

耐フッ素型精密圧力計の試作

1964年7月

日本原子力研究所

Japan Atomic Energy Research Institute

耐フッ素型精密圧力計の試作

要　　旨

フッ素ガスおよび反応性の大きいフッ素化合物ガス用の精密圧力計の試作研究をおこなった。受感部はニッケルメッキを施したリン青銅ペローズである。ペローズの内側に被測定ガス、外側に不活性ガスを導き、ペローズの伸縮がなくなるように不活性ガス圧力を調節する。このとき被測定ガスの圧力は不活性ガスの圧力に等しくなり、後者を通常のU字管マノメーターによって測定することにより求める結果が得られる。ペローズの動きの測定には差動トランスを利用した。圧力範囲 0 ~ 1000 mmHgにおいて圧力測定精度は $\pm 0.2 \text{ mmHg}$ 以内である。偏位法によって使用すると、速い圧力変化を記録させることができる。

試作圧力計を用いて、 $6\text{フッ化ウランの } 0^\circ\text{Cにおける蒸気圧}$ 、および $\text{NaF} \cdot z\text{UF}_6 = z\text{UF}_6 + \text{NaF}$ 反応の分解圧測定をおこなった。結果は従来の報告とよい一致を示した。

ペローズ圧力計の製作と並行して、ニッケル隔膜を用いる圧力計の試作もおこなったが、未完成のまま研究を中止した。

1964年5月

東海研究所 化学部 物理化学研究室

辻村 重男， 高橋 昭
藤沢 銀治， 鈴木 敬三^{*)}

^{*)} 現在は浜名鉄工(株)

Construction of Precise Pressure Gauge for Fluorine Gas and Vapors of Reactive Fluorides

Summary

The construction of a precise pressure gauge is described that was developed to measure the pressure of fluorine gas and the vapors of reactive fluorides.

The pressure of fluorine or fluorides was transmitted through a phosphor bronze bellows electroplated with nickel which was restored to its initial null extension by the adjustment of the external pressure of an inert gas. The pressure to be measured is equal to the balancing pressure of the inert gas when the bellows is in its null extension. The extension of the bellows was determined with a differential transformer, the core of which was attached to the bellows through a connecting rod. The balancing pressure of the inert gas was read on a U tube manometer.

The accuracy of the gauge was determined to be better than 0.2 mmHg at pressures up to 1000 mmHg.

The use of the bellows gauge as a deflection type instrument was described and its usefulness for the measurement of the fast pressure change was also mentioned.

The following examples of the uses of the bellows gauge are given and the results obtained are compared with the reported values.

- 1) The vapor pressure of uranium hexafluoride at 0°C.
- 2) The equilibrium decomposition pressure of uranium hexafluoride for the reaction : $\text{NaF} \cdot x \text{UF}_6 \text{ (solid)} = x \text{UF}_6 \text{ (gas)} + \text{NaF} \text{ (solid)}$

An account is given of the construction of a pressure gauge that is provided with a nickel diaphragm as a sensing element. The work, however, was stopped without much success.

May 22, 1964

Shigeo TSUJIMURA, Akira TAKAHASHI,
Ginji FUJISAWA, and Keizo SUZUKI*

Division of Chemistry, Tokai Research Establishment.

* Now at Hamana Iron Works Co. Ltd.

目 次

1 序 論	1
2 設計および製作の経過	1
3 ベローズ圧力計の構造および特性	3
3.1 構 造	3
3.1.1 本 体	
3.1.2 電気関係	
3.1.3 不活性ガス系配管	
3.2 特 性	3
3.2.1 ベローズ特性	
3.2.2 差動トランジスタおよび変位測定器特性	
3.2.3 室温の影響	
3.2.4 圧力測定精度	
3.2.5 不活性ガス系圧力調節特性	
3.2.6 偏位法による使用	
3.3 ベローズ圧力計使用例	7
3.3.1 6フッ化ウランの0°Cにおける蒸気圧	
3.3.2 $\text{NaF} \cdot x\text{UF}_6 = x\text{UF}_6 + \text{NaF}$ の平衡定数	
4 隔膜圧力計の構造と特性	9
4.1 構 造	9
4.2 動作原理	9
4.3 試験結果および考察	9
5 結 語	9
図	11

CONTENTS

1. Introduction	1
2. General Description of Design and Construction of Pressure Gauge	1
3. Construction and Characteristics of Bellows Pressure Gauge	3
3.1 Construction	3
3.1.1 Bellows Assembly	
3.1.2 Electronic System	
3.1.3 Innert Gas System	
3.2 Characteristics	3
3.2.1 Characteristics of Bellows	
3.2.2 Characteristics of Differential Transformer	
3.2.3 Effect of Variation of Room Temperature	
3.2.4 Accuracy of Pressure Measurement	
3.2.5 Adjustment of Pressure of Innert Gas	
3.2.6 Uses of Gauge as Deflection Type Instrument	
3.3 Examples of Uses of Gauge for Determination of Vapor Pressure of Reactive Fluorides	7
3.3.1 Measurement of Vapor Pressure of Uranium Hexafluoride at 0°C	
3.3.2 Measurement of Equilibrium Decomposition Pressure of Uranium Hexafluoride for Reaction : NaF. \times UF ₆ = \times UF ₆ + NaF	
4. Construction and Characteristics of Diaphragm Pressure Gauge	9
4.1 Construction	9
4.2 Principle of Operation	9
4.3 Results of Tests and Discussion	9
5. Conclusion	9
Figures	11

1 序 論

物理化学研究室においておこなっているフッ化物分離法による燃料再処理の研究は、このプロセスについての化学的問題の研究と関連基礎技術の確立を目的としている。本研究は基礎技術開発のひとつとしておこなった圧力計の試作研究に関するものである。

フッ化物分離法の研究は、核燃料のフッ化による $6\text{F}_2\text{U}$ の生成についての研究と、 $6\text{F}_2\text{U}$ と核分裂生成物との分離研究に大別されるが、いずれにおいても反応系の圧力を精密に測定する必要がしばしば生ずる。しかしながら、これらの研究において扱う物質は、 F_2 素ガス、無水フッ化水素酸、 $3\text{F}_2\text{P}$ 、 $6\text{F}_2\text{U}$ のように化学的反応性大できわめてふしき性の強い物質であり、これらの使用に耐える精密圧力計は市販されていない。

本報告は耐フッ素型圧力計の試作の経過と、製作した圧力計の構造、特性を述べたものである。

2 設計および製作の経過

フッ素ガスおよびふしき性フッ素化合物用の精密圧力計は市販されていないが、フッ素に限らず一般に反応性の大きい物質の圧力を精密に測定するについては多くの報告があり、各種の方法が工夫されている。^{1)~7)} これらの多くはペローズもしくは隔膜を利用する方法である。Fig.1 参照。

測定をおこなうに当ってはペローズ（もしくは隔膜、以下同様）の片側に被測定ガスを、もう一方の側に不活性ガスであるちっ素、アルゴンなどを導き入れる。ペローズは両側の圧力差に応じて伸縮をおこない、ある位置にとまる。ペローズを元の位置、“零位置”に保つように不活性ガス圧力を調節する。零位置というのはペローズ両側の圧力が等しいときの位置を指す。ペローズが零位置にあるときの不活性ガス圧力を通常のU字型水銀マノメーターなどにより測定すれば、その値が被測定ガスの圧力を示すわけである。

製作上の問題点は被測定ガスに耐える材質の選定とペローズの変位の検出方法である。変位検出について従来報告されている測定方法は次のとくである。

- 1) 顕微鏡もしくはカセットメーターによって直接観測する。
- 2) ペローズの変位を鏡の回転に変換し、光学的方法によって測定する。
- 3) 電気的方法によって測定する。これには接点開閉、コンデンサーの容量変化、差動トランジスト利用、その他の方法がある。

これら従来の研究報告を参考にして、34年度に耐フッ素精密圧力計として隔膜使用の光学的検出方式による型を設計し業者に発注した。しかし納入に至らないうちに業者から製作不可能の申出があり契約解除になった。さらに2~3の業者と製作の可能性について打ち合わせたが、いずれも製作辞退の意向の表示があった。

このような事情から当研究室において試作することにきめ、35年度からペローズ使用の水平読取り顕微鏡観測方式と、隔膜使用の電気接点方式の2つの型の設計をおこない、前者は35年度から、後者は36年度から試作を始めた。

試作研究は次の順序で進めた。

- 1) フッ素実験室において設計、製図をおこない、モネルのような特殊材料を用意する。
- 2) 主要な製作加工は所内の工作工場に依頼する。簡易加工の一部はフッ素実験室において実施する。
- 3) フッ素実験室において製品の組立、テストをおこなう。テストの結果にもとづいて改良設計をおこなう。

このような手順で製作、テスト、改良設計をくり返した。37年度ころ、ペローズ圧力計の研究は著しく進展して、ほぼ成功の見通しがついた。これに比し隔膜型圧力計はその当時まだ見通しのつかない状態であったので37年度半ばに研究を中止した。

ペローズ圧力計も最初は水平読取顕微鏡による変位測定方式であったが、37年度に差動トランス方式に改めた。このペローズ使用・差動トランス検出方式の圧力計は38年度に2~3の反応系の圧力測定に実際に用いられ十分実用性がたしかめられた。以下の記述は主としてこの型の圧力計に関するものである。

なお、あまり精密を要しない圧力測定用としては、長野計器(株)および American Chain & Cable Company 製のモネルブルドン管圧力計、新興通信工業(株)のモネル隔膜使用・ストレンゲージ式圧力計がある。いずれも零位法ではない。精度はフルスケールの5%程度である。

3 ベローズ圧力計の構造および特性

3.1 構 造

3.1.1 本 体

先に述べたごとく最初のベローズ圧力計においては、ベローズの変位は水平読取顕微鏡によって測定したが、のちに差動トランス検出方式に改めた。Fig. 2 にベローズ使用の差動トランス検出方式圧力計の構造を示す。ベローズはニッケルメッキを施したリン青銅であり、被測定ガスにふれる他の部分はモネル、真ちゅうで製作した。パッキングは最初はテフロンを用いたが、のちにはフッ素ゴムにかえた。

製品は組立後すべてヘリウムリークディテクタによって検査をおこない、漏れの全く認められないことを確認した。

3.1.2 電気関係

差動トランスによるベローズ変位検出は新光電機（株）の DM-11 変位測定器と大倉電気（株）の直流マイクロボルト計 AM-101 を組合わせておこなった。Fig. 3 に測定回路のブロック図を示す。

ベローズが伸縮するとベローズに固定されたコアーが上下方向に動き、DM-11 から直流の出力が得られる。大きい変位の場合は DM-11 付属の $\pm 1 \text{ mA}$ メーターによって測定した。小さい変位、すなわち零位置の近くの変位による出力はマイクロボルト計 AM-101 によって測定した。

3.1.3 不活性ガス系配管

圧力測定はベローズ外側の不活性ガス系の圧力を調節して、ベローズを零位置にもどしておこなう。このためには不活性ガス系の圧力を微細に調節する機能が必要である。Fig. 4 はこの目的のための配管で、大野ペロー興産（株）のニードル弁 V_1 , V_2 によって圧力の微細調節をおこなつた。

水平読取顕微鏡測定もしくは差動トランス出力によってベローズの変位を認めたら、手動によって V_1 あるいは V_2 を開き、不活性ガス圧力を増減させて変位を零にもどすわけである。いわゆる零位法による測定である。本研究においては不活性ガスとして常に空気を用いた。

不活性ガスの圧力は通常の U字管マノメーターによってよみとった。

3.2 特 性

3.2.1 ベローズ特性

使用したベローズの規格を Table 1 に示す。ベローズ内側および外側に加わる圧力をそれぞれ P_1 , P_2 とする。圧力差 $P_1 - P_2$ とベローズ変位の関係は Table 1 の規格からだいたい計算できるが、実測した結果を Fig. 5 に示す。a は広い圧力範囲にわたっての測定結果である。b は零位置近くの変化についての測定結果である。a の曲線は中心について非対称を形になっているが、零位法を採用するかぎり、この点は問題にならない。この図に示したベローズ変位は水平読取顕微鏡によって測定したものである。

Fig. 5 をはじめ 3.2.1 ~ 3 で述べるデータはすべてベローズの内外とも空気を導入して測定した。Fig. 5, 6 の直線の傾斜から、単位圧力差に対するベローズの伸縮として 0.041 mm/mm Hg という

Table 1 Characteristics of bellows

Outer diameter	39	mm
Inner diameter	28	mm
Effective area	8.8	cm ²
Pitch	2.9	mm
Thickness	0.12	mm
Extension	3.3	mm/Kg
Max. allowable pressure	4.7	Kg/cm ²

値が得られる。

Fig. 5 は P_2 が大気圧の場合の特性であるが、この特性が P_1 あるいは P_2 には影響されず、差 $P_1 - P_2$ のみできることを示したのが Fig. 6 である。Fig. 6 ではペローズ変位は差動トランスによって測定したので、たて軸は DM-11 付属メーターの読みである。 $P_2 = 100, 200, \dots, 700 \text{ mmHg}$ のいずれの場合も、直線の傾斜は同一の値を有する。したがって 0.041 mV/mmHg という値は任意の P_1, P_2 に対して適用できる数値である。

またペローズの内側と外側を連結して同時に圧力を増減させても差動トランス出力は全く変化しなかった。先にペローズの零位置とは $P_1 = P_2$ のときの位置であると述べた。その際 P_1, P_2 はいかなる値をとっても、 $P_1 = P_2$ であれば同一の位置をとることを当然のこととして仮定していたが、この点が実験的にたしかめられたわけである。

ペローズに加わる圧力が変化したとき、ペローズがこれに追従する速さ、いわゆる応答時間については 3.2.6 を参照。

3.2.2 差動トランスおよび変位測定器特性

新光電機(株)の DM-11 を同社の差動トランス DS-36S-L と組合わせると、コア-変位と出力(390 Ω 負荷、以下同様)との関係は 780 mV/mm である。しかし本研究においては、Fig. 2 に示したごとくコアをアクリライトケース内に入れる構造を採用したので DS-36S-L を利用できず、差動トランスは Fig. 2 の⑥に示したものを作成して用いた。Fig. 7 は自作した差動トランスの特性の測定結果である。a はコアの大きい変位にわたっての測定、b はトランス中央付近の小さい変位についての測定結果である。b の直線の傾斜から単位長変位当たりの出力として 116 mV/mm を得る。この値は DS-36S-L の 780 mV/mm に比べると相当小さい値であるが、後述のごとくペローズ変位検出用としては十分な大きさである。a に見られるごとく直線範囲が中心について対称的でないのは、差動トランス 2 次側巻線のアンバランスによるものと思われる。しかし、零位法を採用する限りこの非対称性は全くさしつかえない。

以上の結果からペローズ、差動トランス系の総合特性を示す値として

$$0.041 (\text{mV}/\text{mm Hg}) \times 116 (\text{mV}/\text{mm}) = 4.8 \text{ mV}/\text{mm Hg}$$

を得る。

DM-11 はスイッチ投入後しばらくは出力が安定せず、約 2 mV の零点変化を行うが、1 時間後は安定化し、出力の変動は $\pm 0.1 \text{ mV}$ 以下となる。これは計器固有のドリフトである。 $\pm 0.1 \text{ mV}$ 以上の変化はドリフトと区別して測定できるから、検出可能の最小圧力変化は $\pm 0.1/4.8 \approx \pm 0.02 \text{ mm Hg}$ である。

3.2.1 および 2 で述べた特性は零位法によるかぎり圧力測定に直接の関係はないが、測定精度、検出感度を求めるために必要である。

3.2.3 室温の影響

室温が変化すると圧力計を構成する各部分が熱膨張をおこない、またペローズの弾性係数が変化するので、その結果 3.2.1～2 で述べた特性はごくわずかであるが変化する。零位法による測定では特性の変化は圧力測定に直接の影響はないが、測定精度には大きい影響をおよぼす。それは零位置が温度変化を考慮に入れると一定不变のものでなくなるためである。

ペローズ両側の圧力を等しくした条件で変位測定器出力の温度変化の測定をおこない、温度係数として $0.3 \pm 0.1 \text{ mV}/^\circ\text{C}$ という値を得た。これが零位置の温度変化を示す数値で測定精度を考察する際に必要な値である。この温度係数は温度変化の速度によって異なり、そのため 0.3 ± 0.1 という非常にばらついた結果になった。すなわち、測定値は真の温度係数でなく、動的因子を含んだ係数と解釈すべきである。温度係数が昇温速度によって異なるのは、ペローズ圧力計が大きい熱容量を有するため室温変化がおこっても圧力計全体の温度が均一に変化せず、そのとき表面と内部の温度差の大きさが温度変化速度によって異なるためと考えられる。

3.2.4 圧力測定精度

以上の結果を総合して、本節ではペローズ圧力計の測定精度について述べる。

圧力測定の順序は

- 1) ペローズ両側を連結するバイパス配管の弁を開く。
- 2) 変位測定器の零点調節により出力を零にする。
- 3) バイパス配管の弁を閉じて反応系の圧力測定を始める。

である。この順序で測定をおこなったとき、測定誤差の原因として次の 2 つが考えられる。

- 1) 測定中の室温の変化 3.2.3 参照
- 2) 計器のドリフト 3.2.2 参照

1) にもとづく誤差は室温を測定して計算によってある程度補正できるが、粗い補正しか望めないので、ここではかかる補正是おこなわないとして考察を進める。2) にもとづく誤差は計器のスイッチ投入後 1 時間以上経過すれば $\pm 0.1 \text{ mV}$ 以下であり、この場合について考察する。

以上の条件のもとに温度変化の大きさと測定精度の関係を示したのが Table 2 である。圧力測定がごく短時間に終了し、その間の室温変化が $\pm 0.3^\circ\text{C}$ 以下のときは精度は $\pm 0.02 \text{ mm Hg}$ である。しかし測定時間が長時間におよぶときは、その間に室温が $\pm 1 \sim 3^\circ\text{C}$ くらい変化することはまぬかれないから、圧力計を恒温槽に入れない限り、精度は $\pm 0.1 \sim 0.2 \text{ mm Hg}$ におちる。

このように測定精度は条件によって異なるが一言でいい表わすとすれば “ $\pm 0.2 \text{ mm Hg}$ よりよい精度”

Table 2 Accuracy of pressure measurement

Variation of room temp. (°C)	Variation of output voltage caused by change of room temp. (mV)	drift of instrument (mV)	Accuracy of pressure measurement (mmHg)	Determining factor of accuracy
0.3 or less	0.9 or less	0.1	0.02	Drift of instrument
1.0	0.3	0.1	0.06	Change of room temp.
3.0	0.9	0.1	0.18	Change of room temp.

を有する”といふ表現が適切であろう。

今までの考察はペローズ圧力計本体に關係した精度（これを $\pm a \text{ mmHg}$ とする）に関するものであるが、實際には不活性ガス系圧力測定精度（これを $\pm b \text{ mmHg}$ とする）を考慮に入れて初めて全体としての精度がきまる。a, bのうち大きい値によって全体の精度があらわされる。bはマノメーターに用いる液体の密度、液面差の測定方法によって異なるが、 $0 \sim 1000 \text{ mmHg}$ の範囲に関する限り、 $b < a$ とすることは困難でない。

したがつて結論として、本研究において製作したペローズ圧力計は $0 \sim 1000 \text{ mmHg}$ の範囲において $\pm 0.2 \text{ mmHg}$ 、もしくはそれ以上のよい精度を有するということができる。

3.2.5 不活性ガス系圧力調節特性

ペローズ圧力計本体の特性および不活性ガス系圧力測定精度がすぐれていても、不活性ガス系圧力の調節機能が悪いと、ペローズを正しく零位置にもどすことが困難で、実際に測定操作をおこなうことができない。

圧力調節用として用いたニードル弁の特性をTable 3に示す。圧力調節の限界はニードル弁の性能と不活性ガス系配管の体積によってきまるが、実験の結果によれば、このニードル弁によって不活性ガス系の圧力を最小 $1 \text{ mmHg} / \text{min}$ 程度の速さで変化させ、系の圧力を最小 0.02 mmHg 増減させることができる。この調節能力は3.2.4で述べた精度から考えて満足すべきものである。すなわち、ペローズを必要にして十分なる精度で迅速に零位置にもどすことができる。

3.2.6 偏位法による使用

ペローズ圧力計は主として零位型（Null Type）として使用しているが、偏位型（Deflection Type）としても使用可能である。そのときは不活性ガス系の圧力は一定値 P_2 に保ち、出力メーターの読みから差 $P_1 - P_2$ を求める。

Fig. 5, 7によれば、零位置を中心として $\pm 40 \text{ mmHg}$ の範囲の変化では圧力差と出力の関係は直線

Table 3 Characteristics of needle valve

The values of flow rate are approximate ones when pressure drop across valve is 1 atm.

No. of turns of handle	Flow rate N.T.P. cc/min.
0	0
1	1
2	3
3	10
4	30

である。この範囲内では偏位法によってもかなりよい精度で測定できることが期待される。しかし、ペローズおよび差動トランスの特性は室温によって変化するから、偏位法によって圧力の絶対値を精度よく測定することは零位法に比しやや困難である。

偏位法は圧力変化量を簡単に精度よく測定できる点に特長があると思われる。偏位法にした場合の大きい利点は、圧力の記録が容易におこなえることである。Fig. 8 に記録計接続のブロック図を示す。自動記録化することにより長時間にわたる測定が容易となり、また速い圧力変化の測定が可能になる。

速い圧力変化を記録させた例として Fig. 9 にフッ素ガスの圧力を急激に変化させた場合の記録を示す。実線が圧力変化の記録である。点線は記録計入力を純電気的に調節し、変化前後のペン位置が圧力記録と一致するように条件をきめて、入力を急激に変化させたときの記録である。点線はペン速度によってきまる記録計固有の時間おくれをあらわし、実線と点線の差がペローズ圧力計の応答のおくれをあらわす。

図から判断するとペローズ圧力計の応答時間常数は0.1秒のケタである。この結果から見て、速い応答の記録計と組合せると、ペローズ圧力計を用いて急激に進行するフッ化反応の研究が可能であると思われる。

3.3 ペローズ圧力計使用例

フッ素ガス、反応性大のフッ素化合物の研究に用いるに先だち、圧力計内部のフッ素処理をおこなう必要がある。フッ素処理とは被測定ガス側にフッ素ガスを導入して内面をフッ化物にかえることである。被測定ガスにふれる部分の材質として用いたニッケル、モネル、および真ちゅうは、いわゆる耐フッ素性の材質であるが、耐フッ素性というのはフッ素ガス、フッ素化合物と全く反応しないことではなく、反応しても生成したフッ化物がち密な被膜になるため、ある程度以上は反応が進行しないことを意味する。フッ素処理は、あらかじめフッ化物の被膜を生成させて被測定ガス自身が圧力計材質と反応することを防ぐ役目をもっており、圧力計に限らずフッ素のふれるすべての部分について必ず

実施しなければならない操作である。

ベローズ圧力計のフッ素処理は 80°C, 約 500 mmHg のフッ素ガスを用いて, フッ素ガスともはや反応しなくなるまでおこなつた。

3.3.1 6 フッ化ウランの 0°Cにおける蒸気圧

ウラン化合物とフッ素ガスの反応によってつくった 6 フッ化ウラン UF_6 の 0°C における蒸気圧を測定した。反応生成物の 0°C における蒸気圧は 20 ~ 30 mmHg である。真空蒸留をくり返しつつ測定すると, 徐々に小さい値となり, 最終値として 17.7 mmHg を得た。

これは反応生成物にはフッ化水素 HF が含まれているが, 真空蒸留をくり返すと HF が除去されて純粋な UF_6 に近づくためである。真空蒸留によって HF が減少することは赤外吸収スペクトル測定およびガラスとの反応性によって確認できる。

今までに報告された UF_6 の 0°C における蒸気圧を Table 4 に示す。^{2), 8), 9), 10), 11)}

Table 4 Vapor pressure of uranium hexafluoride at 0°C

Authors	Vapor pressure of UF_6 at 0°C (mmHg)	Reference
A.TURKEVITCH, N.METROPOLIS and W.F.LIBBY	18.0	8
W.J.SKINNER	17.5	8
B.WEINSTOCK and R.H.CRIST	16.9	2
G.O.OLIVER, H.T.MILTON and J.W.GRISSARD	16.9	9
D.R.LIEWELLYN	17.7	10
K.KIGOSHI	17.8	11
S.TSUJIMURA et al.	17.7	present work

3.3.2 $\text{NaF} \cdot x\text{UF}_6 = x\text{UF}_6 \text{ (gas)} + \text{NaF}$ の平衡定数

フッ化物分離法による燃料再処理の研究において, 核分裂生成物分離の研究に関連して, 次の反応の平衡定数の測定が必要である。



この反応の平衡定数は UF_6 の圧力, この場合は分解圧に等しい。

Fig. 10 曲線 I は室温~250°C の範囲にわたって測定した UF_6 の平衡分解圧である。曲線 II は CATHERS らが気体流動法によつて測定した結果である。¹²⁾

4 隔膜圧力計の構造と特性

4.1 構 造

圧力計試作の初期においては、ベローズ圧力計と隔膜圧力計を並行して製作した。37年度に至りベローズ圧力計試作がほぼ成功したので、進展のおくれていた隔膜圧力計は研究を中止した。Fig. 11は当時テスト中のニッケル隔膜使用・電気接点検出型の圧力計である。Fig. 12 は付属配管である。

4.2 動作原理

ニッケル隔膜の上下の圧力をそれぞれ P_1 , P_2 とする。 $P_1 < P_2$ になると隔膜は上方に変位して電気接点がつき、リレー回路が働いて電磁弁 V_2 が開き V_1 が閉じる。この結果不活性ガスが隔膜上部にはいって P_1 が増大しはじめる。やがて P_1 がある程度大きくなると接点がはなれ、今度は V_2 が閉じ V_1 が開いて P_1 は減少しはじめる。これをくり返すわけで、電気接点方式は自動化されたオン・オフ動作である。不活性ガス系の圧力は常に増大もしくは減少の方向に変化し、一定になることはない。しかし、オン・オフの周期が短くなると圧力変動は小になり、ほとんど一定値に近い値をとるようになる。この値が P_2 に等しくなるように接点位置および V_1 , V_2 の開度を調節する。

4.3 試験結果および考察

試験は隔膜上下とも空気を導入しておこなった。 P_2 として一定圧力を加え、電気回路を動作させると電磁弁が自動的に開閉をおこない、不活性ガス系圧力はある値の上下に変動するようになる。オン・オフの周期は次第に短くなり、最後に1秒程度の周期になるとマノメーターの液体は動かなくなり、液柱差は一定値 P_1 になる。しかし、この P_1 が一般に P_2 と異なり、かつ再現性がなかった。一定の P_2 に対しての P_1 のばらつきは最大 20 mm Hg に達した。

研究はこの段階で中止したので P_1 がばらつく原因は不明のままである。考えられる原因としては

- (1) 隔膜の変位と圧力差 $P_1 - P_2$ との関係に再現性がない。
- (2) 接点オン・オフの位置に再現性がない。

があげられる。(1)は隔膜の材質、特にその熱処理と密接に関係し、(2)は接点付近構造、接点材料の良否に關係すると思われる。

5 結 語

耐フッ素圧力計の試作研究をおこない、圧力範囲 0~1000 mm Hg において精度 0.2 mm Hg のベローズ式圧力計が完成した。偏位法によって使用すると1秒よりかなり短い時間内におこる圧力変化を記録することができる。

最初の設計から完成までに5カ年を要したが、これは研究当初から37年度ころまでは試作研究を進める体制が不十分で、簡単な改良ひとつをおこなうにも非常に長い期日を要したためである。

現在は圧力計その他の耐フッ素型製品の試作研究の結果、設計、製作、テストの各段階の技術水準が高まり、かかる試作研究をもつてはやく進めることができるようになった。

本報告で述べたペローズ圧力計は十分なる実用性を有しているが、今後さらに追加製作する機会があれば、次の点を改良すべきであると考える。

1) パッキングはすべてO-リング使用とする。これにともないパッキング部分構造の変更が必要である。

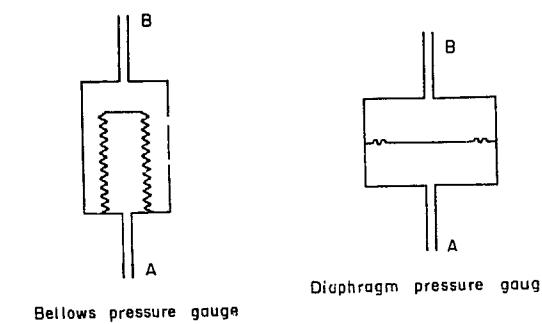
2) アクリライトケース、Fig. 2 の④の内径は8mmに変更する。現在は12mm。これにともないケース④の外径および差動トランス⑤の内径は約12mmまで小さくすることができる。この結果、差動トランス出力は増加し、高価なマイクロボルト計の代りに多くの目的にはミリボルト計で事足りると予想される。

3) ペローズの伸縮を制限するストッパーの設置を考慮する。測定操作の途中でペローズ内外の圧力差が急激に大となり、ペローズが急激に大きく伸縮することはある程度避けられない。たとえ弾性限界内でもペローズに急激な大きい伸縮を与えることは寿命の点から望ましくないと思われる所以ストッパーを設けるのがよい。

終りに臨み、製作加工を担当された工作工場の方々に厚くお礼を申上げる。研究初期においては物理化学研究室、岩崎又衛、矢幡胤昭両研究員のご助力を得るところが多かった。ここに謝意を表する次第である。

文 献

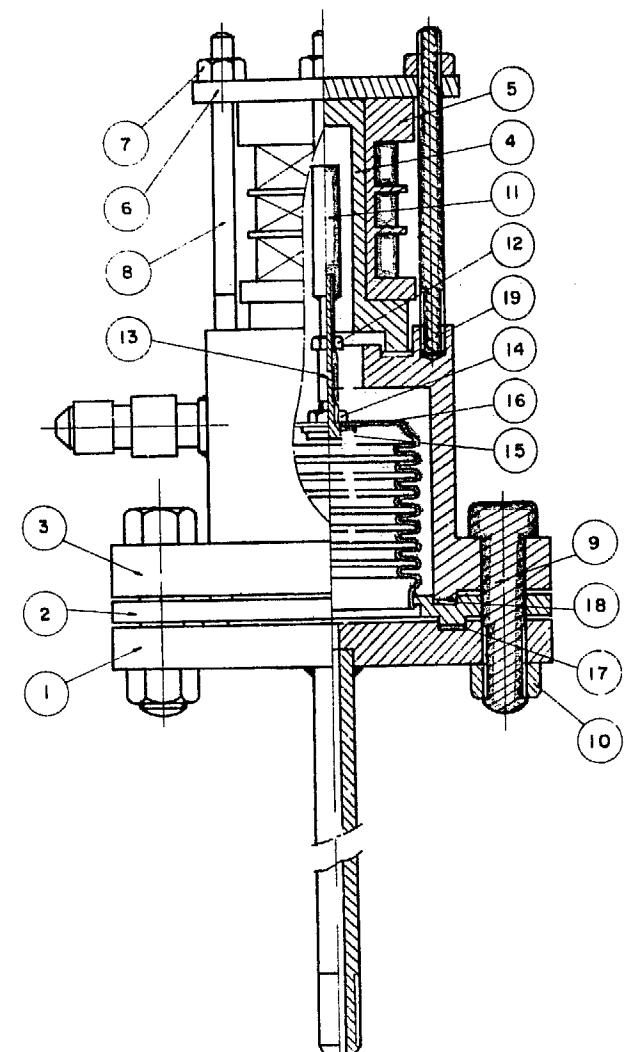
- 1) 日本化学会編：実験化学講座、第5巻、熱的測定および平衡、P. 351~354、丸善(株)、(1958)
- 2) B.WEINSTOCK and R.H.CRIST : J. Chem. Phys., 16, 436 (1948)
- 3) L.STEIN : J. Am. Chem. Soc., 81, 1269 (1959)
- 4) B.WEINSTOCK, E.E.WEAVER and J.G.MALM : J. Inorg. and Nuclear Chem., 11, 104 (1959)
- 5) B.WEINSTOCK, J.G.MALM and E.E.WEAVER : J. Am. Chem. Soc., 83, 4310 (1961)
- 6) 青山新一、神田英蔵：日化誌、58, 711 (1937)
- 7) S.CROMER : MDDC 803 (1947)
- 8) A.TURKEVITCH, N.METROPOLIS and W.F.LIEBY : SAM Columbia 6, and W.J.SKINNER : British 5
refered in J.J.KATZ and E.RABINOWITCH : The Chemistry of Uranium, The Element, Its Binary and Related Compounds, National Nuclear Energy Series, Div. VIII, Volume 5 (1951)
- 9) G.O.OLIVER, H.T.MILTON and J.W.GRISSARD : J. Am. Chem. Soc., 75, 2827 (1953)
- 10) D.R.LIEWELLYN : J. Chem. Soc., 1953, 28
- 11) 木越邦彦 : 日化誌、72, 57 (1951)
- 12) G.I.CATHERS, H.R.BENNET and R.L.JOLLY : Ind. Eng. Chem., 50, 1709 (1958)



A : Connection to reactor system.

B : Connection to inert gas system.

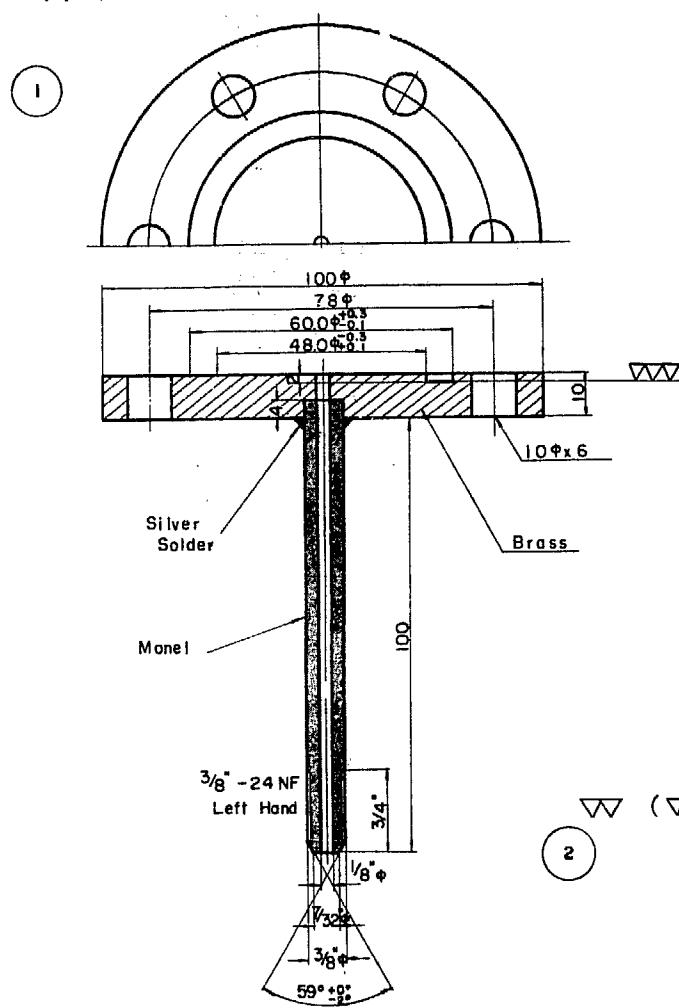
Fig. 1 Schematic diagram of bellows and diaphragm pressure gauge



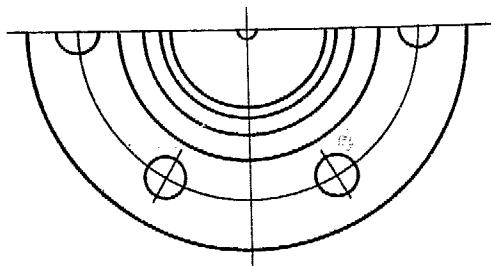
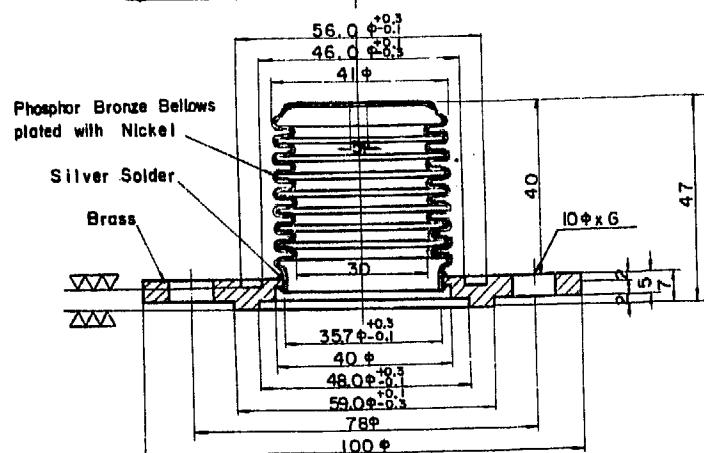
- ① Inlet of fluorine or fluorides, monel and brass
- ② Bellows, silver soldered to brass plate
- ③ Inlet of inert gas
- ④ Cover, acrylate, brass
- ⑤ Coils of differential transformer with bakelite core
- ⑥ Press plate of cover, brass
- ⑦ , ⑩ Nut, sus 27
- ⑧ , ⑨ Bolt, sus 27
- ⑪ Core of differential transformer, ferrite
- ⑫ ~ ⑯ Parts for connection of bellows and core, brass and sus 27
- ⑯ ~ ⑰ Packing, perflon
- ⑲ Packing, neoprene

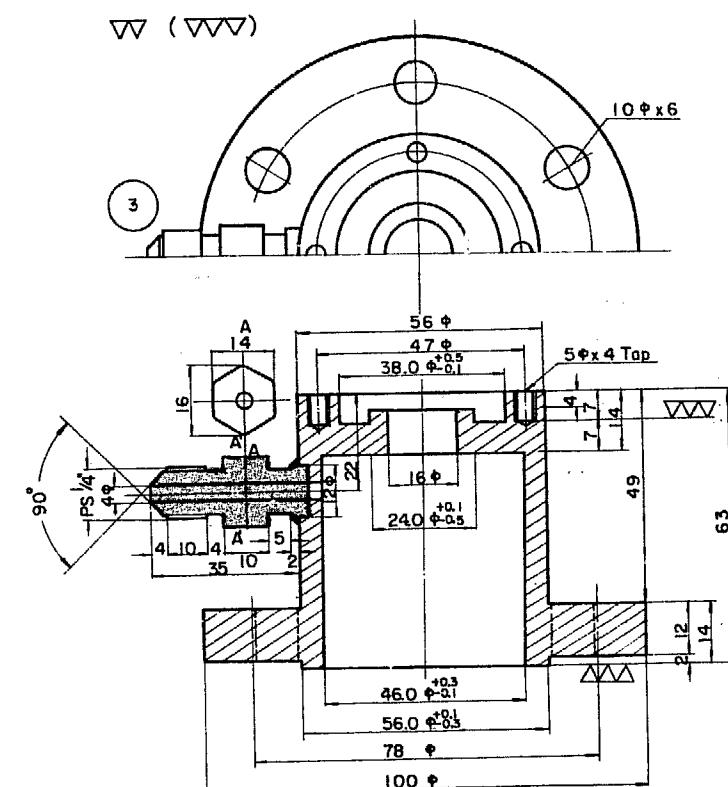
Fig. 2 Diagram of bellows pressure gauge

▽▽ (▽▽▽)

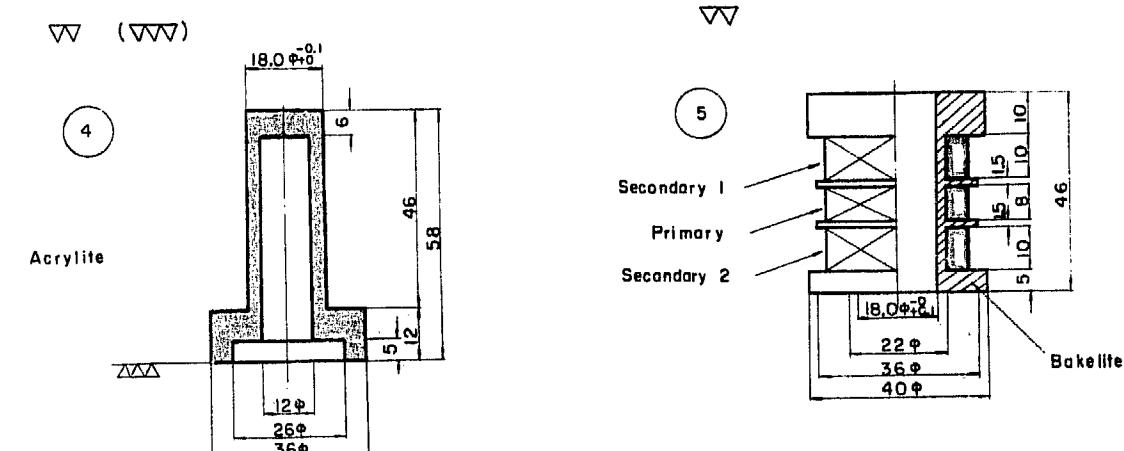


▽▽ (▽▽▽)

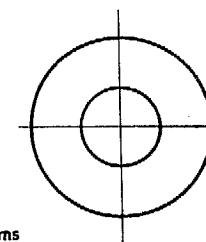
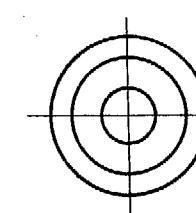




Brass

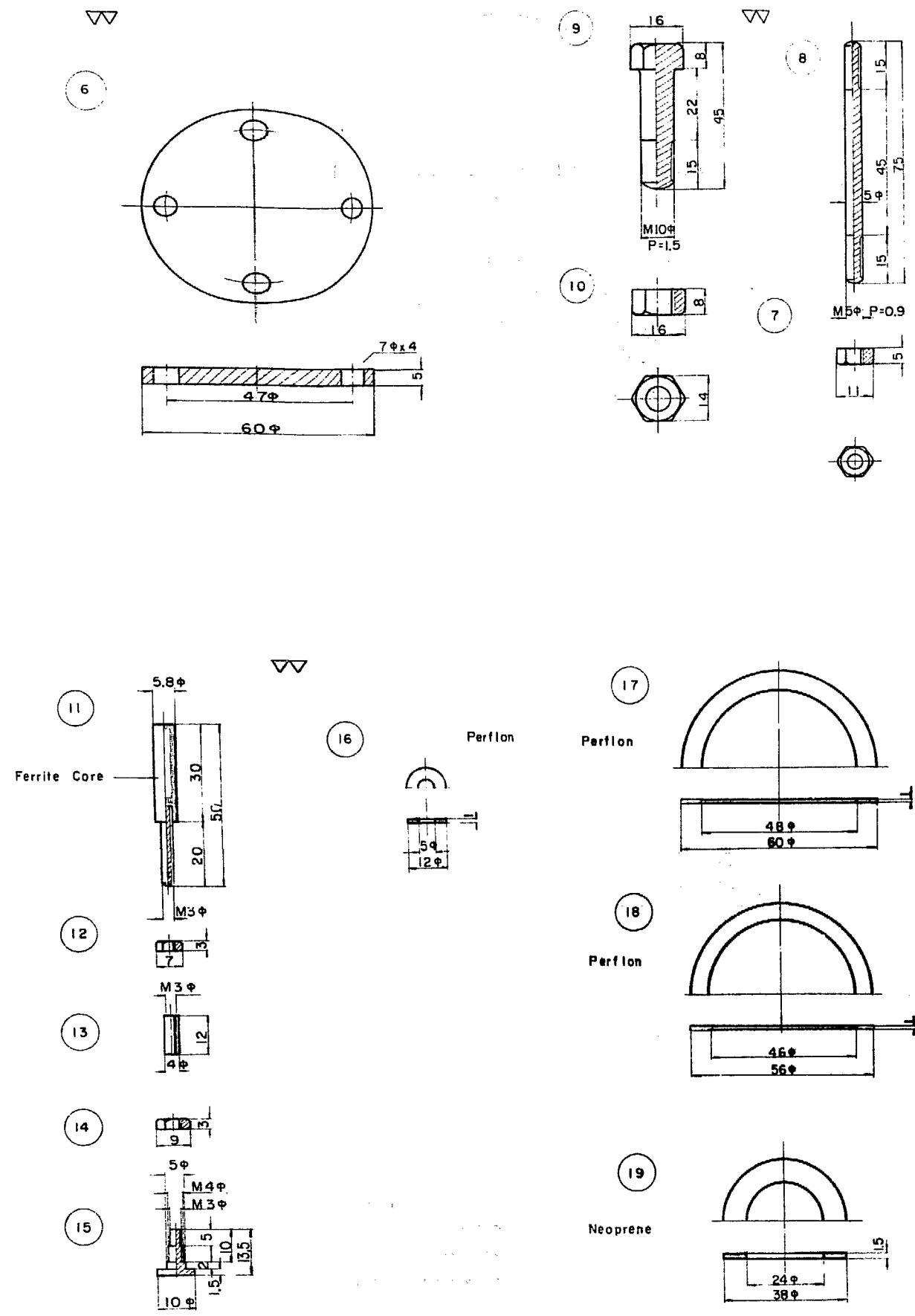


Acrylite



	No. of turns
Primary	500
Secondary 1	1500
Secondary 2	1500

Dia. of wire 0.18mm



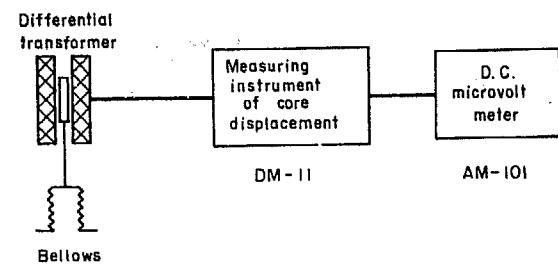


Fig. 3 Block diagram of measurement of bellows extension

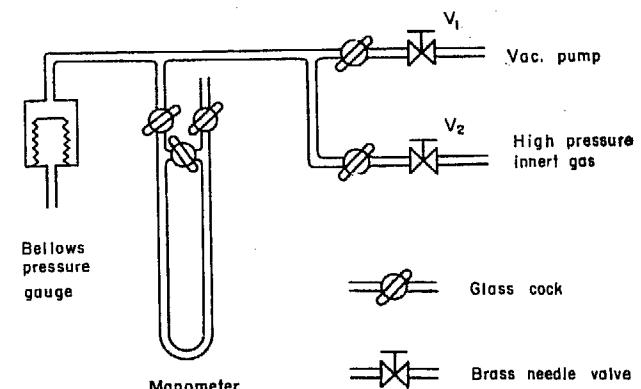


Fig. 4 Connection for adjustment and measurement of balancing innert gas pressure of bellows pressure gauge

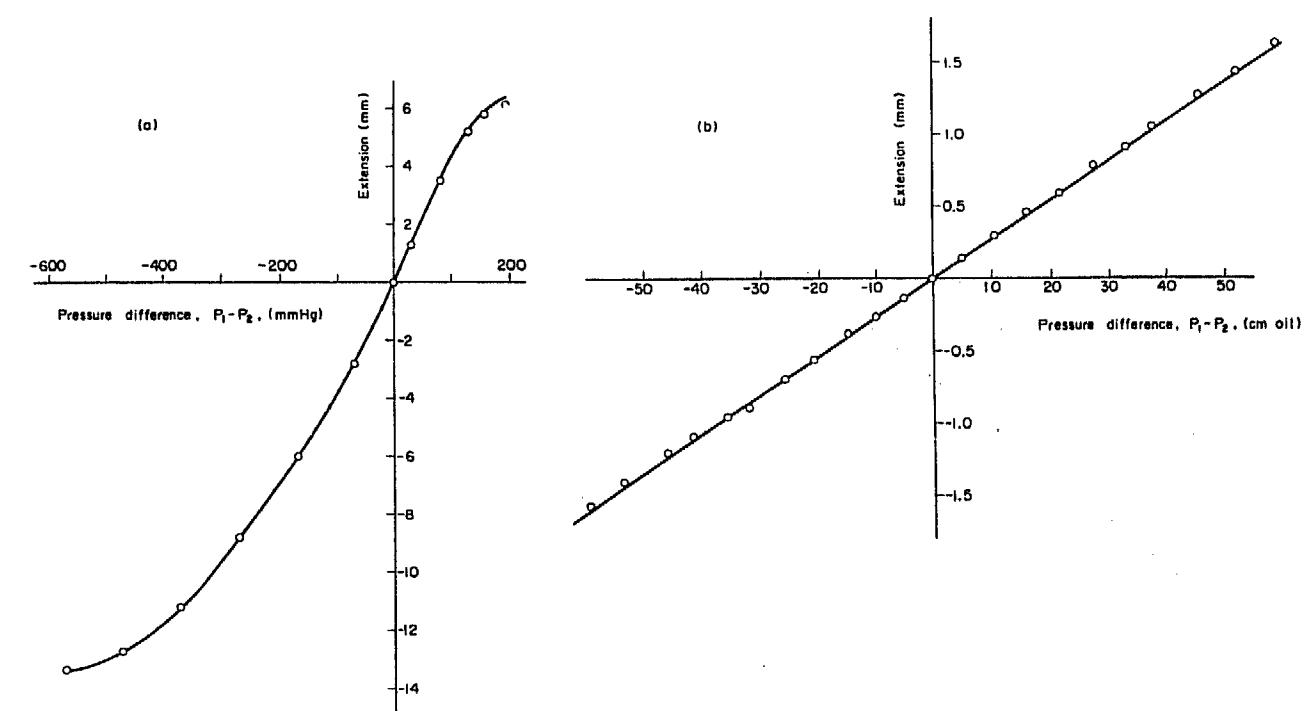


Fig. 5 Extension of bellows vs. pressure difference, 1
Outside pressure of bellows P_2 are kept at atmospheric pressure.
Units of pressure are mmHg in (a) and cm oil in (b). Oil : high
vacuum oil for diffusion pump, density at 20°C is 0.903.

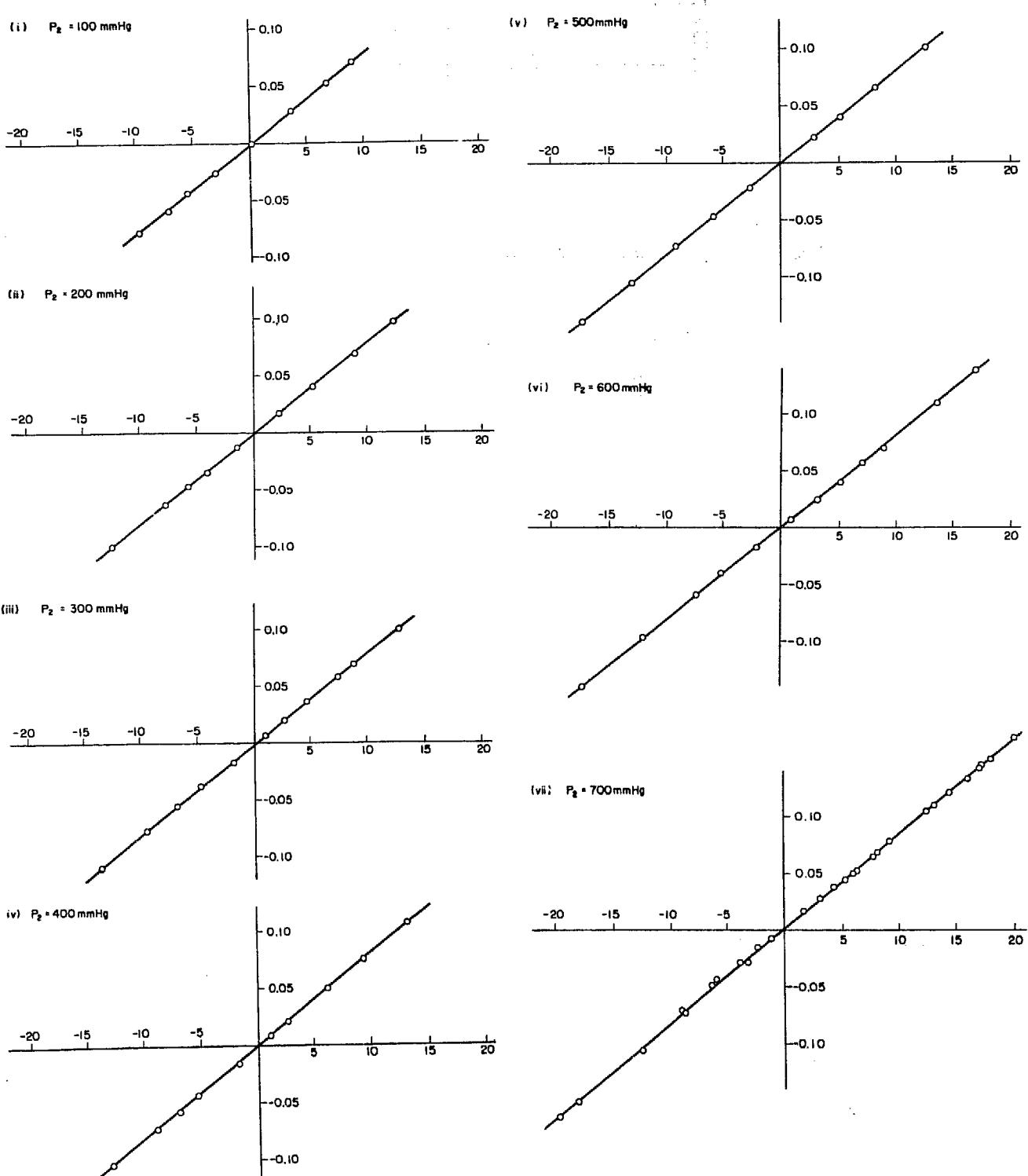


Fig. 6 Extension of bellows vs. pressure difference, 2
Outside pressure of bellows P_2 are kept at several values below atmospheric pressure. Abscissa : pressure difference in cm oil.
See Fig. 5 for the explanation of oil. Ordinate : output current of displacement meter in arbitrary unit.

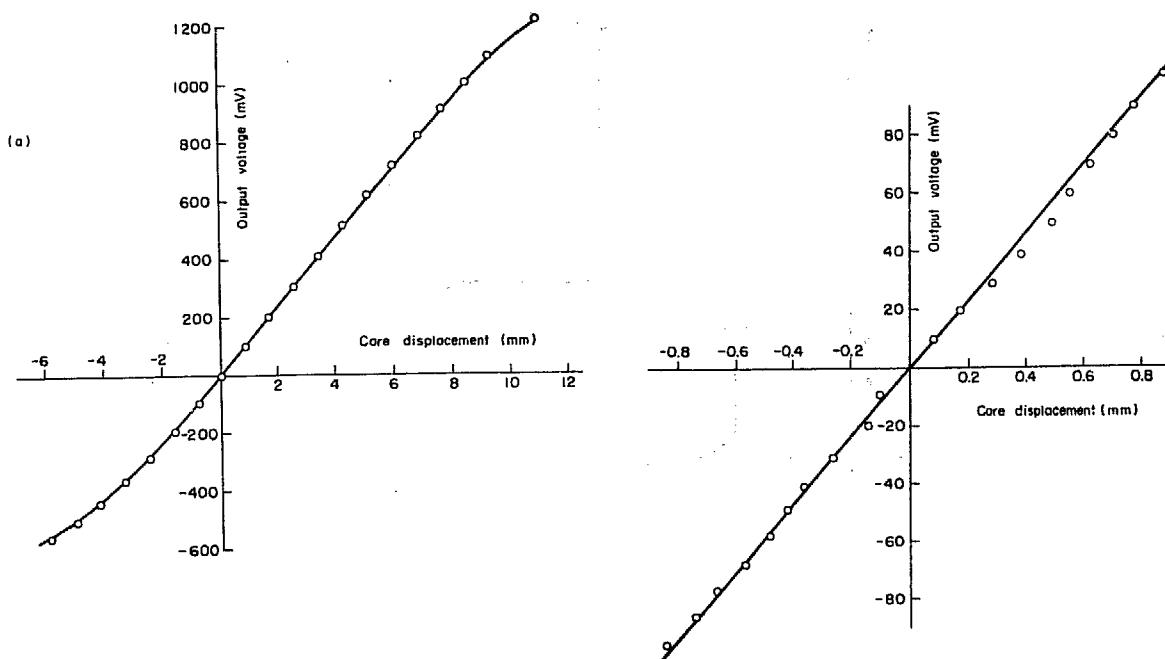


Fig. 7 Characteristics of differential transformer. Output voltage of displacement meter for large (a) and small (b) displacement of core of differential transformer.

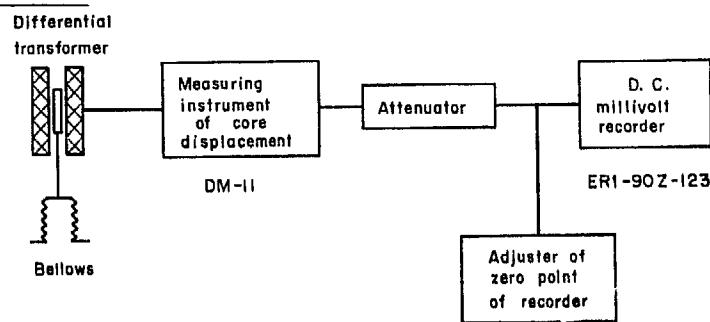
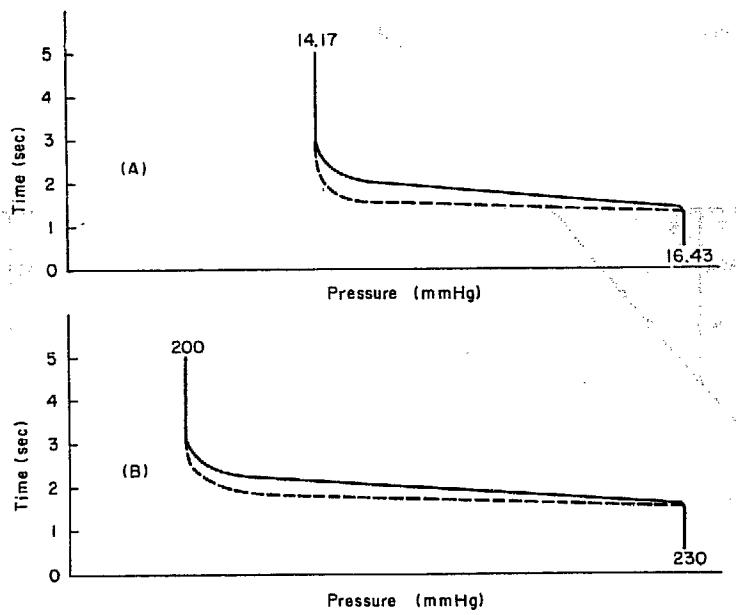


Fig. 8 Block diagram of recording of pressure change. Innert gas pressure is kept constant and bellows pressure gauge is used as deflection type gauge.



— : Recordings of changes of pressure
---- : Recordings of changes of input voltages

	Pressure change (mmHg) from		Factor of attenuation
		to	
A	16.43	14.17	1/10
B	230	200	1/100

Characteristics of recorder

span voltage	2 mV
time of traveling of recording	0.7 sec.
pen for full scale	10 mm/sec.
chart speed	

Fig. 9 Recordings of fast pressure changes of fluorine gas.

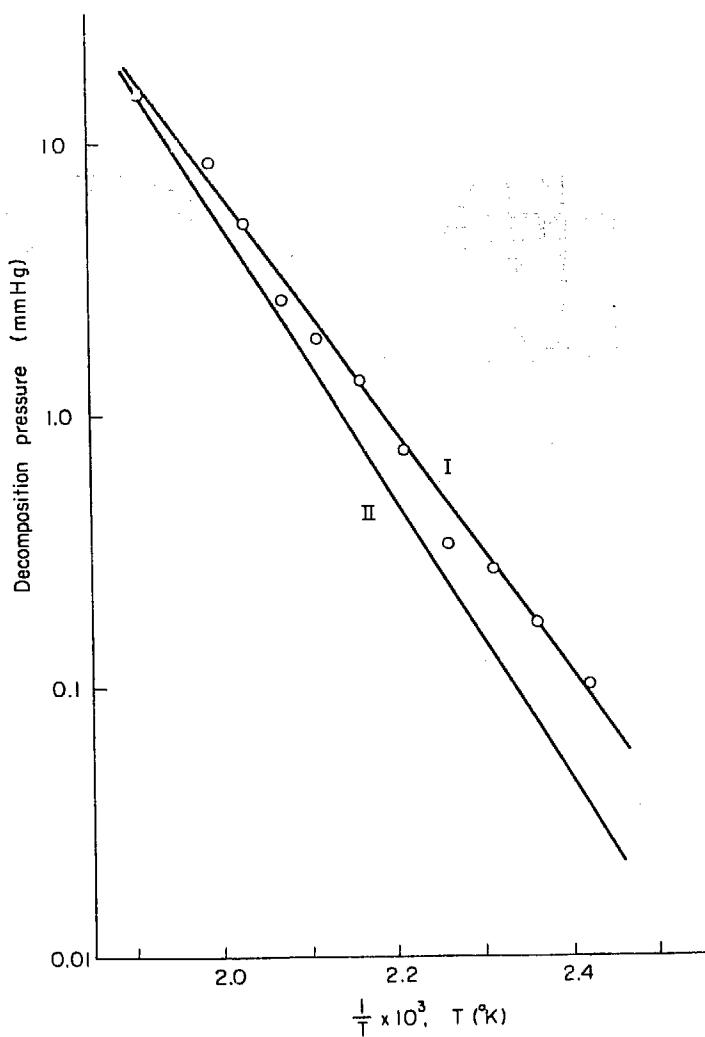
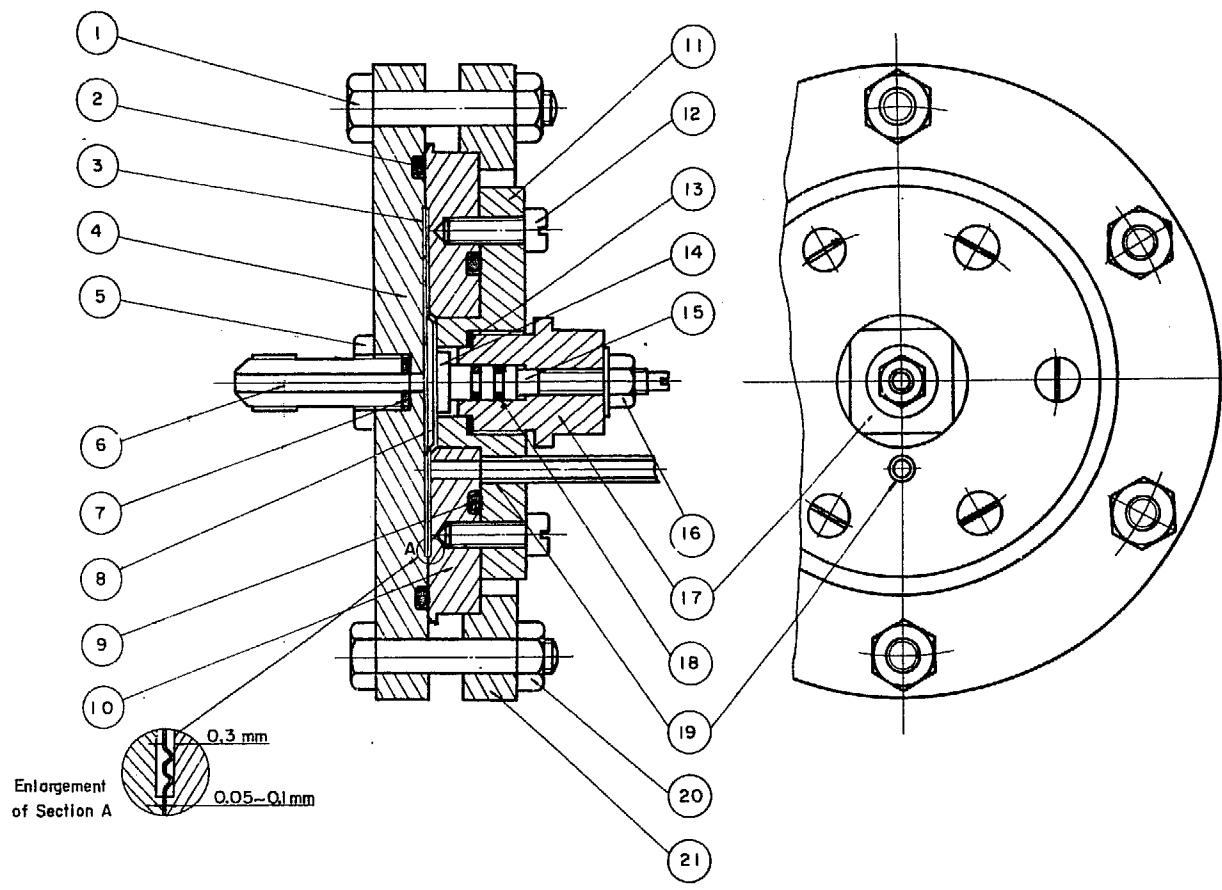
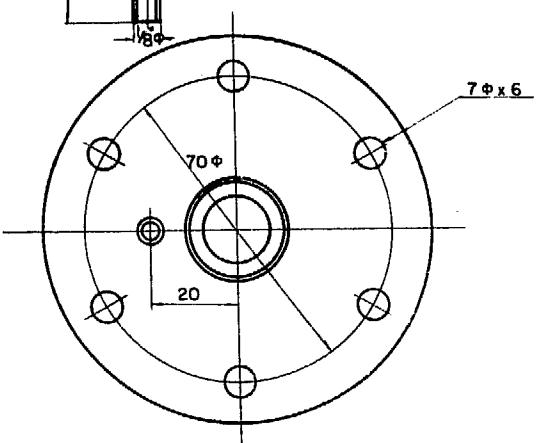
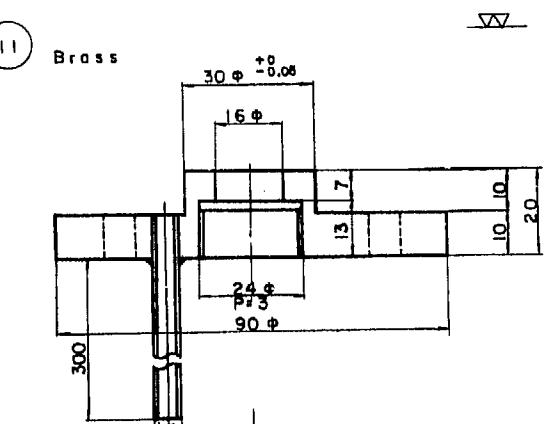
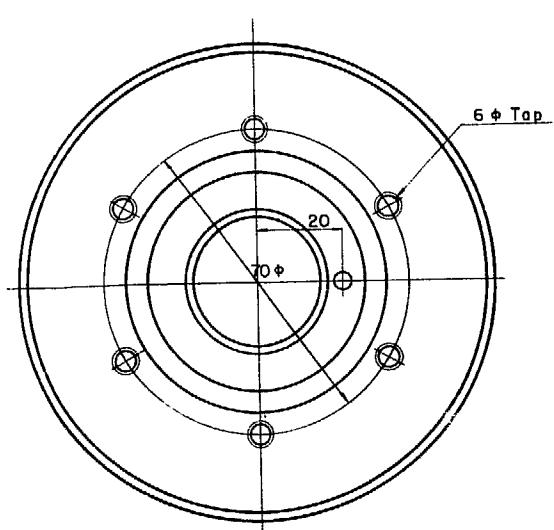
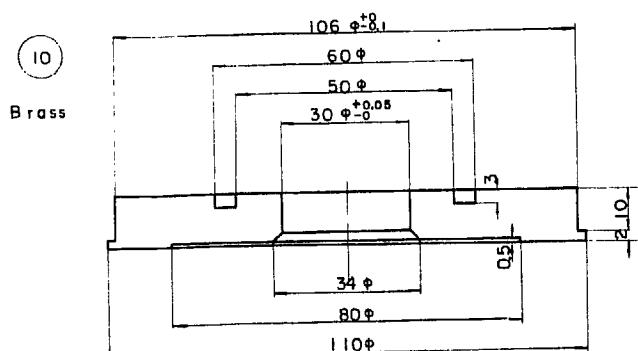
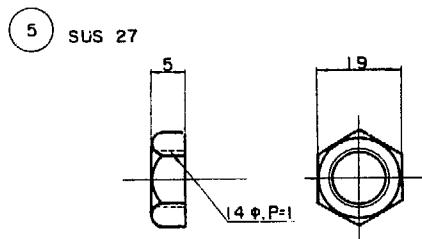
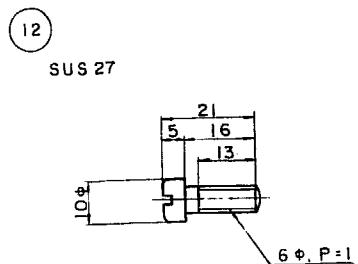
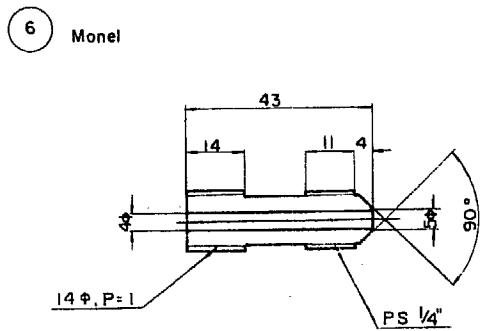
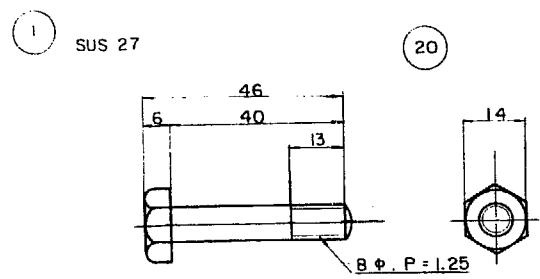


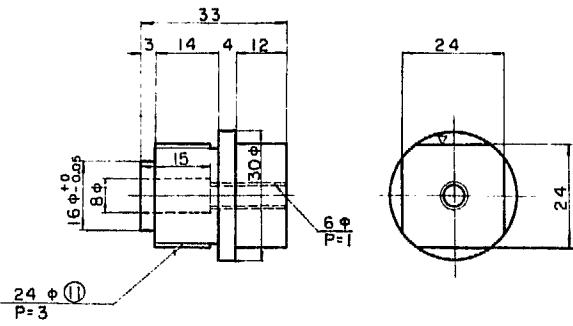
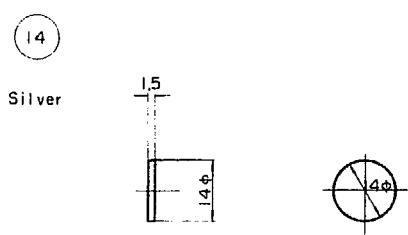
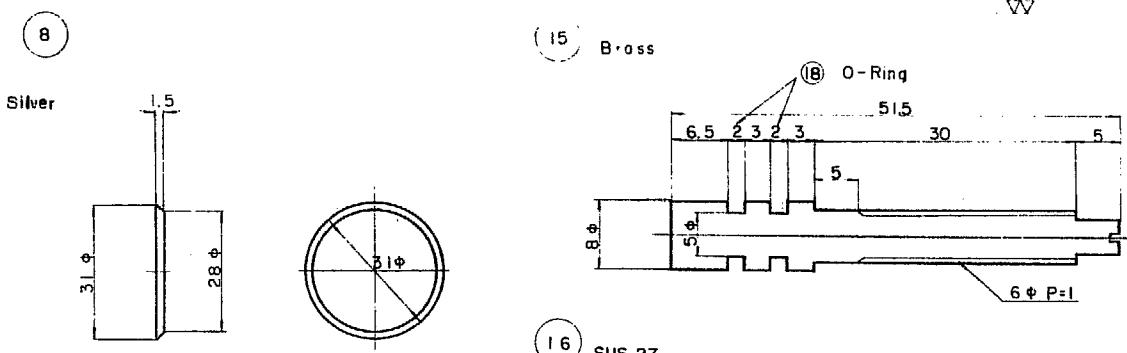
Fig. 10 Equilibrium decomposition pressure of uranium hexafluoride for the reaction : $\text{NaF} \cdot x\text{UF}_6(\text{solid}) = x\text{UF}_6(\text{gas}) + \text{NaF}(\text{solid})$
I present work, II result of G.I.CATHERS et al.¹²⁾



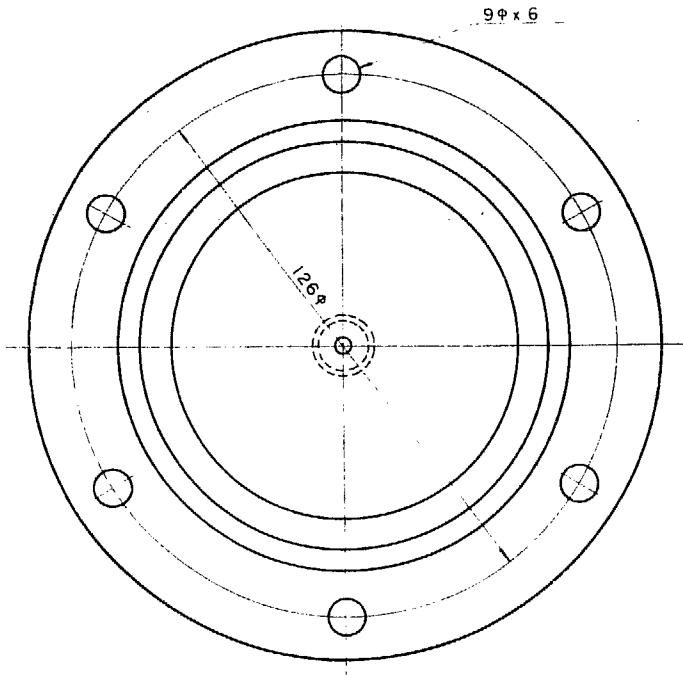
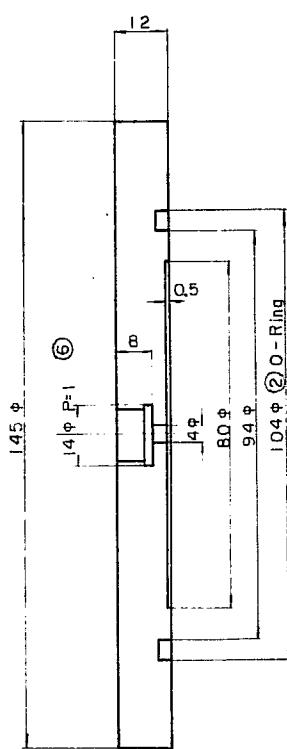
- ① , ⑫ Bolt, sus 27
- ②, ⑦, ⑨, ⑯, ⑰ Packing, perlon
- ③ Diaphragm, nickle
- ④ , ⑩ Supporting plate of diaphragm, brass electroplated with nickle
- ⑤, ⑯, ⑳ Nut, sus 27
- ⑥ Nipple, monel
- ⑧ , ⑭ Electrical contact plate, silver
- ⑪ Stopper to limit movement of diaphragm, brass
- ⑮ Adjuster of position of electrical contact, brass
- ⑯ Supporting block of contact plate, Kel-F
- ⑲ Cu tube
- ㉑ Clamp ring, brass

Fig. 11 Diagram of diaphragm pressure gauge

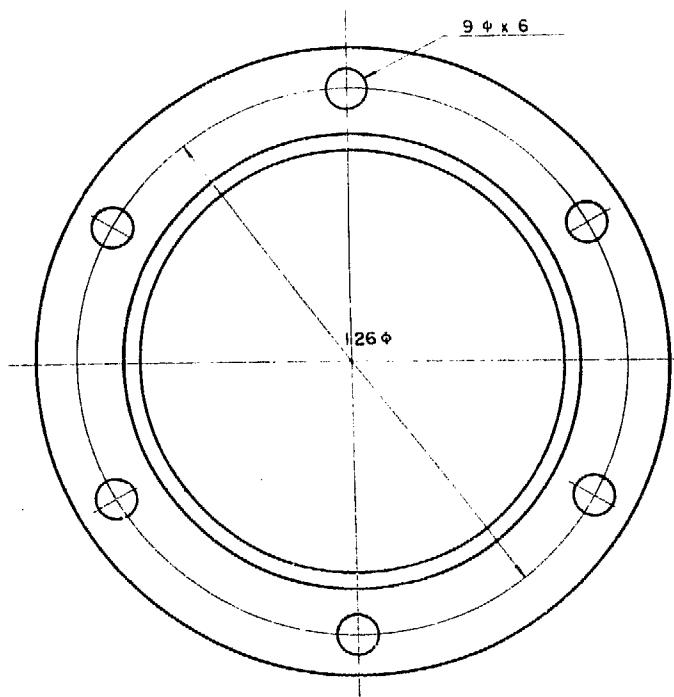
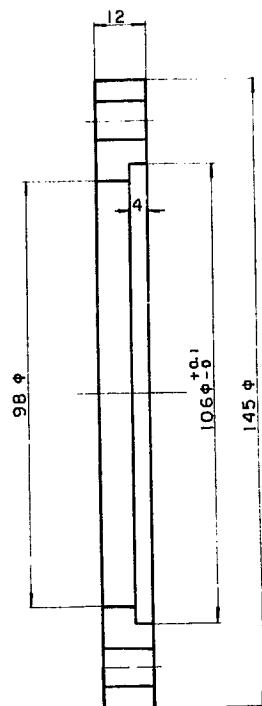




4
Brass
Nickel Plating



21
Brass



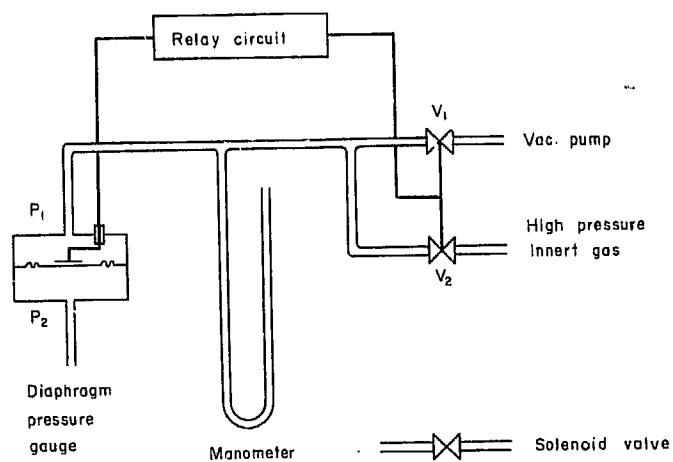
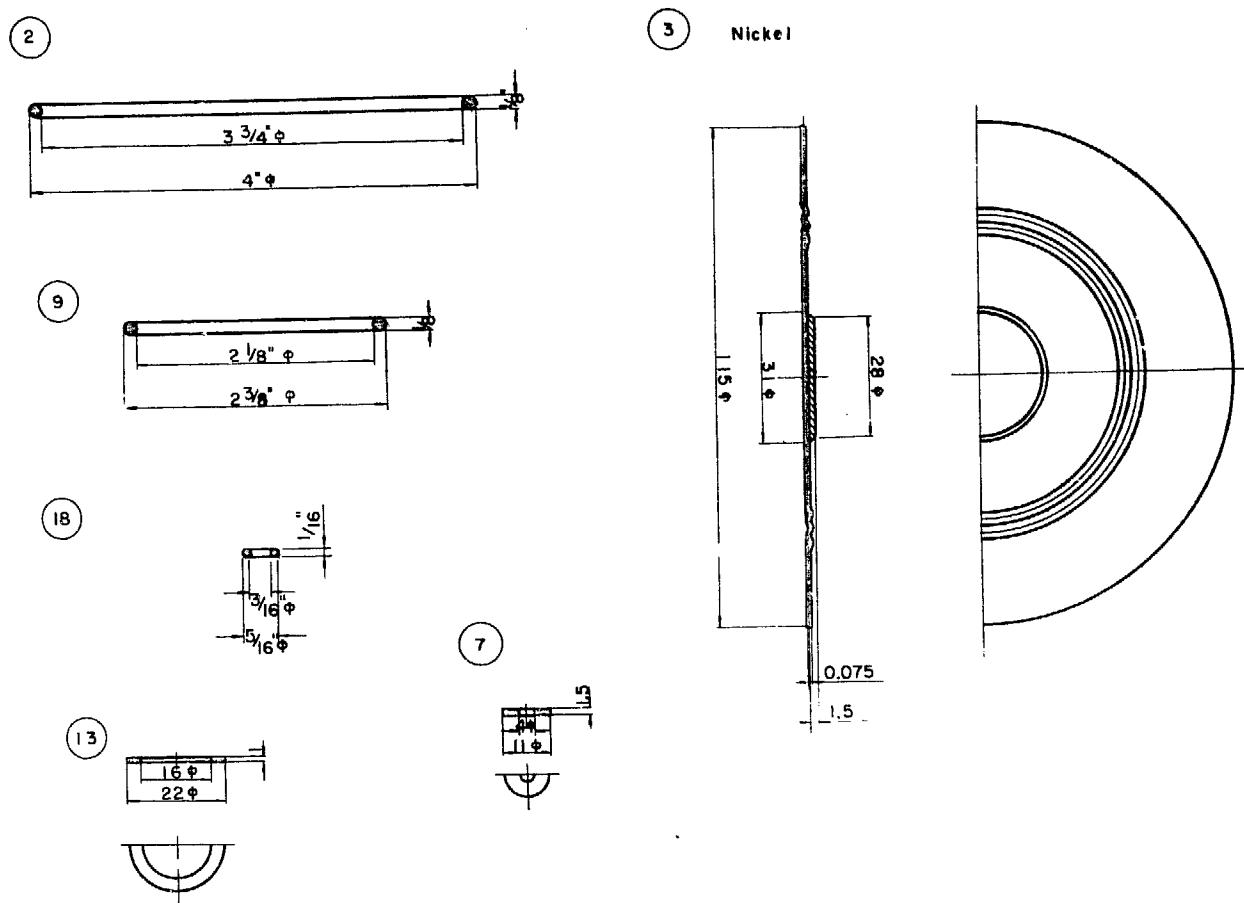


Fig. 12 Outline of connection for adjustment and measurement of balancing inert gas pressure of diaphragm pressure gauge