

平成28年度

文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業
英知を結集した原子力科学技術・人材育成推進事業

高温ガス炉の安全性向上のための
革新的燃料要素に関する研究

成果報告書

平成29年3月

国立研究開発法人 日本原子力研究開発機構

本報告書は、文部科学省の英知を結集した原子力科学技術・人材育成推進事業による委託業務として、国立研究開発法人 日本原子力研究開発機構が実施した平成26－28年度「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」の成果を取りまとめたものです。

目次

概略	vii
1. はじめに	1
参考文献	2
2. 業務計画	3
2.1 本事業の構成	3
2.2 本事業のスケジュール	4
参考文献	4
3. 業務の実施内容及び成果	5
3.1 耐酸化燃料要素の研究	5
3.1.1 耐酸化燃料要素の製造技術開発	5
3.1.1.1 はじめに	5
3.1.1.2 試作試験	5
3.1.1.2.1 はじめに	5
3.1.1.2.2 オーバーコート装置の製作	5
3.1.1.2.3 原料粉末の混合及びオーバーコート(再委託先:原燃工)	6
3.1.1.2.3.1 はじめに	6
3.1.1.2.3.2 フェノール樹脂量低減のための検討	7
(1) はじめに	7
(2) 方法	7
(3) 結果と結論	7
3.1.1.2.3.3 オーバーコート粒子の試作	8
3.1.1.2.3.4 まとめ	8
3.1.1.2.4 焼成	9
3.1.1.2.4.1 はじめに	9
(1) 緒言	9
(2) 焼成の方法	9
3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C 法と Si+C 法からの選択	9
(1) はじめに	9
(2) ホットプレス条件	10
(3) 結果と結論	10
3.1.1.2.4.3 適切な焼成条件の決定	11
3.1.1.2.4.3.1 はじめに	11
3.1.1.2.4.3.2 ホットプレス条件	11

3.1.1.2.4.3.3 結果	11
(1) 「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成 及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要	11
(2) 酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要	11
(3) 酸化試験のための試料の強度の予測	12
3.1.1.2.4.3.4 まとめと結論	12
3.1.1.2.4.4 まとめ	12
参考文献	13
3.1.1.3 酸化試験	14
3.1.1.3.1 はじめに	14
3.1.1.3.2 酸化試験装置の製作	14
3.1.1.3.3 酸化試験	14
3.1.1.3.3.1 はじめに	14
3.1.1.3.3.2 方法	14
(1) 試料	14
(2) 試料の前処理	15
(3) 酸化試験	15
(4) 酸化試験前後の試料のデータ取得	15
3.1.1.3.3.3 結果	16
(1) 外観	16
(2) 重量	16
(3) 微細構造	17
3.1.1.3.3.4 まとめ	17
参考文献	17
3.1.1.4 解析評価	18
3.1.1.4.1 はじめに	18
3.1.1.4.2 核熱計算	19
3.1.1.4.2.1 方法	19
3.1.1.4.2.1.1 全体の流れ	19
3.1.1.4.2.1.2 計算条件	19
(1) 仮定した仕様等	19
(2) 燃料の配置についての制限	19
3.1.1.4.2.1.3 計算方法	19
(1) 炉心燃焼計算	19
(2) 燃料温度計算	20
3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価	20
3.1.1.4.2.2 結果	21
3.1.1.4.2.2.1 概要	21

3.1.1.4.2.2	燃料及び可燃性毒物の配置	21
3.1.1.4.2.3	核熱計算結果と核熱成立性の評価	22
(1)	過剰反応度についての評価	22
(2)	炉停止余裕についての評価	22
(3)	反応度温度計算についての評価	22
(4)	燃料温度についての評価	23
3.1.1.4.2.3	まとめ	23
3.1.1.4.3	通常運転時の被覆燃料粒子の健全性の評価	24
3.1.1.4.3.1	はじめに	24
3.1.1.4.3.2	方法	24
(1)	健全性の判定基準	24
(2)	計算条件	24
(3)	計算方法	24
3.1.1.4.3.3	結果	26
3.1.1.4.4	まとめ	26
	参考文献	26
3.1.2	耐酸化燃料要素の検査技術開発(再委託先:原燃工)	27
3.1.2.1	はじめに	27
3.1.2.2	用いた試料	27
3.1.2.3	金相試験方法の検討	28
3.1.2.3.1	はじめに	28
3.1.2.3.2	試料切断法の検討	28
(1)	方法	28
(2)	結果	29
(3)	結論	29
3.1.2.3.3	切断面の研磨法の検討	30
(1)	方法	30
(2)	結果	30
(3)	結論	30
3.1.2.3.4	研磨面のエッチング法の検討	31
(1)	方法	31
(2)	結果	31
(3)	結論	31
3.1.2.3.5	金相試験方法の検討のまとめ	31
3.1.2.4	X線透過法の検討	32
(1)	方法	32
(2)	結果	32
(3)	結論	33

3.1.2.5 母材の解砕技術の検討	34
3.1.2.5.1 はじめに	34
3.1.2.5.2 溶融 KOH 法	34
(1) はじめに	34
(2) 方法	34
(3) 結果と結論	35
3.1.2.5.3 加圧酸分解法	36
3.1.2.5.3.1 はじめに	36
3.1.2.5.3.2 マッフル炉を用いる方式	36
(1) 方法	36
(2) 結果と結論	36
3.1.2.5.3.3 マイクロ波を用いる方式	37
(1) 方法	37
(2) 結果と結論	37
3.1.2.5.4 まとめ及び各種方法/方式の比較	38
3.1.2.6 まとめ	38
参考文献	38
3.1.3 耐酸化燃料要素の成形モデル構築	39
3.1.3.1 はじめに	39
3.1.3.2 原料の選定	39
(1) 候補材の選定	39
(2) 候補材の追認	40
参考文献	40
3.1.3.3 成形モデルの構築(再委託先:熊本大学)	41
3.1.3.3.1 はじめに	41
3.1.3.3.1.1 緒言	41
3.1.3.3.1.2 統計解析手法の概観	42
(1) 実験計画法	42
(2) 応答曲面法	42
(3) 応答曲面モデル	42
(4) 中心複合計画	43
3.1.3.3.2 成形条件案の作成	44
(1) はじめに	44
(2) 成形パラメータの抽出	44
(3) 成形条件案の作成	45
3.1.3.3.3 成形モデルの構築	46
参考文献	46
3.1.3.4 特性評価試験(再委託先:熊本大学)	47

3.1.3.4.1 方法	47
(1) 試料	47
(2) 試験及び評価	47
3.1.3.4.2 結果	47
3.1.3.5 まとめ	48
3.2 研究推進	49
4. 結言	50
付録 A-1 原料粉末に関する付録	54
付録 A-2 原料粉末及びオーバーコートに関する付録	68
付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成	73
付録 A-4 X線回折	268
付録 A-5 耐酸化燃料要素(模擬)の酸化試験	272
付録 A-6 解析評価に関する付録	300
付録 A-7 耐酸化燃料要素の検査技術開発に関する付録	301
付録 A-8 特性評価試験及び成形モデルの構築に関する付録	313
付録 A-9 研究推進に関する付録	324

表一覧

表 3.1.1.2.3-1 フェノール樹脂減量のための検討結果	7
表 3.1.1.2.3-2 試作したオーバーコート粒子	8
表 3.1.1.2.4-1 SiC+Si+C 法及び Si+C 法による焼成の結果一覧	10
表 3.1.1.3.3-1 酸化試験を行った試料のデータ	14
表 3.1.1.4-1 燃料の配置	21
表 3.1.1.4-2 可燃性毒物の配置	21
表 3.1.2.2-1 用いた試料	27
表 3.1.2.3-1 ダイヤモンドホイールによる切断試験条件	28
表 3.1.2.3.3-1 研磨試験結果	30
表 3.1.2.3.4-1 エッチング試験結果	31
表 3.1.2.4-1 耐酸化燃料要素の X 線透過画像の一覧	32
表 3.1.2.5-1 耐酸化燃料要素(模擬)の母材解砕試験結果一覧	35
表 3.1.3.3-1 成形条件案	45
表 3.1.3.3-2 係数一覧	46
表 3.1.3.4-1 試料の成形条件及び圧縮破壊強度	47

図一覧

図 2.1.2-1 本事業のスケジュール	4
図 3.1.1.3.3-1 酸化試験の試料外観	16
図 3.1.1.3.3-2 酸化試験の試料表面の SEM 像(底面の中央付近)	17
図 3.1.1.4-1 健全被覆燃料粒子の内圧破損確率の評価のための計算条件	25
図 3.1.2.3-1 耐酸化性燃料要素(模擬)及びナストンゴールドの切断後外観	29
図 3.1.2.4-1 No. 3 試料の外観	33
図 3.1.3.3-1 2 因子の場合の中心複合計画の説明図	43

略語一覧

BP	: Burnable Poison	(可燃性毒物)
CFP	: Coated Fuel Particle	(被覆燃料粒子)
HTGR	: High Temperature Gas-cooled Reactor	(高温ガス炉)
HTTR	: High Temperature Engineering Test Reactor	(高温工学試験研究炉)
JST	: Japan Science and Technology Agency	(独立行政法人 科学技術振興機構)

概略

本報告書は、文部科学省の国家課題対応型研究開発推進事業による委託業務として、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構(以下、原子力機構)が実施した「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」の成果をまとめたものである。

高温ガス炉の燃料は、耐熱性を有するセラミックス製の被覆燃料粒子(CFP, 直径1ミリ程度)であり、CFP同士を黒鉛及び炭素により構成される母材で結合し、黒鉛製の構造材と共に燃料要素を構成する。本事業において開発する燃料要素の革新性は、従来の黒鉛及び炭素により構成される母材を炭化ケイ素(SiC)を含むものに置き換える方法で、燃料要素の母材に耐酸化性能を付加し、安全性を向上させる点にある。以降、本事業において開発する燃料要素を、「耐酸化燃料要素」と称することとする。この耐酸化燃料要素が実用化されれば、高温ガス炉の空気侵入事故(配管破断事故)時に想定を超える空気が侵入した場合においても、燃料の耐酸化性能が維持され、高温ガス炉の安全性・信頼性を向上させることができると期待される。

本事業においては、革新的な耐酸化燃料要素の基礎基盤技術の確立を目指し、耐酸化性能に優れるSiCを燃料要素の母材として新たに適用する技術の開発を目的として、セラミックス球を模擬のCFPとして用いた製造技術開発、検査技術開発ならびに成形モデル構築を行った。

平成26～28年度にかけて以下を実施した。

(1) 耐酸化燃料要素の研究

①耐酸化燃料要素の製造技術開発

1) 試作試験

i) オーバーコート装置の製作

粒子に原料粉末をコーティングするためのオーバーコート装置を製作した。

ii) 原料粉末の混合及びオーバーコート

(再委託先：原子燃料工業株式会社(以下、原燃工))

上記「(1)①1)i)オーバーコート装置の製作」において製作したオーバーコート装置及び下記「(1)③1)原料の選定」において選んだ原料粉末を用い、オーバーコート粒子の試作を行った。まず、母材原料粉末の製造(原料粉末の混合)及びオーバーコートの方法について検討し、従来の高温ガス炉燃料における方法に準じて行うこととした。次に、ガス発生を抑制し、ホットプレスが可能とするため、フェノール樹脂量の低減について検討した。それらの検討に基づいてオーバーコート粒子を試作し、ホットプレスが可能であることを確認した。以上により、原料粉末の混合方法ならびにオーバーコート方法を確立し、オーバーコート粒子の試作を完了した。

iii) 焼成

上記「(1)①1)ii)原料粉末の混合及びオーバーコート」において試作したオーバーコート粒子を型に詰めて、ホットプレス法にて耐酸化燃料要素(模擬)を焼成した。まず、母材の原料粉末に予めSiCが含まれていれば、母材中のSiCの含有率を向上されることが期待されることから、母材の原料粉末にSiCを加えるかどうか検討した。本事業においては、SiCを加える方法を「SiC+Si+C法」、加えない方法を

「Si+C 法」と称する。SiC+Si+C 法と Si+C 法のうち、成形性の観点から Si+C 法を選択した。次に、この Si+C 法における適切な焼成条件を次のように決定した。酸化試験用の試料の焼成を行い、

a) 下記「(1)①2) ii) 酸化試験」で後述するように、従来の燃料要素よりも優れた耐酸化性能を確認した。

b) 下記「(1)③2) 成形モデルの構築」にて作成された焼成条件と圧縮強度の相関のモデルにより、酸化試験用の試料の圧縮強度は、高温工学試験研究炉 (HTTR) 燃料における受入基準を充分上回ると評価された。

上記 a) b) をもって酸化試験用の試料の焼成条件を適切な焼成条件であると追認した。以上により、耐酸化燃料要素の製造に関する基盤技術を確立した。

2) 酸化試験

i) 酸化試験装置の製作

高温酸化雰囲気下での耐酸化燃料要素の耐酸化性能を把握するための酸化試験装置を製作した。

ii) 酸化試験

「(1)①1) iii) 焼成」において焼成した耐酸化燃料要素(模擬)について、上記「(1)①2) i) 酸化試験装置の製作」において製作した酸化試験装置を用いて、高温酸化雰囲気下での酸化試験を行った。上記「(1)①1) ii) 焼成」において酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素を 20%酸素中 900℃にて 30 分酸化させたところ、CFP(模擬)をすべて保持していた。一方、過去に同等の条件で行われた従来の燃料要素の酸化試験においては、CFP(模擬)のすべては保持できず、一部が落剥した。以上により、酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素の耐酸化性能が従来の燃料要素よりも優れていることを確認した。

3) 解析評価

まず耐酸化燃料要素の仕様を仮定して核熱計算を行い、燃料最高温度等の判断基準を満足する核熱設計を提示した。次にその核熱設計に基づき CFP の通常運転時の健全性評価として内圧破損確率の評価を行い、健全性が保たれることを確認した。以上により、核熱計算において仮定した耐酸化燃料要素の仕様を耐酸化燃料要素の標準仕様として追認した。

②耐酸化燃料要素の検査技術開発 (再委託先：原燃工)

1) 検査技術開発

「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)を用い、以下の試験を実施した。

➤ 金相試験

ダイヤモンドホイールによる切断及びダイヤモンドペーストによる切断面の研磨により、SiC 母材の均質性及び粒子分散状態の把握が可能な金相試験試料を作成することが出来た。

➤ X線透過試験

耐酸化燃料要素(模擬)を撮影し、粒子分散状態の把握が可能なX線透過画像を得た。また、試料内の有意な空隙及び金属由来と考えられる介在物の有無を検査することができることが分かった。

以上により、耐酸化燃料要素のSiC母材の均質性ならびに粒子分散状態等を把握するための検査手法を確立した。更に、以下の試験を実施した。

➤ 母材の解砕

溶融 KOH 法及び加圧酸分解法(マッフル炉を用いる方式及びマイクロ波を用いる方式)による母材の解砕試験を行い、これらのいずれもが CFP 破損率検査に不可欠な前処理技術である母材の解砕へ適用できる見通しを得た。

③耐酸化燃料要素の成形モデル構築

1) 原料の選定

まず、母材の原料の候補材を選定した。次に、候補材を用いて上記「(1)①1) 試作試験」にて耐酸化燃料要素(模擬)を試作したところ、Si+C法にて問題なく試作できた。従って、候補材のうち Si 及び C 粉末、及び樹脂を耐酸化燃料要素の母材の原料として決定した。

2) 成形モデルの構築(再委託先: 熊本大学)

まず、成形パラメータとしてホットプレスにおける最高温度及び最高温度における保持時間を抽出した、次に、中心複合計画(「3.1.3.3.1.2 統計解析手法の概観」参照)に基づき作成した成形条件案を作成した。この案に基づき、上記「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)について、下記「(1)③3) 特性評価」において取得した圧縮破壊強度のデータに基づき、応答曲面モデルを作成した。

3) 特性評価(再委託先: 熊本大学)

上記「(1)③2) 成形モデルの構築」において作成した成形条件案に基づき「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)について圧縮破壊強度のデータを取得した。

(2) 研究推進

- 研究代表者の下で各研究項目間における連携を密にして研究を進めた。
- 本事業の直接費にて再委託先等と下記のように打ち合わせを行った。
 - ✓ 山本 P0 による中間フォロー: 1 回
 - ✓ 熊本大学との打ち合わせ: 4 回
 - ✓ 原燃工との打ち合わせ: 4 回
- 本事業の直接費にて下記のことも行った。
 - ✓ 学会参加: 2 回
 - ✓ 成果報告会参加: 2 回
- また、成果報告書を纏めた。

以上、各々の事業項目を実施し、所期の目標を達成した。

1. はじめに

本報告書は、文部科学省の国家課題対応型研究開発推進事業による委託業務として、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構(以下、原子力機構)が実施した「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」の成果をまとめたものである。

高温ガス炉の燃料は、耐熱性を有するセラミックス製の被覆燃料粒子(CFP, 直径1ミリ程度)であり、CFP同士を黒鉛及び炭素により構成される母材で結合し、黒鉛製の構造材と共に燃料要素を構成する。本事業において開発する燃料要素の革新性は、従来の黒鉛及び炭素により構成される母材を、炭化ケイ素(SiC)を含むものに置き換える方法で、燃料要素の母材に耐酸化性能を付加し、安全性を向上させる点にある。以降、本事業において開発する燃料要素を、「耐酸化燃料要素」と称することとする。この耐酸化燃料要素が実用化されれば、高温ガス炉の空気侵入事故(配管破断事故)時に想定を超える空気が侵入した場合においても、燃料の耐酸化性能が維持され、高温ガス炉の安全性・信頼性を向上させることができると期待される。

本事業は、以下のような社会的・技術的背景に基づくものである。

(1) 社会的背景

- ① エネルギー基本計画において、固有の安全性に優れた高温ガス炉は「取り組むべき戦略的な技術開発課題」とされ、「安全性の高度化に貢献する原子力技術」と明記された。
- ② 福島第一原発事故を受けて、原子力施設は世界最高水準の安全性を目指し更なる安全性・信頼性を向上することが強く求められるようになった。そこで高温ガス炉においては、設計基準事故時の想定を超える空気侵入や水侵入を考慮することが求められている。

(2) 技術的背景

- ① 1970年代に特殊法人日本原子力研究所(以下、原研)において、本研究の先行研究にあたる研究が行われた(参考文献[1-1]、[1-2])。

本事業においては、高温ガス炉の空気侵入事故時における耐酸化性能を向上した、革新的な耐酸化燃料要素の基礎基盤技術の確立を目指し、耐酸化性能に優れるSiCを燃料要素の母材として新たに適用する技術の開発を目的として、セラミックス球を模擬のCFPとして用いた製造技術開発、検査技術開発ならびに成形モデル構築を行う。

まず、本事業における耐酸化燃料要素の主要な製造工程を説明する。

- (1) 母材の原料を混合し、混合粉末を調製する。
- (2) CFPを模擬する粒子(セラミックス球)を回転装置内で転がし、粒子をエタノール等で湿らせつつ、調整した混合粉末を回転装置内へ投入し、CFPを模擬する粒子表面に混合粉末を均一にコーティングする。以降、本工程をオーバーコート、CFP及びそれを模擬する粒子を転がす回転装置をオーバーコート装置、オーバーコートした粒子をオーバーコート粒子と称する。オーバーコートは、高温工学試験研究炉(HTR)で確立した手法に基づいて実施する。

- (3) オーバーコート粒子をダイス（型枠）に投入し、ホットプレスすることで耐酸化燃料要素を成形・焼結する。ホットプレスは、先行研究（参考文献[1-1]、[1-2]）の手法に基づいて実施する。

本報告書では、第2章に本事業の業務計画、第3章に本事業の成果を、第4章に成果のまとめをそれぞれ述べる。

参考文献

- [1-1] 井川勝市、他：レジンボンド黒鉛成形体と SiC ボンド黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較、JAERI-M7477(1978).
- [1-2] K. Ikawa, et al., “Reaction hot press of graphite-silicon”, High Temperature-High Pressures 9 (1977) 431-435.

2. 業務計画

2.1 本事業の構成

本事業における実施項目を以下に示す。

(1) 耐酸化燃料要素の研究

① 耐酸化燃料要素の製造技術開発

1) 試作試験

選定した原料を用いて、構築した成形モデルにより検討した試作条件にもとづき、耐酸化燃料要素の試作試験を行う。

2) 酸化試験

試作した耐酸化燃料要素の耐酸化性能を調べる。

3) 解析評価

耐酸化燃料要素を用いた実際の原子炉を仮定し、核熱設計及びCFPの通常運転時の健全性評価を行い、耐酸化燃料要素の標準仕様を定める。

② 耐酸化燃料要素の検査技術開発

従来の燃料要素に用いられる黒鉛と炭素ベースの母材と本研究における耐酸化燃料要素に適用するSiCベースの母材では、硬度等の特性が大きく異なることから、金相試験における研磨等の条件を新たに取得するなど、耐酸化燃料要素のための検査技術を新規に開発する。

③ 耐酸化燃料要素の成形モデル構築

1) 原料の選定

耐酸化燃料要素の試作試験に用いる母材の原料粉末を選定する。原料粉末については、先行研究（参考文献[2-1]、[2-2]）に報告されているSiC反応（ $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$ ）に基づいて、ケイ素（Si）、炭素系材料（C）及び樹脂系材料を候補材として選定する。また、SiC粉末間をC粉末及び熔融Siによって埋める反応結合SiC（参考文献[2-3]）が開発され、近年、宇宙用光学ミラー等へ応用されている。これを先行研究の方法と比較すると、母材中のSiCの割合が大きい方が燃料要素の耐酸化性能がより高いと予測されることから、上記の「試作試験」ならびに「酸化試験」を通じて、候補材にSiC粉末を追加適用する可能性についても検討する。

2) 成形モデルの構築

耐酸化燃料要素の特性のうち主に強度に着目し、強度に影響する成形パラメータ（粒度分布、黒鉛密度、バインダー粘性、予熱温度、プレス圧力、時間など）のなかから、耐酸化燃料要素を試作する条件を検討する。また、試作試験及び特性評価試験の結果をフィードバックし、成形モデルを改良する。

3) 特性評価試験

試作した耐酸化燃料要素を用いて、機械特性データ等を取得する。

(2) 研究推進

研究代表者の下で各研究項目間における連携を密にして研究を進める。また、情報収集のために学会に参加する。

2.2 本事業のスケジュール

本事業のスケジュールを図 2.1.2-1 に示す。

項目	年度	平成26年度	平成27年度	平成28年度	
(1) 耐酸化燃料要素の研究	① 耐酸化燃料要素の製造技術開発	オーバーコート装置の製作 ←→ 原料粉末混合等の準備	原料粉末の混合及び オーバーコート ←→ 焼成	原料粉末の混合及び オーバーコート ←→ 焼成	
					i) オーバーコート装置の製作 (原子力機構)
					ii) 原料粉末の混合 及びオーバーコート(原燃工)
	ii) 焼成(原子力機構)	酸化試験装置の製作 ←→	酸化試験	酸化試験	
					2) 酸化試験(原子力機構)
	i) 酸化試験装置の製作	暫定仕様の検討 ←→	核熱特性解析評価	被覆燃料粒子の健全性 評価・標準仕様の決定	
	ii) 酸化試験				
	3) 解析評価(原子力機構)	検査技術開発の準備 ←→	検査技術開発	検査技術開発	
	② 耐酸化燃料要素の検査技術開発(原燃工)				
	1) 検査技術開発				
	③ 耐酸化燃料要素の成形モデル構築	原料の選定 ←→ 検討・評価	原料の選定 ←→ モデルの構築 ←→ 特性評価試験	モデルの改良 ←→ 特性評価試験	
					1) 原料の選定(原子力機構)
					2) 成形モデルの構築(熊本大学)
					3) 特性評価試験(熊本大学)
	(2) 研究推進	委託者・再委託先の 打ち合わせ ←→	再委託先との打ち合わせ ←→	再委託先との打ち合わせ ←→	
	まとめ・評価 ←→	まとめ・評価 ←→	まとめ・評価 ←→		

図 2.1.2-1 本事業のスケジュール

参考文献

- [2-1] 井川勝市、他：レジンボンド黒鉛成形体と SiC ボンド黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較、JAERI-M7477(1978).
- [2-2] K. Ikawa, et al., “Reaction hot press of graphite-silicon”, High Temperature-High Pressures 9 (1977) 431-435.
- [2-3] S. Suyama, et al., “Development of high-strength reaction-sintered silicon carbide”, Diamond and Related Materials 12 (2003) 3-7.

3. 業務の実施内容及び成果

3.1 耐酸化燃料要素の研究

3.1.1 耐酸化燃料要素の製造技術開発

3.1.1.1 はじめに

本小節において「試作試験」「酸化試験」及び「解析評価」について述べる。

「試作試験」において耐酸化燃料要素(模擬)の試作を行い、「酸化試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)の酸化試験を行うこととした。

「解析評価」においては耐酸化燃料要素の標準仕様の決定を行うこととした。

3.1.1.2 試作試験

3.1.1.2.1 はじめに

本項において耐酸化燃料要素(模擬)の試作について述べる。試作全体の工程については「1. はじめに」を参照すること。

まず「3.1.1.2.2 オーバーコート装置の製作」にてオーバーコート装置を製作し、この装置を用いて「3.1.1.2.3 原料粉末の混合及びオーバーコート」に示すとおりオーバーコート粒子を試作した。そしてこのオーバーコート粒子を「3.1.1.2.4 焼成」に示すとおり焼成した。以上により耐酸化燃料要素(模擬)を試作することとした。

3.1.1.2.2 オーバーコート装置の製作 (平成 26 年度)

模擬 CFP の表面に混合粉末を均一にコーティングするためのオーバーコート装置を製作した。

オーバーコート装置は、本体と架台(SUS 製)により構成される。本体は、(株)富士薬品機械製の錠剤糖衣機 FY-TS-300 をベースに、粒子が滑らず転がるようパン内面を梨地仕上げに加工した。また架台は SUS 製とし、オーバーコート装置本体を架台上面に安定に設置できるように製作した。

3.1.1.2.3 原料粉末の混合及びオーバーコート(再委託先:原燃工) (平成 26 年度～平成 28 年度)

3.1.1.2.3.1 はじめに

ここでは、耐酸化燃料要素の製造の初期段階である母材の原料粉末の混合及びオーバーコート粒子の製造について、本事業の成果を述べる。

母材原料粉末の製造(原料粉末の混合)及びオーバーコートの両方に、HTTR 燃料において実績のある方法が適用可能と考えられる。従って、耐酸化燃料要素の母材原料粉末の製造及びオーバーコートは、高温ガス炉燃料における方法に準じて行うこととした。また、オーバーコート粒子の核となる CFP の模擬材として、耐熱性があり、密度が CFP のそれに近い高純度アルミナを選択した。

3.1.1.2.3.2 フェノール樹脂量低減のための検討

(1) はじめに

HTTR 用燃料コンパクト用の母材原料粉末には、バインダーとして約 20Wt%のフェノール樹脂を添加している。一方、耐酸化燃料要素の焼成に適用するホットプレス法においては、プレス対象物より多量のガスが脱離することが装置や部品に悪影響を及ぼし、遂にはホットプレスそのものが不可能となる懸念がある。従って、オーバーコート粒子の試作に先立ち、ガス発生源となるフェノール樹脂の添加量を極力減らすための検討を行った。

(2) 方法

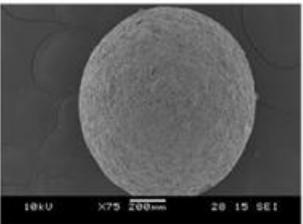
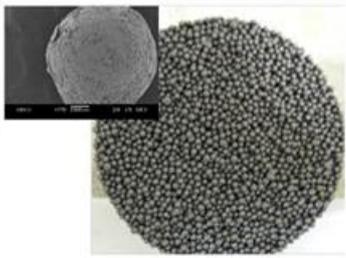
HTTR 燃料コンパクトの場合の配合比に準じ、フェノール樹脂 0～5wt%、黒鉛粉末（～96%）、ヘキサメチレンテトラミン（～0.4%）の母材原料粉末を試作し、オーバーコート試験を実施し、オーバーコート中や乾燥後の剥離の有無等を調べた。

(3) 結果と結論

表 3.1.1.2.3-1 に示すように、フェノール樹脂添加割合が 0%、1%の場合、オーバーコート中や乾燥後に剥離が見られた。一方、2%、5%ではオーバーコート粒子を乾燥させた後でもオーバーコート層は剥離しないことが確認された。

以上により、耐酸化燃料要素(模擬)のためのフェノール樹脂添加量をより少ない 2%とした。

表 3.1.1.2.3-1 フェノール樹脂減量のための検討結果

フェノール樹脂含有量	0%	1%	2%
写真			
コメント	乾燥後の粒径選別で剥離が多発	乾燥後の粒径選別時に剥離が発生	乾燥後の粒径選別で剥離なし
フェノール樹脂含有量	5%	20%	
写真			
コメント	乾燥後の粒径選別で剥離なし	HTTR燃料用マトリックスによるオーバーコート粒子	

3.1.1.2.3.3 オーバーコート粒子の試作

上記「3.1.1.2.3.2 フェノール樹脂量低減のための検討」で検討したフェノール樹脂添加量に基づき、「3.1.3.2(1) 候補材の選定」で述べる原料粉末を用い、耐酸化燃料要素(模擬)の原料として用いるオーバーコート粒子を試作した。「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C 法と Si+C 法からの選択」において後述するように、試作したオーバーコート粒子を用いてホットプレスを行うことができた。

表 3.1.1.2.3-2 試作したオーバーコート粒子

バッチ名	オーバーコート層の組成(モル比)
00CM15-A01	Si/C=0.184
00GC15-55907A2	Si/C=0.367
00GC15-55908A3	Si/C=0.551
00GC16-55914A3-2*1	Si/C=0.551
00GC16-55911A4*1	Si/C=1
00GC16-55912A5*1	Si/C=0.7
00GC16-55913A6*1	Si/C=0.85
00CM15-B01	Si/C=0.184 SiC/C=2
00GC15-55909B2	Si/C=0.184 SiC/C=1
00GC15-55910B3	Si/C=0.367 SiC/C=1

*1 平成 28 年度に試作

表 3.1.1.2.3-2 に示すように、Si/C 比=約 0.184~1 の広い範囲においてオーバーコート粒子を製造可能であった。

3.1.1.2.3.4 まとめ

まず、ガス発生を抑制し、ホットプレスを可能とするため、フェノール樹脂量の低減について検討した。それらの検討に基づいてオーバーコート粒子を試作し、ホットプレスが可能であることを確認した。

以上により、原料粉末の混合方法ならびにオーバーコート方法を確立し、オーバーコート粒子の試作を完了した。

3.1.1.2.4 焼成(平成27年度～平成28年度)

3.1.1.2.4.1 はじめに

(1) 緒言

ここでは、耐酸化燃料要素の製造の最終段階である焼成について、本事業の成果を述べる。焼成は、「3.1.1.2.3.3 オーバーコート粒子の試作」において試作したオーバーコート粒子を原料とし、先行研究(参考文献[3.1.1.2.4-1]、[3.1.1.2.4-2])に基づきホットプレスにて行った。

先行研究では母材原料粉末のみ型に詰めてホットプレスを行ったが、本事業においてはオーバーコート粒子を押し固めて成形しなければならない。従って、成形時にはオーバーコート粒子間の隙間が埋まるよう、何らかの方法でオーバーコート層に流動性を与える必要がある。本事業では、母材原料粉末(オーバーコート層)をエタノールで濡らして流動性を与え、ホットプレスの前にコールドプレスで成形することとした。

(2) 焼成の方法

「3.1.1.2.4 焼成」で述べる焼成すべてに共通する方法/条件は以下の通りである。場合によって異なる条件(ホットプレス時の圧力・最高温度・最高温度における保持時間)についてはその都度記載する。

▶ 原料：

上記「3.1.1.2.3.3 オーバーコート粒子の試作」で試作したオーバーコート粒子。

▶ 用いた装置：ハイマルチ 5000 (富士電波工業株式会社製)

▶ 手順：

① 原料を重ねないようにバットに並べ、バットを揺すりながら原料に霧吹きでエタノールを吹きかけて湿らせる。

② 型に①を投入し、その型を炉内にセットする。

③ 大気中にてコールドプレス。

✓ コールドプレス条件：95 kgf/cm²加圧して5 min 保持

④ 真空引きをしながら乾燥させる。

⑤ ホットプレス。

✓ ホットプレス条件：

- 昇温・降温速度：10 °C/min
- 加圧する期間：昇温開始～降温開始

3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C 法と Si+C からの選択

(1) はじめに

先行研究においては Si と C を混合して母材原料粉末としていた(参考文献[3.1.1.2.4-1]、[3.1.1.2.4-2])が、その後、SiC 粉末間を C 粉末及び熔融 Si によって反応結合させる SiC の焼結法(参考文献[3.1.1.2.4-3])が開発され、宇宙用光学ミラー等へ応用されている。母材中の SiC の割合が大きい方が燃料要素の耐酸化性能がより高いと予測されることから、母材原料粉末に SiC も混合する可能性についても検討した。本事業では、母材原料粉末が SiC, Si, C, (樹脂

等)から成る場合を「SiC+Si+C法」と呼び、Si, C, (樹脂等)から成る場合を「Si+C法」と呼ぶこととする。

ここでは、「焼成」の第一段階として、SiC+Si+C法とSi+C法のどちらかを選択する。まず、成形性を比較した。どちらの方法も成形性に問題がない場合には、耐酸化性及び機械特性を比較することとした。

(2) ホットプレス条件

上記「3.1.1.2.4.1(2) 焼成の方法」に記載していないホットプレス条件は下記の通りである。

- 圧力：200 kgf/cm²
- 最高温度：1430℃
- 最高温度保持時間：120 min

(3) 結果と結論

表 3.1.1.2.4-1 に示すように、SiC+Si+C法においてはSi+C法におけるよりも成形性が劣ることが分かった。従って、本事業においてはSi+C法を選択することとした。

表 3.1.1.2.4-1 SiC+Si+C法及びSi+C法による焼成の結果一覧

試料 N o	Si+C 法			SiC+Si+C 法	
	30	31	32	23	22
バ ツ チ 名	00CM 15A-01-11	00GC15-55907A2 -10	00GC15-55908A3 -04	00GC15-55909B2 -02	00GC15-55910B3 -02
結 果	焼成成功。 ただし、スペーサがはずれなかった。 	焼成成功。 	焼成成功。 	焼成失敗。 	一部欠けた。 保管中の母材の剥落が著しい。 欠けた部分 

3.1.1.2.4.3 適切な焼成条件の決定(平成28年度)

3.1.1.2.4.3.1 はじめに

ここでは、「焼成」の第二段階として、上記「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C法とSi+C法からの選択」において選択したSi+C法における適切な焼成条件を決定することとした。

なお、上記「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C法とSi+C法からの選択」におけるホットプレス圧力は200 [kgf/cm²]であったが、CFP破損抑制の観点から、ここではホットプレス圧力を装置の下限値である100 [kgf/cm²]とした。

3.1.1.2.4.3.2 ホットプレス条件

上記「3.1.1.2.4.1(2) 焼成の方法」に記載していないホットプレス条件は下記の通りである。

- 圧力：100 kgf/cm²
- 最高温度及び最高温度保持時間：

場合によって異なる。下記「3.1.1.2.4.3.3 結果」中に適宜記載。

3.1.1.2.4.3.3 結果

(1) 「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要

「3.1.3 耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料を焼成し、「3.1.3.4 特性評価試験」で後述する圧縮試験に供した。

用いたオーバーコート粒子の母材原料粉末においてSi/C比は、先行研究(参考文献[3.1.1.2.4-1]、[3.1.1.2.4-2])の3倍である約0.551(モル比)である。ホットプレス時の最高温度及び保持時間は「3.1.3.3.2(3) 成形条件案の作成」で作成した成形条件案に基づく。具体的数値は「3.1.3.4 特性評価試験」中の表3.1.3.4-1に示す。

これらの試料を用いて圧縮試験を行い(「3.1.3.4 特性評価試験」参照)、そのデータを用い、耐酸化燃料要素の圧縮破壊強度と最高温度及び保持時間との相関式の係数を求め、応答曲面モデルを作成した。(「3.1.3.3.3 成形モデルの構築」参照)

(2) 酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要

「3.1.1.3 酸化試験」のための試料を焼成し、酸化試験に供した。

上記「3.1.1.2.4.3.3(1) 「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」におけると同様、用いたオーバーコート粒子の母材原料粉末においてSi/C=約0.551(モル比)である。焼成条件は「3.1.1.3 酸化試験」中の表3.1.1.3.3-1に示す。

この試料を用いて酸化試験を行ったところ、「3.1.1.3 酸化試験」にて後述するように、耐酸化性能が従来の燃料要素(参考文献[3.1.1.2.4-4])よりも優れていることが確認された。

(3) 酸化試験のための試料の強度の予測

上記「3.1.1.2.4.3.3 (1)「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」で述べた相関式((3.1.3.3-2)式)に求めた係数及び上記「3.1.1.2.4.3.3 (2)酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要」における試料の焼成条件(最高温度及び保持時間)を代入し、圧縮強度を予測したところ、約 34.0 [MPa]であった。

一方、HTTR 燃料コンパクトの圧縮破壊荷重の規格は 4900 [N]である(参考文献[3.1.1.2.4-5])。また、HTTR 燃料コンパクトの外径及び内径は各々2.6 及び 1 [cm]である。従って、上記の圧縮破壊荷重を圧縮強度に変換すると、約 10.8 [MPa]である。即ち、予測した酸化試験用試料の圧縮強度は HTTR 燃料コンパクトの規格を充分上回る。具体的には約 3.14 倍である。

3.1.1.2.4.3.4 まとめと結論

(a) 成形モデル構築のための試料を焼成し、圧縮試験に供した。

(a-1) 圧縮試験の結果に基づき、耐酸化燃料要素の圧縮強度と最高温度及び保持時間との相関式の係数を求め、応答曲面モデルを作成した。

(b) 酸化試験のための試料を焼成し、酸化試験に供した。

(b-1) 酸化試験により、耐酸化性能が従来の燃料要素よりも優れていることが確認された。

(c) 上記(a-1)において作成された応答曲面モデルにより上記(b)において焼成した試料の圧縮強度を予測した。

(c-1) 予測した圧縮強度は、HTTR 燃料コンパクトの規格を充分上回った。

(d) 上記(b-1)及び(c-1)を以て、酸化試験用の試料の焼成条件を「適切な焼成条件」として追認した。以上により、耐酸化燃料要素の製造に関する基盤技術を確立した。

3.1.1.2.4.4 まとめ

まず、SiC+Si+C 法と Si+C 法のうち、成形性の観点から Si+C 法を選択した。次に、この Si+C 法における適切な焼成条件を決定した。以上により、耐酸化燃料要素の製造に関する基盤技術を確立した。

参考文献

- [3.1.1.2.4-1] 井川勝市、他：レジンボンド黒鉛成形体と SiC ボンド黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較、JAERI-M7477(1978).
- [3.1.1.2.4-2] K. Ikawa, et al., “Reaction hot press of graphite-silicon”, High Temperature-High Pressures 9 (1977) 431-435.
- [3.1.1.2.4-3] S. Suyama, et al., “Development of high-strength reaction-sintered siliconcarbide”, Diamond and Related Materials 12 (2003) 3-7.
- [3.1.1.2.4-4] 沢和弘他：高温ガス炉用耐酸化燃料コンパクトの概念検討、JAERI-Tech 99-077 (1999).
- [3.1.1.2.4-5] 植田祥、他：高温工学試験研究炉の第2次燃料製造データベース（その1）、JAEA-Data/Code 2006-009, (2006).

3.1.1.3 酸化試験

3.1.1.3.1 はじめに

本項では、「酸化試験装置の製作」及び「酸化試験」の成果を述べる。

3.1.1.3.2 酸化試験装置の製作（平成 26 年度）

高温酸化雰囲気下での耐酸化燃料要素の耐酸化性能を把握するための酸化試験装置を製作した。主な仕様は下記の通りである。

- 使用温度：最高 1700 [°C]、常用 1600 [°C]
- 均一温度領域：

炉芯管中央を中心とした軸方向 100 [mm]の領域において温度の空間的ばらつきは、炉芯管中央温度約 1600 [°C]にて幅 5 [°C]以下。

3.1.1.3.3 酸化試験（平成 27 年度～平成 28 年度）

3.1.1.3.3.1 はじめに

ここでは「3.1.1.2.4.3.3 (2)酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要」で製作した耐酸化燃料要素(模擬)の酸化試験(即ち、平成 28 年度に実施した酸化試験)について述べる。

3.1.1.3.3.2 方法

(1) 試料

耐酸化燃料要素(模擬)。表 3.1.1.3.3-1 参照。

表 3.1.1.3.3-1 酸化試験を行った試料のデータ

No.		73
バッチ名		00GC16-55915A3-2-06*1
焼成条件	最高温度 [°C]	1430
	最高温度保持時間 [min]	120
	圧力 [kgf/cm ²]	100
焼成直後*2	試料体積 [cm ³]	7.54
	試料の見かけの表面積 [cm ²]	21.36
	試料母材嵩密度推定値 [g/cm ³]	1.43
	アルミナ粒子充填率推定値 [-]	0.216

*1 母材原料粉末中の重量比 Si:C = 9:7

*2 酸化試験の前処理を行う前の寸法・重量より評価した。

(2) 試料の前処理

離型剤である窒化ホウ素(BN)をなるべく除去するため、試料表面をエメリー研磨紙(800番)で削った。ただし、削りすぎると粒子が露出してくる。あまり粒子が露出しない程度で留めたので、完全に除去できなかった。図 3.1.1.3.3-1(a)に示す黒い試料表面に残っている白い部分が除去できなかったBNである。

なお、底面と側面の境界部は削れやすく、粒子が露出してしまった。

(3) 酸化試験

上記「3.1.1.3.2 酸化試験装置の製作」において製作した酸化試験装置を用いて酸化試験を行った。試験条件は下記の通りである。

- ✓ 雰囲気：20%酸素を含むHe
- ✓ 温度：900～904℃の範囲で推移(公称900℃)
- ✓ 時間：30分

(4) 酸化試験前後の試料のデータ取得

以下のデータを取得した。なお、酸化試験前の下記データ取得はすべて上記「試料の前処理」を終えてから行った。

- ✓ 外観
- ✓ 重量
- ✓ 表面の微細構造

試料表面のSEM観察を行った。条件は下記の通りである。

- 用いた装置：S-3000N(日立製)
- 加速電圧：15 kV
- 温度：室温

3.1.1.3.3.3 結果

(1) 外観

図 3.1.1.3.3-1 に酸化試験前後の試料の外観を示す。図 3.1.1.3.3-1 (b)に示すように、酸化試験後にも試料の形状が維持されていた。また、CFP(模擬)が保持され母材の剥落もなかった。過去に同等の条件で行われた従来の燃料要素の酸化試験(参考文献[3.1.1.3.3-1])においては、CFP(模擬)のすべては保持できず、一部が落剥した。以上により、酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素の耐酸化性能が従来の燃料要素よりも優れていることを確認した。

また、酸化前は黒かった試料が全体的に白っぽくなった。ただし、変色の度合いは斑である。外観観察からは酸化が特に著しい領域(抉れ等)はわからなかったが、上記の色の不均一性が酸化の不均一性を反映している可能性がある。

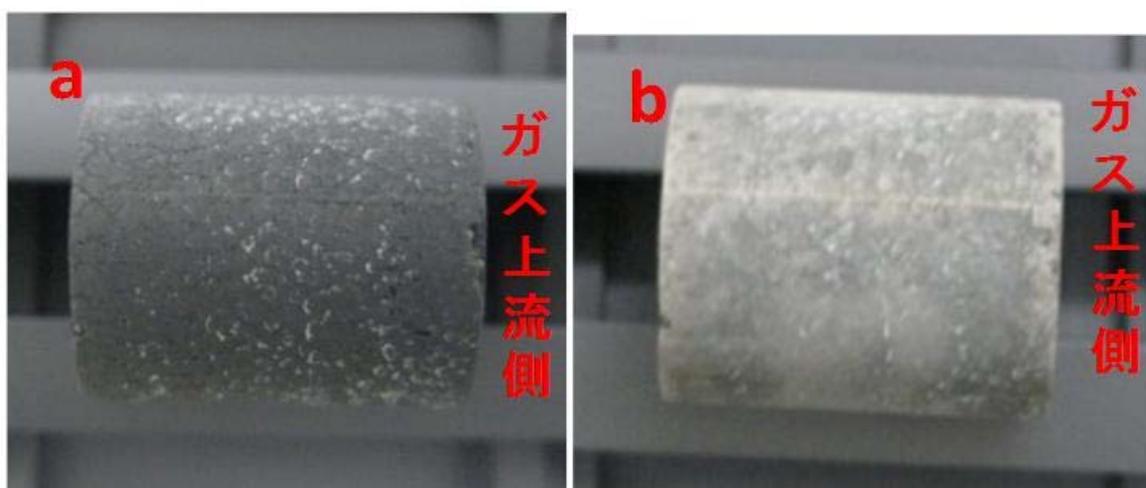


図 3.1.1.3.3-1 酸化試験の試料外観 試料台に載った状態。(a)の撮影から(b)の撮影まで試料台の上で試料は動かしていない。(a)酸化試験前(酸化試験装置に挿入する直前)、(b)酸化試験後(酸化試験装置から取り出した直後)

(2) 重量

酸化試験後、試料の重量は0.884 g減少していた。表 3.1.1.3.3-1 に示した試料のみかけの表面積を用いて計算すると、酸化速度は約 1.38×10^{-3} [g/cm²/min]であった。

(3) 微細構造

図 3.1.1.3.3-2 に酸化試験前後の試料表面の底面中央付近の SEM 像を示す。図 3.1.1.3.3-2 (a) (b) に示すように、酸化試験前は酸化試験後よりも粗かったように見える。しかし、試料表面の SEM で観察される粗さは酸化前でも後でも領域によって異なる（本来の不均一性に加えて前処理の研磨の不均一性にもよると考えられる）ため、これが酸化の影響かどうか不明である。

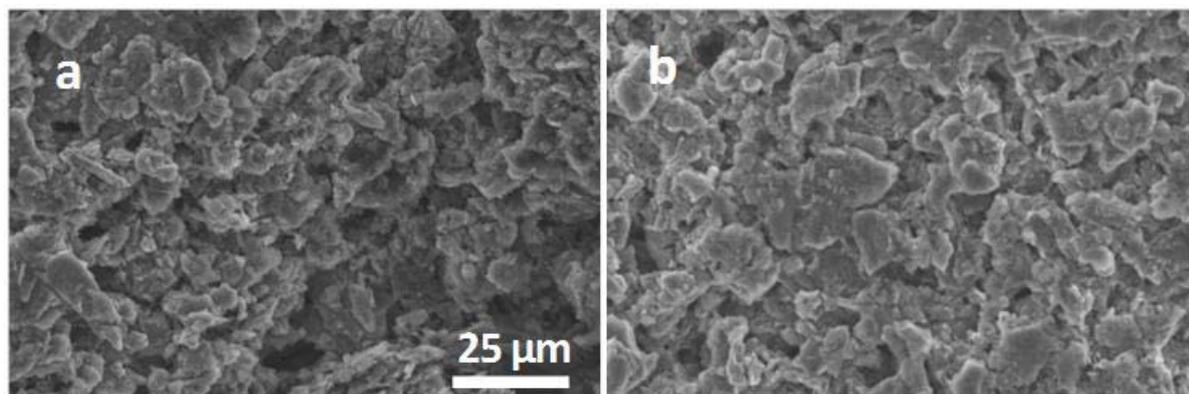


図 3.1.1.3.3-2 酸化試験の試料表面の SEM 像(底面の中央付近),
(a) 酸化試験前, (b) 酸化試験後

3.1.1.3.3.4 まとめ

上記「3.1.1.2.4.3.3(2) 酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要」において焼成した耐酸化燃料要素について、平成 26 年度に製作した酸化試験装置を用いて、高温酸化雰囲気下での酸化試験を行い、酸化速度を取得するとともに、酸化試験前後の SiC 母材の微細構造を調べることにより、従来の燃料要素よりも優れた耐酸化性能を確認した。

上記「3.1.1.2.4.3.3(2) 酸化試験のための試料の焼成及び酸化試験の結果の概要」において酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素を 20%酸素中 900℃にて 30 分酸化させたところ、被覆燃料粒子(模擬)をすべて保持していた。一方、過去に同等の条件で行われた従来の燃料要素の酸化試験においては、被覆燃料粒子(模擬)のすべては保持できず、一部が落剥した（参考文献 [3.1.1.3.3-1]）。

以上により、酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素の耐酸化性能が従来の燃料要素よりも優れていることを確認した。

参考文献

[3.1.1.3.3-1] 沢和弘他：高温ガス炉用耐酸化燃料コンパクトの概念検討、JAERI-Tech 99-077 (1999)

3.1.1.4 解析評価（平成26年度～平成28年度）

3.1.1.4.1 はじめに

「解析評価」においては、耐酸化燃料要素を用いた実際の高温ガス炉（HTGR）を仮定し、核熱設計及びCFPの通常運転時の健全性評価を行い、耐酸化燃料要素の標準仕様を定める。

Siは熱中性子捕獲断面積が黒鉛に比べて約40倍大きく、また、中性子の減速に寄与しないなど黒鉛と異なる核的な特性を持つ。そのため、HTGRにおいて、ウランの濃縮度が同じ条件の下、黒鉛を燃料要素の母材とする燃料（黒鉛母材燃料要素）をSiC/Cを燃料要素の母材とする耐酸化燃料要素に換えた場合、同等の炉心性能（出力や燃焼日数）が確保できるとは限らない。HTGRへの耐酸化燃料要素の導入を検討するにあたっては、従来と同等の性能を持つ炉心の核熱成立性を示しておくべきである。そこで、過去に概念設計を行った開発途上国向け小型高温ガス炉HTR50S（参考文献[3.1.1.4-1]）を対象にして、従来と同等の炉心性能を持つ耐酸化燃料要素を装荷した高温ガス炉の核熱設計を行った。

なお、HTR50Sは、熱出力50MW、冷却材出口温度750℃の小型のHTGRである。燃料の燃焼期間は2年である（参考文献[3.1.1.4-1]）。また、炉心はHTTRと同様にブロック型であり、燃料領域は6層の積層構造である。各層について、上からレイヤ1、レイヤ2、・・・と識別している。

まず「3.1.1.4.2 核熱計算」において耐酸化燃料要素の仕様を仮定して核熱計算を行い、核熱設計を提示する。次に提示された核熱設計に基づき「3.1.1.4.3 通常運転時の被覆燃料粒子の健全性の評価」において通常運転時のCFPの健全性評価を行う。健全性が確保できていることが確認されたなら、上記仮定した耐酸化燃料要素の仕様を「耐酸化燃料要素の標準仕様」として追認する。

3.1.1.4.2 核熱計算

3.1.1.4.2.1 方法

3.1.1.4.2.1.1 全体の流れ

下記①～④の流れで核熱設計を行った。

- ① 下記「3.1.1.4.2.1.2 計算条件」で述べる条件及び制限の範囲内で燃料の配置を仮決める。
- ② 上記①で仮決めした燃料の配置に基づき、下記「3.1.1.4.2.1.3 計算方法」で述べる方法で炉心燃焼計算及び燃料温度計算を行う。
- ③ 上記②で得られた計算結果に基づき、下記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」で述べる要件をすべて満たしているかどうか調べる。
- ④ 全て満たしていれば終了。そうでなければ①へ戻る。

3.1.1.4.2.1.2 計算条件

(1) 仮定した仕様等

▶ 燃料要素の仕様：

- ✓ SiC/C 母材の SiC と C のモル比は 1:1、密度は 2.20 g/cm^3 に設定した。
- ✓ 燃料に関するその他の仕様は HTR50S と同じとした（参考文献[3.1.1.4-1]）。

▶ 燃料要素の熱物性値：

評価上重要となる 1495°C 付近での SiC と黒鉛の熱伝導率がほぼ等しい（参考文献[3.1.1.4-2]）ことから、SiC/C の熱伝導率は黒鉛の熱伝導率と同じ値に設定した。

▶ 冷却材の原子炉入口/出口温度： $325/750^\circ\text{C}$ に設定した。

(2) 燃料の配置についての制限

予備的検討により、耐酸化燃料を装荷した高温ガス炉において HTR50S と同程度の燃焼期間(2年)を確保するためには、従来の黒鉛母材燃料要素に比べて濃縮度を高くする必要があることが予測されていた。

ただし、燃料配置の調整に用いる濃縮度は、燃料の製造性の観点から国内で製造実績のある 10 wt%以下に抑えることとした。また、濃縮度の種類は従来の HTR50S と同様に 3 種類とした。

3.1.1.4.2.1.3 計算方法

(1) 炉心燃焼計算

炉心燃焼計算は下記のように二段階に分けて行った。

- ① 衝突確率法に基づく SRAC/PIJ（参考文献[3.1.1.4-3]）にてセル燃焼計算を行って少数群断面積を作成した。セル燃焼計算に用いる多群断面積セットは、JENDL-4.0（参考文献[3.1.1.4-4]）に基づくものを用いた。
- ② 上記①で作成した少数群断面積を用い、拡散法に基づく SRAC/COREBN（参考文献[3.1.1.4-3]）にて炉心燃焼計算を行い、核特性値を算出した。

(2) 燃料温度計算

炉心燃焼計算の出力分布及び中性子フルエンスの計算結果を用いて、高温ガス炉用燃料温度計算コード（参考文献[3.1.1.4-5]）により工学的安全係数を考慮した燃料温度を計算した。

3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価

上記「3.1.1.4.2.1.2(2) 燃料の配置についての制限」で述べた制限内で燃料及び可燃性毒物(BP)の配置を仮定し、上記「3.1.1.4.2.1.3 計算方法」で述べた方法で炉心の核熱計算を行い、その結果が下記の要件A~Dのすべてを満たしているかどうかを評価した。

A. 過剰反応度についての要件

過剰反応度は、制御棒位置を指標に用いて設計要求を定めた。最適化した出力分布を燃焼期間にわたり維持するためには、制御棒の炉心挿入量をできるだけ小さく保つ必要がある。そこで、過剰反応度については、制御棒位置が燃焼期間にわたりレイヤ2以下に挿入されない（レイヤ1に留まる）こと。

B. 炉停止余裕についての要件

最大反応度値を持つ1対の制御棒が完全に引き抜かれて炉心に挿入されなくとも、室温条件下で炉停止余裕1% $\Delta k/k$ 以上を確保できること。

C. 反応度温度係数についての要件

温度上昇時に負の反応度フィードバックが炉心に添加されるよう、燃焼期間にわたり負の反応度温度係数が確保できること。

D. 燃料温度についての要件

CFPの健全性を確保するために、HTTRの設計と同様に、燃焼期間にわたり燃料温度が制限値1495°C以下に保持されること。

3.1.1.4.2.2 結果

3.1.1.4.2.2.1 概要

上記「3.1.1.4.2.1.1 全体の流れ」で述べた検討の結果、下記「3.1.1.4.2.2.2 燃料及び可燃性毒物の配置」で述べる燃料及びBPの配置によって、下記「3.1.1.4.2.2.3 核熱計算結果と核熱成立性の評価」で述べるように、上記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」で述べた4つの要件を満たすことを確認した。

3.1.1.4.2.2.2 燃料及び可燃性毒物の配置

炉心を24領域(軸方向6段×径方向4領域)に分割し、各領域に燃料及びBPの配置(具体的には、各領域における燃料の濃縮度及びBPの寸法・密度)を表3.1.1.4-1及び表3.1.1.4-2に示すように設定した。その概要は下記の通りである。

- 最低/最高濃縮度：5.4/10.0 [wt%]
- 平均濃縮度：従来のHTR50Sより1.1 wt%高い7.2 [wt%]。
- BPの配置：従来のHTR50Sと同じ。

表 3.1.1.4-1 燃料の配置 [wt%]

炉心層	径方向領域			
	1	2	3	4
レイヤ1	8.0	8.0	10.0	10.0
レイヤ2	8.0	8.0	10.0	10.0
レイヤ3	5.4	5.4	8.0	8.0
レイヤ4	5.4	5.4	8.0	8.0
レイヤ5	5.4	5.4	5.4	5.4
レイヤ6	5.4	5.4	5.4	5.4

表 3.1.1.4-2 可燃性毒物の配置 (密度[%]/半径[mm])

炉心層	径方向領域			
	1	2	3	4
レイヤ1	-	-	-	-
レイヤ2	2.5/18	2.5/18	2.5/18	2.5/18
レイヤ3	2.5/13	2.5/13	2.5/18	2.5/18
レイヤ4	2.5/13	2.5/13	2.5/18	2.5/18
レイヤ5	2.5/13	2.5/13	2.5/13	2.5/13
レイヤ6	2.5/13	2.5/13	2.5/13	2.5/13

3.1.1.4.2.2.3 核熱計算結果と核熱成立性の評価

(1) 過剰反応度についての評価

計算した制御棒位置は、全燃焼期間にわたりレイヤ1内に保持されていることを確認した。従って、上記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」中の要件Aが満たされていることを確認した。

(2) 炉停止余裕についての評価

1) 最大反応度値を持つ制御棒の特定

ワンロッドスタック時の炉停止余裕を算出するにあたっては、最大反応度値を持つ制御棒を特定する必要がある。そこでまず、最大反応度値を持つ制御棒を特定した。

炉心温度 300 K で全制御棒が全挿入の状態の過剰反応度と、その状態から調べる対象の制御棒1対を全引き抜きした過剰反応度の差を各々の制御棒について算出した。その結果、反応度が最も大きい制御棒は、炉心中央と外周の中間にある制御棒(R1 制御棒)であることがわかった。

2) ワンロッドスタック時の炉停止余裕の計算

燃焼とともに燃料が消費されるため、炉停止余裕は燃焼初期が最も小さく（厳しく）なる。そこで、炉停止余裕の評価は燃焼開始時(0 日目)についてのみ行った。条件は下記の通りである。

- 上記1)で特定した最大反応度値を持つ制御棒1対を全引き抜き
- その他の制御棒(上記の1対の制御棒と等価な制御棒も含む)は全挿入
- 炉心温度 300 K 均一

その結果、炉停止余裕は 20.7 % Δ k/k であった。

3) 評価

以上により、最大反応度値を持つ1対の制御棒が完全に引き抜かれて炉心に挿入されなくとも室温条件下で炉停止余裕 1 % Δ k/k 以上を確保できることを確認した。従って、上記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」中の要件Bが満たされていることを確認した。

(3) 反応度温度計算についての評価

基準状態(50 MW で運転時の状態)から温度を 100 K 高くした場合と低くした場合の過剰反応度上昇割合の平均値を「反応度温度係数」とした。即ち、以下の(3.1.1.4-1)～(3.1.1.4-3)式によって燃焼期間 t [EFPD]における反応度温度係数 $TC(t)$ を計算した。

$$TC1(t) = \{\rho(t, 100) - \rho(t, 0)\} / 100 \quad (3.1.1.4-1)$$

$$TC2(t) = \{\rho(t, -100) - \rho(t, 0)\} / (-100) \quad (3.1.1.4-2)$$

$$TC(t) = \{TC1(t) + TC2(t)\} / 2 \quad (3.1.1.4-3)$$

ただし、 $\rho(t, \Delta T)$: 燃焼期間 t [EFPD]において基準状態から温度を ΔT [K]上昇させた場合の過剰反応度

計算した $TC(t)$ は全燃焼期間に渡って負(最大値: 約-0.004 [% Δ k/k/K])であった。従って、上記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」中の要件Cが満たされていることを確認した。

(4) 燃料温度についての評価

燃料温度は全燃焼期間に渡って 1495°C以下であった(最高値 1473 [°C])。従って、上記「3.1.1.4.2.1.4 核熱成立性の評価」中の要件 D が満たされていることを確認した。

3.1.1.4.2.3 まとめ

製造実績がある濃縮度 10 w%以下、また、濃縮度の種類は 3 種類という制限内で、従来と同程度の炉心性能を持つ耐酸化燃料を装荷した HTR50S の核熱設計を提示した。

3.1.1.4.3 通常運転時の被覆燃料粒子の健全性の評価(平成 28 年度)

3.1.1.4.3.1 はじめに

ここでは上記「3.1.1.4.2 核熱計算」において提示された核熱設計に基づき、通常運転時の CFP の内圧破損確率の評価を行い、健全性が保たれているかどうか調べる。

3.1.1.4.3.2 方法

(1) 健全性の判定基準

文献 [3.1.1.4-6]に基づき、「システムティック温度で評価した初期健全 CFP の破損確率が炉心内のすべての点で 0.2%未満となること」とした(参考文献[3.1.1.4-7])。参考文献[3.1.1.4-6]は、HTTR の安全設計の一部として燃料の健全性の事前評価の結果を纏めたものであり、HTTR の安全審査に反映された。

(2) 計算条件

➤ CFP の仕様

上記「3.1.1.4.2 核熱計算」において仮定した仕様と同じとした。即ち、HTR50S (参考文献[3.1.1.4-1])と同様とした。

➤ 燃焼度・高速中性子照射量・温度の履歴

上記「3.1.1.4.2 核熱計算」において提示した核熱設計に基づき、6つの炉心層ごと及びタイムステップごとに保守的に最大値をとるように設定した。なお、温度については上記「3.1.1.4.3.2 (1) 健全性の判定基準」で述べたように、システムティック温度を用いた。具体的な履歴を図 3.1.1.4-1 に示す。

(3) 計算方法

改良 FIGHT コード(参考文献[3.1.1.4-8])を用いて初期健全 CFP の内圧破損確率を炉心層ごとに計算した。

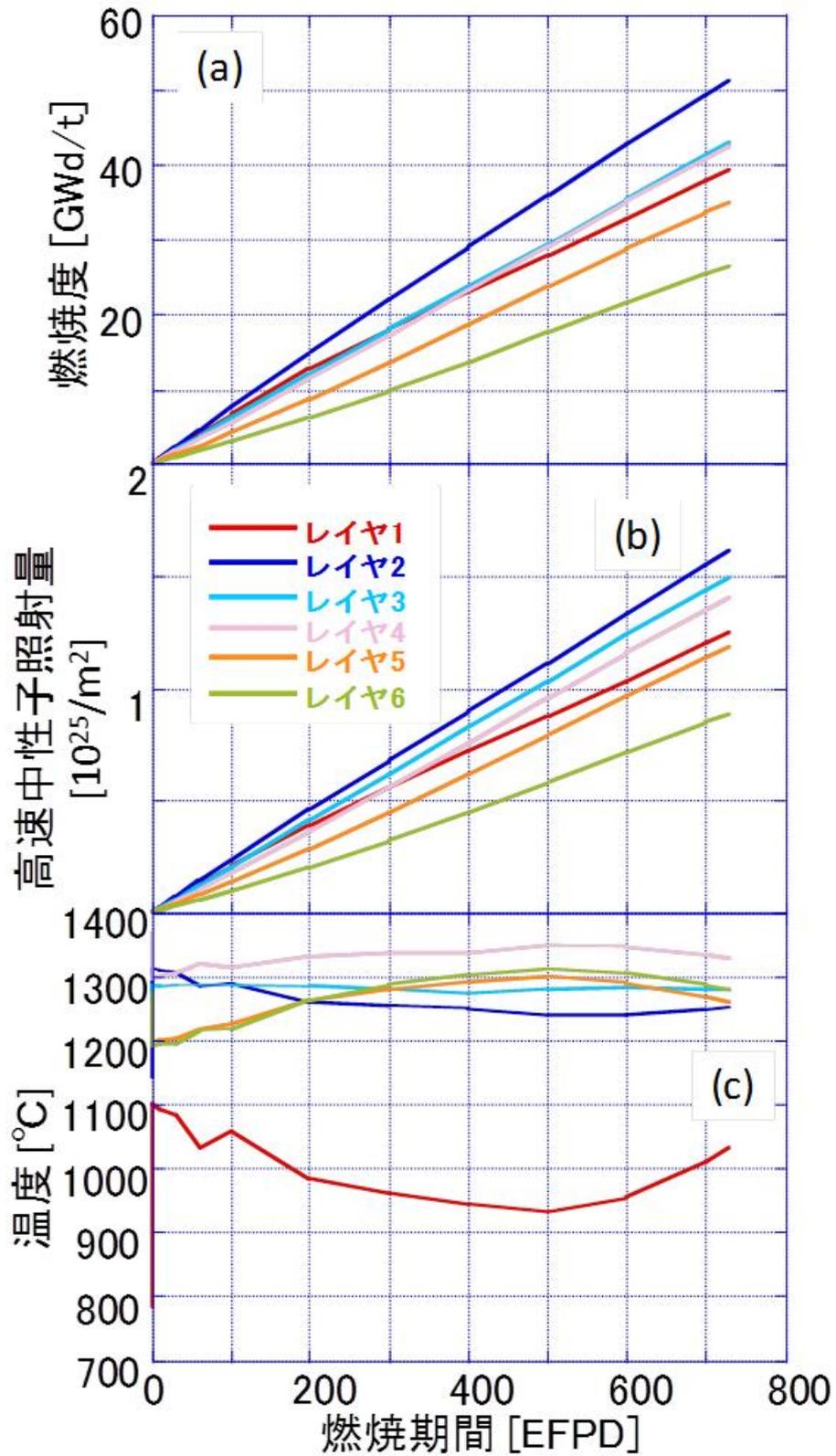


図 3.1.1.4-1 健全被覆燃料粒子の内圧破損確率の評価のための計算条件
 (a)燃焼度の履歴, (b)高速中性子照射量の履歴($E > 0.183$ [MeV]), (c)温度の履歴

3.1.1.4.3.3 結果

計算した各炉心層における初期健全 CFP の内圧破損確率は最大で約 3.2×10^{-7} であった。上記の通り、計算条件は保守的に設定したので、システムティック温度で評価した初期健全 CFP の破損確率は炉心内のすべての点で約 3.2×10^{-7} 未満と評価される。従って、上記「3.1.1.4.3.2(1) 健全性の判定基準」で述べた判定基準を満たす。従って、通常運転時の CFP の健全性は保たれると評価される。

3.1.1.4.4 まとめ

平成 27 年度に行った核熱設計に基づき、被覆燃料粒子の通常運転時の健全性評価を行い、耐酸化燃料要素の標準設計を確定した。

まず、HTR の安全審査に反映された文献に基づき健全性保持の判定基準を定めた。次に、平成 27 年度に行った核熱設計に基づき計算条件を保守的に定め、内圧破損確率を計算した。次に、その計算結果から内圧破損確率が健全性保持の判定基準を満たしていることを確認した。最後に、平成 27 年度に行った核熱設計において仮定した耐酸化燃料要素の仕様(上記「3.1.1.4.2.1.2(1) 仮定した仕様等」参照)を耐酸化燃料要素の標準仕様として追認した。

参考文献

- [3.1.1.4-1] 後藤実 他、小型高温ガス炉システムの概念設計(Ⅱ)－核設計－、JAEA-Technology 2012-017 (2012)。
- [3.1.1.4-2] 産業総合研究所、<http://tpds.db.aist.go.jp/tpds-web> (閲覧日：2016 年 1 月 21 日)。
- [3.1.1.4-3] K. Okumura, T. Kugo, K Kaneko, K. Dobashi, "SRAC2006: A Comprehensive Neutronics Calculation Code System, JAEA-Data/Code 2007-004 (2007)
- [3.1.1.4-4] K. Shibata et al., JENDL-4.0: A New Library for Nuclear Science and Engineering, J. Nucl. Sci. Technol., 48[1], p.1 (2007)。
- [3.1.1.4-5] 稲葉良知 他、高温ガス炉用燃料温度計算ファイルの開発、JAEA-Data/Code 2014-023 (2014)。
- [3.1.1.4-6] 林君夫 他、高温工学試験研究炉用燃料の健全性の評価と許容設計限界、JAERI-M 89-162 (1989)。
- [3.1.1.4-7] J. Aihara et al., "NUCLEAR THERMAL DESIGN OF HIGH TEMPERATURE GAS-COOLED REACTOR WITH SIC/C MIXED MATRIX FUEL COMPACTS", Proc. HTR 2016 pp. 814-822, Las Vegas, NV, November 6-10, (2016)。
- [3.1.1.4-8] 相原純 他、実用高温ガス炉システムにおける被覆燃料粒子の健全性評価、JAEA-Technology 2012-044 (2013)。

3.1.2 耐酸化燃料要素の検査技術開発（再委託先：原燃工）（平成 26 年度～平成 28 年度）

3.1.2.1 はじめに

本小節では、本事業の耐酸化燃料要素の検査技術開発の成果を述べる。具体的には金相試験前処理法、X線透過法、及び燃料破損率評価の前処理法として母材解砕技術の検討を行った。

金相試験においては、金相面に露出した粒子の数を領域ごと（例：燃料要素上部・中部・下部）に数えることで、分散状況を把握することが可能である。

X線透過法は、非破壊による粒子の軸方向の分散状況の定性的な検査を目的としたものである。X線透過法による粒子の軸方向の分散状況の把握については、画像解析等の適用が考えられる。

HTTR 用燃料コンパクトの検査手法として確立された硝酸浸出法にもとづく粒子破損率検査においては、前処理として CFP を破損させずに（機械的方法に依らずに）母材を解砕する必要がある。HTTR 燃料を含む黒鉛母材についてはその方法が確立されているが、SiC を含む本事業における耐酸化燃料要素については、新たに開発する必要がある。

以下に具体的な内容を述べる。

3.1.2.2 用いた試料

本事業において試作した耐酸化燃料要素（模擬）を用いた。そのデータを表 3.1.2.2-1 に示す。なお、No. 75 試料の母材原料粉末中の Si/C 及び焼成条件は、「3.1.1.3 酸化試験」において使用された試料と同じである。即ち、No. 75 試料は「3.1.1.2.4.3 適切な焼成条件の決定」において適切な焼成条件とされた条件で製作されたものである。

表 3.1.2.2-1 用いた試料

No.	バッチ名	母材原料粉末中の Si/C (モル比)	焼成条件		
			ホットプレス圧力 [kgf/cm ²]	最高温度 [°C]	最高温度での保持時間 [min]
3	00CM 15A-01-02	約 0.184	200 ^{*1}	1300	120
25	00CM 15A-01-09		200 ^{*2}	1430	
28	00CM 15A-01-10				
75	00GC16-55915A3-2-08	約 0.551	100 ^{*2}		

*1 最高温度に保持中のみ加圧。

*2 昇温開始から降温開始まで加圧。

3.1.2.3 金相試験方法の検討(平成28年度)

3.1.2.3.1 はじめに

一般に金相試験を行うための試料作製の過程は以下のとおりである。

- ① 試料切断
- ② 切断面の研磨
- ③ 研磨面のエッチング

エッチングの目的は、結晶組織の顕在化である。

以下、3.1.2.3.2～3.1.2.3.4に上記の各々の過程についての検討を述べる。

3.1.2.3.2 試料切断法の検討

(1) 方法

表3.1.2.3-1に切断試験条件の比較を示す。樹脂製のナストンゴールドスーパー(CA1-15005)と高速カッターの組み合わせ、及び、カッター本体が金属製のダイヤモンド切断ホイール(11-304)と精密切断機の組み合わせの2通りの試験を実施した。用いた試料については上記「3.1.2.2 用いた試料」を参照すること。

表 3.1.2.3-1 ダイヤモンドホイールによる切断試験条件

項目	
ナストンゴールド+高速カッター	No. 75
回転速度	3400rpm
送り速度	0.7mm/分
ダイヤモンド切断ホイール+精密切断機	No. 25
回転速度	100rpm
負荷荷重	50g

(2) 結果

図 3.1.2.3-1 に切断試験の様子及び切断後試料の外観を示す。図 3.1.2.3-1(a) (b) に示す様に、今回切断した 2 通りの耐酸化燃料要素試作品切断の結果、粒子の剥がれ脱落が見られたが模擬粒子の脱落の程度に差がみられた。

ナストンゴールドスーパーと高速カッターで切断した場合 (図 3.1.2.3-1(a)) の方がより多くの脱落やその影響を受けた表面の凹凸がみられた。切断の過程では、図 3.1.2.3-1(c) に示す様に切断時の負荷変動によりカッターが破損する現象がみられた。

一方、切断ホイールと接密切断機で切断した場合 (図 3.1.2.3-1(b)) にも粒子の脱落は見られたが比較的少なく粒子脱落に伴う母材部の切断面の凹凸発生も少なかった。また、カッターの破損も起こらなかった。

破損については、高速カッターが切断試料の状況にかかわらず設定値通りの送り速度で切断使用とするためカッターへの負荷が変動するのに対して、精密切断機はカッターを押し付ける負荷が一定であること及び、ナストンゴールドスーパーはカッター全体がセラミックであるのに対して切断ホイールはカッター本体が金属製であるため耐衝撃性に優れることが影響しているものとする。

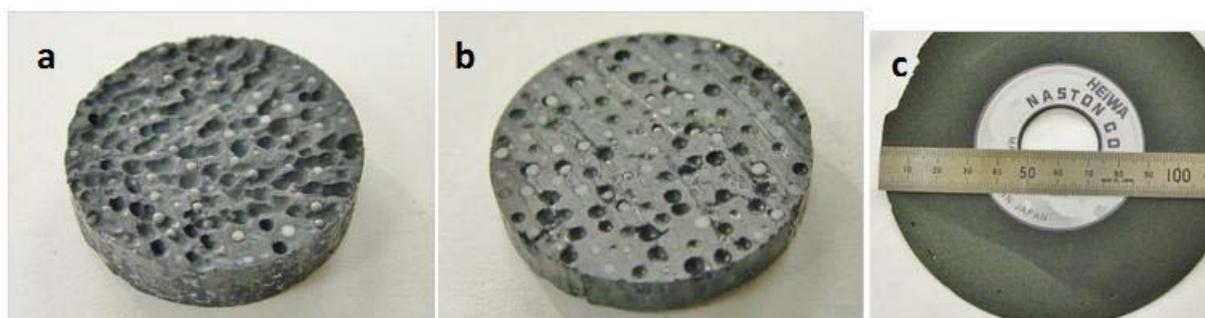


図 3.1.2.3-1 耐酸化性燃料要素(模擬)及びナストンゴールドの切断後外観, (a) ナストンゴールド+高速カッターによる切断面(試料:No. 75), (b) 切断ホイールと精密切断機による切断面(試料:No. 25), (c) ナストンゴールドの破損状況

(3) 結論

切断試料としては、より平滑な方が後工程上有利であるため、耐酸化燃料要素の切断は、ダイヤモンド切断ホイールと精密切断機による切断が適している。

3.1.2.3.3 切断面の研磨法の検討

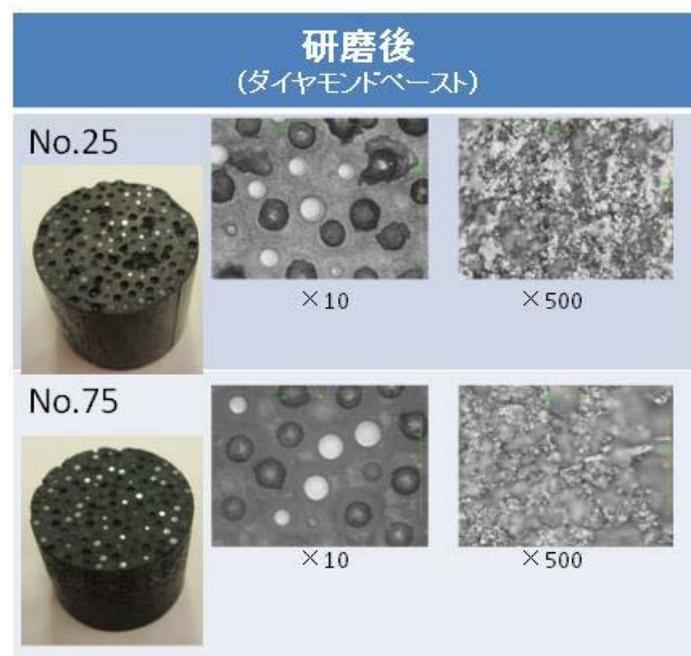
(1) 方法

上記「3.1.2.3.2 試料切断法の検討」において切断した耐酸化燃料要素(模擬)を用い、ダイヤモンド砥石による粗研磨後に粒度 $9\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストで研磨を行った。

(2) 結果

表 3.1.2.3.3-1 に研磨後試料の外観と顕微鏡観察(500倍)の結果を示す。母材部は鏡面に仕上げることができなかった。一方、模擬粒子の表面は鏡面研磨することが出来た。SiC 焼結体と異なり耐酸化燃料要素(模擬)においてはアルミナ粒子が分散しているなど組成が一樣では無いこと、及びアルミナ粒子に比べ母材部の密度及び硬度が低いためであると考えられる。ただし、研磨後の試料は母材の均一性と粒子分散状態を把握するために必要十分な仕上げ状態である。

表 3.1.2.3.3-1 研磨試験結果



(3) 結論

鏡面仕上げはできなかった。ただし、研磨後の試料は母材の均一性と粒子分散状態を把握するために必要十分な仕上げ状態である。

3.1.2.3.4 切断面のエッチング法の検討

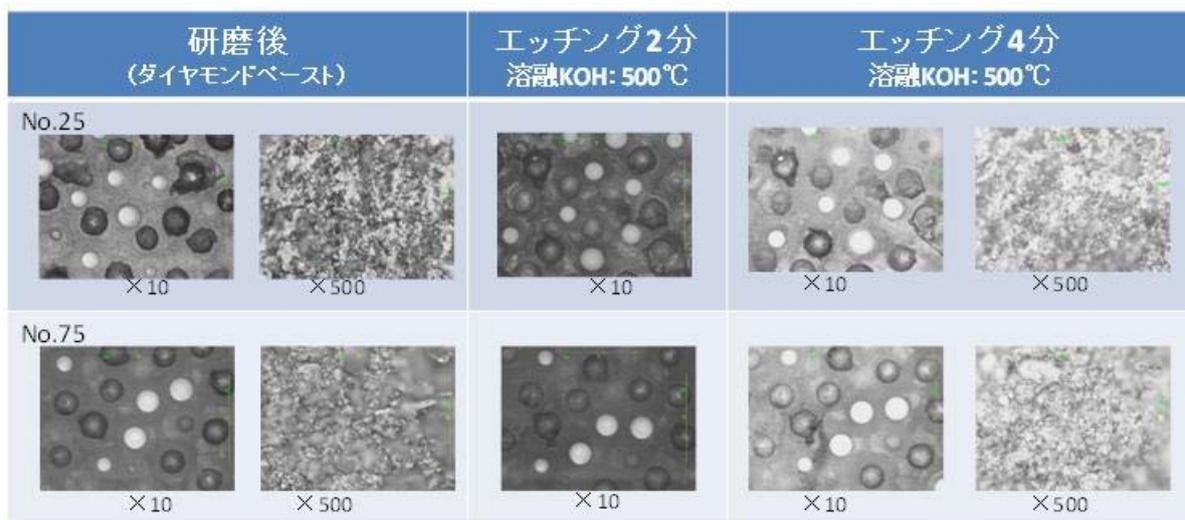
(1) 方法

KOHを約500 [°C]に熱して溶融させ、上記「3.1.2.3.3 切断面の研磨法の検討」にて研磨した試料を浸漬した。

(2) 結果

表3.1.2.3.4-1に示すように、エッチングにより母材部における凹凸が小さくなったが、見え方に大差はなかった。ただし、なお、アルミナ粒子は、研磨にて鏡面仕上げができたため従来法である酸によるエッチングで結晶組織を観察できることが分かった。

表 3.1.2.3.4-1 エッチング試験結果



(3) 結論

耐酸化燃料要素(模擬)の母材部の鏡面研磨ができなかったため、エッチングにより結晶組織観察ができる状態とすることが出来なかった。

3.1.2.3.5 金相試験方法の検討のまとめ

耐酸化燃料要素(模擬)を用い、耐酸化燃料要素の金相試験の前処理(切断・研磨・エッチング)の方法の検討を行った。その結果、母材部の鏡面研磨ができず、そのためエッチングによる母材部の結晶組織観察ができなかった。しかし、母材の均質性及び粒子分散状態の把握するために必要な仕上げ状態とすることができた。

以上により、耐酸化燃料要素の金相検査手法が確立された。

3.1.2.4 X線透過法の検討

(1) 方法

上記「3.1.2.2 用いた試料」に示した耐酸化燃料要素(模擬)を用い、軽水炉用燃料棒端栓溶接部の検査で用いられるX線検査装置(エクスロン社製)によりX線透過像を撮影した。

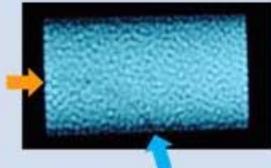
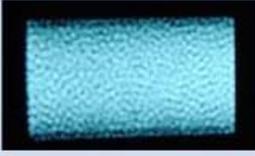
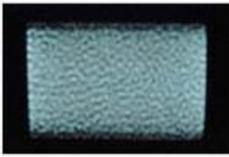
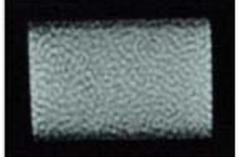
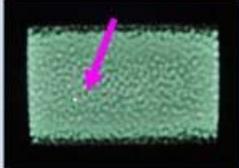
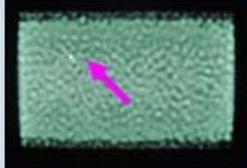
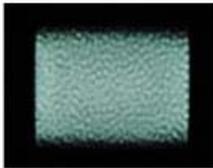
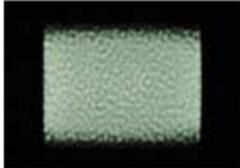
円柱の軸に対して、試料を90°回転させた2方向から撮影した。加速電圧は40または45[kV]、撮影時間は10[min]である。40と45[kV]が混在している理由は、平成27年度に40[kV]にて撮影を行って良好な結果を得たが、その後45[kV]にて更に明瞭な像を得られることが判明したからである。即ち、45[kV]で実施した試験が平成28年度に行われたものである。

(2) 結果

表3.1.2.4-1に示す通り、90°回転前後のどちらにおいても粒子分散状態が明瞭に判別できることが確認された。また、

- No.3 試料においては試料中の有意な空隙(この場合は亀裂)を判別できた。
- No.28 試料においては、組織中に金属性の異物と思われる白点が観察された。

表 3.1.2.4-1 耐酸化燃料要素のX線透過画像の一覧

試料No.	加速電圧 [V]	(同一試料を90°回転させて撮影)	
No.3 (矢印はFig. 3.1.2.4-1 中矢印に対応)	40		
No.25	45		
No.28 (矢印は介在物とみられるもの)			
No.75			

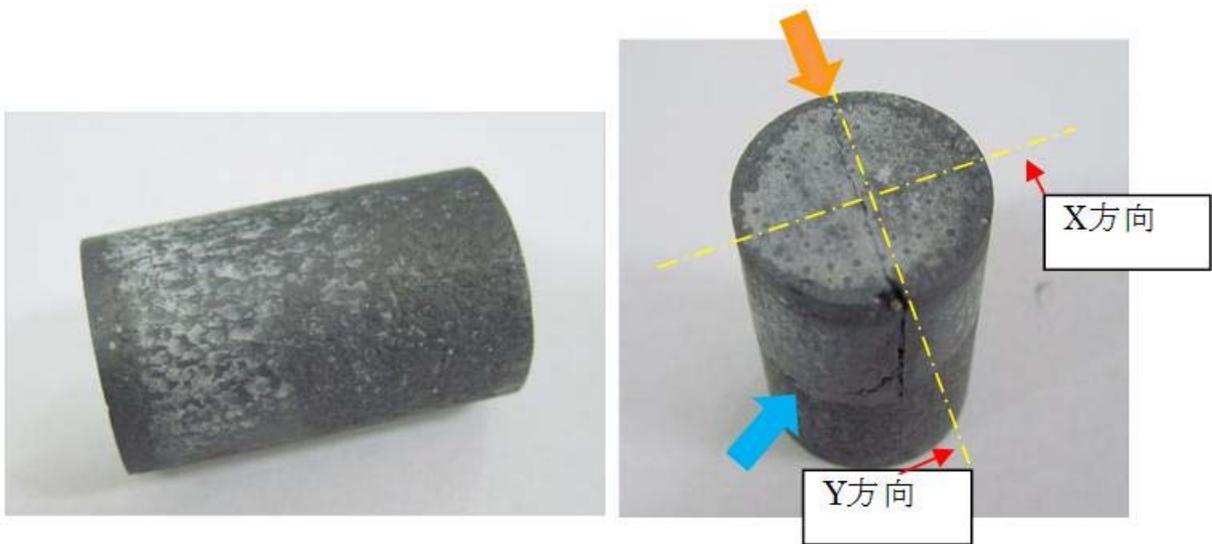


図 3.1.2.4-1 No.3 試料の外観(矢印は表 3.1.2.4-1 中の矢印に対応)

(3) 結論

X線透過法は、耐酸化燃料要素中の粒子の分散状態の検査手法として適用可能であることを確認した。更に、耐酸化燃料要素中の有意な空隙及び金属性の異物の有無の判別にも適用可能であると考えられる。

3.1.2.5 母材の解砕技術の検討(平成 28 年度)

3.1.2.5.1 はじめに

本事業において試作した耐酸燃料要素(模擬)を用いて溶融 KOH 法及び加圧酸分解法による母材の解砕技術の検討を行う。

3.1.2.5.2 溶融 KOH 法

(1) はじめに

溶融 KOH 法とは、溶融させた KOH に試料を浸漬して SiC を溶融させるものである。

(2) 方法

➤ 用いた試料

No. 25 及び No. 75 試料の切断したもの。

➤ 手順

- ① 試料を精秤。
- ② KOH を約 500℃に加熱して溶融。
- ③ ①を②に浸して 1 時間保持。
- ④ 試料取り出し。
- ⑤ 取り出した試料を水で洗浄。
- ⑥ 水に溶けなかった物を濾過。
- ⑦ 濾過の残渣を乾燥させ、重量測定。

この重量を「試験後の試料重量」とする。

(3) 結果と結論

表 3.1.2.5-1 に示すように、浸漬後の試料はいずれも解砕されアルミナ粒子と若干の母材の残留物と思われる物が残留している状態であった。重量減少率はNo. 25 で45.6wt%、No. 75 は57.3wt%であった。以上により、溶融 KOH 法は耐酸化燃料要素の母材の解砕技術として適用可能であることが確認された。

表 3.1.2.5-1 耐酸化燃料要素(模擬)の母材解砕試験結果一覧

解砕方法	解砕前の外観と重量	解砕後の外観と重量
溶融KOH法  試験状況(試料投入)	 25-1 No. 25 (0.5405g)  75-1 No. 75 (0.6422g)	 No.25(0.294g:45.6%減) No.75(0.274g:57.3%減) (解砕条件50°C,1時間)
加圧酸分解法 (マッフル炉を用いる方式)  専用容器	 75-2 No. 75 (0.6725g) 	 水洗浄時  濾過・乾燥後 No. 75 (0.2505g: 62.8%減)
加圧酸分解法 (マイクロ波を用いる方式)  加熱装置 高圧ローター 専用容器	 No. 25 (3.8097g)	 No. 25 (1.739g: 54.4%減)

3.1.2.5.3 加圧酸分解法

3.1.2.5.3.1 はじめに

加圧酸分解法とは、試料を酸とともに専用容器に密封し、加熱して試料を溶融する方法である。特殊な装置を必要としないマッフル炉にて加熱する方式に加え、処理時間の短縮を目的として、マイクロ波により加熱する方式も検討した。このマイクロ波による方式は、米国オークリッジ国立研究所(ORNL)で報告のある黒鉛マトリックスの燃料コンパクトのマイクロ波加熱酸分解法（参考文献[3.1.2-1]）に基づくものである。

3.1.2.5.3.2 マッフル炉を用いる方式

(1) 方法

➤ 用いた試料

No. 75 試料を切断したもの。

➤ 用いた溶解液

48%硫酸、66%硝酸、48%弗酸を 50:38:12（体積比）で混合したもの。

➤ 手順

① 試料を精秤。

② 上記①及び溶解液を専用容器に密封。

③ 上記②をマッフル炉に入れ、

④ 5時間かけて 230℃まで加熱し、1時間保持後、冷却。

⑤ 専用容器から溶解しなかった物を取り出す。

⑥ 上記⑤を水で洗浄。

⑦ 水に溶けなかった物を濾過。

⑧ 濾過の残渣を乾燥させ、重量測定。

この重量を「試験後の試料重量」とする。

(2) 結果と結論

表 3.1.2.5-1（中段の右）に示すように、浸漬後はほぼアルミナ粒子のみが残った状態であった。重量減少割合は 62.8%であった。以上により加圧酸分解方法(マッフル炉を用いる方式)は耐酸化燃料要素の母材の解砕技術として適用可能であることが確認された。

なお、現状、昇温時の試料容器温度を測定する手段がないため、確実に 230℃とするために約 5時間かかると保守的に見込んで時間を設定した。今後の検討により最適化が可能であると考えられる。

3.1.2.5.3.3 マイクロ波を用いる方式

(1) 方法

➤ 用いた試料

No. 25 試料を切断したもの。

➤ 用いた溶解液

上記「マッフル炉を用いる方式」における物と同じ。

➤ 手順

- ① 試料を精秤。
- ② 溶解液及び上記①を専用容器に密封。
- ③ 上記②を高圧ローターへセット。
- ④ 上記③をマイクロ波加熱分解装置内にセット。
- ⑤ 20 min かけて 220℃まで昇温、40 min 保持した後、冷却。
- ⑥ 専用容器から溶解しなかった物を取り出す。
- ⑦ 上記⑥を水で洗浄。
- ⑧ 水で溶けなかった物を濾過。
- ⑨ 濾過の残渣を乾燥後、重量測定。

この重量を「試験後の試料重量」とする。

(2) 結果と結論

表 3.1.2.5-1（下段の右）に示すように、浸漬後はほぼアルミナ粒子のみが残った状態であった。重量減少割合は 54.4 %であった。以上により加圧酸分解方法(マイクロ波を用いる方式)は耐酸化燃料要素の母材の解砕技術として適用可能であることが確認された。

3.1.2.5.4 まとめ及び各種方法/方式の比較

以上により、熔融 KOH 及び加圧酸分解(マッフル炉を用いた方式及びマイクロ波を用いた方式の両方)いずれもが耐酸化燃料要素の母材解砕技術として適用可能であることが確認された。

解砕手法にはそれぞれに特徴があり、実用化の際の選定に際しては検討が必要である。以下に各解砕手法における特徴の概略を示す。

➤ 熔融 KOH 法 :

特殊な容器は不要である。溶解温度が高く冷却時間が長いことは短所である。容器は解放型なので進捗状況を把握できるが、マトリックスが溶解すると KOH が濁り、状態の把握が困難となる短所がある。

➤ 加圧酸分解法 :

✓ マッフル炉を用いた方式 :

専用容器が必要である。溶解温度が低く冷却時間が短いことは試験時間短縮の観点で長所である。密封容器であり開封しないと内容物が見えないことは短所である。昇温時間に関する検討が必要である。

✓ マイクロ波を用いた方式 :

専用容器、装置が必要である。処理時間が短いことが長所である。密封容器であり開封しないと内容物が見えないことは短所である。

3.1.2.6 まとめ

本事業において試作した耐酸化燃料(模擬)を用い、金相試験及び X 線透過試験並びに母材の解砕試験を実施した。

➤ 金相試験 :

母材の均質性及び粒子分散状態の把握が可能な金相試験試料を作成することが出来た。

➤ X 線透過試験 :

非破壊での粒子分散状態の把握が可能な X 線透過画像を得た。また、有意な空隙及び金属性の異物の有無の判別にも適用可能であると考えられる。

➤ 母材の解砕 :

熔融 KOH 法及び加圧酸分解法(マッフル炉を用いる方式及びマイクロ波を用いる方式)のいずれもが CFP 破損率検査に不可欠な前処理技術である母材の解砕へ適用できる見通しを得た。

参考文献

- [3.1.2-1] A. K. Kercher, J. D. Hunn, J. R. Price, G. E. Jellison, F. C. Montgomery, R. N. Morris, J. M. Giaquinto, D. L. Denton, Advanced characterization methods for TRISO fuels, February 17, 2005

3.1.3 耐酸化燃料要素の成形モデル構築

3.1.3.1 はじめに

本小節では、「原料の選定」「成形モデルの構築」及び「特性評価」の成果について述べる。

まず、「成形モデルの構築」において作成した焼成条件に基づき「3.1.1.2.4.3.3(1)「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」にて焼成した13個の試料を用い、「特性評価」において圧縮破壊強度を評価する。最後に「成形モデルの構築」に戻り、圧縮破壊強度の評価結果を用いて焼成条件と圧縮破壊強度の関連のモデルを作成する。

3.1.3.2 原料の選定（平成26年度～平成27年度）

(1) 候補材の選定

まず、母材原料粉末の候補を以下のように選定した。

① 樹脂：

原子炉燃料用として使用実績がある「フェノール樹脂 型番：CS217」を選定した。これはHTTR燃料コンパクトの製造に用いたものと同じである（参考文献[3.1.3.2-1]）。

② C及びSi粉末：

$C+Si \rightarrow SiC$ の反応は、CとSiの粒子が接触した部分が起点になって起こると考えられるため、同じ重量に対しては粒子の表面積が大きい、即ち、細かい粒子であるほど反応がおこりやすいと考えられる。従って、どちらの粉末もなるべく粒子が細かい物として、下記の物を選定した。

✓ C粉末

(株)高純度化学研究所製(型番：CCE03PB)

粒子サイズ：約5 [μm]

✓ Si粉末

(株)高純度化学研究所製(型番：SIE23PB)

粒子サイズ：約5 [μm]

③ SiC粉末

一般に、多結晶体においては結晶粒が細かいほど強度が大きい。従って、なるべく粒子が細かい物として下記の物を選定した。

✓ SiC粉末

(株)高純度化学研究所製(型番：SII01PB)

粒子サイズ：約2-3 [μm]

(2) 候補材の追認

上記「3.1.3.2(1)候補材の選定」で選定した樹脂、C、Si、SiC粉末を用い、「3.1.1.2.3.3 オーバーコート粒子の試作」においてオーバーコート粒子を試作し、そのオーバーコート粒子を「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C法とSi+C法からの選択」において焼成し、耐酸化燃料要素(模擬)の試作を行った。その結果、「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C法とSi+C法からの選択」で述べたように、Si+C法にて問題なく試作できた。従って、上記「3.1.3.2(1)候補材の選定」で選定した樹脂、Si及びC粉末を耐酸化燃料要素の母材の原料として決定した。

なお、「3.1.1.2.4.2 SiC+Si+C法とSi+C法からの選択」で述べたように、本事業においてはSiC+Si+C法は選択しなかったため、SiC粉末は原料として用いないことになった。従って、SiC粉末については原料を決定しなかった。

参考文献

- [3.1.3.2-1] 植田祥平、他：高温工学試験研究炉の第2次燃料製造データベース(その1)-燃料核、被覆燃料粒子及び燃料コンパクト-、JAEA-Data/Code 2006-009 (2006).

3.1.3.3 成形モデルの構築（再委託先：熊本大学）（平成 26 年度～平成 28 年度）

3.1.3.3.1 はじめに

3.1.3.3.1.1 緒言

本事業の「成形モデルの構築」における目標は、耐酸化性に優れ高強度の成形体（本事業の場合、耐酸化燃料要素（模擬））を製作する条件を予測できる成形モデルを構築することである。

まず、「3.1.3.3.1.2 統計解析手法の概観」にてそのために用いる統計解析手法の概観を述べ、次に、「3.1.3.3.2 成形条件案の作製」にて、この統計解析手法に基づいて成形モデルを効率良く構築するための成形条件の案を作成する。その後の流れについては上記「3.1.3.1 はじめに」を参照のこと。

3.1.3.3.1.2 統計解析手法の概観

(1) 実験計画法

実験計画法とは、効率的かつ経済的に、妥当で適切な結論に到達できるような実験を計画する方策であり（参考文献[3.1.3.3-1]）、少ない実験回数で多くの情報を得ることが可能となる統計解析手法の一つである。

実験計画法の発展は、フィッシャーに始まる伝統的な実験計画法の枠組み、応答曲面法、タグチメソッド、最適計画という4つの流れに大別できる（参考文献[3.1.3.3-2]）。

(2) 応答曲面法

上記(1)で述べた応答曲面法は、入力（因子）と出力（応答）との関係性を下記(3)に示す応答曲面モデルと呼ばれる多項式の近似式で表現するための方法を目指すなどして発展している。

(3) 応答曲面モデル

応答曲面モデルは、実験により得られた離散的なデータを連続的な曲面に当てはめて近似することから、実際には実験を行っていない領域の予測が可能である。本事業では、成形モデルとして、統計解析事例（参考文献[3.1.3.3-3]、[3.1.3.3-4]）を参考に、成形パラメータと耐酸化燃料の成形体の特性（強度等）との関係性を表現できる応答曲面モデルを構築した。

代表的な応答曲面モデルである、1次（線形）と2次（多項式）のモデルはそれぞれ(3.1.3.3-1)式、(3.1.3.3-2)式で表される（参考文献[3.1.3.3-5]）。

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \varepsilon \quad (3.1.3.3-1)$$

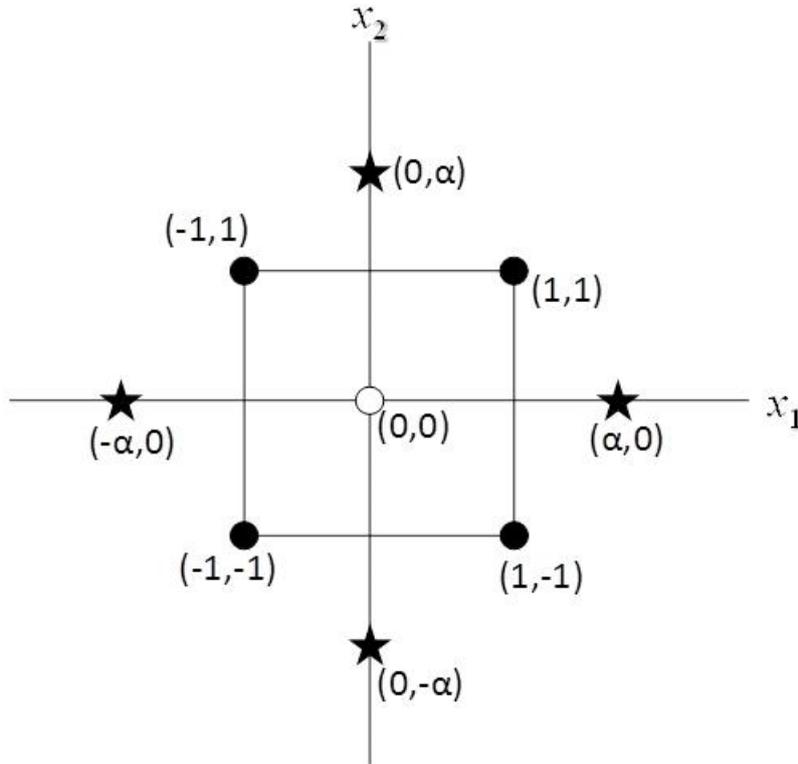
$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (3.1.3.3-2)$$

ここで、 y は予測応答、 x_i 、 x_j は入力変数、 ε はモデル誤差、 β_0 は切片、 β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij} は各項の係数である。なお、入力変数(x_i)、予測応答(y)は、本事業ではそれぞれ成形パラメータ、成形体の特性（強度等）に相当する。また、各係数は、実験結果に対して統計解析を行うことで得られる。本事業では、応答曲面モデルとして2次モデルを採用する。

本事業では「成形モデルの構築」として、上記(3.1.3.3-2)式中の係数(β_0 、 β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij})を求めることとした。係数(β_0 、 β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij})が求めれば、望ましい y (成形体の特性（強度等）)の値を得られる x_i (成形条件)の予測を期待できる。

(4) 中心複合計画

実験結果から上記(3.1.3.3-2)式中の係数(β_0 、 β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij})を精度良く求めるためには、適切な実験条件(実験を行う x_j)を予め計画することが望ましい。中心複合計画は、そのための計画方法である。



実験で着目する因子数が2個の場合の中心複合計画の模式図を図 3.1.3.3-1 に示す(参考文献[3.1.3.3-5])。2因子に対する中心複合計画は、図 3.1.3.3-1 に示すように中心点(○印)、4個の要因点(●印)、4個の軸点(★印)により構成される。ここで、実験に伴う誤差を推定するために、中心点での実験は複数回反復される。モデルの信頼性を上げるために中心点での反復実験回数として5回とし、全体の実験数を、中心点(○)5、要因点(●)4、軸点(★)4の合計13点におけるデータが必要である。

図 3.1.3.3-1 2因子の場合の中心複合計画の説明図

α の値は本事業の場合、(3.1.3.3-3)式で表される(参考文献[3.1.3.3-5])。

$$\alpha = \sqrt[4]{n_F} \quad (3.1.3.3-3)$$

ここで、 n_F は要因点の個数である。

2因子に対する中心複合計画では、上記のように $n_F=4$ なので、 α =約1.41となる。また、実際の実験は表 3.1.3.3-1 の順番通りではなくランダムで行われる必要がある。

3.1.3.3.2 成形条件案の作成

(1) はじめに

ここでは、成形モデルを効率良く構築するための成形条件の案を作成する。具体的には、

- ① 上記(3.1.3.3-2) 式中の

y : 耐酸化燃料要素(模擬)の圧縮破壊強度 [MPa]

とし、

- ② x_i (成形パラメータ)を何にするか、及び、範囲をどうするか決める。(下記「3.1.3.3.2(2) 成形パラメータの抽出」)
- ③ 上記「3.1.3.3.1.2(4) 中心複合計画」に基づき、上記(3.1.3.3-2) 式中の係数(β_0 、 β_i 、 β_{ii} 、 β_{ij})を効率的に求めるための中心複合計画(成形条件案)を作成する。(下記「3.1.3.3.2(3) 成形条件案の作成」)

(2) 成形パラメータの抽出

ホットプレスにおける加工関係の主な成形パラメータとは、最高温度、圧力、(最高温度における)保持時間の3つである。ただし、圧力についてはCFPの破損を抑制するためにできるだけ小さい方が望ましいため、ホットプレス装置の仕様の下限または成形可能な範囲で極力小さい値に固定することとした。従って、成形パラメータを最高温度及び保持時間の2つとする。

また、現実的な観点から、これら2つの成形パラメータの範囲を下記とすることにした。

- x_1 : 最高温度 [°C] 1300~1600
- x_2 : 保持時間 [min] 40~120

(3) 成形条件案の作成

以下の①～④により策定した成形条件案を表 3.1.3.3-1 に示す。

- ① 図 3.1.3.3-1 中の○は、
 $((1300+1600)/2, (40+120)/2) = (1450, 80)$
- ② 図 3.1.3.3-1 中の★は下記の 4 点。
 - ✓ x_1 軸上 : (1300, 80), (1600, 80)
 - ✓ x_2 軸上 : (1450, 40), (1450, 120)
- ③ 上記「3.1.3.3.1.2 (4) 中心複合計画」で述べたように、 α =約 1.41 であるから、図 3.1.3.3-1 の●は下記の 4 点。
 - ✓ 第 1 象限 : $(1450+(1600-1450)/\alpha, 80+(120-80)/\alpha) = (1556, 108)$
 - ✓ 第 2 象限 : $(1450-(1600-1450)/\alpha, 80+(120-80)/\alpha) = (1344, 108)$
 - ✓ 第 3 象限 : $(1450-(1600-1450)/\alpha, 80-(120-80)/\alpha) = (1344, 52)$
 - ✓ 第 4 象限 : $(1450+(1600-1450)/\alpha, 80-(120-80)/\alpha) = (1556, 52)$
- ④ ①の点を 5 回、及び②③の点各々 1 回ずつをランダムに並べる。

表 3.1.3.3-1 成形条件案

順番	最高温度 x_1 [°C]	保持時間 x_2 [min]
1	1450	80
2	1450	80
3	1556	108
4	1556	52
5	1300	80
6	1450	80
7	1344	52
8	1450	80
9	1600	80
10	1450	120
11	1450	40
12	1450	80
13	1344	108

3.1.3.3.3 成形モデルの構築(平成28年度)

統計解析により、後述する表 3.1.3.4-1 に示す最高温度(x_1 [°C])、保持時間(x_2 [min])及び圧縮破壊強度(y [MPa])を上記(3.1.3.3-2)式に適応させ、応答曲面モデルを作成した。その係数を表 3.1.3.3-2 に示す。

表 3.1.3.3-2 係数一覧

β_0 [MPa]	2.81×10^2
β_1 [MPa/°C]	-2.47×10^{-1}
β_2 [MPa/min]	-2.04×10^{-1}
β_{11} [MPa/°C ²]	4.93×10^{-5}
β_{22} [MPa/min ²]	-1.74×10^{-3}
β_{12} [MPa/°C/min]	3.20×10^{-4}

なお、上記(3.1.3.3-2)式及び表 3.1.3.3-2 に示した係数を用い、最高温度:1344~1556 [°C]、保持時間:52~108 [min]の範囲において、最も圧縮破壊強度が大きくなると予想される条件は、1344 [°C]、65 [min]であった。

参考文献

- [3.1.3.3-1] JIS Z 8101-3, 統計-用語と記号-第3部:実験計画法, 日本規格協会, (1999).
- [3.1.3.3-2] 山田秀, 実験計画法-方法編-, 日科技連, (2004).
- [3.1.3.3-3] M. Kuroda, T. J. Marrow, Preparation of fatigue specimens with controlled surface characteristics, Journal of Materials Processing Technology, 203 (2008) 396-403.
- [3.1.3.3-4] M. Kuroda, T. J. Marrow, Controlling the surface characteristics of fatigue specimens by a statistical design of experiments approach, Proceedings of the 27th Symposium on Reliability Engineering & the 16th Symposium on Fracture Mechanics, International Workshop, (2013) 213-217.
- [3.1.3.3-5] D. C. Montgomery, Design and analysis of experiments -6th Edition-, John Wiley & Sons, Inc., (2005).

3.1.3.4 特性評価試験（再委託先：熊本大学）（平成27年度～平成28年度）

3.1.3.4.1 方法

(1) 試料

表 3.1.3.3-1 に基づき「3.1.1.2.4.3.3 (1)「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」にて焼成した13個の試料を表 3.1.3.4-1 に示す(すべて平成28年度に焼成したものである)。なお、焼成作業において、表 3.1.3.3-1 に示した焼成条件案と実際の焼成条件の一部の順番が入れ替わってしまったが、13条件の順番はランダムになるように定めており、当初予定していた順番の乱れが試験に影響が無いものと判断し、このまま継続することとした。

表 3.1.3.4-1 試料の成形条件及び圧縮破壊強度

焼成した 順番	試料 No.	バッチ名	最高温度 x_1 [°C]	保持時間 x_2 [min]	圧縮破壊強度 y [MPa]
1	42	00GC15-55908A3-06	1450	80	37.9
2	43	00GC15-55908A3-07	1450	80	43.9
3	44	00GC15-55908A3-08	1556	108	20.3
4	45	00GC15-55908A3-09	1556	52	27
5	46	00GC15-55908A3-10	1300	80	51.9
6	47	00GC15-55908A3-11	1450	80	31.6
7	48	00GC15-55908A3-12	1344	52	47.2
8	49	00GC15-55908A3-13	1450	80	38.2
9	50	00GC15-55908A3-14	1600	80	30.9
10	51	00GC15-55908A3-15	1450	120	42.1
11	52	00GC15-55908A3-16	1450	80	33.3
12	53	00GC15-55908A3-17	1450	40	32.8
13	54	00GC15-55908A3-18	1344	108	36.7

(2) 試験及び評価

圧縮試験機(SHIMADZU CORPORATION 製、UNIVERSAL TESTING MACHINE REH-50)を用いて圧縮破壊試験を行った。クロスヘッドスピードは0.5 [mm/min]である。圧縮試験機付属のロードセルをデータロガー(Tokyo Sokki Kenkyujo Co., Ltd. 製、TDS-302)に接続し、荷重の履歴を得た。

最大荷重を試料底面の面積で割ることにより、圧縮破壊強度 y [MPa]を求めた。

3.1.3.4.2 結果

表 3.1.3.4-1 に、焼成条件等とともに各試料の圧縮破壊強度を示した。

3.1.3.5 まとめ

耐酸化燃料要素の母材の原料を決定した。

また、成形パラメータを抽出し、中心複合計画に基づき作成した成形条件案にもとづき、「3.1.1.2.4.3.3(1)「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」において焼成された耐酸化燃料要素の圧縮破壊強度のデータを取得した。そのデータに基づき、応答曲面モデルを作成した。

3.2 研究推進

研究代表者の下で各研究項目間における連携を密にして研究を進めた。また、本事業の再委託先等と下記のように打ち合わせを行い、成果報告書を纏めた。

- ◆ 原子力機構の事業参加者の出張による山本 P0 の中間フォロー
 - 平成 26 年 12 月 19 日

- ◆ 原子力機構の事業参加者の出張による熊本大学との打ち合わせ
 - 平成 27 年 1 月 14-15 日
 - 平成 27 年 11 月 10 日
 - 平成 27 年 1 月 14 日
 - 平成 29 年 1 月 12 日

- ◆ 原子力機構の事業参加者の外勤による原燃工との打ち合わせ
 - 平成 27 年 2 月 24 日
 - 平成 27 年 5 月 13 日
 - 平成 27 年 8 月 25 日
 - 平成 28 年 2 月 5 日

- ◆ 原子力機構の事業参加者による学会参加
 - 平成 27 年 3 月 20 日
 - 平成 28 年 3 月 26～27 日

- ◆ 原子力機構の事業参加者による成果報告会参加
 - 平成 27 年 1 月 13 日
 - 平成 29 年 1 月 10 日

4. 結言

高温ガス炉の燃料は、耐熱性を有するセラミックス製の被覆燃料粒子(CFP, 直径1ミリ程度)であり、CFP同士を黒鉛及び炭素により構成される母材で結合し、黒鉛製の構造材と共に燃料要素を構成する。本事業において開発する耐酸化燃料要素の革新性は、従来の黒鉛及び炭素により構成される母材を炭化ケイ素(SiC)を含むものに置き換える方法で、燃料要素の母材に耐酸化性能を付加し、安全性を向上させる点にある。この耐酸化燃料要素が実用化されれば、高温ガス炉の空気侵入事故(配管破断事故)時に想定を超える空気が侵入した場合においても、燃料の耐酸化性能が維持され、高温ガス炉の安全性・信頼性を向上させることができると期待される。

本事業においては、平成26～28年度にかけ、革新的な耐酸化燃料要素の基礎基盤技術の確立を目指し、耐酸化性能に優れるSiCを燃料要素の母材として新たに適用する技術の開発を目的として、セラミックス球を模擬のCFPとして用いた製造技術開発、検査技術開発ならびに成形モデル構築を行った。以下に、その概要及び将来への提言を述べる。

(1) 耐酸化燃料要素の研究

①耐酸化燃料要素の製造技術開発

1) 試作試験

i) オーバーコート装置の製作

粒子に原料粉末をコーティングするためのオーバーコート装置を製作した。

ii) 原料粉末の混合及びオーバーコート(再委託先：原燃工)

上記「(1)①1)i)オーバーコート装置の製作」において製作したオーバーコート装置及び下記「(1)③1)原料の選定」において選んだ原料粉末を用い、オーバーコート粒子の試作を行った。まず、母材原料粉末の製造(原料粉末の混合)及びオーバーコートの方法について検討し、従来の高温ガス炉燃料における方法に準じて行うこととした。次に、ガス発生を抑制し、ホットプレスを可能とするため、フェノール樹脂量の低減について検討した。それらの検討に基づいてオーバーコート粒子を試作し、ホットプレスが可能であることを確認した。以上により、原料粉末の混合方法ならびにオーバーコート方法を確立し、オーバーコート粒子の試作を完了した。

iii) 焼成

上記「(1)①1)ii)原料粉末の混合及びオーバーコート」において試作したオーバーコート粒子を型に詰めて、ホットプレス法にて耐酸化燃料要素(模擬)を焼成した。まず、母材の原料粉末に予めSiCが含まれていれば、母材中のSiCの含有率を向上されることが期待されることから、母材の原料粉末にSiCを加えるかどうか検討した。本事業においては、SiCを加える方法を「SiC+Si+C法」、加えない方法を「Si+C法」と称する。SiC+Si+C法とSi+C法のうち、成形性の観点からSi+C法を選択した。次に、このSi+C法における適切な焼成条件を次のように決定した。酸化試験用の試料の焼成を行い、

- a) 下記「(1)①2)ii)酸化試験」で後述するように、従来の燃料要素よりも優れた耐酸化性能を確認した。
- b) 下記「(1)③2)成形モデルの構築」にて作成された焼成条件と圧縮強度の関連の

モデルにより、酸化試験用の試料の圧縮強度は、HTTR 燃料における受入基準を充分上回ると評価された。

上記 a)、b)をもって酸化試験用の試料の焼成条件を適切な焼成条件であると追認した。以上により、耐酸化燃料要素の製造に関する基盤技術を確立した。

なお、本事業における適切な焼成条件は最適化された条件ではないので、再度検討することが望ましい。また、実際の CFP を用いて Si+C 反応焼結法にて耐酸化燃料要素の製造を行う場合には、外側熱分解炭素層 (OPyC) 層も Si と反応して SiC に変化すると考えられる。まずは、OPyC 層を持つ模擬 CFP を用いて耐酸化燃料要素(模擬)の試作を行い、OPyC 層がどの程度、どのように変化するか調べる必要がある。もしも OPyC 層が完全に消滅し、すべて SiC に置き換わる場合、下記「②検査技術開発」において開発した、SiC の溶解に基づく母材の解砕技術は適用できない。従って、何らかの方法で OPyC 層を完全には消滅させない方法を開発する必要がある。(例：OPyC 層を十分に厚くする。及び/または Si が OPyC 層の深くまで侵入しないようホットプレス温度を低く抑える)そのような技術を開発した上で、いずれは実際の CFP を用いて耐酸化燃料要素を試作し、CFP の破損割合を実用可能な程度に低減させるための技術開発を行わなければならない。

2) 酸化試験

i) 酸化試験装置の製作

高温酸化雰囲気下での耐酸化燃料要素の耐酸化性能を把握するための酸化試験装置を製作した。

ii) 酸化試験

「(1)①1) iii) 焼成」において焼成した耐酸化燃料要素(模擬)について、上記「(1)①2) i) 酸化試験装置の製作」において製作した酸化試験装置を用いて、高温酸化雰囲気下での酸化試験を行った。上記「(1)①1) ii) 焼成」において酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素を 20%酸素中 900℃にて 30 分酸化させたところ、CFP(模擬)をすべて保持していた。一方、過去に同等の条件で行われた従来の燃料要素の酸化試験においては、CFP(模擬)のすべては保持できず、一部が落剥した。以上により、酸化試験用に焼成した耐酸化燃料要素の耐酸化性能が従来の燃料要素よりも優れていることを確認した。

3) 解析評価

まず耐酸化燃料要素の仕様を仮定して核熱計算を行い、燃料最高温度等の判断基準を満足する核熱設計を提示した。次にその核熱設計に基づき CFP の通常運転時の健全性評価として内圧破損確率の評価を行い、健全性が保たれることを確認した。以上により、核熱計算において仮定した耐酸化燃料要素の仕様を、耐酸化燃料要素の標準仕様として追認した。

②耐酸化燃料要素の検査技術開発（再委託先：原燃工）

1) 検査技術開発

「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)を用い、以下の試験を実施した。

➤ 金相試験

ダイヤモンドホイールによる切断及びダイヤモンドペーストによる切断面の研磨により、SiC 母材の均質性及び粒子分散状態の把握が可能な金相試験試料を作成することが出来た。

なお、本事業においては出来なかった母材の鏡面研磨の技術を開発することが望ましい。

➤ X線透過試験

耐酸化燃料要素(模擬)を撮影し、粒子分散状態の把握が可能な X 線透過画像を得た。また、試料内の有意な空隙及び金属由来と考えられる介在物の有無を検査することができることが分かった。

なお将来的には、画像解析の適用等により、粒子分散状態の定量的な評価法を開発することが望ましい。

➤ 母材の解砕

熔融 KOH 法及び加圧酸分解法(マッフル炉を用いる方式及びマイクロ波を用いる方式)による母材の解砕試験を行い、これらのいずれもが CFP 破損率検査に不可欠な前処理技術である母材の解砕へ適用できる見通しを得た。

③耐酸化燃料要素の成形モデル構築

1) 原料の選定

まず、母材の原料の候補材を選定した。次に、候補材を用いて上記「(1)①1) 試作試験」にて耐酸化燃料要素(模擬)を試作したところ、Si+C 法にて問題なく試作できた。従って、候補材のうち Si 及び C 粉末、及び樹脂を耐酸化燃料要素の母材の原料として決定した。

2) 成形モデルの構築（再委託先：熊本大学）

まず、成形パラメータとしてホットプレスにおける最高温度及び最高温度における保持時間を抽出した。次に、中心複合計画(「3.1.3.3.1.2 統計解析手法の概観」参照)に基づき作成した成形条件案を作成した。この案に基づき上記「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)について下記「(1)③3) 特性評価」において取得した圧縮破壊強度のデータに基づき、応答曲面モデルを作成した。

3) 特性評価（再委託先：熊本大学）

上記「(1)③2) 成形モデルの構築」において作成した成形条件案に基づき「(1)①1) 試作試験」において試作した耐酸化燃料要素(模擬)について圧縮破壊強度のデータを取得した。

(2) 研究推進

- ▶ 研究代表者の下で各研究項目間における連携を密にして研究を進めた。
- ▶ 本事業の直接費にて再委託先等と下記のように打ち合わせを行った。
 - ✓ 山本 P0 による中間フォロー：1 回
 - ✓ 熊本大学との打ち合わせ：4 回
 - ✓ 原燃工との打ち合わせ：4 回
- ▶ 本事業の直接費にて下記のことも行った。
 - ✓ 学会参加：2 回
 - ✓ 成果報告会参加：2 回
- ▶ また、成果報告書を纏めた。

以上、各々の事業項目を実施し、所期の目標を達成した。

本事業においては、ホットプレス法を用いて、Si+C 反応焼結法による耐酸化燃料要素の製造に関する技術基盤に関する知見を得ることができた。具体的には、CFP への(SiC+Si+C 母材原料粉末のオーバーコート法の確立、適切な焼結条件の設定、SiC の溶解に基づく母材の解砕による検査技術開発である。

本事業では、CFP を模擬したアルミナ粒子を用いたが、今後の研究においては、4 重被覆の CFP で耐酸化燃料要素の製造を行い、ホットプレス法が 4 重被覆の健全性へ及ぼす影響を調べる必要がある。また、耐酸化燃料要素の SiC を含む母材の照射効果を調べる必要がある。

さらに、ホットプレス法は大量生産に向かず、実用化のためには一度に大量に焼成すること（及び/または製造時間の短縮）が重要な課題である。また、耐酸化燃料要素を原子炉冷却材のヘリウムガスで直接冷却する場合に、より安全性を高める観点から燃料要素の外表面に CFP を含まない SiC 被膜を添加することが重要である。一般産業分野において、常圧熱処理による SiC 製造法が開発されており、この方法は大量生産を可能とする有望な技術であるが、CFP を含有する耐酸化燃料要素への適用性に関しては明らかではない。また、SiC 外表面への被膜の付加の可能性については不明確である。今後、本事業において蓄積した技術を用い、さらなる安全性を目指して、実用化に向けた研究開発を進めることが重要である。

付録 A-1 原料粉末に関する付録

A-1.1 はじめに

本付録は、原料粉末に関する各種データを収録するものである。H28 年度に購入した原料粉末の不純物分析成績表を A-1.2 章に、比表面積及び黒鉛化度の分析報告書を A-1.3 章に、A-1.4 章に各々収録する。

なお、原料粉末の XRD 測定結果については「付録 A-4 X 線回折」に収録してあるので、そちらを参照すること。

分析結果報告書

第 S-13-160821-R1 号

平成 29 年 2 月 2 日

独立行政法人日本原子力研究開発機構 殿

イビデンエンジニアリング株式会社
 〒506-0073 岐阜県岐阜市木戸町 1122 番地
 環境技術事業部
 TEL (0584)75-3238
 FAX (0584)75-3239

承認	担当

平成 29 年 1 月 12 日付でご依頼のありました試料について分析した結果は下記の通りです。

件名	粉末の分析		
	項目	比表面積 (m ² /g)	
試料			
Si Lot.No. 4072111 粒径 5 μm	2.47	n=1	2.48
		n=2	2.45
Si Lot.No. 4072111 粒径 5 μm	2.46	n=1	2.48
		n=2	2.45
Si Lot.No. 4334501 粒径 5 μm	2.24	n=1	2.22
		n=2	2.25
C Lot.No. 4313811 粒径 5 μm	14.30	n=1	14.29
		n=2	14.30
C Lot.No. 4313811 粒径 5 μm	14.58	n=1	14.53
		n=2	14.62
C Lot.No. 4334504 粒径 50 μm	4.28	n=1	4.24
		n=2	4.31
C Lot.No. 4334503 粒径 20 μm	9.46	n=1	9.51
		n=2	9.40
C Lot.No. 4334502 粒径 5 μm	19.26	n=1	18.90
		n=2	19.62
C Lot.No. なし	2.93	n=1	3.01
		n=2	2.84
分析方法	BET 1 点法、標準セル使用		
測定装置：比表面積測定装置 島津製作所製 FlowSorb II			
測定回数：2 回（平均値を報告）			
【ご参考】 標準 ZrO ₂ 測定値 23.6 (m ² /g) (標準値 24.2±1.0)			

分析結果報告書

件名:粉末の分析
(ご依頼日:2017年 1月 12日)

測定方法:レーザーラマン分光光度法
測定機器:堀場製作所製 XploRA

【試料名】

- C Lot.No.4313811 粒径5 μm
- C Lot.No.4334502 粒径5 μm
- C Lot.No.4334504 粒径50 μm
- C Lot.No.なし
- C Lot.No.4334503 粒径20 μm

イビデンエンジニアリング株式会社
環境技術事業部 アナリティカルソリューションG

〒503-0973 岐阜県大垣市木戸町1122番地
TEL 0584-75-3238 FAX 0584-75-3239

承認:

担当:



目次

P.3	分析目的・分析結果・測定方法・測定条件
P.4	試料写真
P.5~10	分析結果
P.11~12	「C Lot.No.4313811 粒径5 μm 」のラマンスペクトル
P.13	「C Lot.No.4334504 粒径50 μm 」のラマンスペクトル
P.14	「C Lot.No.4334503 粒径20 μm 」のラマンスペクトル
P.15	「C Lot.No.4334502 粒径5 μm 」のラマンスペクトル
P.16	「C Lot.No.なし」のラマンスペクトル



分析目的・分析結果・測定方法・測定条件

【分析目的】 ・試料のラマンスペクトルから黒鉛化度(R値)を算出する。

【分析結果】 ・試料のラマン分析結果をp.5～9に示します。
 ・「C Lot.No.なし」のラマンスペクトルには、Dバンドが確認されませんでした。
 したがって、R値はほぼゼロに近く、黒鉛化度が高い炭素であると推定されます。

【測定方法】 ・試料をスライドガラスに採取し、カバーガラスで軽く押さえて平らにしたあと、
 顕微ラマン分光法にて測定を行いました。
 ・「C Lot.No.4313811 粒径5 μm」は、2点測定を行いました。

【測定条件】

励起波長	532 nm	対物レンズ	×100 (N.A.=0.9)
レーザーパワー	17 mW	共焦点ホール径	300 μm
減光フィルター	10 %	露光時間・積算回数	5 秒×2 回
回析格子	600 gr/m	測定点	1 点 (n=10)
検出器	CCD		

試料写真

【試料写真】

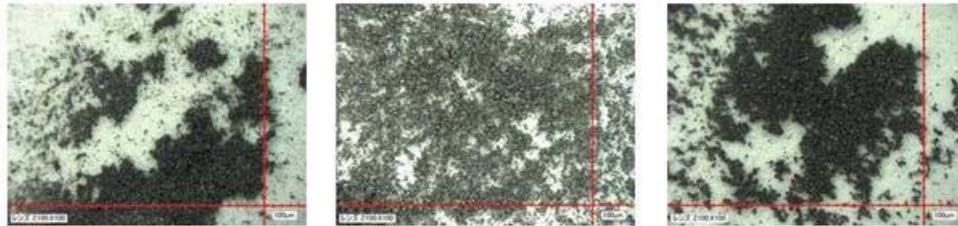


図1「C Lot.No.4313811 粒径5 μm」 図2「C Lot.No.4334504 粒径50 μm」 図3「C Lot.No.4334503 粒径20 μm」
 拡大図 100倍 拡大図 100倍 拡大図 100倍



図4「C Lot.No.4334502 粒径5 μm」
 拡大図 100倍

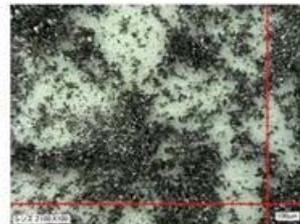


図5「C Lot.No.なし」
 拡大図 100倍

分析結果①

【分析結果(C Lot.No.4313811 粒径5 μm-1)】

	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	1349.79	288.81	47.7693	18724	1583.25	4285.68	22.0027	127162	0.15
n=2	1349.36	232.39	51.2288	16075	1583.32	3800.99	21.9313	114142	0.14
n=3	1350.06	216.31	54.4464	14722	1583.22	3609.05	22.1347	108789	0.14
n=4	1349.30	205.08	50.1464	13785	1583.32	3403.91	22.6037	103344	0.13
n=5	1351.00	184.97	50.3816	12649	1583.19	3172.59	22.7229	97538	0.13
n=6	1350.55	178.33	48.5078	11788	1583.38	2822.34	22.8995	86126	0.14
n=7	1350.52	174.00	51.0895	12847	1583.41	2754.67	23.0118	86013	0.15
n=8	1350.05	162.66	46.5290	11342	1583.37	2607.27	23.2430	81782	0.14
n=9	1349.47	139.68	53.5922	10054	1583.50	2340.22	23.3690	73330	0.14
n=10	1348.26	141.05	53.0950	11247	1583.40	2207.49	22.9071	68358	0.16
平均値	1349.84	190.33	50.68	/	1583.34	3100.42	22.68	/	0.14
標準偏差	0.79	40.85	2.58	/	0.10	672.22	0.51	/	0.01
CV (%)	0.06	21.5	5.1	/	0.0	21.7	2.2	/	7.1

分析結果②

【分析結果(C Lot.No.4313811 粒径5 μm-2)】

	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	1339.29	441.11	47.2277	26580	1568.69	3774.28	29.1725	148743	0.18
n=2	1341.60	342.64	49.6084	19952	1571.06	3297.29	25.9978	119757	0.17
n=3	1341.46	376.60	50.6291	25349	1571.02	3152.47	26.5444	114331	0.22
n=4	1341.99	352.71	50.4236	21902	1571.25	3120.80	26.7160	113884	0.19
n=5	1342.70	371.50	46.5342	21996	1571.97	3159.24	25.9721	115234	0.19
n=6	1342.10	369.69	49.1936	23220	1572.08	3100.88	26.1122	113953	0.20
n=7	1342.85	342.16	50.2469	20288	1572.01	3011.92	26.6369	109154	0.19
n=8	1342.68	357.54	50.1124	23292	1572.33	2935.87	26.8651	107460	0.22
n=9	1343.52	365.21	49.9310	23350	1572.30	2956.21	26.5561	106851	0.22
n=10	1343.53	344.74	49.8922	20288	1572.25	2910.98	26.4686	106161	0.19
平均値	1342.17	366.39	49.38	/	1571.50	3141.99	26.70	/	0.20
標準偏差	1.24	29.08	1.39	/	1.11	252.49	0.92	/	0.02
CV (%)	0.09	7.9	2.8	/	0.1	8.0	3.4	/	9.3

分析結果③

【分析結果(C Lot.No.4334504 粒径50 μm)】

	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	1350.53	1671.69	49.3196	98214	1584.22	6619.66	28.1978	258865	0.38
n=2	1350.56	1677.02	49.7184	99386	1584.34	6745.63	27.6781	263180	0.38
n=3	1350.60	1690.33	49.1919	97412	1584.23	6905.91	27.7144	268917	0.36
n=4	1350.47	1688.48	49.2471	98584	1584.28	6872.66	27.8574	267586	0.37
n=5	1350.41	1683.51	49.3826	96455	1584.27	6926.07	27.6754	271364	0.36
n=6	1350.41	1726.58	48.3057	98321	1584.13	6970.21	27.4950	269430	0.36
n=7	1350.49	1731.93	47.7903	97796	1584.20	7029.09	27.6511	275190	0.36
n=8	1350.43	1759.42	49.8787	102799	1584.24	7090.30	27.5349	273716	0.38
n=9	1350.25	1759.55	48.9855	101272	1584.32	7096.61	27.6770	277682	0.36
n=10	1350.29	1759.82	50.1833	104176	1584.30	7177.18	27.4691	276631	0.38
平均値	1350.44	1714.83	49.20	/	1584.25	6943.33	27.70	/	0.37
標準偏差	0.11	36.53	0.71	/	0.06	169.44	0.21	/	0.01
CV (%)	0.01	2.1	1.4	/	0.0	2.4	0.8	/	2.4

分析結果④

【分析結果(C Lot.No.4334503 粒径20 μm)】

	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半値幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	1346.30	723.25	54.1240	46353	1581.41	4386.17	40.6405	227916	0.20
n=2	1346.79	737.27	54.4613	49456	1581.35	4360.59	40.6871	221025	0.22
n=3	1347.25	735.59	54.2970	50172	1581.36	4374.10	40.4956	222000	0.23
n=4	1347.36	726.57	53.8717	46260	1581.40	4384.01	40.8972	227494	0.20
n=5	1346.39	742.33	56.4846	49904	1581.29	4376.00	40.8152	224338	0.22
n=6	1346.82	757.20	56.3338	51919	1581.55	4459.87	40.3307	224915	0.23
n=7	1346.20	729.16	54.2832	45210	1581.62	4490.32	40.3648	227869	0.20
n=8	1347.43	754.96	54.2189	47211	1581.60	4511.68	40.2233	230453	0.20
n=9	1346.74	740.45	53.8642	45945	1581.36	4504.09	40.2570	227278	0.20
n=10	1346.46	749.90	54.6785	47869	1581.43	4454.75	41.0663	230567	0.21
平均値	1346.77	739.67	54.66	/	1581.44	4430.16	40.58	/	0.21
標準偏差	0.45	11.68	0.95	/	0.11	59.81	0.29	/	0.01
CV (%)	0.03	1.6	1.7	/	0.0	1.4	0.7	/	5.7

分析結果⑤

【分析結果(C Lot.No.4334502 粒径5 μm)】

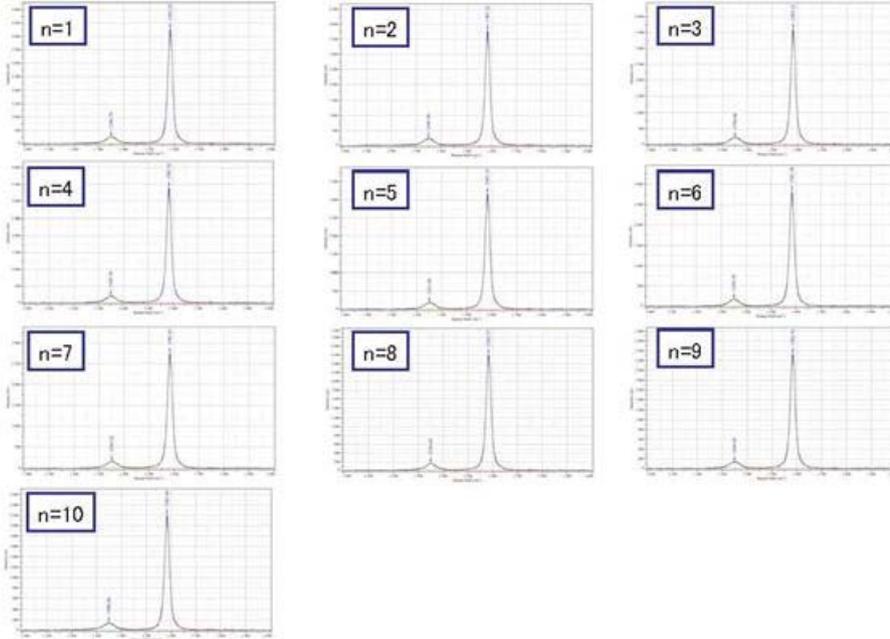
	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半幅幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半幅幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	1346.81	982.50	50.4329	59984	1577.91	5999.13	29.3994	234144	0.26
n=2	1346.44	984.44	51.7827	60707	1577.88	5937.12	29.4048	234821	0.26
n=3	1346.82	1000.14	50.4619	62174	1577.90	5911.88	29.2684	230729	0.27
n=4	1346.30	1000.63	50.6043	61321	1577.93	5813.88	29.6987	228307	0.27
n=5	1346.45	1000.06	51.8862	62642	1577.96	5872.56	29.0240	228794	0.27
n=6	1346.41	1004.43	51.1005	62508	1577.98	5826.23	29.3002	227291	0.28
n=7	1346.88	990.48	50.6947	59453	1577.92	5807.23	29.0973	226331	0.26
n=8	1346.53	998.73	50.6174	59719	1578.09	5748.20	29.0474	225663	0.26
n=9	1347.19	1003.00	50.4039	60733	1578.12	5708.41	29.1712	224528	0.27
n=10	1346.61	1004.79	51.3073	60949	1577.97	5686.75	29.0365	224021	0.27
平均値	1346.64	996.92	50.93	/	1577.97	5831.14	29.24	/	0.27
標準偏差	0.27	8.15	0.56	/	0.08	100.76	0.22	/	0.01
CV (%)	0.02	0.8	1.1	/	0.0	1.7	0.7	/	2.4

分析結果⑥

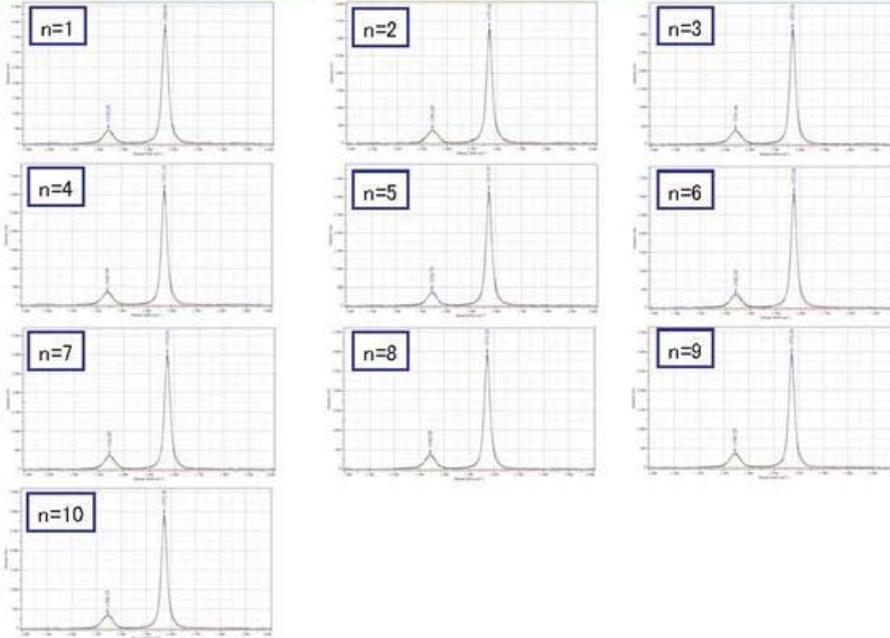
【分析結果(C Lot.No.なし)】

	Dバンドの波数 (cm ⁻¹)	Dバンドのピーク強度 (Count)	Dバンドの半幅幅 (cm ⁻¹)	Dバンドの積分値	Gバンドの波数 (cm ⁻¹)	Gバンドのピーク強度 (Count)	Gバンドの半幅幅 (cm ⁻¹)	Gバンドの積分値	R値 (ID/IG)
n=1	/	/	/	/	1582.16	5325.73	20.3908	144693	/
n=2	/	/	/	/	1582.28	5216.80	19.9972	139274	/
n=3	/	/	/	/	1582.22	5252.12	20.2836	142202	/
n=4	/	/	/	/	1582.33	5252.30	20.1914	140827	/
n=5	/	/	/	/	1582.40	5196.91	20.3892	139735	/
n=6	/	/	/	/	1582.48	5286.44	19.9602	143505	/
n=7	/	/	/	/	1582.41	5200.29	19.9747	139620	/
n=8	/	/	/	/	1582.52	5074.29	20.4137	137881	/
n=9	/	/	/	/	1582.49	5120.66	20.1699	137088	/
n=10	/	/	/	/	1582.47	5189.14	20.0530	140029	/
平均値	/	/	/	/	1582.36	5211.47	20.18	/	/
標準偏差	/	/	/	/	0.12	74.48	0.18	/	/
CV (%)	/	/	/	/	0.0	1.4	0.9	/	/

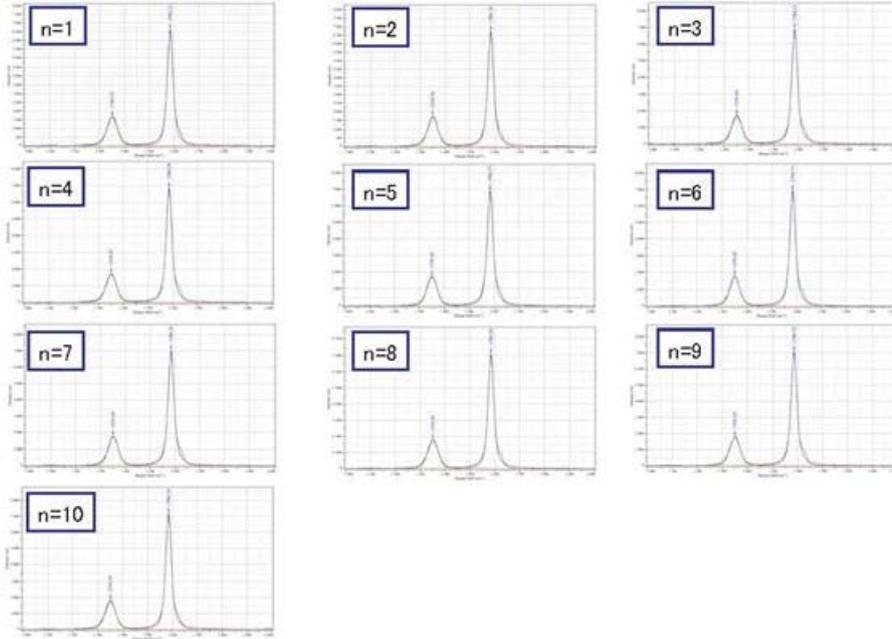
「C Lot.No.4313811 粒径5 μm -1」のラマンスペクトル



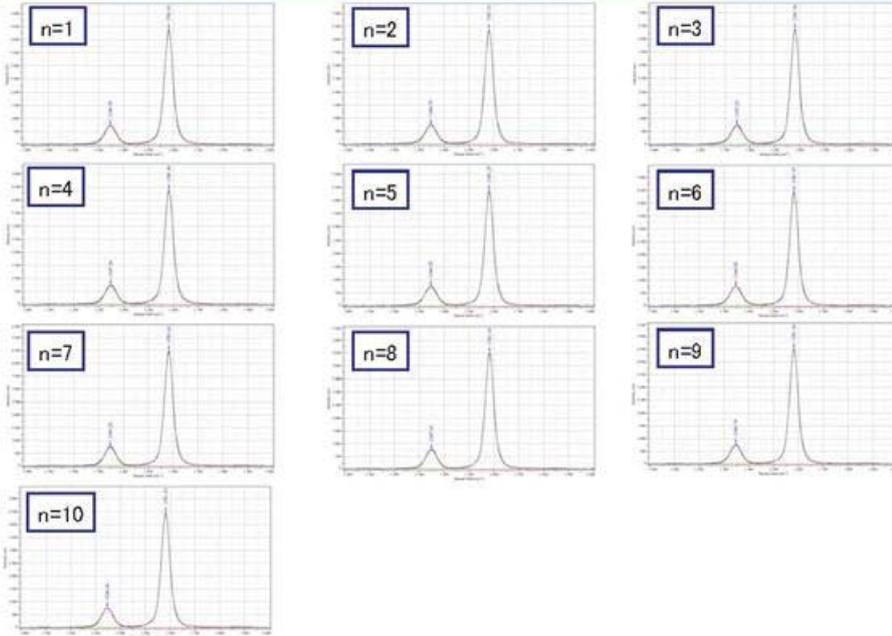
「C Lot.No.4313811 粒径5 μm -2」のラマンスペクトル



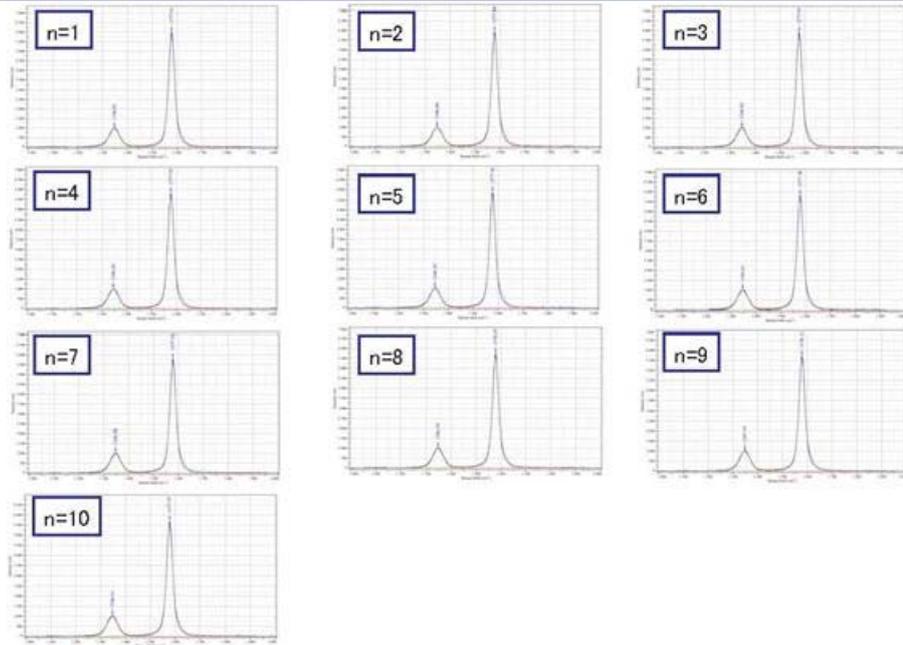
「C Lot.No.4334504 粒径50 μm 」のラマンスペクトル



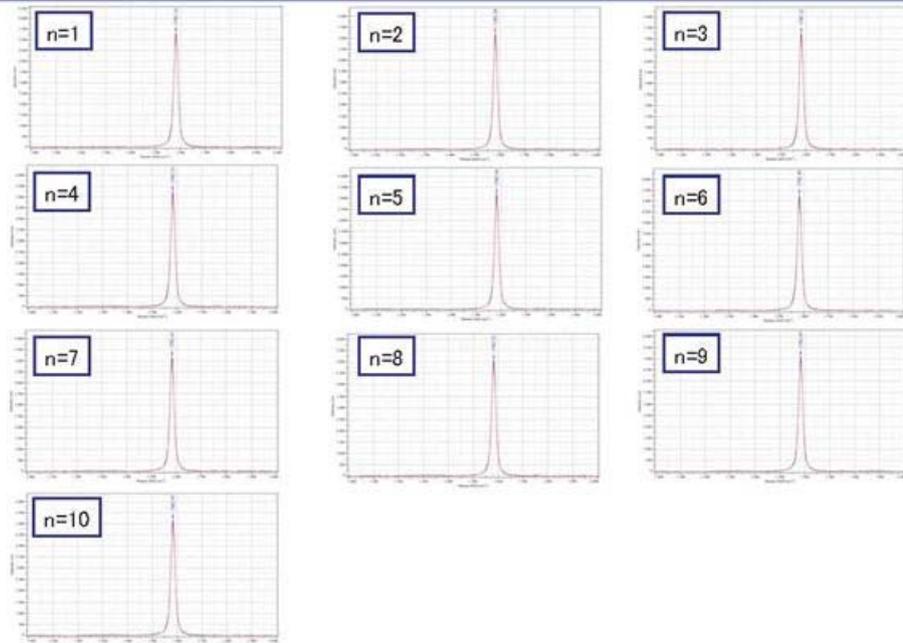
「C Lot.No.4334503 粒径20 μm 」のラマンスペクトル



「C Lot.No.4334502 粒径5 μm 」のラマンスペクトル



「C Lot.No.なし」のラマンスペクトル



付録 A-2 原料粉末及びオーバーコートに関する付録

A-2.1 はじめに

本付録は、H28 年度に行った母材の原料粉末及びオーバーコートに関する付録である。

A-2.2 オーバーコート母材の混合・調整

平成 26 年度より検討してきた原料粉末の混合方法並びにオーバーコート方法及び条件にもとづき、原子力機構より支給された Si 及び SiC と黒鉛並びに熱分解性樹脂等を用いてオーバーコート粒子の試作を行った。

試作にあたっては、平成 27 年度に検討し、採用したオーバーコート母材（以下、マトリックスと称する）の熱分解樹脂（フェノール樹脂）の添加割合を用いた。

通常、HTTR 用燃料コンパクト用のマトリックスは、約 20Wt%のフェノール樹脂が添加されているが、別途原子力機構殿が実施する耐酸化燃料要素の製作試験に適用するホットプレス法では、プレス対象物より多量のガスが脱離することが設備や処理工程に悪影響を及ぼすことから、これを可能な限り低減するためフェノール樹脂添加量を 2wt%まで低減した耐酸化燃料要素用のマトリックスを開発した。耐酸化燃料要素用マトリックスの配合比は、フェノール樹脂約 2wt%以外は HTTR 用マトリックスの配合比に準じた。

図 A-2-1 にマトリックスの調整フローを示す。マトリックスの調整は、あらかじめアルコールに溶解したフェノール樹脂に、C 粉末と Si 粉末、SiC 粉末を混合しつつアルコールを加熱して除去することで、それぞれの粉末を均一に分散させる。

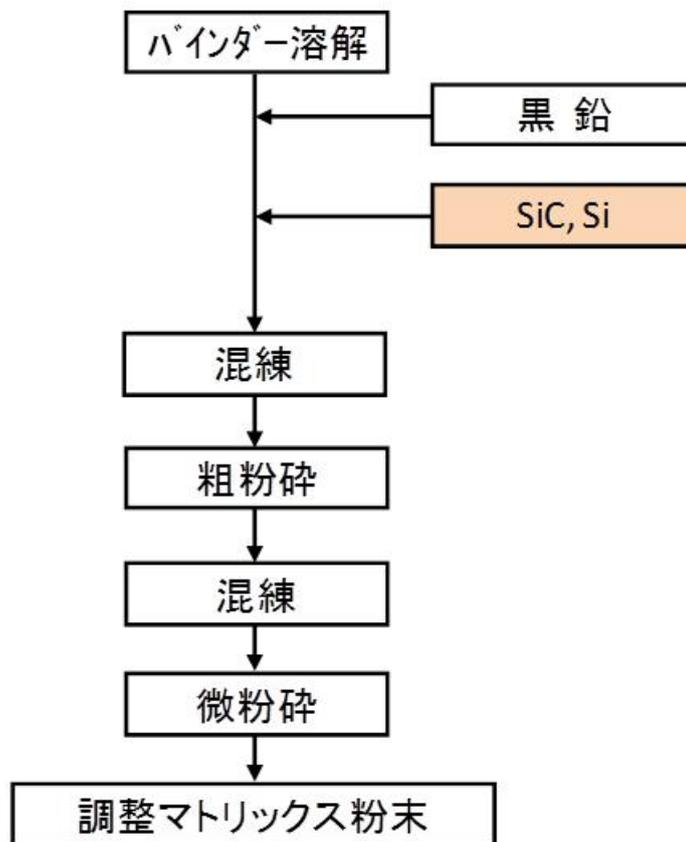


図 A-2-1 マトリックス粉末の工程フロー

この方法により、Si 粉末と C 粉末からなるマトリックス粉末を A 型として、その配合割合が異なるものを 3 種類調整し、A1~A3 とした。また、Si 粉末と C 粉末及び SiC 粉末からなるマトリックス粉末を B 型とした。平成 28 年度は、A3~A8 の 6 種類を調整した。表 A-2-1 に本開発により平成 27 年度、28 年度に製作したマトリックス粉末の一覧を示す。

表 A-2-1 調整したマトリックスとその組成

実施年度	マトリックス タイプ	バッチ/ロット No.	マトリックスの組成
H27 年度	A1	00CM15-A01	Si : C を 3 : 7 (重量比)
	A2	00GC15-55907A2	Si : C を 6 : 7 (重量比)
	A3	00GC15-55908A3	Si : C を 9 : 7 (重量比)
H28 年度	A3	00GC16-55914A3-1	母相原料粉末の Si : C=9 : 7 (重量比)
		00GC16-55915A3-2	A3 と全く同じもの 母相原料粉末の Si : C=9 : 7 (重量比)
	A4	00GC16-55911A4	Si : C=1 : 1 (モル比)
	A5	00GC16-55912A5	Si/C=約 0.7 (モル比)
	A6	00GC16-55913A6	Si/C=約 0.85 (モル比)
	A7	00GC16-55918A7	Si : C=1 : 1 (モル比) 原料 C 粒径 50[μ m]
	A8	00GC16-55919A8	Si : C=1 : 1 (モル比) 原料 C 粒径 20[μ m]
H27 年度	B1	00CM15-B01	SiC:C=2:1 (モル比)、Si:C=3:7 (重量比)
	B2	00GC15-55909B2	SiC:C=1:1 (モル比)、Si:C= 3:7 (重量比)
	B3	00GC15-55910B3	SiC:C=1:1 (モル比)、Si:C= 6:7 (重量比)

A-2.3 オーバーコート粒子の試作

平成 28 年度は調整した 6 種類のマトリックス粉末を用いてオーバーコート粒子を試作した。オーバーコート法は、被覆粒子を湿らせたうえで転動させ、その表面にコーティング材粉末を散布することで雪だるま式に被覆粒子表面にコーティング材粉末が被覆（オーバーコート）される方法である。

本研究においては、平成 27 年度に原子力機構殿より支給された小型のオーバーコート装置を用いた。また、本検討においては模擬被覆粒子として、高純度アルミナ粒子（型番 AL9-1(アズロン(株))）を使用した。

オーバーコート粒子の試作にあたっては、原子力機構殿より示された、耐酸化燃料要素中のマトリックス質量と模擬粒子質量より、模擬粒子へオーバーコートするマトリックス量を決定し、オーバーコートを行った。表 A-2-2 に各組成におけるオーバーコート結果を示す。表中に示された重量比は、オーバーコート粒子中の高純度アルミナ粒子の質量(g)/オーバーコート粒子の質量(g)で算出される指標であり、マトリックスの組成により値は異なっている。

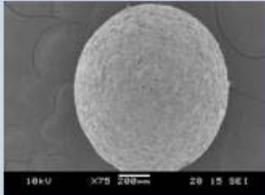
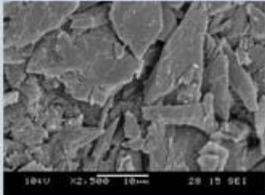
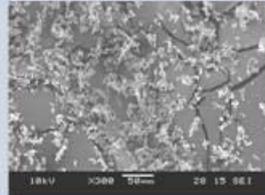
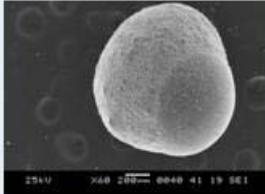
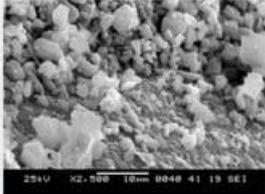
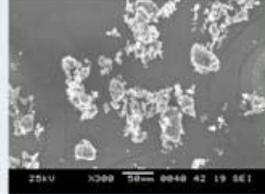
表 A-2-2 H28 年度に試作したオーバーコート粒子の一覧

マトリック スタイプ	バッチ/ロットNo.	マトリックスの組成	原材料	Lot No.	投入量 _g	重量比 ($\frac{\text{アクリル粒子重量}}{\text{0.0粒子重量}}$)	備考
A3	000616-55914A3-1	母相原料粉末のSi : C=9 : 7(重量比)	フェノール樹脂	同上	27.3	0.534	H27年度と同じ仕様
			ヘキサメチレンテトラミン		2.6		
	000616-55915A3-2	母相原料粉末のSi : C=9 : 7(重量比)	ヘキサメチレンテトラミン			0.420	高粒子充填率試験試料
			支給O粉末				
			支給S粉末				
A4	000616-55911A4	Si : C=1 : 1(モル比)	フェノール樹脂	同上	21	0.409	
			ヘキサメチレンテトラミン		2		
			支給O粉末		294		
			支給S粉末		686		
A5	000616-55912A5	Si /C=約0.7(モル比)	フェノール樹脂	同上	21	0.414	
			ヘキサメチレンテトラミン		2		
			支給O粉末		371.9		
			支給S粉末		608.1		
A6	000616-55913A6	Si /C=約0.85(モル比)	フェノール樹脂	同上	21	0.407	
			ヘキサメチレンテトラミン		2		
			支給O粉末		328.4		
			支給S粉末		651.6		
A7	000616-55918A7	Si : C=1 : 1(モル比)	フェノール樹脂	同上	21	-	C粉末 粒径50[μm] マトリックスが密着せずOC 出来なかった。
			ヘキサメチレンテトラミン		2		
			支給O粉末 粒径50[μm]		294.1		
			支給S粉末		686		
A8	000616-55919A8	Si : C=1 : 1(モル比)	フェノール樹脂	同上	31.5	-	C粉末 粒径20[μm] マトリックスが密着せずOC 出来なかった。
			ヘキサメチレンテトラミン		3		
			支給O粉末 粒径20[μm]		441		
			支給S粉末		1029		

表中の 00GC16-55918A7(以下 A7 と称す(他も同様。))及び A8 は、原料となる黒鉛粉末の粒径を、通常 $5\mu\text{m}$ 程度であるところを $20\mu\text{m}$ (A7)や $50\mu\text{m}$ (A8)に大粒径化したマトリックスである。これらを使用してオーバーコート試験を行ったところ、マトリックスが模擬粒子に密着せず選定した条件を適用できないことが分かった。

表 A-2-3 に A7 マトリックスを使用した際の状況を示す。なお、A8 マトリックスでも同じ状況であった。これらより、原料黒鉛粉末の粒径がオーバーコート粒子条件に影響し、黒鉛粒径が $20\mu\text{m}$ を超えると耐酸化燃料要素用のマトリックス製造条件（フェノール樹脂添加量 2wt%）は適用できないことがわかった。

表 A-2-3 大粒径化黒鉛原料を用いたマトリックスのオーバーコート性能への影響

	粒子外表面	表面拡大	炭素粉末外観
正常なオーバーコート粒子の例 (黒鉛粉末の平均粒径 $5\mu\text{m}$)			
調整 A7 (00GC16-55918A7) 粉末を用いた オーバーコート粒子 (黒鉛粉末の平均粒径 $50\mu\text{m}$)			
A7 (00GC16-55918A7) オーバーコート粒子外観			

付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成

目次

A-3.1 はじめに	74
A-3.2 方法	74
A-3.2.1 焼成作業の概要	74
A-3.2.2 用いた装置等	75
A-3.2.2.1 ホットプレス/コールドプレスに用いた装置等	75
A-3.2.2.2 試料の高さ・重量測定	75
A-3.2.2.3 ホットプレス装置炉内の概要図	76
A-3.2.3 母材嵩密度推定値等の計算方法	77
A-3.2.3.1 母材嵩密度推定値・CFP(模擬)充填率推定値	77
A-3.2.3.2 母材の理論密度の評価法	78
A-3.2.3.3 母材嵩密度推定値・CFP(模擬)充填率推定値の誤差の要因	78
A-3.3 結果	79
A-3.3.1 はじめに	79
A-3.3.2 140 回目焼成	81
A-3.3.2.1 バッチ名	81
A-3.3.2.2 狙い・結果概要・感想等	81
A-3.3.2.3 製造概要(40 回目)	82
A-3.3.2.4 ホットプレス時チャート(40 回目)	83
A-3.3.2.5 取り出し時写真(40 回目)	84
(A-3.3.3~A-3.3.48 節省略)	
A-3.4 耐酸化燃料要素(模擬)の試作を通して H28 年度に得られた主な知見等	265
A-3.5 将来的な問題点	266
参考文献	266

A-3.1 はじめに

本付録は、H28 年度に行ったのオーバーコート粒子または混合粉末からの耐酸化燃料要素(模擬)の焼成(全 46 回)時の記録を収録するものである。なお、「XX 回目(焼成)」の番号 XX は、H27 年度に焼成した分を含めた番号である。

A-3.2 章において焼成の方法・用いた装置等について述べ、A-3.3 章において結果を示し、A-3.4 章において纏めを述べる。

オーバーコート粒子及び混合粉末の詳細については「付録 A-1 原料粉末に関する付録」を参照のこと。

A-3.2 方法

A-3.2.1 焼成作業の概要

- (1) 計量した原料を、オーバーコート粒子の場合は重ならないように、混合粉末の場合はまんべんなくバットに並べ、バットを揺すりながら原料に霧吹きでエタノールを吹きかけて湿らせる。
- (2) 離型剤を吹き付けた黒鉛の型に原料を投入し、その型を炉内にセットする。
- (3) 大気中にてコールドプレス。
- (4) プレス後に型+試料を取出し、型内部の写真、試料重量(型含む)、高さ(型含む)を測定・記録。
- (5) 型+コールドプレスした試料を炉内にセットして、真空引きをしながら乾燥。なお、試料は型から取り出さない。
- (6) 乾燥後、型+試料を炉内から取り出し、試料重量(型含む)、高さ(型含む)を測定・記録。
- (7) 型+試料を炉内にセットし、炉内を真空引き。
- (8) 充分真空引きしたら、昇温開始。
- (9) ホットプレス終了後、試料温度が充分下がったら型+試料(耐酸化燃料要素(模擬))を炉内から取り出し、更に型から耐酸化燃料要素(模擬)を取り出す。
- (10) 取り出した試料の写真を撮影し、重量・高さを測定・記録。

A-3.2.2 用いた装置等

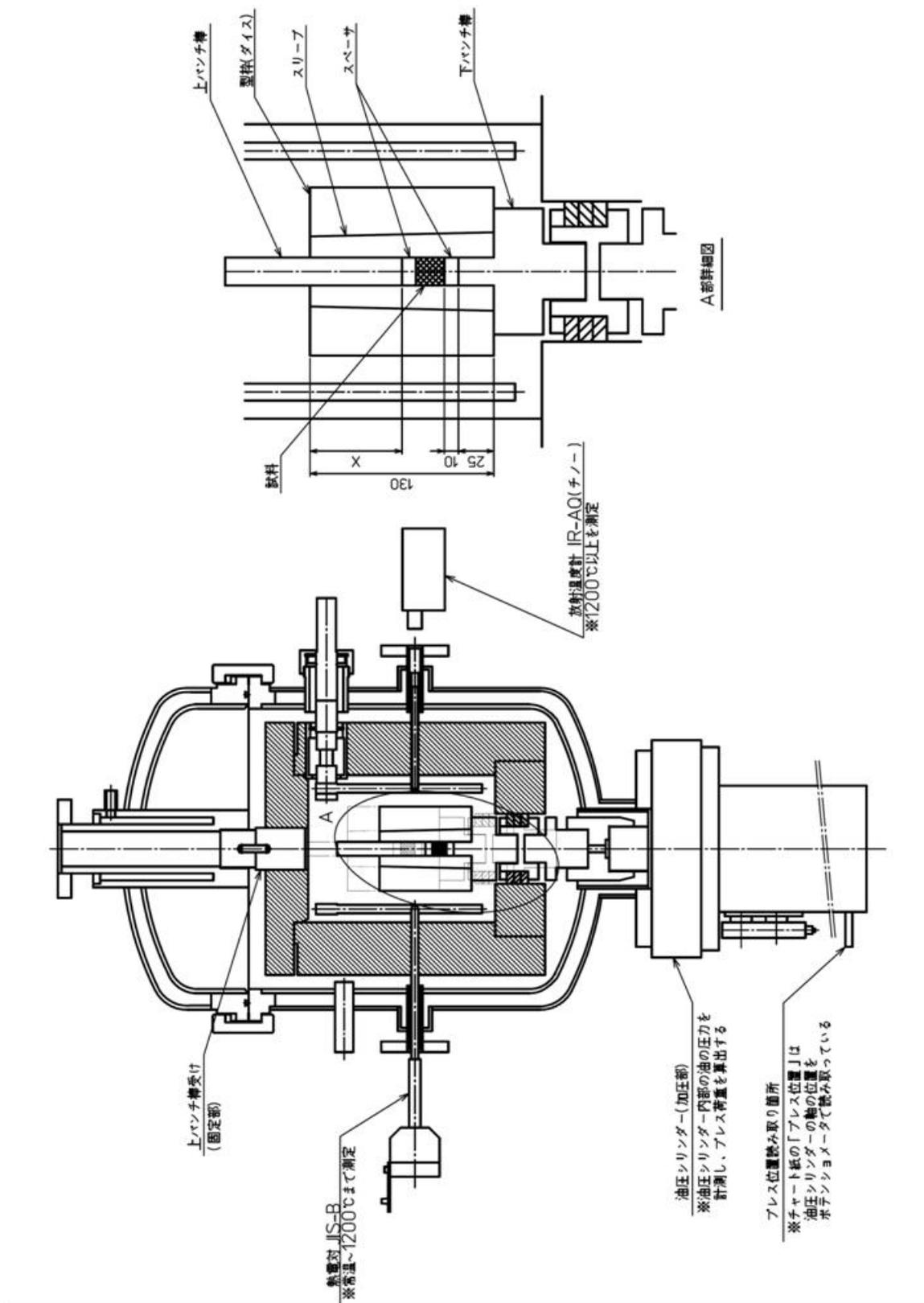
A-3.2.2.1 ホットプレス/コールドプレスに用いた装置等

- 装置：ハイマルチ 5000（富士電波工業株式会社製）
- 黒鉛型枠等材質
 - ✓ ダイス：東洋炭素製 IS0-68
 - ✓ 上下パンチ棒・上下スペーサ・スリーブ：東洋炭素製 IG-11
- BN 離型剤：ホワイティリリーズ(オーディック製)

A-3.2.2.2 試料の高さ・重量測定

- 使用した装置/道具
 - ✓ 電子天秤：FA-6000（A&D 製）
 - ✓ 金属製定規
- コールドプレス後/ホットプレス前の寸法・重量測定の方法
 - ✓ 重量：原料を型枠に入れる前に型枠のみの重量を測定し、原料を型枠から取り出さずに測定した値から引き、試料の重量を評価した。
 - ✓ 高さ：型枠からパンチ棒を抜きダイスの上面から上部スペーサの上面までの寸法（X 値）を測定する。その値から試料の高さを評価した。（下図参照）

A-3.2.2.3 ホットプレス装置炉内の概要図



A-3.2.3 母材嵩密度推定値等の計算方法

A-3.2.3.1 母材嵩密度推定値・CFP(模擬)充填率推定値

母材嵩密度推定値は、空格子点から肉眼で見える隙間まで含む母材の嵩密度の推定値である。以下の①～⑦のような手順で計算した。

- ① 耐酸化燃料要素(模擬)の体積： V_c [cm^3]

半径を1 [cm]として「プレス後の試料高さ」から評価する。

- ② 耐酸化燃料要素(模擬)の重量： M_c [g]

「プレス後の試料重量」を用いる。

- ③ 耐酸化燃料要素(模擬)中の母材重量割合： R_{mm}

オーバーコート粒子(または混合粉末のみ)中のアルミナ粒子の重量割合及びフェノール樹脂+ヘキサメチレンテトラミンの重量割合を各々 a , b とすると、

$$R_{mm} = \{1 - (a+b)\} / (1-b)$$

である。なお、

- ✓ 「母材原料粉末のうち、フェノール樹脂及びヘキサメチレンテトラミンはホットプレス中にすべて気化して母材中には残らない」という仮定をおく。
- ✓ 耐酸化燃料要素(模擬)の寸法・重量に対する離型剤の影響は無視する。

- ④ 耐酸化燃料要素(模擬)中のアルミナ粒子の体積： V_a [cm^3]

耐酸化燃料要素(模擬)中のアルミナ粒子の重量割合は $1 - R_{mm}$ である。従って、アルミナ粒子の密度を ρ_a [g/cm^3]とすると、

$$V_a = M_c(1 - R_{mm}) / \rho_a$$

なお、 $\rho_a = 3.85$ とする[A-3-1]。

- ⑤ 耐酸化燃料要素(模擬)中の母材体積： V_m [cm^3]

$$V_m = V_c - V_a$$

- ⑥ 母材嵩密度推定値： ρ_m [g/cm^3]

$$\rho_m = M_c R_{mm} / V_m$$

- ⑦ CFP(模擬)充填率推定値： R_{va}

$$R_{va} = V_a / V_c$$

A-3.2.3.2 母材の理論密度の評価法

母材の理論密度は、下記の仮定に基づき計算した。

- ▶ 母材原料粉末中の Si はすべて C と結合して SiC となる。
- ▶ Si 及び C の原子量を各々 28 及び 12 とする。
- ▶ SiC 及び C の理論密度を各々 3.22 及び 2.266 [g/cm³] とする。

従って、母材原料粉末への Si, C, SiC の投入量を各々 Mo1, Mo2, Mo3 [g] とし、この原料を全部焼成したとすると、

- ① 母材中の SiC のモル数 : A_{sic} [mol]

$$A_{sic} = Mo3 / (28+12) + Mo1 / 28$$

- ② 母材中の C のモル数 : A_c [mol]

$$A_c = Mo2 / 12 - Mo1 / 28$$

- ③ 母材中の SiC の重量 : M_3 [g]

$$M_3 = (28+12) A_{sic}$$

- ④ 母材中の C の重量 : M_2 [g]

$$M_2 = 12 A_c$$

- ⑤ 母材中の SiC の理論体積 : V_{tsic} [cm³]

$$V_{tsic} = M_3 / 3.22$$

- ⑥ 母材中の C の理論体積 : V_{tc} [cm³]

$$V_{tc} = M_2 / 2.266$$

- ⑦ 母材の理論密度 : ρ_{tm} [g/cm³]

$$\rho_{tm} = (Mo1 + Mo2 + Mo3) / (V_{tsic} + V_{tc})$$

なお、母材に占める C の重量比は、

$$M_2 / (M_2 + M_3)$$

である。

また、母材中の C と SiC の理論密度と嵩密度の比が等しければ、母材に占める C の体積割合は、

$$V_{tc} / (V_{tsic} + V_{tc})$$

である。

A-3.2.3.3 母材嵩密度推定値 ・ CFP(模擬)充填率推定値の誤差の要因

型枠の寸法誤差・プレス後の試料高さ及びプレス後の試料重量の測定誤差の他に以下のような誤差の要因が存在する。

- ▶ 耐酸化燃料要素(模擬)に付着した離型剤の影響
- ▶ 気化せずに母材中に残ったフェノール樹脂及びヘキサメチレンテトラミンの量
- ▶ 型枠に詰める前に剥落したオーバーコート層(母材原料粉末)の量

A-3.3 結果

A-3.3.1 はじめに

A-3.3.2～A-3.3.48 節に、H28 年度に行った焼成試験(全 46 回)のデータを示し、A-3.41 節に全バッチ共通の結果を示す。

A-3.3.2～A-3.3.48 節には、下記①～⑥の事柄が各小節に示される。

① バッチ名

② 狙い・結果概要・感想等

➤ 製造条件の概要

以下のような製造条件をデフォルトとし、デフォルトから外れた条件及びデフォルトに含まれていない条件を述べる。

- ✓ 95 kgf/cm²にてコールドプレス、5 分保持
- ✓ ホットプレスにおいては 100 kgf/cm²で加圧。
昇温開始～降温開始の間、加圧する。
- ✓ 最高温度まで 10°C/min で昇温
- ✓ 最高温度は 1430°C。
- ✓ 最高温度では 2 時間保持
- ✓ 10°C/min で降温

➤ その製造条件を設定した狙い

➤ 結果(狙いはどうだったのか)

評価可能な場合、製造した耐酸化燃料要素の母材嵩密度等(上記 A-3.2.3 節参照)もここに記す。

➤ 結果に対する感想等

③ 製造概要

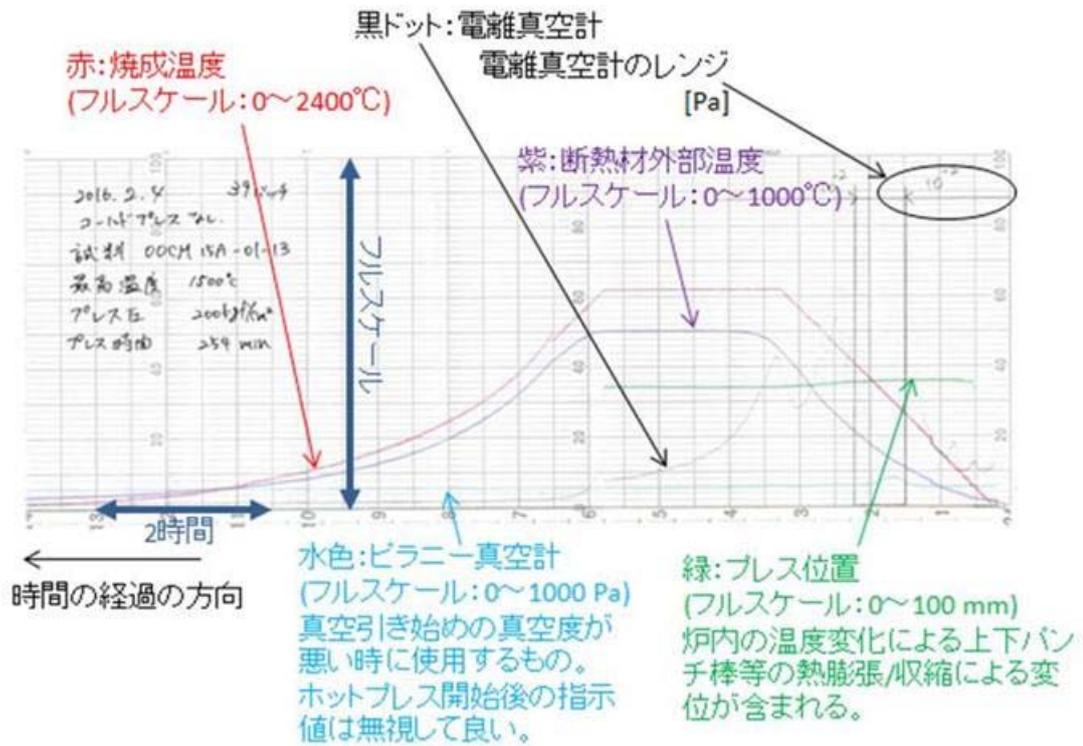
➤ 製造条件

➤ 製造した耐酸化燃料要素の試料重量・試料高さ等。(上記 A-3.2.2.2 参照)

➤ 製造時の特記事項

④ ホットプレス時のチャート

読み方は下図の通りである。



⑤ 取り出し時写真

A-3.3.2 40 回目焼成

A-3.3.2.1 バッチ名

00GC15-55907A2-13

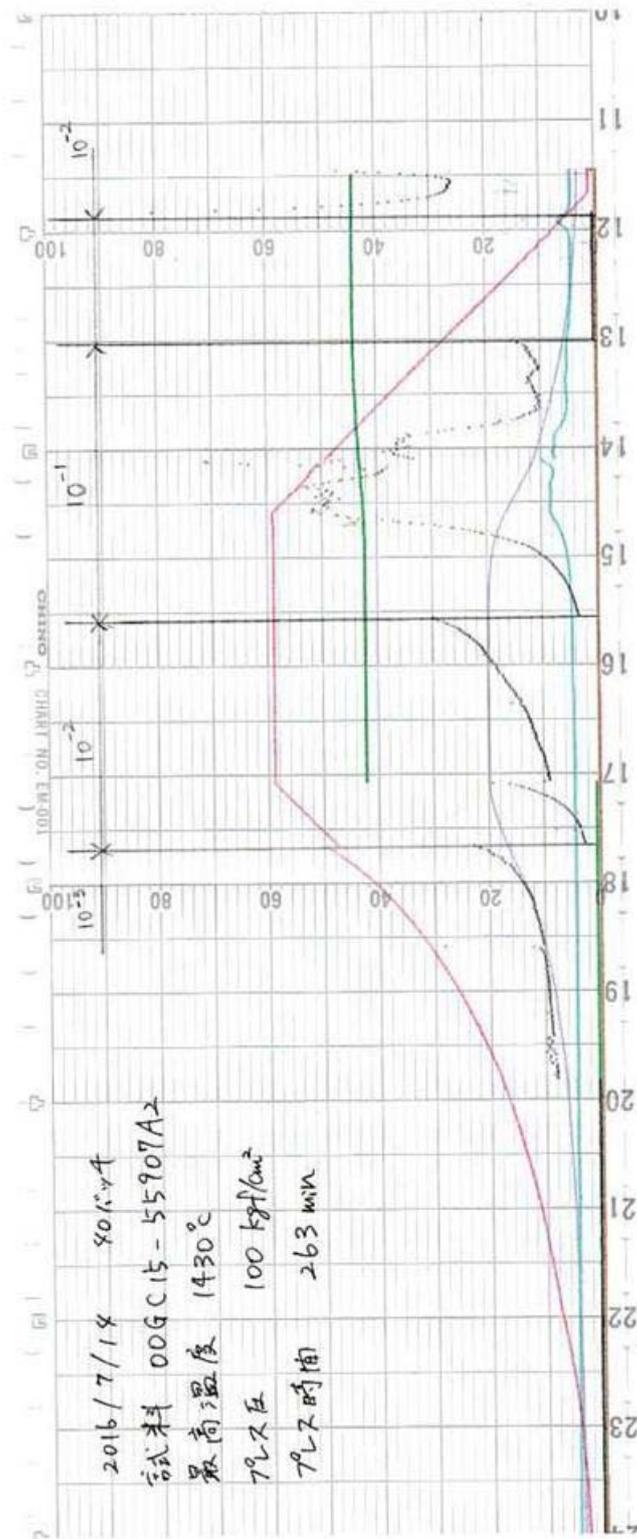
A-3.3.2.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ H28 年度のホットプレスは CFP 破損抑制の観点から、ホットプレス圧力を H27 年度の半分(装置の下限)とすることとした。そこで、下記のことを確認する。確認に際しては、「16 回目焼成」「31 回目焼成」と比較する。
 - きちんと焼成できるか。(成形性)
 - 母材嵩密度が極端に低下しないか。
 - ✓ H28 年度は母材原料粉末中の Si:C=9:7(重量比)を標準とするが、H27 年度に様々な条件で母材嵩密度のデータを取得したのが Si:C=6:7(重量比)であったため、この原料を用いたデータも取得しておくこととする。
- 結果：
 - ✓ ホットプレス圧力を半分にしても問題なかった。
 - きちんと成形できた。
 - 母材嵩密度は極端には低下しなかった(10 [%]程度)
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.42119358
 - CFP(模擬)の充填率 0.218290109
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.504666903

A-3.3.2.3 製造概要(40回目)

	コールドプレス	ホットプレス
テスト日	2016/7/14	2016/7/14
原料	00GC15-55907A2	3141.6 (14.1)
原料のみの重量 (g)	150	70 (25.0)
離型剤の有無	有	5.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.5 (15.0)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	120
プレス時間 (min)	5	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3141.6 (14.1)	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)	263
黒鉛ダイス重量	3127.5	14.1
特記事項		230
・きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後)		
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。		
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。		
※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

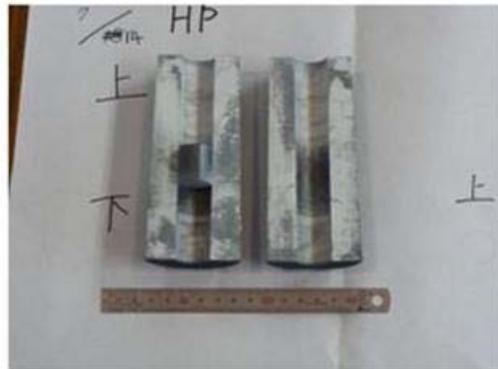
A-3.3.2.4 ホットプレス時チャート(40回目)



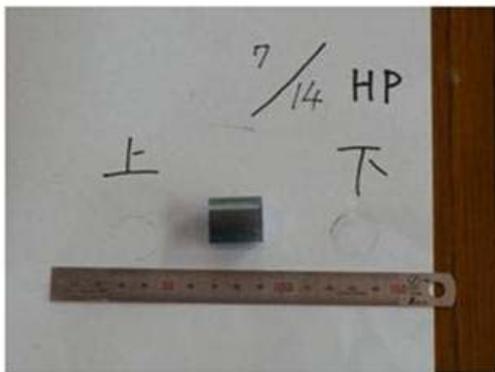
A-3. 3. 2. 5 取り出し時写真(40回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.3 41 回目焼成

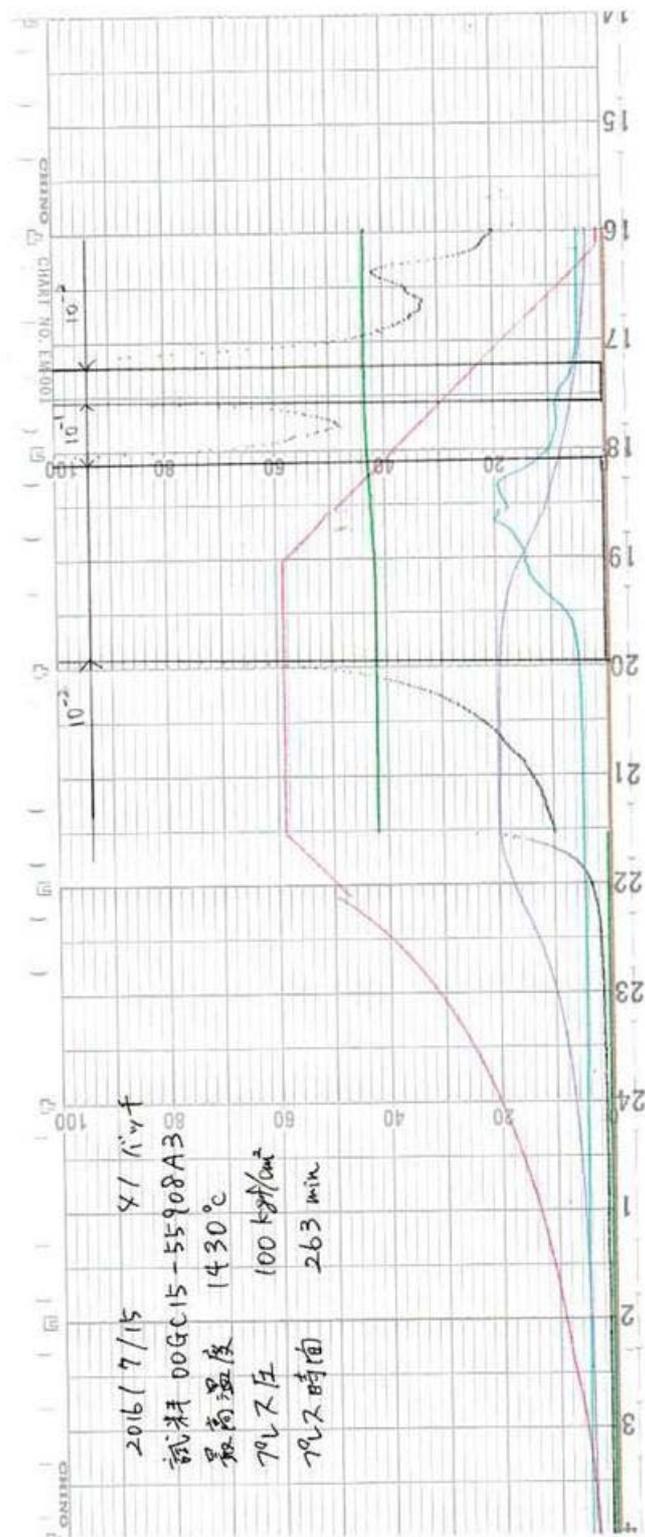
A-3.3.3.1 バッチ名

00GC15-55908A3-05

A-3.3.3.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ H28 年度のホットプレスは CFP 破損抑制の観点から、ホットプレス圧力を H27 年度の半分(装置の下限)とすることとした。そこで、下記のことを確認する。確認に際しては、「26, 29, 32 回目焼成」と比較する。
 - きちんと焼成できるか。(成形性)
 - 母材嵩密度が極端に低下しないか。
 - ✓ H28 年度はこの Si:C の母材原料粉末を標準とする。
- 結果：
 - ✓ ホットプレス圧力を半分にしても問題なかった。
 - きちんと成形できた。
 - 母材嵩密度は極端には低下しなかった(6-8 [%]程度)
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.452167759
 - CFP(模擬)の充填率 0.231279099
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.488280801

A-3.3.3.4 ホットプレス時チャート(41回目)



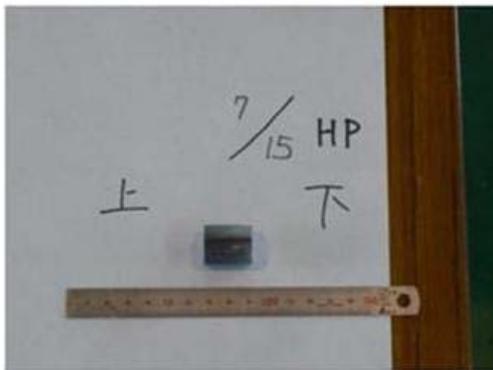
A-3.3.3.5 取り出し時写真(41回目)



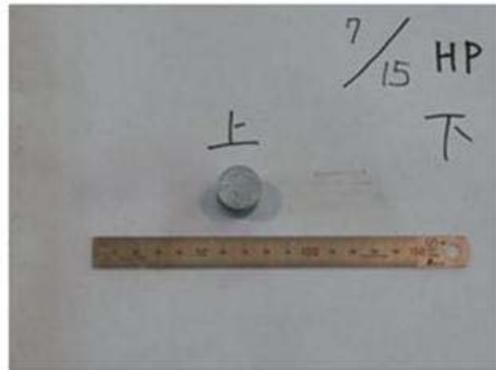
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.4 42 回目焼成

A-3.3.4.1 バッチ名

0GC15-55908A3-06

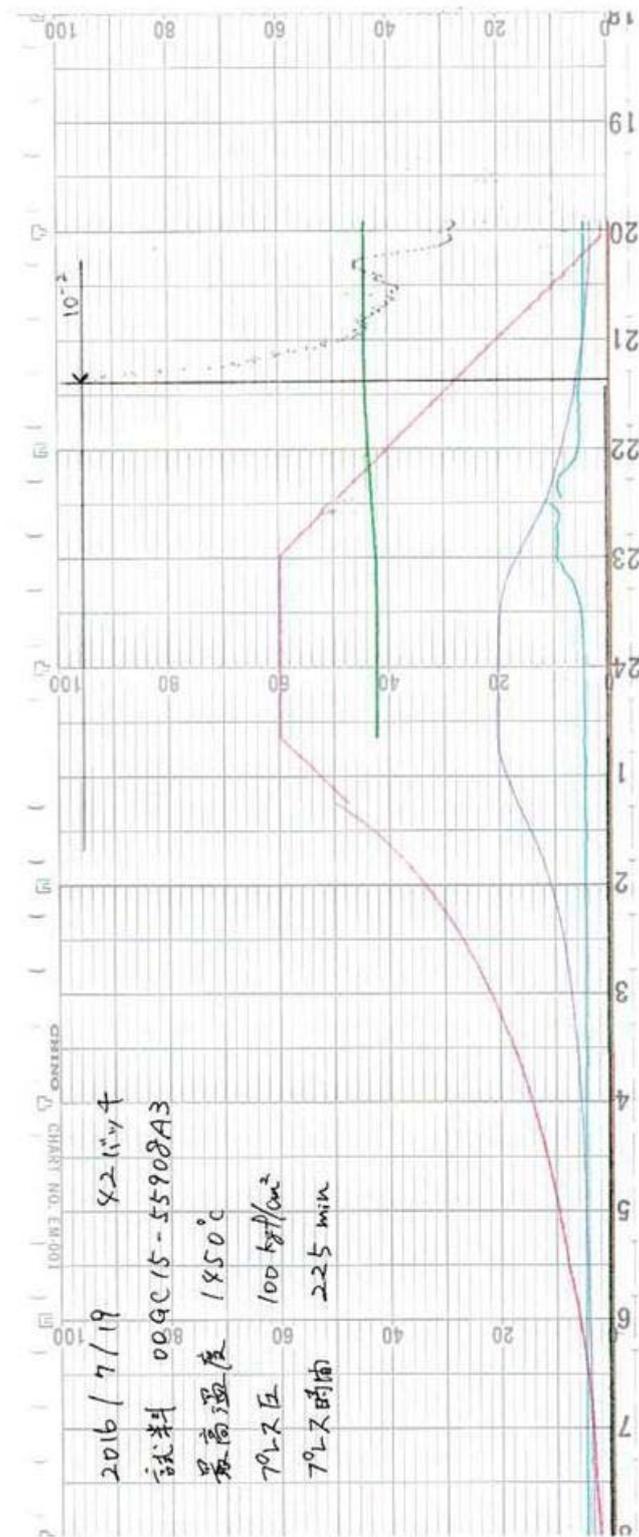
A-3.3.4.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 80 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：きちんと塊になり、問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.465222918
 - CFP(模擬)の充填率 0.232874127
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.492670502

A-3.3.4.3 製造概要(42回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/7/19	テスト日	2016/7/19
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.4 (15.1)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	5.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.1 (15.8)	最高温度 (°C)	1450
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	80
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.4 (15.1)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)	プレス時間 (min)	225
黒鉛ダイス重量	3127.3	プレス後の試料重量 (g)	14.6
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	23.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

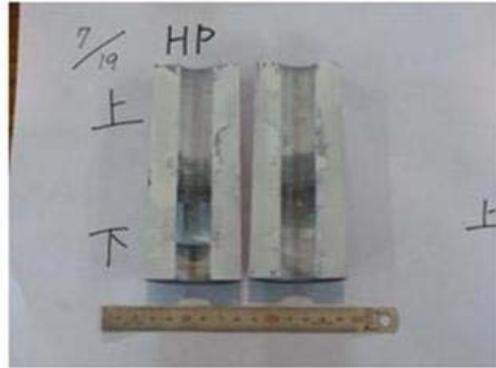
A-3.3.4.4 ホットプレス時チャート(42回目)



A-3. 3. 4. 5 取り出し時写真(42回目)



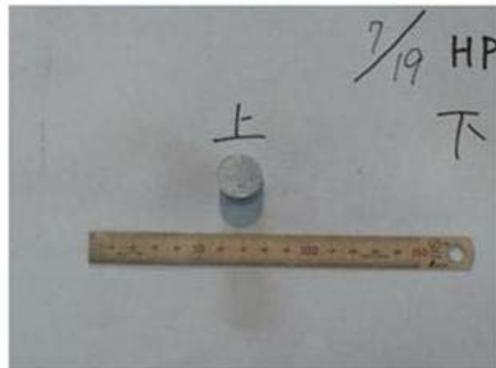
コールドプレス後



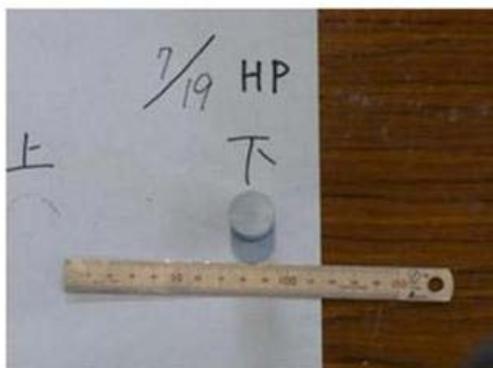
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.5 43 回目焼成

A-3.3.5.1 バッチ名

00GC15-55908A3-07

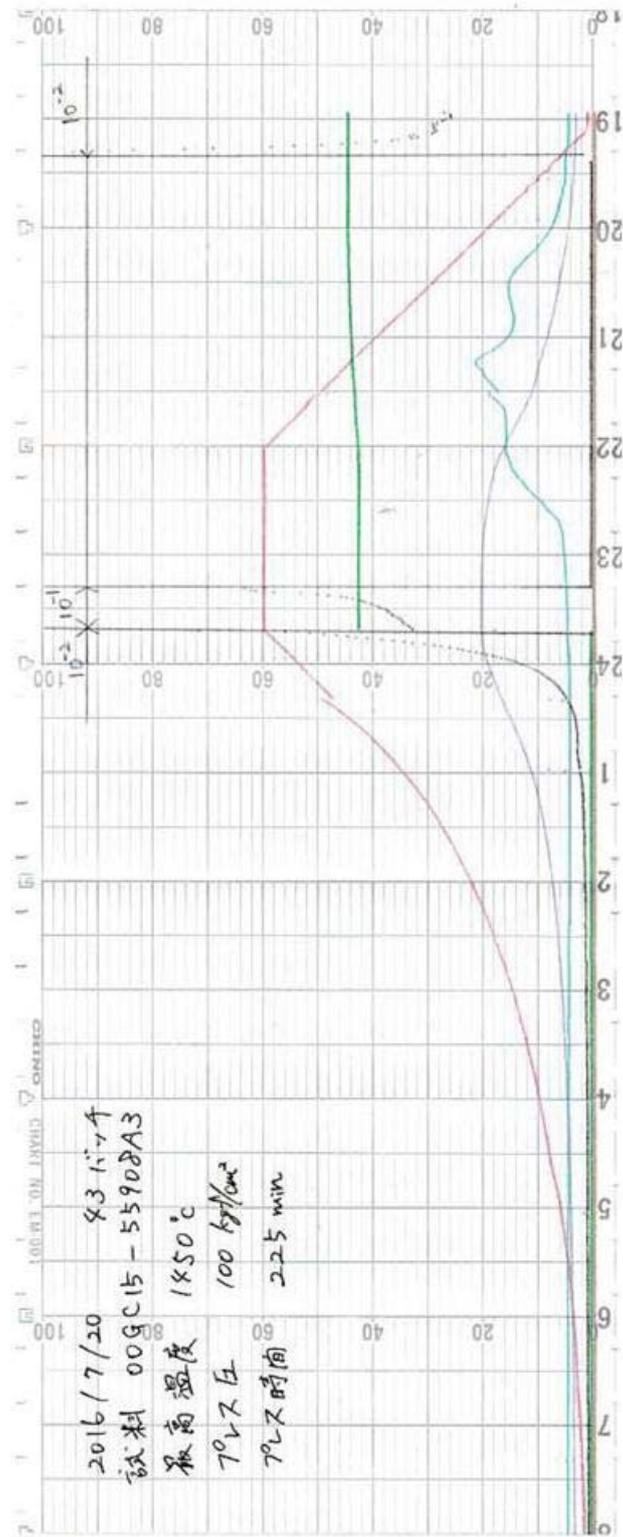
A-3.3.5.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 80 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：きちんと塊になり、問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.374960526
 - CFP(模擬)の充填率 0.221708929
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.462320432
 - ✓ 42 回目焼成と同じ原料・条件だが、母材嵩密度が 6.2 %減。

A-3.3.5.3 製造概要(43回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/7/20	テスト日	2016/7/20
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.4 (15.1)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.3)	最高温度 (°C)	1450
プレス前の試料高さ (mm)※2	65.0 (30.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	80
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.4 (15.1)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)	プレス時間 (min)	225
黒鉛ダイス重量	3127.3	プレス後の試料重量 (g)	13.9
プレス後の試料高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	23.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがみついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

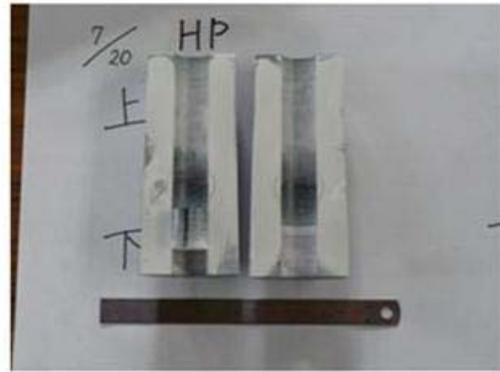
A-3.3.5.4 ホットプレス時チャート(43回目)



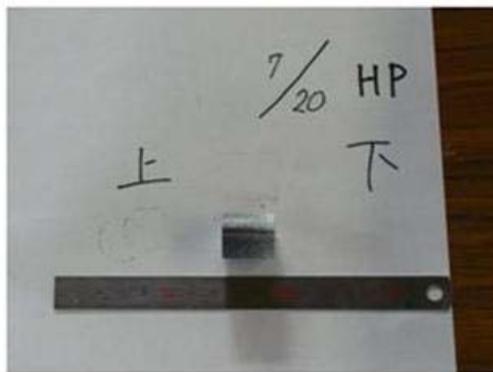
A-3.3.5.5 取り出し時写真(43回目)



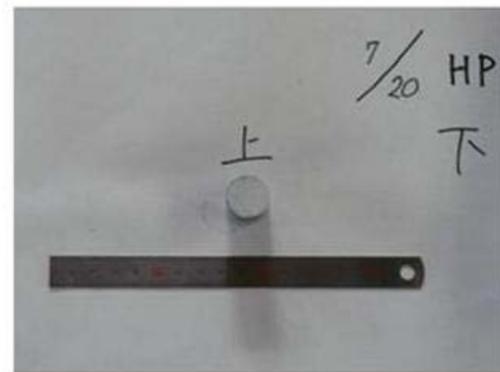
コールドプレス後



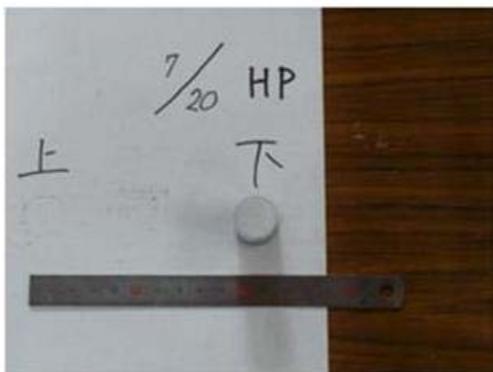
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.6 44 回目焼成

A-3.3.6.1 バッチ名

00GC15-55908A3-08

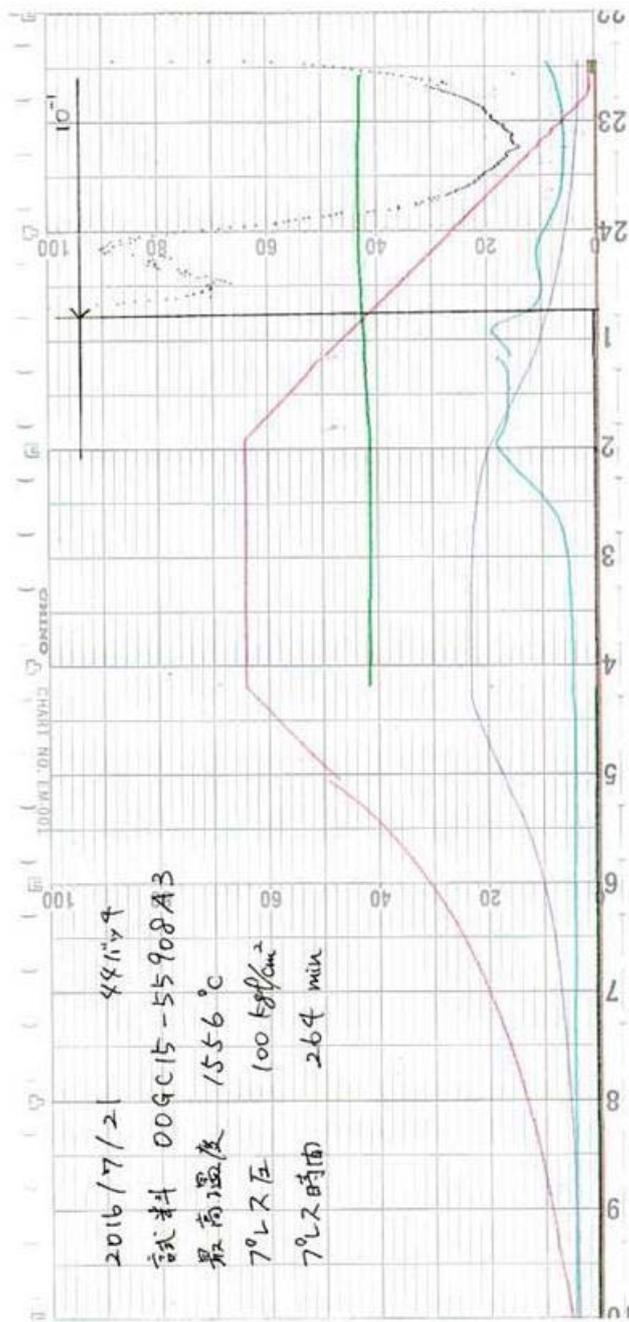
A-3.3.6.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1556℃ 108 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：取り出し時に角が少し欠けた。
 - ✓ 母材嵩密度等(角が少し欠けたので参考値)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.452167759
 - CFP(模擬)の充填率 0.231279099
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.488280801

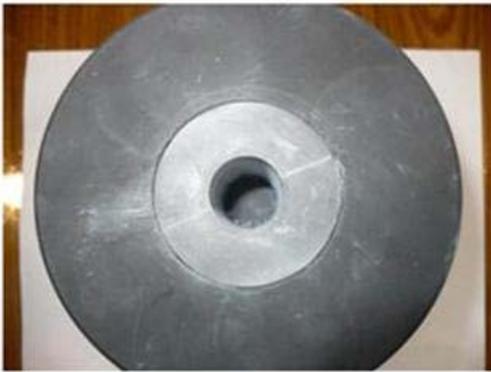
A-3.3.6.3 製造概要(44回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/7/21	テスト日	2016/7/21
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3141.4 (14.3)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	7.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3141.4 (14.3)	最高温度 (°C)	1556
プレス前の試料高さ (mm)※2	57.0 (38.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	108
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3141.4 (14.3)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	264
黒鉛ダイス重量	3127.1	プレス後の試料重量 (g)	14.5
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	23.0
•取り出し時、角部が欠けた。			
•取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

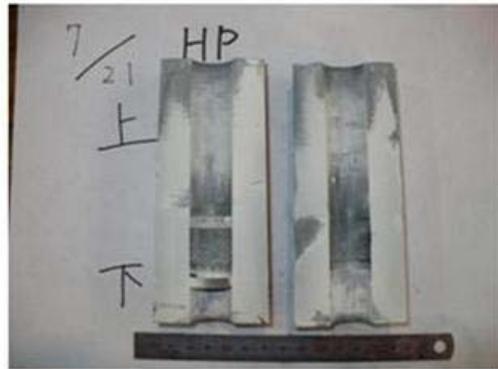
A-3.3.6.4 ホットプレス時チャート(44回目)



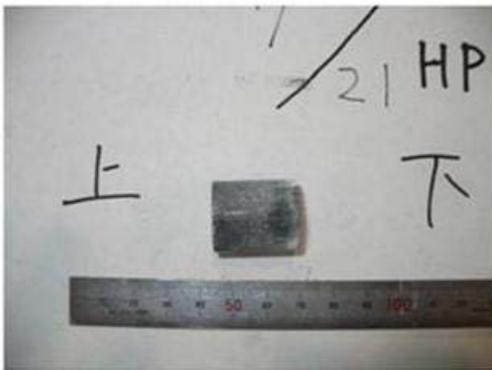
A-3.3.6.5 取り出し時写真(44回目)



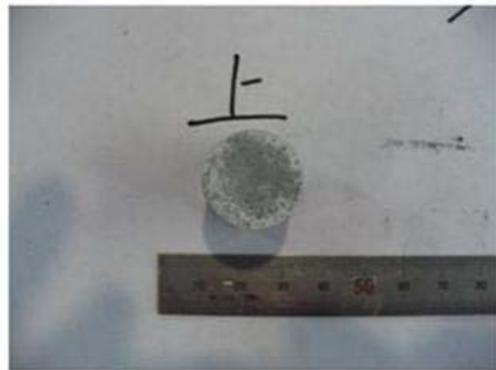
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.7 45 回目焼成

A-3.3.7.1 バッチ名

00GC15-55908A3-09

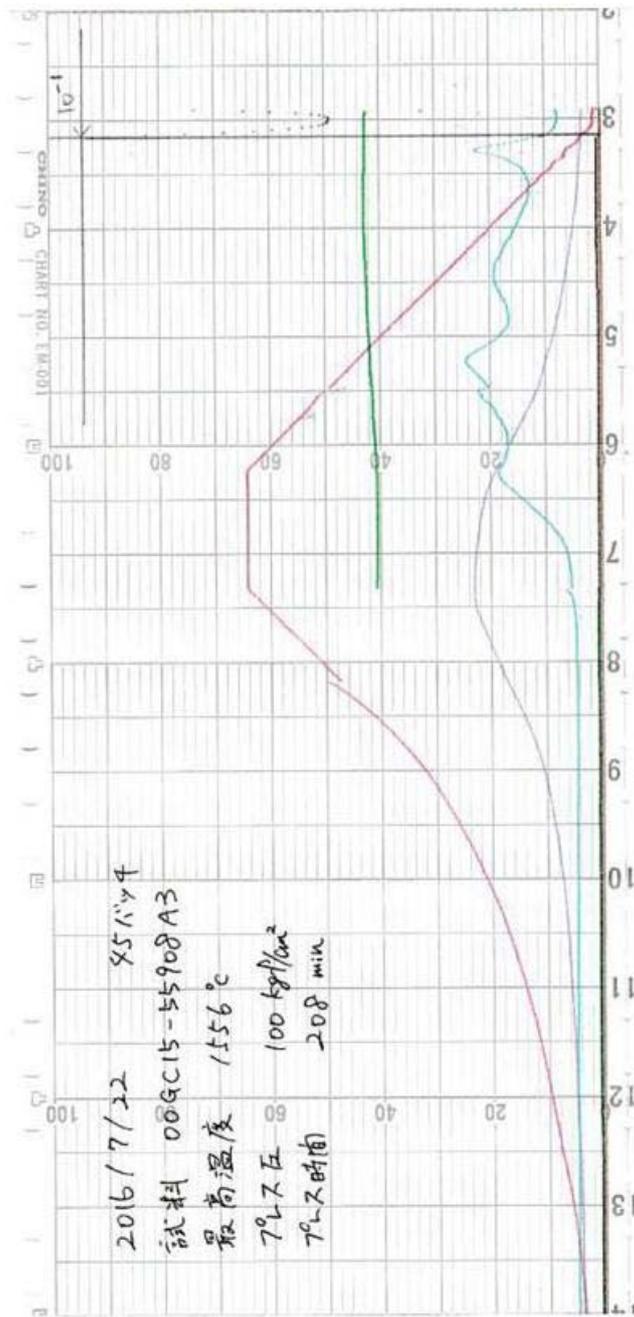
A-3.3.7.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1556℃ 52 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.33860229
 - CFP(模擬)の充填率 0.217119154
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.450095242
 - ✓ 44 回目(同じ温度で 108min)より母材嵩密度が 8%近くも減少。

A-3.3.7.3 製造概要(45回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/7/22	テスト日	2016/7/22
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.4 (16.0)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	8.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.4 (16.0)	最高温度 (°C)	1556
プレス前の試料高さ (mm)※2	61.0 (34.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	52
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.4 (16.0)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)	プレス時間 (min)	208
黒鉛ダイス重量	3127.4	プレス後の試料重量 (g)	14.5
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	24.5
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

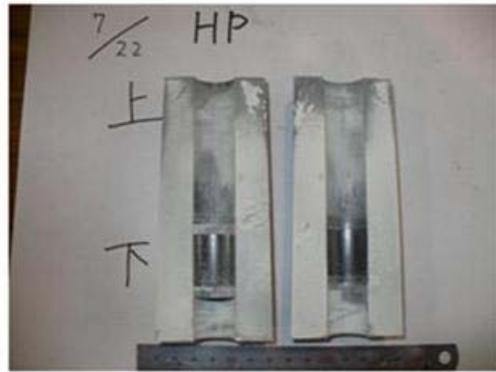
A-3.3.7.4 ホットプレス時チャート(45回目)



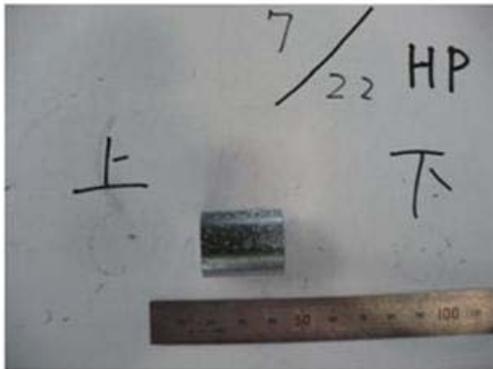
A-3. 3. 7. 5 取り出し時写真(45回目)



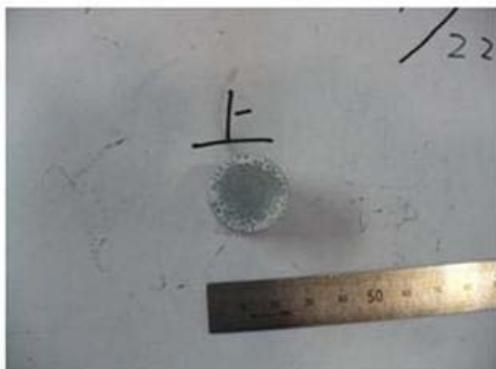
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.8 46 回目焼成

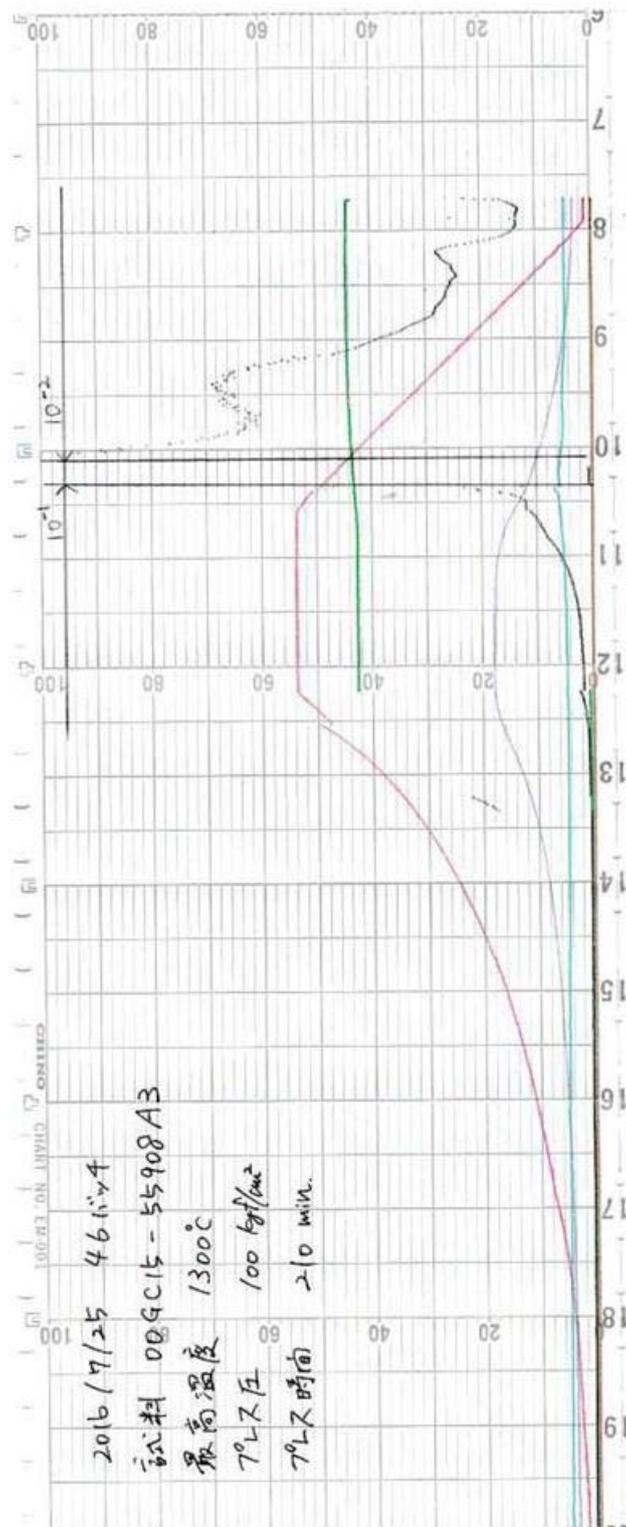
A-3.3.8.1 バッチ名

00GC15-55908A3-10

A-3.3.8.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1300℃ 80 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.465222918
 - CFP(模擬)の充填率 0.232874127
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.492670502

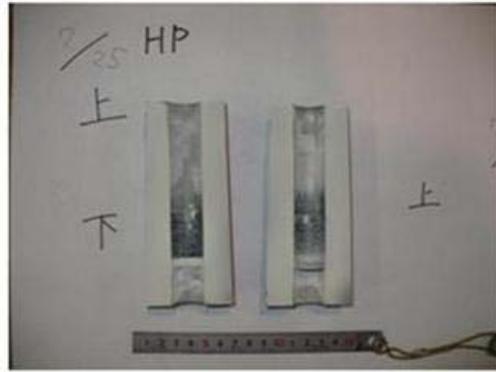
A-3.3.8.4 ホットプレス時チャート(46回目)



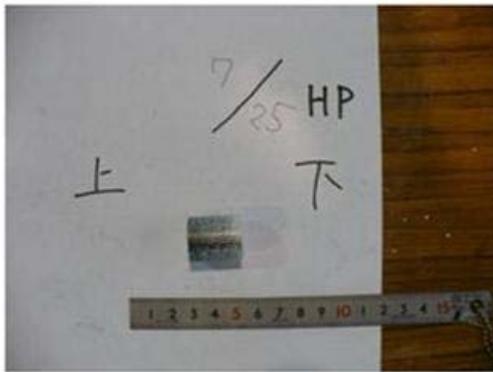
A-3. 3. 8. 5 取り出し時写真(46回目)



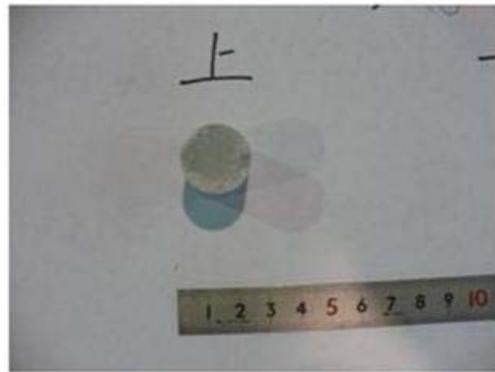
コールドプレス後



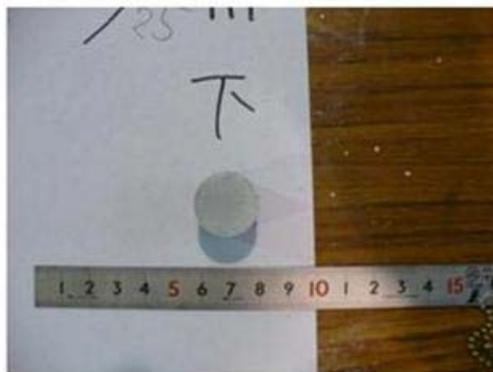
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.9 47回目焼成

A-3.3.9.1 バッチ名

00GC15-55908A3-11

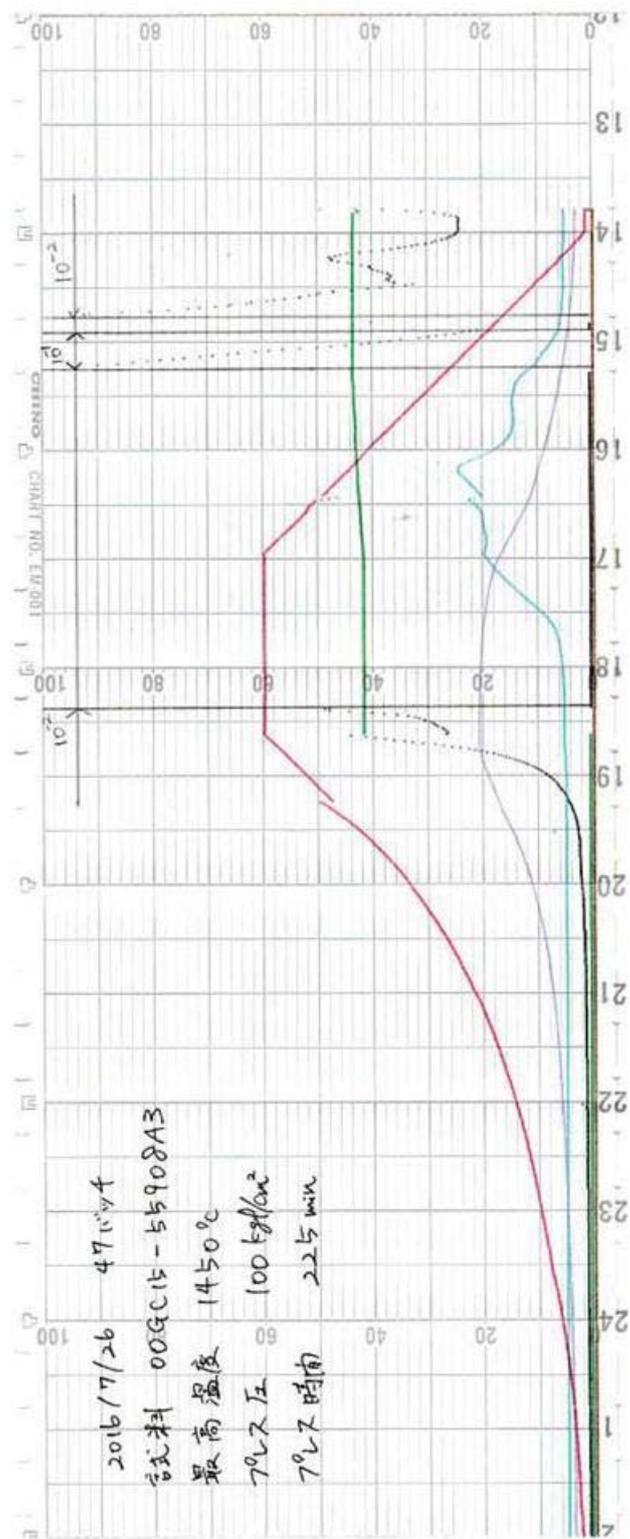
A-3.3.9.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 80分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.478332479
 - CFP(模擬)の充填率 0.234469155
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.497078497

A-3.3.9.3 製造概要(47回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/7/26	テスト日	2016/7/26
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量(g) ^{※1}	3143.1 (15.3)
原料のみの重量(g)	15.0	加熱前の試料高さ(mm) ^{※2}	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧(Pa)	2.4×10^{-2}
プレス前の試料重量(g) ^{※1}	3143.0 (15.2)	最高温度(°C)	1450
プレス前の試料高さ(mm) ^{※2}	63.0 (32.0)	昇温速度(°C/min)	10
プレス圧(kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間(min)	80
プレス時間(min)	5	降温速度(°C/min)	-10
プレス後の試料重量(g) ^{※1}	3143.1 (15.3)	プレス圧(kgf/cm ²) ^{※3}	100
プレス後の試料高さ(mm) ^{※2}	69.0 (26.0)	プレス時間(min)	225
黒鉛ダイス重量	3127.8	プレス後の試料重量(g)	14.7
黒鉛ダイス高さ(mm)		プレス後の試料高さ(mm)	23.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

A-3.3.9.4 ホットプレス時チャート(47回目)



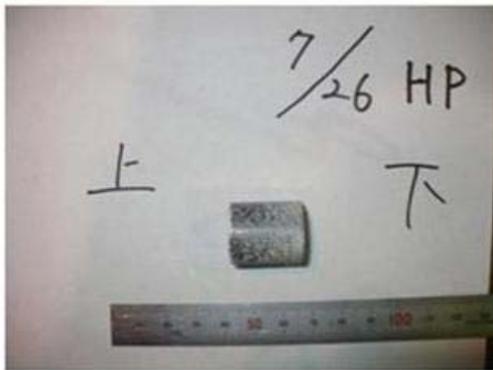
A-3. 3. 9. 5 取り出し時写真(47回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.10 48 回目焼成

A-3.3.10.1 バッチ名

00GC15-55908A3-12

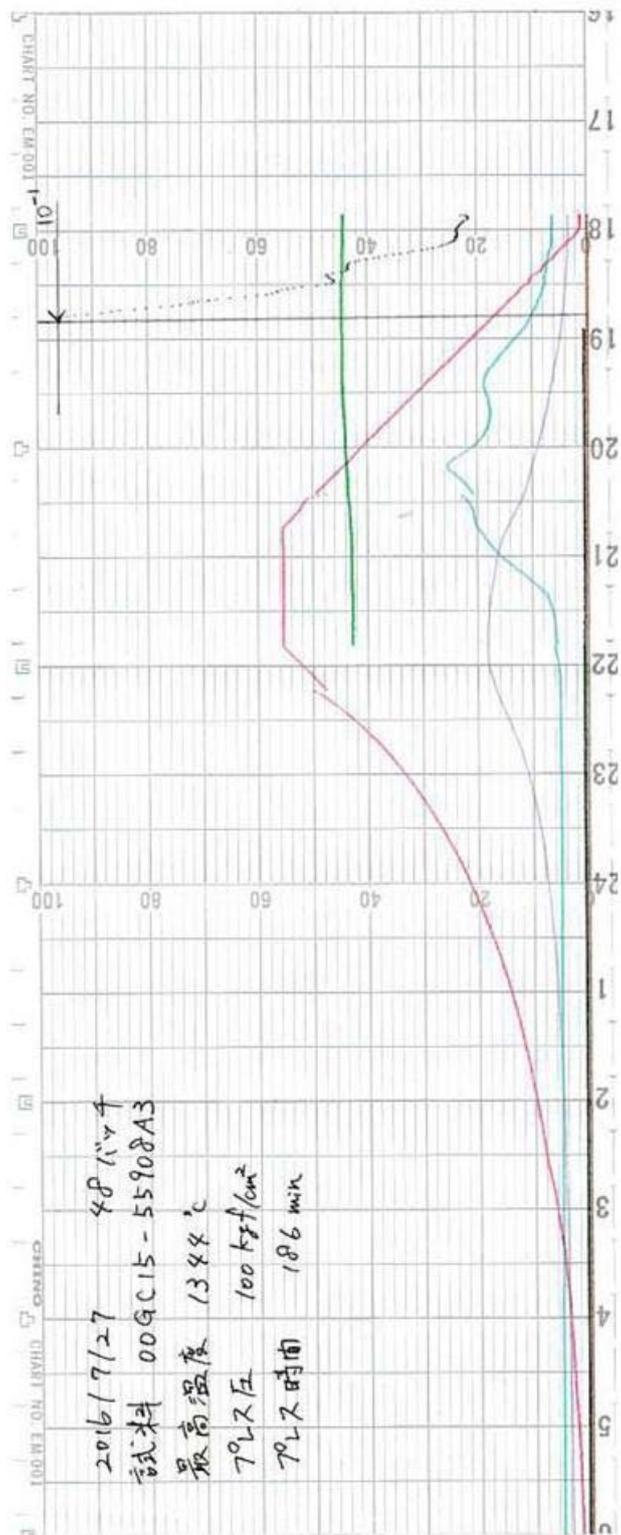
A-3.3.10.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1344℃ 52 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.400484431
 - CFP(模擬)の充填率 0.224898986
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.470902659

A-3.3.10.3 製造概要(48回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/7/27	テスト日	2016/7/27
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量(g)※1	3142.4 (15.1)
原料のみの重量(g)	15.0	加熱前の試料高さ(mm)※2	70.0 (25.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧(Pa)	2.0×10^{-1}
プレス前の試料重量(g)※1	3142.5 (15.2)	最高温度(°C)	1344
プレス前の試料高さ(mm)※2	62.0 (33.0)	昇温速度(°C/min)	10
プレス圧(kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間(min)	52
プレス時間(min)	5	降温速度(°C/min)	-10
プレス後の試料重量(g)※1	3142.4 (15.1)	プレス圧(kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ(mm)※2	70.0 (25.0)	プレス時間(min)	186
黒鉛ダイス重量	3127.3	プレス後の試料重量(g)	14.1
特記事項		プレス後の試料高さ(mm)	23.0
<ul style="list-style-type: none"> •きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

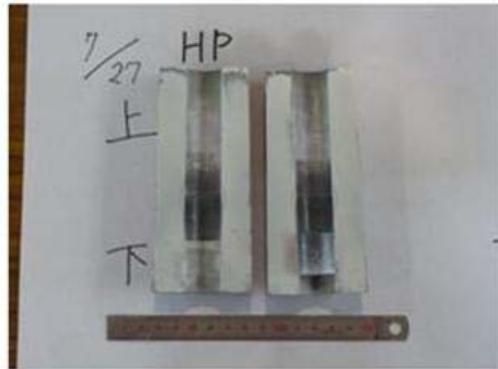
A-3.3.10.4 ホットプレス時チャート(48回目)



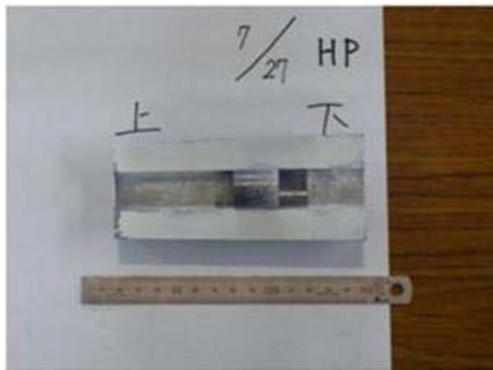
A-3. 3. 10. 5 取り出し時写真(48回目)



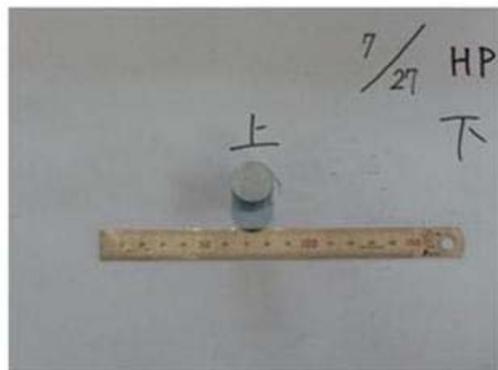
コールドプレス後



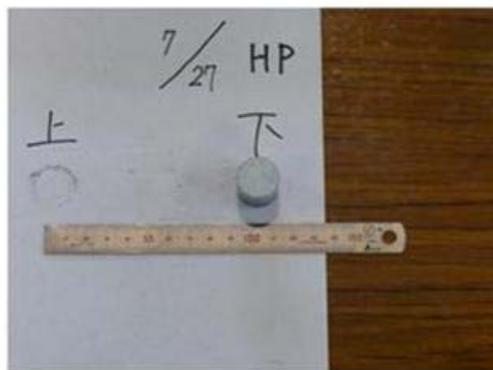
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.11 49 回目焼成

A-3.3.11.1 バッチ名

00GC15-55908A3-13

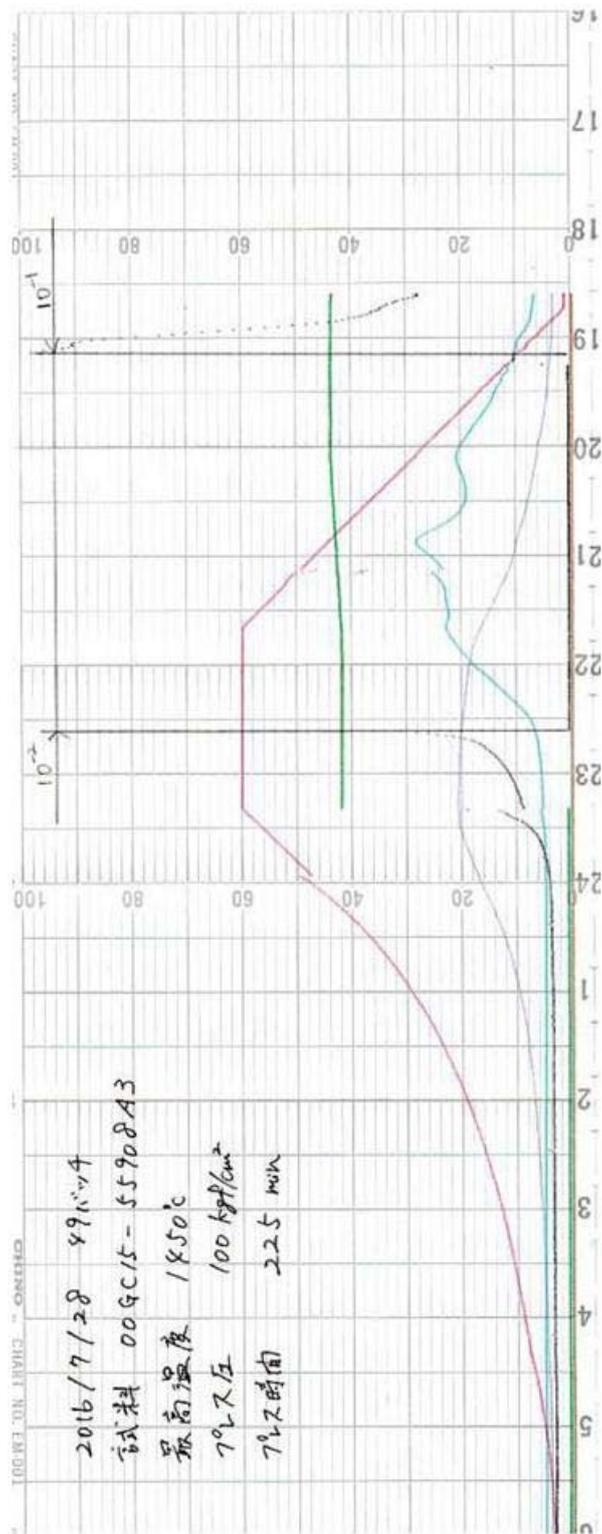
A-3.3.11.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 80 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.362276876
 - CFP(模擬)の充填率 0.220113901
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.458055648

A-3.3.11.3 製造概要(49 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/7/28	テスト日	2016/7/28
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.7 (15.2)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	3.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.8 (15.3)	最高温度 (°C)	1450
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	80
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.7 (15.2)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)	プレス時間 (min)	225
黒鉛ダイス重量	3127.5	プレス後の試料重量 (g)	14.4
プレス後の試料高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。</p> <p>※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。</p> <p>※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

A-3. 3. 11. 4 ホットプレス時チャート(49回目)



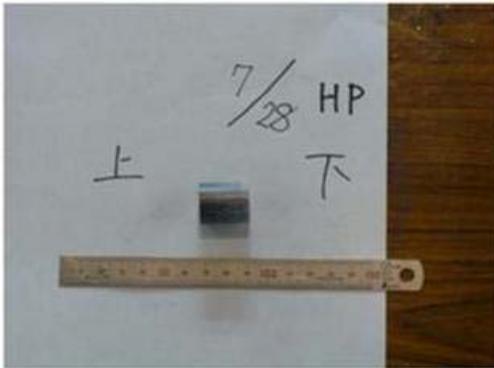
A-3. 3. 11. 5 取り出し時写真(49回目)



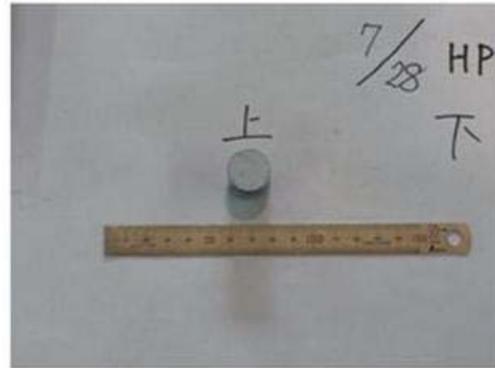
コールドプレス後



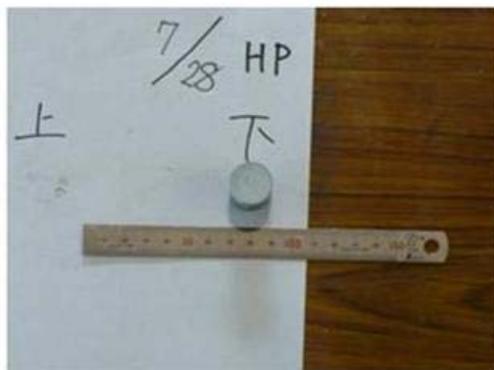
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.12 50回目焼成

A-3.3.12.1 バッチ名

00GC15-55908A3-14

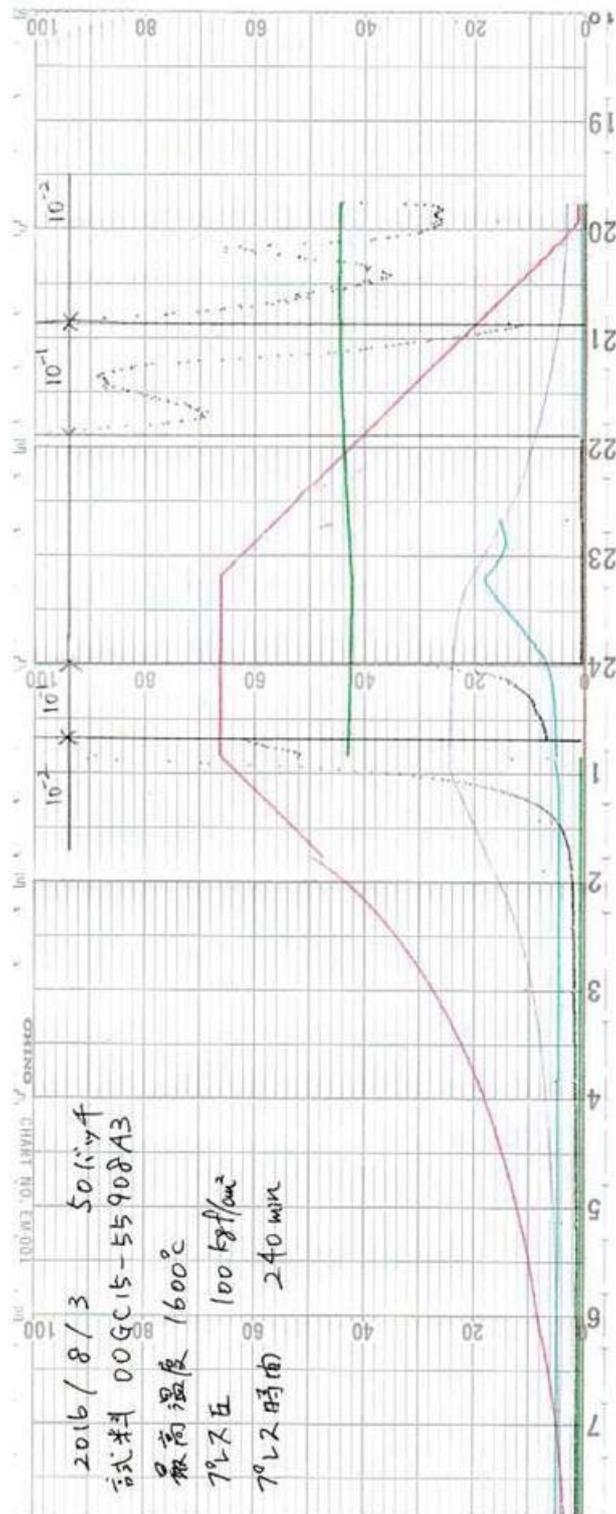
A-3.3.12.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1600℃ 80分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：試料・スペーサ・スリーブ固着。
 - ✓ 取り出し時にスリーブ一部欠けた。スリーブ解体時に力を加えたから。
 - ✓ 下スペーサ取れず。
 - ✓ 試料は欠けなかった。
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.456315793
 - CFP(模擬)の充填率 0.231786608
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.489675547
 - ✓ 上記「参考値」は、試料から取れた上スペーサの寸法・重量(試料から取った後に測定)を用いて見積もった値。

A-3. 3. 12. 3 製造概要(50 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/3	テスト日	2016/8/3
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3141.9 (15.3)
原料のみの重量 (g)	15.3	加熱前の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.5×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3141.9 (15.3)	最高温度 (°C)	1600
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	80
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3141.9 (15.3)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	70.0 (25.0)	プレス時間 (min)	240
黒鉛ダイス重量	3126.6	プレス後の試料重量 (g)	16.6 (下面スペーサ込)
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	27.0 (下面スペーサ込)
<ul style="list-style-type: none"> ・加熱開始直後、若干の真空度の悪化が見られた。(加熱中) ・取り出し困難。取り出しの際、スリーブが割れた。(加熱後) ・下面スペーサ取り出し不可のためスペーサ込の試料重量、高さを測定した。 ・取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペーサ上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

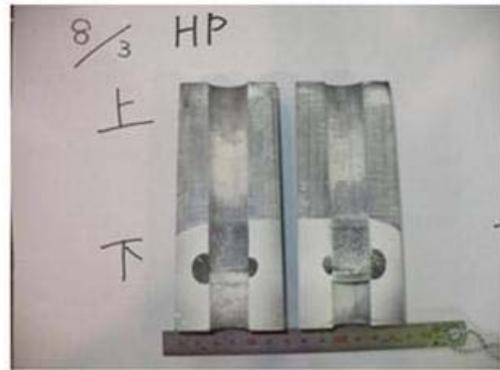
A-3. 3. 12. 4 ホットプレス時チャート(50回目)



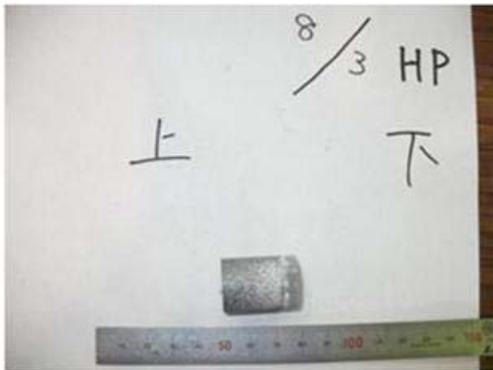
A-3. 3. 12. 5 取り出し時写真(50回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.13 51 回目焼成

A-3.3.13.1 バッチ名

00GC15-55908A3-15

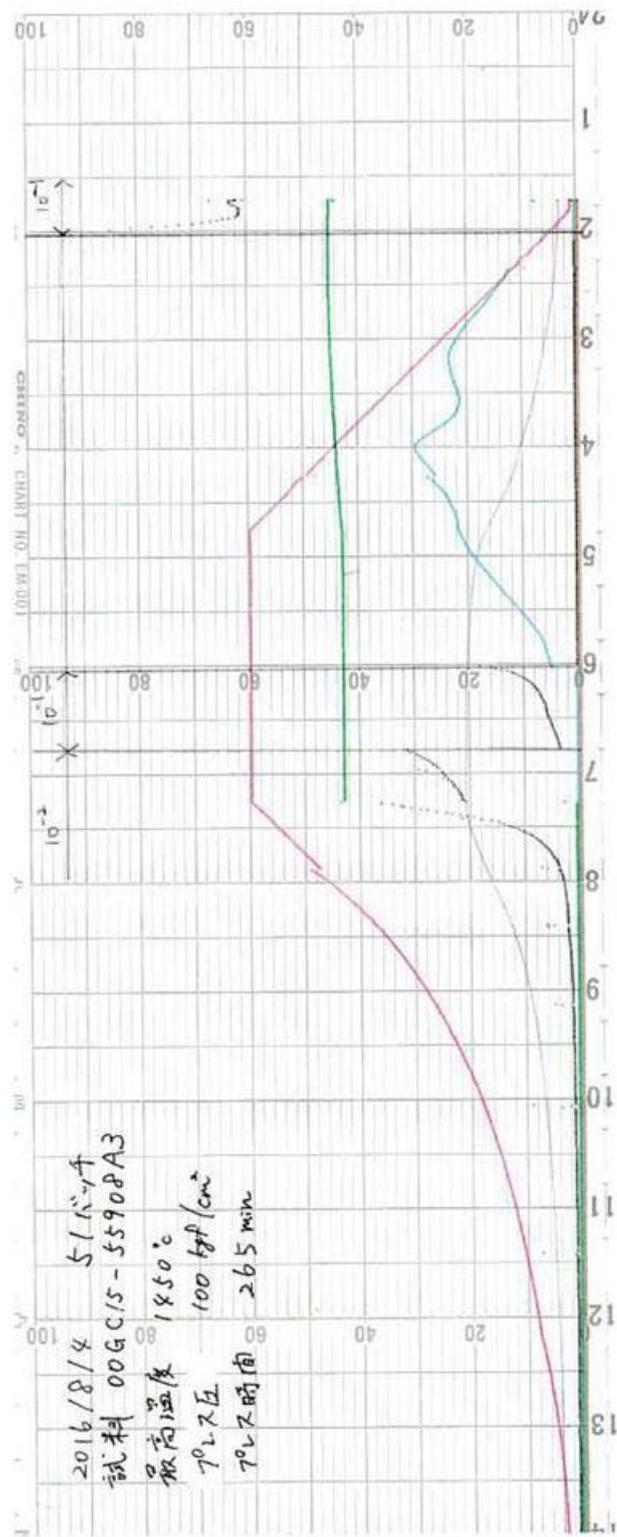
A-3.3.13.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 120分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.427655253
 - CFP(模擬)の充填率 0.228266268
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.48003865

A-3.3.13.3 製造概要(51 回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/8/4	テスト日	2016/8/4
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.2 (15.2)
原料のみの重量 (g)	15.2	加熱前の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	7.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.2 (15.2)	最高温度 (°C)	1450
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.2 (15.2)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)	プレス時間 (min)	265
黒鉛ダイス重量	3130.0	プレス後の試料重量 (g)	14.0
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	22.5
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

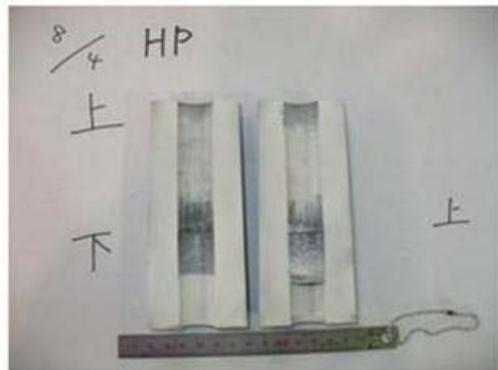
A-3. 3. 13. 4 ホットプレス時チャート(51回目)



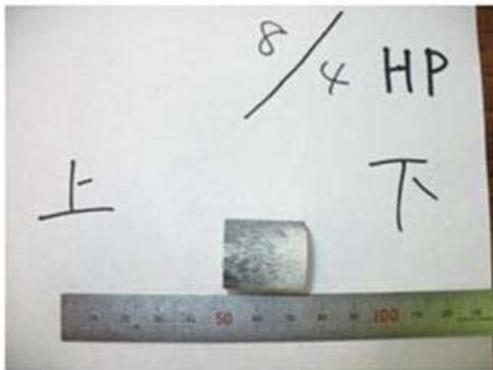
A-3. 3. 13. 5 取り出し時写真(51回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.14 52 回目焼成

A-3.3.14.1 バッチ名

00GC15-55908A3-16

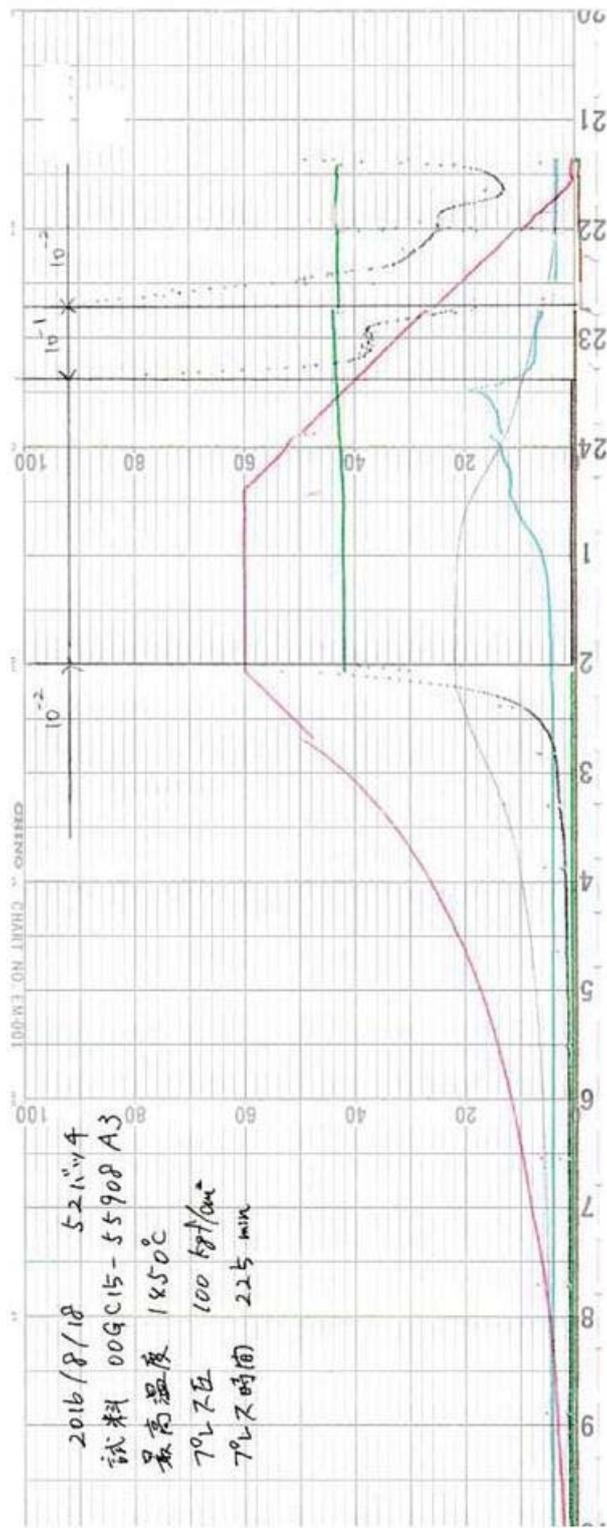
A-3.3.14.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 80 分ホットプレス
- うっかりミスにより、当初「53 回目」として行う予定であった条件。
 - ✓ 下記 2 つの理由により、やり直しは行わないこととした。
 - やり直すとしたら 13 バッチ(13 条件)セットで全部やり直す必要があり、現実的ではない。
 - 13 条件の順番は「ランダム」になるように定められている。うっかりミスは作為的なものではなく偶然である。従って、これにより当初予定していた順番が乱れても「ランダム」な順番であることにはかわりない。
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.424845069
 - CFP(模擬)の充填率 0.227919358
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.479093746

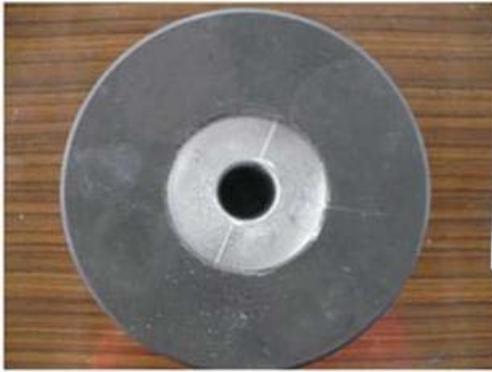
A-3.3.14.3 製造概要(52回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/18	テスト日	2016/8/18
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量(g)※1	3145.8 (15.0)
原料のみの重量(g)	15.0	加熱前の試料高さ(mm)※2	70.0 (25.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧(Pa)	2.2×10^{-2}
プレス前の試料重量(g)※1	3145.6 (14.8)	最高温度(°C)	1450
プレス前の試料高さ(mm)※2	63.5 (31.5)	昇温速度(°C/min)	10
プレス圧(kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間(min)	80
プレス時間(min)	5	降温速度(°C/min)	-10
プレス後の試料重量(g)※1	3145.8 (15.0)	プレス圧(kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ(mm)※2	70.0 (25.0)	プレス時間(min)	225
黒鉛ダイス重量	3130.8	プレス後の試料重量(g)	14.6
特記事項		プレス後の試料高さ(mm)	23.5
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

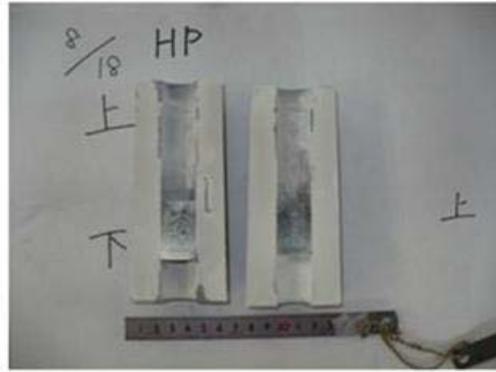
A-3.3.14.4 ホットプレス時チャート(52回目)



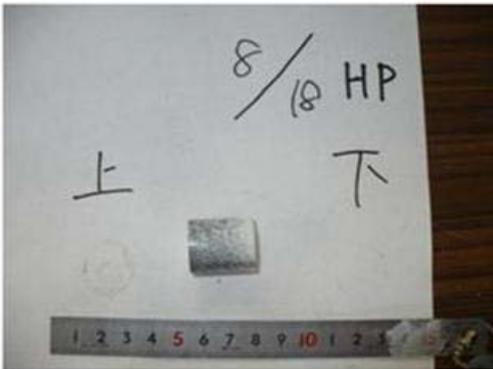
A-3. 3. 14. 5 取り出し時写真(52回目)



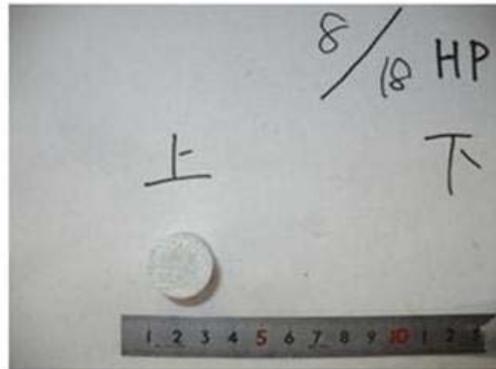
コールドプレス後



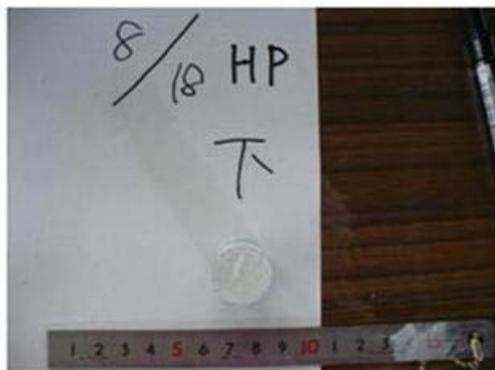
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.15 53 回目焼成

A-3.3.15.1 バッチ名

00GC15-55908A3-17

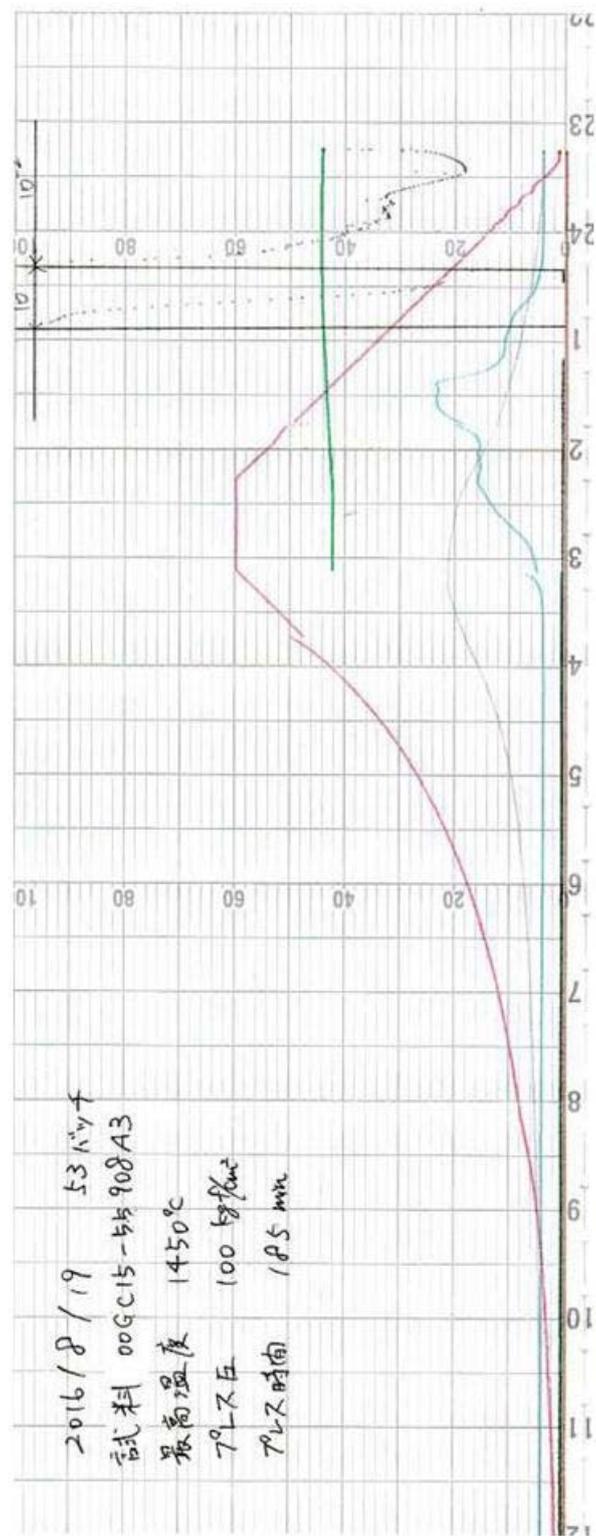
A-3.3.15.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1450℃ 40 分ホットプレス
- うっかりミスにより、当初「52 回目」として行う予定であった条件。
 - ✓ 下記 2 つの理由により、やり直しは行わないこととした。
 - やり直すとしたら 13 バッチ(13 条件)セットで全部やり直す必要があり、現実的ではない。
 - 13 条件の順番は「ランダム」になるように定められている。うっかりミスは作為的なものではなく偶然である。従って、これにより当初予定していた順番が乱れても「ランダム」な順番であることにはかわりない。
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.450228008
 - CFP(模擬)の充填率 0.231041541
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.487628573

A-3.3.15.3 製造概要(53回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/19	テスト日	2016/8/19
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.2 (15.6)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.5 (25.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	3.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.1 (15.5)	最高温度 (°C)	1450
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.5 (30.5)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	40
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.2 (15.6)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.5 (25.5)	プレス時間 (min)	185
黒鉛ダイス重量	3129.6	プレス後の試料重量 (g)	148
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	23.5
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがみつた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。</p> <p>※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。</p> <p>※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

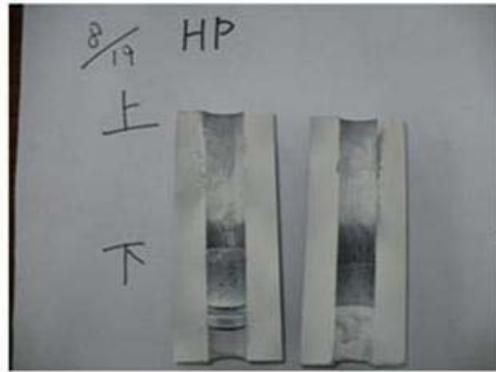
A-3.3.15.4 ホットプレス時チャート(53回目)



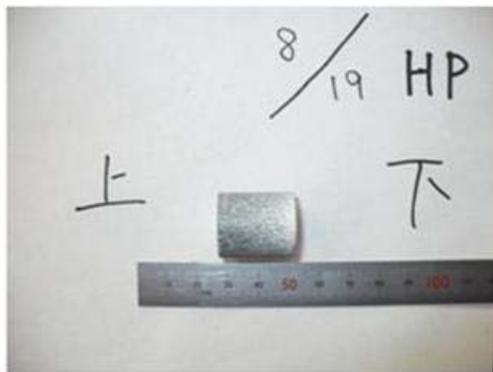
A-3. 3. 15. 5 取り出し時写真(53回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.16 54回目焼成

A-3.3.16.1 バッチ名

00GC15-55908A3-18

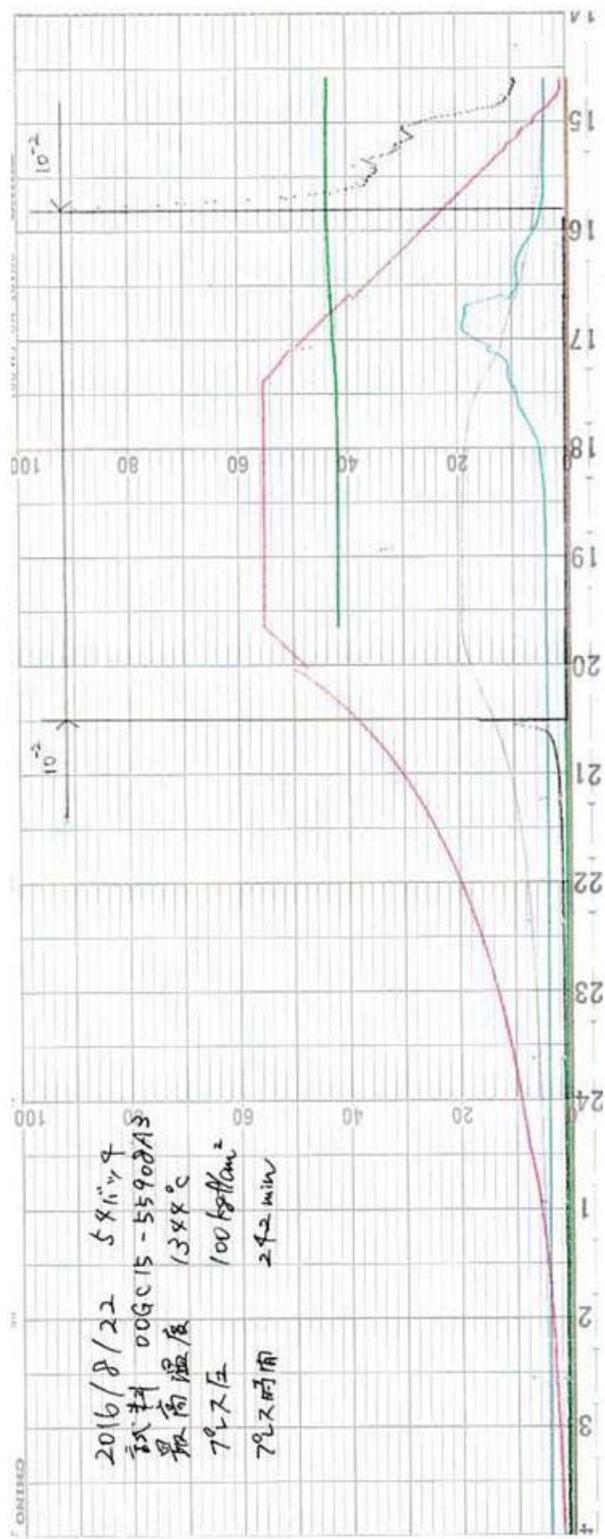
A-3.3.16.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1344℃ 108分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.362276876
 - CFP(模擬)の充填率 0.220113901
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.458055648

A-3.3.16.3 製造概要(54 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/22	テスト日	2016/8/22
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.1 (19.8)
原料のみの重量 (g)	15.1	加熱前の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	1.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.1 (19.8)	最高温度 (°C)	1344
プレス前の試料高さ (mm)※2	60 (35)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	108
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.1 (19.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)	プレス時間 (min)	242
黒鉛ダイス重量	3125.3	プレス後の試料重量 (g)	14.1
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	23.5
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

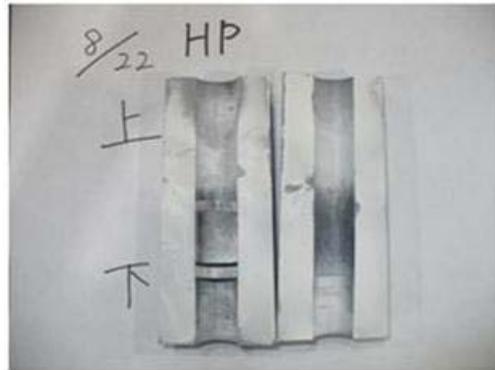
A-3.3.16.4 ホットプレス時チャート(54回目)



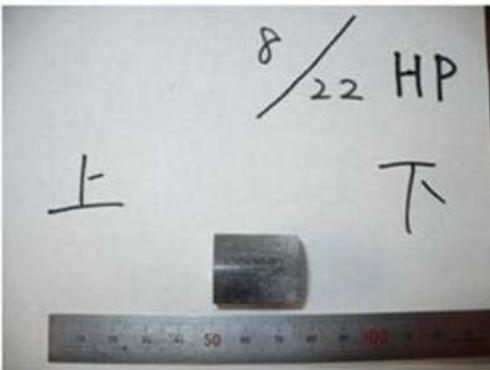
A-3. 3. 16. 5 取り出し時写真(54回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.17 55 回目焼成

A-3.3.17.1 バッチ名

00GC15-55908A3-19

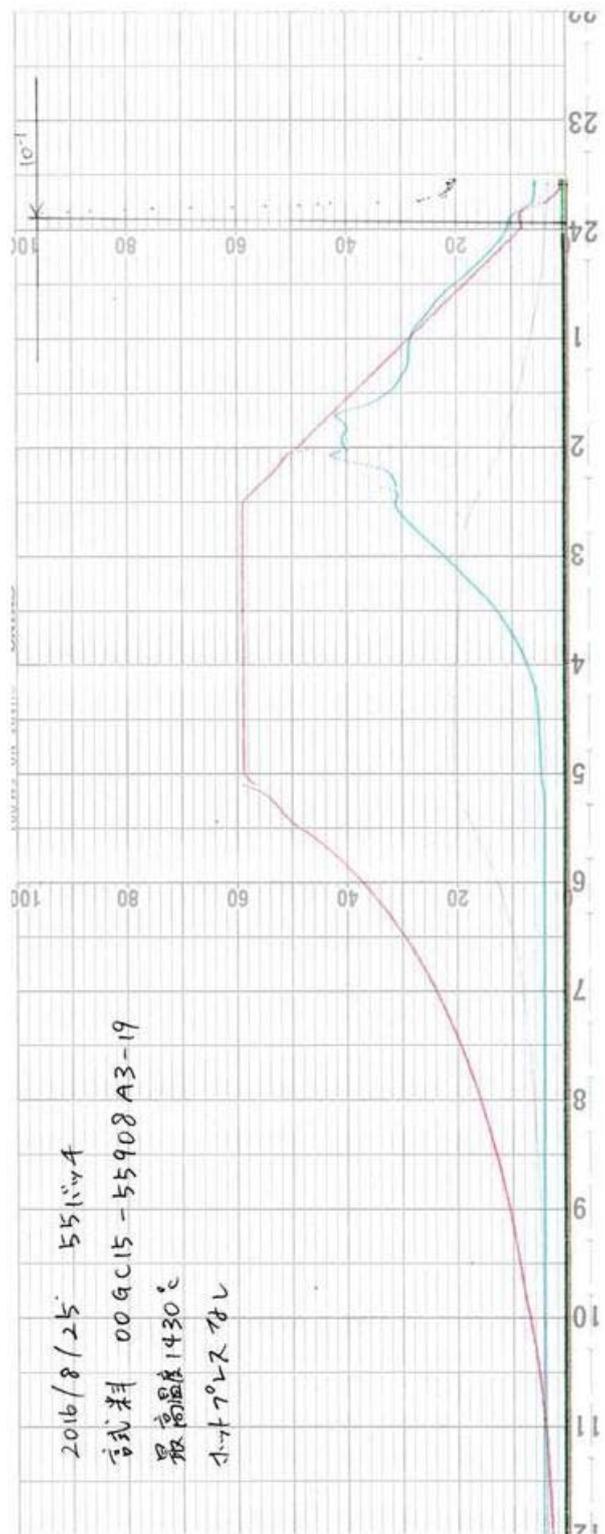
A-3.3.17.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：ホットプレス圧力 0
- 狙い：
 - ✓ 無圧焼結で母材嵩密度がどの程度になるのか調べる。
- 結果：スペーサに固着したので角が少し欠けた。
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値だが、欠けた分が小さいのであまり影響ないだろう)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.133818535
 - CFP(模擬)の充填率 0.19022189
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.3812382
 - ✓ 参考値ではあるが、母材嵩密度は 41 回目より 22%低下。
 - ✓ 試料を入れた袋にも粉がボロボロ落ちている。
 - ✓ 欠けたのも結合が弱かったからか？

A-3.3.17.3 製造概要(55 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日*3	2016/8/25	テスト日	2016/8/25
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3148.2 (13.8)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	2.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3148.5 (14.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3148.2 (13.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)	ホットプレスは無し
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	ホットプレスは無し
黒鉛ダイス重量	3134.4	加熱後の試料重量 (g)	14.0
特記事項		加熱後の試料高さ (mm)	27.0
・試料が少し欠けていた。(加熱後) ・取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。 ※3 一度間違った条件で試作してしまっため、56バッチ目試作後に改めて正しい条件で試作した。			

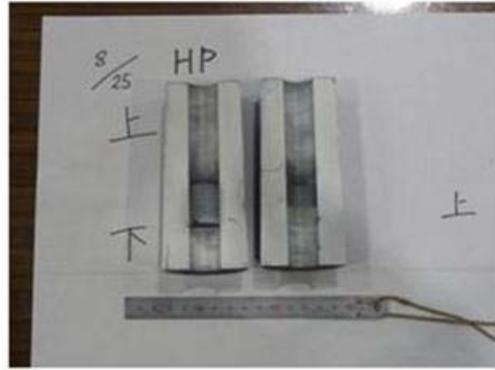
A-3. 3. 17. 4 ホットプレス時チャート(55回目)



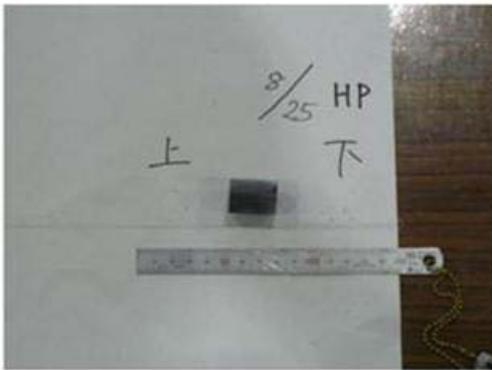
A-3. 3. 17. 5 取り出し時写真(55回目)



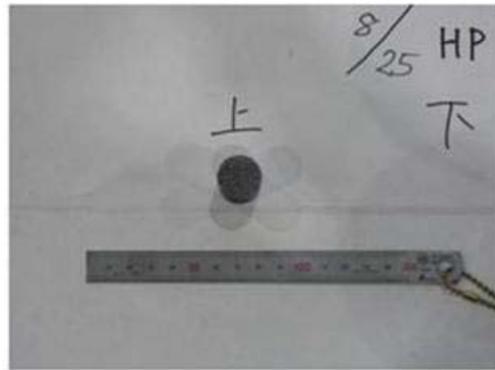
コールドプレス後



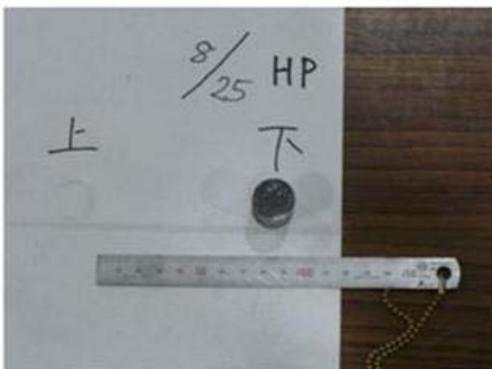
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.18 56 回目焼成

A-3.3.18.1 バッチ名

00GC15-55908A3-20

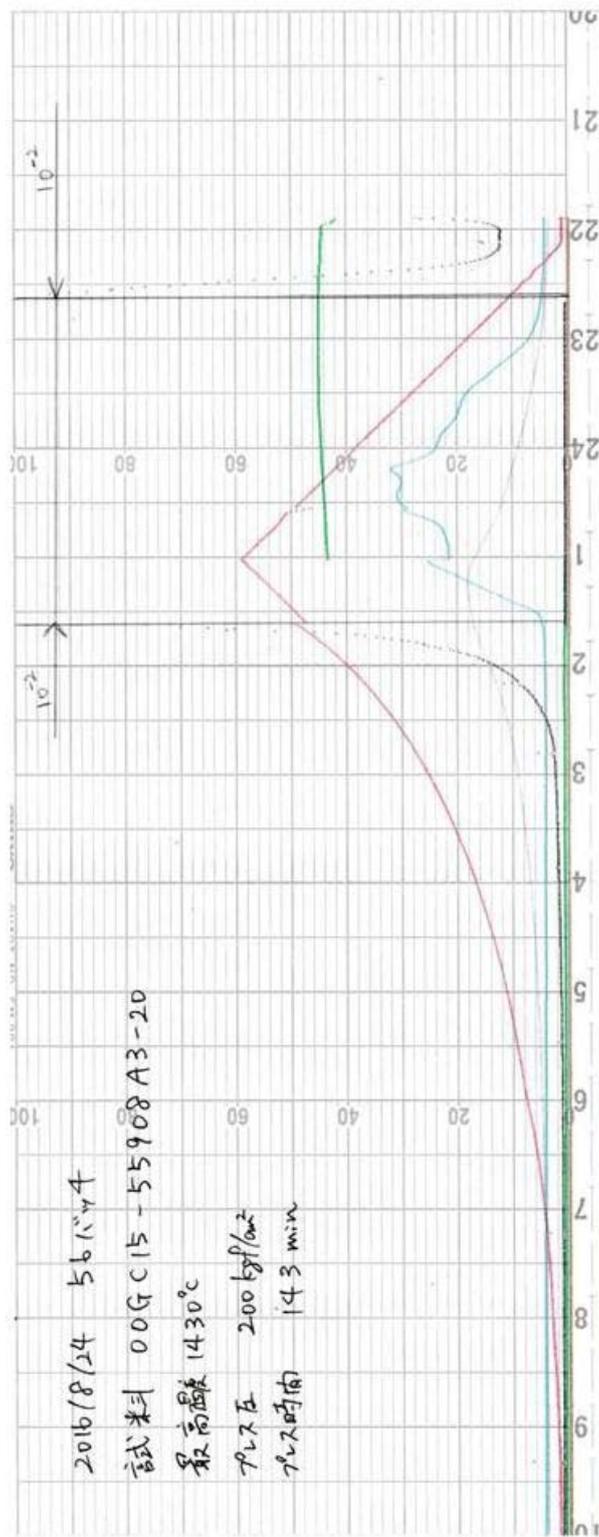
A-3.3.18.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：
 - ✓ 保持時間 0 (1430°Cに達した瞬間から降温開始)
 - ✓ ホットプレス圧力 200 kgf/cm²
- 狙い：
 - ✓ 2 時間保持の効果はあるのか。(26, 29, 32 回目と比較)
 - ✓ だから、今年度は原則ホットプレス圧力 100 kgf/cm² だが今回は 100 kgf/cm²。
- 結果：
 - ✓ 問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.494429653
 - CFP(模擬)の充填率 0.236418634
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.502491054
 - ✓ 2 時間保持の母材嵩密度への効果は 5 %程度。「ないこともない」という程度。

A-3.3.18.3 製造概要(56回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/24	テスト日	2016/8/24
原料	00GC15-55908A3	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.4 (14.6)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	2.4×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.5 (14.7)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	0
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.4 (14.6)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	200
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	143
黒鉛ダイス重量	3130.8	プレス後の試料重量 (g)	14.5
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	22.5
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

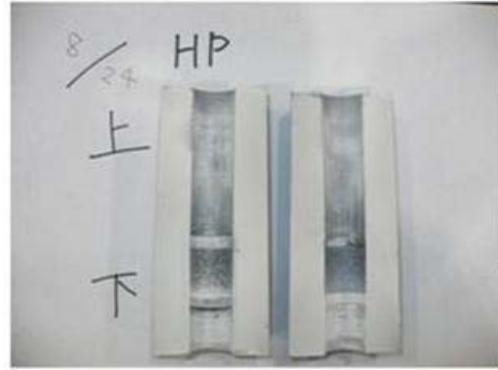
A-3.3.18.4 ホットプレス時チャート(56回目)



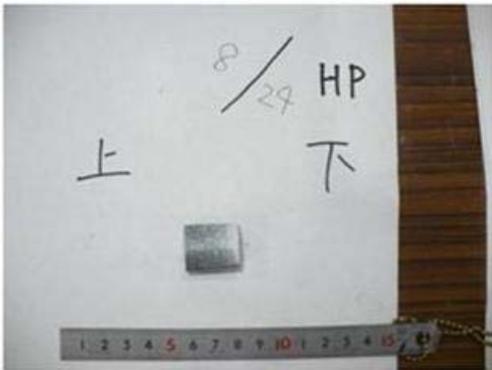
A-3. 3. 18. 5 取り出し時写真(56回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.19 57回目焼成

A-3.3.19.1 バッチ名

00GC16-55911A4-01

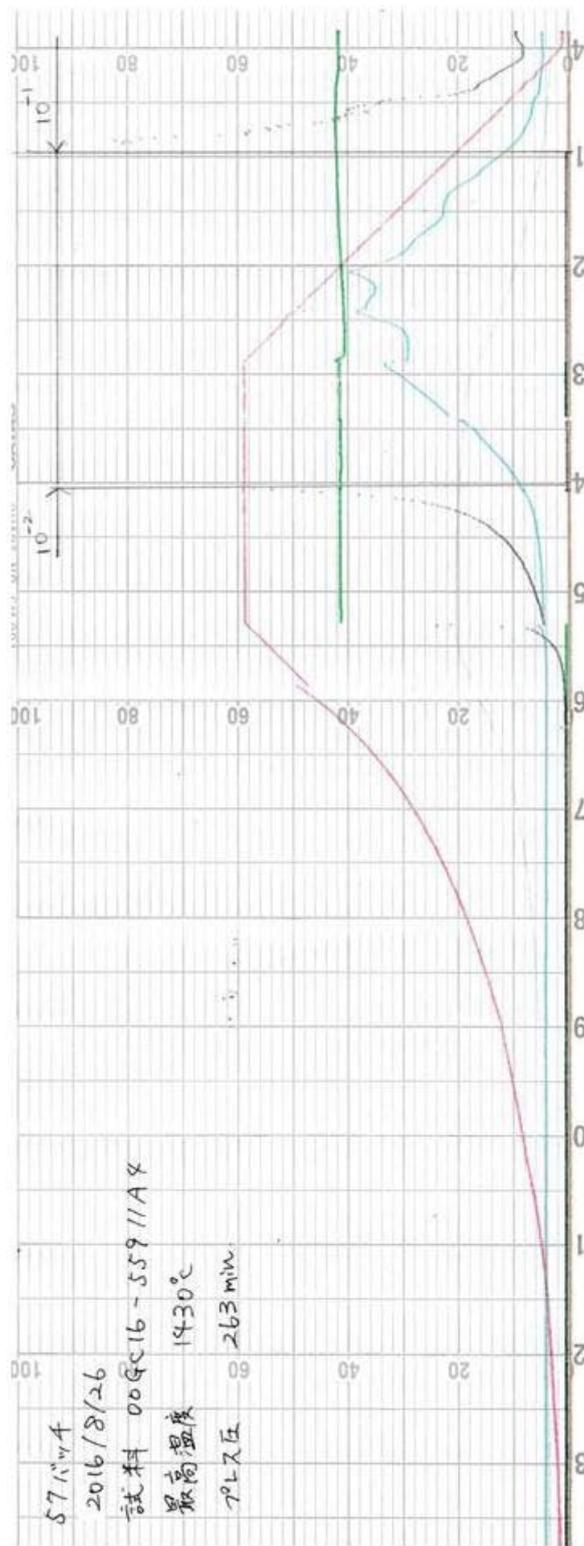
A-3.3.19.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 母材原料粉末の Si/C=1(モル比)
- 結果：
 - ✓ スペーサ・スリーブに固着したので少し欠けた。(取り出し自体はスムーズに行えた)
 - ✓ 下面に比べて上面に隙間が多いように見える。
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値だが、欠けた分が少しなのであまり影響ないだろう)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.53834184
 - CFP(模擬)の充填率 0.220583254
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.477745913
 - ✓ 後日の XRD 測定で、未反応 C, Si は検出されず、SiC のピークのみ検出された。(「付録 A-4 X線回折」参照)
 - 先行研究(Si/C=約 0.184 が限度)とこんなに極端に違う結果が出るとは予想していなかった。

A-3.3.19.3 製造概要(57回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/26	テスト日	2016/8/26
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量(g)※1	3145.8 (15.0)
原料のみの重量(g)	150	加熱前の試料高さ(mm)※2	67.5 (27.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧(Pa)	2.0×10^{-1}
プレス前の試料重量(g)※1	3146.0 (15.2)	最高温度(°C)	1430
プレス前の試料高さ(mm)※2	63.5 (31.5)	昇温速度(°C/min)	10
プレス圧(kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間(min)	120
プレス時間(min)	5	降温速度(°C/min)	-10
プレス後の試料重量(g)※1	3145.8 (15.0)	プレス圧(kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ(mm)※2	67.5 (27.5)	プレス時間(min)	263
		プレス後の試料重量(g)	14.8
黒鉛ダイス重量	3130.8	プレス後の試料高さ(mm)	23.0
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> ・試料の取出しはスムーズにおこなえたが、試料がスリーブとスペースに少し付着していた。(加熱後) ・真空度が悪化。 ・取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

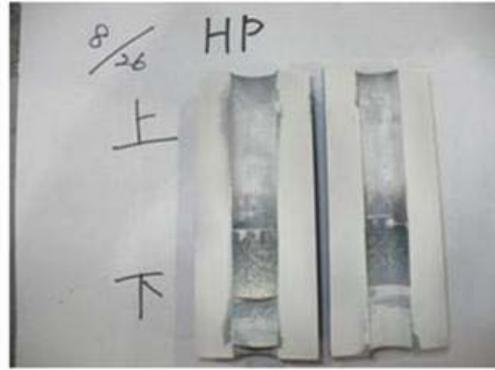
A-3.3.19.4 ホットプレス時チャート(57回目)



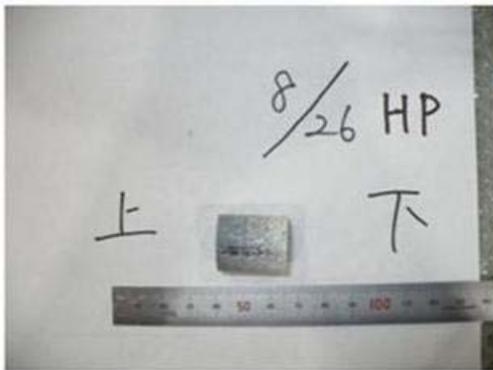
A-3. 3. 19. 5 取り出し時写真(57回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3. 3. 20 58 回目焼成

A-3. 3. 20. 1 バッチ名

00GC16-55912A5-01

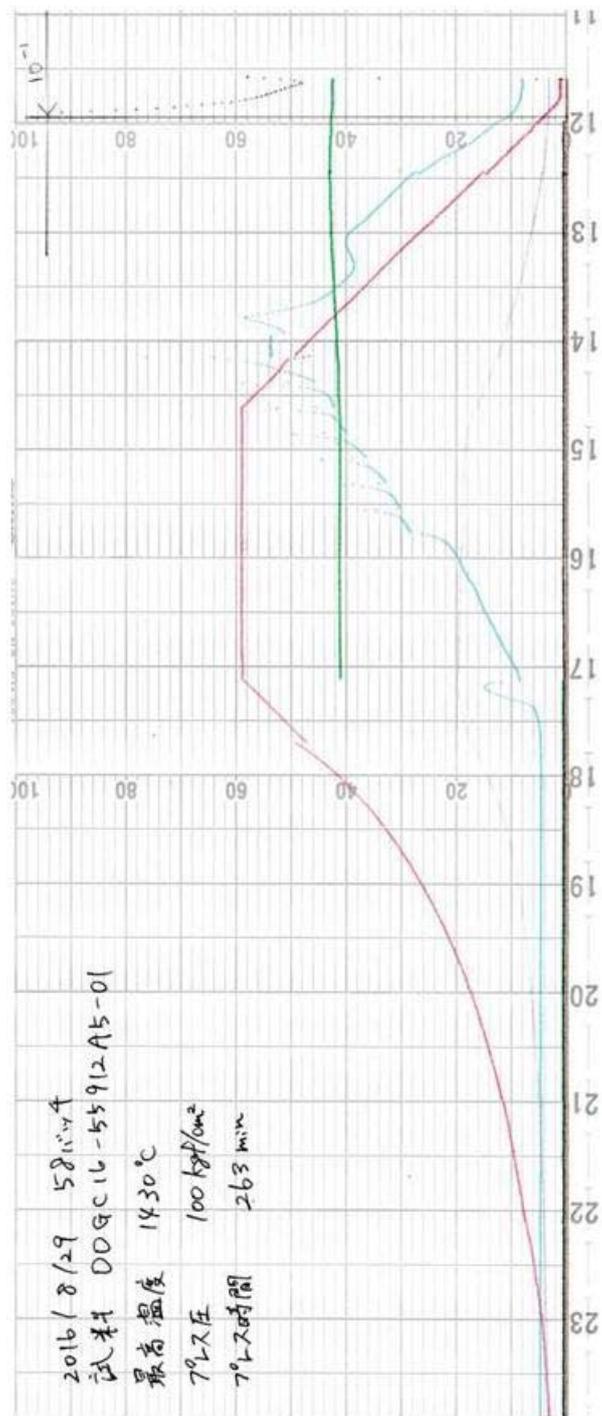
A-3. 3. 20. 2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 母材原料粉末の Si/C=約 0.7(モル比)
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 下面に比べて上面に隙間が多いように見える。(57 回目ほどではない)
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.424446831
 - CFP(模擬)の充填率 0.211060436
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.463523906

A-3.3.20.3 製造概要(58 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/29	テスト日	2016/8/29
原料	00GC16-55912A5	加熱前の試料重量 (g)※1	3141.8 (15.8)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	5.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.1 (16.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3141.8 (15.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3126.0	プレス後の試料重量 (g)	14.6
プレス後の試料高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

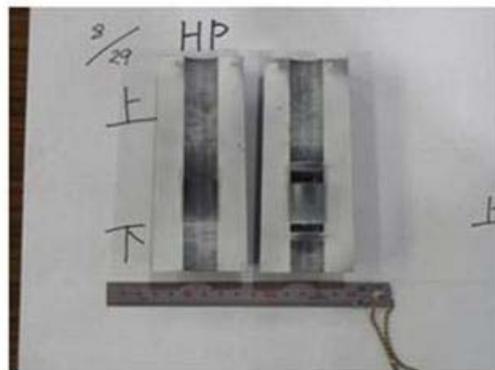
A-3.3.20.4 ホットプレス時チャート(58回目)



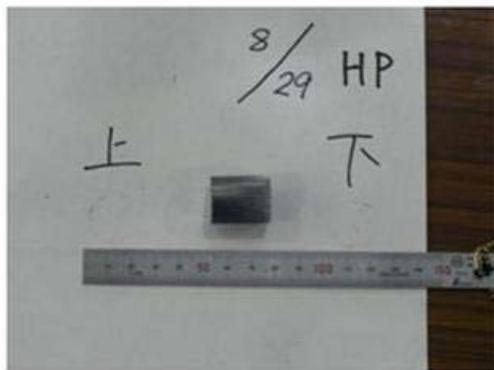
A-3. 3. 20. 5 取り出し時写真(58回目)



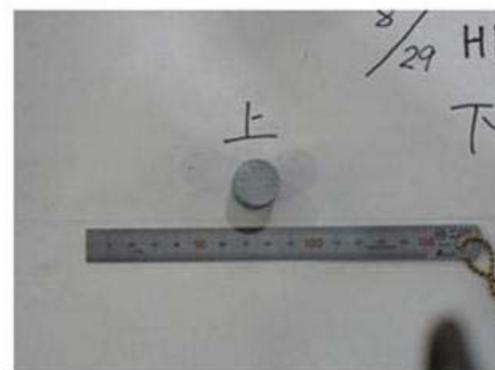
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.21 59 回目焼成

A-3.3.21.1 バッチ名

00GC16-55913A6 -01

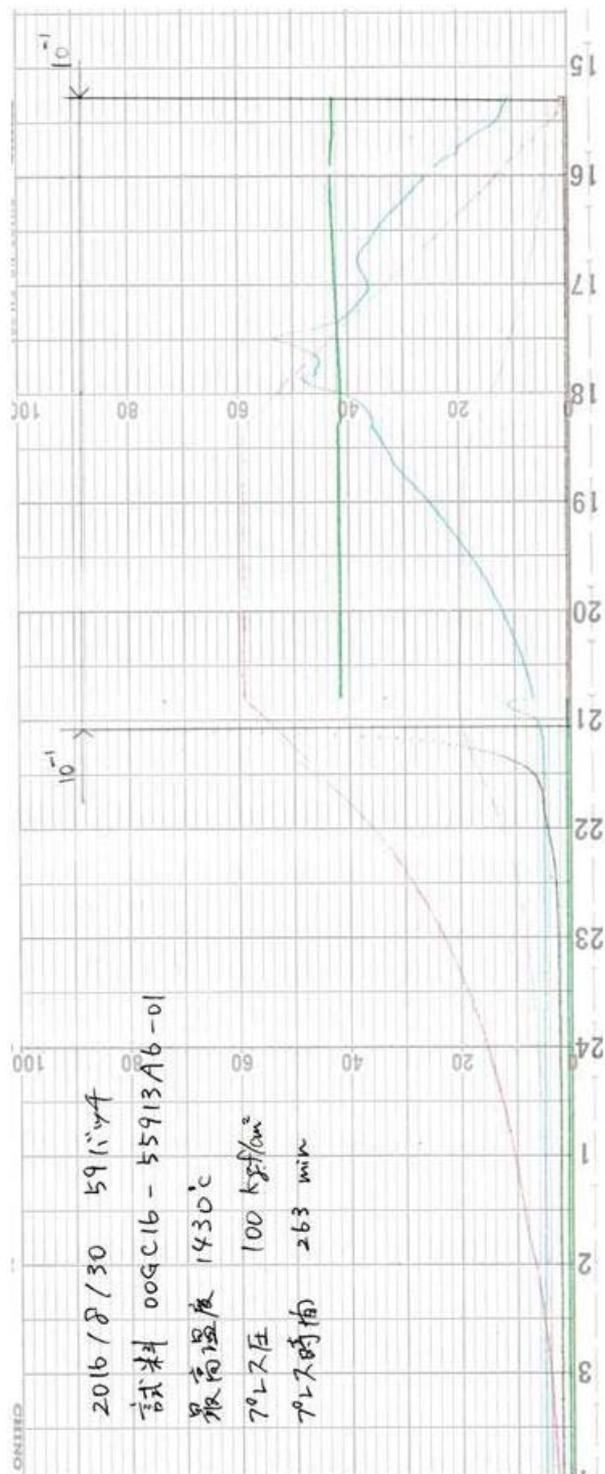
A-3.3.21.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 母材原料粉末の Si/C=約 0.85(モル比)
- 結果：少しだけ欠けた。
 - ✓ 57, 58 回目に見られた「上面の隙間」はほとんど見えない。
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値だが、欠けは小さいのであまり影響ないだろう)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.472682308
 - CFP(模擬)の充填率 0.211789771
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.467010281

A-3.3.21.3 製造概要(59 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/30	テスト日	2016/8/30
原料	00GC16-55913A6	加熱前の試料重量 (g)※1	3144.0 (16.6)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	8.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.0 (16.6)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	57.5 (37.5)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3144.0 (16.6)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3127.4	プレス後の試料重量 (g)	14.9
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> •少々取り出しにくかった。取り出し際、試料が欠けた。 •真空度が悪化。 •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

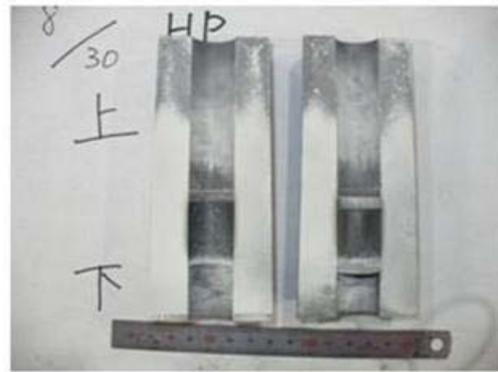
A-3. 3. 21. 4 ホットプレス時チャート(59回目)



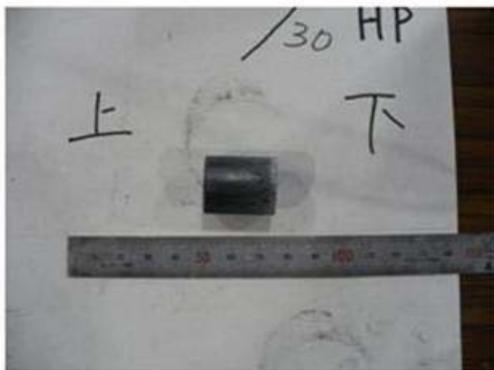
A-3. 3. 21. 5 取り出し時写真(59回目)



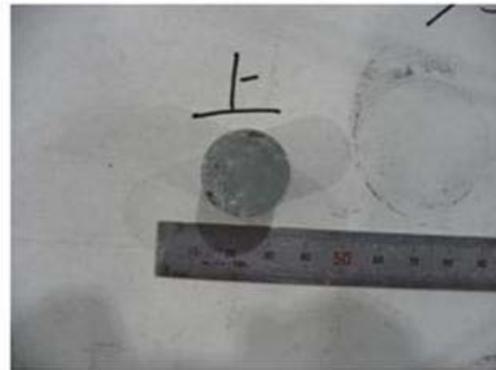
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.22 60回目焼成

A-3.3.22.1 バッチ名

00GC16-55911A4-02

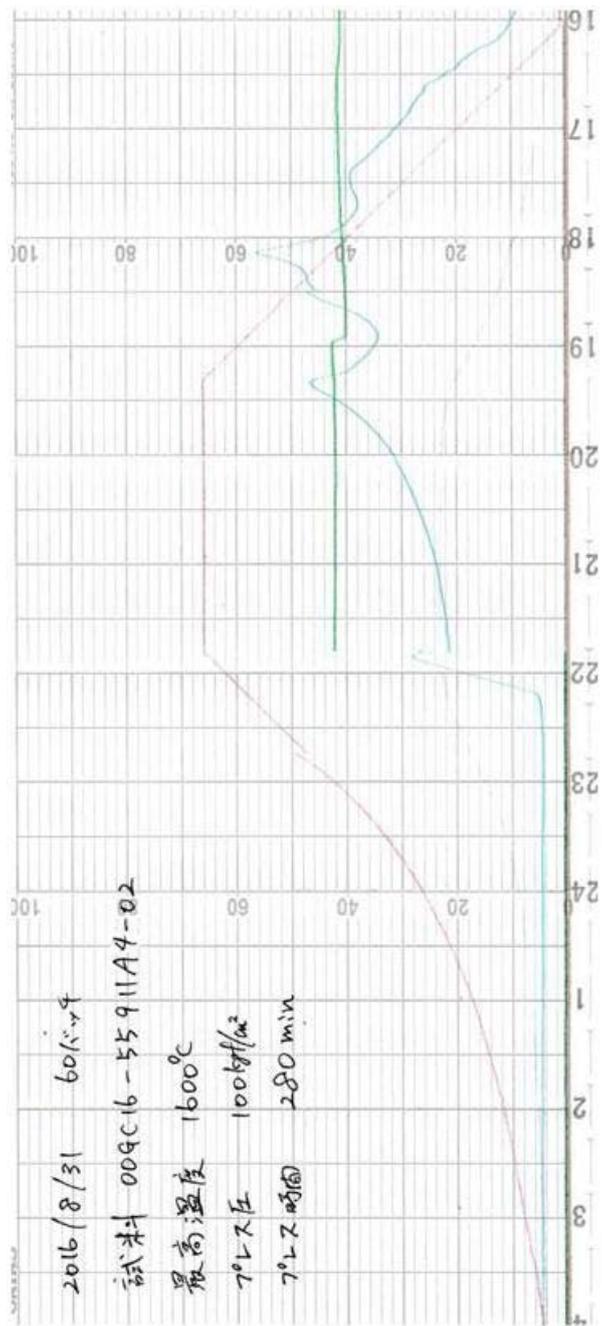
A-3.3.22.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：ホットプレス温度 1600℃
- 狙い：仕様上限の温度でホットプレスしてみる。
- 結果：
スリーブ・スペーサがひどく固着。試料を破壊してスリーブを割った。

A-3. 3. 22. 3 製造概要(60 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/8/31	テスト日	2016/8/31
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3144.2 (17.0)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	67.0 (28.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	9.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.2 (17.0)	最高温度 (°C)	1600
プレス前の試料高さ (mm)※2	58.0 (37.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3144.2 (17.0)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	67.0 (28.0)	プレス時間 (min)	280
黒鉛ダイス重量	3127.2	プレス後の試料重量 (g)	測定不可
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	測定不可
<ul style="list-style-type: none"> • 試料がスリーブと強く固着しており、取り出す際に試料は破損し、スリーブから取外せる状態ではなかった。 • 真空度が悪化。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。</p> <p>※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサ上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。</p> <p>※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

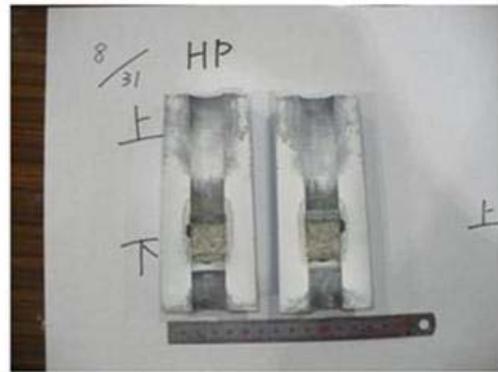
A-3. 3. 22. 4 ホットプレス時チャート(60回目)



A-3. 3. 22. 5 取り出し時写真(60回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取り出し時

A-3.3.23 61 回目焼成

A-3.3.23.1 バッチ名

00GC16-55911A4-03

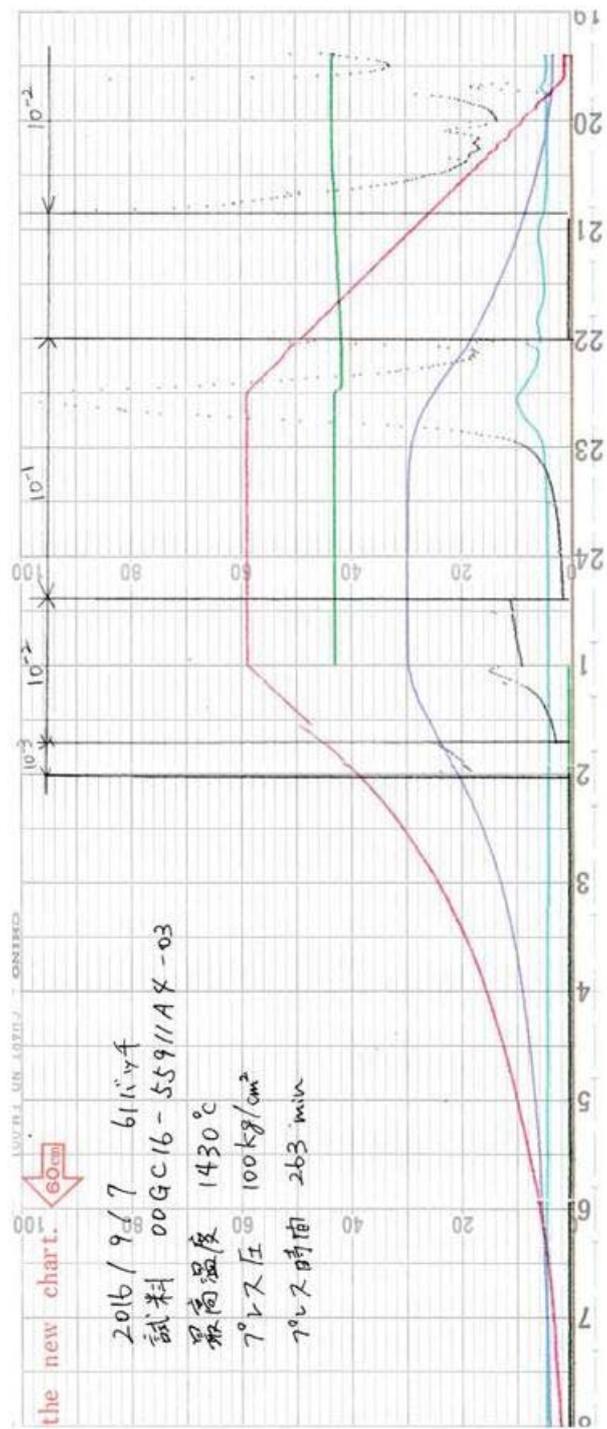
A-3.3.23.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：57 回目と同じはずの試料を作る。
- 結果：角が少し欠けた。
 - ✓ 上面に隙間はないように見える。隙間に BN が入り込んでいるのか？
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値)
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.568701406
 - CFP(模擬)の充填率 0.223961556
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.48717435

A-3.3.23.3 製造概要(61 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/7	テスト日	2016/9/7
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3146.5 (15.9)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.5 (25.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3146.5 (15.9)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	59.0 (36.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3146.5 (15.9)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.5 (25.5)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3130.6	プレス後の試料重量 (g)	14.7
プレス後の試料高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	22.5
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

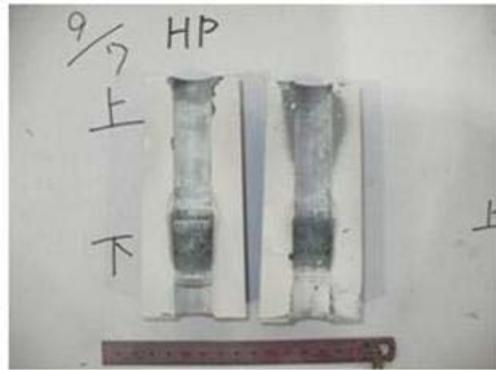
A-3. 3. 23. 4 ホットプレス時チャート(61回目)



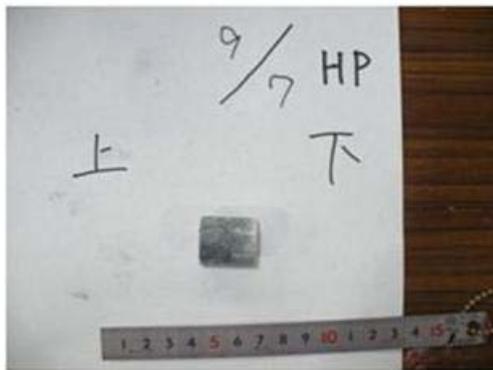
A-3. 3. 23. 5 取り出し時写真(61回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.24 62 回目焼成

A-3.3.24.1 バッチ名

00GC16-55912A5-02

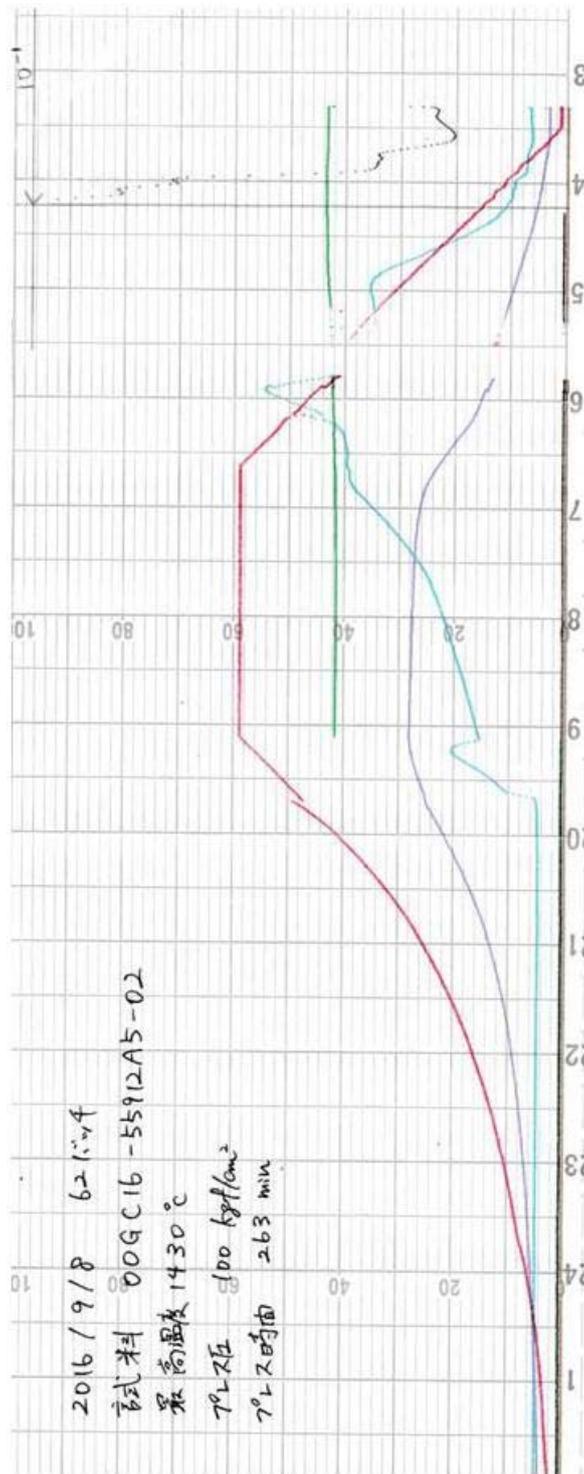
A-3.3.24.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：58 回目と同じはずの試料を作る。
- 結果：スペーサが上下とも取れなかった。

A-3. 3. 24. 3 製造概要(62 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/8	テスト日	2016/9/8
原料	00GC16-55912A5	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.8 (15.6)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	3.0×10^{-1}
プレス前の試料重量 (g)※1	3146.0 (15.8)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.8 (15.6)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3130.2	プレス後の試料重量 (g)	20.2 (上下面スベーサ含む)
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	34.0 (上下面スベーサ含む)
	<ul style="list-style-type: none"> • 試料の上下面にスベーサが付着し取り外し不可。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 加熱中900°C付近で記録計が誤作動を起こしました。目視にて加熱中に問題がなければ確認しております。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(I)内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベーサ上面までの高さを測定したもので、(I)内寸法が試料の高さになります。		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

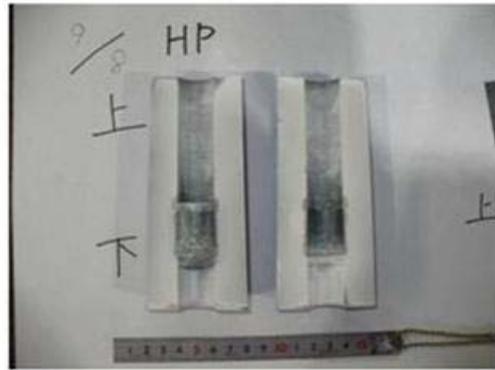
A-3. 3. 24. 4 ホットプレス時チャート(62回目)



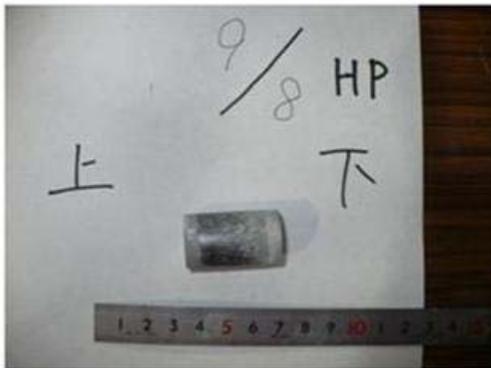
A-3. 3. 24. 5 取り出し時写真(62回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.25 63回目焼成

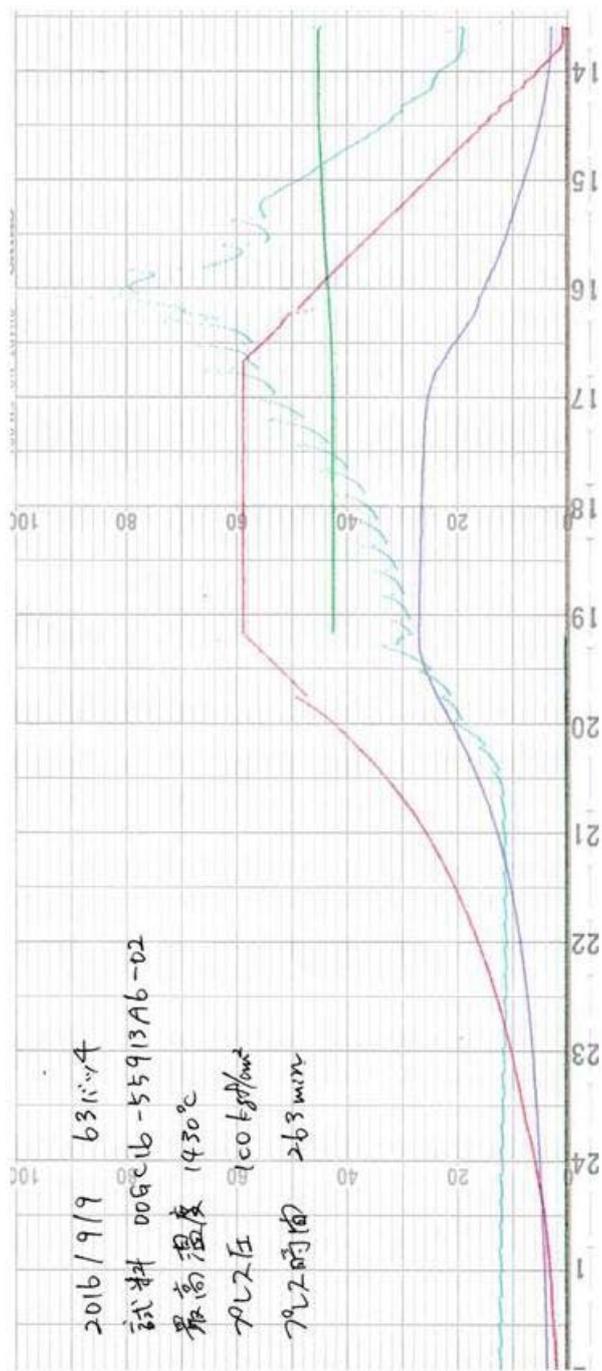
A-3.3.25.1 バッチ名

00GC16-55912A6-02

A-3.3.25.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：59回目と同じはずの試料を作る。
- 結果：上スペーサが取れなかった。

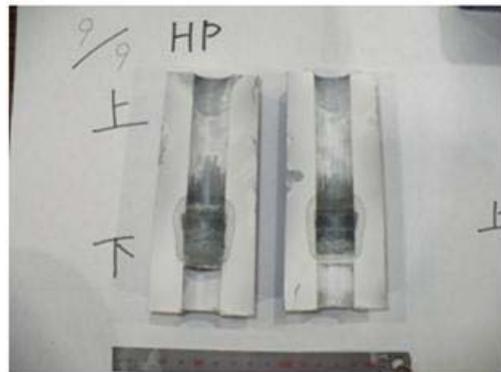
A-3. 3. 25. 4 ホットプレス時チャート(63回目)



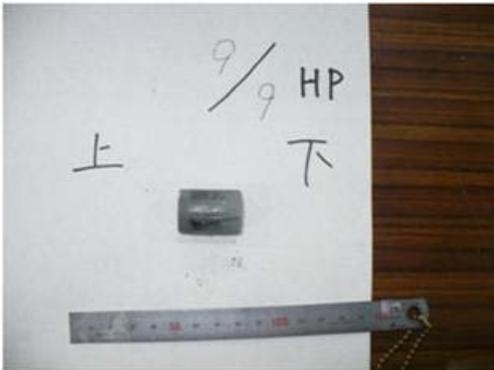
A-3. 3. 25. 5 取り出し時写真(63回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3. 3. 26 64 回目焼成

A-3. 3. 26. 1 バッチ名

00GC16-55914A3-1-01

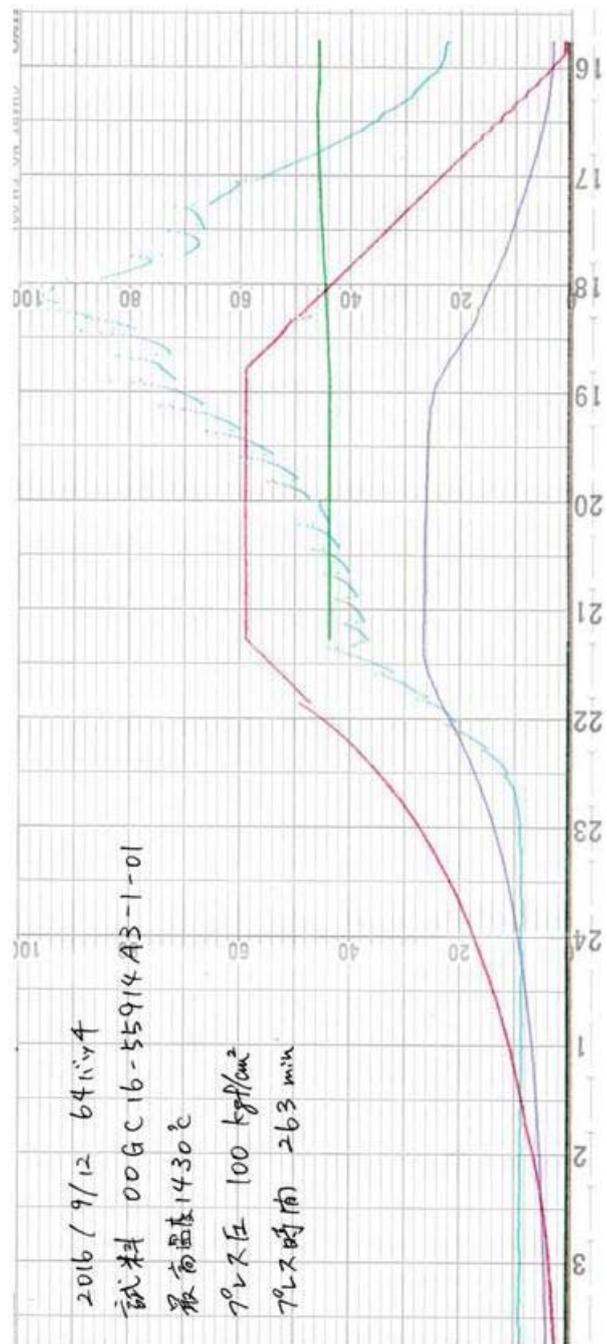
A-3. 3. 26. 2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 標準の配合比(Si:C=9:7(重量比))でオーバーコート層を減らして充填率 30 %を目指す。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1. 367881997
 - CFP(模擬)の充填率 0. 294131675
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0. 459943713
 - ✓ ほぼ狙い通りの充填率を達成。
 - ✓ しかし、41 回目と比べると母材嵩密度が 6 %ほど低下。有意な低下かどうかは不明。

A-3. 3. 26. 3 製造概要(64 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/12	テスト日	2016/9/12
原料	00GC16-55914A3-1	加熱前の試料重量 (g)※1	3144.5 (15.7)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	72.0 (23.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	5.0
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.4 (15.6)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3144.5 (15.7)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	72.0 (23.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.8	プレス後の試料重量 (g)	14.5
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	22.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

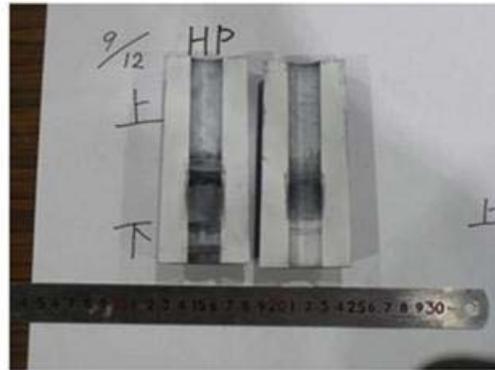
A-3. 3. 26. 4 ホットプレス時チャート(64回目)



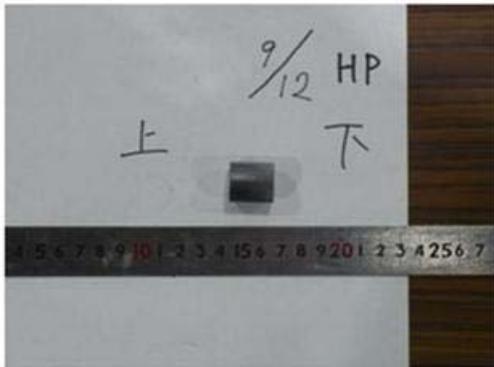
A-3. 3. 26. 5 取り出し時写真(64回目)



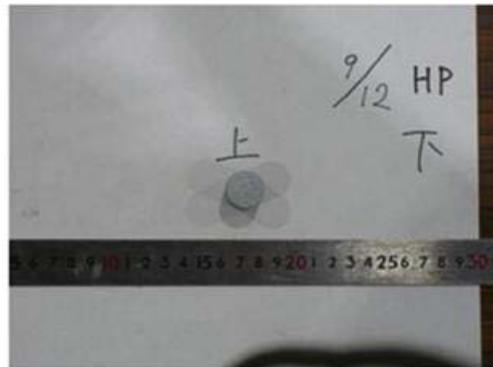
コールドプレス後



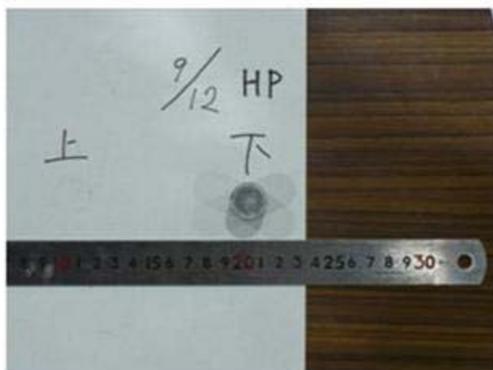
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.27 65 回目焼成

A-3.3.27.1 バッチ名

00GC16-55911A4-04

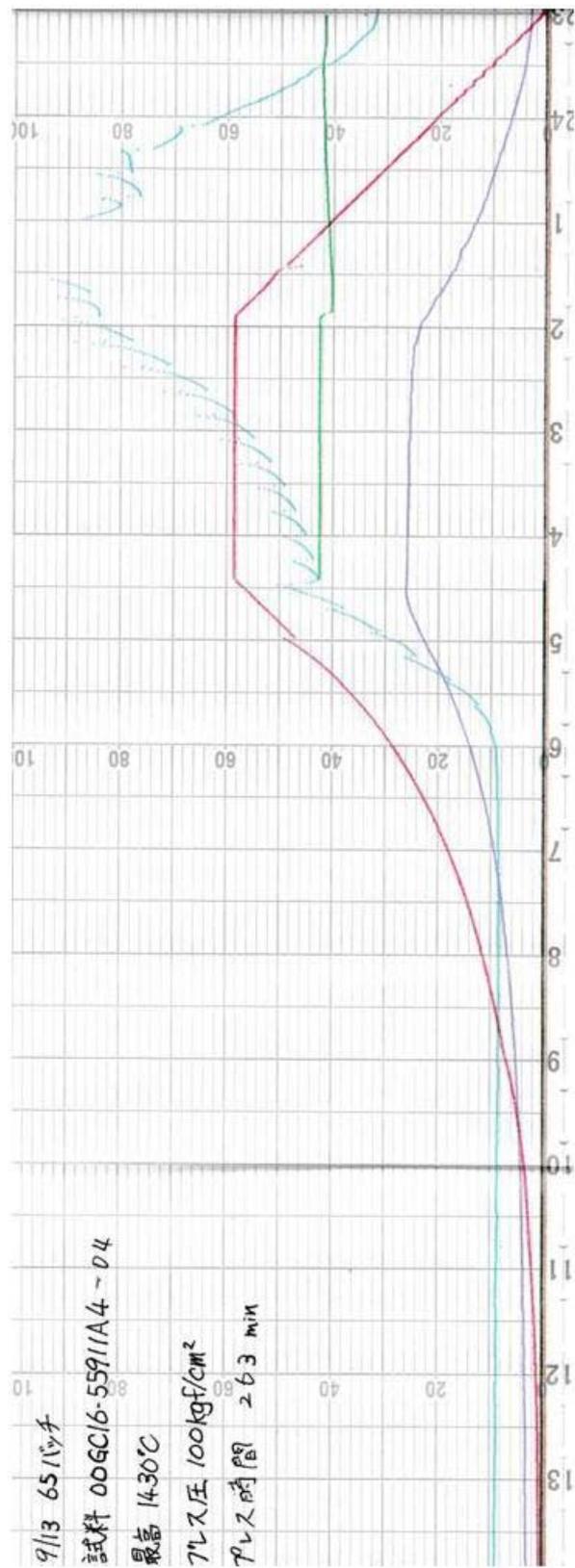
A-3.3.27.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：57, 61 回目と同じはずの試料を作製。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.498562428
 - CFP(模擬)の充填率 0.216111972
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.465392058

A-3.3.27.3 製造概要(65 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/13	テスト日	2016/9/13
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.5 (15.1)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	10.0
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.5 (15.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.5 (15.1)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	71.0 (24.0)	プレス時間 (min)	263
		プレス後の試料重量 (g)	14.5
黒鉛ダイス重量	3128.4	プレス後の試料高さ (mm)	23.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

A-3. 3. 27. 4 ホットプレス時チャート(65回目)



A-3. 3. 27. 5 取り出し時写真(65回目)



コールドプレス後



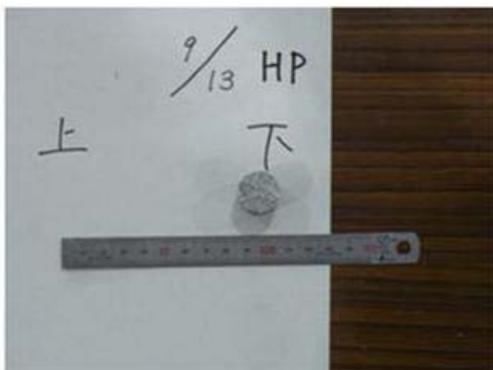
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.28 66 回目焼成

A-3.3.28.1 バッチ名

00GC16-55912A5-03

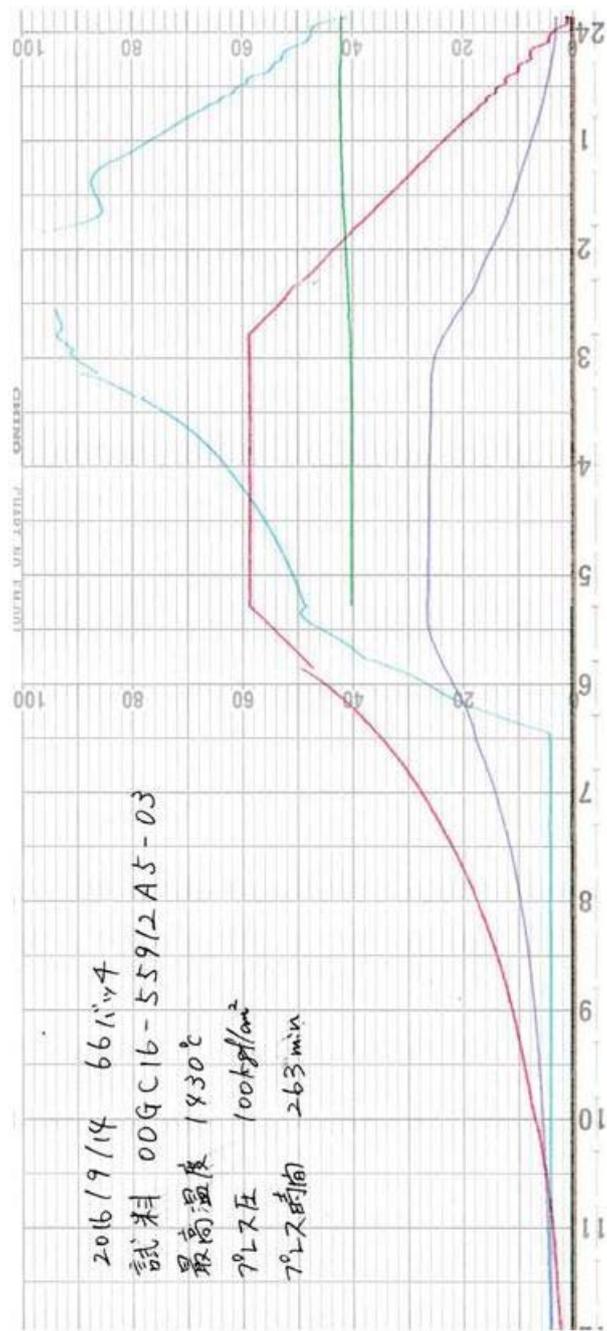
A-3.3.28.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：58, 62 回目と同じはずの試料を作製。
- 結果：問題なく取り出せた。(62 回目とは随分違う)
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.4906873
 - CFP(模擬)の充填率 0.218728505
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.485078969

A-3. 3. 28. 3 製造概要(66 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/14	テスト日	2016/9/14
原料	00GC16-55912A5	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.0 (14.9)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	7.0
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.2 (15.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.0 (14.9)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3127.1	プレス後の試料重量 (g)	14.5
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	23.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

A-3. 3. 28. 4 ホットプレス時チャート(66回目)



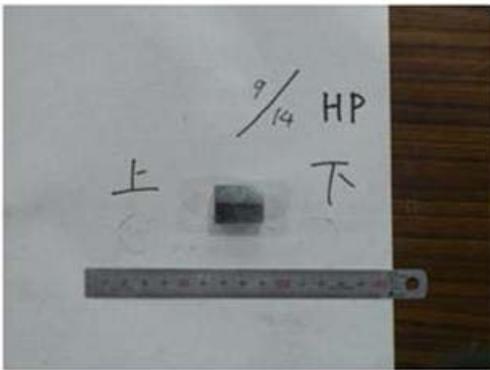
A-3. 3. 28. 5 取り出し時写真(66回目)



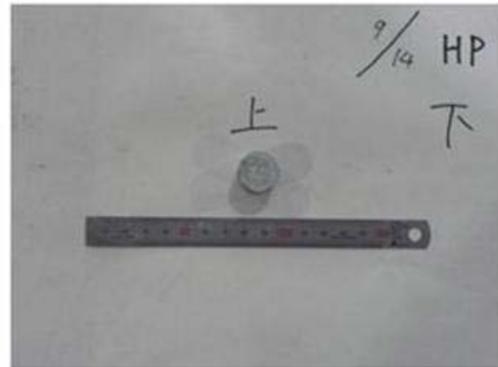
コールドプレス後



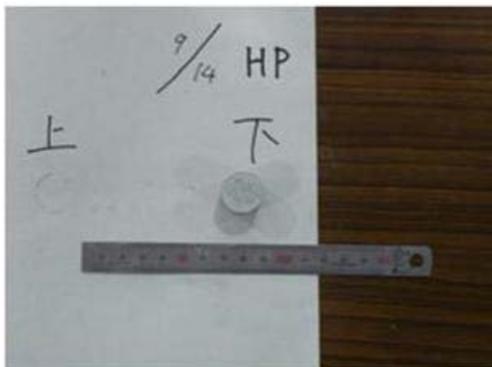
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.29 67回目焼成

A-3.3.29.1 バッチ名

00GC16-55913A6 -03

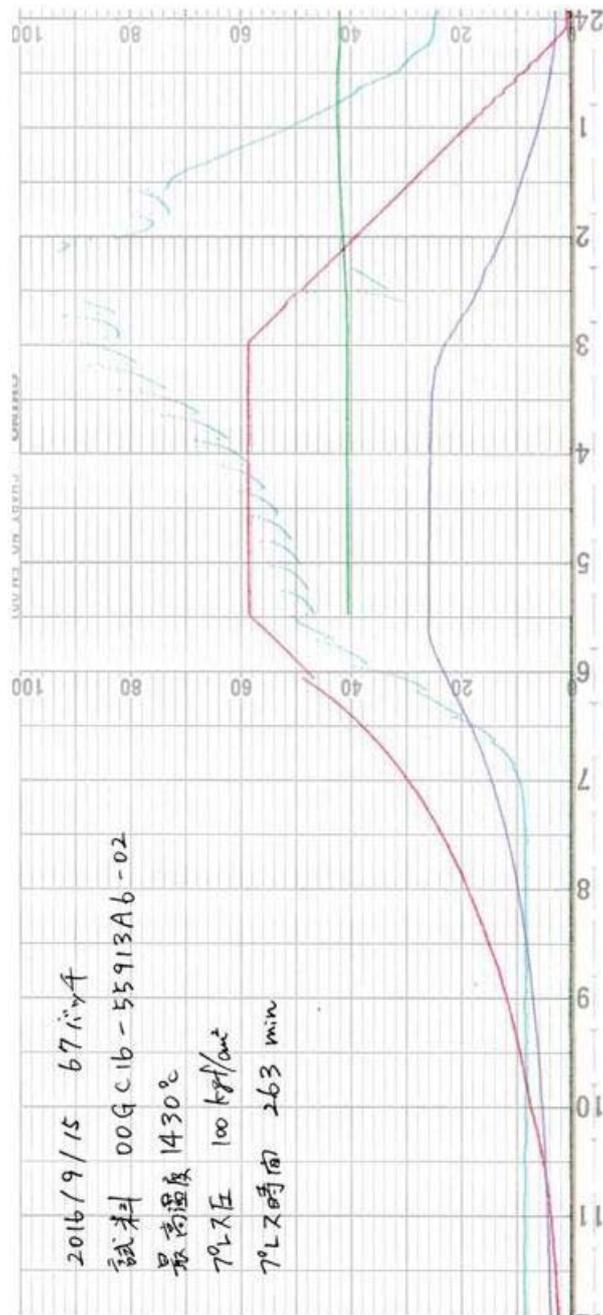
A-3.3.29.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：59, 63回目と同じはずの試料を作製。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.446931272
 - CFP(模擬)の充填率 0.20885993
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.45884423

A-3.3.29.3 製造概要(67回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/15	テスト日	2016/9/15
原料	00GC16-55913A6	加熱前の試料重量(g)※1	3143.1 (16.0)
原料のみの重量(g)	15.0	加熱前の試料高さ(mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧(Pa)	5.0
プレス前の試料重量(g)※1	3142.6 (15.5)	最高温度(°C)	1430
プレス前の試料高さ(mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度(°C/min)	10
プレス圧(kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間(min)	120
プレス時間(min)	5	降温速度(°C/min)	-10
プレス後の試料重量(g)※1	3143.1 (16.0)	プレス圧(kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ(mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間(min)	263
黒鉛ダイス重量	3127.1	プレス後の試料重量(g)	15.0
プレス後の試料高さ(mm)		プレス後の試料高さ(mm)	25.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

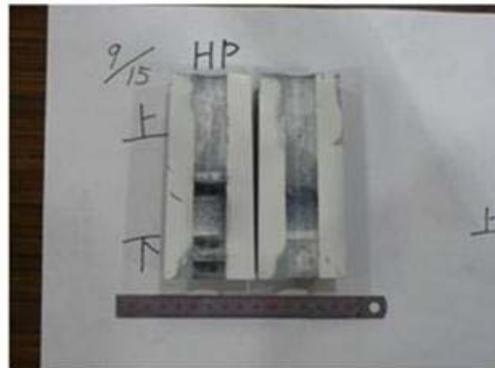
A-3. 3. 29. 4 ホットプレス時チャート(67回目)



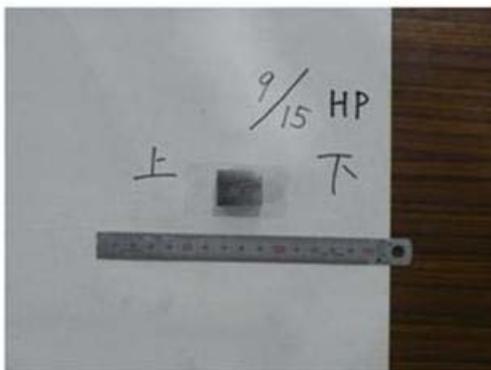
A-3. 3. 29. 5 取り出し時写真(67回目)



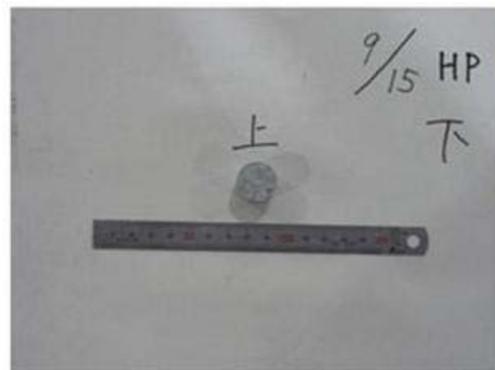
コールドプレス後



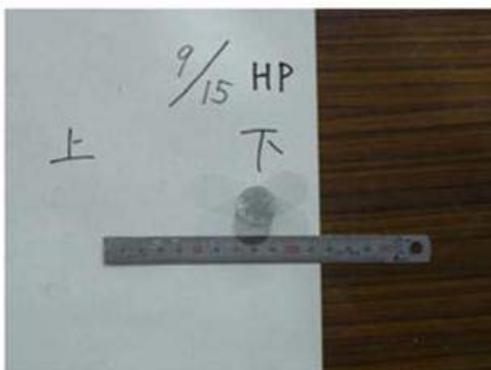
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.30 68 回目焼成

A-3.3.30.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-01

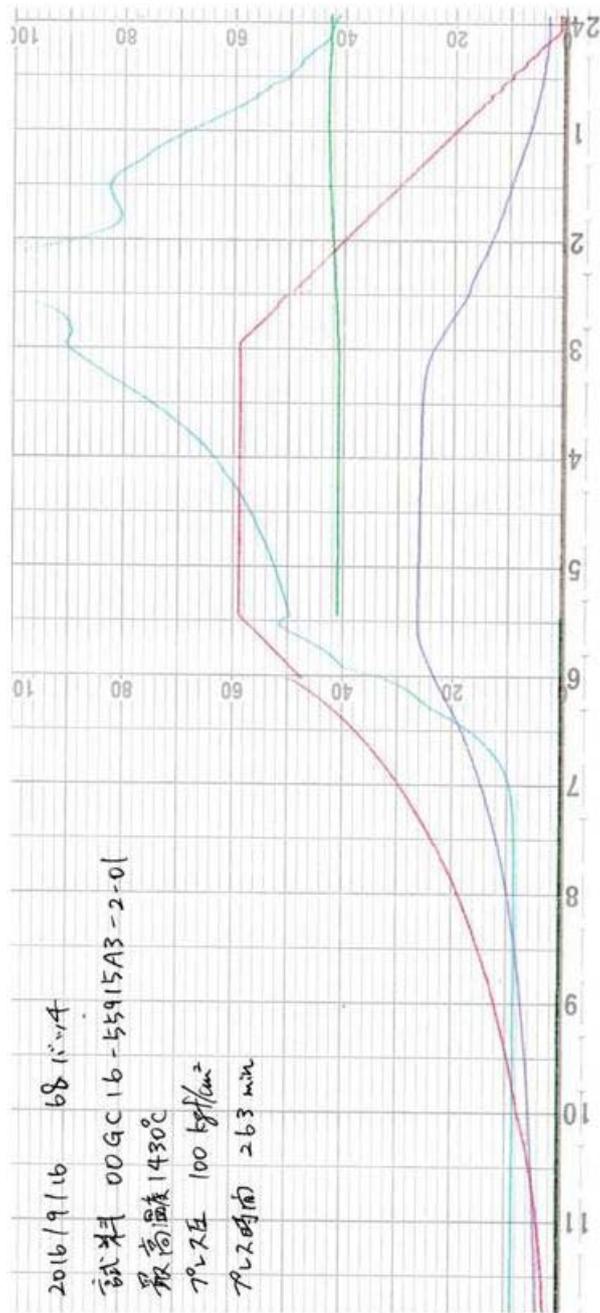
A-3.3.30.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(1 個目)
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.452305045
 - CFP(模擬)の充填率 0.218488524
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.488330555

A-3. 3. 30. 3 製造概要(68 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/16	テスト日	2016/9/16
原料	00GC16-55915A3-2	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.2 (13.8)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	18
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.0 (15.6)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.2 (13.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.4	プレス後の試料重量 (g)	14.9
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 真空度が悪化。 • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れが見ついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

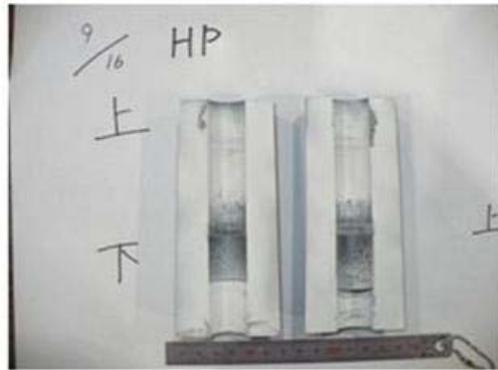
A-3. 3. 30. 4 ホットプレス時チャート(68回目)



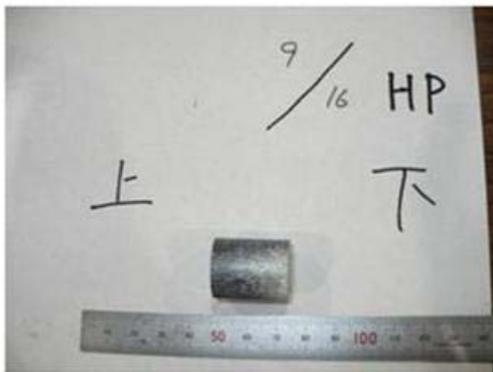
A-3. 3. 30. 5 取り出し時写真(68回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.31 69 回目焼成

A-3.3.31.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-02

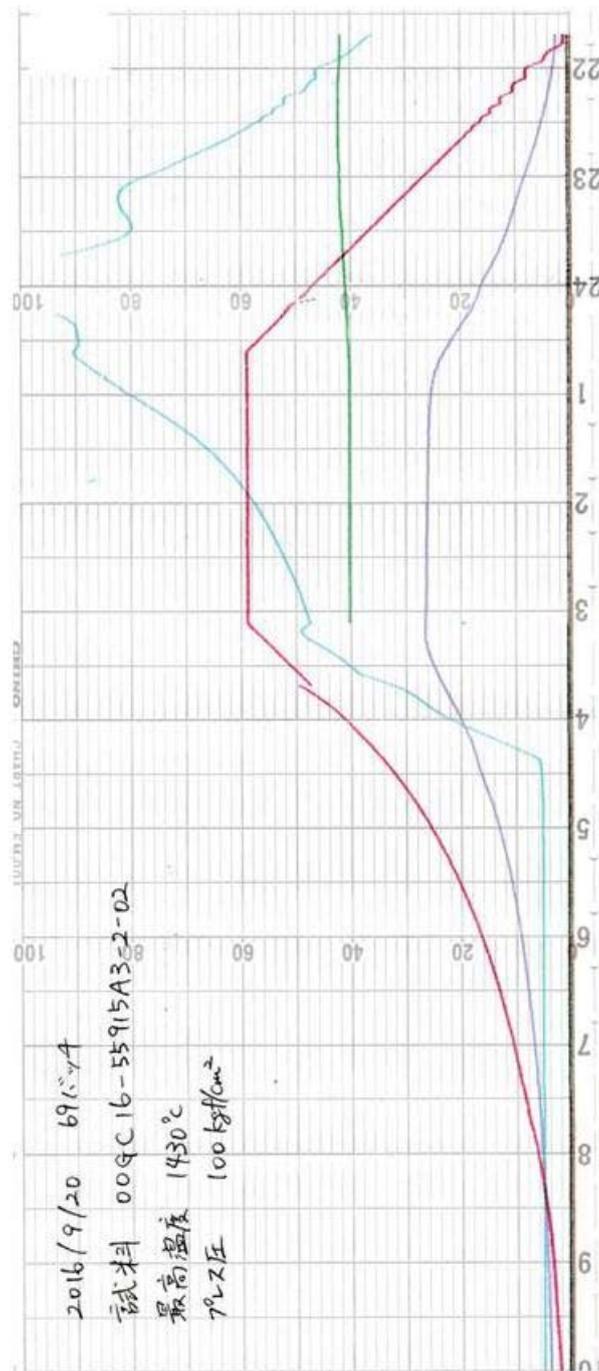
A-3.3.31.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(2 個目)
- 結果：下面スペーサ取れず。

A-3.3.31.3 製造概要(69 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/9/20	テスト日	2016/9/20
原料	00GC16-55915A3-2	加熱前の試料重量 (g)※1	3144.6 (16.4)
原料のみの重量 (g)	15.5	加熱前の試料高さ (mm)※2	67.5 (27.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	10.0
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.8 (16.6)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	60.0 (35.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3144.6 (16.4)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	67.5 (27.5)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.2	プレス後の試料重量 (g)	18.5 (下面スペーサ含む)
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	30.0 (下面スペーサ含む)
<ul style="list-style-type: none"> •ホットプレス中の炉内圧力がはなはな下がらなかった。(加熱中) •試料に下部スペーサが付着し取り外し不可でした。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペーサ上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

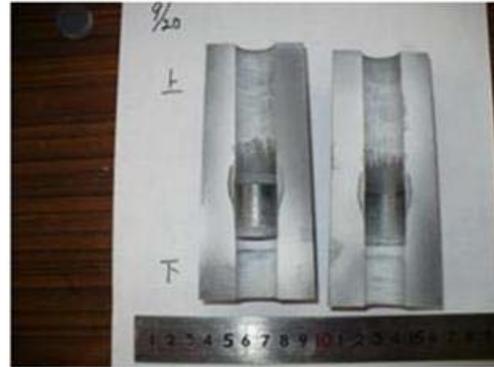
A-3. 3. 31. 4 ホットプレス時チャート(69回目)



A-3. 3. 31. 5 取り出し時写真(69回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.32 70回目焼成

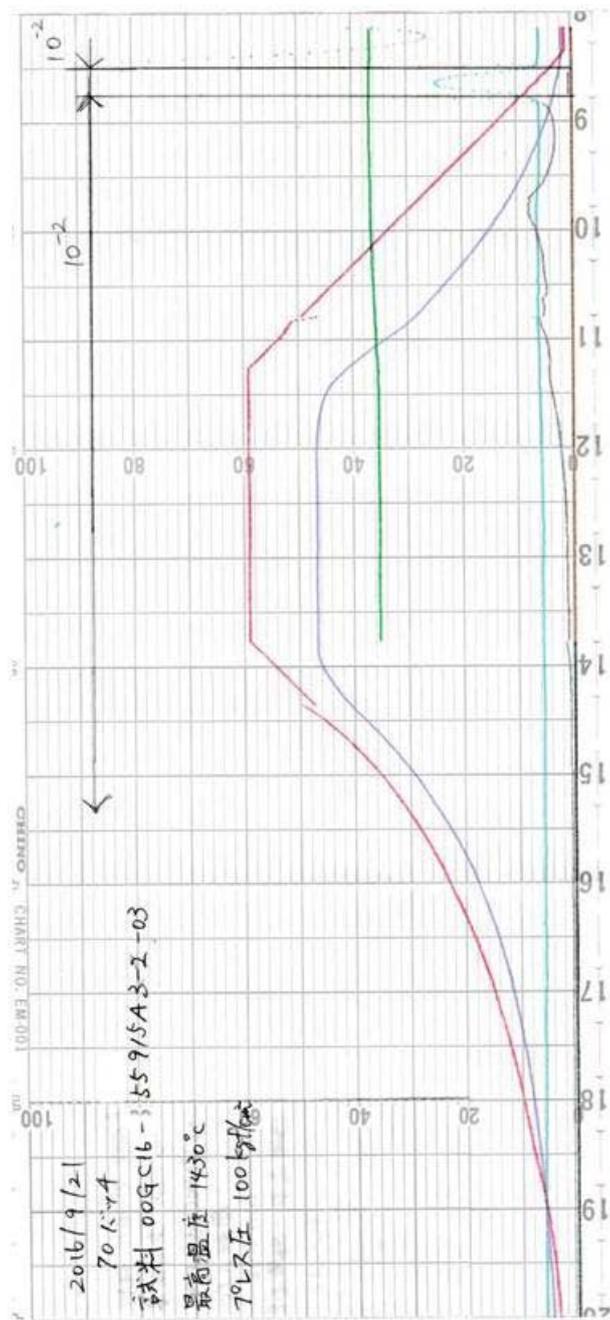
A-3.3.32.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-03

A-3.3.32.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(3個目)
- 結果：上面スペーサ取れず。

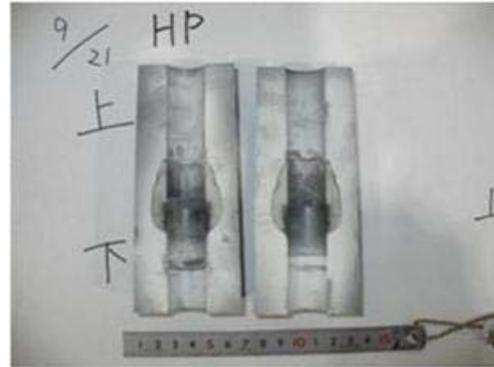
A-3. 3. 32. 4 ホットプレス時チャート(70回目)



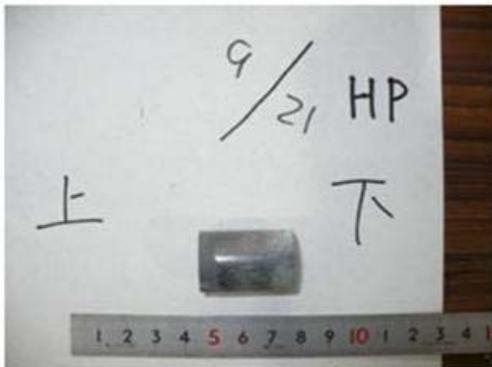
A-3. 3. 32. 5 取り出し時写真(70回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.33 71 回目焼成

A-3.3.33.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-04

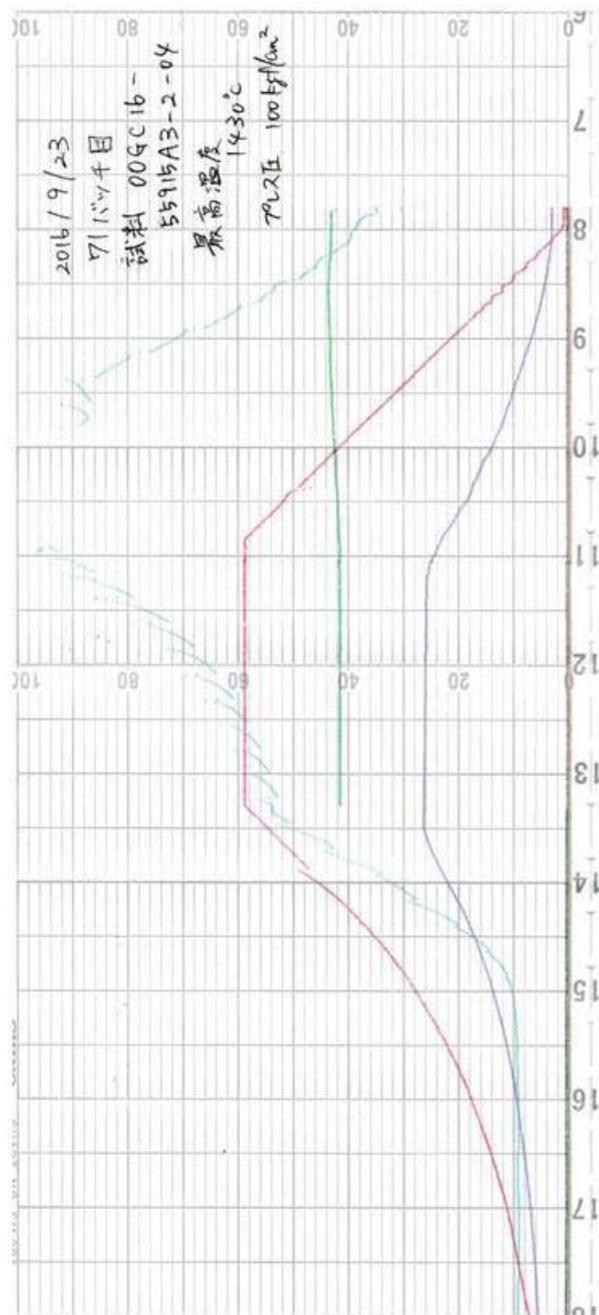
A-3.3.33.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(4 個目)
- 結果：下面スペーサ取れず。

A-3. 3. 33. 3 製造概要(71 回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/9/23	テスト日	2016/9/23
原料	00GC16-55915A3-2	加熱前の試料重量 (g)※1	3144.8 (16.3)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	10
プレス前の試料重量 (g)※1	3144.8 (16.3)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	62.5 (32.5)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3144.8 (16.3)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.5	プレス後の試料重量 (g)	17.6
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	28.5
<ul style="list-style-type: none"> ・ホットプレス中の炉内圧力が下がかなかつた。(加熱中) ・試料に下部スペースが付着し取り外し不可でした。(加熱後) ・取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

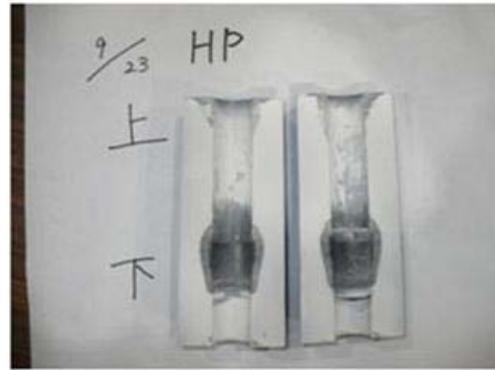
A-3. 3. 33. 4 ホットプレス時チャート(71回目)



A-3. 3. 33. 5 取り出し時写真(71回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.34 72 回目焼成

A-3.3.34.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-05

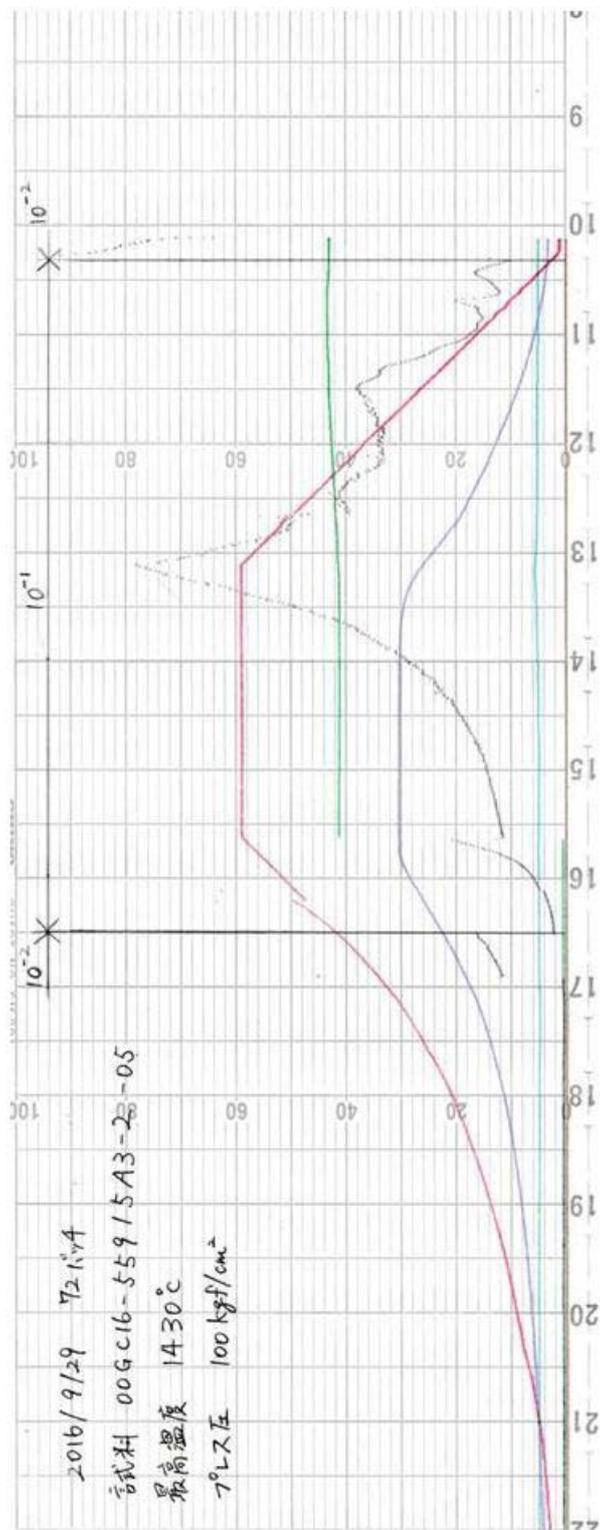
A-3.3.34.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(5 個目)
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.427454295
 - CFP(模擬)の充填率 0.215555792
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.479974611

A-3.3.34.3 製造概要(72回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/9/29	テスト日	2016/9/29
原料	00GC16-55915A3-2	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.9 (15.8)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	6.8×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.9 (15.8)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	62.0 (33.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.9 (15.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.1	プレス後の試料重量 (g)	14.7
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
特記事項			
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
<p>※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧</p>			

A-3. 3. 34. 4 ホットプレス時チャート(72回目)



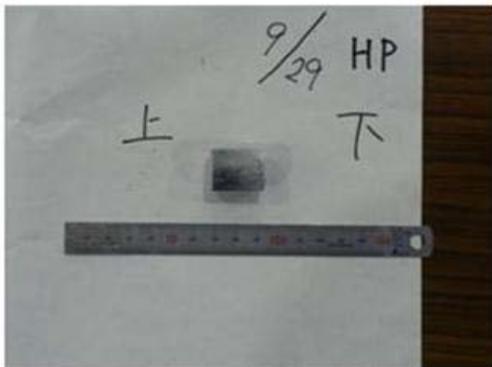
A-3. 3. 34. 5 取り出し時写真(72回目)



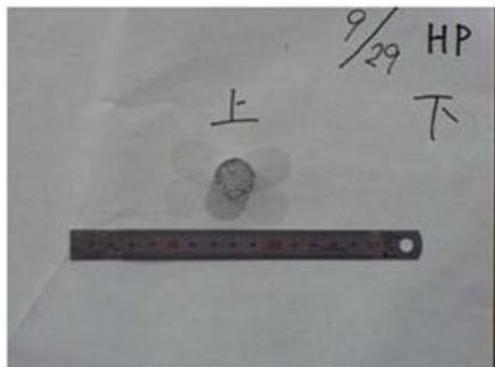
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.35 73 回目焼成

A-3.3.35.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-06

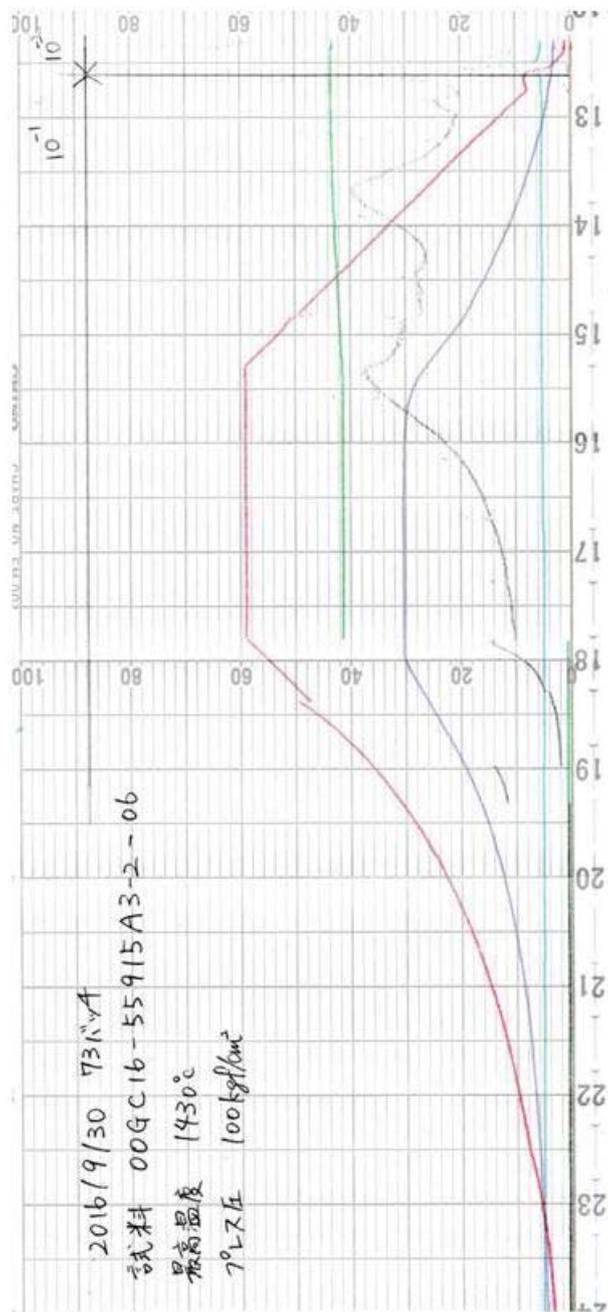
A-3.3.35.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(6 個目)
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.427454295
 - CFP(模擬)の充填率 0.215555792
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.479974611

A-3. 3. 35. 3 製造概要 (73 回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/9/30	テスト日	2016/9/30
原料	00GC16-55915A3-2	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.3 (15.2)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	5.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.2 (15.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.3 (15.2)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.1	プレス後の試料重量 (g)	14.7
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒く汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。()内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、()内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

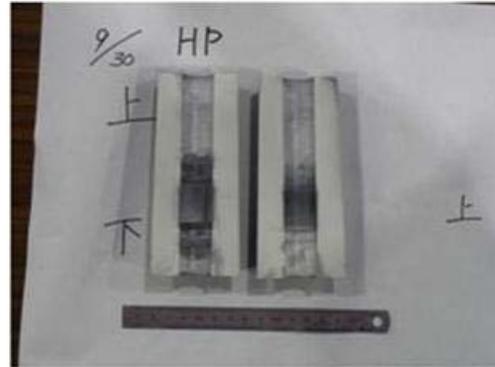
A-3. 3. 35. 4 ホットプレス時チャート(73回目)



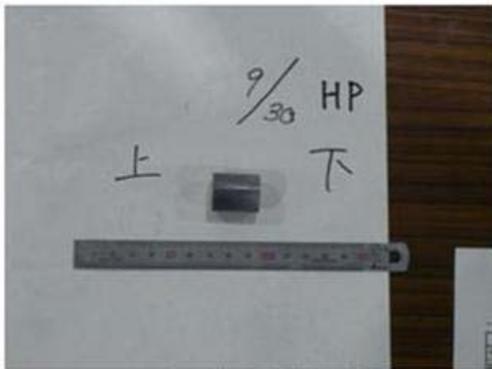
A-3. 3. 35. 5 取り出し時写真(73回目)



コールドプレス後



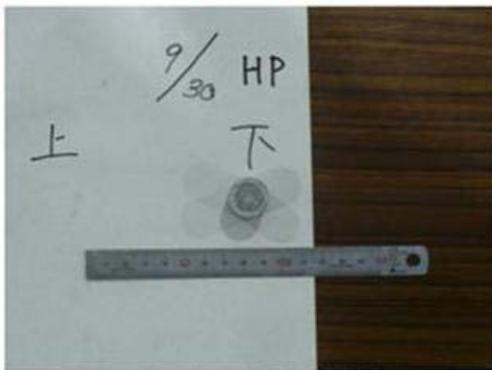
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.36 74 回目焼成

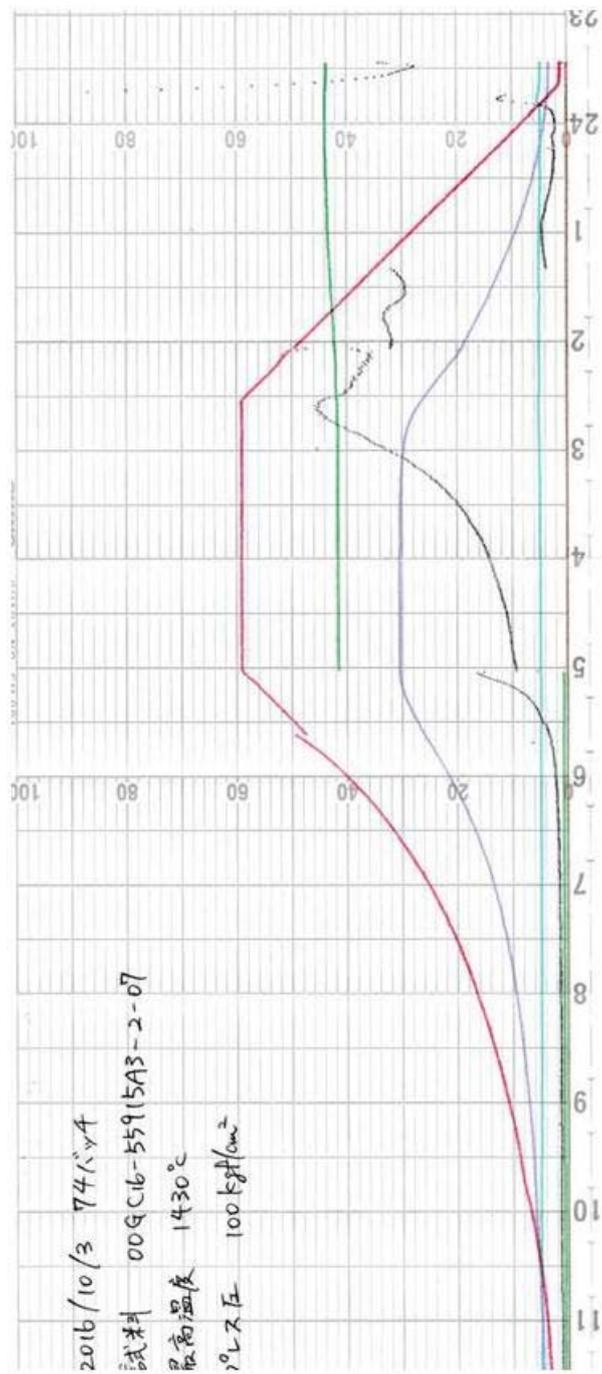
A-3.3.36.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-07

A-3.3.36.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(7 個目)
- 結果：上スペーサはずれなかった。

A-3. 3. 36. 4 ホットプレス時チャート(74回目)



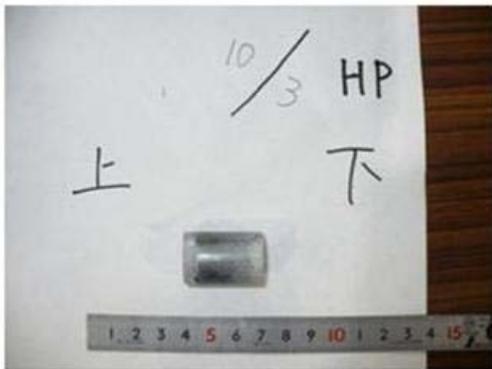
A-3. 3. 36. 5 取り出し時写真(74回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.37 75 回目焼成

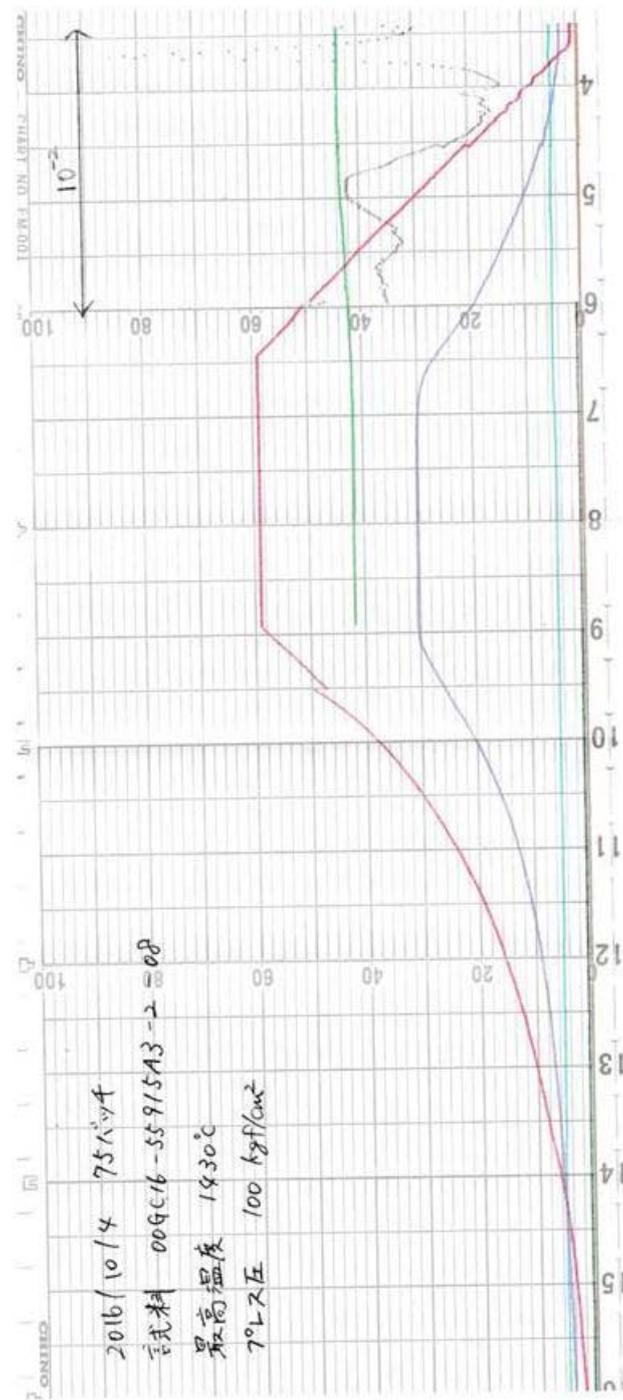
A-3.3.37.1 バッチ名

00GC16-55915A3-2-08

A-3.3.37.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：これを標準の試料とする。(8 個目)
- 結果：上下スペーサはずれなかった。
 - ✓ このバッチのオーバーコート粒子(00GC16-55915A3-2)の母材原料は 00GC15-55908A3 と同じ配合比であるが、明らかにスペーサと固着しやすい傾向がある。(問題なく取り出せたのは 8 個中 3 個)
 - ✓ 原料粉末のロットの違いが原因と思われるが、それ以上のことは不明。

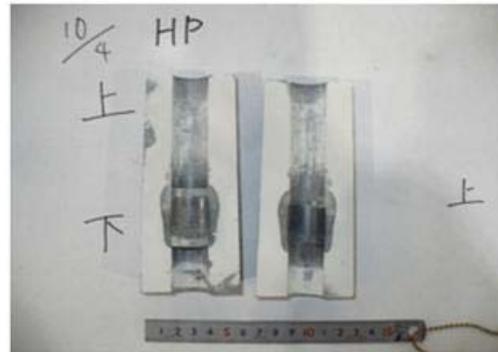
A-3. 3. 37. 4 ホットプレス時チャート(75回目)



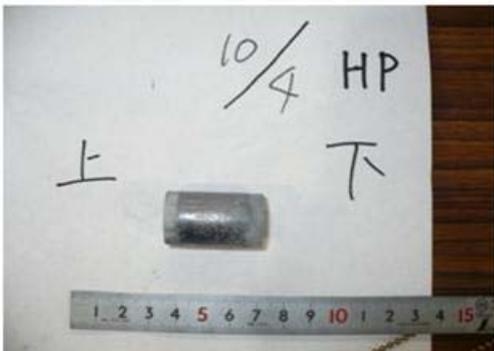
A-3. 3. 37. 5 取り出し時写真(75回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.38 76 回目焼成

A-3.3.38.1 バッチ名

00GC16-55911A4-05

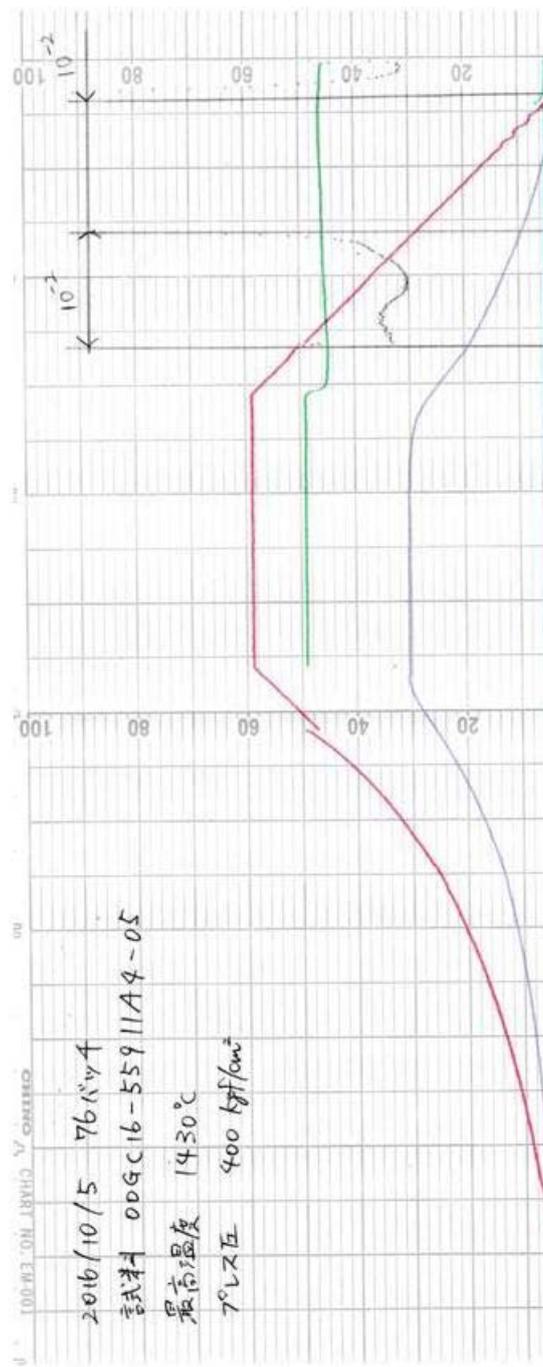
A-3.3.38.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：ホットプレス圧力を 400 kgf/cm² (仕様上限) とする。
 - 狙い：
 - ✓ ホットプレス圧力が高ければ未反応 C の量が減らないかどうか調べる。
 - ✓ が、ホットプレス圧力 100 kgf/cm² でも未反応 C は検出されないことが後日判明したので、本来の狙いの観点からは意味なかった。
 - 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 2.31224744
 - CFP(模擬)の充填率 0.298436168
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.718089267
 - ✓ 予想外に母材嵩密度が増えた。(100 kgf/cm² に比べて)
 - 57, 61, 65 回目の平均より 50.6 %増加。
 - 00GC15-55907A2 の場合、400 kgf/cm² でホットプレスしても(19 回目。H27) 「母材密度の理論密度に対する比」は、
 - ◇ 約 61 %であった。それと比べてもこの母材嵩密度は大きい。
 - ◇ また、100 kgf/cm² でホットプレスした場合(40 回目)と比較して約 20.6% 増加。これと比べて、母材嵩密度の増え幅もかなり大きい。
 - 未反応 C 中でこの程度の温度で原子配列の変化は起こらないが、SiC 中では起こるため、圧力の効果が大きい、ということかもしれない。
- 00GC15-55907A2 の場合、未反応 C の理論体積の母材全体の理論体積に対して約 42.3%である。

A-3. 3. 38. 3 製造概要(76 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/10/5	テスト日	2016/10/5
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.7 (16.4)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.8×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.9 (16.6)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	62.0 (33.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.7 (16.4)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	400
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3129.3	プレス後の試料重量 (g)	14.8
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	17.0
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> •1400°C程度でプレス位置が大きく変化した。(加熱中) •きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

A-3. 3. 38. 4 ホットプレス時チャート(76回目)



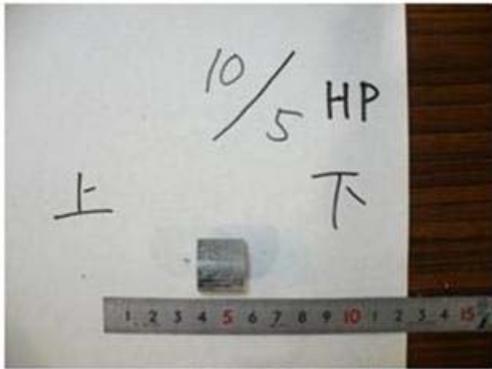
A-3. 3. 38. 5 取り出し時写真(76回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.39 77回目焼成

A-3.3.39.1 バッチ名

00GC16-55912A5-04

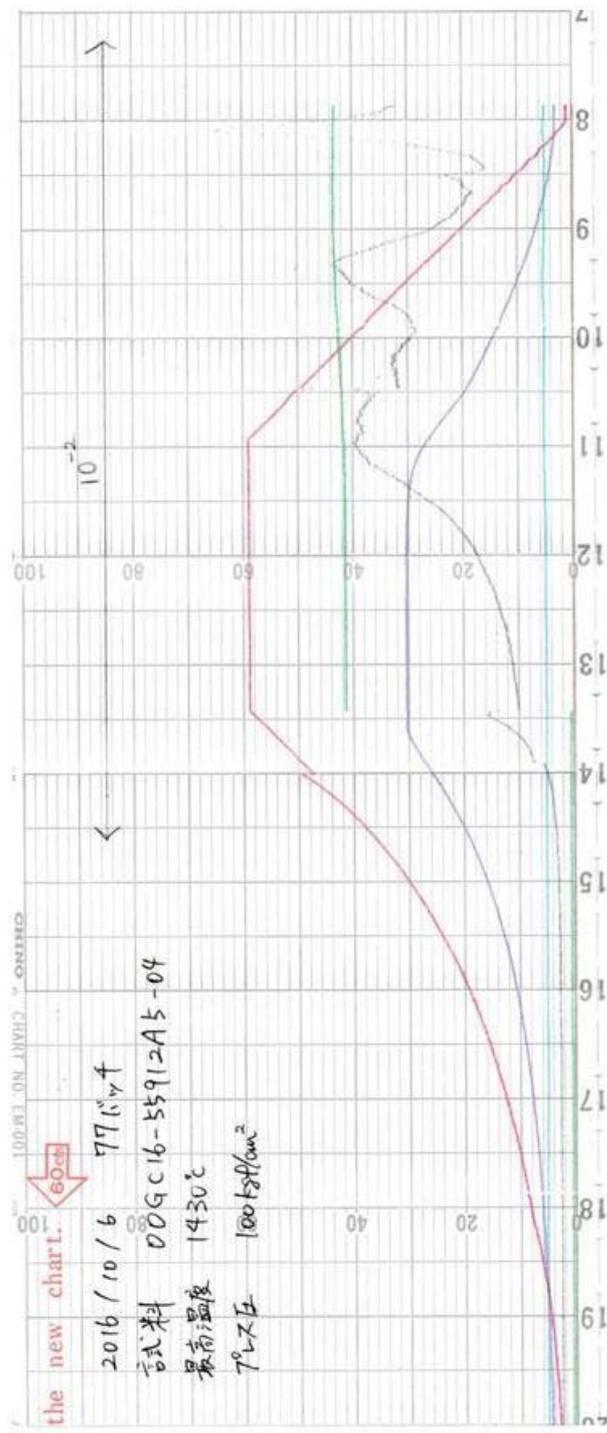
A-3.3.39.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：58, 62, 66回目と同じはずの試料を製作。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.399803977
 - CFP(模擬)の充填率 0.208169198
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.455504968

A-3. 3. 39. 3 製造概要(77 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/10/6	テスト日	2016/10/6
原料	00GC16-55912A5	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.8)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	2.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.8)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	65.0 (30.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.8)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	69.0 (26.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3126.8	プレス後の試料重量 (g)	14.4
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	24.0
<ul style="list-style-type: none"> • きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。 ※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサー上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。 ※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

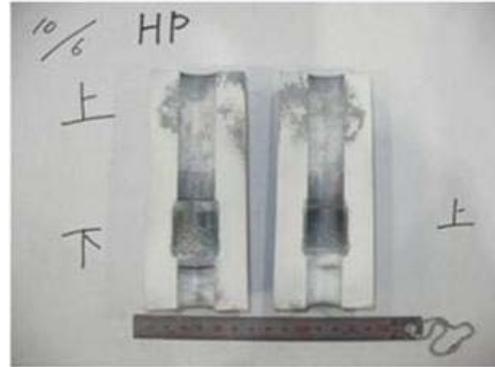
A-3. 3. 39. 4 ホットプレス時チャート(77回目)



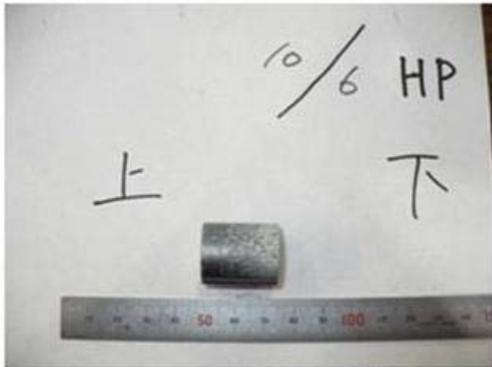
A-3. 3. 39. 5 取り出し時写真(77回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.40 78 回目焼成

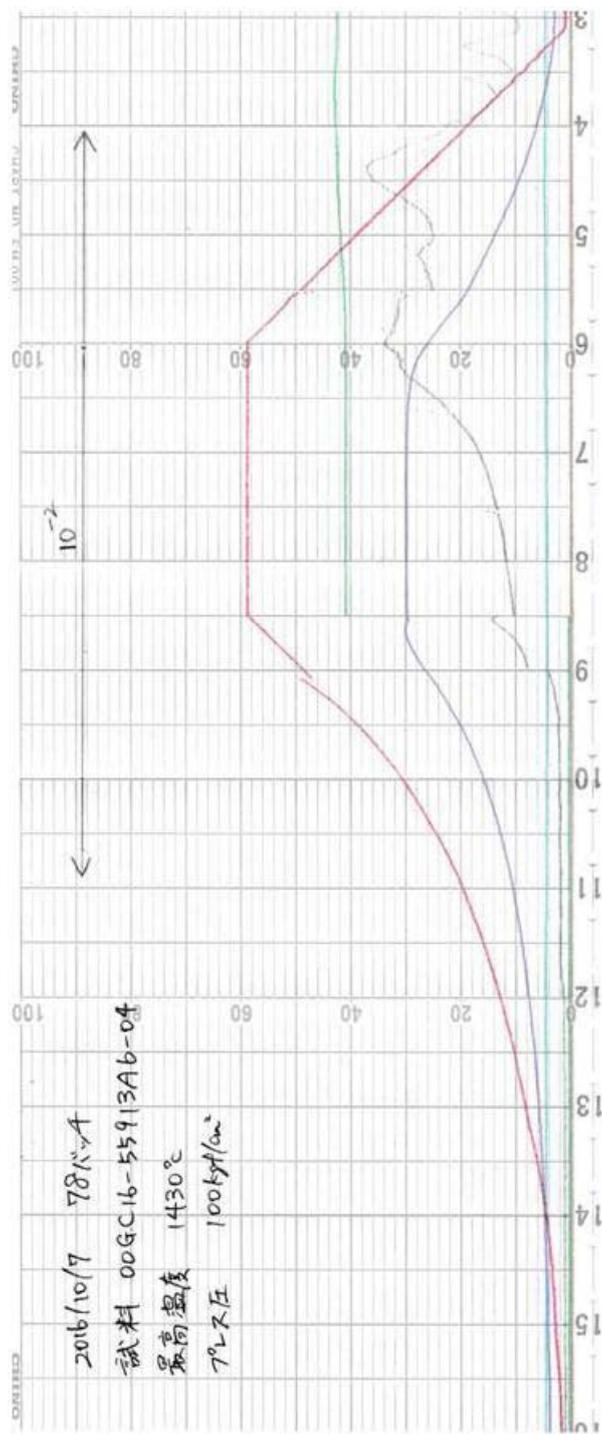
A-3.3.40.1 バッチ名

00GC16-55913A6 -04

A-3.3.40.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：59, 63, 67 回目と同じはずの試料を製作。
- 結果：下スペーサ取れなかった。

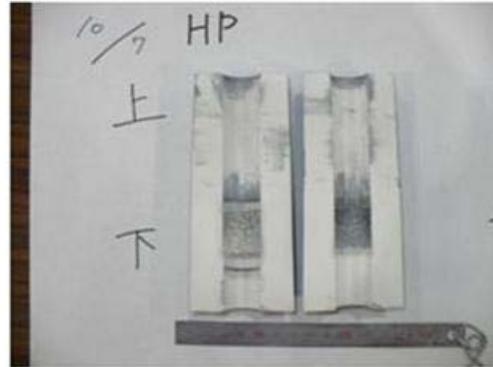
A-3. 3. 40. 4 ホットプレス時チャート(78回目)



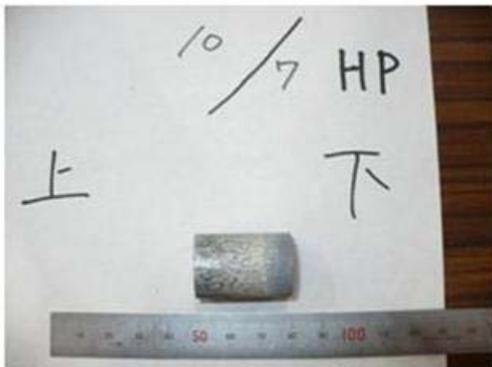
A-3. 3. 40. 5 取り出し時写真(78回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.41 79 回目焼成

A-3.3.41.1 バッチ名

00GC16-55913A6 -06

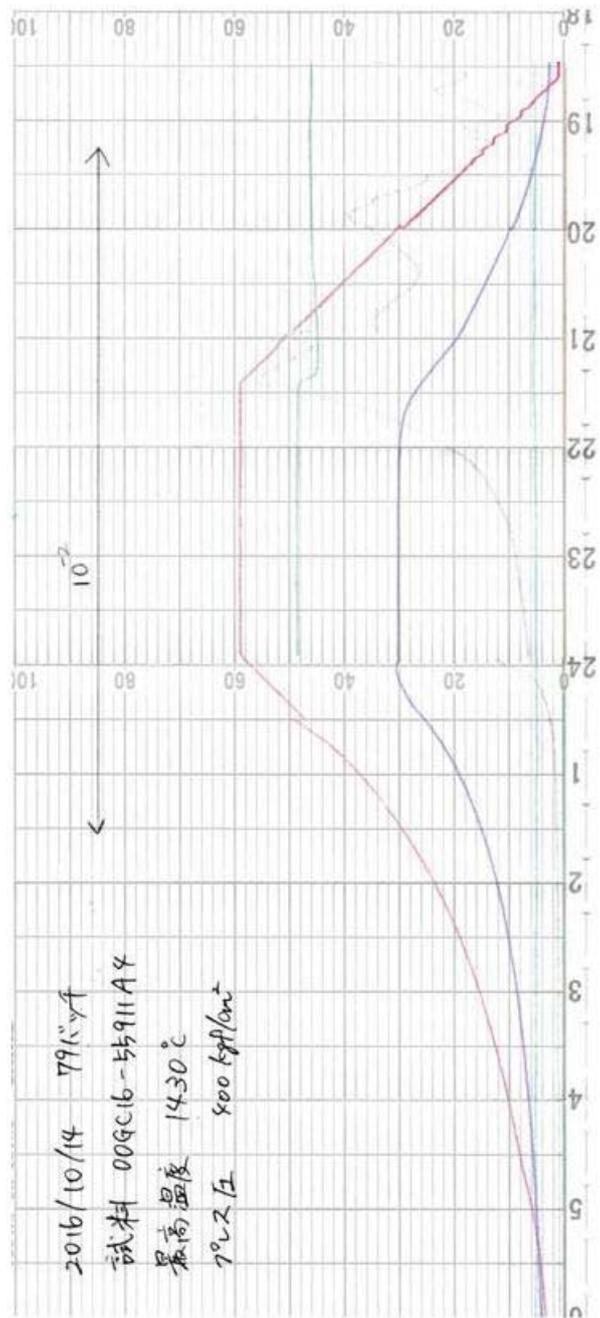
A-3.3.41.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：ホットプレス圧力を 400 kgf/cm²(仕様上限)とする。
- 狙い：76 回目と同じはずの試料を製作。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 2.173730414
 - CFP(模擬)の充填率 0.28566525
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.675071557
 - ✓ やはり母材嵩密度大きいですが、76 回目と比べると 6 %ほど低下。

A-3.3.41.3 製造概要(79 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2016/10/14	テスト日	2016/10/14
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.3)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	2.4×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3142.5 (15.2)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3142.6 (15.3)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	400
プレス後の試料高さ (mm)※2	68.5 (26.5)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3127.3	プレス後の試料重量 (g)	14.5
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	17.4
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> •1400°C程度でプレス位置が大きく変化した。(加熱中) •きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

A-3.3.41.4 ホットプレス時チャート(79回目)



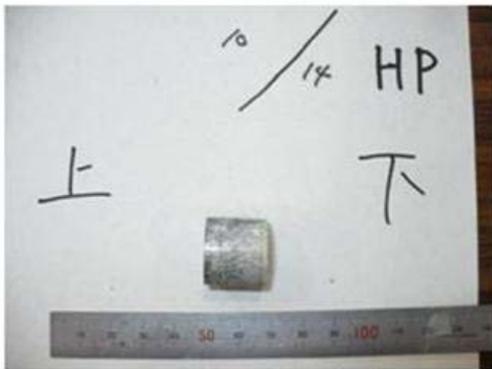
A-3. 3. 41. 5 取り出し時写真(79回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.42 80 回目焼成

A-3.3.42.1 バッチ名

00GC16-55913A6 -07

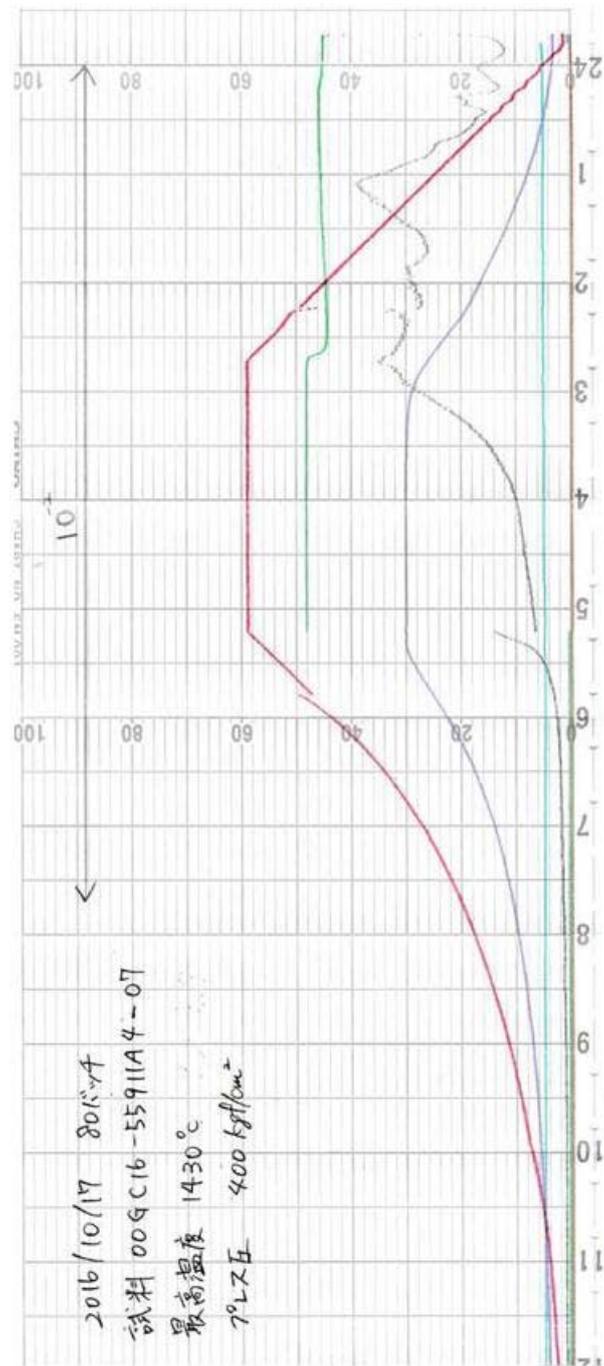
A-3.3.42.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：ホットプレス圧力を 400 kgf/cm² (仕様上限) とする。
- 狙い：76, 79 回目と同じはずの試料を製作。
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 2.184059717
 - CFP(模擬)の充填率 0.286633607
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.678279415
 - ✓ やはり母材嵩密度大きいですが、76 回目と比べると小さい。79 回目とほぼ同じ。

A-3.3.42.3 製造概要(80 回目)

	コールドプレス	テスト日	ホットプレス
テスト日	2016/10/17	テスト日	2016/10/17
原料	00GC16-55911A4	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.8 (15.5)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	68.0 (27.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	2.4×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.7 (15.4)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	63.0 (32.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.8 (15.5)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	400
プレス後の試料高さ (mm)※2	68.0 (27.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3128.3	プレス後の試料重量 (g)	14.8
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	17.7
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> •1400°C程度でプレス位置が大きく変化した。(加熱中) •きれいな状態でスムーズに試料の取出しがおこなえた。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスペース上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

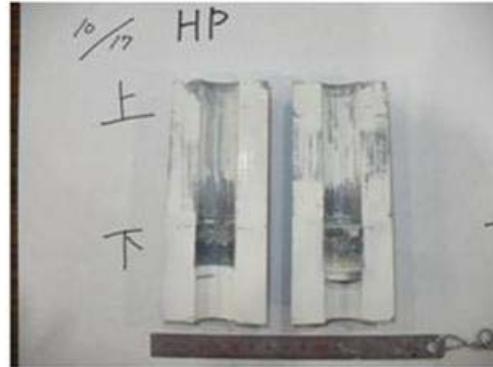
A-3. 3. 42. 4 ホットプレス時チャート(80回目)



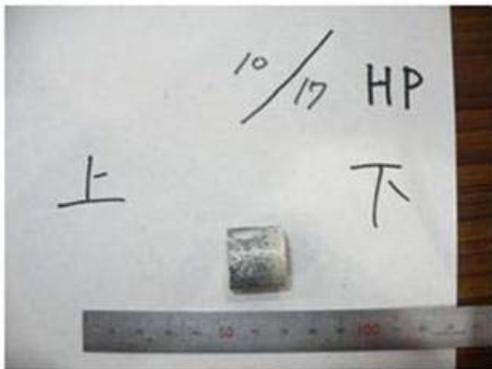
A-3. 3. 42. 5 取り出し時写真(80回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.43 81 回目焼成

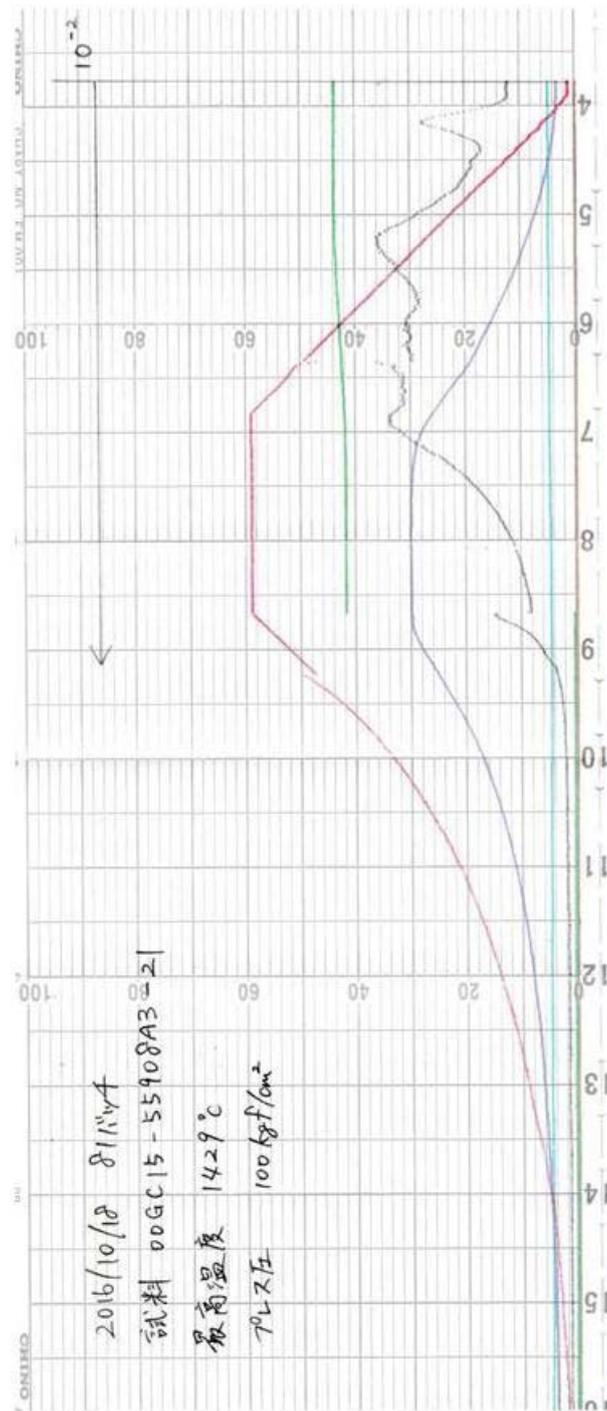
A-3.3.43.1 バッチ名

00GC15-55908A3-21

A-3.3.43.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1429℃ 88 分ホットプレス
- 狙い：熊本大学用試料
- 結果：問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母材密度[g/cm³] 1.413325332
 - CFP(模擬)の充填率 0.226494014
 - コンパクト母材密度の理論密度に対する比 0.475220318

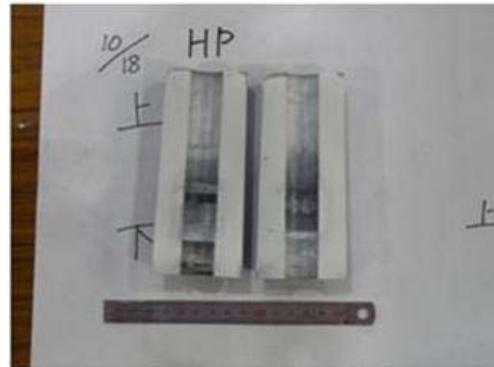
A-3. 3. 43. 4 ホットプレス時チャート(81回目)



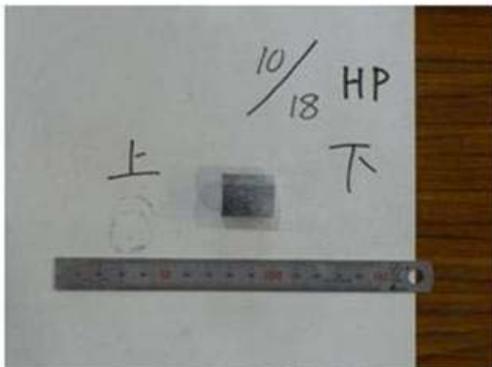
A-3. 3. 43. 5 取り出し時写真(81回目)



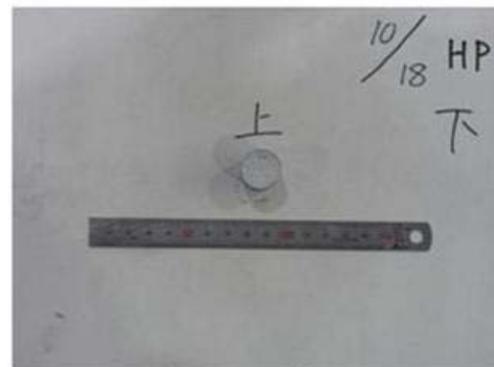
コールドプレス後



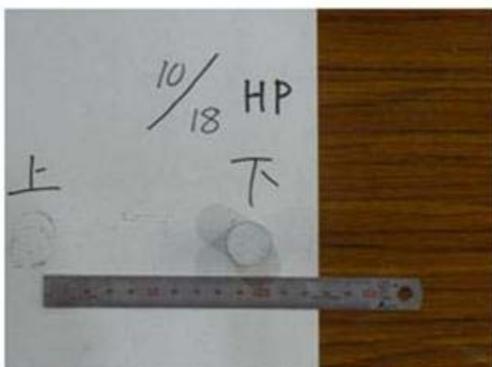
ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.44 82 回目焼成

A-3.3.44.1 バッチ名

00GC16-55918A7-01

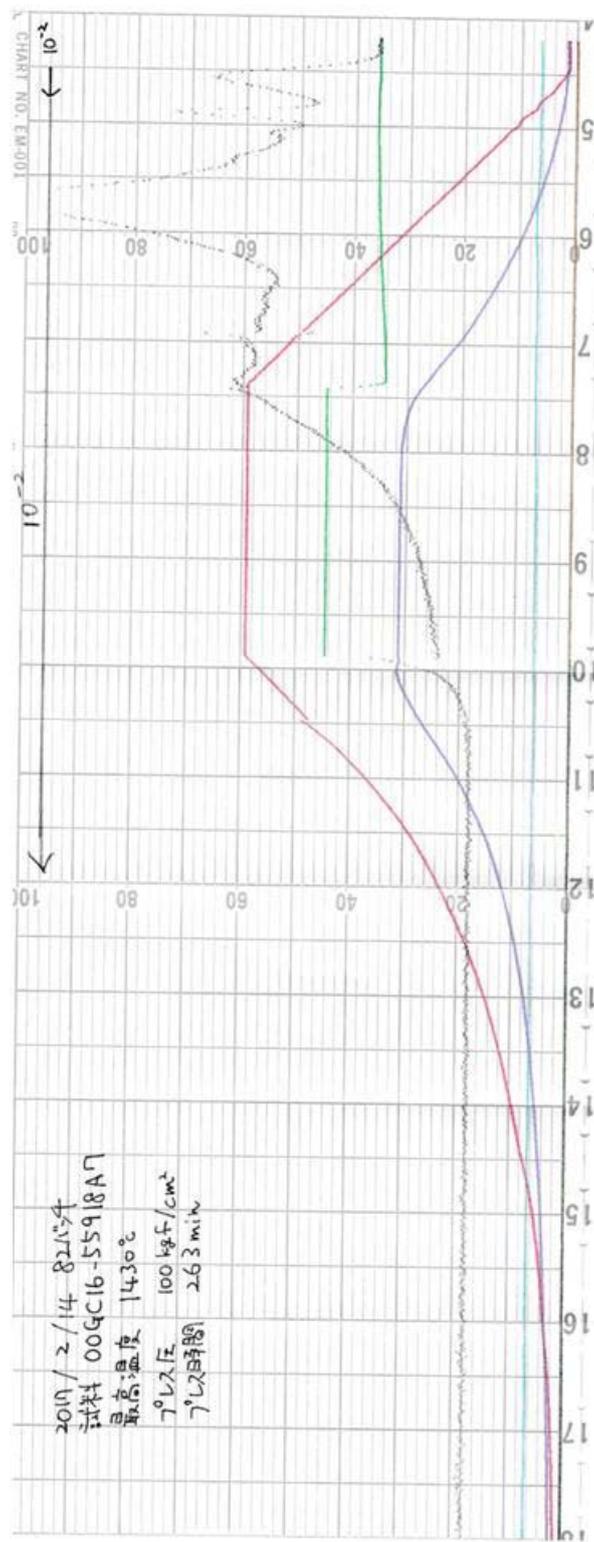
A-3.3.44.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 原料粉末の C の粒径が大きいとどうなるか (50 μm)。
 - ✓ Si/C=1 (モル比)。57, 61, 65 回目と比較。
 - ただし、0C 粒子作れなかったので母材原料粉末のみ。
- 結果：57, 61, 65 回目とは随分違う。
 - ✓ 最高温度保持中にプレス変位が短時間で 10 mm ほども変化。
 - 未反応 Si の溶融に起因と思われる。
 - ✓ パンチ棒と型の隙間から金属光沢を持った物が溢れて固まっていた。
 - まず未反応 Si と考えて間違いないだろう。(他に候補なし)
 - ✓ 固着が強かったがどうにか取り出せた。ただし上下スペーサ取れず。
 - ✓ 母材嵩密度等 (参考値)
スペーサ上下取れず、また、未反応 Si の一部は外へ出て行ってしまったので参考値だが
 - コンパクト中の母相密度 [g/cm³] 2.037183272
 - 充填率 0
 - コンパクト母相密度の理論密度に対する比 0.632692789
 - ✓ 参考値ではあるが、母材嵩密度は 57, 61, 65 回目と比べてかなり大。

A-3. 3. 44. 3 製造概要 (82 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2017/2/14	テスト日	2017/2/14
原料	00GC16-55918A7	加熱前の試料重量 (g)※1	3174.7 (14.9)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3174.9 (15.1)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	55.0 (40.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3174.7 (14.9)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	64.0 (31.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3159.8	プレス後の試料重量 (g)	18.4 (上下面スベーサ含む)
特記事項		プレス後の試料高さ (mm)	30.0 (上下面スベーサ含む)
<ul style="list-style-type: none"> • 最高温度保持中にプレス変位が10mm(ほど)変化した。(加熱中) • 黒鉛治具の隙間から試料の一部が出てきていた。(加熱後) • 試料と黒鉛治具が非常に硬く固着しており、上下面スベーサ取り外し不能だった。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 			
※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)			
※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベーサ上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)			
※3 昇温開始～降温開始まで加圧			

A-3. 3. 44. 4 ホットプレス時チャート(82回目)



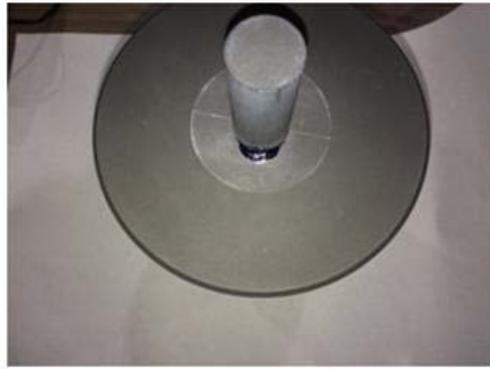
A-3. 3. 44. 5 取り出し時写真(82回目)



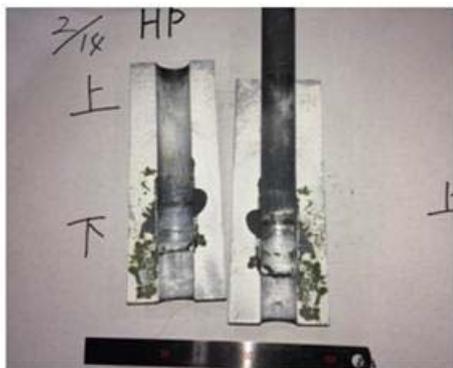
コールドプレス後



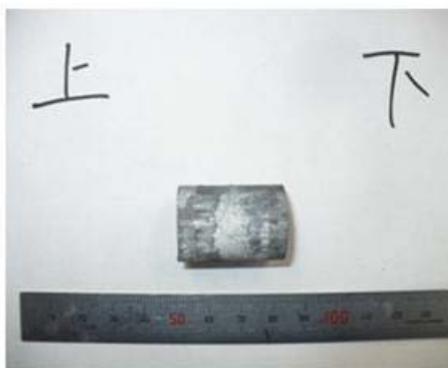
ホットプレス後型枠分解前(1)



ホットプレス後型枠分解前(2)



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.45 83 回目焼成

A-3.3.45.1 バッチ名

00GC16-55919A8-01

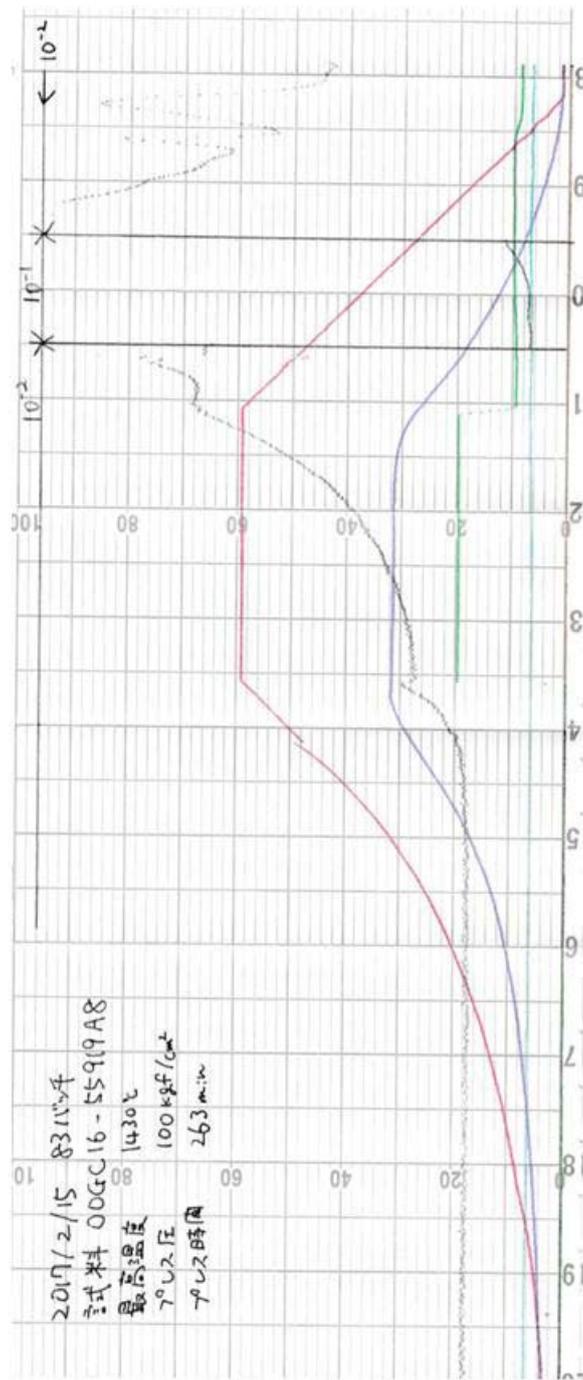
A-3.3.45.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：
 - ✓ 原料粉末の C の粒径が大きいとどうなるか (20 μm)。
ただし、82、84 回目ほどではない。
 - ✓ Si/C=1 (モル比)。57, 61, 65 回目と比較。
 - ただし、0C 粒子作れなかったので母材原料粉末のみ。
- 結果：
 - ✓ 最高温度保持中にプレス変位が短時間で 10 mm ほども変化。
 - 82 回目と同様、未反応 Si の溶融が原因か？
 - ただし、82 回目のように溶融 Si が溢れるということはない。
 - ✓ 固着が強かったが問題なく取り出せた。
 - ✓ 母材嵩密度等
 - コンパクト中の母相密度 [g/cm³] 2.037183272
 - 充填率 0
 - コンパクト母相密度の理論密度に対する比 0.632665612
 - ✓ 57, 61, 65 回目と比べてかなり高密度。82 回目と同程度。

A-3. 3. 45. 3 製造概要 (83 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2017/2/15	テスト日	2017/2/15
原料	00GC16-55919A8	加熱前の試料重量 (g)※1	3145.6 (14.5)
原料のみの重量 (g)	15.0	加熱前の試料高さ (mm)※2	56.0 (39.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3145.6 (14.5)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	51.0 (44.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3145.6 (14.5)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	56.0 (39.0)	プレス時間 (min)	263
黒鉛ダイス重量	3131.1	プレス後の試料重量 (g)	12.0
黒鉛ダイス高さ (mm)		プレス後の試料高さ (mm)	25.0
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> •最高温度保持中にプレス変位が10mmほど変化した。(加熱中) •試料と黒鉛治具が硬く固着していた。(加熱後) •取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベサ上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

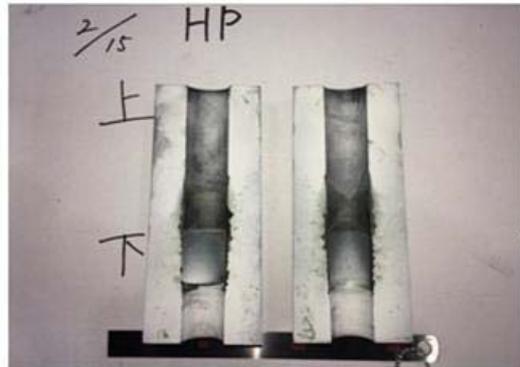
A-3. 3. 45. 4 ホットプレス時チャート(83回目)



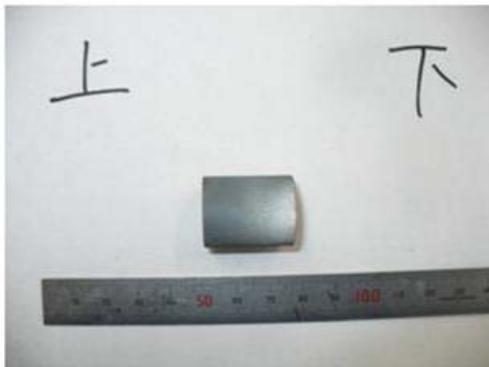
A-3. 3. 45. 5 取り出し時写真(83回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



ホットプレス後試料下面

A-3.3.46 84 回目焼成

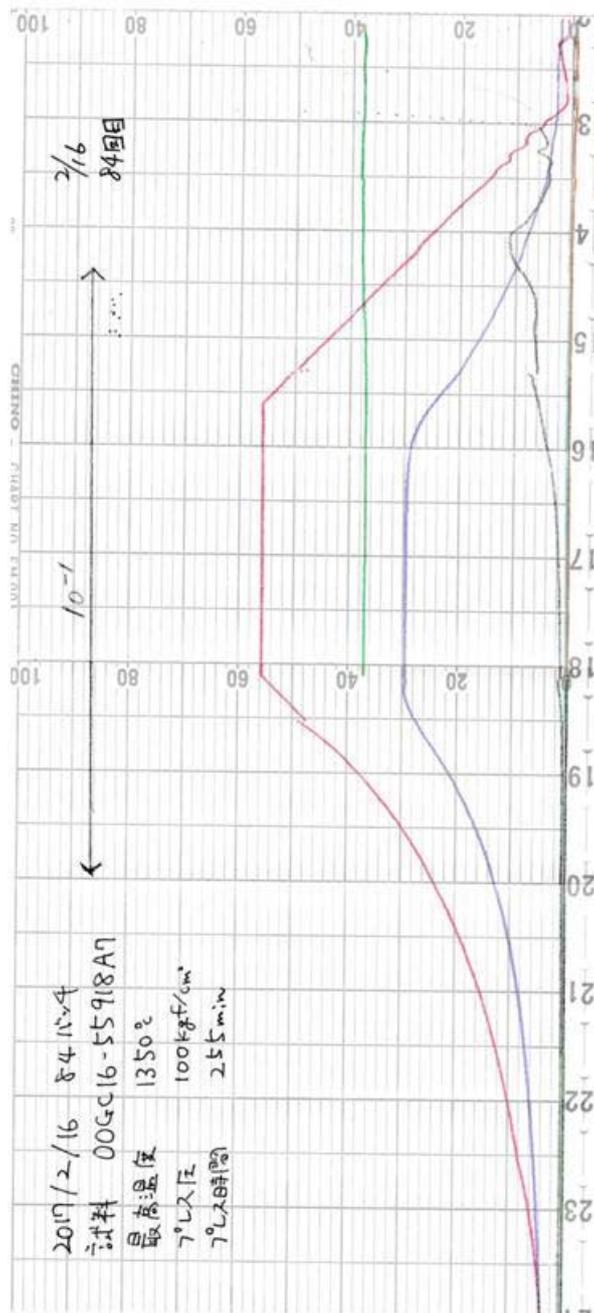
A-3.3.46.1 バッチ名

00GC16-55918A7-02

A-3.3.46.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：1350℃で焼成。
82 回目で、1430℃では未反応 Si が溶融してしまうということがわかったので温度を下げた。
- 狙い：原料粉末の C の粒径が大きいとどうなるか(50 μm)。
- 結果：
 - ✓ プレス変位が急変ということはなかった。
 - ✓ 固着が強かった。上下スペーサ取れず。
 - ✓ 母材嵩密度等(参考値)
 - コンパクト中の母相密度[g/cm³] 1.431249488
 - 充填率 0
 - コンパクト母相密度の理論密度に対する比 0.444506512

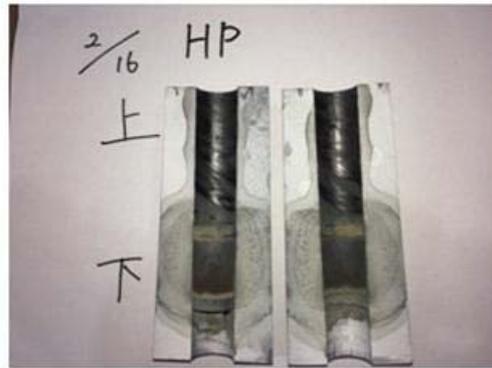
A-3. 3. 46. 4 ホットプレス時チャート(84回目)



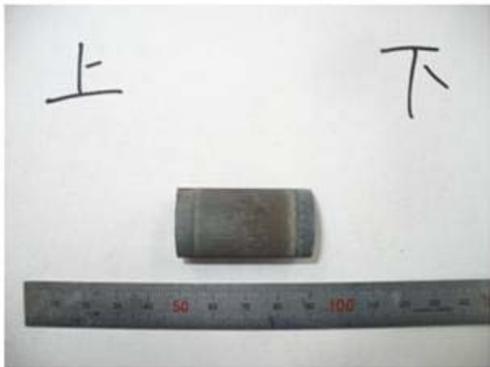
A-3. 3. 46. 5 取り出し時写真(84回目)



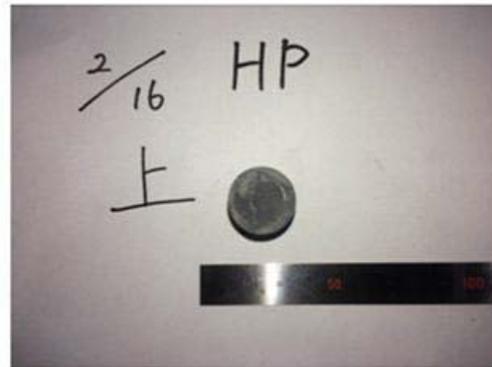
コールドプレス後



ホットプレス後取出し時



ホットプレス後試料側面



ホットプレス後試料上面



84-5 ホットプレス後試料下面

A-3.3.47 85 回目焼成

A-3.3.47.1 バッチ名

00GC16-55919A8-02

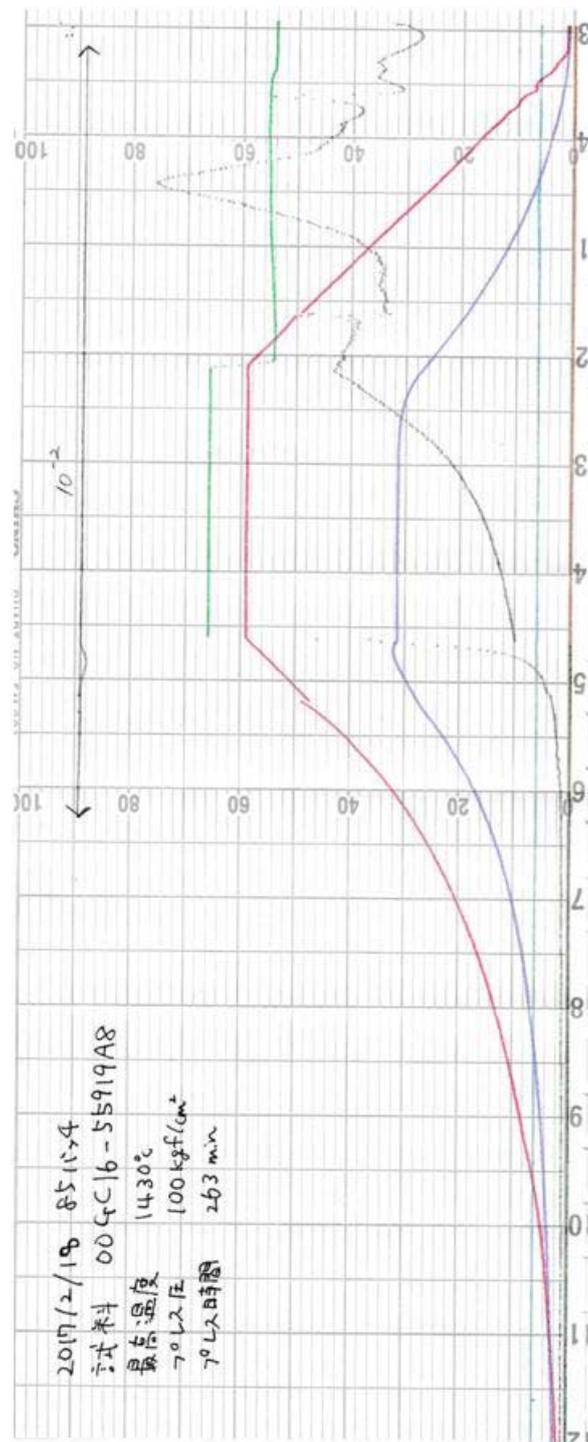
A-3.3.47.2 狙い・結果概要・感想等

- 製造条件の概要：デフォルトの通り。
- 狙い：83 回目と同じはずの試料を作る。
- 結果：
 - ✓ 最高温度保持中にプレス変位が短時間で 10 mm ほども変化。
 - ✓ 固着が強くて取り出せず。
83 回目はスペーサも外れたのだが。

A-3. 3. 47. 3 製造概要 (85 回目)

	コールドプレス		ホットプレス
テスト日	2017/2/18	テスト日	2017/2/18
原料	00GC16-55919A8	加熱前の試料重量 (g)※1	3143.8 (14.7)
原料のみの重量 (g)	14.8	加熱前の試料高さ (mm)※2	50.0 (45.0)
離型剤の有無	有	加熱前の炉内圧 (Pa)	4.0×10^{-2}
プレス前の試料重量 (g)※1	3143.8 (14.7)	最高温度 (°C)	1430
プレス前の試料高さ (mm)※2	55.0 (40.0)	昇温速度 (°C/min)	10
プレス圧 (kgf/cm ²)	95	最高温度保持時間 (min)	120
プレス時間 (min)	5	降温速度 (°C/min)	-10
プレス後の試料重量 (g)※1	3143.8 (14.7)	プレス圧 (kgf/cm ²)※3	100
プレス後の試料高さ (mm)※2	50.0 (45.0)	プレス時間 (min)	263
		プレス後の試料重量 (g)	測定不可
黒鉛ダイス重量	3129.1	プレス後の試料高さ (mm)	335 (上下面スベーサ含む)
特記事項			
	<ul style="list-style-type: none"> • 最高温度保持中にプレス変位が10mmほど変化した。(加熱中) • 試料にスリーブ及び上下面スベーサが付着し、取外し不能だった。(加熱後) • 取り出し後、エタノールで拭くと黒い汚れがついた。 		
	※1 表記寸法は黒鉛ダイスの重量を含む。(内寸法はコールドプレス前の黒鉛ダイスの重量を引いた値。)		
	※2 表記寸法は黒鉛ダイス上面からスベーサ上面までの高さを測定したもので、(内寸法が試料の高さになります。)		
	※3 昇温開始～降温開始まで加圧		

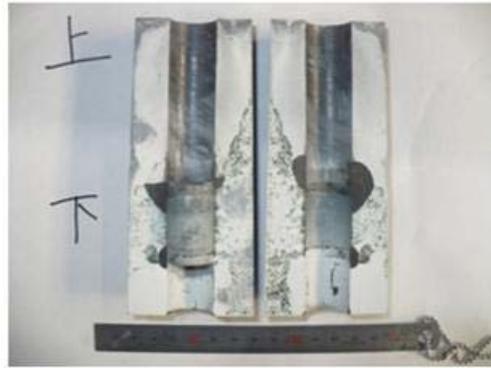
A-3. 3. 47. 4 ホットプレス時チャート(85回目)



A-3. 3. 47. 5 取り出し時写真(85回目)



コールドプレス後



ホットプレス後取出し時

A-3.4 耐酸化燃料要素(模擬)の試作を通して H28 年度に得られた主な知見等

耐酸化燃料要素(模擬)の試作を通して H28 年度に得られた主な知見等を以下に纏める。

- 1430°Cで2時間保持することの母材嵩密度上昇への効果はあまりない。
1430°Cに達した瞬間から降温を開始しても、母材嵩密度はあまり減らない。(56回目)
- 加圧せずに高温保持するのみでは母材嵩密度は低く、母材中の粒子間の結合も弱いように見える。(55回目)
- 母材原料粉末中の Si/C=1(モル比) 原料粉末中の C の粒径が小(5 μm)の場合
 - ✓ きちんと焼成でき、XRD で調べたところ未反応 C、未反応 Si は検出されなかった。(57回目)
 - ✓ 機械強度は定量評価していないが、XRD 測定のために金槌で割った時のかんじでは、Si/C=約 0.551(モル比)より丈夫であった。
 - ✓ ホットプレス圧力を 400 kgf/cm² にすると、100 kgf/cm² の場合と比べて母材嵩密度が最大で 50 %程度も上昇した。(76回目)
 - この増加量は、Si/C=約 0.367(モル比)の場合と比べてかなり大きい。
- 原料粉末中の C の粒が大きい場合(Si/C=1)
 - ✓ 原料粉末中の C の粒径 50 μm の場合(82回目) Si/C=1(モル比)
 - Si の融点より高温で未反応 Si の溶融に起因すると思われる現象が観察される。
 - ◇ プレス変位の急変
 - ◇ パンチ棒と型の隙間から金属 Si とと思われる物が溢れる。
 - 母材嵩密度は C の粒径が小(5 μm)の場合よりかなり大きいと思われる。
 - ✓ 原料粉末中の C の粒径が 20 μm の場合(83回目) Si/C=1(モル比)
 - Si の融点より高温で未反応 Si の溶融に起因すると思われる現象が観察される。
 - ◇ プレス変位の急変
 - ◇ ただし、金属 Si とと思われる物は目視では観察されず。
 - 母材嵩密度は C の粒径が小(5 μm)の場合よりかなり大きいと思われる。
C 粒径 50 μm の場合と同程度。
 - ✓ 原料粉末の粒径が小さい方が C/Si の接触面積が大きく、Si+C→SiC の反応が起きやすいことが原因であると推測される。
それ以外の原因があるかどうかは現時点で不明。
- 同じ会社の同じ製品であっても、ロット番号が異なると焼成中の型枠への固着しやすさが異なる。

A-3.5 将来的な問題点

- 商業的に成立するかどうか。
 - ✓ ホットプレスでは製作の効率が非常に悪い
昼夜連続運転して2 (or 3) 個/日/台
 - ✓ 放電プラズマ焼結 (SPS) を用いてもホットプレスの倍程度と考えられる。
 - ✓ HIP 法ならどうなのか。
本事業においては装置の使用料の観点から通常のホットプレス法を採用した。しかし、
 - 専用装置によって一度に多量の燃料要素を焼結することができるなら、通常のホットプレスよりもコストを抑えられる可能性がある。
 - また、等方的に加圧する方が CFP の破損を抑制しつつ母材の高密度化を達成できる可能性が高い。母材が高密度であると、性能の観点で下記のように望ましい。
 - ◇ 一般に、機械強度が大きい。
 - ◇ ポアを通しての酸素の浸透が抑制されることから、耐酸化性も良いと予測される。
実際、「付録 A-5 耐酸化燃料要素 (模擬) の酸化試験」で述べるように、そのような結果が得られた。
 - ただし、耐酸化燃料要素を中空形状にする必要があるなら、その方法について要検討である。
- CFP の破損割合を充分小さく抑えられるのか。
 - ✓ 成形性・耐酸化性に劣らず、CFP の破損割合も大変重要である。
 - ✓ なお、CFP 破損率の検査法自体が R&D 項目である。
焼成した燃料要素から CFP に損傷を与えずに母材を除去する方法。
- 実際の CFP (または OPyC 層を持つ模擬 CFP) を用いて反応焼結法にて燃料要素を製作する場合、OPyC 層が Si と反応して一部もしくは全部が SiC に変化すると予測される。
 - ✓ CFP の照射下健全性への影響はどうなるのか。
 - ✓ SiC の溶解を基本とする CFP 破損率の検査法は適用できるのか。
OPyC 層を十分に厚くする and/or Si が OPyC 層の深くまで侵入しないようホットプレス温度を低く抑える等、何らかの方法で OPyC 層を残す必要がある可能性がある。
 - ✓ 何にしてもまずは、OPyC 層を持つ粒子に母材原料粉末のみをオーバーコートして焼成し、どの程度の厚さまで SiC に変化するかを調べる必要がある。もしも表面が少しだけ SiC に変化するのみであれば、
 - 上記のような手間は不要。
 - 更に、CFP と母材がしっかり結合すると考えられるので、熱伝導に問題が生じないと考えられる。

➤ 離型剤の問題

- ✓ 本事業においてはBNを用いたが、焼成した耐酸化燃料要素(模擬)の内部まで浸透し、拭いたくらいでは除去できなかった。
- ✓ Bは中性子経済の観点から大変有害である。
- ✓ 従って、将来もしも実用化を目的にR&Dを行う、もしくは照射試料の作製を行うとしたら、離型剤(or 離型剤なしでの成形)の検討が必要。
カーボンフィルム等

➤ 照射下挙動はどうなるのか。

- ✓ とりあえずは実燃料ではなく、模擬CFPを使った物の照射試験で良い。
- ✓ ただし、模擬CFPでもOPyC層がある方が良い。
母材とOPyC層の照射収縮率の違いの影響は何かあるのか。

参考文献

- [A-3-1] 平成26年度 文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業 原子力基礎基盤戦略研究イニシアティブ 「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」 独立行政法人 日本原子力研究開発機構

付録 A-4 X線回折

A-4.1 はじめに

本付録は、耐酸化燃料要素(模擬)の母材の原料粉末及び焼成した耐酸化燃料要素(模擬)の母材のX線回折(XRD)のデータを収録するものである。

A-4.2 方法

A-4.2.1 試料

次章に示す通り。

A-4.2.2 試料の前処理

(1) 母材原料粉末

前処理は特に行わなかった。

(2) 耐酸化燃料要素(模擬)の母材

金槌で叩いて破壊し、アルミナ粒子、BNが付着した欠片をピンセット及び茶漉しを用いて除去しつつ、金槌で更に細かく砕いていった。細かく砕く際には、アズワン製サニメント手袋で試料を包み、更に、紙製のウェスで挟んだ上で金槌で叩いた。なお、

- 70回目焼成試料(00GC16-55915A3-2-03)については、破壊する前に黒鉛スペーサを取り外した。
 - ✓ 試料と黒鉛スペーサの間にマイナスインドライバをあてがい、ドライバの上を金槌で叩いた。
 - ✓ 試料をほぼ損傷させることなく取り外せた。
- 29回目焼成試料(00GC15-55908A3-03)については、圧縮破壊試験を試みたが失敗した。
 - ✓ SIMADZU製 AUTOGRAPH AGS-20kNGを用いて圧縮破壊を試みたが、最大荷重(20 kN)でも破壊できなかった。
 - ✓ ただし、試料全体が破壊されるには至らなかったが、16.3~18.08 kN程度の間で小さな破壊(底面のアルミナ粒子が母材にめり込んだり、ごく小さな破片が取れたり)は起こった。

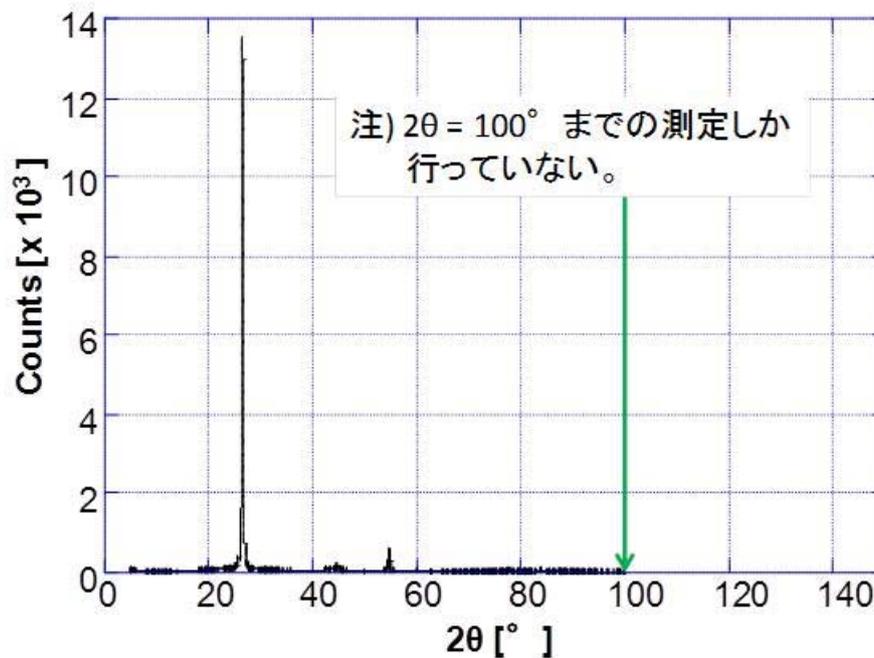
A-4.2.3 用いた装置等

- X線回折装置：マックサイエンス株式会社製 型式：M03X Model11030
- X線源：Cu-K α (波長=1.5418 Å)
- 温度：室温

A-4.3 結果

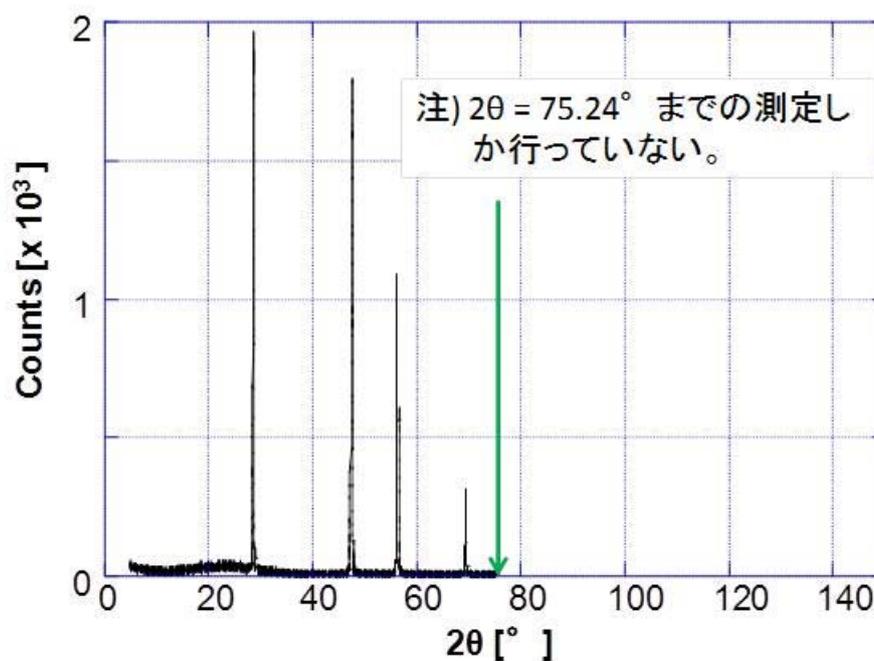
A-4.3.1 母材原料粉末

(1) C 粉末 (Lot No. 4072112)



所見：(002)に対して、それ以外のピークは相対的に非常に小さい。(004)ですら検出されなくても不思議ではない。

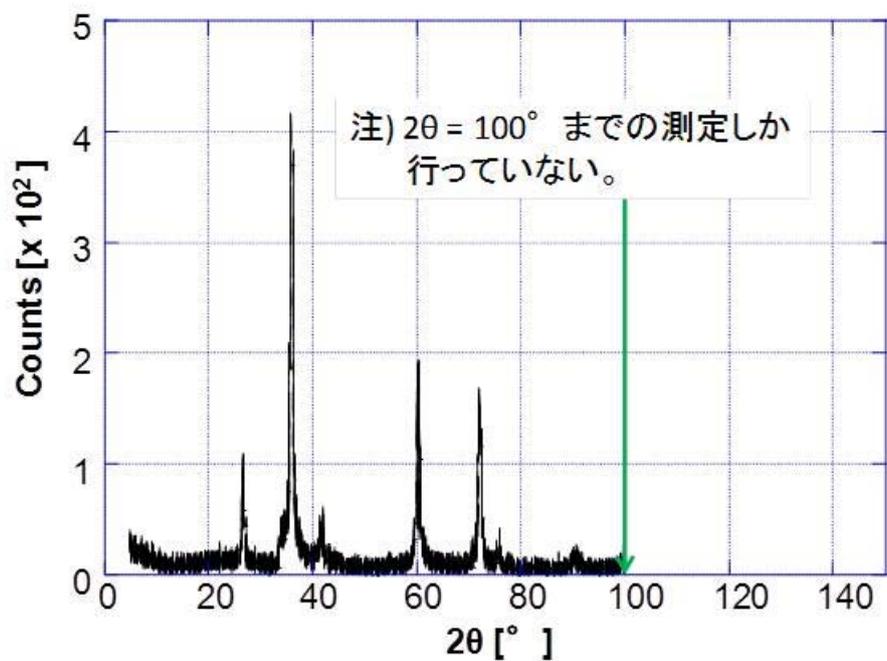
(2) Si 粉末 (Lot No. 4072111)



所見：ダイヤモンド型。

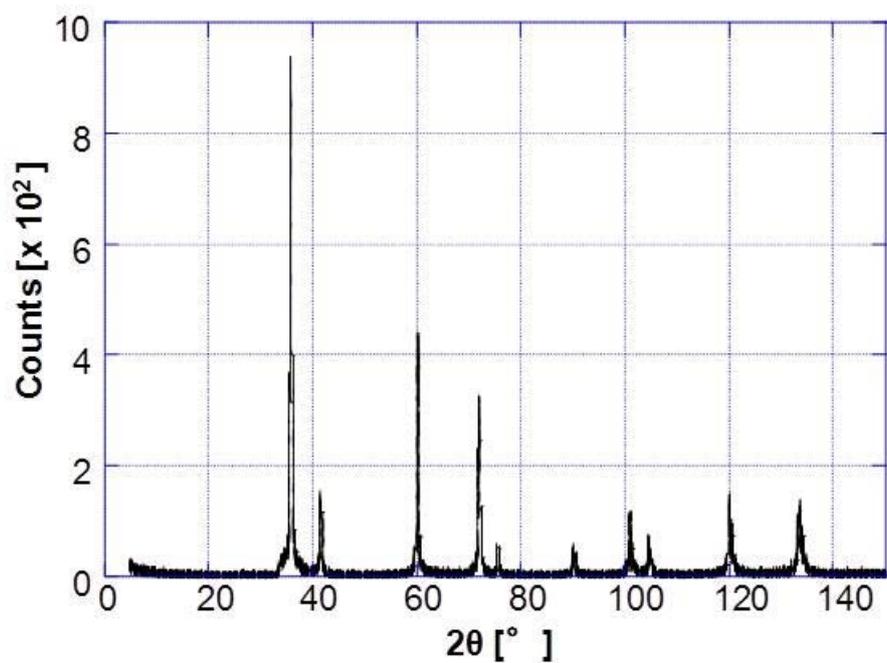
A-4. 3. 2 耐酸化燃料要素 (模擬) の母材

(1) 29 回目焼成試料 (00GC15-55908A3-03)



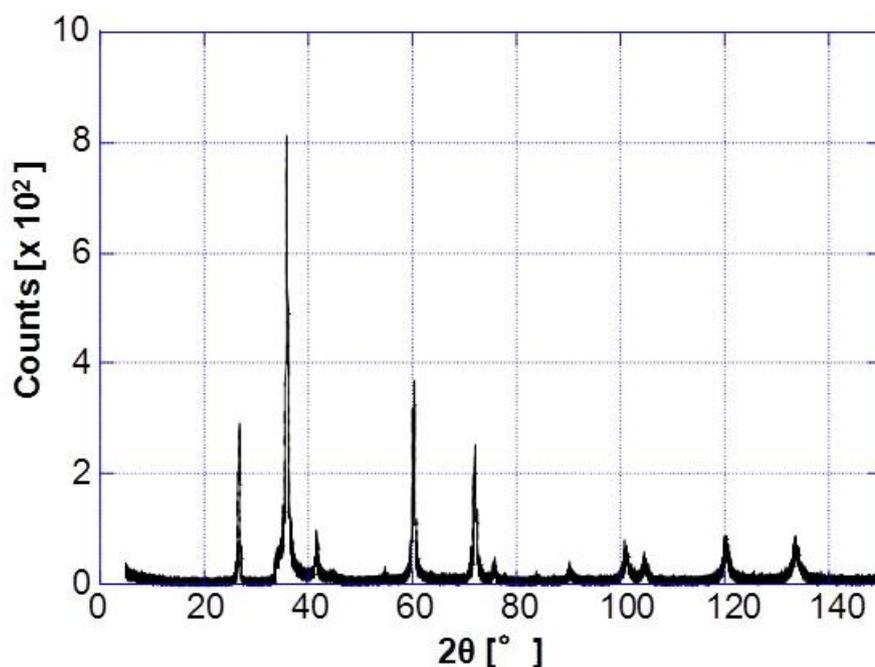
所見： β -SiC 及び未反応 C のピークが存在。未反応 Si のピークは検出されなかった。

(2) 57 回目焼成試料 (00GC16-55911A4-01)



所見： β -SiC のピークが存在。未反応 C, Si のピークは検出されなかった。

(3) 70 回目焼成試料 (00GC16-55915A3-2-03)



所見： β -SiC 及び未反応 C のピークが存在。未反応 Si のピークは検出されなかった。

A-4.4 未反応 Si の有無について

29 及び 70 回目焼成試料の母材原料粉末中の Si/C=0.551 である。また、57 回目焼成試料の母材原料粉末中の Si/C=1 (モル比) である。焼成温度はすべて 1430°C であり、Si の融点より高い。従って、未反応 Si が存在したとしても融解・再凝固して非晶質となり、相当量存在しても XRD で検出されなかった可能性も存在したが、以下により、未反応 Si はほとんどなかったと考えられる。

- a) 29 及び 70 回目焼成試料の母材の XRD においては未反応 C のピークが検出された。
- b) 57 回目焼成試料の母材の XRD においては未反応 C のピークは検出されなかった。
 - ✓ 上記 a) より、未反応 C が相当量存在すればピークが検出されるはずなので、57 回目焼成試料の母材中に未反応 C はほとんど存在しなかったと考えられる。
 - ✓ 従って、57 回目焼成において、母材原料粉末中の C と Si のほとんどが SiC になったと考えられる。
- c) Si が C に対して不足している 29 及び 70 回目焼成試料の母材中においては尚更、未反応 Si はほとんど存在しなかったと考えられる。

付録 A-5 耐酸化燃料要素(模擬)の酸化試験

目次	
A-5.1 はじめに	273
A-5.2 方法	273
A-5.2.1 はじめに	273
A-5.2.2 試料	273
A-5.2.3 全体の流れ	274
A-5.2.4 試料の前処理	274
A-5.2.5 SEM 観察	274
A-5.2.6 重量測定	274
A-5.2.7 酸化試験	275
A-5.2.7.1 試験条件の概要	275
A-5.2.7.2 全体の流れ	275
A-5.2.7.3 用いた装置等	276
A-5.3 結果	277
A-5.3.1 900°C酸化(73 回目焼成試料使用)	277
A-5.3.1.1 温度履歴	277
A-5.3.1.2 重量測定	278
A-5.3.1.2.1 試験前	278
A-5.3.1.2.2 試験後	278
A-5.3.1.2.3 試験前後の重量変化	279
A-5.3.1.3 外観	280
A-5.3.1.3.1 試験前(炉芯管への挿入直前含む)	280
A-5.3.1.3.2 試験中	281
A-5.3.1.3.3 試験後(炉芯管からの取り出し直後含む)	282
A-5.3.1.4 表面 SEM 観察	284
A-5.3.1.4.1 試験前	284
A-5.3.1.4.2 試験後	286
A-5.3.2 1400°C酸化(72 回目焼成試料使用)	288
A-5.3.2.1 温度履歴	288
A-5.3.2.2 重量測定	289
A-5.3.2.2.1 試験前	289
A-5.3.2.2.2 試験後	289
A-5.3.2.2.3 試験前後の重量変化	290
A-5.3.2.3 外観	291
A-5.3.2.3.1 試験前(炉芯管への挿入直前含む)	291
A-5.3.2.3.2 試験中	292

A-5. 3. 2. 3. 3 試験後(炉芯管からの取り出し直後含む) -----	293
A-5. 3. 2. 4 表面 SEM 観察 -----	295
A-5. 3. 2. 4. 1 試験前 -----	295
A-5. 3. 2. 4. 2 試験後 -----	297
参考文献 -----	299

A-5.1 はじめに

本付録は、H28 年度に行った耐酸化燃料要素(模擬)の酸化試験の記録(試験前後の微細構造観察も含む)を収録するものである。

耐酸化燃料要素の耐酸化性能についての目標は存在しない。燃料要素がどの程度の耐酸化性能を有していればどのような原子炉システムが実現可能かという問題自体が、新しい原子炉システムの設計(本事業の範囲外)または既存の(= 実在する or 既に具体的な設計がなされた)原子炉システムの修正(本事業の範囲外)における重要な研究課題(本事業の範囲外)であり、現在までにそのような研究は行われていない。本編中「3.1.1.4 解析評価」で述べた核熱設計は、原子炉システムの設計・修正ではない。熱中性子捕獲断面積がCよりも大きなSiを含む、即ち中性子の無駄食いが多い燃料要素を用いても、核熱的に成立する炉心を設計可能であることを示すものでしかない。もしも将来、本事業と同様 1970 年代に原研において行われた先行研究[A-5-1][A-5-2]に基づく耐酸化燃料要素を適用して新しい原子炉システムの設計または既存の原子炉システムの修正を行うのであれば、本事業及び、(もしも上記のことを行うのであれば)将来更に行う酸化試験で得られる耐酸化性のデータの範囲内で行うことになる。

A-5.2 方法

A-5.1 はじめに

本章では実験方法等について説明する。はじめに、酸化試験に用いた試料について説明する(A-5.2.2小節)。次に、試料の前処理から酸化試験後までの作業全体の流れを説明する(A-5.2.3小節)。次に、各々の作業について説明する(A-5.2.4~7小節)。

A-5.2.2 試料

900℃及び1400℃の酸化試験に、73及び72回目焼成(00GC16-55915A3-2-06及び00GC16-55915A3-2-05)を各々用いた。これらの試料に用いたオーバーコート粒子の母材原料粉末(オーバーコート層)において、Si:C=9:7(重量比)であり、製造条件は同じである。

製造条件等の詳細については「付録A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成」を、原料であるオーバーコート粒子については「付録A-2 原料粉末及びオーバーコートに関する付録」を、各々参照すること。また、同じ製造条件の耐酸化燃料要素(模擬)のXRD測定結果については「付録A-4 X線回折」に示した。

A-5.2.3 全体の流れ

- ① 表面を削る。(詳細は A-5.2.4 節)
- ② 酸化試験前の写真撮影・試料表面の SEM 観察(SEM 観察の詳細は A-5.2.5 節)
- ③ 試験前重量測定(重量測定の詳細は A-5.2.6 節)
- ④ 炉芯管への挿入直前の写真撮影
試料台にセットした状態で写真撮影する。その状態のまま酸化試験装置に入れる。
- ⑤ 酸化試験(詳細は A-5.2.7 節)
試験中の炉芯管の様子も写真撮影した。
- ⑥ 炉芯管からの取り出し直後の写真撮影
試料を試料台ごと酸化試験装置から取り出し、試料を試料台上に対して動かさない状態で写真撮影する。
- ⑦ 試験後重量測定(重量測定の詳細は A-5.2.6 節)
- ⑧ 酸化試験後の写真撮影・試料表面の SEM 観察(SEM 観察の詳細は A-5.2.5 節)

A-5.2.4 試料の前処理

離型剤である BN をなるべく除去するため、試料表面をエメリー研磨紙(800 番)で削ることとエタノール中超音波洗浄を繰り返した。削りすぎると粒子が露出してくる。あまり露出しない程度で留めたので完全に除去できなかった。それでも底面と側面の境界部は削れやすく、粒子が露出してしまった。1400°C酸化の試料については削りすぎて超音波洗浄時に一部の粒子が脱落してしまった。

A-5.2.5 SEM 観察

SEM 観察は室温で S-3000N(日立製)を用いて行った。加速電圧は 15 kV である。

A-5.2.6 重量測定

Excellence XS 分析天秤(METTLER TOLEDO 製、型番 XS205)を用いて行った。なお、

- ▶ 天秤は風防の中に入っている。
- ▶ 天秤がある部屋はエアコンを常時運転し、温度変動をなるべく抑えている。

A-5.2.7 酸化試験

A-5.2.7.1 試験条件の概要

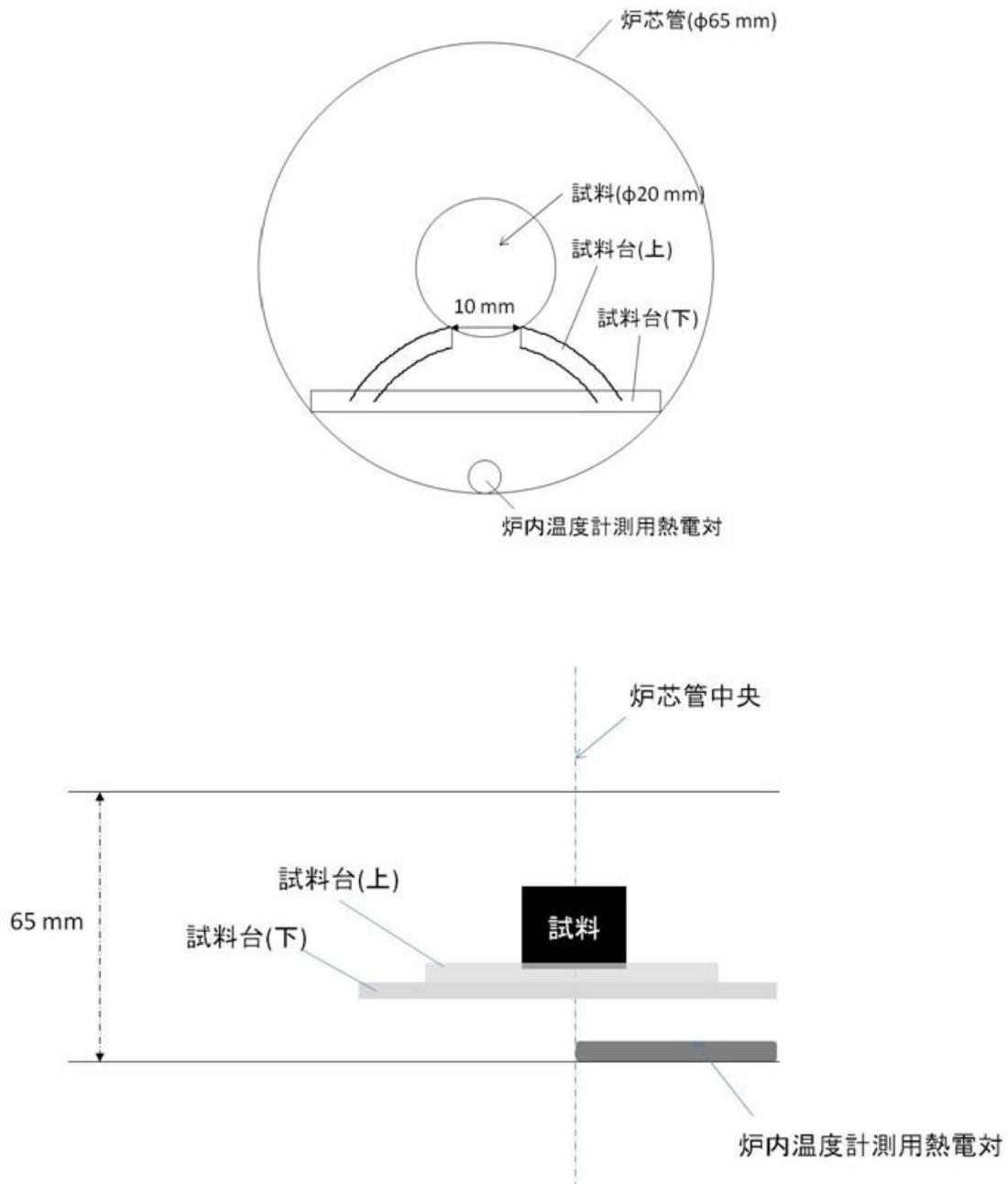
- 用いた装置：H26 年度に本事業にて製作した酸化試験装置[A-5-3]
- 雰囲気：20 %酸素/He 混合ガス中
- 温度：900 または 1400°C (公称)
- 時間：30 分

A-5.2.7.2 全体の流れ

- ① 試料を載せた試料台を炉芯管内に挿入する。試料台は予め空焼きしておく。
- ② 炉芯管内の真空引き・高純度 He (6N) 置換を 3 回繰り返す。
- ③ 高純度 He (6N) をで流しつつ (流量:300 ml/min) 一晚放置。
主に、炉内が高温になるのが勤務時間中になるようにするためである。
- ④ 高純度 He (6N) をで流したまま (流量:300 ml/min) 昇温開始。昇温速度は下記の通り。
 - 室温～1000°C：約 3 °C/min
 - 1000°C～：約 2.5 °C/min
- ⑤ 酸化試験温度に達し、30 分経ったらガスを 20%酸素/He 混合ガスに切り替える。
(流量：500 ml/min)
- ⑥ 30 分後、再びガスを高純度 He (6N) に切り替える。(流量:300 ml/min)
- ⑦ 同時に降温開始。
降温速度：約 2 °C/min
- ⑧ 十分に冷えたら試料を載せた試料台を取り出す。

A-5.2.7.3 用いた装置等

- ◆ 酸化試験装置：H26年度に本事業において製作した酸化試験装置[A-5-3]
- ◆ 試料台：SiC 被覆耐酸化黒鉛製
- ◆ 炉芯管内での試料台・試料の配置：下通りである。



A-5.3 結果

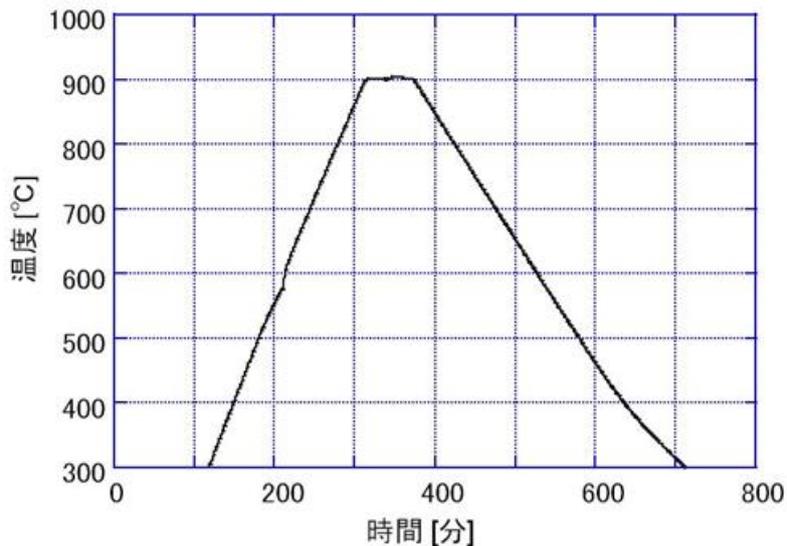
A-5.3.1 900°C酸化(73回目焼成試料使用)

A-5.3.1.1 温度履歴

(1) 全体

昇温から降温までの温度履歴は下図の通りであった。なお、

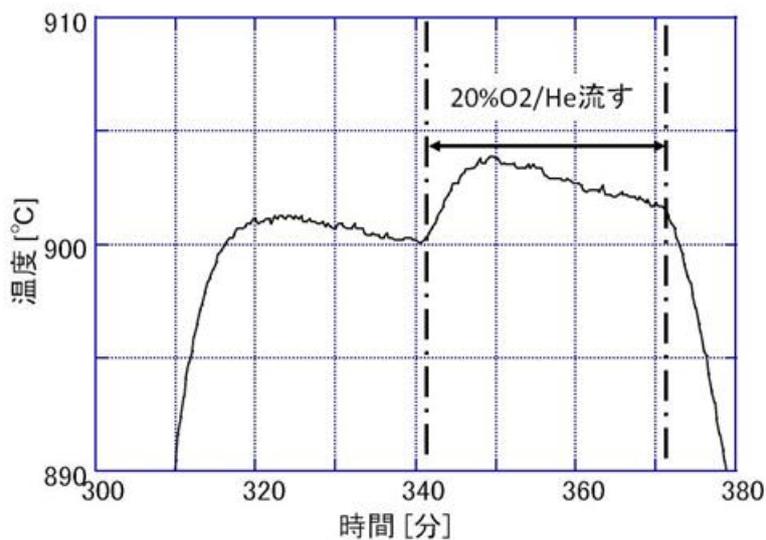
- この図は炉内温度計測用熱電対による測定結果である。この熱電対と試料・試料台の位置関係については上に示した通りである。
- この熱電対は低温における指示値は正確でないため除外した。



(2) 酸化試験中の詳細

上図のプラと一部分を拡大すると下図の通りである。

20%O₂/He を流すと温度が上昇した。未反応Cの燃焼による発熱によるものと思われる。



A-5.3.1.2 重量測定

A-5.3.1.2.1 試験前

(1) 試料

開始時の温度 [°C]	21.8
開始時の温度 [%]	32.7
1 回目測定 [g]	14.65370
2 回目測定 [g]	14.65382
3 回目測定 [g]	14.65383
平均 [g]	14.654

(2) 試料台(下)

開始時の温度 [°C]	21.8
開始時の温度 [%]	32.7
1 回目測定 [g]	25.02182
2 回目測定 [g]	25.02186
3 回目測定 [g]	25.02188
平均 [g]	25.022

(3) 試料台(上)

開始時の温度 [°C]	21.8
開始時の温度 [%]	32.7
1 回目測定 [g]	11.01400
2 回目測定 [g]	11.01388
3 回目測定 [g]	11.01386
平均 [g]	11.014

A-5.3.1.2.1 試験後

(1) 試料

開始時の温度 [°C]	20.9
開始時の温度 [%]	25.7
1 回目測定 [g]	13.76977
2 回目測定 [g]	13.76964
3 回目測定 [g]	13.76965
平均 [g]	13.770

(2) 試料台(下)

開始時の温度 [°C]	20.2
開始時の温度 [%]	23.3
1 回目測定 [g]	25.02171
2 回目測定 [g]	25.02178
3 回目測定 [g]	25.02166
平均 [g]	25.022

(3) 試料台(上)

開始時の温度 [°C]	20.2
開始時の温度 [%]	23.3
1 回目測定 [g]	11.01402
2 回目測定 [g]	11.01383
3 回目測定 [g]	11.01379
平均 [g]	11.014

A-5.3.1.2.3 試験前後の重量変化

- (1) 試料台については有意な重量変化は認められなかった。
- (2) 試料については 0.884 g 減少した。

これが母材重量に対してどの程度の割合か、以下に概算する。

「付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成」より、この試料の

- ① 母材嵩密度概算値 : 1.427454295 [g/cm³]
- ② CFP(模擬)充填率評価値 : 0.215555792 → 母材体積割合 : 0.784444208
- ③ 高さ : 2.4 cm → 全部の体積 : 7.539822369 [cm³]

従って、

- ④ ②③より、母材体積 : 5.914569986 [cm³]
- ⑤ ①④より、試験前の母材の重量 : 8.44277833 [g]
- ⑥ 従って、母材重量減少割合概算値 : 約 10.5 [%]

(ただし、以上の計算において酸化試験前に試料を削ったことによる重量・体積減少は考慮されていない。)

更に、

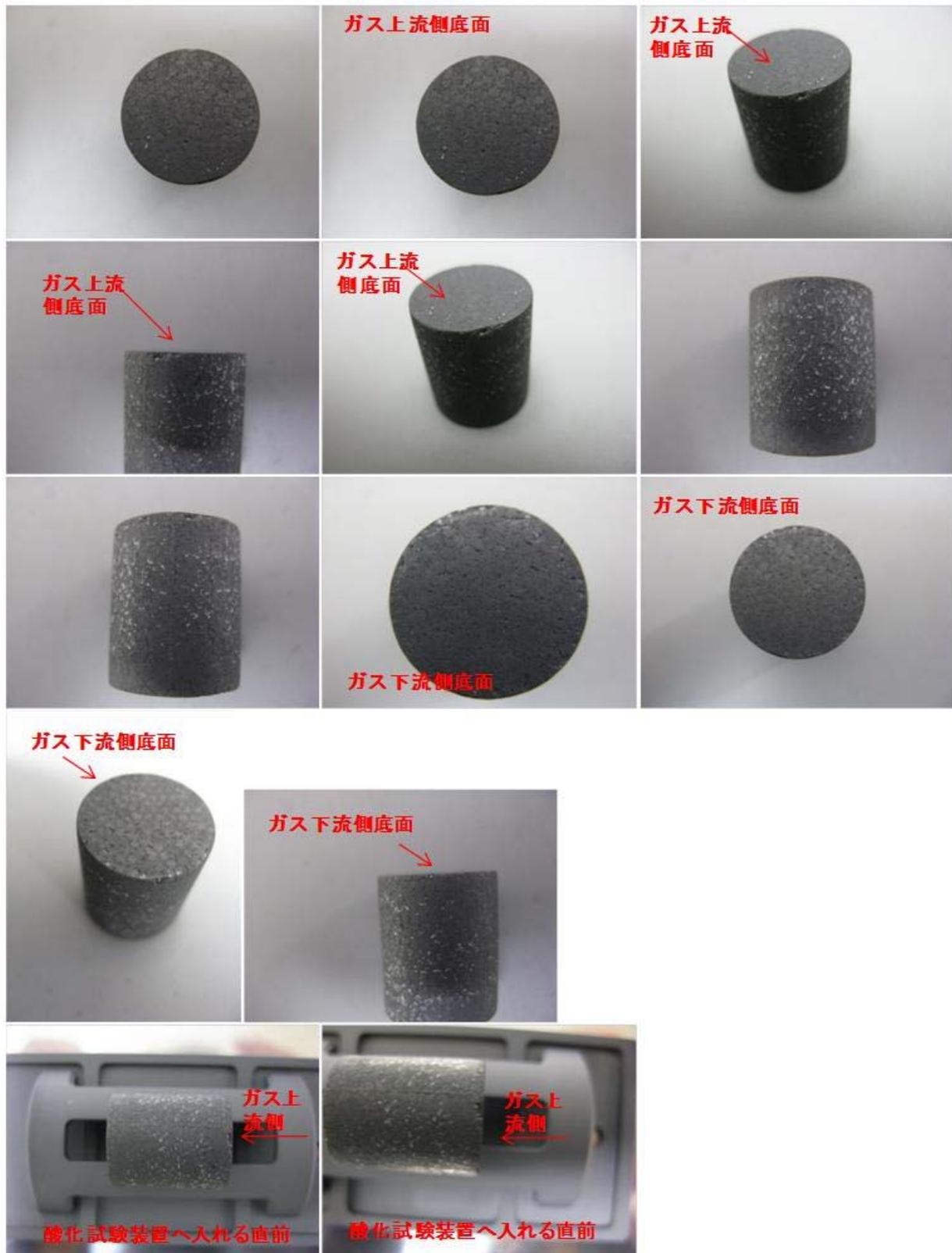
- ⑦ この試料に用いたオーバーコート粒子の場合、
もしも配合した Si がすべて C と反応して SiC に変化するのであれば、
「付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成」中「A-3.2.3 母材嵩密度推定値等の計算方法」に述べた方法で計算すると、
母材中の未反応 C の重量割合 : 約 19.6 [%] である。
- ⑧ ⑤⑦より、その場合の試験前の母材中の未反応 C の重量 : 約 1.659 [g]
- ⑨ 従って、もしも重量減が未反応 C の酸化にのみ起因するのであれば、
未反応 C のうち酸化消滅した割合 : 約 53.3 [%]

上記⑨で算出した割合は、昨年度同じ条件で行った酸化試験の結果(約 33 [%][A-5-4])より大きい。昨年度の酸化試験に用いた試料の母材原料中の Si:C は同じであるが、ホットプレス圧力が今年度より高かったため、母材嵩密度は高かった(1.552 [g/cm³][A-5-4])。従って、昨年度の試料の方が酸素が試料内にまで浸透しにくく、酸化による重量減少が少なかったと思われる。

以上により、耐酸化燃料要素の酸化の抑制の観点からも、母材の高い嵩密度は望ましく、そのためには、CFP 破損抑制の観点から許容される範囲でホットプレス圧力は極力高い方が良いという知見が得られた。

A-5.3.1.3 外観

A-5.3.1.3.1 試験前(炉芯管への挿入直前含む)

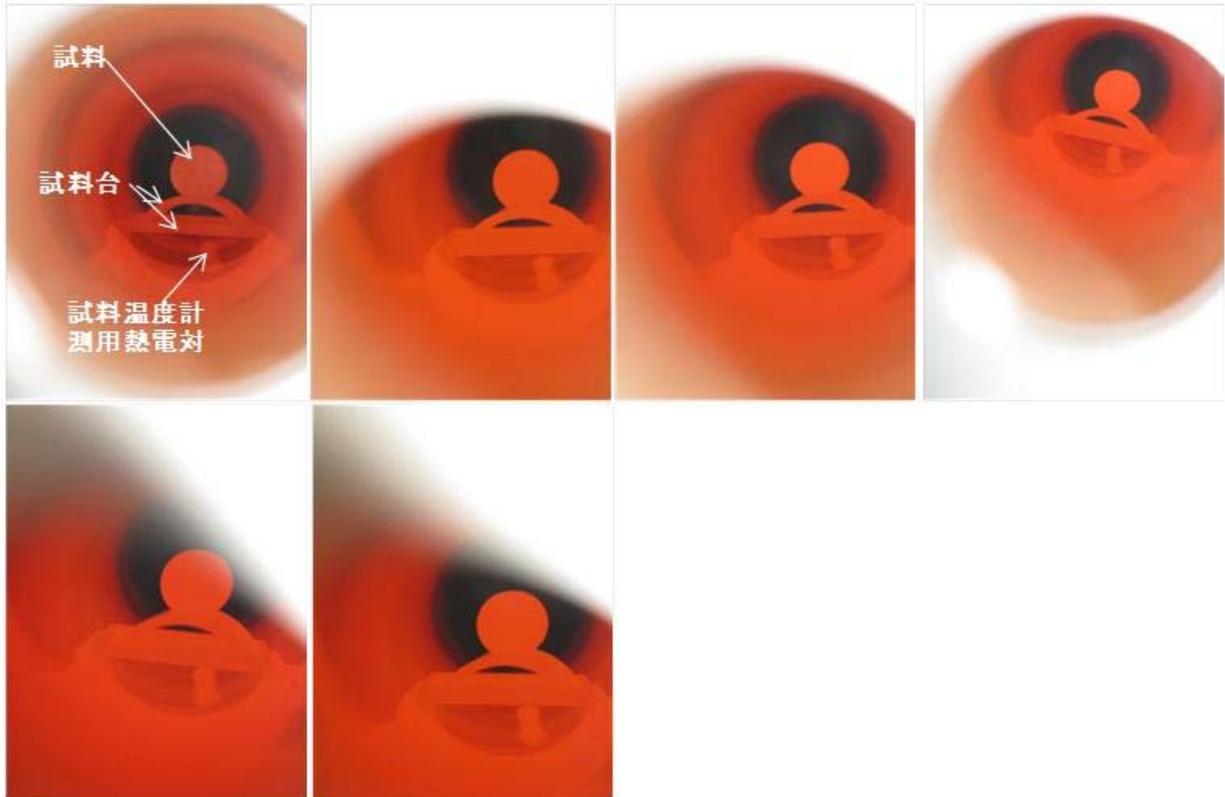


備考・所見：

- 白い物は削り残った BN(離型剤)。

- 削りすぎると粒子が露出してしまうため、ほどほどで留めた。
- ▶ OC粒子間の境界と考えられる構造が明確である。

A-5.3.1.3.2 試験中



A-5.3.1.3.3 試験後(炉芯管からの取り出し直後含む)



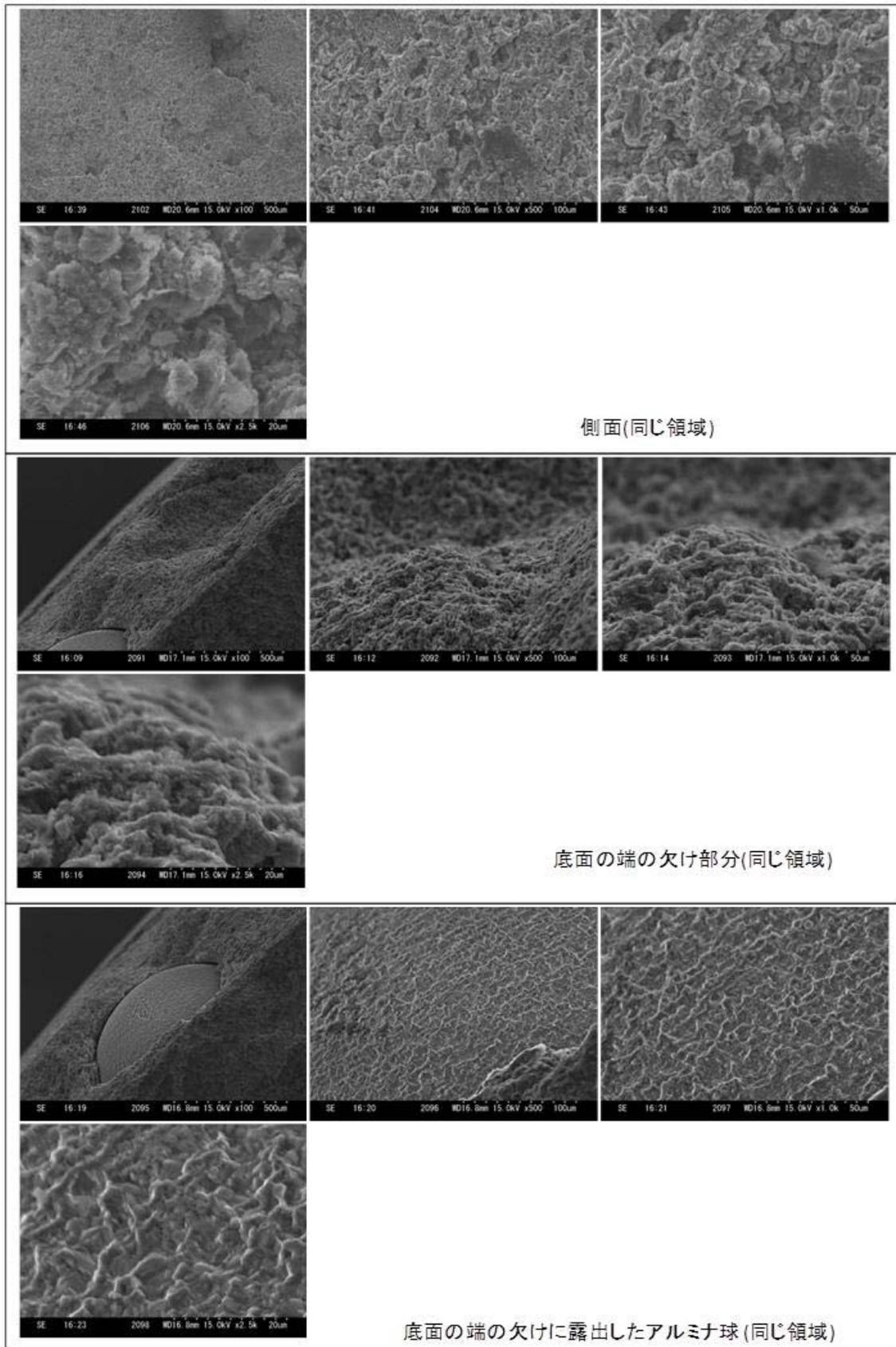


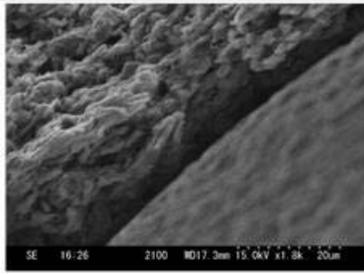
備考・所見：

- 形状は保持されていた。粒子も保持されていた。
- 試料台に試料が固着することはなかった。
- 全体的に灰色に変色。ただし変色の程度は斑である。
 - ✓ 特に、BN が良く除去された(よく削れてしまった)領域で変色が著しい傾向がある。
 - ✓ BN がよく除去されていない領域はあまり変色していない傾向がある。
 - ✓ ただし、変色の著しさはBN の分布のみと関係があるようでもない。
 - ✓ 底面を観察すると、変色の度合いはオーバーコート粒子単位で異なるようである。

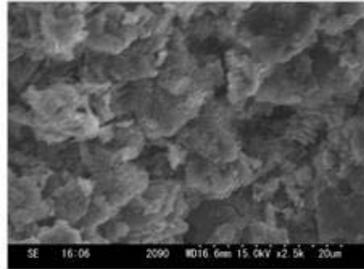
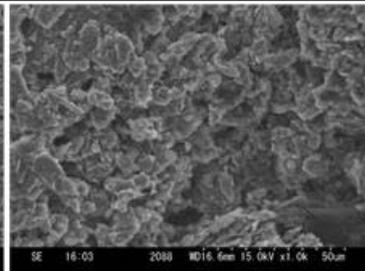
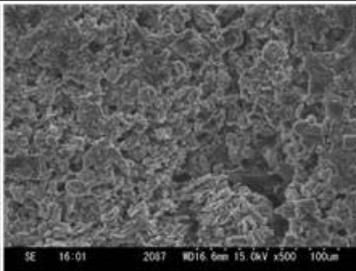
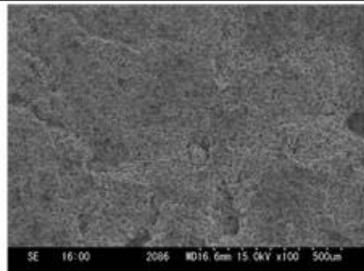
A-5.3.1.4 表面 SEM 観察

A-5.3.1.4.1 試験前



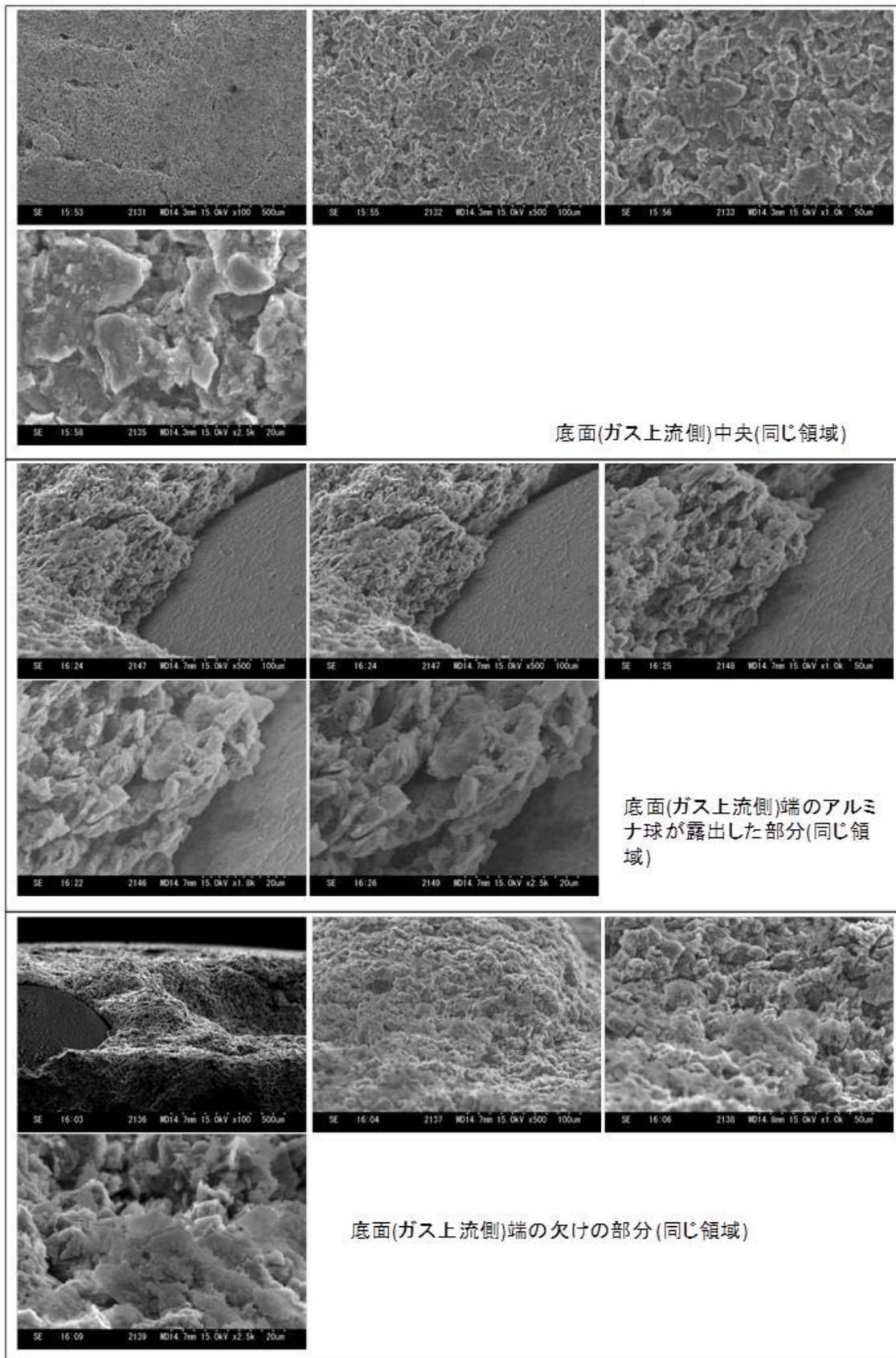


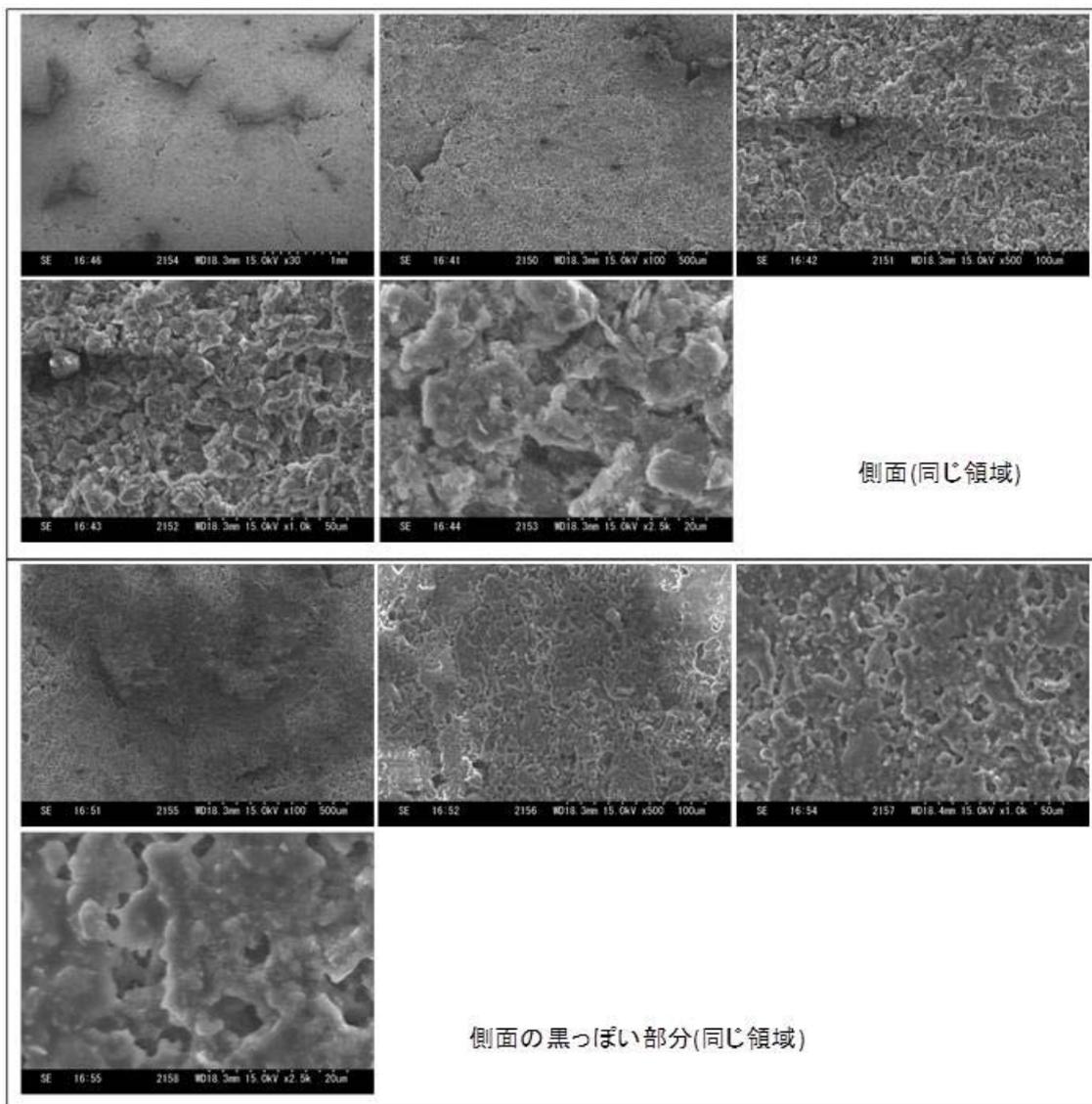
底面の端の欠けに露出したアルミナ球と母材の境界



底面中央(同じ領域)

A-5.3.1.4.2 試験後





備考・所見：

- 側面の黒っぽい領域では、熔融・再凝固した形跡がみられた。「黒っぽい物」は、形状から削り残したBNに起因すると考えられる。

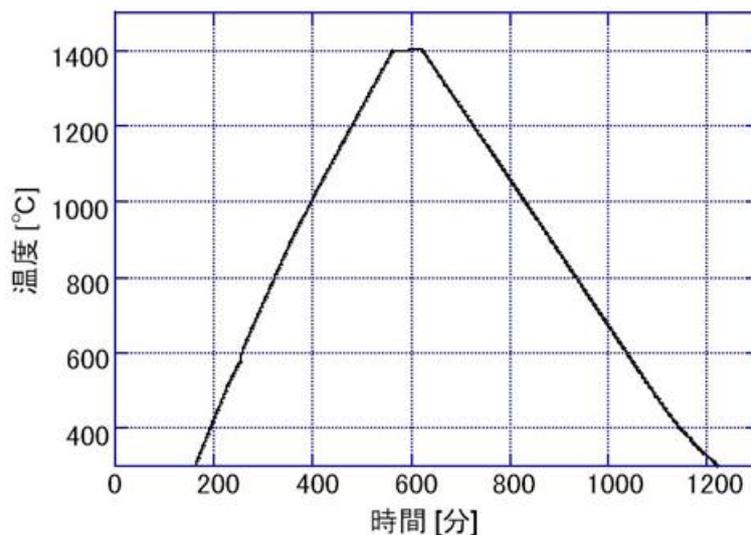
A-5.3.2 1400°C酸化(72回目焼成試料使用)

A-5.3.2.1 温度履歴

(1) 全体

昇温から降温までの温度履歴は下図の通りであった。なお、

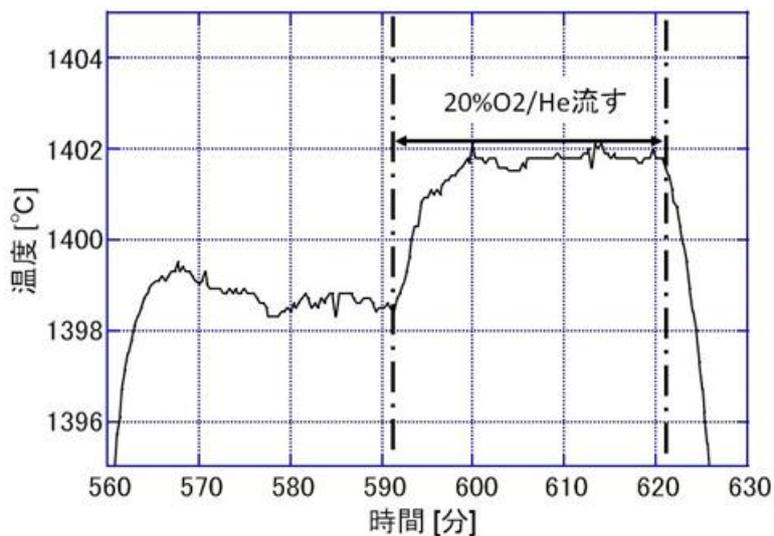
- この図は炉内温度計測用熱電対による測定結果である。この熱電対と試料・試料台の位置関係については上に示した通りである。
- この熱電対は低温における指示値は正確でないため除外した。



(2) 酸化試験中の詳細

上図のプラトー部分を拡大すると下図の通りである。

20%O₂/He を流すと温度が上昇した。未反応Cの燃焼による発熱によるものと思われる。



A-5.3.2.2 重量測定

A-5.3.2.2.1 試験前

(1) 試料

開始時の温度 [°C]	20.2
開始時の温度 [%]	23.3
1 回目測定 [g]	14.48899
2 回目測定 [g]	14.48879
3 回目測定 [g]	14.48862
平均 [g]	14.489

(2) 試料台(下)

開始時の温度 [°C]	20.2
開始時の温度 [%]	23.3
1 回目測定 [g]	25.02171
2 回目測定 [g]	25.02178
3 回目測定 [g]	25.02166
平均 [g]	25.022

(3) 試料台(上)

開始時の温度 [°C]	20.2
開始時の温度 [%]	23.3
1 回目測定 [g]	11.01402
2 回目測定 [g]	11.01383
3 回目測定 [g]	11.01379
平均 [g]	11.014

A-5.3.2.2.1 試験後

(1) 試料

開始時の温度 [°C]	20.3
開始時の温度 [%]	41.9
1 回目測定 [g]	14.05065
2 回目測定 [g]	14.05064
3 回目測定 [g]	14.05055
平均 [g]	14.051

(2) 試料台(下)

開始時の温度 [°C]	20.3
開始時の温度 [%]	41.9
1 回目測定 [g]	25.02495
2 回目測定 [g]	25.02491
3 回目測定 [g]	25.02484
平均 [g]	25.025

(3) 試料台(上)

開始時の温度 [°C]	20.3
開始時の温度 [%]	41.9
1 回目測定 [g]	11.01481
2 回目測定 [g]	11.01484
3 回目測定 [g]	11.01487
平均 [g]	11.015

A-5.3.2.2.3 試験前後の重量変化

(1) 試料台については非常にわずかな重量増加がみられた。

「A-5.3.2.3 外観」にて後述するように、変色も起こっていた。

(2) 試料については 0.438 g 減少した。

これが母材重量に対してどの程度の割合か、以下に概算する。

「付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成」より、この試料の

- ① 母材嵩密度概算値 : 1.427454295 [g/cm³]
- ② CFP(模擬)充填率評価値 : 0.215555792 → 母材体積割合 : 0.784444208
- ③ 高さ : 2.4 cm → 全部の体積 : 7.539822369 [cm³]

従って、

- ④ ②③より、母材体積 : 5.914569986 [cm³]
- ⑤ ①④より、試験前の母材の重量 : 8.442778328 [g]
- ⑥ 従って、母材重量減少割合概算値 : 約 5.2 [%]

(ただし、以上の計算において酸化試験前に試料を削ったことによる重量・体積減少は考慮されていない。)

更に、

- ⑦ この試料に用いたオーバーコート粒子の場合、
もしも配合した Si がすべて C と反応して SiC に変化するのであれば、
「付録 A-3 耐酸化燃料要素(模擬)の焼成」中「A-3.2.3 母材嵩密度推定値等の計算方法」に述べた方法で計算すると、
母材中の未反応 C の重量割合 : 約 19.6 [%] である。
- ⑧ ⑤⑦より、その場合の試験前の母材中の未反応 C の重量 : 約 1.66 [g]
- ⑨ 従って、もしも重量減が未反応 C の酸化にのみ起因するのであれば、
未反応 C のうち酸化消滅した割合 : 約 26.4 [%]

上記⑨で算出した割合は、前節で述べた 900°C 酸化におけるその半分程度である。この 900°C 酸化の場合とは、酸化温度のみが異なる。従って、未反応 C の酸化消滅割合が 1400°C の場合、900°C の場合よりも小さかったとは考えられない。1400°C 酸化においては、未反応 C の消滅と同時に SiC の酸化による重量増加が顕著に起こっていたためと思われる。

A-5.3.2.3 外観

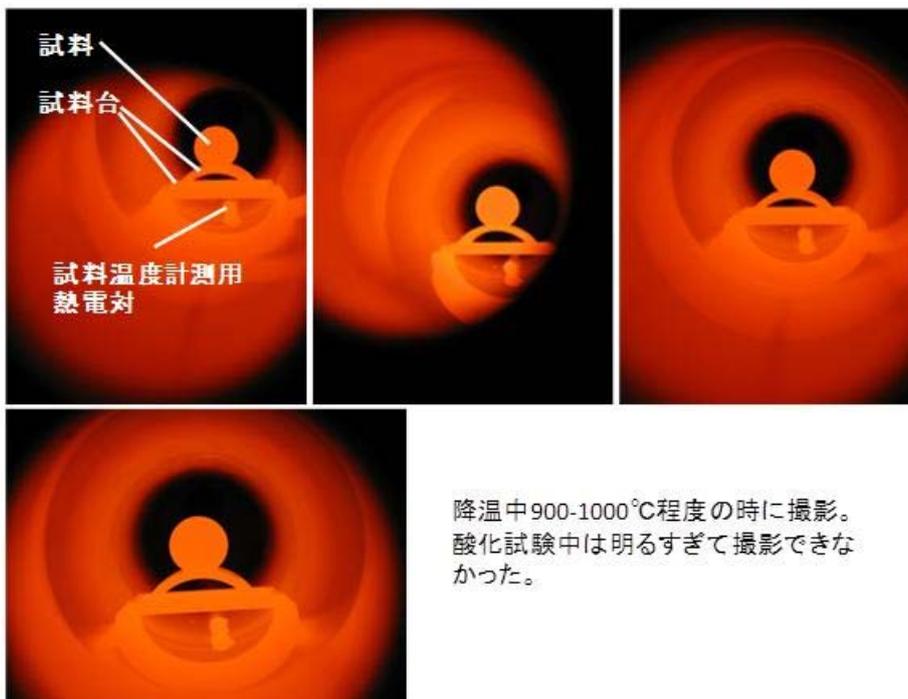
A-5.3.2.3.1 試験前(炉芯管への挿入直前含む)



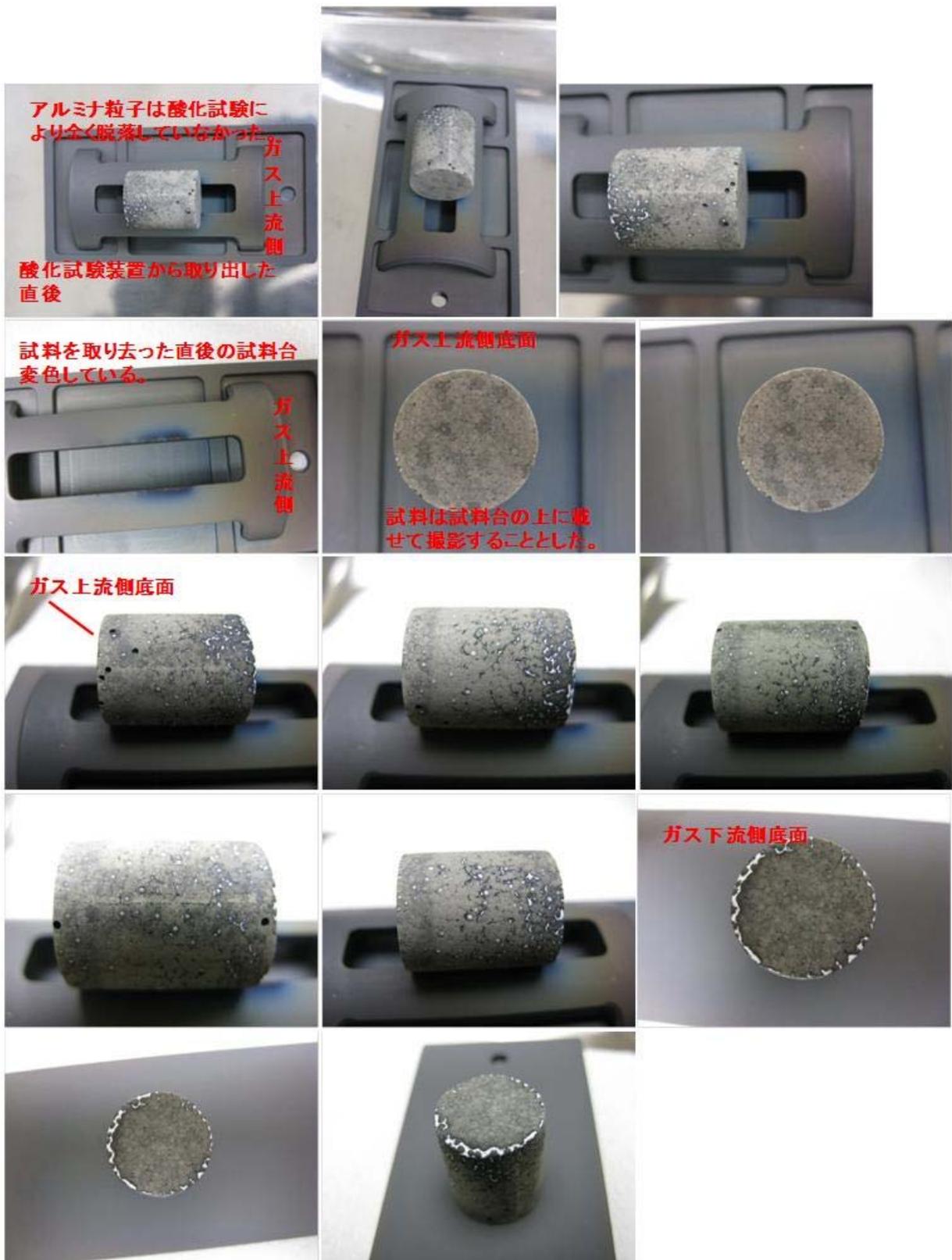
備考・所見：

- 白い物は削り残った BN(離型剤)。
 - ✓ この試料は BN の付着が甚だしかった。
 - ✓ ガス下流側の底面の端には、試料表面の凸凹に BN がしっかり食い込んで到底除去できなかつた。しかし、底面の端近く以外は除去できた。
 - ✓ ガス上流側は底面も側面もかなりきれいに削り取った。
 - ✓ そのため、脱落してしまったアルミナ粒子もあった。
- OC 粒子間の境界と考えられる構造がよくわかる。

A-5.3.2.3.2 試験中



A-5. 3. 2. 3. 3 試験後(炉芯管からの取り出し直後含む)



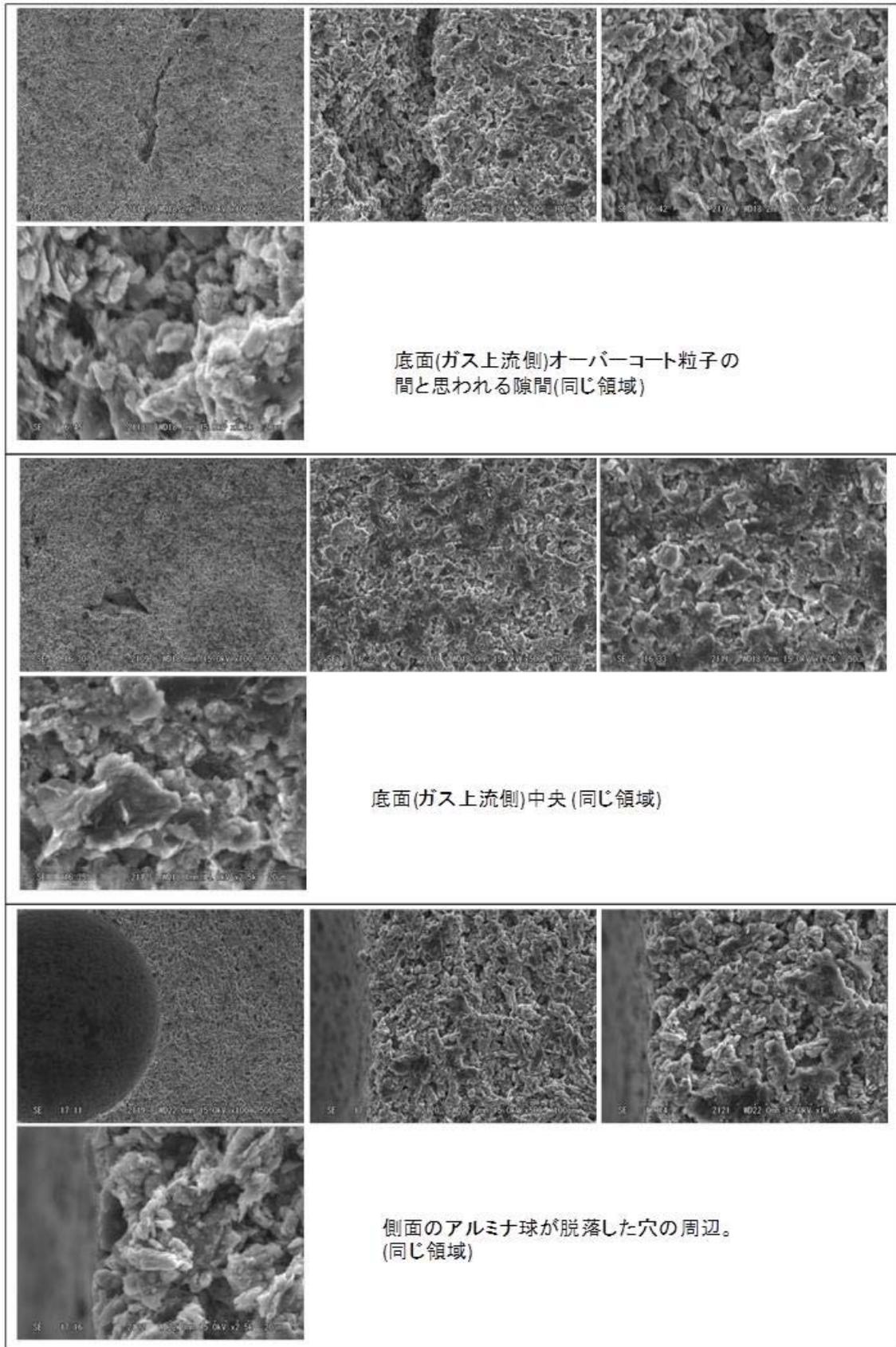


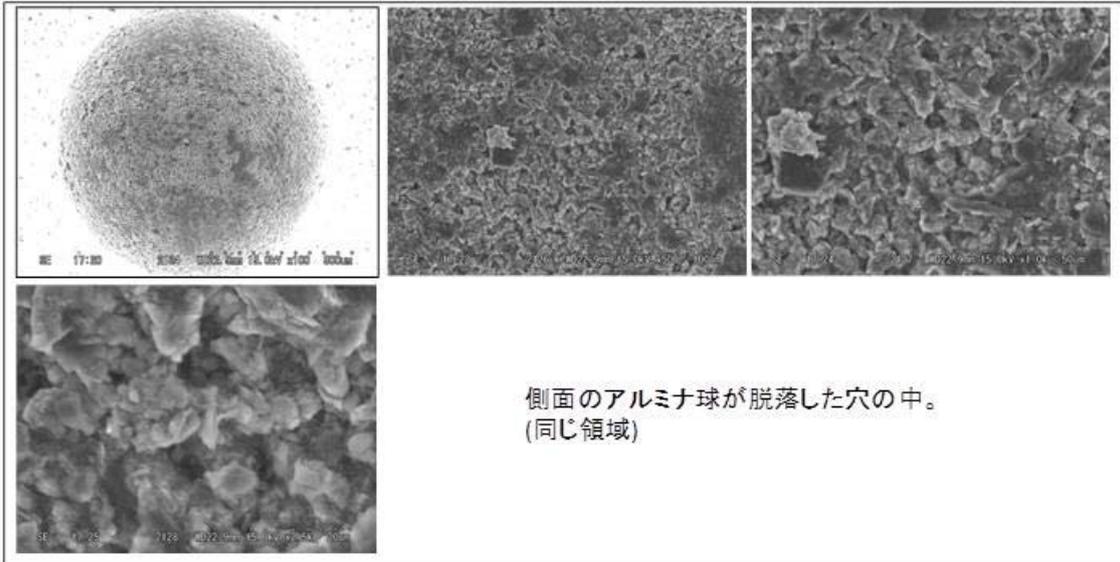
備考・所見：

- 形状は保持されていた。粒子も保持されていた。
- 試料台に試料が固着することはなかった。
- 全体的に灰色に変色。ただし変色の程度は斑である。
 - ✓ 特に、BN が良く除去された(よく削れてしまった)領域で変色が著しい傾向がある。
 - ✓ BN がよく除去されていない領域はあまり変色していない傾向がある。
 - ✓ 底面を観察すると、変色の度合いはオーバーコート粒子単位で異なるようである。
- BN が白のまま残っていない領域もかなりある。
 - ✓ BN が試料の凸凹に分厚く食い込んでいるような領域では白のまま残っている。
- 焼成後、アルミナ粒子表面は黒くなっていたが、表面に露出したアルミナ粒子が白色に戻った。
 - ✓ 「付録 A-7 耐酸化燃料要素の検査技術開発に関する付録」中表 A-7-2 等に示すように、焼成後、アルミナ粒子内部まで黒くなったわけではない。
 - ✓ 焼成時にアルミナの表面に何かが付着し、それが酸化によって消滅したのか、焼成によりアルミナそのものが変化していたのが酸化により戻ったのか、不明である。

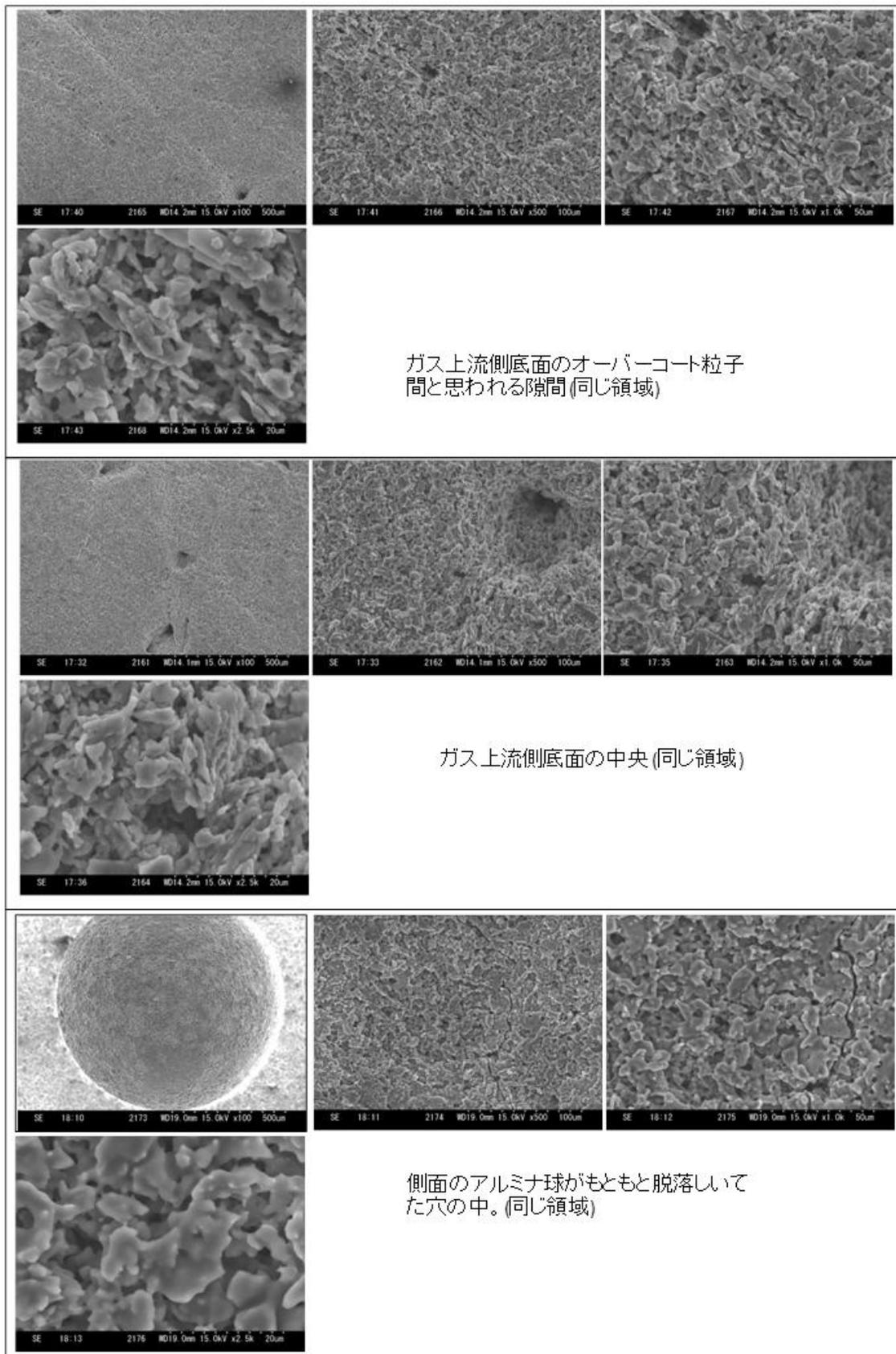
A-5.3.2.4 表面 SEM 観察

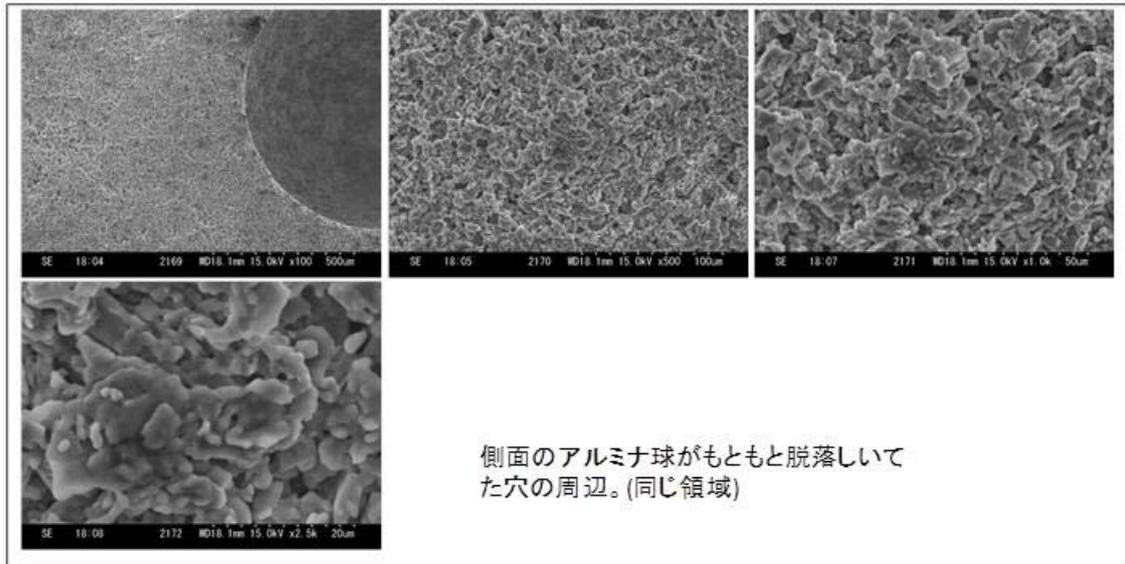
A-5.3.2.4.1 試験前





A-5. 3. 2. 4. 2 試験後





備考・所見：

- ▶ アルミナ粒子がもともと脱落していた穴の中及び周辺では溶融・凝固したような形跡がみられた。

参考文献

- [A-5-1] 井川勝市、他：レジンボンド黒鉛成形体と SiC ボンド黒鉛成形体の水蒸気腐食の比較、JAERI-M7477 (1978).
- [A-5-2] K. Ikawa, et al., “Reaction hot press of graphite-silicon”, High Temperature-High Pressures 9 (1977) 431-435.
- [A-5-3] 平成 26 年度 文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業 原子力基礎基盤戦略研究イニシアティブ「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」成果報告書
- [A-5-4] 平成 27 年度 文部科学省 国家課題対応型研究開発推進事業 英知を結集した原子力科学技術・人材育成推進事業「高温ガス炉の安全性向上のための革新的燃料要素に関する研究」成果報告書

付録 A-6 解析評価に関する付録

本付録は、本編中「3.1.1.4 解析評価」における計算結果の詳細を収録するものである。

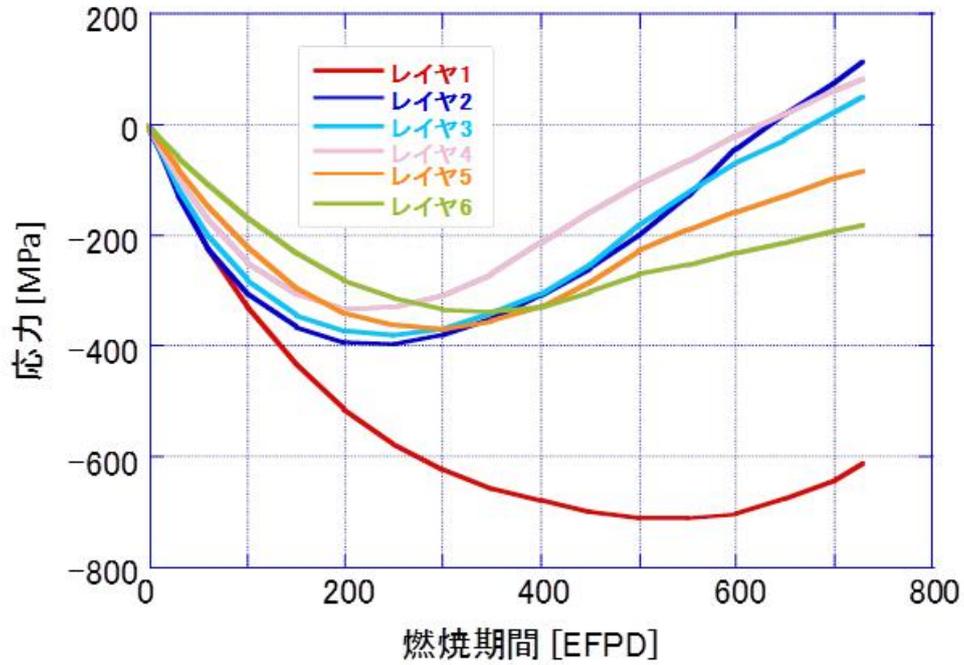


図 A-6-1 健全 CFP の SiC 層内面における周方向応力の履歴

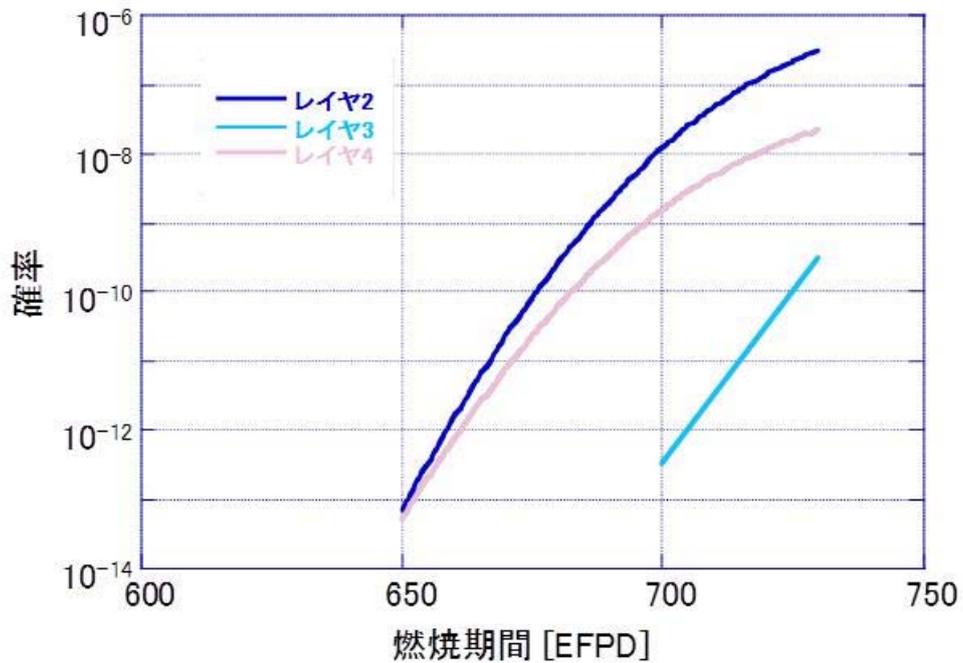


図 A-6-2 初期健全 CFP の破損確率の履歴 (貫通破損・SiC 層破損両方を含む)

注：レイヤ 1, 5, 6 における確率は 0 である。

付録 A-7 耐酸化燃料要素の検査技術開発に関する付録

A-7.1 はじめに

本付録は、H28 年度に行った耐酸化燃料要素の検査技術開発に関する付録である。H28 年度は、原子力機構殿より支給された焼成された耐酸化燃料要素成形体を用いて、平成 27 年度までに検討した検査条件を基準に金相試験及び X 線透過試験並びに SiC 母材の解砕試験を実施した。

A-7.2 金相検査方法の検討

SiC 母材の均質性ならびに粒子分散状態等の把握を目的とした金相検査方法について、原子力機構殿より支給された耐酸化燃料試作品を用いて以下の試料切断、切断面の研磨、研磨面のエッチング手法について検討を行った。それぞれの手法の基本的条件は、平成 27 年度に検討した結果を反映した。

図 A-7-1 に試験で使用した耐酸化燃料試作品 00CM15A-01-09(以下 No. 25 と称す)及び 00GC16-55915A3-2-08 (同 No. 75)、00CM 15A-01-10 (同 No. 28) の検査試験前外観を示す。



図 A-7-1 試験前の耐酸化燃料試作品外観

A-7.2.1 金相試料の切断

試料切断方法として、平成 27 年度に試験したダイヤモンドホイールによる方法を基準として切断試験を行った。

カッターは、樹脂製で平成 27 年度の SiC 焼結体切断で切断結果が良好であったナストンゴールドスーパー (CA1-15005) と高速カッターの組み合わせの他、カッター本体が金属製のダイヤモンド切断ホイール (11-304) と精密切断機の組み合わせの 2 通りの試験を実施した。

図 A-7-2 に切断試験の様子及び切断後試料の外観を、表 A-7-1 に切断試験条件の比較を示す。

表 A-7-1 ダイヤモンドホイールによる切断試験条件の比較

項目	平成 27 年度	本年度
ナストンゴールド+高速カッター	(SiC 焼結体)	No. 75
回転速度	3400rpm	3400rpm
送り速度	0.86~1.11mm/分	0.7mm/分
ダイヤモンド切断ホイール+精密切断機	-	No. 25
回転速度	-	100rpm
負荷荷重	-	50g



a) ナストンゴールドと高速カッターによる切断状況
(写真は昨年度の SiC 成形体)



b) 切断ホイールと精密切断機による切断状況
(試料は耐酸化燃料成形体)



c) ナストンゴールド+高速カッターによる切断面
(試料は No.75)



d) 切断ホイールと精密切断機による切断面
(試料は No.25)



e) ナストンゴールドの破損状況

図 A-7-2 切断試験状況及び耐酸化性燃料成形体切断後試料の外観

今回切断した2通りの耐酸化燃料要素試作品切断の結果、写真に示す様に粒子の剥がれ脱落が見られたが模擬粒子の脱落の程度に差がみられた。

ナストンゴールドスーパーと高速カッターで切断した試料 (No. 75) の方がより多くの脱落やその影響を受けた表面の凹凸がみられた。切断の過程では、写真 c) に示す様に切断時の負荷変動によりカッターが破損する現象がみられた。

一方、切断ホイールと接密切断機で切断した試料 (No. 25) にも粒子の脱落は見られたが比較的少なく粒子脱落に伴うマトリックス面の凹凸発生も少なかった。また、カッターの破損等も見られなかった。

破損については、高速カッターが切断試料の状況にかかわらず設定値通りの送り速度で切断使用とするためカッターへの負荷が変動するのに対して、精密切断機はカッターを押し付ける負荷が一定であること及び、ナストンゴールドスーパーはカッター全体がセラミックであるのに対して切断ホイールはカッター本体が金属製であるため耐衝撃性に優れることが影響しているものとする。

これらより、切断試料としては、より平滑な方が後工程上有利であるため、耐酸化燃料要素の切断は、ダイヤモンド切断ホイールと精密切断機による切断が適していることが分かった。

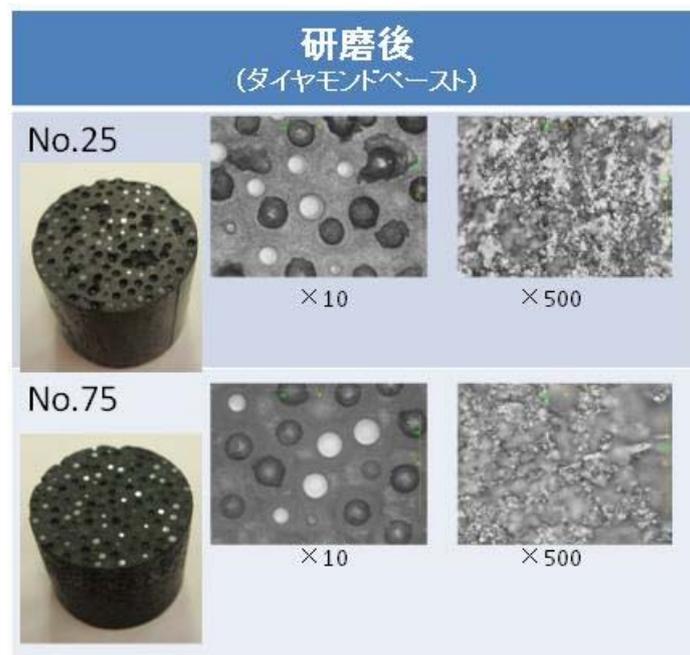
A-7.2.2 試料切断面の研磨

切断後の耐酸化燃料要素試作品を用いて、平成 27 年度までに検討したダイヤモンドペーストを用いた研磨に基づいて金相試験試料を作成した。

表 A-7-2 に研磨後試料の外観と顕微鏡観察（500 倍）の結果を示す。平成 27 年度に実施した SiC 焼結体と同手法のダイヤモンド砥石による粗研磨後に粒度 $9\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストで研磨しても、マトリックス部は鏡面に仕上げることができないことが分かった。一方、模擬粒子の表面は鏡面研磨することが出来る。これは、SiC 焼結体と異なり耐酸化燃料要素試作品は、模擬粒子が分散しているなど組成が一樣では無いこと及び模擬粒子に比べマトリックス部の密度及び硬度が低いためであると考えられる。

なお、表に示す様に鏡面仕上げはできなかったものの、本試験にて得られた研磨後試料はマトリックスの均一性と粒子分散状態の把握するために必要十分な仕上げ状態であるといえる。

表 A-7-2 SiC 切断サンプルの研磨後試験結果

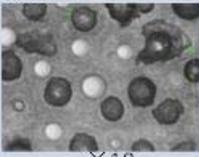
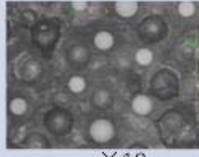
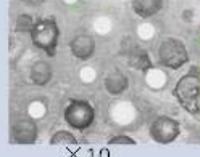
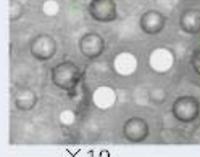
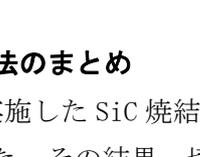
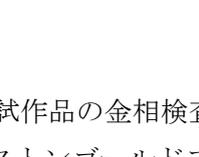


A-7.2.3 研磨面のエッチング

前述のとおり、マトリックス部の研磨面は鏡面仕上げすることが出来なかったが、これらの研磨後試料を用いて、金相試料の組織観察を行うために必要な結晶組織の顕在化を目的として溶解アルカリを用いたエッチングを行った。エッチング方法は平成 27 年度に試験と同様に水酸化カリウム(以下 KOH と称す)を約 500°C に熱して溶解させ研磨後試料を浸漬した。前年度試験結果より、浸漬時間は 2 分程度で良いことが分かっているが、マトリックス部が鏡面まで仕上げることができなかったことを受けて倍の 4 分とした。なお、2 分の時点でも取出し観察をおこなった。

表 A-7-3 にエッチング後の観察結果の一覧を示す。その結果、マトリックス部の外観はエッチング前後で表面の凹凸が小さくなったが見え方に大差が無いことが分かった。

表 A-7-3 SiC 切断サンプルの研磨及びエッチング試験結果

研磨後 (ダイヤモンドペースト)		エッチング 2 分 溶解 KOH: 500°C		エッチング 4 分 溶解 KOH: 500°C	
No.25					
					
×10	×500	×10	×10	×500	×500
No.75					
					
×10	×500	×10	×10	×500	×500

A-7.2.4 金相検査方法のまとめ

平成 27 年度に実施した SiC 焼結体での試験結果をもとに、耐酸化燃料要素試作品の金相検査手法について検討した。その結果、切断手法としては、昨年度試験を行ったナストンゴールドスーパードと高速カッターによる切断よりダイヤモンド切断ホイールと精密切断機による切断が適していることが分かった。

研磨については、前年度試験と同様にダイヤモンド砥石による粗研磨後に粒度 9 μm のダイヤモンドペーストで研磨することで、鏡面仕上げはできないものの、マトリックスの均一性と粒子分散状態の把握するために必要な仕上げ状態とすることが出来ることが分かった。

一方、金相面のエッチングについては、耐酸化燃料要素試作品のマトリックス部は多数の凹凸がある組織であったため、エッチングにより結晶組織観察ができる状態とすることが出来なかった。なお、CFP の模擬粒子は、研磨にて鏡面仕上げができたため従来法である酸によるエッチングで結晶組織を観察できることが分かった。

これらより、耐酸化燃料要素の粒子分散状態の金相検査手法が確立されたと言える。

A-7.3 X線透過法の検討

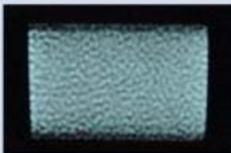
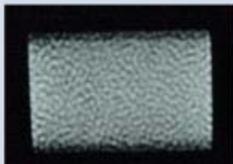
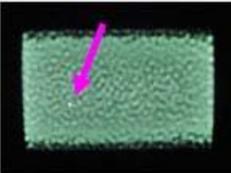
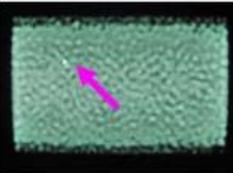
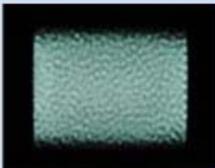
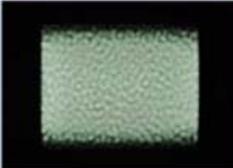
耐酸化燃料要素中の被覆粒子分散状況を検査するためのX線透過手法について原子力機構殿より提供された耐酸化燃料試作品を用いて検討を行った。

本検討では、軽水炉用燃料棒端栓溶接部の検査で用いられるX線検査装置(エクスロン社製)を使用し、最適な撮影条件の確認を行った。試験は、平成27年度試験結果に基づき加速電圧40kV、照射時間10分として撮影、より明瞭な画像を得るため、加速電圧を昨年度の40kVより45kVに微調整した上で各試料を横置きに配置して、仮に設定したX方向と90°回転させたY方向を撮影した。

表A-7-4にそれぞれの耐酸化燃料試作品のX線写真を示す。

加速電圧45kV、照射時間10分の条件で撮影された写真において、耐酸化燃料試作品のX-Y方向それぞれにおいて粒子分散状態が明瞭に判別できることが確認された。また、No.28試料においては、組織中に介在物とみられる白点が観察された。これよりX線観察手法は、耐酸化燃料要素中の有意な空隙の有無が判別可能であり、粒子分散状態の検査手法として適用可能であり、さらに金属介在物等の異物検査に流用が可能であることを確認した。また、その撮影条件を得ることが出来た。

表 A-7-4 耐酸化燃料要素の X 線透過画像一覧

試料 No.	X 線透過画像撮影条件：加速電圧 45KV 10 分照射 (同一試料を 90° 回転させて撮影)	
No. 25		
No. 28 (矢印部は介在物とみられるもの)		
No. 75		

A-7.4 SiC 母材の解砕試験法の検討

HTTR用燃料コンパクトの検査手法として確立された硝酸浸出法にもとづく粒子破損率検査に不可欠な前処理技術を開発するため、耐酸化燃料要素のマトリックス解砕試験を行った。

試験は平成 27 年度に実施した SiC 焼結体を用いた試験結果を受けて、本年度は耐酸化燃料要素試作品を用いて、高温の熔融塩である熔融 KOH による解砕手法及び弗酸等を用いた加圧酸分解によるの解砕と、新たにマイクロ波加熱酸分解法の適用性を検討した。

マイクロ波加熱酸分解法は、平成 27 年度の検査技術開発成果として、加圧酸分解法による検討による解砕手法は溶解量が 20%を超えており解砕手法として適用できる可能性を得たが、一方で処理時間が 16 時間と比較的長い欠点があった。そこで、処理時間を短縮することが可能な解砕手法として米国オークリッジ国立研究所(ORNL)で報告のある黒鉛マトリックスの燃料コンパクトのマイクロ波加熱酸分解法[A-7-1]の適用性を新たに検討した。

なお、弗酸酸化法は平成 27 年度の検査技術開発成果として、加圧酸分解法より更に処理時間が長いことが分かっているため本年度は検討しなかった。

表 A-7-5 にこれら解砕試験結果の一覧を示す。

表 A-7-5 耐酸化燃料要素の解砕試験結果一覧

解砕方法	解砕前の外観と重量	解砕後の外観と重量
熔融KOH法 試験状況(試料投入)	 15A-01-09-1 (0.5405g) 15A3-2-08-1 (0.6422g)	 No.25 (0.294g:45.6%減) No.75 (0.274g:57.3%減) (解砕条件:500°C,1時間)
加圧酸分解法 試験状況(耐圧加熱容器)	 15A3-2-08 (0.6725g)	 15A3-2-08-2 (0.2505g:62.8%減) (左:水洗浄時,右:ろ過乾燥後) (解砕条件:230°C,1時間保持(昇温5時間))
マイクロ波加熱酸分解法 試験状況(左:加熱装置,右:高圧ローター)	 15A-01-09 (No.25: 3.8097g)	 解砕後(1.739g 54.4%減) (解砕条件:220°C,40分保持(昇温20分))

A-7.4.1 熔融 KOH 法による検討

SiC 焼結体解砕試験で解砕手法として適用できる可能性があったため、平成 27 年度技術開発成果をもとに約 500°C 加熱して熔融 KOH とした中に、耐酸化燃料要素より切り出して精秤した試料を 1 時間浸漬し、浸漬前後の外観及び重量差より溶解した重量減少率(減少した重量/全体重量)を算出した。

試験の結果、1 時間浸漬した試料はいずれも試料形状は消失し、解砕され模擬粒子と若干のマトリックスの残留物とみられるものが残留している状態であった。重量減少率は No. 25 で 45.6wt%、No. 75 は 57.3wt%であった。

本結果より、熔融 KOH 法は SiC マトリックスの耐酸化燃料要素を十分に解砕し、内部の粒子のみを取り出すことができる前処理技術であることが確認された。

更に、解砕後の残渣物について確認した。図 A-7-3 に No. 25 試料解砕時の模擬粒子を除いた残留物 XRD 結果を、図 A-7-4 に No. 75 の同結果を示す。なお、測定条件は、Cu-K α 1, 40kV, 30mA とした。No. 25 の残渣には主に Si 及び C が含まれることが分かり、No. 75 には Si、C と SiC が含まれることが確認されそれぞれマトリックスの残渣であることが分かった。

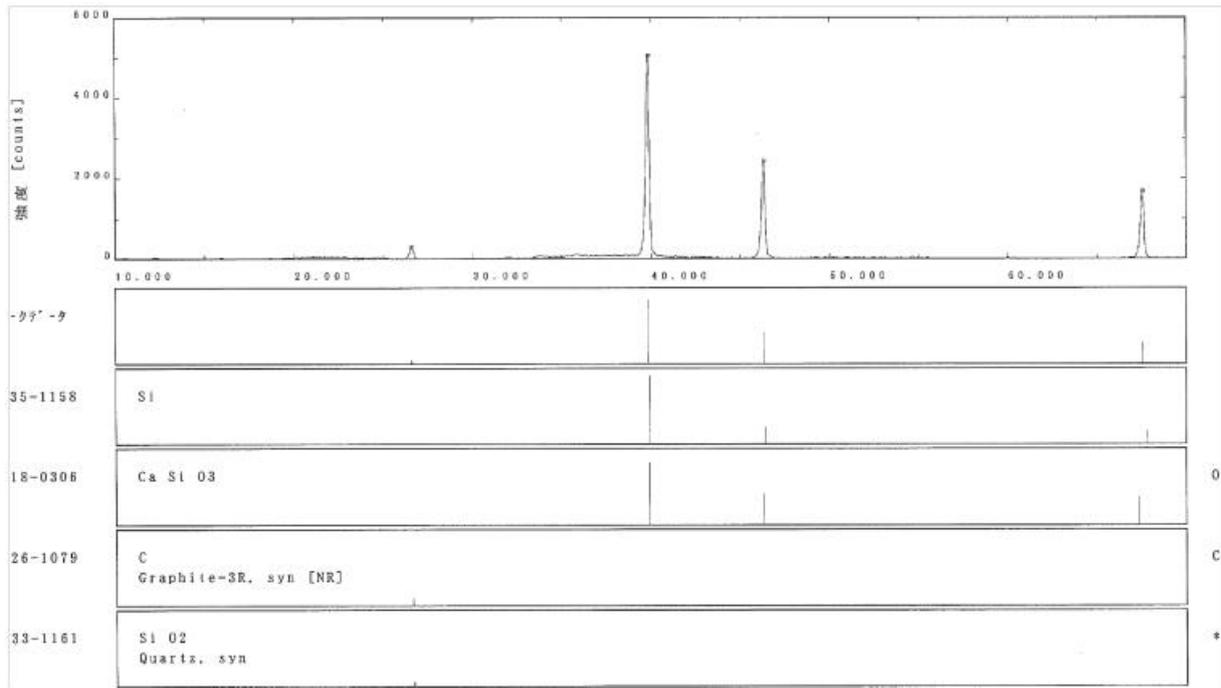


図 A-7-3 No. 25 試料解砕後残留物の XRD 結果

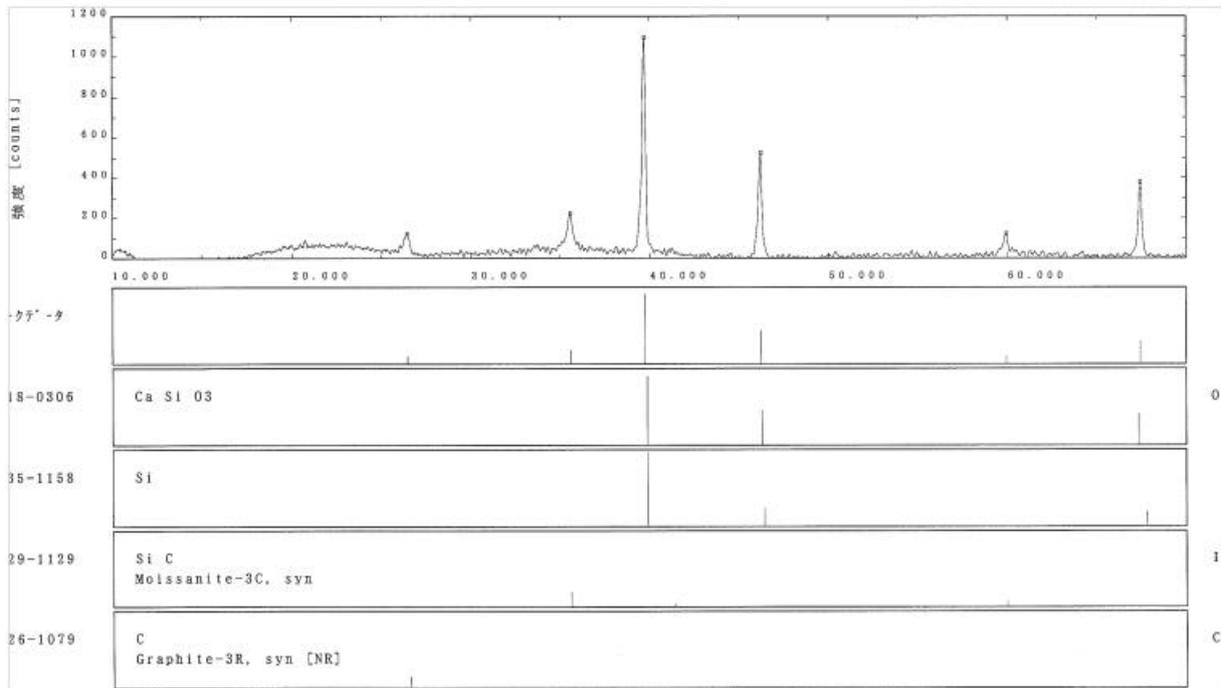


図 A-7-4 No. 75 試料解砕後残留物の XRD 結果

A-7.4.2 加圧酸分解法による検討

平成 27 年度技術開発成果をもとに試験を実施した。試験は、加圧酸分解専用容器を用いて、その中に溶解液（48%硫酸 50 vol%、66%硝酸 38 vol%、48%弗酸 12 vol%）とあらかじめ切断して精秤した耐酸化燃料要素試料を入れ密閉し、マッフル炉内で 230℃加熱（5 時間昇温）、その後 1 時間保持したのち冷却、試験後焼結体を精秤し、溶解した重量減少率を算出した。

1 時間浸漬後の試料を水で洗浄した所、試料形状は消失し、ほぼ粒子のみが残留物した状態であった。重量減少率は 62.8wt%であった。

本結果より、加圧酸分解法は SiC マトリックスの耐酸化燃料要素を十分に解砕し、内部の粒子のみを取り出すことができる前処理技術であることが確認された。

なお、現状、昇温時の試料容器温度測定手段がないため、230℃とするために約 5 時間を要しているが、今後の検討により最適化が可能であると考えられる。

A-7.4.3 マイクロ波加熱酸分解法による検討

マイクロ波加熱酸分解法の工程フローを図 A-7-5 に示す。試験に使用したマイクロ波加熱酸分解装置は既出の表 A-7-5 に示す。

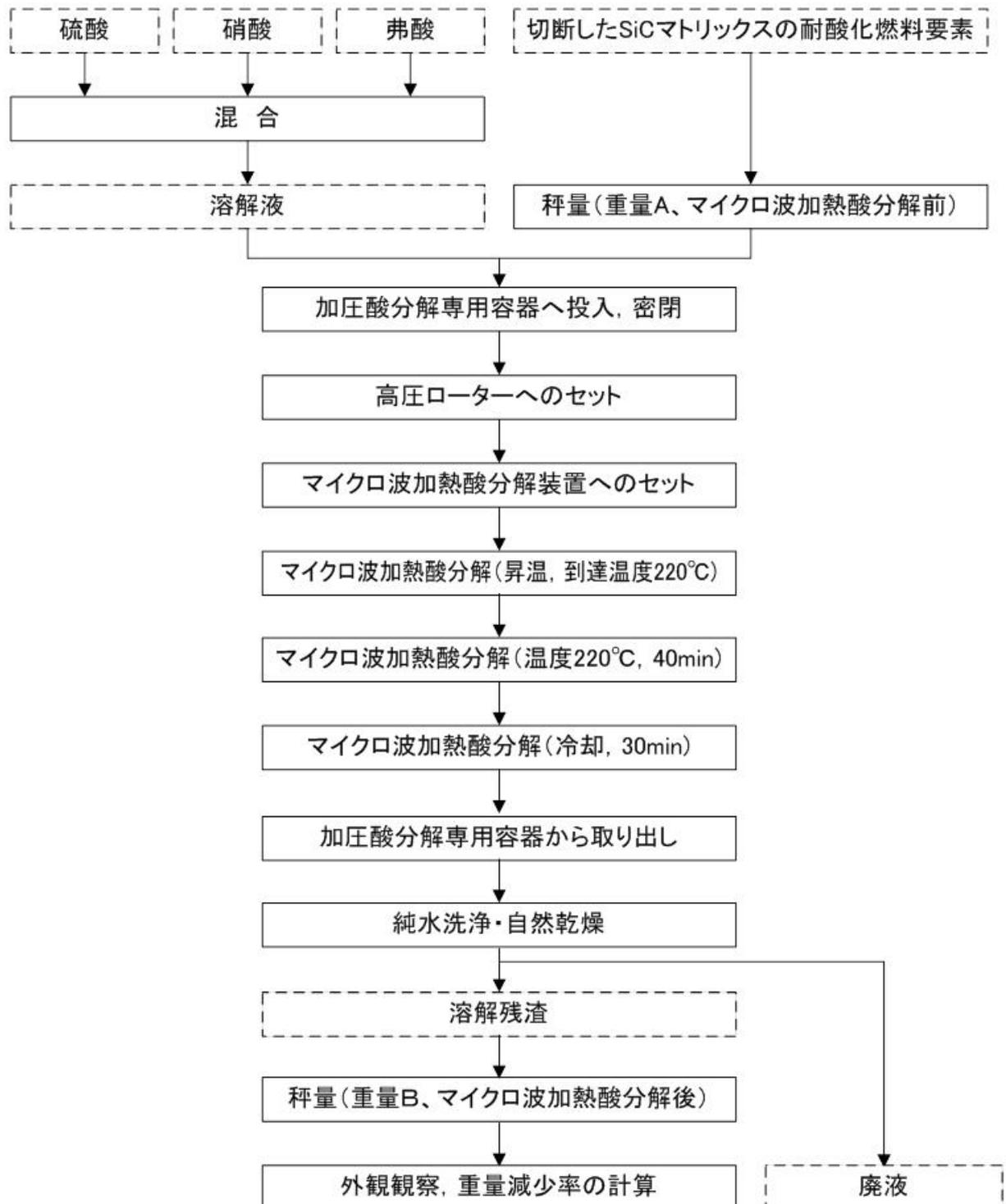


図 A-7-5 マイクロ波加熱酸分解法の工程フロー

試験は、加圧酸分解専用容器を用いて、その中に溶解液（48%硫酸 50 vol%、66%硝酸 38 vol%、48%弗酸 12 vol%）と切断した SiC マトリックスの耐酸化燃料要素(00CM 15A-01-09)を入れ密閉し、高圧ローターへのセット後、マイクロ波加熱酸分解装置内で 220°Cまで 20min で昇温、その後 40min 保持したのち冷却した。冷却後、加圧酸分解専用容器から溶解残渣を取り出し、純水洗浄・自然乾燥後、溶解残渣の外観観察及び重量減少率を求めた。

マイクロ波加熱酸分解後の溶解残渣は、重量減少率 54.4wt%であり、耐酸化燃料要素の形状は消失し、ほぼ粒子のみであることがわかる。このことからマイクロ波加熱酸分解法は SiC マトリックスの耐酸化燃料要素を十分に解砕し、内部の粒子のみを取り出すことができる前処理技術であることが判明した。

以上のことから、マイクロ波加熱酸分解法は短時間で処理可能な解砕手法として適用できる可能性があることが分かった。

A-7.4.4 SiC 母材の解砕試験法のまとめ

各種解砕試験結果より、熔融 KOH 及び加圧酸分解並びにマイクロ波加熱酸分解法いずれにおいても耐酸化燃料要素の解砕が可能であることが確認された。

解砕手法はそれぞれに特徴があり、実用化の際の選定に際しては検討が必要である。以下に各解砕手法における概略特徴を示す。

- ▶ 熔融 KOH 法：特殊容器不要、溶解温度が高く冷却時間長い。容器は解放型なので進捗状況を把握できるがマトリックス溶解すると KOH が濁り状態把握が困難。
- ▶ 加圧酸分解法：専用容器が必要。溶解温度が低く冷却時間短。密封容器であり開封しないと内容物が見えない。昇温時間に関する検討が必要。
- ▶ マイクロ波加熱酸分解法：専用容器、装置が必要。処理時間短い。密封容器であり開封しないと内容物が見えない。

参考文献

- [A-7-1] A. K. Kercher, J. D. Hunn, J. R. Price, G. E. Jellison, F. C. Montgomery, R. N. Morris, J. M. Giaquinto, D. L. Denton, Advanced characterization methods for TRISO fuels, February 17, 2005

付録 A-8 特性評価試験及び成形モデルの構築に関する付録

A-8.1 はじめに

本付録は、H28 年度に行った「成形モデルの構築」及び「特性評価試験」に関するものである。本付録においては、理解しやすくするため、これら事業項目を本編中における順序とは逆に「特性評価試験」「成形モデルの構築」の順序で述べることとする。

なお、ヤング率の単位としては通常は[GPa]が使用されるが、ここでは記述を簡単にするために(具体的には「表 A-8. 3-1 係数一覧」を 1 つの表で済ますため) [MPa]を用いることとする。

A-8.2 特性評価試験

A-8.2.1 はじめに

ここでは、本事業で作成した耐酸化燃料要素を用いて下記のような機械特性を評価する。

- 超音波測定による
 - ✓ 動的ヤング率 E_D [MPa]
- 圧縮試験による
 - ✓ 静的ヤング率 E_S [MPa]
 - ✓ ポアソン比
 - ✓ 圧縮破壊強度 σ_c [MPa]

A-8.2.2 方法

(1) 試料

本編中「3. 1. 1. 2. 4. 3. 3 (1)「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」のための試料の焼成及び「耐酸化燃料要素の成形モデル構築」の結果の概要」にて焼成した 13 個の試料である。その外観の例を図 A-8. 2-1 に示す。



図 A-8. 2-1 試験片外観(No. 49)

機械特性データを取得するため、試験片の寸法および重量を測定した。離型剤による試験結果への影響を少なくするため、事前に試験片に付着している離型剤をエタノールにより極力除去した。試験片の直径および長さの測定はマイクロメータを用いてそれぞれ 3 回測定し平均値を算

出した。また、重量は電子天秤(Mettler-Toledo International Inc. 製、XS205)を用いて 3 回測定し、平均値を算出した。最後に測定した試験片の寸法および重量から、嵩密度を算出した。各試験片の寸法・重量・嵩密度を、バッチ名等とともに表 A-8. 2-1 に示す。

表 A-8. 2-1 用いた試料

焼成した 順番	試料 No.	バッチ名	直径 [mm]	長さ [mm]	重量 [g]	嵩密度 [g/cm ³]
1	42	00GC15-55908A3-06	20.139	22.842	14.4971	1.9924
2	43	00GC15-55908A3-07	20.148	22.615	13.8566	1.9217
3	44	00GC15-55908A3-08	20.129	23.252	14.1178	1.908
4	45	00GC15-55908A3-09	20.14	24.244	14.4298	1.8683
5	46	00GC15-55908A3-10	20.187	23.148	14.3779	1.9406
6	47	00GC15-55908A3-11	20.18	23.492	14.4091	1.9177
7	48	00GC15-55908A3-12	20.154	22.777	14.0066	1.9277
8	49	00GC15-55908A3-13	20.145	23.449	14.348	1.9198
9	50	00GC15-55908A3-14	20.157	27.081	16.6275	1.9242
10	51	00GC15-55908A3-15	20.169	22.519	13.9569	1.94
11	52	00GC15-55908A3-16	20.177	23.518	14.5449	1.9343
12	53	00GC15-55908A3-17	20.161	23.12	14.0267	1.9005
13	54	00GC15-55908A3-18	20.149	23.693	14.162	1.8746

(2) 超音波測定

13 個の試験片に対して平成 27 年度と同様に超音波パルス法による測定を行い、音速を取得した。測定に使用した実験装置であるインテリジェント超音波探傷器(KJTD Co., Ltd. 製、USI550)を図 A-8. 2-2 に示す。



図 A-8. 2-2 インテリジェント超音波探傷器(KJTD Co., Ltd. 製、USI550)

縦波および横波速度測定用 0.5, 1, 5 [MHz]探触子を用いて透過法により各試験片に対して縦波および横波速度を 5 回測定し、それぞれ平均値を算出した。縦波測定時は、探触子と試験片を密着させるために水を媒質として使用した。この際、水が試験片に浸透することを防ぐために探触子と試験片の接触面にテープを貼り測定した[A-8-1]。

測定した縦波および横波速度を用いて、以下に示す(A-8-1)式により動的ヤング率を算出した[A-8-2]。ここで、 E_D は動的ヤング率 [MPa]、 ρ は嵩密度 [kg/cm³]、 V_S は横波速度 [m/s]、 V_L は縦波速度 (m/s)である。

$$E_D = \rho V_S^2 \times \frac{3V_L^2 - 4V_S^2}{V_L^2 - V_S^2} \quad (\text{A-8-1})$$

(2) 圧縮試験

13 個の試験片に対して圧縮試験を行うことにより、圧縮破壊強度・静的ヤング率・ポアソン比を取得した。圧縮試験には圧縮試験機(SHIMADZU CORPORATION 製、UNIVERSAL TESTING MACHINE REH-50)を用いた。また、圧縮試験機付属のロードセルおよびひずみゲージ(Kyowa Electronic Instruments Co., Ltd. 製、KFG-1-120-D16-11L1M2S)をデータロガー(Tokyo Sokki Kenkyujo Co., Ltd. 製、TDS-302)に接続し、荷重とひずみを同時に測定して行った。試験条件として、クロスヘッドスピードを 0.5 mm/min、サンプリング周波数を 1 Hz とした[A-8-3]。圧縮試験機の概略図を図 A-8.2-3 に示す。

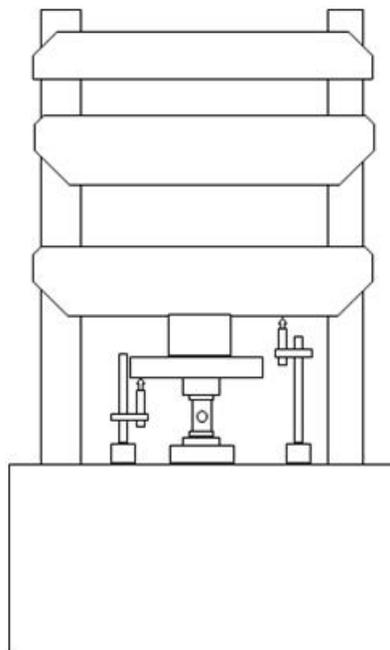


図 A-8.2-3 圧縮試験機の概略図

測定したデータを用いて圧縮応力を(A-8-2)式により算出した。静的ヤング率は、(A-8-3)式より0.01~0.05%のひずみ範囲で算出した[A-8-4]。ここで、 σ は圧縮応力 [MPa]、 P は荷重[N]、 A は断面積 [mm²]、 E_s は静的ヤング率 [GPa]、 ε は歪である。

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (\text{A-8-2})$$

$$E_s = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{A-8-3})$$

また、最大荷重 P_{max} [N]より、以下(A-8-4)式により圧縮破壊強度 σ_c [MPa]を求めた。

$$\sigma_c = \frac{P_{max}}{A} \quad (\text{A-8-4})$$

A-8.2.3 結果

(1) 超音波測定

5 [MHz]探触子を用いて測定した音速及び評価した動的ヤング率を表 A-8.2-2 に示す。

表 A-8.2-2 各試料の各種特性評価結果

試料 No.	縦波速度 V_L [m/s] (5 [MHz] 探触子)	横波速度 V_S [m/s] (5 [MHz] 探触子)	動的 ヤング率 E_D [MPa] (5 [MHz] 探触子)	静的 ヤング率 E_S [MPa] (歪ゲージ より)	ポアソン 比	圧縮 破壊強度 σ_c [MPa]
42	2758	1707	1.38E+04	7.77E+03	0.224	37.9
43	2849	1799	1.45E+04	6.10E+03	0.152	43.9
44	2621	1658	1.22E+04	1.08E+04	0.338	20.3
45	2702	1705	1.27E+04	8.64E+03	0.149	27
46	2813	1759	1.42E+04	8.84E+03	0.162	51.9
47	2768	1755	1.37E+04	1.05E+04	0.233	31.6
48	2698	1673	1.28E+04	8.78E+03	0.178	47.2
49	2778	1760	1.39E+04	6.56E+03	0.123	38.2
50	2717	1745	1.35E+04	1.41E+04	0.253	30.9
51	2837	1797	1.46E+04	7.83E+03	0.22	42.1
52	2741	1737	1.36E+04	7.35E+03	0.269	33.3
53	2612	1660	1.22E+04	6.81E+03	0.245	32.8
54	2652	1666	1.22E+04	8.72E+03	0.16	36.7

また、0.5 及び 1 [MHz]探触子を用いて求めた動的ヤング率を図 A-8. 2-4 及び図 A-8. 2-5 に示す。

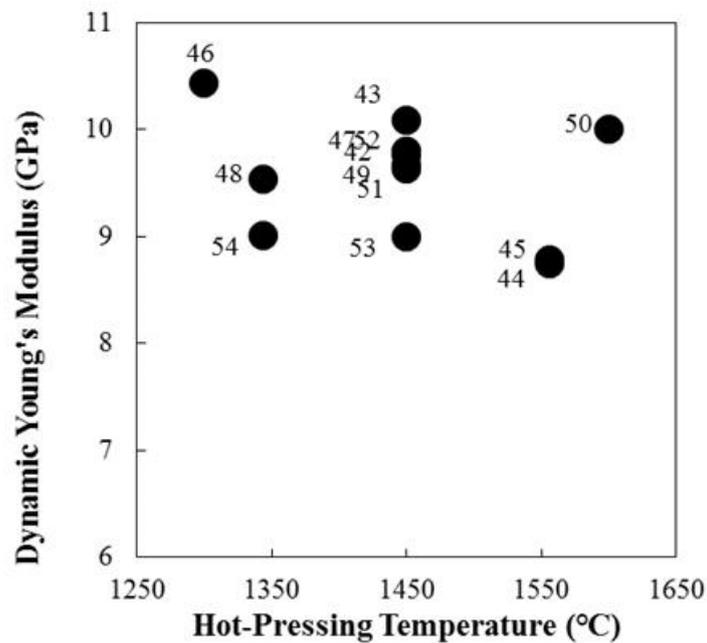


図 A-8. 2-4 ホットプレス温度と動的ヤング率の関係 (0.5 [MHz]探触子使用)

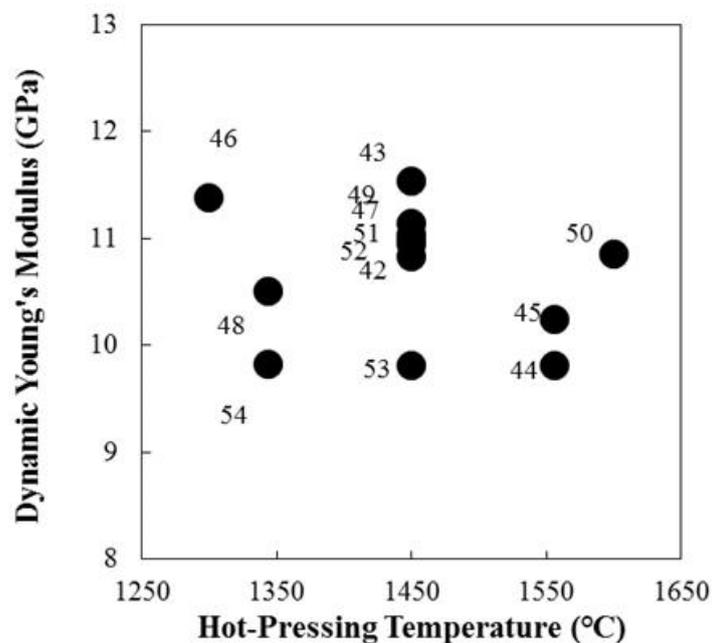


図 A-8. 2-5 ホットプレス温度と動的ヤング率の関係 (1 [MHz]探触子使用)

(2) 圧縮試験

歪ゲージから得た各試料の応力-歪線図を図 A-8. 2-6 に示す。点線は、ひずみデータが最大荷重まで取得できなかったため、応力-ひずみ線図の近似式を用いて最大応力まで、応力-ひずみ線図を補完したものである。

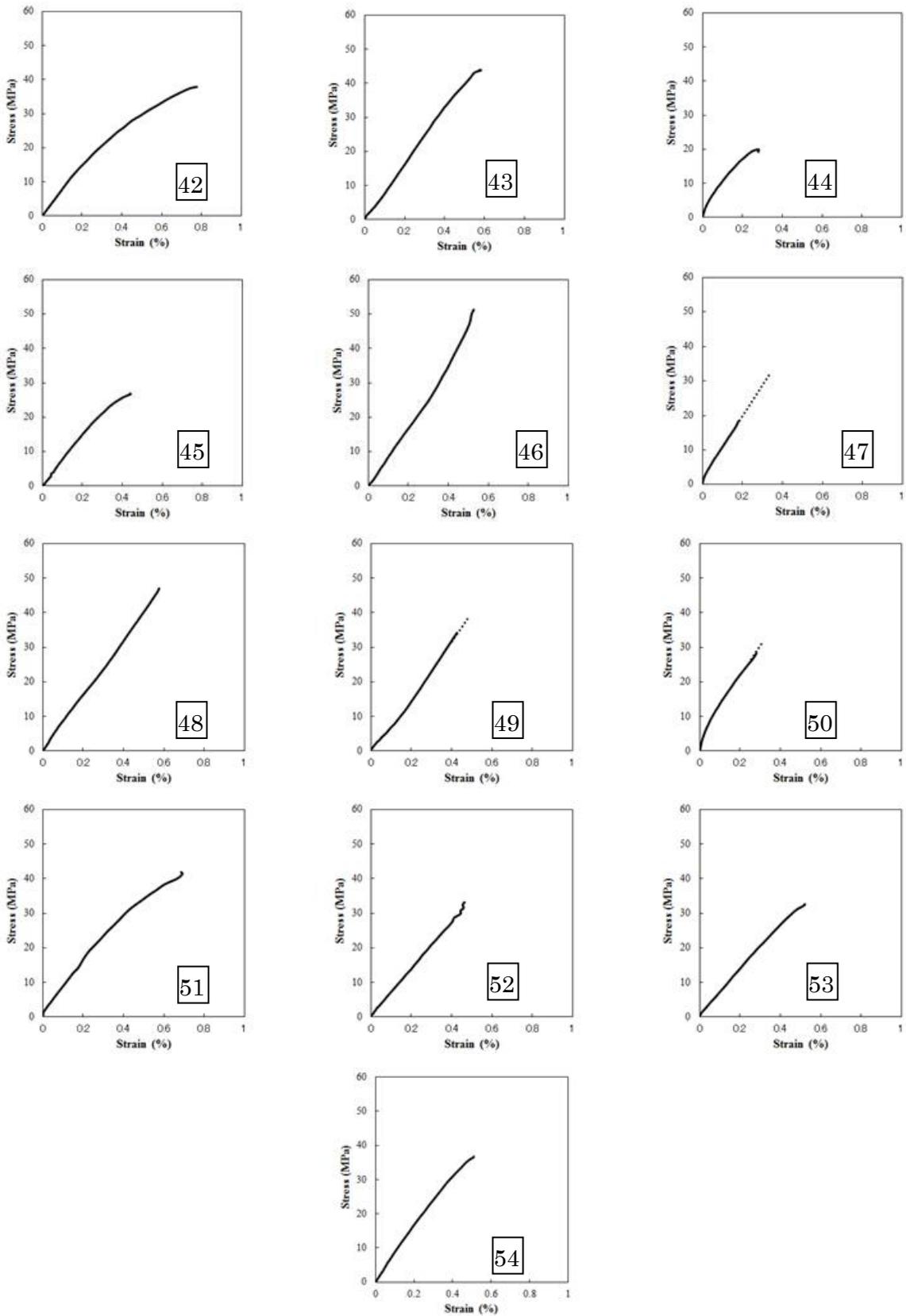


図 A-8.2-6 歪ゲージから得た各試験片の応力-ひずみ線図

加圧板の変位より作成した各試料の応力-歪線図を図 A-8. 2-7 に示す。

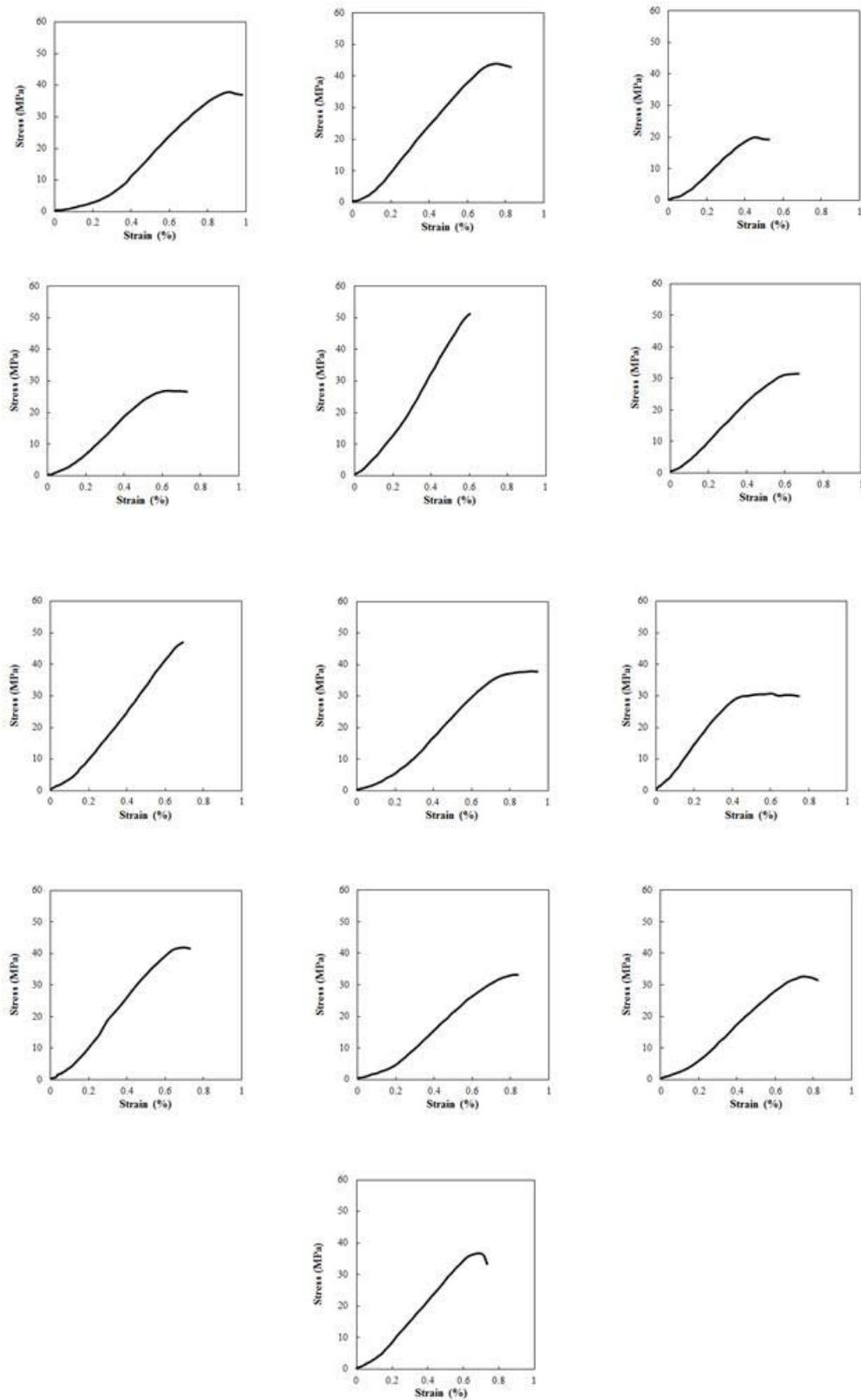


図 A-8. 2-7 加圧板の変位により作成した応力-ひずみ線図

圧縮試験直後の試料の様子を例を図 A-8. 2-8 に示す。



圧縮試験後の試験片(左から、ID43、ID46、ID49)

図 A-8. 2-8 圧縮試験直後の試料の様子为例

圧縮試験により評価した静的ヤング率、ポアソン比、圧縮破壊強度は上記表 A-8. 2-2 に示した。

A-8.3 成形モデルの構築

表 A-8. 2-2 に示した動的ヤング率 E_D [MPa]、静的ヤング率 E_S [MPa] 及び圧縮破壊強度 σ_c [MPa] と、本編中の表 3. 1. 3. 4-1 に示した成形パラメータ(ホットプレスの最高温度 x_1 [°C] 及び保持時間 x_2 [min]) の関係より、 E_D [MPa]、 E_S [MPa] 及び σ_c [MPa] 各々を y [MPa] とした場合の本編中の式(3. 1. 3. 3-2)式に Design Expert を用いて適応させ、応答曲面モデルを求めた。その結果を表 A-8. 3-1 に示す。

表 A-8. 3-1 係数一覧

y [MPa]	動的ヤング率 E_D	静的ヤング率 E_S	圧縮破壊強度 σ_c
β_0 [MPa]	-4.70E+04	3.59E+05	2.81E+02
β_1 [MPa/°C]	7.90E+01	-4.85E+02	-2.47E-01
β_2 [MPa/min]	1.05E+02	-2.14E+02	-2.04E-01
β_{11} [MPa/°C ²]	-2.79E-02	1.66E-01	4.93E-05
β_{22} [MPa/min ²]	-6.67E-01	-2.59E-01	-1.74E-03
β_{12} [MPa/°C/min]	8.42E-03	1.87E-01	3.20E-04

また、各々の応答曲面を図 A-8. 3-1～図 A-8. 3-3 に示す。

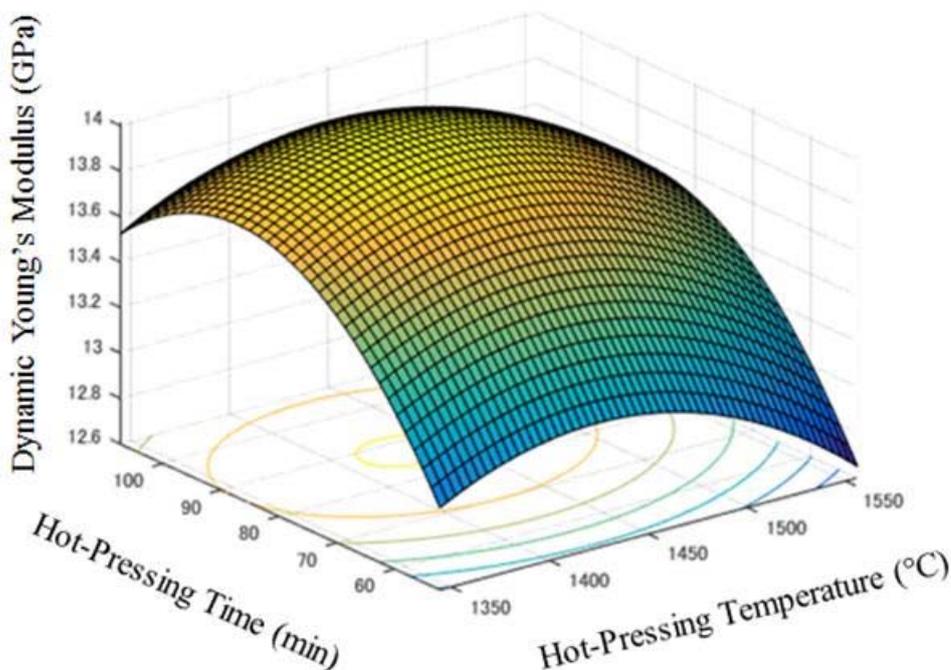


図 A-8. 3-1 動的ヤング率 E_D の応答曲面

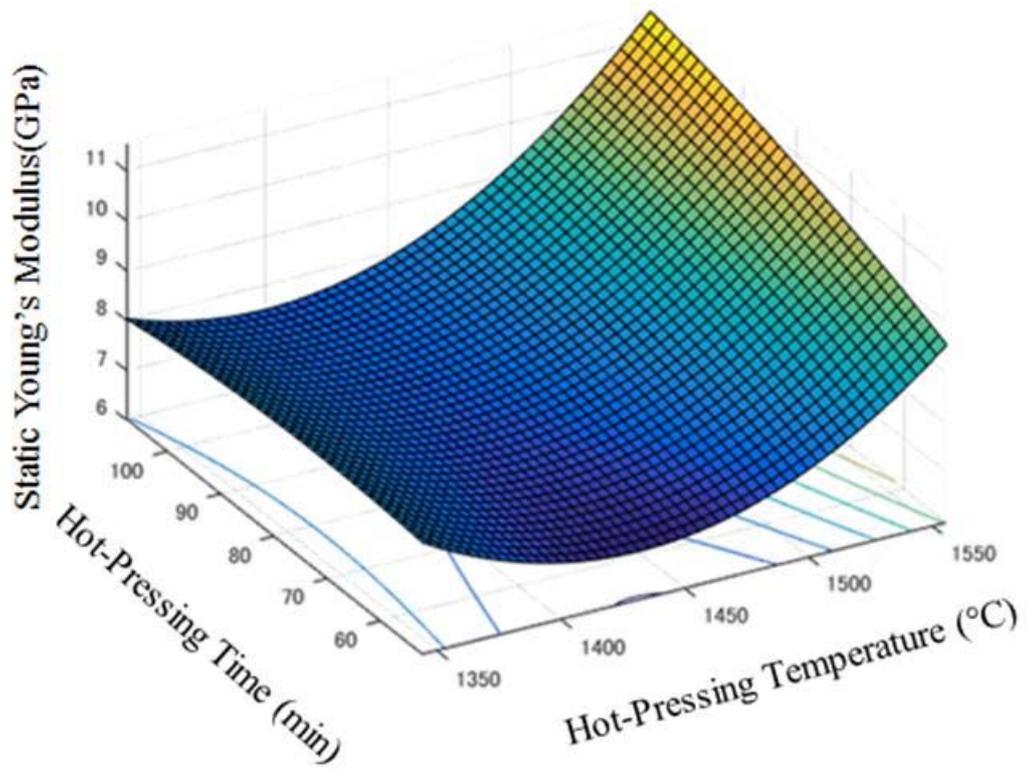


図 A-8. 3-2 静的ヤング率 E_s の応答曲面

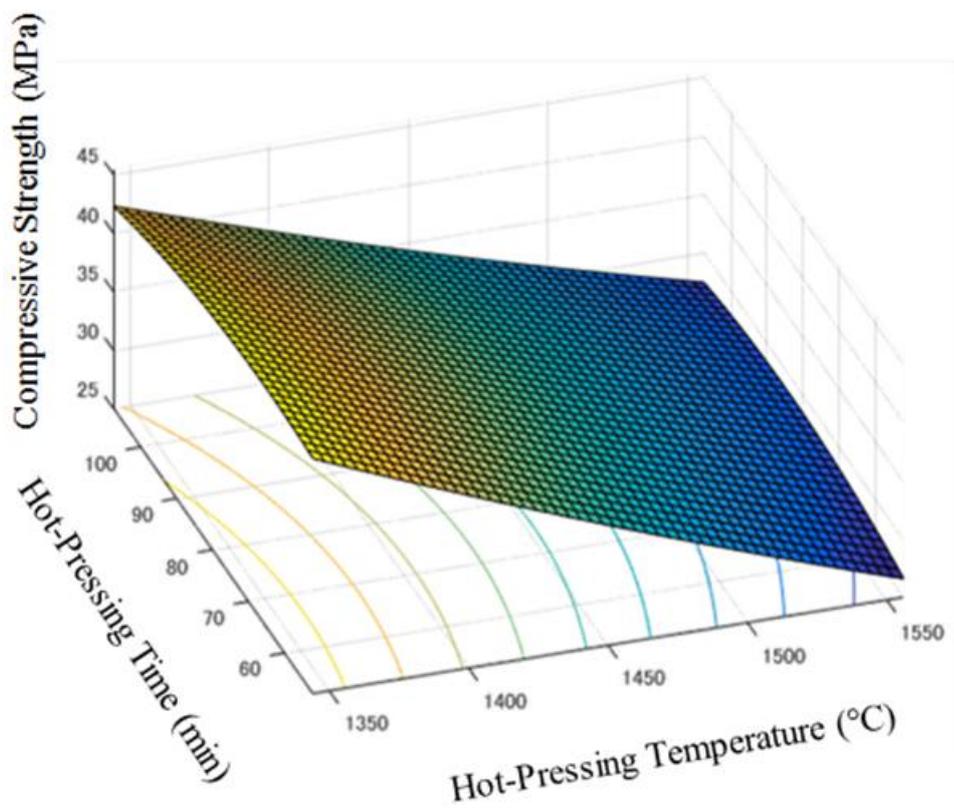


図 A-8. 3-3 圧縮破壊強度 σ_c の応答曲面

参考文献

- [A-8-1] 廣瀬貞雄, 裏垣博, 大岡紀一, 奥達雄, ” 黒鉛材料への超音波試験の適用, 非破壊検査”
38(11) 982-987, (1989)
- [A-8-2] JIS R 1602, “ファインセラミックスの弾性率試験方法”
- [A-8-3] JIS R 1608:2003, “ファインセラミックスの圧縮強さ試験方法”
- [A-8-4] Tatsuo Oku, Motokuni Eto, “Relation between static and dynamic Young ‘s modulus
of nucleargraphites and carbon” , Nuclear Engineering and Design 143(1993) 239-243

付録 A-9 研究推進に関する付録

本付録は、H28 年度に原子力機構が本事業の直接費を用いて行った研究推進の概要を収録するものである。

(1) 研究代表者と実施担当者出張による成果報告会参加

- 1) 出張者：研究代表者と原子力機構の実施担当者
- 2) 日付：平成 29 年 1 月 10 日
- 3) 場所：JST 東京本部
- 4) 主な内容

これまでの本事業の研究成果をポスター発表で報告した。

(2) 研究代表者出張による熊本大学との打ち合わせ

- 1) 出張者：研究代表者
- 2) 日付：平成 29 年 1 月 12 日
- 3) 場所：熊本大学黒髪キャンパス
- 4) 打ち合わせ相手：熊本大学の業務主任者
- 5) 主な打ち合わせ内容

- 熊本大学の事業の進捗状況について、ほぼ終了しており問題がないことを確認した。
- 熊本大学が行った機械特性試験の結果の説明を受け、評価方法について協議した。
- 熊本大学が作成する成果報告書の記載内容を議論し、2 月末までにドラフトを作成することとした。

(3) 研究代表者の外勤による原燃工との打ち合わせ

- 1) 出張者：研究代表者
- 2) 日付：平成 29 年 2 月 16 日
- 3) 場所：原燃工東海事業所
- 4) 打ち合わせ相手：原燃工の実施担当者
- 5) 主な打ち合わせ内容

- H28 年度本事業における NFI 再委託分の事業の実施状況の説明を受けた。概ね問題なく進捗していることを確認した。
- H28 年度本事業の再委託分の成果報告書等提出については、昨年と同様の時期になる見通しである旨説明し、準備を進めておくよう依頼した。