

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5115934号  
(P5115934)

(45) 発行日 平成25年1月9日(2013.1.9)

(24) 登録日 平成24年10月26日(2012.10.26)

(51) Int.Cl. F 1  
GO 1 N 9/12 (2006.01) GO 1 N 9/12

請求項の数 4 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2009-154233 (P2009-154233)	(73) 特許権者	505374783
(22) 出願日	平成21年6月29日(2009.6.29)		独立行政法人日本原子力研究開発機構
(65) 公開番号	特開2011-7756 (P2011-7756A)		茨城県那珂郡東海村村松4番地49
(43) 公開日	平成23年1月13日(2011.1.13)	(74) 代理人	100078961
審査請求日	平成23年3月31日(2011.3.31)		弁理士 茂見 穰
		(72) 発明者	永井 崇之
			茨城県那珂郡東海村村松4番地33 独立行政法人日本原子力研究開発機構 東海研究開発センター核燃料サイクル工学研究所内
		審査官	黒田 浩一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体密度測定子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

密度測定対象の液体中に浸漬し、浮力による重量減を測定して体積で除することにより当該液体の密度を求める液体密度測定子において、

密度測定対象の液体に対して耐食性のある材料からなる測定子容器内に、重錘が封入され、該測定子容器の内部で重錘との隙間に緩衝材を充填することで該重錘が保持されていることを特徴とする液体密度測定子。

【請求項2】

前記測定子容器は細長状であって、上端に吊り下げ用の係止部を備え、中央の円筒状の胴部に対して上端部と下端部が流線型になっている請求項1記載の液体密度測定子。

【請求項3】

密度測定対象の液体が高温熔融塩であって、測定子容器は石英ガラスからなり、重錘はタングステンまたはタングステン合金からなる請求項2記載の液体密度測定子。

【請求項4】

測定子容器の内部が減圧された状態で封止されている請求項1乃至3のいずれかに記載の液体密度測定子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アルキメデス法による液体の密度測定に用いる測定子に関し、更に詳しく述

べると、上下が流線型をなし細長形状の測定子容器内に重錘を封入した構造の液体密度測定子に関するものである。この液体密度測定子は、特に限定されるものではないが、例えば化学的に活性な高温の溶融塩の密度を高精度に測定するのに有用である。

【背景技術】

【0002】

周知のように、液体密度測定方法の代表的な例としては、アルキメデス法がある。これは、体積が既知の測定子（「ポブ」とも呼ばれる）を、天秤からワイヤ等で吊り下げて密度測定対象の液体中に浸漬し、その際に生じる浮力による重量減を天秤で読み取り、測定子の体積で除することで液体の密度を求める方法である。

【0003】

上記のようなアルキメデス法による高温液体の密度測定事例としては、測定子として白金 - 10%ロジウム合金（Pt - 10%Rh）製球体を用いた  $\text{FeO} - \text{SiO}_2$  密度測定 [非特許文献1]、測定子として白金（Pt）製球体を用いた  $\text{Na}_2\text{O} - \text{FeO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  密度測定 [非特許文献2] 等がある。その他、溶融塩の密度測定事例としては、白金（Pt）製測定子を用いた溶融  $\text{LiCl} - \text{KCl}$  混合塩等の密度測定 [非特許文献3] が報告されているが、詳細な測定方法は明らかでない。

【0004】

このように、高温溶融塩の密度測定を行うには、測定子材料として、高密度で且つ高耐食性の材料である白金（Pt）や白金 - 10%ロジウム合金（Pt - 10%Rh）等を用いる必要があるが、それらは非常に高価であり、製作し難いなど、コストの面で著しく不利である。

【0005】

そこで、安価な高密度金属であるタングステン（W）等を測定子材料に用いて、溶融塩の密度測定を試みた。しかし、タングステン製測定子と溶融塩が反応し、測定子表面に腐食による減肉や反応物の析出等が認められ、測定子の重量減が正確に読み取れず、測定密度の精度が低下することが判明した。

【0006】

密度測定対象の液体中での測定子の腐食を回避する技術として、従来、測定子本体表面に窒化硼素、炭化ケイ素、カーボン、白金、シリカ - アルミナ等をコーティングする構造が提案されている [特許文献1]。しかし、このようなコーティング構造では、測定子本体材料とコーティング材料の熱膨張係数が異なるため、例えば高温溶融塩中に測定子を浸漬すると、コーティング膜に亀裂や歪みが生じ、測定子本体の腐食等による測定子表面の凹凸によって、正確な密度測定が行えない欠点がある。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0007】

【非特許文献1】足立彰，荻野和巳，川崎正蔵，若宮達也，“（70）アルキメデス法による溶融  $\text{FeO} - \text{SiO}_2$  スラグの密度の測定，”日本鉄鋼協会第67回講演大会講演論文集（I），鉄と鋼，第3号，473（1964）

【非特許文献2】D. B. Dingwell, M. Brearley, J. E. Dickinson, Jr, “Melt densities in the  $\text{Na}_2\text{O} - \text{FeO} - \text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  system and the partial molar volume of tetrahedrally-coordinated ferric iron in silicate melts,” *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol.52, 2467 (1988)

【非特許文献3】E. R. Van Artsdalen, I. S. Yaffe, “Electrical Conductance and Density of Molten Salt Systems:  $\text{KCl} - \text{LiCl}$ ,  $\text{KCl} - \text{NaCl}$  and  $\text{KCl} - \text{KI}$ ,” *J. Physical Chemistry*, Vol.59, 118 (1955)

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特開平6 - 148052号公報

【発明の概要】

10

20

30

40

50

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0009】

本発明が解決しようとする課題は、安価な材料を使用し且つ製作し易い構造でありながら、密度測定対象の液体が高温溶融塩など腐食性があっても、精度よくアルキメデス法による密度測定が行えるようにすることである。本発明が解決しようとする他の課題は、密度測定対象の液体について、加熱による温度制御を行い対流が生じていても、その対流が測定に与える悪影響を最小限に抑えることができるようにすることである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0010】

本発明は、密度測定対象の液体中に浸漬し、浮力による重量減を測定して体積で除することにより当該液体の密度を求める液体密度測定子において、密度測定対象の液体に対して耐食性のある材料からなる測定子容器内に、重錘が封入され、該測定子容器の内部で重錘との隙間に緩衝材を充填することで該重錘が保持されていることを特徴とする液体密度測定子である。

10

## 【0011】

前記測定子容器は細長状であって、上端に吊り下げ用の係止部を備え、中央の円筒状の胴部に対して上端部と下端部が流線型になっているのが好ましい。なお、吊り下げ用の係止部は、孔でもよいしフックなどでもよい。

## 【0012】

密度測定対象の液体が高温溶融塩のように化学的に活性の液体の場合には、測定子容器は石英ガラスで作製するのが好ましい。重錘は、タングステンまたはタングステン合金からなる円柱形状あるいはラグビーボール形状等とするのが好ましい。密度測定対象の液体の温度によっては、測定子容器を耐熱性ガラスなどで作製してもよい。なお、重錘は高密度材料であればよく、必ずしも塊状でなくてもよい。

20

## 【0013】

なお、測定子容器は、その内部が減圧された状態で封止されているのが望ましい。

## 【発明の効果】

## 【0014】

本発明に係る液体密度測定子は、重錘が、耐食性材料からなる測定子容器内に封入されている構造なので、密度測定対象が高温溶融塩のように化学的に活性な液体であっても、腐食による減肉や反応物の析出などが生じず、測定精度の低下を防止できる。特に、測定子容器を石英ガラスで作製し、重錘にタングステンまたはタングステン合金を用いると、安価に製作できる。測定子容器の内部の重錘は緩衝材で保持されているため、たとえ機械的な衝撃が加わっても破損する恐れはない。

30

## 【0015】

また、測定子容器を細長状とし、中央の円筒状の胴部に対して上端部と下端部を流線型にすると、測定時の温度制御により密度測定対象の液体に対流が生じても、その対流による浮力への悪影響を回避でき、測定精度の向上を図ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0016】

【図1】本発明に係る液体密度測定子の典型例を示す説明図。

【図2】その液体密度測定子の使用状態を示す説明図。

【図3】LiCl-KCl共晶塩の密度測定結果を示すグラフ。

【図4】NaCl-KCl等モル塩の密度測定結果を示すグラフ。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0017】

本発明に係る液体密度測定子の典型的な例を図1に示す。この液体密度測定子は、測定子容器10内に重錘12を封入し、該測定子容器の内部で重錘との隙間に緩衝材14を充填することで該重錘12が保持されている構造である。測定子容器10は、密度測定対象の液体に対して耐食性のある材料からなり、細長状であって、上端に吊り下げ用の孔16

40

50

が形成され、中央の円筒状の胴部に対して上端部と下端部が流線型に加工されている。

【 0 0 1 8 】

ここで想定している密度測定対象液体は高温の熔融塩である。測定子容器 1 0 は、高温の熔融塩に対する耐食性材料である石英ガラスで作製し、重錘 1 2 は、円柱またはラグビーボール形状の高密度材料からなる塊でありタングステンまたはタングステン合金からなる。測定子容器 1 0 と重錘 1 2 との隙間に充填する緩衝材 1 4 としては、例えば石英ウール等を用いる。測定子容器 1 0 は、真空ポンプで内部のガス（空気）を吸引し、減圧した状態で封止される。

【 0 0 1 9 】

この液体密度測定子は、外側が石英ガラスで覆われている高温の熔融塩中に浸漬しても腐食する恐れはなく、内部のタングステンまたはタングステン合金からなる重錘によって熔融塩中に浸漬する。測定子容器と重錘との隙間には石英ウール等の緩衝材が充填されているため、重錘が測定子容器に機械的衝撃を与えても破損する恐れはない。測定子容器の内部を減圧した状態で封止しておく、高温の熔融塩中への浸漬時に危惧される内圧上昇による測定子容器破損が防止できる。

10

【 0 0 2 0 】

なお、密度測定対象の液体によっては（例えば測定温度が 6 0 0 以下の場合）、測定子容器の材料に、軟化温度が約 6 5 0 の耐熱ガラスを用いることができる。重錘はタングステンあるいはタングステン合金でなくても高密度材料であればよい。孔は、この測定子を天秤から垂下したワイヤ等に接続するのに使用するものであり、孔形状以外にフック形状などでも対応できる。

20

【 0 0 2 1 】

このような構造の液体密度測定子は、例えば次のような手順で製作できる。まず、石英ガラス管の一端を加熱熔融し、底面を肉厚な状態で流線型となるように整え封じる。片閉じ管形状に加工した石英ガラス管の中に緩衝材（石英ウール等）を敷き、重錘（タングステン棒等）を入れる。次に、下部緩衝材と重錘を入れた石英ガラス管の上部をガスバーナーで局所的に加熱して、石英ガラス管の上端の肉厚を厚く、径を小さくするように火箸等で押さえながら絞込む。そして、径が閉塞する前に加熱を中断して、上部緩衝材（石英ウール等）を石英ガラス管の上端開放部から押し込む。なお、重錘が小さい場合、上部緩衝材の挿入を省略してもよい。省略しても、強度に支障がないことが確認されている。上部緩衝材を重錘の上部にセットした後、石英ガラス管の上端開放部に真空ポンプ等の減圧ポンプを接続し、石英ガラス管の内部を減圧させながら、石英ガラス管の上部の径を絞り込んだ部分付近を局所的にガスバーナーで加熱して、石英が軟化した状態で火箸等により押さえ付けて流線型となるように整え密封する。その後、石英ガラス管の上部端を加熱軟化させて引き伸ばし、吊り下げ用の孔となる輪を形成する。所定の形状に成型した後、測定子全体を再加熱して徐々に冷却することで、残留熱歪の少ない液体密度測定子を製作することができる。

30

【 0 0 2 2 】

アルキメデス法による高温熔融塩の密度測定の例を図 2 に示す。液体密度測定子 2 0 をワイヤ 2 2 等で天秤 2 4 から吊り下げ、測定対象の熔融塩 2 6 中に浸漬する。天秤 2 4 で液体密度測定子 2 0 の重量減  $W$  を読み取り、熱電対 2 8 で測定した熔融塩の温度  $T$  における液体密度測定子 2 0 の体積  $V$  で重量減  $W$  を除して、熔融塩の密度  $(= W / V)$  を求める。ここで、熔融塩 2 6 は液体容器 3 0 に入れられており、外側に位置する電気炉等の加熱炉 3 2 により加熱され、容器蓋 3 4 により液体容器 3 0 内の熔融塩温度変化を抑制する。天秤 2 4 は、容器蓋 3 4 の上部に直接又は架台等介して設置され、容器蓋 3 4 には、液体密度測定子 2 0 を吊り下げるワイヤ 2 2 等が通過する孔 3 6 が形成されている。熔融塩の温度  $T$  における液体密度測定子の体積は、液体密度測定子の材料の熱膨張係数を基に予め算出しておく。

40

【 0 0 2 3 】

ところで密度測定対象である熔融塩の温度は、プロセス条件 3 0 0 ~ 1 3 0 0 の範囲

50

で電気炉等加熱炉により制御管理する必要がある。このため、熔融塩中には電気炉等による加熱と熔融塩の気液界面での放熱による冷却に起因して熔融塩中对流が生じる。この液体密度測定子は、その形状が縦方向に流線型となっているので、対流が浮力に与える悪影響を回避することができる。

#### 【0024】

上記図2に示す測定法は、単一の液体密度測定子による測定の場合、装置構成や測定手順を簡素化するため、このような1個の液体密度測定子を用いる方法が適当である。しかし、熔融塩の粘性が高く、気液界面の表面張力が大きい場合は、次に述べるような2個の液体密度測定子を連設して測定する既知の方法を適用するのが好ましい。

10

#### 【0025】

下方の液体密度測定子のみを熔融塩に浸漬した時の天秤の重量減  $W_1$  と、上下両方の液体密度測定子を浸漬した時の重量減 ( $W_1 + W_2$ ) を読み取り、上方の液体密度測定子による重量減  $W_2$  ( $= (W_1 + W_2) - W_1$ ) を算出する。次に、上方の液体密度測定子による重量減  $W_2$  を上方の液体密度測定子の体積  $V_2$  で除することによって、熔融塩の密度 ( $= W_2 / V_2$ ) を得る。これによって、天秤から吊り下げたワイヤ等が及ぼす熔融塩の気液界面の表面張力による影響を排除することができる。

#### 【0026】

密度測定対象となる液体としては、例えば多価の原子価を示すランタニド塩化物やアクチニド塩化物等を含むアルカリ塩化物及びアルカリ土類塩化物並びにこれらの混合塩からなる熔融塩、多価の原子価を示すランタニドハロゲン化物、アクチニドハロゲン化物等を含むアルカリ塩化物、アルカリ土類塩化物及びこれらの混合塩化物並びにこれら塩化物にアルカリハロゲン化物及びアルカリ土類ハロゲン化物を添加した塩化物からなる熔融塩、多価の原子価を示すランタニド酸化物、アクチニド酸化物等を含む熔融アルカリモリブデン酸化物及び熔融アルカリタンゲステン酸化物塩化物並びにこれら混合酸化物からなる熔融塩などがある。

20

#### 【実施例】

#### 【0027】

図1に示す構造の液体密度測定子を用いて高温熔融塩の密度を測定した。ここで使用した液体密度測定子は、石英ガラスからなる測定子容器内に、タンゲステン製の重錘を挿入し、周囲に石英ウールの緩衝材を入れて減圧封入した構造である。測定子容器が耐食性材料からなるため、高温熔融塩と反応することが回避できた。また、測定子容器の上下端部の形状が流線型に加工されているため、熔融塩中で生じる対流の影響を緩和できた。これらの効果により、高温の熔融塩の密度を長時間連続的に安定して測定することが可能となった。

30

#### 【0028】

熔融塩化リチウム - 塩化カリウム ( $LiCl - KCl$ ) 共晶塩の密度を、温度をパラメータに測定した測定例を図3に示す。また、750 の熔融塩化ナトリウム - 塩化カリウム ( $NaCl - KCl$ ) 等モル塩に塩化ネオジム ( $NdCl_3$ ) を添加し、 $NdCl_3$  濃度をパラメータに測定した熔融  $NaCl - KCl$  等モル塩の密度測定例を図4に示す。このようにして高温の熔融塩について密度測定した結果、白金製球体の液体密度測定子で測定した高精度な値と同等な値が得られることが確認できた。

40

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0029】

本発明に係る液体密度測定子を用いて、アルキメデス法による液体の密度測定手法を適用し、化学的に活性な高温の熔融塩の密度を、簡便な装置構成で高精度に測定することが可能となる。本発明に係る液体密度測定子は、例えば、熔融塩を溶媒に用いる電解プロセスにおいて、熔融塩の密度を測定し、熔融塩中の溶存物質濃度を換算し、電解制御の条件設定を行うこと、あるいは熔融塩を溶媒に用いる乾式再処理プロセスにおいて、熔融塩の密度を測定することで、熔融塩中の核物質量の計量管理を行うこと、などに適用できる。

50

【符号の説明】

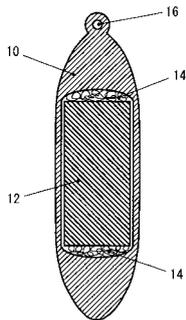
【0030】

10 測定子容器

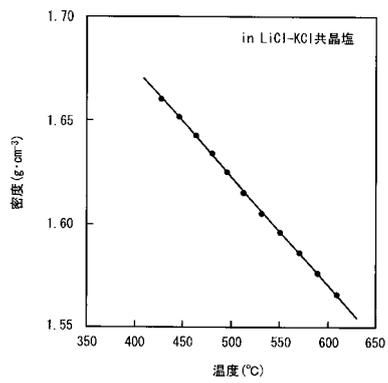
12 重錘

14 充填材

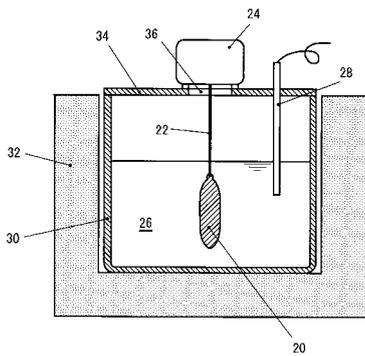
【図1】



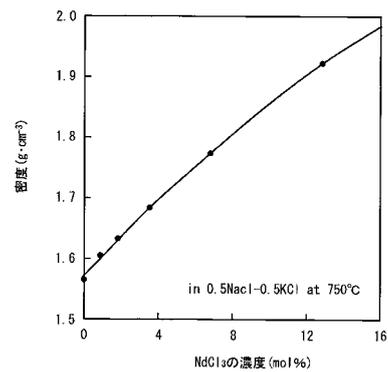
【図3】



【図2】



【図4】



---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2008-128750(JP,A)  
特開平06-148052(JP,A)  
実開平03-097647(JP,U)  
特開2008-232890(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 9/00-9/22  
JSTPlus(JDreamII)