

東海再処理施設の分離精製工場の  
低濃度のプルトニウム溶液と  
ウラン溶液等を取り出す工程洗浄に係る  
分析業務報告

Analysis Work on Flush-out of Plutonium and Uranium  
for Decommissioning of Main Plant in Tokai Reprocessing Plant

佐藤 日向 森 天海 久野 空翔 堀籠 和志  
後藤 雄一 山本 昌彦 田口 茂郎

Hinata SATO, Amami MORI, Sorato KUNO, Kazushi HORIGOME  
Yuichi GOTO, Masahiko YAMAMOTO and Shigeo TAGUCHI

核燃料サイクル工学研究所  
再処理廃止措置技術開発センター  
施設管理部

Facility Management Department  
TRP Decommissioning Center  
Nuclear Fuel Cycle Engineering Laboratories

October 2024

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

JAEA-Technology

本レポートは国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。本レポートはクリエイティブ・コモンズ表示 4.0 国際 ライセンスの下に提供されています。本レポートの成果（データを含む）に著作権が発生しない場合でも、同ライセンスと同様の条件で利用してください。（<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.ja>）  
なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ウェブサイト（<https://www.jaea.go.jp>）より発信されています。本レポートに関しては下記までお問合せください。

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 研究開発推進部 科学技術情報課  
〒319-1112 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49  
E-mail: [ird-support@jaea.go.jp](mailto:ird-support@jaea.go.jp)

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency.  
This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.en>).  
Even if the results of this report (including data) are not copyrighted, they must be used under the same terms and conditions as CC-BY.  
For inquiries regarding this report, please contact Library, Institutional Repository and INIS Section, Research and Development Promotion Department, Japan Atomic Energy Agency.  
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1112, Japan  
E-mail: [ird-support@jaea.go.jp](mailto:ird-support@jaea.go.jp)

東海再処理施設の分離精製工場の低濃度のプルトニウム溶液とウラン溶液等を取り出す  
工程洗浄に係る分析業務報告

日本原子力研究開発機構  
核燃料サイクル工学研究所  
再処理廃止措置技術開発センター 施設管理部

佐藤 日向、森 天海、久野 空翔  
堀籠 和志、後藤 雄一、山本 昌彦、田口 茂郎

(2024年7月11日受理)

廃止措置段階にある東海再処理施設においては、分離精製工場内の設備、機器の除染・解体に向け、工程内に残留するプルトニウムとウランを集約する工程洗浄を実施した。工程洗浄は3ステップに分けて段階的に実施し、今回、プルトニウム製品貯槽及びプルトニウム関連工程内に残留する低濃度のプルトニウム溶液を高放射性廃液貯槽へ送液する第2ステップと、硝酸ウラニル貯槽に保管するウラン溶液を脱硝し三酸化ウランの粉末とする第3ステップを2023年3月から開始し2024年2月に完了した。第2ステップ、第3ステップにおいては、各工程の状態の把握や核物質の計量管理を目的として、各工程からサンプリングした溶液試料のプルトニウム濃度分析、ウラン濃度分析とその同位体組成分析、酸濃度分析、三酸化ウラン粉末のウラン純度分析等を実施した。また、保障措置に対応するために、査察において収去された試料をIAEA等の保障措置分析施設へ輸送するための分析前処理等も実施した。本報では、これら工程洗浄の第2、第3ステップで実施した分析業務実績について報告する。

Analysis Work on Flush-out of Plutonium and Uranium  
for Decommissioning of Main Plant in Tokai Reprocessing Plant

Hinata SATO, Amami MORI, Sorato KUNO  
Kazushi HORIZOME, Yuichi GOTO, Masahiko YAMAMOTO and Shigeo TAGUCHI

Facility Management Department  
TRP Decommissioning Center, Nuclear Fuel Cycle Engineering Laboratories  
Japan Atomic Energy Agency  
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received July 11, 2024)

Flush-out, which recovers remaining nuclear materials in the process and transfer it to a highly radioactive liquid waste storage tank, has been performed at main plant of Tokai Reprocessing Plant. The flush-out has been composed from three steps: first step is to remove of spent fuel sheared powder, second step is to collect plutonium solution stored in the process, and third step is to convert uranium solution into uranium trioxide powder. The first step of flush-out activity has been completed in 2022. Second and third steps of flush-out have been completed from March 2023 to February 2024. Process control analysis has been performed for operation of the facility, and material accountancy analysis has been performed to control the accountancy of nuclear materials. In addition, related analytical work such as pretreatment for transporting inspection samples for safeguards analysis laboratories in IAEA has been also performed.

This report describes results of analytical work performed in collections of plutonium and uranium solutions in second and third steps of the flush-out, including calibration of analytical equipment, waste generation, and education and training of analytical operator.

Keywords: Tokai Reprocessing Plant, Flush-out, Analysis Work, Decommissioning

## 目次

1. はじめに .....	1
2. 低濃度のプルトニウム溶液等の取出しにおける分析業務 .....	2
2.1 工程管理分析 .....	2
2.1.1 分析法の概要 .....	3
2.1.2 分析処理件数 .....	6
2.2 計量管理分析 .....	7
2.2.1 分析法の検討 .....	7
2.2.2 Pu 溶液受槽における分析法の概要 .....	8
2.2.3 高放射性廃液蒸発缶における分析法の概要 .....	11
2.2.4 分析処理件数 .....	11
2.3 分析結果 .....	12
2.4 査察対応 .....	13
2.4.1 Pu 溶液受槽から採取した試料の収去処理 .....	13
2.4.2 高放射性廃液蒸発缶から採取した試料の収去処理 .....	13
3. ウラン溶液等の取出しにおける分析業務 .....	15
3.1 工程管理分析 .....	15
3.1.1 ウラン溶液、洗浄液の分析法の概要 .....	15
3.1.2 三酸化ウラン粉末の分析法の概要 .....	17
3.1.3 分析処理件数 .....	18
3.2 計量管理分析 .....	19
3.2.1 分析法の概要 .....	19
3.2.2 分析結果 .....	19
3.2.3 分析処理件数 .....	19
3.3 三酸化ウラン粉末の品質管理分析 .....	20
4. 分析装置の校正 .....	21
5. 分析設備 .....	22
6. 分析に伴う廃棄物の発生量 .....	23
6.1 固体廃棄物 .....	23
6.2 液体廃棄物 .....	23
7. 教育・訓練 .....	24
7.1 分析技能認定 .....	24
7.2 異常時対応訓練 .....	24
8. まとめ .....	25
謝辞 .....	25
参考文献 .....	26

## Contents

1. Introduction .....	1
2. Collection of plutonium solution.....	2
2.1 Process control analysis .....	2
2.1.1 Analytical methods.....	3
2.1.2 The number of analytical samples.....	6
2.2 Analysis for nuclear material accountancy.....	7
2.2.1 Study of analysis methods.....	7
2.2.2 Analytical methods in Pu solution receiving tank.....	8
2.2.3 Analytical methods in highly radioactive liquid waste evaporator.....	11
2.2.4 The number of analytical samples.....	11
2.3 Analysis results.....	12
2.4 Pretreatment of inspection samples for transportation.....	13
2.4.1 Pretreatment of inspection samples in Pu solution receiving tank.....	13
2.4.2 Pretreatment of inspection samples in highly radioactive liquid waste evaporator.....	13
3. Collection of uranium solution.....	15
3.1 Process control analysis .....	15
3.1.1 Analytical methods of uranium solution and rinsing solution.....	15
3.1.2 Analytical methods of uranium trioxide powder.....	17
3.1.3 The number of analytical samples.....	18
3.2 Analysis for nuclear material accountancy.....	19
3.2.1 Analytical methods.....	19
3.2.2 Analytical results.....	19
3.2.3 The number of analytical samples.....	19
3.3 Analysis for quality control.....	20
4. Calibration of analytical instruments .....	21
5. Analytical equipment.....	22
6. Amount of radioactive waste generated by analytical work.....	23
6.1 Radioactive solid waste.....	23
6.2 Radioactive liquid waste.....	23
7. Training of analytical operator.....	24
7.1 Evaluation of analytical operator skills.....	24
7.2 Training for emergency operation.....	24
8. Conclusion.....	25
Acknowledgement.....	25
References.....	26

図リスト

Fig. 1	再処理工程概要図及び工程洗浄の送液ルート、分析試料の主なサンプリングポイント ..	27
Fig. 2	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける工程管理分析の分析項目と分析件数 .....	28
Fig. 3	Pu 溶液受槽における低濃度の Pu 溶液中の Pu の IDMS 分析フロー .....	29
Fig. 4	Pu 溶液受槽における Pu・U 混合溶液中の Pu 及び U の IDMS 分析フロー .....	30
Fig. 5	高放射性廃液蒸発缶における高放射性廃液中の Pu 及び U 同位体組成の分析フロー .....	31
Fig. 6	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける計量管理分析の分析項目と分析件数 .....	32
Fig. 7	Pu 溶液受槽における収去処理フロー (Pu 濃度 1 g/L 以上の試料) .....	33
Fig. 8	Pu 溶液受槽における収去処理フロー (Pu 濃度 1 g/L 未満の試料) .....	34
Fig. 9	U 溶液等の取出しにおける工程管理分析の分析項目と分析件数 .....	35
Fig. 10	U 溶液等の取出しにおける計量管理分析の分析項目と分析件数 .....	36
Fig. 11	使用した主な分析装置 .....	37
Fig. 12	使用した分析設備 .....	38

表リスト

Table 1	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (工程管理分析) .....	39
Table 2	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (計量管理分析) .....	42
Table 3	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて調製した各スパイクの組成 .....	43
Table 4	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける計量管理分析法と適用濃度範囲 .....	44
Table 5	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける Pu 溶液受槽の分析結果 .....	45
Table 6	低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける高放射性廃液蒸発缶の分析結果 .....	46
Table 7	U 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (工程管理分析) .....	47
Table 8	U 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (計量管理分析) .....	49
Table 9	U 溶液等の取出しにおける計量管理分析結果 .....	50
Table 10	工程管理分析装置の校正 (健全性の確認) 方法、管理基準、頻度 .....	51
Table 11	計量管理分析装置の校正 (健全性の確認) 方法、管理基準、頻度 .....	52
Table 12	分析に伴う廃棄物の発生量 .....	53
Table 13	分析技能認定の認定試験 .....	54
Table 14	分析技能認定の対象とした分析法と認定者数 .....	55
Table 15	実施した訓練一覧 .....	56

This is a blank page.



## 1. はじめに

東海再処理施設（TRP）は、日本初の本格的な使用済燃料の再処理施設であり、1977年にホット運転を開始してから2007年まで合計約1,140トンを再処理してきた。この間、ピューレックス法の実用性の実証をはじめ、運転・保守技術の開発を進めるとともに、日本原燃株式会社の六ヶ所再処理工場へ技術移転を行い、我が国における再処理技術の定着に先導的役割を果たしてきた。2017年6月には原子力規制委員会へ廃止措置計画の認可申請を行い、2018年6月に認可を受けることによりTRPは廃止措置へ移行した<sup>1)</sup>。

TRPの廃止措置においては、保有する高放射性廃液のリスクの早期低減を当面の最優先課題としており、高放射性廃液を取扱う高放射性廃液貯蔵場及びガラス固化処理技術開発施設の安全性向上対策と、高放射性廃液のガラス固化を進めている。また、先行して廃止措置に着手する分離精製工場については、施設の除染・解体に向けて、工程内に残留するウラン（U）、プルトニウム（Pu）を高放射性廃液貯槽へ集約するとともに、硝酸ウラニル貯槽（UNH貯槽）に保管しているU溶液を脱硝し三酸化ウラン（ $\text{UO}_3$ ）粉末とする工程洗浄を、以下に示す3ステップに分けて段階的に実施した。

- ① 第1ステップ：せん断粉末の取出し（2022年6月8日～2022年9月12日に実施）  
使用済燃料をせん断した際に発生しセル内に残留するせん断粉末を溶解して高放射性廃液貯槽へ送液する。
- ② 第2ステップ：低濃度のPu溶液等の取出し（2023年3月22日～9月29日に実施）  
Pu製品貯槽及び工程内に残留するPu溶液を高放射性廃液貯槽へ送液する。
- ③ 第3ステップ：U溶液等の取出し（2023年12月4日～2024年2月5日に実施）  
UNH貯槽に保管するU溶液を脱硝し粉末化する。

第1ステップのせん断粉末の取出しについては2022年に完了し、前報で報告した<sup>2),3)</sup>。今回、2023年3月から2024年2月にかけて第2ステップの低濃度のPu溶液等の取出しと第3ステップのU溶液等の取出しを実施した。

工程洗浄の実施にあたっては、各工程の状態の把握や、核物質の計量管理を目的に分析データが必要となる。このため、第2、第3ステップの実施期間中、各工程から試料をサンプリングし、各工程の状態の把握に必要なPu濃度、U濃度、酸濃度、 $\alpha$ 核種、 $\gamma$ 核種濃度等の分析、計量管理に必要なPu濃度、U濃度とその同位体組成、密度、 $\text{UO}_3$ 純度等について分析を実施した。また、保障措置に対応するため、査察において収去された試料をIAEA等の保障措置分析施設へ輸送するための分析前処理を実施した。

本報では、工程洗浄にあたり適用した分析法の概要と分析結果並びに分析装置の校正手法、分析設備、分析に伴う廃棄物発生量、分析員の教育、訓練等の分析関連業務の実績について報告する。

## 2. 低濃度のプルトニウム溶液等の取出しにおける分析業務

TRP における工程概略図を Fig. 1 に示す。TRP の再処理工程は、プロセスに装荷された使用済燃料をせん断し、硝酸に溶解する。溶解液は清澄・調整工程を経た後、分離サイクル工程、U、Pu の各精製工程を経て、Pu は Pu 製品貯槽、U は UNH 貯槽に保管する。その後、UNH 貯槽の U 溶液については脱硝処理し、 $UO_3$  粉末として貯蔵する。また、UNH 貯槽の U 溶液の一部は Pu 製品貯槽の Pu 溶液と混合した後、混合転換処理し、Pu・U 混合酸化物 (MOX) 粉末とする工程となっている。

2007 年の再処理運転停止以降、Pu 製品貯槽には約 200 g/L の Pu 溶液を保管していた。この Pu 溶液については、Pu を溶液として保管することによる潜在的ハザードを低減するため、2014 年から 2016 年にかけて Pu 溶液を MOX 粉末とする転換処理を実施した。転換処理完了後においても、Pu 製品貯槽には設備の構造上の理由からヒール液と呼ばれる送液残液があり、貯槽の管理のために硝酸を供給し、最大 3~4 g/L 程度まで希釈した低濃度の Pu 溶液 (以下、「低濃度の Pu 溶液」) を保管していた。この低濃度の Pu 溶液を MOX 粉末とするには、溶液の移送と濃縮の繰返しが必要となり、1 年以上の期間を要するため、今回の工程洗浄において転換処理は実施せず、高放射性廃液貯槽に移送し処理することとした。また、2007 年の再処理運転停止時には運転再開を計画しており、フラッシュアウト (工程内 Pu、U の押し出し洗浄) を実施しなかったため、工程内の抽出器内にも、Pu 溶液や U 溶液が残留していた。

工程洗浄の第 2 ステップである低濃度の Pu 溶液等の取出しは、Fig. 1 の緑枠で囲む範囲を対象とし、Pu 製品貯槽内の低濃度の Pu 溶液及び Pu 関連工程 (濃縮・貯蔵工程、リワーク工程) 内に残留する低濃度の Pu 溶液や U 溶液を高放射性廃液貯槽に送液した後、硝酸と純水を通液し、高放射性廃液貯槽へ押し出し洗浄する操作を実施した。本作業は 2023 年 3 月 22 日から開始し、Pu 製品貯槽等からの低濃度の Pu 溶液の送液は同年 8 月 8 日に完了し、硝酸と純水の通液による押し出し洗浄は同年 9 月 29 日に完了した。

低濃度の Pu 溶液等の取出しにあたっては、送液前後の各工程の状態を把握するための工程管理分析、工程内の核物質量を正確に把握するための計量管理分析を実施した。以下に工程管理分析、計量管理分析の詳細を記す。

### 2.1 工程管理分析

工程管理分析は、各工程の状態把握に必要なパラメータの取得を目的としている。工程管理分析では、低濃度の Pu 溶液を保管する各貯槽と送液ルート of 各工程から採取した低濃度の Pu 溶液及び洗浄液等を対象とした。Table 1 に工程管理分析における試料のサンプリングポイント、分析項目、分析法及び使用した分析装置を示す。各試料の主な分析項目は Pu 濃度、U 濃度、酸濃度及び放射能濃度等であった。工程管理分析により得られた分析値は、工程洗浄のプロセス操作において次工程に移る際に必要なパラメータとなるため、迅速な分析結果の報告が求められる。このため、工程管理の分析法は、再処理運転時の実績があり、迅速に分析結果を得られる分析法を選定した。

### 2.1.1 分析法の概要

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて、工程管理分析で使用した主な分析法の概要を以下に示す。

#### (1) Pu 濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける Pu 濃度分析は、予想される Pu 濃度が 0.2 g/L 以上の試料に対しては硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化/Pu(VI)吸光光度法（以下、「Pu(VI)吸光光度法」）を適用し<sup>4)</sup>、予想される Pu 濃度 0.2 g/L 未満の試料には TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用した<sup>5)</sup>。

Pu(VI)吸光光度法は、Pu(VI)の吸収極大 830 nm における吸光度から Pu 定量するものである。本法では、酸化剤として硝酸アンモニウムセリウム(IV)を添加することで、試料中の Pu(IV)を Pu(VI)に酸化し、Pu(VI)の 830 nm における吸光度を光ファイバー式の分光光度計を用いて測定し、定量した。再処理工程より採取した低濃度の Pu 溶液試料には、使用済燃料の主成分である U や不純物として Am、Fe、Ni 等が共存するが、これらは 830 nm に吸収を有さないため、本法においては妨害しない。

TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法は、2-テノイルトリフルオロアセトン（TTA）を抽出剤とする溶媒抽出により、Pu の $\alpha$ 線測定を妨害する成分を分離した後、 $\alpha$ 線計測装置で $\alpha$ 線を計測し、その計数値から Pu を定量するものである。本法では、試料中の Pu の原子価を 1%アスコルビン酸水溶液及び 10%亜硝酸ナトリウム水溶液により Pu(IV)に調整した後、試料中の酸濃度を Pu(IV)が選択的に抽出できる 0.5~1 M に調整した<sup>6)</sup>。次に、TTA を溶解したキシレン溶液に Pu のみを抽出し、U、Am 等の $\alpha$ 線放出核種及び自己吸収の影響を生じさせる不純物金属成分と分離した。Pu を抽出したキシレン相を試料皿に一定量分取し加熱乾固した後、高周波加熱により焼きつけたものを測定試料体とし、これを $\alpha$ 線計測装置（ZnS(Ag)シンチレータ）で測定し、その計数値から Pu を定量した。

これらの分析法では、Pu 濃度が Pu(VI)吸光光度法において約 0.2 g/L 以上、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法において約 0.05 mg/L 以上を有意量の Pu を含む最小濃度と設定し、これを超える値を有意な分析値（以下、「報告下限値」）として採用した。各分析は、分析手順、分析操作の妥当性（コンタミネーションの有無、前処理操作のミスの有無）を確認するため、2 回の分析（N=2）を実施し、2 回の分析値の差に対する管理基準値を再処理施設品質保証計画書に基づいて分析品質保証要領に定め、分析の品質を管理した。管理基準値は、Pu(VI)吸光光度法においては 10%以内、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法においては 20%以内となることを定め、管理した。

#### (2) U 濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しでは、一部の試料中に U が含まれており、その濃度が 40~200 g/L 程度と推定されたため、Pu・U 混合溶液中の U 濃度分析には、中和滴定により U と酸濃度の両方を測定する U・酸同時滴定法を適用した<sup>5)</sup>。また、洗浄液については、試料中の U 濃度が 5 g/L 未満と推定されたため、妨害成分を溶媒抽出分離し、呈色反応を利用する吸光光度法により U を定量する酢酸エチル抽出/DBM 吸光光度法を適用した。

U・酸同時滴定法は、マスキング剤として硫酸アンモニウムを添加し U と錯体を形成させた後、水酸化ナトリウムを用いて滴定することで遊離酸濃度を求め、さらに過酸化水素の添加により U 錯体中の酸を遊離させ、再び水酸化ナトリウムで滴定し U 濃度を定量した。

酢酸エチル抽出／DBM 吸光光度法は、妨害する Pu や Fe を分離するため、酢酸エチルに U を抽出し、抽出液に呈色試薬として DBM を添加後、410 nm における吸光度から U を定量した。それぞれの分析法における報告下限値は、酢酸エチル抽出／DBM 吸光光度法において約 0.01 g/L 以上、U・酸同時滴定法において約 5 g/L 以上とした。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として、分析の品質を管理した。

### (3) 酸濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける酸濃度分析には、試料中の遊離酸 ( $H^+$ ) を強塩基の水酸化ナトリウム (NaOH) 標準溶液により中和滴定することで酸濃度を求めるアルカリ中和滴定法を適用し<sup>5)</sup>、当量点の標定には電位差滴定装置を用いた。

U が含まれる試料については、NaOH 水溶液を滴下した際の硝酸ウラニルの加水分解の影響により、中和反応の終点が不安定になることを防止するため、予め試料へ硫酸アンモニウムを添加し、U をより安定な硫酸ウラニル錯体 ( $UO_2SO_4$ ) とした後に NaOH 標準溶液を添加する硫酸アンモニウム添加／アルカリ中和滴定法を適用した<sup>7)</sup>。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### (4) $\gamma$ 線放出核種濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける  $^{241}Am$  や  $^{137}Cs$  等の  $\gamma$ 線放出核種の放射能濃度分析には、高純度ゲルマニウム半導体検出器 (HPGe) を用いた  $\gamma$ 線スペクトル計測法を適用した<sup>8)</sup>。本法は、HPGe に入射した  $\gamma$ 線が、検出器中の電子と相互作用した結果生ずる二次電子を検出し、マルチチャンネルアナライザ (MCA) にて核種固有の  $\gamma$ 線エネルギーに応じた計数値を測定することで核種毎に濃度を定量するものである。試料は、自己吸収及び検出器の不感時間 (数え落とし) 等の影響を考慮して推定濃度に応じて 1~100 倍に適宜希釈し、測定時間は 10,000 秒として計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### (5) $\alpha$ 線放出核種濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける  $\alpha$ 線放出核種濃度分析には、シリコン (Si) 半導体検出器を用いた  $\alpha$ 線スペクトル計測法を適用した<sup>8)</sup>。本法は、高周波加熱により試料皿上に一定量の溶液試料を焼付けた測定試料体から放出される  $\alpha$ 線を Si 半導体検出器で検出し、MCA を用いて核種固有の  $\alpha$ 線エネルギーに応じた計数値を測定することで核種毎に濃度を定量するものである。試料は、自己吸収等の影響を考慮して 1~100 倍に希釈し、測定時間を 3,000 秒として計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回



の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (6) 密度測定

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける密度測定には、高精度かつ短時間で測定が可能な振動式密度測定法を適用した<sup>5)</sup>。本法は、試料を振動セルに導入し、その固有振動数から試料の密度を測定するものである。工程管理分析では、計量管理分析と比較して要求精度が低いことから、簡易型の振動式密度計を使用した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い、分析開始前には純水の測定を実施し、測定値と測定温度での純水の密度の差が±0.001 g/cm<sup>3</sup>であることを管理範囲内として装置の性能を確認することで、分析の品質を管理した。

#### (7) 全γ放射能濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける全γ放射能濃度分析には、NaI(Tl)検出器により、試料溶液から放出されるγ線をエネルギー分解なしに計測する全γ線計測法を適用した<sup>5)</sup>。試料の放射能濃度が高い場合は自己吸収及び検出器の不感時間（数え落とし）等の影響を考慮して放射能濃度に応じて 25～100 倍に適宜希釈し、測定時間を 60 秒として計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (8) 鉄 (Fe) 濃度の分析

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける Fe 濃度分析は、工程内で用いられているステンレス鋼製の配管及び各貯槽の腐食状況等を把握するために実施した。分析法には、ICP 発光分光分析法と比較してグローブボックス内でも比較的簡便に取扱いが可能な光ファイバー式分光光度計を用いる *o*-フェナントロリン吸光光度法を適用した<sup>5)</sup>。

本法では、試料に還元剤としてアスコルビン酸を添加して Fe(II)に還元した後、*o*-フェナントロリン-酢酸アンモニウム混合溶液を添加して *o*-フェナントロリン-Fe(II)錯体の最大吸収波長 508 nm における吸光度から定量した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (9) ヒドラジン (N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>) 濃度の分析

N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>は TRP の Pu 抽出工程において還元補助剤として使用されており、N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>濃度が高くなった場合に硝酸との反応や自己分解により水素ガス等を発生する可能性がある。低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて、プロセス内で N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>の使用はないものの、送液にあたっては、念のため N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>の濃度管理を実施した。N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>濃度の分析には、*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド溶液を呈色試薬とする *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド吸光光度法を適用した<sup>5)</sup>。本法では、試料に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドを添加し、*p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド-N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>化合物の最大吸収波長 460 nm における吸光度から N<sub>2</sub>H<sub>5</sub><sup>+</sup>を定量した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となること

を管理基準値として分析の品質を管理した。

### 2.1.2 分析処理件数

工程管理分析について、低濃度の Pu 溶液等の取出しに係る分析項目と各サンプリングポイントにおける分析件数を Fig.2 に示す。低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて実施した工程管理分析は全部で約 450 件であった。主な分析項目は Pu 濃度、U 濃度、酸濃度、密度、全 $\gamma$ 放射能濃度であり、低濃度の Pu 溶液等の取出しで実施した工程管理分析全体の約 92%を占めた。

## 2.2 計量管理分析

TRP における核物質の計量管理では、再処理工程内に定められた物質収支区域毎に核物質の増減と在庫量を正確に把握する必要がある。工程洗浄における低濃度の Pu 溶液等の取出しでは、計量ポイントとして Pu 製品貯槽等からの低濃度の Pu 溶液及び U 溶液を集約する Pu 溶液受槽、送液先である高放射性廃液蒸発缶が該当するため、各ポイントにおける溶液中の Pu 濃度、U 濃度とその同位体組成の分析を実施した。また、各貯槽における核物質量は、貯槽内の圧力と溶液の密度から得られる液量と核物質濃度から算出するため、溶液の密度も測定した。計量管理分析で得られる分析値は、核物質の移動量の管理や IAEA への核物質在庫量の申告等に使用するため、精密な分析が求められる。Table 2 に計量管理分析のサンプリングポイントと分析項目、分析法、使用した分析装置を示すとともに、以下に詳細を報告する。

### 2.2.1 分析法の検討

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける計量管理分析については、従来から再処理工程の計量管理分析法として実績のある表面電離型質量分析計 (TIMS) を用いた同位体希釈質量分析法 (IDMS)、Pu(VI)吸光光度法、TTA キシレン抽出/α線計測法、酢酸エチル抽出/DBM 吸光光度法を適用した。なお、低濃度の Pu 溶液等の取出しの開始にあたり、IDMS 用スパイクの調製、Pu(VI)吸光光度法による定量下限値の評価を実施した。

#### (1) IDMS 用スパイクの調製

IDMS は、濃度及び同位体組成が既知の標準試料 (スパイク) を試料に添加し、スパイク添加前後の同位体比を TIMS により測定して元素濃度を求める方法である<sup>9)</sup>。低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいては、TRP で調製した Pu 含有量の異なる 2 種類のスパイクを使用した。スパイクの組成を Table 3 に示す。スパイクは、予想される Pu 濃度が 0.2 g/L 以上の試料に対しては高濃度用スパイクを、予想される Pu 濃度が 0.1 g/L 以上 0.2 g/L 未満の試料に対しては低濃度用スパイクを使用し、高濃度用スパイクには、Pu の他、U も同時測定できるように U を添加した Pu・U の混合スパイクとした。

IDMS では、試料及びスパイクとその混合物の同位体比の変化量から各元素濃度を算出するため、試料中の Pu、U 推定含有量と IDMS による対象元素の濃度算出式を偏微分して得られる式(1)から、試料とスパイクの混合比率に応じた測定の誤差の拡大係数となる EMF (Error Magnificent Factor) を確認した<sup>9), 10)</sup>。

$$\text{EMF} = \left[ \frac{\sigma(q)}{q} \right]^2 = \frac{(1+q)^2(1+R_x)^2}{q^2(R_y - R_x)^2(1+R_y)^2} \varepsilon^2 R_y^2 + \frac{(1+q)^2(1+R_y)^2}{q^2(R_y - R_x)^2(1+R_x)^2} \varepsilon^2 R_x^2 + \frac{[qR_x(1+R_y) + R_y(1+R_x)]^2 [q(1+R_y) + (1+R_x)]^2}{q^2(R_y - R_x)^2(1+R_x)^2(1+R_y)^2} \quad \dots (1)$$

ここで、 $R_x$  は試料の同位体比の測定値、 $R_y$  はスパイクの同位体比の測定値、 $q$  は試料とスパイクの原子数の比 (モル比)、 $\sigma(q)$  は  $q$  の測定標準偏差、 $\varepsilon$  は同位体比測定の相対標準偏差である。

低濃度の Pu 溶液等の取出しで送液する試料の濃度は、事前の分析結果を基に Pu 濃度は約 0.2 ~4 g/L、U 濃度は約 40 g/L と推定した。通常、IDMS では試料を約 1 mL 採取して測定を実施することから、試料中の Pu 量は約 0.2~4 mg、U 量は約 40 mg となる。このため、工程洗浄の低濃度の Pu 溶液には高濃度用スパイクを使用し、式(1)より Pu 及び U の EMF が最小値付近となる Pu が 2 mg ( $^{239}\text{Pu}$  含有率：約 98 wt%)、U が 1 mg ( $^{235}\text{U}$  含有率：約 93 wt%) 程度となるように調製した。また、洗浄液中の Pu 濃度は、事前の分析結果及び洗浄による Pu 量と液量の変化からの計算結果を基に約 0.2 g/L 以下と推定した。このため、洗浄液には低濃度用スパイクを使用し、式(1)から、EMF が最小値付近となる Pu 量として 0.2 mg ( $^{239}\text{Pu}$  含有率：約 98 wt%) 程度となるように調製した。

なお、スパイクの原料は、米国 New Brunswick Laboratory 製の認証標準物質である Pu 金属標準物質 CRM-126 及び U 金属標準物質 CRM-116 を使用した<sup>10)</sup>。

## (2) 硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化/Pu(VI)吸光光度法による定量下限値の評価

低濃度の Pu 溶液等の取出しでは、洗浄液中の Pu 濃度はプロセス内の洗浄回数の増加に伴い mg/L オーダーから  $\mu\text{g/L}$  オーダーまで低下することが予想された。このため、IDMS を適用できない低濃度の試料に対しては、精度は劣るがより下限値の低い Pu(VI)吸光光度法<sup>4)</sup>または TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法<sup>5)</sup>を適用する必要があるがあった。Pu(VI)吸光光度法は、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法と比較して下限値は劣るが高精度な分析が可能なることから、Pu(VI)吸光光度法を優先的に適用することとし、ここでは Pu(VI)吸光光度法の適用濃度域を決定するため、Pu(VI)吸光光度法の定量下限値を評価した。

定量下限値の評価にあたっては、Pu 濃度が 0~20 mg/L の試料（硝酸濃度：3 M）を調製し、酸化剤である硝酸アンモニウムセリウム(IV)水溶液を添加して、Pu の価数を Pu(VI)に調整した。試料を光路長 1 cm の石英セルに入れて、分光光度計にて波長 830 nm における Pu(VI)の吸光度を測定し、Pu 濃度と吸光度の関係を求めた。ブランク（3 M 硝酸）について 1 日あたり 5 回の繰返し測定を 4 日間実施し、ブランクの繰返し測定結果の標準偏差 ( $\sigma$ ) より下限値を評価した。その結果、検出下限値 ( $3\sigma$ ) は 0.35 mg/L、定量下限値 ( $10\sigma$ ) は 1.2 mg/L であった。この結果より、Pu(VI)吸光光度法は予想される Pu 濃度が 0.01 g/L までの試料に適用し、それ以下の Pu 濃度が予想される試料には TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用することとした。

### 2.2.2 Pu 溶液受槽における分析法の概要

計量ポイントである Pu 溶液受槽においては、受入前に Pu 溶液貯槽内に残留していた送液残液（ヒール液）、各貯槽から受入れた低濃度の Pu 溶液及び Pu・U 混合溶液、洗浄液中の Pu 濃度、U 濃度とその同位体組成の分析、密度の測定を実施した。以下に分析法の概要を示す。Pu、U 濃度の分析については、予想される試料濃度と Table 4 に示す各分析法の適用範囲に基づき、適切な分析法を選択した。

#### (1) ヒール液中の Pu 濃度分析

Pu 溶液受槽に残留していたヒール液は洗浄液であり、Pu 濃度は  $\mu\text{g/L}$  オーダーと予想された



め、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用し、工程管理分析と同様の手順で分析した。再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い分析は N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 12%未満となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

なお、TRP の再処理運転において、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用する際は、主に ORIGEN 計算コードにより試料の Pu 比放射能を算出し、Pu 濃度の放射能濃度から質量濃度への換算を行っていた。今回の低濃度の Pu 溶液等の分析においては、その同位体組成の事前分析結果から Pu 比放射能を算出し、Pu 濃度の質量濃度への換算を行った。

### (2) 低濃度の Pu 溶液中の Pu 濃度と同位体組成の分析

低濃度の Pu 溶液中の Pu 濃度分析は、試料濃度が 0.2 g/L 以上と推定されたため、高濃度用スパイクを用いた IDMS を適用した。Pu の IDMS 分析フローを Fig. 3 に示す。試料とスパイクを混合後、4 価のアクチノイド元素に対し優れた吸着特性を有する第 4 級アミンを主成分とする固相抽出剤 (Eichrom 製 TEVA-resin) を用いて測定を妨害する U、Am と Pu を分離した。はじめに、試料とスパイクの混合物へ硫酸鉄(II)ースルファミン酸混合水溶液を添加して Pu の原子価を全て Pu(III)に還元した後、亜硝酸ナトリウム水溶液を添加して Pu(IV)に酸化し原子価を統一した。原子価調整した試料を約 95°C に加熱したヒーター上で乾固寸前まで加熱濃縮した。これに TEVA-resin への Pu(IV)の分配が最大となる 3 M 硝酸を添加して再溶解し、得られた溶液を TEVA-resin を充填したカラムに通液して Pu を吸着させた。次に、0.5 M 硝酸を通液し、カラム内に残った Am 等の共存元素やスパイクに含まれる U を除去した。最後に、1%アスコルビン酸を含む 0.01 M 硝酸溶液をカラムへ通液し、TEVA-resin に吸着した Pu(IV)を Pu(III)に還元しつつ溶離した。回収した Pu 溶液は、加熱濃縮して 1  $\mu$ L あたりの Pu 量が 100 ng 程度となるように 1 M 硝酸で再溶解し濃度を調整した。再溶解液 1  $\mu$ L を、フィラメントと呼ばれるタングステンの薄板上にピペットで塗布して乾燥・固着させた。試料を固着したフィラメントを TIMS にセットして、同位体比 ( $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ ) を測定し、Pu 濃度を算出した。

同位体組成分析では、試料とスパイクの混合は行わず、Fig. 3 に示すフローと同様に Pu を精製して TIMS により同位体比 ( $^{238}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{241}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ ) を測定して求めた。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析において IDMS は分析値の差が 0.5%以内、同位体組成の分析は  $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$  の差が 0.2% 以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### (3) Pu・U 混合溶液中の Pu、U 濃度と同位体組成の分析

Pu・U 混合溶液中の Pu、U 濃度分析は、U を含有する高濃度用スパイクを用いた IDMS を適用した。処理フローを Fig. 4 に示す。Pu・U 混合溶液については、TIMS の測定に先立ち、Pu と U を分離する必要があるため、本法では陰イオン交換樹脂により Pu と U の分離を行った。陰イオン交換分離は、スチレンジベニルベンゼン共重合体格子に結合した第 4 級アンモニウム官能基を有する強塩基性の陰イオン交換樹脂 (Bio-Rad 製 AG 1-X2 200~400 mesh) を使用した。

操作は、試料とスパイクを混合して均一に攪拌し、乾固寸前まで加熱濃縮後、陰イオン交換樹脂への分配係数が最大となる 8 M 硝酸で溶解した。これを陰イオン交換樹脂で充填したカラムに

通液し、Pu と U を陰イオン交換樹脂に吸着させた。さらに、8 M 硝酸を通液して Am 等の共存成分を除去し、次に 3 M 硝酸を通液して樹脂に吸着した U を溶離、回収した。その後、0.01 M 硝酸を通液することで Pu を溶離した。Pu の溶離液については、混入する微量の U を除去するため、低濃度の Pu 溶液の分析フローと同様に TEVA-resin による分離を行った。分離した Pu 溶液及び U 溶液は、それぞれ乾固寸前まで加熱濃縮した後、元素重量が 1  $\mu$ L あたり 100 ng 程度となるよう 1 M 硝酸に溶解し、フィラメントにピペットで 1  $\mu$ L 塗布して乾燥・固着させた。Pu、U それぞれの同位体比 ( $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) を TIMS にて測定し、Pu、U 濃度を算出した。

同位体組成の分析は、試料とスパイクの混合は行わず、Fig. 4 に示すフローと同様に Pu、U をそれぞれ分離し、TIMS にて同位体比 ( $^{238}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{241}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 、 $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) を測定して求めた。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析において IDMS は分析値の差が 0.5%、同位体組成の分析は、Pu は  $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$  の差が 0.2%以内、U は  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  の差が 0.5%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (4) 洗浄液中の Pu、U 濃度と同位体組成の分析

洗浄初期における洗浄液中の Pu、U 濃度の分析は、工程内の洗浄操作に入る前の低濃度の Pu 溶液、Pu・U 混合溶液と同様の手法により実施したが、洗浄回数の増加に伴い Pu、U ともに濃度が低下した。このことから、予想される濃度と Table 4 に示す各分析法の適用範囲に基づき、予想される Pu 濃度が 0.1 g/L 以上の試料については IDMS、0.02 g/L 以上の試料については Pu(VI)吸光光度法、0.02 mg/L 以上の試料については TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用した。また、U 濃度分析は、予想される濃度が 0.5 g/L 以上の試料については IDMS、0.01 g/L 以上の試料については酢酸エチル抽出/DBM 吸光光度法を適用した。

#### (5) 密度測定

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける密度測定には、振動式密度測定法を適用した。本法は、装置内の U 字型のガラスまたはステンレス製のチューブ内に吸引・充填された試料の密度をチューブの振動数から測定する方法である。計量管理分析における密度測定においても、工程管理分析と同様に振動式密度測定法を適用したが、計量管理分析では分析の目的上、正確な測定結果が求められることから、高精度な測定が可能な振動式密度計を適用し、測定日毎に乾燥空気及び超純水の密度測定後、硝酸 Pu 溶液と密度値が近い硝酸セリウム溶液の密度 (約 1.5 g/cm<sup>3</sup>) をワーキングスタンダードとして測定し、装置の健全性を確認した。また、計量管理分析における密度測定では、恒温槽を用いて 31 $\pm$ 0.1 $^{\circ}$ C の恒温条件下で測定を実施した。分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 0.04%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### 2.2.3 高放射性廃液蒸発缶における分析法の概要

高放射性廃液蒸発缶において計量管理分析の対象となったサンプルは、Pu 溶液受槽から送液された低濃度の Pu 溶液、洗浄液であり、Pu、U 濃度と同位体組成の分析を実施した。なお、再処理運転中の高放射性廃液蒸発缶中の溶液は、Pu を含む使用済燃料の不溶解成分が残渣（スラッジ）として混入しており、従来、この蒸発缶から採取された試料中の Pu 分析では、フッ化水素酸と硝酸の混合酸によるスラッジ中の Pu 溶解操作を行っているが<sup>11)</sup>、低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて採取された試料には残渣が確認されなかったため、溶解操作を実施しなかった。

#### (1) Pu 濃度の分析

Pu 濃度分析には、Pu 濃度に応じて Pu(VI)吸光光度法または TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法を適用して、分析操作は工程管理分析と同様の手順で分析した。それぞれの分析における報告下限値は、Pu(VI)吸光光度法は約 0.02 g/L、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法は約 0.02 mg/L とした。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が Pu(VI)吸光光度法は 15%未満、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法は 12%未満となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (2) U 濃度の分析

U 濃度分析には、U・酸同時滴定法または酢酸エチル抽出/DBM 吸光光度法を適用し、分析操作は工程管理分析と同様の手順で実施した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%未満となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (3) 同位体組成の分析

Pu、U 同位体組成の分析は、Fig. 5 に示すフローに従い、TIMS を用いた質量分析法により行った。Pu、U の分離精製操作は、固相抽出剤（U：Eichrom 製 UTEVA-resin、Pu：Eichrom 製 TEVA-resin）を用いて、Pu 溶液受槽における Pu・U 混合溶液中の同位体組成分析と同様の手順で実施した。Pu、U 精製試料は、加熱濃縮した後、1 M 硝酸で再溶解し、フィラメントに 1  $\mu$ L 塗布して TIMS で測定した。同位体組成の分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析において IDMS は分析値の差が 0.5%、同位体組成の分析は、Pu は  $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$  の差が 0.2%以内、U は  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  の差が 0.5%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### 2.2.4 分析処理件数

計量管理分析について、低濃度の Pu 溶液等の取出しに係る分析項目と各サンプリングポイントにおける分析件数を Fig. 6 に示す。低濃度の Pu 溶液等の処理において実施した計量管理分析は 208 件であった。その内訳は Pu 濃度が 27 件、U 濃度が 9 件、Pu 同位体組成が 100 件、U 同位体組成が 52 件、密度が 20 件であった。

## 2.3 分析結果

### (1) Pu 溶液受槽における分析結果

Pu 溶液受槽における代表的な分析結果を Table 5 に示す。Pu 濃度と U 濃度は洗浄回数が増えるにつれて減少していき、洗浄により工程内の核物質の大部分が回収されていることが確認できた。Pu の同位体組成については、ヒール液から最後の洗浄液まで同位体組成はほとんど変化しなかったが、U の同位体組成については、低濃度の Pu 溶液、Pu・U 混合溶液では一定であったものの、5 回目の洗浄液から変化が見られた。これについて、Pu 製品貯槽内に残留していた Pu からの壊変により U が生成し、洗浄液に壊変由来の U が含まれると仮定して、Pu 溶液受槽に残留していたヒール液や各溶液の Pu 濃度とその同位体組成、移送量、Pu 同位体の半減期から、Pu 溶液受槽の試料中の U 濃度とその同位体組成のトレンドを計算したところ、最も大きく同位体組成が変化した 7 回目の洗浄液における計算値が、 $^{234}\text{U}$  が 6.43%、 $^{235}\text{U}$  が 1.78%、 $^{236}\text{U}$  が 2.22%、 $^{238}\text{U}$  が 89.47% となり、分析値と概ね一致した。このことから、洗浄液中の U 同位体組成が変化した理由は、押し出し洗浄により Pu・U 混合溶液由来の U 成分が減少し、Pu 溶液からの壊変由来の U が支配的となったためと考えられる。

### (2) 高放射性廃液蒸発缶における分析結果

高放射性廃液蒸発缶における代表的な分析結果を Table 6 に示す。Pu 溶液受槽から高放射性廃液蒸発缶へ送液されるまで工程内の様々なプロセスを経由し、別の貯槽からの溶液の流入もあるため、濃度の変化について一様な評価はできないが、最終バッチにおける Pu 濃度と U 濃度の分析結果から、工程洗浄における目標の洗浄効果 (Pu : 10 mg/L 以下、U : 1 g/L 以下) が達成されたことを判断した。

## 2.4 査察対応

工程洗浄における低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいては、IAEA の保障措置の要件に対応するため、査察への対応を実施した。査察では、TRP の各工程から採取された試料を、IAEA の保障措置分析施設及び原子力規制庁から委託を受けた核物質管理センター（NMCC）の保障措置分析施設へ輸送することが求められるため、IAEA 及び国の査察官の監視下で試料の前処理（収去処理）を行った。また、査察官が立会わない時は収去処理操作を行わず、試料は XCAM と呼ばれる監視カメラにて常時監視することで、保障措置に関する知識の継続性（Continuity of Knowledge）を担保した。

低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいては、査察対象が Pu 溶液受槽、高放射性廃液蒸発缶となった。Pu 溶液受槽においては、残留していたヒール液、Pu 溶液受槽に受入れた低濃度の Pu 溶液の 3 バッチ、Pu・U 混合溶液の 2 バッチ、洗浄液はランダムで採取された 4 バッチが収去対象となり、高放射性廃液蒸発缶については、移送される溶液の中でランダムに採取された 3 バッチが収去対象となった。

### 2.4.1 Pu 溶液受槽から採取した試料の収去処理

Pu 溶液受槽における収去処理は、IAEA との事前協議に基づいて決定した分析フローに従って実施した。操作は全て TRP の分析所のグローブボックスにおいて実施した。先行して実施した工程管理分析値の Pu 濃度が 1 g/L 以上の Pu 溶液、Pu・U 混合溶液及び洗浄液の収去処理は Fig. 7 に示すフローに従い実施した。これらの試料は、輸送用の識別番号が印字されたガラスバイアルに 1 mL を分取して秤量後、加熱し乾固状態とした。なお、査察官による乾固状態とバイアルの識別番号の確認が行われたものからアルミキャップを取り付け、IAEA へ送付する試料はさらに封印シール付き容器である SVSC（Sample Vial Secure Container）へ封入し、その後、IAEA、NMCC の各分析施設へ搬出した。

また、工程管理分析値の Pu 濃度が 1 g/L 未満の洗浄液については、査察官との事前協議により、IAEA が供給するスパイクと混合する収去処理を実施した。Fig. 8 に収去処理のフローを示す。予め IAEA により供給されたスパイク乾固物の入ったバイアルを準備し、ここへ Pu 溶液受槽から採取された洗浄液を一定量添加し、30 分間加熱してスパイク乾固物を溶解させた上で攪拌して試料とスパイクを均一に混合した。この溶液 0.2 mL を IAEA 及び NMCC の輸送用ガラスバイアルへそれぞれ分取し加熱乾固してキャップを取付け各分析施設へ搬出した。なお、試料の分取量と希釈量は、各分析施設での分析に必要な試料量（Pu 量として 0.1 µg 以上）を担保できるように適宜調整した。また、IAEA より提供されたスパイクは、試料中に含まれないマイナーな質量数の  $^{242}\text{Pu}$ 、 $^{233}\text{U}$  をトレーサーとするスパイクの乾固物であった。

### 2.4.2 高放射性廃液蒸発缶から採取した試料の収去処理

高放射性廃液蒸発缶における洗浄液の収去処理は、工程洗浄の第 1 ステップであるせん断粉末の取出し時における高放射性廃液の処理と同様の方法で実施した<sup>3)</sup>。収去処理は、TRP で貯蔵している高放射性廃液に対して IAEA との合意に基づき定常的に実施している収去処理フローに基づき実施した。操作は、同位体測定用の空のバイアル 1 本とスパイクの入ったバイアル 2 本を準



備し、それに高放射性廃液蒸発缶から採取した試料をそれぞれ 1 mL 分取した。分取した各試料に 0.01 M フッ化水素酸と 8 M 硝酸の混合酸を添加して乾固寸前まで加熱し、スラッジ中に含まれる Pu の溶出操作を行った。加熱濃縮した試料は、3 M 硝酸を添加して再溶解後、ろ過して残渣を取り除いた。次に、回収したろ液から 1 mL を分取し、3 M 硝酸で約 200 倍に希釈した。IAEA と NMCC のそれぞれの輸送用のバイアルへ、1 バイアルあたり Pu 量が 2  $\mu\text{g}$  以上となるように希釈試料の採取量を調整し分取した。高放射性廃液蒸発缶から採取された収去試料の分取操作は、全てピペットによる容量分取とした。NMCC へ送付する試料については、イオン交換樹脂 (Bio-Rad 製 AG 1-X2 200~400 mesh) を用いて核分裂生成物を除去した。以降の輸送用バイアルへ分取した試料の乾固から搬出までの操作については、Fig. 8 に示すフローと同様に実施した。

### 3. ウラン溶液等の取出しにおける分析業務

工程洗浄の第3ステップのU溶液等の取出しでは、Fig. 1に示す再処理工程図の黄色枠で囲む範囲を対象として実施した。U溶液等の取出しでは、分離精製工場とPu転換技術開発施設(PCDF)のUNH貯槽に残留するU溶液をU脱硝施設へ移送し脱硝処理を行い、U溶液を $UO_3$ の粉末とした。その後、U溶液の移送に使用した配管、貯槽等の系統を硝酸と純水で洗浄し、低放射性廃液として処理(押し出し洗浄)した。 $UO_3$ は貯蔵容器へ充填後、U製品貯蔵施設へ搬出し貯蔵した。U溶液等の取出し作業は、2023年12月4日に開始し、2024年2月5日に完了した(押し出し洗浄については2月末に終了)。以下にU溶液等の取出しに係る工程管理分析、計量管理分析に適用した分析法の概要、分析結果について記す。

#### 3.1 工程管理分析

U溶液等の取出しにおいては、脱硝するU溶液及び硝酸と純水により工程内を洗浄した洗浄液、脱硝により製造した $UO_3$ の分析を行った。工程管理分析では、主にU溶液や洗浄液中のU濃度、酸濃度、密度、放射能濃度、 $UO_3$ の粒度分布及び付着水分等について分析を行った。Table 7に工程管理分析において分析対象とした試料のサンプリングポイント、分析項目、分析法及び分析装置を示す。U溶液等の取出しでは、工程洗浄終了の判断指標となる洗浄液の分析結果について、分析依頼元のニーズである当日中の報告に対応できるように迅速に分析結果が得られる分析法を選定した。

##### 3.1.1 ウラン溶液、洗浄液の分析法の概要

###### (1) U濃度の分析

U濃度の分析には、低濃度のPu溶液等の取出しと同様に、電位差滴定によるU・酸同時滴定法または酢酸エチル抽出/DBM吸光光度法を適用した。なお、吸光光度法によるU分析において、測定妨害となるPuが含まれていない溶解液受槽、蒸発缶凝縮液中間貯槽については、酢酸エチルによる抽出操作を行わず、試料とDBMを直接反応させた後、410 nmにおける吸光度から定量した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従いN=2で実施し、2回の分析値の差が10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

###### (2) Pu濃度の分析

U溶液中の微量Puの分析においては、Pu濃度が1 mg/L未満の試料に適用可能な分析法として、TTAキシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法または試料中のPuの $\alpha$ 線を分離前処理なしで直接計測する直接 $\alpha$ 線計測法を適用した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従いN=2で実施し、2回の分析値の差が20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

###### (3) 酸濃度の分析

酸濃度の分析には、低濃度のPu溶液等の取出しと同様に、アルカリ中和滴定法を適用し、U溶

液中の酸濃度の分析については、硫酸アンモニウム添加／アルカリ中和滴定法を適用した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (4) 密度測定

密度測定については、低濃度の Pu 溶液等の取出し時と同様に振動式密度測定法を適用した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い分析開始前には純水の測定を実施し、測定値と測定温度における純水の密度との差が $\pm 0.001 \text{ g/cm}^3$ であることを確認することで装置の健全性を確認し、分析の品質を管理した。

#### (5) 全 $\gamma$ 放射能濃度の分析

全 $\gamma$ 放射能濃度の分析については、低濃度の Pu 溶液等の取出し時と同様に全 $\gamma$ 線計測法を適用し、1～25 倍に希釈した試料を、測定時間を 60 秒として計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (6) 全 $\alpha$ 放射能濃度の分析、全 $\beta$ 放射能濃度の分析

U 溶液等の処理等における全 $\alpha$ 放射能濃度分析には、ZnS(Ag)検出器を用いて試料から放出される $\alpha$ 線をエネルギー分解なしに計測（全 $\alpha$ 線計測法）した<sup>9)</sup>。また、全 $\beta$ 放射能濃度分析には、GM 計数管を用いて試料から放出される $\beta$ 線をエネルギー分解なしに計測（全 $\beta$ 線計測法）した。全 $\alpha$ 線計測、全 $\beta$ 線計測ともに、測定時間を 1～30 分として計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (7) 水酸化物イオン ( $\text{OH}^-$ ) 濃度、炭酸イオン ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) 濃度の分析

U 溶液等の取出しにおける  $\text{OH}^-$  濃度分析及び  $\text{CO}_3^{2-}$  濃度分析には、水相試料中の塩基を強酸により中和滴定する酸中和滴定法を適用した<sup>9)</sup>。本法は、 $\text{OH}^-$  と  $\text{CO}_3^{2-}$  が共存している溶液を酸により滴定し、最初に強塩基である  $\text{OH}^-$  が中和された後、弱塩基である  $\text{CO}_3^{2-}$  が中和される 2 段の滴定曲線を得て、それぞれの終点から  $\text{OH}^-$  濃度と  $\text{CO}_3^{2-}$  濃度を求めるものである。測定には電位差滴定装置を使用した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (8) $^{235}\text{U}$ 濃縮度の分析

U 溶液等の取出しにおける  $^{235}\text{U}$  濃縮度分析には、HPGe を用いた $\gamma$ 線計測法を適用した<sup>12)</sup>。本法では、試料セルに封入した試料溶液から放出される $\gamma$ 線を HPGe で測定し、 $^{235}\text{U}$  に固有の $\gamma$ 線エネルギー（185.7 keV）に応じた計数値から  $^{235}\text{U}$  濃度を求め、予め吸光光度法または滴定法により定量した試料中の U 濃度で除することで  $^{235}\text{U}$  濃縮度を算出する。各分析は、再処理施設品質保証計



画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

### 3.1.2 三酸化ウラン粉末の分析法の概要

#### (1) 粒度分布の測定

U 溶液等の取出しにおける  $\text{UO}_3$  の粒度分布測定には、音波振動式全自動ふるい分け粒度分布測定装置を用いた標準ふるい法を適用した<sup>5)</sup>。本法は、 $\text{UO}_3$  約 10 g を、ふるいの最上段に投入してから 15 分間振動させた後、 $\text{UO}_3$  がふるい分けられた各ふるいの重量を装置内の天秤で秤量し、その重量割合から粒度分布を求めるものである。ふるいは、425  $\mu\text{m}$  以上、425～300  $\mu\text{m}$ 、300～212  $\mu\text{m}$ 、212～150  $\mu\text{m}$ 、150～106  $\mu\text{m}$ 、106～63  $\mu\text{m}$ 、63～45  $\mu\text{m}$ 、45  $\mu\text{m}$  未満の 8 種類のメッシュサイズのものを使用した。

本法で使用した粒度分布測定装置は、前回の TRP の U 脱硝運転以来、約 15 年間使用を休止していたことから、U 溶液等の取出し開始前に標準粉体（日本粉体工業技術協会製 JIS 試験用粉体 11 種（けい砂））を測定し、測定値と標準粉体の表示値の比較により、装置の健全性を評価した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い、分析開始前には標準分銅を測定し、秤量器の健全性を確認することで、分析の品質を管理した。

#### (2) 付着水分の分析

U 溶液等の取出しにおける  $\text{UO}_3$  中の付着水分の分析については、加熱した  $\text{UO}_3$  粉末にキャリアガスとして乾燥  $\text{N}_2$  ガスを導入し、 $\text{UO}_3$  の加熱により発生した水分（蒸気）を滴定セル内のカールフィッシャー試薬中に導入して電量滴定法（カールフィッシャー滴定法）により水分量を定量する水分気化—電量滴定法を適用した<sup>13)</sup>。

使用した水分気化—電量滴定法水分測定装置は、前回の TRP の U 脱硝運転以来、約 15 年間使用を休止していたことから、装置の健全性を確認するため、標準試料（酒石酸カリウム（含水率 3.82%））の水分量を 5 回測定し、保証値に対し  $\pm 5\%$  の範囲内の値が安定して得られることを確認した上で使用した。

#### (3) フッ素、塩素、硝酸成分の分析

$\text{UO}_3$  中に含まれるフッ素、塩素、硝酸成分については、 $\text{UO}_3$  を水に浸漬して加熱し、陰イオンとして水溶液中に溶出させた上で測定した。水溶液中の陰イオンの測定では、過酸化水素を添加して水中の U を水酸化物として沈殿させてろ過することにより除去した後、イオンクロマトグラフを用いて定量した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 10%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (4) $\gamma$ 線放出核種濃度の分析

$\text{UO}_3$  中の  $\gamma$ 線放出核種濃度の分析では、低濃度の Pu 溶液等の取出しと同様に HPGe を用いた  $\gamma$ 線スペクトル計測法を適用した。 $\text{UO}_3$  中の  $\gamma$ 線放出核種濃度分析では、 $\text{UO}_3$  を硝酸で加熱溶解した後、

溶解液を試料セルに 1 mL 封入し、測定時間 10,000 秒で計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### (5) $\alpha$ 線放出核種濃度の分析

UO<sub>3</sub> 中の $\alpha$ 線放出核種として、Pu、Np、Am、Cm を測定対象（Am、Cm については合算値）とし、各濃度の分析には、低濃度の Pu 溶液等の取出しと同様に半導体検出器を用いた $\alpha$ 線スペクトル計測法を適用した。分析は、UO<sub>3</sub> を硝酸で溶解した後、Pu については、TTA キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法と同様の手順で Pu を分離後、測定することで分析した。Np は UO<sub>3</sub> の溶解液にスルファミン酸第 1 鉄溶液を添加して Np の原子価を Np(V)から Np(IV)に調整し、TTA キシレン相に抽出し Np を分離した。共存する Pu が Np と合わせて TTA キシレン相に抽出されないようにするため、水相試料には 1%アスコルビン酸を添加し、Pu の原子価を非抽出性の Pu(III)にすることで、Np のみを選択的に TTA キシレン相に抽出分離後、測定することで分析した。また、Am・Cm は、TBP/ドデカン抽出分離法を適用し、Pu、Np、U を TBP/ドデカンに抽出し、水相に残留する Am と Cm を測定することで分析した。分離後の各溶液は、測定試料皿に一定量分取し加熱乾固した後、高周波加熱により焼きつけたものを測定試料体とし、そこから放出される $\alpha$ 線を、測定時間 6,000 秒で計測した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い N=2 で実施し、2 回の分析値の差が 20%以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### 3.1.3 分析処理件数

U 溶液等の取出しに係る工程管理分析について分析項目と各サンプリングポイントにおける分析件数を Fig. 9 に示す。U 溶液等の取出しにおいて実施した工程管理分析は全部で約 230 件であった。主な分析項目は U 濃度、酸濃度、密度、全 $\gamma$ 放射能濃度であり、U 溶液等の取出しで実施した工程管理分析全体の約 73%を占めた。

### 3.2 計量管理分析

分離精製工場及び PCDF に残留する U 溶液については、脱硝施設の UNH 貯槽に集約し、脱硝処理の後、U 貯蔵所へ搬出し貯蔵した。脱硝施設と U 貯蔵所は物質収支区域が異なることから、搬出前に U を計量する必要がある。U 溶液等の取出しにおいては、この U の計量を目的とした  $\text{UO}_3$  の U 濃度（純度）とその同位体組成について分析を行った。また、U 溶液等の取出しにおける査察による試料の収去は、IAEA との事前協議において収去しないこととなり、実施されなかった。Table 8 にサンプリングポイントと分析項目、分析法を示すとともに、以下に詳細を報告する。

#### 3.2.1 分析法の概要

##### (1) U 濃度（純度）の分析

U 溶液等の取出しにおける  $\text{UO}_3$  中の U 純度の分析には、加熱重量法を適用した。本法は、 $\text{UO}_3$  を一定量採取した後、空気中で  $900^\circ\text{C}$  以上に加熱して  $\text{UO}_3$  を八酸化三ウラン ( $\text{U}_3\text{O}_8$ ) とし、加熱前後の重量の変化から U 量を求める方法である<sup>14)</sup>。操作は、インコネル製のルツボに  $\text{UO}_3$  試料を採取し、電気炉で  $900^\circ\text{C}$  に加熱し、そのまま約 1 時間試料を加熱した後、電気炉を停止して空気中で炉の温度が下がるまで放冷した。炉内から取り出したルツボは吸湿を防ぐためシリカゲルを入れたデシケータ内でさらに放冷した後、加熱後の重量を測定して U 量を算出した。なお、本測定では、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い  $N=2$  で分析を実施し、2 回の分析値の差が 0.28% 以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

##### (2) 同位体組成の分析

$\text{UO}_3$  中の U 同位体組成は、TIMS を用いた質量分析法により分析した。 $\text{UO}_3$  試料は、硝酸で溶解・希釈後、その希釈液を分離・精製の前処理なしで直接フィラメントに塗布し、TIMS で U 同位体比 ( $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{236}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) を測定した。各分析は、再処理施設品質保証計画書に基づいて定めた分析品質保証要領に従い  $N=2$  で実施し、 $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  の 2 回の分析値の差が 0.5% 以内となることを管理基準値として分析の品質を管理した。

#### 3.2.2 分析結果

Table 9 に脱硝塔からサンプリングされた  $\text{UO}_3$  の計量管理分析の分析結果を示す。全ての試料で  $\text{UO}_3$  の U 純度は平均 82.6% であり、不純物は約 0.02% 以下であった。また、 $^{235}\text{U}$  濃縮度は全て 0.711% 以下であり、劣化ウラン相当であった。

#### 3.2.3 分析処理件数

U 溶液等の取出しに係る計量管理分析について、分析項目と分析件数を Fig. 10 に示す。分析項目は U 純度 14 件、U 同位体組成 56 件であり、総分析件数は 70 件であった。

### 3.3 三酸化ウラン粉末の品質管理分析

U 溶液等の取出しにおいて製造された  $\text{UO}_3$  については、再処理運転時に実施していた  $\text{UO}_3$  製品の品質管理と同様に、誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES) による不純物金属成分 (Ag、Al、B、Bi、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Dy、Eu、Fe、Gd、K、Li、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、Pb、Si、Sm、Sn、V、Zn の合計 26 元素) を分析した。ここでは、8 M 硝酸を用いて  $\text{UO}_3$  を溶解した後、溶解液を固相抽出剤 (Eichrom 製 UTEVA-resin) を充填したカラムに通液することにより溶解液中の U を固相抽出剤に吸着させて溶解液を回収し、さらに 8 M 硝酸を通液することによりカラムに残存する溶解液を回収して、この溶解液中の不純物金属成分を ICP-OES で測定した。試料容器 (ビーカー、メスフラスコ等) はガラス成分のコンタミネーションを防止するためテフロン製を使用し、調製に使用する全ての器具は使用前に 10%硝酸水溶液に一昼夜浸漬して、超純水で洗浄した。また、保護具として着用するゴム手袋にも Na や K 等の元素が付着しているため、作業前には必ず超純水で洗浄し、ワイプくずの少ないキムワイプで水分を拭き取って使用することで、環境からのコンタミネーションの防止を図った。

#### 4. 分析装置の校正

TRP では、主要な分析装置について、校正方法、管理基準、実施頻度を再処理施設品質保証計画書に基づいて分析品質保証要領に定め、定期的な校正管理（健全性の確認）を実施している。工程洗浄の分析に使用した主な分析装置を Fig. 11 に示す。再処理運転終了以降、使用を休止していた装置（粒度分布測定装置、水分気化—電量滴定法水分測定装置）については、工程洗浄の開始にあたり定期的な校正管理とは別に標準試料を測定し、その性能を確認した。

分析装置の校正は、TRP で定める教育・訓練管理規則に従い行われる教育を受講し、必要な技能及び十分な経験を有する者を校正担当者に指名して実施した。工程管理分析装置及び計量管理分析装置について、分析品質保証要領に定める校正方法、管理基準、実施頻度をそれぞれ Table 10、Table 11 に示す。

校正の一例として、計量管理分析で使用した TIMS の校正（健全性確認）は、Pu、U とともに認証標準物質（CRM）を用いて 1 か月に 1 回の頻度で実施している。CRM を繰返し測定した結果と、表示値との有意差検定を行い、分析品質保証要領で定める管理基準（ $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ 、 $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ ：0.1%以内）を満たしていることを確認した。

校正結果については、分析装置の名称、装置番号、設置場所、校正年月日、校正の有効期限、校正方法を記載した台帳を作成し管理した。また、校正結果は校正担当者その他、QA コーディネータが第三者として妥当性を評価した。

## 5. 分析設備

低濃度の Pu 溶液等の取出し及び U 溶液等の取出しに係る分析操作は、せん断粉末の取出しと同様に分析所の分析セルライン、グローブボックス及び局所排気装置（ヒュームフード）を用いて実施した<sup>3)</sup>。分析セルライン、グローブボックス及びヒュームフードの一例を Fig. 12 に示す。

高放射性試料は、鉛遮へい体で覆われた分析セル内で取扱い、高放射性試料の分析は、負圧が室内圧力に対し $-300 \pm 50$  Pa に管理され、閉じ込め機能が担保された分析セル内で、操作前に動作確認やブーツの状態確認を行ったマニプレータを用いて、遠隔操作で実施した。

放射線防護上、内部被ばくの防止のために厳格な閉じ込め管理が求められる Pu を含む試料は、負圧が室内圧力に対し $-300 \pm 50$  Pa に管理され、閉じ込め機能が担保されたグローブボックス内で、ピンホールや劣化によるひび割れ、グローブ表面の汚染がないことを確認したグローブを介して取扱った。

U のみの試料については、作業の開始前の汚染検査によりヒュームフードの開口部付近に汚染がなく、換気が正常で外部への漏えいが抑制されているヒュームフードで取扱った。また、一部の U 試料については、分析装置が設置されている場所の関係上、グローブボックスでも取扱った。

また、各分析設備については、使用前点検のほか、月例点検、半年点検等において詳細な点検保守を実施し、工程洗浄の期間中、不具合はなかった。

## 6. 分析に伴う廃棄物の発生量

### 6.1 固体廃棄物

#### (1) 低濃度の Pu 溶液等の取出し期間中における発生量

低濃度の Pu 溶液等の取出しの期間内における廃棄物の発生量を Table 12 (A)に示す。分析作業及び関連する保守業務により発生した低放射性固体廃棄物は、容量換算で約 7,326 L (ドラム缶換算で約 37 個) であり、核種別では、Pu 系廃棄物が約 19%、 $\beta\gamma$ 系廃棄物が約 81%、燃性別では、可燃性が約 36%、難燃性が約 45%、不燃性が約 19%であり、これらは全て廃棄物処理場へ搬出した。また、高放射性固体廃棄物の発生量は、 $\beta\gamma$ 系の不燃性のものが約 40 L (8 型キャスク 2 基分) であり、これらは高放射性固体廃棄物貯蔵庫へ搬出した。

#### (2) U 溶液等の取出し期間中における発生量

U 溶液等の取出しの期間内における廃棄物の発生量を Table 12 (B)に示す。分析作業及び関連する保守業務により発生した低放射性固体廃棄物は、容量換算で約 2,106 L (ドラム缶換算で約 11 個) であり、核種別では、Pu 系廃棄物が約 14%、 $\beta\gamma$ 系廃棄物が約 86%、燃性別では、可燃性が 40%、難燃性が 43%、不燃性が 17%であり、これらは全て廃棄物処理場へ搬出した。また、高放射性固体廃棄物の発生量は、約 40 L (8 型キャスク 2 基分) であり、これらは高放射性固体廃棄物貯蔵庫へ搬出した。

### 6.2 液体廃棄物

#### (1) 低濃度の Pu 溶液等の取出し期間中における発生量

低濃度の Pu 溶液等の取出しの期間内において、分析作業に伴い分析セルライン、グローブボックスから約 3 m<sup>3</sup>、ヒュームフード、実験台から約 49 m<sup>3</sup>が発生し、その合計は約 52 m<sup>3</sup>であった。これらの液体廃棄物は分析所の中間貯槽に一時保管した後、廃棄物処理場へ移送した。

#### (2) U 溶液等の取出しの期間中における発生量

U 溶液等の取出しの期間内において、分析作業に伴いグローブボックスから約 3 m<sup>3</sup>、ヒュームフード、実験台から約 2 m<sup>3</sup>が発生し、その合計は約 5 m<sup>3</sup>であった。これらの液体廃棄物は分析所の中間貯槽に一時保管した後、廃棄物処理場へ移送した。

## 7. 教育・訓練

### 7.1 分析技能認定

分析値の品質を担保するためには、分析操作に従事する分析員の技能を評価した上で従事させることが重要である。TRP では、再処理運転時の 2000 年から分析技能認定制度を定めて運用している。本制度では、分析法の理解度を確認するための筆記試験、分析セルやグローブボックス内での分析操作のハンドリング技術を評価する実技試験（Table 13）により、分析に関する技能を評価し、十分な技能を有する者を分析員として認定している。工程洗浄の低濃度の Pu 溶液等の取出し、U 溶液等の取出しの分析にあたっては、Table 14 に示す各分析法について分析技能認定試験を実施し、認定を受けた分析員により分析を実施した。

### 7.2 異常時対応訓練

低濃度の Pu 溶液等の取出し及び U 溶液等の取出しにおいては、Table 15 に示す分析作業時に発生が予想される身体汚染や試薬取扱い中の薬傷、分析セルラインの負圧低下による放射性物質等の閉じ込め機能の喪失等の異常時を想定した対応訓練を実施し、これらの異常に対する分析員の対応技量の向上を図った。



## 8. まとめ

本報では、2023年3月から同年9月に実施した低濃度のPu溶液等の取出しと、2023年12月から2024年2月に実施したU溶液等の取出しにおける分析業務及びその関連業務について整理した。

Pu溶液等の取出しにおける工程管理分析では、各工程の運転状況を迅速に把握するため、Pu溶液受槽や中間貯槽、高放射性廃液蒸発缶等におけるPu溶液、Pu・U混合溶液、洗浄液の送液時や貯蔵時に必要となる分析を実施した。主な分析項目はPu濃度、U濃度、酸濃度、密度、放射能濃度であり、総分析件数は約450件であった。計量管理分析では、核物質の搬出・搬入が行われる計量管理が必要となる貯槽について、主にPu濃度、U濃度とその同位体組成の分析を実施し、総分析件数は約210件であった。また、Pu溶液等の取出しの実施期間中、査察への対応として収去処理を13件実施し、IAEA及びNMCCの保障措置分析施設へ収去試料を搬出した。

U溶液等の取出しにおける工程管理分析では、希釈槽や中間貯槽等から採取されたU溶液、脱硝塔から採取された $UO_3$ について分析した。主な分析項目はU濃度、酸濃度、放射能濃度であり、総分析件数は約230件であった。計量管理分析では、脱硝塔から採取された $UO_3$ についてU純度と同位体組成の分析を実施し、総分析件数は約70件であった。

分析業務の実施にあたり、校正担当者による分析装置の校正及び校正記録の作成、QAコーディネータによる妥当性の評価を実施し分析の品質を管理した。分析に使用する設備は、放射線防護の観点から試料に応じて適切なものを選択し、使用前点検等の保守管理を確実に実施することで、トラブルの発生なく分析を遂行することができた。また、Pu溶液等の取出し及びU溶液等の取出しへの対応にあたって、適用する分析法の技能認定、異常時の対応訓練を実施し、分析業務に従事する分析員の技能の維持、向上を図った。

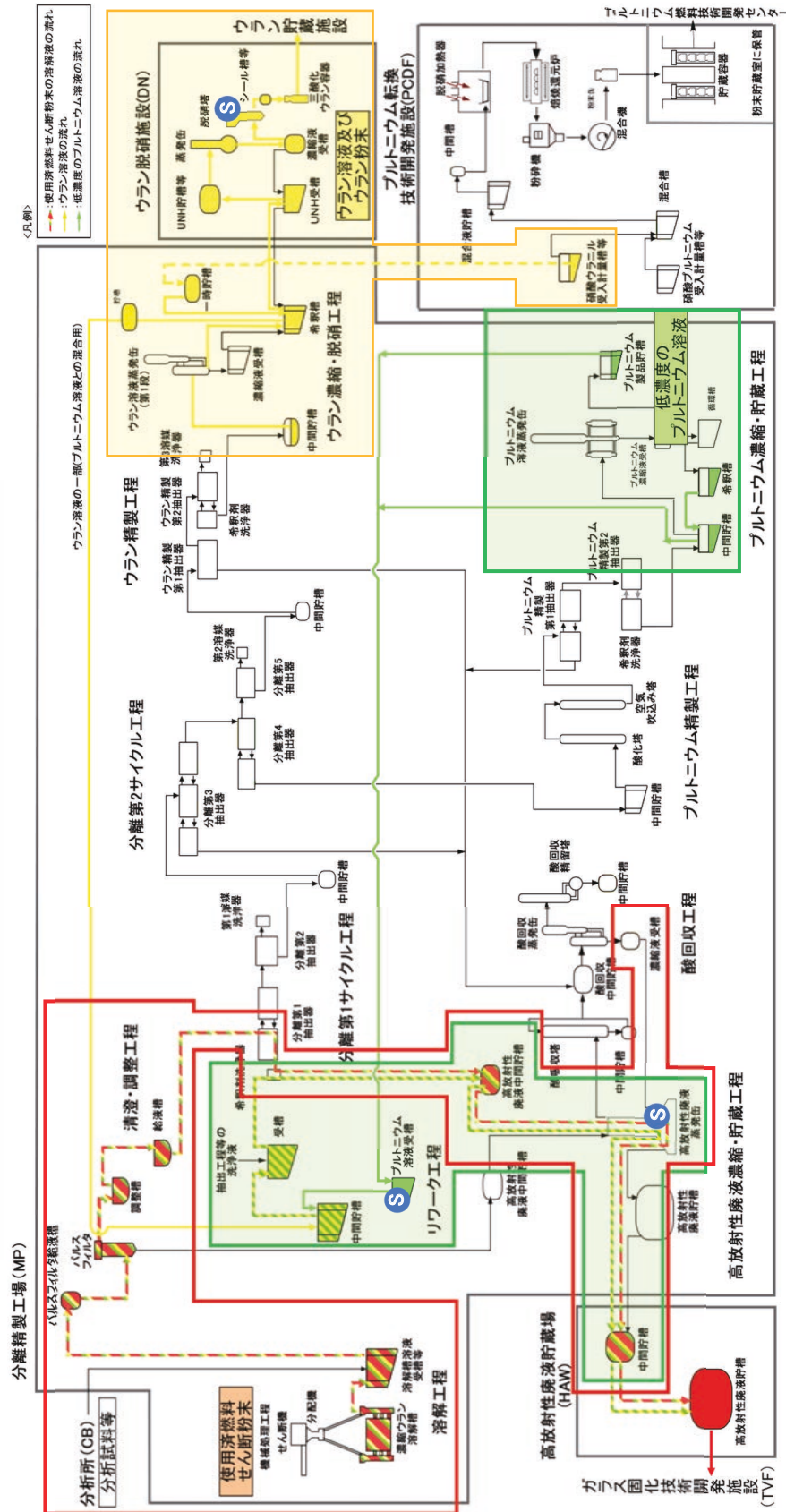
今後、TRPでは、施設の解体に向け設備・機器の除染を行う系統除染の実施を計画している。系統除染では、計量管理や除染効果の確認のために、様々な組成の分析試料に対して各種分析が求められることから、これまでの分析技術を確実に継承するとともに、廃止措置の各段階で求められる様々な分析ニーズに対応できるよう分析技術の開発を進める必要がある。

## 謝辞

本件に係る分析業務及び分析設備の保守管理に尽力くださった株式会社アセンドの方々に深く感謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) 岡野正紀, 秋山和樹, 田口克也, 永里良彦, 大森栄一, 東海再処理施設の廃止措置計画の概要, デコミッションング技報, 57号, 2018, pp.53-64.
- 2) 西野紗樹, 岡田純平, 渡邊一樹, 古内雄太, 横田知, 矢田祐士, 草加翔太, 諸角詩央里, 中村芳信, 分離精製工場における使用済燃料せん断粉末の取出し, JAEA-Technology 2023-011, 2023, 39p.
- 3) 青谷樹里, 森天海, 佐藤日向, 河野壮馬, 諸角詩央里, 堀籠和志, 後藤雄一, 山本昌彦, 田口茂郎, 分離精製工場における使用済燃料せん断粉末の取出しに係る分析業務報告, JAEA-Technology 2023-008, 2023, 34p.
- 4) ISO, ISO/TC/85/SC5: Nuclear energy - Nuclear fuel technology - Determination of plutonium in nitric acid solutions by spectrophotometry, ISO 9463:2019.
- 5) 林允之, 和地勇, 池田久, 廣木俊男, 庄司和弘, 酒井敏雄, 山田敬二, 大沼高志, 稲田聡, 八木正邦, 河野龍明, 古野和夫, 山本明, 山口辰男, 木村好之, 板村進, 山下美知男, 分析マニュアル-1 (工程分析編), PNC TN8520 86-15, 1986, 470p.
- 6) 中井敏夫, 斎藤信房, 石森富太郎, 無機化学全書 プルトニウム, 丸善株式会社, 1967, pp.23-24.
- 7) Kenji Motojima, Kimie Izawa, Potentiometric Titration of Free Acid and Uranium in Uranium(VI) Solutions with Alkali, Analytical Chemistry, vol. 36, no. 4, 1964, pp.733-735.
- 8) 林允之, 和地勇, 入之内重徳, 廣木俊男, 照沼友之, 黒沢明, 田辺陽司, 日野田正博, 桑名宏一, 木幡真澄, 分析マニュアル-3 (特殊分析編), PNC TN8520 86-17, 1986, 209p.
- 9) 駿河谷直樹, 佐藤宗一, 雛哲郎, 檜山敏明, 酢酸セルロース化合物をコーティング剤としたウラン・プルトニウム分析用標準物質の開発, サイクル機構技報 18, 2003, pp.83-90.
- 10) 堀籠和志, 田口茂郎, 山本昌彦, 久野剛彦, 駿河谷直樹, ウラン・プルトニウム混合酸化物(MOX)粉末の同位体希釈質量分析用ウラン・プルトニウム混合スパイク調製の最適化, JAEA-Technology 2017-016, 2017, 20p.
- 11) 田口茂郎, 駿河谷直樹, 佐藤宗一, 黒澤明, 綿引優, 檜山敏明, 保障措置のためのネオジムを内標準物質とした吸光光度法による高放射性廃液中のプルトニウムの定量, JAEA-Technology 2006-040, 2006, 76p.
- 12) 近藤利幸, 池田久, 入之内重徳, 照沼友之, 酒井敏雄, 秋山孝夫, 再処理分析技術検討報告書 (1) (ウラン分析法), PNC TN 8410 90-043, 1990, 247p.
- 13) 核燃料・炉材料等分析委員会, 二酸化ウランの分析, JAERI 4053, 1971, 198p.
- 14) Masahiko Yamamoto, Kazushi Horigome, Takehiko Kuno, Accurate and precise measurement of uranium content in uranium trioxide by gravimetry; Comparison with isotope dilution mass spectrometry and its uncertainty estimation, Applied Radiation and Isotopes, vol. 190, 2022, 110460.



⑤ : 計量管理分析におけるサンプリングポイント

□ : せん断粉末の取出しにおける対象 (2022 年に実施済)

□ : 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける対象 (2023 年 3 月 22 日～9 月 29 日)

□ : U 溶液等の取出しにおける対象 (2023 年 12 月 4 日～2024 年 2 月 5 日)

Fig. 1 再処理工程概要図及び工程洗浄の送液ルート、分析試料の主なサンプリングポイント

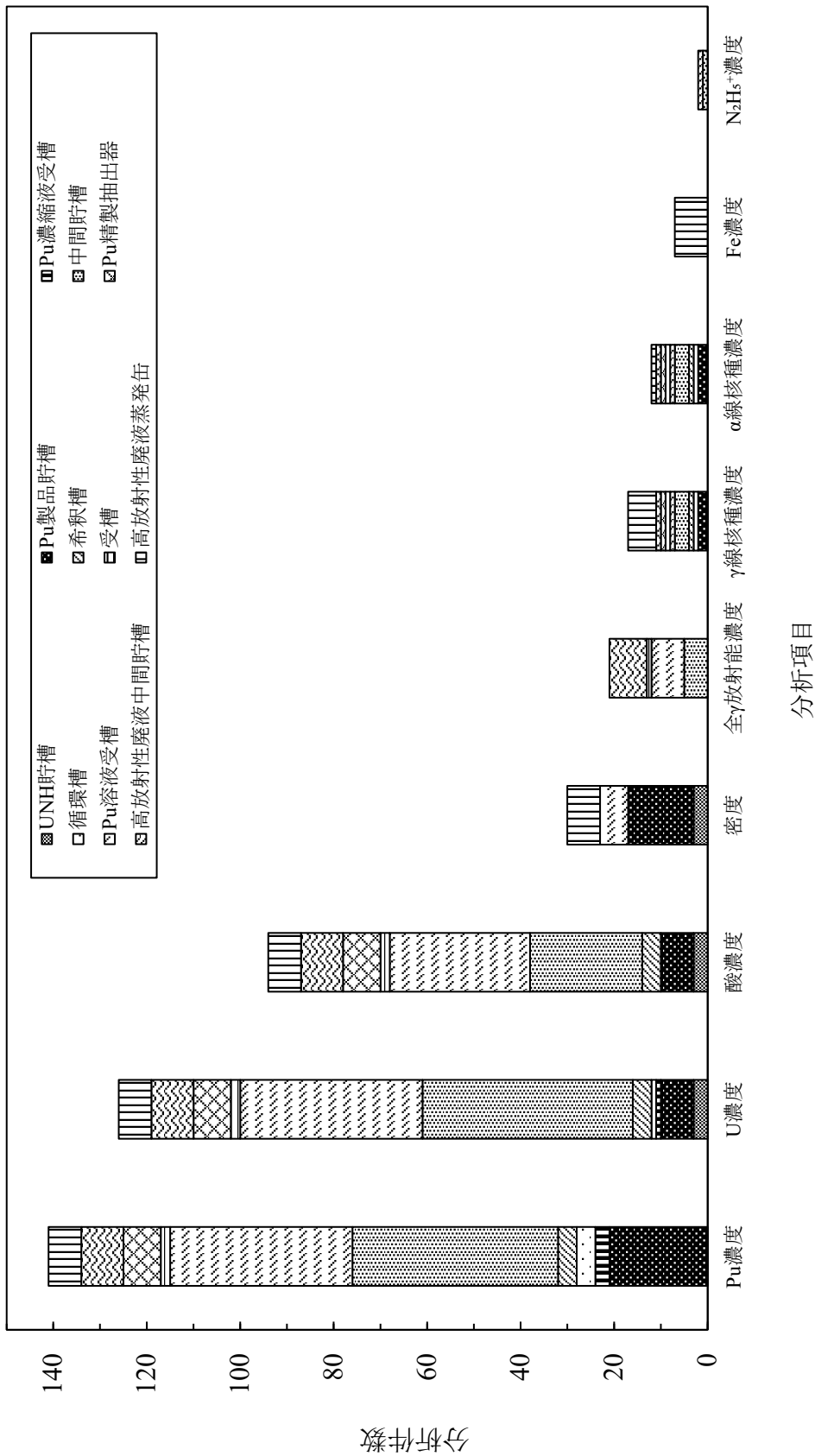


Fig. 2 低濃度のPu溶液等の取出しにおける工程管理分析の分析項目と分析件数

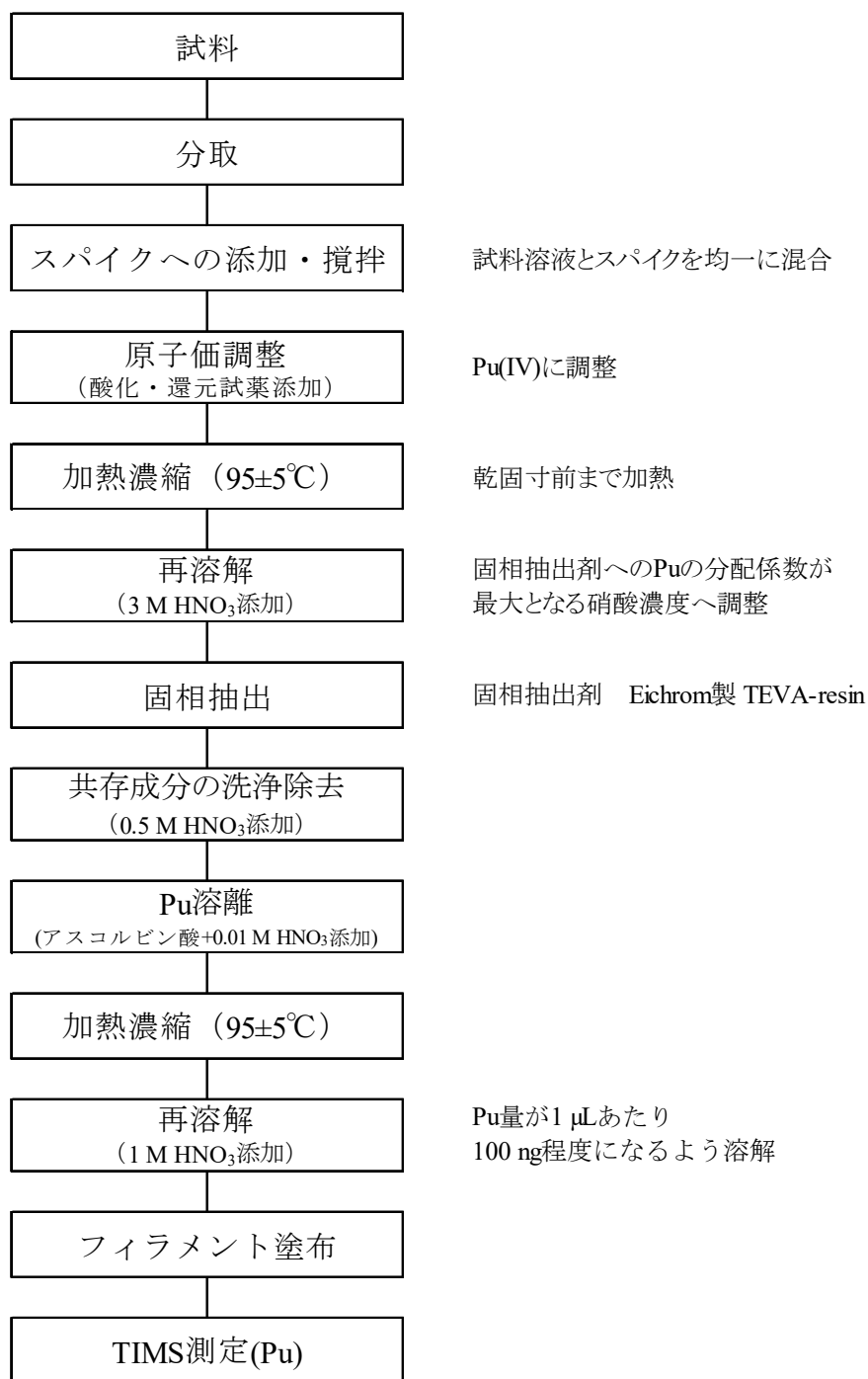


Fig. 3 Pu 溶液受槽における低濃度の Pu 溶液中の Pu の IDMS 分析フロー

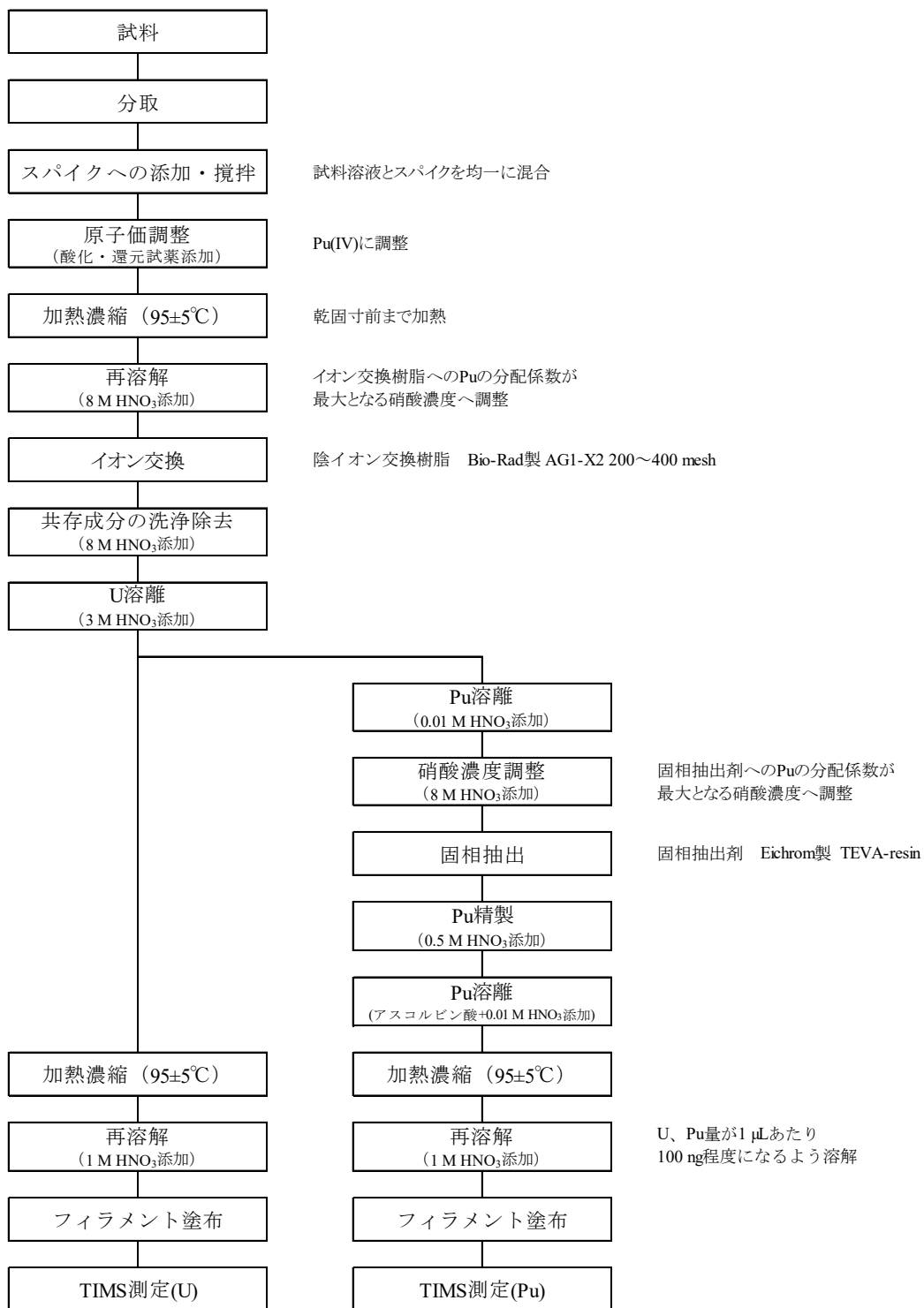


Fig. 4 Pu 溶液受槽における Pu・U 混合溶液中の Pu 及び U の IDMS 分析フロー

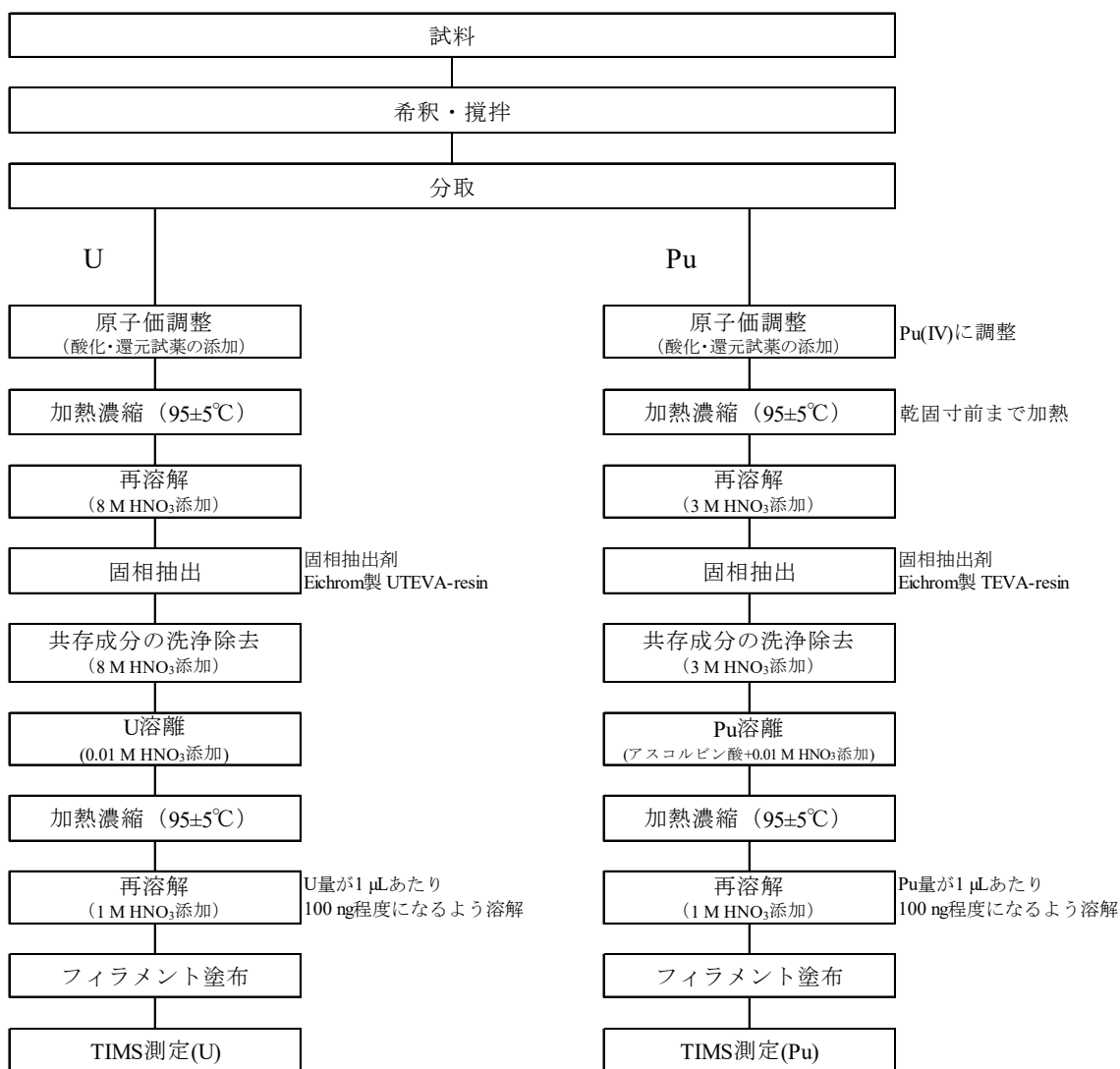


Fig. 5 高放射性廃液蒸発缶における高放射性廃液中の Pu 及び U 同位体組成の分析フロー

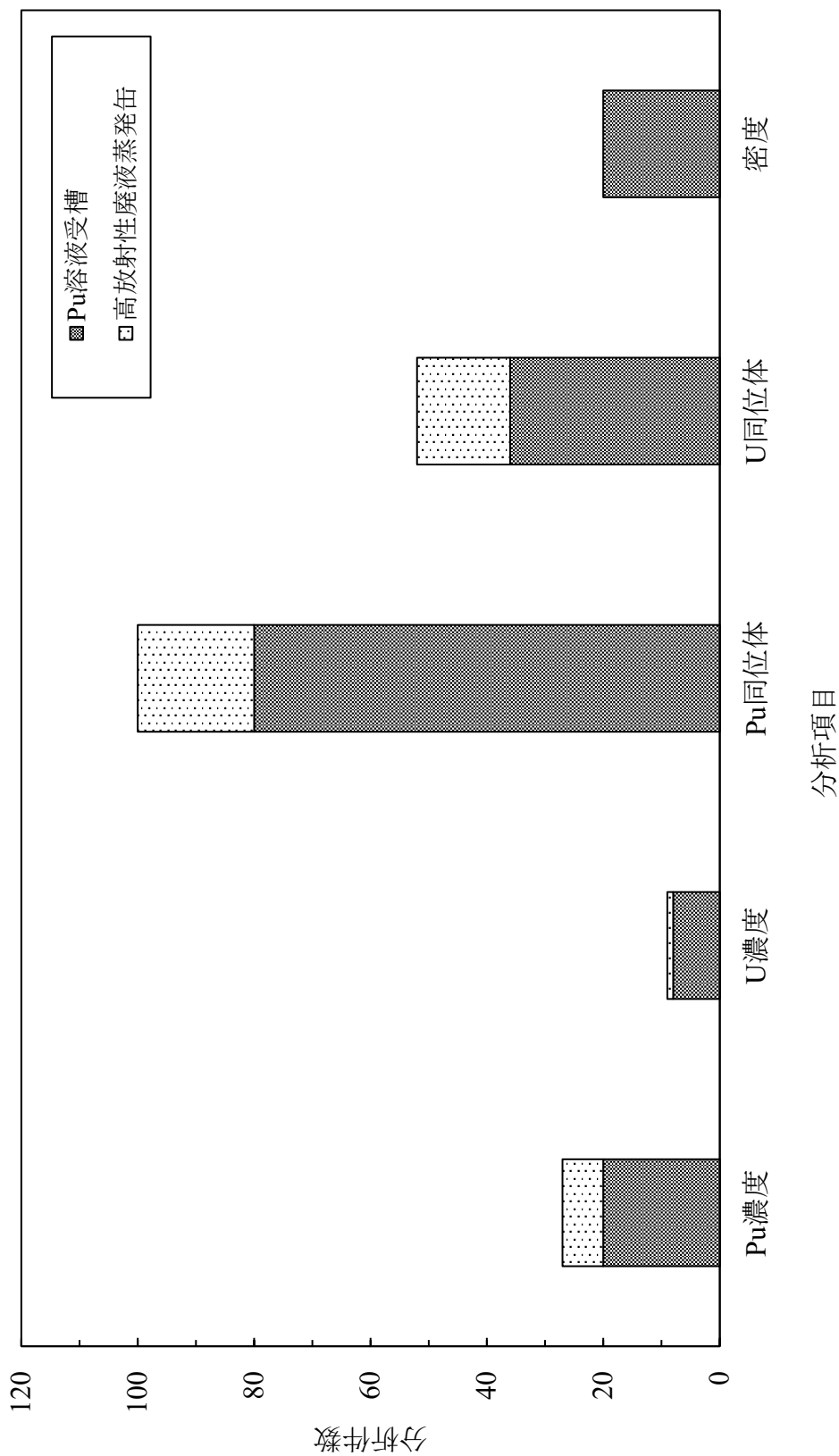
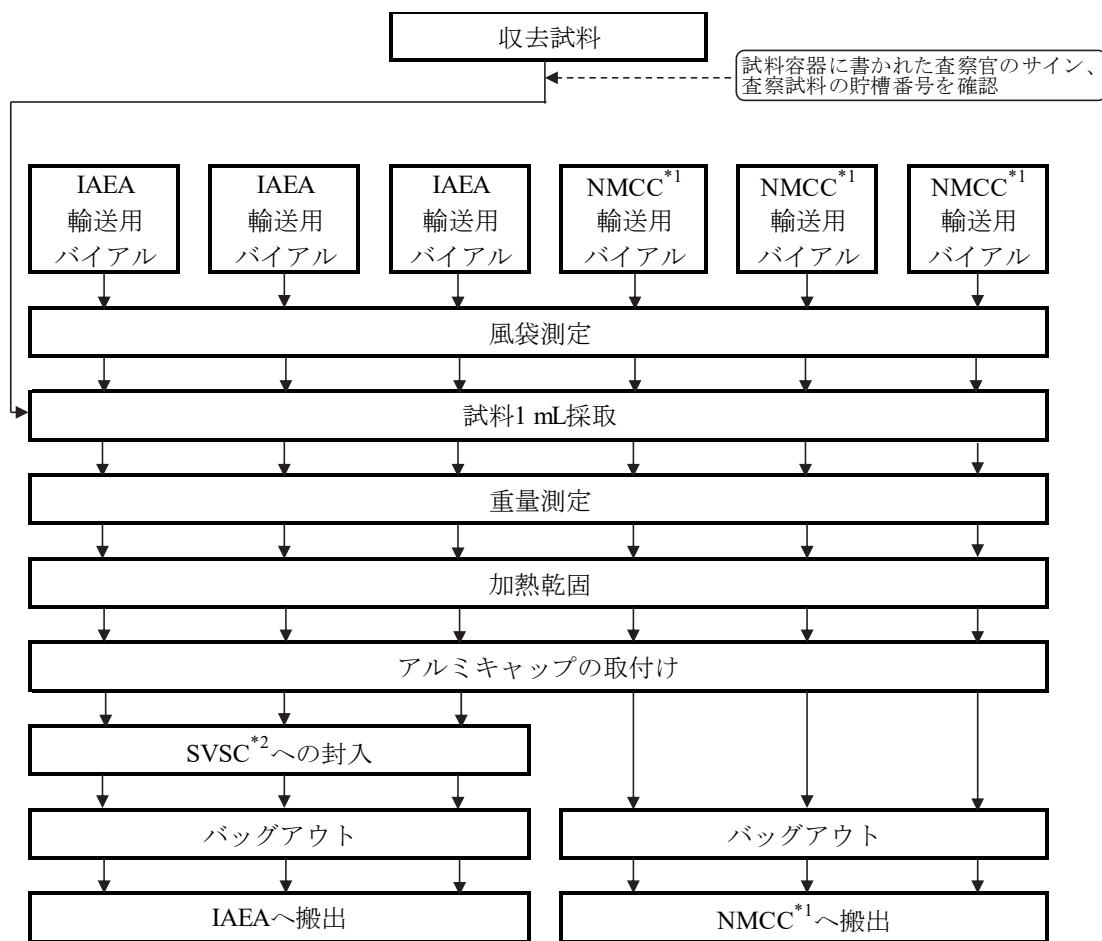


Fig. 6 低濃度のPu溶液等の取出しにおける計量管理分析の分析項目と分析件数

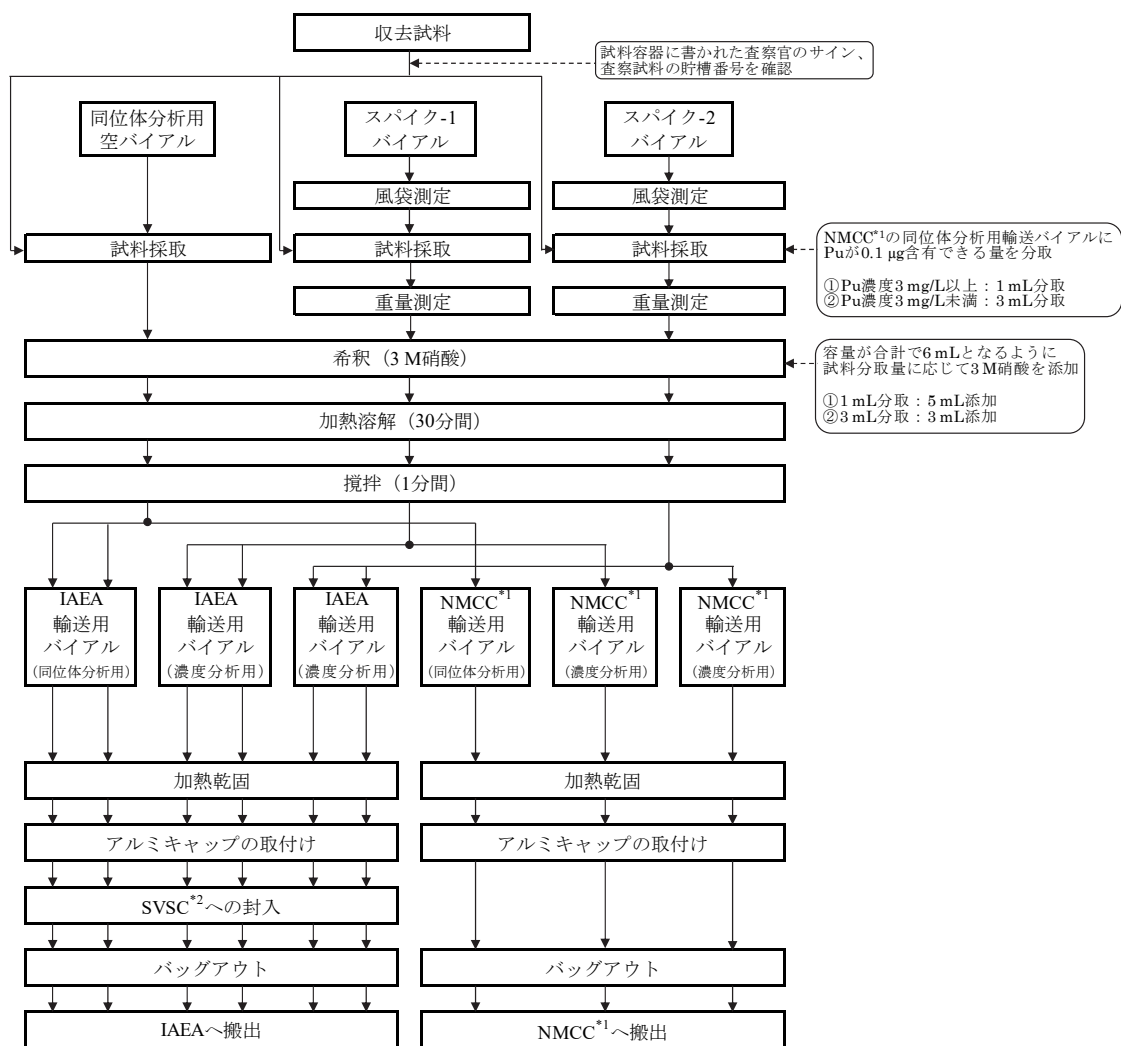




\*1 核物質管理センター

\*2 Sample Vial Secure Container

Fig. 7 Pu 溶液受槽における収去処理フロー (Pu 濃度 1 g/L 以上の試料)



\*1 核物質管理センター

\*2 Sample Vial Secure Container

Fig. 8 Pu 溶液受槽における取去処理フロー (Pu 濃度 1 g/L 未満の試料)

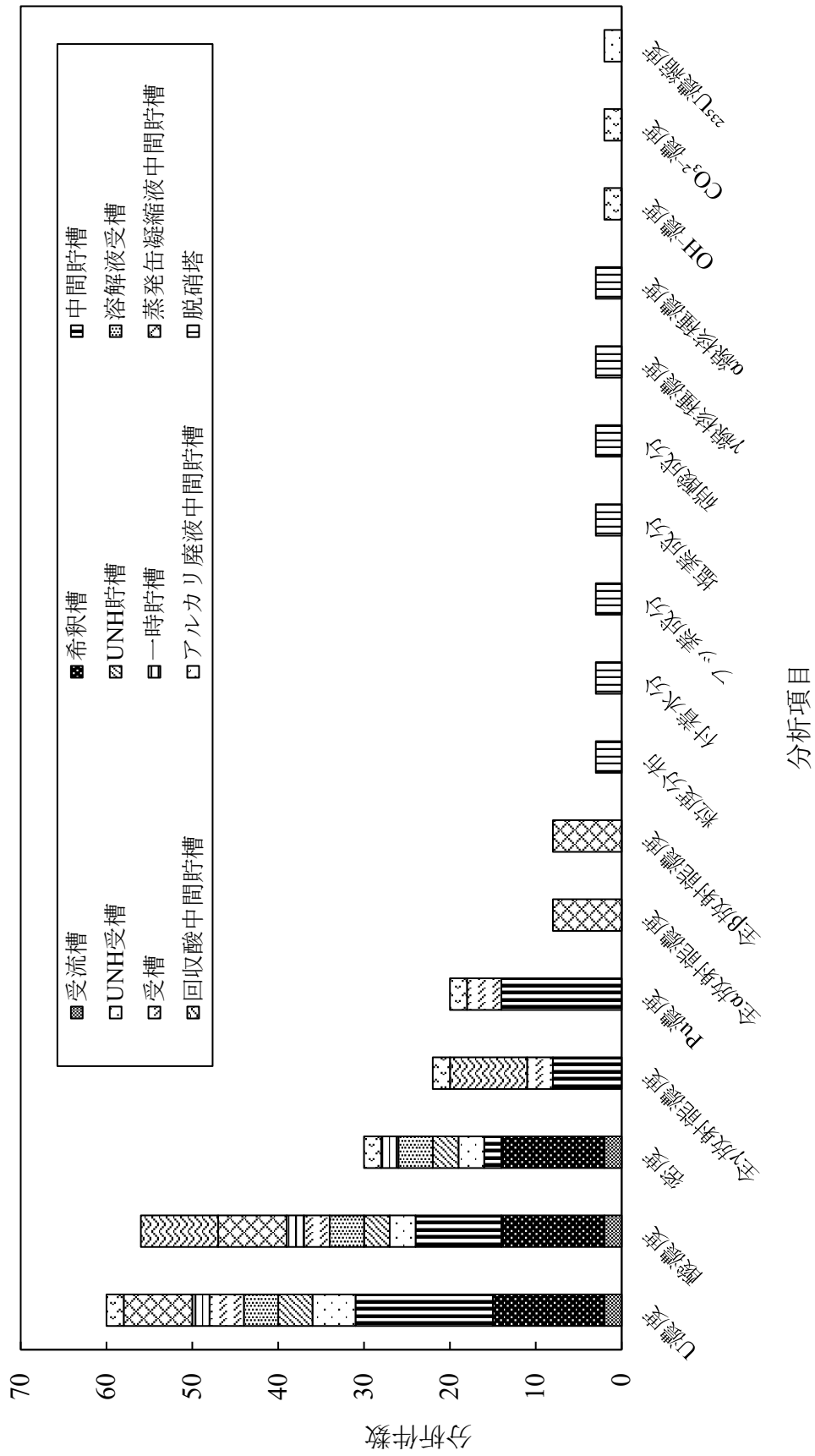


Fig. 9 U溶液等の取出しにおける工程管理分析の分析項目と分析件数

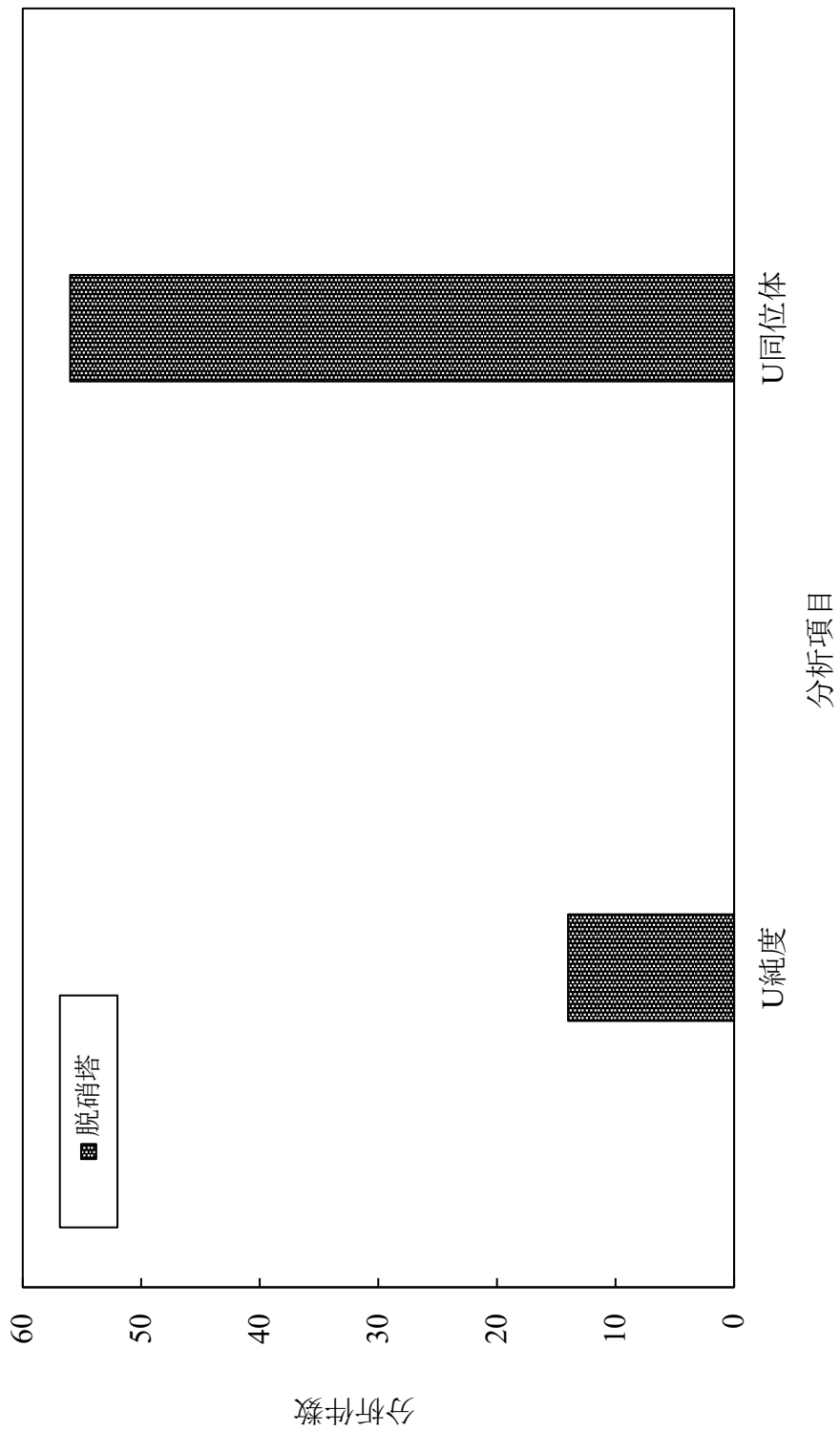


Fig. 10 U 溶液等の取出しにおける計量管理分析の分析項目と分析件数



Fig. 11 使用した主な分析装置



ヒュームフード



グローブボックス



分析セルライン

Fig. 12 使用した分析設備



Table 1 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧（工程管理分析）  
(1/3)

サンプリング ポイント	分析項目	分析法	分析装置
UNH 貯槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	酸濃度	硫酸アンモニウム添加 /アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		U・酸同時滴定法	
密度	振動式密度測定法	振動式密度計	
中間貯槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 /Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法	$\alpha$ 線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		硫酸アンモニウム添加 /アルカリ中和滴定法	
		U・酸同時滴定法	
	全 $\gamma$ 放射能 濃度	全 $\gamma$ 線計測法	$\gamma$ 線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
N <sub>2</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup> 濃度	p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 吸光光度法	分光光度計	
$\gamma$ 線放出核種濃度	$\gamma$ 線スペクトル測定法	$\gamma$ 線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)	
$\alpha$ 線放出核種濃度	$\alpha$ 線スペクトル測定法	$\alpha$ 線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)	
希釈槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 /Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/ $\alpha$ 線計測法	$\alpha$ 線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		U・酸同時滴定法	
$\gamma$ 線放出核種濃度	$\gamma$ 線スペクトル測定法	$\gamma$ 線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)	
$\alpha$ 線放出核種濃度	$\alpha$ 線スペクトル測定法	$\alpha$ 線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)	

\*1 DBM : ジベンゾイルメタン

\*2 TTA : 2-テノイルトリフルオロアセトン

Table 1 低濃度のPu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧（工程管理分析）  
(2/3)

サンプリングポイント	分析項目	分析法	分析装置
受槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
	Pu 濃度	TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
	全γ放射能濃度	全γ線計測法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
	γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)
	α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)
Pu 溶液受槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化/ Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		U・酸同時滴定法	
	密度	振動式密度測定法	振動式密度計
	全γ放射能濃度	全γ線計測法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
	N <sub>2</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup> 濃度	p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 吸光光度法	分光光度計
γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)	
α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)	
高放射性廃液 中間貯槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化/ Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		硫酸アンモニウム添加/アルカリ中和滴定法	
		U・酸同時滴定法	
全γ放射能濃度	全γ線計測法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)	
γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)	
α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)	

\*1 DBM : ジベンズイルメタン

\*2 TTA : 2-テノイルトリフルオロアセトン



Table 1 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧（工程管理分析）  
(3/3)

サンプリングポイント	分析項目	分析法	分析装置
高放射性廃液蒸発缶	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 / Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		U・酸同時滴定法	
	密度	振動式密度測定法	振動式密度計
	Fe 濃度	o-フェナントロリン吸光光度法	分光光度計
	γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)
α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)	
Pu 精製抽出器	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
	Pu 濃度	TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
	γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)
	α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)
Pu 濃縮液受槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 / Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
循環槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 / Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)
	α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)
Pu 製品貯槽	U 濃度	酢酸エチル抽出/DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 / Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
	密度	振動式密度測定法	振動式密度計
	γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)
	α線放出核種濃度	α線スペクトル測定法	α線スペクトル分析装置 (Si 半導体検出器)

\*1 DBM：ジベンゾイルメタン

\*2 TTA：2-テノイルトリフルオロアセトン

Table 2 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (計量管理分析)

サンプリング ポイント	分析項目	分析法	分析装置
Pu 溶液受槽	Pu 濃度	同位体希釈質量分析法	表面電離型質量分析計 (TIMS)
		硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 ／Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*1</sup> ・キシレン抽出／α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	U 濃度	同位体希釈質量分析法	表面電離型質量分析計 (TIMS)
		酢酸エチル抽出／DBM <sup>*2</sup> 吸光光度法	分光光度計
	同位体組成	質量分析法	表面電離型質量分析計 (TIMS)
	密度	振動式密度測定法	振動式密度計
高放射性廃液 蒸発缶	Pu 濃度	硝酸アンモニウムセリウム(IV)酸化 ／Pu(VI)吸光光度法	分光光度計
		TTA <sup>*1</sup> ・キシレン抽出／α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
	U 濃度	酢酸エチル抽出／DBM <sup>*2</sup> 吸光光度法	分光光度計
	同位体組成	質量分析法	表面電離型質量分析計 (TIMS)

\*1 TTA : 2-テノイルトリフルオロアセトン

\*2 DBM : ジベンゾイルメタン

Table 3 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおいて調製した各スパイクの組成

	高濃度用スパイク	低濃度用スパイク
Pu 濃度	約 2 mg/g	約 0.2 mg/g
U 濃度	約 1 mg/g	—
<sup>239</sup> Pu 含有率	約 98 wt%	約 98 wt%
<sup>235</sup> U 含有率	約 93 wt%	—

Table 4 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける計量管理分析法と適用濃度範囲

分析項目	分析法	適用濃度範囲					
		0.02 mg/L	0.01 g/L	0.02 g/L	0.1 g/L	0.2 g/L	0.5 g/L
Pu 濃度	同位体希釈質量分析法 (高濃度用スパイク)						
	同位体希釈質量分析法 (低濃度用スパイク)						
	硝酸アンモニウムセリウム(IV) 酸化/Pu(VI)吸光光度法						
	TTA*1 キシレン抽出/α線計測法						
U 濃度	同位体希釈質量分析法 (高濃度用スパイク)						
	酢酸エチル抽出/DBM*2 吸光光度法						

\*1 TTA : 2-テノイルトリフルオロアセトン

\*2 DBM : ジベンゾイルメタン

Table 5 低濃度のPu溶液等の取出しにおけるPu溶液受槽の分析結果

サンプリング ポイント	サンプル	U濃度 (g/L)		U同位体組成 (%)				Pu濃度 (g/L)		Pu同位体組成 (%)					密度 (g/cm <sup>3</sup> )
		分析値	分析法	<sup>234</sup> U	<sup>235</sup> U	<sup>236</sup> U	<sup>238</sup> U	分析値	分析法	<sup>238</sup> Pu	<sup>239</sup> Pu	<sup>240</sup> Pu	<sup>241</sup> Pu	<sup>242</sup> Pu	
	ヒール液	—	—	—	—	—	—	0.0014	TTA <sup>2</sup> ・キシレン 抽出/ $\alpha$ 線計測法	—	—	—	—	—	1.012
	低濃度の Pu溶液①	—	—	—	—	—	—	2.986	同位体希釈 質量分析法 (高濃度用スバイク)	1.137	59.866	30.977	2.372	5.648	1.155
	低濃度の Pu溶液②	—	—	—	—	—	—	3.563		1.128	60.197	30.717	2.383	5.575	1.184
	低濃度の Pu溶液③	—	—	—	—	—	—	3.550		1.125	60.262	30.670	2.383	5.560	1.180
	Pu・U 混合溶液①	41.11	同位体希釈 質量分析法 (高濃度用スバイク)	0.022	0.539	0.129	99.310	2.818		1.294	55.532	34.113	2.351	6.710	1.162
	Pu・U 混合溶液②	42.01	同位体希釈 質量分析法 (高濃度用スバイク)	0.021	0.548	0.129	99.302	2.652	1.298	55.354	34.226	2.339	6.783	1.151	
	洗浄液①	—	—	0.046	0.552	0.136	99.266	1.177	1.185	59.158	31.385	2.384	5.888	1.109	
	洗浄液②	5.722	同位体希釈 質量分析法 (高濃度用スバイク)	0.046	0.552	0.137	99.365	1.136	1.190	59.168	31.374	2.382	5.886	1.109	
	洗浄液④	1.770	同位体希釈 質量分析法 (高濃度用スバイク)	0.034	0.549	0.134	99.280	0.268	1.216	58.297	32.027	2.371	6.089	1.102	
	洗浄液⑤	0.12	酢酸エチル抽出 /DBM <sup>1</sup> 吸光度法	0.329	0.602	0.232	98.837	0.180	1.139	59.812	31.018	2.359	5.672	1.101	
	洗浄液⑥	0.03		1.006	0.719	0.456	97.819	0.119	1.119	60.511	30.490	2.365	5.515	1.102	
	洗浄液⑦	0.02	—	5.241	1.467	1.867	91.425	0.158	1.125	60.517	30.485	2.363	5.510	1.106	
	洗浄液⑧	—	—	—	—	—	—	0.0387	1.123	60.480	30.517	2.364	5.516	1.092	
	洗浄液⑨	—	—	—	—	—	—	0.0134	硝酸アンモニウム セリウム(IV)酸化 /Pu(V)吸光度法	1.118	60.458	30.552	2.355	5.517	1.090
	洗浄液⑩	—	—	—	—	—	—	0.0150	1.115	60.649	30.391	2.361	5.484	1.091	
	洗浄液⑪	—	—	—	—	—	—	0.0158	1.115	60.651	30.391	2.361	5.483	1.091	
	洗浄液⑫	—	—	—	—	—	—	0.00365	—	—	—	—	—	1.087	
	洗浄液⑬	—	—	—	—	—	—	0.00138	TTA <sup>2</sup> ・キシレン 抽出/ $\alpha$ 線計測法	—	—	—	—	1.086	
	洗浄液⑭	—	—	—	—	—	—	0.00099	—	—	—	—	—	1.086	

\*1 DBM : ジベンゾイルメタン、\*2 TTA : 2-テトラフルトルオロアセトン

Table 6 低濃度のPu溶液等の取出しにおける高放射性廃液蒸発缶の分析結果

サンプリング ポイント	サンプル	U濃度 (g/L)				Pu濃度 (g/L)				U同位体組成 (%)				Pu同位体組成 (%)			
		分析値	分析法	<sup>234</sup> U	<sup>235</sup> U	<sup>236</sup> U	<sup>238</sup> U	分析値	分析法	<sup>238</sup> Pu	<sup>239</sup> Pu	<sup>240</sup> Pu	<sup>241</sup> Pu	<sup>242</sup> Pu			
高放射性 廃液蒸発缶	Pu・U 混合溶液① (低濃度のPu溶液)	53.7	U・酸 同時滴定法	0.012	0.487	0.112	99.389	0.631	硝酸アンモニウム セリウム(V)酸化 /Pu(V)吸光度法	1.129	60.263	30.658	2.380	5.570			
	Pu・U 混合溶液② (洗浄液)	72.9		0.012	0.491	0.112	99.385	0.821		1.192	58.656	31.826	2.350	5.976			
	Pu・U 混合溶液③ (洗浄液)	24.1		0.012	0.496	0.115	99.377	0.272		1.193	58.594	31.876	2.338	5.999			
	Pu・U 混合溶液④ (洗浄液)	4.87		0.011	0.503	0.119	99.367	0.0462		1.182	58.907	31.639	2.343	5.929			
	Pu・U 混合溶液⑤ (洗浄液)	2.26		—	—	—	—	0.0118		—	—	—	—	—	—		
	Pu・U 混合溶液⑥ (洗浄液)	0.64		—	—	—	—	0.0138		—	—	—	—	—	—		
	Pu・U 混合溶液⑦ (洗浄液)	0.35		—	—	—	—	0.00339		—	—	—	—	—	—		

\*1 DBM : ジベンゾイルメタン

\*2 TTA : 2-テトラノイルトリフルオロアセトン

Table 7 U 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧（工程管理分析）（1/2）

サンプリングポイント	サンプル	分析項目	分析法	分析装置
受流槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		密度	振動式密度測定法	振動式密度計
希釈槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
			U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
			U・酸同時滴定法	
密度	振動式密度測定法	振動式密度計		
中間貯槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
			酢酸エチル抽出 ／DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	
		Pu 濃度	TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出 ／ $\alpha$ 線計測法	$\alpha$ 線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		全 $\gamma$ 放射能濃度	全 $\gamma$ 線計測法	$\gamma$ 線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
密度	振動式密度測定法	振動式密度計		
UNH 受槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
			U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		密度	振動式密度測定法	振動式密度計
<sup>235</sup> U 濃縮度	$\gamma$ 線計測法	$\gamma$ 線スペクトル分析装置 (Ge 半導体検出器)		
UNH 貯槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		密度	振動式密度測定法	振動式密度計
溶解液受槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
			U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
			硫酸アンモニウム添加 ／アルカリ中和滴定法	
密度	振動式密度測定法	振動式密度計		
受槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	酢酸エチル抽出 ／DBM <sup>*1</sup> 吸光光度法	分光光度計
		Pu 濃度	TTA <sup>*2</sup> ・キシレン抽出 ／ $\alpha$ 線計測法	$\alpha$ 線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		全 $\gamma$ 放射能濃度	全 $\gamma$ 線計測法	$\gamma$ 線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)

\*1 DBM：ジベンゾイルメタン

\*2 TTA：2-テノイルトリフルオロアセトン



Table 7 U 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧（工程管理分析）（2/2）

サンプリングポイント	サンプル	分析項目	分析法	分析装置
一時貯槽	U 溶液 及び 洗浄液	U 濃度	DBM*1 吸光光度法	分光光度計
			U・酸同時滴定法	電位差滴定装置
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
			U・酸同時滴定法	
密度	振動式密度測定法	振動式密度計		
蒸発缶凝縮液 中間貯槽	凝縮液	U 濃度	DBM*1 吸光光度法	分光光度計
		酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		全α放射能濃度	全α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
		全β放射能濃度	全β線計測法	β線計測装置 (GM 計数管)
回収酸 中間貯槽	回収酸	酸濃度	アルカリ中和滴定法	電位差滴定装置
		全γ放射能濃度	全γ線計測法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
アルカリ廃液 中間貯槽	アルカリ 洗浄液	U 濃度	DBM*1 吸光光度法	分光光度計
		Pu 濃度	直接α線計測法	α線計測装置 (ZnS(Ag)シンチレーション検出器)
		OH <sup>-</sup> 濃度	酸中和滴定法	電位差滴定装置
		全γ放射能濃度	全γ線計測法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
		密度	振動式密度測定法	振動式密度計
		CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> 濃度	酸中和滴定法	電位差滴定装置
脱硝塔	UO <sub>3</sub>	粒度分布	標準ふるい法	粒度分布測定装置
		水分	カールフィッシャー式 滴定法	水分気化—電量滴定法 水分測定装置
		Cl <sup>-</sup> 濃度	陰イオン クロマトグラフ滴定法	イオンクロマトグラフ
		F <sup>-</sup> 濃度	陰イオン クロマトグラフ滴定法	イオンクロマトグラフ
		NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> 濃度	陰イオン クロマトグラフ滴定法	イオンクロマトグラフ
		γ線放出核種濃度	γ線スペクトル測定法	γ線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)
		α線放出核種濃度	溶媒抽出 /α線スペクトル測定法	α線計測装置 (NaI(Tl)シンチレーション検出器)

\*1 DBM : ジベンズイルメタン

Table 8 U 溶液等の取出しにおける分析項目と分析法の一覧 (計量管理分析)

サンプリング ポイント	サンプル	分析項目	分析法	分析装置
脱硝塔	UO <sub>3</sub>	U 純度	加熱重量法	—
		同位体組成	質量分析法	表面電離型質量分析計 (TIMS)

Table 9 U 溶液等の取出しにおける計量管理分析結果

サンプル ポイント	サンプル	U 純度 (%)		U 同位体組成 (%)					分析法
		分析値	分析法	<sup>234</sup> U	<sup>235</sup> U	<sup>236</sup> U	<sup>238</sup> U	<sup>238</sup> U	
脱硝塔	UO <sub>3</sub> 試料①	82.51	加熱重量法	0.010	0.508	0.119	99.363	質量分析法	
	UO <sub>3</sub> 試料②	82.61		0.009	0.482	0.112	99.397		
	UO <sub>3</sub> 試料③	82.33		0.010	0.478	0.110	99.402		
	UO <sub>3</sub> 試料④	82.37		0.009	0.477	0.110	99.404		
	UO <sub>3</sub> 試料⑤	82.20		0.010	0.482	0.112	99.396		
	UO <sub>3</sub> 試料⑥	82.64		0.010	0.476	0.110	99.404		
	UO <sub>3</sub> 試料⑦	82.65		0.009	0.477	0.110	99.404		
	UO <sub>3</sub> 試料⑧	82.71		0.009	0.476	0.109	99.406		
	UO <sub>3</sub> 試料⑨	82.67		0.010	0.476	0.110	99.404		
	UO <sub>3</sub> 試料⑩	82.74		0.009	0.477	0.110	99.404		
	UO <sub>3</sub> 試料⑪	82.72		0.010	0.492	0.118	99.380		
	UO <sub>3</sub> 試料⑫	82.57		0.010	0.480	0.111	99.399		
	UO <sub>3</sub> 試料⑬	82.50		0.010	0.501	0.117	99.372		
	UO <sub>3</sub> 試料⑭	82.68		0.010	0.505	0.118	99.367		

Table 10 工程管理分析装置の校正（健全性の確認）方法、管理基準、頻度

分析装置	校正方法	管理基準	頻度
電位差滴定装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>pH 標準溶液を用いた校正</li> <li>硝酸標準溶液の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>pH 標準溶液を測定し、測定値と標準溶液の表示値の差が<math>\pm 0.1</math>以内であること。</li> <li>硝酸標準溶液を繰返し測定し (N=5)、そのデータから<math>\chi^2</math>検定を実施し、測定値の平均が標準溶液の表示値と有意な差がないこと。</li> </ul>	1回/6か月
分光光度計	<ul style="list-style-type: none"> <li>U、Pu、Fe 標準溶液を用いた検量線の作成</li> <li>U、Pu、Fe 標準溶液の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>検量線の相関係数が 0.999 以上であること。</li> <li>U、Pu、Fe 標準溶液を繰返し測定し (N=5)、そのデータから<math>\chi^2</math>検定を実施し、測定値の平均が標準溶液の表示値と有意な差がないこと。</li> </ul>	1回/6か月
α線計測装置 β線計測装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>プラトー領域の確認</li> <li>標準線源の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>印加電圧を 50 V 間隔で変化させながら標準線源を測定して作成したプラトー曲線のプラトー領域の低い方から 1/3 付近の印加電圧で標準線源を繰返し測定し (N=5)、測定値と標準線源の表示値の差が 10%以内であること。</li> </ul>	1回/6か月
γ線計測装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>光電子増倍管の電圧応答性の測定</li> <li>標準線源の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>印加電圧を 50 V 間隔で変化させながら標準線源を測定して作成したプラトー曲線のプラトー領域の低い方から 1/3 付近の印加電圧で標準線源を繰返し測定し (N=5)、測定値と標準線源の表示値の差が 10%以内であること。</li> </ul>	1回/6か月
α線スペクトル分析装置	<ul style="list-style-type: none"> <li><sup>237</sup>Np、<sup>241</sup>Am、<sup>244</sup>Cm を含む標準線源の測定によるエネルギー校正及び計数効率の校正</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li><sup>237</sup>Np、<sup>241</sup>Am、<sup>244</sup>Cm の測定ピークのエネルギーと基準エネルギーの差が<math>\pm 0.05</math> MeV 未満であること。</li> <li><sup>241</sup>Am を含む標準試料を測定し、測定値と半減期補正後の表示値の差が 20%以下であること。</li> </ul>	1回/6か月
γ線スペクトル分析装置	<ul style="list-style-type: none"> <li><sup>241</sup>Am、<sup>137</sup>Cs、<sup>60</sup>Co 等を含む標準溶液の測定によるエネルギー校正及び計数効率の校正</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li><sup>241</sup>Am、<sup>137</sup>Cs、<sup>60</sup>Co の測定ピークのエネルギーと基準エネルギーの差が<math>\pm 2</math> keV 未満であること。</li> <li><sup>241</sup>Am、<sup>137</sup>Cs、<sup>60</sup>Co の測定ピークに対応するチャンネルと基準チャンネルの差が<math>\pm 4</math> チャンネル未満であること。</li> <li>標準溶液を測定し、測定値と標準溶液の表示値の差が 20%以内であること。</li> </ul>	1回/6か月
振動式密度計	<ul style="list-style-type: none"> <li>蒸留水の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>蒸留水を測定し、測定値と測定温度での蒸留水の密度の差が<math>\pm 0.001</math> g/cm<sup>3</sup> 以内であること。</li> </ul>	1回/6か月
イオンクロマトグラフ	<ul style="list-style-type: none"> <li>F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合標準溶液を用いた検量線の作成</li> <li>F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合標準溶液の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>検量線の相関係数が 0.999 以上であること。</li> <li>F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合標準溶液を測定し、測定値と標準溶液の表示値の差が 10%以内であること。</li> </ul>	使用の都度
粒度分布分析装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>標準分銅の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>標準分銅を測定し、測定値が分銅の校正証明書における拡張不確かさの範囲以内であること。</li> </ul>	使用の都度

Table 11 計量管理分析装置の校正（健全性の確認）方法、管理基準、頻度

分析装置	校正方法	管理基準	頻度
表面電離型質量分析計 (TIMS)	・Pu 及び U 標準溶液の同位体比 ( $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 及び $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ ) の測定	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 認証標準物質 (CRM) から調製した Pu 及び U 標準溶液の同位体比 (<math>^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}</math> 及び <math>^{235}\text{U}/^{238}\text{U}</math>) を繰り返し測定し (N<math>\geq</math>10)、その相対標準偏差が 0.1%以内であること。</li> <li>・ 測定値と表示値の有意差検定を実施し、有意水準 5%において有意差が認められないこと。</li> </ul>	1 回/1 か月
分光光度計	・ Pu 及び U 標準溶液を用いた検量線の作成	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 検量線の相関係数が 0.999 以上であること。</li> <li>・ Pu 標準溶液を測定し、測定値と標準溶液の表示値の差が 6%以内であること。</li> <li>・ U 標準溶液を測定し、測定値と標準溶液の表示値の差が 15%以内であること。</li> <li>・ Pu または U 標準溶液の測定結果と前回の測定結果の変動幅が 5%以内であること。</li> </ul>	1 回/6 か月
$\alpha$ 線計測装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ プラトー領域の確認</li> <li>・ 標準線源の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 印加電圧を 50 V 間隔で変化させながら標準線源を測定して作成したプラトー曲線のプラトー長が 150 V 以上かつプラトー傾斜が 5%/100 V 以下であること。</li> <li>・ プラトー領域の低い方から 1/3 付近の印加電圧で標準線源を繰り返し測定 (N=5) して算出した計数効率が 20%から 40%の範囲内であること。また、前回の計数効率との変動幅が 5%以内であること。</li> </ul>	1 回/6 か月
振動式密度計	・ 乾燥空気及び超純水の測定	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 乾燥空気及び超純水を繰り返し測定し (N<math>\geq</math>10)、その相対標準偏差が 0.0005%以下であること。</li> <li>・ 乾燥空気及び超純水の測定値に対し、前回の測定値との有意差検定を実施し、有意水準 5%において有意差が認められないこと。</li> </ul>	1 回/1 か月
電子天秤	・ 標準分銅の測定	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 基準分銅 (1 次分銅及び 2 次分銅) を測定し、測定値が分銅の校正証明書における拡張不確かさの範囲以内であること。</li> </ul>	使用の都度
ICP 発光分光分析装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 元素標準溶液を用いた検量線の作成</li> <li>・ 元素標準溶液の測定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 検量線の相関係数が 0.999 以上であること。</li> <li>・ 標準溶液を測定し、測定値と調製値の差が 15%以内であること。</li> </ul>	使用の都度

Table 12 分析に伴う廃棄物の発生量

(A) 低濃度の Pu 溶液等の取出しにおける廃棄物発生量

燃性	容器	βγ系	Pu 系
可燃性固体廃棄物	60 L パック	38 個 (2,280 L)	—
	15 L パック	—	23 個 (345 L)
難燃性固体廃棄物	低放射性難燃物袋 (15 kg) *	34 個 (2,448 L)	5 個 (360 L)
	15 L パック	7 個 (105 L)	27 個 (405 L)
不燃性固体廃棄物	低放射性難燃物袋 (15 kg) *	13 個 (936 L)	1 個 (72 L)
	15 L パック	12 個 (180 L)	13 個 (195 L)

\* 低放射性難燃物袋は 72 L として換算

(B) U 溶液等の取出しにおける廃棄物発生量

燃性	容器	βγ系	Pu 系
可燃性固体廃棄物	60 L パック	13 個 (780 L)	—
	15 L パック	—	4 個 (60 L)
難燃性固体廃棄物	低放射性難燃物袋 (15 kg) *	10 個 (720 L)	—
	15 L パック	3 個 (45 L)	10 個 (150 L)
不燃性固体廃棄物	低放射性難燃物袋 (15 kg) *	3 個 (216 L)	—
	15 L パック	4 個 (60 L)	5 個 (75 L)

\* 低放射性難燃物袋は 72 L として換算

Table 13 分析技能認定の認定試験

	評価項目	評価方法	合否判定	有効期間
筆記試験	分析手法の原理、分析データ評価手法に関する理解度評価	筆記試験の正答率	8割以上の正解	
実技試験	分析操作の以下の項目における技能評価 <ul style="list-style-type: none"> <li>分析装置・機器の取扱</li> <li>分析精度に影響する作業（試料の採取等）に対する注意の払い方</li> <li>コンタミネーションに対する注意の払い方</li> <li>分析作業の正確さ</li> <li>分析作業後の後片付け</li> </ul> その他必要とする項目	審査者が受検者の分析操作を観察し、3段階で評価 A（手際が良く正確かつ迅速に行える） B（作業の良さは目立たないが確実に行える） C（作業の仕方に不安定さがみられる）	総合評価 B 以上	認定日から 3 年間
	分析結果の評価	受検者全員の分析値から母集団の平均値及び標準偏差を算出するとともに、統計、z スコアにより評価	z スコア評価 -2 ≤ z スコア ≤ 2	



Table 14 分析技能認定の対象とした分析法と認定者数

項目	分析技能認定の対象とした分析法	認定者数	
		低濃度の Pu 溶液等の の取出し	U 溶液等の 取出し
工程 管理 分析	滴定分析法	9	14
	酢酸エチル抽出/DBM* <sup>1</sup> 吸光光度法	7	7
	硝酸アンモニウムセリウム(IV)/Pu(VI)吸光光度法	6	6
	TTA* <sup>2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	8	8
	全放射能分析法	6	6
	γ線スペクトル分析法	6	6
	α線スペクトル分析法	6	6
計量 管理 分析	質量分析法	6	6
	振動式密度測定法	6	12
	同位体希釈質量分析法	6	6
	加熱重量法	4	6
	ICP 発光分光分析法	4	4
	酢酸エチル抽出/DBM* <sup>1</sup> 吸光光度法	7	7
	TTA* <sup>2</sup> ・キシレン抽出/α線計測法	7	7

\*1 DBM : ジベンゾイルメタン

\*2 TTA : 2-テノイルトリフルオロアセトン

Table 15 実施した訓練一覧

実施時期	訓練名称	実施日時	実施内容
低濃度の Pu 溶液等の取出し	再処理施設非常事態訓練 ／初期消火活動訓練	2022 年 10 月 21 日	分析室に保管していた可燃性の廃棄物仕掛品から火災が発生することを想定し、消火器による初期消火等の対応について確認した。
	分析セルライン異常時の 対応訓練（運転操作訓練）	2022 年 12 月 22 日	分析セルラインでの分析作業時に、トングブーツ脱落による分析セルライン 負圧損失事象の発生を想定し、負圧の維持、汚染拡大防止等の応急措置を含 めた対応方法の確認、復旧のためのブーツ交換作業を実施した。
	負傷・汚染時対応訓練	2023 年 1 月 27 日	分析作業中の身体汚染者発生を想定し、身体汚染者発生時の対応方法の確認、 汚染拡大防止のグリーンハウスの設置及び汚染エリア入域のための身体防護 具の着装を実施した。
U 溶液等の取出し	管理区域内火災対応訓練	2023 年 7 月 5 日	分析室に保管していた可燃性の廃棄物仕掛品から火災が発生することを想定 し、消火器による初期消火等の対応について確認した。
	保安規定第 53 条第 2 項訓練	2023 年 10 月 20 日	分析作業中に他部署の所掌施設で火災・負傷者の発生を想定した人員点呼、 初期消火等の対応について確認した。
	運転操作訓練	2023 年 11 月 22 日	分析セルラインでの分析作業時に、トングブーツ脱落による分析セルライン 負圧損失事象の発生を想定し、負圧の維持、汚染拡大防止等の応急措置を含 めた対応方法の確認、復旧のためのブーツ交換作業を実施した。
	化学物質取扱い、異常時対応訓練	2023 年 11 月 28 日	分析作業中の薬傷発生を想定し、応急措置及び事象発生・処置報告に伴う通 報連絡について確認した。



