

核 燃 料 被 覆 材 料 の 分 析

Analysis of Cladding Materials for Nuclear Fuels

菅 原 寧* 酒 井 馨**
Yasushi Sugawara Kaoru Sakai

要 旨

核燃料の被覆材として使用されるジルカロイはその合金成分のほか、共存する不純物の許容量にもきびしい制限があるので、いろいろな機器分析法が利用され、これらの定量が行なわれている。ここでは吸光光度法、電気伝導度法、発光分光分析法、真空溶融ガス分析法などにより、熱中性子吸収断面積の大きい元素や材料の機械的性質に影響あるガスなど約 20 成分について、日立製作所日立研究所で行なっている分析方法とその分析結果について述べる。

1. 緒 言

核燃料の被覆材として使用されるジルカロイでは

- (A) 合金成分であるスズ、鉄、ニッケルおよびクロム
- (B) 熱中性子吸収断面積の大きいホウ素、カドミウム、ハフニウムなど
- (C) 材料の機械的性質などに影響を及ぼす水素、酸素、窒素などのガス成分
- (D) そのほか不純物として含まれるアルミニウム、コバルト、銅、マグネシウム、マンガン、モリブデン、ナトリウム、鉛、ケイ素、チタン、ウラン、タングステンなど

を分析する必要がある。表 1 は AEC および ASTM で定められているジルコニウムおよびジルカロイの化学成分仕様例と、これら材料管理のため要求される分析の定量下限であって、多数の成分の高感度な分析方法の確立が必要となっている。

このような状況から国内におけるジルコニウムやジルカロイ分析方法の規格化も進み、すでに数年前からチタニウム懇話会が工業技術院の委託をうけ、ジルコニウム分析方法 JIS 原案作成専門部会を設置して JIS 原案の作成に当たっており、これまで塩素、マンガン、窒素、鉄、ニッケル、クロム、銅、コバルト、スズ、ケイ素、アルミニウム、チタンおよび炭素の 13 成分が規格化⁽¹⁾されている。しかし、表 1 からわかるように核燃料被覆材の分析にはこれらの成分分析法の適用だけでは十分でないので、日立製作所日立研究所ではジルコニウム分析方法 JIS 原案作成専門部会に委員として参加し、分析方法の提案などを行なって規格化に協力する一方、機器分析法の利用などによりさらに微量な成分の分析方法の検討を行ってきた。その結果、すでに日本工業規格として規定されている吸光光度法などの湿式化学分析法のほか、電気伝導度法、発光分光分析法、真空溶融ガス分析法などの併用によりほぼその目的を達することができた。ここでは、現在日常分析に採用している分析方法とその検討結果、ならびに実試料による分析例などを総括的に述べる。

2. 化学分析方法

化学分析方法の多くは日本工業規格に規定されており、その要約を示したのが表 2 である。おもに吸光光度法が採用されており、一部容量法や重量法も用いられている。日立製作所日立研究所ではこれらの成分の分析には日本工業規格に規定されている方法により行なっているが、一部の成分で分析方法の感度や装置などの問題から、若干の改良を加えて使用しており、また JIS 原案として提案し、採用されたアルミニウムの分析がやや特殊な方法であるので、これ

表 1 ジルコニウムおよびジルカロイの化学成分仕様例と要求される定量下限

成 分	ジルコニウム (AEC)	ジルカロイ-2 (ASTM)	要求される定量下限
Sn (%)	—	1.20~1.70	—
Fe (%)	<0.15	0.07~0.20	—
Cr (%)	<0.02	0.05~0.15	—
Ni (%)	<0.005	0.03~0.08	—
Al	<75	<75	20
B	<0.5	<0.5	0.1
C	<500	<500	100
Ca	<30	<30	5
Cd	<0.5	<0.5	0.1
Cl	<1,300	<20	5
Co	<20	<20	5
Cu	<50	<50	10
H	—	<25	5
Hf	<100	<200	20
Mg	<600	<20	5
Mn	<50	<50	10
N	<50	<80	20
Na	<50	<20	5
O	<1,400	900~1,500	100
Pb	<100	<130	20
Si	<100	<120	20
Ti	<50	<50	10
U	<3.5	<3.5	0.5
W	<50	<100	20

(単位 ppm)

表 2 ジルコニウムおよびジルコニウム合金の分析方法 (JIS)

JIS No.	成 分	分 析 方 法	定量範囲(%)
H-1651	Cl	塩化銀生成、重量法	>0.005
H-1652	Mn	過ヨウ素酸カリウム発色、吸光光度法	0.0005~0.05
H-1653	N	水蒸気蒸留、容量法	0.001~0.1
H-1654	Fe	o-フェナントロリン発色、吸光光度法	>0.002
H-1654	Fe	チオンアン酸発色、吸光光度法	>0.01
H-1655	Ni	ジメチルグリオキシム発色、吸光光度法	0.0025~0.15
H-1656	Cr	ジフェニルカルバチド発色、吸光光度法	>0.001
H-1657	Cu	ジエチルジチオカルバミン酸発色、吸光光度法	>0.0001
H-1658	Co	ニトロソ R 塩発色、吸光光度法	>0.0001
H-1659	Sn	金属鉛還元、容量法	>0.1
H-1660	Si	モリブデン青吸光光度法	—
H-1661	Al	アルミノン発色、吸光光度法	>0.001
H-1662	Ti	スルホサリチル酸発色、吸光光度法	>0.002
H-1663	C	酸素気流中加熱、重量法	>0.005
H-1663	C	酸素気流中加熱、凝縮気化法	>0.001

らについて紹介する。

2.1 窒 素 の 分 析

ジルカロイ中の窒素の許容量は 80 ppm であり、規格化されている容量法⁽¹⁾では 5~10 g の試料を使用して分析しなければならない。したがって、被覆管の溶接部のような多量の試料を採取できない局部分析の場合には、さらに高感度な分析方法が必要となる。こ

* 日立製作所日立研究所
** 日立製作所日立研究所 理博

表3 窒素分析値の比較

容 量 法 (N 0.5 mg)			吸光度法 (N 0.05 mg)		
N/100 H ₂ SO ₄ (ml)	N定量値 (mg)	平 均	吸 光 度	N 定量値 (mg)	平 均
3.47	0.49	$\bar{x}=0.49$	0.290	0.048	$\bar{x}=0.049$
3.49	0.49		0.293	0.049	
3.61	0.51		0.294	0.049	
3.53	0.49		0.303	0.051	
3.55	0.50	$\sigma=0.011$	0.299	0.050	$\sigma=0.0011$
3.53	0.49		0.291	0.048	
3.44	0.48		0.300	0.050	
3.36	0.47		0.304	0.051	

表4 共通試料のアルミニウム分析結果

試料	ジ ル カ ロ イ		ジ ル コ ニ ウ ム	
分析所				
A	0.0032	$\bar{x}:0.0035$	—	—
	0.0038			
B	0.0032	$\bar{x}:0.0034$ $\sigma:0.0004$	0.0048	$\bar{x}:0.0045$ $\sigma:0.0006$
	0.0038		0.0036	
	0.0028		0.0045	
	0.0038		0.0052	
C	0.0035	$\bar{x}:0.0036$ $\sigma:0.0004$	0.0038	$\bar{x}:0.0045$ $\sigma:0.0006$
	0.0042		0.0039	
	0.0036		0.0045	
	0.0033		0.0051	
	0.0032		0.0052	
D	0.0035	$\bar{x}:0.0037$ $\sigma:0.0003$	0.0044	$\bar{x}:0.0044$ $\sigma:0.0005$
	0.0036		0.0041	
	0.0035		0.0041	
	0.0040		0.0052	
	0.0040		0.0040	

(単位 %)

の目的にわれわれはウラン中の窒素分析⁽²⁾⁽³⁾などに用いられるネスラー試薬による吸光度法を利用した。分析方法は試料を塩酸とフッ化水素酸で分解したのち、水酸化ナトリウムを加えて水蒸気を通しながら留出液が約 40 ml となるまで蒸留し、ネスラー試薬 2 ml を加え 15 分間放置して発色させ、光電光度計で 420 m μ の吸光度を測定する。この方法は表 3 にその比較結果を示すように容量法の約 10 倍の感度があり、ジルカロイ中の窒素を 0.5 g 程度の試料で十分分析できる。

2.2 炭素の分析

炭素の分析方法は重量法と凝縮気化法の 2 方法が規格化されている。しかし、両方法とも操作が煩雑なので、Leco 製の Conductometric Carbon Analyzer を用いて定量する方法を検討した。分析方法は試料を 300 ml/min の酸素気流中で 3 分間加熱したのち、さらに 12 分間酸素を通し、生成した二酸化炭素を水酸化バリウム溶液に吸収させ、その電気伝導度を標準溶液と比較して定量する。ジルカロイ試料を高周波炉で加熱する場合、助燃剤として金属スズと純鉄をおのおの 1 g 添加するとよい。この方法によりジルカロイ中の 10~500 ppm の炭素を比較的容易に定量することができ、分析値は重量法や凝縮気化法とよく一致する。

2.3 アルミニウムの分析

アルミニウム分析の際の問題点は、測定の妨害となるジルコニウムや鉄などの分離であった。われわれは Freund 氏⁽⁴⁾の方法を参考にして、強塩基性陰イオン交換法と磁気水銀陰極電解法を併用し、分離の目的を達した。図 1 はイオン交換分離に用いたカラムである。Freund 氏らの方法のままでは樹脂を加圧または吸引しなければ分離時間が大きくなりすぎるので、比較的あらい 50~100 メッシュの樹脂(Dowex 1×8)を樹脂柱につめ、流速 10 ml/min で塩酸-フッ化水素酸溶離液を通すことによりアルミニウムを分離した。この際の溶離液の使用量は 250 ml で、アルミニウムは完全にジルコニウムから分離回収され、所要時間も従来法の半分となった。次に

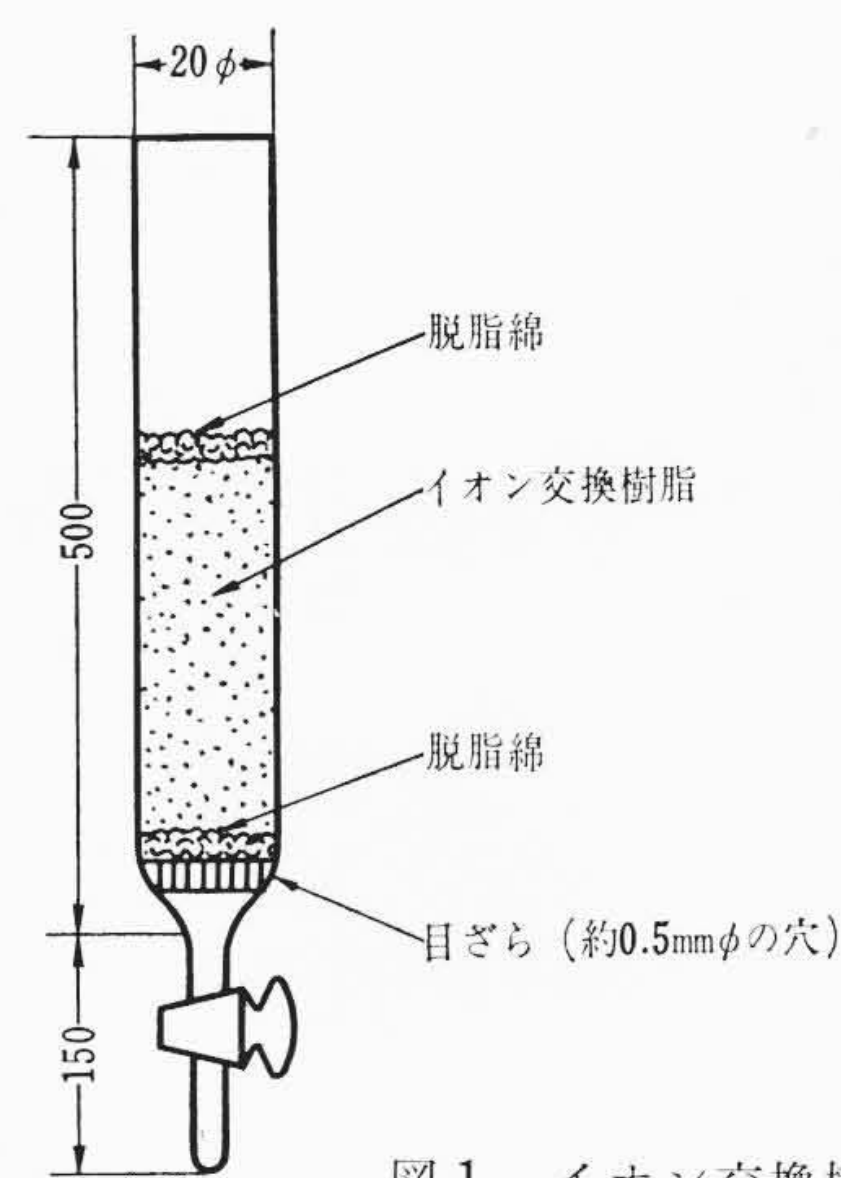


図1 イオン交換樹脂柱

磁気水銀陰極電解法で妨害元素を除いたのち、アルミニウム吸光度法で定量した。共通試料による分析結果は表 4 のとおりである。

3. 発光分光分析法

核燃料被覆材として用いるジルカロイは多数の含有不純物を管理しなければならないが、特に熱中性子吸収断面積の大きい元素はごく微量でも問題となる。しかし、化学分析法だけでは感度が十分でない場合や、分析操作が非常に煩雑になる場合が多く、発光分光分析法の利用により感度の向上や分析操作の能率化を図る必要がある。

発光分光分析法では現在適当な金属の標準試料を入手できないので、純物質から標準試料を容易に調製できる酸化物や溶液を励起する方法が利用されている。また、ジルコニウムの発光スペクトルはきわめて多数の線スペクトルを有し、不純物のスペクトル線と重複することが考えられるので、この障害を除く工夫と、分析する元素の性質や含有量から、それぞれ異なった分析条件が用いられる。

3.1 ハフニウムの分析

ハフニウムの発光分光分析方法は酸化物を直流アーク⁽⁵⁾や交流高圧スパーク⁽⁶⁾で励起する方法が多く用いられ、含有量が多い場合は回転電極を利用した溶液法⁽⁷⁾も好結果を与える。しかし、ジルカロイの場合はハフニウム含有量が 100~200 ppm 以下の制限があり、微量まで定量する必要があるため、われわれは直流アークで励起する方法について検討した。この方法は同じ目的に用いられるシフター電極法⁽⁶⁾などに比較し、電極や試料の調製方法が簡単である。試料の蒸発とアークを安定化する目的で添加する担体や緩衝剤には黒鉛粉末とフッ化バリウムを使用し、標準試料はハフニウムを除いた精製酸化ジルコニウム(Hf 量 2 ppm 以下)と高純度酸化ハフニウムとで調製した。操作方法と分光分析条件を次に示す。

金属の細片 0.5~1 g を白金または石英ルツボにとり、900℃で 2 時間加熱して酸化物とし、メノー乳鉢で粉砕する。これに黒鉛粉末とフッ化バリウム(1:1)を試料と等量加え、よく混合する。この混合物 50 mg を図 2 (A)の電極にはかりとり、次の条件で分光分析する。

分 光 器 : JACO 3.4 m 回折格子分光写真機
回 折 格 子 : 600 本/mm, 設置角度 10.5°
分 散 : 2.4 Å/mm (2 次)
ス リ ッ ト : 25 μ ×1.5 mm
光 源 : DC アーク, 25 A
露 光 : 予備放電 30 s, 露出 30 s
乾 板 : コダック SA-1
分 析 線 対 : Hf 2820.2/Zr 2820.6

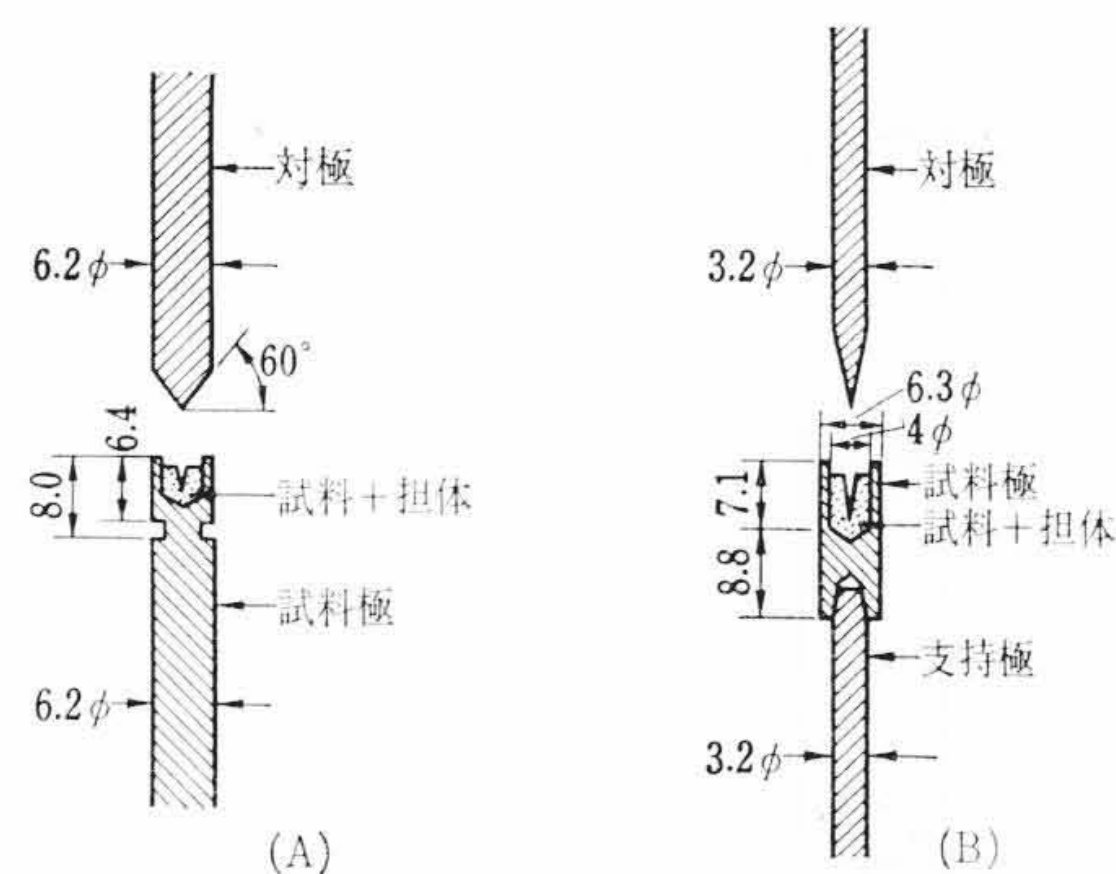


図2 分光分析用電極

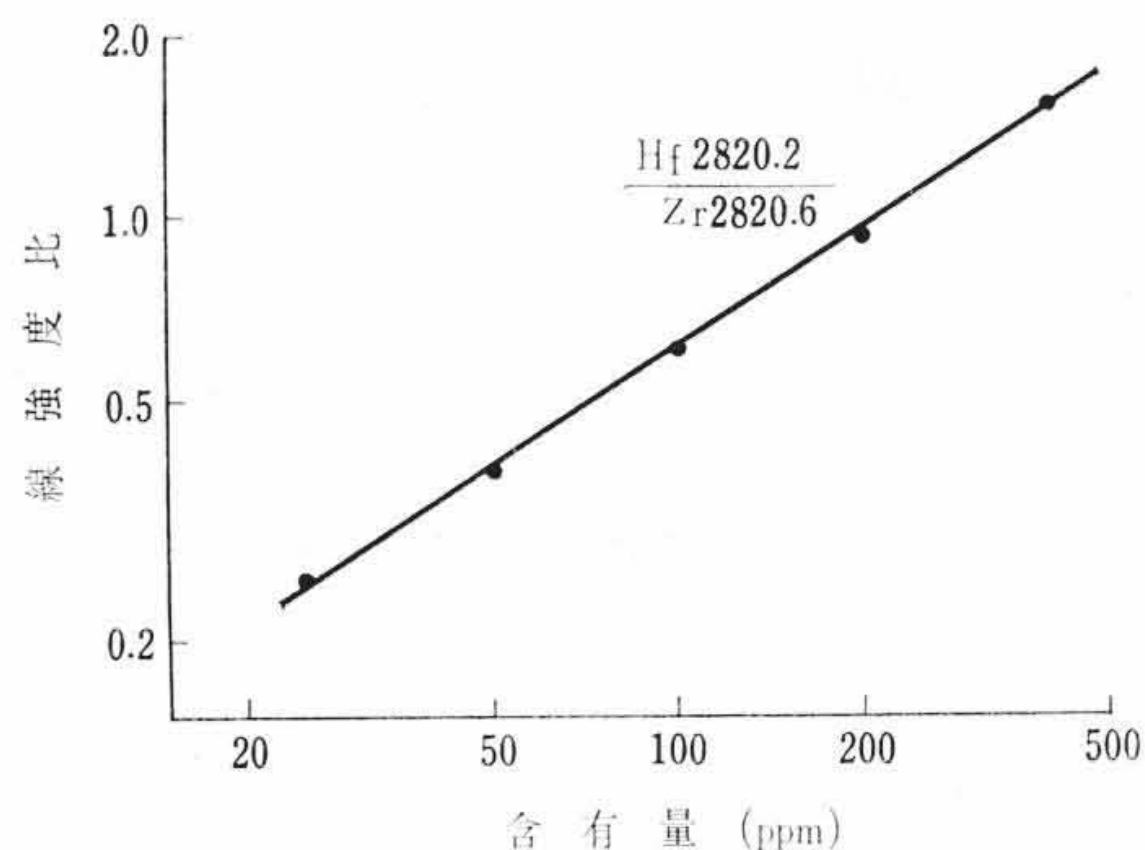


図3 Hf 検量線

本法によるハフニウム検量線例を図3に示す。これから20 ppm以上のハフニウムの定量が可能で、ジルカロイの分析方法として実用できる感度である。金属試料を酸化物に変える方法としては直接加熱するほか、水酸化物として沈殿させ加熱酸化する方法も検討したが、調製方法の相違による分析値への影響は認められなかった。

3.2 ホウ素およびカドミウムの定量

ホウ素およびカドミウムは特に熱中性子吸収断面積が大きいのでジルカロイ中の許容制限値は0.5 ppmとされている。したがって、この分析方法は0.1 ppm程度まで定量できることが望ましい。ホウ素およびカドミウムの高感度スペクトル線はいずれも短波長側にあり、他の線スペクトルの妨害をうけることが少ないので、われわれはスペクトル分散の小さい1次スペクトルによる定量を試みた。標準試料はイギリス Johnson Matthey 社製高純度酸化ジルコニウムに一定量の不純物元素を添加し、化学分析によりこの量をチェックしたのち、さらに酸化ジルコニウムで段階的にうすめて調製した。また、担体には酸化ガリウムやフッ化バリウムも用いられるが、高純度のものが得やすく増感効果もよい塩化銀を使用した。分析操作法は次のとおりである。

加熱酸化した粉末試料に塩化銀を6%加え、よく混合する。この混合物100 mgを図2(B)の電極にはかりとり、次の条件で分光分析する。

回折格子：600本/mm、設置角度 5.8°

分散：5 Å/mm (1次)

スリット：30 μ×1.5 mm

光源：DCアーク、16 A

露光：予備放電 0、露出 30 s

乾板：コダック SA-1

分析線：B 2497.73 Å, Cd 2288.02 Å

本法によるホウ素およびカドミウムの検量線例を図4に示す。定量下限はいずれも0.1 ppmであった。

3.3 一般不純物の分析

担体蒸留法などの利用により多くの含有不純物を同時定量するこ

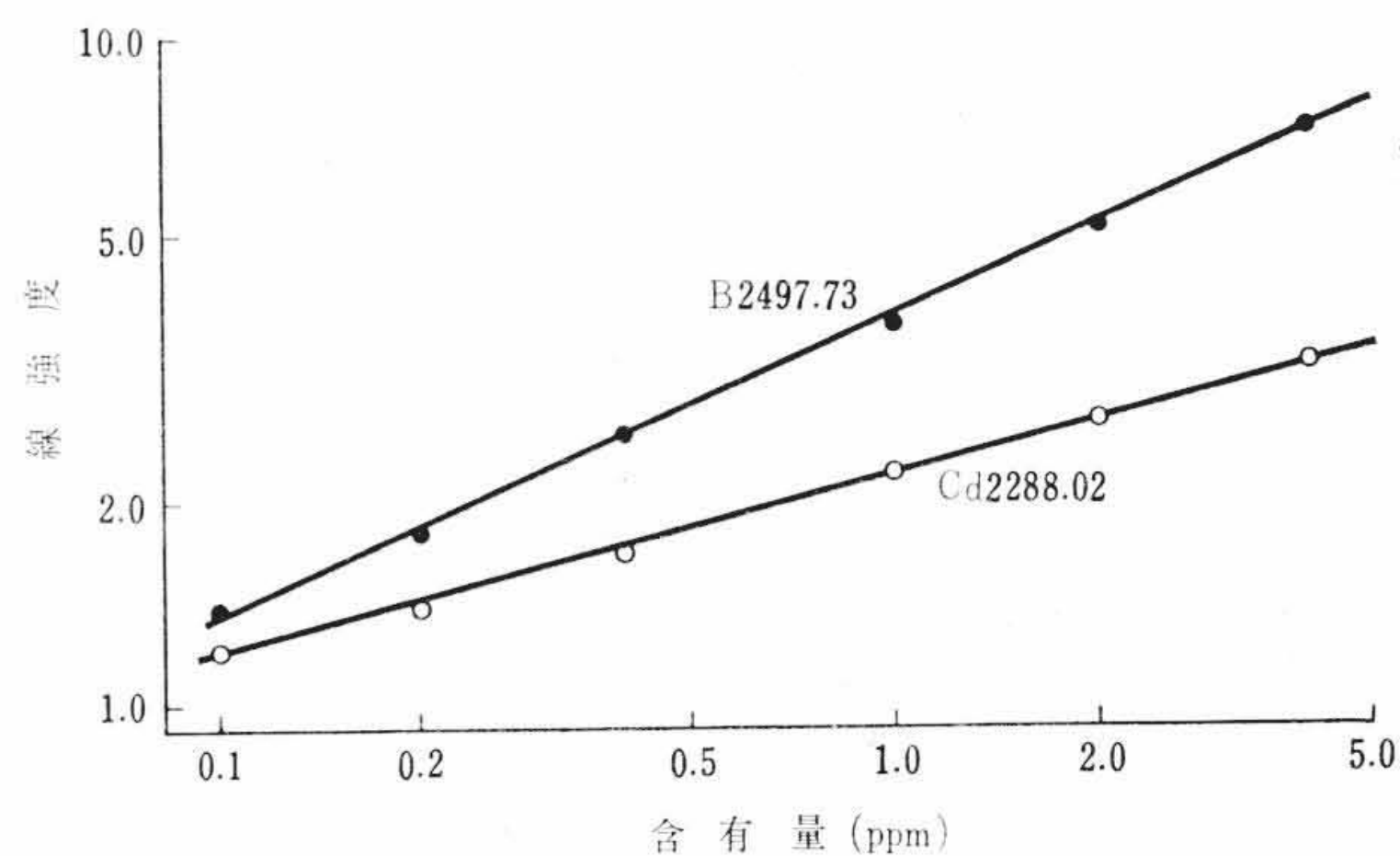


図4 B, Cd 検量線

表5 分析用スペクトル線と定量範囲

成分	スペクトル線(Å)	使用フィルタ(T%)	定量範囲(ppm)
アルミニウム	Al 3,082.08	40	2 ~ 20
アルミニウム	Al 2,575.10	100	15 ~ 200
コバルト	Co 3,072.34	100, 65	2.5 ~ 100
チタン	Ti 3,078.65	100, 65	5 ~ 200
カルシウム	Ca 3,179.33	40	5 ~ 200
カルシウム	Ca 3,158.87	40	20 ~ 200
モリブデン	Mo 3,132.59	65	1 ~ 50
モリブデン	Mo 3,170.32	65	1 ~ 50
マグネシウム	Mg 2,781.42	100	5 ~ 200
マンガン	Mn 2,933.06	100	2 ~ 20
マンガン	Mn 2,592.94	100	20 ~ 200
鉛	Pb 2,833.07	40	5 ~ 50
鉛	Pb 2,663.17	65, 40	25 ~ 500

表6 分光と化学分析値の比較

成分 試料名	Mn		Al		Ti	
	分光	化学	分光	化学	分光	化学
ジルカロイ-2 No. 11	19 21	18	40 36	36	7 8	8
ジルカロイ-2 No. 12	21 20	22	43 38	45	21 20	25
ジルカロイ-2 No. 36	10 10	12	20 22	25	8 10	9

(単位 ppm)

とは、多数の不純物分析が必要な場合に特に望ましいので、化学分析法では操作が煩雑になるものや分析方法が規格化されていない成分を対象に分光分析法の検討を行なった。従来、担体としてはホウ素やカドミウムの分析の場合のように塩化銀などを数%試料に添加する方法⁽⁸⁾が多く用いられるが、われわれの実験ではジルカロイのようにスズの含有量が多くなると、チタンやアルミニウムの分析値がこの影響を受け、低値を示すことがわかった。しかし、塩化銀の添加量を30%程度に増加すると、この障害を除くことができる。分析操作法は次のとおりである。

加熱酸化した粉末試料に塩化銀を30%加え、よく混合する。この混合物100 mgを図2(B)の電極にはかりとり、次の条件で分光分析する。

回折格子：600本/mm、設置角度 10.5°

分散：2.4 Å/mm (2次)

スリット：30 μ×9.5 mm

フィルタ：3段(100, 65, 40%)

光源：DCアーク、20 A

露光：予備放電 0、露出 30 s

乾板：コダック SA-1

この方法に使用した分析用スペクトル線と各元素の定量範囲を表5に示す。また表6は化学分析値との比較結果で、本法のような担

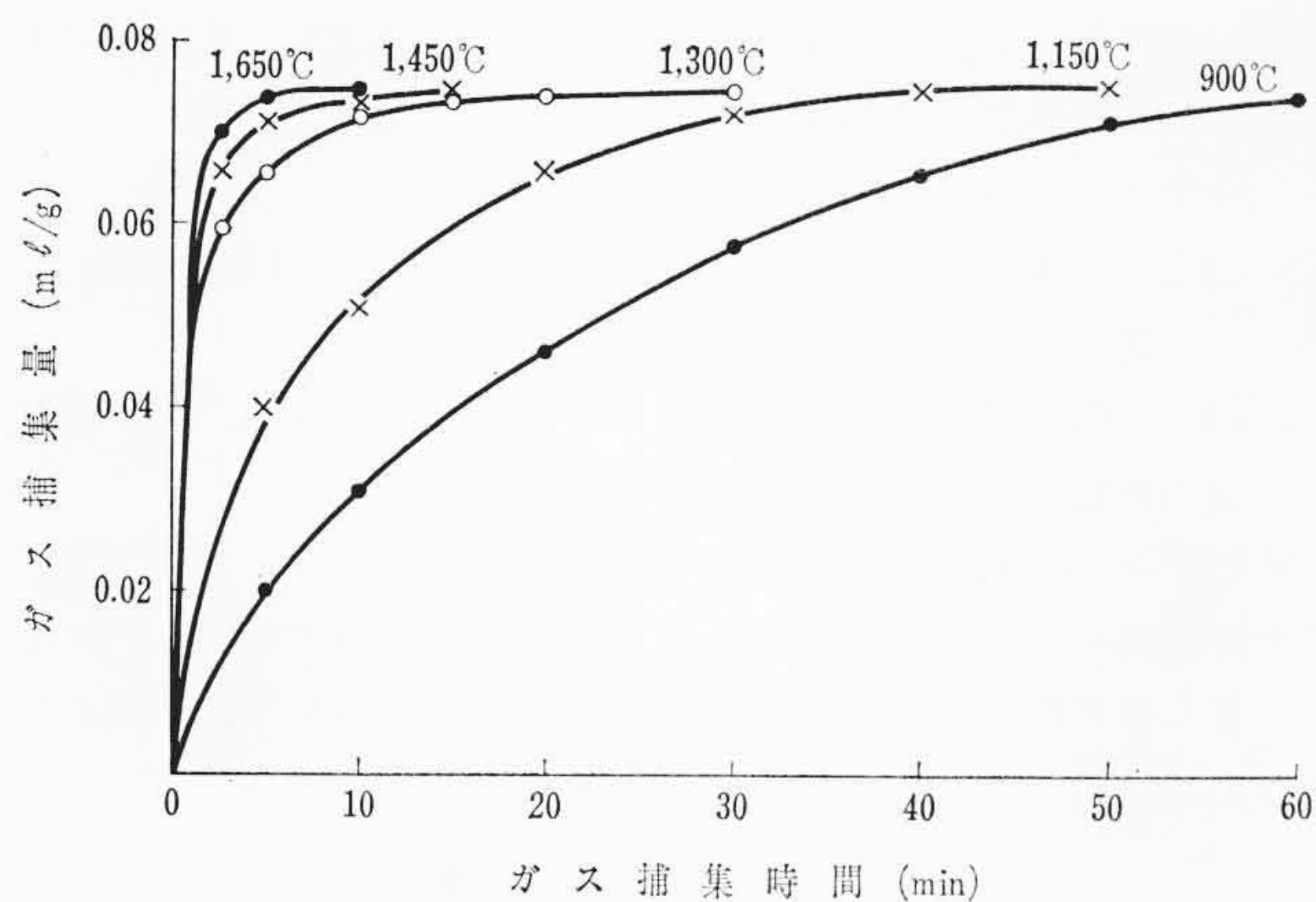


図5 水素の抽出曲線

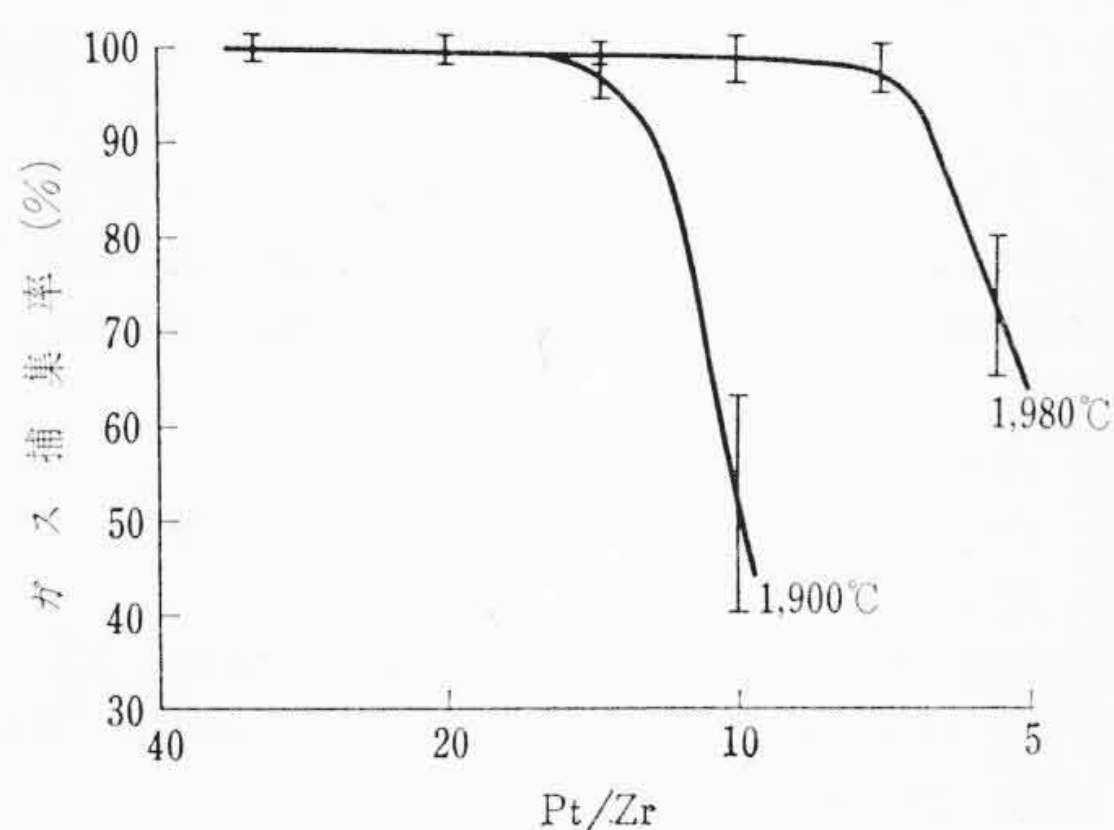


図6 白金浴の Pt/Zr 比とガス捕集率の関係

体蒸留法では最も誤差が多くなるチタンやアルミニウムも比較的好結果が得られた。

4. ガス分析法

ジルコニウムやジルコニウム合金中に含まれるガス成分の分析方法としては塩化水素法、真空溶融法、不活性ガス融解法、放射化分析法などが考えられ、それぞれの特長を持っているが、日立製作所日立研究所ではこの種の目的に NRC 製の真空溶融ガス分析装置を使用しており、これによる分析条件の検討を行なった。

4.1 水素の分析

ジルコニウム中の水素は原子またはイオンの形で金属の結晶格子間に入り、いわゆる侵入形固溶体となっている。特に水素含有量が多い場合は局部的に水素化ジルコニウムを析出していることもあるが、いずれも 900°C 以上の温度で加熱すれば定量的に抽出できるといわれている。図5は約 0.5 g のジルコニウム片を 900~1,650°C の高真空中で加熱した場合の水素の抽出曲線で、捕集ガスが一定量に達する時間は 1,000°C 付近では約 1 時間であるが、1,650°C では 10 分間で十分であった。また、1,650°C で 10 分間ガス抽出し、水素量を求めた結果が表7で、捕集ガスの大部分が水素である。したがって、ジルコニウムやジルカロイ中の水素を定量する際は 1,650°C で 10 分間ガス抽出し、捕集ガスを水素として算出すればよく、融点以下で加熱する場合は捕集ガスの組成分析を省略することができる。

4.2 酸素の分析

ジルコニウムは比較的融点の高い金属であるばかりでなく、炭素による還元反応と同時に副反応としてさらに高融点の炭化ジルコニウムを生成するため、真空溶融法により酸素を定量する際は、金属浴を使用して試料の融点を下げるなどの工夫が必要である。浴金属には白金⁽⁹⁾が最もよく、鉄-スズ浴⁽¹⁰⁾も使用できる。試料に対する浴の白金量の割合は図6に示すように、1,980°C のガス抽出の場合で 7 倍以上必要であった。分析操作方法是次のとおりである。

0.1~0.2 g の試料を金ヤスリで仕上げ、ベンゼンで洗い重量をは

表7 加熱抽出による水素の分析結果

試料名	採取量 (g)	捕集ガス量 (ml・mm Hg)				H (ppm)
		全ガス	N ₂	CO	H ₂	
ジルコニウム	0.352	20.3	0.1	<0.5	20.2	6.3
	0.342	19.5	0.2	<0.5	19.3	6.2
	0.377	23.2	0.1	<0.5	23.1	6.7
ジルカロイ	0.491	57.0	0.2	<0.5	56.8	12.7
	0.195	21.6	0.1	<0.5	21.5	12.1
	0.216	23.5	0.1	<0.5	23.4	11.9

表8 酸素分析値の比較

真 空 溶 融 法			放射化分析値 (%)	
0 分 析 値 (%)				平 均
0.078	0.077	0.079	$\bar{x}=0.079$	0.081±0.0025
0.077	0.080	0.077	$\sigma=0.0014$	
0.080	0.080	0.079		

表9 ジルカロイの分析例

成分	ASTM 仕様	国産品		輸入品	
		A 社製	B 社製	C 社製	D 社製
Sn (%)	1.20~1.70	1.54	1.62	1.46	1.55
Fe (%)	0.07~0.20	0.13	0.17	0.14	0.15
Cr (%)	0.05~0.15	0.10	0.08	0.09	0.10
Ni (%)	0.03~0.08	0.05	0.06	0.05	0.05
Al	<75	35	45	27	45
B	<0.5	0.3	0.3	0.3	0.2
C	<500	60	70	150	120
Ca	<30	<5	<5	<5	<5
Cd	<0.5	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Cl	<20	<20	<20	<20	<20
Co	<20	<2.5	<2.5	<2.5	<2.5
Cu	<50	8	7	20	12
H	<25	12	7	10	8
Hf	<200	75	80	65	75
Mg	<20	<5	<5	<5	6
Mn	<50	8	22	5	11
N	<80	20	25	45	32
O	900~1,500	780	630	1,310	1,330
Pb	<130	5	7	7	8
Si	<120	45	50	35	27
Ti	<50	35	25	20	<20

(単位 ppm)

かる。試料重量の 7 倍以上の白金を投入しやすいようにベンチなどで切断し、ベンゼンで洗っておく。装置に黒鉛ルツボをセットし、浴金属と試料をそう入してから静かに排気する。拡散ポンプにより十分高真空となったら高周波炉のスイッチを入れ、2,300°C で 3 時間以上脱ガスする。脱ガスが終わったらルツボの温度を 1,980°C に下げ白金を少量ずつ投入して 10 分以上脱ガスしたのち、空試験値を求める。つぎに試料を投入して 10 分間ガス抽出し、捕集ガスを測定したのち、分析系に導いて酸素量を求める。

表8はこの方法による酸素分析値と日立製作所中央研究所で行なった放射化分析値との比較結果で、両者はよく一致することが知られた。酸素を定量する際に水素と窒素量も同時に求められるが、水素は採取試料量が少ないことや酸素との差圧から求めることなどから、前述の真空加熱抽出で定量した場合より分析精度はやや悪い。また、窒素の分析値は水蒸気蒸留法に比較してかなり低く、信頼しう結果は得られなかった。なお、浴金属として使用した白金はマグネシウム還元法⁽¹¹⁾などにより、使用量の 95% 程度を回収することができる。

5. 分析結果

これまで述べたような分析方法を用い、4 種の代表的なジルカロイ-2 の分析を行なった例を表9に示す。参考までに ASTM の化学

成分仕様例を併記した。JPDR などの核燃料用被覆管の規格値もほぼこれに準ずるものと思われる。この結果からどの試料の不純物含有量にも大差はなく、国産品と輸入品のいずれも ASTM の規格値をほぼ満足するものであるが、前者の酸素量がやや少ないのが目だった。これは今後分析方法の規格化などとともに次第に改善されるものと考ええる。

6. 結 言

核燃料の被覆材として使用されるジルカロイの分析方法について種々検討し、日常作業分析法として適用するに至った方法は次のとおりである。

(1) 化学分析法

アルミニウム、マンガン、鉄、ニッケル、クロム、銅、コバルト、スズ、ケイ素、塩素、チタンの分析は日本工業規格に準じて行なわれる。炭素は電気伝導度法、窒素は水蒸気蒸留後ネスラー試薬で発色し、吸光光度法で分析する。

(2) 発光分光分析法

(a) ハフニウムは酸化物試料に黒鉛粉末とフッ化バリウムを加え、25 A の直流アークで励起して分光分析する。

(b) ホウ素とカドミウムは酸化物試料に 6% の塩化銀を加え、16 A の直流アークで励起し、1 次スペクトルを利用して分光分析する。

(c) カルシウム、コバルト、マグネシウム、モリブデン、マンガン、鉛、チタン、アルミニウムは酸化物試料に 30% の

塩化銀を加え、20 A の直流アークで励起し、2 次スペクトルを利用して分光分析する。

(3) ガス分析法

(a) 水素は真空溶融ガス分析装置を使用し、1,650°C で 10 分間ガス抽出して分析する。

(b) 酸素は白金を浴金属として使用し、1,980°C で 10 分間ガス抽出して分析する。

終わりに JIS 原案作成などについて種々ご教示いただいた東洋大学平野教授をはじめジルコニウム JIS 原案作成専門部会のかたがた、また核燃料炉材料等分析委員会ジルカロイ分析小委員会のかたがたにお礼申し上げる。

参 考 文 献

- (1) JIS H 1651~1663: ジルコニウムおよびジルコニウム合金の分析方法
- (2) 金属ウラン分析合同委員会: 金属ウラン中の微量物質の分析方法
- (3) 菅原, 中島, 酒井: 日立評論 45, 469 (昭 38-3)
- (4) H. Freund, F.J. Miner: Anal. Chem., 25, 564 (1953)
- (5) D.M. Mortimore, L.A. Noble: Anal. Chem., 25, 296 (1953)
- (6) 小田, 井戸原: 分化, 10, 246 (1961)
- (7) 菅原, 白土: 日立評論, 44, 459 (昭 37-3)
- (8) 中島, 福島: 分化, 9, 81 (1960)
- (9) P. Elbling, G.W. Gonard: Anal. Chem., 32, 1610 (1960)
- (10) R.S. Mc Donald, J.E. Fagel, E.W. Balies: Anal. Chem., 27, 1632 (1955)
- (11) 嶋崎, 小野, 進藤: 分化, 10, 119 (1961)

Vol. 27

日 立 造 船 技 報

No. 2

目 次

- ・多孔板だなの安定操作範囲
- ・冷アルカリ法による竹材の C G P
- ・はく(箔)による中性子束の測定
- ・荒浪中で作動するプロペラ軸の検討
- ・しゅう動式キャタピラゲートの振動測定
- ・電気-油圧サーボ機構の応用について

- ・機関室内立形ポンプの振動計測と防振対策について
- ・発電用ディーゼル機関の発電機軸ロータ焼ばめ部の等値長さ計算基準
- ・新コロジョン・コントロール塗装系(外国品)による外板没水部での事故

………本誌に関する照会は下記に願います………

日立造船株式会社技術研究所
大阪市此花区桜島北之町 60