

JAERI-M  
4594

J M T R 分析手順 (改訂)

1971年9月

戸根 弘人・山本 克宗・岡川 誠吾  
横内猪一郎・後村 正勝

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

J M T R 分 析 手 順 ( 改 訂 )

日本原子力研究所大洗研究所材料試験炉部  
戸根 弘人・山本 克宗・岡川 誠吾  
横内猪一郎・後村 正勝

( 1 9 7 1 年 9 月 受 理 )

1969年6月に「JMTR分析手順」を作成したが、その後、改訂の必要が生じたので分析対象を大巾に増加して改訂版を作成した。この報文には、JMTRで行なわれる分析法、分析装置を示している。

分析操作は基準化することによつて作業効率をたかめ、迅速なモニタリング、異常事故時の早急な原因究明と対策の確立をとることができるようになっている。記載されている分析法は、各種の分析法を十分に検討し、JMTRの目的に合致した迅速、簡単、高感度な方法のみをえらび、また、必要に応じて新たな分析法及び測定装置の開発を行なつた。

JAERI-M 4594

Chemical Analysis Procedures for JMTR ( Revised )

Hirohito TONE, Katumune YAMAMOTO, Seigo OKAGAWA

Ichiro YOKOUCHI, Masakatu ATOMURA

Div. of JMTR Project, Oarai, JAERI

(Received Sept. 1971)

Chemical analysis at the JMTR are important for the operation of reactor and high pressured water loops and for the reactor and loop chemistry.

The analytical procedures and equipment employed by the analytical chemistry branch of JMTR are described.

Many of these procedures are standardized ones to speed up analytical services in the laboratory.

The objects for the chemical analysis are active and nonactive nuclides and chemical compounds in the primary coolants, which are concerned with corrosion, reactor fuels failure, reactor plant safety, water treatment in loops and reactor, and water chemistry.

## ま え が き

1969年6月にJAERI-memo 3599（公開）で、「JMTR分析手順」を作成したが、その後約2年を経過して、JMTRの分析項目、作業などが変化し、また、分析対象も増加したため、分析手順を改訂する必要が生じた。このためJMTRの分析手順を全面的に改訂し、分析方法や注意事項については、必要に応じて、更に詳細に述べるようにした。

JMTRにおける分析業務は炉の安全運転、ループなどによる炉化学的諸研究、各種モニタリング実施上の必要な業務であり、安全性の確保と事故時の対策などの手段として、重要な位置をしめている。

したがってこれらの分析、操作法の詳細を確立することは、JMTRの基本的な方針の一つである。

「業務は積極的に規準化、マニア化する」にしたいが、JMTRの分析業務を可能なかぎり、単純化、基純化して作業効率をたかめ、迅速なモニタリング、各種ループ実験の能率化、異常事故時の早急な原因究明と対策の確立をはかるためにJMTR分析マニュアルを作成した。

この分析マニュアルに記載されている分析法はJIS、その他の文献に示されている各種の分析法を十分に検討し、上記のJMTRの目的に合致した迅速、簡単、高感度な方法のみをえらび原子炉冷却水及びループ水中の元素分析用にアレンジした。

また、必要に応じて新たな分析法及び測定装置の開発を行なった。

このマニュアルに示されている分析対象は原子炉及びループ冷却水中の放射性及び非放射性元素で、炉及びループ冷却水の水質管理、核燃料の破損検出、炉化学、ループ化学、構造材料の腐食、安全性などに関係をもつ元素である。

このマニュアルで使用する分析装置は主として分光光度計、ガスクロマトグラフ、原子吸光分光光度計、濁度計、炎光光度計、波高分析器、放射能測定装置などである。

非放射性元素のうちFe, Cr, Ni, Mn, Zn, Cu, Co, Mg, Mo, Pb, Sr, Na, などのROUTINE ANALYSISには、分析時間がみじかく、分析操作の簡単な原子吸光分析によつて行ない、これらの元素のうち分光光度法によつて分析したほうが、分析感度の高い元素については、必要に応じて分光光度法を用いる。

以 上

昭和46年9月

材料試験炉部照射第3課

戸根 弘人・山本 克宗・岡川 誠吾・横内猪一郎・後村 正勝



第2部	吸光光度法	75
(1)	$\text{Al}^{+3}, \text{Fe}^{+3}$ ( Al と Fe の同時定量 )	77
(2)	$\text{Al}^{+3}$	80
(3)	$\text{Be}^{+2}$	81
(4)	B	85
(5)	$\text{Cd}^{+2}$	89
(6)	$\text{Cl}^{-}$	93
(7)	$\text{Co}^{+3}$	97
(8)	Crud + ミリポアフィルター の処理方法	101
(9)	1次冷却水中の Crud の濃度	102
(10)	Crud 中のアルミニウム	103
(11)	$\text{Cu}^{+2}$	105
(12)	$\text{Fe}^{+3}, \text{Cr}^{+3}$ ( Fe と Cr の同時定量 )	109
(13)	$\text{H}_2\text{O}_2$	115
(14)	$\text{I}^{-}$ および $\text{I}_2$	119
(15)	I	120
(16)	$\text{Mn}^{+2}$	123
(17)	$\text{Ni}^{+2}$	125
(18)	$\text{NH}_3$	129
(19)	$\text{NO}_3^{-}$	130
(20)	$\text{NO}_2^{-}$	135
(21)	$\text{Pb}^{+2}$	139
(22)	$\text{SiO}_2$ ( 溶けているシリカ, 通称「比色シリカ」のみ )	140
(23)	$\text{SO}_4^{-2}$	143
(24)	$\text{S}^{-2}$	144
(25)	$\text{Sn}^{+4}$	147
(26)	$\text{UO}_2^{+2}$	148
(27)	$\text{Zn}^{+2}$	151
(28)	Zr	157
(29)	濁度	158
第3部	ガス分析	163
(1)	1次冷却水中の溶存水素	165
(2)	原子炉1次冷却水中の全溶存ガス測定法	170
(3)	Loop の off gas 量測定法	172
(4)	ベックマン溶存酸素計によるループ冷却水の溶存酸素濃度測定	173

第4部	滴 定 法	177
(1)	B (JMTRポイズンタンク内のボロン)	179
(2)	溶存酸素	182
(3)	Mg	184
(4)	硬 度	185
(5)	水中の有機物	187
第5部	原子吸光分析法	189
(1)	装 置	191
(2)	原子吸光分析装置の作動方法	191
(3)	原子吸光分析装置のホローカソードランプの種類, 最大電流値と使用電流値	192
(4)	各々の元素の分析線と検出限界	192
第6部	炎光光度法	201
(1)	Ca	203
(2)	K	204
(3)	Li	207
(4)	Na	208

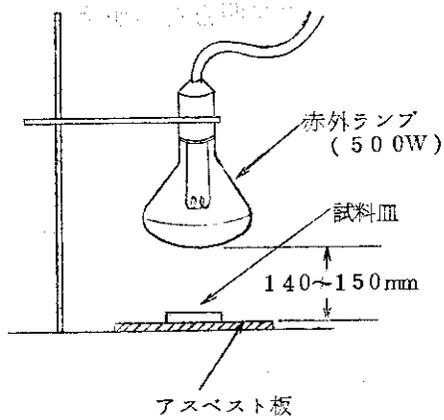
第1部 放射性核種の分析法

分析対象	原子炉冷却水中の全 $\gamma$ 線スペクトル
分析法	シンチレーションカウンター測定法
<p>分析操作</p> <p>試料水 5ml</p> <p>←試料水 5ml をポリエチレン製棒ビン (16<math>\phi</math>×86.5h) に採取する。  ←ウエル型シンチレーションカウンターにセットする。  ←サンプリング時より15分後に測定。</p> <p>測定 日立400チャンネル波高分析装置を用いる。(注)</p> <p>←測定した<math>\gamma</math>線スペクトルは日立PQD-33型レコーダーで記録し、記録紙を保存する。</p>	
適用範囲	
<p>(注) 日立400チャンネル波高分析装置の取扱説明書を参照すること。</p>	

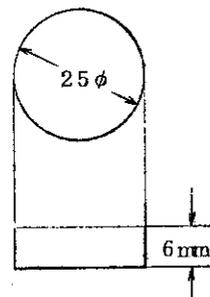
分析対象	全ベータ放射能
分析法	GM計数管測定法
<p><u>分析操作</u></p> <p>試料水 1ml</p> <p>←ステンレス製試料皿(25φ×6h)に取る。</p> <p>←乾燥装置に移して、赤外線ランプ(500W)を点灯し、乾燥する。 (約7分間)</p> <p>←サンプリング時より、30分後にGMカウンターで測定する。</p> <p>測定 試料水のμCi数 = (試料のcpm) × (校正値)</p>	

適用範囲	
------	--

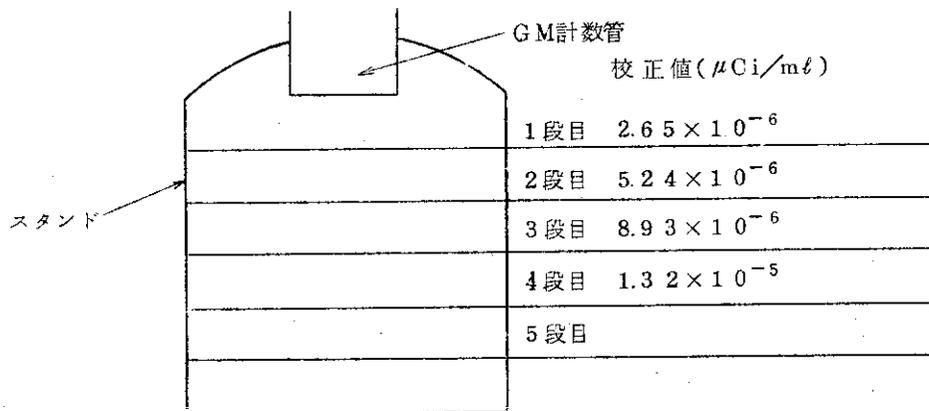
○試料水乾燥装置



○試料皿



○校正値

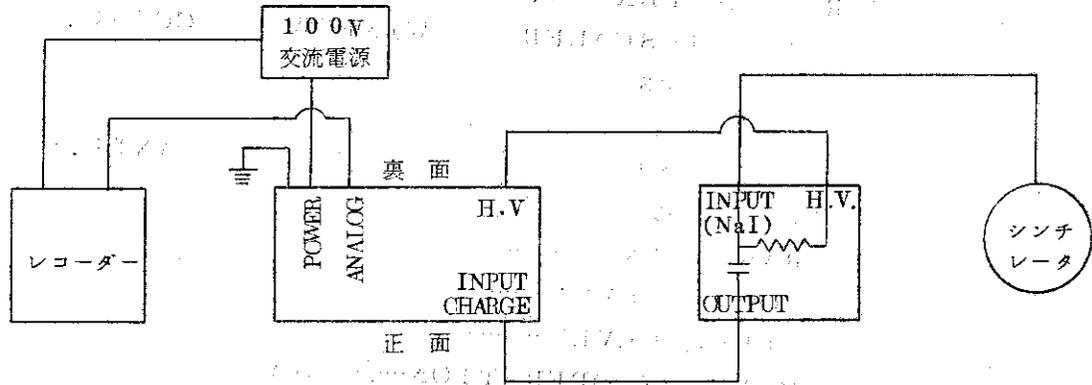


分析対象 400チャンネルPHAによる放射性核種の濃度測定

I 400チャンネルPHA装置の取扱法

(1-1) 配線チェック

下図のように配線されていることを確かめる。



PHA(日立400チャンネルPHA)

Fig. 1. 配線図

(1-2) 測定前操作

(1-2-1) PHAとレコーダーの電源を入れる。

PHAは正面のR-402 POWER UNITのスイッチをONにする。

レコーダーは正面左側のつまみをOFFからAMPまでまわす。

(1-2-2) PHA裏面のHVスイッチをONにする。

(1-2-3) レコーダー正面左側のつまみをSERVOまでまわす。

(注) ある期間にわたって連続使用する場合は常時1~3の操作が終わった状態にしておくこと。ただしレコーダーに用いられている水銀電池は連続使用の場合3ヶ月しかもたないので注意を要すると共に、連続使用しない場合はレコーダーはOFFにしておくこと。

(1-2-4) PHA正面の各スイッチが次のようになっていることを確認する。

(矢印はスイッチの倒れている方向を示す)

i) R-400 READ OUT UNIT

INTEGRATE

↓  
NORMAL

ii) R-401 MEMORY UNIT

LOG

SEPARATION

↓  
LINEAR

↓  
NORMAL

MEMORY LOCATIONつまみは400とする。

iii) R-403 CONTROL UNIT  
 READOUT      PRESET  
 ANALOG      COUNT      LIVE  
           ↑                    ↓                    ↑  
 DIGITAL      TIME      TRVE

iv) R-404A PHA UNIT  
 MULTI-SCALER      WINDOW      COINC.(+)  
                   ×3                    ×5  
                   ↓                    ↓                    ↓  
                   ×1                    ×1                    ANTI.(-)

ダイヤルについては

BASE LINE.....0  
 LOWER LEVEL.....0  
 UPPER LEVEL.....9  
 MODE OF OPERATION.....PHA

(1-3) 測定

(1-3-1) 試料挿入

所定のポリエチレン棒状ビンに試料を入れ、用意してあるポリエチレン袋(100mm×35mm)に棒状ビンを入れてウエル型シンチレーションカウンターに挿入する。この時カウンターを放射性物質で汚染しないよう細心の注意を払うこと。また試料の入った状態ではカウンターの鉛蓋はしまらないので裏返しにしてカウンターの上におくこと。

(1-3-2) H.V.およびGAINの設定

H.V.およびGAINは測定試料に応じて次の値を選ぶ。

i) 全 $\gamma$ 線スペクトル測定 (Fig 2 参照)

{ H.V = 720V (ダイヤル目盛で220)  
 { GAIN 1

この場合400チャンネルが約3.2 MeVになる。このエネルギーの低い部分を拡大してみた場合には

{ H.V = 720V  
 { GAIN=2

とすれば400チャンネルが約1.6 MeVに相当する。

(Fig 2, 直線(b))。

ii) 各核種分析 (Fig 3 参照)

{ H.V = 690V (ダイヤル目盛で190)  
 { GAIN=2

この条件では400チャンネルが2.1 MeVに相当。

エネルギーの低い部分を拡大したい時は (Fig 3 (b))

{ H.V = 760V (ダイヤル目盛で260)  
 { GAIN=2

(注) GAINのfineツマミは常に左側いっぱい廻しておくこと。

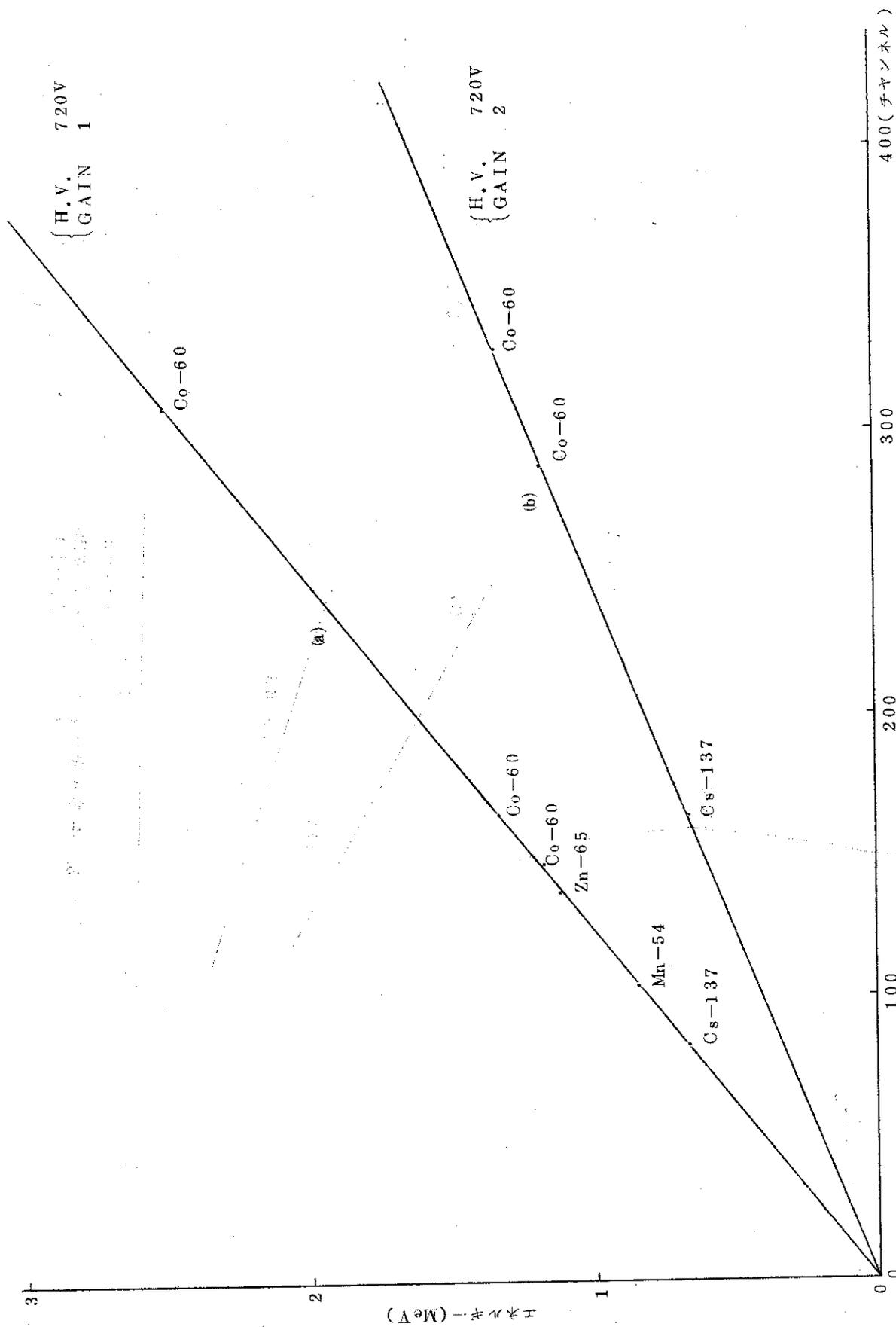


Fig 2. エネルギーとチャンネルの関係 全γ線スペクトル測定用 (44.10.27測定)

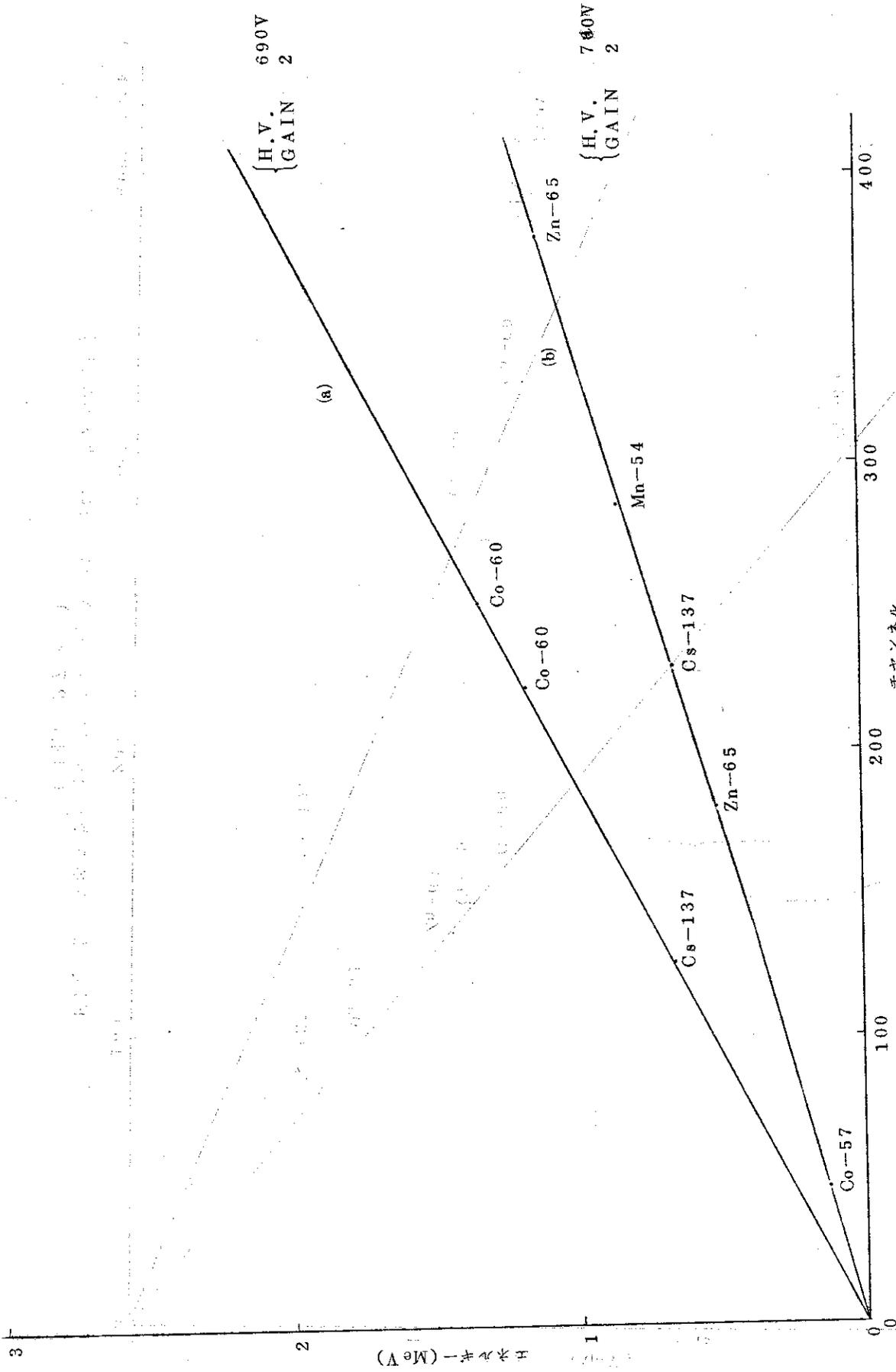


Fig 3. エネルギーとチャンネルの関係 各種分析用  
(4.10.27測定)

## (1-3-3) PRESET COUNT および測定時間の設定

試料の放射能強度に応じて適当な値を選択する。

## (1-3-4) 計 数

- i) DISPLAY ボタンを押し、ブラウン管上の像を見ながらR-400 READ OUT UNIT 上の各ダイヤルをまわして像の明るさ、焦点、位置を調整する。
- ii) R-403 CONTROL UNIT上のMEMORY RESET ボタンをおして前回の測定で現われていた像を消す。
- iii) STOP ボタンを押し、次いでADDボタンを押し計数を開始する。
- iv) 計数が終わったらDISPLAY ボタンを押すとブラウン管上に像が現われる。

## (1-3-5) 記 録

- i) レコーダーのペンを下し、インクの出方を確認する。インクが出ない時はレコーダー内の赤いゴムキャップを頂上にあいている穴をおさえながら押す。
- ii) レコーダー正面右側のチャートスピードツマミをまわしてマジックインクで400と書いてあるところに合わせる。
- iii) ペンを記録紙上のゼロチャンネルに合わせる。手動チャートドライブは記録計右側面についている。
- iv) PHA R-403 UNIT上のSTOP ボタンを押す。
- v) STOP ボタンのすぐ上のREAD OUT ボタンを押す。この記録紙とペンが同時に動き出す。
- vi) 400チャンネルまで進むと記録紙とペンは自動的にとまる。途中でとめる必要がある場合はPHA R-403 UNITのSTOP ボタンを押す。
- vii) 記録紙に次の事項を記入する。
  - ① 測定年月日時分
  - ② 測定者氏名
  - ③ 試料名
  - ④ 試料水量
  - ⑤ H.V.
  - ⑥ GAIN
  - ⑦ PRESET COUNT
  - ⑧ 測定時間

## (1-3-6) back groundの高い場合の計数

back groundの低い場合には上記の通りが良いがback groundが高くなつた場合あるいはback groundにピークが現われる場合にはこれを差し引いて計数しなければならない。

- i) 試料をカウンターに入れずに(1-3-2)から(1-3-4)の(IV)までの操作を行なう。ただ(1-3-4-III)ではADDの代わりにSUBボタンを押す。
- ii) 試料をカウンターに挿入する。
- iii) R-403 UNIT上のSTOP ボタンを押し、次いでADDボタンを押してback groundを測定したと同じ時間計数する。
- iv) 計数が終わったらDISPLAY ボタンを押すとブラウン管上にback groundを差引いた像が現われる。
- v) ブラウン管の像を見て、上の方に曲線からはなれた点がある場合にはR-403 UNIT上のMANUAL ADVANCEのX1ボタンを2~3秒間押し続けているとこの点は曲線の中に入ってくる。
- vi) (1-3-5)に従って記録する。

(1-3-7) 測定終了後の操作

測定が終わったら試料を取り出し、R-400 UNIT上のINTENSITYツマミにより、像をできるだけ暗くしておく。これ以外はそのままでよい。ただし、連続使用のしない場合にはレコーダーをOFFにしておく。

II 放射性核種の濃度測定法

(2-1) ピークのチャンネル数を記録紙より求め、Fig. 2またはFig. 3からエネルギーを求め、これから核種を推定する。必要があれば同一試料についてある時間ごとに測定してピークの減衰状況から核種の同定をする。

(2-2) 定量法

(2-2-1)  $\gamma$ 線ピークの計数値

(CPS)のもとめ方。

定量はピークを三角形で近似し、その面積を計算する方法で行なう

(Fig 4 参照)。

ピークの計数値C(cps)は次式に従って計算する。

$$C(\text{cps}) = \text{P.C.} \times \frac{\frac{h}{2.5} \times d}{2} \times \frac{1}{100} \times \frac{1}{t}$$

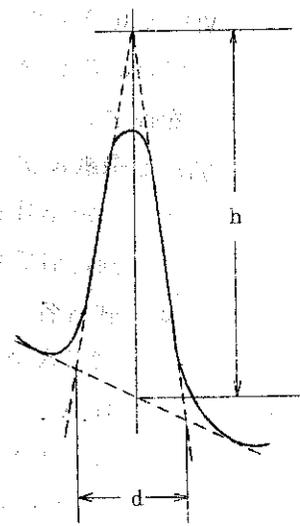


Fig. 4

..... (1)

ここで、

C :  $\gamma$ 線ピークの計数値(cps)

P.C. : PRESET COUNT

h : 図4に示す三角形高さ (mm)

d : ピークの巾 (mm)

t : 計数時間 (sec)

(2.5) : チャート1目盛の間隔 (mm)

(1/100) : このFactorはh/2.5(%)で得られたピークの高さを小数値に変換する因子

したがって

$$C(\text{cps}) = 2 \times 10^{-3} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t} \dots\dots\dots (2)$$

(2-2-2) 溶媒抽出によつて放射性核種を抽出した場合の核種濃度のもとのめ方。

(A) 多量の試料水、例えば原子炉1次冷却水またはループ1次冷却水中の放射性核種を少量の有機溶媒 (JMTRでは10~20mlを使用する) で抽出し、この有機溶媒の5mlを400チャンネルPHAによつて計数する。

このとき得られたγ線エネルギーのピーク面積から試料水中の放射性核種の濃度 (μCi/ml) をもとのめる方法を以下に示す。

(B) Fig 5に示すγ線エネルギーと計数効率との関係から計数効率 (E%) を求め、またこのエネルギーの放射線の放出割合を考慮すると、(2)式よりこの核種の濃度は(3)式で与えられる。

$$A(\mu\text{Ci/ml}) = \frac{C}{3.7 \times R \times E \times V} \times \frac{v}{5} \times \frac{1}{\text{減衰割合}} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、(v/5)項の数値5はポリエチレン棒状ビンに入れる有機溶媒の量である。(3)式に(2)式を代入すると、

$$A(\mu\text{Ci/ml}) = 1.08 \times 10^{-4} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d \times v}{t \times R \times E \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、

- E : 計数効率 (%)
- R : 着目しているγ線ピークのエネルギーをもつ放射線の放出割合 (%)
- V : 試料水の量 (ml)
- v : 最後の抽出操作に用いた溶媒の量 (ml)
- (減衰割合) : 放射性核種の減衰曲線よりもとのめる。

なお、(4)式の減衰割合とはサンプリング時の放射能濃度に換算するための係数で、例えばMn<sup>56</sup> (T<sub>1/2</sub> = 2.58hr)の場合にはサンプリングから2.58時間後に測定したとすれば減衰割合は0.5となる。

次に、溶媒抽出によつてJMTRで測定する代表的な放射性核種の濃度計算式をTable 1に示す。

したがって、Table 1に示されている核種の濃度をもとめるには(4)式よりもTable 1に示す計算式を使用したほうが便利である。

また、各計算式に使用するP.C.の値(測定器には $2^n$ の値で示されている。)を下に示す。

$$2^9 = 512$$

$$2^{10} = 1024$$

$$2^{11} = 2048$$

$$2^{12} = 4096$$

$$2^{13} = 8192$$

$$2^{14} = 16384$$

$$2^{15} = 32768$$

(2-2-3) Gross  $\gamma$ の測定から核種の濃度を求める方法

原子炉及びビルの1次冷却水のVmlをポリエチレン棒状ビンに入れ、40.0チャンネルPHAによつて(ウエル型シンチレーターを使用する) Gross  $\gamma$ を測定し、 $\gamma$ 線エネルギーのピークのpatternをしらべる。

このとき得られる $\gamma$ 線エネルギーのピーク面積より核種の濃度をもとめるには、(6)式を使用する。

$$A(\mu\text{Ci/ml}) = \frac{C}{3.7 \times R \times E \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}} \dots\dots\dots (5)$$

JMTRでは5mlをポリエチレン棒状ビンに入れて測定する。

したがって、 $V=5\text{ml}$ とし(2)式を(5)式に代入すると、

$$A(\mu\text{Ci/ml}) = 1.08 \times 10^{-4} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times R \times E} \times \frac{1}{\text{減衰割合}} \dots\dots\dots (6)$$

ここで、

P.C. : 装置のPRESET COUNT.

t : 計数時間(sec).

h : ピークの高さ(mm), Fig 4 参照.

d : ピークの巾(mm), Fig 4 参照.

R : 核種からの $\gamma$ 線の放出率(%).

E : 計数効率(%), Fig 5 参照.

なお、(6)式の減衰割合はサンプリングから測定までの経過時間と別添の減衰曲線よりもとめる。

以上

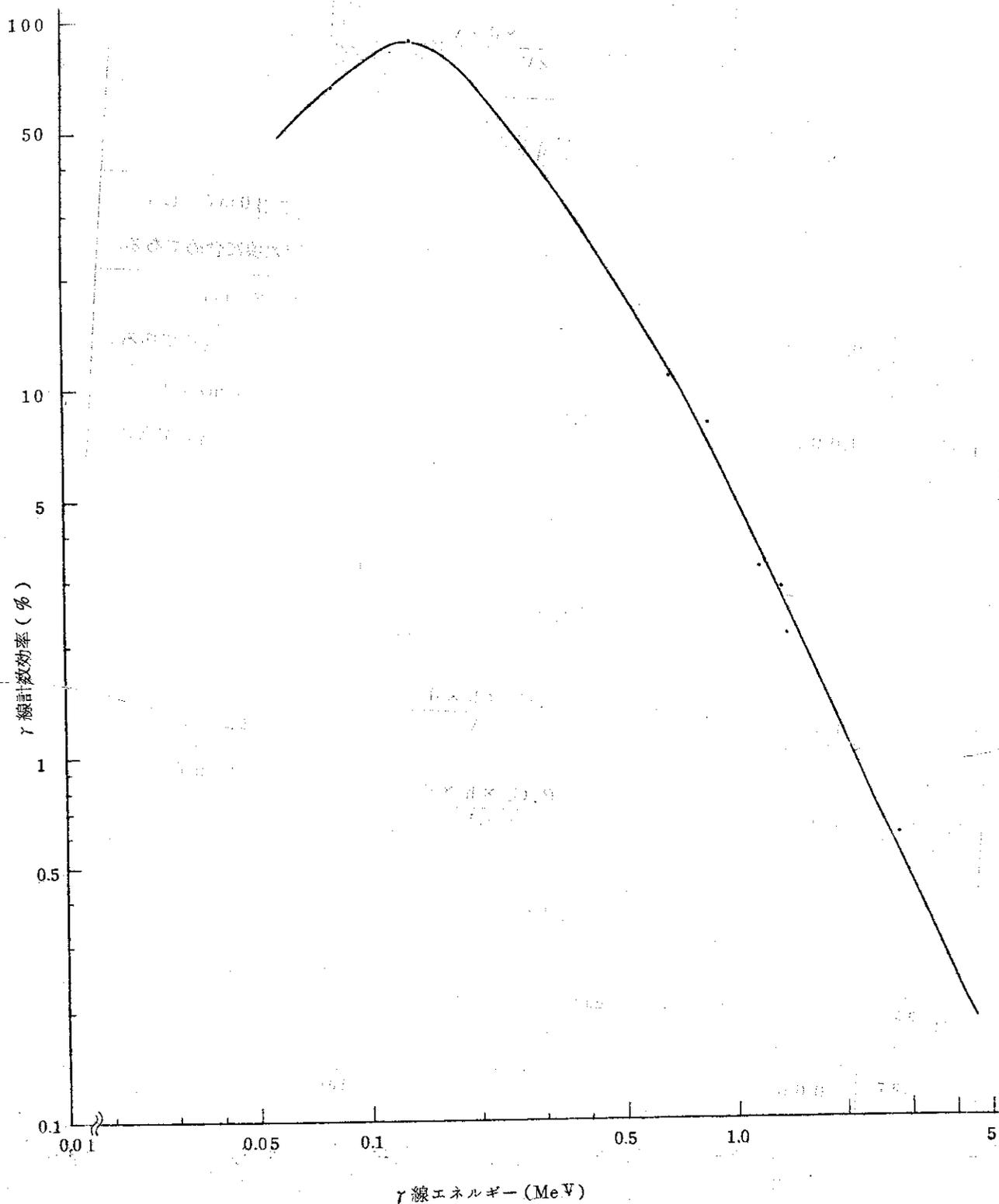


Fig 5. γ線エネルギーと計数効率の関係 (標準線源によつてもとめた。)

Table 1 溶媒抽出による放射性核種の濃度計算式

核種	着目ピーク (MeV)	核種濃度の計算式 ( $\mu\text{Ci}/\text{ml}$ )	備考
Na <sup>24</sup>	1.368	$0.51 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d \times v}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	
Al <sup>28</sup>	1.78	$0.77 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d \times v}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	
Cr <sup>51</sup>	0.322	$9.3 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=20mlとし、 定数項に含めてある。
Mn <sup>56</sup>	0.845	$3.12 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=20mlとし 定数項に含めてある。
Fe <sup>59</sup>	1.097	$4.9 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10mlとし 定数項に含めてある。
Cu <sup>60</sup>	1.173	$3.38 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10mlとし 定数項に含めてある。
Cu <sup>64</sup>	0.511	$7.1 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=20mlとし 定数項に含めてある。
Ni <sup>65</sup>	1.48	$10.3 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=20mlとし 定数項に含めてある。
W <sup>187</sup>	0.48	$1.93 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10mlとし 定数項に含めてある。
Ta <sup>182</sup>	0.15	$5.98 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10ml E=84% R=2.15%
Mo <sup>99</sup>		Mo <sup>99</sup> は $\beta$ 線計数によつてもとめる。	
Cs <sup>137</sup>	0.66	$1.15 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10mlとし 定数項に含めてある。
Cs <sup>138</sup>	1.43	$6.58 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P.C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$	v=10mlとし 定数項に含めてある。

分析対象	$\gamma$ 線スペクトルによる $I^{131}$ , $I^{133}$ , $I^{134}$ , および $I^{135}$ の濃度測定 (その1)
------	---

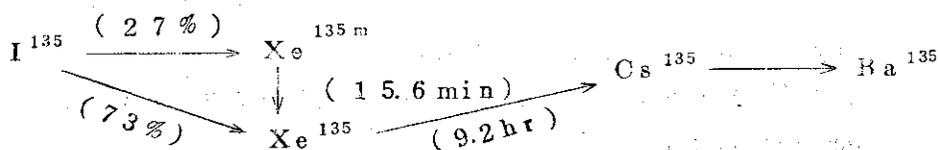
放射性ヨウ素を含む原子炉1次冷却水より四塩化炭素により放射性ヨウ素を抽出し、400チャンネル $\gamma$ 線波高分析器にかけて、各放射性ヨウ素の $\gamma$ 線ピークを測定する。これらの $\gamma$ 線ピークから  $I^{131}$ ,  $I^{133}$ ,  $I^{134}$ ,  $I^{135}$  の濃度をもとめる方法を示す。

(1)  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の濃度のもとめ方

(A)  $I^{133}$  と  $I^{135}$  は共に 0.525 MeV, 0.535 MeV の  $\gamma$  線を放出し、この  $\gamma$  線が最強であるため、 $I^{133}$  と  $I^{135}$  が共存する場合には、0.525 MeV と 0.535 MeV の混合ピークである 0.53 MeV の1つの  $\gamma$  線ピークが得られる。このため、0.53 MeV の混合ピークから  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  の濃度をもとめる方法を次に示す。

$I^{133}$ (20.8 hr).....	0.525 MeV (放出率94%)
$I^{135}$ (6.7 hr).....	0.535 MeV (放出率27%)

ここで、 $I^{135}$  の 0.535 MeV は  $Xe^{135m}$  から放出される  $\gamma$  線である。すなわち  $I^{135}$  は次の Decay を行なう。



ある時間原子炉を運転すると、 $U^{235}$  の核分裂によつて生ずる  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  の量は発生と、崩壊がつり合つた平衡濃度になつている。

すなわち、

$$\frac{dI}{dT} = -\lambda_I I - \sigma_I \phi I + r_I \Sigma_f \phi \quad (1)$$

ここで、 $I$  ≡ ヨウ素の原子数

$\lambda_I$  ≡ 崩壊定数

$\sigma_I$  ≡ ヨウ素の熱中性子吸収断面積

$r_I$  ≡ 核分裂収率

ヨウ素の平衡濃度を  $I_0$  とすると

$$I_0 = \frac{r_I \Sigma_f \phi}{\lambda_I + \sigma_I \phi} \approx \frac{r_I \Sigma_f \phi}{\lambda_I} \quad (2)$$

ヨウ素の放射能  $A_I$  は、(2)式より

$$A_I = \lambda_I I_0 = r_I \Sigma_f \phi \quad (3)$$

となる。

(2)式において、 $\sigma_I$  は非常に小さいので、 $\sigma_I \phi$  は  $\lambda_I$  にくらべて無視できる。

$I^{133}$  と  $I^{135}$  の平衡放射能の比率は、(3)式より、

$$\frac{A_I^{(133)}}{A_I^{(135)}} = \frac{r_I^{(133)} \Sigma_f \phi}{r_I^{(135)} \Sigma_f \phi} = \frac{r_I^{(133)}}{r_I^{(135)}} \quad (4)$$

したがって、原子炉運転時には  $I^{133}$ 、 $I^{135}$  の放射能比は核分裂収率の比に等しい。

$$\gamma_I^{(133)} = 6.9 \%$$

$$\gamma_I^{(135)} = 6.1 \%$$

したがって、(4)式より、炉心内の平衡時の放射能比は、

$$\frac{A_I^{(133)}}{A_I^{(135)}} = \frac{6.9}{6.1} = 1.13 \dots\dots\dots (5)$$

となる。

次に、測定作業においては、1次冷却水をサンプリングし、分離抽出して測定するまでにある時間が経過する。

この冷却時間によつて  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の 0.53 MeV  $\gamma$  線ピークの比率が変化する。

(B) 1次冷却水サンプリング後の 0.53 MeV の  $\gamma$  線ピークにおける  $I^{133}$ 、 $I^{135}$  の計数値の比の時間変化をもとめる。

$I^{133}$  のサンプリング後の decay による 0.53 MeV の  $\gamma$  線ピークの計数値は (6)式で表わされる。

$$C_3 = A_3^0 \left( \frac{R_3}{100} \right) \left( \frac{E}{100} \right) e^{-\lambda_3 t} \dots\dots\dots (6)$$

$C_3$  = 0.53 MeV の計数値

$A_3^0$  = サンプリング時の放射能

$R_3$  = 0.53 MeV の  $\gamma$  線の放出率 (%)

$E$  = 0.53 MeV の  $\gamma$  線に対する計数効率 (%)

$t$  = 冷却時間

$I^{135}$  については同様に、

$$C_5 = A_5^0 \left( \frac{R_5}{100} \right) \left( \frac{E}{100} \right) e^{-\lambda_5 t} \dots\dots\dots (7)$$

ここで、(6)、(7)式のサブスクリプト 3、5 は、それぞれ  $I^{133}$ 、 $I^{135}$  を示している。(6)、(7)式より計数値の比の時間変化は、

$$\frac{C_3}{C_5} = \left( \frac{A_3^0}{A_5^0} \right) \left( \frac{R_3}{R_5} \right) e^{(\lambda_5 - \lambda_3)t} \dots\dots\dots (8)$$

ここで、(5)式より

$$\frac{A_3^0}{A_5^0} = 1.13$$

$$R_3/R_5 = \frac{9.4}{2.7} = 3.48$$

したがって、(8)式は

$$C_3/C_5 = 3.93 e^{(\lambda_5 - \lambda_3)t} \dots\dots\dots (9)$$

ここで、

$$\lambda_5 = 1.034 \times 10^{-1} \text{ (hr}^{-1}\text{)}$$

$$\lambda_3 = 0.333 \times 10^{-1} \text{ (hr}^{-1}\text{)}$$

であるから、(9)式は

$$P = C_3/C_5 = 3.93 e^{2.01 \times 10^{-2} t} \quad \text{..... (10)}$$

したがって、サンプリング後の  $I^{133}/I^{135}$  の 0.53 MeV ピークにおける計数値の比の時間変化は(10)式によつて表わされる。(10)式をグラフに画くと Fig. 1 が得られる。

(C) サンプリング時の  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の濃度のもともめ方

(C-1) Fig. 1によつて、サンプリングからの経過時間における  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の計数値比(P)をもとめる。

このとき、 $I^{133}$  の計数値( $C_3$ )は、

$$C_3 = C_t \left( \frac{P}{P+1} \right) \quad \text{..... (11)}$$

$I^{135}$  の計数値( $C_5$ )は、

$$C_5 = C_t \left( \frac{1}{P+1} \right) \quad \text{..... (12)}$$

ここで、

$P = I^{133}$  と  $I^{135}$  の計数値比 ( $C_3/C_5$ )

$C_t =$  サンプリング後の経過時間  $t$  における 0.53 MeV のピークの全計数値 (CPS)

$C_t$  は(12)式によつてもとめる。

$$\begin{aligned} C_t &= (P \cdot C_5) \left( \frac{h}{2.5} \cdot \frac{d}{2} \right) \left( \frac{1}{100} \right) \left( \frac{1}{t} \right) \\ &= (2 \times 10^{-3}) \left[ \frac{(P \cdot C_5) h d}{t} \right] \quad \text{..... (13)} \end{aligned}$$

(13)式の詳細については「PHAによる放射性核種の測定」の(2)式を参照すること。

(C-2) 1次冷却水中のサンプリング時の  $I^{133}$  ,  $I^{135}$  の濃度は、(11), (12), (13)式よりもとめた  $C_3$  ,  $C_5$  と Fig. 2の  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の decay curve を用いてもとめる。(ヨウ素は  $CCl_4$  で抽出し、最後に AgI として全量測定することに注意。)

$I^{133}$  の濃度は、

$$\begin{aligned} A_3 (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) &= \frac{(C_3)}{(3.7 \times 10^4) (0.165) (0.94) (V) (D_3)} \\ A_3 (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) &= \frac{(1.74 \times 10^{-4}) (C_3)}{(V) (D_3)} \quad \text{..... (14)} \end{aligned}$$

$I^{135}$  の濃度は

$$A_5 (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(C_5)}{(3.7 \times 10^4) (0.165) (0.27) (V) (D_5)}$$

$$A_5 (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(6.06 \times 10^{-4}) (C_5)}{(V) (D_5)} \quad (15)$$

ここで、

$D_3 = \text{Fig. 2}$  よりもとめた  $I^{133}$  の減衰率

$D_5 = \text{Fig. 2}$  よりもとめた  $I^{135}$  の減衰率

$V = \text{試料水の量 (ml)}$

$A_3, A_5 = I^{133}$  と  $I^{135}$  のサンプリング時の 1 次水中の濃度 ( $\mu\text{Ci}/\text{ml}$ )

(14), (15) 式の分母の、

(0.27) は  $I^{135}$  の  $\gamma$  線放出率 (%)

(0.165) は 0.53 MeV の計数効率 (%)

(0.94) は  $I^{133}$  の  $\gamma$  線放出率 (%)

以上にのべた (14), (15) 式によつて  $I^{133}$  と  $I^{135}$  のサンプリング時における濃度をもとめることができる。

(2)  $I^{131}$  の濃度のもともめ方

$I^{131}$  の半減期は 8.06 d で 0.364 MeV の  $\gamma$  線放射率が 80% である。

1 次水中のヨウ素は 10 ml の  $\text{CCl}_4$  で抽出したのち、さらに  $\text{AgI}$  として沈澱させて測定する。

したがつて、0.364 MeV の  $\gamma$  線ピークより  $I^{131}$  の濃度の計算式は、

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(C)}{(3.7 \times 10^4) (R) (E) (V)} \quad (16)$$

(13) 式を (16) 式に代入すると

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(2 \times 10^{-3}) (P, C) (h) (d)}{(3.7 \times 10^4) (R) (E) (V) (t) (D_1)} \quad (17)$$

ここで

$$R = 0.8$$

$$E = 0.3$$

$$V = 100 \text{ ml}$$

$$D_1 = I^{131} \text{ の減衰率}$$

であるから、(17) 式は

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(2.25 \times 10^{-9}) (PC) (h) (d)}{(t) (D_1)} \quad (18)$$

(18) 式によつて  $I^{131}$  の濃度をもとめる。

$D_1$  は Fig. 3 によつてもとめる。

(3)  $I^{134}$  の濃度のもともめ方

$I^{134}$  の半減期は 5.3 min で, 0.86 MeV の  $\gamma$  線を放出し, この放出率は 95% である。

$I^{131}$  と同様に,  $I^{134}$  の計算式は,

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(C)}{(3.7 \times 10^4) (R) (E) (V)} \quad (19)$$

(19) 式を (18) 式に代入すると,

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(2 \times 10^{-3}) (P.C) (h) (d)}{(3.7 \times 10^4) (R) (E) (V) (t) (D_4)} \quad (20)$$

ここで,

$$R = 0.95$$

$$E = 0.066$$

$$V = 100 \text{ ml}$$

$$D_4 = I^{134} \text{ の減衰率}$$

であるから

$$A (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{(8.62 \times 10^{-9}) (P.C) (h) (d)}{(t) (D_4)} \quad (21)$$

$D_4$  は Fig. 4 よりもとめる。

(21) 式によつて  $I^{134}$  の濃度をもとめる。

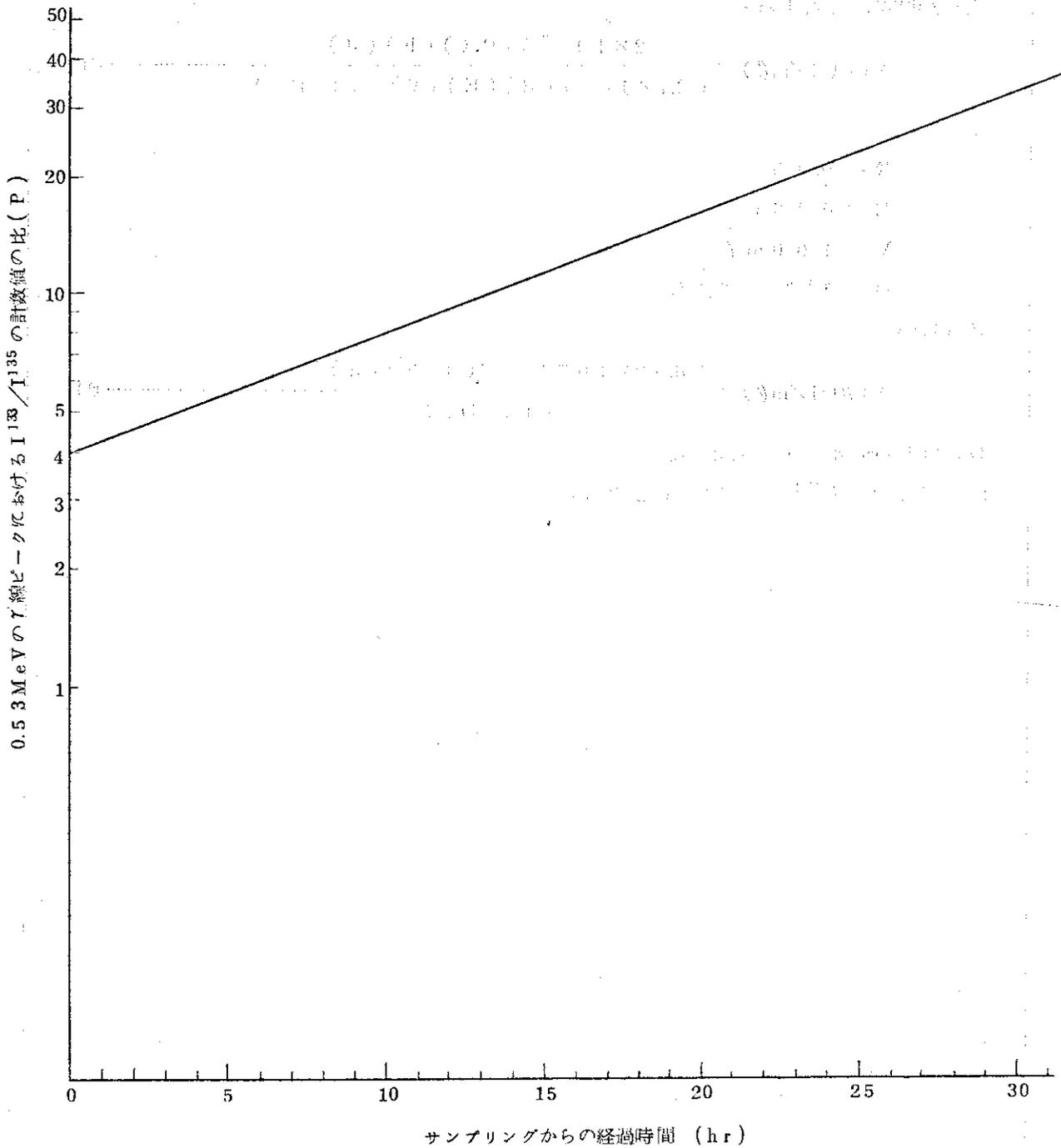


Fig. 1 0.53 MeVの $\gamma$ 線ピークにおける $I^{133}/I^{135}$ の計数値比の冷却時間に対する変化

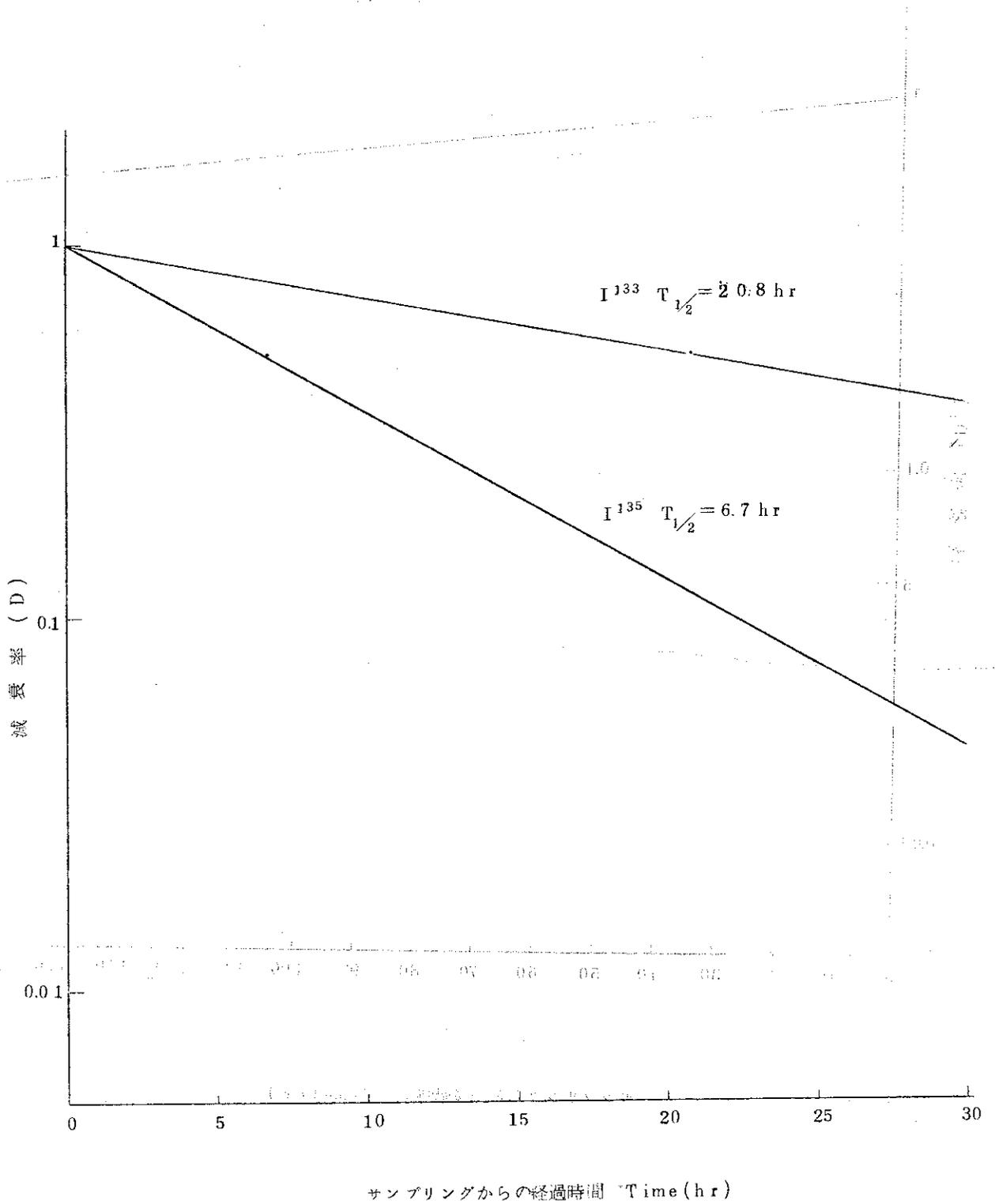


Fig. 2  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  の減衰曲線

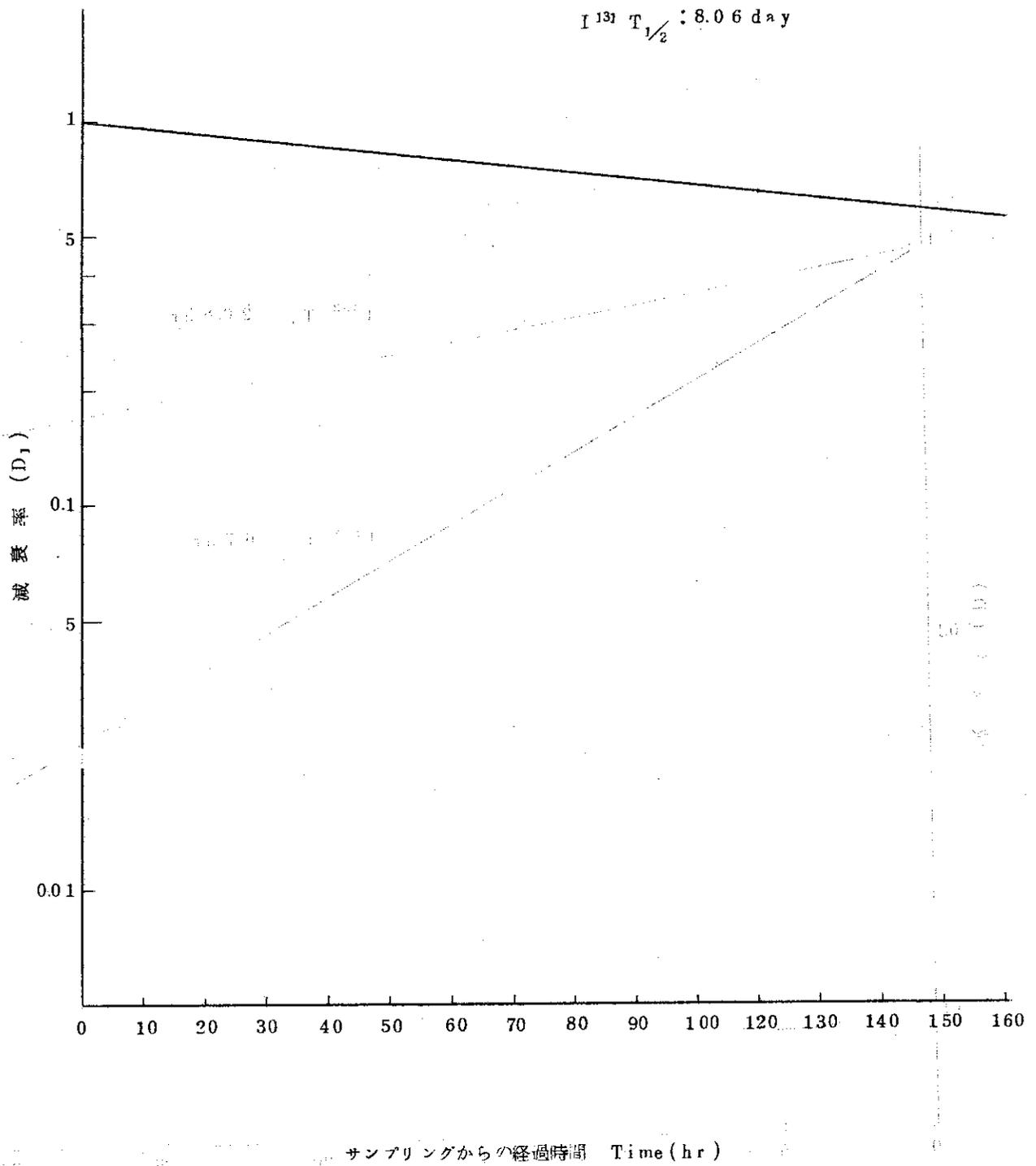


Fig. 3.  $I^{131}$ ,  $T_{1/2} : 8.06 \text{ day}$

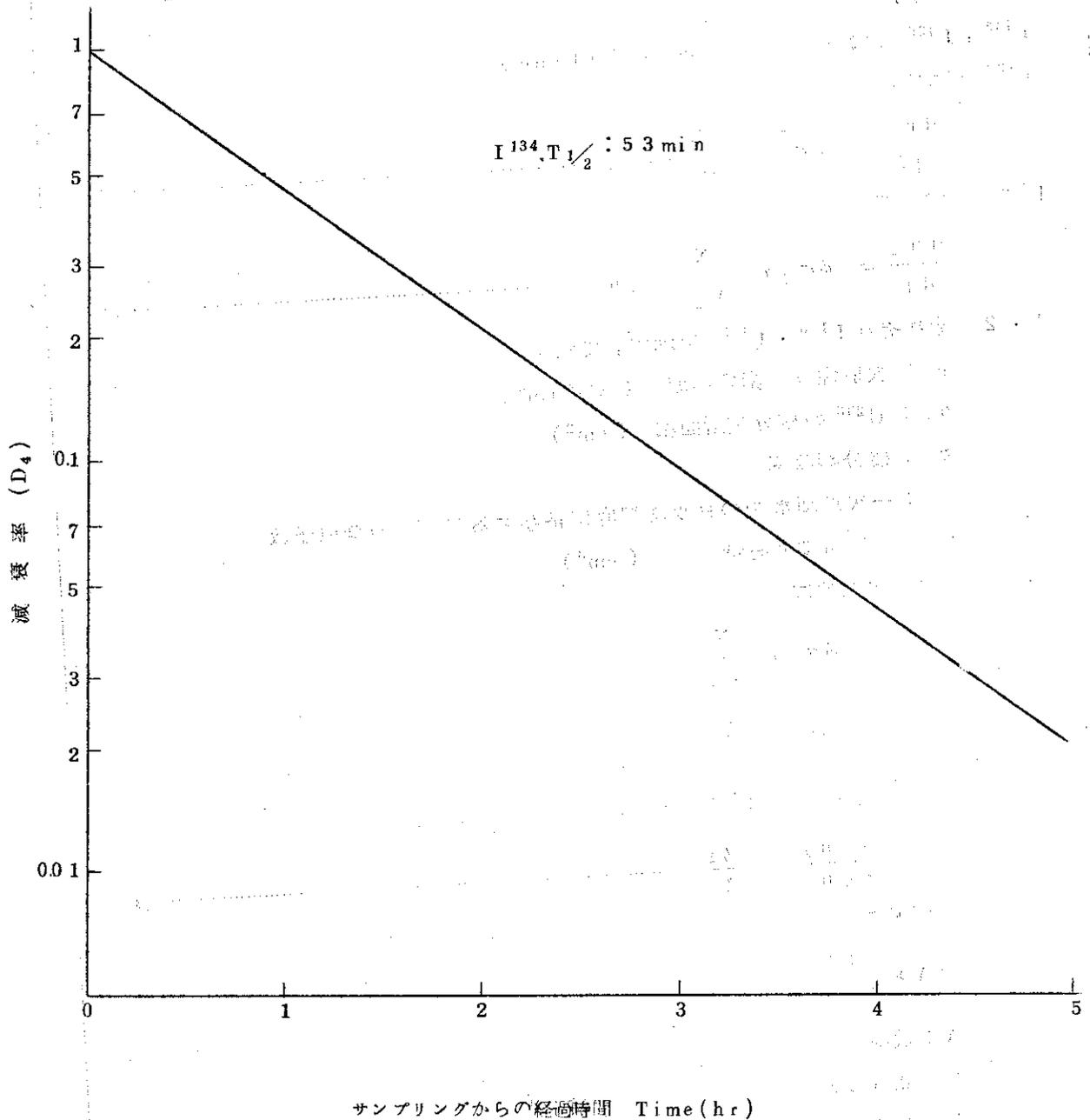


Fig. 4  $I^{134}, T_{1/2} : 5.3 \text{ min}$

分析対象  $\gamma$ 線スペクトルからの  $I^{133}$ ,  $I^{134}$  および  $I^{135}$  の濃度計算 (その2)

放射性ヨウ素を含む水溶液を四塩化炭素抽出分離により処理し,  $\gamma$ 線波高分析器にかけると代表的なピークとして0.24 MeV, 0.53 MeV, 0.83 MeVの3ピークが現われる。0.24 MeVのピークは  $I^{135}$  の娘核種  $Xe^{135}$  のピーク, 0.53 MeVのピークは  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の混合ピークである。また0.83 MeVのピークは  $I^{134}$  のピークである。このうち0.53 MeVのピークからは  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  の濃度が, また0.83 MeVのピークからは  $I^{134}$  の濃度がそれぞれ以下の計算に従がつて求められる。(第1図参照)

1)  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  濃度の計算

$I^{133}$ ,  $I^{135}$  の炉内における mass balance は

$I^{133}$  について

$$\frac{dn_1}{dt} = \phi \sigma_f \eta_1 \frac{N}{V_w} - \lambda_1 n_1 \quad \text{①}$$

$I^{135}$  について

$$\frac{dn_2}{dt} = \phi \sigma_f \eta_2 \frac{N}{V_w} - \lambda_2 n_2 \quad \text{②}$$

1, 2 はそれぞれ  $I^{133}$ ,  $I^{135}$  を示す。また,

$n$  : 放射性ヨウ素の濃度 (個/cm<sup>3</sup>)

$\sigma_f$  :  $U^{235}$  の核分裂断面積 (cm<sup>2</sup>)

$\eta$  : 核分裂収率

$N$  : 一次冷却水中のヨウ素濃度に寄与する  $U^{235}$  の全原子数

$V_w$  : 一次冷却水総量 (cm<sup>3</sup>)

①, ②式は定常状態では

$$\lambda_1 n_1 = \phi \sigma_f \eta_1 \frac{N}{V_w}$$

$$\lambda_2 n_2 = \phi \sigma_f \eta_2 \frac{N}{V_w}$$

したがつて, この時  $I^{133}$  と  $I^{135}$  の放射能比は次式となる。

$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{\lambda_1 n_1}{\lambda_2 n_2} = \frac{\eta_1}{\eta_2} \quad \text{③}$$

0.53 MeVのピークについて着目すると, そのカウント数は

$$C = A \times \frac{R}{100} \times \frac{E}{100}$$

A : 放射能 (dps)

R : 0.53 MeVの  $\gamma$ 線の放出割合 (%)

E : 0.53 MeVの  $\gamma$ 線に対する計数効率 (%)

で与えられるから, 炉水サンプリング時の  $I^{133}$  と  $I^{135}$  のカウント数の比は

$$\frac{C_1^0}{C_2^0} = \frac{A_1 R_1}{A_2 R_2} = \frac{\eta_1 R_1}{\eta_2 R_2}$$

ここで、 $I^{133}$  の核分裂収率  $\eta_1 = 6.9\%$  ,  $0.53\text{ MeV}$  の  $\gamma$  線の放出割合  $R_1 = 94\%$

$I^{135}$  の核分裂収率  $\eta_2 = 6.1\%$  ,  $0.53\text{ MeV}$  の  $\gamma$  線の放出割合  $R_2 = 30\%$

であるから

$$\frac{C_1^0}{C_2^0} = \frac{6.9 \times 94}{6.1 \times 30} = 3.55 \quad \text{..... (4)}$$

一方、 $0.53\text{ MeV}$  のピークの全カウント数  $C(t)$  は炉水サンプリング後  $t$  時間では次式で与えられる。

$$C(t) = C_1^0 e^{-\frac{0.693}{T_1} t} + C_2^0 e^{-\frac{0.693}{T_2} t} \quad \text{..... (5)}$$

$T_1, T_2$  はそれぞれ  $I^{133}, I^{135}$  の半減期であり、 $T_1 = 20.8\text{ hr}$  ,  $T_2 = 6.7\text{ hr}$  である。

(5)式に(4)式を代入すると

$$C(t) = 3.55 \left( e^{-0.0333t} + e^{-0.1035t} \right) C_2^0 \quad \text{..... (6)}$$

となり  $t$  と  $C(t)$  の関係を示すグラフを  $t=0$  に外挿することにより、 $I^{135}$  のカウント数  $C_2^0$  を求めることができる。また  $C_2^0$  を(4)に代入して  $I^{133}$  のカウント数  $C_1^0$  を求めることができる。なお、(6)式を図に画くと第1図の曲線b(点線)となり、実測による点と良く一致している。

上記のようにして求めた  $C_1^0, C_2^0$  から次式により炉水中の  $I^{133}, I^{135}$  の濃度を求める。

$$I^{133} \text{ の濃度 } (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{C_1^0 (\text{cps})}{3.7 \times R_1 \times E \times V} = C_1^0 (\text{cps}) \times 1.69 \times 10^{-6}$$

$$I^{135} \text{ の濃度 } (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{C_2^0 (\text{cps})}{3.7 \times R_2 \times E \times V} = C_2^0 (\text{cps}) \times 5.29 \times 10^{-6}$$

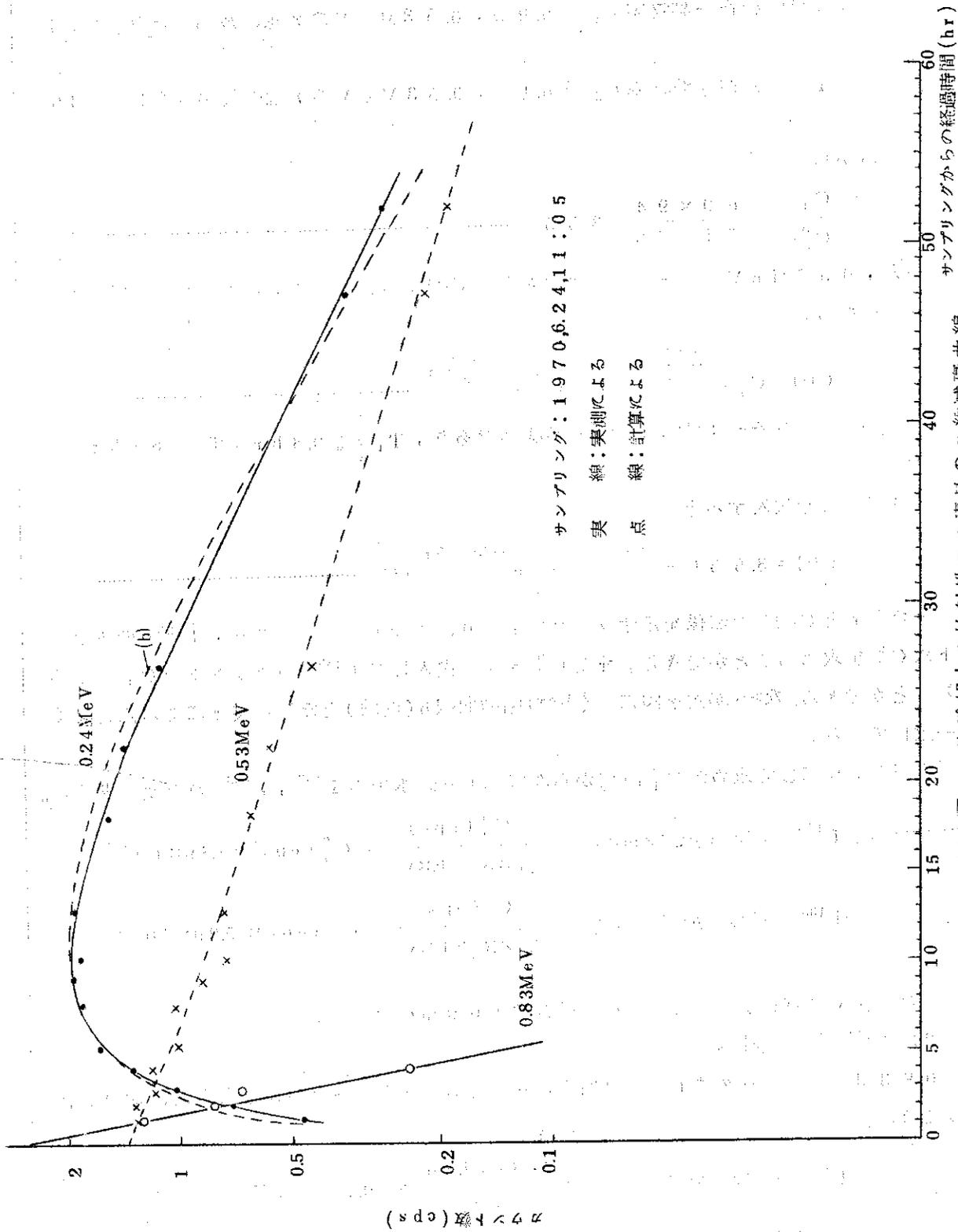
ただし、 $V$  は試料水の量でありこの場合は  $100\text{ m}\ell$  である。

## 2) $I^{134}$ の濃度計算

$0.83\text{ MeV}$  のピークは  $I^{134}$  単独のピークであるからピーク面積から次式に従って計算できる。

$$I^{134} \text{ の濃度 } (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{P \cdot C \cdot h \cdot d}{t \cdot V} \times 0.76 \times 10^{-6} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$$

$t$  : 計測時間 (sec)

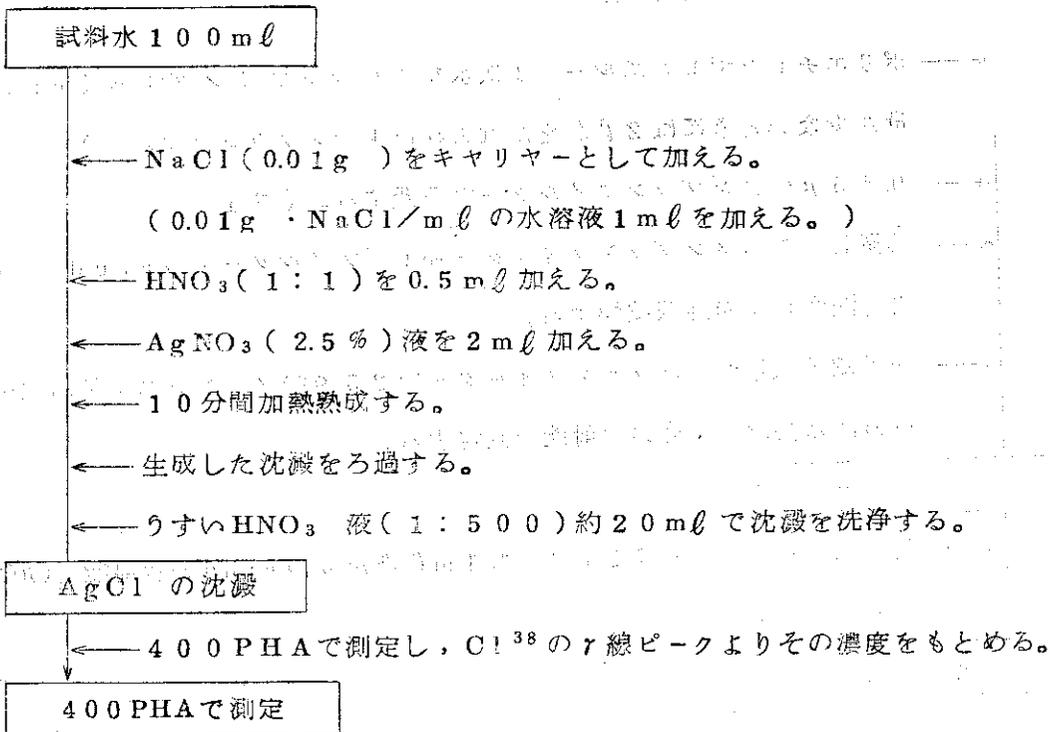


第1図 一次冷却水中放射性ヨウ素量の  $\gamma$  線減衰曲線

分析対象	ループ水中のCRUDの放射能
分析法	GM計数法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>試料水 1 ℓ または 2 ℓ</p> </div> <p>← ポリエチレン製ビンにループ1次水を1ℓ サンプリングする ( crud の量が少ないときには2ℓかまたはこれ以上サンプリングする。 )</p> <p>← 0.45 μ のメンブランフィルターでろ過する。(注1)</p> <p>← ろ過したのちメンブランフィルターおよびフィルター上の crud を純水でよく洗浄し、赤外線乾燥する。</p> <p>← 赤外線乾燥したメンブランフィルターを25φのステンレス製試料皿に入れ、GM計数装置で、その放射能を測定する。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>測 定</p> </div> <p>← 測定値より計算によつて、試料水1mlあたりの crud の放射能を(μCi/ml)の単位で出す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>比放射能の計算</p> </div> <p>(注1) この方法によつて0.45 μ以上の crud の比放射能を測定しうる。</p>	

分析対象	$Cl^{38}$
分析法	$\gamma$ 線計数法(硝酸銀沈澱分離法)

分析操作



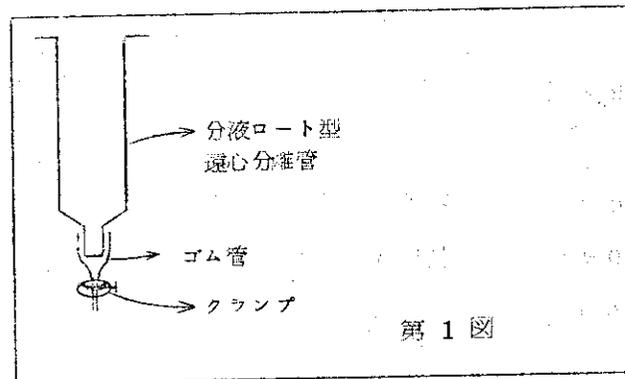
(注意事項)  $Cl^{38}$  .....  $T_{1/2} = 37.3 \text{ min}$

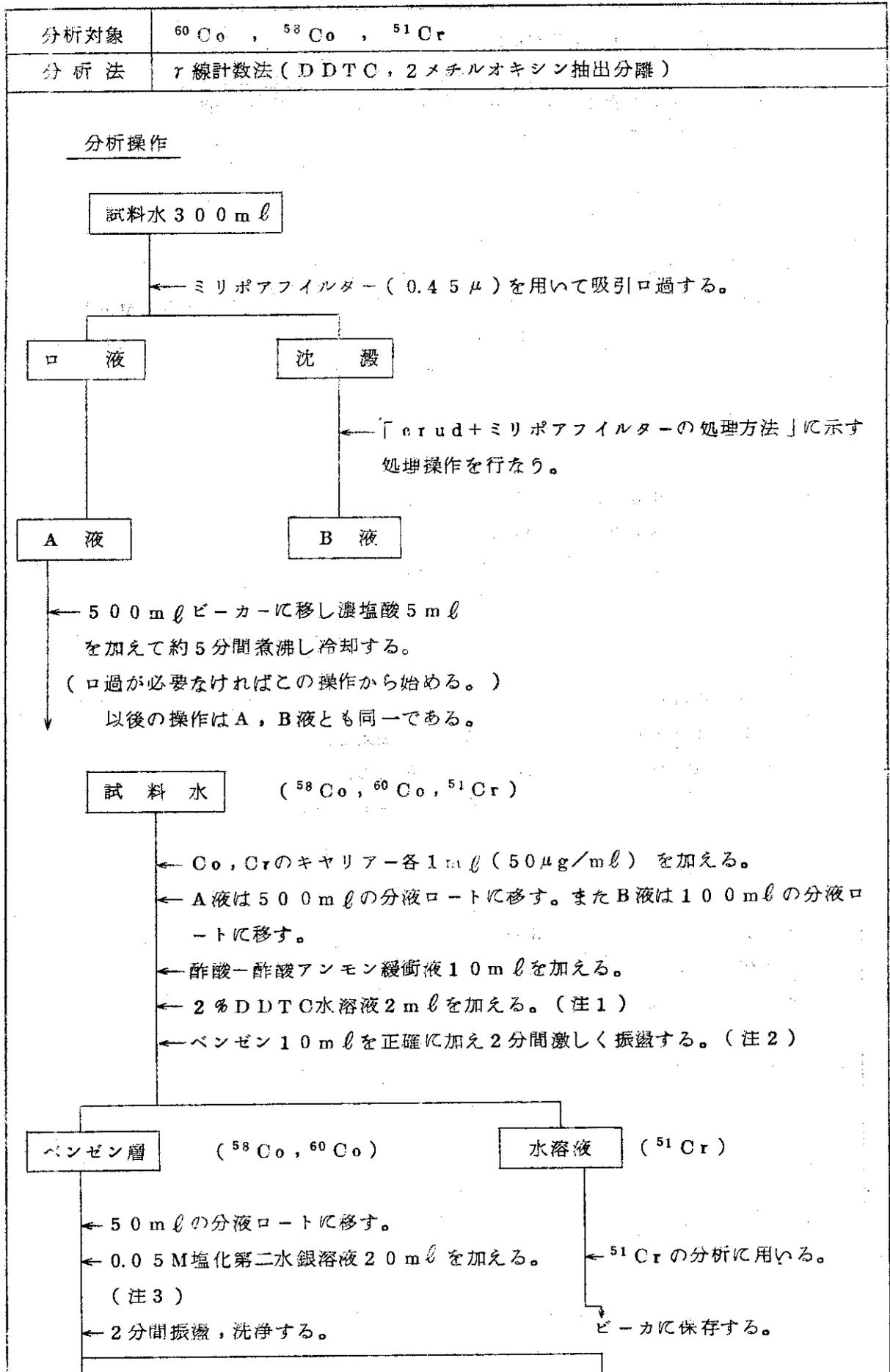
$\gamma = 2.15, 1.60, 0.66 \text{ MeV}$

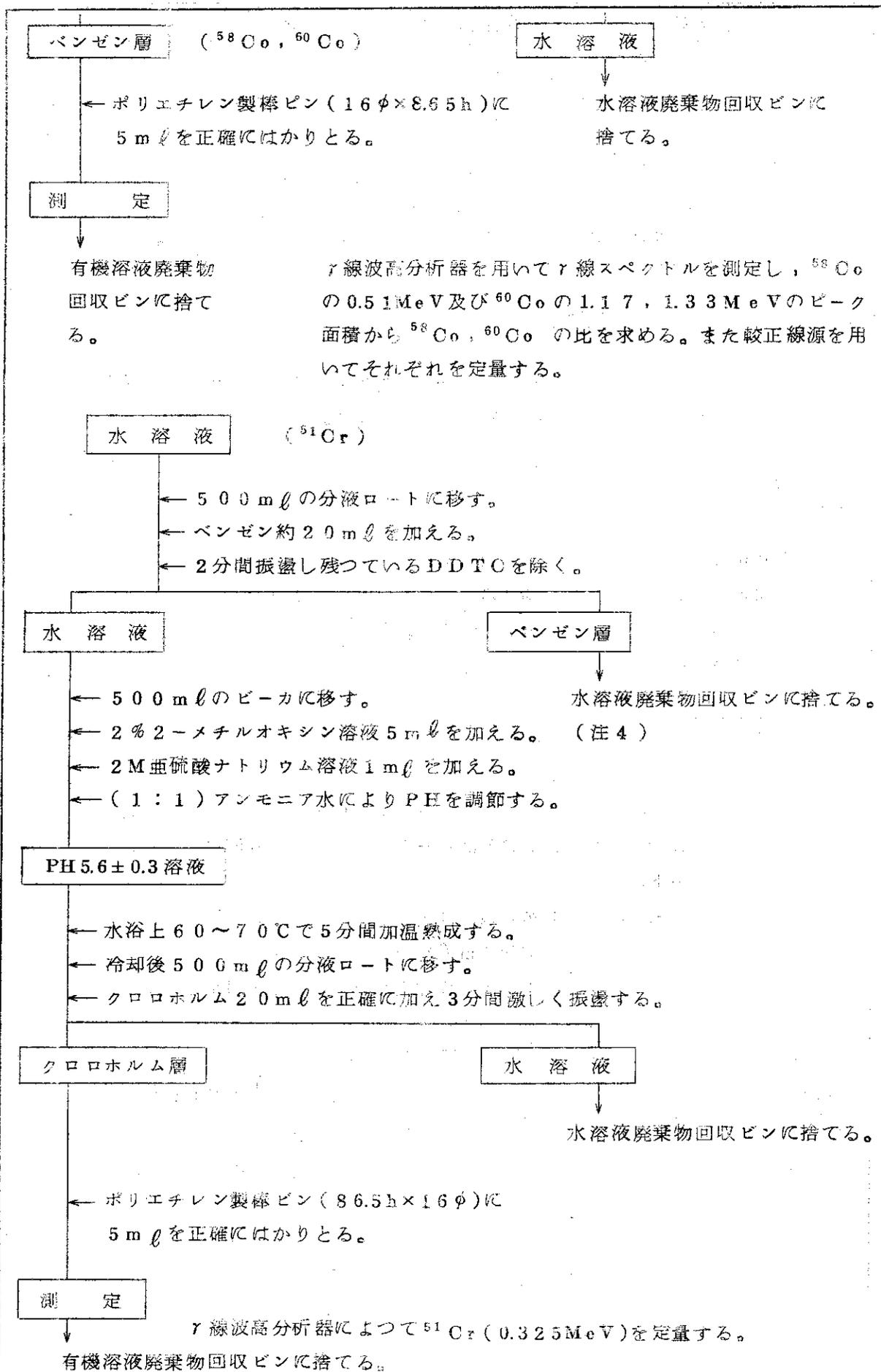
分析対象	$^{137}\text{Cs}$ , $^{138}\text{Cs}$
分析法	TPB抽出分離法
<p>分析操作</p> <p>試料水 50 ml</p> <p>← 100 ml のビーカーに入れる。</p> <p>← <math>\text{CsCl}</math> (<math>\text{Cs}^+</math> 濃度 <math>15 \mu\text{g}/\text{ml}</math>) 水溶液 1 ml をキャリアーとして加える。(注1)</p> <p>← 0.1 M EDTA 水溶液を約 1 ml 加える。(注2)</p> <p>← 0.1 M の Na-TPB 水溶液を 3 ml 加える。(注3)</p> <p>← PH が 4 ~ 10 の間に成るよう 0.1 N の NaOH 溶液で調節する。このとき絶対にアンモニア水 (<math>\text{NH}_4\text{OH}</math>) で PH 調節を行なつてはいけな。</p> <p>(注4)</p> <p>← 50 ml の分液ロートに移す。</p> <p>← ニトロベンゼンを正確に 10 ml 加える。</p> <p>← 5 分間振とうする。</p> <p>← 第1図に示す分液ロート型遠心分離管 4 本に移し、遠心分離して水相とニトロベンゼン相を分離する。(注5)</p> <p>← 遠心分離したのち、遠心分離管下部にたまつたニトロベンゼンを遠心分離管の底のゴム管を開いてビーカーでとり出す。</p> <p>ニトロベンゼン相</p> <p>← 5 ml をポリエチレン棒状ビンにとり 400 チャンネル PHA で測定する。 (注6)</p> <p>測定</p> <p>水相 捨てる</p>	
<p>(注1) <math>\text{Cs}</math> キャリヤーの作り方</p> <p><math>\text{CsCl}</math> 19mg を 500 ml の純水にかし、濃塩酸約 0.5 ml を加え、純水を加えて 1 l とする。</p>	

- (注2) 0.1 M EDTAの作り方  
EDTA-2Na塩(2水塩) 18.6 g を純水にとかし500 mℓとする。
- (注3) 0.1 M TPB水溶液の作り方  
TPB-Na塩(カリボル) 3.42 gを純水にとかし100 mℓとする。
- (注4) TPBは $\text{NH}_4^+$ イオンと不溶性キレート化合物を作り沈澱を生ずる。このためPH調節では水酸化アンモニウム液を使用してはいけない。
- (注5) TPBを含む水とニトロベンゼンを振とうすると白濁し、水相とニトロベンゼン相の分離が困難となる。このため遠心分離法によつて分離する。遠心分離するとニトロベンゼン相が分離管の底にたまる。
- (注6) 試料水中に $\text{Na}^{24}$ が存在するとNa-TPB化合物中のNaとの交換反応によつて $\text{Na}^{24}$ -TPBが生成し、ニトロベンゼン相に $\text{Na}^{24}$ が抽出される。  
JMTRの1次冷却水中には $\text{Na}^{24}$ が存在するため400 PHAで測定すると $\text{Cs}^{137}$ ,  $\text{Cs}^{138}$ の $\gamma$ 線ピークと共に $\text{Na}^{24}$ のピークも生ずる。しかし、 $\text{Na}^{24}$ は $\text{Cs}^{137}$ ,  $\text{Cs}^{138}$ の測定を妨害しない。

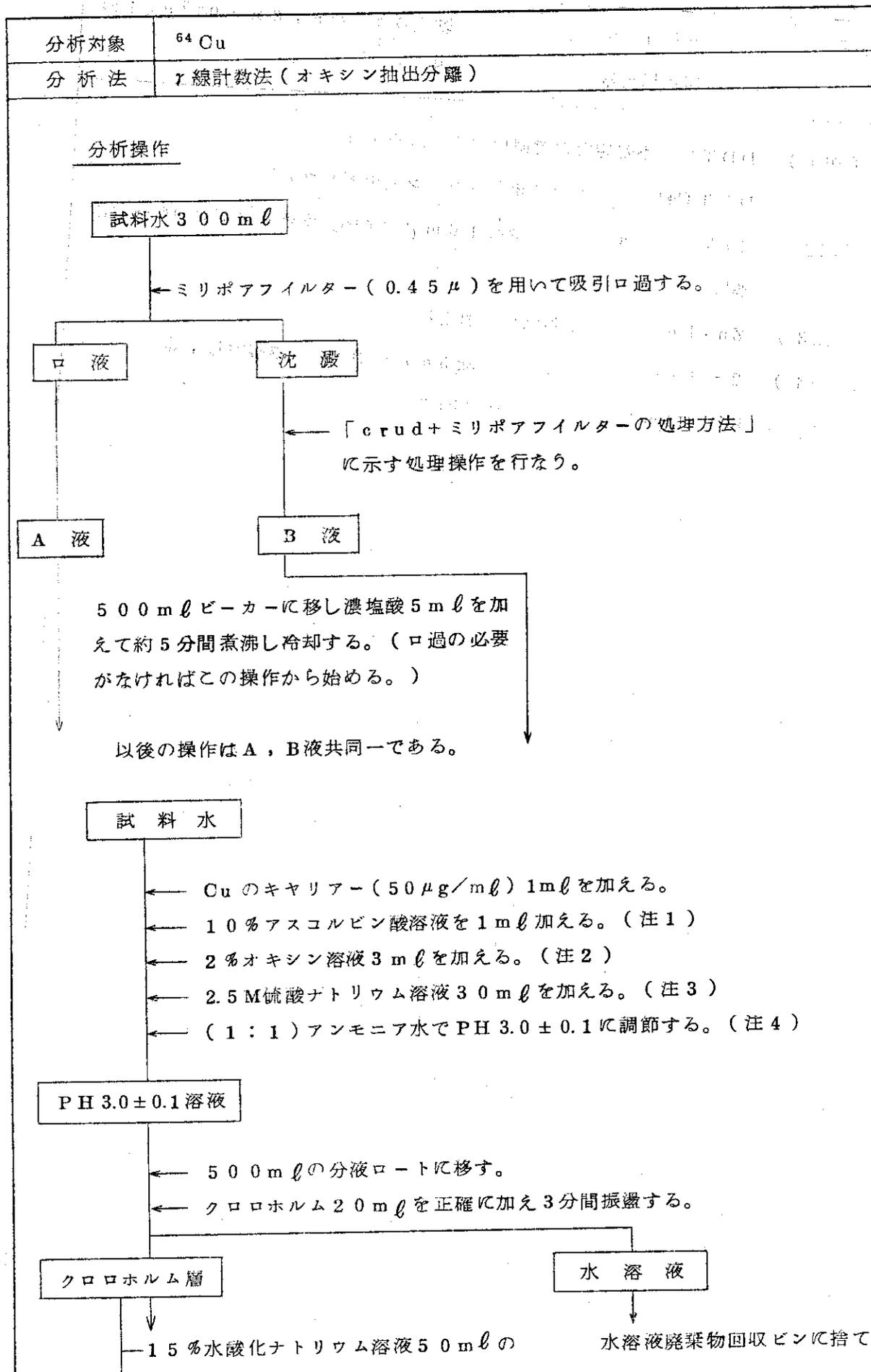
注意事項(1) 第1図の分液ロート型遠心分離管として、仁丹テルモ社製のポリプロピレン製の注射器を改造して使用する。

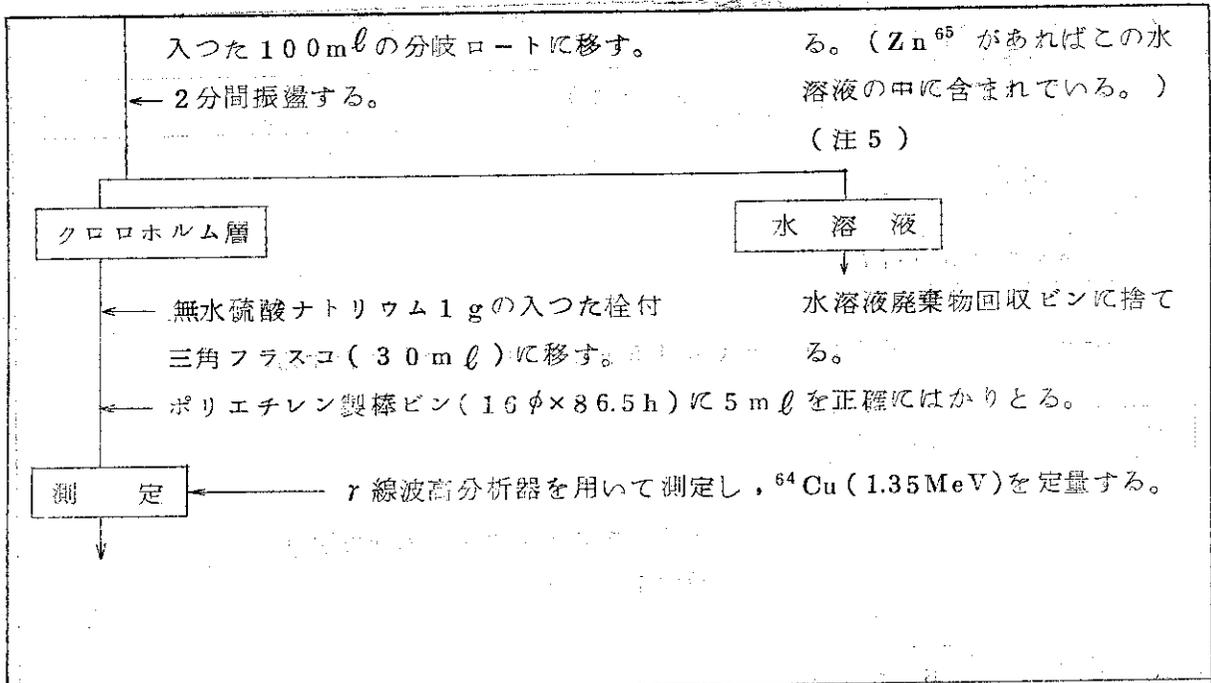






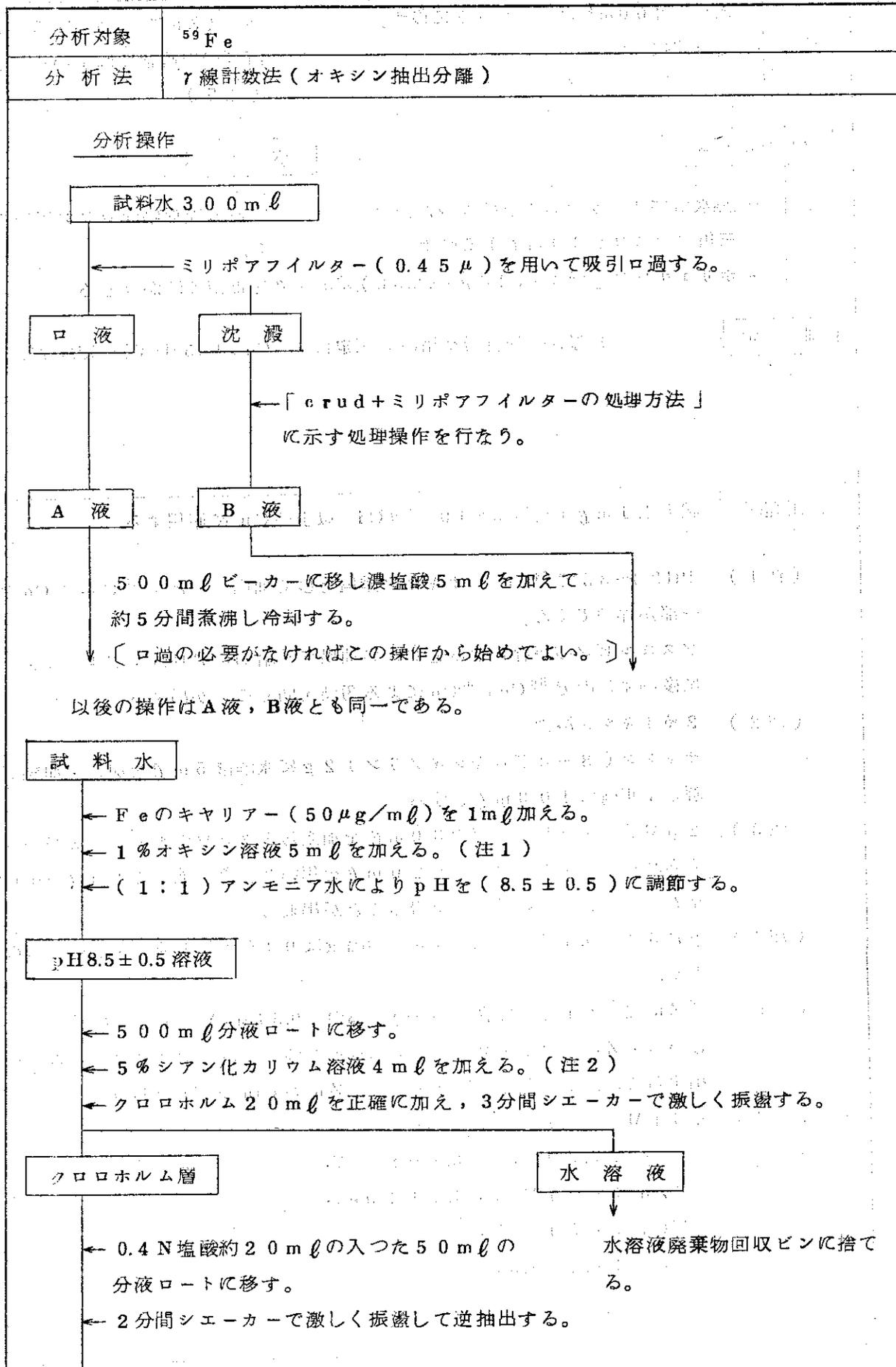
適用範囲	試料水 1 mℓ 当り $6 \times 10^{-6} \mu\text{Ci}$ 以上のヨウ素, $6 \times 10^{-5} \mu\text{Ci}$ のクロムに適用出来る。
<p>(注1) DDTCは不安定なので使用のつど調製する。 DDTCはジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム</p> <p>(注2) この時のベンゼンの添加量は 10 mℓ でよい。またベンゼンの水への溶解量は少なく無視出来る。</p> <p>(注3) Zn, Fe を除去するために加える。</p> <p>(注4) 2-メチルオキシシン 2 g に酢酸 5 mℓ を加え, 加熱溶解し, 純水で正確に 100 mℓ としたものを使用する。</p>	

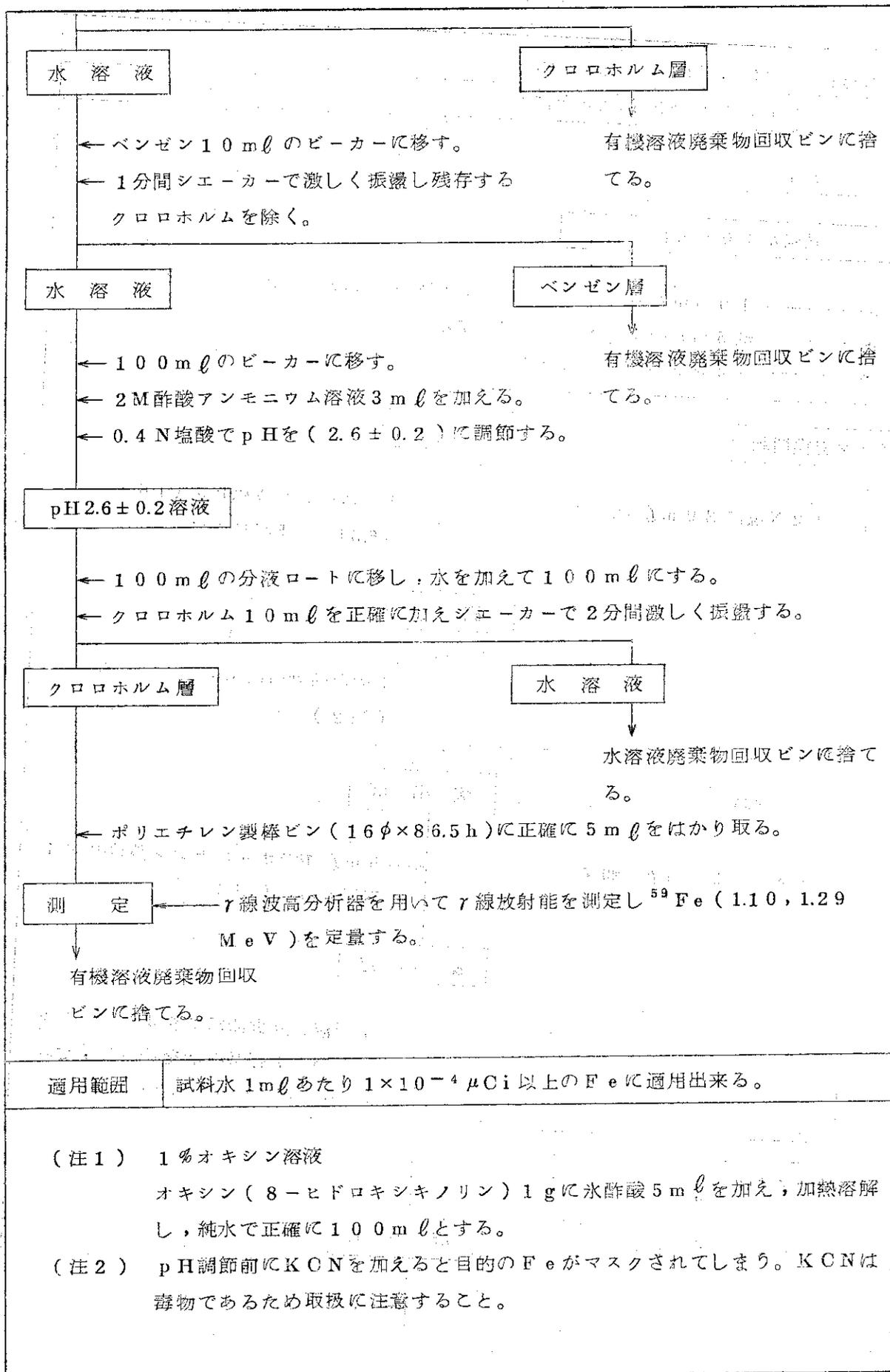




適用範囲 試料水1mℓあたり $5 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}$ 以上のCuに適用する。

- (注1) PH2.8~3.3で<sup>64</sup>Cuをオキシソルミン錯塩として抽出すると、<sup>58</sup>Co、<sup>60</sup>Coの一部が伴ってくる。  
アスコルビン酸が存在するとCoの抽出され始めるPHは、アルカリ性側に移動するので<sup>58</sup>Co、<sup>60</sup>Coによる汚染を防ぐことができる。
- (注2) 2%オキシソルミン溶液  
オキシソルミン(8-ヒドロキシキノリン)2gに氷酢酸5mℓを加え、加熱溶解し、正確に100mℓとする。
- (注3) 2.5M硫酸ナトリウム溶液30mℓを加えるとクロロホルムの溶解がおさえられる結果、クロロホルム20mℓを用いたとき、液量120mℓ→600mℓの範囲で一定の吸光度を得ることが出来る。
- (注4) pH3.0±0.1で<sup>58</sup>Co、<sup>60</sup>Coの抽出量は0.1%以下であり、無視することが出来る。
- (注5) <sup>65</sup>Znは<sup>64</sup>Cuと同じβ<sup>+</sup> decayするので0.51MeVのγ線を放出する。  
しかし、Znのオキシソルミン錯塩は結晶水をもっているためクロロホルムで抽出することはできない。したがって<sup>65</sup>Znのcontaminationはない。
- (注6) 0.51MeVのγ線を放出する核種は、  
<sup>58</sup>Co : 0.51MeV, 0.808MeV.  
<sup>65</sup>Zn : 0.51MeV, 1.114MeV.  
<sup>64</sup>Cu : 0.51MeV.  
<sup>18</sup>F : 0.51MeV.





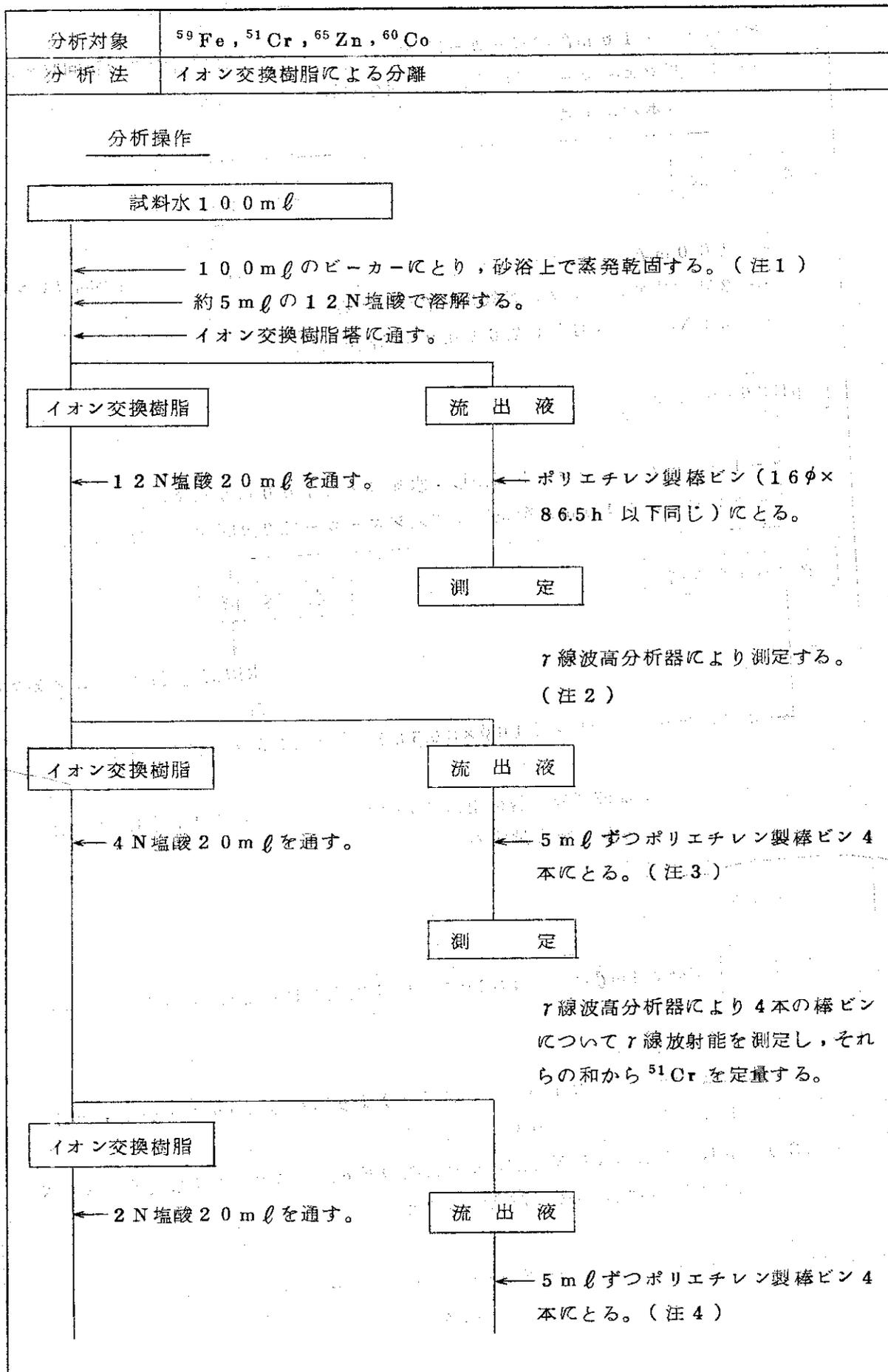
適用範囲

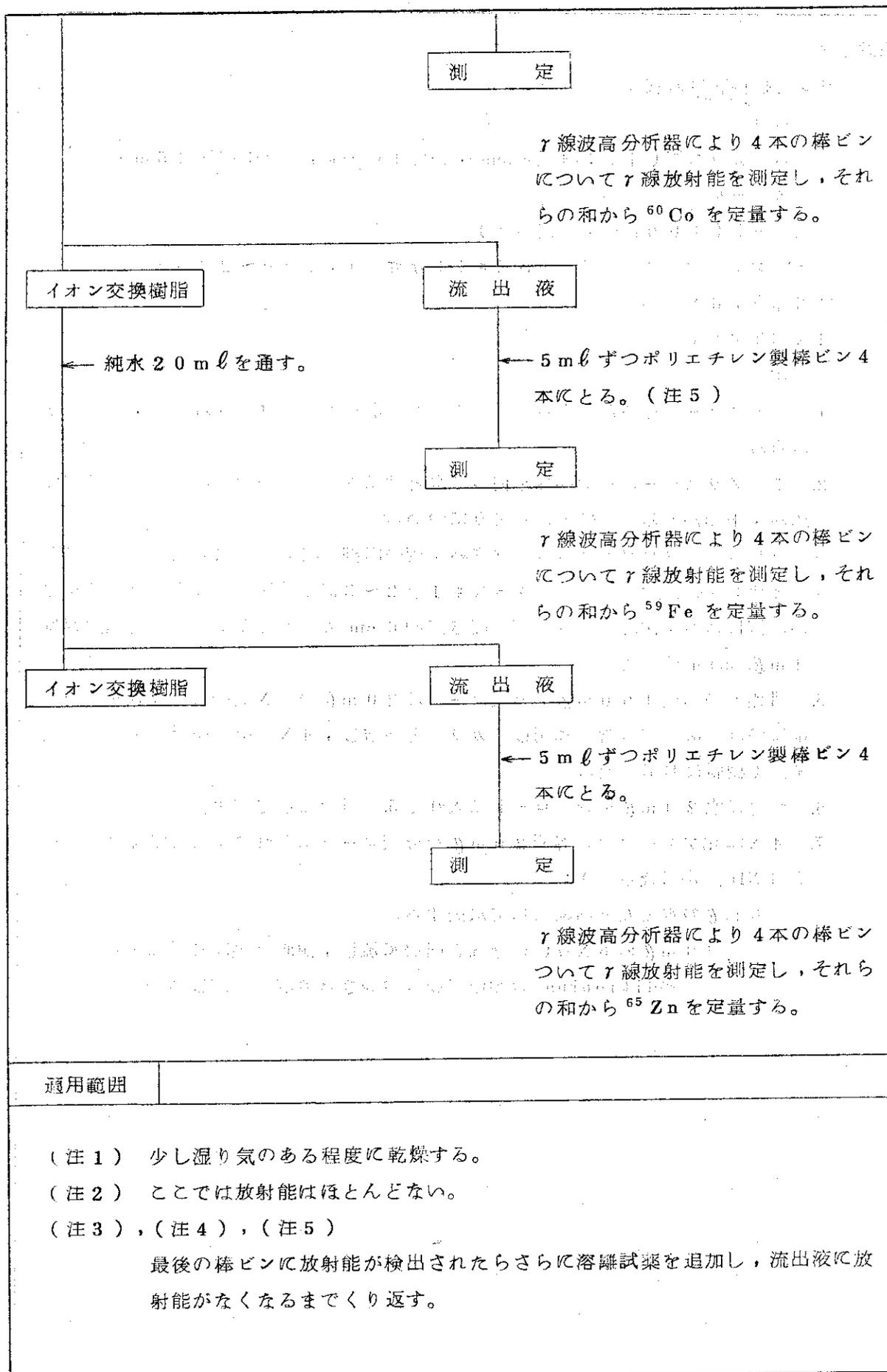
試料水 1ml あたり  $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}$  以上の Fe に適用出来る。

(注1) 1% オキシシン溶液

オキシシン (8-ヒドロキシキノリン) 1g に氷酢酸 5ml を加え、加熱溶解し、純水で正確に 100ml とする。

(注2) pH 調節前に KCN を加えると目的の Fe がマスクされてしまう。KCN は毒物であるため取扱に注意すること。





## 注意事項

## ○ イオン交換樹脂塔の調整

## 試薬と器具

カラム用ガラス管（上部：内径 8 mm，長さ 10 cm，下部：内径 2.5 mm）

ガラスウール

分液ロート（100 ml，目盛つき）

陽イオン交換樹脂ダイヤイオン SK # 1（分析用），100～200メッシュ

4 N 塩酸，6 N 塩酸

4 N 塩化アンモニウム

## 操 作

1. ガラスウールをひとつまみとつて洗ビンの水を吹きつけてうるおし，指先でま  
るめる。
2. このガラスウールを攪拌棒を使って水と共にガラス管の太い部分の底部に流し  
込み，上端がなるべく平になるようにつめる。
3. カラムをピレットばさみにはさみ，管の内壁に洗ビンの水を吹きつけて洗う。
4. イオン交換樹脂ダイヤイオン SK # 1 を 2～3 倍量の水とかきまぜたものを静  
かに流し込み，沈降した樹脂層の高さが約 6 cm になるようにする。流出速度は  
1 ml/min 位がよい。
5. 目盛のついた 100 ml の分液ロートに 20 ml の 4 N 塩酸を入れロートの下  
部につけてあるゴム管を利用してカラムと連結し，4 N 塩酸を樹脂層を通して流  
す。（樹脂は H 形になる）
6. つぎに水 20 ml を分液ロートに入れて 5. と同様にして流す。
7. 4 N 塩化アンモニウム溶液 20 ml を分液ロートに入れ同様にして流す。（樹  
脂は NH<sub>4</sub> 形になる。）
8. 20 ml の水で 6. と同様にして水洗する。
9. つぎに 20 ml の 6 N HCl を 5. と同様にして流し，樹脂を再び H 形にする。
10. 5～9 の conditioning の操作にひきつづき試料溶液を流し込む。

分析対象	1次冷却水中の $Kr^{85m}$ ( $T_{1/2}=4.4$ hr)
分析法	$\gamma$ 線波高分析法

## 分析操作

1次冷却水 5 ml

- ← ポリエチレン棒状ビンに入れる。
- ← ウェル形シンチレーションカウンターにとりつけ $\gamma$ 線スペクトルを測定する。

0.15 MeVの $\gamma$ 線ピークより  
次式によつて濃度をもとめる。

$$A (\mu Ci/ml) = \frac{(1.08 \times 10^{-4})(P.C.)(h)(d)}{(t)(R)(E)(D)} \quad (1)$$

ここで、

D = 減衰割合

P. C. = 装置の Preset Count

t = 計数時間 (sec)

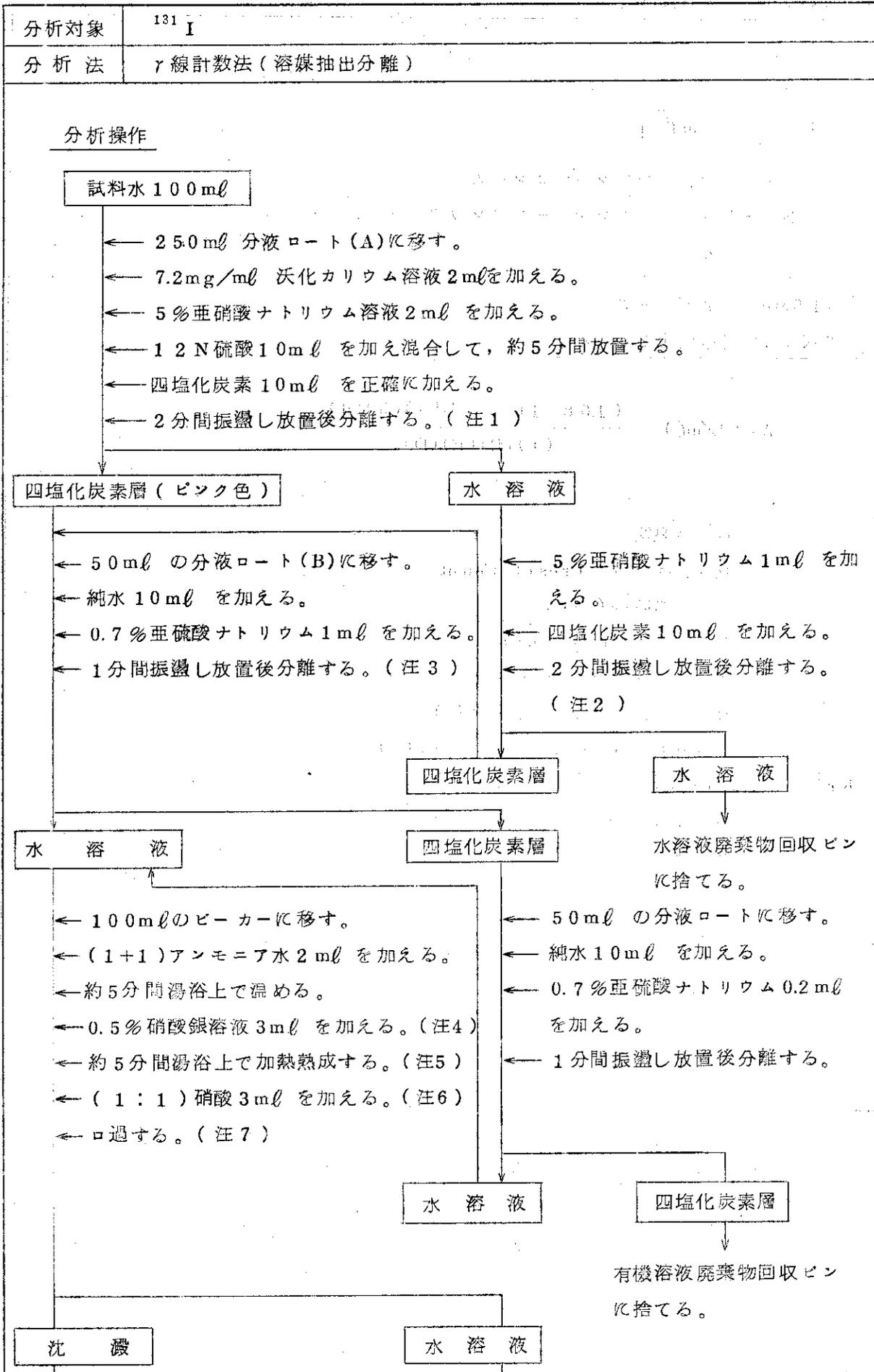
h = ピークの高さ (mm)

d = ピークの巾 (mm)

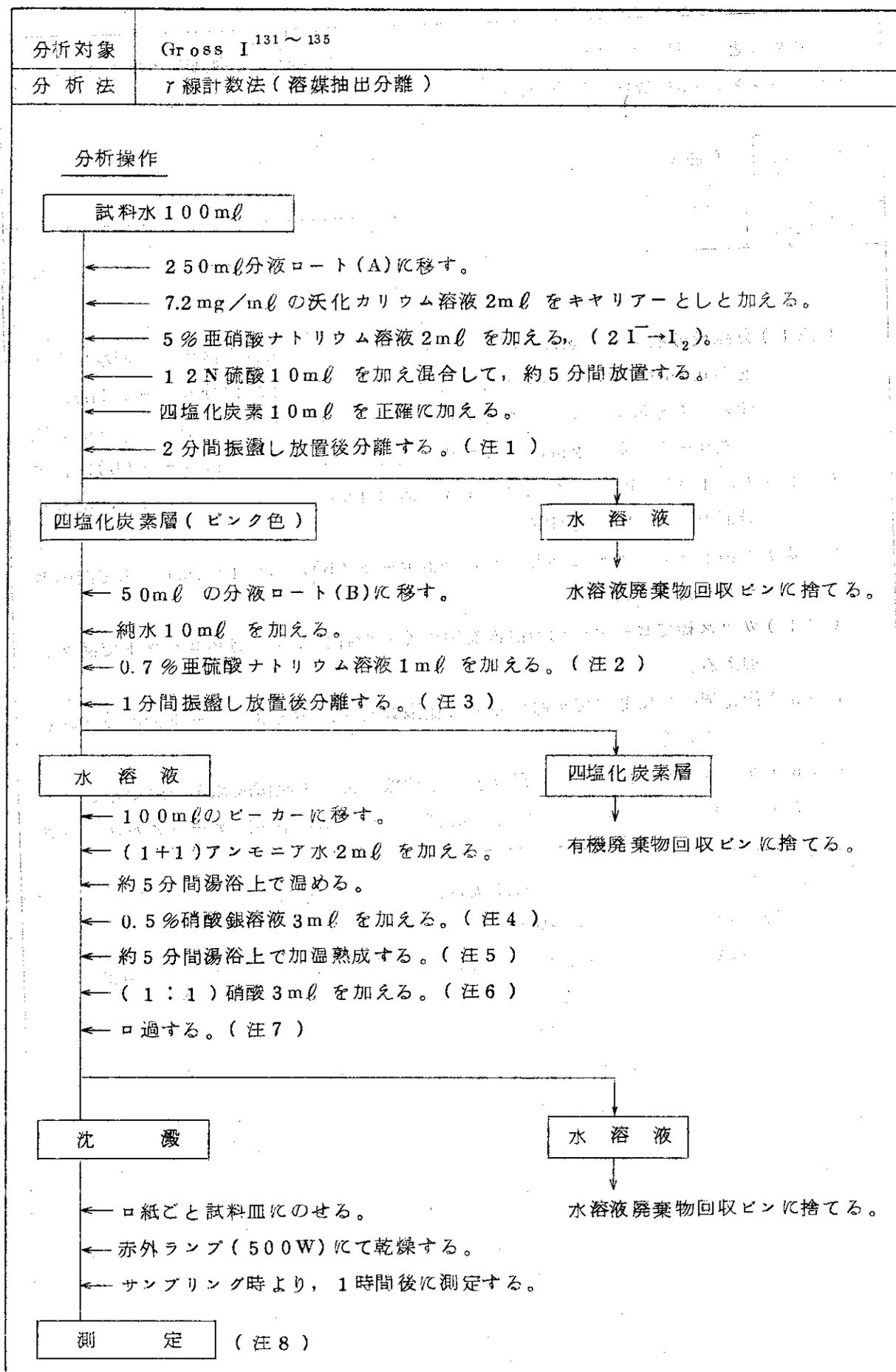
R = 核種からの $\gamma$ 線放出率 (%)E = 0.15 MeVの $\gamma$ 線の計数効率 (%) $Kr^{85m}$ の0.15 MeVの $\gamma$ 線の場合には、

R = 74 %

E = 84 %



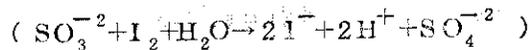
<p>← 口紙ごと試料皿にのせる。</p> <p>← 赤外ランプ(500W)にて乾燥する。</p>	<p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p>
<p>測定</p>	<p>(注8)</p>
<p>適用範囲</p>	
<p>(注1) 分離後分液ロート(A)の液面に浮んでいる四塩化炭素を落とすため四塩化炭素を約0.5ml 駒込ピペットで加えたのち四塩化炭素層は分液ロート(B)に合する。(分液ロートをゆつくり動かすと四塩化炭素は下に落ちる。)その後分液ロートの脚を2ml の四塩化炭素で洗い、洗液を分液ロート(B)に合す。</p> <p>(注2) (注1)に準ずる。分液ロートAの脚は1ml の四塩化炭素で洗い、洗液を分液ロート(B)に合する。</p> <p>(注3) 水溶液をビーカーに移した後、分液ロート(B)の脚を1~2mlの水で洗いビーカーに合する。</p> <p>(注4) ガラス棒でビーカー内の溶液をゆつくり攪拌しながら駒込ピペットで滴々と加える。</p> <p>(注5) 沃化銀は光によつて分離するので硝酸銀を加えるときにフード内の蛍光灯を消しておく</p> <p>(注6) ガラス棒で攪拌しながら滴々と加え微酸性にして亜硫酸銀を分解する。</p> <p>(注7) 口過棒を用いて吸引口過する。洗液には水を用い最後にエチルアルコールで洗淨する。</p> <p>(注8) ヨウ素の放射能を求めるには次の二つの方法がある。</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) GM計数管を用いる場合 GM計数管により試料のβ線線量率を測定し、他に測定する標準線源のβ線線量率と比較してヨウ素の放射能を求める。</li> <li>2) 波高分析器を用いる場合 前もつてγ線エネルギーと計数効率との関係を標準試料を用いて測定しておく。波高分析により得られたあるピークの線量率と、そのピークに対応するエネルギーでの計数効率とからヨウ素の放射能を求める。</li> </ol>	



## 適用範囲

(注1) 分離後分液ロートの液面に浮んでいる四塩化炭素を落すため、四塩化炭素を約0.5 mℓ 駒込ビベットで加えた後四塩化炭素層は分液ロートに合する。(分液ロートをゆつくりゆり動かすと四塩化炭素は下に落ちる。)その後分液ロートの脚を2 mℓ の四塩化炭素で洗い洗液を分液ロート(B)に合する。

(注2) 亜硫酸ナトリウム溶液は還元剤で不安定なため、1ヶ月に1回新しく、溶液を作りかえて使用する。また、亜硫酸ナトリウムは逆抽出するために加える。



0.7%亜硫酸ナトリウム溶液は、7gの亜硫酸ナトリウムを1ℓの水にとかして調整する。

(注3) 水溶液をビーカーに移した後、分液ロート(B)の脚を1~2 mℓ の水で洗いビーカーに合する。

(注4) ガラス棒でビーカー内の溶液をゆつくり攪拌しながら、駒込ビベットで滴々と加える。

(注5) 沃化銀は光によつて分解するので、硝酸銀を加える時に、フード内の蛍光灯を消しておく。

(注6) ガラス棒で攪拌しながら滴々と加え微酸性にして、亜硫酸銀を分解する。

(注7) ロ過棒を用いて吸引ろ過する。洗液には水を用い最後にエチルアルコールで洗浄する。

(注8) ヨウ素の放射能を求めるには次の二つの方法がある。

## 1) GM計数管を用いる場合

GM計数管により試料のβ線線量率を測定し、他に測定する標準線源のβ線線量率と比較してヨウ素の放射能を求める。

## 2) 波高分析器を用いる場合

前もつてγ線エネルギーと計数効率との関係を標準試料を用いて測定しておく。

波高分析器により得られたあるピークの線量率とそのピークに対応するエネルギーでの計数効率とからヨウ素の放射能を求める。

(注9)  $\text{NO}_2^-$  イオンは酸化剤で酸性溶液中で $\text{I}^-$ を $\text{I}_2$ に酸化することができる。

分析対象	$^{54}\text{Mn}$ , $^{56}\text{Mn}$
分析法	$\gamma$ 線計数法(2-メチルオキシシン抽出分離)

分析操作

試料水 300ml

← ミリポアフィルター (0.45 $\mu$ ) を用いて吸引口過する。

ろ液

沈澱

← 「crud + ミリポアフィルター の処理方法」 に示す処理操作を行なう。

A液

B液

← 500ml ビーカーに移し濃塩酸 5ml を加えて約 5 分間煮沸し冷却する。

〔ろ過の必要がなければこの操作から始めてよい〕

以後の操作は A 液, B 液とも同一である。

試料水

← Mn のキャリアー溶液 (20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) 1ml を加える。

← 2% オキシシン溶液 3ml を加える。(注1)

← アンモニア水を滴加して PH を 5.5 $\pm$ 0.2 に調節する。

← A 液は 500ml の分液ロートに移し, また, B 液は 100ml の分液ロートに移しクロロホルム 20ml を正確に加える。

← 3 分間シェーカーで振盪する。静置後分離する。

水溶液

クロロホルム層

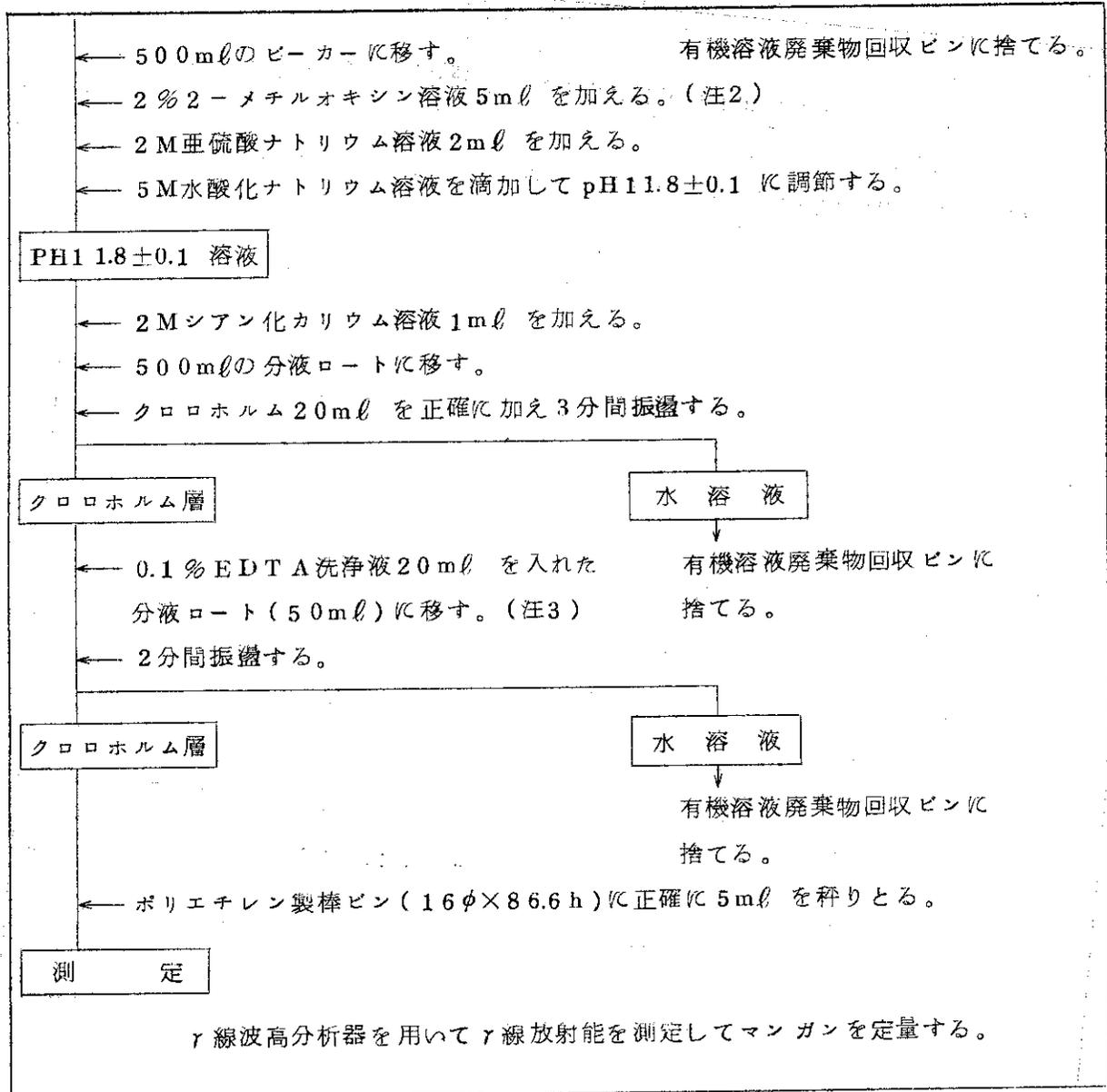
← ベンゼン約 20ml を加える。

← 2 分間振盪し溶液中のクロロホルムを除く。

有機溶液廃棄物回収ビンに捨てる。

水溶液

ベンゼン層



適用範囲 試料水 1ml 当り  $4 \times 10^{-6} \mu\text{Ci}$  以上の  $\text{Mn}$  の定量に適用出来る。

(注1) コバルト(Ⅲ)オキシソル錯塩は pH 4.5~11 で定量的にクロロホルムに抽出されることを利用して最初に pH を 5~6 に調節する。(Mn は pH 6 以上にならないと抽出されない。) pH が 5~6 の範囲内でオキシソル錯塩を作る核種はクロロホルムで抽出除去する。

(注2) 2% 2-メチルオキシソル溶液の作り方  
2-メチルオキシソル 2g を氷酢酸 4ml に加熱溶解し水で 100ml とする。

(注3) 0.1% EDTA 洗浄液の作り方  
0.1% EDTA 溶液 200ml に水酸化ナトリウム溶液(5M)を滴加し、pH を 11.8 ± 0.1 に調節する。

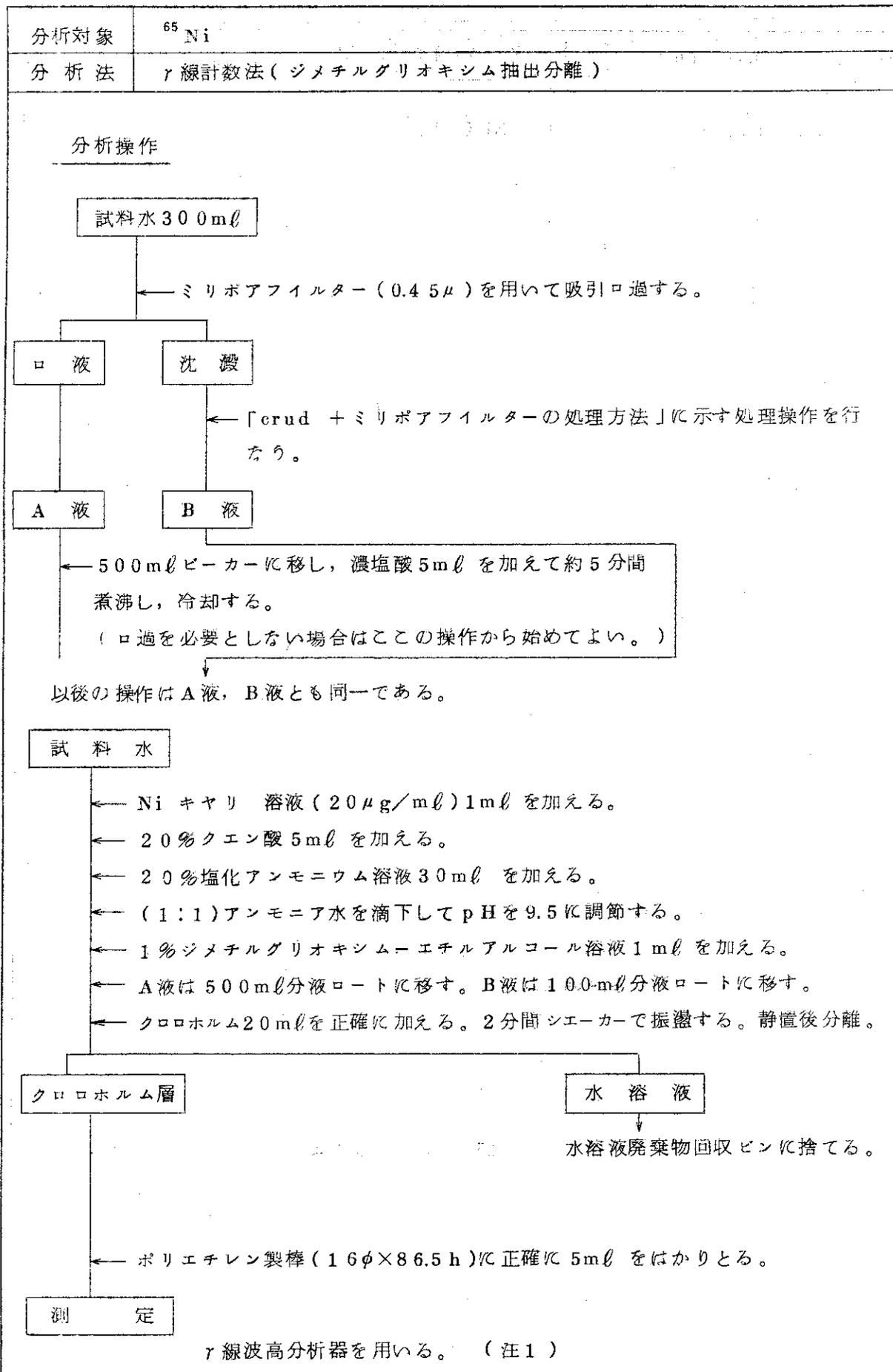
注意事項:

- 1)  $^{56}\text{Mn}$  の半減期は 2.56 時間と短寿命であるため、出来るだけ早く分析する

必要がある。

$^{54}\text{Mn}$ は半減期が29.1日と長いので短寿命核種が減衰したのち(約一週間後)測定したほうが良い。

2) 液量250~500mlではクロロホルムの溶解量を見捨てる事が出来る。



適用範囲

試料水1mlあたり $1 \times 10^{-5}$   $\mu\text{Ci}$ 以上のNiに適用できる。

(注1) 1.12MeVのピークから $^{65}\text{Ni}$ を定量する。

分析対象	F <sup>18</sup>
分析法	アリザリンコンプレクソン法
分析操作	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; width: fit-content; margin-bottom: 5px;">試料水 30 ml</div> <p>← 100 ml の分液ロートにとる。</p> <p>← NaF 水溶液 (F<sup>-</sup> 濃度 50 ppm) 1 ml をキャリアーとして加える。</p> <p>← ランタン-ALC 溶液 20 ml を加える。</p> <p>← 10 分間放置</p> <p>← N, N-ジエチルアニリン-イソアミルアルコール溶液 10 ml を加える。</p> <p>← 3 分間振盪</p> <p>← 静置後分離する。</p>	
有機層	水溶液
<p>← 緩衝液 B を 50 ml 加える。</p> <p>← 30 秒間振盪</p> <p>← 10 分間静置後分離する。</p>	
有機層	水溶液
<p>← ポリエチレン製棒ピン (16φ×86.5 h) に正確に 5 ml はかりとる。</p>	
測定	廃棄
γ線波高分析器により測定する。	
<p>注意事項</p> <p>試薬の調整</p> <p>1. 0.003M ALC 溶液 (ALC:アリザリンコンプレクソン: 1,2-dihydroxyanthraquinone-3-yl-methylamine-N, N-diacetic acid)</p> <p>ドータイト試薬 ALC の 0.23 g を約 10 ml の水に懸濁し, 1N 水酸化ナトリウム溶液約 5 ml を加えて溶解する。次に酢酸ナトリウム 3 水塩 0.05 g を加えたのち, 1N 塩酸で pH を約 5 に調整し, 水で 200 ml にうすめる。この溶液は約 3 ヶ月安定である。</p> <p>2. 塩化ランタン溶液 (0.003M)</p> <p>酸化ランタン 0.20 g を 20 ml の 1N 塩酸で溶解し, 水で 200 ml とする。</p>	

## 3. 緩衝液A (pH4.4)

酢酸ナトリウム3水塩110gを約800mlの水に溶かし、氷酢酸98mlを加え水で1ℓにうすめる。

## 4. ランタン-A L C溶液

100mlのメスフラスコに緩衝液A 15mlおよび0.003MのALC溶液5mlをとり、振ぜながらアセトン40mlを従々に加える。次に塩化ランタン溶液5mlを加え、水で標線までうすめてよく振り混ぜる。この溶液は少なくとも1週間は安定である。

## 5. N, N-ジエチルアニリン-イソアミルアルコール溶液(5 vol %)

N, N-ジエチルアニリン25mlをイソアミルアルコールで溶解して500mlとする。

## 6. 緩衝液B (pH4.4)

酢酸ナトリウム3水塩65gを約800mlの水に溶かし、氷酢酸55mlを加え水で1ℓにうすめる。

## 7. NaF水溶液(キャリアー)

NaF 11mgを水にとかして100mlとする。

## 文 献

平野 四蔵, 藤沼弘, 吉田吉彦, 牧田行敏: 分析化学 Vol.18, 516-518  
(1969)

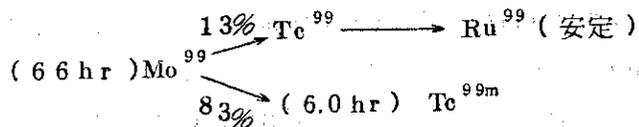
分析対象	Mg <sup>27</sup>
分析法	
<p>分析操作</p> <pre> graph TD     A[試料水 50 ml] --&gt; B[← In, Co, Ni, Cu, Pb, Fe, Cr, Tl, Mn の各キャリアーを各 0.001 mg 加える。]     B --&gt; C[← Mg キャリヤー 1 mg を加える。]     C --&gt; D[← オキシン溶液 (2%) 5 ml を加える。]     D --&gt; E[← (1:1) アンモニア水で pH を正確に 9.5 とする。(注1)]     E --&gt; F[← 100 ml の分液ロートに移す。]     F --&gt; G[← クロロホルム 10 ml を加え 2 分間振盪する。]     G --&gt; H[水溶液 (Mg を含む)]     G --&gt; I[クロロホルム層]     I --&gt; J[捨てる。]     J --&gt; K["(Mg 以外の金属イオンを含む)"]     H --&gt; L[← 5 ml をポリエチレン製棒ピンに採取する。]     L --&gt; M[測定]     M --&gt; N[400 ch PHA にて測定]           </pre>	
適用範囲	
<p>(注1) Mg-ox 錯塩は、クロロホルムに抽出されない。 pH 9.5 で In, Co, Ni, Cu, Pb, Fe, Cr, Tl, Mn の錯塩は抽出される。</p> <p>(注2) Mg<sup>27</sup> <math>\gamma = 0.84</math>, 1.02 MeV <math>T_{1/2} = 9.45 \text{ min}</math></p>	

分析対象	Mo <sup>99</sup> (F.P. が共存しない場合)
分析法	α-ベンゾインオキシム抽出法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">試料水 50ml</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← ビーカーに入れる。</li> <li>← ジルコニウムキャリアー 20 μg (20 ppm 液の 1ml) を加える。</li> <li>← モリブデンキャリアー 20 μg (20 ppm の Mo を含む水溶液 1ml) を加える。 (注 5)</li> <li>← 1.2 N HCl (濃塩酸) 5ml を加える。(注 1)</li> <li>← (試料水中に核燃料の破損によつて F.P. の I<sup>131</sup>~I<sup>135</sup>, Zr<sup>95</sup>, Nb<sup>95</sup> などが含まれる場合には注意事項(1)にしたがい、他の方法で処理する。)</li> <li>← シュウ酸水溶液 (20 mg/ml のシュウ酸を含む) を 1ml 加える。(注 2)</li> <li>← 0.2% α-ベンゾインオキシム-クロロホルム溶液 10ml を加える。 (注 3)</li> <li>← 分液ロートに入れる。</li> <li>← 3分間振とうし、モリブデンを抽出する。(注 4)</li> </ul> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin: 10px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">クロロホルム層</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;">水層</div> </div> <p style="text-align: center;">↓ すてる</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 1ml をステンレス製試料皿 (25φ×6h) に取る。</li> <li>← 赤外ランプ (500W) で、クロロホルムを蒸発させる。</li> <li>← 蒸発乾固後、GMカウンターで測定する。</li> <li>← β線計数値より次式によつて、Mo<sup>99</sup> の比放射能 (μCi/ml) をもとめる。 (Mo<sup>99</sup> の μCi/ml) = (0.2) × (試料の cpm) × (校正値)</li> </ul> <p>(注 1) 50ml の試料水に 1.2 N HCl 5ml を加えると約 1 N の塩酸溶液となる。 Mo は 0.1 ~ 2 N の塩酸酸性で 99% 以上抽出される。</p> <p>(注 2) 共存する Zr<sup>95</sup>, Zr<sup>97</sup>, Nb<sup>95</sup>, Nb<sup>97</sup> をマスクするために加える。20 mg/ml のシュウ酸水溶液は 10 g のシュウ酸を 500ml の純水にとかして調整する。</p> <p>(注 3) 0.2% α-ベンゾインオキシム-クロロホルム溶液の調整。 α-ベンゾインオキシム 0.1 g をクロロホルム 50ml に溶解する。</p> <p>(注 4) Mo は 90% 以上抽出させる。</p> <p>(注 5) モリブデンキャリアーの調整。</p>	

モリブデン酸アンモニウム 0.4 g を水 20 ml に溶解し、濃硝酸 10 ml を添加し、1000 ml に希釈する。

注意事項(1)

- (1) 試料水中に F. P. のヨウ素が含まれている場合、Mo と同時にヨウ素もクロロホルム相に抽出される。したがって、「F. P. が共存する場合の Mo<sup>99</sup> の分析法」にしたがつてヨウ素を前もつて分離する。
- (2)  $\alpha$ -ベンゾインオキシム (クブロン) は水に不溶である。  
また、Cu, Mo とキレート化合物を作る。このため、Cu が共存すると Cu<sup>64</sup> が Mo<sup>99</sup> と共に抽出されるが、Mo<sup>99</sup> の測定を妨害しない。
- (3) Mo<sup>99</sup> は次のような Decay を行なう。



Mo<sup>99</sup> と Tc<sup>99m</sup> は分離後約 18 時間以上たつと放射平衡にたつする。しかし、分離直後は Tc<sup>99m</sup> の生成量が少ないため、Tc<sup>99m</sup> の補正をする必要はない。

Mo<sup>99</sup> からの  $\beta$  線エネルギーは、

1.18 MeV (8.3%)

0.8 MeV (3%)

0.41 MeV (14%)

である。

- (4) 抽出したクロロホルム相に、Mo<sup>99</sup> 以外の核種が存在しないことをたしかめるために、400 PHA で  $\gamma$  線ピークのパターンを測定する必要がある。しかし  $\gamma$  線ピークから Mo<sup>99</sup> の濃度をもとめることはできない。

分析対象	Mo <sup>99</sup> (F. P. が共存する場合)
分析法	$\alpha$ -ベンゾインオキシム抽出法
<p>分析操作</p> <p>試料水 50 ml</p> <p>← ビーカーに入れる。</p> <p>← モリブデンキャリアー 20 <math>\mu</math>g (Mo の 20 ppm 液 1 ml) を加える。(注1)</p> <p>← Zr, Nb の各キャリアーを夫々 100 <math>\mu</math>g, I<sub>2</sub> キャリヤー 1 mg を加える。(注2)</p> <p>← 12N HCl (濃塩酸) 5 ml を加え, 約 1 N の塩酸酸性とする。(注3)</p> <p>← 5% の亜硝酸ナトリウム 1 ml を加え, 5 分間放置する。(注4)</p> <p>← クロロホルム 10 ml を加える。</p> <p>← 2 分間振とうし, ヨウ素をクロロホルムに抽出し, 除去する。</p> <p>水 層</p> <p>← クロロホルム 10 ml を加える。(のこりのヨウ素を, 抽出除去する)</p> <p>← 2 分間振とうし, クロロホルムを分離する。</p> <p>水 層</p> <p>← シュウ酸水溶液 (20 mg/ml のシュウ酸を含む) を 1 ml 加える。(注5)</p> <p>← 0.2% <math>\alpha</math>-ベンゾインオキシム-クロロホルム溶液 10 ml を加える。(注6)</p> <p>← 分液ロートに入れる。</p> <p>← 3 分間振とうし, モリブデンを抽出する。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>← 別の分液ロートに移す。</p> <p>← シュウ酸水溶液 (注5に示した 20 mg/ml のシュウ酸) を 0.5 ml 加える。</p> <p>← 亜硫酸水素ナトリウム (NaHSO<sub>3</sub>) の 10 mg を加えた 1N HCl (1+11) 10 ml を加える。(注7)</p> <p>← 3 分間振とうし, クロロホルムを洗浄する。(注8)</p> <p>クロロホルム</p> <p>すてる</p> <p>すてる</p> <p>すてる</p> <p>すてる</p> <p>水 層</p>	

クロロホルム層

水層

- ← 1mℓ をステンレス製試料皿 (25φ×6h) に取る。
- ← 赤外ランプ (500W) でクロロホルムを蒸発させる。
- ← 蒸発乾固後, GM カウンターで測定する。
- ← β線計数値より次式によつて, Mo<sup>99</sup> の比放射能 (μCi/mℓ) をもとめる。(注9)

$$(\text{Mo}^{99} \text{ の } \mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = (0.2) \times (\text{試料の cpm}) \times (\text{校正値})$$

(注1) Mo<sup>99</sup> (F. P. が共存しない場合) の注5参照。

(注2) (A) ジルコニウムキャリアーの調整

オキシ塩化ジルコニウム ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) 0.36g を濃塩酸 5mℓ に溶解し, 5N塩酸で1ℓに希釈する。この水溶液は 100μg/mℓ のZrを含む。

(B) ニオブキャリアーの調整

酸化ニオブ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) 143mg を濃硫酸 20mℓ と硫酸アンモニウム 10g を加えて加熱溶解したのち冷却し, 6N硫酸 (1+5) で希釈し1ℓとする。この水溶液は 100μg/mℓ のNbを含む。

(C) ヨウ素キャリアーの調整

ヨウ化カリウム 1.31g を水にとかし1ℓとする。  
この水溶液は 1mg/mℓ のヨウ素を含む。

(注3) Mo<sup>99</sup> (F. P. が共存しない場合) の注1参照。

(注4) I<sup>-</sup> イオンを I<sub>2</sub> 分子に酸化し, クロロホルムで抽出して共存する I<sup>131</sup>~I<sup>135</sup> の核種を除去する。

(注5) Mo<sup>99</sup> (F. P. が共存しない場合) の注2参照。

(注6) Mo<sup>99</sup> (F. P. が共存しない場合) の注3参照。

(注7) 亜硫酸水素ナトリウム ( $\text{NaHSO}_3$ ) は強い還元剤であり, 空気中の酸素によつて酸化される。このため, 分析のつど 10mg を秤量し, 1NHCl 溶液の 10mℓ にとかし, このHCl 溶液をクロロホルムに加える。

(注8) この操作はシュウ酸 10mg, 亜硫酸水素ナトリウム 10mg を含む 1NHCl 溶液でクロロホルムを洗浄し, 微量に残っている Zr<sup>95</sup>, Nb<sup>95</sup>, Zr<sup>97</sup>, Nb<sup>97</sup> などを除去する。

(注9) Mo<sup>99</sup> は γ線の放出率が不明のため, β線によつて比放射能をもとめる。しかし, β線計測を行なう前に, クロロホルムの少量をポリエチレン棒状ビンにとり, 400PHAで測定し, 他の放射性核種が混入していないことを確認する必



分析対象	Pa <sup>233</sup>
分析法	TTA 抽出分離 γ線計数法
<p>分析操作</p> <pre>         graph TD             A[試料水 40 ml] --&gt; B[100 ml の分液ロートに移す。]             B --&gt; C[濃硝酸 15.5 ml を加える。 (試料水は 4 N 硝酸溶液となる。)]             C --&gt; D[0.4 M TTA-ベンゼン溶液〔注1〕 55 ml を加える。]             D --&gt; E[5 分間振盪する。]             E --&gt; F{ }             F --&gt; G[ベンゼン層]             F --&gt; H[水溶液]             G --&gt; I[ポリエチレン製棒ビンに正確に 5 ml 移し取る。]             I --&gt; J[測定]             H --&gt; K[捨てる。]             J --&gt; L[γ線波高分析器にて測定]             </pre>	
適用範囲	
<p>〔注1〕 0.4 M TTA-ベンゼン溶液の作り方          TTA (C<sub>4</sub>H<sub>3</sub>S · COCH<sub>2</sub>COCF<sub>3</sub>, 分子量 222.19) を 22.2 g を採取し,          250 ml のベンゼンに溶解する。</p> <p>Pa<sup>233</sup> γ線 → 0.31 MeV          T<sub>1/2</sub> → 27 day.</p>	

分析対象	Sc <sup>46</sup>
分析法	オキシシン抽出分離γ線計数法
<p>分析操作</p> <pre>         graph TD             A[試料水 100 ml] --&gt; B[← Sc キャリヤー (50 μg/ml) 1 ml を加える。(注1) ← 酢酸-酢酸アンモン緩衝液 10 ml を加える。(注2) ← 2% DDTC 水溶液 2 ml を加える。(注3) ← ベンゼン 10 ml を加え 2分間激しく振盪する。]             B --&gt; C[水溶液]             B --&gt; D[ベンゼン層]             D --&gt; E[捨てる。]             C --&gt; F[← ベンゼン 20 ml を加える。 ← 2分間振盪し残っている DDTC を除く。]             F --&gt; G[水溶液]             F --&gt; H[ベンゼン層]             H --&gt; I[捨てる。]             G --&gt; J[← 1%オキシシン 5 ml を加える。 ← pH を 8 ~ 8.5 に調節する。(注4) ← グロホルム 10 ml を正確に加える。 ← 2分間振盪する。]             J --&gt; K[クロホルム層]             J --&gt; L[水溶液]             L --&gt; M[捨てる。]             K --&gt; N[← ポリエチレン製棒ピンに正確に 5 ml を採取する。]             N --&gt; O[測定]             O --&gt; P[γ線波高分析器で測定]             </pre>	
<p>Sc<sup>46</sup>      γ線→ 0.86, 1.12, MeV                  T<sub>1/2</sub>→ 84 day</p>	
適用範囲	
<p>(注1) スカンジウムキャリヤーの作り方                  ScCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O を 0.288 mg を正確に秤量し、水で溶かして 1 l とする。この溶液中の Sc 濃度は 50 μg/ml 。</p> <p>(注2) 酢酸-酢酸アンモン緩衝液の作り方</p>	

(1Mol) 酢酸 200mℓと、(1Mol) 酢酸アンモン溶液 300mℓを混合し pH を 5 ~ 5.5 に調節したもの。

(注3) DDTC 水溶液の作り方

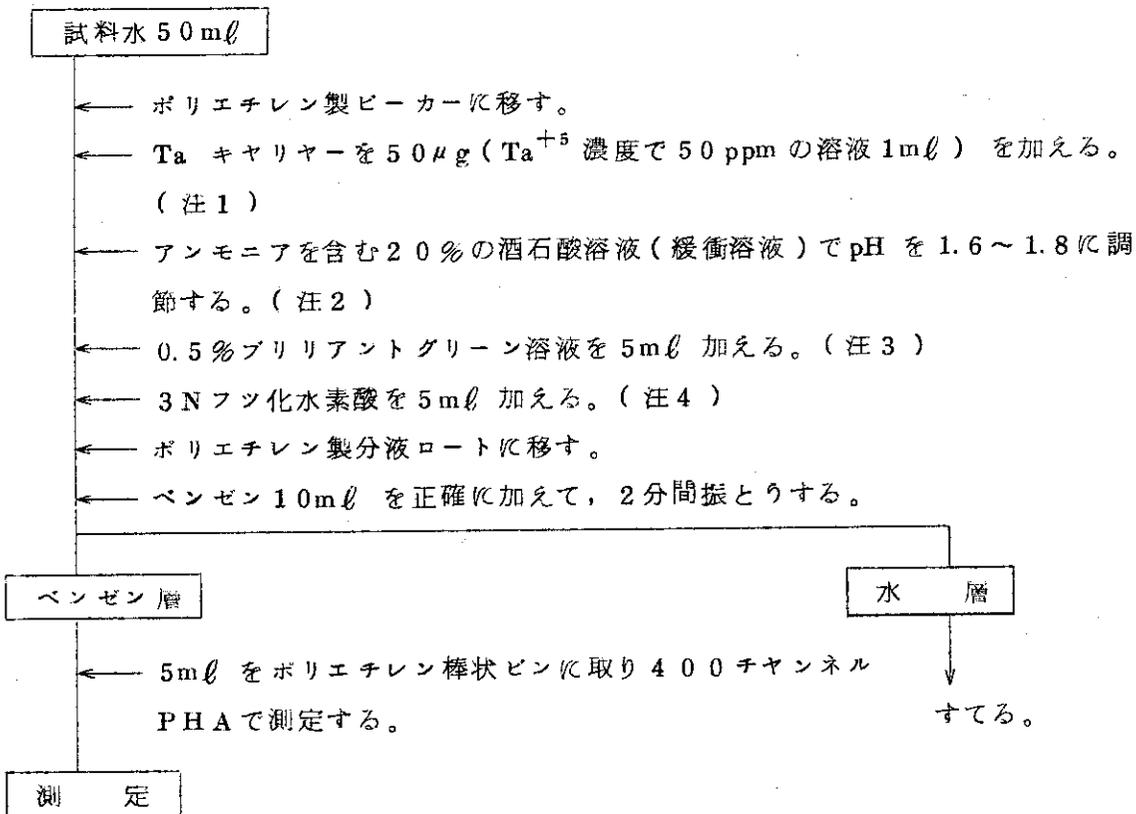
DDTC ナトリウム塩 2g を水 100g に溶かす。(不溶性残渣のあるときは口過して用いる。) 又 DDTC は不安定なので、そのつど調整する。

DDTC を加えることによつて、Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pb, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Mo, W, Au, Hg, Tl, Bi 等が除かれる。

(注4) Se のオキシソルホン酸塩は、pH が 8 ~ 8.5 でクロロホルムに定量的に抽出される。

分析対象	Ta <sup>182</sup> (一次冷却水に溶解している Ta)
分析法	ブリリアントグリーン抽出分離法

## 分析操作



## (注 1) タンタルキャリヤーの調整方法

50 mg の金属タンタルをフッ化水素酸 5 ml と硝酸 0.5 ml に溶解し、水で全容を 1 l とする。この溶液は 50 μg/ml のタンタルを含有する

## (注 2) 20% 酒石酸緩衝溶液の調整方法

酒石酸 100 g を水に溶解し、全容を 500 ml とし、濃アンモニア水 9 ml 加え pH を 1.7 ~ 1.8 とする。

## (注 3) 0.5% ブリリアントグリーン溶液の調整方法

ブリリアントグリーン 0.5 g を水に溶解し、全容を 100 ml とする。光によつて分解するため暗所に貯蔵する。

## (注 4) (A) 3 N フッ化水素酸はフッ化水素酸 (約 48%) 1 容に純水 8 容を加えて作成し、ポリエチレンビンに貯蔵する。

(B) タンタルとブリリアントグリーンの錯体はフッ素イオンの存在でベンゼンに抽出される。

注意事項(1) Ta<sup>182</sup> の濃度はエネルギー 0.15 MeV の γ 線ピーク面積から次の計算式によつ

てもとめる。

$$(\text{Ta}^{182} \text{ の } \mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = 5.98 \times 10^{-6} \times \frac{\text{P. C.} \times h \times d}{t \times V} \times \frac{1}{\text{減衰割合}}$$

分析対象	Te <sup>132</sup>
分析法	DDTC 抽出分離法

分析操作

試料水 50ml

- ← W, Cu, Fe, Mo, Ni, Tl, Co, Cr のキャリアーを夫々 10μg 加える。
- ← Te<sup>+4</sup> のキャリアーを 0.1mg 加える。(注3)
- ← 2%オキシソルボン酸溶液 5ml を加える。
- ← (1+10) 塩酸で pH を 4.3 に調節する。
- ← 50ml の分液ロートに移し、クロロホルム約 10ml を加える。(注4)
- ← 1分間振とうする。

水溶液

クロロホルム層

- ← ビーカーに移す。
- ← 5% EDTA (2Na 塩) 10ml を加える。
- ← (1+1) アンモニア水で pH を 8.5~8.8 に調節する。
- ← 10% シアン化ナトリウム溶液 5ml を加える。
- ← 100ml の分液ロートに移す。
- ← 0.2% ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (DDTC) 溶液を 1ml 加える。(注1)
- ← CCl<sub>4</sub> を 10ml 加える。(注2)
- ← 1分間しんとりする。

捨てる。  
W, Cu, Fe, Mo, Ni, Tl を除去する。

CCl<sub>4</sub> 層

水溶液

5ml を採取し、  
400PHA で測定する。

すてる。

(注1) DDTC 0.1g を 50ml の水にとかして、0.2% DDTC 水溶液を作る。0.2% DDTC 溶液は分析のつど調整する。

(注2) DDTC とキレート化合物を作るのは Te<sup>+4</sup> イオンである。Te<sup>+6</sup> イオンはキレート化合物を作らない。したがって、CCl<sub>4</sub> に抽出されるのは Te<sup>+4</sup> イオン

のみである。

(注3) Te の酸化形は 2 価, 4 価, 6 価であるが, このうち 4 価のテルルが最も安定である。また, DDTC とキレートを作るのは 4 価のテルルであるため, キャリヤーとして  $\text{Te}^{+4}$  を用いなければならない。

$\text{Te}^{+4}$  キャリヤーの作り方を (注意事項 1) に示す。テルル酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{TeO}_4$ ) はキャリヤーとして使用できない。

(注4) Te イオンはオキシンとキレート化合物を作らない。したがって, この操作でクロロホルムに抽出されるのは Te 以外の W, Fe, Cu, Mo などである。

注意事項(1)  $\text{Te}^{+4}$  キャリヤーの作り方

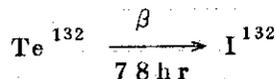
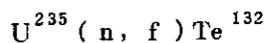
(A) 亜テルル酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{TeO}_3$ ) の 0.18 g を純水にとかし 1 ℓ とする。

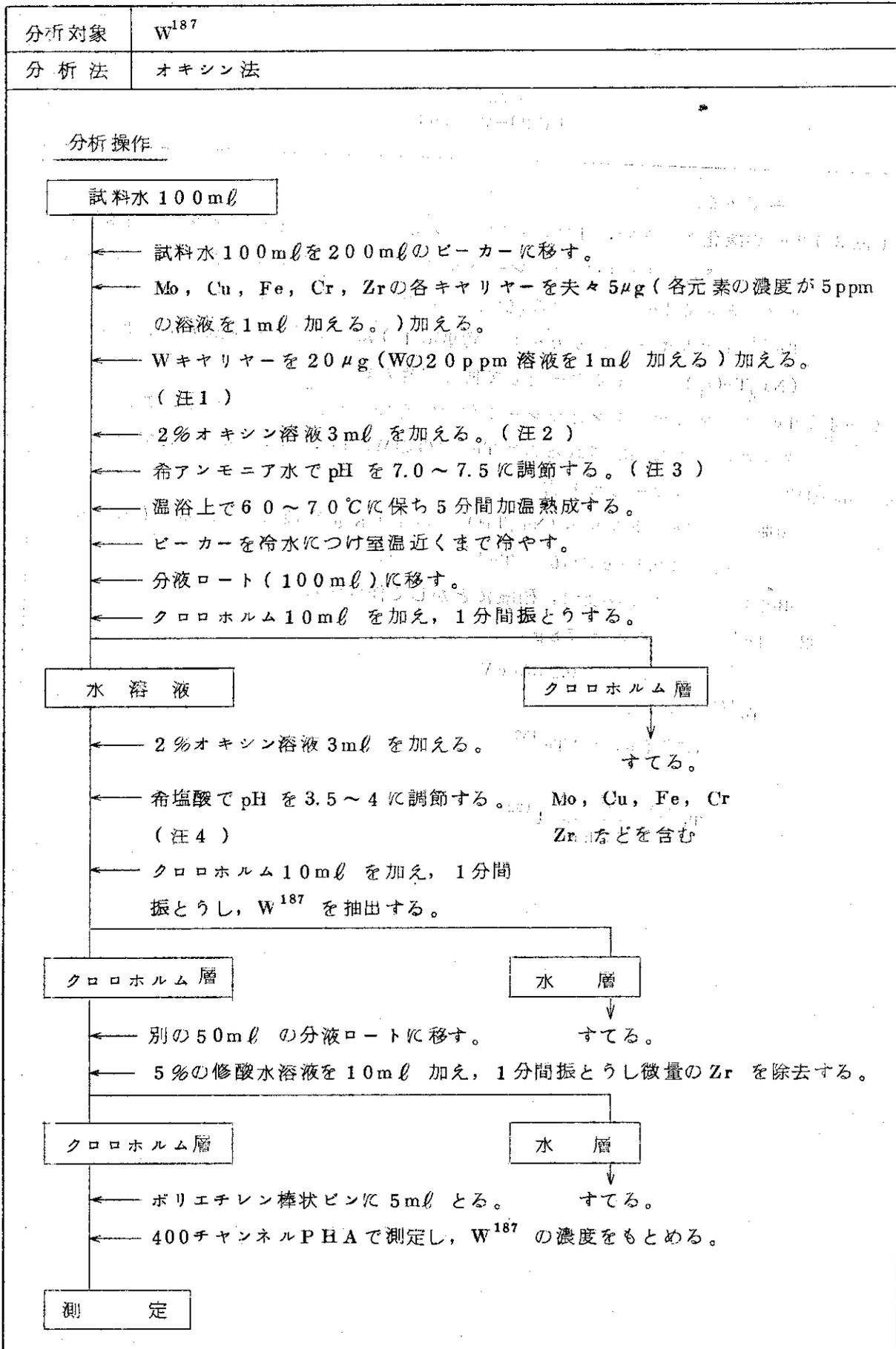
この溶液は 0.1 mg/ml の  $\text{Te}^{+4}$  を含む。

(B) 単体のテルルを必要量, 硝酸にとかして作成する。

(2)  $\text{Te}^{132}$   $T_{1/2} = 78 \text{ g}$   
 $\gamma$  線 = 0.23 MeV

$\text{Te}^{132}$  の生成反応





## (注1) Wキャリアーの調整法

タングステン酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) の 3.6mg を純水にとかし 1ℓ とする。

この溶液は 20  $\mu\text{g}/\text{ml}$  のタングステンを含有する。Wキャリアーとして6価のタングステン ( $\text{W}^{+6}$ ) を含む塩を用いなければならない。

これは、W(+6)のみがオキシソとキレート化合物を作るからである。

## (注2) 2%オキシソ溶液の調整

オキシソ 2g を 5ml の氷酢酸に加熱して溶解し 100ml に希釈する。

(注3) pH 7~7.5 の範囲で Cu, Fe, Cr, Zr が抽出され  $\text{W}^{+6}$  は抽出されない。しかし、Mo はこの pH では 85% が抽出され、15% 程度が抽出されず残る。

(注4)  $\text{W}^{+6}$  は pH 2~4.5 の範囲で抽出される。抽出されるのは6価のタングステンのみで、他のタングステンは抽出されない。また、この pH では残りの Mo も抽出されるが、 $\gamma$ 線スペクトルの解析には、あまり妨害しない。

分析対象	1次冷却水中のXe <sup>135</sup> (T <sub>1/2</sub> =9.1 hr)
分析法	γ線波高分析法

## 分析操作

1次冷却水 5mℓ

←ポリエチレン棒状ビンに入れる。

←ウエル形シンチレーションカウンターにとりつけγ線スペクトルを測定する。

0.25MeVのγ線ピークより次の計算式によつて濃度をもとめる。

$$A(\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{(1.08 \times 10^{-4})(\text{P.C})(h)(d)}{(t)(R)(E)(D)} \quad (1)$$

ここで、

D = 減衰割合

P.C. = 装置のPreset Count

t = 計数時間 (sec)

h = ピークの高さ (mm)

d = ピークの巾 (mm)

R = 核種からのγ線放出率 (%)

E = 0.25MeVのγ線の計数効率 (%)

Xe<sup>135</sup>の0.25MeVのγ線の場合には、

R = 91%

E = 50%

分析対象	Zr <sup>95</sup> , Zr <sup>97</sup> (分析法その1)
分析法	TOPO-HNO <sub>3</sub> 抽出法
<p>分析操作</p> <pre> graph TD     A[試料水 50 ml] --&gt; B[分液ロートに移す。]     B --&gt; C[Zr キャリヤー 30 μg (30 ppm の Zr 溶液 1 ml を加える) を加える。]     C --&gt; D["(注1)"]     D --&gt; E[濃硝酸 (14N) 50 ml を加えて、試料水を 7N の硝酸酸性とする。(注2)]     E --&gt; F[2.3% TOPO キシレン溶液 1.0 ml を加え 5 分間シェーカーで振り混ぜる。(注3)]     F --&gt; G[キシレン層]     F --&gt; H[水層]     G --&gt; I[7N 硝酸 (1+1) を 30 ml 加える。]     I --&gt; J[2 分間、しんとし、キシレン相を洗浄する。]     J --&gt; K[キシレン層]     J --&gt; L[水層]     K --&gt; M[5 ml をポリエチレン棒状ビンにとり 400 チャネル PHA で測定する。]     L --&gt; N[測定]     M --&gt; N     N --&gt; O["← 濃度計算法は注4に示す。"]           </pre>	

(注1) ジルコニウムキャリヤーの作り方

オキシ塩化ジルコニウム ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) の 0.1 g を 7N 硝酸 1 ℓ に溶解して作成する。

(注2) 6~9N の硝酸溶液から Zr は抽出される。

6N の塩酸溶液からも Zr は抽出されるが、モリブデン、チタン、鉄などの影響を少なくするためには、硝酸溶液から抽出する方がよい。

(注3) (A) 抽出に時間がかかるため 5 分間~6 分間振りまぜなければならない。1 回の抽出で 90% 以上抽出される。2.3% TOPO トルエン溶液でも抽出できるが

2.3% TOPO キシレン溶液のほうが水相との分離が良い。

(B) 2.3% TOPO キシレン溶液の調整

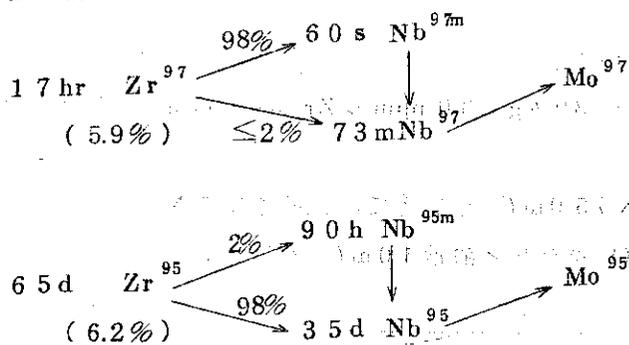
0.6 g の TOPO を 30 ml のキシレンに溶解する。この溶液は分析のつと作成する。

TOPOは金属との反応性に富んでいるから、小分けするとき金属さじを使用してはいけない。

C) TOPOは非常に安定な化合物で酸化、還元、加水分解などをうけにくい。

また、M. P. が  $51^{\circ}\text{C}$  とひくいいため室温が高いと半溶融状態となるので冷所に保存したほうがよい。

(注4) この抽出操作において  $\text{Zr}^{95}$ ,  $\text{Zr}^{97}$  が抽出される。



また、関係のある各核種の  $\gamma$  線エネルギーを示すと、

$\text{Zr}^{95}$ (65 d)	$\left\{ \begin{array}{l} 0.754\text{MeV} (49\%) \\ 0.722\text{MeV} (49\%) \end{array} \right.$
$\text{Nb}^{95}$ (35 d)	
$\text{Zr}^{97}$ (17 hr)	0.75MeVの $\gamma$ 線なし
$\text{Nb}^{97m}$ (60 sec)	0.75MeV (98%)
$\text{Nb}^{97}$ (73 min)	0.66MeV (98%)

$\text{Zr}^{95}$  については、その娘核種の  $\text{Nb}^{95}$  も  $0.76\text{MeV}$  の  $\gamma$  線を放出するため、 $\gamma$  線スペクトルをとつた場合、 $\text{Zr}^{95}$  の  $\gamma$  線ピークとかさなり、 $\text{Nb}^{95}$  も同時に計測することになる。しかし  $\text{Zr}^{95}-\text{Nb}^{95}$  の放射平衡曲線を見るとその最大値は28日のところにある。

したがって、抽出分離後ただちに測定すれば、 $\text{Nb}^{95}$  の生成量が非常に少ないため、 $\text{Nb}^{95}$  の影響なしに測定することができる。

また、 $\text{Zr}^{97}$  には  $0.75\text{MeV}$  の  $\gamma$  線ピークはないが、娘核種の  $\text{Nb}^{97m}$  に  $0.75\text{MeV}$  の  $\gamma$  線ピークがあるので、測定時に  $\text{Zr}^{95}$  の  $\gamma$  線ピークとかさなることになる。また、 $\text{Nb}^{97m}$  の半減期が60秒とみじかいため、 $\text{Zr}$  の抽出分離後、短時間で  $\text{Zr}^{97}-\text{Nb}^{97m}$  の間に放射平衡が成立ち、 $\text{Nb}^{97m}$  の比放射能が  $\text{Zr}^{97}$  の比放射能と等しくなる。

これらのことから、 $\text{Zr}^{95}$  と  $\text{Zr}^{97}$  の溶媒抽出後、その  $5\text{ml}$  を20分以内に測定し、 $0.75\text{MeV}$  の  $\gamma$  線ピークから、次式によつて、 $\text{Zr}^{95}$  と  $\text{Zr}^{97}$  の濃度の合計値をもとめることができる。

$$A(\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{(1.08 \times 10^{-4})(P.C)(h)(d)(v)}{(t)(R)(E)(V)(D)} \quad (1)$$

P.C = Preset Count

h = ピークの高さ (mm)

d = ピークの巾 (mm)

v = 抽出に用いた TOPO キンレン 溶液の量 = 10 mℓ

t = 計数時間 (sec)

R = 0.75 MeV の  $\gamma$  線放出割合 = 98%

E =  $\gamma$  線の計数効率 (%) = 9.2%

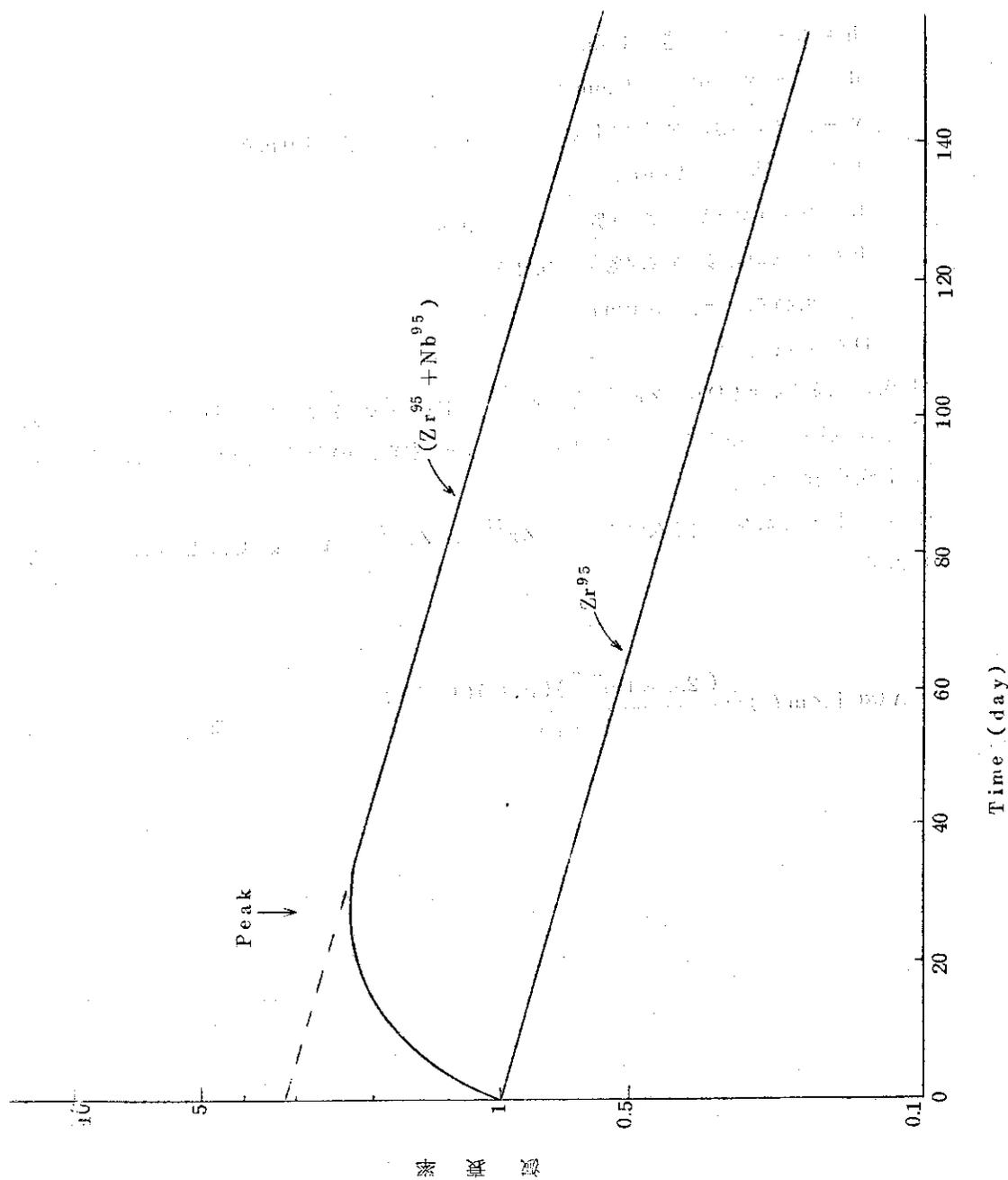
V = 試料水の量 = 50 mℓ

D = 減衰割合

(1)式の減衰割合(D)は  $\text{Zr}^{95}$  と  $\text{Zr}^{97}$  の半減期が異なるためDの値をもとめることに問題があるが抽出後20分以内に測定する場合には近似的に  $D=1$  として(1)式を計算する。

(1)式に上記の数値を代入すると、 $\text{Zr}^{95}$  と  $\text{Zr}^{97}$  の合計濃度は(2)式によつて得られる。

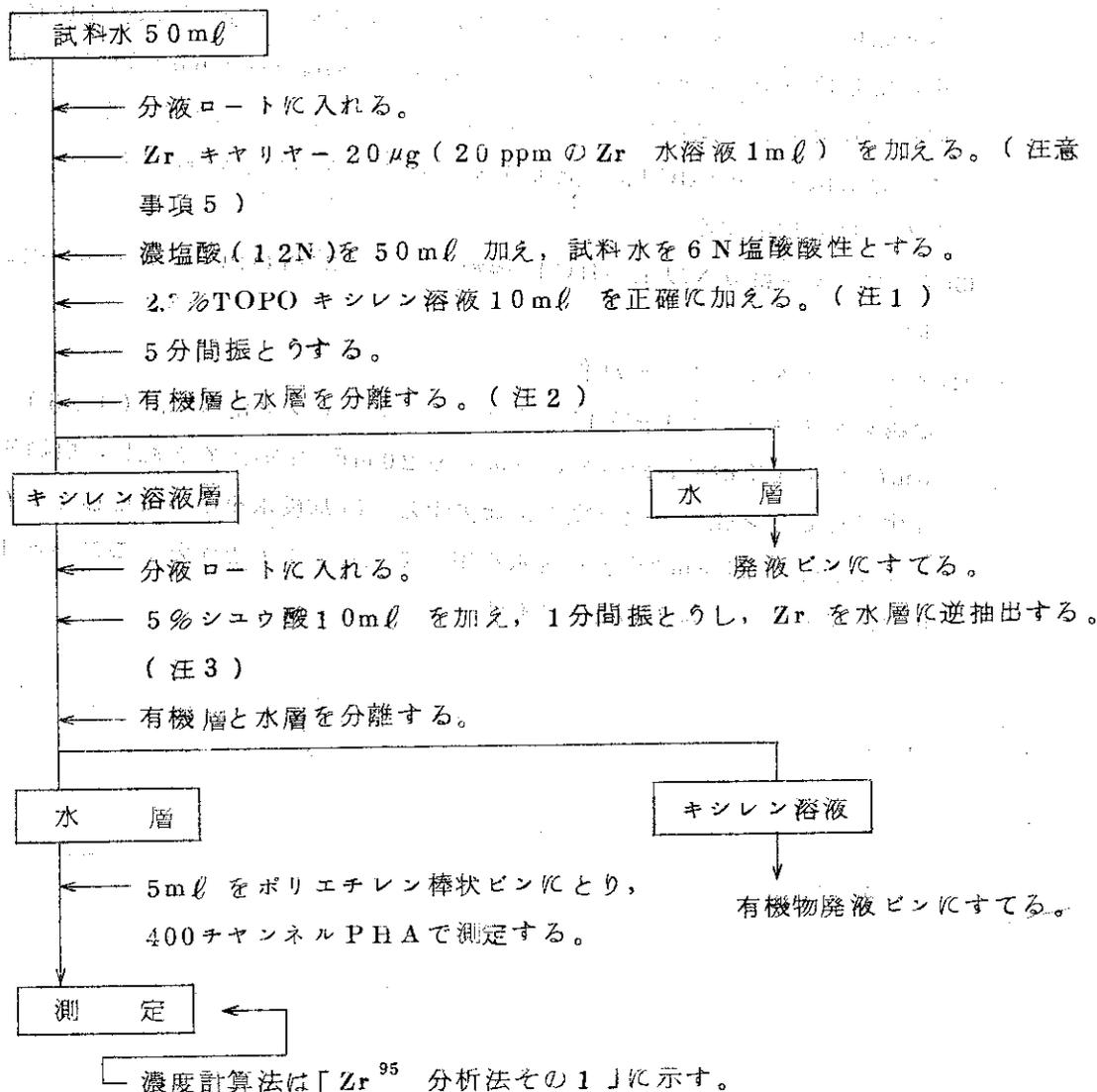
$$A(\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{(2.4 \times 10^{-8})(P.C)(h)(d)}{(t)} \quad (2)$$



$Zr^{95}-Nb^{95}$  の放射平衡曲線

分析対象	Zr <sup>95</sup> , Zr <sup>97</sup> (分析法その2)
分析法	TOPO-HCl 抽出法

分析操作



(注 1) 2.3% TOPO キシレン 溶液の調整

0.6 g の TOPO を 30 ml のキシレンに溶解する。分析のつど作成する。TOPO は金属との反応性に富んでいるから、小分けするとき金属さじを使用してはいけない。また、分析のつど調整すること。

(注 2) 2.3% TOPO キシレン 溶液の 1 回の抽出で Zr の 97% 以上が抽出される。

(注 3) TOPO で Zr 以外の共存する核種も抽出されるため 5% シュウ酸で Zr のみを水層に逆抽出する。

(注意事項) (1) TOPO は非常に安定な化合物で酸化還元・加水分解などをうけにくい。

また、M. P. が  $51^{\circ}\text{C}$  とひくいいため室温が高いと半熔融状態となるので冷所に保存したほうがよい。

(2) ジルコニウムイオンは各種陰イオンと錯塩を形成しやすく、しかも希酸性溶液中では加水分解が起り一定のイオン形をとりにくい。一般にジルコニウムの分析で過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$ ) をよく用いるのは、この酸がジルコニウムと錯塩を最も形成しにくいためである。この分析では過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$ ) を使用しないが、ジルコニウムを含む水溶液に過塩素酸 (60%) を加え加熱白煙の発生をさせてジルコニウムのイオンの脱水を行なうことができる。この分析法では  $6\text{N HCl}$  溶液としてジルコニウムの加水分解を防ぎ、TOPO で抽出する。

(3) ジルコニウムは  $5\text{N}$  以上の  $\text{HCl}$  溶液中から 2.3% TOPO キシレン溶液中に抽出される。

(4) ジルコニウムキャリアの作り方

金属ジルコニウム  $0.1\text{g}$  を白金ザラにかりとりフッ化水素酸 (1+5)  $5\text{ml}$  を加えて溶解したのち、過塩素酸  $20\text{ml}$  を加えて加熱し、白煙を発生させてフッ化水素酸を完全に除去する。冷却後水を用いて正しく  $1\text{l}$  とする。その  $200\text{ml}$  をとり純水を用いて正しく  $1\text{l}$  とする。この溶液  $1\text{ml}$  はジルコニウム  $20\mu\text{g}$  を含有する。

第 2 部 吸 光 光 度 法

分析対象	$Al^{+3}$ , $Fe^{+3}$ ( $Al$ と $Fe$ の同時定量 )
分析法	オキシソ法
<p>分析操作</p> <p>試料水 100ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 希硫酸 ( 1 + 10 ) を 1 ml 加え、試料水を酸性にする。</li> <li>← 1 % のオキシソ溶液 ( 酢酸溶液 ) 3 ml を加える。(注 1)</li> <li>← 2N 酢酸アンモニウム溶液を過加して PH を 5.0 ~ 5.4 に調節する。(注 2)</li> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← クロロホルム 10 ml を正確に加え、1 分間振とうする。</li> </ul> <p>クロロホルム層</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 無水硫酸ナトリウム 1 gr を入れた共栓付三角フラスコ ( 30 ml ) に入れ、軽く振つて混入してくる水分を除く。</li> <li>← 吸収セルに移し、同様に処理した blanks を対称にして、390 m<math>\mu</math> および 470 m<math>\mu</math> の吸光度をはかる。</li> </ul> <p>水溶液</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> <p>波長 390 m<math>\mu</math> , 470 m<math>\mu</math> の吸光度を測定する。</p> <p>(注 3) 波長 390 m<math>\mu</math> と 470 m<math>\mu</math> の吸光度を測定し、その値より検量線 (注 3) にしたがって <math>Fe^{+3}</math> と <math>Al^{+3}</math> の濃度をもとめる。</p>	
適用範囲	
(注 1)	1 % オキシソ溶液 オキシソの 2 g を 5 ml の氷酢酸に加熱して溶解し 200 ml に希釈する。
(注 2)	PH 5.0 ~ 5.4 で $Fe^{+3}$ と $Al^{+3}$ が同時に最もよく抽出される。また、 $Fe^{+2}$ イオンはこの PH で振とう中にすべて酸化されて $Fe^{+3}$ となるため酸化剤を加える必要はない。
(注 3)	$Al^{+3}$ と $Fe^{+3}$ の同時定量法。 $Fe^{+3}$ は 470 m $\mu$ に吸収を有するが、 $Al^{+3}$ はもたない。しかし、390 m $\mu$ では $Fe^{+3}$ と $Al^{+3}$ の両方に吸収がある。このため $Fe^{+3}$ の濃度は第 1 図の 470 m $\mu$ の鉄の検量線よりもとめることができる。 $Al^{+3}$ の濃度は第 1 図、第 2 図の鉄とアルミニウムの両検量線を用いて、次のようにしてもとめる。まず、第 1 図の検量線 ① を用いて 470 m $\mu$ における吸光度

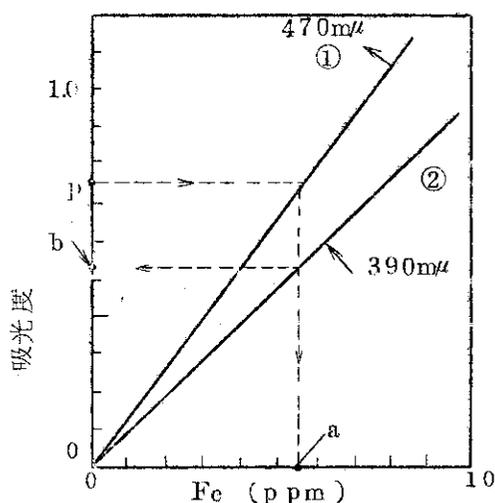
より鉄の濃度をもとめる。次に第1図の検量線②よりその鉄の濃度に応じた390m $\mu$ の吸光度をもとめる。これを390m $\mu$ における吸光度の実測値より差引いた値より、第2図を用いてアルミニウムの濃度をもとめる。さらに、詳細にのべると、抽出分離したクロロホルム中の470m $\mu$ 、390m $\mu$ の吸光度の測定値を夫々P、Qとする。

波長470m $\mu$  → 吸光度P

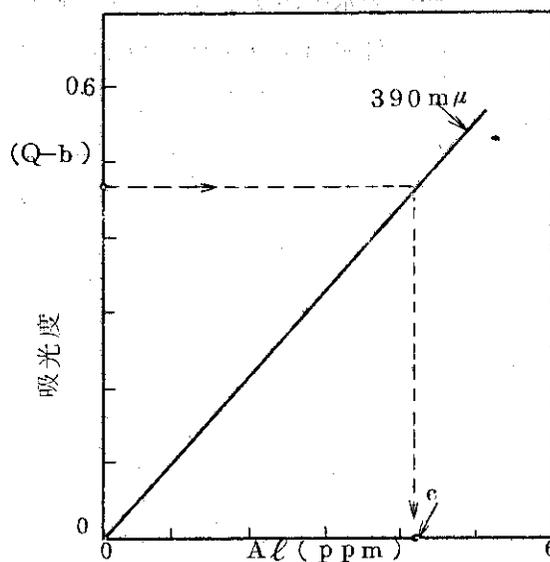
波長390m $\mu$  → 吸光度Q

吸光度Pと第1図の470m $\mu$ の検量線①より鉄の濃度a (ppm)をもとめる。次に検量線②より鉄のa (ppm)に相当する390m $\mu$ の吸光度bをもとめる。

次に、(Q-b)の値を計算する。この(Q-b)は390m $\mu$ におけるAlのみによる吸光度である。したがって第2図のAlの検量線と吸光度(Q-b)からAlの濃度C (ppm)をもとめる。



第1図 鉄の検量線



第2図 Alの検量線

- 注意事項
- 1) 鉄標準液：鉄アンモニウム明パンを0.1 Nの硫酸酸性液にとかして調整する。
  - 2) アルミニウム標準液：カリウム明パンを純水にとかし、少量の硫酸を加え弱酸性液とする。
  - 3) 分析操作においては、最初にオキシソル溶液を加え、次にP値の調節をしなければならない。この操作を逆にすると抽出率が低下して分析値の誤差が大きくなる。

4) 参考文献

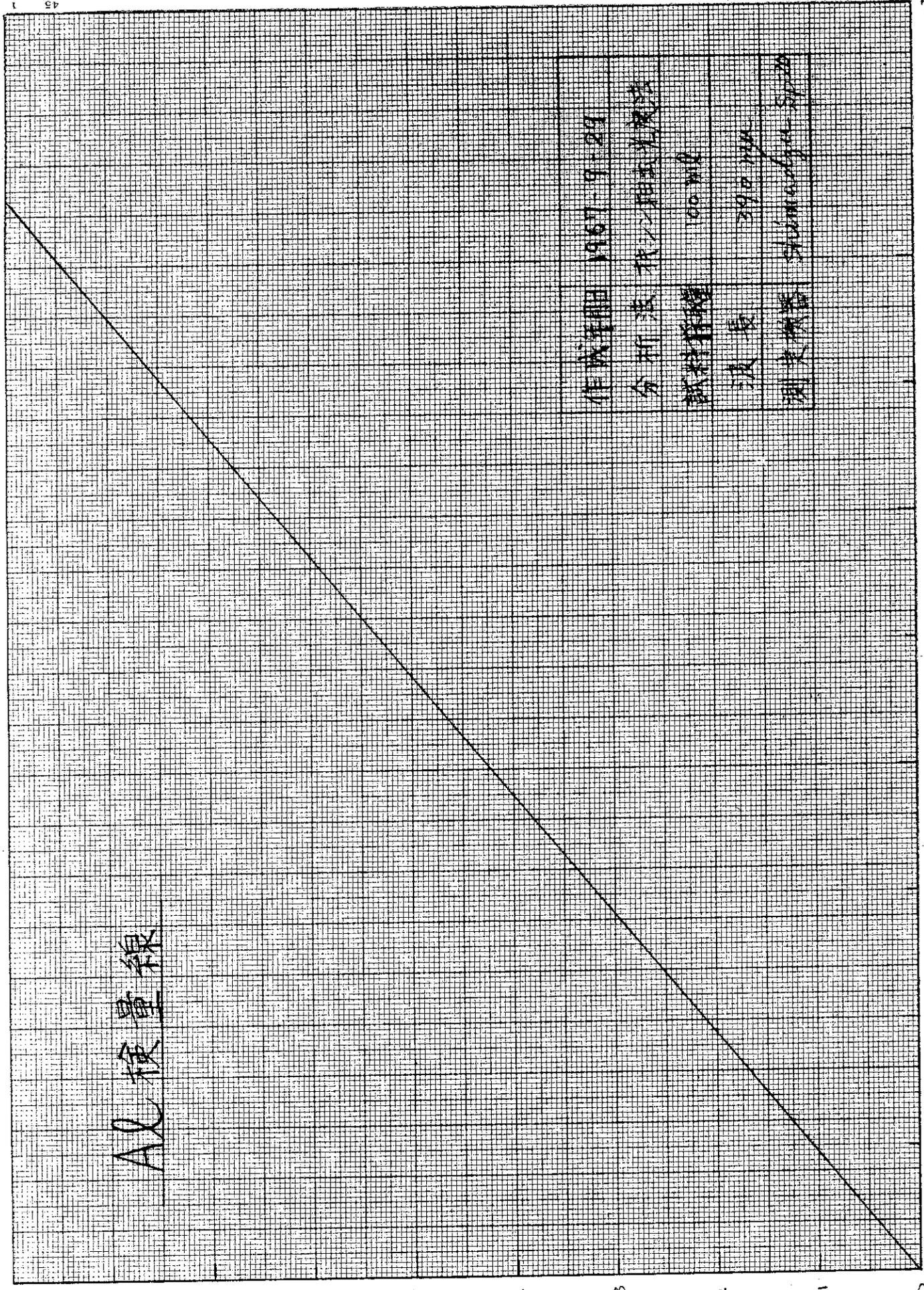
本島健次：日本化学雑誌，Vol 76，No 8，903（1955）

本島健次：Japan Analyst，Vol 6，642，（1957）

分析対象	Al <sup>+</sup> <sub>3</sub>
分析法	オキシソ 抽出光度法
分析操作	
<p>試料水 100ml</p> <p>← 2% 2-メチルオキシソ 3ml を加える。(注1)</p> <p>← 10% 亜硫酸ナトリウム溶液を 0.5ml 加える。</p> <p>← 6Nアンモニア水で pH 8.7 ± 0.2 に調節する。</p> <p>pH 8.7 ± 0.2 の水溶液</p> <p>← 100ml の分液ロートに移す。</p> <p>← 10ml のクロロホルムで Fe, Cr, Cu, Ni, イオンを抽出する。(注2)</p> <p>← シェーカーで 1 分間振盪後抽出分離する。</p>	
水溶液 (Al 含有)	CHCl <sub>3</sub> (Ni, Fe <sup>+</sup> <sub>3</sub> , Cr, Cu 含有)
<p>← 25% 水酸化ナトリウム溶液 5ml 加える。</p> <p>← 5% シアン化カリウム水溶液 1ml 加える。(注3)</p> <p>← 1% オキシソを 3ml 加える。</p> <p>← (1:1) 塩酸で pH 10 ± 0.2 に調節する。(注4)</p>	有機廃棄物回収ビンに捨てる。
pH 10 の水溶液	
<p>← 100ml の分液ロートに移す。</p> <p>← クロロホルム 10ml を正確に加えてシェーカーで 1 分間振盪する。</p>	
クロロホルム層	水溶液
<p>← 無水硫酸ソーダ 1g を入れた 30ml の共栓付三角フラスコに移す。</p> <p>← 吸収セルに移す。</p>	水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。
波長 390mμ で測定	
適用範囲	0.01 ppm ~ 0.5 ppm まで測定可能
(注1)	2-メチルオキシソはアルカリ側では不安定であるので、その分解を防ぐために、亜硫酸ナトリウム溶液を加える。
(注2)	Fe <sup>+</sup> <sub>2</sub> は抽出されない。
(注3)	pH > 7 で KCN によつて Fe <sup>+</sup> <sub>2</sub> , Hg <sup>+</sup> <sub>2</sub> , Ni, Zn, Mo, Cd, Cu <sup>+</sup> <sub>2</sub> , Mn <sup>+</sup> <sub>3</sub> はマスクされる。
(注4)	pH = 10 で Mo は抽出されない。
<p>注意事項: 1) ブランクは純水を用いて本文と同じ操作を行なう。</p> <p>2) 吸光度 0.02 ≡ 0.01 ppm を検出感度とする。</p>	

分析対象	$\text{Be}^{+2}$
分析法	ベリロンⅡ法
<p>分析操作</p> <p>試料水 20ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 25ml のメスフラスコに試料水 20ml を採取する。</li> <li>← 0.1% のベリロンⅡ溶液 1ml を加える。(注1)</li> <li>← 1N水酸化ナトリウム溶液 2ml を加える。</li> <li>← 純水で正しく 25ml とする。</li> <li>← よく攪拌したのち溶液の一部を吸収セルにとり、ブランクを対照にして波長 620m<math>\mu</math> で測定する。</li> </ul> <p>波長 620m<math>\mu</math> で測定</p>	
適用範囲	0.01 ~ 0.6 ppm
<p>(注1) ベリロンⅡ溶液は、ベリロンⅡ(粉末) 0.1g を純水 100ml に溶かし、0.1% 溶液とする。</p> <p>注意事項：1) ベリリウム標準溶液は、金属 Be (99.5% 以上) を 0.5g に濃塩酸 5ml を加えて加熱溶解し、250ml に希釈する。</p> <p>2) Al, Ca, Mg, Cu, Fe はほとんど妨害しない。</p> <p>3) ブランクは純水に同様の操作を行なったものを用いる。</p> <p>4) ベリロンⅡとは、8-Hydroxynaphthalene 3,6-disulfonic acid 1-azo-2-chromotropic Acid, Na<sub>3</sub> Salt。</p> <p>文献 名古屋工業試験所報告 Vol. 12, No. 7, 314, (1963)</p>	

# AL 検量線



吸光度  
- 88 -

作成日期 1967-9-29

分析法 原子吸收法

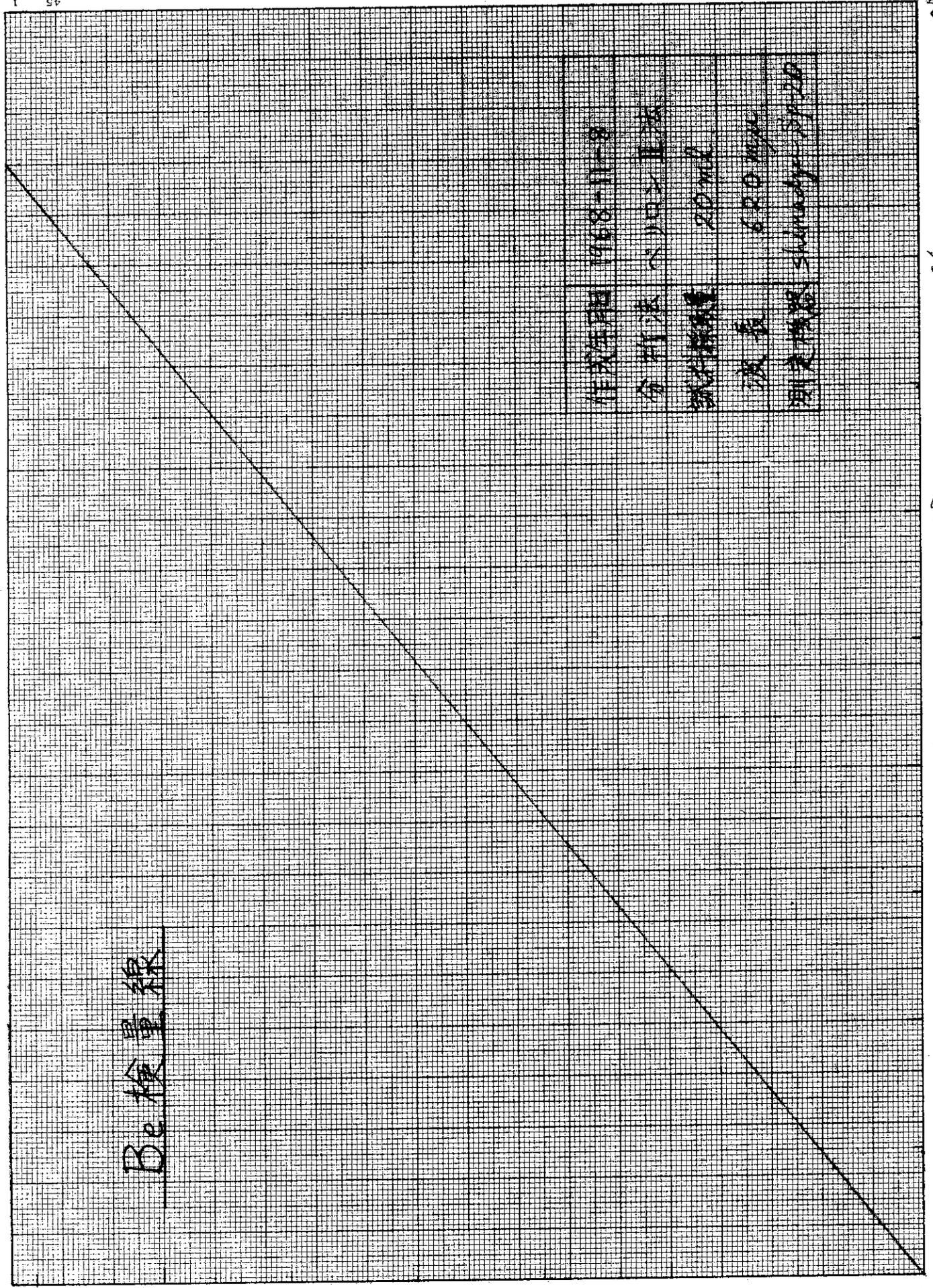
試料作量 100 ml

波長 390 nm

測定機器 Shimadzu 5020

AL 濃度 (ppm)

# Be 檢量線



作成日期 1968-11-8  
 分析法 示差比色法  
 試液體積 20ml  
 波長 680mμ  
 測定機器 Shimadzu-SP20

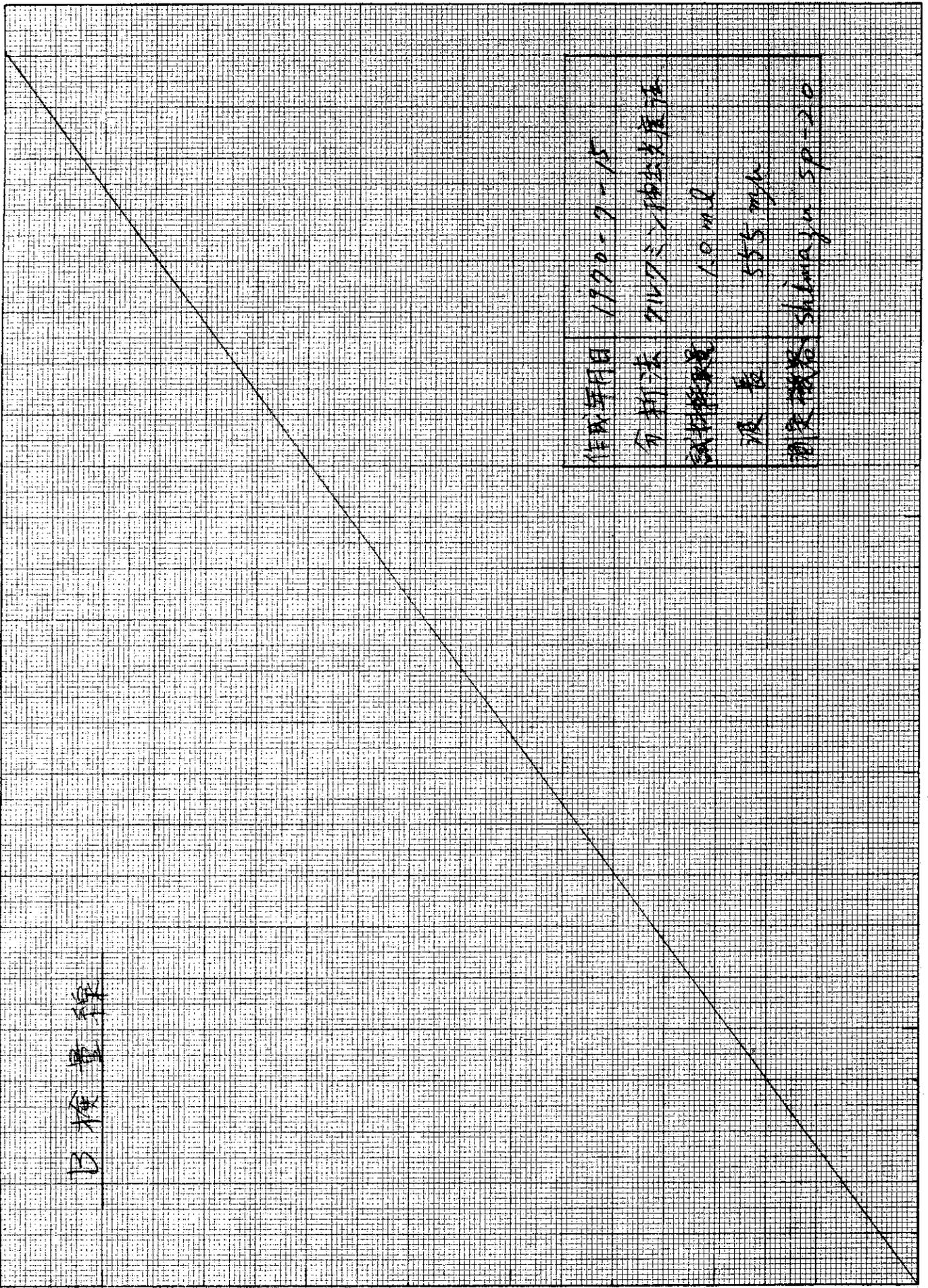
分析対象	B
分析法	クルクミン抽出光度法
分析操作	
<p><b>試料水 1.0 ml</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 試料水 1 ml を白金皿に採取する。</li> <li>← 10% 水酸化ナトリウム水溶液 1.0 ml を加える。</li> <li>← 水浴上にて蒸発乾固する。(注1)</li> <li>← 0.125% クルクミン酢酸溶液 3 ml を加え、徐々に加熱して、析出した塩を溶解する。(注2)</li> <li>← 混酸 3 ml を加え、ポリエチレンで攪拌後室温で、約 20 分間静置し発色させる。(注3)</li> <li>← 水 100 ml 加えて希釈し、分液ロートに移す。</li> <li>← 混合溶媒 10 ml を正確に加える。(注4)</li> <li>← 1 分間シェーカーで振盪する。</li> </ul> <pre>         graph TD             A[試料水 1.0 ml] --&gt; B[有機層]             A --&gt; C[水溶液]             B --&gt; D[10 ml のメスフラスコに採取]             C --&gt; E[混合溶媒 5 ml を加え、1 分間振盪する。]             D --&gt; F[有機層]             E --&gt; F             E --&gt; G[水溶液]             F --&gt; H[混合溶媒を加えて正確に 10 ml とする。]             F --&gt; I[乾燥濾紙 (No. 5A) で濾過し吸収セルに移す。]             F --&gt; J[波長 555 mμ で吸光度を測定する。]             H --&gt; K[波長 555 mμ で測定]             I --&gt; K             J --&gt; K             </pre>	
適用範囲	0.01 ~ 0.25 ppm
(注1)	蒸発乾固の操作に 2 時間位を必要とする。
(注2)	0.125% クルクミン酢酸溶液の調整 植物製クルクミン 0.125 g を氷酢酸 100 ml に静かに加熱して溶解する。
(注3)	混酸の作り方 氷酢酸 1 容と、精製濃硫酸 1 容を混合し、室温まで冷却してから使用。 (精製濃硫酸は、特級濃硫酸 100 ml を石英製蒸発皿に採取し、特級フッ化水素酸 4.6% を 5 ml を加えて砂浴上で激しく白煙が生ずるまで加熱する。)

(注4) 混合溶媒の調整  
メチルエチルケトン5容と、クロロホルム2容の混合溶液にフェノール  
10gを溶解する。

(注5) 溶媒は全量集められないので、追加し全量10mlとする。

- 注意事項
- 1) 試薬類は全て特級試薬を使用し、調整後直ちにポリエチ瓶に保管する。
  - 2) 使用器具は出来るだけポリエチ製とする。もしガラス製を使用する場合は使用直前に純水洗浄後、試料水又は試薬で洗浄する。
  - 3) 共存元素の影響  
鉄1mg, NaCl 0.4g, リン6.2mg, Al 0.28mg, ケイツ20 $\mu$ g,  
ニッケル, ベリリウム, クロム(III), 銅, マンガン(II), マグネシ  
ウム, カルシウムは10mg まで妨害しない。  
硝酸ナトリウムの存在は10 $\mu$ g 以下でも負の影響を与える。

文献 : JAPAN ANALYST Vol 18. (1969) P 52~57



B 検査簿

作成年月日 1990-9-15  
 分析法 7107 分光光度法  
 試料種類 1.0 ml  
 液量 5.5 ml  
 測定機器 Shimadzu SP-20

分析対象	Cd <sup>+2</sup>
分析法	ジチゾン抽出光度法

分析操作

試料水 50ml

- ← 100ml の第1分液ロートに試料水 50ml を採取する。
- ← 50% クエン酸2-アンモニウム溶液 10ml を加える。
- ← 5% シアン化カリウム 3ml を加える。
- ← 10M アンモニア水 25ml を加える。(注1)
- ← 0.008% ジチゾン-クロロホルム溶液 15ml を加える。(注2)
- ← 5分間シェーカーで振盪後抽出分離する。

クロロホルム層

水溶液

- 0.008% ジチゾン-クロロホルム溶液 10ml を加える。
- 5分間シェーカーで振盪後抽出分離する。

クロロホルム層

水溶液

- クロロホルム約 5ml を加える。
- 2分間シェーカーで振盪後抽出分離する。

クロロホルム層

水溶液

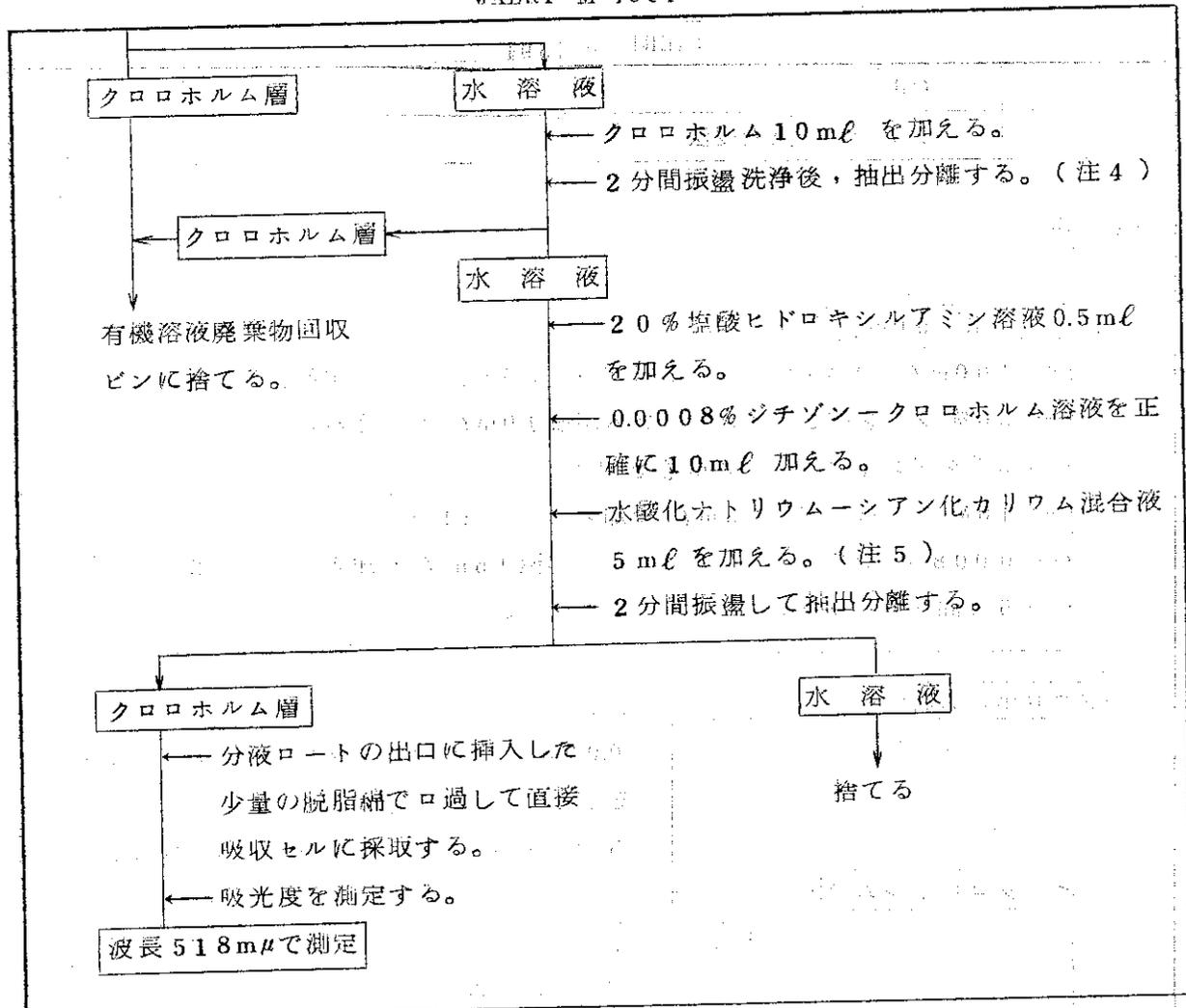
水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。

- ← (1:99) アンモニア水 5ml の入った 50ml の第2分液ロートに移す。
- ← 3分間シェーカーで振盪後洗浄をして、抽出分離する。

クロロホルム層

水溶液

- ← 酒石酸-塩化ナトリウム混合液 25ml の入った、50ml の第3分液ロートに移す。(注3)
- ← 2分間シェーカーで振盪、逆抽出分離する。



適用範囲 10 ~ 300 ppb

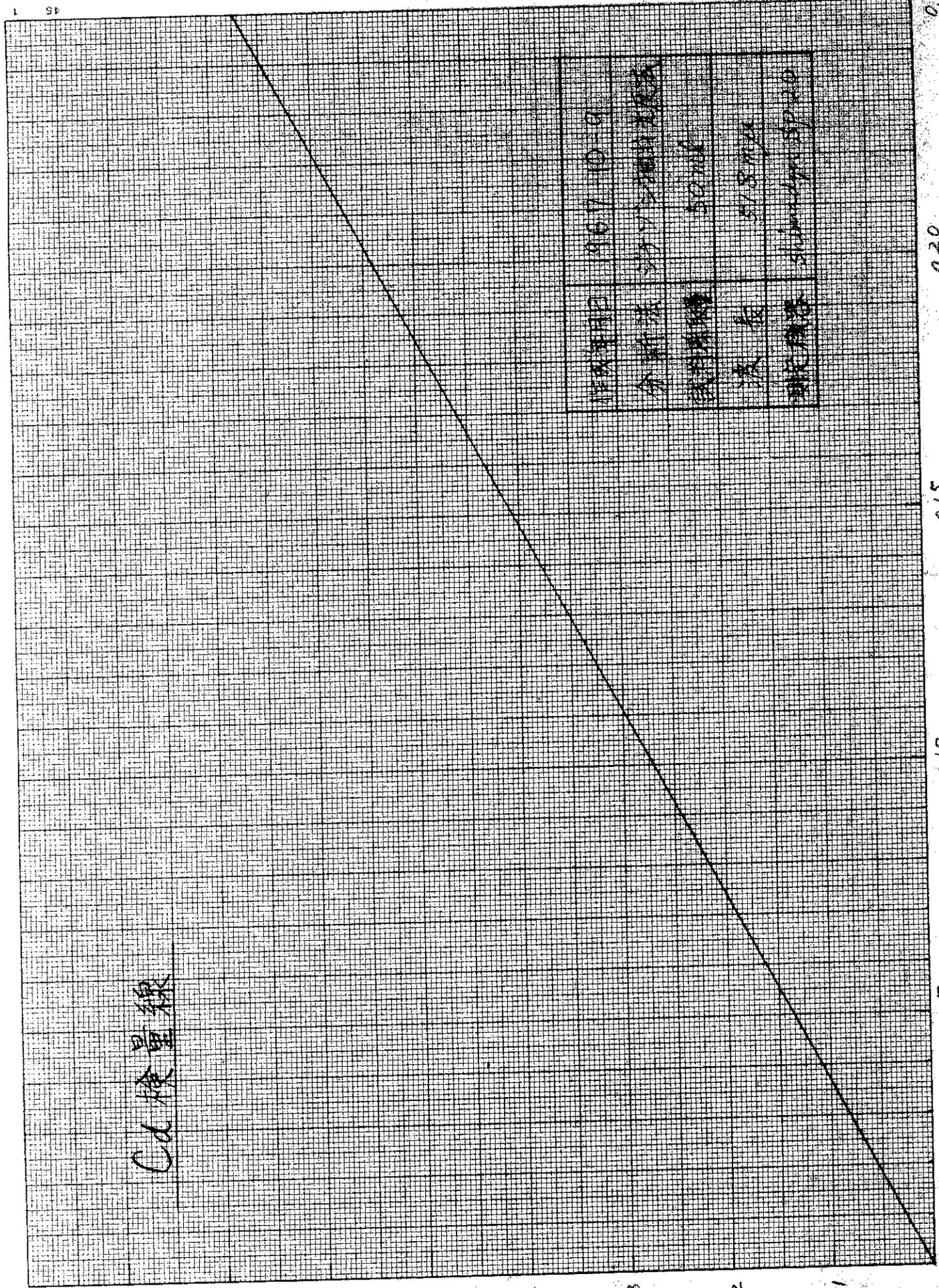
- (注1) pHを10.5~11.0にする。
- (注2) 0.008%ジチゾン-クロロホルム溶液  
ジチゾン40mgを精製したクロロホルム500mlに溶かす。
- (注3) 酒石酸-塩化ナトリウム混合液  
酒石酸20gと塩化ナトリウム2gを水に溶かして1ℓとする。少量のクロロホルムと振り混ぜて飽和し、分離後ぬれた口紙で口過する。
- (注4) 液面に浮遊しているクロロホルムを出来るだけ除去するため、分液ロートを静かに振つて落下させる。
- (注5) シアン化ナトリウム・水酸化ナトリウム混合液  
水酸化ナトリウム40gを少量の水で溶かし、別に0.5gのシアン化カリウムを水に溶かして、NaOHが冷えてから混合して全体を100mlとする。

- 注意事項: 1) 吸光度測定はブランクを対照とする。  
 2) 本法では200μgまでのクロム, 銅, コバルト, マンガン, モリブデン, 又1mgまでのニッケル, 鉄は妨害とならない。  
 3) Cd-ジチゾン錯塩はピンク色を呈する。

# Cd検量線

吸光度

Cd濃度 (ppm)



測定日 1967-10-9  
 分析法 分光光度法  
 試料量 50mg  
 液量 50ml  
 検出限 0.01ppm



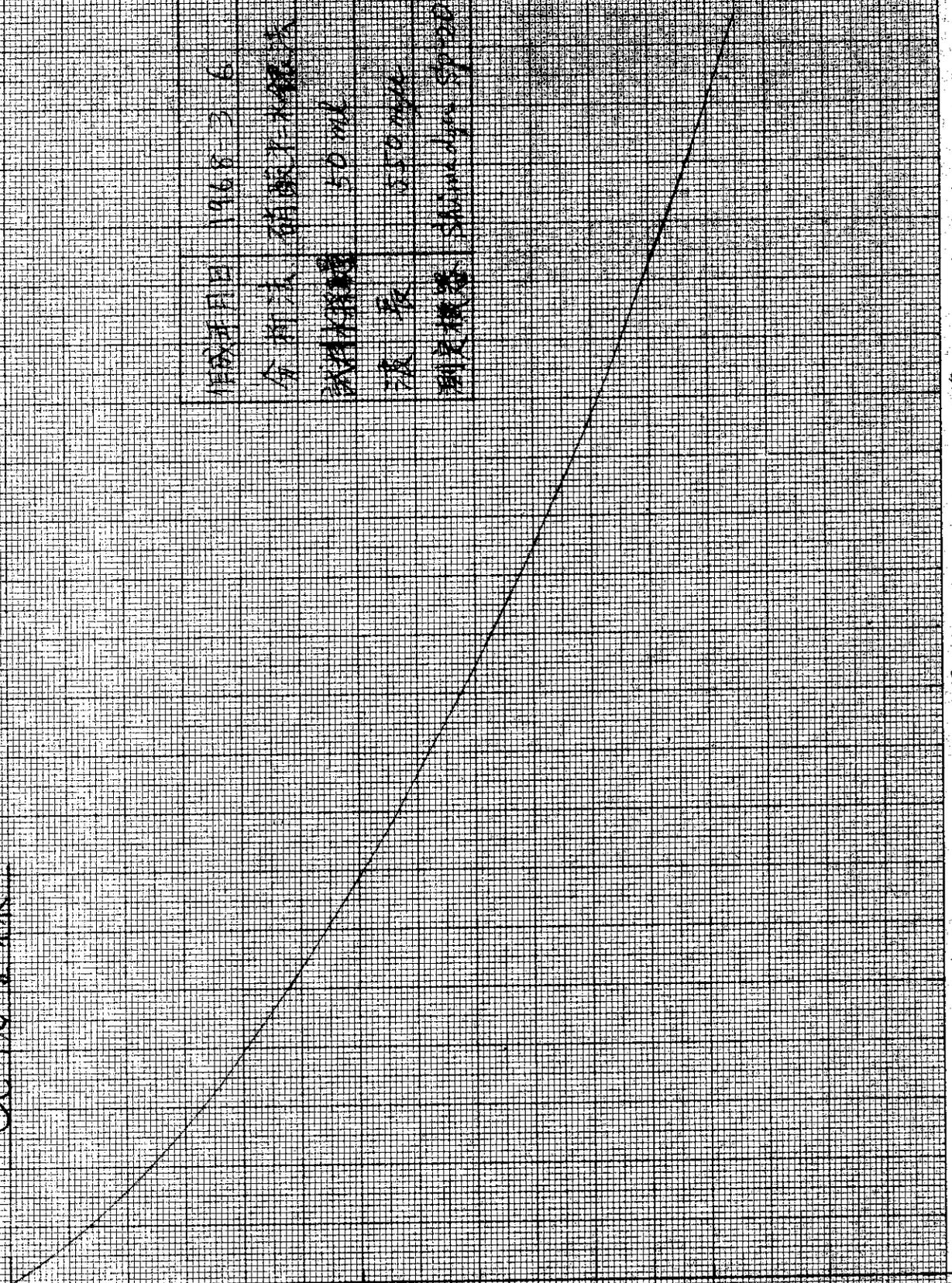
# Cl 檢量線

作成日期 1968.3.6  
 分析方法 硝酸汞-水銀法  
 試料量 50ml  
 液長 550mm  
 測定機器 Shimadzu SP20

1.0  
0.8  
0.6  
0.4  
0.2

0.05 0.10 0.15 0.20

Cl 濃度 (ppm)



分析対象	$\text{Co}^{+2}$
分析法	DDTC抽出分離—ニトロソR塩光度法
<p>分析操作</p> <p>試料水 50 ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 30% クエン酸アンモニウム溶液 10 ml を加える。</li> <li>← 濃アンモニア水を滴下して pH を <math>8.0 \pm 0.1</math> に調節する。</li> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← DDTC 溶液 2 ml を加える。(注1)</li> <li>← クロロホルム 10 ml を加え 2 分間はげしく振盪する。</li> </ul> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin: 10px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">クロロホルム層</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">水溶液</div> </div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← クロロホルム 10 ml を加え 2 分間振盪する。</li> <li style="text-align: center;">(この操作を 3 回くり返す)</li> </ul> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin: 10px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">クロロホルム層</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">水溶液</div> </div> <p style="text-align: center;">捨てる</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 約 10 ml の水とかるく振つて洗浄する。</li> <li>← 50 ml のビーカーに移す。</li> <li>← 水浴上で加熱してクロロホルムを追い出す。</li> <li>← 濃硝酸 3 滴と濃硫酸 3 滴を加えて白煙の出るまで有機物を分解する。</li> <li>← 水約 5 ml を加え、20% 酢酸ナトリウム溶液を滴加して pH を 6 に調節する。</li> <li style="text-align: center;">〔以後の操作は出来るだけ暗所で行なうこと。〕</li> <li>← 0.2% ニトロソR塩溶液 0.5 ml を加え、沸騰水浴中に 10 分間加温熟成させる。</li> <li style="text-align: center;">(注2)</li> <li>← (1:1) 塩酸 3 ml 30% 過酸化水素水 3~4 滴加え 30 分間沸騰水浴中に浸してニトロソR塩を分解する。</li> <li>← 室温まで冷却する。</li> <li>← 10 ml のメスフラスコに移し、水を加えて正しく 10 ml とする。</li> </ul> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; width: fit-content; margin-top: 10px;">波長 420 m<math>\mu</math> で測定</div>	

適用範囲 0.01 ~ 0.2 ppm

(注1) DDT C溶液: ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 2 g を水 100 ml に溶して用いる。

このものは、水溶液中では不安定なので使用毎に調製して用いる。

(注2) ニトロソR塩溶液: ニトロソR塩

(Sodium 1-nitroso-2-hydroxynaphthalene-3,6-disulfonate)

0.2 g を水に溶かして 100 ml とする。

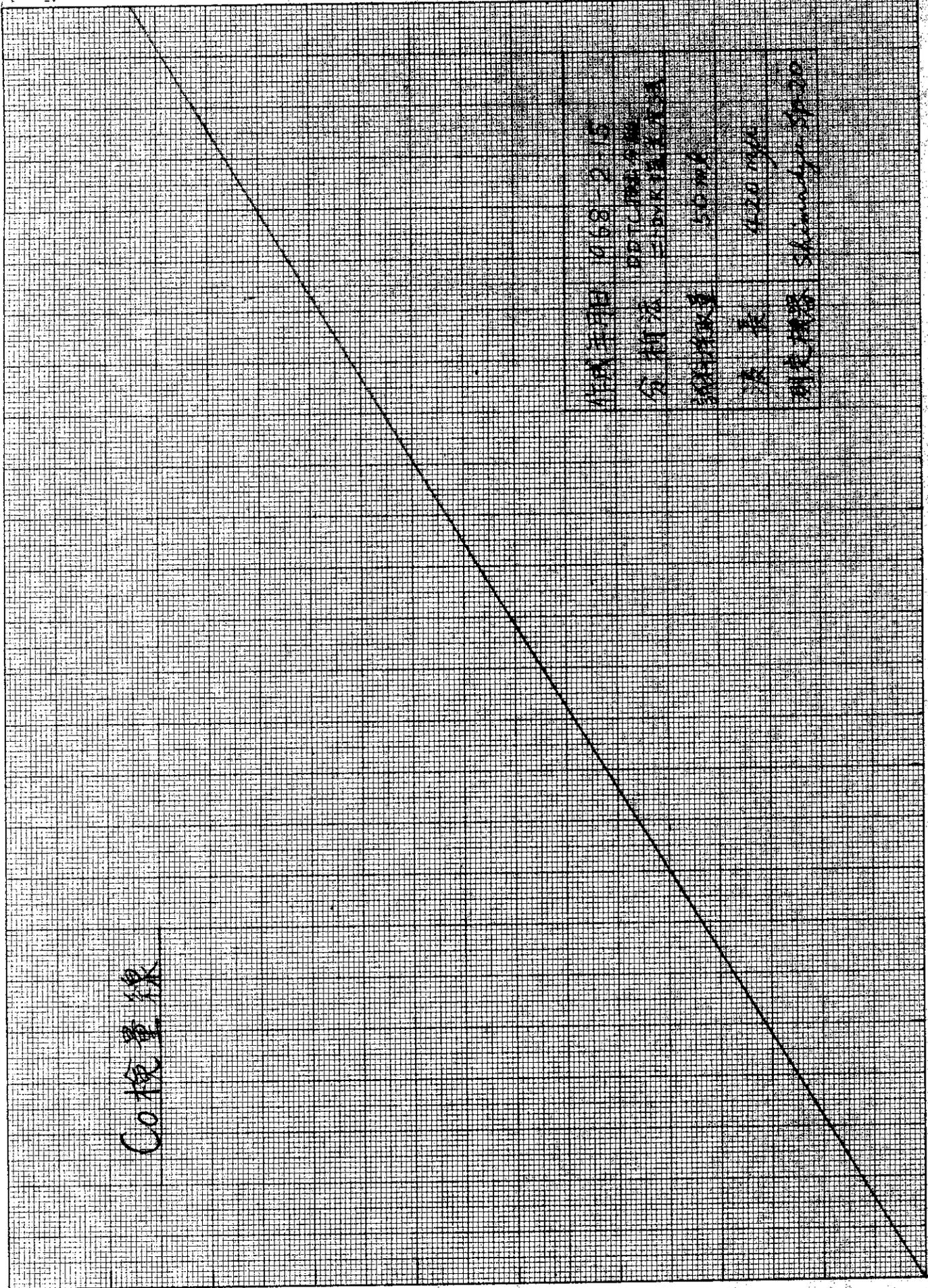
使用毎に調製して用いる。

注意事項:

- (1) 妨害元素: コバルト  $3 \mu\text{g}$  に対して、ニッケルは  $100 \mu\text{g}$ 、銅は  $60 \mu\text{g}$  まで妨害しない。
- (2) 標準液:  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  を用いて調整する。

# CO検量線

吸光度



分析用 068-215  
 分析液 0.1000g  
 標準液 500μl  
 測定機器 Shimadzu-5000

分析対象	crud + ミリポアフィルター の処理方法
分析法	
<p>処理操作</p> <p>crud + ミリポアフィルター</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 100 ml のビーカーに入れる。</li> <li>← 濃硝酸 5 ml を加える。</li> <li>← 砂浴上で液量が 1/2 以下になるまで加熱する。(注1)(フィルター溶解)</li> </ul> <p>放 冷</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 王水 5 ml を加える。(注2)</li> <li>← 蒸発乾固する。(注3)</li> <li>← 冷却後(1:1)塩酸 2 ml に溶解し, 50 ml のメスフラスコに移した後, 水で 50 ml とする。</li> </ul> <p>B 液</p> <p>以下手順書の方法に従う。</p> <p>注1 時計皿を半分位かぶせておく。</p> <p>注2 王水(硝酸:塩酸=1:3)はフィルターを濃硝酸中で加熱溶解し始めた時につくつておく。</p> <p>王水を加えて加熱するとガスが発生するから時計皿をかぶせておく。</p> <p>注3 ガスの発生がやんたら時計皿を少しずらせて蒸発しやすいようにし, 乾固に近づいたら時計皿は取り去ること。</p>	

分析対象	1次冷却水中の crud の濃度
分析法	

## 分析操作

## 試料水のサンプリング

- ← 1次冷却水を1ℓ または2ℓ サンプルングする。
- ← ミリポアフィルター（平均孔径0.45μ）でろ過する。
- ← ミリポアフィルター上に捕集された crud を純水でよく洗浄する。
- ← ミリポアフィルターをろ過装置から取りはずし、100mℓ のビーカーに移す。
- ← 濃硝酸5mℓ を入れ、加熱してミリポアフィルターを完全に分解する。（注1）
- ← 分解後、冷却する。
- ← 王水（ $\text{HNO}_3 + 3\text{HCl}$ ）を5mℓ 加える。（注2）
- ← crud を完全に溶解する。
- ← 50mℓ のメスフラスコに移す。更にビーカーを少量の純水で洗浄し、洗浄液もメスフラスコに移す。
- ← 水で50mℓ とする。
- ← 原子吸光分析装置で  $\text{Fe}^{+3}$  の濃度をもとめる。また必要に応じて、Ni, Cr, Mn なども分析する。

## 原子吸光で測定

- ←  $\text{Fe}^{+3}$  イオンの濃度から（Ni, Cr, Mn などの含有量が多い場合にはこれらの濃度も加味する。） crud 中の鉄の量をもとめる。
- ← crud の大部分が  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ （マグネタイト）と仮定し、鉄の量を1.38倍して crud の量をもとめる。（注3）
- ← crud 量と試料水量より crud の濃度を ppm 単位でもとめる。

## crud の濃度

- （注1） 時計皿を2/3 ぐらいかぶせておく。
- （注2） 王水はフィルターを濃硝酸で加熱分解しはじめたときに作成しておく。
- （注3） ループ水中の crud は高温のため、鉄はほとんど  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  となっている。また、鉄以外の金属元素の含有量は一般に微量であるが、多量に含まれている場合には、これらの金属元素量の酸化物を仮定して、crud 量をもとめる。

注意事項：(1) crud とは

Chalk River Unidentification Deposits の略である。

分析対象	crud 中のアルミニウム (注1)
分析法	MIBK, オキシソ抽出法
分析操作	
<p><b>crud</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← crud を一定量ビーカーにはかりとり、塩酸 (1+1) を 20 ml 加え、加熱溶解する。(注2)</li> <li>← 加熱溶解したのち硝酸 2 ml を加えて鉄などを酸化し、引き続き加熱蒸発して液面に皮膜を生じさせる。</li> <li>← 塩酸 (1+4) 10 ml を加え溶解する。</li> <li>← ろ紙 (5種c) を用いてろ過し約 5 ml の温塩酸 (1+4) で洗浄する。</li> </ul>	
<p><b>ろ液及び洗浄液</b> (注3)</p> <p style="text-align: right;"><b>残さ</b></p> <p>← 分液ロート (100 ml) に移し MIBK 20 ml を加え、1 分間振とうする。(注4)</p> <p style="text-align: right;">すてる</p>	
<p><b>水層</b> <span style="float: right;"><b>MIBK</b></span></p> <p>← 硫酸 (1+1) を 5 ml 加えて加熱し、残つた MIBK を揮散させる。</p> <p>← 硝酸 5 ml を加え、加熱して白煙を発生 (2 分間) させる。</p> <p>← 冷却後、50 ml のメスフラスコに移し、純水で標線までうすめる。Al 量を濃度から計算によつてもとめるため、正確に 50 ml とする必要がある。</p> <p>← 50 ml 全量をビーカーに移す。</p> <p>← 25% 水酸化ナトリウム溶液を加え pH を 10 以上のアルカリ性にする。(注5)</p> <p>← 5% シアン化カリウム溶液を 1 ml 加える</p> <p>← 1% オキシソ 3 ml を加える。</p> <p>← (1+1) 塩酸で pH 10 ± 0.2 に調節する。(注6)</p> <p>← 100 ml の分液ロートに移す。</p> <p>← クロロホルム 10 ml を正確に加え 1 分間振とうする。</p>	
<p><b>クロロホルム層</b> <span style="float: right;"><b>水溶液</b></span></p> <p>← 無水硫酸ソーダー 1 g を入れた栓付三角フラスコに移す。</p> <p>← 吸収セルに移す。</p> <p style="text-align: right;">すてる</p>	

波長 390 m $\mu$  で測定

— Al の濃度 ( ppm ) より , CRUD 中の Al の量を計算によりもとめる。(このとき , CRUD をとがして 50 m $\ell$  としたことに注意すること。)

CRUD 中の Al 濃度 ( ppm ) を  
計算によりもとめる。

- (注 1) この方法では酸可溶性アルミニウムのみを定量する。  
不溶性アルミニウムが含まれている場合には残さを更に溶解する。
- (注 2) CRUD 量が微量でミリポアフィルターから分離できないときには , 他の項で示す方法で分析する。
- (注 3) 不溶性アルミニウムを分析するときには , 更にこの残さを溶解する。
- (注 4) MIBK で鉄を抽出する。
- (注 5) pH > 7 のアルカリ性で , KCN によつて Fe , Hg , Zn , Nb , Mo , Cd , Cu , Mn をマスクする。
- (注 6) pH 10 で Al をオキシソで抽出する。また , pH 10 では Mo は抽出されない。

分析対象	$\text{Cu}^{+2}$		
分析法	DDTC 抽出光度法		
分析操作			
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">試料水 50 ml</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 0.1% のメタクレゾールパープル溶液を 2~3 滴加える。(注1)</li> <li>← クエン酸アンモニウム溶液 5 ml を加える。(注2)</li> <li>← 2% EDTA 溶液 1 ml を加える。(注3)</li> <li>← (1:1) アンモニア水で微紫色を呈するまで中和する。(pH 8.5~9)</li> <li>← 0.1% DDTC 溶液 2 ml を加える。</li> </ul>			
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">中和した溶液</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← クロロホルムを正確に 10 ml 加える。</li> <li>← シェーカーで 3 分間振盪する。</li> </ul>			
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; border: 1px solid black; padding: 2px; vertical-align: top;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">クロロホルム層</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 1 g の無水硫酸ナトリウムを入れた共栓付き三角フラスコに移す。</li> <li>← 吸収セルに移す。</li> </ul> </td> <td style="width: 50%; border: 1px solid black; padding: 2px; vertical-align: top;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">水溶液</div> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> </td> </tr> </table>		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">クロロホルム層</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 1 g の無水硫酸ナトリウムを入れた共栓付き三角フラスコに移す。</li> <li>← 吸収セルに移す。</li> </ul>	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">水溶液</div> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">クロロホルム層</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 1 g の無水硫酸ナトリウムを入れた共栓付き三角フラスコに移す。</li> <li>← 吸収セルに移す。</li> </ul>	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">水溶液</div> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p>		
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">波長 440 m<math>\mu</math> で測定</div>			
適用範囲	0.02 ~ 0.8 ppm		
<p>(注1) 0.1% メタクレゾールパープル溶液 メタクレゾールパープル (<math>\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}</math>) 0.1 g を <math>\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}</math> 50 ml に溶かし、純水で全量を 100 ml とする。</p> <p>(注2) クエン酸アンモン溶液 クエン酸 2 アンモニウム [ <math>(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7</math> ] 10 g を純水約 80 ml に溶かす。 0.1% メタクレゾールパープル溶液 2~3 滴加え、(1:1) アンモニア水を滴加して pH を約 9 に調節したのち、水で 100 ml とする。 これを分液ロートに移し入れ、0.1% ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液 2 ml とクロロホルム 10 ml を加え、激しく振盪したのち静置する。</p>			

クロロホルムを捨て、再びクロロホルム 10 ml 加え、振盪する。  
水溶液層を分離し、乾いた口紙で口過し、浮遊しているクロロホルムを取り除く。

(注3) 2% EDTA-2Na 塩溶液

EDTA 2 g を水に溶かし、水で全量を 100 ml とする。

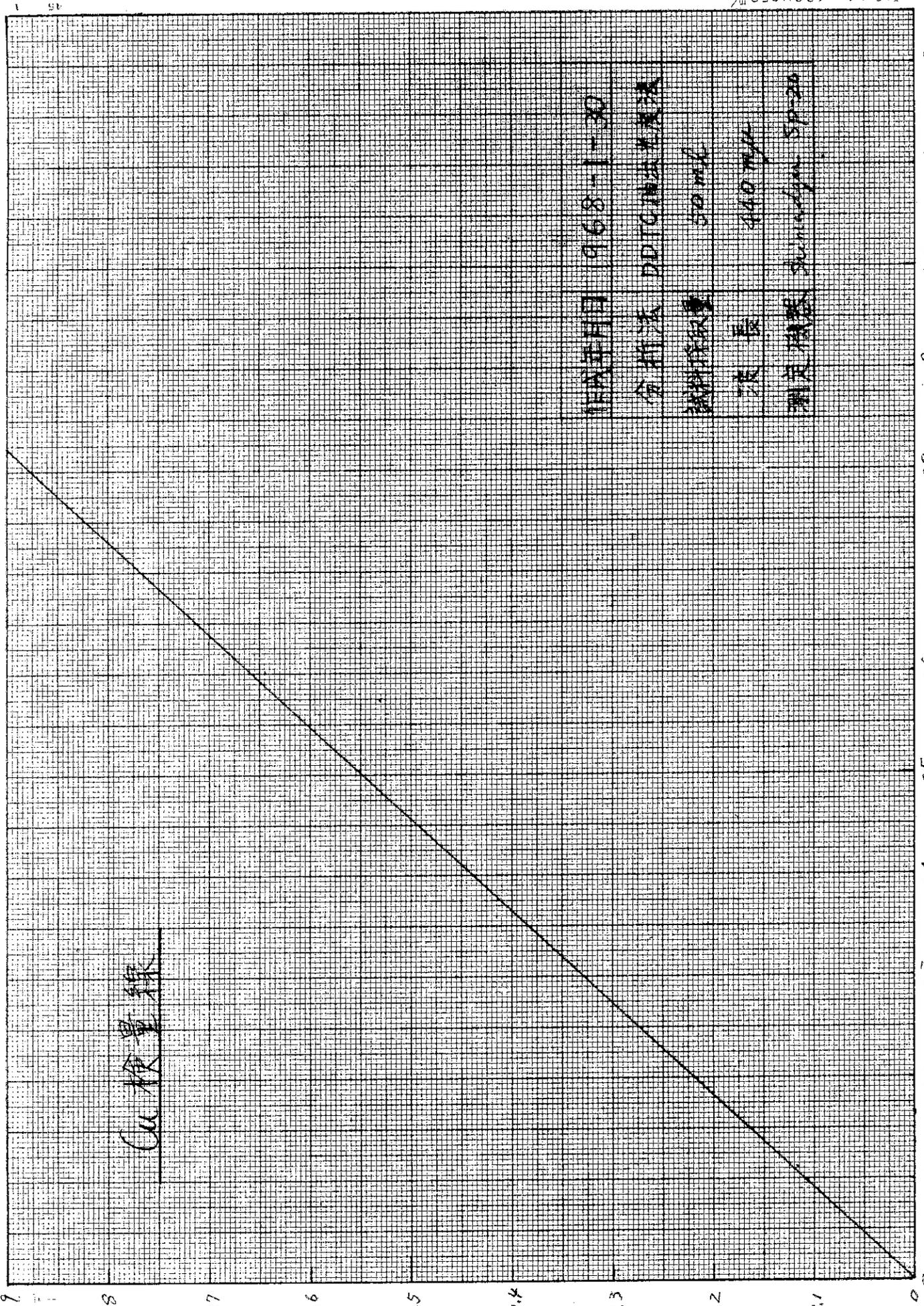
(注4) 0.1% DDT C 溶液

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 0.13 g を水 100 ml に溶解し着色瓶に保存し、2週間毎に調製する。

注意事項：1) 多くの金属は DDT C と反応するが、クエン酸と EDTA の添加により、主な妨害元素（鉄、マンガン、ニッケル、コバルト、クロム）を抑制することが出来る。

ビスマスは銅の量の 2 倍までまた鉄は 10 ppm 程度までは影響を無視出来る。

標準液： 純銅 0.1 g を、 $\text{HNO}_3(1+1)$  5 ml に溶解し、加熱して  $\text{NO}_2$  ガスをおい出す。



1968-1-30  
 分打液 DDTG 試液  
 試液量 50ml  
 波長 440mμ  
 測定機器 Shimadzu SP-20

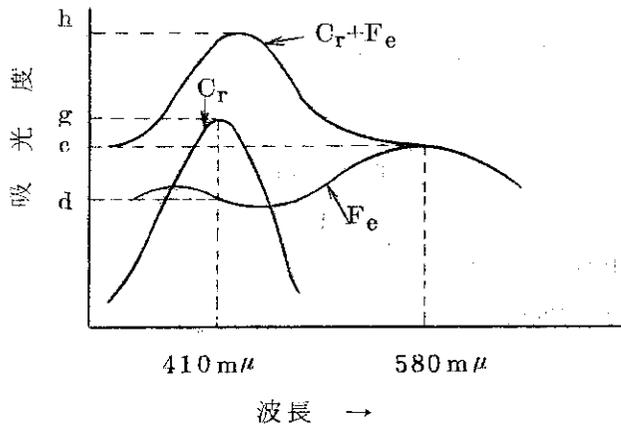
Cu 檢量線

吸光度

Cu 濃度 (ppm)

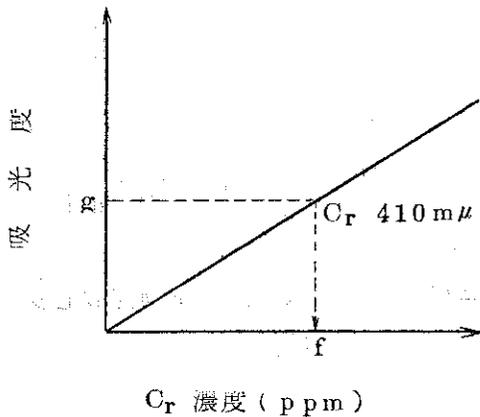
分析対象	$\text{Fe}^{+3}$ , $\text{Cr}^{+3}$ (Fe とCr の同時定量)
分析法	2-メチルオキシシン法
分析操作	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">試料水 100ml</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 希硫酸 (1+10) を 1 ml 加え, 試料水を酸性にする。</li> <li>← 2% 2-メチルオキシシン溶液 3 ml を加える。(注1), (注3)</li> <li>← 2 N 酢酸アンモニウム溶液で pH 5.5 ± 0.2 に調節する。</li> <li>← 水浴上で 60~70°C に保ち 5 分間加温熟成する。</li> <li>← 室温まで放冷する。</li> </ul>	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">pH 5.5 水溶液</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← クロロホルム 10 ml を正確に加えて 1 分間振盪する。</li> </ul>	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">クロロホルム層</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 無水硫酸ナトリウム 1 g を入れた共栓付三角フラスコ (30 ml) に入れる。</li> <li>← 吸収セルに移す。</li> </ul>	<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">水溶液</div> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Fe 波長 580 m<math>\mu</math> で測定</div> (注2) <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">Cr 波長 410 m<math>\mu</math> で測定</div>	
適用範囲	0.01 ~ 1.0 ppm
<p>(注1) 2% 2-メチルオキシシン溶液 2-メチルオキシシン 2 g に氷酢酸 5 ml を加え, 加熱, 溶解した後, 純水で正確に 10.0 ml とする。</p> <p>(注2) Fe と Cr の同時定量法 一般的に同時定量の行なえる場合は第1図のように測定物質 Cr の波長と他の測定物質 Fe の波長が Overlap した場合に用いられる方法である。</p> <p>(注3) <math>\text{Fe}^{+3}</math>, <math>\text{Cr}^{+3}</math> のイオンしか oxine とキレート化合物を作らない。したがって, <math>\text{Fe}^{+2}</math>, <math>\text{Cr}^{+2}</math> は抽出されない。また, <math>\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}</math> イオンは抽出されない。</p>	

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$  イオンが存在するときには、JIS法K0101(1966) ページ99の方法で $\text{Cr}^{+3}$  に還元しなければならない。

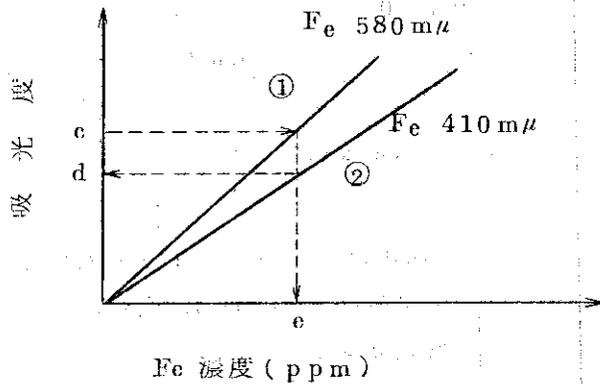


この方法によつて測定を行なう場合には  $\text{Cr}$  については  $410\text{m}\mu$  で、又  $\text{Fe}$  については  $410\text{m}\mu$  と  $580\text{m}\mu$  で、個々に検量線をもとめておく必要がある。第2図、第3図を参照すること。

第1図 吸光度と波長の関係



第2図  $\text{Cr}$  の検量線



第3図  $\text{Fe}$  の検量線

次に、第2図、第3図の検量線によつて $\text{Fe}^{+3}$ 、 $\text{Cr}^{+3}$  の濃度をもとめる方法を詳細にのべる。

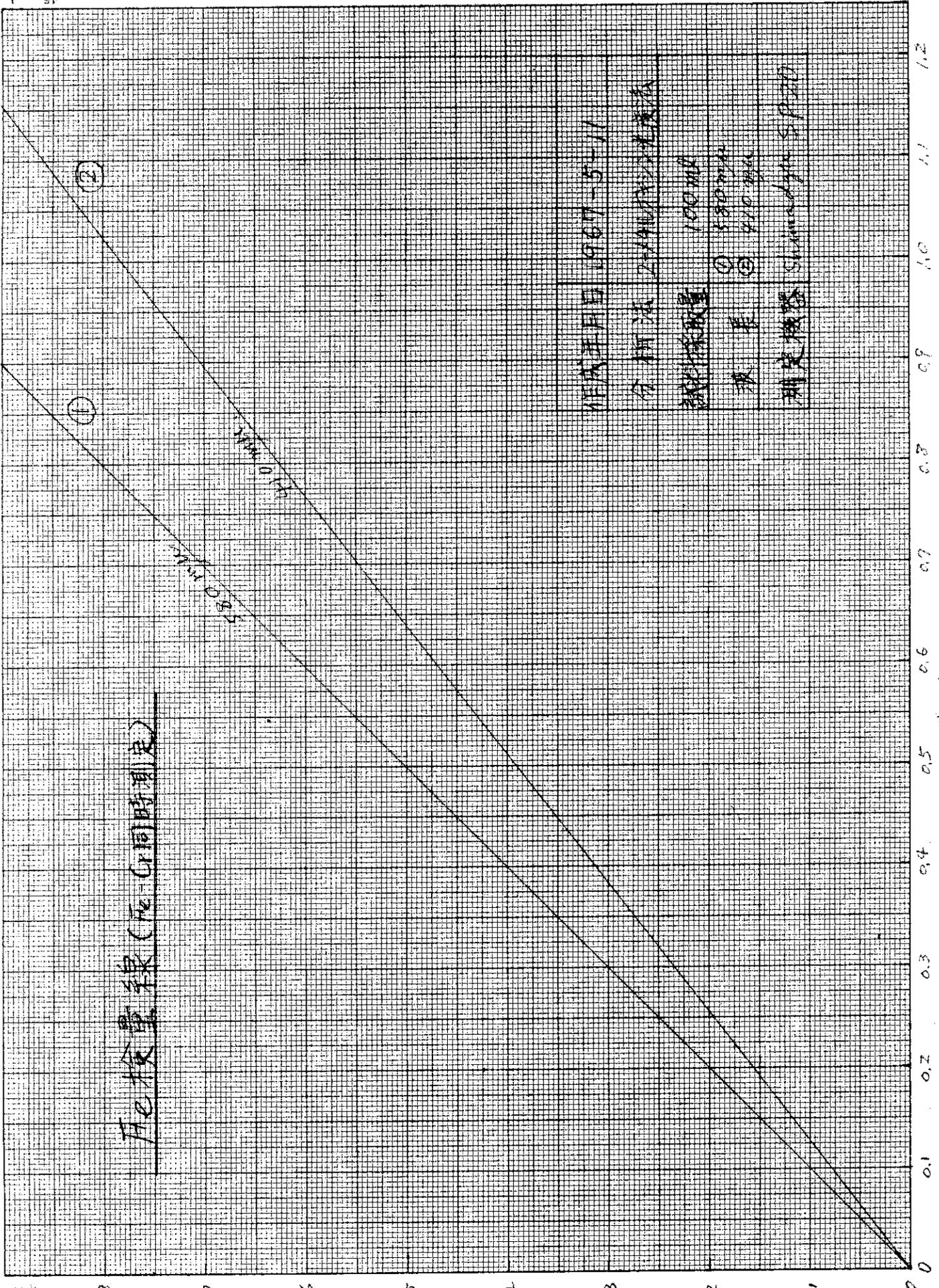
まず、抽出分離したクロロホルム中の $580\text{m}\mu$ と $410\text{m}\mu$ の吸光度の測定値を夫々、 $C$ 、 $h$ とする。

波長  $580\text{m}\mu$  → 吸光度  $C$

波長  $410\text{m}\mu$  → 吸光度  $h$

吸光度  $C$  と第3図の  $580\text{m}\mu$  の検量線①より鉄の濃度  $e$  (ppm) をもとめる。次に検量線②より鉄の  $e$  (ppm) に相当する  $410\text{m}\mu$  の吸光度  $d$  をもとめる。次に、 $(h - d = g)$  を計算して  $g$  の値をもとめる。この  $g$  は  $410\text{m}\mu$  における  $\text{Cr}^{+3}$  のみによる吸光度である。したがつて、第2図の  $\text{Cr}$  の検量線と吸光度  $g$  から  $\text{Cr}$  の濃度  $f$  (ppm) をもとめる。

- 注意事項：1) Al, Ni, Co, Mnの影響はうけない。
- 2) pH 5.5に調節することによつて、 $\text{Fe}^{+2}$  はすべて $\text{Fe}^{+3}$  に酸化されるので $\text{Fe}^{+2}$  を酸化するため酸化剤を加える必要はない。
- 3) Crの標準液 …… 金属クロム 0.1 g を、 $\text{HNO}_3$  (1+1) 10 ml にとかす。
- 4) Feの標準液 …… 金属鉄 0.1 g を、 $\text{HCl}$  (1+1) 10 ml にとかす。とかしたのち硝酸 1 ml を加えて煮沸する。硝酸を加えるのは $\text{Fe}^{+2}$  →  $\text{Fe}^{+3}$  に酸化するためである。

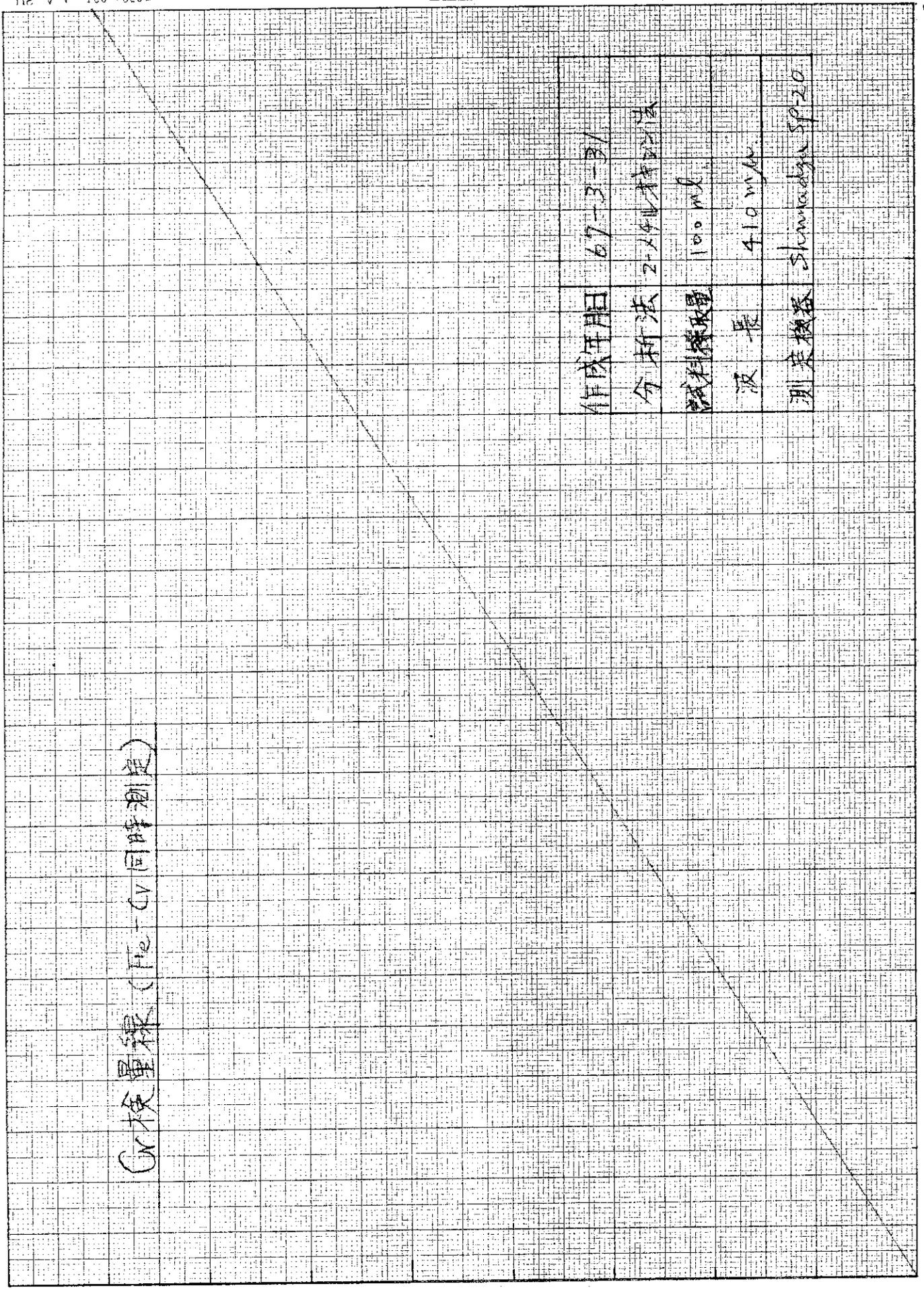


Fe 校量線 (Fe-Cr同時測定)

吸光度

Fe 濃度 (ppm)

Cr 検量線 (Fe-Cr 同時測定)



作成年月	67-3-31
分析法	2-24 特殊法
試料採取量	100 ml
波長	410 mμ
測定機器	Shimadzu SP-20

0.5

0.4

0.3

0.2

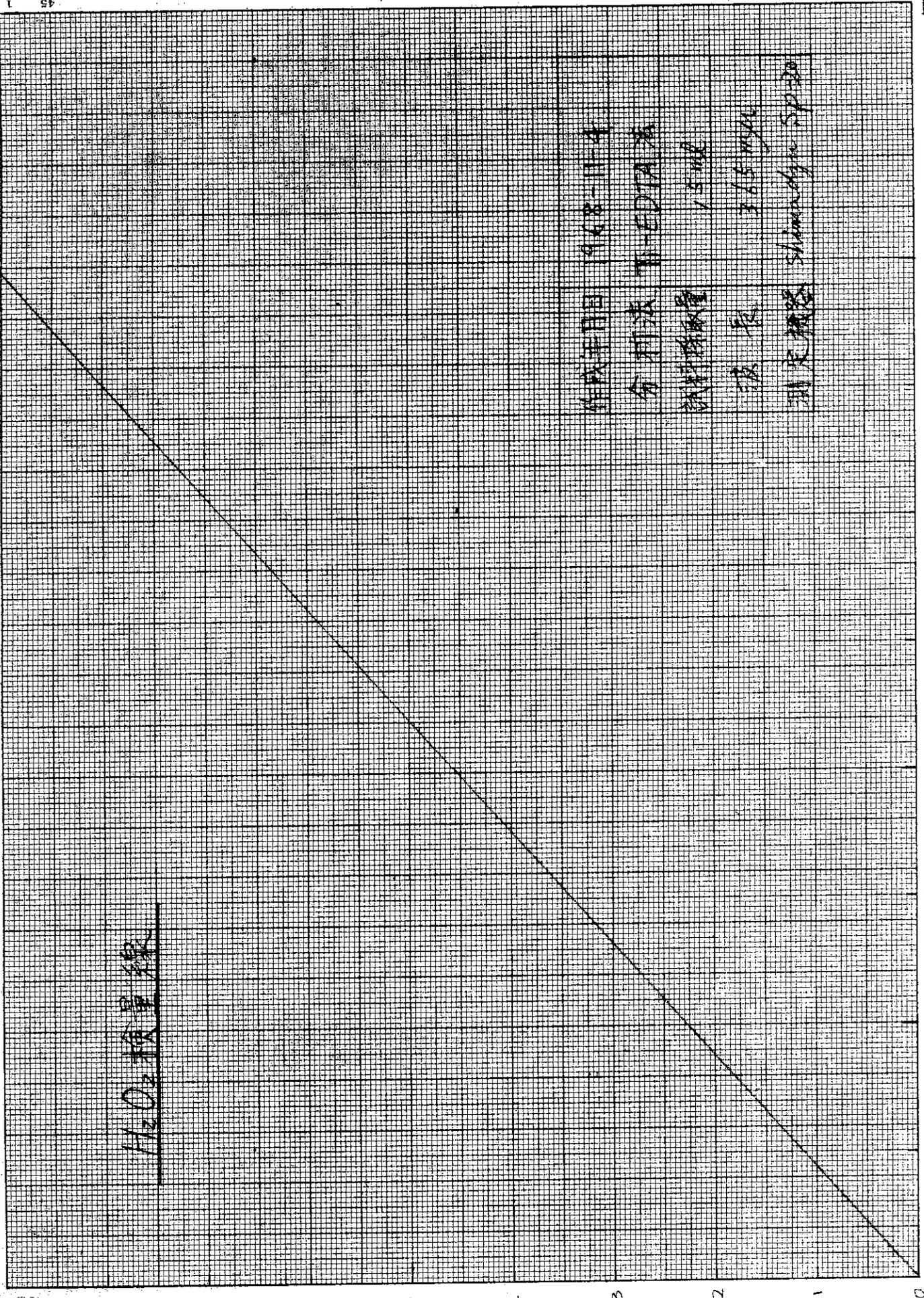
0.1

0

Cr 濃度 (PPM)

吸光度

分析対象	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
分析法	Ti-EDTA法
分析操作	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block; margin-bottom: 10px;">試料水 15 ml</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 30 ml の共栓付三角フラスコに採取する。</li> <li>← Ti 溶液 5 ml を加える。(注1)</li> <li>← <math>2 \times 10^{-3}</math> mol/l の EDTA 水溶液 5 ml を加える。(注2)</li> <li>← 1 分間シェーカーで振盪後, 5 分間放置する。</li> <li>← 溶液の一部を吸収セルにとり波長 365 m<math>\mu</math> で測定する。</li> </ul> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block; margin-top: 10px;">波長 365 m<math>\mu</math> で測定</div>	
適用範囲	1 ~ 30 ppm
<p>(注1) Ti 溶液の調整          金属 Ti (99% 以上) 250 mg に (1:1) 塩酸 60 ml を加え, 加熱溶解する。これを水で 500 ml に希釈し, 濃硫酸 2.45 g (1.3 ml) を加える。このことにより, Ti 溶液 5 ml を試料水に入れた場合 pH が 1 ~ 3 の間に入る。</p> <p>(注2) EDTA 溶液の調製          EDTA-2Na 塩 0.75 g を純水 100 ml に溶解する。</p> <p>注意事項 1) 生成する錯塩の組成 mol 比は,  <math display="block">\text{Ti} : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{EDTA} = 1 : 1 : 1</math>         である。          したがって, その組成は, <math>(\text{TiO}(\text{H}_2\text{O}_2)\text{Y})^{-2}</math>          但し Y は EDTA を示す。</p> <p>2) 生成する錯塩の吸光度は, pH 0.4 ~ 4 の範囲で一定である。</p> <p>文献 武者宗一郎, 日化, <u>78</u>. 1686. (1957).</p>	

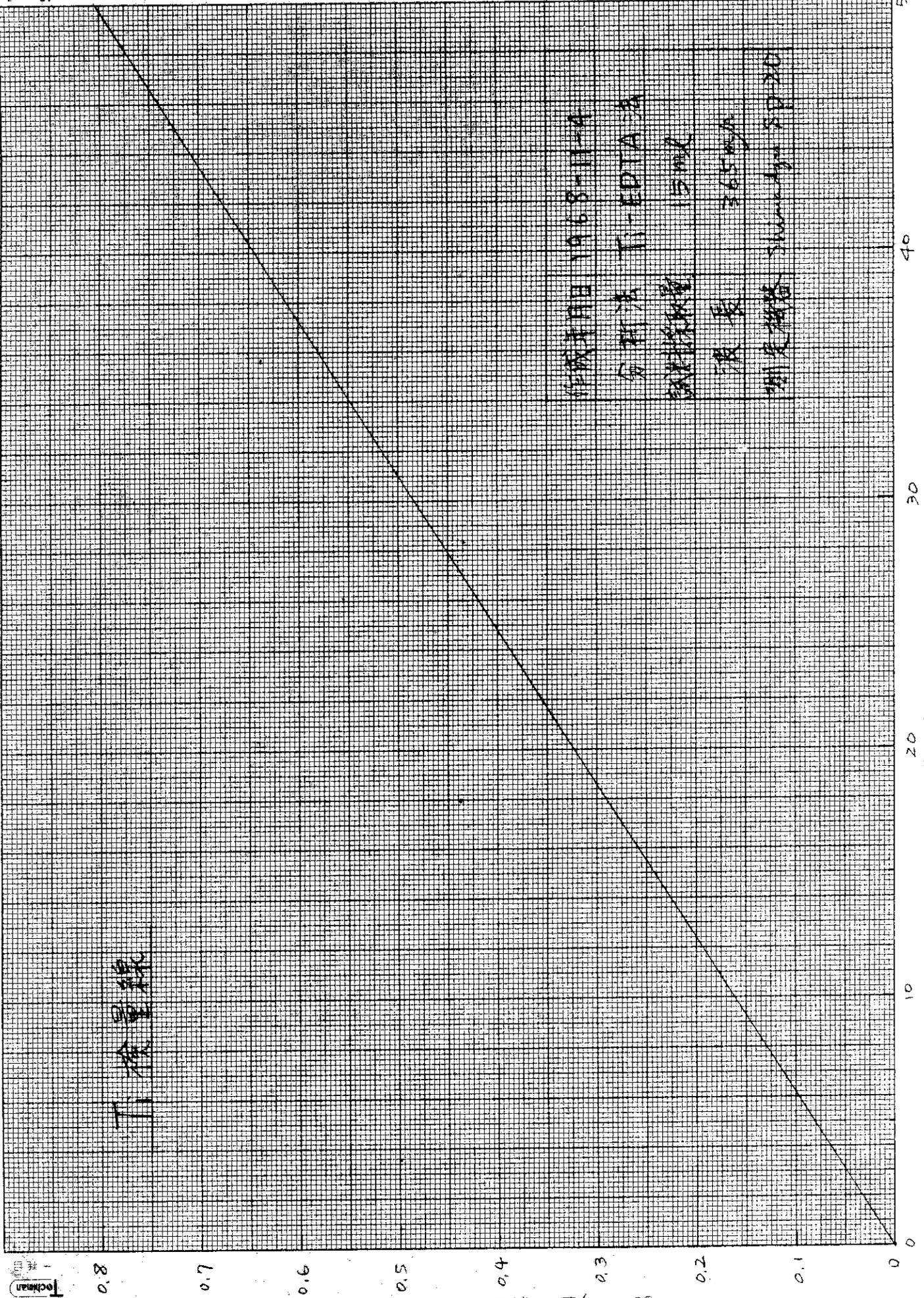


H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 檢量線

1968-11-4  
 有田 洋子  
 試料 1.5ml  
 液量 3.65 ml  
 測定機器 Shimadzu SP-20

H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 濃度 (PPM)

吸光度



下檢量線

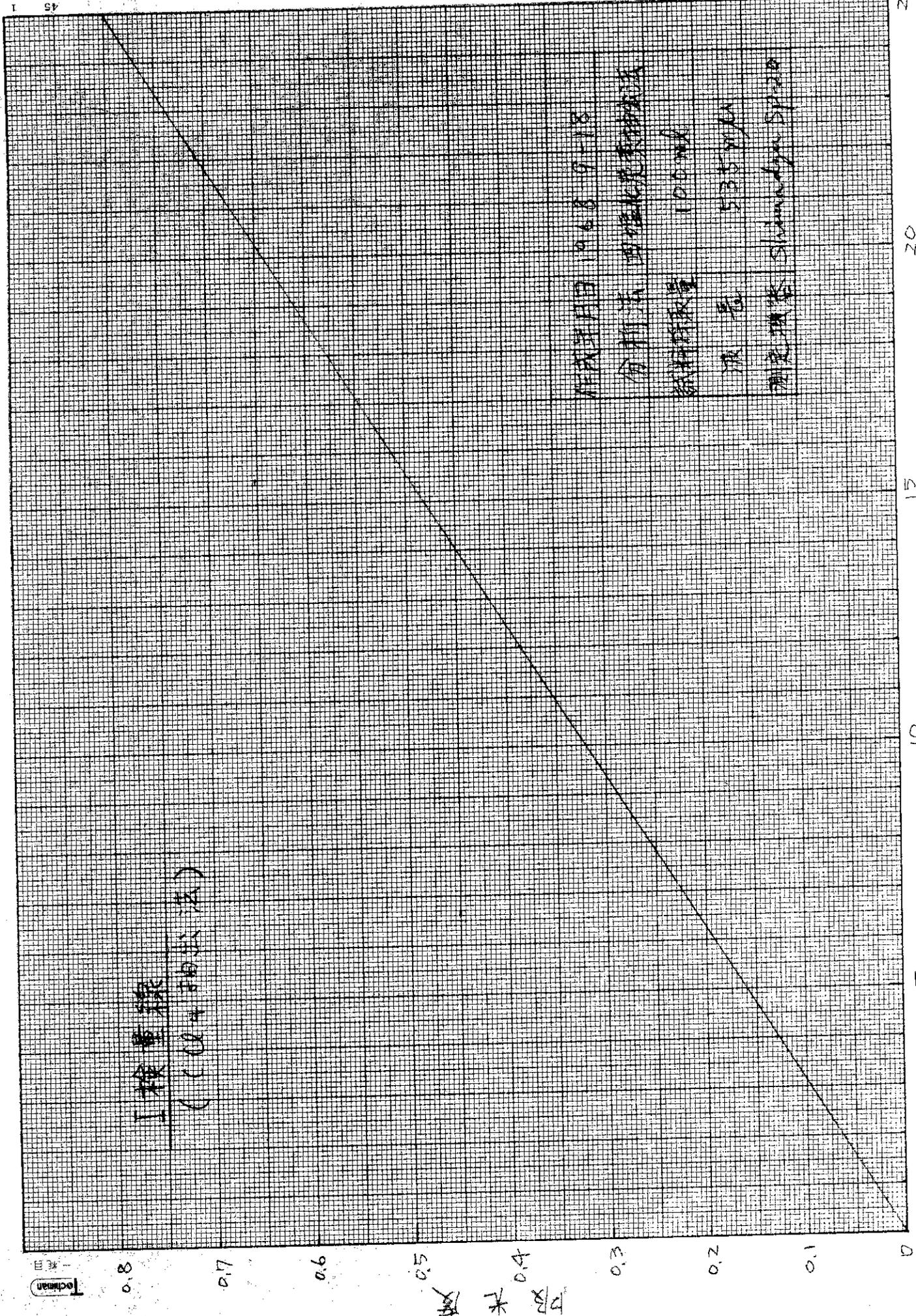
1968-III-A  
 EDTA  
 5ml  
 365nm  
 Shimadzu SP-20

Lockman

分析対象	I <sup>-</sup> およびI <sub>2</sub>
分析法	四塩化炭素抽出法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px;"> <p>試料水 100 ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 100 ml の分液コートに移す。</li> <li>← 5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (NaNO<sub>2</sub>) 2 ml を加える。</li> <li>← 1.2 N 硫酸 10 ml を加え混合して、5 分間放置する。</li> <li>← 四塩化炭素 10 ml を正確に加えて、1 分間シェーカーで振盪する。(静置後分離)</li> </ul> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-around; margin: 5px 0;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">四塩化炭素層</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">水溶液</div> </div> <div style="margin: 5px 0;"> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 無水硫酸ソーダ 1 g を入れた 30 ml の共栓付三角フラスコに移す。</li> <li>← 吸収セルに移す。</li> </ul> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0; width: fit-content;">波長 535 mμ で測定</div> <div style="margin: 5px 0;"> <p style="text-align: right;">水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> </div>	
適用範囲	1 ppm ~ 25 ppm

分析対象	I
分析法	接触反応による微量ヨウ素光度定量法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>試料水</p> <p>← 試料水 1 ml を直接吸収セルに採取する。</p> <p>← PV 水溶液 0.5 ml を加える。(注1)</p> <p>← 2 N 塩酸 1.0 ml を加える。</p> <p>← 2 N 硝酸 0.5 ml を加え良く振り混ぜる。</p> <p>← 25.0 ± 0.2 °C の恒温槽に 5 ~ 6 分入れておく。</p> <p>← 5 % 過酸化水素 0.5 ml を正確にすばやく加えて振り混ぜ、恒温槽へもどす。</p> <p>← 過酸化水素水を加えてから、ストップウォッチにより正確に 17 分後に溶液の吸光度を測定する。(この時吸光セルの表面をキズ付けない様にしてキレイなガーゼ等により表面の汚れを拭う)</p> <p>← 波長 550 mμ で純水を対照として測定する。(注2)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px; width: fit-content;"> <p>波長 550 mμ で測定</p> </div>	
測定範囲	10 ~ 150 ppb
<p>(注1) PV 溶液 (<math>4.8 \times 10^{-4}</math> M) の調製方法。          同仁薬化学研究所製トータイト PV (Pyrocatechol Violet) 92.8 mg を純水に溶解して 500 ml とする。</p> <p>(注2) 吸収セルの表面をキズ付けないようにしてきれいなガーゼで汚れを拭つてから測定する。</p> <p>注意事項: 1) 本分析法による微量ヨウ素法の定量は PV (Pyrocatechol Violet) が塩酸、硝酸溶液中で過酸化水素により退色し、これに微量ヨウ素の存在で接触的に退色が促進されることを利用している。各試薬の調製および操作には十分に気をつかう必要がある。</p> <p>2) 次のイオンは 50 ppm 以下では妨害しない。  <math>Al^{+3}</math>, <math>Ba^{+2}</math>, <math>Co^{+2}</math>, <math>Ca^{+2}</math>, <math>K^{+}</math>, <math>Li^{+}</math>, <math>Mg^{+2}</math>, <math>Hg^{+2}</math>, <math>Pb_2^{+2}</math>, <math>Sr^{+2}</math>, <math>Sn^{+2}</math>, <math>Zn^{+2}</math>, <math>CN^{-}</math>, <math>ClO_3^{-}</math>, <math>F^{-}</math>, <math>SO_4^{-2}</math>。          また <math>Cu^{+2}</math> および <math>Fe^{+2}</math> は 2 ppm 以下, <math>Fe^{+3}</math> および <math>Hg^{+}</math> は 0.5 ppm 以下, <math>PO_4^{-3}</math> は 5 ppm 以下ならばマスキングの必要はない。</p> <p>3) 妨害元素 <math>Br^{-}</math>, <math>ClO_4^{-}</math></p> <p>4) 過酸化水素水を新しく調製した場合, および調製後長期間経過したものは検量線を作成しなおす必要がある。</p>	
文献	大岩幸一 他, 分析化学 Vol 17, 805, (1968)

工検査様  
(0.0470法)



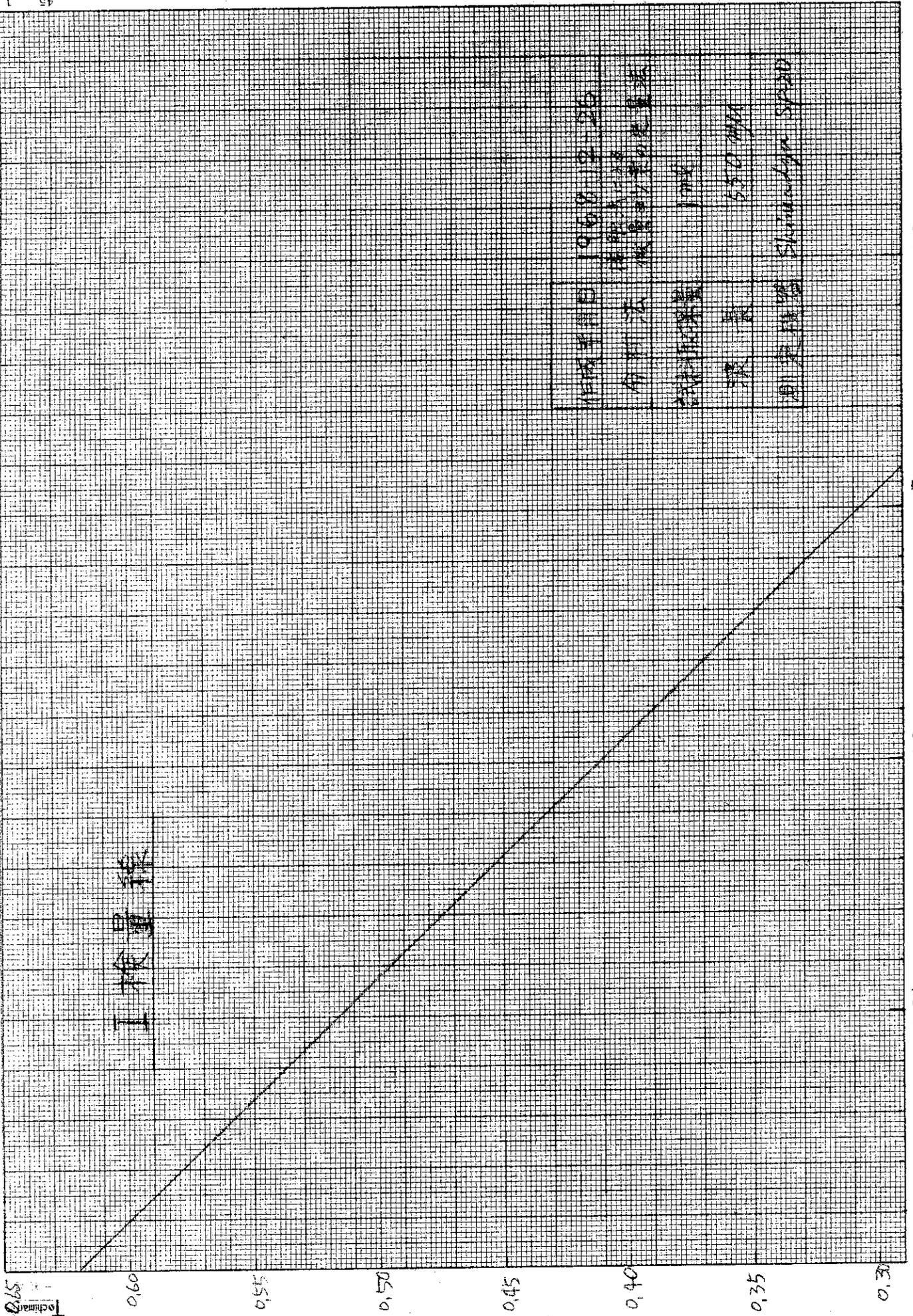
測定日期 1968.9.18  
 分析法 比色法  
 試液採取量 100ml  
 濃度 535ppm  
 測定装置 Shimadzu SP20

吸光度

I濃度 (ppm)

121

# I 検査係



作成日	1968.12.26
測定法	微量分析重量法
測定装置	10mg
液量	550mm
測定機器	Shimadzu SP20

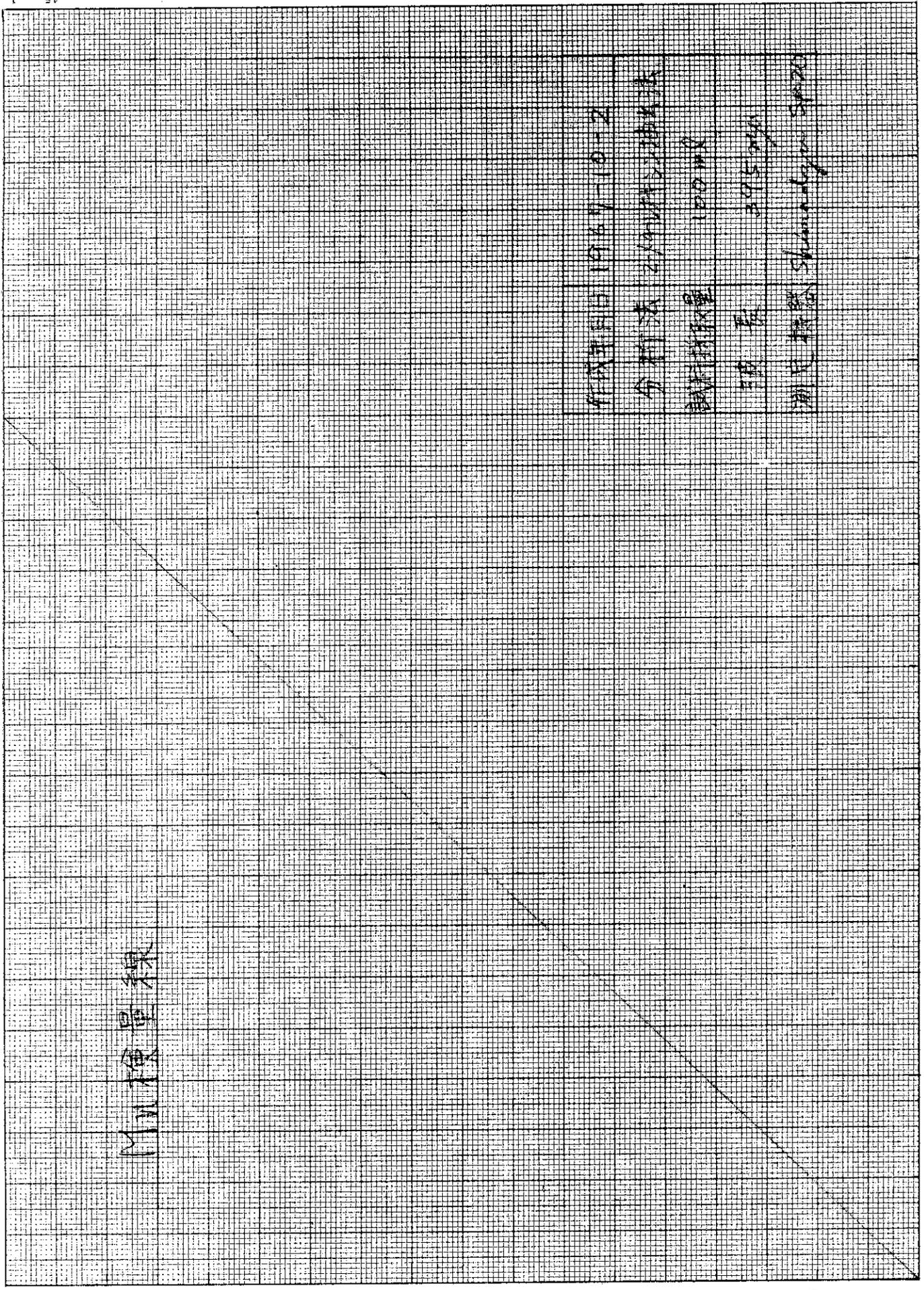
伊光 氏

分析対象	Mn <sup>2+</sup>
分析法	
<p>分析操作</p> <p>試料水 100ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 20% 酒石酸溶液を 5 ml 加える。</li> <li>← 5% シアン化カリウム溶液 5 ml を加える。</li> <li>← 25% 水酸化ナトリウム溶液 10 ml を加える。</li> <li>← 2% 2-メチルオキシシン 3 ml を加える。(注1)</li> <li>← 6N 塩酸で pH 12.2 ± 0.2 に調節する。</li> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← クロロホルムを正確に 10 ml 加える。</li> <li>← 2分間振盪後抽出分離する。</li> </ul> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>クロロホルム層</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 0.1% EDTA 溶液 10 ml の入った 50 ml の分液ロートに移す。</li> <li style="text-align: center;">(注2)</li> <li>← シェーカーで 2分間振盪後抽出分離する。</li> </ul> <p>クロロホルム層</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 無水硫酸ナトリウム 1 g を入れた 30 ml の共栓付三角フラスコに移す。</li> <li>← 吸収セルに移して吸光度を測定する。</li> <li>Fe が含まれている場合には 395 mμ の吸光度を測定し、同時定量法と同一の方法で Fe の補正を行なう。</li> </ul> <p>波長 395 mμ で測定する</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>水溶液</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> <p>水溶液</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> </div> </div>	

適用範囲	0.02 ~ 0.6 ppm
(注1)	<p>2-メチルオキシソルホン溶液</p> <p>2-メチルオキシソルホン 2 g を約 5 ml の酢酸に溶解したのち純水で 100 ml に希釈する。</p>
(注2)	<p>EDTA 溶液</p> <p>0.1% EDTA 溶液に 6 N 水酸化ナトリウム溶液を滴加して pH を 12.0 ~ 12.5 に調節する。</p>
(注3)	<p>吸光度はクロロホルムを対照として測定し、鉄の補正を行なった後、ブランクを差し引く (Fe, Cr の同時定量法を参照)。395 m<math>\mu</math> は Mn<sup>+2</sup> 錯塩の測定波長、580 m<math>\mu</math> は Fe-complex の測定波長である。</p>
注意事項:	<p>1) 妨害しない元素 Ni<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup></p> <p>2) 妨害元素: Co, Fe</p> <p>3) 標準液: 金属マンガン 0.1 g を、HCl (1+1) 10 ml で加熱溶解する。</p> <p>4) Mn<sup>+2</sup> のみが抽出される。MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> などの錯イオンは抽出されない。</p>

分析対象	Ni <sup>+2</sup>
分析法	ジメチルグリオキシム法
<p>分析操作</p> <p>試料水 100ml</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 6 N 塩酸を 2 ml 加える。</li> <li>← 30 % クエン酸アンモニウム溶液 10 ml を加える。</li> <li>← 10 % アンモニア水を用いて pH を 9.5 ± 0.2 に調節する。</li> </ul> <p>pH 9.5 ± 0.2 水溶液</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 100 ml の分液ロートに移す。</li> <li>← 1 % ジメチルグリオキシム-エタノール溶液 1 ml を添加する。</li> <li>← クロロホルム 10 ml を正確に加えて抽出を行なう。</li> <li>← シェーカーで 1 分間振盪する。</li> </ul> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 60%;"> <p>クロロホルム層</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 無水硫酸ナトリウム 1 g の入った 30 ml の共栓付三角フラスコに移す。</li> <li>← 脱水後吸収セルに移す。</li> </ul> <p>波長 375 mμ で測定する。</p> </div> <div style="width: 35%; text-align: center;"> <p>水溶液</p> <p>↓</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> </div> </div>	
適用範囲	0.05 ~ 1.5 ppm
<p>注意事項： 1) Fe, Co, Mn, Al, Cr, Cu は、数 mg まで妨害しない。 Fe, Cr はクエン酸でマスクされる。</p> <p>2) 標準液……純金属ニッケル 0.2 gr を HCl (1+1) 10 ml で加熱溶解する。</p>	

MW檢量線



昭和41年10月10日

分析法 2000PS法

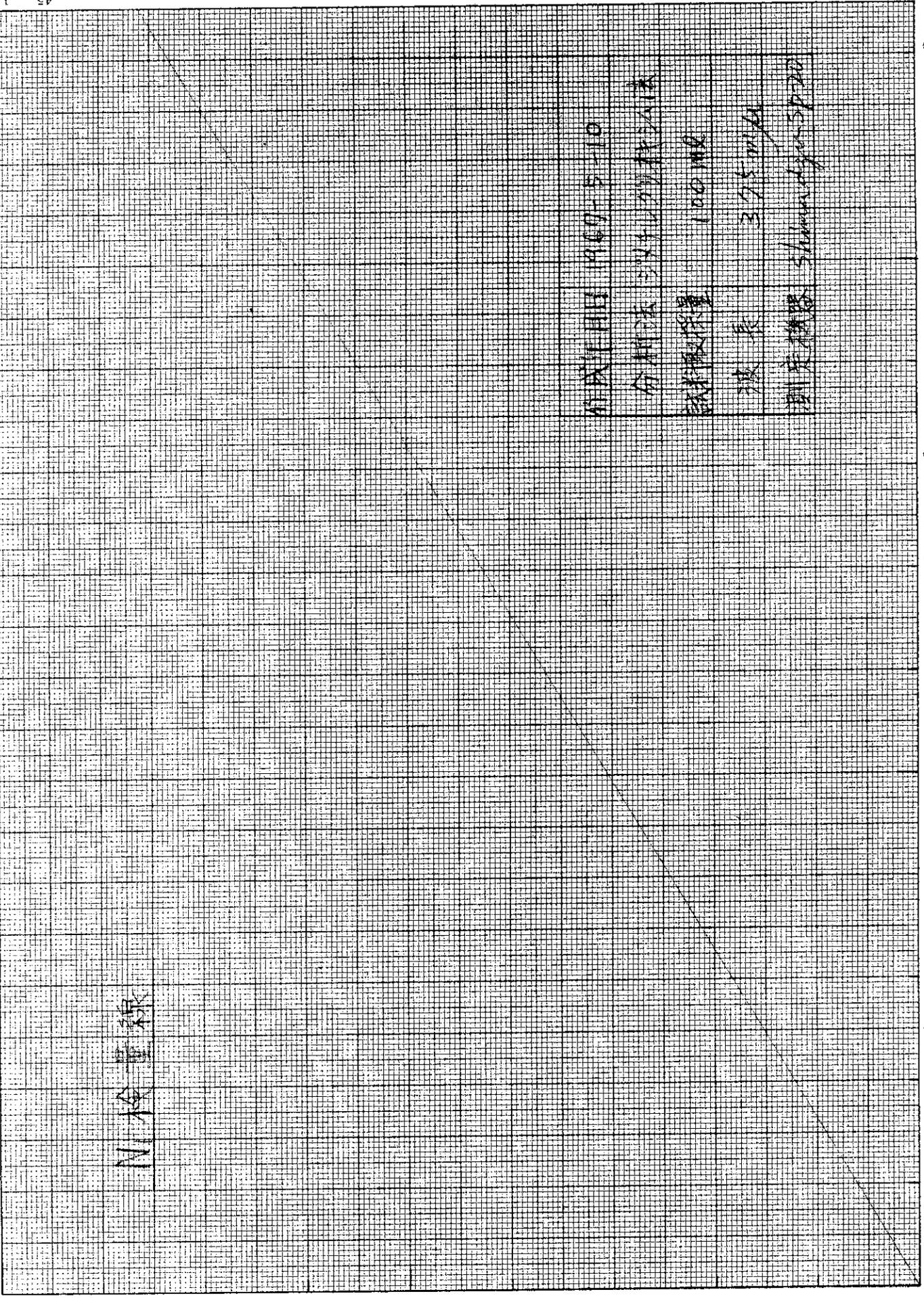
試料重量 100mg

測定器 395型

測定機器 Standardizer SP-20

Technician

廣 光 隆



Ni 檢量線

Ni 濃度 (ppm)

吸光

Technica

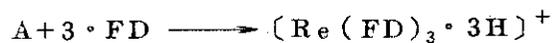
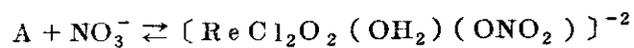
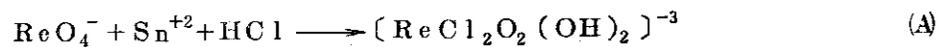
分析対象	NH <sub>3</sub>
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-bottom: 5px;">ループ水 5 ml</div> <p>← 5.0 ml のメスフラスコに正確にループ水 5 ml を移す。</p> <p>← メスフラスコの標線まで蒸留水を加えて 5.0 ml とする。</p> <p>← ネスラー試薬<sup>(1)</sup> 1 ml を加えよく振り混ぜ、10 分間放置する。</p> <p>← 水（アンモニウムイオン不含）に対して、同様に操作した Blank 液を対照液として波長 440 mμ でその吸光度を測定する。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-top: 5px;">440 mμ</div>	
適用範囲	0.1 ppm ~ 2.0 ppm
<p>注意事項：(1) ネスラー試薬による呈色は Beer の法則に完全に従わない。</p> <p>(2) ネスラー試薬と NH<sub>3</sub> の反応</p> $2K_2(HgI_4) + 4OH^- + NH_4^+$ $= O \begin{array}{c} \diagup Hg \diagdown \\ \diagdown Hg \diagup \end{array} NH_2I + 3H_2O + 4K^+ + 7I^-$	

分析対象	$\text{NO}_3^-$
分析法	$\alpha$ -フリルジオキシム法 (FD法)
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0;"> <p>試料水 2 ml</p> <p>← 10 ml のメスフラスコに入れる。</p> <p>← 0.02% <math>\text{KReO}_4</math> 溶液 0.2 ml を正確に加える。(注5)</p> <p>← 12 N <math>\text{HCl}</math> 0.45 ml を正確に加える。</p> <p>← メタノール 3 ml を正確に加える。</p> <p>← 8.5% <math>\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}</math> 溶液を正確に 1 ml 加える。(注6)</p> <p>← この <math>\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}</math> 溶液を加えたのち、よく混合し、正確に 10 分間放置する。(注1)</p> <p>← 0.35% FDメタノール溶液を 1 ml 正確に加える。(注2)</p> <p>← 純水をメスフラスコの標線 (10ml) まで加える。</p> <p>← よく振つて混合する。</p> <p>← 正確に 10 分間放置する。(注3)</p> <p>← 10 分たつたのち波長 532 m<math>\mu</math> の吸光度を純水をブランクとして測定する。(注4)</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 5px 0; display: inline-block;">       532 m<math>\mu</math> で測定     </div> 吸光度の対数と、濃度のグラフは直線となる。	
適用範囲	0.5 ~ 3.5 ppm
<p>(注1) (<math>\text{ReO}_4^- + \text{Sn}^{+2} + \text{HCl}</math>) の反応を完結させるため正確に 10 分間放置しなければならない。</p> <p>(注2) (A) <math>\alpha</math>-フリルジオキシムを略して FD とかく。 FD は水にはとけないがアルコールにはよくとける。</p> <p>(B) 0.35% FDメタノール溶液の調整法。 0.35 g の FD を 100 ml のメタノールに溶解する。</p> <p>(注3) <math>\text{NO}_3^-</math> と <math>\text{ReO}_4^-</math> および FD との反応による錯体の生成を完結させるため正確に 10 分間放置しなければならない。 また、試薬の添加順序は <math>\text{Sn}^{+2}</math> (還元剤), FD の順序に加える必要がある。</p> <p>(注4) 分析操作と同様の方法でブランクを作成するのが困難であるため純水をブランクとして使用する。</p> <p>(注5) 0.2 g の <math>\text{KReO}_4</math> (過レニウム酸カリ) を 1 l の純水にとかし、0.02% 液を作成する。</p>	

(注6)  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  の 10 g を 10 ml の濃塩酸にとかし、水で 100ml とする。この溶液は分析のつど作成すること。24時間以上たつた  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  溶液を使用してはいけない。

注意事項：1) この分析法は、Re と FD が反応してキレート化合物を作成するが、 $\text{NO}_3^-$  が存在すると Re キレートが妨害されることを利用している。

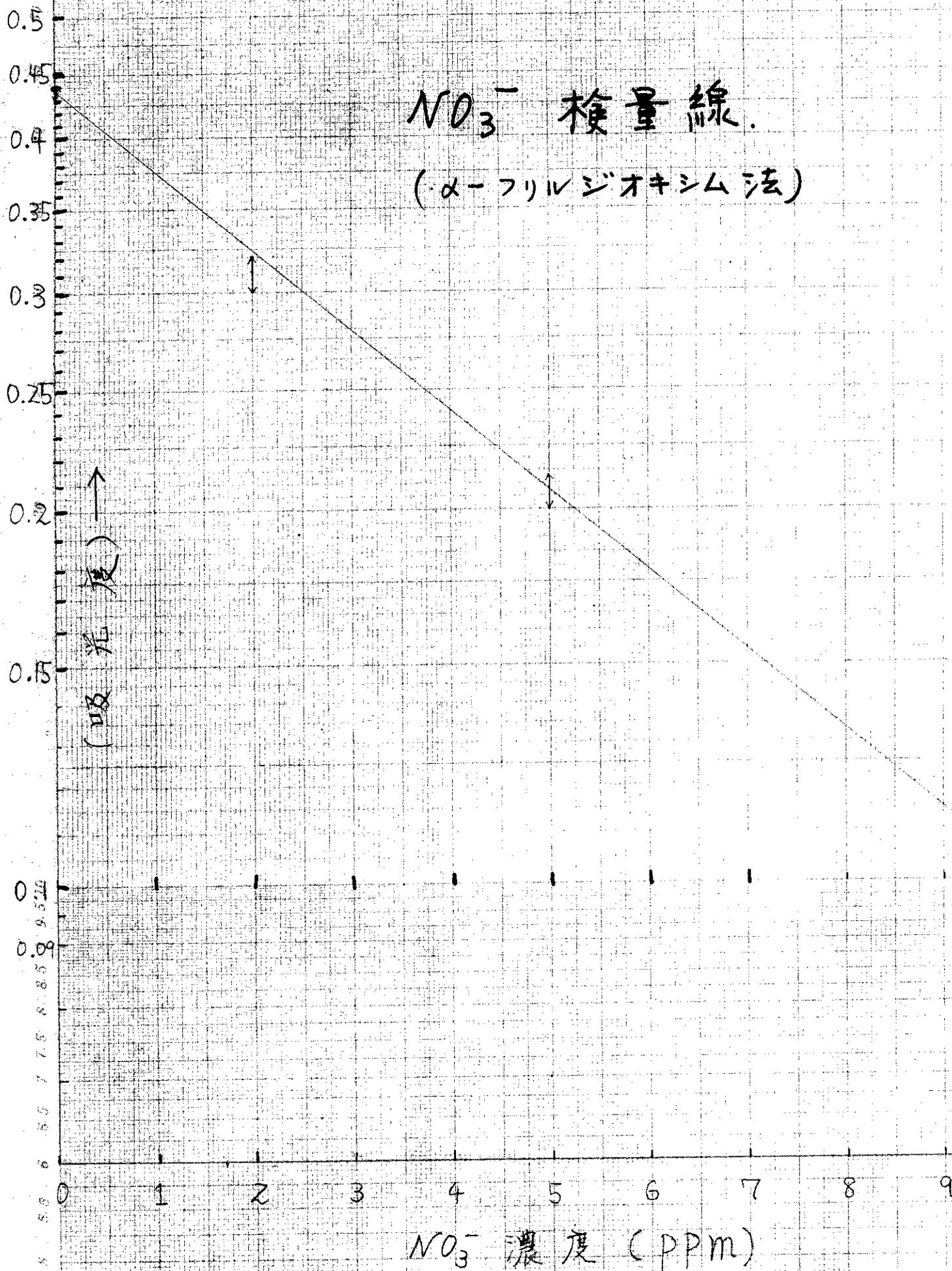
反応機構は、



2) 文献 Anal. chem. 37, 248~252, (1965)

# NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 検量線.

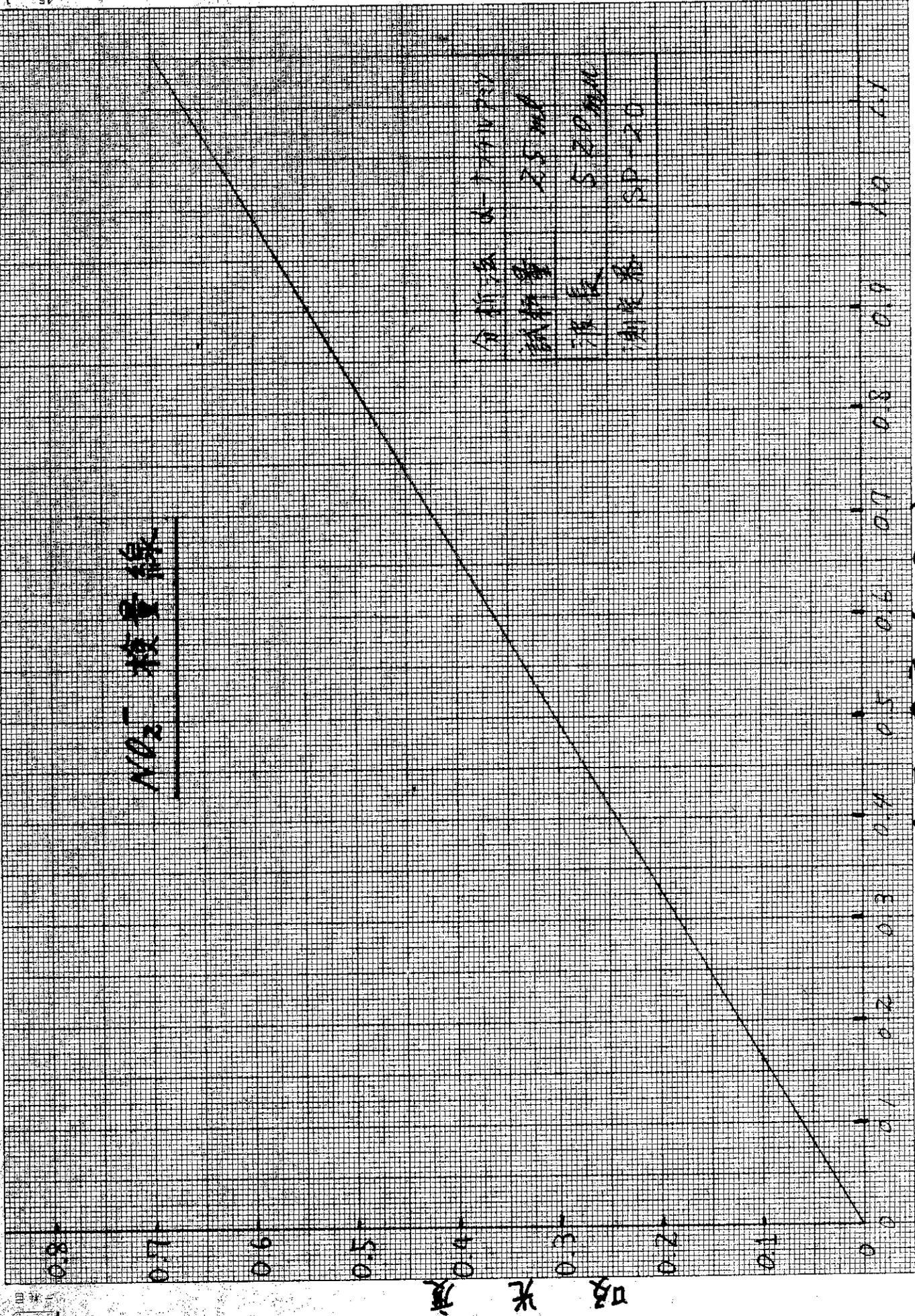
(α-フリルジオキシム法)



NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 濃度 (ppm)

分析対象	$\text{NO}_2^-$
分析法	$\alpha$ -ナフチルアミン法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>試料水 25 ml</p> </div> <p>← 50 ml のビーカーに移す。</p> <p>← 5 N 酢酸 2 ml を加える。(注1)</p> <p>← 酢酸アニリン溶液 2 ml を加える。(注2)</p> <p>← 10 分間放置する。</p> <p>← <math>\alpha</math>-ナフチルアミン溶液 1 ml を加え、よく混合する。(注3)</p> <p>← 10 分間放置し、ただちに 520 m<math>\mu</math> で、純水をブランクとして吸光度を測定する。</p> <p>なお、10 分以上経過しても吸光度はほとんど変化しない。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>520 m<math>\mu</math> で測定</p> </div>	
測定範囲	0.02 ppm - 1.1 ppm 以上
<p>(注1) 5 N 酢酸の調整 氷酢酸(99%以上) 150 ml を純水にとかし 500 ml とする。</p> <p>(注2) 酢酸アニリン溶液の調整 アニリン(<math>\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2</math>) 3 ml に酢酸 3 ml を加え、水で 100 ml とする。 保存期間は 1 週間である。かつ色びんに保存する。</p> <p>(注3) (A) <math>\alpha</math>-ナフチルアミン溶液の調整 <math>\alpha</math>-ナフチルアミン 2 g を酢酸 29 ml にとかし、水で全量 100 ml とする。保存期間は一週間である。かつ色びんに保存する。</p> <p>(B) ジアゾ化が十分でないうちに <math>\alpha</math>-ナフチルアミンを加えると呈色が一定せず、かつ色をおびてくる。</p>	

# NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 檢量線



NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 濃度 (PPM)

吸光度

Toppan

739

分析対象	$Pb^{+2}$
分析法	ジチゾン抽出光度法
<p>分析操作</p> <p>試料水 100ml</p> <p>← 200ml のビーカーに採取する。</p> <p>← 5% シアン化カリウム溶液 5 ml を加える。(注1)</p> <p>← 2 N 塩酸または 2 N アンモニア水で pH を <math>10.0 \pm 0.2</math> に調節する。</p> <p>← 100ml の分液ロートに移す。</p> <p>← 0.008% ジチゾン溶液 2 ml を加える。(注2)</p> <p>← 1 分間シェーカーで振盪して抽出する。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>水溶液</p> <p>← 0.008% ジチゾン溶液 2 ml を加える。</p> <p>← 1 分間振盪後抽出する。</p> <p>← この操作を全部で 4 回行なり。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>水溶液</p> <p>↓</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> <p>← 50 ml の分液ロートに移す。</p> <p>← 0.5% シアン化カリウム溶液 10 ml で 2 回洗浄する。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>水溶液</p> <p>↓</p> <p>水溶液廃棄物回収ビンに捨てる。</p> <p>← 1 g の無水硫酸ナトリウムの入った 30 ml の共栓付三角フラスコで脱水する。</p> <p>← 吸収セルに移して吸光度を測定する。</p> <p>波長 510m<math>\mu</math> で測定</p>	
測定範囲	0.005~0.2 ppm
<p>(注1) 試料水が酸性の場合はシアン化カリウム溶液を加える前にアルカリ性 (pH 8 程度) にしておかなければならない。</p> <p>(注2) ジチゾン溶液 ジチゾン 40mg をクロロホルム 500ml に溶かす。これを飽和亜硫酸ナトリウム溶液で液の表面をおおい、着色ビンに入れ冷暗所に保存する。</p> <p>注意事項: 1) 妨害しない元素 <math>Zn^{+2}</math>, <math>Cd^{+2}</math>, <math>Fe^{+2}</math>, <math>Cu^{+2}</math>, <math>Ni^{+2}</math>, <math>Co</math>, <math>Fe^{+3}</math> 2) 妨害元素 Hg, Tl, Bi, <math>Sn^{+2}</math>, In 3) 標準液: ① 硝酸鉛 0.160g を水 500ml にとかし <math>HNO_3</math> 10ml を加えて 1 l とする。 ② 金属 Pb を <math>HNO_3</math> (1+3) にとかす。</p>	

分析対象	SiO <sub>2</sub> (溶けているシリカ, 通称「比色シリカ」のみ)
分析法	モリブデン酸ブルー法
<p>分析操作</p> <p>試料水 50 ml</p> <p>← (1:1) 塩酸 1 ml および 10% モリブデン酸アンモニウム 2 ml を加える。  ← 5 分間放置する。  ← 放置後 10% シュウ酸溶液 1.5 ml および 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸溶液 1 ml を加える。(注1)  ← 正確に 8 分間放置後測定する。</p> <p>波長 820 mμ で測定する。(注2)</p>	
適用範囲	0.1 ~ 5 ppm
<p>(注1) 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸溶液  1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 0.5 g と無水亜硫酸ナトリウム 1 g を純水 50 ml に溶かし, 別に亜硫酸水素ナトリウム 30 g を純水 150 ml に溶かして両者を混合する。  かつ色の瓶に保存し, また 1 週間以上経過したものは使用しないこと。</p> <p>(注2) 波長が赤外域にあるので Shimadzu Sp-20 で測定する時は赤外フィルターを使用すること。</p> <p>注意事項: Fe, P は 10 ppm, As は 2 ppm まで存在しても妨害しない。</p>	

100mm

0.8

0.7

0.6

0.5

\*

0.4

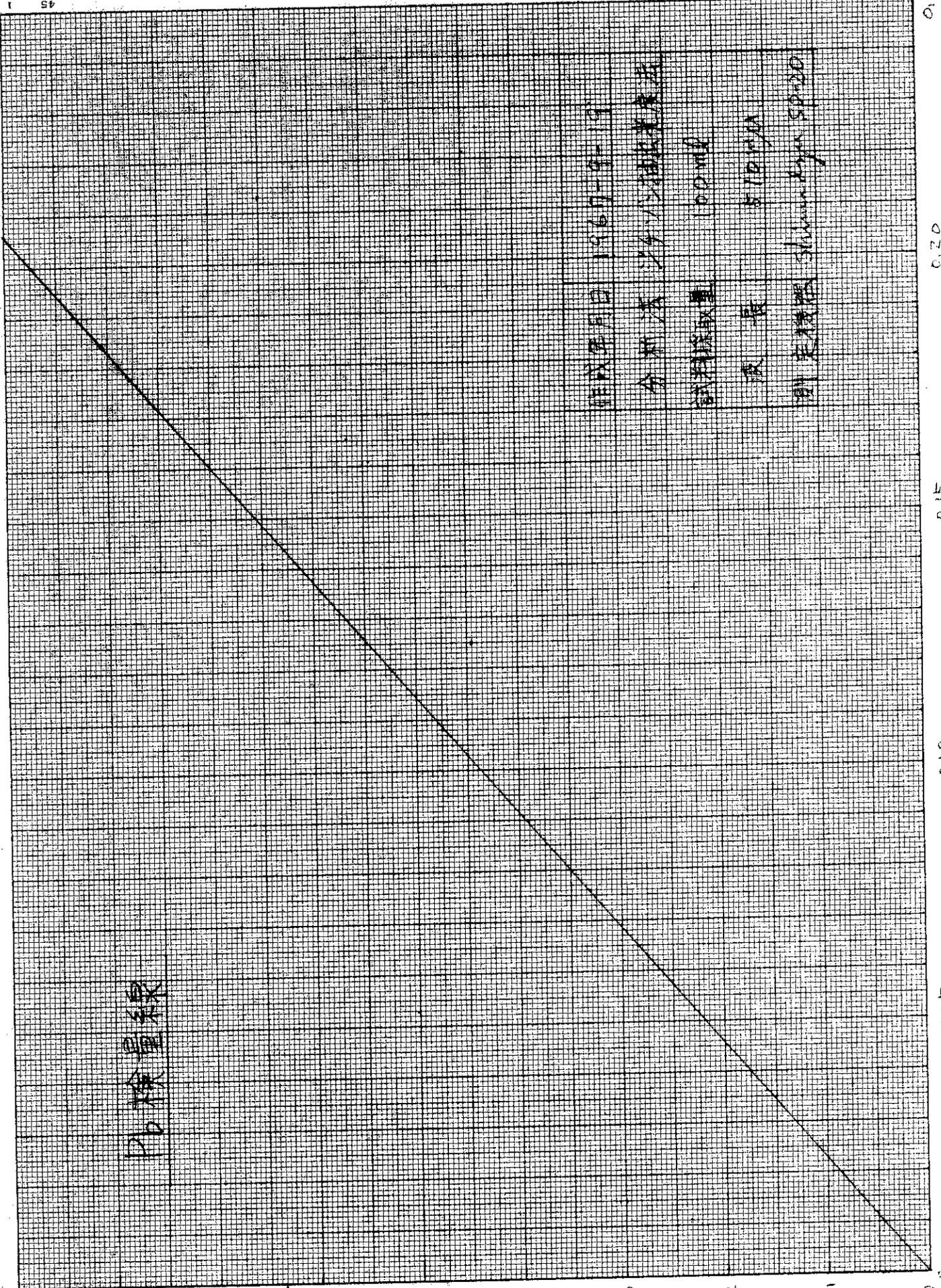
0.3

0.2

0.1

0

Pb 検量線



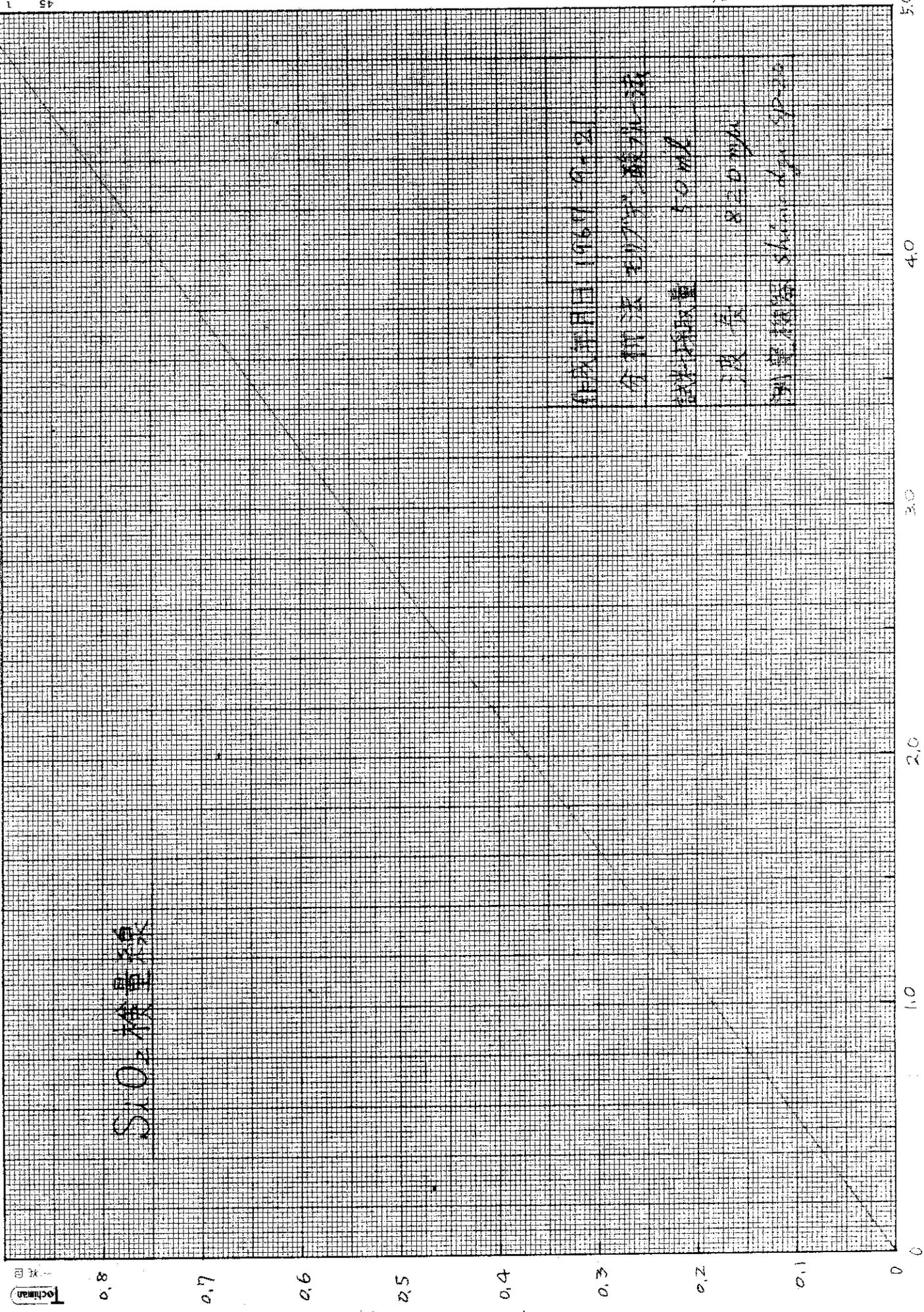
作成年月 1967-9-9

分析法 沙心抽出法

試料採取量 100ml

吸光度 0.109A

測定機器 Shimadzu SP20



SiO<sub>2</sub> 検量線

作成日 1967-9-2

分析法 分光光度法

検体量 5.0ml

波長 820nm

測定機器 Shimadzu SP-20

100mm

0.8

0.7

0.6

0.5

0.4

0.3

0.2

0.1

0

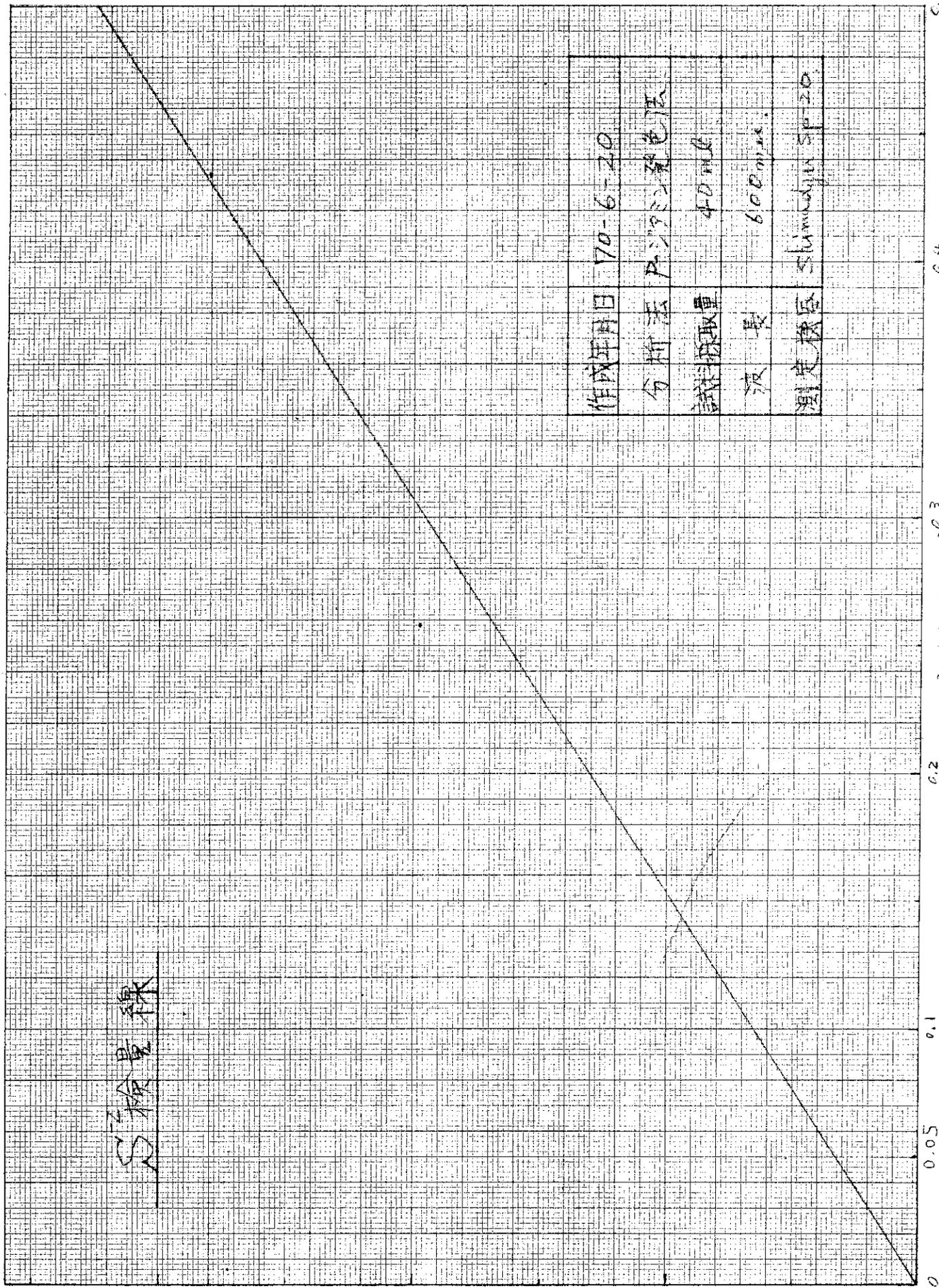
吸光度

241

SiO<sub>2</sub> 濃度 (mg/ml)

分析対象	$\text{SO}_4^{2-}$
分析法	CLB (クロラニール酸バリウム) 錠剤法
<p>分析操作</p> <p><b>試料水 3.0 ml</b></p> <p>← 100ml の共栓つきメスフラスコに正確に試料水を 3.0 ml とる。</p> <p>← ( pH 3 ~ 9 の範囲内にある試料水ならば pH 調節を行なう必要はない。この範囲外の試料水ならば、希アンモニア水または希塩酸で pH 7 附近に調節する。 )</p> <p>← 95% 以上の高純度エチルアルコール 50 ml を加え、さらに純水を加えて正確に 100ml とする。</p> <p>← CLB 錠剤を 4 錠添加する。(注 1)</p> <p>← 15 分間シェーカーで振り混ぜる。</p> <p>← 乾燥濾紙 ( 化学分析用ろ紙, 5 種 C ) で濾過する。(注 2)</p> <p>← 濾液を吸光セルに移し、同じ方法で調整したブランクを対照として、530m<math>\mu</math> の波長で測定する。</p> <p><b>530m<math>\mu</math> で測定</b></p>	
適用範囲	0.3 ppm - 100 ppm
<p>(注 1) ドータイト CLB 錠剤は 1 錠中に 0.25 g の CLB を含み、また錠剤中には緩衝剤が加えられているので新たに緩衝液を加える必要はない。試薬は安定で永く保存に耐える。</p> <p>(注 2) CLB と <math>\text{SO}_4^{2-}</math> が反応して、  <math display="block">\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}(\text{C}_6\text{Cl}_2\text{O}_4) + \text{H}^+ \rightarrow \text{H}(\text{C}_6\text{Cl}_2\text{O}_4) + \text{BaSO}_4 \downarrow</math> の反応式で <math>\text{BaSO}_4</math> が沈殿するので、濾紙で濾過する。  測定は、生成した赤紫色の酸性クロラニール酸 (<math>\text{H}(\text{C}_6\text{Cl}_2\text{O}_4)</math>) を 530m<math>\mu</math> で測定し、<math>\text{SO}_4^{2-}</math> を間接的に分析する。</p> <p>注意事項： 1) <math>\text{SO}_4^{2-}</math> 標準溶液の調整には、<math>\text{K}_2\text{SO}_4</math> を使用する。  2) 妨害イオンは Ca, Al, Zn, Pb, Cu, Fe などの陽イオンである。アルカリ金属、Mg は妨害しない。  これらの妨害イオンが多量に存在する場合には、陽イオン交換樹脂に通し、まえもつて除去する。</p>	

分析対象	S <sup>-2</sup>
分析法	P-フェニレンジアミン発色法
分析操作	
試料水 40ml	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin-bottom: 5px;">50mlメスフラスコ</div> <p>← 純水 7 ml を 50 ml のメスフラスコに入れる。</p> <p>← 5 N 塩酸を 0.5 ml 加える。</p> <p>← P-フェニレンジアミン溶液 1 ml を加えて振る。</p> <p>← 硫酸第二鉄アンモニウム溶液 1 ml を加える。</p> <p>← 純水を標線まで加え栓をして振る。</p> <p>← 30 分間放置後吸収セルに移す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin-top: 5px;">波長 600 mμ で測定</div>
適用範囲	0.03 ~ 1 ppm
<p>1) P-フェニレンジアミン溶液の作り方 P-フェニレンジアミン (NH<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>) 0.2 g を塩酸 (N/10) に溶かして 100 ml とする。使用のつど新たに作成する。</p> <p>2) 硫酸第二鉄アンモニウム溶液 硫酸第二鉄アンモニウム (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> · (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 24H<sub>2</sub>O) 4.32 g を N/10 塩酸に溶かして 1 l とする。</p> <p>3) イオウ標準液 硫化ナトリウム (NaS · 9H<sub>2</sub>O) の結晶をビーカーに取り、少量の水でその表面を洗い、これを口紙上につけて水分をとる。この結晶 7.49 g をはかり、水に溶解して 1 l とする。さらにこの溶液の 10 ml を取り、1 l に希釈する。 この溶液 1 ml はイオウ 0.01 mg を含む。</p>	
備 考	
妨害元素	
第二鉄イオンを還元し、又はマスキングするもの及び、試薬を酸化するものは避ける。	
次のものは下記に示す量をこえてはならない。	
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>-3</sup> : 2 ppm , SO <sub>3</sub> <sup>-2</sup> : 2 ppm F <sup>-</sup> : 10 ppm ,	
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> : 80 ppm , NO <sub>2</sub> <sup>-1</sup> : 2 ppm	



作成年月日	70-6-20
分析法	比色法
試液採取量	40ml
液長	600mm
測定機器	Shimadzu SP-20

S<sup>2</sup>濃度 (ppm)

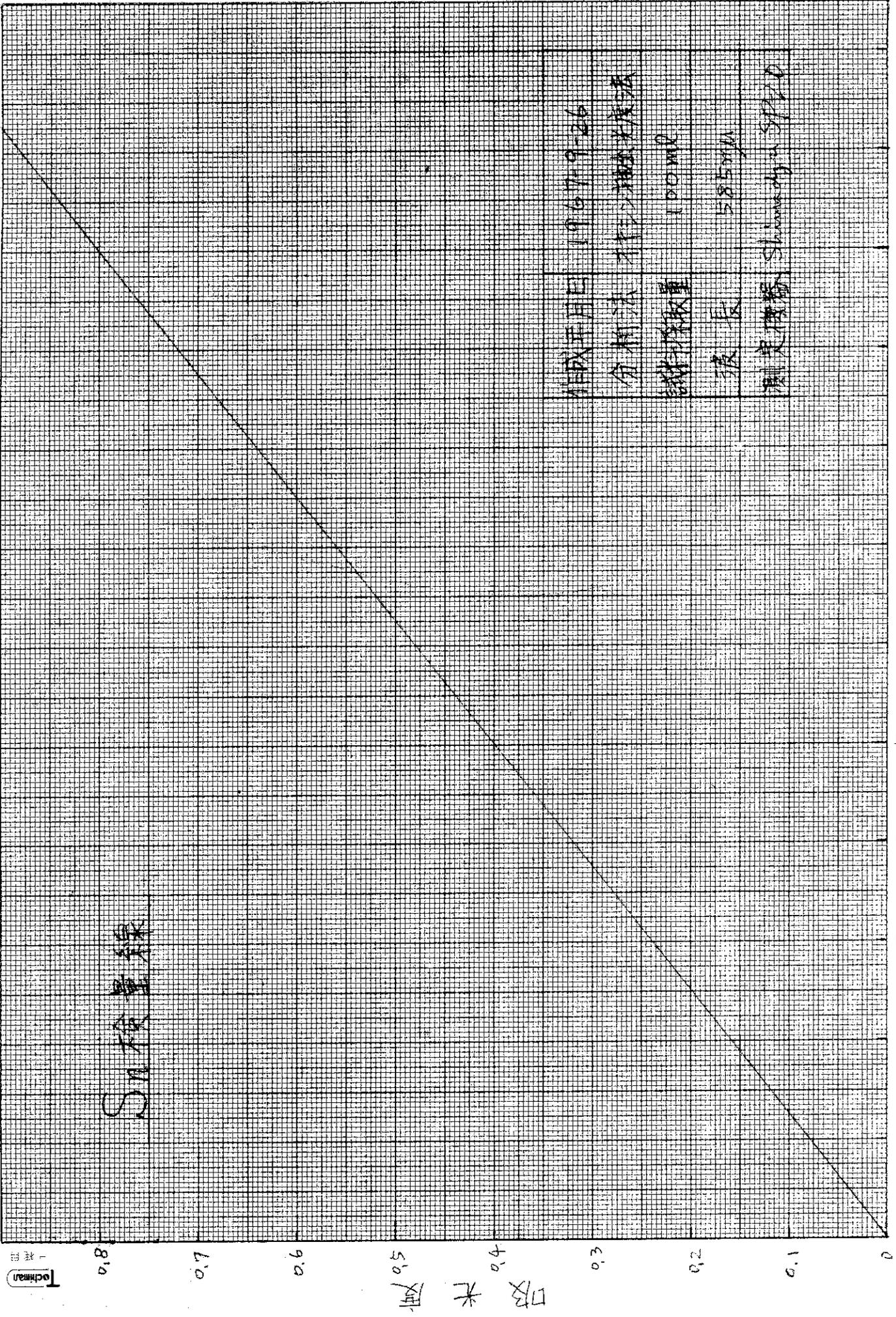
S<sup>2</sup>検量線

吸光  
0.2  
0.1  
-541-

分析対象	Sn <sup>4+</sup>
分析法	オキシシン抽出光度法
<p>分析操作</p> <p>試料水 50ml</p> <p>←ビーカーに試料水 50 ml を採取する。</p> <p>←5%オキシシン 2 ml および 20%塩化アンモニウム溶液 5 ml を加える。(注1)</p> <p>←6 N 硫酸, 6 N アンモニア水で pH を 0.9 ± 0.1 に調節する。</p> <p>←1 N 硫酸を用いて 100ml 分液ロートに洗い移し液量を 100ml とする。(注2)</p> <p>←正確に 20 ml のクロロホルムを加える。</p> <p>←2分間はげしく振盪する。</p> <p>分液ロート (100ml)</p> <p>←塩化アンモニウム-塩酸溶液 50ml を入れる。(注3)</p> <p>←30秒間シェーカーで振盪する。(注4)</p> <p>水溶液 水溶液廃棄物 回収ビンに捨てる。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>水溶液 水溶液廃棄物 回収ビンに捨てる。</p> <p>クロロホルム層</p> <p>←1 g の無水硫酸ナトリウムの入った共栓付三角フラスコに取る。</p> <p>←吸取セルに移す。</p> <p>波長 335mμ で測定</p>	
適用範囲	0.5 ~ 10 ppm
<p>(注1) 5%オキシシン溶液 5 g の精製オキシシンを 4 N 硫酸 20 ml にとかし, 純水を加えて 100ml とする。</p> <p>(注2) 分液ロートは円錐型のものを用い 100ml の標線に合わせる。</p> <p>(注3) 塩化アンモニウム-塩酸溶液 20%塩化アンモニウム溶液 100ml を 1 l に希釈し, 塩酸を用いて溶液の pH を 0.9 ± 0.1 に調節する。約 5 ml のクロロホルムとふりまぜて, クロロホルムを飽和させ, ぬれた口紙で口過して, 分散しているクロロホルムを除去する。</p> <p>(注4) 振盪 (30秒) ここでは, クロロホルムに抽出されたオキシシンを除くために行なうもので, 振盪は 30秒で十分である。 1分以上振盪するとスズ錯塩が逆抽出されて低値を与えるおそれがある。</p>	

分析対象	$\text{UO}_2^{+2}$
分析法	アルセナゾーⅢ 光度法
<p>分析操作</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>試料水</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 試料水 20 ml を 25 ml メスフラスコに採取する。</li> <li>← 0.05 % アルセナゾーⅢ 水溶液 2 ml を加える。</li> <li>← 2.5 N 塩酸 1 ml を加える。(注1)</li> <li>← 純水により正確に 25 ml とする。</li> <li>← よく混合した後、吸収セルに移して波長 650m<math>\mu</math> で吸光度を測定する。</li> </ul> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px; width: fit-content;"> <p>波長 650m<math>\mu</math> で測定</p> </div>	
適用範囲	0.1 ~ 5 ppm
<p>(注1) 2.5 N 塩酸 1 ml を加えるのは最終塩酸々性度を 0.1 N とする為であり、ここで水中のウランは <math>\text{UO}_2^{+2}</math> (<math>\text{U}^{+6}</math>) として測定出来る。</p> <p>注意事項：1) Zr はウランの測定に対して妨害する。  Zr : 1 ppm は U : 1 ppm に対して 4.5 % のプラスの誤差を与える。</p>	

# Sn検査線



作成年月日 1967-9-26

分析法 原子吸光度法

試液採取量 100ml

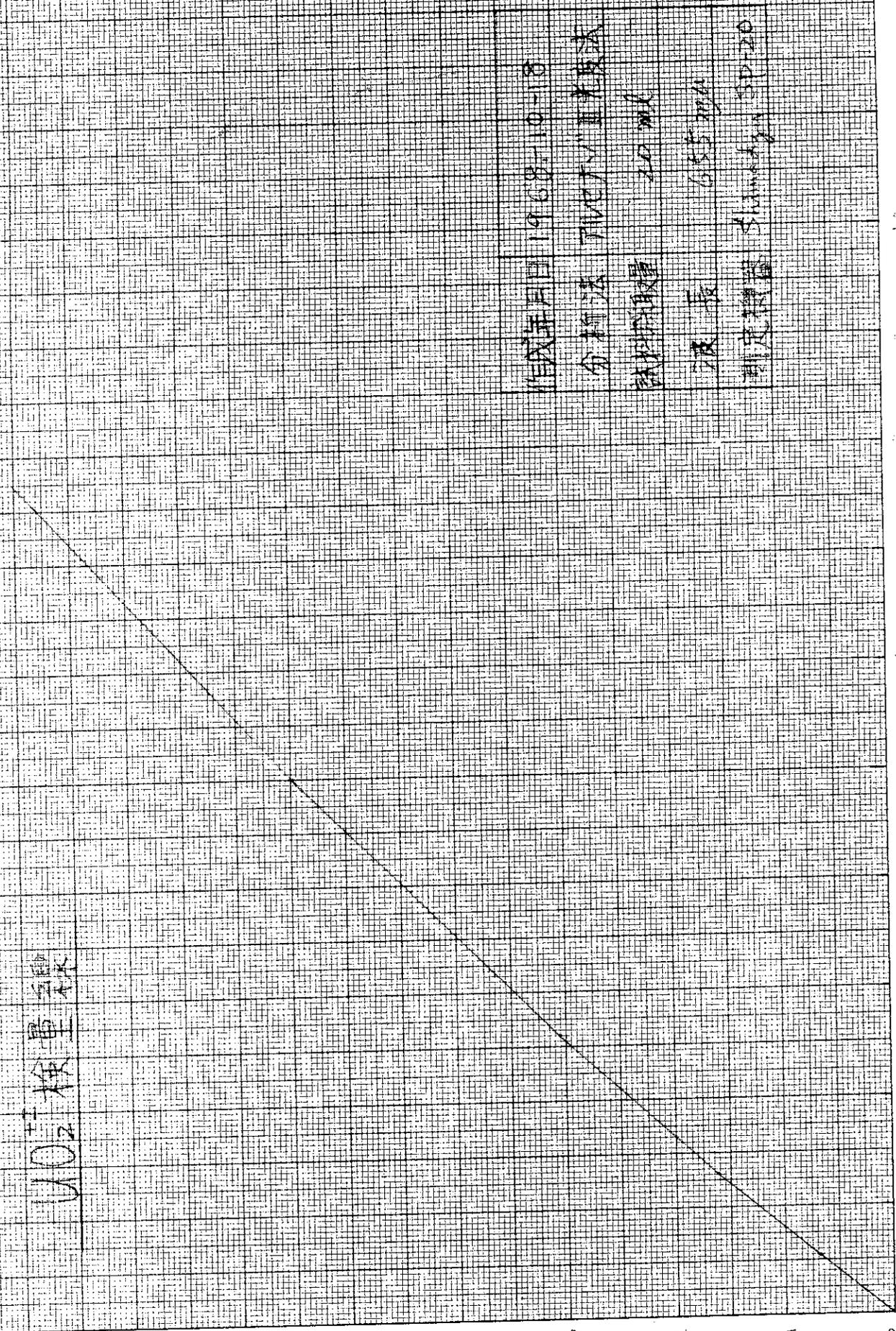
波長 585nm

測定機器 Shimadzu SP10

Sn 濃度 (ppm)

吸光度

# UO<sub>2</sub><sup>+</sup> 檢量線



作成年月日 1968.10.18

分析法 FIVEFIVEII 根法

試料採取量 40 ml

液長 655 mm

測定機器 Shimadzu SP-20

Tachman

DR

DR

DR

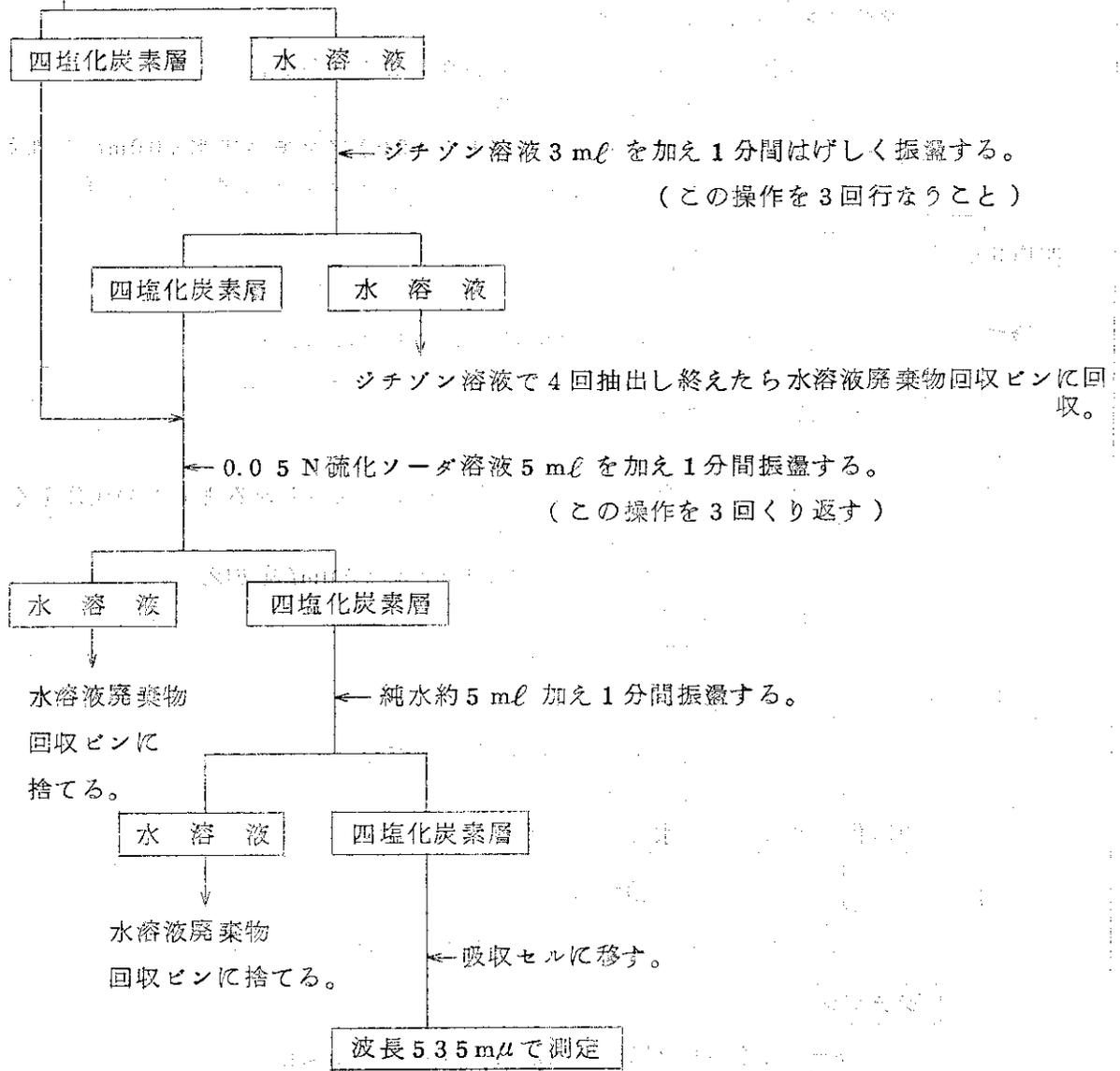
UO<sub>2</sub><sup>+</sup> 濃度 (PPM)

分析対象	Zn <sup>+2</sup>
分析法	ジチゾン抽出分離吸光光度法

分析操作

試料水 20ml

- ← 50 ml のビーカーに取り 10%クエン酸-2アンモニウム溶液 2 ml を加える。
- ← 10%塩酸ヒドロキシルアミン溶液 0.5 ml を加え (注1) (1:3)アンモニア水で中和する。
- ← (1:3)酢酸を滴下して pH を 6.5 ± 0.1 に調節する。(注2)
- ← 50 ml 分液ロートに移し 10%酢酸ナトリウム溶液 5 ml, および 50%チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml を加える。
- ← 0.005% ジチゾン溶液 3 ml を加え 1 分間はげしく振盪する。(注3)



適用範囲 0.02 ~ 0.5 ppm

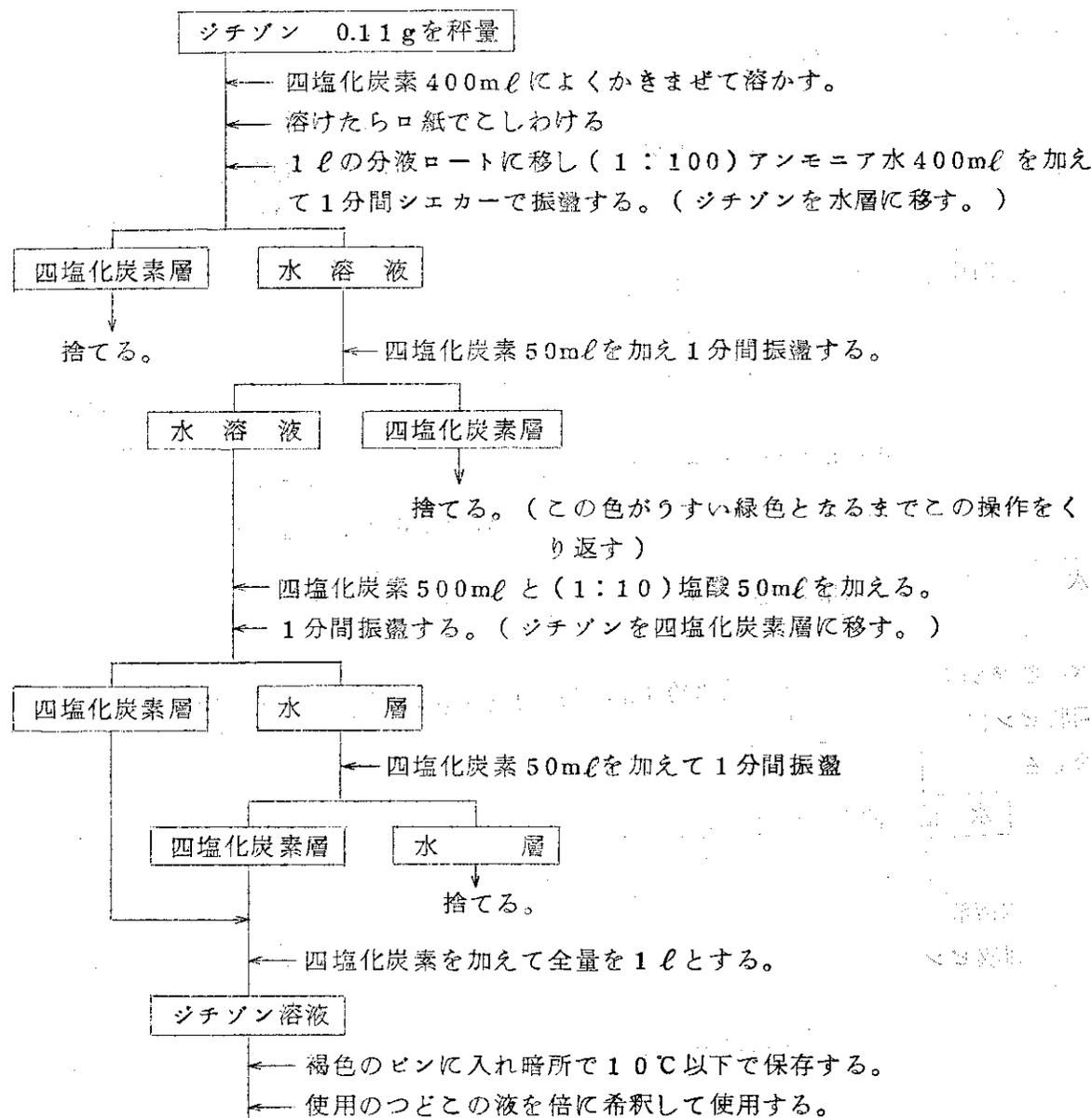
- (注1) 塩酸ヒドロキシルアミンは共存する  $\text{Cu}^{+2} \rightarrow \text{Cu}^{+1}$  に還元するために加える。
- (注2)  $\text{Cu}^{+2}$  は pH 1.5 ~ 2.0 の間で抽出される。したがって  $\text{Cu}^{+2}$  の妨害を除去するために pH を 6.5 とする。
- (注3) 0.005% ジチゾン液は 0.01% のジチゾン液を使用のつとりすめて用いる。0.01% のジチゾン液の作り方を注意事項の(2)に示す。

注意事項：1) ジチゾンは水には不溶である。

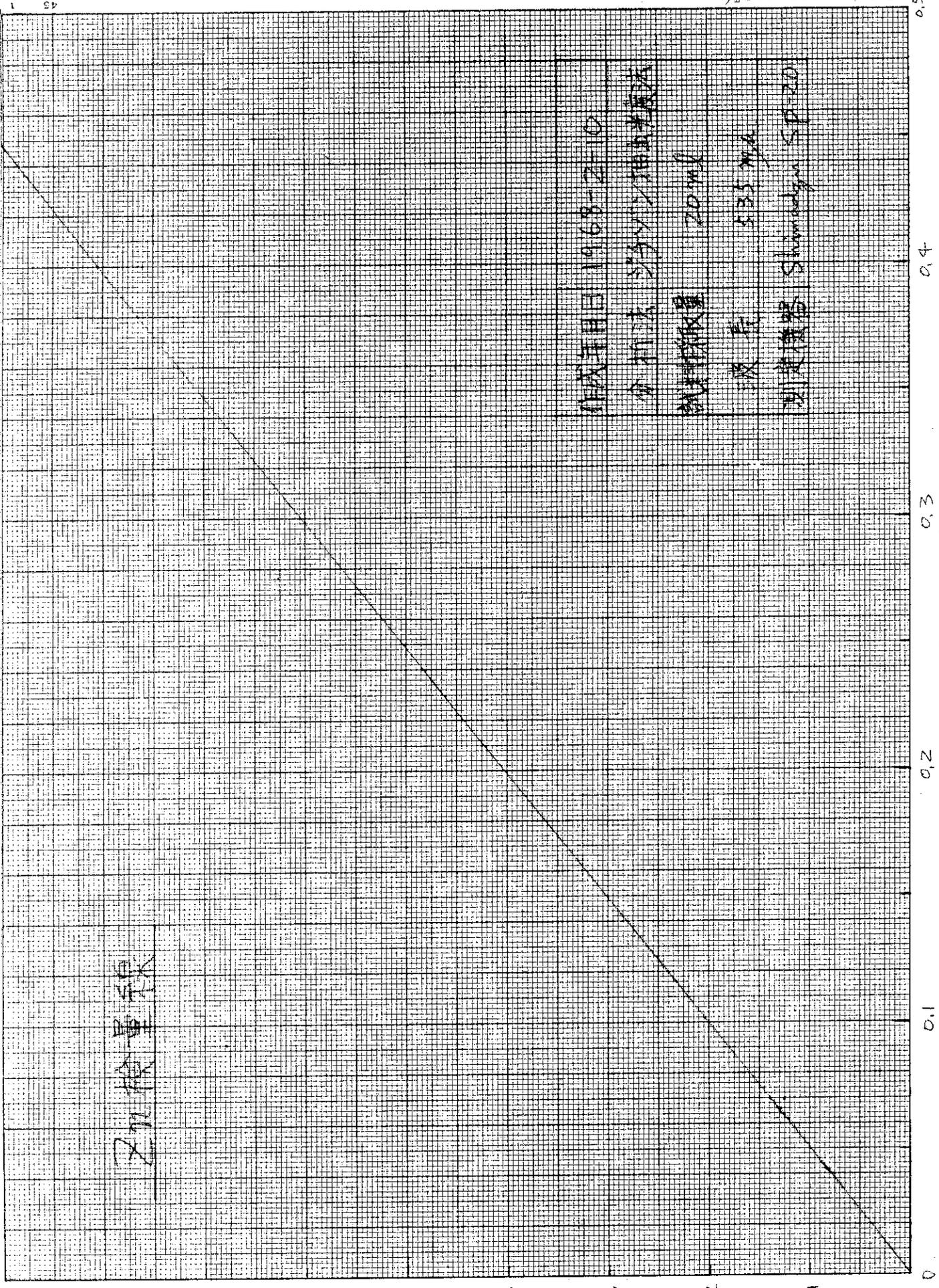
$\text{CHCl}_3$ ,  $\text{CCl}_4$  によくとける。

空气中で酸化されやすく、酸化されてジフェニルチオカルバジアゾンとなる。したがって使用する前に精製する必要がある。

2) 0.01% のジチゾン液の作り方



- 注意事項：3) ニッケル，コバルトが多量に存在する場合は5%シアン化カリウム1～2 mlを加えれば，マスク出来る。
- 4) この分析では特にビーカー，ホールピペット等の器具の洗浄に，細心の注意をはらつて行なうこと。
- 5) 標準液…… 金属亜鉛0.1 g をHClにとかす。とかしたのち過剰の酸を加熱してとばしHCl(1+1000)にとかして1 lとする。
- 6) ジチゾン…… ジフェニルジチオカルバゾン ( $C_6H_5N:NCSNHHC_6H_5$ ) の略称である。



2M 檢量線

作成日期 1968-2-10  
 分析方法 分光光度法  
 試料數量 20ml  
 吸光率 0.35 mA  
 測定機器 Shimadzu SP-20

分析対象	Zr
分析法	アルセナゾⅢによる光度定量法
分析操作	
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;">試料水 4.0 ml</div> <p>← 試料水 4 ml を 25 ml メスフラスコに採取する。</p> <p>← 1%ゼラチン溶液 1.0 ml を加える。(注1)</p> <p>← 0.1%アルセナゾⅢ水溶液 1.0 ml を加える。(注2)</p> <p>← 濃塩酸 18.5 ml を加える。(注3)</p> <p>← 標線 (25 ml) まで正確に水を加えて良く振り混ぜる。</p> <p>← 吸収セルに移す。</p> <p>← ブランクを対照に 655 m<math>\mu</math> で吸光度を測定する。</p>	
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;">波長 655 m<math>\mu</math> で測定</div>	
適用範囲	0.2 ~ 2.5 ppm
<p>(注1) ゼラチン溶液：ゼラチン 1 g に水 50 ml を加え水浴上で攪拌しながら加熱溶解し、冷却後水で 100 ml にうすめる。</p> <p>(注2) アルセナゾⅢ溶液：ドータイトアルセナゾⅢ 0.10 g を水 100 ml に溶解する。</p> <p>(注3) 溶液の塩酸濃度を 9 N にするためである。 9 N の時に Zr - アルセナゾⅢ の吸光度が最高となる。</p> <p>注意事項：1) 妨害元素 U, Th</p> <p>2) 標準液 ④ 金属ジルコニウム 0.1 g を白金皿にとり、HF(1+5) 5 ml を加え、溶解したのち、過塩素酸 20 ml を加えて加熱し、白煙を発生させて HF を完全に除去する。</p> <p>⑤ ZrOCl<sub>2</sub> · 8H<sub>2</sub>O を水にとかして調整してもよい。</p>	

分析対象	濁 度
分 析 法	積分球式濁度計による測定
<p>分析操作</p> <p>試料を採取し、濁度計（積分球式濁度計 Shimadzu）SEP-PT のマニュアルにしたがって測定する。</p> <p>測 定 順 序</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 電源コードを AC 100V に接続する。</li> <li>← 上面パネルのボタンONを押すと、光源ランプが点灯する。</li> <li>← CHボタンを押して、ハンドルを全部引出した時、メーターの指針は下段目盛の <math>80 \pm 5\%</math> を示す。（確認）</li> <li>← そのままの状態では MEAS ボタンを押せば測定状態に入る。 （MIN, MED, MAX, ZERO のツマミはすべて左回し一杯の状態から出発する）</li> <li>← Tf の消去：ボタンWを押しハンドル(1)を引切り、（白板）、ハンドル(2)は試料なしで押切又は引切で光電流ツマミ（MIN, MED, MAX）を適宜静かに右に回してメーターを 100% に合わせる。そのままハンドル(1)を中間にするとメーターの指針はゼロ近くになる。ZERO ツマミを静かに右に回して指針を正確にゼロに合わせる。 （この操作を Tf 消去という。）</li> <li>← 試料水をセルに入れる。</li> <li>← 50 mm セルを試料ホルダーに挿入する。</li> <li>← ハンドル(1)を押切り（黒板）にして光電流ツマミ（MIN, MED, MAX）によりメーターを 100% に合わせる。</li> <li>← ハンドル(1)を中間（ライトラップ）にする。</li> <li>← この時のメーターの読みが濁度%である。</li> </ul>	
適用範囲	1 ppm 以上（1度以上） 5.0 mm セル使用
<p>注意事項：1) セルを試料ホルダーに挿入する際はいつも一定方向に挿入すること。</p> <p>2) セルを試料ホルダーに挿入する前にセルの前後の平行光束の通過する部分がきれいになっていることを確認する。</p>	

## 検量線の作り方

濁度計

積分球式濁度計 SEP-PT型

## 濁度標準液

白陶土を恒温乾燥器中に105℃で約3時間乾燥してデシケーター中で放冷したのち標準網フルイ74μでふるい、その細粉0.1gをメスフラスコ100mlにとり水を加えて全量を100ccに作る。よく振盪した後1000mlのメスフラスコに全量移し、それに水を加えて1000mlにする。この溶液は10ppmである。10ppm溶液を基準にし、5ppm, 2.5ppm, 1ppm, 0.5ppm溶液を作る。各々の1ℓの溶液に5%塩化第二水銀0.5mlを加える。

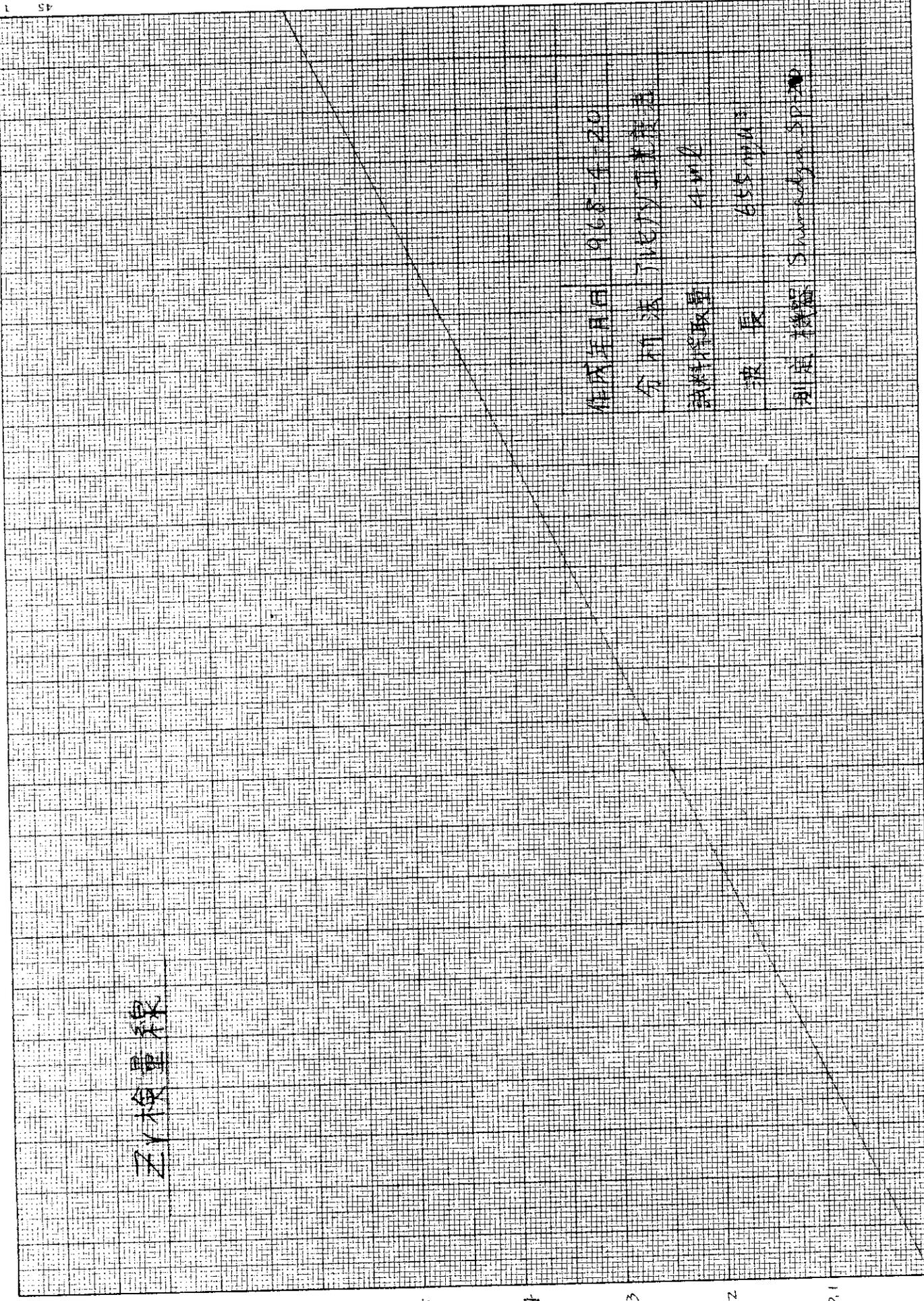
- 黒板を使用
- 溶液を振盪後2分以内に測定を終了。

## 使用セル

液厚50mmセル。

## 注意

- セルの方向は、セル側面に記してある矢印の方向どおり行なりこと。  
(間違いと5%の誤差がでる)
- セルの前後をきれいなガーゼでふくこと。
- 測定は溶液を振盪してから2分以内に測定する。
- セル容器内に気泡を作らないこと。
- 測定前にcheckボタンを押して80±5%あることを確かめてから行なり。



# Zr検量線

作成年月日 1968-4-20

分析法 7167YJ法

試料採取量 4ml

波長 655nm

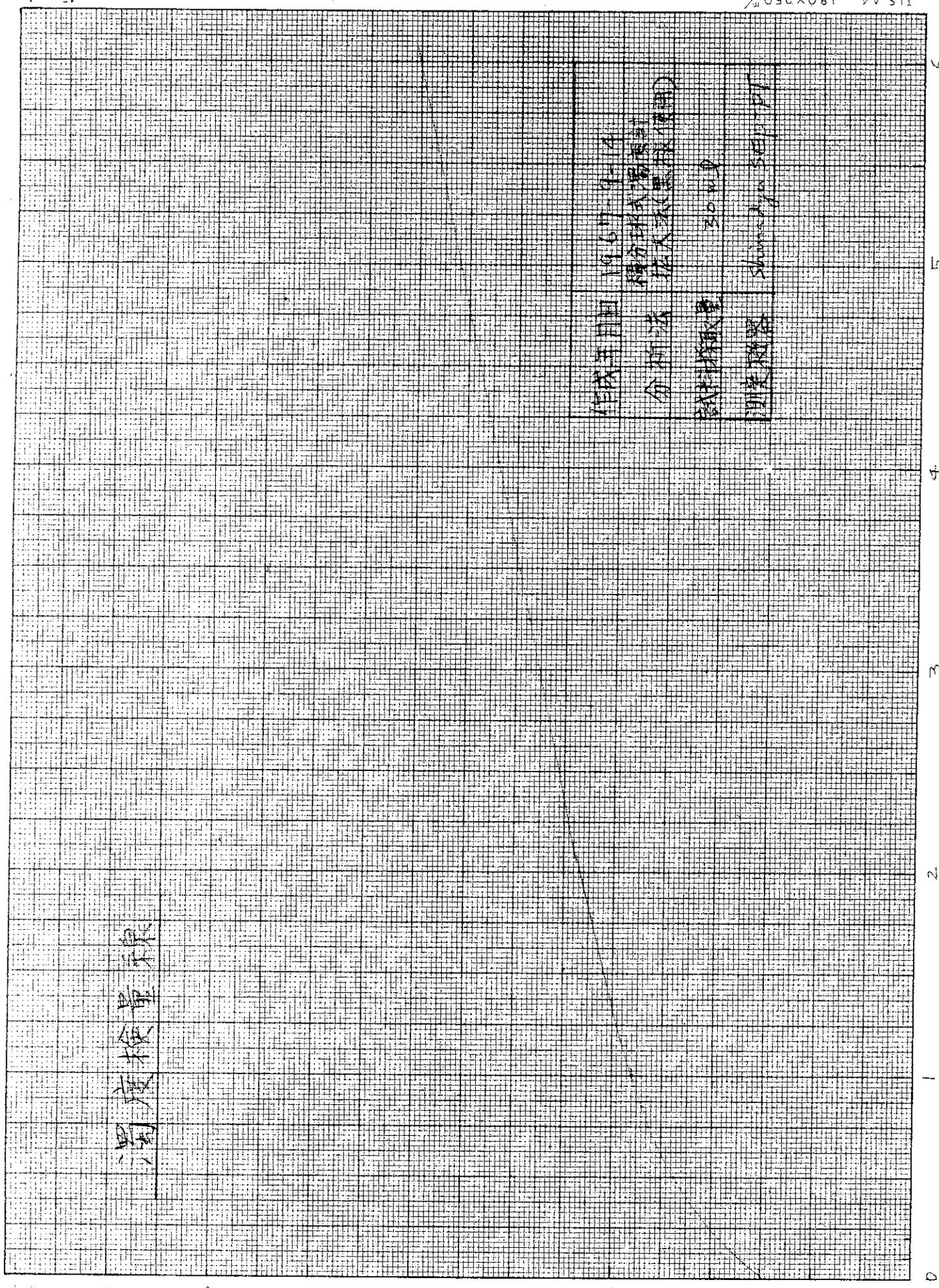
測定機器 Shimadzu SP-20

濁度検査記録

示性計 (%)

濁度 (ppm)

作成日 1967.11.14  
 分析場所 環境研究所  
 分析法 比色法 (標準液使用)  
 試料採取量 30ml  
 測定機器 Shimadzu SPECT



第 3 部 ガ ス 分 析

分析対象	1次冷却水中の溶存水素
分析法	ガスクロマトグラフ法
<p>(1) 分析原理</p> <p>Pre-cut column に Porapak-Q, main column に M.S.-13X を充填し、水素の測定に妨害となる水分を Pre-cut column で除去し、次に main column で水素と酸素、窒素を分離し熱伝導度検出器で水素濃度を測定する。</p> <p>(2) 分析装置</p> <p>分析装置としては、ガスクロマトグラフとプレカット装置を使用する。略図を Fig.1, Fig.2 に示す。カラムは、Pre-cut column, Dummy column, main column, choke column の4つのカラムを使用する。</p> <p>Fig1 は、試料水注入直後のガス流路図で、試料を注入して、ある時間経過したのちバルブ切換によつて Fig2 の流路図とし水分と他の無機ガスを分離する。</p> <p>各カラムの長さは、</p> <p>Main column(M.S-13X): 220 cm</p> <p>Pre-cut column(Porapak-Q): 220 cm</p> <p>Dummy column(Porapak-Q): 220 cm</p> <p>choke column は Main column と同じ流路抵抗を有する column で、この装置ではニードルバルブを使用し Main column の流路抵抗と一致するように調整する。ガスクロマトグラフは島津 GC-5A 型または GC-1C 型を使用する。</p> <p>(3) 分析操作</p> <p>(A) 分析条件</p> <p>carrier gas : アルゴンガス</p> <p>Pre-cut column Temperature : 120 °C</p> <p>Main column Temperature: 25 °C</p> <p>Detector Temperature: 50 °C</p> <p>Injection Temperature: 150 °C</p> <p>Carrier gas Flow Rate: 40 ml/min</p> <p>Pre-cut Temperature: 120 °C</p> <p>(B) 1次冷却水サンプリングライン</p> <p>JMTR の高温高圧ループである。OWL-1, OWL-2 から溶存ガス測定用の1次冷却水サンプルを採取する方法を示す。Fig3 に採取装置を示す。ループ1次冷却水を冷却器を通して約30 °C に冷却し、試料採取口を通してオーバフローさせる。このとき、試料採取口に気泡がたまるのを防止するため up-flow に試料水を流さなければならない。マイクロシリンジを試料採取口のシリコンゴムにさしこみ試料水を採取する。</p> <p>(C) 分析操作</p> <p>(1) 試料水 40 μl をマイクロシリンジで採取する。</p>	

- (2) Pre-cut バルブの位置を Pre-cut にする。
- (3) ガスクロマトグラフの増巾器の感度を適当な値に設定する。
- (4) 試料水 40 $\mu$ l をマイクロシリンジで Fig.1 の注入口から注入する。
- (5) 注入後、正確に 50 秒たつてから、Pre-cut バルブを Purge に切替える。
- (6) 試料水注入後 5 分たつてから Pre-cut バルブを再び Pre-cut にもどす。
- (7) 記録紙上の水素のピーク面積から、検量線によつて水素濃度をもとめる。

(D) 分析感度

この分析方法によつて  $1 \times 10^{-2}$  ppm までの溶存水素を分析することができる。

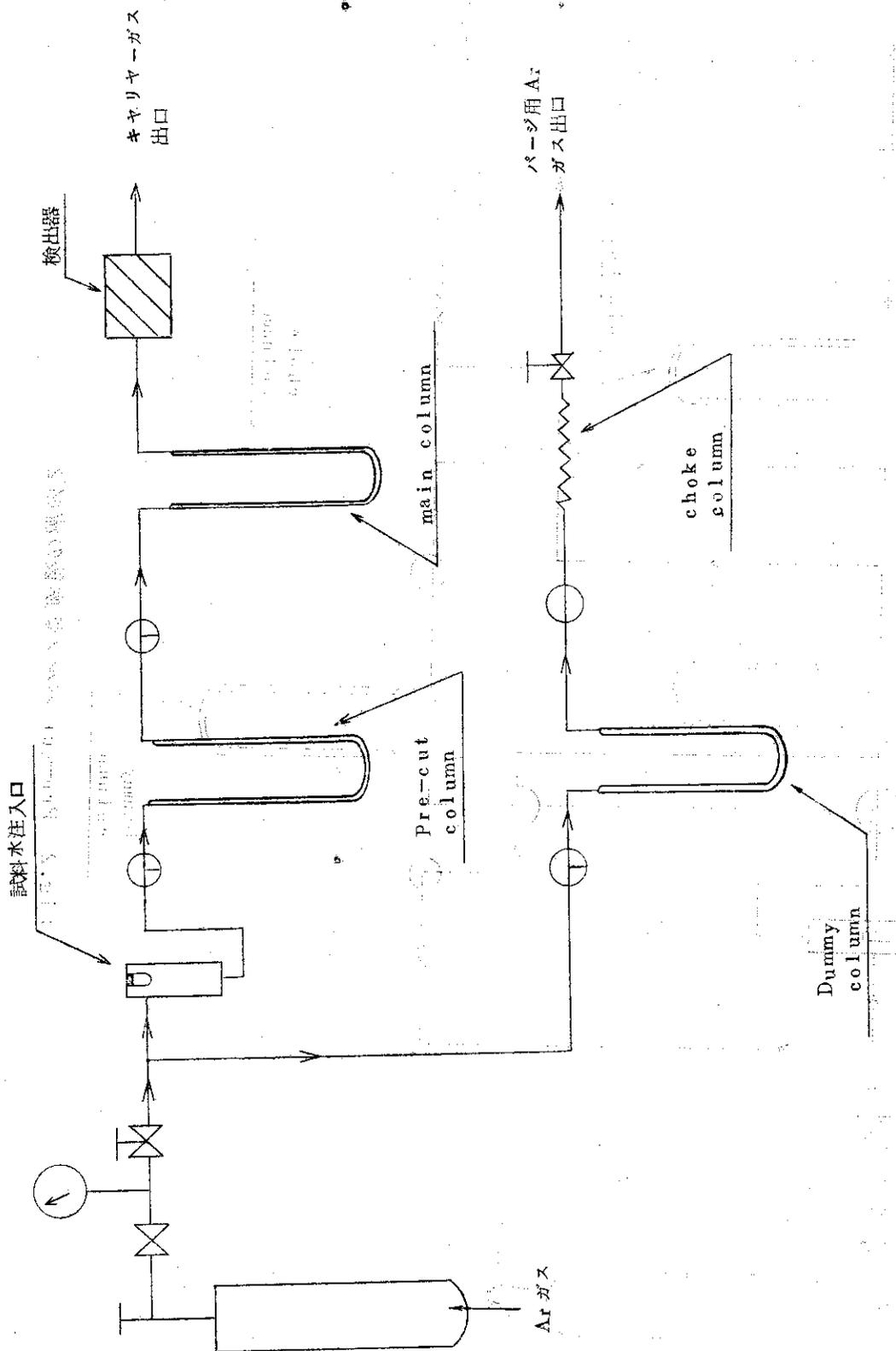


Fig.1 試料水注入直後の流路図

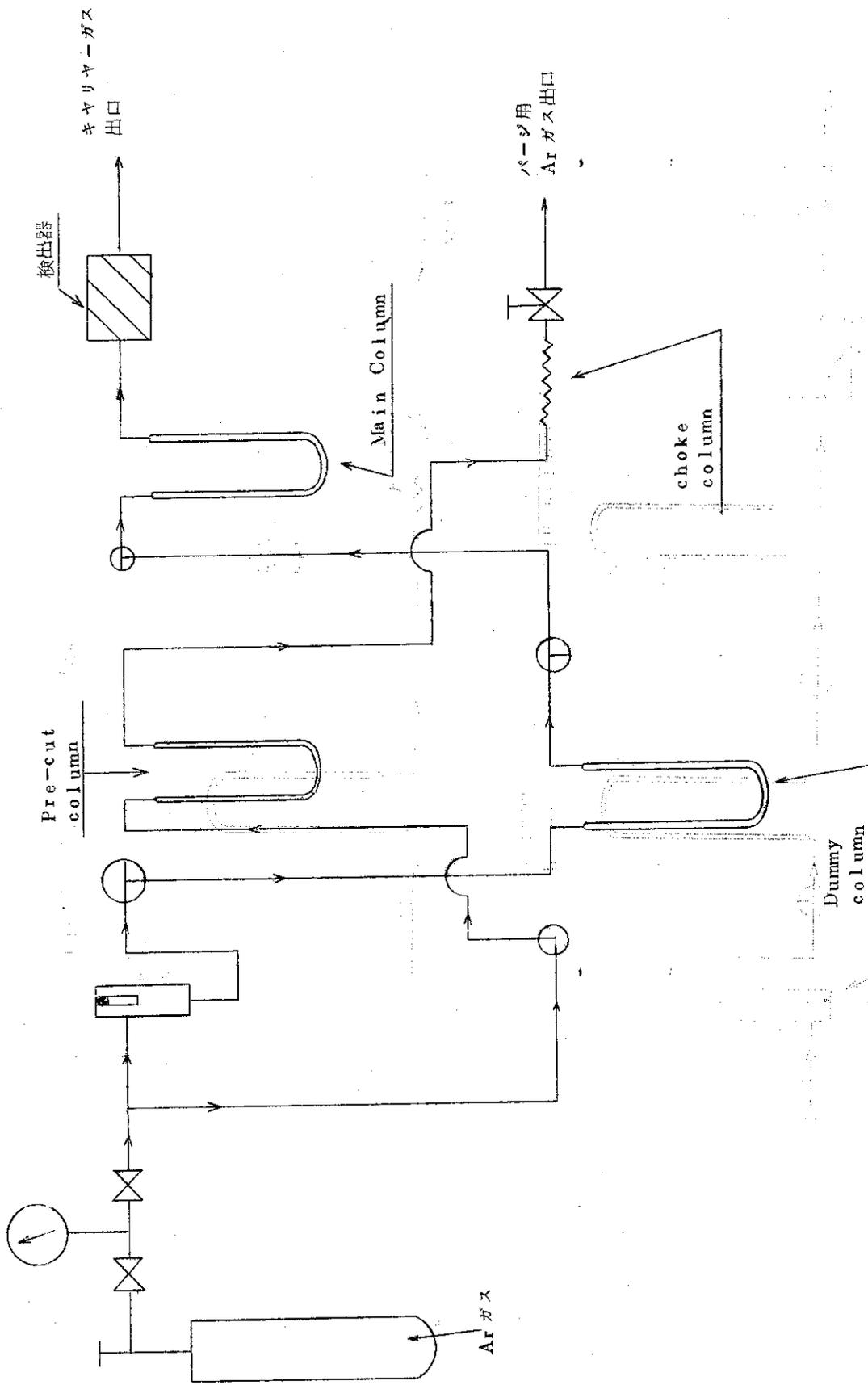


Fig.2 Pre-cut バルブ切換後の流路図

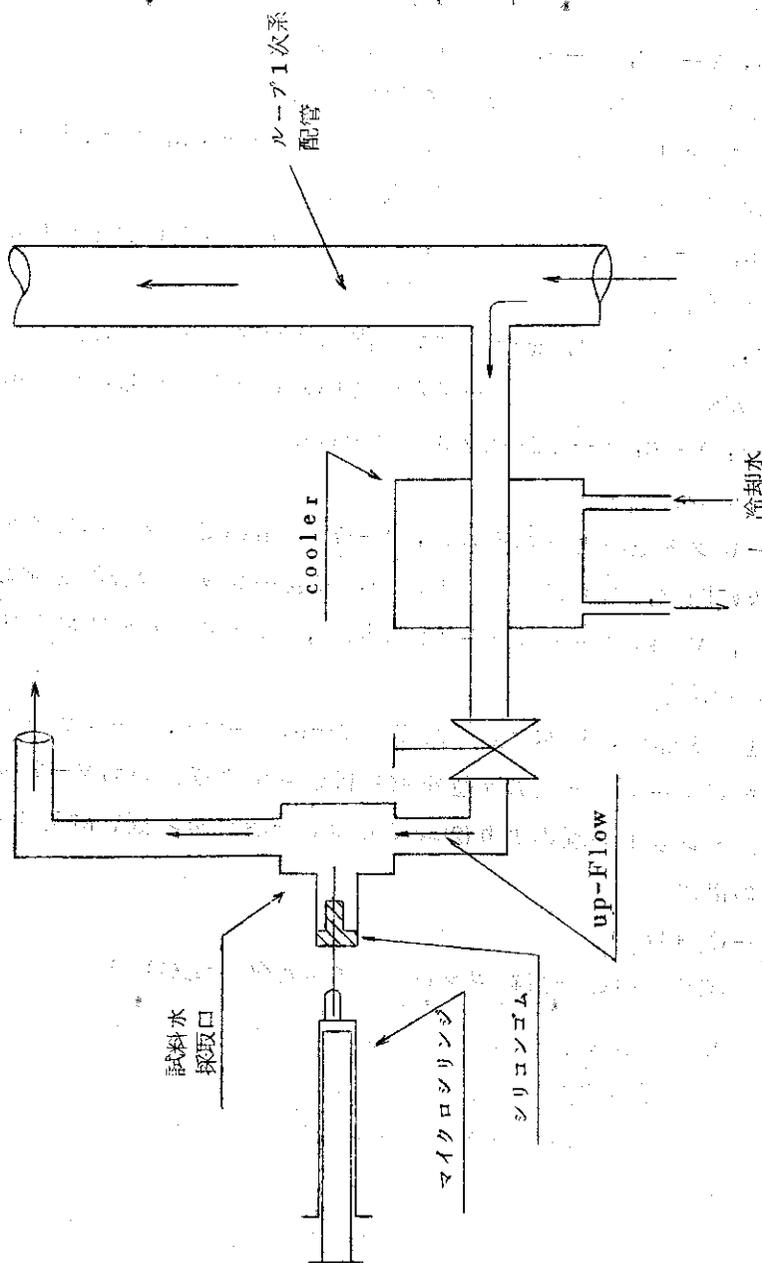


Fig. 3 試料水サンプリング装置

## (1) 原子炉一次冷却水中の全溶存ガス測定法

## 1. 装置

測定装置の概要を第1図に示す。

## 2. 測定操作

- ① 全バルブを閉じる。
- ② V-9, V-11, V-12 をあけ、アルゴンガスで残りの水を追い出す。  
終了後V-9 を閉じる。
- ③ V-6, V-10 をあけ、残りの水をアルゴンガスで追い出す。  
終了後V-11, V-12, V-6, V-10 を閉じる。
- ④ V-13, V-14 を開け、真空ポンプを起動する。  
 $10^{-1}$  mmHg に到達したら、真空ポンプを停止し、V-13, V-14 を閉じる。その後、  
V-15 を開け空気を真空ポンプ内に導入する。
- ⑤ V-22-270, V-1, V-10 を開け、配管内の不用の水(約500 ml)を流し去る。  
終了後V-10 を閉じる。
- ⑥ V-6 を開け、炉一次冷却水をサンプラー内にサンプリングする。  
圧力計の指示が炉一次系圧力と同一になっていることを確認し、圧力計指示を読み、  
記録後、V-1, V-6, V-22-270 を閉じる。
- ⑦ サミスター温度計指示を記録する。
- ⑧ 測定用ビューレット上部より水を入れ、V-7 を用いてゼロ目盛に水面を合わせる。
- ⑨ V-8 を徐々に開け、全開にする。全開後、ビューレットの読みを記録する。
- ⑩ V-8 を閉じ、V-9, V-11, V-12 を開け、試料水をアルゴンガスで排水する。
- ⑪ 終了後V-9 を閉じる。  
V-6, V-10 を開け、排水する。終了後V-6, V-10, V-12 を閉じる。
- ⑫ V-7 を開きビューレット内の水位をゼロ目盛まで下げたのちV-7 を閉じる。
- ⑬ 最後に、ビューレットの読みより(2)式によつて全溶存ガス量を計算する。

## 3. 全溶存ガス量の計算

$$T_V = K(E_X - C_W + D_G) \quad (1)$$

$T_V$  試料水中の全溶存ガス量 [ ml/l (H<sub>2</sub>O) ]

$E_X$  ビューレットの読み(大気圧) [ ml ]

$C_W$  水の圧力減少による体積変化量 [ ml ] (=2.1 ml)

$D_G$  試料水中の溶存ガス量 [ ml/l (H<sub>2</sub>O) ]

$K$  試料水 1 l への補正係数 0.94

$$T_V = 0.94(E_X + D_G) - 1.97 \quad (2)$$

( サンプリグ量 1063.8 ml,  $\frac{1000}{1063.8} = 0.94$  )

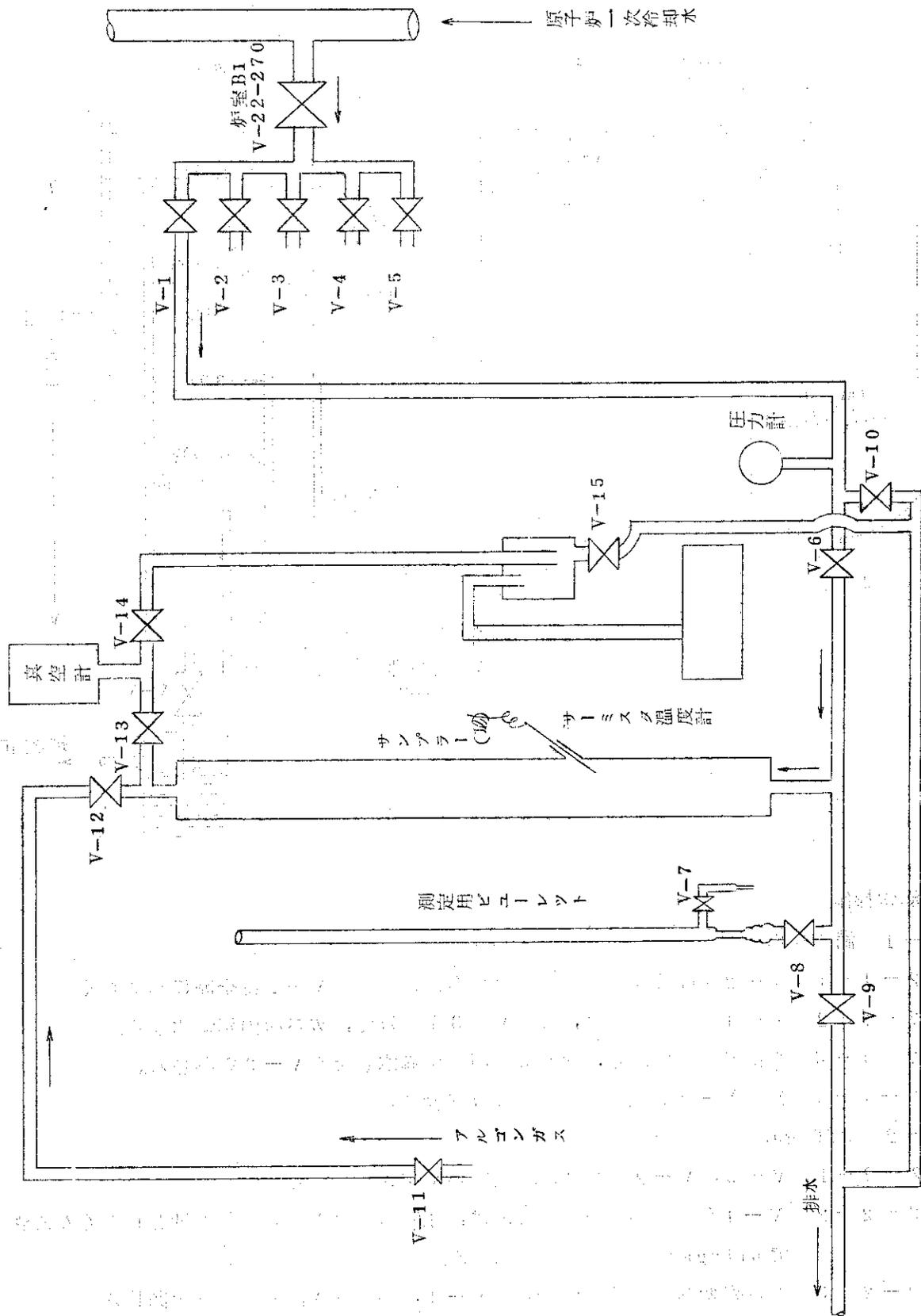
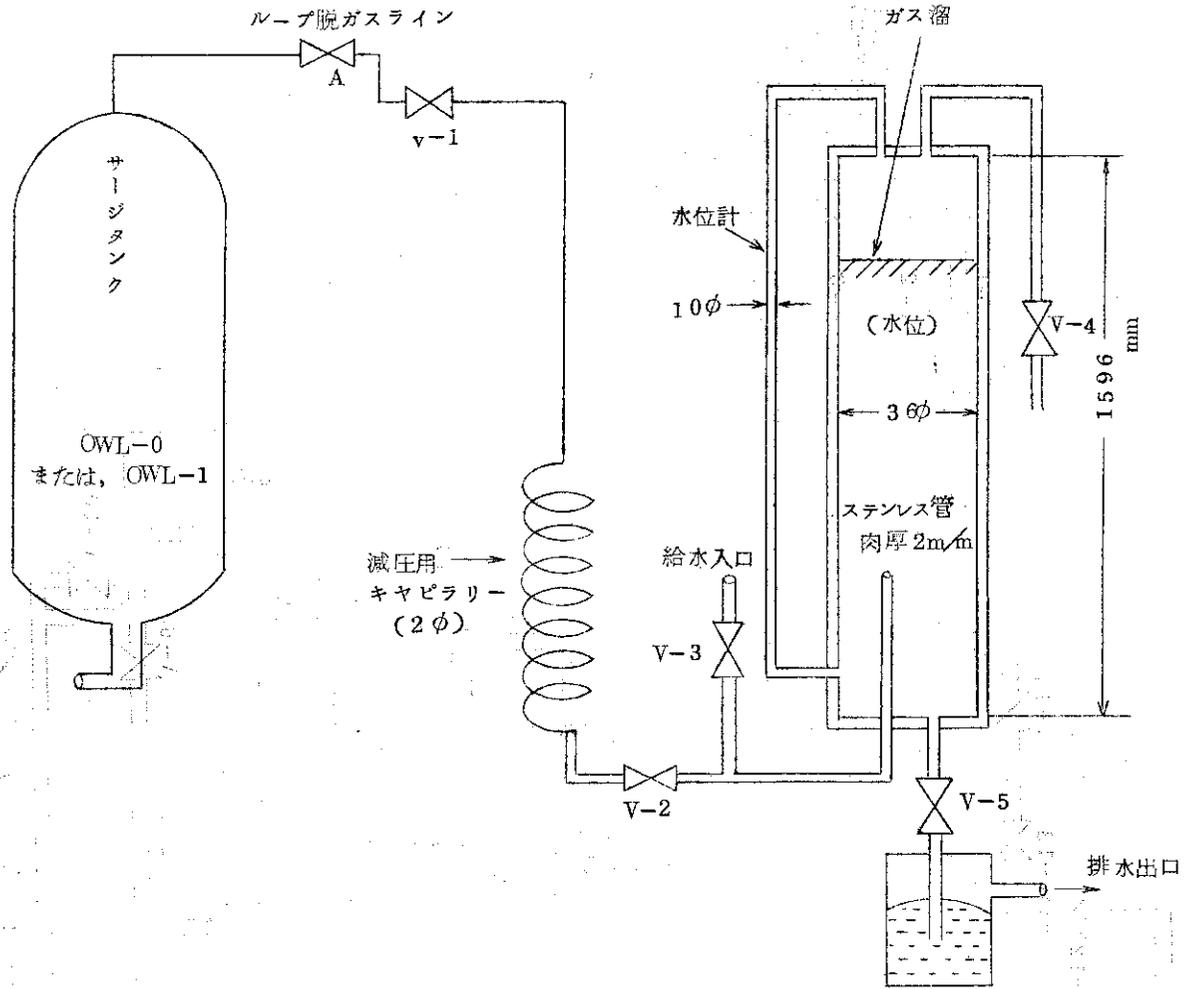


図-1 全溶存ガス測定装置

(2) Loop の off gas 量測定法

1. 装置の略図



2. 測定操作

2-1 満水操作

- 2-1-1 V-2を除くすべてのバルブを全閉にする。V-2は全開にしておく。
- 2-1-2 V-4バルブを開け、次にV-3を開けて、ガス溜内に給水する。
- 2-1-3 水位計を見ながら、水がガス溜内に満水したらV-3を閉じる。
- 2-1-4 次にV-4を閉じ測定準備が完了する。

2-2 off gas 量の測定

- 2-2-1 V-5, V-2を開ける。次にバルブAを開ける。
- 2-2-2 V-1を少しずつ注意深く開け、水位計を見ながら水位が変化しなくなるまで off-gas をガス溜に採取する。
- 2-2-3 水位が変化しなくなつたら、V-1, バルブA, のバルブを閉じる。V-2, V-5のバルブは常に全開にしておく。

- 2-2-4 水位計の変化分を讀取る。
- 2-2-5 次式よりループの off gas 量を計算によりもとめる。  

$$\text{off-gas 量 (ml)} = \text{水位の変化分 (cm)} \times [10.45 (\text{ml/cm})]$$
- 2-2-6 off-gas 量を測定中にガス溜内の水位がゼロ近くになつたら、(2-1)項の満水操作で、ガス溜内に給水する。

## (3) ベックマン溶存酸素計によるループ冷却水の溶存酸素濃度測定

## 1. 装置名 ベックマン溶存酸素計 777 型

## 2. 取扱の説明

## 2-1 センサー

- 2-1-1 キャップ、Oリング、古い薄膜を取りはずして古いKC1のゲルを水で洗い落とす。
- 2-1-2 指先か、湿つた薄い紙にクレンザーを少量とつて、陽極、陰極表面を完全に洗う。
- 2-1-3 水道水で洗つた後、純水で再び洗い、少量のKC1ゲルを、陽極、陰極表面にのせる。
- 2-1-4 新しいテフロン膜を注意深く、直接KC1ゲルの上にかぶせ、Oリングをはめこむ。
- 2-1-5 テフロン膜をきちんと切り整えて、余分なゲルはふきとり、キャップを取り付ける。
- 2-1-6 センサーケーブルのさし込みコネクターをアンプ背面の SENSOR INPUT と印されたソケットにさし込む。

## 2-2 目盛の校正

- 2-2-1 センサーをアンプに接続した直後は3~5分間ドリフトする。新しいセンサーは30分位ドリフトするので注意すること。
- 2-2-2 レンジスイッチをゼロにセットし、零点調整ツマミで指針をゼロに合わせる。
- 2-2-3 試料水温を測定し、その温度から空気を飽和した水に対する溶存酸素濃度を、図-1から求める。  
 水温が16℃以上の場合には、レンジスイッチを25%にして、メータースケール、0~10を見ながら、指針を、図-1から求めた値に合わせる。  
 水温が16℃以下の場合には、レンジスイッチと、メータースケールの関係表(表-1)から適当なものを選ぶ。

## 2-3 測定

- 2-3-1 センサーを図-2、図-3にしたがつて電極ホルダーにセットする。
- 2-3-2 ループの試料採取系のバルブを開け流量を約50ml/分に調整する。
- 2-3-3 適当なレンジを選び、その指針の振れから溶存酸素濃度を求める。測定にあつた

つては表-1を参照すること。

表-1 レンジスイッチと読み取りの関係

フルスケール (溶存酸素)	レンジスイッチ	読み取り (メータースケール)
0 ~ 25 ppm	5 %	0 ~ 25スケール
0 ~ 10 ppm	25 %	0 ~ 10スケール
0 ~ 40 ppm	100 %	(0~10スケール)×4

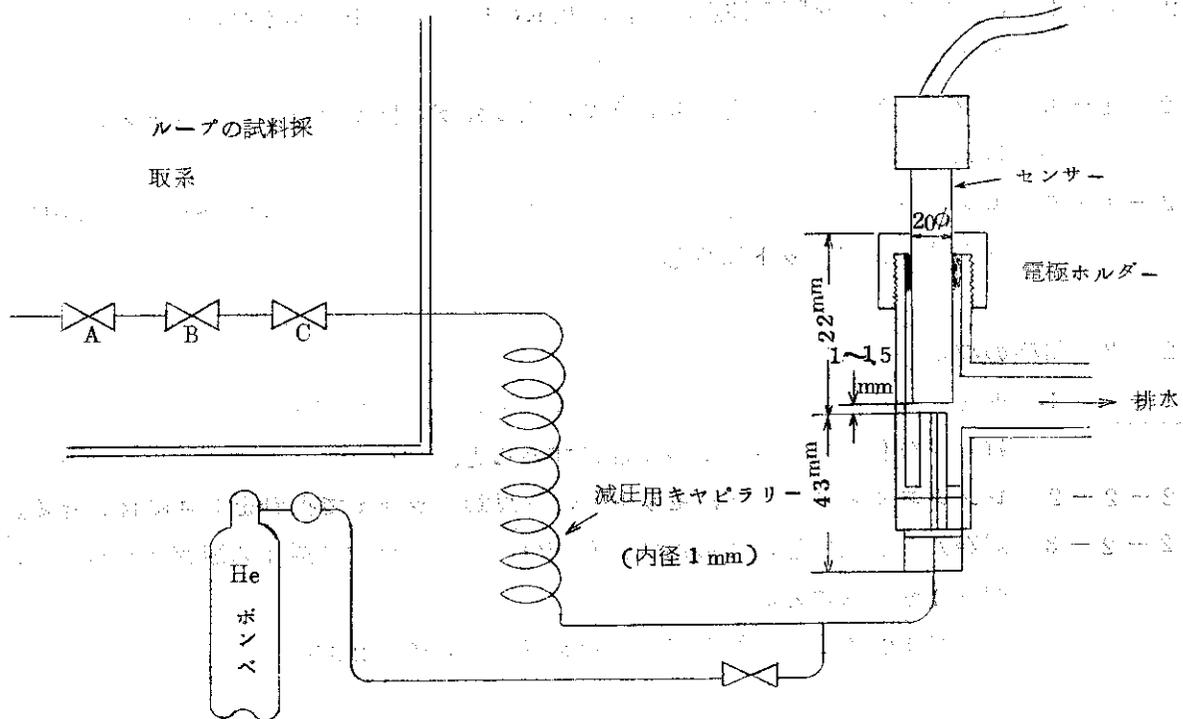
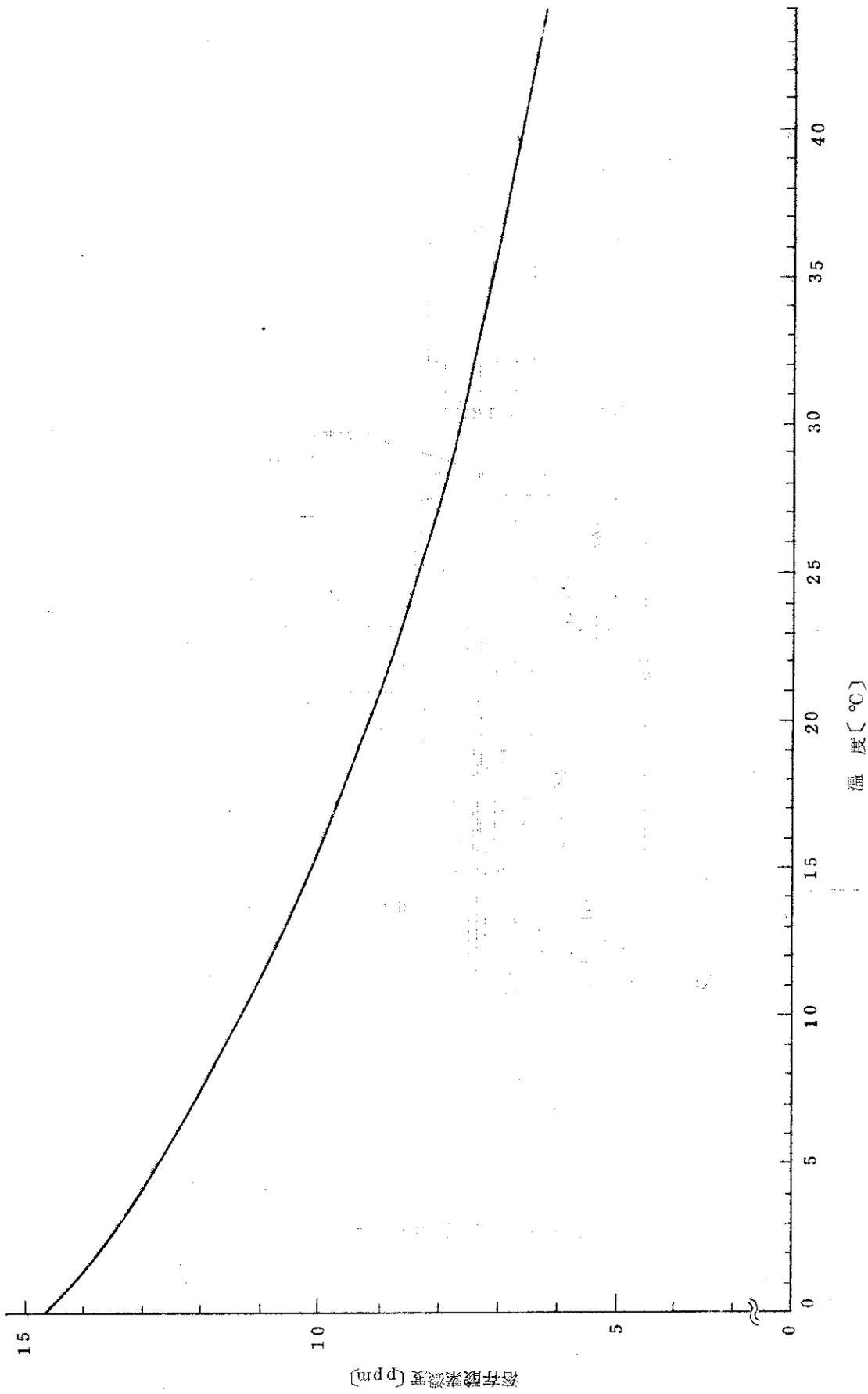


図-2 測定装置の略図



図一 1 大気中に於る空気飽和水の温度と溶存硫酸濃度の関係

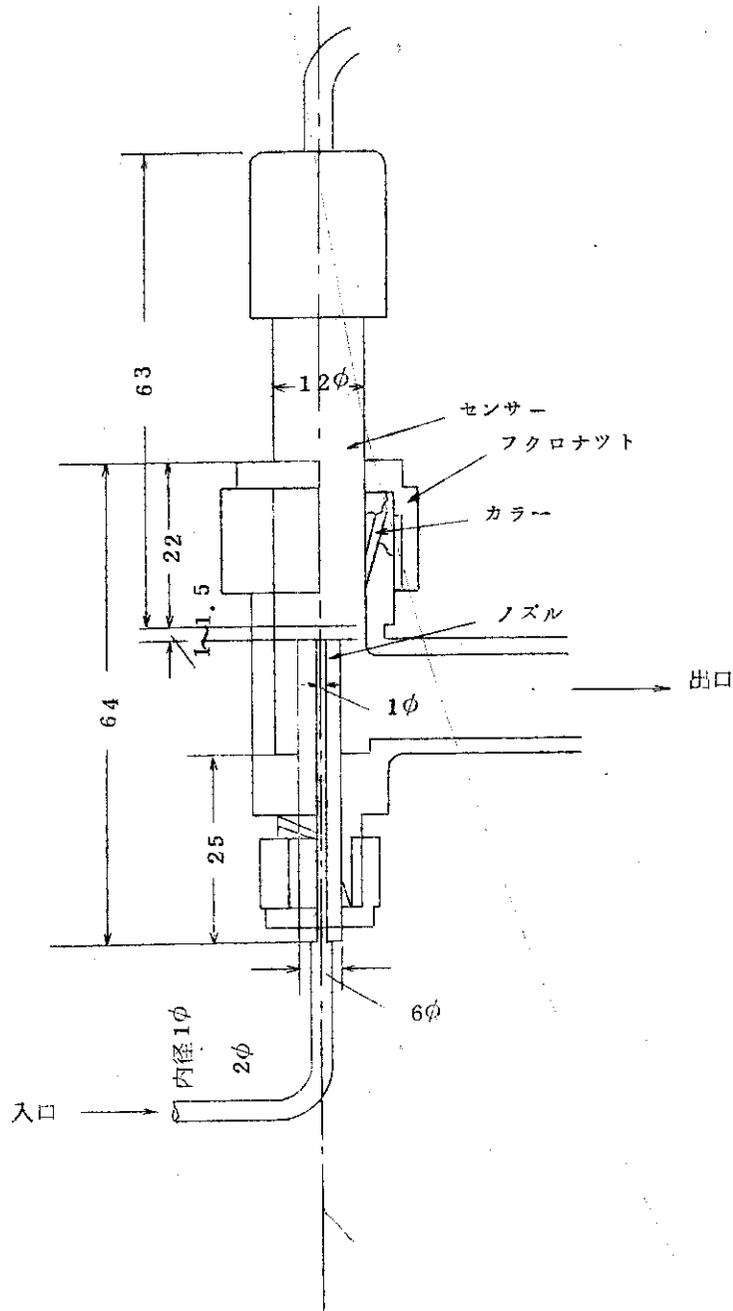


図-3 電極ホルダー

JAERI-M 4594

第 4 部 滴 定 法

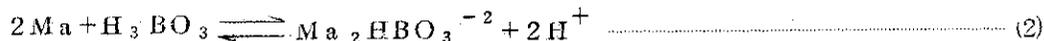
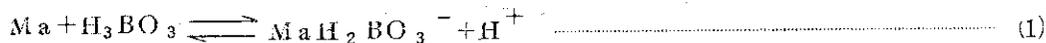
核種	B (JMTR ポイズンタンク内のボロン)
分析法	マンニット法
<p>この分析法はJMTR ポイズンタンク中のボロンの分析に適用する。</p> <p>(I) 分析操作</p> <p>ポイズンタンク水 5 mℓ</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 純水で 500 mℓ に希釈する。</li> <li>← この希釈水の 50 mℓ を他のビーカーに移す。</li> <li>← PH 7.0 ± 0.05 に調節する。(アンモニア水 or 塩酸) (注3)</li> <li>← マンニットの約 2.5 g を上皿天秤で秤量し加える。</li> <li>← N/10 NaOH 溶液で PH 7.0 ± 0.05 になるよう滴定する。(注1), (注2)</li> </ul> <p>空試験</p> <p>純水 50 mℓ を用いて, 上記操作を行なう。</p> <p>(II) ポイズンタンクのボロン濃度の計算法</p> $(B \text{ の濃度}) = (2.244) \cdot (N/10 \text{ NaOH の Factor}) \cdot (A - B) \text{ (mg/mℓ)}$ <p>A : 試料水の適定に要した N/10 NaOH の量 (mℓ)</p> <p>B : 空試験に用いた N/10 NaOH の量 (mℓ)</p> <p>規定上, ポイズンタンク内のボロン濃度は, 20 mg/mℓ 以上なければならない。</p>	
<p>(注1) 使用計器及び器具</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ マグネットスターラー</li> <li>・ PH 計</li> <li>・ 滴定装置</li> </ul> <p>(注2) N/10 NaOH 溶液の調整及び標定</p> <p>(A) 調製方法</p> <p>約 2 g の水酸化ナトリウムを上皿天秤を用いて採集しビーカーに移し 50 ~ 100 mℓ の純水を加えて溶解する。これを 500 mℓ メスフラスコに移し, 純水を加えてほぼ 500 mℓ にうすめ, 水酸化バリウム飽和溶液約 1 mℓ を加えて振りまぜる。</p> <p>なお, 2 ~ 3 滴を加えてみて, あたらしく沈澱が生ずるならば, 沈澱が生じなくなるまで追加する。</p> $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Ba}(\text{OH})_2 = \text{BaCO}_3 \downarrow + 2\text{NaOH}$ <p>この上澄液を静かにビュレットに移して使用する。</p> <p>(B) 標定方法</p> <p>スルファミンサン(NH<sub>2</sub> · SO<sub>3</sub>H) を用いて 1/10 N NaOH 溶液を標定する。スルファミン酸(デシケーター中に保存しておいたもの) 0.3 g 程度を正確に秤量しビーカーに移し, 純水約 50 mℓ 加え溶解する。この溶液を N/10 NaOH 溶液で PH 計を使用して中和滴定する。</p> $(N/10 \text{ NaOH の Factor}) = \frac{(\text{採取した NH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H のグラム数})}{(0.00971)(\text{滴定に要した N/10 NaOH (mℓ)})}$	

(注3) 中和滴定であるため、最初の試料水のpHを7とする。

注意事項

(1) 分析原理

マンニットはホウ酸 ( $H_3BO_3$ ) のみかけの強さ、すなわち、ホウ酸イオン塩基の安定度を増加する。今、マンニットをMaで示せば  $Ma_2HBO_3^{-2}$  イオンが生成するためである。

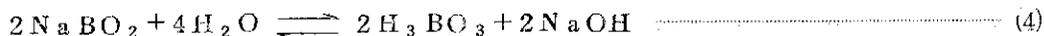
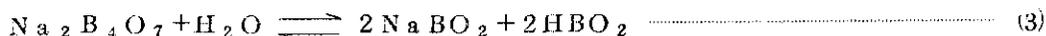


したがって、(1)、(2)の反応で生じた  $H^{+}$  イオンを  $1/10N$  NaOH で滴定する。次に、ポイズンタンクにはホウ砂 (Borax,  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ) が加えられている。ポイズンタンク内のホウ酸とホウ砂の混合割合は

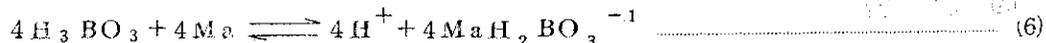
$$\begin{cases} H_3BO_3 & 363.9 \text{ kg (63.68 kg of B)}, \\ Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O & 374.9 \text{ kg (53.91 kg of B)} \end{cases}$$

である。

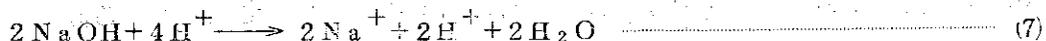
ホウ砂とマンニットの反応は、



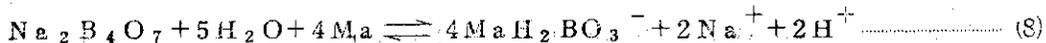
これにマンニットを加えると、



(4)式のNaOHと(6)式の  $H^{+}$  が反応して



したがって、近似的に(3)から(7)式までの正味の反応は、次式で表わされると考えられる。



しかし、これらの反応式が明確でないため、B濃度の計算式の定数を計算によつてもとめることが困難であるため、実験によつてもとめた。この値が2.244である。

(2) 維持すべきポイズンタンク内のボロン濃度

JMTR 1次冷却水中に注入された時のボロン濃度と、その吸収する負の反応度の関係は、核設計計算により、

1次冷却水中のボロン濃度	$2.2 \times 10^{19}$ ヶ/cm <sup>3</sup> of H <sub>2</sub> O
吸収する負の反応度	7.5% Δk/k
設置に関する書類記載の条件	-5% Δk/k 以上

となつている。したがつて、注入するポイズン液量  $2.88\text{m}^3$  , 1次冷却水体積を  $143.35\text{m}^3$  として、上記の条件を満足するポイズンタンク内のポロン濃度をもとめると、

$$(\text{ポロン濃度, mg/ml}) = (2.2 \times 10^{19}) \frac{(143.35)(10.82)(10^3)}{(2.88)(6.023 \times 10^{23})}$$

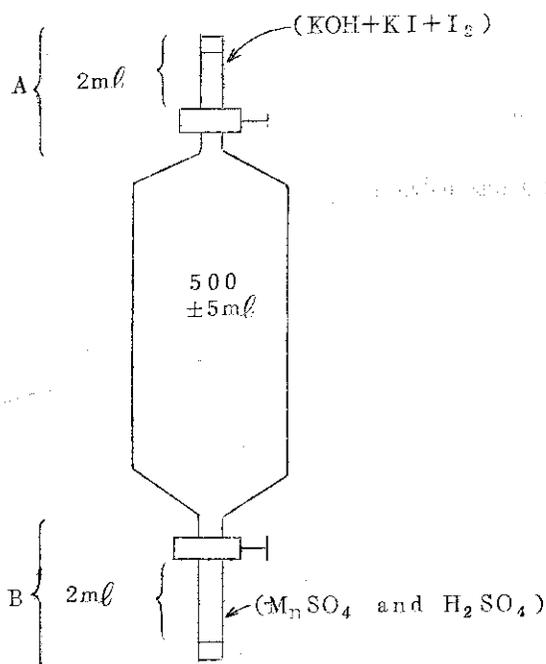
したがつて、

$$(\text{ポロン濃度, mg/ml}) \geq 19.8 \text{ mg/ml}$$

故に、ポイズンタンク内のポロン濃度は  $20 \text{ mg/ml}$  以上であればよい。

分析対象	溶存酸素
分析法	ウインクラ法 (JIS 法)

第1図 サンプルング容器



(注) 10ml のメスシリンダーを用意すること

(A) サンプルング操作

- (1) サンプルング容器に  $N_2$  ガスを満たす。
- (2) サンプルング容器を上に向け、出口にたにも接続しないで、下端にゴム管をつなぎサンプルングする。
- (3) 40~60 secで試料水が満たされるようにサンプルングする。

(B) 分析操作

- (1) A部の管内の水を切り、A部の最上部基線まで (KOH-KI-I<sub>2</sub>) 液を入れる。管内に気ホウがある時には銅線でこれを除く。
- (2) Aのコックを開き、Bのコックを少し開け下部基線まで (KOH-KI-I<sub>2</sub>) 液を入れる。
- (3) A, Bのコックを閉じ、A, Bの管内を純水で洗う。
- (4) Bの最上基線まで  $MnSO_4$  液を前と同じ操作で入れる。
- (5) A, Bの管内を純水で洗い、次に容器を振つて、検水を十分に混

ぜる。こののち5分間放置する。(十分反応させるため)

- (6) Bより  $H_2SO_4$  (3+1) を入れ (2ml) 再び完全に混ぜる。
- (7) 空試験用サンプルング水について
  - (7-1) Aより (KOH-KI-I<sub>2</sub>) 液を入れる。
  - (7-2) Bより最初に  $H_2SO_4$  (3+1) を入れ、次に  $MnSO_4$  液を入れて十分に混ぜる。
- (8) 以上の分析操作をサンプルング後15分以内に行なう。
- (9) Aより検水を4~10mlメスシリンダ (10ml) にすて、その量を記録する。
- (10) 残りの検水をビーカーに移し、0.005Nの ( $Na_2S_2O_3$ ) 液で滴定する。

(C) 計算式

$$(O_2 \text{ ppm}) = \frac{16000N(S-B)}{V_S + V_B} - 0.0104$$

$V_S$  = 検水の容量 (ml) , 滴定前に容器からメスシリンダにすてた容量を

さし引いたもの。

$V_B$  = 空試験用検水の容量 (mℓ)

$N$  = チオ硫酸ナトリウム溶液の規定濃度 (通常は  $N/200$ )

$S$  = 検水の滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液の mℓ 数

$B$  = 空試験用検水の滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液の mℓ 数

分析対象	Mg
分析法	キレート滴定法
分析操作	
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">試料水 100 mℓ</div> <ul style="list-style-type: none"> <li>— 2N 水酸化ナトリウム溶液または 2N 塩酸で中和する。</li> <li>— 5% シアン化カリウム溶液を 2～3 滴加える。</li> <li>— 緩衝液 2 mℓ 加える。(注 1)</li> <li>— BT 指示薬 2～3 滴加える(注 2)</li> </ul> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-top: 5px;">EDTA 標準溶液で滴定する。(注 3, 注 4)</div> <p style="text-align: center;">0.01M EDTA 1 mℓ = 0.243 mg Mg</p>	
適用範囲	0.1 ppm (0.01M EDTA 標準液の場合)
<p>(注 1) 緩衝液 (PH10)</p> <p>塩化アンモニウム 67.5 g を酸アンモニア水 570 mℓ に溶解し純水を加えて 1 ℓ とする。</p> <p>(注 2) EBT 指示薬</p> <p>エリオクロムブラック T (EBT) 0.5 g と塩酸ヒドロキシルアミン 4.5 g をメタノールに溶解して 100 mℓ とする。(1 年間保存可能) 褐色瓶に保存。</p> <p>(注 3) 0.01M EDTA 標準液</p> <p>0.01M 溶液 EDTA ニナトリウム塩(二水塩)</p> <p>3.723 g を純水にとかして全量を 1 ℓ とする。</p> <p>(注 4) 終点の変色は赤→青に変色, 完全に赤味のなくなつた点を終点とするが, 終点付近における変色はおそいので滴定はゆつくり行い。</p>	
注意事項	
<p>1) 0.01M EDTA 標準液を用いる場合には金属イオンの電荷に関係なく, つぎの当量関係が成立つ。</p> $0.01M \text{ EDTA 溶液 } 1 \text{ mℓ} = 10 \text{ g}^{-5} \text{ 原子の金属} = \frac{\text{原子量}}{100} \text{ mg}$ <p>2) Mg<sup>2+</sup> と EDTA の反応は PH10 付近においてのみ定量的にすすみ, EBT 指示薬の Mg<sup>2+</sup> に対する変色も PH10 付近においてのみおこる。</p> <p>3) マスキング</p> <p>Ba<sup>+</sup>, Sr<sup>+</sup> が存在する場合は炭酸アンモニウムを加えて炭酸塩として沈澱除去する。</p> <p>Cd<sup>+</sup>, Zn<sup>+</sup>, Fe<sup>+</sup>, Cu<sup>+</sup>, Ni<sup>+</sup>, Co<sup>+</sup> はシアン化カリウムでマスキングする。Cu<sup>+</sup>, Co<sup>+</sup>, Ni<sup>+</sup>, Fe<sup>+</sup> などは微量存在しても指示薬の変色を妨害する。微量の場合は指示薬を加える前に 5% 硫黄ナトリウム溶液 2～3 滴を加える。多い場合はシアン化カリウムまたは BAL を用いる。</p> <p>BAL (British-Anti-Lewisite) は次の構造をもつ。</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{SH} \\   \\ \text{CHSH} \\   \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	

分析対象	硬度
分析法	キレート滴定法
分析操作	
1. 全硬度	
試料水	100mℓ
← 250mℓ三角フラスコにとる。 ← 2N 水酸化ナトリウムまたは2N 塩酸で中和する。 ← 10% シアン化カリウム溶液を2~3滴加える。 ← 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液2mℓを加える。(注1) ← EBT 指示薬0.3~0.5mℓ加える。(注2) ← 0.01M EDTA溶液で滴定し、赤味が消えるときを終点とする。(注3) $0.01M \text{ EDTA } 1mℓ = 0.561mg \text{ CaO}$ $= 1.001mg \text{ CaCO}_3 \quad (\text{注5})$	
2. カルシウム硬度	
試料水	100mℓ
← 250mℓ三角フラスコにとる。 ← 2N 水酸化ナトリウムまたは2N 塩酸で中和する。 ← 8N 水酸化カリウム溶液4mℓを加えて、3~5分間放置する。 ← 10% シアン化カリウム溶液および10% 塩酸ヒドロキシルアミン溶液をおの おの0.5mℓ加える。 ← 約0.1gのNANA 指示薬を加える。(注4) ← 0.01M EDTA 溶液で滴定する。終点の変色は赤→青。(注3) $0.01M \text{ EDTA } 1mℓ = 0.561mg \text{ CaO}$ $= 1.001mg \text{ CaCO}_3 \quad (\text{注5})$	
3. マグネシウム硬度	
マグネシウム硬度 = 全硬度 - カルシウム硬度	
注1) 塩化アンモニウム-アンモニア緩衝液 塩化アンモニウム ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 67.5g をアンモニア水 ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 570mℓ に溶かし、純水で全量を1ℓとする。 この溶液はよく密栓して保存する。	
注2) EBT 指示薬 エリオクロムブラックT ( $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_7\text{N}_3\text{SNa}$ ) 0.5g をメチルアルコール100mℓ に溶かす。 この溶液は、かつ色ビンに密栓して保存する。	
注3) 0.01M EDTA 溶液 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム [ $(\text{CH}_2\text{COO})_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}-(\text{CH}_2\text{COO})_2\text{H}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] を80℃ で約5時間乾燥しデシケーター中で放冷したのち、その100% にたいして3.722gをはかりとり、純水に溶かしてメスフラスコ1ℓに入れ、純水で全量を1ℓとする。	

注4) NANA 指示薬

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 0.5 g と硫酸ナトリウム(無水)約 50 g を均一になるまでよくすりつぶす。

注5) 水 100 ml 中に酸化カルシウムとして 1 mg を含むとき 1 度という。

分析対象	水中の有機物
分析法	酸性酸化法
分析操作	<p>試料水 100 mℓ</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>← 300 mℓの三角フラスコに採取する。</li> <li>← (1:3)硫酸10 mℓおよびN/80 過マンガン酸カリウム標準液5 mℓを加える。(注1)(注2)</li> <li>← 10分間加熱する。</li> <li>← N/80 シュウ酸ナトリウム標準液5 mℓを加えて、ただちに過マンガン酸カリウム標準液で逆滴定する。(注3)</li> <li>← うすい紅色を呈する点を終点とする。</li> </ul> <p>同一操作で空試験を行う。</p> <p>酸素消費料(O, ppm)は次式により計算する。</p> $O(\text{ppm}) = (a - b) \times F$ <p>a: 試料水の滴定に使用した過マンガン酸カリウム溶液のmℓ数  b: 空試験の滴定に使用した過マンガン酸カリウム溶液のmℓ数  F: 過マンガン酸カリウム標準液のファクター</p> <p>(注1)(1:3) 硫酸溶液  水3容に硫酸1容をかきまぜながら徐々に加えたのち、うすい紅色を呈するまでN/40 過マンガン酸カリウム溶液を加える。</p> <p>(注2) N/80 過マンガン酸カリウム標準液  過マンガン酸カリウム(KMnO<sub>4</sub>)約0.42gをフラスコに入れ水約1050mℓに溶かし、1~2時間静かに煮沸し、1夜暗所に放置したのち上澄み液をガラス濾過器3G4あるいはガラス綿で濾過する。これを30分間蒸気洗浄した着色ビンに入れ暗所に保存する。</p> <p>N/80 過マンガン酸カリウム標準液の標定  300mℓの三角フラスコに試料水100mℓを取り、(1:3)硫酸10mℓを加えこれにN/80シュウ酸ナトリウム溶液10mℓを正しく加え60~80℃に保ちながら過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。別に純水100mℓに硫酸(2:1)10mℓを加えたものについて空試験をして滴定値を補正する。補正された滴定値を(mℓ)とすると、過マンガン酸カリウム標準液のファクター(F)は</p> $F = \frac{10}{X}$ <p>で算出される。</p> <p>(注3) N/80 シュウ酸ナトリウム標準液  標準試薬のシュウ酸ナトリウム(Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)をあらかじめ150~200℃に40~60分間加熱し、流線デシケーター中で放冷したのち</p>

$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  0.8375 g を正確にはかり、純水に溶かしてメスフラスコ 1ℓ に入れ、純水で全量を 1ℓ とする。  
この溶液 1 ml は、酸素 0.1ml に相当する。

注意事項

1) 酸素消費量

酸素消費量は、水中の被酸化物質、主として有機物によつて消費される酸素の量である。

2) 妨害物質

本法は、Cl イオンが 200 ppm 以下の試料水に適している。

第 5 部 原 子 吸 光 分 析 法

## 1. 装 置

日本ジャーレルアツシユ社製，原子吸光分析装置，AA-1 型。

## 2. 原子吸光分析装置の作動方法

## I ホローカソードランプ電源

- (1) 分析目的元素のランプを光軸上にセットし，マスタースイッチ“MASTER”をONにする。
- (2) 電流調整ダイヤル“POWER ADJ”の目盛が0になつてゐることを確かめてから“OPERATE”スイッチをONにする。
- (3) 電流調整ダイヤルを回転させ電流計をみながらランプの使用電流値に合せる。

## II 増巾器および高圧電源

- (1) “POWER”スイッチをONにする。
- (2) “H.V”スイッチをONにする。
- (3) “H.V”スイッチの上部のスイッチを“H.V”側にたおしメーターの“H.V”の読みが450VになるようにH.Vダイヤルを廻す。
- (4) “GAIN”の目盛を10にする。
- (5) “DAMPING”を1に設定する。

## III 波長の設定

- (1) 分光器のカウンターを分析線の波長に合せる。
- (2) 分光器のシャッターを開く。
- (3) メーターをみながらカウンターをゆつくり左右にまわしその間でメーターがいちばんよく振れるところで，固定する。
- (4) シャッターを閉じ“ZERO”ダイヤルでメーターの位置を吸光率100%にする。
- (5) (4)の操作を2回繰り返す。

## IV 燃焼ガスの調整

- (1) H<sub>2</sub> ボンベに取り付けたゲージの2次圧を3 kg/cm<sup>2</sup> Gにする。
- (2) 空気コンプレッサーの出口圧を2 kg/cm<sup>2</sup> Gにする。
- (3) 本体の水素のストップコックを開きニードルバルブで圧力を0.7 kg/cm<sup>2</sup> Gに設定しストップコックを切る。
- (4) 空気のストップコックを開き1.0 kg/cm<sup>2</sup> Gに設定しストップコックを切る。

## V 測 定

- (1) 空気，水素の順にストップコックを開き点火する。
- (2) 記録計のペンをみながら“GAIN”ダイヤルで吸光率0%に合せる。
- (3) シャッターを閉じペンの位置を吸光率100%にする。
- (4) シャッターを開きブランク，標準液数点，ブランク，試料，そしてブランクを噴霧し測定を行なう。
- (5) 炎を消す時は水素，空気の順にストップコックを閉じる。

## VI 終 了 時

- (1) 蒸留水を噴霧して、キャピラリーを洗う。
- (2) ホローカソードランプの電流をダイヤル0にして電源を切る。
- (3) 高圧電源、増巾器、チョッパの電源を切る。
- (4) 燃焼ガス系を閉じる。

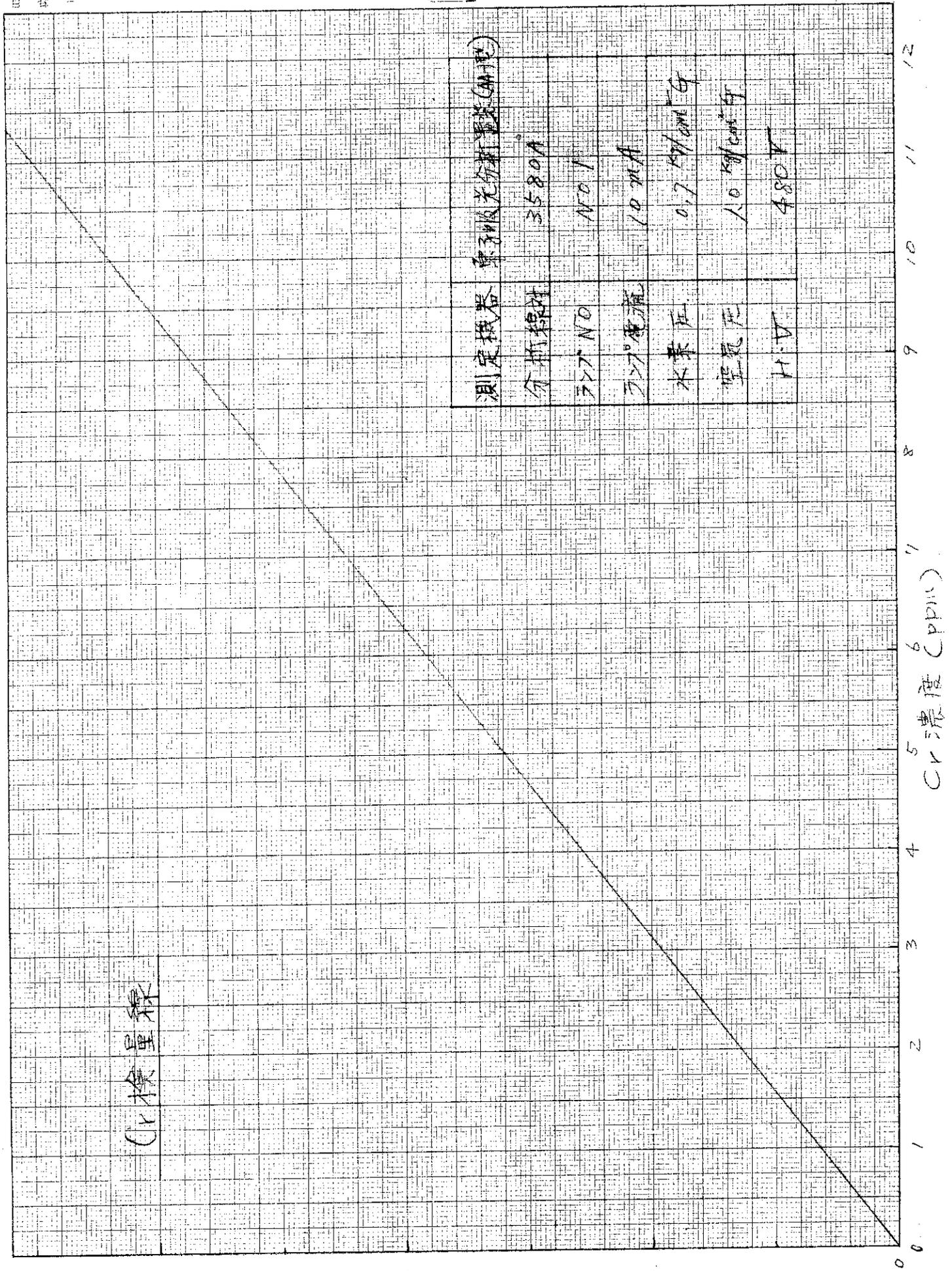
### 3. 原子吸光分析装置のホローカソードランプの種類、最大電流値と、使用電流値

ホローカソードランプ		最大電流値	使用電流値
No 1	Cr, Fe, Mn, Ni,	30 mA	10 mA
No 2	Cu, Zn, Pb, Cd,	12 mA	3 mA
No 3	Na, K,	12 mA	3 mA
No 4	Cu, Zn, Mo, Co,	15 mA	10 mA
No 5	Ca, Mg, Al,	20 mA	10 mA
No 6	Fe, Cu, Mn,	20 mA	10 mA

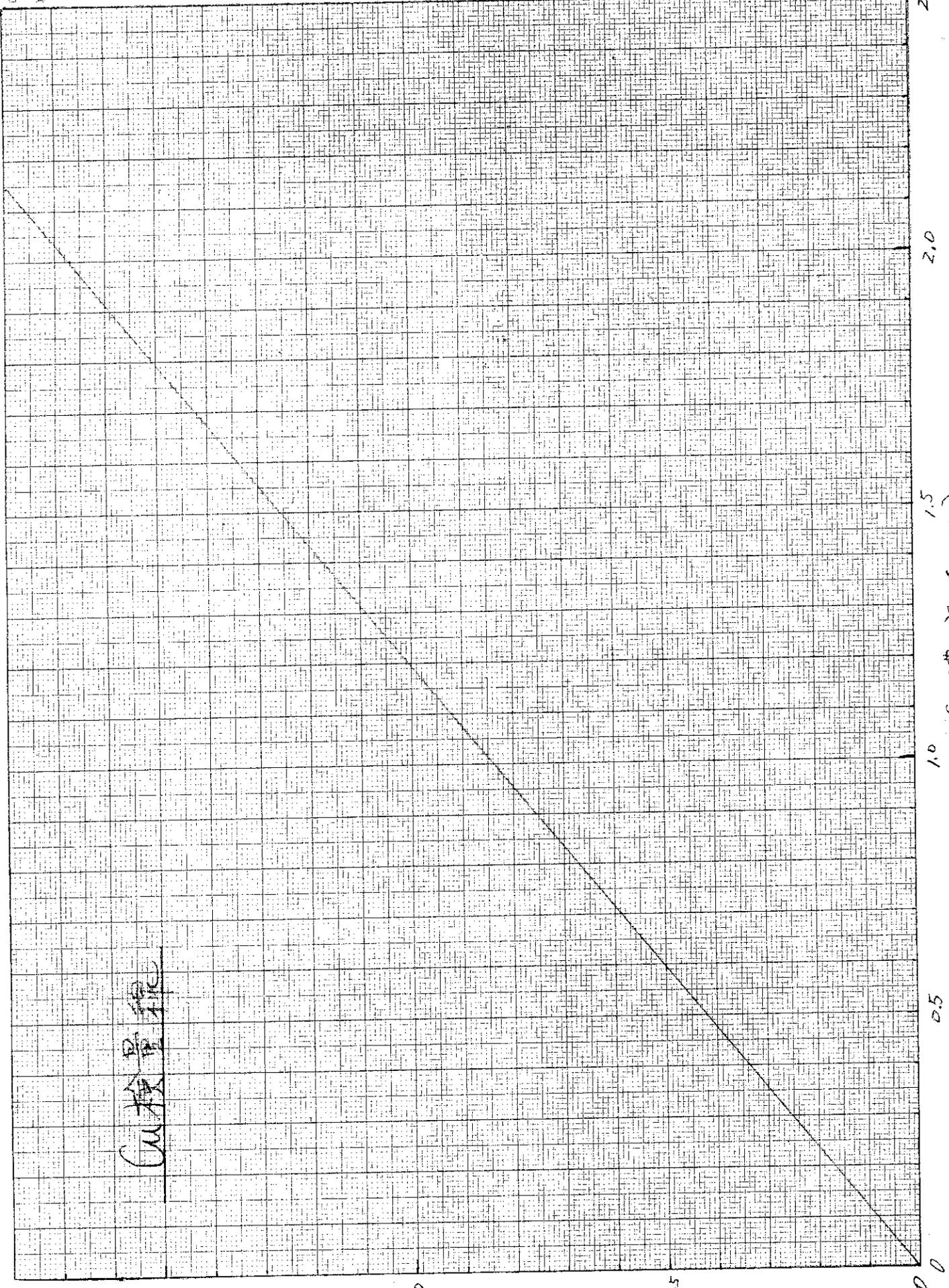
### 4. 各々の元素の分析線と検出限界

元素記号	分析線	検出限界
	[Å]	[ppm]
Al	3962	0.5
Ca	4227	0.02
Cd	2288	0.01
Co	2407	0.05
Cr	3579	0.2
Cu	3247	0.01
Fe	2483	0.05
K	7665	0.005
Mg	2852	0.006
Mn	2795	0.025
Mo	3133	0.1
Na	5890	0.002
Ni	2320	0.03
Pb	2833	0.1
Zn	2139	0.005
Sr	4607	0.05

Cr 檢量線



測定機器	電子線分光計 (MPE)
分析標本	3580A
327 NO	NO 1
327 電流	10 mA
水素圧	0.7 kg/cm <sup>2</sup> G
窒素圧	1.0 kg/cm <sup>2</sup> G
A.V	480 V



Cu検量線

吸光度

Cu濃度 (ppm)

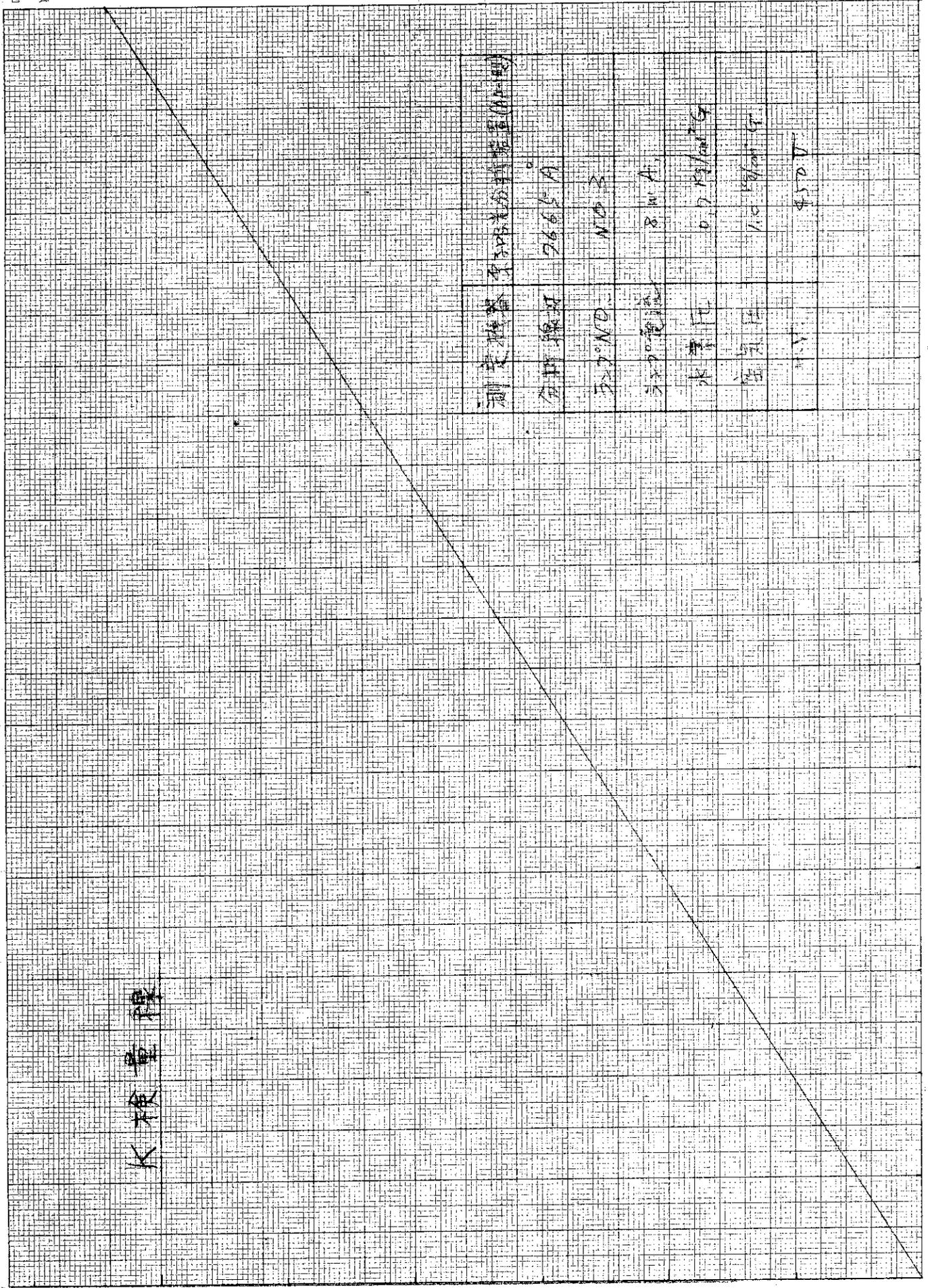
Fe 檢量線

吸光度

Fe 濃度 (ppm)

測定機器	紫外吸收分析裝置 (AA-10)
分析程序	2486 Å
試液	No. 1
試液電流	1.0 mA
水素圧	0.7 kg/cm <sup>2</sup>
空気圧	1.0 kg/cm <sup>2</sup>
H.V.	450 V

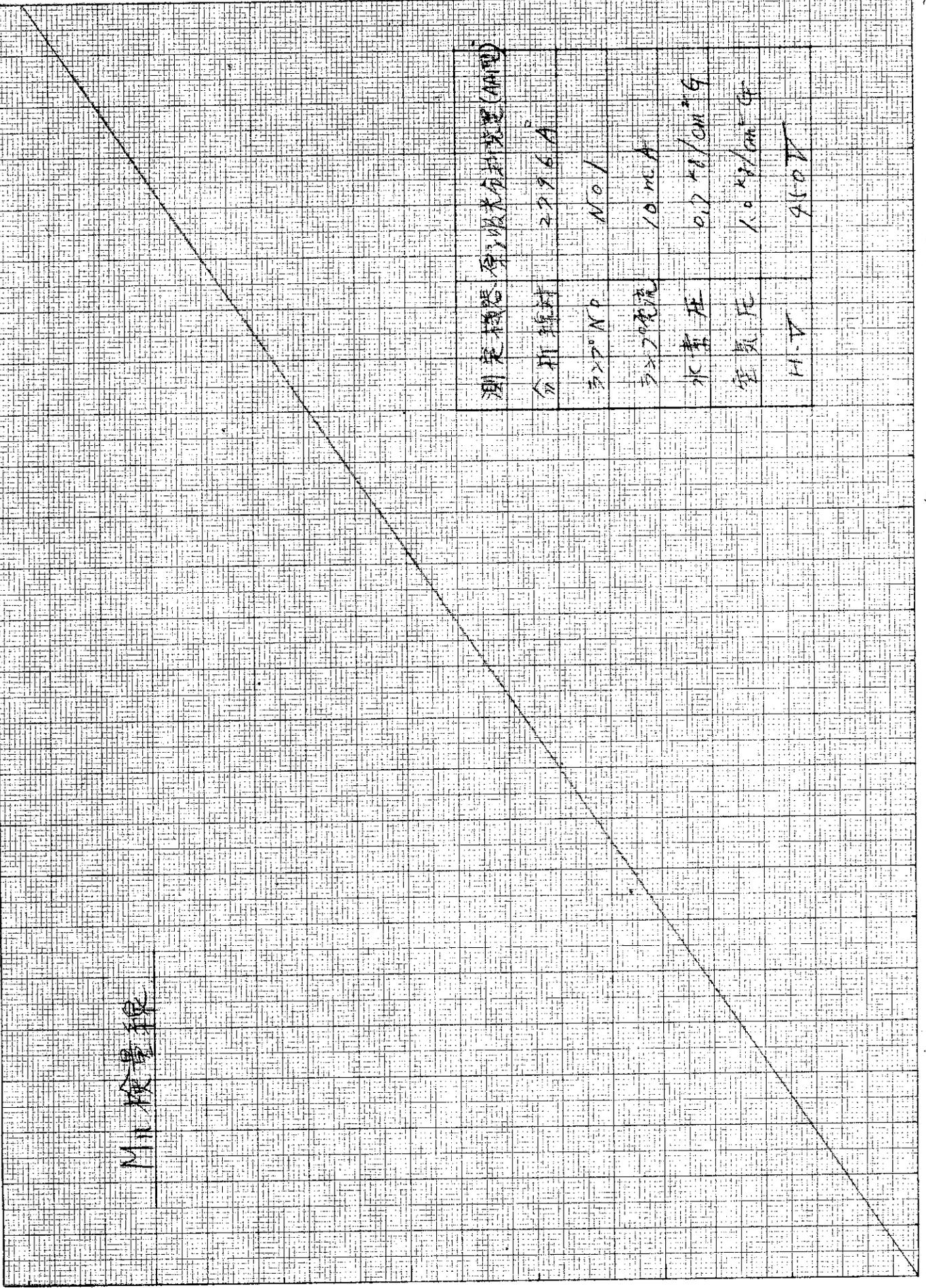
K検査線



吸光度

K濃度 (ppm)

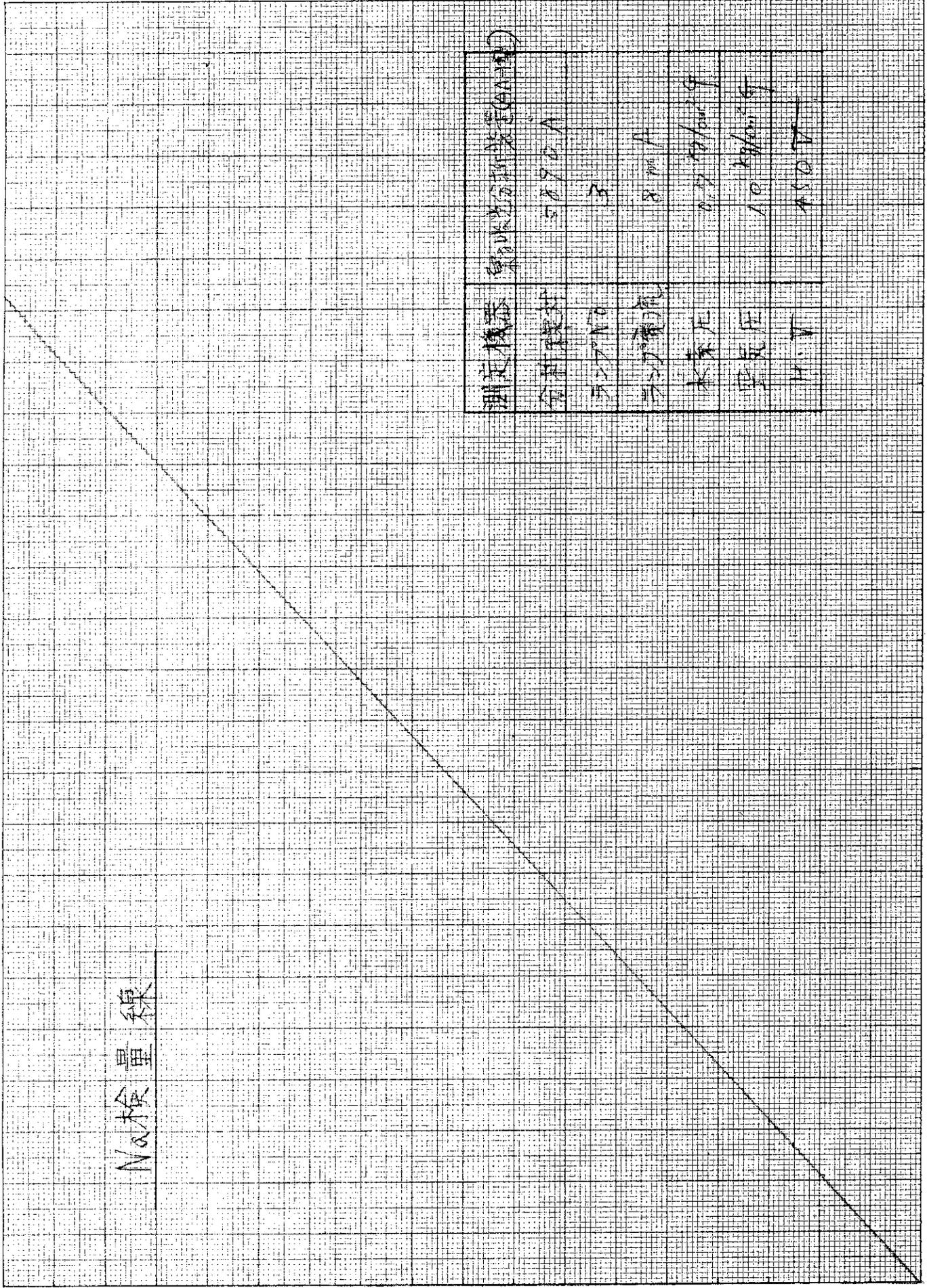
Mn 檢量線



Mn 濃度 (ppm)

吸光度

# Na 檢量線



測定機器	測定液濃度 (ppm)
分注機	5.790 A
3000V	3
3000V	8 ppm
水素	0.19/0.29
電圧	10 kV/cm <sup>2</sup>
M.V	ASOT

吸光度  
601

Ni 檢量線

測定機器	原子吸收分光光度計
分析標準	2322 A
試液濃度	100 /
試液體積	100 μl
水養液	0.1 mg/ml G
空空白	10 mg/ml G
H.V	450 V

0 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0

Ni 濃度 (ppm)

第 6 部 炎 光 光 度 法

分析対象	Ca		
分析法	炎光光度法		
分析操作			
<table border="1" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 15%;">試料水</td> <td style="width: 15%;">10 mℓ</td> </tr> </table> <p>← 15 mℓの試料皿に移す。</p> <p>← 炎光光度計にアンチモン光電管とCa フィルターを取り付ける。 電源を入れ、20~25分間ウォーミングアップしながらコンプレッサーを可動し、空気圧を1.8 kg/cm<sup>2</sup>G に調節すを。 プロパンガスを放出して点火する。点火後、バーナーの先端から白色の炎が0.5 cm 位出るように調節する。</p> <p>← shutter を閉じたまま、zero adjust で0 調節を行なう。shutter を開いて、標準試料(250 ppm)を燃焼させながら、slit を8 付近にして、slit と sens. adjust の両方で、メーターの指示を100% に合わせる。この操作を2~3 回繰り返す。</p> <p>← 蒸留水を吸入させ、洗浄し、指示が安定するまで続ける。(この時の値が back ground である。)</p> <p>← 試料水を吸入させ、測定する。この値から back ground を引き、検量線より濃度を求める。</p>		試料水	10 mℓ
試料水	10 mℓ		
適用範囲	5~240 ppm		
注意事項			
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 測定する時、指針が振らつく(炎の振らつきのため)ので、その指示値の平均値をとる。</li> <li>2) 測定毎に純水で洗浄する。</li> <li>3) 標準試料(Ca の250 ppm)にCaCl<sub>2</sub>・H<sub>2</sub>O を使用する。</li> </ol>			

分析対象	K		
分析法	炎光光度法		
分析操作			
<table border="1" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 150px;">試料水</td> <td style="text-align: right;">1.0 ml</td> </tr> </table> <p>← 1.5 mlの試料皿に移す。</p> <p>← 炎光光度計にセシウム光電管とKフィルターを取り付ける。</p> <p>電源を入れ、20~25分間ウォーミングアップしながらコンプレッサーを可動し、空気圧を1.8 kg/cm<sup>2</sup> Gに調節する。</p> <p>プロパンガスを放出して点火する。</p> <p>点火後、バーナーの先端から白色の炎が0.5 cm位出るように調節する。</p> <p>← shutter を閉じたまま、zero adjustで0調節を行なう。</p> <p>shutter を開いて、標準試料(10 ppm)を燃焼させながら、slit を2付近にし、slit とsens. adjust の両方で、メーターの指示を100%に合わせる。</p> <p>この操作を2~3回繰り返す。</p> <p>← 純水を吸入させ、洗浄し、指示が安定するまで続ける。(この時の値がback groundである。)</p> <p>← 試料水を吸入させ、測定する。この値からback groundを引き、検量線より濃度を求める。</p>		試料水	1.0 ml
試料水	1.0 ml		
適用範囲	0.2~10.0 ppm		
注意事項			
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 測定する時、指針が振らつく(炎の振らつきのため)ので、その指示値の平均値をとる。</li> <li>2) 測定毎に純水で洗浄する。</li> <li>3) 標準試料(Kで10 ppm)にKClを使用する。</li> </ol>			

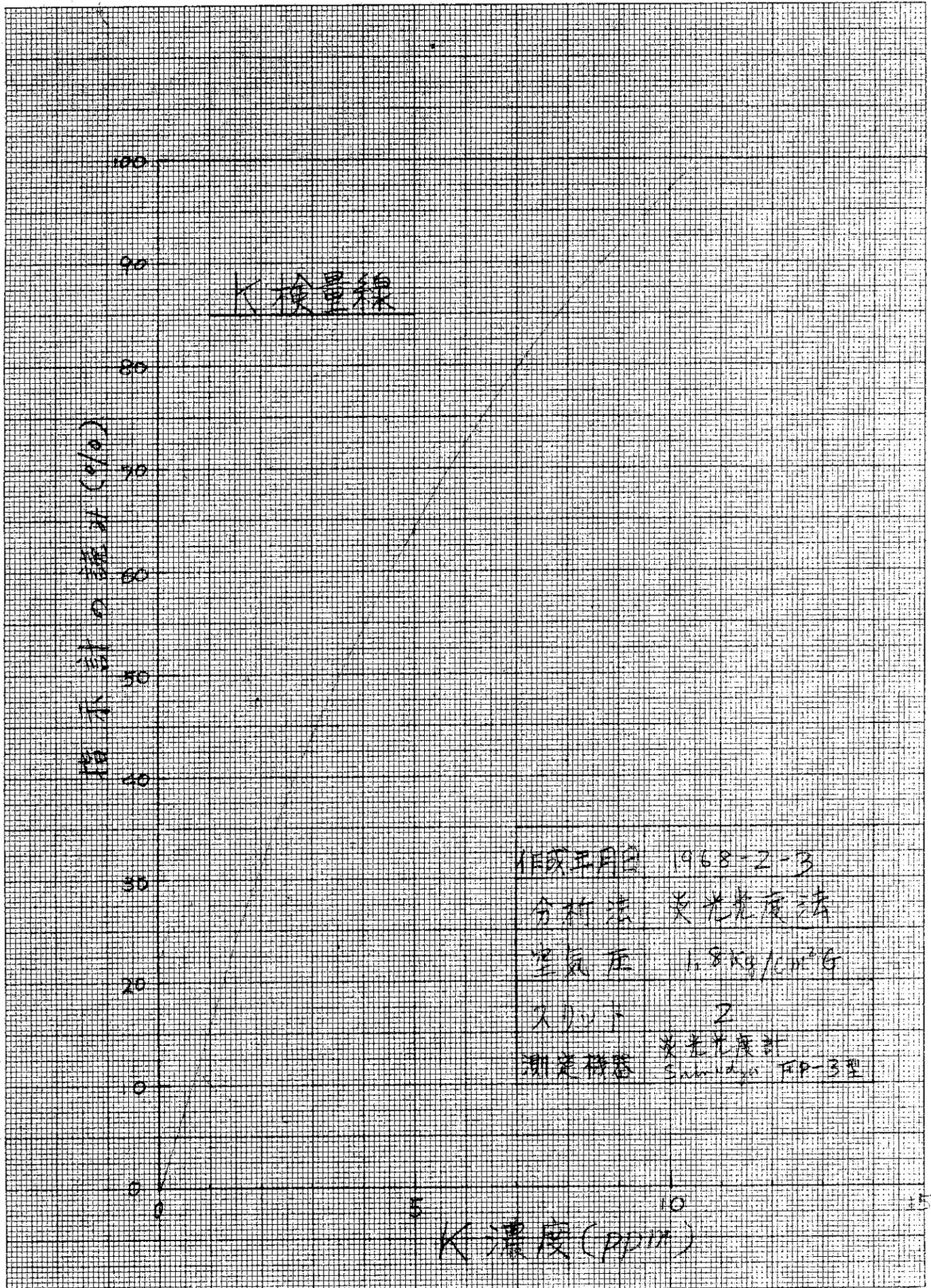
100  
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

指示計の読み (%)

# Ca 検量線

作成年月日 1967-12-5  
 分析法 蛍光光度法  
 空気圧 1843/cm<sup>2</sup>-G  
 文部省 〇  
 測定機名 蛍光光度計  
 3000000000 TP-3型

Ca 濃度 (ppm)

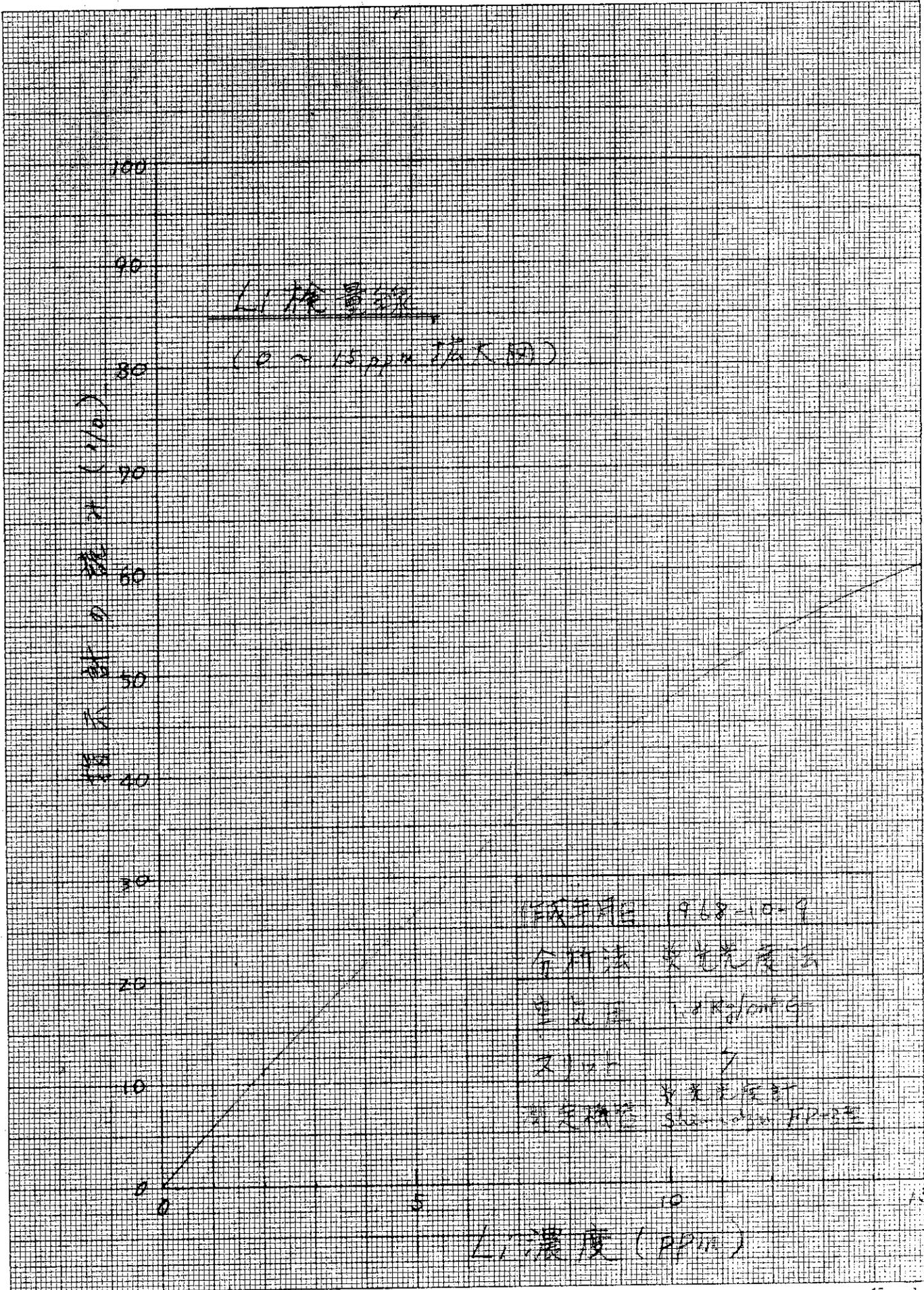


作成年月日 1968-2-3  
 分析法 荧光光度法  
 窒气压 1.8 kg/cm<sup>2</sup>G  
 又以下 2  
 測定機器 荧光光度計  
 Shimadzu FP-3型

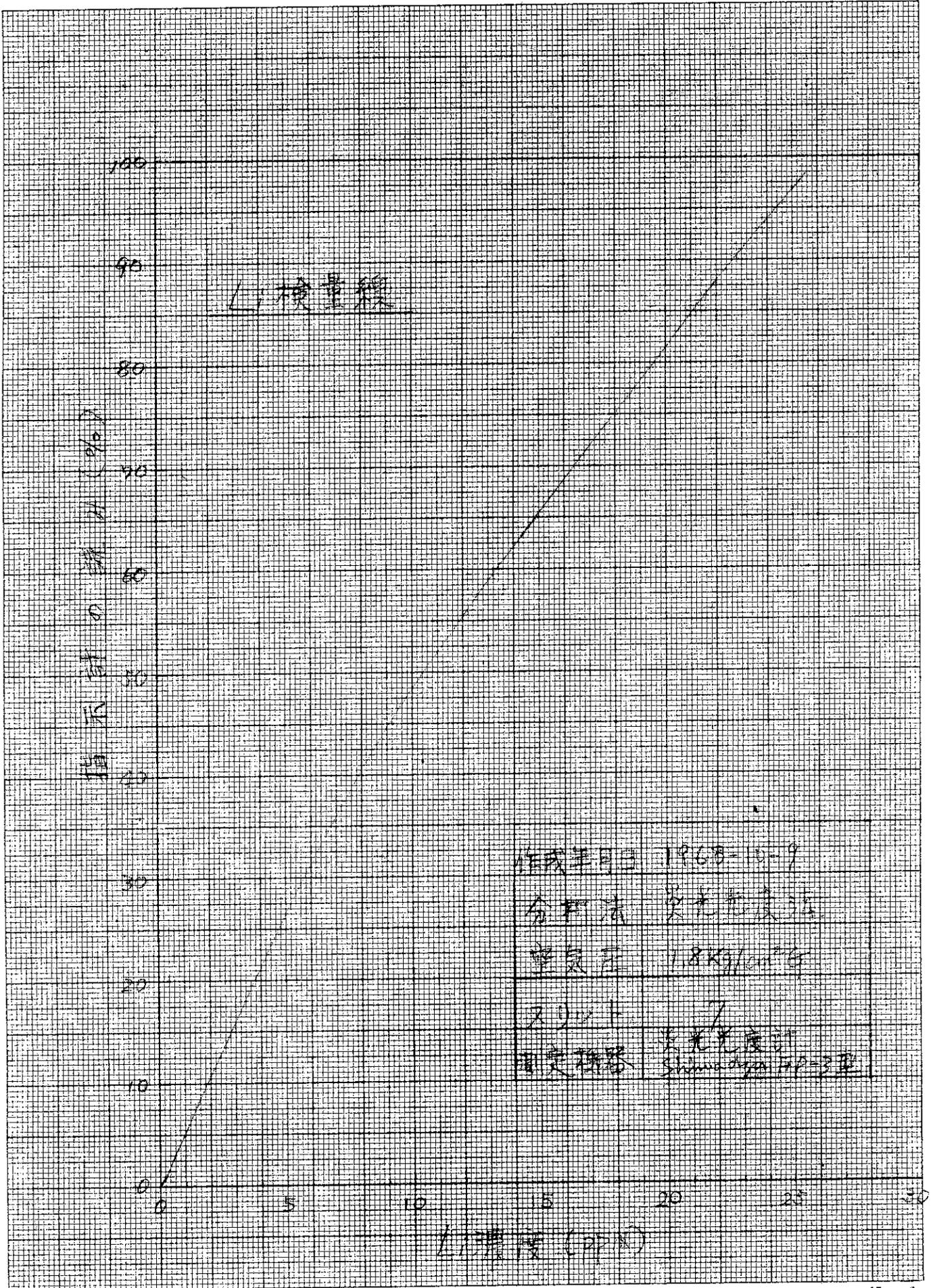
1-82

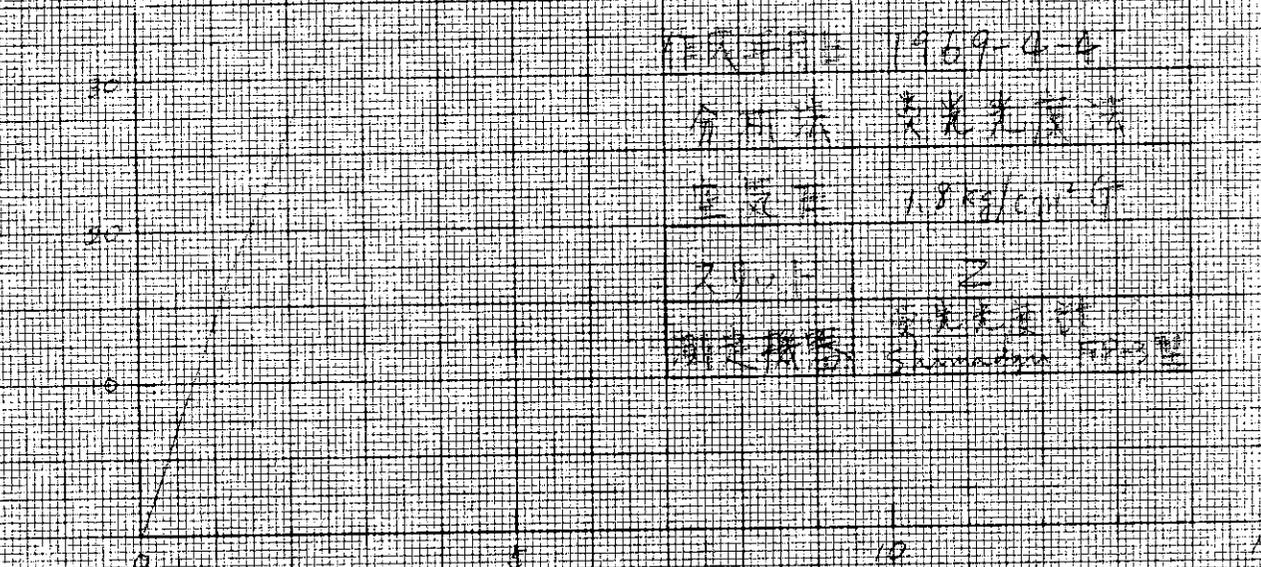
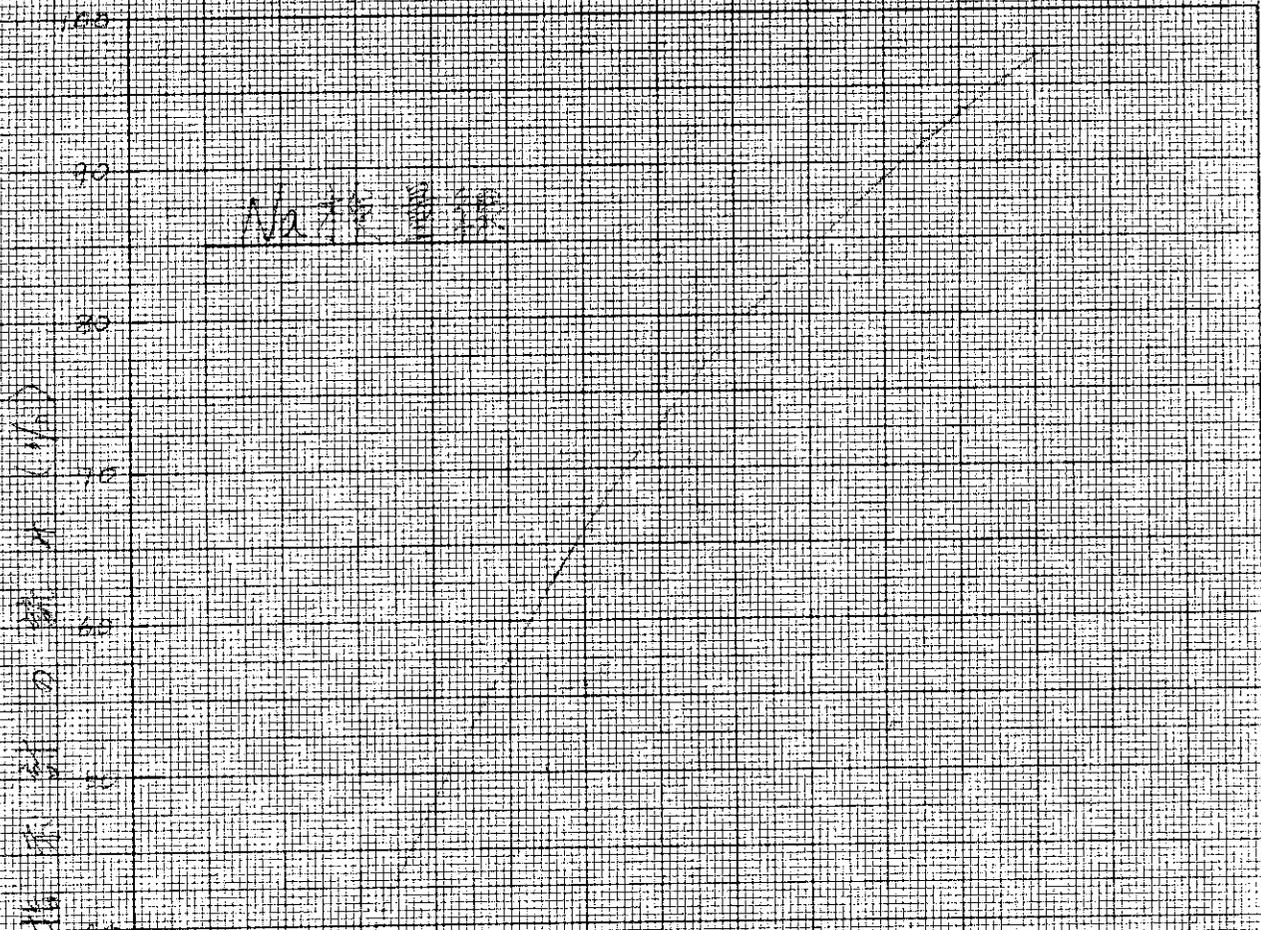
分析対象	Li		
分析法	炎光光度法		
分析操作	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 150px;">試料水</td> <td style="text-align: right;">1.0 ml</td> </tr> </table> <p>← 1.5 ml の試料皿に移す。</p> <p>← 炎光光度計にセシウム光電管と Li フィルターを取り付ける。</p> <p>電源を入れ、20~25分間ウォーミングアップしながらコンプレッサーを可動し空気圧を 1.8 kg/cm<sup>2</sup>G に調節する。</p> <p>プロパンガスを放出して点火する。</p> <p>点火後、バーナーの先端から白色の炎が 0.5 cm 位出る様に調節する。</p> <p>← shutter を閉じたまま zero adjust で 0 調節を行なう。</p> <p>shutter を開いて、標準試料 (2.5 ppm) を燃焼させながら、slit を 7 付近にし、slit と sens. adjust の両方で、メーターの指示を 100% に合わせる。</p> <p>この操作を 2~3 回繰り返す。</p> <p>← 純水を吸入させ、洗浄し、指示が安定するまで続ける。</p> <p>(この時の値が back ground である。)</p> <p>← 試料水を吸入させ、測定する。この値から back ground を引き、検量線より濃度を求める。</p> </div>	試料水	1.0 ml
試料水	1.0 ml		
適用範囲	0.5~2.5 ppm		
注意事項	<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 測定する時、指針が振らつく (炎の振らつきのため) ので、その指示値の平均値をとる。</li> <li>2) 測定毎に純水で洗浄する。</li> <li>3) 標準試料 (Li の 2.5 ppm) に LiOH · H<sub>2</sub>O を使用する。</li> </ol>		

分析対象	Na		
分析法	炎光光度法		
分析操作			
<table border="1" style="margin-left: 20px;"> <tr> <td>試料水</td> <td>10mℓ</td> </tr> </table> <p>← 15mℓの試料皿に移す。</p> <p>炎光光度計にアンチモン光電管とNaフィルターを取り付ける。</p> <p>電源を入れ、20~25分間、ウォーミングアップしながらコンプレッサーを可動し、空気圧を1.8 kg/cm<sup>2</sup> Gに調節する。</p> <p>プロパンガスを放出し、点火する。</p> <p>点火後、バーナーの先端から白色の炎が0.5 cm 位出るように調節する。</p> <p>← shutter を閉じたまま、zero adjustで0調節を行なう。</p> <p>shutter を開いて、標準試料(10 ppm) を燃焼させながら、slit を8付近にして、slit と sens. adjust の両方で、メーターの指示を100% に合わせる。</p> <p>この操作を2~3回繰り返す。</p> <p>← 純水を吸入させ、洗浄し、指示が安定するまで続ける。</p> <p>(この時の値がback groundである。)</p> <p>← 試料水を吸入させ、測定する。この値からback groundを引き、検量線より濃度を求める。</p>		試料水	10mℓ
試料水	10mℓ		
適用範囲	0.2~10 ppm		
注意事項			
<ol style="list-style-type: none"> <li>1) 測定する時、指針が振らつく(炎の振らつきのため)ので、その指示値の平均値をとる。</li> <li>2) 測定毎に純水で洗浄する。</li> <li>3) 標準試料(Na で10 ppm) にNaClを使用する。</li> </ol>			



測定日 1968-10-9  
 分析法 蛍光法  
 検出限 1.0 mg/cm<sup>3</sup>  
 试剂  
 測定機 蛍光検出計  
 Standard PR-3E





作成年月日 1969-4-6  
 分析方法 蛍光光度法  
 重量率 1.8kg/cm<sup>2</sup> G  
 示波器 Z  
 測定装置 蛍光光度計 Shimadzu FP-3型

180

-211-

## 「JMTR分析手順(改訂)」正誤表

ページ	行	誤	正
5元紙	11	基準化	基準化
9	21	この記録紙	この時記録紙
10	16	連続使用のしきい	連続使用しきい
14	3	$0.51 \times 100^{-6}$	$0.51 \times 10^{-6}$
18	(17)式	(P, C)	(P, C)
18	(18)式	(P, C)	(P, C)
19	(20)式	(D)	(D <sub>4</sub> )
27	2	~のC-カ-に移す	~を加える
49	15	Ni キリ液	Ni キリヤ-液
49	24	ポリエチレン製棒	ポリエチレン製棒ピン
52	6	徐々に	徐々に
61	7	Su	Su
61	8	オキシン醋塩	オキシン銅塩
65	13	78g	78hr
77	6	オキシン溶液(酢酸溶液)	オキシン溶液(酢酸溶液)
77	7	~を適加して	~を滴下して
78	1	鉄の濃度に	鉄の濃度に
98	7	3, 6	3, 6
123	2		2-メチルオキシン抽出光法
170	4	測定装作	測定操作
170	22	⑩終了後V-9...	終了後V-9...
170	23	V-6, V-10と...	⑩ V-6, V-10と...
179	最下行	(%NaOHのFactor)	(%NaOHのFactor)
180	5	~を示せば $M_2HBO_3$ のイオン...	~を示せば $M_2H_2BO_3$ のイオン $M_2HBO_3$ のイオン...
182	20	A, Kの...	A, Bの...

ページ	行	誤	正
203	8	～に調節可也。	～に調節可也。
207	18	～を引さ	～を引さ