

JAERI-Tech  
2004-061



JP0450800



## ワンスルーモード微小試料密度測定装置の開発

2004年11月

小野澤 淳・串田 輝男・金澤 浩之

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。  
入手の問合せは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 〒319-1195, Japan.

---

©Japan Atomic Energy Research Institute, 2004

編集兼発行 日本原子力研究所

ワنسスルー型微小試料密度測定装置の開発

日本原子力研究所東海研究所ホット試験室

小野澤 淳・串田 輝男・金澤 浩之

(2004年9月9日受理)

照射済み燃料に生じるスエリング（体積膨張）は、照射による核分裂生成物(FP)のペレット内への蓄積や照射欠陥によって発生する。スエリング率は、燃焼度や照射温度等に依存するため、ペレットの中心部と外周部ではその値が異なる可能性がある。これにより、燃料ペレットの密度は、横断面外周部と中心部では異なる。微細領域におけるスエリング挙動を調査するためには、ペレットから採取した微小試料（数 mg～数十 mg）の密度を正確に測定する必要があるが、原研・燃料試験施設における現有の放射性試料対応型密度測定装置では、微小試料の密度を高精度で測定するのは困難である。このような背景のもとに、高い放射能を有する微小な試料の密度を、遠隔操作によって高精度かつ容易に測定を可能とするワنسスルー型微小試料密度測定装置※を開発した。本開発では、 $\phi 3 \times 1t$  mm の試料における密度値の確度 1.0%TD 以内（理論密度との比率）、精度 1.0%以内（平均密度値に対する標準偏差の割合）を目標とした。

形状、重量、密度の異なる金属標準試料及びセラミック標準試料を用いた種々の特性試験の結果において、当該装置に期待される十分な性能を有する事が確認できた。また、可動部をモーター駆動することにより測定に係わる一連の流れを自動化し、遠隔操作にて容易に密度測定が可能となった。今後、本装置をホットセル内に設置する予定である。

---

※ 特許出願中 公開番号 14-228570 号

東海研究所：〒319-1195茨城県那珂郡東海村白方白根 2-4

Development of Once-through Type Densitometer

Atsushi ONOZAWA, Teruo KUSHIDA and Hiroyuki KANAZAWA

Department of Hot Laboratories  
Tokai Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received September 9, 2004)

The swelling (volume change) observed on irradiated fuels is caused by the accumulation of fission products (FP) and irradiation defects. The swelling ratio could be changed along with radius region in the pellet due to burn up difference and irradiation temperature. Hence the density of the pellet is different between the center and outer regions of the pellet cross section. To investigate the swelling behavior at the small area of the pellet, it is needed to measure the density of fuel fragments picked from an irradiated pellet. However, the conventional densitometer for irradiated specimens in Reactor Fuel Examination Facility is designed for measuring the whole fuel pellet and is not available for precise density measurement of the small size specimen. In this circumstance, once-through type densitometer was developed to measure the density of the small irradiated specimen precisely and to handle the samples easily with remote control systems. Aimed accuracy is within 1.0%TD and precision is within 1.0% on a  $\phi 3 \times 1$  mm specimen.

Several kinds of metallic and ceramic standard specimens are prepared to investigate the dependence of the sample weight, density and porosity on the accuracy. The results of characteristic examination using these specimens indicate that this densitometer has enough accuracy. In addition, some parts of this apparatus are controlled by motor drive units, which made it possible to measure the density full-automatically. In near future, this apparatus will be installed in a hot cell to investigate the swelling behavior at the small area of irradiated fuels and materials.

Keywords: Immersion Density Measurement, Swelling, UO<sub>2</sub> Fuel, Post-irradiation Examination

## 目次

1.目的.....	1
2.装置設計概念.....	2
3.装置仕様.....	4
3.1 密度計本体.....	4
3.1.1 測定ユニット .....	4
3.2 測定の流れ .....	5
4.特性試験.....	6
4.1 浸漬液の選定 .....	6
4.2 標準試料の製作 .....	6
4.3 浸漬時間の決定 .....	6
4.4 環境の変化による影響 .....	7
4.5 金属標準試料の測定結果 .....	7
4.6 セラミック標準試料の測定結果.....	7
5.まとめ.....	9
謝辞.....	9
付録：アルキメデスの原理による密度測定法 .....	39

## Contents

1. Objective .....	1
2. Design Concepts.....	2
3. Specifications .....	4
3.1 Densitometer .....	4
3.1.1 Measurement Systems.....	4
3.2 Measurement Process.....	5
4. Characterization Examination .....	6
4.1 Determination of Immersion Liquid .....	6
4.2 Preparation of Standard Specimens.....	6
4.3 Determination of Immersion Time .....	6
4.4 Influence of Environments .....	7
4.5 Results of Metalic Specimens .....	7
4.6 Results of Ceramic Specimens.....	7
5. Summary .....	9
Acknowledgement.....	9
Appendix: Density Measurement by Archimedes' Principle.....	39

This is a blank page.

## 1. 目的

高燃焼度燃料ペレットでは、燃焼が進むにつれてペレット内への固体状 FP の固溶・析出、気体状 FP の気泡としての蓄積が起こり、その結果としてペレットのスエリング（体積膨張）が大きくなる。これによりペレット一被覆管ギャップ幅減少による PCMI の増大等、燃料健全性上望ましくない影響を与える可能性がある。

従来、照射済み燃料のスエリング評価には、燃料ペレット一個分程度を試料とした浸漬密度測定データが用いられており、ペレット全体のスエリング率を測定する巨視的な評価であった。燃料試験施設に既設の浸漬液密度測定装置も測定対象試料重量を約 10g とした設計がなされている。しかし、近年は、ペレット半径方向でのより詳細なスエリングや熱物性値の評価が求められている。燃料ペレットのスエリングは照射による FP の蓄積に起因しており、ペレット内での燃焼度や照射温度の違いによりペレット半径方向のスエリングに差が生じる。これらを詳細に評価するためには、ペレット半径方向からいくつかの微小試料（数 mg～数十 mg）を採取し、その密度を正確に測定する必要がある。よって高い放射能を有する微小な試料（ $\phi 3 \times 1t$  程度）の密度を、遠隔操作によって高精度かつ容易に測定できるワنسスルー型微小試料密度測定装置（以下、微小試料密度測定装置と言う。）を開発した。なお、ペレットのスエリング率はこれまでの照射後試験データから、体積変化  $\Delta V / V$  で約 1% / 10GWd/t とされている事から、この体積変化が判別可能な精度 1%TD 以内（理論密度との比率）かつ精度 1% 以内（平均密度値に対する標準偏差の割合）を目標とした。

## 2. 装置設計概念

浸漬密度測定装置は、空気中での試料重量（空気中重量）と浸漬液中での試料重量（液中重量）を測定し、アルキメデスの原理を使って浮力より試料の体積を求め、試料密度を算出する装置である（測定原理については付録参照）。

図1(a)に既設の浸漬密度測定装置の測定フロー図を示す。従来装置は、空気中重量及び液中重量の測定に、 $\phi 0.2\text{mm}$  のニッケル線で編んだカゴを使用して測定を行なっている。空気中重量測定カゴと液中重量測定カゴは同一の物を使用し、試料の投入、取り出しの際に遠隔操作にてカゴの取付け・取外しを行い、試料重量とカゴ重量を同時に測定する装置である。即ち、①密度測定装置に試料投入カゴを取付け、そのカゴの空気中重量を測定、②カゴを取り外して試料を投入した後に試料及びカゴの空気中重量を測定、③試料及びカゴの液中重量を測定、④カゴを取り外して試料を取り出した後にカゴの液中重量を測定、の4段階の工程を行い、 $(② - ①) = \text{試料の空気中重量}$ 、 $(② - ①) - (③ - ④) = \text{試料の浮力 (試料体積)}$  が算出できることに基づいて試料の密度を得ている。

しかし、試料重量とカゴ重量を同時に測定し、後に空カゴ重量分を差し引いて試料重量を得る装置では、カゴ重量に対して試料重量が小さい場合、カゴそのものの重量及び液中の浮力の影響で、極端に精度が落ちてしまい、実際上、小さな試料の測定は不可能であった。燃料試験施設に既設の装置の場合、カゴの重量が約 2.0g、浮力が約 0.2g あり、今回測定目標とした  $\phi 3 \times 1\text{t}$  (重量数十 mg、浮力数 mg) の試料を正確に測定するのは困難である。また、測定の際に遠隔操作によるカゴの取付け・取外しを行なわなければならぬが、この際に異物の付着やカゴの変形により測定の再現性が大きく損なわれてしまう可能性が高いことに加え、カゴの取扱が煩雑なために遠隔操作性が低下する要因にもなっている。

これらの問題点を解決するため、空気中重量、液中重量測定用にそれぞれ専用のバスケットを用い、試料が自動的にその2つのカゴを通過する事で、密度測定が可能な機構を有する微小試料密度測定装置を開発した。本装置の主要部概略図を図2に示す。空気中重量測定用のドライバスケット、液浸重量測定用のウェットバスケットの2つのカゴは當時天秤の懸垂線上に吊り下がっており、測定前に両カゴの重量を差し引いて0点を指定することができる。これにより本装置における密度測定は、カゴの重量及び浮力の影響を取り除き試料のみを対象とした測定が行なえることに加え、カゴ重量の測定そのものが不要なためカゴ重量測定の際の誤差要因を完全に排除し、微小な試料において測定精度を維持することが可能となった。

ドライバスケットとウェットバスケットの各カゴは、共につばのついた胴体部分と底部分（コーン）の2つの部品からなっており、コーンのみが懸垂線に固定されている。このバスケット胴体部分をモーターで上下することで試料がそれぞれのバスケットを通過し、測定後自動的に排出・回収できる構造となっている。すなわち懸垂線上にバスケットを固定したまま試料投入、取出しが可能となったため、試料投入、試料取り出しの際のカゴの取付け・取外しが不要となり、試料投入後から測定及び試料取出しまでの全ての作業を全自

動にて行なうことができる。

さらに、微小試料の密度測定では同一試料の繰り返し測定によって、正確な密度値を決定するため、各測定における測定条件の維持が重要になってくるが、従来装置の様にカゴの取付け・取外しを行なうと、装置からカゴを取り出した際に異物が付着する場合や、カゴのハンドリングの際にカゴを変形させてしまい液中に沈むカゴの体積が測定途中で変化してしまう可能性があった。しかし上述のように、本装置では2つのバスケットは常時懸垂線上に固定されているため、こういったカゴの取付け・取外しの際に発生する測定値への影響を排除して、測定値の精度を向上させる事ができた。

従来装置と同様、本装置においても装置内の気温及び浸漬液温を常時監視しており、得られた温度より空気密度、液密度の補正を行なっている。これにより各気温、液温において試料にかかる正確な浮力を得ることができ、より信頼性の高い密度値を測定することができる。

### 3. 装置仕様

本装置の構成図を図3に示す。本装置は密度計本体、制御盤、天秤表示部、データ収集PCから成っている。密度計本体は制御盤内のシーケンサーを経由してデータ収集PCと接続されており、本体内部のセンサーからの情報をPCにて集中監視できる他、PC側からRS-232Cプロトコルにより可動部の制御も可能である。

#### 3.1 密度計本体

本体外観を図4に示す。密度計本体は、本体フード、天秤秤量部、測定ユニット、試料移送ベルトコンベア、内部気温計、液温計、水位計、補充液タンク、ランプから成る。

装置全体を収納する本体フードは釣り鐘状の形状をしており、両サイドのクランプを外してフードを釣り上げる事により、内部機器のメンテナンス等が容易に行なえる。フードを含めた装置本体は、メンテナンス時にセル背面メンテナンスボックスへの引き込みが可能な寸法となっており、遠隔操作で補修が困難な部品のメンテナンスが行なえる様になっている。また、各パーツはドライバーなどの工具を使用せずに分離でき、ホットセル内におけるメンテナンス性にも十分な配慮を施した。

秤量天秤はメトラー製 AT-21（読み取限度  $1\mu\text{g}$ 、秤量範囲  $0\sim22\text{g}$ ）を用い、電子部品の放射線劣化や配線の取り回し等を考慮し、表示部及び一部基板を密度計本体外に分離した。また、天秤秤量部に標準で取り付けてある秤量皿は取り外してあり、懸垂線下の部品（懸垂線、バスケット）の重量は標準の秤量皿よりも軽いため、その差分をうめるためのバランサーを取り付けた。比重の異なる浸漬液を使用する場合、懸垂線下の重量が液の浮力により変化するため、このバランサーを浸漬液密度によって変える必要がある。

水位計と補充液タンクのバルブは連動しており、浸漬液の揮発や試料交換により浸漬水位が減少しても、前回と同様の水位が再現できる仕組みとなっている。

##### 3.1.1 測定ユニット

測定ユニットは、懸垂線、2つのバスケット、液槽、ガイドホッパ、駆動モーター、排出バルブから成る。

ドライバスケット、ウェットバスケットの各カゴは、つば付きの胴体部分と円すい型の底蓋（コーン）の2つのパーツから成っており、ドライバスケット用コーンは懸垂線に固定されている。一方、ウェットバスケット用コーンはフックを用いて懸垂線に吊り下がっており、メンテナンスの際に取外し可能である。試料をバスケットより排出する際は、バスケットの胴体部分のつばをモーターに連動したリフトにより持ち上げて排出を行なう。なお、本装置ではメンテナンスや測定の際に懸垂線の変形し軸が鉛直方向からずれてしまうと、バスケットがガイドホッパやリフトに接触してしまい正確な測定ができなくなってしまうため、変形しやすい金属製懸垂線は使用せず、 $\phi 0.05\text{mm}$  の釣り糸を懸垂線として採用した。径の小さい懸垂線を使用することにより、液面との接触面積を最小限に抑えられることもでき、懸垂線のぬれ性による影響も排除する効果がある。

試料がベルトコンベアからドライバスケットへ落下する際、及びドライバスケットからウェットバスケットへ落下する際に試料が確実にバスケットに収まるようするため、それぞれのバスケット上方に漏斗（ガイドホッパ）を設けた。これらのガイドホッパには、試料投入時の落下速度を緩やかにし、試料の破損を防ぐ役割もある。

排出バルブは、三方バルブを使用した。これにより、測定後、試料と同時に排出される浸漬液を最小限に抑えられる事に加え、誤操作による浸漬液の流出も防ぐことが可能となった。また、バルブ部の占める寸法も小さくてすむため、装置寸法の縮小化にも有効である。バルブ側面には遠隔操作可能な手動操作用のハンドルを設け、万が一可動部が故障しても放射性試料を確実に回収する事が可能である。

これらのパーツのうち、下部のガイドホッパ及びウェットバスケットは常時液面下に沈んだ状態である。

### 3.2 測定の流れ

本装置を用いた測定のフローを図1(b)及び測定の流れを図5に示す。試料は試料投入口よりベルトコンベアに落下し、ガイドホッパを経てドライバスケットに投入され、空气中重量を秤量天秤にて測定される。空气中重量測定後、バスケット用の駆動モーターを作動させてドライバスケット（胴体）を上昇させる事により底蓋（コーン）を開放し、試料をガイドホッパを通してウェットバスケットに投入する。ウェットバスケットに投入された試料の液中重量を測定後、再び駆動モーターにてウェットバスケットを上昇させる事によりコーンを開放して試料を落下させる。（図6参照）測定終了後の試料は、排出バルブを経由して試料取出口より一部浸漬液と一緒に回収される。

上記一連の動作はデータ収集PCにより制御されており、すべて全自动で行われる。空气中重量測定から液中重量測定へ、及び液中重量測定から測定完了への移行は、データ収集PCが常時天秤の秤量値を監視しており、秤量値の変動幅が測定者の指定した範囲内に収束した場合に測定完了と判断し、駆動モーターを動作させる信号をコントローラーに送る仕様になっている。

#### 4. 特性試験

##### 4.1 浸漬液の選定

アルキメデスの原理による密度測定の場合、試料の浮力の測定、すなわち試料の体積測定精度が、そのまま装置の密度測定精度に大きく係わってくる。つまり高精度の密度測定を行なうためにはより多くの浮力を得る必要がある。従来装置では浸漬液としてメタキシレン（比重 0.86）を使用していたが、本装置においてはより浮力の得られる純水（比重 0.99）を浸漬溶媒として使用した。純水を使用することによりメタキシレンよりも、 $\phi 3 \times 1\text{mm}$  試料において約 1mg、 $\phi 5 \times 1\text{mm}$  試料において約 3mg 多く浮力を得ることができる。

また、試料とのぬれ性を改善するために界面活性剤（ドライウェル）を純水に添加して使用した。ドライウェル濃度を変化させて密度測定を行なった結果、ドライウェル濃度変化による測定値への影響が見られなかつたため、添加濃度は、純水の液密度を極力変化させない 1%濃度とした。浸漬液決定後、各液温における正確な浸漬液密度を液体密度測定装置（Anton Paar 社製・DMA4500）にて測定を行なった。

各液温における浸漬液（純水 + ドライウェル 1%）の液密度を図 7 に示す。ドライウェルを添加しても浸漬液の密度は純水と比較してほとんど変化しないことを確認した。

##### 4.2 標準試料の製作

本装置の性能確認用として、金属及びセラミックの標準試料を製作し密度測定を行なつた。金属標準試料は、密度、試料重量及び試料形状の違いによる密度値への影響を考慮するため、Ti、Mo、Pt の 3 種類とし、それぞれ  $\phi 3 \times 1\text{mm}$ 、 $\phi 5 \times 1\text{mm}$  の形状とする計 6 試料とした。また、セラミック試料は、より実燃料に近い条件での測定を行なうため、意図的に気孔を生成させた  $\phi 3 \times 1\text{mm}$  のアルミナ標準試料とし、気孔率の差による密度値への影響を検討可能なように気孔率の異なる 3 種類の試料を製作した。なお、試料材質の選定の際には上記条件以外に、耐酸化性、耐薬品性、低熱膨張性等を念頭に置き選定を行なつた。それぞれの試料の諸元を表 1 に示す。下表中、セラミックディスクの気孔率は金相試験による画像解析から算出した。

##### 4.3 浸漬時間の決定

試料を浸漬液中に浸す時間、すなわち浸漬時間は浸漬密度測定の精度に影響を及ぼす重要な要因の一つである。

試料の浸漬時間を決定するにあたり、セラミック試料を液中に投入し、投入後の天秤秤量値の経時変化を測定した。測定結果及び得られた秤量値より算出した密度値の一例を図 8 に示す。図より密度値（=液中試料重量）は時間経過に伴いわずかずつ変化しているものの、その傾きは徐々に緩やかになり、約 20 分経過の時点で  $0.001\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}/10\text{min}$  となった。この変化量は試料密度に対して 0.04% の値であり、目標とする確度 1.0%TD、精度 1.0% と比較しほぼ無視できる値である。また、この傾向は金属試料や他のセラミッ

ク試料でも同様の傾向を示したため、秤量値の変化は気孔への浸漬液の浸透によるものではなく、天秤の揺らぎがある一定の幅に収束するのに要する時間と考えられる。よって、浸漬液の浸透及び天秤の揺らぎに要する時間を考慮し、本装置における液浸時間を 20 分とした。

#### 4.4 環境の変化による影響

測定中の気温及び液温変化が、密度値に与える影響について検討を行なった。

表2は気温及び液温が 10°Cから 30°Cまで変化した場合の密度値の変化を、金属標準試料 (Ti:8.8mg) を例に算出したものである。10°Cと 30°Cの密度値の差は  $2.0 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$  であり、1°Cあたりの密度値の差は  $1.3 \times 10^{-5} \text{ g/cm}^3$  と非常に微小であった。また、通常測定中の気温・液温の変化は 0.1~0.2°C程度であるため、測定中の気温・液温の変化が密度値に及ぼす影響は無視することができる。

#### 4.5 金属標準試料の測定結果

金属標準試料の測定結果を表3に示す。

金属標準試料の密度測定結果は、理論密度との比率 (%TD) で 99.3%TD~100.3%TD となり、良い一致を示した。また、平均密度値に対する標準偏差の割合も 0.1~0.3%と目標とする 1.0%以内を十分に満足する結果となった。

#### 4.6 セラミック標準試料の測定結果

各セラミック標準試料の測定結果を図9~11に、セラミック試料の SEM 観察写真を図12に示す。

各試料とともに全測定の約2割が平均値に対して低密度側に大きく逸脱した結果となった。この測定値の逸脱は高密度側には見られず、逸脱した測定における液中重量が他の測定に比べてかなり軽い値となっている事に加え、逸脱の程度が気孔率の高い試料の方が大きい傾向が見られた。また、この逸脱は金属標準試料においては見られなかった。今回の特性試験における気中重量の変動は 0.02~0.06mg であり、天秤の秤量誤差はかなり小さいことが分かった。これに対し液中重量の変動は 0.10~0.49mg であることから、天秤の揺らぎ以外にその原因があると推定し、ドライバスケットから浸漬液中へ対象試料を繰り返し落下させ、ハイスピードカメラにより試料の状態を詳細に観察する試験を行った。この結果、セラミック試料の場合、液中への試料落下時に試料表面に気泡が付着することが判明した。(図13参照)。

のことから、ドライバスケットからウェットバスケットへの試料投入の際に試料への気泡の抱き込みが起き、浸漬時間経過後もその気泡が剥離しない場合、液中重量が実際より軽くなる、すなわち浮力値が大きくなり、密度値が大幅に小さくなるものと考えられる。本装置の様なドロップ式の構造上これを回避することは困難であり、また測定の都度、気泡の有無を目視で判別することも不可能である。

以上のことから、本特性試験においては、液中重量が平均値よりも低かった測定は気泡

の抱き込みが起きた測定として扱い、最終結果算出の前に排除するものとした。この処理前後の液中重量の標準偏差を図14に示す。この処理を行なう事により、液中重量の標準偏差が空気中重量と同程度まで向上した。

この処理の後、残った測定値を平均した値をセラミック標準試料の密度値とした。その値を表4に示す。密度値と金相試験による画像解析により算出した密度値は99.2%TD～100.7%TDと大変良く一致した事に加え、平均密度値に対する標準偏差の割合も0.5～0.9%と目標を達成する事ができた。

## 5. まとめ

高い放射能を有する微小な試料の密度を、遠隔操作によって高精度かつ容易に測定するために、微小試料密度測定装置の開発を行なった。装置開発は、 $\phi 3 \times 1t$  試料において確度 1.0%TD 以内（理論密度との比率）かつ精度 1.0%以内（平均密度値に対する標準偏差の割合）を目標として開発を行なった。

当該装置は 2 つのバスケットが常時懸垂線上に固定されている構造により、空气中重量及び液中重量測定の際にバスケット重量及び浮力の影響を受けないため、微小な試料においても高精度の密度測定が可能となった。また、金属標準試料及びセラミック標準試料を用いた特性試験により、測定精度に及ぼす試料の形状、重量、密度、気孔率の影響が小さく、期待する精度を十分に得られる事を確認した。加えて当該装置は、2 つのバスケットを駆動モーターにより操作することにより試料投入後の一連の測定を全自動で行なう事ができ、照射済み燃料などの高い放射能を有する試料に関しても遠隔操作にて容易に測定が可能である。

今後、装置をセル内へ搬入・設置を行い、ホット試料でのモックアップを行い、照射後試験装置として導入する予定である。

## 謝辞

本稿の作成に協力及び的確な助言を頂きましたホット試験室長 天野英俊氏、ホット試験室ホット試験技術課長 西野泰治氏に感謝の意を表します。

表1 金属及びセラミック標準試料 主要諸元

種類	試料材質	形状 (mm)	純度	理論密度 (ミルシート等)	試料重量 (mg)
金属	Ti	$\phi 3 \times 1t$	3N5	4.50	31
	Mo		4N	10.19	74
	Pt		4N	21.37	154
	Ti	$\phi 5 \times 1t$	3N5	4.50	88
	Mo		4N	10.19	205
	Pt		4N	21.37	422
セラミック	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\phi 3 \times 1t$	気孔率 0%	3.98	30
			気孔率 11%	3.54	27
			気孔率 27%	2.91	18
			気孔率 44%	2.23	15

表2 気温・液温の変化に伴う密度値の変化

気温・液温 (°C)	空気密度 (g/cm <sup>3</sup> )	浸漬液密度 (g/cm <sup>3</sup> )	試料密度 (g/cm <sup>3</sup> )
10	$1.247 \times 10^{-3}$	0.99968	4.4775
30	$1.165 \times 10^{-3}$	0.99561	4.4777

表3 金属標準試料測定結果

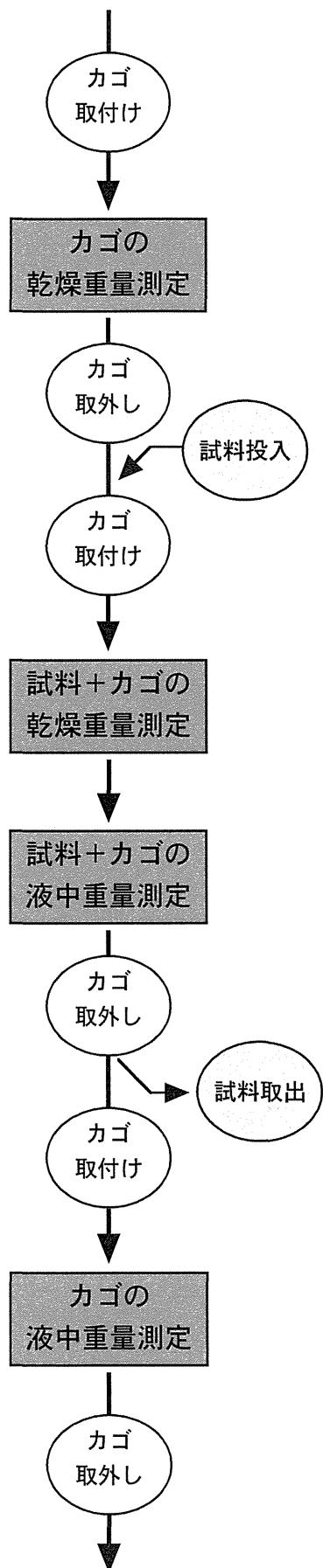
試料		平均密度 (g/cm <sup>3</sup> )	%TD	標準偏差 (g/cm <sup>3</sup> )	精度
$\phi$ 3	Ti	4.50	100.0	0.01	0.2%
	Mo	10.12	99.3	0.02	0.2%
	Pt	21.37	100.0	0.02	0.1%
$\phi$ 5	Ti	4.51	100.2	0.01	0.2%
	Mo	10.14	99.5	0.03	0.3%
	Pt	21.43	100.2	0.05	0.2%

表4 セラミック標準試料測定結果

試料	平均密度 (g/cm <sup>3</sup> )	%TD	標準偏差 (g/cm <sup>3</sup> )	精度
0%	3.98	100.0	0.02	0.5%
11%	3.51	99.2	0.02	0.6%
27%	2.93	100.7	0.02	0.7%
45%	2.22	99.4	0.02	0.9%

This is a blank page.

【a:従来の密度測定装置】



【b:ワンスルー型密度測定装置】

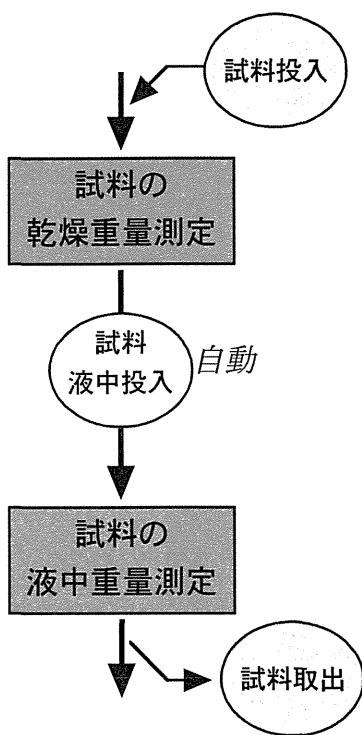


図1 従来装置との測定方法の比較フロー図

This is a blank page.

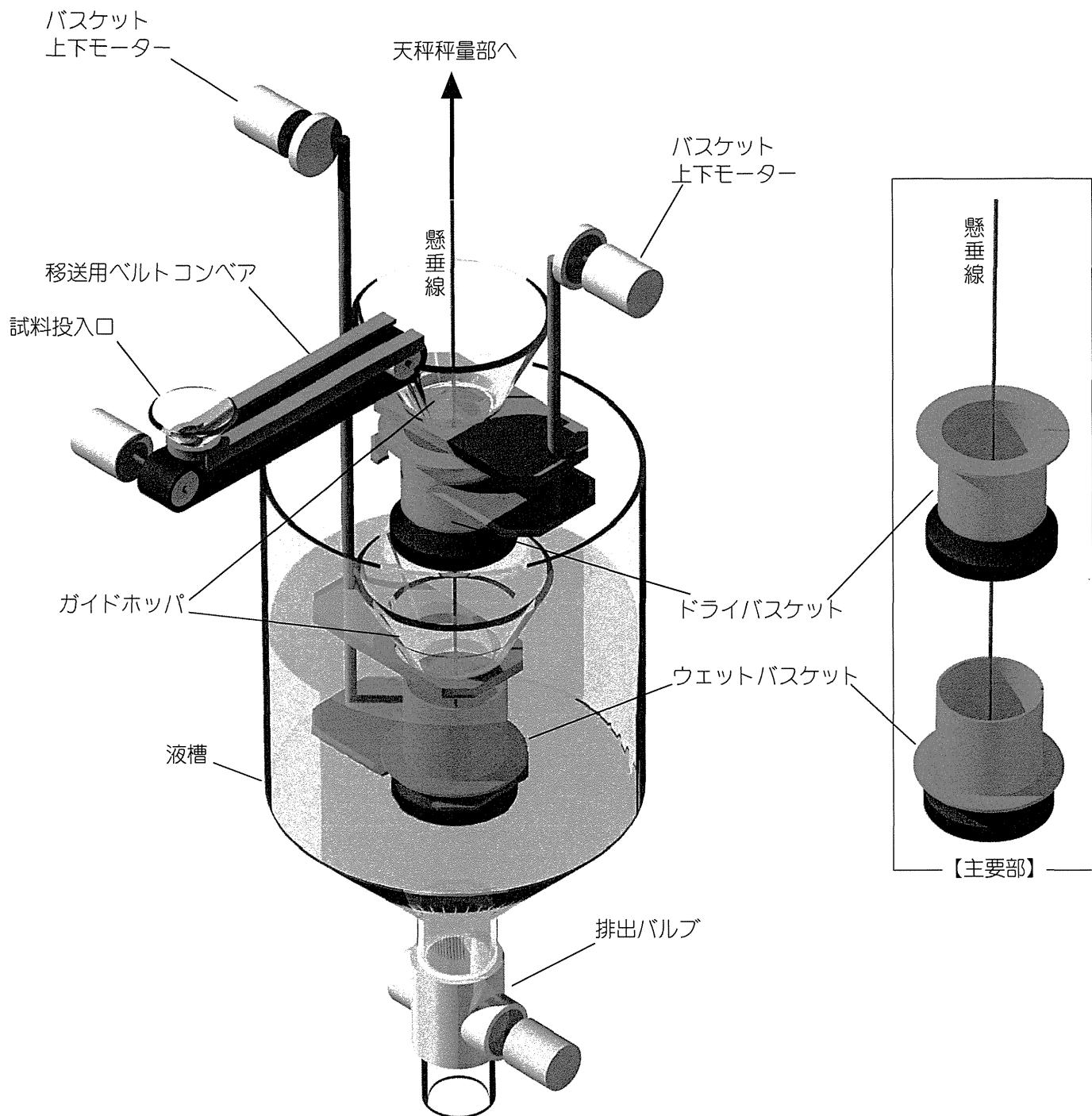


図2 ワンススルー型微小試料密度測定装置 主要部概略図

This is a blank page.

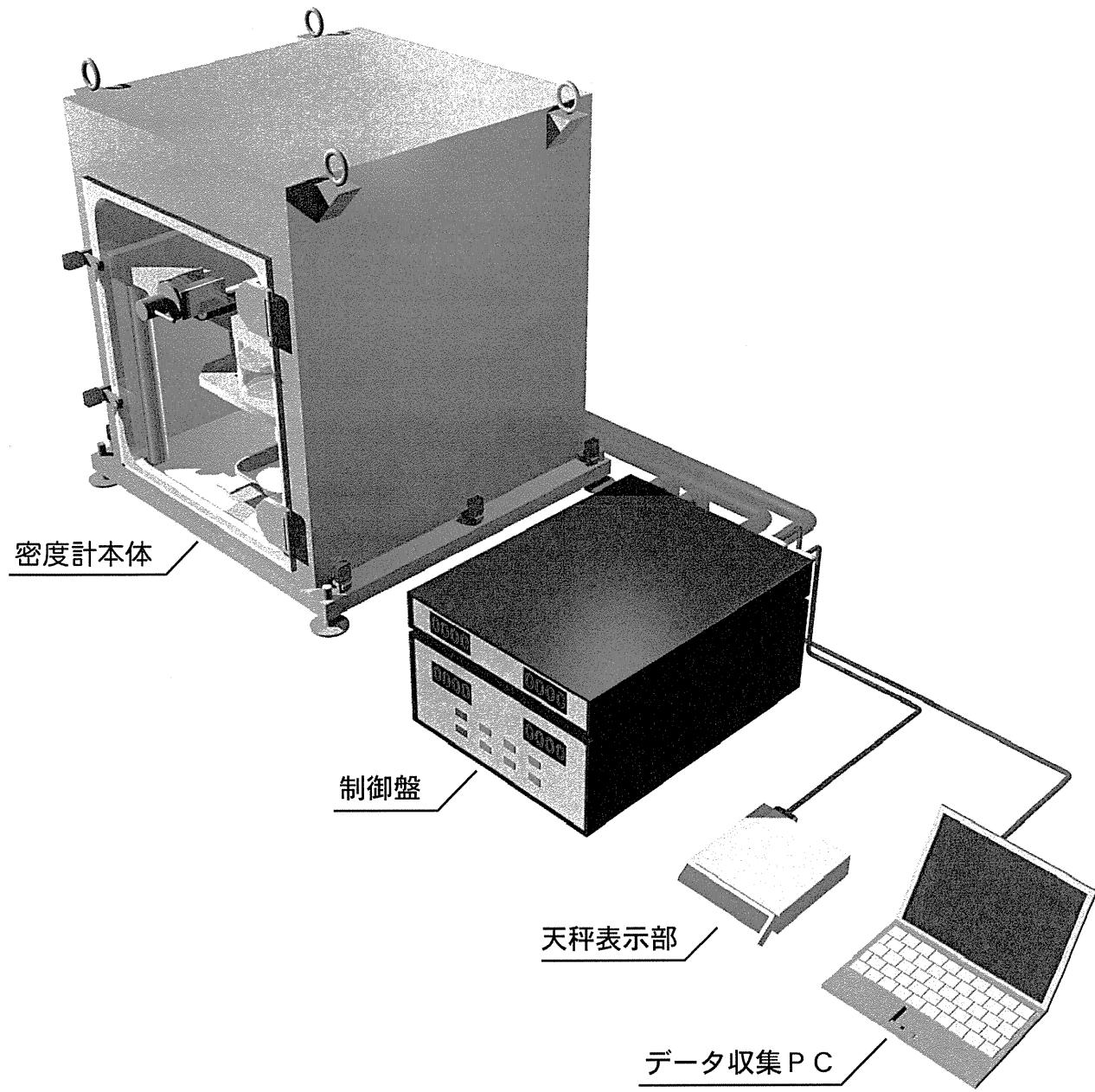


図3 ワンススルー型微小試料密度測定装置 装置構成図

This is a blank page.

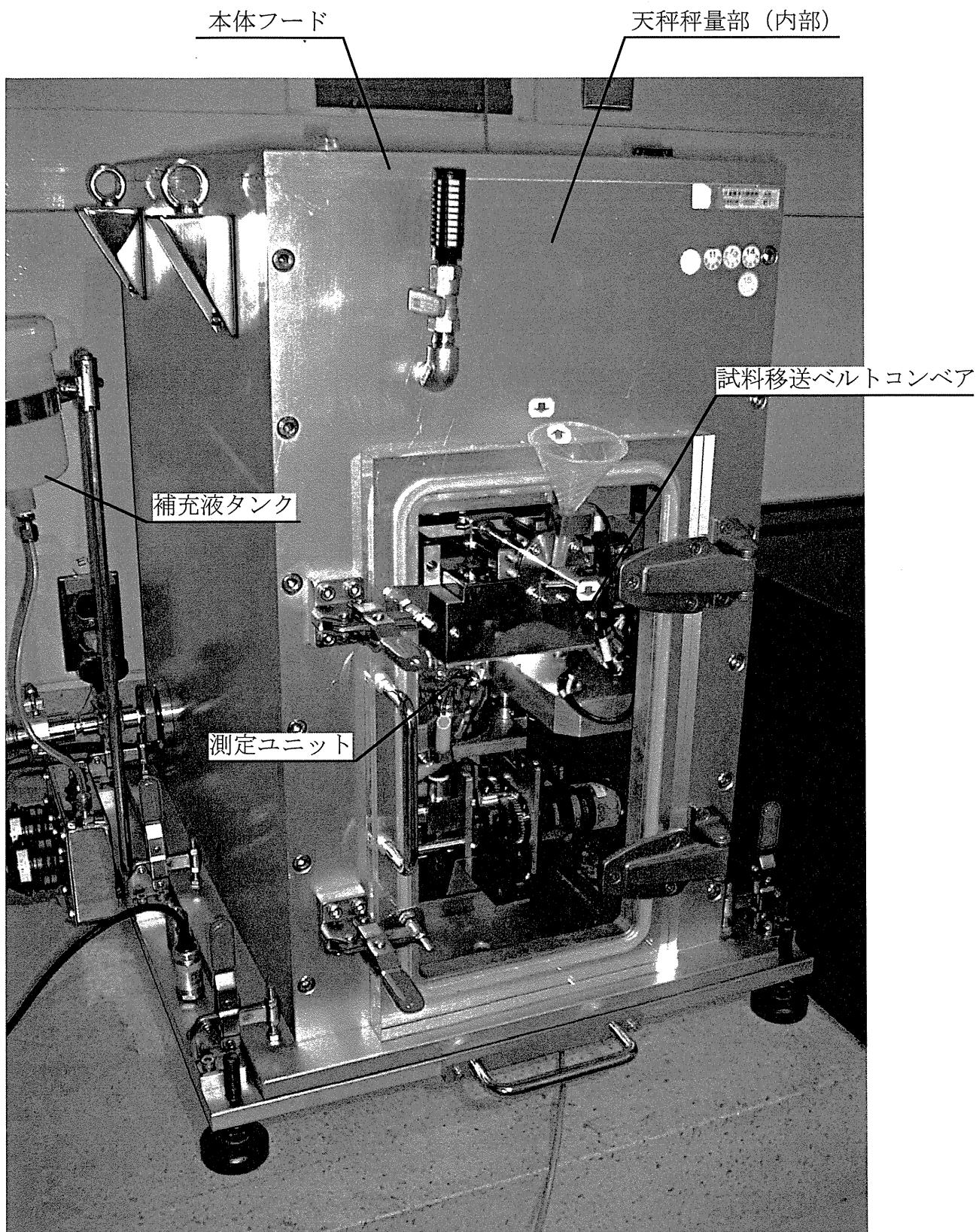
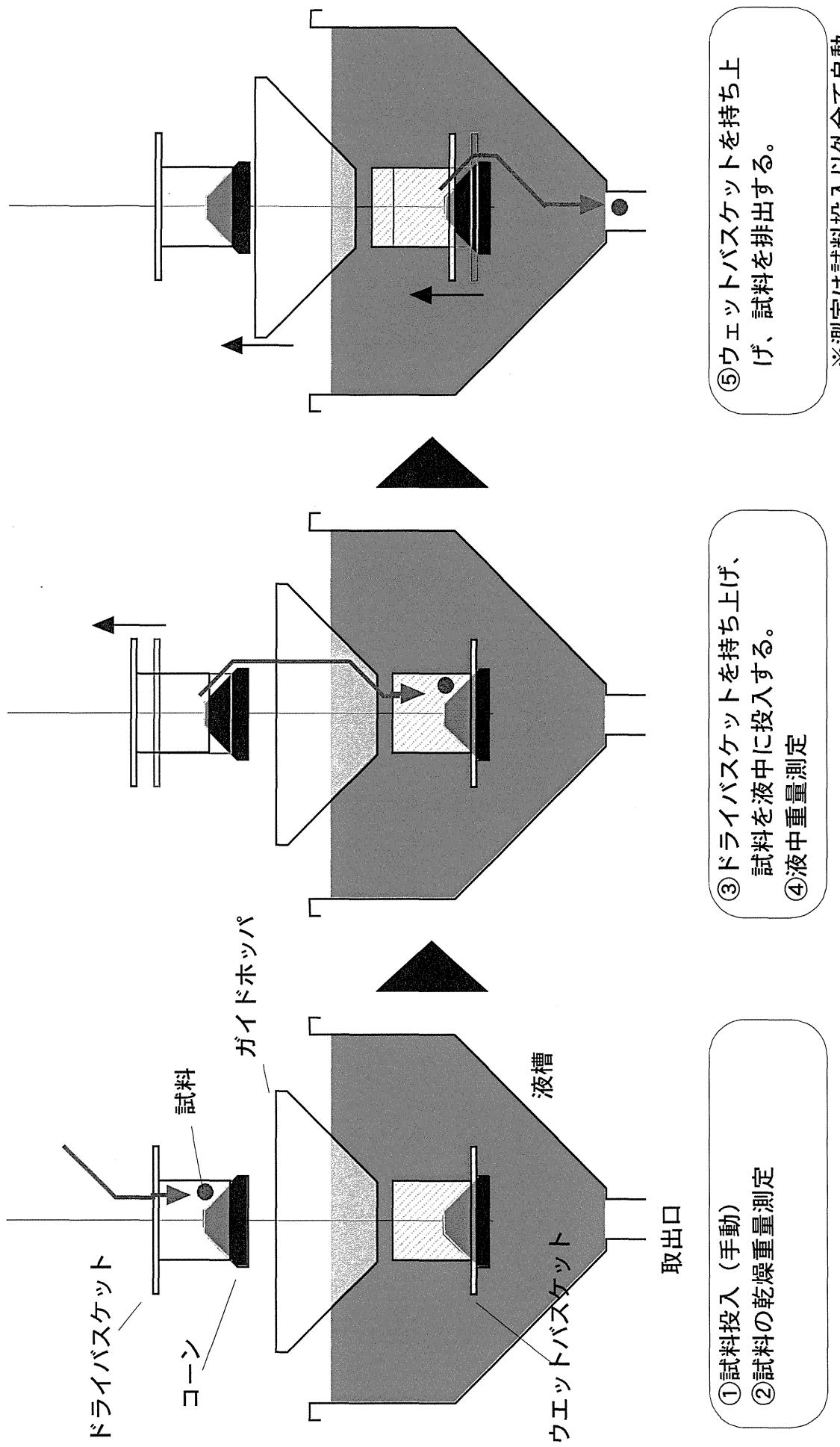


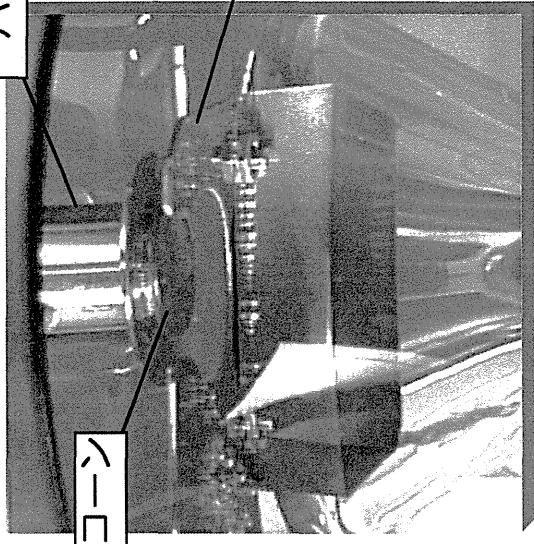
図4 本体外観写真

This is a blank page.

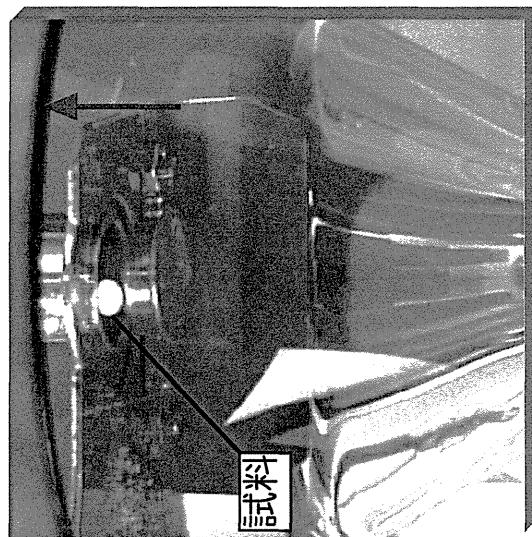


This is a blank page.

バスケット（胴体）



① 試料排出前の  
ウェットバスケット近傍



② リフトによりバスケット胴体部  
を持ち上げる



③ 試料がコーンを滑り落ち、  
排出される

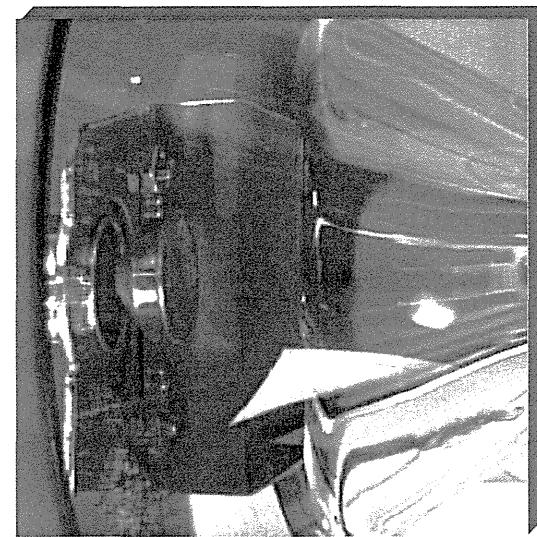
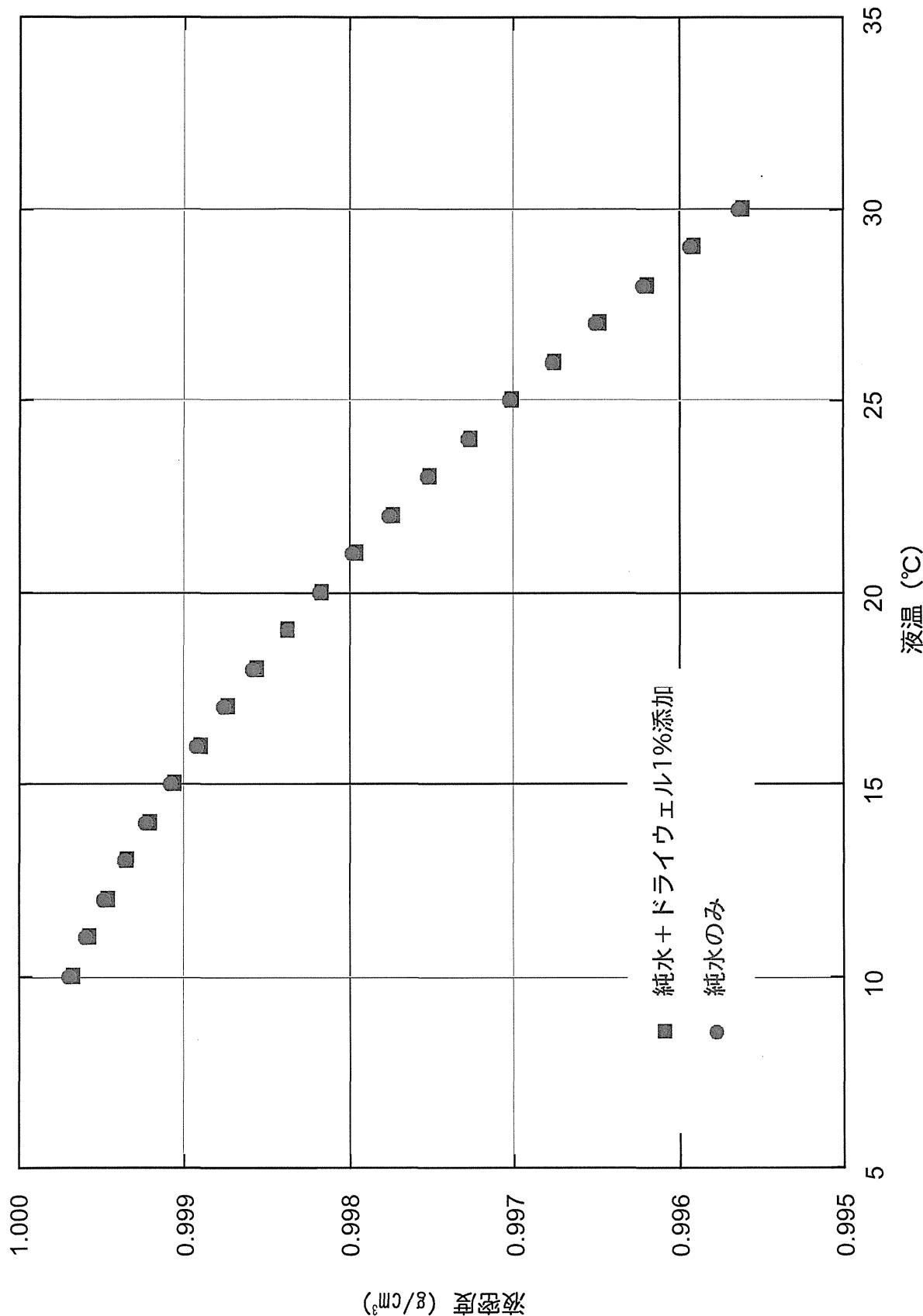


図6 バスケットからの試料排出の模様

This is a blank page.



This is a blank page.

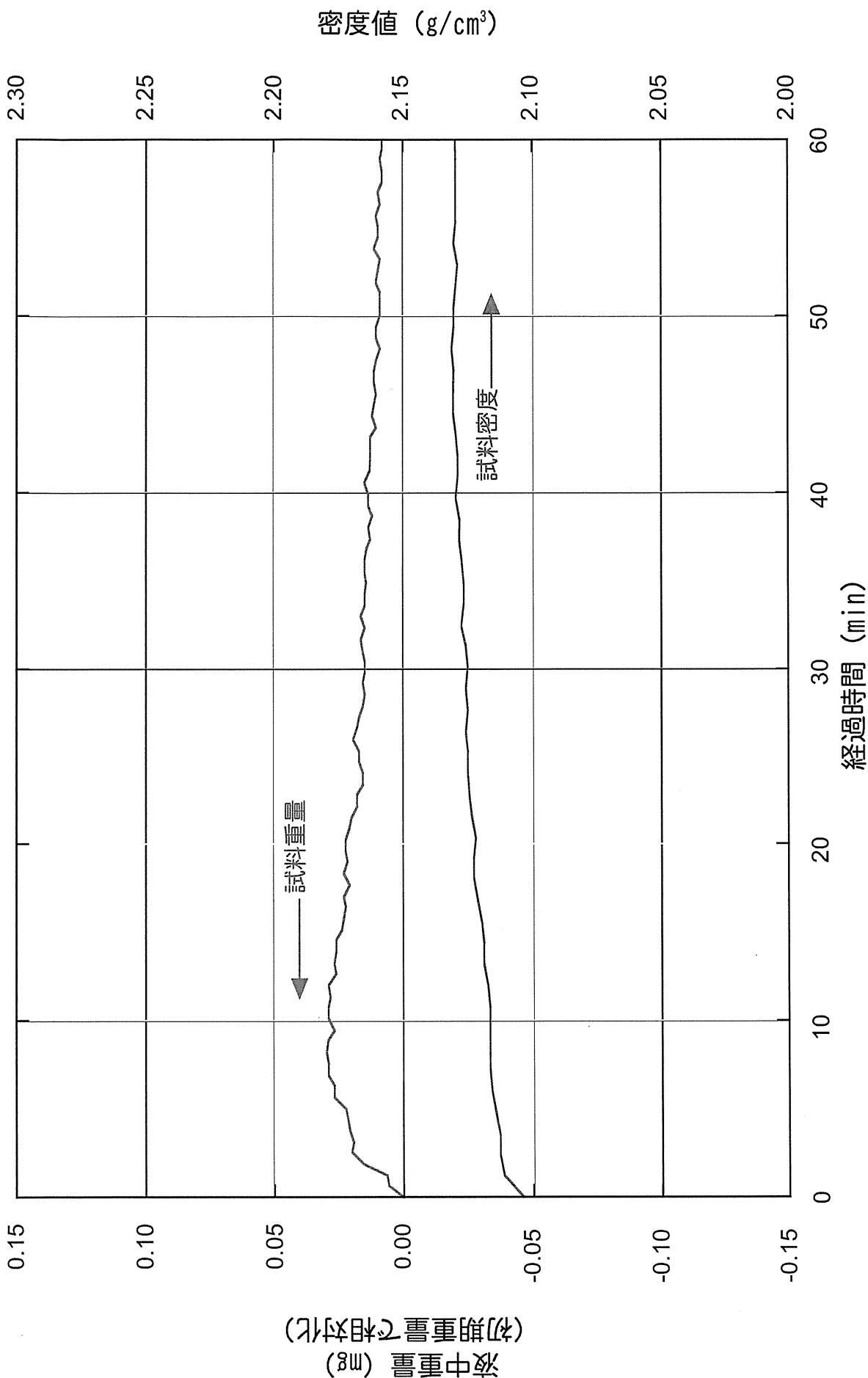


図8 時間経過に伴う試料重量及び密度値の変化  
(セラミック43%試料)

This is a blank page.

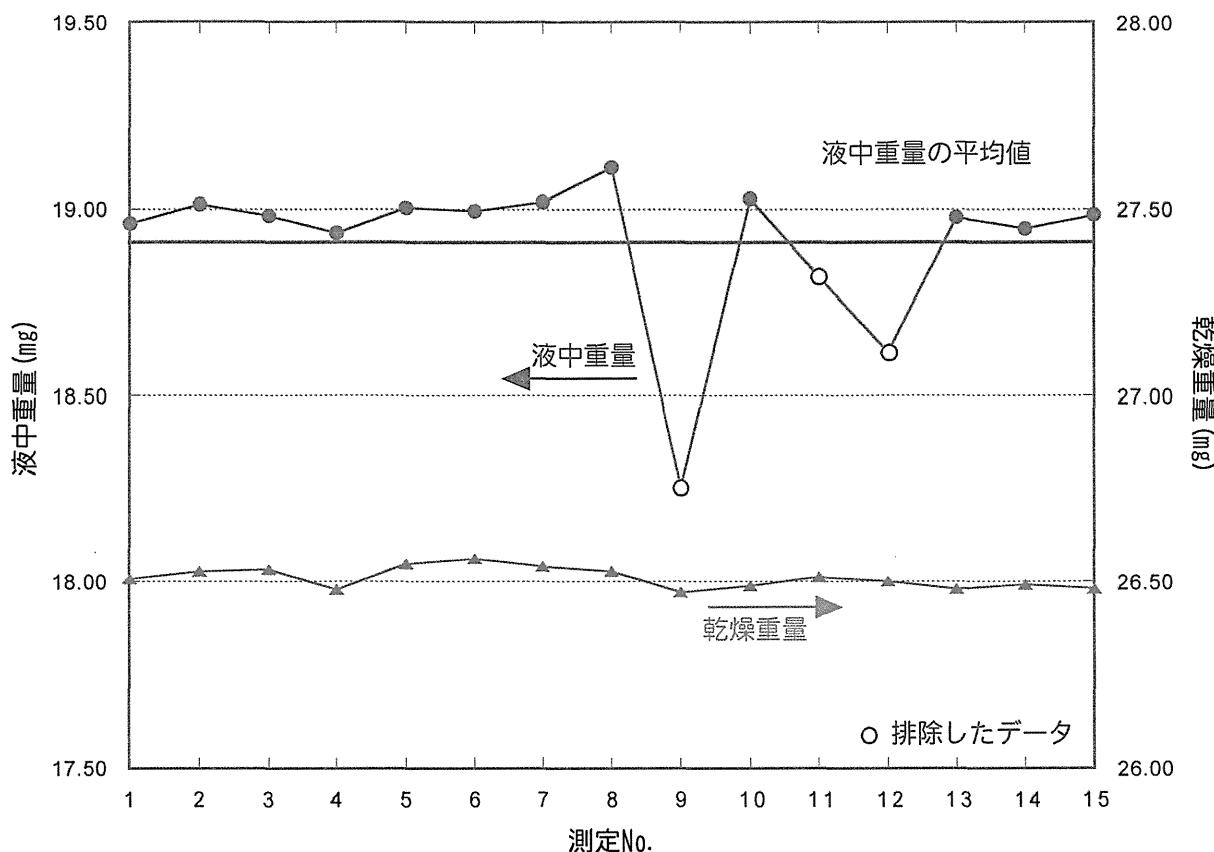


図9 セラミック標準試料(11%) 測定結果

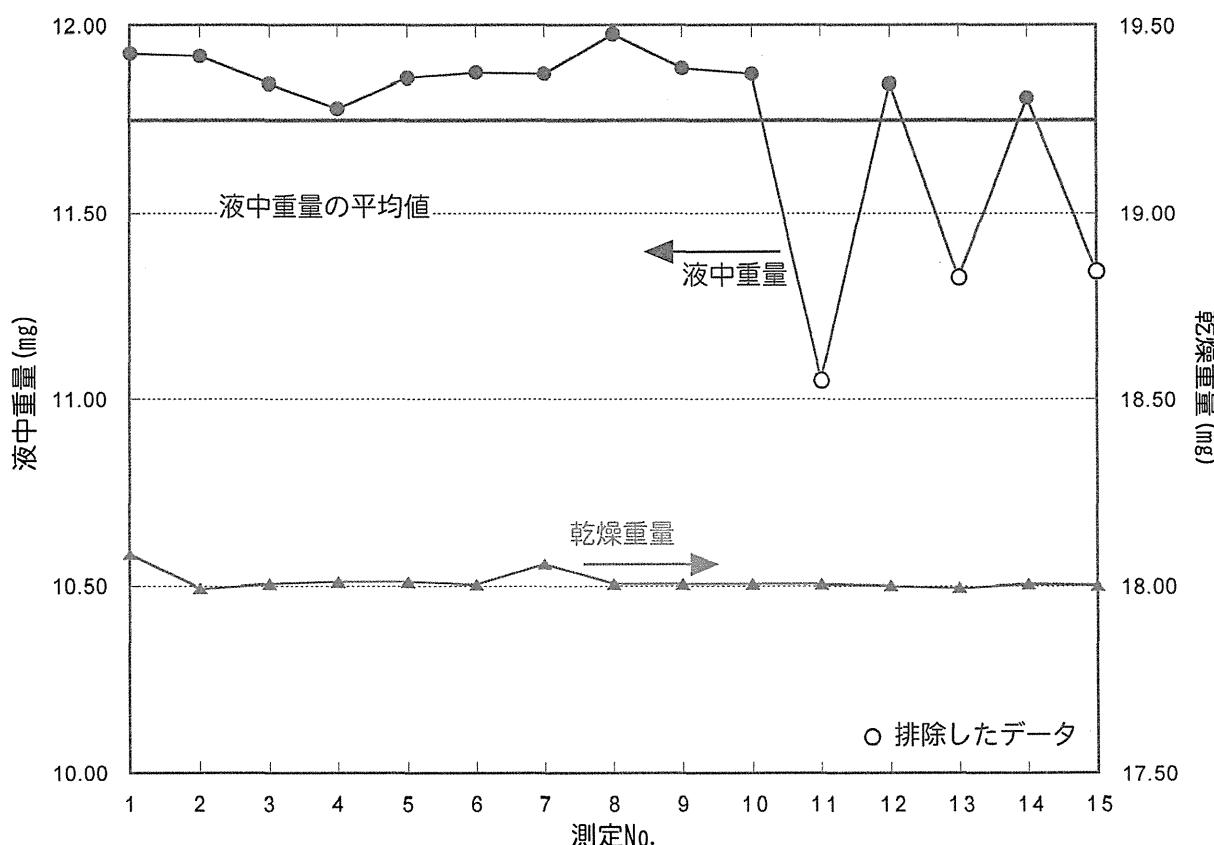


図10 セラミック標準試料(27%) 測定結果

This is a blank page.

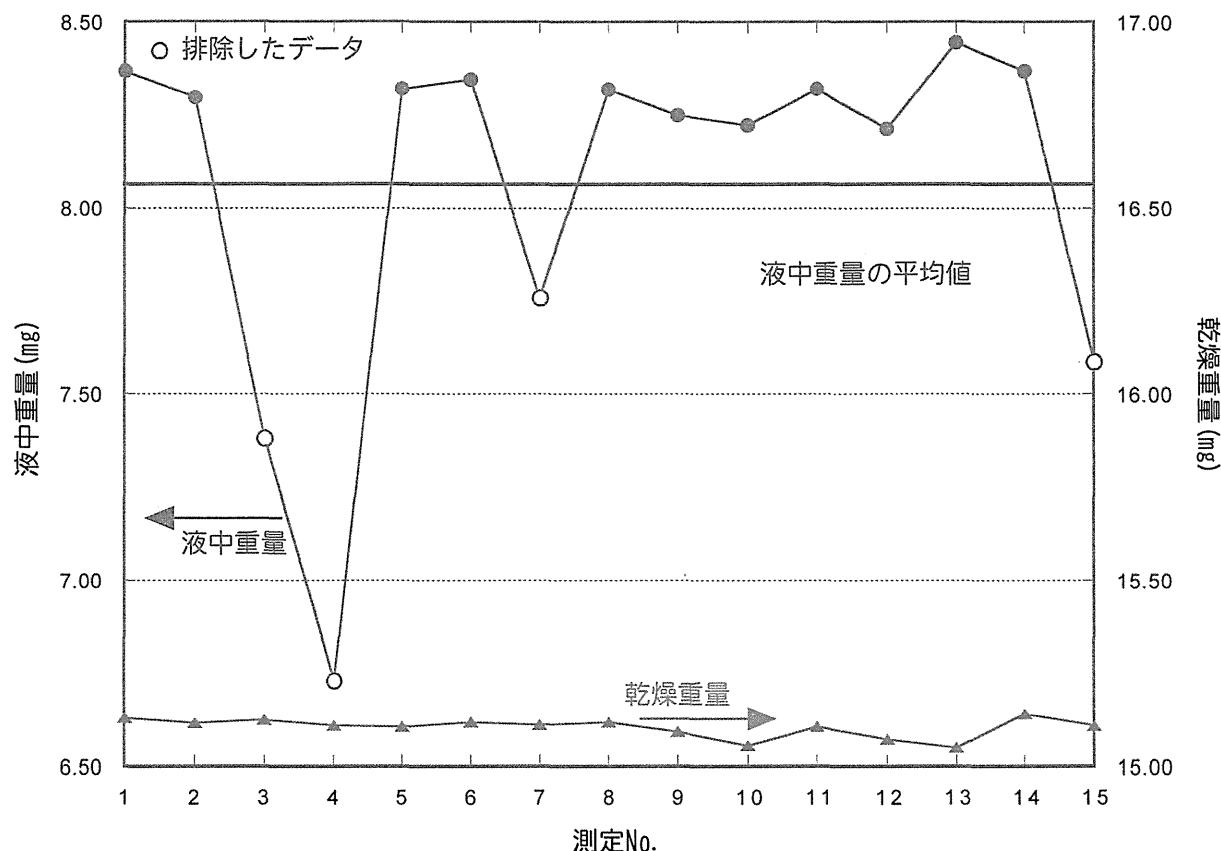


図 11 セラミック標準試料(45%) 測定結果

This is a blank page.

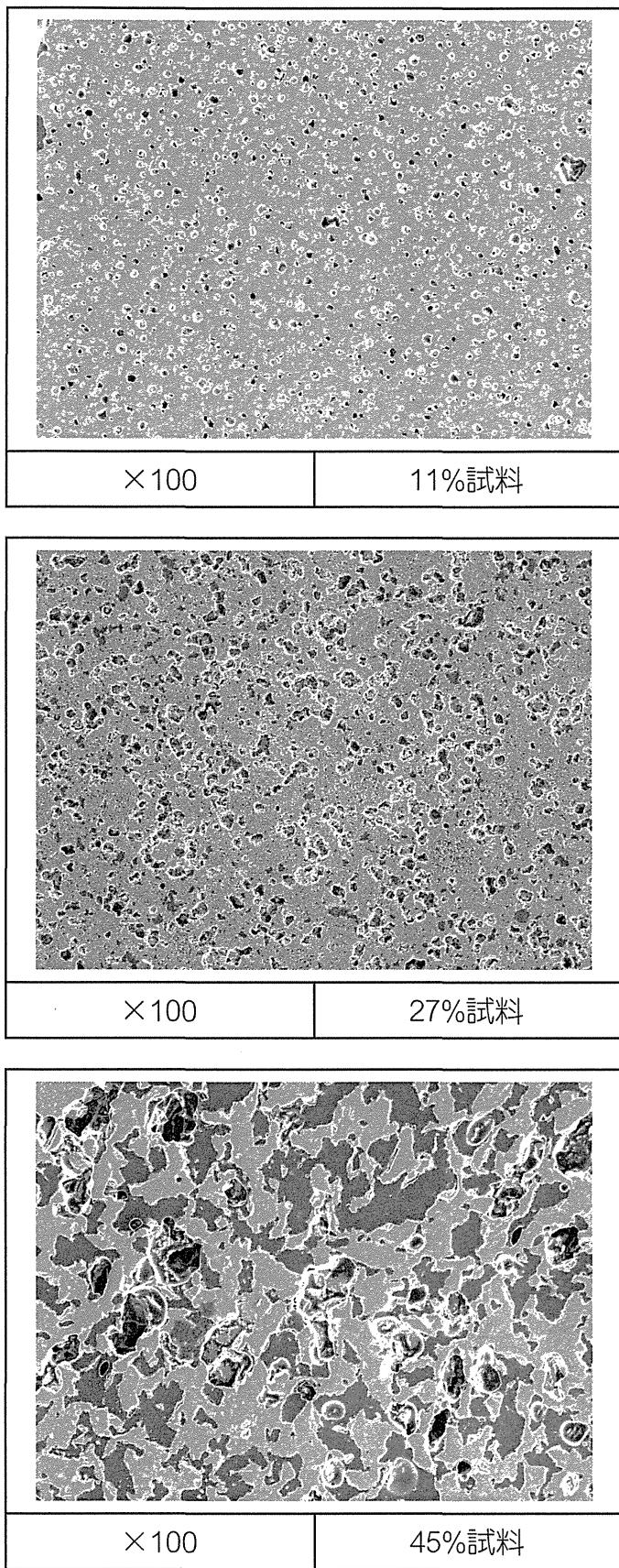


図12 セラミック標準試料のSEM観察像

This is a blank page.

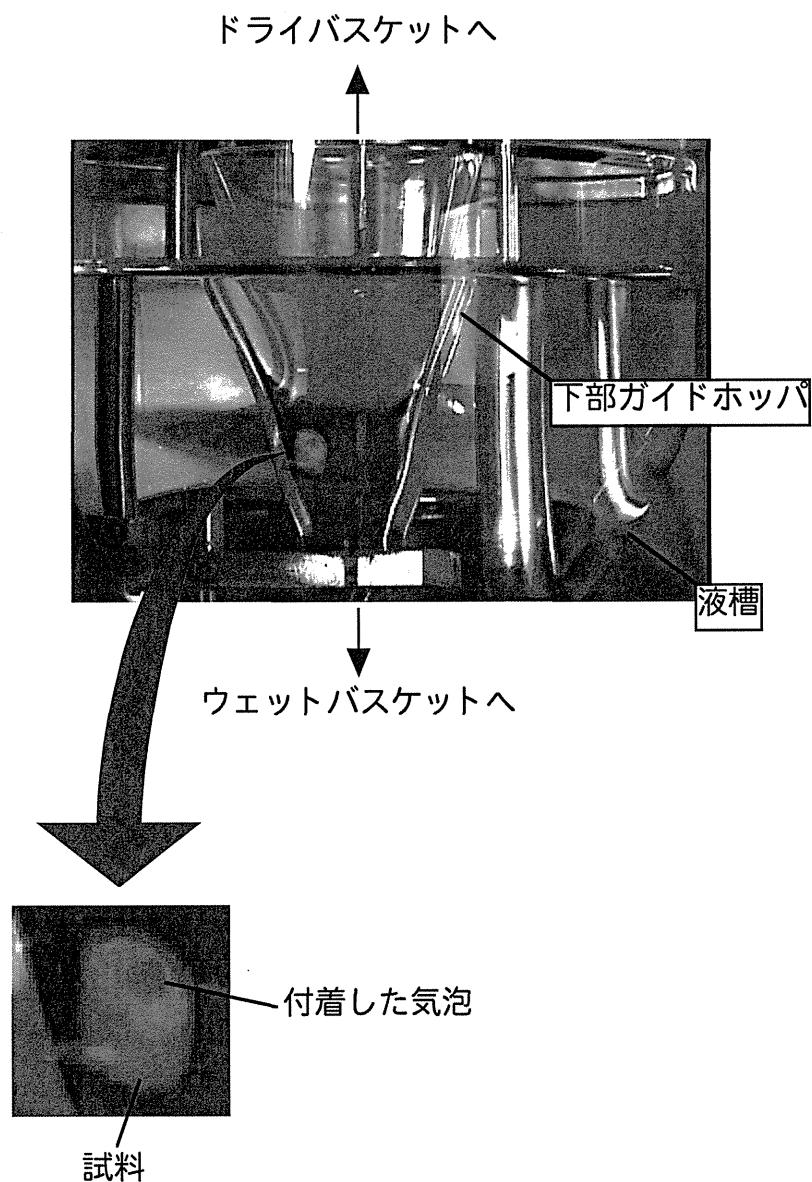


図13 液中投下の際に試料に付着する気泡

This is a blank page.

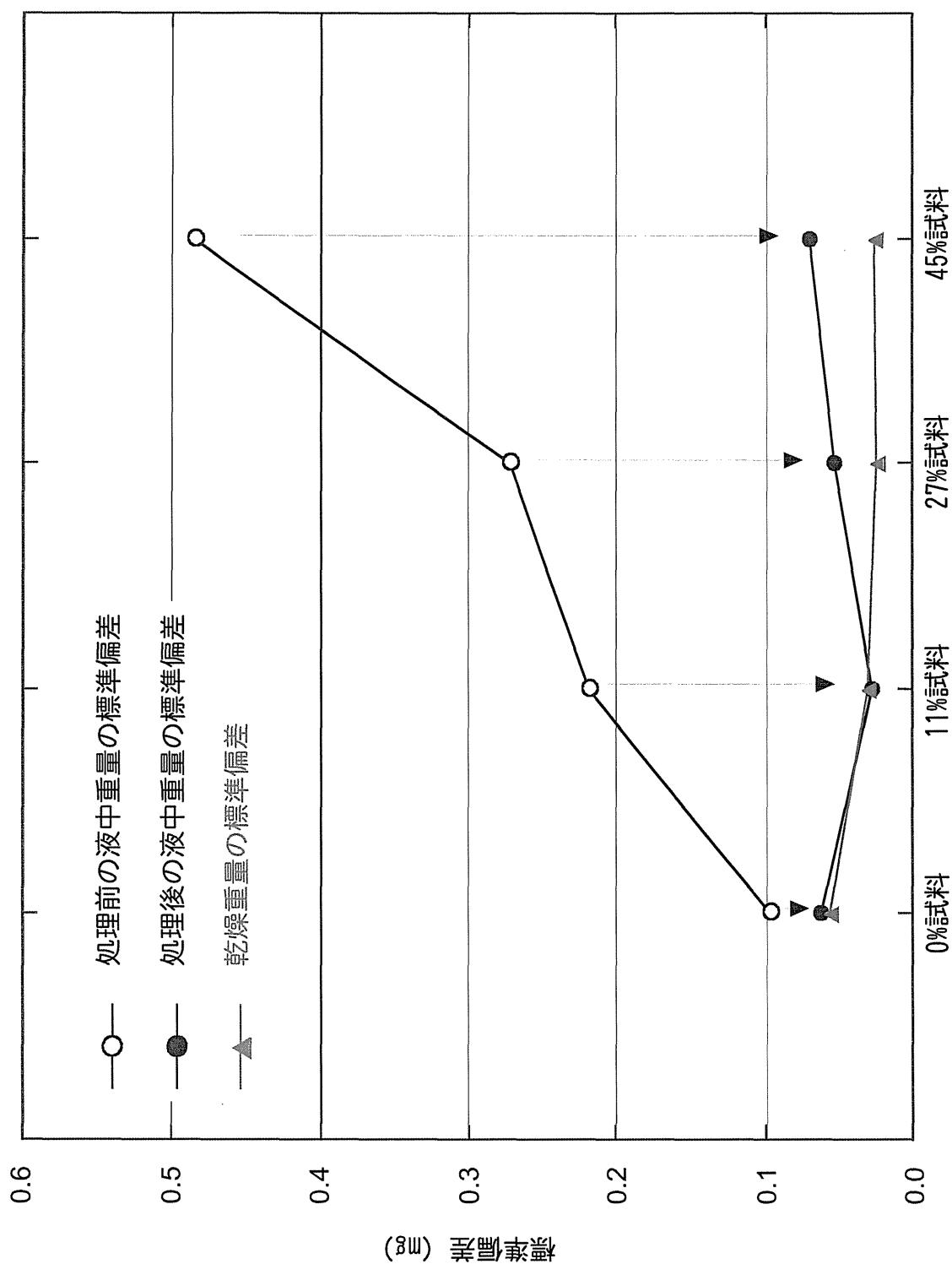


図-14 気泡を含む測定値の排除前後の液中重量の標準偏差の変化

This is a blank page.

## 付録：アルキメデスの原理による密度測定法

「物体は排除した流体の重量に等しい浮力を受ける」というアルキメデスの原理を用いて対象物体の密度を計るものである。即ち、試料の空气中での質量、及び何らかの流体中の質量を測定し、それらの重量差より対象物の浮力、つまり体積を算出し、質量と体積の商より密度を得る事ができる。

具体的には以下のような算出方法となる。

- 1) 空気中の試料の重量（空気中重量）を測定する。

実際には試料に空気による浮力が作用するため、空気中重量を  $W_d$ 、真の試料重量を  $W_t$ 、空気密度を  $\rho_a$ 、試料体積を  $V$  とすると、

$$W_d = W_t - \rho_a \times V$$

- 2) 液中の試料の重量（液中重量）を測定する

液中重量を  $W_w$ 、液の密度を  $\rho_l$  とすると、

$$W_w = W_t - \rho_l \times V$$

- 3) 式(1)、(2)より

$$W_t = (\rho_a \times W_w - \rho_l \times W_d) / (\rho_a - \rho_l)$$

よって、

$$\text{試料密度 } \rho = W_t / V = (\rho_a \times W_w - \rho_l \times W_d) / (W_w - W_d)$$

を得ることができる。

This is a blank page.

# 国際単位系(SI)と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

量	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd
平面角	ラジアン	rad
立体角	ステラジアン	sr

表3 固有の名称をもつSI組立単位

量	名称	記号	他のSI単位による表現
周波数	ヘルツ	Hz	$s^{-1}$
力	ニュートン	N	$m \cdot kg/s^2$
圧力, 応力	パスカル	Pa	$N/m^2$
エネルギー, 仕事, 熱量	ジュール	J	$N \cdot m$
工率, 放射束	ワット	W	$J/s$
電気量, 電荷	クーロン	C	$A \cdot s$
電位, 電圧, 起電力	ボルト	V	$W/A$
静電容量	ファラード	F	$C/V$
電気抵抗	オーム	$\Omega$	$V/A$
コンダクタンス	ジーメンス	S	$A/V$
磁束密度	ウェーバー	Wb	$V \cdot s$
磁束密度	テスラ	T	$Wb/m^2$
インダクタンス	ヘンリー	H	$Wb/A$
セルシウス温度	セルシウス度	°C	
光束度	ルーメン	lm	$cd \cdot sr$
照度	ルクス	lx	$lm/m^2$
放射能	ベクレル	Bq	$s^{-1}$
吸収線量	グレイ	Gy	$J/kg$
線量当量	シーベルト	Sv	$J/kg$

表2 SIと併用される単位

名称	記号
分, 時, 日	min, h, d
度, 分, 秒	°, ', "
リットル	l, L
ト	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表4 SIと共に暫定的に維持される単位

名称	記号
オングストローム	Å
バーン	b
バール	bar
ガル	Gal
キュリ	Ci
レンントゲン	R
ラド	rad
レム	rem

$$1 \text{ Å} = 0.1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$$

$$1 \text{ b} = 100 \text{ fm}^2 = 10^{-28} \text{ m}^2$$

$$1 \text{ bar} = 0.1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Gal} = 1 \text{ cm/s}^2 = 10^{-2} \text{ m/s}^2$$

$$1 \text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10} \text{ Bq}$$

$$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$$

$$1 \text{ rad} = 1 \text{ cGy} = 10^{-2} \text{ Gy}$$

$$1 \text{ rem} = 1 \text{ cSv} = 10^{-2} \text{ Sv}$$

表5 SI接頭語

倍数	接頭語	記号
$10^{18}$	エクサ	E
$10^{15}$	ペタ	P
$10^{12}$	テラ	T
$10^9$	ギガ	G
$10^6$	メガ	M
$10^3$	キロ	k
$10^2$	ヘクト	h
$10^1$	デカ	da
$10^{-1}$	デシ	d
$10^{-2}$	センチ	c
$10^{-3}$	ミリ	m
$10^{-6}$	マイクロ	μ
$10^{-9}$	ナノ	n
$10^{-12}$	ピコ	p
$10^{-15}$	フェムト	f
$10^{-18}$	アト	a

(注)

- 表1～5は「国際単位系」第5版、国際度量衡局1985年刊行による。ただし、1 eVおよび1 uの値はCODATAの1986年推奨値によった。
- 表4には海里、ノット、アール、ヘクタールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- barは、JISでは流体の圧力を表わす場合に限り表2のカテゴリーに分類されている。
- EC閣僚理事会指令ではbar, barnおよび「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

## 換算表

力	$N(=10^5 \text{ dyn})$	kgf	lbf
1	0.101972	0.224809	
9.80665	1	2.20462	
4.44822	0.453592	1	

$$\text{粘度 } 1 \text{ Pa} \cdot \text{s} (\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2) = 10 \text{ P(ポアズ)} (\text{g}/(\text{cm} \cdot \text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St(ストークス)} (\text{cm}^2/\text{s})$$

圧	MPa( $=10 \text{ bar}$ )	kgf/cm <sup>2</sup>	atm	mmHg(Torr)	lbf/in <sup>2</sup> (psi)
力	1	10.1972	9.86923	$7.50062 \times 10^3$	145.038
0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233	
0.101325	1.03323	1	760	14.6959	
$1.33322 \times 10^{-4}$	$1.35951 \times 10^{-3}$	$1.31579 \times 10^{-3}$	1	$1.93368 \times 10^{-2}$	
$6.89476 \times 10^{-3}$	$7.03070 \times 10^{-2}$	$6.80460 \times 10^{-2}$	51.7149	1	

エネルギー・仕事・熱量	J( $=10^7 \text{ erg}$ )	kgf·m	kW·h	cal(計量法)	Btu	ft · lbf	eV	1 cal = 4.18605 J(計量法)
1	0.101972	$2.77778 \times 10^{-7}$	0.238889	$9.47813 \times 10^{-4}$	0.737562	$6.24150 \times 10^{18}$		$= 4.184 \text{ J (熱化学)}$
9.80665	1	$2.72407 \times 10^{-6}$	2.34270	$9.29487 \times 10^{-3}$	7.23301	$6.12082 \times 10^{19}$		$= 4.1855 \text{ J (15 }^\circ\text{C)}$
$3.6 \times 10^6$	$3.67098 \times 10^5$	1	$8.59999 \times 10^5$	3412.13	$2.65522 \times 10^6$	$2.24694 \times 10^{25}$		$= 4.1868 \text{ J (国際蒸気表)}$
4.18605	0.426858	$1.16279 \times 10^{-6}$	1	$3.96759 \times 10^{-3}$	3.08747	$2.61272 \times 10^{19}$	仕事率 1 PS(仏馬力)	
1055.06	107.586	$2.93072 \times 10^{-4}$	252.042	1	778.172	$6.58515 \times 10^{21}$		$= 75 \text{ kgf} \cdot \text{m/s}$
1.35582	0.138255	$3.76616 \times 10^{-7}$	0.323890	$1.28506 \times 10^{-3}$	1	$8.46233 \times 10^{18}$		$= 735.499 \text{ W}$
$1.60218 \times 10^{-19}$	$1.63377 \times 10^{-20}$	$4.45050 \times 10^{-26}$	$3.82743 \times 10^{-20}$	$1.51857 \times 10^{-22}$	$1.18171 \times 10^{-19}$	1		

放射能	Bq	Ci
1	$2.70270 \times 10^{-11}$	
$3.7 \times 10^{10}$	1	

吸収線量	Gy	rad
1	100	
0.01	1	

照射線量	C/kg	R
1	3876	
$2.58 \times 10^{-4}$	1	

線量当量	Sv	rem
1	100	
0.01	1	

(86年12月26日現在)

ワシスルー型微小試料密度測定装置の開発

R100

古紙配合率100%  
白色度70%再生紙を使用しています。