

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。
2001. 6. 6

[技術情報室]

低密度ペレット製造条件確立試験（II） 乾式回収粉添加試験（I）

1991年11月

動力炉・核燃料開発事業団
東海事業所

こ
と
す
よ
う

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

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

限 定 資 料

PNC 8410 91-272

1 9 9 1 年 11 月



低密度ペレット製造条件確立試験（II）

－乾式回収粉添加試験（I）－

執筆者：飛田 典幸* 加藤 直人* 野上 嘉能*
森平 正之* 長井修一郎*
上村勝一郎*

要 旨

ペレット製造における不合格品を乾式回収粉原料として再利用することは、原料粉末の有効利用のみならず製品の特性をコントロールする上からも必要不可欠である。本試験は「もんじゅ」初装荷燃料製造に合わせ、乾式回収粉添加が MOX 燃料の焼結挙動に与える影響を調べ、プルトニウム燃料工場（以下「Pu工場」という。）での生産性向上に資するとともに広く MOX 燃料技術開発の一環として実施した。本試験に用いた粉末はPu工場で「もんじゅ」燃料製造に使用しているものである。試験の結果、乾式回収粉を 55w/o 添加しても、ペレット製造上大きな問題点は発生しなかった。また、ペレットの焼結密度の標準偏差を小さくするためには、乾式回収粉の添加率に関係なく、ポアフォーマを造粒後でなく造粒前に添加する必要がある。乾式回収粉の添加率が少ないと、粉末の活性度が大きいと焼き膨れが生じ、ペレットの焼結密度が大幅に低下する現象が生じた。

本試験の結果、今後解決すべき課題として、乾式回収粉の性状の差によるペレット特性への影響及びペレットの焼き膨れメカニズムの解明とその防止策開発がある。これらについては、引き続き試験を行い解決を図っていく予定である。

* 核燃料技術開発部 プルトニウム燃料開発室

目 次

I. はじめに	1
II. 試験内容	3
1. 粉末焼結性試験	3
1. 1 試験概要	3
1. 2 試験に使用したMOX粉	3
1. 3 試験方法及び試験条件	4
1. 4 試験結果	6
1. 5 考 察	7
1. 6 結 論	8
2. 乾回高比率添加試験	11
2. 1 試験概要	11
2. 2 試験に使用したMOX粉及びポアフォーマ	11
2. 3 試験方法及び試験条件	11
2. 4 試験結果	13
2. 5 考 察	14
2. 6 結 論	16
3. 最大乾回添加率確認試験	21
3. 1 試験概要	21
3. 2 試験に使用したMOX粉及びポアフォーマ	21
3. 3 試験方法及び試験条件	21
3. 4 試験結果	25
3. 5 考 察	27
3. 6 結 論	29
4. 焼きしまり試験	32
4. 1 目 的	32
4. 2 試験方法	32
4. 3 結 果	33
4. 4 考 察	33
4. 5 結 論	33

III. まとめ	38
IV. 今後の課題	40
V. 謝 辞	41
VI. 参考文献	42
•別添資料	79
•別添資料 1 焼結炉校正試験	79
•別添資料 2 ボールミル粉碎効果確認試験	87
•別添	89

図リスト

図1. 1	乾回添加率13w/o MOX粉の粒度分布	43
図1. 2	乾回添加率20w/o MOX粉の粒度分布	43
図1. 3	乾回添加率25w/o MOX粉の粒度分布	43
図1. 4	乾回添加率55w/o MOX粉の粒度分布	43
図 2	粉末焼結性試験、乾回高比率添加試験製造フロー図	44
図 3	乾回添加率とO/Mの関係	45
図 4	乾回添加率とグリーン密度の関係	45
図 5	乾回添加率と炭素量の関係	46
図 6	乾回添加率と窒素量の関係	46
図 7	収縮特性曲線	47
図 8	密度上昇過程図	48
図 9	乾回添加率と焼結密度の関係	49
図10	焼結温度と焼結密度の関係	49
図11	乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係	50
図12	混合粉碎粉のO/Mと焼結密度の関係	50
図13	焼結温度と結晶粒径の関係	51
図14	2元配置分散分析結果（焼結密度）	52
図15	ポアフォーマ添加時期とグリーン密度の標準偏差の関係	53
図16	ポアフォーマ添加時期及び混合方法と予焼後の炭素量の関係	53
図17	乾回添加率と予焼後の窒素量の関係	54
図18	収縮特性曲線	55
図19	密度上昇過程図	56
図20	焼結温度と焼結密度の関係	57
図21	乾回添加率と焼結密度の関係	57
図22	ポアフォーマ添加時期と焼結密度の標準偏差の関係	58
図23	乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係	58
図24. 1	ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係 1690°C	59
図24. 2	ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係 1720°C	59
図24. 3	ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係 1750°C	66
図25	ペレット重量と焼結密度の関係	60

図26 焼結温度と結晶粒径の関係	61
図27 乾回添加率と結晶粒径の関係	61
図28 ポアフォーマ添加率と結晶粒径の関係	62
図29. 1, 2 単回帰分析結果（乾回55w/o, ポアフォーマ2w/o, 造粒前後添加）	63
図30 温度変化によるガス成分の放出率	65
図31 最大乾回添加確認試験製造フロー	66
図32 乾回添加率と比表面積の関係	67
図33 乾回添加率と平均粒径の関係	67
図34 乾回添加率とグリーン密度の関係	68
図35 ポアフォーマ添加率とグリーン密度の関係	68
図36 乾回添加率と炭素量の関係	69
図37 ポアフォーマ添加率と炭素量の関係	69
図38 乾回添加率と窒素量の関係	70
図39 収縮特性曲線	71
図40 乾回添加率と焼結密度の関係	72
図41 焼結温度と焼結密度の関係	72
図42 ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係	73
図43 乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係	73
図44 ポアフォーマ添加率と焼結密度の標準偏差の関係	74
図45 乾回添加率とピーク収縮率（50°C毎）の関係	74
図46 混合時間と焼結密度相関図	75
図47. 1, 2 混合時間と比表面積, 平均粒径の関係	76
図48 焼きしまり試験（12-13）	77
図49 焼きしまり試験（14-15）	77
図50 焼きしまり試験（18-19）	78
図51 焼きしまり試験（18-19）	78

表リスト

表1. 1	原料粉の物性値	3
表1. 2	MOX粉の物性値	4
表 2	粉末焼結性試験条件表	5
表 3	粉末焼結性試験結果一覧表	9
表 4	粉末焼結性試験ペレット検査結果表	10
表 5	乾回高比率添加試験条件表	12
表 6	乾回高比率添加試験結果一覧表	17
表 7	乾回高比率添加試験ペレット検査結果表	18
表 8	ガス成分	20
表9. 1	原料粉末の物性結果	23
表9. 2	原料粉末の分析結果	23
表10	最大乾回添加確認試験条件表	24
表11	最大乾回添加確認試験結果一覧表	30
表12	最大乾回添加確認試験 ペレット検査結果表	31
表13. 1	焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表 (12-13)	34
表13. 2	焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表 (14-15)	35
表13. 3	焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表 (14-15)	36
表13. 4	焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表 (18-19)	37

別添

- ・金相写真 : 写真 1 ~ 119
- ・ペレット外観写真 : 写真 1 ~ 15
- ・ α -オートラジオグラフィ写真 : 写真 1 ~ 6
- ・SEM写真 : 写真 1 ~ 9

I. はじめに

プルトニウム燃料工場（以下「Pu工場」という。）においては、「もんじゅ」初装荷燃料の製造が平成元年10月から開始されている。本製造の初期段階において多量の不格品が発生した。ペレット製造における原料粉末の有効利用及び所定量内での製造を達成するためには、これらの不格品を乾式回収原料粉として再利用する必要があった。しかし今までのR & Dにおいても、乾式回収粉の高比率添加のデータは、十分に持っていない。このため、プルトニウム燃料開発室（以下「Pu開室」という。）では、Pu工場の依頼にもとづき、平成3年1月から3年4月にかけて乾式回収粉を高比率まで添加した時のMOX燃料の焼結性を調べるための試験を実施した。これらのデータは今後のPu工場での製造条件を決める際の基礎データとともに、MOX燃料技術開発の一環とするためのものである。

本試験は以下の4つの試験から構成されている。

(1) 粉末焼結性試験

Pu工場で実際製造している混合粉（最大乾式回収粉添加率 55w/o）の焼結挙動を調べる試験である。

(2) 乾式回収粉高比率添加試験

試験(1)と同じ混合粉を用い、ポアフォーマを2w/o 添加した時の焼結挙動を調べる試験である。

(3) 最大乾式回収粉添加確認試験

Pu工場から現在使用している1:1 MOX粉、劣化UO₂粉、乾式回収粉の各原料粉を受入れ、最大100w/oまでの乾式回収粉を添加し、主にポアフォーマを2w/o 添加した時の焼結挙動を調べる試験である。

(4) 焼きしまり試験

試験(1), (2), (3)で使用したペレットを用いて24時間の焼きしまり試験を行い、製造条件の違いによるペレットの収縮量を調べ、ペレットの密度が完全に上昇しているかの確認及び炉内での焼きしまりを模擬した炉外評価試験である。

試験結果については、その都度関係部署への周知を行い、製造工程へのスムーズな反映を図った。

また、本試験の結果及び本試験以降でのPu工場の製造において、ペレットが体積膨張する焼き膨れ現象及び乾式回収粉を添加したために焼結密度が上がらなかったという問題が新たに発生した。従ってこれらの問題を解決するために、3年度に引き続き試験を行う事としている。

ここでは平成3年1月～平成3年4月までに行った結果を乾式回収粉添加試験（I）として

報告するものである。

この試験の中で用いた焼結温度は、当初Pu工場の製造条件と合わせ、焼結温度の効果がわかるようにと、1650°C, 1680°C, 1710°Cに設定した。しかしその後焼結炉の温度校正試験¹⁾を実施した結果、これらの温度帯においては、指示値との間に40°Cの差が生じた。従って本報告書においてはその温度差を補正した値を用いている。

* ¹⁾ 温度校正試験：別添資料1に試験内容を示す。

II. 試験内容

1. 粉末焼結性試験

1.1 試験概要

乾式回収粉を添加した MOX粉の焼結性を調べるために、まず、ポアフォーマを添加しない状態でペレットを製造し、乾式回収粉の添加が焼結挙動等にどう影響するかという観点から試験を行った。本試験は、Pu工場から受け入れた MOX混合粉を用いて、乾式回収粉の添加率13w/o, 20w/o, 25w/o, 40w/o, 55w/o の5水準のペレットを製造して、ペレットの焼結中の収縮状態及び焼結温度に対する寄与を調べ、乾式回収粉の添加が粉末の焼結性に与える影響を評価するものである。

1.2 試験に使用したMOX粉

本試験に使用した MOX粉は、Pu工場で使用していた「もんじゅ」燃料製造工程から分取したものである。

代表的な物性値を表1. 1～1. 2に示す。

表1. 1 原料粉の物性値

項目 ＼ 製造ロットNo.	L1E-45	L1E-42	L1E-43	L1E-44
1. PuO ₂ -UO ₂ 1:1 MOX粉				
・原料ロットNo.	L1G-019, 020	L1G-019	L1G-019	L1G-019
・比表面積(BET) (m ² /g)	4.31～4.62	4.31～4.62	4.31～4.62	4.31～4.62
・平均粒径 (SSS) (μm)	0.45～0.62	0.45～0.62	0.45～0.62	0.45～0.62
・O/M比	2.28～2.30	2.28～2.30	2.28～2.30	2.28～2.30

表1. 1 原料粉の物性値

製造ロットNo. 項目	L1E-45	L1E-42	L1E-43	L1E-44
2. UO ₂ 原料粉				
・原料ロットNo.	L1U-002	L1U-002	L1U-002	L1U-002
・比表面積(BET) (m ² /g)	2.42	2.42	2.42	2.42
・平均粒径 (SSS) (μm)	3.00	3.00	3.00	3.00
・O/M比	2.40	2.40	2.40	2.40
3. 乾式回収粉				
・原料ロットNo.	L1T-008	L1T-012	L1T-012	L1T-013
・比表面積(BET) (m ² /g)	0.22	0.37	0.37	0.61
・平均粒径 (SSS) (μm)	4.26	4.72	4.72	2.27
・O/M比	2.32	2.21	2.21	2.39

表1. 2 MOX粉の物性値

乾式回収 粉添加率 (w/o)	比表面積 BET (m ² /g)	平均粒径 SSS (μm)	O/M比	粒度分布	製造ロットNo.
13	3.03	0.56	2.35	図1. 1	L1E-45
20	3.11	0.56	—	図1. 2	L1E-42
25	2.63	0.62	—	図1. 3	L1E-43
40	* 2.45	* 0.79	—	—	L1E-43, 44
55	2.27	0.95	—	図1. 4	L1E-44

*配合比からの計算値

1. 3 試験方法と試験条件

(1) 試験条件

試験パラメータとして、乾式回収粉の添加率を変えて5水準に、焼結温度は、1690°C,

1720°C, 1750 °Cの3水準に設定した。

試験条件を表2に示す。

表2 粉末焼結性試験条件表

乾式回収粉添加率w/o (ロットNo.)	収縮特性試験	焼結温度
13 (L1E-45)	○	1690°C 1720°C 1750°C
20 (L1E-42)	○	1720°C
25 (L1E-43)	○	1690°C 1720°C 1750°C
40 (L1E-43, 44)	○	1720°C
55 (L1E-44)	○	1690°C 1720°C 1750°C

(2) 試験方法

- ① 乾式回収粉40w/oの粉末は25w/oと55w/o添加MOX粉をポリビンで手混合したものを用いた。
- ② 収縮特性試験は1750°Cまで上げ、ペレットの収縮状態を調べた。

*ペレット収縮率

$$\beta = [1 - [H_0 - (\Delta H \times \alpha \times T)] / H_0] \times 100(%)$$

H₀ : 焼結開始前ペレット高さ ΔH : 高さ寸法変化量 (実測)

α : 線熱膨張率 (UO₂ペレット 13 × 10⁻⁶/°C ²¹文献値)

T : 焼結温度 (°C) H_t: H₀ - ΔH

*温度上昇過程におけるペレット密度

$$= \text{予焼ペレット密度} / (1 - \beta_i)^3 \times \text{補正係数}$$

β_i : 焼結中におけるペレット高さ収縮率

$$\text{補正係数} : \text{焼結密度} / [\text{予焼ペレット密度} \times (1 - \beta_{\max})^3]$$

- ③ 焼成雰囲気ガスはAr-5%H₂ガスを用いた。
- ④ 焼結ペレット密度の算出は、自動寸法重量測定装置を用いて行った。直径、高さについては、レーザで測長し、約10点の平均値を用いた。
- ⑤ 製造フローを図2に示す。

1.4 試験結果

試験結果一覧を表3、ペレット検査結果を表4に示す。

- (1) 混合後のO/M比は、乾式回収粉の添加割合に関係無く、2.23~2.29とほぼ一定の値となつた。(図3)
- (2) グリーンペレット密度は、乾式回収粉の添加率が13w/oの時で57.2%T.D., 55w/oの時で62.5%T.D.となり、乾式回収粉の添加率の増加に従つて上昇している。(図4)
- (3) グリーンペレット外観観察
 - ① 乾式回収粉添加率の増加に従い、グリーンペレットの色は黒ずんでくる。
 - ② 乾式回収粉添加率が増加してもグリーンペレットにカケ、ワレの発生は無かった。
- (4) 成形性
 - ① 全てのロットにラミネーション及び鳴きの発生は無かった。
- (5) 予備焼結後の炭素、窒素、O/M比の分析結果(表3)
 - ① 予備焼結後の炭素量は、100~300ppmであった。(図5)
 - ② 予備焼結後の窒素量は乾式回収粉添加率25w/oまでは、乾式回収粉添加率の増加に従つて150~70ppmに減少し、その後はほぼ一定値になった。(図6)
 - ③ O/M比は乾式回収粉添加率13w/oで2.05、乾式回収粉添加率55w/oで2.01となり、乾式回収粉添加率の増加に従つて減少している。(図3)
- (6) 収縮特性曲線による収縮状態の観察
 - ① 乾式回収粉添加率13w/o~25w/oは、収縮特性曲線がほぼ同一である。
(最大収縮温度 1520~1550°C付近) (図7)
 - ② 乾式回収粉添加率55w/oになると最大収縮温度が1630°Cと高温側に移行している。
(図7)
 - ③ ペレット密度の上昇過程を図7の収縮特性曲線を基にして算出した結果、乾式回収粉添加率に関係なく、到達密度は、ほぼ一定の値(約95%T.D.)になっていく。(図8)
- (7) 乾式回収粉添加割合と焼結密度の関係
 - ① 乾式回収粉添加率の影響を受けずに、1720°C×2hr以上で焼結を行うと95~95.5%T.D.となつた。(図9)
 - ② 1690°C×2hrの焼結では、1720°C×2hr, 1750°C×2hrの焼結と比較すると、焼結密度が1~2%T.D.低くかつ、標準偏差も大きくなる傾向を持つ。(図10, 11)

(3) 混合粉碎後の粉末のO/M比が、2.23～2.29の範囲では、焼結密度に影響は与ていな
い。 (図12)

(8) 焼結後の炭素、窒素、O/M比、ガスの分析結果

- ① 炭素量は、乾式回収粉添加率に関係なく最大でも50ppmであった。 (図5)
- ② 窒素量は、乾式回収粉添加率に関係なく全て検出限界(50ppm)以下であった。 (図6)
- ③ O/M比は、乾式回収粉添加率に関係なく1.96～1.97であった。 (表3)
- ④ 焼結後のペレット中に存在するガス量としては、最も生原料粉が多く使用した乾式回
収粉添加率13w/oのロットでも $210 \mu l/g$ となり、ポアフォーマを添加しないペレット
製造で Ar-H₂を焼成雰囲気に用いれば、「もんじゅ」の仕様をほぼ満足する。 (表3)

(9) 結晶粒径について

焼結ペレットの金相写真からの結晶粒径は、乾式回収粉の添加率にはあまり関係無い
が、焼結温度1690°Cでは、3～6 μm, 1720°Cでは、6～8 μm, 1750°Cでは、7～10
μmと焼結温度が高くなる程大きくなる。 (図13)

金相写真を金相写真1～23に示す。

(10) 脱ガス後のペレット密度、O/M比

- ① 脱ガスによる密度変化は無かった。 (表4)
- ② 脱ガス後のO/M比の上昇としては、最大でも0.01であった。 (表3)

1.5 考 察

- (1) 乾式回収粉の添加率を増加しても混合粉末のO/M比があまり変化しなかったのは、
乾式回収粉のO/M比が1:1 MOX粉とあまり違ってないことから配合での混合粉末の
O/M比があまり違わないことが大きな原因となっている。
- (2) 乾式回収粉と原料粉(生粉)を比較した場合、乾式回収粉は1:1 MOX粉よりも、比表面積で約1/10、平均粒径で約6～7倍になっている。従って、混合粉末の嵩密度は乾式回収粉添加率の増加に従って大きくなり、グリーンペレット密度が上昇したものと考えられる。乾式回収粉添加率13w/oと20w/oのグリーンペレット密度があまり違わないのは、ボールミル粉碎効果の寄与も考えられる。このことは、混合粉の比表面積が乾式回収粉添加率の増加にも係わらず、大きくなっていることからもわかる。
- (3) 予備焼結ペレット中の残留窒素が、乾式回収粉の増加に伴い減少する傾向にあるのは、
混合の時点での、粉末中に含まれる窒素量が異なるために、生じたものと思われる。つまり1:1 MOX粉の装荷量が減ったため、減少した。

混合粉末中の残存窒素量

乾式回収粉添加率	混合粉窒素量
13w/o	560ppm
20w/o	550ppm
25w/o	534ppm
40w/o	438ppm *
55w/o	342ppm

原 料 粉	窒 素 量
1 : 1 MOX粉	約 1000 ppm
乾式回収粉	約 100 ppm

*は計算値

(4) 1690°Cで焼結したペレット密度が低くなつたのは、乾式回収粉添加率と焼結温度について分散分析をした結果(図14)ペレット密度は焼結温度に大きく影響するからである。このことは、収縮特性曲線から、ペレットの収縮状態を観察すると1690°C×2hrでの焼結ではペレットの収縮が途中であり、密度も上昇しきれていないことが判る。

そのため、標準偏差が焼結温度1720°C及び1750°Cに比べ大きくなっているものと思われる。

(5) 乾式回収粉を55w/oまで添加しても、粉末の焼結性があまり変わらず焼結密度がほぼ一定になつたのは、今回使用した乾式回収粉に未焼結な部分が多くあったのと不良ペレットの粉碎に用いているジェットミルの粉碎効率が十分に高いことに起因していると思われる。

1.6 結論

- ① 乾式回収粉の高添加(55w/oまで)は焼結密度に影響を与えない。
- ② 焼結温度1690°C×2hrでの焼結では、ペレットが収縮途中である。従って焼結密度の標準偏差を減少させるためには、より高温での焼結が必要である。
- ③ 乾式回収粉を高添加(55w/oまで)してもペレットの成形性に影響を与えない。
- ④ ポアフォーマを添加しないペレットを製造する上においては、乾式回収粉を55w/oまで添加しても問題はないと思われる。

表3 Job No. (12-13) 粉末焼結性試験結果一覧表

評価項目 乾回 添加率 単位 (混合重量)	混合粉碎後		成形後GP			予 焼 後			収縮特性試験		焼結温度	焼 結 後								脱 ガス 後								焼きしま り試験 結晶粒径 (μm)
	O/M	密度 x	密度 σ	個数 n	C	N	O/M	最大収縮温度	密度 x	密度 σ	個数 n	C	N	GAS	O/M	金相	No.	密度 x	密度 σ	個数 n	C	N	GAS	O/M				
	-	%TD	%TD	個	ppm	ppm	-	°C	°C	%TD	%TD	個	ppm	ppm	$\mu\text{L/g}$	-	μm	%TD	%TD	個	ppm	ppm	$\mu\text{L/g}$	-				
13w/o (70×3=210g)	2.28	57.18	0.90	10	210	150	2.05	1520	1690	93.08	0.50	35	< 30	< 50	170	1.97	4	RT-1-13-1	92.92	0.42	16	< 30	< 50	-	1.98	-		
									1720	94.87	0.61	35	< 30	< 50	65	1.97	7	RT-1-13-2	95.30	0.57	17	< 30	< 50	-	1.98	測定不可		
									1750	95.25	0.27	31	< 30	< 50	210	1.98	7	RT-1-13-3	95.45	0.25	15	< 30	< 50	-	1.98	-		
20w/o (70g)	2.29	57.11	0.99	10	115	130	2.03	1550	1720	95.59	0.55	30	< 30	< 50	—	1.97	9	RT-1-20-1	95.58	0.65	12	< 30	< 50	55	1.97	-		
25w/o (70×3=210g)	2.23	59.51	0.71	10	235	70	2.03	1530	1690	93.79	0.75	33	35	< 50	—	1.96	3	RT-1-25-1	94.16	0.89	15	< 30	< 50	-	1.97	12		
									1720	95.18	0.38	30	< 30	< 50	—	1.96	6	RT-1-25-2	95.14	0.25	16	< 30	< 50	-	1.97	測定不可		
									1750	95.05	0.34	31	< 30	< 50	—	1.96	8	RT-1-25-3	95.33	0.38	15	< 30	< 50	-	1.97	15		
40w/o (70g)	2.28	61.21	0.45	10	300	60	2.02	1580	1720	95.56	0.36	29	30	< 50	—	1.97	10	RT-1-40-1	95.49	0.38	11	< 30	< 50	-	1.98	-		
55w/o (70×3=210g)	2.28	62.53	0.40	10	300	80	2.01	1630	1690	94.39	0.47	35	< 30	< 50	45	1.96	6	RT-1-55-1	94.40	0.40	17	< 30	< 50	-	1.97	14		
									1720	95.45	0.31	35	50	< 50	< 30	1.96	8	RT-1-55-2	95.48	0.31	17	< 30	< 50	-	1.97	測定不可		
									1750	95.48	0.33	33	< 30	< 50	< 30	1.96	10	RT-1-55-3	95.58	0.18	17	< 30	< 50	-	1.96	15		
	化学分析	ペレット検査 ・マイクロメータによる手測定 ・成形圧=3~4t/cm ² ・ダイス=6.12mm			化学分析 ・雰囲気=Ar-H ₂ (5%) ・Gas流量=5 L/min ・昇温速度=200°C ×2/h ・保持条件=800°C ×2.5h keep			化学分析 ・雰囲気=Ar-H ₂ (5%) ・Gas流量=300 L/h ・昇温速度=600°C/h (800°C迄) 400°C/h (1750°C迄) ・保持条件=1750°C ×30min. keep			ペレット検査 ・ペレット検査装置による自動測定 ・雰囲気=Ar-H ₂ (5%) Gas流量=5 L/min. 昇温速度=400°C/h 中間保持条件=1200°C ×2h 保持条件=各温度×2h keep			化学 分析 GASは成分も含む。				物性 測定	ペレット検査	ペレット検査	化学分析 GASは成分も含む。							

表4 Job No. (12-13) 粉末焼結性試験ペレット検査結果表

乾固添加率 (混合重量)	成形後				焼結温度	焼結後				脱ガス後			
	直 径 (mm)	高 さ (mm)	重 量 (g)	密度 (%TD)		直 径 (mm)	高 さ (mm)	重 量 (g)	密度 (%TD)	直 径 (mm)	高 さ (mm)	重 量 (g)	密度 (%TD)
13w/o (70×3=210g)	6.229 (0.002)	9.431 (0.222)	1.807 (0.058)	57.18 (0.90)	1690°C	5.206 (0.011)	8.189 (0.145)	1.783 (0.041)	93.08 (0.50)	5.203 (0.008)	8.216 (0.060)	1.784 (0.019)	92.92 (0.42)
					1720°C	5.169 (0.012)	8.155 (0.135)	1.784 (0.043)	94.87 (0.61)	5.162 (0.011)	8.149 (0.123)	1.787 (0.042)	95.30 (0.57)
					1750°C	5.166 (0.011)	8.120 (0.144)	1.781 (0.036)	95.25 (0.27)	5.161 (0.008)	8.063 (0.176)	1.770 (0.040)	95.45 (0.25)
20w/o (70g)	6.229 (0.003)	9.462 (0.194)	1.801 (0.068)	57.11 (0.99)	1720°C	5.156 (0.015)	8.051 (0.162)	1.766 (0.053)	95.59 (0.55)	5.149 (0.017)	7.991 (0.200)	1.748 (0.066)	95.58 (0.65)
25w/o (70×3=210g)	6.235 (0.003)	9.572 (0.150)	1.911 (0.031)	59.51 (0.71)	1690°C	5.257 (0.009)	8.254 (0.136)	1.847 (0.038)	93.79 (0.75)	5.255 (0.012)	8.232 (0.172)	1.848 (0.047)	94.16 (0.89)
					1720°C	5.232 (0.012)	8.245 (0.120)	1.854 (0.031)	95.18 (0.38)	5.229 (0.009)	8.229 (0.104)	1.848 (0.031)	95.14 (0.25)
					1750°C	5.224 (0.015)	8.195 (0.152)	1.835 (0.045)	95.05 (0.34)	5.222 (0.014)	8.185 (0.151)	1.837 (0.045)	95.33 (0.36)
40w/o (70g)	6.227 (0.003)	9.478 (0.118)	1.942 (0.038)	61.21 (0.45)	1720°C	5.275 (0.009)	8.268 (0.106)	1.898 (0.035)	95.56 (0.36)	5.272 (0.010)	8.246 (0.102)	1.889 (0.034)	95.49 (0.38)
55w/o (70×3=210g)	6.226 (0.002)	9.135 (0.245)	1.912 (0.063)	62.53 (0.40)	1690°C	5.319 (0.009)	8.008 (0.116)	1.846 (0.034)	94.39 (0.47)	5.317 (0.011)	8.035 (0.132)	1.851 (0.037)	94.40 (0.40)
					1720°C	5.306 (0.009)	8.004 (0.148)	1.857 (0.043)	95.45 (0.31)	5.306 (0.009)	8.002 (0.181)	1.857 (0.050)	95.48 (0.31)
					1750°C	5.306 (0.012)	8.022 (0.166)	1.861 (0.048)	95.48 (0.33)	5.304 (0.012)	7.994 (0.133)	1.855 (0.038)	95.58 (0.18)

2. 乾式回収粉高比率添加試験

2.1 試験概要

II. 1の試験においては、乾式回収粉添加 MOX粉の焼結挙動を調べた。本試験は II. 1の試験に使用した同一の MOX粉を用いて、ポアフォーマを添加して、ペレットを製造し、乾式回収粉添加とポアフォーマの添加がペレット密度、標準偏差、収縮特性、不純物等に与える影響を評価するものである。

乾式回収粉添加率25w/o添加と55w/o添加した MOX粉については、ポアフォーマの造粒前添加と造粒後添加の違いによる効果も評価した。

2.2 試験に使用した MOX粉及びポアフォーマ

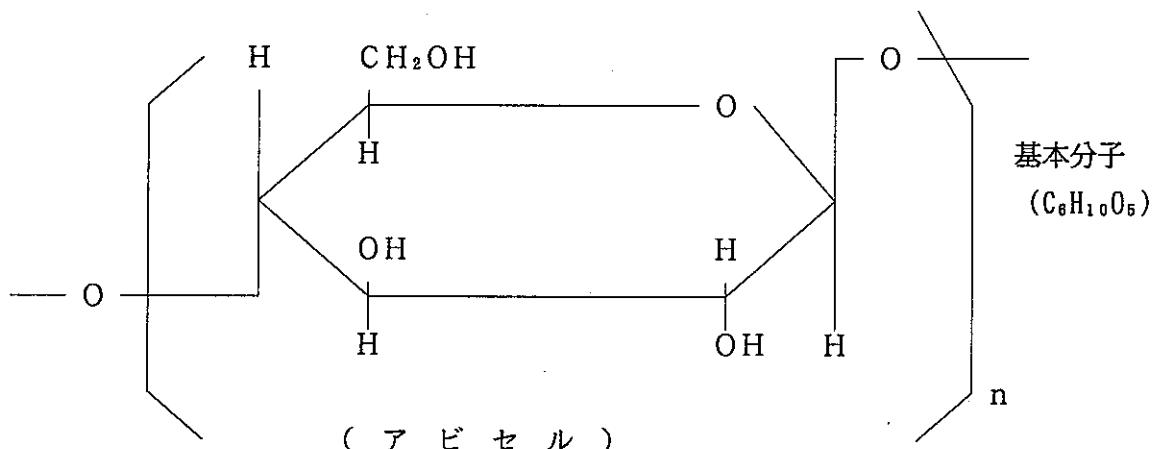
(1) MOX粉

試験 1と同じ粉末を用いた。粉末の物性値は表 1 参照

(2) ポアフォーマ

商品名：アビセル³⁾

化学名：結晶性セルロース



粒度 100~150 μm

2.3 試験方法及び試験条件

(1) 試験条件

試験パラメータとして、乾式回収粉の添加率を変えて 5 水準に、ポアフォーマ添加率は 1 w/o, 2 w/o の 2 水準、焼結温度は 1690°C, 1720°C, 1750°C の 3 水準に設定した。

試験条件を表 5 に示す。

表5 乾式回収粉高比率添加試験条件表

乾式回収粉 添加率 (w/o)	ポアフォーマ 添加率 (w/o)	ポアフォーマ 添加時期	焼結温度 (°C)	ロット数
13	2.0	造粒前	1720	1
20	2.0	造粒前	1720	1
25	1.0	造粒前	各 { 1690 1720 1750	12
		造粒後		
	2.0	造粒前		
		造粒後		
40	2.0	造粒前	1720	1
55	2.0	造粒前	各 { 1690 1720 1750	6
		造粒後		

(2) 試験方法

- ① 乾式回収粉添加率 40w/oの粉末は、乾式回収粉添加率試験と同様25w/o、と55w/o添加 MOX粉をポリビンで手混合した。
- ② ポアフォーマ、バインダ、ルブリカントの混合方法としては、70 g ロット（乾式回収粉添加率 13w/o, 20w/o, 40w/o）の場合がポリビン手混合、180 g 以上のロット（乾式回収粉添加率 25w/o, 55w/o）の場合が 1.2 ℥ S ブレンダーによる混合とした。
- ③ 70 g ロットの手混合は、造粒前にポアフォーマを添加する際、均一に混合し易いよう、ポリビンにプラスチックボール20個を入れた。
- ④ 焼成雰囲気ガスは、Ar-5%H₂ガスを用いた。
- ⑤ 製造フローを図2に示す。

2.4 結 果

試験結果一覧を表6、ペレット検査結果を表7に示す。

(1) グリーン密度と乾式回収粉添加率の関係

① ポアフォーマを2w/o 添加したペレットのグリーン密度は、ポアフォーマを添加しない場合と同様な傾向で、乾式回収粉添加率が13w/o添加時で55.4%T.D., 55w/o添加の時で59.4%T.D.となり、乾式回収粉添加率の増加に従って上昇している。(図4)

② グリーン密度の標準偏差は、ポアフォーマ添加時期(造粒前後)が大きく影響している。ポアフォーマ2w/o添加のとき、造粒前添加の標準偏差は造粒後添加の約1/2～1/3になっている。(図15)

(2) グリーンペレットの外観観察

① 乾式回収粉添加率の増加に従って、グリーンペレットの色は黒ずんでくる。

② ポアフォーマを添加しても、グリーンペレットには、カケ、ワレ等の発生はなかった。

(3) 成形性

① 乾式回収粉添加率が増加しても、ラミネーション及び鳴きは発生しなかった。

(4) 予備焼結の炭素、窒素の分析結果

① 予備焼結の炭素量は、乾式回収粉添加率25w/o, 55w/oの造粒前後のデータの比較からポアフォーマを造粒前に添加した方が、多く残留する。又、手混合したロットは炭素が多く(1200～1400ppm)残留した。(図16)

② 予備焼結の窒素量は、ポアフォーマの添加率に関係無く、乾式回収粉添加率13w/oの時で270ppm、乾式回収粉添加率55w/oで190ppmとなり、乾式回収粉の増加に従って減少している。(図17)

(5) 収縮特性試験結果(乾回添加率が25w/oで、ポアフォーマを2w/o添加)

① 乾式回収粉添加率が25w/oで、ポアフォーマを2w/o添加したときの収縮特性は、ポアフォーマ無添加のロットに比べて高温側に移行している。また、収縮率も小さくなっている。(図18)

② ポアフォーマの添加時期による収縮特性曲線に差はなかった。(図18)

③ ペレット密度の上昇過程を図-18の収縮特性曲線を基に算出した結果、予備焼結ペレット密度に従い、ポアフォーマの添加時期に関係なく、同じような密度上昇カーブを描く。(図19)

(6) 乾式回収粉添加と焼結密度の関係

① 焼結密度は、乾式回収粉の添加率の影響を受けず1720°C×2Hr以上の温度で焼結を行えばポアフォーマ2w/o添加で約86%T.D.で一定になる。(図20, 図21)

② 焼結密度の標準偏差は、ポアフォーマの添加時期に大きく左右される。造粒前添加では0.34～0.73%T.D.、造粒後添加では0.71～1.77%T.D.であった。(図22)

③ 乾式回収粉の添加率の増加に従い、焼結密度の標準偏差は、わずかに大きくなる傾向

にある。(図23)

- ④ 焼結密度は、乾式回収粉の添加率を増加しても、焼結温度によらずポアフォーマ添加率の増加とともに直線的に減少する。(図24-1, 2, 3)
- ⑤ 乾式回収粉添加率25w/o, 焼結温度1720°Cの時において、ポアフォーマ2w/oの添加時期により、ペレット重量が焼結密度に与える関係を調べた結果、造粒前添加だと一か所近くに固まっているが、造粒後添加だと重量が多くなるとそれに従って、焼結密度も上昇している。(図25)

(7) 焼結後の炭素, O/M比, 蒸発性不純物の分析結果

- ① 炭素量は、乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率に関係無く、全て30ppm以下であった。(表6)
- ② O/M比は、乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率、焼結温度に関係無く大部分は1.95~1.96であった。(表6)
- ③ 蒸発性不純物については、ポアフォーマを2w/o添加したロットで比較すると、造粒前に添加した方が蒸発性不純物が残りやすかった。残留量としては最大でも、420 μl/gと「もんじゅ」仕様を若干越えた程度であった。ガスの成分分析の結果は9割がH₂ガスであった。(表8)

また、1回の脱ガス処理で100 μl/g以下まで容易に抜けることもわかった。

(8) 結晶粒径について

- ① 焼結温度1690°Cでは、3~6 μm, 1720°Cでは、4~6 μm, 1750°Cでは4~7 μmと焼結温度が高くなる程、わずかに大きくなる傾向にある。(図26)
また、ポアフォーマを添加しないペレットと比較すると、結晶粒径は小さくなっている。
- ② 乾式回収粉添加率が増加するに従って、わずかに結晶粒径が大きくなる。(図27)
- ③ ポアフォーマの添加率の増加に従って、結晶粒径は小さくなる傾向にある。(図28)

(9) 脱ガス後の密度について

脱ガスによる密度の変化は生じなかった。(表6)

(10) 脱ガス後の炭素の分析結果について

脱ガス後の炭素量は、全て検出限界(30ppm)以下であった。(表5)

(11) 金相結果

金相写真を写真24~写真65に示す。ポアフォーマを2w/o添加した時のポアの分布状態は、造粒後添加ペレットでは造粒界に連続した形で存在しているが、造粒前添加ペレットは、造粒界内に多く観察され、造粒後添加に比較して均一に分散していた。

2.5 考 察

(1) グリーンペレットについて

- ① グリーンペレットの密度が同じポアフォーマ添加率であれば乾式回収粉添加率に従って増加しているのは、1. 5. (2)で考察した通り、乾式回収粉の嵩密度が1:1原料粉

より大きいことに起因している。

② グリーンペレット密度の標準偏差がポアフォーマ添加時期により大きく変化するの
は、ポアフォーマの分散度によるものと考えられる。ポアフォーマを造粒前に添加する
ことにより、均一に分散混合することができ、その結果標準偏差を小さくしたものと考
えられる。

- (2) 予備焼結後において手混合ロット (13w/o, 20w/o, 40w/o) の炭素が増加しているのは、
(図16参照) ポアフォーマ添加混合時にプラスチックボールをポリビンに入れて行っている
ことから増加の原因としては、このプラスチックボール又はポリビンからの混入が考え
られる。
- (3) 予備焼結後のペレット中の残留窒素が乾式回収粉添加率の増加に従って減少しているの
は、1. 5. (3)で考察したように 1 : 1 MOX 粉の装荷量に負うところが大きいために生じ
たものと思われる。

(4) 焼結ペレット

① ポアフォーマの造粒前・後における単回帰分析の結果 (55w/o 乾式回収粉添加) を図
-29.1, 29.2 に示す。焼結ペレットの高さ、重量、密度の相関を調べてみると、

添加時期	(a)高さ－重量	(b) 重 量 － 密 度	(c) 高 さ － 密 度	(d)密度バラツキ
造粒前	相関が非常に強 い ($r = 0.972$)	直線の傾き小さい 相関が弱い ($r = 0.767$)	直線の傾き小さい 相関が弱い ($r = 0.607$)	小
造粒後	相関が強い ($r = 0.875$)	直線の傾き大きい 相関が非常に高い ($r = 0.912$)	直線の傾き大きい 相関が弱い ($r = 0.610$)	大

の様な結果が得られた。

焼結密度は、(a)の相関が高いほど、(b), (c)の相関が低い程そのバラツキが小さくなると
考えられることから、造粒前にポアフォーマを添加することが、密度のバラツキを小さく
している。

(5) ポアフォーマを添加したペレットの収縮特性の違い

ポアフォーマを添加した時のペレットの収縮率は、ポアフォーマを添加しないペレット
に比べて約 1 % 小さくなってしまっており、最大収縮率を示す温度を高温側にシフトさせている。
また、金相面からも結晶粒の成長が抑制され、マイクロボアの数もあまり消失していない
。これらのこととは、ポアフォーマの添加により、マトリックス中の微小ボアの消失が遅
くなったためだと思われる。(金相写真 120, 121)

24時間の焼きしまり試験後の金相写真と比較すると、24時間の焼きしまり試験後のペレッ

トは、微小なポアが消失しているのがわかる。（金相写真 122, 123）

その結果、ポアフォーマ添加したペレットの最大収縮温度が高温側にシフトし、結晶粒径が小さくなつたと考えられる。

- (6) 蒸発性不純物の成分は、9割以上がH₂である。従つて図30に示す過去の実験データ⁴⁾からもわかるように1回の900°Cの脱ガス処理で十分ガスを抜かすことができる。

2.6 結論

- (1) 焼結密度の標準偏差の小さいペレットを製造するには、造粒前にポアフォーマを添加する必要がある。
- (2) 乾式回収粉添加率（13～55w/oまで）は、焼結密度に影響を与えない。
- (3) 乾式回収粉添加率が55w/oまでは、ポアフォーマの添加率（2w/oまで）と焼結密度の関係はほぼ直線関係にある。
- (4) 焼結密度の標準偏差を小さくし、かつ結晶粒を成長させるためには、焼結温度は1720°C × 2 Hr以上が必要である。

表6 Job No. (14-15) 乾回高比率添加試験結果一覧表

評価項目 乾回 添加率 単位 (混合重量)	造粒前 Pf添加 有無 w/o	造粒後 Pf添加 有無 %	成形後GP			予焼後		吸縮性 最大 吸縮温度	焼結温度	焼結後							脱ガス後							焼きしま り試験 結晶粒径 (μm)			
			密度x	密度σ	個数n	C	N			密度x	密度σ	個数n	C	N	GAS	O/M	金相	Part No.	密度x	密度σ	個数n	C	N	GAS	O/M		
			%TD	%TD	個	ppm	ppm	°C	%TD	%TD	%TD	個	ppm	ppm	μℓ/g	-	μm		%TD	%TD	個	ppm	ppm	μℓ/g	-		
I3w/o (70g)	○	2.0	-	55.41	0.52	10	1200	270	/	1720	85.58	0.42	39	< 30	< 50	420	1.94	4	RT-2-13-1	85.55	0.46	21	< 30	< 50	45	1.96	9
20w/o (70g)	○	2.0	-	55.75	0.46	10	1400	260	/	1720	86.66	0.40	36	< 30	< 50	140	1.98	4	RT-2-20-1	86.59	0.40	20	< 30	< 50	< 30	1.96	-
25w/o (60g×12 =720g)	○	-	59.06	0.34	10	265	250	/	1690	89.83	0.51	30	< 30	55	110	1.96	4	RT-2-25-1	89.58	0.59	13	< 30	< 50	35	1.97	-	
									1720	90.85	0.56	32	< 30	< 50	90	1.95	6	RT-2-25-2	90.92	0.38	14	< 30	< 50	< 30	1.97	測定不可	
									1750	91.16	0.34	29	< 30	< 50	< 30	1.96	7	RT-2-25-3	91.10	0.43	14	< 30	< 50	40	1.97	-	
	-	○	59.23	0.44	10	190	240	/	1690	90.67	0.71	29	< 30	< 50	150	1.95	4	RT-2-25-4	90.77	0.39	13	< 30	< 50	65	1.96	-	
									1720	91.29	0.98	29	< 30	< 50	150	1.95	4	RT-2-25-5	91.53	1.05	14	< 30	< 50	< 30	1.97	-	
									1750	90.99	1.52	28	< 30	< 50	< 30	1.96	5	RT-2-25-6	90.58	1.98	13	< 30	< 50	< 30	1.97	-	
	○	-	57.16	0.17	10	515	250	1630	1690	85.35	0.61	30	< 30	< 50	240	1.95	4	RT-2-25-7	85.04	0.53	14	< 30	< 50	50	1.96	9	
									1720	86.18	0.61	29	< 30	< 50	230	1.95	5	RT-2-25-8	86.11	0.59	14	< 30	< 50	85	1.97	8	
									1750	86.24	0.39	29	< 30	< 50	150	1.95	5	RT-2-25-9	86.31	0.43	14	< 30	< 50	85	1.97	測定不可	
	-	○	57.62	0.64	10	370	240	1630	1690	86.18	1.59	30	< 30	< 50	300	1.95	3	RT-2-25-10	86.27	1.41	14	< 30	< 50	35	1.97	-	
									1720	86.20	1.70	29	< 30	< 50	140	1.95	4	RT-2-25-11	86.56	1.14	14	< 30	< 50	< 30	1.97	-	
									1750	86.42	1.77	28	< 30	< 50	150	1.95	4	RT-2-25-12	86.62	2.09	12	< 30	< 50	55	1.97	-	
40w/o (70g)	○	2.0	-	58.53	0.30	10	1200	210	/	1720	86.09	0.49	30	< 30	< 50	130	1.95	5	RT-2-40-1	86.22	0.48	15	< 30	< 50	< 30	1.96	-
55w/o (70g×6 =420g)	○	-	59.37	0.48	10	690	190	/	1690	84.49	0.73	34	< 30	< 50	170	1.96	6	RT-2-55-1	84.43	0.76	18	< 30	< 50	-	1.97	測定不可	
									1720	85.31	0.57	35	< 30	< 50	210	1.95	6	RT-2-55-2	85.27	0.52	20	< 30	< 50	30	1.96	測定不可	
									1750	85.20	0.78	34	< 30	< 50	250	1.95	6	RT-2-55-3	85.27	0.74	19	< 30	< 50	-	1.97	13	
(70g×6 =420g)	-	○	60.16	1.14	10	425	190	/	1690	85.28	1.46	33	< 30	< 50	230	1.95	测不可	RT-2-55-4	85.70	0.74	17	< 30	< 50	-	1.96	-	
									1720	85.98	1.52	33	< 30	< 50	75	1.95	6	RT-2-55-5	85.70	1.78	18	< 30	< 50	< 30	1.96	-	
									1750	86.68	1.01	33	< 30	< 50	75	1.95	7	RT-2-55-6	86.68	1.18	18	< 30	< 50	-	1.96	-	
		Pf=7% (100~150μm)	ペレット検査		化学分析	Ar-H ₂ (5%)	ペレット検査		化学分析 GASは成分も含む。			物測	ルツト検査	ペレット検査		化学分析 GASは成分も含む。											

表7 Job No. (14-15) 乾回高比率添加試験ペレット検査結果①

乾回添加率 (混合重量)	Pf粒後 Pf添加	Pf添加率 Pf添加	造粒後 Pf添加	成 形 後				焼結温度	焼 結 後				脱 ガ ス 後			
				直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (XTD)		直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (XTD)	直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (XTD)
13w/o (70g)	○	2.0w/o	-	6.211 (0.006)	9.124 (0.098)	1.683 (0.032)	55.41 (0.52)	1720°C	5.236 (0.010)	7.907 (0.098)	1.602 (0.030)	85.58 (0.42)	5.236 (0.012)	7.889 (0.105)	1.597 (0.033)	85.55 (0.45)
20w/o (70g)	○	2.0w/o	-	6.213 (0.006)	9.131 (0.069)	1.696 (0.025)	55.75 (0.46)	1720°C	5.226 (0.012)	7.906 (0.071)	1.615 (0.021)	86.66 (0.40)	5.226 (0.013)	7.897 (0.075)	1.612 (0.022)	86.59 (0.40)
25w/o (60×12 =720g)	○	1.0w/o	-	6.206 (0.008)	9.534 (0.090)	1.872 (0.025)	59.06 (0.34)	1690°C	5.280 (0.010)	8.390 (0.118)	1.814 (0.031)	89.83 (0.51)	5.282 (0.010)	8.364 (0.061)	1.805 (0.011)	89.58 (0.59)
								1720°C	5.256 (0.008)	8.317 (0.119)	1.802 (0.032)	90.85 (0.56)	5.258 (0.008)	8.339 (0.114)	1.810 (0.028)	90.92 (0.38)
								1750°C	5.254 (0.009)	8.323 (0.125)	1.808 (0.034)	91.16 (0.34)	5.256 (0.008)	8.323 (0.083)	1.808 (0.024)	91.10 (0.43)
	-	○	-	6.211 (0.003)	9.588 (0.064)	1.891 (0.018)	59.23 (0.44)	1690°C	5.279 (0.009)	8.379 (0.111)	1.828 (0.029)	90.67 (0.71)	5.279 (0.010)	8.370 (0.141)	1.828 (0.036)	90.77 (0.39)
								1720°C	5.265 (0.010)	8.364 (0.100)	1.827 (0.028)	91.29 (0.98)	5.263 (0.008)	8.372 (0.113)	1.832 (0.034)	91.53 (1.05)
								1750°C	5.268 (0.012)	8.384 (0.099)	1.827 (0.035)	90.99 (1.52)	5.271 (0.014)	8.392 (0.078)	1.823 (0.037)	90.58 (1.98)
	○	2.0w/o	-	6.217 (0.006)	9.561 (0.061)	1.823 (0.017)	57.16 (0.17)	1690°C	5.308 (0.007)	8.443 (0.089)	1.753 (0.027)	85.35 (0.61)	5.314 (0.005)	8.477 (0.090)	1.757 (0.025)	85.04 (0.53)
								1720°C	5.288 (0.009)	8.367 (0.075)	1.741 (0.022)	86.18 (0.61)	5.290 (0.008)	8.381 (0.078)	1.743 (0.026)	86.11 (0.59)
								1750°C	5.291 (0.007)	8.395 (0.070)	1.749 (0.016)	86.24 (0.39)	5.290 (0.007)	8.381 (0.068)	1.747 (0.016)	86.31 (0.43)
	-	○	-	6.223 (0.004)	9.638 (0.067)	1.856 (0.024)	57.62 (0.64)	1690°C	5.303 (0.012)	8.475 (0.080)	1.773 (0.030)	86.18 (1.59)	5.303 (0.010)	8.476 (0.077)	1.775 (0.030)	86.27 (1.41)
								1720°C	5.291 (0.010)	8.476 (0.080)	1.766 (0.038)	86.20 (1.70)	5.291 (0.007)	8.487 (0.036)	1.775 (0.024)	86.56 (1.14)
								1750°C	5.292 (0.010)	8.445 (0.085)	1.764 (0.039)	86.42 (1.77)	5.292 (0.012)	8.439 (0.093)	1.767 (0.041)	86.62 (2.09)

表7 Job No. (14-15) 乾回高比率添加試験ペレット検査結果②

乾回添加率 (混合重量)	Pf粒後 Pf添加	Pf添加率	造粒後 Pf添加	成 形 後				焼結温度	焼 結 後				脱 ガ ス 後			
				直徑 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)		直徑 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)	直徑 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)
40w/o (70g)	○	2.0w/o	-	6.205 (0.008)	9.290 (0.072)	1.807 (0.020)	58.53 (0.30)	1720°C	5.317 (0.011)	8.156 (0.100)	1.714 (0.032)	86.09 (0.49)	5.318 (0.012)	8.165 (0.095)	1.719 (0.028)	86.22 (0.48)
55w/o (70 × 6 =420g)	○	2.0w/o	-	6.216 (0.004)	9.518 (0.087)	1.885 (0.032)	59.37 (0.48)	1690°C	5.389 (0.010)	8.576 (0.107)	1.817 (0.035)	84.49 (0.73)	5.391 (0.011)	8.566 (0.102)	1.814 (0.033)	84.43 (0.76)
								1720°C	5.371 (0.009)	8.499 (0.104)	1.805 (0.035)	85.31 (0.57)	5.370 (0.012)	8.473 (0.109)	1.799 (0.036)	85.27 (0.52)
								1750°C	5.367 (0.011)	8.479 (0.125)	1.796 (0.044)	85.20 (0.78)	5.368 (0.012)	8.488 (0.137)	1.801 (0.047)	85.27 (0.74)
	-	2.0w/o	○	6.202 (0.007)	9.477 (0.140)	1.893 (0.058)	60.16 (1.14)	1690°C	5.382 (0.012)	8.483 (0.096)	1.809 (0.041)	85.28 (1.46)	5.383 (0.012)	8.518 (0.092)	1.826 (0.025)	85.70 (0.74)
								1720°C	5.369 (0.008)	8.431 (0.100)	1.804 (0.048)	85.98 (1.52)	5.369 (0.007)	8.417 (0.108)	1.795 (0.056)	85.70 (1.78)
								1750°C	5.362 (0.010)	8.442 (0.105)	1.816 (0.041)	86.68 (1.01)	5.363 (0.009)	8.443 (0.108)	1.817 (0.046)	86.68 (1.18)
	<手混合> 13%乾回添加ロット 20%乾回添加ロット 40%乾回添加ロット <Sブレンダー混合> 25%乾回添加ロット 55%乾回添加ロット															

表 8 ガス成分

項目 ロットNo.	蒸発性不純物量 ($\mu\ell/g$)	成分割合 (%)			
		H ₂	O ₂	N ₂	CO
RT-2-13- 1	420	96.9	0.3	0.2	2.6
RT-2-25-10	230	97.9	0.1	N D	2.0
RT-2-55- 3	260	83.8	0.0	1.3	14.9

3. 最大乾式回収粉添加確認試験

3.1 試験概要

本試験は「もんじゅ」製造において乾式回収粉を最大どのくらいまで添加しても、製造上又は焼結挙動上問題が無いかを調べて、今後の「もんじゅ」製造に役たてるものである。試験としては、Pu工場から受入れた1:1 MOX粉、劣化UO₂粉及び乾式回収粉を用いて、乾式回収粉添加率0w/o, 25w/o, 55w/o, 70w/o, 100w/oの5水準の「もんじゅ」仕様のペレットを製造し、乾式回収粉の高添加がペレットの焼結性、標準偏差等に与える影響についての知見を得、今後の乾式回収粉を高比率添加する時の参考と資するものである。

3.2 試験に使用したMOX粉及びポアフォーマ

本試験に使用した粉末は、実際に「もんじゅ」の初装荷燃料製造に用いられている1:1 MOX粉、劣化UO₂粉、乾式回収粉の3種類を適当に配合したものである。表9.1, 2に使用した原料粉末毎の物性、分析結果を示す。又、写真1～写真4に乾式回収粉のSEM写真を示す。

ポアフォーマについては、試験2で使用した物と同一で100μm～150μmの篩い分けしたアビセルを用いた。

3.3 試験方法及び試験条件

(1) 試験条件

試験パラメータとしては、乾式回収粉の添加率を変えて5水準に、ポアフォーマ添加率は、0w/o, 1w/o, 2w/oの3水準（乾式回収粉添加率25w/oのみ）に、焼結温度は、1690°C, 1720°C, 1750°Cの3水準（乾式回収粉添加率0w/oと100w/oのみ）の11水準に設定した。

試験条件を表10に示す。

(2) 試験方法

- ① ボールミル混合は、1ℓの小型ボールミルを用いた。またボールの材質は、Pu工場と合わせAl₂O₃とした。
- ② アビセルの粒径は、100～150μmの物を用いた。添加混合方法として70gロット（乾式回収粉添加率25w/o, 55w/o, 70w/o）の場合は、ポリビン手混合、210gロット（乾式回収粉添加率0w/o, 100w/o）については、1.2ℓSブレンダを用いた。
- ③ 収縮特性試験は、最終温度を1750°Cまで上げ、ペレットの収縮状態を調べた。

$$\text{ペレット高さ収縮率} : \beta = [1 - (H_0 - (\Delta H \times \alpha \times T))] / H_0 \times 100(\%)$$

H₀：焼結開始前ペレット高さ寸法 ΔH：高さ寸法変化量（実測）

α：線熱膨張率 (UO₂ペレット 13×10⁻⁶/°C 文献値²⁾)

T : 焼結温度 (°C) Ht : $H_0 - \Delta H$

- ④ 焼成雰囲気ガスはAr-H₂ガスを用いた。
- ⑤ 製造フローを図31に示す。

表9. 1 原料粉末の物性結果

項目 原料粉 (ロットNo.)	比表面積 (BET) (m ² /g)	平均粒径 (SSS) (μm)
1 : 1 MOX粉 (L1G20)	4.47	0.55
劣化 UO ₂ 粉 (L1U2)	2.42	3.00
乾式回収粉 (L1T8)	0.22	4.26

表9. 2 原料粉末の分析結果

項目 原料粉 (ロットNo.)	O/M比	不純物含有率 (ppm)
1 : 1 MOX粉 (L1G20)	2.29	Al : 100 Ca : 44 Cr : 372 Fe : 971 N : 1408 Si : 190
劣化 UO ₂ 粉 (L1U2)	2.04	Al : < 5 Ca : < 2 Cr : < 3 Fe : < 15 N : 18 Si : < 12
乾式回収粉 (L1T8)	2.32	Al : < 100 Ca : 50 Cr : < 50 Fe : 160 C : 95 N : 130 Si : 250

表10 最大乾式回収粉添加確認試験条件表

乾式回収粉添加率 (w/o)	ボアフォーマ 添加率 (w/o)	収縮特性試験	焼結温度
0	2.0	○	1690
			1720
			1750
25	0	○	1720
	1.0		
	2.0		
55	2.0	○	1720
70	2.0	○	1720
100	2.0	○	1690
			1720
			1750

3.4 試験結果

試験結果一覧表を表11、ペレット検査結果を表12に示す。

- (1) 混合後の粉末の比表面積(BET法)は、乾式回収粉添加0w/oの時で $3.41\text{m}^2/\text{g}$ 、100w/o添加の時で $1.04\text{ m}^2/\text{g}$ となり、乾式回収粉添加率の増加に従ってほぼ直線的に減少した。(図32)
- (2) 混合後の粉末の平均粒径(SSS法)は、乾式回収粉添加0w/oの時で $0.35\mu\text{m}$ 、100w/o添加の時で $0.62\mu\text{m}$ となり、乾式回収粉添加率の増加に従って、直線的に増加した。(図33)また、SEM写真をSEM写真5～9に示すが乾式回収粉添加率を増加するに従って、乾式回収粉と思われる大きな粒子が観察されてくる。
- (3) ポアフォーマを2w/o添加した時のグリーンペレット密度は、乾式回収粉添加0w/oの時で54.91%T.D.、100w/o添加の時で62.54%T.D.となり、乾式回収粉の添加率の増加に従って直線的に増加した。(図34)また、乾式回収粉添加率25w/oについて行ったグリーンペレット密度は、ポアフォーマの添加に従ってほぼ直線的に減少する。(図35)
- (4) グリーンペレットの外観状態は、乾式回収粉添加率が増加しても、グリーンペレットにカケ、割れの発生は無かった。
- (5) 乾式回収粉添加率100w/oの粉末は、造粒時に粒にしにくく、その結果充填性が非常に悪かった。
- (6) 予備焼結の炭素、窒素の分析結果
 - ① 予備焼結のペレット中の炭素量は、ポアフォーマ2w/o添加すると1300～1800ppm残留する。(図36)また、ポアフォーマの添加率の増加に従って直線的に増加している。(図37)
 - ② 予備焼結のペレット中の窒素量は、乾式回収粉の添加率の増加に従って減少している。(図38)
- (7) 収縮特性試験結果(ポアフォーマ2w/o添加ペレット)
 - ① 乾式回収粉添加率0w/oと25w/oのペレットは、1650°C～1680°C付近より、焼き膨れ(約2%)が生じた。また、単位温度当たり(50°C毎)の収縮率の変動を観てみると1530°C付近で急激な収縮を起こしている。(図39)
 - ② 乾式回収粉添加率100w/oのペレットの最大収縮温度は、高温側(1730°C)に移行している。(図39)
- (8) 乾式回収粉添加率と焼結密度の関係
 - ① 乾式回収粉添加率0w/o、ポアフォーマ添加率2w/oの焼結密度は、焼結温度に関係なく、ペレットに焼き膨れが生じ、約75%T.D.であった。(図40、41)
 - ② 乾式回収粉添加率25w/oについては、ポアフォーマを添加すると、焼き膨れが生じ、焼結密度を降下させた。(図42)

③ 乾式回収粉添加率 55w/o～100w/o、ポアフォーマ2w/o添加したペレットを1720°C以上で焼結を行うと、ペレット密度は85～86%T.D.とほぼ一定になった。（図40）

④ 焼き膨れを生じたロットの焼結密度の標準偏差は、1.3～3.0%T.D.と大きい値を示した。（図43, 44）

(9) 焼結後の炭素、窒素、O/M比の分析結果

① 焼結後のペレット中の炭素量は、乾式回収粉の添加率に関係無く、最大で35ppmであった。（図36）

② 焼結後のペレットの窒素量は、乾式回収粉の添加率に関係無く、最大で70ppmであった。（図38）

③ 焼結後のペレットのO/M比は、乾式回収粉の添加率に関係無く、1.94～1.96であった。（表11）

(10) 焼結ペレットの金相結果

① 焼結ペレットの結晶粒径は、乾式回収粉の添加率にあまり関係無く、4～7 μmであった。（表11）（金相写真68～87）

② 焼き膨れの生じたペレットのポア分布状態は、ポアが膨れたためポア同志が、接触合体し、さらに大きいポアを形成している。（金相写真68, 70, 74, 76）

(11) α-オートラジオグラフィー結果

Puスポットの発生状態は、乾式回収粉の添加率にあまり関係無く、均一性は良好で、Puスポットは検出限界以下、又はスポット的に見える程度であった。

（α-オートラジオグラフィー写真－1～5）

(12) ペレット外観検査

焼結ペレットと研削ペレットを対応させた写真をペレット外観写真1～15に示す。

① ポアフォーマを添加しているペレットは、焼結ペレットでは表面光沢を持ち、ポアが観察されないが、研削するとポアフォーマが抜けたポアが表面に多く観察されるようになる。

② 焼き膨れしたペレットは写真上からもはっきりと膨れているのが観察される。乾式回収粉添加率 55w/oについては、目視外観上で焼き膨れしているペレットも見いだされた。

③ ポアフォーマを造粒前と造粒後に添加した写真を比べてみると造粒後に添加したペレットはポアが連続しつ大きくなっているのが観察された。

3.5 考 察

- (1) ボールミルでの乾式回収粉を添加した時の、粉碎能力を比表面積と平均粒径から観てみると

乾式回収粉の 添加率 (w/o)	原料の配合値		ボールミル後の結果	
	比表面積 (m ² /g)	平均粒径 (μm)	比表面積 (m ² /g)	平均粒径 (μm)
25	2.55	2.51	3.14	0.40
55	1.62	3.20	2.22	0.45
70	1.15	3.56	1.65	0.54
100	0.22	4.26	1.04	0.62

となり、比表面積の増加としては、乾式回収粉の添加率が25～70 w/oまでは、0.5～0.6 m²/gとなっている。又、平均粒径からみた粉碎比は6～7とほぼ一定になっている。これらのことから特殊の場合（100w/o乾回粉添加は比表面積の増加0.8m²/g）を除いては、ボールミルの粉碎能力は、混合条件が一定であれば、供給した原料に従ってほぼ一定の割合になると思われる。

- (2) 乾式回収粉と原料粉（生粉）を比較した場合、乾式回収粉は1:1 MOX原料粉よりもBBT 値で約1/20に、平均粒径で約8倍になっている。したがって、混合粉末の嵩密度は乾回粉添加率の増加に従って大きくなり、グリーンペレット密度が上昇したものと考えられる。

- (3) 乾式回収粉の添加率100w/oでグリーンペレットを成形する時に、粉末のダイス孔への充填を1回毎に確実に入るように作業したため、グリーンペレット密度の標準偏差が小さくなつた。従って、実質的には乾式回収粉の添加率100w/oの粉末でのペレット製造は、充填性が悪く量産製造は難しいと思われる。

- (4) 予備焼結ペレットの残留窒素が、乾式回収粉の増加に伴い減少する傾向にあるのは、混合の時点での粉末中に含まれる窒素量が異なるために、生じたものと思われる。つまり、1:1 MOX粉の装荷量が減ったため、減少した。

原料粉	窒素量
1:1 MOX	約1400ppm
乾式回収粉	約 130ppm
UO ₂ 粉	約 20ppm

(5) 乾式回収粉の添加率が、0w/o, 25w/o, 55w/oでポアフォーマを添加したペレットについて焼き膨れが発生したが、これはボールミル粉碎で粉末の活性度が増し、焼結性が向上したため、焼結中にペレット内の不純物がペレット外に放出される前に焼結が進行し、ガスの放出通路が閉塞し、ポア内圧が上昇し、その結果ペレットに焼き膨れが生じたものと考えられる。

このことは、焼き膨れしたペレットの金相写真から、ポア径が極端に大きくなっていることからも推測できる。又収縮特性曲線からもわかるように、焼き膨れしたペレットは、急激な収縮が起こっていることが、(図39)ガスがポア内に閉塞し易くし、このことが焼き膨れの一因となっていると思われる。図45に50°C毎のピーク収縮率を示したが、焼き膨れには、急激な収縮の大きさも一つの要因となっている。

(6) Pu開発室で製造したペレットに焼き膨れが発生した原因としては、

① 混合後の比表面積の増加、平均粒径の減少

乾式回収粉添加25w/o	Pu工場	Pu開発
比表面積	2.63m ² /g	3.14m ² /g
平均粒径	0.62 μm	0.40 μm
乾式回収粉添加55w/o	Pu工場	Pu開発
比表面積	2.02m ² /g	2.22m ² /g
平均粒径	0.95 μm	0.45 μm

② α-オートラジオグラフィ結果

Pu工場 Puスポットが全面均一分布 (α-オートラジオグラフィ-6)

Pu開発 ほぼPuスポット消滅 (α-オートラジオグラフィ-3)

の結果からボールミル粉碎の効果がPu開発室の方が高かったことが、大きな要因になっていると思われる。

また、過去に実施したボールミル粉碎効果確認試験⁵⁾のうちボール材質、混合時間の違いによる焼結密度の関係を図46に示したが、ボール材質の違い（粉碎効果が異なる）が同じ混合時間において生じるペレットの焼き膨れのためのペレット密度の低下に大きく影響している。これらのことからもペレットの焼き膨れの発生は、混合粉碎における混合条件に大きく左右することを考慮する必要がある。

参考として、混合時間と比表面積(BET)、平均粒径(SSS)の関係を図47に示してある。

(7) 今回使用した乾式回収粉は、SEM写真からも分かるように、原料粉の性状に近いような粉末が多く観られた。一般的には焼結体の乾式回収粉はもっと板状的に角張っているものが多く残る。従って今回の乾式回収粉の中には、焼結性の良い粉が多く混入し、その結果

*⁵⁾ ボールミル粉碎効果確認試験：別添資料2に示す。

100w/oの乾式回収粉でもペレット焼結密度が2w/oポアフォーマを添加しても、85%T.D.近くまで上昇した原因にもなっていると思われる。

3.6 結論

- (1) MOX粉末のボールミル混合の条件の変化によっては、粉末の焼結性が大きく変動し、その結果ペレットに焼き膨れ現象が発生する恐れがある。
- (2) 乾式回収粉の添加率100w/oでのペレット製造は、造粒、充填性が悪く、量産製造は、難しい。
- (3) 乾式回収粉の添加率としては、70w/oまでのペレット製造は可能と思われる（ただし、今回は乾式回収粉の種類が1種類であり、かつ焼き膨れに対する考慮も含めて再試験で確認する必要がある。）

表11 Job No. (18-19) 最大乾回添加確認試験結果一覧表

評価 項目 乾回 単位 (混合重量)	混合粉体後		p% 添加率 DET SSS	成形後GP		予焼後		収縮特性 最大 収縮温度 ℃	焼結温度 ℃	焼 結 後								脱 ガ ス 後						焼きしま り試験 結晶粒径 (μm)				
	密度 x	密度 σ		個数 n	C	N	密度 x	密度 σ	個数 n	C	N	GAS	O/M	金相	αオートラジオ	ロット番	密度 x	密度 σ	個数 n	C	N	GAS	O/M					
	m ³ /g	μm		w/o	%TD	%TD	個	ppm	ppm	ppm	ppm	μL/g	-	μm	μm	ロット番	%TD	%TD	個	ppm	ppm	μL/g	-					
0w/o (300g)	3.41	0.35	2.0	54.91	0.38	20	1400	290	1530	1690	75.21	2.98	38	35	< 50	530	1.94	4	Pu = φ50	RT-3-00-1	75.78	3.05	18	30	70	90	1.95	-
										1720	74.79	1.55	38	< 30	< 50	-	1.95	6	Pu = φ50	RT-3-00-2	75.11	2.01	19	< 30	< 50	-	1.96	測定不可
										1750	74.85	2.17	37	35	< 50	-	1.96	5	Pu = φ60	RT-3-00-3	74.70	2.05	19	< 30	50	-	1.95	-
25w/o (300g)	3.14	0.40	0	61.41	0.48	20	465	230	1530	95.68	0.14	31	< 30	55	-	1.95	4	Pu = φ0	RT-3-25-1	95.64	0.12	14	< 30	< 50	-	1.96	18	
										1720	88.50	1.27	24	< 30	70	-	1.95	7	Pu = φ0	RT-3-25-2	88.84	1.22	8	35	65	-	1.95	17
										1750	78.03	1.33	28	< 30	< 50	65	1.95	6	Pu = φ40, u = φ40	RT-3-25-3	78.72	1.49	12	< 30	< 50	75	1.96	測定不可
55w/o(300g)	2.22	0.45	2.0	60.08	0.32	20	1600	190	1530	1720	84.82	1.63	29	< 30	< 50	-	1.94	6	Pu = φ0	RT-3-55-1	84.72	1.38	12	< 30	< 50	-	1.96	測定不可
70w/o(300g)	1.65	0.54	2.0	61.01	0.40	20	1800	190	1530	1720	88.04	0.51	30	< 30	< 50	55	1.94	6	Pu = φ130	RT-3-70-1	86.24	0.39	18	< 30	85	130	1.95	測定不可
100w/o (300g)	1.04	0.62	2.0	62.54	0.34	20	1800	160	1730	1690	83.88	1.13	30	< 30	< 50	-	1.96	5	Pu = φ50, u = φ40	RT-3-100-1	84.14	1.04	11	< 30	< 50	-	1.96	-
										1720	85.02	0.40	32	< 30	< 50	-	1.95	测不可	Pu = φ0, u = φ40	RT-3-100-2	85.35	0.38	15	< 30	< 50	-	1.95	測定不可
										1750	84.90	0.76	30	< 30	< 50	-	1.94	7	Pu = φ0	RT-3-100-3	85.43	0.65	13	< 30	< 50	-	1.96	-
	物性測定		ペレット検査		化学分析		ペレット検査		化学分析		物性測定		ペレット検査		化学分析													

表12 Job No. (18-19) 最大乾回添加確認試験ペレット検査結果

乾回添加率 (混合重量)	Pf添加率	成 形 後				焼結温度	焼 結 後				脱 ガ ス 後			
		直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)		直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)	直径 (mm)	高さ (mm)	重量 (g)	密度 (%TD)
0w/o (300g)	2.0w/o	6.210 (0.002)	9.521 (0.077)	1.740 (0.025)	54.91 (0.38)	1690°C	5.391 (0.067)	8.738 (0.223)	1.647 (-0.026)	75.21 (2.99)	5.386 (0.063)	8.717 (0.190)	1.652 (0.018)	75.78 (3.05)
						1720°C	5.388 (0.043)	8.776 (0.198)	1.645 (0.039)	74.79 (1.55)	5.376 (0.055)	8.766 (0.258)	1.642 (0.048)	75.11 (2.01)
						1750°C	5.394 (0.048)	8.805 (0.168)	1.654 (0.024)	74.85 (2.17)	5.403 (0.042)	8.840 (0.119)	1.663 (0.015)	74.70 (2.05)
20w/o (300g)	0.0w/o	6.207 (0.002)	9.231 (0.104)	1.886 (0.036)	61.41 (0.48)	1720°C	5.245 (0.014)	8.018 (0.116)	1.822 (0.035)	95.68 (0.14)	5.246 (0.011)	8.026 (0.104)	1.824 (0.031)	95.64 (0.12)
	1.0w/o	6.195 (0.006)	9.206 (0.092)	1.836 (0.026)	60.19 (0.35)		5.303 (0.022)	8.186 (0.119)	1.758 (0.023)	88.50 (1.27)	5.298 (0.020)	8.170 (0.104)	1.758 (0.014)	88.84 (1.22)
	2.0w/o	6.211 (0.004)	9.199 (0.088)	1.771 (0.026)	57.80 (0.29)		5.406 (0.020)	8.586 (0.157)	1.689 (0.022)	78.03 (1.33)	5.395 (0.020)	8.539 (0.167)	1.689 (0.022)	78.72 (1.49)
55w/o (300g)	2.0w/o	6.211 (0.002)	9.373 (0.046)	1.875 (0.016)	60.08 (0.32)	1720°C	5.348 (0.024)	8.478 (0.148)	1.775 (0.019)	84.82 (1.63)	5.350 (0.027)	8.495 (0.135)	1.778 (0.018)	84.72 (1.38)
70w/o (300g)	2.0w/o	6.207 (0.003)	9.135 (0.106)	1.854 (0.034)	61.01 (0.40)	1720°C	5.384 (0.012)	8.166 (0.104)	1.758 (0.030)	86.04 (0.51)	5.382 (0.011)	8.158 (0.104)	1.759 (0.029)	86.24 (0.39)
100w/o (300g)	2.0w/o	6.206 (0.002)	9.281 (0.100)	1.930 (0.031)	62.54 (0.34)	1690°C	5.478 (0.020)	8.416 (0.113)	1.828 (0.030)	83.88 (1.13)	5.475 (0.020)	8.391 (0.089)	1.827 (0.025)	84.14 (1.04)
						1720°C	5.450 (0.008)	8.347 (0.085)	1.820 (0.025)	85.02 (0.40)	5.449 (0.008)	8.359 (0.083)	1.829 (0.024)	85.35 (0.38)
						1750°C	5.452 (0.013)	8.372 (0.099)	1.824 (0.026)	84.90 (0.76)	5.445 (0.013)	8.371 (0.102)	1.830 (0.026)	85.43 (0.65)

4. 焼きしまり試験

4.1 目的

本試験の目的は、ペレットの密度上昇度合いを調べることにより、燃料製造上の焼結時間等の評価及び炉内での焼きしまりの評価をすることである。

燃料の焼きしまりは、燃料ピン挙動に以下の点で影響を与えると言われている。

- ① 焼きしまりの結果生じるスタック長減少に伴う線出力増加
- ② 半径方向収縮のため生じる被覆管-ペレットのギップコンダクタンスの変化

普通これらを確認するためには照射実験と炉外評価の2つの方法が考えられている。

照射実験で焼きしまりの程度を求めるのが最も理想的であるが、照射実験は、多大の費用と時間を要するため、これに代わるものとして、炉外で高温長時間加熱により、一つの評価をすることができる。焼結の原子論的モデルによれば、炉内外の密度変化は、拡散定数と時間の積との次の関係が成立する。⁶⁾

$$\frac{D_{irr} \cdot t_{irr}}{(\Delta L/L_0)_{irr}} = \frac{D \cdot t}{(\Delta L/L_0)}$$

$(\Delta L/L_0)_{irr}$, $(\Delta L/L_0)$: 照射中、炉外でのスタック減少率

D_{irr} , D_t : 炉内、炉外の拡散定数

t_{irr} , t : 照射時間、炉外焼結時間

炉内の焼きしまりは4000~10000MWD/tで起こり、この焼きしまりの大きさは1700°C、24時間の炉外加熱を行い、種々の条件により炉内での評価の参考に資すると同時に燃料製造上からの焼きしまりのないペレット製造の参考にする。

4.2 試験方法

- ① 試験方法としては、各製造条件の違うペレット（試験1. 2. 3で使用した）を約10個を選び焼結密度を測る。
- ② 加熱温度は1740°Cで一定とし、6時間毎に密度を測定し、密度変化量を計算した。
- ③ 焼きしまり試験は、6時間ずつ4回に分けて実施した。
- ④ 加熱雰囲気はAr-H₂ガスを用いた。
- ⑤ 密度の測定は全て自動寸法重量測定装置で行った。

4.3 結 果

焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表を表13.1~13.4に示す。

(1) ポアフォーマを添加しない焼結ペレット

- ① 乾式回収粉の添加率に係わらず、ペレット密度は、1740°C 6時間の保持ではほぼ一定の値(95.5~96%T.D.)になった。(図48)
- ② 1690°Cで焼結したペレットは、6時間の焼結で、約2%T.D.の焼きしまりを生じた。(図48)
- ③ 1720°C以上の温度で焼結したペレットの24時間焼きしまり量は、最大でも約0.5%T.D.であった。(図48)

(2) ポアフォーマを2w/o添加した焼結ペレット

焼結温度に係わらずポアフォーマを添加しないペレットに比べて、大きい値を示した。24時間の焼きしまり量としては、100w/o乾式回収粉添加の1690°C焼結ペレットを除いて、焼結温度にあまり関係無く、最大で約2.2%T.D.であった。(図49, 50)

(3) 焼き膨れの発生した焼結ペレットの24時間焼きしまり量は、焼結温度に関係無く、ほとんど無かった。(図51)

(4) 焼結ペレットの24時間焼きしまり後の金相写真(金相写真88~119)からの結晶粒径は

- i) RT-1 ポアフォーマ 0w/o : 12~15 μm
- ii) RT-2 ポアフォーマ 2w/o : 8~13 μm
- iii) RT-3 ポアフォーマ 0w/o : 18 μm
 ポアフォーマ 1w/o : 17 μm

という結果になった。

4.4 考 察

- ① ポアフォーマを2w/o添加したペレットの初期焼結を1720°C~1750°Cで行っても24時間の焼きしまり量がポアフォーマを添加しないものに比べて4倍多かったのは、収縮特性結果からもわかるように、ペレットの収縮がポアフォーマの添加しなかったものより、より高温側に移行しているため、ペレットの収縮がわりとゆるやかにゆっくり進行したためと思われる。

4.5 結 論

「もんじゅ」燃料に用いられている原料でペレットを製造した場合(初期焼結温度1720°C以上の場合) ポアフォーマを添加しないペレットの24時間焼きしまり量の平均は約0.4%T.D., 最大でも0.5%T.D.であった。ポアフォーマを2w/o添加したペレットでは平均で1.3%T.D., 最大2.3%T.D.もあった。

このことは、低密度ペレットの方が炉内での初期の焼きしまりが大きいことを意味している。

表13.1 Job No.(12-13) 焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表

Job No.	ロット No.	工程条件 測定 項目	個数	焼結後				6 hr 焼きしまり後				12hr 焼きしまり後				18hr 焼きしまり後				24hr 焼きしまり後			
				直径(mm)	高さ(mm)	重量(g)	密度(%TD)	直径(mm)	高さ(mm)	重量(g)	密度(%TD)												
12-13	RT-1-13-1	RT-1-13-1	10	5.212 (0.010)	8.207 (0.191)	1.795 (0.056)	93.24 (0.69)	5.167 (0.012)	8.152 (0.184)	1.794 (0.053)	95.46 (0.54)	5.126 (0.012)	8.145 (0.184)	1.792 (0.052)	95.65 (0.63)	5.160 (0.014)	8.142 (0.185)	1.793 (0.052)	95.79 (0.62)	5.159 (0.013)	8.139 (0.186)	1.792 (0.052)	95.83 (0.56)
	RT-1-13-2	RT-1-13-2	10	5.172 (0.011)	8.151 (0.162)	1.796 (0.047)	95.38 (0.47)	5.163 (0.013)	8.142 (0.156)	1.793 (0.045)	95.69 (0.31)	5.159 (0.012)	8.137 (0.155)	1.793 (0.044)	95.91 (0.44)	5.159 (0.012)	8.138 (0.157)	1.792 (0.044)	95.88 (0.40)	5.160 (0.014)	8.136 (0.157)	1.792 (0.044)	95.83 (0.38)
	RT-1-13-3	RT-1-13-3	10	5.166 (0.013)	8.164 (0.106)	1.798 (0.030)	95.59 (0.32)	5.158 (0.013)	8.157 (0.103)	1.797 (0.028)	95.90 (0.21)	5.153 (0.013)	8.154 (0.101)	1.796 (0.028)	96.10 (0.19)	5.155 (0.013)	8.156 (0.101)	1.796 (0.027)	95.98 (0.21)	5.154 (0.012)	8.152 (0.102)	1.7954 (0.028)	96.01 (0.20)
	RT-1-20-1	RT-1-20-1	10	5.158 (0.010)	8.042 (0.155)	1.766 (0.049)	95.59 (0.62)	5.151 (0.012)	8.033 (0.146)	1.764 (0.045)	95.85 (0.42)	5.150 (0.013)	8.032 (0.149)	1.763 (0.045)	95.86 (0.50)	5.149 (0.011)	8.031 (0.149)	1.762 (0.045)	95.88 (0.44)	5.149 (0.012)	8.031 (0.147)	1.762 (0.045)	95.89 (0.45)
	RT-1-25-1	RT-1-25-1	10	5.258 (0.009)	8.276 (0.089)	1.852 (0.027)	93.79 (0.45)	5.219 (0.005)	8.220 (0.086)	1.851 (0.025)	95.75 (0.29)	5.218 (0.008)	8.218 (0.086)	1.851 (0.025)	95.83 (0.28)	5.218 (0.007)	8.229 (0.088)	1.854 (0.024)	95.87 (0.27)	5.219 (0.008)	8.229 (0.086)	1.852 (0.025)	95.73 (0.32)
	RT-1-25-2	RT-1-25-2	10	5.237 (0.016)	8.229 (0.145)	1.858 (0.027)	95.34 (0.47)	5.229 (0.016)	8.217 (0.133)	1.857 (0.025)	95.72 (0.32)	5.227 (0.017)	8.217 (0.135)	1.855 (0.025)	95.72 (0.34)	5.228 (0.016)	8.218 (0.137)	1.855 (0.025)	95.68 (0.37)	5.229 (0.017)	8.218 (0.137)	1.855 (0.025)	95.62 (0.33)
	RT-1-25-3	RT-1-25-3	10	5.224 (0.014)	8.185 (0.153)	1.836 (0.043)	95.20 (0.27)	5.215 (0.015)	8.176 (0.145)	1.834 (0.040)	95.55 (0.25)	5.213 (0.015)	8.163 (0.139)	1.832 (0.039)	95.66 (0.29)	5.214 (0.014)	8.164 (0.141)	1.831 (0.039)	95.59 (0.25)	5.217 (0.013)	8.161 (0.141)	1.830 (0.039)	95.45 (0.27)
	RT-1-40-1	RT-1-40-1	10	5.278 (0.011)	8.286 (0.134)	1.908 (0.043)	95.75 (0.31)	5.273 (0.010)	8.276 (0.128)	1.907 (0.041)	96.00 (0.33)	5.272 (0.010)	8.275 (0.127)	1.906 (0.041)	96.00 (0.34)	5.271 (0.010)	8.280 (0.127)	1.906 (0.041)	95.97 (0.35)	5.272 (0.009)	8.277 (0.129)	1.906 (0.041)	95.97 (0.29)
	RT-1-55-1	RT-1-55-1	10	5.321 (0.007)	7.994 (0.057)	1.839 (0.021)	94.12 (0.79)	5.293 (0.006)	7.936 (0.061)	1.838 (0.019)	95.81 (0.27)	5.288 (0.005)	7.932 (0.065)	1.839 (0.020)	96.03 (0.30)	5.289 (0.004)	7.934 (0.067)	1.838 (0.019)	95.93 (0.24)	5.290 (0.004)	7.934 (0.065)	1.837 (0.020)	95.84 (0.29)
	RT-1-55-2	RT-1-55-2	10	5.313 (0.015)	8.015 (0.125)	1.861 (0.039)	95.31 (0.37)	5.305 (0.011)	8.105 (0.122)	1.864 (0.038)	95.70 (0.30)	5.303 (0.009)	8.000 (0.119)	1.860 (0.037)	95.81 (0.26)	5.315 (0.010)	8.152 (0.086)	1.906 (0.07)	95.87 (0.07)	5.302 (0.010)	7.998 (0.119)	1.860 (0.036)	95.84 (0.21)
	RT-1-55-3	RT-1-55-3	10	5.304 (0.013)	8.069 (0.228)	1.874 (0.063)	95.64 (0.31)	5.298 (0.012)	8.058 (0.216)	1.874 (0.058)	95.98 (0.14)	5.296 (0.013)	8.057 (0.215)	1.874 (0.059)	96.04 (0.17)	5.298 (0.013)	8.057 (0.214)	1.874 (0.059)	96.05 (0.09)	5.297 (0.013)	8.057 (0.215)	1.873 (0.059)	95.99 (0.11)

表13.2 Job No. (14-15) 焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表

Job No.	ロット No.	工程条件 測定 項目	個 数	焼 結 後				6hr焼きしまり後				12hr焼きしまり後				18hr焼きしまり後				24hr焼きしまり後			
				直径(mm)	高さ(mm)	重量(g)	密度(KTD)																
14-15	RT-2-13-1		10	5.235 (0.007)	7.921 (0.083)	1.610 (0.021)	85.91 (0.35)	5.195 (0.006)	7.871 (0.078)	1.611 (0.020)	87.84 (0.29)	5.188 (0.007)	7.858 (0.077)	1.609 (0.020)	88.15 (0.29)	5.190 (0.008)	7.861 (0.080)	1.608 (0.020)	87.98 (0.55)	5.188 (0.007)	7.858 (0.079)	1.609 (0.021)	88.14 (0.31)
	RT-2-20-1		10	5.225 (0.012)	7.905 (0.069)	1.622 (0.019)	87.06 (0.38)	5.198 (0.011)	7.869 (0.065)	1.622 (0.016)	88.35 (0.32)	5.195 (0.012)	7.862 (0.017)	1.622 (0.012)	88.55 (0.42)	5.196 (0.016)	7.863 (0.066)	1.620 (0.016)	88.45 (0.41)	5.195 (0.012)	7.860 (0.065)	1.621 (0.017)	88.50 (0.37)
	RT-2-25-1		8	5.276 (0.005)	8.362 (0.069)	1.810 (0.013)	90.08 (0.32)	5.241 (0.003)	8.312 (0.064)	1.808 (0.012)	91.78 (0.29)	5.238 (0.005)	8.304 (0.064)	1.809 (0.011)	91.97 (0.36)	5.239 (0.005)	8.306 (0.066)	1.808 (0.012)	91.86 (0.33)	5.238 (0.004)	8.304 (0.064)	1.806 (0.012)	91.87 (0.31)
	RT-2-25-2		8	5.258 (0.006)	8.272 (0.147)	1.789 (0.045)	90.60 (0.84)	5.242 (0.007)	8.248 (0.143)	1.788 (0.042)	91.42 (0.69)	5.240 (0.005)	8.243 (0.142)	1.789 (0.041)	91.57 (0.60)	5.240 (0.006)	8.242 (0.143)	1.787 (0.041)	91.48 (0.61)	5.240 (0.005)	8.244 (0.145)	1.788 (0.042)	91.50 (0.62)
	RT-2-25-3		8	5.256 (0.009)	8.341 (0.154)	1.816 (0.042)	91.33 (0.28)	5.242 (0.011)	8.321 (0.146)	1.814 (0.039)	91.89 (0.21)	5.240 (0.008)	8.318 (0.146)	1.815 (0.038)	92.03 (0.25)	5.241 (0.010)	8.318 (0.146)	1.815 (0.038)	92.04 (0.13)	5.242 (0.009)	8.319 (0.146)	1.814 (0.039)	91.96 (0.17)
	RT-2-25-4		10	5.279 (0.009)	8.367 (0.096)	1.826 (0.029)	90.71 (1.10)	5.252 (0.008)	8.328 (0.094)	1.825 (0.027)	92.06 (0.97)	5.251 (0.007)	8.322 (0.094)	1.826 (0.026)	92.19 (0.95)	5.251 (0.007)	8.325 (0.093)	1.824 (0.027)	92.06 (0.98)	5.250 (0.008)	8.325 (0.095)	1.825 (0.026)	92.15 (0.94)
	RT-2-25-5		10	5.268 (0.012)	8.380 (0.100)	1.824 (0.021)	90.85 (0.91)	5.257 (0.009)	8.360 (0.091)	1.823 (0.020)	91.44 (0.79)	5.255 (0.009)	8.358 (0.092)	1.823 (0.020)	91.48 (0.79)	5.255 (0.010)	8.357 (0.092)	1.822 (0.020)	91.48 (0.79)	5.255 (0.009)	8.355 (0.091)	1.822 (0.020)	91.49 (0.78)
	RT-2-25-6		10	5.263 (0.007)	8.349 (0.103)	1.829 (0.032)	91.61 (0.78)	5.252 (0.007)	8.335 (0.097)	1.828 (0.030)	92.11 (0.70)	5.250 (0.006)	8.330 (0.097)	1.828 (0.029)	92.22 (0.66)	5.249 (0.006)	8.330 (0.099)	1.828 (0.029)	92.25 (0.66)	5.250 (0.007)	8.329 (0.098)	1.827 (0.030)	92.23 (0.64)
	RT-2-25-7		10	5.309 (0.006)	8.439 (0.089)	1.756 (0.034)	85.54 (0.82)	5.272 (0.005)	8.385 (0.088)	1.755 (0.031)	87.26 (0.68)	5.266 (0.006)	8.374 (0.090)	1.756 (0.031)	87.58 (0.65)	5.265 (0.006)	8.374 (0.090)	1.756 (0.030)	87.62 (0.56)	5.264 (0.006)	8.373 (0.088)	1.754 (0.031)	87.61 (0.59)
	RT-2-25-8		10	5.285 (0.013)	8.357 (0.086)	1.742 (0.022)	86.45 (0.75)	5.268 (0.011)	8.327 (0.081)	1.741 (0.020)	87.27 (0.63)	5.262 (0.011)	8.320 (0.081)	1.740 (0.020)	87.51 (0.62)	5.262 (0.011)	8.320 (0.080)	1.740 (0.020)	87.51 (0.63)	5.262 (0.010)	8.316 (0.081)	1.740 (0.020)	87.53 (0.57)
	RT-2-25-9		10	5.292 (0.008)	8.427 (0.076)	1.761 (0.014)	86.44 (0.38)	5.276 (0.006)	8.401 (0.069)	1.761 (0.013)	87.23 (0.30)	5.270 (0.006)	8.390 (0.071)	1.760 (0.013)	87.50 (0.34)	5.271 (0.007)	8.389 (0.070)	1.760 (0.013)	87.51 (0.32)	5.269 (0.006)	8.387 (0.069)	1.761 (0.013)	87.61 (0.29)

表13.3 Job No.(14-15) 焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表

Job No.	Part No.	工程条件 測定 項目	個数	焼結後				6hr焼きしまり後				12hr焼きしまり後				18hr焼きしまり後				24hr焼きしまり後			
				直径(mm)	高さ(mm)	重量(g)	密度(KTD)																
14-15	RT-2-25-10	RT-2-25-10	6	5.305 (0.008)	8.511 (0.126)	1.780 (0.041)	86.10 (1.26)	5.279 (0.010)	8.471 (0.122)	1.780 (0.037)	87.34 (0.96)	5.274 (0.010)	8.465 (0.124)	1.780 (0.037)	87.55 (0.89)	5.274 (0.010)	8.463 (0.123)	1.780 (0.036)	87.58 (0.89)	5.274 (0.009)	8.462 (0.121)	1.779 (0.037)	87.59 (0.91)
	RT-2-25-11	RT-2-25-11	8	5.286 (0.013)	8.457 (0.094)	1.773 (0.024)	86.94 (1.68)	5.276 (0.010)	8.435 (0.084)	1.772 (0.021)	87.45 (1.47)	5.271 (0.009)	8.428 (0.084)	1.772 (0.021)	87.66 (1.47)	5.271 (0.009)	8.429 (0.081)	1.772 (0.022)	87.66 (1.47)	5.271 (0.010)	8.425 (0.084)	1.771 (0.021)	87.66 (1.43)
	RT-2-25-12	RT-2-25-12	8	5.291 (0.011)	8.445 (0.107)	1.768 (0.047)	86.65 (1.95)	5.277 (0.010)	8.421 (0.101)	1.767 (0.044)	87.27 (1.65)	5.272 (0.011)	8.413 (0.101)	1.768 (0.044)	87.57 (1.68)	5.271 (0.010)	8.415 (0.100)	1.766 (0.044)	87.47 (1.71)	5.269 (0.010)	8.412 (0.100)	1.767 (0.044)	87.62 (1.68)
	RT-2-40-1	RT-2-40-1	10	5.317 (0.012)	8.135 (0.129)	1.709 (0.041)	86.08 (0.60)	5.295 (0.013)	8.094 (0.124)	1.709 (0.039)	87.24 (0.37)	5.288 (0.013)	8.084 (0.126)	1.707 (0.039)	87.46 (0.33)	5.288 (0.013)	8.083 (0.125)	1.708 (0.039)	87.53 (0.32)	5.287 (0.013)	8.080 (0.125)	1.708 (0.039)	87.61 (0.33)
	RT-2-55-1	RT-2-55-1	8	5.387 (0.011)	8.589 (0.147)	1.825 (0.048)	84.82 (0.74)	5.345 (0.013)	8.510 (0.148)	1.824 (0.044)	86.91 (0.25)	5.341 (0.013)	8.502 (0.149)	1.826 (0.045)	87.18 (0.24)	5.340 (0.014)	8.505 (0.148)	1.825 (0.044)	87.13 (0.20)	5.339 (0.013)	8.504 (0.149)	1.824 (0.045)	87.14 (0.23)
	RT-2-55-2	RT-2-55-2	8	5.374 (0.008)	8.532 (0.096)	1.819 (0.039)	85.54 (0.75)	5.347 (0.007)	8.481 (0.095)	1.819 (0.036)	86.91 (0.55)	5.343 (0.008)	8.475 (0.035)	1.819 (0.036)	87.07 (0.54)	5.343 (0.009)	8.468 (0.036)	1.816 (0.031)	86.99 (0.63)	5.343 (0.008)	8.469 (0.030)	1.814 (0.035)	86.92 (0.57)
	RT-2-55-3	RT-2-55-3	8	5.376 (0.015)	8.467 (0.144)	1.793 (0.051)	84.87 (1.03)	5.342 (0.010)	8.413 (0.131)	1.793 (0.047)	86.51 (0.72)	5.338 (0.012)	8.406 (0.135)	1.793 (0.047)	86.71 (0.68)	5.338 (0.013)	8.407 (0.135)	1.793 (0.048)	86.68 (0.70)	5.336 (0.011)	8.404 (0.135)	1.791 (0.047)	86.71 (0.68)
	RT-2-55-4	RT-2-55-4	10	5.380 (0.011)	8.447 (0.094)	1.788 (0.056)	84.71 (2.19)	5.345 (0.006)	8.377 (0.093)	1.787 (0.053)	86.48 (1.72)	5.341 (0.006)	8.371 (0.096)	1.787 (0.054)	86.67 (1.78)	5.343 (0.007)	8.374 (0.097)	1.786 (0.054)	86.53 (1.69)	5.341 (0.006)	8.373 (0.097)	1.787 (0.053)	86.65 (1.75)
	RT-2-55-5	RT-2-55-5	10	5.372 (0.006)	8.471 (0.084)	1.826 (0.021)	86.54 (0.79)	5.353 (0.005)	8.440 (0.076)	1.826 (0.019)	87.46 (0.63)	5.350 (0.005)	8.435 (0.078)	1.825 (0.019)	87.60 (0.64)	5.351 (0.006)	8.436 (0.076)	1.826 (0.019)	87.58 (0.58)	5.350 (0.005)	8.423 (0.079)	1.824 (0.021)	87.65 (0.57)
	RT-2-55-6	RT-2-55-6	10	5.363 (0.009)	8.416 (0.101)	1.808 (0.035)	86.55 (0.93)	5.350 (0.008)	8.395 (0.098)	1.808 (0.033)	87.17 (0.79)	5.348 (0.010)	8.389 (0.100)	1.809 (0.033)	87.34 (0.73)	5.349 (0.009)	8.390 (0.100)	1.808 (0.033)	87.26 (0.72)	5.348 (0.009)	8.393 (0.102)	1.809 (0.032)	87.32 (0.75)

表13.4 Job No.(18-19) 焼きしまり試験ペレット検査結果一覧表

Job No.	ロット No.	工程条件 測定 項目	個数	焼結後				6hr焼きしまり後				12hr焼きしまり後				18hr焼きしまり後				24hr焼きしまり後			
				直径(mm)	高さ(mm)	重量(g)	密度(KTD)																
18-19	RT-3-00-1	RT-3-00-1	12	5.412 (0.042)	8.820 (0.157)	1.655 (0.019)	74.00 (1.73)	5.422 (0.040)	8.849 (0.143)	1.656 (0.019)	73.77 (1.50)	5.426 (0.037)	8.857 (0.144)	1.655 (0.020)	73.57 (1.38)	5.425 (0.037)	8.861 (0.142)	1.654 (0.019)	73.51 (1.41)	5.426 (0.037)	8.856 (0.141)	1.655 (0.019)	73.59 (1.41)
	RT-3-00-2	RT-3-00-2	12	5.393 (0.026)	8.775 (0.120)	1.645 (0.032)	74.68 (0.83)	5.391 (0.024)	8.778 (0.114)	1.645 (0.030)	74.69 (0.77)	5.392 (0.024)	8.781 (0.114)	1.645 (0.030)	74.66 (0.74)	5.394 (0.026)	8.786 (0.113)	1.646 (0.030)	74.59 (0.74)	5.392 (0.028)	8.783 (0.114)	1.644 (0.030)	74.61 (0.76)
	RT-3-00-3	RT-3-00-3	11	5.376 (0.052)	8.729 (0.211)	1.463 (0.032)	75.47 (2.33)	5.372 (0.050)	8.725 (0.200)	1.644 (0.030)	75.67 (2.23)	5.274 (0.052)	8.728 (0.200)	1.643 (0.030)	75.55 (2.27)	5.372 (0.049)	8.732 (0.200)	1.643 (0.031)	75.58 (2.19)	5.372 (0.051)	8.729 (0.200)	1.642 (0.030)	75.53 (2.25)
	RT-3-25-1	RT-3-25-1	11	5.241 (0.017)	7.981 (0.141)	1.811 (0.042)	95.71 (0.20)	5.245 (0.015)	7.990 (0.134)	1.810 (0.040)	95.40 (0.18)	5.248 (0.016)	7.996 (0.134)	1.809 (0.040)	95.15 (0.18)	5.249 (0.016)	7.999 (0.133)	1.810 (0.040)	95.13 (0.22)	5.250 (0.016)	7.999 (0.136)	1.809 (0.040)	95.05 (0.21)
	RT-3-25-2	RT-3-25-2	11	5.308 (0.017)	8.226 (0.140)	1.763 (0.027)	88.14 (1.09)	5.314 (0.017)	8.253 (0.134)	1.761 (0.026)	87.56 (1.12)	5.322 (0.019)	8.267 (0.135)	1.760 (0.026)	87.09 (1.14)	5.325 (0.022)	8.276 (0.137)	1.762 (0.026)	87.00 (1.30)	5.325 (0.021)	8.280 (0.138)	1.760 (0.026)	86.83 (1.27)
	RT-3-25-3	RT-3-25-3	11	5.414 (0.021)	8.642 (0.172)	1.694 (0.025)	77.48 (1.27)	5.409 (0.019)	8.637 (0.159)	1.693 (0.024)	77.65 (1.17)	5.411 (0.020)	8.642 (0.159)	1.693 (0.023)	77.56 (1.16)	5.412 (0.019)	8.646 (0.157)	1.693 (0.023)	77.49 (1.07)	5.409 (0.018)	8.644 (0.157)	1.693 (0.023)	77.57 (1.10)
	RT-3-55-1	RT-3-55-1	11	5.341 (0.024)	8.444 (0.167)	1.775 (0.015)	85.39 (2.10)	5.336 (0.021)	8.450 (0.160)	1.774 (0.014)	85.47 (1.98)	5.337 (0.022)	8.460 (0.168)	1.774 (0.013)	85.31 (2.07)	5.339 (0.022)	8.470 (0.172)	1.773 (0.014)	85.12 (2.12)	5.338 (0.021)	8.472 (0.176)	1.773 (0.013)	85.13 (2.16)
	RT-3-70-1	RT-3-70-1	11	5.384 (0.015)	8.174 (0.105)	1.763 (0.029)	86.22 (0.58)	5.362 (0.012)	8.134 (0.100)	1.764 (0.027)	87.35 (0.31)	5.357 (0.011)	8.126 (0.100)	1.764 (0.027)	87.61 (0.23)	5.355 (0.012)	8.107 (0.114)	1.757 (0.032)	87.56 (0.27)	5.357 (0.011)	8.127 (0.098)	1.763 (0.028)	87.57 (0.27)
	RT-3-100-1	RT-3-100-1	12	5.475 (0.021)	8.385 (0.126)	1.824 (0.036)	84.06 (1.21)	5.414 (0.008)	8.277 (0.115)	1.823 (0.032)	87.05 (0.31)	5.409 (0.009)	8.268 (0.117)	1.822 (0.032)	87.27 (0.22)	5.408 (0.009)	8.267 (0.119)	1.822 (0.033)	87.28 (0.22)	5.408 (0.009)	8.267 (0.118)	1.821 (0.033)	87.27 (0.21)
	RT-3-100-2	RT-3-100-2	11	5.453 (0.005)	8.344 (0.084)	1.818 (0.025)	84.91 (0.37)	5.414 (0.006)	8.274 (0.084)	1.819 (0.023)	86.87 (0.14)	5.410 (0.006)	8.265 (0.084)	1.820 (0.023)	87.16 (0.15)	5.410 (0.005)	8.274 (0.072)	1.822 (0.021)	87.14 (0.21)	5.409 (0.005)	8.274 (0.071)	1.820 (0.021)	87.12 (0.24)
	RT-3-100-3	RT-3-100-3	11	5.452 (0.015)	8.346 (0.093)	1.818 (0.027)	84.91 (0.93)	5.414 (0.006)	8.288 (0.096)	1.820 (0.027)	86.85 (0.31)	5.408 (0.007)	8.272 (0.096)	1.820 (0.027)	87.12 (0.31)	5.408 (0.008)	8.261 (0.105)	1.818 (0.029)	87.18 (0.23)	5.407 (0.007)	8.261 (0.107)	1.817 (0.028)	87.16 (0.23)

III. ま　　と　　め

1. 粉末焼結性試験（ポアフォーマ添加無し）

- (1) 乾式回収粉の高添加（55w/oまで）は、焼結密度に影響を与えない。
- (2) 焼結温度1690°C × 2 hrでの焼結では、ペレットが収縮途中である。従って焼結密度の標準偏差を減少させるためには、より高温での焼結が必要である。
- (3) 乾式回収粉を高添加（55w/oまで）してもペレットの成形性に影響を与えない。
- (4) ポアフォーマを添加しないペレットを製造する上においては、乾式回収粉を 55w/oまで添加しても問題はないと思われる。

2. 乾式回収粉高比率添加試験（ポアフォーマ添加有り）

- (1) 焼結密度の標準偏差の小さいペレットを製造するには、造粒前にポアフォーマを添加する必要がある。
- (2) 乾式回収粉添加率（55w/oまで）は、焼結密度に影響を与えない。
- (3) 乾式回収粉添加率が 55w/oまでは、ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係は、ほぼ直線関係にある。
- (4) 焼結密度の標準偏差を小さくし、かつ結晶粒を成長させるためには、焼結温度を1720°C × 2 hr以上にする。

3. 最大乾式回収粉添加確認試験

- (1) MOX 粉のボールミル混合の条件の変化によっては、粉末の焼結性が大きく変動し、その結果ペレットに焼き膨れ現象が発生する恐れがある。
- (2) 乾式回収粉の添加率100w/oでのペレット製造は、造粒、充填性が悪く、量産製造は難しい。
- (3) 乾式回収粉の添加率としては、70w/oまでのペレット製造は可能と思われる。（ただし、今回の試験では、乾式回収粉の種類が一種類であり、かつ焼き膨れに対する考慮も含めて再試験で確認する必要がある。）

4. 焼きしまり試験（炉外評価）

「もんじゅ」燃料に用いられているペレットを製造した場合（初期焼結温度1720°C以上の場合）ポアフォーマを添加しないペレットの24時間焼きしまり量は、平均で 0.4% T. D.，最大でも0.5%T. D.であった。ポアフォーマを2w/o添加したペレットでは、平均で 1.3%T. D.，最大でも2.3%T. D. もあった。

このことは、低密度ペレットの方が、炉内での初期の焼きしまりが大きいことを意味している。

IV. 今後の課題

- (1) ボールミル混合の条件の変化により、焼き膨れが発生したことは、今後同様な現象が起こり得ることが考えられる。従ってボールミル混合粉の物性値と焼結特性等の関係を調べ、焼き膨れ防止方法を確立するための試験を今後継続実施する必要がある。
- (2) 今回使用した乾式回収粉は、一種類であったので、乾式回収粉の性状を変化させ同様な試験を実施し、乾式回収粉の高添加がどのくらい焼結密度等に与えるかについての追試験を実施する必要がある。

V. 謝 辞

本試験においては、燃料製造はプルトニウム燃料工場製造課（雪氏）、加工課（本田氏、渡辺氏）に、サンプル分析、金相試験は検査第一係にお願いしました。この書面を借りて御礼申しあげます。

VII. 参考文献

- 1) 焼結炉温度測定結果報告書
プルトニウム開発室Eシート プル開-03-101
- 2) 「酸化物の熱物理的性質」より 日・ソ通信社発行
- 3) 旭化成 アゼセルカタログより抜粋
- 4) 菅谷, 檜山他: 高温加熱真空抽出ーガスクロマトグラフ法による混合酸化物燃料のガス成分の定量分析
PNC SN8410-90-084 (1990)
- 5) ポールミル粉碎効果確認試験 (FT-14)
Pu燃料部 設計開発課実施
- 6) M.O.Morlowe, NEDO-12440 (1973)
TRANS, ANS, 17 (1973)166

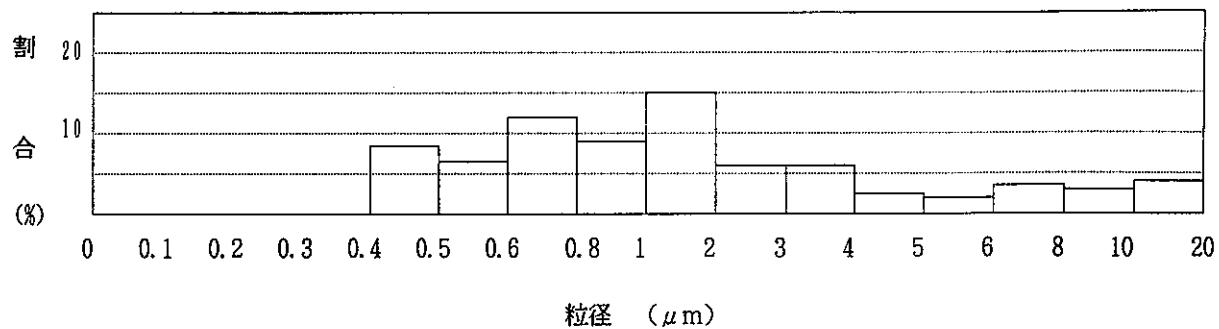


図1. 1 乾回添加率13w/o MOX粉の粒度分布

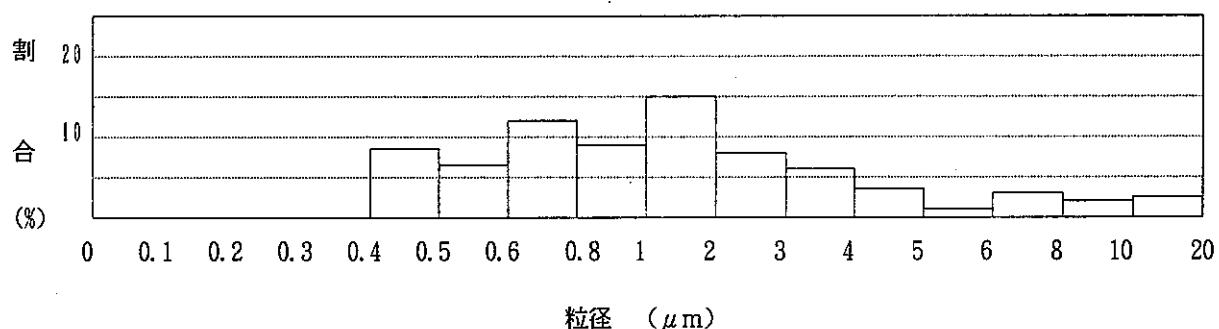


図1. 2 乾回添加率20w/o MOX粉の粒度分布

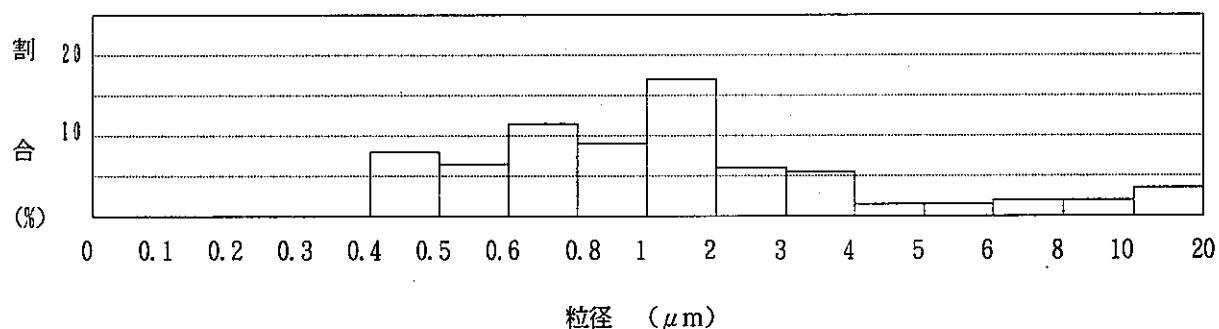


図1. 3 乾回添加率25w/o MOX粉の粒度分布

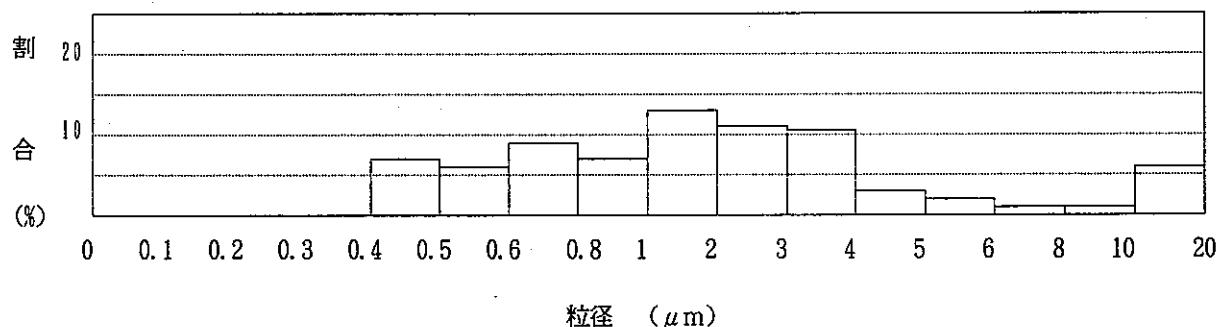


図1. 4 乾回添加率55w/o MOX粉の粒度分布

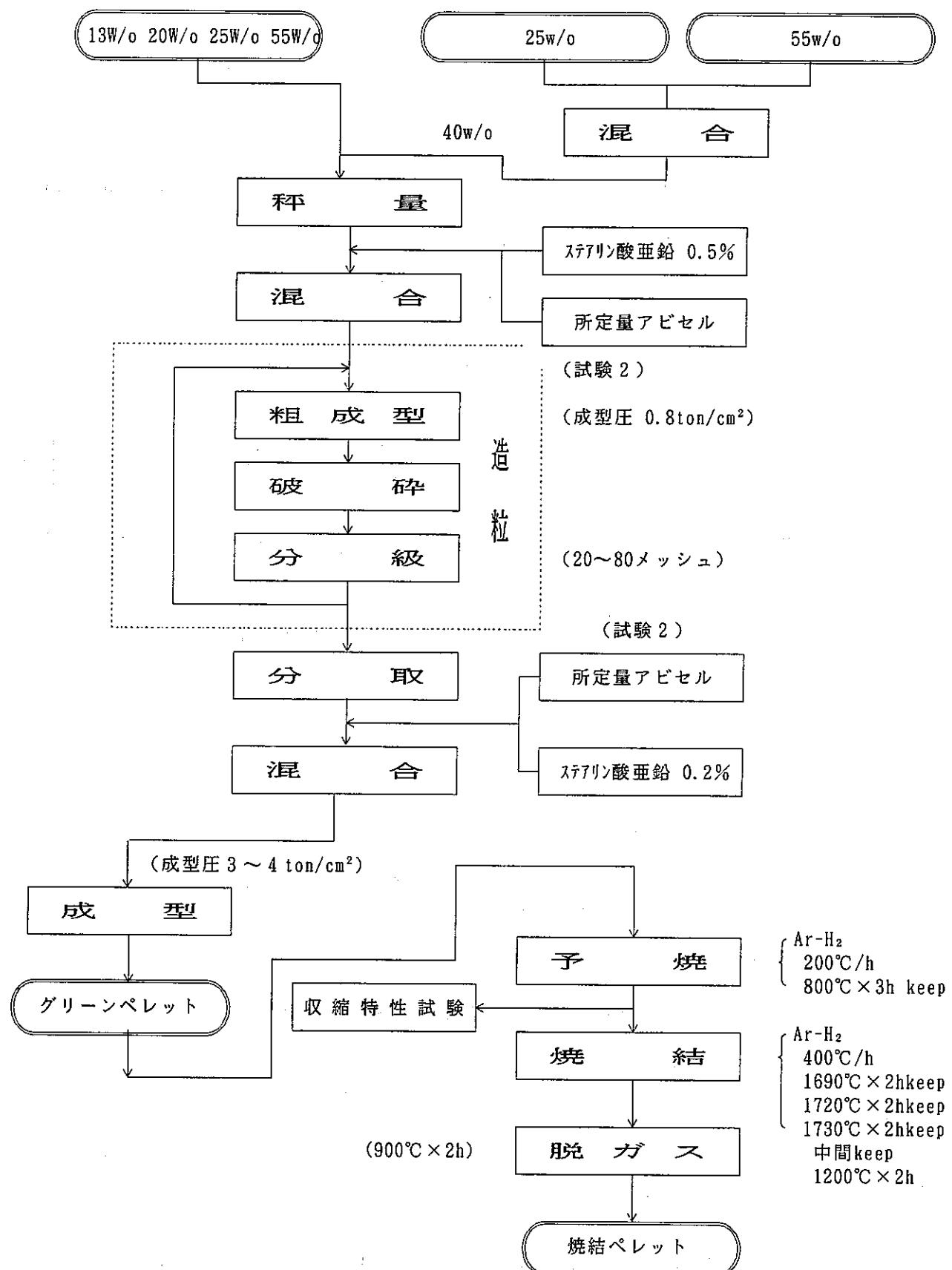


図2 粉末焼結性試験、乾回高比率添加試験製造フロー

RT-1-013, 020, 025, 040, 055
RT-1-13-2, 20-1, 25-2, 40-1, 55-2

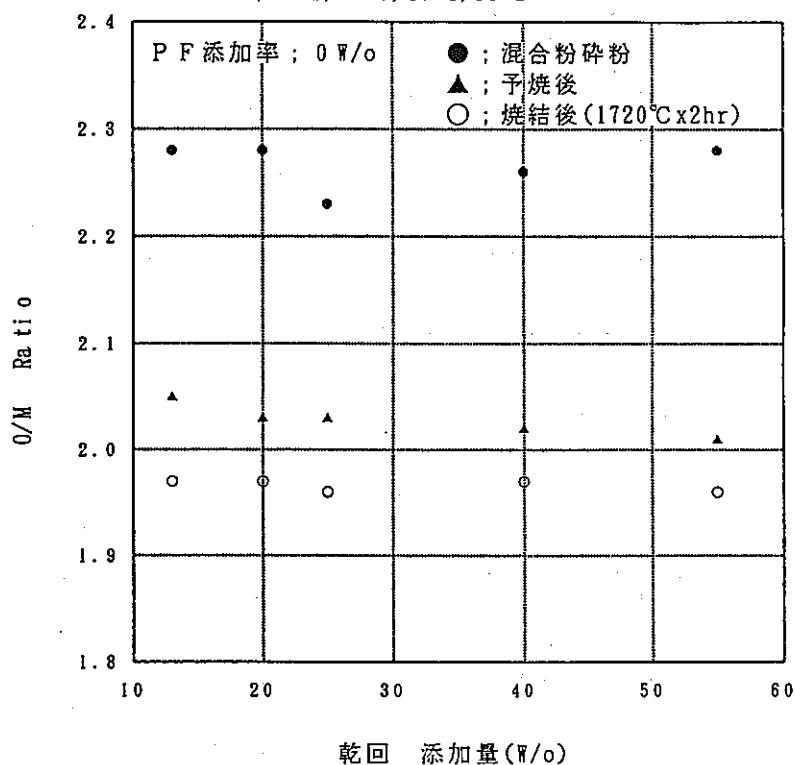


図3 乾回添加率とO/Mの関係

RT-1-013, 020, 025, 040, 055
RT-2-013, 020, 253, 040, 551

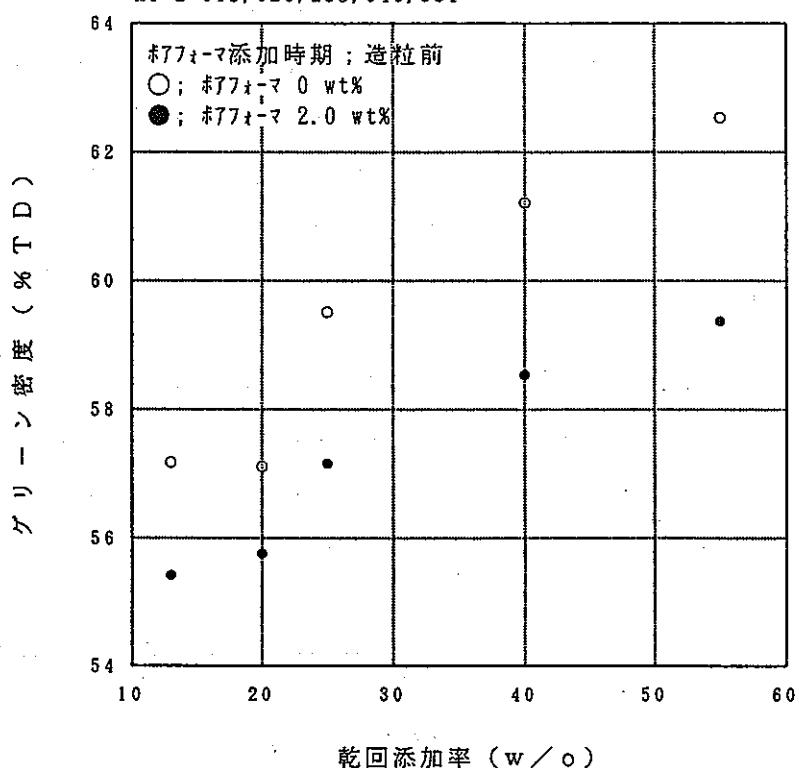


図4 乾回添加率とグリーン密度の関係

RT-1-013, 020, 025, 040, 055
RT-1-13-2, 20-1, 25-2, 40-1, 55-2

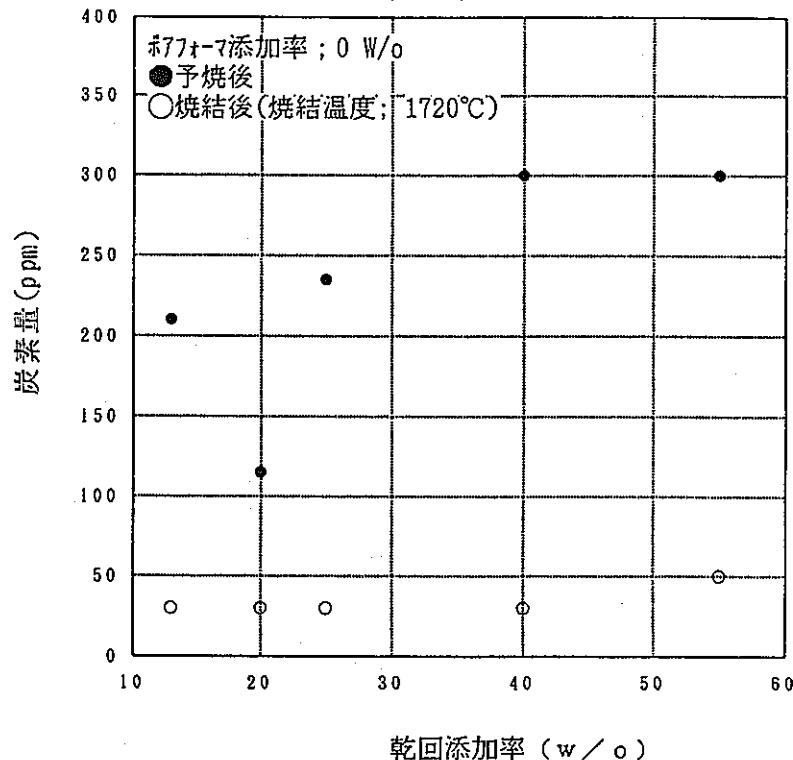


図 5 乾回添加率と炭素量の関係

RT-1-013, 020, 025, 040, 055
RT-1-13-2, 20-1, 25-2, 40-1, 55-2

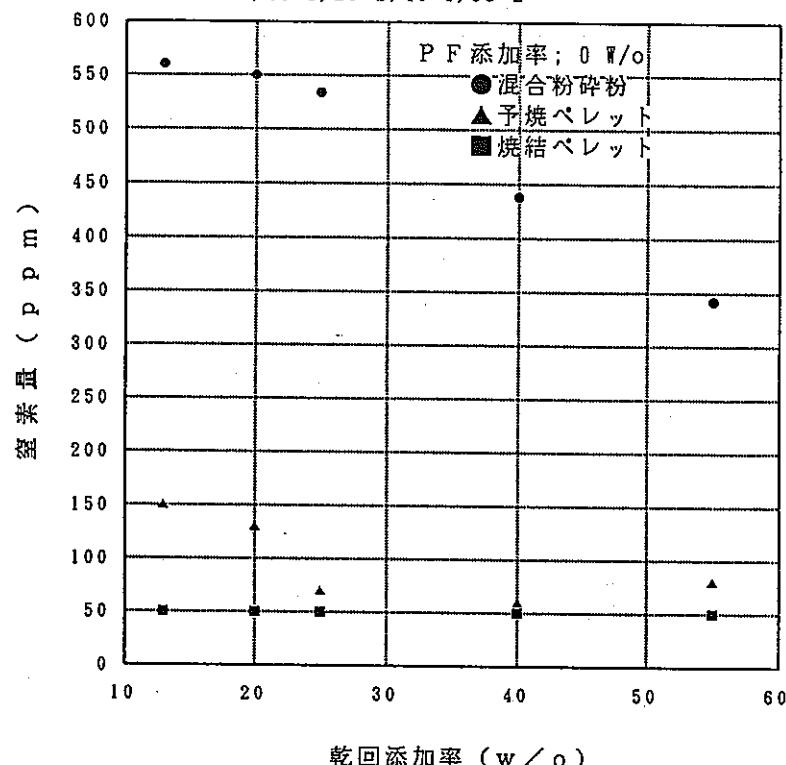


図 6 乾回添加率と窒素量の関係

粉末焼結性試験 (Job No 12・13)

・収縮特性試験

測定条件

1750°C × 0.5 Hr keep

400°C/Hr

Ar-H₂(5%) 300ℓ/Hr

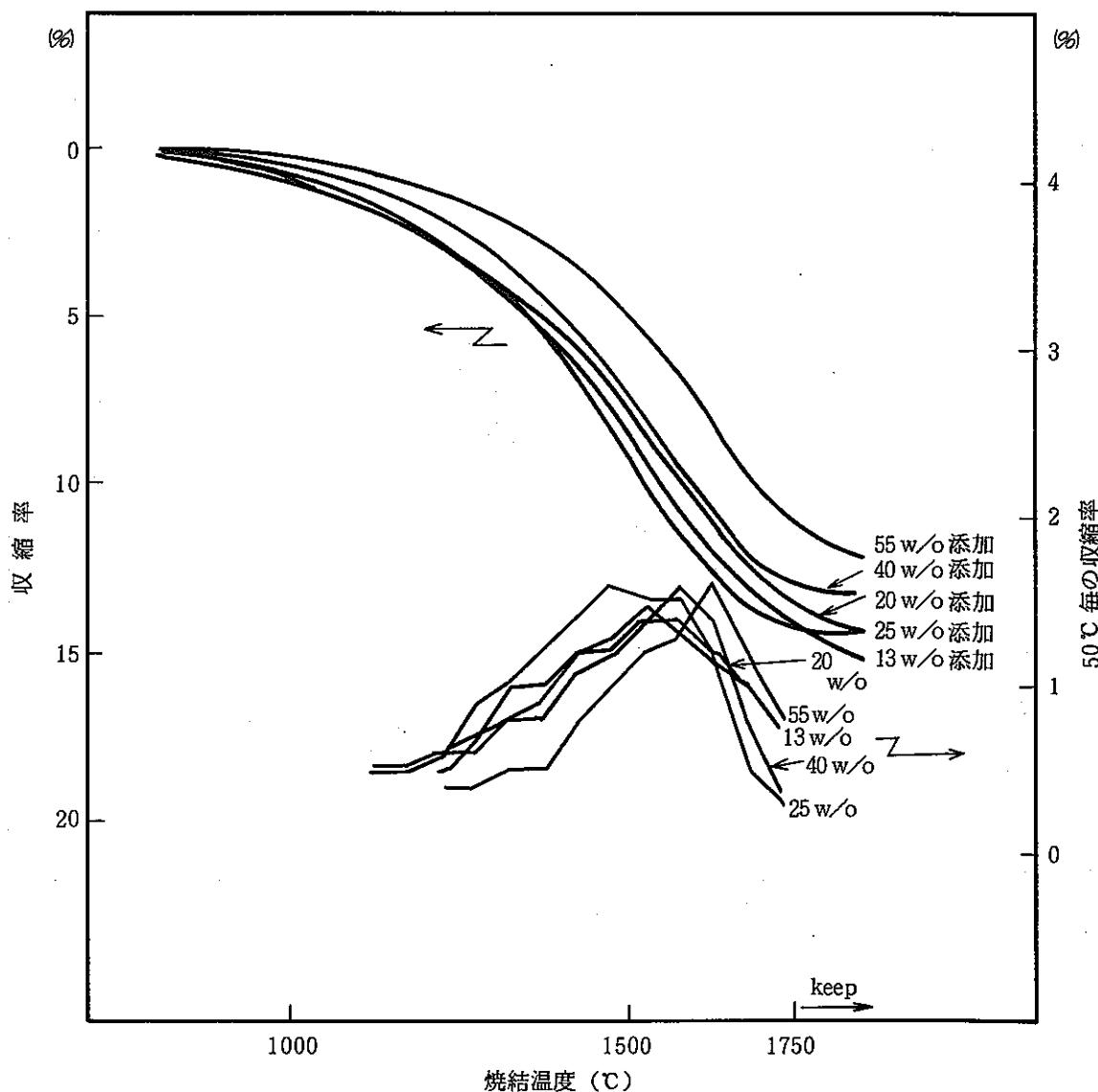


図7 収縮特性曲線

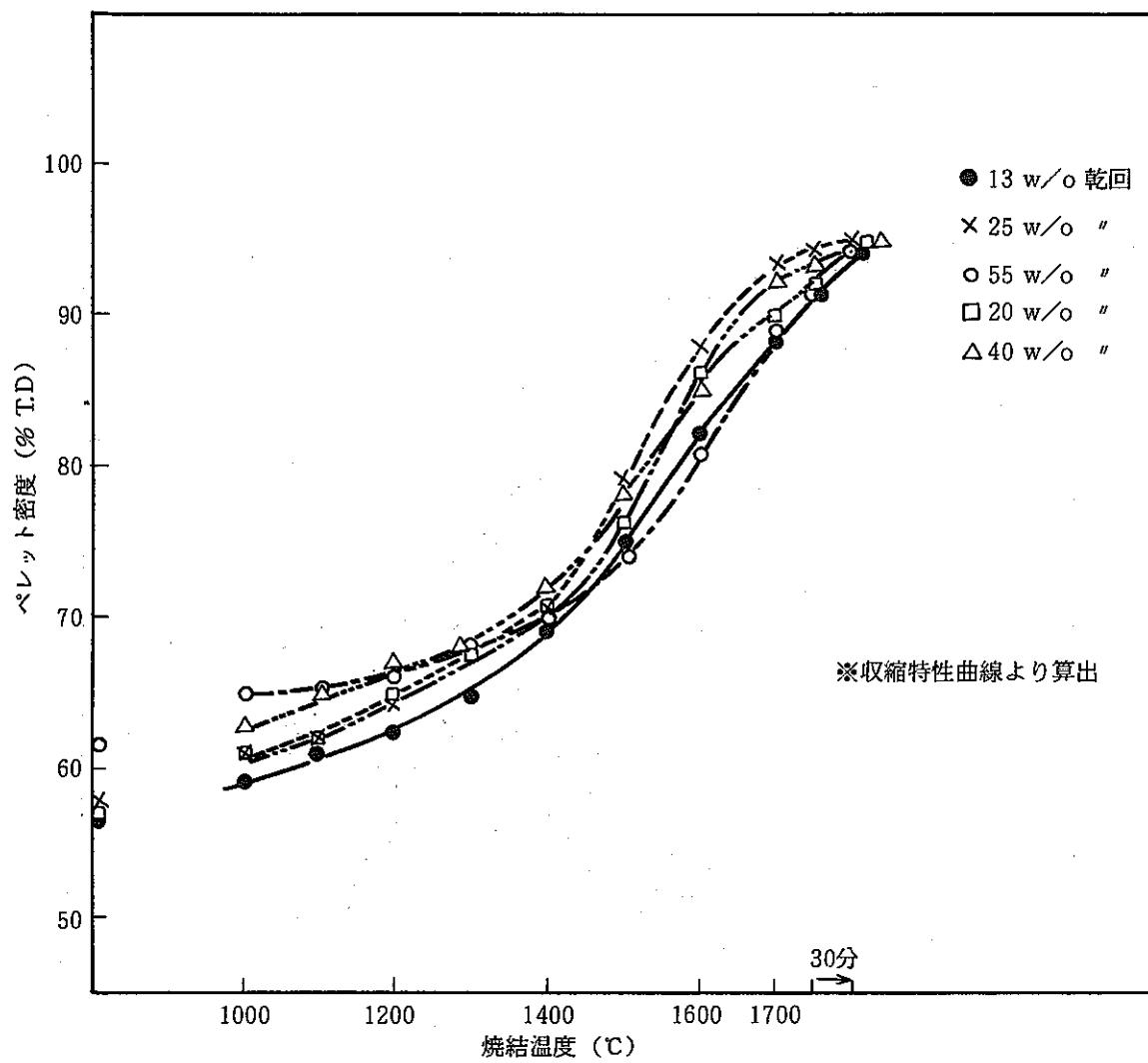


図8 密度上昇過程図 (J0BN012-13)

RT-1-13-1~3, 20-1, 25-1~3, 40-1, 55-1~3

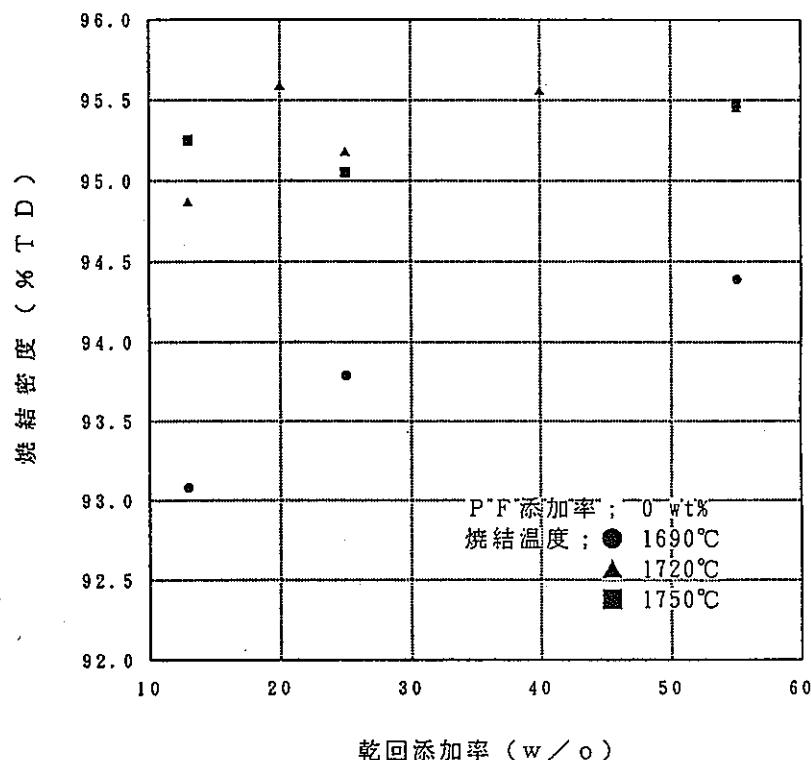


図9 乾回添加率と焼結密度の関係

RT-1-13-1~3, 25-1~3, 55-1~3

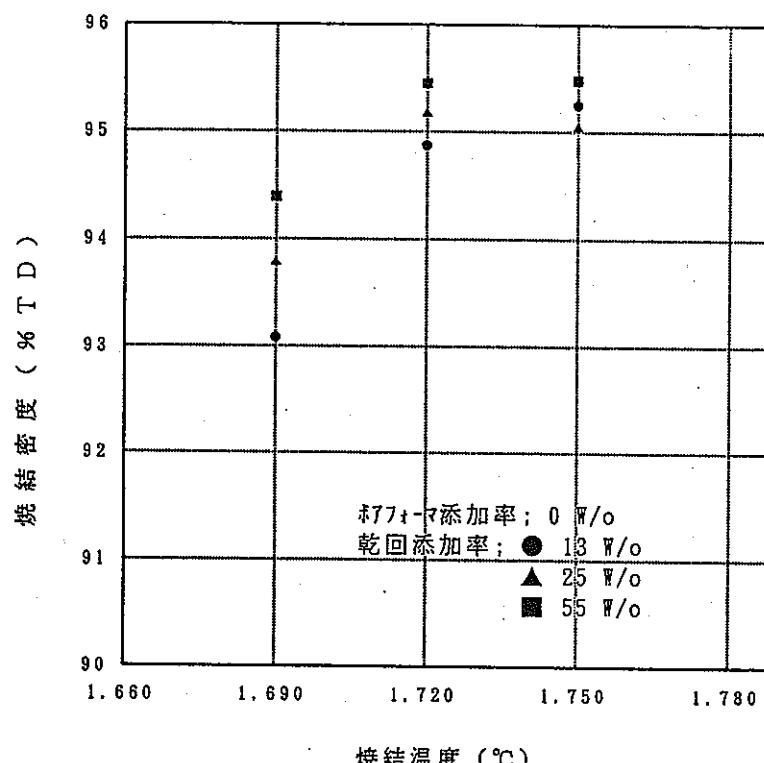


図10 焼結温度と焼結密度の関係

RT-1-13-1, 2, 3 20-1 25-1, 2, 3 40-1 55-1, 2, 3

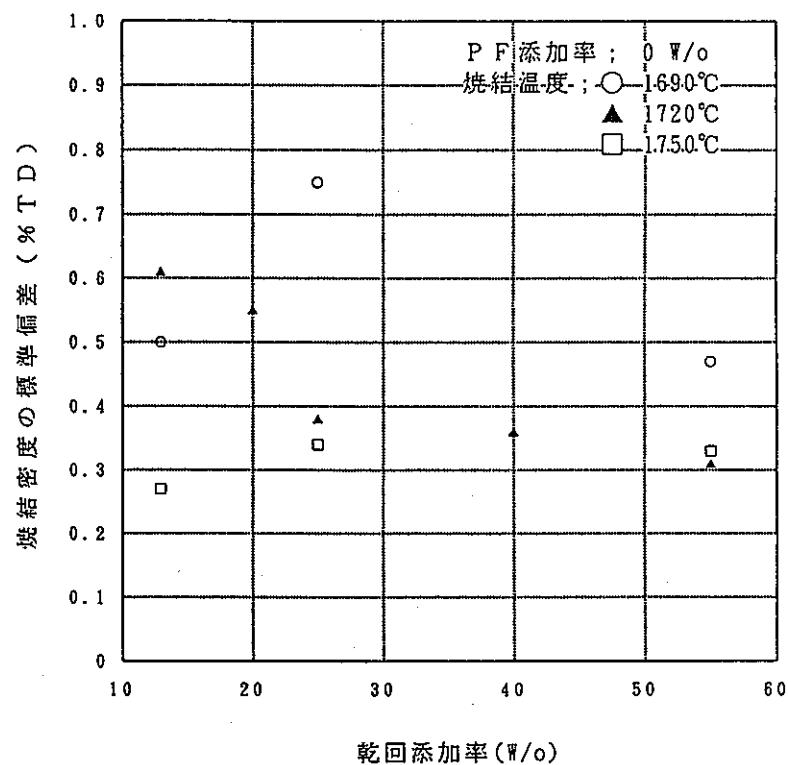


図11 乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係

RT-1-013, 020, 025, 040, 055
RT-2-13-2, 20-1, 25-8, 40-1, 55-2

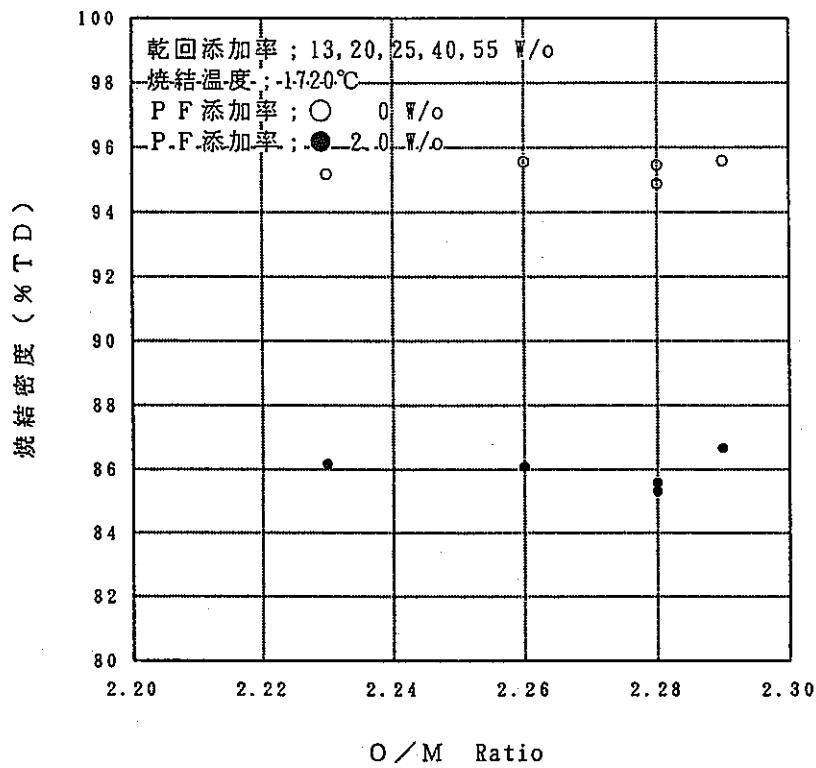


図12 混合粉碎粉O/Mと焼結密度の関係

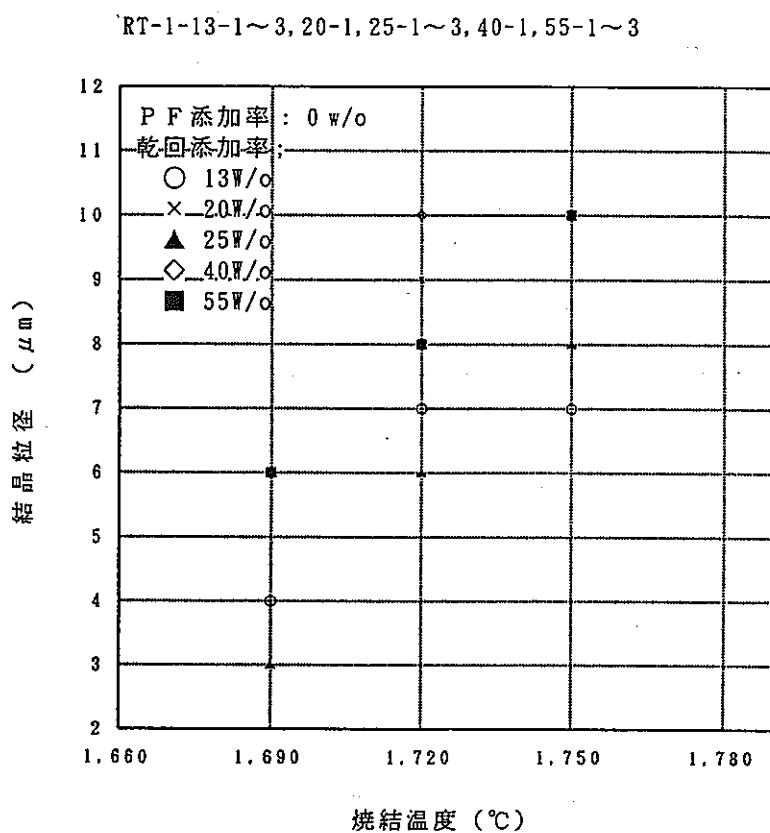


図13 焼結温度と結晶粒径の関係

*** < 2 元配置分散分析 分散分析表 > ***

No.	要因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検定
1	要因 A	4.271	2	2.133	23.768	**
2	要因 B	0.760	2	0.380	4.232	
	誤差 E	0.359	4	0.090		
	合計	5.391	8			

A : 焼結温度

B : 乾式回収粉添加率

*** < 2 元配置分散分析 データのプロット ***

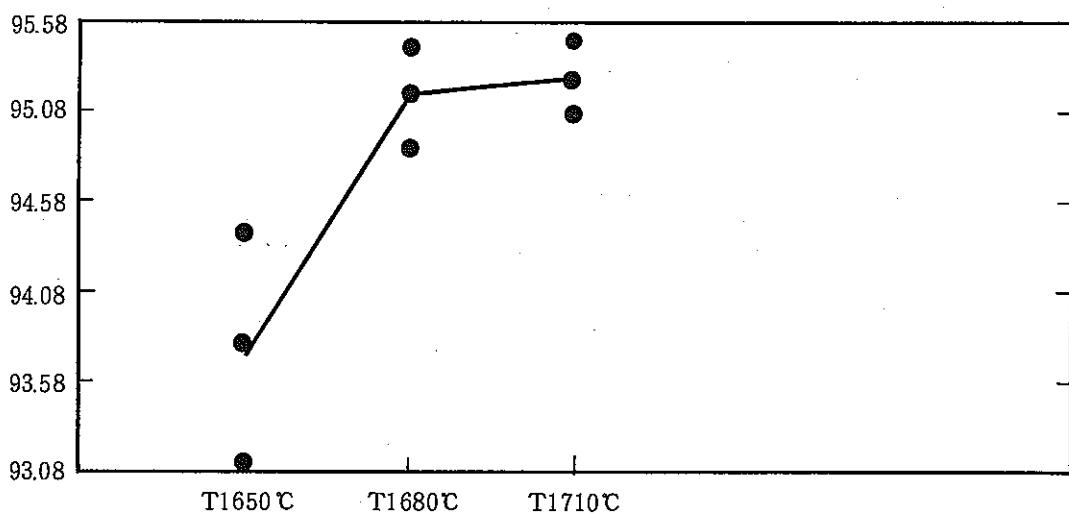


図14 2元配置分散分析結果（焼結密度）

RT-2-251~254, 551~552

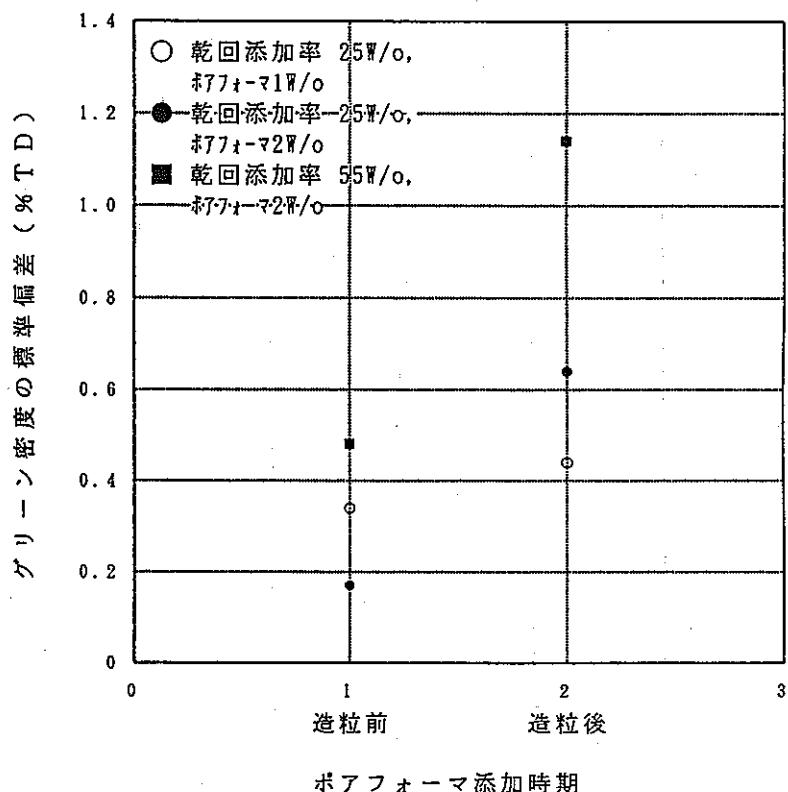


図15 ポアフォーマ添加時期とグリーン密度の標準偏差の関係
RT-2-013, 020, 253, 254, 040, 055

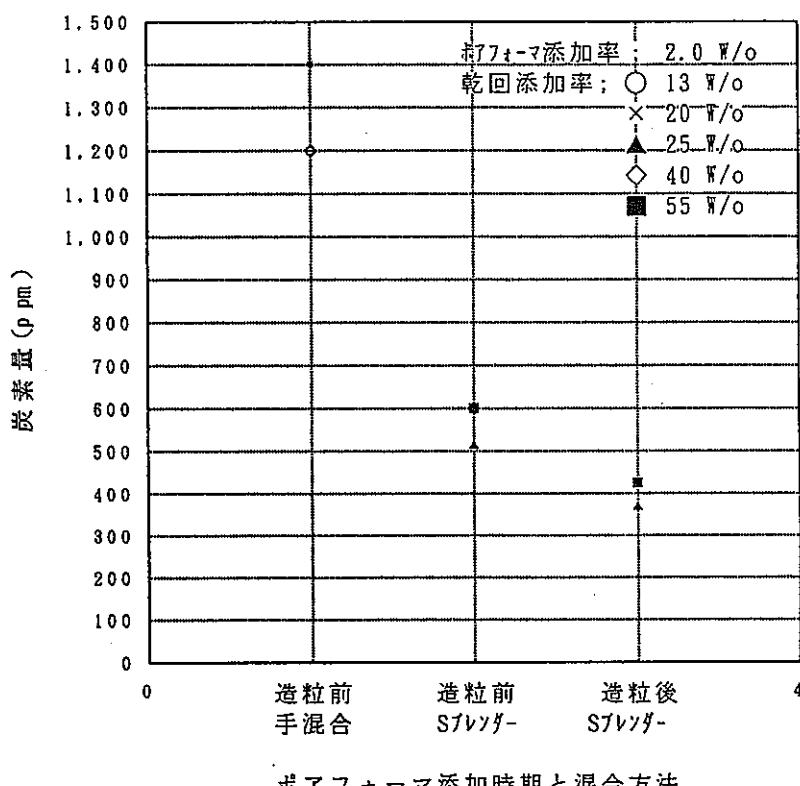


図16 ポアフォーマ添加時期及び混合方法と予焼後の炭素量の関係

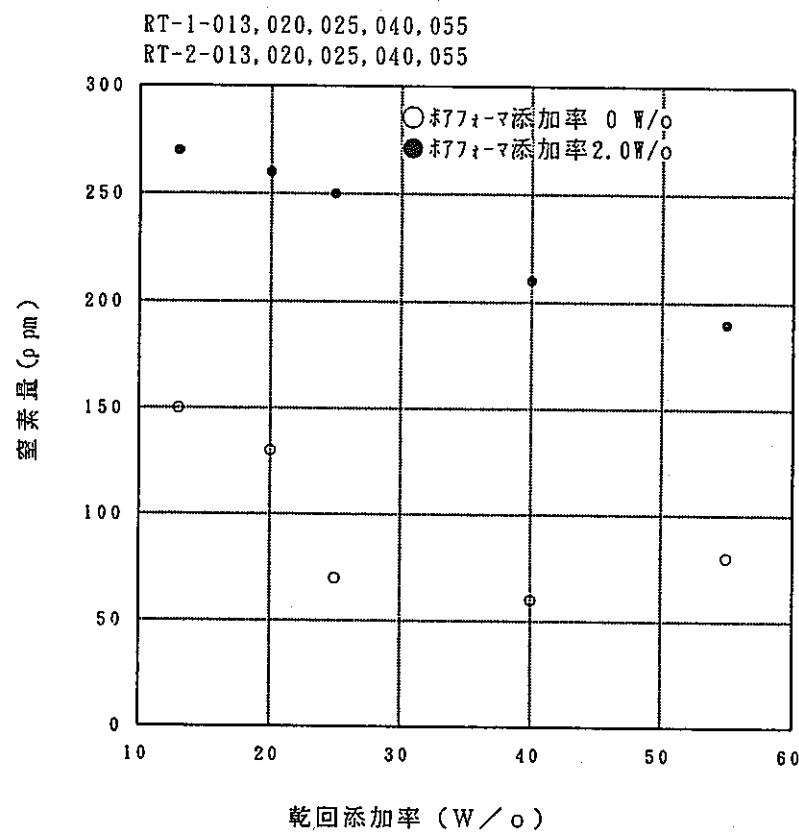


図17 乾回添加率と予焼後の窒素量の関係

Job No. 12-13, 14-15

<収縮特性試験>

測定条件: $1750^{\circ}\text{C} \times 0.5\text{ Hr}$ keep

$400^{\circ}\text{C}/\text{Hr}$

$\text{Ar}-\text{H}_2(5\%) 300\text{L/Hr}$

① Job 12-13 乾回 25 w/o Pf なし

② " 14-15 " Pf 2 w/o 造粒前添加

③ " " " " 造粒後添加

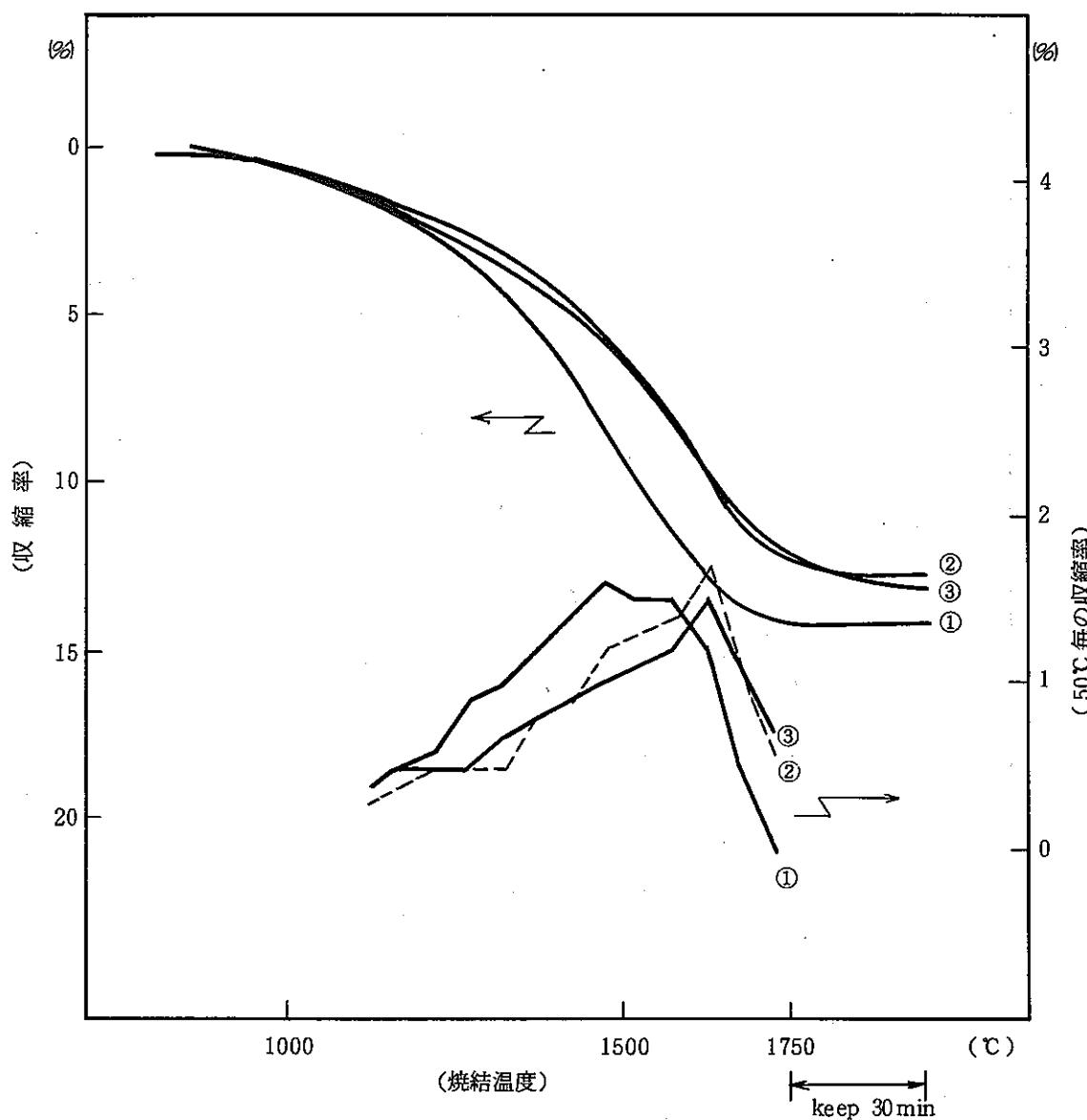


図18 収縮特性曲線

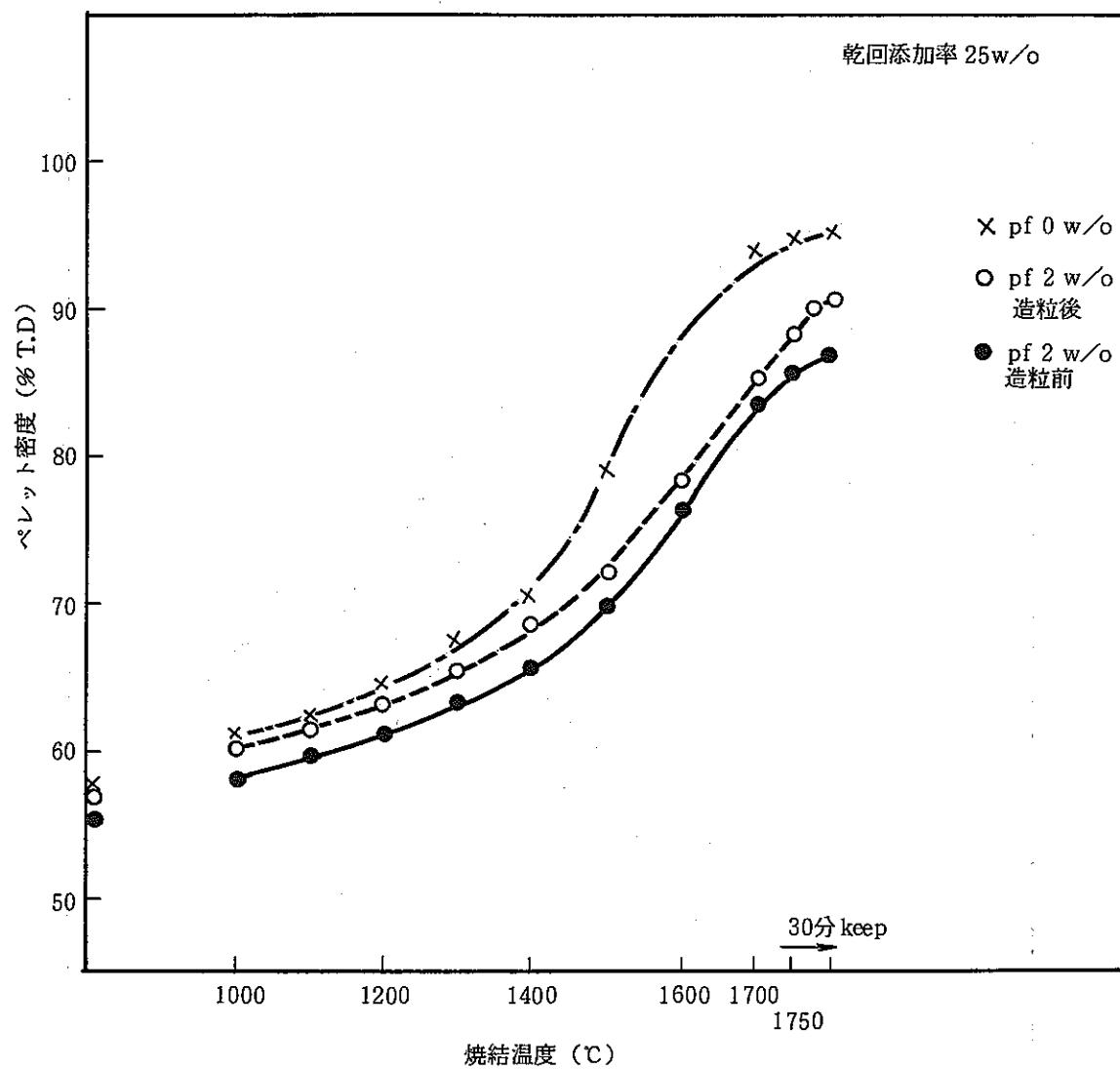


図19 密度上昇過程図 (JOBNO 12-13, 14-15)

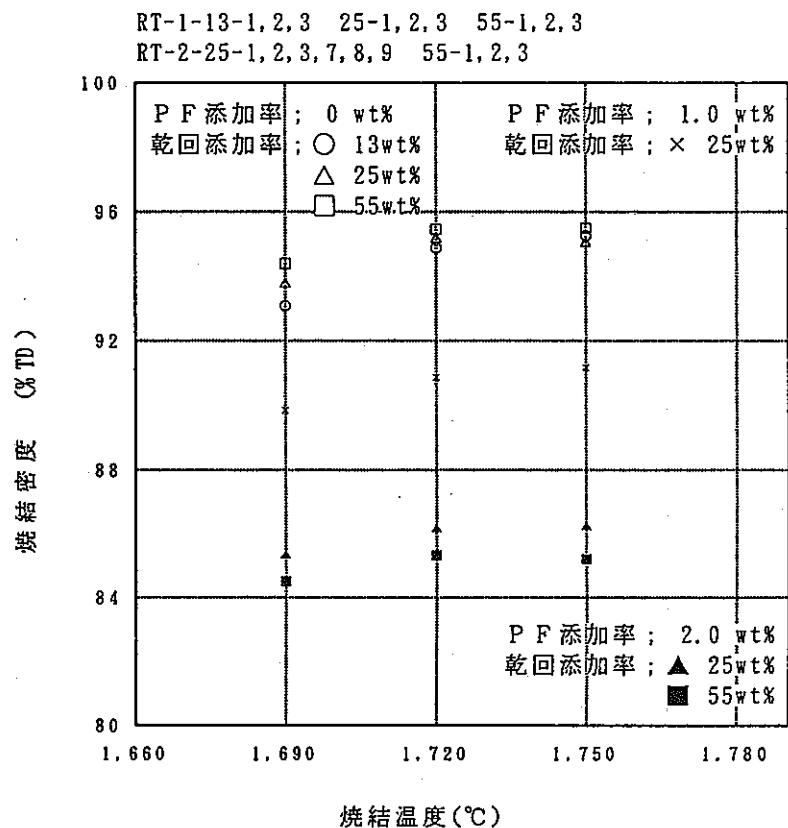


図20 焼結温度と焼結密度の関係

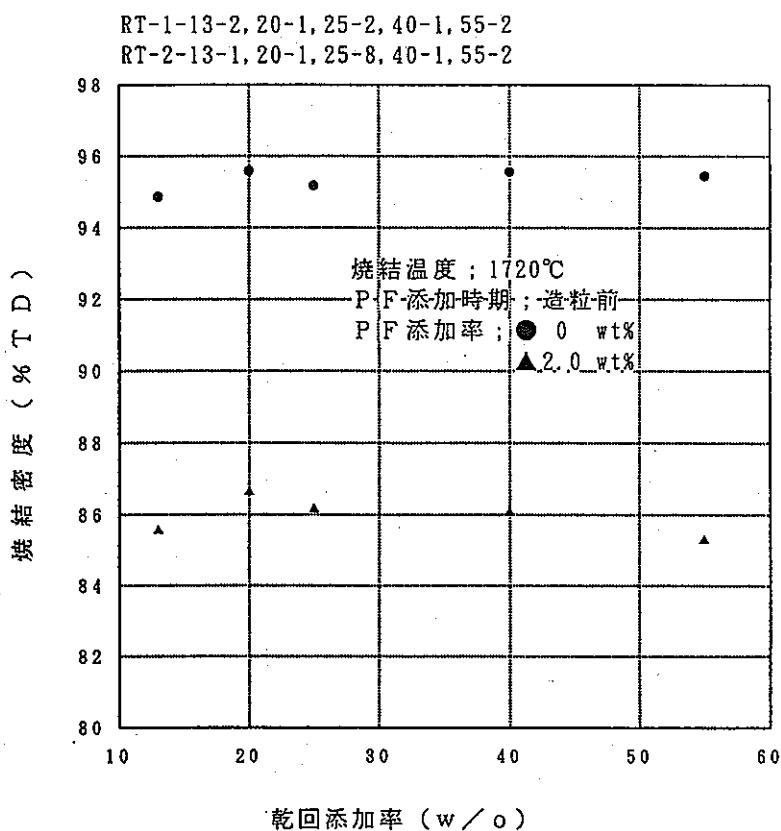


図21 乾回添加率と焼結密度の関係

RT-2-25-1~12, 55-1~6

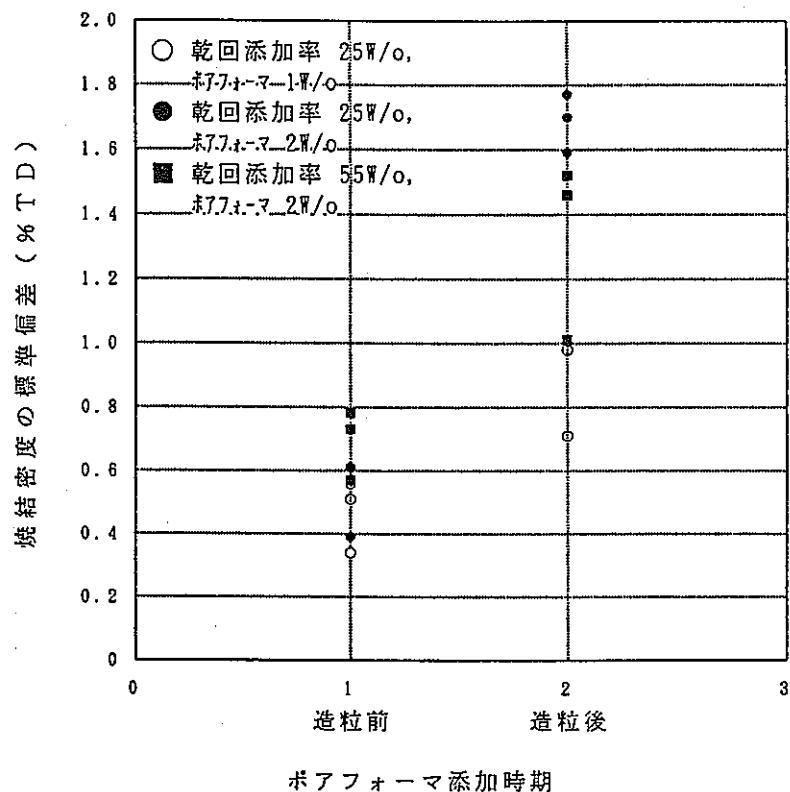


図22 ボアフォーマ添加時期と焼結密度の標準偏差の関係

RT-2-13-1, 20-1, 25-7~9, 40-1, 55-1~3

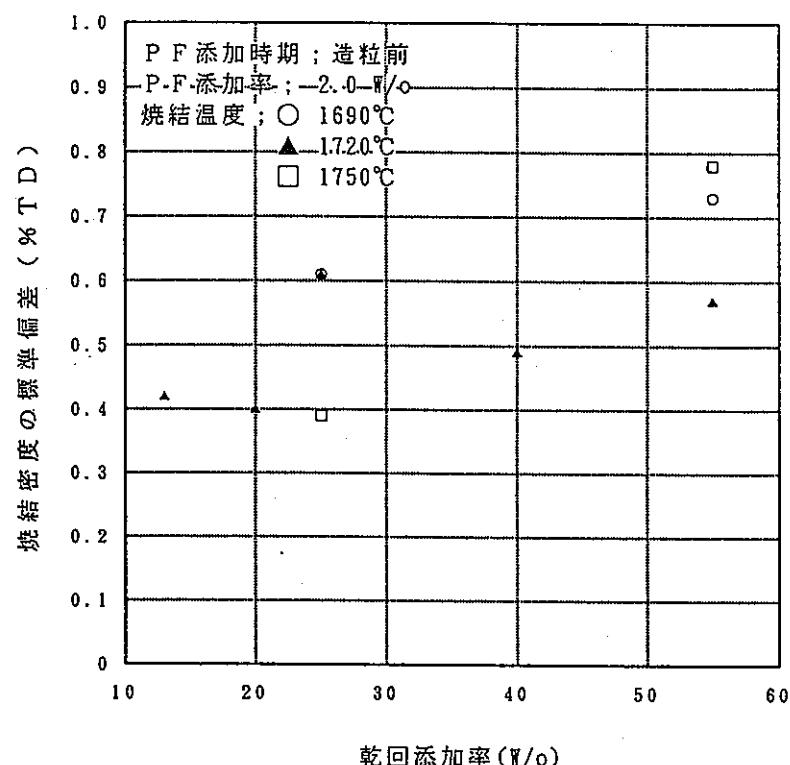


図23 乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係

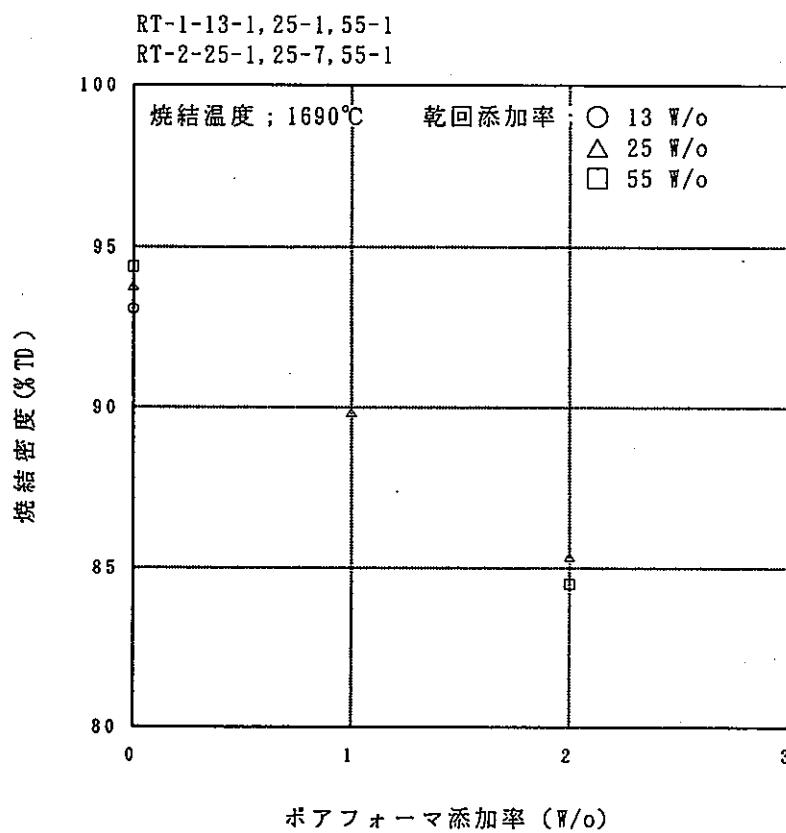


図24・1 ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係

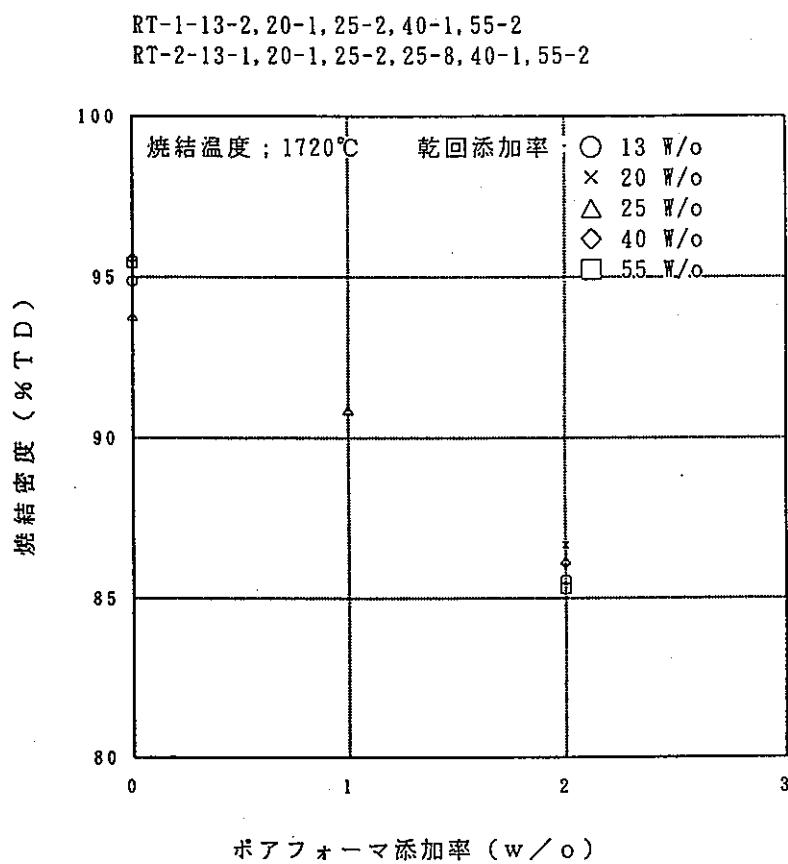


図24・2 ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係

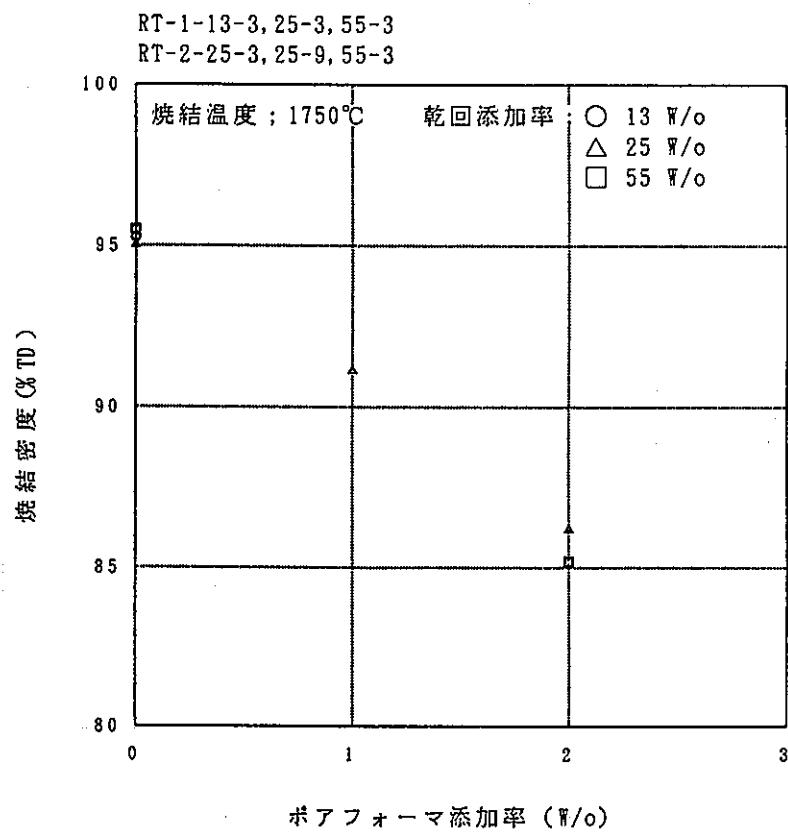


図24・3 ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係

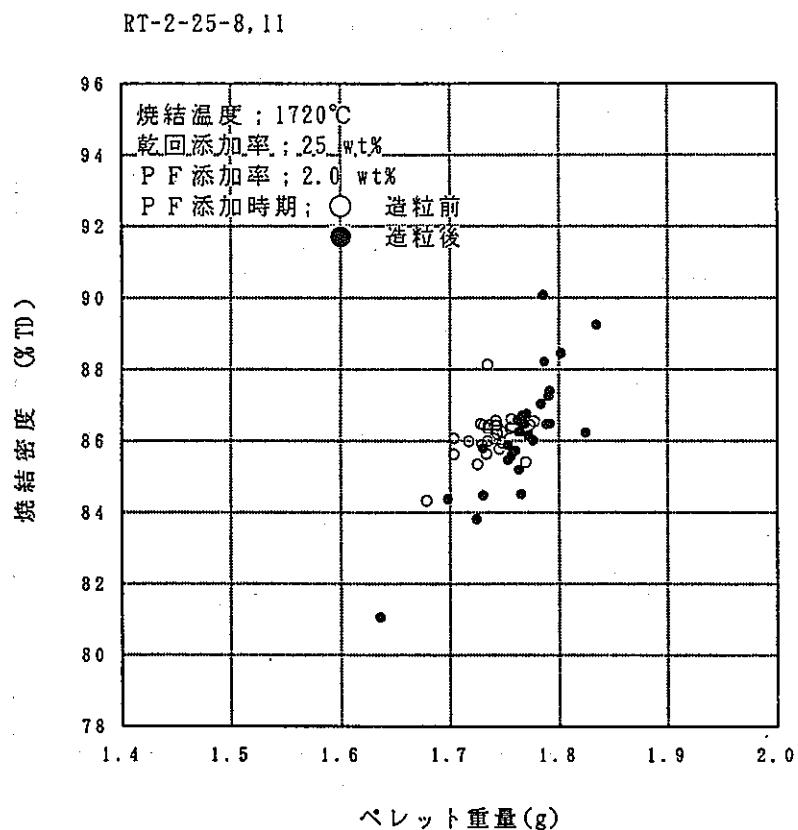


図25 ペレット重量と焼結密度の関係

RT-2-13-1, 20-1, 25-1~12, 40-1, 55-1~6

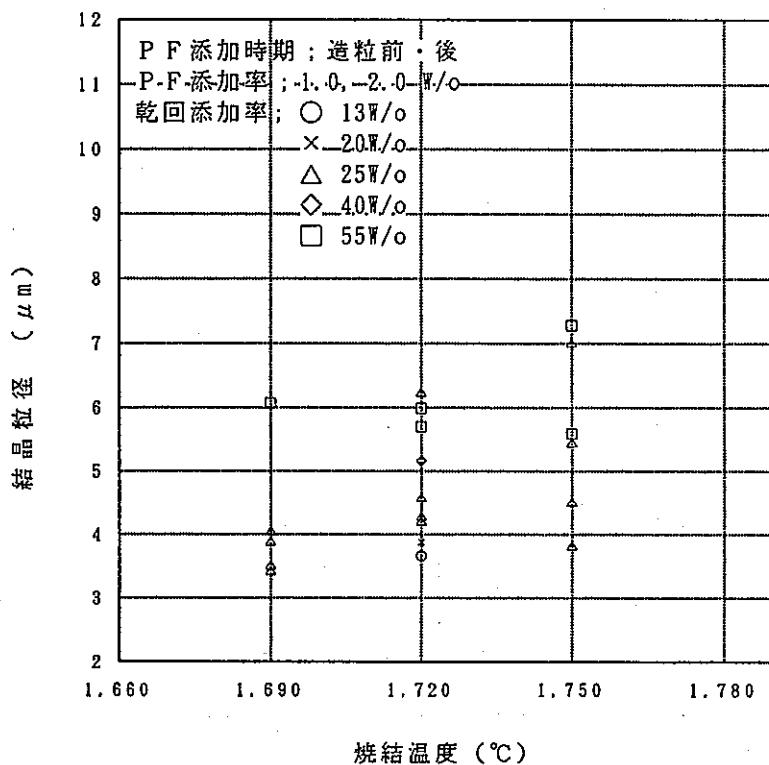


図26 焼結温度と結晶粒径の関係

RT-2-13-1, 20-1, 25-1~12, 40-1, 55-1~6

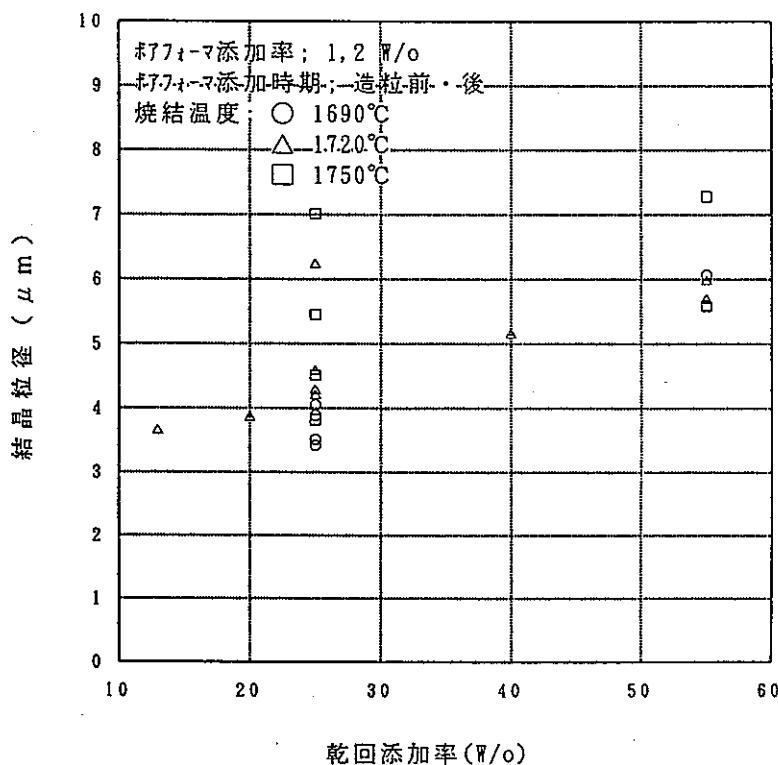


図27 乾回添加率と結晶粒径の関係

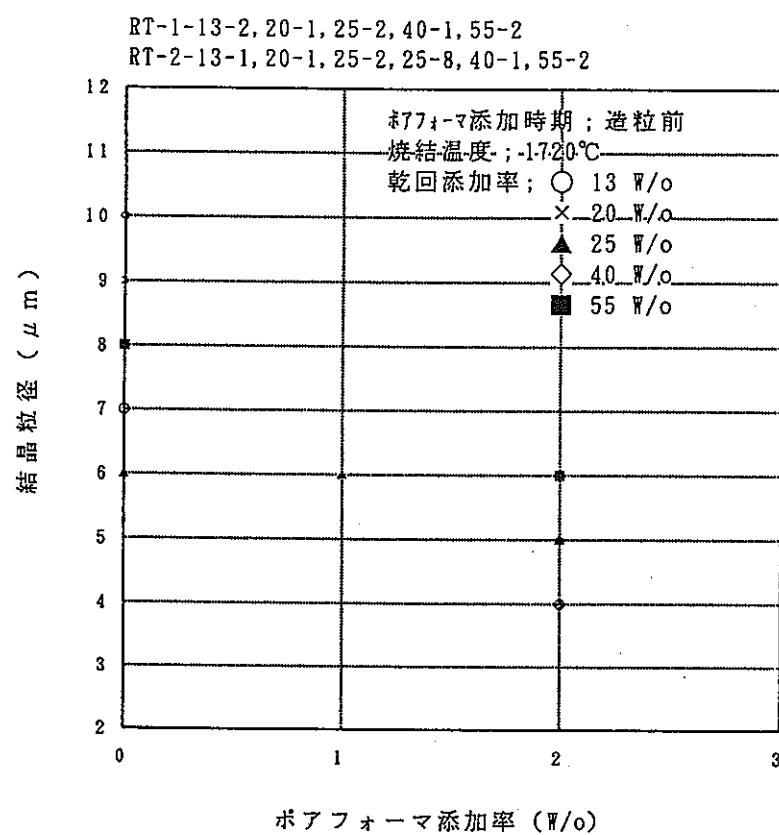
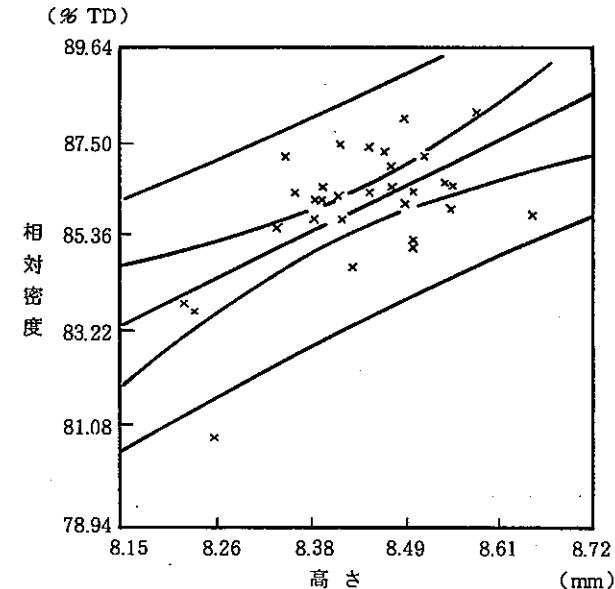
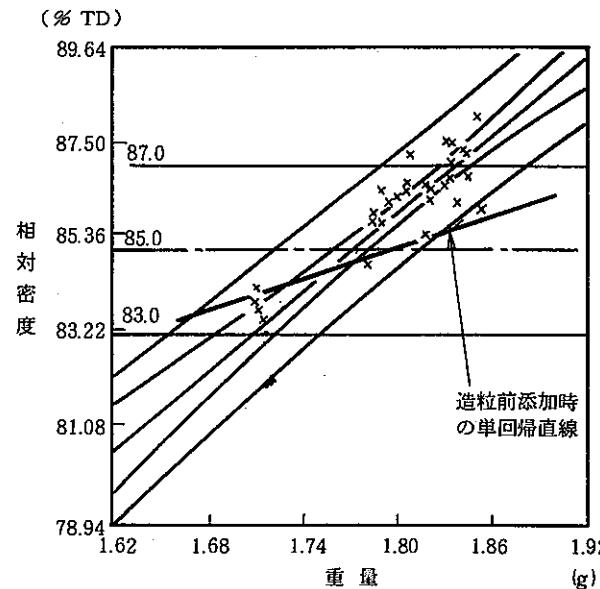
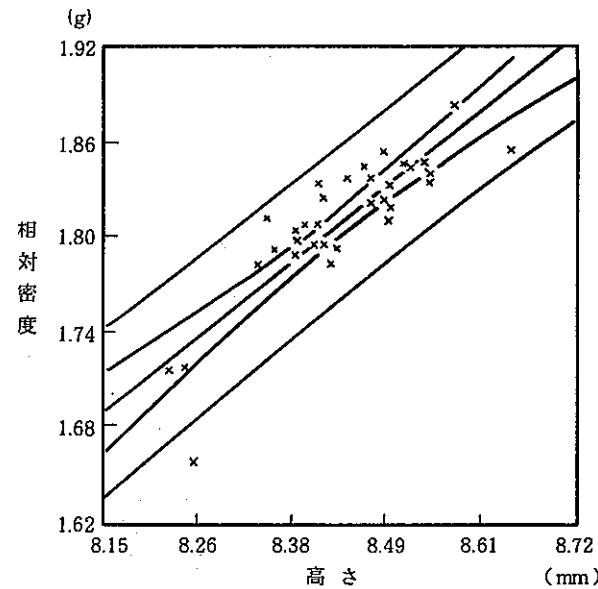


図28 ポアフォーマ添加率と結晶粒径の関係



	横 軸	縦 軸
変数名	55-2-A. H	55-2-A. W
データ数	33	
最小値	8.221	1.654
最大値	8.652	1.884
平均値	8.431	1.804
標準偏差	0.100	0.048
相関係数	0.875	

$$Y = -1.745 + 0.421 * X$$

t 値 [10.067]

	横 軸	縦 軸
変数名	55-2-A. W	55-2-A. De
データ数	33	
最小値	1.654	80.280
最大値	1.884	88.300
平均値	1.804	85.983
標準偏差	0.048	1.530
相関係数	0.912	

$$Y = 33.895 + 28.868 * X$$

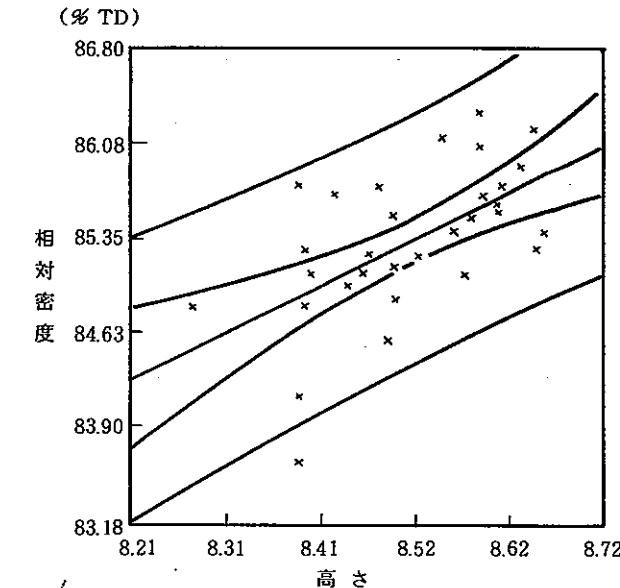
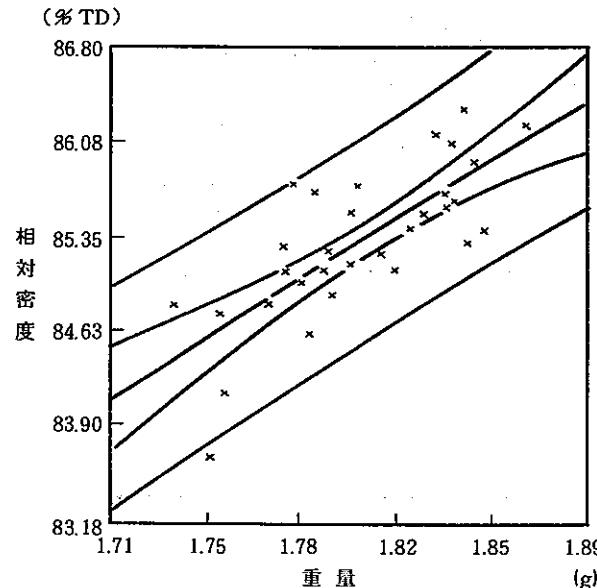
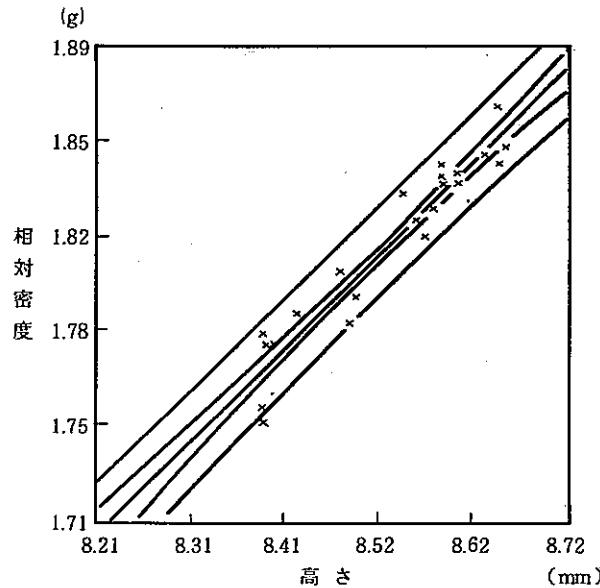
t 値 [12.335]

	横 軸	縦 軸
変数名	55-2-A. H	55-2-A. De
データ数	33	
最小値	8.221	80.280
最大値	8.652	88.300
平均値	8.431	85.983
標準偏差	0.100	1.530
相関係数	0.610	

$$Y = 7.488 + 9.310 * X$$

t 値 [4.298]

図29.1 単回帰分析結果（乾回55w/o, ポアフォーマ2%, 造粒後添加1720°C焼結）



	横軸	縦軸
変数名	55-2-B.H	55-2-B.W
データ数	33	
最小値	8.275	1.736
最大値	8.654	1.867
平均値	8.504	1.807
標準偏差	0.099	0.034
相関係数	0.972	

$$Y = -1.046 + 0.335 * X$$

t 値 [23.687]

	横軸	縦軸
変数名	55-2-B.W	55-2-B.De
データ数	33	
最小値	1.736	83.630
最大値	1.867	86.350
平均値	1.807	85.329
標準偏差	0.034	0.580
相関係数	0.767	

$$Y = 61.640 + 13.109 * X$$

t 値 [6.655]

	横軸	縦軸
変数名	55-2-B.H	55-2-B.De
データ数	33	83.630
最小値	8.275	86.350
最大値	8.654	85.329
平均値	8.504	0.580
標準偏差	0.099	
相関係数	0.607	

$$Y = 54.791 + 3.591 * X$$

t 値 [4.283]

図29.2 単回帰分析結果（乾回55w/o, ポアフォーマ2%, 造粒前添加1720°C焼結）

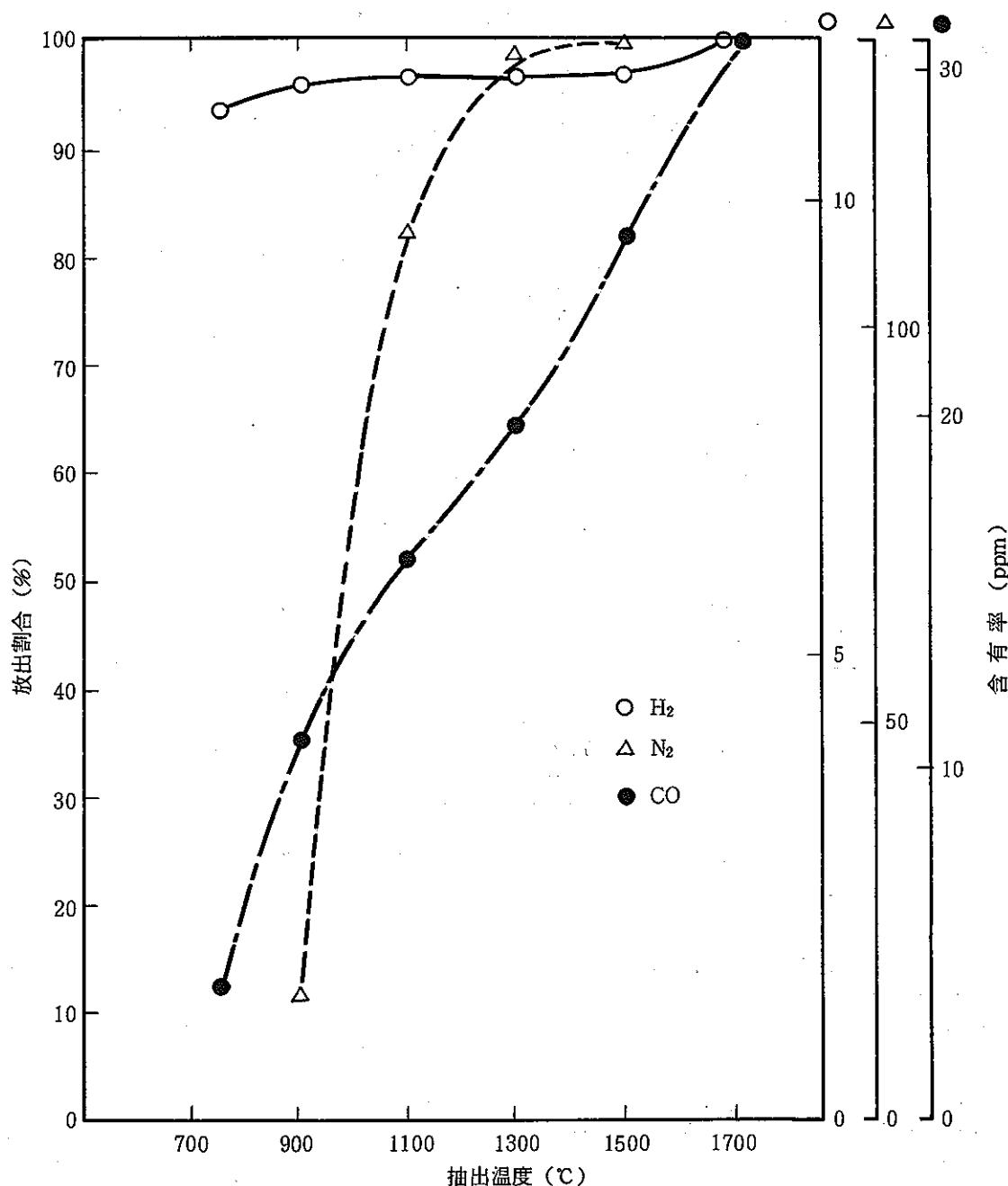


図30 溫度変化によるガス成分の放出率 (PNC SN8410-90-084⁴⁾ より抜粋)

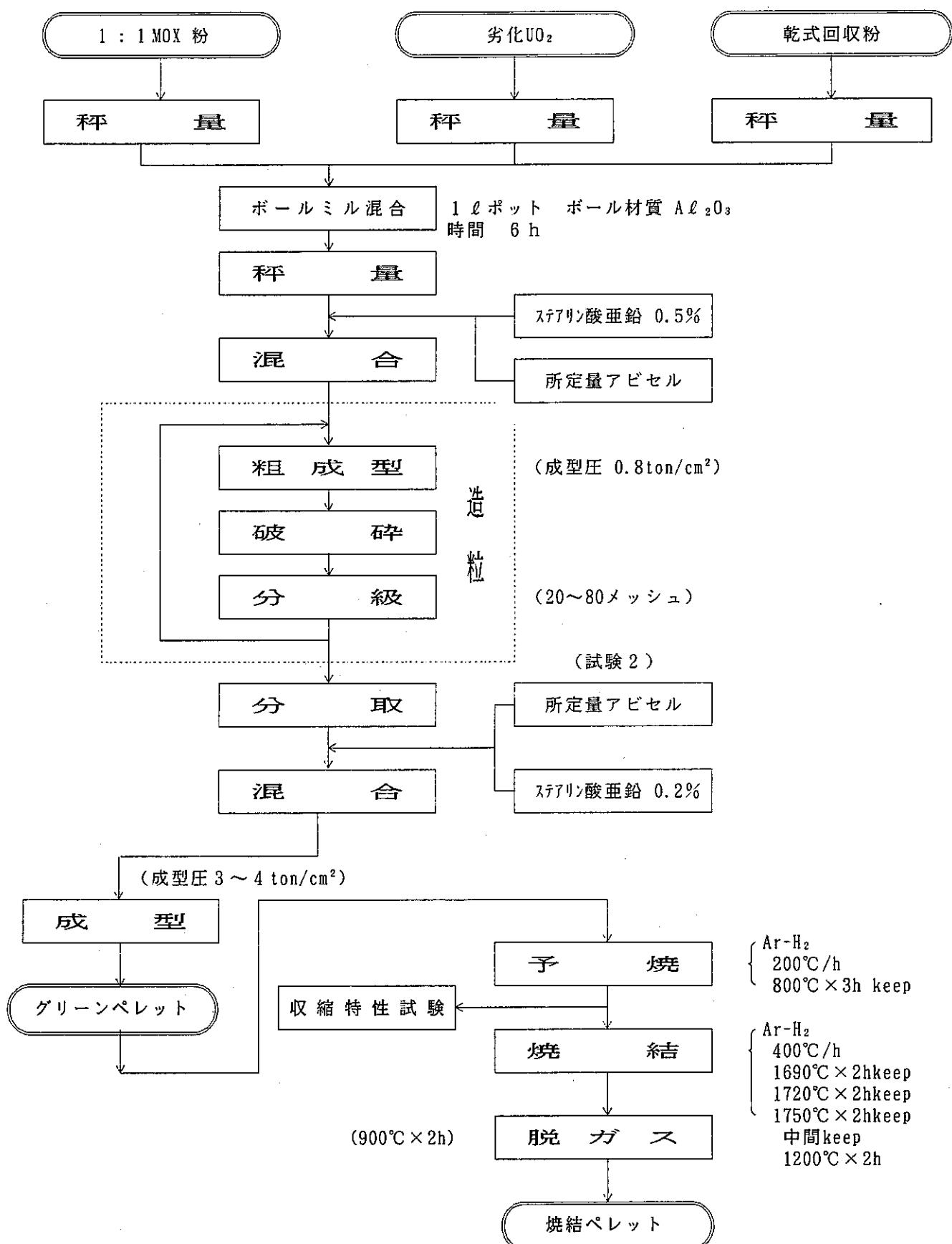


図31 最大乾回添加確認試験

RT-3-000, 025, 055, 070, 100

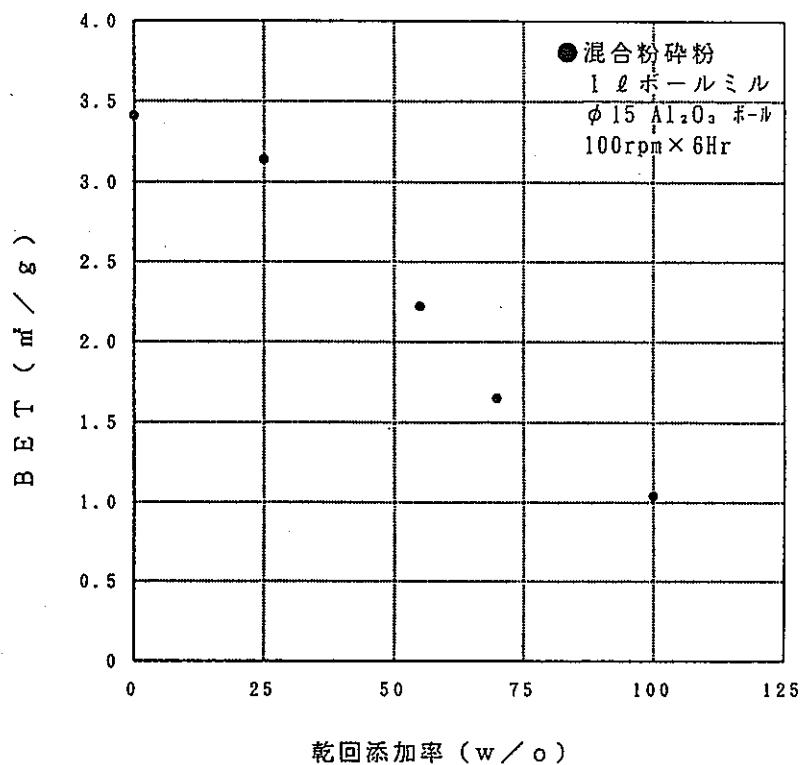


図32 乾回添加率と比表面積の関係

RT-3-000, 025, 055, 070, 100

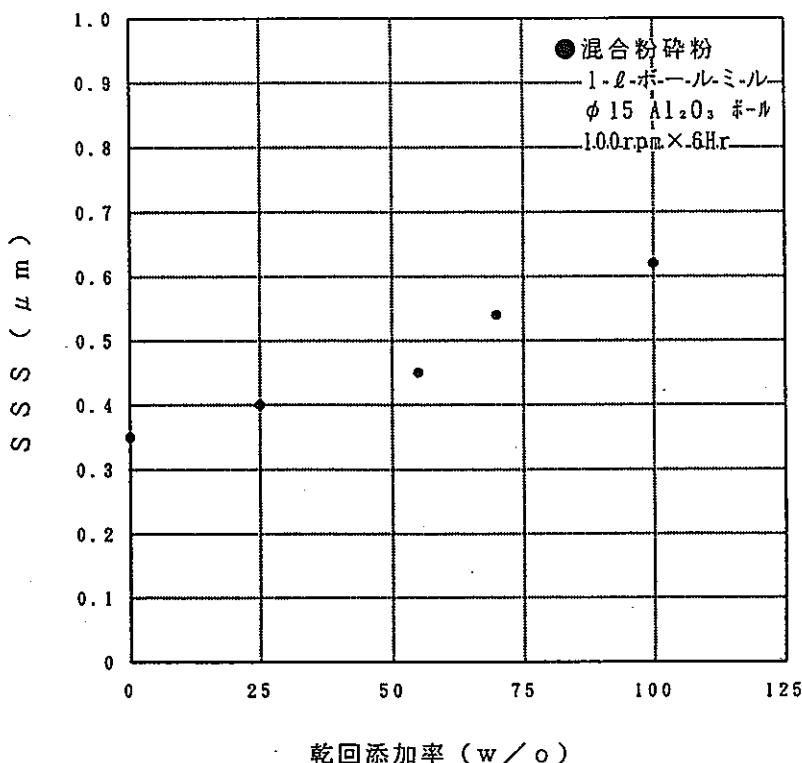


図33 乾回添加率と平均粒径の関係

RT-3-000, 253, 055, 070, 100

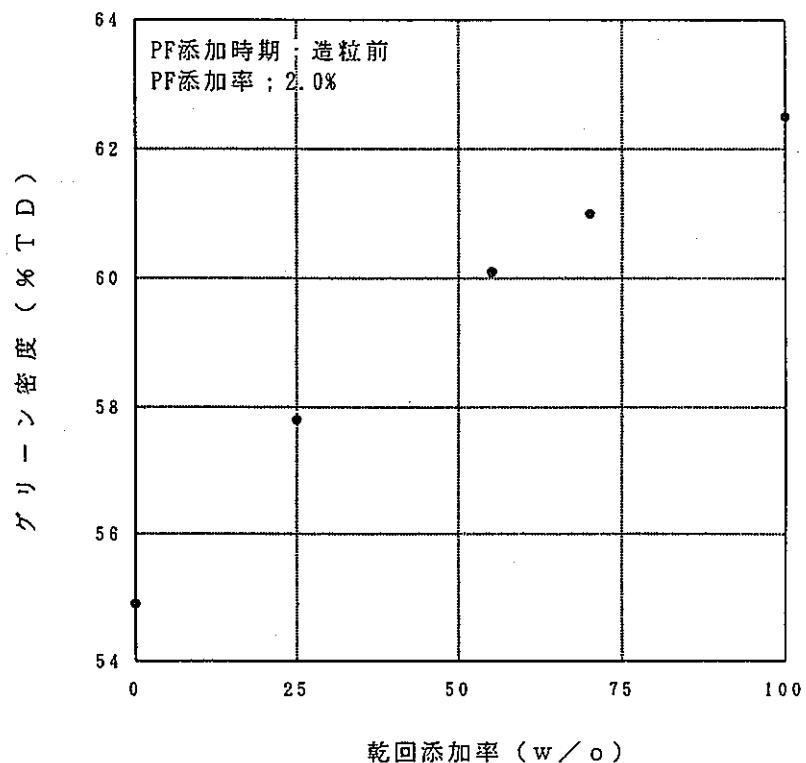


図34 乾回添加率とグリーン密度の関係

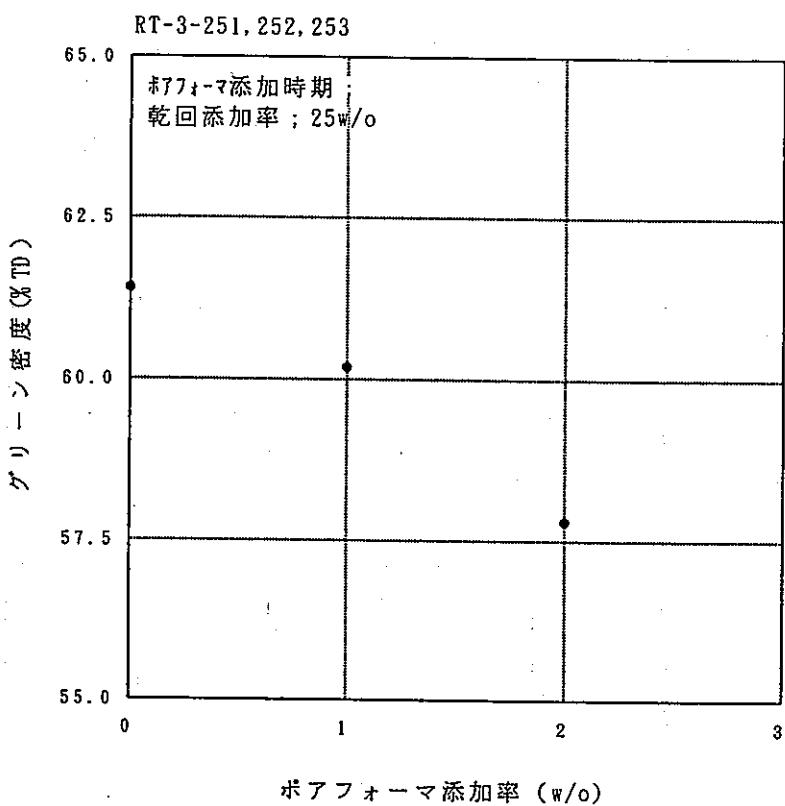


図35 ポアフォーマ添加率とグリーン密度の関係

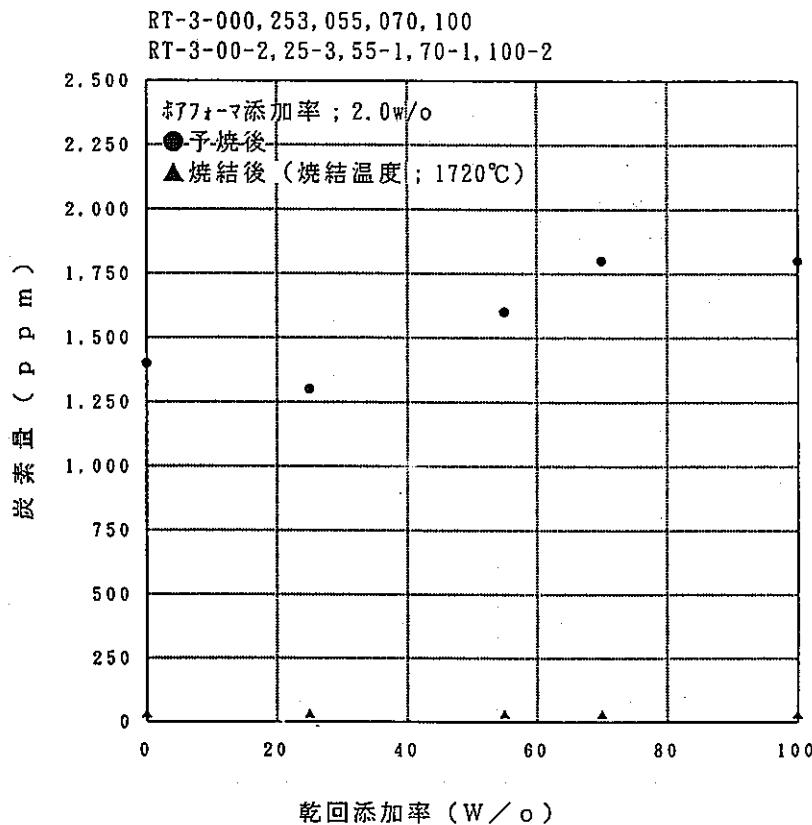


図36 乾回添加率と炭素量の関係

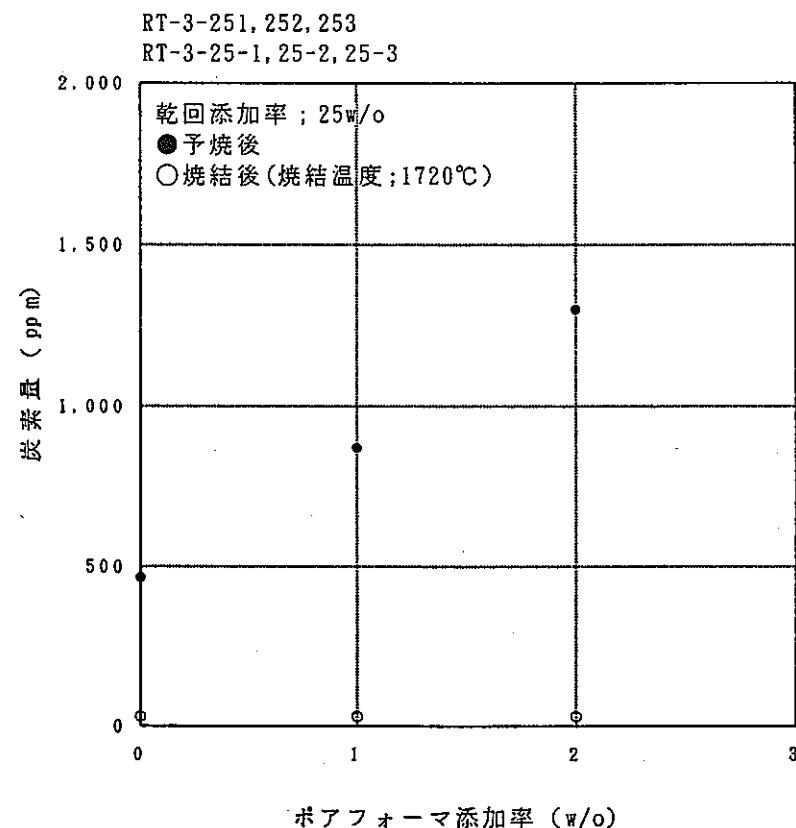


図37 ポアフォーマ添加率と炭素量の関係

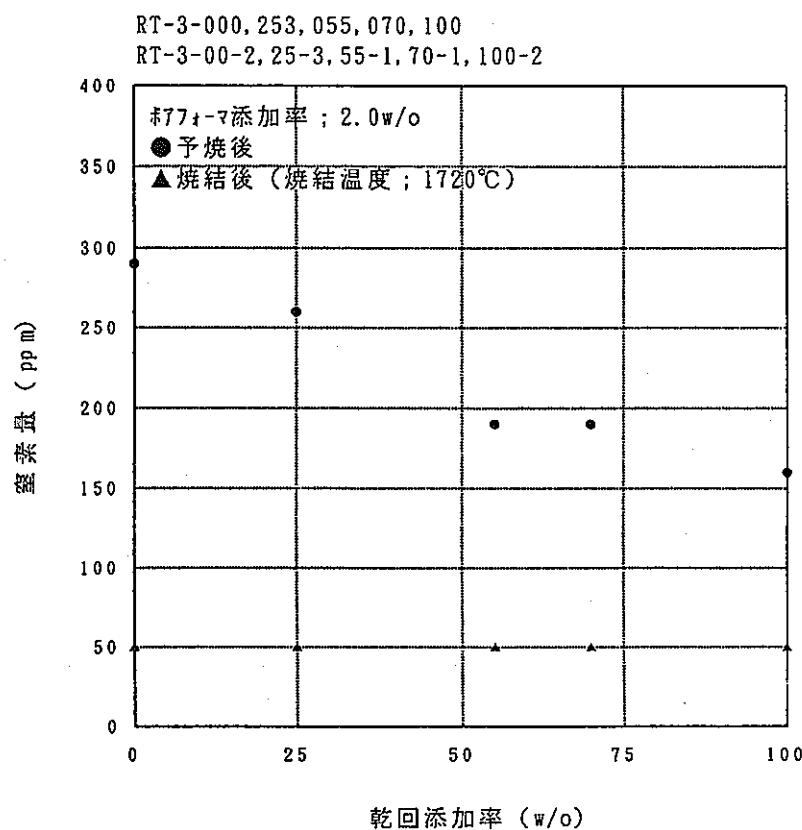


図38 乾回添加率と窒素量の関係

Job No. 18-19

〈収縮特性試験〉

測定条件; $1750^{\circ}\text{C} \times 0.5\text{ Hr keep}$

$400^{\circ}\text{C}/\text{Hr}$

$\text{Ar}-\text{H}_2 (5\%) 300\text{ l/Hr}$

① 乾式回収粉 0 w/o ポアフォーマ 2.0 w/o 造粒前添加

② " 25 w/o " "

③ " 55 w/o " "

④ " 70 w/o " "

⑤ " 100 w/o " "

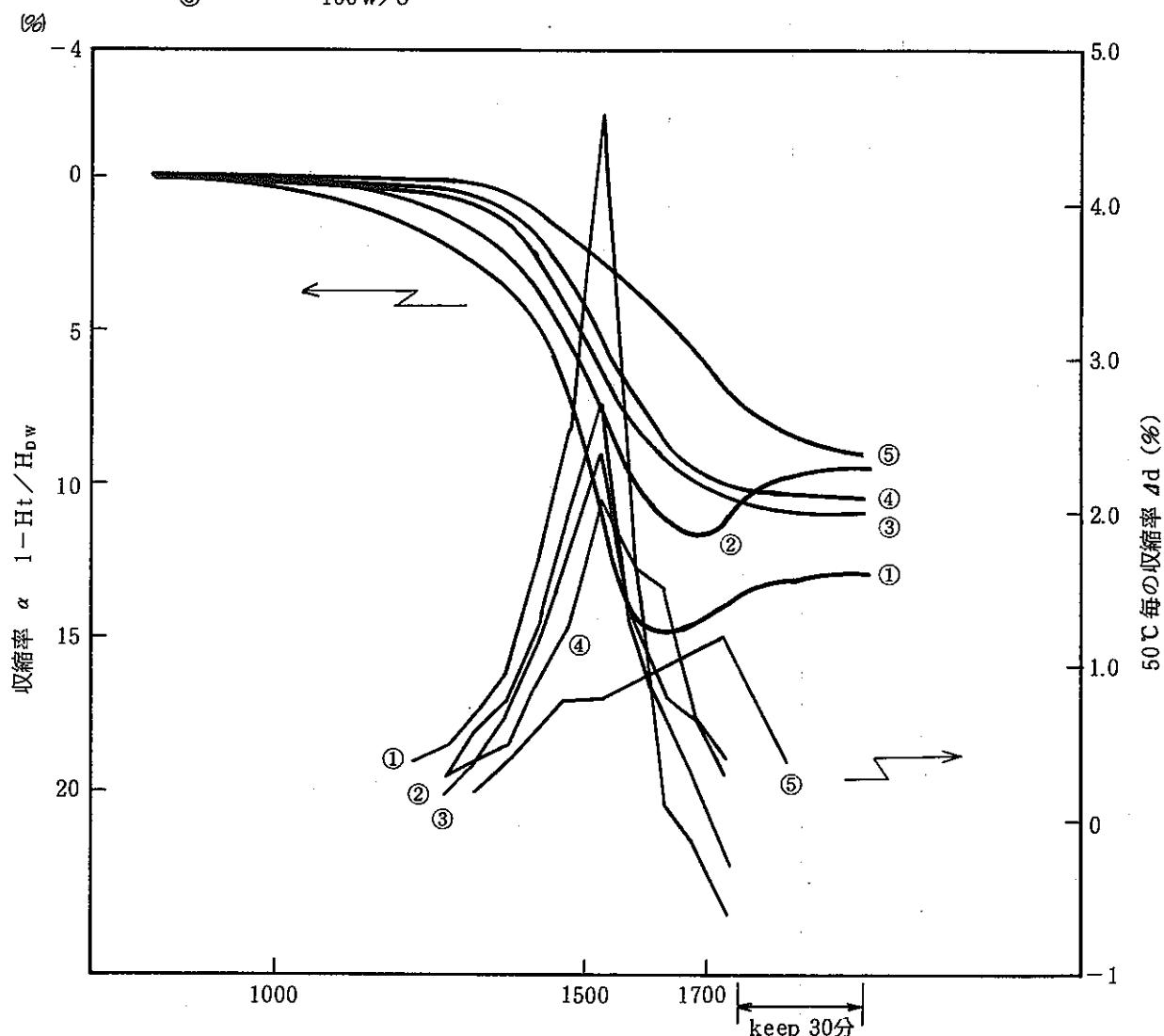


図39 収縮特性曲線

RT-3-00-1~3, 25-1~3, 55-1, 70-1, 100-1~3

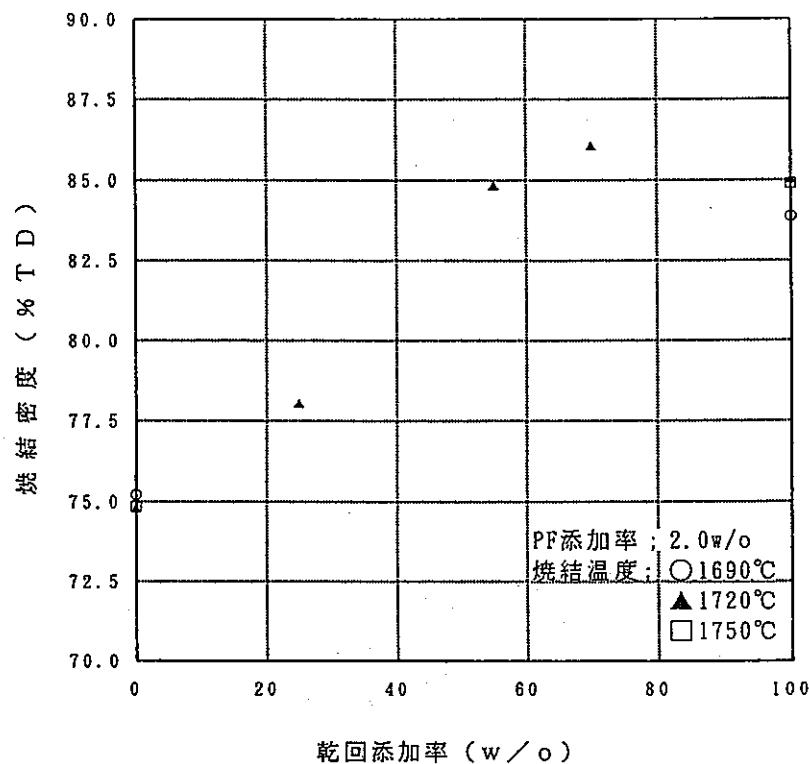


図40 乾回添加率と結晶密度の関係

RT-3-00-1~3, 100-1~3

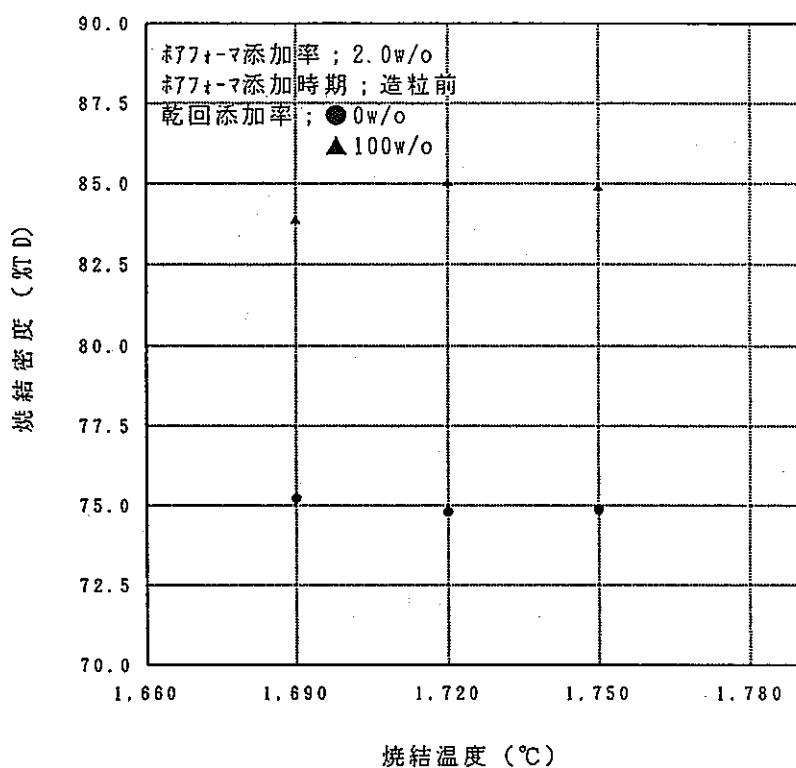


図41 焼結温度と焼結密度の関係

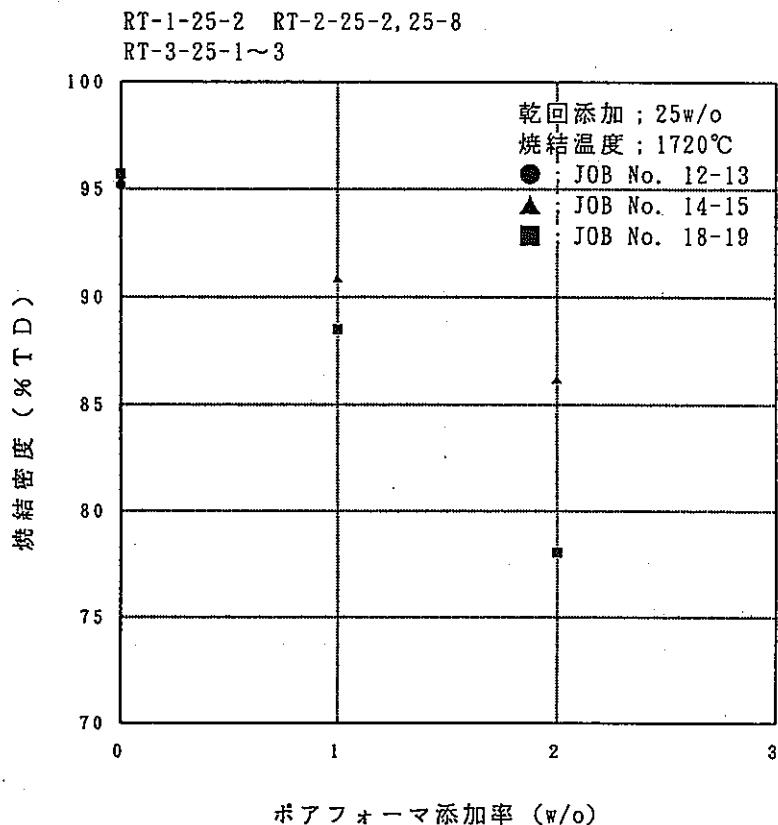


図42 ポアフォーマ添加率と焼結密度の関係

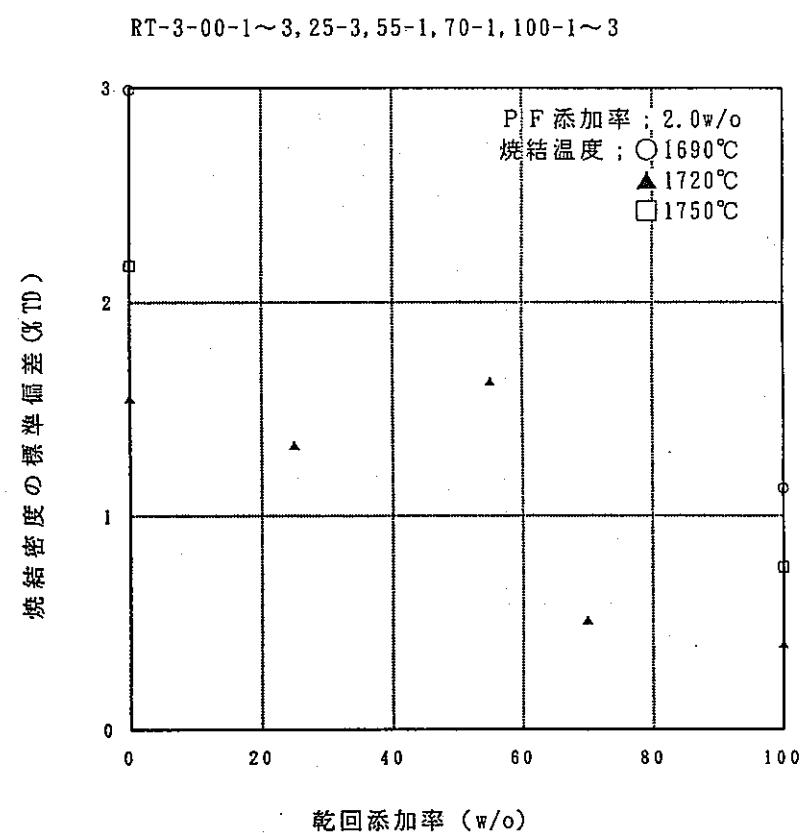


図43 乾回添加率と焼結密度の標準偏差の関係

RT-3-25-1~3

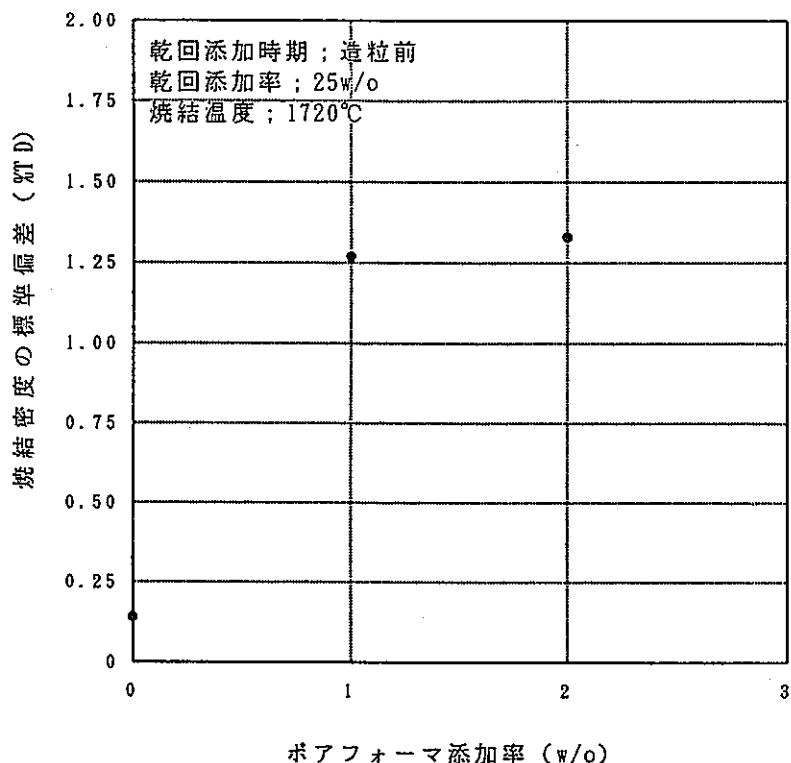


図44 ポアフォーマ添加率と焼結密度の照準偏差の関係

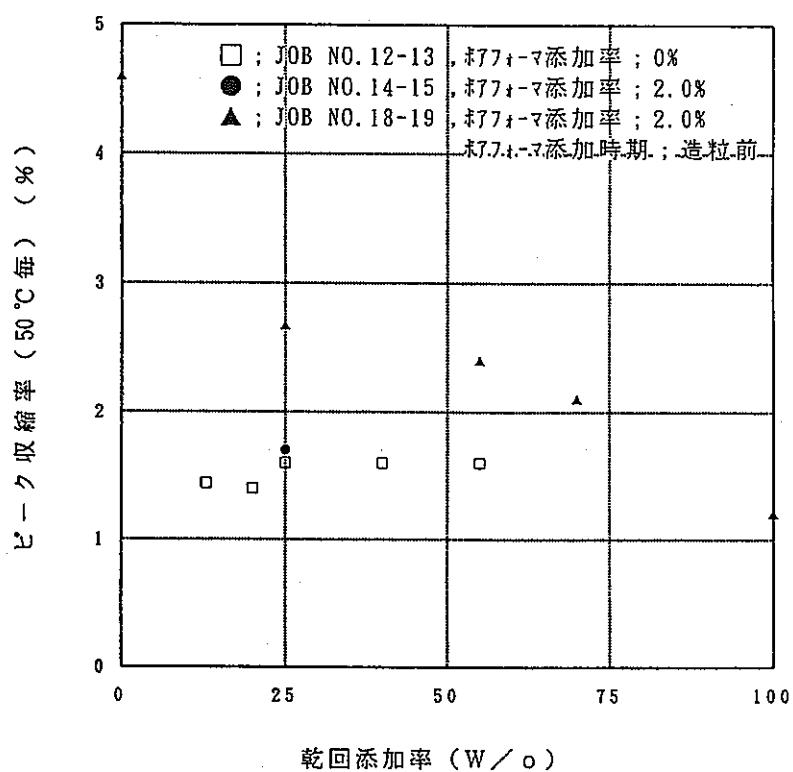


図45 乾回添加率とピーク収縮率 (50°C毎) の関係

FT-14 焼結ペレット密度

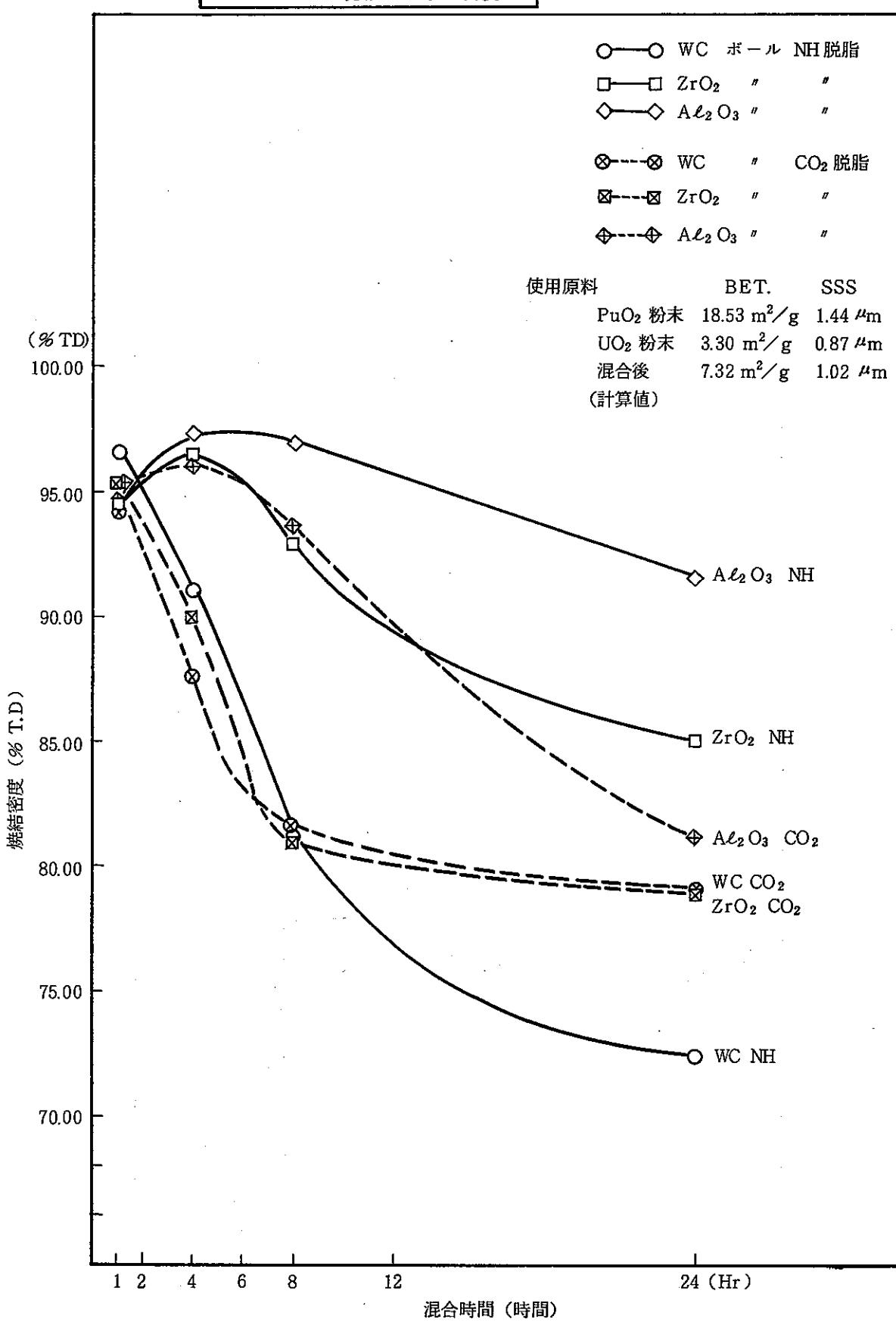


図46 混合時間と焼結密度相関図

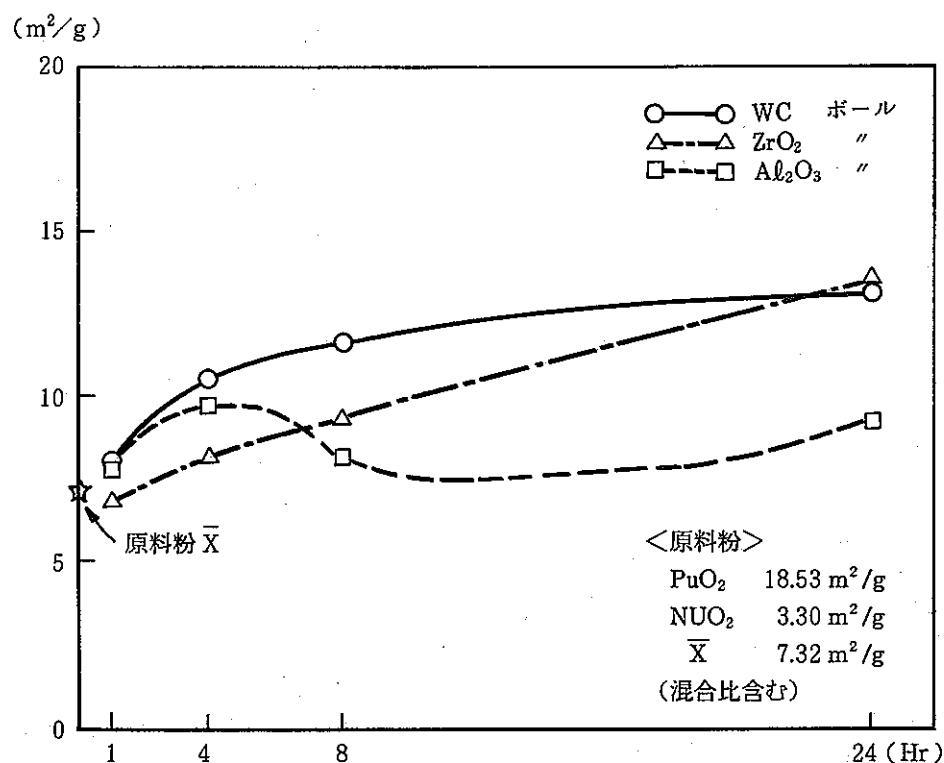


図47.1 FT-14 比表面積 (BET)

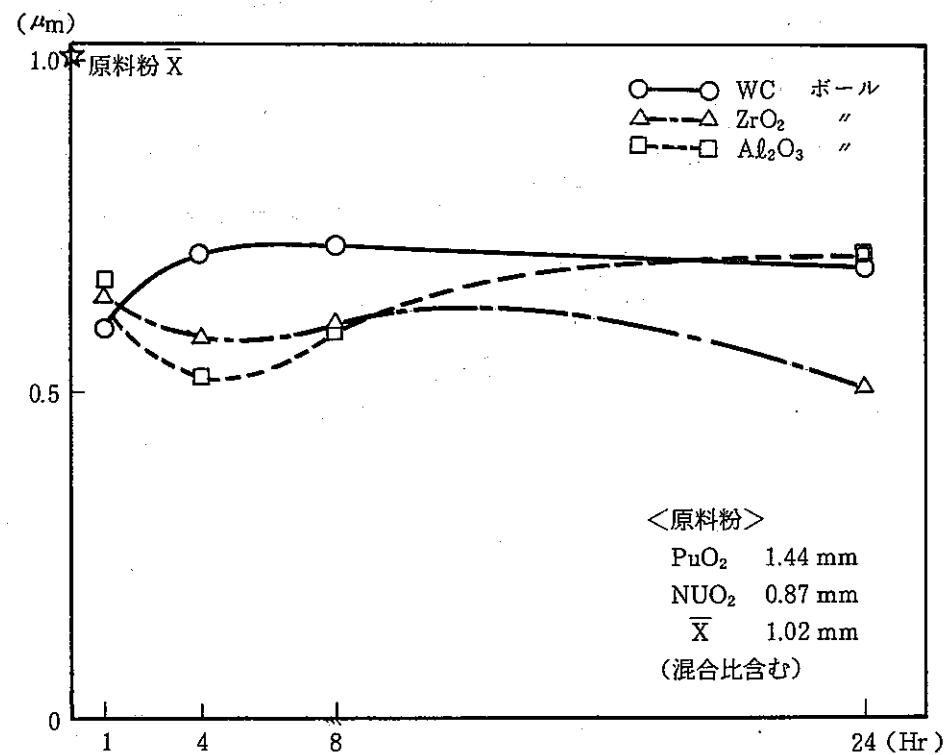


図47.2 FT-14 平均粒径 (SSS)

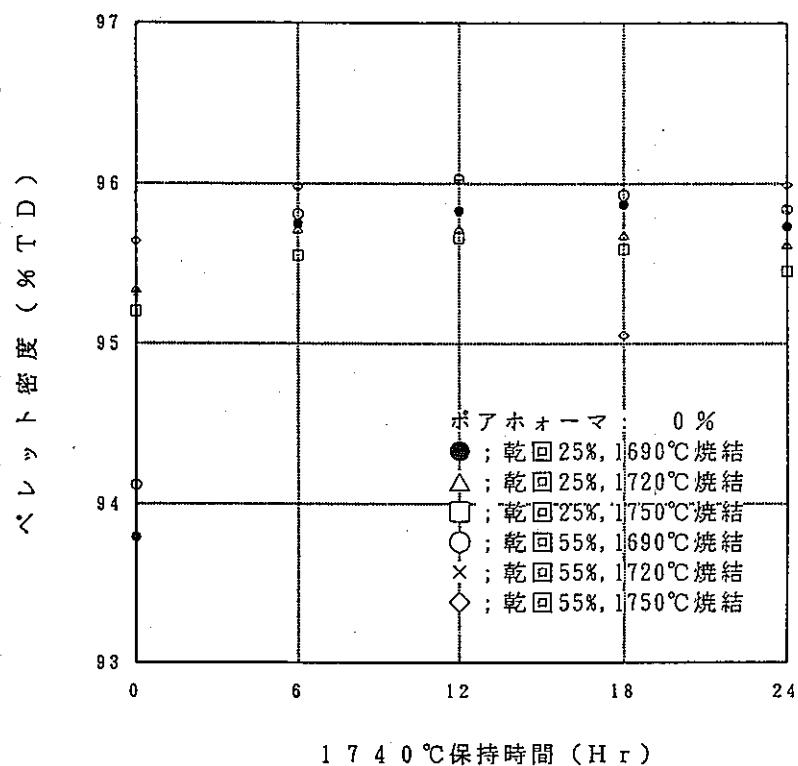


図48 焼きしまり試験 (12-13)

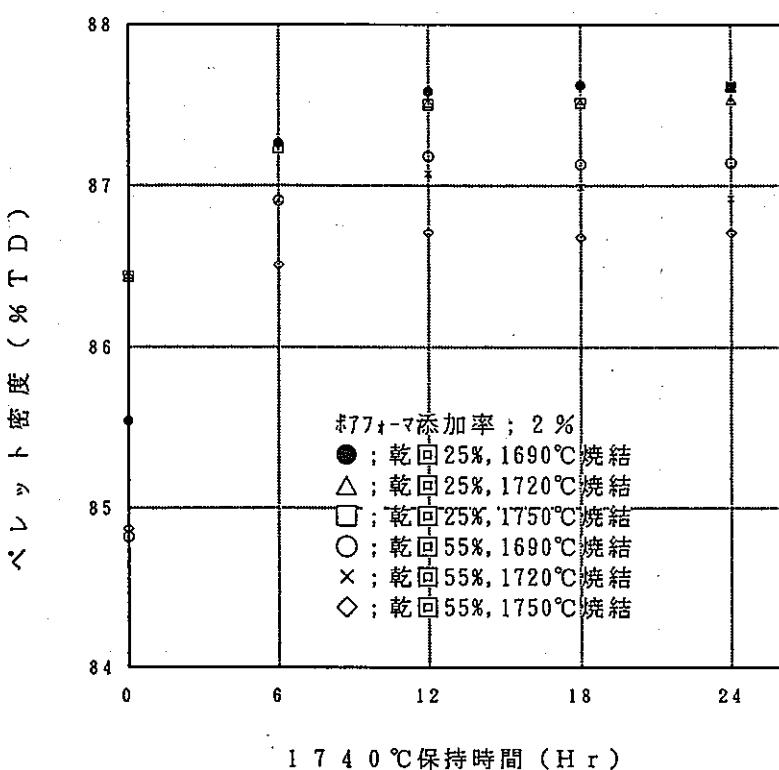


図49 焼きしまり試験 (14-15)

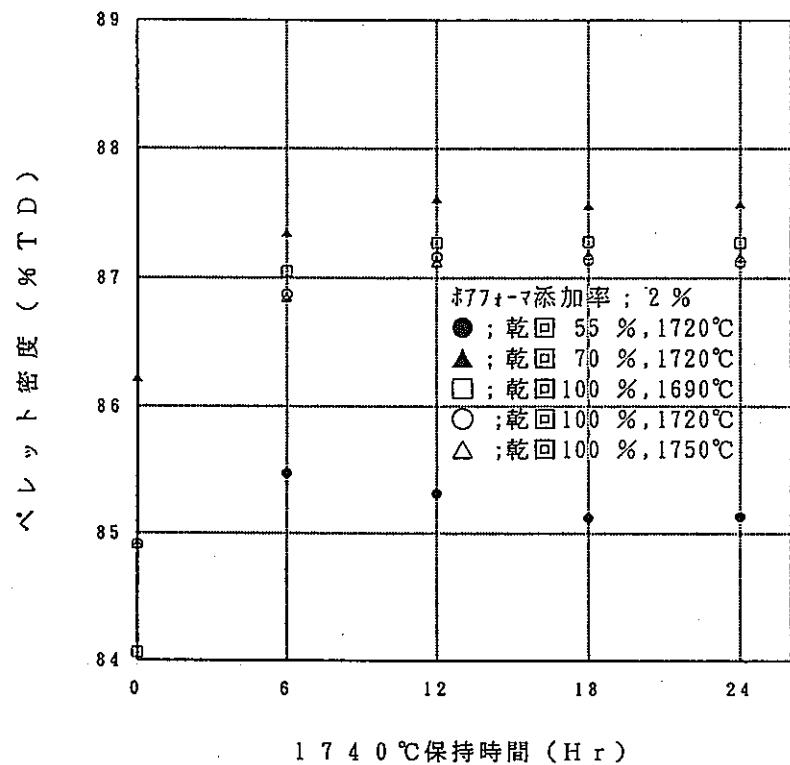


図50 焼きしまり試験 (18-19)

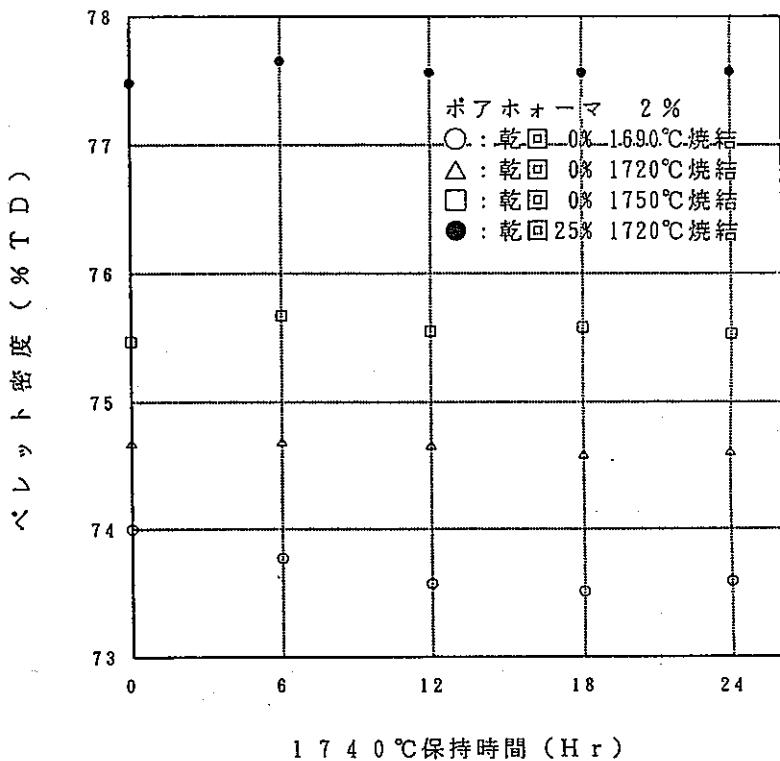


図51 焼きしまり試験 (18-19)

別添資料

- 1 焼結炉温度校正試験

- 2 ボールミル粉碎効果確認試験

別添資料1 温度校正試験

プルトニウム燃料開発室エンジニアリングシート

(全6枚)

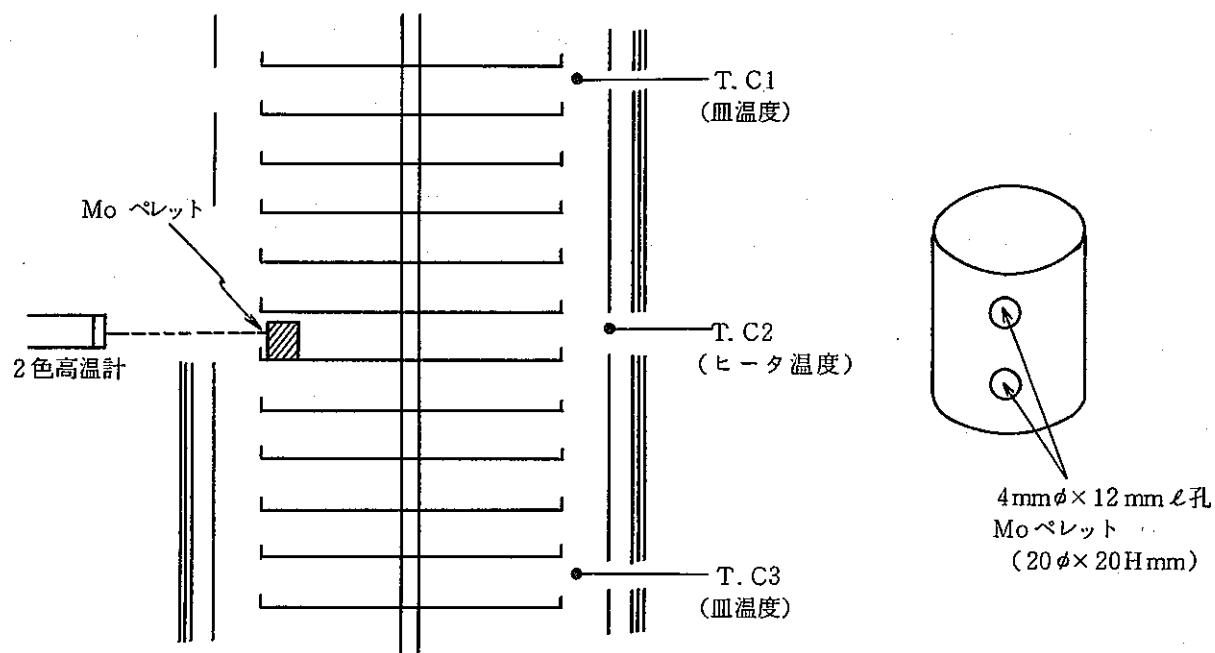
宛 先	長 井 室 長 殿				文 章 内 容	報告 確認	連絡 検討	指示 質問	依頼 回答	議事録 その他
件 名	R-125焼結炉内温度測定の結果について				発信番号 : プル開-03-101 業務№ : 発信年月日 : 3年7月4日					
					回答期限 : 年 月 日					
	(目的) 現在、プル開発室には、燃料製造規模の焼結炉が2基設置されているが、焼結炉間の温度特性は把握されていなかった。 このため、R-125焼結炉内の温度測定を実施した。									
	(結論) 従来、焼結温度としてきたT.C1の指示値と2色高温計の指示値(真温度)との差は、プログラム設定値の1640°C~1720°Cの温度領域で、T.C1が2色高温計の指示値より40°C低いことがわかった。									
宛 先										
ガ燃工場長										
製 造 部 長										
1 Pu 工 場 製 造 課 長										
技開推部長										
炉 燃 室 長										
炉 燃 室 代										
炉 心 G L										
F 燃 料 G L										
A 燃 料 G L										
核技開部長										
転換開室長										
新濃開室長										
遠心設室長										
先端開室長										
1 プル開室長										
1 プル開室代										
物性研究GL	(本シートに関連する資料)									
1 セラミック GL	№.プル開-03-081 3年6月24日 焼結炉(R-129)内温度計測の結果について									
新型燃料GL	№. 年 月 日									
1 燃料技開GL	部	核燃サウル技開部	核 燃 料 技 術 開 発 部				(特記事項)			作成日 7月 4日
燃料化学GL	室	プル燃開室	確認	発信元	プルトニウム燃料開発室					
5 作 成 者			部 長		室 長	室 長	主 査	担 当	作成者	
部 数	配 付 先				代 理					

R-125焼結炉内温度の測定結果

1. 測定条件

(1) 測定点

測定点を下図に示す。



2色高温計による測定は、Moペレット側面の4mmφ孔に焦点を合わせ行った。

(2) 条件

- ① 昇温速度 600°C/hr
- ② 設定温度 1750°C
- ③ 炉内雰囲気 Ar-H₂ (5%) 混合ガス
- ④ ガス流量 炉体 5 ℓ/min
覗窓 1 ℓ/min

2. 測定結果

プログラム設定値 (°C)	T. C 1 (°C)	T. C 2 (°C)	T. C 3 (°C)	2色高温計指示値 (°C)
1200	1180	1180	1160	1230
1300	1275	1280	1260	1330
1400	1365	1370	1365	1425
1500	1470	1470	1470	1520
1550	1520	1525	1525	1575
1600	1570	1575	1575	1620
1620	1595	1600	1600	1640
1640	1620	1620	1620	1660
1660	1640	1640	1640	1680
1680	1660	1660	1660	1700
1700	1680	1680	1680	1720
1720	1700	1700	1700	1740
1740	1730	1720	1710	1760
1750	1740	1720	1720	1770
1750 (Keep 5min)	1740	1720	1720	1770

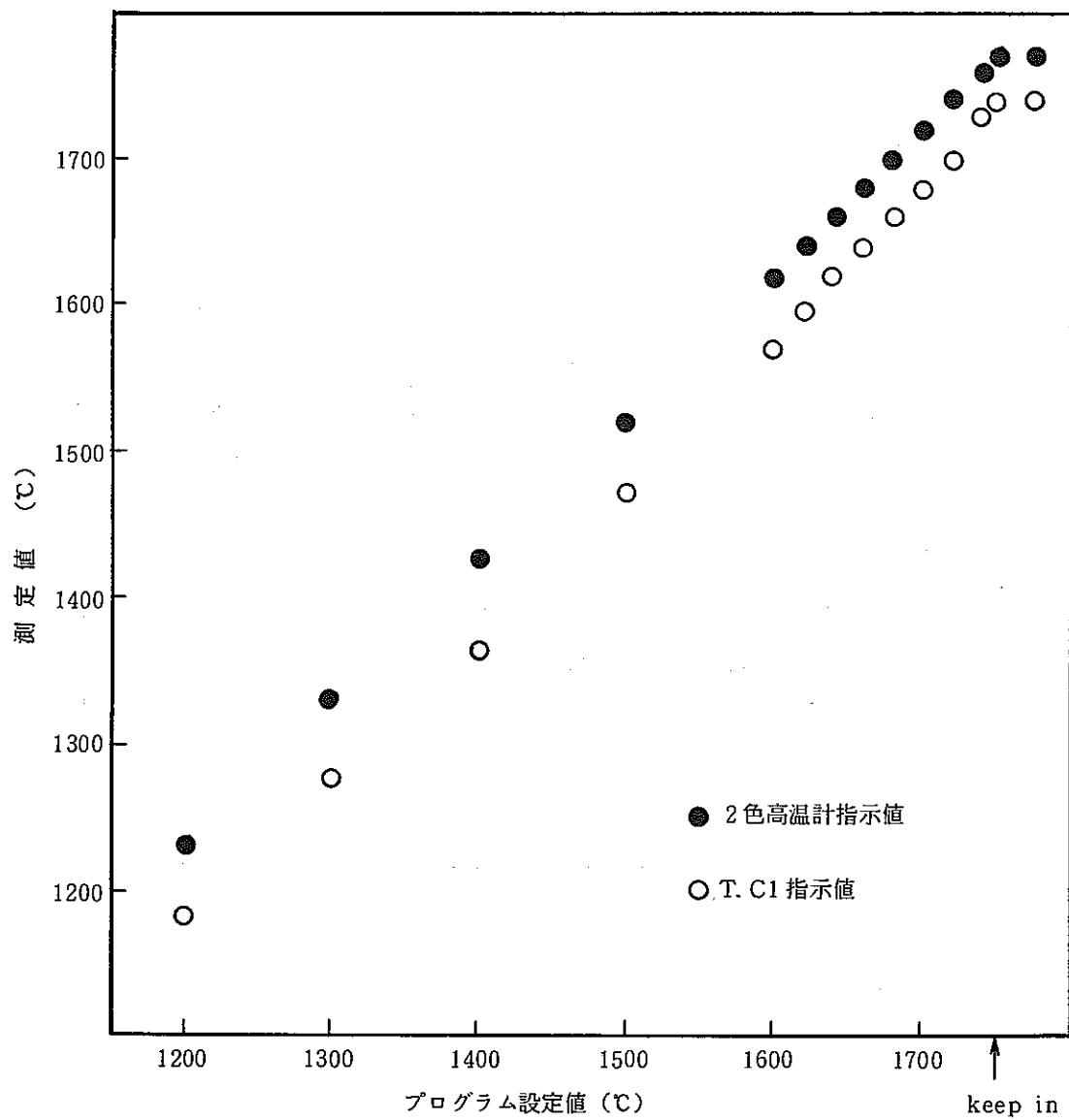


図 プログラム設定値に対する2色高温計及びT. C1指示値

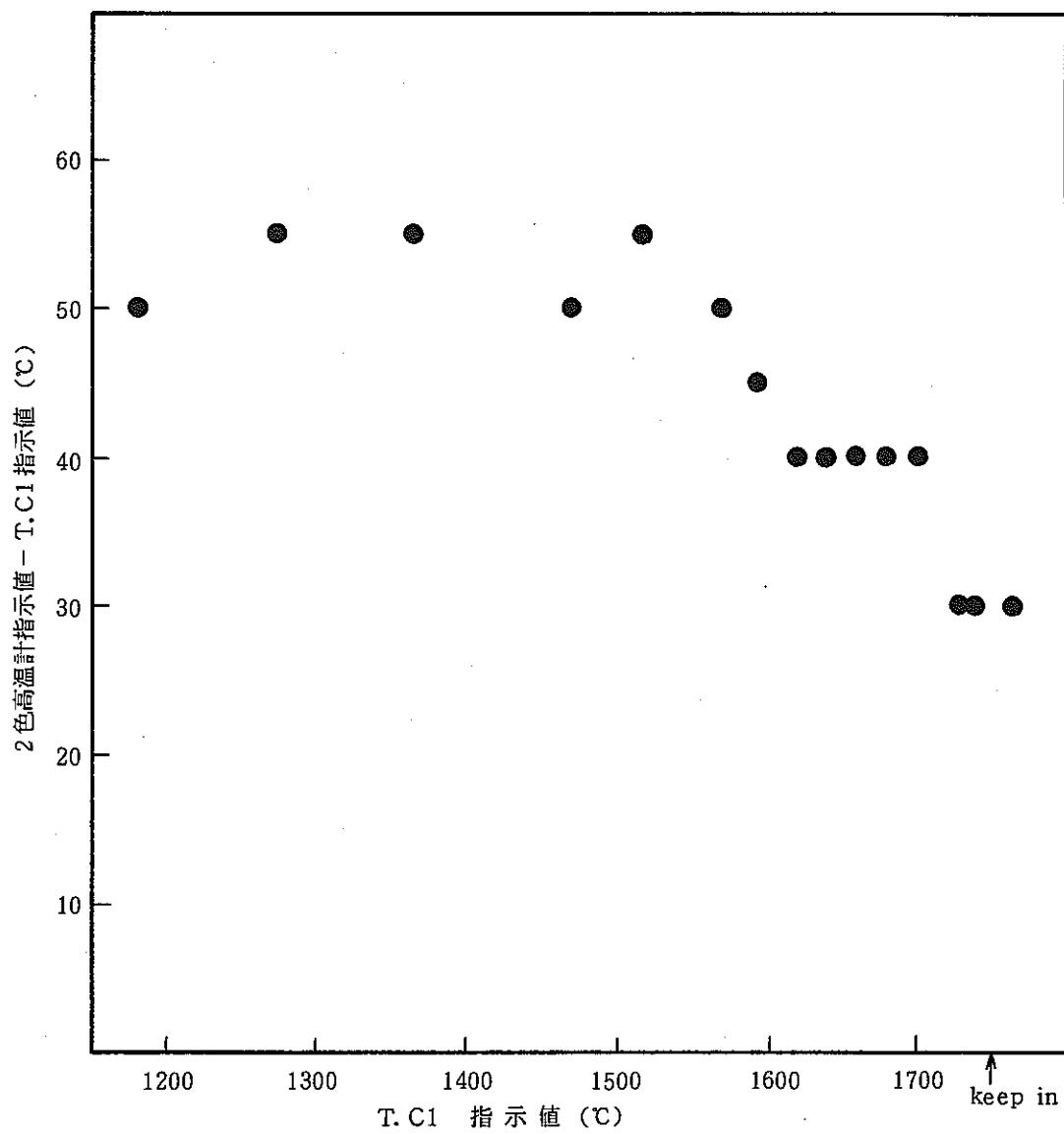


図 T.C1指示値に対する2色高温計との差

3. 結 論

従来、焼結温度としてきたT.C1の指示値と2色高温計の指示値（真温度）との差は、プログラム設定値の1640°C～1720°Cの温度領域で、T.C1が2色高温計の指示値より、40°C低いことがわかった。言い替えると、R-125 焼結炉を使用した時の焼結温度は公称値よりも40°C高いことになる。

なお、本試験の結果からR-125 焼結炉の均熱は、良好と思われるが、今後に実施する測温チップによる精度確認試験の結果と合わせて検討を行い、焼結プログラム設定に反映させる。

別添資料 2

ボールミル粉碎効果確認試験

1. 概要

本試験は、焼結ペレット中に生じるPuスポットの発生のメカニズムを粉碎混合条件を変えて行い、評価するものである。また、粉碎混合条件によりペレットの挙動（焼結密度、不純物の増加等）も調べるものである。

2. 試験条件

粉碎混合条件

要 因	水 準
ボール材質	WCボール, ZrO ₂ ボール, Al ₂ O ₃ ボール
粉碎混合時間 (hr)	0.5, 1, 2, 4, 6, 8, 12, 24

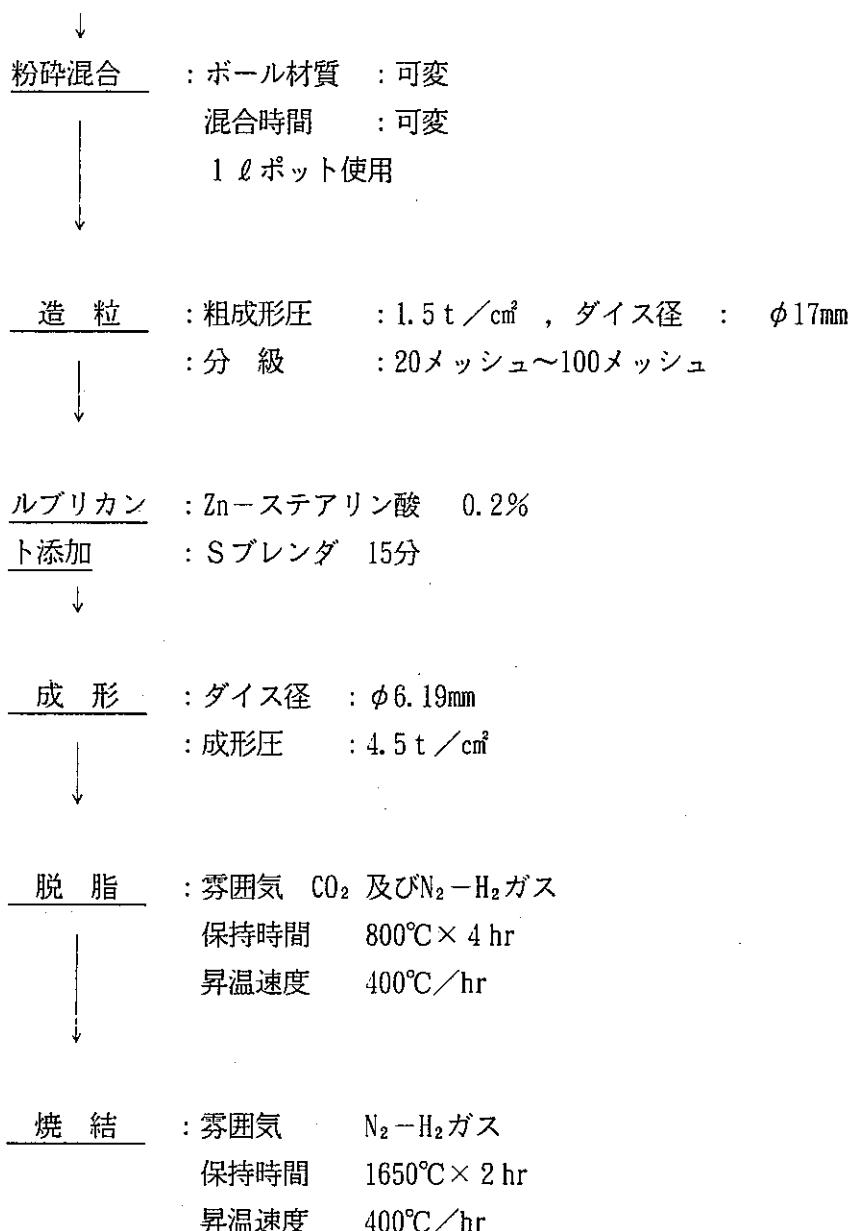
3. 燃料仕様

- (1) PuO₂富化度 : 26.4% PuO₂-UO₂
- (2) ペレット直径 : 約5.4mm

4. 製造方法

秤 量 : PuO₂ 85 g, UO₂ 235 g





別添リスト

- 金相写真
- ペレット外観写真
- α -オートラジオグラフィ写真
- SEM写真

Etched MICRO

R T - 1 - 1 3 - 1

乾回添加率 : 1 3 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 6 9 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5 %)

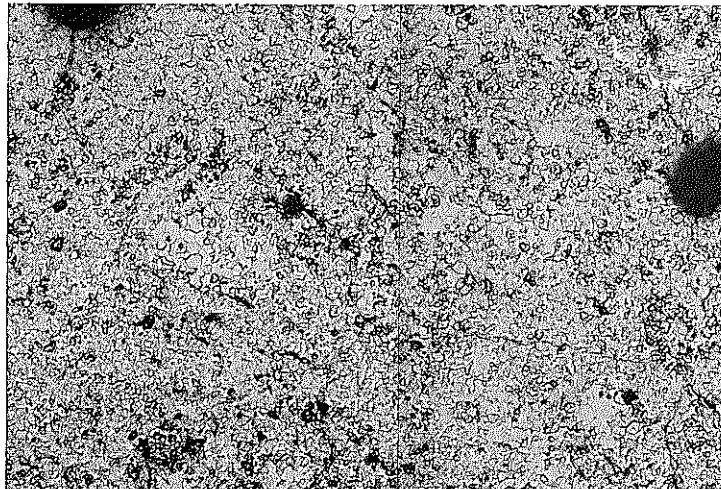
R T - 1 - 1 3 - 2

乾回添加率 : 1 3 w/o

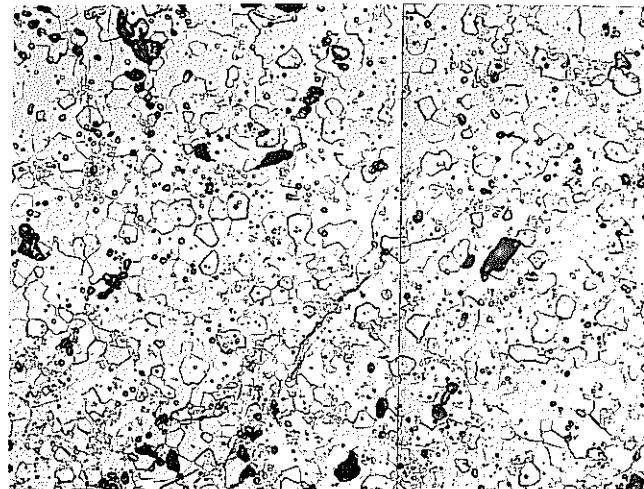
P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5 %)



25 μm
×400



25 μm
×400

金相写真 1 (R T - 1 - 1 3 - 1, R T - 1 - 1 3 - 2)

Etched MICRO

R T - 1 - 1 3 - 3

乾回添加率 : 1 3 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 5 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

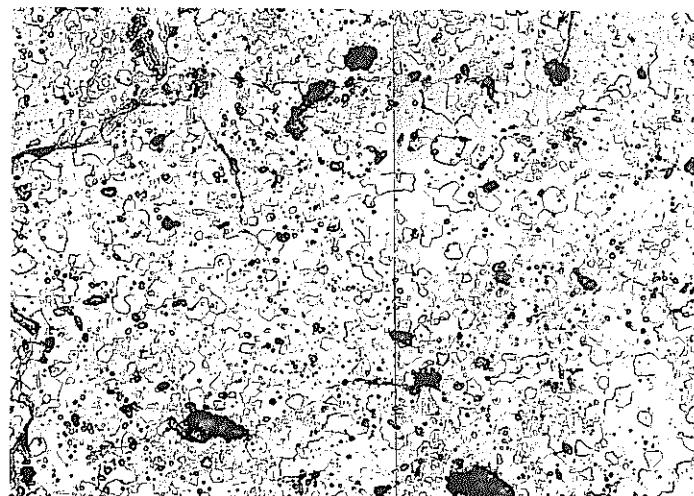
R T - 1 - 2 0 - 1

乾回添加率 : 2 0 w/o

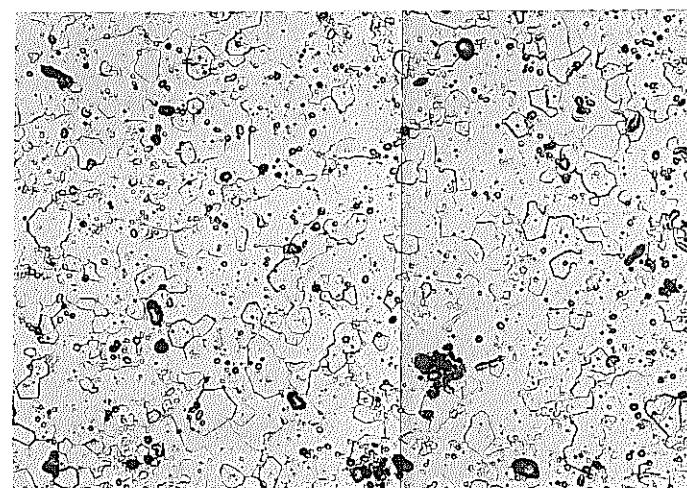
P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)



25 μm
×400



25 μm
×400

金相写真 2 (R T - 1 - 1 3 - 3, R T - 1 - 2 0 - 1)

Etched MICRO

R T - 1 - 2 5 - 1

乾回添加率 : 2 5 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 6 9 0 °C

雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

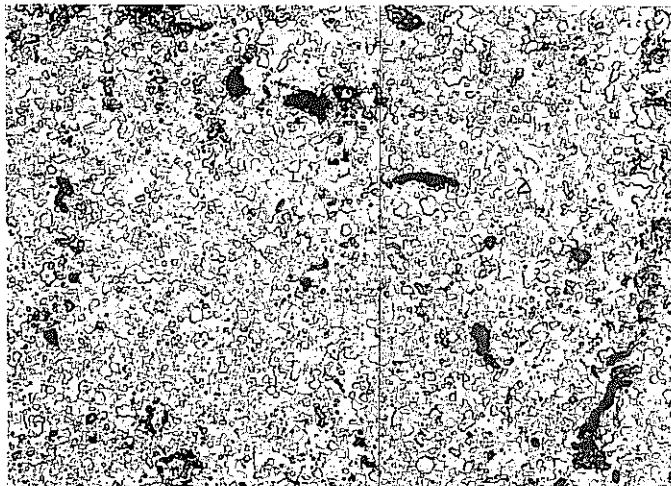
R T - 1 - 2 5 - 2

乾回添加率 : 2 5 w/o

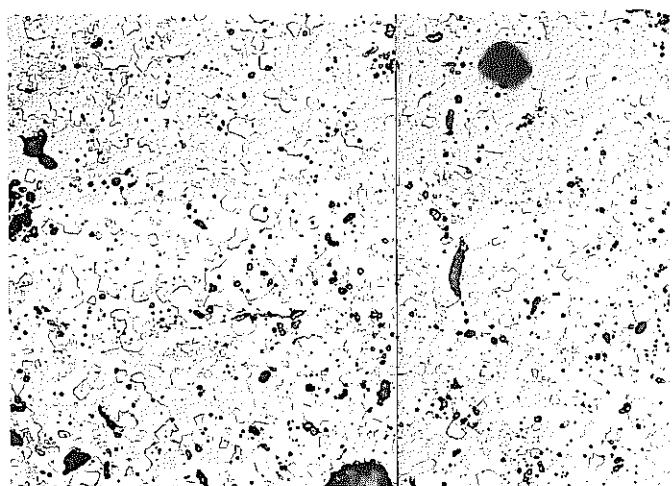
P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰囲気 : Ar-H₂ (5%)



25 μm
×400



25 μm
×400

金相写真3 (R T - 1 - 2 5 - 1, R T - 1 - 2 5 - 2)

Etched MICRO

R T - 1 - 2 5 - 3

乾回添加率 : 2 5 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 5 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

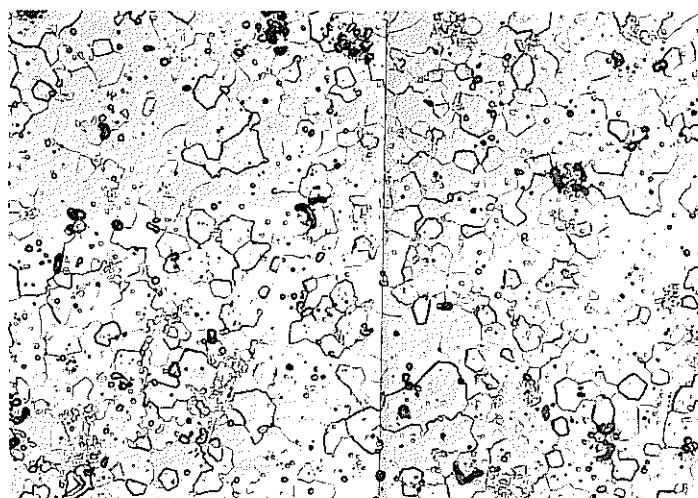
R T - 1 - 4 0 - 1

乾回添加率 : 4 0 w/o

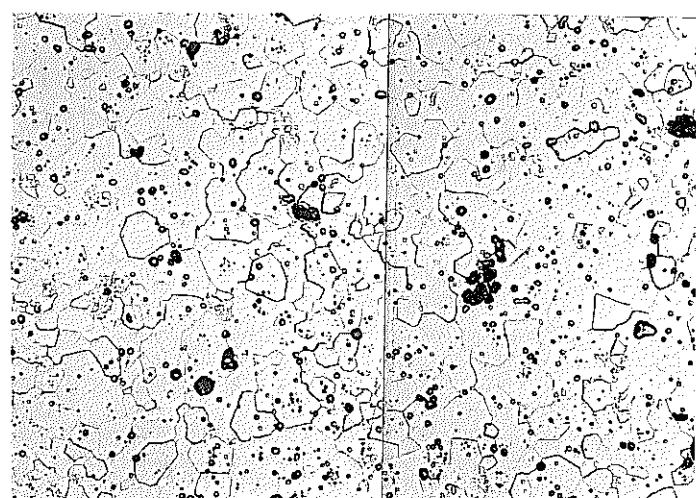
P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)



25 μm
×400



25 μm
×400

金相写真4 (R T - 1 - 2 5 - 3, R T - 1 - 4 0 - 1)

Etched MICRO

R T - 1 - 5 5 - 1

乾回添加率 : 5 5 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 6 9 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

R T - 1 - 5 5 - 2

乾回添加率 : 5 5 w/o

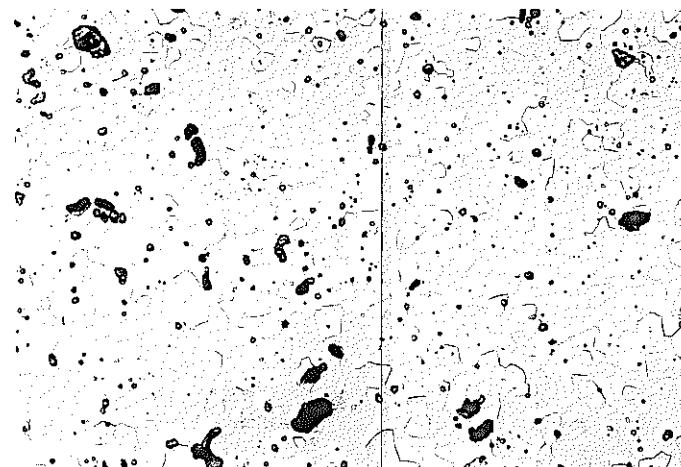
P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)



25 μm
[]
×400

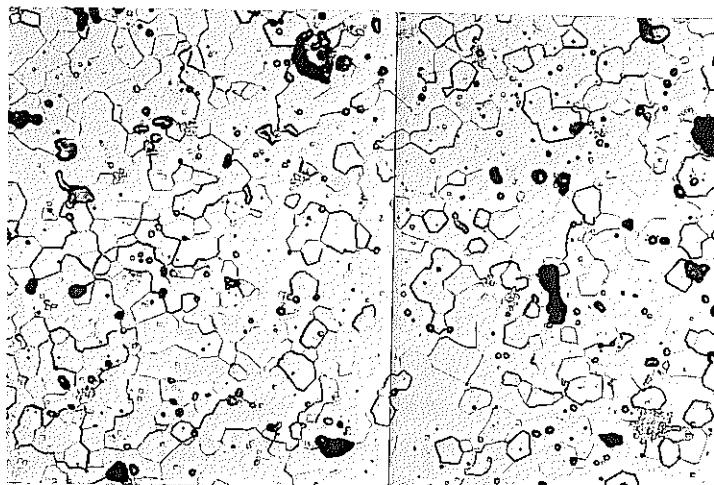


25 μm
[]
×400

金相写真 5 (R T - 1 - 5 5 - 1, R T - 1 - 5 5 - 2)

Etched MICRO

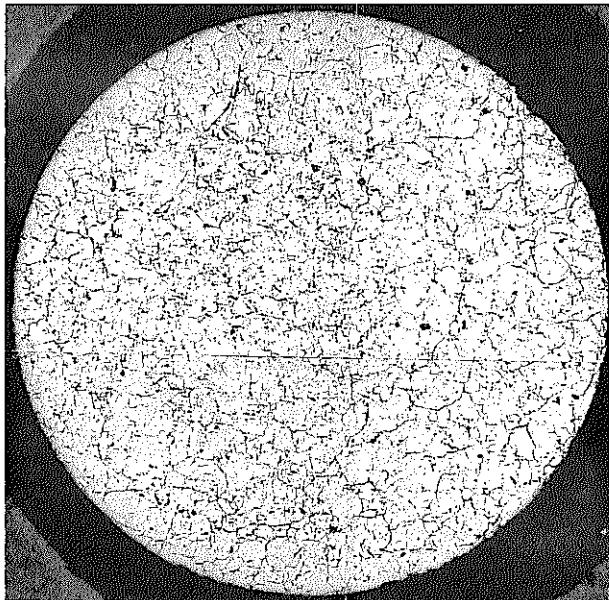
RT - 1 - 55 - 3
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰 围 気 : Ar - H₂ (5%)



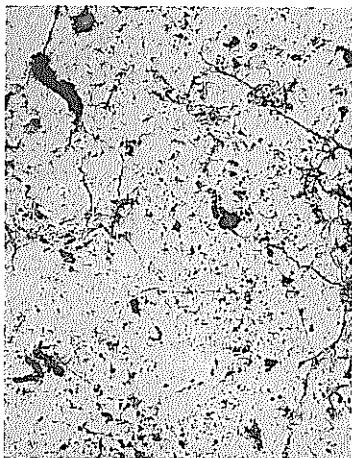
25 μm
×400

金相写真 6 (R T - 1 - 55 - 3)

As Polished



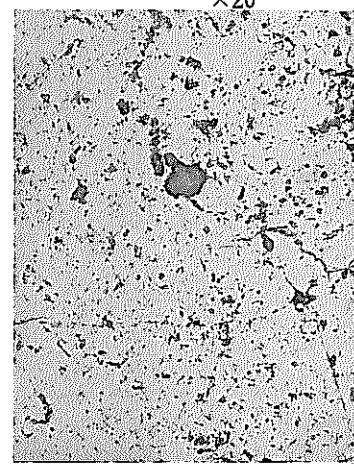
MICRO



MACRO

$50 \mu\text{m}$
 $\times 200$

$500 \mu\text{m}$
 $\times 20$



$25 \mu\text{m}$
 $\times 400$

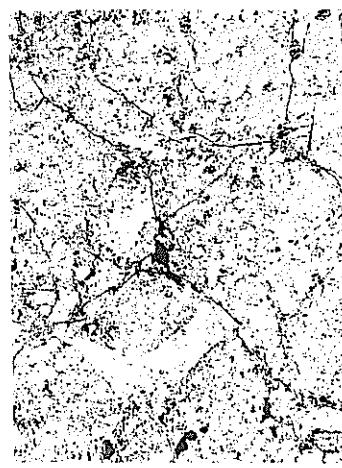
R T - 1 - 1 3 - 1

乾回添加率 : 1 3 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

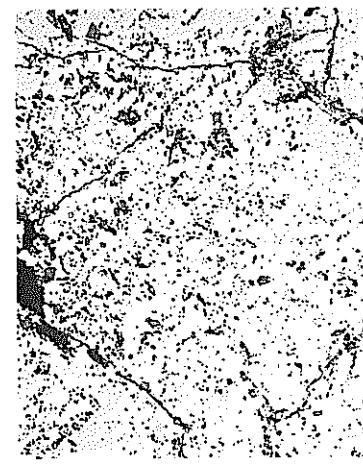
焼結温度 : 1 6 9 0 °C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)



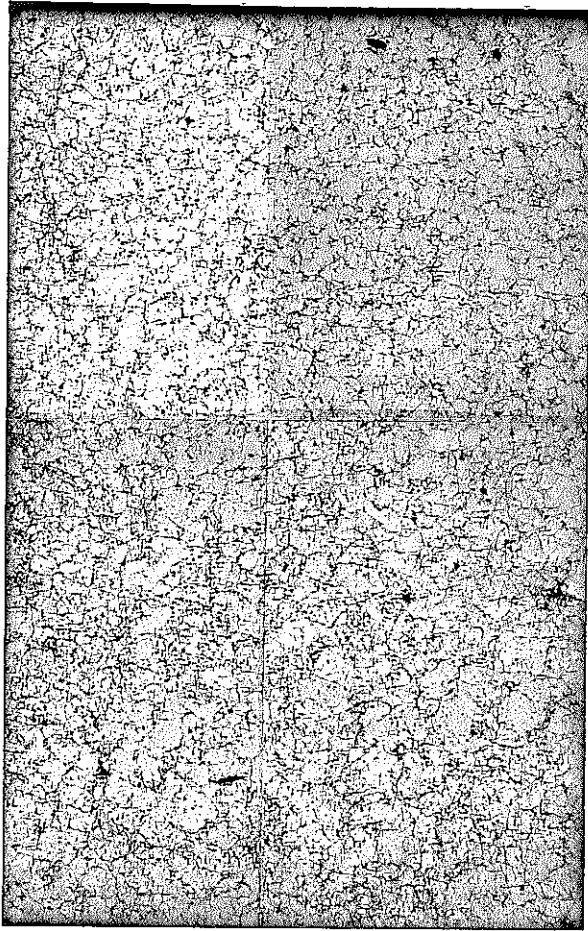
MICRO

$50 \mu\text{m}$
 $\times 200$



$25 \mu\text{m}$
 $\times 400$

金相写真 7 (R T - 1 - 1 3 - 1)



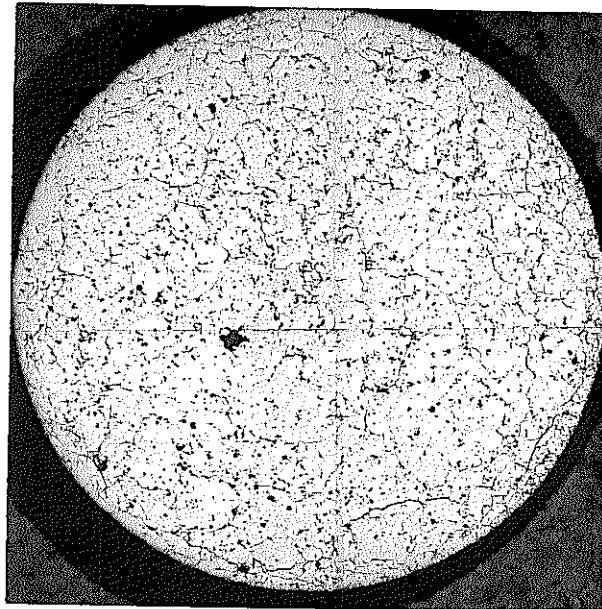
As Polished

RT-1-13-2
乾回添加率 : 13 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

MACRO

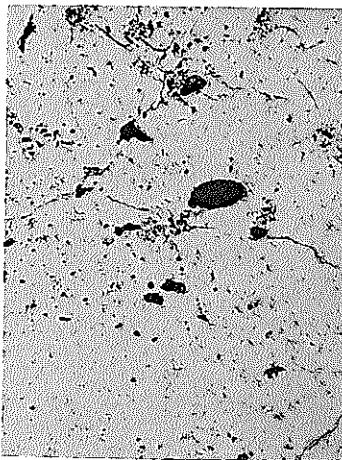
500 μm
×20

RT-1-13-1
乾回添加率 : 13 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)



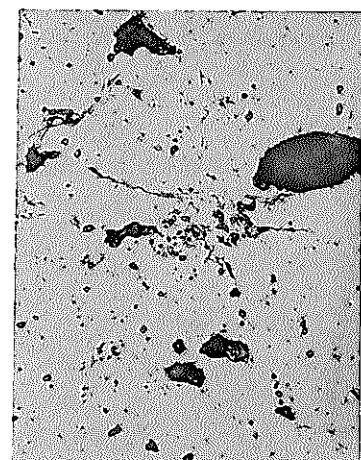
MACRO

500 μm
×20



MACRO.

50 μm
×200

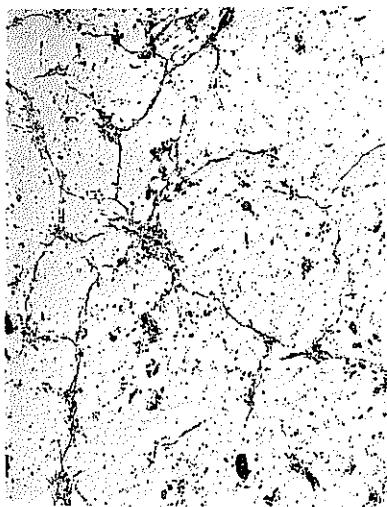


25 μm
×400

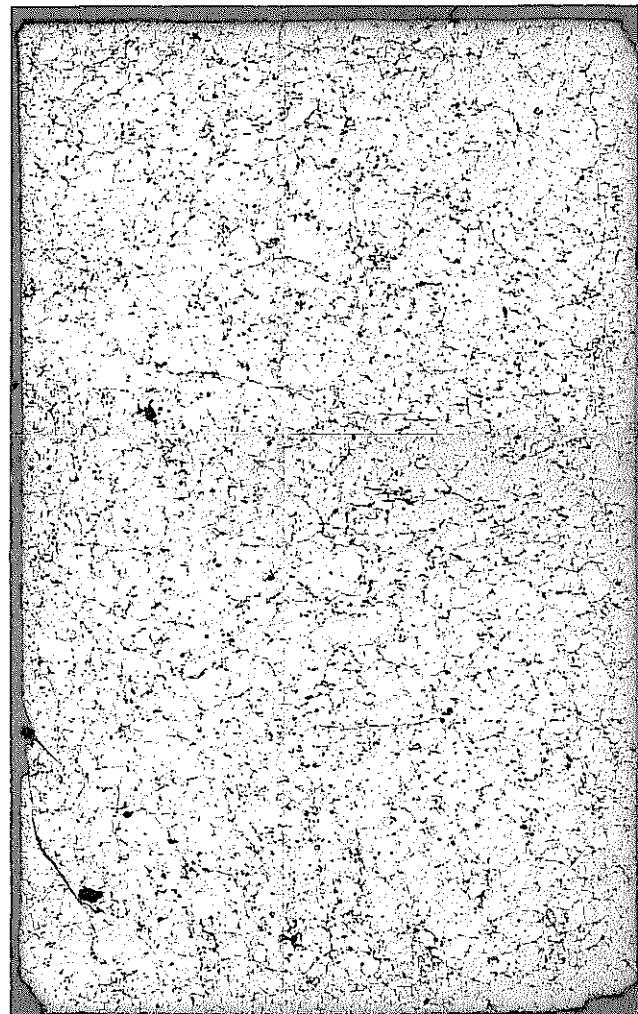
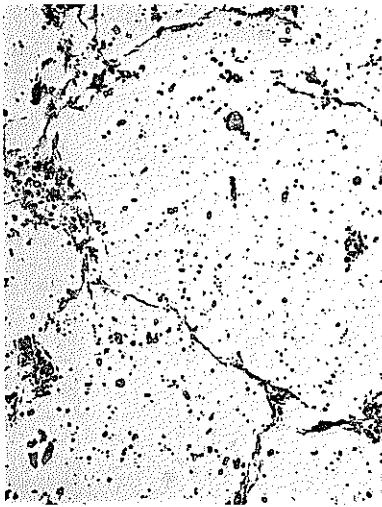
金相写真 8 (RT-1-13-1, RT-1-13-2)

As Polished

RT-1-13-2
乾回添加率 : 13 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

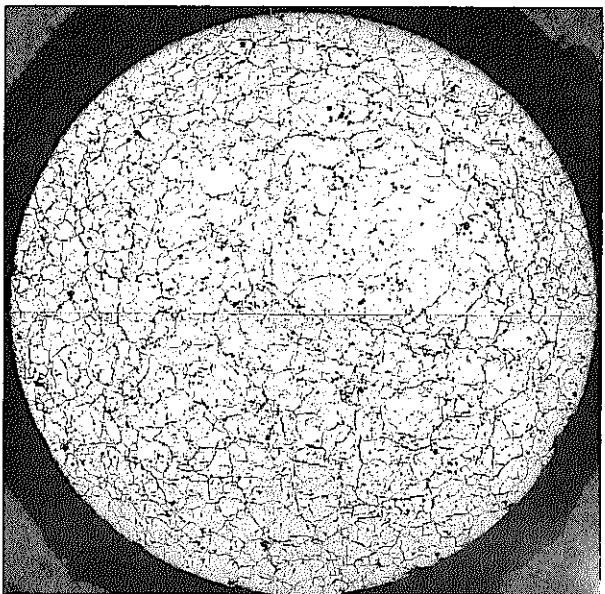


50 μm
 $\times 200$



500 μm
 $\times 20$

金相写真9 (RT-1-13-2)

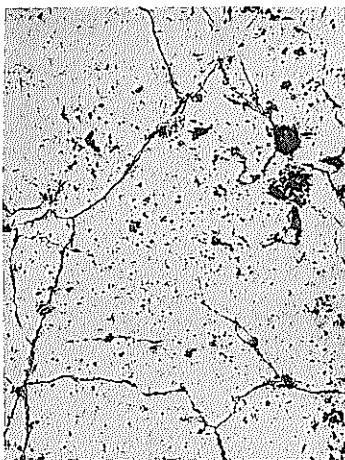


MACRO

500 μm
×20

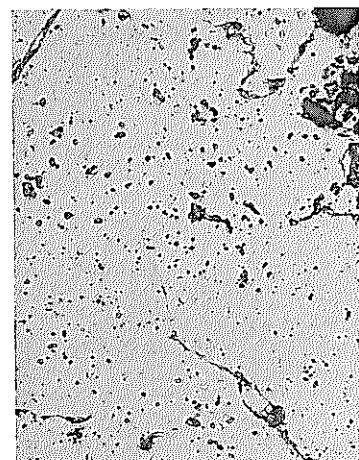
As Polished

RT - 1 - 1 3 - 3
乾回添加率 : 13 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)

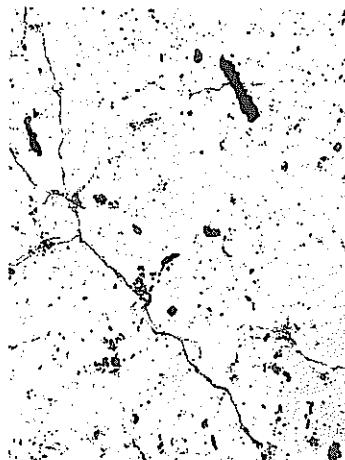


MICRO

50 μm
×200

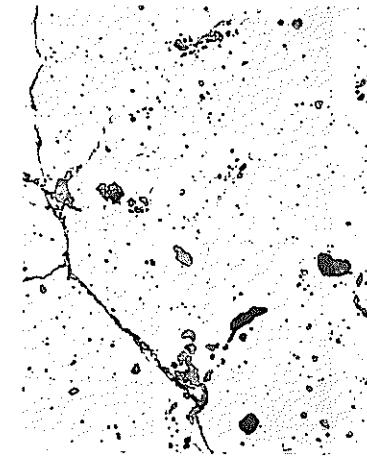


25 μm
×400



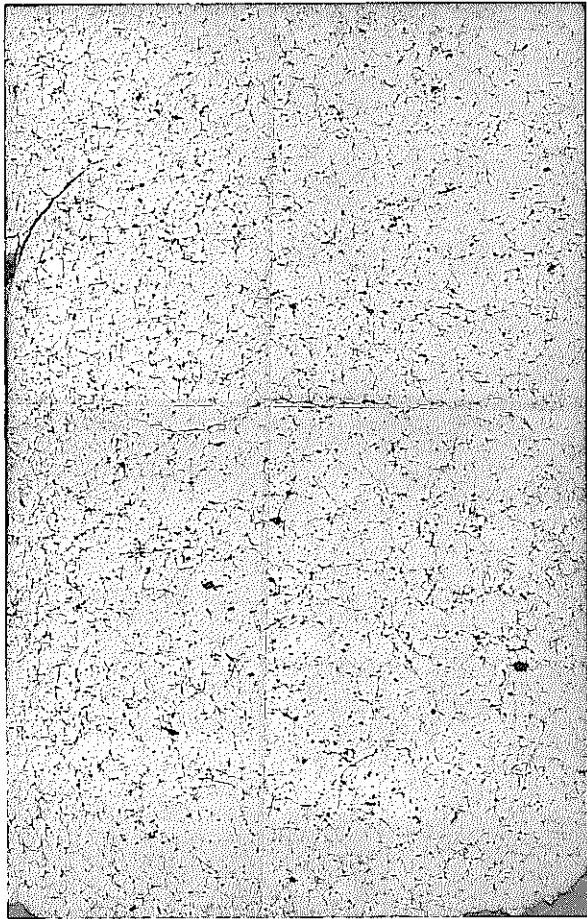
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真10 (RT - 1 - 1 3 - 3)



As Polished

R T - 1 - 2 0 - 1

乾回添加率 : 2 0 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)

MACRO

500 μm
×20

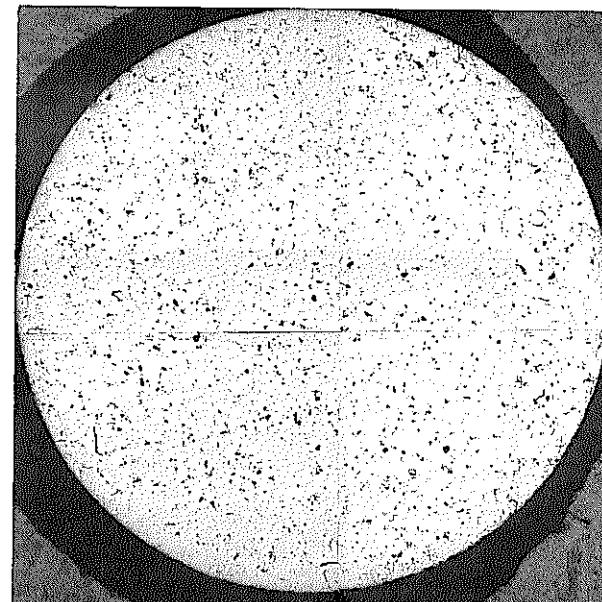
R T - 1 - 1 3 - 3

乾回添加率 : 1 3 w/o

P F 添加率 : 0 w/o

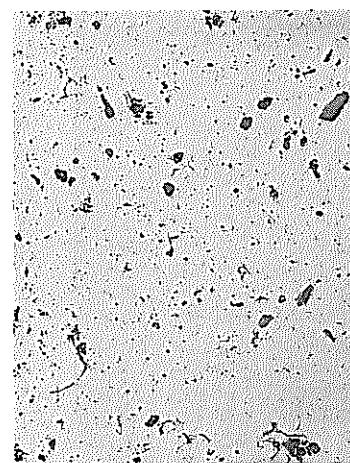
焼結温度 : 1 7 5 0 °C

雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)



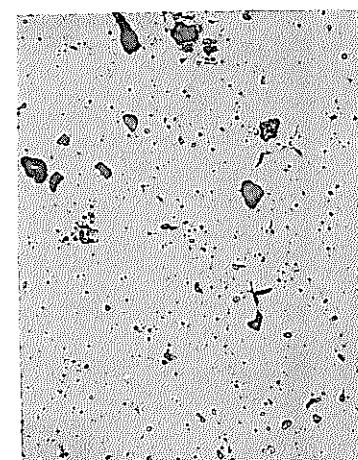
MACRO

500 μm
×20



MICRO

50 μm
×200

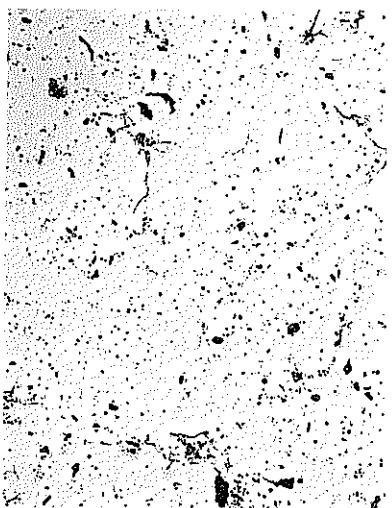


25 μm
×400

金相写真11 (R T - 1 - 1 3 - 3, R T - 1 - 2 0 - 1)

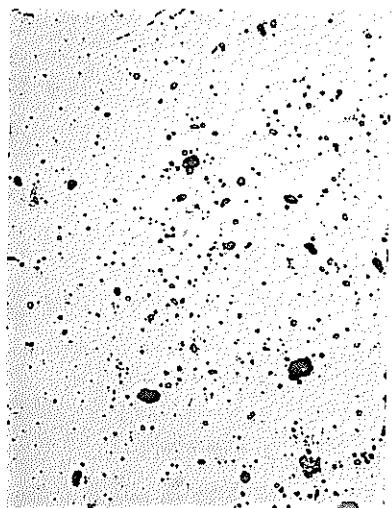
As Polished

RT-1-20-1
乾回添加率 : 20 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

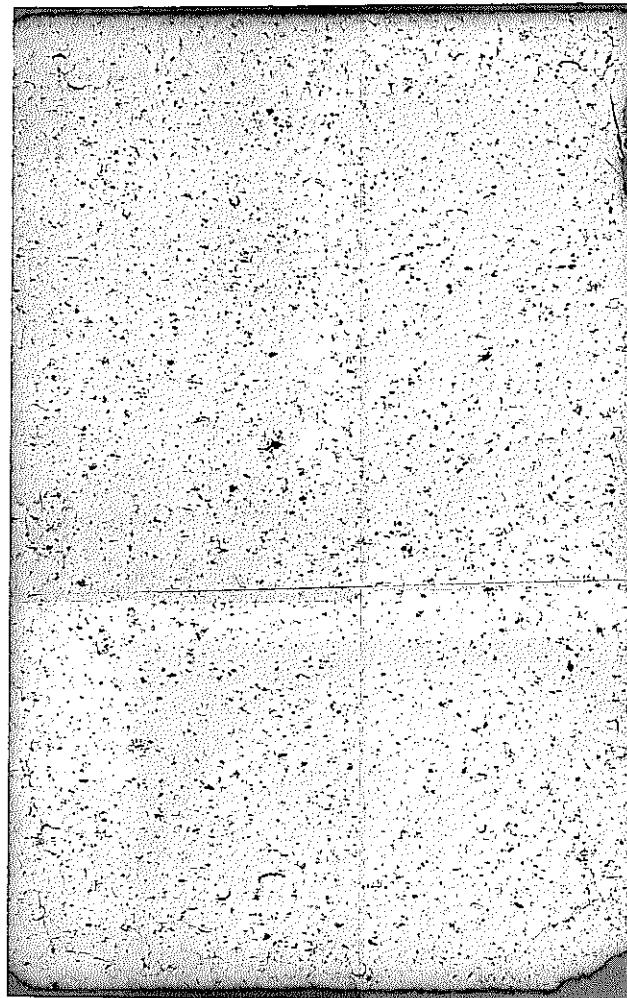


MICRO

50 μm
[]
×200



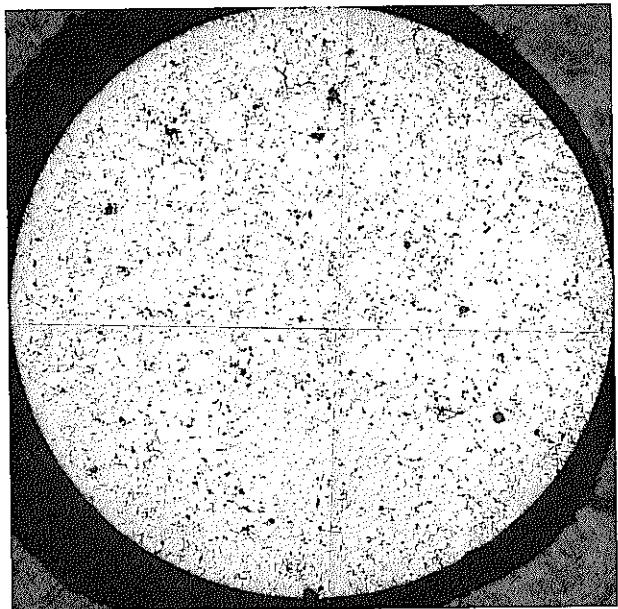
25 μm
[]
×400



MACRO

500 μm
[]
×20

金相写真12 (RT-1-20-1)

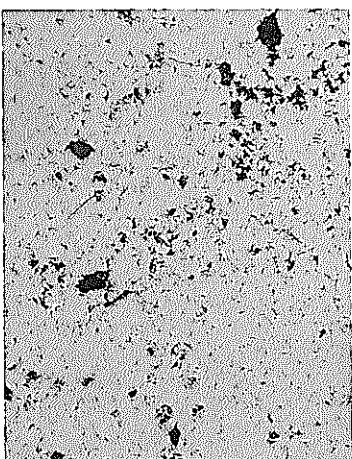


As Polished

RT - 1 - 25 - 1
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)

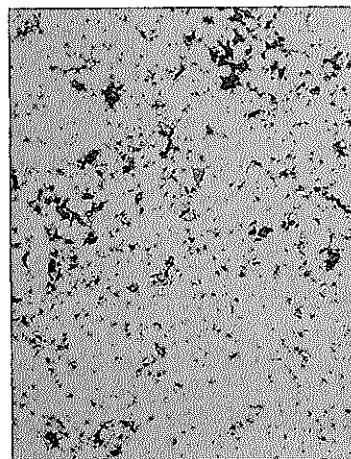
MACRO

500 μm
×20

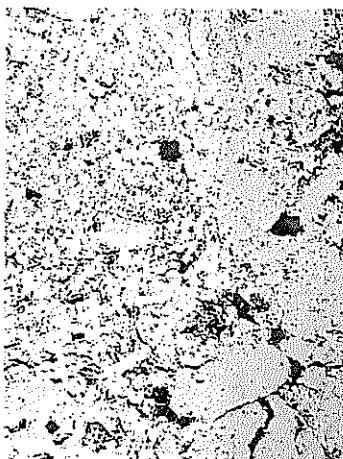


MICRO

50 μm
×200

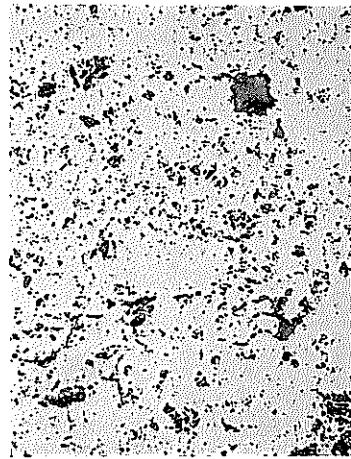


25 μm
×400



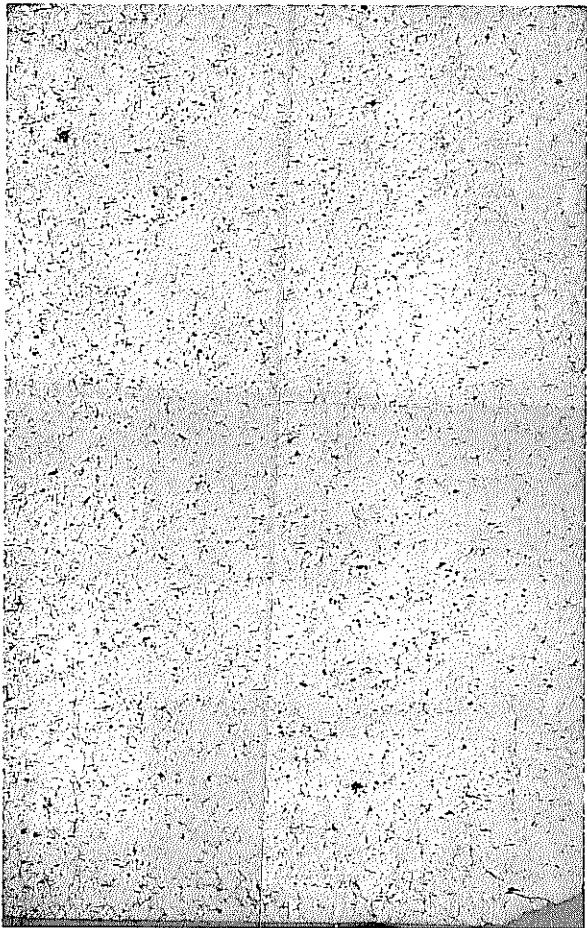
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

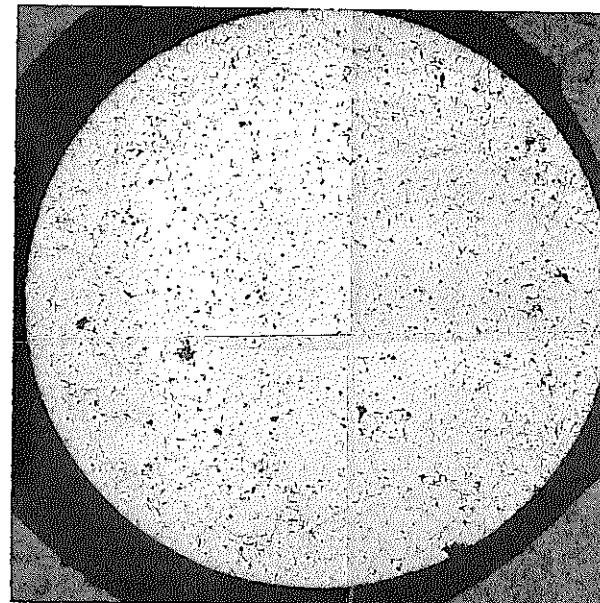
金相写真13 (RT - 1 - 25 - 1)



RT-1-25-1
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

As Polished

RT-1-25-2
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

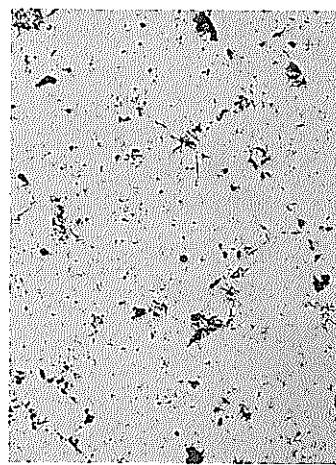


MACRO

500 μm
x20

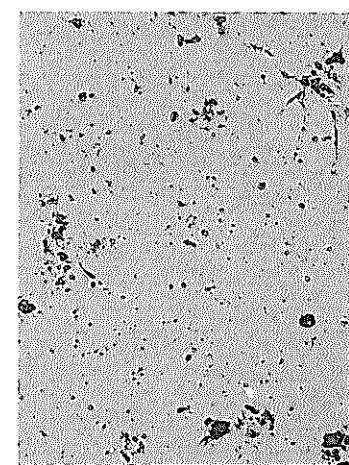
MACRO

500 μm
x20



MICRO

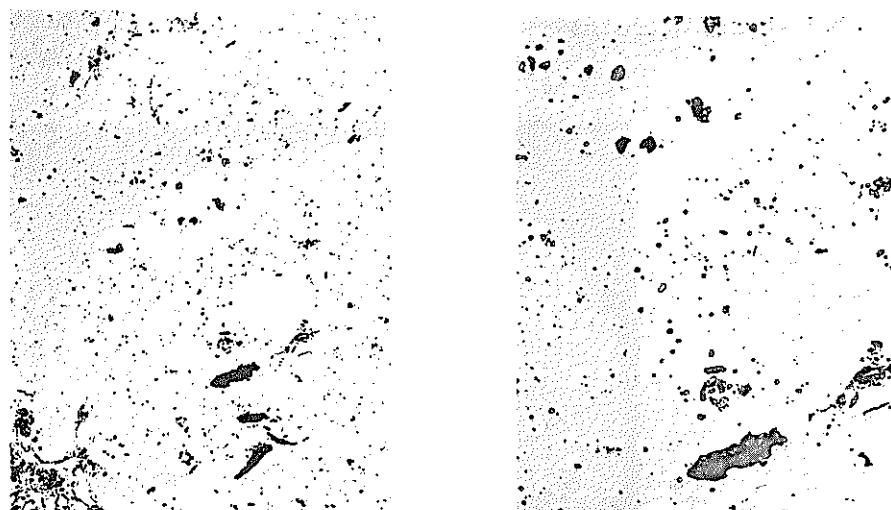
50 μm
x200



金相写真14 (RT-1-25-1, RT-1-25-2)

As Polished

RT-1-25-2
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

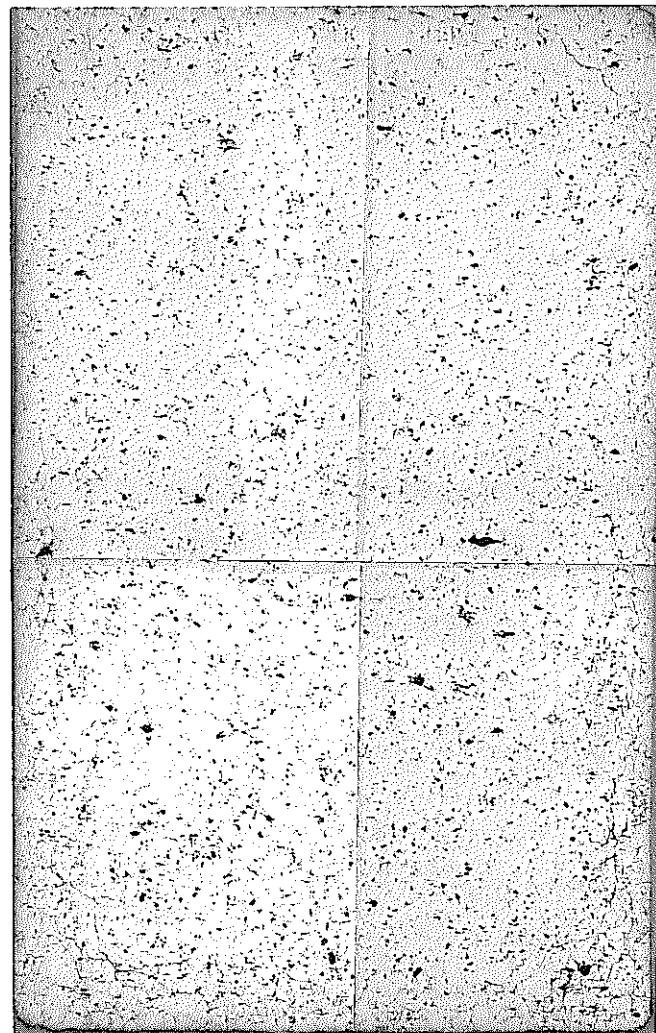


MICRO

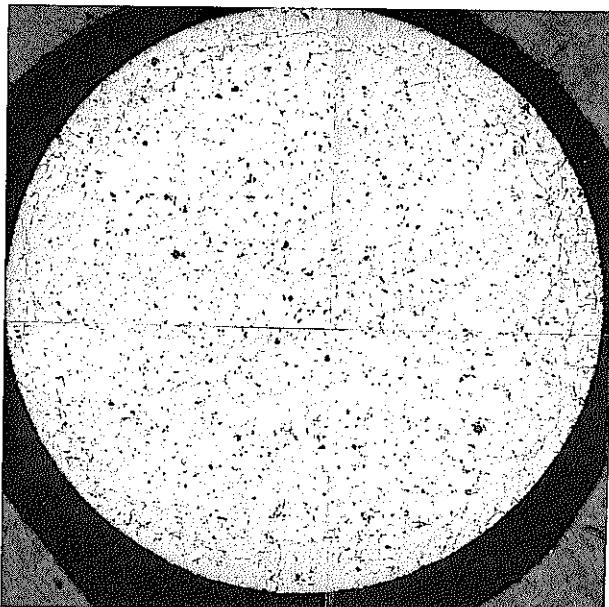
50 μm
×200

25 μm
×400

金相写真15 (RT-1-25-2)



500 μm
×20



As Polished

RT - 1 - 25 - 3

乾回添加率 : 25 w/o

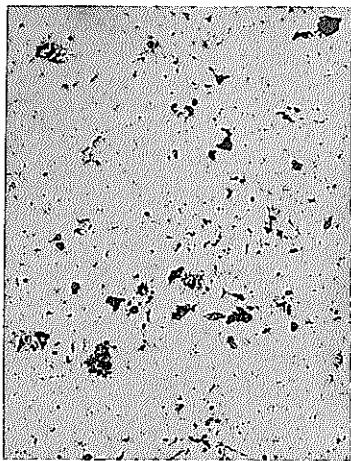
PF添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

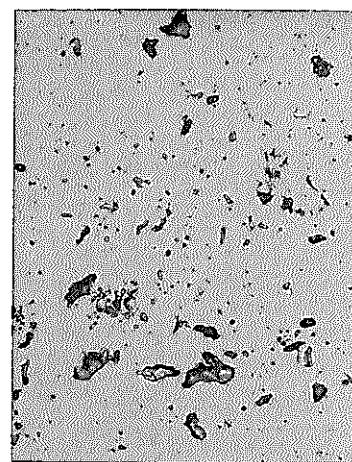
MACRO

500 μm
×20

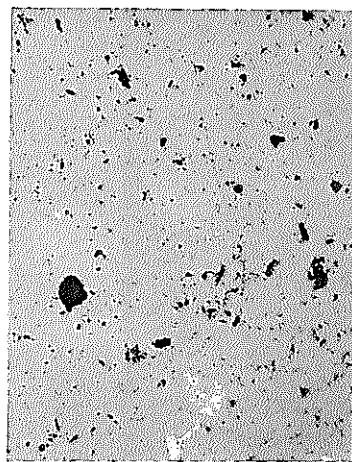


MICRO

50 μm
×200

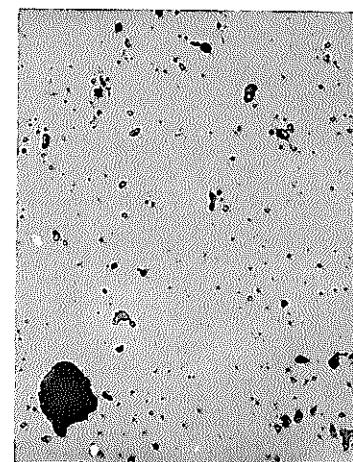


25 μm
×400



MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真16 (RT - 1 - 25 - 3)



As Polished

RT-1-40-1

乾回添加率 : 40 w/o

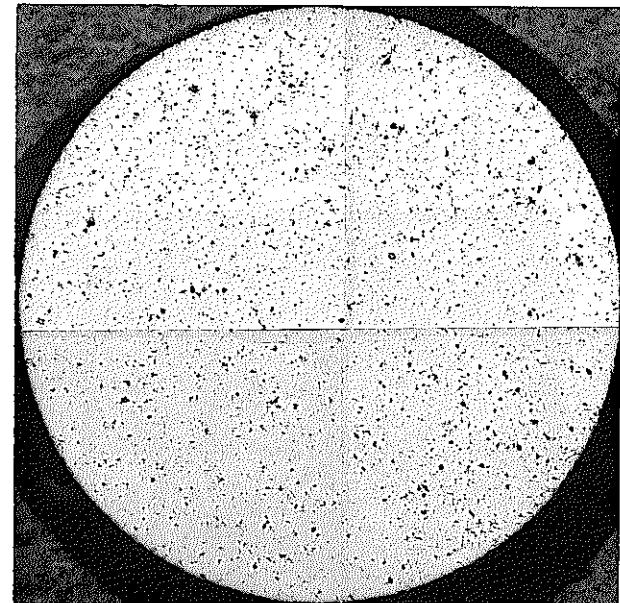
PF添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

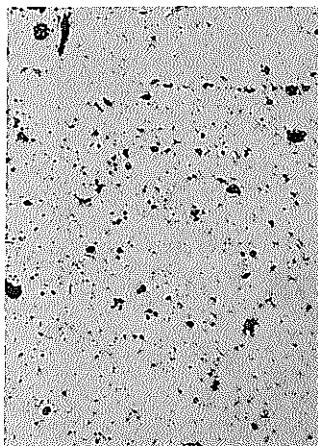
MACRO

500 μm
×20



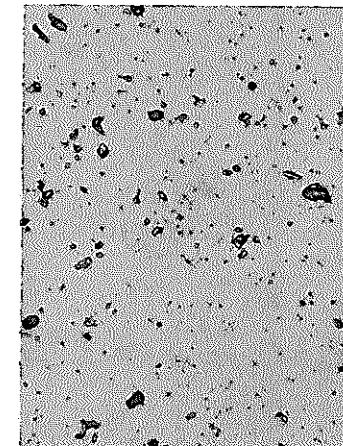
MACRO

500 μm
×20



MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

RT-1-25-3

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

金相写真17 (RT-1-25-3, RT-1-40-1)

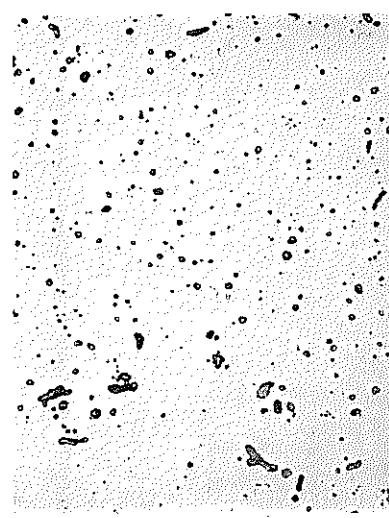
As Polished

RT-1-40-1
乾回添加率 : 40 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

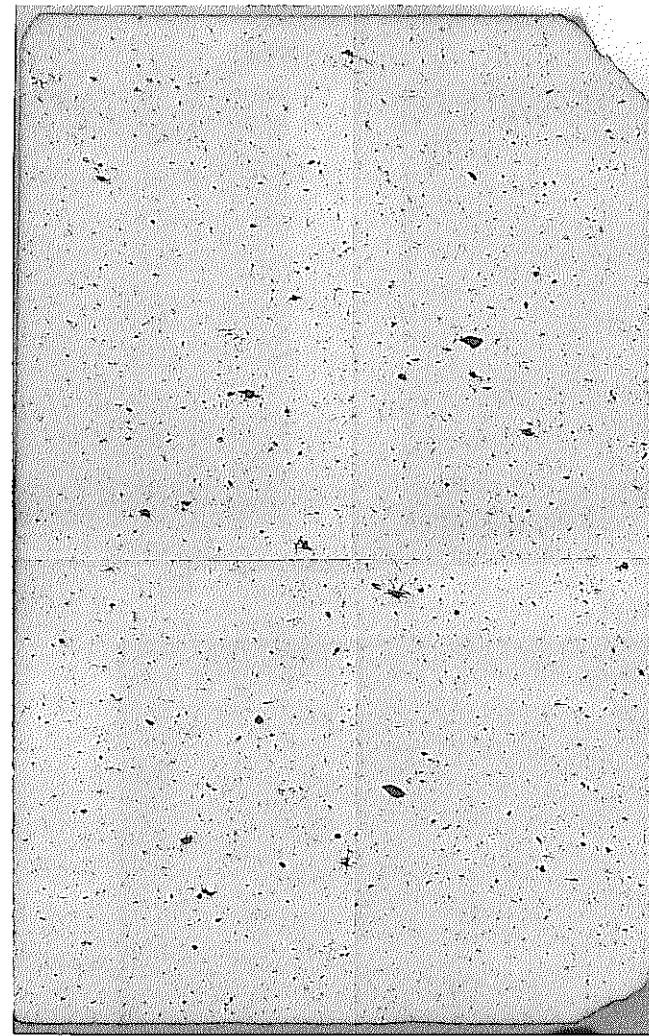


MICRO

50 μm
[]
×200



25 μm
[]
×400

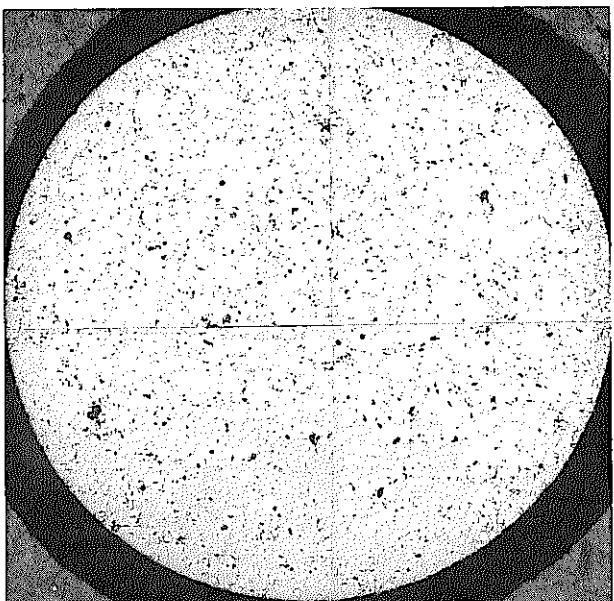


MACRO

500 μm
[]
×20

金相写真18 (RT-1-40-1)

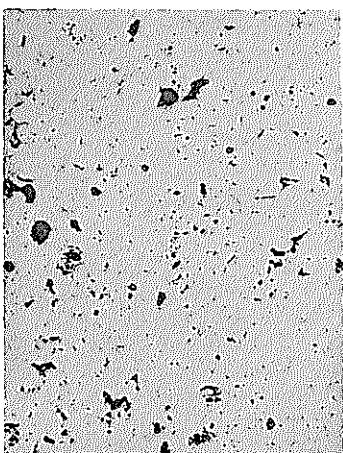
As Polished



500 μm
 $\times 20$

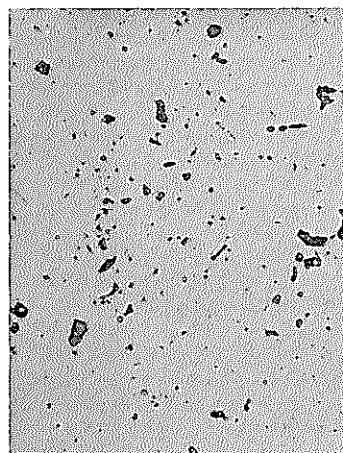
MACRO

R T - 1 - 5 5 - 1
乾固添加率 : 5 5 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1 6 9 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)

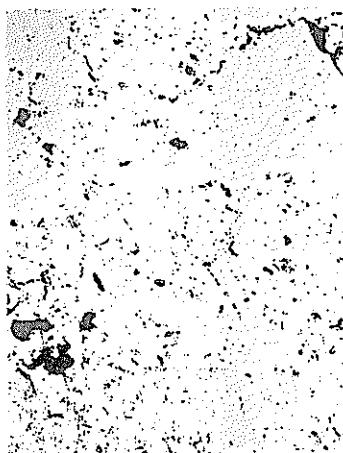


MICRO

50 μm
 $\times 200$

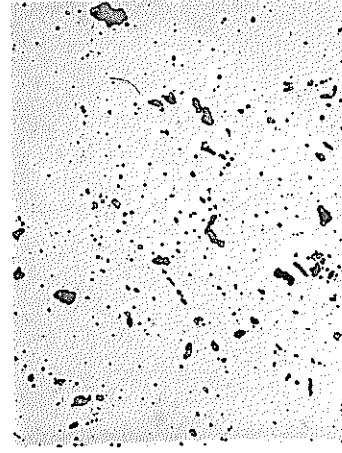


25 μm
 $\times 400$



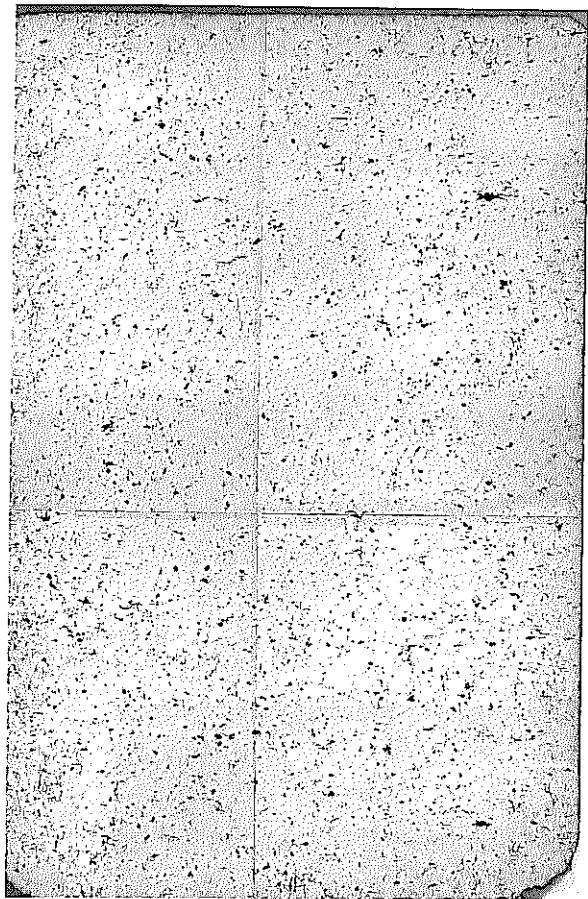
MICRO

50 μm
 $\times 200$



25 μm
 $\times 400$

金相写真19 (R T - 1 - 5 5 - 1)

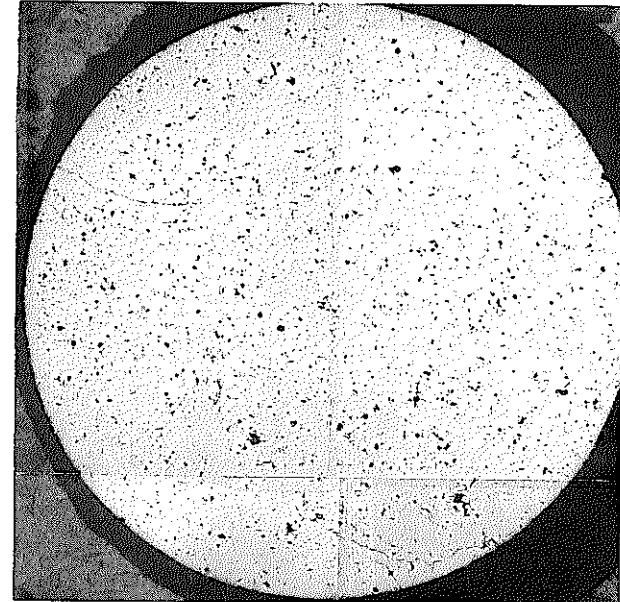


MACRO
500 μm
 $\times 20$

RT-1-55-1
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

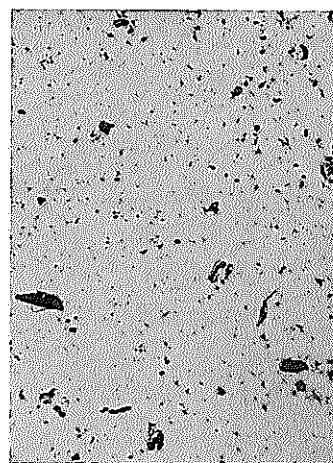
As Polished

RT-1-55-2
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)

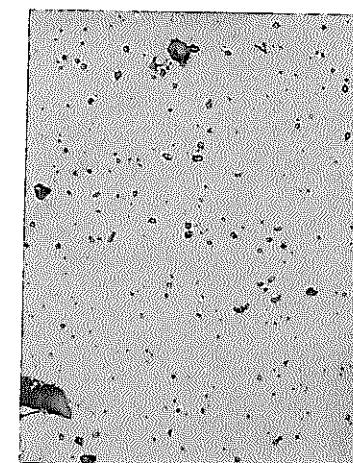


MACRO

500 μm
 $\times 20$



MICRO
50 μm
 $\times 200$

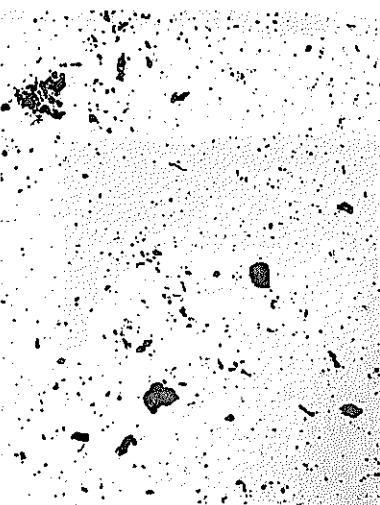


25 μm
 $\times 400$

金相写真20 (RT-1-55-1, RT-1-55-2)

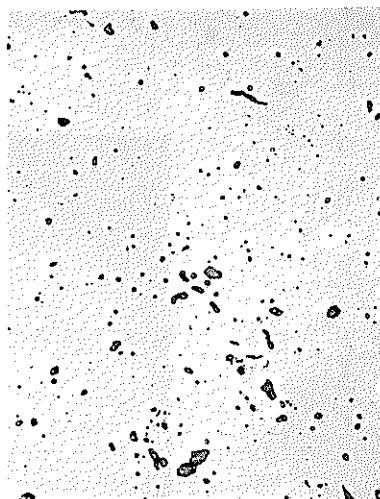
As Polished

R T - 1 - 5 5 - 2
乾回添加率 : 5 5 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : A r - H₂ (5%)

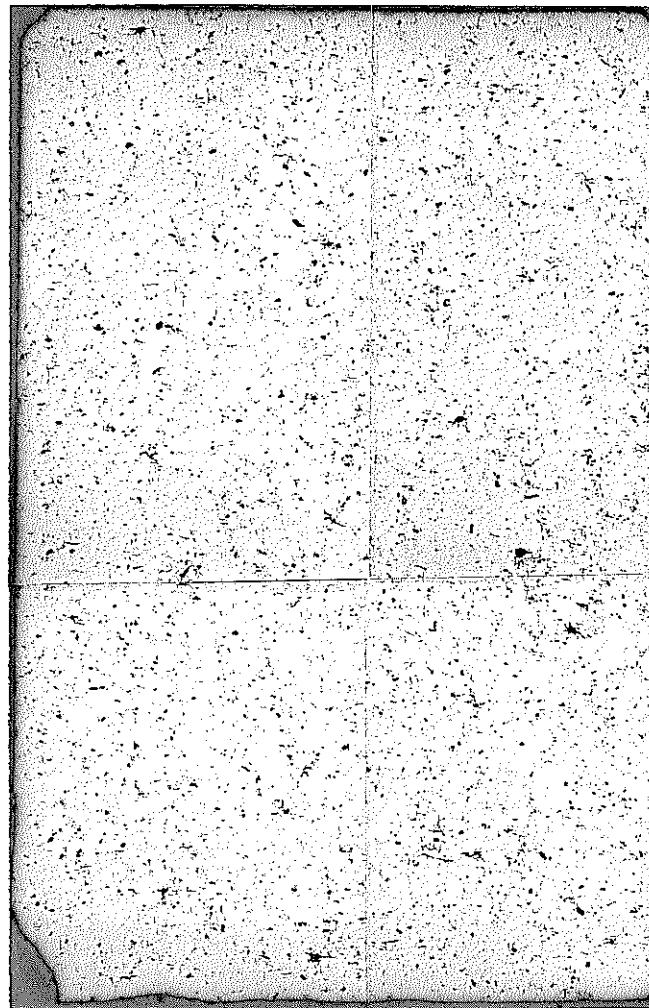


MICRO

50 μm
×200



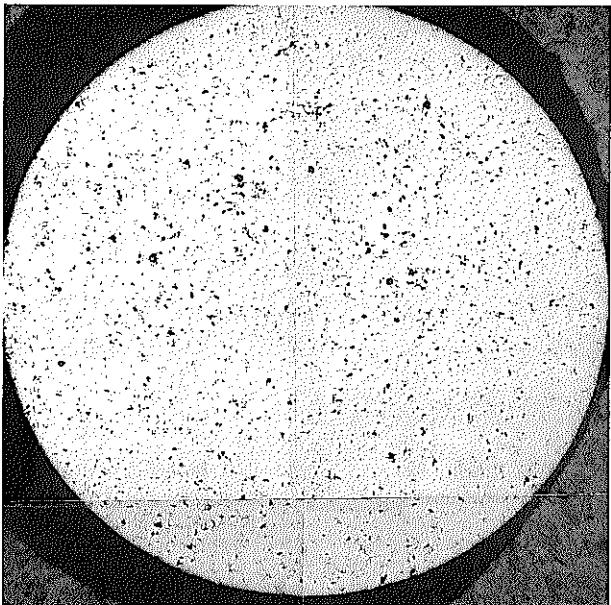
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真21 (R T - 1 - 5 5 - 2)



As Polished

RT - 1 - 55 - 3

乾回添加率 : 55 w/o

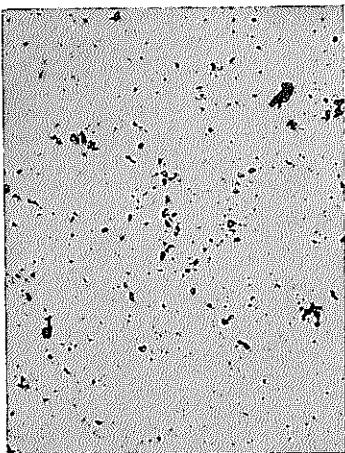
PF添加率 : 0 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)

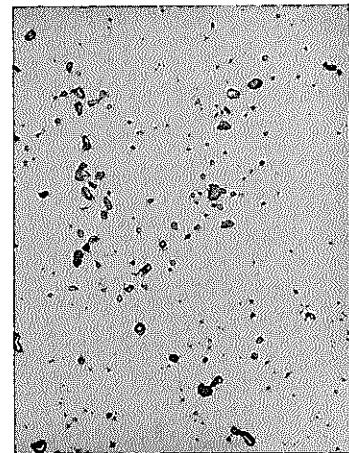
MACRO

500 μm
×20

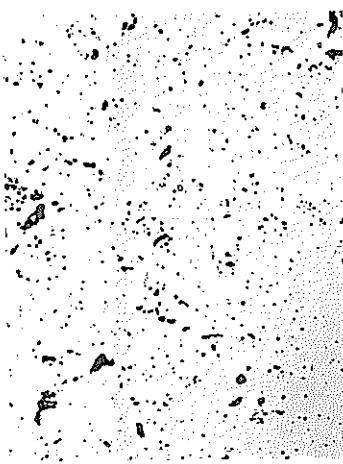


MICRO

50 μm
×200

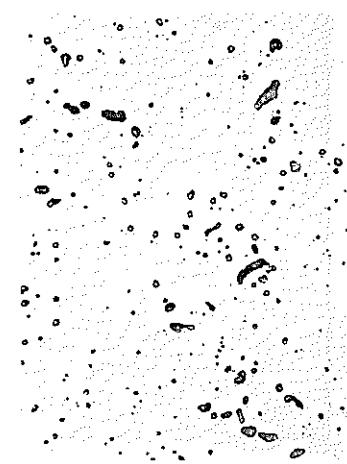


25 μm
×400



MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真22 (RT - 1 - 55 - 3)



MACRO

500 μm
 $\times 20$

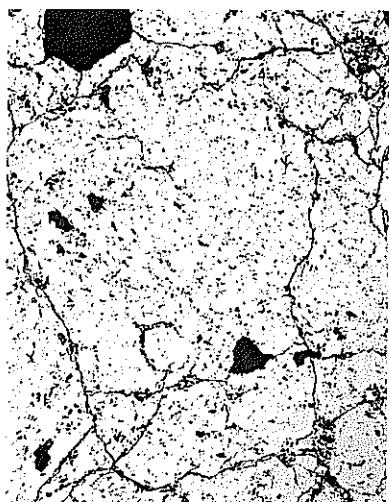
As Polished

RT - 1 - 55 - 3
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1750 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)

金相写真23 (R T - 1 - 55 - 3)

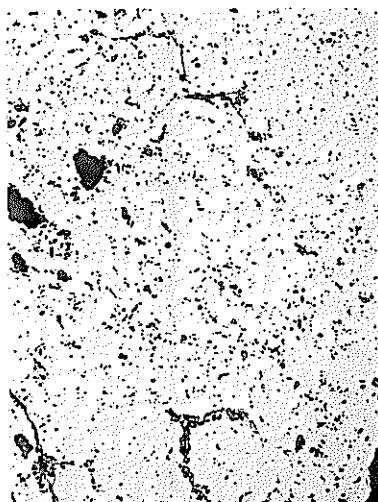
As Polished

R T - 2 - 1 3 - 1
乾回添加率 : 1 3 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 围 気 : Ar - H₂ (5 %)
結 晶 粒 径 : 4 μm



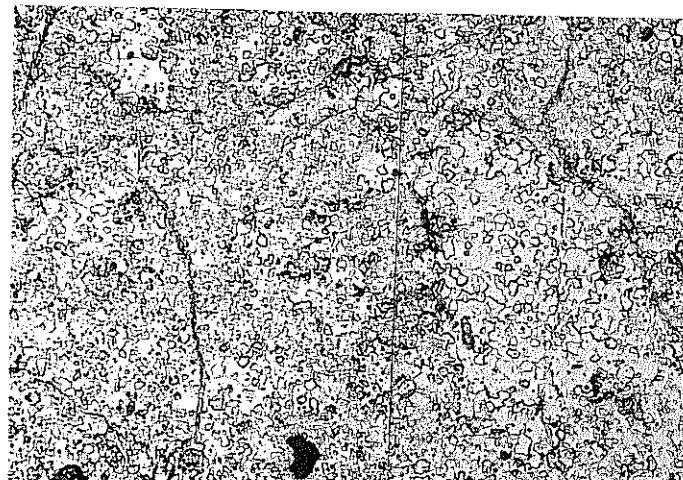
50 μm

×200



25 μm

×400

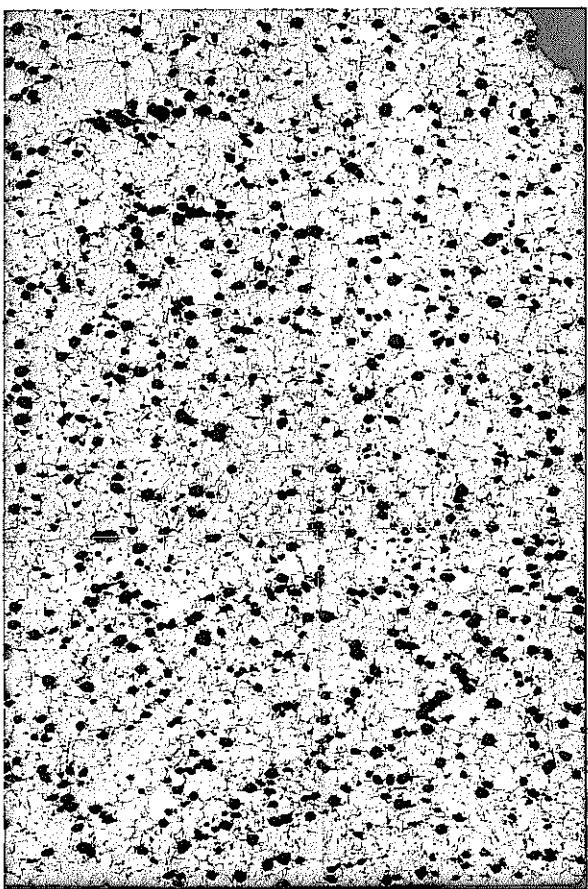


25 μm

×400

金相写真24 (R T - 2 - 1 3 - 1)

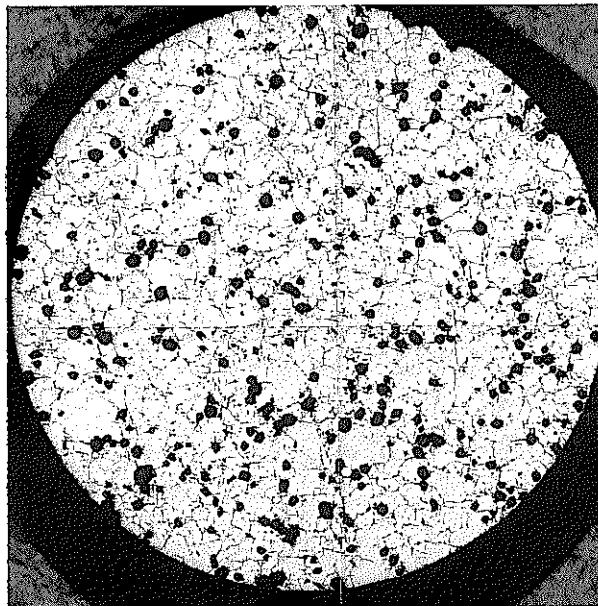
As Polished



MACRO

500 μm
×20

RT - 2 - 1 3 - 1
乾回添加率 : 1 3 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5 %)
結晶粒径 : 4 μm



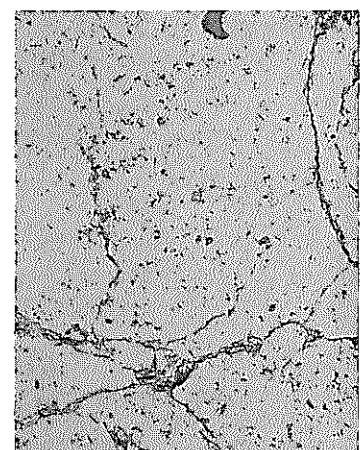
MACRO

500 μm
×20



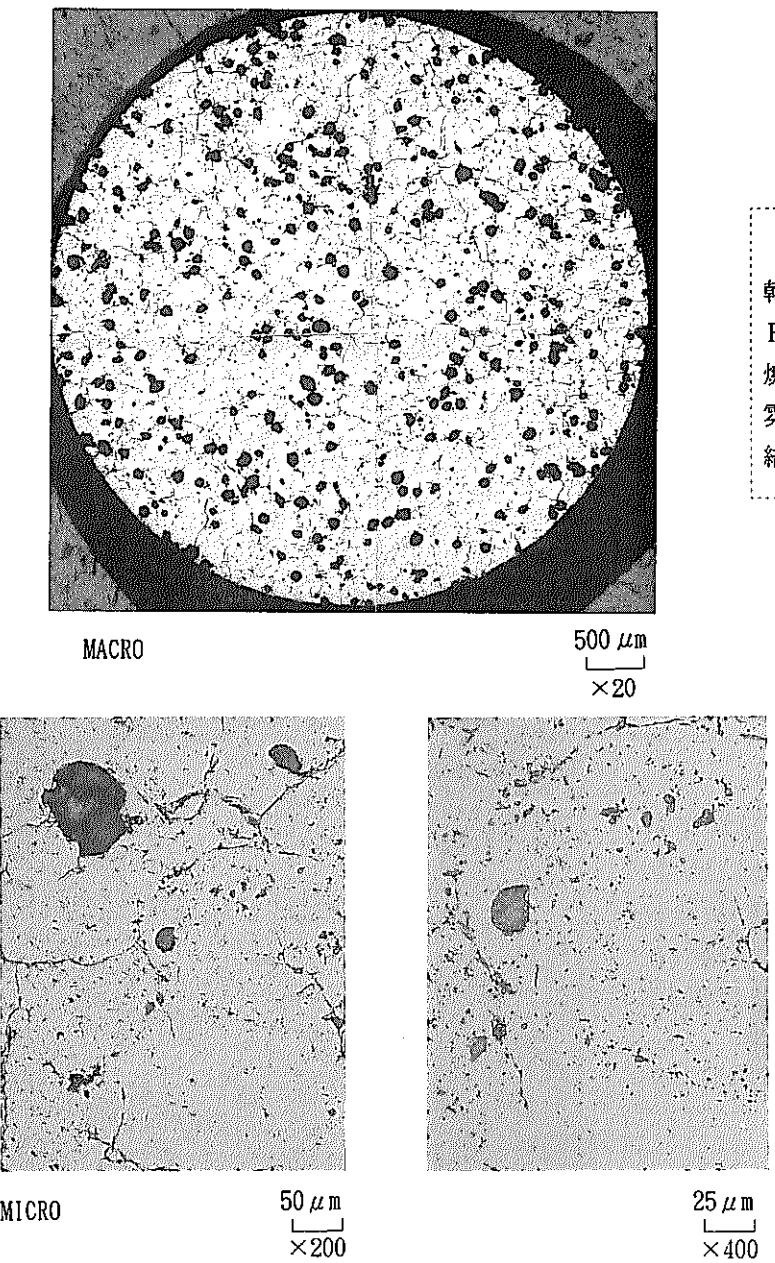
MICRO

50 μm
×200



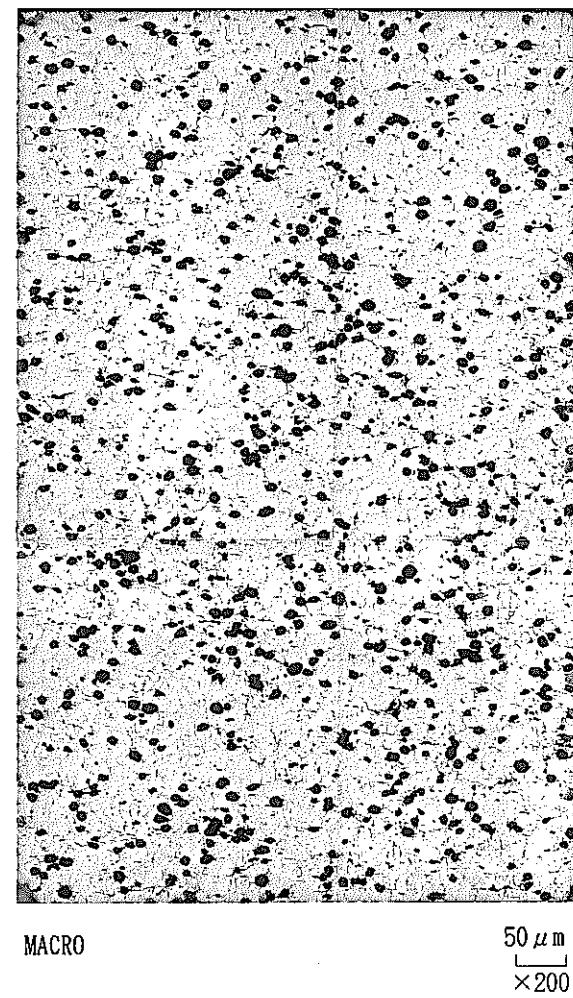
25 μm
×400

金相写真25 (R T - 2 - 1 3 - 1)



As Polished

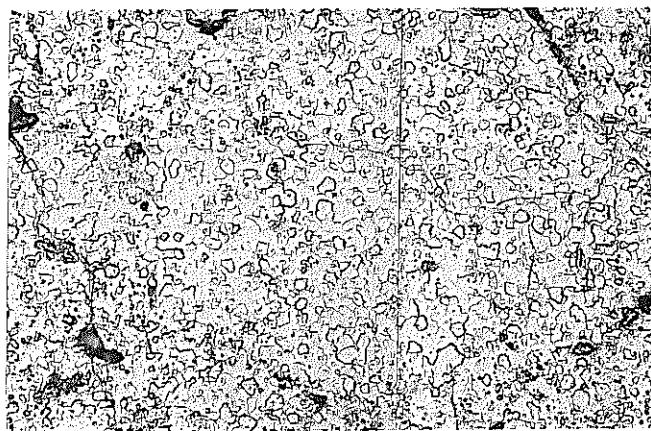
RT - 2 - 2 0 - 1
乾回添加率 : 2 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



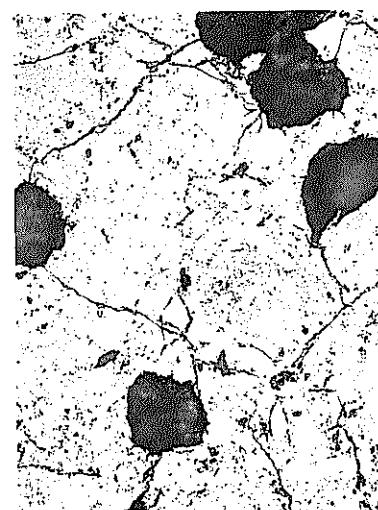
金相写真26 (R T - 2 - 2 0 - 1)

As Polished

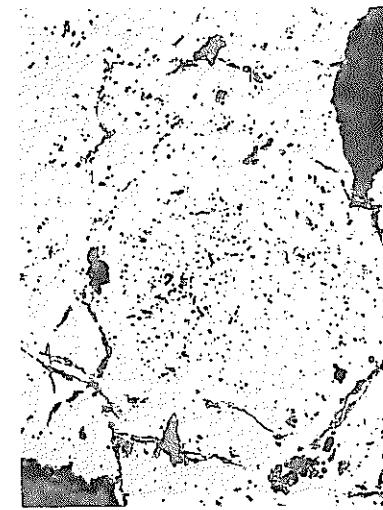
R T - 2 - 2 0 - 1
乾回添加率 : 2 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : A r - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 4 μm



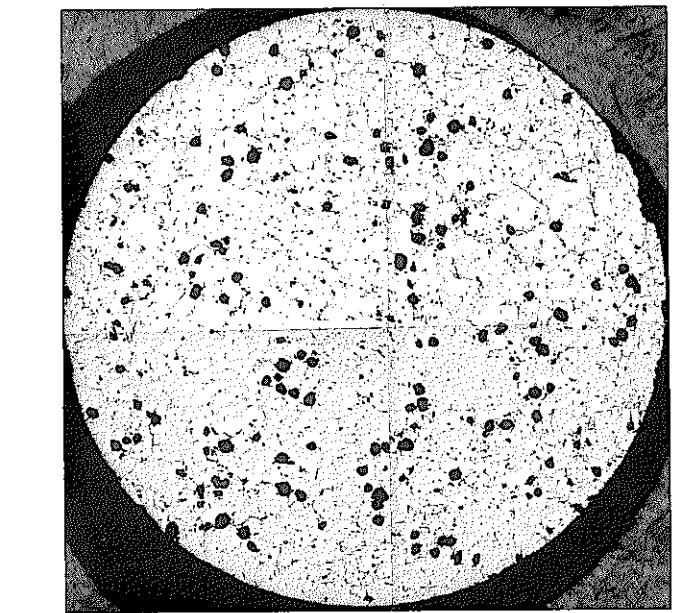
25 μm
×400



50 μm
×200



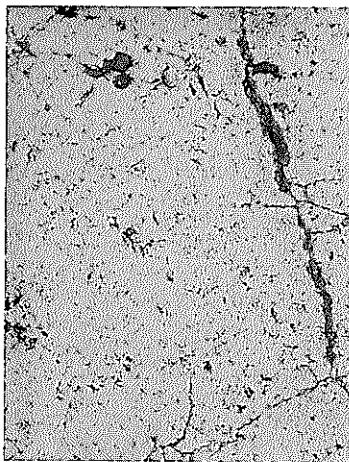
金相写真27 (R T - 2 - 2 0 - 1)



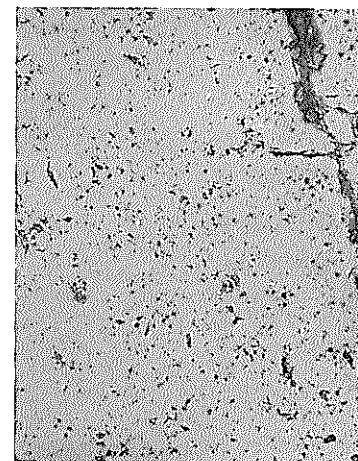
MACRO

As Polished

RT - 2 - 25 - 1
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm

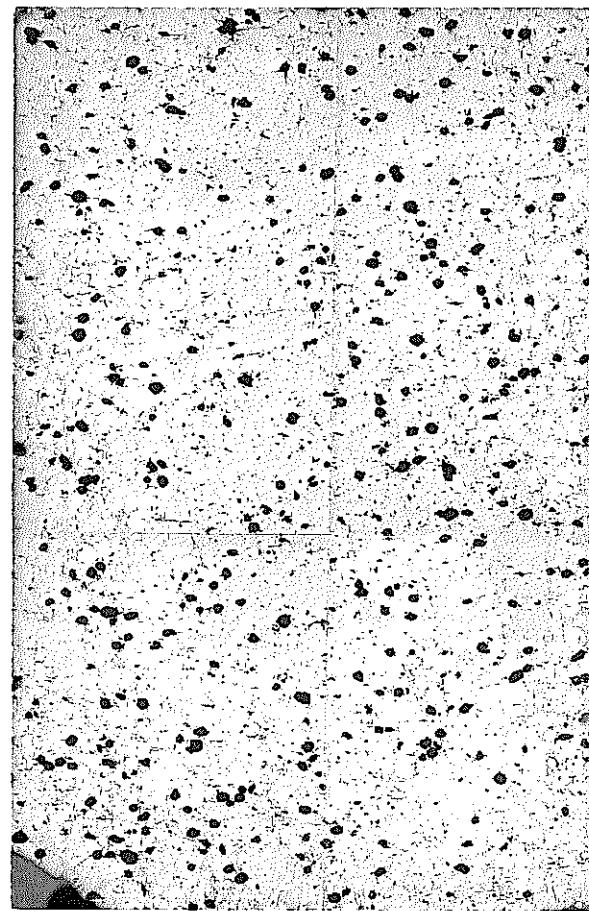


MICRO



50 μm
×200

金相写真28 (RT - 2 - 25 - 1)



MACRO

500 μm
×20

As Etched

R T - 2 - 2 5 - 1

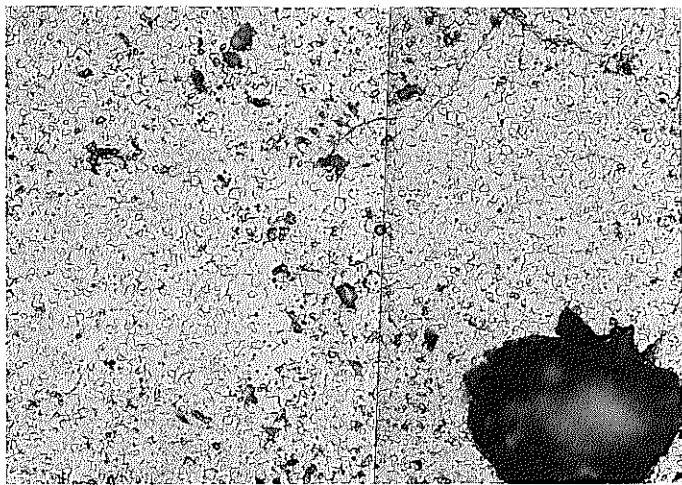
乾回添加率 : 2 5 w/o

P F 添加率 : 1 w/o 造粒前

焼結温度 : 1 6 9 0 °C

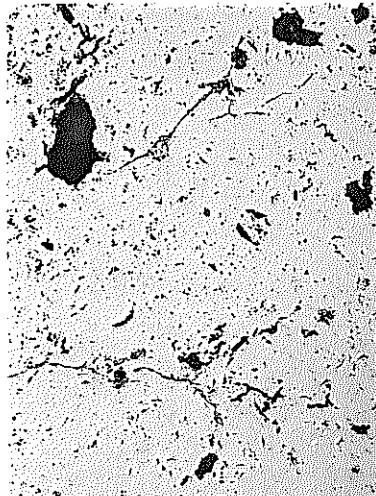
雰 囲 気 : A r - H₂ (5 %)

結晶粒径 : 4 μm



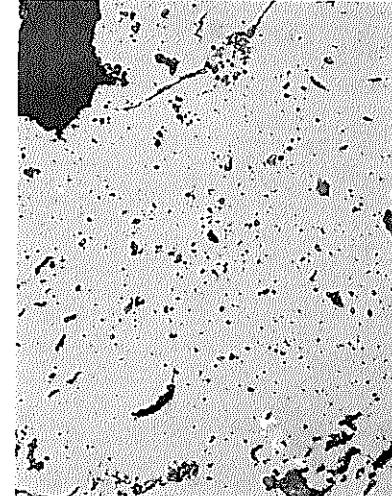
MICRO

25 μm
×400



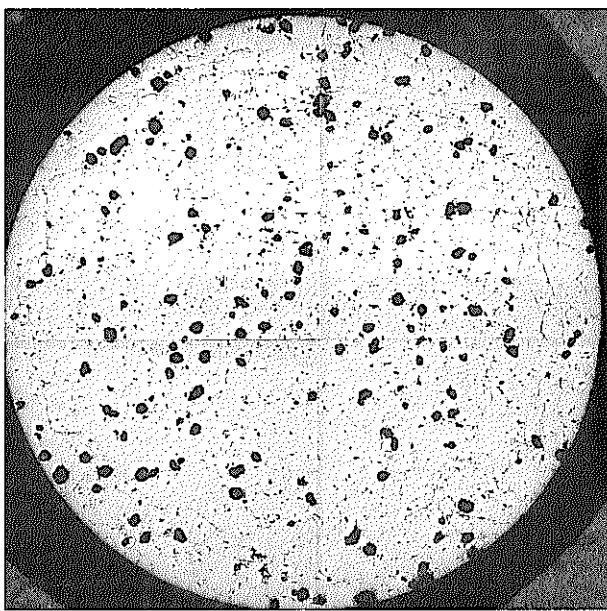
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真29 (R T - 2 - 2 5 - 1)

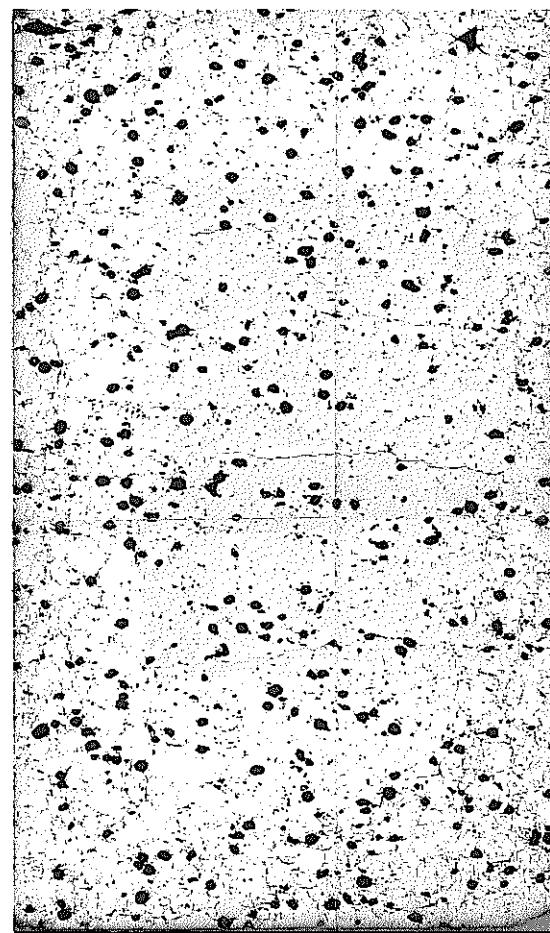


MACRO

500 μm
×20

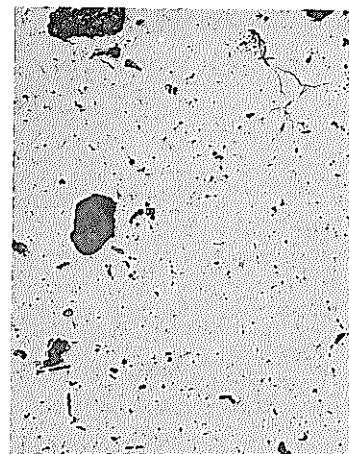
As Polished

RT - 2 - 2 5 - 2
乾回添加率 : 2 0 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結 晶 粒 径 : 6 μm



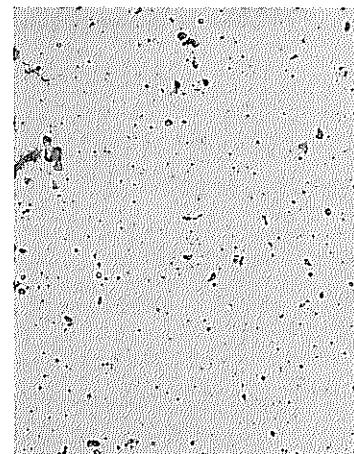
MACRO

500 μm
×20



MICRO

50 μm
×200



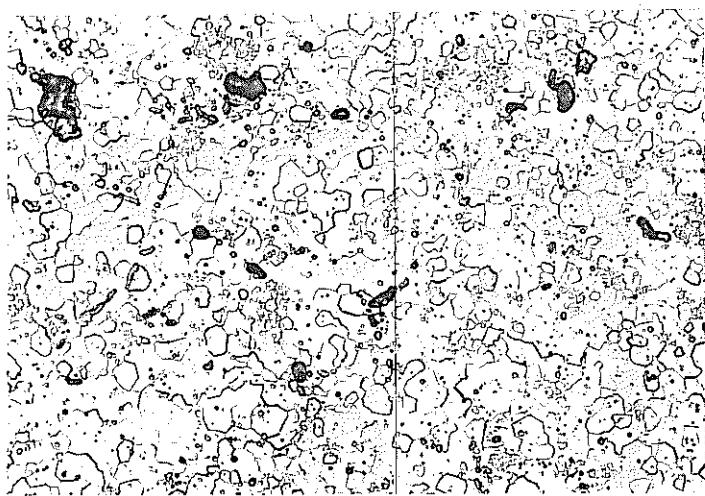
25 μm
×400

金相写真30 (R T - 2 - 2 5 - 2)

As Etched

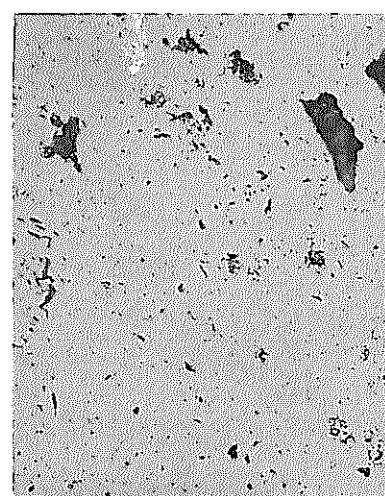
As Polished

RT - 2 - 25 - 2
乾回添加率 : 20 w/o
PF 添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm



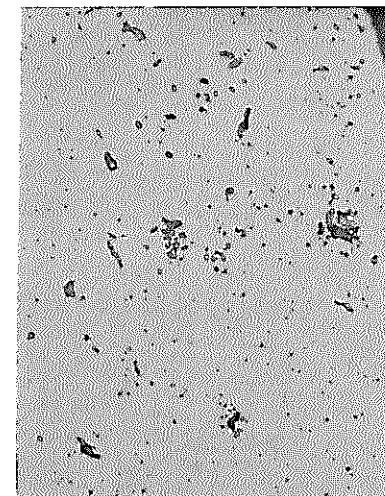
MICRO

25 μm
×400



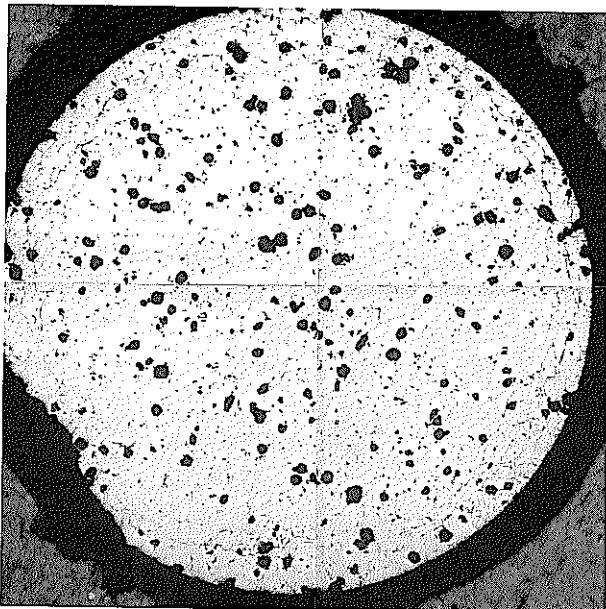
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真31 (RT - 2 - 25 - 2)

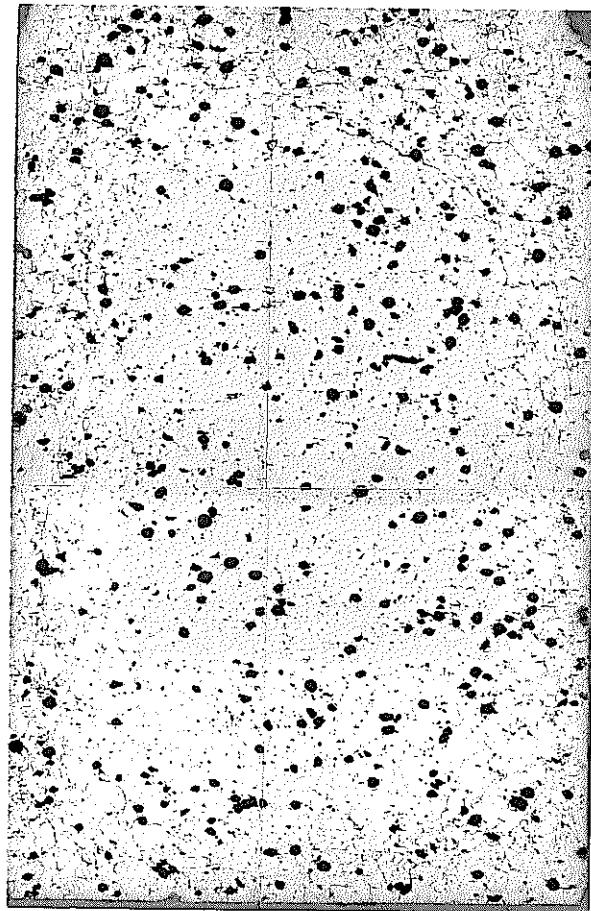


MACRO

500 μm
 $\times 20$

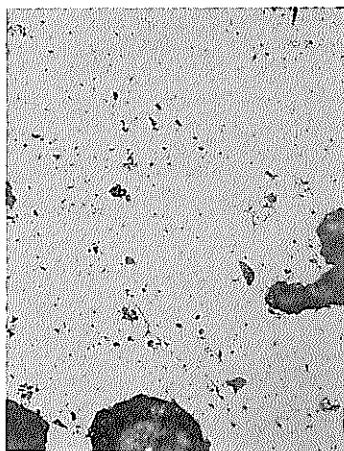
As Polished

R T - 2 - 2 5 - 3
乾回添加率 : 2 5 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 5 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 7 μm



MACRO

500 μm
 $\times 20$



MICRO

50 μm
 $\times 200$



25 μm
 $\times 400$

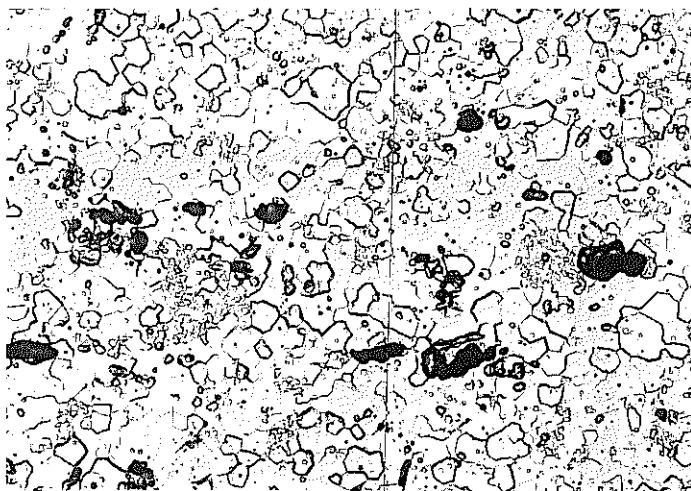
金相写真32 (R T - 2 - 2 5 - 3)

As Etched

As Polished

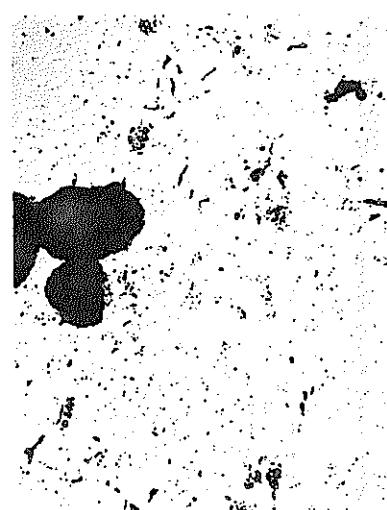
R T - 2 - 2 5 - 3

乾回添加率 : 2 5 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 5 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結 晶 粒 径 : 7 μm



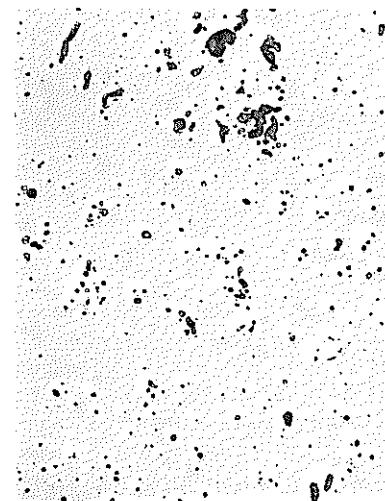
MICRO

25 μm
×400



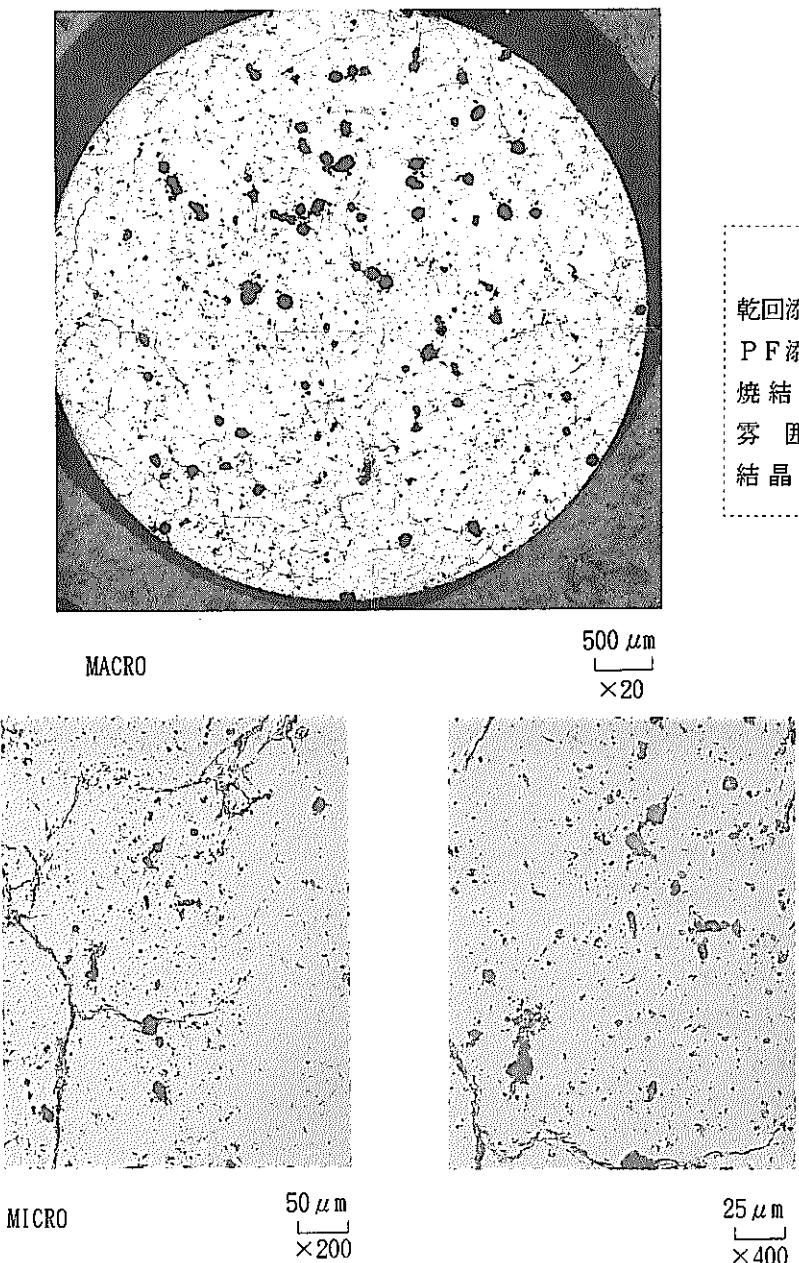
MICRO

50 μm
×200



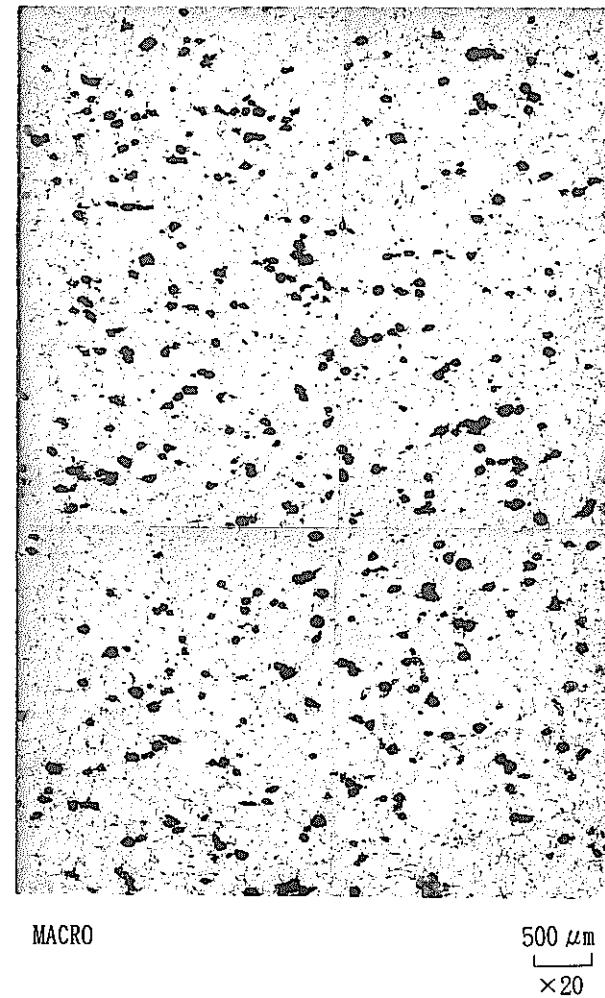
25 μm
×400

金相写真33 (R T - 2 - 2 5 - 3)



As Polished

RT - 2 - 25 - 4
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒後
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



金相写真34 (R T - 2 - 25 - 4)

As Etched

As Polished

R T - 2 - 2 5 - 4

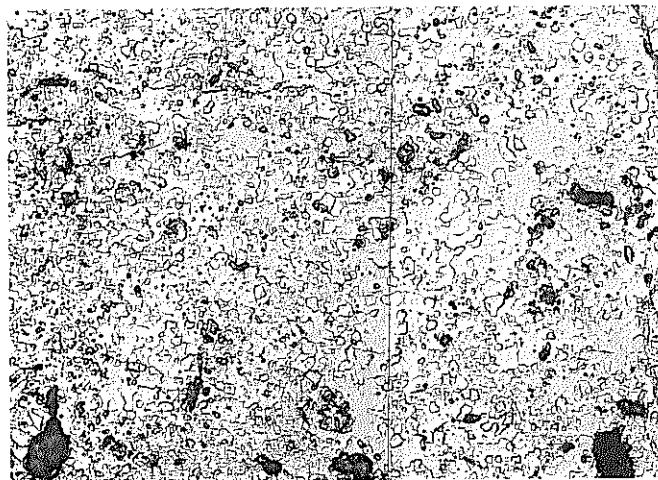
乾气回添加率 : 25 w/o

P F 添加率 : 1 w/o 造粒後

焼結温度 : 1690°C

雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

結晶粒径 : 4 μm



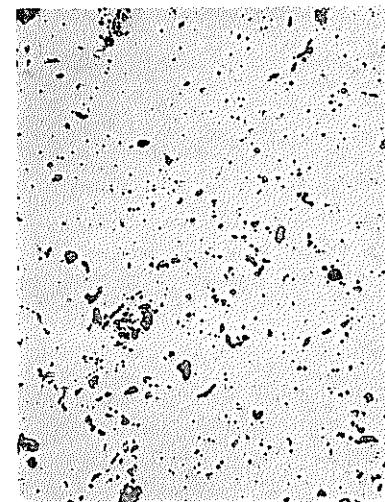
MICRO

25 μm
×400



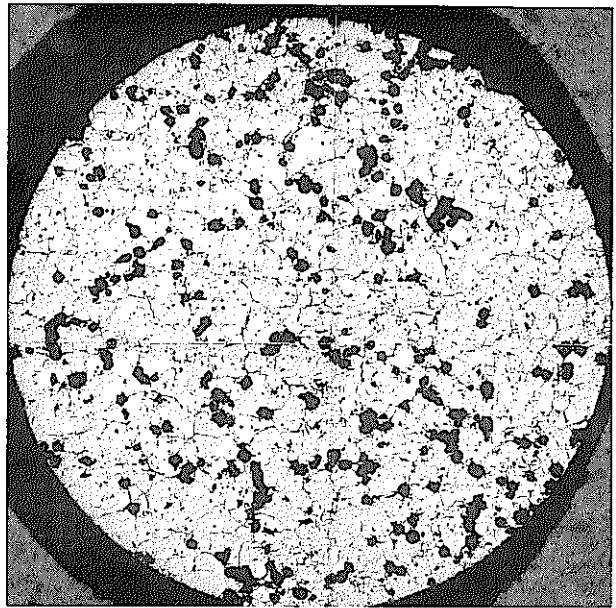
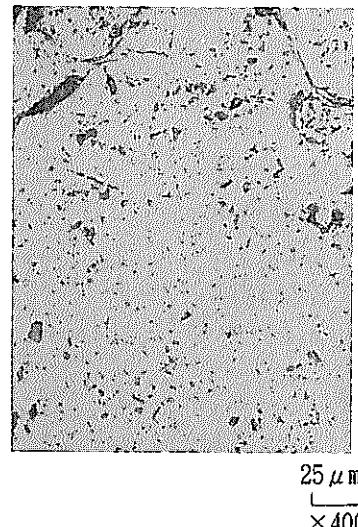
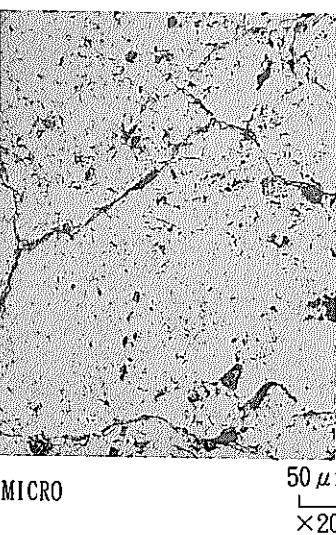
MICRO

50 μm
×200

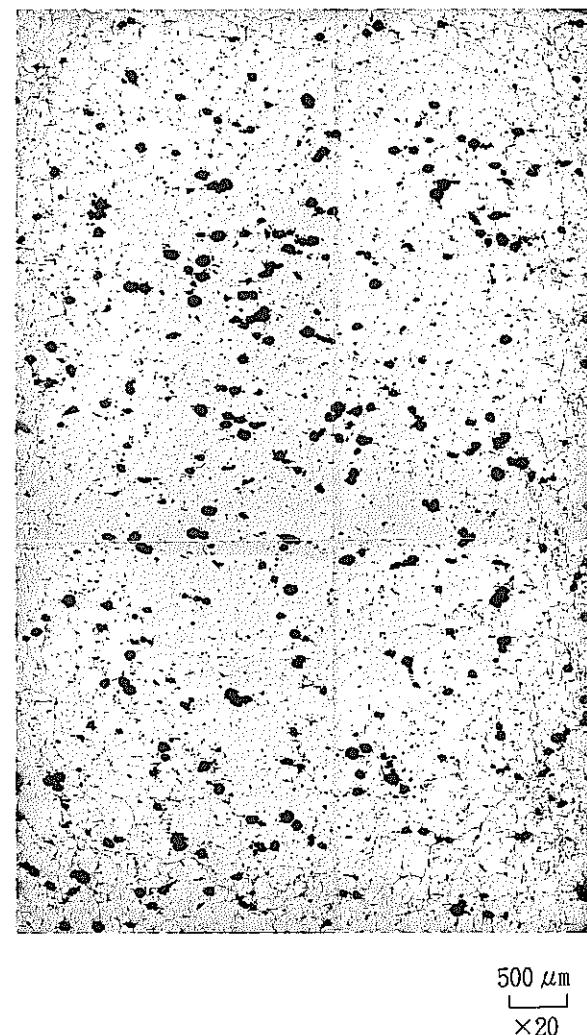


25 μm
×400

金相写真35 (R T - 2 - 2 5 - 4)



RT - 2 - 25 - 5
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 4 μm

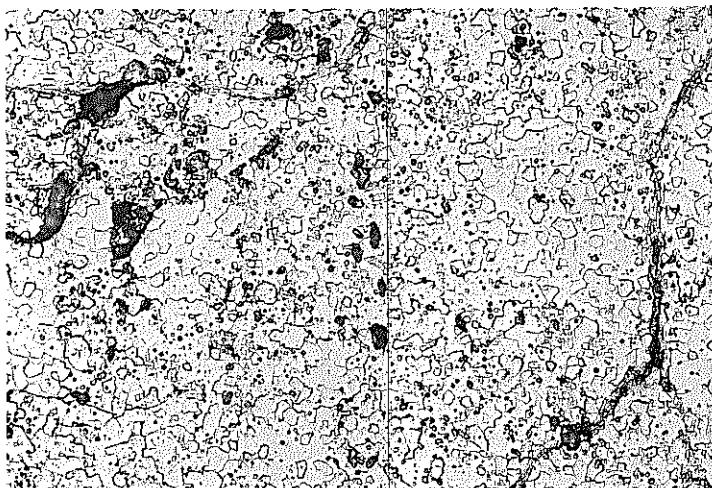


金相写真36 (RT - 2 - 25 - 5)

As Etched

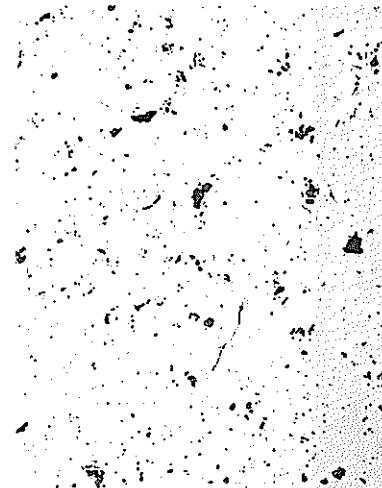
As Polished

RT - 2 - 25 - 5
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 1 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



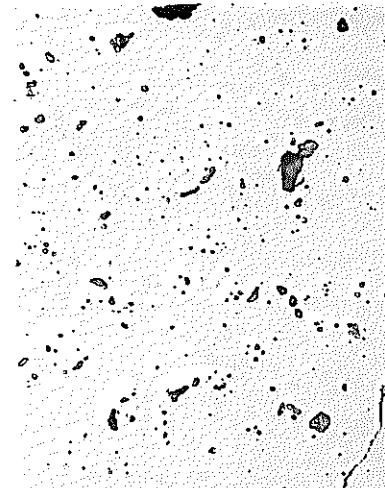
MICRO

25 μm
×400



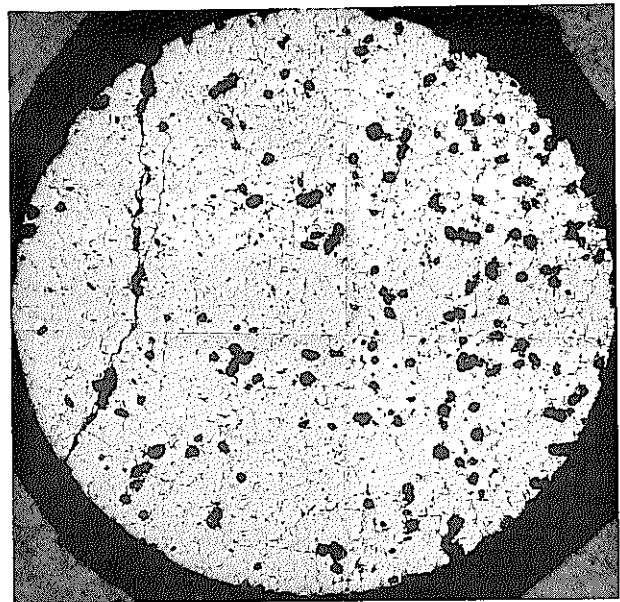
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

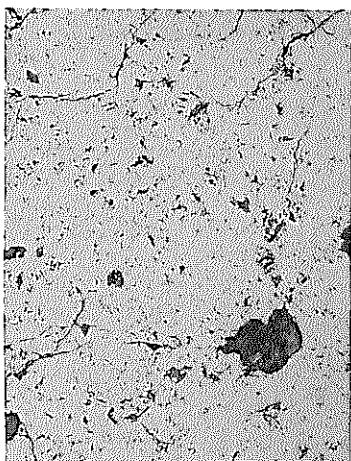
金相写真37 (RT - 2 - 25 - 5)



RT - 2 - 25 - 6
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒後
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm

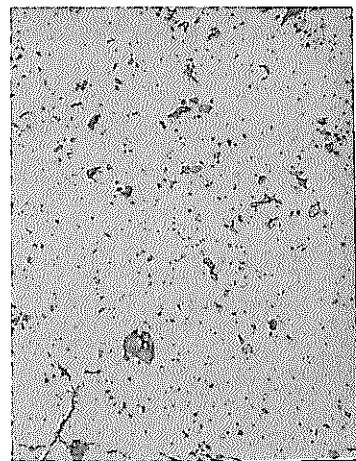
MACRO

500 μm
×20

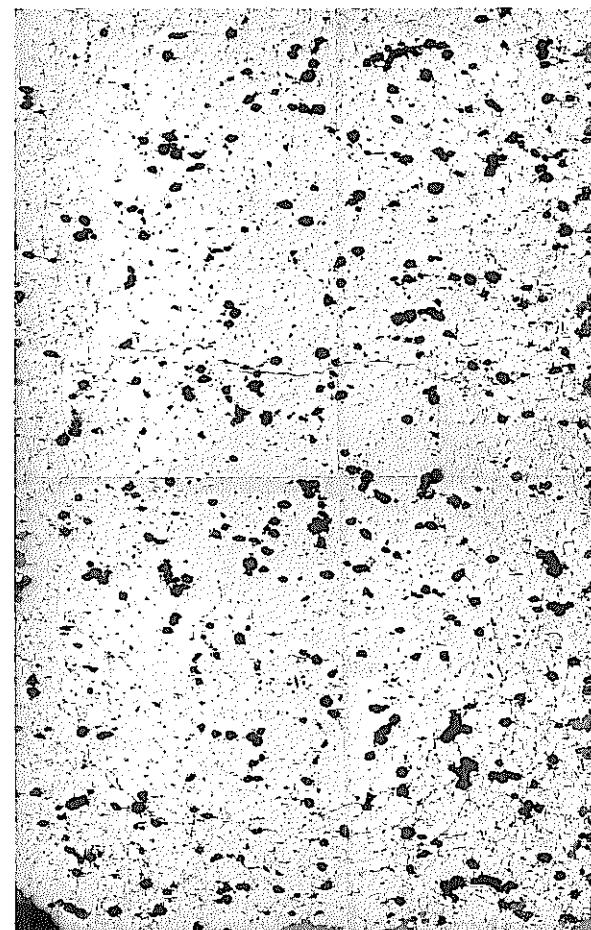


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



500 μm
×20

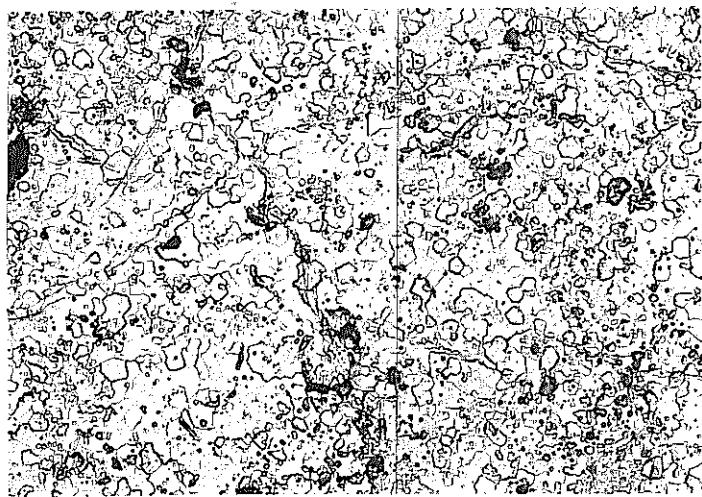
金相写真38 (RT - 2 - 25 - 6)

As Etched

As Polished

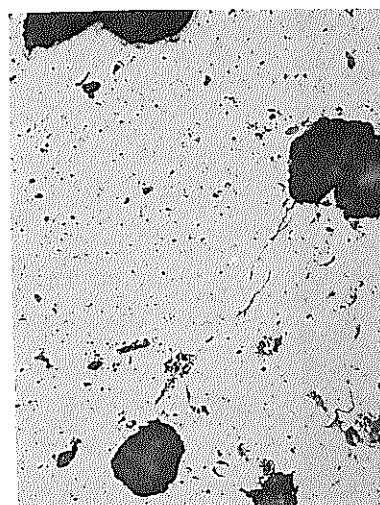
R T - 2 - 2 5 - 6

乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 1 w/o 造粒後
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : A r - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 5 μm



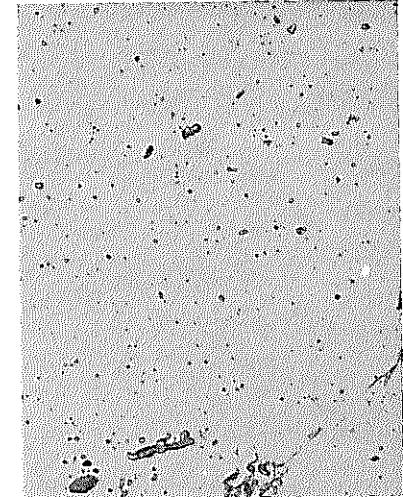
MICRO

25 μm
×400



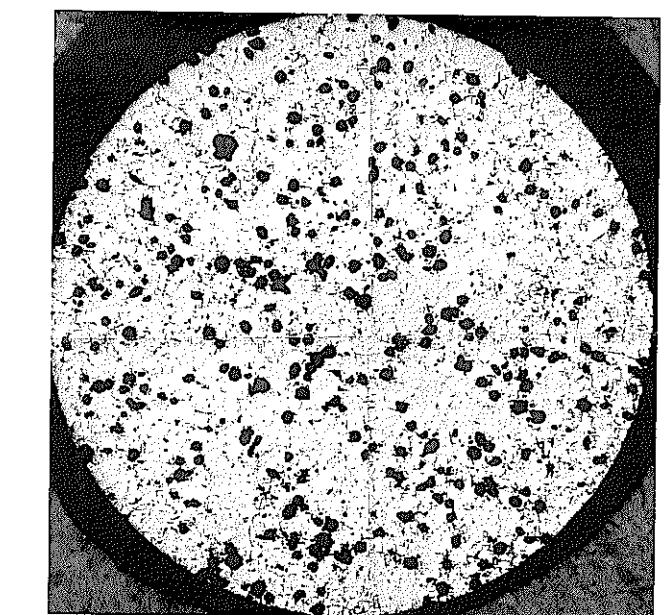
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真39 (R T - 2 - 2 5 - 6)



MACRO

As Polished

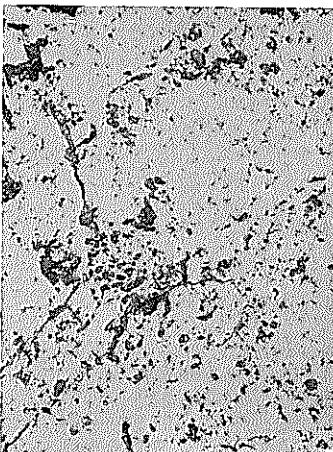
RT - 2 - 25 - 7
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm

500 μm
×20

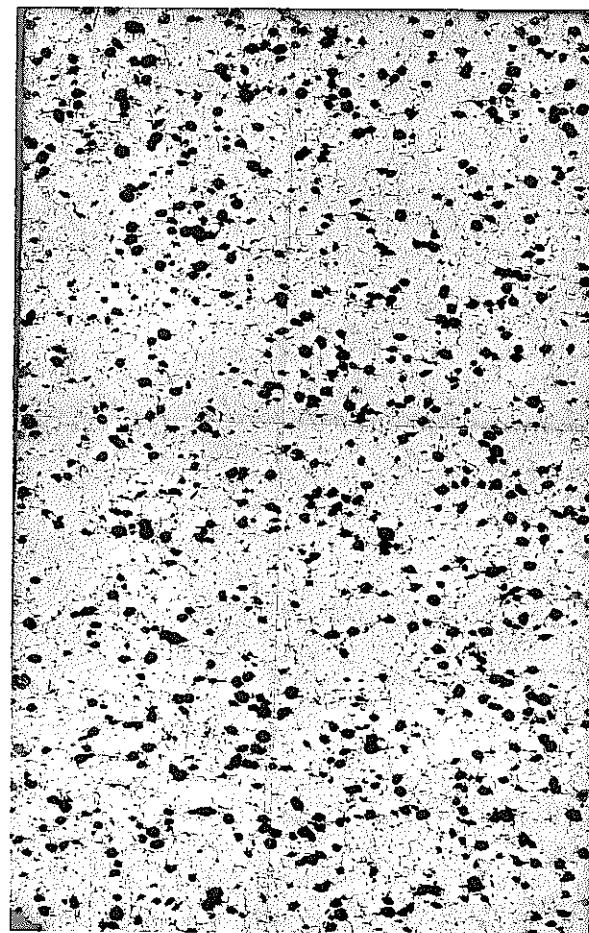


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



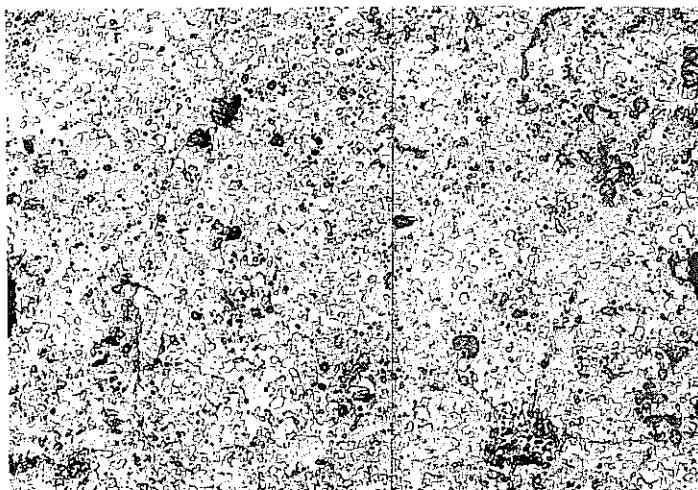
500 μm
×20

金相写真40 (RT - 2 - 25 - 7)

As Etched MICRO

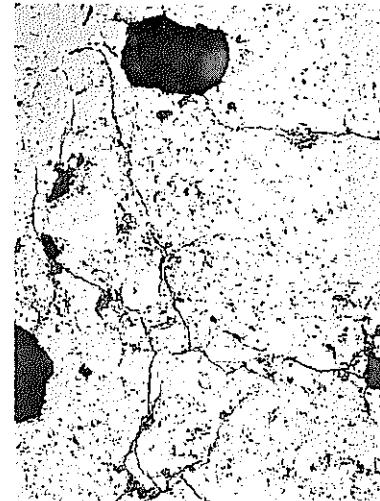
As Polished MACRO

RT - 2 - 25 - 7
乾涸添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



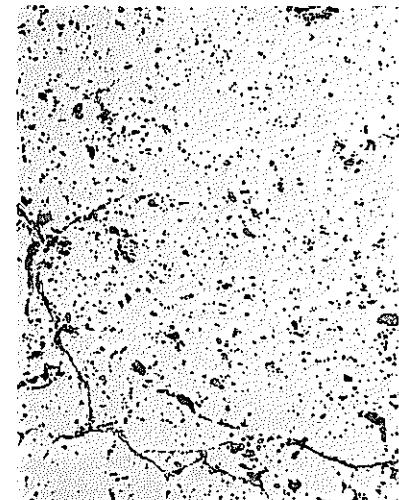
MICRO

25 μm
×400



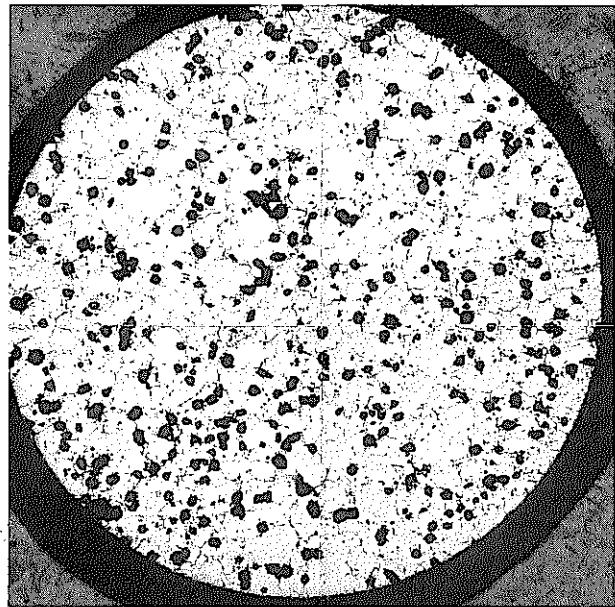
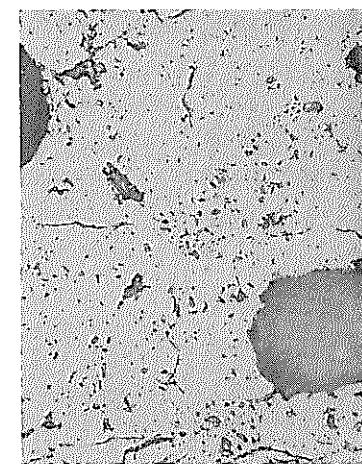
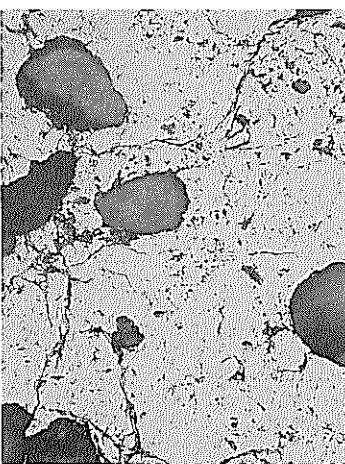
MICRO

50 μm
×200



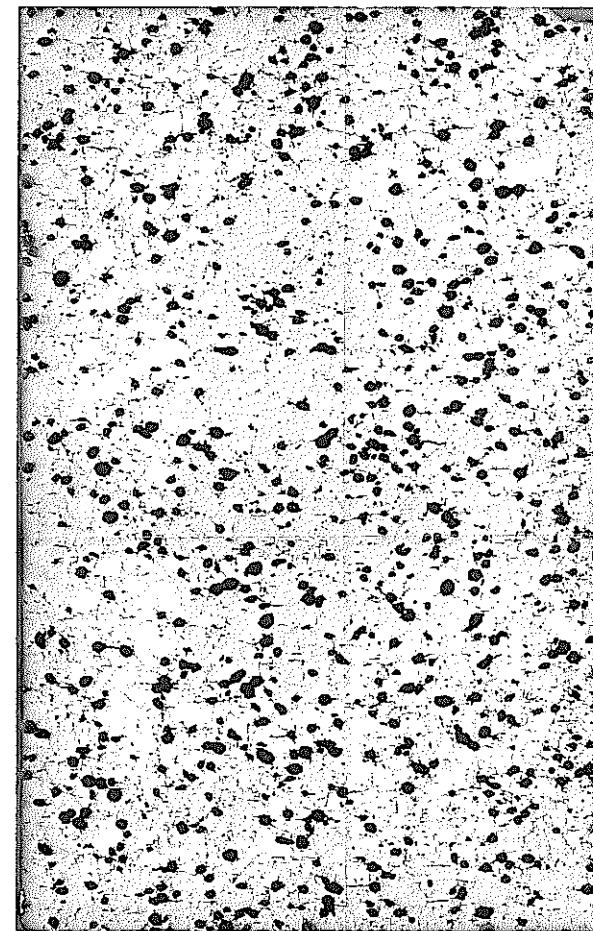
25 μm
×400

金相写真41 (RT - 2 - 25 - 7)



RT - 2 - 25 - 8
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm

500 μm
×20

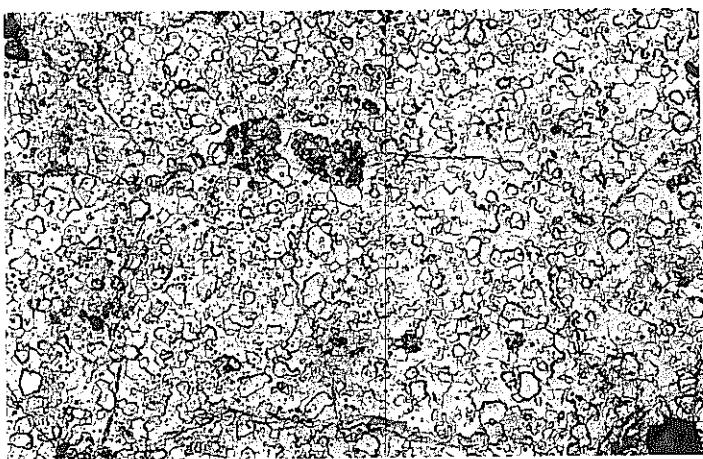


金相写真42 (RT - 2 - 25 - 8)

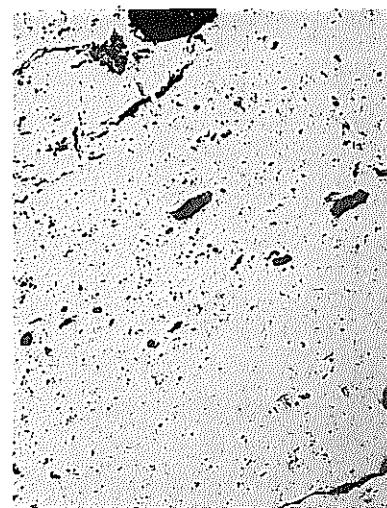
As Etched

As Polished

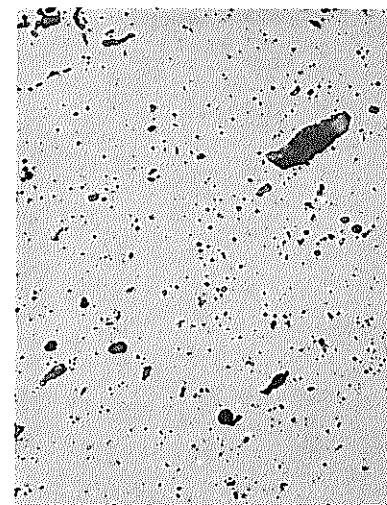
RT - 2 - 25 - 8
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm



25 μm
×400

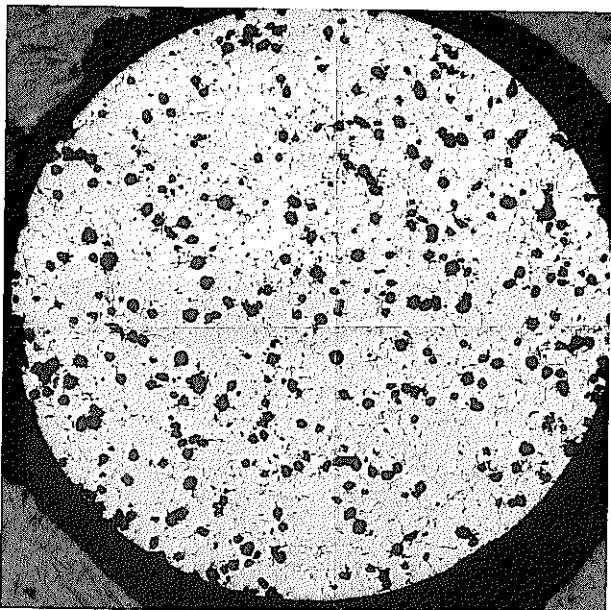


50 μm
×200



金相写真43 (RT - 2 - 25 - 8)

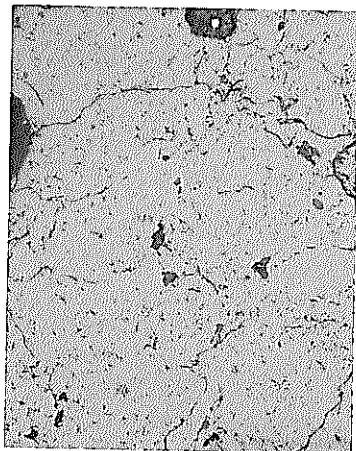
As Polished



MACRO

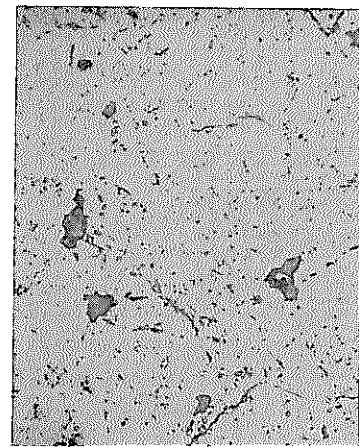
500 μm
 $\times 20$

RT - 2 - 25 - 9
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm

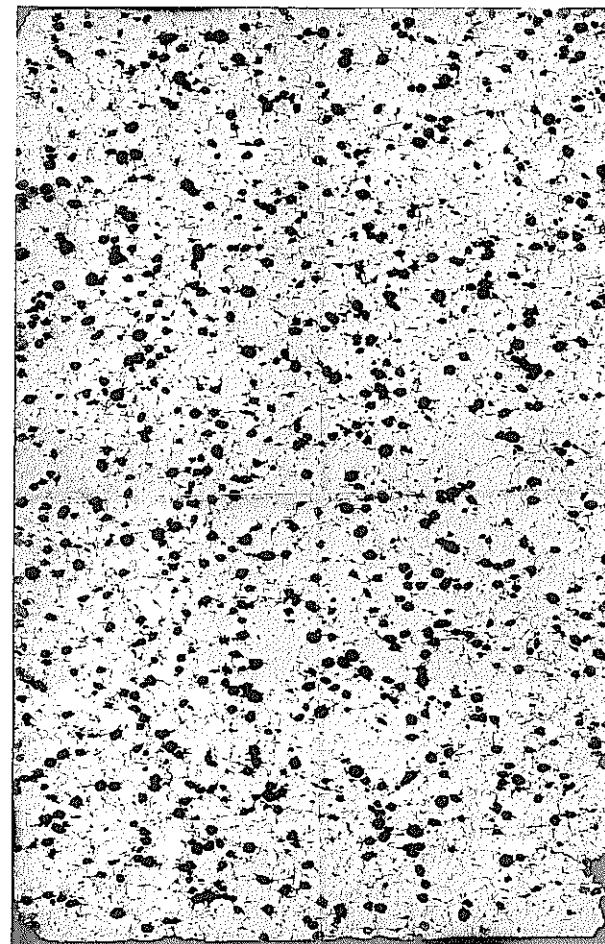


MICRO

50 μm
 $\times 200$



25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

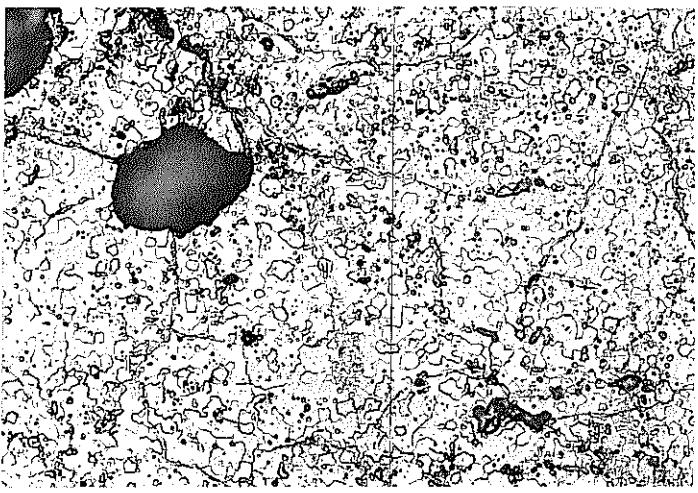
金相写真44 (RT - 2 - 25 - 9)

As Etched

As Polished

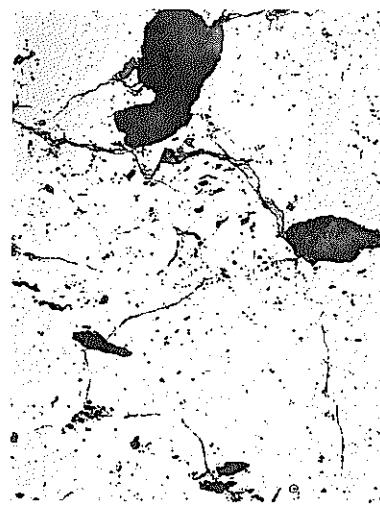
R T - 2 - 2 5 - 9

乾涸添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm



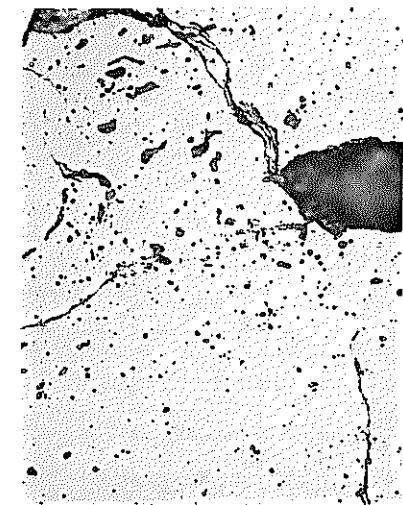
25 μm

×400

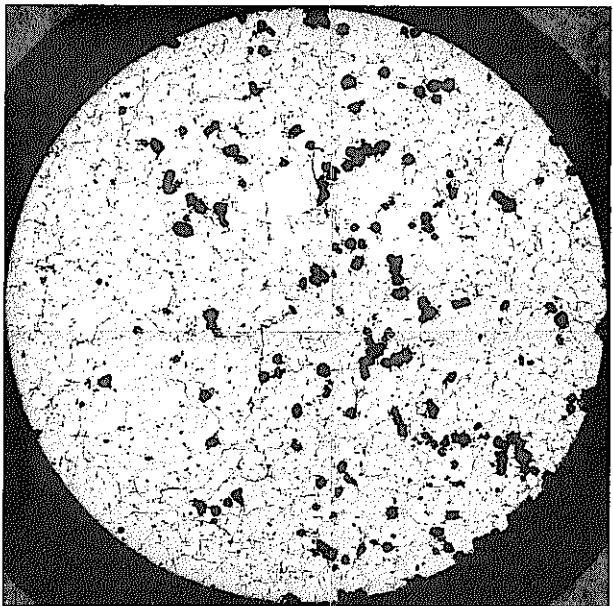


50 μm

×200



金相写真45 (R T - 2 - 2 5 - 9)

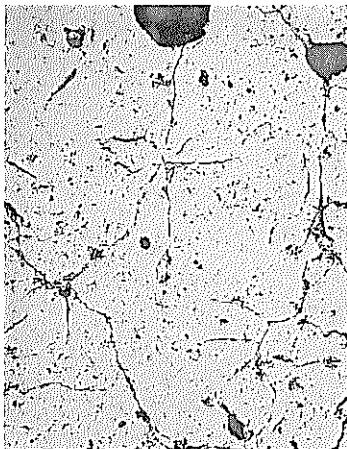


MACRO

As Polished

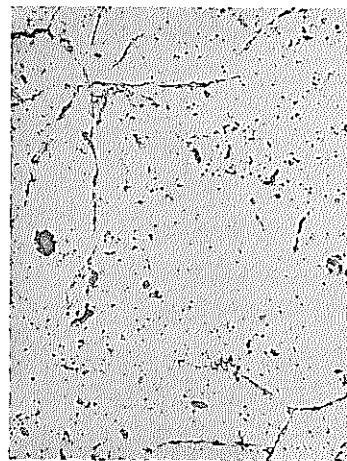
RT - 2 - 2 5 - 1 0
乾回添加率 : 2 5 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1 6 9 0 °C
雰 囲 気 : A r - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 3 μm

500 μm
×20

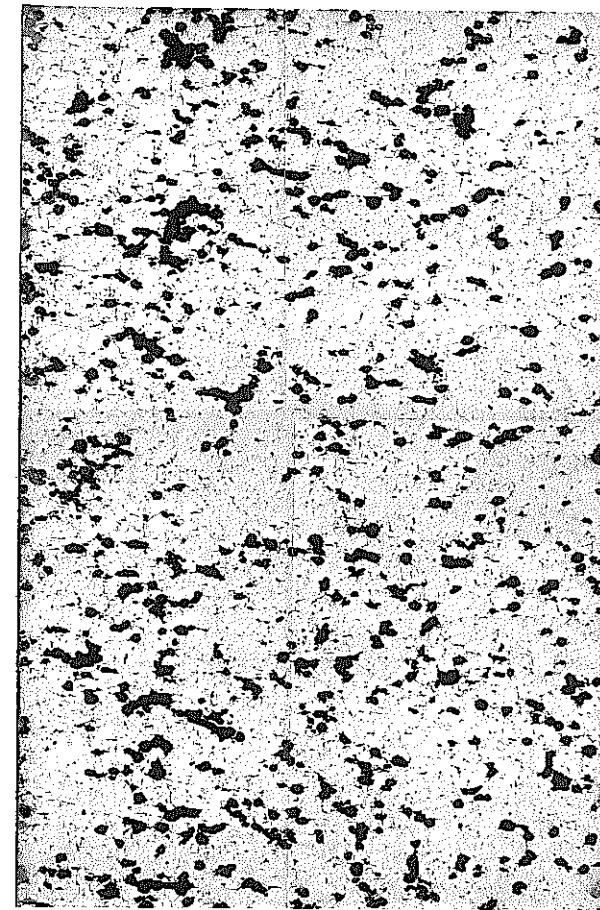


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

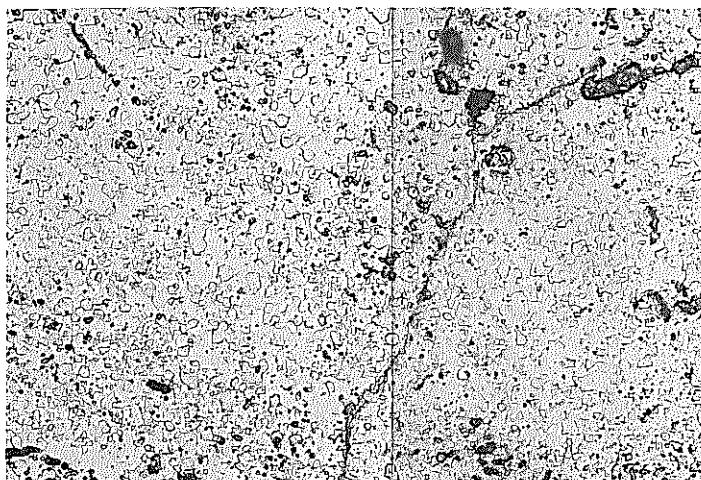
500 μm
×20

金相写真46 (R T - 2 - 2 5 - 1 0)

As Etched

As Polished

RT - 2 - 25 - 10
乾燥添加率 : 25 w/o
PF 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 3 μm



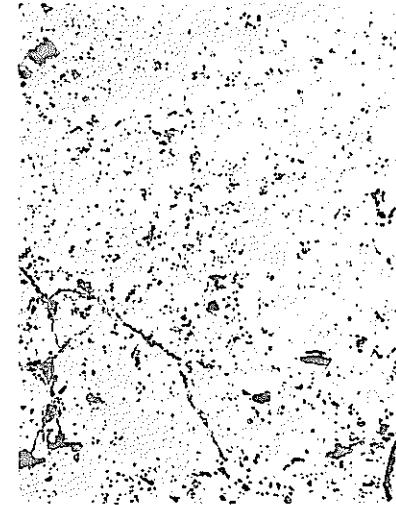
MICRO

25 μm
×400



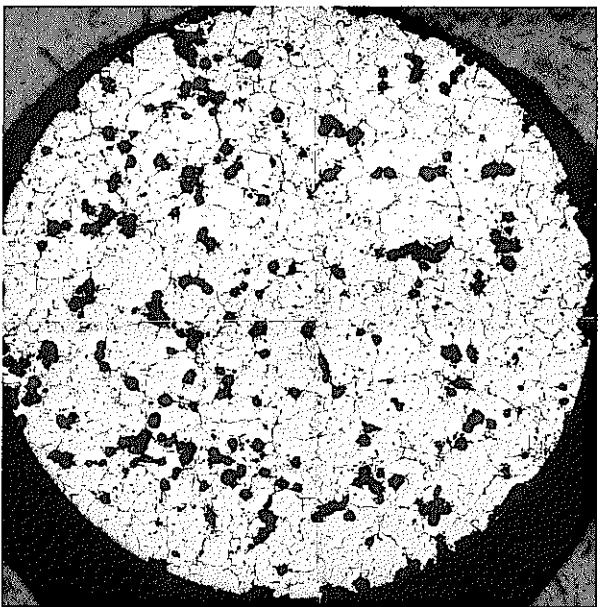
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

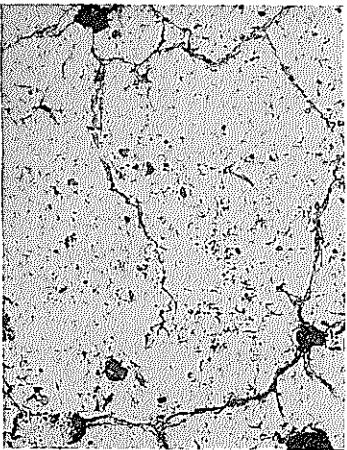
金相写真47 (RT - 2 - 25 - 10)



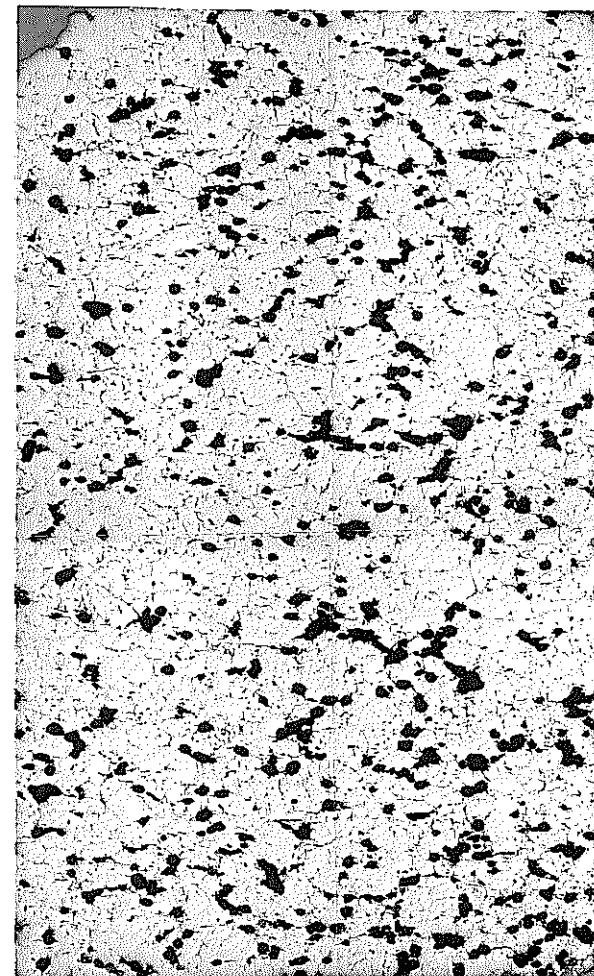
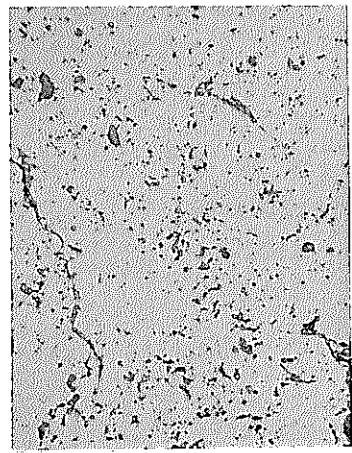
RT - 2 - 25 - 11
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm

MACRO

500 μm
×20



50 μm
×200



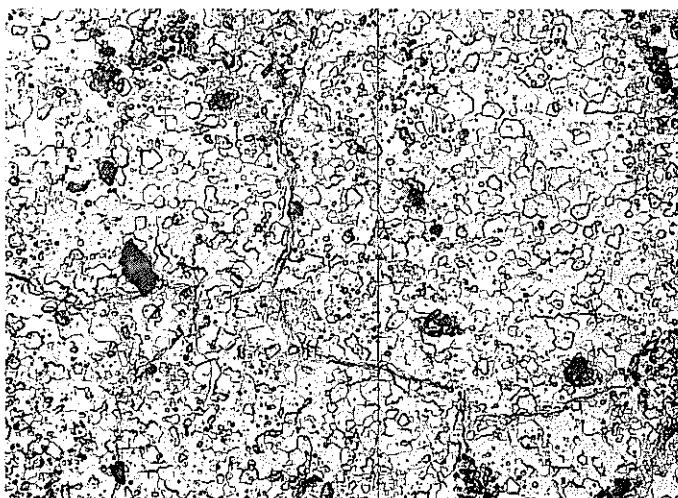
500 μm
×20

金相写真48 (RT - 2 - 25 - 11)

As Etched

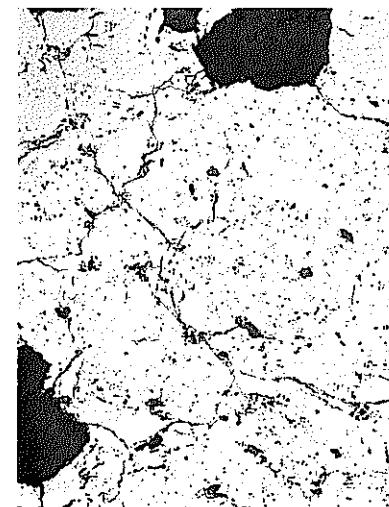
As Polished

RT-2-25-11
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



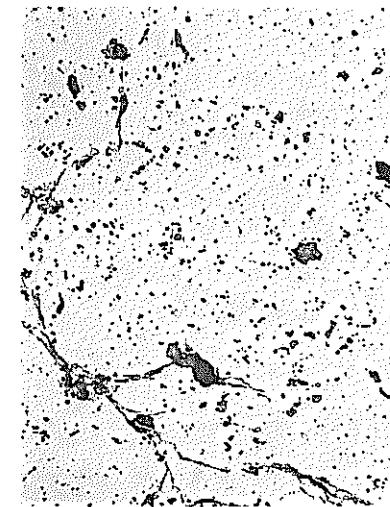
25 μm

×400

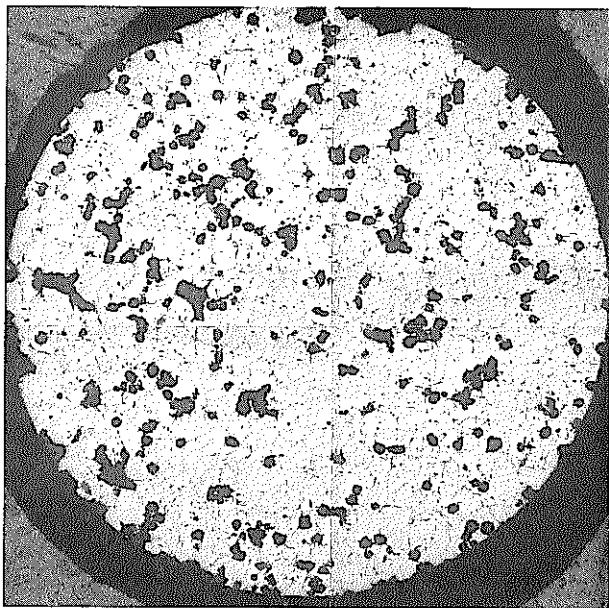


50 μm

×200



金相写真49 (RT-2-25-11)



As Polished

RT - 2 - 25 - 12
乾回添加率 : 25 w/o
PF 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm

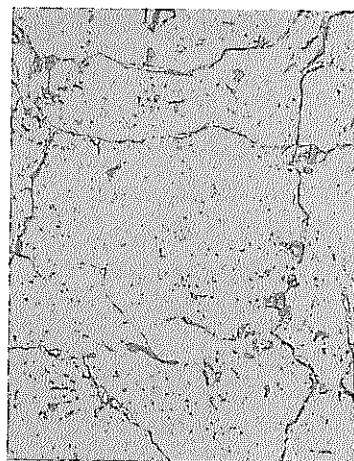
MACRO

500 μm
×20

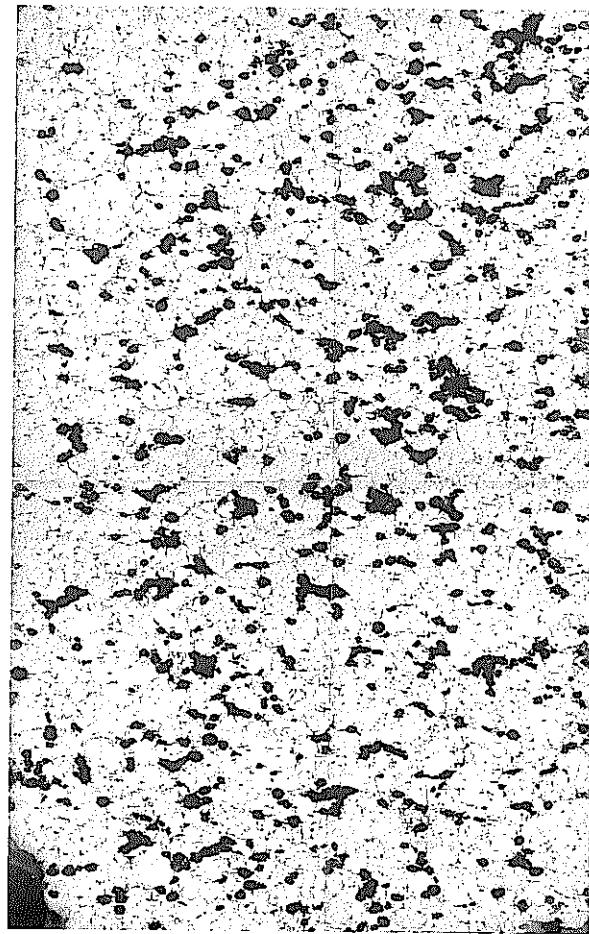


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

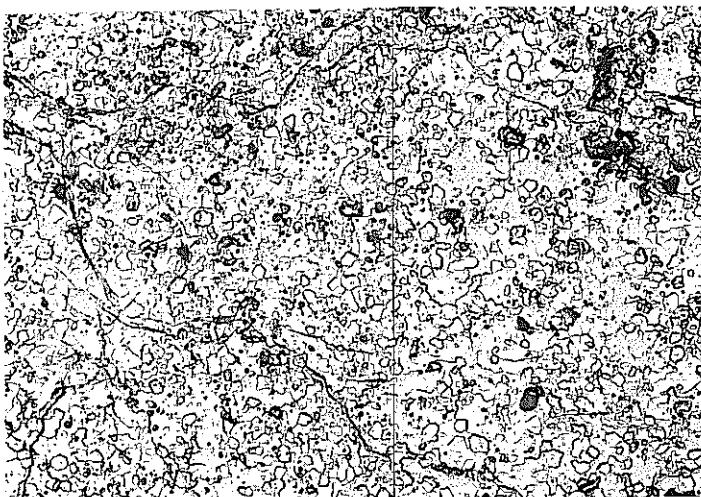
500 μm
×20

金相写真50 (RT - 2 - 25 - 12)

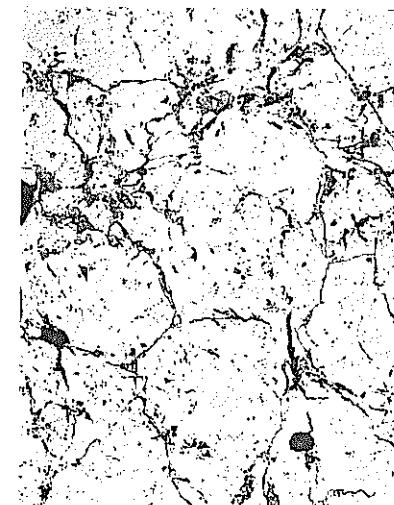
As Etched

As Polished

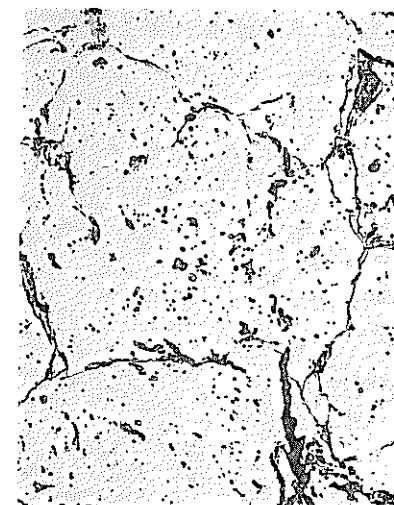
RT-2-25-12
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



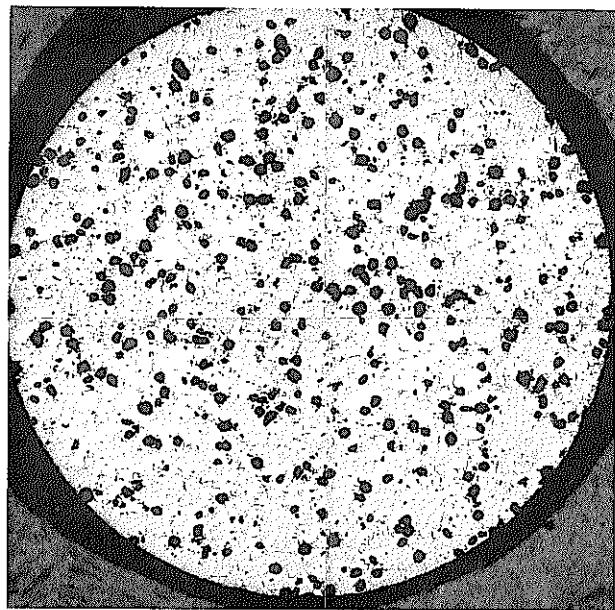
MICRO

25 μm
×400

MICRO

50 μm
×20025 μm
×400

金相写真51 (RT-2-25-12)

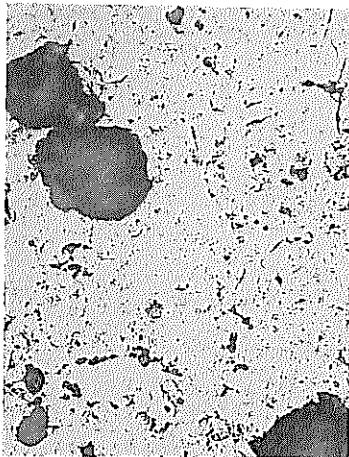


As Polished

RT - 2 - 4 0 - 1
乾回添加率 : 40 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 围 気 : Ar - H₂ (5%)
焼結粒径 : 5 μm

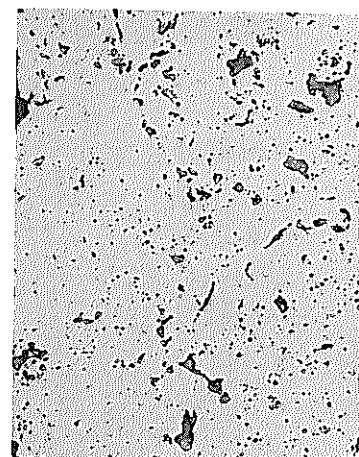
500 μm
×20

MACRO

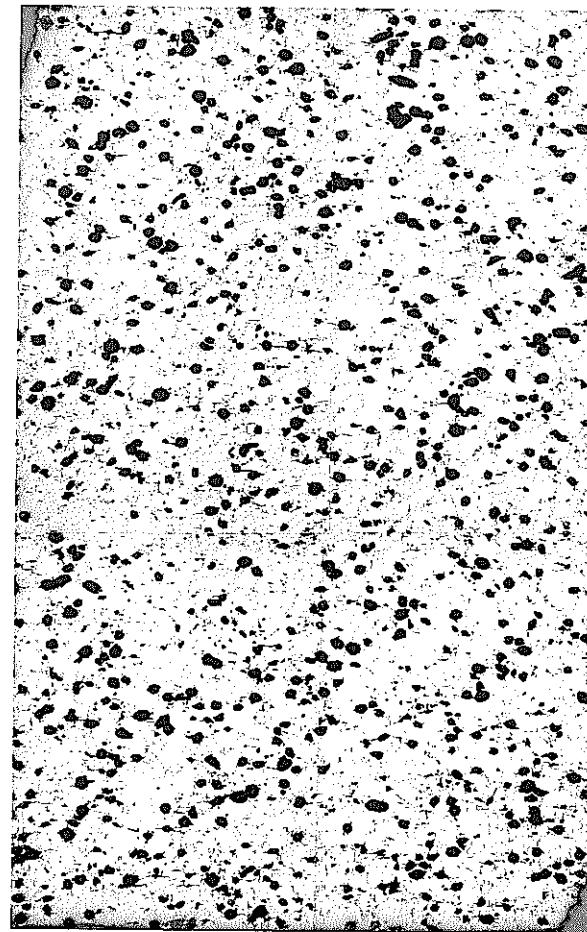


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

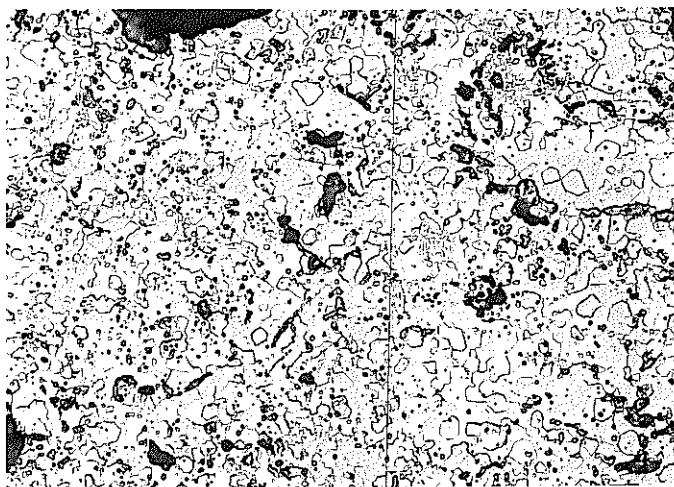
500 μm
×20

金相写真52 (R T - 2 - 4 0 - 1)

As Etched

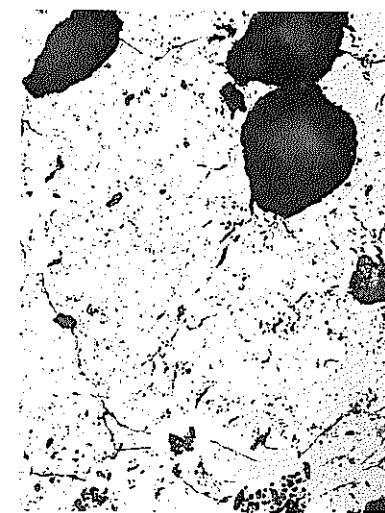
As Polished

RT - 2 - 4 0 - 1
乾回添加率 : 4 0 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 2 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
焼結粒径 : 5 μm



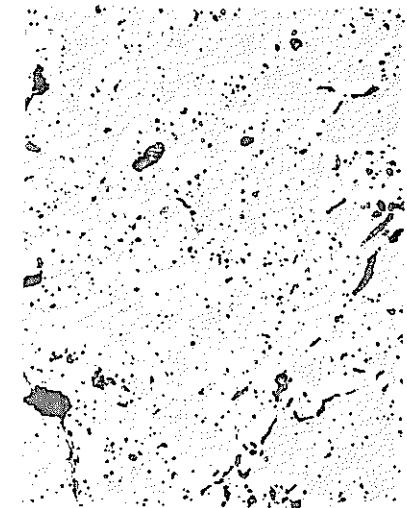
MICRO

25 μm
×400



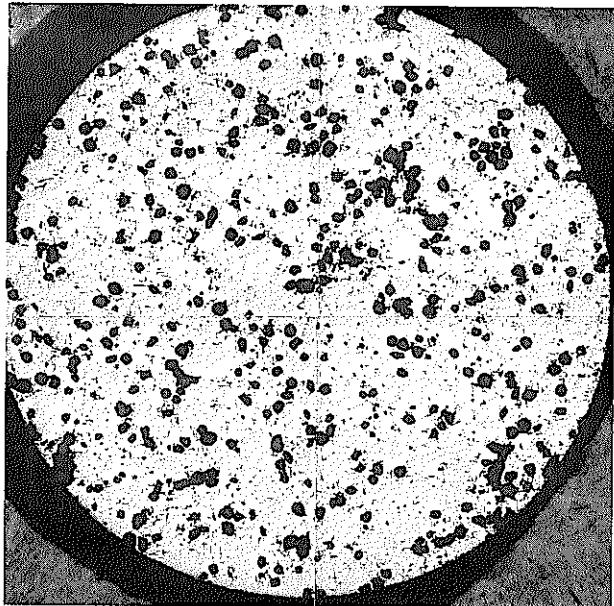
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真53 (R T - 2 - 4 0 - 1)

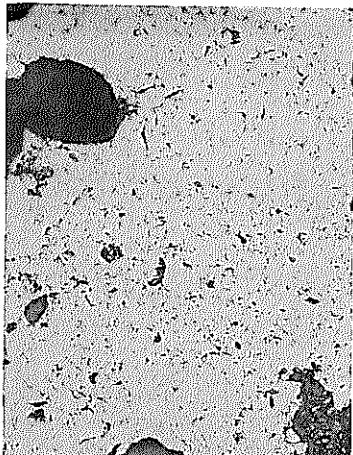


As Polished

RT - 2 - 55 - 1
乾回添加率 : 55 w/o
PF 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm

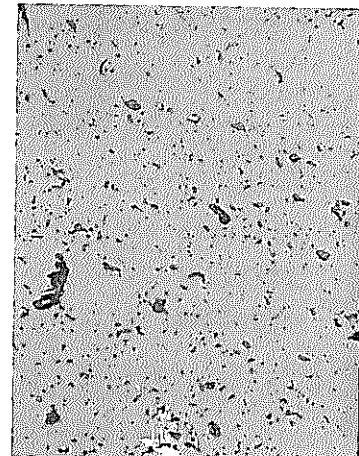
MACRO

500 μm
×20

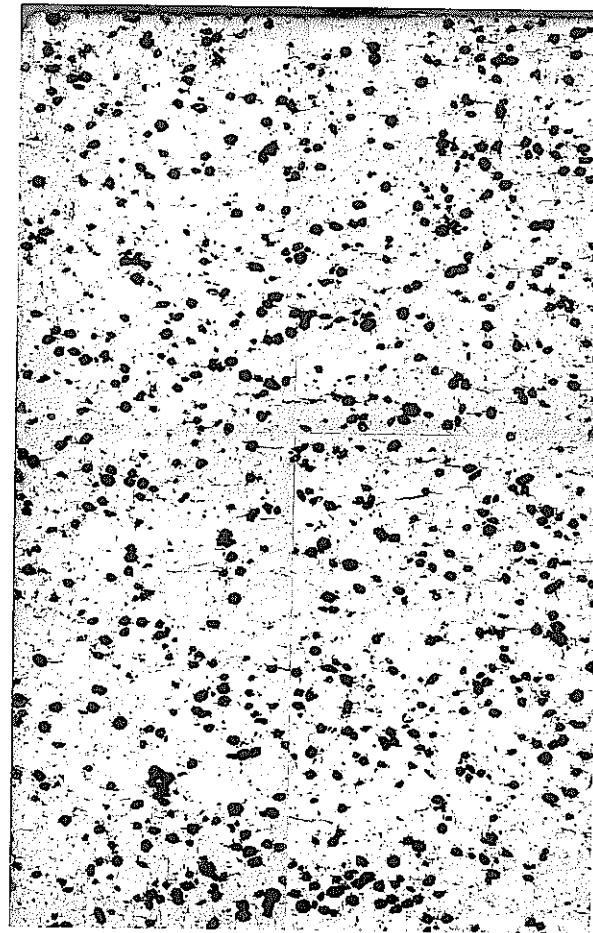


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

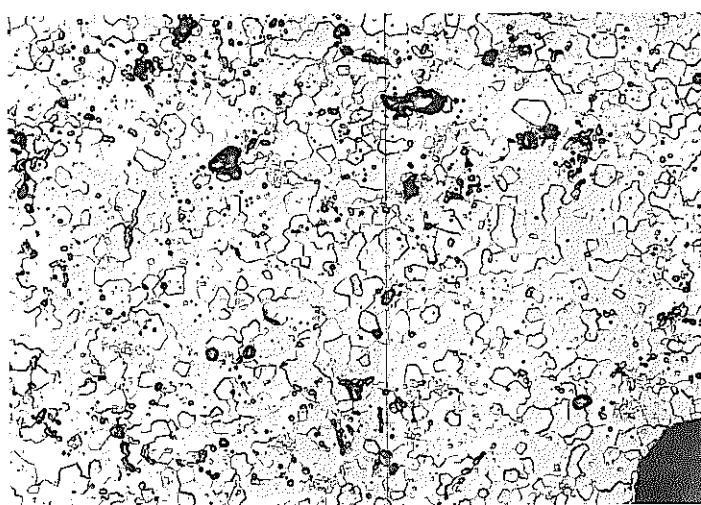
500 μm
×20

金相写真54 (R T - 2 - 55 - 1)

As Etched

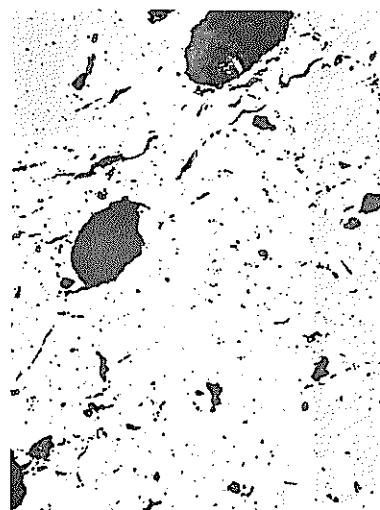
As Polished

RT - 2 - 55 - 1
乾涸添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm



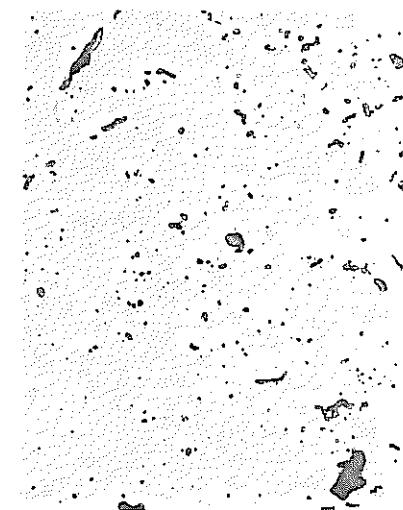
MICRO

25 μm
×400



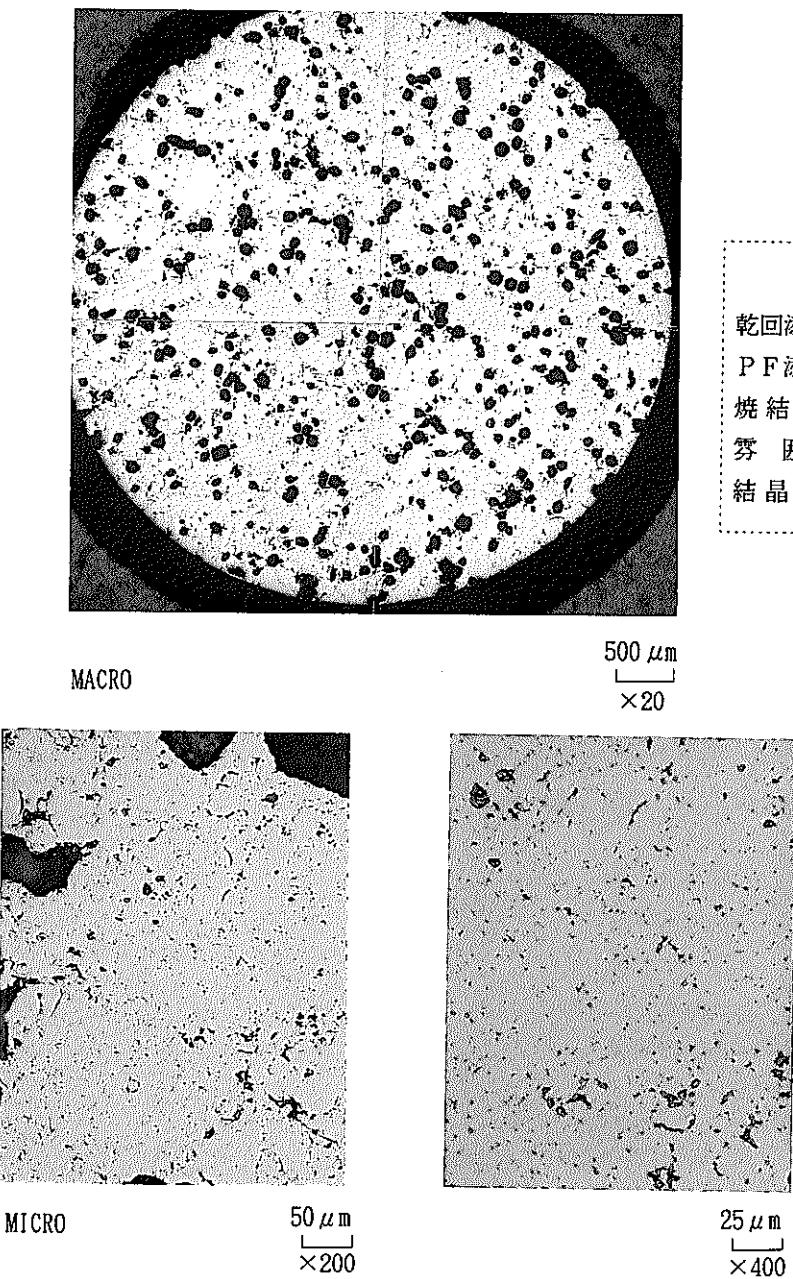
MICRO

50 μm
×200



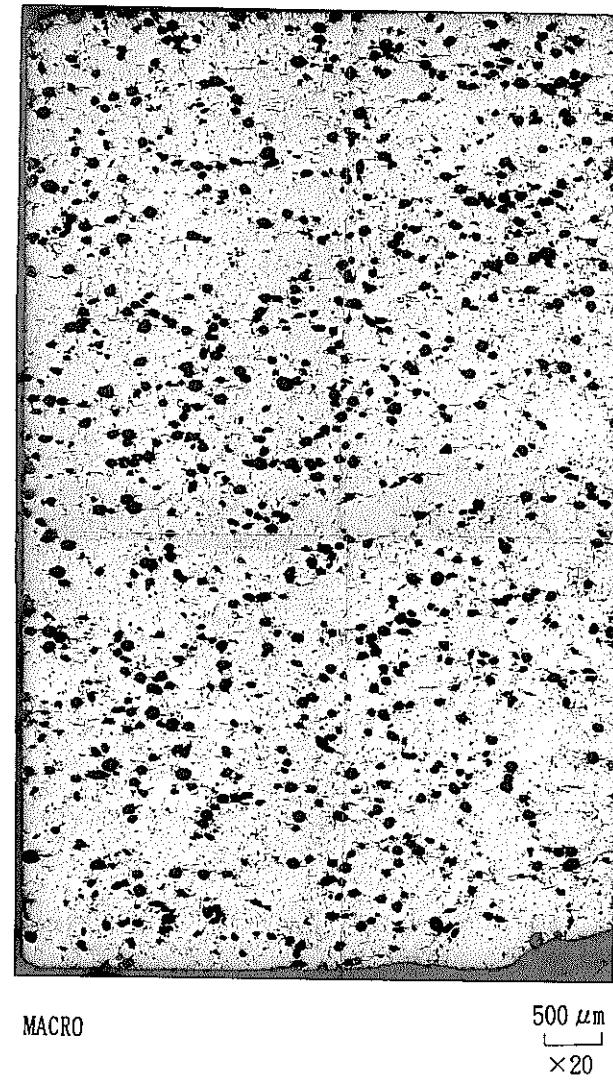
25 μm
×400

金相写真55 (RT - 2 - 55 - 1)



As Polished

RT-2-55-2
乾回添加率 : 55 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm

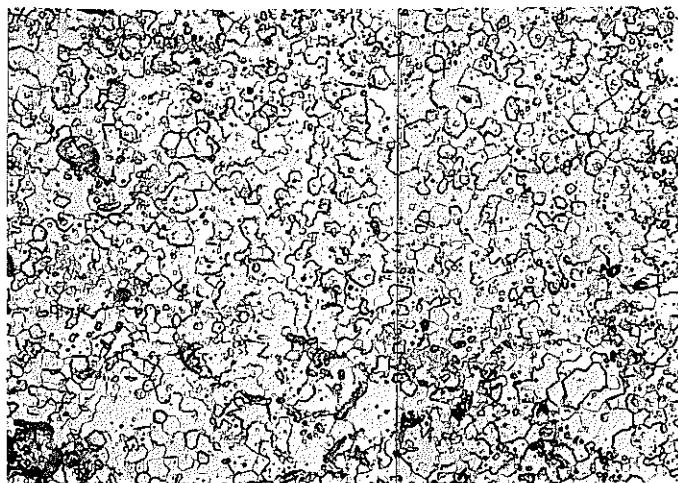


金相写真56 (RT-2-55-2)

As Etched

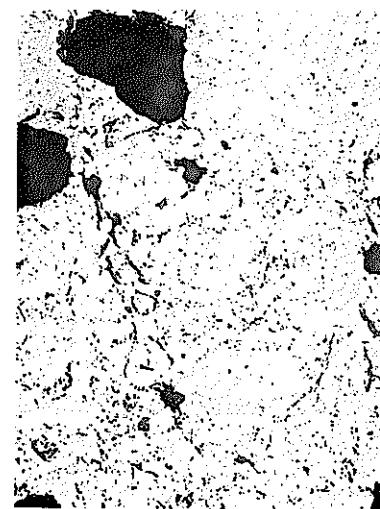
As Polished

RT - 2 - 55 - 2
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm



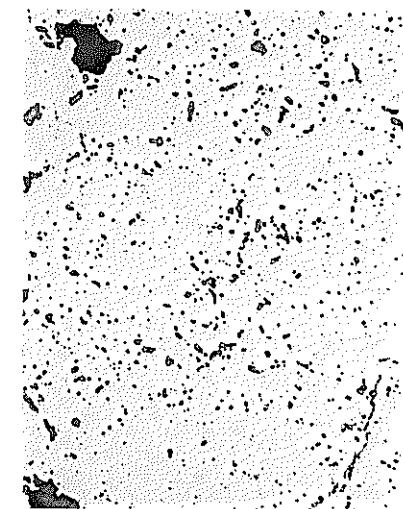
MICRO

25 μm
×400



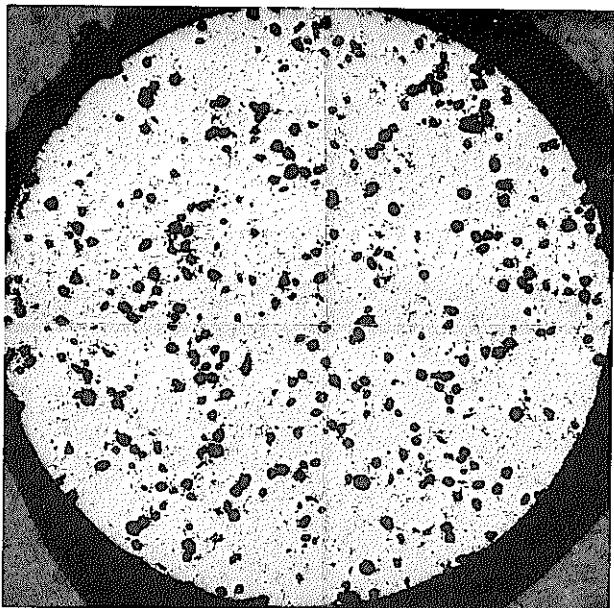
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真57 (RT - 2 - 55 - 2)

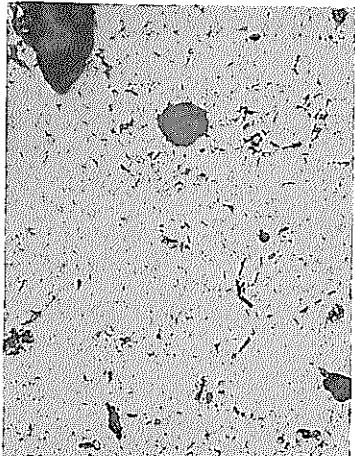


As Polished

RT - 2 - 55 - 3
乾回添加率 : 55 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm

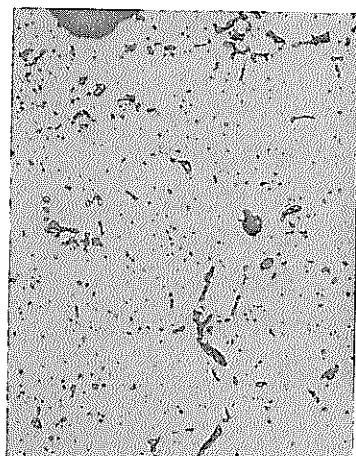
MACRO

500 μm
×20

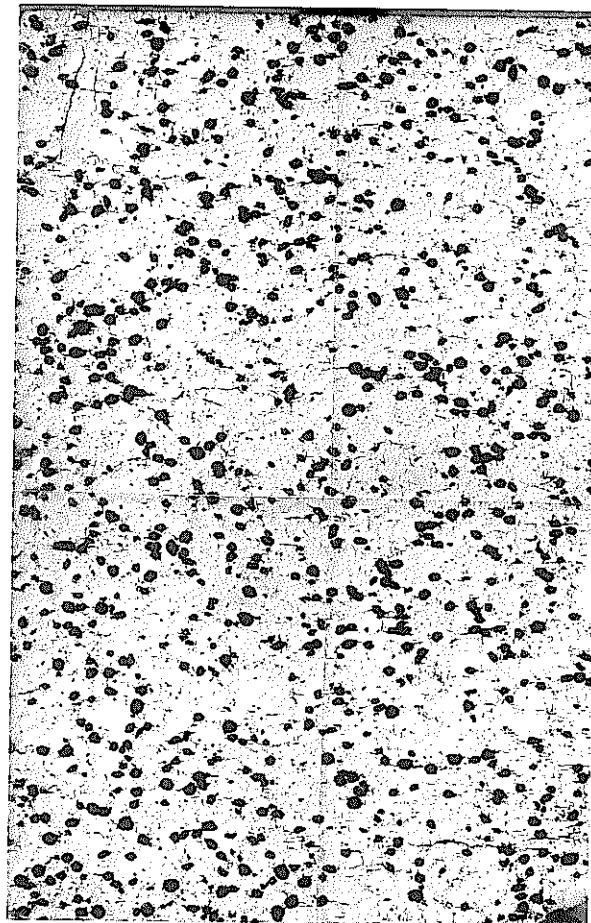


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

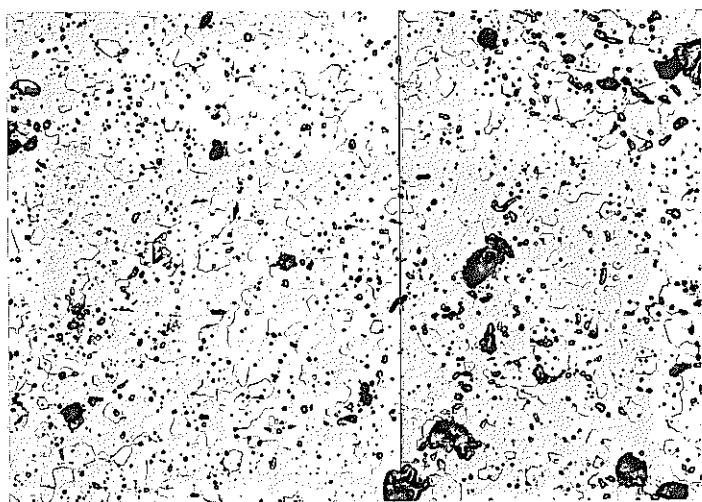
500 μm
×20

金相写真58 (RT - 2 - 55 - 3)

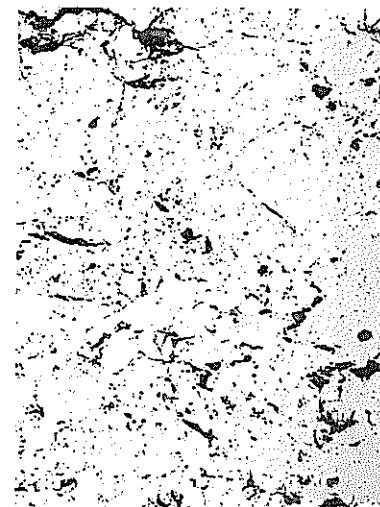
As Etched

As Polished

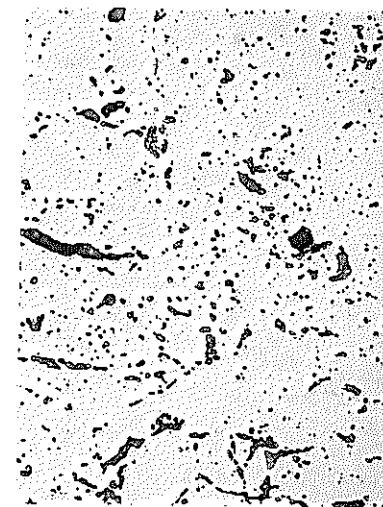
RT - 2 - 55 - 3
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 6 μm



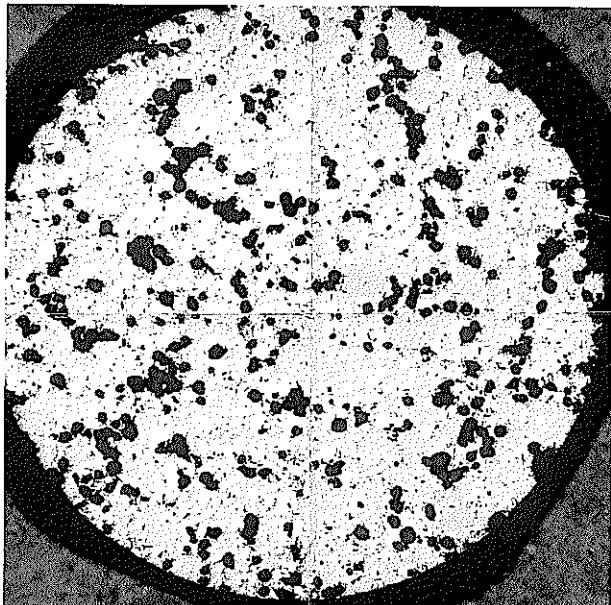
25 μm
×400



50 μm
×200



金相写真59 (R T - 2 - 55 - 3)

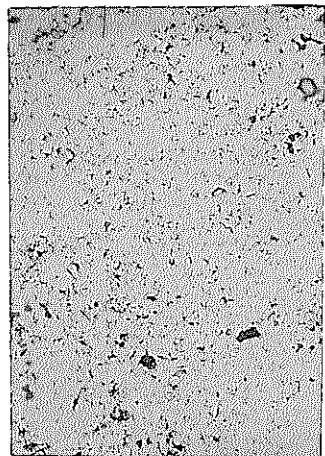


As Polished

RT - 2 - 55 - 4
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 測定不可

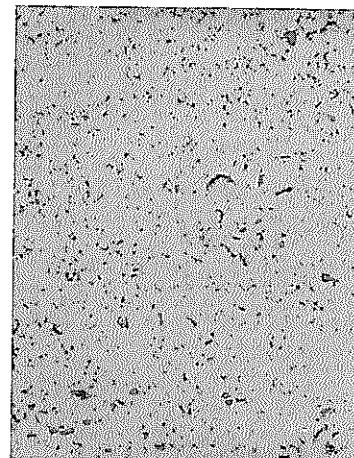
MACRO

500 μm
×20

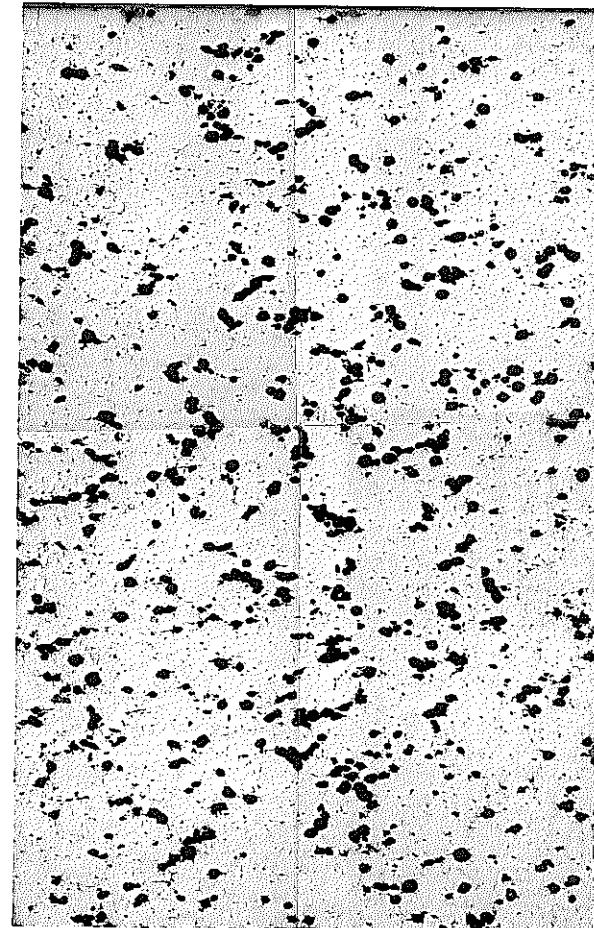


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

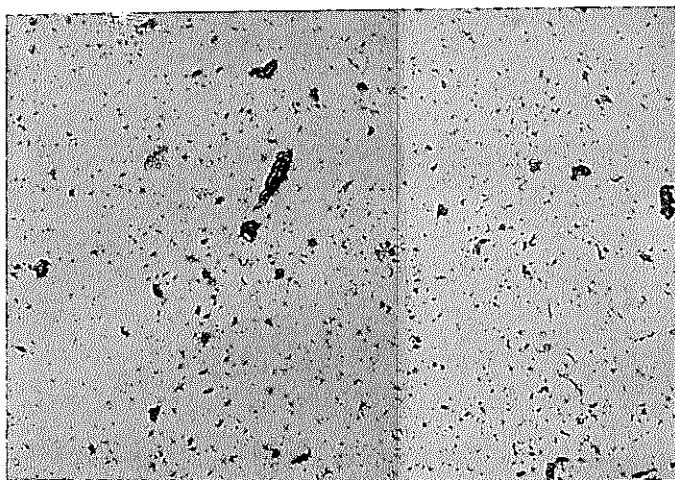
500 μm
×20

金相写真60 (RT - 2 - 55 - 4)

As Etched

As Polished

RT-2-55-4
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 測定不可



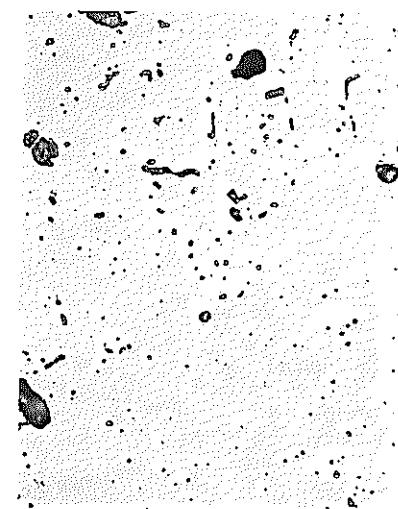
MICRO

25 μm
×400



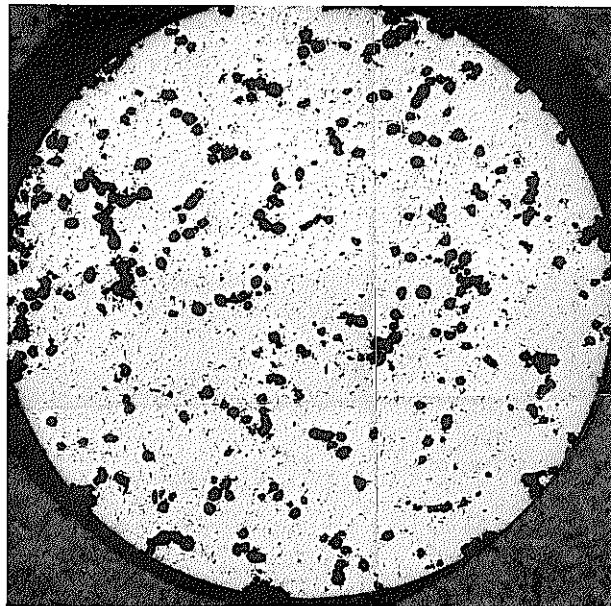
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

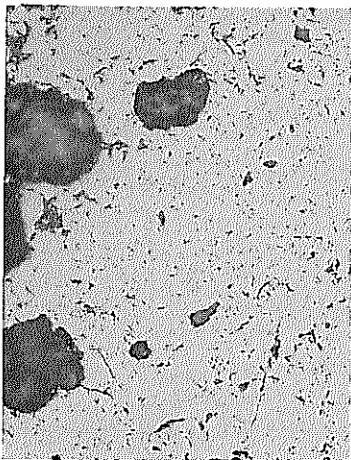
金相写真61 (R T - 2 - 5 5 - 4)



RT-2-55-5
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 6 μm

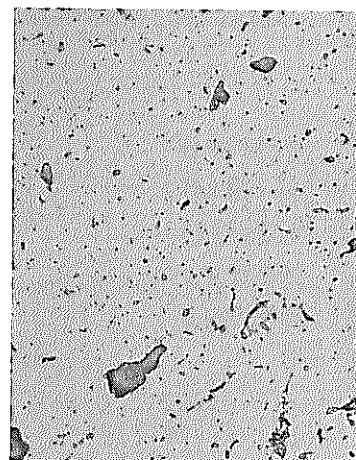
MACRO

500 μm
×20

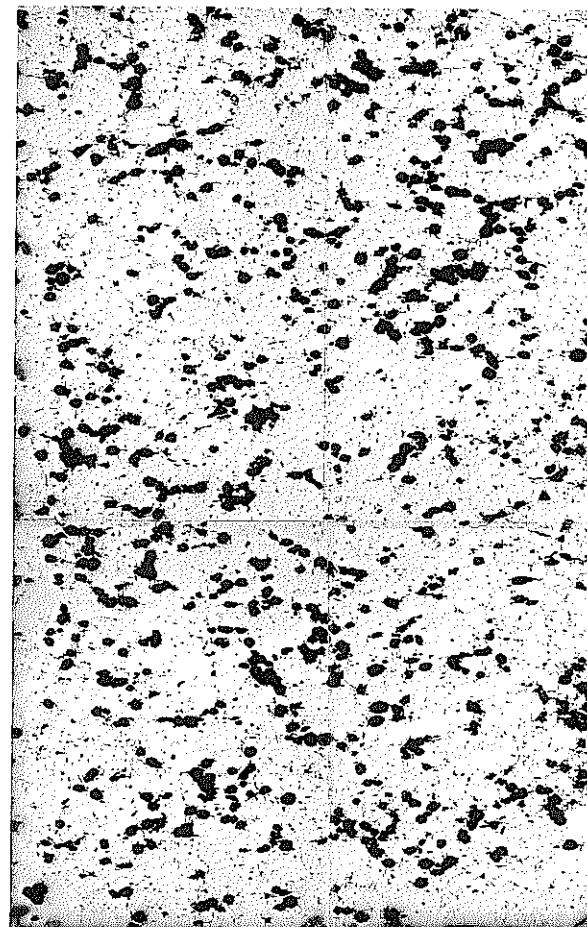


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

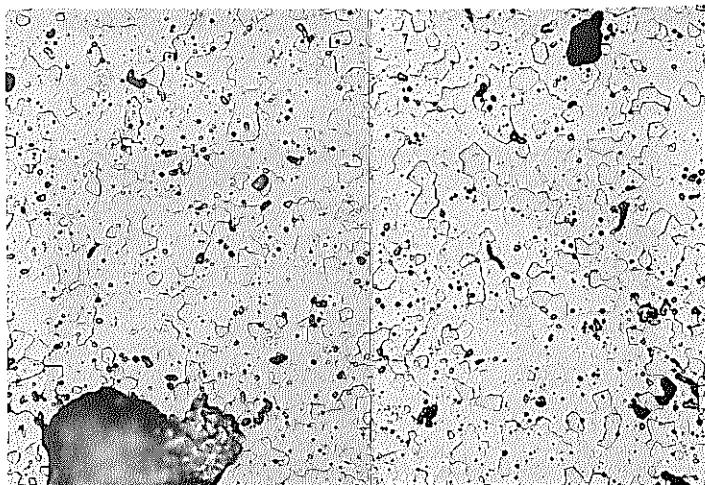
500 μm
×20

金相写真62 (RT-2-55-5)

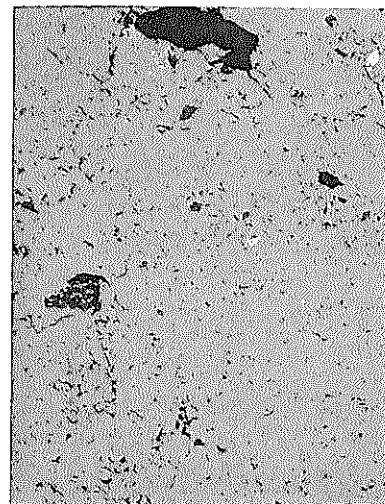
As Etched

As Polished

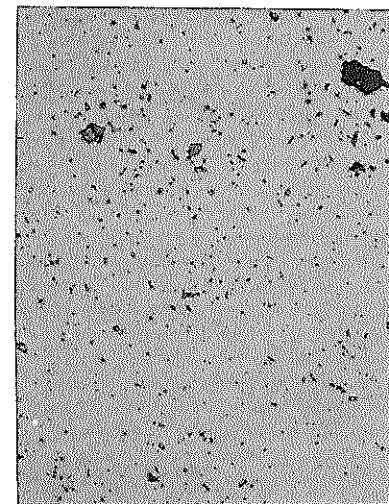
RT - 2 - 55 - 5
乾回添加率 : 55 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm



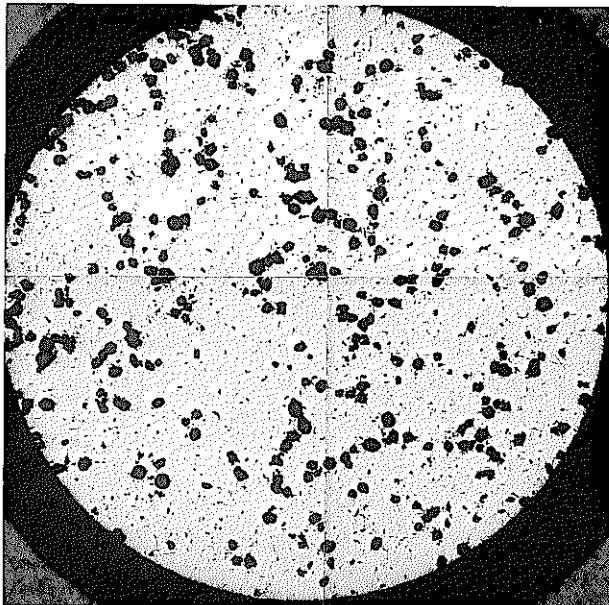
25 μm
×400



50 μm
×200

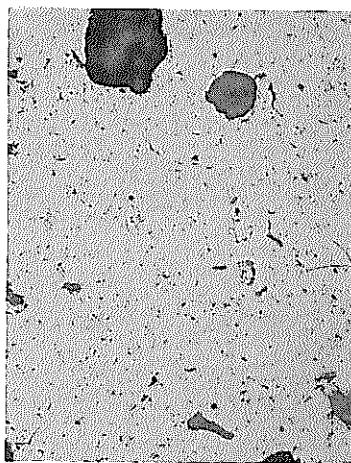


金相写真63 (RT - 2 - 55 - 5)



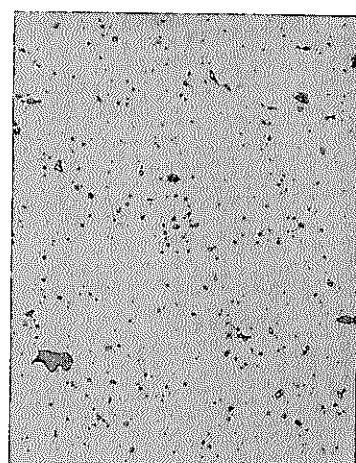
As Polished

R T : 2 - 5 5 - 6
 乾回添加率 : 55 w/o
 P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
 焼結溫度 : 1750°C
 雾 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
 結晶粒径 : 7 μm

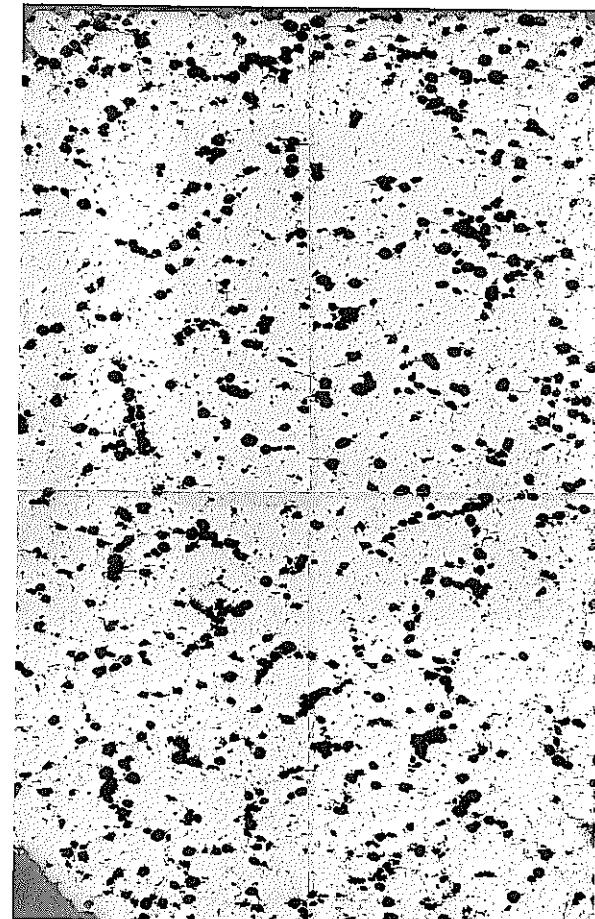


MICRO

50 μ m
x200



25 μ m
x400



MACRO

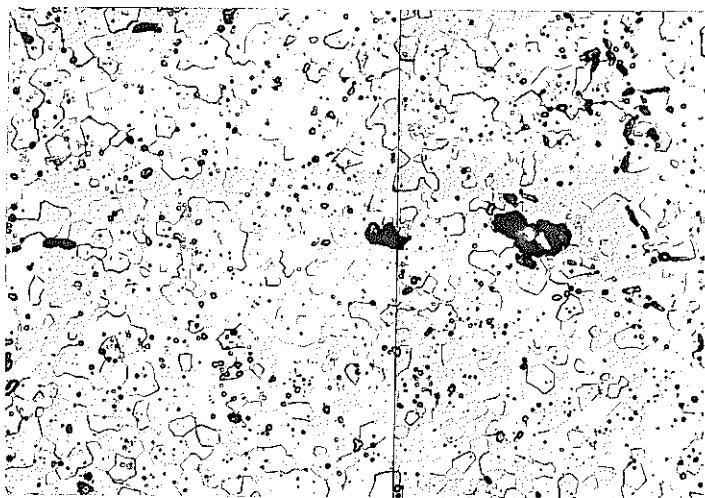
500 μ m
x20

金相写真64 (R T - 2 - 5 5 - 6)

As Etched

As Polished

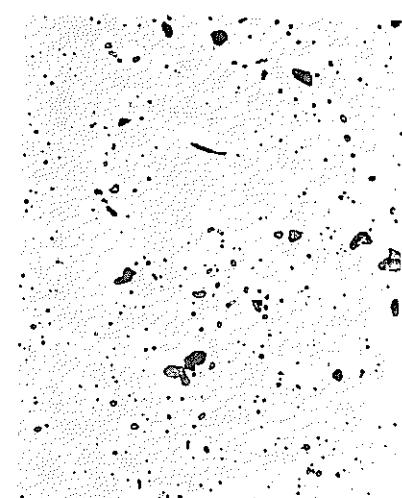
RT - 2 - 55 - 6
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒後
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 7 μm



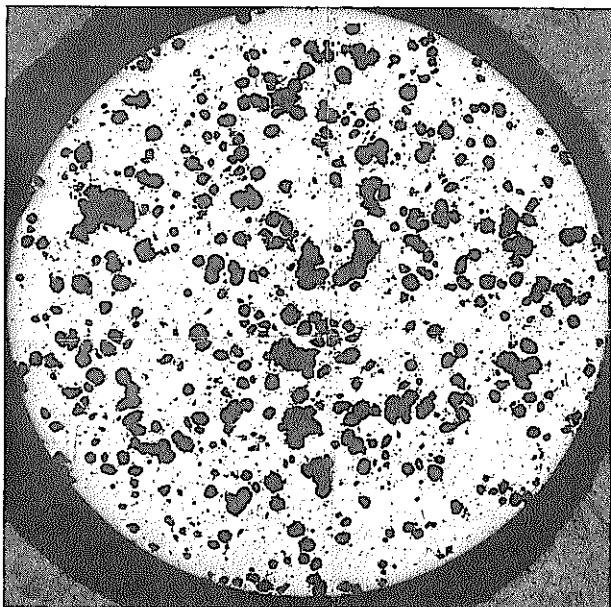
25 μm
×400



50 μm
×200



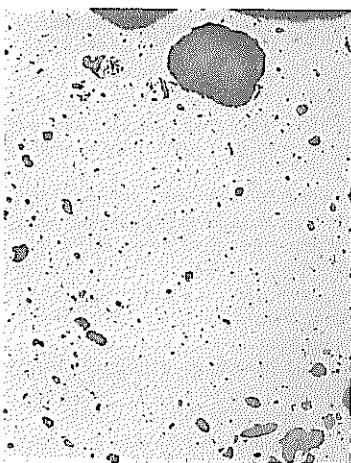
金相写真65 (RT - 2 - 55 - 6)



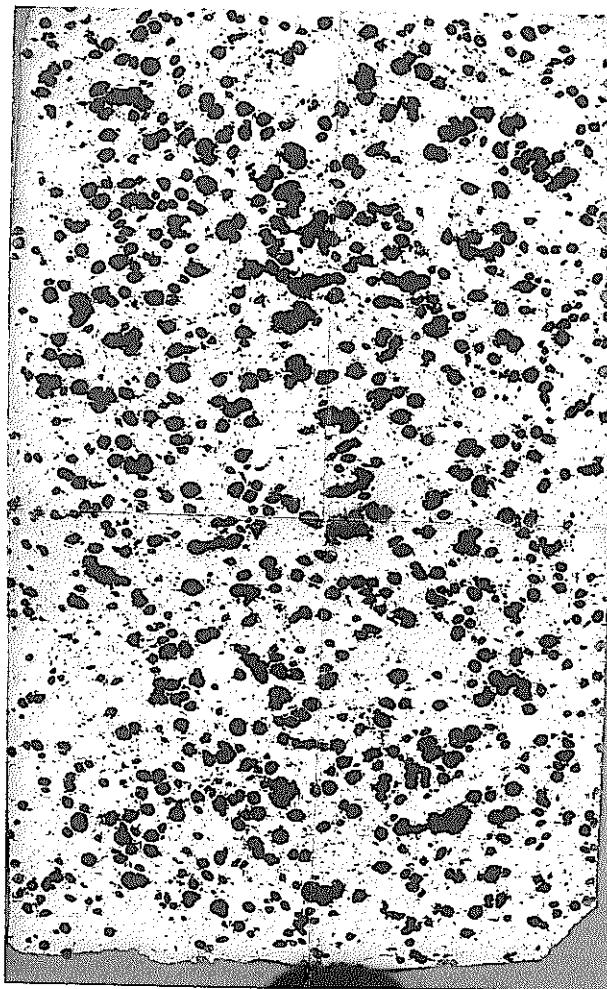
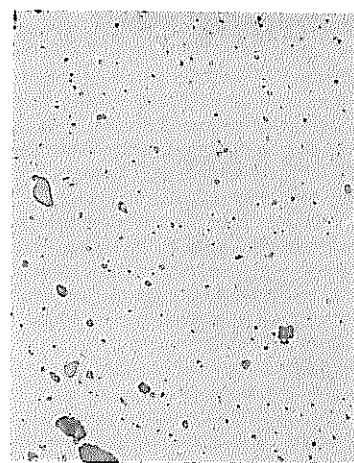
RT - 3 - 0 0 - 1
乾固添加率 : 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 6 9 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結 晶 粒 径 : 4 μm

500 μm
×20

MACRO



50 μm
×200



500 μm
×20

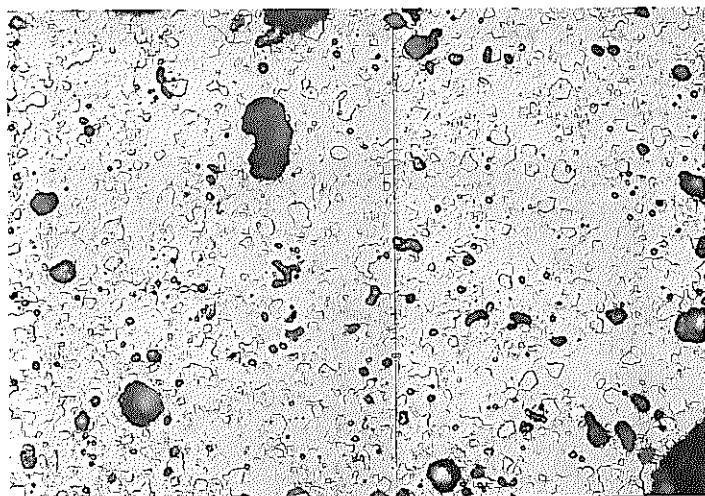
金相写真66 (R T - 3 - 0 0 - 1)

As Etched

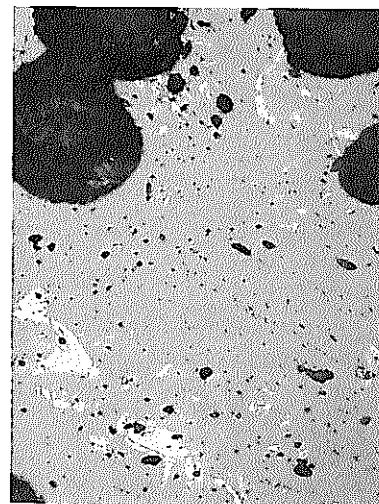
As Polished

R T - 3 - 0 0 - 1

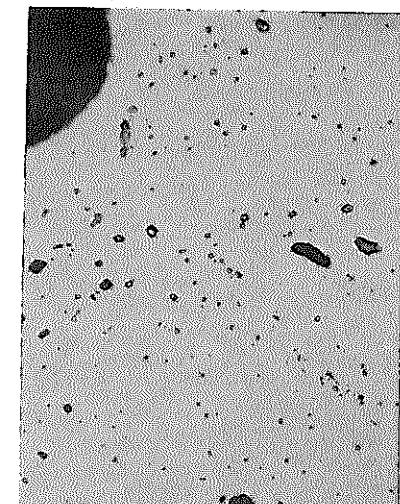
乾回添加率 : 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
焼結粒径 : 4 μm



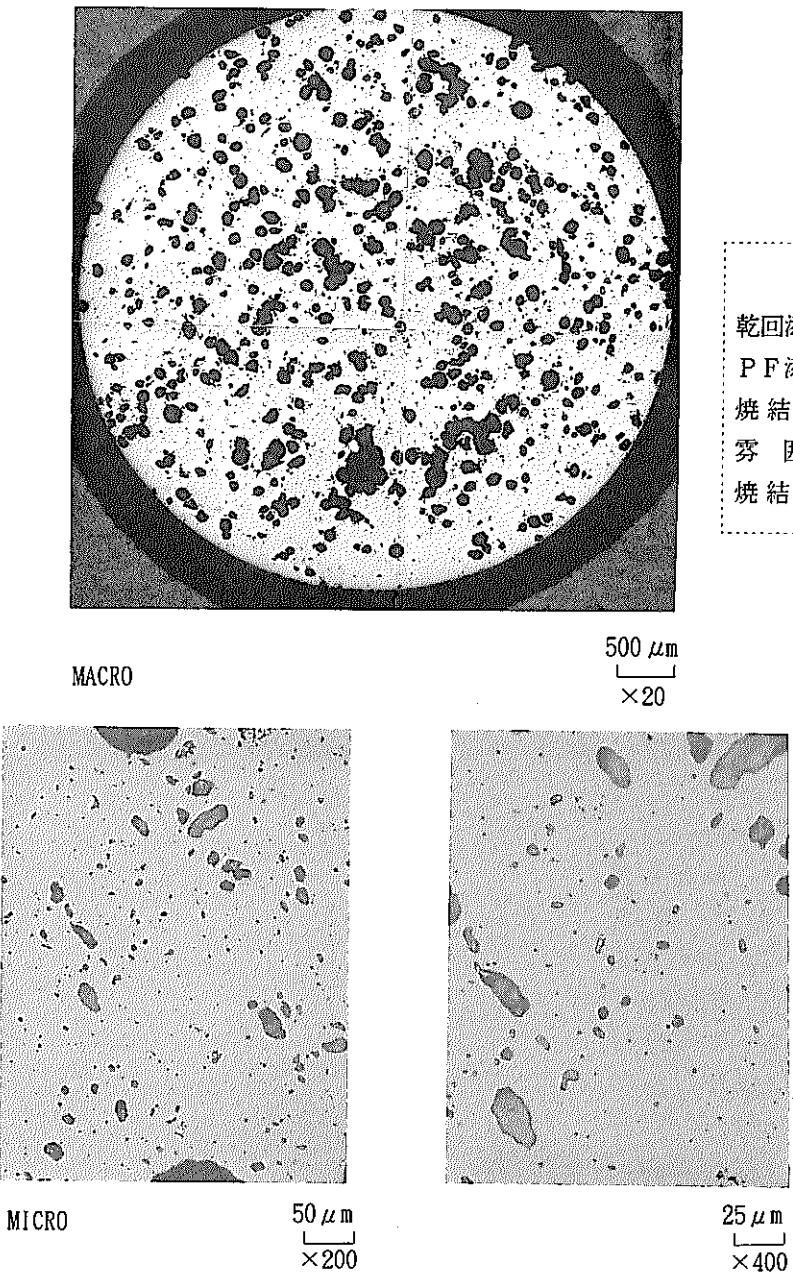
25 μm
×400



50 μm
×200

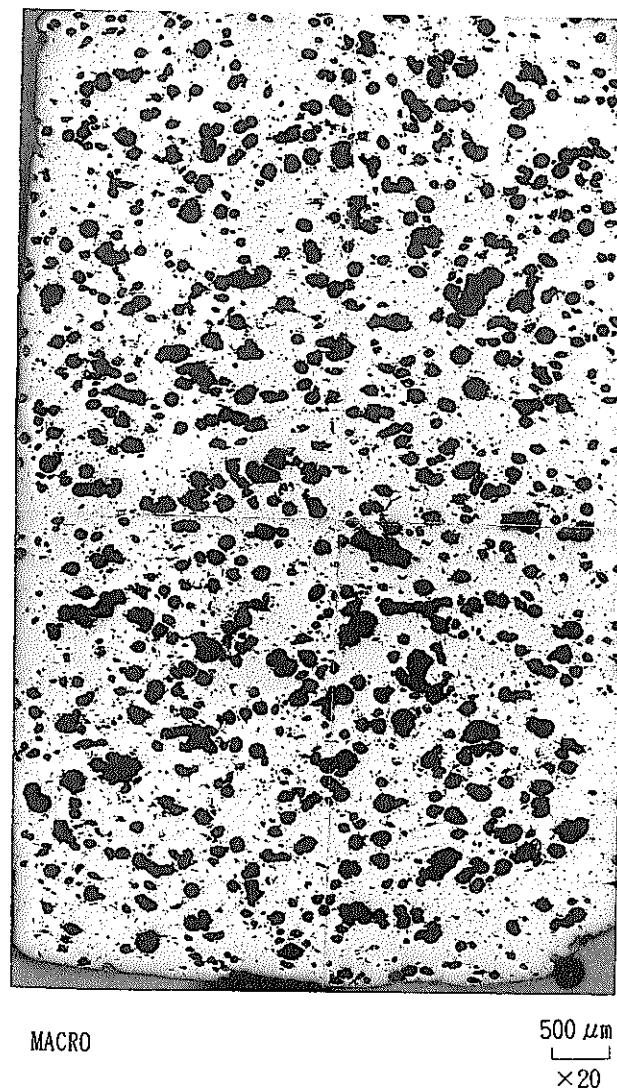


金相写真67 (R T - 3 - 0 0 - 1)



As Polished

RT-3-00-2
乾回添加率 : 0 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
焼結粒径 : 6 μm

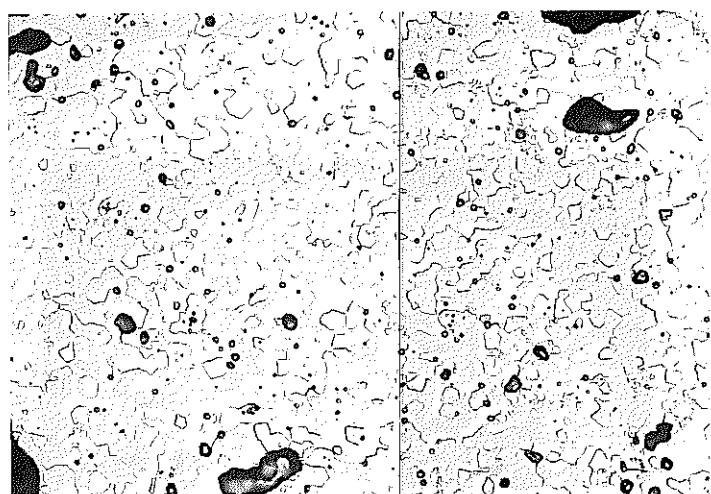


金相写真68 (RT-3-00-2)

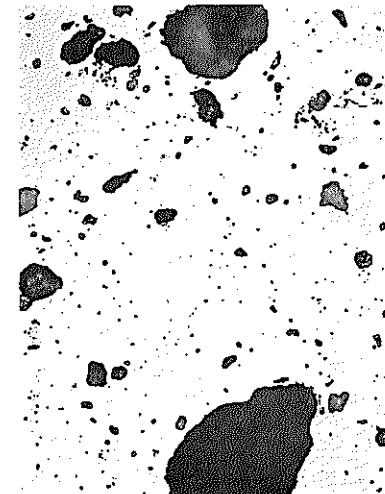
As Etched

As Polished

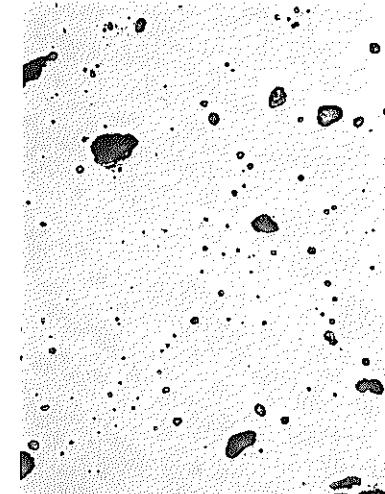
RT - 3 - 0 0 - 2
乾回添加率 : 0 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 6 μm



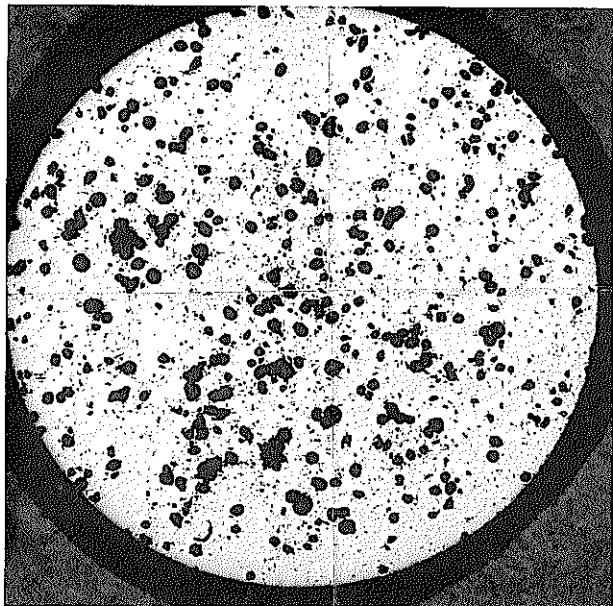
25 μm
×400



50 μm
×200



金相写真69 (RT - 3 - 0 0 - 2)

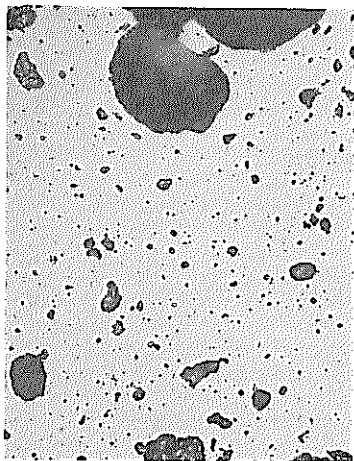


As Polished

RT - 3 - 0 0 - 3
乾回添加率 : 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 5 μm

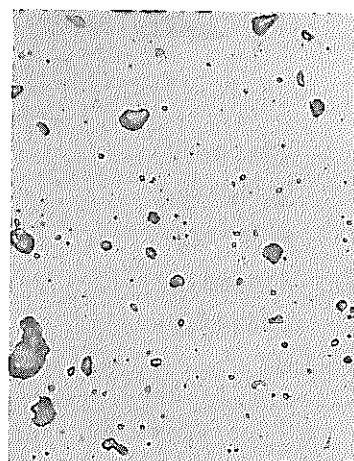
MACRO

500 μm
×20

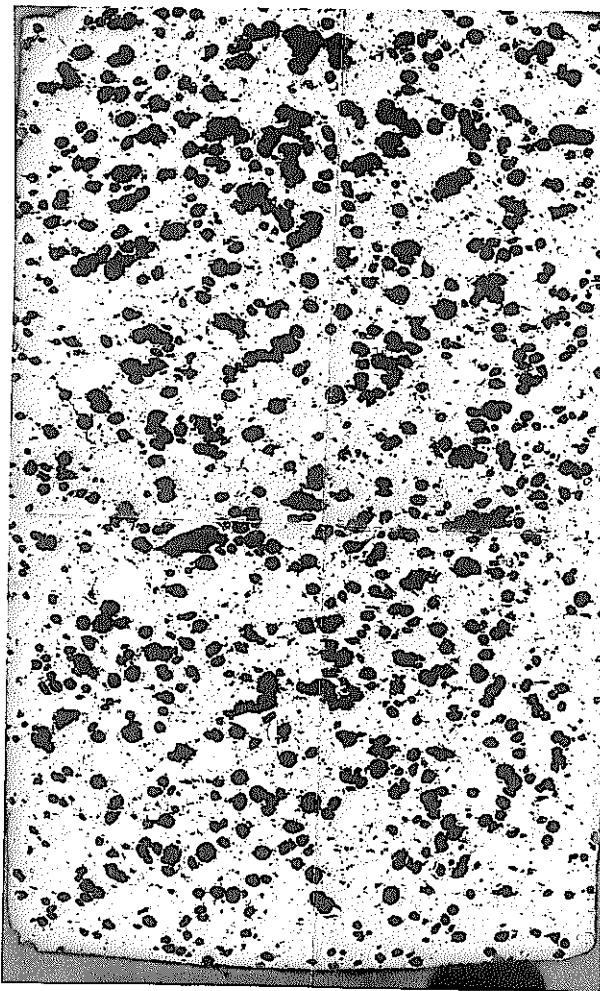


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

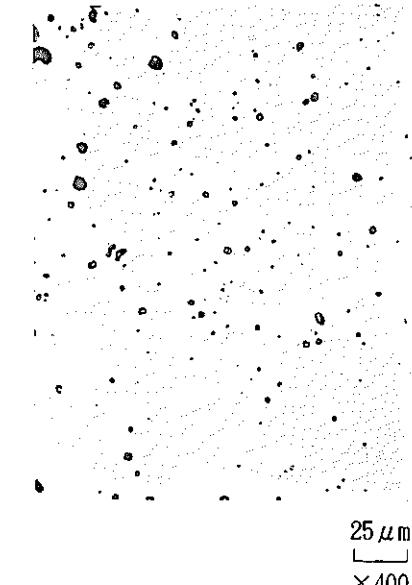
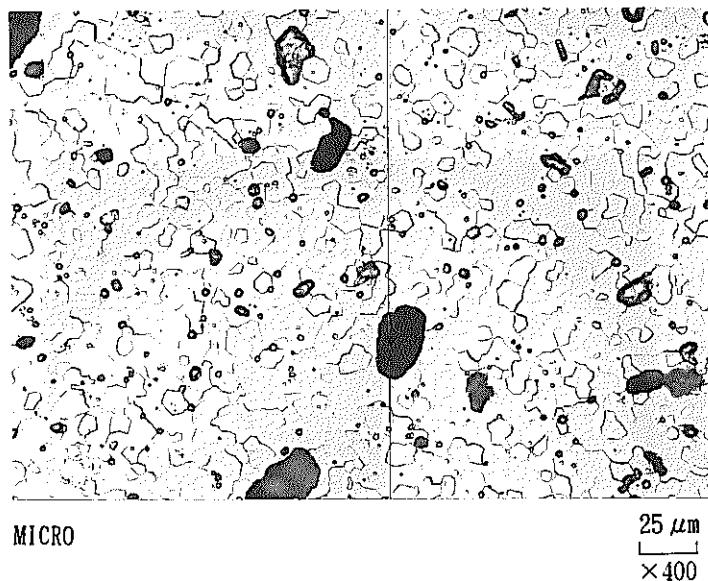
500 μm
×20

金相写真70 (R T - 3 - 0 0 - 3)

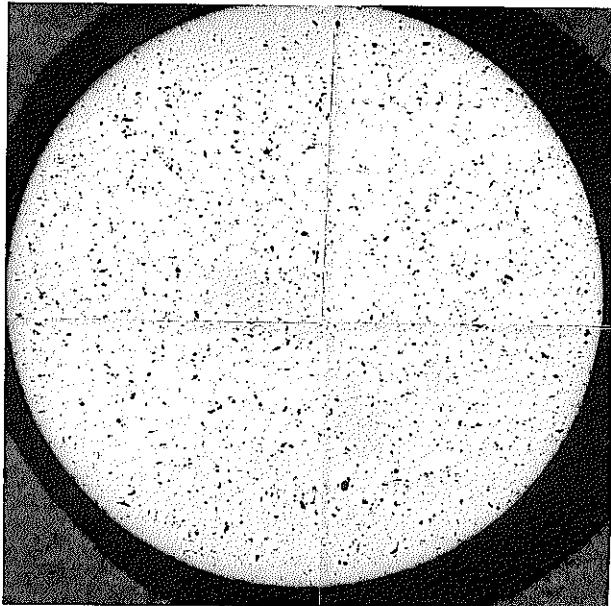
As Etched

As Polished

RT - 3 - 0 0 - 3
乾回添加率 : 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm



金相写真71 (RT - 3 - 0 0 - 3)

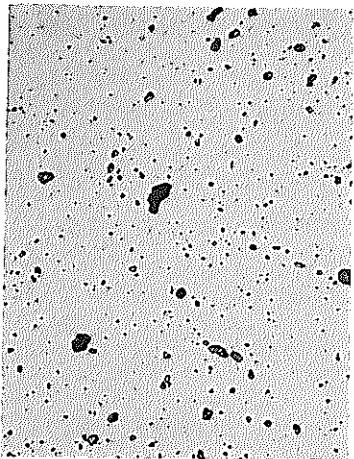


As Polished

RT - 3 - 25 - 1
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm

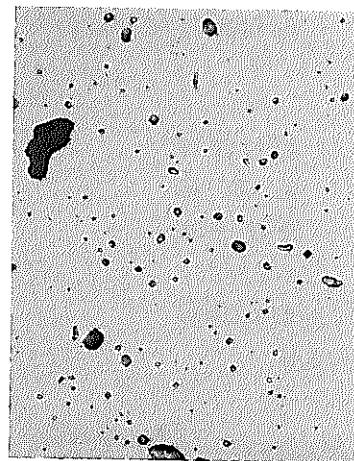
MACRO

500 μm
×20

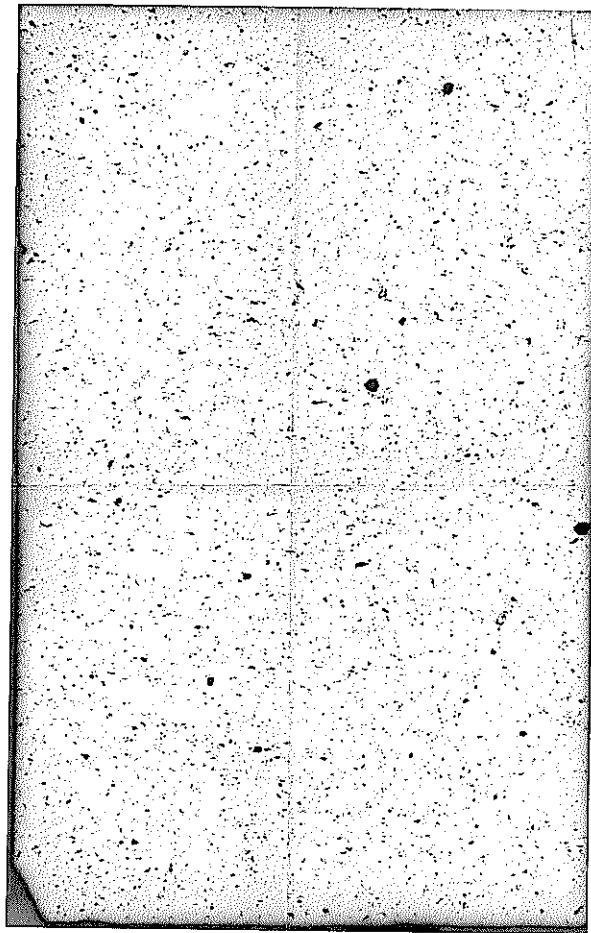


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

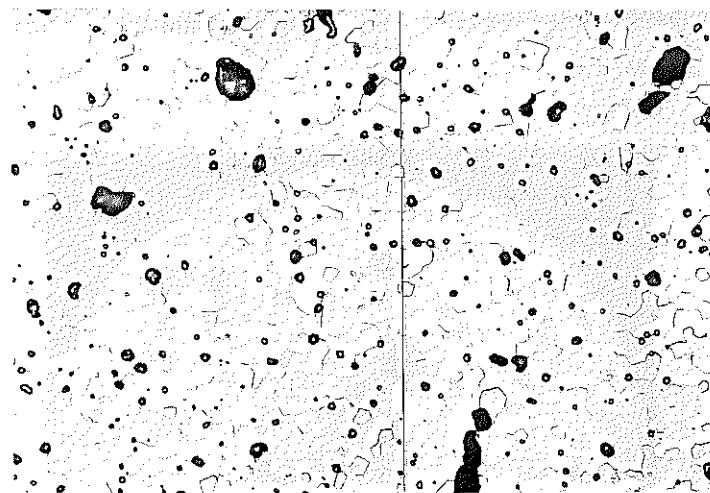
500 μm
×20

金相写真72 (RT - 3 - 25 - 1)

As Etched

As Polished

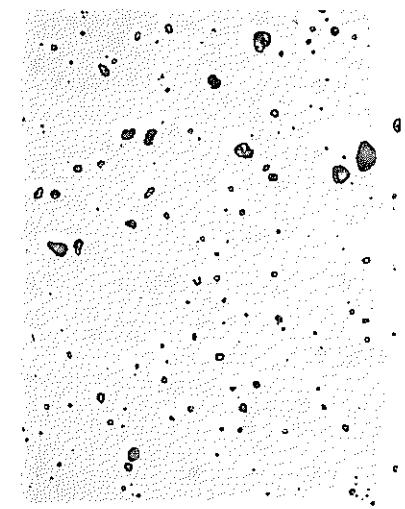
RT - 3 - 25 - 1
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 4 μm



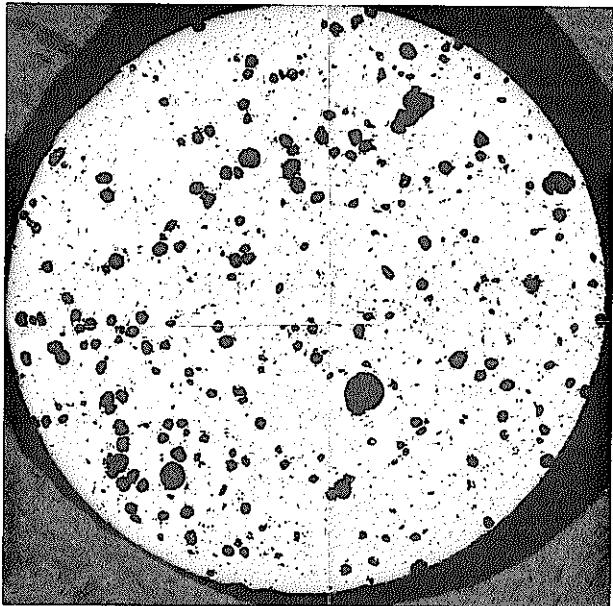
25 μm
×400



50 μm
×200



金相写真73 (RT - 3 - 25 - 1)

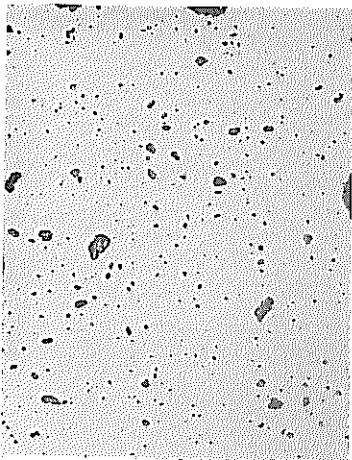


As Polished

RT - 3 - 25 - 2
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 7 μm

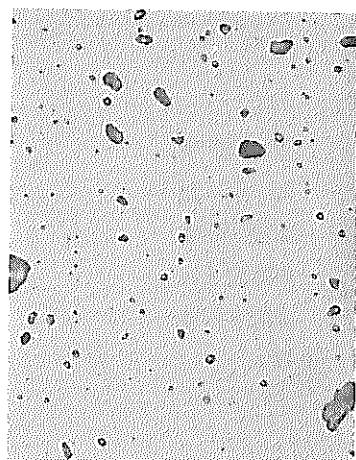
MACRO

500 μm
×20

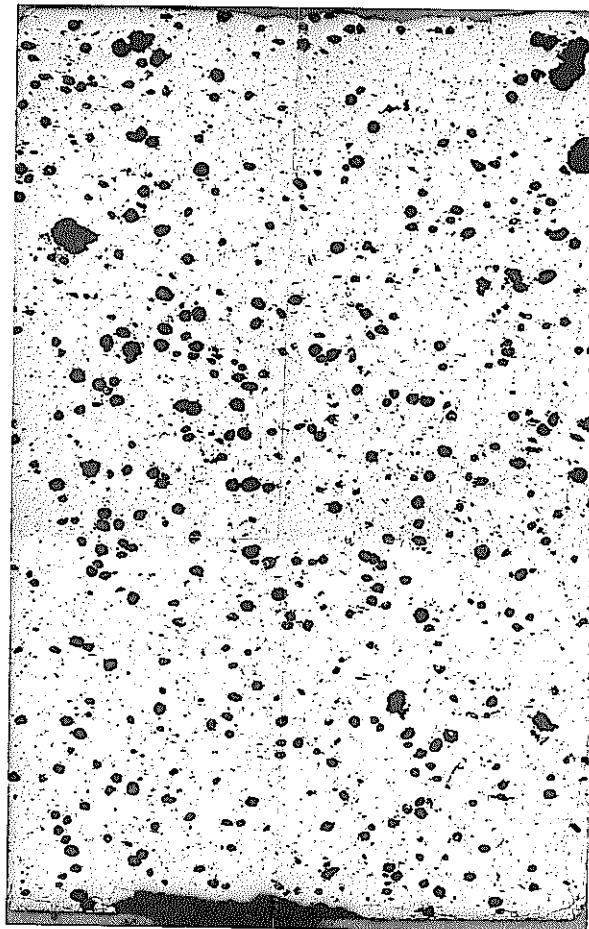


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

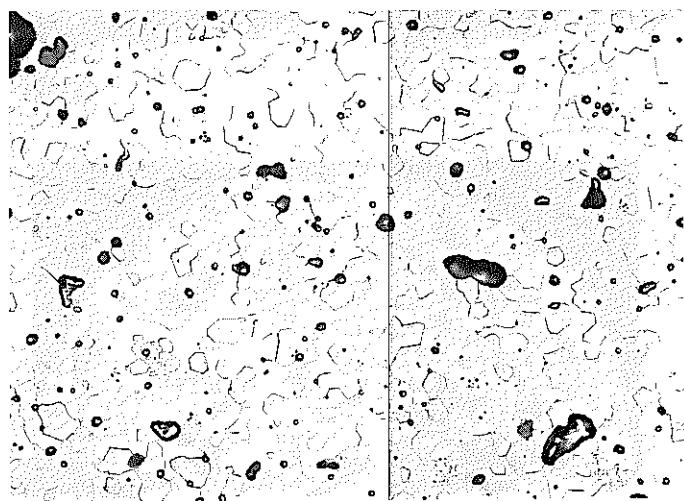
500 μm
×20

金相写真74 (RT - 3 - 25 - 2)

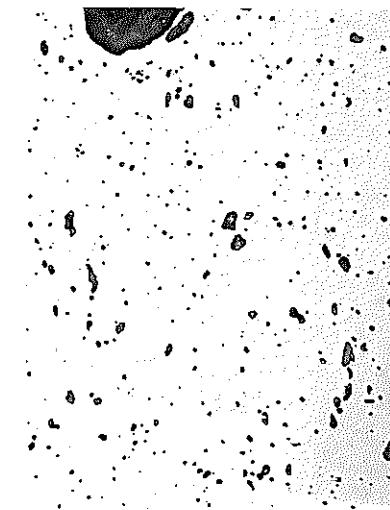
As Etched

As Polished

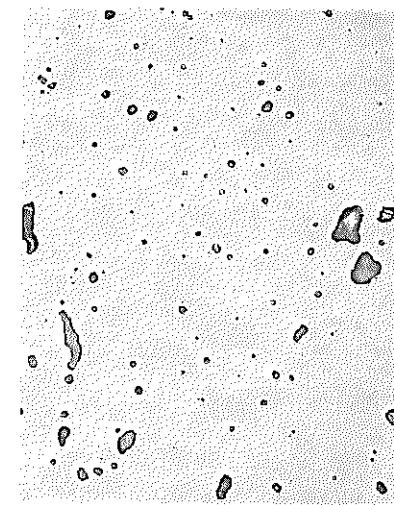
RT - 3 - 25 - 2
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 1 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 7 μm



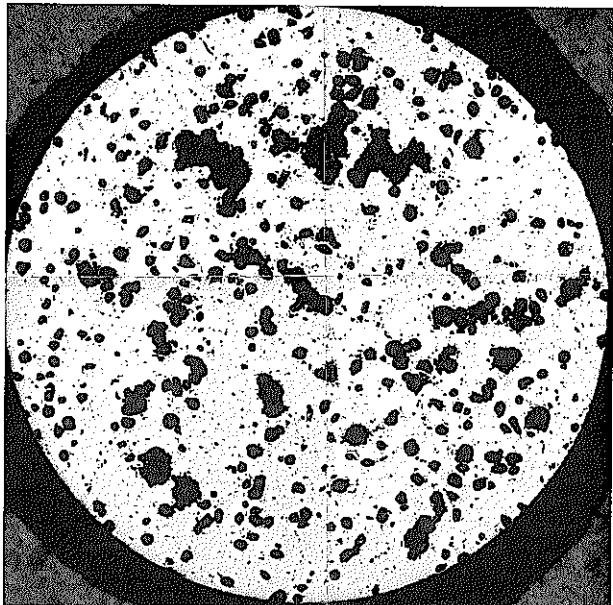
25 μm
×400



50 μm
×200



金相写真75 (RT - 3 - 25 - 2)

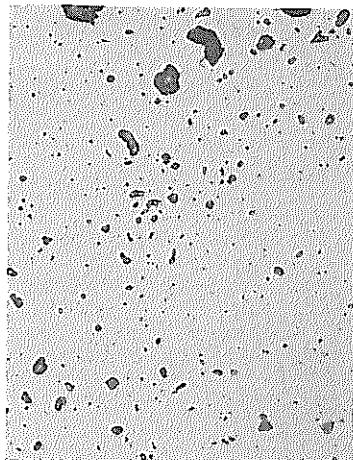


As Polished

RT - 3 - 25 - 3
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 6 μm

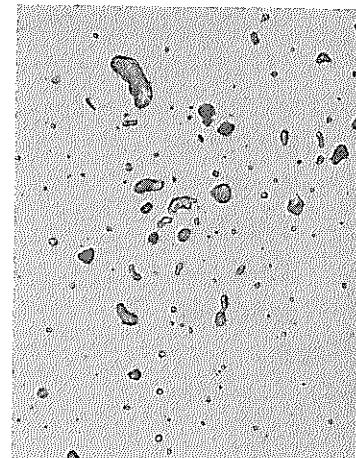
MACRO

500 μm
×20

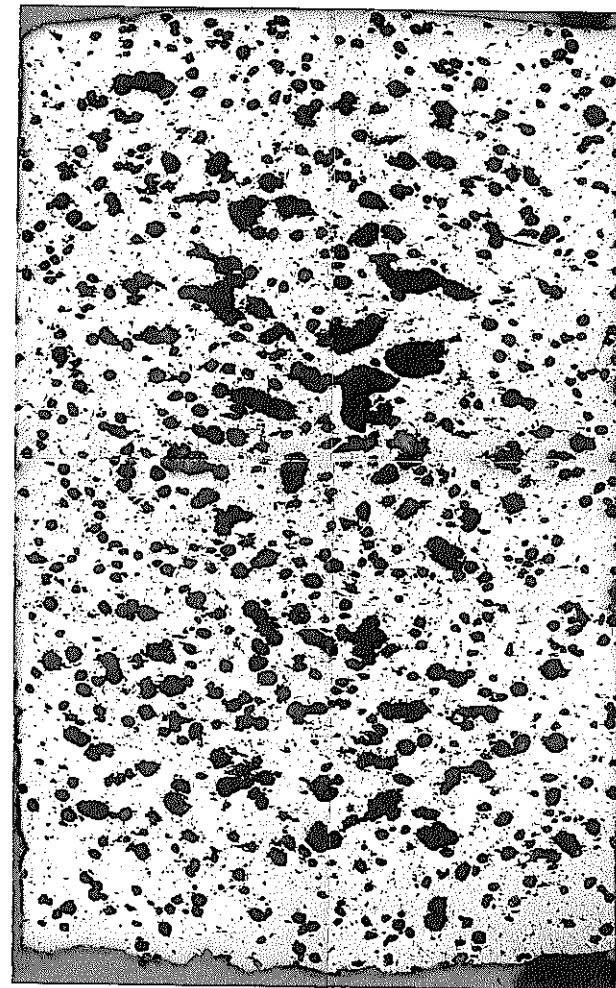


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

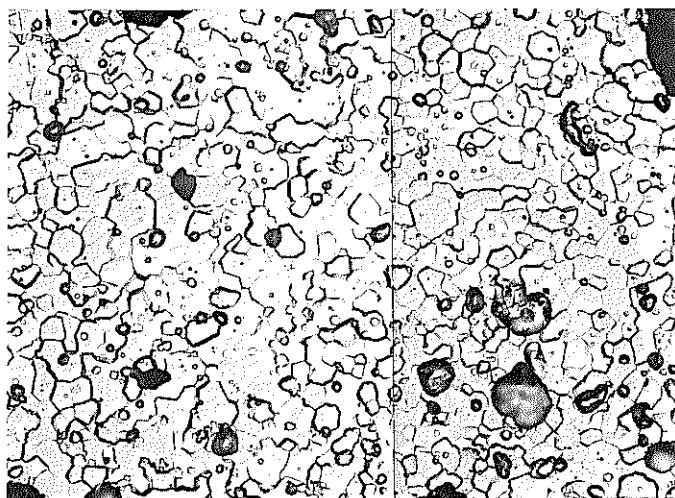
500 μm
×20

金相写真76 (RT - 3 - 25 - 3)

As Etched

As Polished

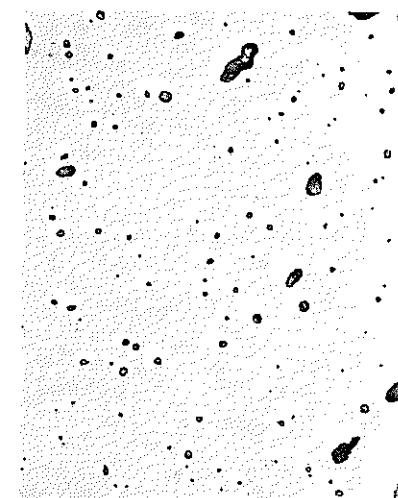
RT - 3 - 25 - 3
乾回添加率 : 25 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm



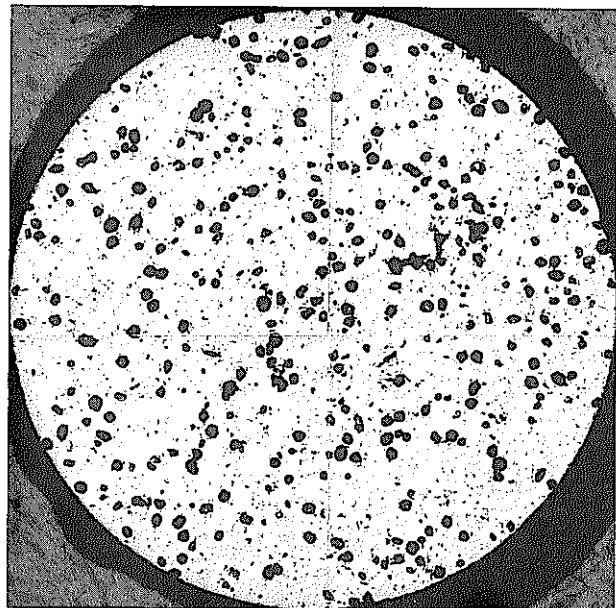
25 μm
×400



50 μm
×200

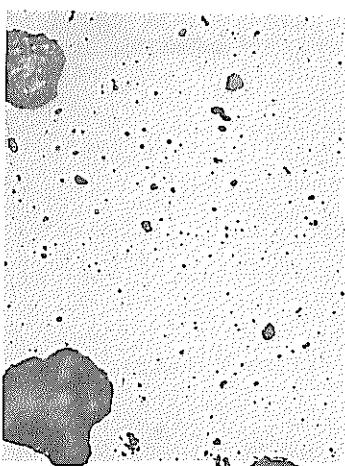


金相写真77 (RT - 3 - 25 - 3)



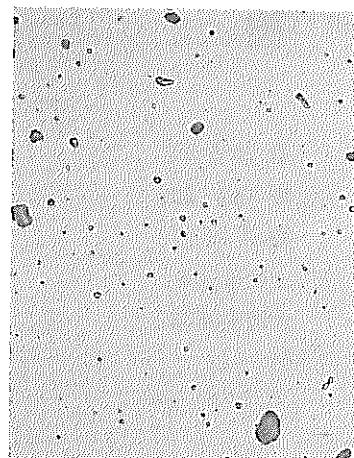
As Polished

R T - 3 - 5 5 - 1
 乾回添加率 : 55 w/o
 P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
 焼結温度 : 1720°C
 雾 围 気 : Ar-H₂ (5%)
 結晶粒径 : 6 μm

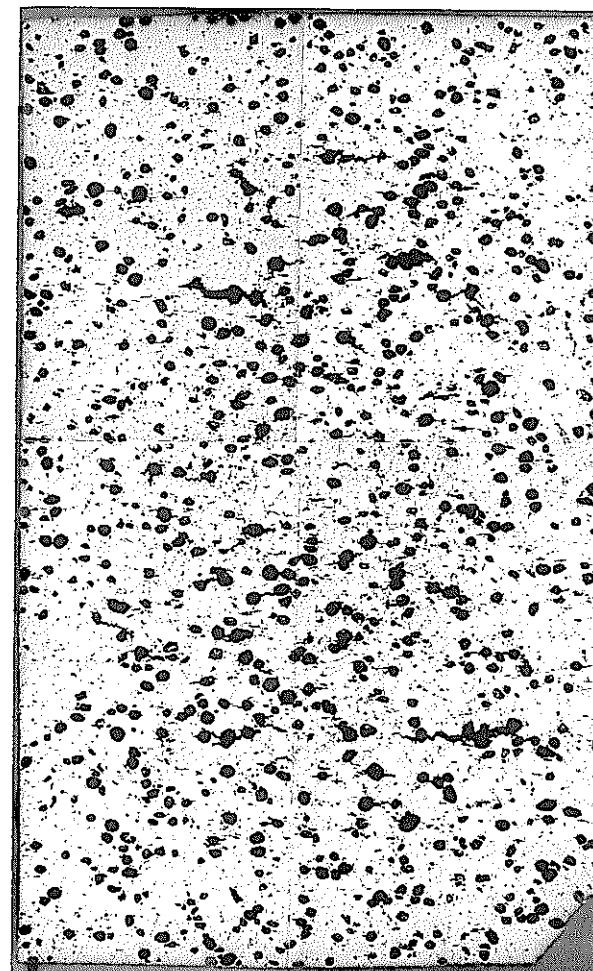


MICRO

50 μ m
x200



25 μ m
x400



MACRO

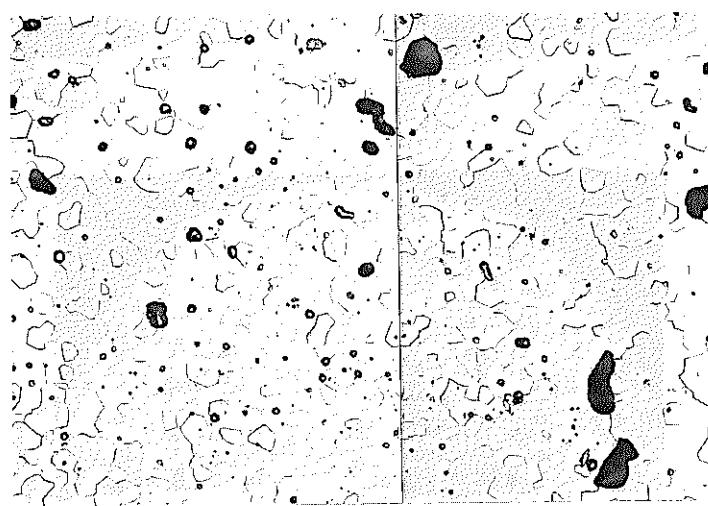
500 μ m
×20

金相写真78 (R T - 3 - 5 5 - 1)

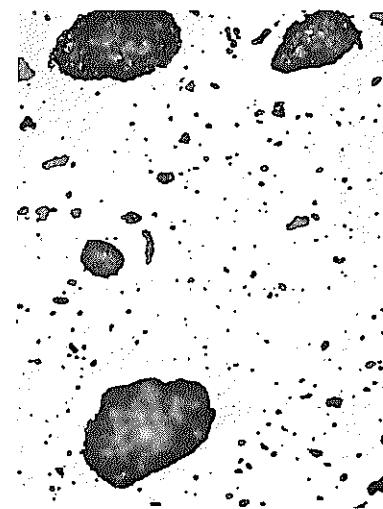
As Etched

As Polished

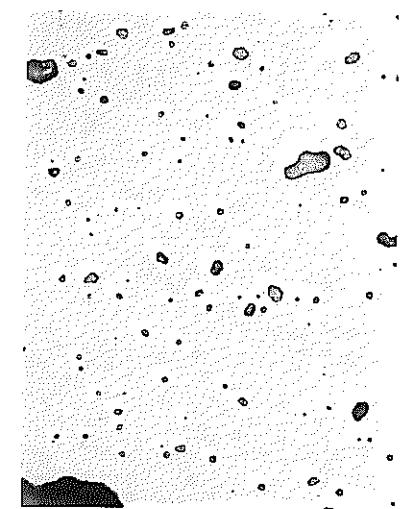
RT - 3 - 55 - 1
乾回添加率 : 55 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 6 μm



25 μm
×400

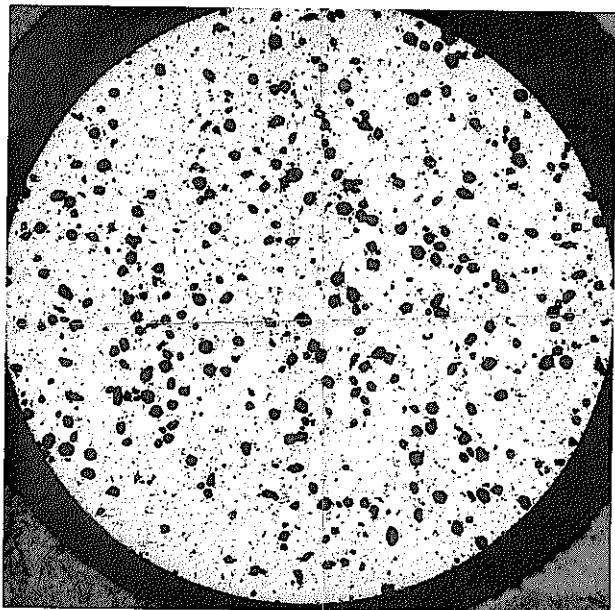


50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真79 (RT - 3 - 55 - 1)

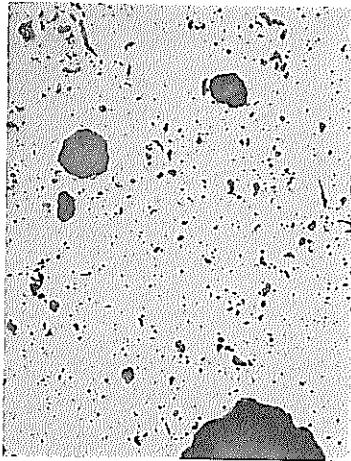


As Polished

RT - 3 - 70 - 1
乾回添加率 : 70 w/o
PF 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 6 μm

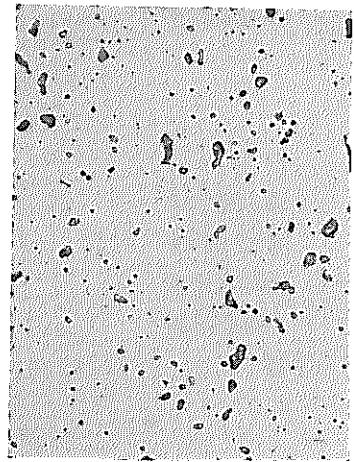
MACRO

500 μm
×20

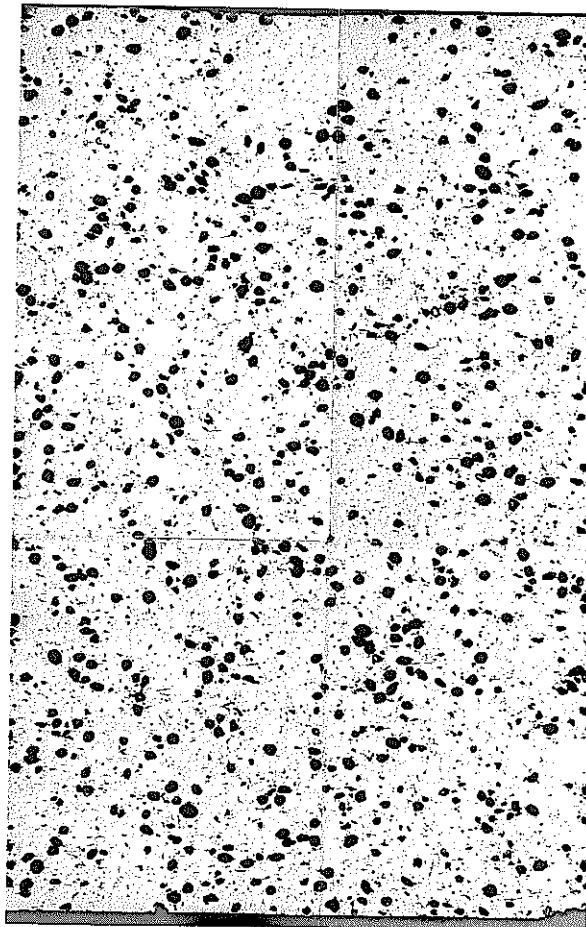


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真80 (RT - 3 - 70 - 1)

As Etched

As Polished

R T - 3 - 7 0 - 1

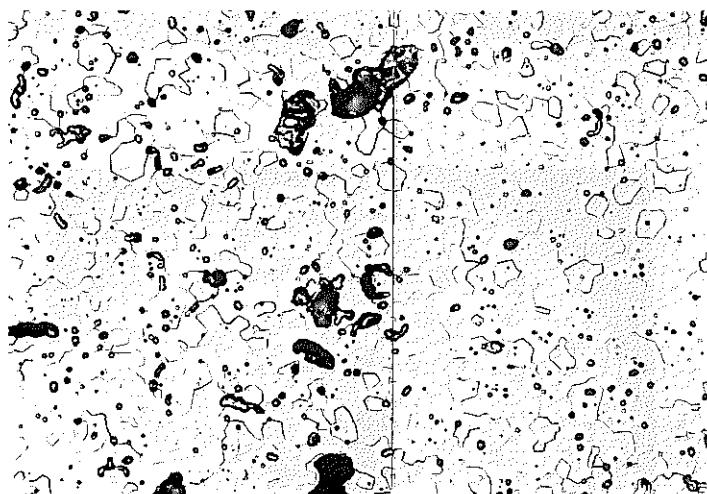
乾回添加率 : 7 0 w/o

P F 添加率 : 2 w/o 造粒前

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

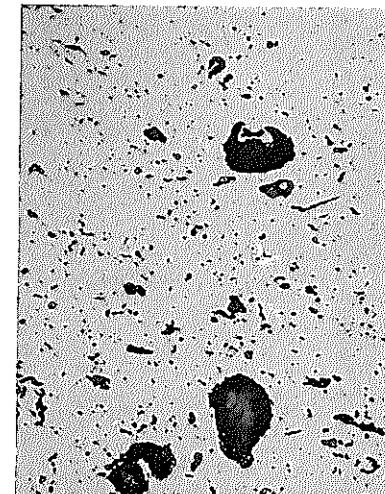
雰 囲 気 : A r - H₂ (5 %)

結晶粒径 : 6 μm



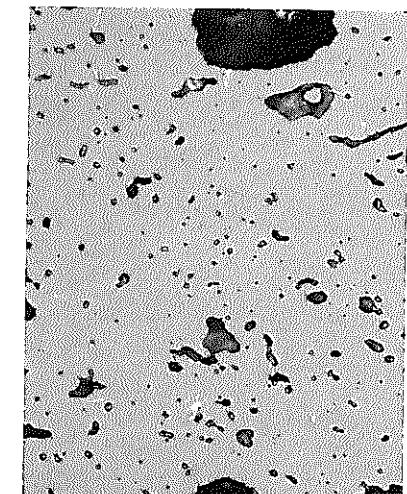
MICRO

25 μm
×400



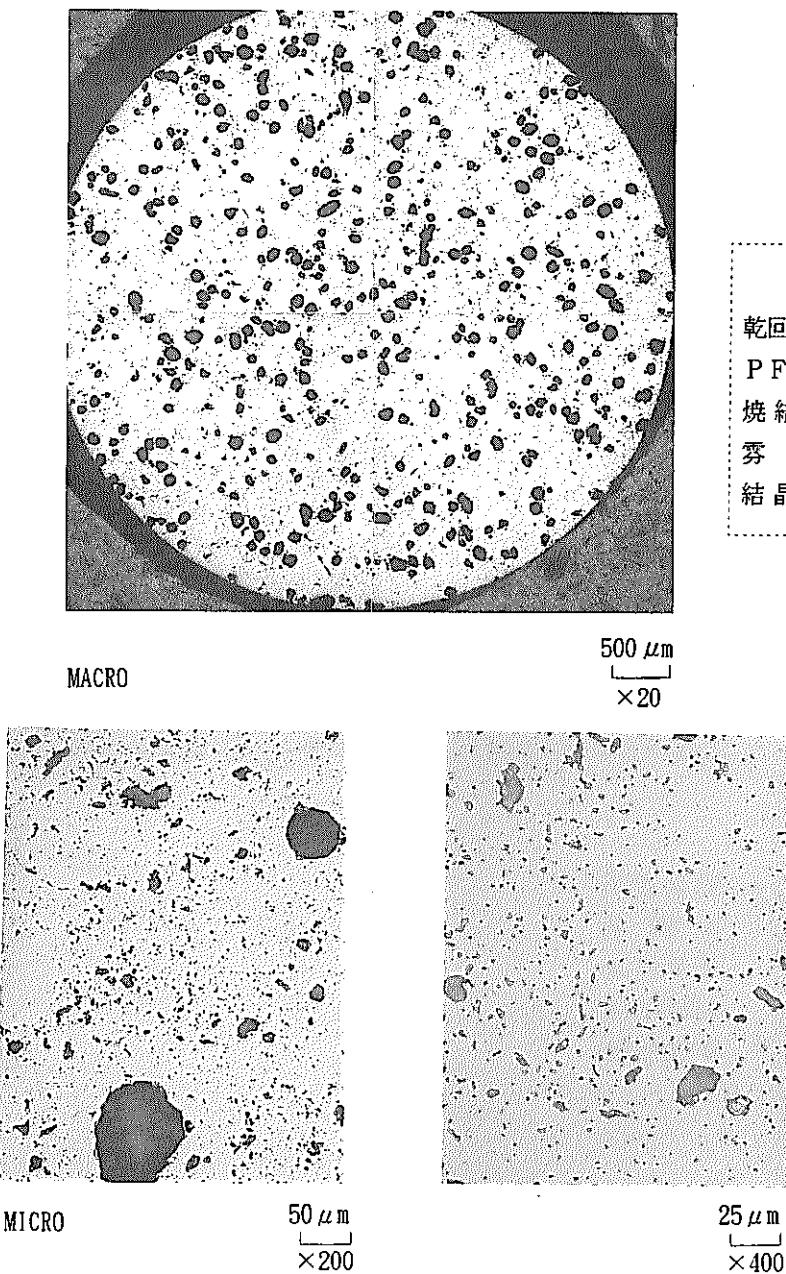
MICRO

50 μm
×200



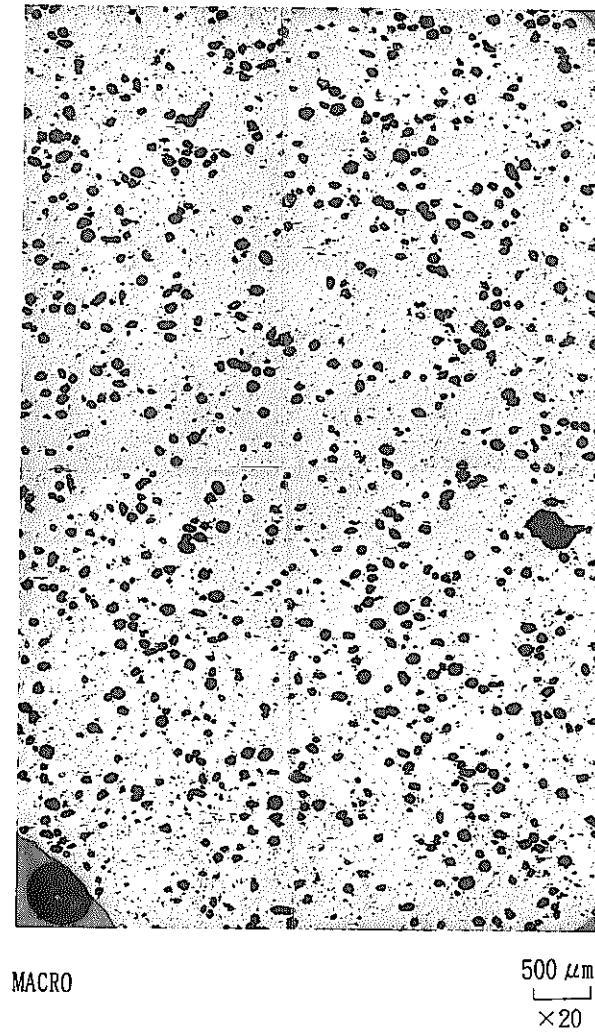
25 μm
×400

金相写真81 (R T - 3 - 7 0 - 1)



As Polished

RT - 3 - 1 0 0 - 1
乾回添加率 : 1 0 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 6 9 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm



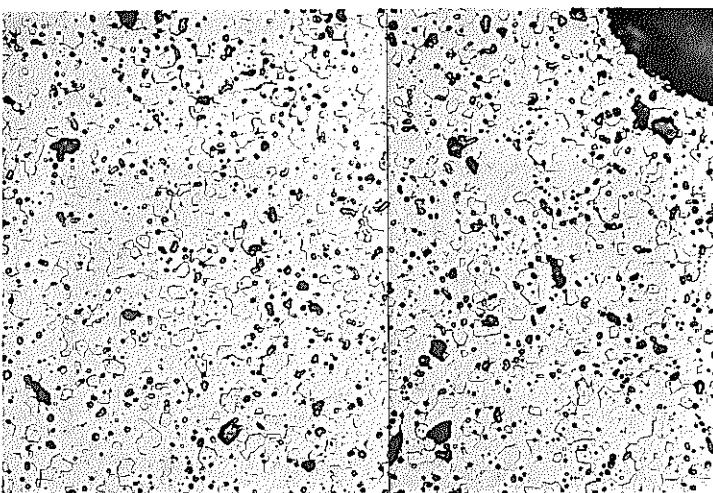
MACRO

金相写真82 (R T - 3 - 1 0 0 - 1)

As Etched

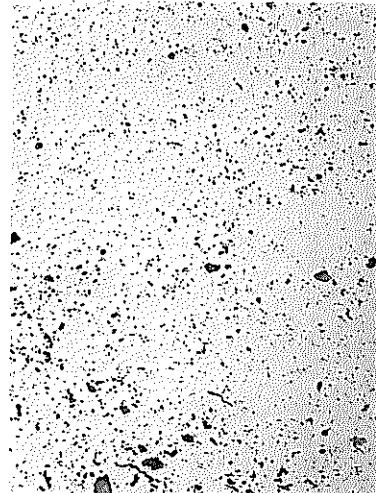
As Polished

RT - 3 - 100 - 1
乾回添加率 : 100 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 5 μm



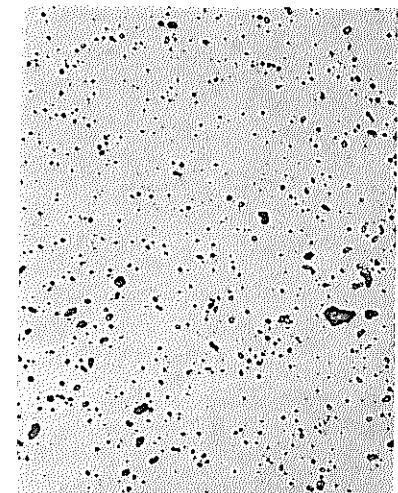
MICRO

25 μm
×400



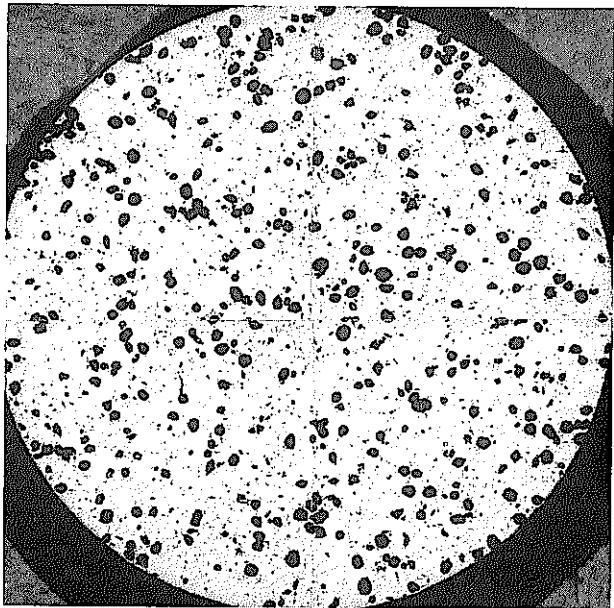
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真83 (RT - 3 - 100 - 1)

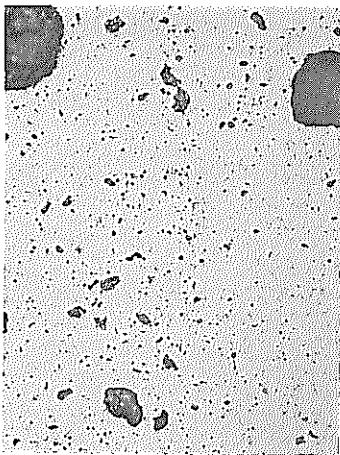


As Polished

RT - 3 - 100 - 2
乾回添加率 : 100 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)
結晶粒径 : 測定不可

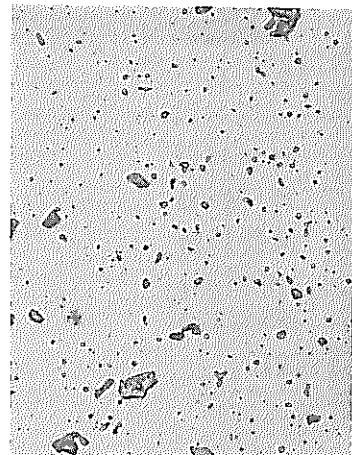
MACRO

500 μm
×20

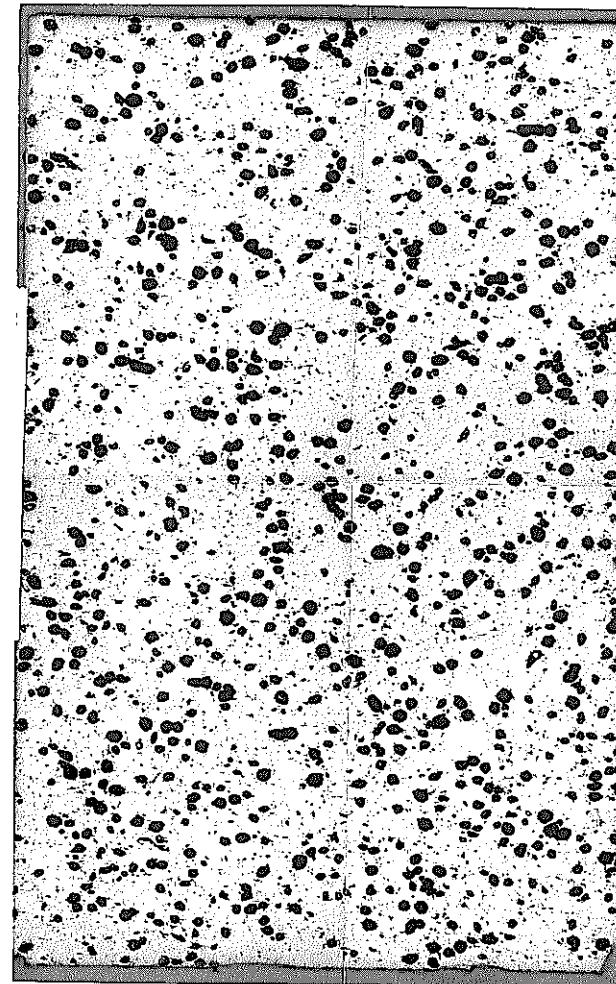


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400



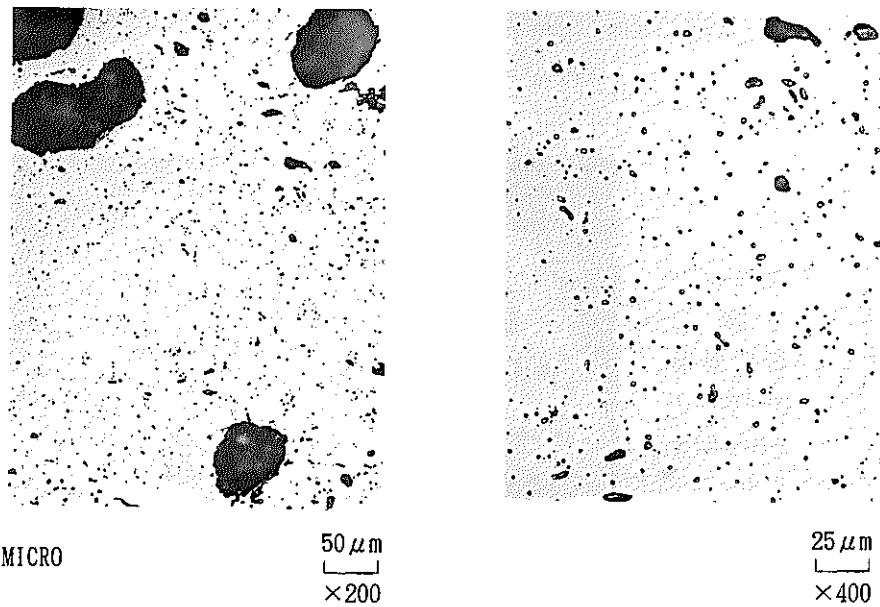
MACRO

500 μm
×20

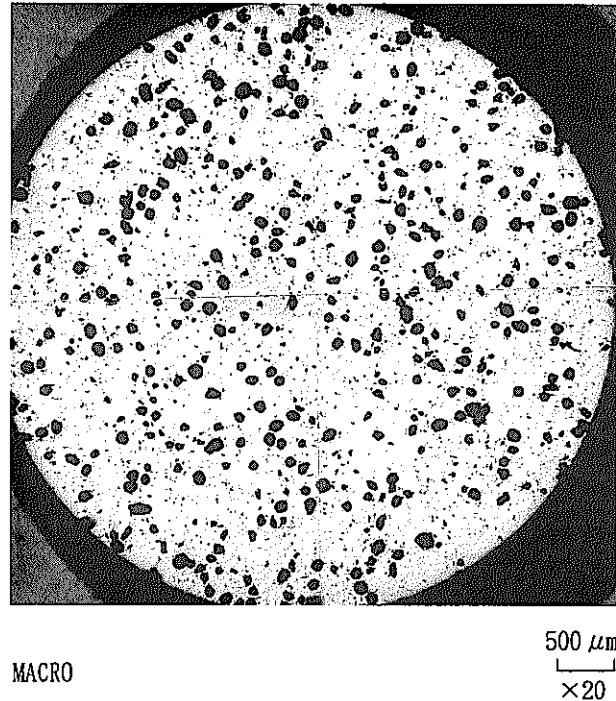
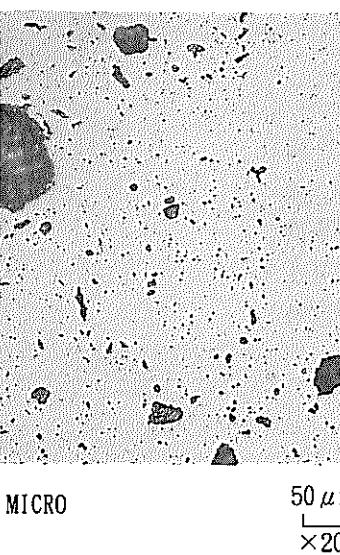
金相写真84 (RT - 3 - 100 - 2)

As Polished

RT - 3 - 100 - 2
乾回添加率 : 100 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1720°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 測定不可

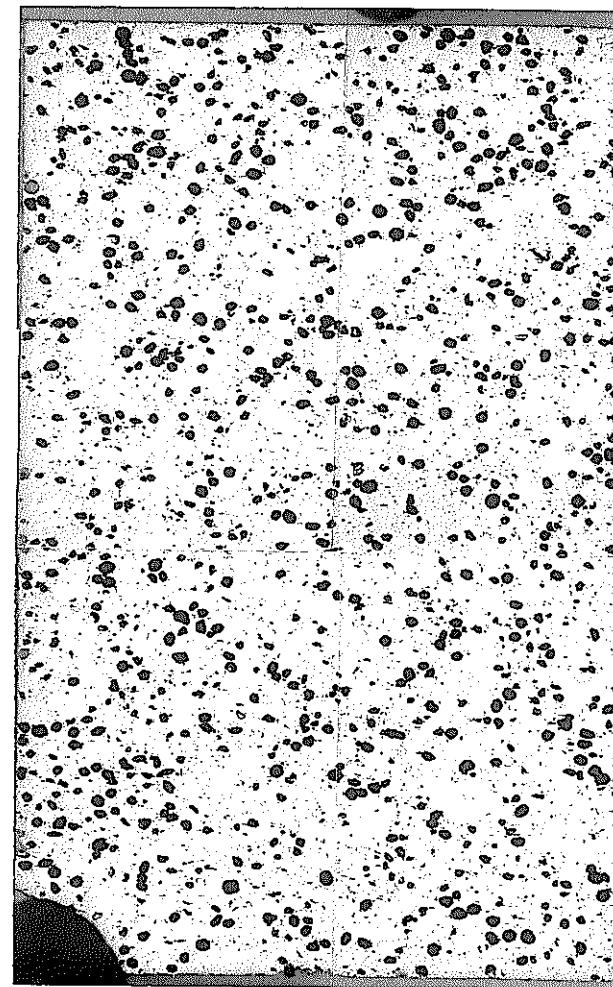


金相写真85 (RT - 3 - 100 - 2)



As Polished

RT - 3 - 1 0 0 - 3
乾回添加率 : 1 0 0 w/o
P F 添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1 7 5 0 °C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)
結晶粒径 : 7 μm

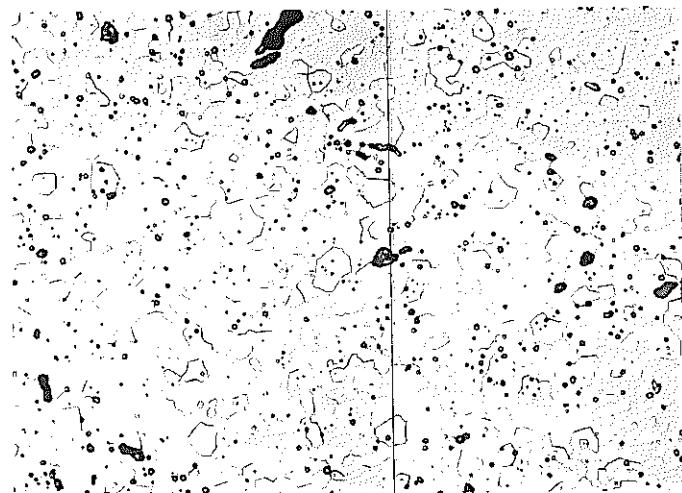


金相写真86 (R T - 3 - 1 0 0 - 3)

As Etched

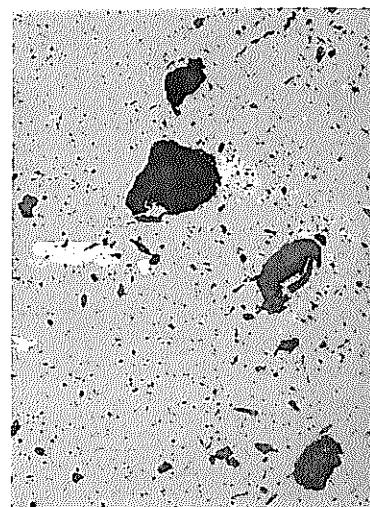
As Polished

RT - 3 - 100 - 3
乾回添加率 : 100 w/o
PF添加率 : 2 w/o 造粒前
焼結温度 : 1750°C
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径 : 7 μm



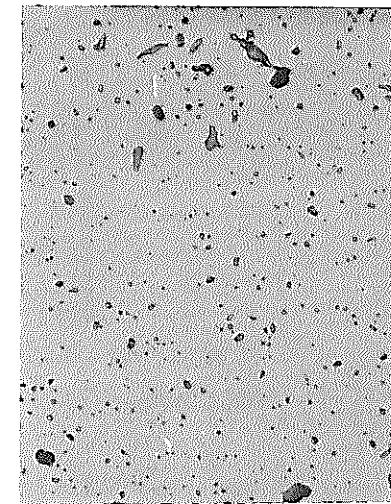
MICRO

25 μm
×400



MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真87 (RT - 3 - 100 - 3)

As Etched

R T - 1 - 2 5 - 1

乾回添加率 : 2 5 w/o

焼結温度 : 1690°C → 1740°C × 24hr

雰囲気 : Ar - H₂ (5 %)

結晶粒径 : 1 2 μm

As Etched

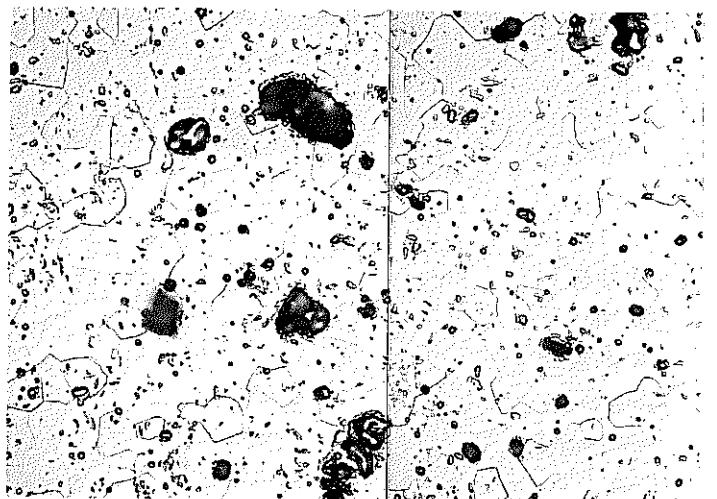
R T - 1 - 2 5 - 3

乾回添加率 : 2 5 w/o

焼結温度 : 1750°C → 1740°C × 24hr

雰囲気 : Ar - H₂ (5 %)

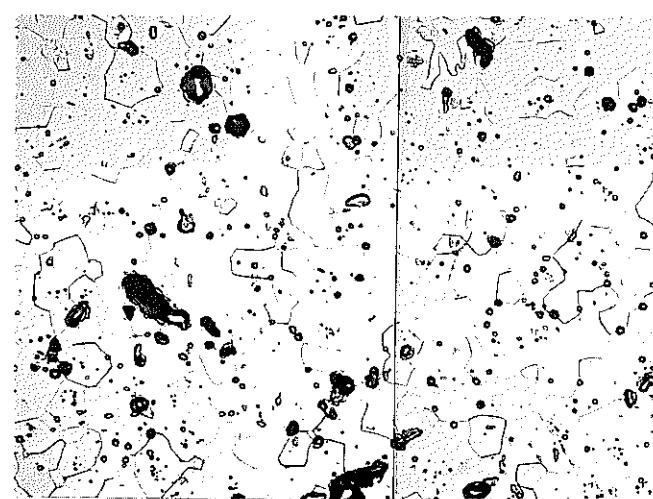
結晶粒径 : 1 5 μm



MICRO

25 μm
×400

金相写真88 (R T - 1 - 2 5 - 1)



MICRO

25 μm
×400

金相写真89 (R T - 1 - 2 5 - 3)

As Etched

As Etched

RT - 1 - 5 5 - 1

乾回添加率 : 5 5 w/o

焼結温度 : 1690°C → 1740°C × 24hr

雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)

結 晶 粒 径 : 1 4 μm

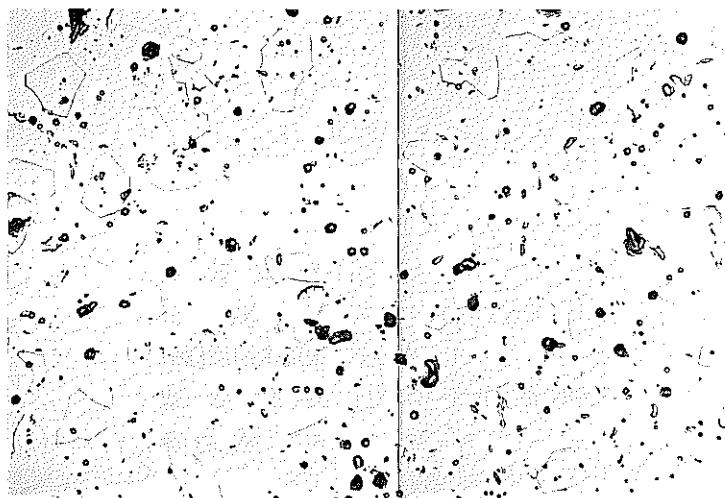
RT - 1 - 5 5 - 3

乾回添加率 : 5 5 w/o

焼結温度 : 1750°C → 1740°C × 24hr

雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)

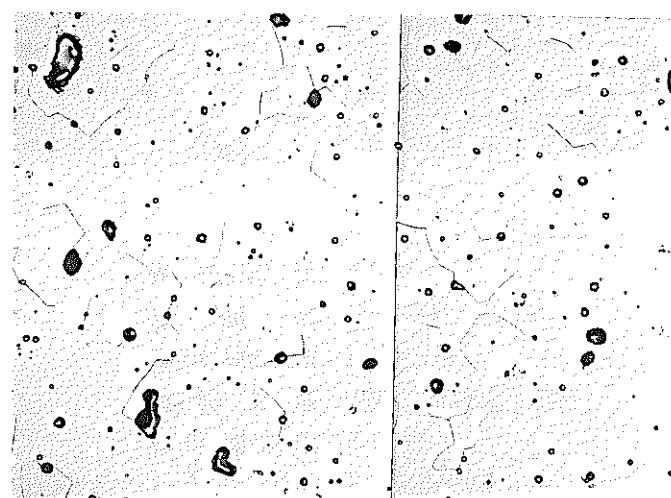
結 晶 粒 径 : 1 5 μm



MICRO

25 μm
[]
×400

金相写真90 (R T - 1 - 2 5 - 3)



MICRO

25 μm
[]
×400

金相写真91 (R T - 1 - 5 5 - 1)

As Etched

As Etched

RT - 2 - 1 3 - 1

乾 回 添加 率: 1 3 w/o

燒 結 溫 度: 1720°C → 1740°C × 24hr

造粒前 PP 添加 率: 2.0 w/o

雾 围 気: Ar - H₂ (5 %)

結 晶 粒 径: 9 μm

RT - 2 - 2 5 - 7

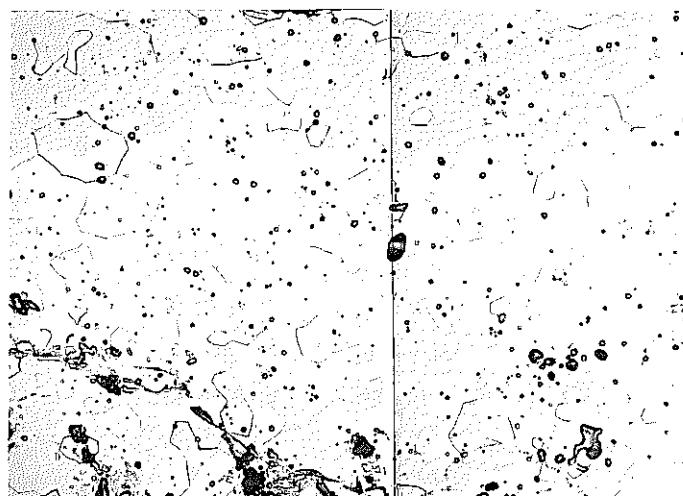
乾 回 添加 率: 2 5 w/o

燒 結 溫 度: 1690°C → 1740°C × 24hr

造粒前 PP 添加 率: 2.0 w/o

雾 围 気: Ar - H₂ (5 %)

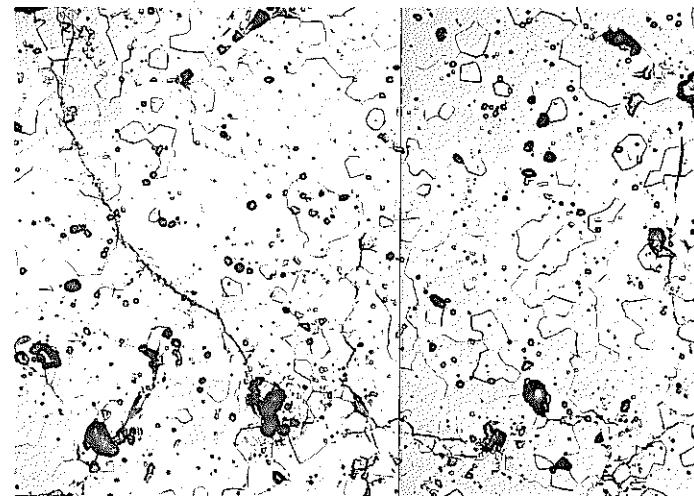
結 晶 粒 径: 9 μm



MICRO

25 μm
×400

金相写真92 (RT - 2 - 1 3 - 1)



MICRO

25 μm
×400

金相写真93 (RT - 2 - 2 5 - 7)

As Etched

R T - 2 - 2 5 - 8

乾回添加率: 25 w/o

焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr

造粒前PF添加率: 2.0 w/o

雰 囲 気: Ar-H₂ (5%)

結 晶 粒 径: 8 μm

As Etched

R T - 2 - 5 5 - 3

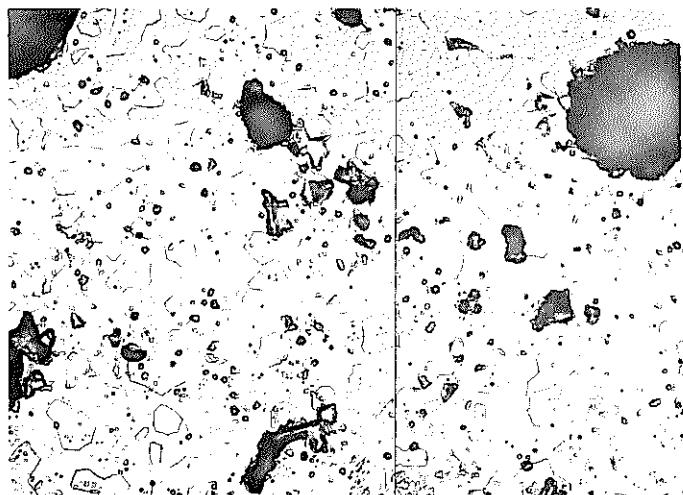
乾回添加率: 55 w/o

焼結温度: 1750°C → 1740°C × 24hr

造粒前PF添加率: 2.0 w/o

雰 囲 気: Ar-H₂ (5%)

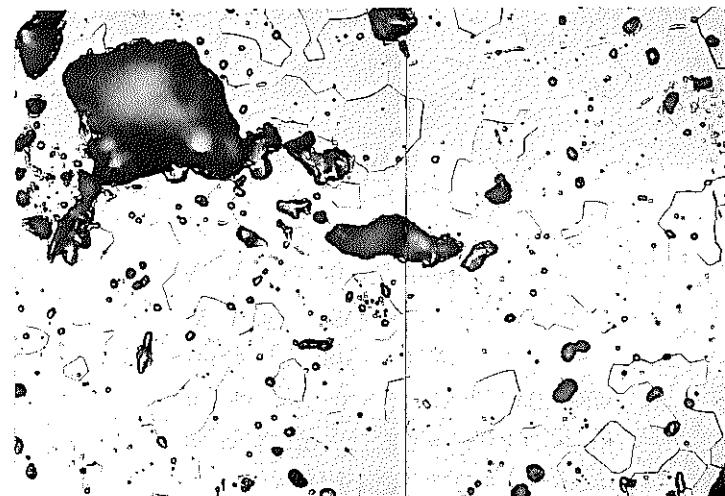
結 晶 粒 径: 13 μm



MICRO

25 μm
×400

金相写真94 (R T - 2 - 2 5 - 8)



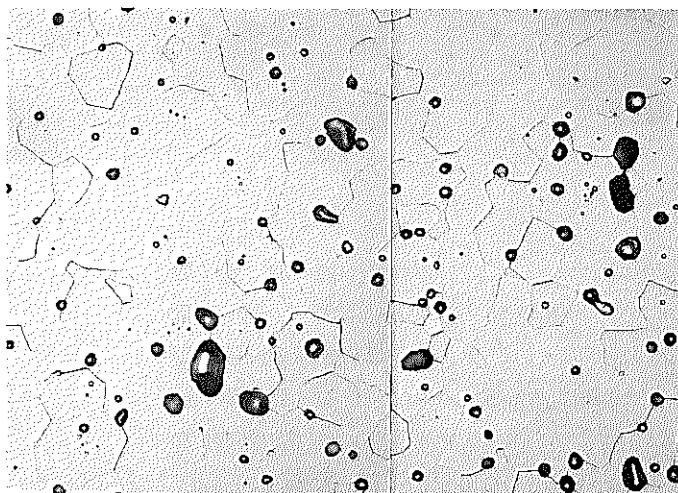
MICRO

25 μm
×400

金相写真95 (R T - 2 - 5 5 - 3)

As Etched

RT - 3 - 25 - 1
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 0.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)
結晶粒径: 18 μm



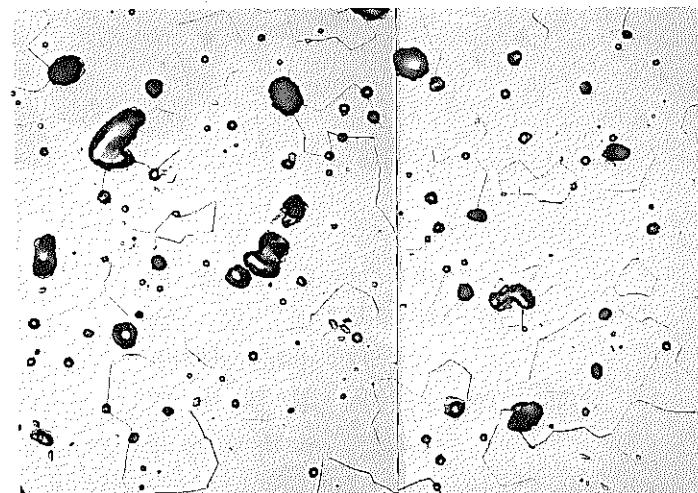
MICRO

25 μm
×400

金相写真96 (RT - 3 - 25 - 1)

As Etched

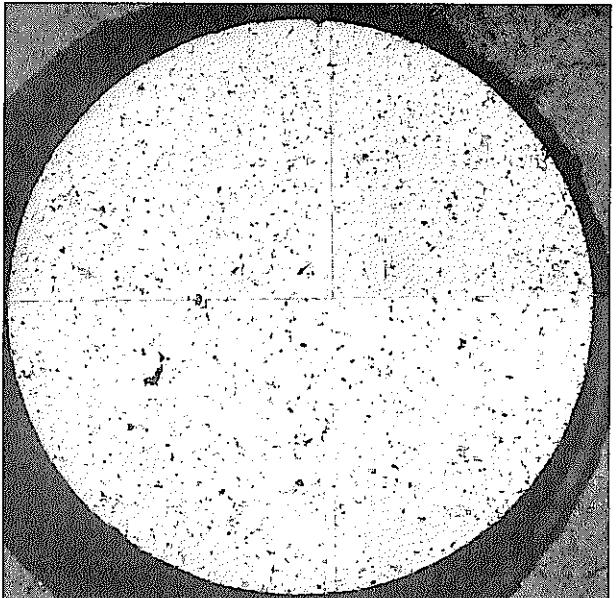
RT - 3 - 25 - 2
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 1.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)
結晶粒径: 17 μm



MICRO

25 μm
×400

金相写真97 (RT - 3 - 25 - 2)

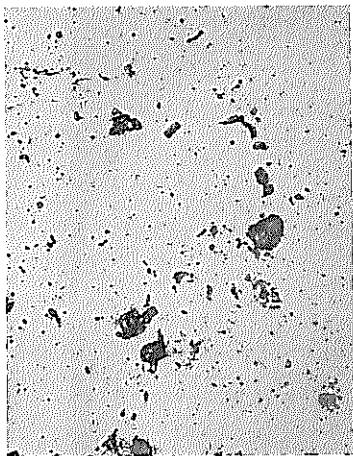


MACRO

500 μm
×20

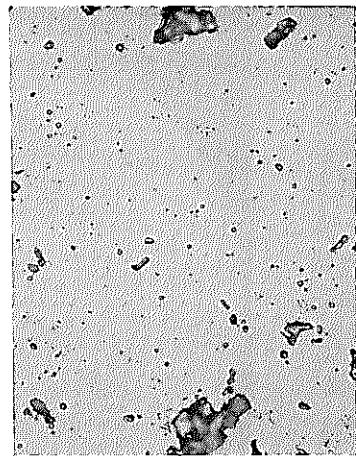
As Polished

RT - 1 - 13 - 2
乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1720°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)

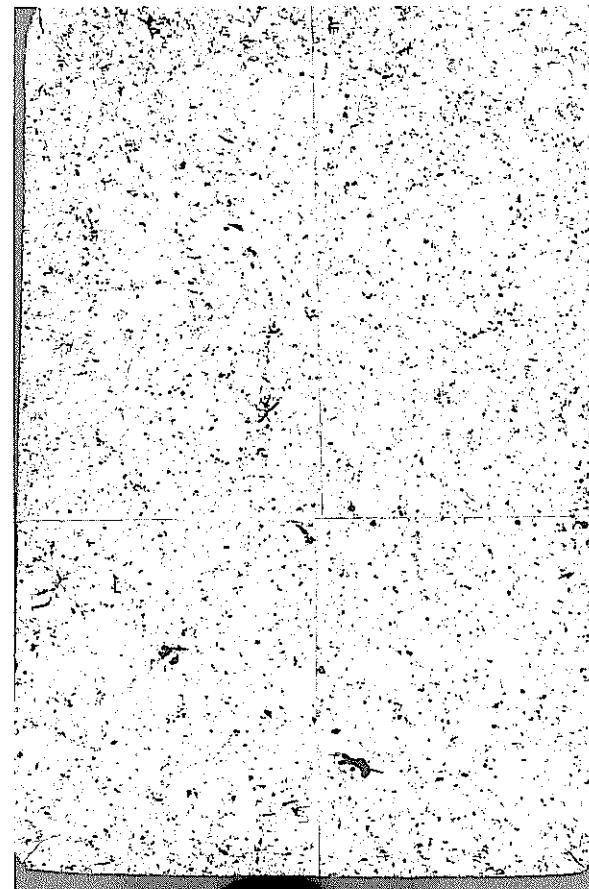


MICRO

50 μm
×200



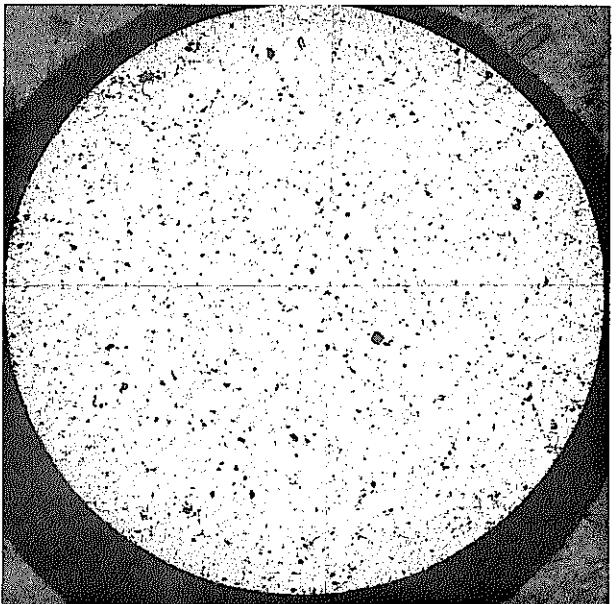
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真98 (RT - 1 - 13 - 2)

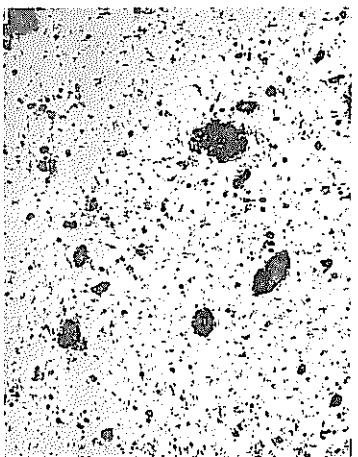


As Polished

RT - 1 - 2 5 - 1
乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1690°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 12 μm

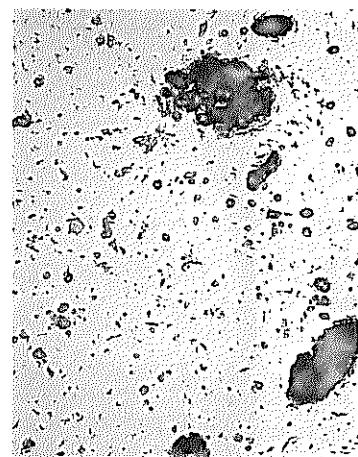
MACRO

500 μm
×20

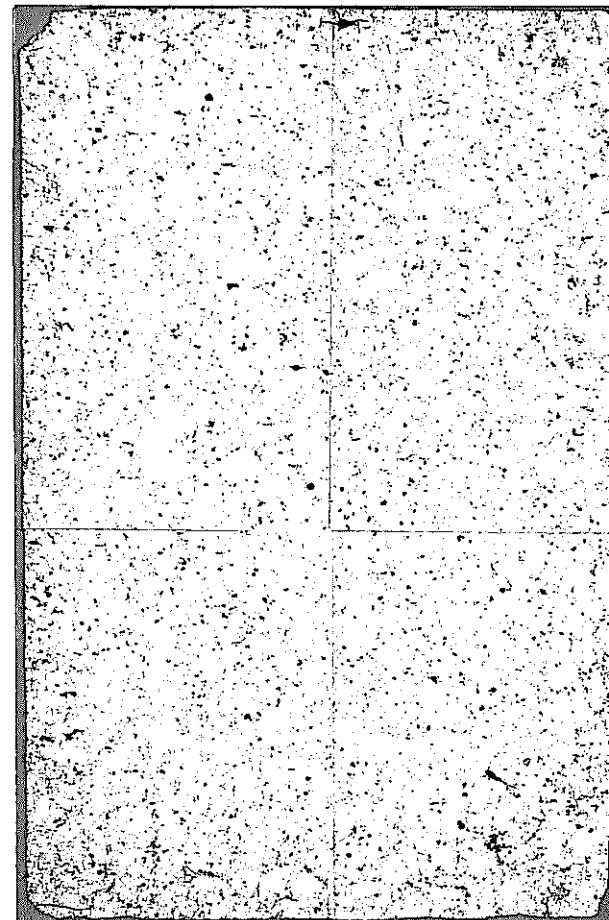


MICRO

50 μm
×200



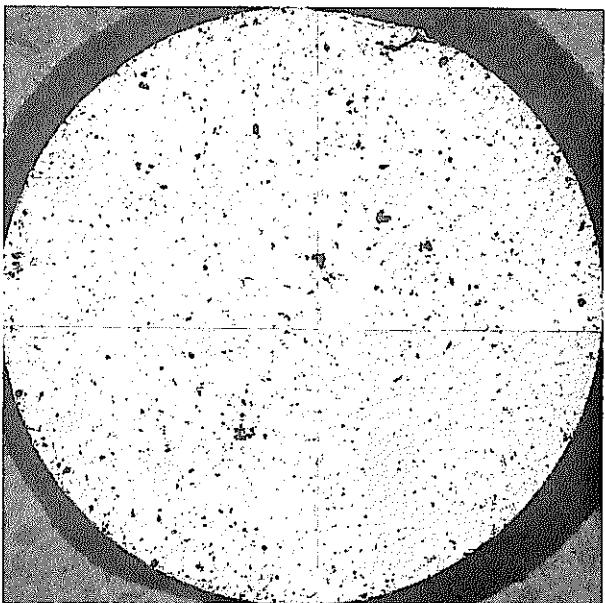
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真99 (RT - 1 - 2 5 - 1)

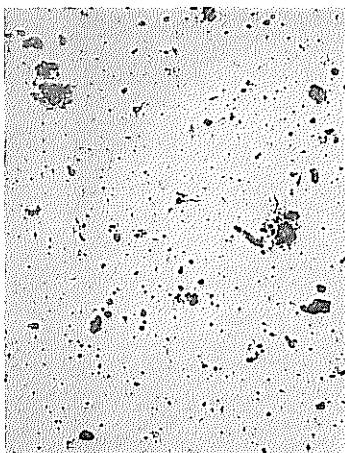


MACRO

500 μm
 $\times 20$

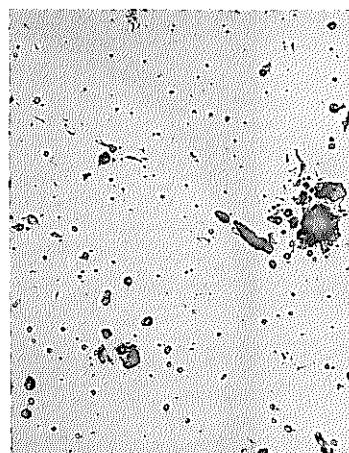
As Polished

RT - 1 - 25 - 2
乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1720°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)

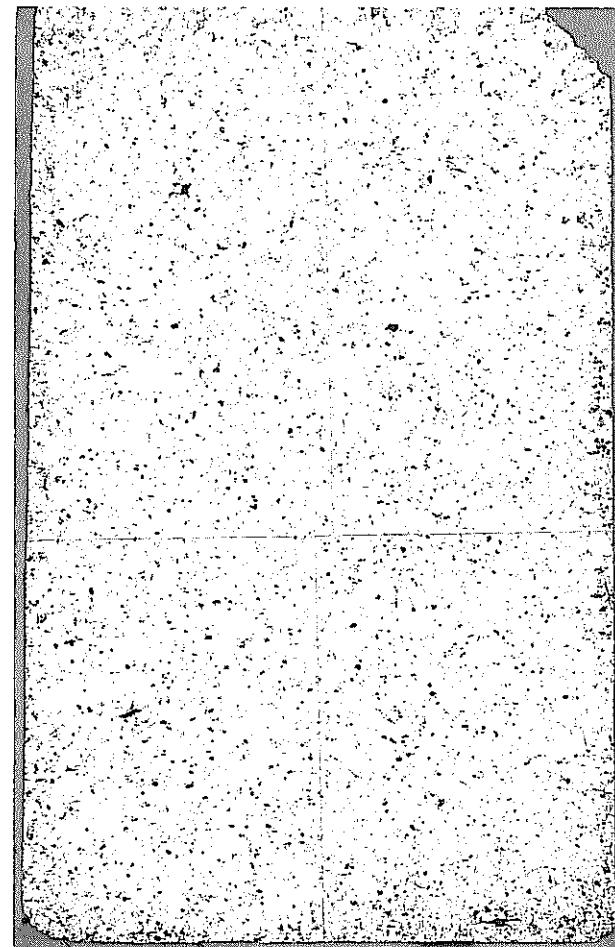


MICRO

50 μm
 $\times 200$



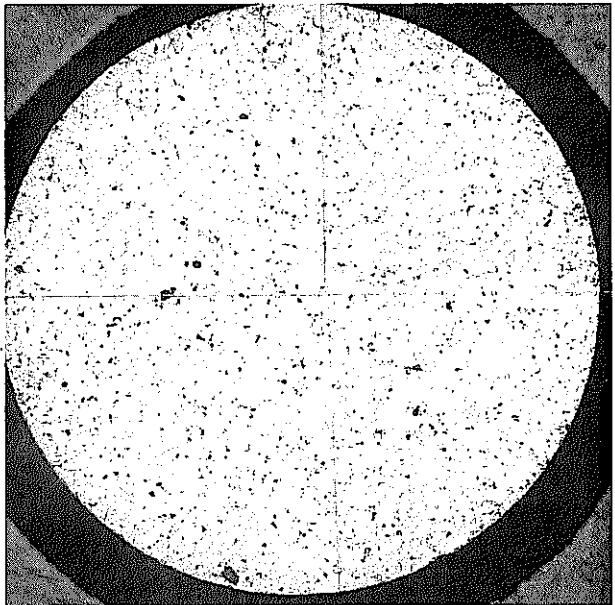
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

金相写真100 (RT - 1 - 25 - 2)

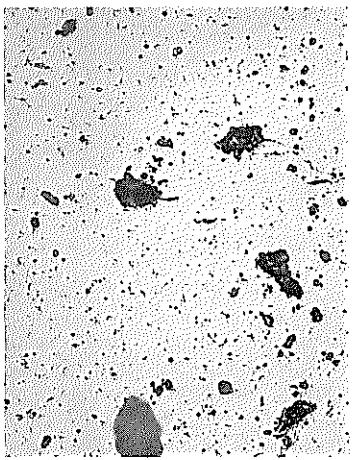


MACRO

500 μm
 $\times 20$

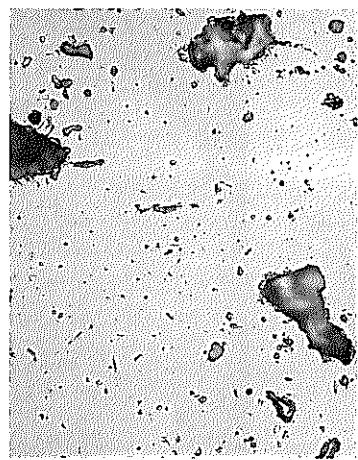
As Polished

RT - 1 - 25 - 3
乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1750°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 15 μm

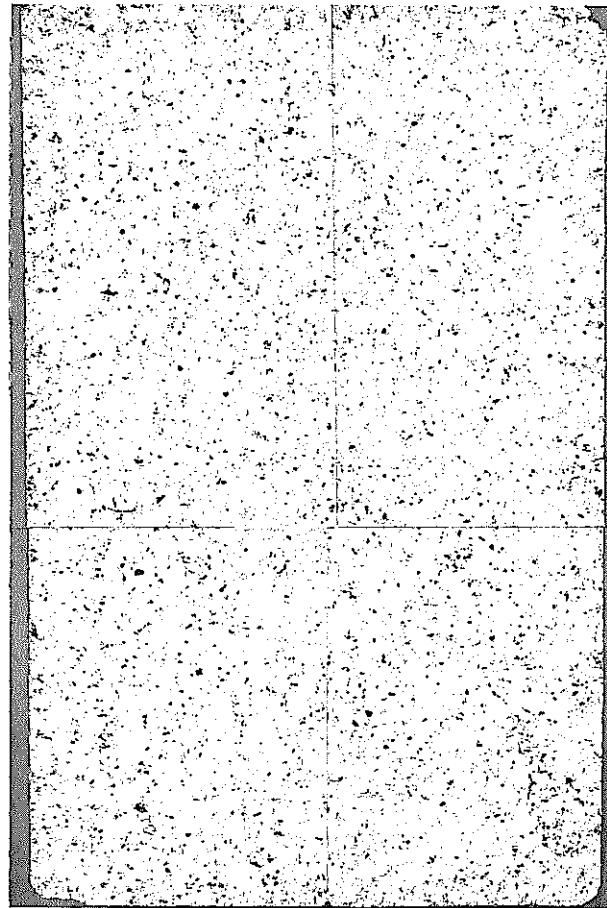


MICRO

50 μm
 $\times 200$



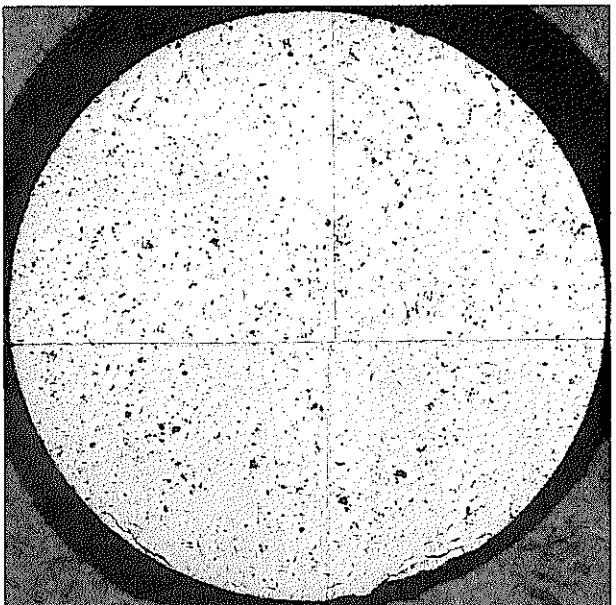
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

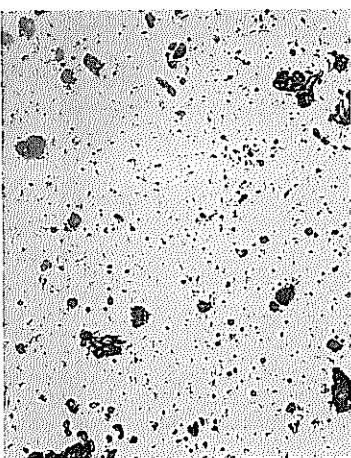
金相写真101 (RT - 1 - 25 - 3)



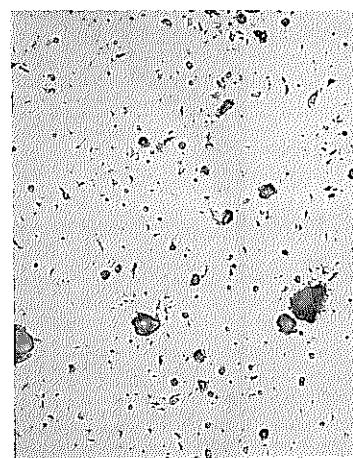
MACRO

As Polished

RT - 1 - 55 - 1
乾回添加率 : 55 w/o
焼結温度 : 1690°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 14 μm

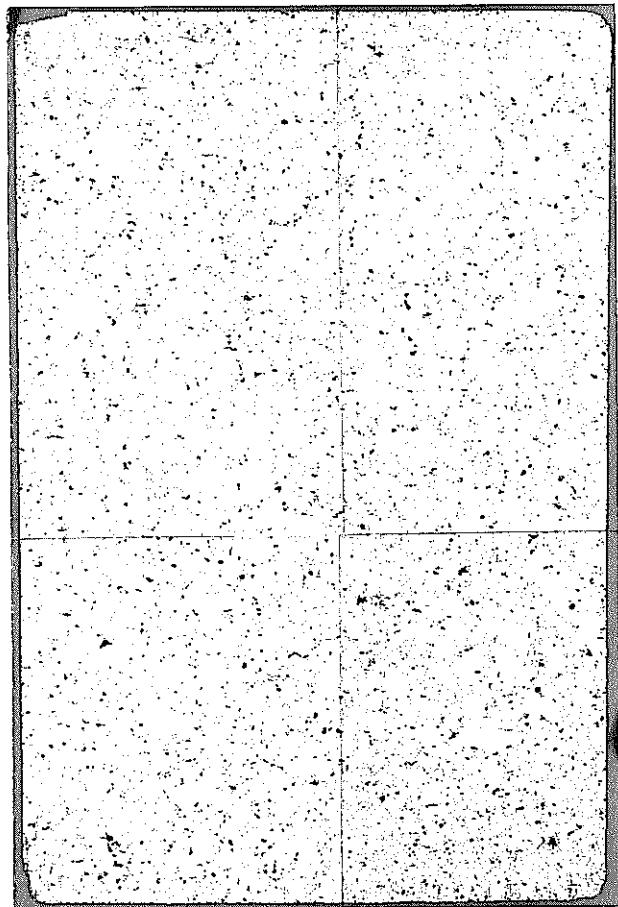


MICRO



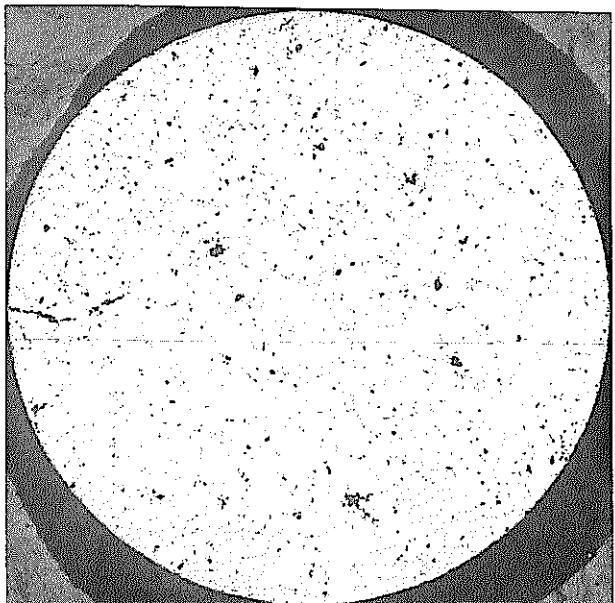
50 μm
×200

金相写真102 (RT - 1 - 55 - 1)



MACRO

500 μm
×20

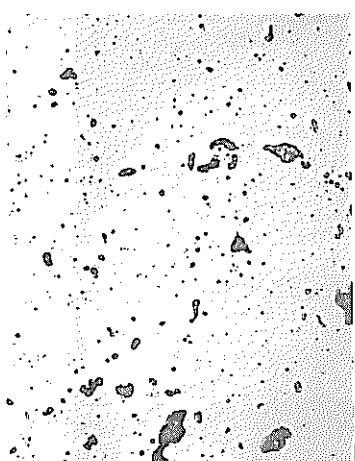


MACRO

500 μm
×20

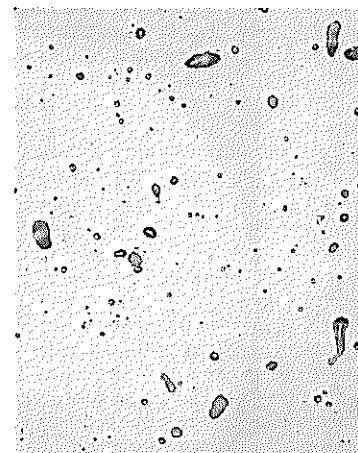
As Polished

RT - 1 - 5 5 - 2
乾回添加率 : 5 5 w/o
焼結温度 : 1720°C → 1740°C × 24hr
雰 囲 気 : Ar - H₂ (5 %)

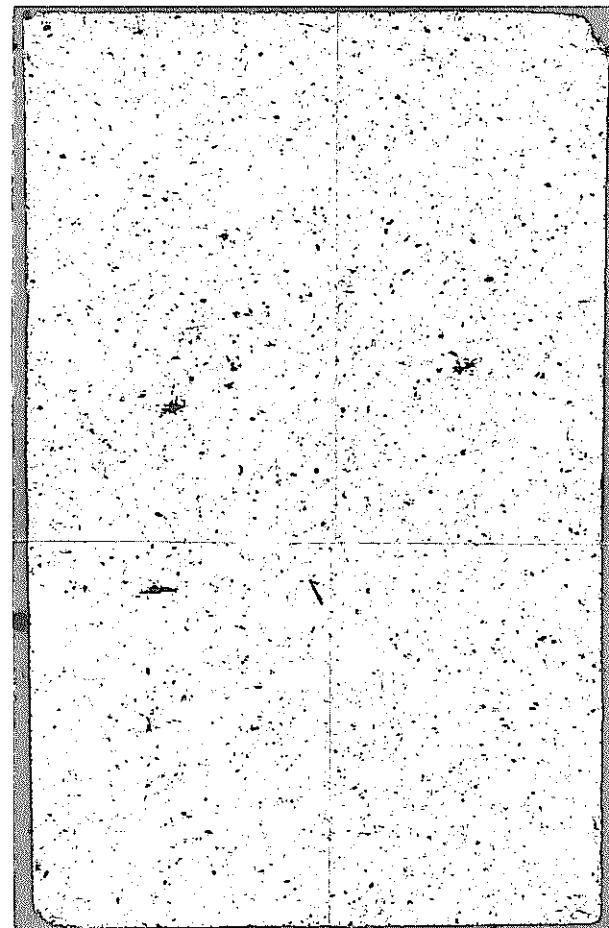


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

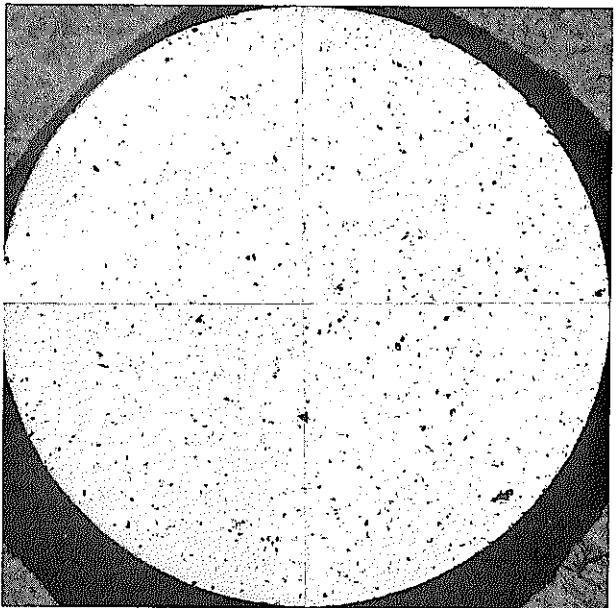


MACRO

500 μm
×20

金相写真103 (R T - 1 - 5 5 - 2)

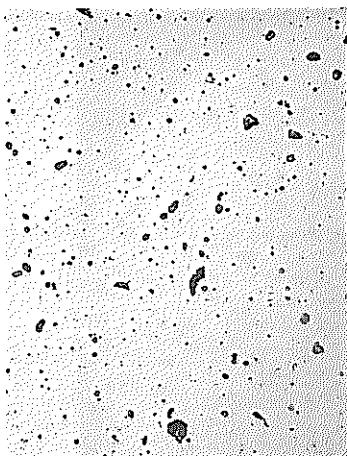
As Polished



MACRO

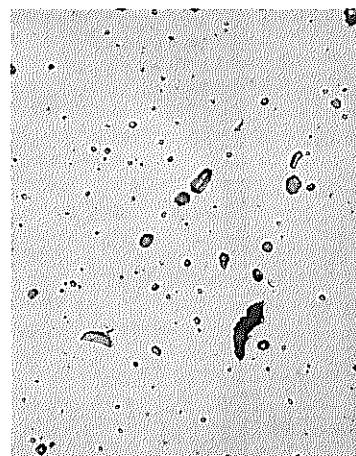
500 μm
 $\times 20$

RT - 1 - 55 - 3
乾回添加率 : 55 w/o
焼結温度 : 1750°C → 1740°C × 24hr
雰囲気 : Ar - H₂ (5%)
結晶粒径 : 15 μm

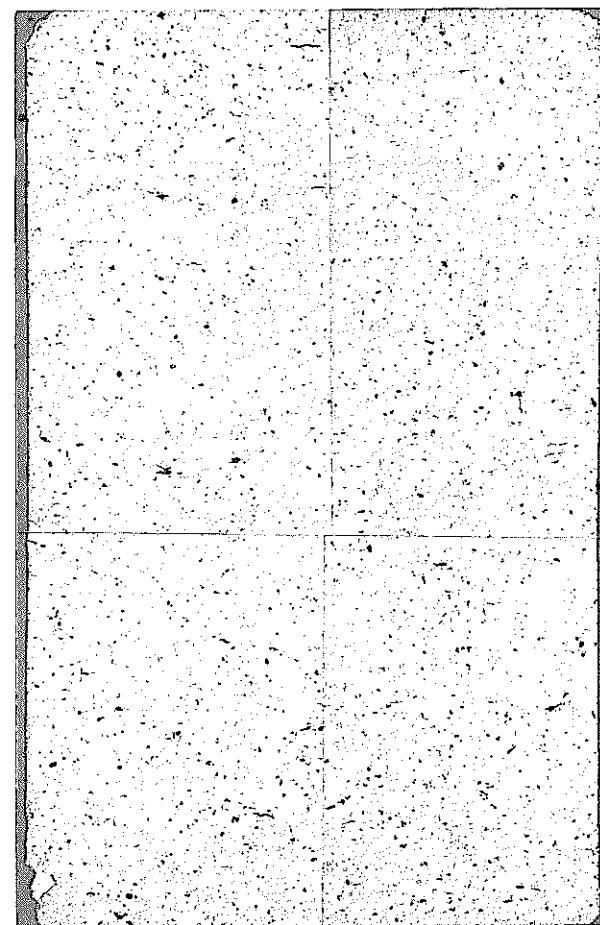


MICRO

50 μm
 $\times 200$



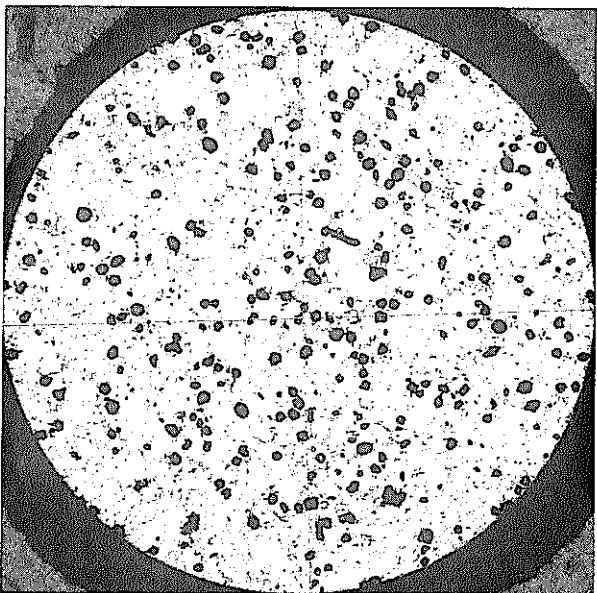
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

金相写真104 (RT - 1 - 55 - 3)



As Polished

R T - 2 - 1 3 - 1

乾 回 添加 率 : 1 3 w/o

燒 結 溫 度 : 1720°C → 1740°C × 24hr

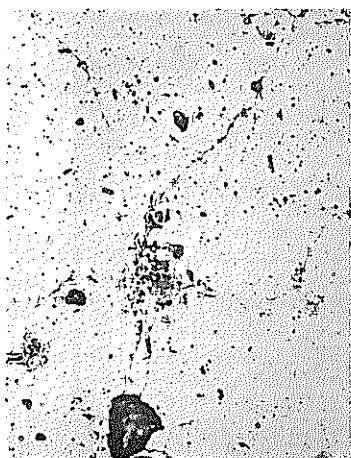
造粒前PF添加率 : 2.0 w/o

雰 围 気 : Ar-H₂ (5%)

結 晶 粒 径 : 9 μm

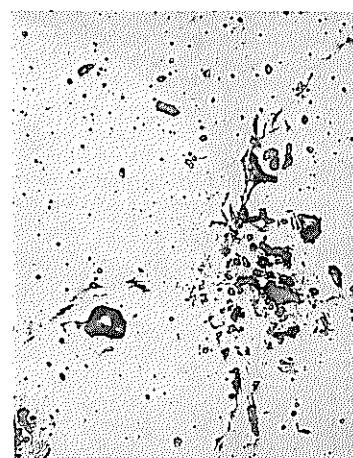
MACRO

500 μm
×20

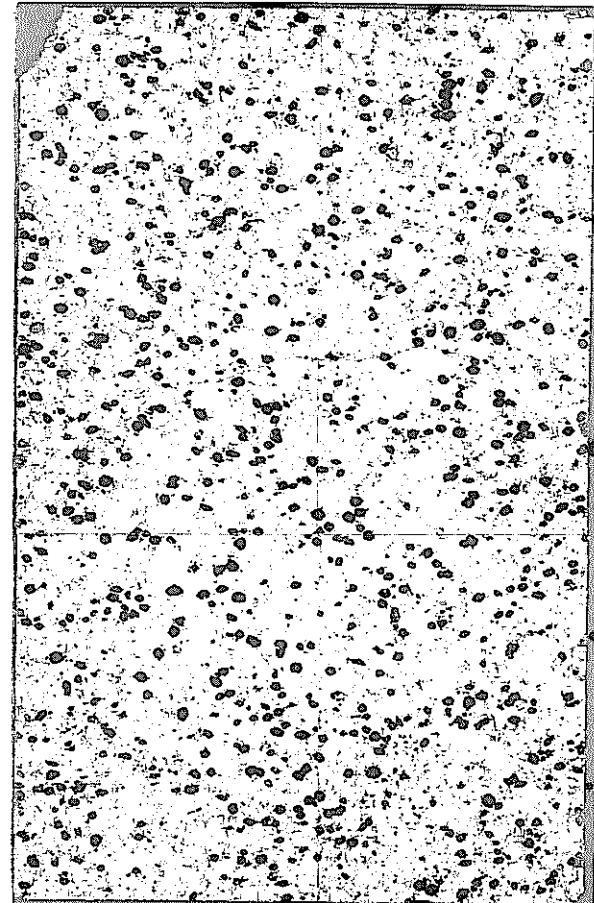


MICRO

50 μm
×200



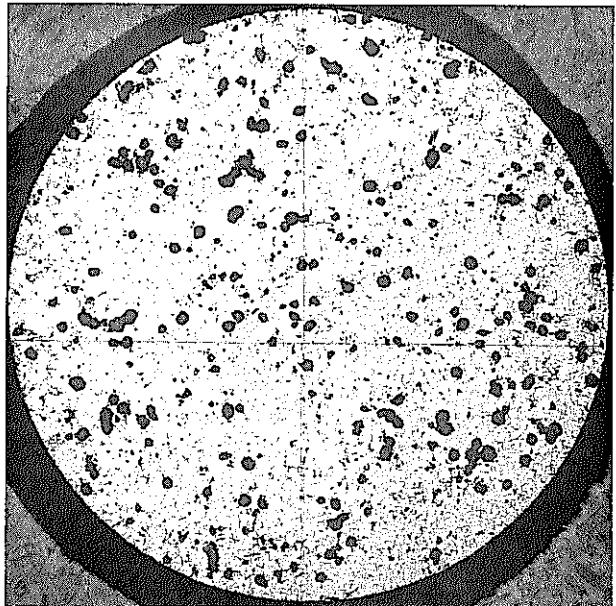
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真105 (R T - 2 - 1 3 - 1)

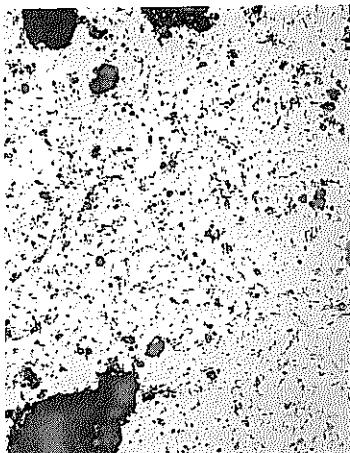


MACRO

500 μm
 $\times 20$

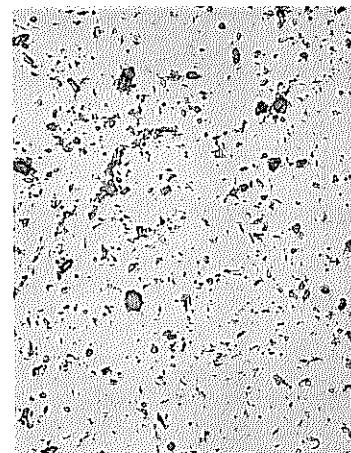
As Polished

RT - 2 - 25 - 2
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 1.0 w/o
雰 囲 気: Ar - H₂ (5%)

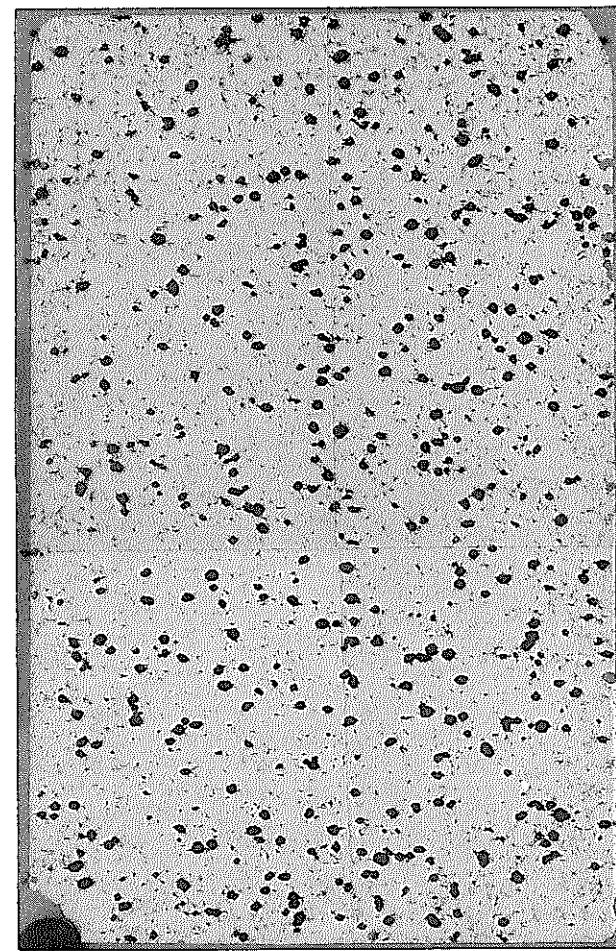


MICRO

50 μm
 $\times 200$



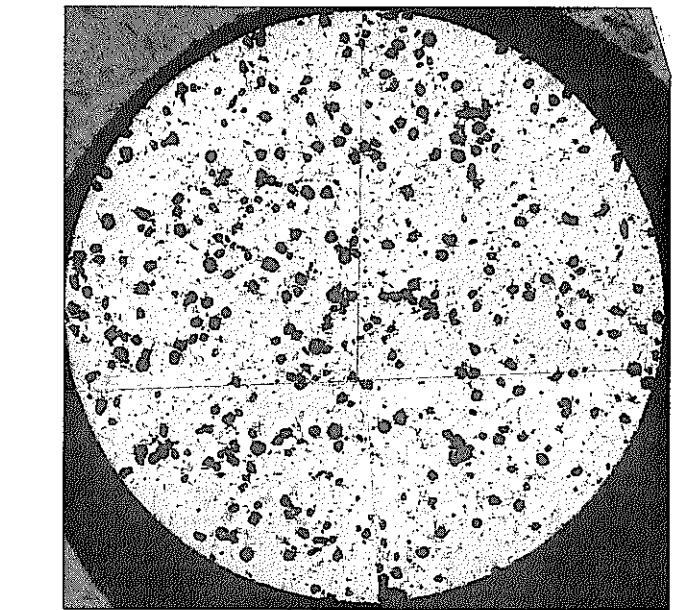
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

金相写真106 (R T - 2 - 25 - 2)

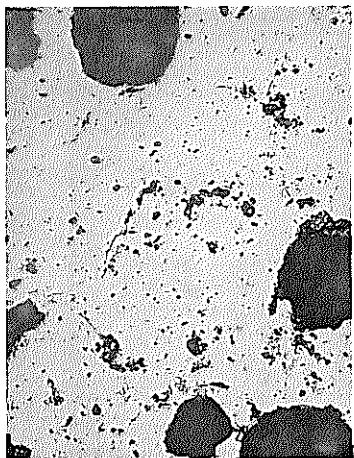


MACRO

500 μm
×20

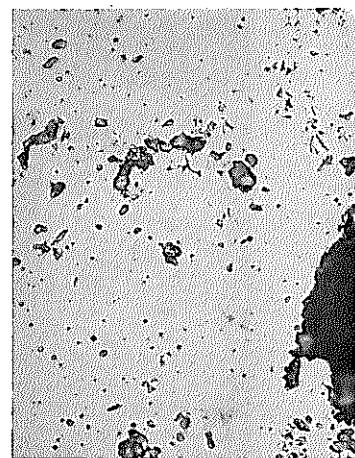
As Polished

RT - 2 - 25 - 7
乾回添加率: 2.5 w/o
焼結温度: 1690°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)
結晶粒径: 9 μm

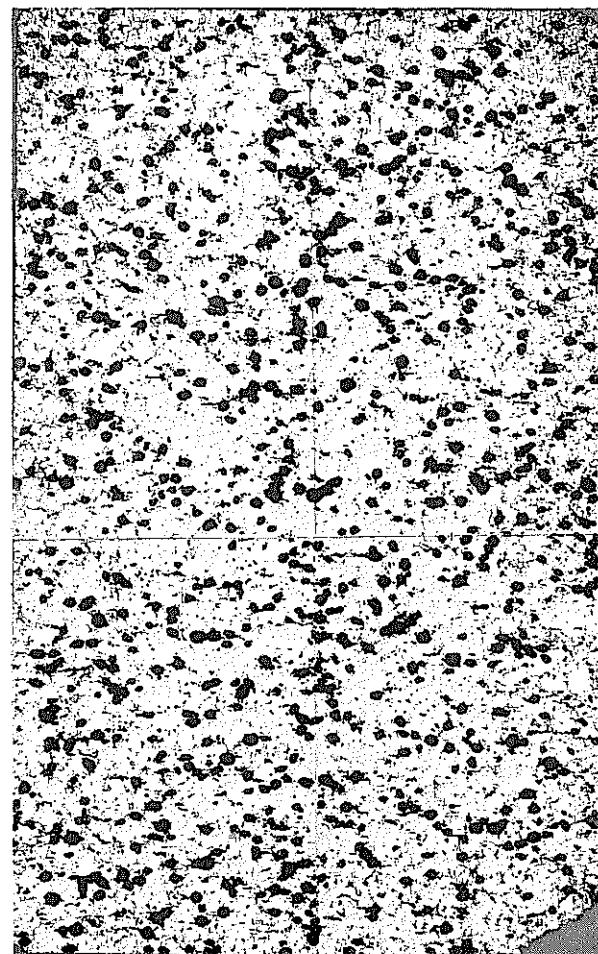


MICRO

50 μm
×200



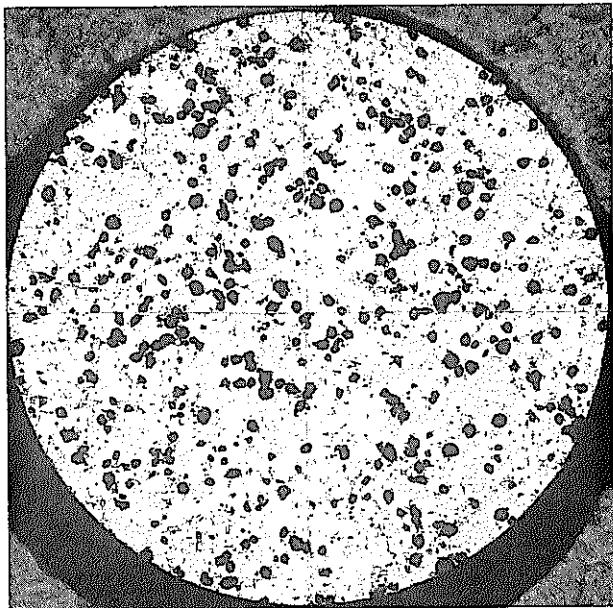
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真107 (RT - 2 - 25 - 7)

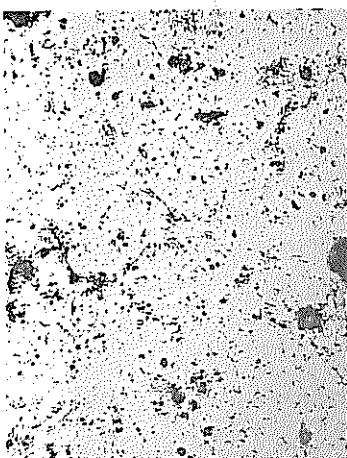


MACRO

500 μm
×20

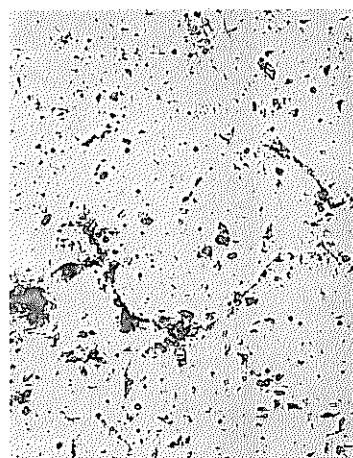
As Polished

RT - 2 - 25 - 8
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PP添加率: 2.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)
結晶粒径: 8 μm

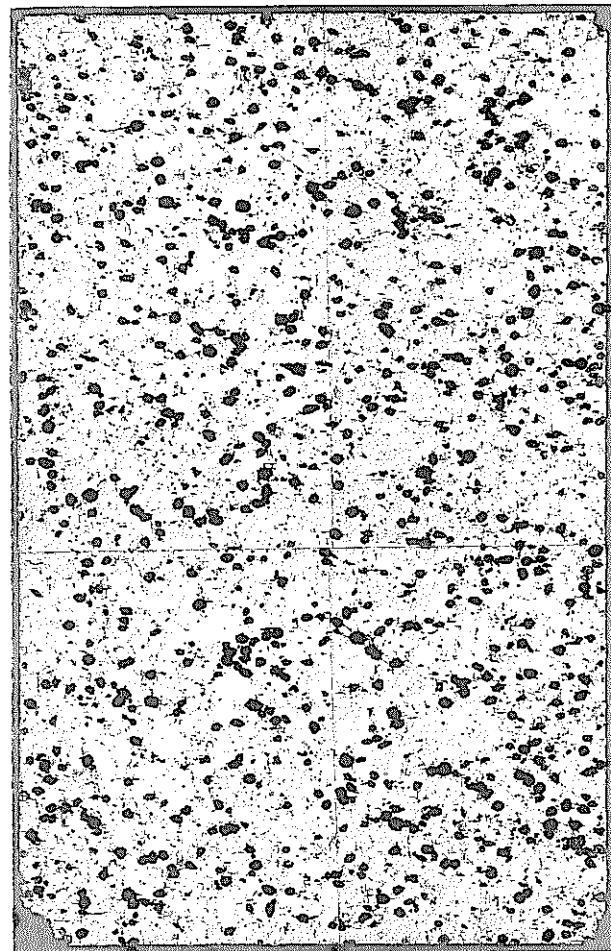


MICRO

50 μm
×200



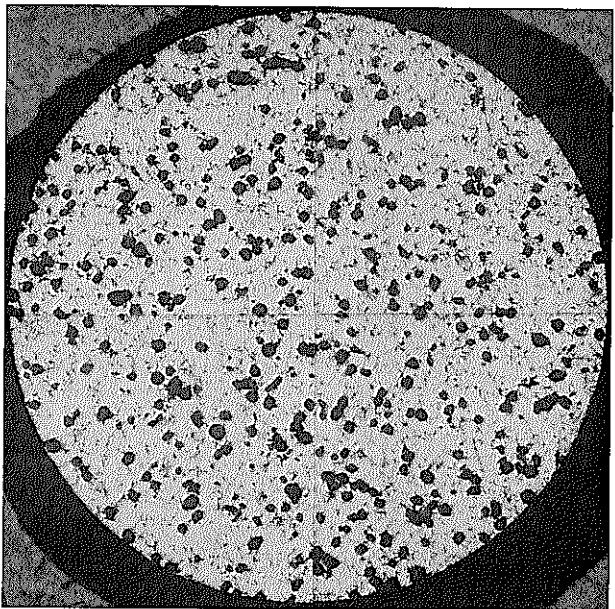
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真108 (RT - 2 - 25 - 8)



RT - 2 - 25 - 9
乾回添加率: 2.5 w/o
焼結温度: 1750°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰 囲 気: Ar - H₂ (5%)

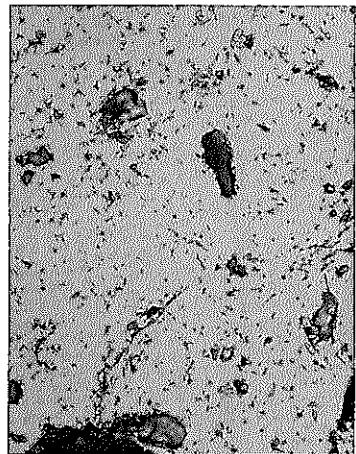
MACRO

500 μm
×20

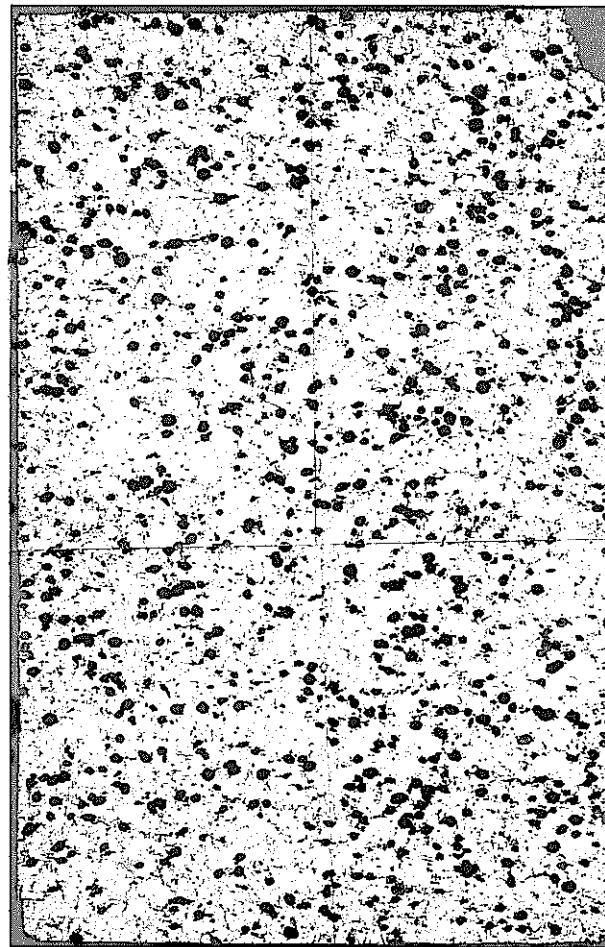


MICRO

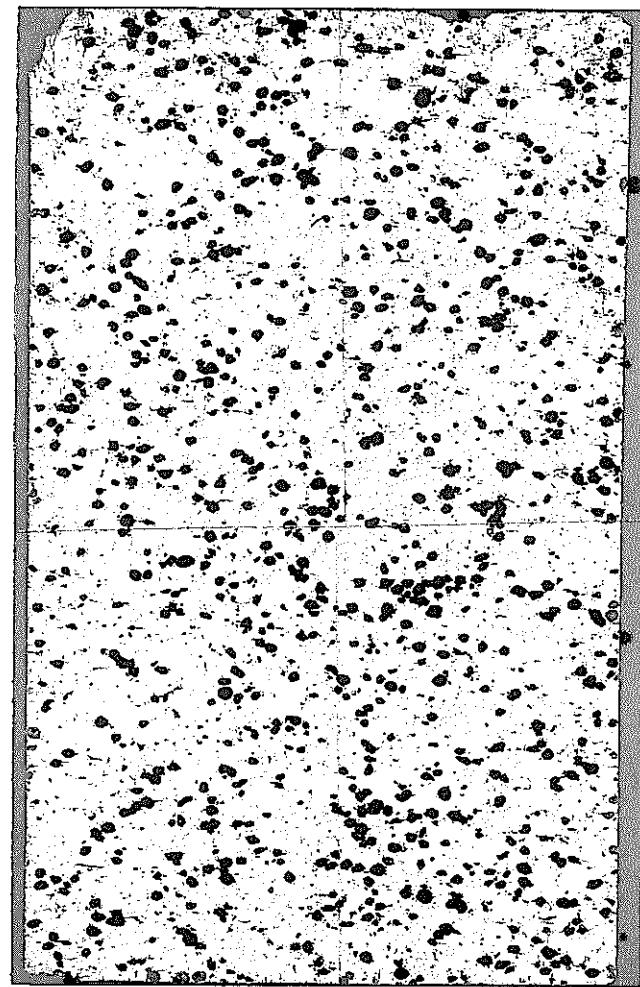
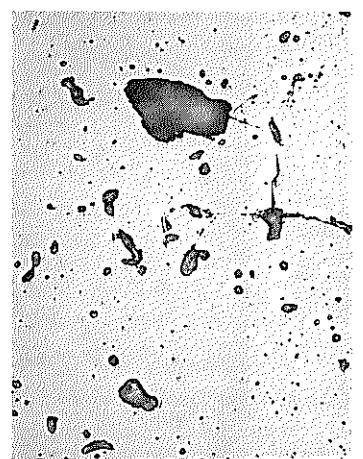
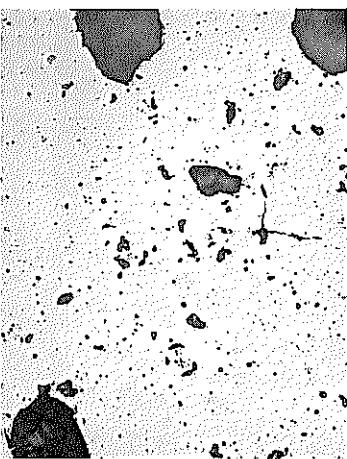
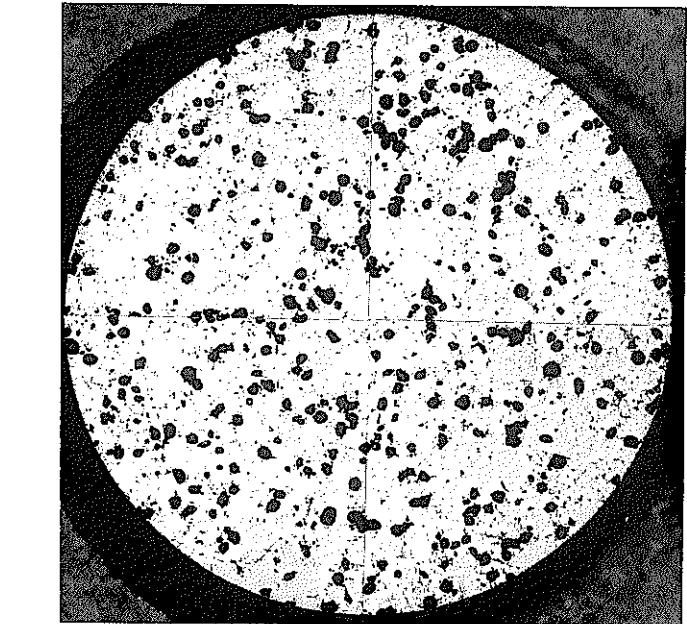
50 μm
×200



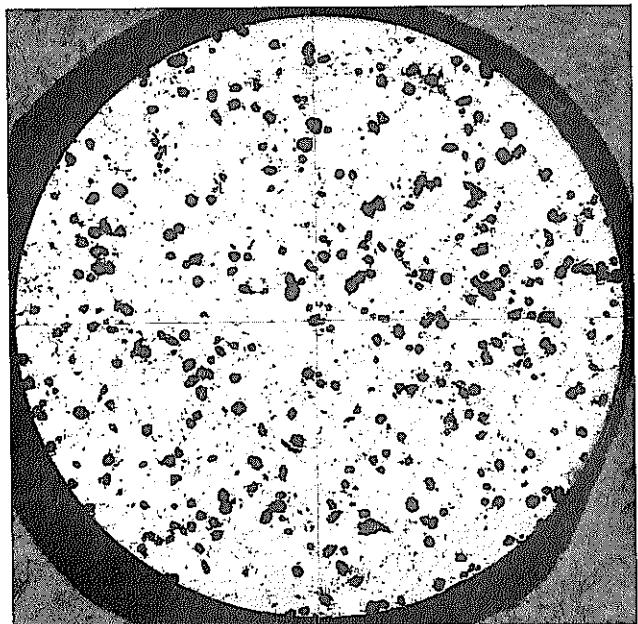
25 μm
×400



金相写真109 (RT - 2 - 25 - 9)



金相写真110 (RT - 2 - 55 - 1)

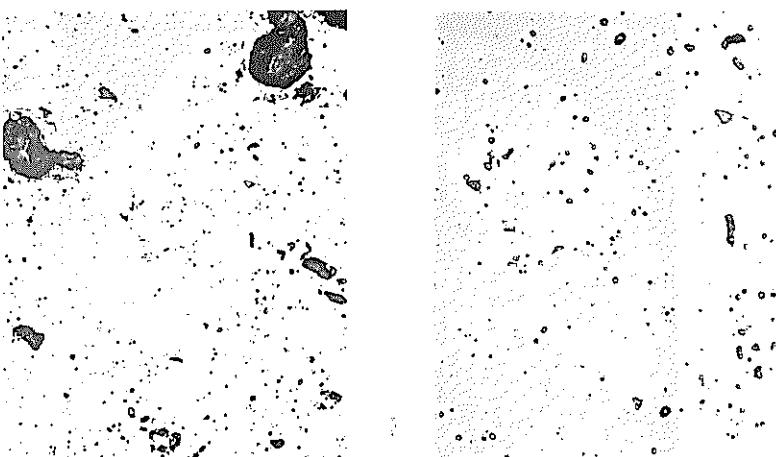


MACRO

500 μm
 $\times 20$

As Polished

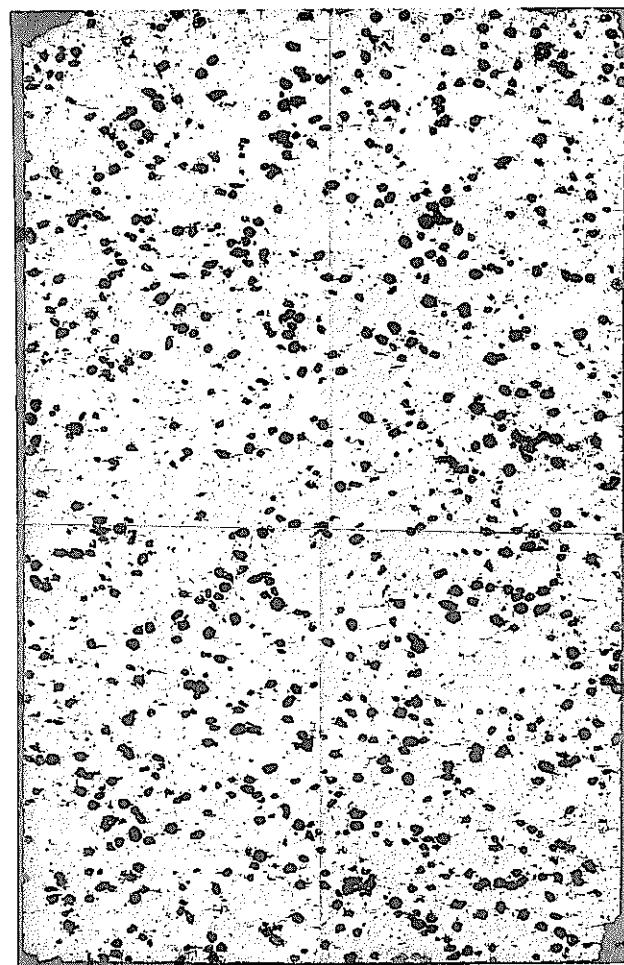
RT - 2 - 5 5 - 2
乾回添加率: 5 5 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PP添加率: 2.0 w/o
雰 囲 気: Ar - H₂ (5%)



MICRO

50 μm
 $\times 200$

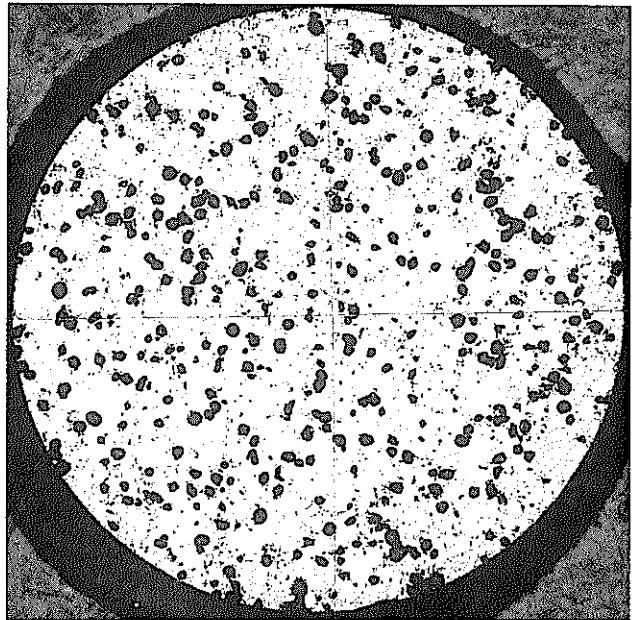
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

金相写真111 (R T - 2 - 5 5 - 2)

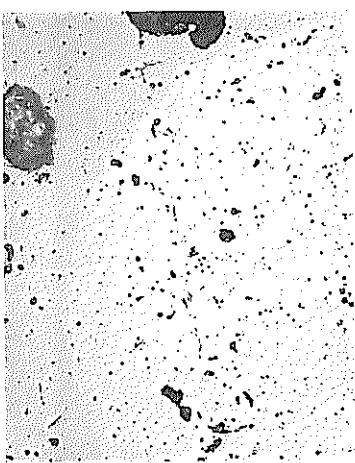


MACRO

500 μm
 $\times 20$

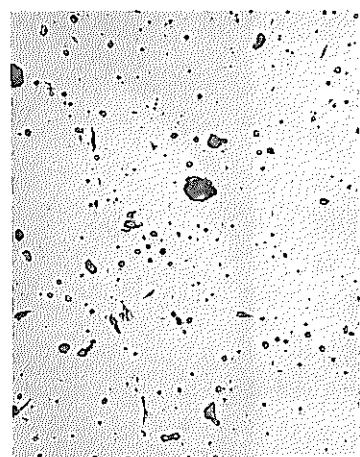
As Polished

RT - 2 - 55 - 3
乾回添加率: 55 w/o
焼結温度: 1750°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰 围 気: Ar - H₂ (5%)
結 晶 粒 径: 13 μm

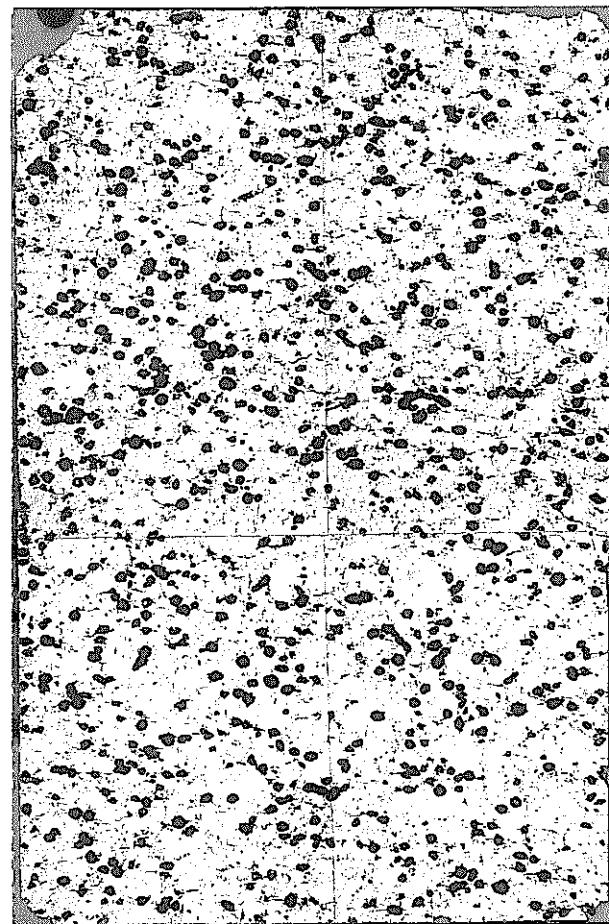


MICRO

50 μm
 $\times 200$



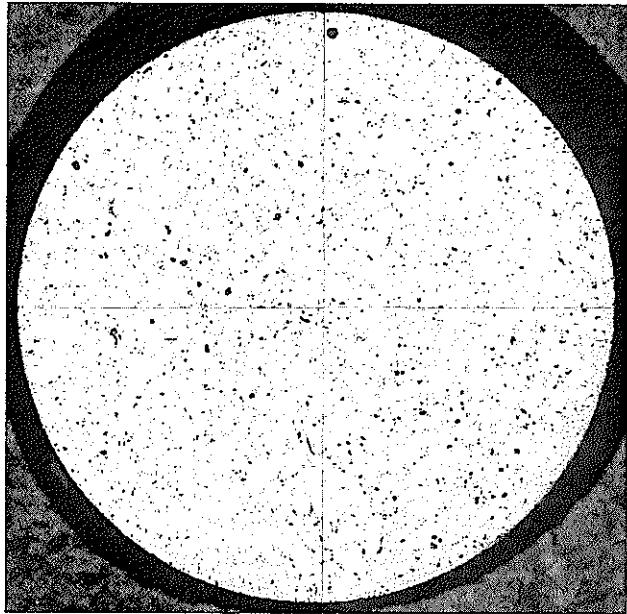
25 μm
 $\times 400$



MACRO

500 μm
 $\times 20$

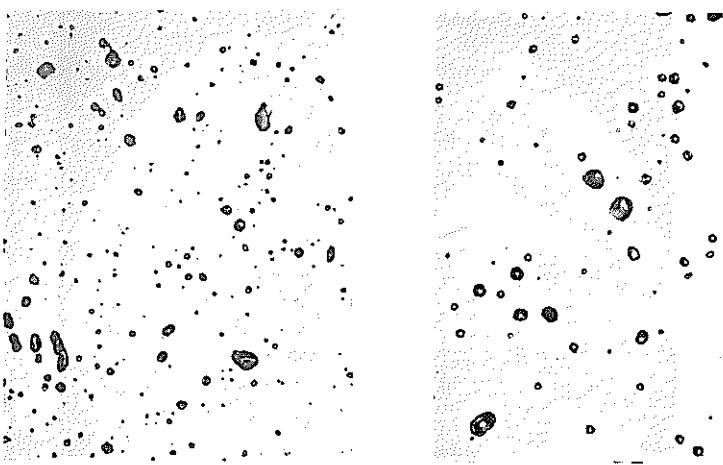
金相写真112 (R T - 2 - 55 - 3)



RT - 3 - 25 - 1
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PP添加率: 0.0 w/o
雰囲気: Ar-H₂ (5%)
結晶粒径: 18 μm

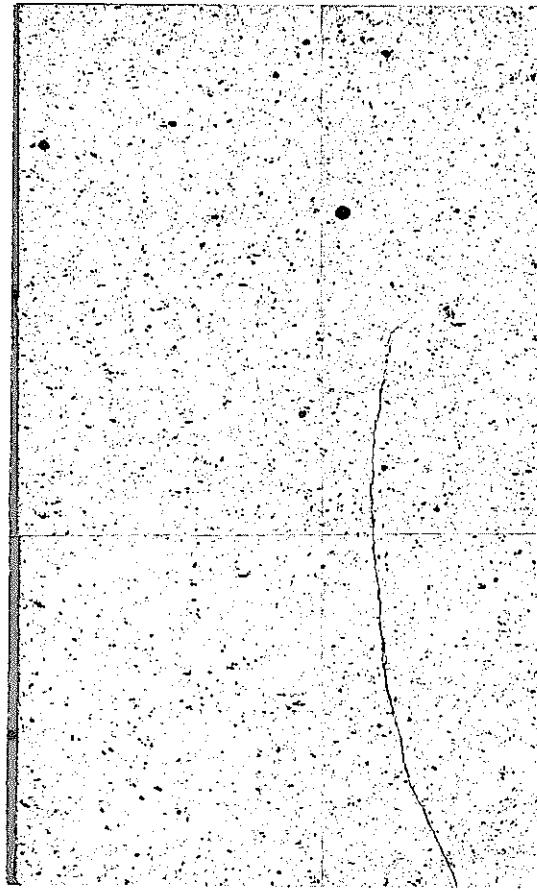
MACRO

500 μm
×20



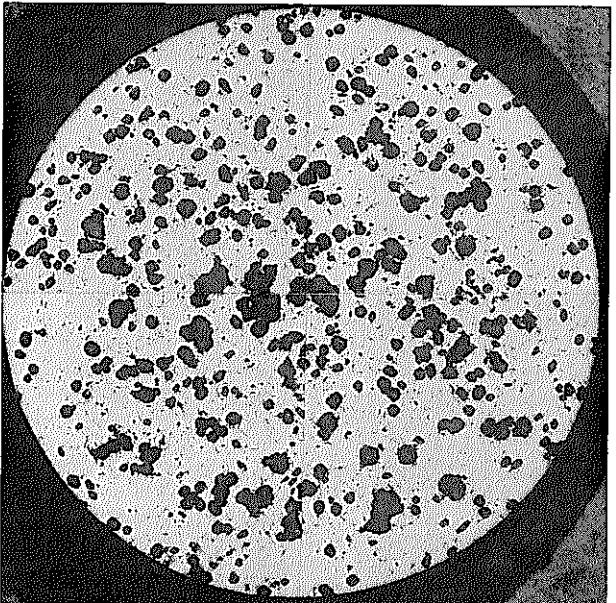
50 μm
×200

25 μm
×400



500 μm
×20

金相写真113 (R T - 3 - 25 - 1)

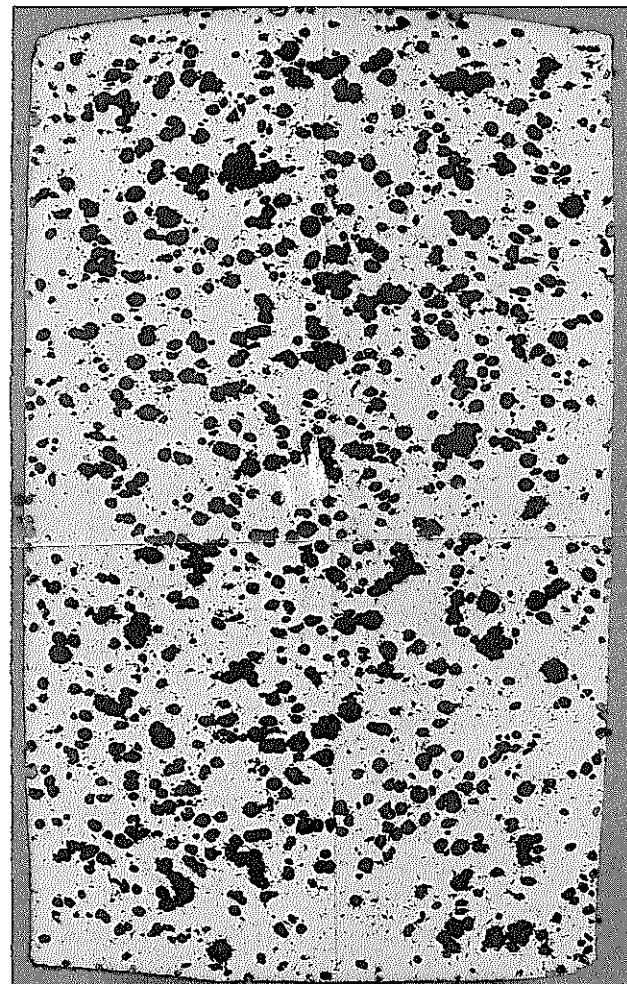


MACRO

500 μm
 $\times 20$

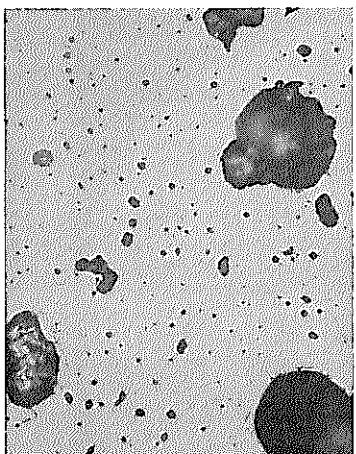
As Polished

RT - 3 - 0 0 - 2
乾 回 添加 率 : 0 w/o
燒 結 温 度 : 1720°C → 1740°C × 24hr
造 粒 前 PF 添加 率 : 2.0 w/o
雰 围 気 : Ar - H₂ (5 %)



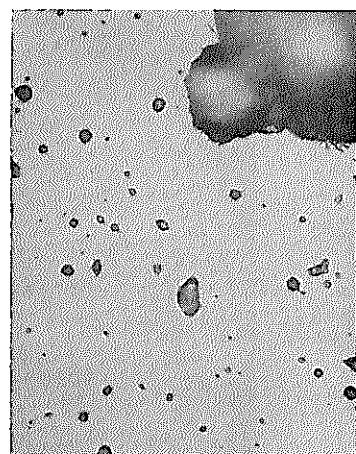
MACRO

500 μm
 $\times 20$



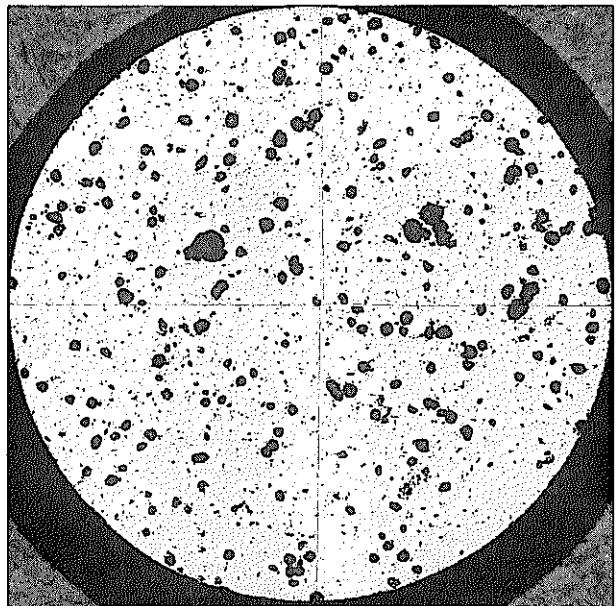
MICRO

50 μm
 $\times 200$



25 μm
 $\times 400$

金相写真114 (R T - 3 - 0 0 - 2)

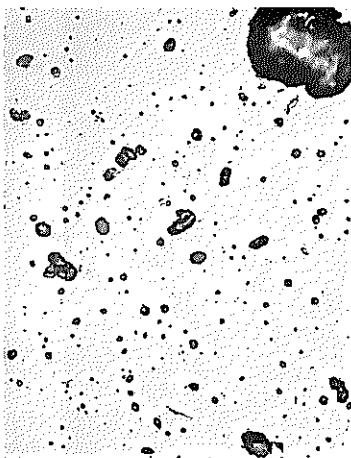


MACRO

500 μm
×20

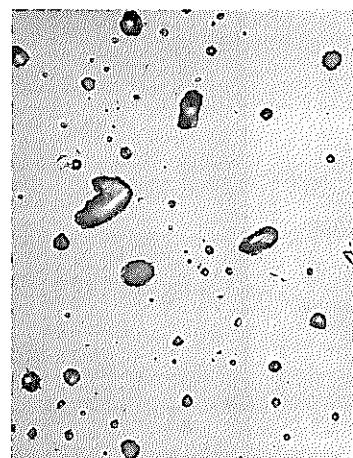
As Polished

RT - 3 - 25 - 2
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 1.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)
結晶粒径: 17 μm

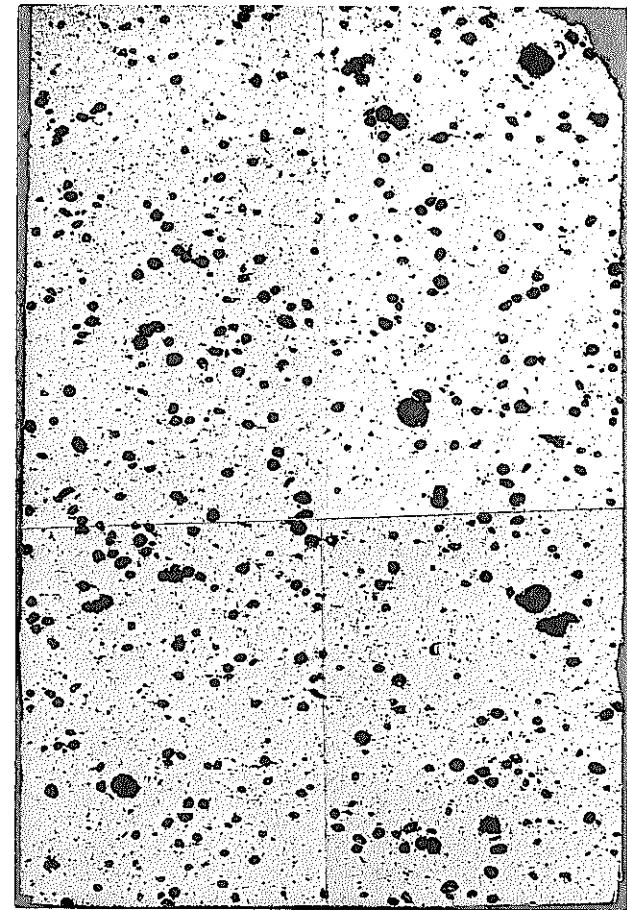


MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

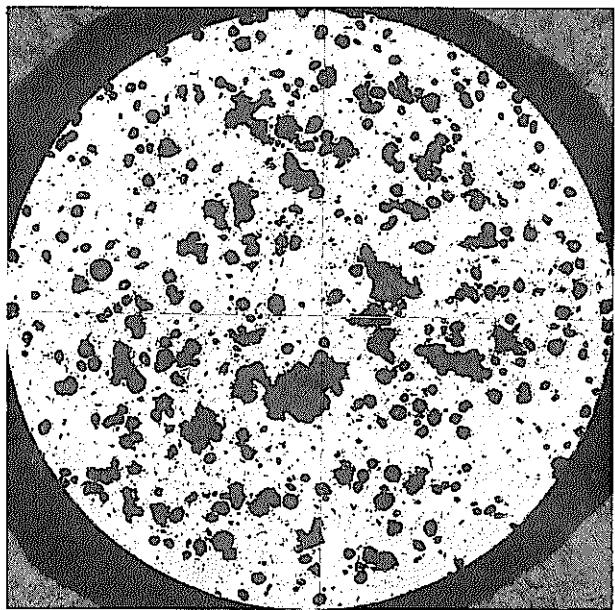


MACRO

500 μm
×20

金相写真115 (RT - 3 - 25 - 2)

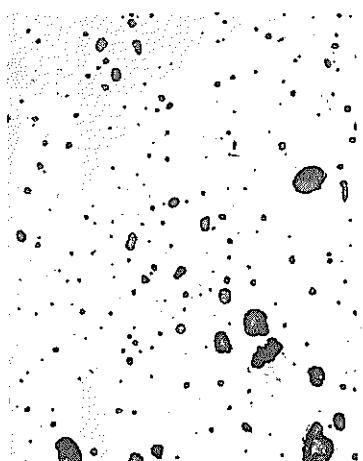
As Polished



MACRO

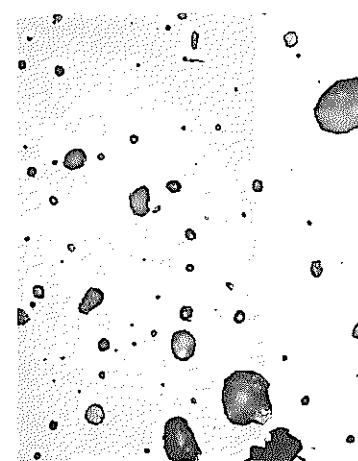
500 μm
×20

RT - 3 - 25 - 3
乾回添加率: 25 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰囲気: Ar - H₂ (5%)

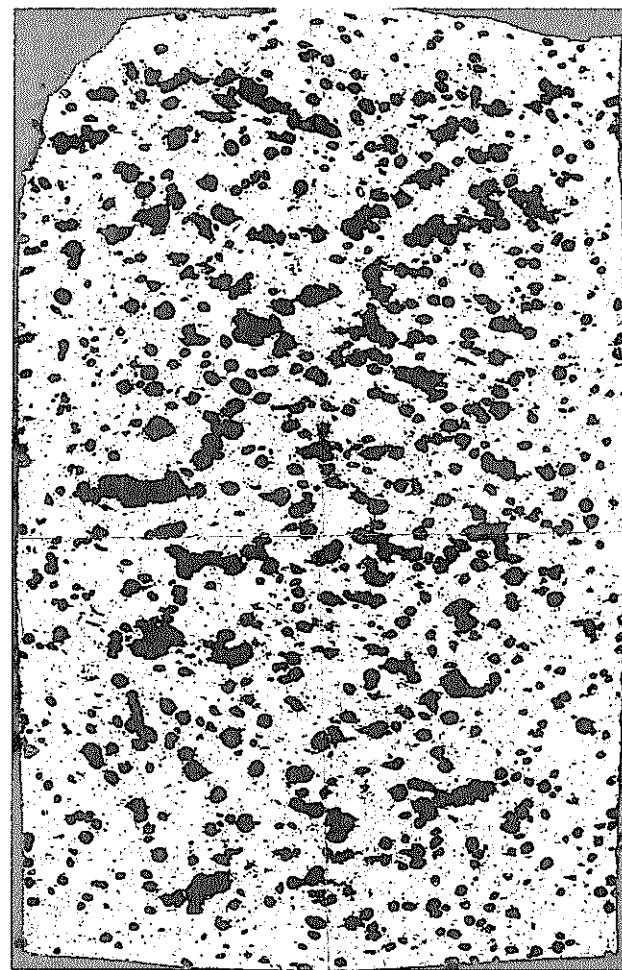


MICRO

50 μm
×200



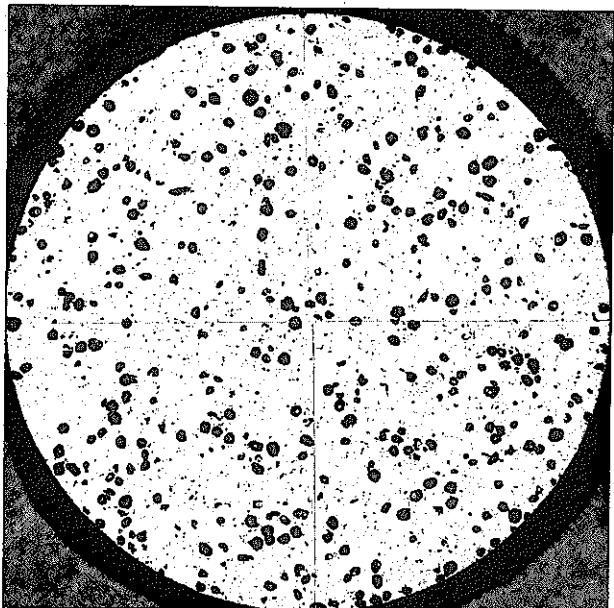
25 μm
×400



MACRO

500 μm
×20

金相写真116 (R T - 3 - 25 - 3)

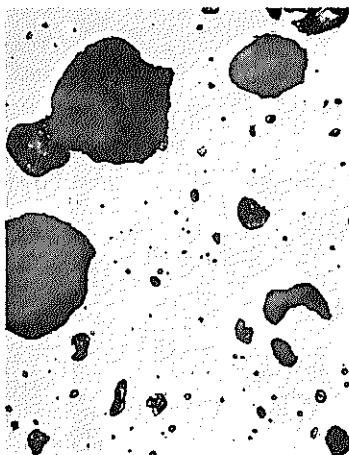


As Polished

RT - 3 - 55 - 1
乾回添加率: 5.5 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰 囲 気: Ar - H₂ (5%)

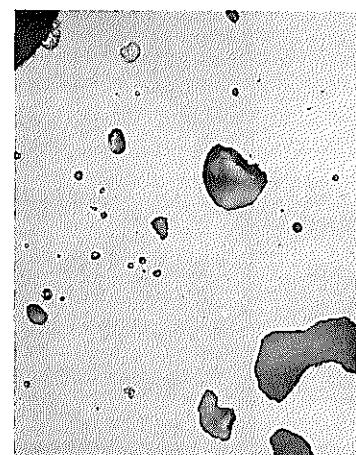
MACRO

500 μm
×20

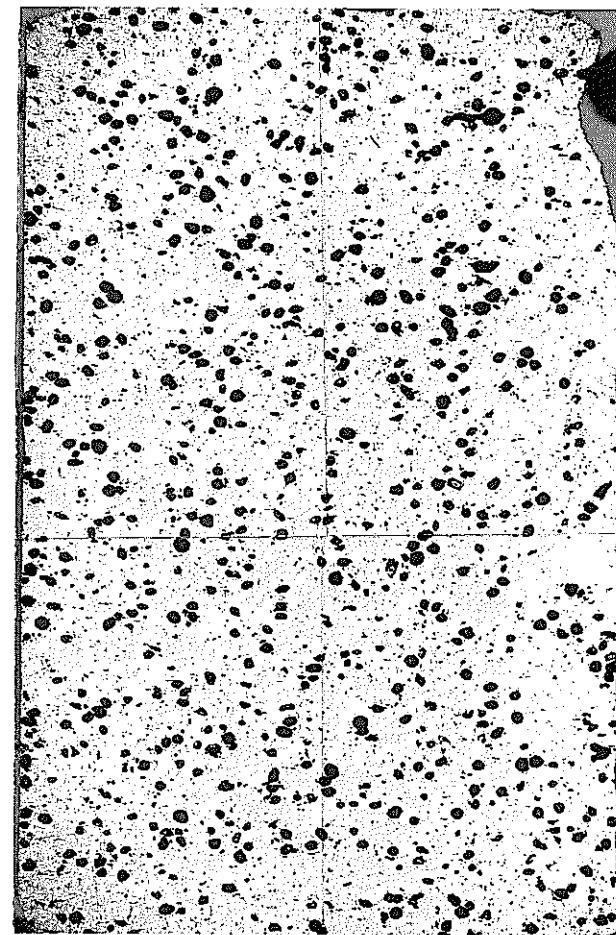


MICRO

50 μm
×200



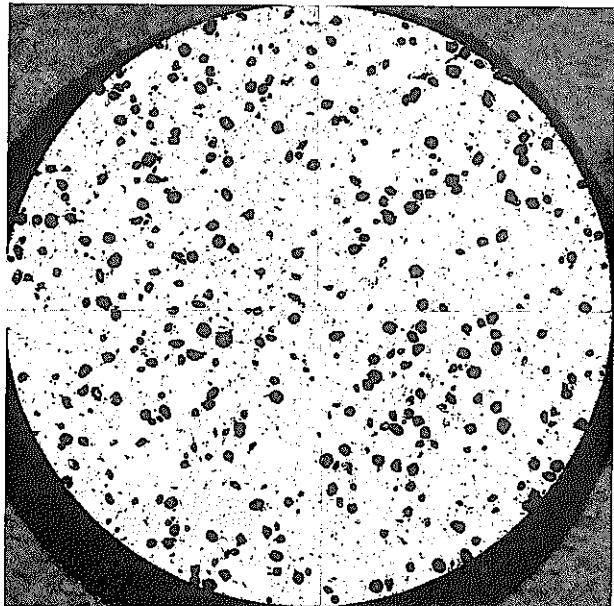
25 μm
×400



MACRO

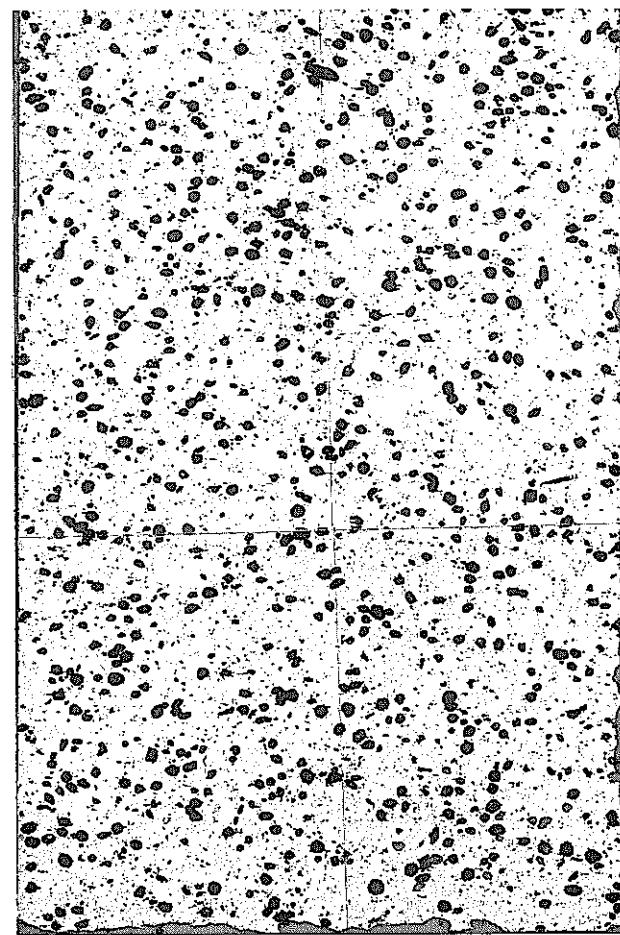
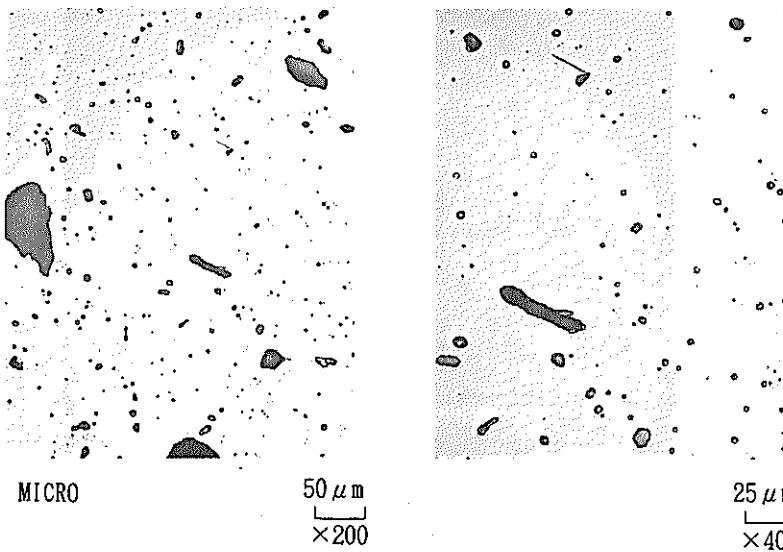
500 μm
×20

金相写真117 (R T - 3 - 55 - 1)

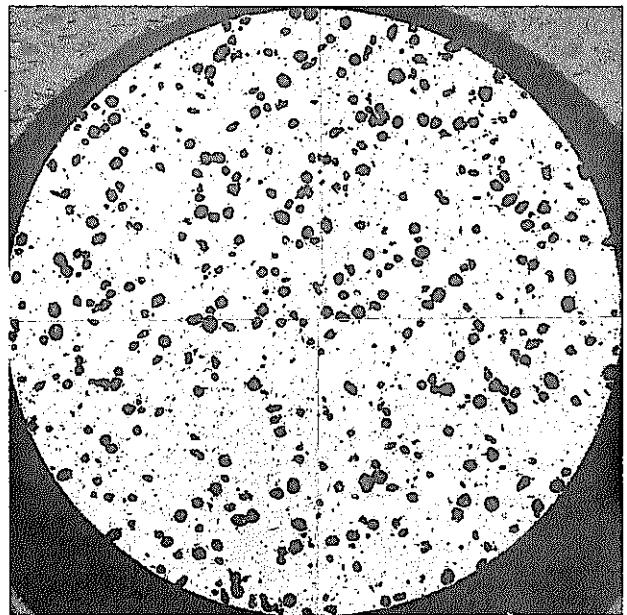


RT-3-70-1
乾回添加率: 7.0 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰 囲 気: Ar-H₂ (5%)

MACRO 500 μm
 ×20



金相写真118 (R T - 3 - 7 0 - 1)

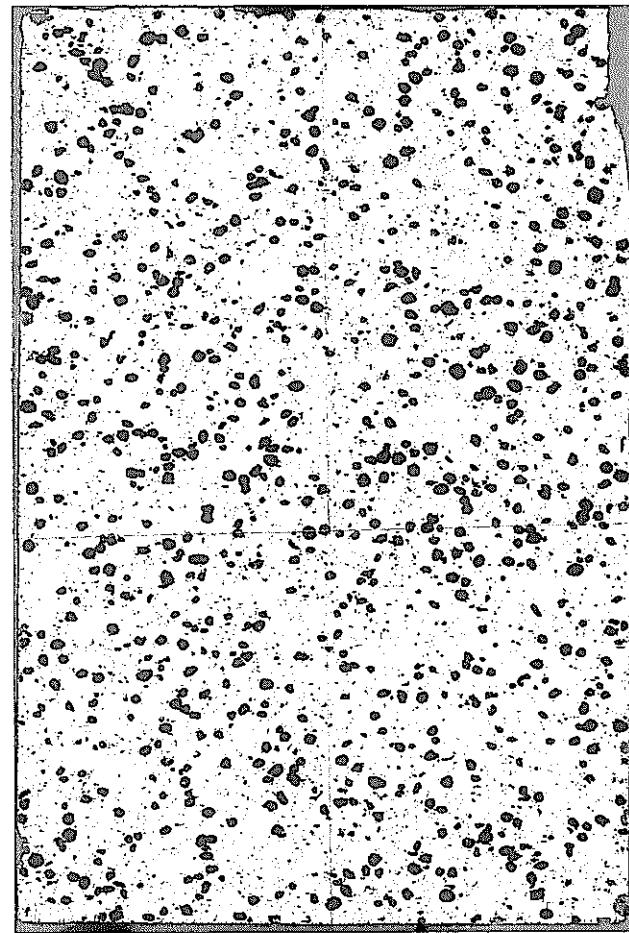


MACRO

500 μm
 $\times 20$

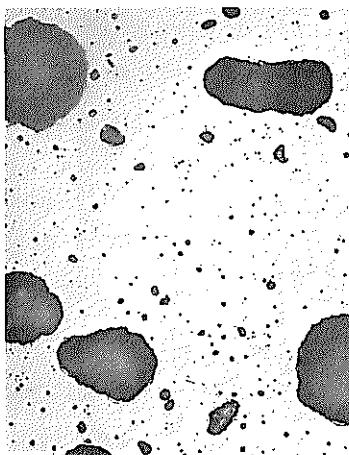
As Polished

RT - 3 - 1 0 0 - 2
乾回添加率: 1 0 0 w/o
焼結温度: 1720°C → 1740°C × 24hr
造粒前PF添加率: 2.0 w/o
雰 囲 気: Ar - H₂ (5 %)



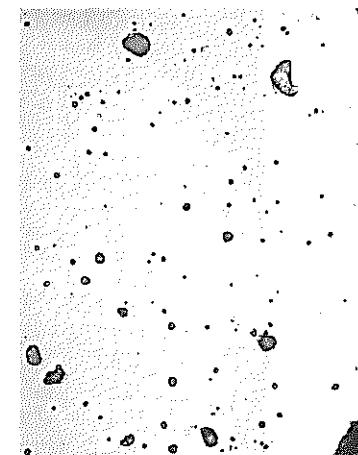
MACRO

500 μm
 $\times 20$



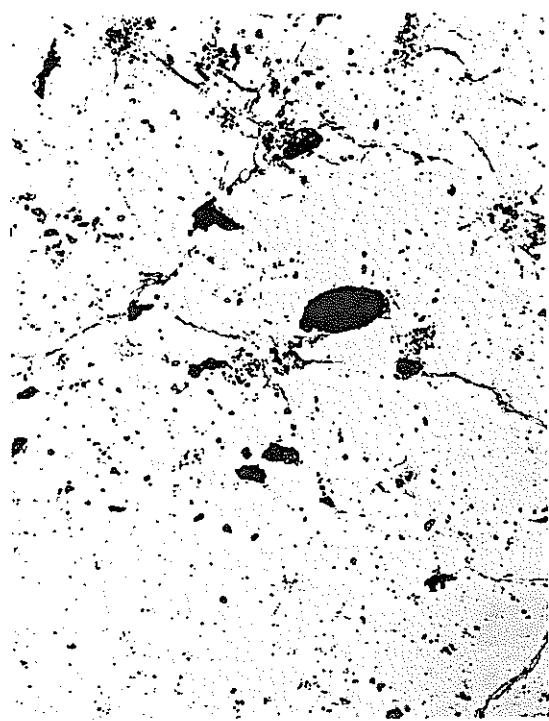
MICRO

50 μm
 $\times 200$



25 μm
 $\times 400$

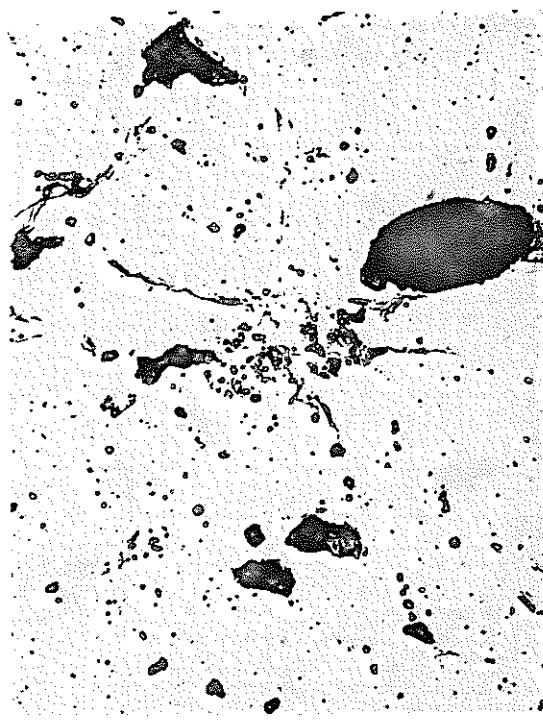
金相写真119 (R T - 3 - 1 0 0 - 2)



$50 \mu\text{m}$
 $\times 200$

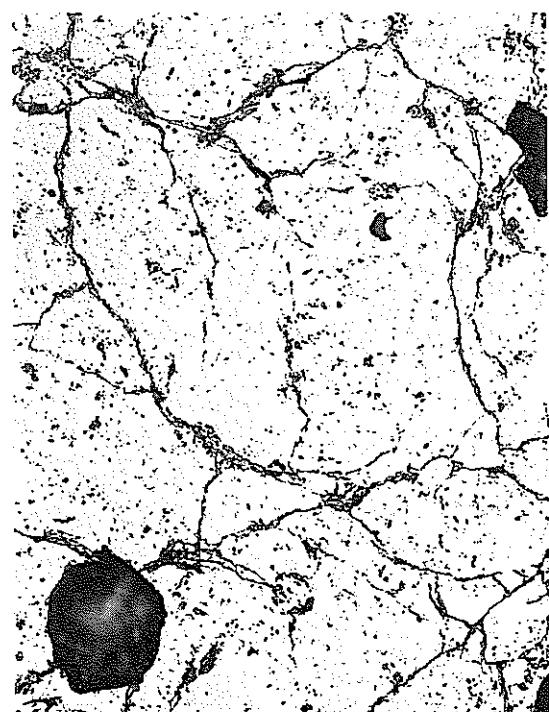
RT - 1 - 1 3 - 2

RT - 2 - 1 3 - 1

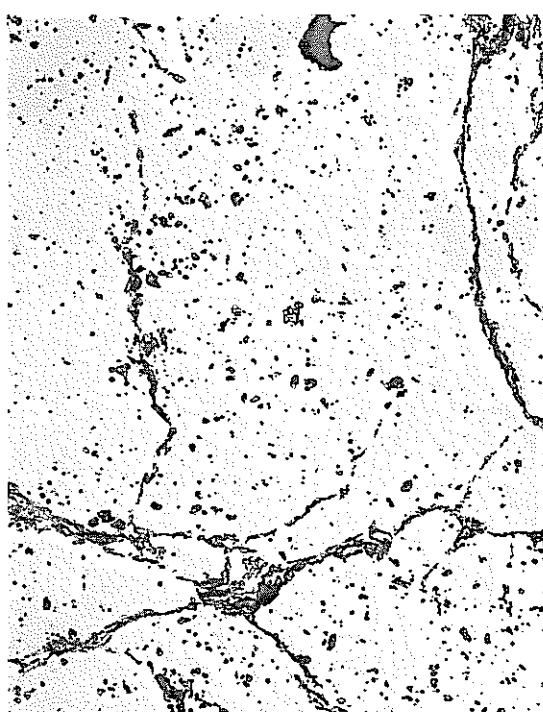


PF = 0 w/o

PF = 2 w/o



$50 \mu\text{m}$
 $\times 200$



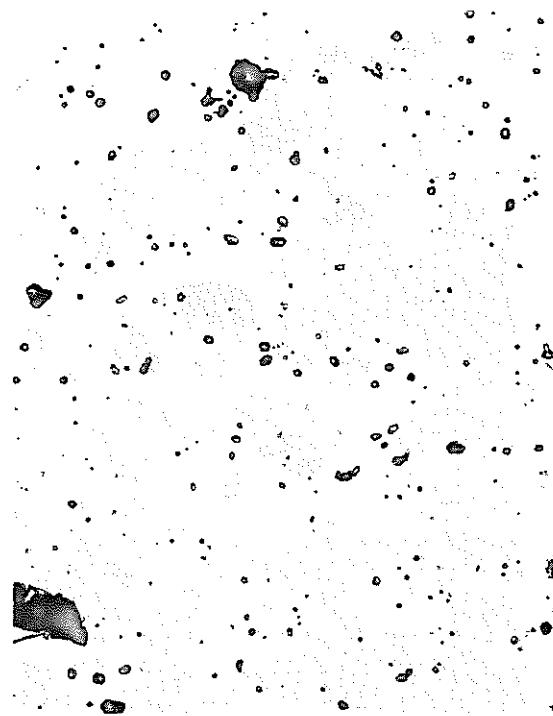
金相写真120 (RT - 1 - 1 3 - 2, RT - 1 - 1 3 - 1)



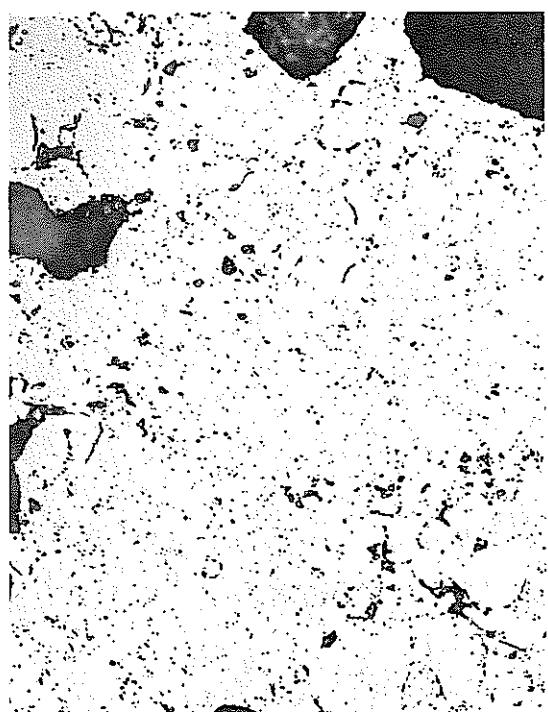
50 μm
×200

RT-1-55-2

RT-2-55-2

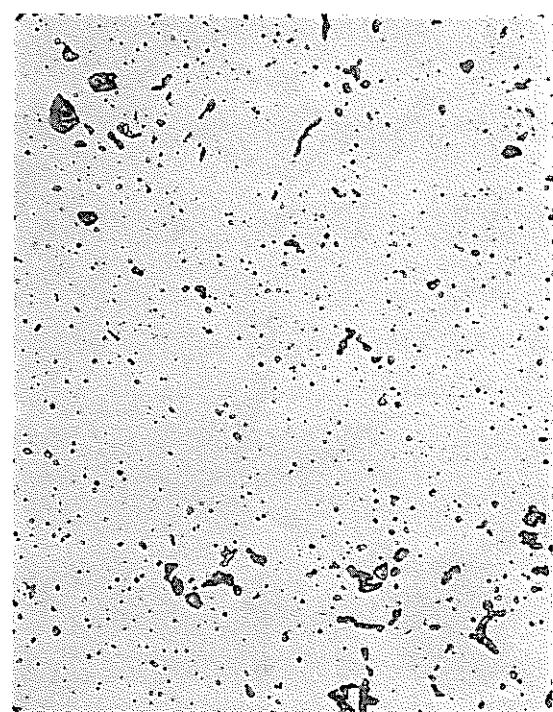


25 μm
×400



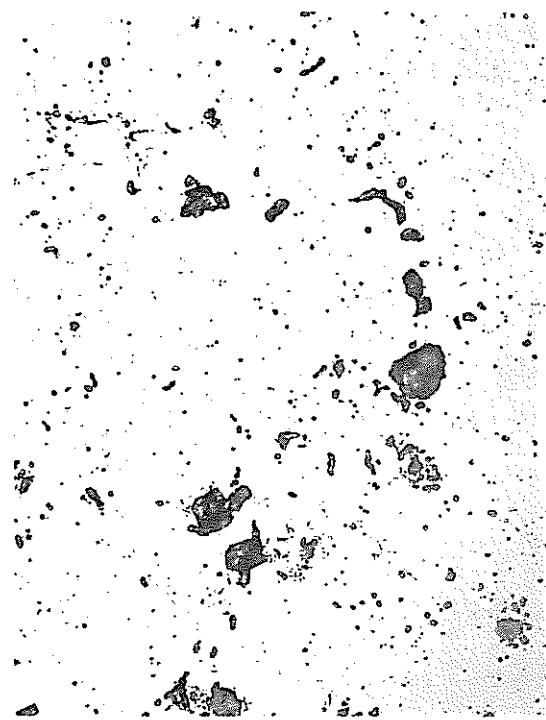
MICRO

50 μm
×200



25 μm
×400

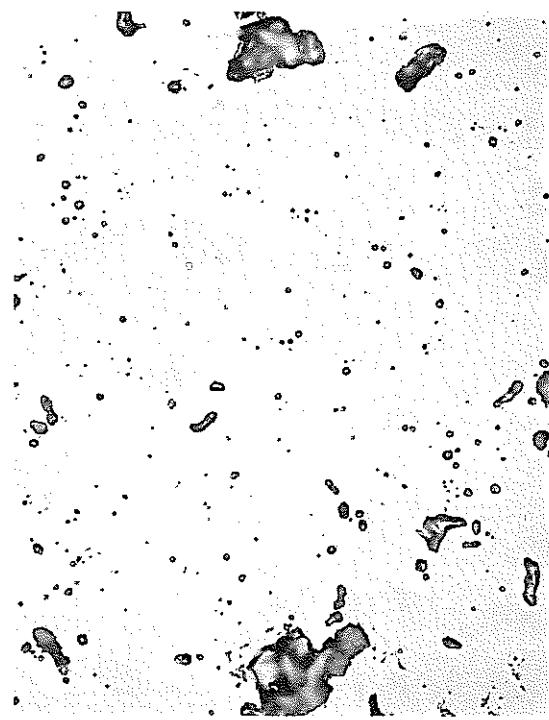
金相写真121 (RT-1-55-2, RT-2-55-2)



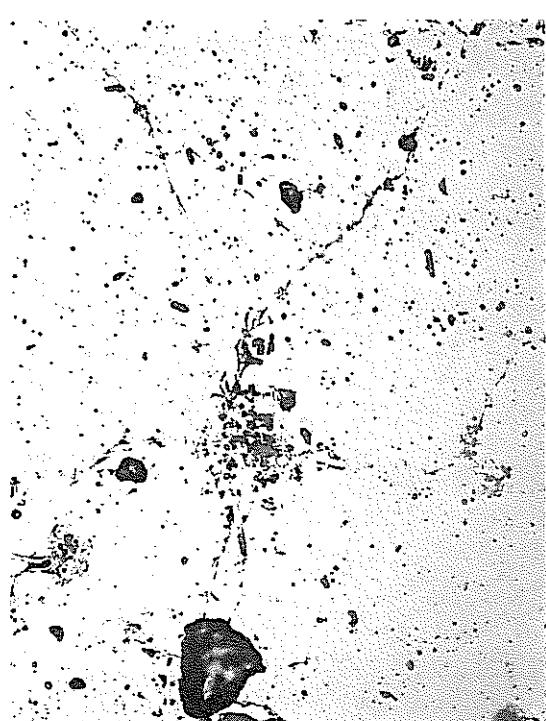
50 μm
×200

RT - 1 - 1 3 - 2

RT - 2 - 1 3 - 1



25 μm
×400

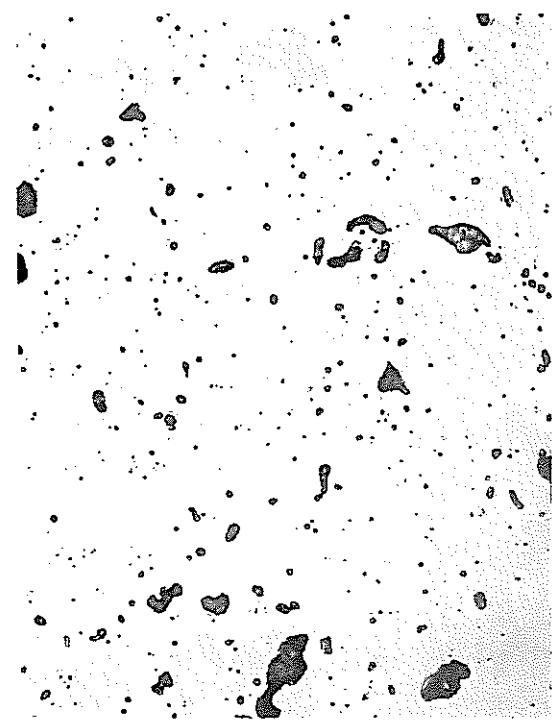


50 μm
×200



25 μm
×400

金相写真122 (RT - 1 - 1 3 - 2, RT - 2 - 1 3 - 1)

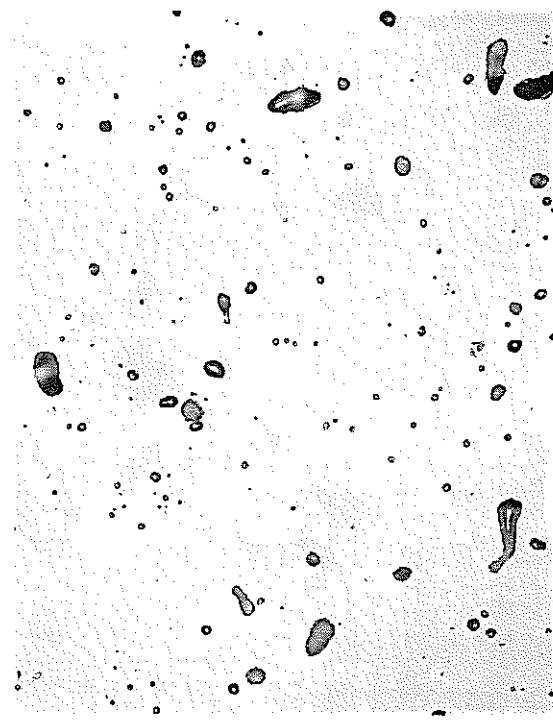


MICRO

50 μ m
 $\times 200$

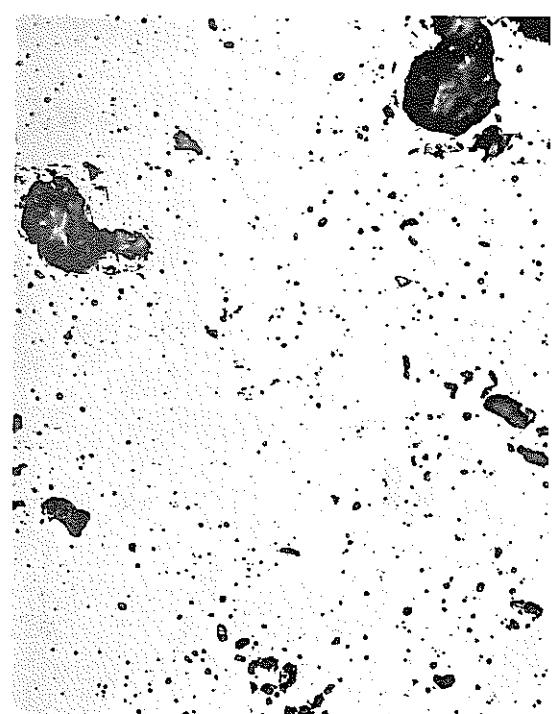
R T - 1 - 5 5 - 2

R T - 2 - 5 5 - 2



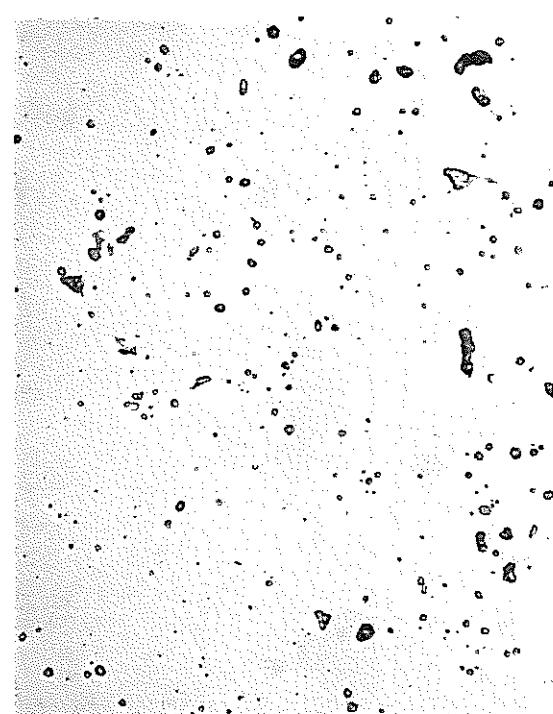
25 μ m
 $\times 400$

24時間焼きしまり



MICRO

50 μ m
 $\times 200$

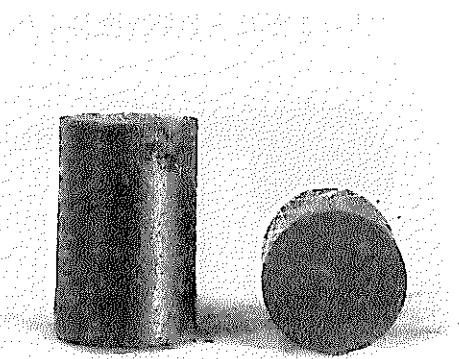


25 μ m
 $\times 400$

金相写真123 (R T - 1 - 5 5 - 2, R T - 2 - 5 5 - 2)

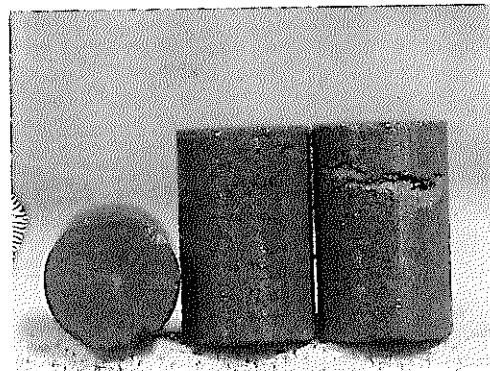
RT-1-13-1

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 93.08%TD



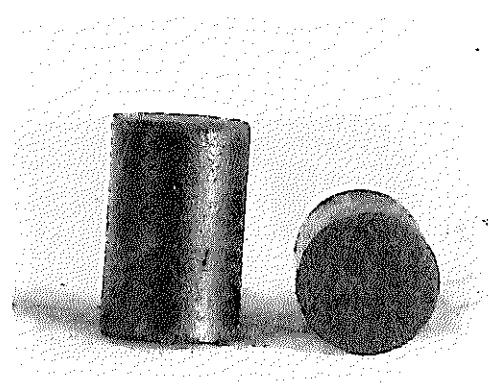
RT-1-13-1

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂



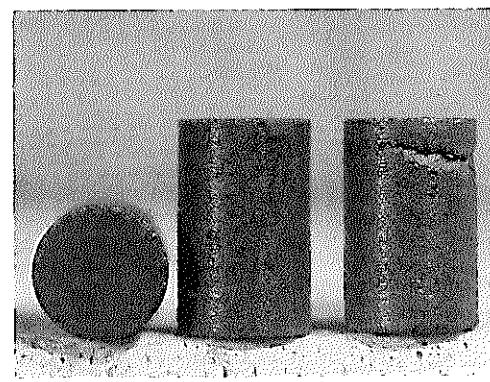
RT-1-13-2

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 94.87%TD



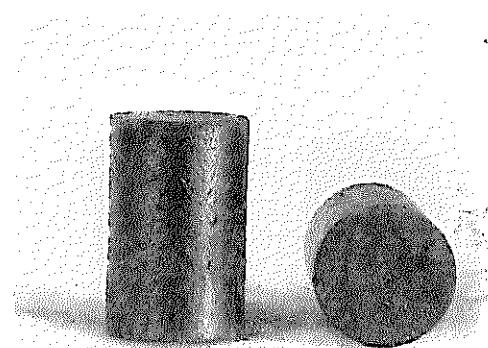
RT-1-13-2

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂



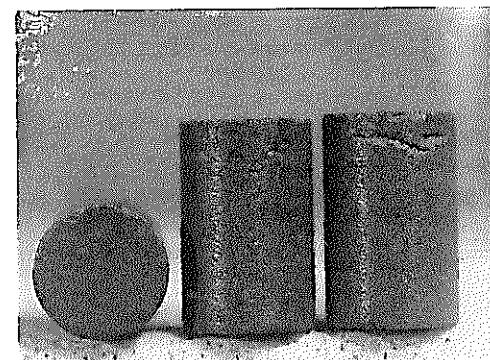
RT-1-13-3

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 95.25%TD



RT-1-13-3

乾回添加率 : 13 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂



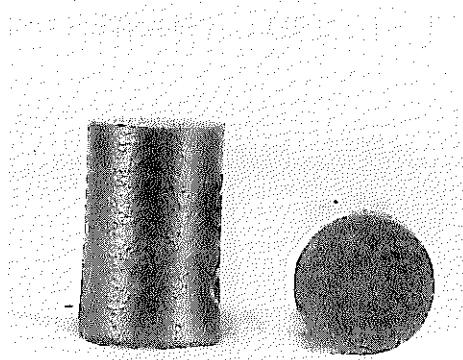
〔焼結後〕

〔研削後〕

ペレット外観写真1 (RT-1-13-1, RT-1-13-2, RT-1-13-3)

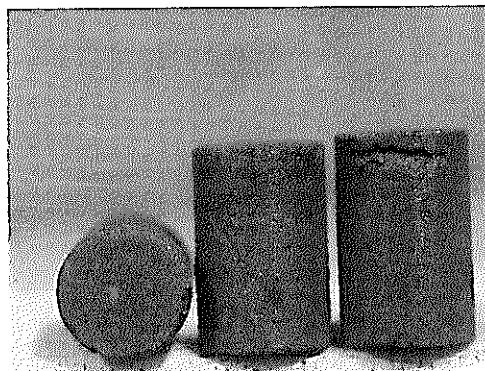
RT-1-20-1

乾回添加率 : 20 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 95.59%TD



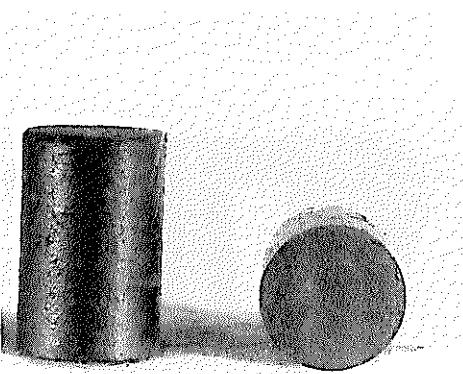
RT-1-20-1

乾回添加率 : 20 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂



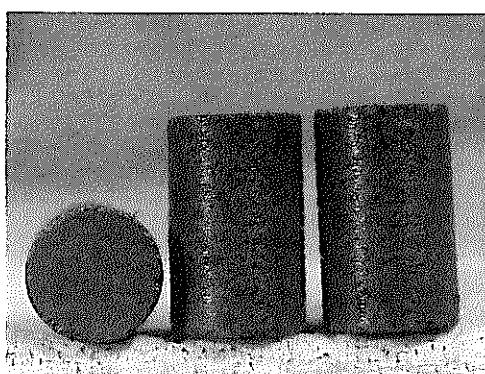
RT-1-25-1

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 93.79%TD



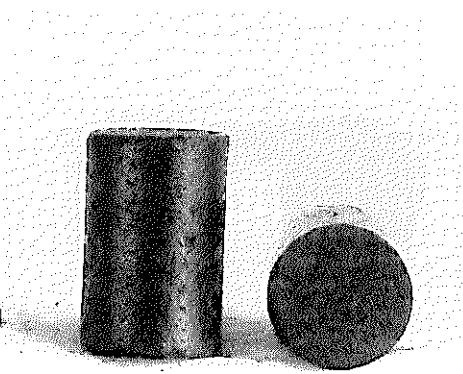
RT-1-25-1

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂



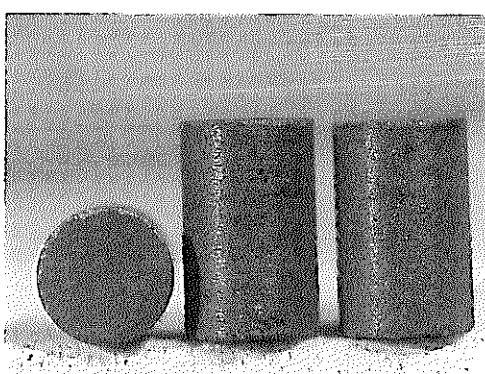
RT-1-25-2

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 95.18%TD



RT-1-25-2

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂



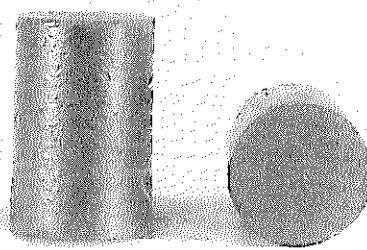
〔焼結後〕

〔研削後〕

ペレット外観写真2 (RT-1-20-1, RT-1-25-1, RT-1-25-2)

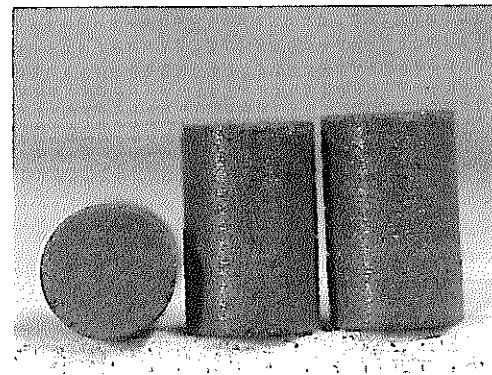
RT-1-25-3

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 95.05%TD



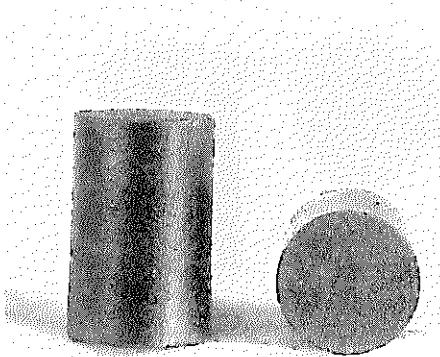
RT-1-25-3

乾回添加率 : 25 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂



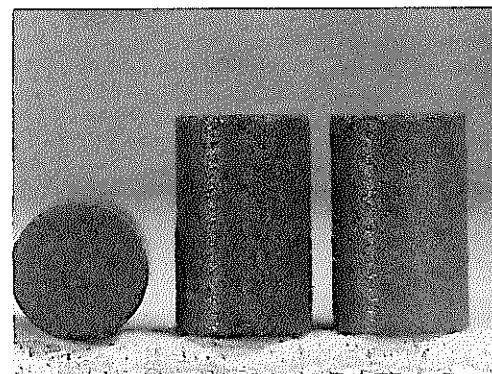
RT-1-40-1

乾回添加率 : 40 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 95.56%TD



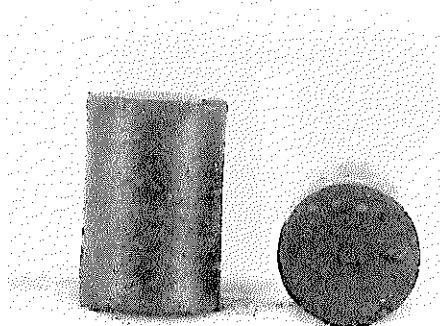
RT-1-40-1

乾回添加率 : 40 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂



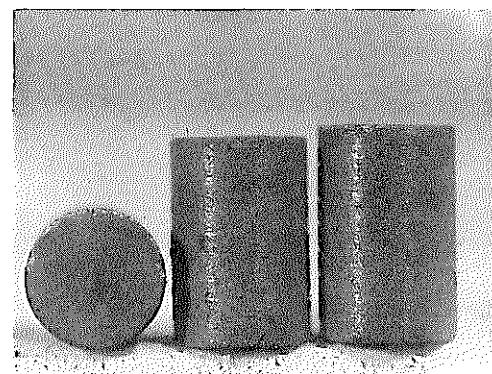
RT-1-55-1

乾回添加率 : 55 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂
到達密度 : 94.39%TD



RT-1-55-1

乾回添加率 : 55 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂



[焼結後]

[研削後]

ペレット外観写真3 (RT-1-25-3, RT-1-40-1, RT-1-55-1)

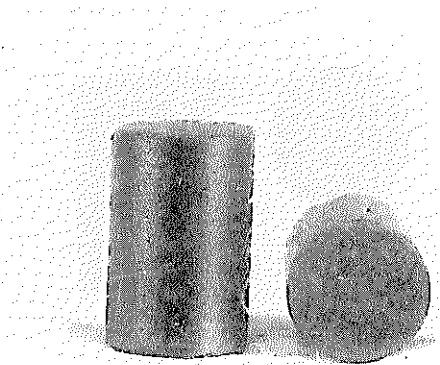
RT-1-55-2

乾回添加率 : 55 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂

到達密度 : 95.45%TD

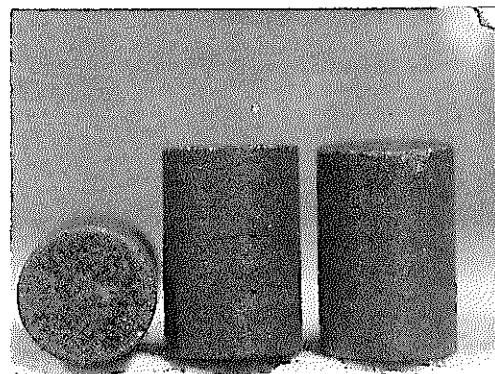


RT-1-55-2

乾回添加率 : 55 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂



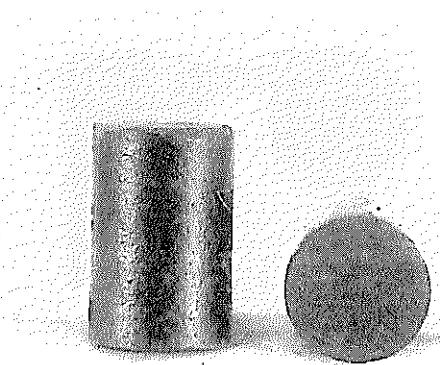
RT-1-55-3

乾回添加率 : 55 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar-H₂

到達密度 : 95.48%TD



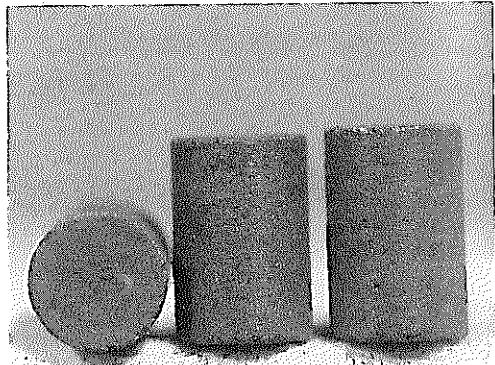
〔焼結後〕

RT-1-55-3

乾回添加率 : 55 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar-H₂

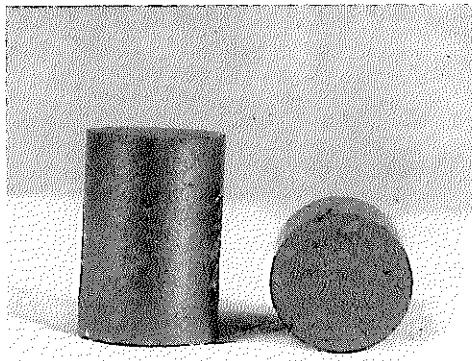


〔研削後〕

ペレット外観写真4 (RT-1-55-2, RT-1-55-3)

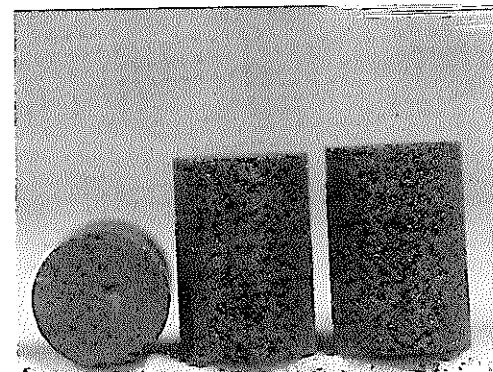
RT-2-13-1

乾回添加率: 13 w/o
PP添加率造粒前: 2 w/o
焼結温度: 1720°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 85.58%TD



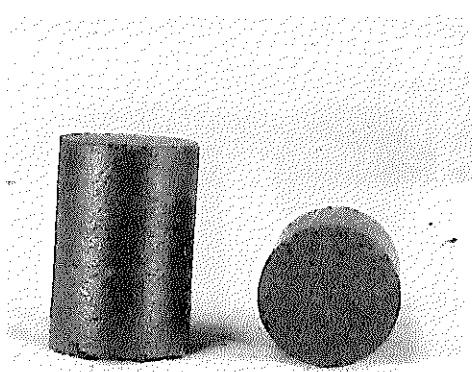
RT-2-13-1

乾回添加率: 13 w/o
PP添加率: 造粒前2.0 w/o
焼結温度: 1720°C
雰囲気: Ar-H₂



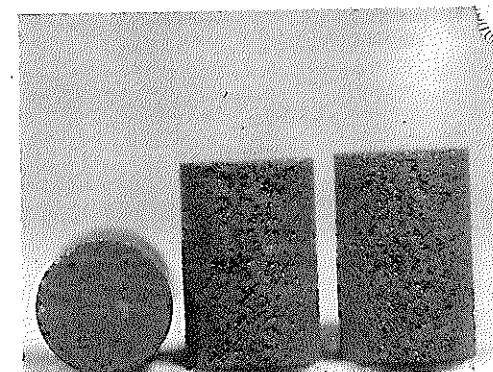
RT-2-20-1

乾回添加率: 20 w/o
PP添加率造粒前: 2 w/o
焼結温度: 1720°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 86.66%TD



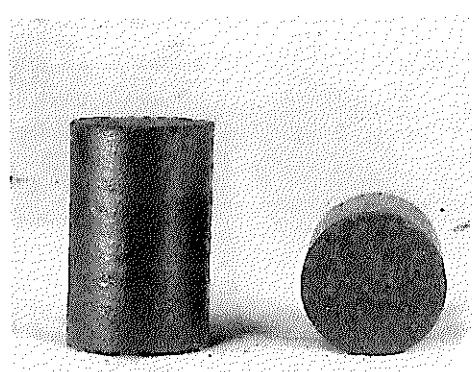
RT-2-20-1

乾回添加率: 20 w/o
PP添加率: 造粒前2.0 w/o
焼結温度: 1720°C
雰囲気: Ar-H₂



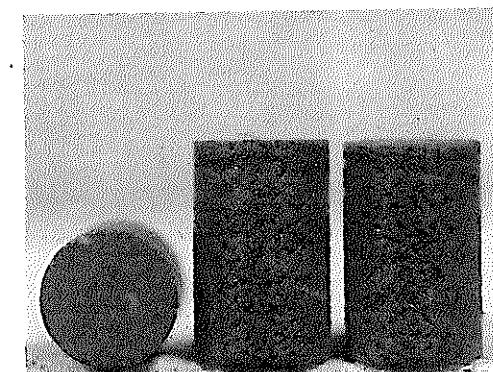
RT-2-25-1

乾回添加率: 25 w/o
PP添加率造粒前: 1 w/o
焼結温度: 1690°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 89.83%TD



RT-2-25-1

乾回添加率: 25 w/o
PP添加率: 造粒前1.0 w/o
焼結温度: 1690°C
雰囲気: Ar-H₂

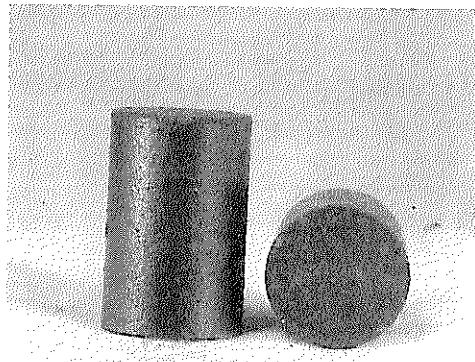


(焼結後)

ペレット外観写真5 (RT-2-13-1, RT-2-20-1, RT-2-25-1)

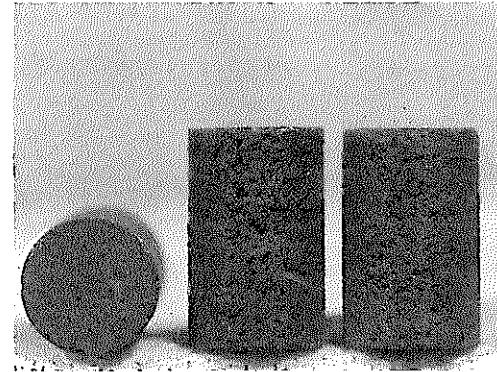
RT-2-25-2

乾回添加率: 25 w/o
PF添加率造粒前: 1 w/o
焼結温度: 1720°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 90.85%TD



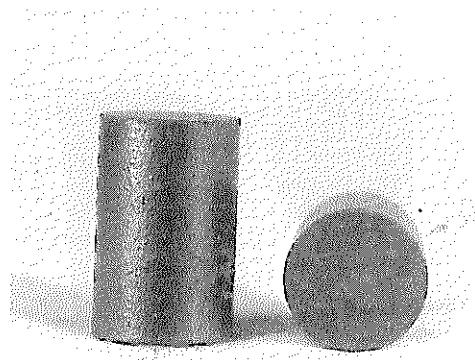
RT-2-25-2

乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 造粒前2.0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂



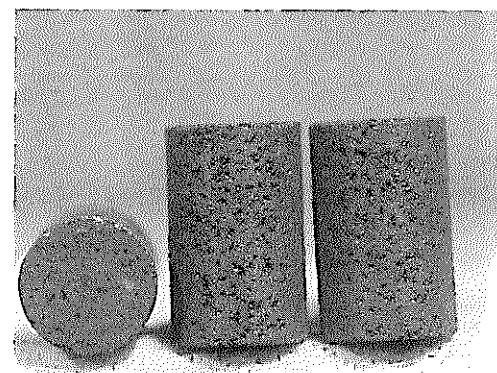
RT-2-25-3

乾回添加率: 25 w/o
PF添加率造粒前: 1 w/o
焼結温度: 1750°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 91.16%TD



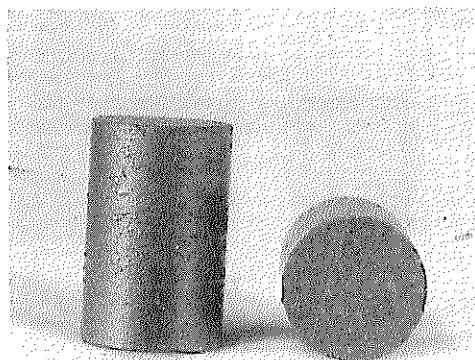
RT-2-25-3

乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 造粒前1.0 w/o
焼結温度 : 1750°C
雰囲気 : Ar-H₂



RT-2-25-4

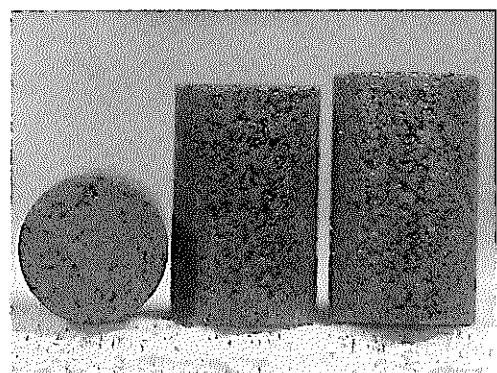
乾回添加率: 25 w/o
PF添加率造粒後: 1 w/o
焼結温度: 1690°C
雰囲気: Ar-H₂
到達密度: 90.67%TD



[焼結後]

RT-2-25-4

乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 造粒後1.0 w/o
焼結温度 : 1690°C
雰囲気 : Ar-H₂



[研削後]

ペレット外観写真6 (RT-2-25-2, RT-2-25-3, RT-2-25-4)

RT - 2 - 25 - 5

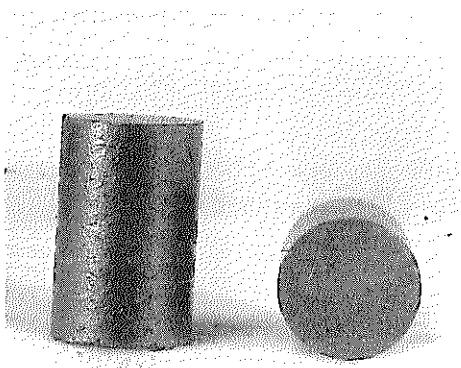
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 1 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar - H₂

到達密度: 91.29%TD



RT - 2 - 25 - 5

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 造粒後1.0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar - H₂

RT - 2 - 25 - 6

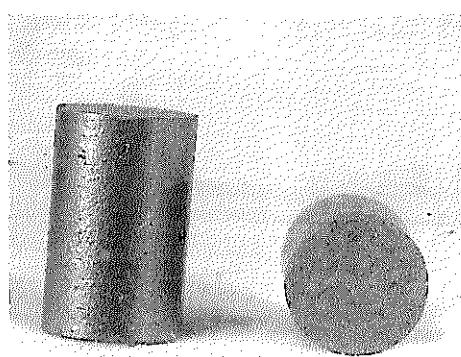
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 1 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar - H₂

到達密度: 90.99%TD



RT - 2 - 25 - 6

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 造粒後1.0 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar - H₂

RT - 2 - 25 - 7

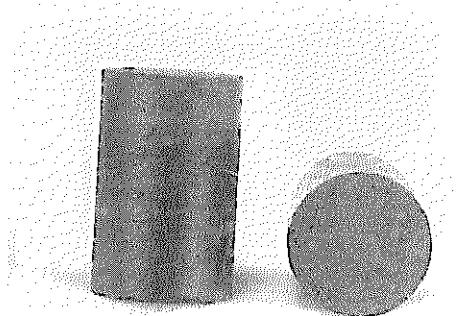
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar - H₂

到達密度: 85.35%TD



[焼結後]

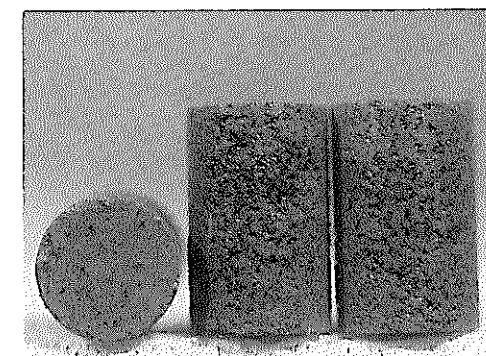
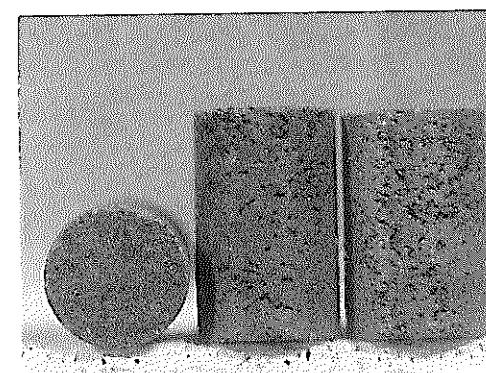
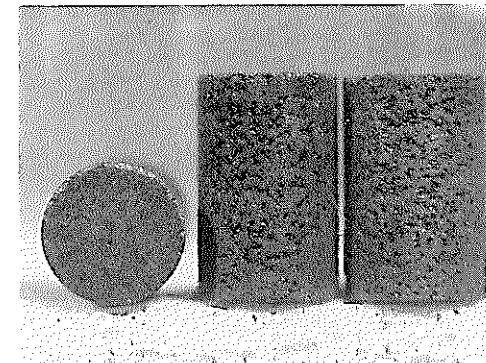
RT - 2 - 25 - 7

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 造粒前2.0 w/o

焼結温度 : 1690°C

雰囲気 : Ar - H₂



[研削後]

ペレット外観写真7 (RT - 2 - 25 - 5, RT - 2 - 25 - 6, RT - 2 - 25 - 7)

RT - 2 - 25 - 8

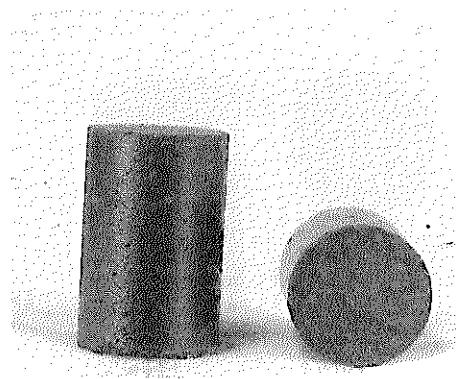
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.18%TD

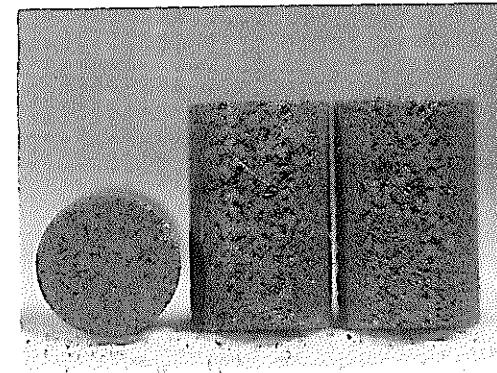


RT - 2 - 25 - 8

乾回添加率: 25 w/o

PF添加率: 造粒前2.0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

RT - 2 - 25 - 9

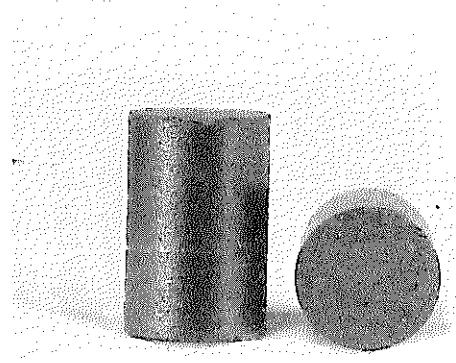
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.24%TD

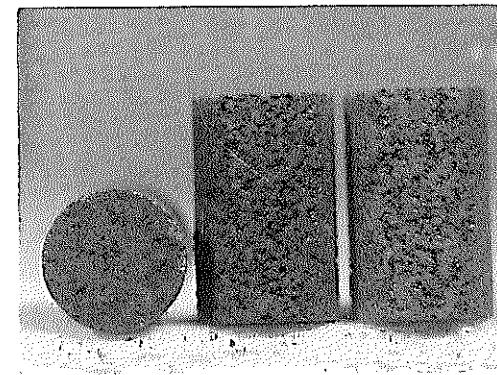


RT - 2 - 25 - 9

乾回添加率: 25 w/o

PF添加率: 造粒前2.0 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂

RT - 2 - 25 - 10

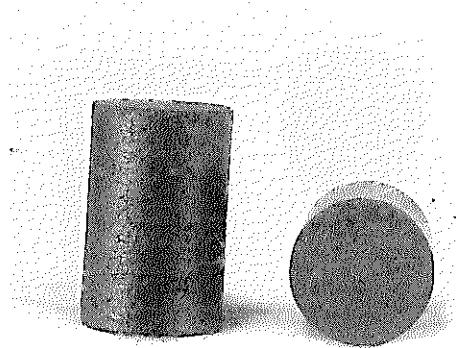
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.18%TD



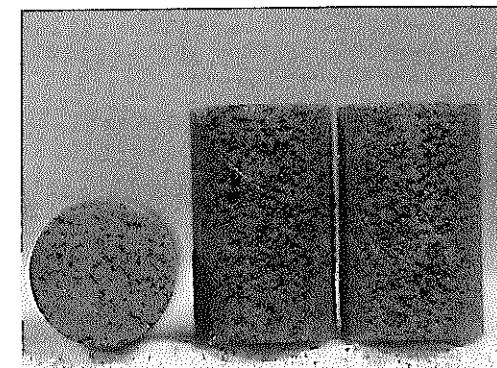
〔焼結後〕

RT - 2 - 25 - 10

乾回添加率: 25 w/o

PF添加率: 造粒後2.0 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

〔研削後〕

ペレット外観写真8 (RT - 2 - 25 - 8, RT - 2 - 25 - 9, RT - 2 - 25 - 10)

RT - 2 - 2 5 - 1 1

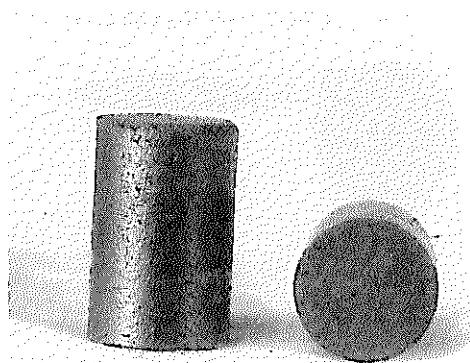
乾回添加率: 2 5 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1 7 2 0 °C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.20%TD

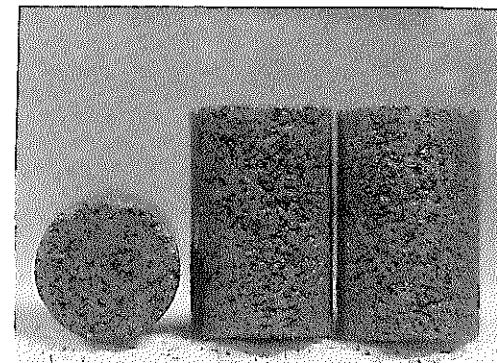


RT - 2 - 2 5 - 1 1

乾回添加率 : 2 5 w/o

PF添加率 : 造粒後2.0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰囲気 : Ar-H₂

RT - 2 - 2 5 - 1 2

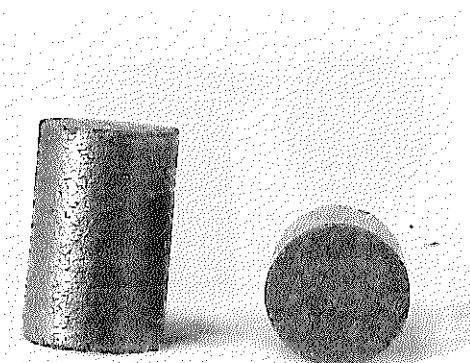
乾回添加率: 2 5 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1 7 5 0 °C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.42%TD

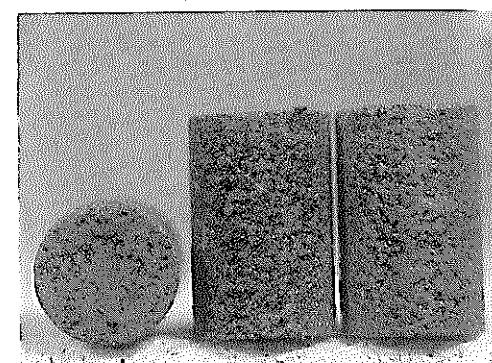


RT - 2 - 2 5 - 1 2

乾回添加率 : 2 5 w/o

PF添加率 : 造粒後2.0 w/o

焼結温度 : 1 7 5 0 °C

雰囲気 : Ar-H₂

RT - 2 - 4 0 - 1

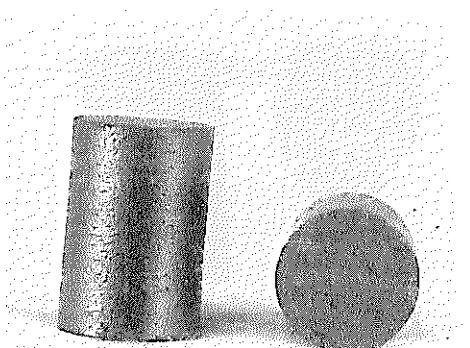
乾回添加率: 4 0 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1 7 2 0 °C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.09%TD



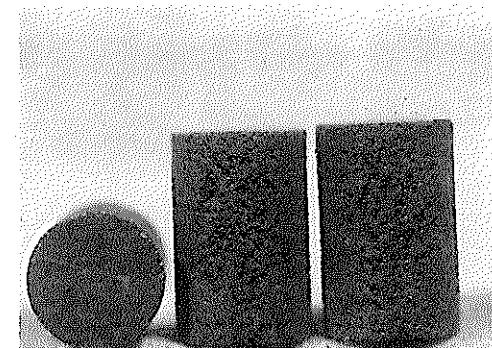
〔焼結後〕

RT - 2 - 4 0 - 1

乾回添加率 : 4 0 w/o

PF添加率 : 造粒前2.0 w/o

焼結温度 : 1 7 2 0 °C

雰囲気 : Ar-H₂

〔研削後〕

ペレット外観写真9 (RT - 2 - 2 5 - 1 1, RT - 2 - 2 5 - 1 2, RT - 2 - 4 0 - 1)

RT-2-55-1

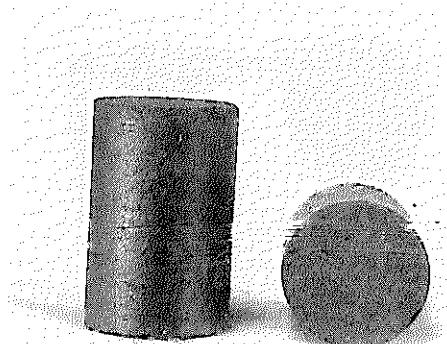
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 84.49%TD

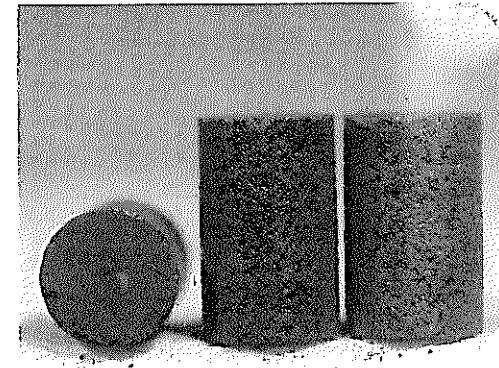


RT-2-55-1

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒前 2.0 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

RT-2-55-2

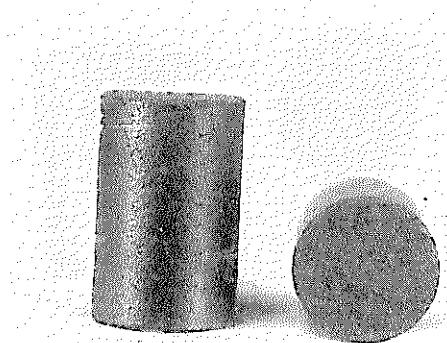
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 85.31%TD

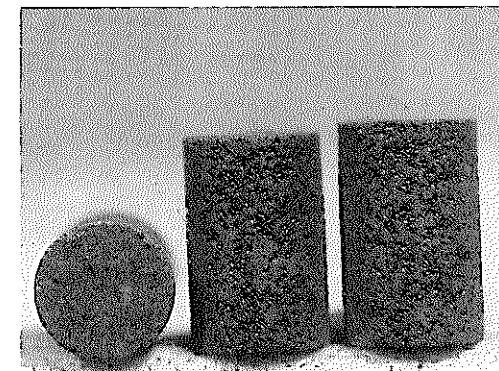


RT-2-55-2

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒前 2.0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

RT-2-55-3

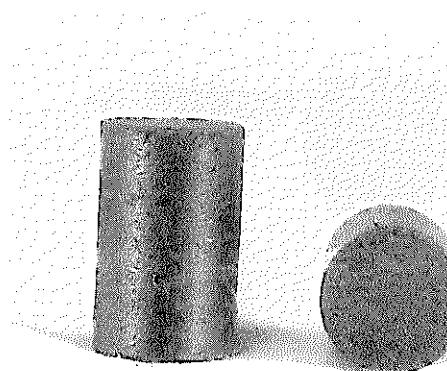
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒前: 2 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 85.20%TD



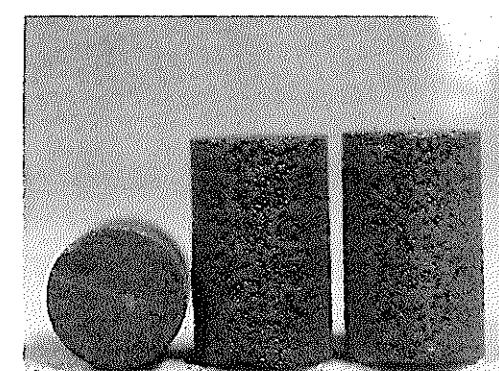
〔焼結後〕

RT-2-55-3

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒前 2.0 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂

〔研削後〕

ペレット外観写真10 (RT-2-55-1, RT-2-55-2, RT-2-55-3)

RT-2-55-4

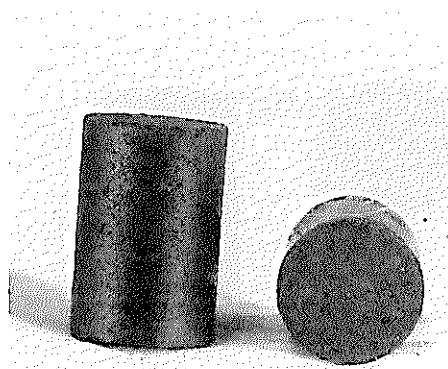
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 85.28%TD



RT-2-55-5

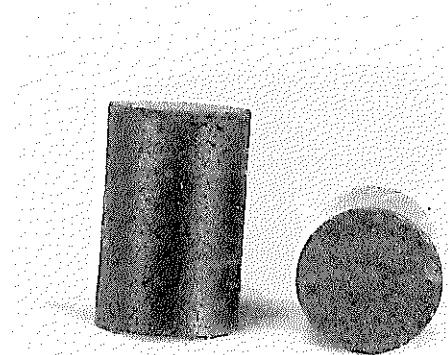
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 85.98%TD



RT-2-55-6

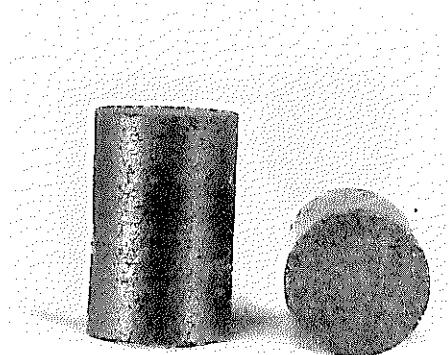
乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.68%TD



[焼結後]

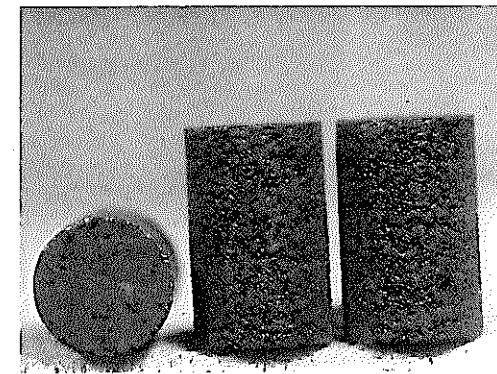
RT-2-55-4

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒後2.0 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂



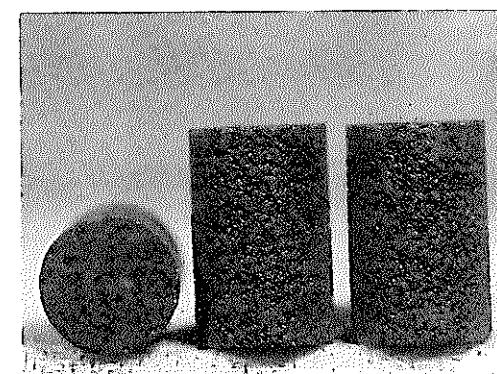
RT-2-55-5

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒後2.0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂



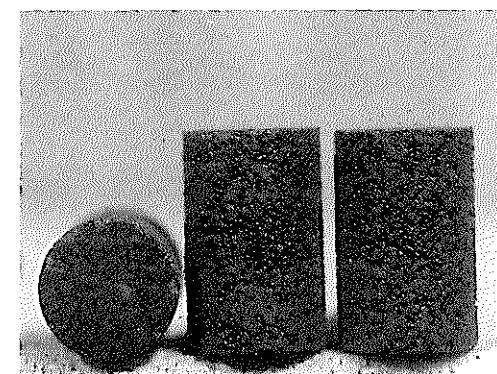
RT-2-55-6

乾回添加率: 5.5 w/o

PF添加率: 造粒後2.0 w/o

焼結温度: 1750°C

雰囲気: Ar-H₂



[研削後]

ペレット外観写真11 (RT-2-55-4, RT-2-55-5, RT-2-55-6)

RT - 3 - 0 0 - 1

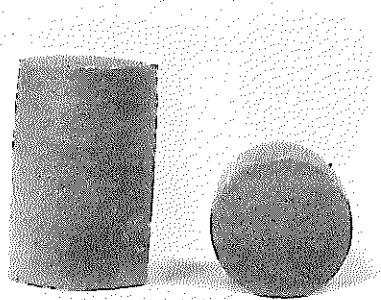
乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率造粒後 : 2 w/o

焼結温度 : 1690°C

雰囲気 : Ar-H₂

到達密度 : 75.21%TD



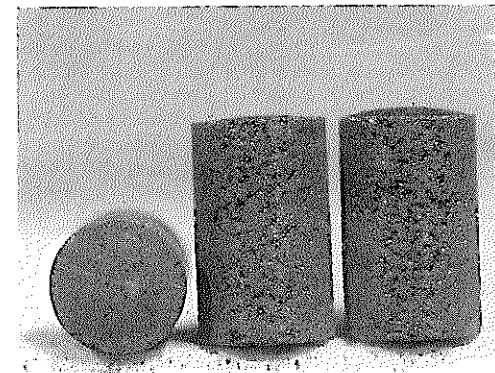
RT - 3 - 0 0 - 1

乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1690°C

雰囲気 : Ar-H₂



RT - 3 - 0 0 - 2

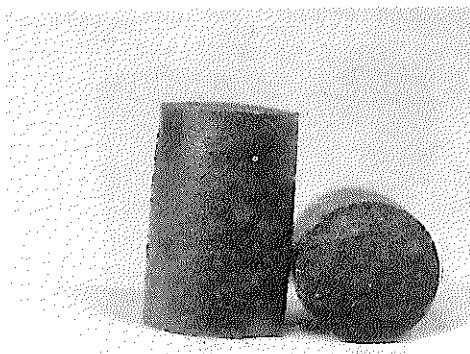
乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率造粒後 : 2 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂

到達密度 : 74.79%TD



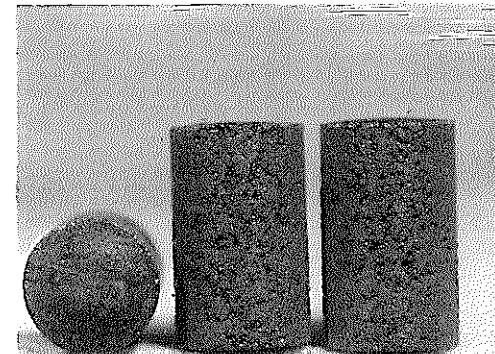
RT - 3 - 0 0 - 2

乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂



RT - 3 - 0 0 - 3

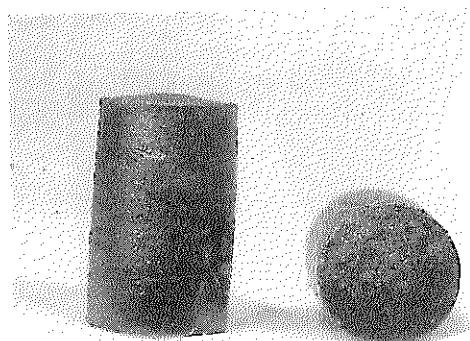
乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率造粒後 : 2 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar-H₂

到達密度 : 74.85%TD



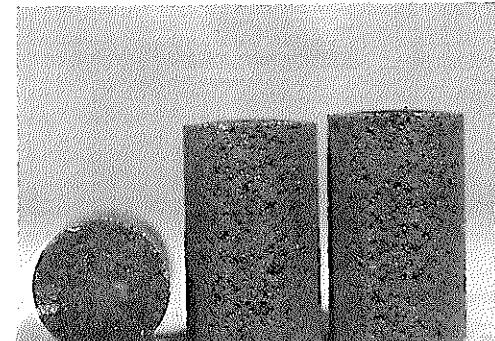
RT - 3 - 0 0 - 3

乾回添加率 : 0 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1750°C

雰囲気 : Ar-H₂



[焼結後]

[研削後]

ペレット外観写真12 (RT - 3 - 0 0 - 1, RT - 3 - 0 0 - 2, RT - 3 - 0 0 - 3)

RT - 3 - 25 - 1

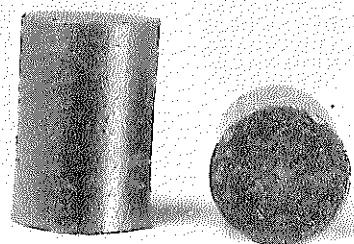
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 95.68%TD



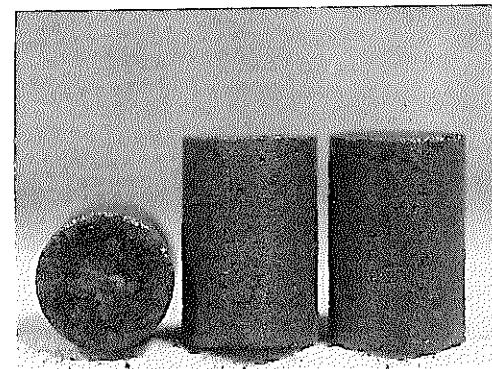
RT - 3 - 25 - 1

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂



RT - 3 - 25 - 2

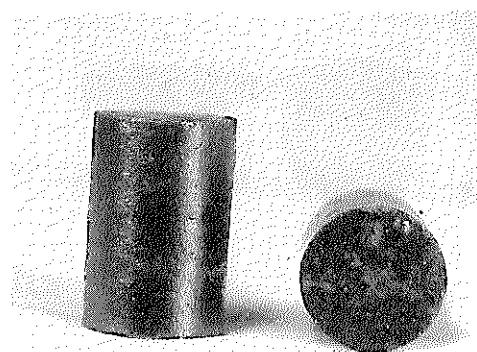
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 1 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 88.50%TD



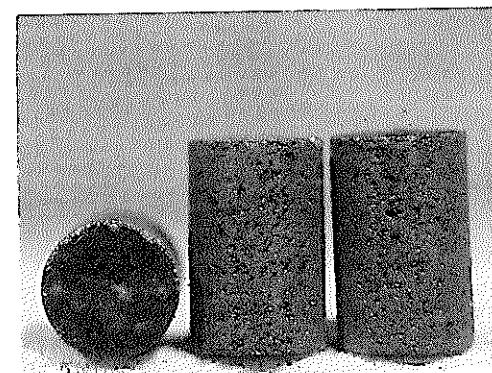
RT - 3 - 25 - 2

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂



RT - 3 - 25 - 3

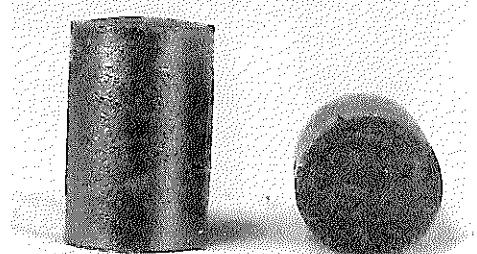
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 78.03%TD



[焼結後]

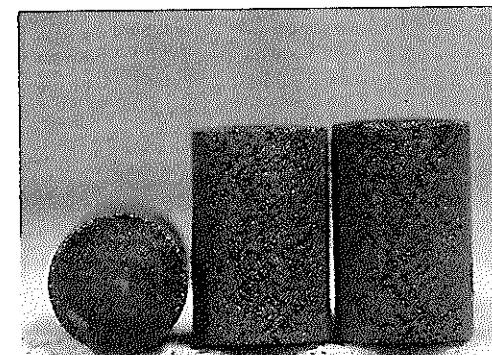
RT - 3 - 25 - 3

乾回添加率 : 25 w/o

PF添加率 : 2.0 w/o

焼結温度 : 1720°C

雰囲気 : Ar-H₂



[研削後]

ペレット外観写真13 (RT - 3 - 25 - 1, RT - 3 - 25 - 2, RT - 3 - 25 - 3)

RT - 3 - 55 - 1

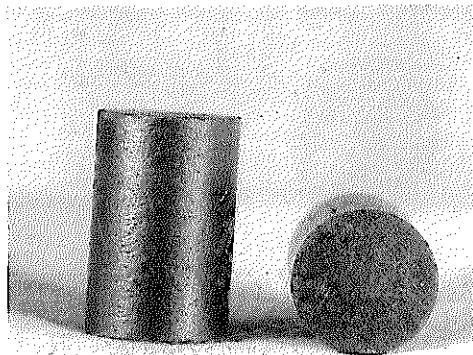
乾回添加率: 25 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 84.82%TD



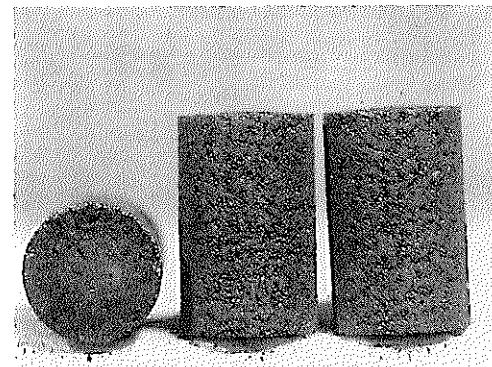
RT - 3 - 55 - 1

乾回添加率: 55 w/o

PF添加率: 2.0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂



RT - 3 - 70 - 1

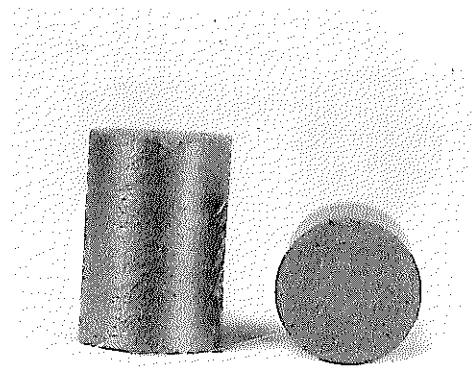
乾回添加率: 70 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 86.04%TD



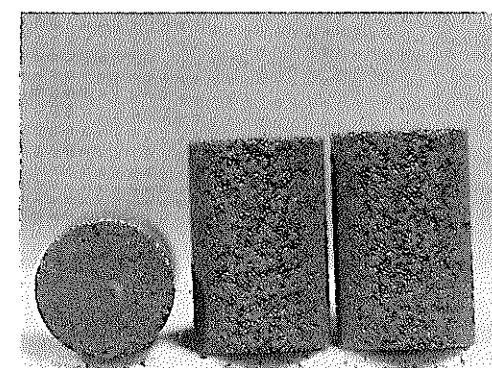
RT - 3 - 70 - 1

乾回添加率: 70 w/o

PF添加率: 2.0 w/o

焼結温度: 1720°C

雰囲気: Ar-H₂



RT - 3 - 100 - 1

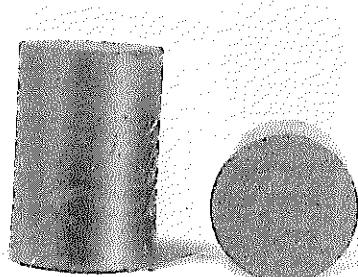
乾回添加率: 100 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 83.88%TD



[焼結後]

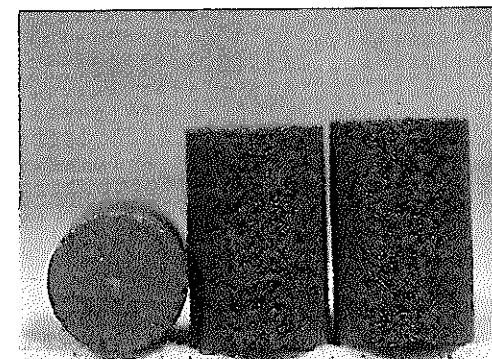
RT - 3 - 100 - 1

乾回添加率: 100 w/o

PF添加率: 2.0 w/o

焼結温度: 1690°C

雰囲気: Ar-H₂



[研削後]

ペレット外観写真14 (RT - 3 - 55 - 1, RT - 3 - 70 - 1, RT - 3 - 100 - 1)

R T - 3 - 1 0 0 - 2

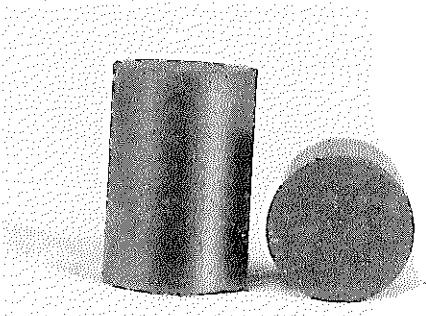
乾回添加率: 1 0 0 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1 7 2 0 °C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 85.02%TD



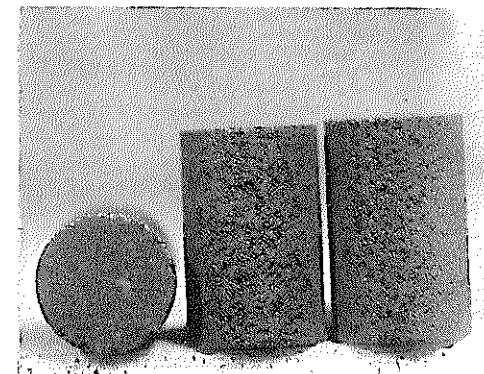
R T - 3 - 1 0 0 - 2

乾回添加率: 1 0 0 w/o

PF添加率: 2.0 w/o

焼結温度: 1 7 2 0 °C

雰囲気: Ar-H₂



R T - 3 - 1 0 0 - 3

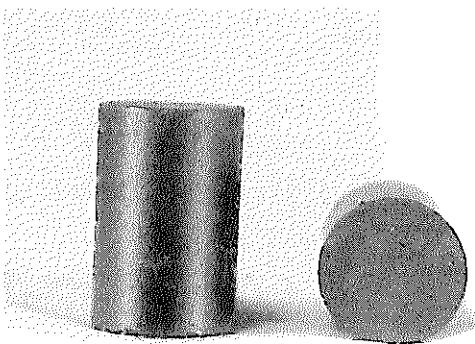
乾回添加率: 1 0 0 w/o

PF添加率造粒後: 2 w/o

焼結温度: 1 7 5 0 °C

雰囲気: Ar-H₂

到達密度: 84.90%TD



[焼結後]

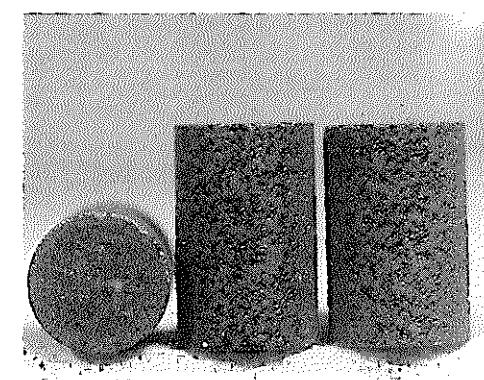
R T - 3 - 1 0 0 - 3

乾回添加率: 1 0 0 w/o

PF添加率: 2.0 w/o

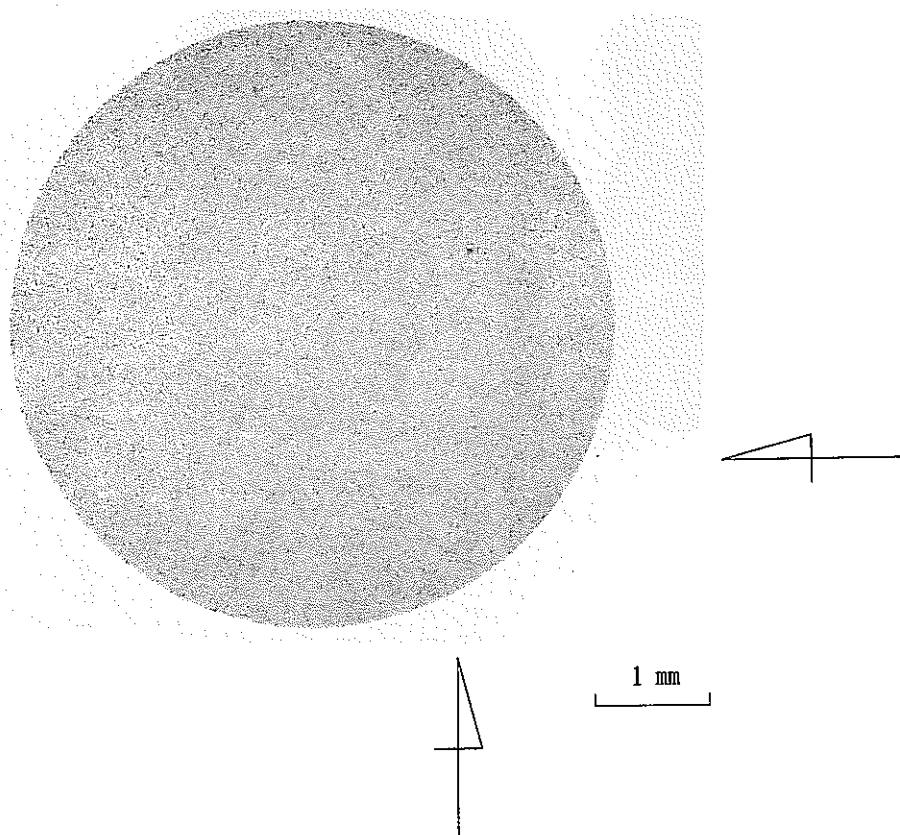
焼結温度: 1 7 5 0 °C

雰囲気: Ar-H₂



[研削後]

ペレット外観写真15 (R T - 3 - 1 0 0 - 2, R T - 3 - 1 0 0 - 3)



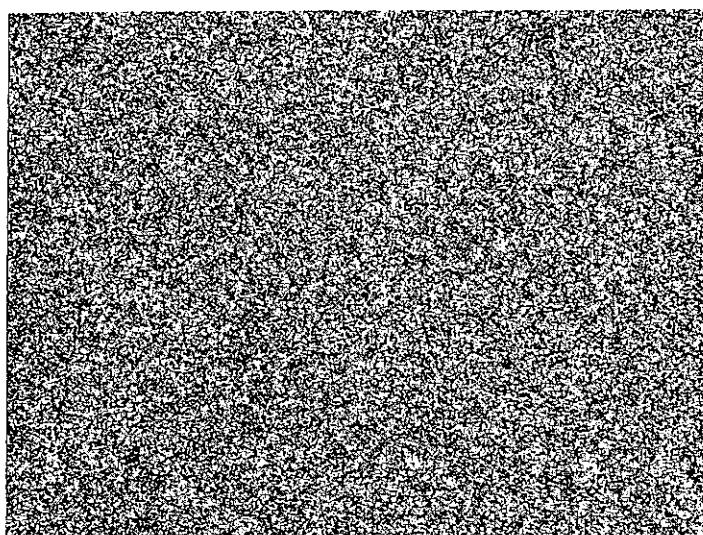
RT-3-25-1
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 0 w/o
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

〔混合粉碎条件〕

ポット No. : 1-2
ポット容量 : 1 ℥
回転数 : 100 rpm × 6H
ボール径 : φ 15 mm
ボール材質 : アルミナ

〔測定結果〕

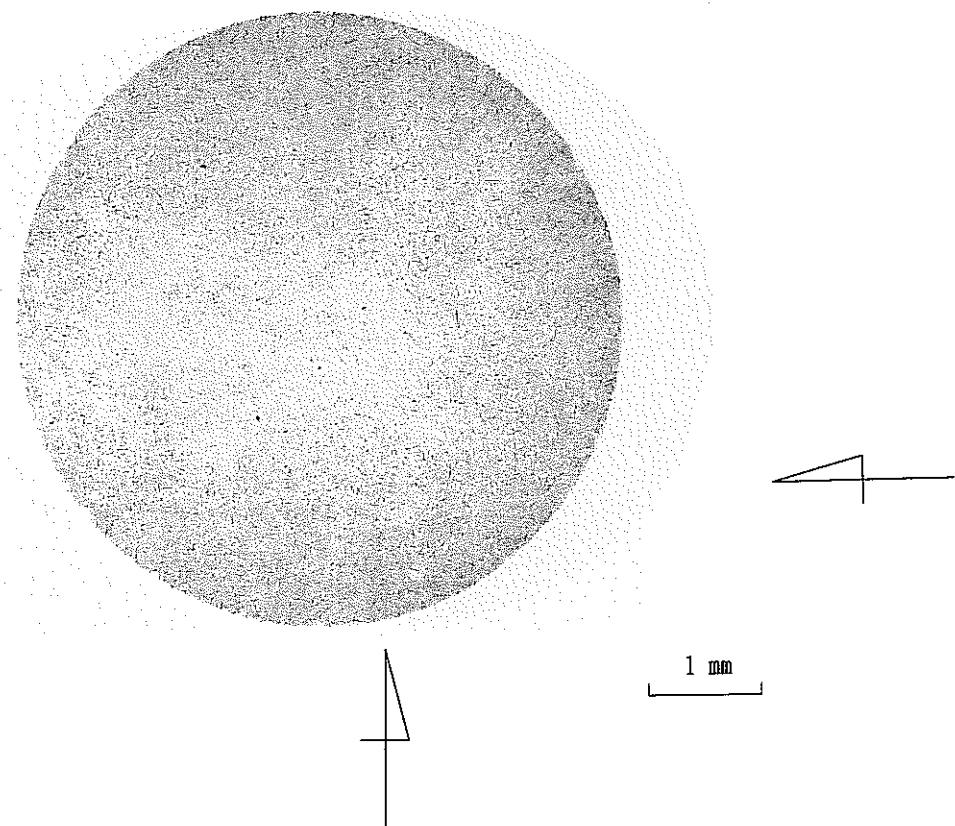
P_{II} スポット : (検出限界以下)



MICRO

100 μm

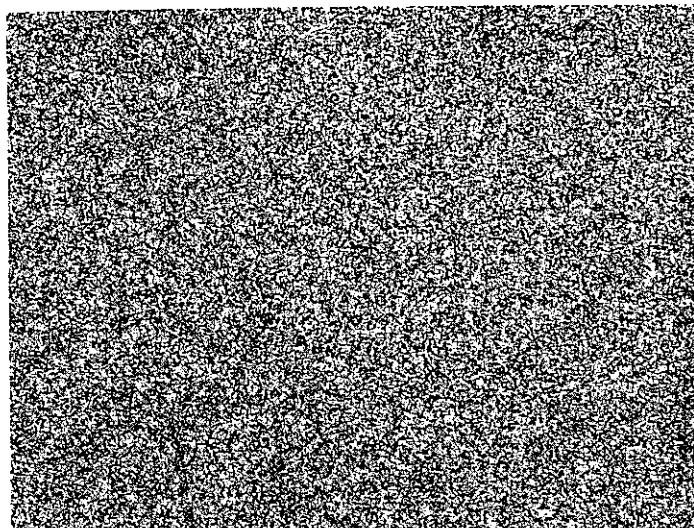
α-オートラジオグラフィ写真1 (RT-3-25-1)



RT-3-25-2
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 1 w/o (造粒前)
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

〔混合粉碎条件〕
ポットNo. : 1-2
ポット容量 : 1 ℥
回転数 : 100rpm×6H
ボール径 : φ15mm
ボール材質 : アルミナ

〔測定結果〕
Puスポット : (検出限界以下)

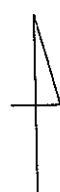
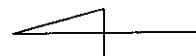


α -オートラジオグラフィ写真2 (RT-3-25-2)



MACRO

1 mm



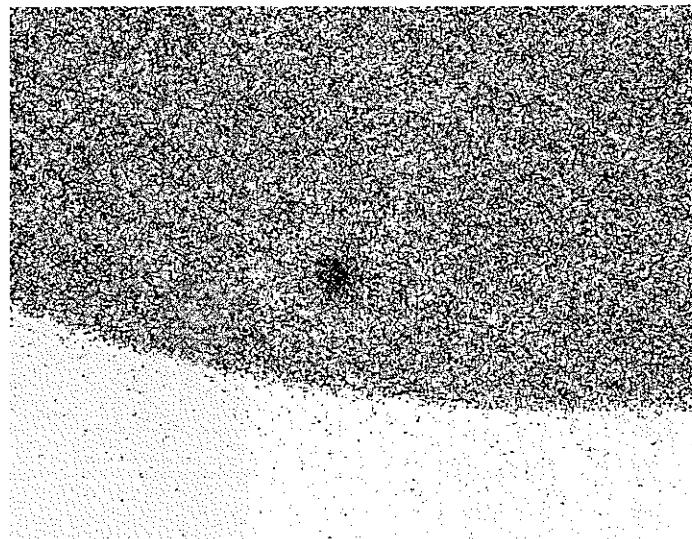
RT-3-25-3
乾回添加率 : 25 w/o
PF添加率 : 2 w/o (造粒前)
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

〔混合粉碎条件〕

ポットNo. : 1-2
ポット容量 : 1 ℥
回転数 : 100rpm×6H
ボール径 : φ15mm
ボール材質 : アルミナ

〔測定結果〕

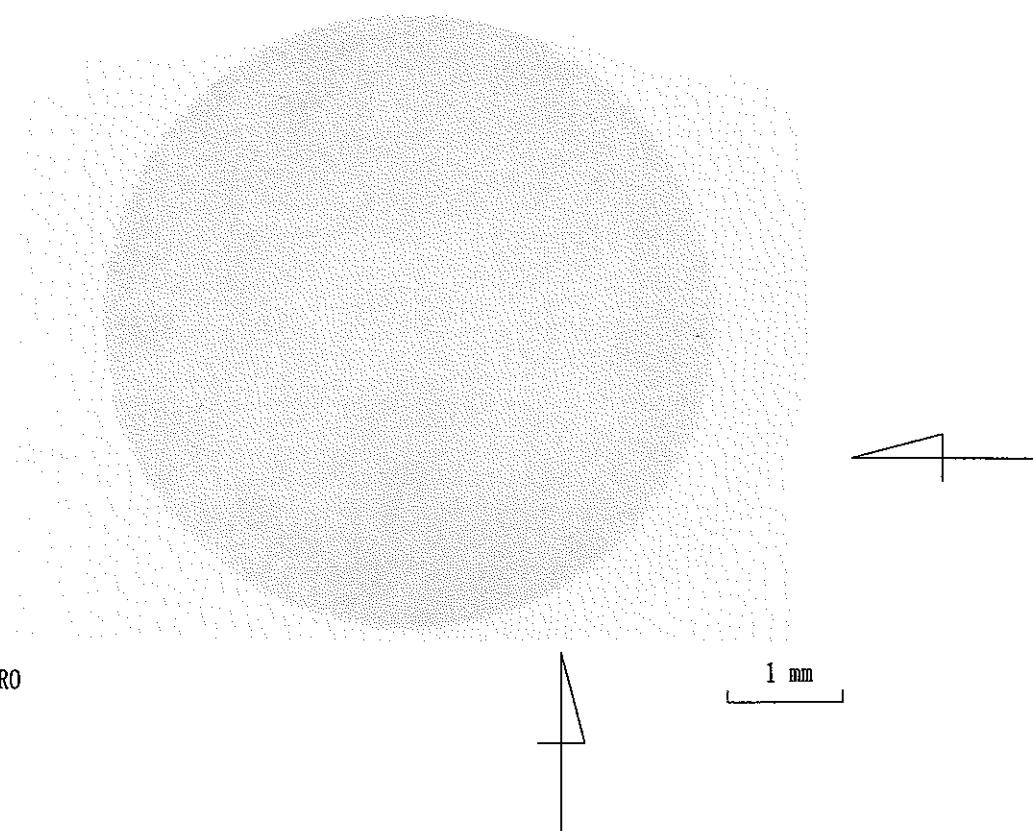
Puスポット : φ40 μm
(Uスポット : φ40 μm)



MICRO

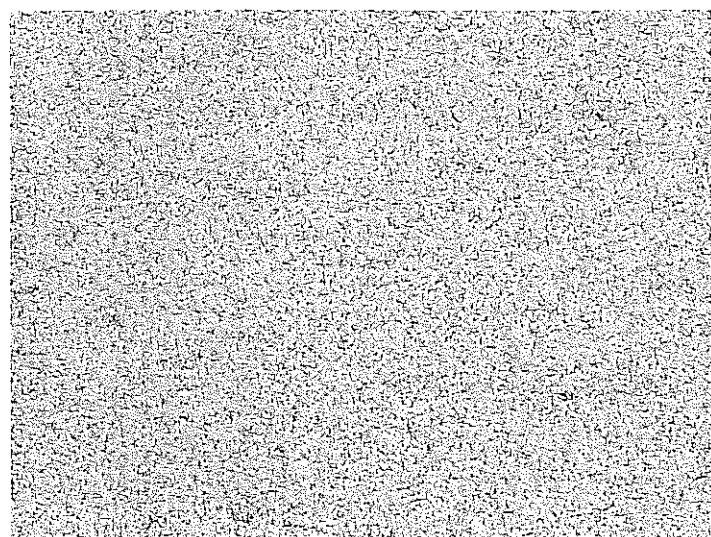
100 μm

α-オートラジオグラフィ写真3 (RT-3-25-3)



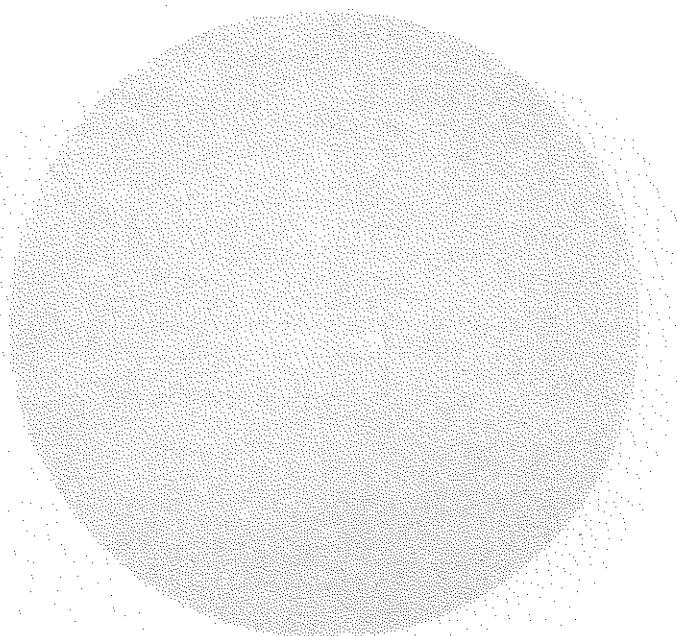
MACRO

R T - 3 - 5 5 - 1	
乾回添加率	: 5 5 w/o
PP添 加 率	: 2 w/o (造粒前)
焼結 温度	: 1 7 2 0 °C
雰 囲 気	: Ar - H ₂ (5 %)
〔混合粉碎条件〕	
ポ ッ ト No.	: 1 - 3
ポ ッ ト 容量	: 1 ℥
回 転 数	: 100 rpm × 6H
ボ ール 径	: φ 1 5 mm
ボ ール 材質	: アルミナ
〔測 定 結 果〕	
Pu スポット : (検出限界以下)	

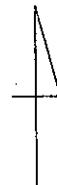


MICRO

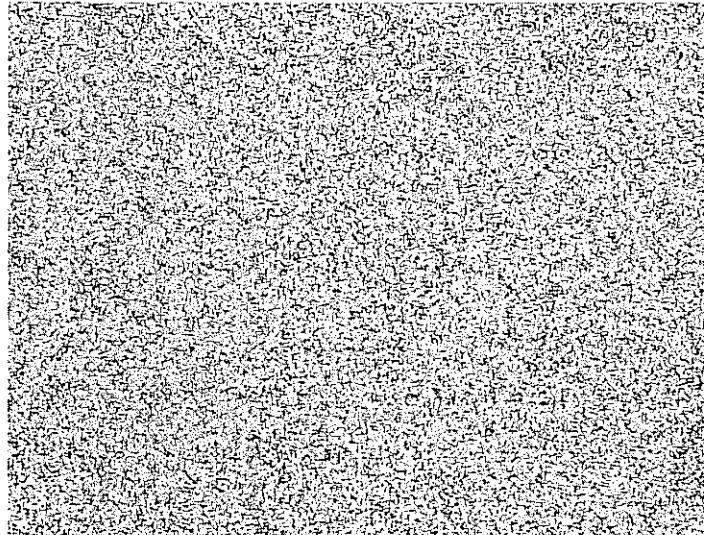
α-オートラジオグラフィ写真4 (R T - 3 - 5 5 - 1)



MACRO



1 mm



100 μm

RT-3-100-2
乾回添加率 : 100 w/o
PF添加率 : 2 w/o (造粒前)
焼結温度 : 1720°C
雰囲気 : Ar-H₂ (5%)

[混合粉碎条件]

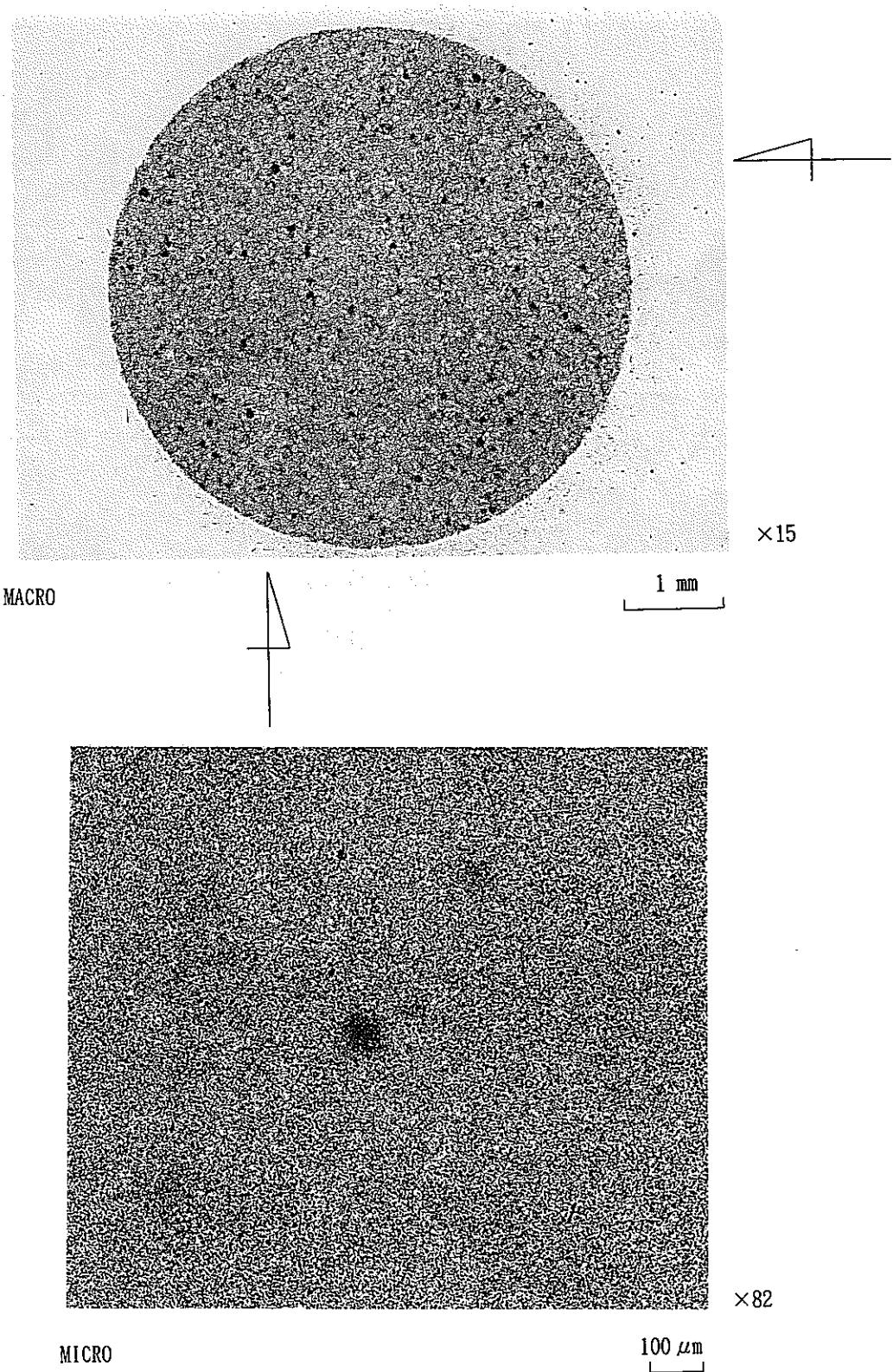
ポット No. : 1-2
ポット容量 : 1 ℥
回転数 : 100 rpm × 6H
ボール径 : φ 15 mm
ボール材質 : アルミナ

[測定結果]

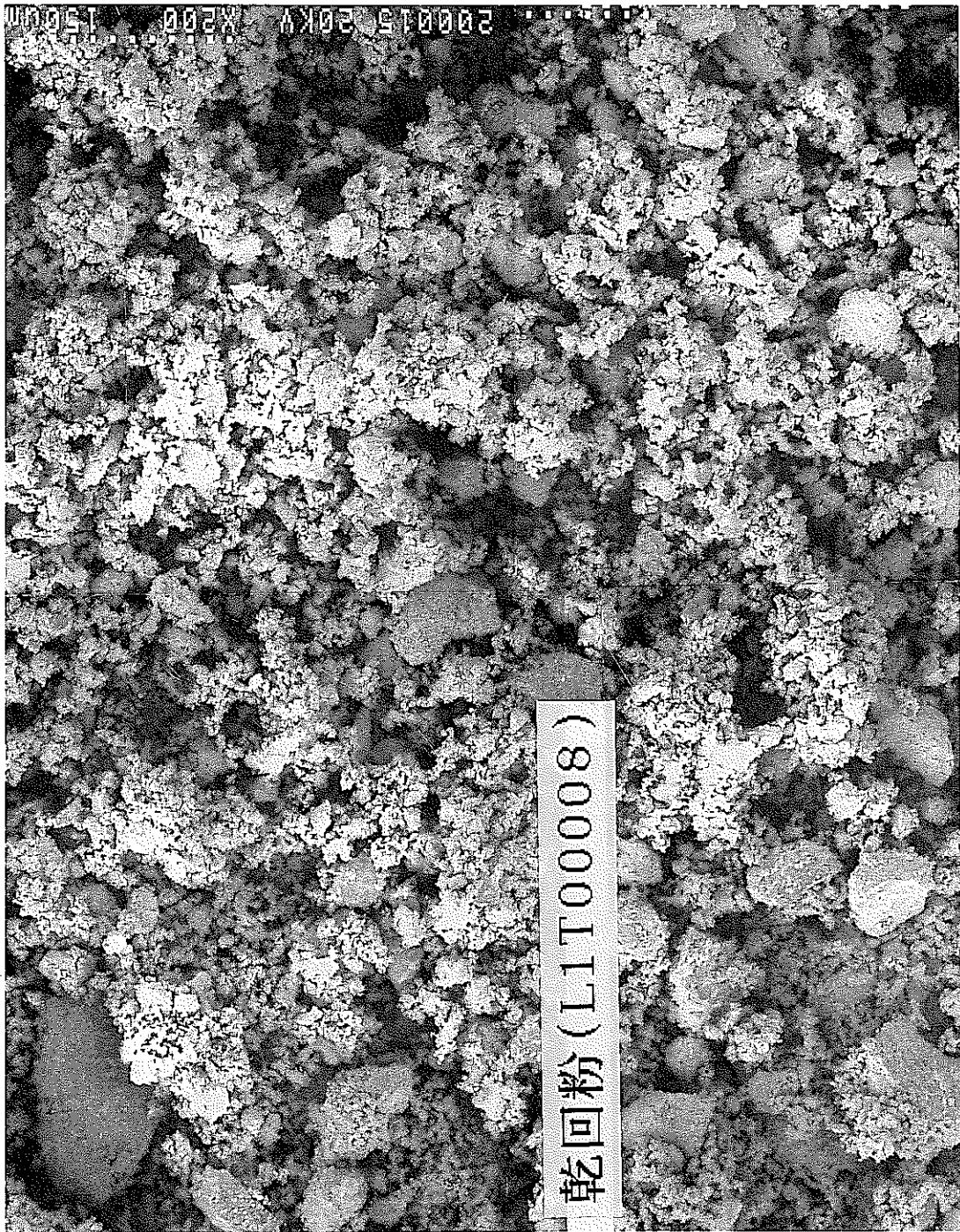
Pu スポット: (検出限界以下)
(Uスポット: φ 40 μm × 2)

MICRO

α-オートラジオグラフィ写真5 (RT-3-100-2)

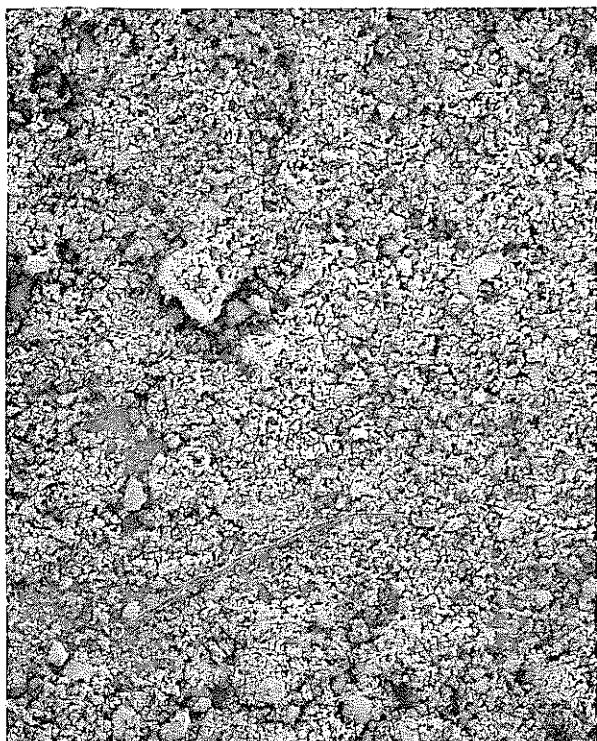


α -オートラジオグラフィ写真6 (C1L00043)



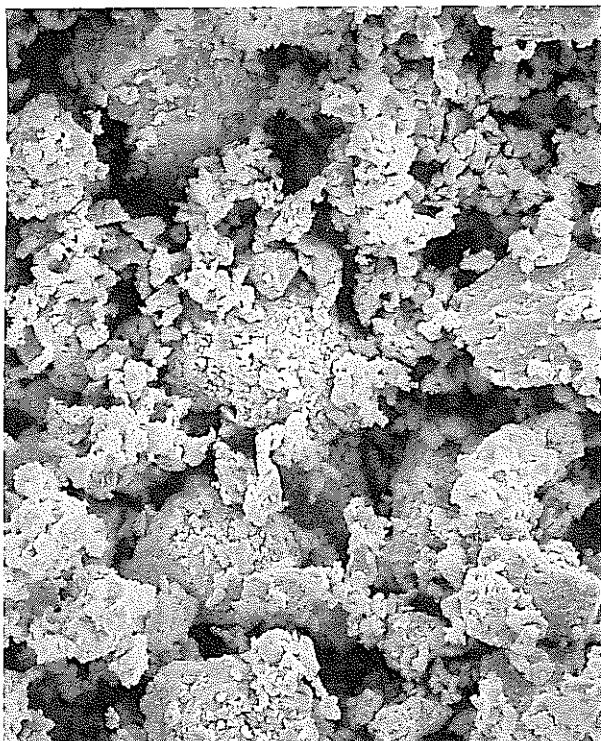
SEM写真1 乾式回収粉 SEM写真

乾回粉 (L 1 T 0 0 0 0 8)



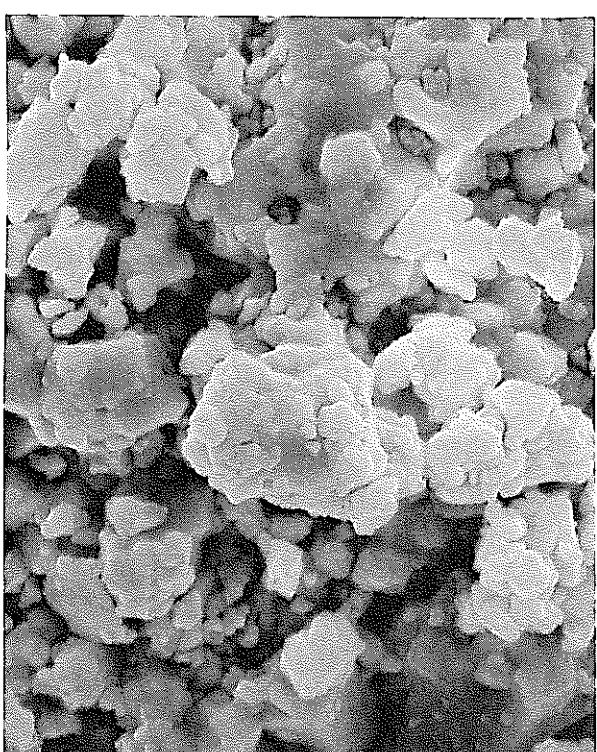
×50

200 μm



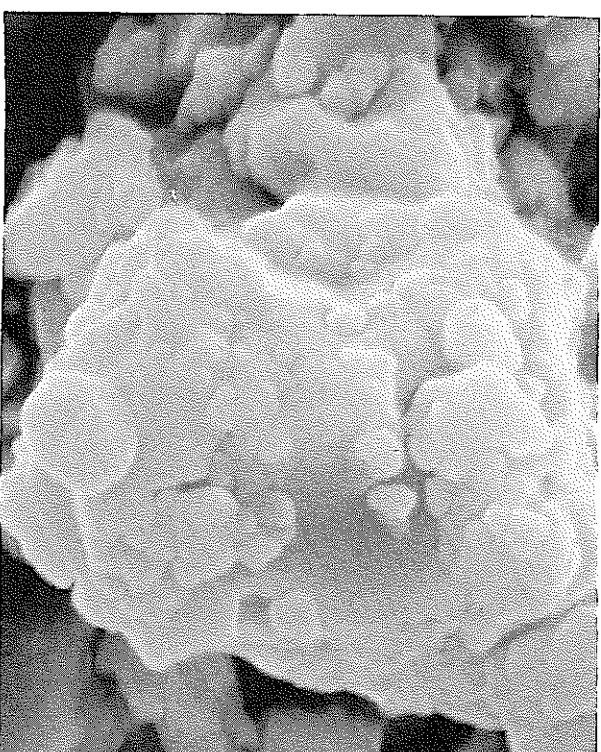
×1000

10 μm



×10000

1 μm

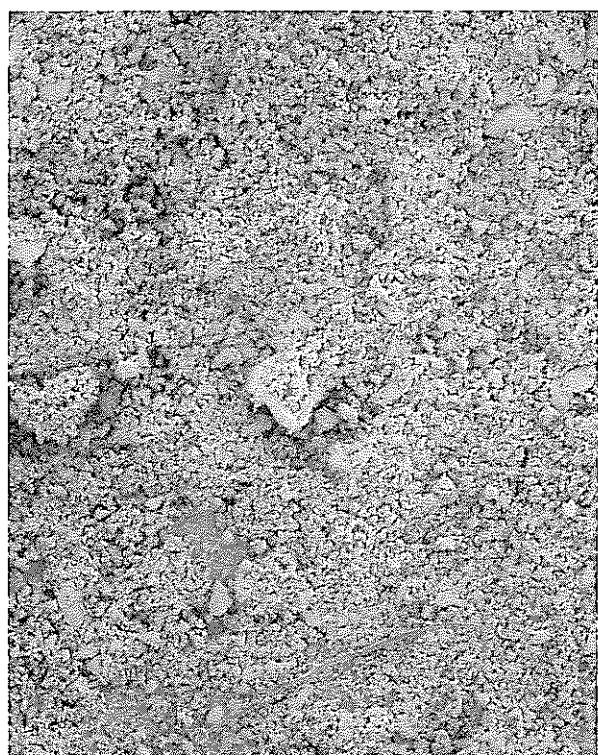


×30000

0.3 μm

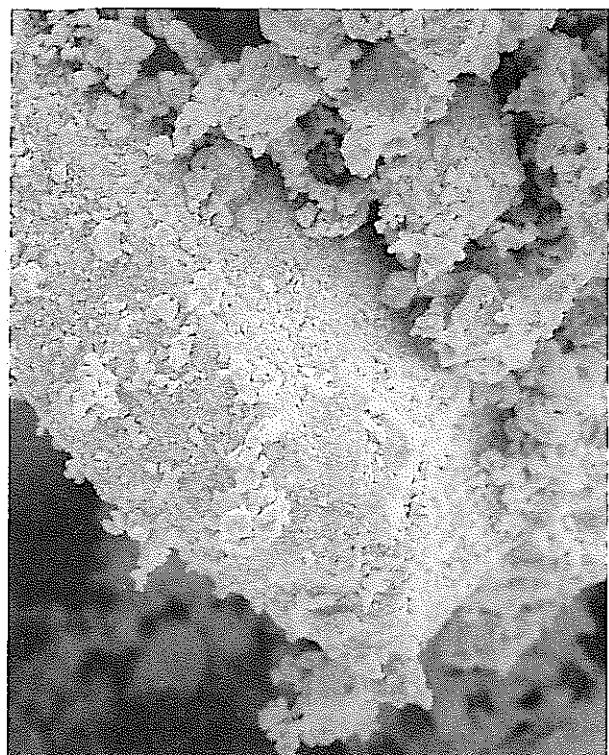
SEM写真2 乾式回収粉 SEM写真

乾回粉 (L1T00008)



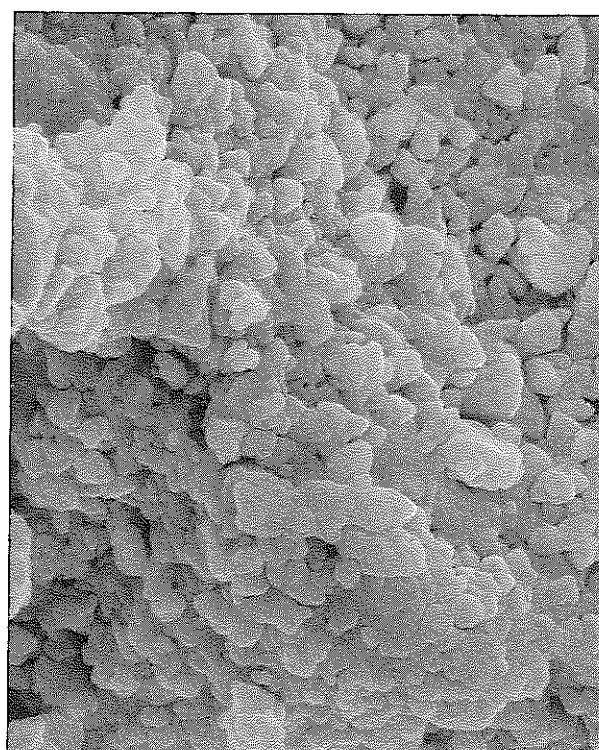
×50

200μm



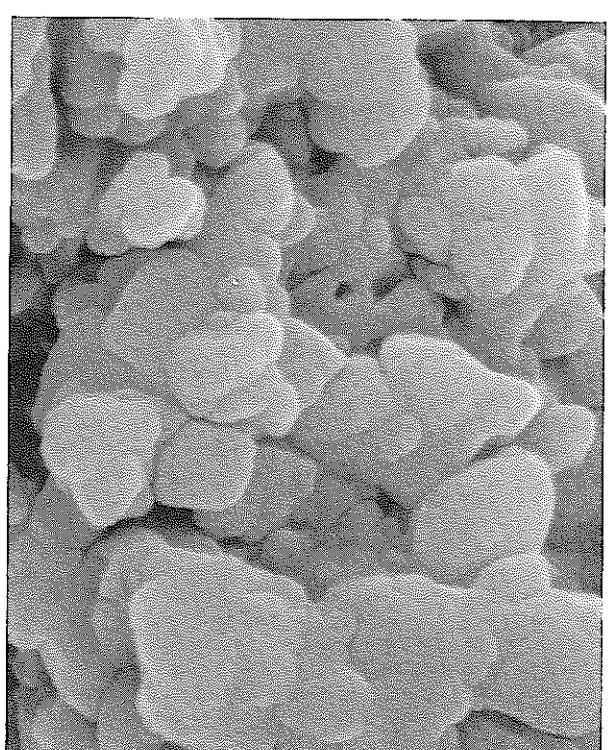
×1000

10μm



×10000

1 μm

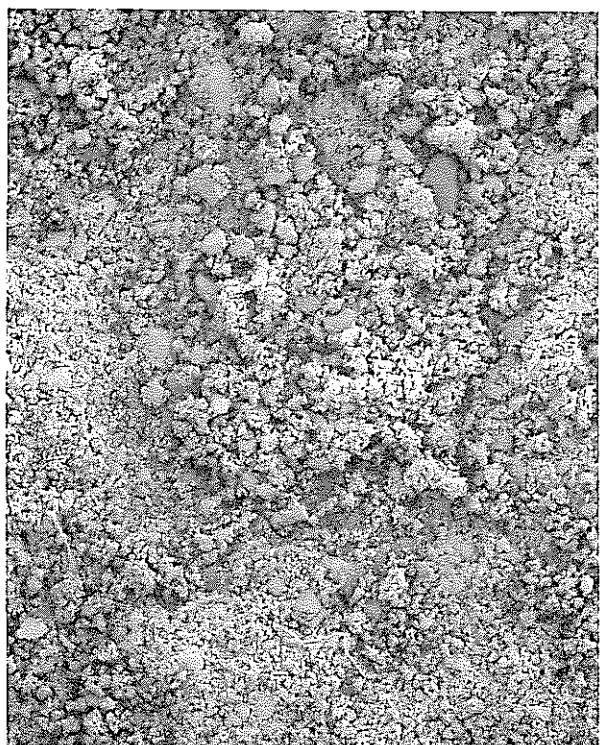


×30000

0.3μm

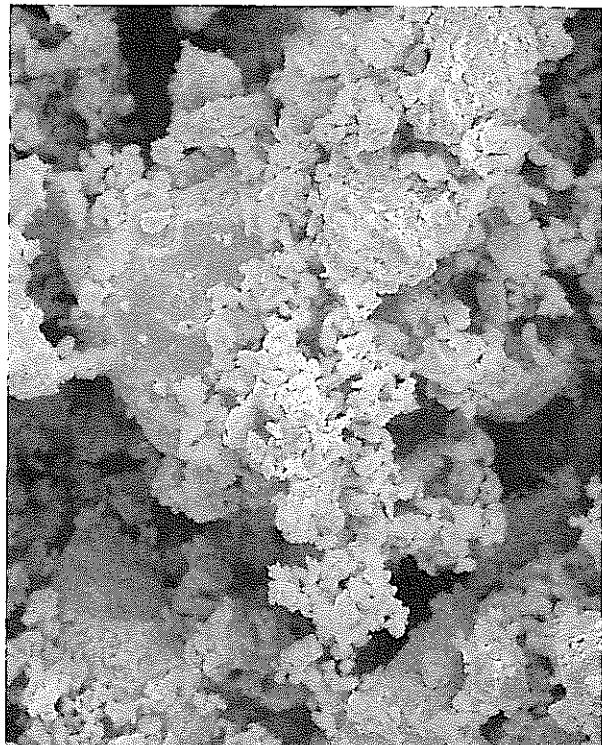
SEM写真3 乾式回収粉 SEM写真

乾回粉 (L 1 T 0 0 0 0 8)



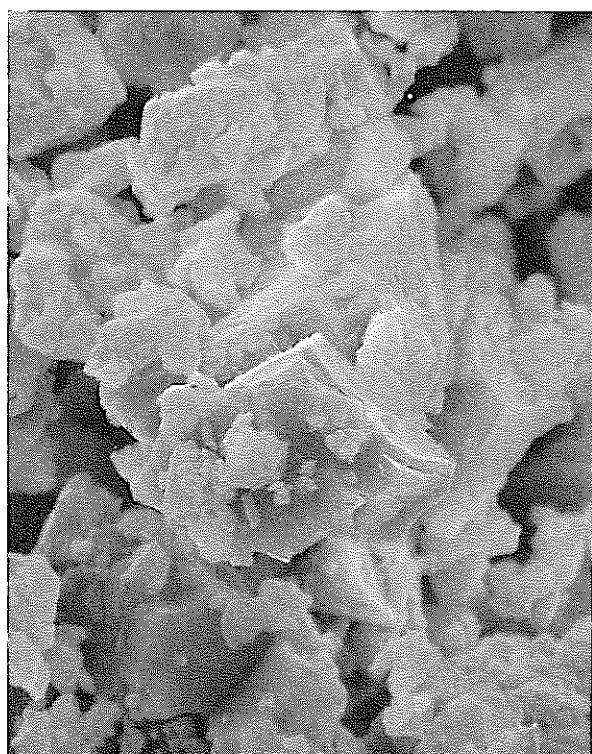
×50

200 μm



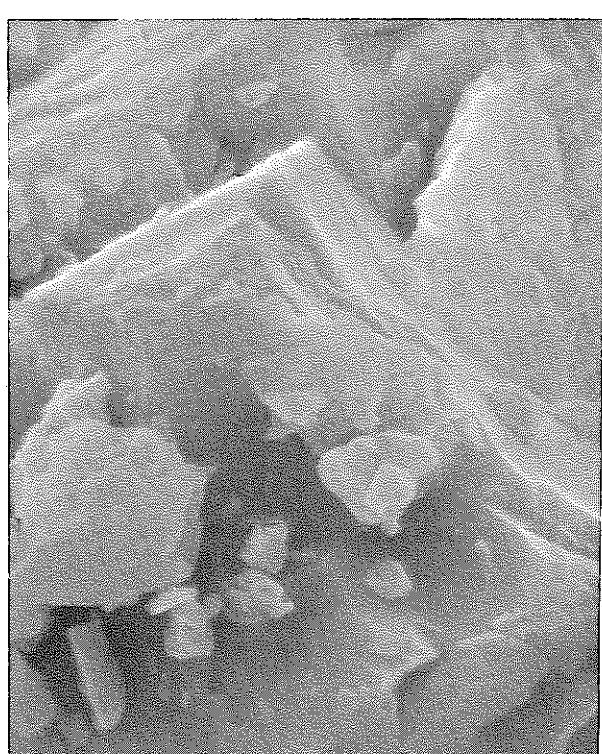
×1000

10 μm



×10000

1 μm



×30000

0.3 μm

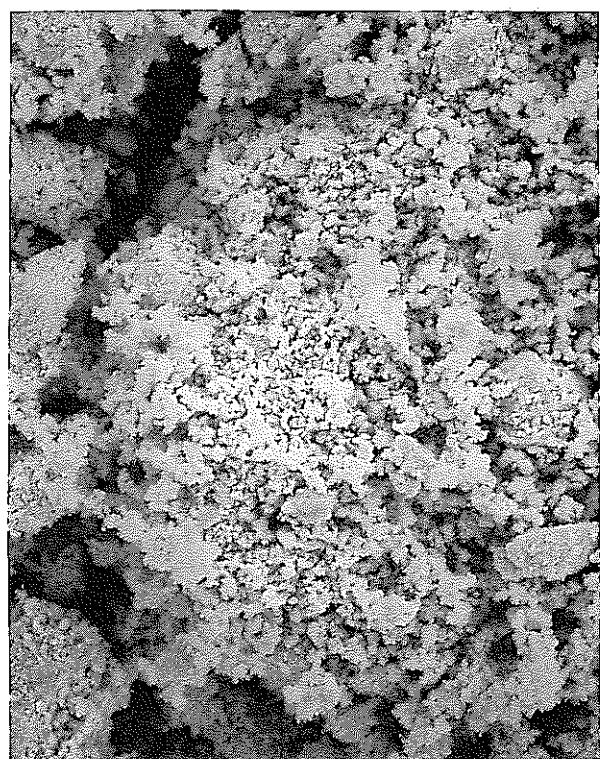
SEM写真4 乾式回収粉 SEM写真

乾回添加率 0 %, 1 ℥ ボールミル, アルミナボール15φ, 粉碎時間 6 Hr



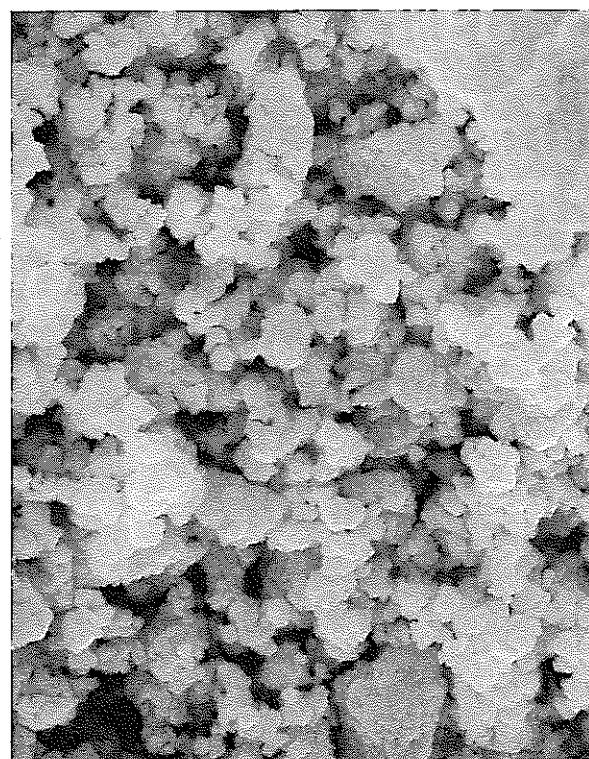
×50

200μm



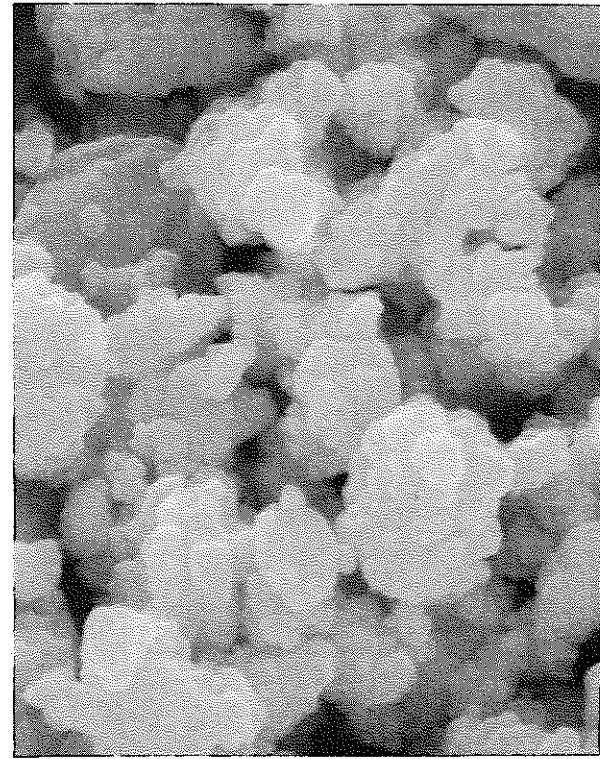
×1000

10μm



×10000

1 μm

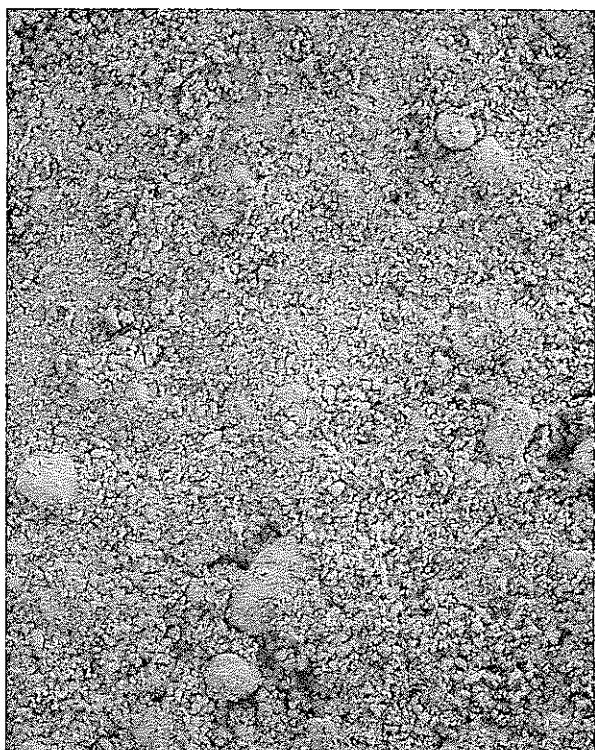


×30000

0.3μm

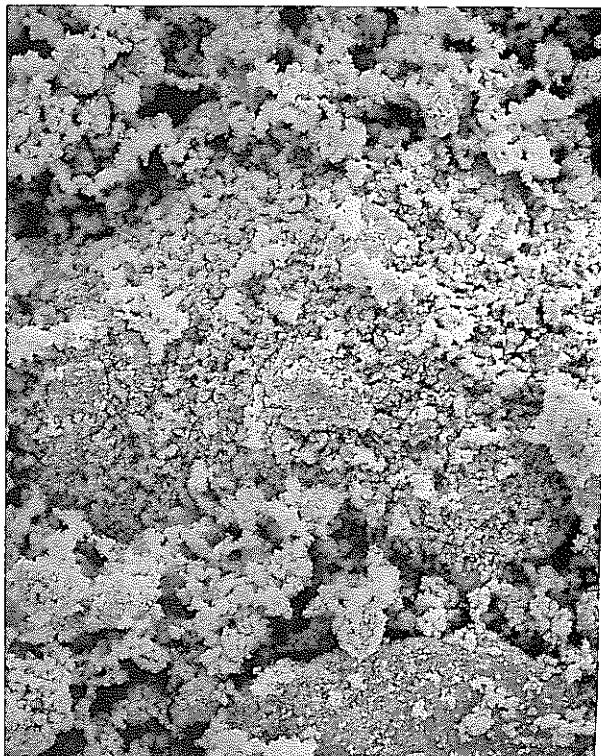
SEM写真5 ロットNo.RT-3-00

乾回添加率25%, 1 ℥ ボールミル, アルミナボール15φ, 粉碎時間 6 Hr



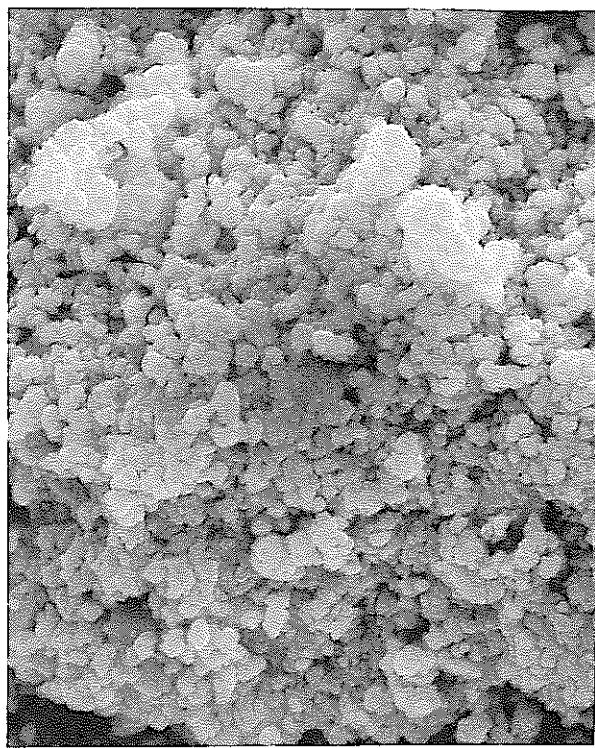
×50

200μm



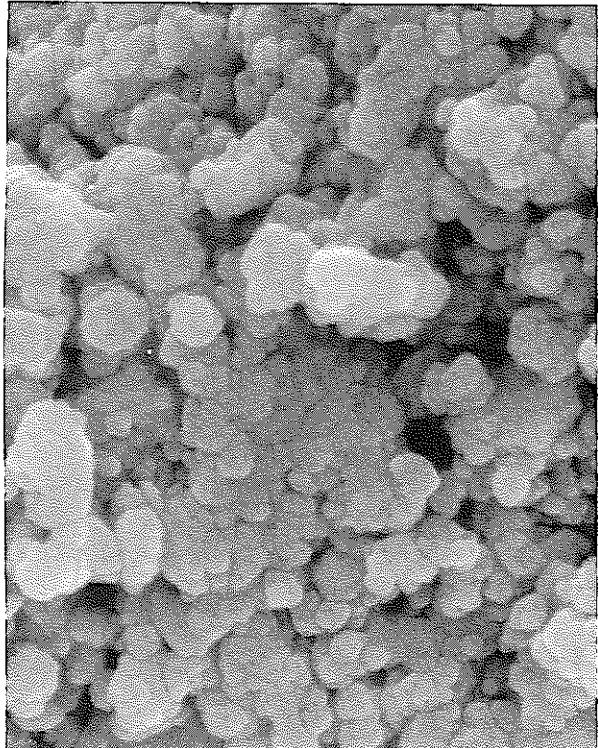
×1000

10μm



×10000

1 μm

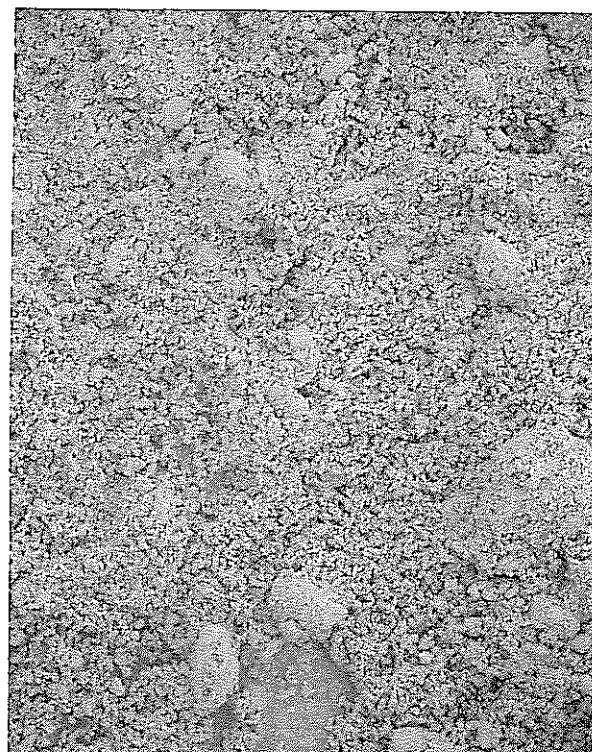


×30000

0.3μm

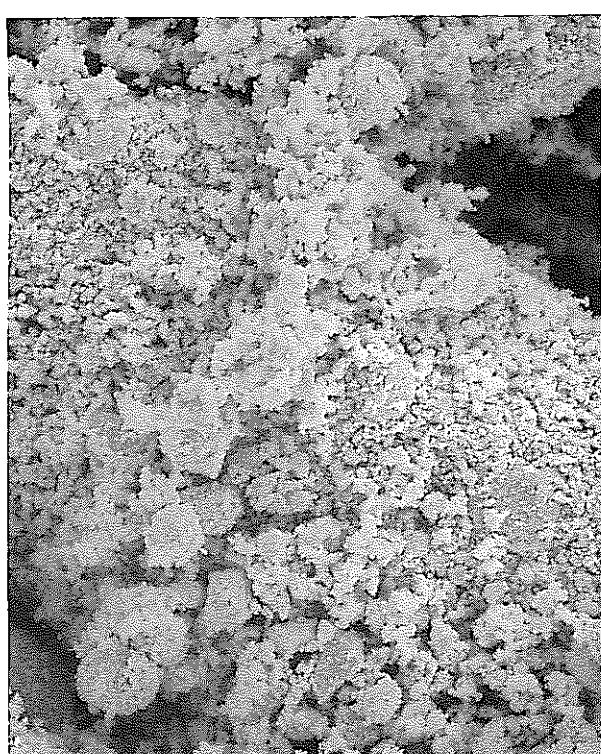
SEM写真6 ロットNo.RT-3-025

乾回添加率55%， 1 ℥ ボールミル， アルミナボール15φ， 粉碎時間6 Hr



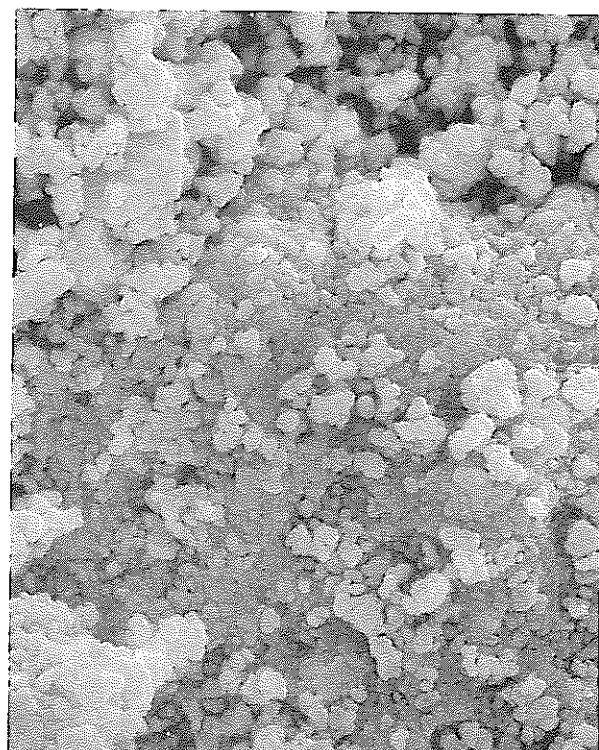
×50

200μm



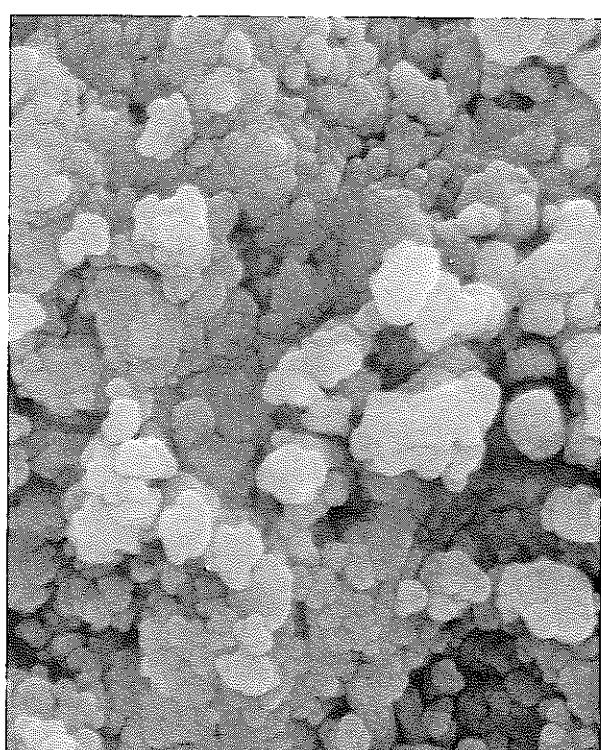
×1000

10μm



×10000

1 μm



×30000

0.3μm

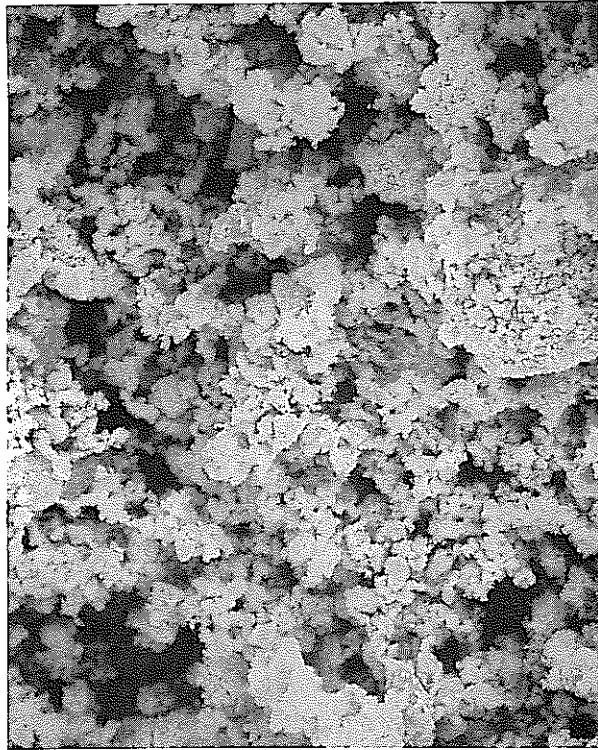
SEM写真7 ロットNo.RT-3-055

乾回添加率70%, 1 ℥ ボールミル, アルミナボール15φ, 粉碎時間 6 Hr



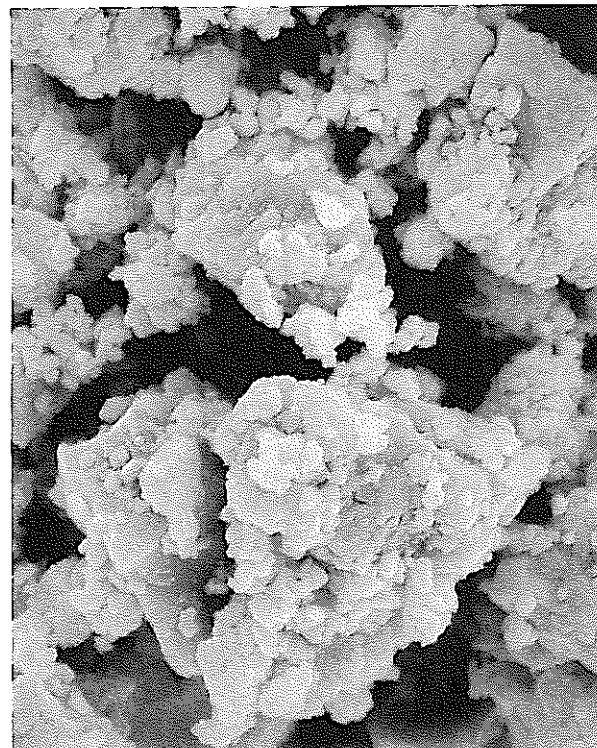
×50

200 μm



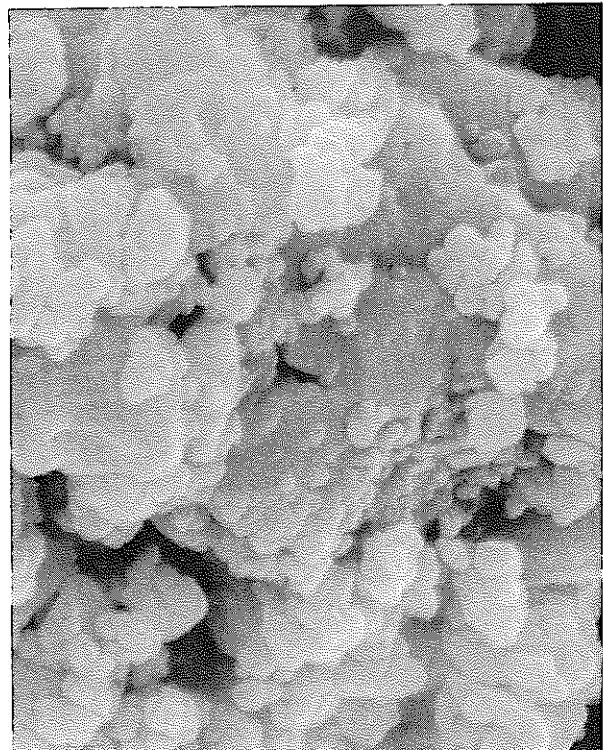
×1000

10 μm



×10000

1 μm

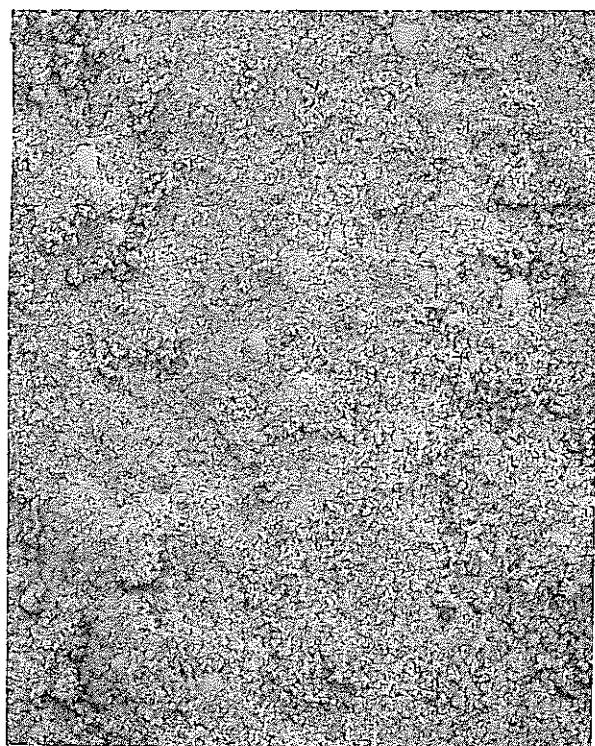


×30000

0.3 μm

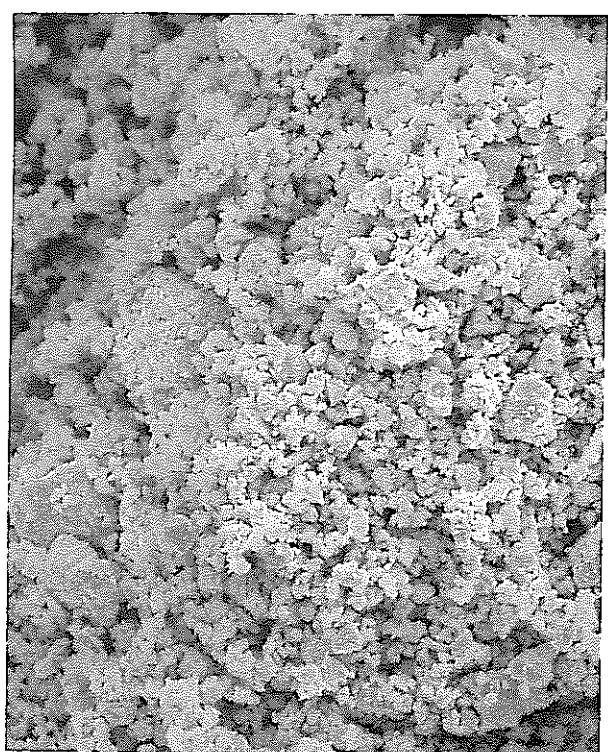
SEM写真8 ロットNo.RT-3-070

乾回添加率100%, 1 ℥ ボールミル, アルミナボール15φ, 粉碎時間 6 Hr



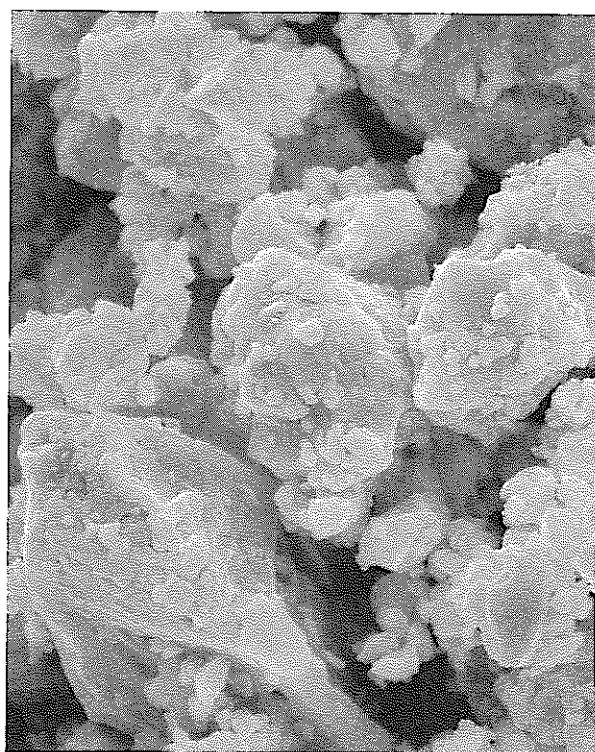
×50

200 μm



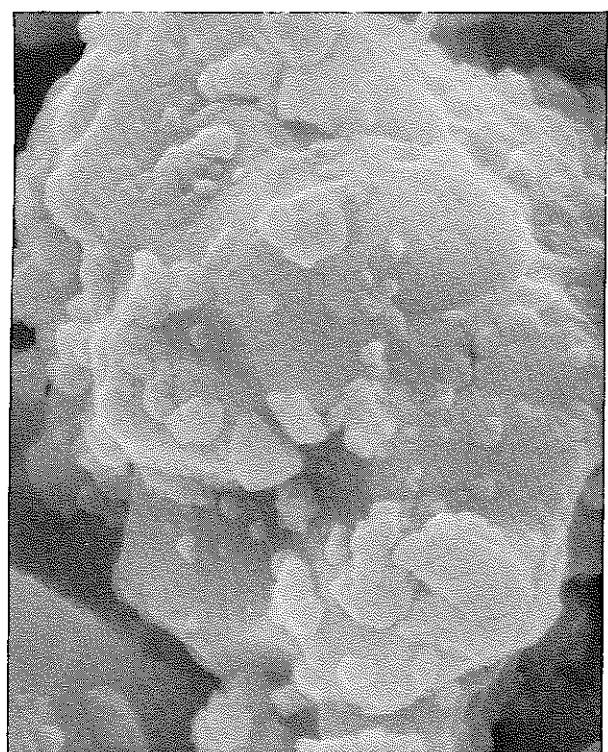
×1000

10 μm



×10000

1 μm



×30000

0.3 μm

SEM写真9 ロットNo.RT-3-100