

本資料は 年 月 日付で登録区分、  
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（VI）

## プルトニウム燃料工場製造工程支援試験

1993年1月

動力炉・核燃料開発事業団  
東海事業所

こ  
と  
す  
よ

本

の  
よ  
い  
い。

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-SN8410 93-009

1 9 9 3 年 1 月

## 低密度ペレット製造条件確立試験（VI）

プルトニウム燃料工場製造工程支援試験



宮本 寛\*・成田 大祐\*・遠藤 秀男\*  
上村勝一郎\*・長井修一朗\*\*・羽成 章\*\*\*  
吉田 真之\*\*\*

### 要　　旨

プルトニウム燃料工場の製造工程を支援するために実施した試験のうち、①測温チップ精度確認試験、②第4容器密度ばらつき評価試験及び③連続炉運転条件把握試験の結果をまとめた。

試験の結果、以下のことが結論として言える。

①測温チップ精度確認試験については、測温チップの材質がAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>であることから還元雰囲気中では使用できないと推定される。

②第4容器密度ばらつき評価試験については、密度のばらつきに及ぼす要因は、粉末工程から成形工程までの要因により焼結炉内の装荷位置の要因が大きい。

③連続炉運転条件把握試験については、連続焼結炉を使用しての焼成は、バッチ式焼結炉と比較して問題がない。

\* 核燃料技術開発部プルトニウム燃料開発室

\*\* 現大洗工学センター燃料材料開発部

\*\*\*検査開発(株)

## 目 次

I. はじめに .....	1
II. 測温チップ精度確認試験 .....	2
1. 目的 .....	2
2. 方法 .....	2
3. 試験結果 .....	4
4. 考察 .....	5
5. まとめ .....	9
6. 試験の結論 .....	9
III. 第4容器密度ばらつき評価試験 .....	22
1. 試験概要 .....	22
2. 試験内容 .....	22
3. 試験結果 .....	25
4. 考察 .....	30
5. まとめ .....	31
6. 試験の結論 .....	32
IV. 連続炉運転条件把握試験 .....	33
1. 連続炉運転条件把握試験 .....	34
2. 均一化混合粉（乾式回収粉40W/O）焼結性把握試験 .....	37
3. 均一化混合粉（乾式回収粉30W/O）焼結性把握試験 .....	41
4. 試験の結論 .....	45
V. 謝辞 .....	74

## 図、表リスト

- 図II-1 測温チップの配置  
図III-1 試験フロー  
図III-2 圧縮度と流動性との関係  
図III-3 圧縮度( $C$ )と流動性指数( $N_f$ )との関係  
図IV-1 焼成パターンと焼結密度との関係  
図IV-2-1 試験フロー  
図IV-2-2 p. f 添加率と焼結密度との関係  
図IV-3-1 p. f 添加率と焼結密度との関係
- 表II-1 測温チップ測定結果 (R-125炉)  
表II-2 測温チップ測定結果 (R-129炉)  
表III-1 原料粉ごとの測定結果  
表III-2 ペレット製造試験結果  
表III-3 ペレット曲がり評価試験 (原料粉③シリーズ)
- 表IV-1 均一化混合粉の物性値  
表IV-1-1 連続炉模擬焼成パターン  
表IV-1-2 焼成及び再焼成による焼結密度の結果  
表IV-1-3 分析結果  
表IV-2-1 製造試験水準  
表IV-2-2 焼結密度の結果  
表IV-3-1 製造試験水準  
表IV-3-2 焼結密度の結果

## II. 測温チップ精度確認試験 別添リスト

- 別添II-1 TEMPERATURTABELLE for  
Keramische Temperatur-Indikatoren "KTI"
- 別添II-2 分散分析表 R-129焼結ペレット(上, 中, 下)
- 別添II-3 図II-2 R-125炉とR-129炉の構造上の違い
- 別添II-4 両炉の昇温パターン模式図
- 別添II-5 2000Kでの酸素分圧計算結果
- 別添II-6 X線回折結果
- 別添II-7 分析結果報告書
- 別添II-8 「セラミックス材料科学入門基礎編, Kingery等著」より
- 別添II-9 「セラミックス材料科学入門基礎編, Kingery等著」より
- 別添II-10 焼結密度測定結果

## IV. 連続炉運転条件把握試験別添金相写真リスト

写真No.	試験No.	焼成パターン	P. f 添加率(W/O)
IV-1-1-1	1	1	1.6
IV-1-1-2	1	1	1.6
IV-1-2-1	1	2	1.6
IV-1-2-2	1	2	1.6
IV-1-3-1	1	3	1.6
IV-1-3-2	1	3	1.6
IV-2-1-1	2	600°C/hr	0
IV-2-1-2	2	600°C/hr	0
IV-2-2-1	2	2	0
IV-2-2-2	2	2	0
IV-2-3-1	2	2	1.0
IV-2-3-2	2	2	1.0
IV-2-4-1	2	2	2.0
IV-2-4-2	2	2	2.0
IV-2-5-1	2	600°C/hr	2.0
IV-2-5-2	2	600°C/hr	2.0
IV-3-1-1	3	600°C/hr	0
IV-3-1-2	3	600°C/hr	0
IV-3-2-1	3	600°C/hr	1.0
IV-3-2-2	3	600°C/hr	1.0
IV-3-3-1	3	600°C/hr	2.0
IV-3-3-2	3	600°C/hr	2.0
IV-3-4-1	3	2	0
IV-3-4-2	3	2	0
IV-3-5-1	3	2	1.0
IV-3-5-2	3	2	1.0
IV-3-6-1	3	2	2.0

## I. はじめに

プルトニウム燃料工場製造工程支援として、同工場からの依頼による試験のうち平成3年8月から平成4年3月の間に核燃料技術開発部プルトニウム燃料開発室（以下「プル開室」という。）で実施した①測温チップ精度確認試験、②第4容器密度ばらつき評価試験及び③連続炉運転条件把握試験の結果をまとめた。

①測温チップ精度確認試験については、同工場で所有する焼結炉（バッチ炉）内の温度分布を確認するために使用する測温チップの精度確認を目的として、プル開室で所有する2つの焼結炉を用いて実施したが、両炉の測定値に違いが生じた。その原因は測温チップの材質が $\text{Al}_2\text{O}_3$ であることにより両炉の雰囲気中の酸素分圧の微妙な違いにより生じたと推定され、したがって、混合酸化物の焼成に使用する還元雰囲気中では、使用できないと推定された。

②第4容器密度ばらつき評価試験については、同工場のバッチ炉の第4容器内の焼結ペレット密度が、他容器内のそれらと比べて低く、また、ばらつきも大きいことから、その要因を調べるために実施したが、その要因は粉末工程から成形工程までの要因より、焼結炉内の装荷位置による要因の方が大きいことが判明した。

③連続炉運転条件把握試験については、同工場の連続焼結炉運転開始に伴う運転条件の決定に資することを目的として実施したが、焼結密度上昇に対する寄与は昇温速度より焼成時間の方が大きいこと、また連続焼結炉の焼成パターンは、バッチ炉の焼成パターンと比較して高温度域での焼成時間が長くなることから、連続焼結炉を使用しての焼成は、バッチ炉と比較して問題はないと結論された。

なお、以上の結果は順次同工場の製造工程へ反映された。

## II. 測温チップ精度確認試験

### 1. 目的

プルトニウム燃料工場（以下「プル工場」という。）において、焼結炉内の温度分布を把握する目的で測温チップを用いた測定試験が計画された。

本試験は同工場からの依頼により、上記の試験に資するための測温チップの精度確認及びプル開室で所有する焼結炉内の均熱を確認することを目的として実施した。

### 2. 方 法

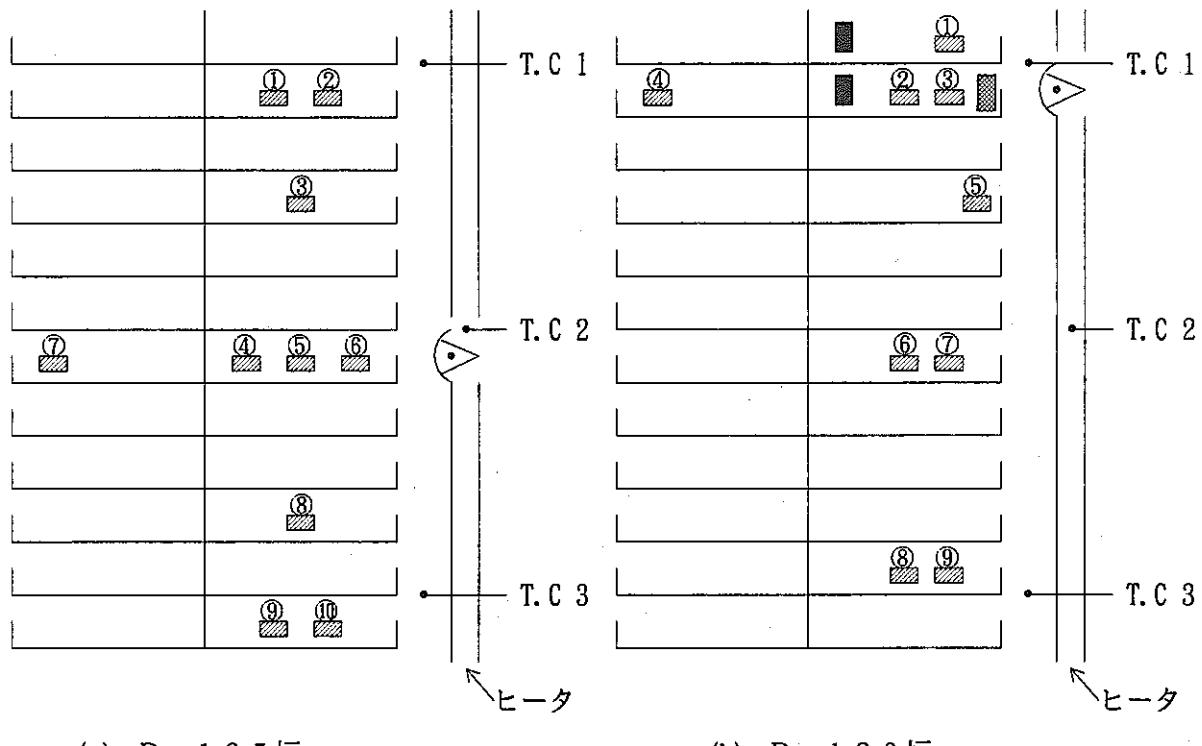
- ① 工場から受入れた測温チップを、プルトニウム燃料第一開発室のR-125室及びR-129室の焼結炉（以下「R-125炉」及び「R-129炉」という。）に各10個チャージ<sup>\*1</sup>した。この際、炉の縦方向にもチップを置いてプル開室の所有する焼結炉の均熱性も確認できるようにした。<sup>\*2</sup>
- ② ポアフォーマ（以下「p. f」という。）を2.0w/o添加して予焼したMOXペレット10個を同時にチャージした。（工場からの依頼によるものであり、50°C/h昇温の場合の焼結を評価<sup>\*3</sup>する。ペレットはプル開室で調製。）………R-129炉のみ。
- ③ Ar-H<sub>2</sub>雰囲気中50°C/hの昇温速度で1690°Cまで昇温し、2h保持した。
- ④ 200°C/hの速度で1000°Cまで降温し、以下自然冷却した。
- ⑤ 室温まで冷却したチップの寸法をマイクロメータ（1/1000mm目盛）を用いて測定した。なお、加熱前のチップの寸法測定、ナンバリングは、チップがもろいため行わなかった。

---

\* 1 : 図II-1に測温チップの配置を示す。

\* 2 : この試験は、工場からの依頼ではなく、プル開室として行った。

\* 3 : 評価項目は、密度のみとした。



図II-1 測温チップの配置\*

○内数字は、測温チップの番号を示す。

■ ; 測温用MOPレット

■ ; 測温チップ

○ ; 真温度測定時の2色高温計の位置

■ ; MOXペレット

T.C. ; 热電対

\*測温チップの位置は、R-129炉では焼結皿の端から10mm以内である。R-125炉では、②、⑩を中心部に、それ以外は端から10mm以内に配置した。なお、⑥、⑦はそれぞれ、⑤から120°ずらして配置した。

\*チップは、真温度を測定できる2色高温計の測定位置に多めに配置し、残りのチップで均熱性を確認できるように配置した。なお、R-129炉は試験前にチップを1枚破損させたため9枚を配置した。

\*R-125の炉は、T.C2, R-129の炉はT.C1の位置を1690°Cに昇温した。なお、この際径方向の均熱を測るためチップ1個を反対側に置いた。

\*炉内の真温度を、本試験に先立って測定し、真温度（2色高温計で計測した温度）が1690°Cの場合、熱電対温度がR-125炉では1650°C, R-129炉では1690°Cであることを確認した。なお、本試験で2色高温計はR-129炉のみ使用して行った。

### 3. 試験結果

測温チップの測定結果をR-125炉について表II-1に、R-129炉について表II-2に示す。

表II-1 測温チップ測定結果 (R-125炉)

測温チップNo.	① 熱電対温度 (°C)	② 2色高温計温度 (°C)	③測温チップ 寸法測定値 (mm)	④ ③に対応 する温度 (°C)	⑤ ②-④ (°C)
①	1650		11.559	(1761)	
②	1650		11.564	(1760)	
③			11.601	(1754)	
④	1650	1690	11.592	(1756)	(-66)*
⑤	1650	1690	11.565	(1760)	(-70)*
⑥			11.573	(1759)	
⑦			11.619	(1751)	
⑧			11.610	(1753)	
⑨	1650		11.573	(1759)	
⑩	1650		11.534	(1765)	

( )内は、別添II-1に示す表に測定値に対応する温度の値がないため外挿して求めた推定値である。なお、2色高温計温度は、本試験に先立って実施した真温度測定時の値を書き加えたものである。

( )\* は、( )の値を用いて求めた。

表II-2 測温チップ測定結果 (R-129炉)

測温チップNo.	① 熱電対温度 (°C)	② 2色高温計温度 (°C)	③測温チップ 寸法測定値 (mm)	④ ③に対応 する温度 (°C)	⑤ ②-④ (°C)
①	1690	1690	12.785	1566	124
②	1690	1690	12.638	1589	101
③	1690	1690	12.641	1589	101
④			12.490	1612	
⑤			12.130	1667	
⑥	1740**		12.080	1675	
⑦	1740**		12.010*	(1686)	
⑧	1710		12.190	1658	
⑨	1710		12.125*	(1668)	

\* チップにそりが生じた。

\*\* ヒータ部温度

#### 4. 考 察

表II-1及び表II-2に示すように、測温チップの測定値に対応する温度は、2色高温計により確認した炉内真温度(1690°C)に対して、R-125炉では約70°C高く、R-129炉では約120°C低い結果となった。

また、表II-1の測温チップによる温度測定を見ると、R-125炉縦方向の最大温度と最小温度の差は14°Cであるが、表II-2よりR-129炉のそれは120°Cにも及び中部及び下部に比べ上部が低い結果となっている。

この結果は、平成3年10月に行ったMOXペレットによる焼結炉内温度分布確認試験結果(R-129炉は上部の方が温度が高め)とは全く逆である。(別添II-2、詳細はPu開発室エンジニアリングシートプル開-03-194参照)

両炉の条件の違いは、①ガス置換時の真空度の違い(R-125炉;  $9 \times 10^{-2}$ Torr, R-129炉;  $4 \times 10^{-2}$ Torr), ②焼結皿の材質(R-125炉; スーパーMo, R-

129炉；通常Mo）及び③R-129炉にペレット10個をチャージしたこと、また構造上の違いとして④R-129炉は上部リフレクタから上蓋までに約12cmの空間があるのに対してR-125炉には無いこと（別添II-3参照）、そして⑤昇温速度は50°C/hに設定したが、実際の昇温速度は焼結炉の縦方向でわずかに異なり、また、その昇温速度縦方向偏差の大きさも両炉で異なると思われること（別添II-4参照）、の5つが挙げられる。なお、ガスの流れは両炉とも下部から上部に流れる構造であり、違いはない。

以下に、R-125炉とR-129炉に生じた二つの差

Ⓐ：炉内真温度に対する測定値の差

Ⓑ：温度分布の傾向の差

について、両炉の条件の違いⒶ～Ⓑで説明できるかどうか検討する。

#### (1) ガス置換時の真空度の違い（違いⒶ）について

真空引きした時のR-125炉、R-129炉の酸素分圧は、

$$R-125 : 2.37 \times 10^{-6} \text{ atm} (= 9 \times 10^{-2} / 760 \times 1/5)$$

$$R-129 : 1.05 \times 10^{-5} \text{ atm} (= 4 \times 10^{-2} / 760 \times 1/5)$$

である。Ar-5%H<sub>2</sub>混合ガスを流入させれば、残存した酸素はエバキュエーションによってほとんど排出されよう。わずかに残ったにしても、Ar-H<sub>2</sub>混合ガスに元々混入している酸素0.2～1ppm ( $2 \times 10^{-7}$ ～ $1 \times 10^{-6}$ atm)（量はガス業者より）とともに、H<sub>2</sub>+1/2O<sub>2</sub>→H<sub>2</sub>Oなる反応によって除去されると考えられる。何故ならば、化学平衡論に基づいて計算すると、2000Kでの酸素分圧は、 $10^{-17}$ ～ $10^{-16}$ atmになると予想できるからである。（詳しい計算は別添II-5参照）

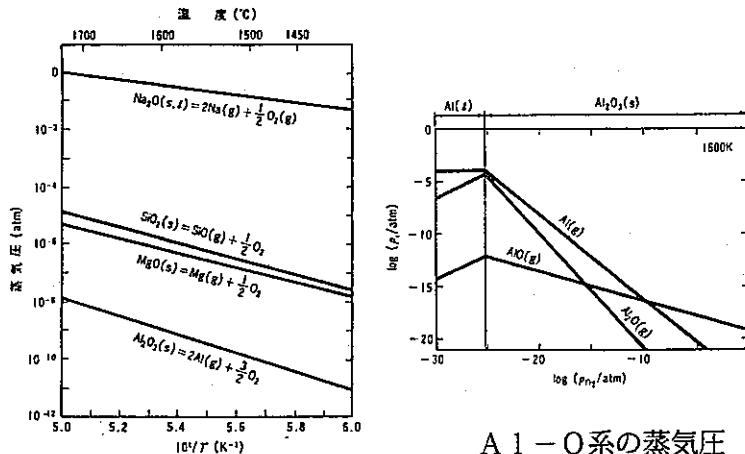
したがって、焼結中の両炉の酸素ポテンシャル $\Delta G(O_2) = RT \ln P O_2$ は小さな値-600～-650kJ/molになるが、それぞれ異なるAr-H<sub>2</sub>ガスボンベを使用しているため、 $\Delta G(O_2)$ の値もわずかに異なると思われる。

一方、X線測定を行った結果、測温チップはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>であることがわかった（別添II-6参照）。ただし、不純物混入が考えられたため再処理技術開発部プロセス・分析開発室（PAS）に依頼して不純物分析を行ったところ、鉄が微量混入していた（別添II-7）。

ここで、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の高温蒸気圧の図を次頁に示す。なお、これらの図は、セラミックス（1980年、No.3、「セラミックス基礎工学講座」）より引用した。ただし、左の図でPO<sub>2</sub>は不明である。左の図を1600K ( $10^4 / 1600 = 6.25$ )まで外挿すると、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(S)=2Al(g)+3/2O<sub>2</sub>の蒸気圧は約 $10^{-12}$ atmであるから、今回の試験の熱処理温度である1700°Cの蒸気圧約 $10^{-8}$ atmとは4桁も異なることになる。

したがって、右の図より、試験の熱処理雰囲気の予想されるPO<sub>2</sub>である $10^{-17}$ ～ $10^{-16}$ atmでは、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の蒸気圧のうち、Al(g)の蒸気圧は $10^{-7}$ ～ $10^{-6}$ atmとなり、AlO(g)、Al<sub>2</sub>O(g)も $10^{-10}$ ～ $10^{-8}$ atmになる可能性がある。

つまり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の蒸気圧の値は無視できなくなる。



A 1 - O 系の蒸気圧

## 単純酸化物の蒸気圧

したがって、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ は今回の試験のような強還元雰囲気中での焼結では蒸发现象によって非化学量論比をとると考えられる。つまり、 $\text{Al}_2\text{O}_{3+x}$ になり、Xは、上図に示すごとく雰囲気の酸素ポテンシャルに依存し、またAlイオン、Oイオンの拡散定数の値はXに依存しよう。しかし、両炉の $\Delta G(\text{O}_2)$ の差は不明であるし、Xと $\Delta G(\text{O}_2)$ の相関及びXとAlイオン、Oイオン拡散定数の相関も不明であるため、これ以上の議論はできない。

また、雰囲気の酸素ポテンシャルが極めて低く蒸発量が増えると、表II-1のR-125炉での試験結果に示したように見かけ上の収縮量が大きくなることもあり得る。

したがって、違い①は炉内真温度に対する測定値の差（差Ⓐ）及び温度分布の傾向の差（差Ⓑ）を説明できないが、異なるAr-H<sub>2</sub>ガスボンベを使用したことに起因する両炉の酸素ポテンシャルの差が温度測定値の差Ⓐを生じさせたという可能性は残る。ただし、酸素ポテンシャル分布が焼結炉縦方向に生じることはないため、温度分布傾向の差Ⓑは説明できない。

(2) 焼結皿の材質（違い②）、R-129炉にペレットをチャージしたこと（違い③）について  
違い②ないし③によって、測温チップ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )の拡散定数を変えるほどに焼結雰囲気の酸素ポテンシャルに変化を生じさせたとは考えられないため、温度測定値の差Ⓐ、温度分布傾向の差Ⓑは説明できない。

(3) 両炉の構造上の違い（違い④）について（別添II-3参照）

両炉のAr-H<sub>2</sub>ガスの流れは下部から上部であり違いはないが、別添II-3に示した炉構造の違いによって、Ar-H<sub>2</sub>ガスの流れ方に違いが生じ、異なる流線となろう。

しかし、ガスの拡散は非常に速いため、流線の違いによって測温チップの拡散定数にも差を生じさせるとは考えにくい。したがって、違い④が温度測定値の差Ⓐ、温度分布傾向の差Ⓑを説明できないと思われる。

## (4) 両炉の昇温速度のわずかな違い（違い⑤）について（別添II-4参照）

別添II-4より、昇温速度 $50^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ と設定したにも関わらず、両炉の昇温パターンは同じになっていない。熱電対位置上下は、炉内温度を、熱電対位置中はヒーター温度（コントロール用）を測定しているため、炉内上・中・下の縦方向温度分布を正確には評価できないが、次のように推定できる。

- ・高温部( $>1400^{\circ}\text{C}$ )では、R-125炉内縦方向温度分布はほとんどない。
- ・それに対して同じ高温部( $>1400^{\circ}\text{C}$ )では、R-129炉では若干縦方向温度分布が生じている恐れがあり、特に上・下では昇温速度が異なり、上部は設定値どおり( $50^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ )昇温されているのに対し、下部では設定値より高め( $60^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ )で昇温されているのは間違いない。

一方、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ のA1イオン、Oイオンの拡散定数の値を別添II-8及びII-9に示す。別添II-9では他の物質の値といっしょに示してある。これらより、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の焼結はOイオンが律速であること、また、別添II-9より、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ のOイオン拡散定数と $\text{UO}_2$ のUイオン拡散定数( $\text{UO}_2$ の焼結はUイオンが律速)と比較すれば、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の方が核燃料( $\text{UO}_2$ 中のU、 $\text{MO}_2$ 中のMの拡散定数はほぼ等しい)より焼結中の収縮速度が速いことがわかる。つまり、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を焼結すると、その収縮の度合は核燃料よりも大きく昇温速度の影響を受ける。（体積拡散に基づく=球体モデルによれば、収縮の大きさは自己拡散係数Dの $2/5$ 乗に比例する。別添II-9によると、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ のOイオンと $\text{UO}_2$ のUイオンのDは $1400^{\circ}\text{C} \sim 1700^{\circ}\text{C}$ の領域で $10 \sim 10^2$ 倍 $\text{Al}_2\text{O}_3$ のOイオンのDの方が大きい。したがって、収縮速度も $2.5 \sim 6$ 倍程度異なることが有り得る。）しかし、昇温速度 $50^{\circ}\text{C}$ と $60^{\circ}\text{C}$ の $10^{\circ}\text{C}$ の差が、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結後の収縮の度合にどの程度影響するのか定量的な議論はできない。

また、別添II-4より、R-129炉の温度キープ時の上下の温度差は約 $20^{\circ}\text{C}$ （上下二つの熱電対指示温度が正しい場合）であり、上の方が温度が低い。

以上の考察より、温度分布傾向の差⑥（測温チップの収縮の度合いはR-125炉ではほぼ同じなのに対し、R-129炉では上部で小さく下部で大きい）は、焼結炉上下の昇温速度の違いとキープ温度の違いが影響した可能性がある。後者は、 $20^{\circ}\text{C}$ 程度の差を与えるが、前者については定量的に評価できない。

なお、R-129炉で測温チップといっしょに焼結したMOXペレットの密度測定結果を別添II-10に示す。結果は $400^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ で昇温した時とほぼ同じである。また、別添II-2(MOXペレットによる焼結炉内温度分布確認試験結果)は、本試験結果(表II-2参照)及び別添II-4(R-129炉の昇温パターン図参照)とは異なり、R-129炉上の方が下よりも温度が高い。これは、先に述べたように、MOXの方が $\text{Al}_2\text{O}_3$ よりも収縮速度が小さいと考えられるため、MOXは $\text{Al}_2\text{O}_3$ ほど昇温速度及びキープ温度に対して

敏感ではなかった結果であったという可能性が挙げられる。

## 5. まとめ

以上の考察より、

- (1) 測温チップによる測定温度が炉内真温度と異なりまた、両炉でも測定温度が異なったことは、両炉の Ar-H<sub>2</sub> ガスの酸素ポテンシャルの差が影響したこと。
- (2) 両炉で温度分布の傾向に差が生じたことは、昇温速度の差及びキープ温度の差が影響したこと。

これら二つの可能性が残る。

## 6. 試験の結論

測温チップによる焼結炉内温度計測の結果、R-125炉とR-129炉間で測定値に違いが生じ、両炉とも2色高温計で測定した真温度からずれた値となった。使用した測温チップは、その材質がAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>であるが、加熱雰囲気中の酸素分圧の微妙な差によって、測定値に大きな差が生じたと推定される。

したがって、還元雰囲気中で使用する場合、測温用として使用できないと推定される。

また、測温チップの使用は昇温速度が50°C/hrと定められているが、それからわずかな差が生じても、測温用として使用できないおそれがある。

## 別添II-1

TEMPERATURTABELLE for  
Keramische Temperatur-Indikatoren "KTI"

	$^{\circ}\text{C}$								
13,18	1500	12,96	1550		1600	12,34	1650	12,02	1700
	1501	12,95	1551	12,66	1601		1651	12,01	1701
13,17	1502		1552		1602	12,33	1652	1702	
	1503	12,94	1553	12,65	1603	12,32	1653	12,00	1703
	1504		1554	12,64	1604		1654		1704
13,16	1505	12,93	1555		1605	12,31	1655	11,99	1705
	1506		1556	12,63	1606	12,30	1656	11,98	1706
	1507	12,92	1557	12,62	1607		1657		1707
13,15	1509		1558		1608	12,29	1658	11,97	1708
		12,91	1559	12,61	1609	12,28	1659		1709
13,14	1510		1560		1610		1660	11,96	1710
	1511					12,27	1661	11,95	1711
13,13	1512	12,90	1561	12,60	1611	12,26	1662		1712
	1513		1562	12,59	1612		1663	11,94	1713
	1514	12,89	1563		1613				
13,12	1515	12,88	1564	12,58	1614	12,25	1664		1714
	1516		1565	12,57	1615	12,24	1665	11,93	1715
	1517	12,87	1566		1616		1666	11,92	1716
13,11	1518		1567	12,56	1617	12,23	1667		1717
	1519	12,86	1568	12,55	1618	12,22	1668	11,91	1718
			1569		1619		1669		1719
13,10	1520								
	1521	12,85	1570	12,54	1620	12,21	1670	11,90	1720
13,09	1522	12,84	1571	12,53	1621		1671	11,89	1721
	1523		1572		1622	12,20	1672		1722
	1524	12,83	1573	12,52	1623	12,19	1673	11,88	1723
13,08	1525		1574	12,51	1624		1674		1724
	1526	12,82	1575		1625	12,18	1675	11,87	1725
13,07	1527		1576	12,50	1626	12,17	1676		1726
	1528	12,81	1577	12,49	1627		1677	11,86	1727
13,06	1529	12,80	1578		1628	12,16	1678	11,85	1728
			1579	12,48	1629	12,15	1679		1729
	1530								
13,05	1531	12,79	1580		1630		1680	11,84	1730
	1532		1581	12,47	1631	12,14	1681		1731
13,04	1533	12,78	1582	12,46	1632	12,13	1682	11,83	1732
	1534	12,77	1583		1633		1683		1733
	1535		1584	12,45	1634	12,12	1684	11,82	1734
13,03	1536	12,76	1585	12,44	1635	12,11	1685		1735
	1537		1586		1636		1686	11,81	1736
13,02	1538	12,75	1587	12,43	1637	12,10	1687		1737
	1539	12,74	1588	12,42	1638		1688	11,80	1738
			1589		1639	12,09	1689	11,79	1739
13,01	1540								
	1541	12,73	1590	12,41	1640	12,08	1690		1740
13,00	1532	12,72	1591	12,40	1641		1691	11,76	1741
	1543		1592		1642	12,07	1692		1742
12,99	1544	12,71	1593	12,39	1643	12,06	1693	11,77	1743
	1545		1594	12,38	1644		1694		1744
12,98	1546	12,70	1595		1645	12,05	1695	11,76	1745
	1547	12,69	1596	12,37	1646		1696		1746
12,97	1548		1597	12,36	1647	12,04	1697	11,75	1747
	1549	12,68	1598		1648	12,03	1698		1748
		12,67	1599	12,35	1649		1699	11,74	1749
									1750

## 別添II-2

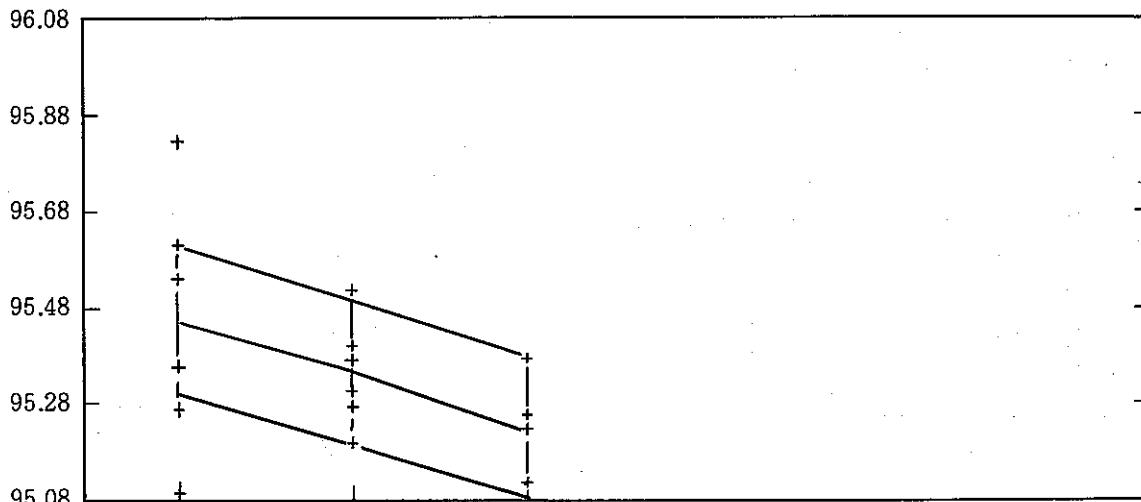
分散解析表 R-129 焼結ペレット（上，中，下各6個）

\*\*\*\*\* &lt;1元配置分散分析 各水準の母平均の95%信頼区間&gt; \*\*\*\*\*

No.	水準名	点推定	下限(95%)	上限(95%)	幅
1	UE	95.45	95.30	95.60	0.15
2	NAKA	95.34	95.18	95.49	0.15
3	SHITA	95.21	95.06	95.37	0.15

## ONDOBUNPU

\*\*\*\*\* &lt;1元配置分散分析 各水準の母平均の95%信頼区間&gt; \*\*\*\*\*

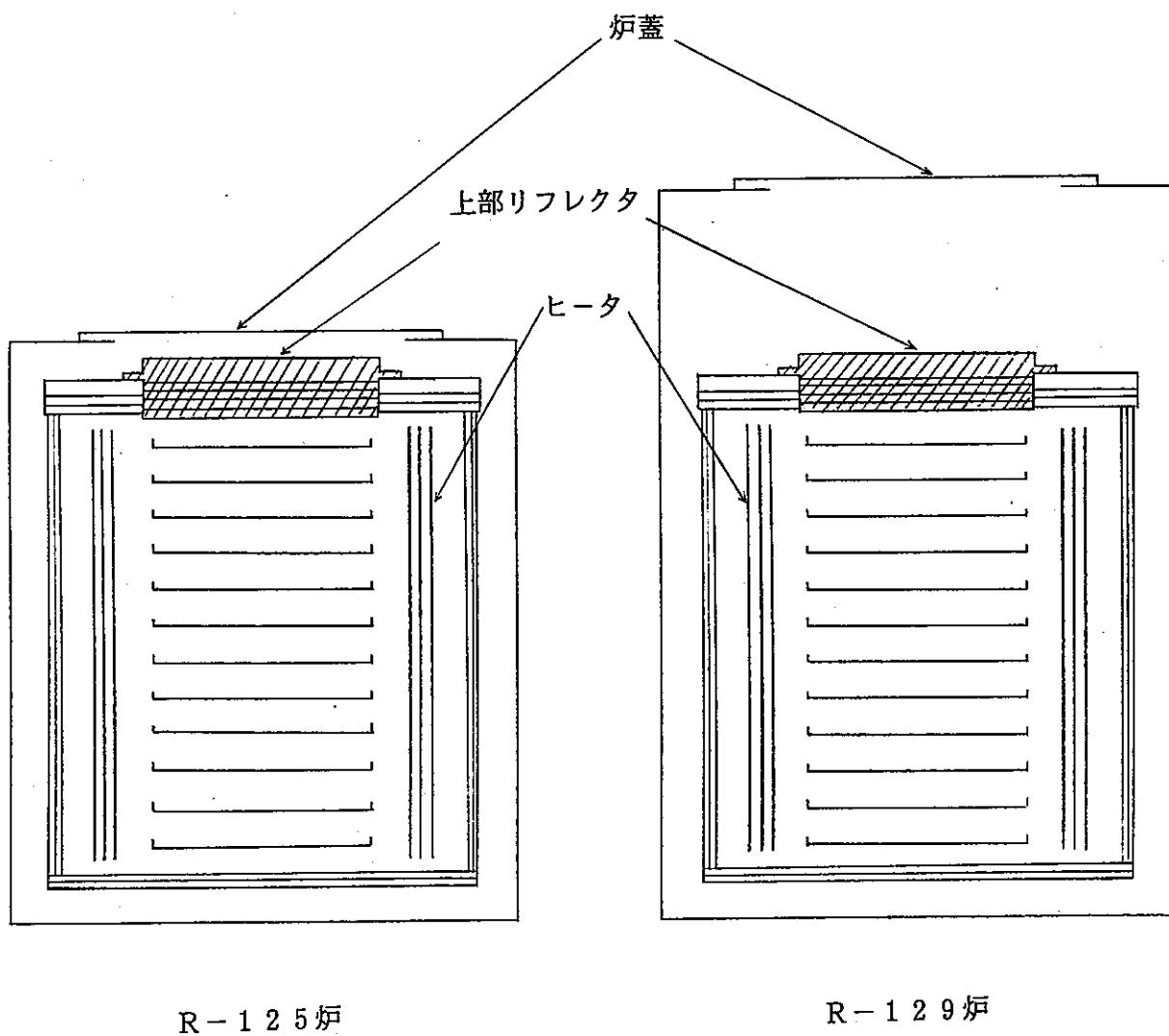


水準名	UE	NAKA	SHITA
上限	95.60	95.49	95.37
点推定	95.45	95.34	95.21
下限	95.30	95.18	95.06

\*\*\*\*\* &lt;1元配置分散分析 分散分析表&gt; \*\*\*\*\*

No	要因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検定
1	要因A 誤差E	0.188 0.469	2 15	0.094 0.031	3,000	有意差なし
	合計	0.656	17			

別添II-3



R-125炉

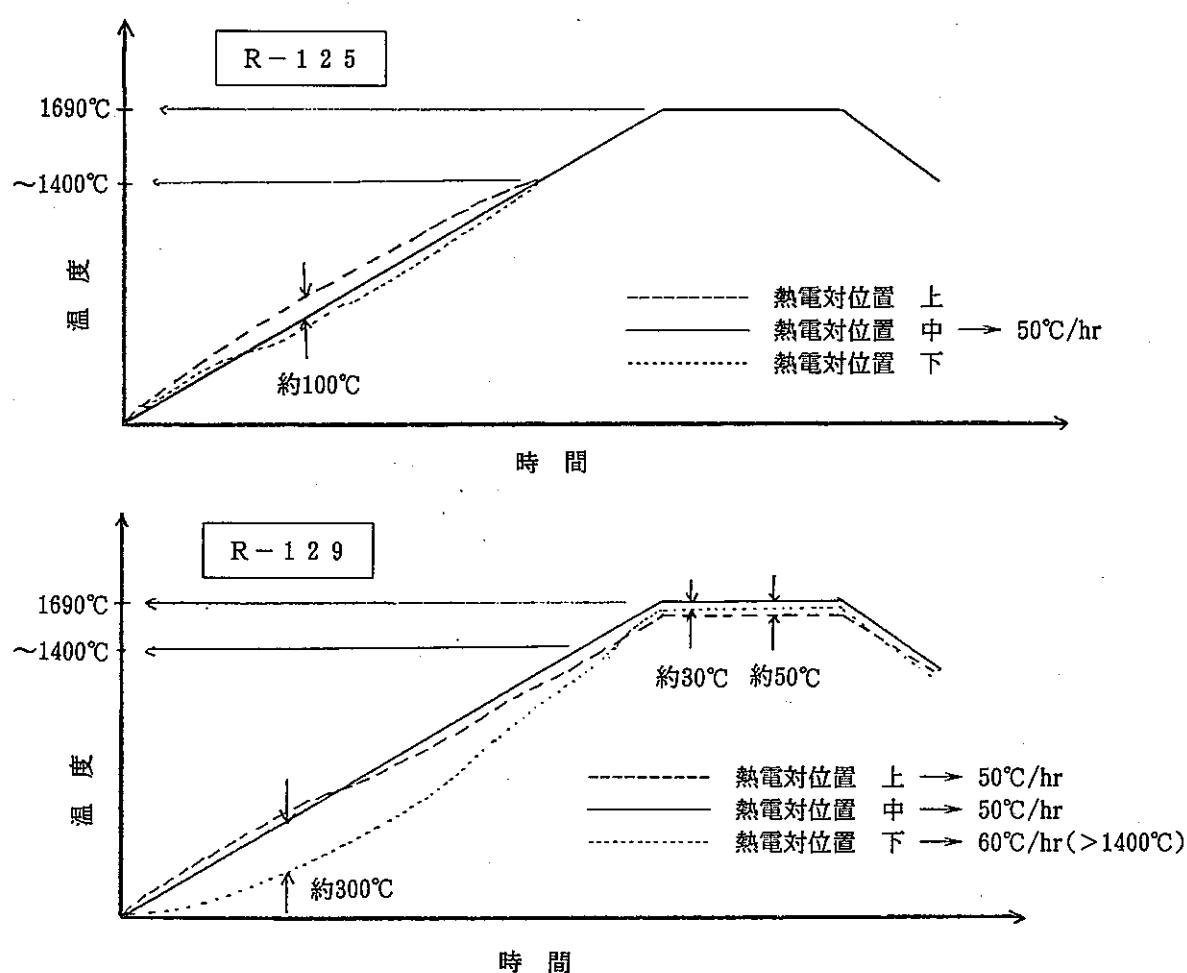
R-129炉

図II-2 R-125炉とR-129炉の構造の違い

## 別添II-4

## 両炉の昇温パターン模式図

両炉の昇温パターンを模式的に描くと以下のようになる。なお、熱電対位置上、中、下は図IV-1に示したT. C 1, 2, 3に対応する。つまり、熱電対位置上、下は炉内温度、熱電対位置中はヒーター温度（コントロール用）である。



- 昇温速度は特に低温部で両炉で縦方向で異なる。高温部（1400°C以上）でのそれはほぼ等しくなるが、R-129熱電対位置下のみ60°C/hrと高めの昇温速度である。

## 別添II-5

## 2000Kでの酸素分圧計算結果

Ar-H<sub>2</sub>ガスに含まれるH<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>不純物はそれぞれ最大露点-65°C (5ppm), 最大1ppmである (ガス業者によれば, 不純物含有量は, 実際はもっと低いだろうとの説明である。)。

2000K (1727°C) での



なる反応の平衡定数K<sub>p</sub>は

$$K_p \quad (2000\text{K}) = 2.96 \times 10^{-4} \quad (\text{化学便覧より})$$

である。仮にH<sub>2</sub>Oが5ppmである時のAr-5%H<sub>2</sub>ガス中の酸素分圧P O<sub>2</sub>は以下のように計算できる。

$$K_p = \frac{P_{\text{H}_2} P_{\text{O}_2}^{1/2}}{P_{\text{H}_2\text{O}}} \Rightarrow 2.96 \times 10^{-4} = \frac{0.05 \times P_{\text{O}_2}^{1/2}}{5 \times 10^{-6}}$$

$$\therefore P_{\text{O}_2} = 8.76 \times 10^{-16} \text{ atm} \quad (\text{H}_2\text{O} : 5\text{ppm})$$

また, H<sub>2</sub>Oが3ppmだとすれば同様にして

$$P_{\text{O}_2} = 3.17 \times 10^{-16} \text{ atm} \quad (\text{H}_2\text{O} : 3\text{ppm})$$

を得る。

## 別添II-6

## X線回折結果

## 定性分析(一次検索)

## &lt;測定条件&gt;

サンプル名：測温チップ  
 ファイル名：定性分析  
 コメント：R-129依頼  
 管球：Cu  
 管電圧：34 KV  
 管電流：20 mA  
 モノクロメーター：使用  
 受光スリット：0.60 mm  
 測定者：大代 操

## &lt;データ処理&gt;

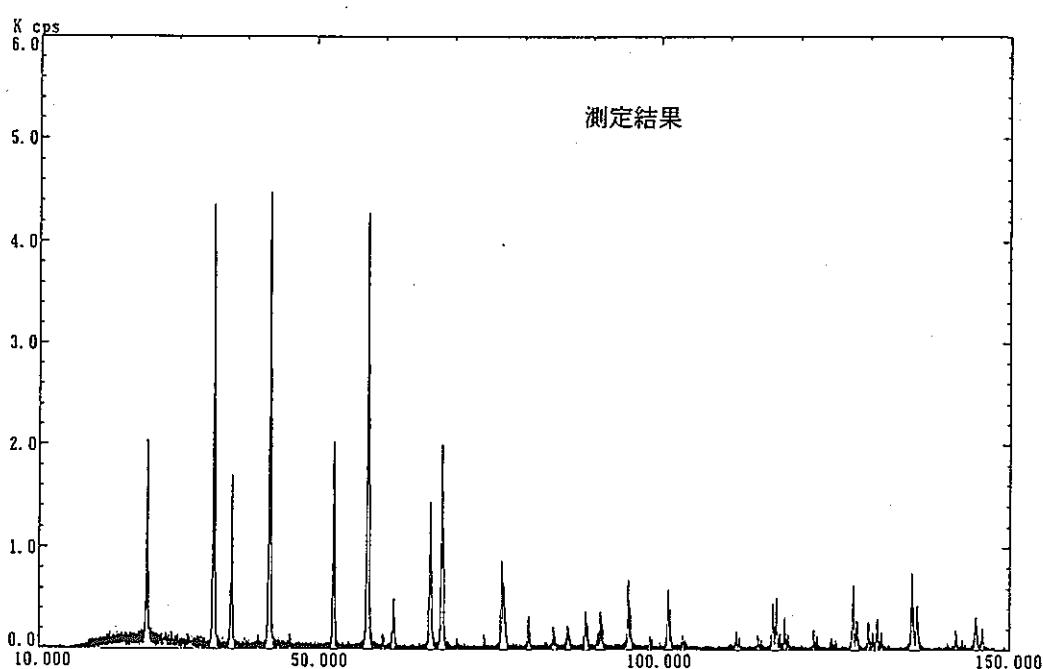
波長：1.54056 Å  
 平滑化点数：7  
 バックグラウンド除去：実行  
 K $\alpha$ 2除去：  
 系統誤差補正：

## &lt;検索条件&gt;

検索ファイル：無機物質ファイル  
 検索方法：ファイル1だけ検索する。  
 (無機物質)  
 元素指定方法：無指定。  
 主成分：  
 微成分：  
 不確定成分：

信頼性係数計算方法：角度、強度因子とも用いる。  
 信頼性係数再評価：行う。

最低一致本数：1 最低一致率：45% 出力枚数：100  
 一致判定許容幅：2 信頼性係数閾値：10 検索結果枚数：8



## 定 性 分 析 (一次検索)

No.	カーブ No.	化 学 式	元素	標準ピーコ本数	一致本数	信頼性係数
①	10-0173	AL2 O3	I	18	15	431
2	34-0752	AL8 B2 O15		18	9	101
3	6-0670	FE3 C	D	7	4	32
4	4-0781	AU5 HG		5	3	26
5	25-1278	TA N .1	I	5	3	15
6	36-1249	FE3 C	C	5	3	?
7	3-1031	W- N	D	5	3	2
8	20-0182	CD BR .5 (O H)1 .5		6	3	1

〔元素〕 ○：主成分元素 △：微成分元素 ×：不確定成分元素

## 定性分析(二次検索)

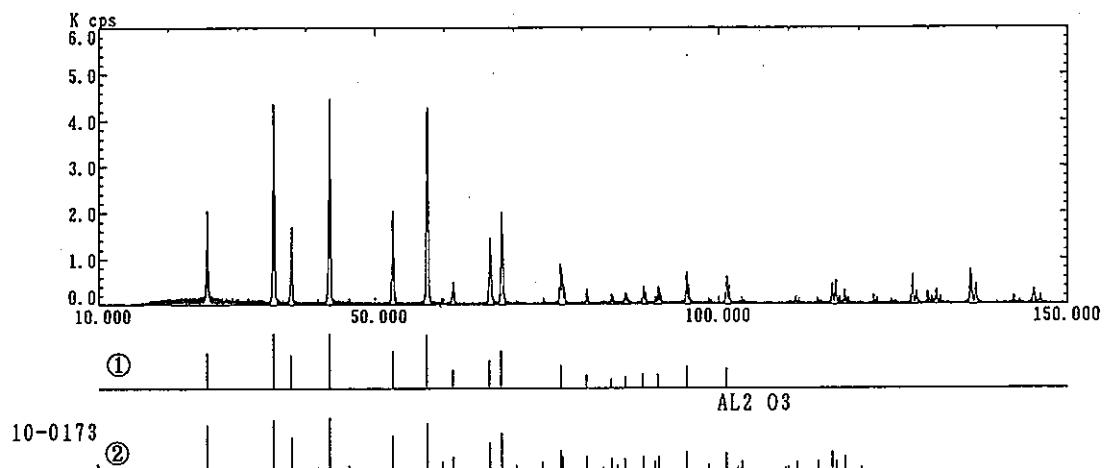
&lt;測定条件&gt;

サンプル名 : 測温チップ  
 ファイル名 : 定性分析  
 コメント : R-129依頼  
 管球 : Cu  
 管電圧 : 34 KV  
 管電流 : 20 mA  
 モリクロメーター : 使用  
 受光スリット : 0.60 mm  
 測定者 : 大代 操

&lt;データ処理&gt;

エニオメータ : 広角エニオメータ  
 サンプリング幅 : 0.002°  
 走査速度 : 2.000° /min  
 発散スリット : 2°  
 散乱スリット : 2°  
 受光スリット : 0.30 mm  
 アタッチメント : 標準試料ホルダ  
 回転速度 :  
 測定日 : 91-08-21

波長 : 1.54056 Å  
 平滑化点数 : 7  
 ハックグラント除去: 實行  
 K<sub>α</sub>2除去 :  
 系統誤差補正 :

① ; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の回折パターン

② ; 測定結果

注 ; ①と②で一致しない小さなピークについては

同定不可能

別添II-7

## 分析結果報告書

核燃料技術開発部  
プルトニウム燃料開発室  
成田 様

依頼書番号	
依頼日	
依頼受付日	
報告日	1991/12/09
試料名	測温チップ
分析成分	定性分析
分析方法	けい光X線分析

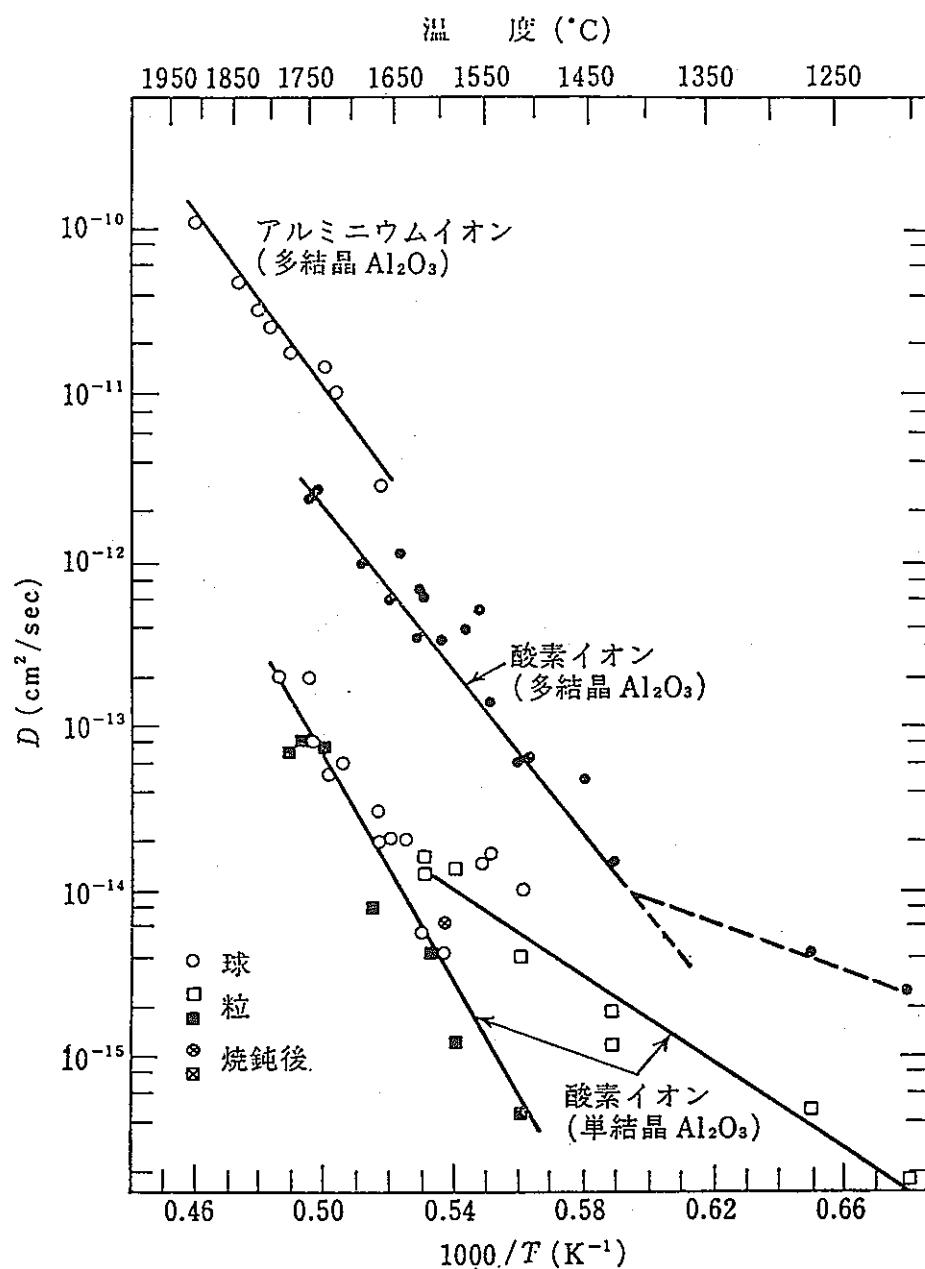
プロセス 分析開発室

	SGL
	

分析成分	分析結果	記事
F E	小	

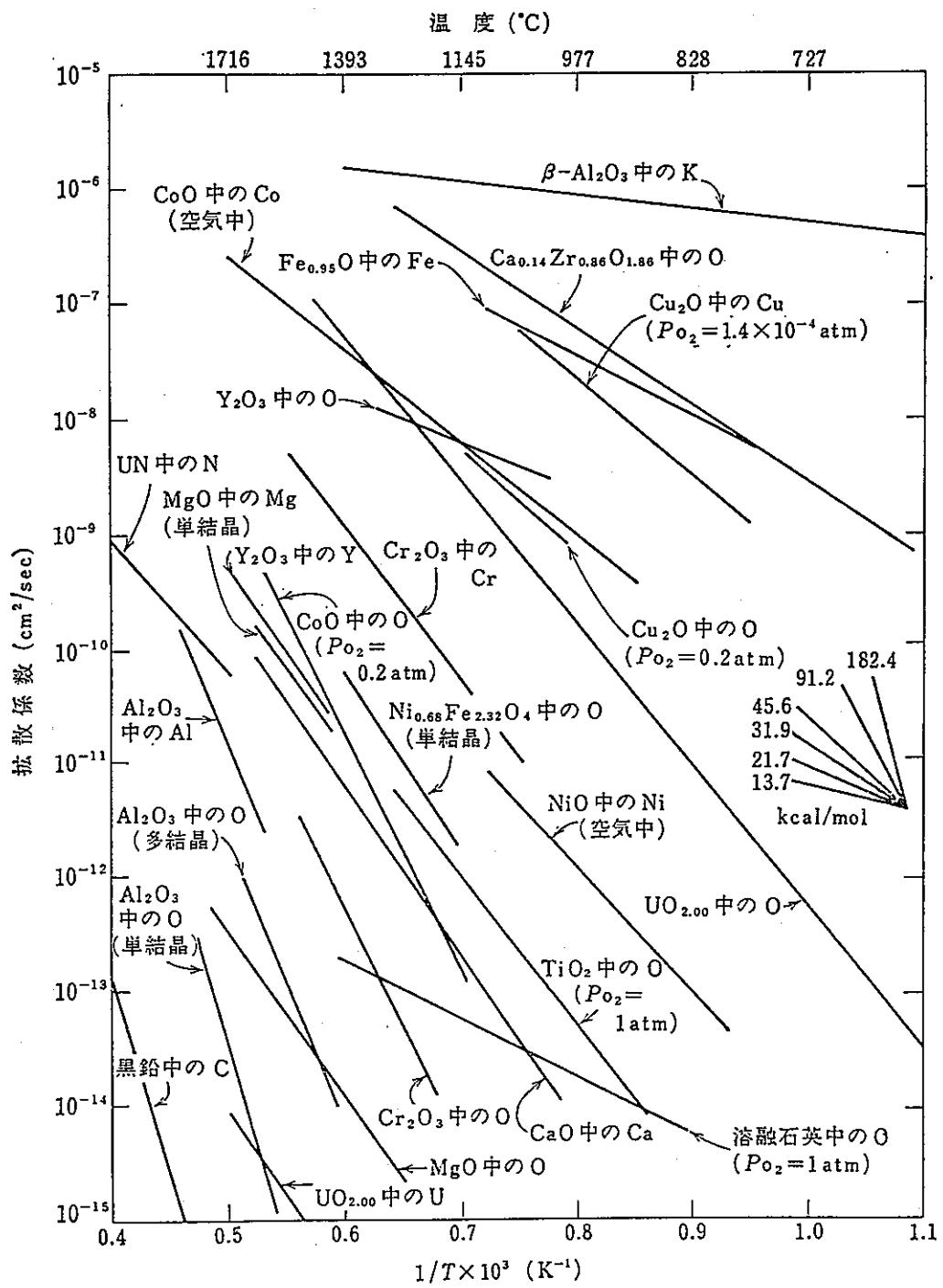
## 別添II-8

「セラミックス材料科学入門基礎編, Kingery等著」より



## 別添II-9

「セラミックス材料科学入門基礎編, Kingery等著」より



別添II-10

## 焼結密度測定結果

グリーンペレット

乾式回収粉 25w/o, P.f 1.5w/o  
 Lot No. 造粒圧 2ton/cm<sup>2</sup>

焼結ペレット

製造条件 50 °C / h 1690°C × 2Hr keep

日付 3年7月17日

No.	直 径 (mm)			高さ (mm)	重量 (g)	密 度 (%TD)	備 考
	上	中	下				
1		6.271		7.809	2.294	86.62	1枚目
2		6.273		7.603	2.229	86.39	
3		6.278		7.546	2.718	85.11	
4		6.270		7.608	2.220	85.85	
5				7.833	2.312	87.06	
6	X	6.273					
7	6	0.003				86.21	
8						0.75	
9							
10							
11		6.253		7.645	2.257	87.56	2枚目
12		6.262		7.758	2.272	86.60	
13		6.263		7.642	2.238	86.58	
14		6.264		7.480	2.223	87.83	
15							
16	X	6.261				87.14	
17	6	0.005				0.65	
18							
19							
20							
21							
22							
23							
24	X	6.267	(n = 9)		X	86.62	(n = 9)
25	$\sigma$	0.007	(n = 9)		$\sigma$	0.83	(n = 9)
26							
27							
28							
29							
30							
X							
S							

### III. 第4容器密度ばらつき評価試験

#### 1. 試験概要

プル工場の量産ロットの第4容器（バッチ式焼結炉<sup>\*1</sup>）は、焼結密度が低く、焼結密度のばらつきも大きい傾向が見られた。（平成3年6月現在）

プル工場の工程上の原因として以下の点が考えられた。

##### (1) 成形工程

成形においては、第4容器分の成型時に、吸着ミス等で発生した約4kgのスクラップグリーンペレットを解碎し20メッシュで分級し、フィーダー等から抜き出した微粉末約3kg（成形残粉）とともに（合計で約7kg）ホッパーへリサイクルして成形している。すなわち

- ① 吸着ミスのスクラップグリーンペレット（約4kg）を解碎分級してリサイクル利用による密度の変動。
- ② 成形終了時フィーダー等に残留している成形残粉（約3kg）のリサイクル利用による密度の変動

##### (2) 焼成工程

炉の均熱性は、第4容器付近で悪く、第4容器付近の温度は若干低いと考えられる。

そこで本試験では、成形時の要因が焼結後の密度のばらつきに原因しているかどうか検証するため、プル工場製造課より粉末を受け入れて、プル開室R-129室の成形機、焼結炉を使用して試験を実施した。

プル工場のバッチ式の焼結炉を使用したとき、焼結炉の装荷位置により炉温度の変化が考えられる。そこでプル開室の炉を使用すれば焼結炉の装荷位置による温度分布の差の要因が排除でき、成形工程の要因によるばらつきにのみポイントを絞ることができる。

#### 2. 試験内容

プル工場よりL1C60（プル工場量産ロットのロットナンバー）の造粒後粉末（A）、フィーダー等に残留している微粉末（B）、スクラップグリーンペレット（C）を受け入れた。スクラップグリーンペレットは、所定の粒度に解碎、分級した。試験フローを図III-1に示す。

\*1バッチ式焼結炉は、リフレクタの破損のため現在使用していない。

バッチ式焼結炉は、第1から第4容器の4つの容器を装入することができる。

図III-1の原料①～⑥は、以下の条件で調製した。

原料①は、L1C60造粒粉（リファレンス用）そのまま

原料②は、成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉

原料③は、成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉（原料②）とスクラップグリーンペレットの解碎、分級20～60メッシュの粉末（原料⑤）をダイス内で片側ずつ供給する粉末（②+⑤）

これはメッシュをパラメータにして、密度、ばらつきへの影響を見る。20～60メッシュの分級は、プル工場での造粒の分級メッシュ幅とほぼ同じである。現在スクラップグリーンペレットの分級は、20メッシュのみであるが、20～60メッシュの幅の狭い粒度分布にすると焼結密度のばらつきが小さくなると考え実施した。また、2種類の粉末を混合しないのは、ペレット曲がり評価を行うためである。

成形を行うときは、ダイスの片側に原料②、その反対側に原料⑤を供給して成形する。

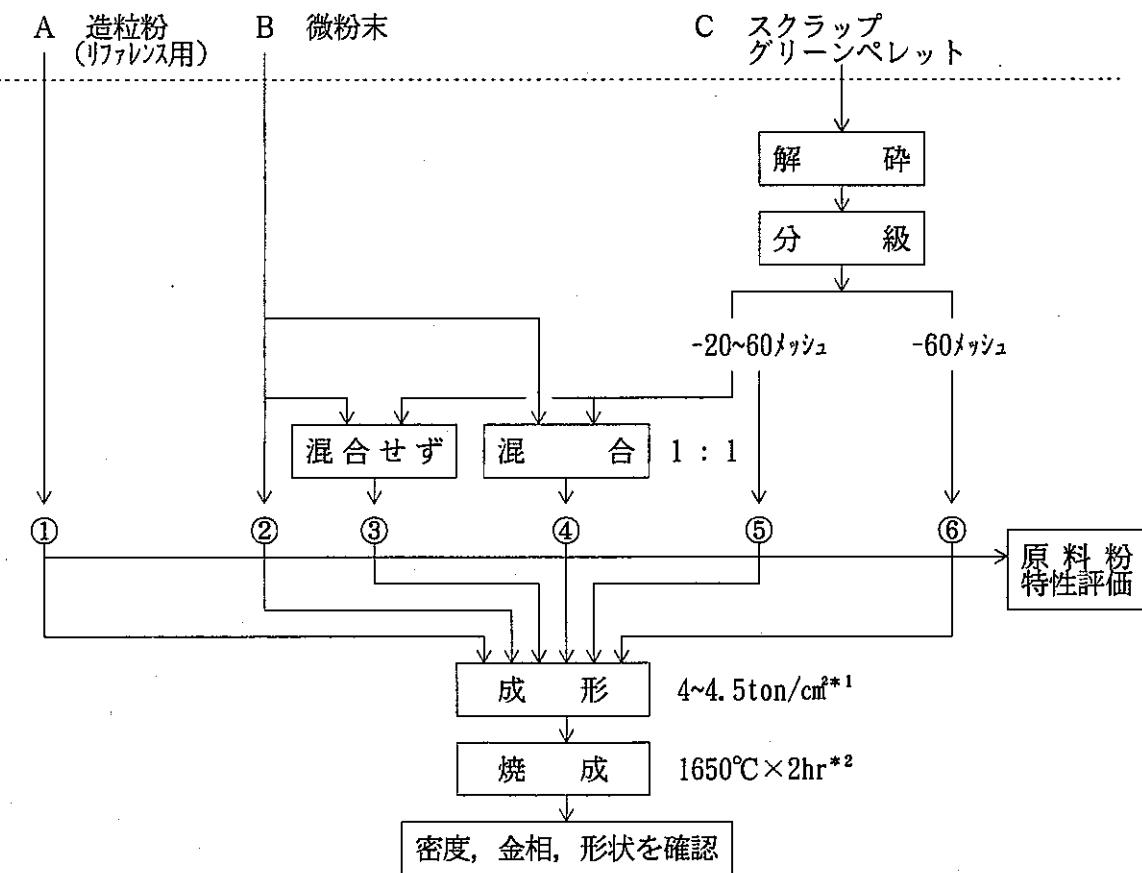
原料④は、成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉とスクラップグリーンペレットの解碎、分級20～60メッシュの粉末を混合した粉末（②×⑤）

原料⑤は、スクラップグリーンペレットの解碎、分級(20～60メッシュ)にした粉末

原料⑥は、スクラップグリーンペレットの解碎、分級(60メッシュアンダ)の粉末である。

第4容器分の成形時には、スクラップグリーンペレット約4kgと成形残粉3kgが主な粉末である。原料③、④は、それぞれこれらの粉末が分離、混合した状態を模擬している。

原料①～⑥を調製後、グリーンペレットを30個ずつ成型し同一条件で予焼、本焼を実施した。



図III-1 試験フロー

- \* 1 成形圧に関しては、Pu工場約5ton/cm<sup>2</sup>の条件に合わせる予定であったが、R-129室の成形機の最大能力が4.5ton/cm<sup>2</sup>なので、試験では4.0~4.5ton/cm<sup>2</sup>の条件で実施した。
- \* 2 通常Pu工場の焼成温度は、1680°C×2hrであるが、第4容器の位置は約30°C低いと思われる所以、1650°C×2hrで実施した。

### 1) 原料粉特性評価

原料①～⑥のカサ密度、タップ密度、SEM写真を測定し、それぞれの粉末の特性を把握した。（但し、SEM写真に関しては、装置トラブルのため測定は実施していない。）

### 2) ペレット製造試験

原料①～⑥よりグリーンペレットをそれぞれ30個ずつ製造し、同一条件で予焼、本焼を実施し、焼結密度を測定した。

③の原料の成形を実施するときは、ペレットの曲がりを評価するためにダイスの片側に原料②を、反対側に原料⑤を供給して成形した。

### 3. 試験結果

#### 3.1 原料粉特性評価試験

原料粉(①～⑥)ごとの測定結果を表III-1に示す。

表III-1 原料粉ごとの測定結果

原料粉	かさ密度(g/cc)	タップ密度(g/cc)	H. R <sup>*1</sup>	圧縮度(c) <sup>*2</sup>	流動性指数(N <sub>F</sub> ) <sup>*3</sup>
①	3.43	4.26	1.24	19.48	73.70
②	3.61	4.39	1.22	17.77	76.01
③	—	—	—	—	—
④	3.71	4.56	1.23	18.64	74.84
⑤	3.24	3.73	1.15	13.14	82.26
⑥	3.52	4.10	1.16	14.15	80.90
L1C60 <sup>*4</sup>	2.92	4.30	1.47	32.09	56.68

\* 1 H. R(Hausner Ratio)

H. R = タップ密度 / かさ密度で粒子のすべりやすさを示す指標  
値が小さい方が粒子がすべりやすい。

\* 2 圧縮度(c)

$$C = 100 \times (P - A) / P$$

P : タップ密度(g/cc)

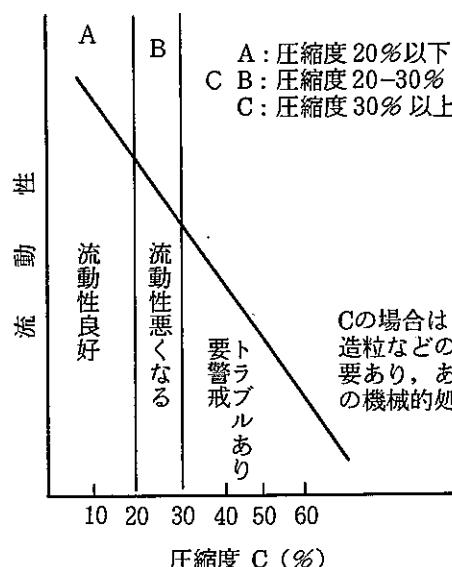
A : かさ密度(g/cc)

一般的に圧縮度から見た流動性については、図III-2の関係がある。

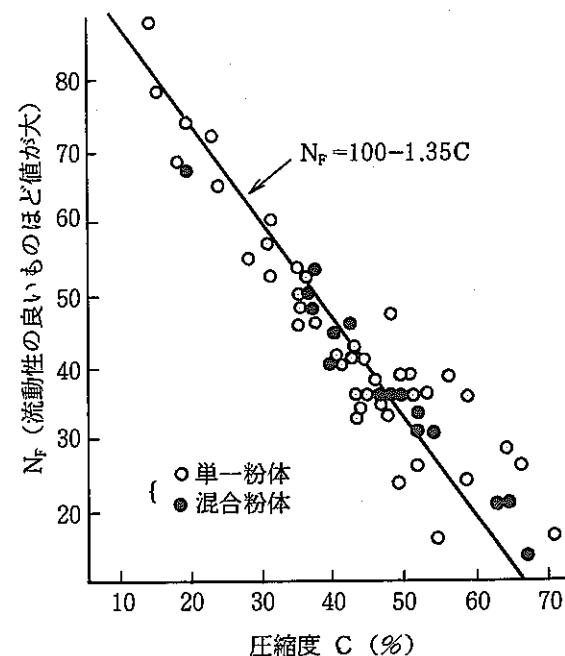
\* 3 流動性指数N<sub>F</sub>

流動性が良いものほど値が大きくなる。また、圧縮度Cと流動性指数N<sub>F</sub>には図III-3の関係がある。

\* 4 L1C60の均一混合後のデータ



図III-2 圧縮度と流動性との関係

図III-3 圧縮度(c)と流動性指数 ( $N_F$ ) との関係

- (1) スクラップグリーンペレットの解碎、分級したもの（原料⑤, ⑥）は、H. R, 圧縮度(c), 流動性指数 ( $N_F$ ) から判断して、粒子がすべりやすく、流動性が原料①, ②, ④に比べて良い。
- (2) 原料②は、原料①に比べて、流動性は悪くはない。
- (3) 原料⑤は、他の原料（①, ②, ④, ⑥）に比べてかさ密度、タップ密度の値が低い。

## 3.2 ペレット製造試験結果

本ペレット製造試験結果を表III-2に示す。

表III-2 ペレット製造試験結果

原 料 粉	グリーンペレット (n=10)						焼結ペレット (n=30)						重量 <sup>*1</sup> 減 少 率 (%)
	プレス圧 (ton/cm <sup>2</sup> )	直 径 (mm)	高 さ (mm)	重 量 (g)	密 度 (%T.D)	標準偏差	直 径 (mm)	高 さ (mm)	重 量 (g)	密 度 (%T.D)	標準偏差		
①	4.1~4.3	7.34	8.56	2.34	58.84	0.39	6.25	7.27	2.19	88.19	0.99	3.41	
②	4.3~4.5	7.34	8.68	2.36	58.67	0.19	6.27	7.65	2.26	87.11	0.83	3.60	
③	4.0~4.2	7.37	11.27	3.08	58.35	0.26	6.29	9.78	2.92	87.41	0.81	3.23	
④	4.3~4.5	7.34	8.86	2.47	60.08	0.35	6.28	7.73	2.35	89.55	1.19	3.20	
⑤	4.3~4.4	7.33	8.31	2.35	61.12	0.22	6.26	7.27	2.26	92.11	0.38	2.79	
⑥	4.3~4.5	7.33	8.67	2.29	57.07	0.21	6.28	7.56	2.14	83.18	0.36	4.32	
製造課 <sup>*2</sup> L1C60	4.7~5.0	6.33	9.30	1.86	57.73	0.72	5.43	8.15	1.75	84.32	1.92		
製造課 <sup>*3</sup> L1C70	4.7~5.0	6.33	9.32	1.88	58.22	0.56	5.45	8.19	1.78	85.10	0.96		

\* 1 重量減少率 ΔW

$$\Delta W = \frac{\text{グリーンペレット重量} - \text{予焼ペレット重量}}{\text{グリーンペレット重量}} \times 100$$

\* 2 製造課 L 1 C 6 0

1680°C×3hr焼結後の第1, 第2容器の量産のデータ

\* 3 製造課 L 1 C 7 0

L 1 C 6 0 第4容器位置に装荷されたペレットで焼結中にヒータ断線のため焼結が完了せず, 再度1680°C×3hrで焼結したときのデータ

- (1) 原料①シリーズの焼結密度の平均は88.19 T. Dであった。  
一方、製造課L 1 C 6 0 の焼結密度の平均は84.32% T. Dである。
- (2) 原料①シリーズに比較して、原料②シリーズは、焼結密度、ばらつきはほとんど同じである。
- (3) グリーンペレットの直径の値を比較すると、原料①, ②, ④, ⑤, ⑥シリーズは、7.33~7.34 (mm) である。一方、原料③シリーズは7.37 (mm) と相対的に大きな値を示している。
- (4) 原料③シリーズのグリーンペレットを調製するとき、プレス圧を4.2ton以上かけると、グリーンペレットがダイスから離型する瞬間にグリーンペレットの形状を保つことができなかった。
- (5) 原料⑤シリーズと原料⑥シリーズの焼結密度を比較すると大きな相違がある。  
(92.11% T. D↔83.18% T. D)  
ただし、焼結密度のばらつきは、どちらも小さい。

### 3.3 ペレット曲がり評価試験

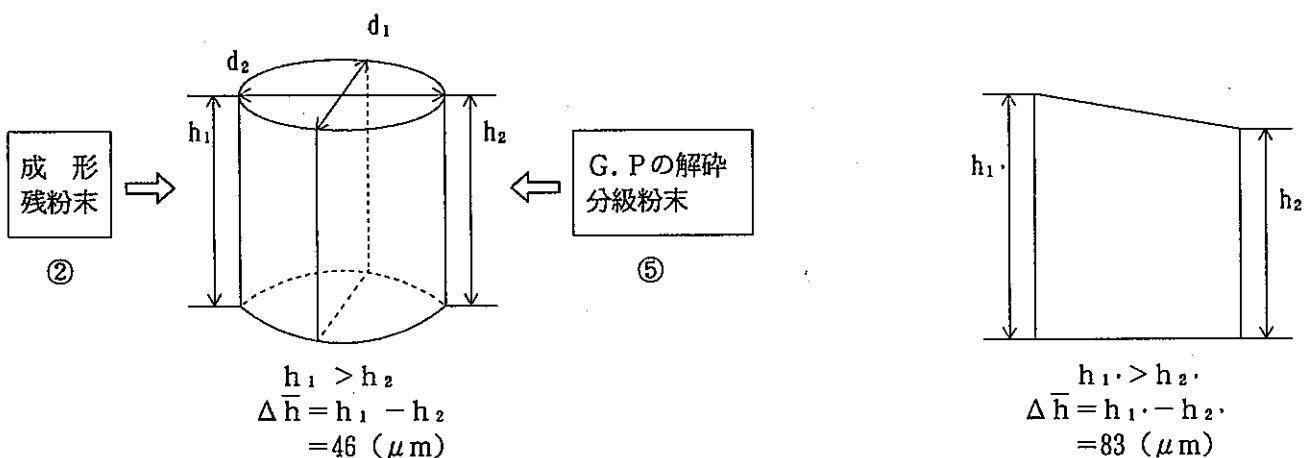
原料粉③シリーズは、成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉とスクラップグリーンペレットを解碎、分級（20～60メッシュ）した粉末を混合せずに、成形したものである。そのため2種類の異なる粉末が完全に分離した形で成形・焼結を実施したものである。  
その結果を表III-3に示す。

表III-3 ペレット曲がり評価試験（原料粉③シリーズ）

ペレットNo.	グリーンペレット（n=5）						焼結ペレット（n=5）				
	直 径（mm）			高 さ（mm）			密度 (%T.D)	直 径 (mm)	高 さ（mm）		
	d <sub>1</sub>	d <sub>2</sub>	d <sub>1</sub> -d <sub>2</sub>	h <sub>1</sub>	h <sub>2</sub>	h <sub>1</sub> -h <sub>2</sub>			h <sub>1</sub> ·	h <sub>2</sub> ·	h <sub>1</sub> ·-h <sub>2</sub> ·
1	7.369	7.372	-0.003	11.382	11.315	0.067	58.35	6.294	9.967	9.893	0.074
2	7.370	7.361	0.009	11.277	11.233	0.044	58.42	6.287	9.846	9.774	0.072
3	7.377	7.375	0.002	11.335	11.295	0.040	58.27	6.311	9.932	9.823	0.109
4	7.372	7.370	0.002	11.432	11.406	0.026	58.43	6.293	10.025	9.960	0.065
5	7.371	7.364	0.007	11.022	10.967	0.055	58.14	6.294	9.663	9.571	0.092
平均	—	—	0.004	—	—	0.046	58.32	—	—	—	0.083
											87.57

$$\sigma_{n-1} = 0.1$$

$$\sigma_{n-1} = 0.46$$



- (1) 原料③シリーズのグリーンペレットは、グリーンペレットになった状態で高さ方向で平均 $46\text{ }\mu\text{m}$ グリーンペレット高さに差が生じていた（表III-3参照）。原料⑤の粉末（スクラップグリーンペレットの解碎、分級 20~60メッシュにした粉末）の方が原料②（成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉）の粉末より、成形したときに高さの値が小さい（表III-2参照）。
- (2) 原料③シリーズの焼結ペレットは、高さ方向の差が平均 $83\text{ }\mu\text{m}$ とグリーンペレット時に比べて大きくなり、ペレットに曲がりが生じている（表III-3参照）。

#### 4. 考 察

- (1) 原料⑤, ⑥シリーズは1度グリーンペレットになったものを解碎分級したものなので、硬い粒子になっていて、粉末の流動性は他のシリーズより良い。
  - (2) 原料⑤シリーズのかさ密度、タップ密度の値が、他のシリーズより低いのは、1度グリーンペレットになったものを解碎分級したので、硬い粒子になっておりかつ粒度分布が狭いので、粉末の充填性が他のシリーズより悪くなつたと思われる。
  - (3) 原料①シリーズと原料②シリーズを比較して、焼結密度、ばらつき、重量減少率の値がほぼ同じなので、成形末期の残粉が特にポアフォーマの分離等の悪影響が生じているとは言い難い。
  - (4) 原料③シリーズが、他のシリーズよりグリーンペレットの直径の値が大きいのは、2種類の異なる粉末を分離された状態で成形を実施したためスプリングバック率の違いによると思われる。また、原料③シリーズの成形時に成形圧を $4.2\text{ton/cm}^2$ 以上かけるとグリーンペレットの形状を保つことができなかつた。  
これは2種類の異なる粉末のスプリングバック率の違いによると思われる。
  - (5) 原料⑤シリーズと原料⑥シリーズの焼結密度の値に大きな相違が生じた理由について検討した。原料シリーズ⑤, ⑥とも、原料自体は同じグリーンペレットを使用しているので解碎、分級過程で、造粒塊の中に閉じ込められていたポアフォーマが分離し、⑥の方に偏ったと思われる。その結果⑤は⑥よりも、グリーン密度が高くかつ焼結密度が高い値を示している。重量減少率の値を比較しても、原料⑥シリーズは4.32 (w t %) に対して、原料⑤シリーズは2.79 (w t %) でポアフォーマが原料⑥シリーズの方に偏ったと思われる。
  - (6) ペレット曲がり評価試験からグリーンペレットで平均 $46\text{ }\mu\text{m}$ 、焼結ペレットで平均 $83\text{ }\mu\text{m}$ 曲がりが生じている。また、焼結ペレットの曲がりの方向として、原料⑤シリーズの方向に曲がっている（表III-3参照）。
- この結果を、既報の変形ペレット再現試験結果と比較検討する。

変形ペレット再現試験（低密度ペレット製造条件確立試験（I）——不純物低減化試験、密度安定化試験——、ZN-8410 91-236参照）では以下のように述べている。

- 『(1) P. f無添加ペレット及びP. f2.0w/o添加ペレットの $\Delta h$ はほとんど無い。  
(2) P. f無添加粉とP. f添加粉を半々づつダイスに入れ成形したペレット全てに肉眼で十分観察できる曲がりがみられる。これらはすべてP. f添加側に端面を含めて焼き膨れがみられた。曲がりの程度は、乾式回収粉無添加から調製したペレットで $\Delta h$ が80~500  $\mu m$ 、乾式回収粉25w/o添加粉から調製したペレットで $\Delta h$ が150~190  $\mu m$ であり、ポアフォーマの入っていない側の方に曲がっている。』

以上の知見と今回の結果から、次のように考察する。

原料⑤シリーズは焼結結果及び重量減少率の結果から（「表III-2参照」）、グリーンペレットの解碎・分級過程でポアフォーマが分離し、原料⑤の中にはポアフォーマが所定の量より少ないとと思われる（推論）。

その結果、原料③シリーズの焼結は、原料⑤側の部分がポアフォーマが少ない状態で焼結した場合と同じで、原料⑤側に曲がりが生じている。

すなわちポアフォーマの少ない側に曲がっている。

## 5.まとめ

図III-1の試験フローと表III-1~III-2からの上述の考察結果をまとめると次のとおりとなる。

- (1) スクラップグリーンペレットの解碎、分級したもの（原料⑤、⑥）は、粒子がすべりやすく、流動性が他の原料①、②、④に比べて良い。
- (2) 成形終了時フィーダ等に残留している成形残粉（原料②）は、造粒粉（リファレンス用）原料①に比べて、流動性は悪くはない。
- (3) 原料①シリーズの焼結密度の平均は88.19 T. Dであった。製造課L1C60の焼結密度の平均は84.32%T. Dである。
- (4) 原料②シリーズは、原料①シリーズに比較して、焼結密度、ばらつきはほとんど同じである。
- (5) グリーンペレットの直径の値を比較すると、原料①、②、④、⑤、⑥シリーズは、7.33~7.34 (mm) である。一方、原料③シリーズは7.37 (mm) と相対的に大きな値を示している。
- (6) 原料③シリーズのグリーンペレットを調製するとき、プレス圧を4.2ton以上かけると、グリーンペレットがダイスから離型する瞬間にグリーンペレットの形状を保つことができ

なかった。

- (7) 原料⑤シリーズと原料⑥シリーズの焼結密度を比較すると大きな相違がある。  
( 92.11% T. D  $\longleftrightarrow$  83.18% T. D )
- (8) 原料③シリーズのグリーンペレットは、グリーンペレットになった状態で高さ方向で平均 $46 \mu\text{m}$ グリーンペレット高さに差が生じていた。  
原料⑤の粉末の方が原料②の粉末より、成形したときに高さの値が小さい。
- (9) 原料③シリーズの焼結ペレットは、高さ方向の差が平均 $83 \mu\text{m}$ とグリーンペレット時に比べて大きくなり、ペレットに曲がりが生じていた。

## 6. 試験の結論

本試験は、平成3年6月当時、「もんじゅ」初装荷内側炉心燃料ペレット製造時に焼結密度のばらつきが、大きな傾向がみられた。このばらつきの原因として成形工程までの要因が大きいのか ( $\sigma a^2$ ) 炉関係の要因が大きいのか ( $\sigma b^2$ ) 判明しなかった。

$$(\sigma t^2 = \sigma a^2 + \sigma b^2)$$

本試験では、Pu開室の焼結炉を使用することで  $\sigma b^2$  の要因を小さくすることができる。すなわち  $\sigma a^2$  の要因のみをパラメータ (①～⑤) にして試験を行うことができた。

本試験の結果より、焼結密度のばらつきに与える要因としては、粉末工程から成形工程による要因 ( $\sigma a^2$ ) より、焼結炉の装荷位置によるばらつき ( $\sigma b^2$ ) の方が大きいことが判明した。

## IV. 連続炉運転条件把握試験

本試験は、Pu工場の連続焼結炉運転開始に伴う運転条件の決定に資するため及び均一化混合粉の焼結性を把握することを目的として、Pu工場製造課からの依頼により、以下の3試験を行った。

〔試験1〕連続炉運転条件把握試験（L1C119）\*

〔試験2〕均一化混合粉（乾式回収粉40w/o）焼結性把握試験（L1E123）\*

〔試験3〕均一化混合粉（乾式回収粉30w/o）焼結性把握試験（L1E130）\*

\* ( ) 内は、試験に使用するためにPu工場から受入れた均一化混合粉ロット番号を示す。なお、L1C119についてのみグリーンペレットを受入れた。

本試験に使用した均一化混合粉の物性値を下表に示す。

表IV-1 均一化混合粉の物性値

物性値 ロット番号	比表面積 (m <sup>2</sup> /g)	平均粒径 (μm)	かさ密度 (g/cc)	タップ密度 (g/cc)
L1C119	2.55	1.01	3.33	4.90
L1E123	2.59	0.63	3.26	4.60
L1E130	3.01	0.56	3.03	4.49

## 1. 連続炉運転条件把握試験

### (1) 試験の目的

Pu工場の連続焼結炉での焼成開始前に、連続焼結炉の焼成パターンを模擬した焼成を実施し、密度、ガス不純物等を確認することによって工場での運転条件の決定に資することを目的として実施した。

### (2) 試験内容

Pu工場よりグリーンペレット(L1C119)を受入れ、Ar-5%H<sub>2</sub>雰囲気中、800°Cで2.5時間予焼後、表IV-1-1に示す3パターンで焼成した。

表IV-1-1 連続炉模擬焼成パターン

	昇温速度1 (T<1500°C) (°C/hr)	昇温速度2 (T>1500°C) (°C/hr)	保持温度 (°C)	保持 時間 (hr)	冷却速度1 (T>1600°C) (°C/hr)	冷却速度2 (T<1600°C) (°C/hr)
パターン1	410	90	1670	3.8	58	440
パターン2	600	126	1680	3.0	94	495
パターン3	800	165	1690	2.2	133	555

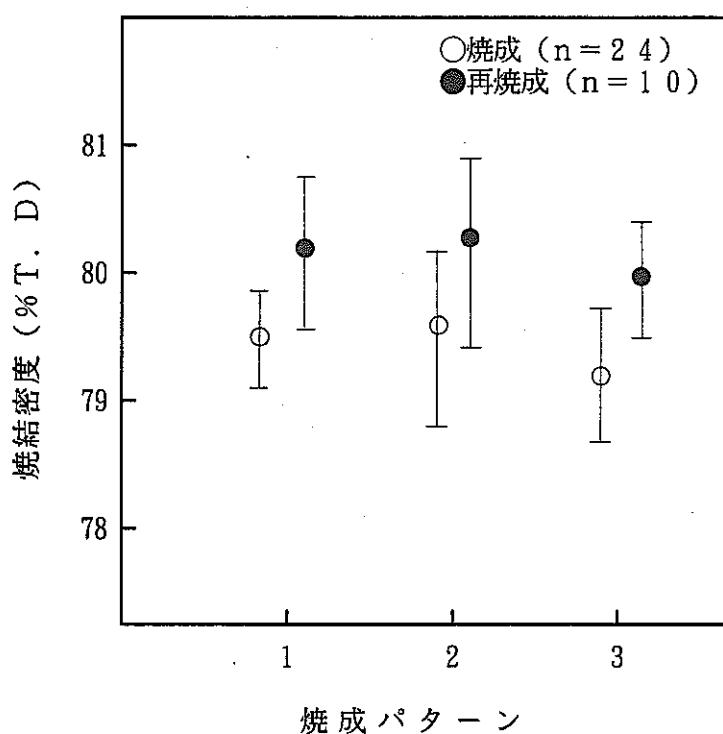
### (3) 試験結果

焼成及び再焼成(パターン2の条件で実施)の結果を表IV-1-2及び図IV-1に、分析結果を表IV-1-3に示す。試験の結果から以下のことが言える。

- ① 焼成パターンの違いによる焼結密度の相違はみられない。
- ② p. f 添加率1.6w/oでは、焼結密度が低く、また、再焼成を行っても、約0.6%T. Dの密度上昇にとどまる。したがって、85%T. Dにするにはp. f 添加率を1.6w/oより低くする必要がある。
- ③ 残留不純物は、いずれも低く問題はない。

表IV-1-2 焼成及び再焼成による焼結密度の結果

焼成パターン	焼 成 (n = 2 4)		再 焼 成 (n = 1 0)	
	平均値 (%T.D)	標準偏差 ( $\sigma$ )	平均値 (%T.D)	標準偏差 ( $\sigma$ )
パターン1	79.50	0.41	80.12	0.53
パターン2	79.51	0.60	80.08	0.75
パターン3	79.22	0.43	79.83	0.45



図IV-1 焼成パターンと焼結密度との関係

表IV-1-3 分析結果

焼成パターン	N (ppm)	C (ppm)	GAS* ( $\mu\ell/g$ )
パターン1	50	<30	65
パターン2	<50	<30	60
パターン3	<50	<30	65

\*脱ガス(900°C, 1 h)

後に測定した。

## (4) 試験の結論

- ① 焼成パターンの違いによる焼結密度の相違はみられない。
- ② 烧結密度を 85% T.D. にするには, p. f 添加率を 1.6 w/o より低くする必要がある。
- ③ 残留不純物は、いずれも低く問題はない。

## 2. 均一化混合粉（乾式回収粉 40 w/o）焼結性把握試験

## (1) 試験の目的

前記試験1での焼結密度の値が p<sub>f</sub> 添加率 1.6 w/o では低かったため、Pu工場より試験1と同じ物性値を持つ均一化混合粉を受入れ、Pu工場での本番製造前の予備試験の意味合いを含め、焼結性の把握及び焼成パターンの効果を確認する目的で実施した。

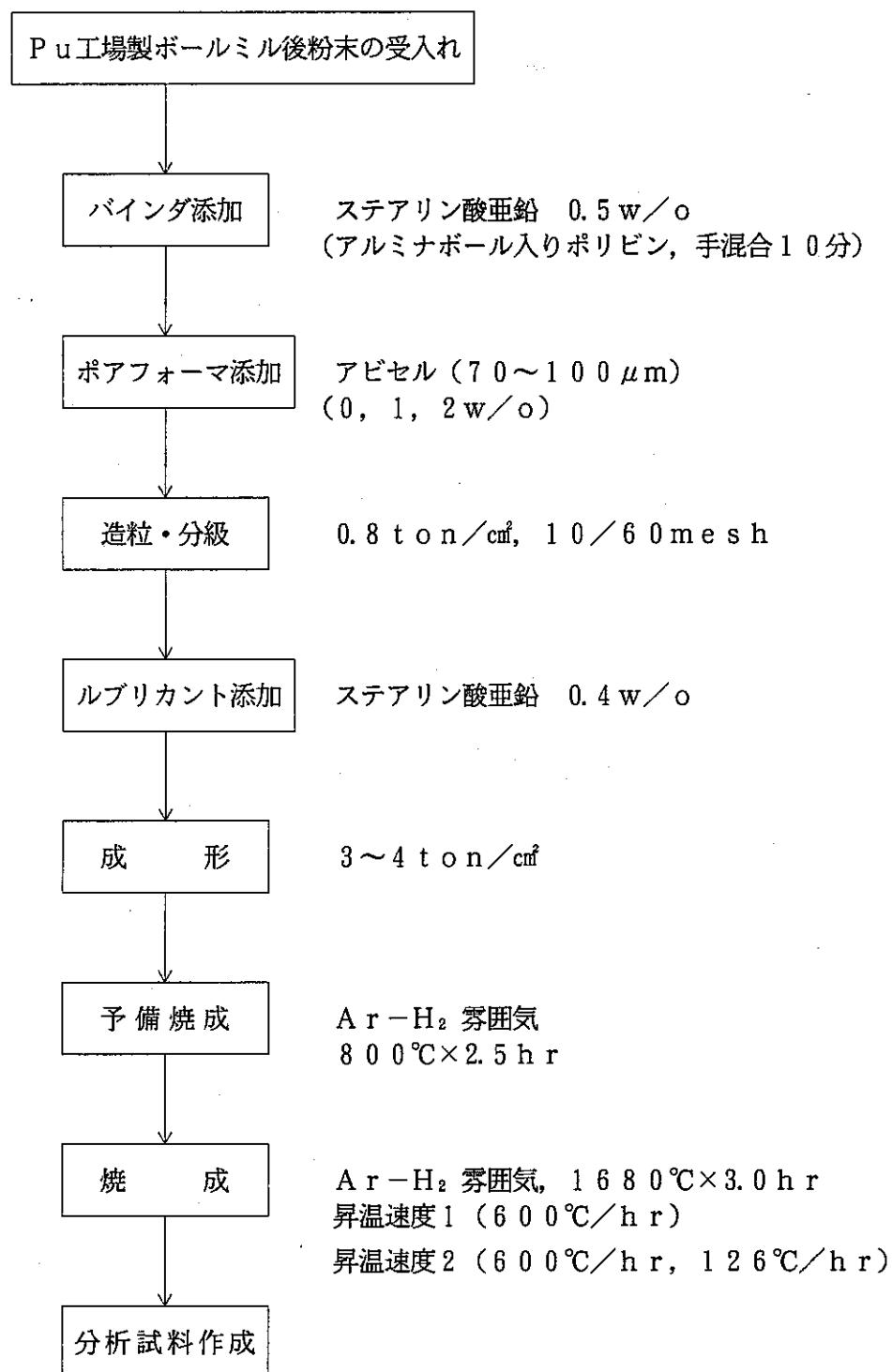
## (2) 試験内容

Pu工場より均一化混合粉（L1E123）を受入れ、表IV-2-1に示す水準で焼成し、焼結密度との関係を調べた。焼成パターンは、連続焼結炉の最高使用温度が 1680°C であること及び焼成ができるだけ短時間で行う観点から前記試験1のパターン2を採用した。また、1500°C以上での昇温速度の効果を確認するために、昇温速度を 600°C/h とする1段焼成パターン（昇温速度不变）を加えた。

製造フローを図IV-2-1に示す。

表IV-2-1 製 造 試 験 水 準

試験 No.	昇温速度1 (T<1500°C) (°C/hr)	昇温速度2 (T>1500°C) (°C/hr)	保持温度 (°C)	保持時間 (hr)	p <sub>f</sub> 添加率 (w/o)
1	600	600	1680	3.0	0
2	600	126	1680	3.0	0
3	600	126	1680	3.0	1
4	600	126	1680	3.0	2
5	600	600	1680	3.0	2



(金相, O/M, Puスポット)

図IV-2-1 試験フロー一

## (3) 試験結果

焼結密度の結果を表IV-2-2に、p. f 添加率と焼結密度の関係を図IV-2-2に示す。

表IV-2-2 焼結密度の結果 (n = 20)

試験 No.	p. f 添加率 (w/o)	平均値 (%T. D)	標準偏差 ( $\sigma$ )
1	0	91.93	0.36
2	0	92.63	0.39
3	1	88.33	0.37
4	2	82.48	0.55
5	2	81.90	0.49

表IV-2-2及び図IV-2-2の結果から以下のことが言える。

- ① 試験1の結果(表IV-1-2, 図IV-1)と比べて, p. f 添加率の割合から比較して焼結密度が高く, 焼結性の相違がみられる。
- ② 烧成パターンの違いによる焼結密度の相違がみられる。

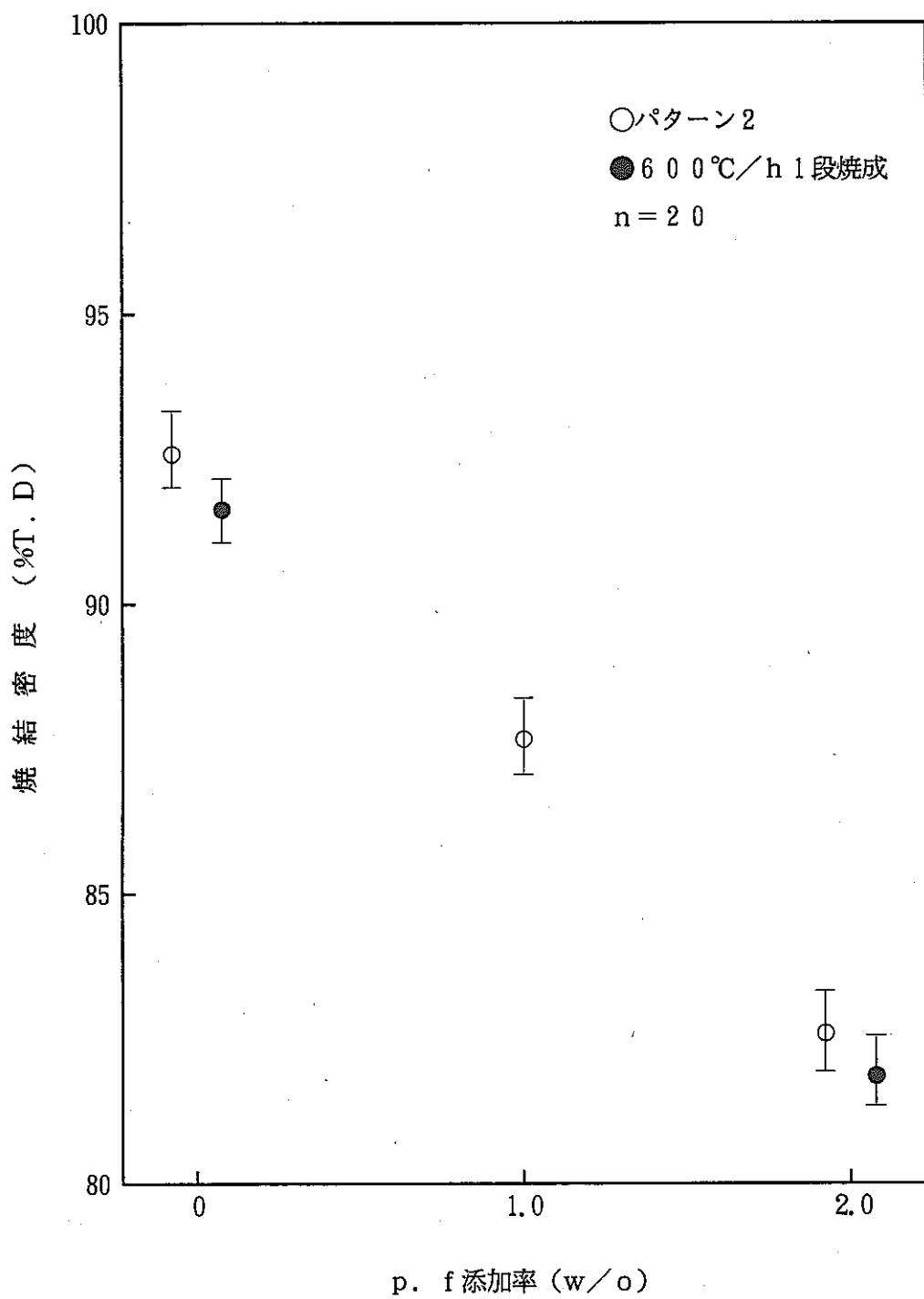
p. f 0 w/o 添加及び2.0 w/o 添加についての分散分析の結果を以下に示す。

\* \* \* \* < 1元配置分散分析 分散分析表 > \* \* \* \* p. f 0 w/o

No.	要因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検定
1	要因A 誤差E	5.031 5.281	1 38	5.031 0.139	36.201	** 有意差有り
	合計	10.312	39			

\* \* \* \* < 1元配置分散分析 分散分析表 > \* \* \* \* p. f 2.0 w/o

No.	要因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検定
1	要因A 誤差E	3.375 10.344	1 38	3.375 0.272	12.399	** 有意差有り
	合計	13.719	39			



図IV-2-2 p. f 添加率と焼結密度との関係

#### (4) 考 察

① 試験 1 に比べて試験 2 の焼結密度が高くなった原因是、試験当初は試験 1 と同じ物性値を持つ粉末を受入れる予定であったが、表IV-1に示した均一化混合粉の物性値からみられるように、試験 1 の使用粉末である L 1 C 1 1 9 に比べて L 1 E 1 2 3 の方が粉末粒度が細かく、したがって相対的に焼結性が良いためであると考えられる。また、別添金相写真からみられるように試験 1 のペレットに無数のクラックが観察されるのに対して試験 2 のペレットにはみられない（これらの差は造粒条件の差に起因しているものと思われる。Pu工場では造粒圧が 3 ton/cm<sup>2</sup>であるが、Pu開室で実施した乾式回収粉添加試験（II）でも 2 ton/cm<sup>2</sup>で造粒したペレットに微少クラックの発生が観察された。）ことも、差が生じた原因と考えられる。

② 焼成パターンの違いによる焼結密度の相違は、パターン 2 の方がやや高密度になる。これは、パターン 2 の方が 1500°C 以上での加熱時間が長いことに起因するものと思われる。

#### (5) 試験の結論

本試験 2（均一化混合粉（乾式回収粉 40 w/o）焼結特性試験）で得られた結果を、前述の試験 1（連続炉運転条件把握試験）と比べた結果は次のとおりである。

- ① 試験 1 に比べて焼結性の向上がみられる。これは、受入れた粉末の物性値が異なったことによるものである。
- ② 試験の結果から、焼結密度を 85% T.D に調製するためには、p.f 添加率を約 1.6 w/o にする必要がある。
- ③ 1500°C 以上の昇温パターンの効果については、昇温速度よりむしろ焼成時間の方が焼結密度の向上に寄与する。

### 3. 均一化混合粉（乾式回収粉 30 w/o）焼結性把握試験

#### (1) 試験の目的

Pu工場で使用している乾式回収粉が、リサイクルの繰り返し（乾式回収粉を添加したペレットのうち仕様から外れたものを再度乾式回収する。）によって非常に不活性になってきているため、乾式回収粉添加率の違いによる焼結性への影響をみる目的で、乾式回収粉添加率を 30 w/o として、試験 2 に引き続き実施した。

#### (2) 試験内容

Pu工場より均一化混合粉（L 1 E 1 3 0）を受入れ、表IV-3-1に示す水準で焼成し、焼結密度との関係を調べた。製造フロー及び焼成パターンは、試験 2 と同一条件で行った。

表IV-3-1 製造試験水準

試験 No.	昇温速度 1 (T< 1500°C) (°C/h)	昇温速度 2 (T>1500°C) (°C/h)	保持温度 (°C)	保持時間 (h)	p. f 添加率 (w/o)
1	600	600	1680	3.0	0
2	600	600	1680	3.0	1
3	600	600	1680	3.0	2
4	600	126	1680	3.0	0
5	600	126	1680	3.0	1
6	600	126	1680	3.0	2

## (3) 試験結果

焼結密度の結果を表IV-3-2に、p. f 添加率と焼結密度の関係を図IV-3-1に示す。

表IV-3-2 焼結密度の結果 (n = 18)

試験 No.	p. f 添加率 (w/o)	平均値 (% T. D.)	標準偏差 ( $\sigma$ )
1	0	93.98	0.16
2	1	89.08	0.29
3	2	82.00	0.60
4	0	94.47	0.26
5	1	89.04	0.34
6	2	82.06	0.44

表IV-3-2及び図IV-3-1の結果から以下のことが言える。

- ① 試験 2 の結果と比較して, p. f 無添加では約 2 % T. D の密度の増加がみられるが, p. f 添加したものは, 密度の相違がみられない。
- ② 焼成パターンの違いによる焼結密度は, p. f 無添加で相違がみられるが, p. f 添加ペレットではみられない。

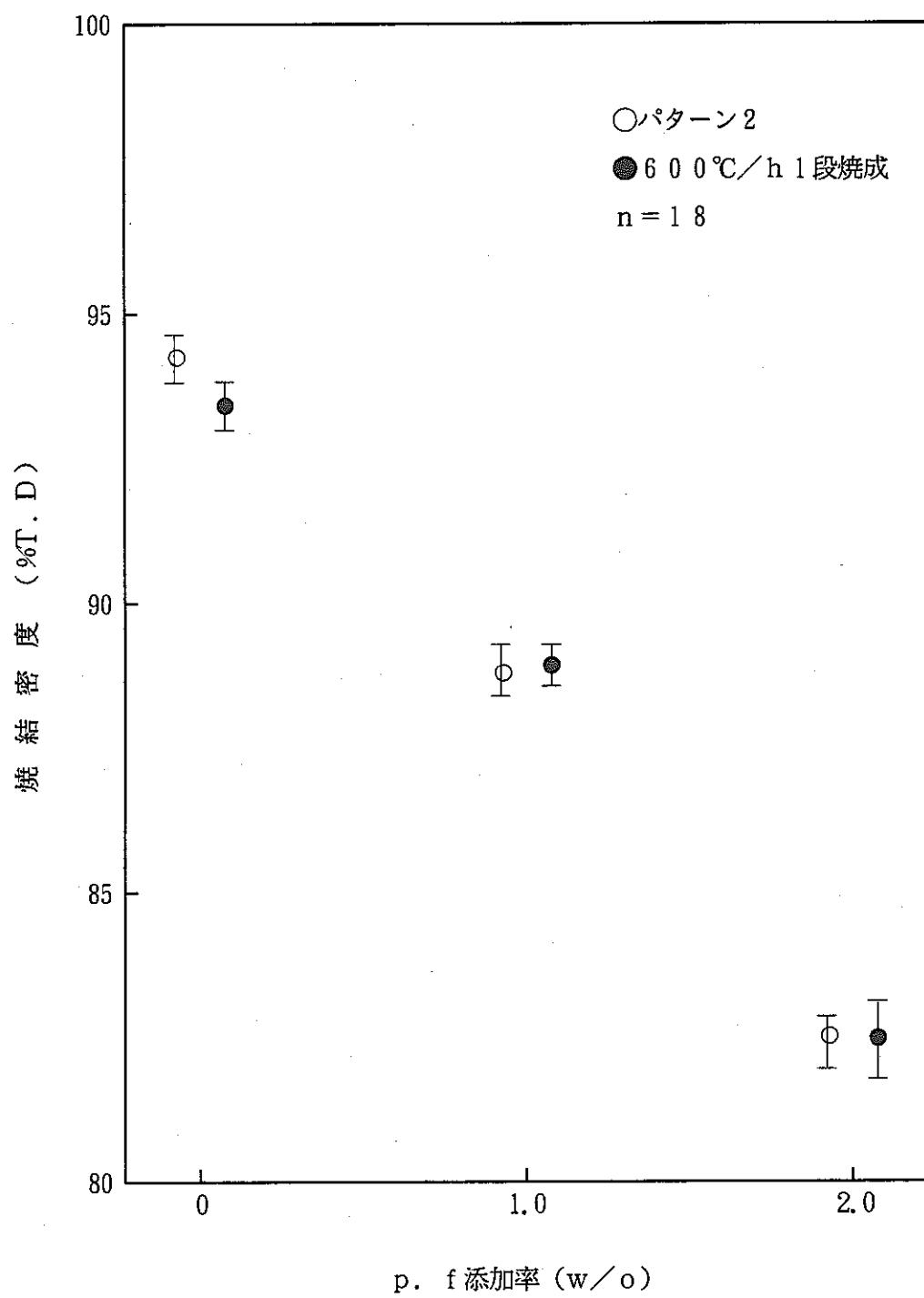
p. f 0 w/o 添加及び 2.0 w/o 添加についての分散分析の結果を以下に示す。

\* \* \* \* < 1 元配置分散分析 分散分析表 > \* \* \* \* p. f 0 w/o

No.	要 因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検 定
1	要因A 誤差E	2.500 1.437	1 32	2.500 0.045	55.652	** 有意差有り
	合 計	3.937	33			

\* \* \* \* < 1 元配置分散分析 分散分析表 > \* \* \* \* p. f 2.0 w/o

No.	要 因	平方和	自由度	不偏分散	分散比	検 定
1	要因A 誤差E	0.063 10.625	1 38	0.063 0.280	0.224	有意差なし
	合 計	10.687	39			



図IV-3-1 p. f 添加率と焼結密度の関係

#### (4) 考 察

- ① 試験 2 の結果と比較して, p. f 無添加で密度の増加がみられるのは, 表IV-1均一化混合粉の物性値にみられるように乾式回収粉添加率を減少させたことにより, 粉末の粒度が細かくなり, 焼結性が増大したためと考えられる。
- ② p. f を添加したものの焼結密度について, 試験 2 の結果と相違がないことの理由は不明である。乾式回収粉添加試験 (II) では, 粉末粒子密度の高い方 (乾式回収粉添加率が高い方。) が p. f による密度降下が大きい (粉末に対する p. f の体積比が大きくなるため。) 結果がみられたが, 本試験の結果では, 粉末粒子密度の小さい試験 3 の方が密度降下が大きいという結果であり, 逆の結果がみられている。金相写真を比較してみると, 試験 3 (p. f を添加したペレット) の方がマイクロクラック数が多いようみえ, その分の密度低下の要因も考えられるが, 詳細な理由は不明である。
- ③ 試験 2 では, 焼成パターン 2 と  $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$  1段焼成との間で p. f 無添加, p. f 添加とも焼結密度に有意な差が認められたが, 試験 3 では, p. f 無添加にはみられるものの, p. f 添加ペレットにみられない理由は不明である。

#### (5) 試験の結論

本試験 3 (均一化混合粉 (乾式回収粉 30 w/o) 焼結性把握試験) で得られた結果を前述の試験 2 (同乾式回収粉 40 w/o) と比べた結果は, 次のとおりである。

- ① 試験 2 と比較して, 乾式回収粉添加率を減少させたことによる焼結性の向上がみられる (p. f 0 w/o) が, p. f 添加ペレットの焼結密度は, 試験 2 の結果とほとんど相違がない。
- ②  $1500^{\circ}\text{C}$ 以上の昇温パターンの効果については, p. f 無添加ペレットでは有意な差がみられるものの, p. f 添加ペレットについてはみられない。

### 4. 試験の結論

- (1) 試験 1 として実施した連続炉運転条件把握試験では, 連続焼結炉で考えられている焼成パターン間の違いによる焼結密度の相違はみられなかった。

また, 均一化混合粉の焼結性把握のため実施した試験 2 (乾式回収粉 40 w/o) 及び試験 3 (乾式回収粉 30 w/o) では, 実施した焼成パターン 2 と  $600^{\circ}\text{C}/\text{h}$  1段焼成との比較において, 焼成パターン 2 の方が概して高密度になり,  $1500^{\circ}\text{C}$ 以上の昇温パターンの焼結密度上昇に対する寄与は, 升温速度は影響せず  $1500^{\circ}\text{C}$ での焼成時間が長くなる焼成パターン 2 の方が効果が大きい結果となった。

連続焼結炉で考えられている焼成パターンは, いずれも  $1500^{\circ}\text{C}$ 以上の昇温速度が緩やかであり, 従来の焼成パターンと比較して焼成時間が長くなる。

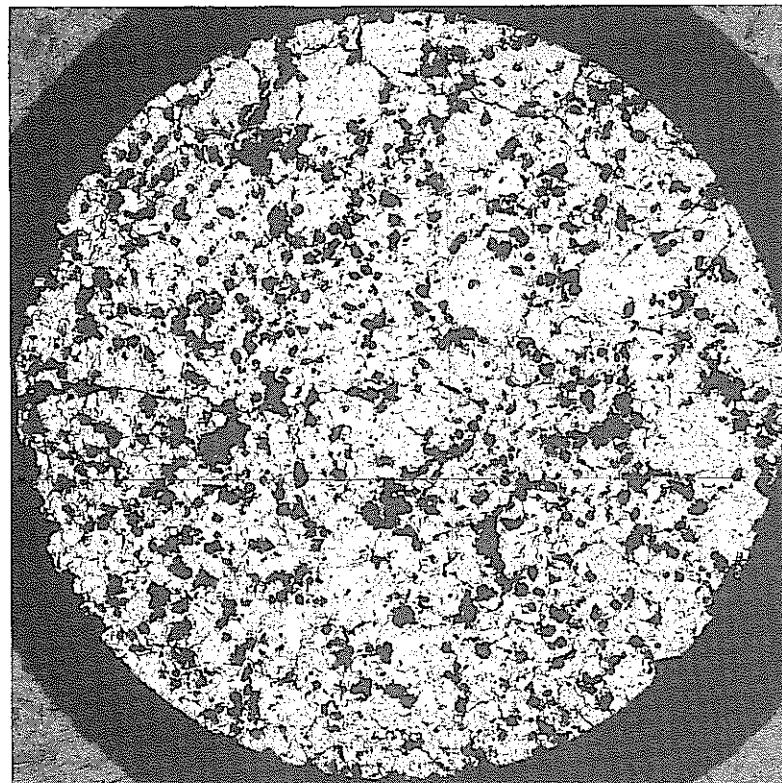
したがって, 連続焼結炉を使用しての焼成は, 従来と比較して問題はないと考えられ

る。

- (2) p. f 添加率と焼結密度との関係については、乾式回収粉の性状及び添加率の違いに伴う均一化混合粉の粉末物性の差異によって相違がみられた。

CERAMOGRAPHY  
REN6101

As Polished

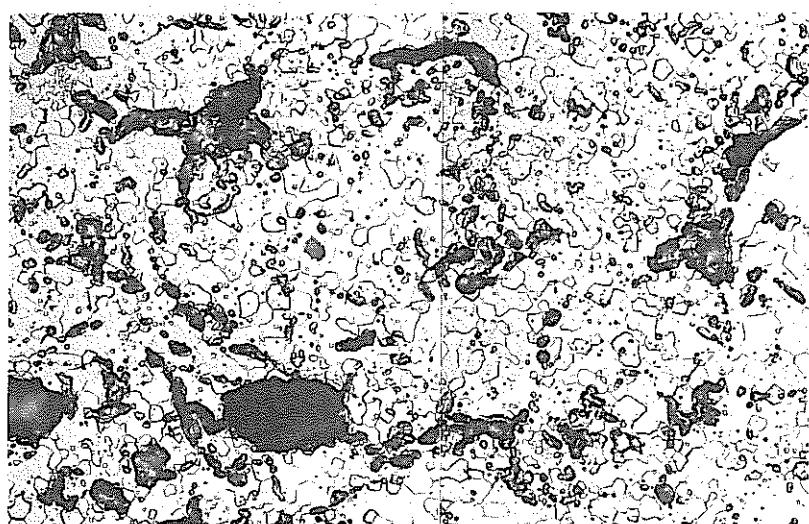


MACRO

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

写真No. IV-1-1-1

試験 1  
焼成パターン 1



— 47 —

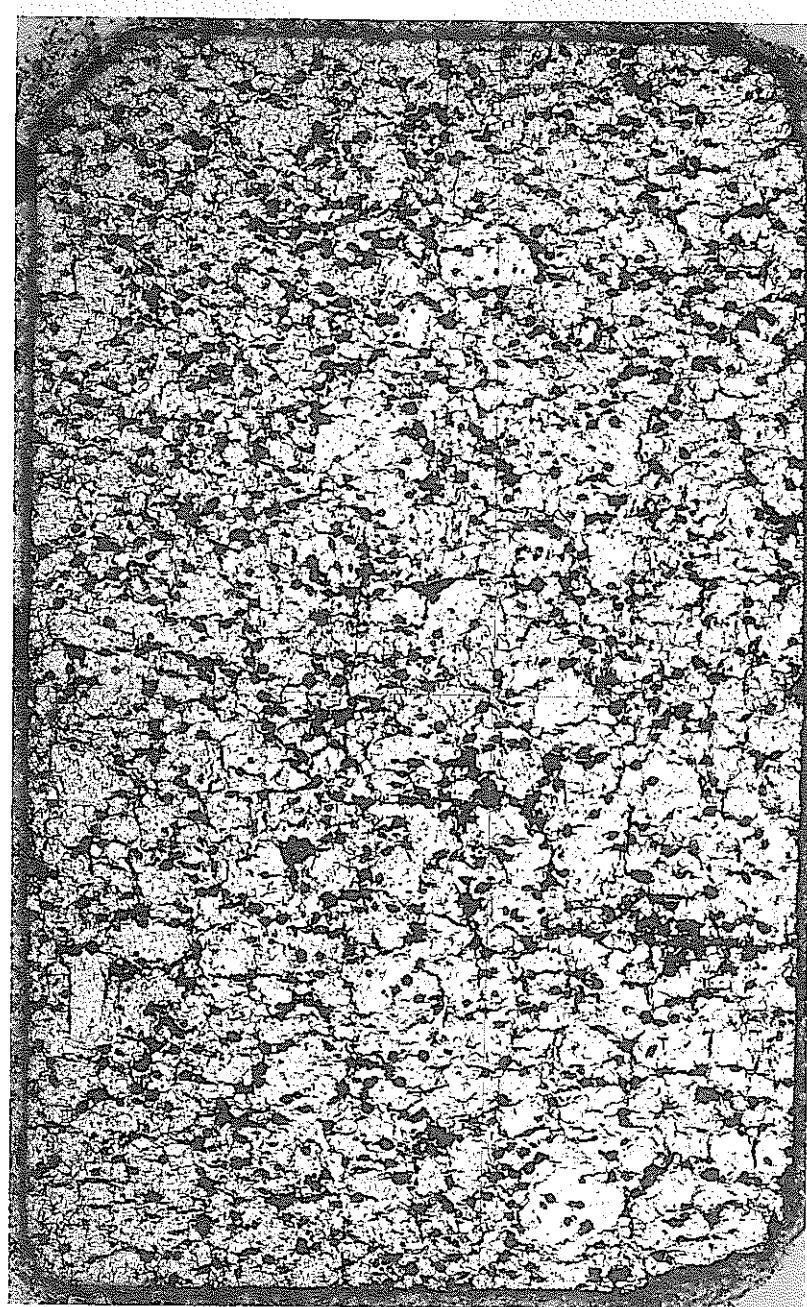
25  $\mu\text{m}$   
 $\times 400$

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6101

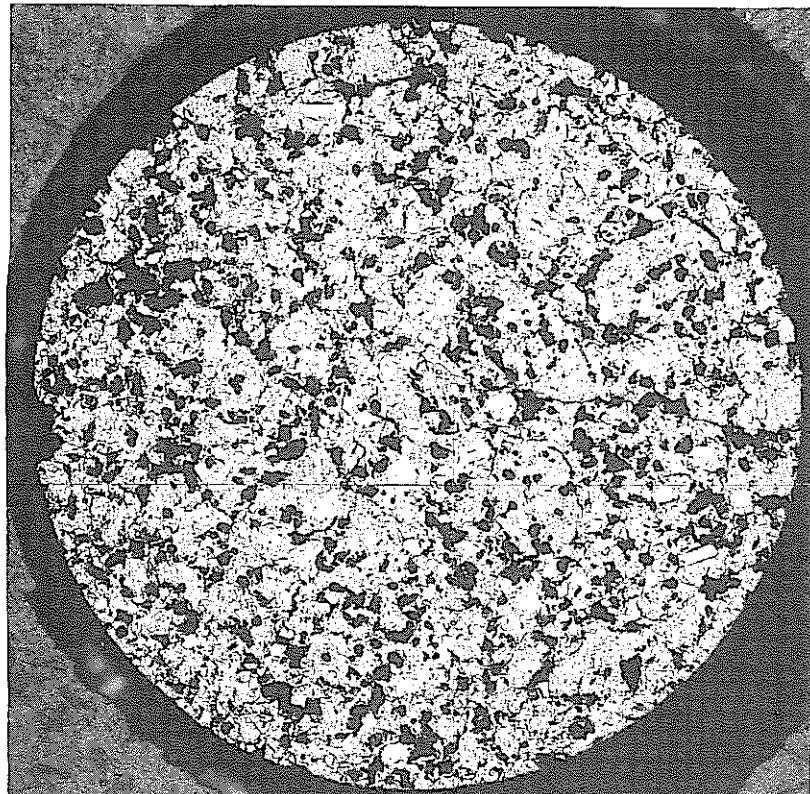


MACRO

写真No. IV-1-1-2

CERAMOGRAPHY  
REN6102

As Polished

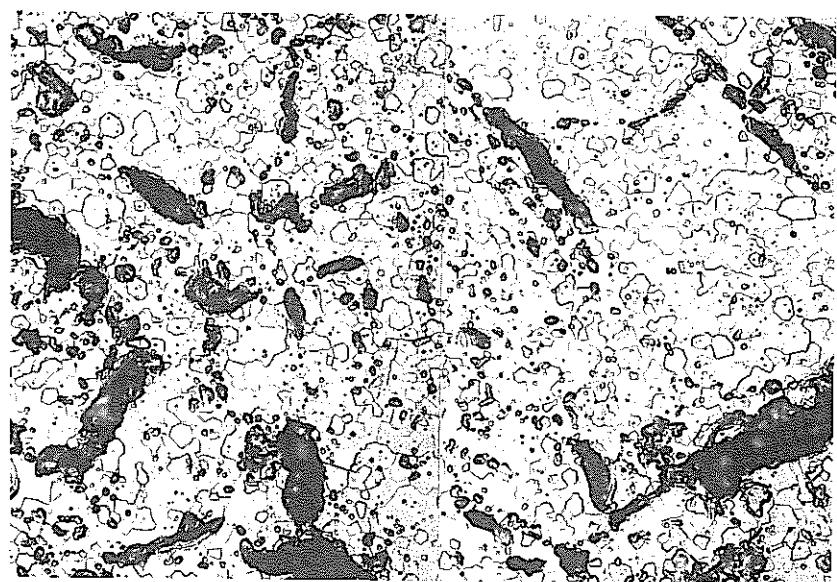


500  $\mu\text{m}$   
x20

MACRO

写真No. IV-1-2-1

試験 1  
焼成パターン 2



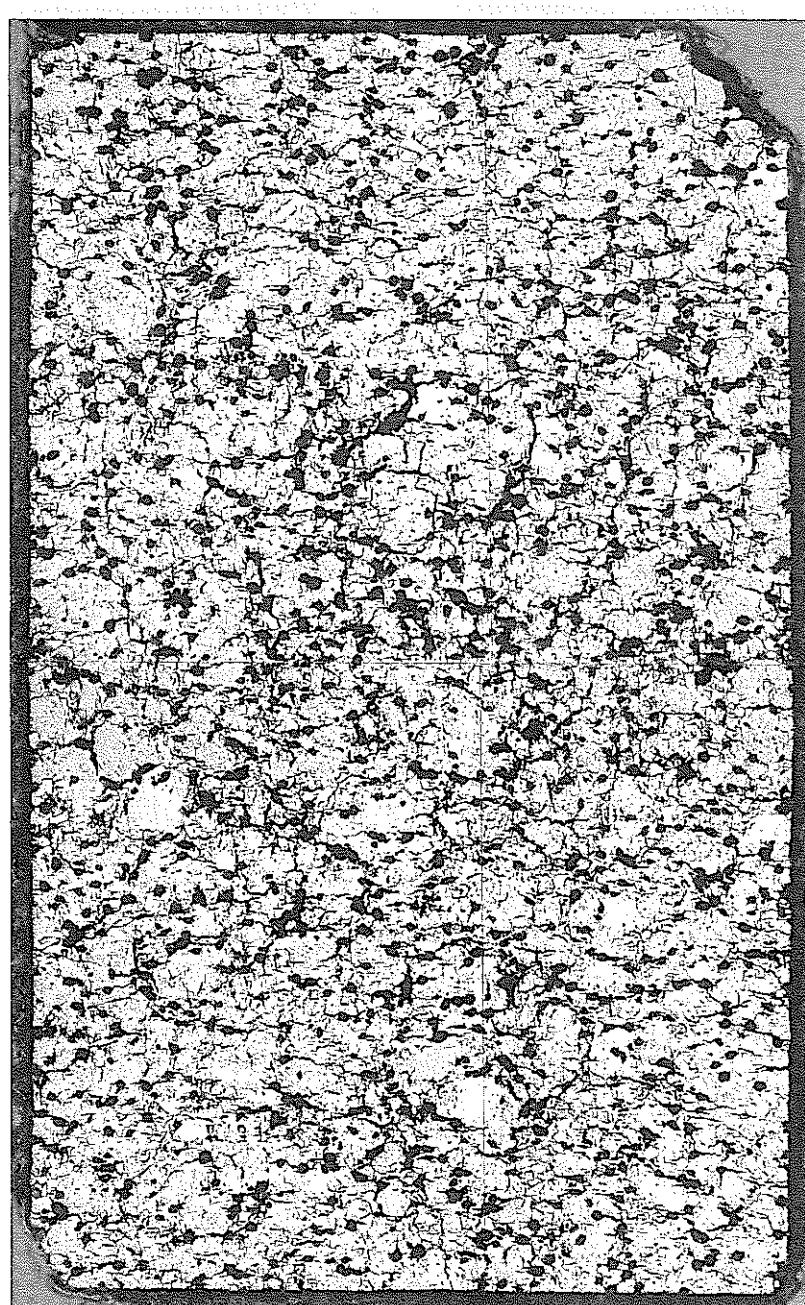
25  $\mu\text{m}$   
x400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6102



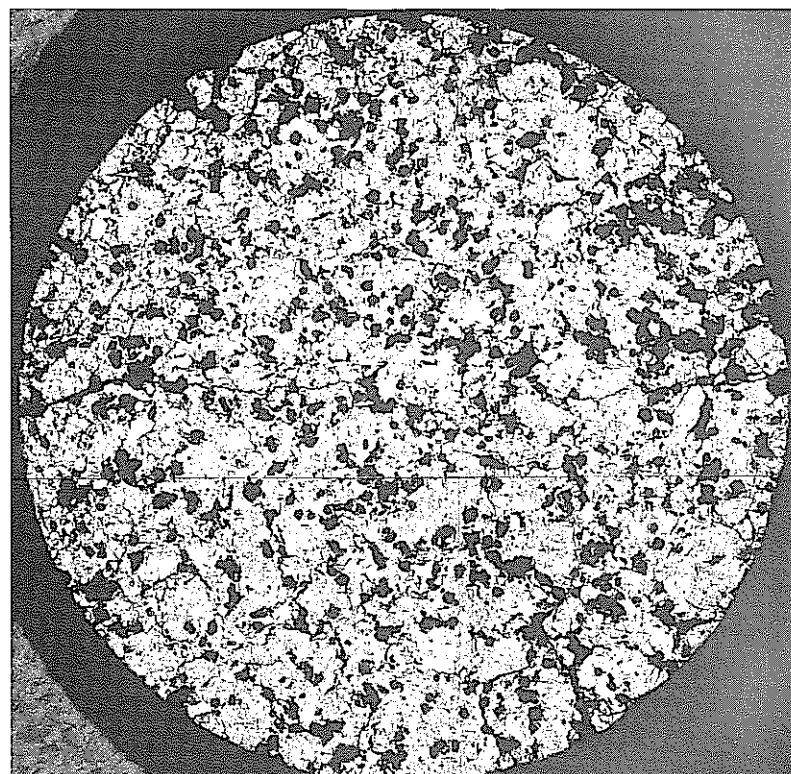
MACRO

写真No. IV-1-2-2

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY  
REN6103

As Polished

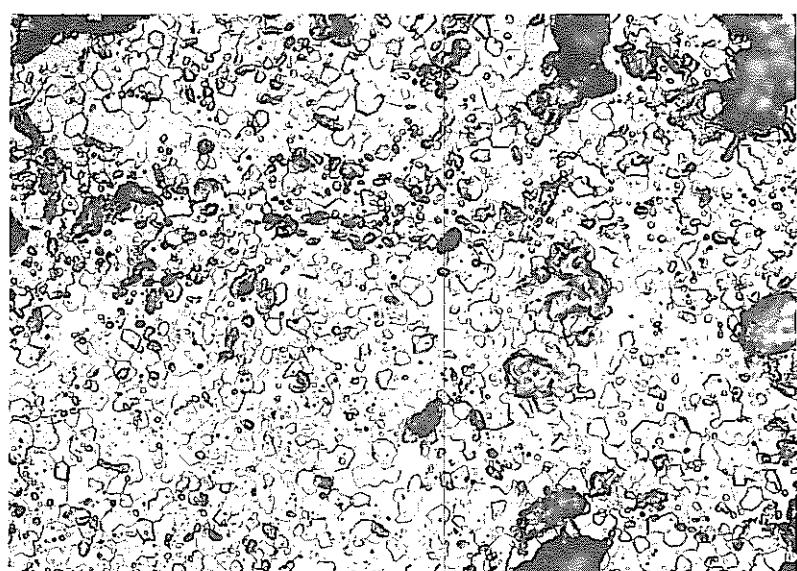


MACRO

500  $\mu\text{m}$   
x20

写真No. IV-1-3-1

試験 1  
焼成パターン 3

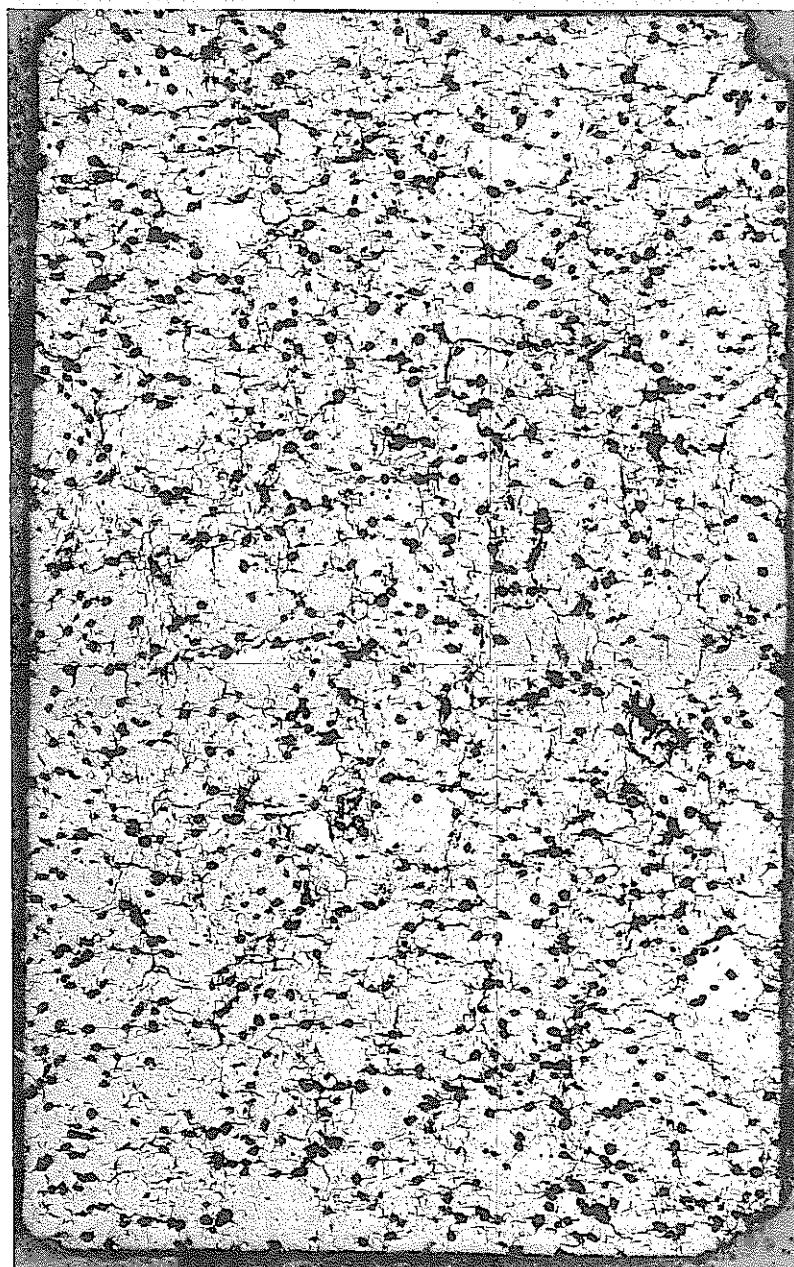


25  $\mu\text{m}$   
x400

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6103



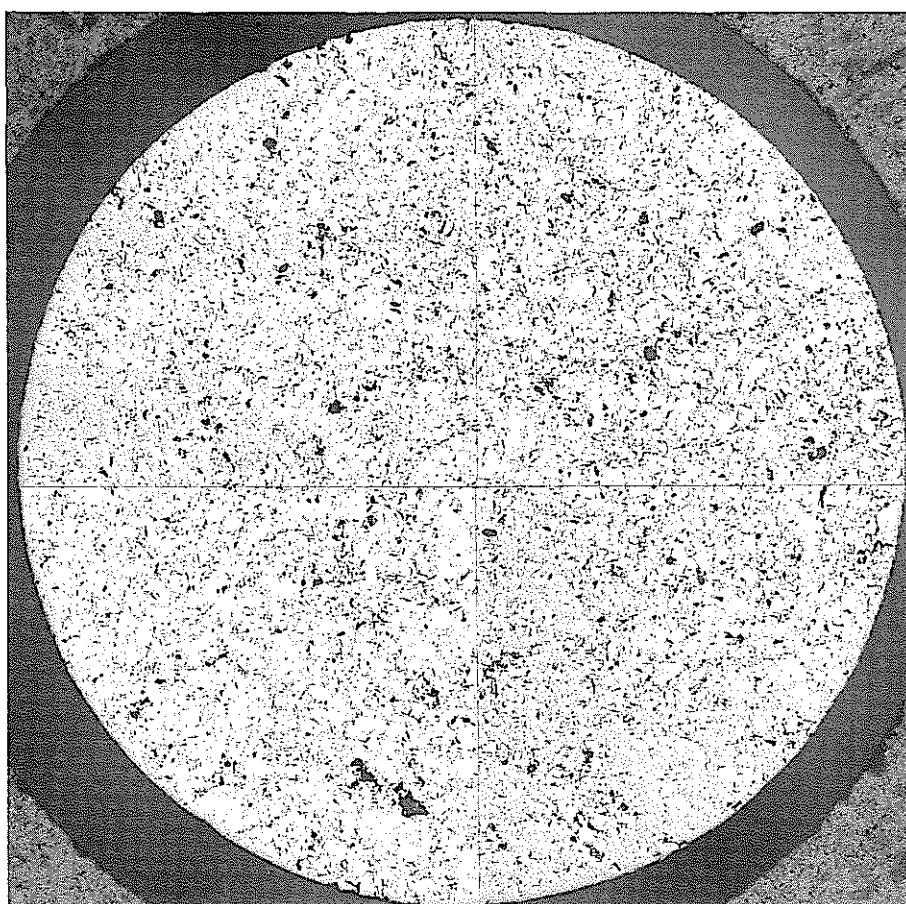
500  $\mu\text{m}$   
 $\times 20$

MACRO

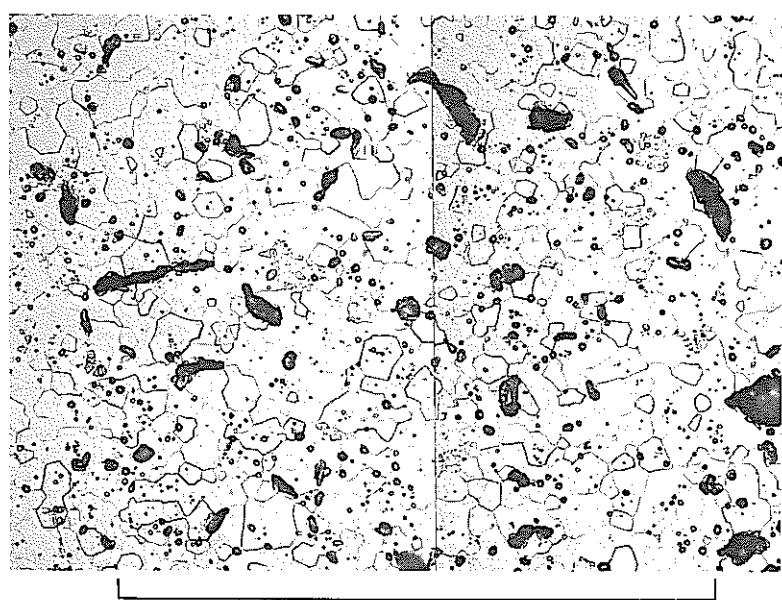
写真No. IV-1-3-2

CERAMOGRAPHY

As Polished



REN6101



写真No. IV-2-1-1

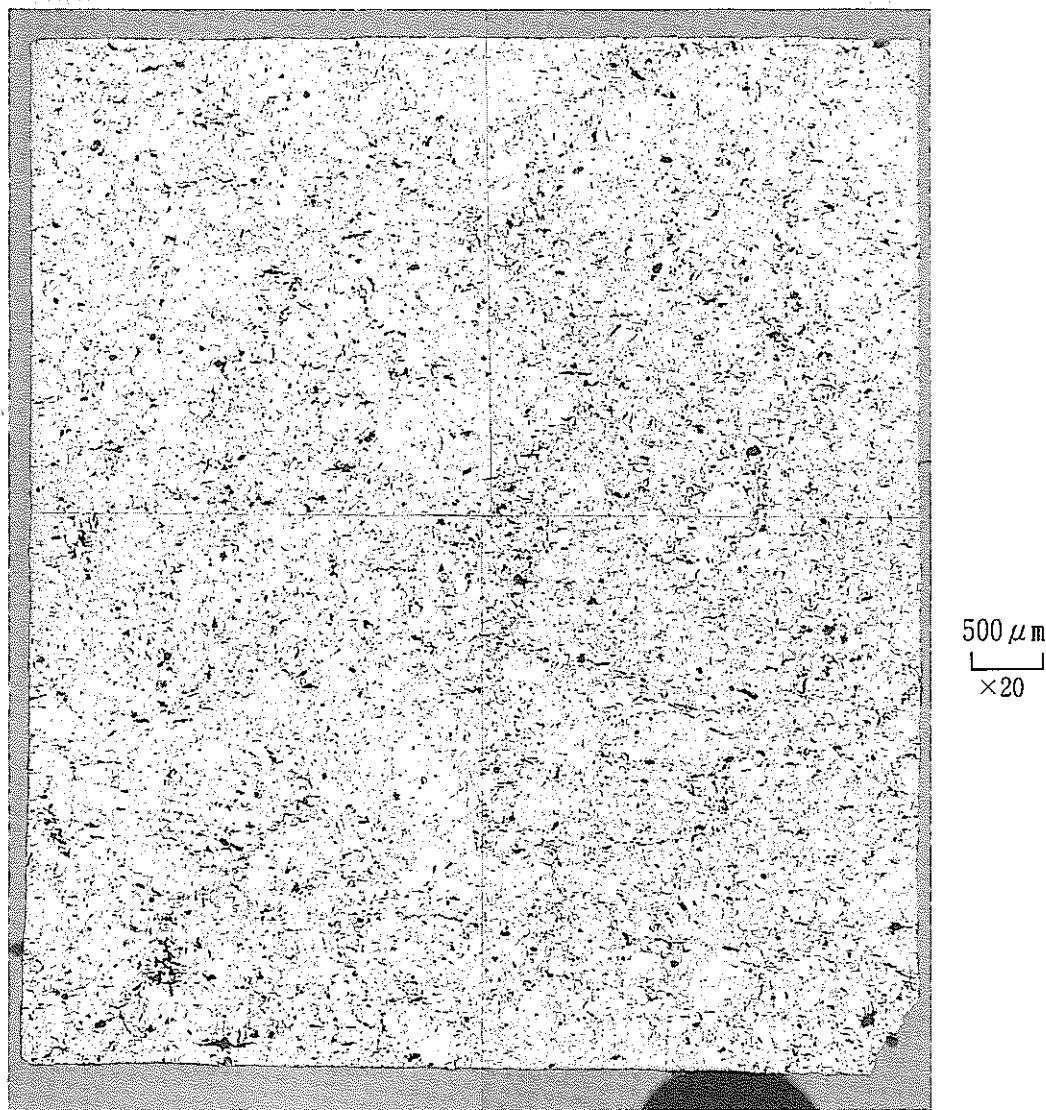
試験 2  
焼成パターン； 600°C/h  
P.f ; 0 w/o

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6101

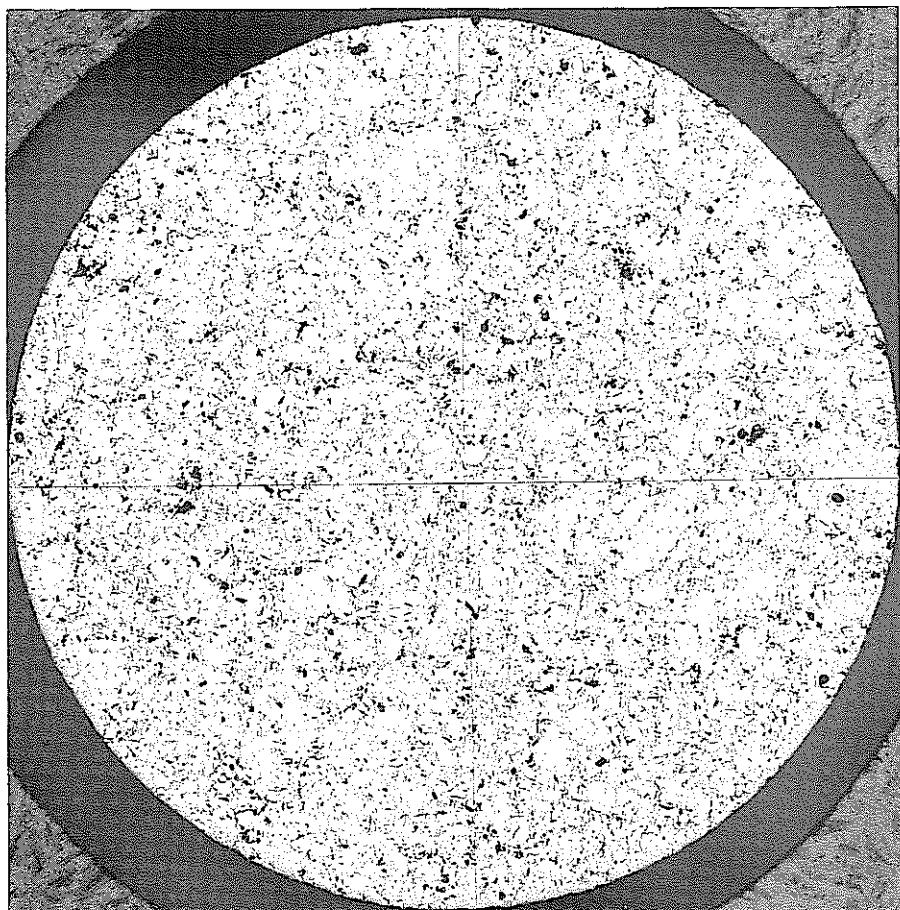


MACRO

写真No. IV-2-1-2

CERAMOGRAPHY

As Polished



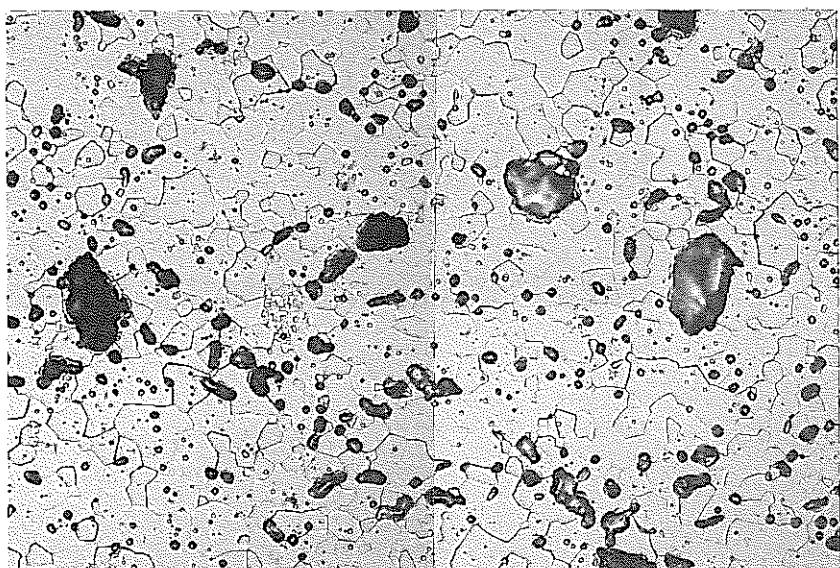
MACRO

500  $\mu\text{m}$   
×20

REN6102

写真No. IV-2-2-1

試験 2  
焼成パターン 2  
P.f ; 0 w/o



25  $\mu\text{m}$   
×400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6102

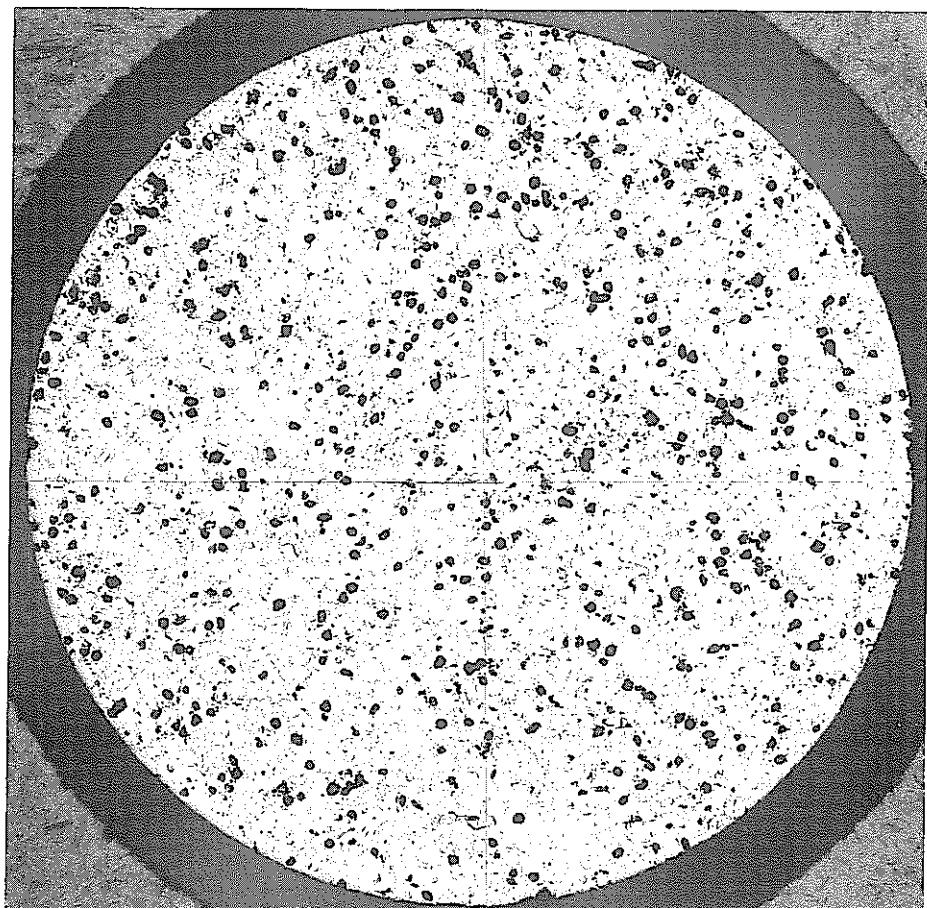


MACRO

写真No. IV-2-2-2

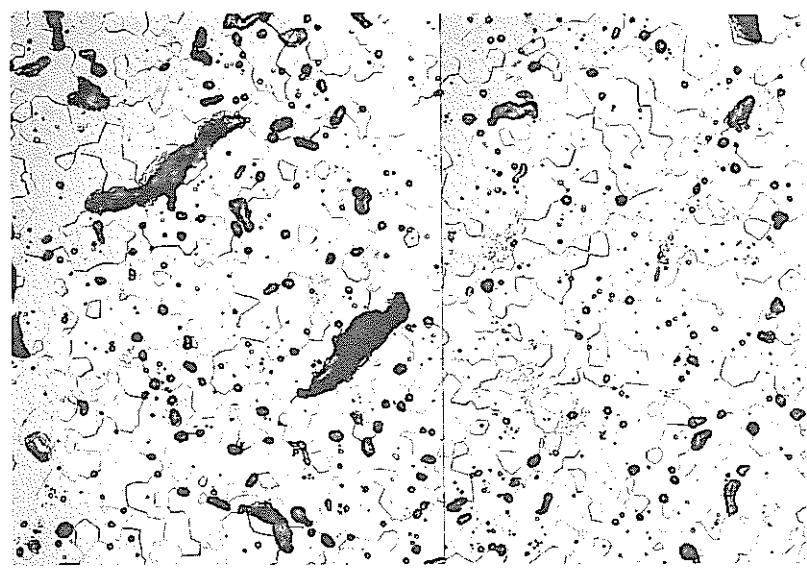
CERAMOGRAPHY

As Polished



写真No. IV-2-3-1

試験 2  
焼成パターン 2  
P. f ; 1.0 w/o

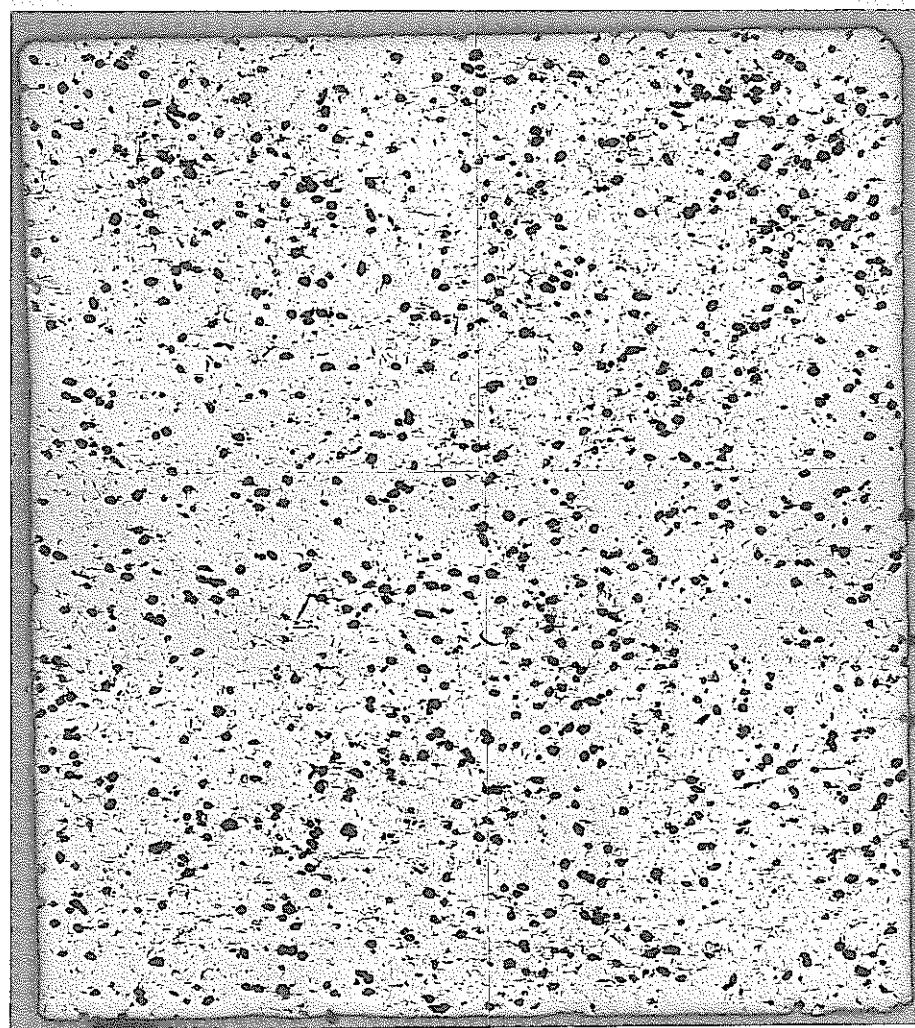


PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6103

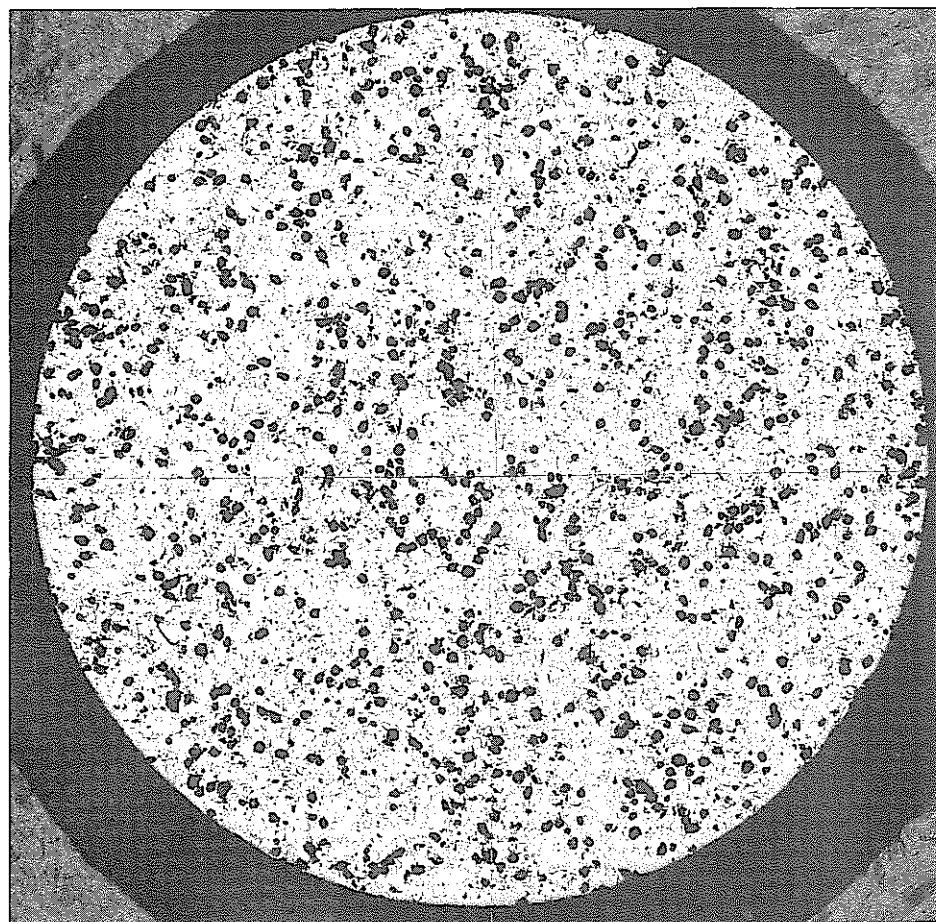


MACRO

写真No. IV-2-3-2

CERAMOGRAPHY

As Polished



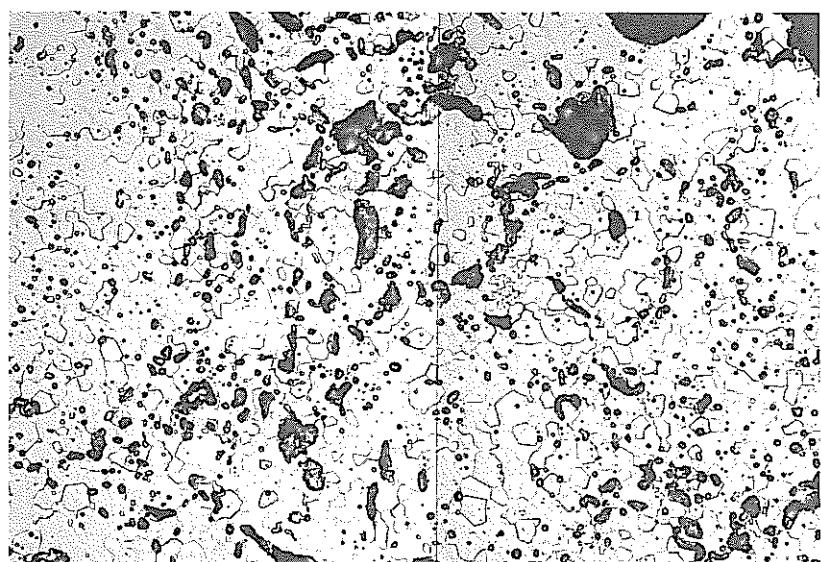
REN 6104

500 μm  
×20

MACRO

写真No. IV-2-4-1

試験2  
焼成パターン2  
P.f ; 2.0 w/o



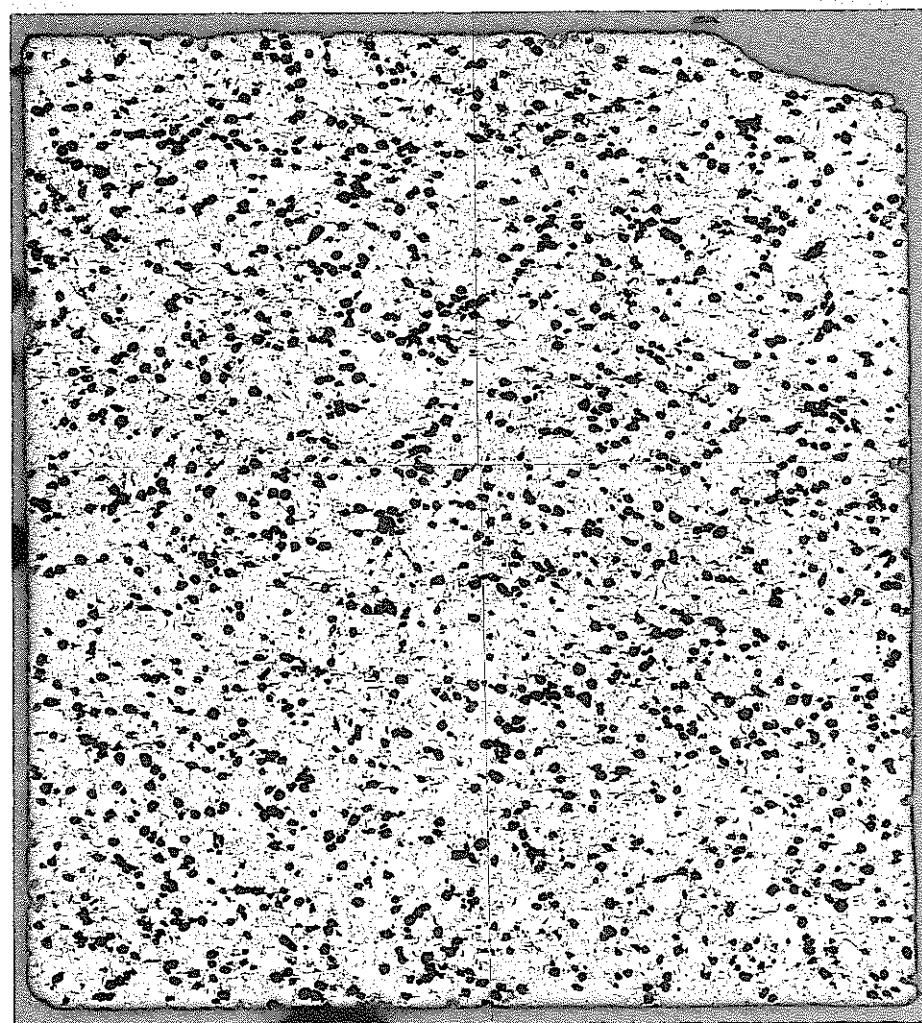
25 μm  
×400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6104

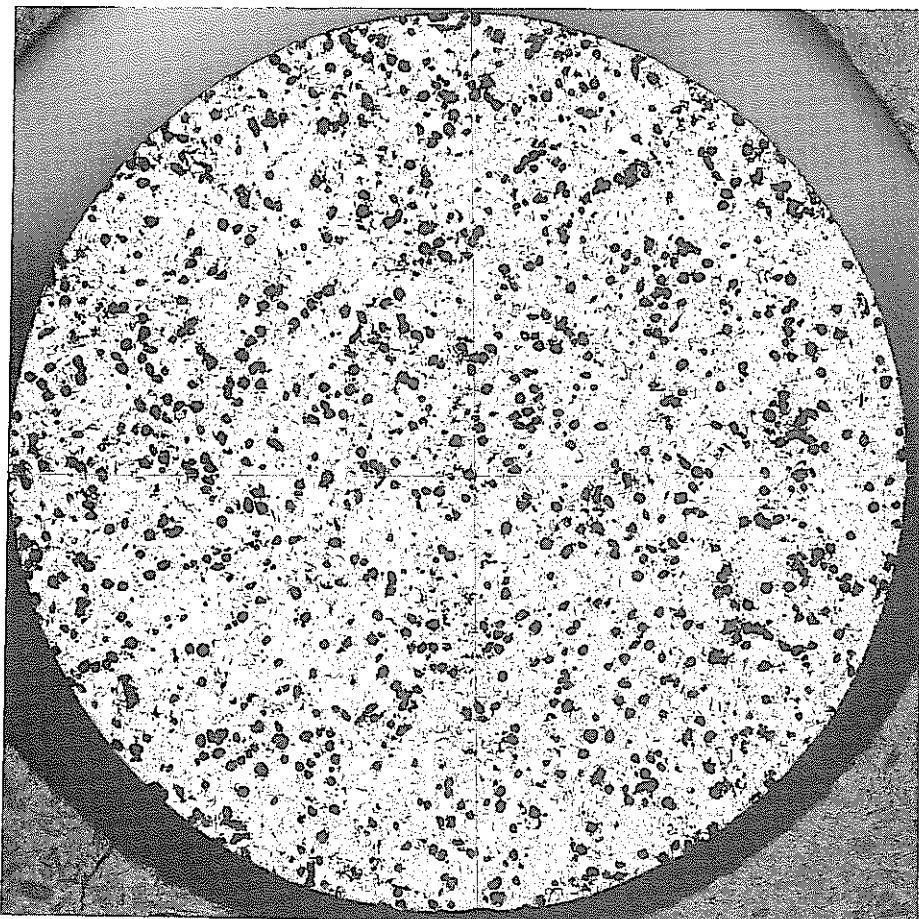


MACRO

写真No. IV-2-4-2

CERAMOGRAPHY

As Polished

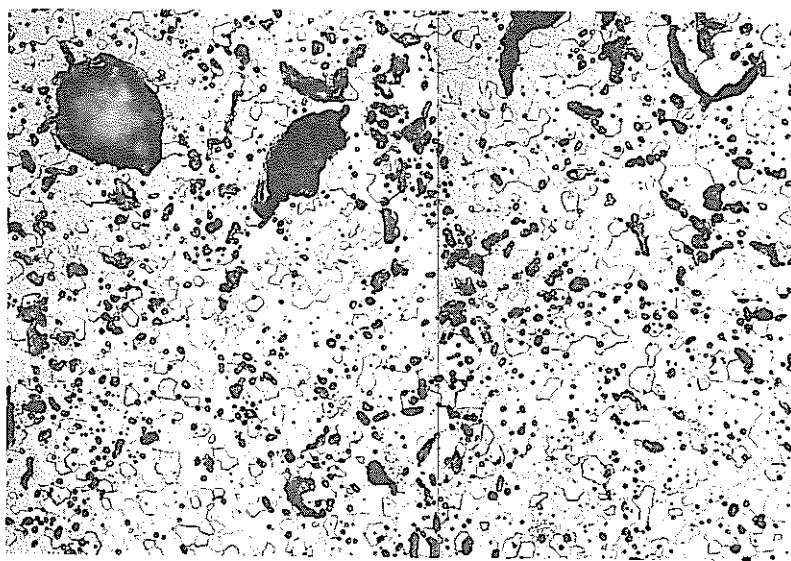


MACRO

REIN6105

写真No. IV-2-5-1

試験 2  
焼成パターン； 600°C/h  
P.f ; 2.0 w/o



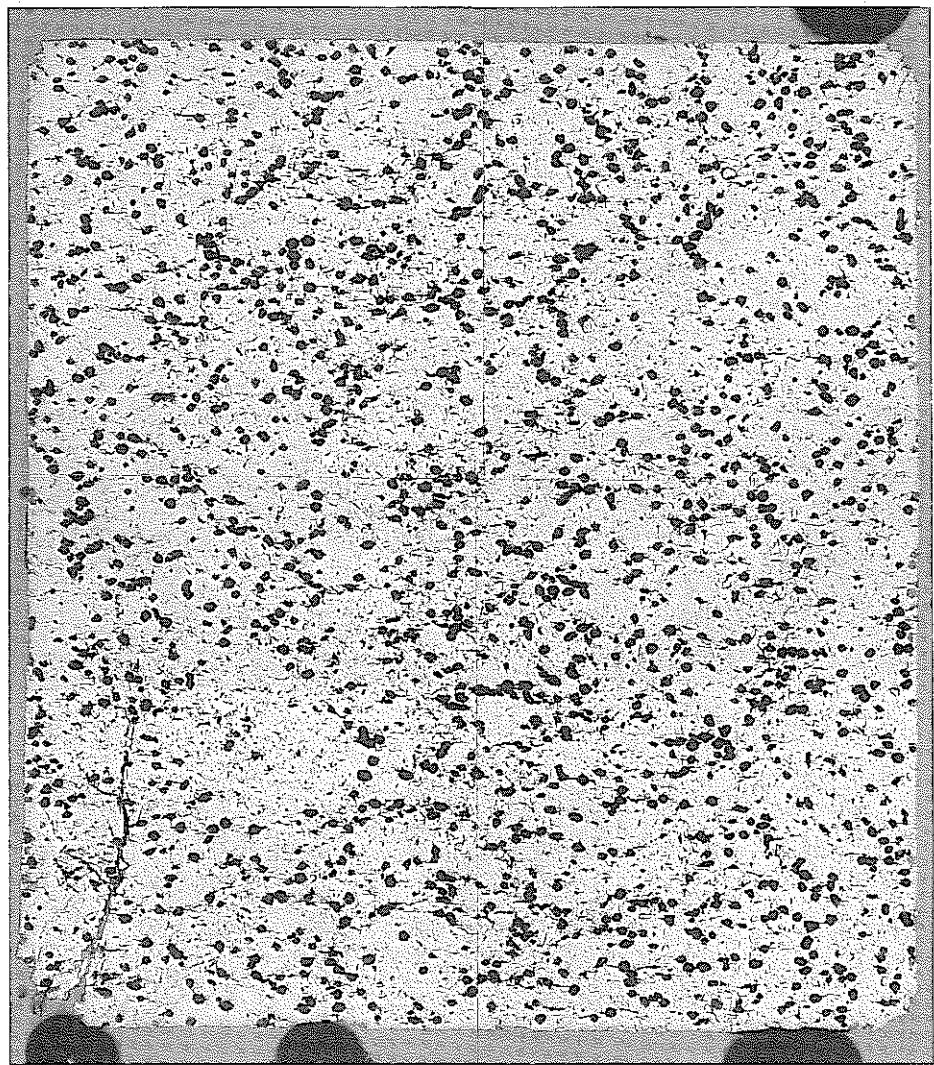
25 μm  
×400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6105

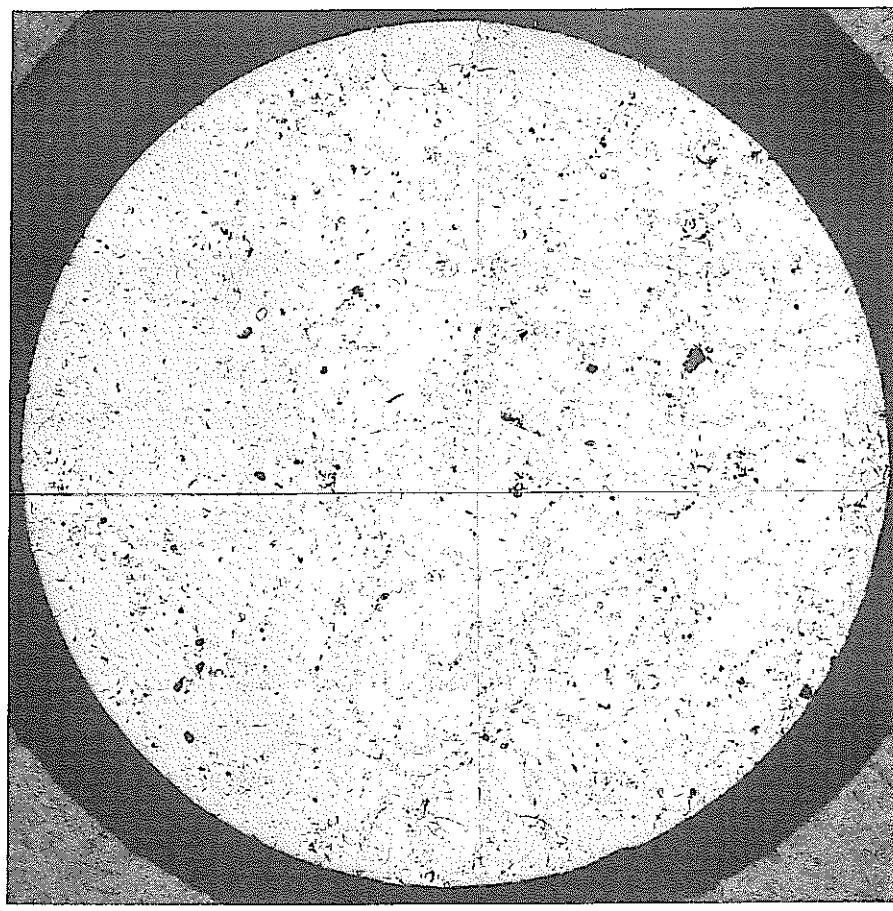


MACRO

写真No. IV-2-5-2

CERAMOGRAPHY

As Polished

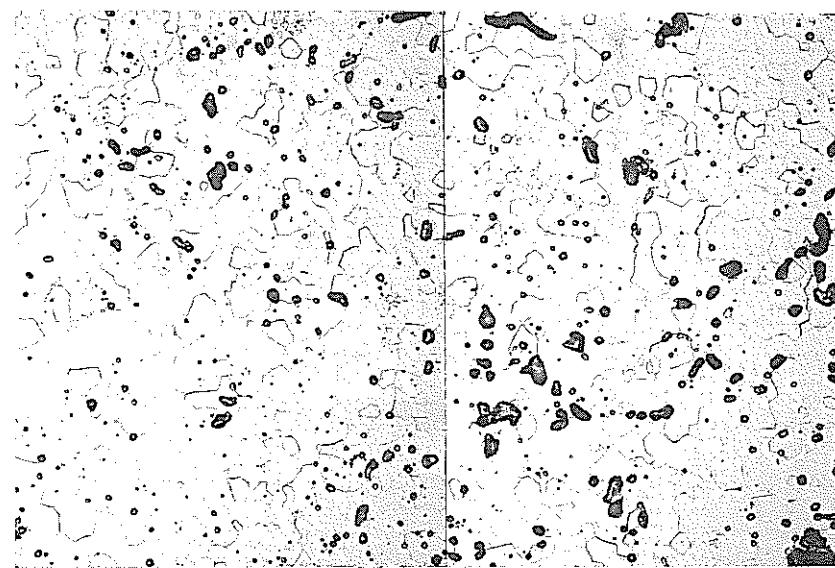


REN 6101

500  $\mu\text{m}$   
x20

写真No. IV-3-1-1

試験 3  
焼成パターン； 600°C/h  
P. f ; 0 w/o



25  $\mu\text{m}$   
x400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6101

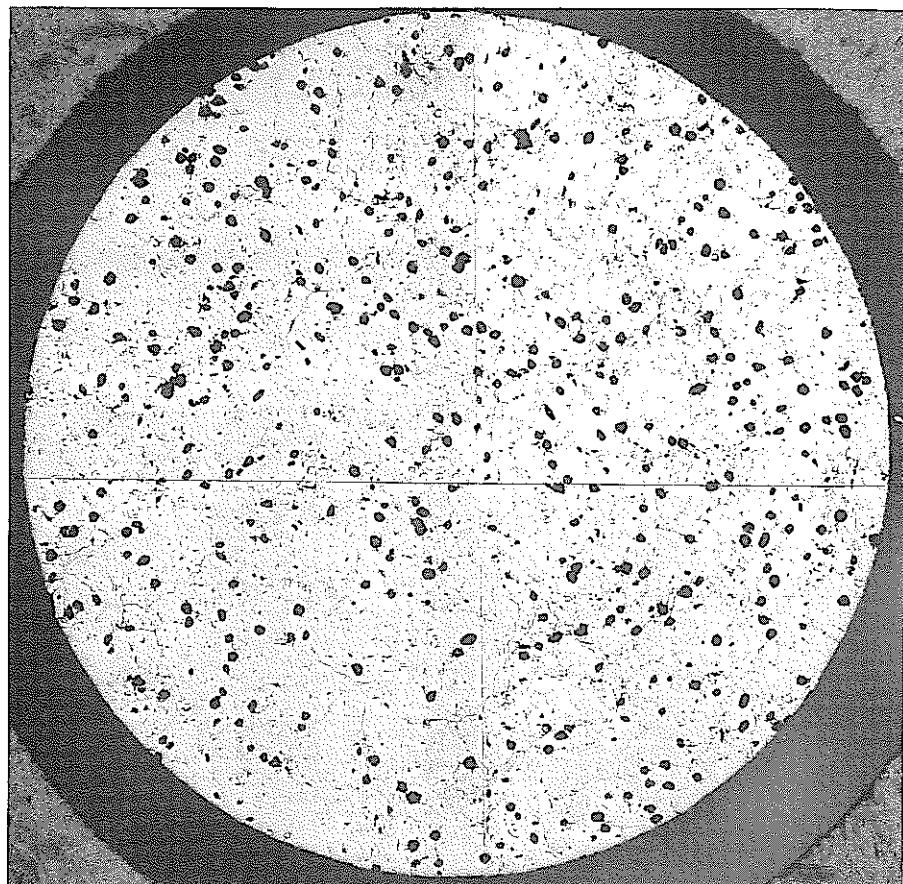


MACRO

写真No. IV-3-1-2

CERAMOGRAPHY  
REN6102

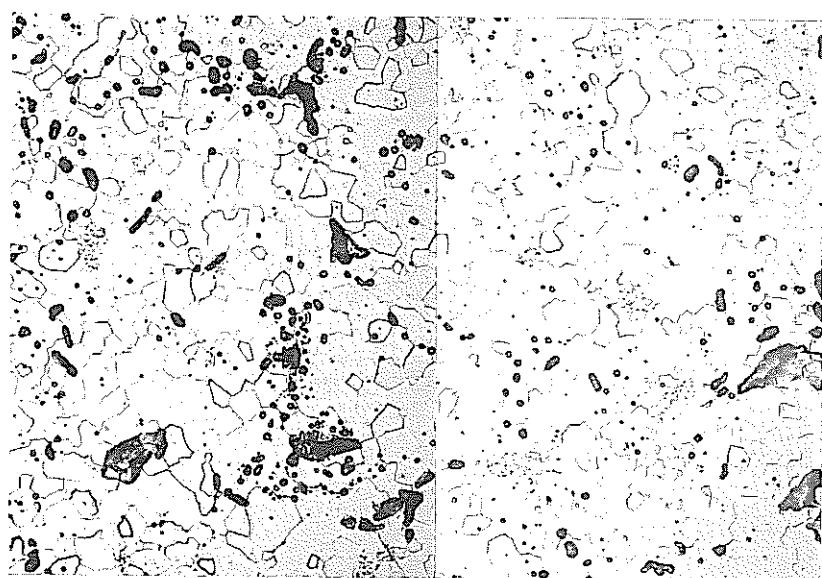
As Polished



MACRO

写真No. IV-3-2-1

試験3  
焼成パターン； 600°C/h  
P.f； 1.0w/o

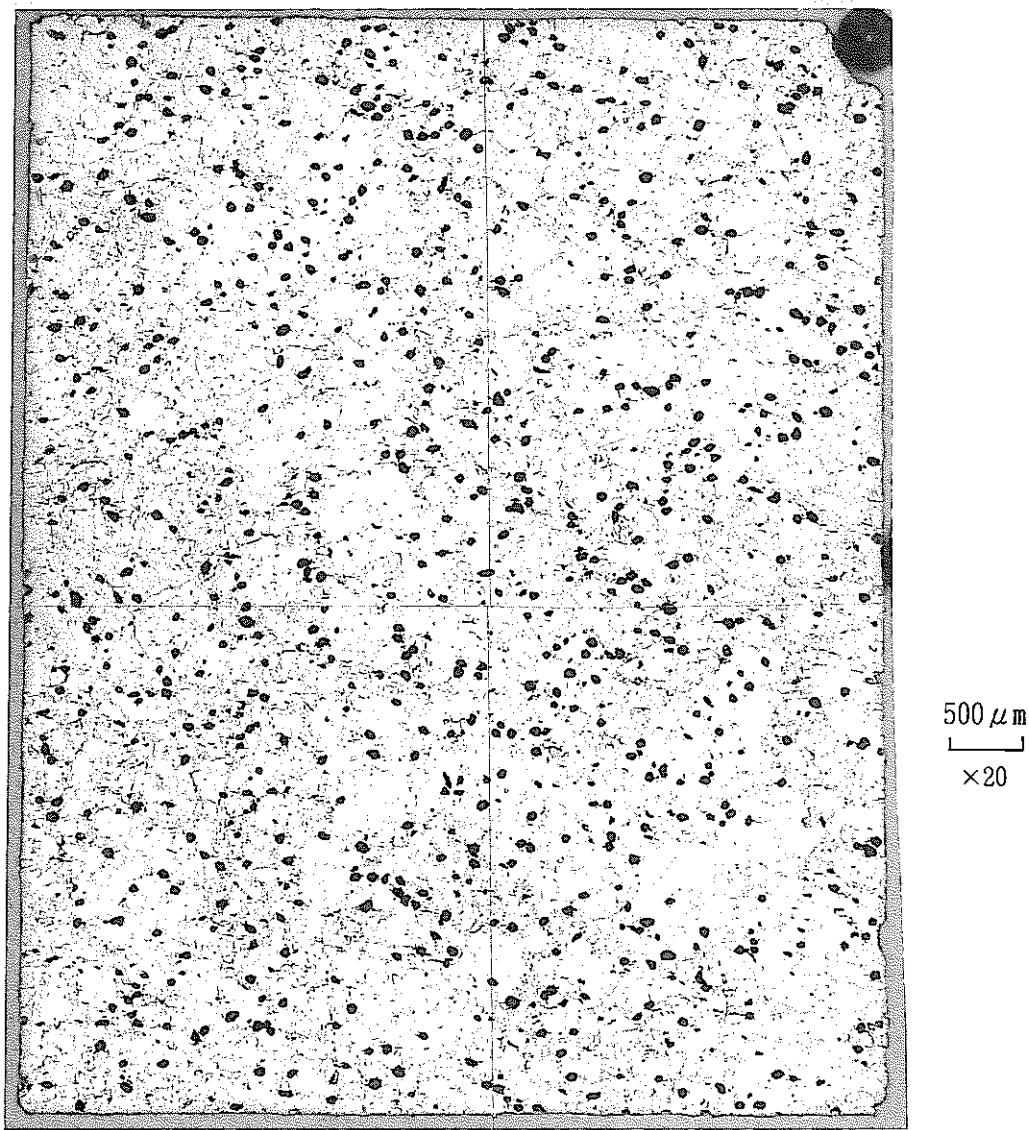


PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6102

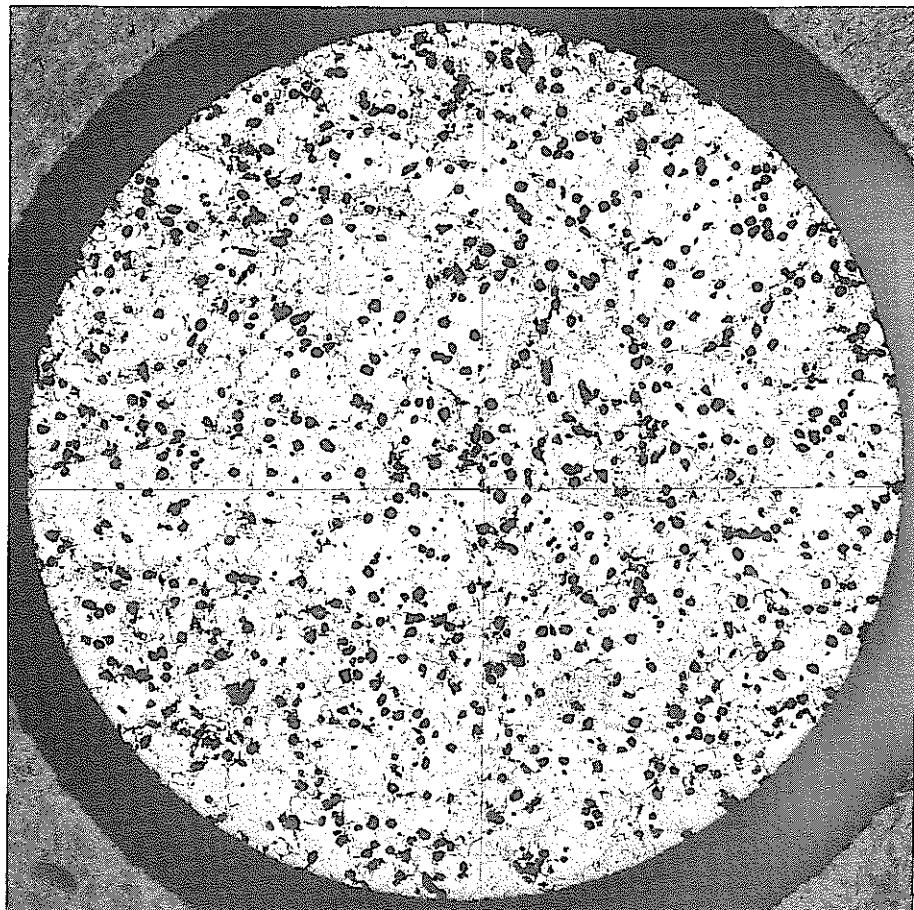


MACRO

写真No. IV-3-2-2

CERAMOGRAPHY

As Polished



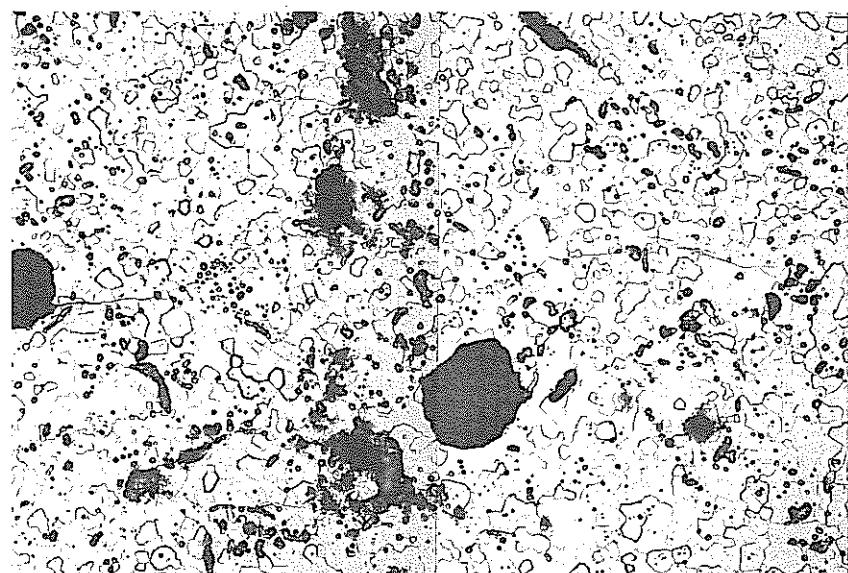
MACRO

REN 6103

500  $\mu\text{m}$   
x20

写真No. IV-3-3-1

試験3  
焼成パターン； 600°C/h  
P. f ; 2.0w/o



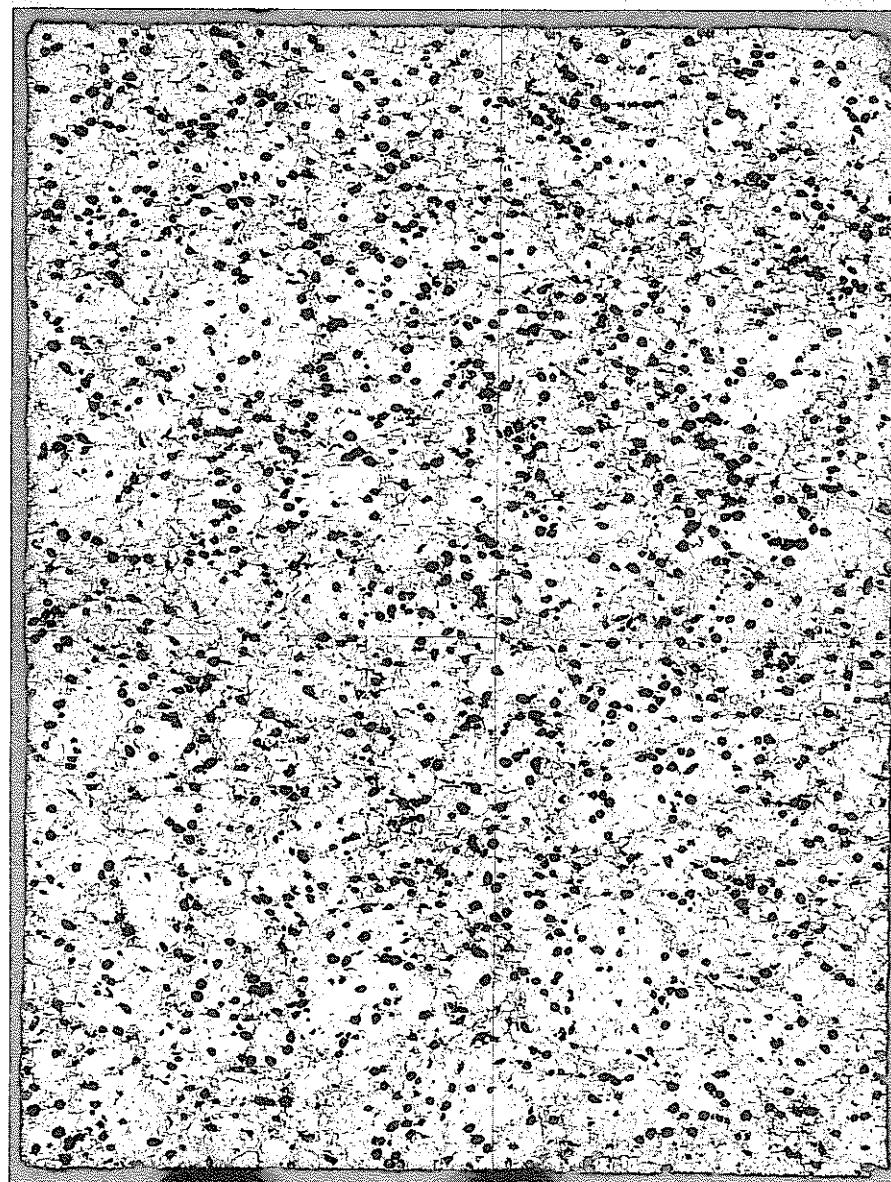
25  $\mu\text{m}$   
x400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

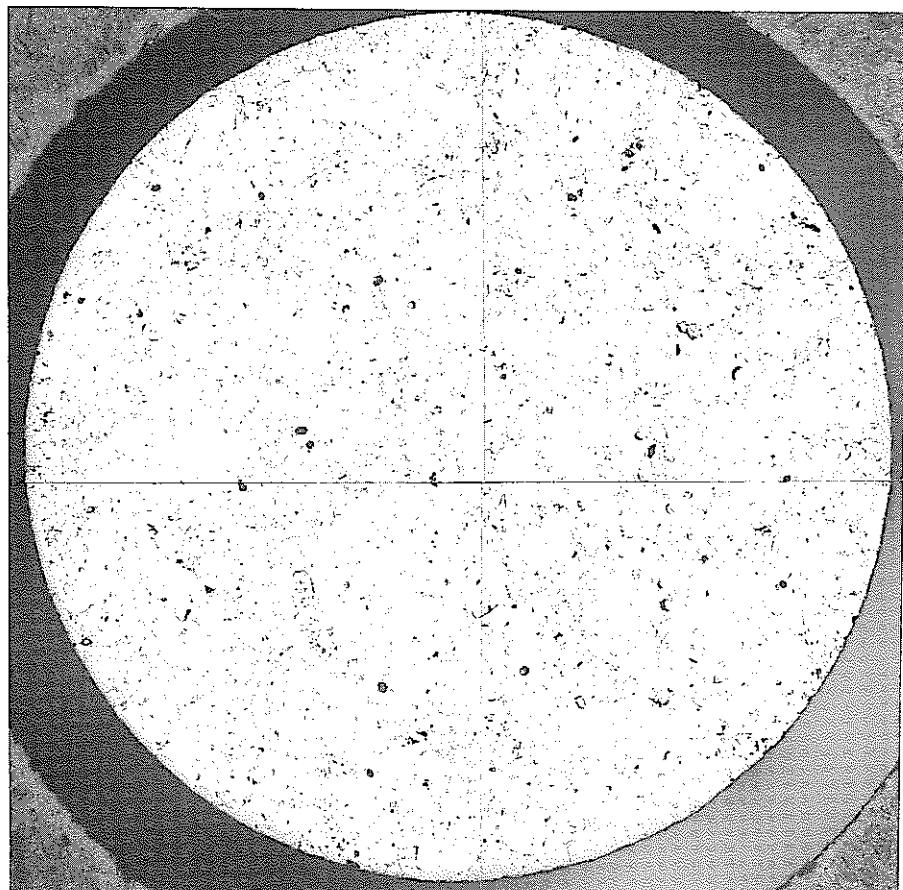
REN6103



写真No. IV-3-3-2

CERAMOGRAPHY

As Polished

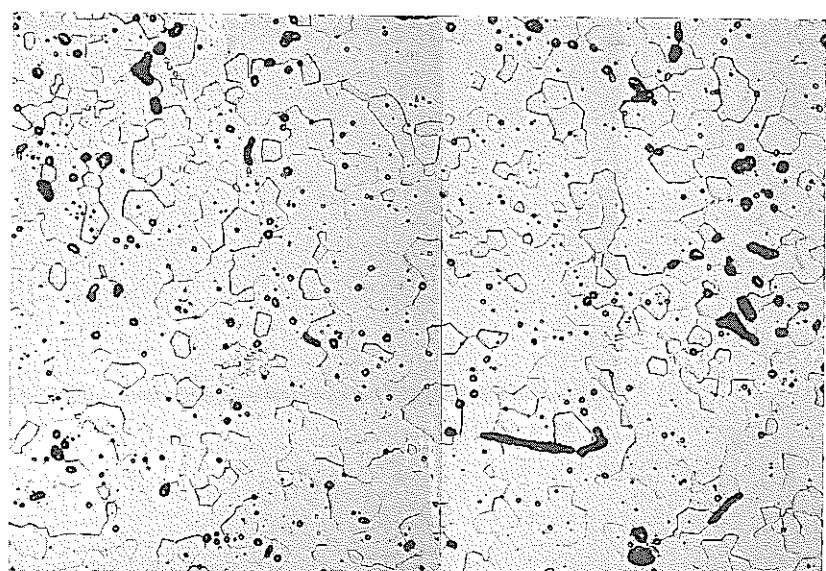


MACRO

REN 6104

写真No. IV-3-4-1

試験 3  
焼成パターン； 2  
P.f ; 0 w/o



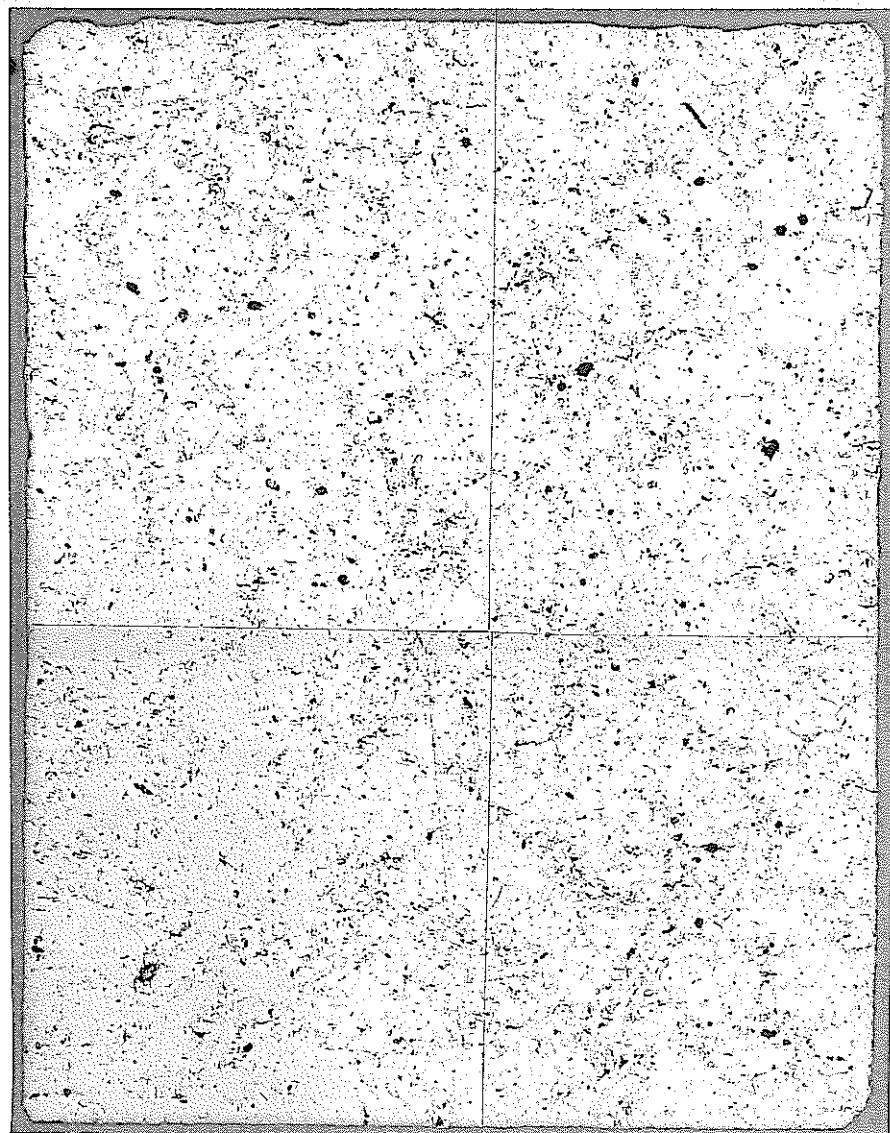
25 μm  
×400

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN 6104

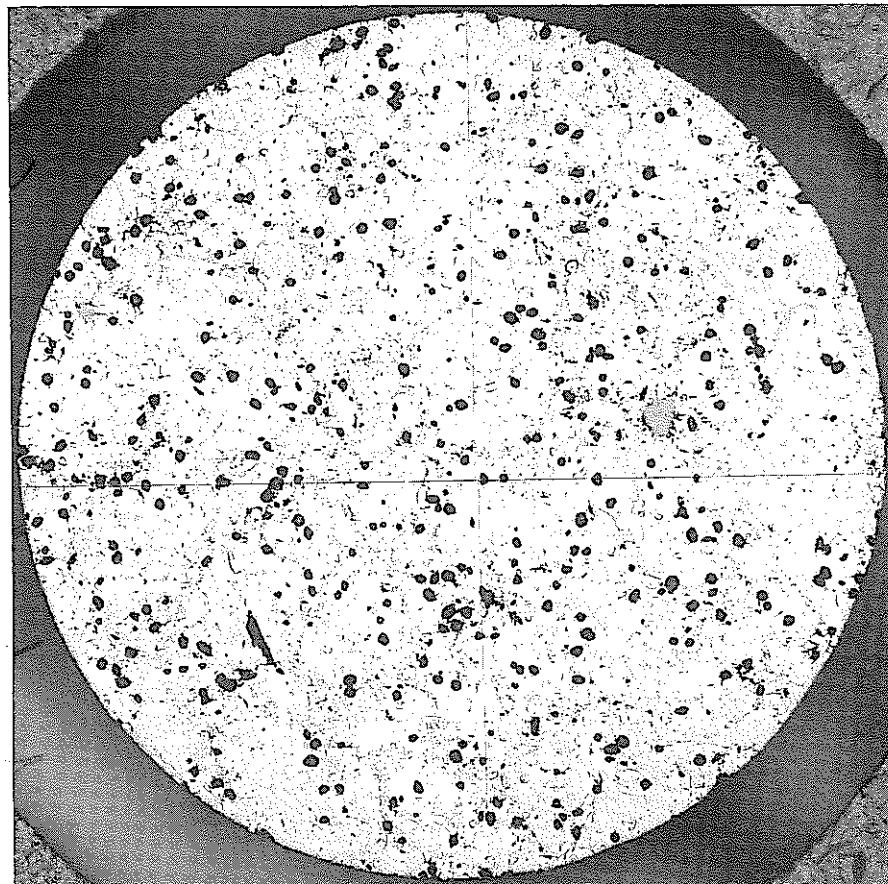


MACRO

写真No. IV-3-4-2

CERAMOGRAPHY

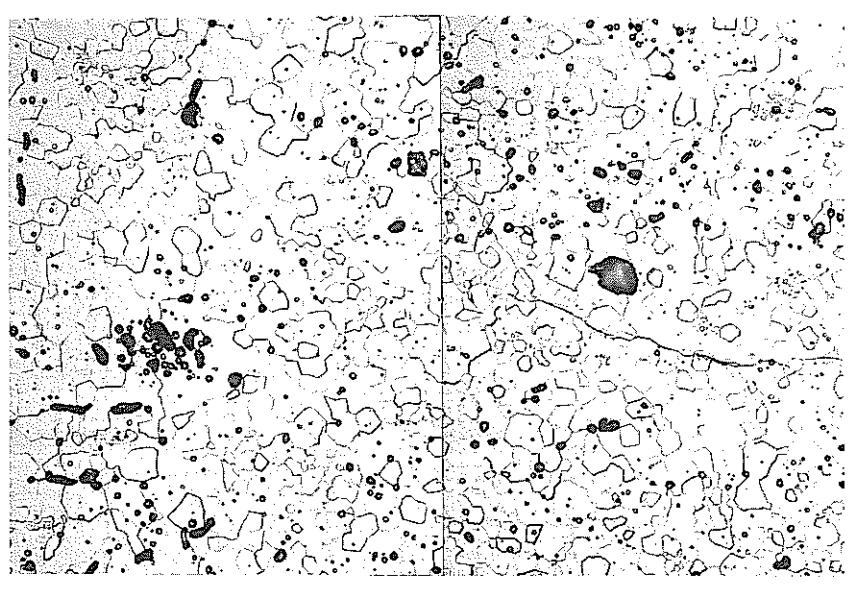
As Polished



MACRO

REN 6105

500 μm  
×20



25 μm  
×400

写真No. IV-3-5-1

試験3  
焼成パターン；2  
P.f ; 1.0w/o

PNC ZN8410 93-009

CERAMOGRAPHY

As Polished

REN6105

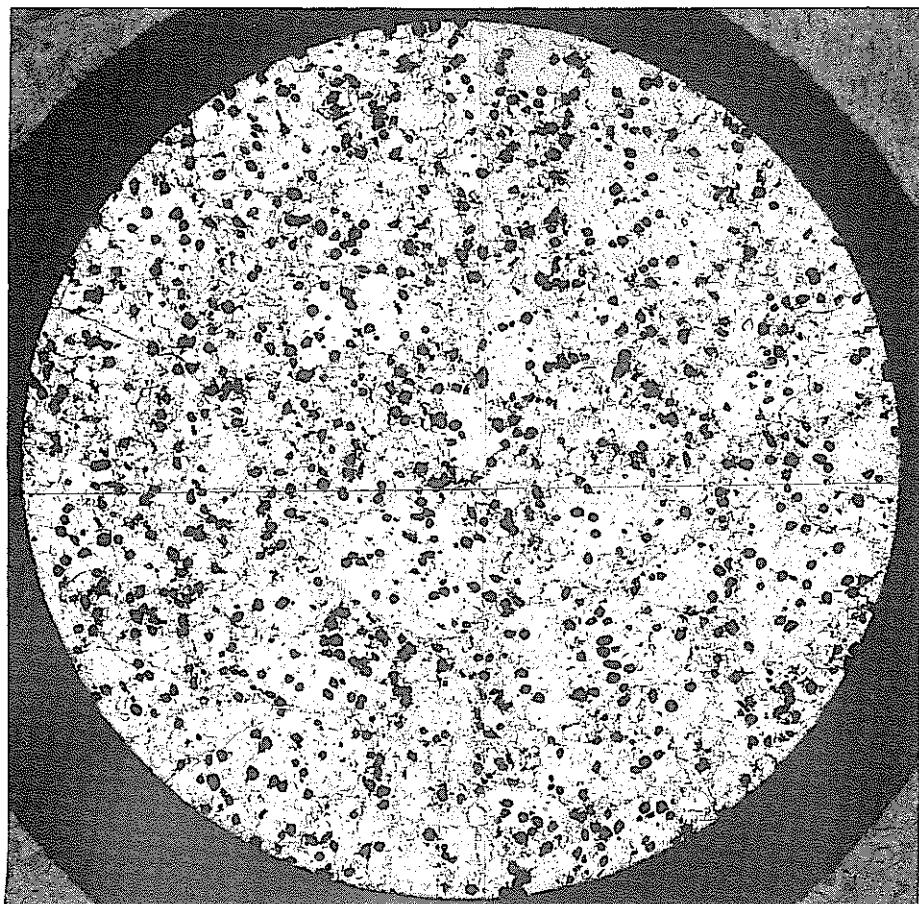


MACRO

写真No. IV-3-5-2

CERAMOGRAPHY

As Polished



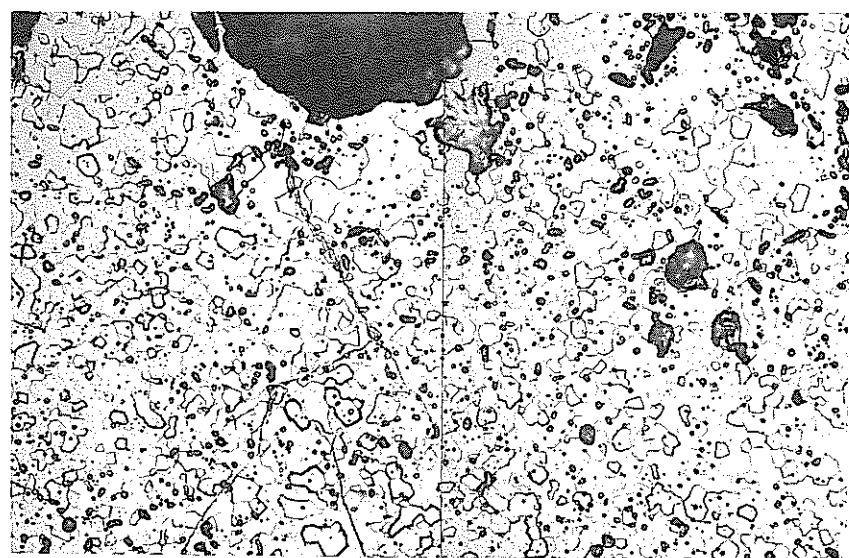
MACRO

REN 6106

500  $\mu\text{m}$   
x20

写真No. IV-3-6-1

試験 3  
焼成パターン； 2  
P. f ; 2.0w/o



25  $\mu\text{m}$   
x400

## V. 謝　　辞

本試験におけるサンプル分析及び物性測定は、プルトニウム燃料工場検査課分析第一係並びに核燃料技術開発部プルトニウム燃料開発室燃料化学G r 及び物性研究G r にお願いしました。また、測温チップ中の不純物については、再処理技術開発部プロセス・分析開発室に分析して頂きました。この書面を借りて御礼申し上げます。