

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 (VIII)

密度低下現象解明試験 (1)

1993年8月

動力炉・核燃料開発事業団
東海事業所

こ
です
よう

本

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

の
い
。

低密度ペレット製造条件確立試験 (Ⅷ)

密度低下現象解明試験(1)



実施責任者；上村勝一郎*

報 告 者；川瀬 啓一*，成田 大祐*，遠藤 秀男*

山本 純太*，羽成 章**，吉田 真之**

要 旨

Pu工場において「もんじゅ」内側炉心ペレット製造が行われている時に、あるロットから著しく焼結密度が低下する現象が発生した。これらのロットのペレットでは、金相観察においてクラック状の空孔（ミミズ状ポア）が多数発生していることが判明した。その原因として、乾式回収粉と混合転換粉の焼結挙動に差が生じ、密度低下現象（ミミズ状ポア〔参考写真参照〕の発生）が起きたと推定された（製造課エンジニアリングシートNo.製造-92-257 参照）。そこで本試験では、乾式回収粉の性質がペレット・マイクロ組織に及ぼす影響を調べるために、Pu工場で使用している乾式回収粉（結晶成長が促進されたペレットからの乾式回収粉）、混合転換粉末、劣化ウラン粉を用いて

(1) ミミズ状ポア発生の再現試験

(2) ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験

を行った。

これらの試験では、Pu工場工程の各段階の原料粉又は仕上がり品を受け入れ、Pu開室においてペレットの製造を実施した。

その結果、再現試験ではどの工程段階の原料、仕上がり品を受け入れても、同じようにミミズ状のポアの発生が確認され、工程条件によって発生するものではないことが確認された。

また、発生メカニズム解明試験では、乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率をパラメータにして試験を行った結果、乾式回収粉添加率が多くなるにつれて、またポアフォーマ添加率が多くなるとミミズ状ポアが発生することが確認された。

以上の結果より、ミミズ状ポアの発生には乾式回収粉の性状が大きく影響していることが判明した。今後は、乾式回収粉の性状をパラメータにした試験を実施する必要がある。

* ：核燃料技術開発部 プルトニウム燃料開発室

** ：検査開発(株)

目 次

1. 試験の目的及び概要	1
2. 試験内容	2
2.1 ミミズ状ポア発生再現性試験	2
2.2 ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験(1)	2
3. 原料粉末について	6
4. 分析について	6
5. 試験結果及び考察	7
5.1 ミミズ状ポア発生再現性試験	7
5.2 ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験(1)	33
6. 結 論	117
7. 謝 辞	118
8. 参考文献	119

1. 試験の目的及び概要

P u工場において「もんじゅ」内側炉心ペレット製造が行われている時に、あるロットから著しく焼結密度が低下する現象が発生した。これらのロットのペレットでは、金相観察においてクラック状の空孔（ミミズ状ポア）が多数発生していることが判明した。その原因として、焼結を進行させたペレットからの乾式回収粉では結晶粒が成長し、不活性化が進んでいることが考えられ、これにより乾式回収粉と混合転換粉の焼結挙動に差が生じ、密度低下現象（ミミズ状ポア〔参考写真参照〕の発生）が起きたと推定された（製造課エンジニアリングシート No.製造-92-257参照）。そこで本試験では、乾式回収粉の性質がペレット・マイクロ組織に及ぼす影響を調べるために、P u工場で使用している乾式回収粉（結晶成長が促進されたペレットからの乾式回収粉）、混合転換粉末、劣化ウラン粉を用いて

- (1) ミミズ状ポア発生の再現試験
- (2) ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験

を行った。

これらの試験では、P u工場工程の各段階の原料粉又は仕上がり品を受け入れ、P u開室においてペレットの製造を実施した。

2. 試験内容

2.1 ミミズ状ポア発生の再現試験

Pu工場でミミズ状ポア発生が認められる乾式回収粉を用いる一連の工程の各段階からサンプルを取り出してペレットを製造し、ミミズ状ポア発生の再現性を調べた。製造条件は、Pu工場と同じ乾式回収粉添加率、ポアフォーマ(p.f.)添加率、焼結条件とした。また、Pu工場とPu開発室の原料粉混合、成形（造粒条件）、焼結の各工程がミミズ状ポアの発生にどのような影響を及ぼすか比較評価を行った。

試験フローを図1に示す。

2.2 ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験(1)

ミミズ状ポア発生の要因としては、製造履歴の差による乾式回収粉の物性の差、乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率、焼結温度、焼結雰囲気（酸素ポテンシャル）、乾式回収粉粉碎程度、乾式回収粉還元状態、昇温速度等が考えられる。本試験は、以下のステップで進めることとした。

- ① 乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率の焼結密度に与える効果を調べる試験
- ② メカニズム解明試験
- ③ 乾式回収粉の粉末物性評価試験

本試験では、①の試験を実施した。②、③については別途実施することとした。ここで、これまでに①のような内容の試験は幾つも実施してきた。しかし、焼結が十分進行したペレットからの乾式回収粉を使用しはじめたころからミミズ状ポアの発生が見られ、この間Pu工場では製造工程の条件を変更していなかった。このため、ミミズ状ポアの発生には工程条件ではなく、乾式回収粉の性状が大きく影響していると推定された。また、このようなミミズ状ポアの発生に伴う密度低下現象が生じることから、ポアフォーマ添加量と焼結密度の関係を再確認する必要性が生じ、これまでの試験結果だけでは解決できない現象であったことから本内容の試験を焼結が十分進行したペレットからの活性の低い乾式回収粉を用いて行うこととした。

(1) 試験場所

第一開発室 ; R-129 (G-56, 57, 65)
R-232 (G-36)

(2) 試験方法

Pu工場より混合転換粉末，劣化ウラン粉末，乾式回収粉末（Pu／Pu＋U～22％）を受け入れて，プル開室において表1に示す所定の乾式回収粉添加率になるように3種類の粉末の割合を調製した。なお，乾式回収粉末の性状は，Pu工場でミミズ状ポア発生が認められた粉末とした。それぞれの粉末の特性を評価し，乾式回収粉添加率と焼結密度との相関，ポアフォーマの添加率をパラメータとして焼結密度との相関を調べた。さらに焼結ペレットの諸特性を評価した。表1に試験シリーズを，試験フローを図2に示し，試験の詳細を以下に示す。

① 乾式回収粉添加試験

Pu工場より受け入れた混合転換粉末，劣化ウラン粉末，乾式回収粉末を所定の乾式回収粉添加率になるように混合し，所定量のポアフォーマを添加した粉末を用いて図2に示すフローに従ってペレットを製造した（試験水準は表1に示す通り）。製造した焼結ペレットについて，焼結密度，金相（縦断面，横断面の組織，結晶粒度），O／M値測定等による焼結ペレットの評価，ミミズ状ポアの発生に与える効果について評価を行った。

② 収縮特性試験

所定の乾式回収粉添加率，p.f. 添加率の混合粉末を用いた予焼後ペレットの収縮特性を，R-232の高温加熱炉を用いて，Ar-H₂雰囲気中，400℃/hの昇温速度で1750℃まで昇温し調べた。

表1 試験水準

乾式回収粉添加率(wt%)	p.f. 添加率(wt%)	試料番号
0	0	MZ-00-00
	2.0	MZ-00-20
20	0	MZ-20-00
	1.0	MZ-20-10
	2.0	MZ-20-20
40	0	MZ-40-00
	0.5	MZ-40-05
	1.0	MZ-40-10
	1.5	MZ-40-15
	2.0	MZ-40-20
100	0	MZ-01-00

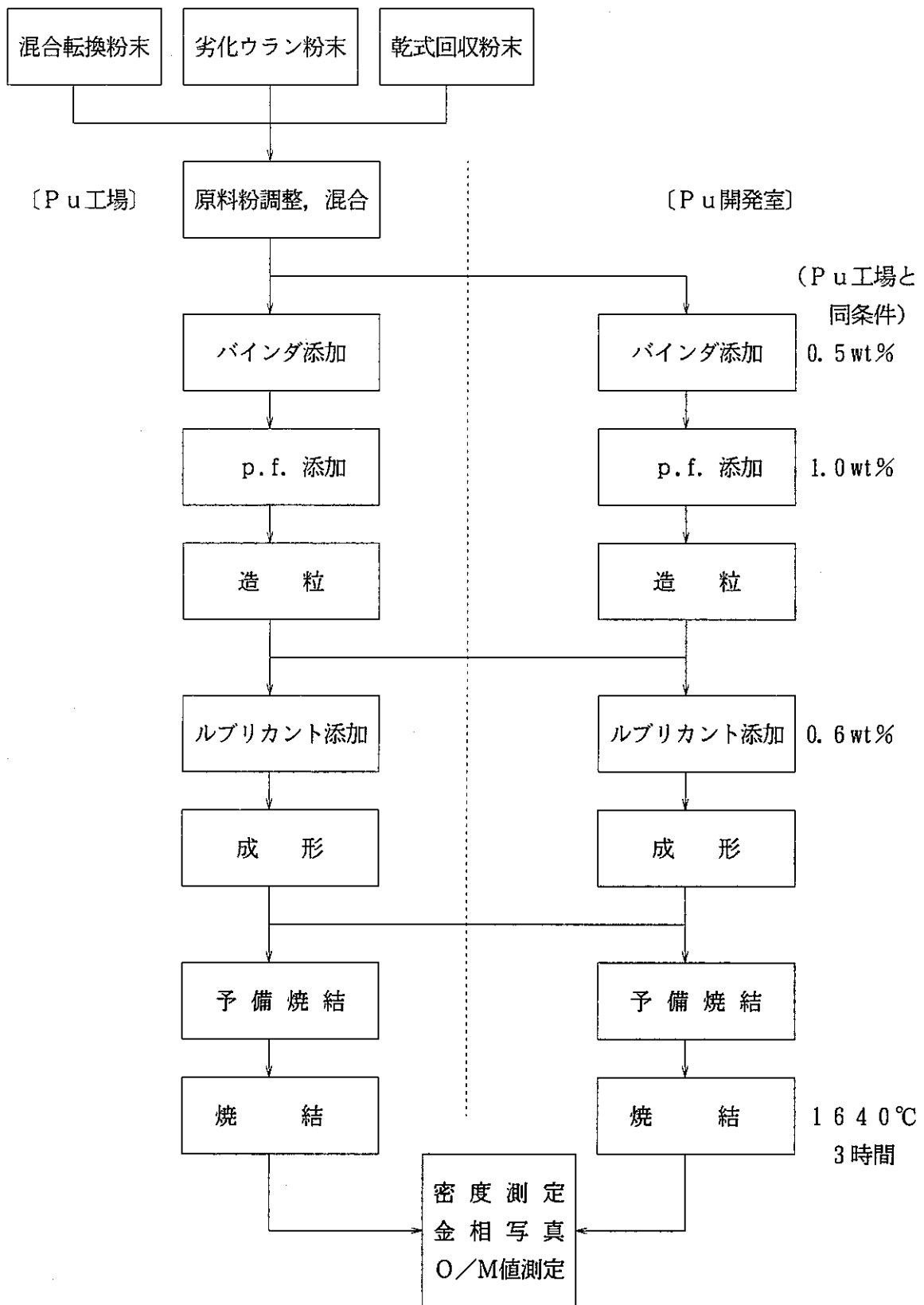


図1 ミミズ状ポア発生の再現試験フロー

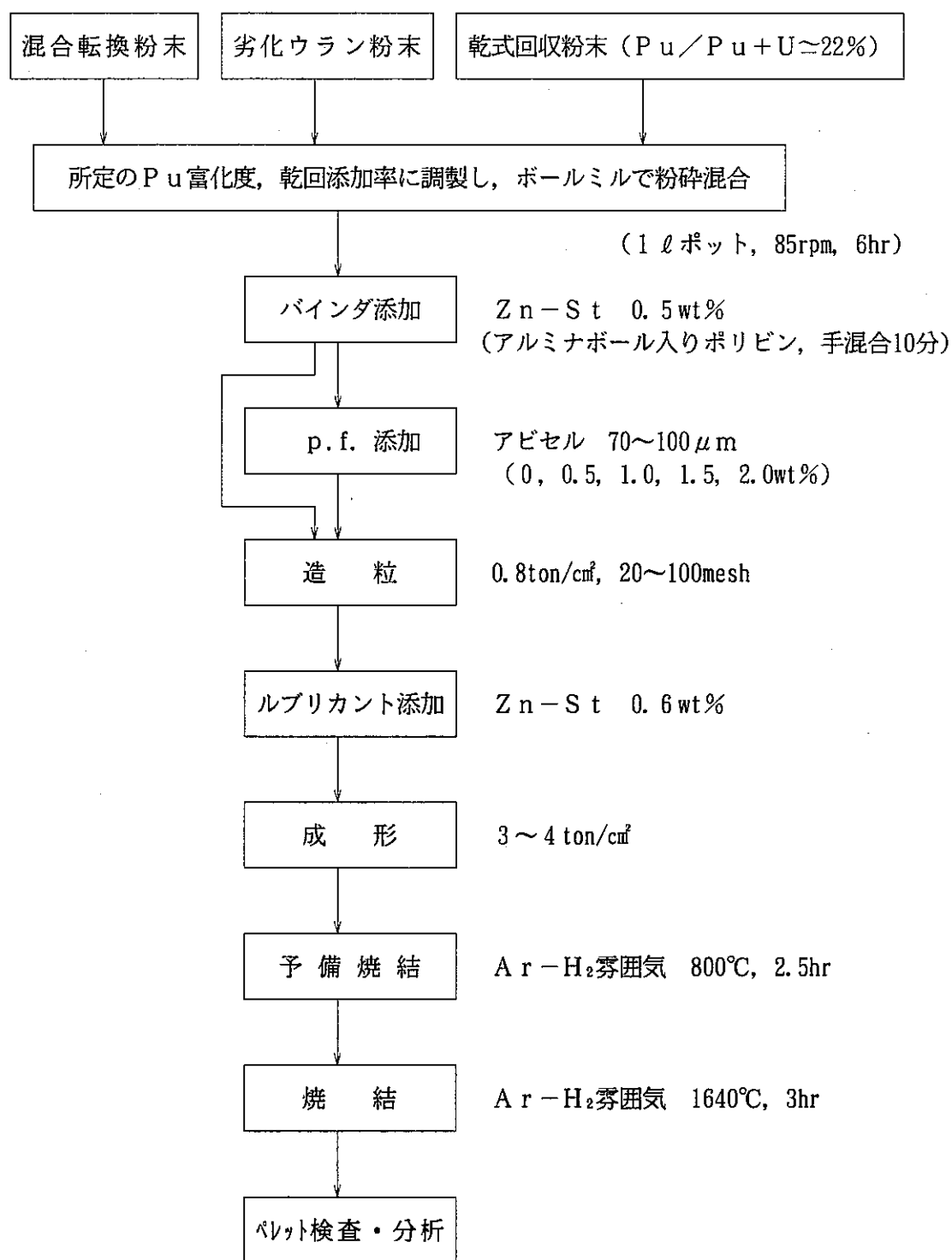


図2 製造フロー

3. 原料粉末について

P u工場より受け入れる原料粉末については、今後ペレットを製造する際に使用するものとし、性状については工場での分析値を参考に試験を進めた。

また、ミミズ状ポア発生の再現試験を行うために、P u工場で混合した粉末（約 100g）、造粒後の粉末（約 60g）、グリーンペレット（20個程度）を受け入れた。P u工場で焼結したペレットについては、製造課での分析データを用いて評価を行なった。

4. 分析について

分析については、基本的にP u開発室において実施したが、ペレットの金相写真、O/M値の測定等についてはP u工場検査課に依頼して分析を行った。

5. 試験結果及び考察

5.1 ミミズ状ポア発生の再現試験

P u工場においてミミズ状ポアの発生が認められる乾式回収粉を用いた一連の工程（ロットNo.L 1 C 1 5 2）の均一化混合粉、造粒粉、グリーンペレットを受け入れ、P u開発室において焼結ペレットを製造してP u工場製のペレットと比較を行った。製造条件は、方法の異なる造粒（P u工場ではロール造粒、P u開発室ではスラグ造粒）工程を除いて、P u工場と同一条件とした。

表2に焼結ペレットの密度の比較結果を示す。

表2 焼結ペレットの比較

受入段階	均一化混合粉	造 粒 粉	グリーンペレット	工場データ
グリーン密度 (標準偏差)(%TD) [n : 個数]	61.49 (0.060) [n = 10]	61.20 (0.147) [n = 10]	60.50 (0.141) [n = 10]	60.84 (0.616)
焼 結 密 度 (標準偏差)(%TD) [n : 個数]	85.95 (0.336) [n = 18]	87.49 (0.356) [n = 18]	83.83 (0.254) [n = 15]	83.38 (1.369)

表3に金相観察等の分析結果を示す。図3に工場で焼結したペレットの金相写真を示す。以下、図4には工場均一化混合粉を受け入れてP u開発室で製造したペレットの、図5には工場造粒粉を受け入れたもの、図6にはグリーンペレットを受け入れP u開発室で焼結したペレットのそれぞれの金相写真を示す。これらP u開発室で焼結したペレットについては、それぞれ別のペレットを用いて2回金相観察を行った。2回目の金相写真を図7, 8, 9に示す。

グリーン密度を比較すると、P u工場でのグリーン密度に比べP u開発室で成形したペレットのグリーン密度の方が高くなっており、焼結密度はP u工場のグリーンペレットを受け入れて焼結したものより、粉末を受け入れてP u開発室で製造したペレットの方が2～4 %TD程度高くなっていた。この焼結密度に差がみられたのは、P u工場から造粒粉を受け入

れたロットではP u開発室での成型時に造粒塊が崩れて焼結が進み易くなったと考えられ、このことは、金相観察において図4（均一化混合粉を受け入れたロット）と図5（造粒粉を受け入れたロット）の縦断面（a）の写真参照）を比較すると図5の方が造粒塊が潰され、造粒塊間の隙間を埋めているのが観察できることから推定される。つまり、P u工場の造粒粉はP u開発室での造粒粉に比べて崩れ易いと考えられるが、この造粒塊の強度の差が造粒方法（P u工場ではロール造粒、P u開発室ではスラグ造粒）の違いによるものか、バッチサイズの影響であるのかは不明である。

金相写真では、ペレット全体を比較するとP u工場のペレットと、今回の試験で焼結したペレットのどちらのペレットにおいても有意な差は認められなかった。また、工程の段階別の粉末等を受入れて製造したペレットでは、P u工場で観察されたものと同じようなポア（ミミズ状ポア；図4(c)参照）が、どの受入れ段階の粉末、グリーンペレットにおいても観察された。ここで図4と図5において、図4では細長い典型的なミミズ状ポアが観察されるのに対して、図5においては細長いミミズ状ポアは観察されないという、ポアの生じ方が異なる現象が観察されるが、2回目の観察によって得られた図7、8を比較するとポアの生じ方に差は見られず、受入れ段階によるミミズ状ポア発生への影響は支配的ではないと推定される。また、この金相写真においてミミズ状のポアが発生している部分に注目してみると、ポアの両側で結晶粒径が異なっている（図4(c)参照）。つまり、一方は比較的結晶粒径が細かく、ポアを挟んだ反対側については結晶粒径が大きくなっていた。このような現象が起こった原因としては、粒径の細かい原料粉（混合転換粉、劣化ウラン粉）と、粒径の大きな乾式回収粉の収縮（緻密化）速度の違いが考えられる。小さな粒径の粉末は低い温度から緻密化を開始し、またその速度も速い。これに対し、粒径の大きな粉末は緻密化の速度は遅い。こうして粒径の異なる粒子間で緻密化の速度に差が生じて、ミミズ状のポアが形成されたと考えられる。こうして形成されたミミズ状のポアは大きな気孔であるために消滅することではなく、逆に粒内から粒界に向かって移動してくるvacancy をトラップしてしまう。このため、ペレット全体として緻密化が阻害され、焼結密度が低くなったと考えられる。これらの現象は、焼結の進んだペレットからの乾式回収粉（結晶粒径が成長した乾式回収粉）を用いることによって生じやすくなると推定される¹⁾。

それぞれの受入れ条件毎の予焼後ペレットを各1個用いて、Ar-5%H₂ 雰囲気下で1750℃まで400℃/hrで昇温したときの50℃毎の収縮率を測定した（1750℃に到達後、15分間保持を行った）。その結果を、図10に示す。また、直径方向と高さ方向の収縮率（収縮特性試験前後の変化量から算出した）を表4にまとめて示す。収縮挙動については、受入段階の違いによる差は、均一化混合粉を受入れた条件で1500～1700℃において収縮率が他の2条件に比べ大きくなっているが、最終的な収縮率についてはどの条件でも大きな差はなかった。

以上のことから、ミミズ状ポアの発生には製造工程の工程条件は支配的な影響を与えない

ようであるが、P u工場の造粒粉を受け入れたロットでは図5のようにミミズ状ポアが明瞭に確認されない部分を生じやすいこと、焼結密度においても比較的高いことから、造粒塊が崩れることによりミミズ状ポアの発生に若干の影響を与えられと考えられる。しかし、ミミズ状ポアの発生に支配的な影響を与えているのは原料粉末、特に乾式回収粉の影響が大きいと推定される。

表3 金相観察, O/M測定結果

受 入 段 階	金相観察結果			O/M	備 考
	結晶粒径 (μm)	ボイド分布	粒 界 分 布		
工場均一化粉	2.89	均 一	均 一	1.95	MKT7101
工場造粒粉	2.80	均 一	均 一	1.95	MKT7102
工場 G . P	3.46	均 一	均 一	1.94	MKT7103
工場均一化粉	5.94*	均 一	均 一	————	MKT7104
工場造粒粉	3.91*	均 一	均 一	————	MKT7105
工場 G . P	5.41*	均 一	均 一	————	MKT7106

*再観察時 (同一ロットの別のペレット)

表4 収縮特性試験ペレットデータ

試験番号	乾式回収 粉添加率 (wt%)	ボリフォーム 添加率 (wt%)	密度 (%TD)		直径収 縮率 (%)	高さ 収縮率 (%)	試験番号
			試験前	試験後			
工場混合粉	30	1.0	59.68	87.57	12.78	11.41	MK-30-01
工場造粒粉			59.95	85.65	12.08	10.49	MK-30-02
工場グリーンペレット			59.11	85.27	12.56	10.36	MK-30-03

CERAMOGRAPHY

As Polished

L1C00152



焼結 1回

アビセル添加率 1.0wt%

乾式回収粉添加率 30wt%

焼結条件

1640°C × 3 hr

°C × hr

寸・重密度 (83.8%)

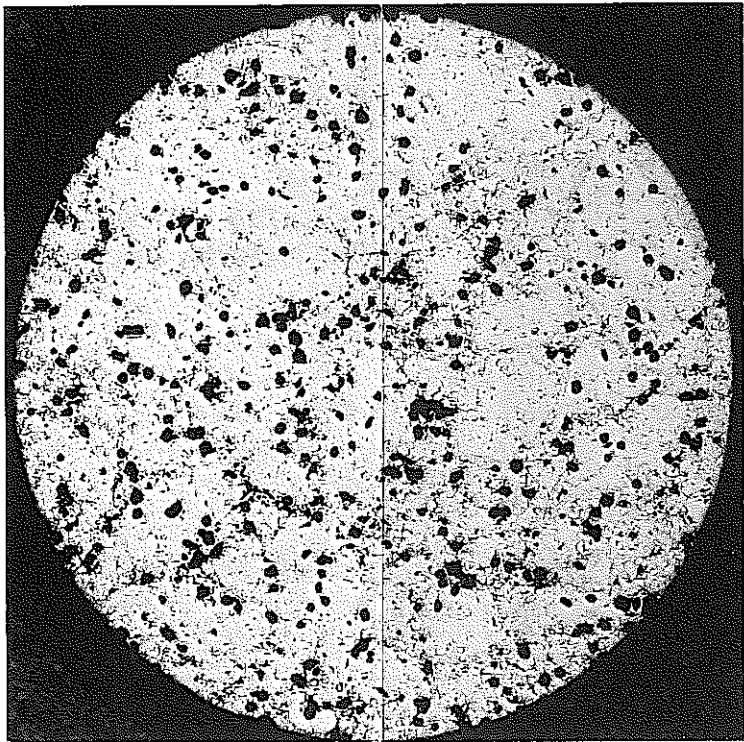
造粒界内ポア	有	少	無
ポアの分散	良好	中良	悪い
クラック	良好	中良	悪い

500 μm

図3 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY
L 1 C 0 0 1 5 2

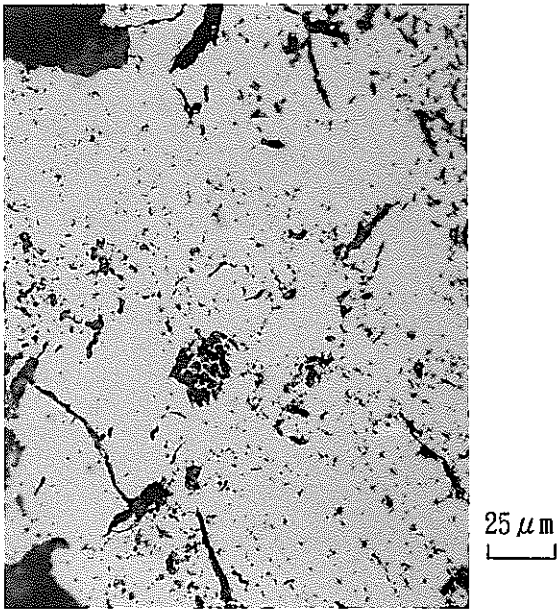
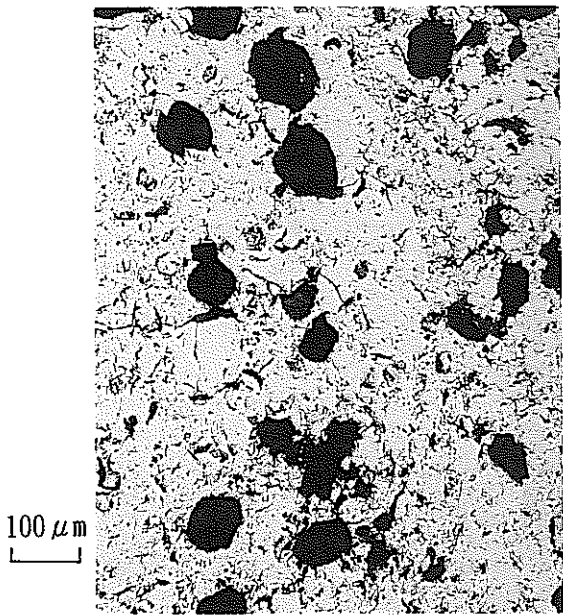
As Polished



焼結 1回
アビセル添加率 1.0wt%
乾式回収粉添加率 30wt%
焼結条件
1640℃×3hr
℃×hr
寸・重密度 (83.8%)

造粒界内ポア	有	少	無
ポアの分散	良好	仲良	悪い
クラック	良好	仲良	悪い

MACRO



MICRO

図3 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

L1C00152

25 μm

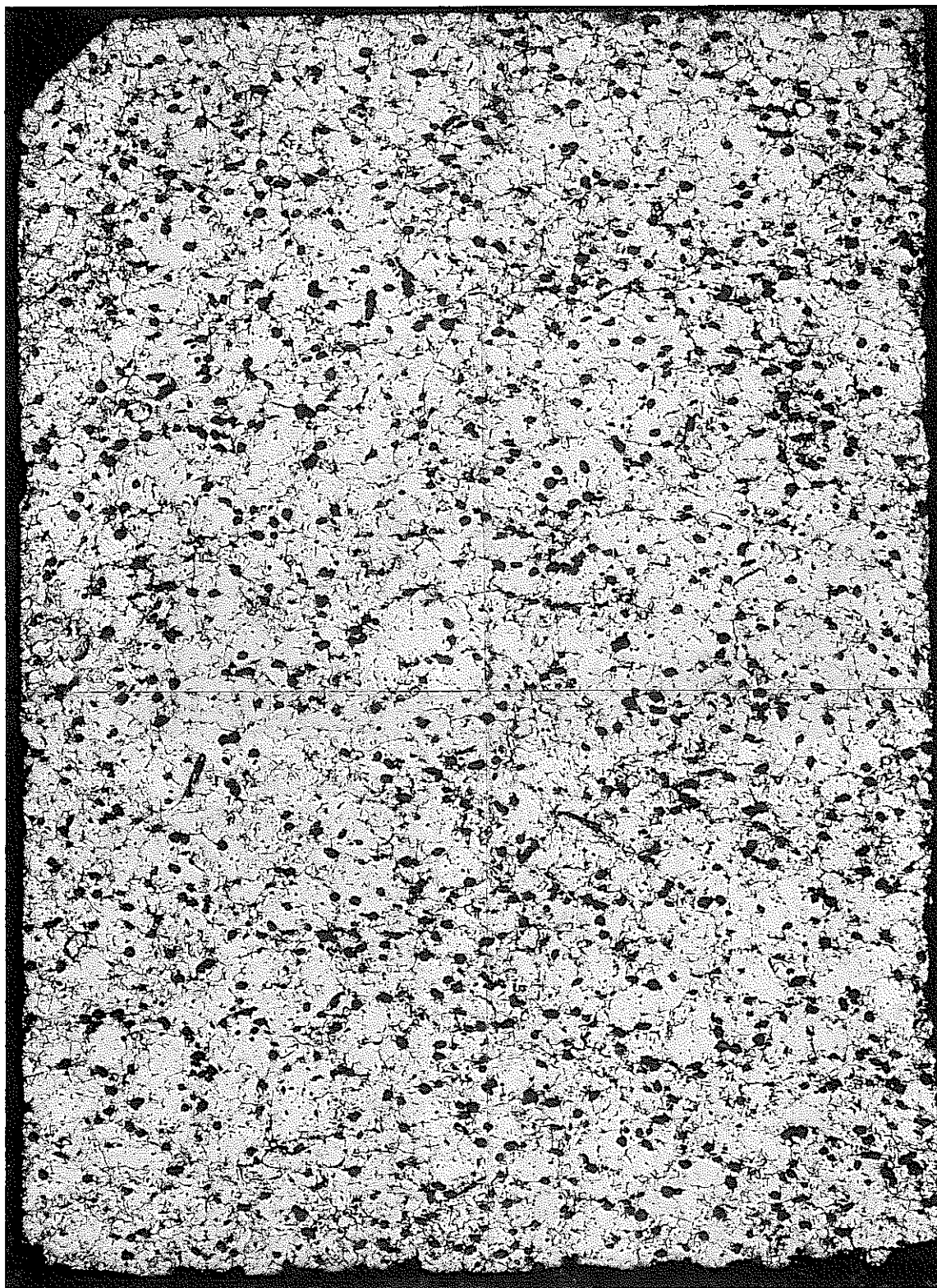
焼結 1回
 アビセル添加率 1.0wt%
 乾式回収粉添加率 30wt%
 焼結条件
 1640°C × 3 hr
 °C × hr
 寸・重密度 (83.8%)

造粒界内ポア	有	少	無
ポアの分散	良好	やや良	悪い
クラック	良好	やや良	悪い

15 μm 結晶粒径 4 μm

図3 金相写真 (c)エッチング後

MKT 7101



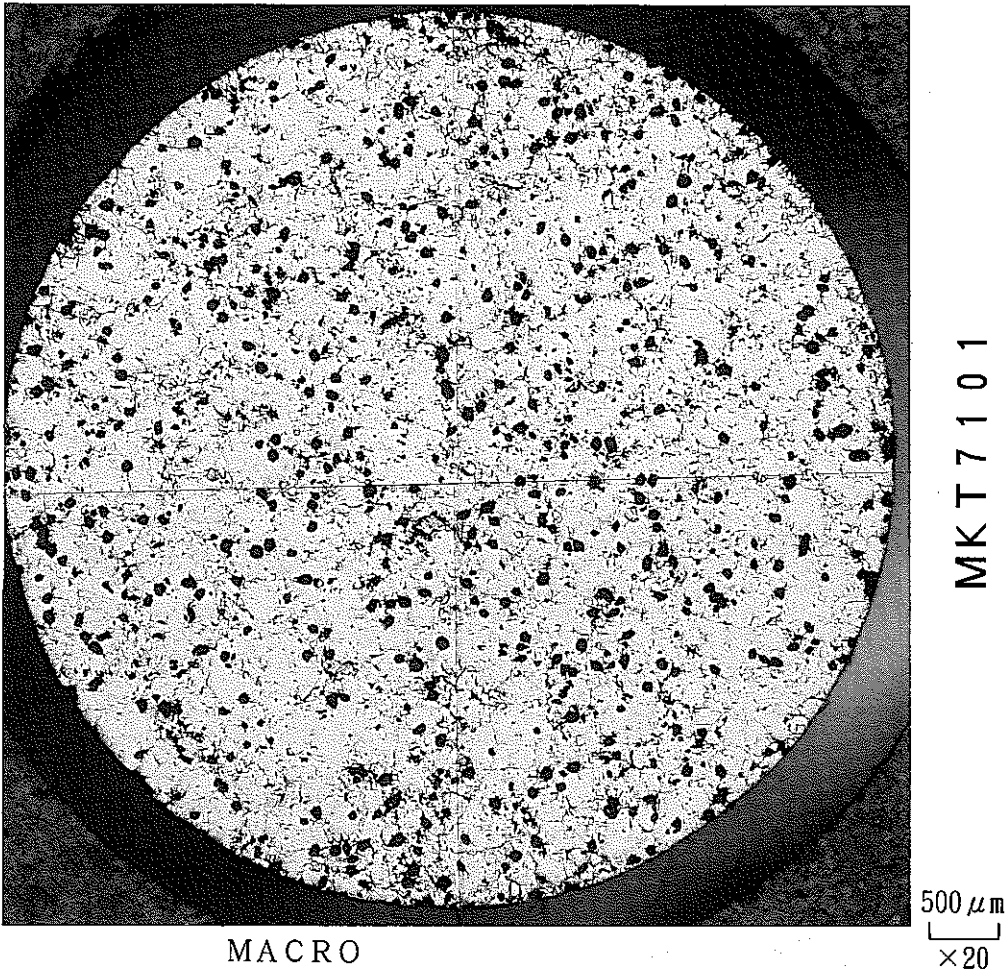
MACRO

500 μm
×20

図4 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MK T 7 1 0 1

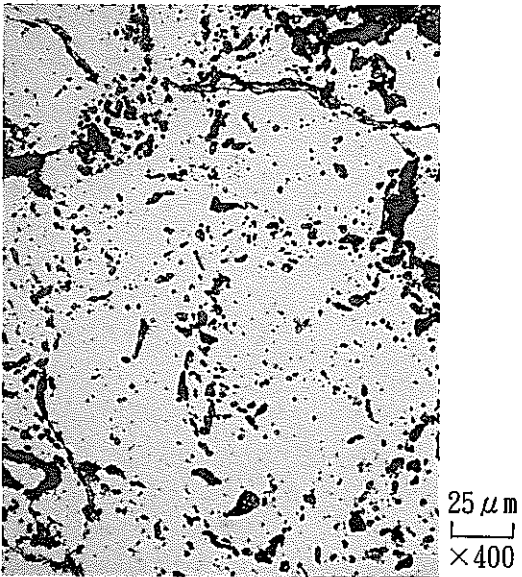
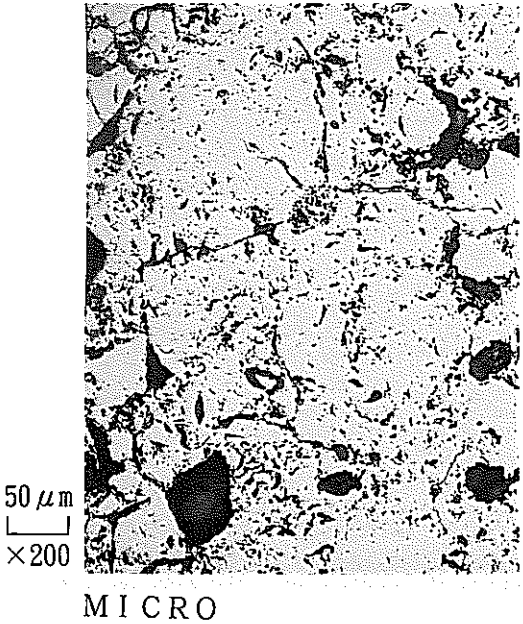


图4 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

MKT 7 1 0 1

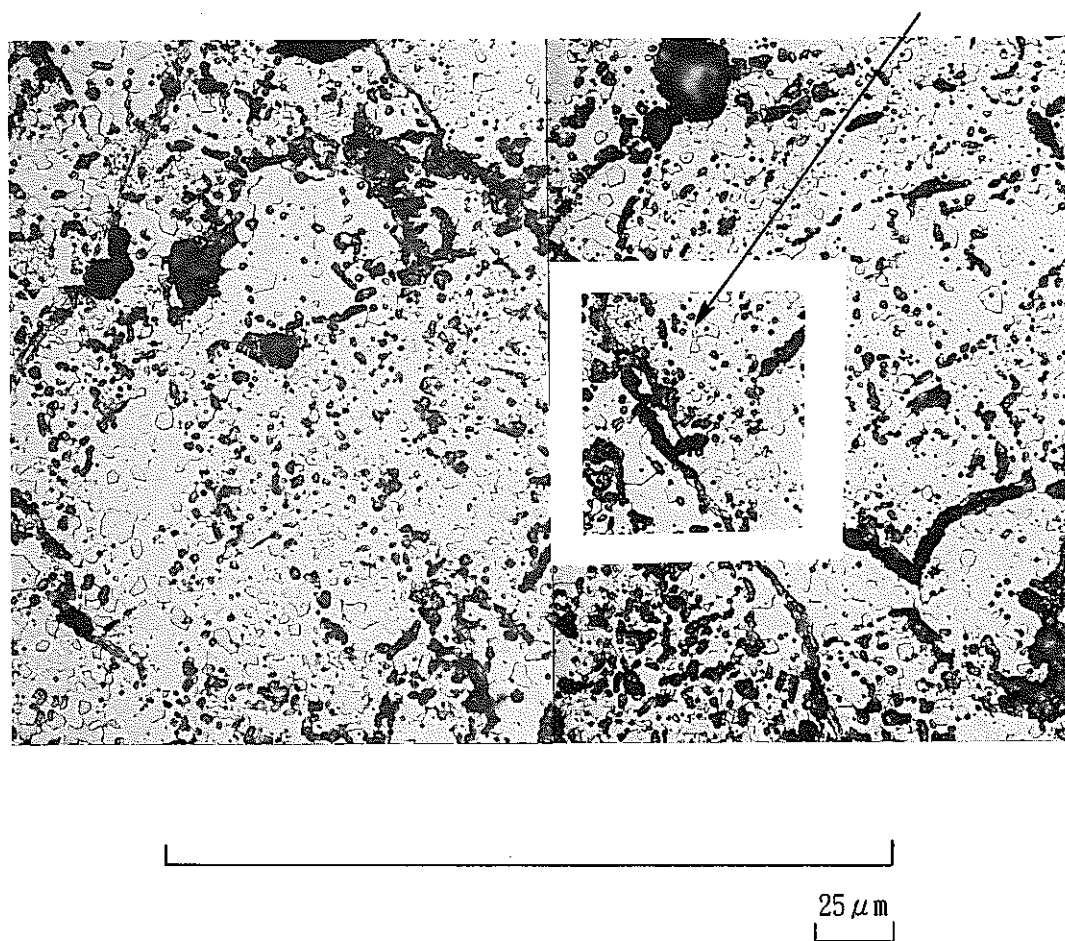
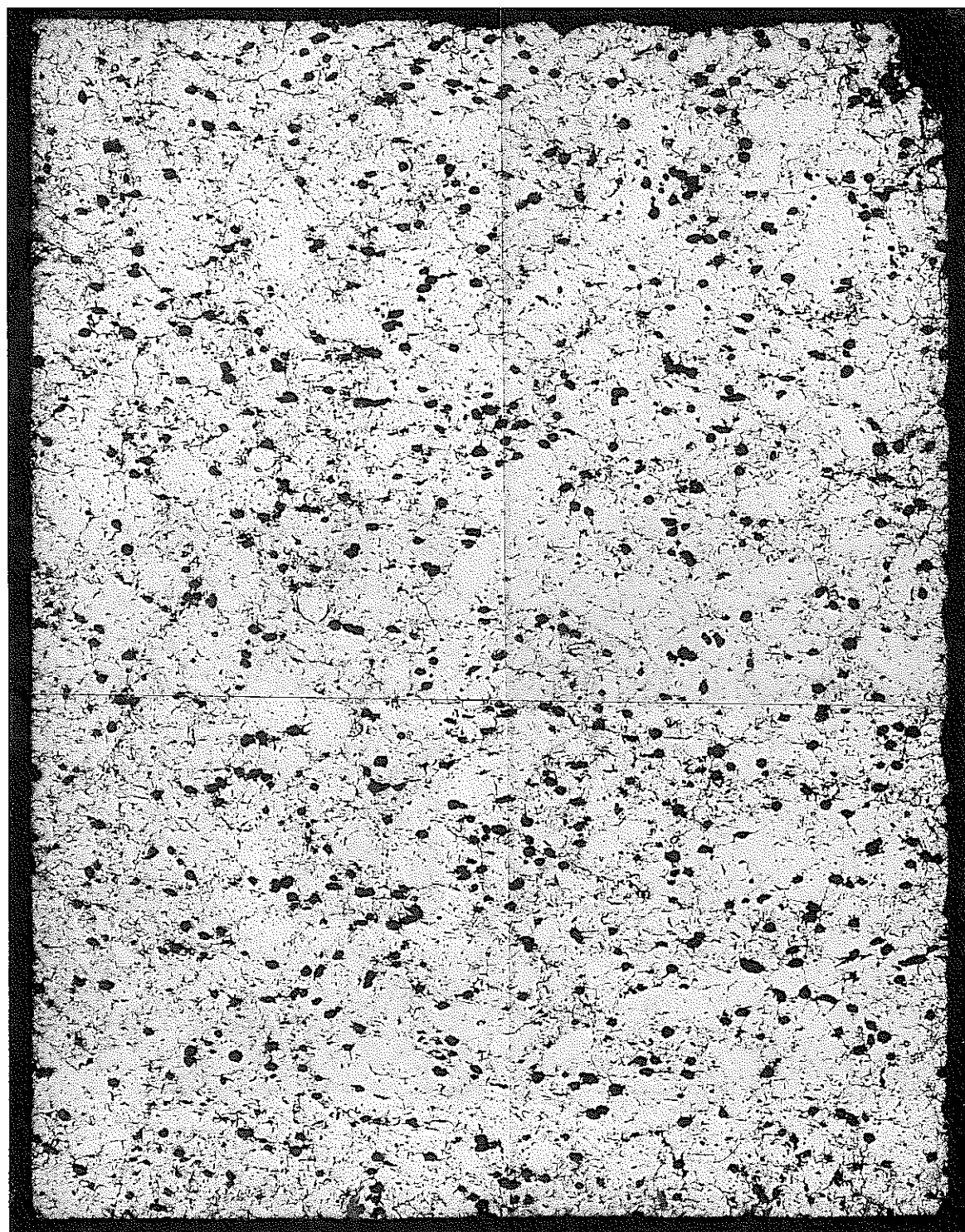


図4 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY
M K T 7 1 0 2

As Polished



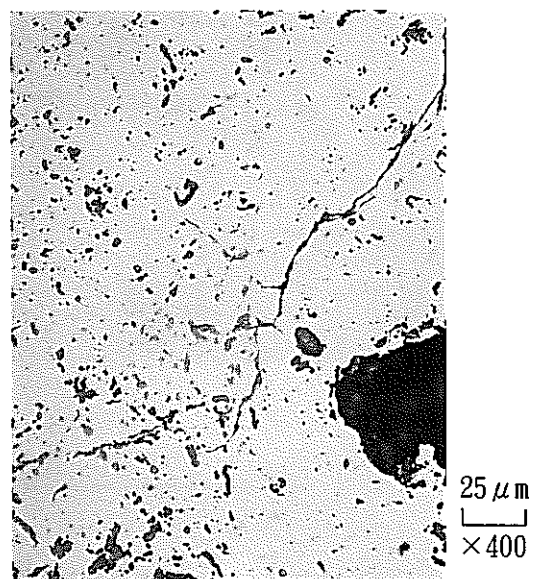
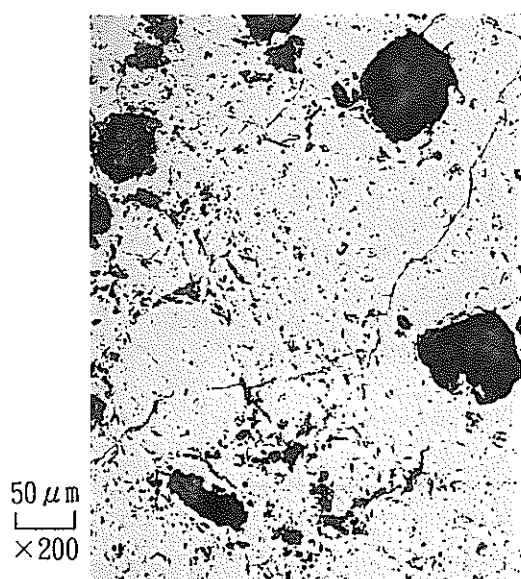
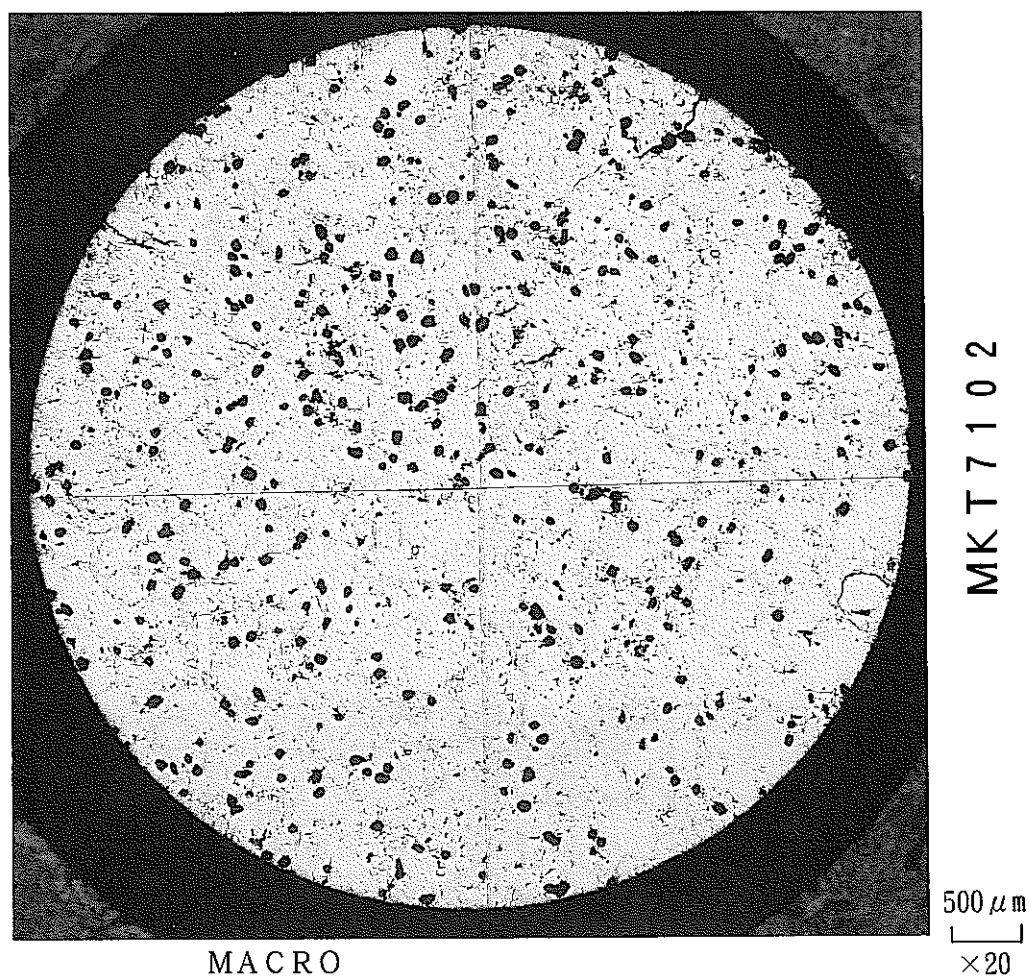
MACRO

500 μ m
×20

図5 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MICRO

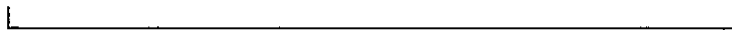
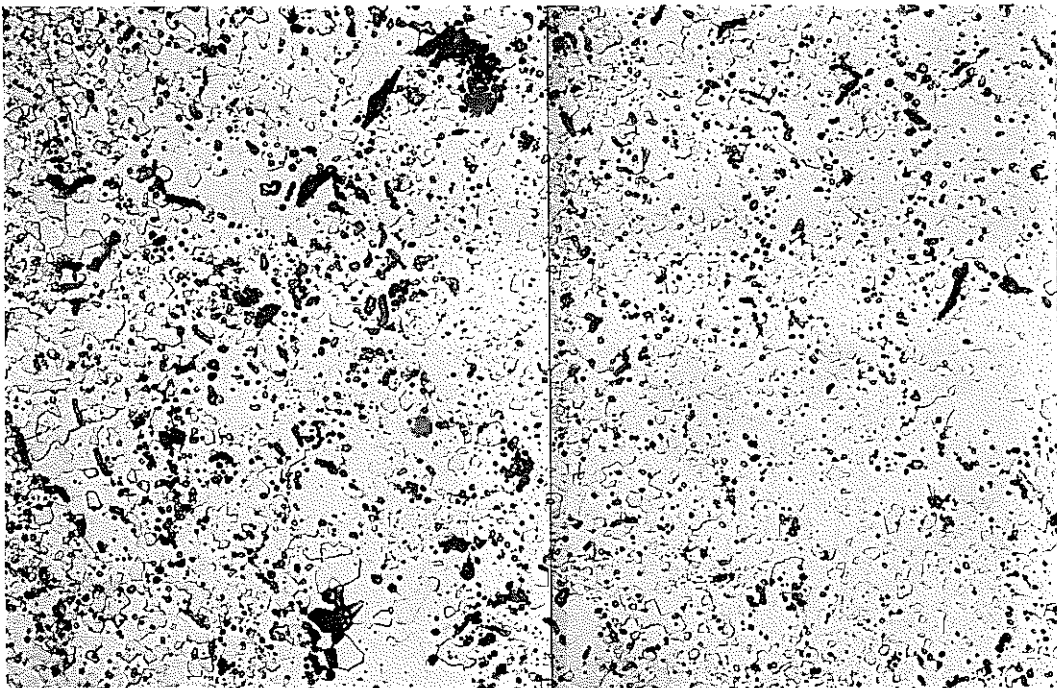
图5 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MKT 7102



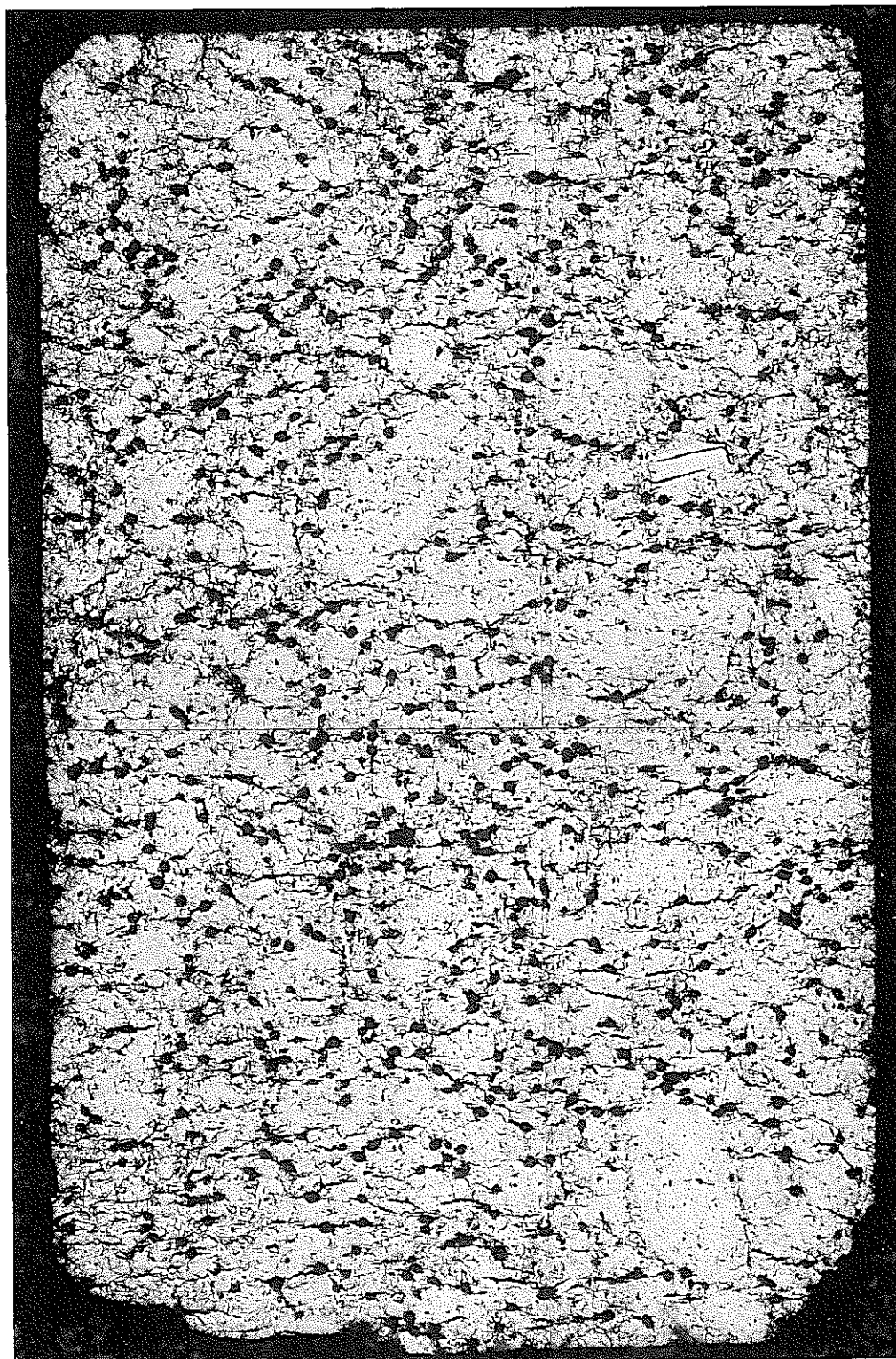
25 μ m
×400

図5 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MKT 7 1 0 3



MACRO

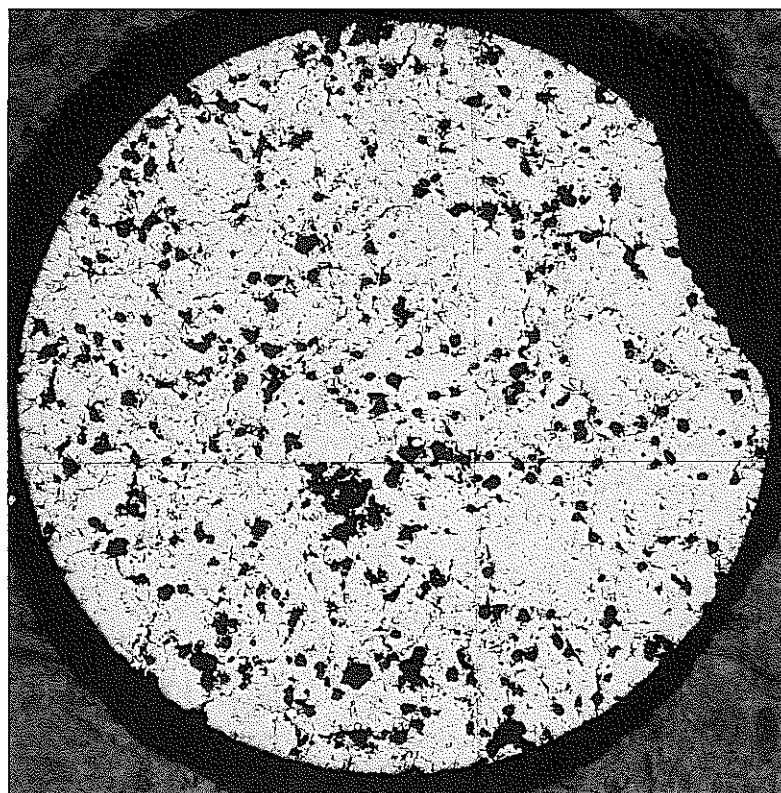
500 μm
×20

図6 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

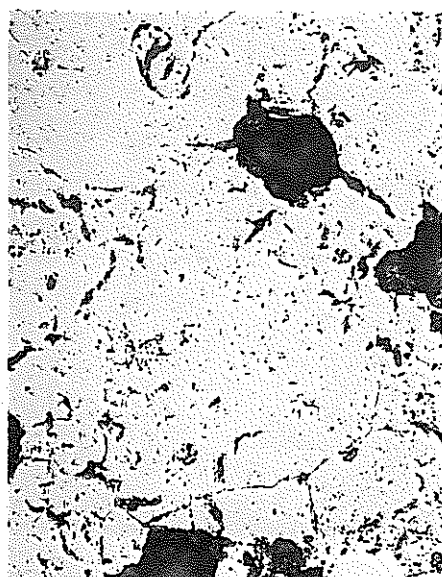
As Polished

MK T 7 1 0 3



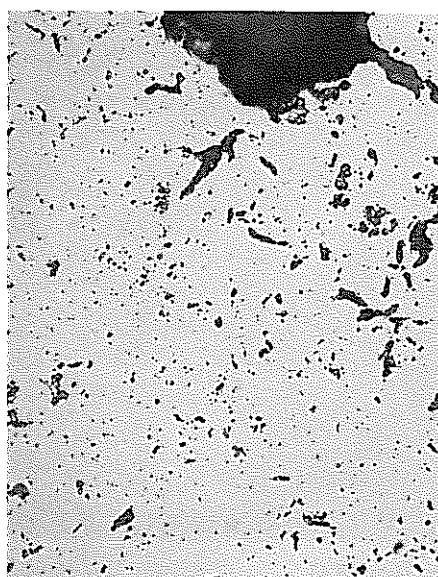
MACRO

500 μm
×20



50 μm
×200

MICRO



25 μm
×400

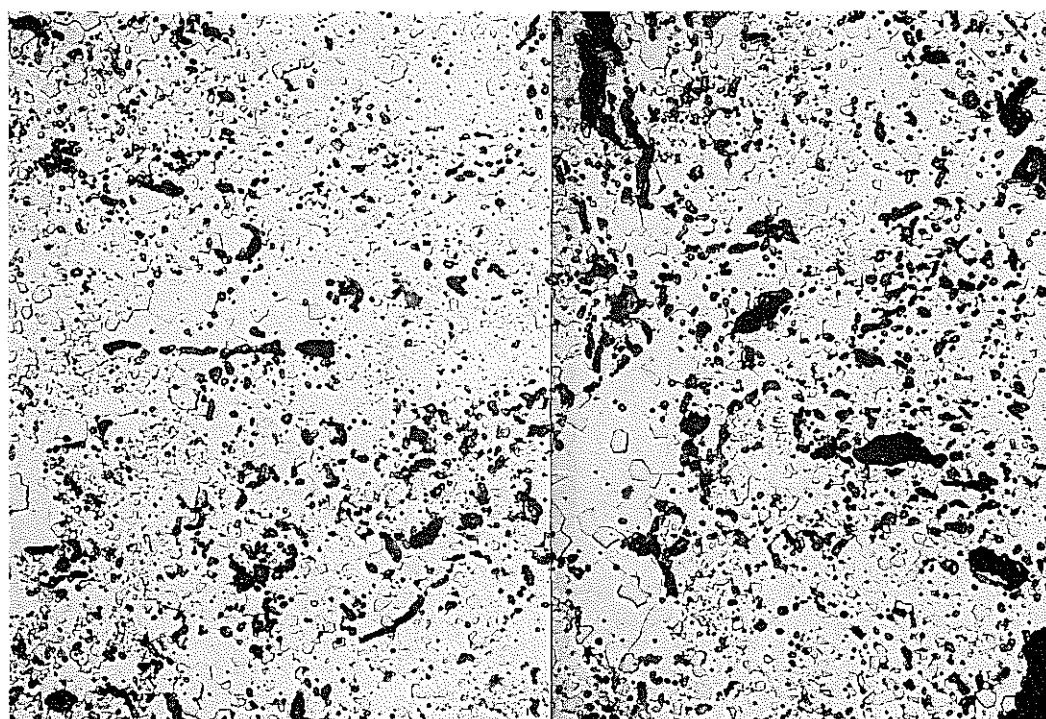
図6 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MK T 7 1 0 3



25 μ m

×400

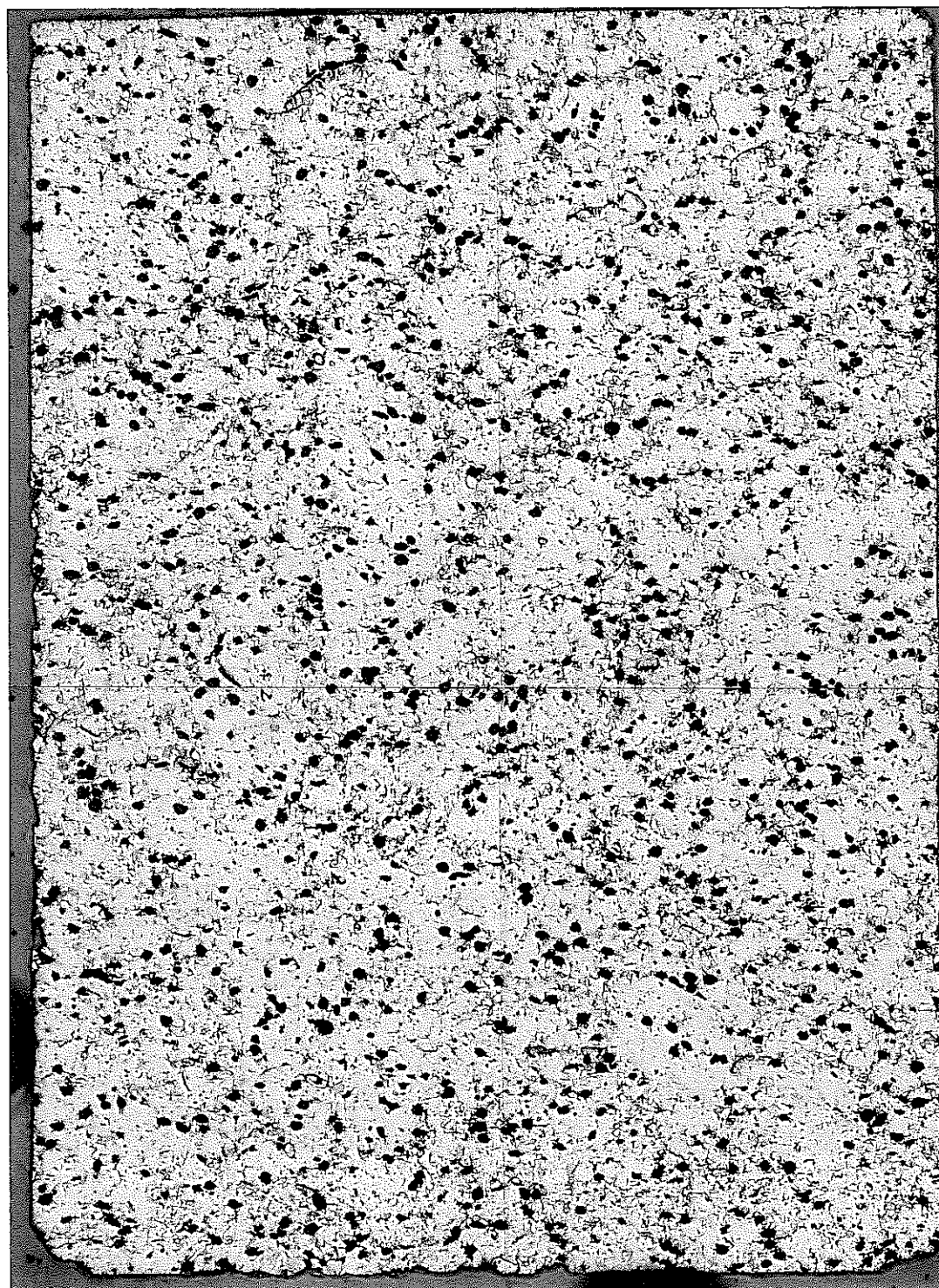
図6 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MACRO

MK T 7 1 0 4



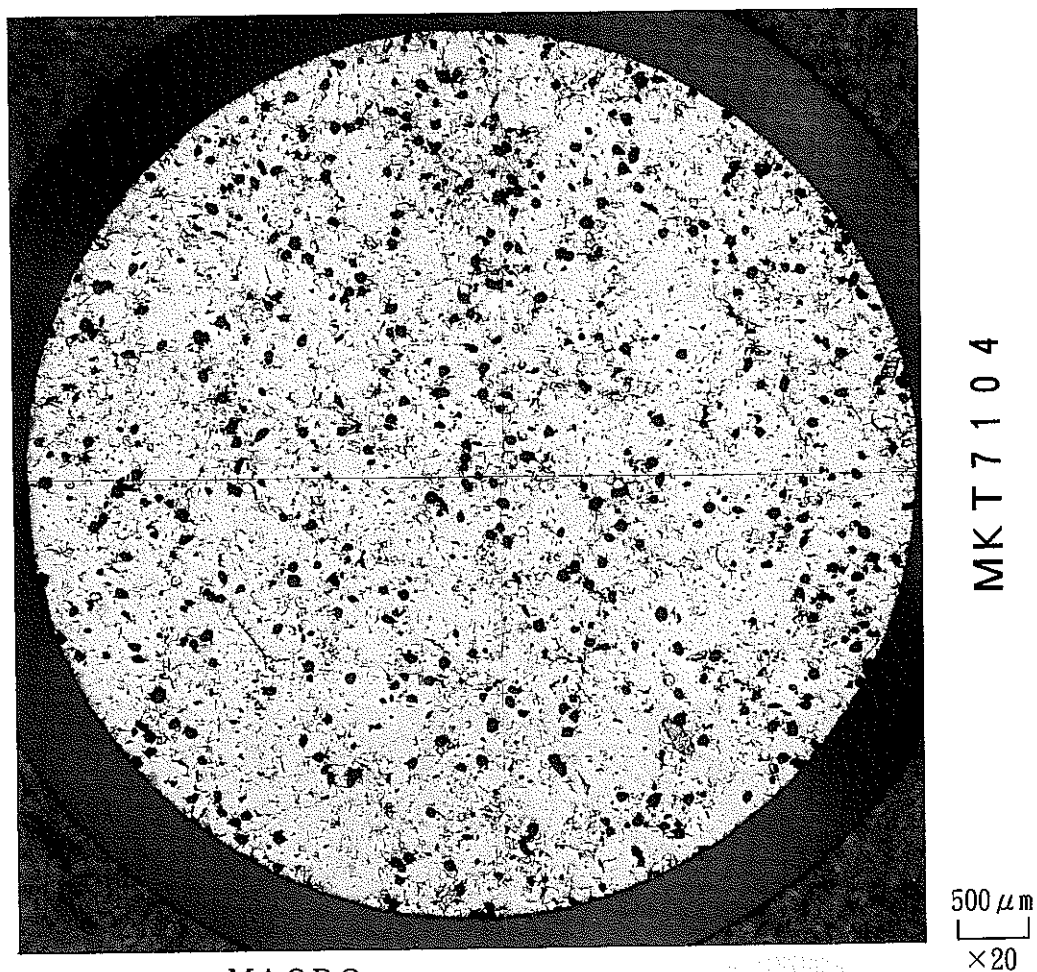
MACRO

500 μ m
×20

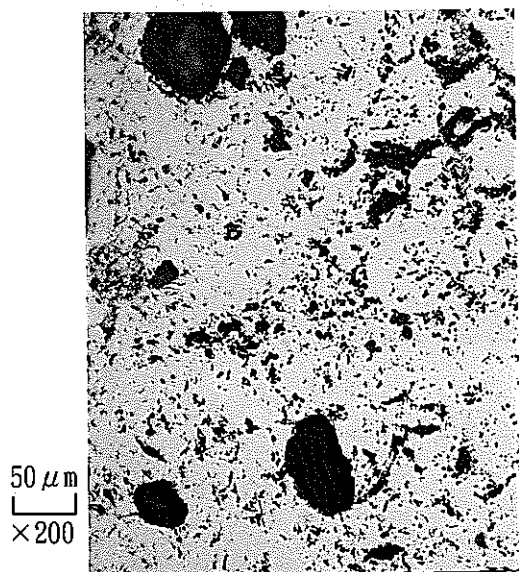
図7 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MACRO



MICRO

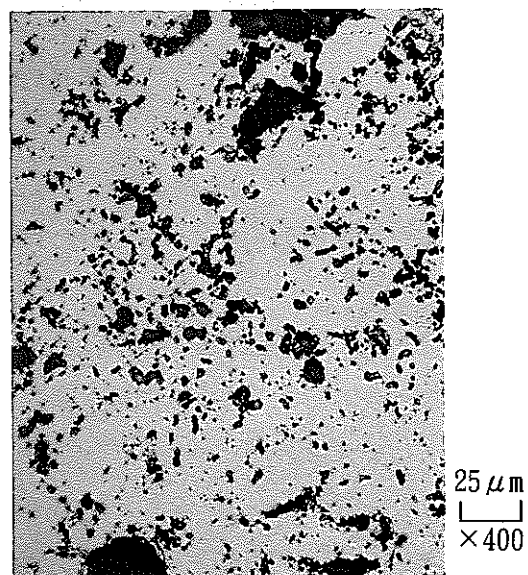


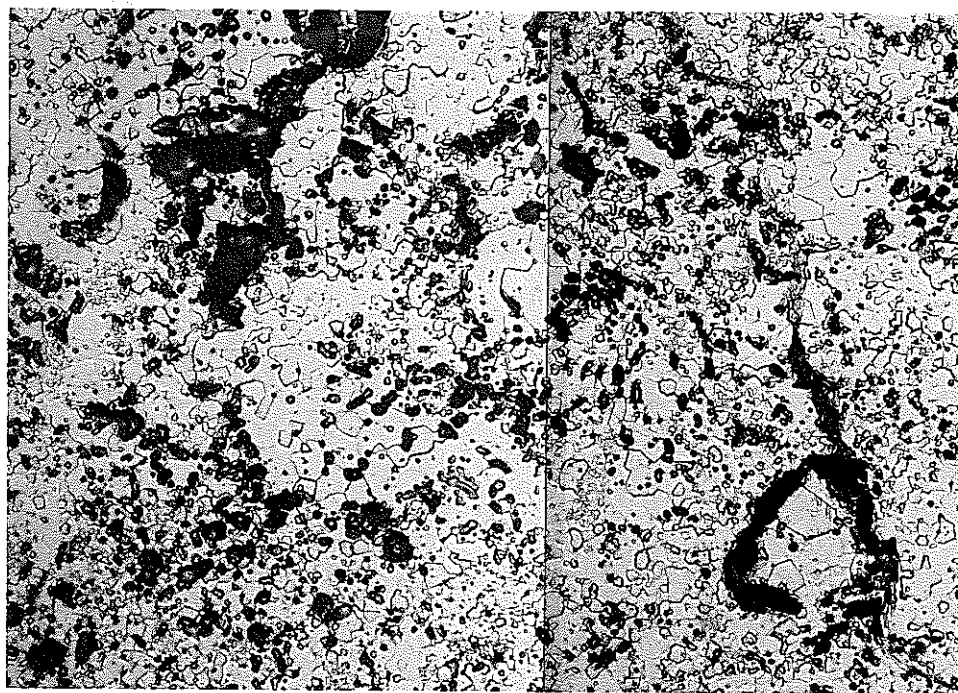
図7 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MK T 7 1 0 4



500 μ m
×400

図7 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MACRO

MK T 7 1 0 5



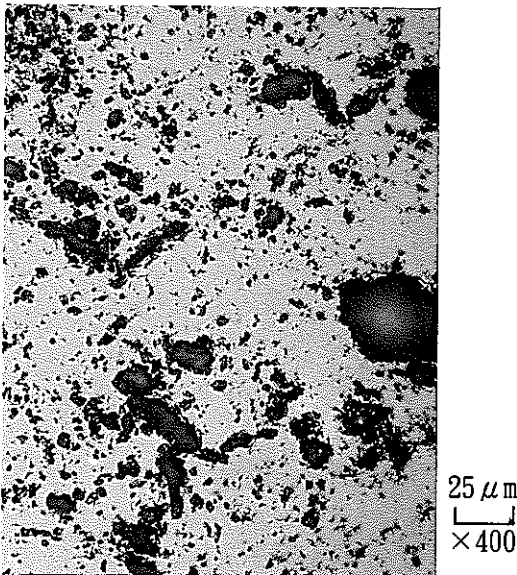
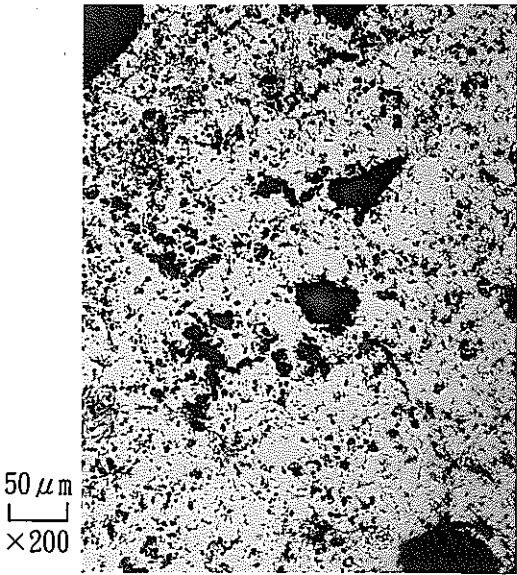
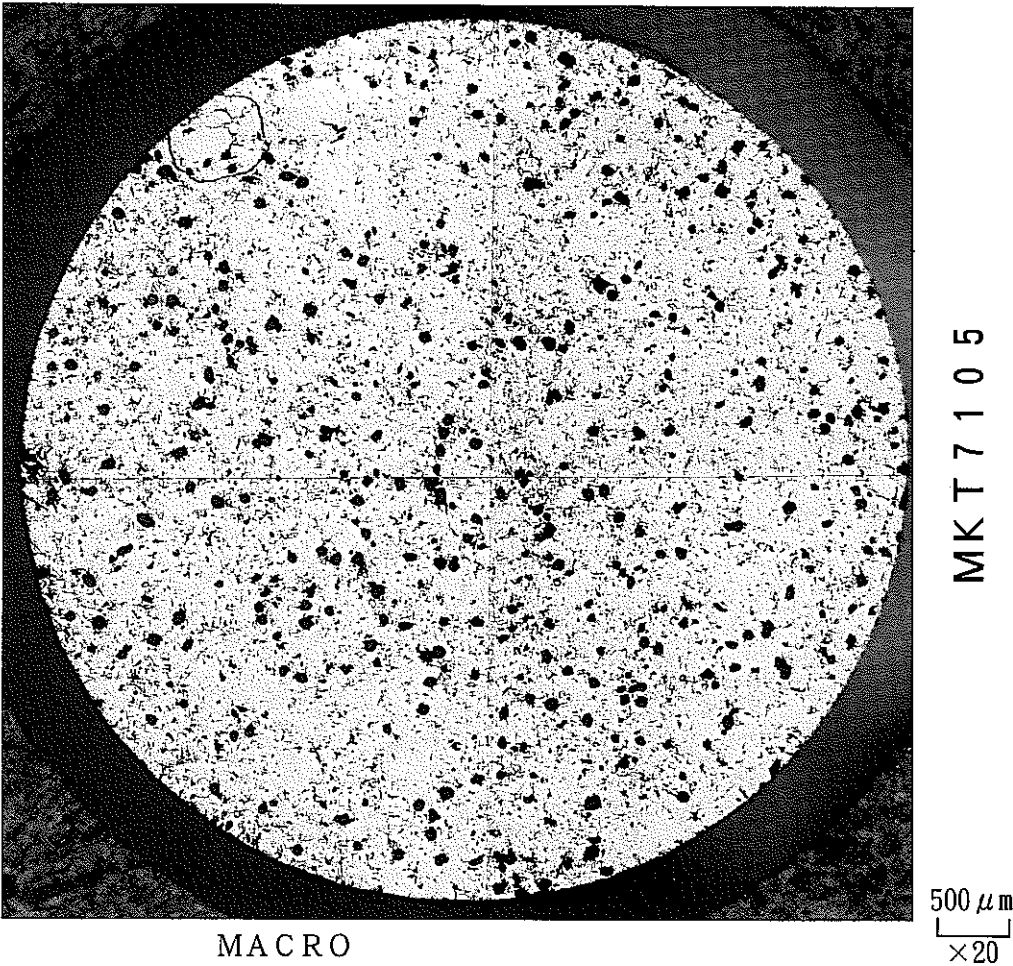
MACRO

500 μ m
×20

図8 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MICRO

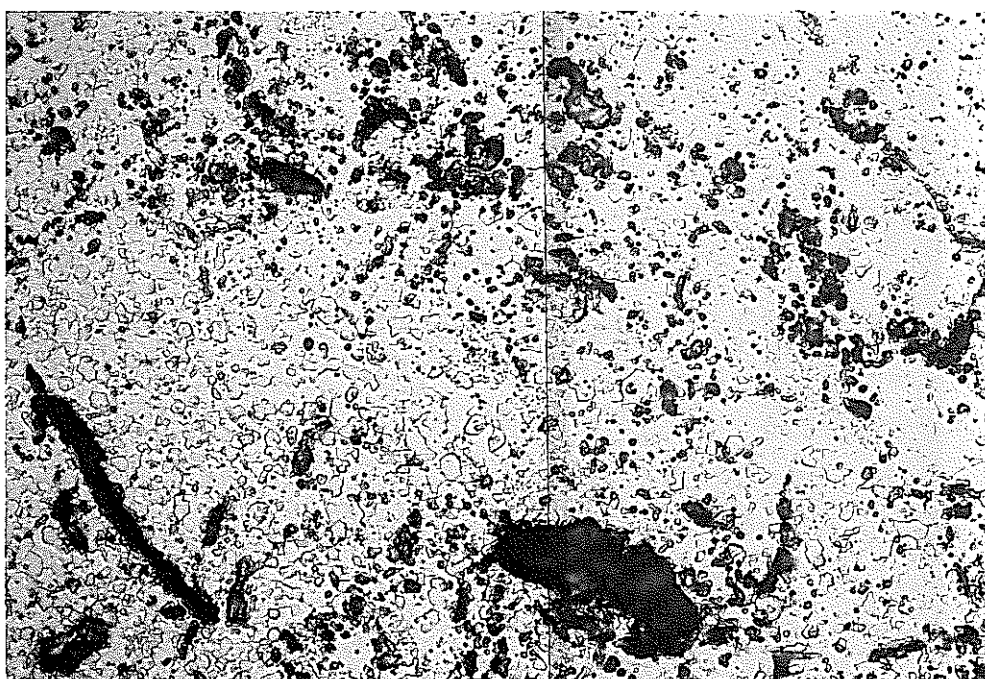
图 8 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MKT 7 1 0 5



25 μ m
×400

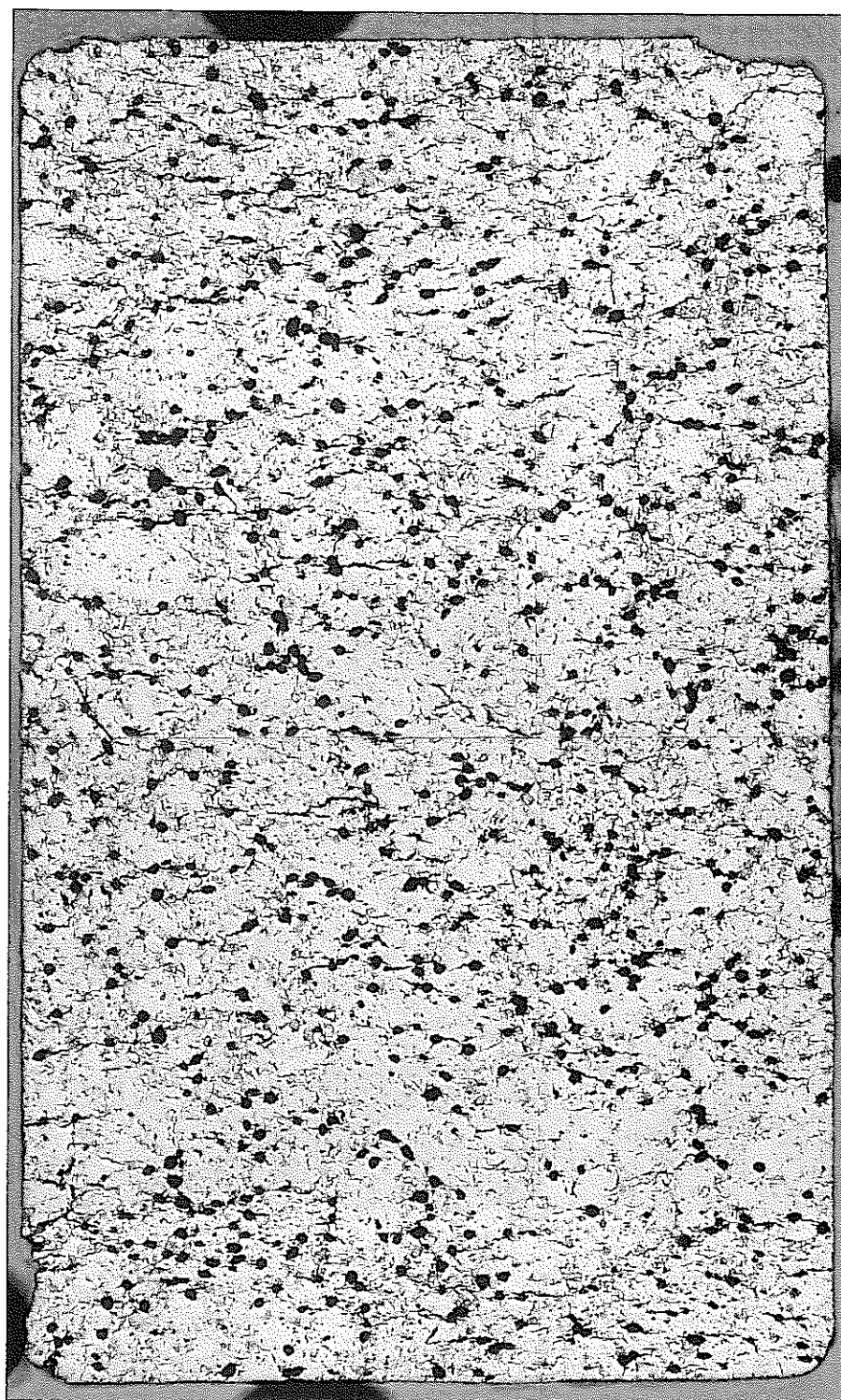
図8 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MACRO

MKT 7106



MACRO

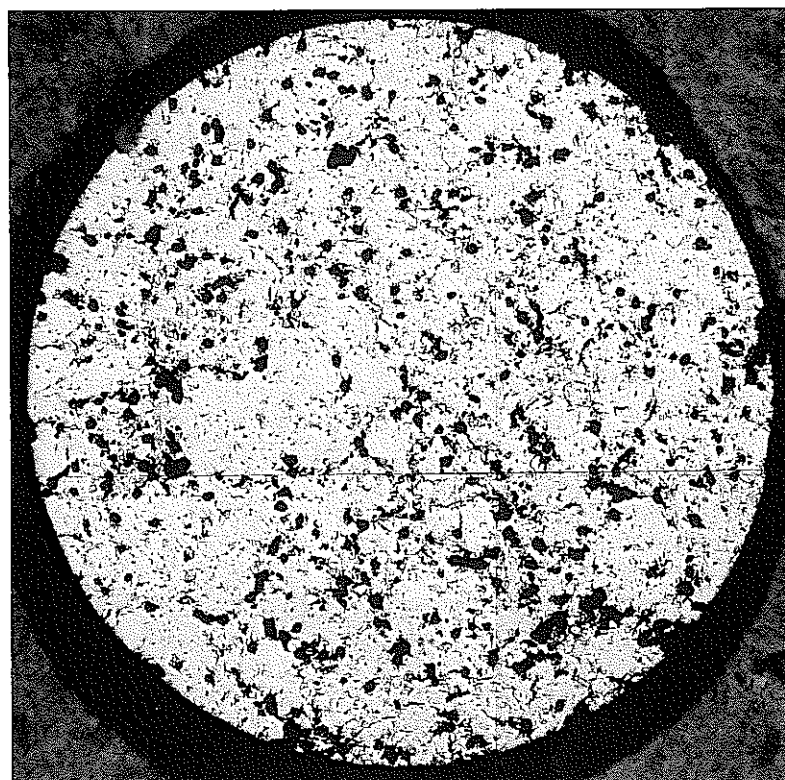
500 μ m
× 20

図9 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

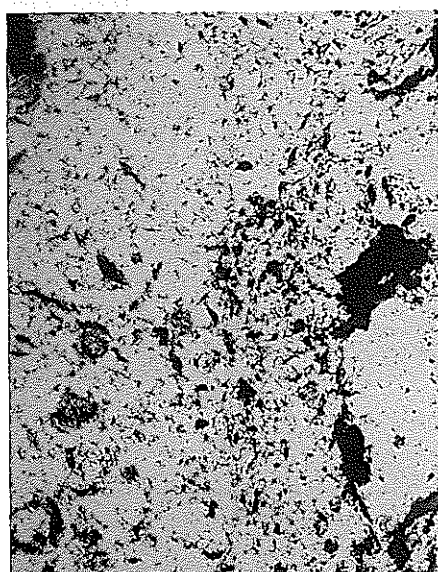
As Polished

MKT 7106



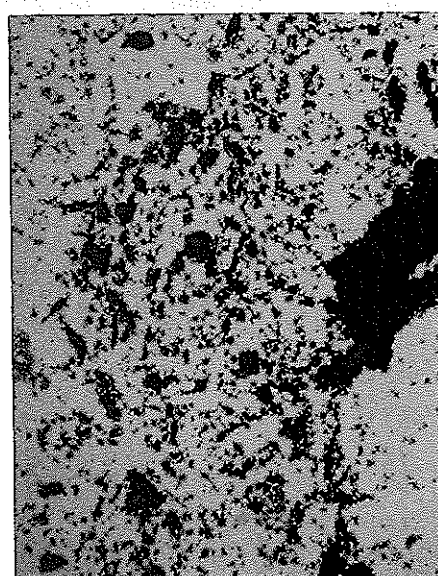
MACRO

500 μm
×20



50 μm
×200

MICRO



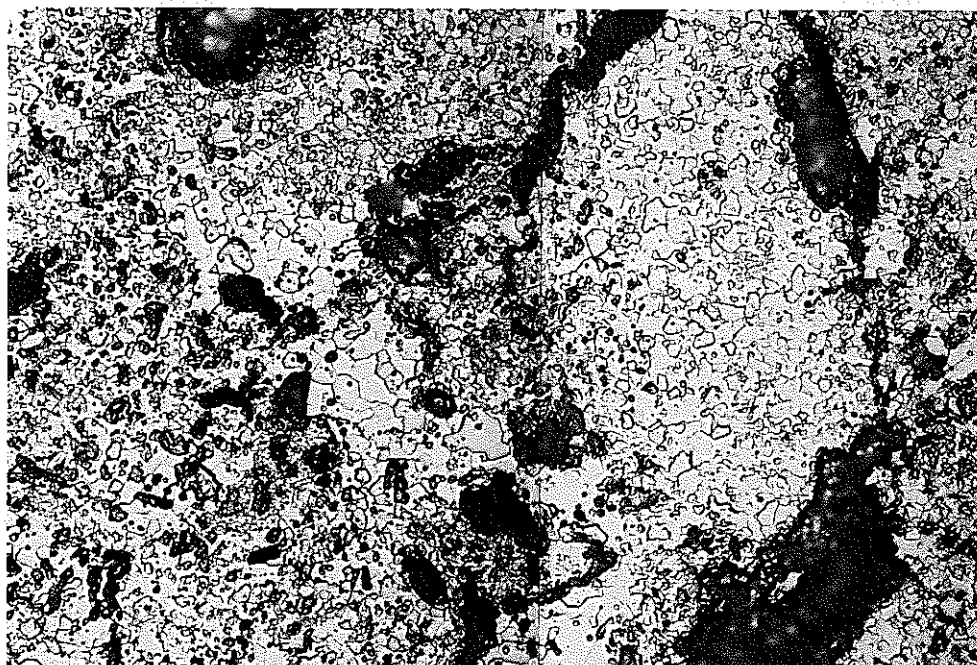
25 μm
×400

図9 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

MK T 7 1 0 6



25 μ m
×400

図9 金相写真 (c)エッチング後

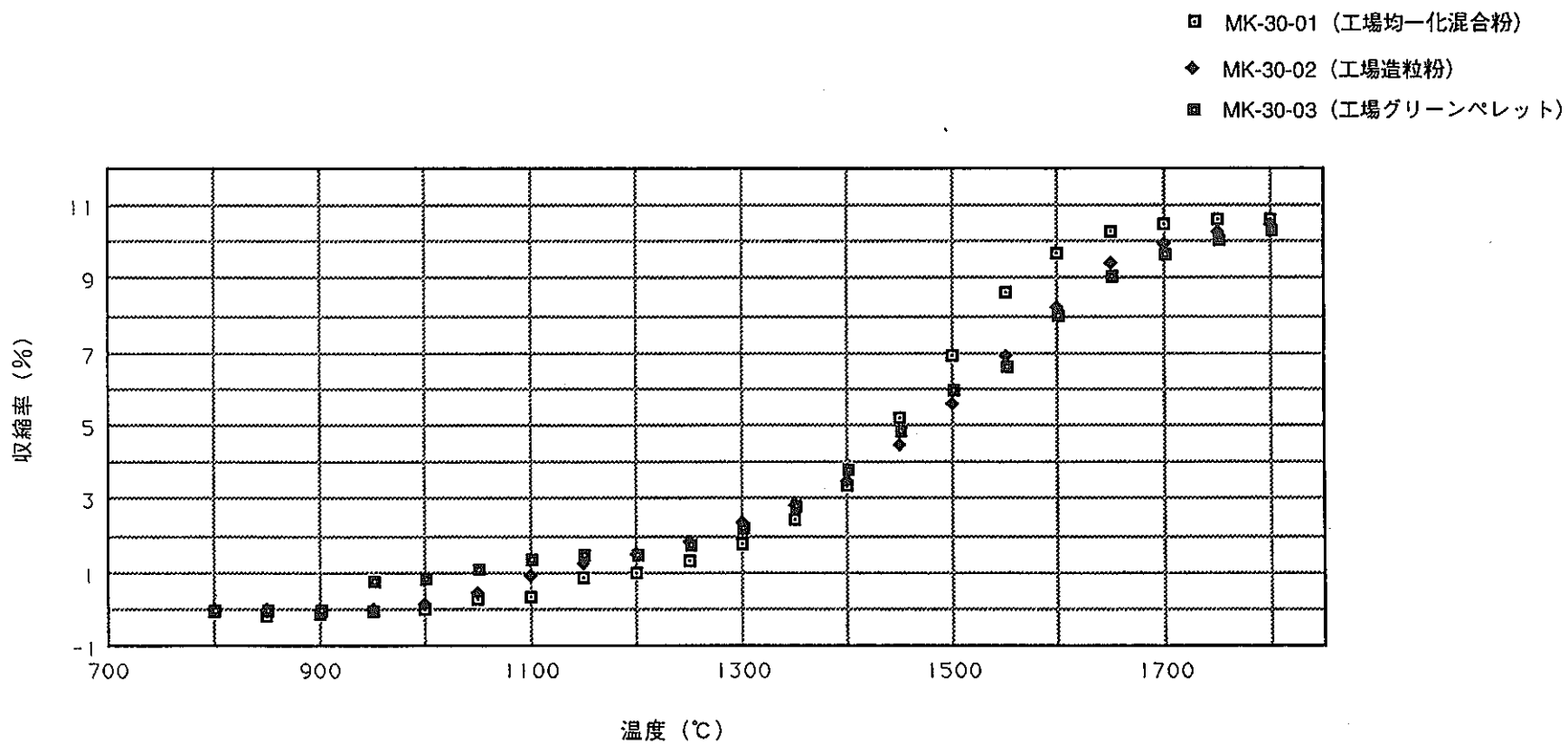


図10-1 収縮特性 (再現性試験)

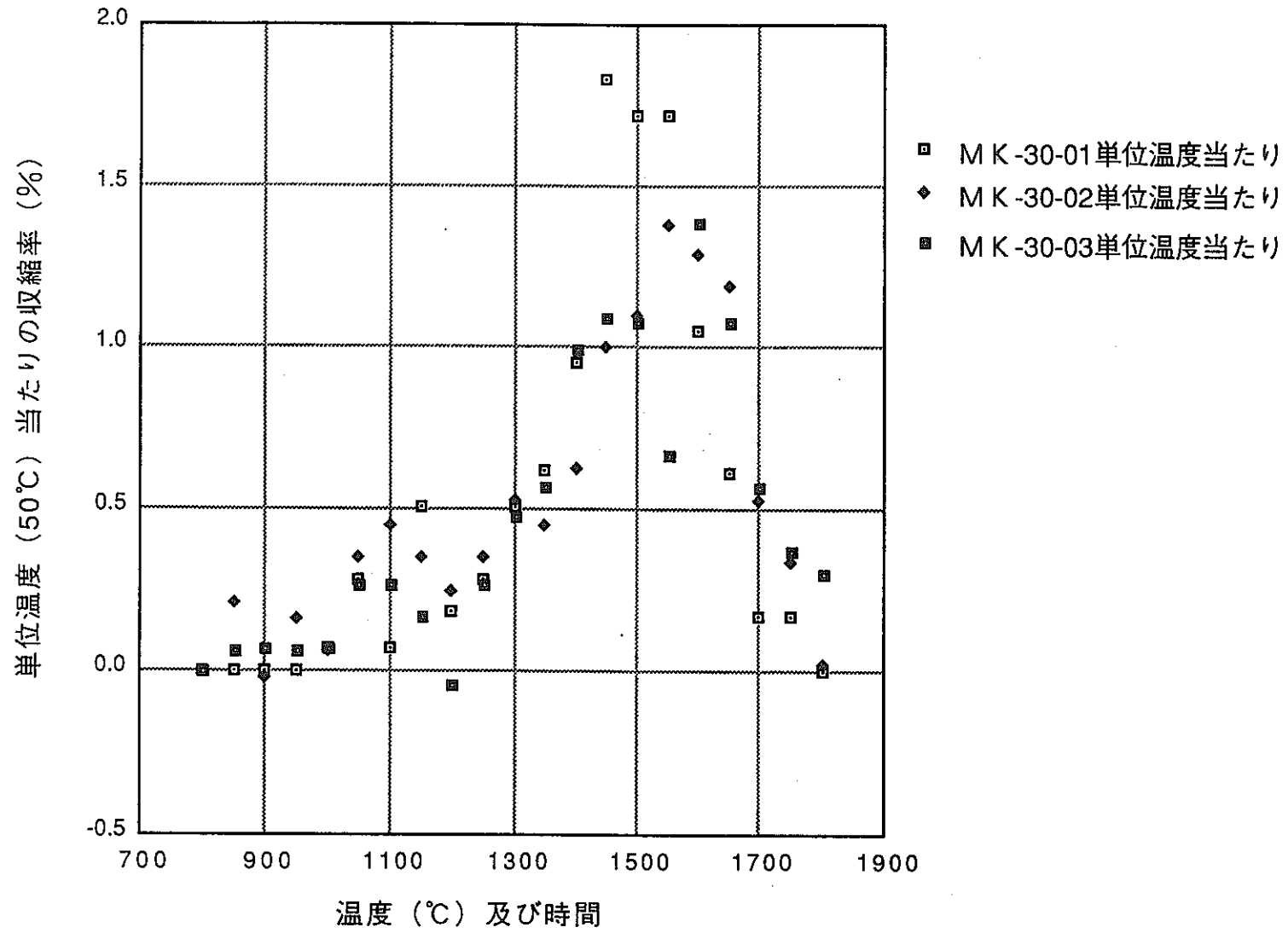


図10-2 収縮特性 (単位温度当たり：工場製原料)

5.2 ミミズ状ポア発生メカニズムの解明試験(1)

① 乾式回収粉添加試験

①-1 原料粉末及び均一化混合粉について

本試験でP u工場から受け入れ、使用した乾式回収粉の履歴を表5に示す。また、それぞれの原料粉末物性値を表6に示す（混合転換粉は、原料4ロットを混合して使用しているためその原料ロット毎の値を用いた）。

表5 乾式回収粉の履歴

乾式回収粉ロットNo.	L 1 T 5 3
原料ロットNo.	L 1 C - 4 2, 1 0 1, 1 0 7, 1 0 9, 1 1 2 ~ 1 1 4, 1 1 6, 1 1 7
焼 結 温 度	1 6 5 0, 1 6 7 0 ~ 1 7 0 0 °C
乾式回収粉添加率	2 0, 4 0 wt%
糸フォーム添加率	1. 7, 1. 8
糸フォーム種類	K - 3, アビセル
焙 焼 条 件	6 7 0 °C × 3 時間
還 元 条 件	8 0 0 °C × 2 時間
かさ密度 (g/cc)	5. 1 2
タ ッ プ 密 度 (g/cc)	7. 0 1

表 6 原料粉の粉末物性値

	今回の試験			乾式回収粉添加試験Ⅱの粉末		
	比表面積 (m^2/g)	平均粒径 (μm)	O/M	比表面積 (m^2/g)	平均粒径 (μm)	O/M
混合転換粉	5.69	0.51	2.29	4.27	0.72	2.30
	5.07	0.49	2.27			
	5.56	0.56	2.22			
	5.00	0.53	2.30			
劣化ウラン粉	2.96	2.53	2.04	2.80	0.80	2.14
乾式回収粉	0.23	6.54	2.31	0.26	7.00	2.28

前回の乾式回収粉添加試験Ⅱ²⁾と比較すると、原料粉末の混合転換粉では、今回の試験のほうが比表面積が大きく、平均粒径が小さくなっていた。また、劣化ウラン粉では、比表面積はほぼ同じであるが、平均粒径は今回の試験のほうが3倍程度大きな値であった。乾式回収粉については比表面積、平均粒径ともに今回の試験のほうが若干小さな値であった。

次に、混合粉碎後のかさ密度、タップ密度を表7に示す。ここで粉末の流動性の一つの指標であり、小さいほうが流動性が良好と評価される圧縮度(C)を用いて流動性について比較するために、かさ密度、タップ密度から下式を用いてそれぞれの圧縮度を算出した。乾式回収粉添加試験Ⅱの粉末データも比較のために同時に示す。また、図11に粉末密度のグラフを示す。

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

P : タップ密度 (g/cc)

A : かさ密度 (g/cc)

混合粉碎後の粉末密度を比較すると、今回の試験に比べて前回の試験のほうがかさ密度、タップ密度ともに高い値を示した。特に、乾式回収粉添加率 100wt%の混合粉（乾式回収粉のみをボールミル粉碎した粉末）では、約 0.5g/ccほど前回の試

験のほうが高くなっていた。また、圧縮度（C）を比較すると、乾式回収粉添加率 0 wt% の場合はほとんど差はないが、それ以外の均一化混合粉では今回のほうが高い値を示し、圧縮度によって評価される粉末の流動性は、今回の試験の均一化混合粉のほうが悪いといえる。

表 7 混合粉碎後の粉末密度

乾式回収粉 添加率(wt%)	今回の試験			乾式回収粉添加試験Ⅱの粉末		
	かさ密度 (g/cc)	タップ密度 (g/cc)	圧縮度 (C)	かさ密度 (g/cc)	タップ密度 (g/cc)	圧縮度 (C)
0	2.32	3.12	25.6	2.36	3.19	26.0
10	—	—	—	2.60	3.50	25.7
20	2.52	3.54	28.8	—	—	—
25	—	—	—	2.63	3.33	21.0
40	2.73	3.76	27.4	3.00	3.79	20.8
100	3.71	4.87	23.8	4.37	5.32	17.9

今回の試験で使用した原料粉末、及び均一化混合粉についてSEM（走査型電子顕微鏡）によって形状を観察した。そのSEM写真を図12～図19に示す。なお、図15は比較のために工場の均一化混合粉を示す。

これによると、原料粉末では混合転換粉（1：1MOX粉）、劣化ウラン粉は細かな一次粒子が凝集して10 μ m程度の2次粒子を形成しており、特に混合転換粉では2次粒子の粒径が100 μ mを超える大きなものも観察された。ここで、先に示した表7において劣化ウラン粉の平均粒径が2.53 μ mと、比表面積に対して非常に大きな値を示していたが、SEM写真から1次粒子の粒径を求めると、1次粒子の粒径はこの値よりもはるかに小さく1 μ m以下と推定され、前回の試験の時の

劣化ウラン粉の分析値と同程度と考えられるが、前回の試験時の劣化ウラン粉のSEM写真がないために正確な比較は出来ない（劣化ウラン粉を製造している日本原子燃料コンバージョン(株)の担当者とのプライベートコミュニケーションでは、平均粒径の分析値には誤差がかなりあるとの事であった）。乾式回収粉では、1次粒子の中に10 μ m以上の大きな粒子が存在し、その大きな粒子に1 μ m程度の細かい粒子が付着しているのが観察された。均一化混合粉の観察では、Pu工場の均一化混合粉でもPu開発室の均一化混合粉のどちらでも、1 μ m以下の細かい1次粒子が100 μ m程度の2次粒子を形成しており、その中に乾式回収粉の破片と思われる数 μ mの大きな粒子が存在していた。

乾式回収粉のボールミル前後のSEM写真（図13と図19）を比較すると、ほとんど粉碎効果が認められなかった。これは、機械的な方法では破壊することの困難な一つ一つの成長した結晶にまで乾式回収工程においてジェットミル、ボールミル粉碎によって粉碎されているためと推定される。

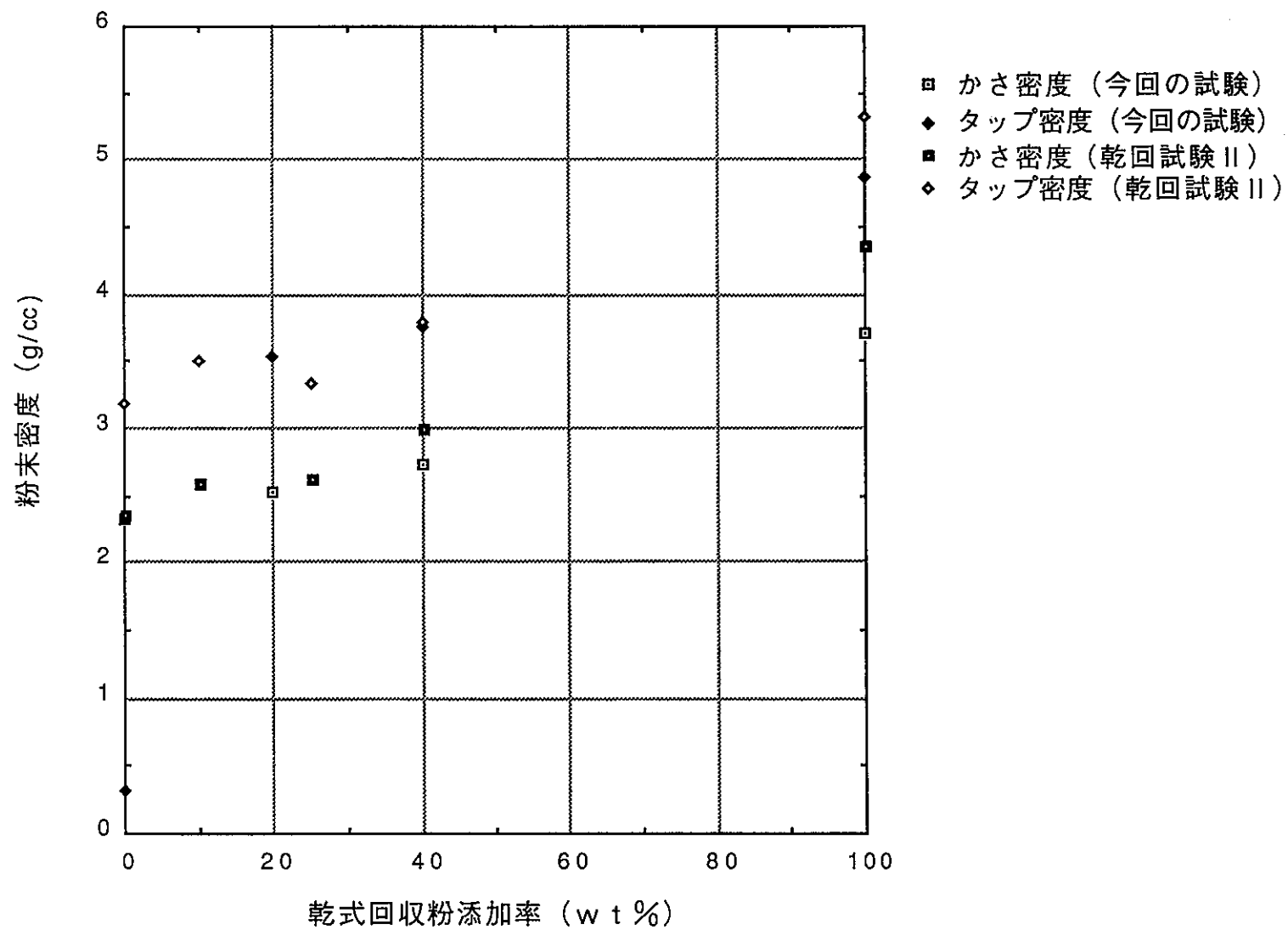


図11 粉末密度の比較

MK T 4 1 0 2

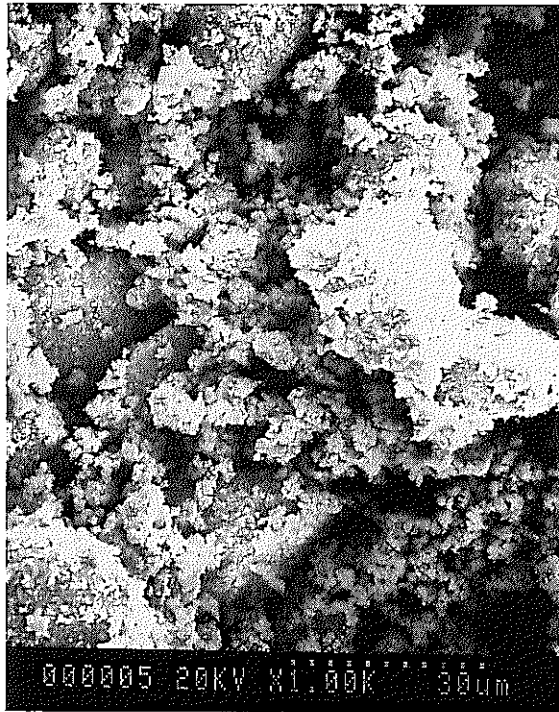
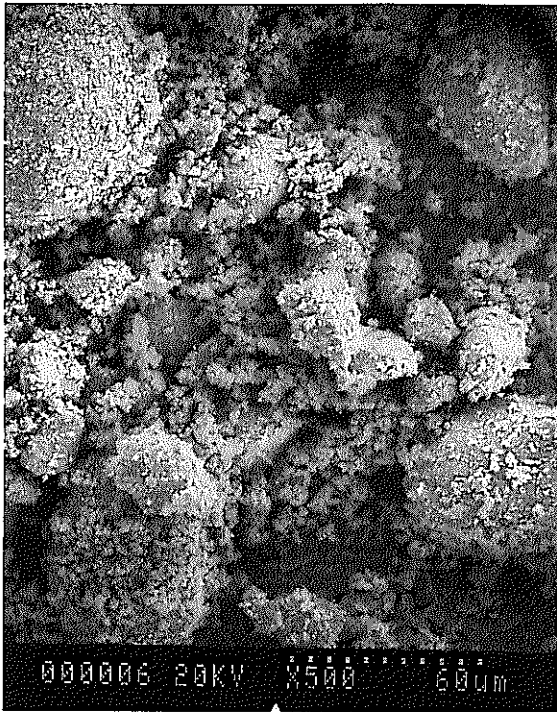
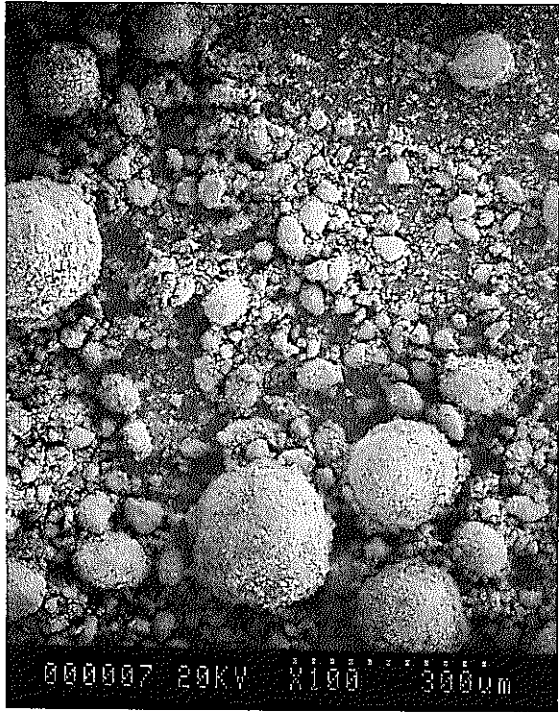


図12 SEM写真
1 : 1MOX粉 L1G40

MKT 4 1 0 2

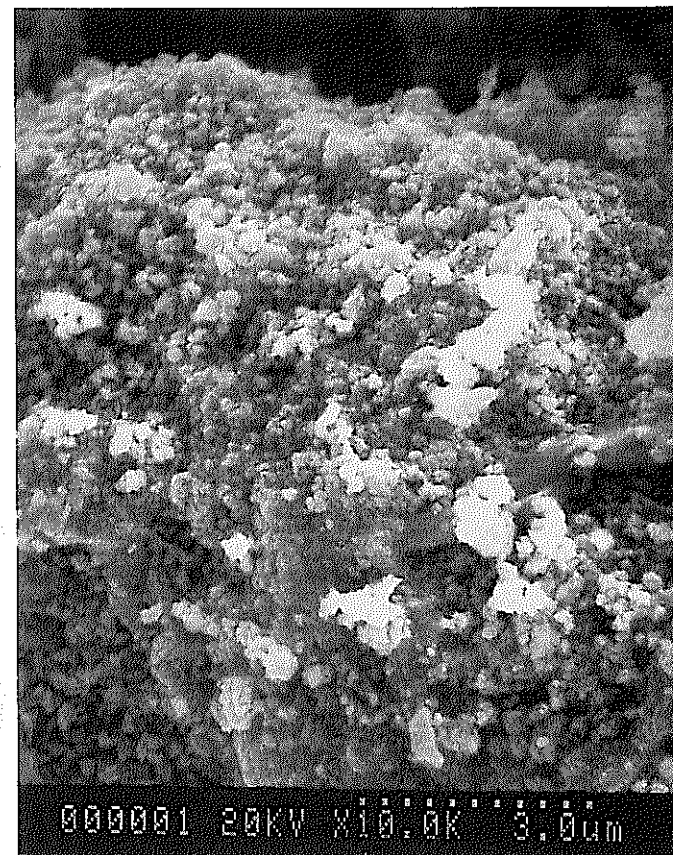
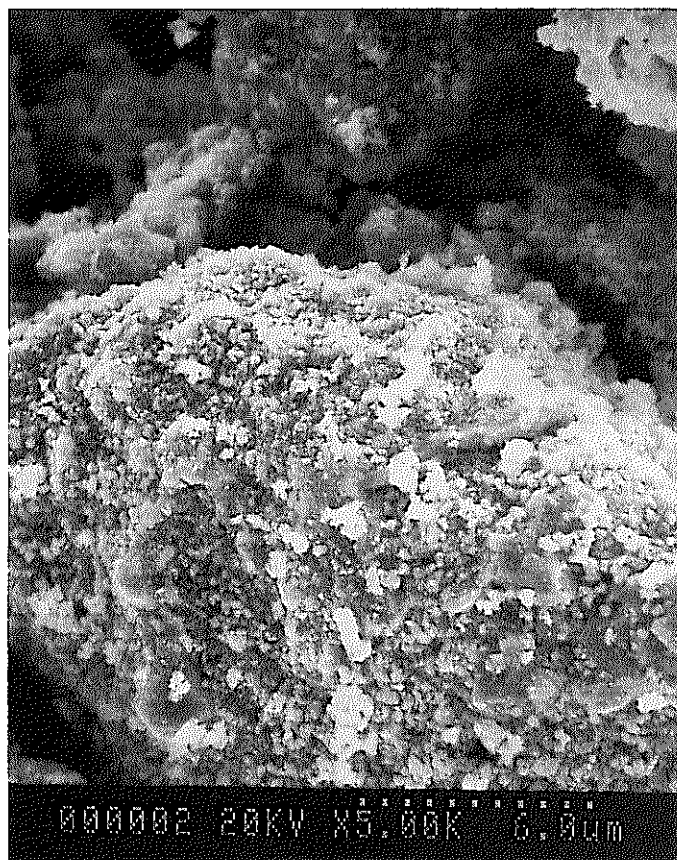


図12 SEM写真

1 : 1MOX粉 L1G40

MK T 4 1 0 3

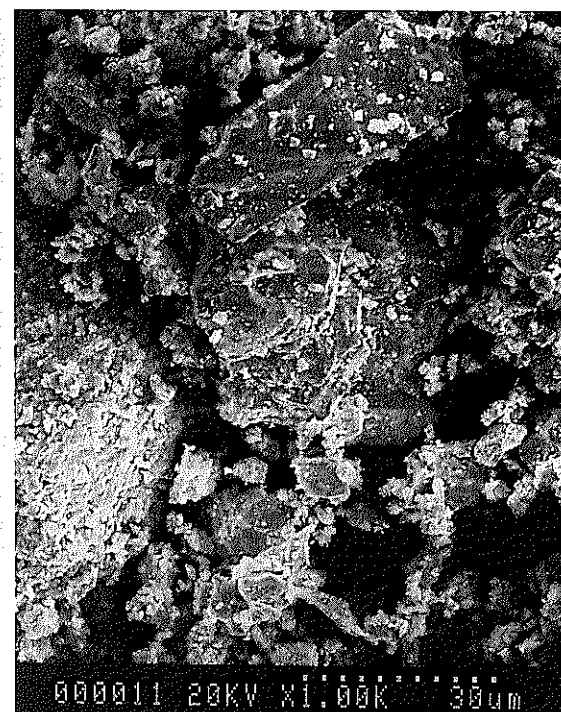
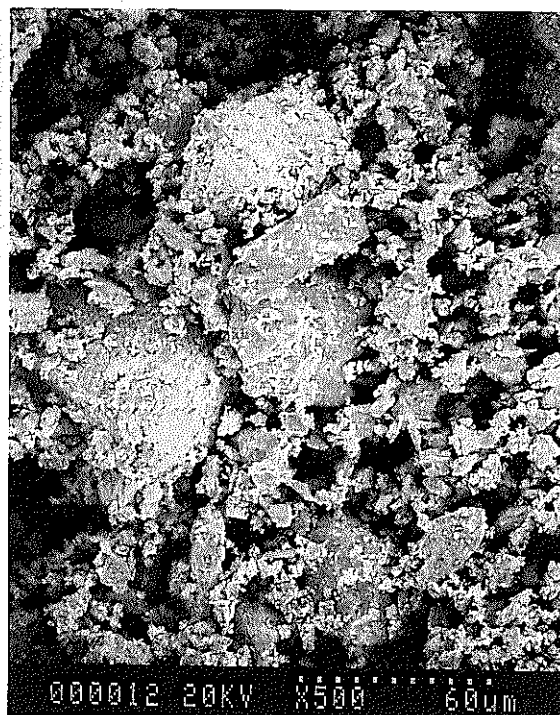


图13 SEM写真
乾式回收粉 L 1 T 5 3

MK T 4 1 0 3

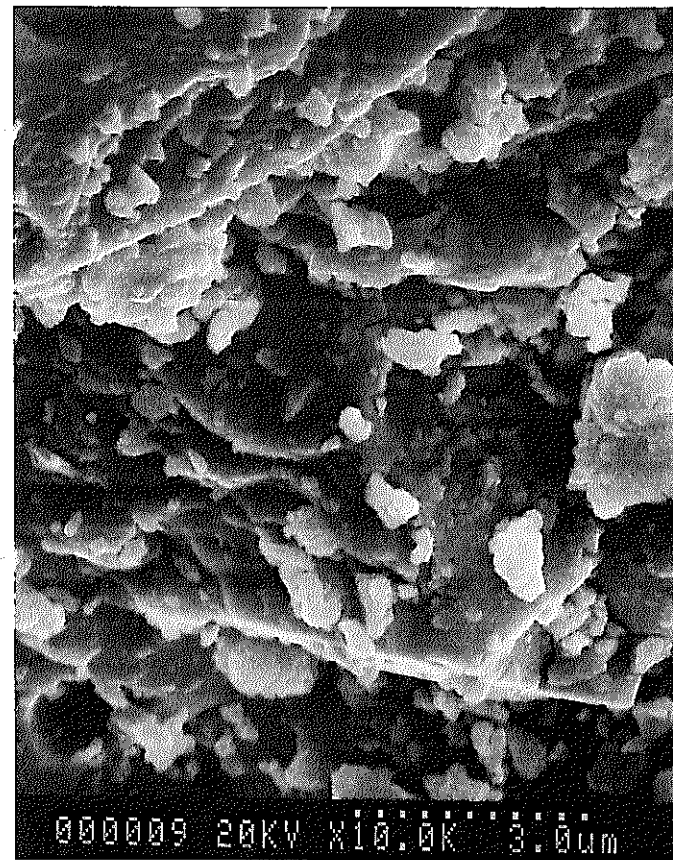


图13 SEM写真
乾式回收粉 L1T53

MKT 2 1 0 4

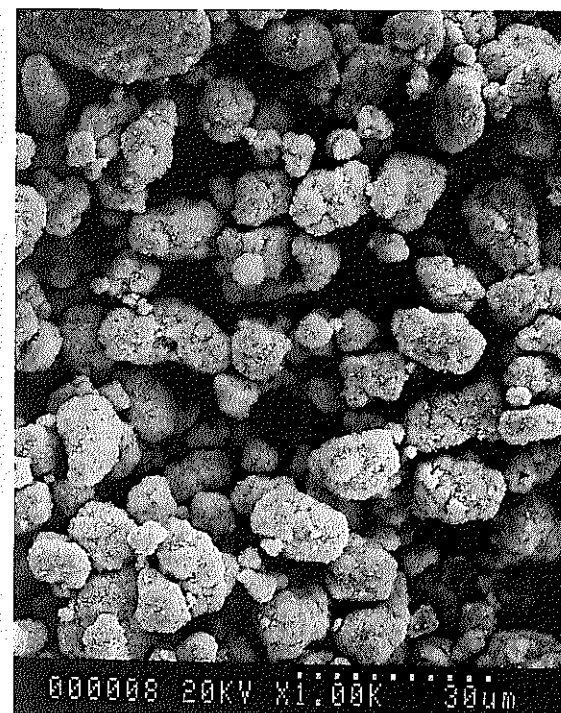
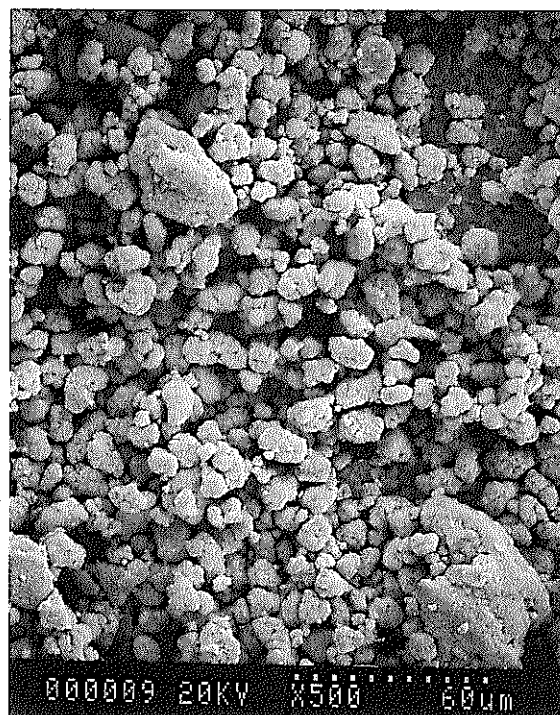
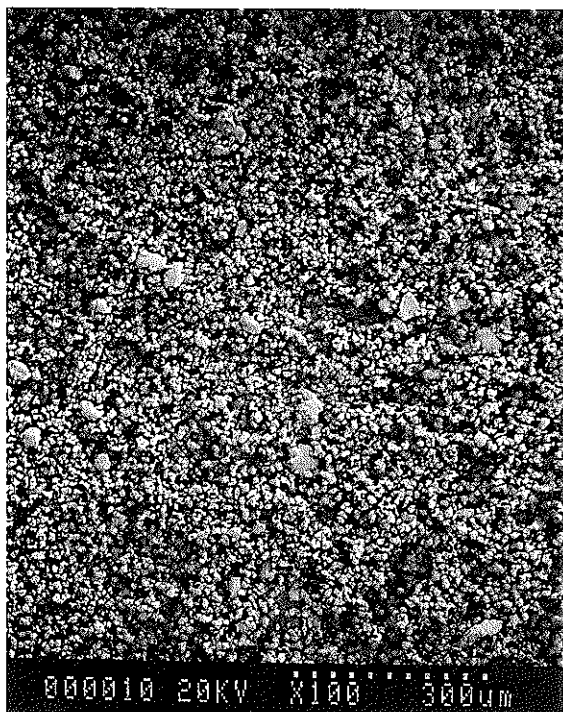


図14 SEM写真
劣化ウラン粉 L1U04

MKT 2104

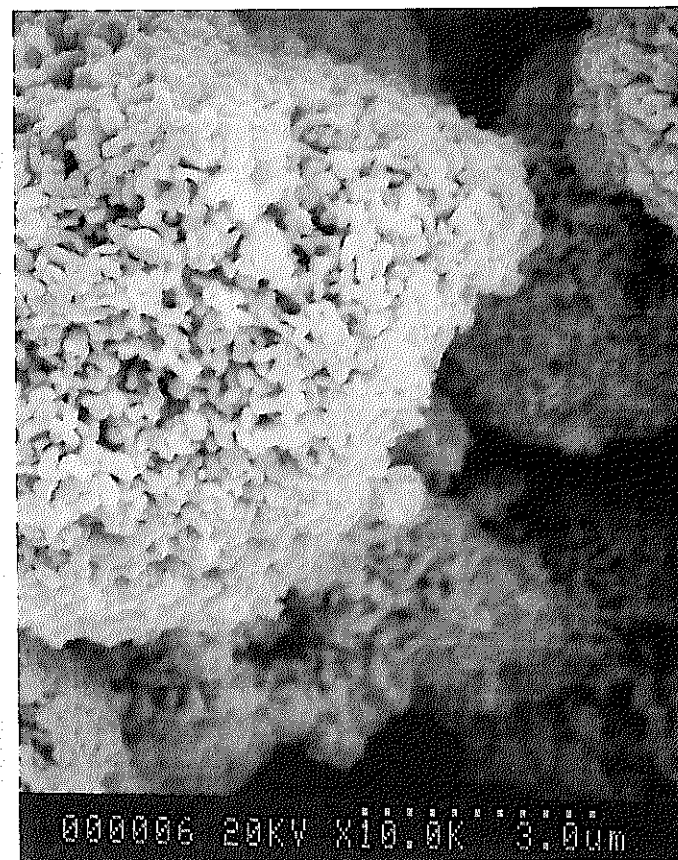
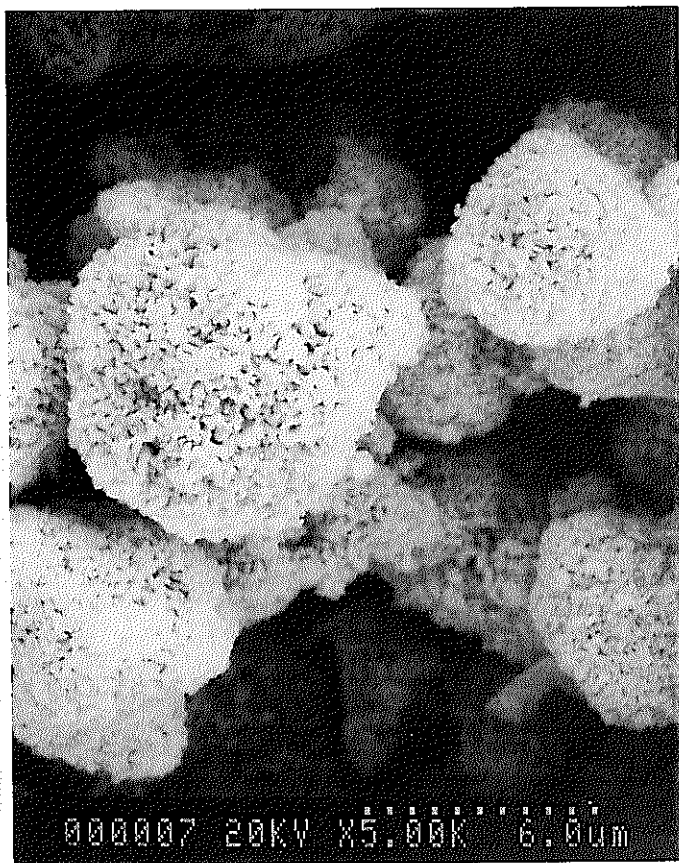


図14 SEM写真

劣化ウラン粉 L1U04

MKT 4101

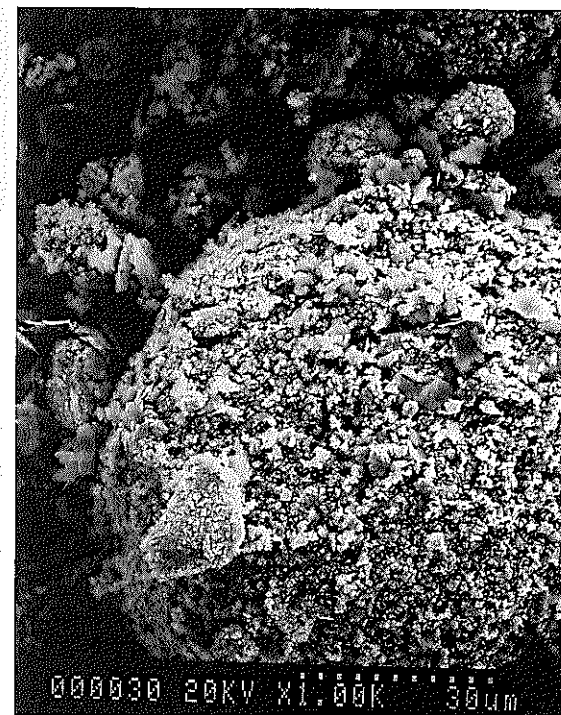
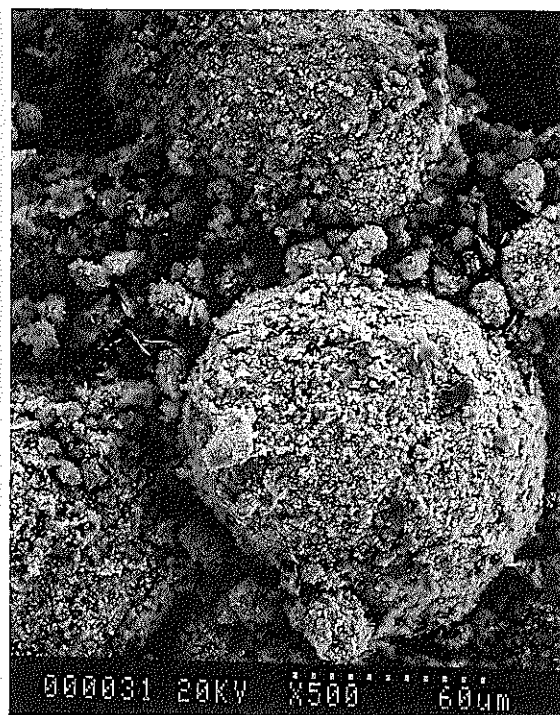
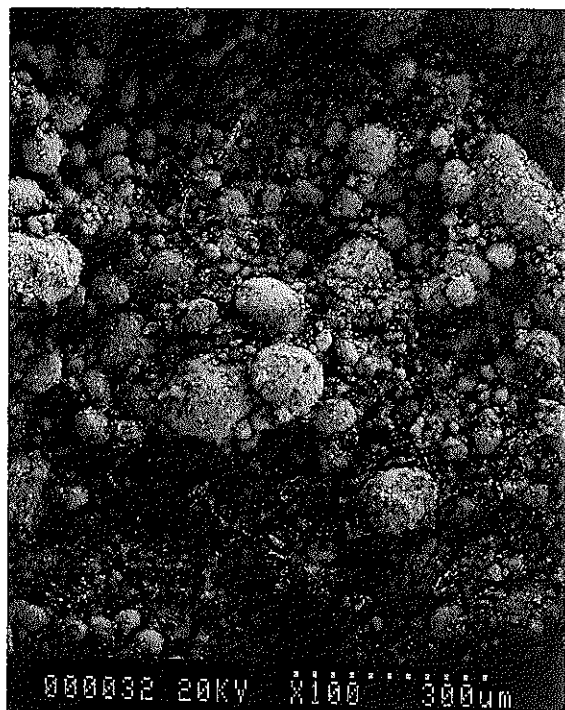


図15 SEM写真

工場均一化混合粉 L1E152

MK T 4 1 0 1

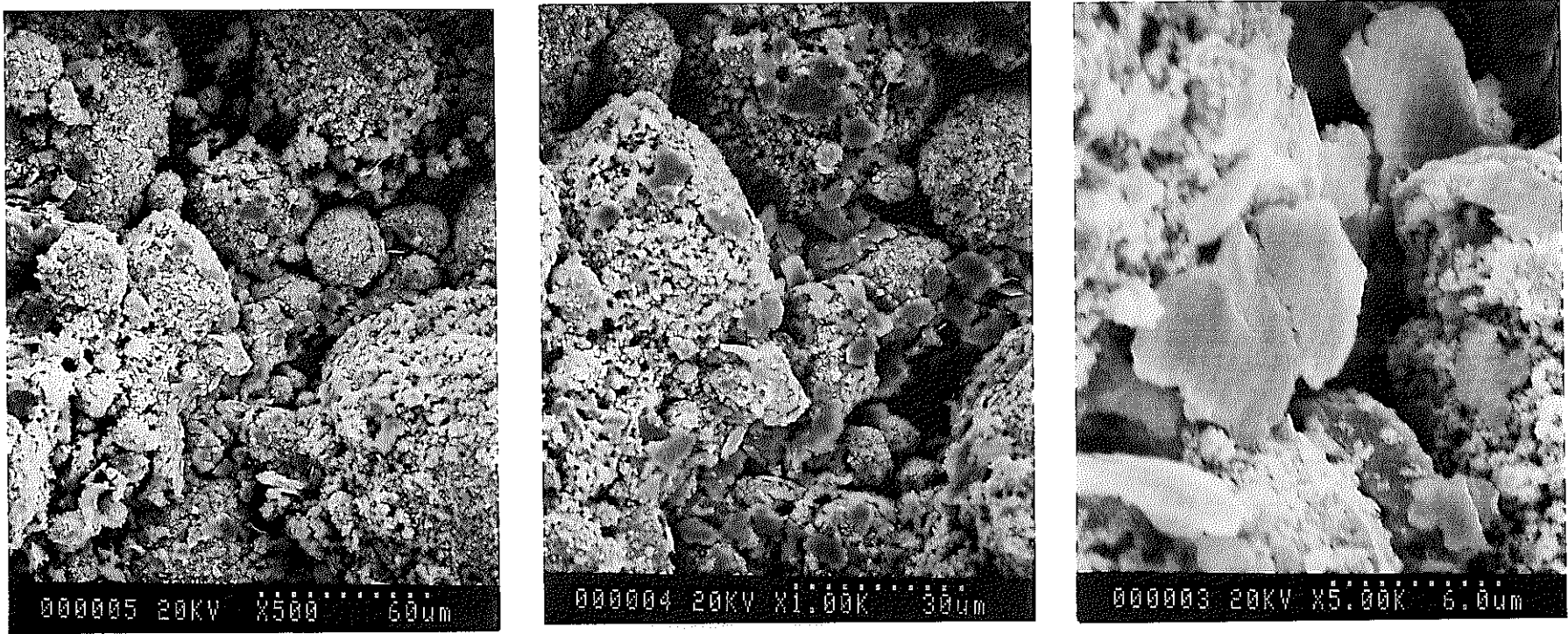


図15 SEM写真
工場均一化混合粉 L1E152

MZT 4 1 0 6

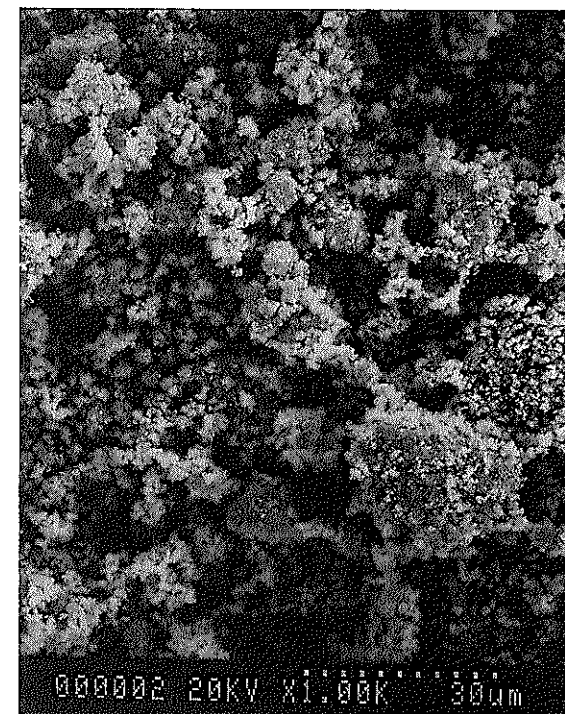
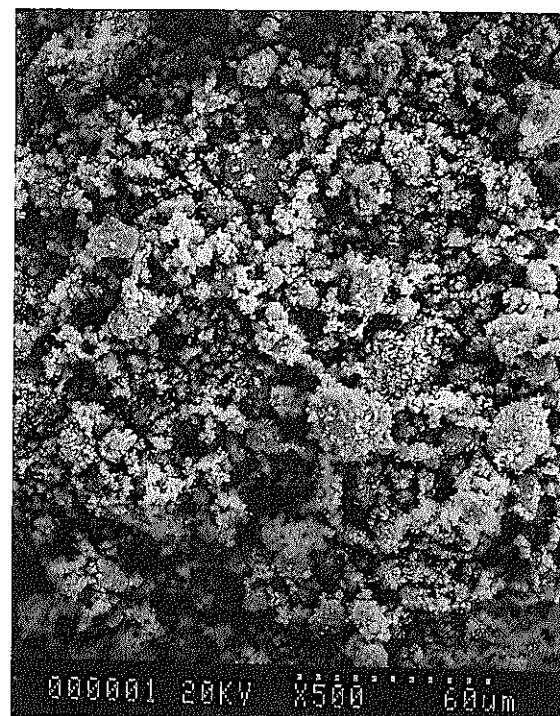
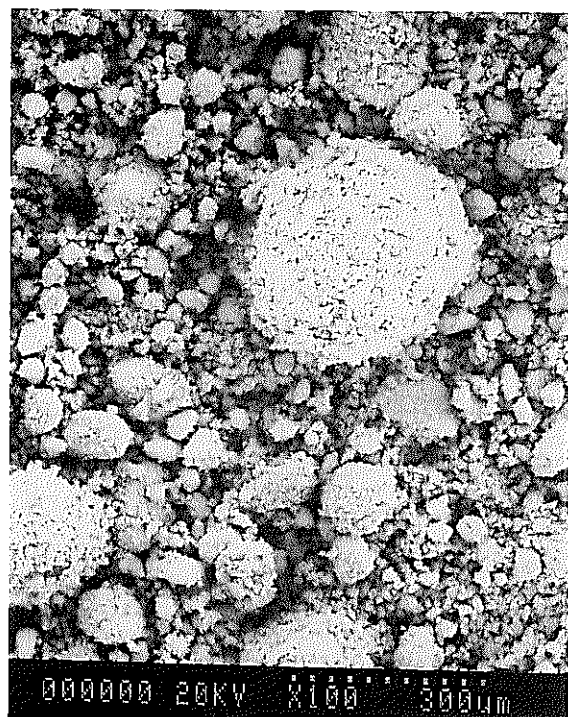


図16 SEM写真

乾回粉0wt% (ボールミル後)

MZT4106

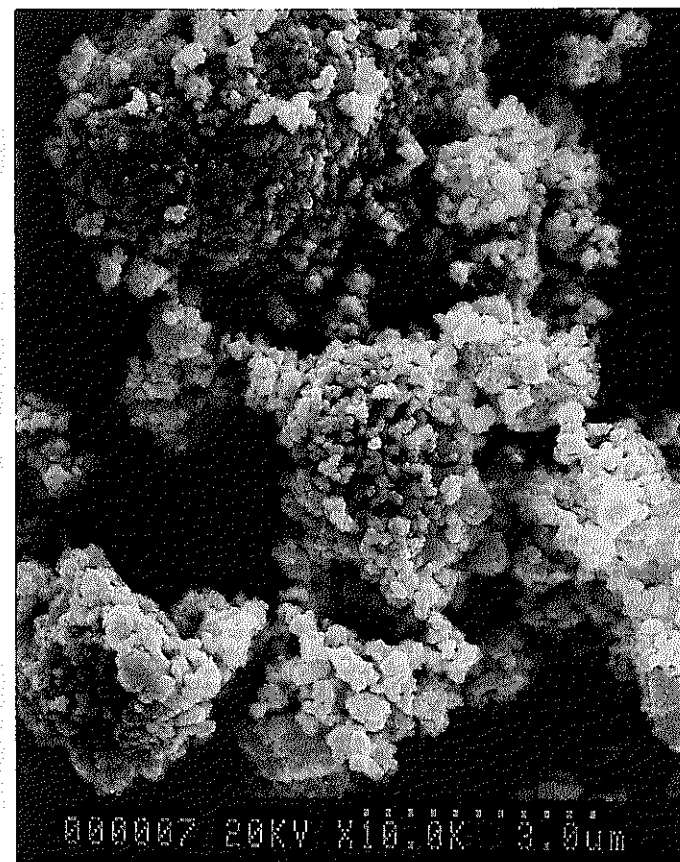
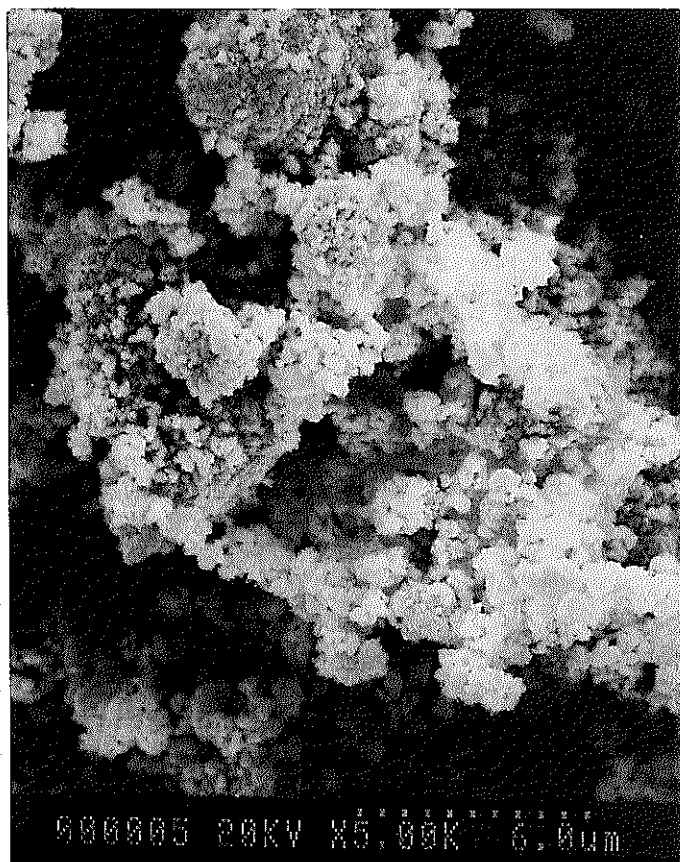


図16 SEM写真

乾回粉0wt% (ボールミル後)

MZT 4 1 0 3

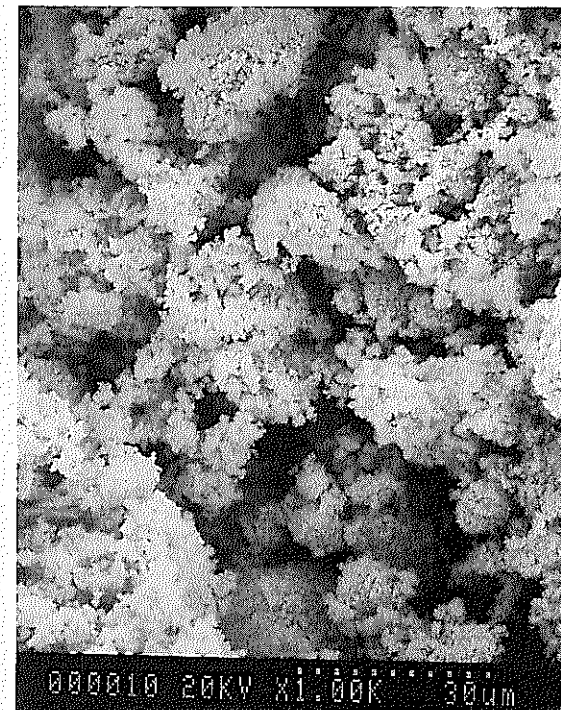
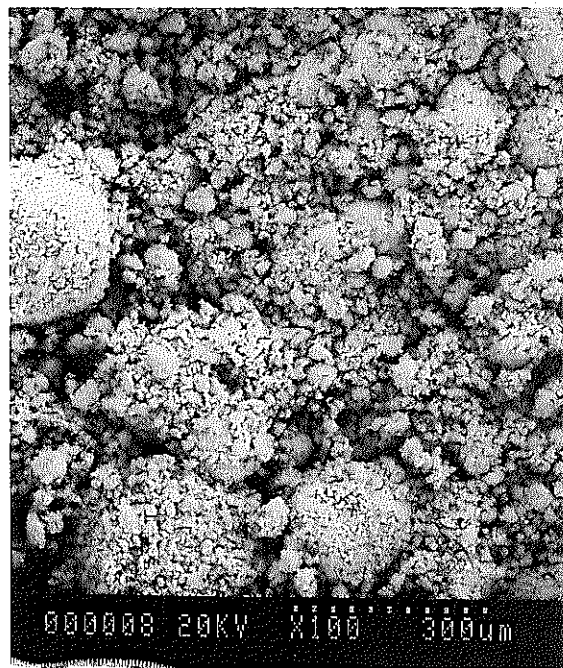


図17 SEM写真

乾回粉 20 wt % (ボールミル後)

MZT 4 1 0 3

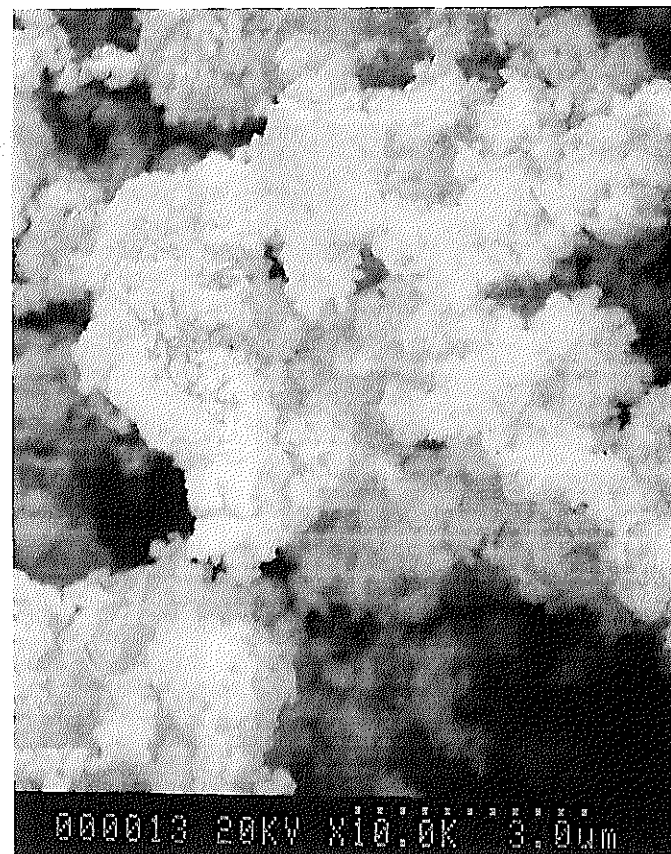
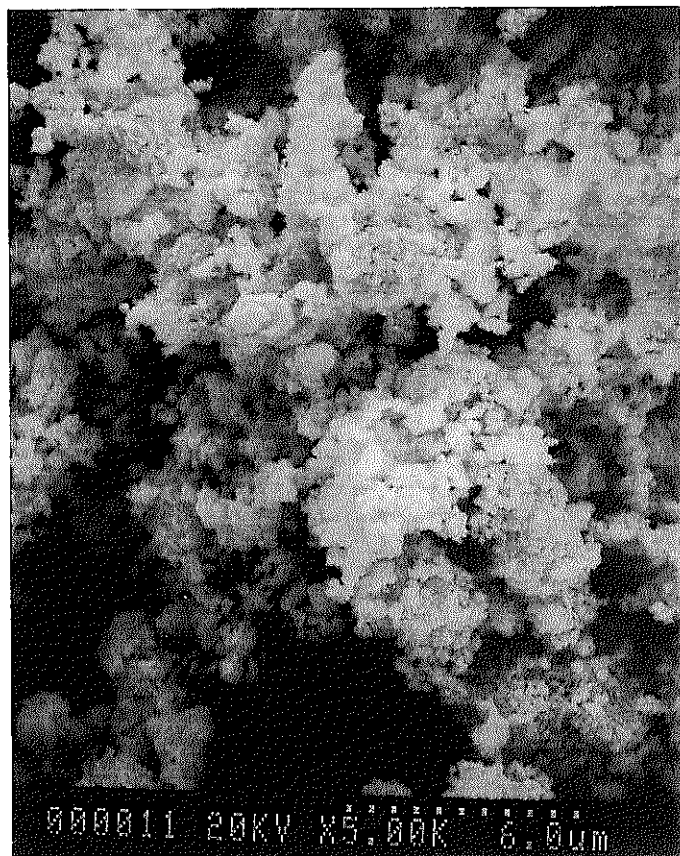


図17 SEM写真

乾回粉 20wt% (ボールミル後)

MZT 4 1 0 1

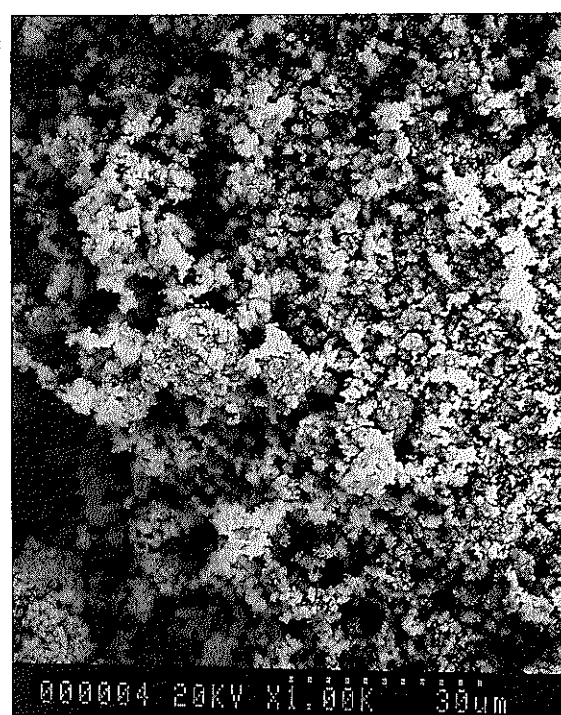
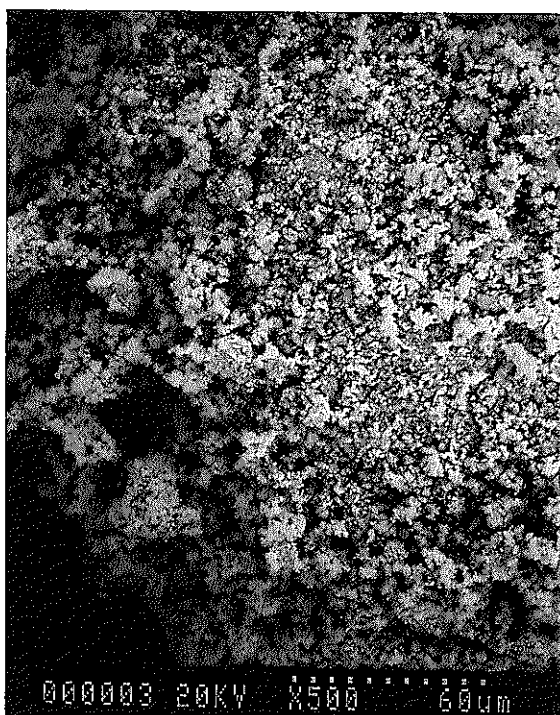
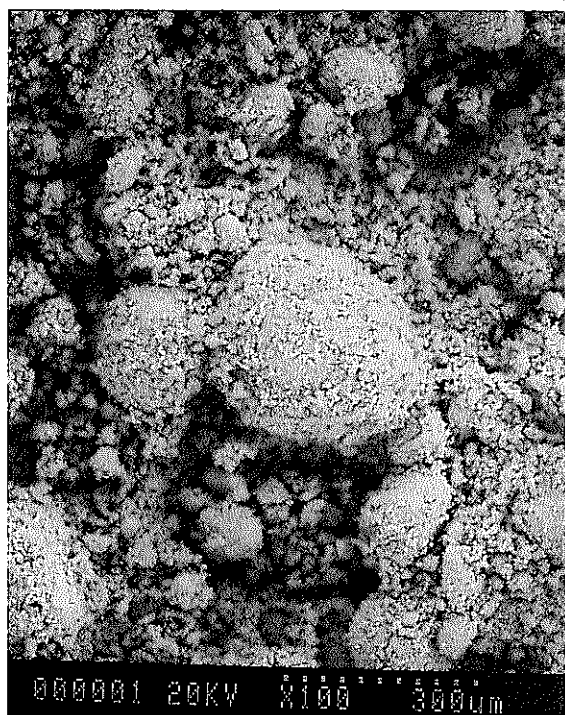


図18 SEM写真

乾回粉 4 0 w t % (ボールミル後)

MZT4101

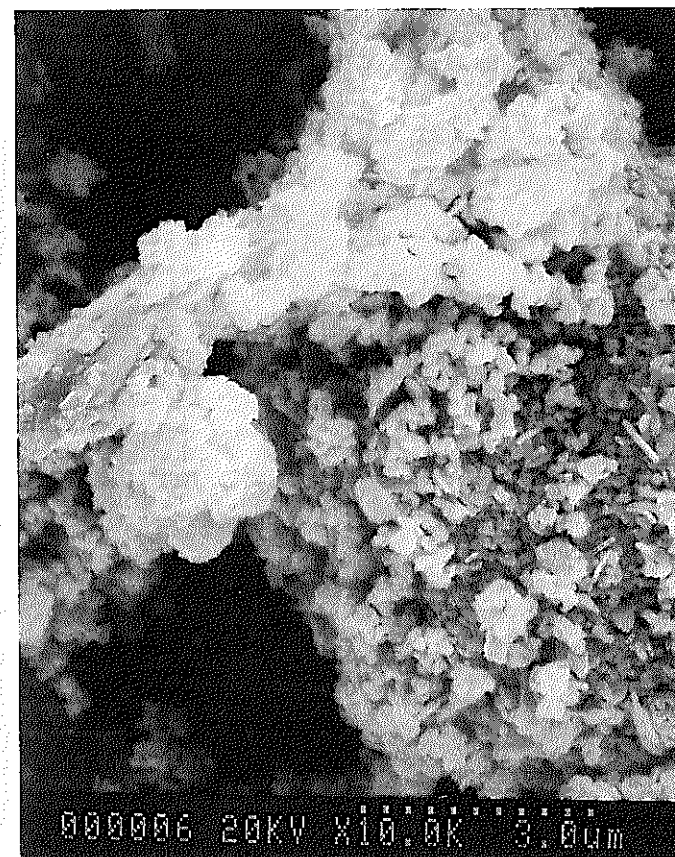
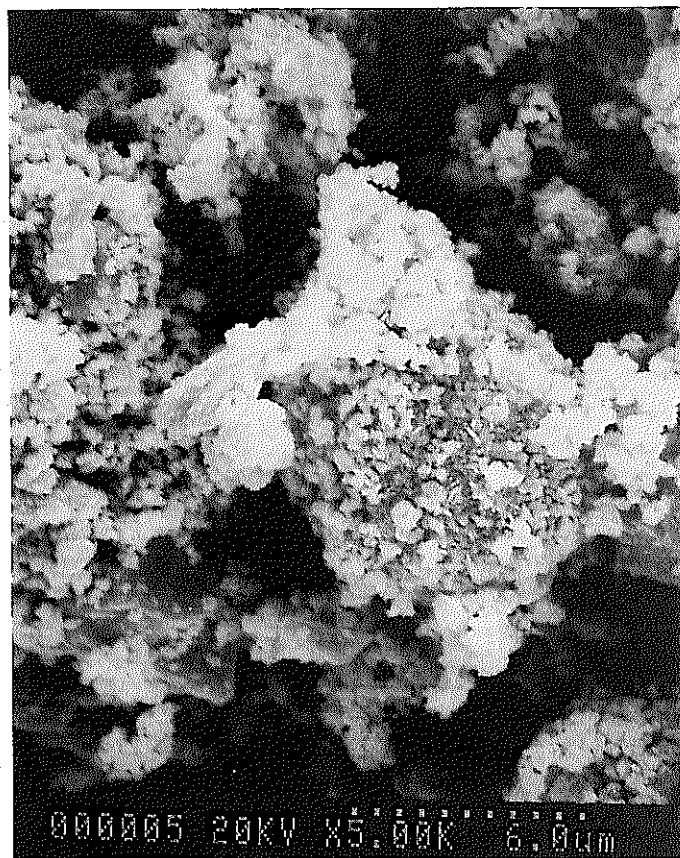


図18 SEM写真

乾回粉40wt% (ボールミル後)

MZT 4 1 0 8

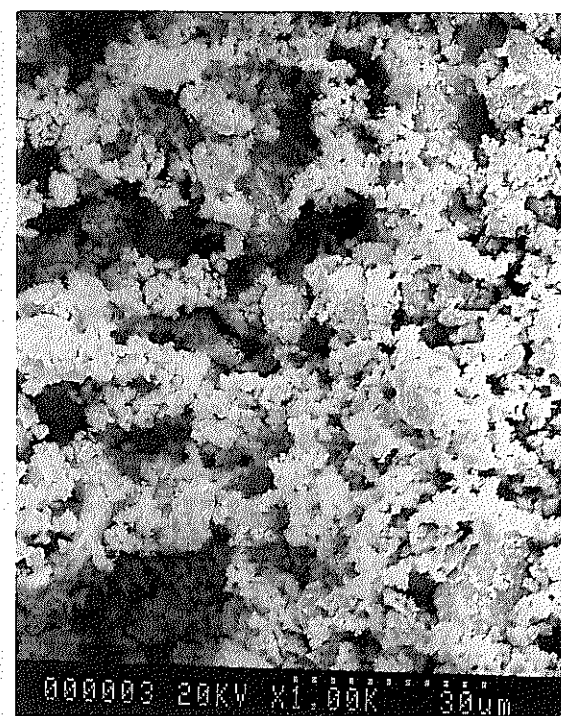
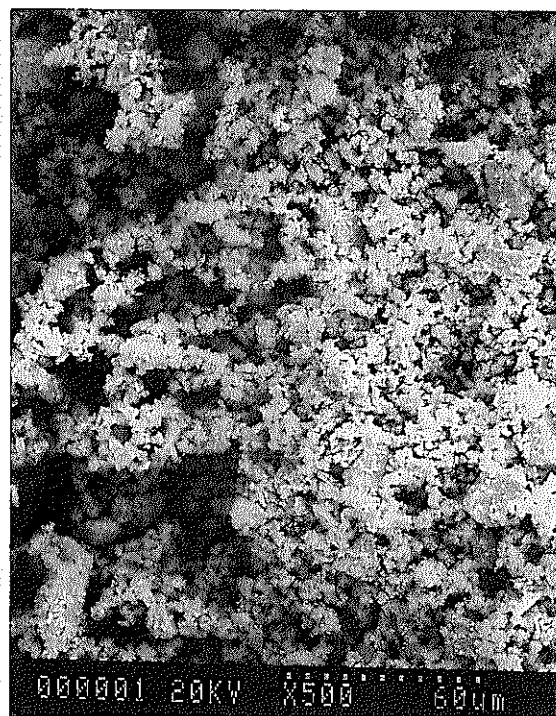
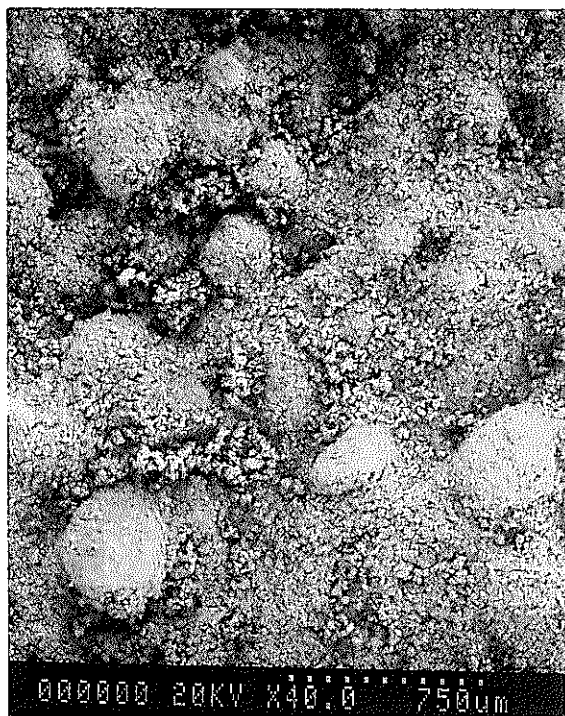


図19 SEM写真

乾回粉 100wt% (ボールミル後)

MZ T 4 1 0 8

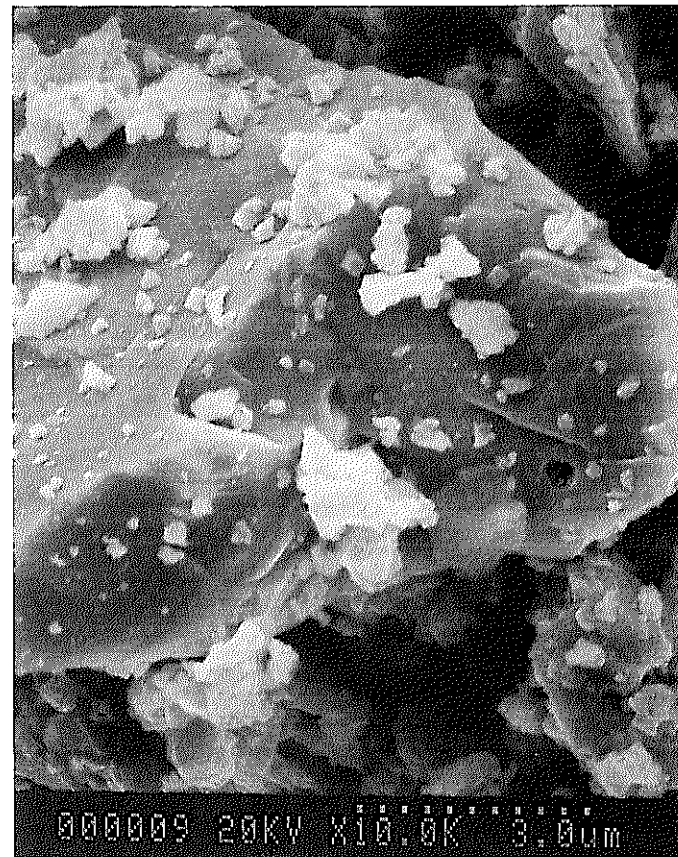
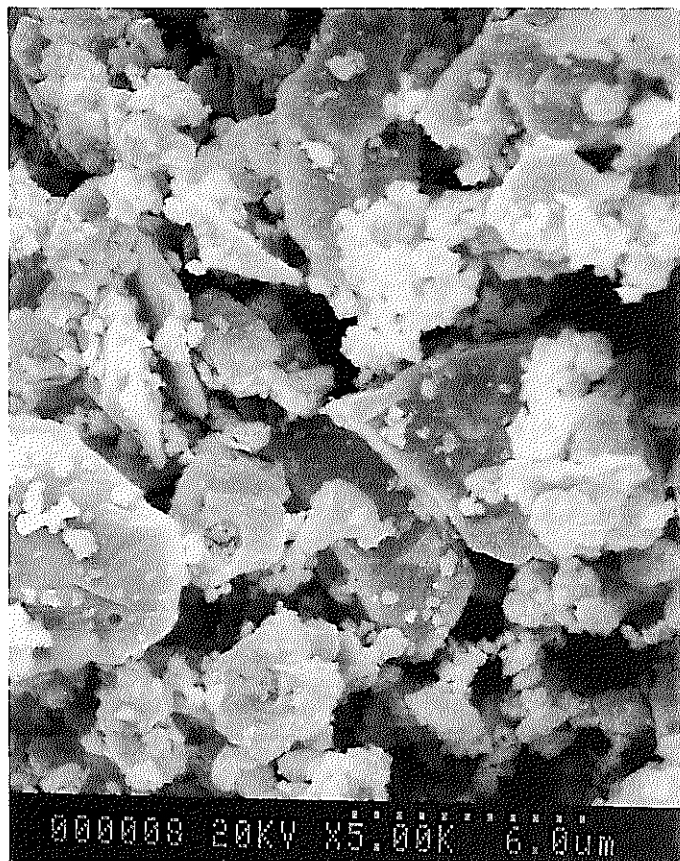


図19 SEM写真

乾回粉100wt% (ボールミル後)

①-2 ペレット密度について

原料粉末を所定のP u 富化度，乾式回収粉添加率になるように混合してペレットを製造した。製造したペレットのグリーン密度，焼結密度を表8に示す（なお成形圧は平均して3.2～3.4 ton /cm²であった）。

表8 ペレット密度

乾式回収粉 添加率(wt%)	p. f. 添加率(wt%)	グリーン密度 (%TD) [n=10]	焼 結 密 度 (%TD)
0	0	56.46 (0.107)	95.17 (0.119) [n=25]
	2.0	53.21 (0.119)	87.19 (0.175) [n=28]
20	0	60.59 (0.133)	94.12 (0.244) [n=20]
	1.0	58.11 (0.060)	87.02 (0.183) [n=27]
	2.0	56.45 (0.213)	83.43 (0.146) [n=28]
40	0	63.66 (0.214)	92.55 (0.452) [n=16]
	0.5	62.85 (0.065)	88.64 (0.206) [n=18]
	1.0	61.43 (0.073)	85.21 (0.278) [n=25]
	1.5	60.48 (0.141)	81.35 (0.369) [n=23]
	2.0	59.59 (0.120)	79.19 (0.236) [n=25]
100	0	69.93 (0.612)	89.96 (0.317) [n=17]

グリーンペレットについて、図20にp. f. 添加率とグリーン密度を、図21に乾式回収粉添加率とグリーン密度をプロットしたものを示す。これによるとグリーン密度はp. f. 添加率に対して直線的に減少しており、また乾式回収粉添加率に対しほぼ直線的に上昇していた。

焼結ペレットについて、図22にp. f. 添加率と焼結密度を、図23に乾式回収粉添加率と焼結密度をプロットしたものを示す。焼結密度については、乾式回収粉の添加率が大きくなるにつれて焼結密度が低くなり、また乾式回収粉添加率が高くなるほどp. f. 添加による密度降下割合も大きくなっていた（表9 参照）。

今回の試験結果と乾式回収粉添加試験Ⅱの結果と比較するために、図24にp. f. 添加率とグリーン密度を、図25にp. f. 添加率と焼結密度を、図26に乾式回収粉添加率と焼結密度をプロットしたものを示す。

これらの結果より、前回の試験（乾式回収粉添加試験Ⅱ）では乾式回収粉の添加率が異なるため比較は出来ないが、p. f. 添加に対するグリーン密度の変化は同じであった。また、焼結密度をみると前回の試験のほうが密度は高くなっているが、この原因の一つは、焼結温度が今回の試験に比べて約40℃ほど高いためである。しかし、表10に示すように前回の試験と比較して今回の試験では、乾式回収粉を40wt% 添加した場合のp. f. 添加率1wt%当りの密度降下割合と、p. f. を添加したときの乾式回収粉の添加率10wt% 当りの密度降下の割合が大きくなっていた。これは、今回の試験で用いた乾式回収粉で発生しているミミズ状ポアの影響によると考えられる。

表 9 乾式回収粉, p. f. 添加率と焼結密度

p. f. 添加率(wt%) 乾回粉 添加率(wt%)	0	2.0	p. f. 添加による 密度降下 (%TD)
0	95.17	87.19	7.98
40	92.55	79.19	13.36
乾回粉添加による 密度降下 (%TD)	2.62	8.00	

表10 乾式回収粉, p. f. 添加率と焼結密度の比較

	p. f. 添加率 1 wt% 当りの密度降下 (%TD)		乾回粉添加率10wt% 当りの密度降下 (%TD)	
	乾回粉添加無しの場合	乾回粉添加有りの場合	p. f. 添加無しの場合	p. f. 添加有りの場合
乾式回収粉 添加試験Ⅱ	4.38	5.32	0.69	1.05
今回の試験	3.99	6.68	0.66	2.00

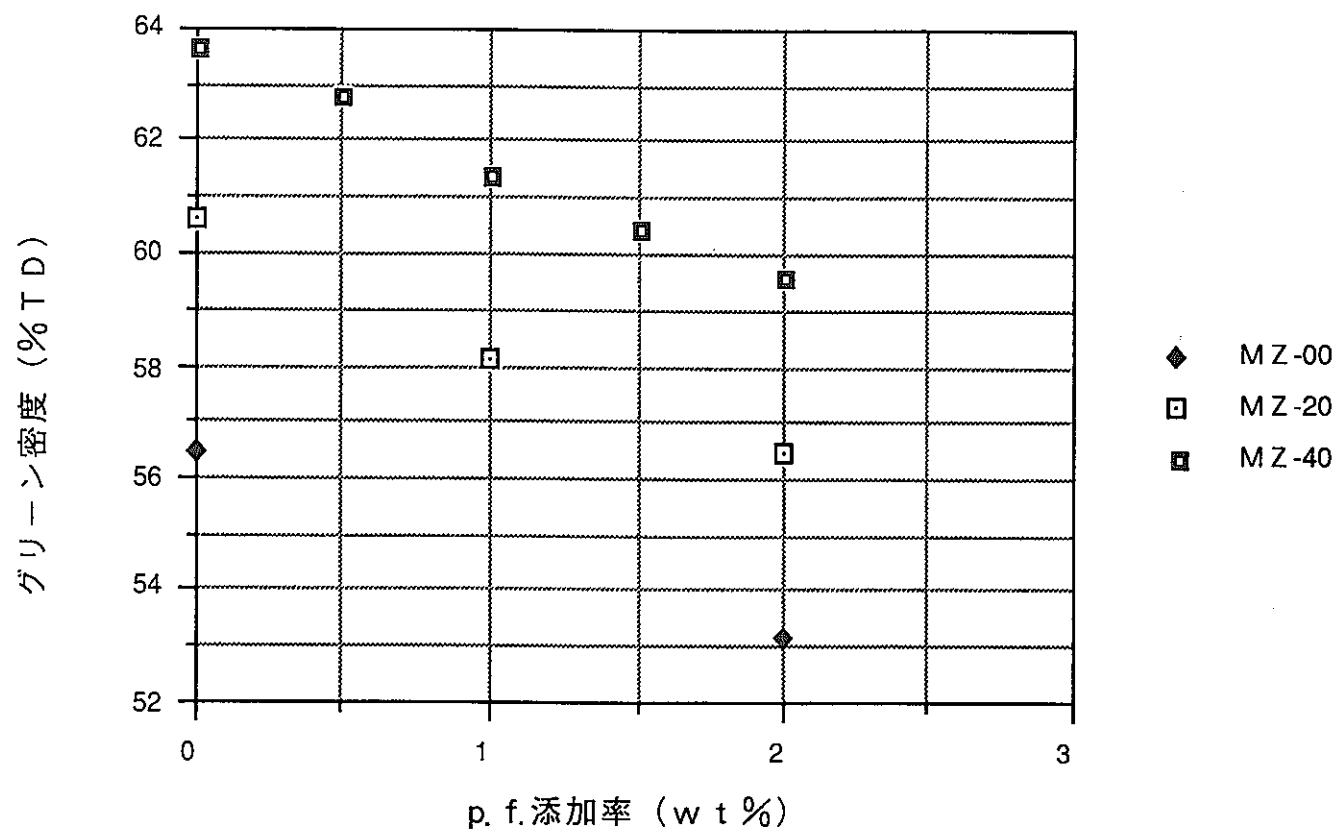


図20 p. f. 添加率とグリーン密度

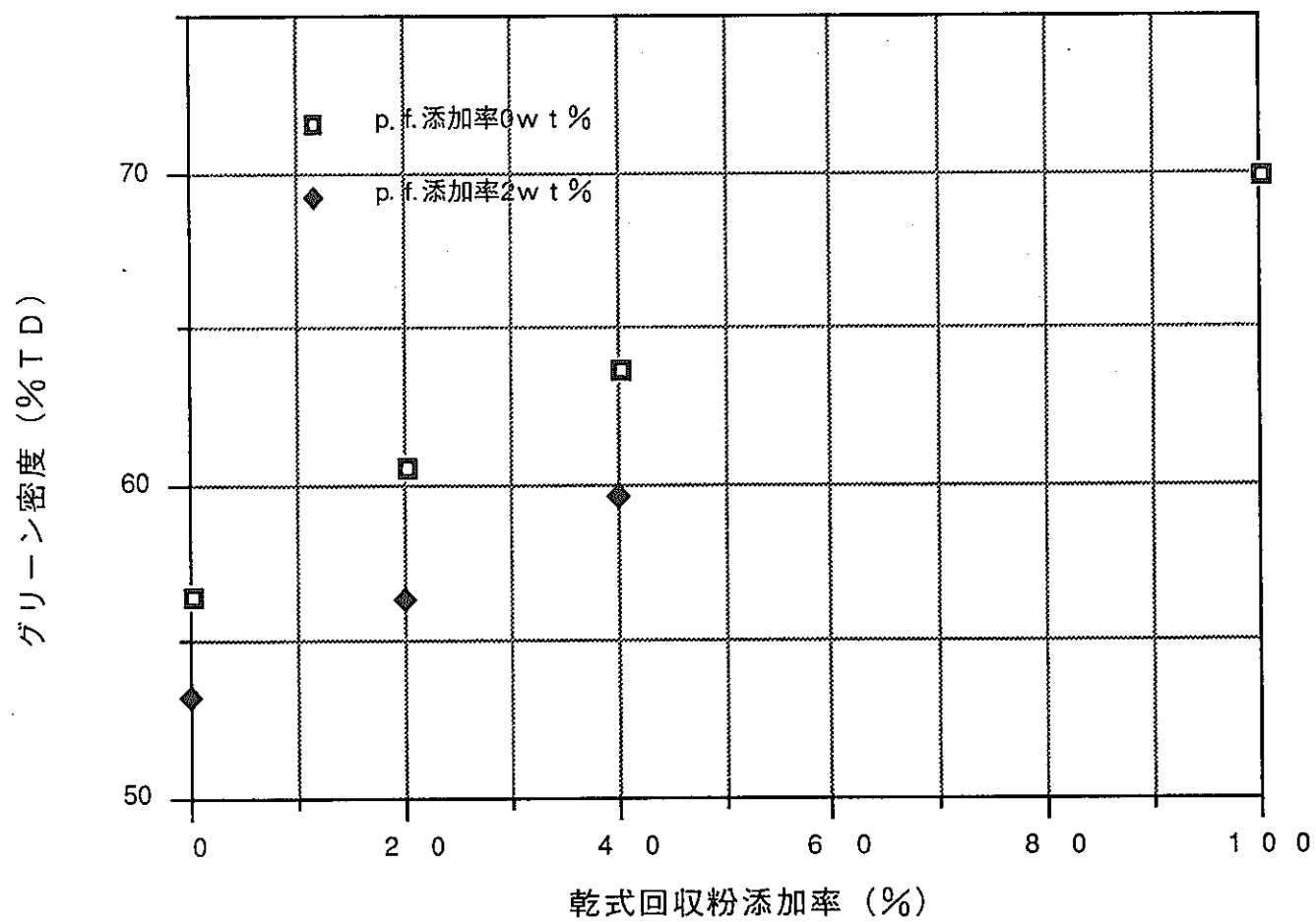


図21 乾式回収粉添加率とグリーン密度

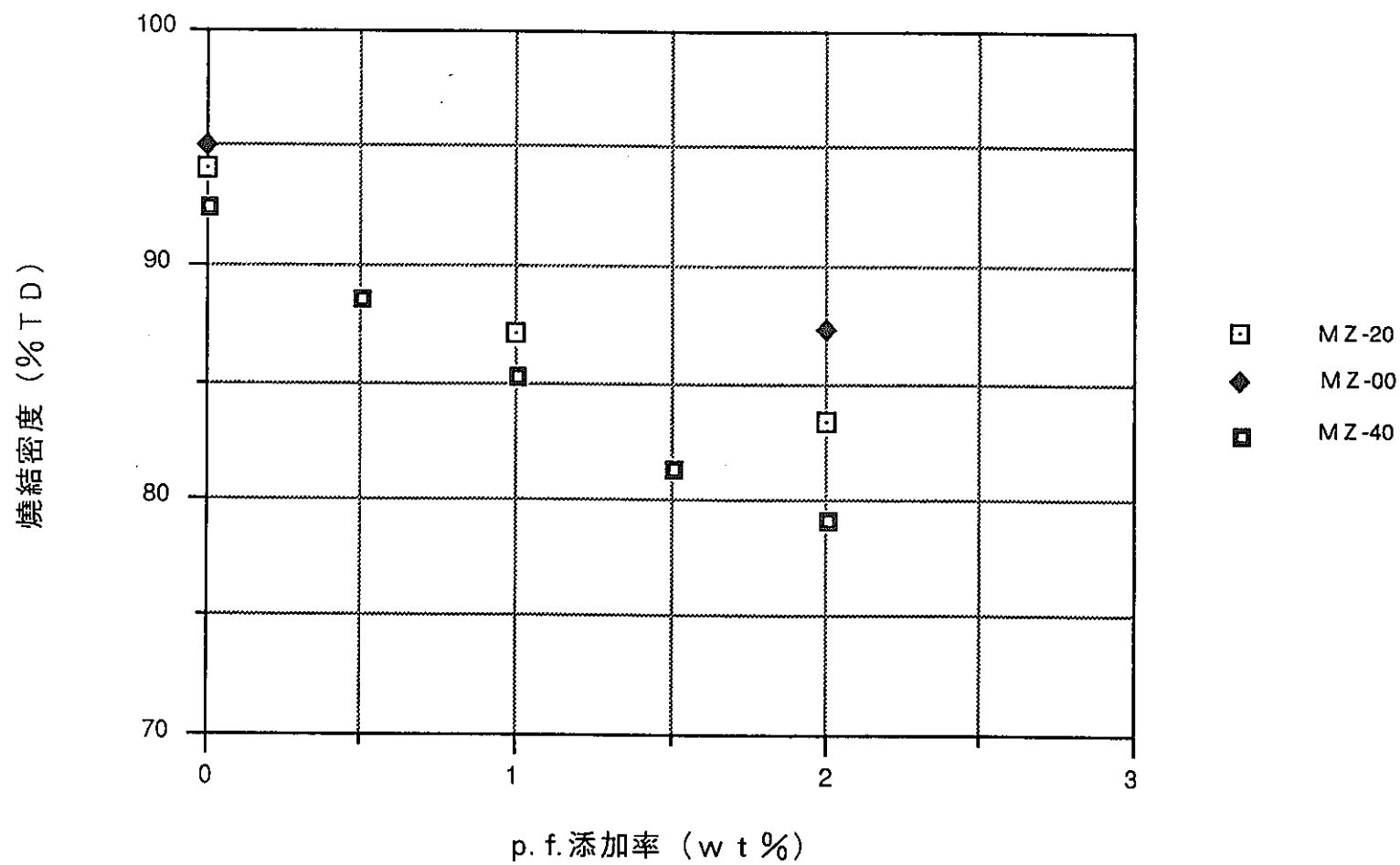


図22 p.f. 添加率と焼結密度

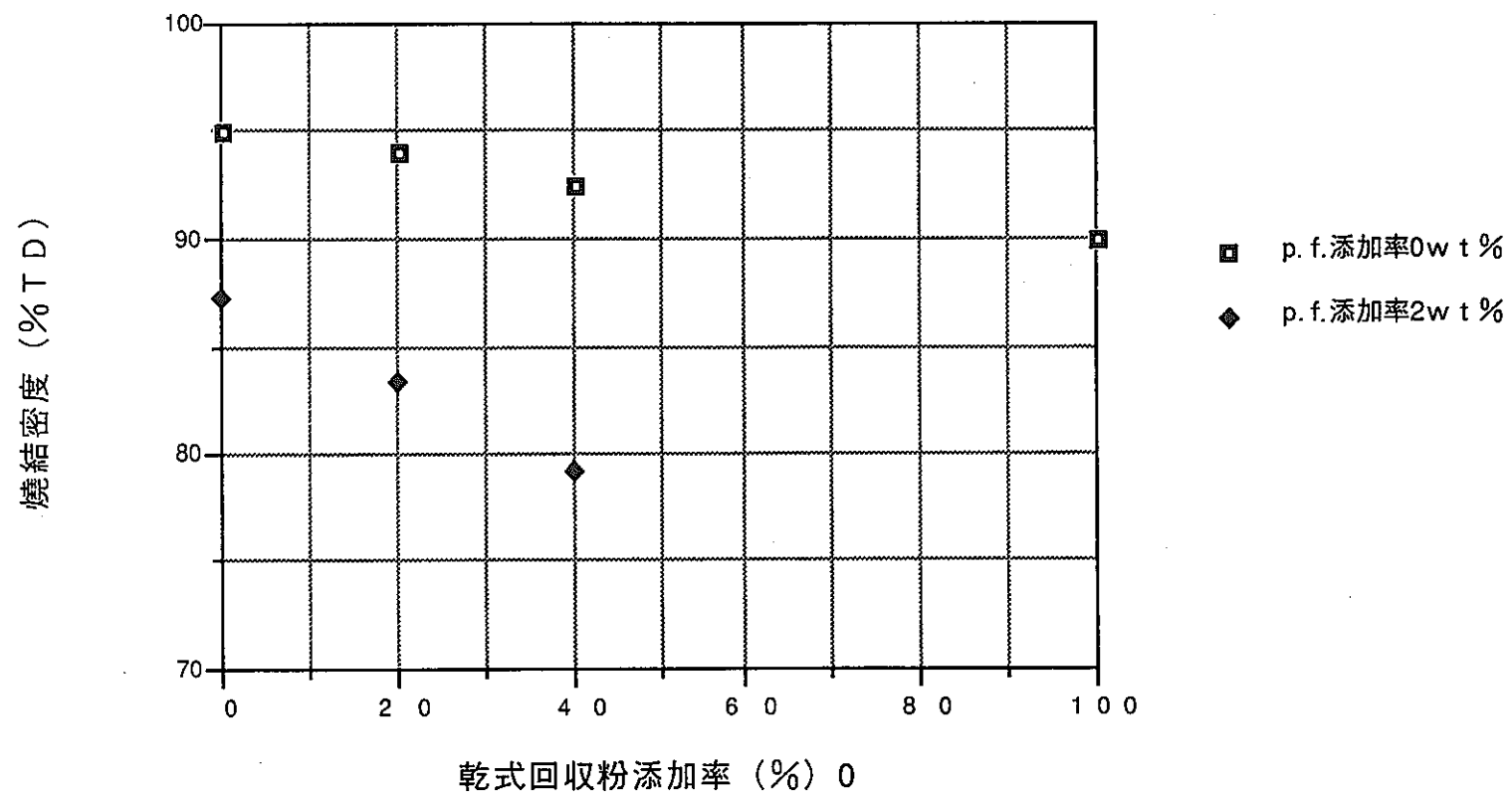


図23 乾式回収粉添加率と焼結密度

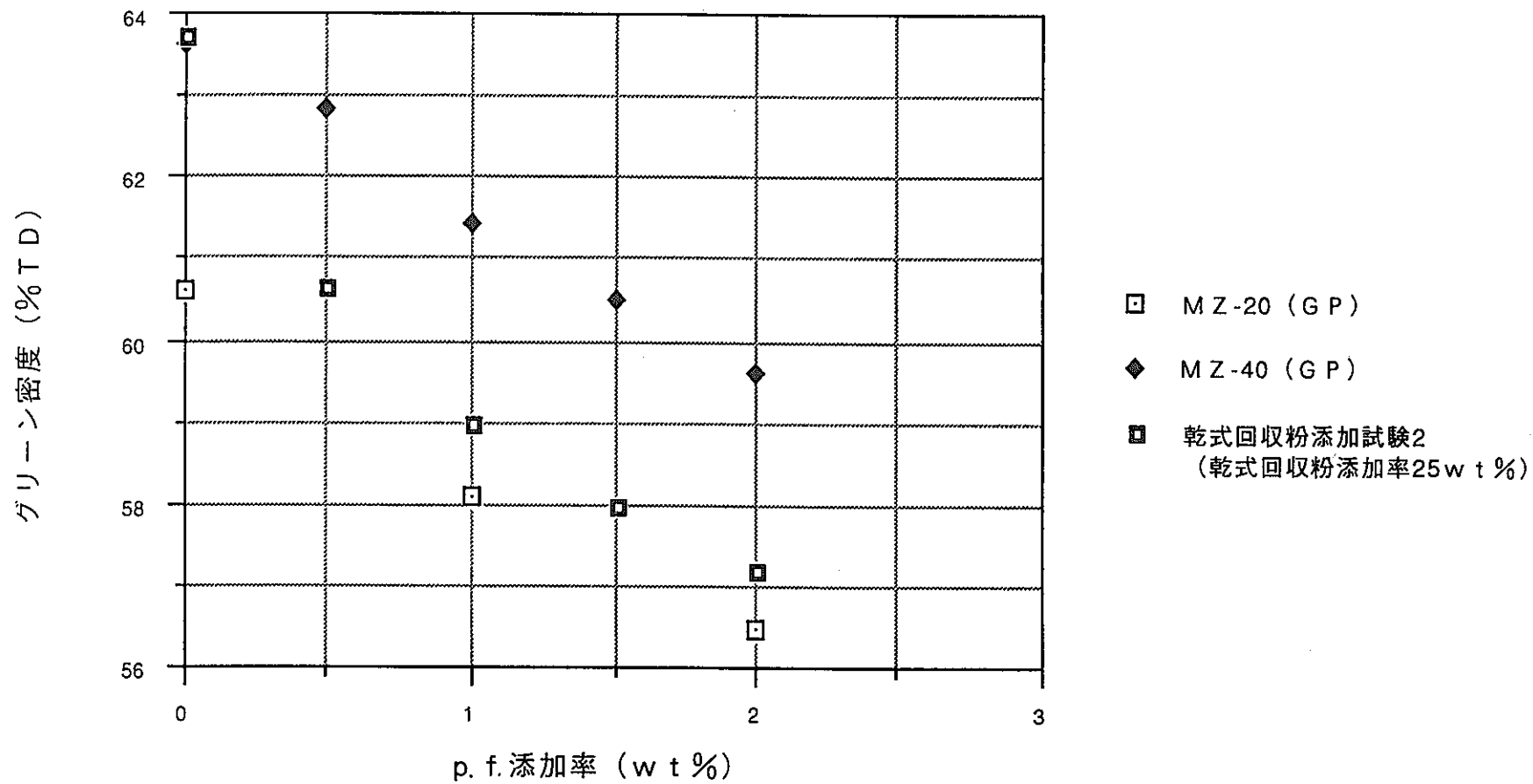


図24 グリーン密度の比較

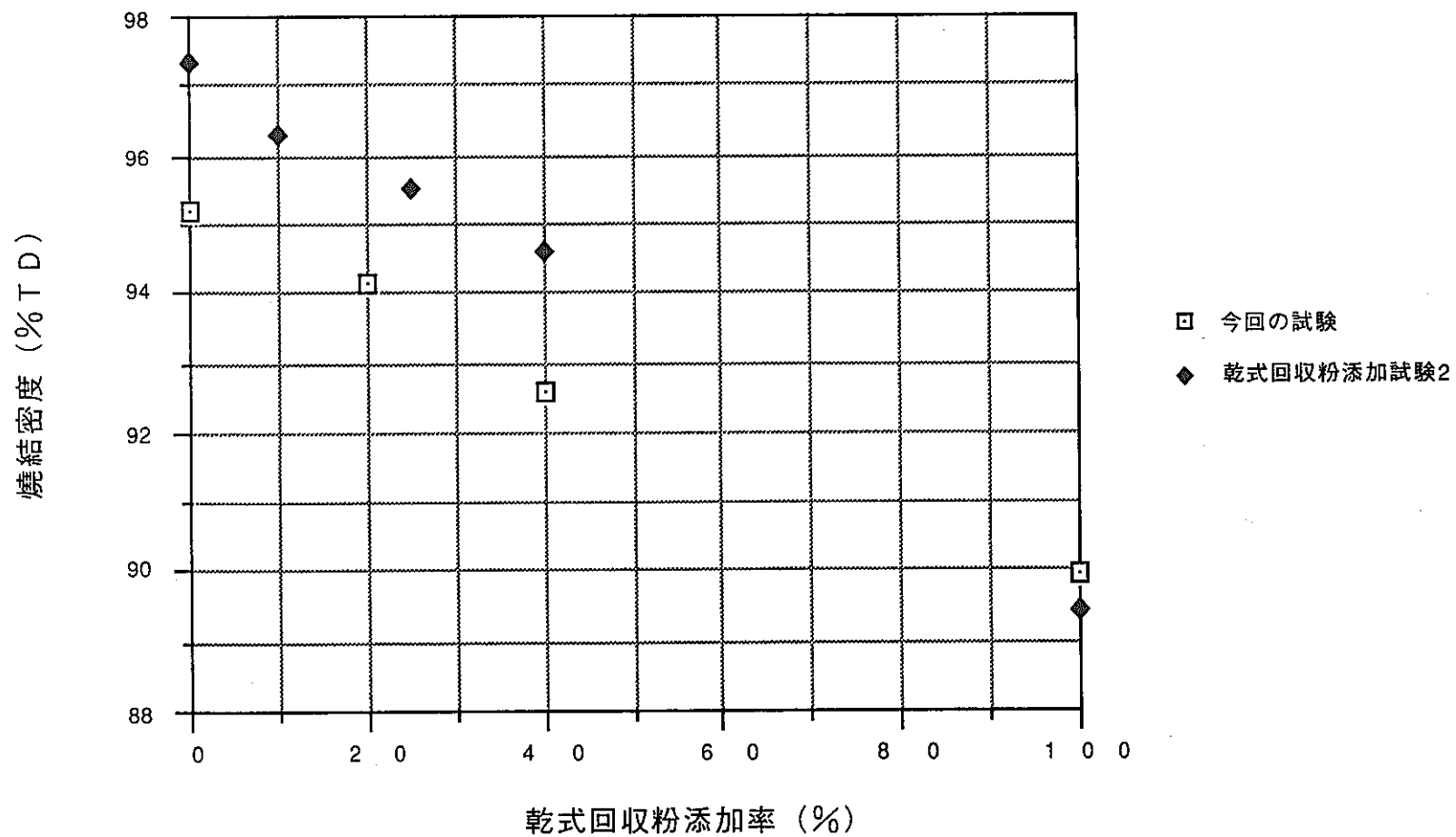


図25 燒結密度・乾式回収粉添加率 (p. f. 添加率 0 w t %)

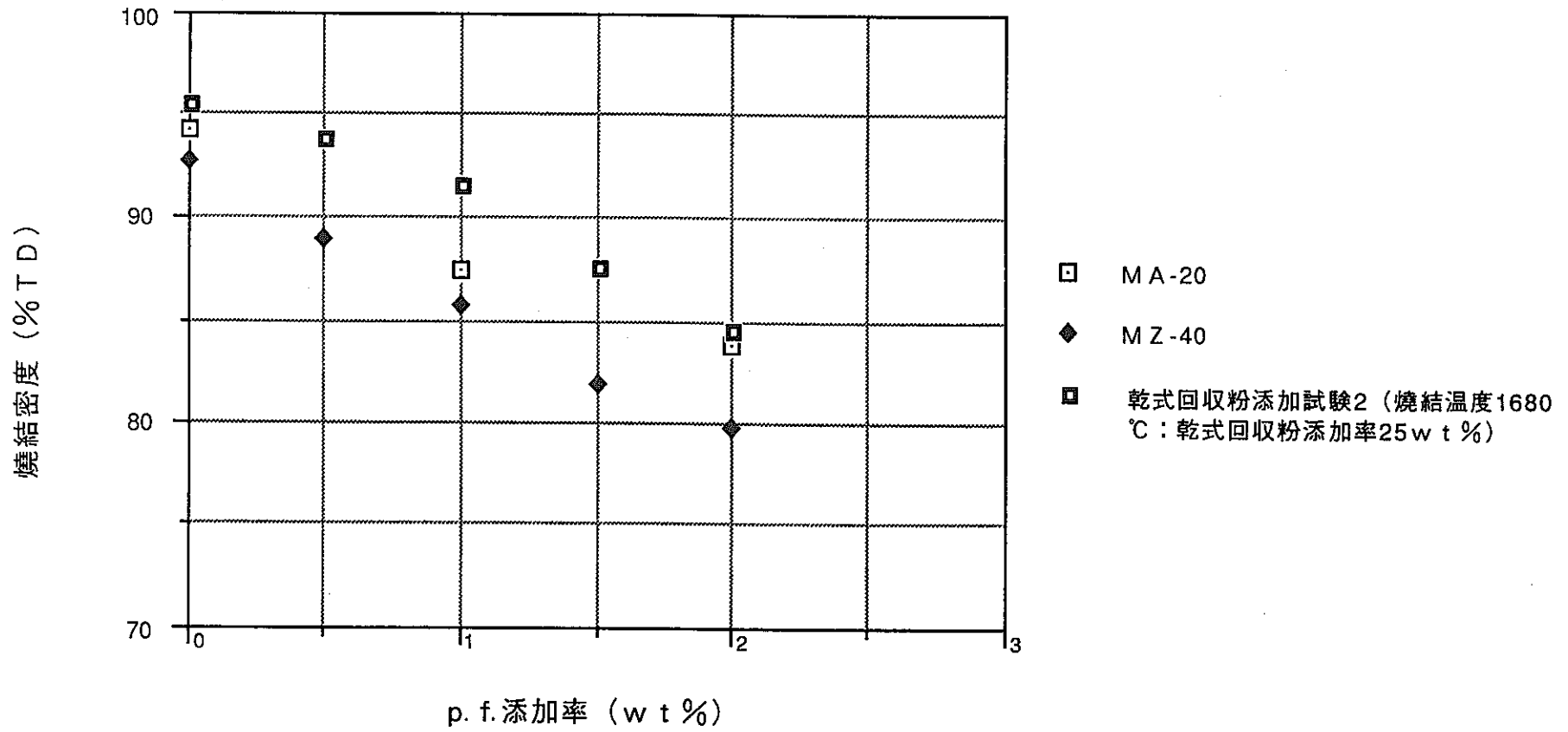


図26 焼結密度の比較

①-3 金相観察等分析結果について

表11に金相観察結果、O/M分析結果を示す。また、図27～図37にそれぞれの金相写真を示す（試験条件と金相写真の番号は表11を参照）。金相観察での観察結果はP u工場検査課での評価を参考にした。

金相観察では、ボイド分布、粒界分布はどの条件のペレットにおいても均一であった。結晶粒径は、約4～6 μm の範囲であった。また、どのペレットにおいても細かな気孔が確認された。この小さな気孔は、p. f. 添加率0wt%のペレットでも同じように観察されている。このような小さな気孔が発生した原因については、粒成長の過程で生じたのか、添加剤の影響なのかは不明である。図27、28の乾式回収粉添加率0wt%のペレットと図37の乾式回収粉添加率100wt%（乾式回収粉のみで製造した）のペレットでは、結晶粒径がほぼ一定であるのに対し、その他のペレットでは結晶粒径に比較的バラツキのあるのが観察された。図38にp. f. 添加率と結晶粒径を、図39に乾式回収粉添加率と結晶粒径をプロットしたものを示す。p. f. 添加率と結晶粒径では、乾式回収粉添加率40wt%（MZ-40）においてp. f. 添加率が多くなると結晶粒径が小さくなる傾向が見られたが、他の条件ではこの傾向は確認されなかった。ところが、金相写真において比較的結晶粒径が大きな部分と結晶粒径の細かい部分の二重構造が確認できることから、結晶粒径の平均値を持ってしてp. f. 添加率が多くなると結晶粒径が小さくなる傾向があるということに現象論的な意味はないであろう。また、乾式回収粉の添加率が大きく、p. f. 添加率が大きくなるに従ってミミズ状のポアの発生が顕著になっていた。しかし、p. f. 添加率2wt%でも乾式回収粉添加率が0wt%のペレットでは、ミミズ状のポアの発生は認められなかった。ここでも、先に再現性試験のところで述べたミミズ状のポア両側で結晶粒径が異なる現象が確認された。

これらの金相観察の結果より、ミミズ状ポア発生には乾式回収粉が大きな影響を及ぼしているものと考えられる。

図40にp. f. 添加率とO/M値を、図41に乾式回収粉添加率とO/M値をプロットしたものを示す。p. f. 添加率0wt%、乾式回収粉の添加率0wt%のロットにおいてO/M値が1.86と極端に低い値を示したが、再分析を実施していないため正確な評価は出来なかった。この点を除くと、O/M値はp. f. 添加率が多くなると低くなる傾向が確認された。これは、ペレット中に存在する炭素（C）の影響によるものと推定される。一方、O/M値と乾式回収粉添加率の間にはハッキリとした相関関係は確認できなかった。結果として、O/M値とミミズ状ポア発生についての関係は認められなかった。

以上の金相観察などの結果から、ミミズ状ポアの発生する条件としては、今回の試験では乾式回収粉添加率20wt%でp. f. 添加率2 wt%の場合、乾式回収粉添加率40wt%でp. f. 添加率が1 wt%以上で明らかにミミズ状ポアの発生が確認された。このことから、焼結の進んだペレットからの（活性が低い）乾式回収粉を用いた場合において、乾式回収粉添加率が高くなるにつれて、p. f. 添加率が低くても発生しやすくなると推定されるが、このp. f. 添加が発生条件になるかについては明らかではない。今回の試験で得られた結果については、ポアフォーマによって形成されるポアの影響かポアフォーマ分解時に放出されるガスの影響なのかについては不明である。この点も含めて定量的にどのような性状の乾式回収粉を用いた場合にミミズ状ポアが発生するのか、またp. f. 添加がミミズ状ポアに影響を与えるのかについては、今後の試験を行って解明してゆく必要がある。また、ミミズ状ポアと結晶粒径の二重構造（粒径の大きな部分と小さな部分が存在する）については、粉末の粒径（結晶の粒径）の違いによる収縮速度（緻密化の速さ）の違いが原因と考えられ、この収縮速度の違いがミミズ状ポア発生に影響を与えていると推定される。このような現象については、一般のセラミック業界でも製品の緻密化についての研究として行われている¹⁾。

表11 金相観察, O/M測定結果

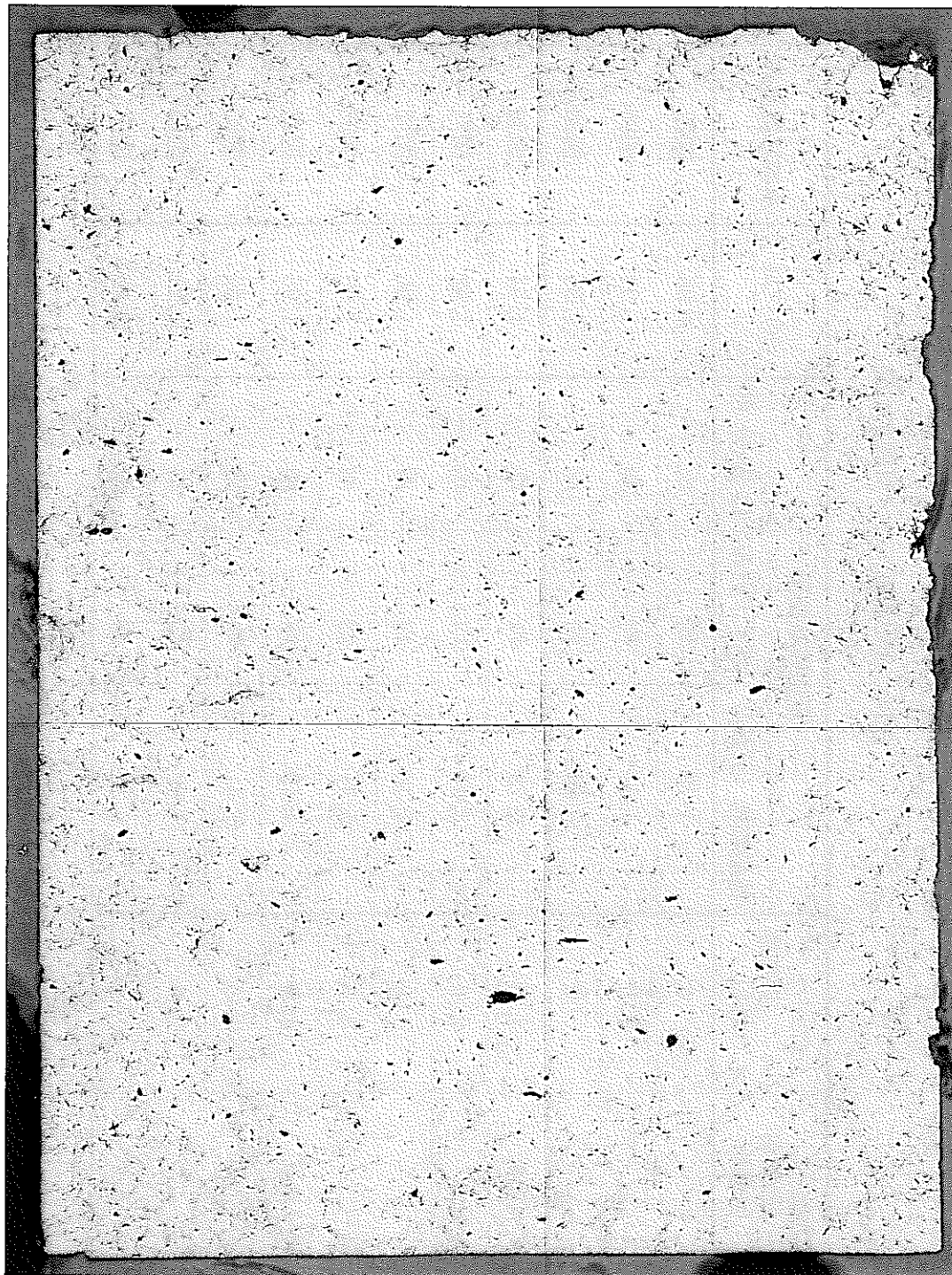
乾回粉 添加率 (wt%)	ポワフォーム 添加率 (wt%)	金相観察結果			O/M	金相写真番号	試料No.
		結晶粒径 (μm)	ボイド分布	粒 界 分 布			
0	0	3.78	均 一	均 一	1.86	図27	MZT6109
	2.0	4.02	均 一	均 一	1.94	図28	MZT6110
2.0	0	3.85	均 一	均 一	1.95	図29	MZT6106
	1.0	4.23	均 一	均 一	1.94	図30	MZT6108
	2.0	3.97	均 一	均 一	1.92	図31	MZT6107
4.0	0	6.38	均 一	均 一	1.96	図32	MZT6101
	0.5	5.81	均 一	均 一	1.95	図33	MZT6102
	1.0	4.49	均 一	均 一	1.95	図34	MZT7103
	1.5	5.41	均 一	均 一	1.92	図35	MZT6104
	2.0	4.92	均 一	均 一	1.91	図36	MZT6105
10.0	0	6.18	均 一	均 一	1.96	図37	MZT6111

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT6109

MACRO



MACRO

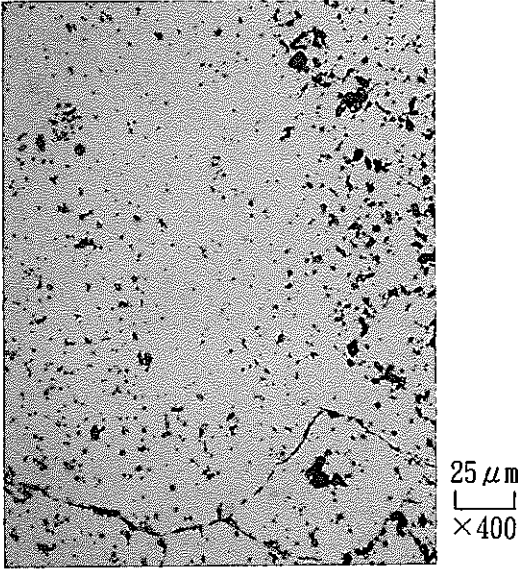
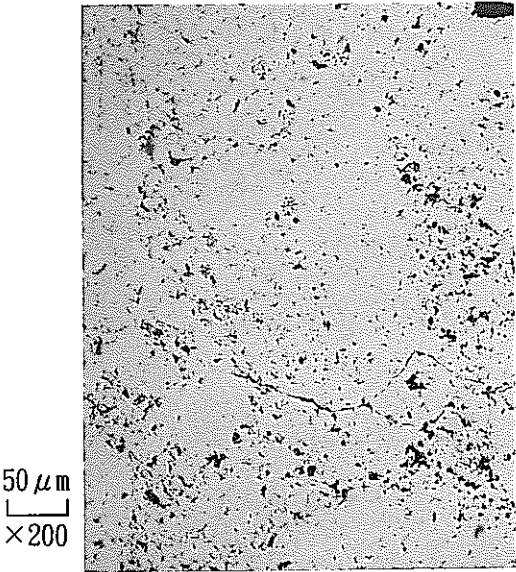
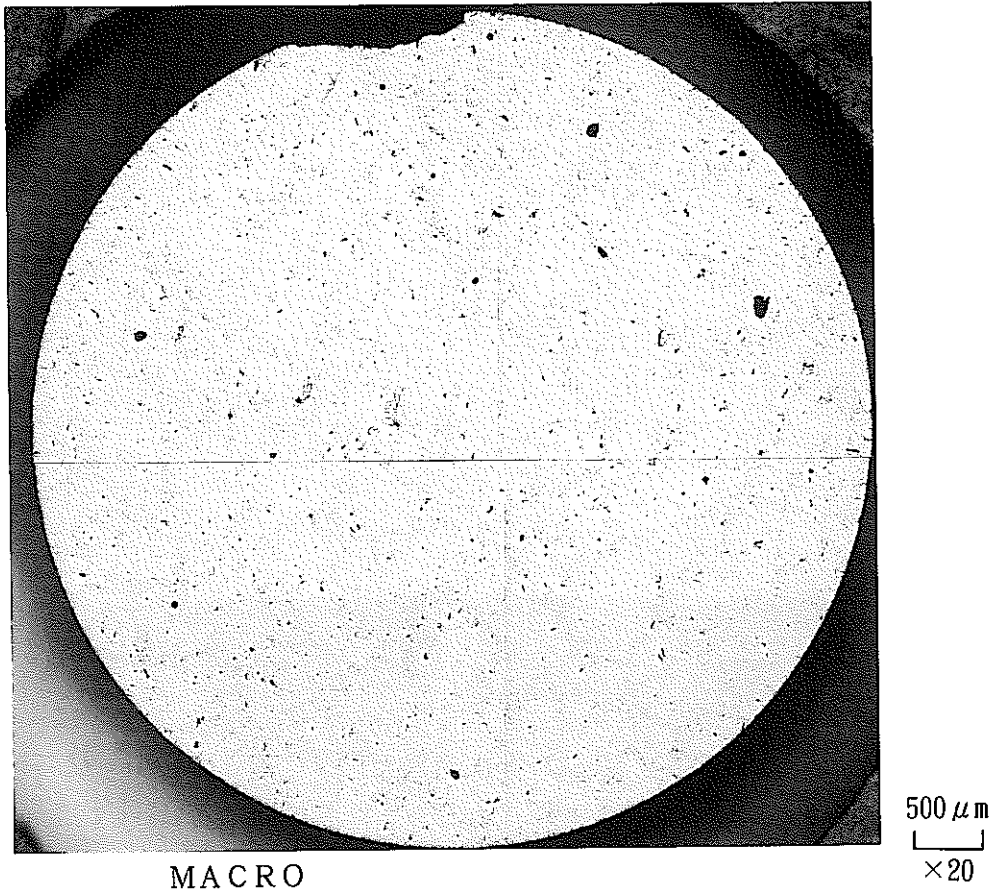
500 μ m
×20

図27 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

M Z T 6 1 0 9



MICRO

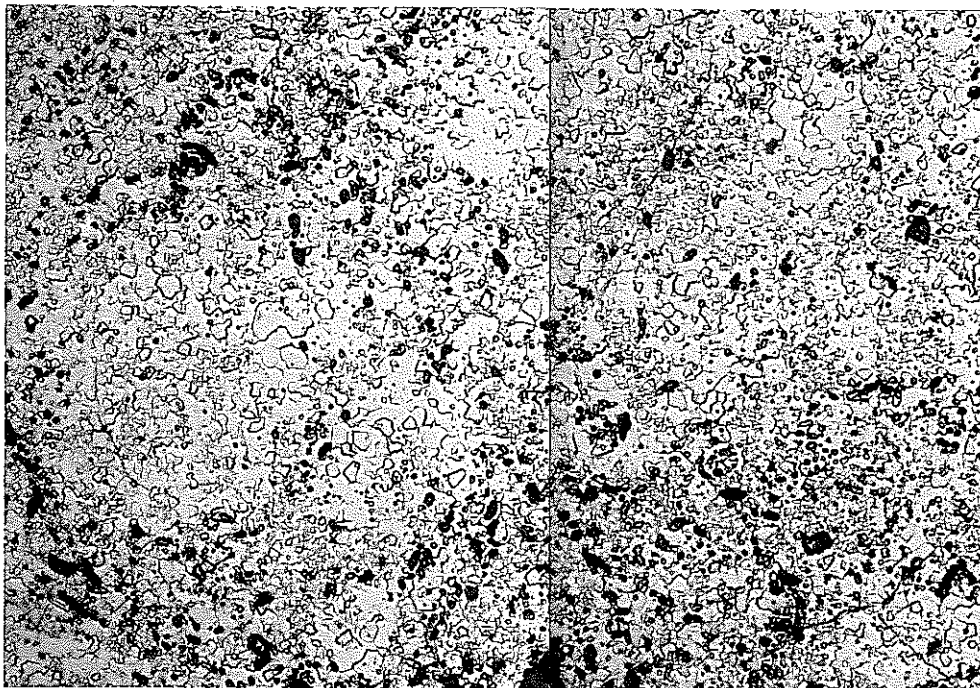
図27 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

MICRO

MZT 6 1 0 9



25 μ m
×400

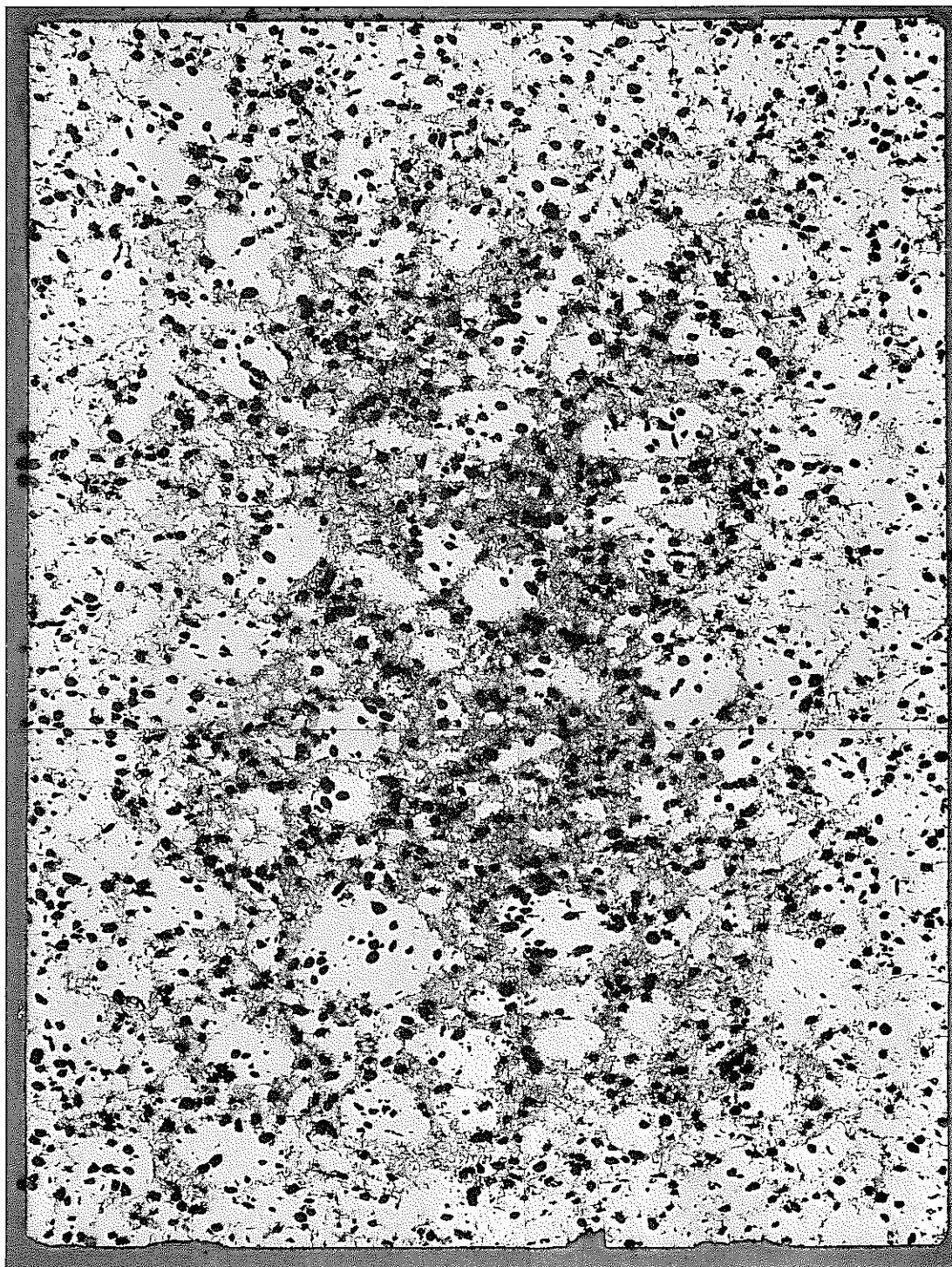
図27 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT 6 1 1 0

MACRO



MACRO

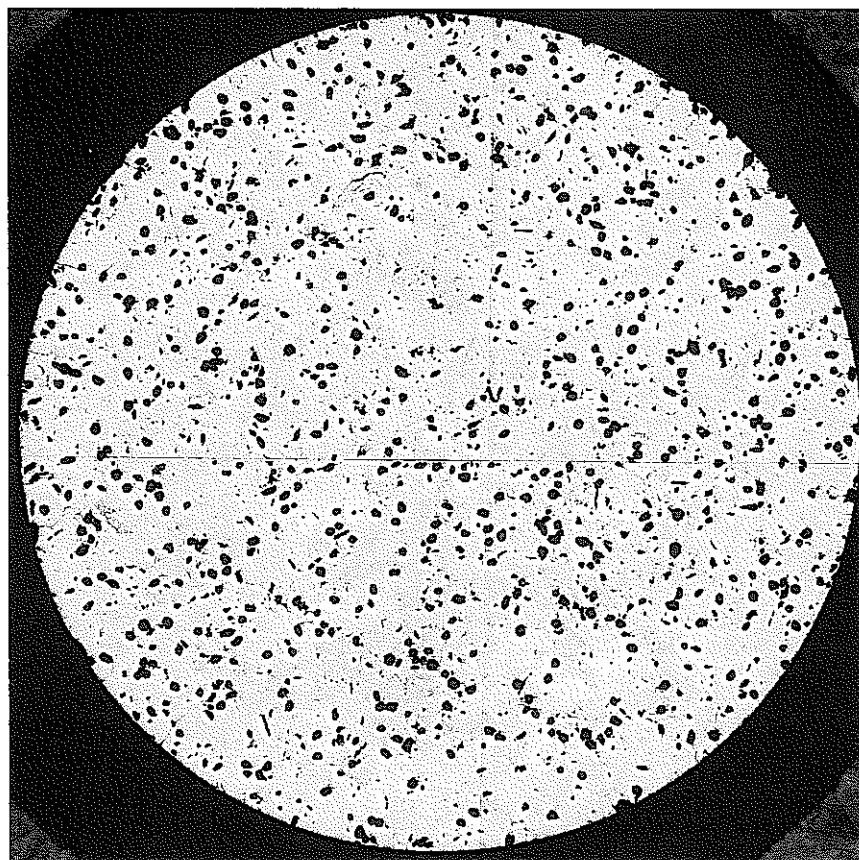
500 μ m
×20

図28 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

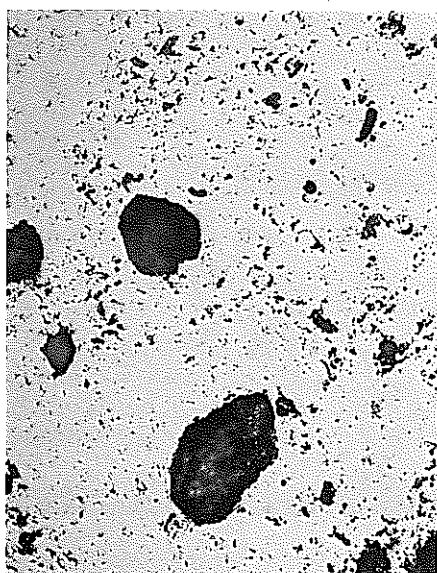
As Polished

MZT 6 1 1 0

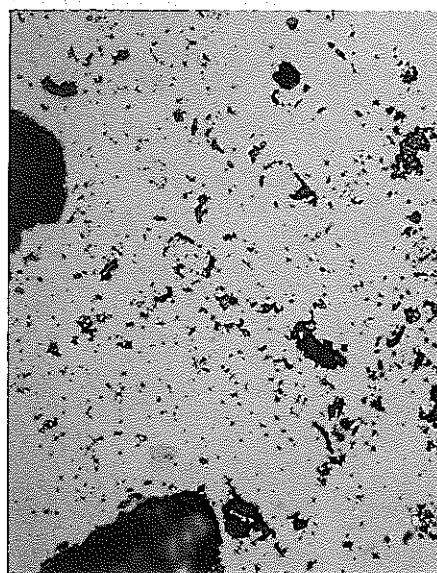


500 μm
×20

MACRO



50 μm
×200



25 μm
×400

MICRO

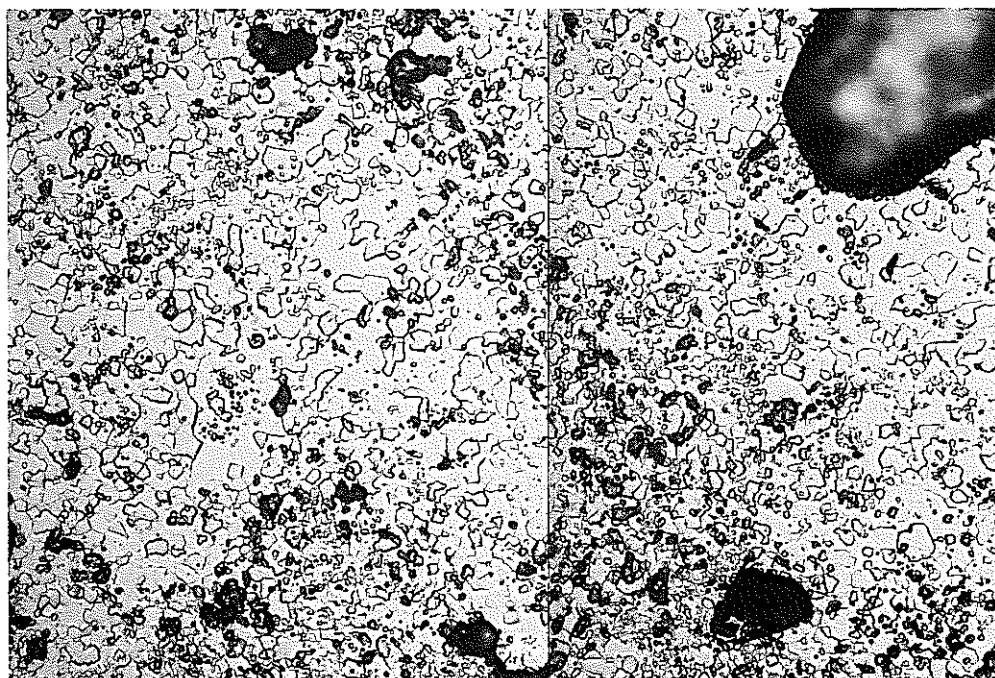
图28 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MZT 6 1 1 0



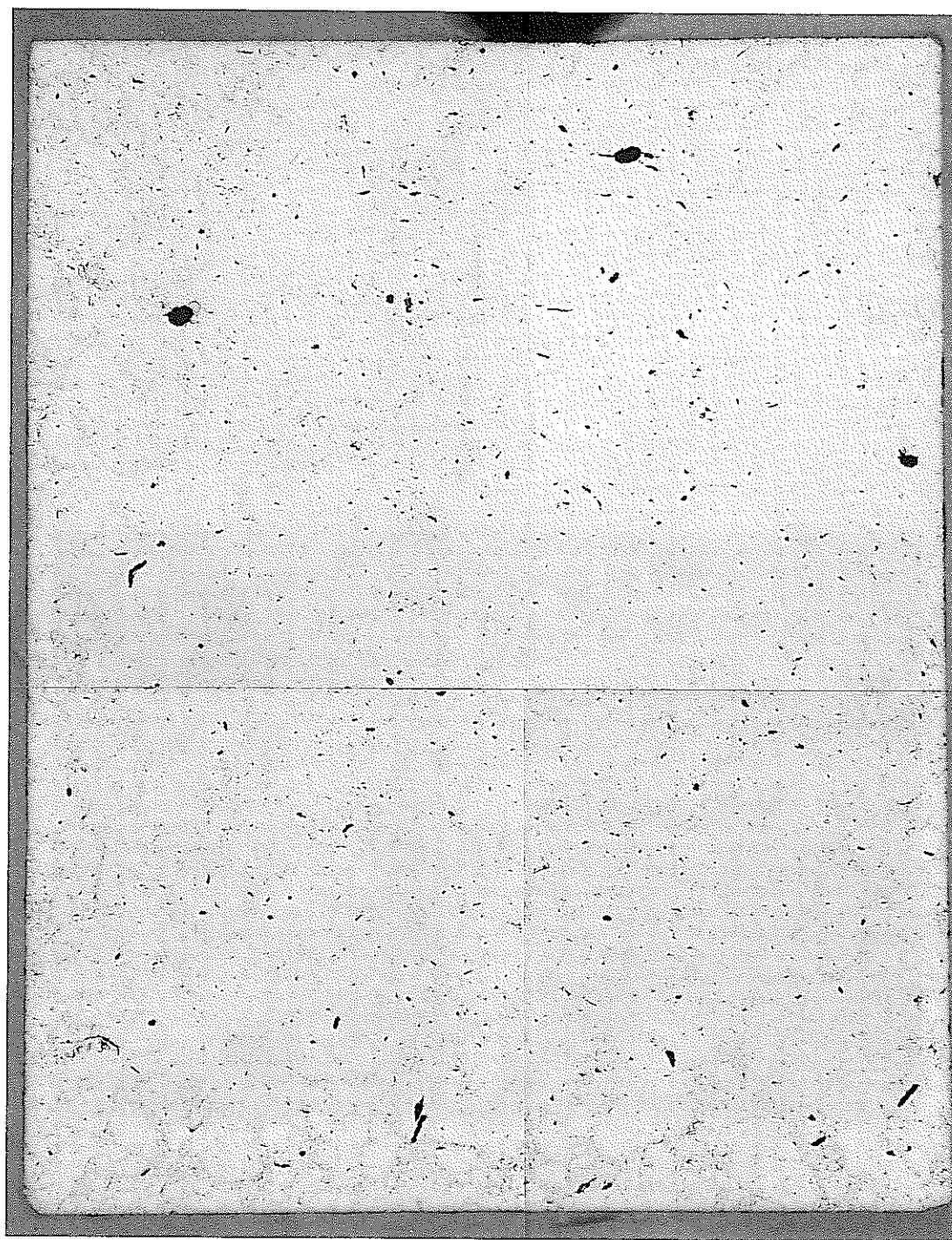
25 μ m
×400

図28 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT 6 1 0 6



MACRO

500 μ m
× 20

図29 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

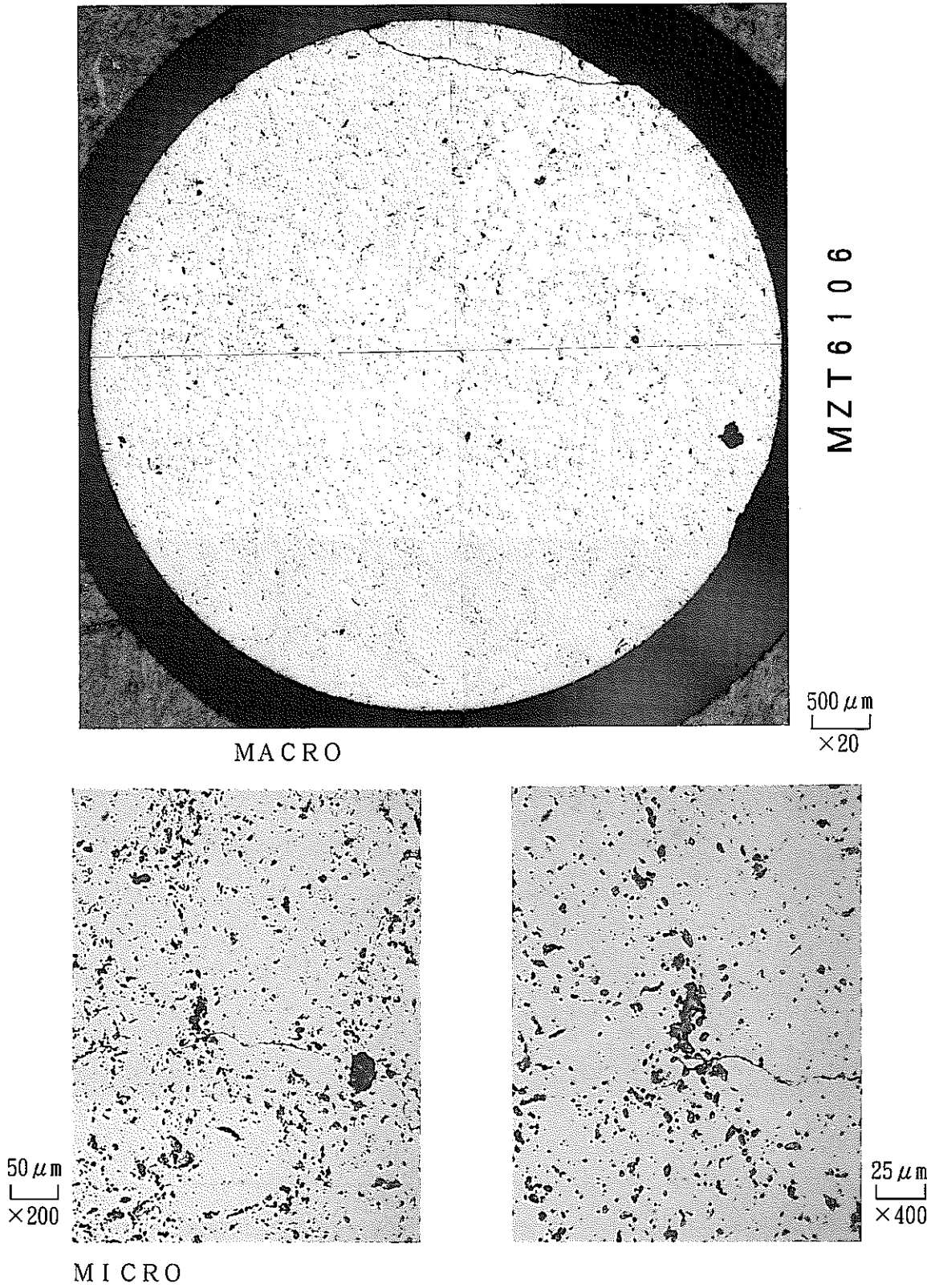
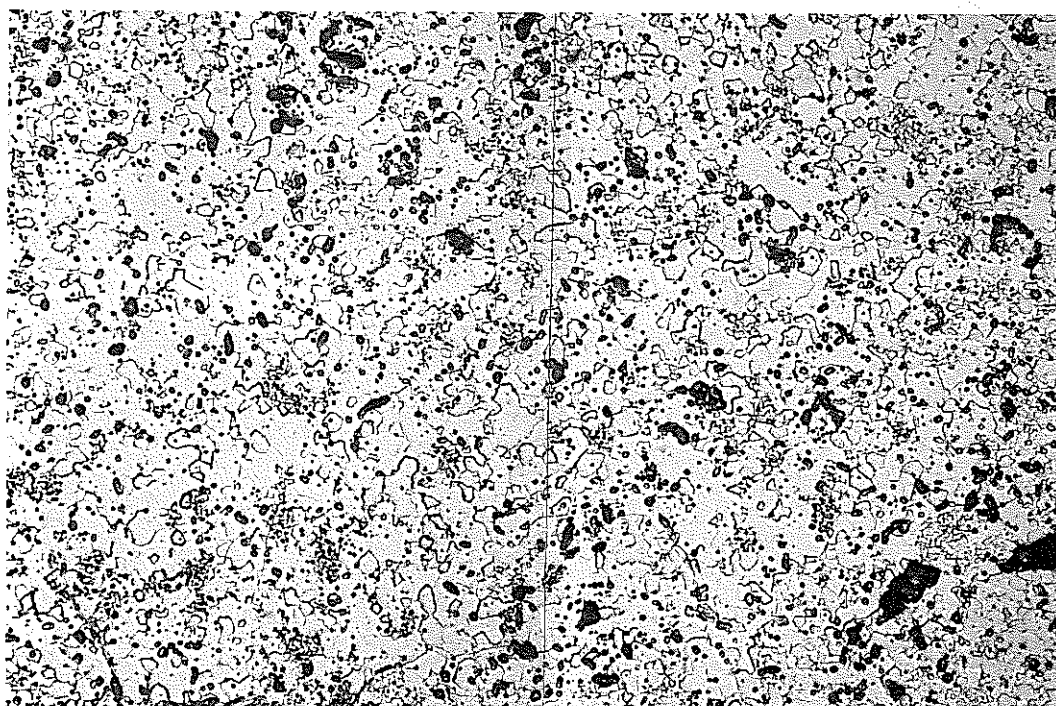


图29 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

MZT6106



25 μ m
×400

図29 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT7108

MACRO



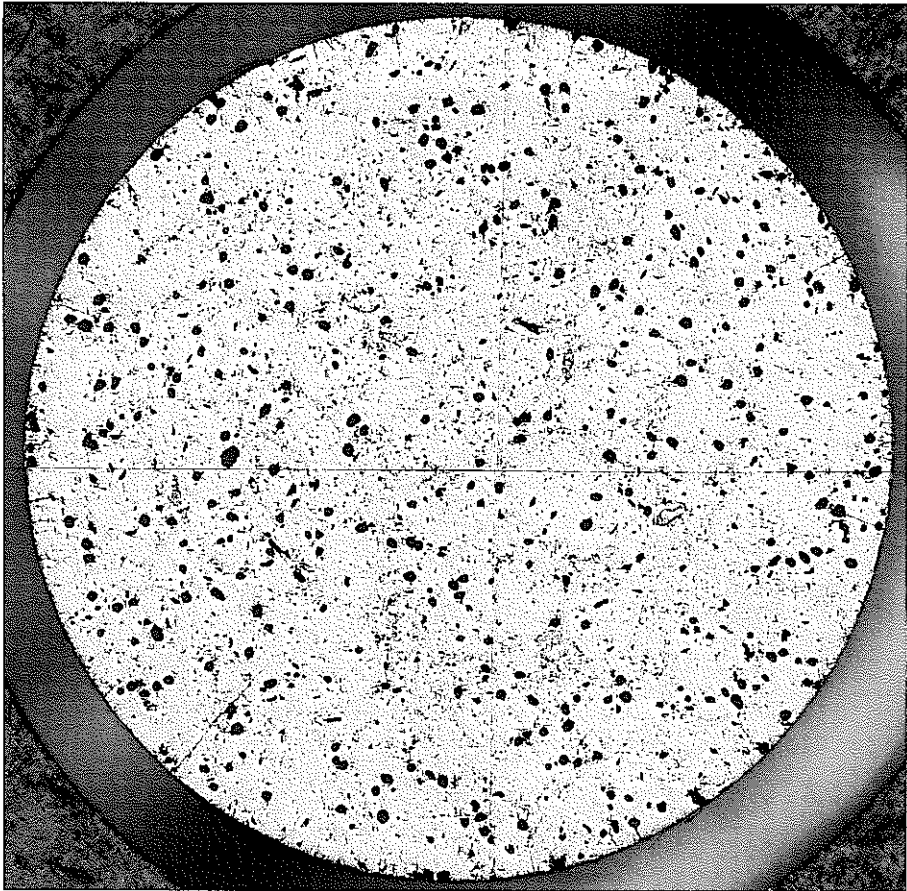
MACRO

500 μ m
×20

図30 金相写真 (a)縦断面

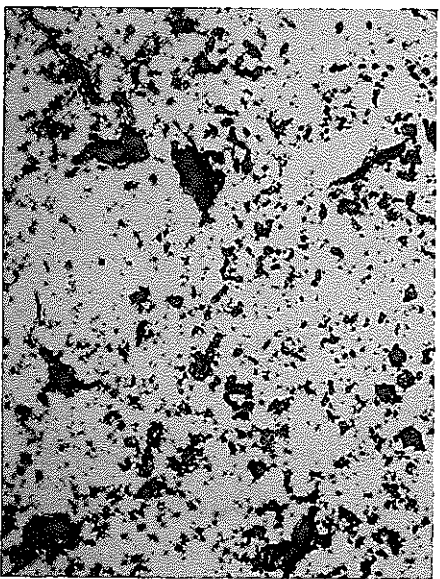
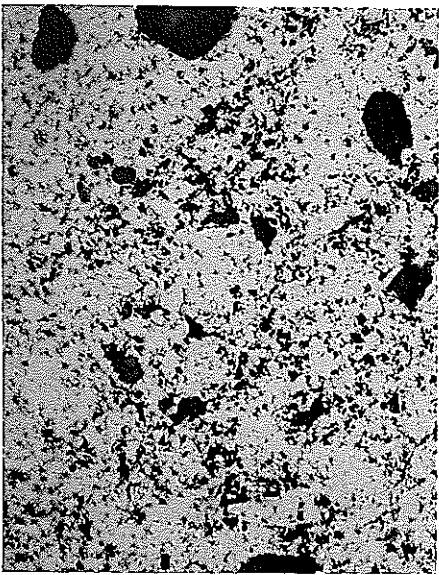
CERAMOGRAPHY

As Polished
MACRO



MZT7108

MACRO



MICRO

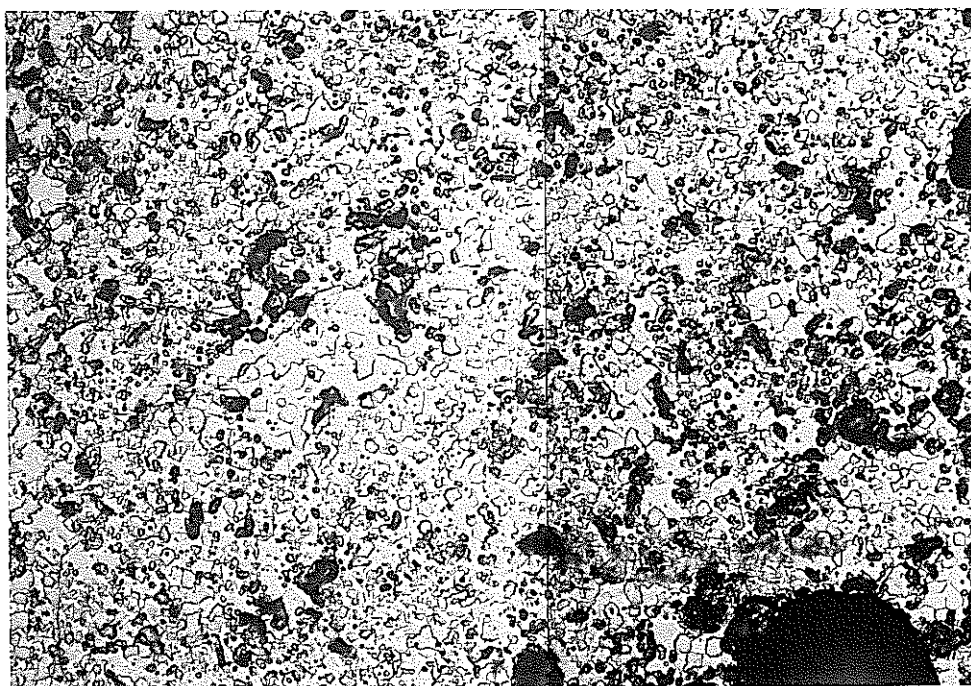
図30 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

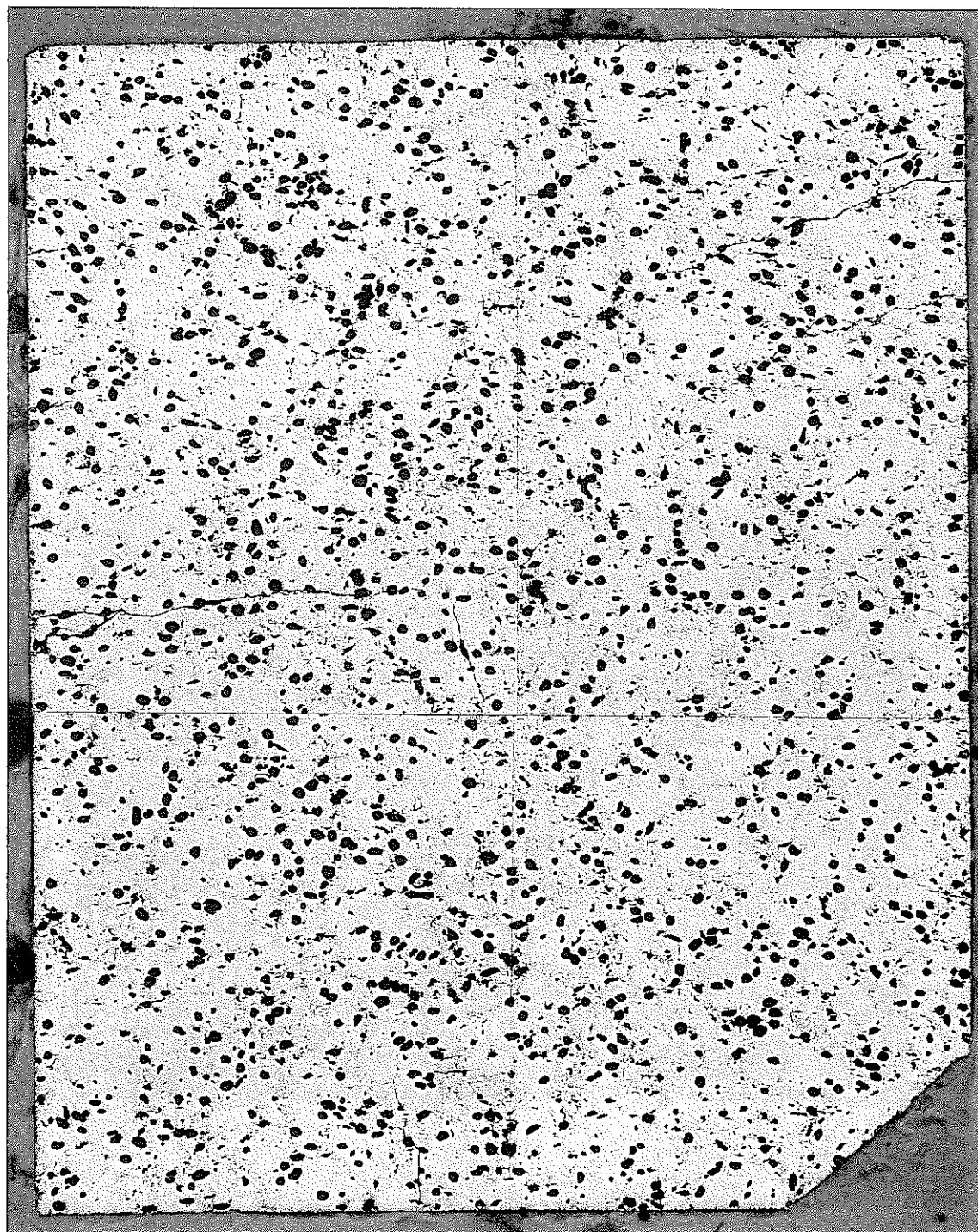
MZT7108



25 μ m
×400

図30 金相写真 (c)エッチング後

MZT 6 1 0 7



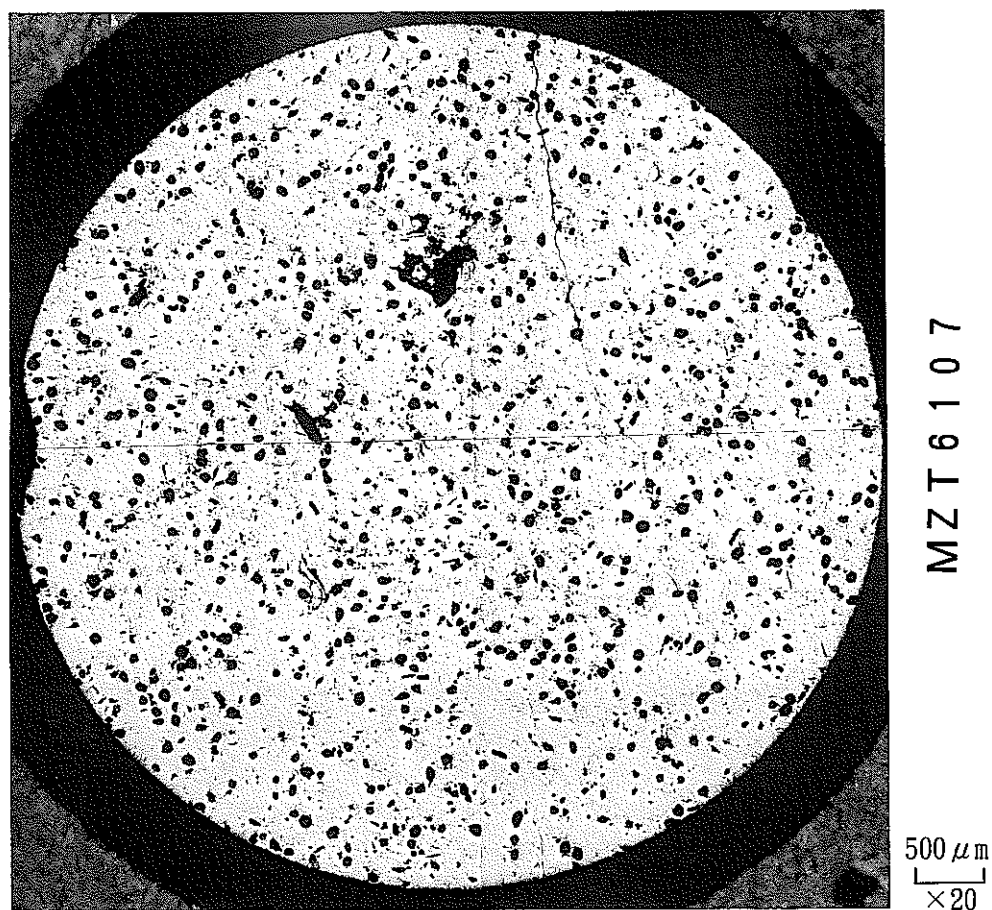
MACRO

500 μm
× 20

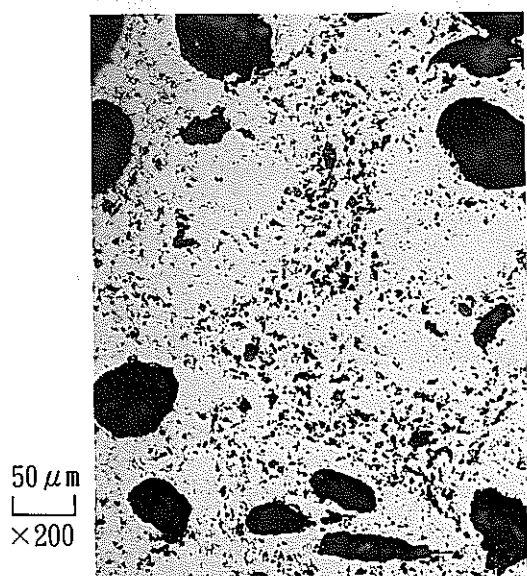
図31 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Etched



MICRO



MICRO

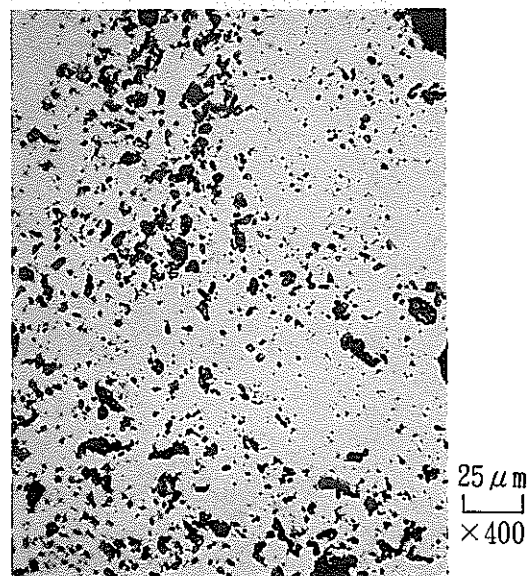


图31 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

MICRO

MZT 6 1 0 7

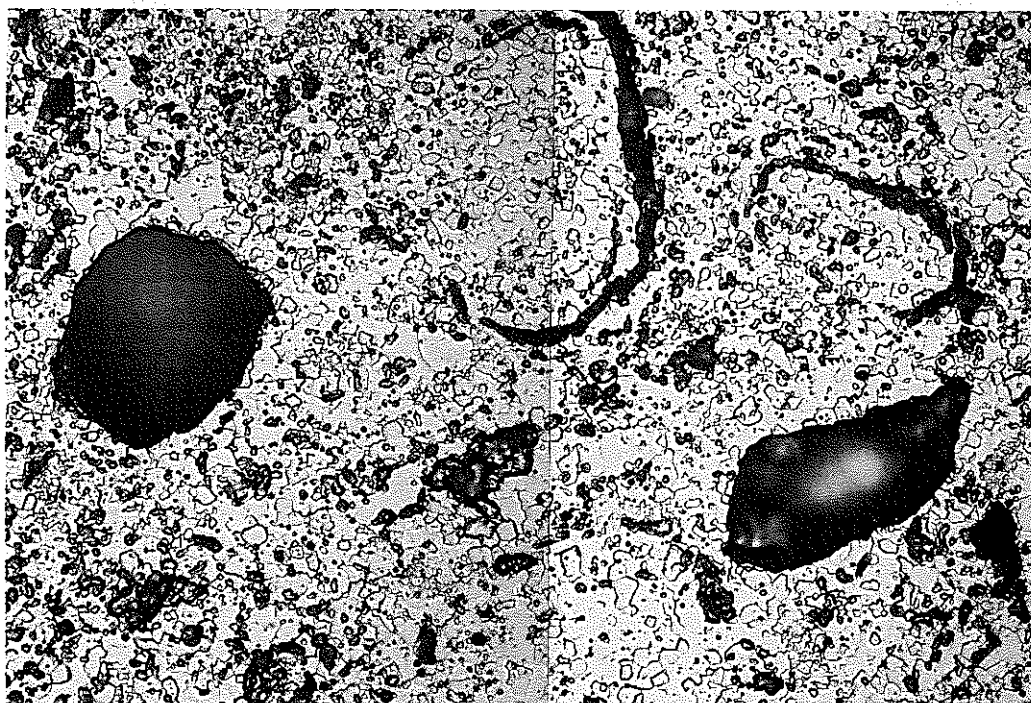


図31 金相写真 (c)エッチング後

MZT 6 1 0 1



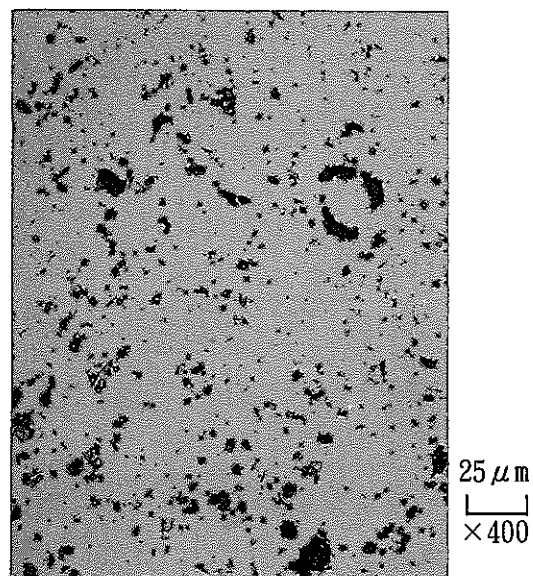
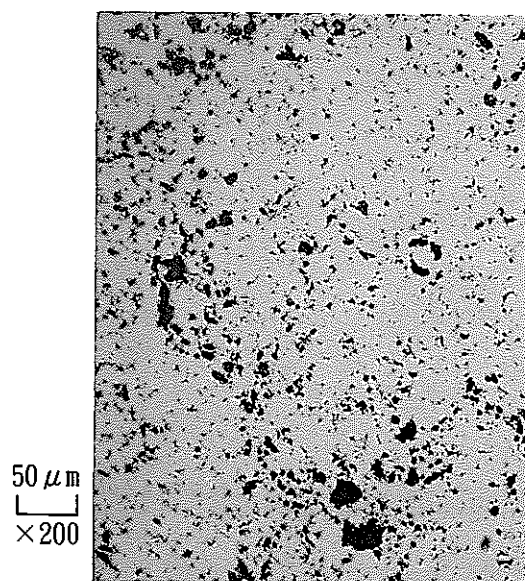
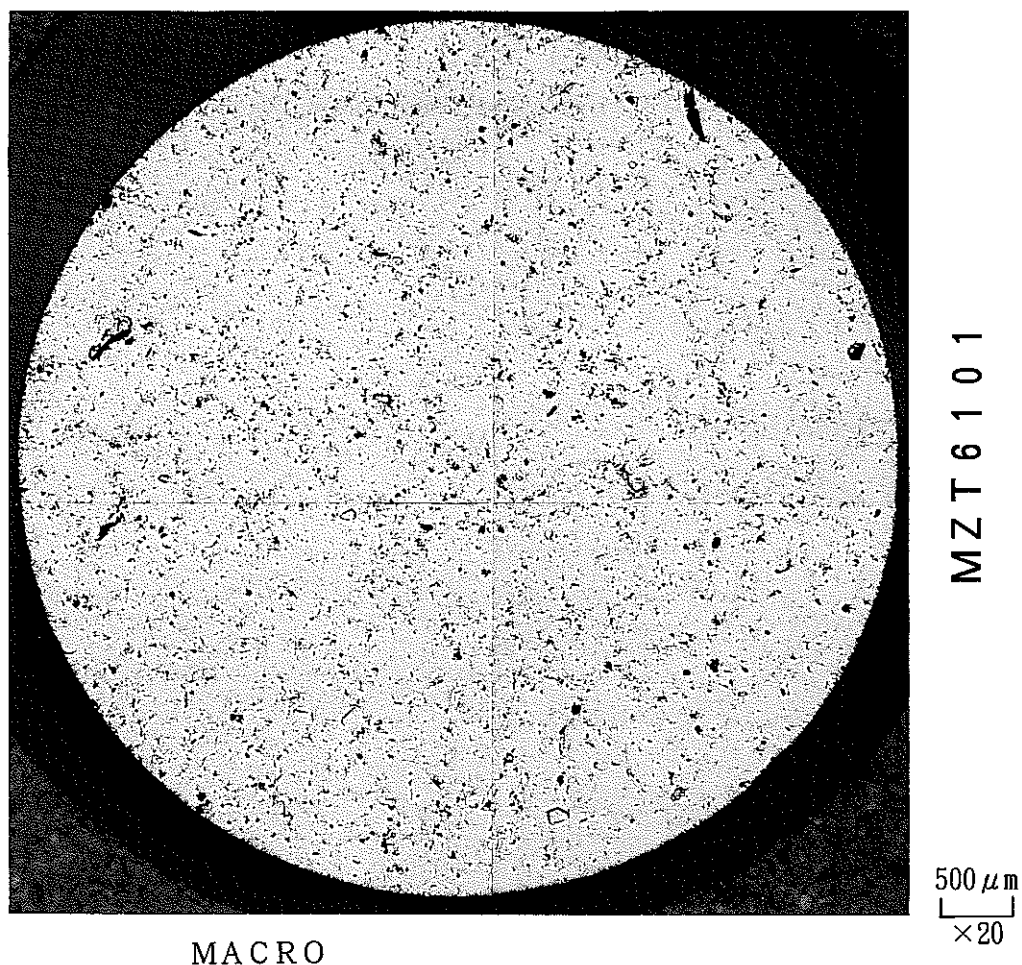
MACRO

500 μ m
×20

図32 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MICRO

图32 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

MZ T 6 1 0 1

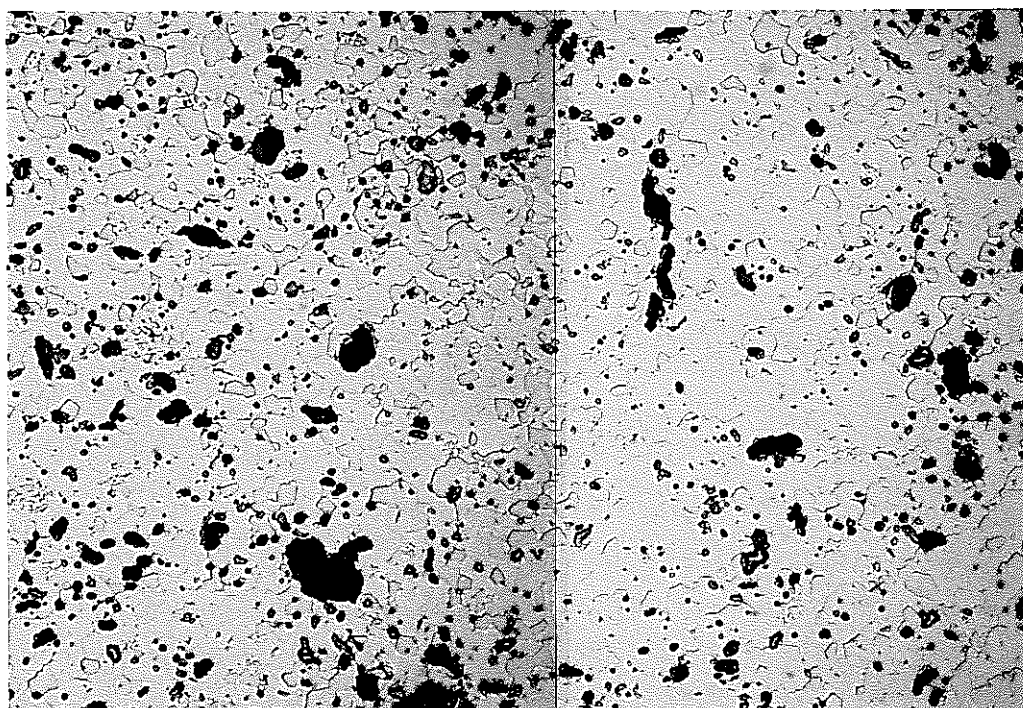
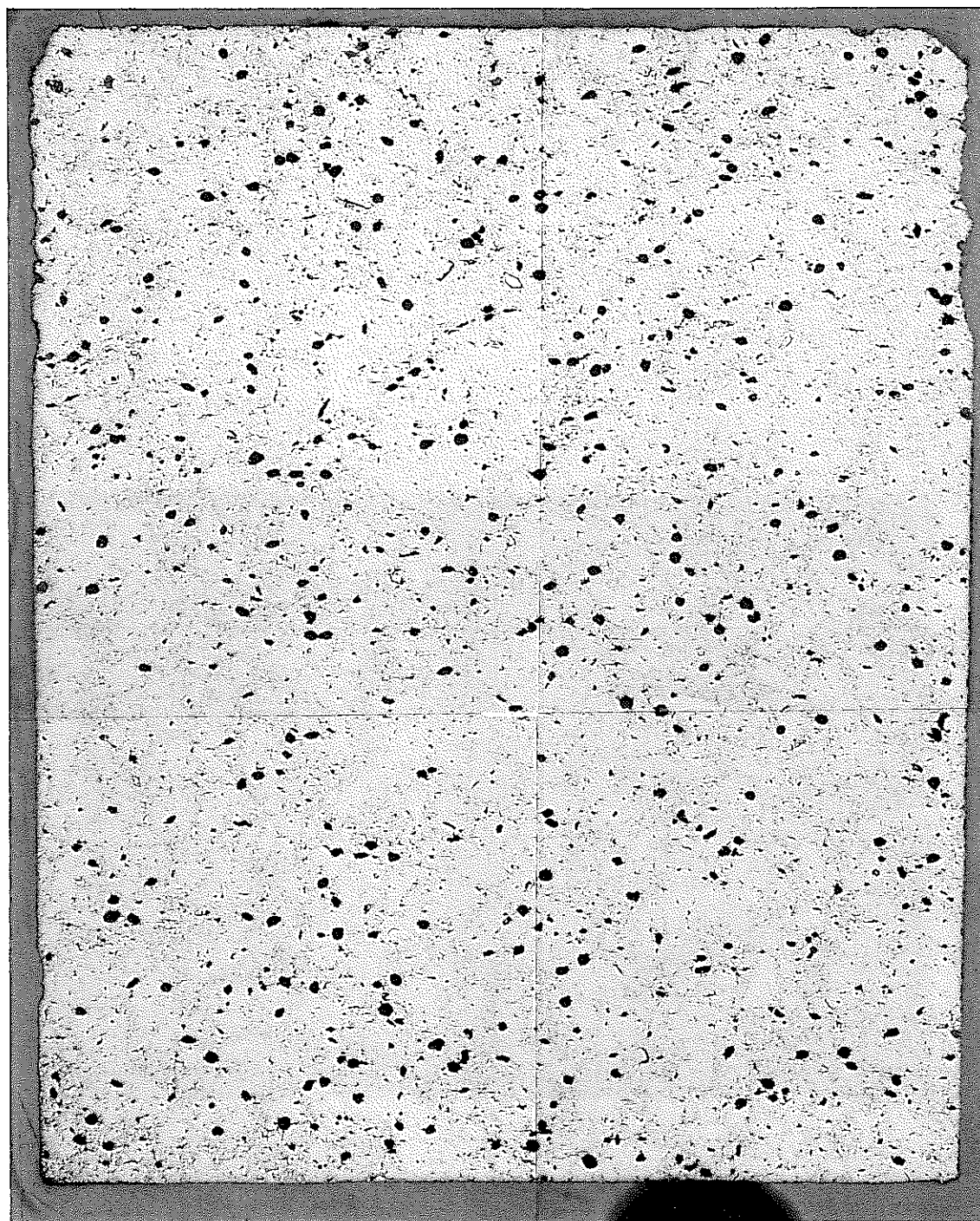


図32 金相写真 (c)エッチング後

MZT 6 1 0 2



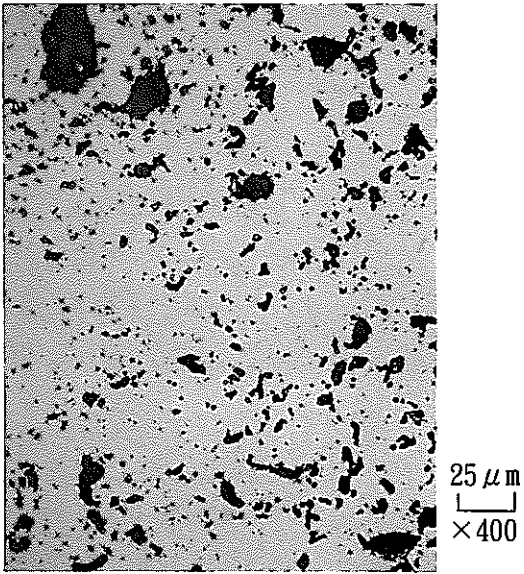
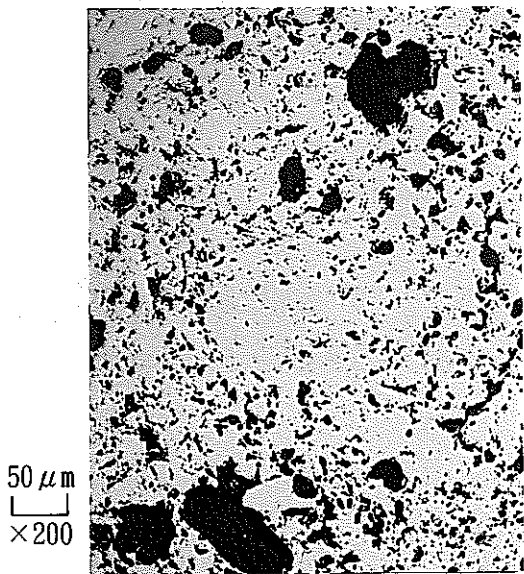
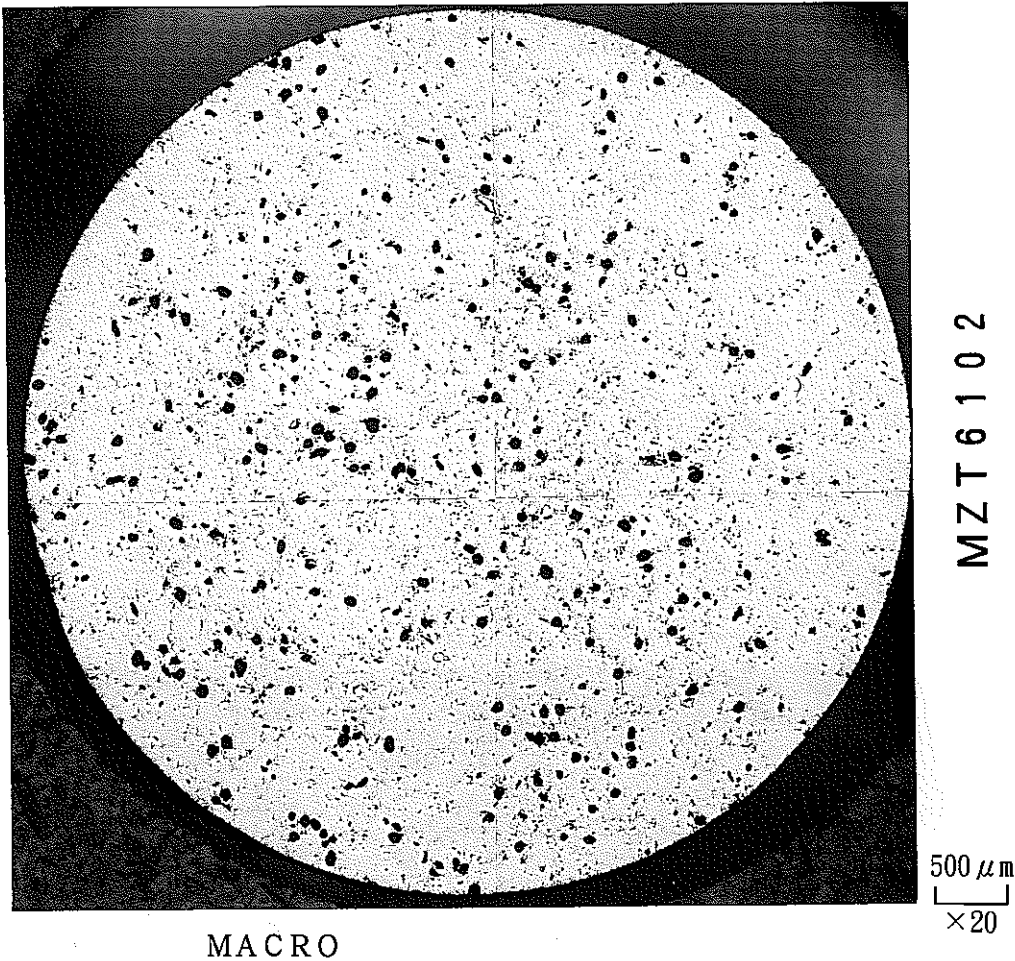
MACRO

500 μm
×20

図33 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



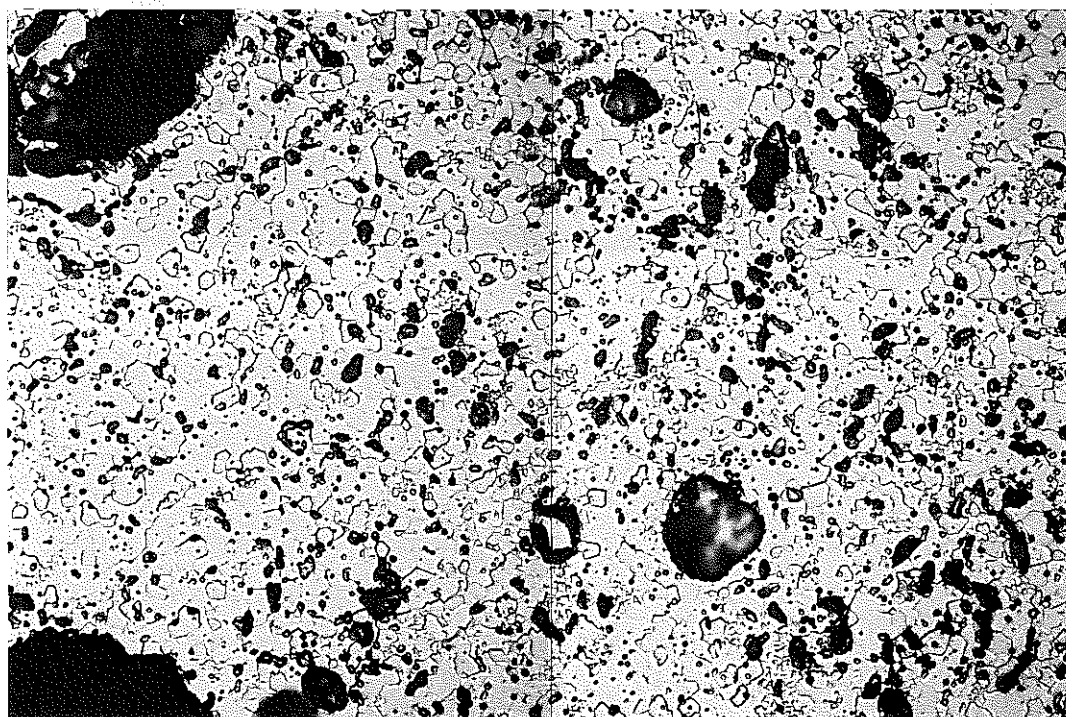
MICRO

图33 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched
MICRO

MZT 6 1 0 2



25 μ m
×400

図33 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT 7 1 0 3



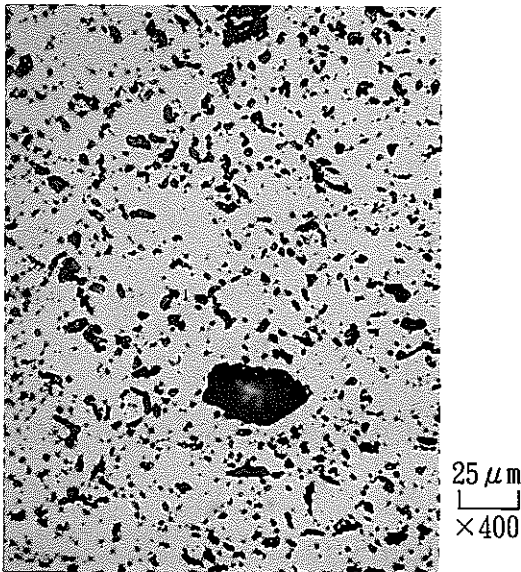
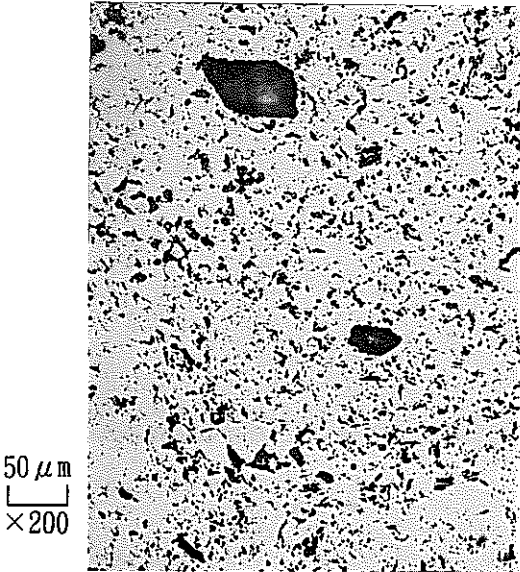
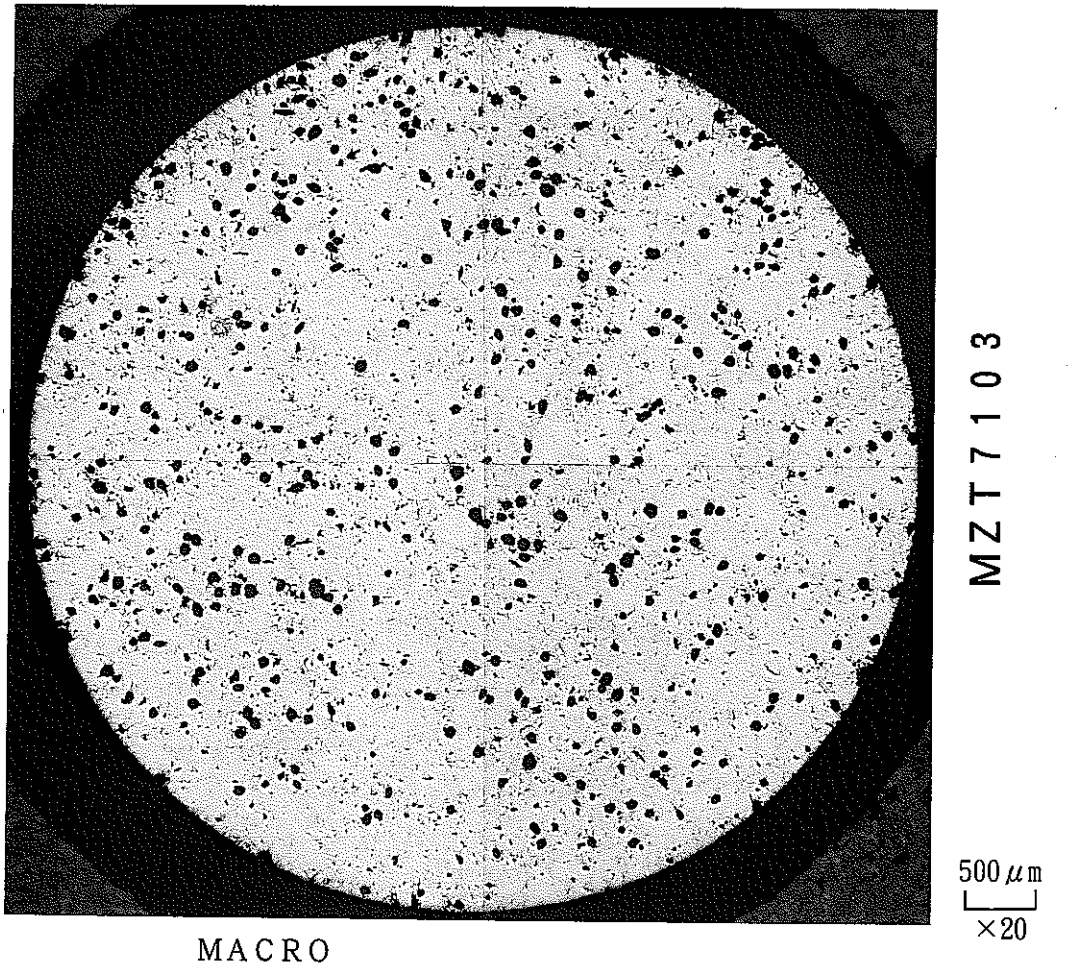
MACRO

500 μ m
×20

図34 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MICRO

図34 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MZT7103

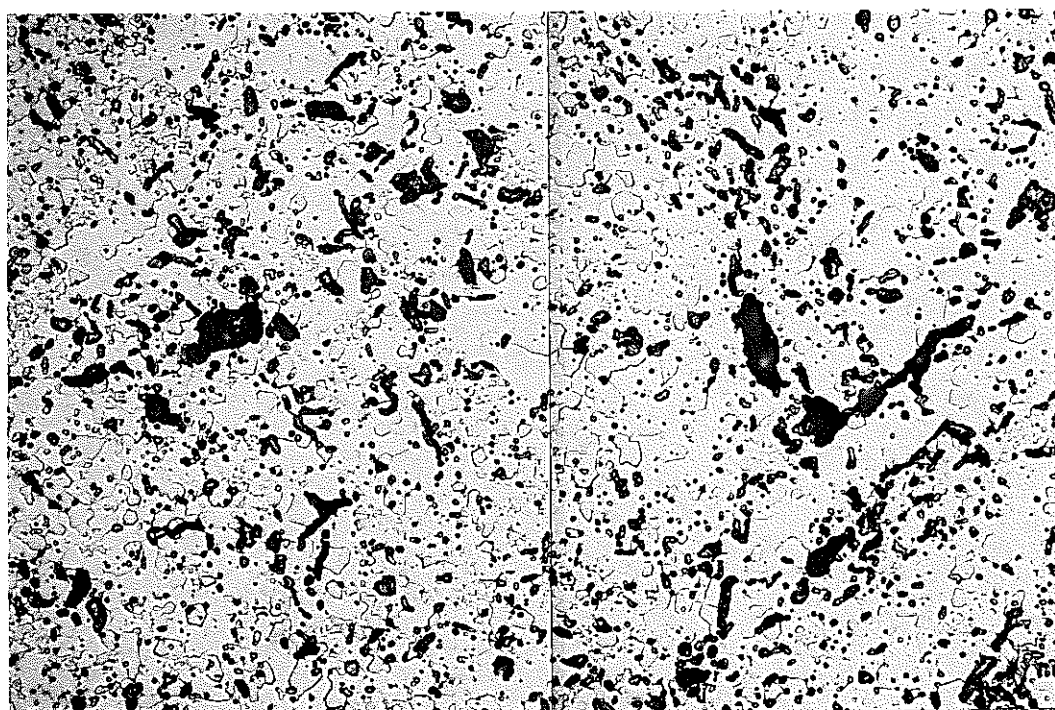
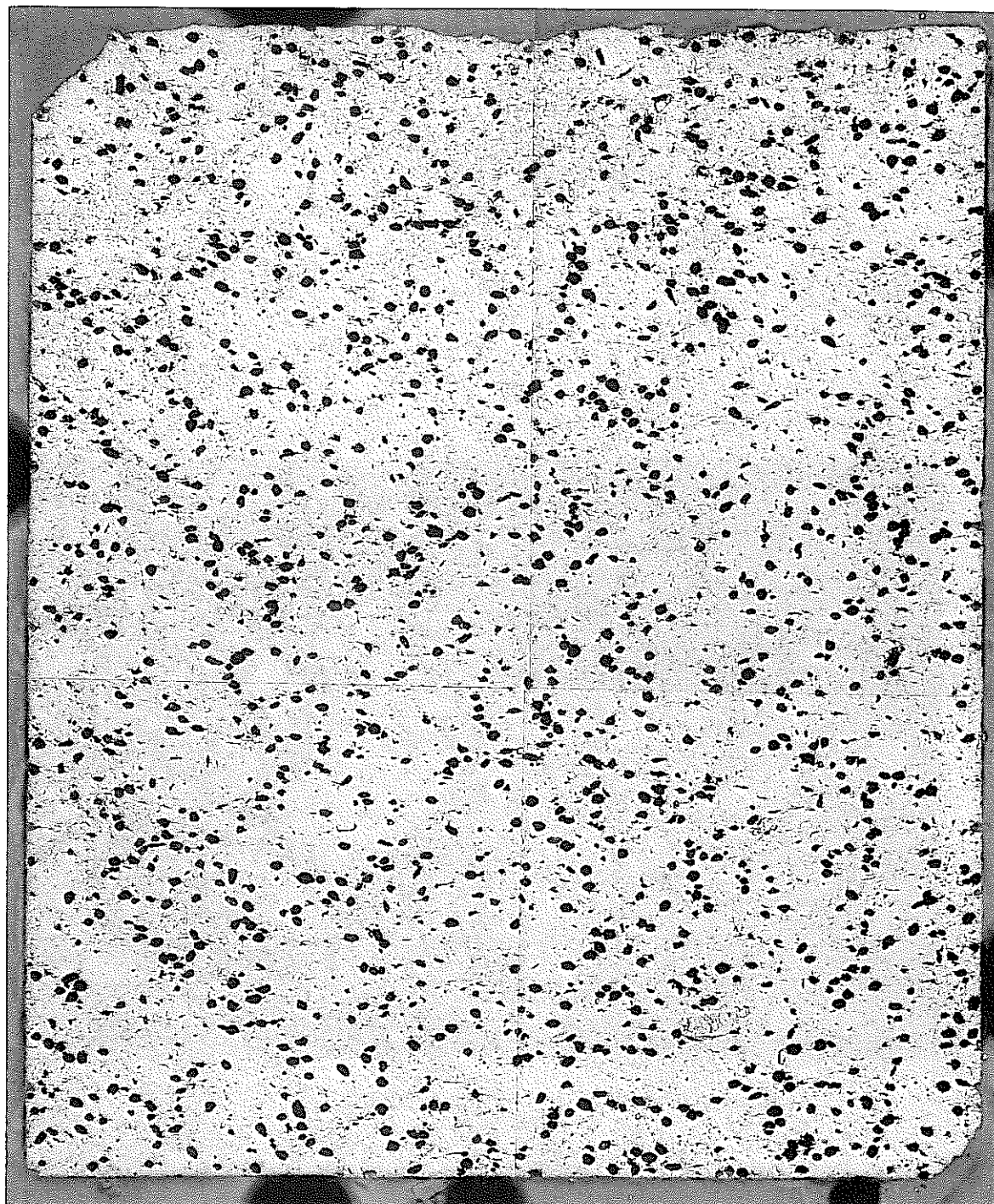


図34 金相写真 (c)エッチング後

M.Z.T 6 1 0 4



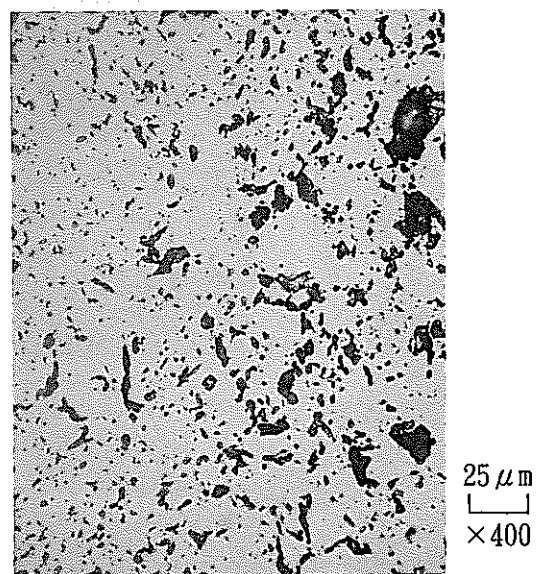
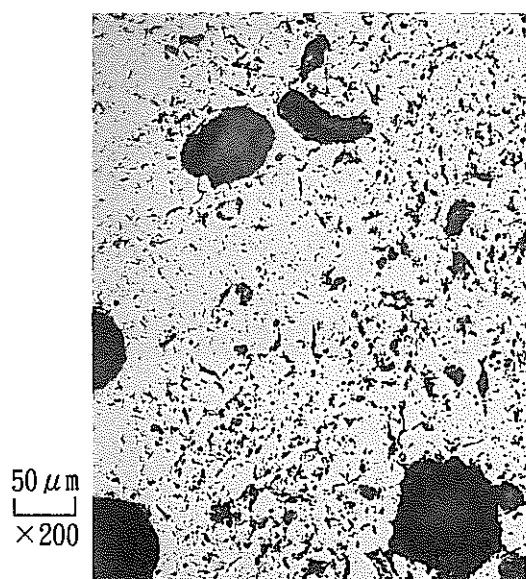
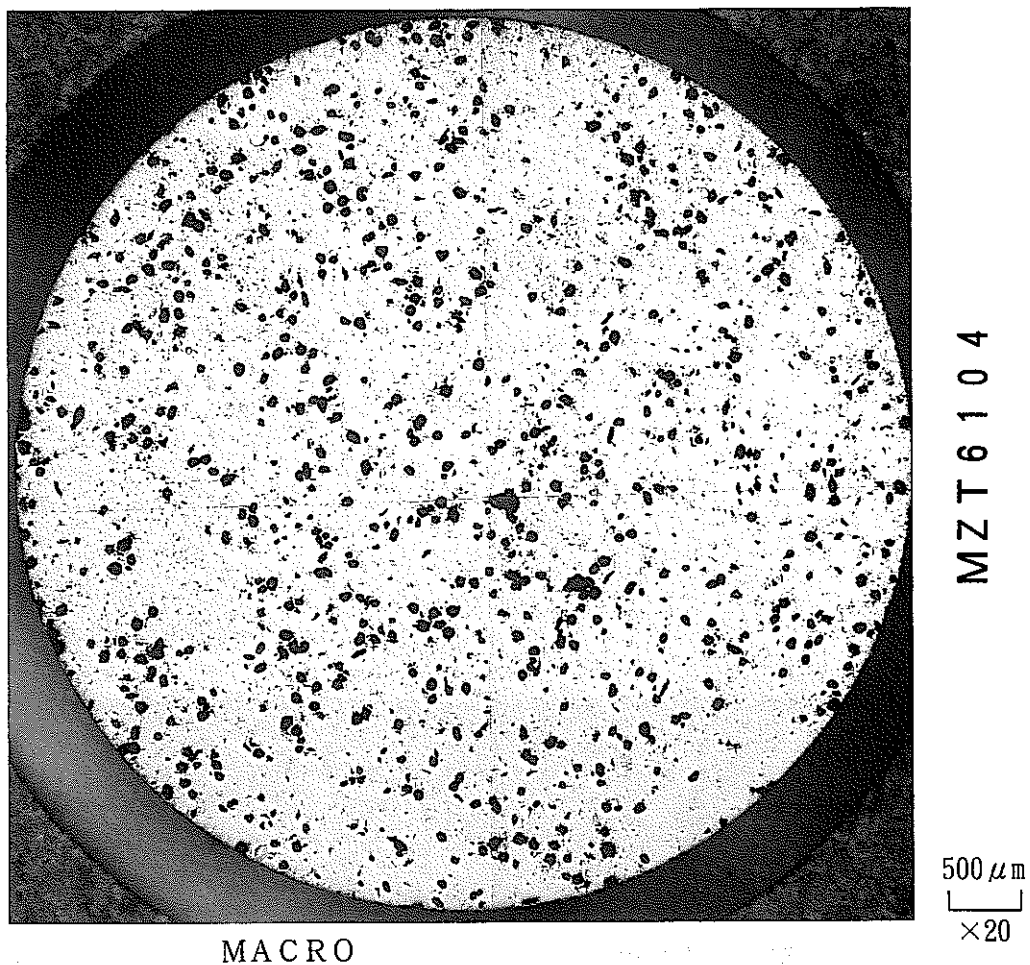
MACRO

500 μm
× 20

図35 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished



MICRO

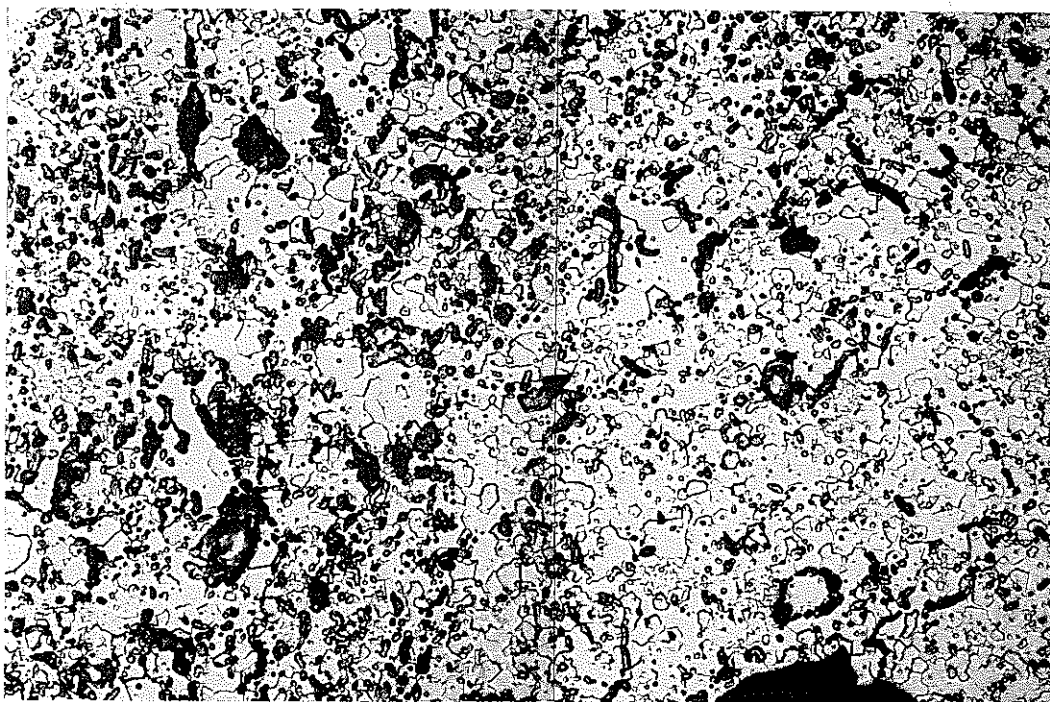
図35 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MZT 6 1 0 4



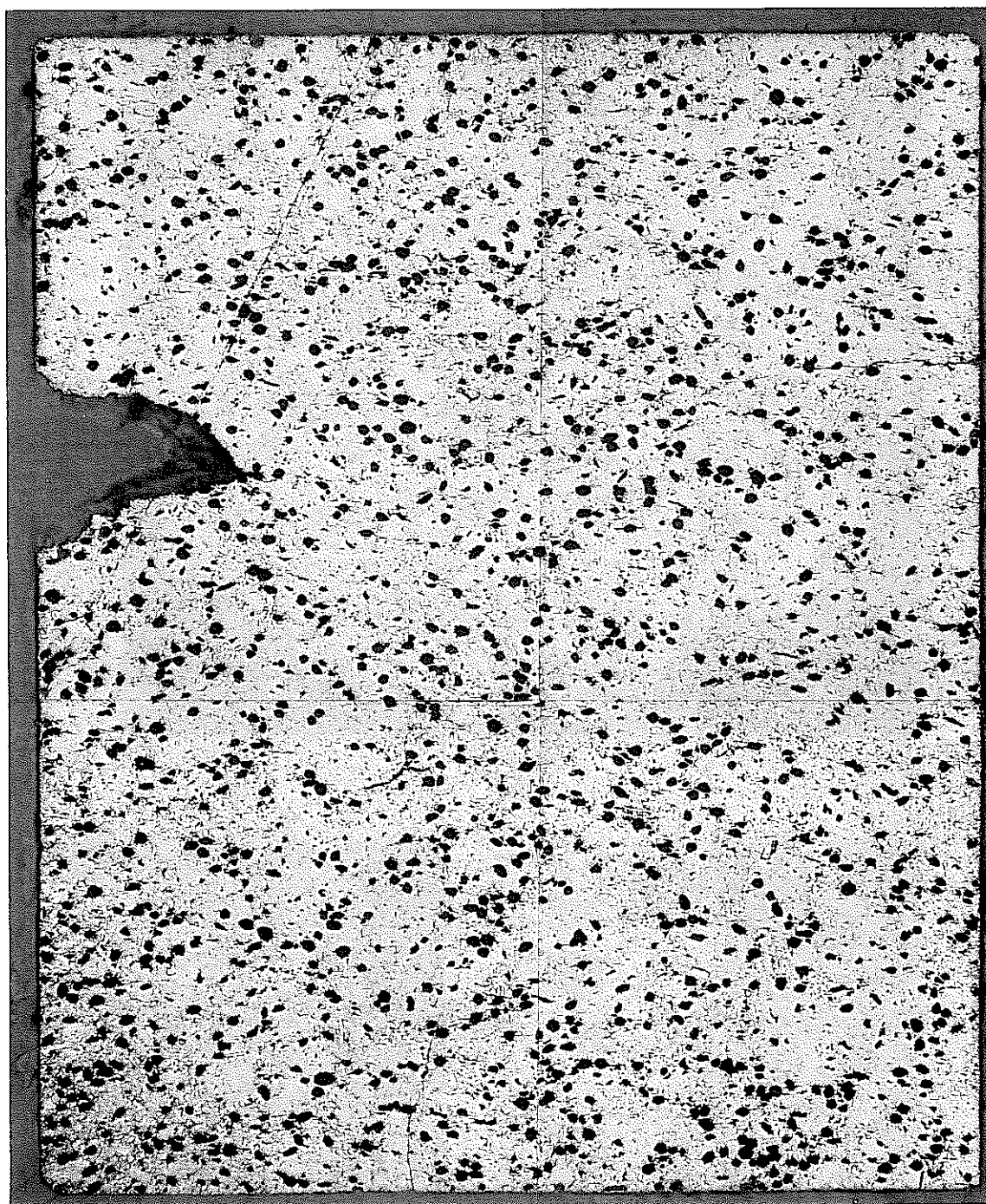
25 μ m
×400

図35 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MZT 6 1 0 5



MACRO

500 μ m
×20

図36 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

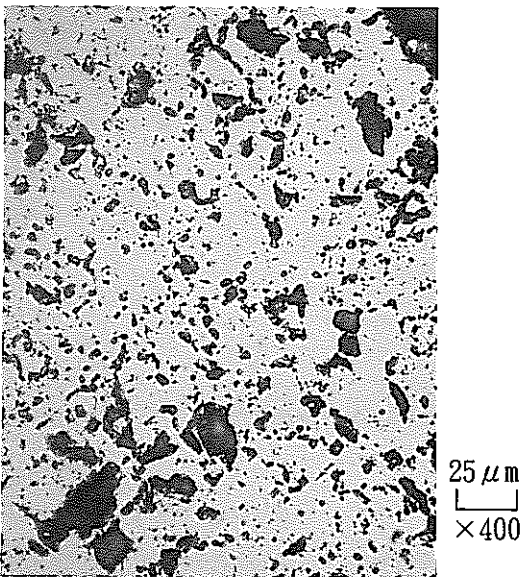
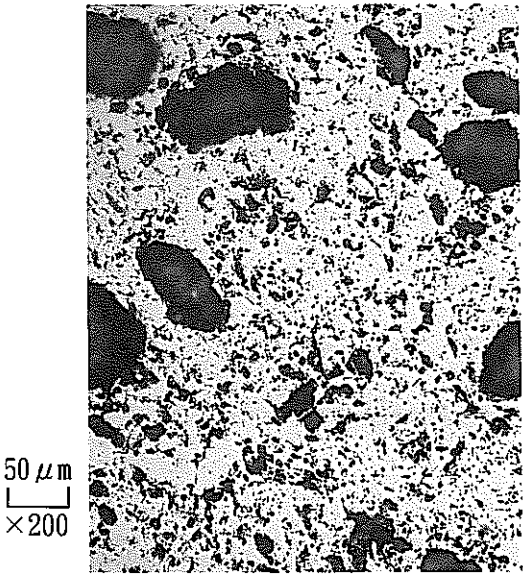
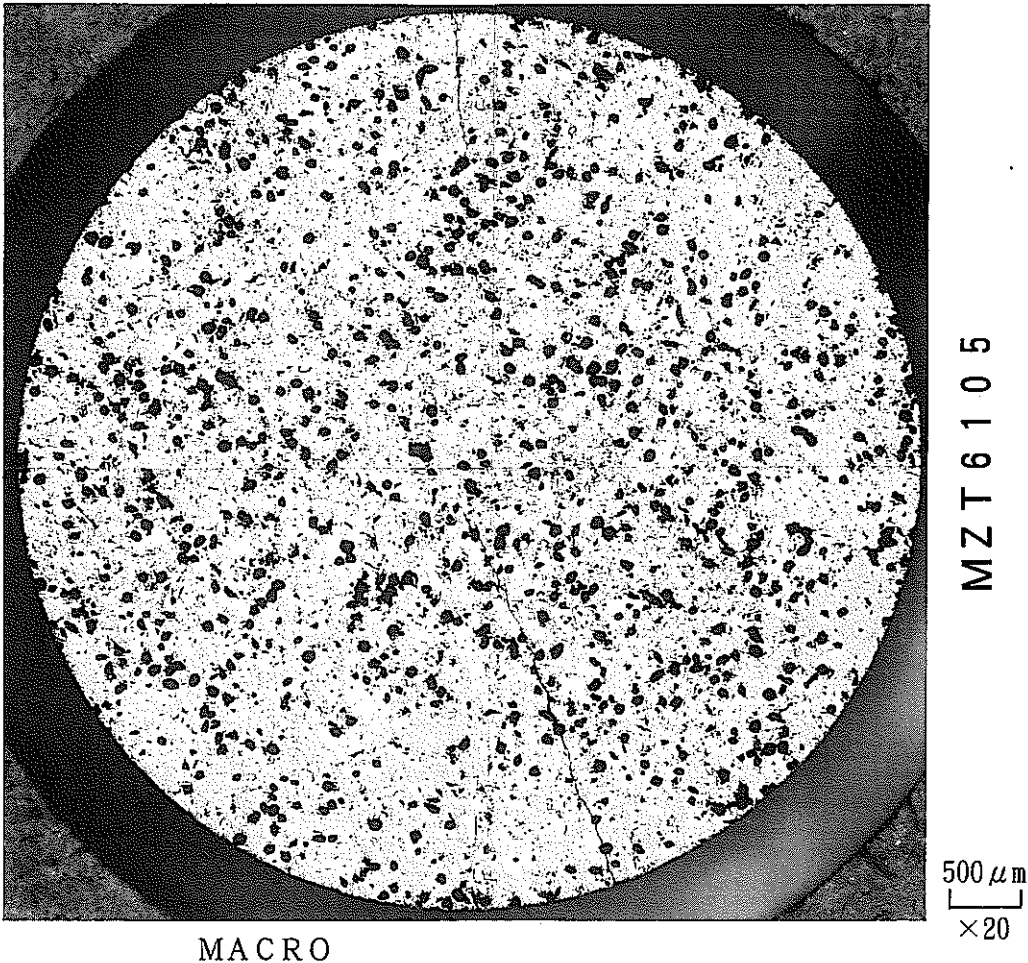


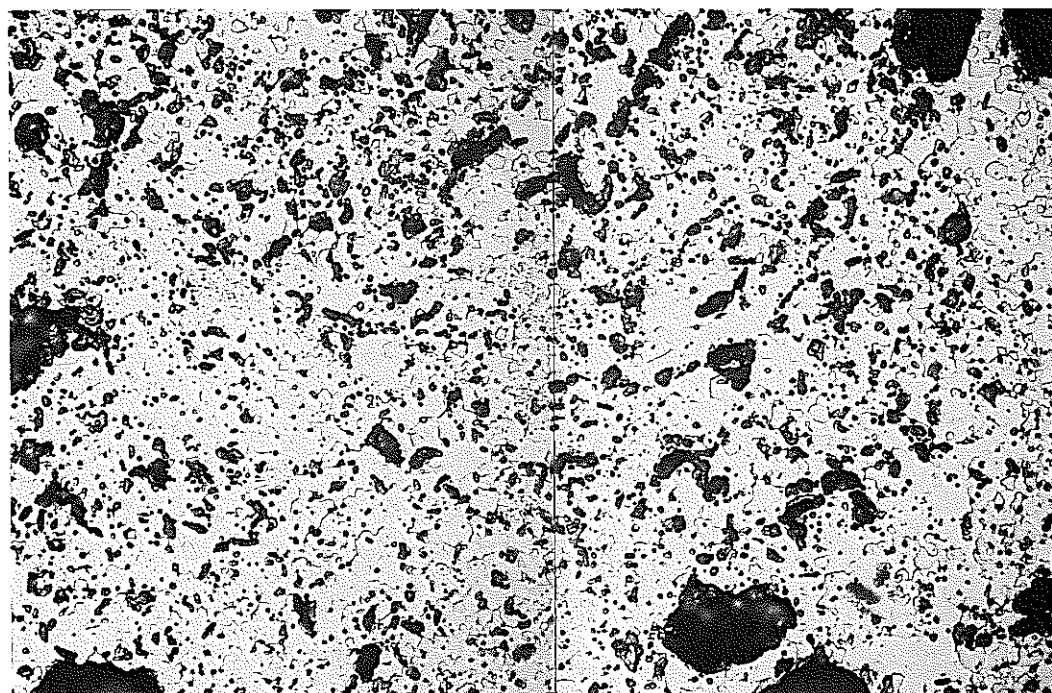
図36 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MZT 6 1 0 5



25 μ m
×400

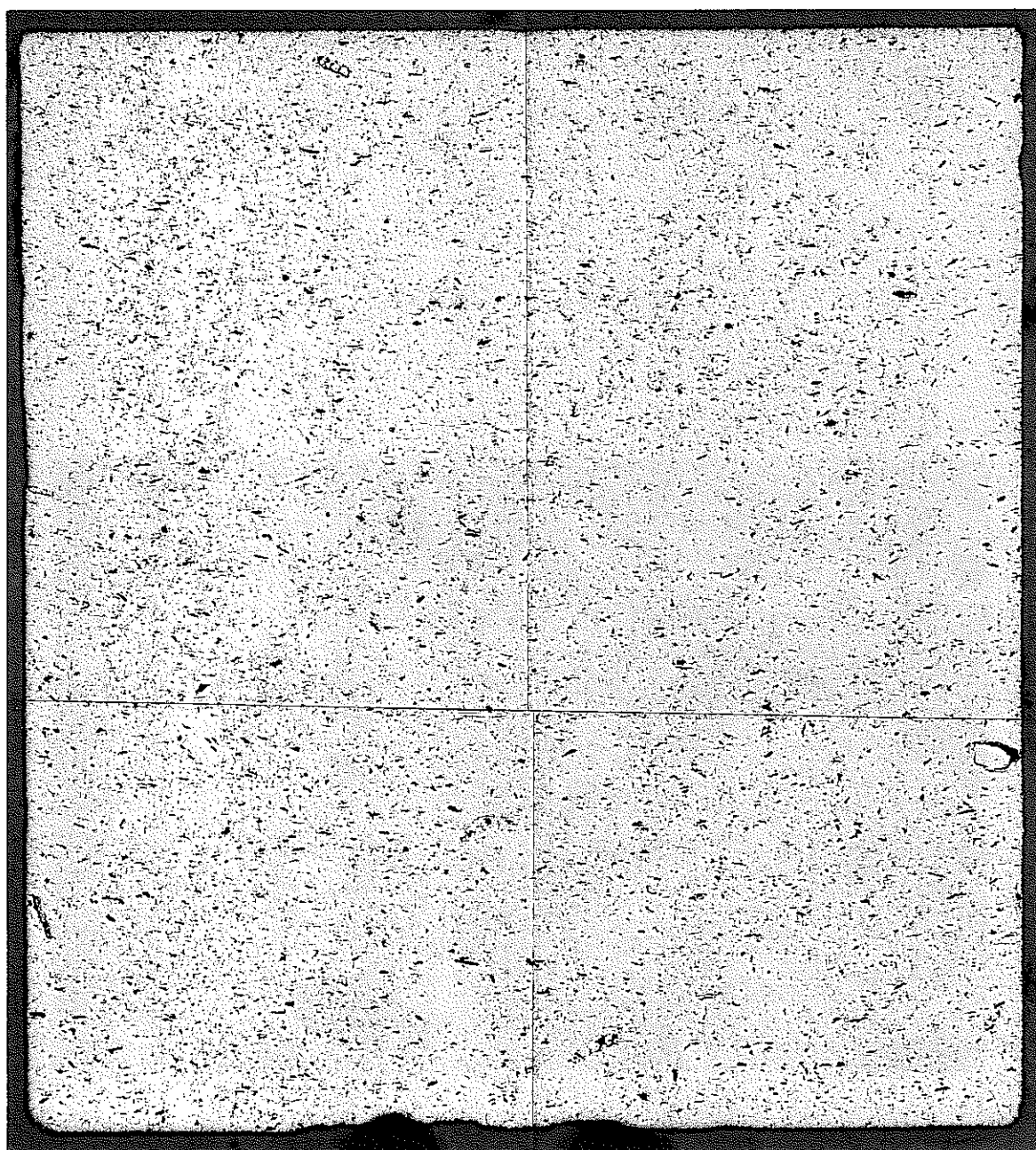
図36 金相写真 (c)エッチング後

CERAMOGRAPHY

As Polished

MACRO

MZT 6 1 1 1



MACRO

500 μm
×20

図37 金相写真 (a)縦断面

CERAMOGRAPHY

As Polished

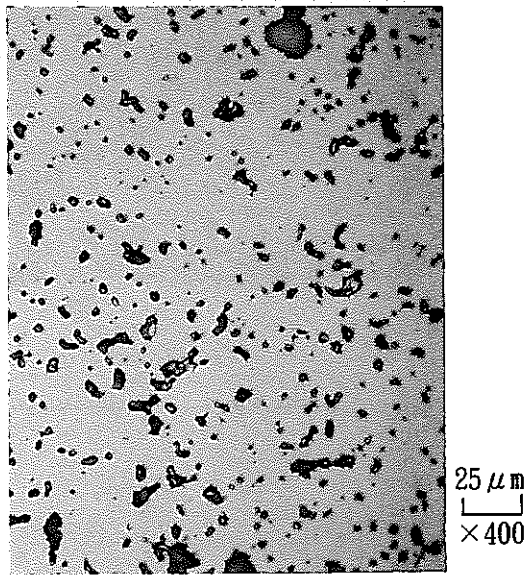
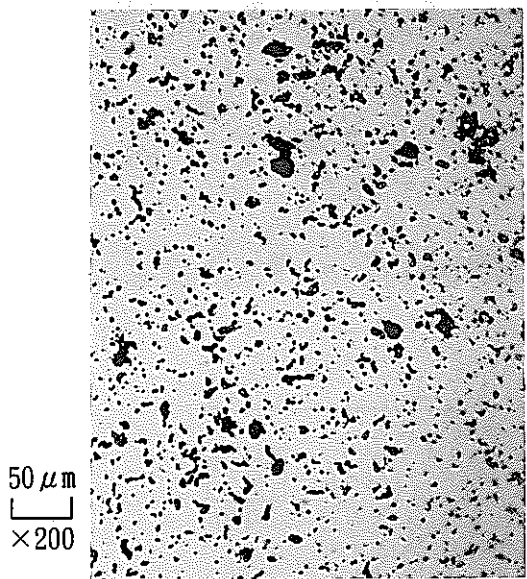
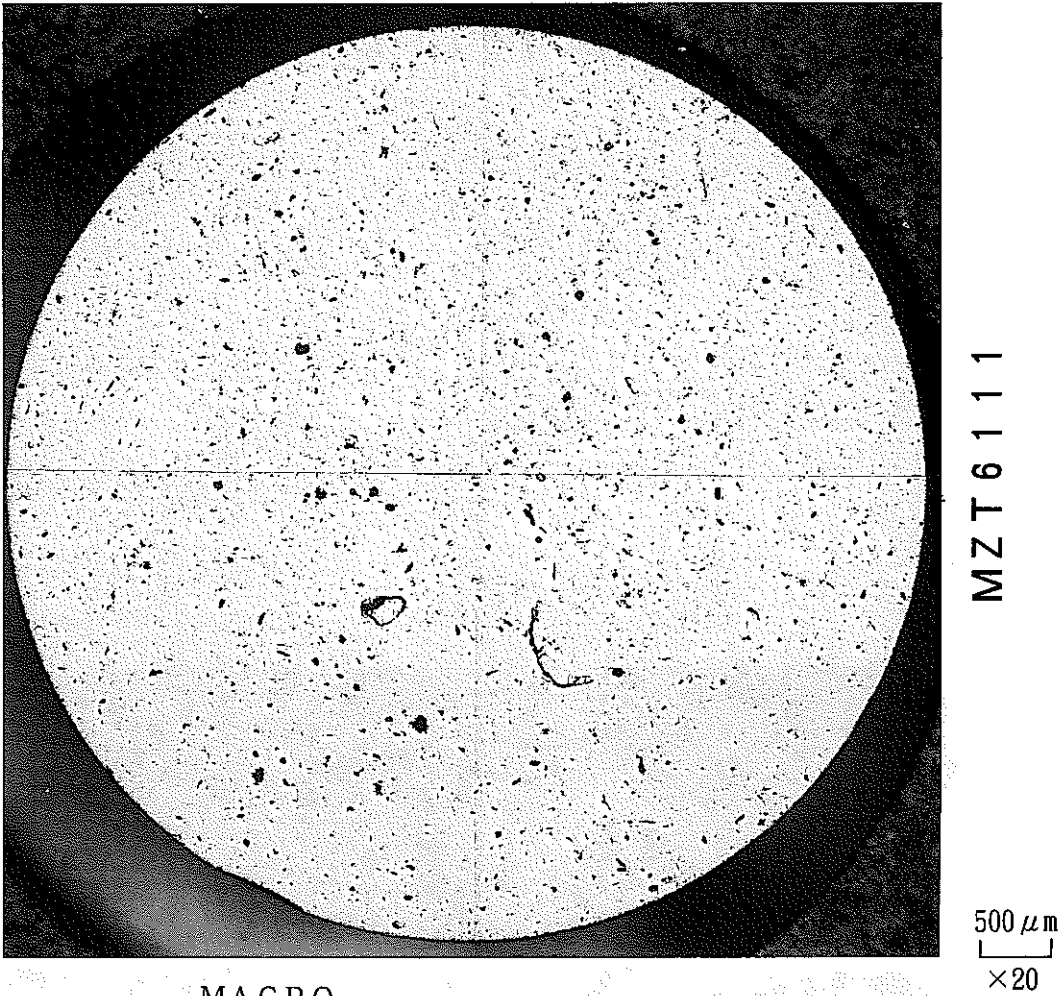


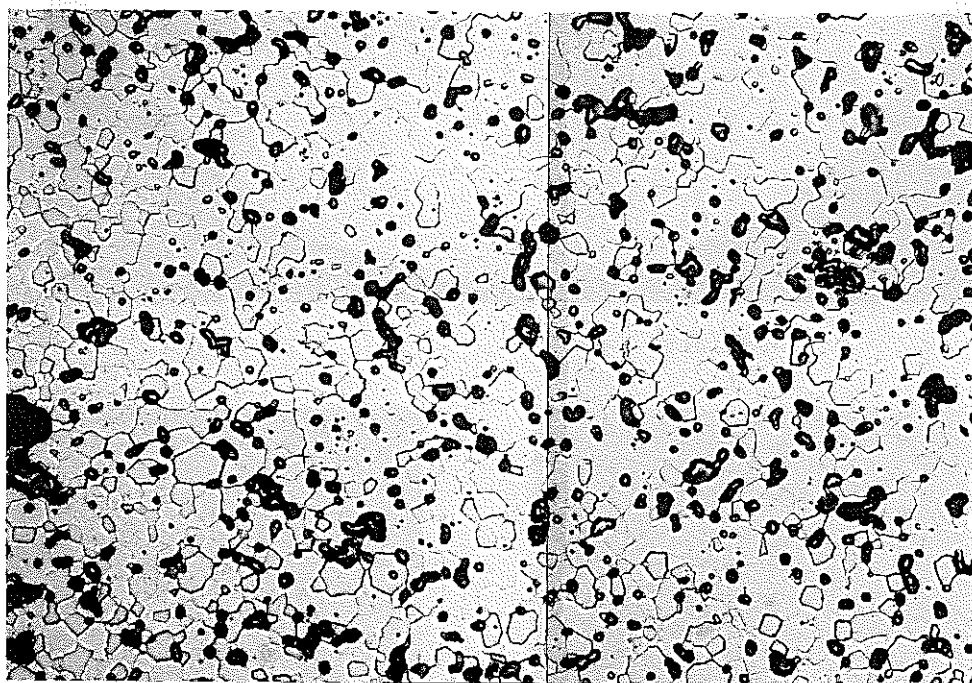
图37 金相写真 (b)横断面

CERAMOGRAPHY

As Etched

MICRO

MZT 6 1 1 1



25 μ m
×400

図37 金相写真 (c)エッチング後

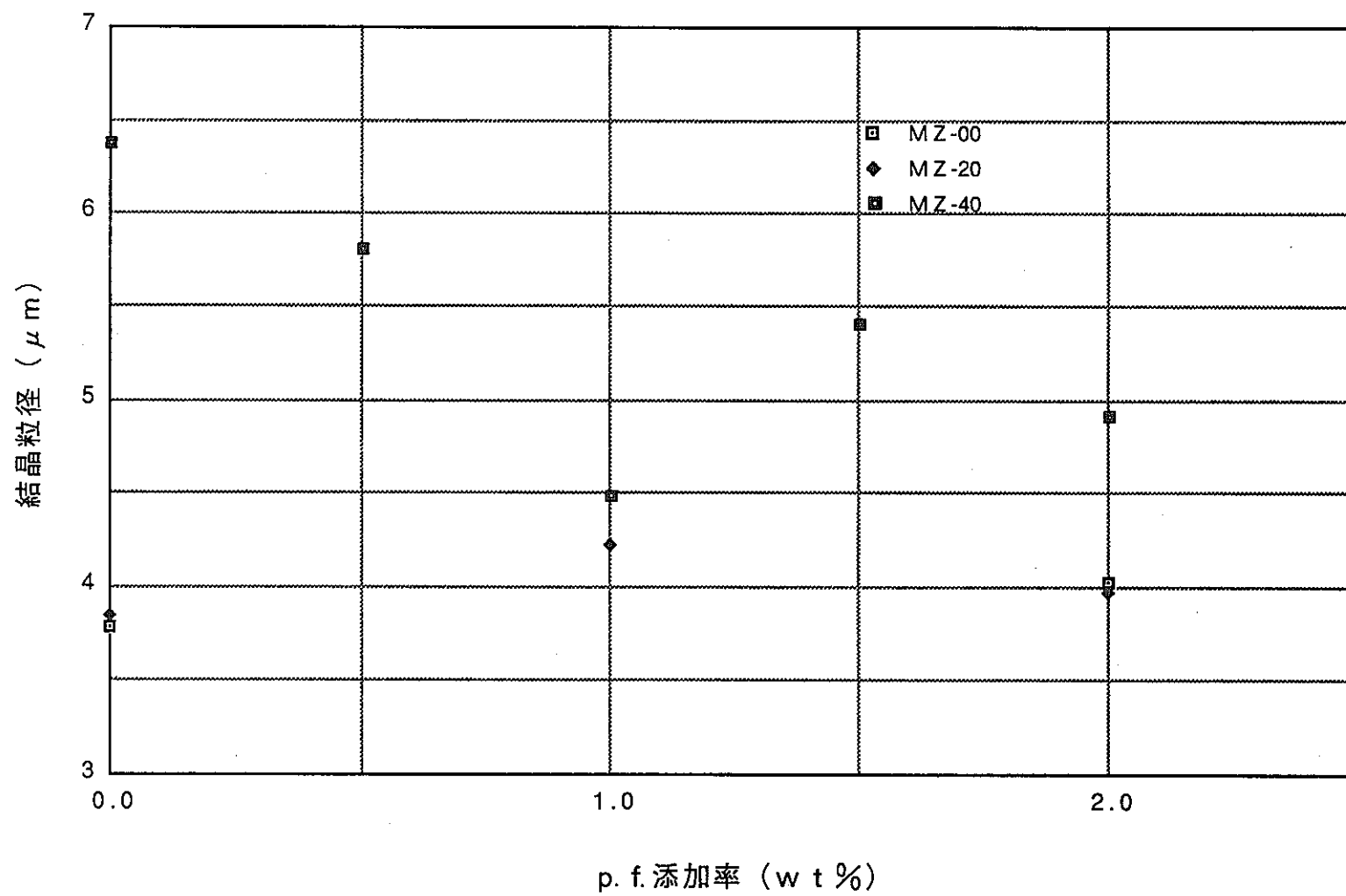


図38 p. f. 添加率と結晶粒径

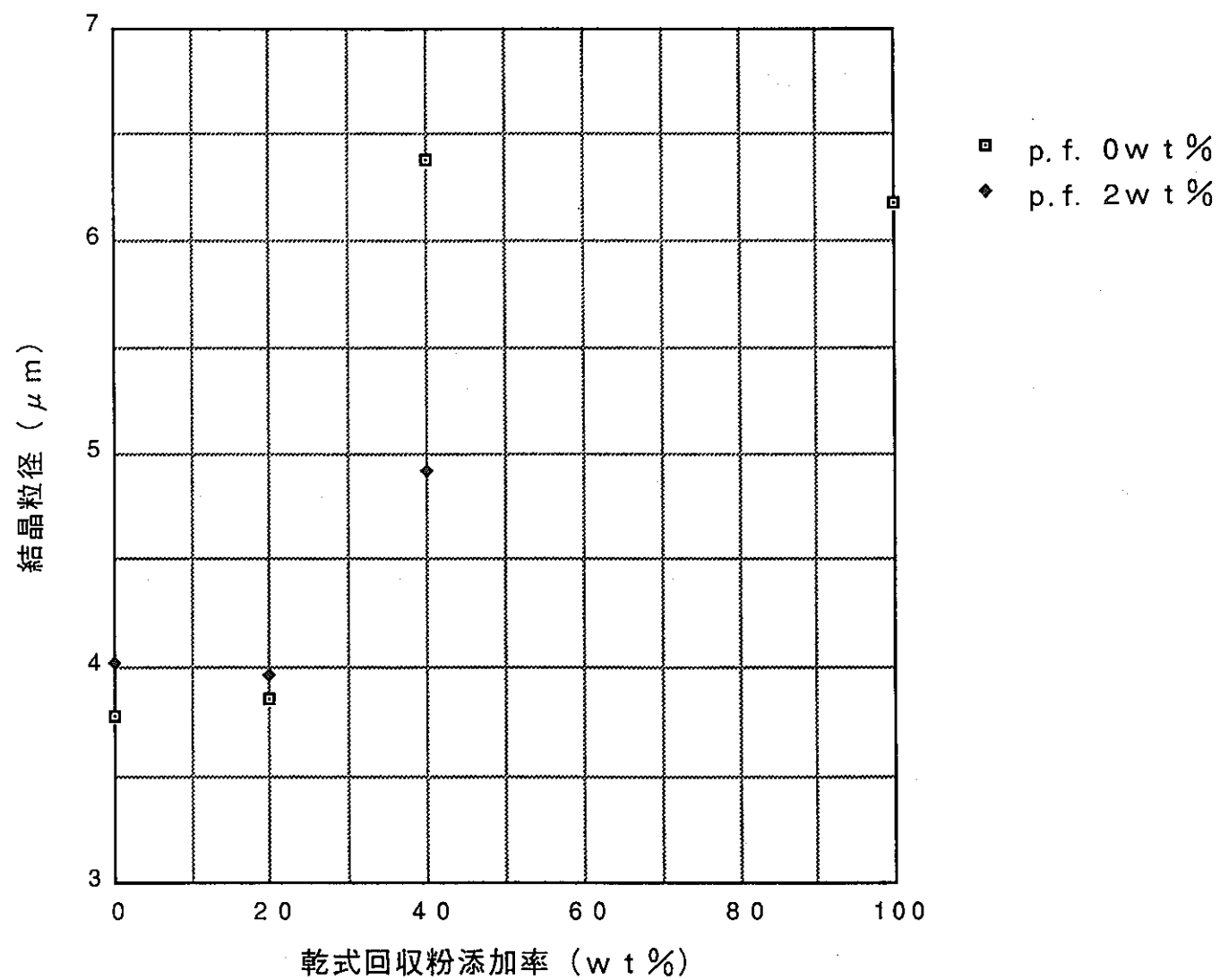


図39 乾式回収粉添加率と結晶粒径

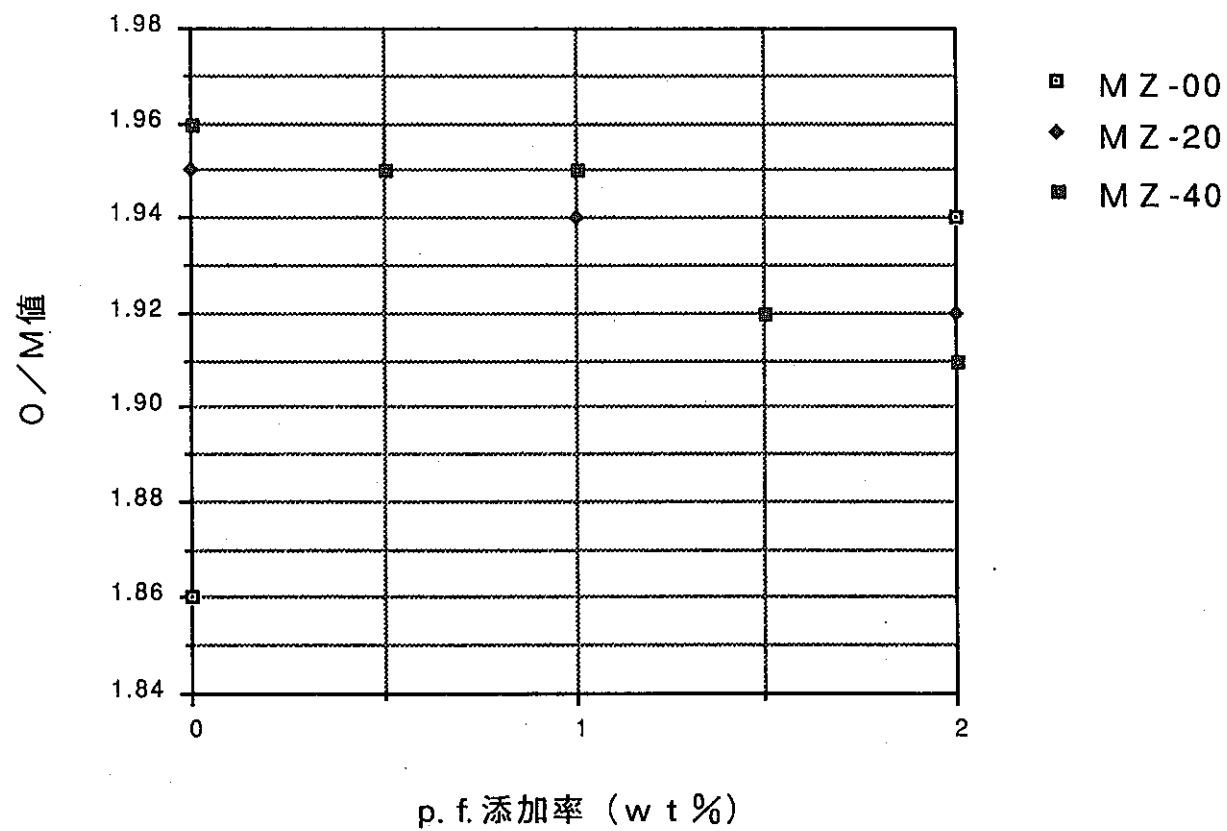


図40 p. f. 添加率と焼結ペレットのO/M値

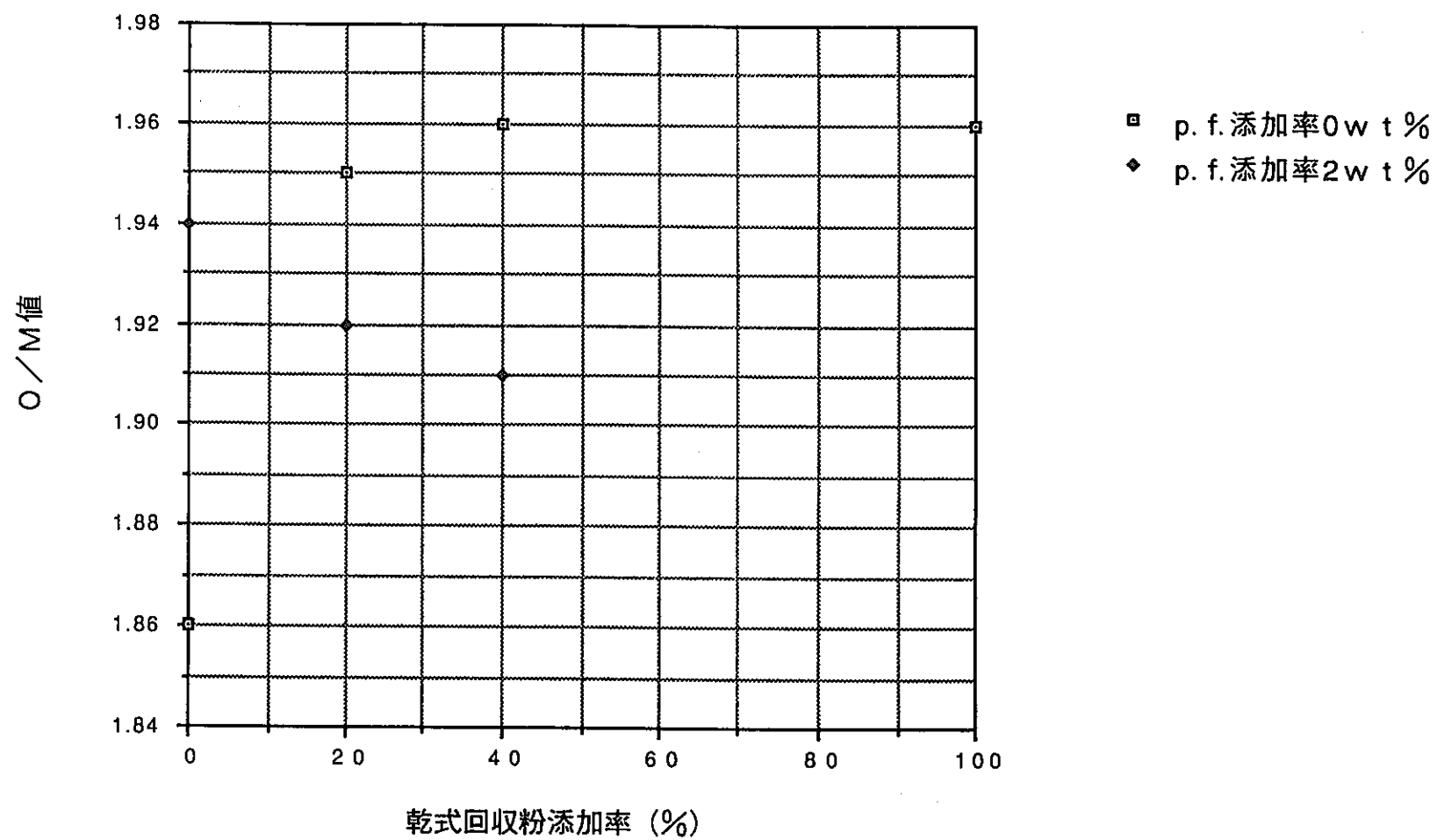


図41 乾式回収粉添加率と焼結ペレットのO/M値

② 収縮特性試験

それぞれの乾式回収粉添加率、ポアフォーマ添加率の条件毎の予焼後ペレットを各1個用いてAr-5%H₂ 雰囲気下で1750℃まで、400℃/hrで昇温したときの50℃毎の収縮率を測定した（1750℃に到達後、15分間保持を行った）。その結果を、図42～45に示す。また、直径方向と高さ方向の収縮率（収縮特性試験前後の変化量から算出した）を表12にまとめて示す。図46～49に温度上昇50℃当たりの収縮率をプロットした図を、図50、51に乾式回収粉添加率による比較をした図を示す。

収縮特性では、乾式回収粉添加率が多くなると収縮率が小さくなり、また、収縮開始温度が高温側に移動する傾向が確認された。乾式回収粉添加率が同じであれば、p. f. 添加率が異なっても、最終収縮率が異なる程度で収縮開始温度に差は見られなかった。これは、乾式回収粉添加率100 %（乾式回収粉のみ）のペレットでは、1750℃まで昇温しても収縮曲線は十分にsaturationしていないことも合わせて考えると、乾式回収粉が添加されることによって収縮開始温度が高い温度側にずれることによると考えられる。このように、乾式回収粉（結晶粒径が大きな粉末）では収縮速度（緻密化）が遅く収縮率も小さくなることから、ミミズ状ポアの発生には乾式回収粉と他の粉末（混合転換粉、劣化ウラン粉）との収縮挙動（緻密化）の差が影響していると考えられる。しかし、収縮特性挙動とミミズ状ポアの発生については、今回の試験では相関関係は認められなかった。

表16 収縮特性試験ペレットデータ

試験番号	乾式回収 粉添加率 (wt%)	ポワゾン 添加率 (wt%)	密度 (%TD)		直径収 縮率 (%)	高さ 収縮率 (%)	図番	備 考
			試験前	試験後				
MZ-00-00	0	0	55.61	95.60	17.34	15.84	図42	
MZ-00-20	0	2.0	51.72	88.62	17.27	16.09		
MZ-20-00	2.0	0	59.71	94.02	14.86	13.27	図43	
MZ-20-10	2.0	1.0	56.85	89.50	14.99	13.23		
MZ-20-20	2.0	2.0	54.73	85.69	14.92	13.10		
MZ-40-00	4.0	0	63.75	90.97	11.95	10.47	図44	
MZ-40-05	4.0	0.5	61.55	88.95	12.51	10.60		
MZ-40-10	4.0	1.0	60.12	87.41	12.80	10.62		
MZ-40-15	4.0	1.5	58.88	85.15	12.74	10.41		
MZ-40-20	4.0	2.5	57.90	83.07	12.50	10.18		
MZ-01-00	100	0	67.75	86.09	8.33	6.84	図45	

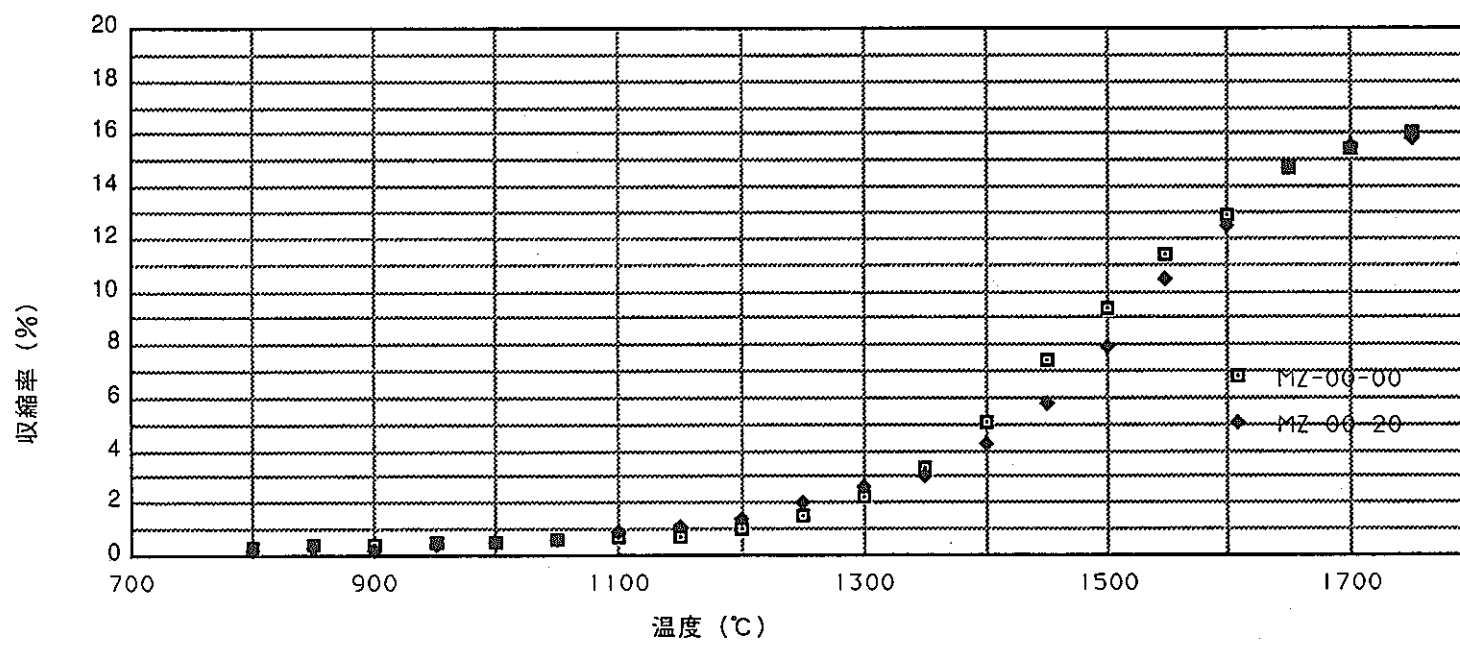


図42 収縮特性 (MZ-00; 乾回粉添加率00%)

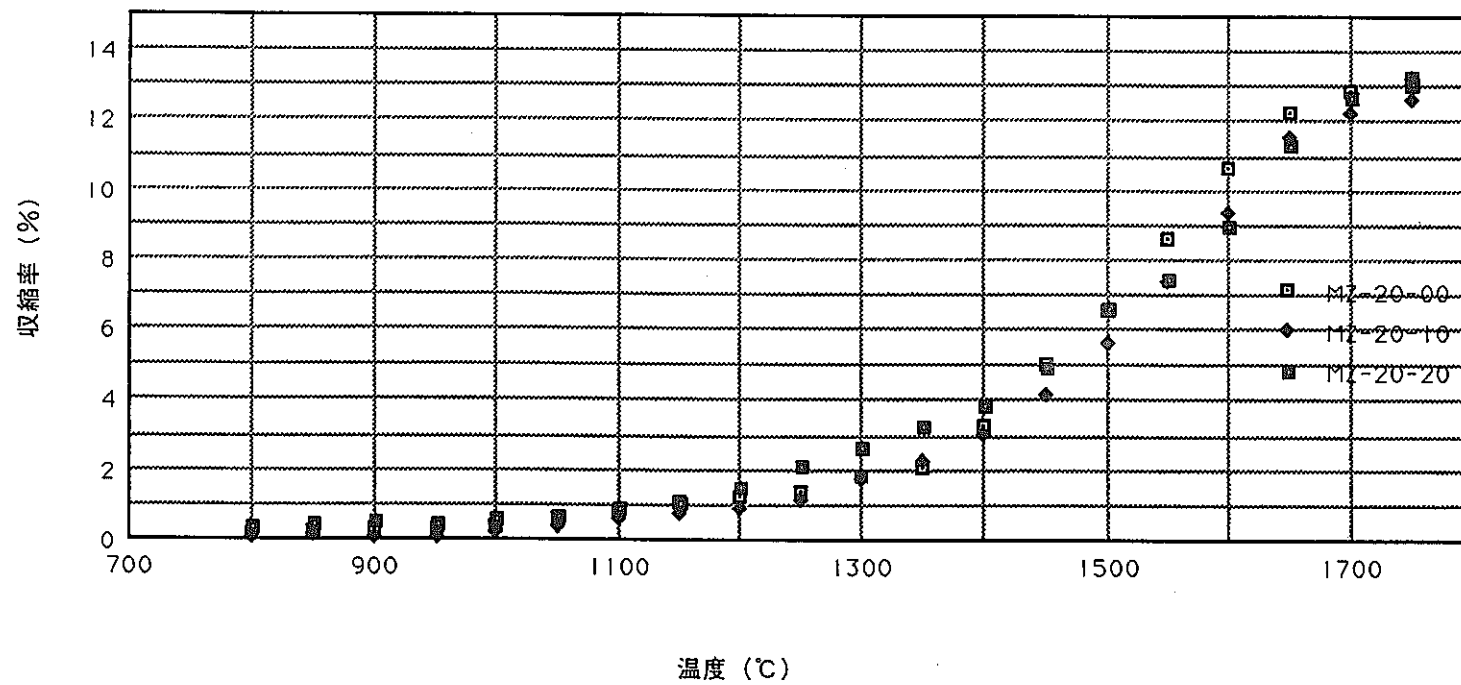


図43 収縮特性 (MZ-20; 乾回粉20%)

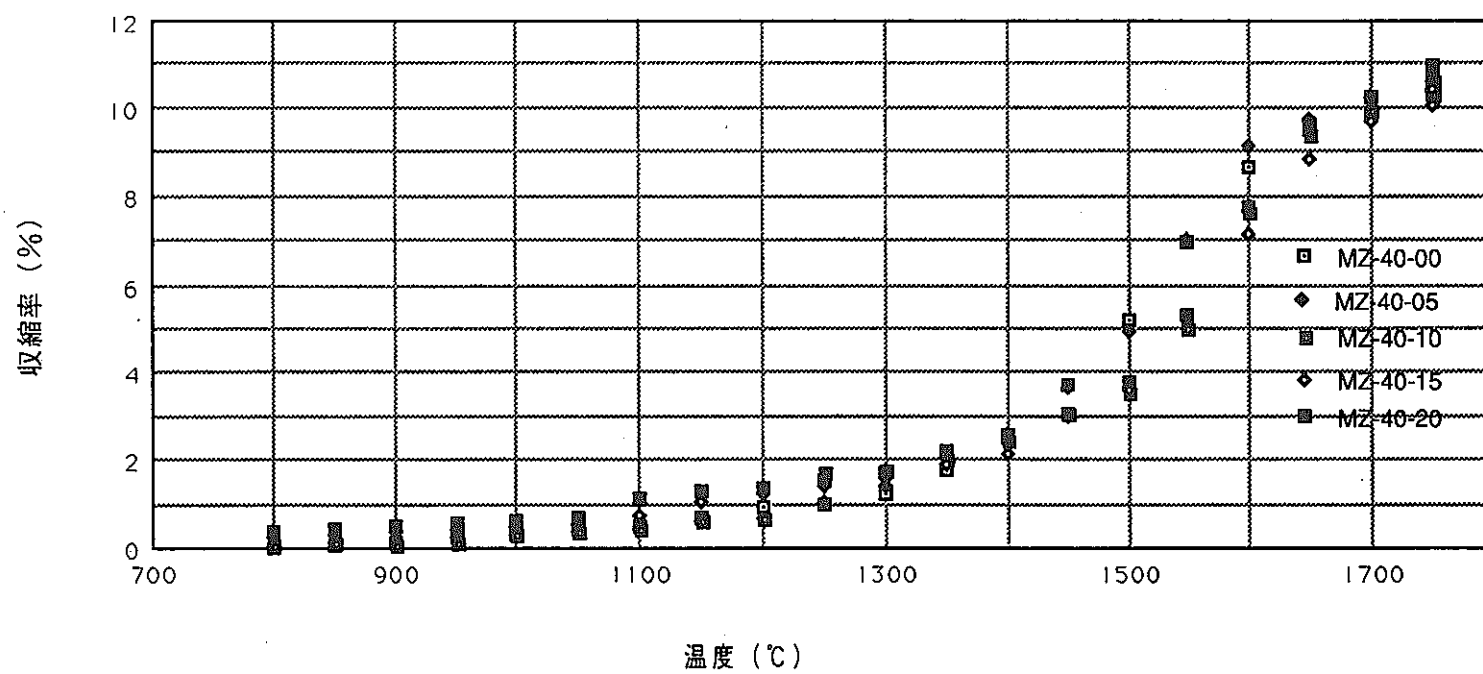


図44 収縮特性 (MZ-40; 乾回粉添加率40%)

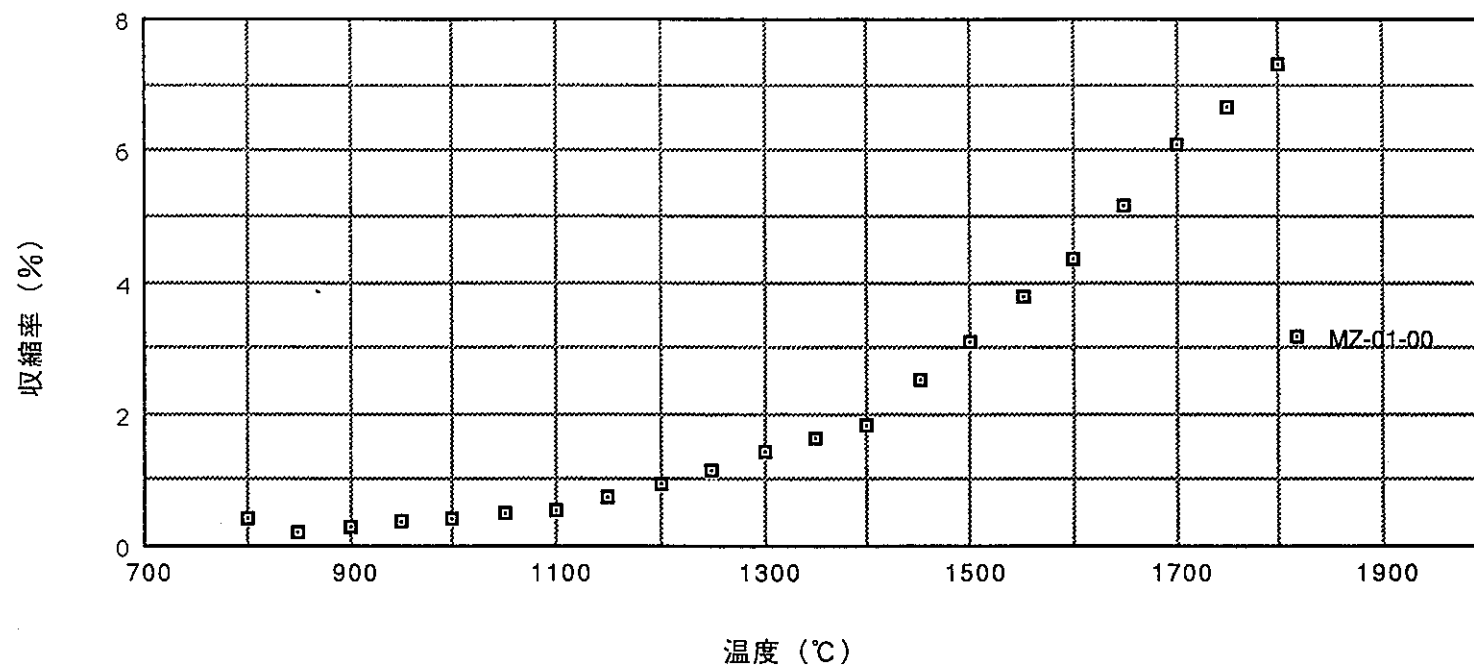


図45 収縮特性 (MZ-01 ; 乾回粉100%)

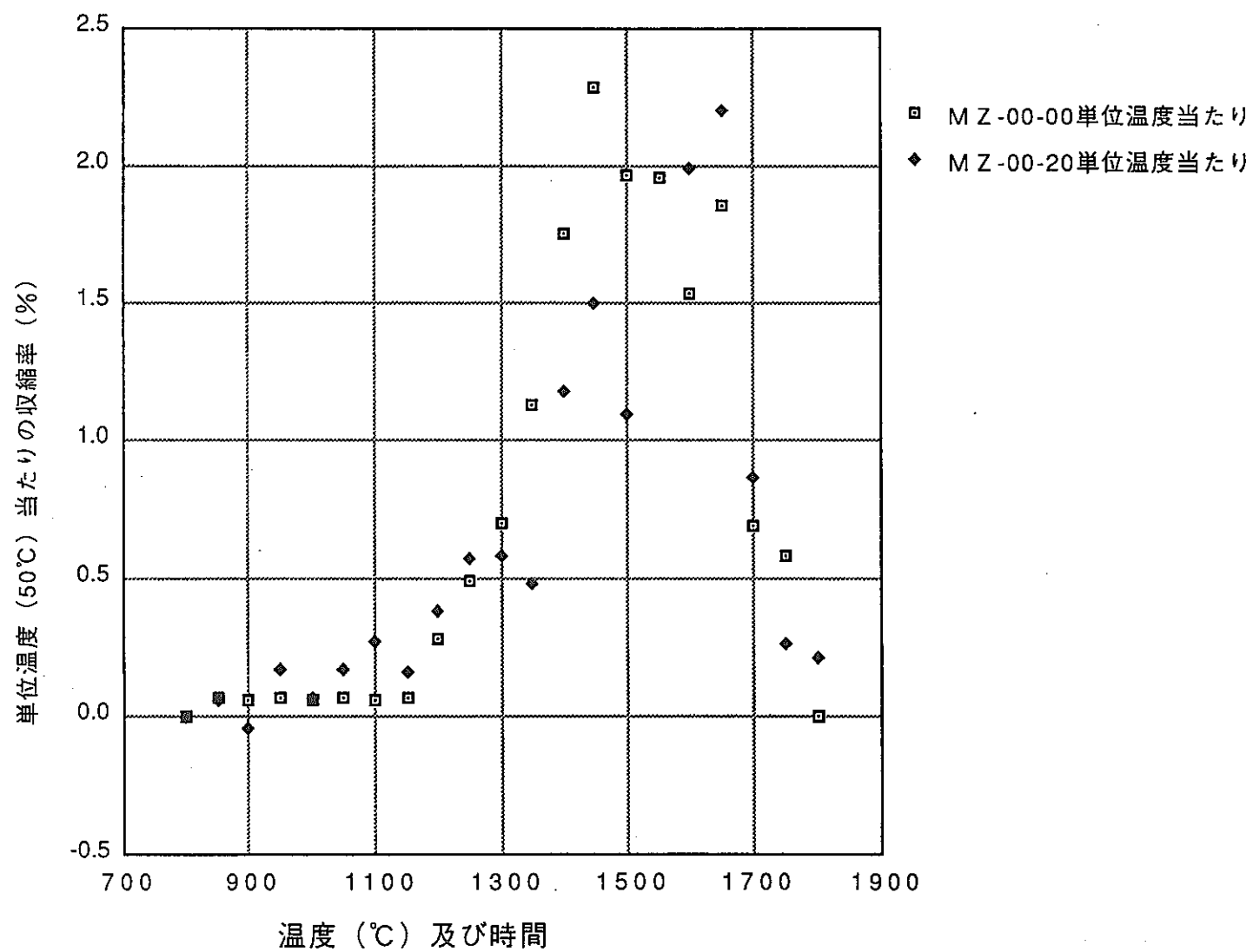


図46 収縮特性 (MZ-00試験)

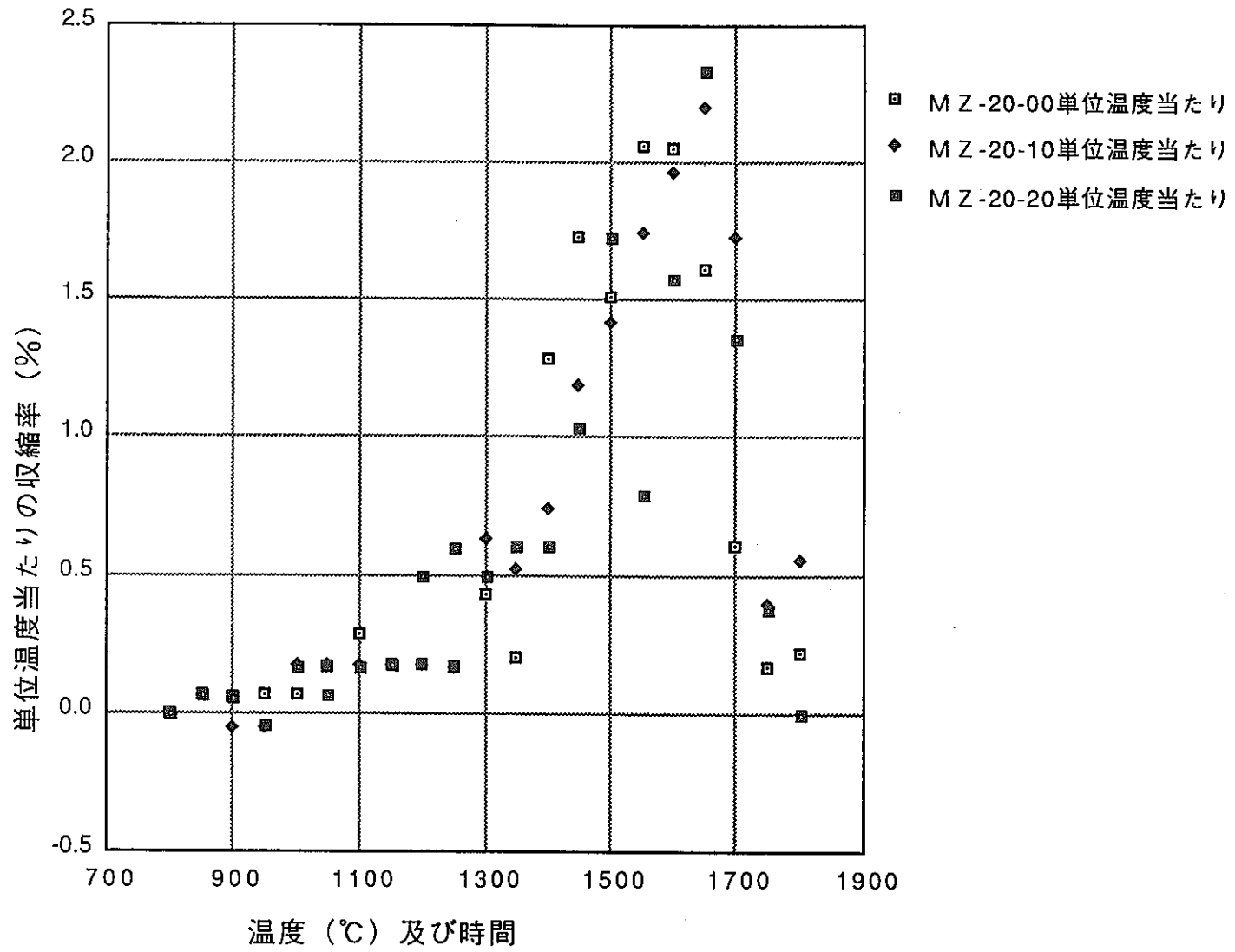


図47 収縮特性 (単位温度当たり : M Z -20試験)

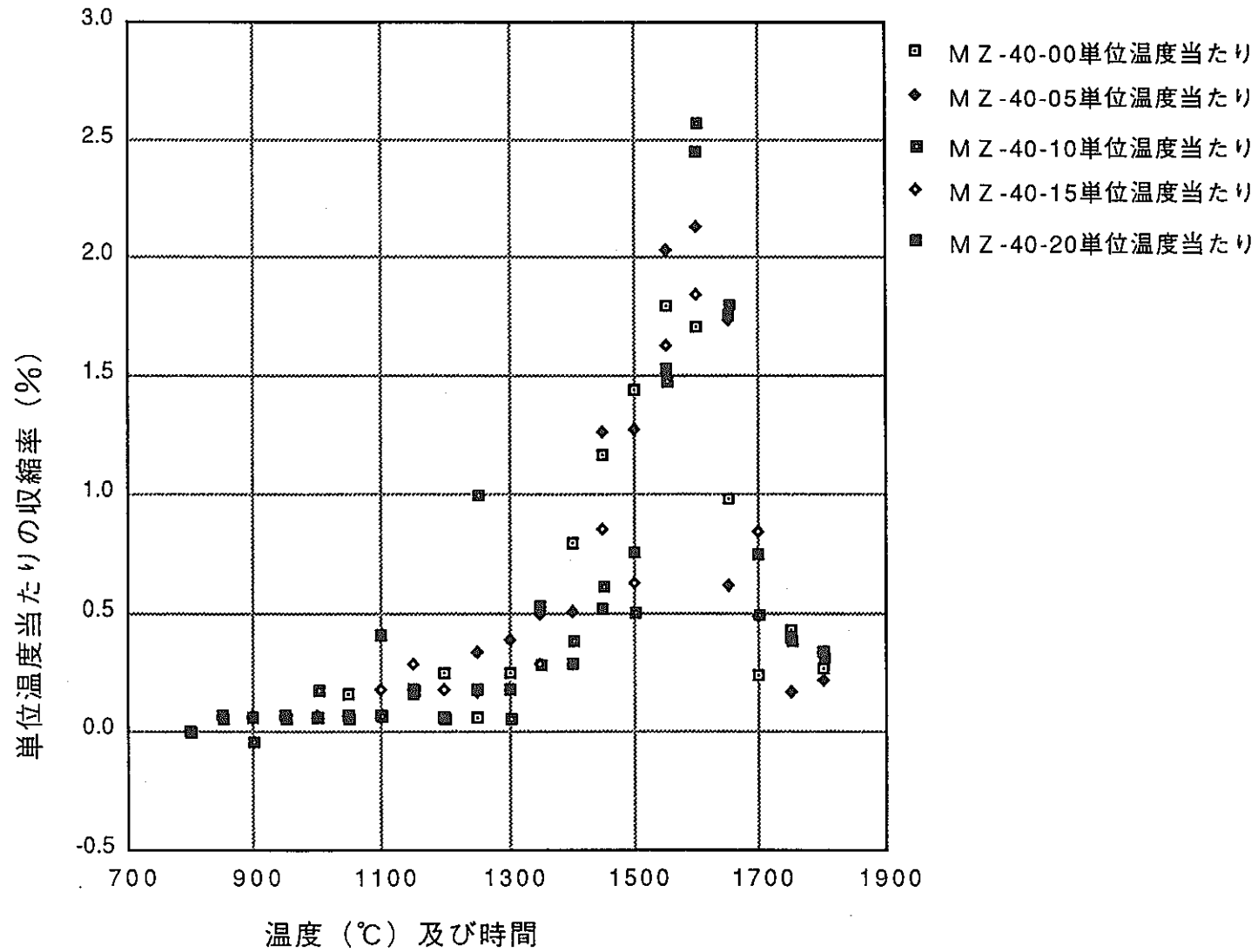


図48 収縮特性 (単位温度当たり : MZ-40試験)

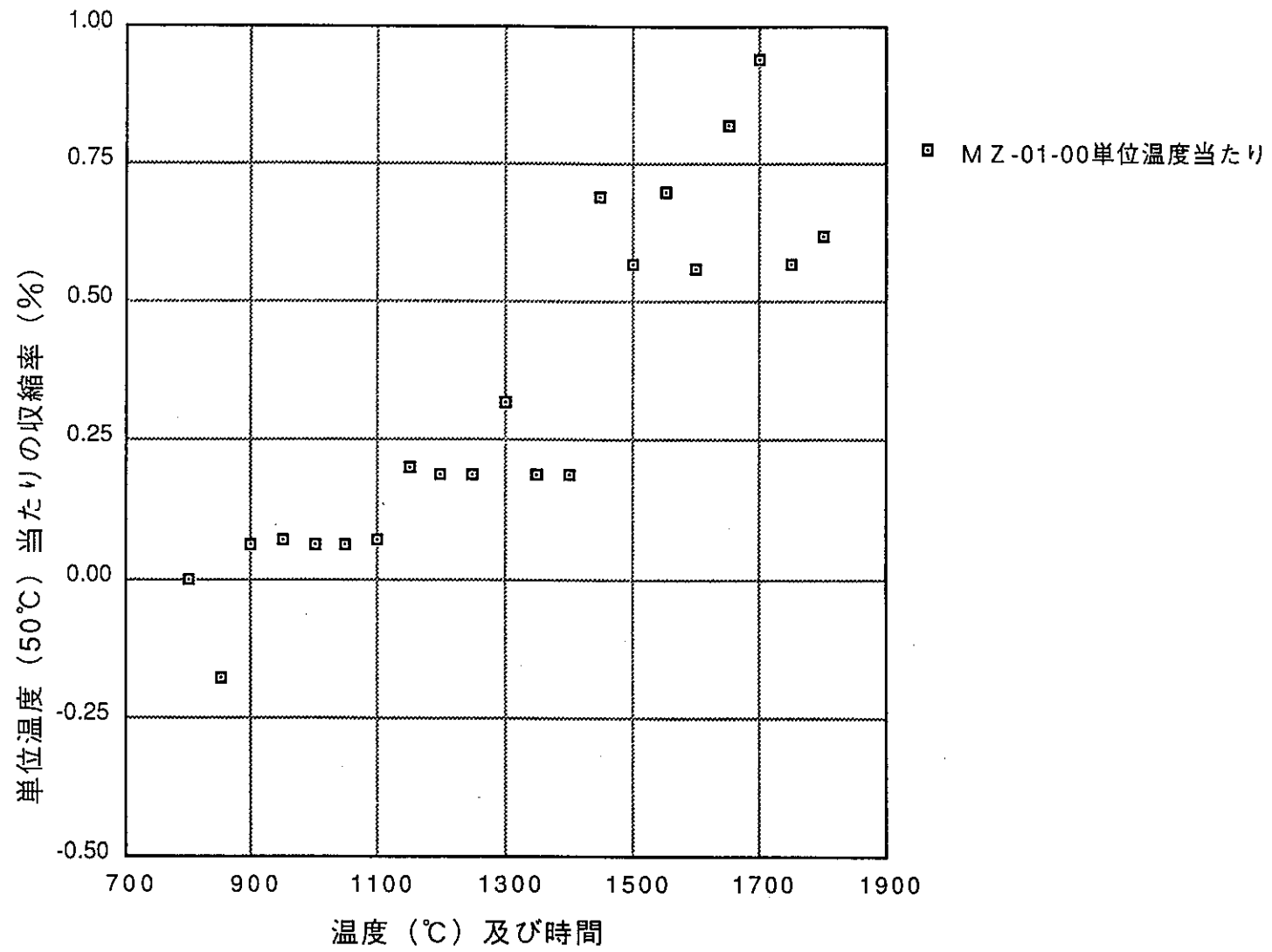


図49 収縮特性 (単位温度当たり : MZ-01試験)

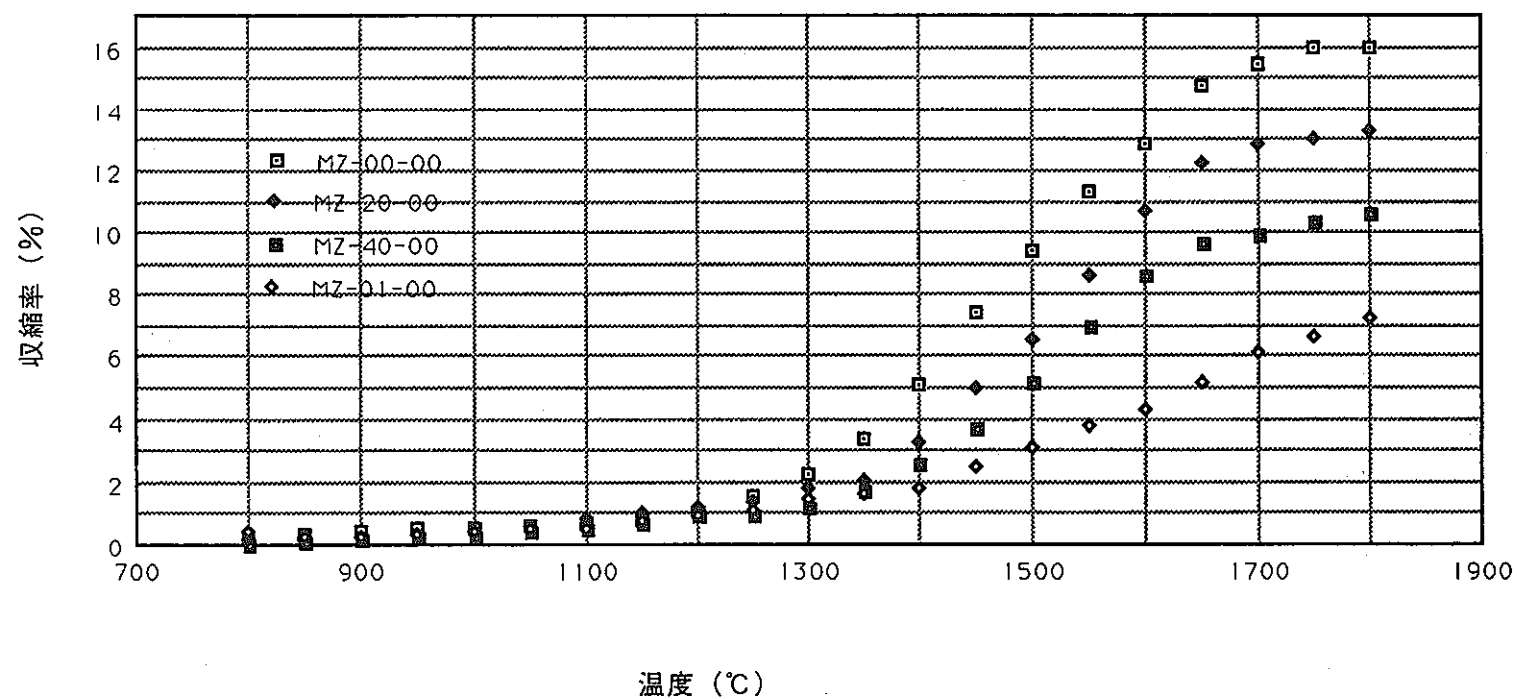


図50 収縮特性 (p. f. 添加率 0 %)

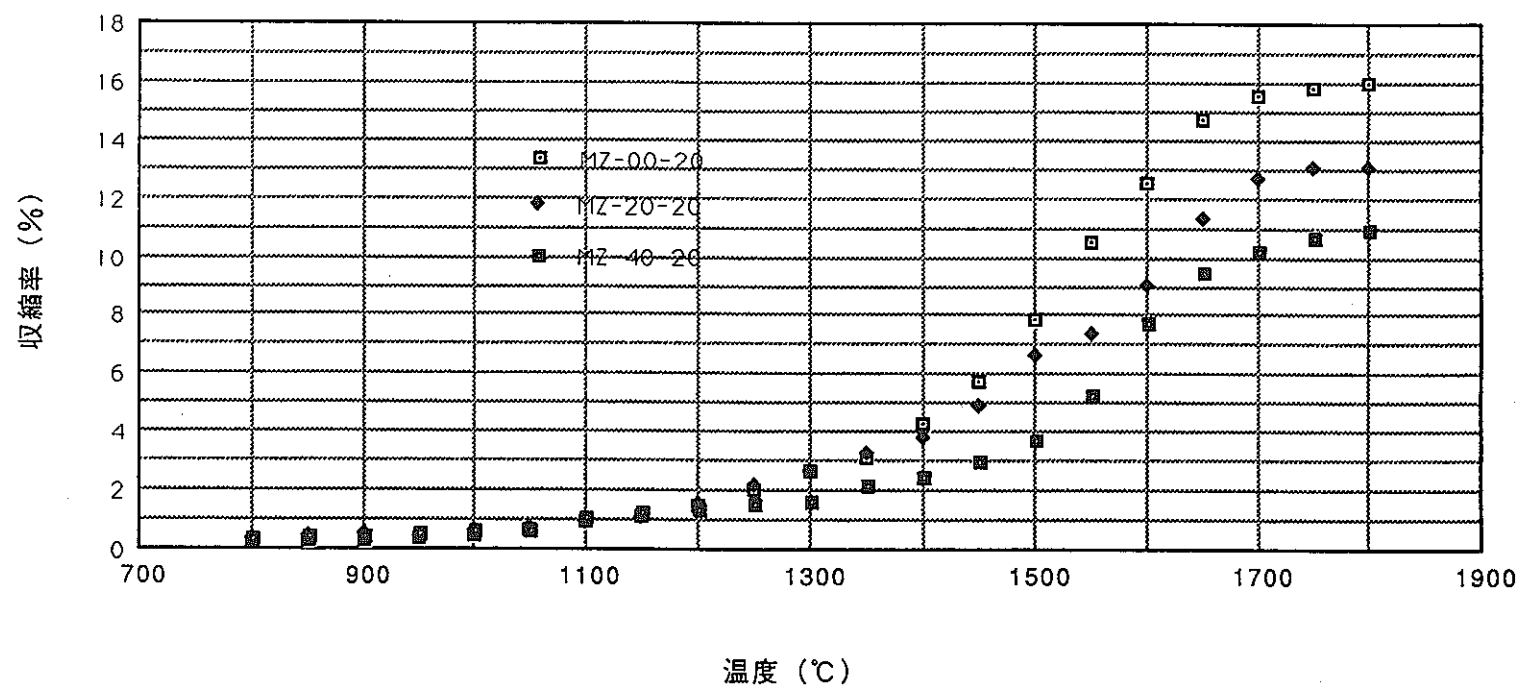


図51 収縮特性 (p. f. 添加率 2 %)

6. 結 論

今回のミミズ状ポア発生の再現試験、発生メカニズムの解明試験の結果、ペレット製造工程における製造条件は、ミミズ状ポアの発生に対して今回の製造条件では支配的なものではないと考えられるが、原料粉末、特に乾式回収粉の性状（履歴）に大きく左右されるようであると推定された。乾式回収粉も、焼結が進んで結晶粒径の成長したペレットからの、不活性化が進んだ乾式回収粉を用いた場合で、p. f. 添加量がある程度（具体的なしきい値は今回の試験では判明しなかった）のときにミミズ状ポアが発生し、焼結密度が低下することが確認された。また、ミミズ状ポアの周囲では結晶粒が比較的大きな部分と小さな部分の二重構造が確認された。このようなポアの発生には、結晶粒径の大きな乾式回収粉と、結晶粒の小さな混合転換粉、劣化ウラン粉との焼結速度の違いが影響していると推定された。

今後の試験としては、乾式回収粉の性状をパラメータにして、ミミズ状ポアの発生のメカニズム解明を行う必要がある。

7. 謝 辞

本試験におけるサンプル分析，及び物性測定に協力頂いたプルトニウム燃料工場検査課分析第1係並びにプルトニウム燃料開発室燃料化学グループにこの場を借りて感謝の意を表します。また，試験に対して有意義なアドバイスを頂いたプルトニウム燃料工場製造課の方々にこの場を借りて感謝の意を表します。

8. 参考文献

- 1) 樽田, 北島ら; Journal of the Ceramic Society of Japan, 101[5], 583-588
- 2) 成田, 宮本ら; 『低密度ペレット製造条件確立試験(Ⅲ), 乾式回収粉添加試験(Ⅱ)』,
PNC ZN8410 92-186