

第8回進捗等確認会議 資料-3

# 福島第一原子力発電所から採取された試料の 固体性状及び組成分析

# - 進捗状況速報 - (光顕観察・SEM分析・XRD分析・化学分析)

二研-X24008

# 2024年1月25日

# MC MHI原子力研究開発



MC MHI原子力研究開発

- 1. まえがき
- 2. 試料調製
- 3. 光学顕微鏡観察(1PCV2303BR3)
- 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)
- 5. 光学顕微鏡観察(1PCV2301BR3)
- 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)
- 7. 光学顕微鏡観察(1PCV2302BR3)
- 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)
- 9. XRD(1PCV2301BR2, 1PCV2303BR2)
- 10.化学分析
- 11.まとめ
- 12.今後の予定

1. まえがき

燃料デブリの性状把握のための分析・推定技術の開発(デブリ分析技術開発)の事業において、本年度は1F汚染物試料の分析を計画している。 本資料は、当社施設に受け入れた1F汚染物試料の光学顕微鏡観察、 SEM-EDS分析、XRD分析及び化学分析に関する速報について纏めたものである。

(本資料に記載事項は評価中のものであり、今後の分析結果・評価結果 により内容を変更する場合があります)

本資料は当社及び(または)協力会社の商業機密を含んでおりますので、本提出(貸与)目的以外に使用されることは、御遠慮下さい。

また、当社の同意なく本資料の全部または一部を第三者に公開、開示されることのないように願います。

© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

#### 2. 試料調製①: 固液分離操作-1

固液分離操作

①試料容器に純水を添加後、超音波洗浄を実施

②洗浄液を吸引ろ過

③①~②を数回実施(洗浄液が透明になるまで)

④ろ過残渣を超純水にて洗浄

⑤ろ過残渣を回収(ろ液・洗浄液は保管)





MHI原子力研究開発





#### 2. 試料調製①: 固液分離操作-2

#### 放射能分布測定

- ・試料の95%以上は、ろ過残渣とろ液とで回収
- β・γ 共に9割以上がろ過残渣に分布

		224.11	ろ過残渣		ろ過機器	試料容器	
言式 料	放射線	単位		ろ液	(使用後)	(空)	
	ß	k/min	22.4	1.1	0.3	0.3	
1DC\/2201B	р	%	93.3	4.5	1.1	1.1	
IFCV2301D	V	µSv/hr	8.2	1.3	0.0	0.0	
	Ŷ	%	86.4	13.6	0.0	0.0	
	ß	k/min	32.4	0.3	0.3	0.1	
1PCV2302B	р	%	97.9	0.9	0.8	0.4	
	γ	µSv/hr	5.2	0.0	0.0	0.0	
		%	100.0	0.0	0.0	0.0	
	β	k/min	19.7	0.2	0.2	0.3	
1001/22020		%	96.8	0.9	0.9	1.3	
IFCV2303D	γ	µSv/hr	3.9	0.0	0.0	0.0	
		%	100.0	0.0	0.0	0.0	
1PCV2304B	β	k/min	7.7	0.2	0.2	0.1	
		%	94.0	1.8	2.7	1.4	
	V	µSv/hr	4.2	0.0	0.0	0.0	
	Ŷ	%	100.0	0.0	0.0	0.0	

放射能測定結果は形状補正は行っていない値

2. 試料調製②: 試料分割

#### フィルタ試料の切断

- フィルタ試料は化学分析用、XRD用及び光顕・SEM-EDS用の3試料
  に分割
- ペデスタル開口部近傍(S2-S3)の採取試料はβ/γ比が高く、且つ 分割試料間の差異が大きい。

試料	甘油	出任	全	:体	化学	分析	XI	RD	光顕・SI	EM-EDS
(採取位置)	瓜牙利标	甲位		F	F	1	F	2	F	3
	β	k/min	22.4		5.5	-	7.6	0	9.3	67
1PCV2301B (S1)	r	<mark>μ</mark> Sv∕hr	8.2		1.5		2.8		4.0	
β	β⁄γ	—	2.7		3.7		2.7	1	2.3	
	β	k/min	32.4	A	6.9	12	9.5		16.0	
$\begin{array}{c c} 1\text{PCV2302B} \\ (\text{S2}) \\ \hline \beta \\ \end{array}$	γ	<mark>μ</mark> Sv∕hr	5.2		1.7		1.0		2.5	
	β⁄γ	—	6.2		4.1		9.8		6.3	
	β	k/min	19.7		3.5		3.7		12.6	10 million
1PCV2303B (S3)	Ŷ	<mark>μ</mark> Sv∕hr	3.9		1.1		1.0		1.9	
	β⁄γ	—	5.0		3.2		3.8		6.7	
	β	k/min	7.7		1.6		1.6	-	4.6	1
1PCV2304B (S4)	Г	<mark>μ</mark> Sv∕hr	4.2	6.44	1.1		0.8		2.3	175-6250
	β/γ	_	1.9		1.6		1.9		2.0	

放射能測定結果は形状補正は行っていない値 1PCV2304B試料はフィルタ分割前に試料粒子の分散を実施

- 2. 試料調製③:粉末試料採取(光顕・SEM-EDS用) MCMHI原子力研究開発
  - フィルタからの粉末試料の採取
    - ・フィルタ上のろ過残渣(粉末試料)を掻き取り採取
    - ・燃料成分の観察を期待し、採取位置がペデスタル開口部に近く、
      且つβ / γ比の高い1PCV2303B(採取位置:S3)から優先実施。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

2. 試料調製④: 試料作製(光顕·SEM-EDS用) -1 MC MHI原子力研究開発

粉末試料を用いた観察試料の調製

- ①粉末試料を試料台上のCテープに塗布
- ②粉末試料を攪拌後に3試料を分取し、その内 β / γ比が最も高い
  試料を観察
- ③観察は無処理状態で実施(SEM-EDSは低真空モードにて測定)



2. 試料調製④: 試料作製(光顕·SEM-EDS用) - 2 MC MHI原子力研究開発

粉末試料から3試料を分取し、その内  $\beta / \gamma$ 比が最も高い試料を観察

- ・採取位置がペデスタル開口部に近い試料(1PCV2302BR3、1PCV 2303BR3)はβ/γ比は他試料に比較し高く、分取試料間の差異が大きい。
- ・採取位置がペデスタル開口部から遠い試料(1PCV2301BR3)は β/γ比は他試料に比較し低く、分取試料間の差異は小さい。

試料	測定	1	2	3	
1PCV2301BR3 (S1)	β(k/min)	1.30	1.61	0.81	
	γ(μSv/hr)	0.61	1.14	0.31	
,	β⁄γ	2.16	1.41	2.61	
	β(k/min)	11.7	1.07	1.80	
1PCV2302BR3 (S2)	γ(μSv/hr)	0.80	0.30	0.38	
	β⁄γ	14.6	3.57	4.74	
	β(k/min)	4.52	9.03	6.43	
1PCV2303BR3 (S3)	γ(μSv/hr)	0.49	0.77	0.73	
,	β⁄γ	9.2	11.7	8.8	
1PCV2304BR3 (S4)	β(k/min)	·			
	γ(μSv/hr)	試料調製中			
	β⁄γ				

#### 3. 光学顕微鏡観察(1PCV2303BR3)

- MC MHI原子力研究開発
- 全体は赤黄褐色であるが、部分的には白色の部分が観察される。
- ・ 微粒子が集まった塊で構成され、大きいものは数100 µ m程度となる。

※青白い光点は粒子ではなくCテープの凹凸が反射したもの



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)①:測定位置-1 MC MHI原子力研究開発

#### ●測定試料:1PCV2303BR3

●測定位置:A)泥状物上の光点近傍



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)①:測定位置-2 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3
- ●測定位置:B)粒状物



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)①:測定位置-3 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3
- ●測定位置:C)針状物近傍



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)①:測定位置-4 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3
- ●測定位置:D)輝度の高い泥状物



4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-1 MCMHI原子力研究開発

●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置A:泥状物上の光点近傍)

●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。 Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、濃度は低い。

他にはCo、Ni、Zn及びPbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-2 MCMHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置A:泥状物上の光点近傍)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。
  - Si、Mg、Al等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 Uの偏在が観察されるが、Zrの偏在とは一致しない。 この他にZn、Ti、Pbの偏在が観察されるが、偏在位置は各元素で異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-3

#### MC MHI原子力研究開発



#### 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-4(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置A:泥状物上の光点近傍)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、Al等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、Uに比べてZrの濃度は低い。 他にはCo、Ni、Zn及びPbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ以上)。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-5(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置A:泥状物上の光点近傍)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素の内Siは広く分布する がAIは一部しか偏在せず、Mgは偏在が観察されない。 光点ではUの偏在が観察されるが、同位置にZrの偏在は明瞭ではない。 PbはFe高濃度偏在部、U偏在部以外の部分に観察される。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)②:A-6(高倍) MC MHI原子力研究開発



 $2\,\mu$  m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-1

#### MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置B:粒状物)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、濃度は低い。 他にはMn,Co,Ni,Zn及びPbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。

元素 wt%(1) wt%(2) at%(1) at%(2) 57 С 42 7.5 Ν 6.5 11 17 0 28 49 28 66 0.31 Na 0.18 0.13 0.30 0.47 0.81 0.31 0.72 Mg AI 0.8 14 0.49 1.1 2.5 Si 1.5 0.84 1.9 Р 0.02 0.03 0.01 0.02 S 0.25 0.43 0.12 0.28 CI ≦ 0.01 ≦ 0.01 ≦ 0.01 ≦ 0.01 0.00 0.00 0.00 Κ 0.00 Ca 0.08 0.14 0.03 0.07 Ti 0.05 0.09 0.02 0.05 0.02 0.03 0.01 0.02 Cr 測定位置電子像 X線スペクトル(全体) Mn 0.13 0.23 0.04 0.09 27 4.5 Fe 16 11 Map Sum Spect 0.14 0.24 0.04 0.09 Co 0.45 Ni 0.26 0.07 0.16 Cu 0.02 0.03 0.01 0.02 Zn 1.7 2.9 0.41 0.95 0.05 0.09 0.01 Sr 0.02 Zr 0.02 0.03 ≦ 0.01 ≦ 0.01 Nb 0.00 0.00 0.00 0.00 0.03 ≦ 0.01 Mo 0.02 ≦ 0.01 Sn 0.00 0.00 0.00 0.00 Cs 0.00 0.00 0.00 0.00 Tb 0.14 0.24 0.01 0.02 0.02  $\leq 0.01$  $\leq 0.01$ Tm 0.01 Pb 1.4 2.4 0.11 0.25 U 0.16 0.28 0.01 0.02 X線スペクトル(0~10keV) X線スペクトル(10~20keV) EDSマッピング定量分析結果

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-2

#### MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置B:粒状物)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 Uの偏在が観察されるが、Zrの偏在とは一致しない。 この他にZnとPbの偏在が同位置に観察される。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-4(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置B:粒状物)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、Zrの濃度は低い。

Znが検出され、他にS、Mn、Co、Pbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-5(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置B:粒状物)
- ●概要:粒子以外は鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、Al等のセメント構成成分と想定される元素の内、Siのみが偏在が 確認されたするが同位置に偏在する。 Uの偏在が観察されるが、同位置ではZrの偏在は観察されない。 Pbが粒子以外の場所で観察される・

<u>この他にS、の偏在が同位置に観察されるが、偏在位置は異なる。</u>

Con a						
		BSE	С	N	0	Na
		Mg	AI	Si	Р	S
		СІ	к	Ca	Ti	
					2 )	u m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)③:B-6(高倍) MC MHI原子力研究開発



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-1

#### MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置C:針状物近傍)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、濃度は低い。。 他にはCo、Ni、Zn及びPbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-2 MCMHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置C:針状物近傍)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 また、針状物ではCaも多く観察される。 Uの偏在が観察され、同位置ではZrの偏在が観察された。但し、ZrはU とではなくCu及びZnと偏在する箇所も観察される。

この他にCr及びNiの偏在が観察される(偏在位置は異なる)。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-4(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置C:針状物近傍)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrが比較的高濃度検出される(0.1at%オーダ)。 他にはS、Co、Ni、Zn、Pbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。



#### 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-5(高倍) MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置C:針状物近傍)
- ●概要:粒子以外は鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素の内、Siが全体的に 観察されるが、他の元素は明瞭な偏在が観察されない。 UとZrの偏在が観察されるが、異なる粒子での偏在である。 Sが粒子以外で観察されるが、Feの高濃度偏在部分では少なく偏在。 この他にTi、Znの偏在が観察されるが、偏在位置は異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)④:C-6(高倍) MC MHI原子力研究開発



 $2\,\mu$  m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑤:D-1



- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置D:輝度の高い泥状物)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 U及びZrは検出されるが、濃度は低い。。 他にはCo、Ni、Zn及びPbが比較的多く検出される(0.1at%オーダ)。



### 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑤:D-2 🛛 🖊



- ●測定試料:1PCV2303BR3(測定位置D:輝度の高い泥状物)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。
  - Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 Uの偏在が観察されるが、Zrの偏在は観察されない。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑤:D-3

#### MC MHI原子力研究開発

	<i>S</i> t	BSECrMnFeCoNiCuZnSrZrNbMoSnCsTbTmPbUI

 $20\,\mu$  m

# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑥:フィルター1 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(試料剥離後のフィルタ)
- ●概要:フィルタ表面にまばらに試料粒子が観察された。 試料粒子において検出された元素が検出された。 検出された元素の内、ファイルタ構成元素以外はFeが主体であり、その他の元素が特異的に多く偏在している様子は観察されていない。



#### 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑥:フィルター2 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2303BR3(試料剥離後のフィルタ)
- ●概要:試料粒子が残存している箇所においてFe、Si、Pbが偏在する。

U、Zrの偏在は観察されない。 粒子が観察されない位置では、フィルタ構成元素以外の偏在は観察さ れない。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2303BR3)⑥:フィルター3 MC MHI原子力研究開発

		BSECrMnFeCoNiCuZnSrZrNbMoSnCsTbTmPbUImage: Compare the second s

 $20\,\mu$  m

#### 5. 光学顕微鏡観察(1PCV2301BR3)

- MC MHI原子力研究開発
- 全体は赤黄褐色であるが、部分的には白色の部分が観察される。
- ・ 微粒子が集まった塊で構成され、大きいものは数100 µ m程度となる。

※青白い光点は粒子ではなくCテープの凹凸が反射したもの



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)①:測定位置-1 MC MHI原子力研究開発

#### ●測定試料:1PCV2301BR3

#### ●測定位置:A)泥状物



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)①:測定位置-2 MC MHI原子力研究開発

#### ●測定試料:1PCV2301BR3

#### ●測定位置:B)針状物



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)①:測定位置-3 MC MHI原子力研究開発

#### ●測定試料:1PCV2301BR3

#### ●測定位置:C)泥状物



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)②:A-1

#### MC MHI原子力研究開発

●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置A:泥状物)

●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。 Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 Uは検出されるが濃度は低い。Zrは検出されていない。 Znが1at%オーダで検出され、Ni及びPbが0.1at%オーダで検出される。



#### 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)②:A-2

#### MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置A:泥状物)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 また、SilはCaまたはFeと同位置にも偏在する。 U及びZrの偏在が観察されるが、両者の偏在位置は一致しない。 この他にS、Zn、Ti、Ni、Cu、Pbの偏在が観察されるが、その分布は元素 ごとに異なる。



# 4. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)②:A-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)③:B-1

#### MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置B:針状物)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、Al等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 Uは検出されるが濃度は低い。Zrは検出されていない。 Znが1at%オーダで検出され、Sが0.1at%オーダで検出される。



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)③:B-2 MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置B:針状物)
- ●概要:針状物に付着した粒子状物は鉄を主体とした酸化物で構成され、この他 にNi、Pbが偏在する、またAl、Si、Ti、Crが部分的に偏在する。 針状物ではSi、Al、Ca等のセメント構成成分と想定される元素及びP、Zn が偏在する。

U、Zrの偏在は有意には観察されない。



# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)③:B-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)④:C-1

#### MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置C:泥状物)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。 Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 Zrは0.1at%オーダで検出されるが、Uは0.01at%オーダで検出される。 S、Znが1at%オーダで検出され、Co、Ni、Pbが0.1at%オーダで検出される。



#### 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)④:C-2

#### MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置C:泥状物)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

マップ測定中

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在し、 同位置にはFe、Caも偏在する。

Zrの大きな塊が観察された。同位置では微小なUの偏在が観察された。 この他にNa、S、CI、K、Ni、Cu、Zn、Pbの偏在が観察された。各元素の 分布は元素ごとに異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 6. SEM-EDS測定(1PCV2301BR3)④:C-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 7. 光学顕微鏡観察(1PCV2302BR3)

MC MHI原子力研究開発

- ・全体は赤黄褐色の粉体。
- ・ 微粒子が集まった塊であるが、圧することで容易に微小な粉末となる。

※青白い光点は粒子ではなくCテープの凹凸が反射したもの



# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)①:測定位置-1 MC MHI原子力研究開発

●測定試料:1PCV2302BR3 ●測定位置:A)輝度の高い粒子



※Cテープの伸縮等によって試料が移動するため、写真間の形状が若干変化する

© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)①:測定位置-2 MC MHI原子力研究開発

●測定試料:1PCV2302BR3

●測定位置:B)棒状物の付着物



# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)①:測定位置-3 MC MHI原子力研究開発

# ●測定試料:1PCV2302BR3 ●測定位置:C)粒子群(中心に輝度の高い粒子)



#### 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)②:A-1

MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2302BR3(測定位置A:輝度の高い粒子)
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。
  - Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。
  - U、Zrは検出されるがUの濃度は低い。

Na、Znが比較的高濃度で検出される(0.1%オーダ)。



#### 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)②:A-2

MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2302BR3(測定位置A:輝度の高い粒子)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在する。 また、SilはCaまたはFeと同位置にも偏在する。 U及びZrの偏在が観察されるが、両者の偏在位置は一致しない。 Zn、Pbが試料存在位置で観察される。この他にS、Cr、Cu、Ti、Snの偏 在が観察されるが、その分布は元素ごとに異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)②:A-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

#### 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)③:B-1

MC MHI原子力研究開発

●測定試料:1PCV2302BR3(測定位置B:棒状物の付着物)

●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。

Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素及びCaも検出される。 U及びZrが検出される。

他にNa、S、Ti、Ni、Zn、Pbが比較的高濃度で検出される(0.1at%オーダ)。



# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)③:B-2 MII原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置A:棒状物の付着物)
- ●概要:付着物は鉄を主体とした酸化物で構成される。 他試料にて観察された針状物よりも太い棒状物ではCaと一緒にSi、Mg、 AI等のセメント構成成分と想定される元素が観察される。 U及びZrの偏在が観察されるが、両者の偏在位置は一致しない。 この他にS、Ti、Cr、Zn、Sr、Pbの偏在が観察されるが、その分布は元素 ごとに異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)③:B-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)④:C-1

MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2302BR3(測定位置C:粒子群(中心に輝度の高い粒子))
- ●概要:鉄及び酸素が主要成分として検出される。 Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素も検出される。 Uは検出されるが濃度は低い。Zrは検出されていない。

この他、Na、S、Ni、Zn、Pbが比較的高濃度で検出される(0.1at%オーダ)。



# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)④:C-2 MC MHI原子力研究開発

- ●測定試料:1PCV2301BR3(測定位置A:棒状物の付着物)
- ●概要:鉄を主体とした酸化物で構成される。

Si、Mg、Al等のセメント構成成分と想定される元素が同位置に偏在し、その一部ではCaの偏在も観察される。 U及びZrの偏在が観察されるが、両者の偏在位置は一致しない。 この他にS、Ni、Cu、Zn、Pbの偏在が観察されるが、その分布は元素ごと に異なる。



© 2024 MHI NUCLEAR DEVELOPMENT CORPORATION. All Rights Reserved.

# 8. SEM-EDS測定(1PCV2302BR3)④:C-3

#### MC MHI原子力研究開発



 $20\,\mu$  m

# 9. XRD①:試料調製

粉末試料を用いたXRD試料の調製 ①粉末試料をXRDガラス試料板の裏面に散布 ②粉末試料にコロジオン溶液を滴下し、攪拌 ③攪拌した粉末試料がガラス試料板の中心になるように塗布 ④薄膜XRD法(平行ビーム低角入射)にて測定\*

\* 試料量が少ないため、通常の焦点ビーム法では十分な回折線が得られなかったことから、 薄膜法にて見掛け上の試料厚さを増やして測定



# 9. XRD②:測定結果(1PCV2303BR2)

●測定試料:1PCV2303BR2

●概要:結晶化合物を示す明確な回折線は観察されない\*。

34.7°、61.1°近傍に僅かにピークを観察

→試料の結晶性が悪い、または微小粒子のため回折線が 得られないことが考えられる。



MC MHI原子力研究開発

# 9. XRD③:測定結果(1PCV2301BR2)

- ●測定試料:1PCV2301BR2
- ●概要:コンクリート由来と考えられる回折線を観察。

\*現在、それ以外の回折線について同定評価を実施中

NC MHI原子力研究開発



#### 10. 溶解操作



- ●溶解液は黄褐色を示した。また、溶解残渣が生じた。
  - ✓溶解液色調:1PCV2304>1PCV2301>1PCV2002>1PCV2003
  - ✓ 溶解残渣量:1PCV2304>1PCV2301>1PCV2002>1PCV2003



11. まとめ

- □光顕観察(1PCV2301BR3、1PCV2302BR3、1PCV2303BR3)
  - 赤黄褐色の微粒子で構成
- □ SEM-EDS測定(1PCV2301BR3、1PCV2302BR3、1PCV2303BR3)
  - •Feの酸化物が主要成分
  - Si、Mg、AI等のセメント構成成分と想定される元素を同位置にて検出。
    - ✓ 塊状物(2種類)と針状物(1種類)3種類がある。
      - 塊状物①:Caが殆ど含まれない
      - 塊状物②:Caを多く含む
      - 針状物 :Caを多く含む
  - ・UとZrを微量に検出
    - ✓UとZrは同位置または異なる位置に偏在。
  - Na、S、Cl、K、Cr、Ni、Cu、Zn、Pbの偏在を観察
    ✓ 分布は元素毎に異なる
- □ XRD測定(1PCV2301BR2、1PCV2303BR2)
  - 1PCV2301BR2はコンクリート起源の回折線を観察、現在、これ以外の回折線について定性中
  - ・1PCV2303BR2は結晶化合物による明瞭な回折線が観察されず
- □ 化学分析(1PCV2301BR1~1PCV2304BR1)
  - ・混酸による化学溶解を実施、溶解液は黄褐色、溶解残渣発生

# 12. 今後の予定

#### □光顕観察

- 引き続き、観察を実施
  1PCV2304BR3
- □ SEM-EDS測定
  - 引き続き、低倍率測定を実施
    1PCV2304BR3
  - •低倍率測定終了後、高倍率測定を実施
- □ XRD測定
  - ・引き続き、測定、定性解析を実施
    1PCV2302BR2→1PCV2304BR2
- □ 化学分析
  - 引き続き、試料のICP-AES/MS分析を実施
  - ・溶解残渣については、乾燥、重量測定後にSEM-EDS分析を実施

# MOVE THE WORLD FORW>RD

