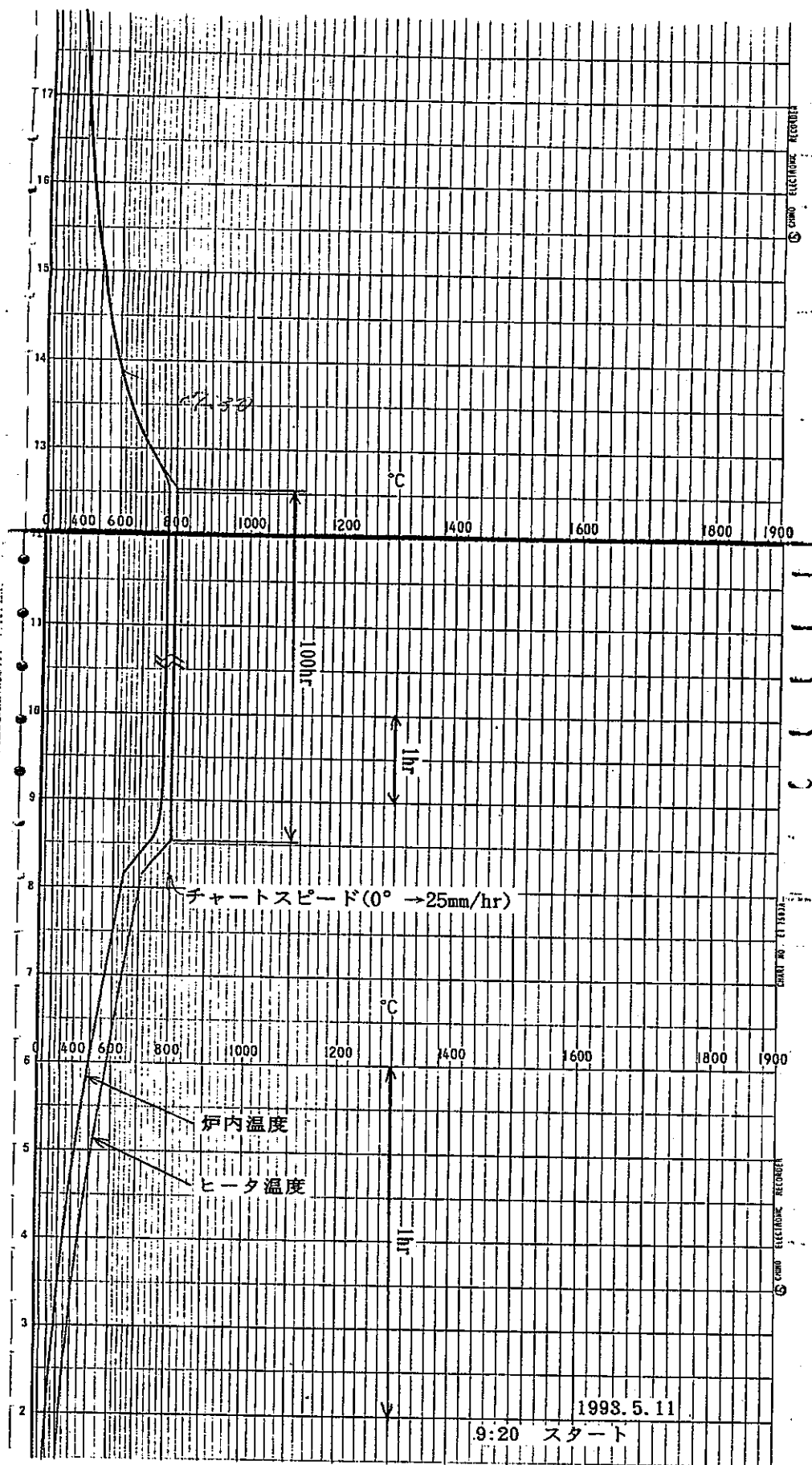


図6 試験4の加熱履歴

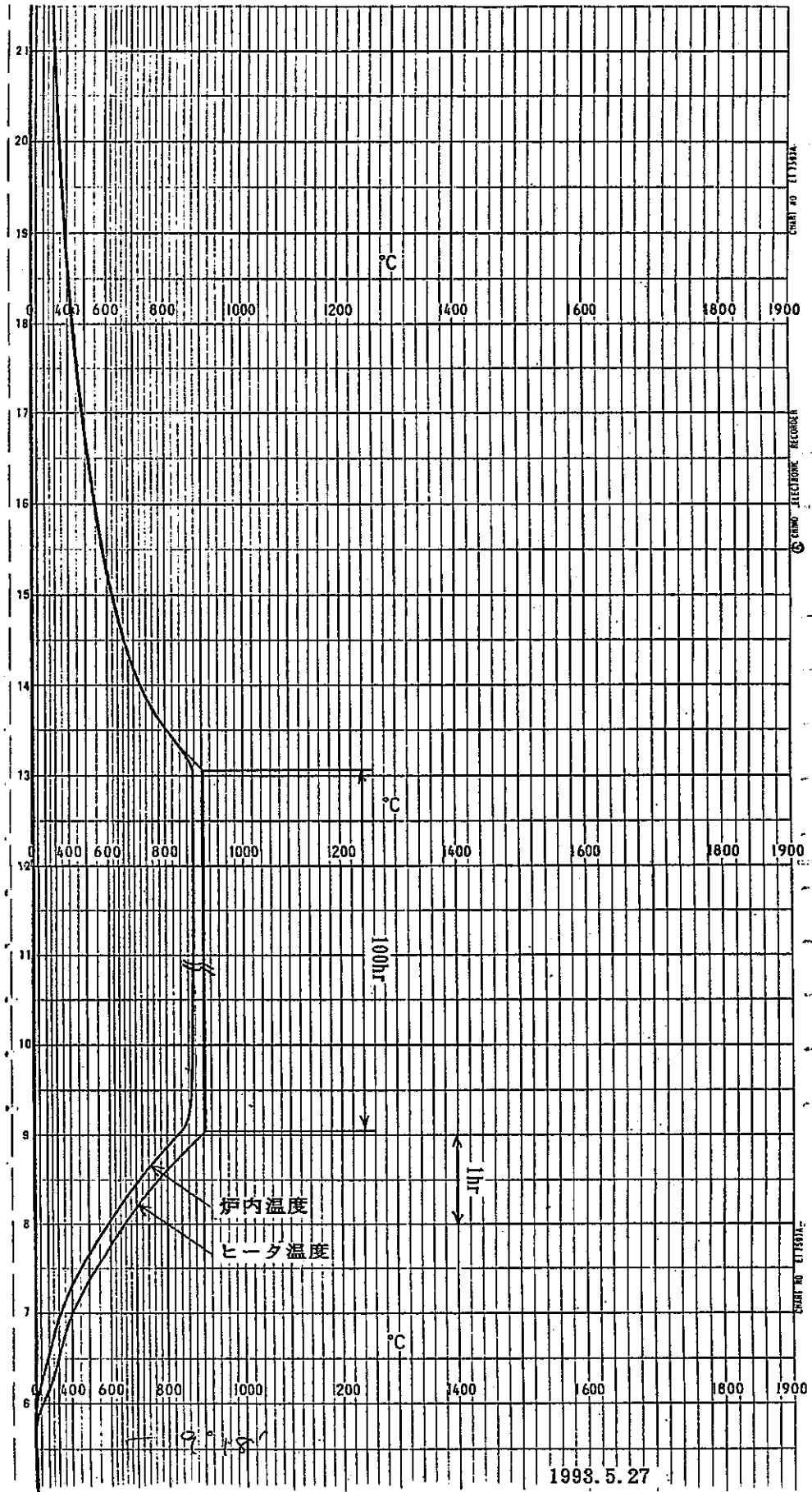


図7 試験5の加熱履歴

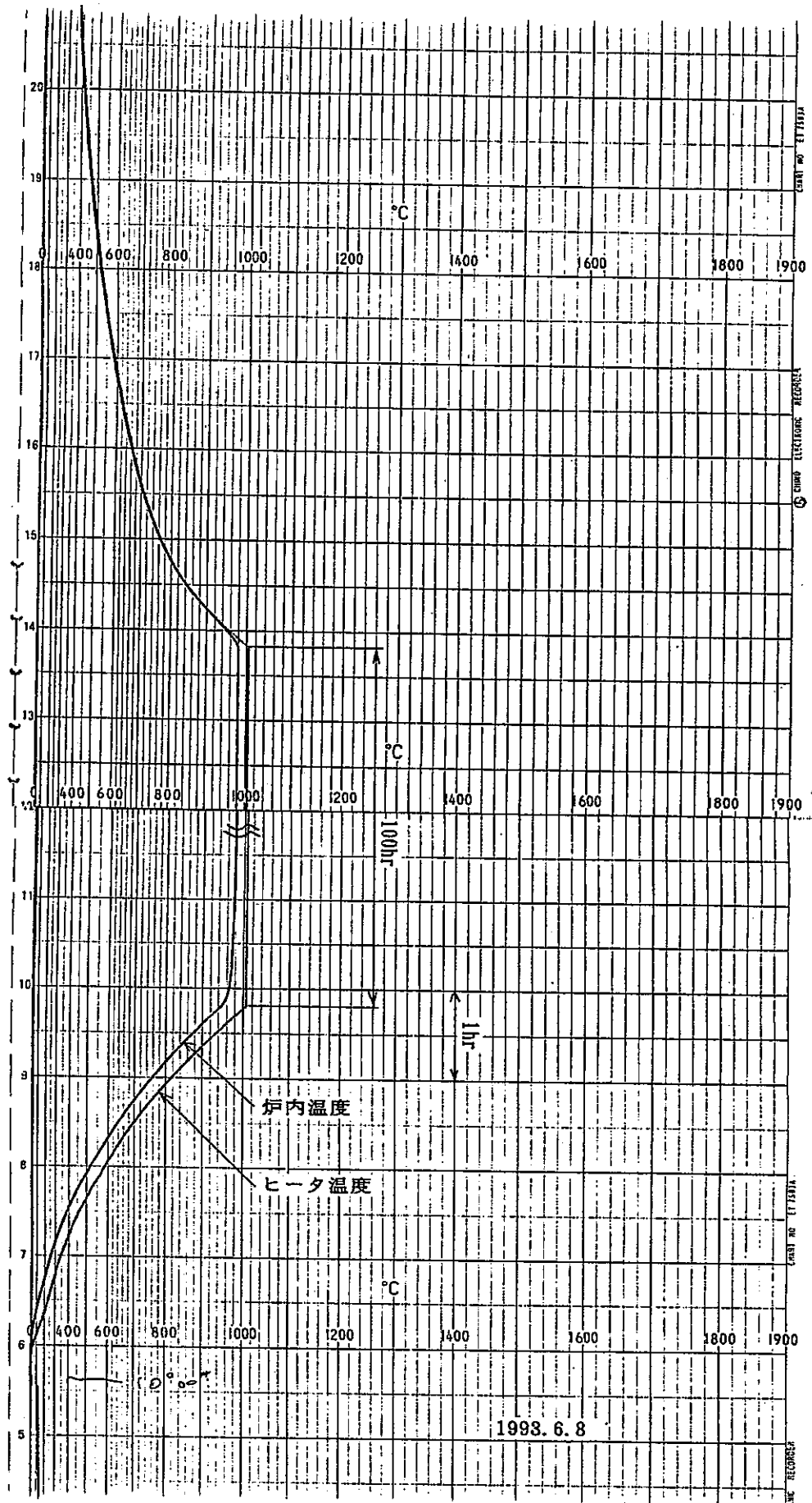


図8 試験6の加熱履歴

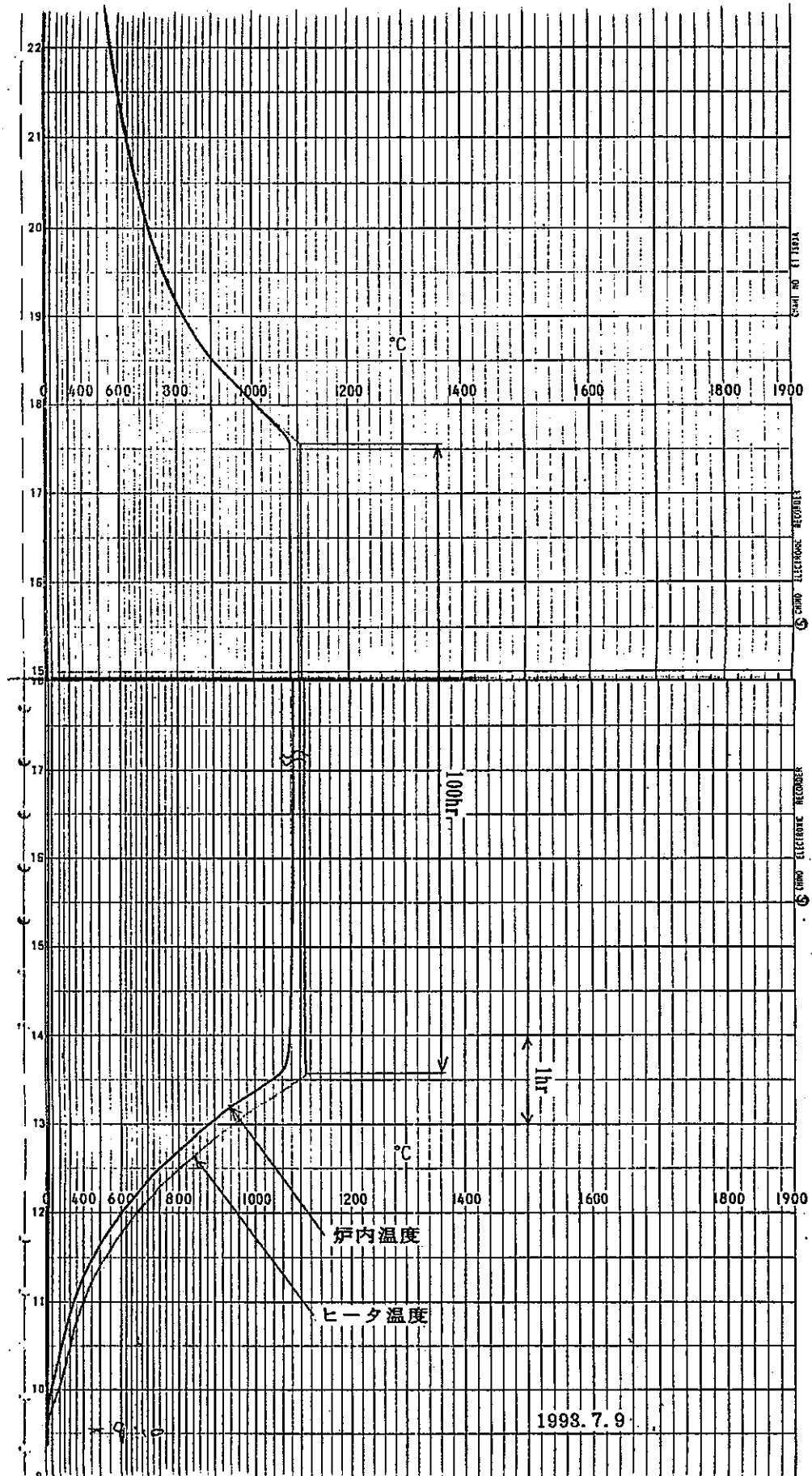


図9 試験7の加熱履歴

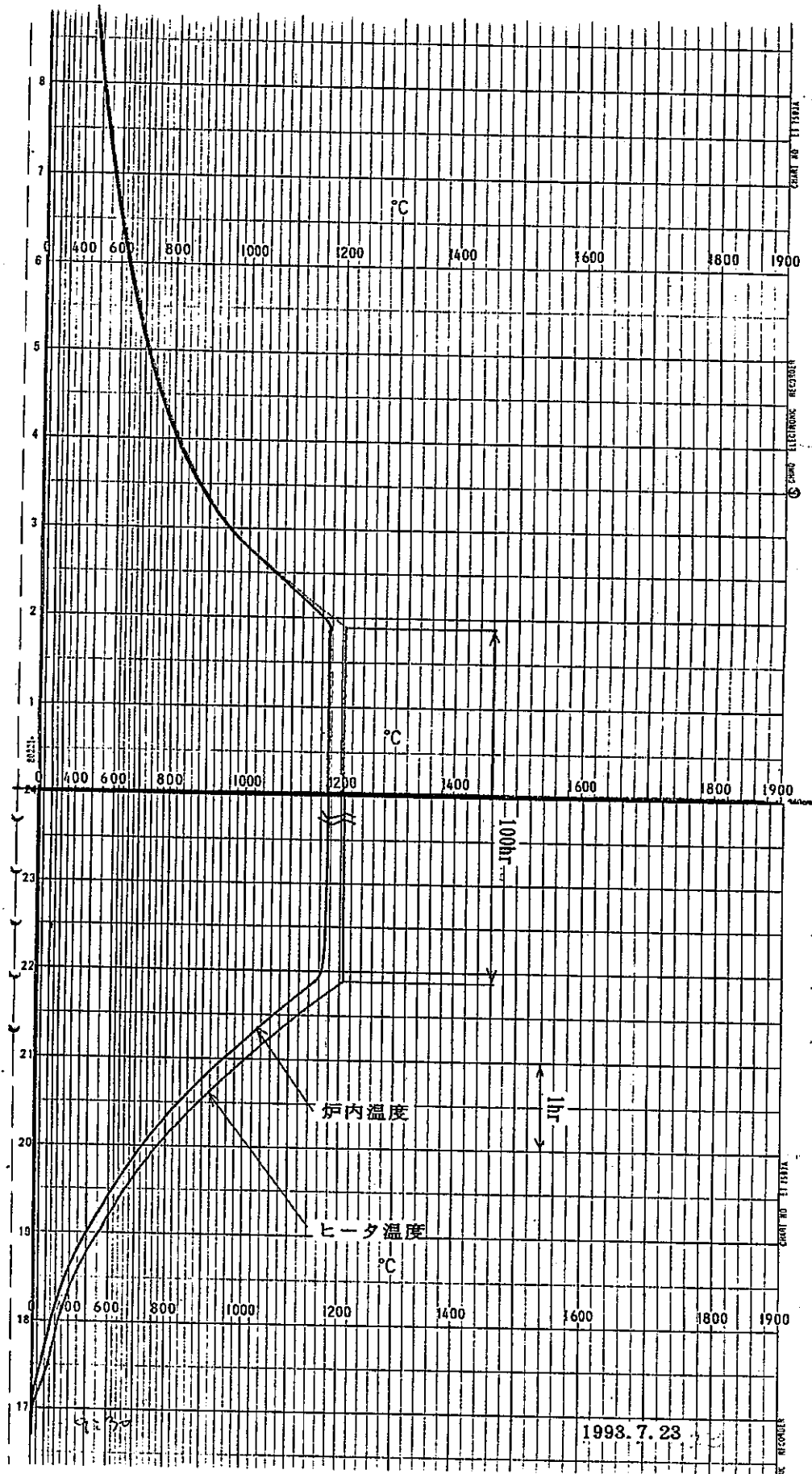


図10 試験8の加熱履歴

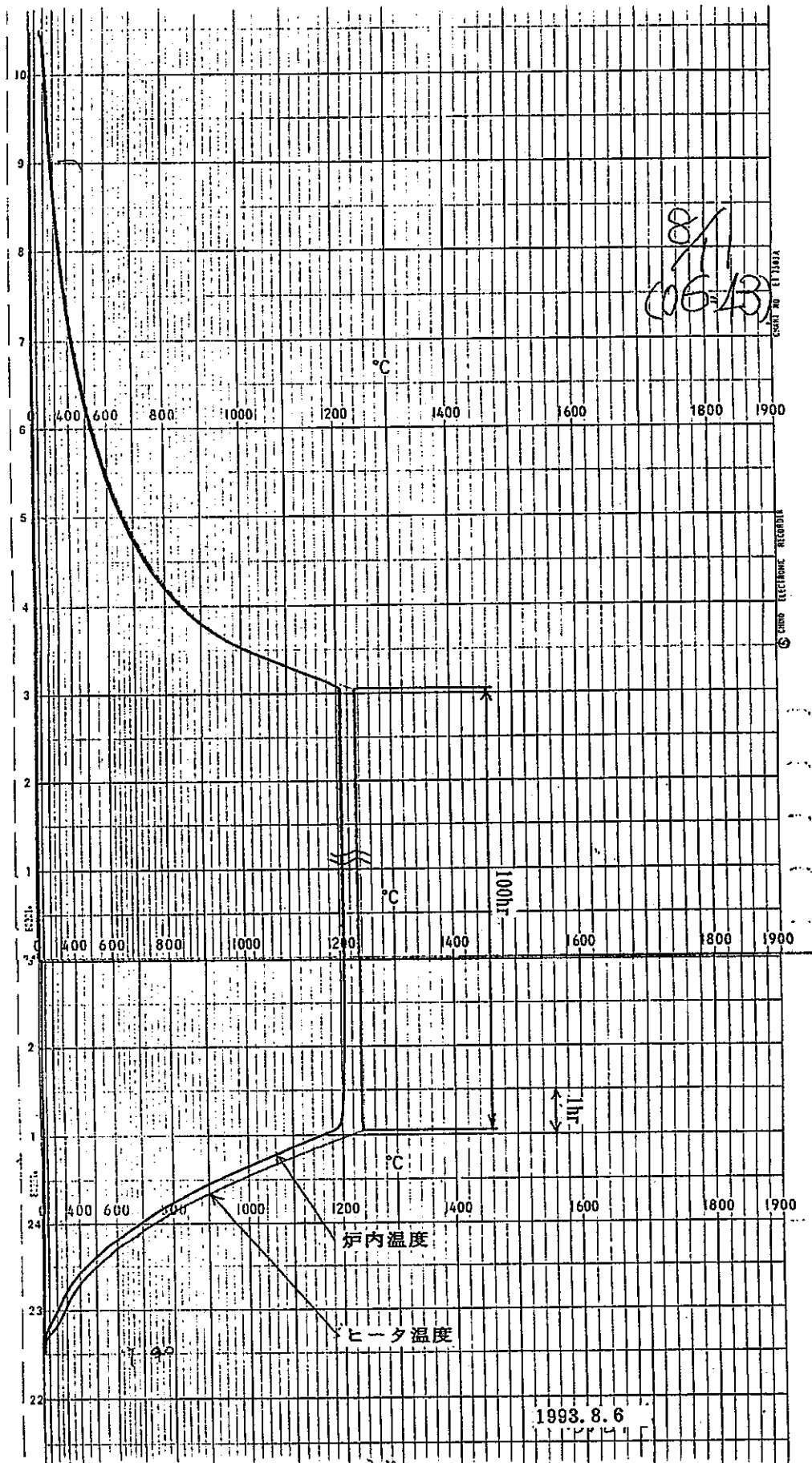
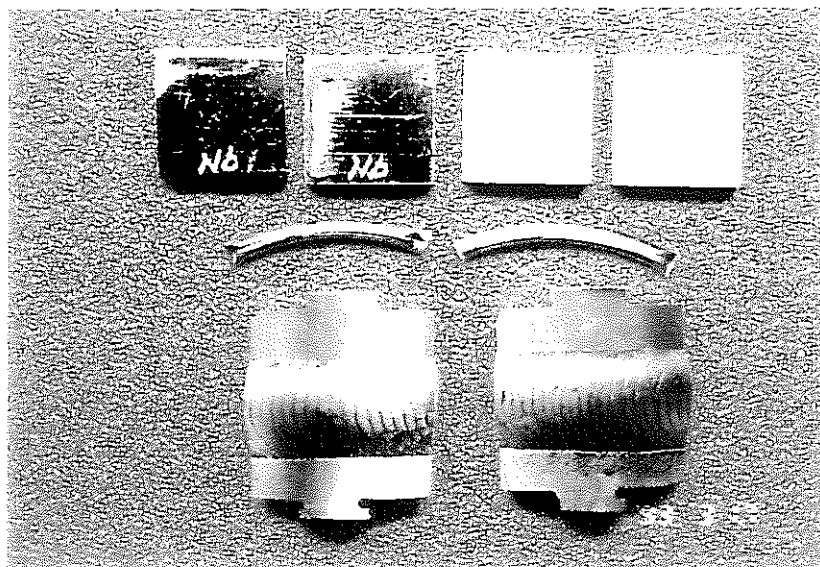
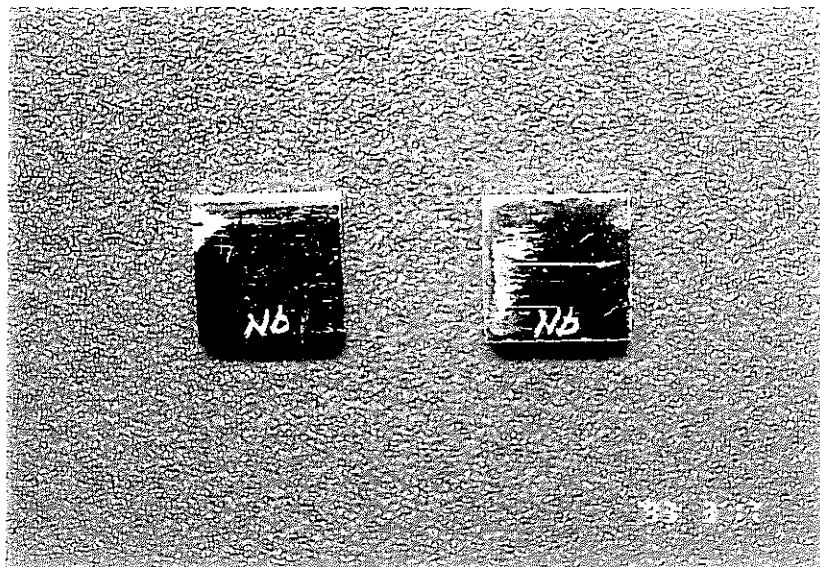


図11 試験9の加熱履歴

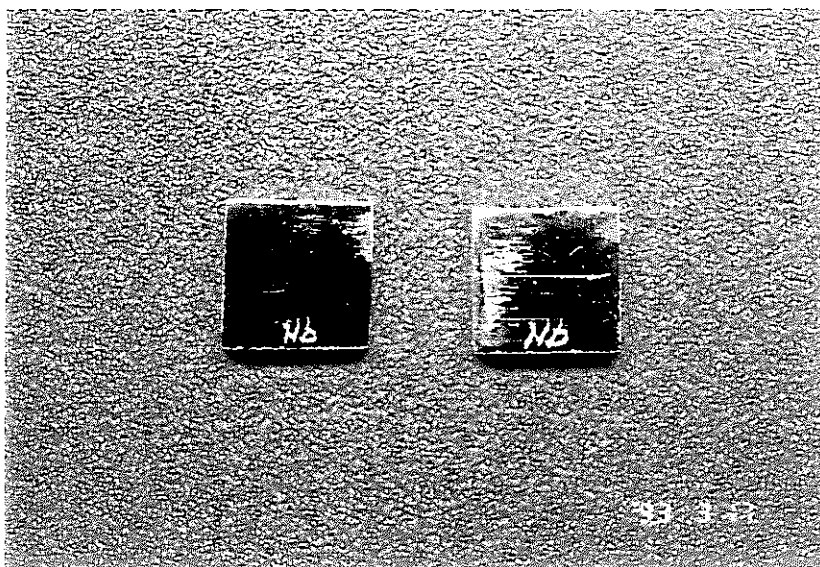


Nb及びSUS試験片	10×10×2mm
Nb溶接部試験片	約15×約15×2mm
インコイOリング	1.5φ×約20mm

写真1 リチウム腐食試験用試験片一式

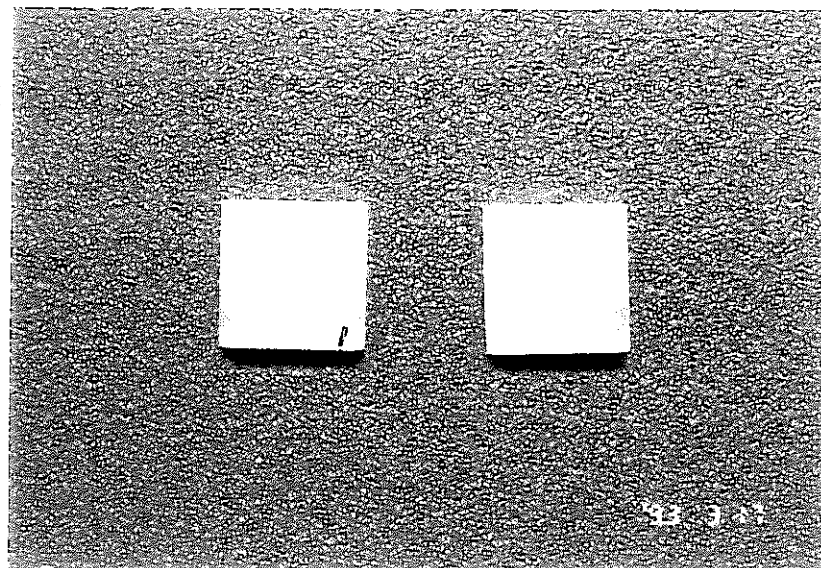


表

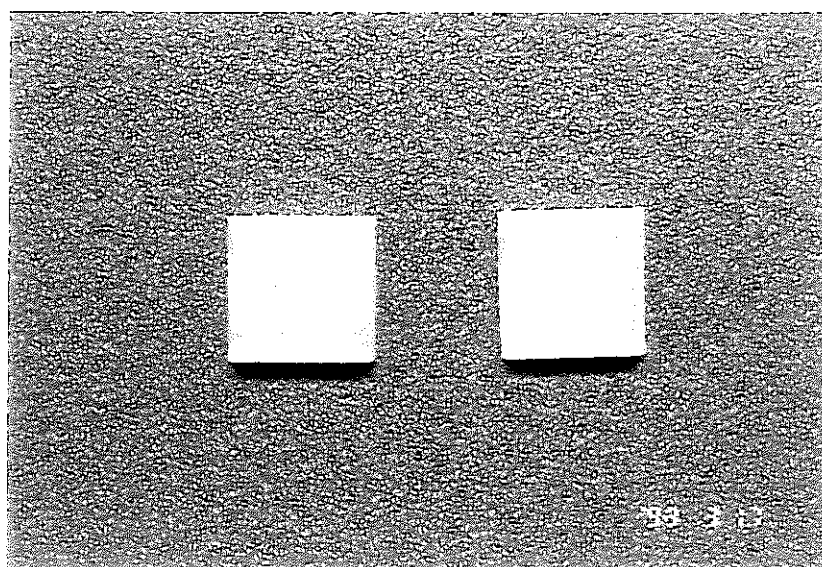


裏

写真2 リチウム腐食試験前のNb-1Zr試験片

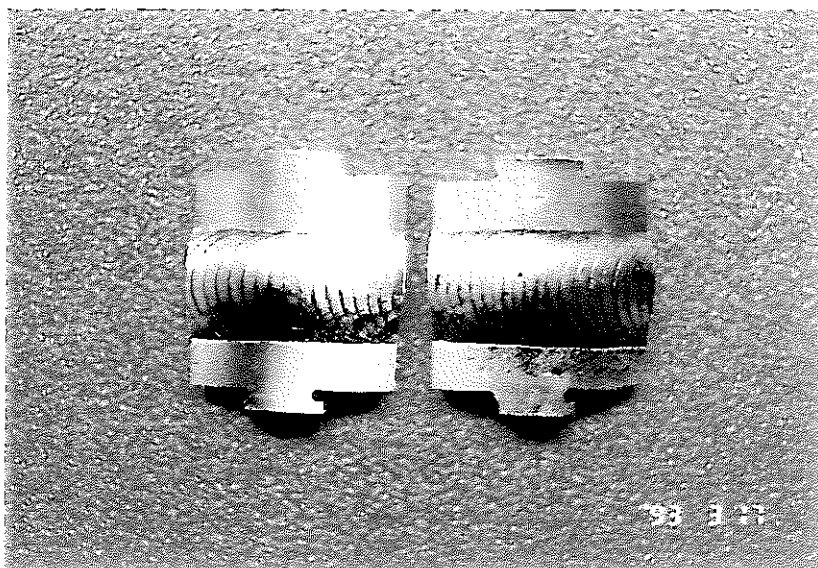


表

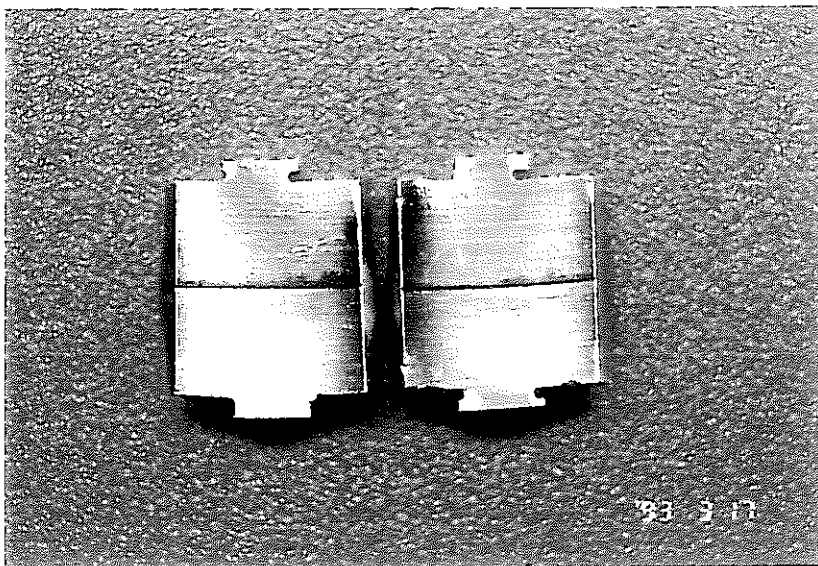


裏

写真3 リチウム腐食試験前のSUS試験片



表



裏

写真4 リチウム腐食試験前のNb-Zr溶接部試験片

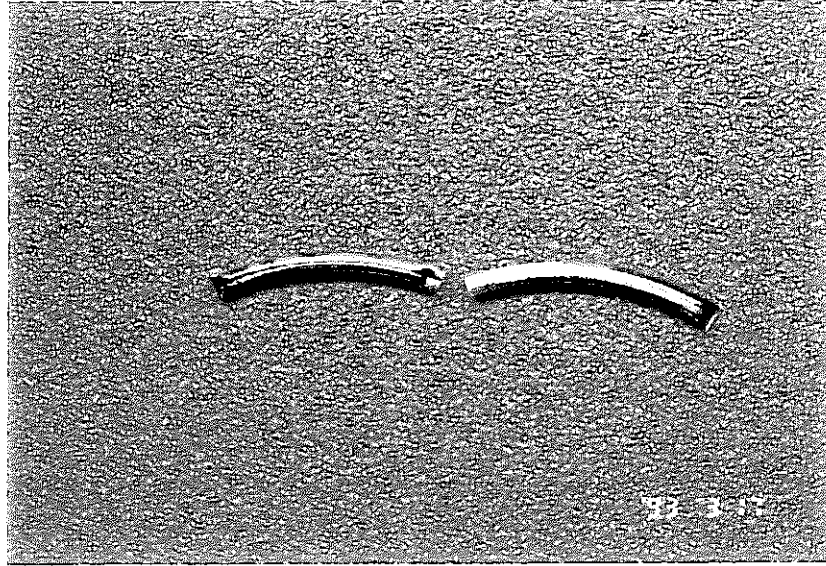


写真5 リチウム腐食試験前のインコイOリング試験片

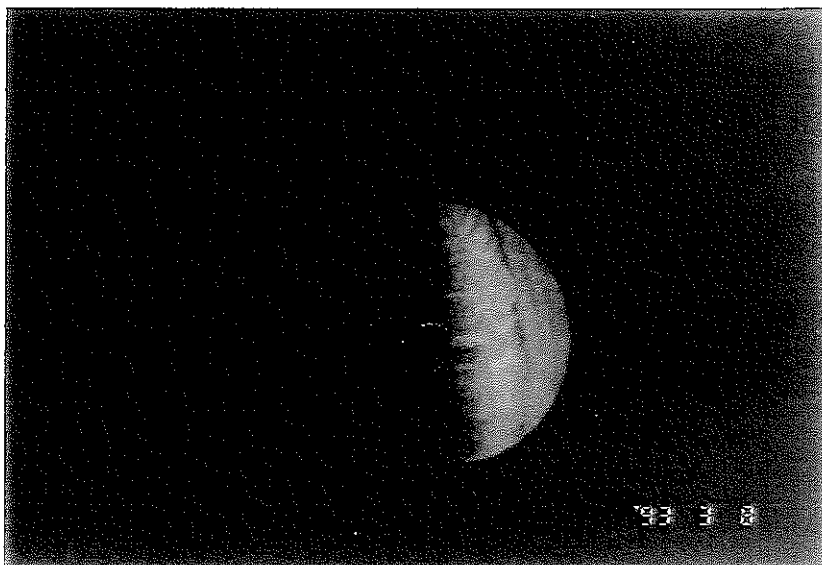
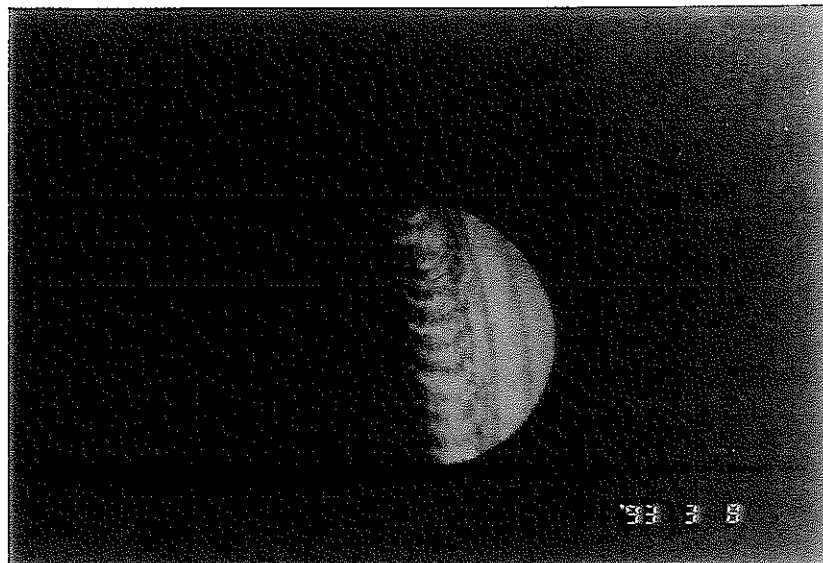
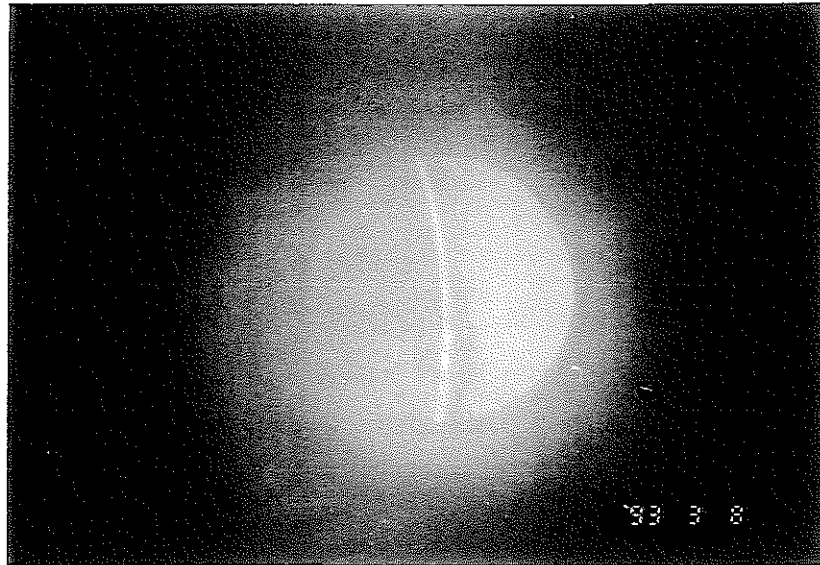


写真6 リチウム腐食試験前のキャプセル上部溶接部の内面 (NB-87)

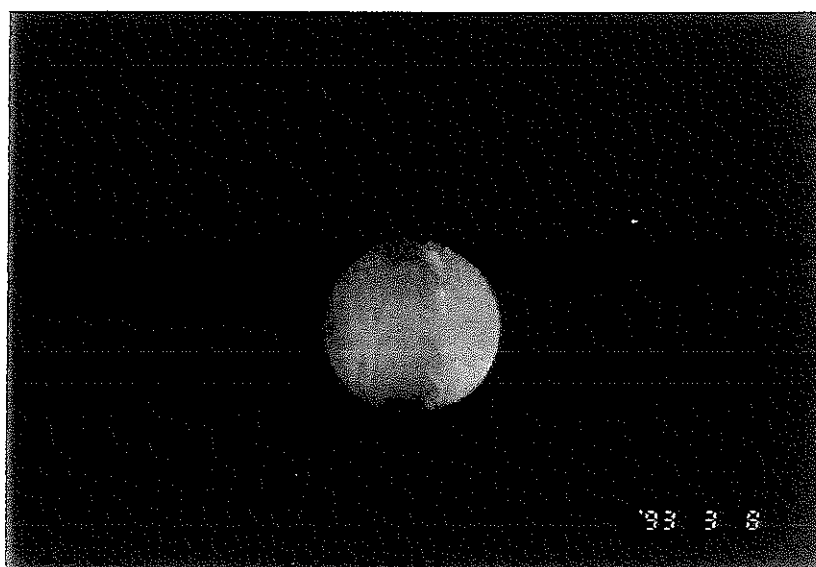
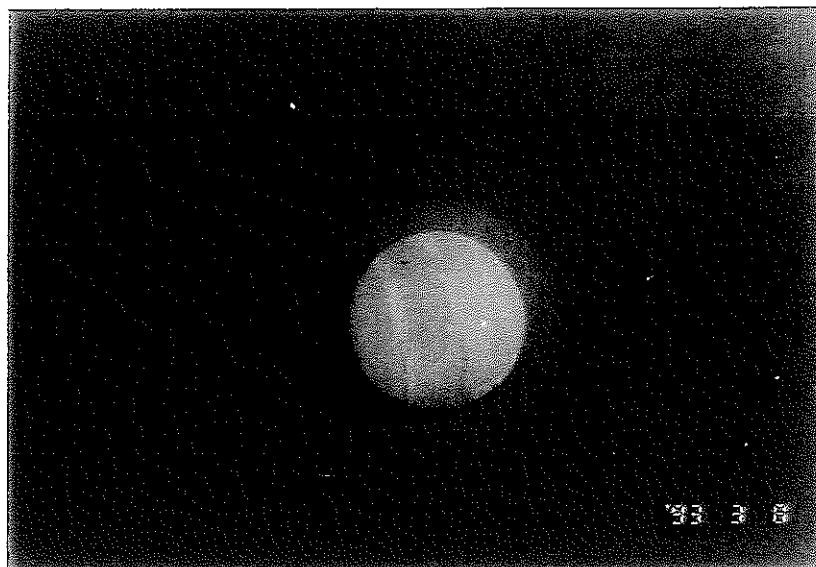


写真7 リチウム腐食試験前のキャプセル下部溶接部の内面 (NB-86)

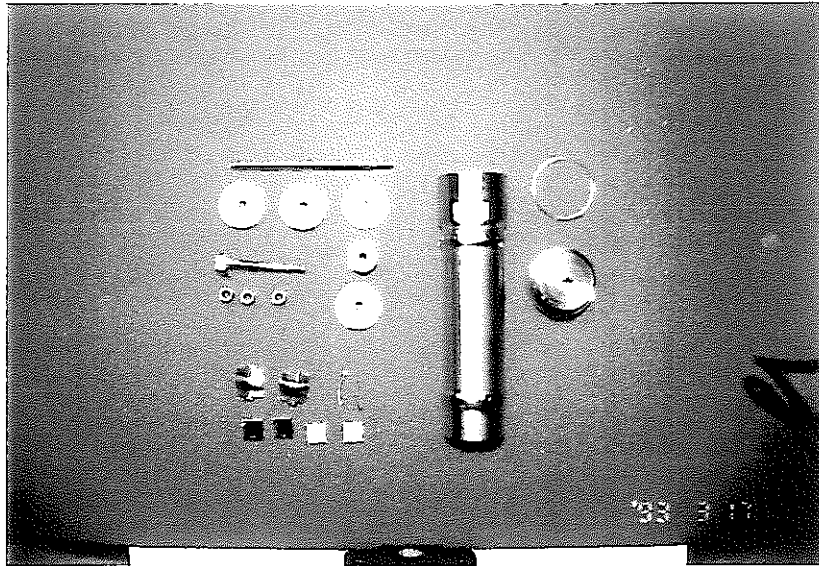


写真8 試験片，試験片ホルダー部品及びキャプセル

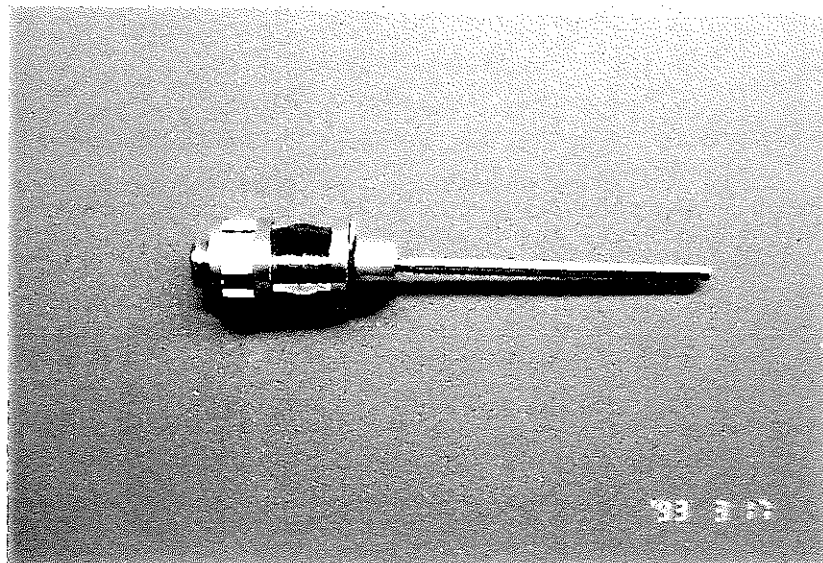


写真9 試験片ホルダー組立後



写真10 棒状リチウムをキャプセル内へ入れ加熱

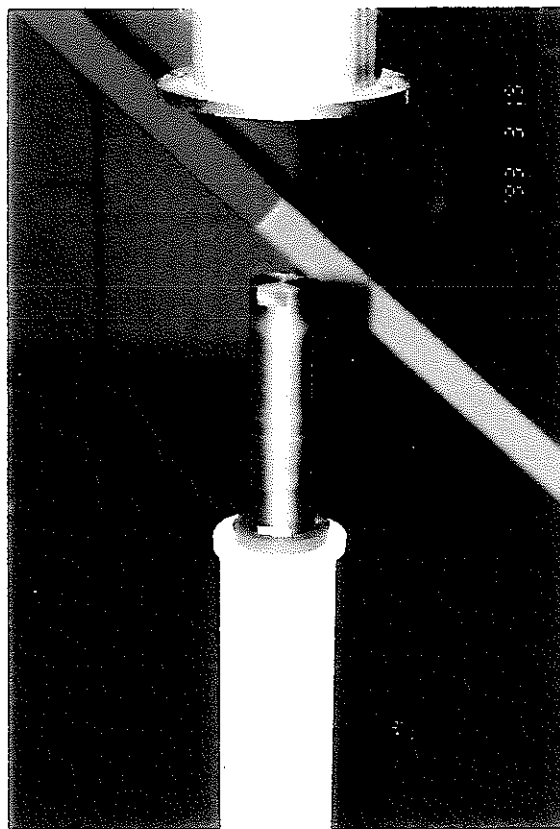
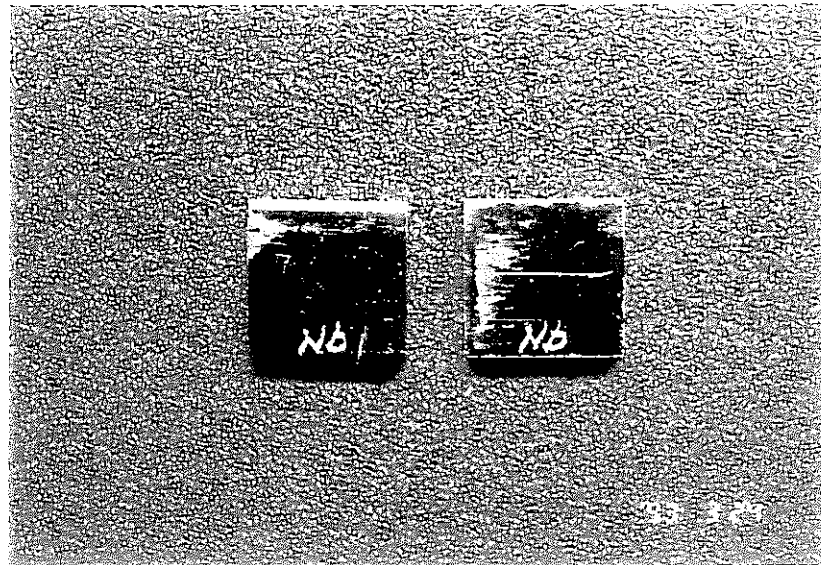
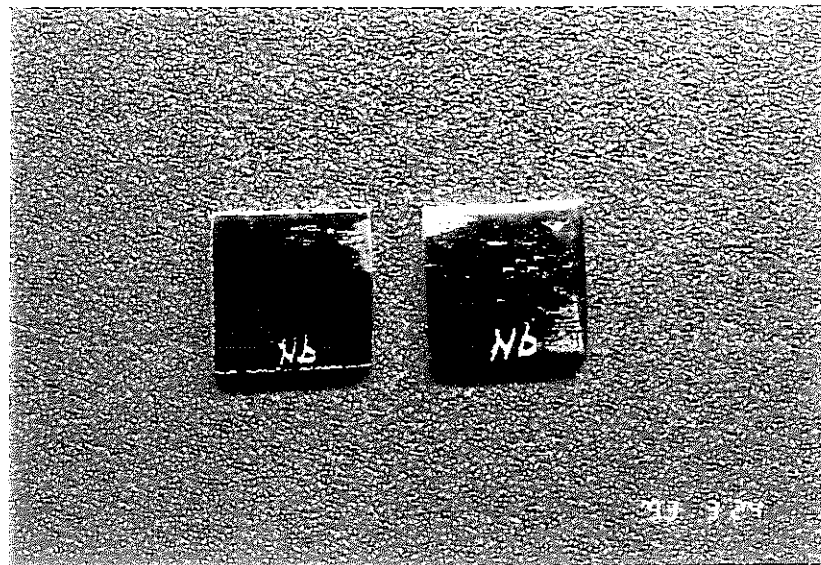


写真11 収納容器に入ったキャプセルを電気炉へ挿入

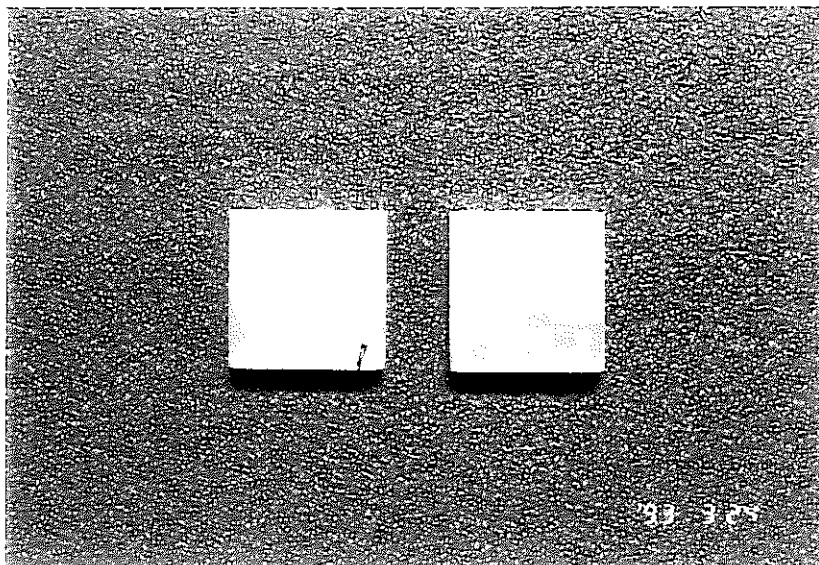


表

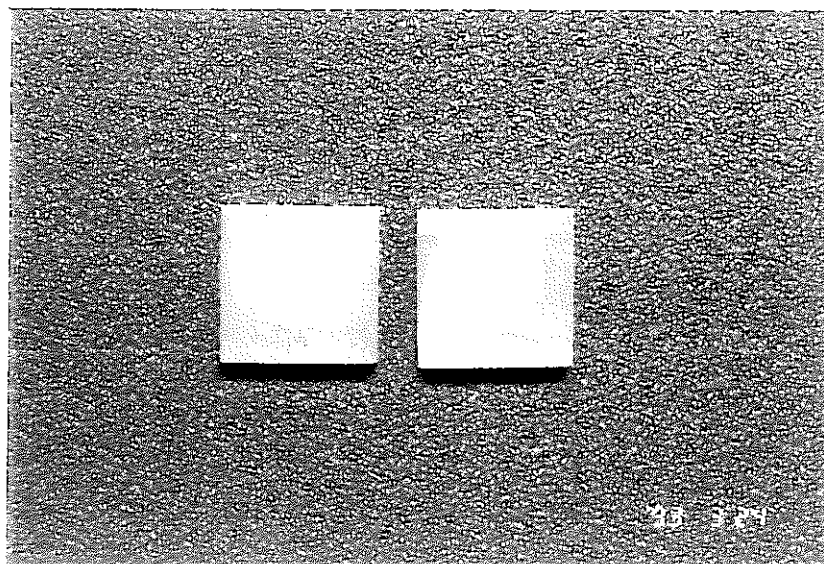


裏

写真12 リチウム中500℃、50時間加熱後のNb-1Zr試験片

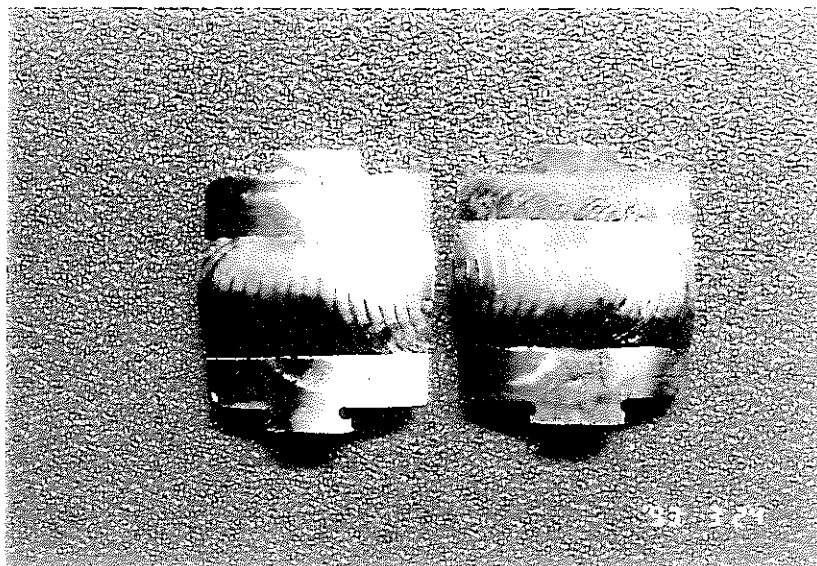


表

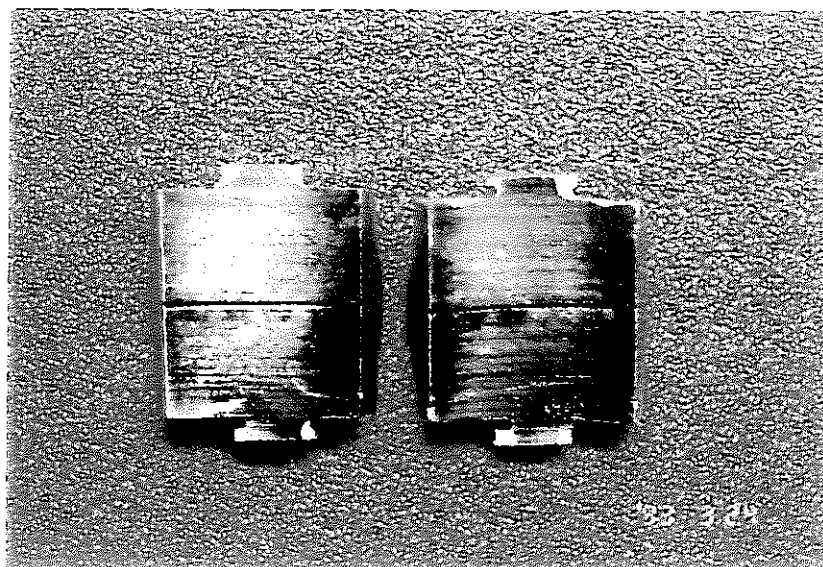


裏

写真13 リチウム中500°C、50時間加熱後のSUS試験片



表



裏

写真14 リチウム中500°C, 50時間加熱後のNb-1Zr溶接部試験片

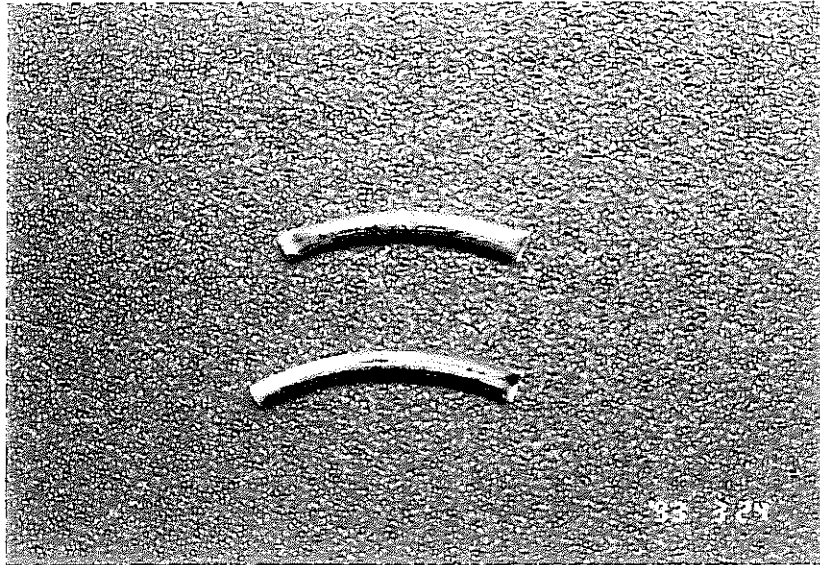


写真15 リチウム中500℃、50時間加熱後のインコイロリング試験片

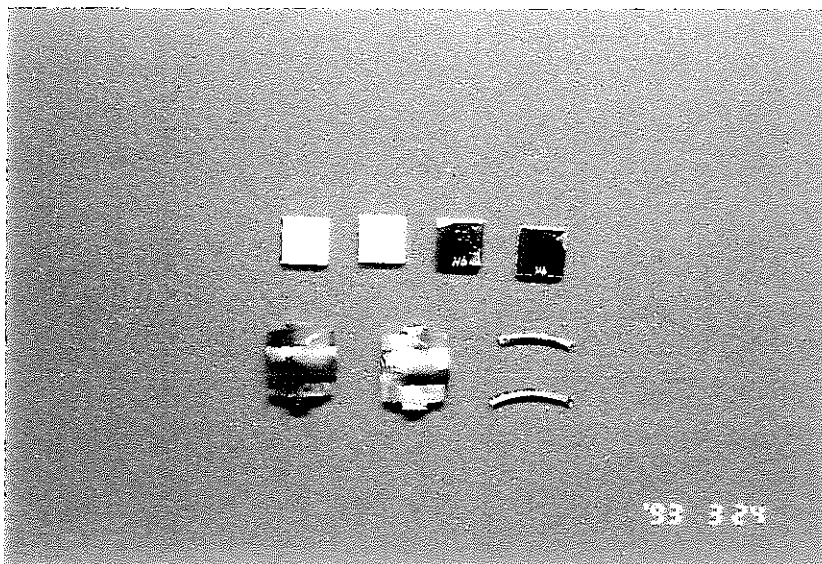


写真16 リチウム中500℃、50時間加熱後の試験片一式

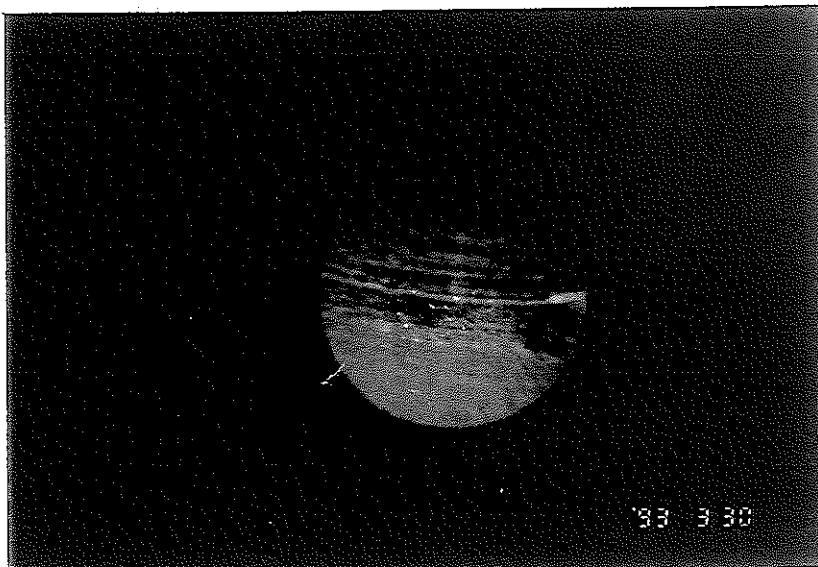
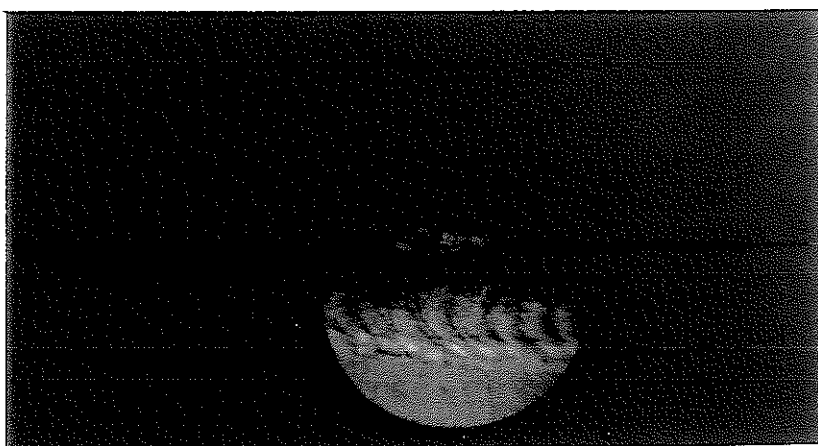
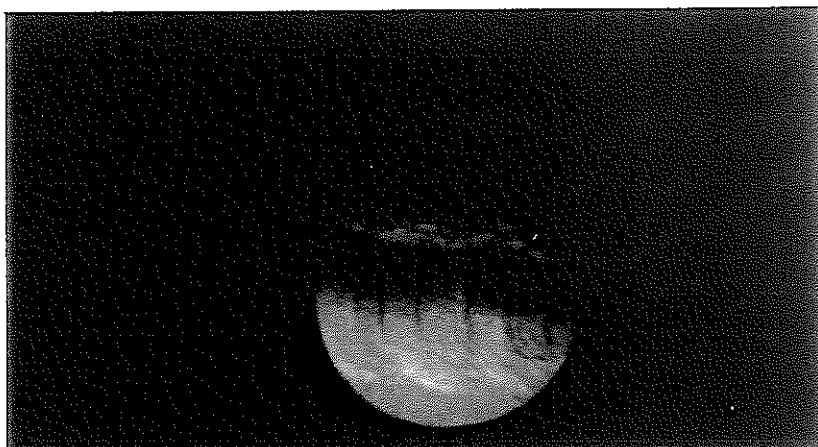
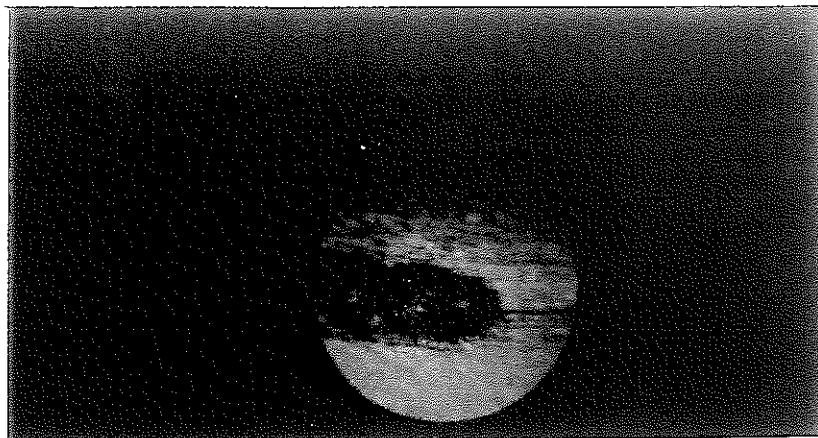


写真17 リチウム中500°C、500時間加熱後のキャプセル上部溶接部 (NB-87) 内面

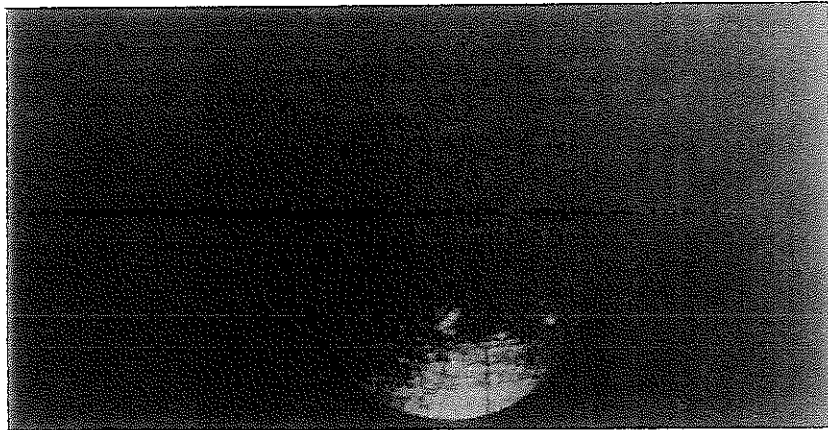
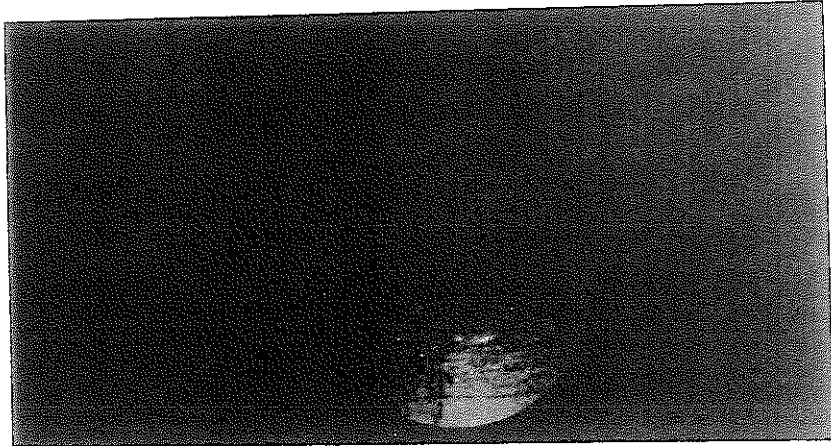


写真18 リチウム中500°C、50時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB - 86) 内面

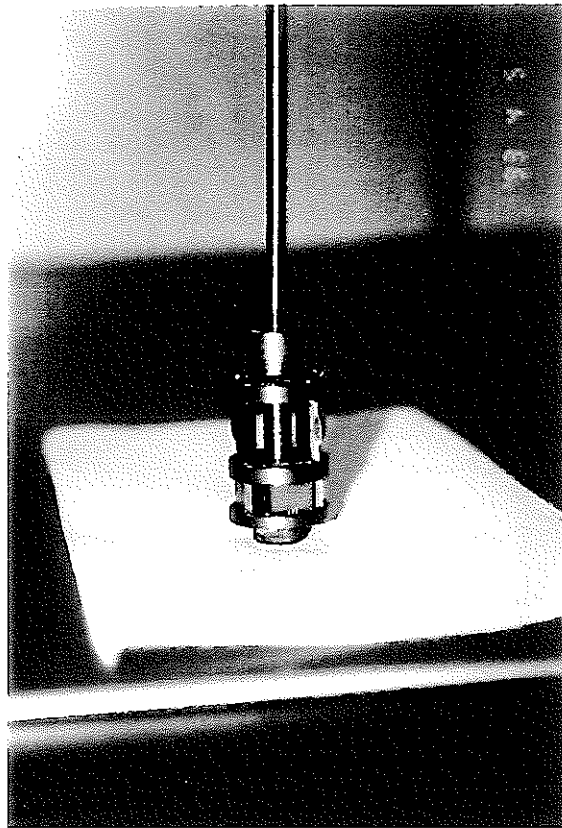


写真19 リチウム中600℃, 100時間試験用ホルダー組立

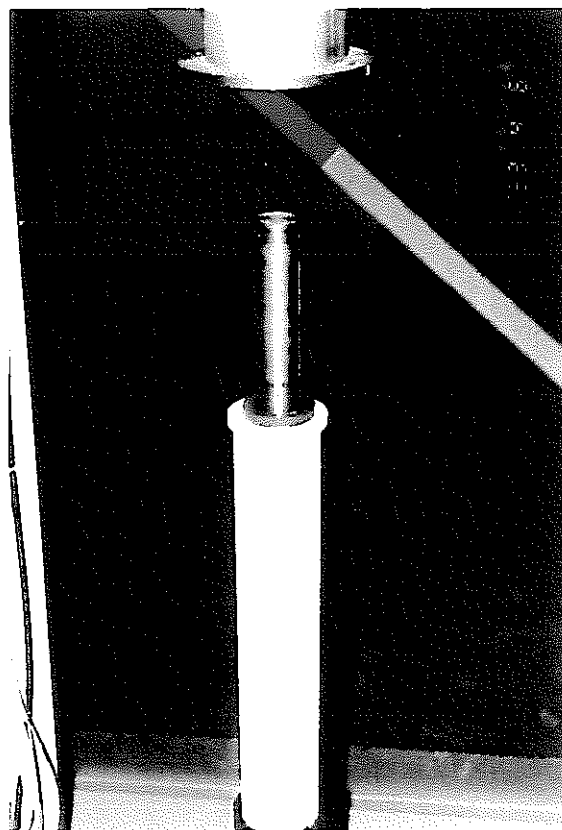


写真20 リチウム中600℃, 100時間試験前キャプセル収納容器外観



写真21 リチウム中600℃、100時間試験後のキャプセル及びキャプセル収納容器

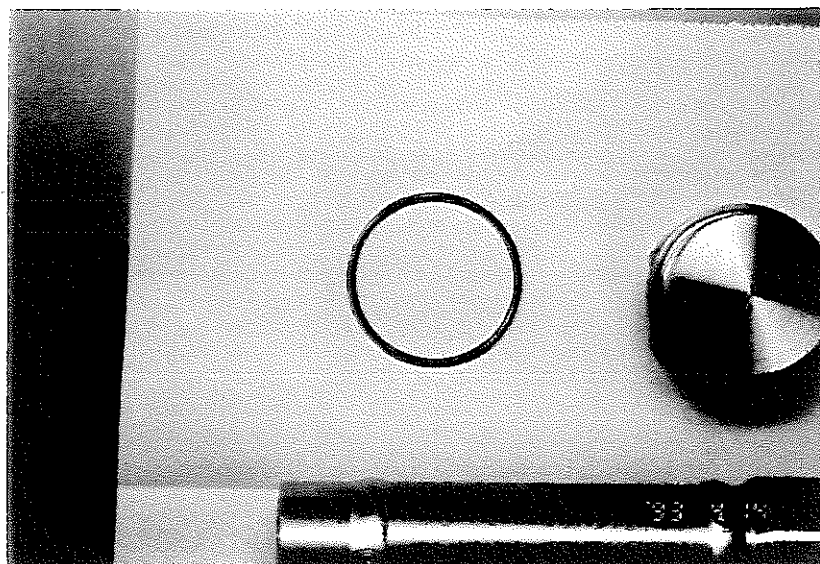


写真22 リチウム中600℃、100時間試験後のキャプセル収納容器の蓋とインコイロリング



写真23 リチウム中600°C、100時間試験後のキャプセル内部

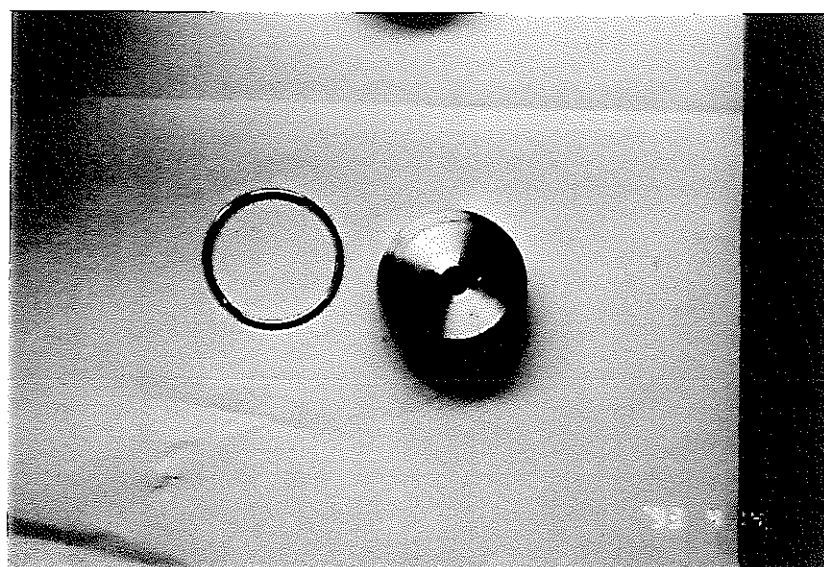


写真24 リチウム中600°C、100時間試験後のキャプセルの蓋とインコイロリング

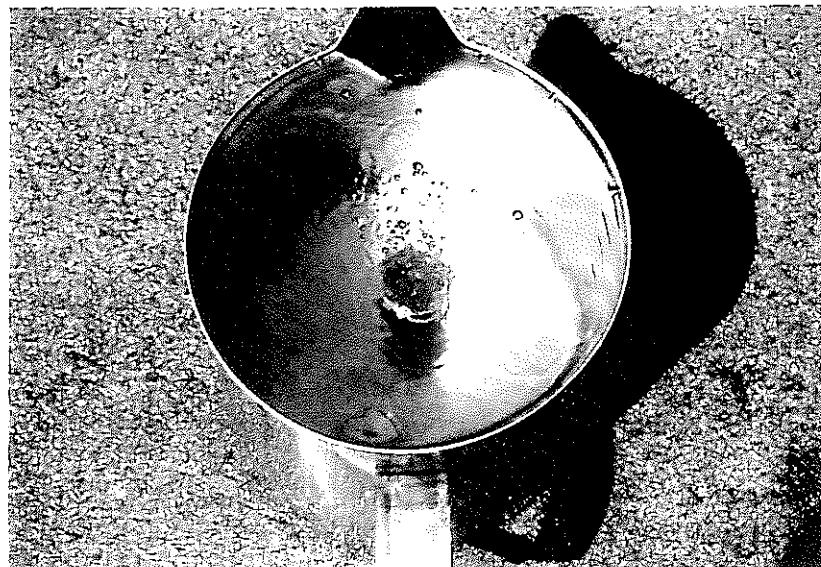
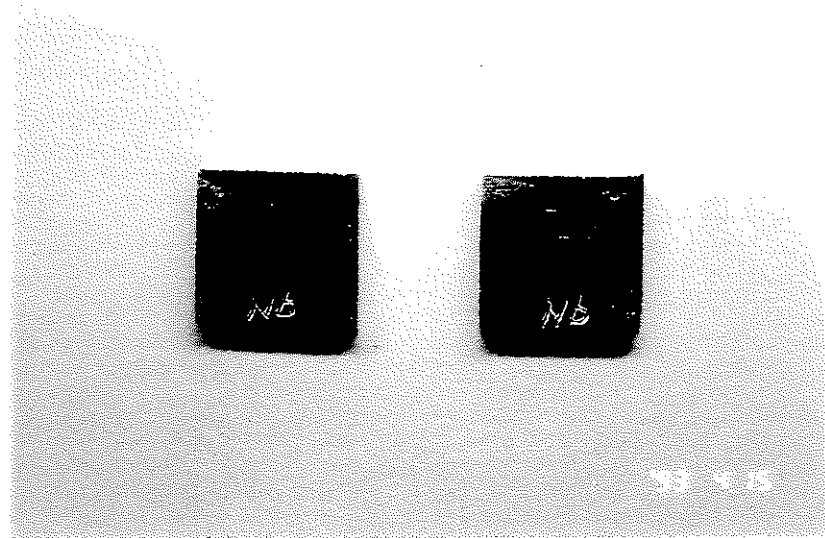
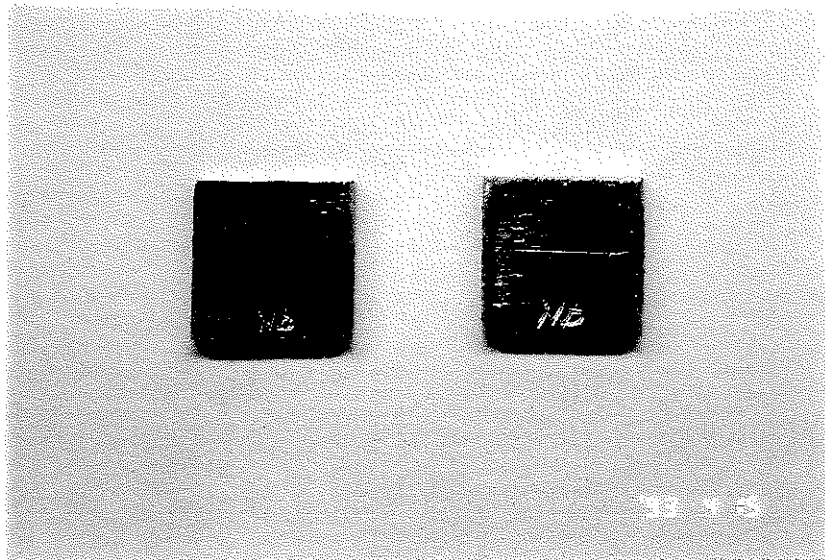


写真25 600℃, 100時間後のリチウムの水洗浄

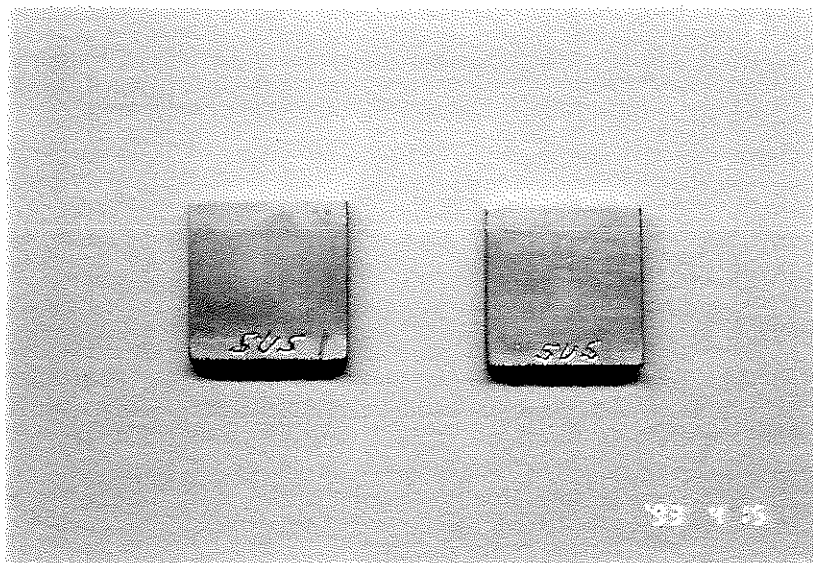


表

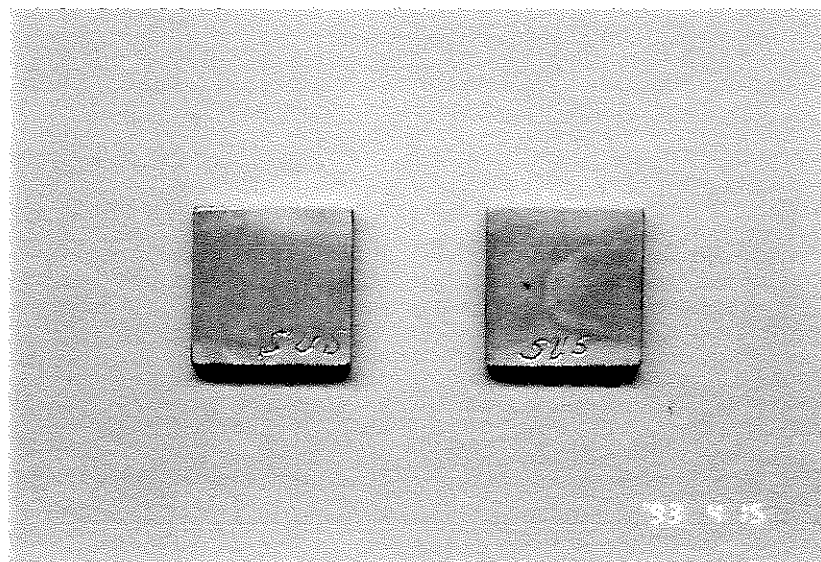


裏

写真26 リチウム中600°C, 100時間加熱後のNb-Zr試験片

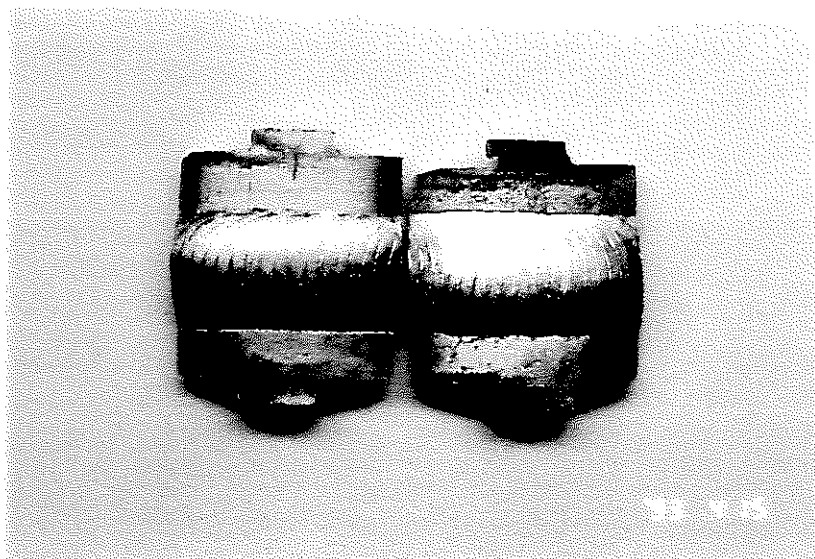


表

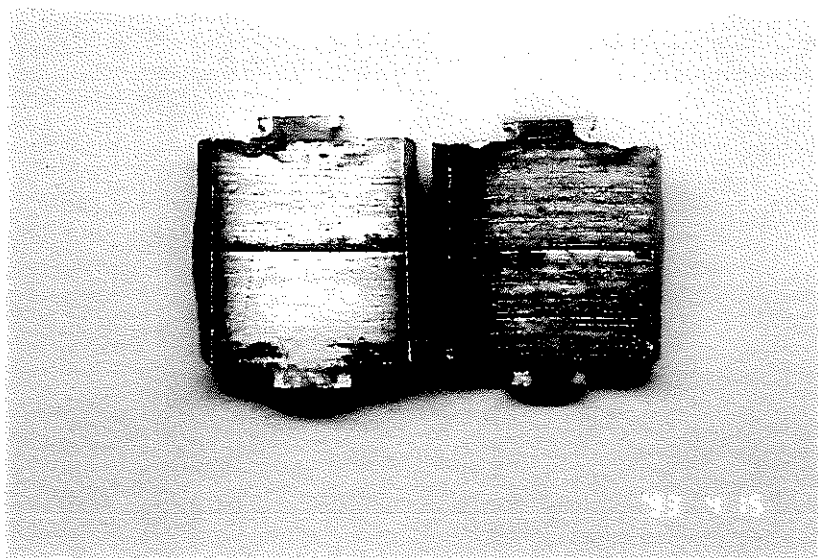


裏

写真27 リチウム中600℃、100時間加熱後のSUS試験片

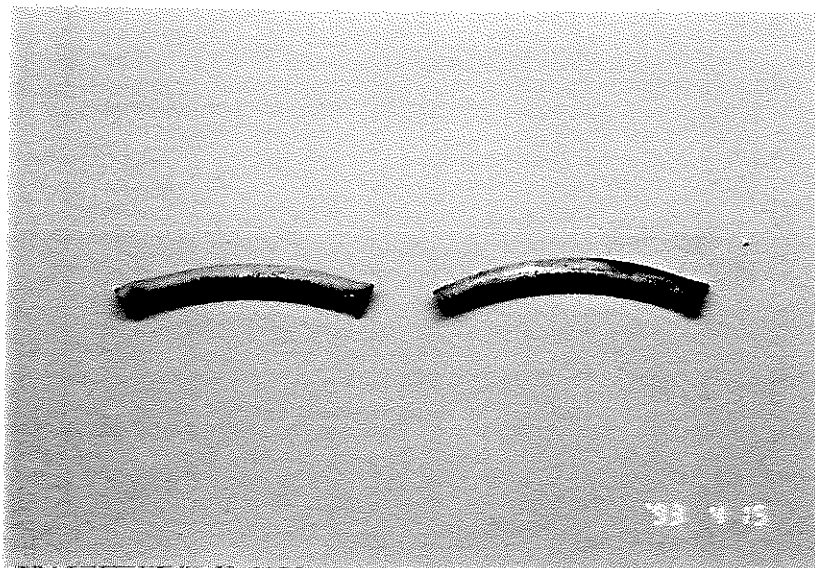


表

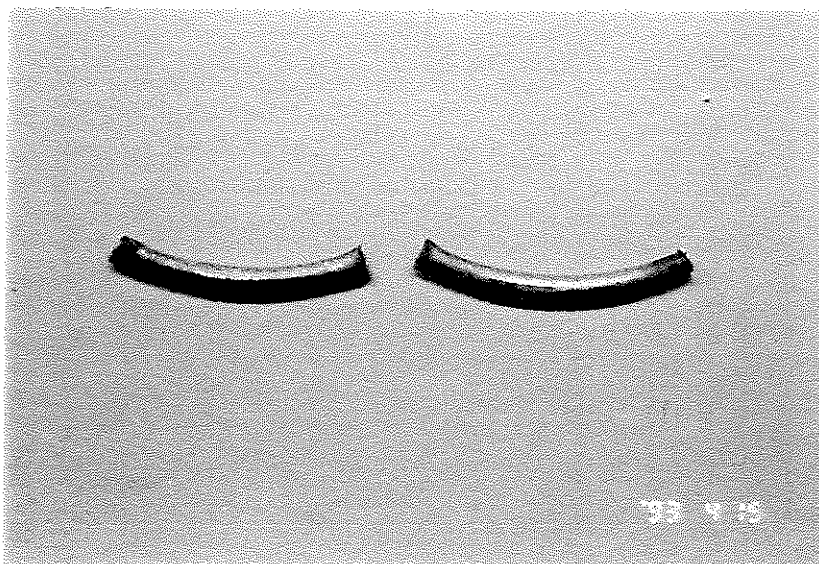


裏

写真28 リチウム中600°C, 100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片



表



裏

写真29 リチウム中600℃、100時間加熱後のインコロイOリング試験片



写真30 リチウム中600℃、100時間加熱後の試験片一式

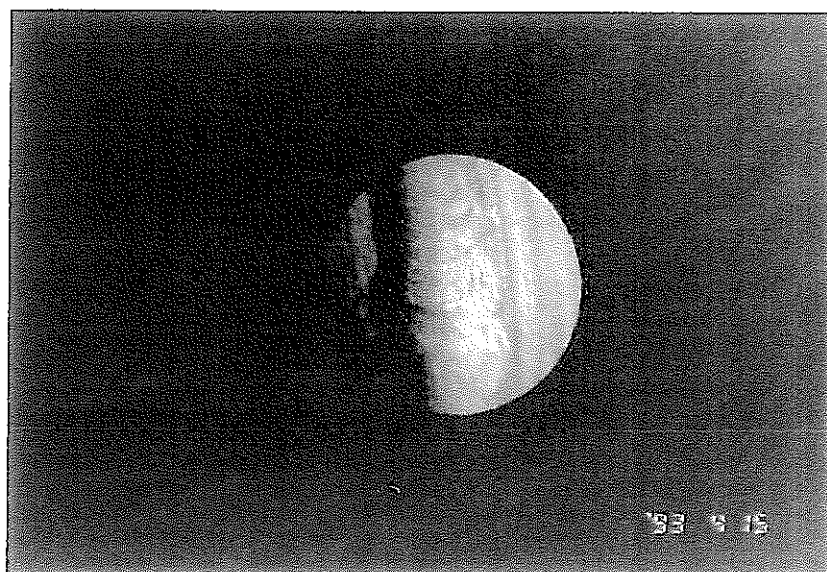
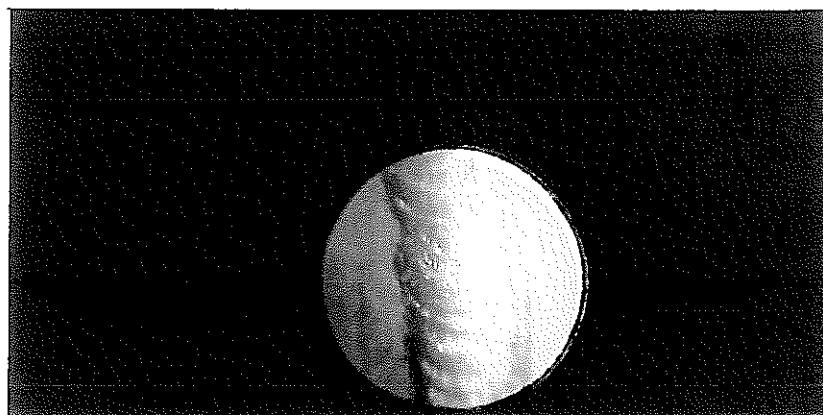
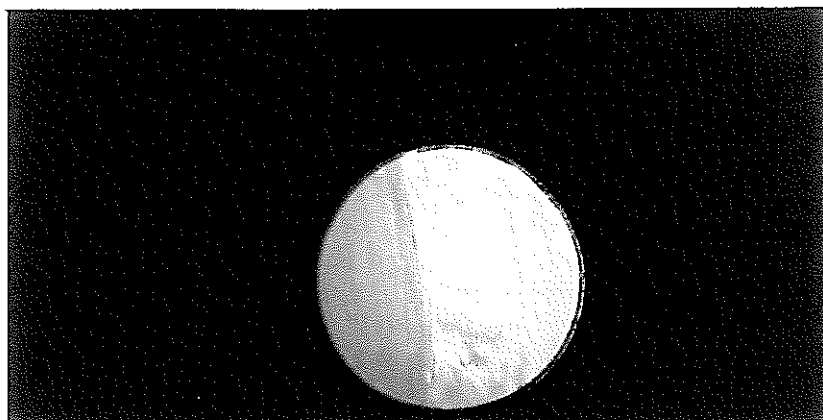
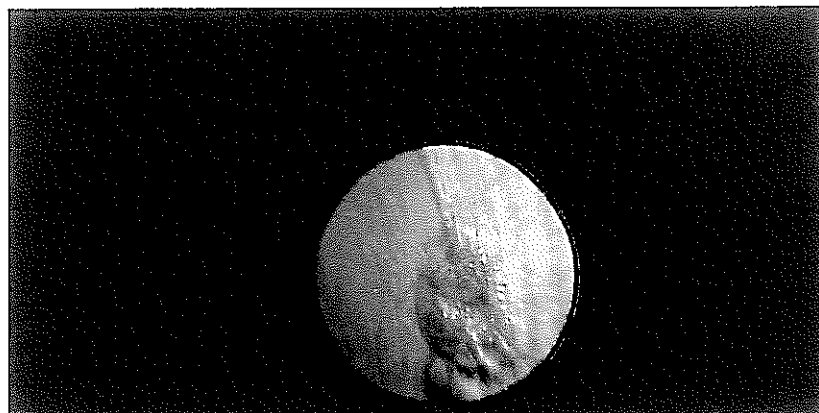


写真31 リチウム中600℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部 (NB-87) 内面

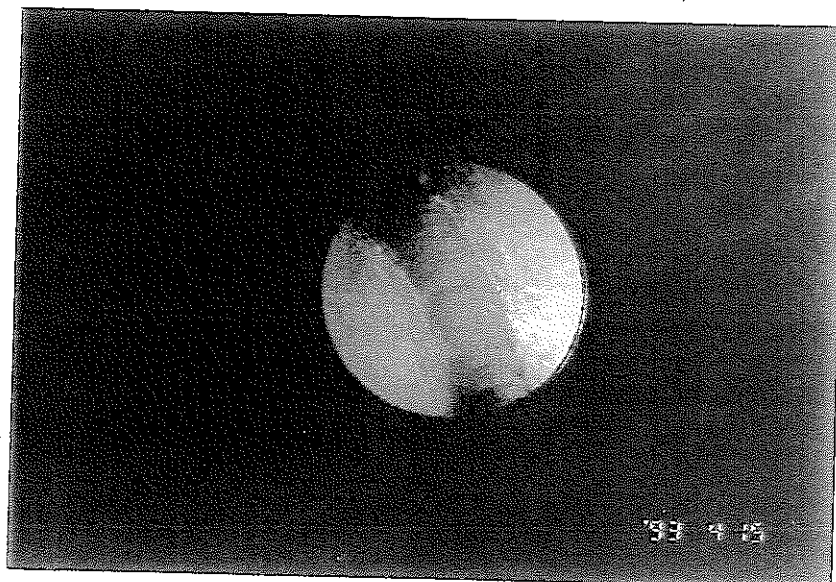
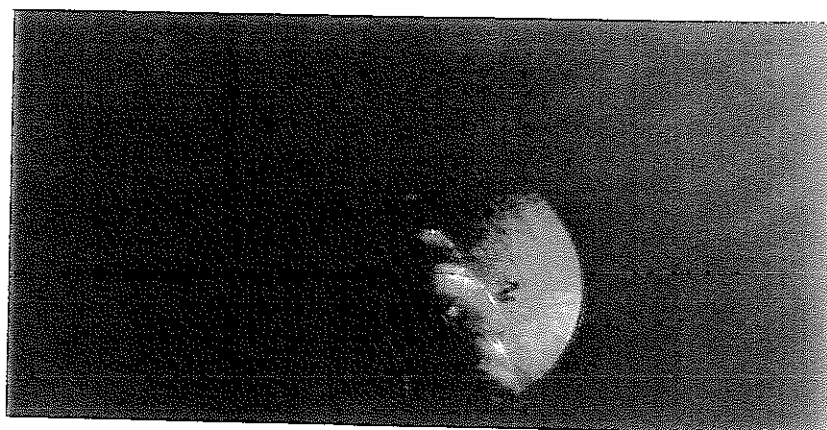
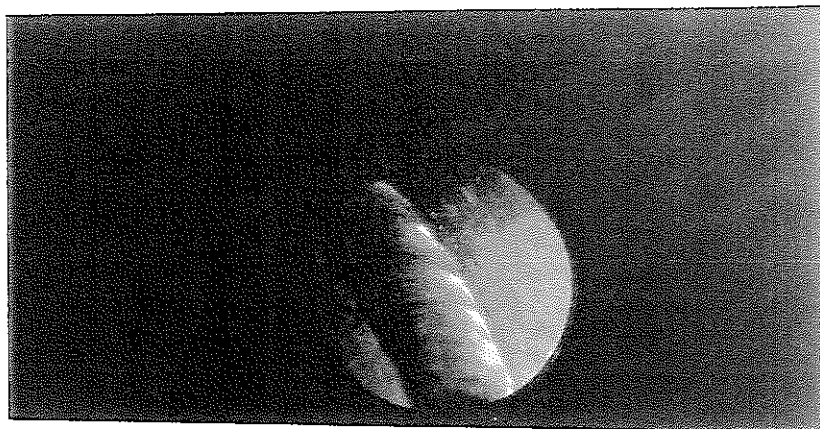
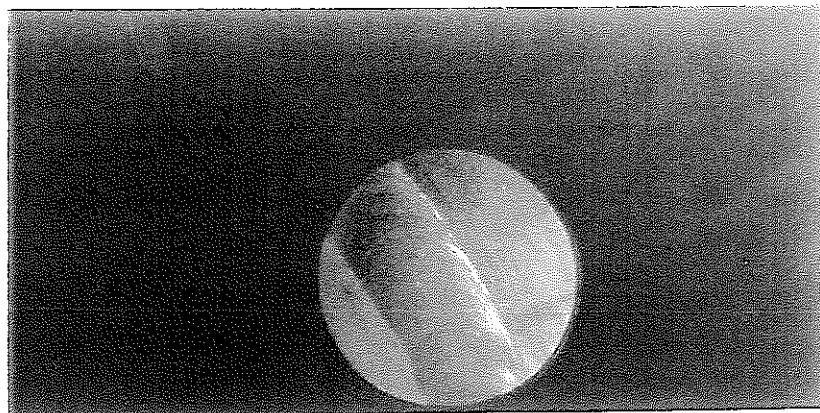


写真32 リチウム中600℃、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB 86) 内面

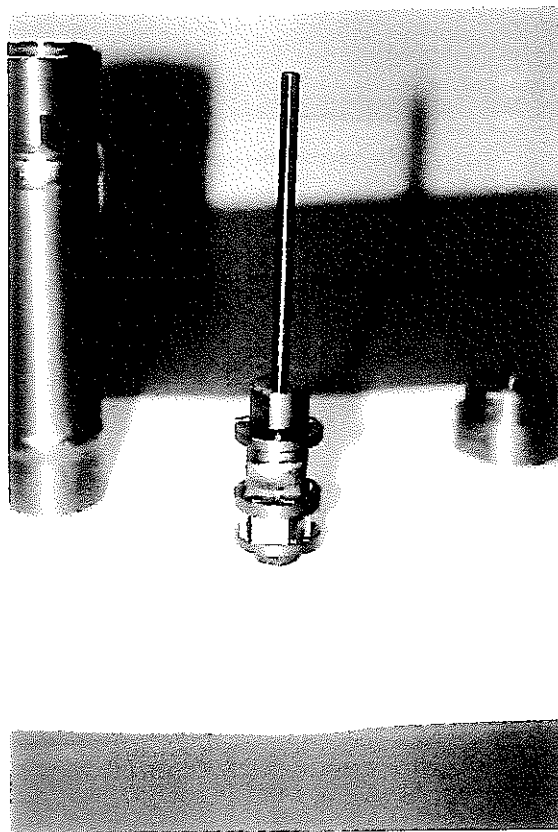


写真33 リチウム中700°C、100時間試験用ホルダー組立



写真34 リチウム中700°C、100時間試験前キャプセル収納容器外観

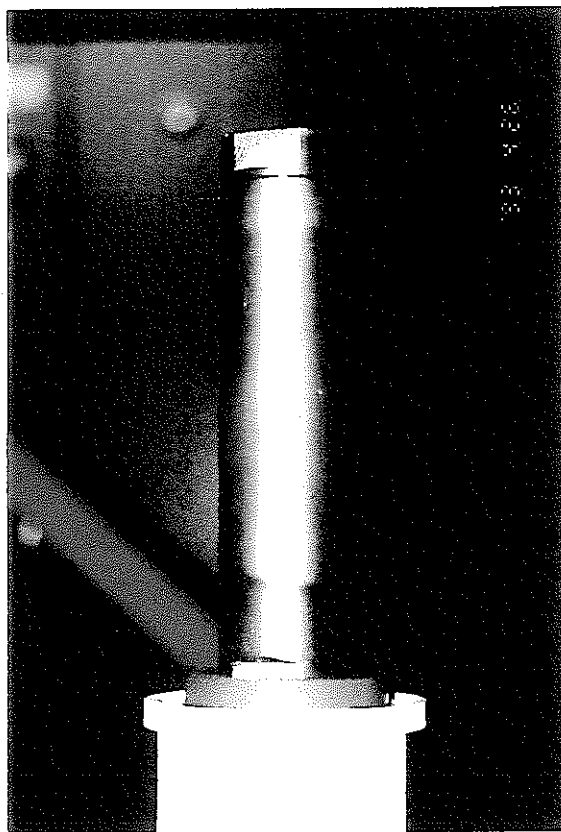


写真35 リチウム中700°C, 100時間試験後キャプセル収納容器外観



写真36 リチウム中700°C, 100時間試験後キャプセル上部 (右)

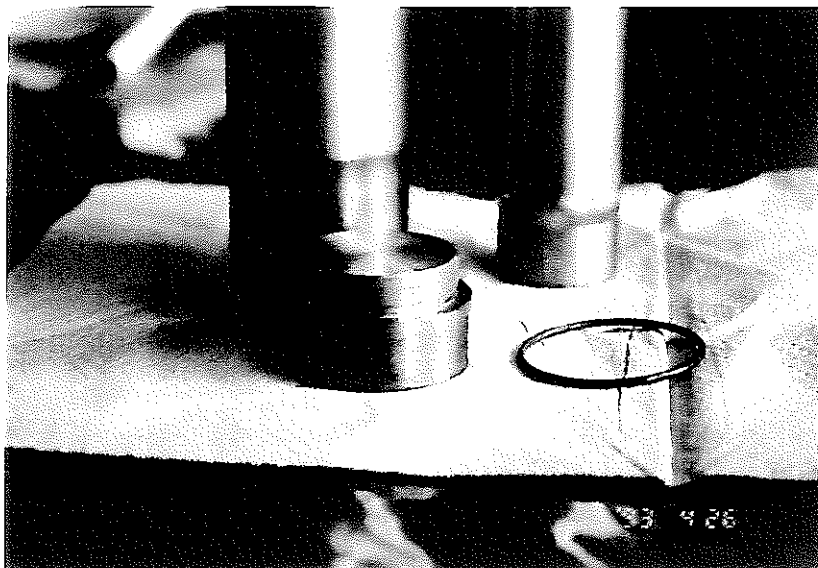


写真37 リチウム中700℃、100時間試験後のキャプセル収納容器の蓋とインコロイOリング

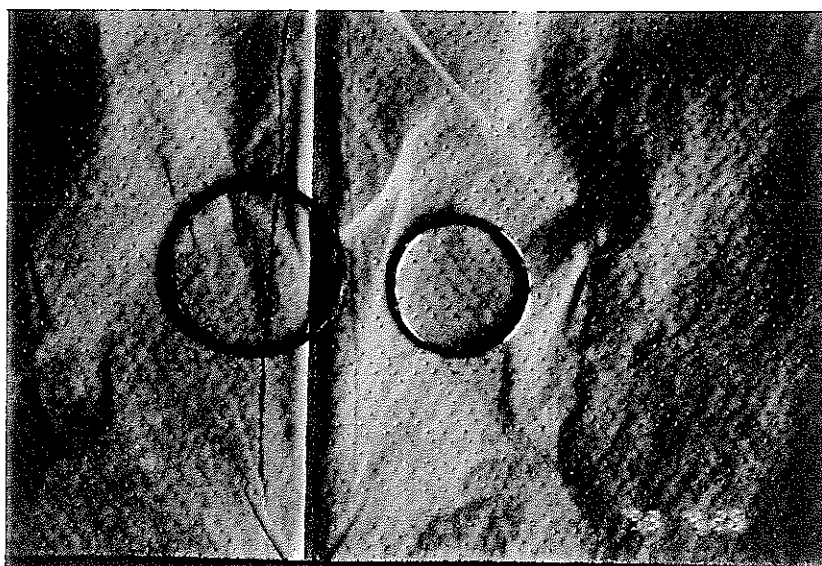
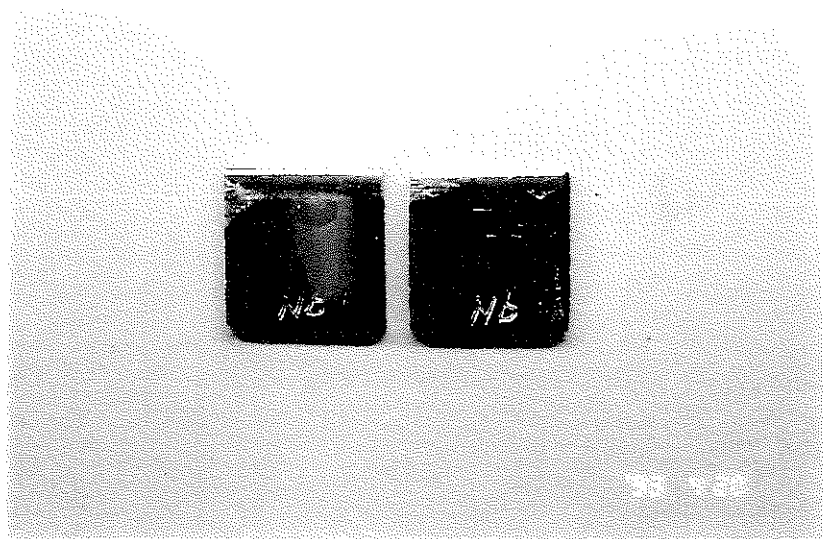
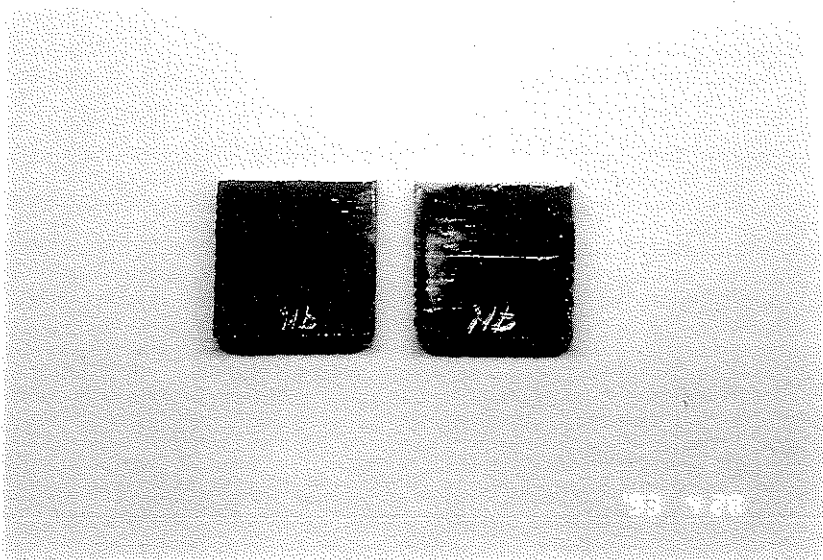


写真38 リチウム中700℃、100時間試験後のキャプセル収納容器Oリング（左）及びキャプセルOリング（右）

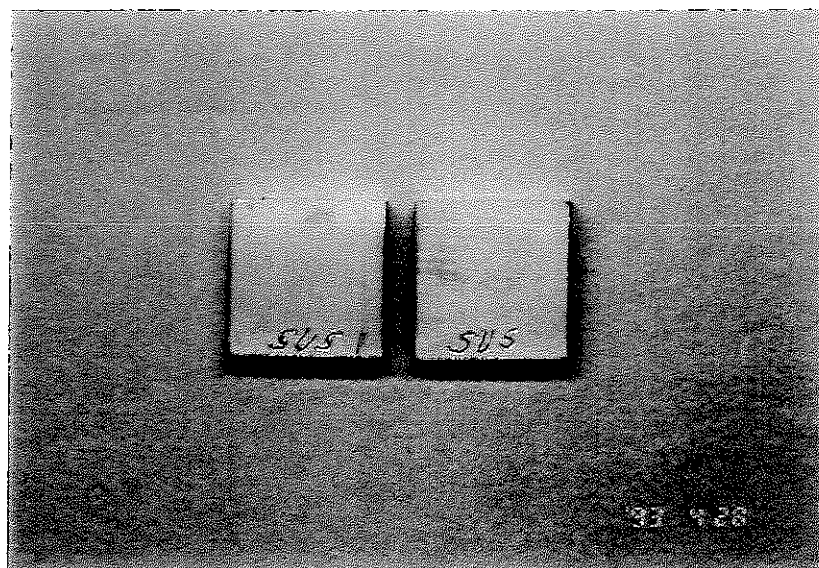


表

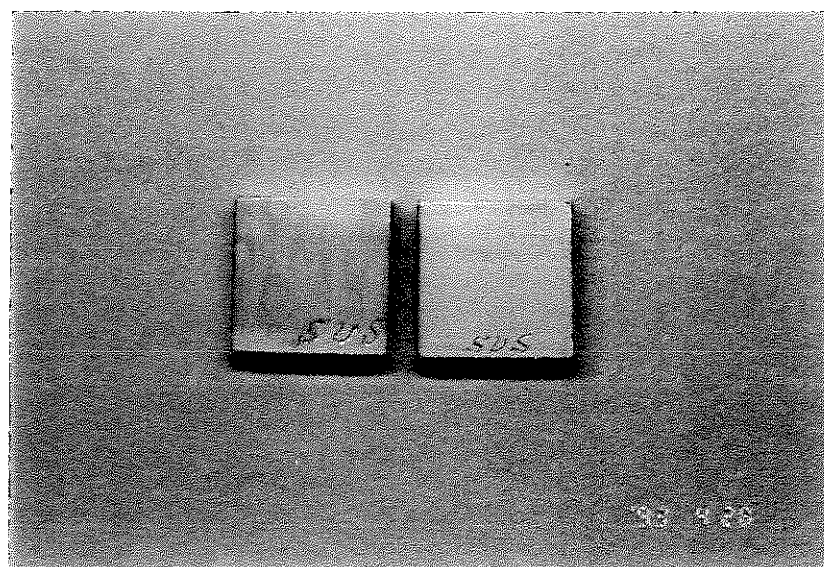


裏

写真39 リチウム中700°C. 100時間加熱後のNb-Zr試験片

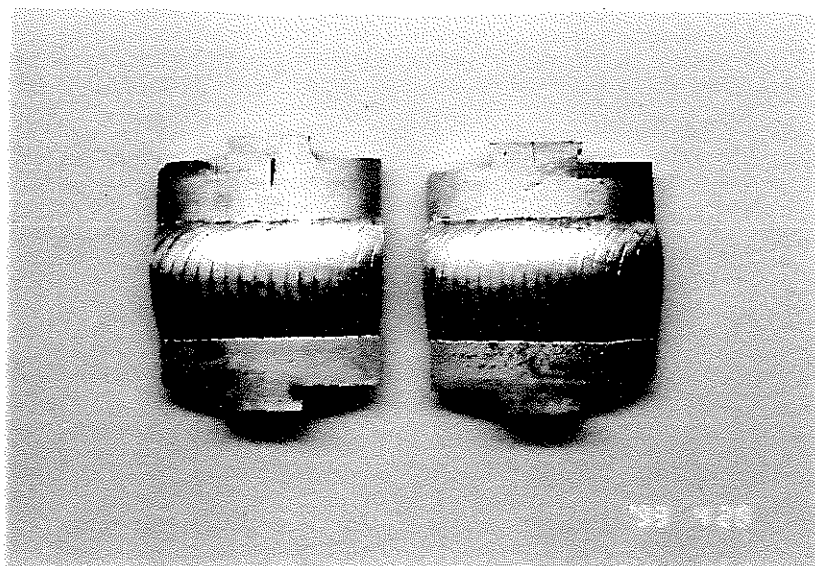


表

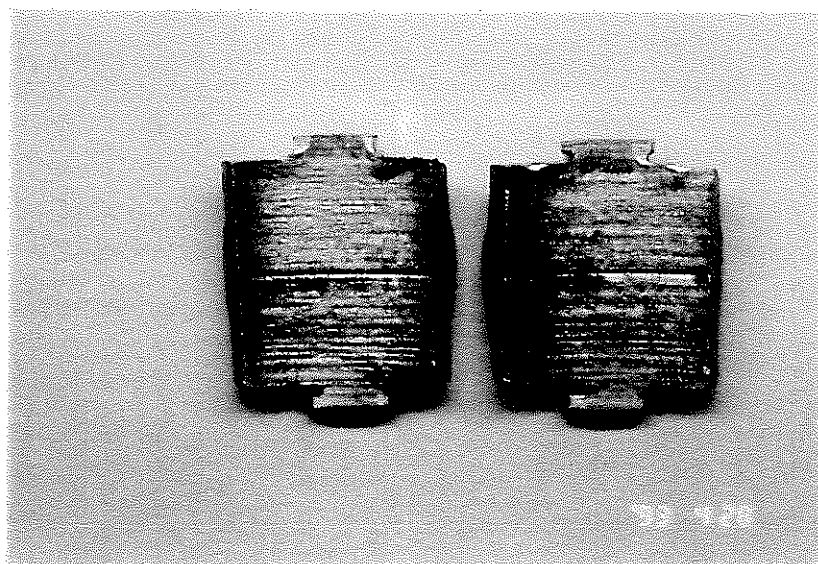


裏

写真40 リチウム中700°C, 100時間加熱後のSUS試験片

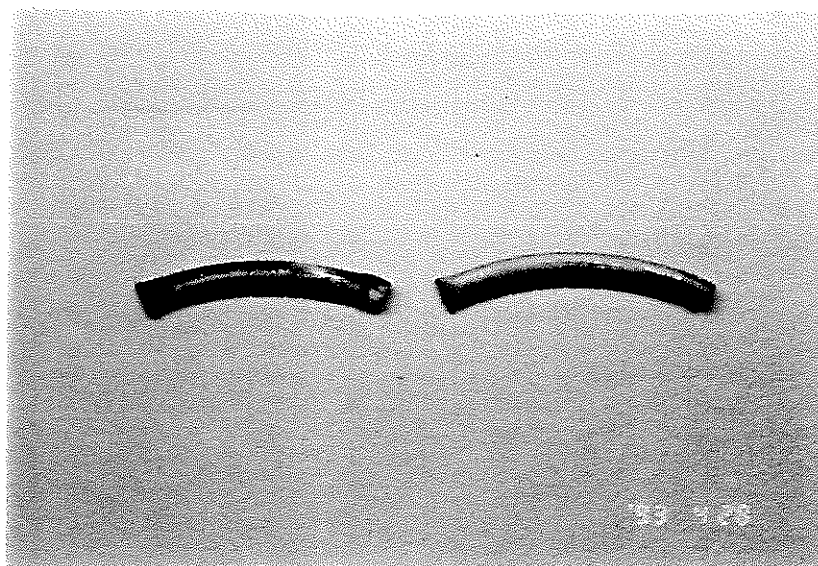


表

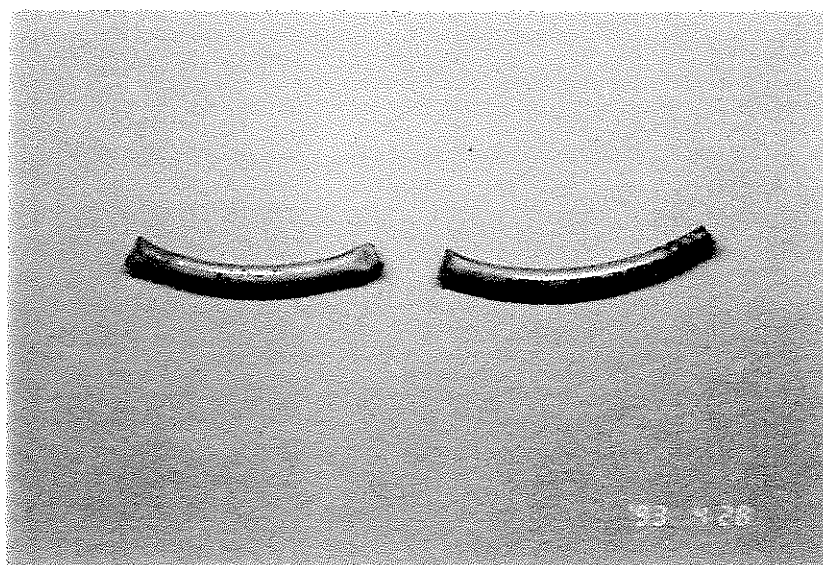


裏

写真41 リチウム中700°C, 100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片



表



裏

写真42 リチウム中700℃、100時間試験後のインコイロリング試験片

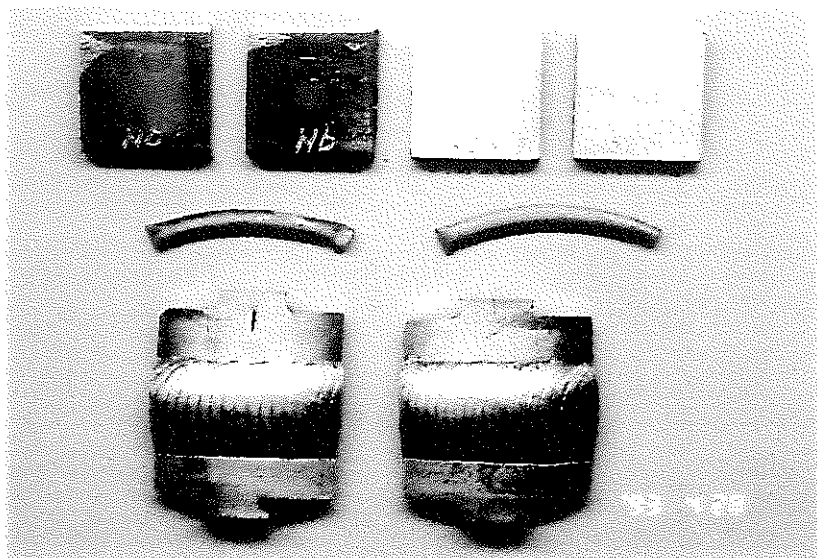


写真43 リチウム中700°C、100時間加熱後の試験片一式

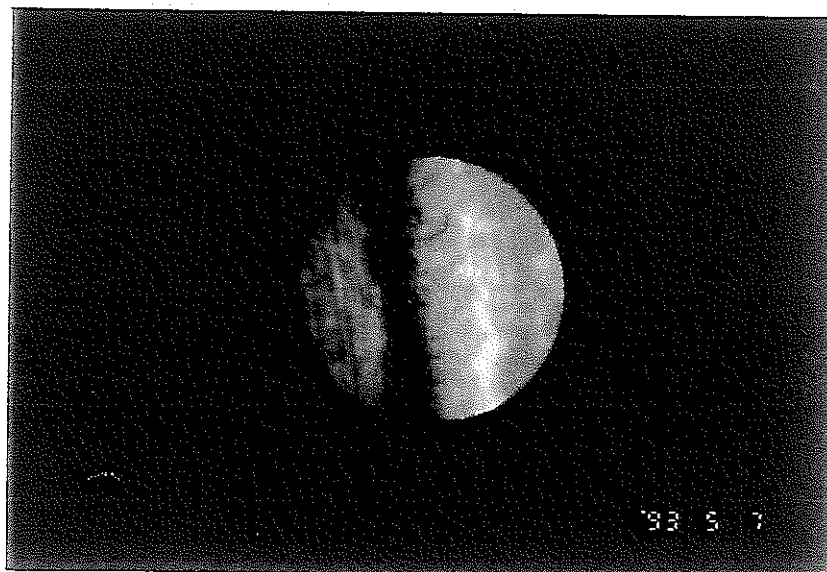
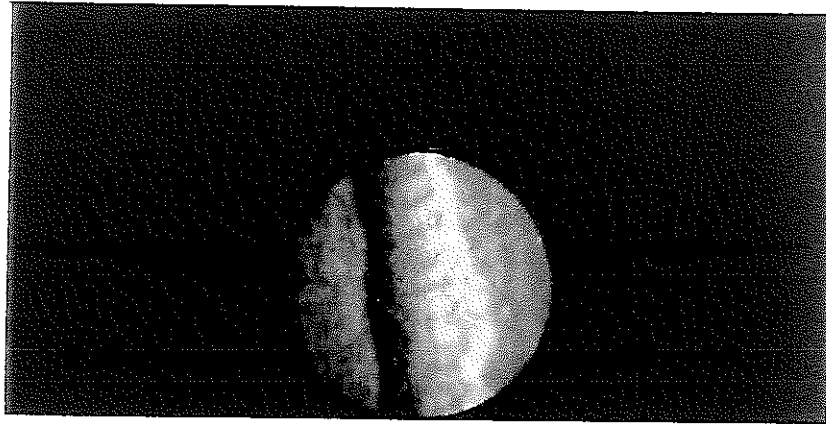
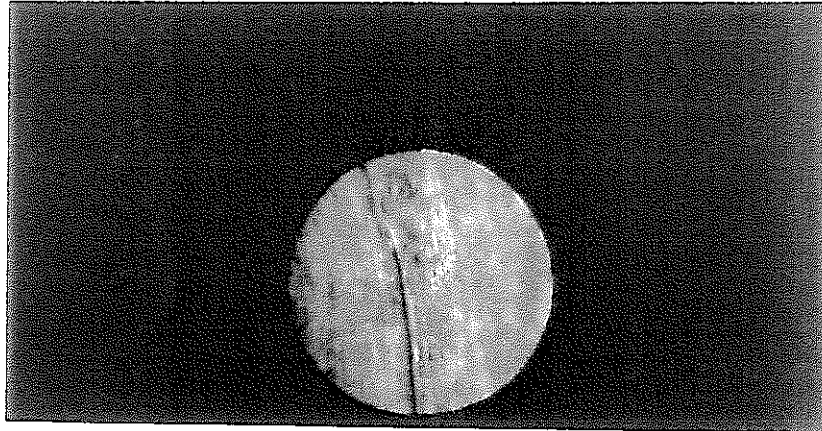
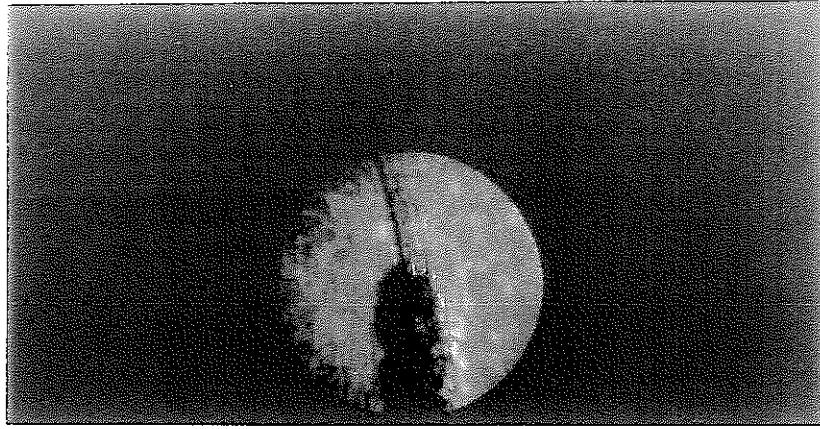


写真44 リチウム中700℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部 (NB 87) 内面

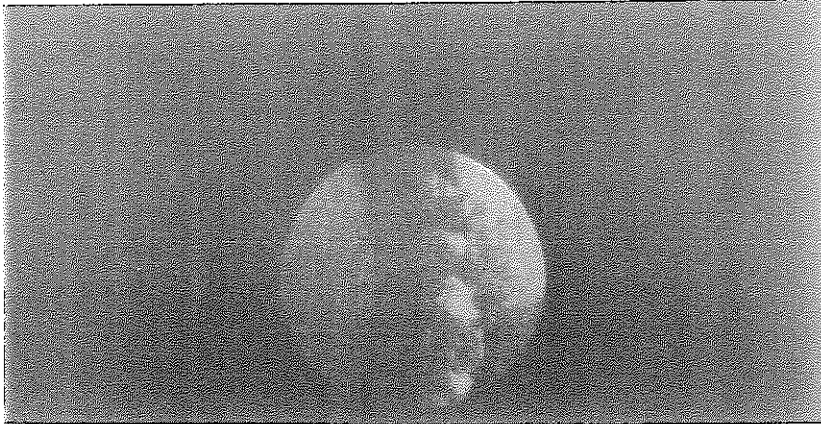
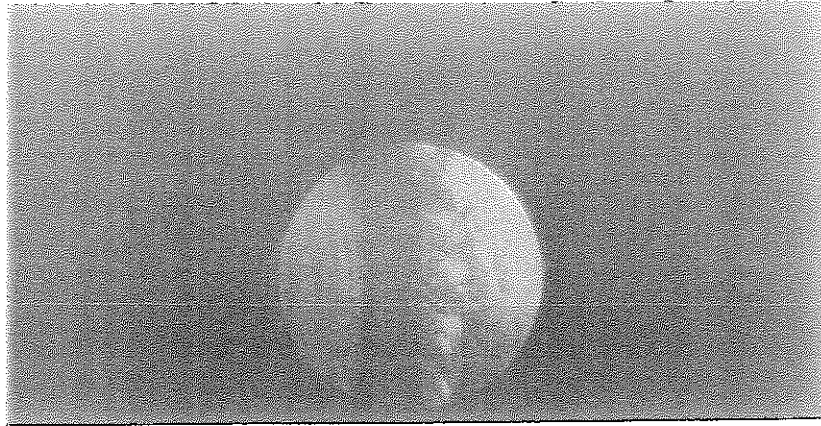


写真45 リチウム中700°C、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部（NB-86）内面

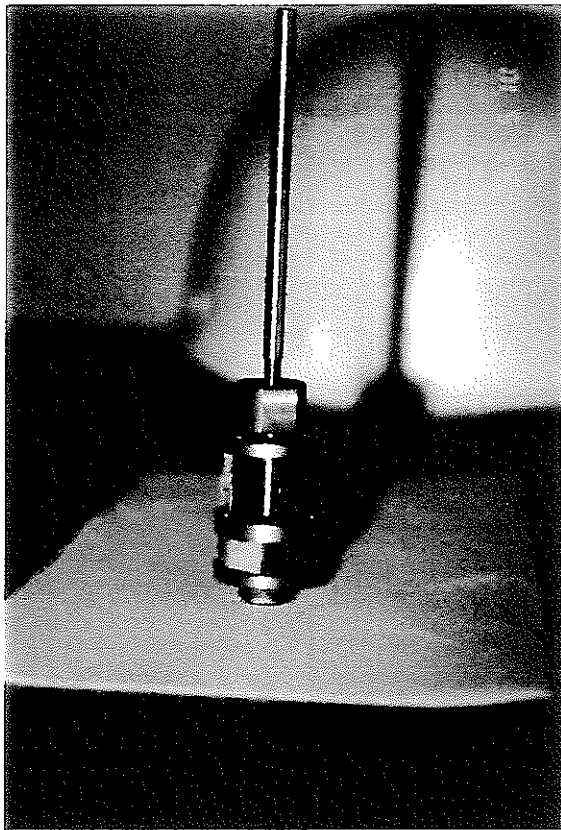


写真46 リチウム中800℃、100時間試験用ホルダー組立



写真47 リチウム中800℃、100時間試験前キャプセル収納容器外観

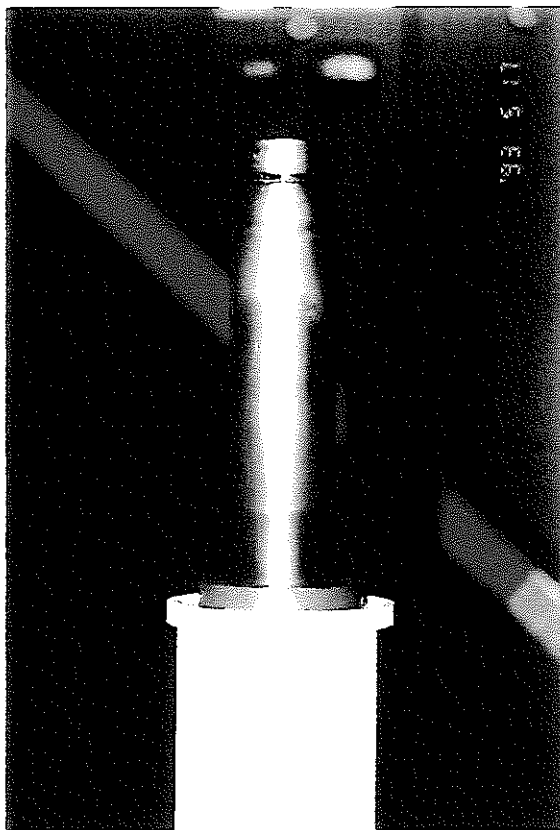


写真48 リチウム中800°C、100時間試験後のキャプセル収納容器外観

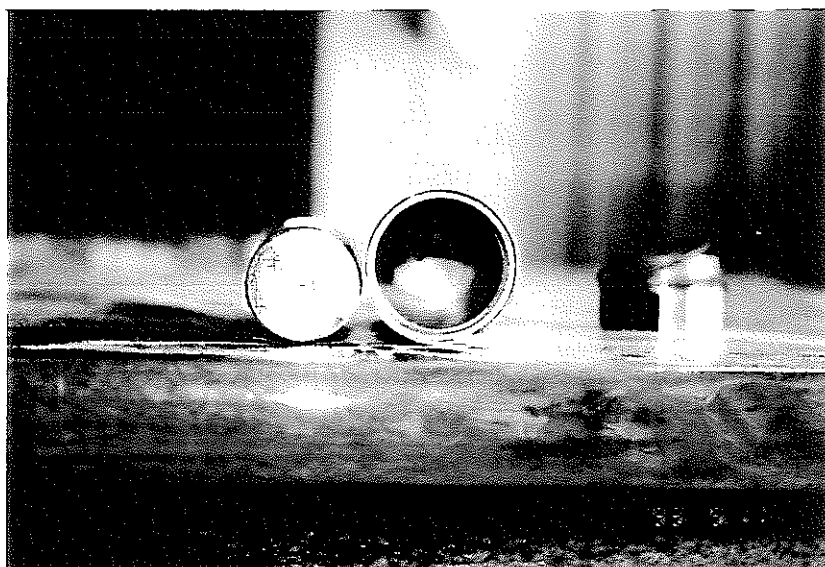
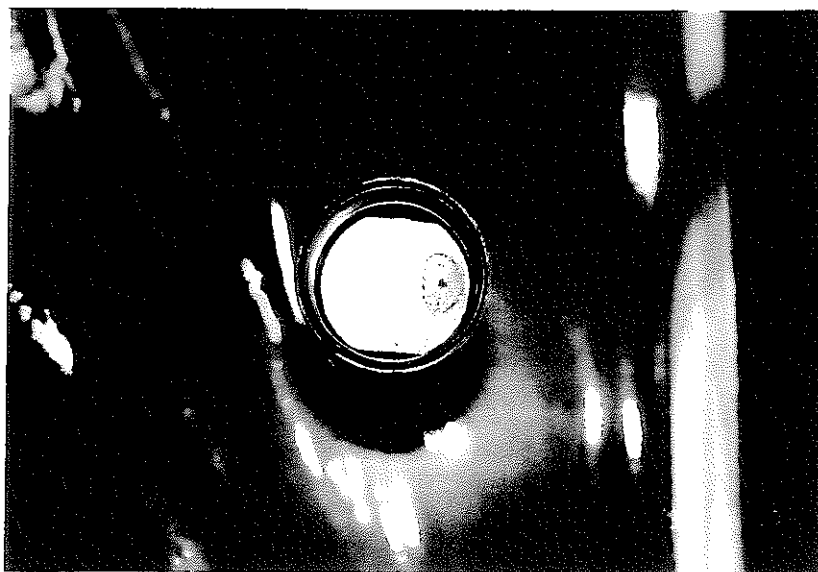
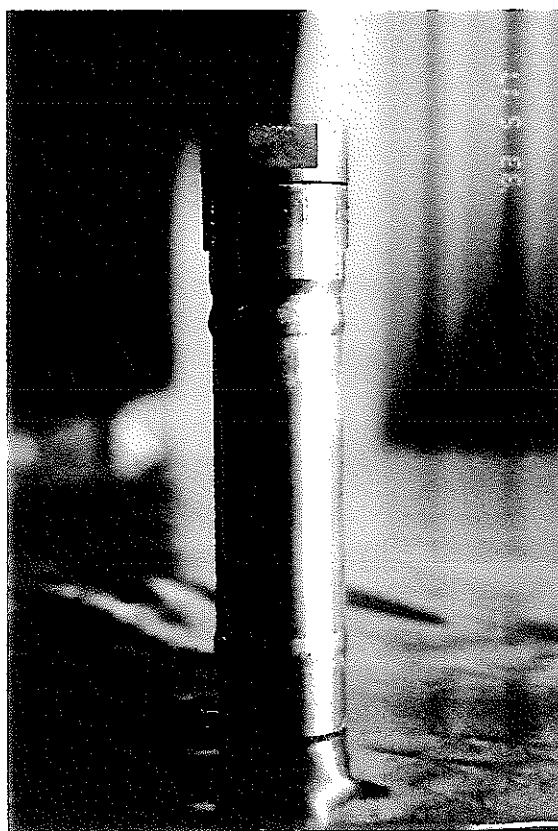


写真49 リチウム中800°C、100時間試験後のキャプセル収納容器内とキャプセル上面

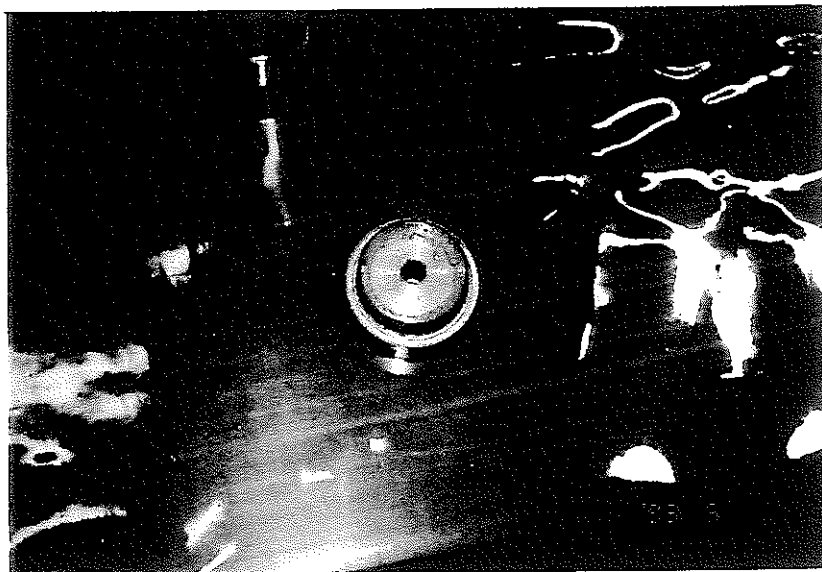


(1) キャプセル上面 (キャプセル収納容器内に入った状態)

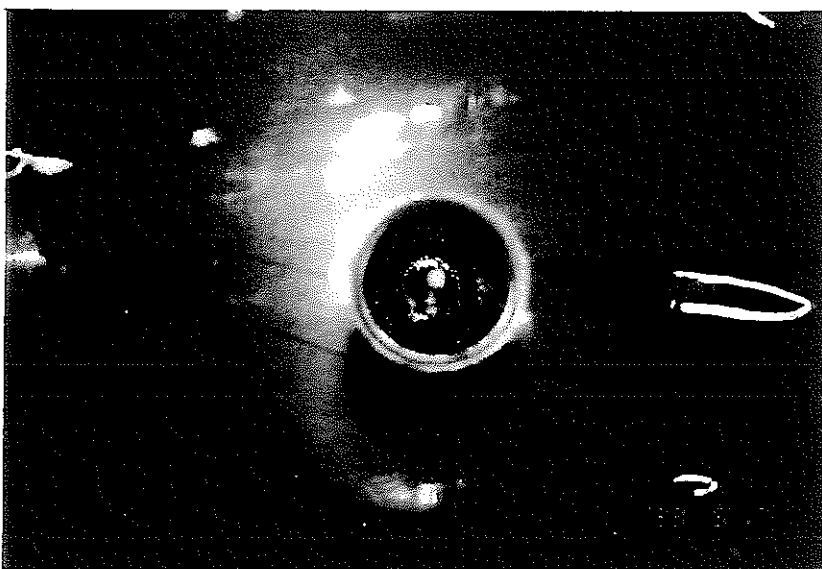


(2) キャプセル収納容器から取り出した状態

写真50 リチウム中800°C、100時間試験後のキャプセル外観

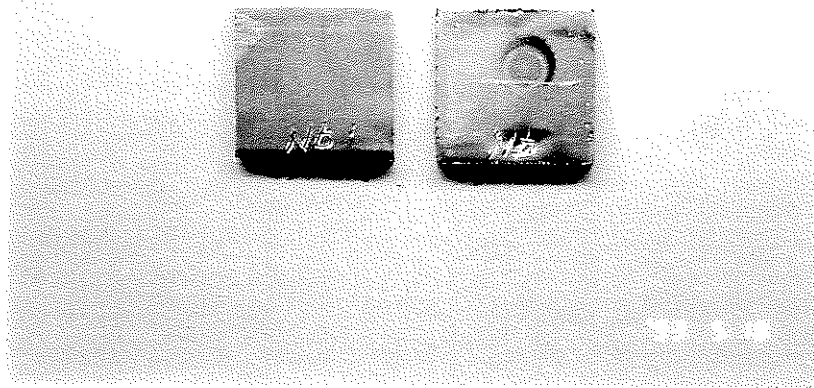


(1) キャプセル蓋の内側

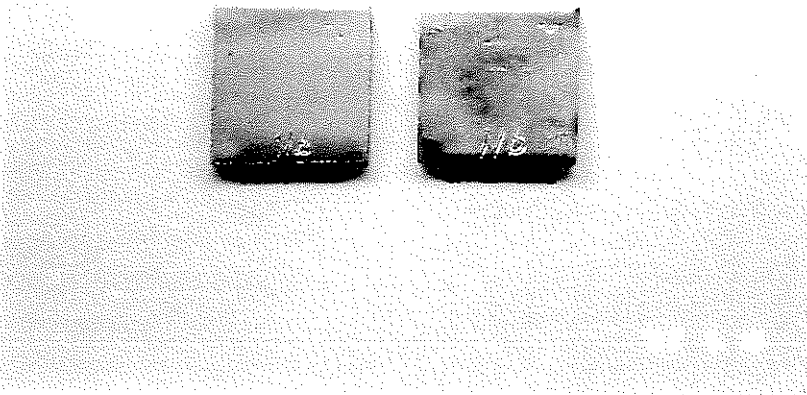


(2) キャプセル内のリチウム (金色の部分)

写真51 リチウム中800℃、100時間試験後のキャプセル内部

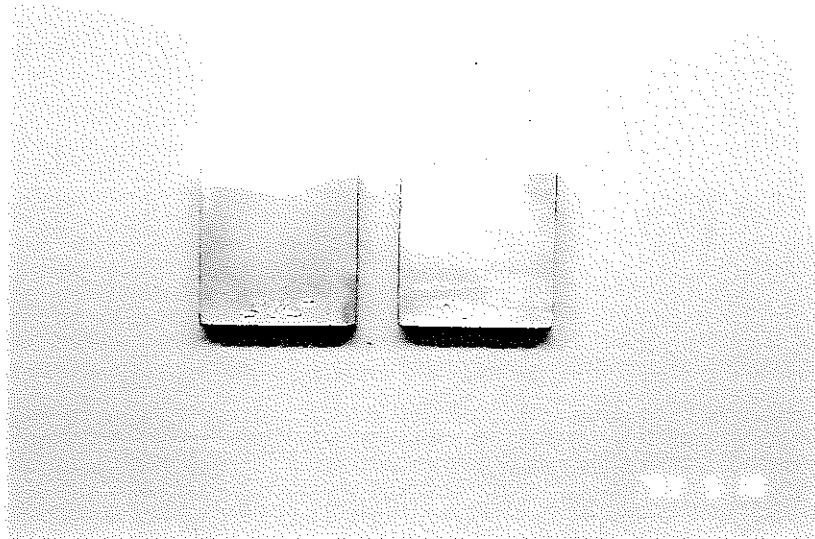


表

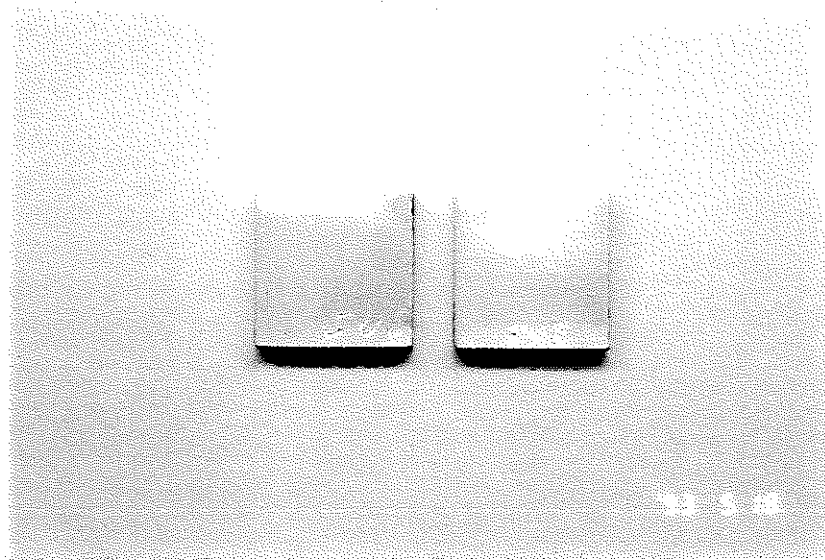


裏

写真52 リチウム中800°C, 100時間加熱後のNb-Zr試験片

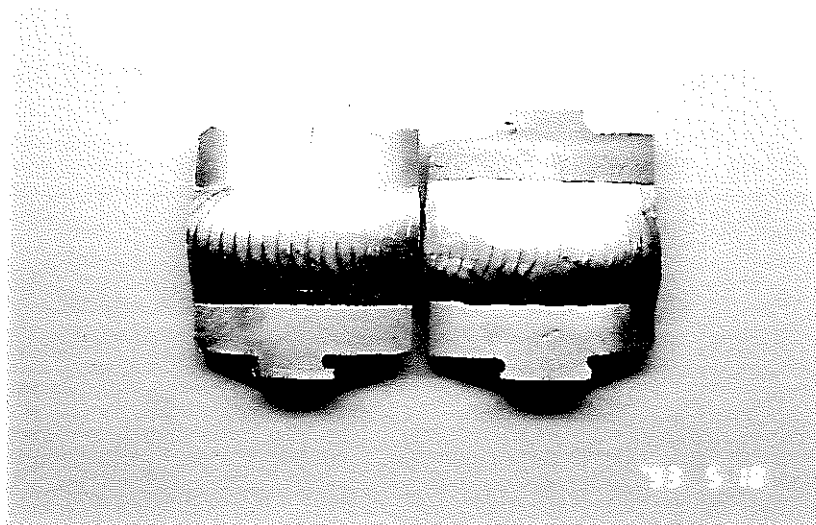


表

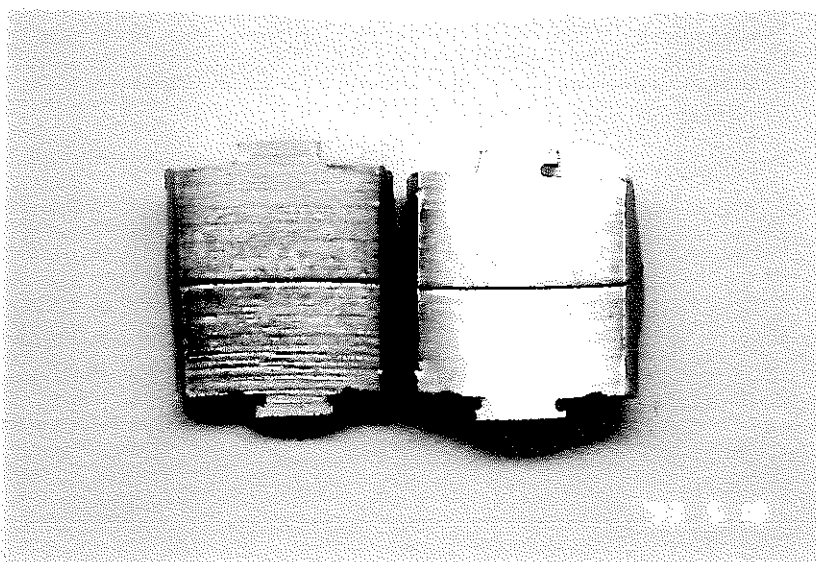


裏

写真53 リチウム中800℃、100時間加熱後のSUS試験片

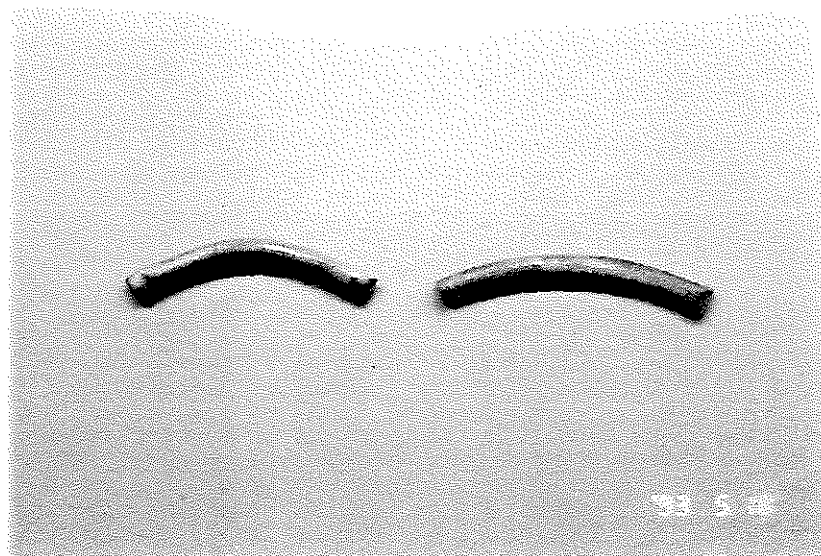


表

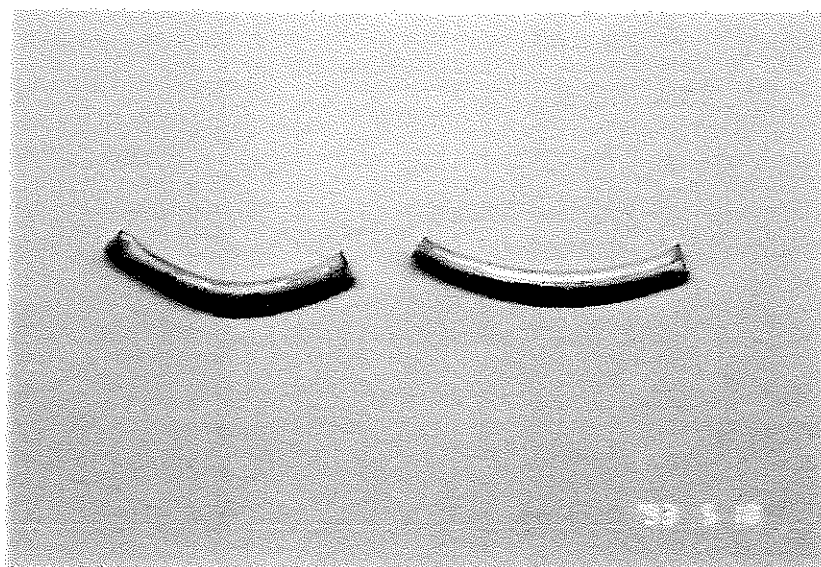


裏

写真54 リチウム中800°C、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片



表



裏

写真55 リチウム中800°C, 100時間加熱後のインコイロリング試験片

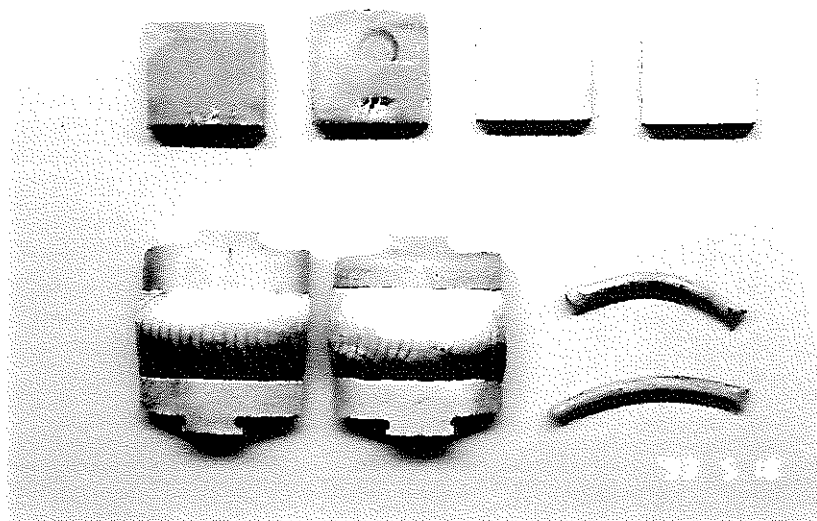


写真56 リチウム中800°C, 100時間加熱後の試験片一式

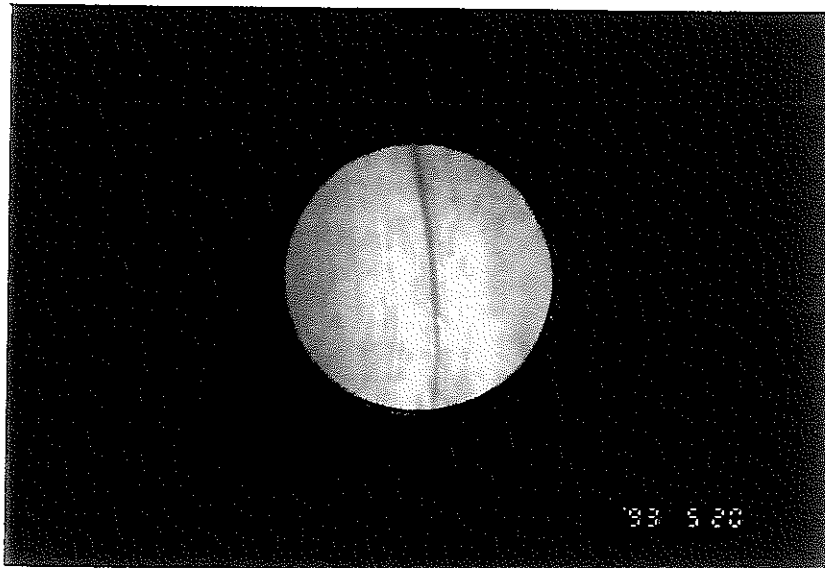
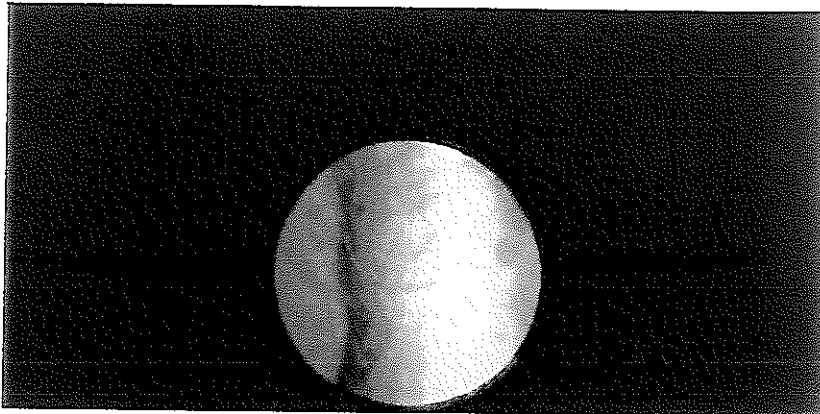
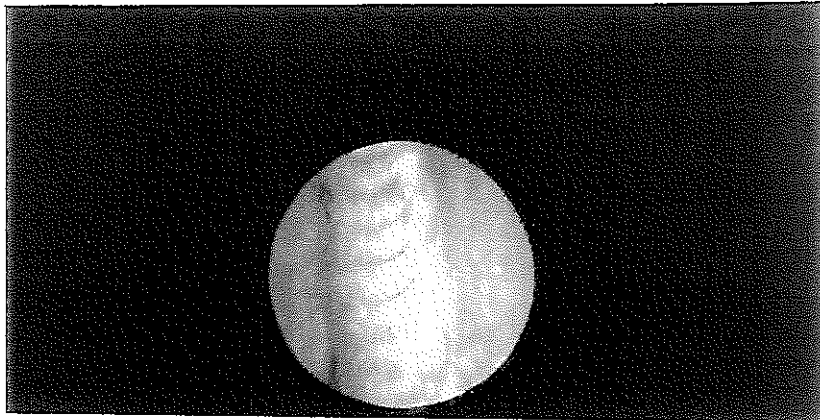
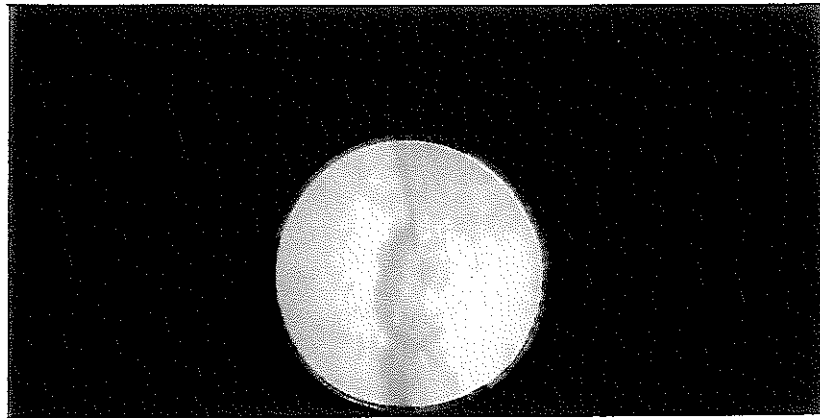


写真57 リチウム中800°C、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部（NH 87）内面

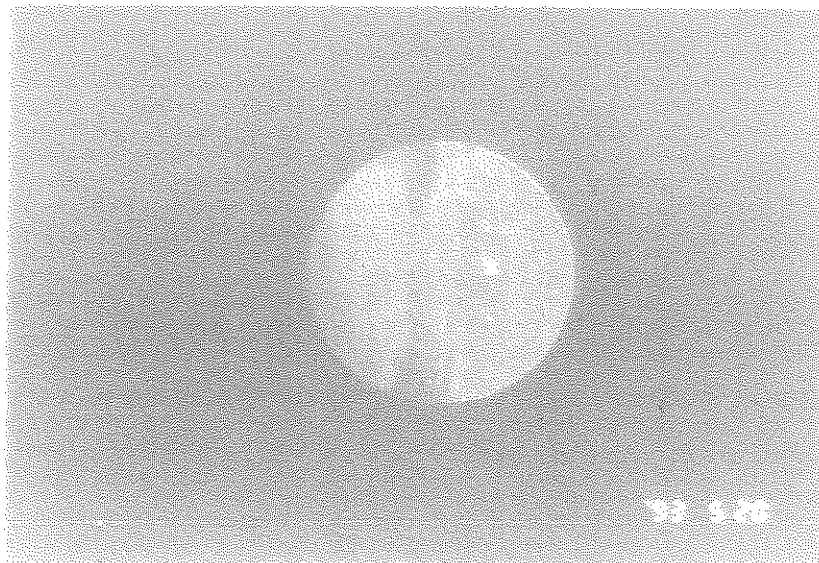


写真58 リチウム中800°C, 100時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB-86) 内面

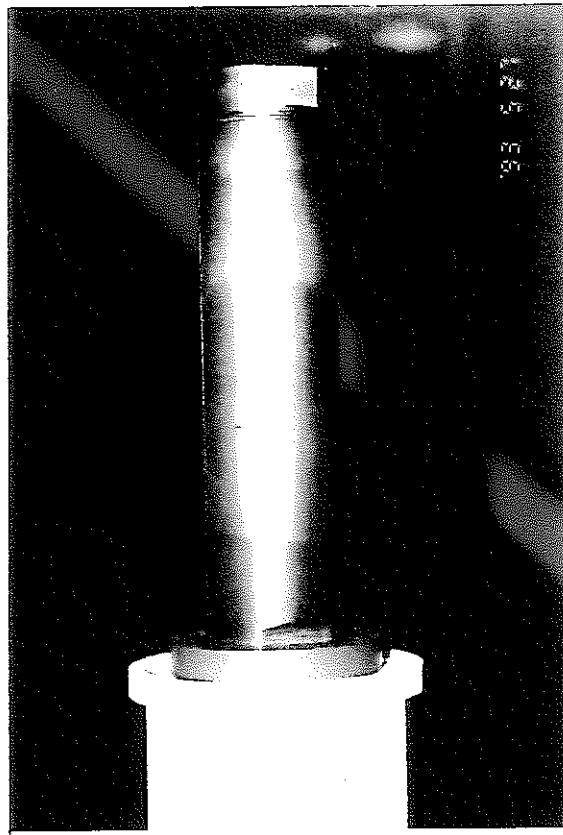


写真59 リチウム中900℃、100時間試験前キャプセル収納容器外観

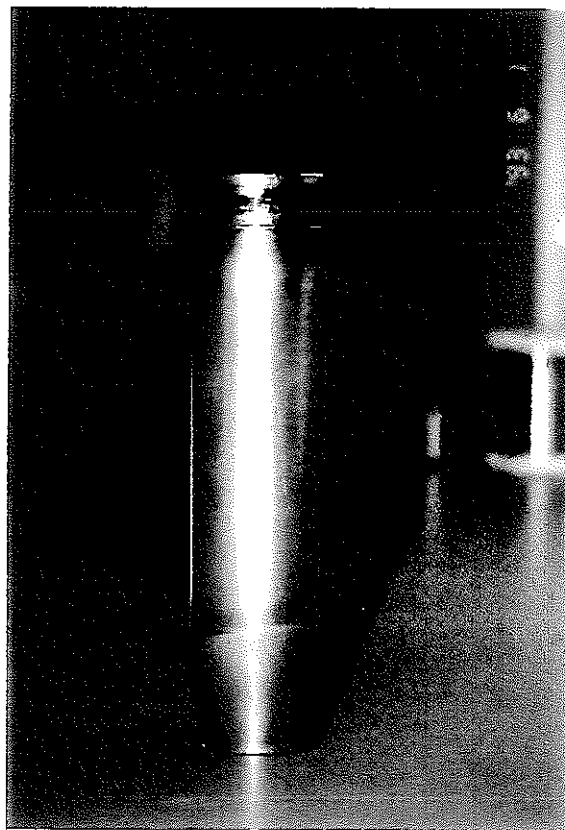


写真60 リチウム中900℃、100時間試験後のキャプセル収納容器外観

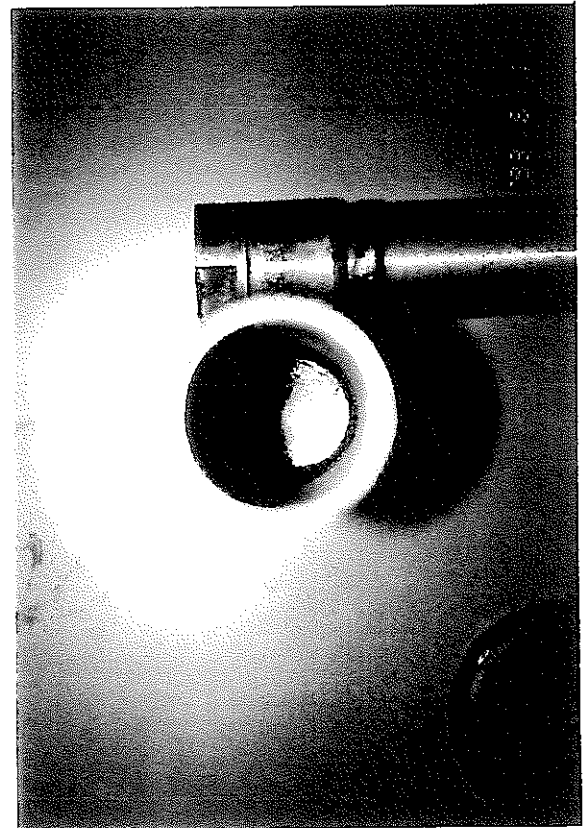
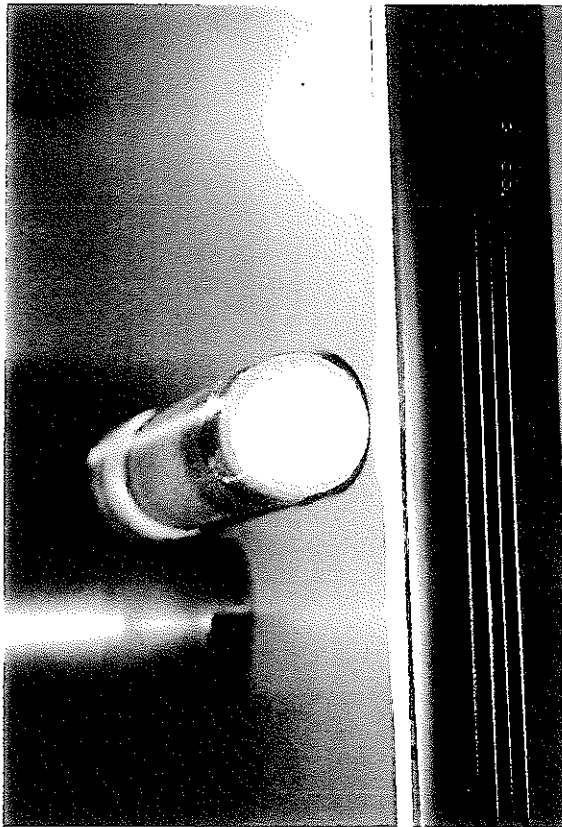
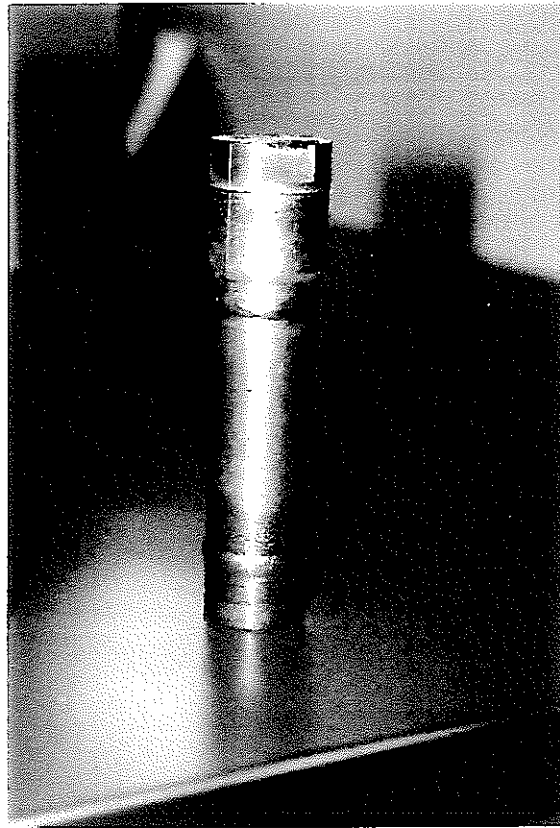


写真61 リチウム中900℃、100時間試験後のキャプセル外観及び収納容器内部

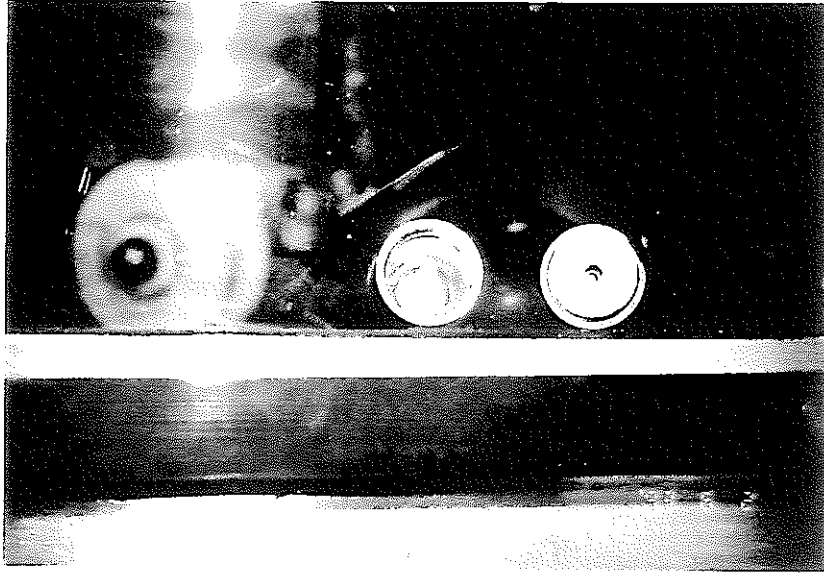


写真62 900°C, 100時間試験後のリチウム (キャプセル内)

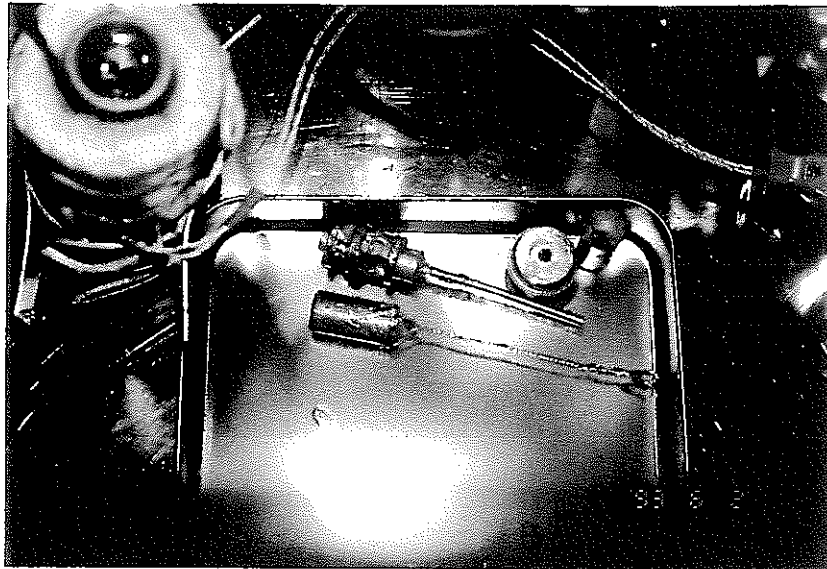


写真63 キャプセル内からリチウムを採取した後の試験片ホルダー (上)
とリチウム採取用カップ (下)

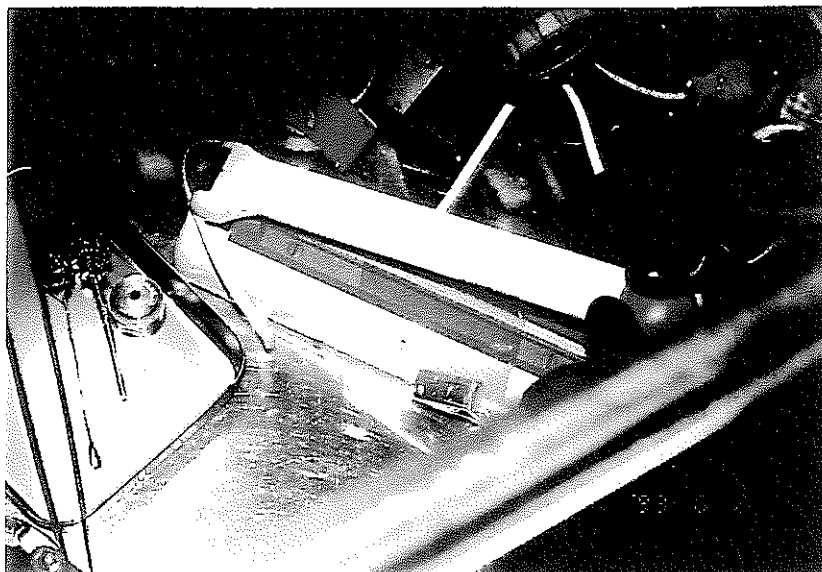
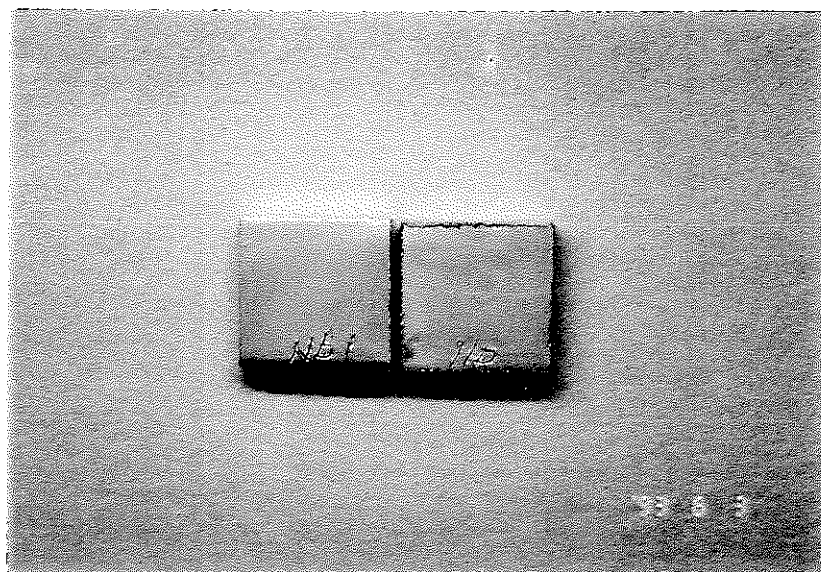


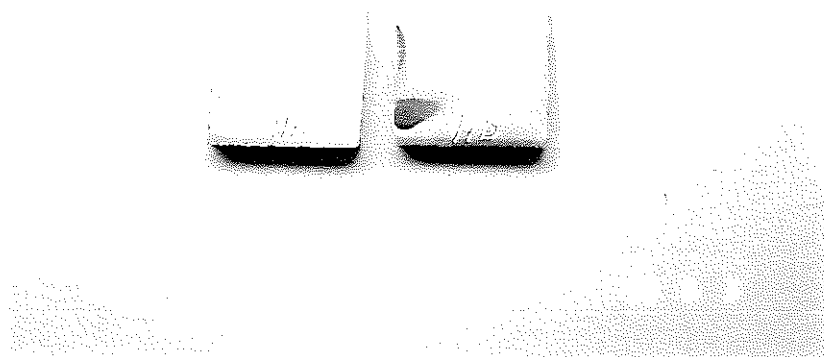
写真64 リチウムを採取したカップをビニール袋に入れてシール



写真65 採取リチウム量を測定



表

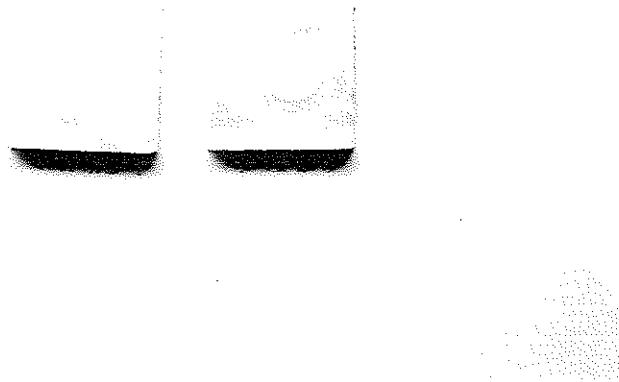


裏

写真66 リチウム中900°C, 100時間加熱後のNb-Zr試験片

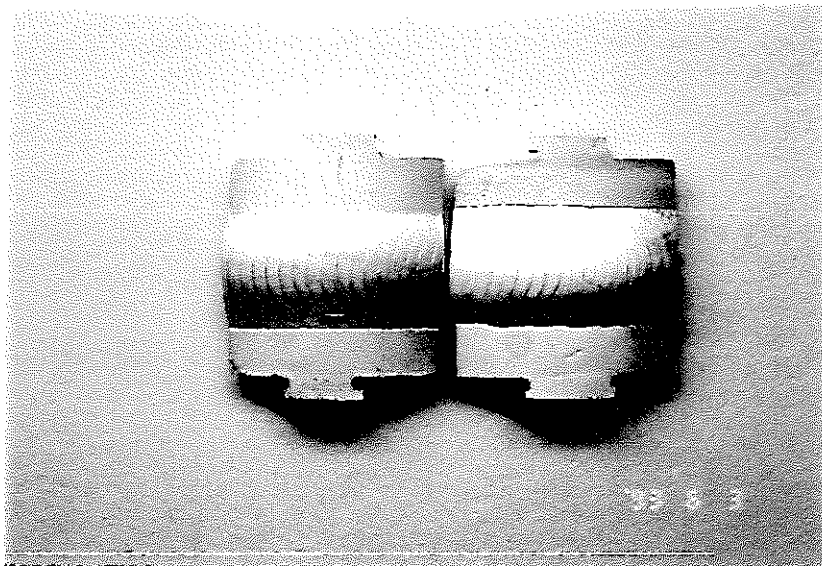


表

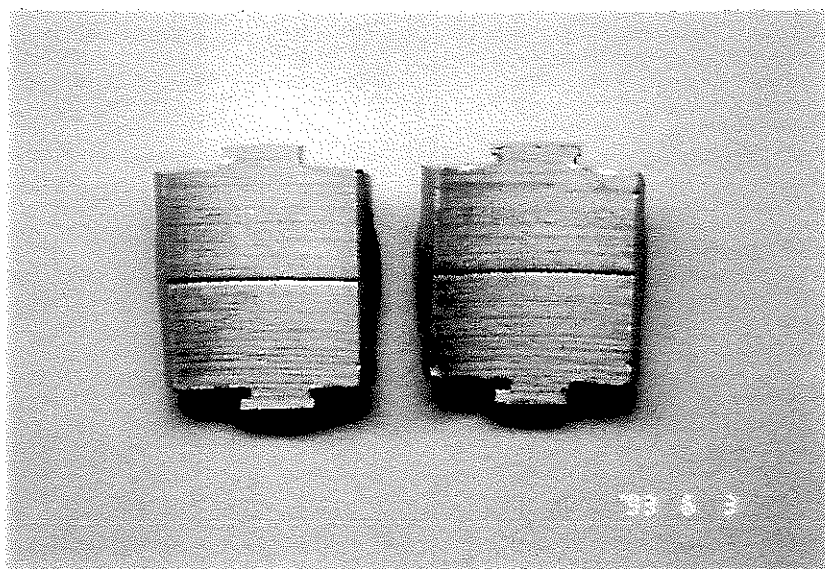


裏

写真67 リチウム中900°C、100時間加熱後のSUS試験片

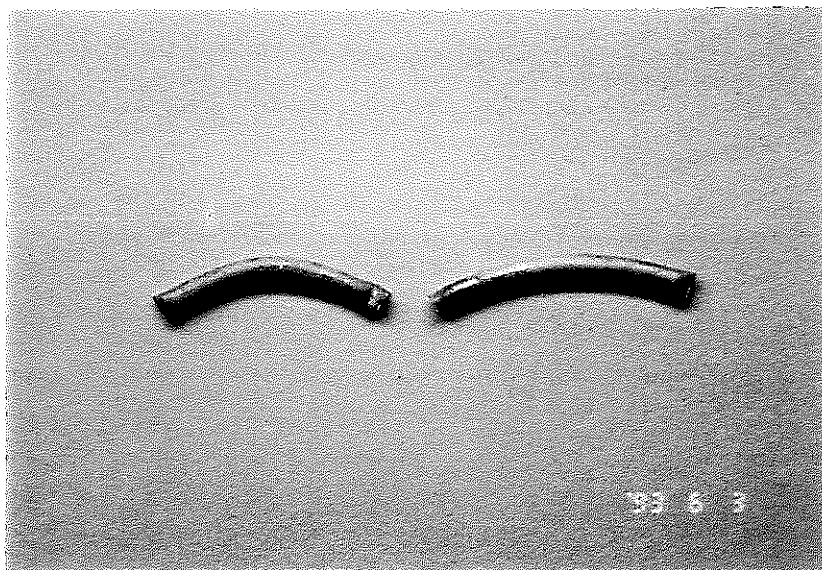


表



裏

写真68 リチウム中900℃、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片



表



裏

写真69 リチウム中900°C、100時間加熱後のインコロイDリング試験片

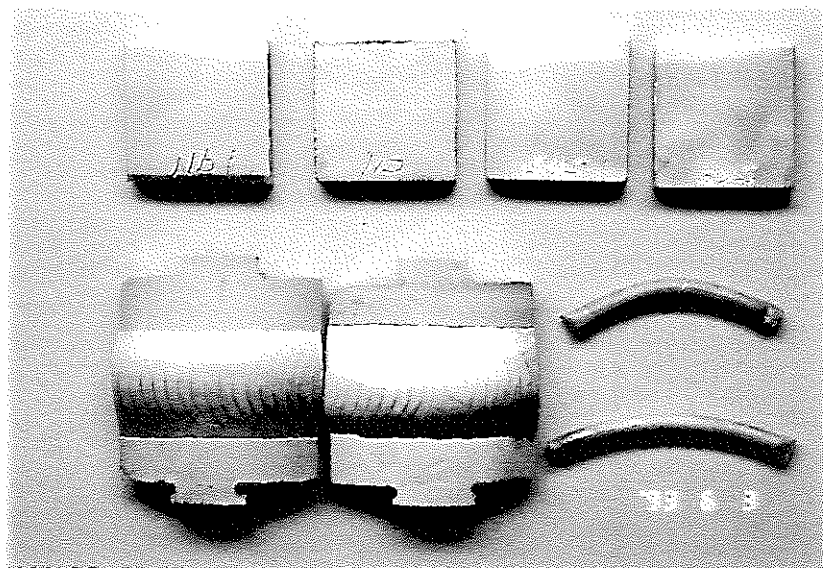


写真70 リチウム中900°C, 100時間加熱後の試験片一式

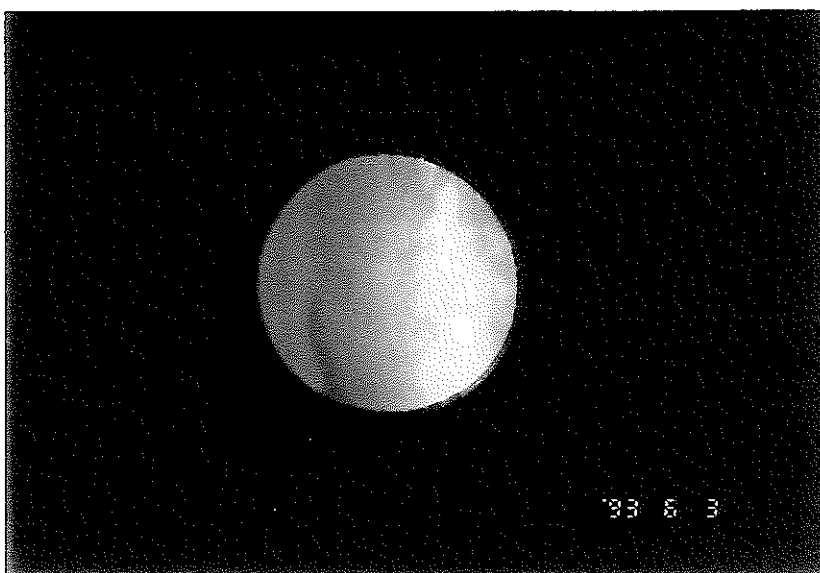
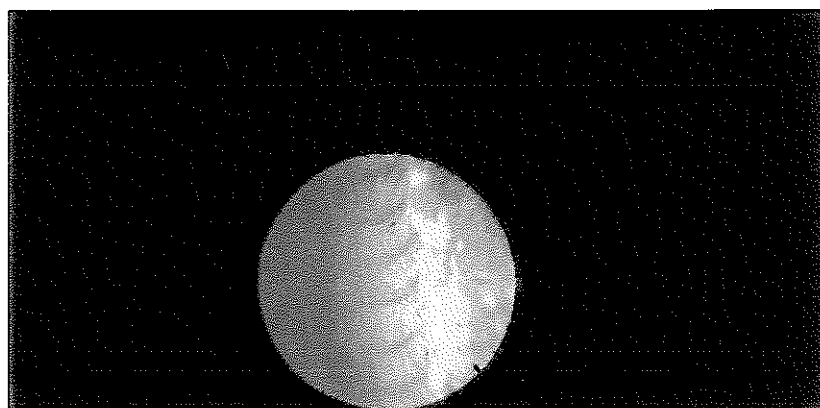
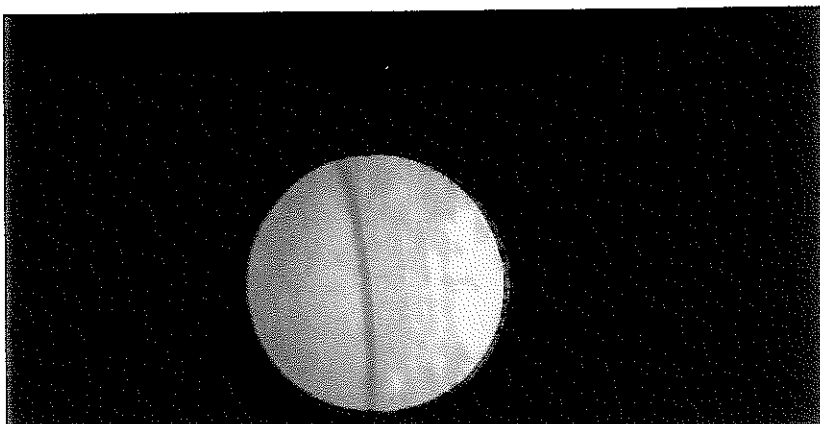
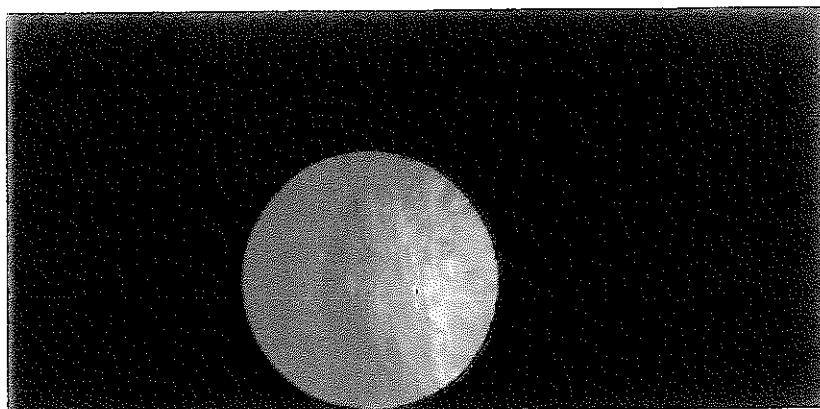


写真71 リチウム中900℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部 (NB-87) 内面

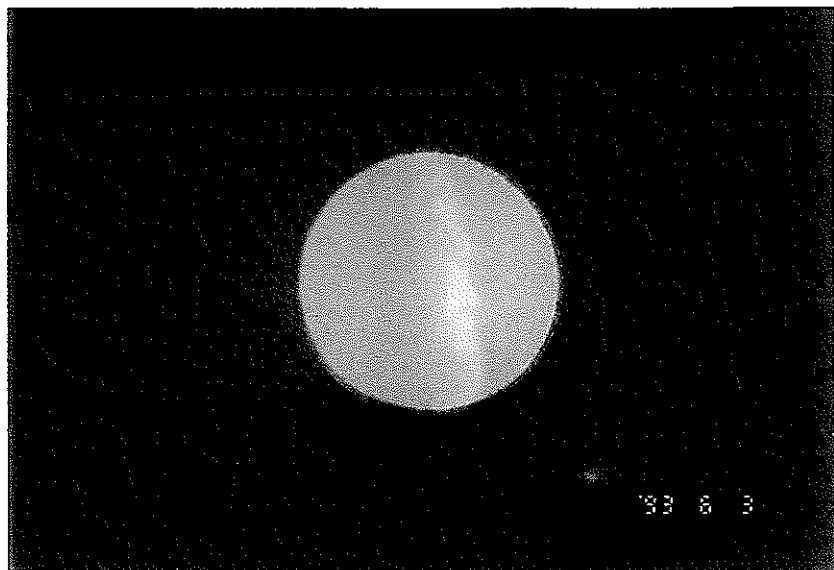
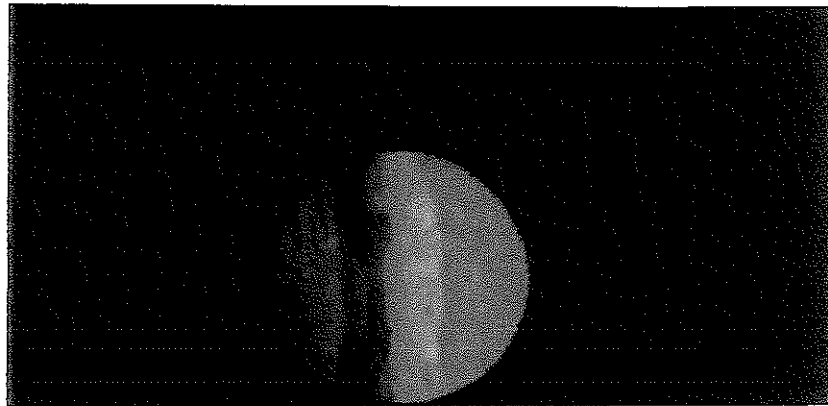
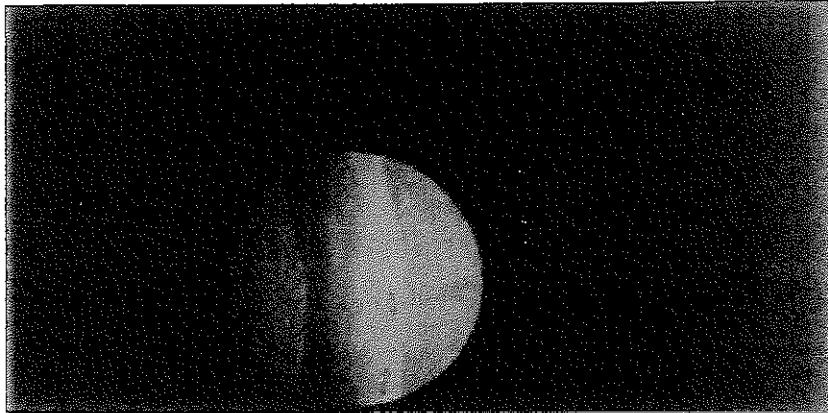


写真72 リチウム中900℃、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB 86) 内面

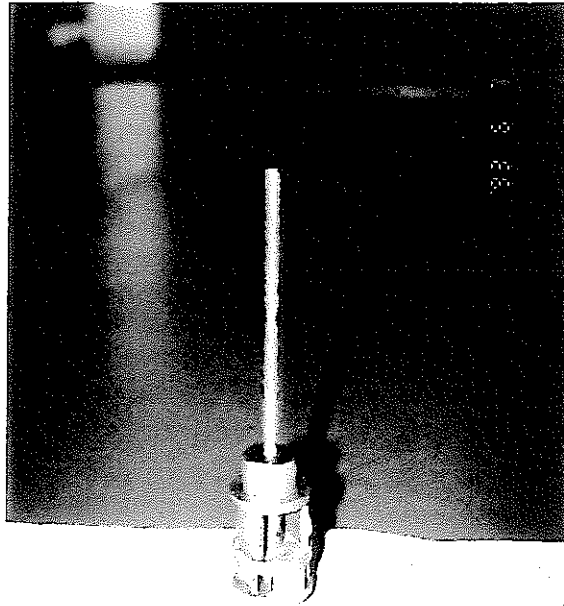


写真73 リチウム中1000°C, 100時間試験用ホルダー組立

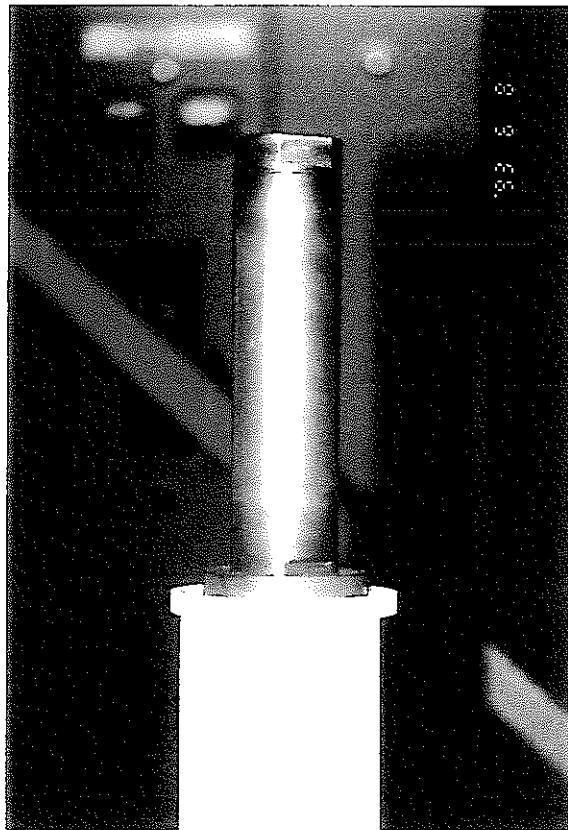


写真74 リチウム中1000°C, 100時間試験前キャプセル収納容器外観



写真75 1000℃、100時間試験後のアルミナ製炉心支持管（白色のもの）及び
インコネル製芯出し板（右下の2ヶ）

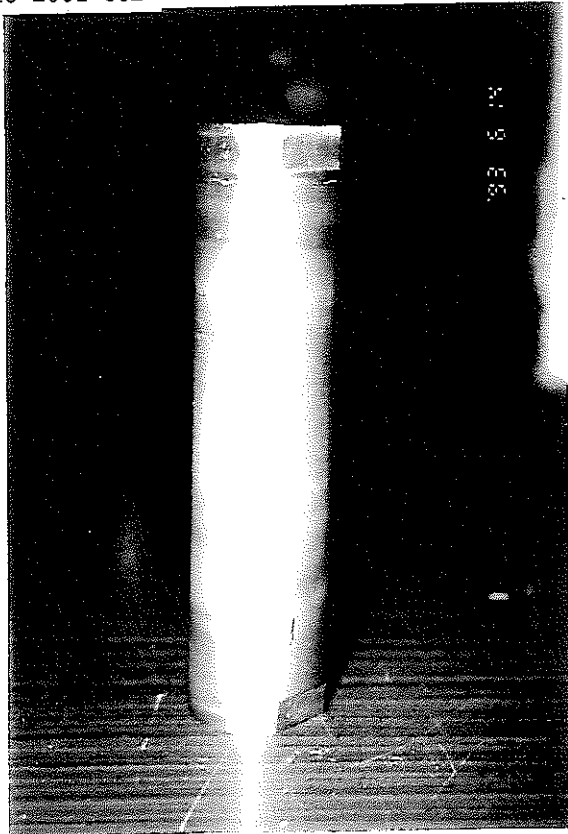


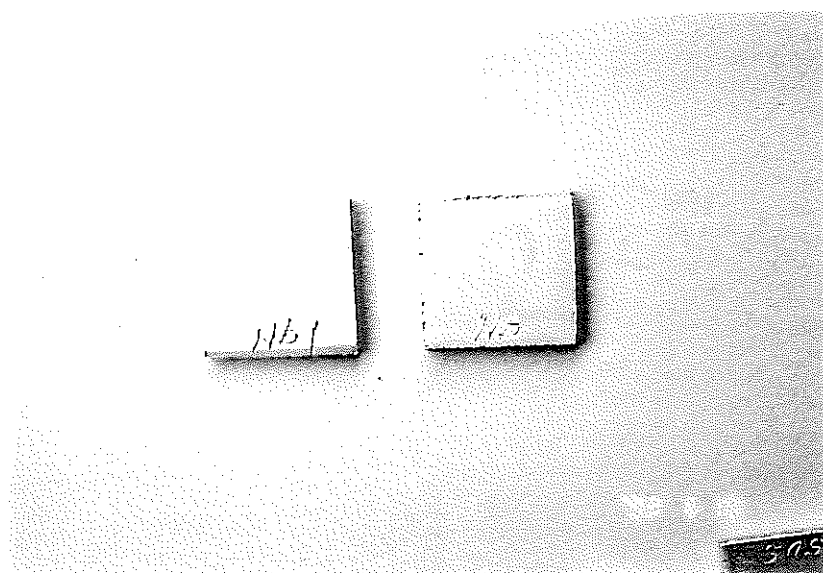
写真76
リチウム中1000°C, 100
時間試験後のキャプセル
収納容器外観



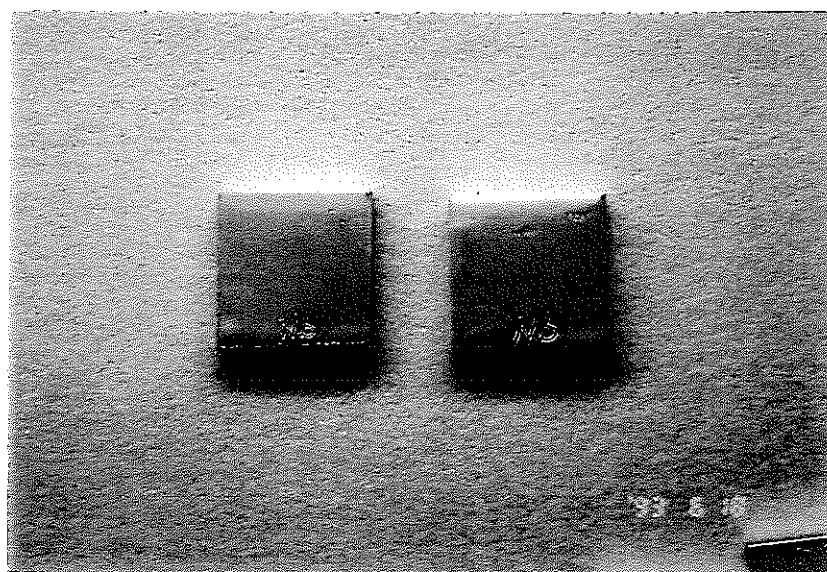
写真77
リチウム中1000°C, 100
時間試験後のキャプセル
外観及び収納容器



写真78
1000°C, 100時間試験後
のリチウム
(キャプセル内)

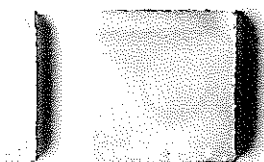


表

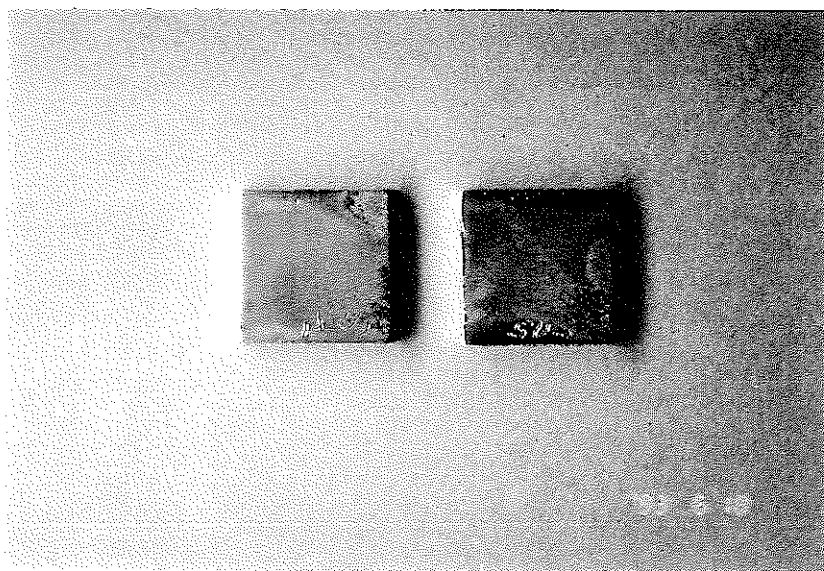


裏

写真79 リチウム中1000°C, 100時間加熱後のNb-Zr試験片

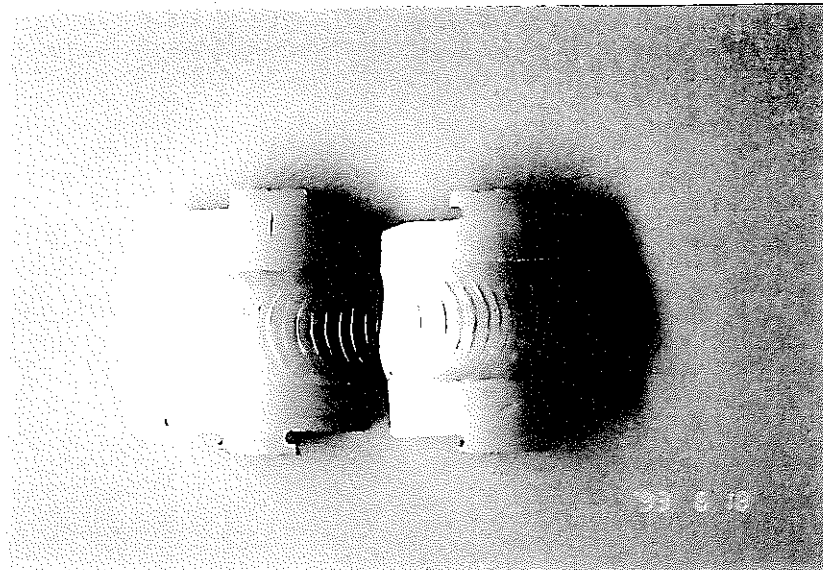


表

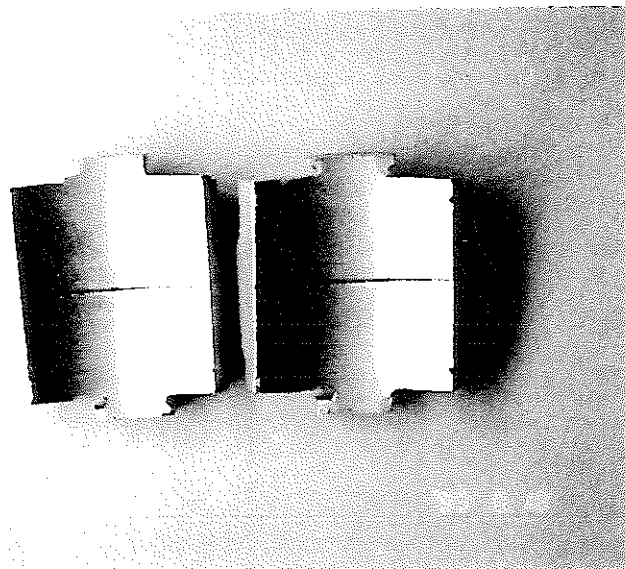


裏

写真80 リチウム中1000°C, 100時間加熱後のSUS試験片

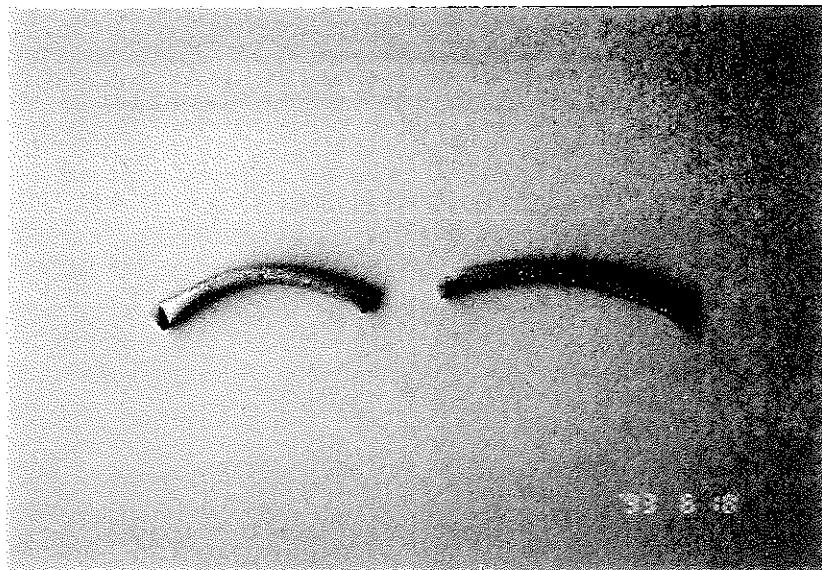


表

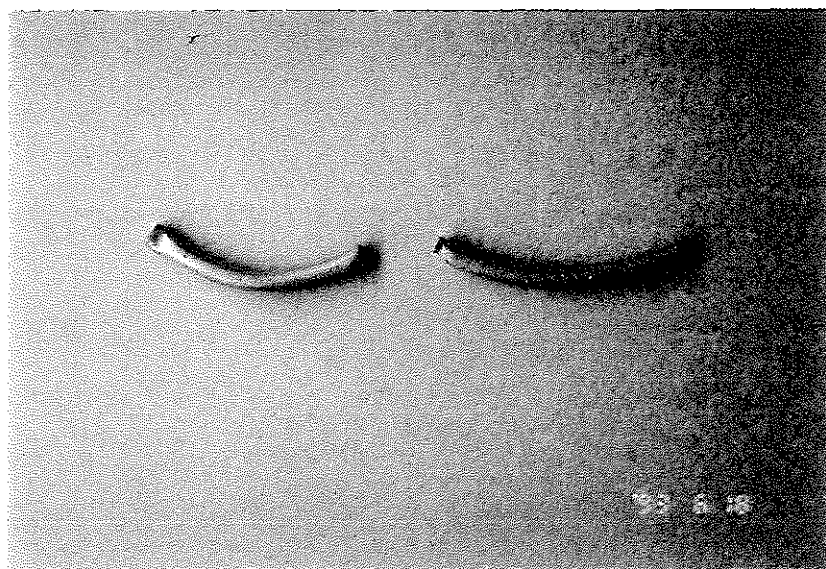


裏

写真81 リチウム中1000°C、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片

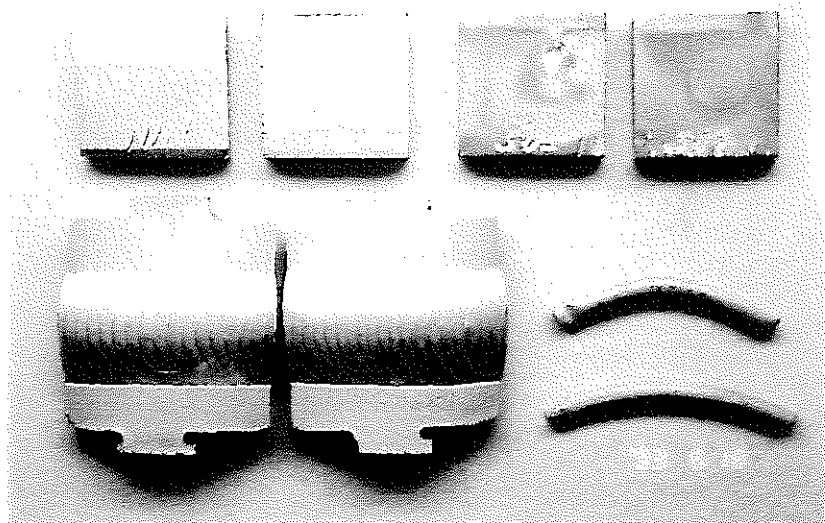


表

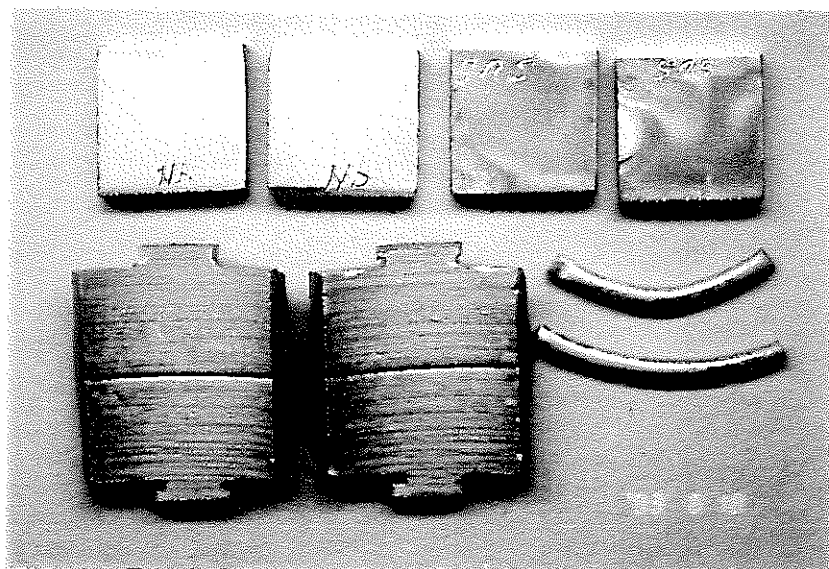


裏

写真82 リチウム中1000°C、100時間加熱後のインコロイOリング試験片

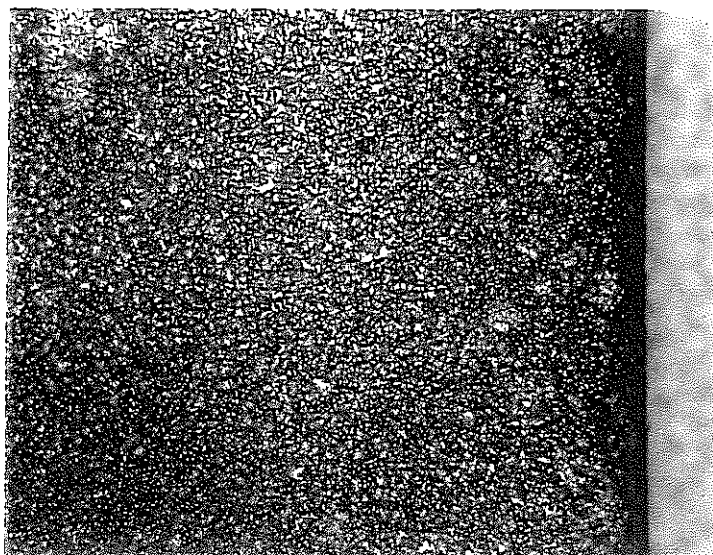


表



裏

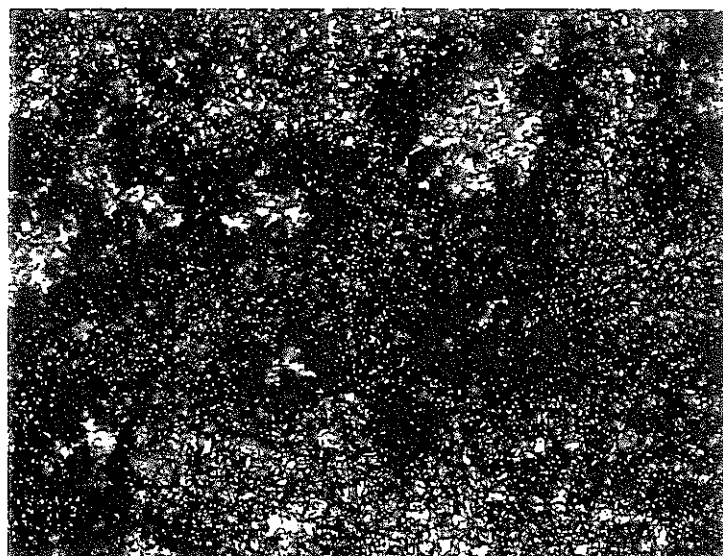
写真83 リチウム中1000℃、100時間加熱後の試験片一式



SUS-1 ×25

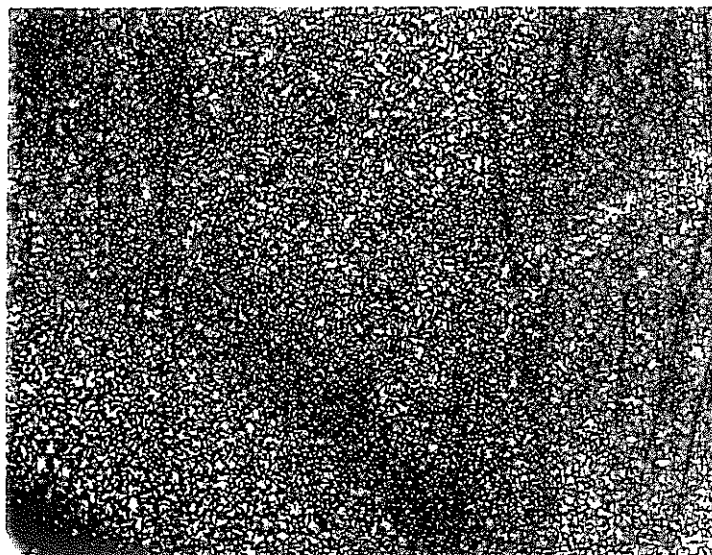


SUS-1 ×25



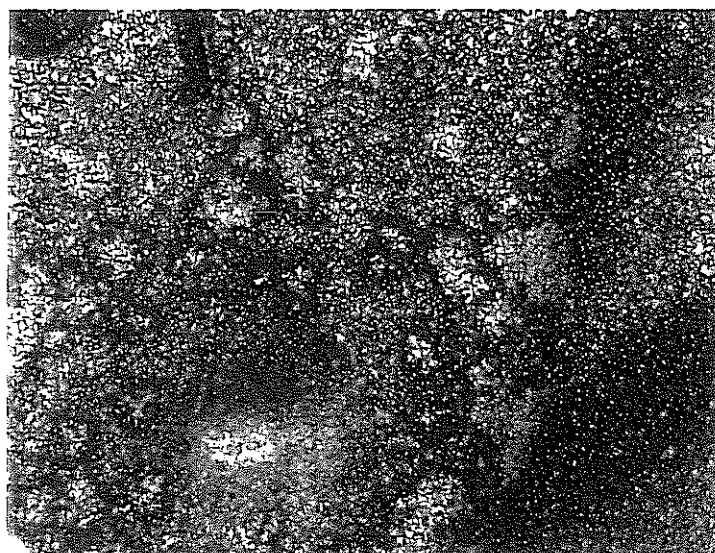
SUS-1 ×50

写真8.1 リチウム中1000℃、100時間加熱後のSUS-1試験片



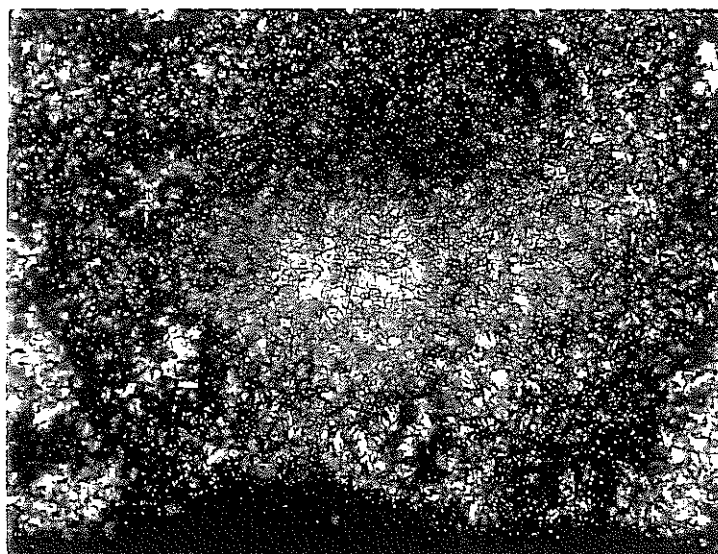
SUS-2

×25



SUS-2

×25



SUS-2

×50

写真85 リチウム中1000°C、100時間加熱後のSUS-2試験片

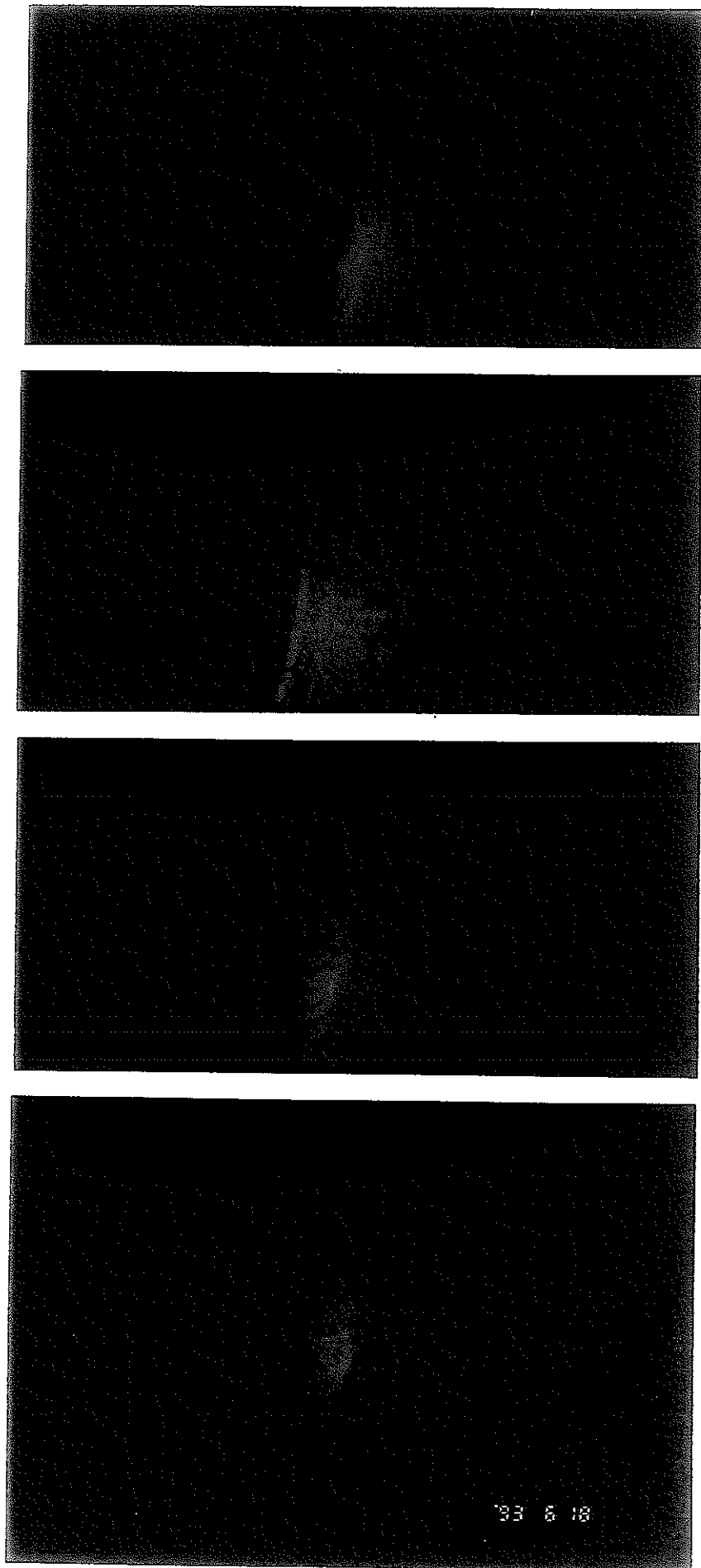


写真86 リチウム中1000℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部（NB-87）内面

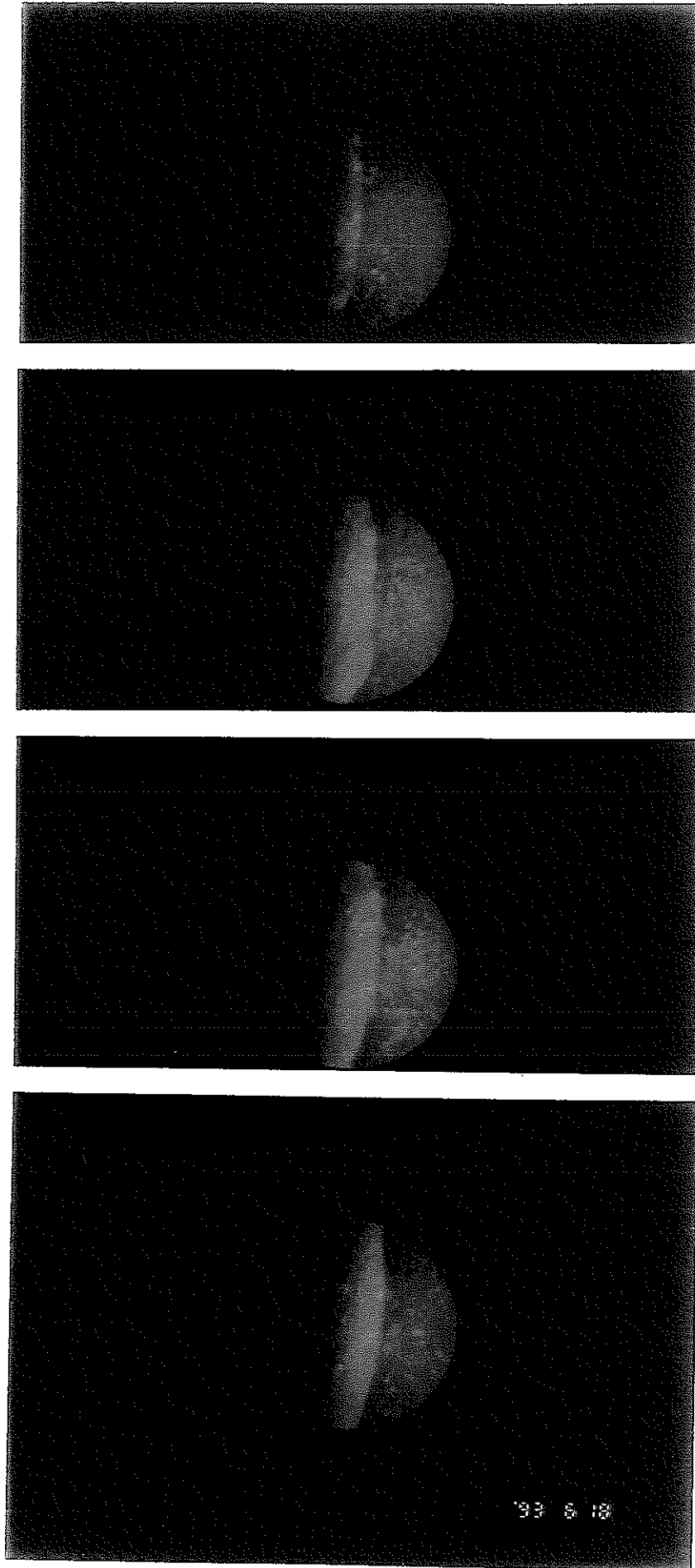


写真87 リチウム中1000℃、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB 86) 内面

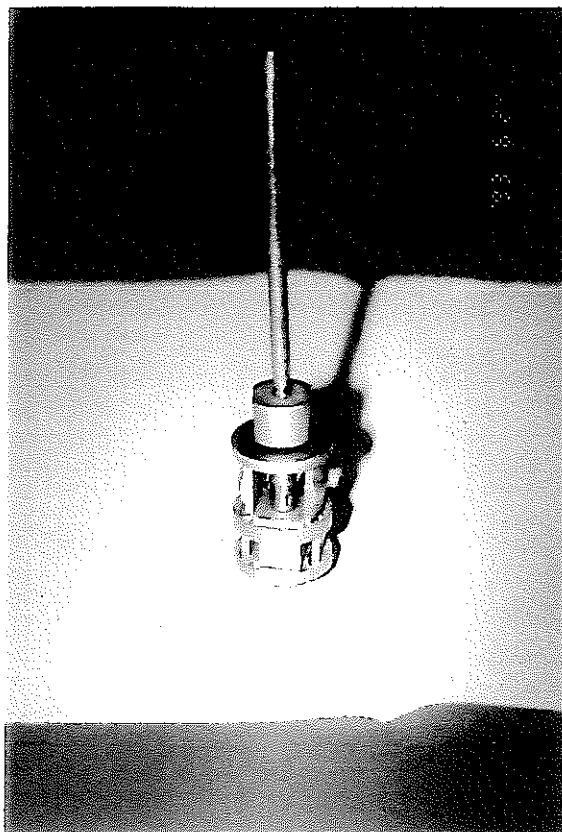


写真88 リチウム中1100℃、100時間試験用ホルダー組立

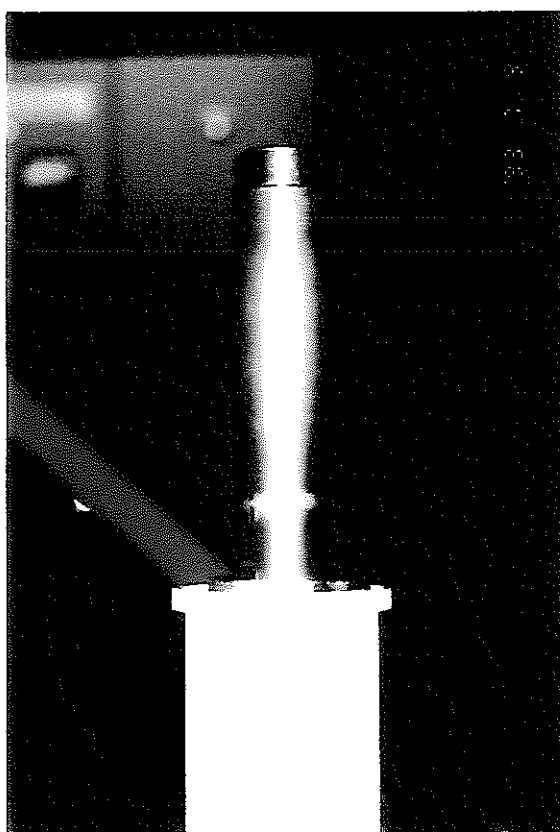


写真89 リチウム中1100℃、100時間試験前キャプセル収納容器外観



写真90 1100°C, 100時間試験後のアルミナ製試料保護管の内面
(上部から見たところ)



写真91 1100°C, 100時間試験後のアルミナ製試料保護管の内面
(下部から見たところ)

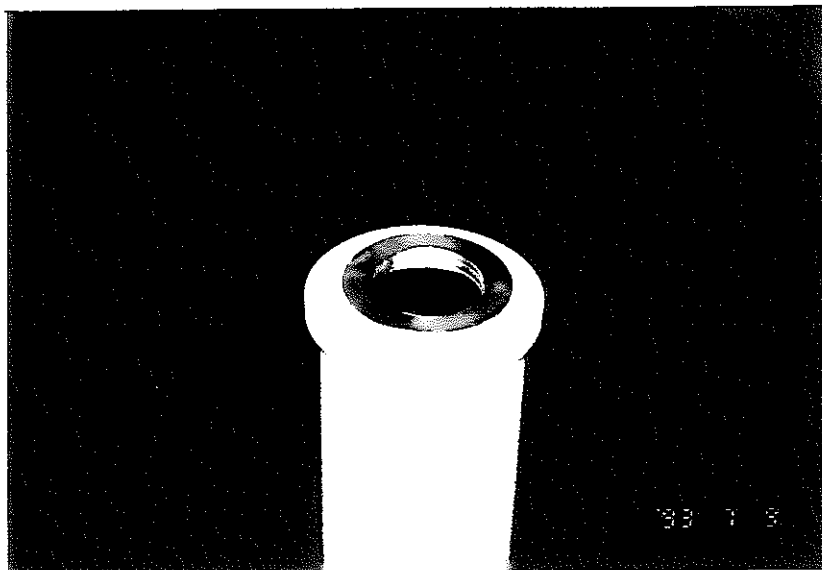


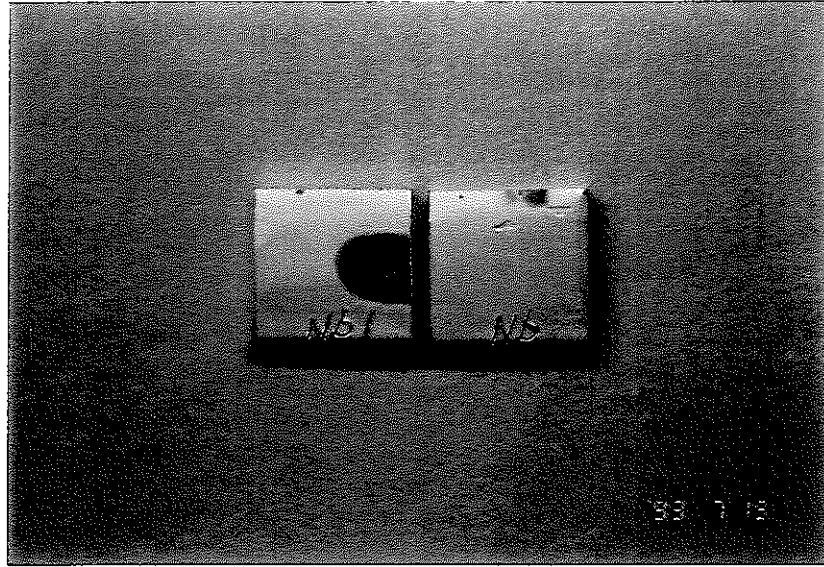
写真92 1100°C, 100時間試験後のNb-1Zr製下部芯だし板



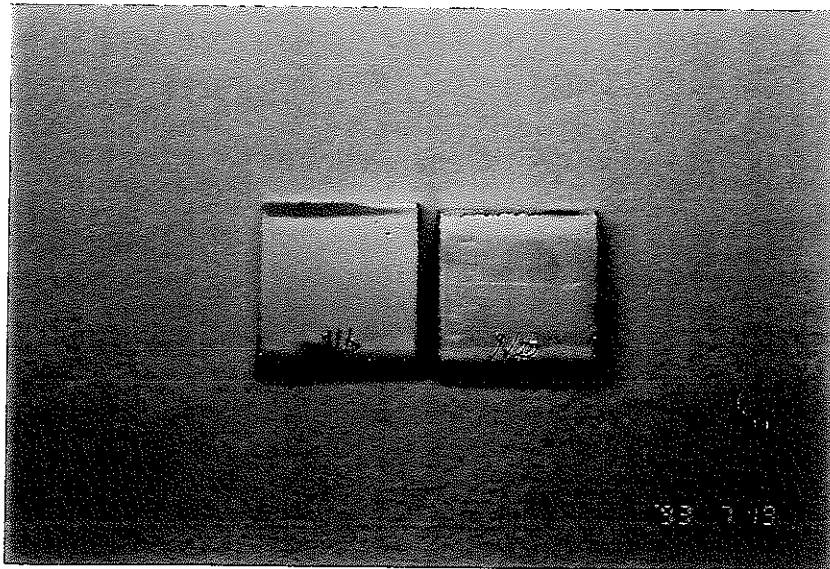
写真93 1100°C, 100時間試験後のキャプセル収納容器外観



写真94 1100°C, 100時間試験後のキャプセル内リチウム



表

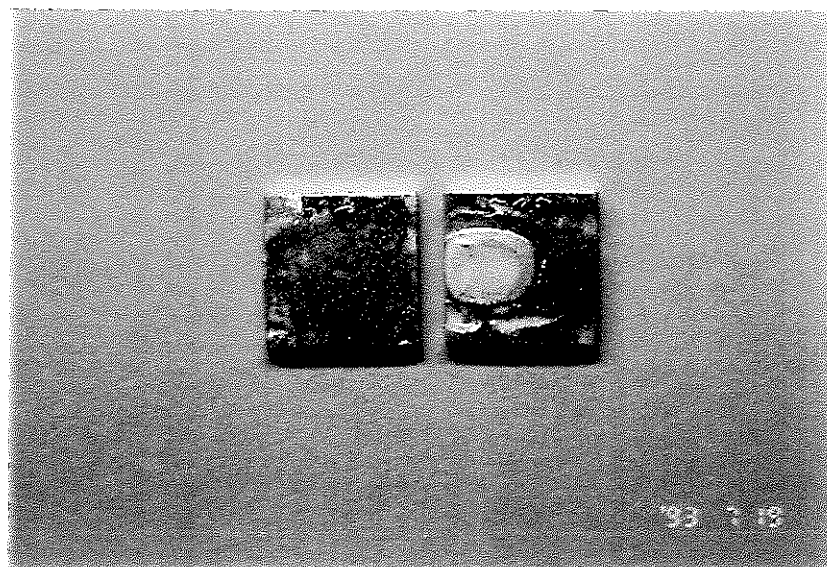


裏

写真95 リチウム中1100°C、100時間加熱後のNb-Zr試験片

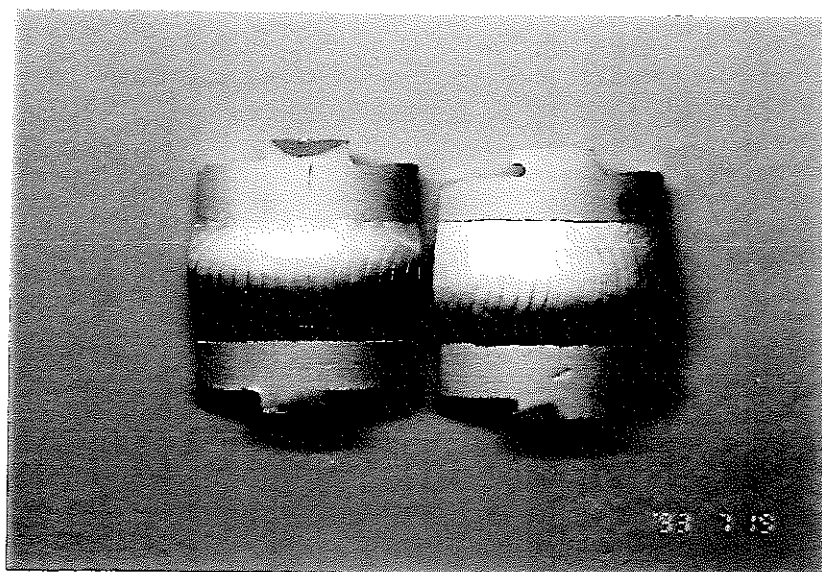


表

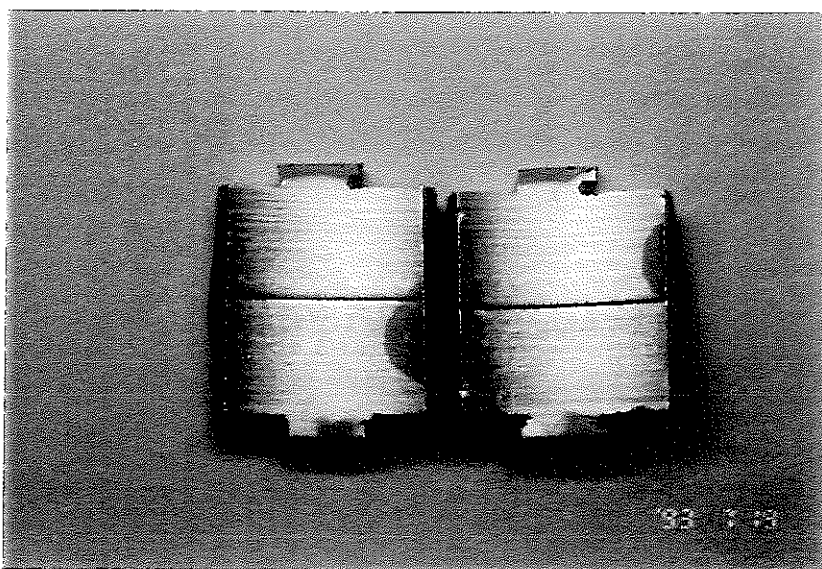


裏

写真96 リチウム中1100°C. 100時間加熱後のSUS試験片

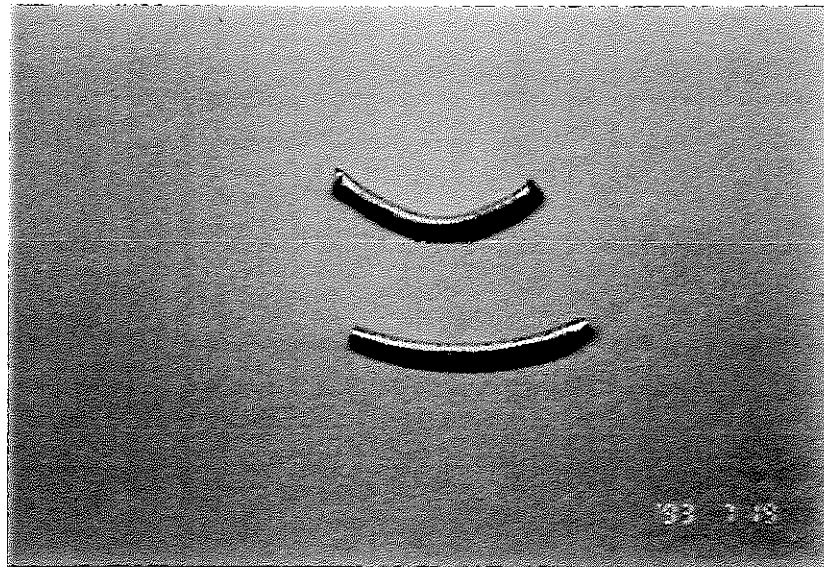


表

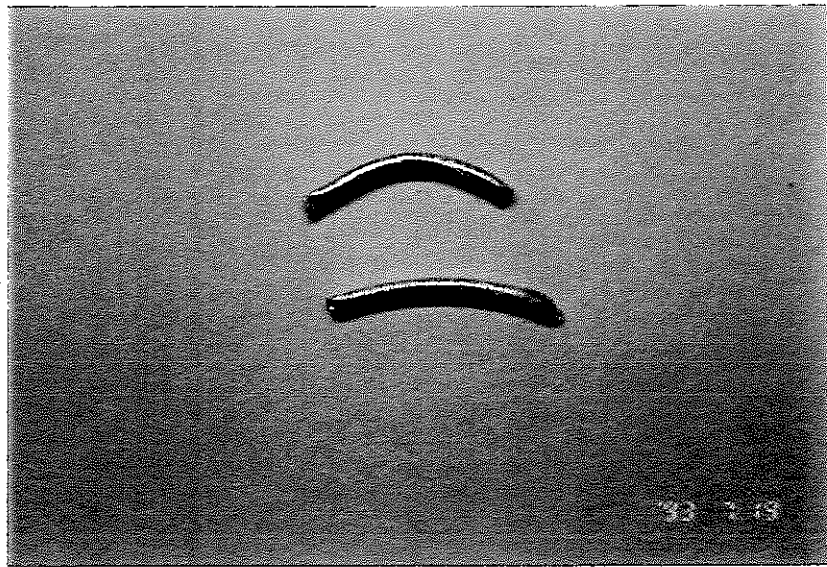


裏

写真97 リチウム中1100℃、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片



表



裏

写真98 リチウム中1100°C, 100時間加熱後のインコロイ〇リング試験片

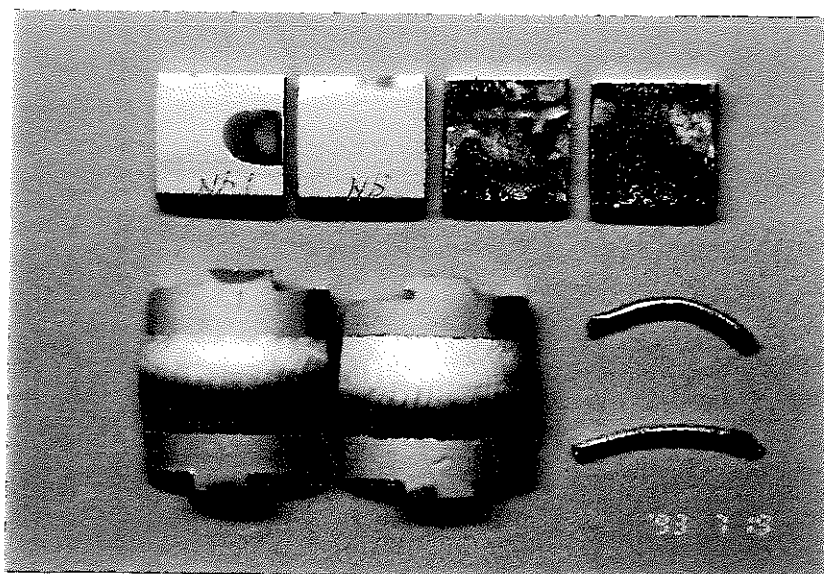


写真99 リチウム中1100°C, 100時間加熱後の試験片一式

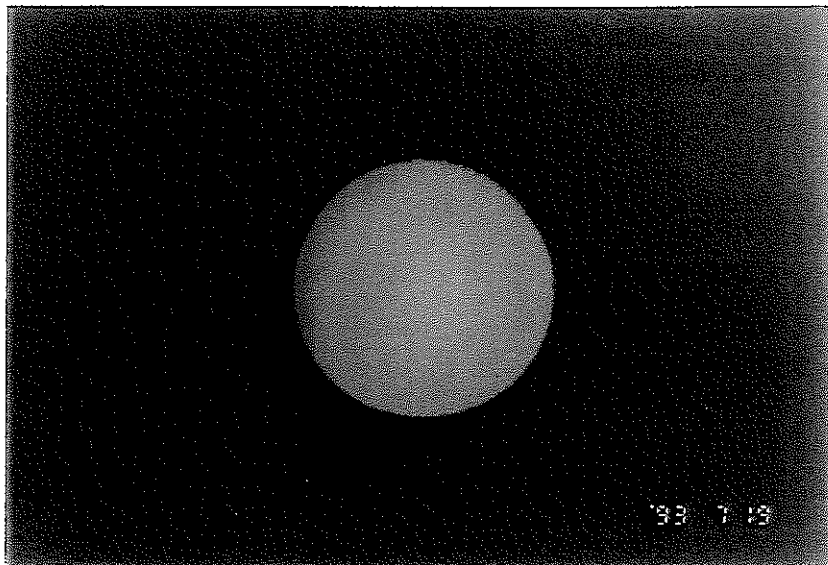
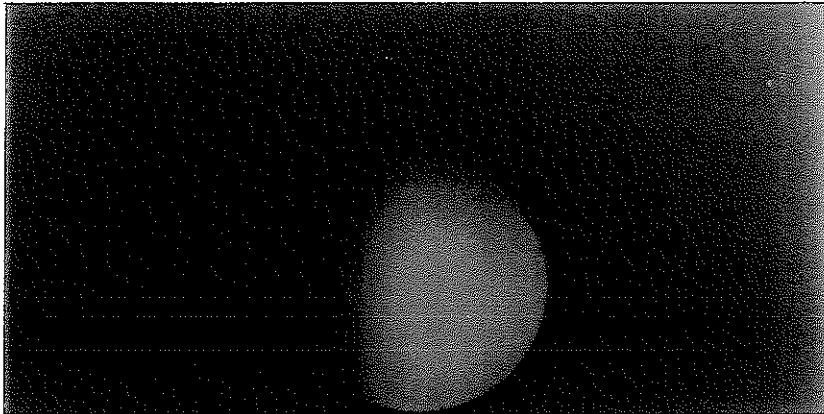
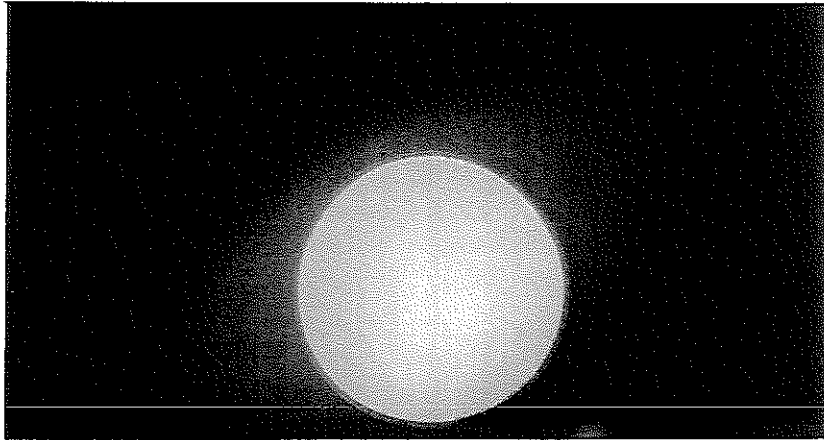
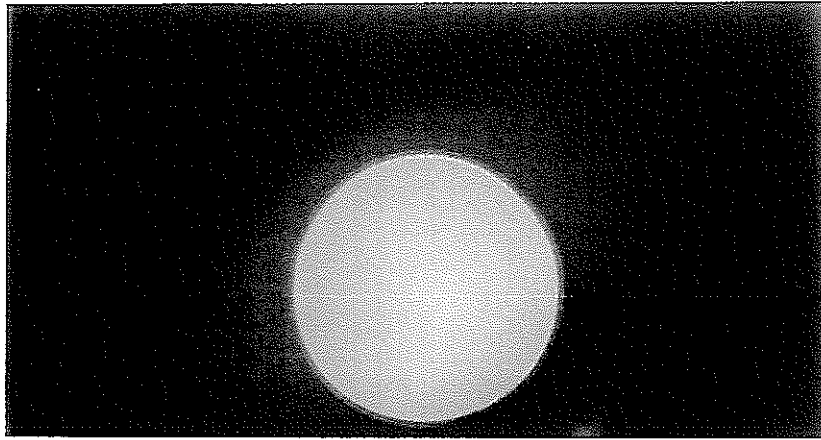


写真100 リチウム中1100°C、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部 (NR-87) 内面

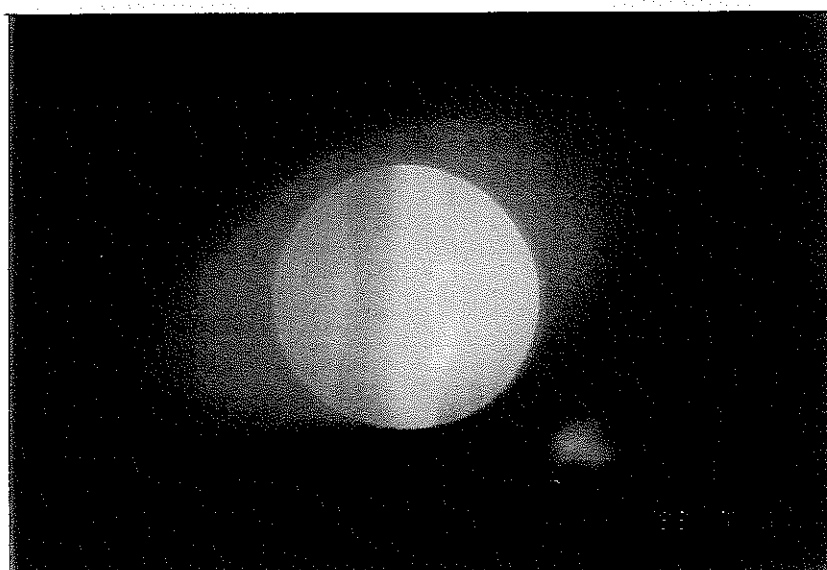
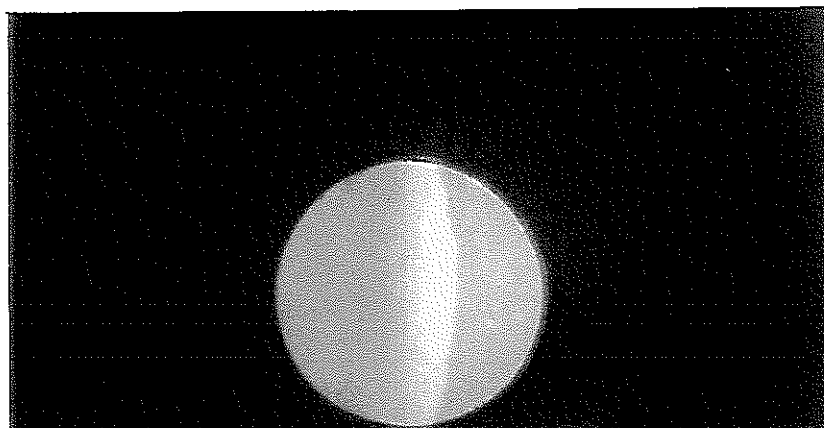
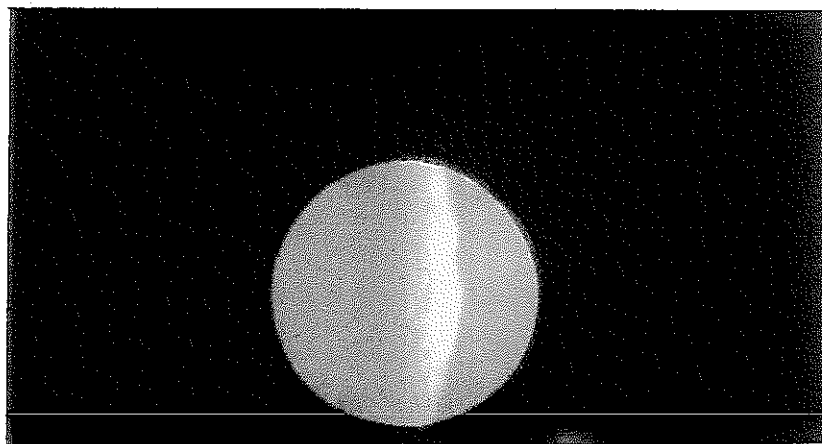
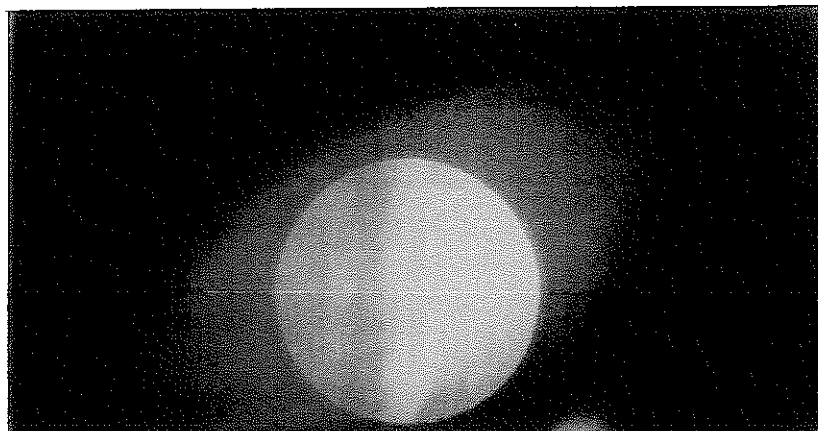


写真101 リチウム中1100℃、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部 (NB-86) 内面

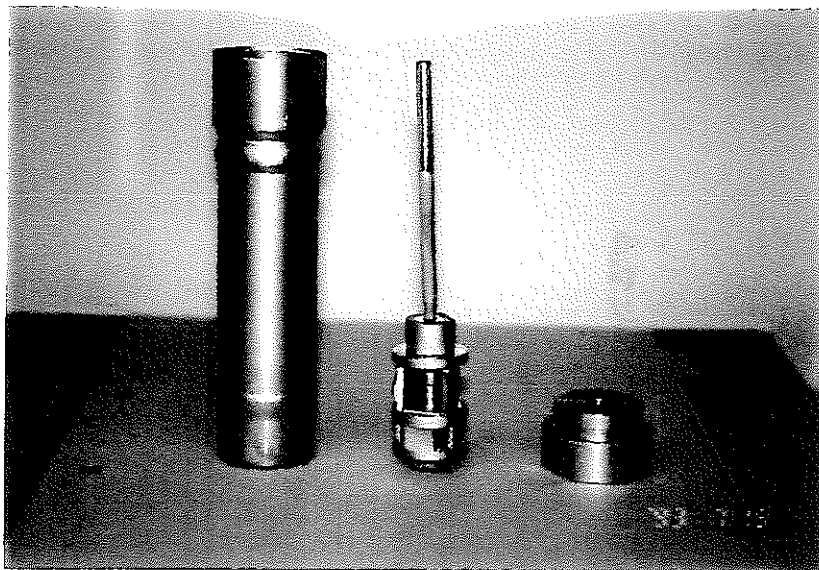


写真102 リチウム中1200°C, 100時間試験用ホルダー組立

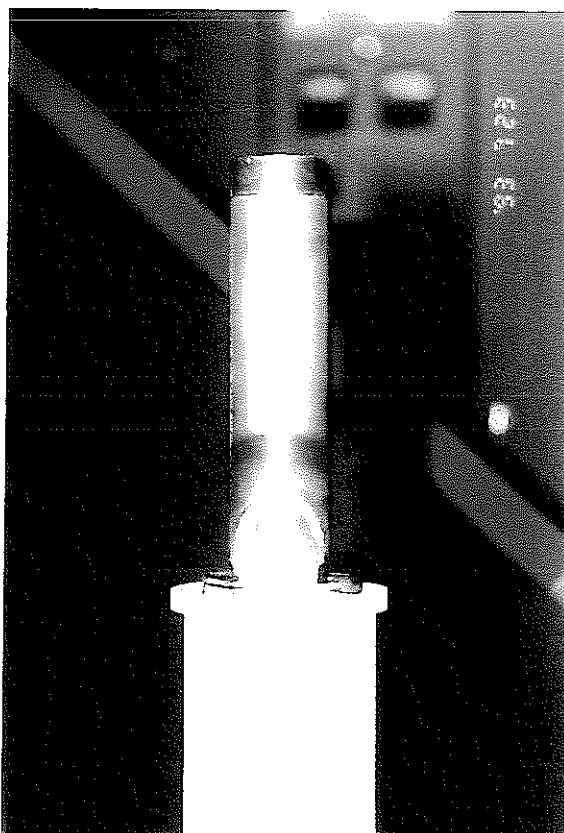
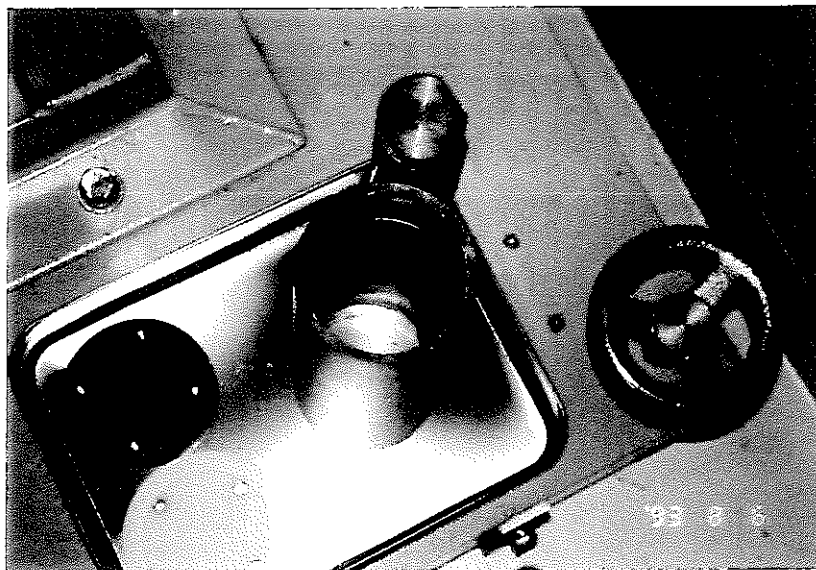
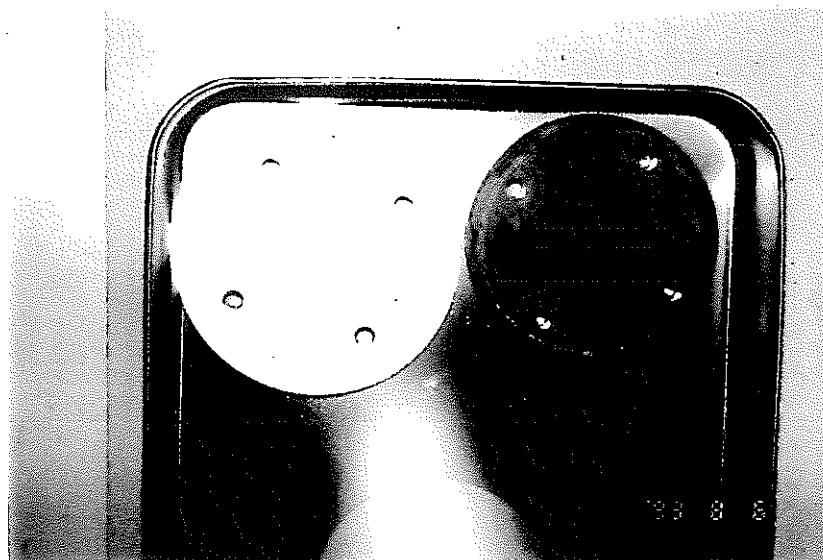


写真103 1200°C, 100時間試験前キャプセル収納容器外観



中央がアルミナ管。内部が黒くなっており、
管端部に白色の粉のようなものが付着していた。



左：下部支持板、右：上部蓋

写真104 1200℃、100時間試験後の炉内管（アルミナ）

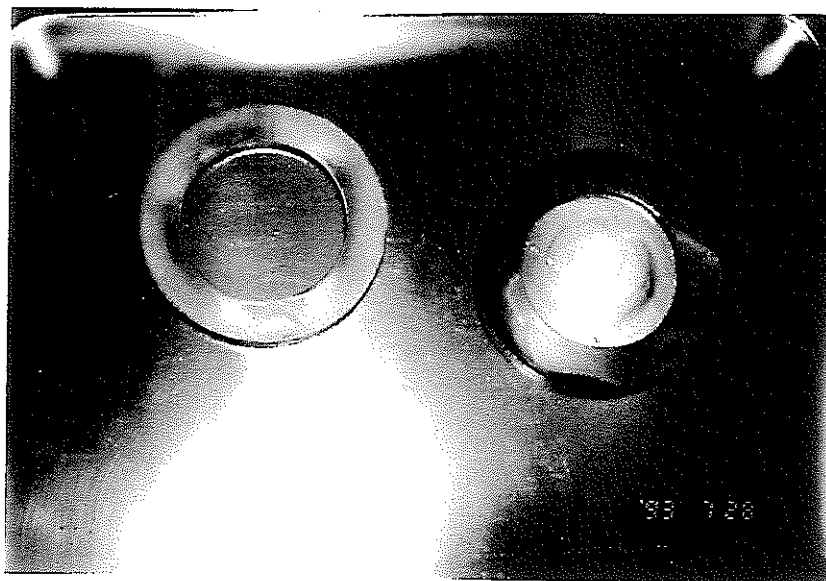


写真105 1200°C, 100時間試験後の芯出し板（左：上部, 右：下部）



写真106 1200°C, 100時間試験後のキャプセル収納容器外観

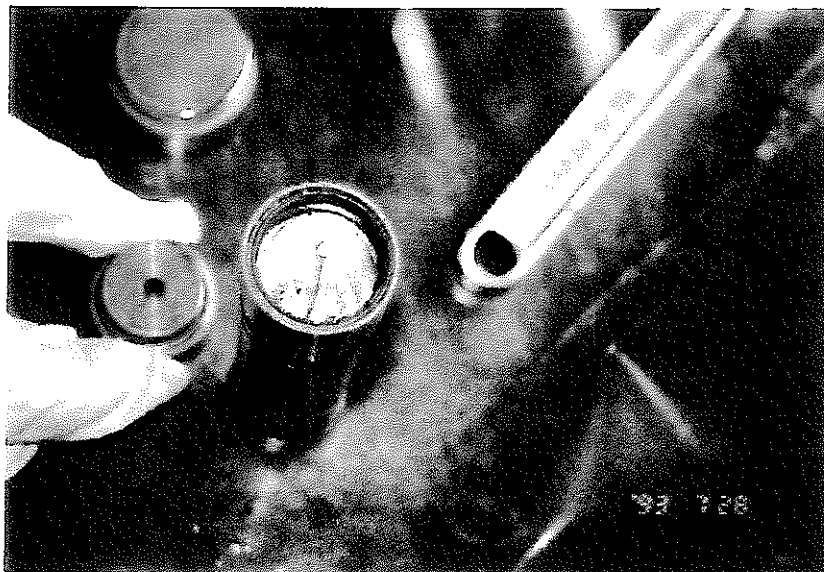
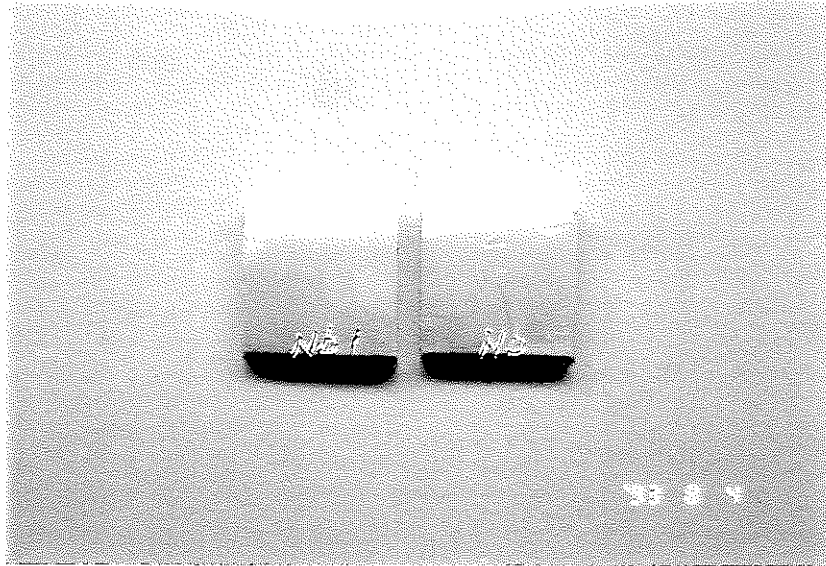
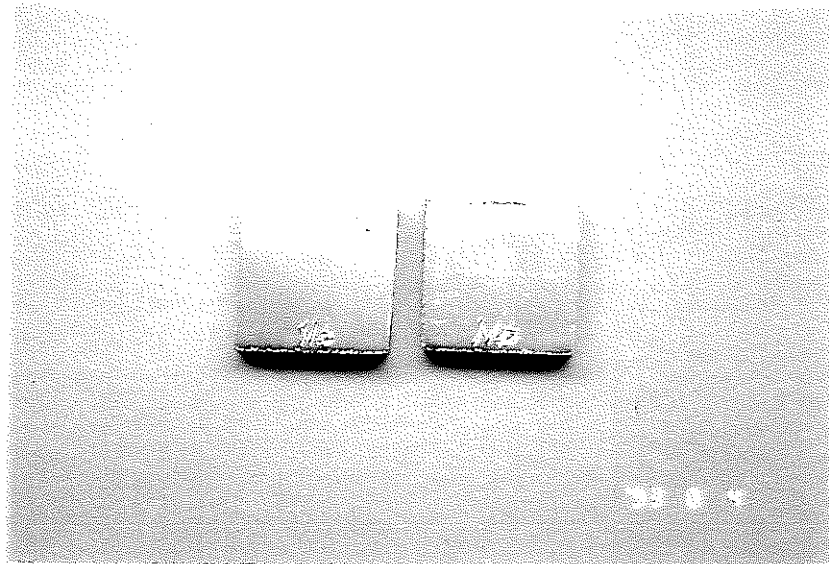


写真107 1200°C, 100時間試験後のキャプセル内リチウム

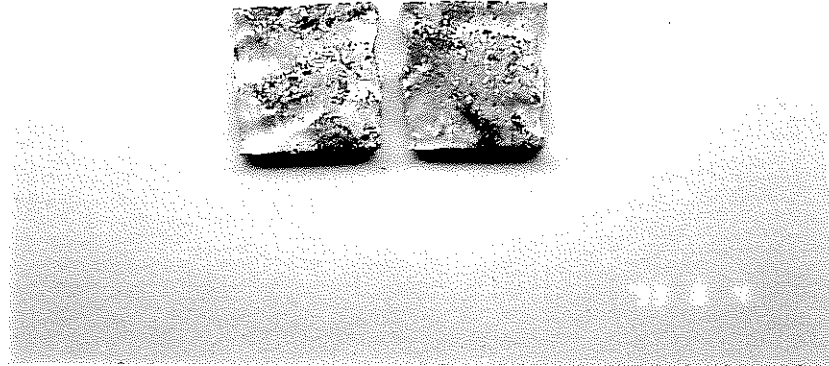


表

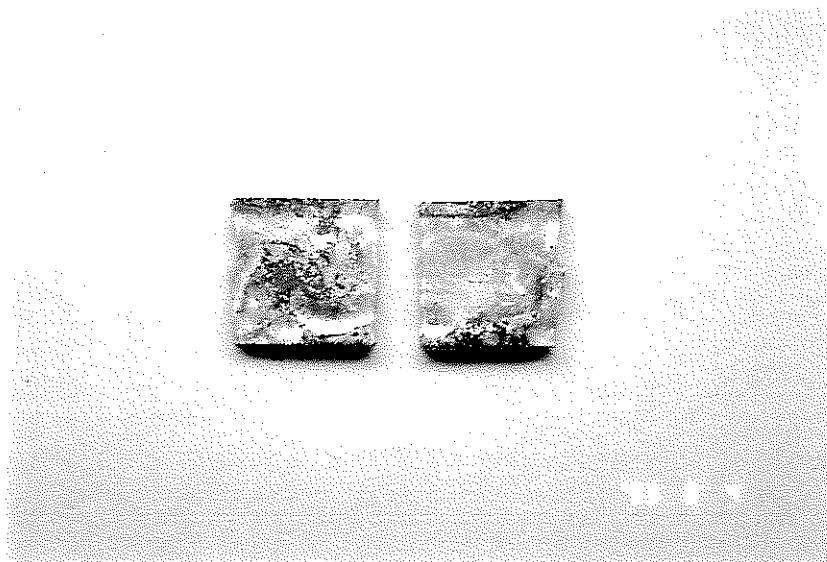


裏

写真108 リチウム中1200°C、100時間加熱後のNb-1Zr試験片

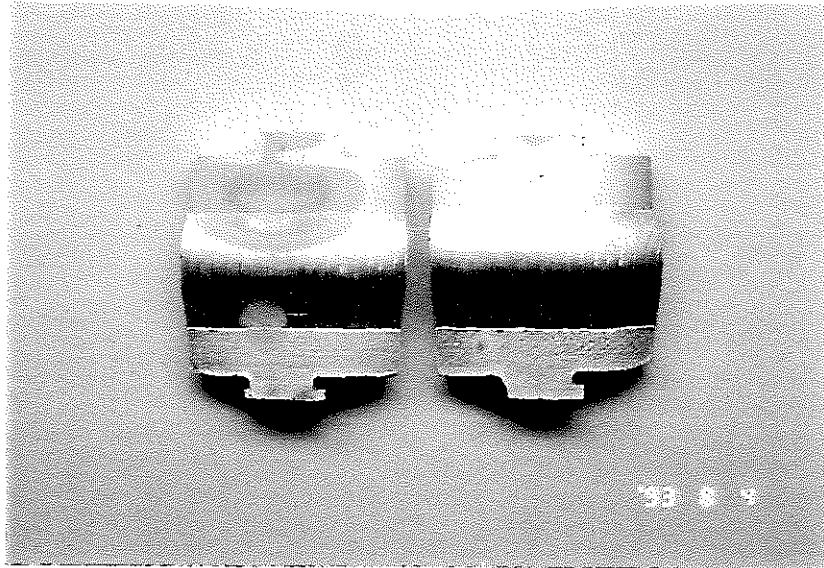


表

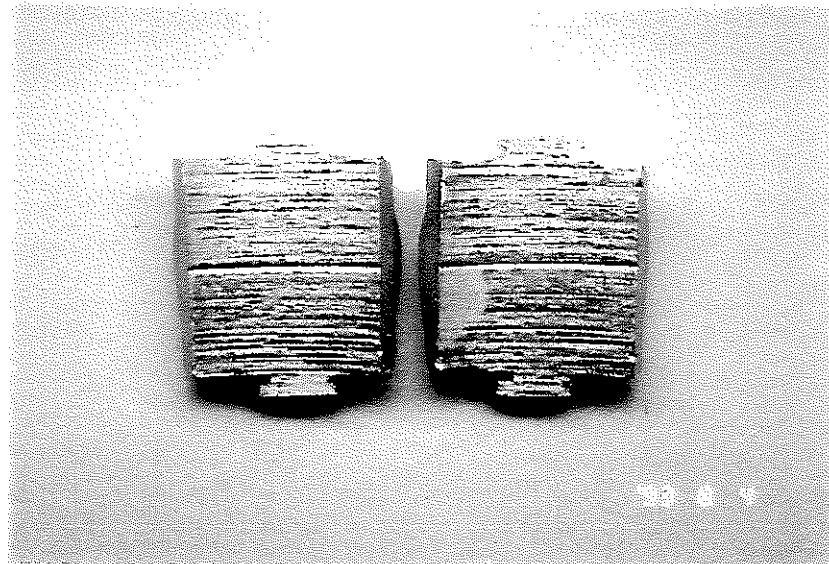


裏

写真109 リチウム中1200°C, 100時間加熱後のSUS試験片



表

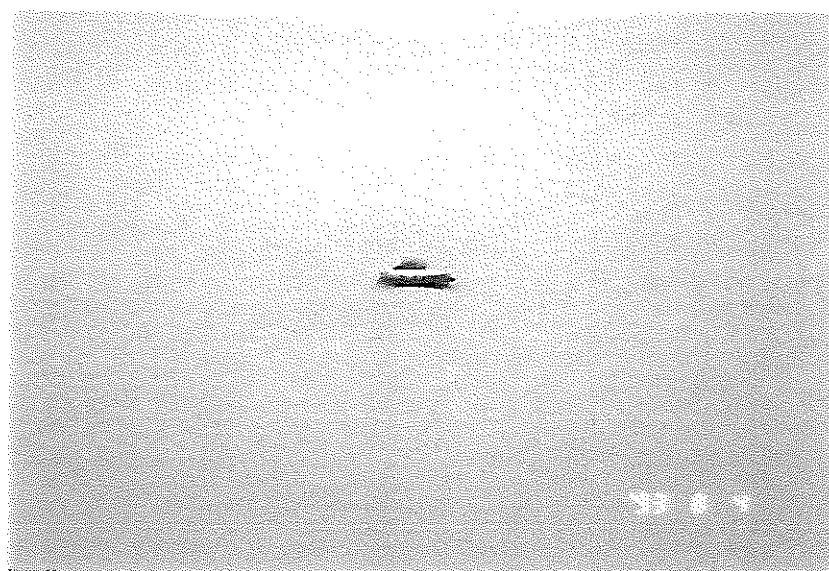


裏

写真110 リチウム中1200℃、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片

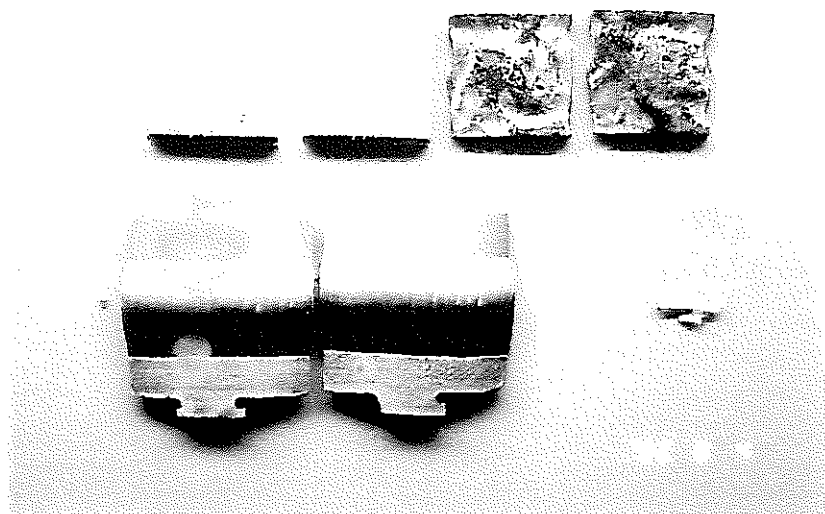


表

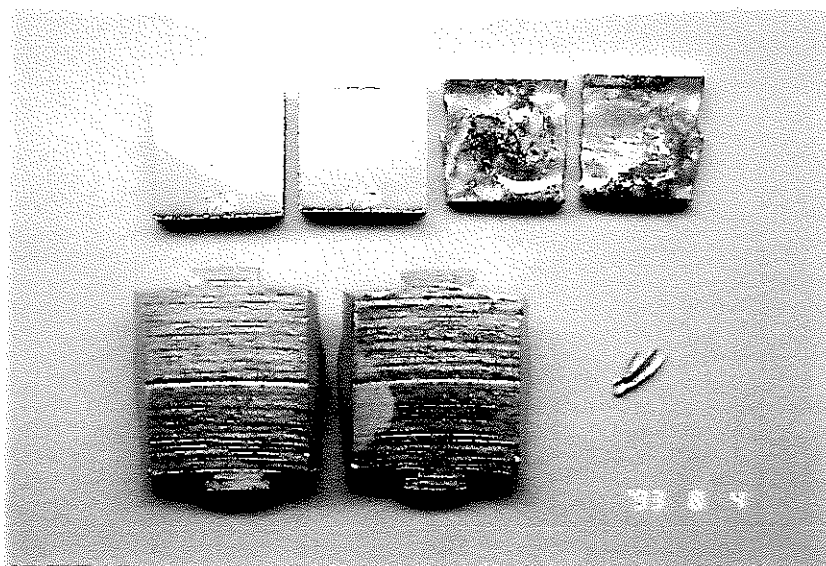


裏

写真111 リチウム中1200℃、100時間加熱後のインコイロリング試験片



表



裏

写真112 リチウム中1200℃、100時間加熱後のインコイロリング試験片

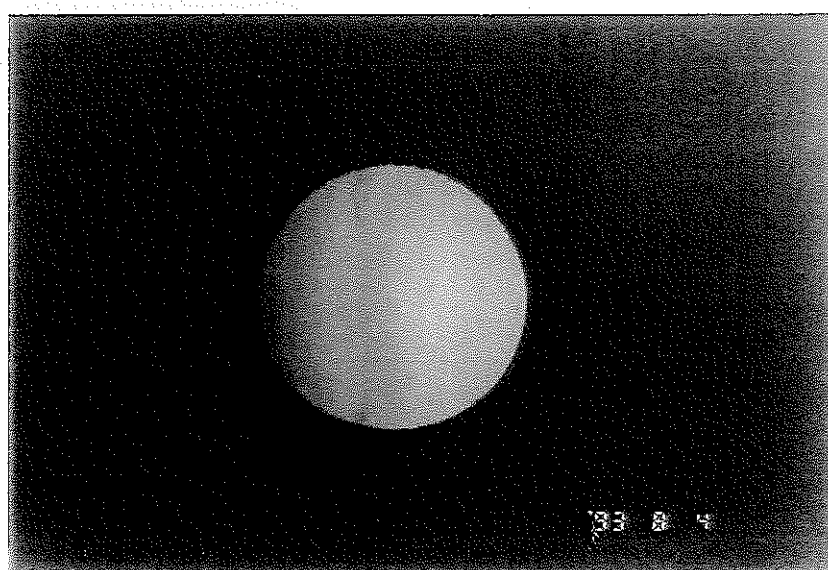
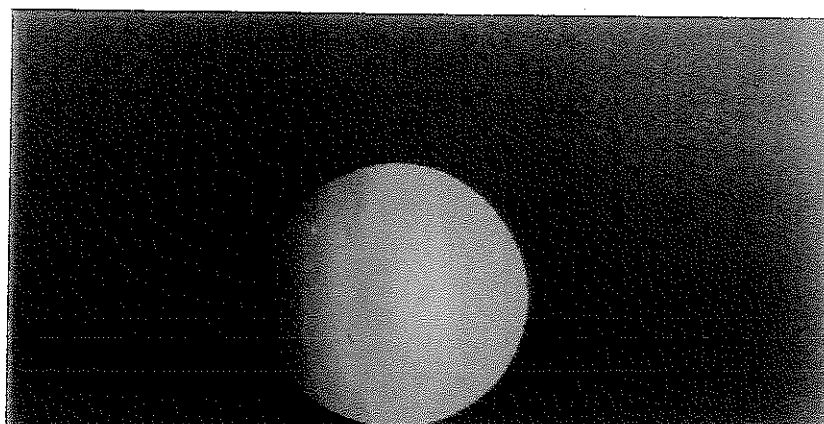
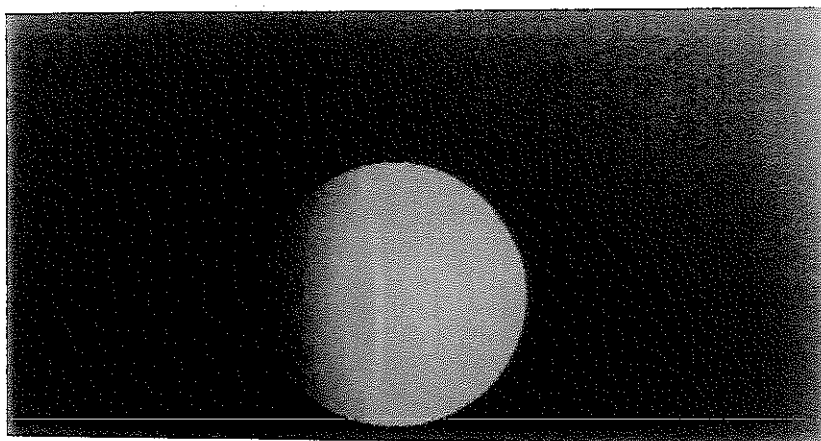
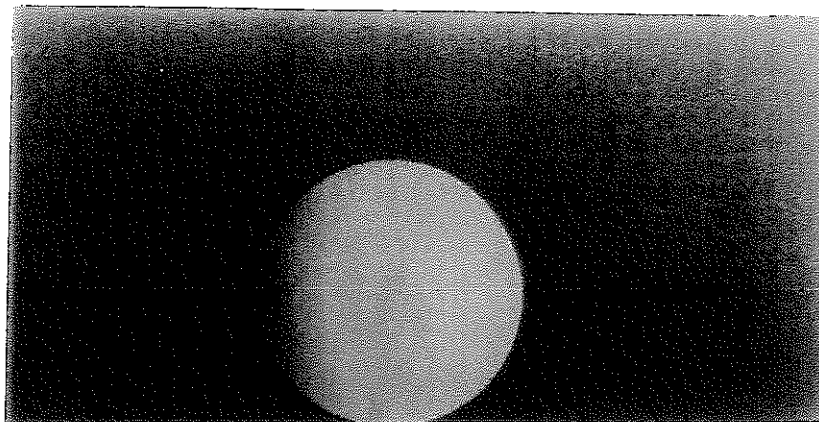


写真113 リチウム中1200℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部（NB-87）内面

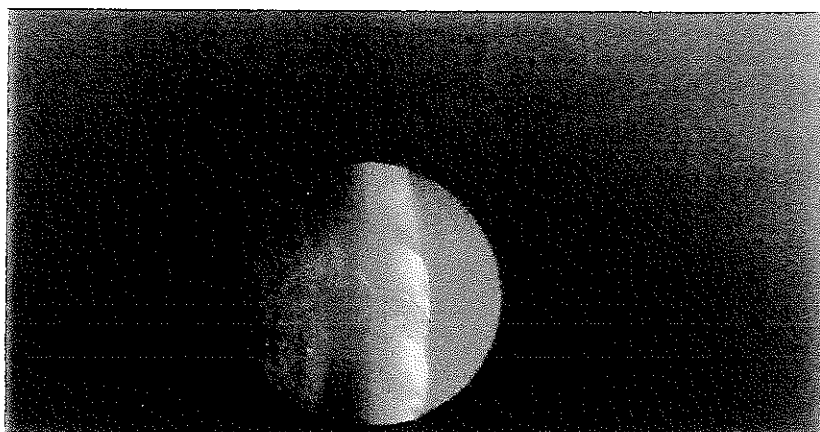
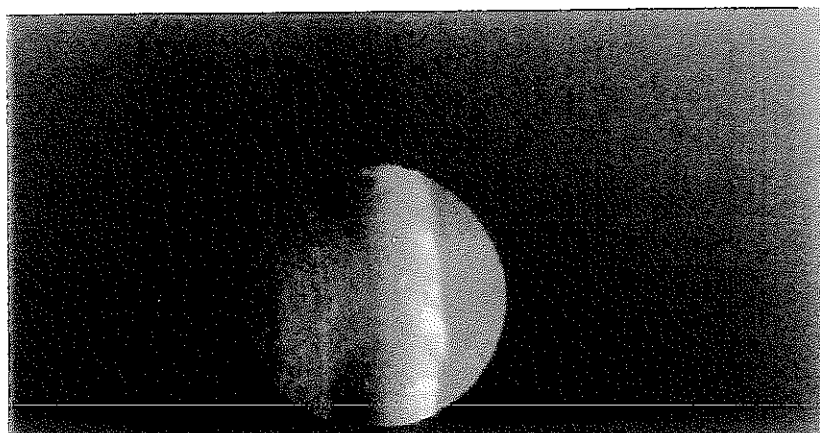
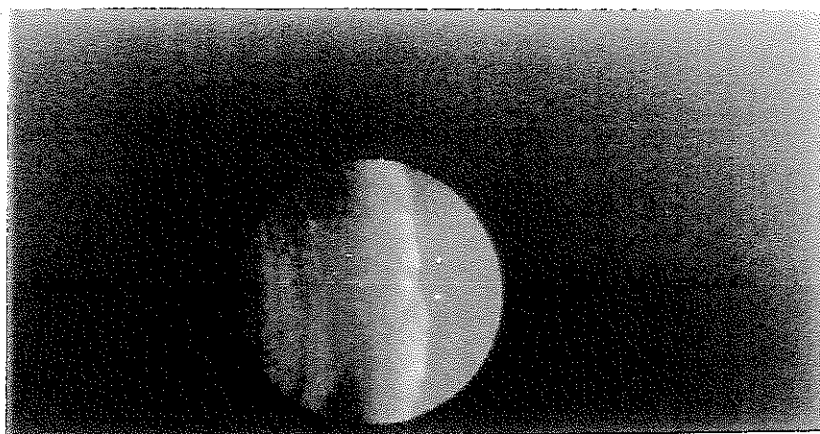
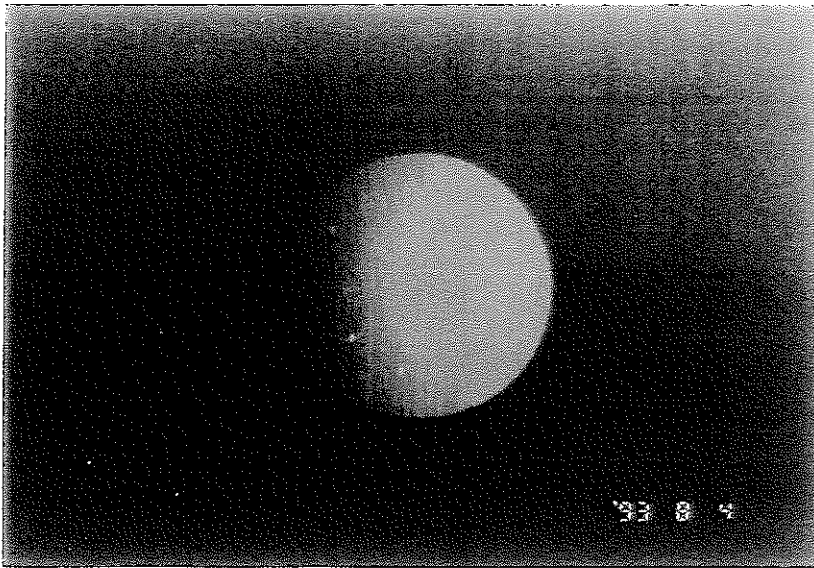
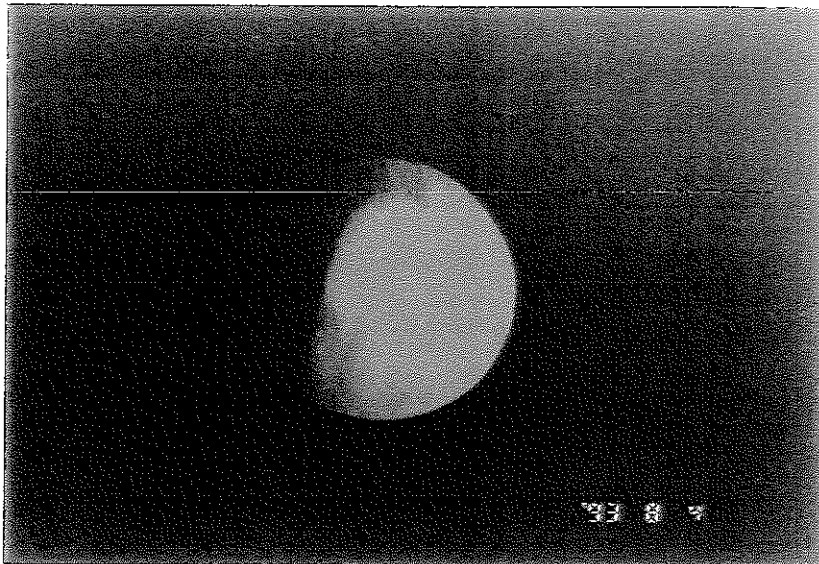


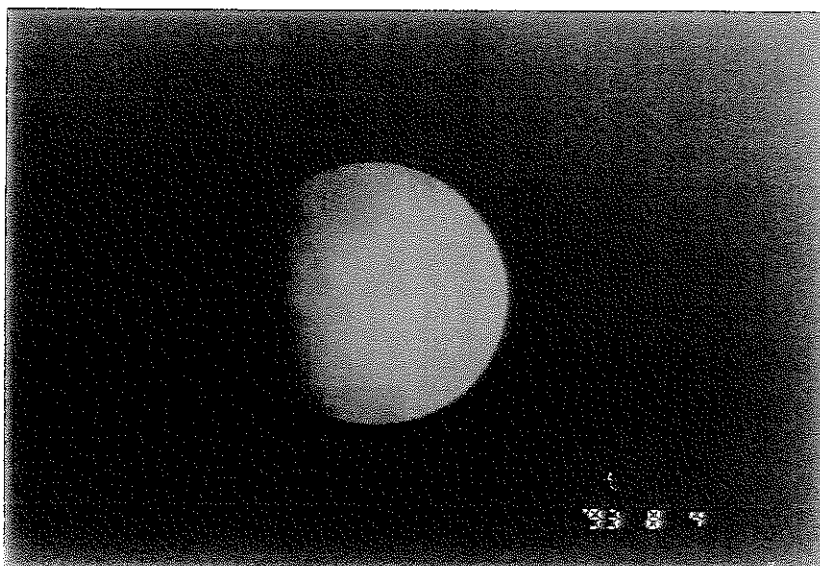
写真111 リチウム中1200°C、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部（NB 86）内面



点状の付着物
光のあて方によってキラキラと光った

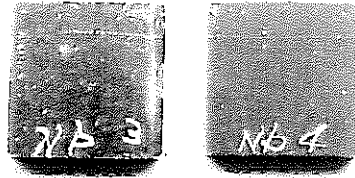


インコイロリングが付着したような盛り上がりが見られる

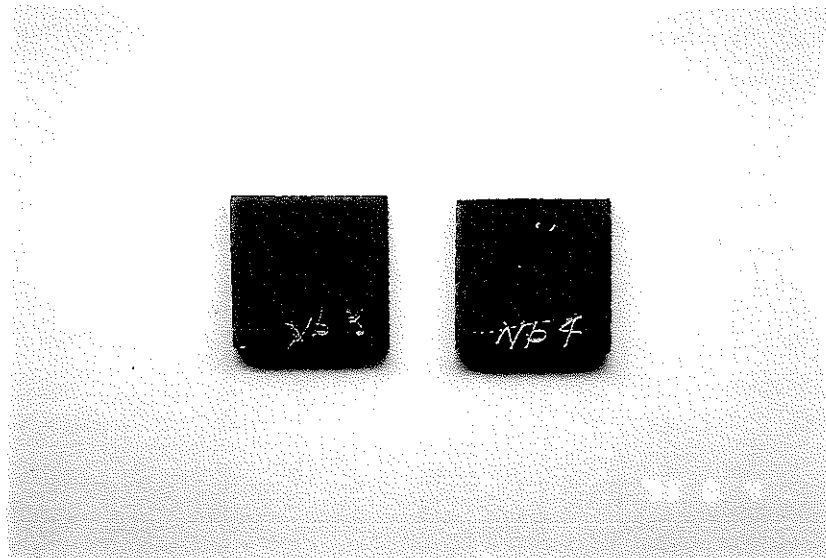


同 上

写真115 リチウム中200℃、100時間加熱後のキャプセル内面

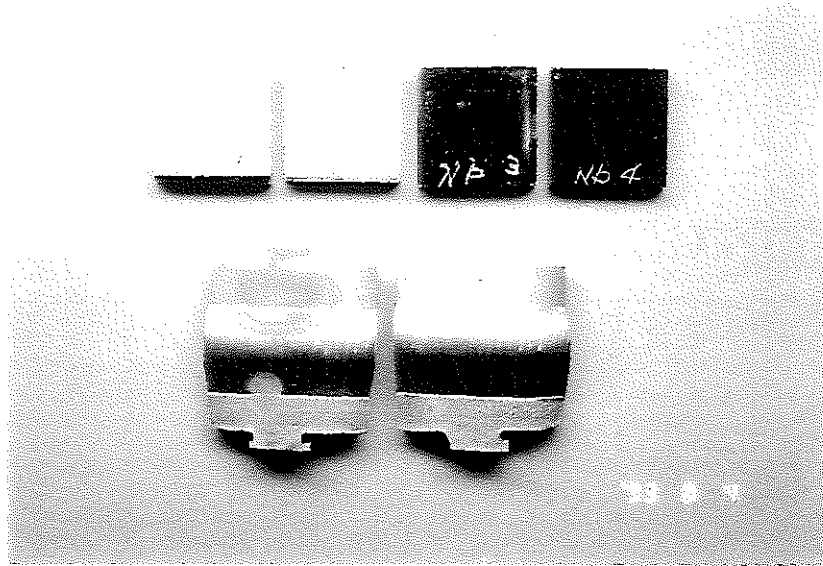


表

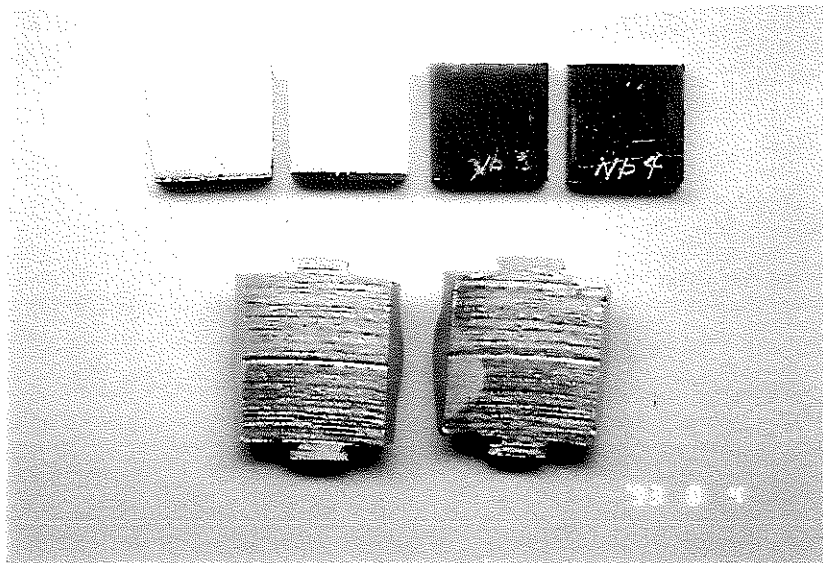


裏

写真116 新規Nb-Zr試験片
(1230°C (炉内1200°C), 100時間試験前)



表



裏

写真117 リチウム中1230°C (炉内1230°C), 100時間試験前の試験片一式 (全てNb-Zr)

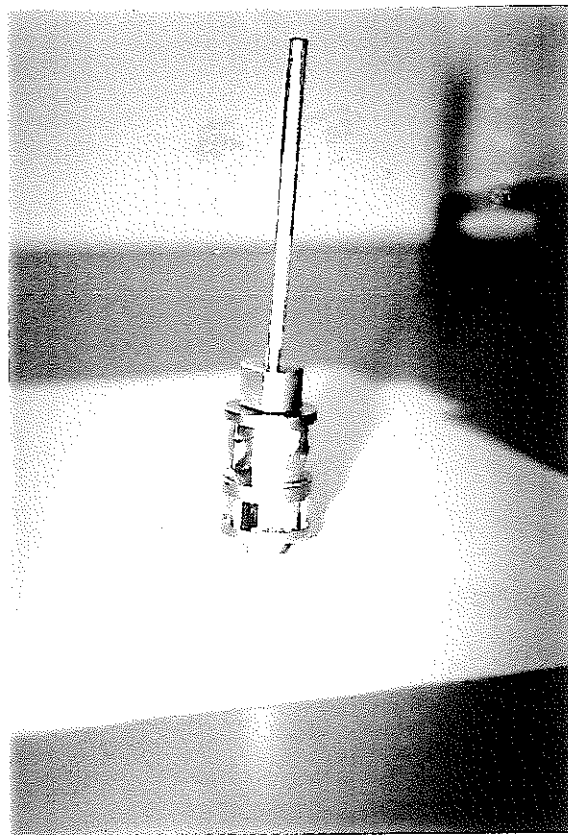


写真118 リチウム中1230°C, 100時間試験前ホルダー組立

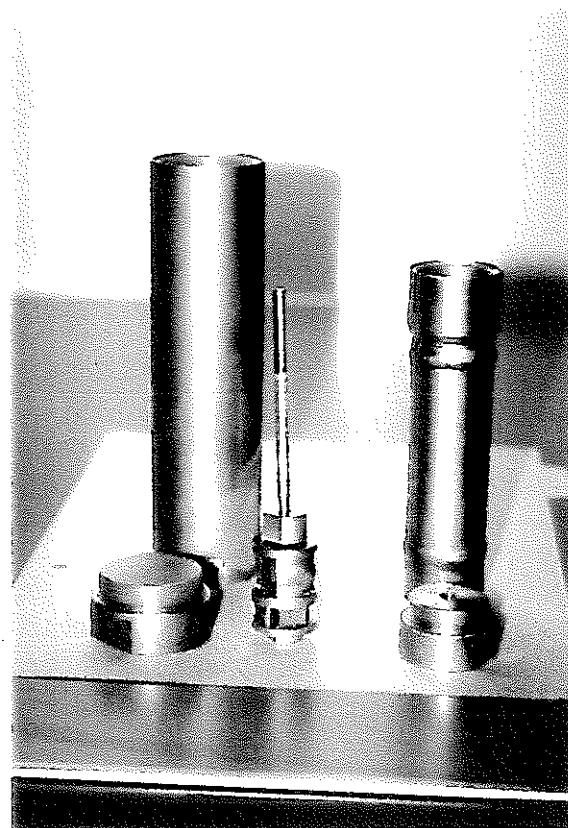


写真119 リチウム中1230°C, 100時間試験前のキャプセル等の試験部品一式

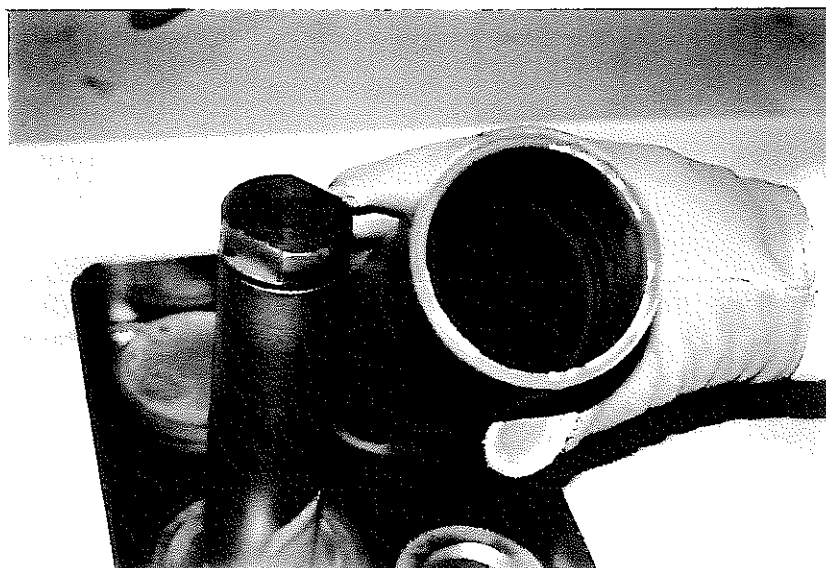


写真120 1230°C, 100時間試験後の炉心管 (アルミナ)

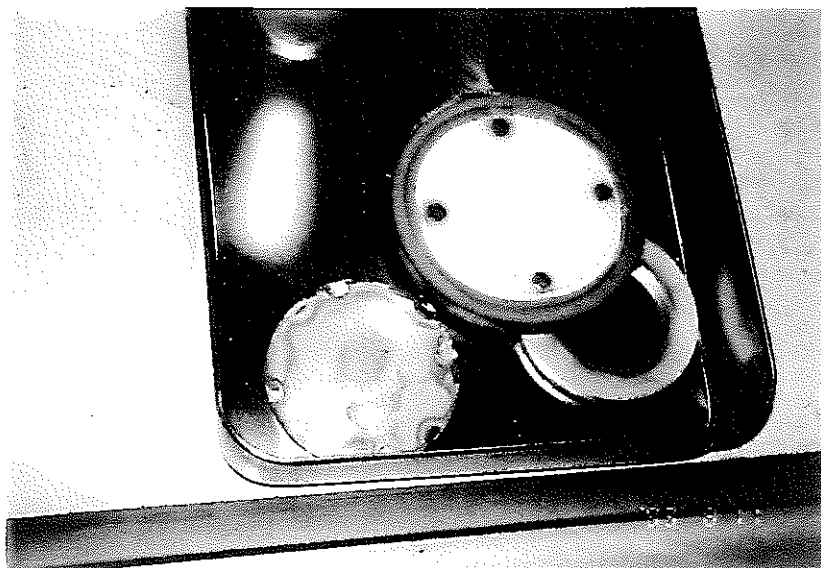


写真121 1230°C, 100時間試験後の炉心下部支持板（アルミナ）と
下部芯出し板（Nb-Zr）

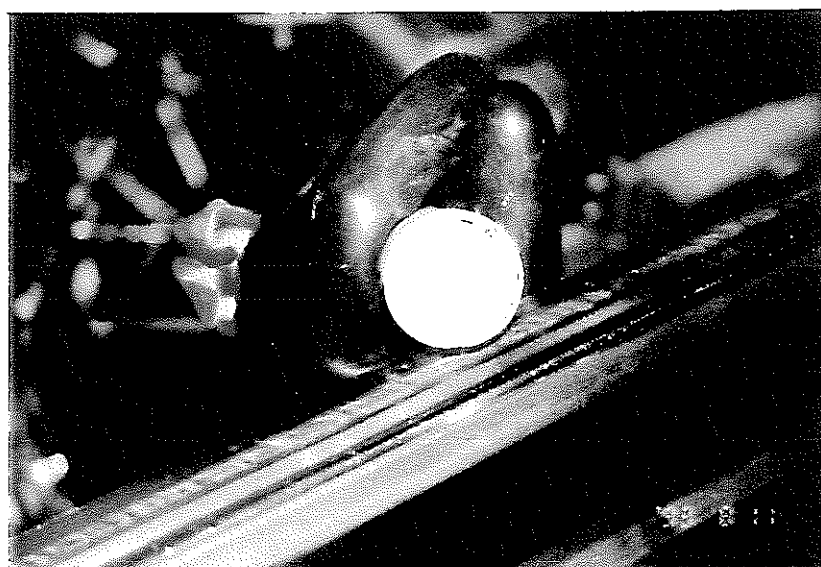
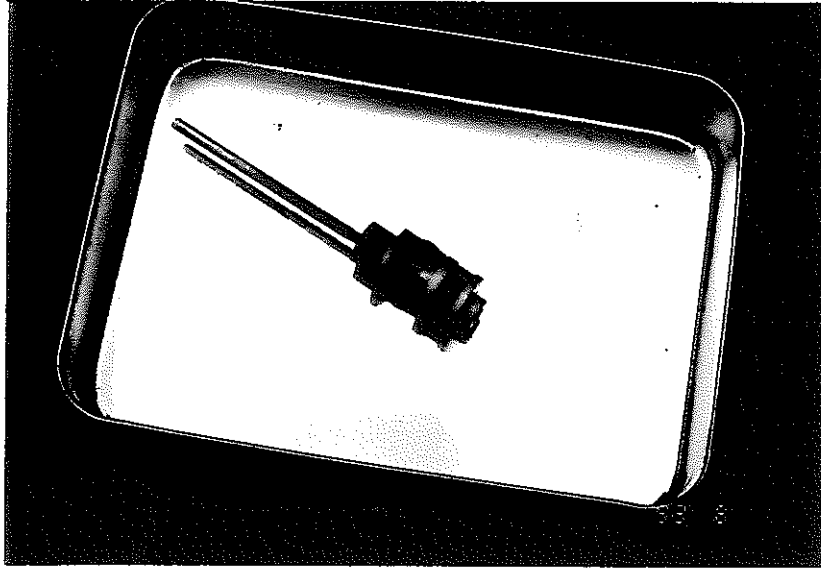


写真122 1230°C, 100時間試験後のキャプセル内リチウム



上部ほど付着物が多い

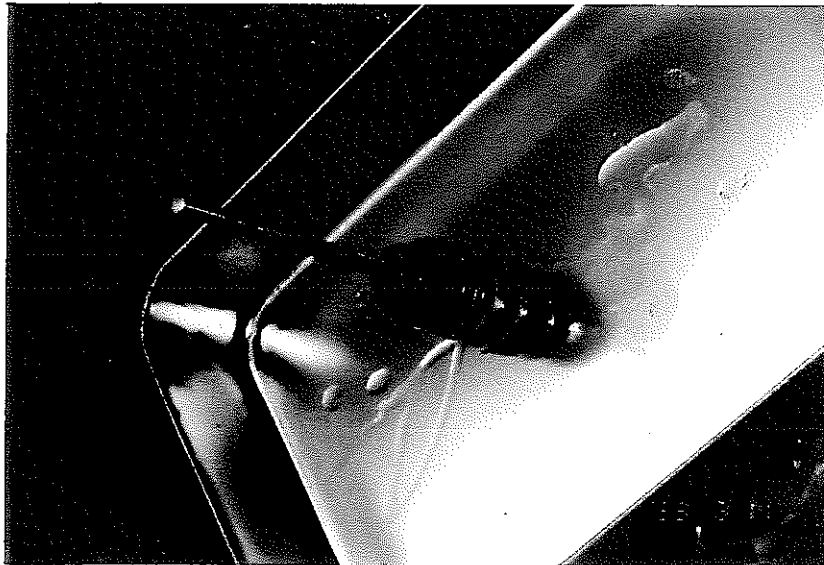
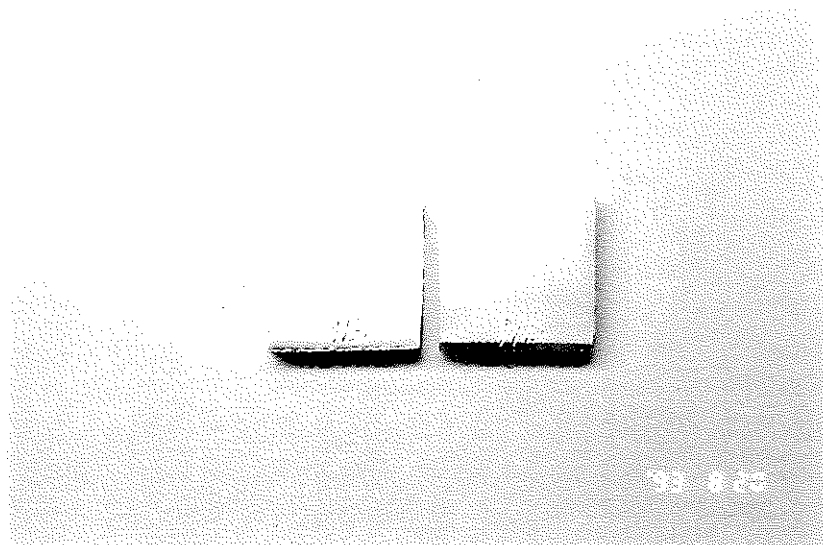
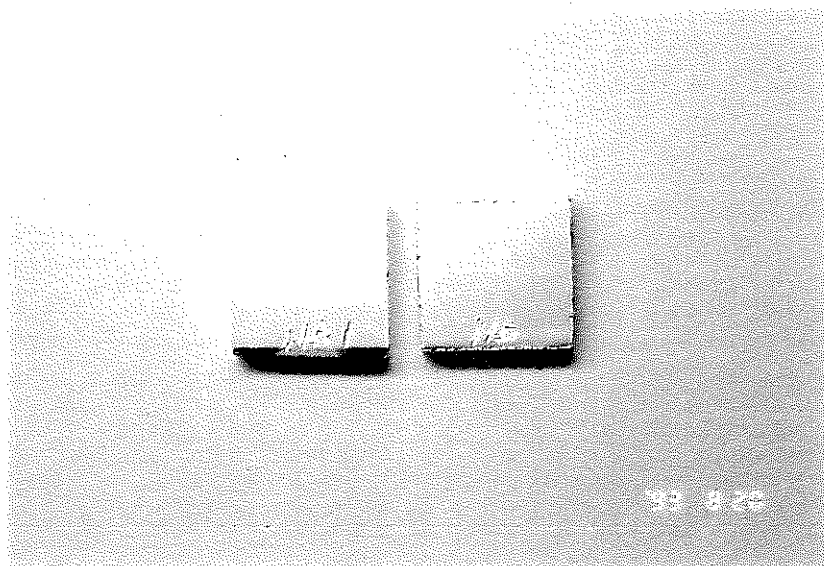


写真123 リチウム中1230℃、100時間試験後、水洗浄をした試験片ホルダー

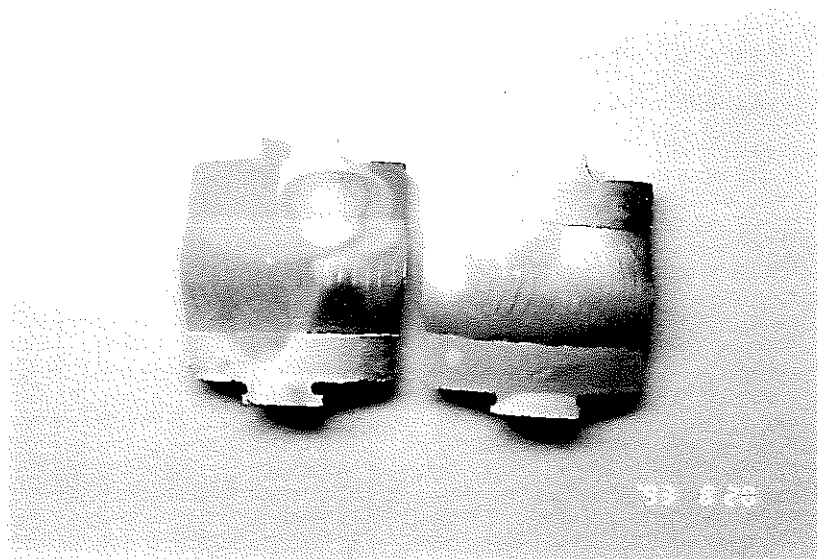


表

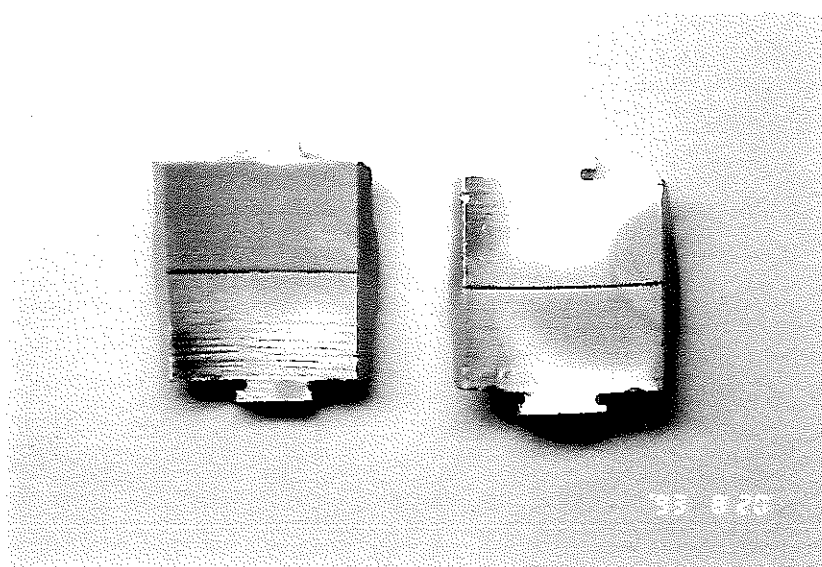


裏

写真124 リチウム中1230℃, 100時間加熱後のNb-1Zr試験片(継続試験片)

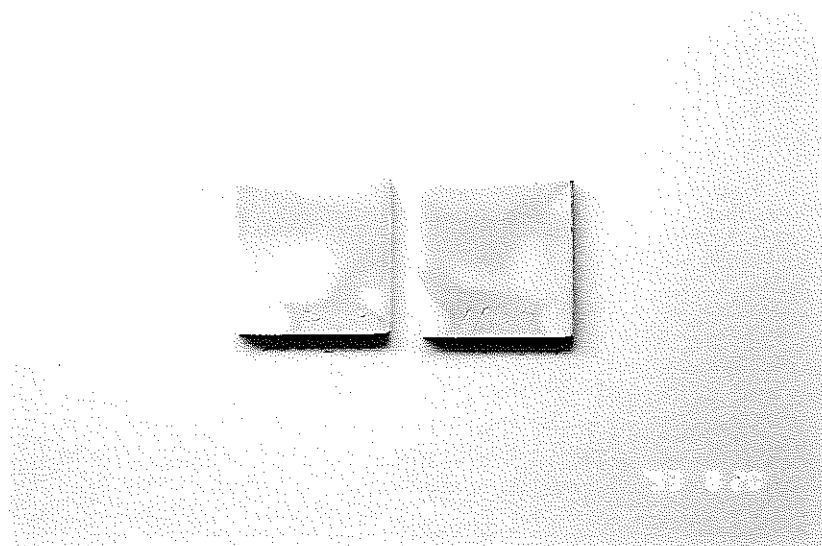


表

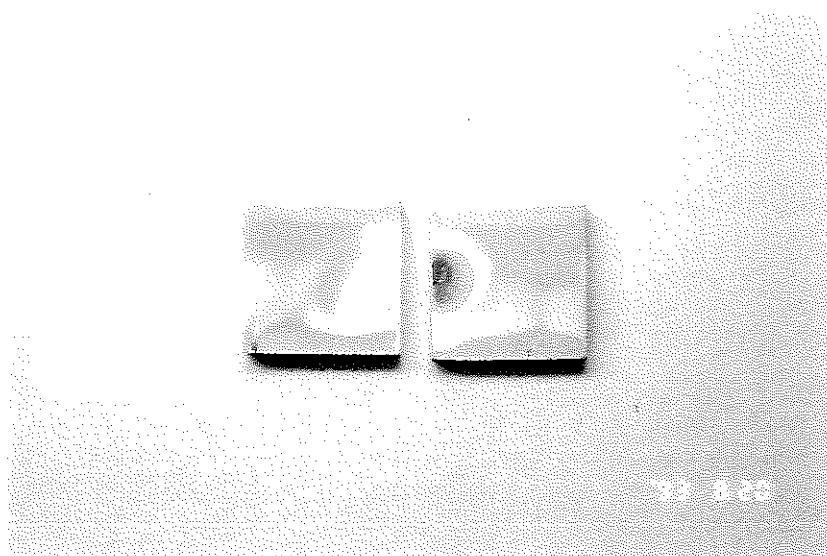


裏

写真125 リチウム中1230°C、100時間加熱後のNb-Zr溶接部試験片（継続試験片）

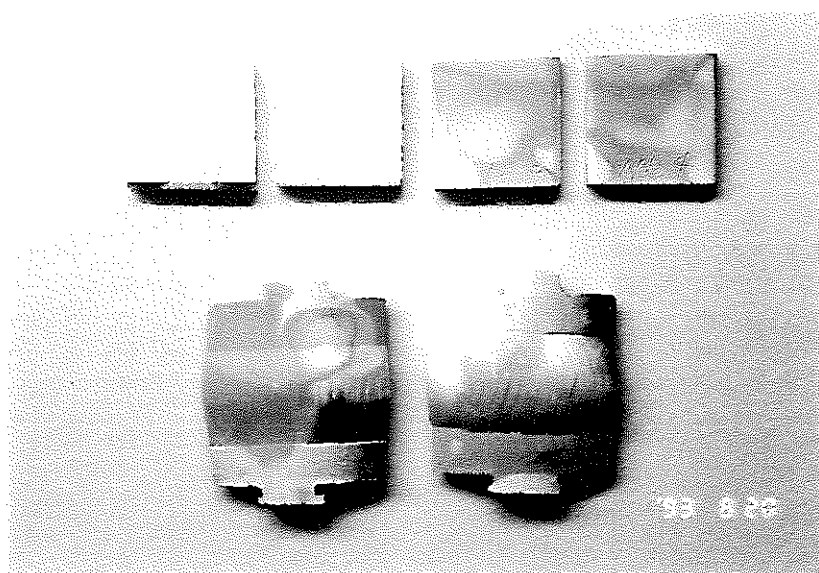


表

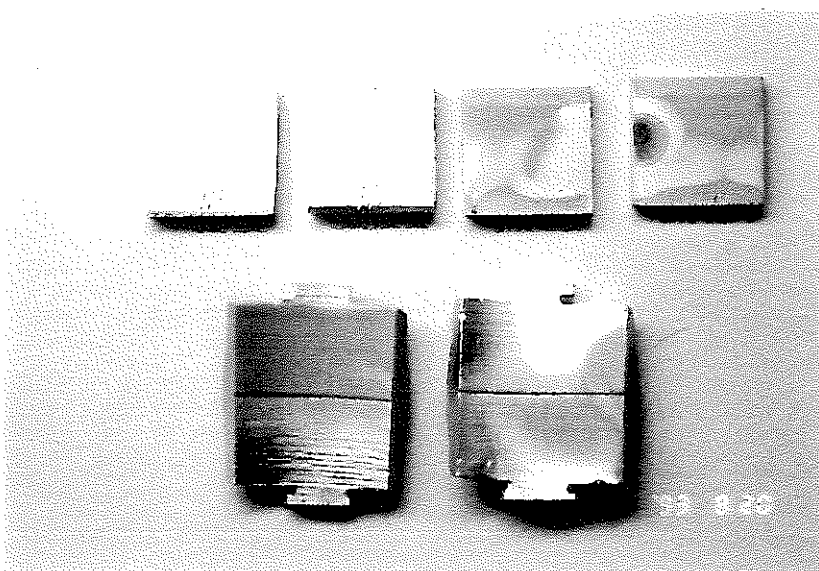


裏

写真126 リチウム中1230°C, 100時間加熱後のNb-Zr試験片 (新規試験片)



表



裏

写真127 リチウム中1230℃、100時間加熱後の試験片一式

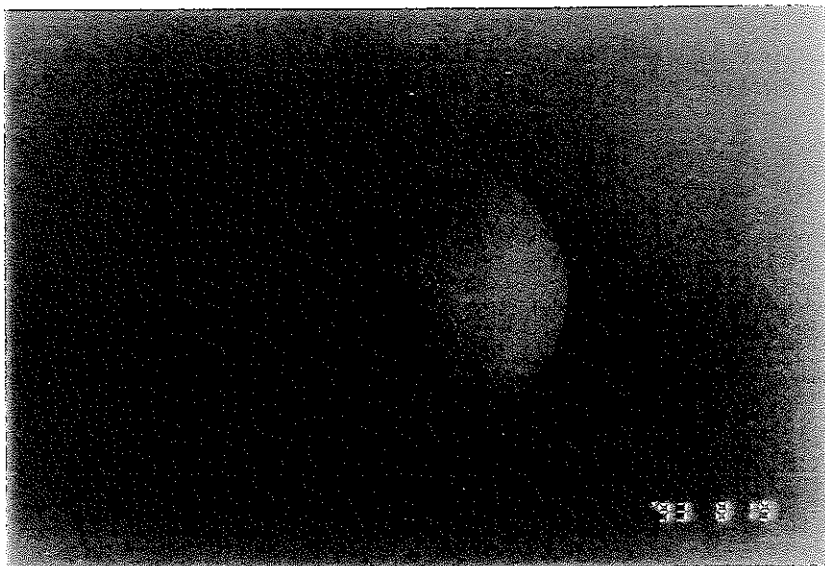
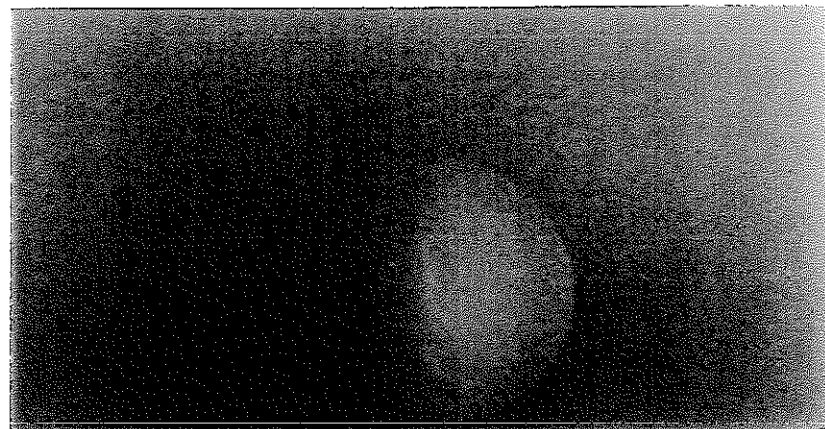
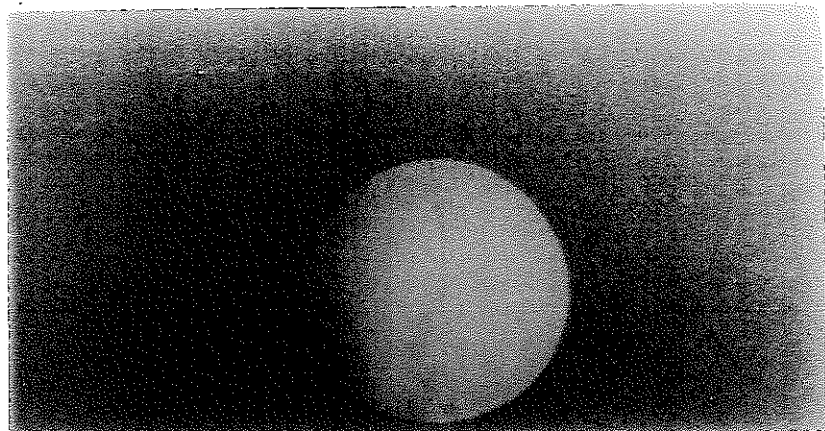


写真128 リチウム中1230℃、100時間加熱後のキャプセル上部溶接部（NB-87）内面

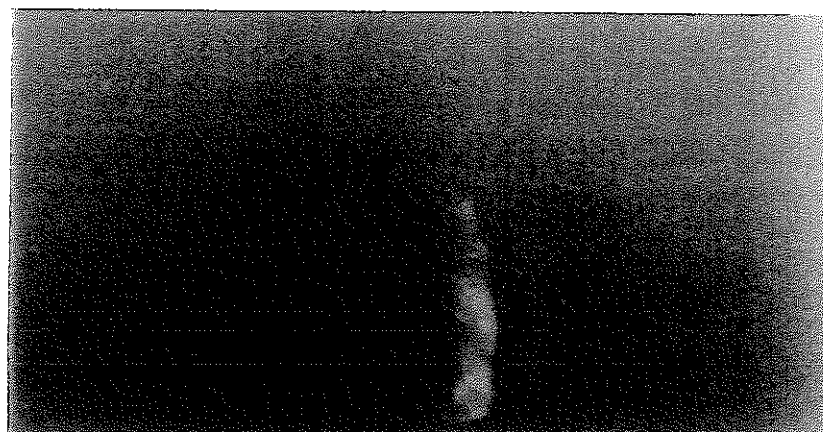
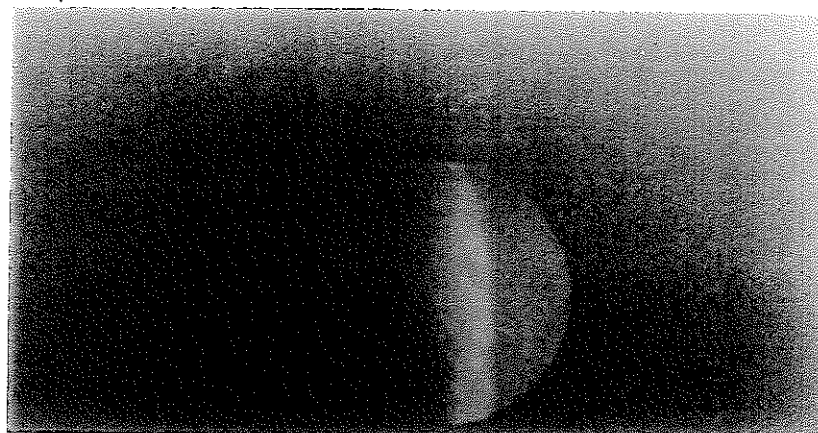
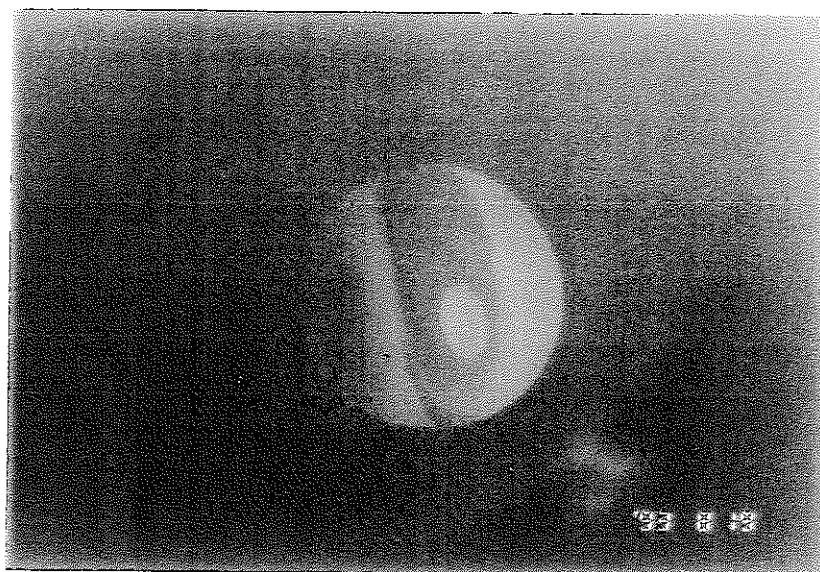


写真129 リチウム中1230℃、100時間加熱後のキャプセル下部溶接部（NB-86）内面



インコロイDリングが付着した跡と思われる

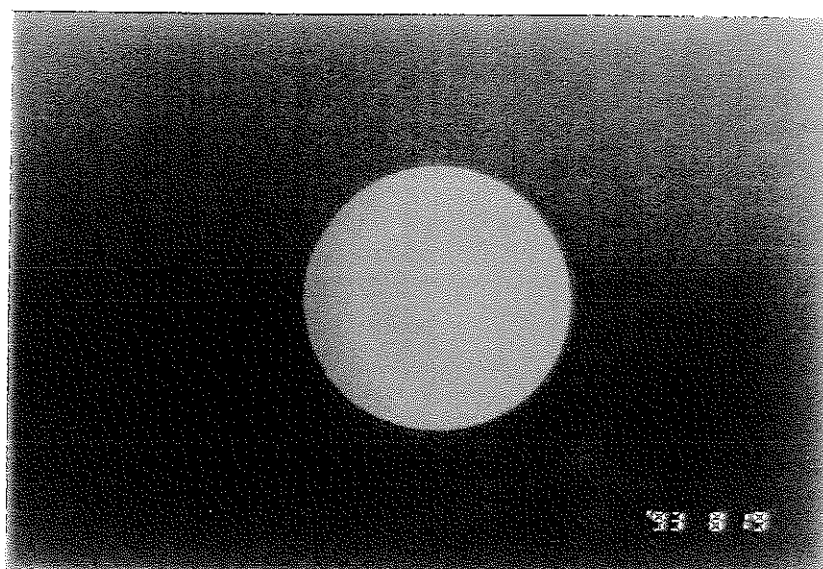


写真130 リチウム中1230°C, 100時間加熱後のキャプセル内面

添付資料 1～9

ガスクロデータ

以下のガスクロデータは、ジーエルサイエンス社製のガスクロGL-320による測定結果である。

分析精度は、酸素および窒素のガス濃度で100ppm以上であり、本試験での分析ガス濃度約50ppm以下の測定は困難であった。

なお、ガスクロの切替え弁に漏れがあったためか、実際の酸素、窒素のピークのあとにもピークが現れた。これは空気の混入によるものと思われる。

各ガス成分に対するリテンションタイム(分)は以下のとおり。

水素(H₂) — 0.46

酸素(O₂) — 0.74

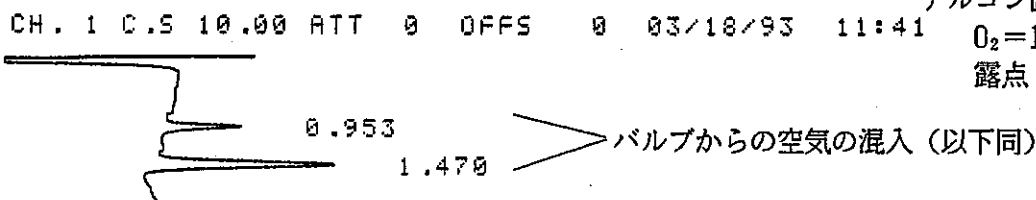
窒素(N₂) — 1.20

添付資料 1

試験 1

500°C 50hr加熱試験のための試料の組込み

1.2×10⁻¹ Torr真空引き後
アルゴン置換
O₂=13ppm
露点 -44°C



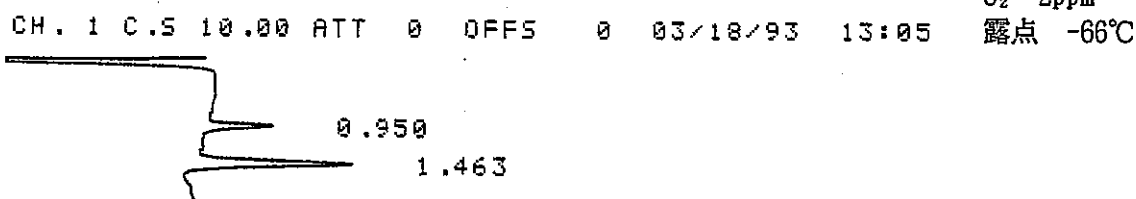
D-2500 03/18/93 11:41

METHOD: TAG: 5 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.953	278	28.958	BB
2	1.470	682	71.042	BB
TOTAL		960	100.000	
PEAK REJ :		0		

アルゴン精製系作動
O₂=2ppm
露点 -66°C



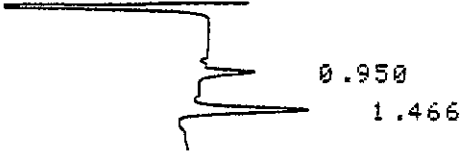
D-2500 03/18/93 13:05

METHOD: TAG: 6 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.950	237	23.304	BB
2	1.463	780	76.696	BB
TOTAL		1017	100.000	
EAK REJ :		0		

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 03/18/93 13:24



O₂=1.25ppm
露点 -66°C
→リチウム溶融(16g)
加熱中リチウム表面, ややく
もりを帯びた。
(推定N₂:50ppm)

D-2500

03/18/93 13:24

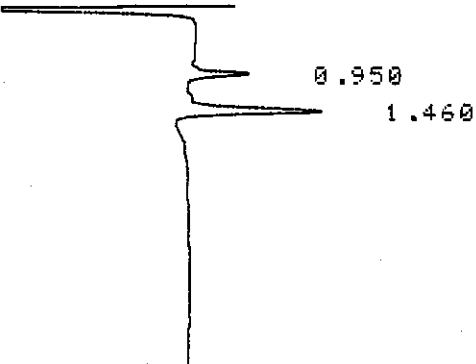
METHOD: TAG: 7 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.950	178	22.560	BB
2	1.466	611	77.440	BB
TOTAL		789	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム溶融後
O₂=0.85ppm
露点 -16°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 03/18/93 14:11



D-2500

03/18/93 14:11

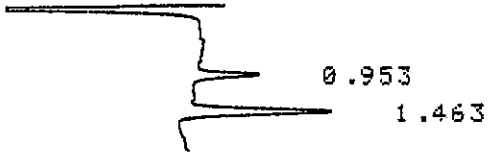
METHOD: TAG: 8 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.950	41	5.702	BB
2	1.460	678	94.298	BB
TOTAL		719	100.000	
PEAK REJ :		0		

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 03/18/93 14:17

O₂=0.6ppm
露点 -16°C



D-2500

03/18/93 14:17

METHOD: TAG: 9 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.953	226	32.565	BB
2	1.463	468	67.435	BB
TOTAL		694	100.000	
PEAK REJ :		0		

試料組込み後
O₂=2.6ppm
露点 -22°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 03/18/93 16:00



D-2500

03/18/93 16:00

METHOD: TAG: 10 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.953	219	29.959	BB
2	1.463	512	70.041	BB
TOTAL		731	100.000	
PEAK REJ :		0		

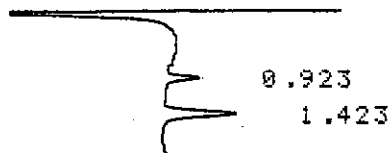
添付資料 2

試験 2

600°C 100hr加熱試験のための試料の組込み

1 × 10⁻¹ Torr 真空引き後
アルゴン置換
O₂=5ppm
水分=-45°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 11:28



D-2500

04/05/93 11:28

METHOD: TAG: 9 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.923	105	25.926	BB
2	1.423	300	74.074	BB
TOTAL		405	100.000	

PEAK REJ : 0

O₂=8ppm
水分=-43°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 13:17



D-2500

04/05/93 13:17

METHOD: TAG: 10 CH: 1

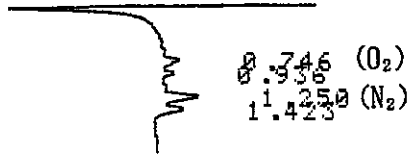
FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.923	78	24.451	BB
2	1.413	241	75.549	BB
TOTAL		319	100.000	

PEAK REJ : 0

アルゴン精製系作動
 O₂=1.4ppm
 水分=-57°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 13:29



D-2500

04/05/93 13:29

METHOD: TAG: 11 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.746	49	15.556	BB
2	0.936	52	16.508	BB
3	1.250	193	61.270	BB
4	1.423	21	6.667	BB

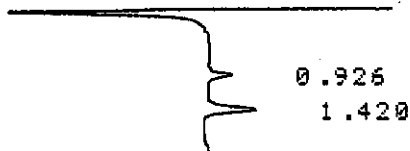
TOTAL

315 100.000

PEAK REJ : 0

O₂=1.45ppm
 →リチウム溶融(16g)
 加熱中, リチウム表面は
 銀光沢のまま
 推定 N₂ 20ppm

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 13:31



D-2500

04/05/93 13:31

METHOD: TAG: 12 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.926	72	21.557	BB
2	1.420	262	78.443	BB

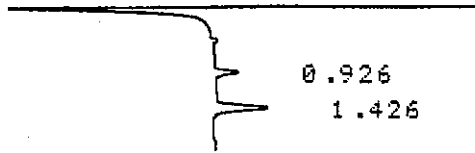
TOTAL

334 100.000

PEAK REJ : 0

リチウム溶融後
 O₂=0.14ppm
 水分=-21°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 14:06



D-2500

04/05/93 14:06

METHOD: TAG: 14 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.926	84	29.577	BB
2	1.426	200	70.423	BB
TOTAL		284	100.000	
PEAK REJ :		0		

水分=-28°C
 O₂=2ppm
 →キャプセル組立て

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/05/93 16:05



D-2500

04/05/93 16:05

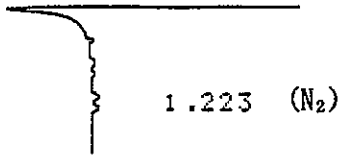
METHOD: TAG: 15 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.926	123	40.594	BB
2	1.416	180	59.406	BB
TOTAL		303	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=11.1ppm
水分=-36°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/06/93 11:25



D-2500

04/06/93 11:25

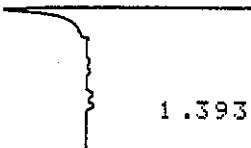
METHOD: TAG: 4 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.223	82	100.000	BB
TOTAL		82	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=11ppm
水分=-36°C
→リチウム分析へ

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/06/93 11:28



D-2500

04/06/93 11:28

METHOD: TAG: 5 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.393	8	100.000	BB
TOTAL		8	100.000	
PEAK REJ :		0		

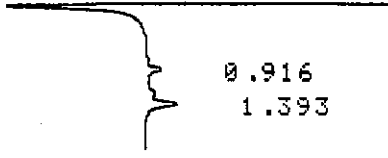
添付資料3

試験3 700°C, 100hr加熱試験のための試料の組込み

9×10⁻² Torr真空引き後
Ar置換

O₂=18ppm
水分=-45°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 11:31



D-2500

04/19/93 11:31

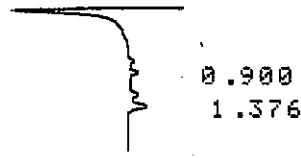
METHOD: TAG: 5 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.916	43	27.044	BB
2	1.393	116	72.956	BB
TOTAL		159	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=18ppm
水分=-43°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 13:37



D-2500

04/19/93 13:37

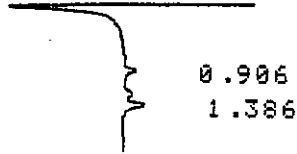
METHOD: TAG: 7 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.900	29	32.955	BB
2	1.376	59	67.045	BB
TOTAL		88	100.000	
PEAK REJ :		0		

アルゴン精製系作動
 O₂= 1ppm
 水分=-59°C
 →リチウム溶融

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 13:57



D-2500

04/19/93 13:57

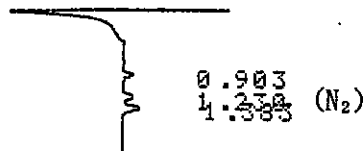
METHOD: TAG: 9 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.906	82	45.810	BB
2	1.386	97	54.190	BB
TOTAL		179	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム溶融後
 O₂=0.7ppm
 水分=-29°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 14:41



D-2500

04/19/93 14:41

METHOD: TAG: 10 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.903	43	22.751	BB
2	1.230	58	30.688	BB
3	1.383	88	46.561	BB
TOTAL		189	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム溶融後放置
 O₂=0.6ppm
 水分=-21°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 14:43



D-2500

04/19/93 14:43

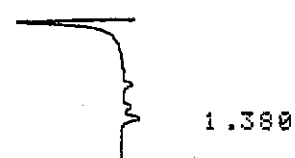
METHOD: TAG: 11 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.383	38	100.000	BB
TOTAL		38	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=1.2ppm
 水分=-62°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 04/19/93 15:10



D-2500

04/19/93 15:10

METHOD: TAG: 12 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.380	12	100.000	BB
TOTAL		12	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料 4

試験 4 800°C, 100hr加熱試験のための試料の組み込み

1 × 10⁻¹ Torr真空引き後
アルゴン置換
O₂=5ppm
水分=-46°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 11:31



D-2500

05/10/93 11:31

METHOD: TAG: 6 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.920	211	32.312	BB
2	1.403	442	67.688	BB
TOTAL		653	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=5ppm
水分=-46°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 11:33



D-2500

05/10/93 11:33

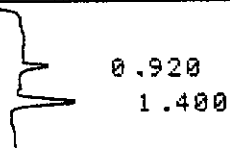
METHOD: TAG: 7 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.920	105	20.388	BB
2	1.193	68	13.204	BB
3	1.406	342	66.408	BB
TOTAL		515	100.000	
EAK REJ :		0		

アルゴン精製系作動
 O₂=1.2ppm
 水分=-57°C
 →リチウム熔融

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 13:31



D-2500

05/10/93 13:31

METHOD: TAG: 13 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

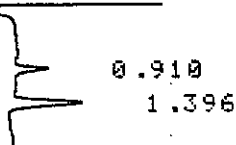
NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.920	40	20.101	BB
2	1.400	159	79.899	BB

TOTAL

PEAK REJ : 0 199 100.000

リチウム熔融後
 O₂=1ppm
 水分=-29°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 13:53



D-2500

05/10/93 13:53

METHOD: TAG: 14 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.910	109	30.447	BB
2	1.396	249	69.553	BB

TOTAL

PEAK REJ : 0 358 100.000

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 14:50
 O₂=1.2ppm
 水分=-35°C
 →キャプセル施栓



D-2500 05/10/93 14:50

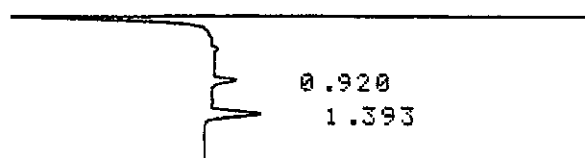
METHOD: TAG: 17 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.913	89	22.195	BB
2	1.390	312	77.805	BB
TOTAL		401	100.000	
PEAK REJ :		0		

キャプセル施栓後
 O₂=1.6ppm
 水分=-36°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/10/93 15:07



D-2500 05/10/93 15:07

METHOD: TAG: 18 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.920	109	29.539	BB
2	1.393	260	70.461	BB
TOTAL		369	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料 5

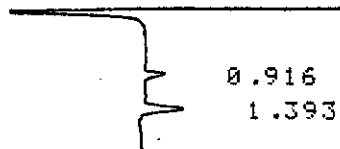
試験 5 900°C, 100hr加熱試験のための試料の組み込み

7.5×10⁻² Torr真空引き後
アルゴン置換

O₂=10ppm

水分=-46°C

CH. 1 C.5 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 13:30



D-2500

05/24/93 13:30

METHOD: TAG: 1 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.916	52	26.667	BB
2	1.393	143	73.333	BB
TOTAL		195	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=9ppm
水分=-46°C

CH. 1 C.5 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 13:32



D-2500

05/24/93 13:32

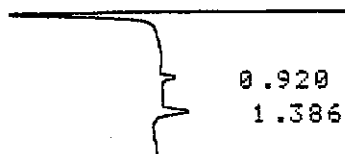
METHOD: TAG: 2 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.923	82	43.617	BB
2	1.393	106	56.383	BB
TOTAL		188	100.000	
PEAK REJ :		0		

アルゴン精製系作動
 O₂=1.3ppm
 水分=-59°C
 →リチウム溶融

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 13:53



D-2500

05/24/93 13:53

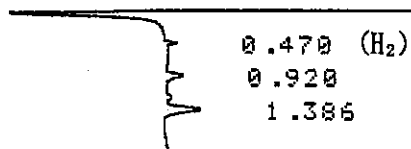
METHOD: TAG: 5 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.920	122	40.264	BB
2	1.386	181	59.736	BB
TOTAL		303	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム溶融後
 O₂=0.12ppm
 水分=-29°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 14:21



D-2500

05/24/93 14:21

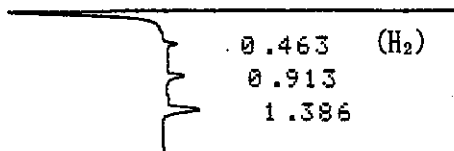
METHOD: TAG: 6 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.470	61	19.935	BB
2	0.920	105	34.314	BB
3	1.386	140	45.752	BB
TOTAL		306	100.000	
PEAK REJ :		0		

キャプセル施栓
 O₂=0.33ppm
 水分=-34°C

CH. 1 C.5 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 14:56



D-2500

05/24/93 14:56

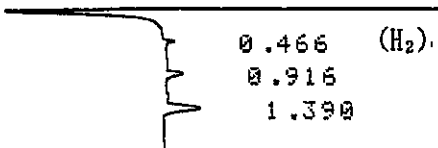
METHOD: TAG: 8 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.463	34	17.895	BB
2	0.913	43	22.632	BB
3	1.386	113	59.474	BB
TOTAL		190	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=0.28ppm
 水分=-34°C

CH. 1 C.5 10.00 ATT 0 OFFS 0 05/24/93 15:02



D-2500

05/24/93 15:02

METHOD: TAG: 9 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.466	7	3.349	BB
2	0.916	59	28.230	BB
3	1.390	143	68.421	BB
TOTAL		209	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料6

試験6 1000℃, 100hr加熱試験のための試料の組み込み

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 06/07/93 13:20

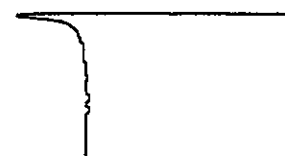
1×10⁻¹ Torr真空引き後
Ar置換
O₂=7ppm
水分=-48℃



NO PEAKS

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 06/07/93 13:29

アルゴン精製系作動
O₂=1ppm
水分=-59℃
→リチウム溶融



NO PEAKS

リチウム熔融後

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 06/07/93 14:00

O₂=0.2ppm
水分=-35°C

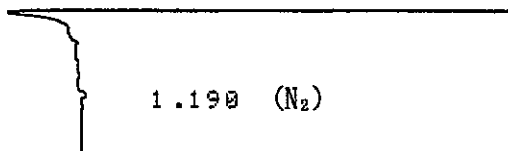


NO PEAKS

キャプセル施栓

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 06/07/93 14:53

O₂=1ppm
水分=-39ppm



D-2500

06/07/93 14:53

METHOD: TAG: 14 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

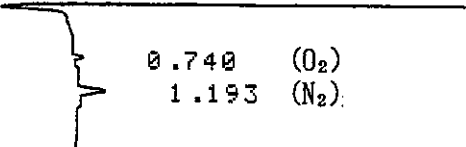
NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.190	81	100.000	BB
TOTAL		81	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料 7

試験 7 1100°C, 100hr加熱試験のための試料の組込み

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/08/93 10:44

8.3×10⁻² Torr真空引き
アルゴン置換
O₂=3.4ppm
水分=-47°C



D-2500 07/08/93 10:44

METHOD: TAG: 9 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.740	93	31.633	BB
2	1.193	201	68.367	BB
TOTAL		294	100.000	
PEAK REJ :		0		

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/08/93 11:13

O₂=0.5ppm
水分=-57°C
キャプセル内で
リチウム 16g熔融
→試験片組込



D-2500 07/08/93 11:13

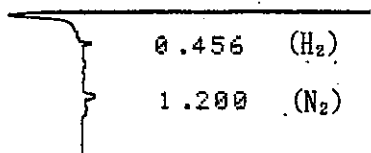
METHOD: TAG: 13 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.193	33	100.000	BB
TOTAL		33	100.000	
PEAK REJ :		0		

試験片組込後
 O₂=0.03ppm
 水分=-32°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/08/93 11:42



D-2500

07/08/93 11:42

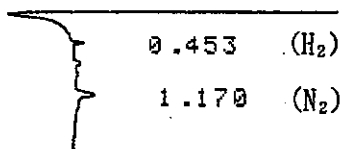
METHOD: TAG: 17 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.456	31	40.260	BB
2	1.200	46	59.740	BB
TOTAL		77	100.000	
PEAK REJ :		0		

O₂=3.3ppm
 水分=-41°C
 キャプセル施栓

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/08/93 14:58



D-2500

07/08/93 14:58

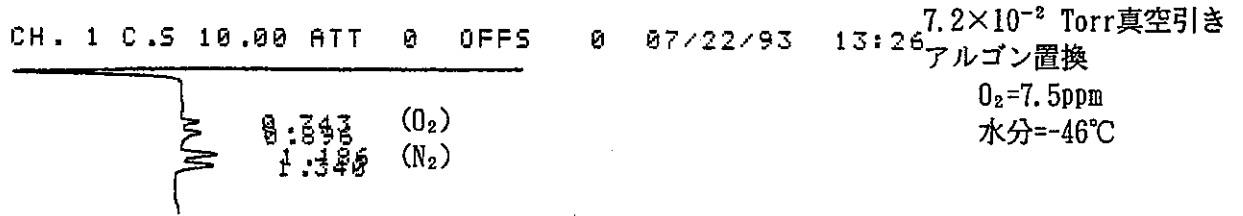
METHOD: TAG: 19 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.453	110	44.534	BB
2	1.170	137	55.466	BB
TOTAL		247	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料 8

試験 8 1200°C, 100hr加熱試験のための試料の組込み



D-2500 07/22/93 13:26

METHOD: TAG: 7 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.743	69	12.278	BB
2	0.896	128	22.776	BB
3	1.186	187	33.274	BB
4	1.340	178	31.673	BB

TOTAL 562 100.000
PEAK REJ : 0

アルゴン精製系を作動
O₂=0.5ppm
水分=-59°C
キャプセル内でリチウム
16g溶融

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/22/93 13:48



D-2500 07/22/93 13:48

METHOD: TAG: 10 CH: 1

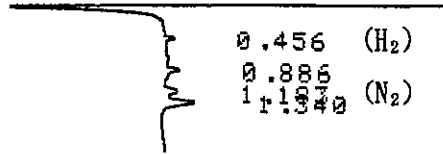
FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.733	36	11.502	BB
2	0.893	37	11.021	BB
3	1.190	176	56.230	BB
4	1.343	64	20.447	BB

TOTAL 313 100.000
PEAK REJ : 0

リチウム 16g 溶融後
 O₂=0.01ppm
 水分=-30°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/22/93 14:24



D-2500

07/22/93 14:24

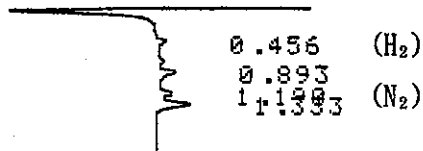
METHOD: TAG: 13 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.456	69	21.905	BB
2	0.886	66	20.952	BB
3	1.183	72	22.857	BB
4	1.340	108	34.286	BB
TOTAL		315	100.000	
PEAK REJ :		0		

キャプセル施栓
 O₂=0.4ppm
 水分=-37°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 07/22/93 15:09



D-2500

07/22/93 15:09

METHOD: TAG: 15 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

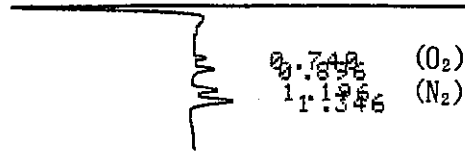
NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.456	77	16.923	BB
2	0.893	128	28.132	BB
3	1.190	84	18.462	BB
4	1.333	166	36.484	BB
TOTAL		455	100.000	
PEAK REJ :		0		

添付資料9

試験9 1230°C, 100hr加熱試験のための試料の組込み

9×10⁻² Torr真空引き, アルゴン置換

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/05/93 13:33 O₂=12ppm
水分=-46°C



D-2500

08/05/93 13:33

METHOD: TAG: 6 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.740	27	10.800	BB
2	0.896	40	16.000	BB
3	1.196	87	34.800	BB
4	1.346	96	38.400	BB
TOTAL		250	100.000	

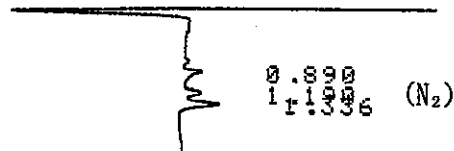
PEAK REJ : 0

アルゴン精製系作動

O₂=0.5ppm

水分=-59°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/05/93 13:51 →リチウム 16g溶融



D-2500

08/05/93 13:51

METHOD: TAG: 8 CH: 1

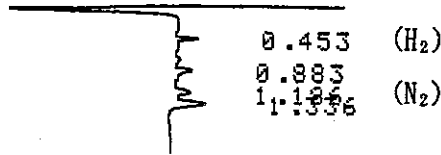
FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.890	63	38.182	BB
2	1.190	70	42.424	BB
3	1.336	32	19.394	BB
TOTAL		165	100.000	

PEAK REJ : 0

リチウム熔融後
 O₂=0.1ppm
 水分=-28℃

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/05/93 14:19



D-2500

08/05/93 14:19

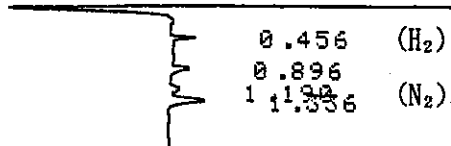
METHOD: TAG: 11 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.453	39	11.304	BB
2	0.883	53	15.362	BB
3	1.186	86	24.928	BB
4	1.336	167	48.406	BB
TOTAL		345	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム熔融冷却後
 キャプセル施栓
 O₂=1ppm
 水分=-35℃

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/05/93 15:07



D-2500

08/05/93 15:07

METHOD: TAG: 12 CH: 1

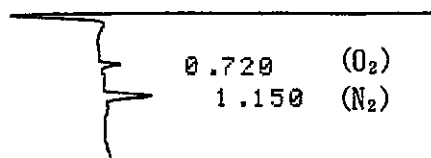
FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.456	86	23.562	BB
2	0.896	74	20.274	BB
3	1.190	54	14.795	BB
4	1.336	151	41.370	BB
TOTAL		365	100.000	
PEAK REJ :		0		

8×10^{-2} Torr真空引き, アルゴン置換

O₂=4ppm

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/11/93 11:09 水分=-51°C



D-2500

08/11/93 11:09

METHOD: TAG: 7 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.720	88	25.507	BB
2	1.150	257	74.493	BB
TOTAL		345	100.000	
PEAK REJ :		0		

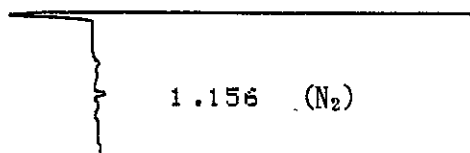
アルゴン精製系作動

O₂=0.7ppm

水分=-58°C

→リチウム 16g溶融試験片
及び分析用リチウム取出し

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/11/93 11:31



D-2500

08/11/93 11:31

METHOD: TAG: 11 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

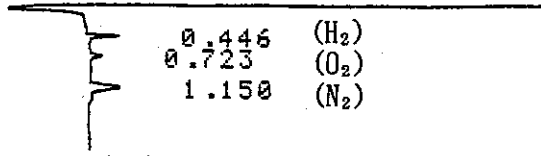
NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	1.156	28	100.000	BB
TOTAL		28	100.000	
PEAK REJ :		0		

リチウム溶融, 試験片取出し後

O₂=0.01ppm

水分=-32°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/11/93 12:08



D-2500

08/11/93 12:08

METHOD: TAG: 14 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.446	78	23.494	BB
2	0.723	87	26.205	BB
3	1.150	167	50.301	BB

TOTAL

332 100.000

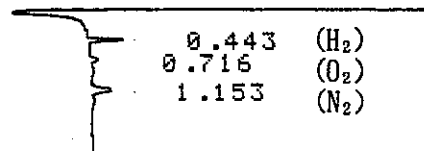
PEAK REJ : 0

採取リチウムをビニール袋
に入れシール

O₂=0.1ppm

水分=-38°C

CH. 1 C.S 10.00 ATT 0 OFFS 0 08/11/93 13:25



D-2500

08/11/93 13:25

METHOD: TAG: 16 CH: 1

FILE: 0 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.443	66	34.555	BB
2	0.716	22	11.518	BB
3	1.153	103	53.927	BB

TOTAL

191 100.000

PEAK REJ : 0