

本資料は 年 月 日付けて登録区分、  
変更する。 2001. 6. - 6

[技術情報室]

## ふげん燃料集合体洗浄用洗剤選定試験および ふげん集合体部材の腐食試験

Selecting of a surfactant for cleaning of Fugen fuel assemblies  
and corrosion test of the components of the assemblies .

1977年9月

動力炉・核燃料開発事業団  
東海事業所

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

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松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

お問い合わせ  
窓口

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
2001

(W)

N 841-77-48

1977年9月



ふげん燃料集合体洗浄用洗剤選定試験  
およびふげん集合体部材の腐食試験

Selecting of a surfactant for cleaning  
of Fugen fuel assemblies and corrosion  
test of the components of the assemblies

実施責任者	成木	芳*
報告者	一関	強*
	松本	祐二*
	横沢	直樹*

期間 昭和50年9月～11月, 昭和52年5月～7月

目的 ふげん燃料集合体の洗浄に関する情報, 技術を得る。

要旨 水炉(軽水・重水)の集合体を洗浄する技術は海外の情報を調査したが得られなかった。このため独自の試験研究が必要となった。まずこの洗浄には洗剤(界面活性剤)を使用することをあらかじめ決め, このための情報・技術を得ることとした。本報に述べた試験項目は次のとおり。

- ① 洗浄に用いる洗剤の選定
- ② 洗浄後被覆管のオートクレーブ試験
- ③ 実際の集合体洗浄方法の確立

以上の試験により, 洗剤の選定が行なわれたが, 1部のスペーサ, タイプレートに洗浄後さびが発生したので, この原因を調査し, 対策を立てた。

## 目 次

1. 洗浄試験	1
1. 1 試験の概要	1
1. 2 洗剤の選定基準	2
1. 3 燃料要素被覆管の洗浄	3
1. 3. 1 被覆管の仕様	4
1. 3. 2 試験用試料の製作	7
1. 3. 3 被覆管の洗浄結果	9
1. 3. 4 被覆管洗剤洗浄後の水洗性	19
1. 3. 5 被覆管の腐食性	24
1. 3. 6 洗剤の成分分析	27
1. 4 スペーサ(インコネル-718)の洗浄	28
1. 4. 1 スペーサリング素子の洗浄	28
1. 5 洗剤の濃度と洗浄能力の関係	30
2. オートクレーブ試験	34
2. 1 オートクレーブ試験の概要	34
2. 1. 1 試験用試料	34
2. 1. 2 試料内訳	34
2. 1. 3 オートクレーブ処理試験結果	35
2. 2 腐食試験	35
2. 2. 1 腐食試験用試料	35
2. 2. 2 腐食試験結果	36
3. 燃料集合体洗浄	39
3. 1 洗剤の選定	39
3. 2 集合体の洗浄効果	39
3. 3 集合体表面の洗剤付着量の評価	40
3. 3. 1 仕上げ洗浄水の洗剤濃度	40
3. 3. 2 実際の集合体の仕上げ洗浄水の電気比抵抗	42
3. 4 結論	42
4. ふげん集合体部材の腐食	45
4. 1 腐食の状況	45
4. 2 洗剤洗浄の腐食に及ぼす影響	45
4. 3 発鏡モデル試験	45

4.3.1	試験片形状	4 6
4.3.2	溶接前の試験片の洗浄	4 6
4.3.3	スポット溶接	4 6
4.3.4	スポット溶接後の試験片の研磨	4 6
4.3.5	腐食	4 6
4.4	対策	4 8
5.	まとめ	4 9

# 1 洗浄試験

## 1.1 試験の概要

ふげん燃料集合体の冷却材（軽水、入口温度 277°C、流量 7,600 ton/hr）の接液部の材料は主として下項 1)～7)から構成されている。

- 1) Zry-2：被覆管、端栓、スペーサタイロッド
- 2) インコネル-X：ロッドスプリング
- 3) インコネル-718：スペーザ
- 4) SUS-304：ロックナット、バネカバー、スペーサタイロッド回転防止ネジ
- 5) SCS13：上部タイプレート、下部タイプレート
- 6) SUS630：案内リングバネ
- 7) 他。

燃料要素あるいは燃料集合体の製作工程としては部材納入—被覆管定尺切断—下部端栓溶接—ペレット充填—管口部除染—脱ガス・上部端栓溶接—表面除染—燃料要素検査—燃料集合体組立—検査等、多くの工程を経過する。

この洗剤選定試験は以上のような材料、作業工程を充分考慮し、製造工程中予想される取扱いによる汚れ、あるいは作業環境中からは入る諸々の汚れ因子を検討し、製品（燃料要素、燃料集合体）に付着する塵埃、油脂等の原子炉内で悪い挙動を促進させる有害物質を簡単に除去できる洗剤を選びだすこととする目的としている。

原子炉内では燃料要素の不純物として、熱中性子毒（バーナブルポイゾン）あるいは材料学的には被覆材（Zry 合金）の腐食を促進させるハロゲン元素、低溶融金属等の成分を嫌う他、熱工学的には、沸騰領域での被覆管表面の水ぬれ性〔水濡れ性が良い程、気泡のはがれが良く高い〕を要求するため、燃料要素表面は清潔でなければならないことは不可欠である。

一般の原子力産業に於いて、燃料要素の清潔は燃料要素単体ではアセトン、アルコール等の揮発性溶剤で拭い去る方法が非常に多く、燃料集合体に到っては、脱水脱脂した高圧ガスを燃料集含体に吹きつけて塵埃を除去している程度の様である。

初装荷用ふげん燃料集合体は、 $14.4 \text{ mm} \phi \times 18 \text{ mm} \ell$  の混合酸化物ペレット（Pu fissile 含有量：0.55% または 0.8%）で、軽水炉用燃料集合体に比べ放射線量率も高くなっているため、ハンドリング（取扱い）時間の短縮化も余儀なくされる。そのため洗浄・清潔も機械化、自動化が必要となる。

原子炉材料の洗浄は今までに入手できた資料によると、軽水炉（BWR, PWR）用の被覆管 Zry-2, Zry-4 はオートクレーブ処理の前処理として強酸性、強アルカリ性等の洗剤（界面活性剤）で洗浄し、後に純水で水洗している例がある。また米国の GE 社では原子力関係の材料を米国の OAKITE 社の洗剤で洗浄しているようである。

最近、軽水炉用被覆管としてオートクレーブ処理管（黒皮管）およびオートクレーブ処理しない管（白管）を材料学的観点と経済学的観点に立って比較評価し、オートクレーブ処理「是非」が論ぜられているようであるが、オートクレーブ処理不要となれば今までのオートクレーブ前処理の洗浄はそのまま燃料集合体の洗浄に移行することも考えられる。

一方最近、公害防止法が成立し、法・条例に於いて非常に排水基準がきびしいものとなっている、そのため今度の試験では少ない排水量と、有害物質を含まない洗剤を第一に考慮している。

本報告には集合体の洗浄装置の設計を担当した「高圧プラント株式会社」による海外調査、「日本オーカイト株式会社」による試験結果もあわせて記載する。

## 1.2 洗剤の選定基準

燃料集合体等の洗浄についての外国の情報は殆んど不明である。しかしふげん集合体の場合には、燃料要素を集合体に組み込む前に洗浄するよりも、集合体の形にしてから洗浄した方が被ばくや作業性の面で有利である。

このために使用する洗剤の選定にあたっては、製造者の一致する「汚れのない清浄な製品の支給」といった原則を通念とし、まずは危険性の少ない軽水炉のジルカロイ合金のオートクレーブ前処理剤として使用している洗剤（界面活性剤）を主対象とした。

燃料集合体は洗浄後乾燥され、洗剤の付着残液は極力除去できる装置を考えた。万に一つでも残液が固型となって集合体に付着する点も考え、洗剤の選定には以下の 1)~9) 項を充分考慮した。

- 1) 米国での使用実績のある洗剤またはこれと同等の洗剤であること。
- 2) 水銀、ハロゲン化物を洗浄液中に検出せぬこと。
- 3) Si, B を含まぬこと。
- 4) 洗浄後の燃料要素（集合体 1 体あたりの表面積を  $20 \text{ dm}^2$  とする）の表面に付着した洗浄液を  $1 \ell$  の水に溶出させた時洗剤の成分は下記の濃度以下とする。

S : 50 ppm 以下

低溶融金属 (Al, Cu, Pb, Zn, ...) : 300 ppm 以下

Ni : 50 ppm 以下

Mo, W : 100 ppm 以下

Pb より貴な金属 : 50 ppm 以下

- 5) 洗浄力のすぐれたもの
- 6) 水洗性の良好なもの
- 7) 公害防止法上排水しやすい洗剤
- 8) 使用温度は  $80^\circ\text{C}$  以下とする

9) その他取扱い等に問題とならないもの。

洗剤の選定には、アメリカのオーカイト社の報告にもとづき、G E社にて実績のあるオーカイトラストリッパー、オーカイト33、および日本オーカイト社が独自で推奨するオーカイトリクイデット、アルミニウムクリーナー、オーカイトダイナデットの5種類についてまず調査し、これとプルトニウム燃料部製造第2課で溶接部材の洗浄に使用されている花王アトラス株式会社製のネオペレックスF-25（中性洗剤）との比較を行なった。

### 1.3 燃料要素被覆管の洗浄

洗剤にはアメリカのG E社でZry管の洗浄実績のあるオーカイトラストリッパー、オーカイト33の他、オーカイトダイナデット、オーカイトリクイデット、アルミニウムクリーナー等、オーカイト社製の洗剤を主対象とした。又花王アトラス社製ネオペレックスF-25についても試験した。

表-1 洗剤の特性

洗剤 特性	オーカイトダイナデット	オーカイト33	オーカイトラストリッパー
外観	白色～黄褐色粉末 使用時：琥珀色溶液	うすい琥珀色	白色粉末
臭	パイン臭	甘い香	
比重	20°Cで1.08kg/l		
比重		1.730	1.32
引火点	無	116°C Cleveland Open Cup	
粘度		18 cps 25°C Garden Bubble Vis.	
発泡性	中程度	中程度（循環時）	微，循環時中程度 スプレー時多し
希釈液	水	水	水
溶解度	82°C ~ 120g/l	無限	21°C 0.48kg/l
硬水使用	キレート使用		可
水洗性	優秀	良	良，乾燥時でも良 (温水，冷水も良)
生分解性	有	有	
使用温度	71°C~沸点	60°C~71°C	71°C~沸点
使用濃度	4.5~120g/l	2~50% vol	3.0~480g/l
使用時pH	13.0以上 21°C	2.0以下 21°C	13.0以上 21°C
吸湿性		若干	有
凍結による影響	無		無
経時変化	無		
発煙性			無

洗剤 特性	オーカイトダイナデット	オーカイト33	オーカイトラストリッパー
高溫貯蔵			ケーキング性若干
長時間沸騰	寿命を短くする	溶剤減少	
金属への影響	(60g/l 82°C 1時間浸漬) Steel SUS, Mg 安全 Al, 急速に腐食 Cu, Brass 着色	Steel, Al, Zn, Brass, Sn, Mg を Etching する。	Steel SUS Mg 安全 Zr, Al 腐食する。
その他			

洗剤 特性	オーカイトリクリデット	オーカイト アルミニュームクリーナ	花王アトラス ネオペレックス F-25
外観	薄黄色液体 使用時無色溶液		淡黄色液体 使用時無色溶液
臭	芳香		
比重	1.035		
粘度	0.00505 Poises (Gardner A-5)		水と同じ
引火点	なし		なし
吸湿性	不適用		なし
発泡性	高い		高い
希釈剤	水		水
溶解度	無限		1%
硬水使用	可	可	可
水洗性	良		良
生分解性	あり	あり	あり
使用濃度	1/2~10% vol 水	5~10% vol 水	0.2~1% vol
使用温度	通常の水で最高 60°Cまで	20~54°C	100°C
使用時 pH	9.0~9.5		8.7
金属への影響	(濃度 60g/l, 温度 82°C 1時間浸漬の場合) Steel, SUS Mg 安全 Alは急速に腐食 Cu Brass 変色させる。		

Zry-2 の被覆管は、住友、神戸、サンドヴィック社で製作され、以下に述べる仕様を満足するものである。

### 1.3.1 被覆管の仕様

#### 1) 製造方法

被覆管製造業者が製造するジルカロイ-2 (ASTM-B353-71 Grade RA-1) の継目なし管とし、素材は真空アーク溶解したインゴットを用いて製造し熱間押出後冷間加工を施し歪取り焼鈍を行なつたものとする。また製造した被覆管については、規定寸法に切断した後両管端を規定形状に機械加工仕上げするものとする。

## 2) 化学成分

化学成分の規格は、ASTM-B 353-71 Grade RA-1に準じて次のとおりとする。なお、酸素含有量は、900 ppm以上、1,500 ppm以下とする。

## 合金元素

S n	1.20 ~ 1.70 w/o
F e	0.09 ~ 0.20 "
C r	0.05 ~ 0.15 "
N i	0.03 ~ 0.08 "
F e + C r + N i	0.18 ~ 0.38 "

## 不純物元素 ( ppm最大 )

A l	75
B	0.5
C d	0.5
C	270
C o	20
C u	50
H f	100
H	25
M n	50
N	80
S i	120
T i	50
W	100
U	3.5
P b	130
C a	30
C l	20
M g	20

## 3) 引張強度

ASTM-B 353-71により試験し、次の規格を満足すること。

	常温	343°C
引張強さ	49 kg/mm <sup>2</sup> 以上	29 kg/mm <sup>2</sup> 以上
耐力 ( 0.2% off set )	42 kg/mm <sup>2</sup> 以上	23 kg/mm <sup>2</sup> 以上
伸び ( GL = 50mm )	20%以上	20%以上

## 4) 尺 法

- イ 内 径 14.70 ± 0.05 mm  
 ロ 外 径 16.46 + 0.00 - 0.08 mm  
 ハ 肉 厚 0.80 mm以上  
 ニ 長 さ 4150 + 5 - 0 mm (被覆管材料購入時)  
 ホ 真直度

管全体の曲がりは、1/1200以下とする。ただし定盤上で0.25mmの厚さゲージを挿入できる曲りがないことをもって、上記規格と同等とする。

## 5) 外 観

- イ 管の内外表面は、清浄で油脂などの有害な付着物がないこと。  
 ロ 管の内外表面の欠陥は割れ、穴、条痕等について深さ0.05mm以上の有害な欠陥がないこと。  
 ハ 明瞭な打痕（深さ0.05mm以上）がないこと。  
 ニ 加工上の欠陥として肌荒れなど有害な欠陥がないこと。  
 ホ 表面あらさは内外面ともJIS 3S以下とする。

## 6) 内圧破裂強度

200mm長さ以上の試験片を用いてオープンエンド法により試験する。

破裂圧力 510 Kg/cm<sup>2</sup>以上

伸び 20%以上（円周方向）

## 7) 押広げ試験

ASTM-B353にしたがって試験を行ない外径押広げ率は、15%以上とする。

## 8) 水素化物方位の規格

水素量100~150ppmを目標に水素富化した試料について試験し、管の内、中、外層のそれぞれについて、水素化物方位の規格は、Fn(40°)が0.35以下とする。

## 9) 金属組織

組織の状況は正常で有害な介在物が認められず結晶粒度はASTM-N69より細粒とする。

## 10) 欠陥検査

水浸超音波深傷法により、標準人工欠陥試験片（深さ：80μ, 長さ：0.86mm, 幅：50μ）と比較しそれ以上の欠陥信号と同等以上の欠陥を有しないものとする。

## 11) 腐食試験

ASTM-B-353-71にしたがって試験する。試験の結果、試験片の表面は密着性のある黒色酸化膜でおおわれ白点、白線、また褐色の腐食生成物のないこと。

また重量増加は400°C, 105 kg/cm<sup>2</sup>の蒸気中で72時間試験を行ない22 mg/dm<sup>2</sup>以下とするが、22 mg/dm<sup>2</sup>を越えた場合は14日間の再試験を行ない38 mg/dm<sup>2</sup>以下であることをとする。

#### 12) オートクレーブ処理試験

被覆管の製造にあたってその第1ロット10本について400°C, 88 kg/cm<sup>2</sup>で12時間の水蒸気中オートクレーブ処理試験を行ない、次の規格を満足すること。

- イ 管の内外表面は清浄とし油脂、酸化物など有害な付着物がないこと。
- ロ 管の内外表面は黒みのかかった光沢ある表面で色つやの限度以上のあるむら模様がないこと。
- ハ 管の内外表面にはいかなる大きさの白点または白線がないこと。
- ニ 管の内外表面には白濁化あるいは他の表面の色つやの限界見本以上の部分、および限度見本以上の模擬白点や白線のないこと。

#### 1.3.2 試験用試料の製作

##### 1) 材 料

試験した被覆管はふげん初装荷用として、住友金属KKおよび神戸製鋼KKから購入したものと参考として表面荒さが比較的荒いサンドヴィック製のものである。その詳細を次に示す。

###### ○ 住友金属製被覆管

試片番号 S 0 1 ~ S 5 0 (管番号 826)

###### ○ 神戸製鋼製被覆管

試片番号 K 0 1 ~ K 5 0 (管番号 553)

###### ○ サンドヴィック製被覆管

試片番号 S V 0 1 ~ S V 5 0 (管番号 304)

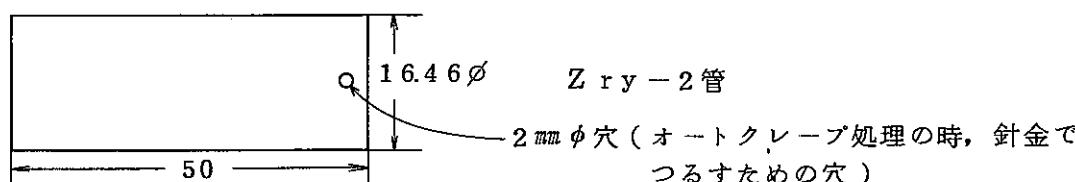
##### 2) 試料調整

試料の製作にあたり、燃料集合体製作中スペーサと被覆管の相互摩擦により、最大15 μのすり傷が生じる可能性と、定盤上で燃料要素の検査等で付着すると思われる油脂類を模擬し、傷または油を付けた。

他の工程で生じると思われる傷、汚れはこれらに比べ少ないので無視した。

これらの試料の採取位置および調製法を次に示す。

図-1 試料の採取位置



01	02	03	04	05	06	07
45	46	47	48	49	50	

イ 無傷(購入された状態)

各試料番号 01～03

ロ スペーサにより傷をつける( $\approx 3 \mu$ )，その後マシン油を塗布し汚す。

各試料番号 04～05

ハ スペーサにより傷をつけ( $\approx 3 \mu$ )，その後クリースを塗布する。

各試料番号 06～09

ニ スペーサにより傷をつけ( $\approx 7 \mu$ )，その後マシン油を塗布する。

各試料番号 10～12

ホ スペーサにより傷をつけ( $\approx 7 \mu$ )，その後クリースを塗布する。

各試料番号 13～15

ヘ スペーサにより傷をつけ( $\approx 15 \mu$ )，その後マシン油を塗布する。

各試料番号 16～25

ト スペーサにより傷をつけ( $\approx 15 \mu$ )，その後クリースを塗布する。

各試料番号 26～35

チ アセトンを付けながらスペーサにより傷をつける。傷の深さは $\approx 3 \mu$ ，各試料番号  
36～37

傷の深さは $\approx 7 \mu$ ，各試料番号 38

リ マシン油を塗布しながらスペーサにより傷をつける。傷の深さは $\approx 3 \mu$ ，各試料番号  
39～40

傷の深さは $\approx 7 \mu$ ，各試料番号 41～42

ヌ クリースを塗り，スペーサにより傷をつける。傷の深さは $\approx 3 \mu$ ，各試料番号 43～  
44

傷の深さは $\approx 7 \mu$ ，各試料番号 45～46

ル 水を塗りながらスペーサで傷をつける。傷の大きさは $\approx 3 \mu$ ，各試料番号 47～48  
傷の大きさは $\approx 7 \mu$ ，各試料番号 49～50

## 1. 3. 3 被覆管の洗浄結果

## 1) マシン油、グリスの洗浄性

$3\text{ }\mu\sim 15\text{ }\mu$  の傷をスペーサによって付加された後にマシン油とグリスを塗った試料の洗浄効果を比較してみる。尙、表-2中の濃度は経験的のものであり、試験温度は表-1の特性値より決めた。

表-2 洗浄試験

性状	温度	試料	傷	洗剤	濃度	洗浄度 1)		
						5分後	10分後	45分後
スペーサー傷 マシン油	70°C	K 18	$\approx 15\text{ }\mu$	33 ダイナデット ラストリッパー	33	10% Vol	汚	清
	70°C	K 20	$\approx 15\text{ }\mu$		50g/l	清		
	70°C	K 23	$\approx 15\text{ }\mu$		100g/l	清		
スペーサー傷 グリス	70°C	K 28	$\approx 15\text{ }\mu$	33 ダイナデット ラストリッパー	33	10% Vol	汚	汚
	70°C	K 09	$\approx 3\text{ }\mu$		50g/l	清		
	70°C	K 26	$\approx 15\text{ }\mu$		100g/l	汚	汚	清

1) 光学顕微鏡により判定

この結果から、マシ油は試験したいずれの洗剤によっても早く除去できるが、グリスはダイナデット以外の洗剤では多くの時間を必要とした。

## 2) 洗浄液各種の洗浄性

スペーサにより被覆管に傷をつけた後、グリスを塗った試料を洗浄前軽くガーゼで拭き取り、これを試料として各種洗浄液の洗浄効果を比較した。この試験は各試料を各々の洗浄液に静止浸漬し、一定時間後取り出し、1分間常温水で水洗した。

清浄度の検査としては、水の濡れ性（表面に油脂が付着していると水の濡れ性が悪くなる）および、顕微鏡（120倍、240倍）により調査した。

なおアセトンによる洗浄試験をマシン油塗布後ガーゼで軽く油を拭い去った試料についても特別に行った。

表-3 洗浄試験

試料	洗剤	濃度	温度	5分後	10分後	120分後	180分後	備考
SV26	ダイナデット	50g/l	70°C	清				写真-1
SV32	33	10% Vol	70°C	汚	清			写真-2
SV08	ラストリッパー	50g/l	70°C	清				写真-3
SV29	アルミラムニナー	5% Vol	60°C	清				写真-4
SV31	リクイデット	5% Vol	60°C	清				写真-5
K 30	アセトン	100%	RT	汚	汚	汚	汚	写真-6
K 25	2)アセトン	100%	RT	汚	汚	汚	汚	写真-7

2) マシン油塗布後、軽くガーゼで拭い去った試料

この結果、汚れの薄い（ガーゼで拭い去ったもの）試料については攪拌を伴わない洗剤中で充分清浄になることが判明した。ただしアセトンでは汚れの除去が不十分であった。

表面傷上の汚れの状況は顕微鏡により観察した。汚れがあるとしみ等が見られる。1),

2) の試験結果から表面傷上の汚れは、傷のない部分に比べ、多くはなかった。

### 3) 油脂を含まない軽い汚れに対する洗浄性

燃料集合体の組立時にスペーサにより燃料要素被覆管表面に傷が発生する。これを食い止める策として、水をふりかけながら挿入組立てる方法も考慮されている。これらを仮定して水をふりかけながらスペーサを通し、3～7 μの傷を発生させた。この試料に対し各種洗浄液に静止浸漬し、5分後に取り出し、1分間水洗して水の濡れ性を目視により判定した。この試験結果を表4に示す。

表 - 4 洗 浄 試 験

試 料	洗 剤	濃 度	温 度	5 分 後	20 分 後	35 分 後	60 分 後
K 47	ダイナデッド	50 g/l	70℃	清			
K 49	ラストリッパー	100 g/l	70℃	清			
K 50	オーカイト33	10% Vol	70℃	清			
S 47	アセトン	100%	R. T	汚	汚	清	

試験した3種類の洗剤によると良好な清浄度が得られた。しかし2)の試験結果と同様にアセトンによる洗浄では清浄化は不十分であった。

尚、洗浄前を写真-8に、洗浄後のを、写真-9に示す。

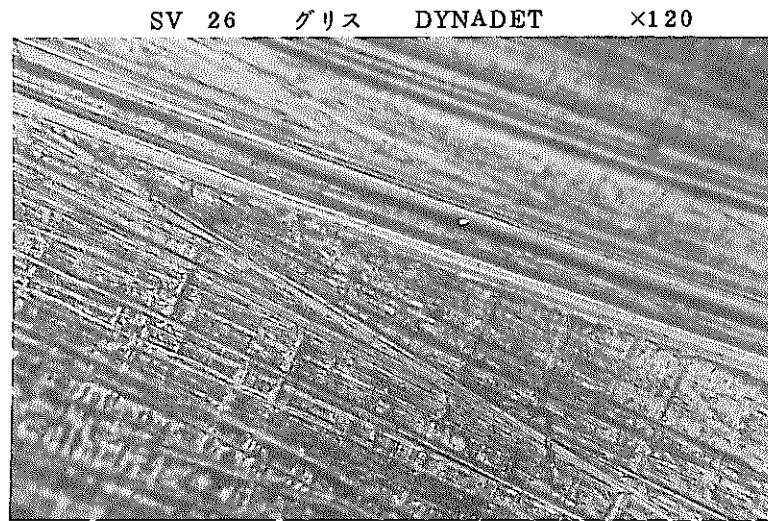
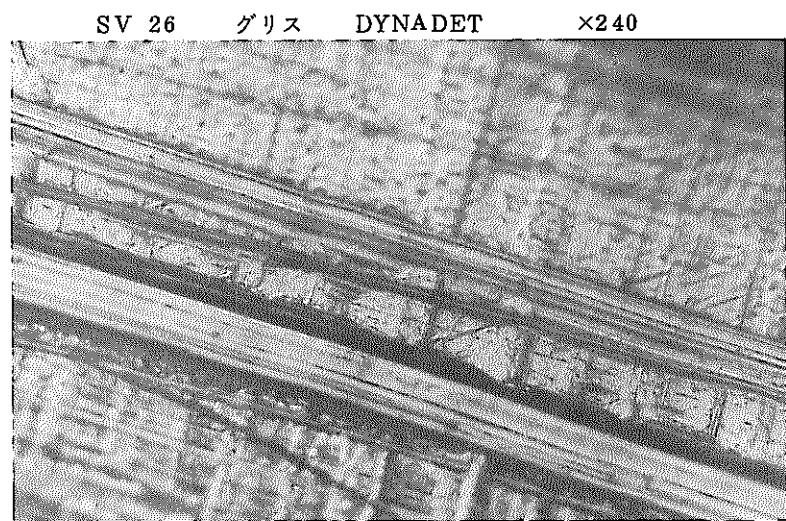
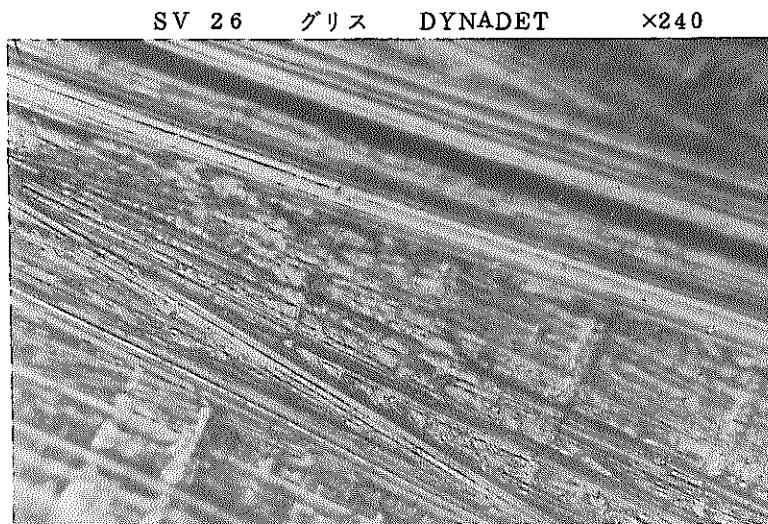
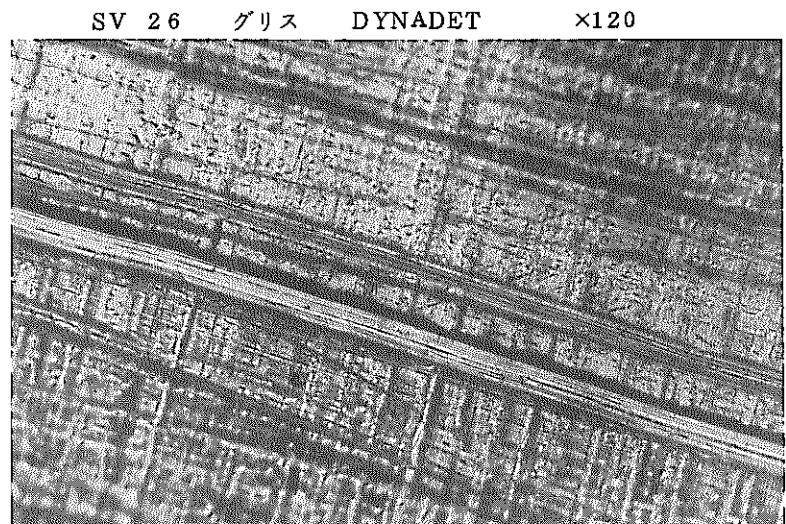


写真-1 15μ傷つけ後グリスふきとり

洗浄後

DYNADET 50g/l 70℃ 5分

ZN841-77-48

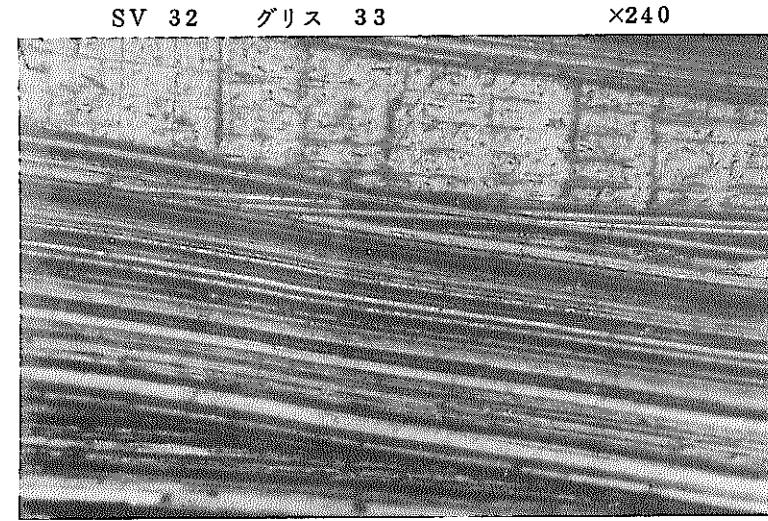
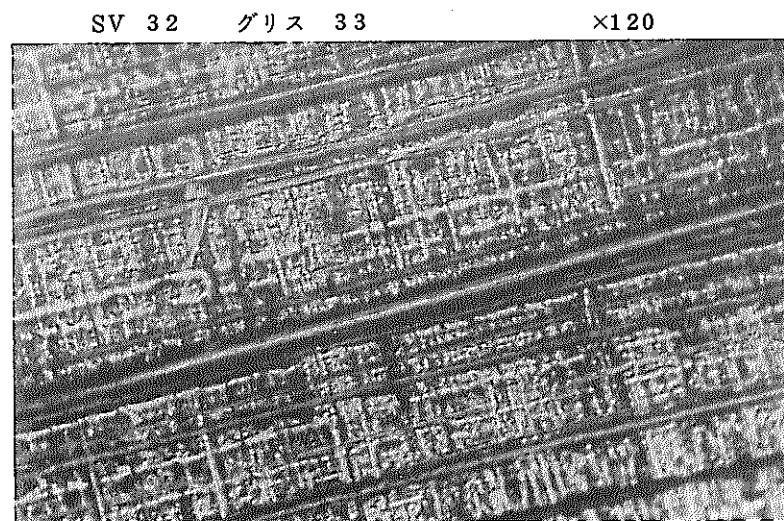
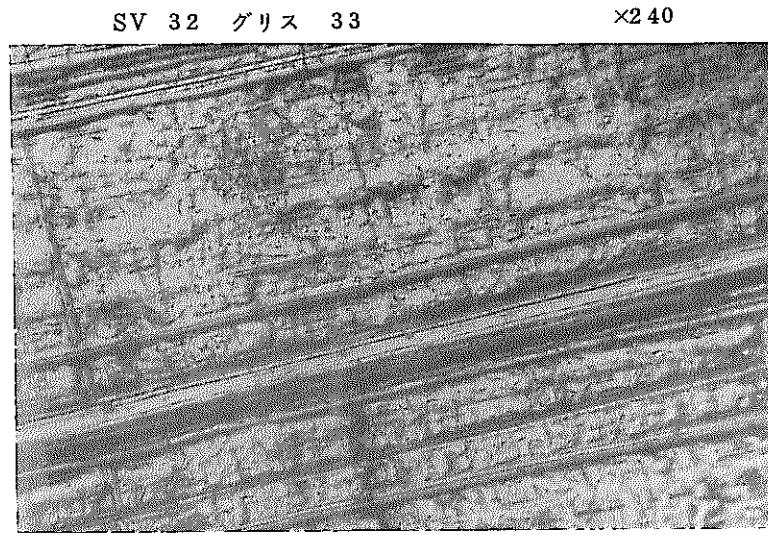
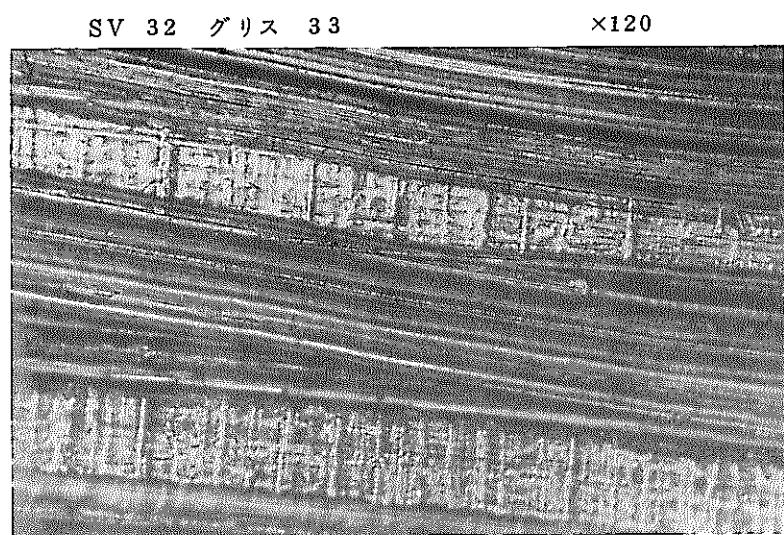
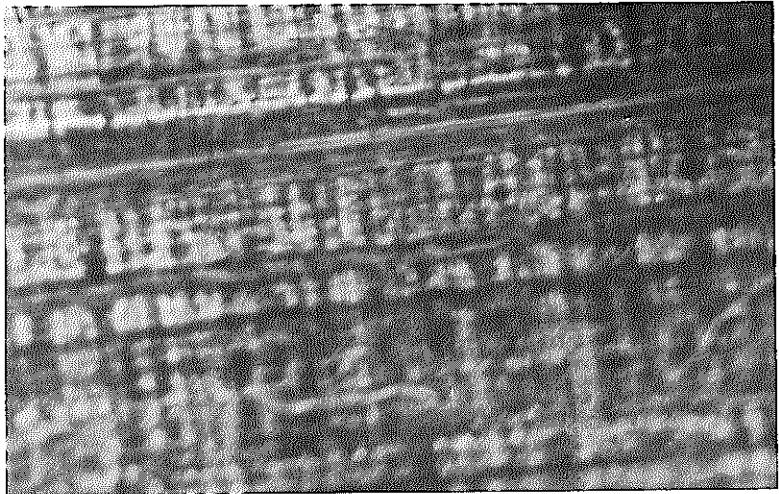


写真-2 15 μ傷つけ後グリスふきとり

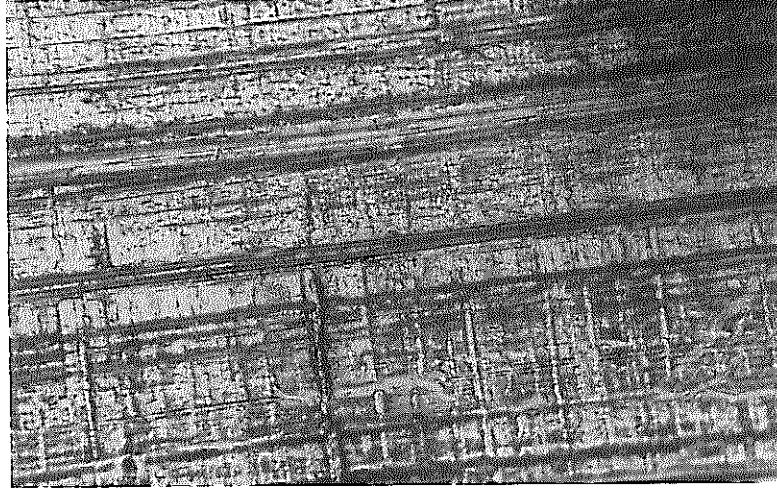
洗浄後

33        10% Vol 70°C 10分

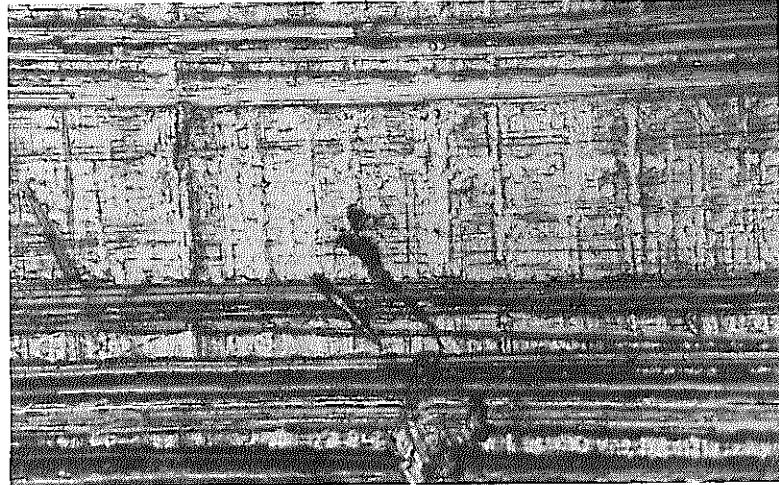
SV 08 グリス RUSTRIPPER ×120



SV 08 グリス RUSTRIPPER ×120



SV 08 グリス RUSTRIPPER ×120



SV 08 グリス RUSTRIPPER ×240

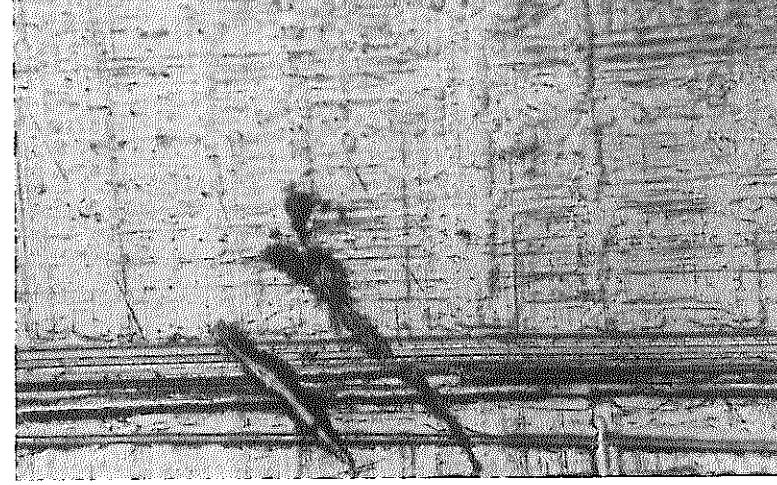


写真-3 15 μ傷つけ後グリスふきとり

洗浄後

RUSTRIPPER 50g/l 70℃ 5分

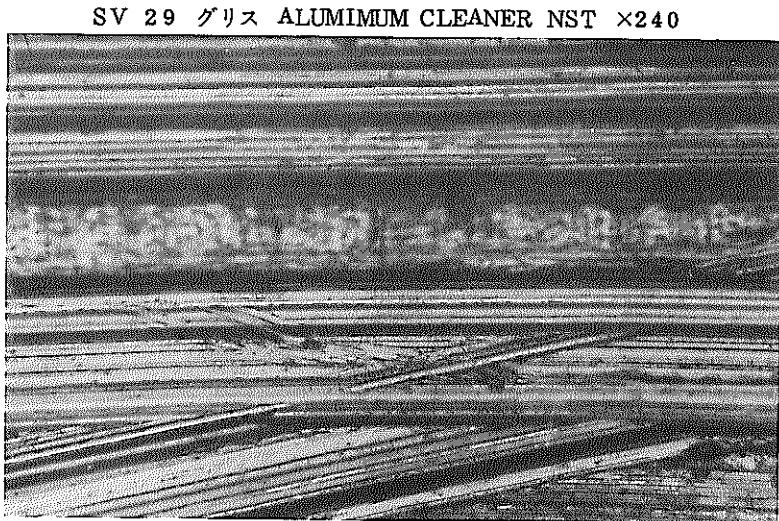
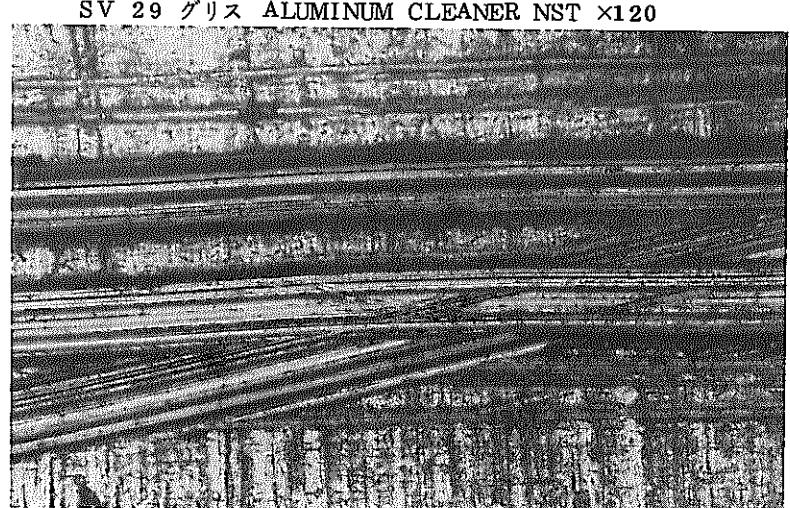
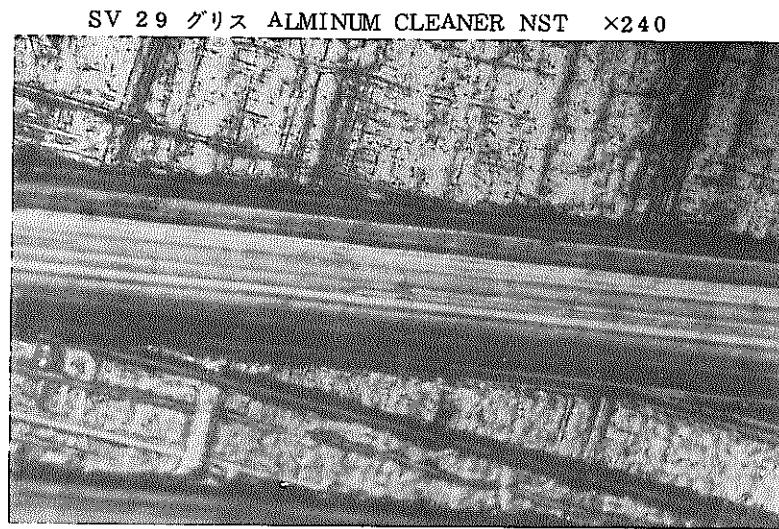
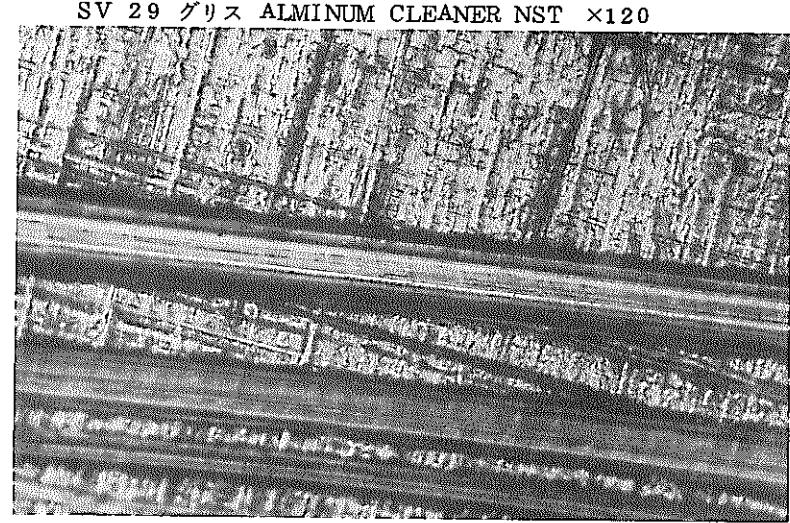


写真-4 15 μ傷つけ後グリスふきとり

洗浄後

ALUMINUM CLEANER NST

5% vol 60℃ 5分

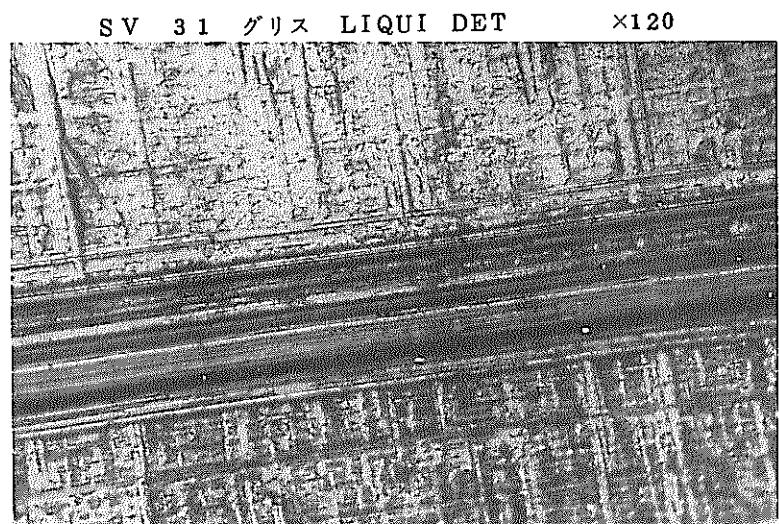
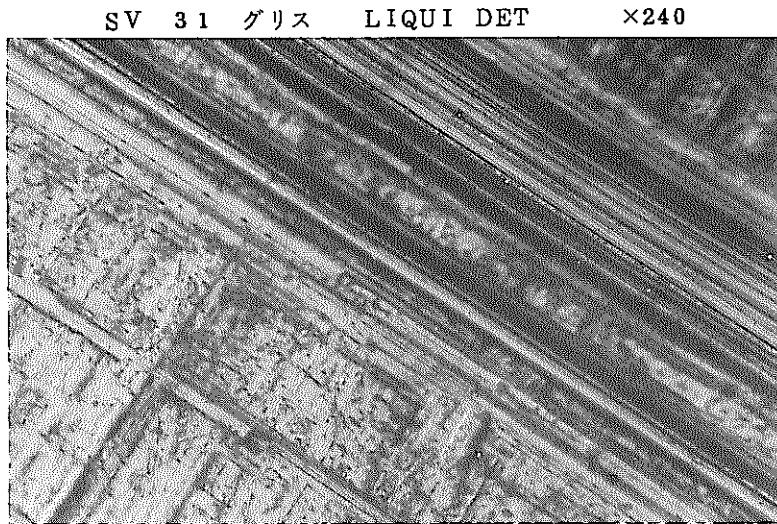
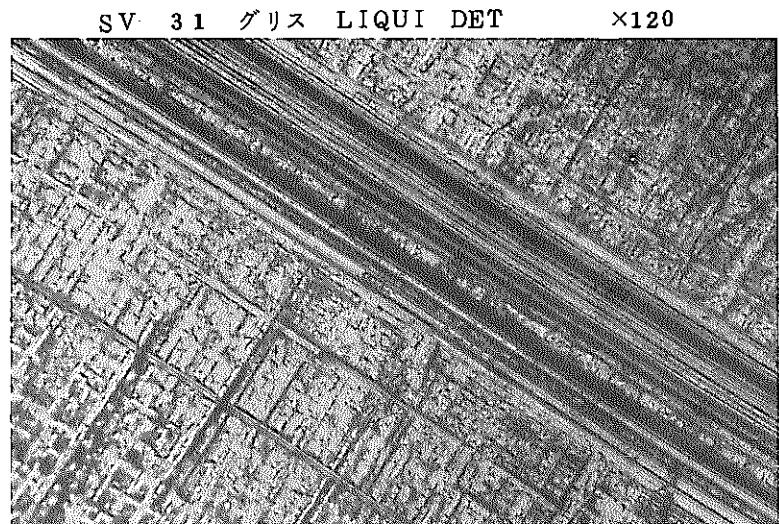


写真-5 15 μ傷つけ後グリスふきとり  
洗浄後  
LIQUI-DET 5% vol 60°C 5分

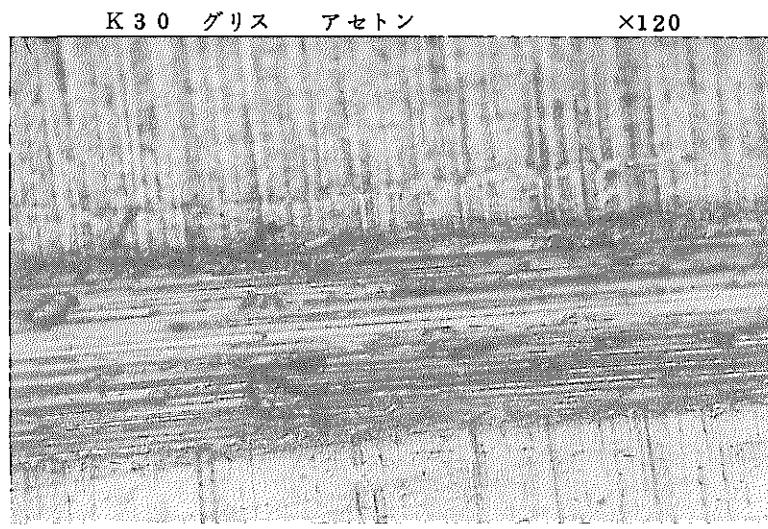
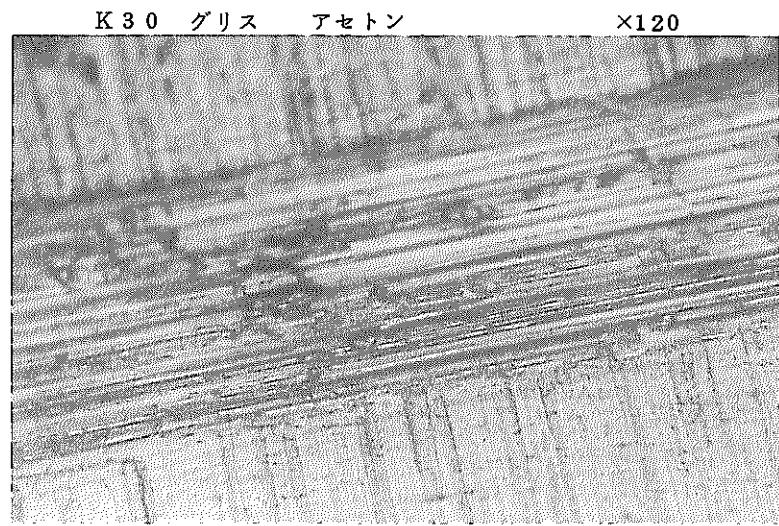


写真-6 15μ傷つけ後クリスふきとり  
洗浄後  
アセトン 室温 3時間

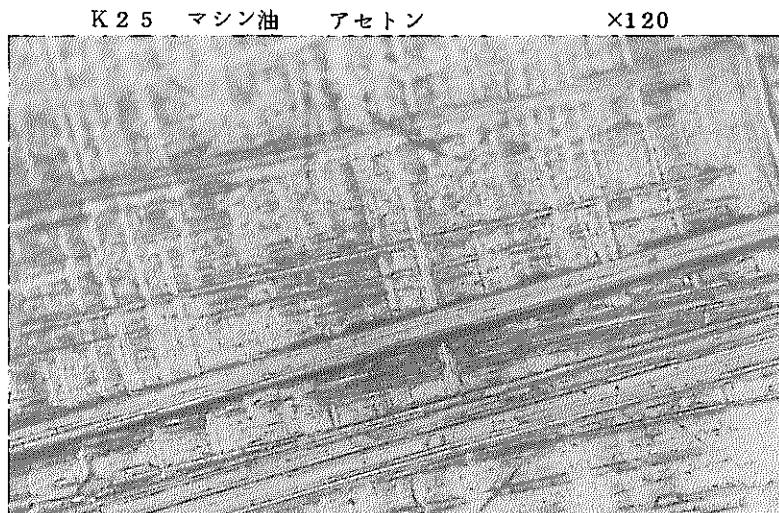


写真-7 15μ傷つけ後マシンふきとり  
洗浄後  
アセトン 室温 3時間

ZN841-77-48

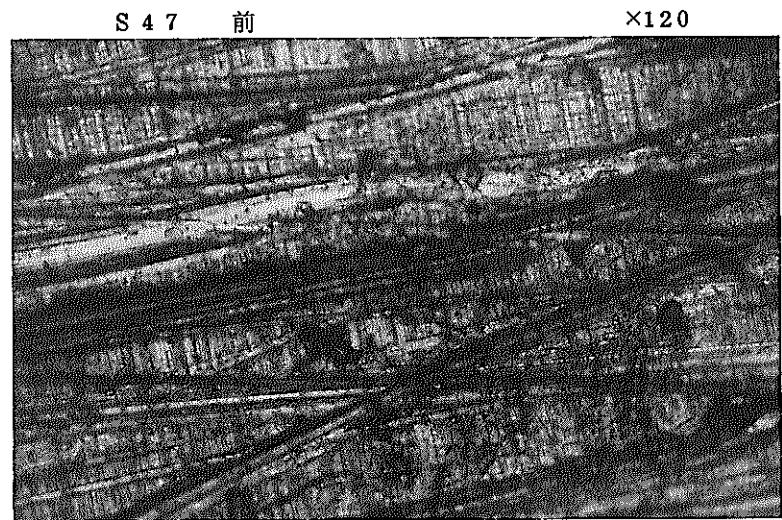
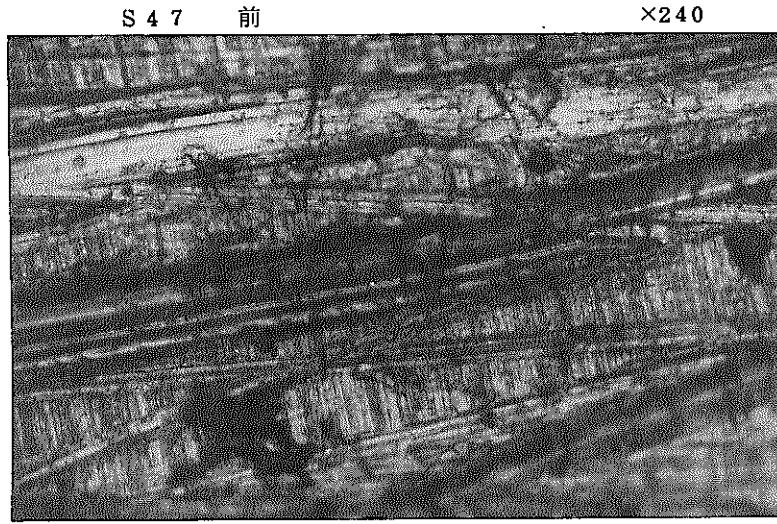
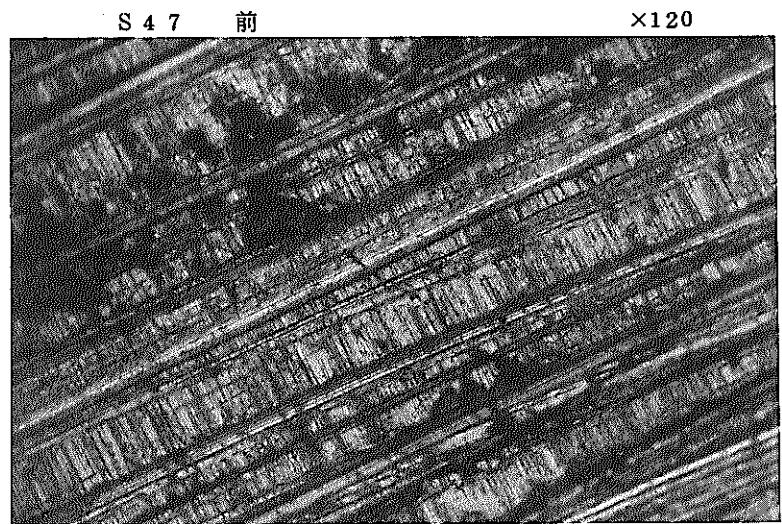


写真-8 水塗布後スペーサ通し

洗浄前

ZN841-77-48

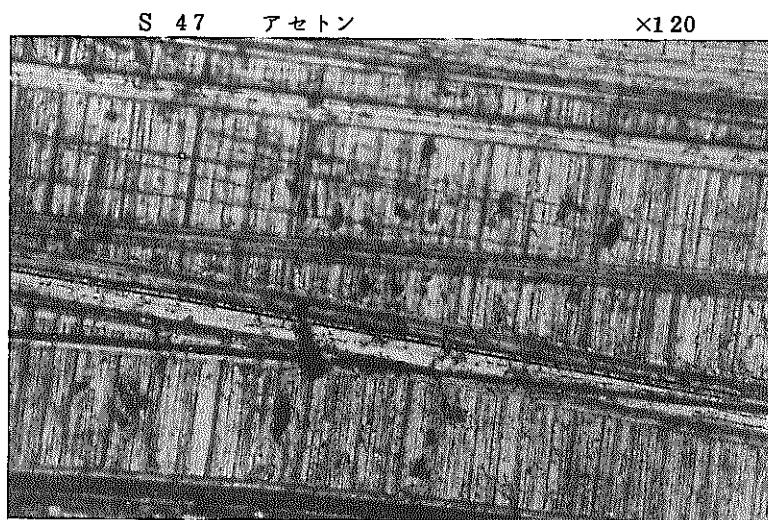
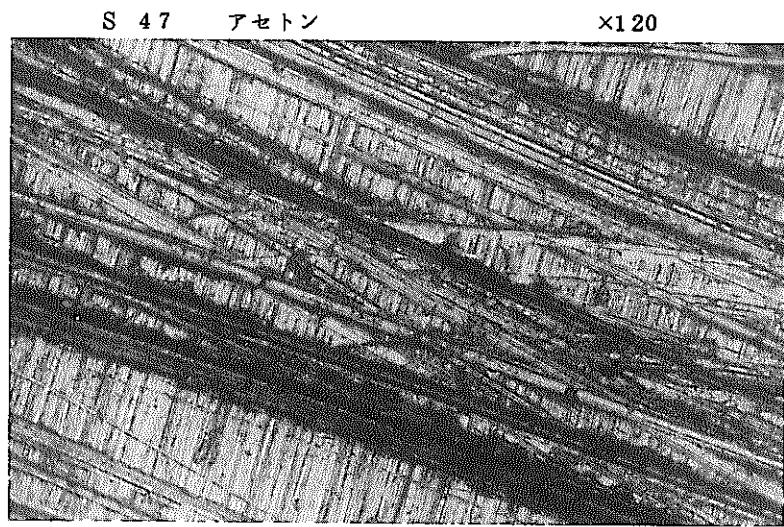
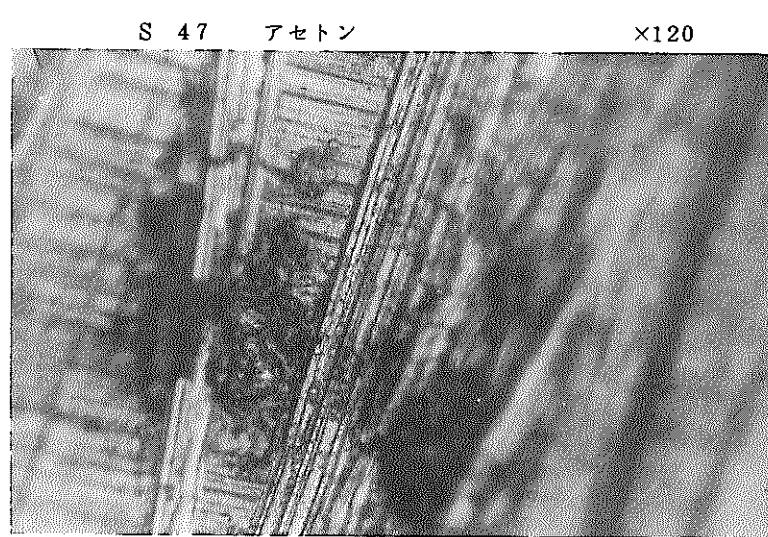
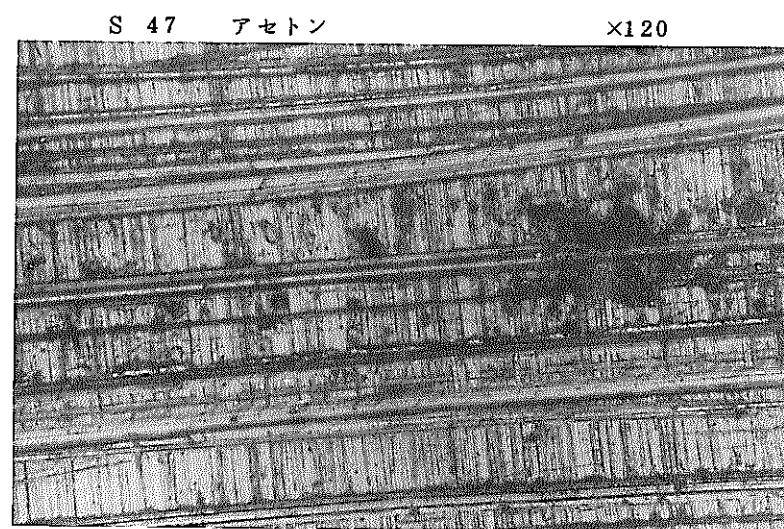


写真-9

洗淨後

アセトン 室温 35分後

## 1.3.4 被覆管洗剤洗浄後の水洗性

水塗布後、スペーサを通して、 $2\sim7\mu$ の傷をつけた試料を各種洗浄液に10分間静止浸漬する。

その後、試料を取り出し、温純水( $\sim70^{\circ}\text{C}$ )に5分間浸漬(1回目水洗)、さらに別の温純水( $\sim70^{\circ}\text{C}$ )に5分間浸漬(2回目水洗)を行ない、終りに常温の純水に浸漬した(3回目水洗)。

これ等に用いた純水(1回目、2回目、3回目)の電気伝導度を測定し、洗剤の付着の有無の目やすとした。

1) 洗浄液、温純水共 $70^{\circ}\text{C}$ の場合

表一五 水洗性

試料	洗剤	濃度	1回目 温純水浸漬 (500cc)	2回目 温純水浸漬 (500cc)	3回目 純水浸漬 (500cc)	備考
SV 48	ダイナデット	50g/l	28.1 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (28°C)	1.78 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (28°C)	<1 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (19°C)	写真-10-
SV 49	オーカイト 33	10%Vol	85.6	2.18	<1	11.12その
SV 50	ラストリッパー	50g/l	28.4	2.33	<1	試料を示す。

(使用純水の電気伝導度  $1\mu\text{O}/\text{cm}$ 以下( $10^{\circ}\text{C}$ ))

オーカイト33は1回目の水洗の電気伝導度が高かった。これは洗剤の粘度が高いから洗剤が除去していくと考えられる。2回目の温純水浸漬では殆んどの洗剤が除去でき、3回目の純水浸漬では純水の電気伝導度は変わらなかった。と言うことは、ダイナデット、オーカイト33、ラストリッパーは水洗により除去できるといえる。

ZN841-77-48

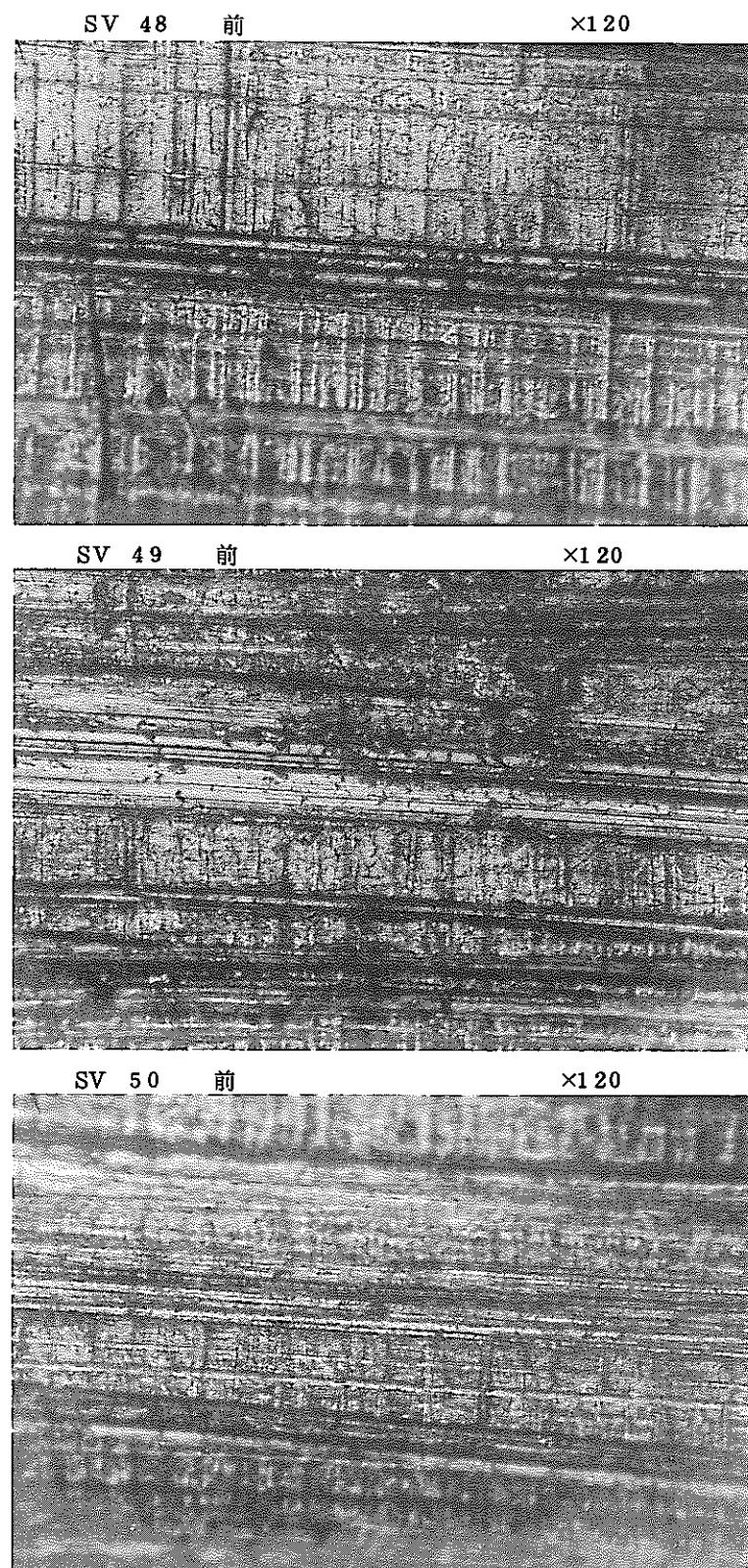


写真-10-1 洗浄前

水塗布後スペーサ通し

ZN841-77-48

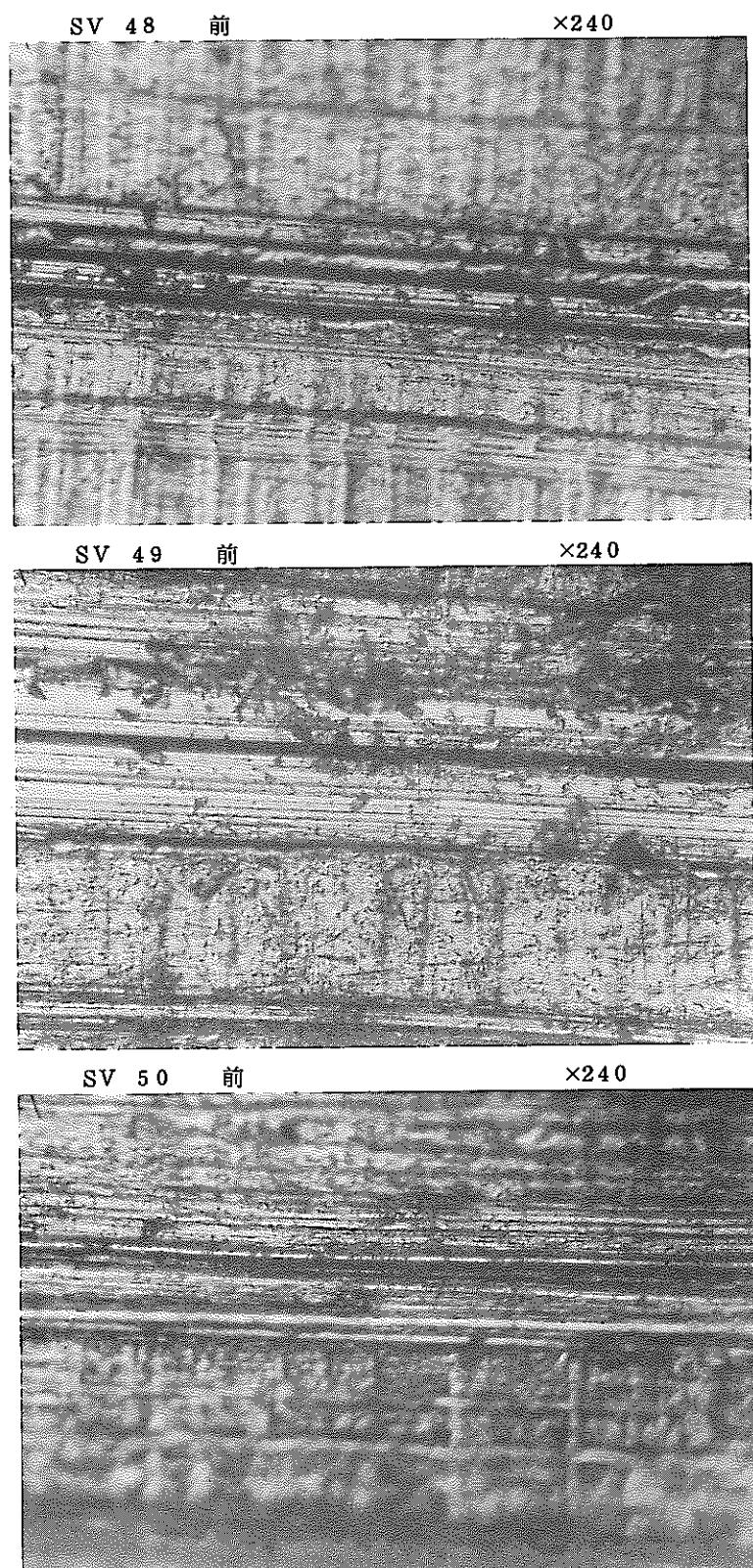
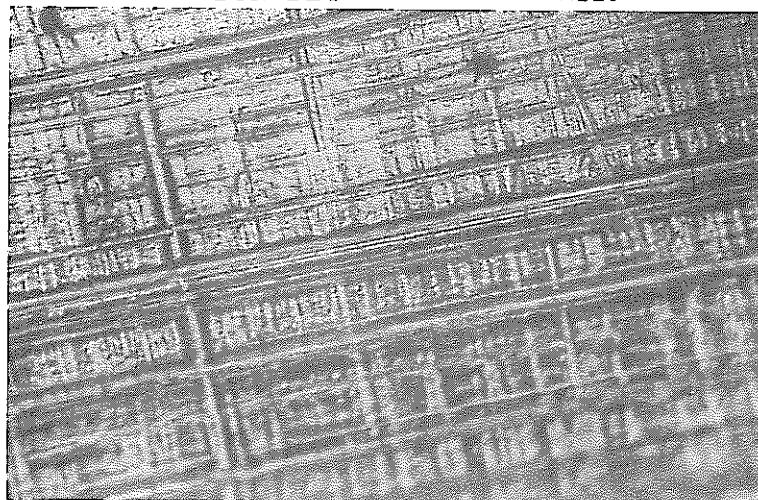


写真-10-2 洗浄前

水塗布後スペーサ通し

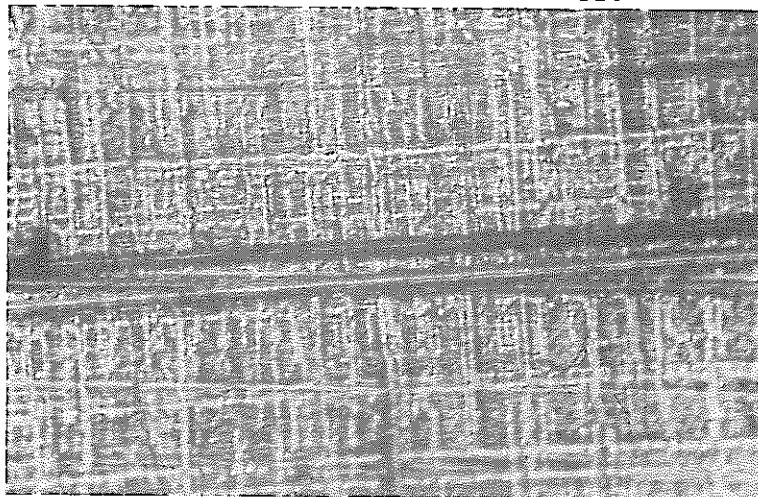
SV 48 DYNADET

×120



SV 49 33

×120



SV 50 RUSTRIPPER

×120

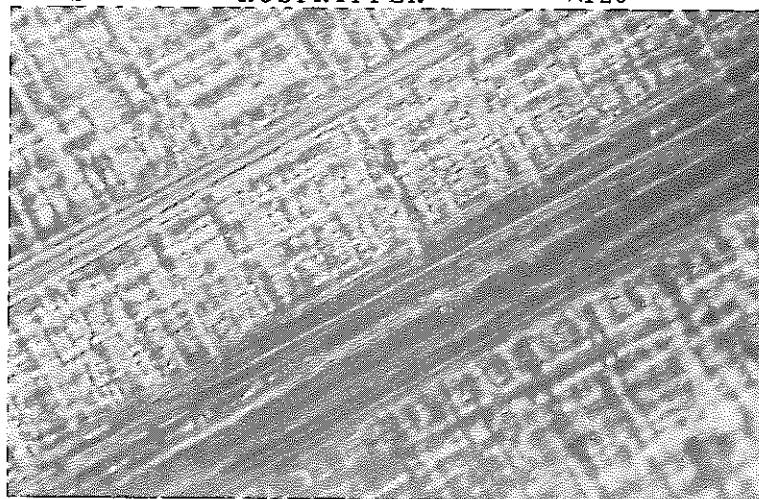


写真-11-1

洗淨後

DYNADET 50 g / ℥ 70°C 5分

33 10% Vol 70°C 5分

RUSTRIPPER 100 g / ℥ 70°C 5分

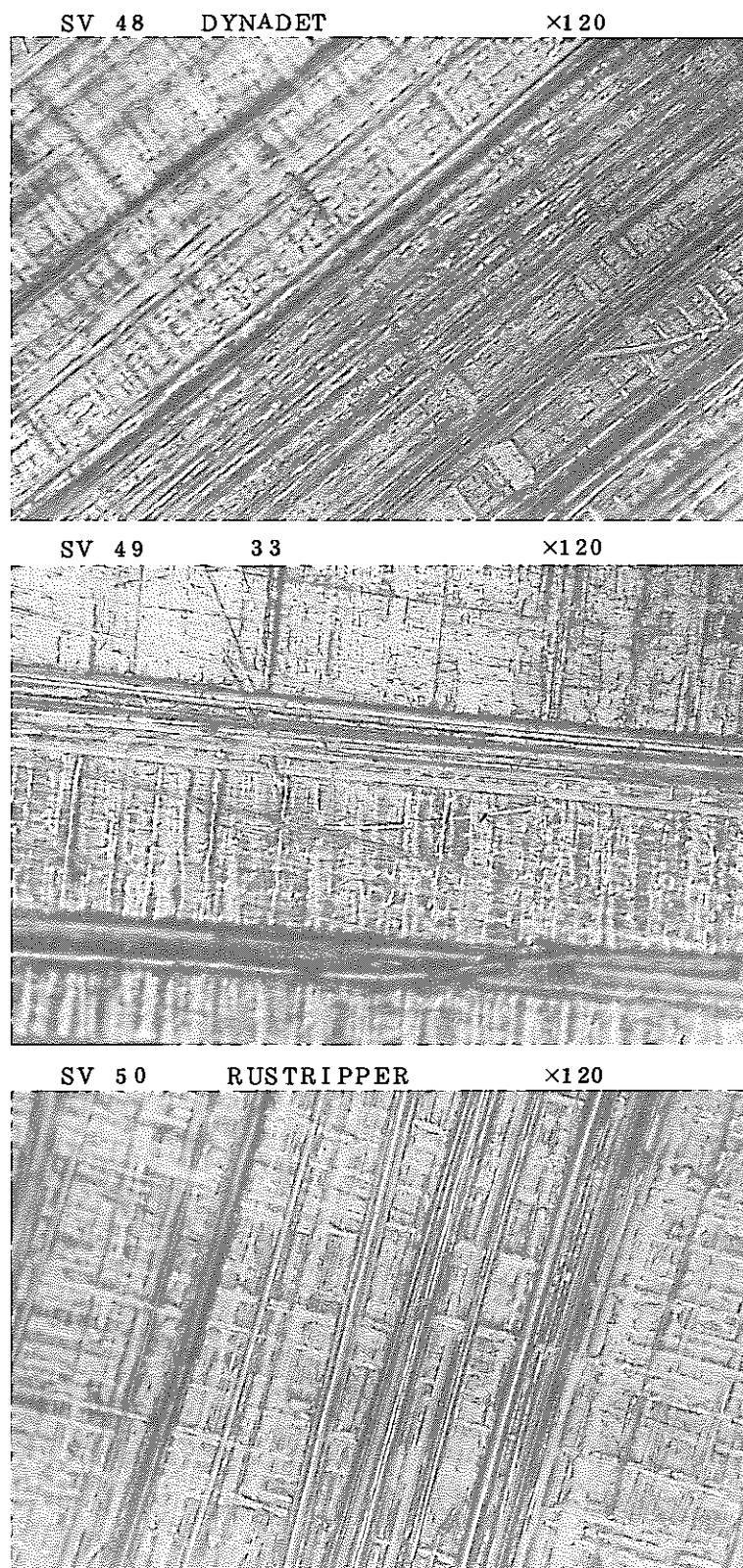


写真-11-2

洗淨後

DYNADET	50 g / l	70 °C	5 分
33	10 % Vol	70 °C	5 分
RUSTripper	100 g / l	70 °C	5 分

## 2) 洗浄液、温純水共 60℃の場合

表 - 6 水洗性

試料	洗 剤	濃 度	1回目温純水 浸積 500 CC	2回目温純水 浸積 500 CC	3回目温純水 浸積 500 CC	備 考
S 49	アルミニウムクリーナー	5% Vol	2.33 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (27°C)	1.40 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (27°C)	1.36 $\mu\text{O}/\text{cm}$ (27°C)	写真-12,
S 50	リクワイデット	5% Vol	1.98	1.65	1.43	13に示す

( 使用純水の電気伝導度 : 30  $\mu\text{O}/\text{cm}$  (17°C) )

以上の結果より2回目の温純水で水洗することにより殆んどの洗剤が除去できた。

## 1.3.5 被覆管の腐食性

スペーサにより15  $\mu$ 相当の傷をつけた試料の中で、グリスあるいはマシン油を塗った試料（前述試験に使用）をラストリッパー、オーカイト33、ダイナデットで充分脱脂洗浄し乾燥後秤量した。その後再び各種洗浄液中（常温）に7時間浸積し水洗乾燥前後の重量の増減により腐食量を判定した。試験片の表面積を5.2  $\text{cm}^2$ とした。

表-7にその結果を示す。

表-7 洗剤浸漬による被覆管の腐食量

ラストリッパー 100 g/l		ダイナデット 50 g/l		33 10% Vol.	
K 18	< 0.001	K 23	< 0.001	K 20	< 0.001
SV 24	< 0.001	SV 33	< 0.001	SV 20	< 0.001
S 28	< 0.001	S 24	< 0.001	S 23	< 0.001

腐食量 単位  $\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{h}$ 

この結果洗剤による腐食量は殆んど測定限界以下であるので無視できる。

ZN841-77-48

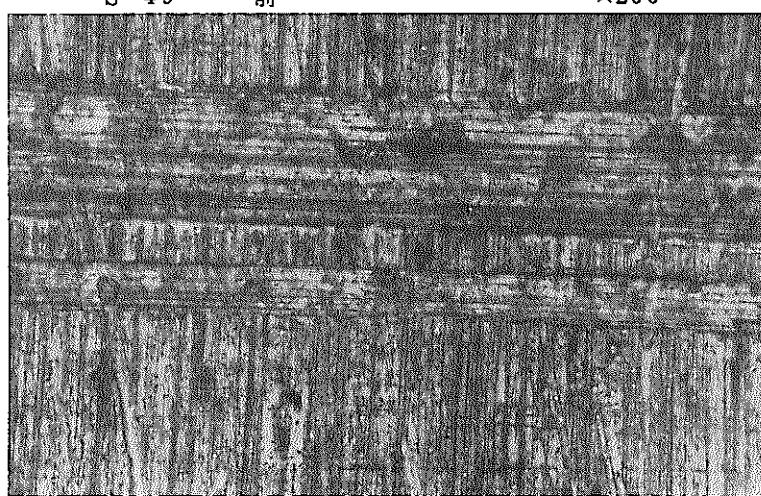
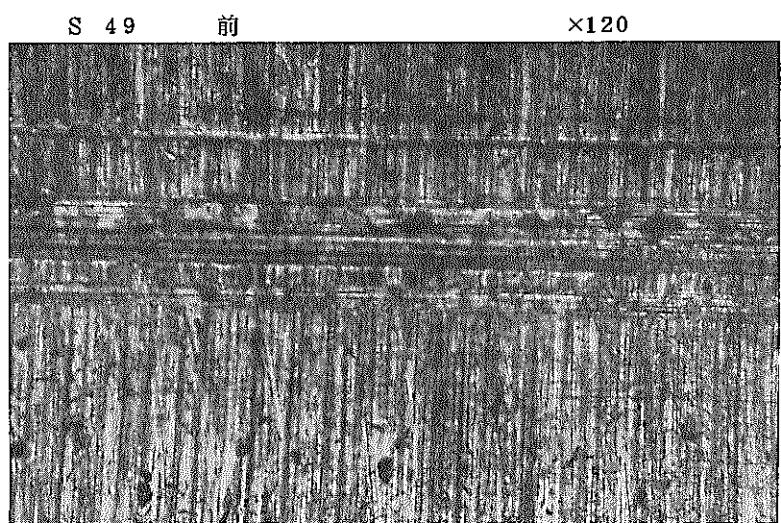
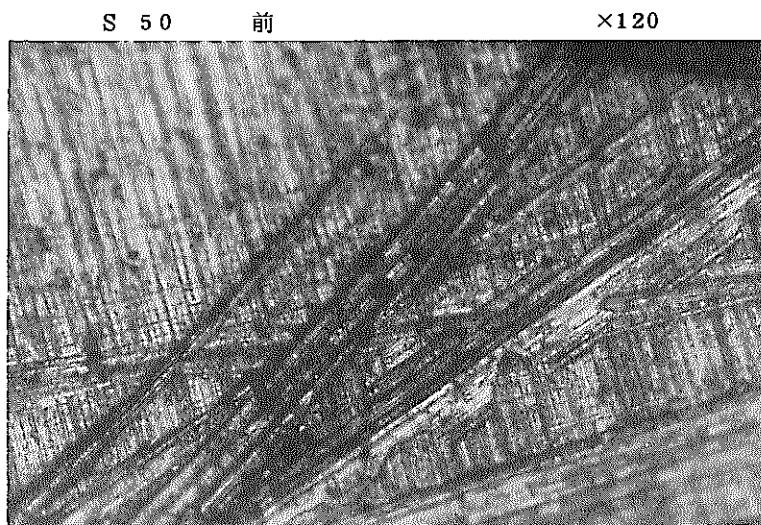
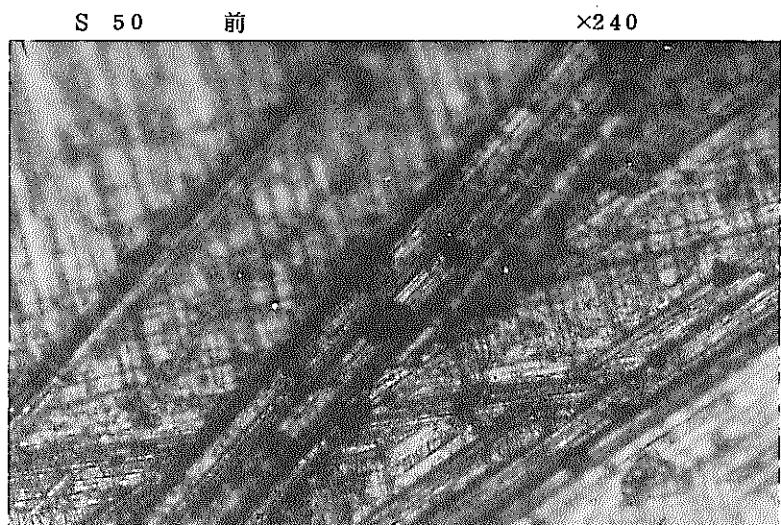


写真-12 洗浄前  
水塗布後スペーサ通し

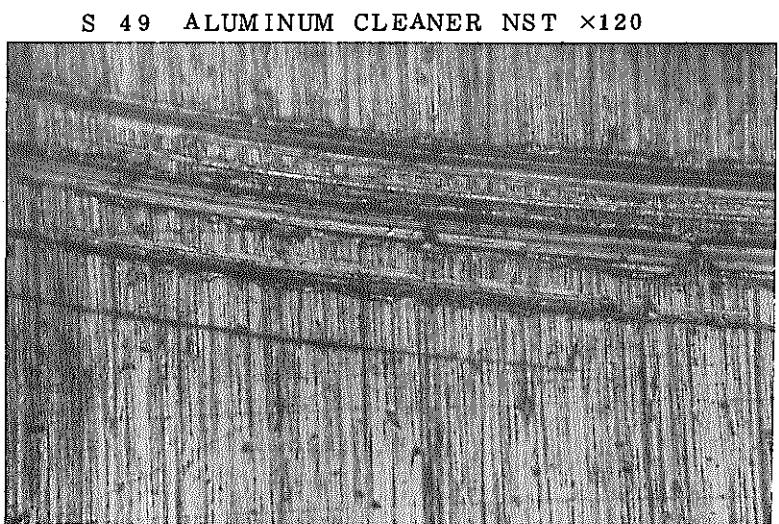
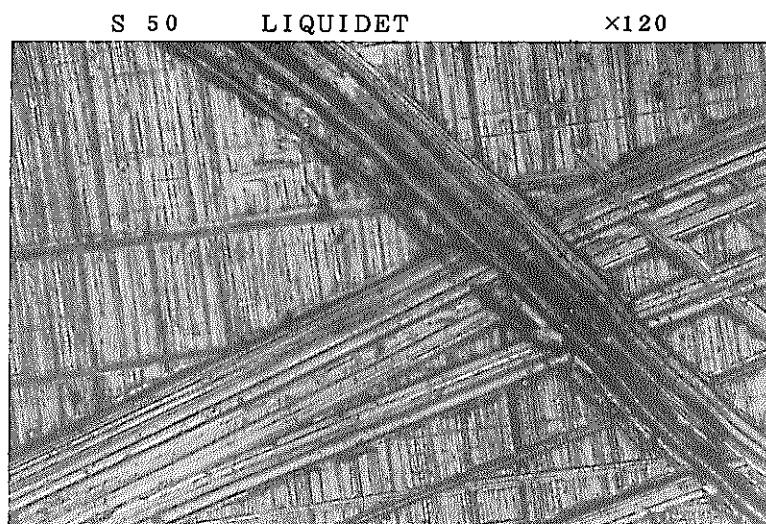
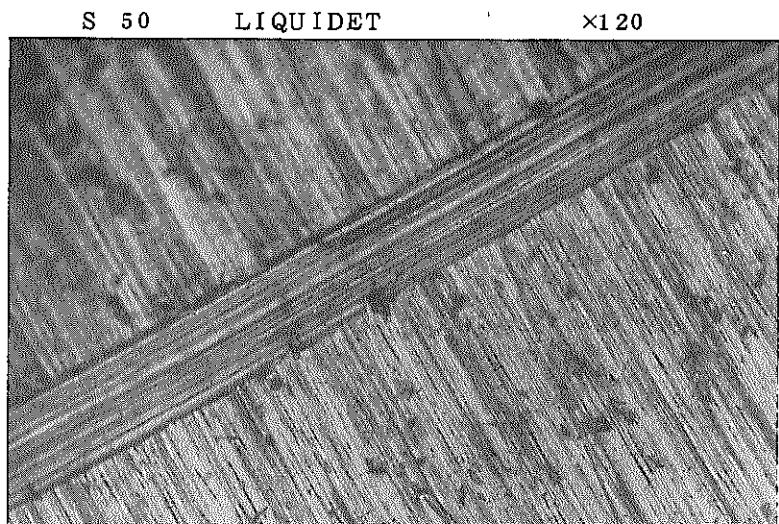


写真-13

洗

LIQUI-DET  
ALUMINUM

CLEANER NST 5 % Vol 60 °C 5 分

5 % Vol 60 °C 5 分

净後

## 1.3.6 洗剤の成分分析

洗浄後万一洗剤が燃料集合体に付着した場合に悪影響のないように、あらかじめ前記

1.2項に示した成分について分析しその結果を表-8に示す。

表-8 洗剤中不純物

洗 剤	濃 度	Hg ppb	C1 ppm	Si ppm	B ppm	F ppm
オーカイト33	5% Vol	<20	<3	<5	<5	<2
オーカイトラストリッパー	50g/l	<20	25	<5	<5	<2
オーカイトダイナデット	50g/l	<20	46	<5	<5	<2
オーカイトリクリイデット	5% Vol	<20	12	<5	<5	<2

塩素が多少多いが、他の不純物は分析の検出限界以下であつた。

#### 1.4 スペーサ(インコネル-718)の洗浄

ふげん燃料集合体には12個のスペーサが組込まれて居り、28本の燃料要素相互間の間隔を保つ作用をしている。各スペーサには28個(28本分)のリング素子がついており、各々のリング素子には固定デンプル、バネデンプル、ストッパーデンプルの3種、合計7個のデンプルがついて燃料要素を保持する役目を果している。

燃料集合体組立時に、このスペーサのディンプルに何かの原因で油脂、塵埃が留ることも考えられる。またZry-2とインコネル-718では材質あるいは表面処理の相異から今までの洗浄の特性が大きく変化する可能性がある、従って以下の実験を行なうこととした。

##### 1.4.1 スペーサリング素子の洗浄

###### 1) 薄いグリスの場合

スペーサリング素子にグリスを薄く塗りつけた部分と、グリスを薄く塗りつけたZry-2被覆材をリング素子に挿入しその被覆管とスペーサディンプル部について、ラストリッパー、ダイナデットを使用して洗浄試験を行なった。

図-2はスペーサとリング素子、被覆管を挿入した略図である。

この様な状態で各洗浄液中に静止浸漬し、一定時間後取出し水洗し、水切れの有無を目視判定した。試料としたZry-2被覆管はK27、K31を使用した、表-9にその結果を示す。同表中の③、④、⑤は調査位置であり、その概略を図-2に示す。

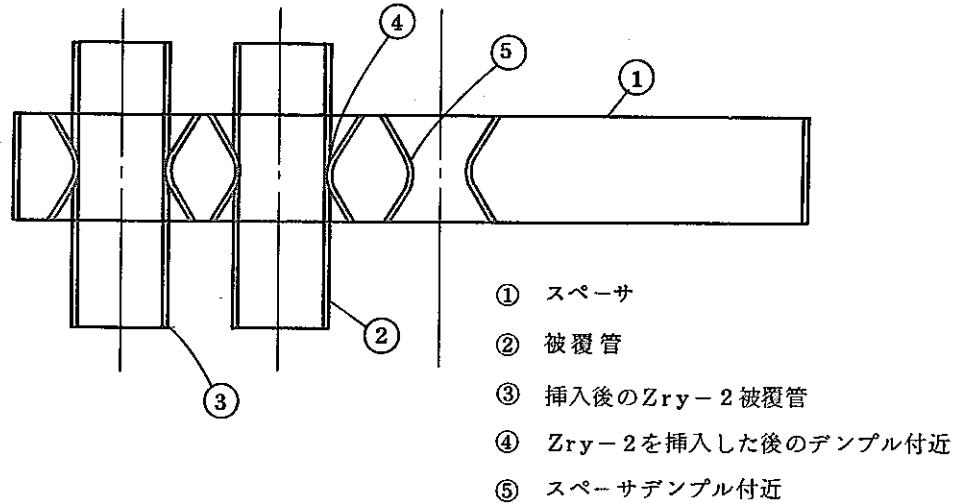


図-2 スペーサと被覆管

表-9 洗浄試験（被覆管を挿入したスペーサ）（薄いグリス塗付）

洗 剤	濃 度	温 度	位 置	5分後	10分後	20分後	30分後	45分後	60分後
ラストリッパー	20g/l	70℃	③ K27	清					
			③ K31	汚	清				
			④ K27	汚	汚	汚	汚		
			⑤ K31	汚	汚	汚	汚		
			⑤ K27	汚	汚	汚	汚		
			⑤ K31	汚	汚	汚	汚		
	50g/l	70℃	③ K27	清					
			③ K31	汚	清				
			④ K27	汚	汚	汚	汚	清	
			④ K31	汚	汚	汚	汚	汚	清
			⑤ K27	汚	汚	汚	汚	汚	汚
			⑤ K31	汚	汚	汚	汚	汚	汚
ダイナテッド	20g/l	70℃	③ K27	汚	清				
			③ K31	汚	清				
			④ K27	汚	汚	汚	汚	汚	
			④ K31	汚	汚	汚	汚	汚	
			⑤ K27	汚	汚	汚	汚	汚	
			⑤ K31	汚	汚	汚	汚	汚	
	50g/l	70℃	③ K27	清					
			③ K31	清					
			④ K27	汚	汚	汚	汚	清	
			④ K31	汚	汚	汚	汚	清	
			⑤ K27	汚	汚	汚	汚	汚	
			⑤ K31	汚	汚	清			
リクイデット	5%Vol	70℃	③ K27	清					
			③ K31	清					
			④ K27	汚	汚	清			
			④ K31	汚	汚	清			
			⑤ K27	汚	汚	汚	清		
			⑤ K31	汚	汚	汚	清		

この結果 Zry-2 被覆管に対しては良い結果を示した洗剤でもインコネル-718に  
対しては好結果となり得ない。しかしこの種の洗剤の中ではリクイデットが良い事が明  
らかである。

## 2) マシン油の場合

試験方法は前項と同様であるが、クリスの代わりにマシン油を塗付した。但し洗剤の  
ラストリッパー、ダイナデットは前回の実験から判断して使用せず、リクライデットのみについて実験した。

表-10 洗浄試験（被覆管を挿入したスペーサ）（マシン油塗付）

洗 剂	濃 度	温 度	位 置	5 分 後
リクイデット	5% Vol	70°C	③ K27	清
			③ K31	清
			④ K27	清
			④ K31	清
			⑤ K27	清
			⑤ K31	清

このように被覆管、スペーサに付着したマシン油はリクイデットにより除去できるといえる。

## 1.5 洗剤の濃度と洗浄能力の関係

クリスを塗りつけた Zry-2 被覆管をガーゼにより余分なクリスを拭い去り、これをラストリッパー、リクイデットの各々の異った濃度の洗剤に浸漬し、一定時間後取出し水洗して水切れの有無を目視判定した。

表-11, 12 にその結果を示し、図-3 にその状態を整理した。図-4 に濃度、時間の関係を示す。

表-11 ラストリッパーの濃度と洗浄能力（薄いクリス塗付）

洗 剂	濃 度	PH	試 料	5 分 後	10 分 後	30 分 後	45 分 後	60 分 後	120 分 後
ラストリッパー 70°C	5.0 g/l	13.2	S 32	清					
	2.0	13.1	S 33	清					
	1.0	12.9	S 30	汚	清				
	0.5	12.6	S 31	汚	汚	汚	清		
	0.2	12.2	S 27	汚	汚	汚	汚	汚	
	0.1	11.9	S 26	汚	汚	汚	汚	汚	汚

表一 1 2 リクエデットの濃度と洗浄能力(薄いグリス塗付)

洗 剤	濃 度	試 料	P H	5分後	10分後	20分後	30分後	45分後	60分後
リクイデット 67℃	5%Vol	S 3 3	9.2	清					
	2	S 3 0	9.15	汚	汚	清			
	1	S 3 1	9.1	汚	汚	汚	清		
	0.5	S 2 7	9.0	汚	汚	汚	汚	清	
	0.2	S 2 6	8.8	汚	汚	汚	汚	清	
	0.1	S 3 2	8.5	汚	汚	汚	汚	汚	清

以上の結果

ラストリッパーは濃度2%以下で長時間の洗浄が必要とするが、リクイデットの場合は5%Volでは短時間の洗浄で清浄が期待できる。

濃度 (g/l)

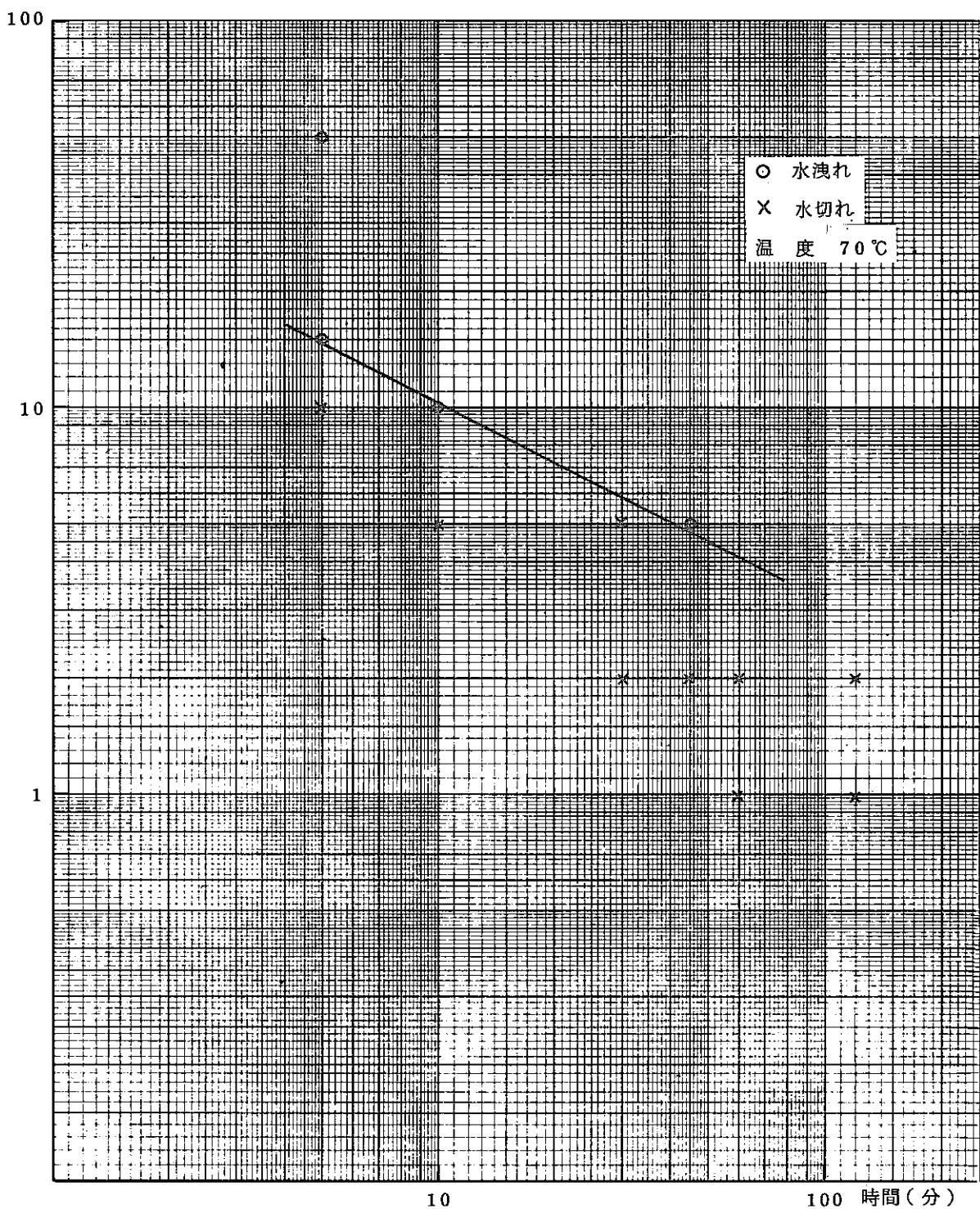


図-3 Zry-2のラストリッパーによる洗浄能力

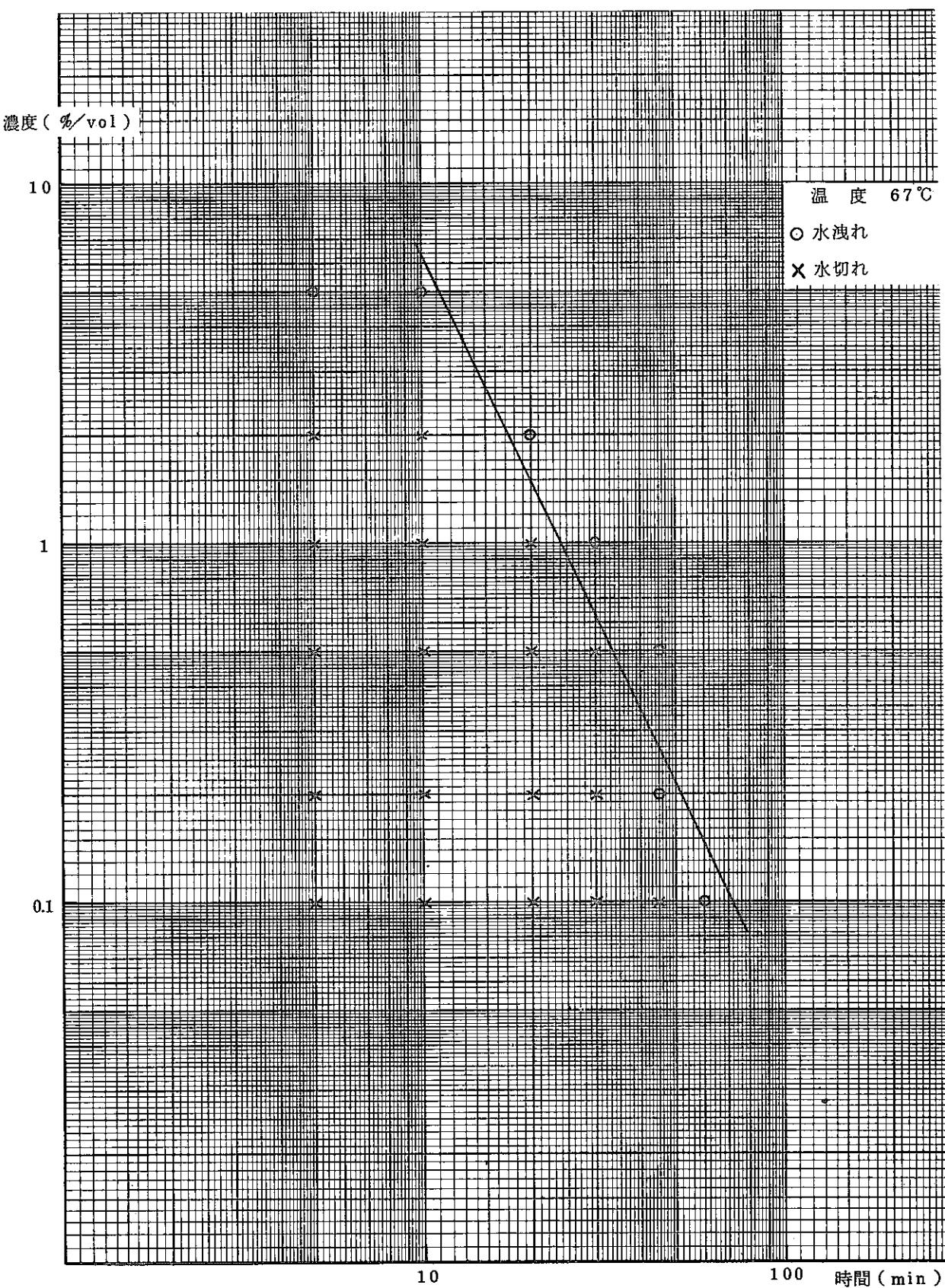


図-4 Zry-2 のリクイデットによる洗浄能力

## 2 オートクレープ試験

### 2.1 オートクレープ試験の概要

ふげん燃料集合体被覆管の製造にあたっては、水蒸気中オートクレープ処理試験（400°C, 88 kg/cm<sup>2</sup>, 12時間）を行なって以下の規格を満足させなければならない。

- 1) 管の内外表面は清浄とし油脂、酸化物等の有害な付着物がないこと。
- 2) 管の内外表面は黒い光沢があり、限度見本以上のむら模様がないこと。（限度見本は使用条件を考慮し、その都度決めるとしている。）
- 3) 管の内外表面にはいかなる大きさの白点、または白線がないこと。
- 4) 管の内外表面には白濁化あるいは他の表面の色つやの限界見本以上の部分、および限度見本以上の模擬白点や白線のないこと。

製品の試験、検査は各ロット毎にオートクレープ処理試験を行ない合格品を購入している。洗剤洗浄によってオートクレープ処理試験の結果がどうなるか、洗浄後の被覆管の健全性を評価するためラストリッパー、ダイナデット、リクイデットの3種の洗剤で試験を行った。

#### 2.1.1 試験用試料（オーカイト社による洗浄試料）

1) 材 料 Zry - 2  
16.46 φ × 50 ℥

2) 洗 浸

洗 剂	洗 剂	濃 度	温 度	時 間
	ラストリッパー	50 g/ℓ	70°C	15分
	ダイナデット	50 g/ℓ	70°C	15分
	リクイデット	5 % vol.	70°C	15分

水 洗：温水 70°C 2分間の温水洗

水 洗：常温 高純水（電気比抵抗  $9 \times 10^5 \Omega \cdot cm$ ）

2分間の温水洗

乾 燥：室 温

#### 2.1.2 試料内訳

試料K22, S19, S21, S22共スペーサにより15μ前後の傷をつけマシンオイルを塗つたものでS19がラストリッパー、S21がダイナデット、K22, S22がリクイデットで洗浄されたものである。

## 2.1.3 オートクレーブ処理試験結果

オートクレーブ処理(400°C, 88 Kg/cm<sup>2</sup> 12 hr.)後は被覆管の表面はいずれも光沢のある黒色の酸化膜であり、前記2.1項1)~4)の仕様規格内であった。

## 2.2 腐食試験

腐食試験はASTM B-353-71に従って試験した。この試験の結果、試験片の表面は密着性のある黒色酸化膜でおおわれ、白点、白線または褐色の腐生成物のないことが必要である。重量増加は400°C, 105 Kg/cm<sup>2</sup>の蒸気中で72時間試験を行ない、22 mg/cm<sup>2</sup>以下であり、22 mg/dm<sup>2</sup>を越えた場合は14日の試験を行ない38 mg/dm<sup>2</sup>以下であることであることが必要である。

## 2.2.1 腐食試験用試料

## 1) 試料調整

S材(被覆管番号826), K材(553), SV材(304)の被覆管(16.46 mm × 5.0 mm ℥)を使用した。

S 51	S 52	S 53	S 54	S 55	S 56
K 51	K 52	K 53	K 54	K 55	K 56
SV 51	SV 52	SV 53	SV 54	SV 55	SV 56

## 2) Zry-2被覆管の洗浄

試験した試料の洗浄方法を表-13に示す。

表-13 腐食試料の洗浄

洗 剤	濃 度	温 度	時 間
ラストリッパー	50 g/ℓ	70°C	15分
ダイナデット	50 g/ℓ	70°C	15分
リクイデット	5% vol	70°C	15分
ネオペレックス	5% vol	70°C	15分
アセトン	100%	常温	15分
アルコール	100%	常温	15分

- ロ 水洗 温水 2分間  
 ハ 水洗 冷水 2分間  
 ニ 乾燥 常温

3) 試料細目 表-14に示す。

表-14 試料細目

試 料	試料の状態	洗 剤
S材, K材, SV材 5 1	切断された状態	-
S, K, SV 5 2	油をつけ 10 μ 前後の傷をつける	アセトン脱脂
S, K, SV 5 3	"	Rustripper 洗浄
S, K, SV 5 4	"	Dynadet 洗浄
S, K, SV 5 5	"	Liquidet 洗浄
S, K, SV 5 6	"	ネオペレックス洗浄
S, K, SV 5 7	"	アルコール洗浄
S 19, S 21, S 22, K 22 (3)	油をつけ 15 μ 前後の傷をつける	-

3) S 19, S 21, S 22, K 22 の試料は前日 300°C, 88 kg/cm<sup>2</sup> 12 時間のオートクレーブ試験を行ったもの。

### 2.2.2 腐食試験結果

腐食試験結果を表-15に示す。この表を被覆管別に調べてみると表-17に示すように、S材, SV材, K材の順に腐食增量が少なかった。

洗剤による腐食增量への効果は表-17からラストリッパーは多く、リクイデット、ネオペレックスが少ないよう見られるが有意差はどうであるか判断するにはデータが不足である。また外観検査上からはこの腐食增量のうらづけとなるデータに得られなく、多少ねづみ色がかった試料でも腐食增量が他よりも少なかった例があった。

表-15 オートクレーブ耐食試験(腐食増量)

Sample No	表面積 $\text{mm}^2$	オートクレーブ 400°C, 105Kg/cm²		腐食増量		洗浄条件
		72 hrs	4) 14 Days	72 hrs $\text{mg}/\text{dm}^2$	140 Days $\text{mg}/\text{dm}^2$	
S 19	4,891.5	9.6	9.6 + 5.6 15.2	19.63	31.07	傷有(<15μ) ラストリッパー
S 21	4,998.6	8.9	8.9 + 5.8 14.7	17.80	29.41	" ダイナデット
K 22	4,963.2	10.9	10.9 + 5.0 15.9	21.96	32.04	" リクイデット
S 22	4,986.3	9.4	9.4 + 5.4 14.8	18.85	29.68	" リクイデット
K 51	5,235.7		14.2		27.12	無傷アセトン脱脂
S 51	5,219.6		15.8		30.27	"
SV 51	5,178.0		14.9		28.78	"
K 52	5,190.1		14.1		27.17	傷有(≈10μ) アセトン脱脂
S 52	5,187.7		15.6		30.07	"
SV 52	5,166.7		14.3		27.68	"
K 53	5,207.2		14.0		26.89	傷有(≈10μ) ラストリッパー
S 53	5,178.9		15.7		30.32	"
SV 53	5,202.0		15.1		29.03	"
K 54	5,244.8		14.0		26.69	傷有(≈10μ) ダイナデット
S 54	5,239.8		15.4		29.39	"
SV 54	5,248.1		14.0		26.68	"
K 55	5,217.1		13.0		24.92	傷有(≈10μ) リクイデット
S 55	5,167.5		14.3		27.67	"
SV 55	5,198.0		11.9		22.89	"
K 56	5,211.5		12.1		23.22	傷有(≈10μ) ネオペレックス
S 56	5,166.0		13.6		26.32	"
SV 56	5,196.1		12.9		24.83	"
K 57	5,180.0		13.2		25.48	傷有(≈10μ) アルコール
S 57	5,167.6		12.0		23.22	"
SV 57	5,195.8		14.2		27.33	"

4) 試験片 S 19, S 21, K 22, S 22 のオートクレーブ処理は 72 時間、オートクレーブ後 14 日間追加オートクレーブ処理した。腐食増量は 72 時間と 14 日間のオートクレーブ処理の加算状況を参考に示した。他の試験片は 72 時間オートクレーブ処理なし。

表-16 被覆管種類による比較

被 覆 管	腐食増量(14日オートクレーブ)	
	平 均	標 準 偏 差
S 材	28.18 mg/dm <sup>2</sup>	2.655 mg/dm <sup>2</sup>
S V材	26.745	2.203
K 材	25.92	1.473

表-17 洗浄条件による比較

洗 浊 条 件	腐食増量(14日オートクレーブ)	
	平 均	標 準 偏 差
アセトン(きづなし)	28.723 mg/dm <sup>2</sup>	1.576 mg/dm <sup>2</sup>
アセトン(きづ~10μ)	28.307	1.566
ラストリッパー(~10μ)	28.747	1.732
ダイナデット(~10μ)	27.587	1.561
リクエデット(~10μ)	25.160	2.399
ネオペレックス(~10μ)	24.790	1.55
アルコール(~10μ)	25.343	2.508

### 3 燃 料 集 合 体 洗 净

#### 3.1 洗剤の選定

洗浄の選定にあたっては、金属用洗剤であることが必要であるが、まず米国での原子力関係機器の洗浄用洗剤の使用例を調査したところ、米国のGEではOAKITE社製の金属洗剤を使用しているとのことであった。そこでこの情報に基づき、1章で述べた様に5種類の洗剤について、洗浄のピーカーテストを行なった。その結果を要約すると以下の様である。

10ミクロン程度の深さの傷を被覆管につけ、この上にグリースやマシン油をつけ、これを70°Cの洗浄液に浸漬し、水洗後、光学顕微鏡により洗浄度を検査したところ、オーカイト33以外は良好な洗浄効果が得られた。

しかし、これらの洗剤のうちアルカリ性が高く、使用上の適応性が悪いダイナデット、ラストリッパーは除外した。

また、GEで最もよく使用されているリクイデットは、本実験でも洗浄効果が良好であると認められたので、本洗剤について集合体部材であるスペーサ、タイロッドスペーサにマシン油をつけて洗浄試験を行なったところ、これも良好な洗浄効果が得られた。このためGEで使用されている洗剤の代表として、リクイデットがまず選定された。（なおアルミニュームクリーナはあまり使用されていないので使用しないこととした。）

次に国内で製造販売されている金属用洗剤として、調査の結果、花王アトラス株式会社のネオペレックスF-25が挙げられた。この洗剤も被覆管の洗浄効果が良好であることが、試験の結果判明した。また本洗剤は、高度の清浄度が必要とされる溶接部材の洗浄に使用され、溶接欠陥の発生防止、溶接部の耐食性向上に十分に洗浄効果が有ることが別に証明されている。<sup>A)</sup>

本洗剤は淡黄色液体で、0.2～0.5%といった低い濃度でも十分な洗浄能力を有する。また、80°Cの高温においても、熱分解等により変質することもない。カチオン活性剤（アルキルベンゼンスルホン酸）で、中性ないしアルカリ性（3～5%NaOH溶液）で使用される。

公害防止の点については、リクイデット、ネオペレックスF-25とも、生分解（バクテリアにより分解）により公害の問題とならないことも知られている。

両者の主成分は、製造者の情報によるとC、O、S、H、Naであり、ハロゲン元素、B、Hg等の、各不純物は20ppm以下に抑えられている。（PNC内の分析でFは両者とも0.01ppm以下であった。）

以上の理由により、両洗剤が適当なものとして選定された。

#### 3.2 集合体の洗浄効果

実工程の洗浄方法に従い、洗剤ネオペレックスF-25、およびリクイデット（各洗剤濃度3%）を使用して、模擬集合体を洗浄した。

模擬集合体には、故意に機械油、ワセリン、グリスをあらかじめ塗り洗浄効果を調べた。

A) 成木芳、横沢直樹、鈴木正啓、菅原雪夫、ZN-841-77-11

「ふげん燃料要素端栓溶接試験」（1977年4月）

洗浄後、模擬集合体を吊り上げ外観を調べると、以前付着していた手油、しみ、機械油等は完全に除去され、乾燥後、しみ、むらは見られなかった。しかし、少々厚めに塗付したワセリン、グリスは除去しきれなかった。

製作作業標準によれば「きれいになつた事」の判定は、ガーゼによりふいた時、異物が検出されないと規定しており、これに従つて調べてみると Zry-2 被覆管に、以前についていた黒色の異物はもちろん、他の異物も検出されなかった。

### 3.3 集合体表面の洗剤付着量の評価

#### 3.3.1 仕上げ洗浄水の洗剤濃度

本洗浄装置において、仕上げ洗浄に使用される高純水 ( $2 \times 10^6 \Omega\text{cm}$ , 12°C) を使用し、リクイデッドおよびネオペレックス F-25 の、2種類の洗剤の各濃度における電気伝導度を測定した。この測定値を電気比抵抗値に換算して洗浄濃度と電気比抵抗の関係を図 5 に示す。

ふげん燃料集合体洗浄作業標準によれば、仕上げ洗浄工程後の清浄度の管理を、純水の電気比抵抗値による管理で行うことになっており、この値を  $10 \times 10^4 \Omega\text{cm}$  (80°C) 以上としているが、一般に液体の電気比抵抗値は、温度の上昇とともに低下することが知られており、図 5 より、この管理限界  $10 \times 10^4 \Omega\text{cm}$  (80°C) においては、仕上げ洗浄水中の洗剤濃度は、リクイデッドでは 90 ppm 以下、ネオペレックス F-25 では 45 ppm 以下であることが予想される。

なお、実工程においては、仕上げ洗浄の水の電気比抵抗は  $10 \times 10^5 \Omega\text{cm}$  程度であるので、純水中の洗剤含有量はさらに少なく抑えられる。

注)

この集合体を原子炉に装荷することにより、冷却材中の不純物がどの位増加するか試算してみる。

この洗浄後のぬれにより、集合体に付着する仕上げ洗浄水中の洗剤量を 42 cc とすると<sup>5)</sup>、圧力管内の水量(装荷状態における水量)<sup>6)</sup>約 27 ℥ 中に含まれる不純物の増加量は、仕上げ洗浄水の電気比抵抗を 10 万  $\Omega\text{cm}$  とした場合、

$$\text{リクイデッド} \quad 90 \text{ ppm} \times 42 \text{ cc} / 2,700 \text{ cc} = 1.4 \text{ ppm}$$

$$\text{ネオペレックス F-25} \quad 45 \text{ ppm} \times 42 \text{ cc} / 2,700 \text{ cc} = 0.7 \text{ ppm}$$

以下である。

実際には、ループ内の冷却水量はこれより大幅に多く、不純物濃度はさらに低くなる。

5)：水ぬれ性をよくしたシャーレに水 (15°C) をつけ、排水後すばやく重量を測定し、乾燥前の重量と比較してぬれにより付着する水の重量を求めた。使用温度 80°C においては粘性が 1/3 になるので、この重量を 3 で割り、これに集合体の表面積とシャーレの表面積の比を剥じた。

6)：原子炉圧力管に集合体を、どぶづけにした場合の常温における圧力管内の水量。

ZN841-77-48

-41-

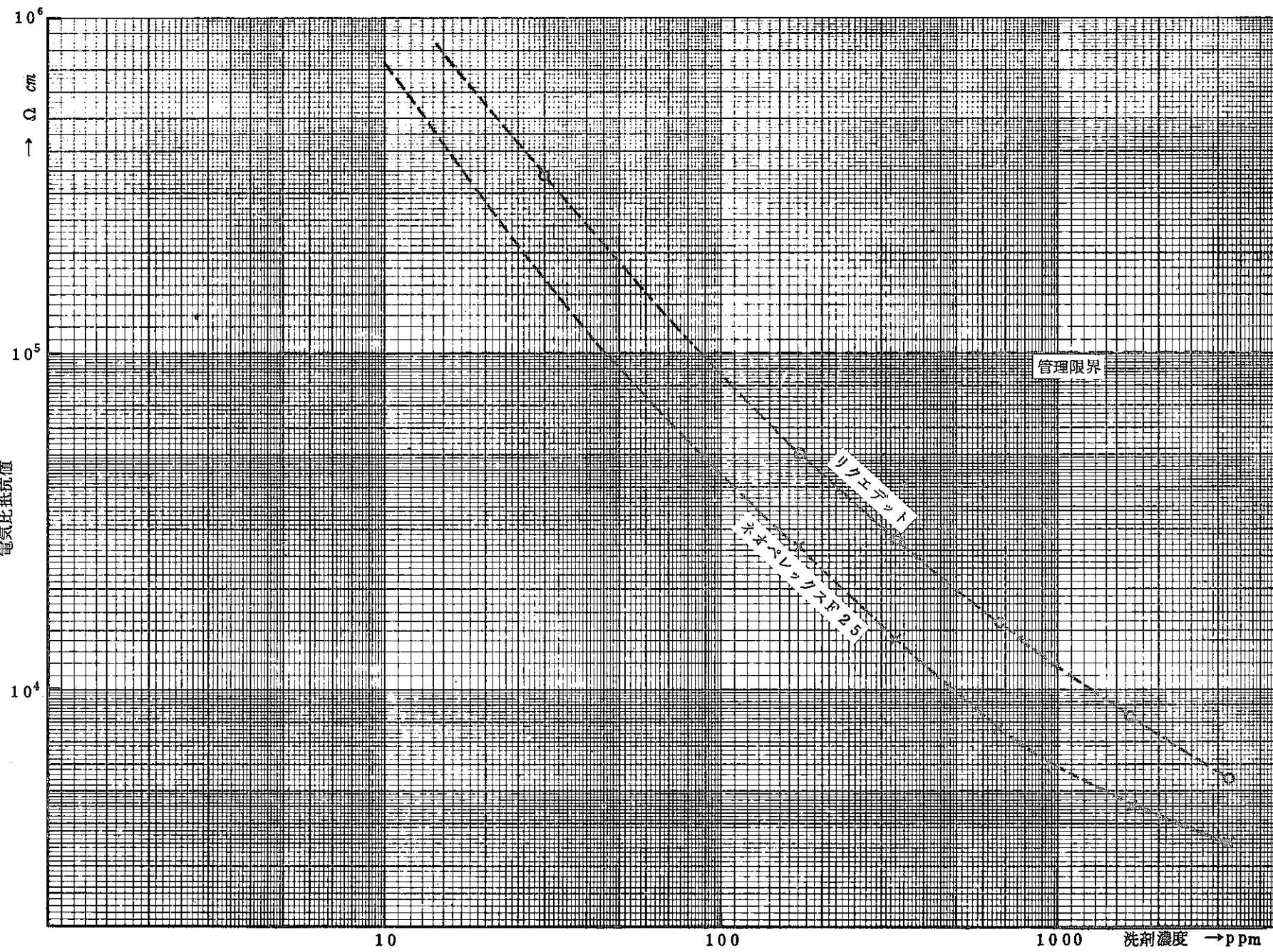


図5 洗剤濃度と電気比抵抗値との関係 (at RT)

### 3.3.2 実際の集合体の仕上げ洗浄水の電気比抵抗

ネオペレックスF-25, リクイデットの両者について、模擬集合体の洗浄を実工程に従って行った。

「製造作業標準」に記載した実工程のフローシートを簡単に次に示す。

純水洗浄 80°C ～30万Ωcm <sup>7)</sup> (浸漬のみ)	→	洗剤洗浄 80°C 洗剤濃度 3% (循環) 30分	→	シャワーによる 水洗い 80°C 30万Ωcm <sup>7)</sup>	→
--	---	----------------------------------	---	---	---

純水洗浄 80°C ～30万Ωcm <sup>7)</sup> (浸漬のみ)	→	仕上げ洗浄 80°C ～200万Ωcm <sup>7)</sup> 30分 (循環)	7) 各工程使用前の水 の電気比抵抗
--	---	--	-----------------------

使用した模擬集合体は、ペレットを除いて本番の集合体部材と同じである。

30分間仕上げ洗浄後、出口の水の電気比抵抗を測定したところ、両洗剤において140万Ωcm(80°C)以上の値を示した。図5より推定すると、140万Ωcmの水(80°C)においては、洗剤の濃度は、ネオペレックスF-25では7ppm以下、リクエデットでは10ppm以下となる。

### 3.4 結論

以上述べた通り、「製造作業標準」に従って集合体を洗浄すれば、ネオペレックスF-25リクイデッドの両洗剤により、集合体が十分きれいに洗浄されることが判明した。また最終洗浄である高純水による仕上げ洗浄において、その洗浄水の電気比抵抗も十分高い値が得られ、集合体に付着する洗剤量も十分少ないものであることが判明した。

両洗剤のうち一応ふげん燃料集合体の洗浄にはネオペレックスF-25を使用する(理由①使用温度80°Cにおいて分解しない。②端栓の洗浄等の使用実績がある)。

#### 追記 1.

この仕上げ洗浄における難点は、スプリングカバー(上部タイプレート側についている、28本のスプリングを覆っている部材)の中に洗剤が入ると、洗剤が除去されづらいことである。

この点を調べるために、リクイデットにより洗浄した集合体を解体した。スプリングカバーの内に水がたまっていたが、その量が非常に少ないので、この水の採取が困難で水質検査ができなかつたが、洗剤特有の潤滑性はなく、また発泡性もなかつた。乾燥後は、洗剤が残つていればできる「むら」は検出されなかつた。

すなわち、工程の最初の純水洗浄の時の水が、このスプリングカバー内に充満し、事後に使用される洗剤液が、この中に拡散してゆく量が微量であったか、もしくは拡散しても仕上げ洗浄により、内の洗剤が拡散して除去されたためであろう。

(この水の乾燥は、熱風をかけることにより除去することができる。)

## 追記2. ネオペレックスF-25の使用濃度

界面活性剤水溶液の性質がある濃度

以上において急激に変化することが事実、表面張力、電気伝導度、浸透圧、氷点下降、蒸気圧、粘度、密度、溶解度、可溶化能、光散乱、色素の変化などに認められる(図6)。

上記のように界面活性剤水溶液の性質がある濃度において急激に変化することは、界面活性剤分子あるいはイオンが濃度の増加とともに急激にしかも可逆的に集合体(ミセル, micelle)を形成すると考えられるわけであり、この限界濃度をミセル限界濃度(c.m.c. critical micelle concentration)

といふ。

ミセルの形としては球状、板状、層状、あるいは円筒状などが考えられ(図7)，また集合数としては50～150分子など推定されている。

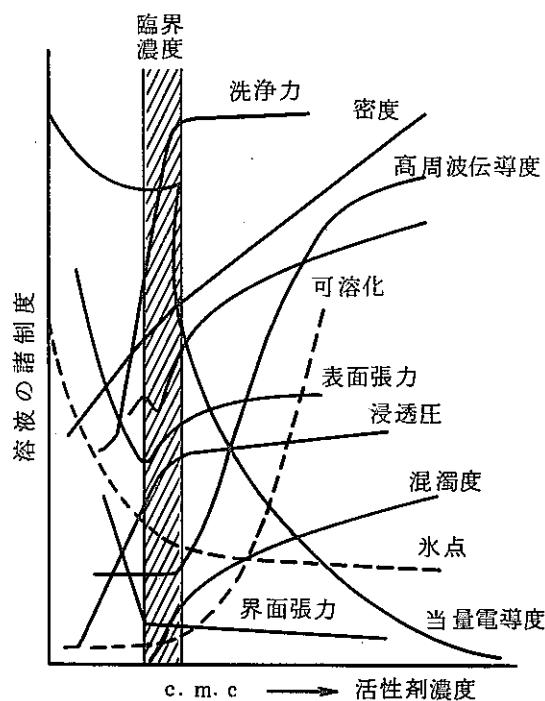


図-6

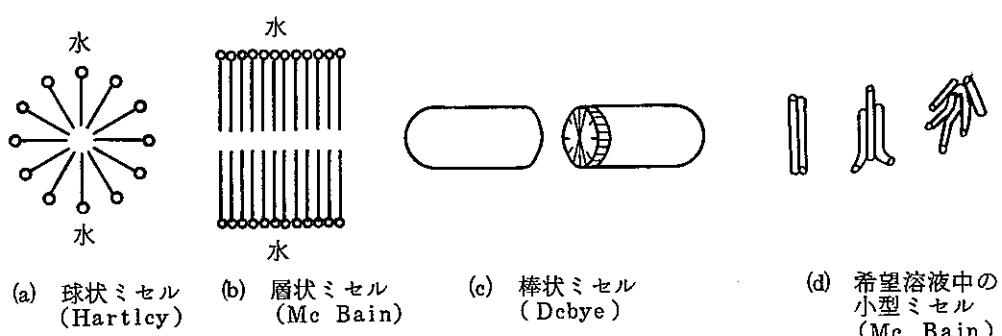


図-7

(以上は「界面活性剤の合成と其応用」小田良平等著より)

ネオペレックスF-25の場合の表面張力は、図8に示すごとく、その有効成分濃度が $1\text{g}/\ell$ でCMCを形成はじめめる。すなわち、この濃度より多少高い濃度で洗浄力がほぼ飽和(最大)となるといえる。

洗剤メーカ側からの情報によると、洗い落とす油等の種類によって違うが、洗浄力は $2\sim3\text{ g/l}$ で十分であるといふ。本洗剤の有効成分は25%であるので、本洗剤の使用濃度としては、0.8~1.2%が適当であるといえる。

このため集合体の本洗剤使用濃度は1%とする。

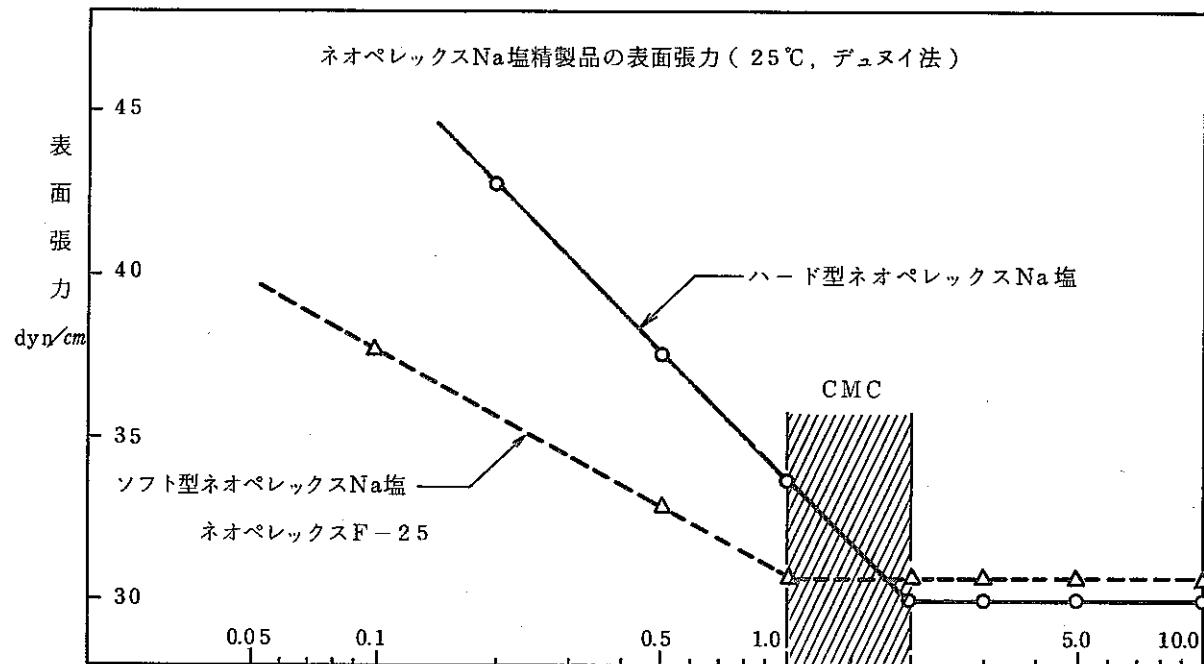


図-8 ネオペレックス有効成分濃度( $\text{g/l}$ )

## 4 ふげん集合体部材の腐食

これまでに述べた集合体の洗浄試験を基に作業マニアルが作成された。しかし実際に集合体を洗浄してみると、上部タイプレート、下部タイプレートおよびスペーサに発錆が1部認められた。タイプレートの材質は主としてSCS13とSUS304であり又、スペーサはインコネル718である。いずれも水中の耐食性は、本来優れているはずである。このために、この発錆原因と対策を調査した。

### 4.1 腐食の状況

スペーサやタイプレートはアルゴンガスを封入したポリエチレンの袋の中に保管されている。この袋から取り出して外観を調べて見ると赤さびの発生は非常に少ない。しかしこの中に少量の水を注射器で注入して、袋の中を多湿状態になると数日後赤さびが発生してくるものもある。まずスペーサの場合についてみると、発錆は溶接部付近に発生しており、1mmφの程度の小さな点状の赤さびとなっている。この溶接部には1部研磨が施されており、この部分にさびが多い。一方、研磨していない部分のさびは少ない。

スペーサの加工順にさびの発生頻度を調べてみると、さびの発生が5箇所以上と比較的多い部類に属するスペーサは製造番号が連続して発生しており、少なくなると連続してさびがほとんど認められなかつた。

タイプレートの場合についてもほぼ同じようなことがいえる。相違する点は非溶接部である内側の部分にも小さな赤さびが認められることである。これは鑄肌面に不純物が付いているためであろう。さらに詳しいデータについては後報に譲ることとする。

### 4.2 洗剤洗浄の腐食に及ぼす影響

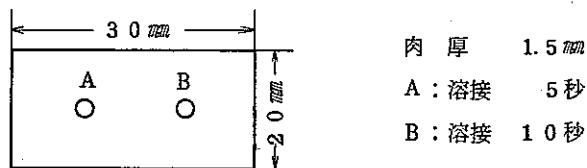
使用される洗剤はネオペレックスF25（アルキルベンゼンスホン酸）で濃度が約1%，PH8.4であり、この洗剤中のハロゲン元素の含有量は10ppm以下である。

SUS304の板材を80°Cのこの溶液中で1時間保持したが、外観上腐食は認められなかつた。しかし、炭素鋼である一般工具用ボルトを同様に処理したところ、浸漬中は腐食が認められなかつたが、これを水洗し、空気中に約2時間放置したところ、著しく赤さびが発生した。

### 4.3 発錆モデル試験

タイプレートのスポット溶液部付近がさびることの原因を調べるために、SUS304の板材をアルゴンガス雰囲気でスポット溶接した。これをイオン交換水中に浸漬し、腐食状況を外観により調べた。次に試験手順に従って述べる。

#### 4.3.1 試験片形状



#### 4.3.2 溶液前の試験片の洗浄

洗浄方法は次の2種類とした。

- ① ネオペレックスF-25 1%中に30分間浸漬(温度約80°C)その後水洗
- ② アセトン中で超音波洗浄

#### 4.3.3 スポット溶液

TIG溶接により、タンクステンアーク棒を使用して、アルゴンガスを吹きかけながら試験片の1部を溶融させた。アーク発生時間は5秒または10秒とし、溶接電流は25Aとした。溶融した部分の大きさは2mmφまたは3mmφであり、この大きさは、タイプレートネジ部のスポット溶接の大きさに相当する。溶接時アルゴンガスを吹きかけたにもかかわらず、溶接部付近は青紫色に1部変色していた。

#### 4.3.4 スポット溶接後の試験片の研磨

スポット溶接した試験片の1部を次の3種類の方法で研磨した。

- ① SUS304製ワイヤブラシ
- ② しんちゅう製ワイヤブラシ
- ③ SS41製グラインディングブラシ

#### 4.3.5 腐食

ガラスピーカにイオン交換水を入れ、この中に上記の手順により調製した試験片を常温で数日間浸漬した。

結果を表-18に示す。

表-18 集合体部材の腐食試験結果

溶接前の部材洗浄条件	溶接時間	研磨	腐食状況(×:赤さび有り, ○:赤さびなし)	
			浸漬時間 3日	13日
アセトン中で超音波洗浄	5秒	なし	×	
	10秒		×	
	5秒	SUS製 ワイヤブラシ	○	×
	10秒		○	×
	5秒	SS41製 ワイヤブラシ	×	
	10秒		×	
	5秒	SS41製 グラインド	×	
	10秒		×	
ネオペレックス F-25	5秒	なし	○	○
	10秒		○	○

今回調査したうち1番腐食に効く要因は溶接前の溶接部材の洗浄であった。すなわちアセトン洗浄した部材はいずれも水中で腐食し、赤さびは溶接熱影響部周辺に発生した。この腐食状態はタイプレート、スペーサのそれとよく似ている。洗剤で洗浄した部材は13日の水中浸漬においても赤さびが発生しなかつた。

研磨の効果は、SUS製ワイヤブラシをかけたものは耐食性が改善されるが、しんちゅう製ワイヤブラシやSS41製グラインディングブラシより研磨すると、溶接部以外の部分まで腐食がみられるようになつた。この状況はタイプレート、スペーサに見られるものとよく似ており、研磨により、試験片表面に腐食されやすい粉末が付着したものと考えられる。一方SUS製ブラシで研磨すると、このブラシはSUS304でできているので、たとえこのブラシが付着しても問題とならなかつたものと考えられる。逆にこの研磨により耐食性が改善されたことは、腐食しやすい部分がこの研磨により耐食性が改善されたことは、腐食しやすい部分がこの研磨により除去されたためと考えられる。

一般に耐食性を要求される金属は炭素が低く抑えられて製造される。炭素が多くなると耐食性を損うためである。今回研磨に使用したブラシの材質がSS41であり、炭素の含有量が多いものである。

また溶接する前の部材がアセトンで超音波洗浄した場合、炭素を含有する不純物の除去が十分でないため、事後の溶接において、この炭素をまきこんだため耐食性が乏しくなつたのであろう。すなわちスポット溶接の周辺(熱影響部)において、炭素が表面と反応し、母材中の炭素の拡散が十分大きくなつたために、ごく表面においては高い炭素濃度となり、この部分が腐食されやすくなつたものと考えられる。この現象はジルコニウムの溶接部の耐食性と

よく似ている。B)

SUS304製のブラシで研摩することによって、溶接部の耐食性が増すことが本実験で確認された。この研摩によって、除去される表面層は極微量であるけれど、耐食性を増す効果は顕著であった。

#### 4.4 対策

タイプレートおよびスペーサの局部腐食を少くするためには、その部分のみをSUS製ワイヤブラシで除去することが1つの方法として挙げられる。

この発錆しやすい部分を検出するために、1度発錆させ、この部分を目立たせる。すなわちタイプレートおよびスペーサはビニール袋の中に封入されているので、この中に注射器で水を注入し、1週間保管後取出し、SUS製ワイヤブラシで腐食部を除去する方法を実施した。この方法によると事後の集合体洗浄により発生する赤さびは著しく減少した。

---

B) 成木芳、横沢直樹、後藤明、菅原雪夫、鈴木正啓、ZN-841-76-45

「ふげん燃料要素の端栓溶接部のオーレクレープ評価試験」(1976年10月)

## 5. ま　と　め

ふげん燃料集合体を洗浄するにあたって、まず洗剤の選定を行なつた。

海外文献調査では燃料集合体を洗剤で洗浄する情報が得られなく、わずかに米国の G E 社が原子炉の配管系統を溶接する前にその部分を洗剤で洗浄すること、およびジルカロイ被覆管等も同様に洗浄しているという情報が得られた。この情報に基き各種の洗剤を使用して洗剤効果、腐食性、オートクレーブ試験等を実施し、この中でリクリイデットが最も良い事がわかつた。

次に国内の金属洗浄用洗剤として、従来ふげん端栓溶接の部材洗浄に使用しているネオペレックス F-25（カチオン界面活性剤）についても同様の試験を行なつたところ、これもリクリイデットに劣らぬ洗浄効果があり、また低い濃度で使用できることがわかつた。

集合体に付着する可能性のある異物として手の油脂、定盤に使用する防錆用油等であるが、これらはすべて除去でき、洗浄後、表面にしみが残ることもなかつた。また洗浄されずらい異物として、ワセリン、グリスが挙げられるがこれもガーゼで軽くふきとつた後に洗浄すれば、きれいに除去できることがわかつた。これらの洗浄試験は被覆管表面にきずがあり、その上に異物が付着していると想定した厳しい条件下での洗浄であることを考えれば、清浄化に関しては満足すべき結果が得られたと云える。

洗浄後集合体表面の洗剤の残存については、集合部材は水抜きができる構造になつておる、実際の工程ではまず①水洗し、②1%程度の濃度の洗剤で洗浄し、その後③水洗するが、この最終的な電気抵抗は約140万Ωcmが得られ、この場合の水中洗剤濃度は7ppm程度で十分低い値となる。

次に実際に集合体を洗浄して見ると、スペーサやタイプレートに腐食が生じる場合があることがわかつた。この腐食部はスポット溶接部付近で、特にグラインダ研摩部に多かつた。

この原因を調査するために、ステンレス板（材質 SUS 304）にスポット溶接またはグラインダ研摩を施し、これを水に浸漬して腐食の発生する要因を調べた。この調査により次のことがわかつた。

- ① 洗剤そのものには腐食性はない。
  - ② スポット溶接後、グラインダ研摩した部分の局部腐食は、研摩に使用したグラインダの材質が耐食性に乏しい場合に発生し、研磨面にこのグラインダの研磨粉の一部がめり込んだ部分に発生する。
  - ③ 研磨していない溶接部付近の腐食状況は、スポット溶接する前の部材の洗浄方法に大きく影響される。すなわち、この洗浄がアセトン超音波洗浄の場合には腐食が発生しやすいが、洗剤（ネオペレックス F-25, 1%）で洗浄した場合には発錆がほとんど認められない。
- 実際の集合体部材であるスペーサ、タイプレートの腐食の原因是、製造経歴の詳しいデータが

得られないのではつきりしないが、さびの発生状況がよく似ていることから前述のグラインダの材質、スポット溶接する前の部材洗浄に原因があるようと思われる。

これらの部材の防食の対策として、腐食されやすい部分を除去してしまうことである。この方法として集合体に組み込む前のスペーサ、タイプレートをまず多湿状態の中に保管して、錆やすい部分を目立たせ、さび部をステンレス製のワイヤブラシにより研磨し、除去する方法を検討した。この処理を行なったスペーサ、タイプレートは事後の集合体洗浄により発生するさびは微少となつた。