

共晶溶融物・移行固化試験材の分析

仕様書

1. 一般仕様

1.1 件名

共晶熔融物・移行固化試験材の分析

1.2 目的及び概要

日本原子力研究開発機構（以下、原子力機構）では、日仏間のナトリウム冷却高速炉協力を資するため、日仏シビアアクシデント研究における炉心混合物質の熱流動データベースを構築することを達成目標としている。その達成目標に向けて、本件では、流路内において共晶溶解物が固化し、閉塞に至るまでの移行に係る基礎データの取得することを目的としている。ここで得られた実験データは、実機評価に用いる評価手法の構築並びに解析コードの検証に活用される。本仕様書は、その予備試験として実施された共晶熔融物移行・固化予備試験材の材料分析に関するものであり、その仕様について定めるものである。

なお、本件は、「令和 X 年度高速炉実証炉開発事業（基盤整備と技術開発）」の一環として実施するものである。

1.3 契約範囲

1.3.1 契約範囲内

- | | |
|---------------------------|-----|
| 1) 共晶熔融物移行・固化試験材からの分析試料調製 | 1 式 |
| 2) 共晶熔融物移行・固化試験材の分析 | 1 式 |
| 3) 第 1.7 節に示す提出書類の作成 | 1 式 |
| 4) 試験体残材・分析後試料の梱包・送付 | 1 式 |

1.3.2 契約範囲外

- 1) 第 1.3.1 項記載の契約範囲内になきもの

1.4 納期

令和 8 年 3 月 19 日(木)

1.5 納入場所

(1) 納入場所

茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002 番地

日本原子力研究開発機構 大洗原子力工学研究所

高速炉研究開発部 ナトリウム機器技術開発 Gr

(冷却系機器開発試験施設 (AtheNa) 2 階居室)

(2) 納入条件

持込渡し

1.6 検収条件

2章の技術仕様の作業が終了し、かつ第1.8節の提出書類の完納および使用した試験体残材・分析後試料の返却をもって検収とする。

1.7 検査員及び監督員

検査員： 一般検査 管財担当課長

監督員： 大洗原子力工学研究所

高速炉研究開発部 原子炉安全工学グループ 技術副主幹

1.8 提出書類

図書名	提出時期	部数	確認
品質保証計画書	契約後速やかに	1部	不要
分析結果報告書	検収前までに	2部	要
分析結果等を収めた電子媒体 (DVD等)	納入時	1部	不要
委任又は下請負届 (原子力機構指定様式)	作業開始2週間前まで ※下請負等がある場合に提出のこと。	1式	要

(提出場所)

原子力機構大洗原子力工学研究所 高速炉研究開発部 原子炉安全工学 Gr

1.9 支給品

- 1) 品名 : a) 共晶熔融物移行・固化予備試験体 (10mmOD-4mmID×710mmL 程度の円柱状。部分的に熱電対固定用フィッティングがある)
b) 共晶熔融物移行・固化予備試験体から調整した分析試料 (10mmOD-4mmID×130mmL 程度の円柱状)
c) B₄C,SS 原料るつぼ内容溶解物 (約 150g)
d) B₄C-SS 標準試料 (検量線作成用として)
- 2) 数量 : a) 4本
b) 8個
c) 1個
d) 必要数
- 3) 引渡場所 : 受注者の作業所
- 4) 引渡時期 : 受注後1週間程度で送付
- 5) 引渡方法 : 宅配便による送付
- 6) その他 : 特になし

1.10 貸与品

特になし

1.11 品質管理

- (1) 受注者は、本件に係る品質管理プロセスを含む品質保証計画書を原子力機構に提出し、その確認を得ること。受注者は、受注者の品質保証計画書を遵守して、本仕様書に定められた作業を行うこと。また、受注者が作業の一部を下請会社等に外注する場合、品質に関する要求事項が下請会社等にまで確実に適用されていること。

- (2) 受注者は、契約期間中に品質保証計画書を変更した時及び不適合が発生した際に原子力機構からの要求があった場合には、立入調査及び監査に応じるものとする。なお、立入調査及び監査の詳細事項については、契約締結後、別途、機構との協議により定めるものとする。

1.12 適用法規・規格基準

- ・日本産業規格（JIS）（参考）

1.13 産業財産権等

- ・該当なし

1.14 機密保持

受注者は、本業務の実施に当たり、知り得た情報を厳重に管理し、本業務遂行以外の目的で、受注者、下請会社等の作業員を除く第三者への開示又は提供を行ってはならない。このため、機密保持を確実にできる具体的な情報管理要領書を作成・提出し、これを厳格に遵守すること。

1.15 安全管理

(1) 一般安全管理

- ・作業現場の安全衛生管理は、法令に従い受注者の責任において自主的に行うこと。

1.16 グリーン購入法の推進

- (1) 本契約において、グリーン購入法（国等による環境物品等の調達の推進等に関する法律）に適用する環境物品（事務用品、OA機器等）が発生する場合は、これを採用するものとする。
- (2) 本仕様書に定める提出図書（納入印刷物）については、グリーン購入法の基本方針に定める「紙類」の基準を満たしたものであること。

1.17 協議

本仕様書に記載されている事項及び本仕様書に記載のない事項について疑義が生じた場合は、原子力機構と協議の上、その決定に従うものとする。

2. 技術仕様

2.1 共晶溶融物移行・固化試験材からの分析試料調製

2.1.1 共晶溶融物移行・固化予備試験体からの共晶固化物取出し方法の検討

支給する共晶溶融物移行・固化予備試験体を、JAEA の指定する寸法で切断し 6 つに分割する*1。切り出した試料片外筒両側（例えば 180° 反対側）から外筒に切込みを入れ、内部の共晶固化物を回収する。

*1:試験体内部に詰まっている共晶固化物（鉄系ほか物）は非常に硬くて脆いため、試験体外筒（SS 製）を鉄鋼用カッターで切断し、内部の共晶固化物は折っても良い。

2.1.2 分析試料調製

第 2.1.1 項で切り出した共晶固化物のうち、JAEA の指定する切断片、及び支給する分析試料中から第 2.2.1 項～第 2.2.3 項で使用する分析試料を採取し調製する。なお、第 2.2.2 節に示す EPMA 用試料（2.2.3 節に示す微小部 X 線回折用試料と共用）については、径方向断面試料を表面研磨した上で用いることとする。

2.2 共晶溶融物移行・固化試験材の分析

2.2.1 試験材の成分分析（試料調整を含む）

- (1) 支給する B₄C-SS 標準試料を用いて、GDS 向け Fe, Cr, Ni, Mo, B, C（以下、主要元素とする）濃度評価用の検量線を作成する。
- (2) 前記(1) 検量線作成にあたり、B₄C-SS 標準試料に記載の成分分析結果はバルク試料の ICP 分析結果（20g 程度の試料の平均的な値）であるのに対し、前記(1) の GDS 分析結果は局部的（数 mm φ の非常に狭い領域）であるため、両者の B 濃度が異なる可能性がある。このため、GDS 分析後の標準試料を粉砕し、ICP にて B 濃度を再評価し、標準試料の B 分析結果と有意な差があるようであれば、JAEA と協議の上、GDS 分析箇所における ICP 分析結果を検量線作成時の B 濃度として用いる。
- (3) 第 2.1 節で調整した成分分析用試料を用い、GDS 分析により試料中の Fe, Cr, Ni, Mo, B, C の含有量を測定すること。
- (4) 分析員数：計 7 点（2 点/試験体×3 体、1 点/試験体×1 体）
検量線作成での分析員数：ICP、GDS それぞれ 4 点

2.2.2 径方向元素濃度分布

第 2.1 節で準備した表面研磨した径方向断面試料を用い、直径方向に端から端まで直線的にスキャンし、径方向の元素分布に有意な差異がないかを調べる。

- (1) 径方向断面試料における主要元素分布を直線状に連続測定する。EPMA の撮像可能視野（スキャン可能幅）を勘案し、複数の画像の張り合わせになっても良い。
- (2) 分析員数：計 15 点（2 点/試料×7 体、1 点/試験体×1 体）

2.2.3 微小部 X 線回折（試料作製、結晶相同定を含む）

第 2.1 節で準備した表面研磨した径方向断面試料を用い、試料中央付近及び試料外周部において微小部 XRD を実施し、結晶構造解析を実施し、結晶構造に有意な差異がないかを調べる。

- (1) 測定点数は 1 試料あたり、試料中央付近と試料外周部の計 2 点とし、基本的にはバルクの状態で行う。
- (2) Fe-Cr-Ni-B-C 系結晶構造に適した X 線管球の使用、管電圧・電流の選定および 2θ - θ 走査の選定を行うこと（測定雰囲気は大気環境下でよい）。なお、円筒状試料の内部と外周部で結晶相が異なっていないかを詳しく調べたいので、X 線のビーム幅は極力絞る（0.3mm 程度）。
- (3) 粗大結晶や選択配向の有無を 2 次元検出器のデバイリングから判断し、バルクの X 線回折での同定が困難な場合は、粉末 X 線回折も行うこととする。
- (4) 分析結果については、ICDD（旧、JCPDS）データベースと照合し、結晶構造同定結果一覧を報告書に記載することとする。
- (5) 分析員数：計 11 点（2 点/試験体×5 体、1 点/試験体×1 体）

2.2.4 共晶固化物の熔融温度の推定（試料調製を含む）

第 2.1 節で切出したバルク試料を用いて、共晶固化物のおおまかな熔融温度を推定する。

(1) 推定（測定）方法

本試料については、共晶反応を起こしている過程で冷却されており、平衡状態で反応が終了していないと考えられるため、TG、DTA 等の微量の試料を用いた熱分析法では、試料採取箇所依存性の影響を受ける可能性が非常に高い。このため、約 1cm^3 以上の試料を用いてバルクとして熔融温度を測定するか、試料片を加熱していった際の熔融挙動をビデオカメラで観察する等の方法により、凝固先端部あたりのおおまかな熔融温度を推定する（熔融温度の推定方法については、事前に原子力機構と協議すること）。

(2) 分析試料：第 2.1 節で調整したバルク試料。

(3) 分析員数：計 11 点（2 点/試験体×3 体、1 点/試験体×5 体）

2.3 B₄C,SS 原料るつぼ内溶解物の分析

2.3.1 深さ方向元素濃度分布（試料調整を含む）

支給する B₄C,SS 原料るつぼ内溶解物から深さ方向の垂直断面試料を切り出し表面研磨して分析試料とする。調整した垂直断面試料について、深さ方向に上から下まで直線的にスキャンし、深さ方向の元素分布に有意な差異がないかを調べる。

(1) 垂直断面試料における主要元素分布を直線状に連続測定する。EPMA の撮像可能視野（スキャン可能幅）を勘案し、複数の画像の張り合わせになっても良い。

(2) 分析員数：計 1 点（1 点/試験体×1 体）

2.3.2 試験材の成分分析（試料調整を含む）

- (1) 支給する B₄C,SS 原料つぼ内溶解物の上層（表面に近い側。最表面は凹凸があるため使用しない）及び下層（底面）から水平方向平板試料（4mmt）を切り出し、表面研磨して分析試料とする。
- (2) (1)で調整した成分分析用試料を用い、まず、GDS 分析により試料中の Fe, Cr, Ni, Mo, B, C の含有量を測定する（計 2 点：1 点/試験体×2 体）。
- (3) GDS 分析終了後の平板試料から、GDS 分析部を中心として約 1cm 角の試料を切り出し、粉砕して ICP 分析にて B の定量を行う（計 2 点：1 点/試験体×2 体）。

2.3.3 X 線回折（結晶相同定を含む）

第 2.3.1 項及び第 2.3.2 項で準備した垂直断面試料と水平断面試料（上部）を用い、各試料とも 2 か所微小部 XRD を実施し、結晶構造解析を実施し、結晶構造に有意な差異がないかを調べる。また、第 2.3.2 項で切り出し使用しなかった試料最表面の凹凸部分を粉末化し、粉末 XRD により平均的な結晶構造を求める。

- (1) 測定点数は 1 試料あたり計 2 点とし、垂直断面試料については、気液界面付近と底面、水平断面試料については、中央部と外周部において、基本的にはバルクの状態で測定を行う。
- (2) Fe-Cr-Ni-B-C 系結晶構造に適した X 線管球の使用、管電圧・電流の選定および 2θ - θ 走査の選定を行うこと（測定雰囲気は大気環境下でよい）。なお、円筒状試料の内部と外周部で結晶相が異なっていないかを詳しく調べたいので、X 線のビーム幅は極力絞る（0.3mm 程度）。
- (3) 粗大結晶や選択配向の有無を 2 次元検出器のデバイリングから判断し、バルクの X 線回折での同定が困難な場合は、粉末 X 線回折も行うこととする。
- (4) 分析結果については、ICDD（旧、JCPDS）データベースと照合し、結晶構造同定結果一覧を報告書に記載することとする。
- (5) 分析員数：微小部 X 線回折 計 4 点（2 点/試験体×2 体）
粉末 X 線回折 1 点（試料最表面の凹凸部分 1 試料）

2.3.4 共晶固化物の熔融温度の推定（試料調製を含む）

第 2.3.2 項で調製した水平断面試料から、バルク試料を切り出し、共晶固化物のおおまかな熔融温度を推定する。

(1) 推定（測定）方法

本試料については、共晶反応を起こしている過程で冷却されており、平衡状態で反応が終了していないと考えられるため、TG、DTA 等の微量の試料を用いた熱分析法では、試料採取箇所依存性の影響を受ける可能性が非常に高い。このため、約 1cm³以上の試料を用いてバルクとして熔融温度を測定するか、試料片を加熱していった際の熔融挙動をビデオカメラで観察する等の方法により、凝固先端

部あたりのおおまかな熔融温度を推定する（熔融温度の推定方法については、事前に原子力機構と協議すること）。

(2) 分析試料： 第 2.3.2 項で切出した水平断面試料から切り出したバルク試料。

(3) 分析員数：計 2 点（1 点/試験体×2 体）

2.4 提出図書の作成

第 2.1～2.3 節で実施した試料調製、観察・分析結果について、報告書としてとりまとめること。なお、報告書には、以下の事項を記載すること。また、本受注作業を通じて得られた技術課題があれば、本報告書に含めることとする。

(1)分析装置の概略仕様

(2)観察・分析条件

(3)分析前（切断加工後）の試料表面の写真（分析面）

(4)分析（熔融温度の推定）結果

2.5 試験体残材・分析後試料の返却

第 2.1～2.3 節で使用した試験体残材・分析後試料は、全て原子力機構に返却すること。

－ 以 上 －