

JAERI-M
90-062

プルトニウム燃料用微量金属不純物定量
装置の設計・製作および性能試験

1990年3月

福島 奨・半田 宗男・塩沢 憲一
平田 勝・水上 治男*

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1990

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

プルトニウム燃料用微量金属不純物定量装置の
設計・製作および性能試験

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部

福島 奨⁺・半田 宗男・塩沢 憲一

平田 勝⁺・水上 治男^{*}

(1990年2月23日受理)

直流アーク(DCA)および高周波誘導結合プラズマ(ICP)の両発光源を備えたプルトニウム燃料用微量金属不純物定量装置を設計・製作した。本装置では、限られた燃料研究棟の床面積の有効利用を図るために、DCAおよびICP発光スタンドを1台のグローブボックス内に、しかも1台の分光器で測定できるよう同一光路上に配置する新しい設計を採用した。このために生じる光路長の増大に伴う定量または検出感度の低下、ICP分析用液体試料から発生する酸性蒸気による装置の腐食劣化などの問題は、光学系への集光レンズ等の採用、給気導入系の新設等により解決した。本装置の定量性能は、グローブボックスに格納しない、単独発光源のDCAまたはICP発光分析装置に同等であることを、BEC(Background Equivalent Concentration)値の比較から確認した。

Design, Construction and Performance Tests of Atomic
Emission Spectrograph with DCA and ICP Excitation
Systems for Plutonium Bearing Fuels

Susumu FUKUSHIMA⁺, Muneo HANDA, Ken-ichi SHIOZAWA
Masaru HIRATA⁺ and Haruo MIZUKAMI^{*}

Department of Nuclear Fuels and Materials Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received February 23, 1990)

For the determination of metallic impurity elements in plutonium bearing materials, atomic emission spectrograph with two excitation systems, direct current arc (DCA) and inductively coupled plasma (ICP) was installed at the Plutonium Fuel Facility of Oarai Research Establishment. To use effectively the limited floor area of alpha-radioactive, experimental room and to carry out the maintenance of the spectrograph with ease, the two excitation stands were only enclosed in a glove box and that were arranged straight on one optical bench. Light generated by two stands was passed through a quartz window and into a spectrometer located outside of the glove box. This arrangement, however, posed two problems, one was the decrease of signals by increased distance between the emission stands and the spectrometer, and the other was corrosion of the DCA parts by use of acidic samples at the ICP system. The former was solved by adopting many lens and the latter, by flushing the DCA stand with a part of fresh air supplied for the glove box. The performance tests with nonradioactive materials showed that despite the above modifications, background equivalent concentration values were retained as almost the same as those of original, commercial spectrograph

⁺ Departments of Administrative Services, Oarai Research Establishment

^{*} Shimazu Corporation

with one emission system.

Keywords : Atomic Emission Spectroscopy, Direct Current Arc Emission,
Inductively Coupled Plasma Emission, Plutonium Fuels, Metallic
Impurities, Glove Box, Background Equivalent Concentration
Values.

目 次

1. はじめに	1
2. 基本設計	2
2.1 使用条件	2
2.2 設計条件および制約	2
2.2.1 発光分光分析装置	3
2.2.2 グローブボックス	4
2.3 性 能	4
2.3.1 安全性能	4
2.3.2 基本定量性能	5
3. 装 置	6
3.1 発光分光分析装置	6
3.1.1 発光装置	6
3.1.2 分光器	8
3.1.3 測光装置	9
3.1.4 データ処理装置	10
3.1.5 排ガス冷却器	10
3.1.6 発光スタンドの給・排気系	11
3.1.7 冷却水循環装置	11
3.1.8 安全警報系	12
3.2 グローブボックス	13
3.3 配 置	15
4. 安全性能検査	16
4.1 グローブボックス	16
4.2 発光分光分析装置	18
5. 基本性能試験	19
5.1 光学系	19
5.2 光電測光系	20
5.3 写真測光系	20
5.4 排ガス冷却器	21
6. あとがき	21
謝 辞	22
参考文献	23

Contents

1. Introduction	1
2. Design of Spectrograph for Plutonium Fuels	2
2.1 Analytical Conditions	2
2.2 Design Conditions and Constraints	2
2.2.1 Spectrograph	3
2.2.2 Glove Box	4
2.3 Performances	4
2.3.1 Safety	4
2.3.2 Detection Limits	5
3. Instrument	6
3.1 Spectrograph	6
3.1.1 DCA and ICP Emission Stands	6
3.1.2 Spectrometer	8
3.1.3 Photometer	9
3.1.4 Data Processor	10
3.1.5 Off-Gas cooling Unit	10
3.1.6 Ventilation System of DCA and ICP Emission Stands	11
3.1.7 Water Cooling System	11
3.1.8 Safety and Alarm system	12
3.2 Glove Box	13
3.3 Arrangement	15
4. Safety Tests	16
4.1 Glove Box	16
4.2 Spectrograph	18
5. Performance Tests	19
5.1 Optical System	19
5.2 Photoelectric System	20
5.3 Photographic System	20
5.4 Off-gas Cooling System	21
6. Summary	21
Acknowledgments	22
References	23

List of Tables

- Table 1 Analytical lines and detection limits for elements
- Table 2 Lists of interlocks and alarms for spectrograph and glove box
- Table 3 BEC values measured for commercial spectrograph (a) and for present one (b)
- Table 4 Performance test of photoelectric photometer
- Table 5 Relation between concentration and ICP emission intensity ($n=10$, ave. $\pm \sigma$), correlation coefficient and BEC value for calibration curve
- Table 6 Relation between concentration and DCA emission intensity ($n=5$, ave. $\pm \sigma$), correlation coefficient and BEC value for calibration curve

List of Figures

- Fig. 1 Conceptual view of DCA and ICP emission stands in glove box and spectrometer
- Fig. 2 Optical systems for DCA and ICP spectrometry
- Fig. 3 Cooling water circulation and argon gas supply systems for DCA and ICP emission stands
- Fig. 4 Conceptual views of glove box
- Fig. 5 Ventilation systems of glove box
- Fig. 6 Layout of DCA-ICP atomic emission spectrometer
- Fig. 7 Emission line profile
- Fig. 8 Calibration curve of Al by ICP-AES
- Fig. 9 Calibration curve of Ba by ICP-AES
- Fig. 10 Calibration curve of Cr by ICP-AES
- Fig. 11 Calibration curve of Na by ICP-AES
- Fig. 12 Calibration curve of Fe by ICP-AES
- Fig. 13 Calibration curve of Co by ICP-AES
- Fig. 14 Shape and size of graphite electrode
- Fig. 15 Calibration curve of Al by DCA-AES
- Fig. 16 Calibration curve of Ba by DCA-AES
- Fig. 17 Calibration curve of Cr by DCA-AES

- Fig. 18 Calibration curve of Na by DCA-AES
- Fig. 19 Calibration curve of Fe by DCA-AES
- Fig. 20 Calibration curve of Co by DCA-AES
- Fig. 21 Performance test for off-gas cooling unit

List of Photographs

- Photo. 1 Atomic emission spectrograph with DCA and ICP excitation systems for plutonium bearing fuels
- Photo. 2 DCA and ICP emission stands in glove box
- Photo. 3 Off-gas cooling unit and ICP emission stand
- Photo. 4 Inside view of spectrometer
- Photo. 5 ICP spectrograms of iron

1. は じ め に

大洗研究所燃料研究棟では、高速増殖炉用新型燃料の候補であるウラン・プルトニウム混合炭化物および窒化物燃料を対象とした高温挙動、照射挙動等に関する研究を進めており、最近では金属燃料へも研究を進展させている。これら核燃料の成分元素であるU、PuおよびC、ならびに不純物レベルのOおよびCの定量装置の整備および定量技術の確立は、昭和51年から昭和54年にかけて完了した。^{1)~5)} また、昨年度プルトニウム窒化物燃料を対象とした改良型デューマ法による窒素定量装置を整備し、同燃料の成分であるNの定量技術の確立にも成功した。引き続き、現在不純物レベルの窒素定量技術の確立を進めている。このように燃料研究棟では、金属不純物元素を除くプルトニウム燃料の元素分析が可能である。しかしながら、高温挙動、照射挙動等の研究における実験データの解析には核燃料中に含まれる各種金属不純物元素、さらには照射燃料を模擬して添加した核分裂生成元素等の定量が不可欠であることは言うまでもない。また、近年のPuは高次化に伴い²⁴¹Pu(半減期14.4年)の含有量が増大し、その娘核種である²⁴¹Amの含有量が不純物レベルを超えて組成レベル(約1w/o)に達していることも無視できない。特に、今後予定している金属燃料の高温化学再処理に関する実験研究では、金属元素定量装置は絶対に欠くことのできない有力な武器である。

一方、核燃料中の金属元素定量法としては、発光法が定量元素の種類、感度、精度等の定量性能の観点から優れ、また技術的にも確立されていることが、最近行った広範囲にわたる文献調査からも明らかになった。⁷⁾ 過去10年間、発光分光分析とえば高周波誘導結合プラズマ(ICP, Inductively Coupled Plasma)発光分光分析法で代表されるように、その感度および精度はともに歴史のあるアーク励起法等に比べて優れている。しかし、ICP発光分光法は対象試料が一般的には液体状であり、固体試料の場合には溶解、定量妨害元素の抽出分離、酸系処理等の前処理を行う必要がある。これに対して、アーク励起法等では、マトリックス効果と呼ばれる定量妨害現象を抑制するためにGa₂O₃、NaF等の担体を添加する必要があるが、粉末化した固体試料をそのまま使用できるという便利な特徴をもっている。

以上に述べた理由から、燃料研究棟ではウラン・プルトニウム混合炭化物、窒化物および金属燃料中の金属不純物元素等を対象とした、直流アーク(DCA, Direct Current Arc)およびICPの両発光源を備えた「プルトニウム燃料用微量金属不純物定量装置」を、我が国で初めて設計・製作した。DCAとICP発光法の両機能を有するプルトニウム燃料用分析装置については、西独のカールスルーエ研究所から1件報告がある。⁸⁾ この装置では、DCAおよびICPの発光源である2台の発光スタンドを個別に2台のグローブボックス内に格納して、光は反射鏡の切り換えにより1台の分光器に導入して測定する、理想的な設計を採用している。しかし、今回整備する装置では、燃料研究棟の設置床面積等の制限を解決するために、1台のグローブボックス内で、DCAおよびICP発光スタンドを1台の分光器に対して同一光路上に配置する新規の設計により、装置全体のコンパクト化を図った。この結果、光路長の増大に伴う定量または検出感度の低下、ICP分析用液体試料からの酸性蒸気によるDCA発光スタンド

等の腐食劣化などの問題が発生したが、いずれも新しい工夫を導入して解決に成功した。

本報告書では、グローブボックスを含む装置の基本設計、装置概要、安全および基本定量性能について述べる。

2. 基本設計

2.1 使用条件

本装置を設計・製作するに当たって考慮した使用条件は、次のとおりである。

- (1) 装置を設置し、使用する場所は大洗研究所燃料研究棟 102号室（物性室）である。同室は核燃料物質の使用施設で、第1種放射線管理区域である。
- (2) 分析対象試料は、放射性毒性の極めて高い α 線を放出するPuを含有するため、作業環境に対して常時負圧（約30 mmH₂O）に維持した気密型グローブボックス内で取り扱う。
- (3) グローブボックス内で使用する核燃料物質の種類、最大取扱量等は、次のとおりである。
 - (イ) 核燃料物質の種類はPu、濃縮U（濃縮度90%以下）、天然UおよびThである。
 - (ロ) (イ)のPu同位体組成は ^{238}Pu ：1.0 w/o、 ^{239}Pu ：75.0 w/o、 ^{240}Pu ：18.5 w/o、 ^{241}Pu ：5.0 w/o、 ^{242}Pu ：0.5 w/oである。また、使用するPuは、 ^{241}Pu の娘核種である ^{241}Am を精製したあと400日以内のもの、すなわち最大 ^{241}Am 含有量が1 w/oである。
 - (ハ) グローブボックスの核燃料物質の最大取扱量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 50\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 200\text{ g}$ である。
 - (ニ) (ハ)のうち分析で1バッチ当たり使用できる最大量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 2\text{ g}$ と $(\text{天然U} + \text{Th}) = 10\text{ g}$ であり、それ以外の核燃料物質 $[(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 48\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 190\text{ g}]$ は放射線遮蔽機能を有する試料保管容器内で保管する。
 - (ホ) (ニ)の試料保管容器の最大保管量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 50\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 200\text{ g}$ である。
 - (ヘ) 核燃料物質（試料）の形態は、粉末および水溶液である。
- (4) ICP発光分光分析においてプラズマの発生、プラズマトーチの冷却および液体試料のキャリア用には、燃料研究棟に既設の液化アルゴン貯槽（容量1500 Nm³）から気化させた高純度アルゴンガス（酸素1 ppm以下、水分2.5 ppm以下）を使用する。

2.2 設計条件および制約

本装置の構成は金属不純物定量装置である分析装置およびその一部を格納するグローブボックスに大別され、これらの設計・製作に当たって考慮した設計条件および制約は次のとおりである。

等の腐食劣化などの問題が発生したが、いずれも新しい工夫を導入して解決に成功した。

本報告書では、グローブボックスを含む装置の基本設計、装置概要、安全および基本定量性能について述べる。

2. 基本設計

2.1 使用条件

本装置を設計・製作するに当たって考慮した使用条件は、次のとおりである。

- (1) 装置を設置し、使用する場所は大洗研究所燃料研究棟 102号室（物性室）である。同室は核燃料物質の使用施設で、第1種放射線管理区域である。
- (2) 分析対象試料は、放射性毒性の極めて高い α 線を放出するPuを含有するため、作業環境に対して常時負圧（約30 mmH₂O）に維持した気密型グローブボックス内で取り扱う。
- (3) グローブボックス内で使用する核燃料物質の種類、最大取扱量等は、次のとおりである。
 - (イ) 核燃料物質の種類はPu、濃縮U（濃縮度90%以下）、天然UおよびThである。
 - (ロ) (イ)のPu同位体組成は ^{238}Pu ：1.0 w/o、 ^{239}Pu ：75.0 w/o、 ^{240}Pu ：18.5 w/o、 ^{241}Pu ：5.0 w/o、 ^{242}Pu ：0.5 w/oである。また、使用するPuは、 ^{241}Pu の娘核種である ^{241}Am を精製したあと400日以内のもの、すなわち最大 ^{241}Am 含有量が1 w/oである。
 - (ハ) グローブボックスの核燃料物質の最大取扱量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 50\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 200\text{ g}$ である。
 - (ニ) (ハ)のうち分析で1バッチ当たり使用できる最大量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 2\text{ g}$ と $(\text{天然U} + \text{Th}) = 10\text{ g}$ であり、それ以外の核燃料物質〔 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 48\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 190\text{ g}$ 〕は放射線遮蔽機能を有する試料保管容器内で保管する。
 - (ホ) (ニ)の試料保管容器の最大保管量は、 $(\text{Pu} + ^{235}\text{U}) = 50\text{ g}$ および $(\text{天然U} + \text{Th}) = 200\text{ g}$ である。
 - (ヘ) 核燃料物質（試料）の形態は、粉末および水溶液である。
- (4) ICP発光分光分析においてプラズマの発生、プラズマトーチの冷却および液体試料のキャリア用には、燃料研究棟に既設の液化アルゴン貯槽（容量1500 Nm³）から気化させた高純度アルゴンガス（酸素1 ppm以下、水分2.5 ppm以下）を使用する。

2.2 設計条件および制約

本装置の構成は金属不純物定量装置である分析装置およびその一部を格納するグローブボックスに大別され、これらの設計・製作に当たって考慮した設計条件および制約は次のとおりである。

2.2.1 発光分光分析装置

- (1) 金属不純物の定量は、DCAおよびICPを励起光源とする発光分光分析法を基本とする。
- (2) 分析装置は、DCAおよびICP発光装置、分光器、測光装置、データ処理装置、排ガス冷却器、冷却水循環装置、安全警報装置等から構成される。
- (3) 後述するグローブボックスには、分析装置のうち必要最少のDCAおよびICP発光スタンド、光学架台ならびに排ガス冷却器（以下「内装装置」という。）のみを格納する。そのほかの構成装置は、グローブボックス外に設置して操作性および保守性を確保するほか、グローブボックス内の限られた空間の有効利用を図る。
- (4) 装置本体のうち安全上重要な構成装置、すなわちグローブボックス内装装置、DCAおよびICP電源装置、冷却水循環装置ならびに安全警報装置については、
 - (イ) 耐震設計Bクラスとし、地震時（水平加速度0.36G）においても安全上必要な閉じ込めの機能を喪失しない構造強度を有するとともに、転倒および移動しない据付けとする。
 - (ロ) 核燃料物質の使用等に関する規則第2条の5（工事の技術上の基準）⁹⁾、核燃料施設安全審査指針¹⁰⁾等に適合する、または核燃料加工施設の設計および工事の方法の技術基準¹¹⁾等に準じる安全対策を講じるとともに、構成材には原則として不燃性および難燃性のものを使用する。
 - (ハ) 安全に係わる異常または前兆事象はすべて確実に検知し、事故に発展しないようインターロックおよび警報を設ける。
- (5) (3)で述べたグローブボックス内装装置については、
 - (イ) グローブによる操作、保守等の作業が安全かつ容易にできる構造、配置等とする。
 - (ロ) 内装装置はグローブボックスの外へ搬出しての修理が不可能なため、グローブ操作による補修が不可能または困難な部品については最小単位で交換ができるようにする。
 - (ハ) グローブ、物品搬出入用ビニールバッグ等の機械的強度の低下等を考慮して、内装装置の外側表面温度は最高使用温度または熱出力時においても60℃以下を維持できる構造または冷却機能を備える。
 - (ニ) ICP発光分光分析では塩酸、硝酸系等の液体試料を使用するが、これら酸性蒸気がグローブボックス内雰囲気中に混入するため、内装装置には耐食性材料を使用する。または防錆塗装を施す等の腐食対策を講じる。
- (6) DCAおよびICP発光分光分析時に両発光スタンド内に飛散したPu微粒子が、グローブボックス内雰囲気中に直接移行しない構造とする。
- (7) ICP発光スタンドには、
 - (イ) ICP発光分光分析時にアルゴンプラズマで加熱された排ガスを冷却するとともに、ガス中の酸性蒸気とエアゾル状Puを凝縮してトラップするための排ガス冷却器を設ける。
 - (ロ) 万一試料系に単一の漏洩が起こっても液体試料漏洩の拡大を防止するためのトレイ等を設ける。
- (8) グローブボックス内装装置用冷却水循環系は、冷却水のPu汚染および漏洩に備えて冷却水循環装置を含む全系を密閉構造にするほか、構成材には耐久性に優れたステンレス鋼

等を使用する。

- (9) グローブボックス内装装置へのガス供給系には、万一のガス逆流等によるPu汚染の拡大の防止対策として高性能ガスラインフィルタを設ける。また、そのフィルタと配管との接続には、フィルタ交換時のPu汚染を閉じ込めるため、原則としてダブル・エンド・シャット・オフ (Double End Shut Off) 型クイックコネクタを使用する。
- (10) グローブボックスを含む構成装置間の電気および信号配線ならびに冷却水配管は、床から約2m立ち上げて施設する。
- (11) 102号室においてグローブボックスを含む本装置を配置できる床面の広さは、おおよそ縦4m×横4m (床面積約16m²) であるが、グローブボックス両操作面側には窓面に沿って1m以上のグローブボックス作業領域を確保する。また、配置した構成装置と既設装置、壁等との間に幅50cm以上の保守点検および非常避難用の通路を設ける。
- (12) (11)で述べた102号室床面の面積制限および使用条件を満足させるためには、グローブボックスを含む装置全体の小型化および構成装置の削減を図る必要がある。したがって、DCAおよびICPの発光源である2台の発光スタンドは、1台のグローブボックス内に、しかも1台の分光器で測光できるよう同一光路上に配置する設計とする。

2.2.2 グローブボックス

- (1) グローブボックスは燃料研究棟標準型を基本とする。すなわち、両面操作型で、ステンレス鋼 (SUS304) 板を使用した溶接組立て構造とする。
- (2) グローブボックス内雰囲気は通常空気とするが、火災消火、活性試料の酸化防止等の必要に応じてアルゴンガス雰囲気にワンズ・スルー (Once-through) 方式による置換が可能とする。
- (3) グローブボックス構成のうち雰囲気に露出する部分には、ICP発光分光分析用液体試料から発生する硝酸、塩酸等の蒸気に対して優れた耐食性を有する材料の使用または表面処理を検討する。
- (4) グローブボックス窓面の外側に透明な遮蔽体を設置して、グローブボックス作業区域における線量当量率を低減する。
- (5) グローブボックスの気密境界における内装装置用電気、ガスおよび冷却水の導入部、DCAおよびICP発光スタンドから分光器への光導出用窓等の気密構造は、真空規格とする。

2.3 設計性能

2.3.1 安全性能

- (1) グローブボックス
 - (イ) 常用負圧：-30 mmH₂O (室内圧力に対して)
 - (ロ) 漏洩率：0.1 Vol%/h 以下 (グローブボックス負圧が30 mmH₂O以下において)
 - (ハ) 耐圧：±150 mmH₂O (室内圧力に対して)

(ニ) 換気量：90 m³/h 以上

(ホ) 構造強度（耐震強度）

：剛構造（固有振動数 20 Hz 以上）であり，地震時（水平地震力 0.36）に転倒，移動および破壊しないほか，閉じ込め機能を喪失しない耐震安全性を有する。

(ハ)の耐圧は，グローブボックス内圧力が排気ダストの負圧（最大 150 mmH₂O）に平衡になる最大負圧超過を想定した安全対策である。(ニ)の換気量は，想定事故の 1 つであるグローブ 1 本脱落時のグローブポート開口部（直径 30 cm）における，Pu 汚染流出の予防に必要な空気流入線速 45 m/min 以上に相当する。

(2) 遮蔽体

2.1 (3)で述べた核燃料の使用および保管条件の下で，Pu 等から放出される γ 線および中性子線の合計線量当量率が，グローブボックス窓面の遮蔽体外表面から 10 cm の位置において 2×10^{-2} mSv/h（1 mSv/週）以下とするに必要な遮蔽性能を有する。

(3) 排ガス冷却器

ICP 発光スタンド内で最大使用出力（1.2 kW）時のプラズマによって加熱されたスタンドからの排ガスの温度を約 28℃ 以下に冷却する能力（吸熱量 1400 kcal/h 以上）を備える。

(4) 冷却水循環装置

(3)で述べた排ガス冷却器の冷却能力を維持するのに必要な冷却水の温度および循環流量は，それぞれ 15℃ 以下および 10 ℓ/min 以上とする。

2.3.2 基本定量性能

本装置の DCA および ICP 発光分光分析法による定量対象金属元素，発光スペクトル線の波長，ならびに標準分析試料に基づく検出および定量下限値は，Table 1 に示すとおりである。また，検出および定量下限値における再現性は，それぞれ変動係数で 5% および 2% 以下である。さらに，DCA および ICP 発光分光分析法に基づく各元素の BEC（Background Equivalent Concentration）値が，両発光スタンドをグローブボックスに格納した装置の場合でも市販規格装置と同等とする。

なお，Table 1 に示した定量元素は，核燃料の原料である UO₂，PuO₂ 粉末中に含まれる不純物元素，核燃料の成分元素，照射燃料を模擬して添加する核分裂生成元素等の中から選択した。これ以外の元素については，移動式検出器により任意に定量ができるほか，今後必要に応じて固定式の検出器の増設も可能とする。

3. 装 置

3.1 発光分光分析装置

発光分光分析装置は、(株)島津製作所からの市販規格装置であるモデルGEW-170をベースにして、2.2で述べた設計条件等を満足するように改造を行った。グローブボックスを含む装置の外観を、Photo.1に示す。

3.1.1 発光装置

(1) DCA発光スタンド(島津製作所製123000形の改造)

- (イ) 上下電極の接近可能距離 : 45 mm
- (ロ) 電極左右調整範囲 : 8 mm
- (ハ) 電極チャック冷却 : 水冷式
- (ニ) 前 面 扉 : スライド式横開き(改造)
- (ホ) ケーシング側面パネル : 開閉扉形式(改造)
- (ヘ) 排気ファン(定格風量2100ℓ/min)付(改造)
- (ト) 外形寸法 : 幅45×奥行31×高さ54(単位cm)

市販品では、(ニ)の前面扉は前開き形式であるが、扉面とグローブボックス窓面との間隔が約20 cmであり、扉の開閉スペースがない等の理由からスライド式横開きに改造した。また、(ホ)のケーシング側面はビス止めパネル構造であったが、グローブ操作による光学系の点検保守および修理作業を容易にするため、ワンタッチ操作により全面開放扉形式に改良した。

(ヘ)の排気ファンは、規格品には付設されていないが、DCA発光でスタンド内に飛散または浮遊しているPu微粉末が、(ニ)の前面扉の開放に伴ってスタンド外へ散逸するのを防ぐためのもので、スタンド上部に設備した。この排気ファンは前面扉を開くと同時に自動的に作動し、スタンド内にグローブボックス雰囲気ガスを吸い込み、その排気は後述する排気ダクトの高性能エアフィルタ(粒径0.3 μmのDOPに対し捕集効率99.97%以上)でPuを濾過した後、グローブボックス内排気口付近に放出する。その他の内装装置と合わせて、DCA発光スタンドの外観をPhoto.2およびFig.1に示す。

(2) アーク電源装置(島津製作所製DCA-II形の改造)

- (イ) 放電方式 : 定電流アーク
- (ロ) 電 流 : 5, 10, 15 A
- (ハ) リップル : 10%以下
- (ニ) 本装置は3.1.2で述べる測光装置の下部パネル内に格納

(3) ICP発光スタンド

- (イ) プラズマトーチ : 石英製3層方式
- (ロ) 耐ふっ酸プラズマトーチ : 白金チップ使用の石英製3層方式

- (ハ) 高周波誘導コイル : 水冷式
- (ニ) マッチングボックス : 容量結合型
- (ホ) 点火方式 : テスラーコイル
- (ヘ) ネブライザ : コンセントリックスネブライザ, パイレックスガラス製
- (ト) 耐ふっ酸ネブライザ : 3ふっ化エチレン樹脂製
- (チ) ケーシング : ステンレス鋼 (SUS 304) 製, 3面パネル構造 (改造)
- (リ) 前面扉 : スライド式横開き (改造)
- (ヌ) 外形寸法 : 幅 37 × 奥行 52 × 高さ 37 (単位 cm)

規格品では, (チ)のケーシングは炭素鋼製の一部パネル構造 (背面のみ) であるが, 耐腐食性のステンレス鋼 (SUS 304) に変更したほか, ケーシング内部のマッチングボックス等のグローブ操作による点検保守および修理作業を容易にするため, 3面とりはずし可能なパネル・骨組み構造に改造した。また, マッチングボックスの電気系統を液体試料の酸性蒸気による腐食から守るため試料室との間に気密構造の隔離壁を設けた。(リ)の前面扉も(1)で述べたDCA発光スタンドの場合と同じ理由で, 前開き式をスライド式横開きに改めた。

(4) 高周波電源装置

- (イ) 周波数 : 27.120 MHz
- (ロ) 発振 : 水晶制御
- (ハ) 発振出力 : 最大 2 kW (通常使用出力 1.2 kW)
- (ニ) 出力制御方式 : 負帰還回路による安定化方式
- (ホ) 冷却方式 : 強制空冷
- (ヘ) 外形寸法 : 幅 57 × 奥行 81 × 高さ 100 (単位 cm)

(5) 光学架台

本架台は, グローブボックス内でDCAおよびICP発光スタンドの両者を支持固定して, グローブボックス外に設置した分光器に対し同一光軸の光路を維持する。架台はねずみ鋳鉄 (FC15) 製で, 幅 6.6 × 高さ 16 × 長さ 140 (単位 cm) の一体構造である。架台の長さは, 両発光スタンドを用いていること, およびグローブボックス内格納に伴って分光器までの距離が増大したため規格品に比べて約 3 倍も長くなった。グローブボックス外への導出部の気密構造については 3.2 (7) で述べる。

(6) 光学系

1台のグローブボックス内で, 同一光路上にDCAおよびICP発光スタンドを設置する場合, 発光源から分光器入射口までの光路の距離は, それぞれ 1568 mm および 897 mm である。両光路長は発光スタンドをグローブボックス内に組み込まない単独品の場合の約 2 倍および 4 倍にもなり, さらに光は石英窓を通過するためにその光量を減じ, 測定感度の低下を招く。このため, Fig. 2 に示すように, 光路途中に各種レンズを組み合わせて配置し, 発光源からの光を効率よく分光器に入射させるよう改良を行った。すなわち, ICP発光分光分析の場合は, 集光レンズ (L_2) および視野レンズ (L_1) の組み合わせにより光源の像をスリット上に結像させる, いわゆる, スリット結像法とした。DCA発光分光分析で写真測定の場合は, 円筒の集光レンズ (L_4) と視野レンズ (L_2) の組み合わせを用いて, 水平方向の光はスリット上に結像させ,

垂直方向の光はグレーティング面に結像させる方法にした。また、DCA発光分光分析で光電測光の場合は、集光レンズ(L₃)と視野レンズ(L₂)の組み合わせによりグレーティング面に結像させる、いわゆるコリメータ結像法とした。

(7) 定電圧装置

本装置は、アーク電源装置の供給電源用であり、可飽和リアクトルを用いた交流自動電圧調整方式である。その性能等は次のとおりである。

- (イ) 定 格 : 連 続
- (ロ) 冷却方式 : 自然空冷
- (ハ) 交流入力 : 電圧変動範囲 : 定格電圧(200V)±15%以内
周波数変動範囲 : 定格周波数(50Hz) -2Hz ~ +1Hz
- (ニ) 交流出力 : 容 量 : 4kVA
電圧精度 : 定格電圧(200V)±0.5%以下

(8) ガス制御装置

本装置は、(3)のICP発光スタンドにおけるアルゴンガスプラズマの生成、液体試料のキャリアおよびプラズマトーチの冷却用アルゴンガスの供給圧力および流量を制御する。規格品では、本装置は、ICP発光スタンドと一体構造であるが、グローブボックス内に格納する必要がないため、分離独立した構造に改造し、グローブボックス架台の脚部に設置した。その外形寸法は幅48×奥行26×高さ14(単位cm)である。

アルゴンガス流路系は、Fig.3に示すように3系統(プラズマ生成、試料キャリアおよびプラズマトーチ冷却用)から成り、全系ステンレス鋼(SUS 304)配管である。また、供給ガスの万一の逆流に伴うPu汚染拡大を防止する安全対策として、全系のグローブボックス入口に小型の高性能ガスラインフィルタ(捕集効率:粒径0.05μmに対して99.99%以上、耐圧:42kg/cm²)を設けた。

3.1.2 分光器(島津製作所製GEW-170形)

(1) 分光器部

- (イ) 形 式
平面回折格子を用いたエバート形の写真および光電併用形
- (ロ) 入射スリット
両開き可変式
スリット幅 : 0~300μm(1μm/目盛)
- (ハ) 主 鏡
球面最大外形 : 500mm
焦点距離 : 1700mm
- (ニ) 回折格子(グレーティング)
溝 数 : 1200本/mm
ブレード波長 : 300mm

- (ホ) 逆線分散
0.48 (一次), 0.24 (二次) (nm/mm)
 - (ヘ) 測定波長範囲
240 (一次), 120 (二次) (nm)
 - (ト) 回折格子の駆動
サインバー方式による波長直読式
 - (2) 写真測光部
 - (イ) カメラ
取枠の大きさ : 乾板 254 × 102 (mm), 2枚収容
乾板の上下送り : 手動, 自動, ジョグモーションの3動作方式
 - (ロ) 撮影制御部
発光装置の起動および停止, 乾板送り量および方向の選定, シャッタの開閉, 予備放電と露出時間の制御
 - (3) 光電受光部
 - (イ) 固定式受光部
検出器の数 : 31個 (最大55個設置可能)
スリット幅 : 100 μm
 - (ロ) 移動式受光部
検出器の数 : 1個
スリット幅 : 100 μm
焦点面移動距離 : 500 mm
駆動方式 : 手動 (将来自動駆動式に改造予定)
 - (4) 温度制御部
分光器部内の温度を室温 15° ~ 27°C の範囲内に対して 30° ± 1°C 以内に制御する。
 - (5) 外形寸法
規格品では分光器の外形寸法は幅 254 × 奥行 79 × 高さ 120 (単位 cm) で, 受光位置の高さは 97 cm であるが, 本装置では D C A および I C P 発光スタンドをグローブボックス内に設置するため光軸の位置が 13 cm 高くなった。このため, 分光器の下に幅 254 × 奥行 79 × 高さ 13 (単位 cm) の支持架台を取り付け, 受光位置の高さを 110 cm に変更した。
- 3.1.3 測光装置 (島津製作所製 RE-15形)
- (イ) 測光方式 : ミラー積分回路による全元素同時積分方式
 - (ロ) 測光精度 : 変動率 ± 0.1 % 以内
 - (ハ) 測定レンジ : 1×10^6
 - (ニ) 測定感度 : アッテネータによる元素ごと, 分析グループごと切り換え
(データ処理装置から指定)
 - (ホ) 分析条件 : 予備放電時間, 積分時間, 発光条件の選択など
 - (ヘ) 内標準元素 : 任意選択

- (ト) 積分器 : 最大 48 個
- (チ) 高圧電源 : 最大出力 -900 V, 0.3 mA
トランジスタ制御方式, アッテネータを含む

3.1.4 データ処理装置 (島津製作所製 QA-7 形)

(1) ハードウェア

- (イ) 中央処理装置 (CPU ボード) (GFMC, XFPC1 および CFPC2F)
- (ロ) 主記憶装置 (記憶容量 512 kB)
- (ハ) 浮動小数点演算機構
- (ニ) フレキシブルディスクコントローラ (記憶容量 985 kB)
- (ホ) フロッピーディスク (記憶容量 1 MB)
- (ヘ) シリアルインターフェイス
- (ト) グラフィックディスプレイ装置 (CRT 14 インチ, カラー)
- (チ) キーボード
- (リ) グラフィックプリント (印字数 136 文字/行)
- (ヌ) 固定ディスク装置 (記憶容量 20 MB)
- (ル) 外形寸法: 幅 120 × 奥行 80 × 高さ 90 (単位 cm)

(2) 基本ソフトウェア

- (イ) 日時の設定と時計機能
- (ロ) 分析機能
補正前強度分析, 較正分析 (1 点補正), 較正分析 (2 点補正), 補正後強度分析, 含有量分析
- (ハ) 分析情報入出力機能
元素名・分析波長テーブル, 分析条件テーブル, 較正チャンネル情報, ドリフト補正係数情報, 較正グループ情報, 検量線情報, マトリックス補正情報, オペレーションモード情報, プリントコントロール情報, 検量線作成
- (ニ) プロファイルの表示と印字機能
- (ホ) 分析結果の表示と印字
- (ヘ) 品種, サンプル No. の設定

3.1.5 排ガス冷却器

本器は, 2 章 2.2 (7) で述べたように ICP 発光スタンドの上部排ガス出口に直接設置し, プラズマで加熱されて排出される排ガス (プラズマ用アルゴンガス, プラズマトーチ冷却用アルゴンガスおよびスタンド冷却用吸込み空気の混合体) を冷却して, ガス中に含まれるエアロゾル状の Pu と酸性蒸気を凝縮して回収することを目的とする。本器は(株)島津製作所と動力炉・核燃料開発事業団で共同開発されたもので,¹²⁾ その外観は Photo. 3 に示すとおりである。

排ガスの冷却は, 循環冷却水による熱交換方式である。本器内部の排ガスに接する部分は, 耐食性および耐熱性をもたすためにテフロンコーティング表面加工したステンレス鋼 (SUS 304) 製であ

り、熱交換部は渦状に巻かれたテフロン管（伝熱面積約 0.8 m^2 ，総伝熱係数約 $30 \text{ kcal/m}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{C}$ ）である。本器に付設した排気ファン（定格風量 $6 \text{ m}^3/\text{min}$ ）は、ICP 発光スタンド内で高温化したプラズマガスを排出するとともに、排気に伴ってグローブボックス内から吸い込まれる空気等によってスタンド自体を冷却する効果を有している。

3.1.6 発光スタンドの給・排気系

(1) DCA および ICP 発光スタンド用排気ダクト

DCA 発光スタンドおよび排ガス冷却器を経て ICP 発光スタンドから排出される排ガス中のエアロゾル状 Pu を除去するために、Fig. 1 に示したように専用の排気ダクトを両スタンドの上部にグローブボックスの天井から吊り下げ固定により設置した。排気ダクトは、その内外表面をテフロンコーティング加工したステンレス鋼（SUS 304）製で、セルフコンテンド型高性能エアフィルタ（定格風量 $1.43 \text{ m}^3/\text{h}$ ，アスベストセパレータ使用）2 個を並列に各 1 段設備している。さらに、排気ダクトは、その排気がグローブボックス内雰囲気中へ混入しないように、排ガスをグローブボックスの排気口付近に放出し、その大部分を速やかにボックス外へ排出する構造・配置とした。

(2) DCA 発光スタンド用給気系

DCA 発光スタンド内には、炭素鋼製の歯車等から構成される上下電極間隔調節用の駆動機構が設備されている。これが、グローブボックス内雰囲気中に含まれる ICP 発光分光分析用試料の酸性蒸気による発錆に起因して作動不良を起こすことがコールド試験過程で判明した。このため、Fig. 1 に示したように、グローブボックス内の給気口から DCA 発光スタンドに給気用配管（給気流量調節バルブ付）を設けて、直接供給された新鮮な空気によりスタンド内部を常時フラッシングできるようにした。

3.1.7 冷却水循環装置（島津製作所製 CWC-3500 形の改造）

本装置は、DCA 発光スタンドの上下電極チャック、ICP 発光スタンドの高周波誘導コイルおよび排ガス冷却器の熱交換部に冷却水を循環する。その主な性能等は次のとおりである。

- (イ) 冷却方式：冷凍器内蔵の強制空冷式
- (ロ) 冷却能力： 3500 kcal/h
- (ハ) 冷却水温度： $10^\circ \sim 17^\circ \text{C}$ の範囲内任意温度で調節可能
- (ニ) 送水能力：流量； 12 l/min （圧力 3 kg/cm^2 時）
圧力； $1 \sim 3 \text{ kg/cm}^2$
- (ホ) 水槽：容量； 30 l
材質；ステンレス鋼（SUS 304）
構造；密閉型（気密構造の排水および注水ノズル付）
- (ヘ) 付属計器：警報設定付温度計，警報設定付圧力計，流量計
- (ト) 配管および接続：ステンレス製鋼管およびステンレス鋼（SUS 316）製スエーゴロック式コネクタ
- (チ) 外形寸法：幅 $54 \times$ 奥行 $60 \times$ 高さ 122 （単位 cm）

規格品では、本装置は非密閉構造で、配管等には塩化ビニール管等が使用されているが、2.2 (8)で述べた設計条件に適合するため、接水部の構成材はすべてステンレス鋼にするとともに、(ホ)の水槽を含む全系を気密型密閉構造に改良した。

冷却水の循環流路系は、Fig.3に示したように、電極チャックおよび高周波誘導コイル用とガス冷却器用の2系統であり、電気的絶縁部を除きステンレス鋼配管である。

3.1.8 安全警報系

グローブボックスを除く本装置に係わる安全警報およびインターロックは、以下に述べるとおりである。

(1) DCA発光分光分析関係の安全警報およびインターロック

(イ) DCA発光分光分析時に、次の異常事象が起こった場合、DCA電源装置の発光起動回路の通電が断になり、アーク発光が停止するとともに、安全警報装置において異常の種類別に警報表示が点灯し、警報ブザーが吹鳴する。

- ① 電極チャック用冷却水の循環圧力（流量）低下
- ② 電極チャック用冷却水の温度上昇
- ③ DCA発光スタンドの外側表面の温度上昇
- ④ グローブボックスの温度上昇
- ⑤ 震度3以上の地震発生

(ロ) (イ)①～⑤の異常事象発生に伴う警報は、「不純物定量装置異常」として燃料研究棟保安管理室の集中警報監視盤に発信し、表示点灯すると同時に電子警報音で全棟に通報する。

(ハ) DCA発光スタンドの前面扉を開けた場合、DCA電源装置の発光起動回路の通電が遮断になるほか、3.1.1 (1) (ハ)で述べた排気ファンが稼動してスタンド内にグローブボックス内の空気を吸い込み、浮遊Pu微粉末の散逸を抑制する。排気ファン作動と同時に運転表示ランプが点灯する。

(2) ICP発光分光分析関係の安全警報およびインターロック

(イ) ICP発光分光分析時に、次の異常事象が発生した場合、高周波電源装置の高周波出力回路の通電が断となり、プラズマが停止するとともに、安全警報装置において異常の種類別に警報表示が点灯し、警報ブザーが吹鳴する。

- ① 排ガス冷却器の排気ファンの停止
- ② 排ガス冷却器の排出ガスの温度上昇
- ③ 排ガス冷却器および高周波誘導コイル用冷却水の循環圧力（流量）低下
- ④ 排ガス冷却器および高周波誘導コイル用冷却水の温度上昇
- ⑤ プラズマ発生およびプラズマトーチ冷却用アルゴンガスの供給圧力低下
- ⑥ グローブボックスの負圧破壊
- ⑦ ICP発光スタンドおよび排ガス冷却器の外側表面の温度上昇
- ⑧ 震度3以上の地震発生

異常事象⑥では、プラズマ生成、プラズマトーチ冷却および液体試料キャリア用アル

ゴンガスの供給（合計流量：約 20 ℓ/min）が停止するとインターロックが働き、グローブボックスの負圧破壊への影響を低減する。

(ロ) (イ)①～⑧の異常事象の発生は、(1)(ロ)と同様に保安管理室の集中警報監視盤においても「不純物定量装置異常」として表示点灯し、警報音で周知する。

(ハ) ICP 発光スタンドの前面扉を開けた場合、高周波電源回路の通電を遮断して、作業者の安全を確保する。

(ニ) DCA 電源装置と高周波電源装置は、同時に作動しない。

(3) 安全警報盤

本警報盤は、(1)および(2)で述べたすべての異常事象を検知して、そのパネル面に Table 2 に示す種類別で表示点灯するとともに、ブザーで現場に周知する。外形寸法は幅 48 × 奥行 56 × 高さ 18（単位 cm）であり、Fig. 1 に示したようにグローブボックス架台の脚を利用して設置した。

3.2 グローブボックス

本グローブボックスは、燃料研究棟に既設の標準型空気系グローブボックスと同じ構造であり、グローブボックス本体、架台、給排気系、安全警報系、放射線遮蔽体などから構成される。それらの詳細については、参考文献 13-18) ですでに報告しているので、ここでは本グローブボックスで新規に採用した特徴等について述べる。

(1) グローブボックス本体

グローブボックス本体は、ステンレス鋼（SUS 304）板（厚さ 6 mm）の溶接組立箱形構造の両面操作型であり、その外観は Fig. 4 に示すとおりである。本体の外形寸法は、幅 225 × 奥行 100 × 高さ 120（単位 cm）で、その内容積は約 2.7 m³ である。高さが燃料研究棟標準型グローブボックスの 100 cm に比べ 20 cm も高いが、その理由は内装装置の光学架台、ICP 発光スタンド、排ガス冷却器および排気ダクトを組み立てた合計高さが 110 cm を超えるためである。その結果、本グローブボックスは、燃料研究棟に既設のグローブボックス 33 台（空気系 25 台、アルゴンガス雰囲気系 8 台）のうちで最も大きいものとなった。この理由から、想定地震時のグローブボックス本体の構造強度、閉じ込め機能等を維持するために、主構造材であるステンレス鋼（SUS 304）板には、その厚さが標準型グローブボックスに比べて 2 mm も厚い 6 mm のものを使用した。また、窓面を除くグローブボックス内表面には、雰囲気中に含まれる酸性蒸気に対する耐腐食性を増強する目的で、白色のエポキシ樹脂系のペンキを塗装した。

グローブボックスの窓材 6 面には、従来使用してきた重合型アクリル樹脂板に比べて耐薬品性、耐熱性等に優れた架橋型アクリル樹脂板（厚さ 10 mm）を初めて採用した。架橋型アクリル樹脂板は、グローブボックス窓材として重要な機械的性質（引張強さ、曲げ強さ等）および光学的性質（全光線透過率、屈折率等）についても重合型アクリル樹脂板と同等または僅かに優れている。グローブポートは合成樹脂製の動燃Ⅱ型（口径 20 cm）であり、両操作面合わせて 12 双を、内装装置の操作性、保守性等に最適な窓面の位置に取り付けた。物品搬出入用のバッグポートは、内径 300 mm および 550 mm の各 1 式であり、グローブボックスの側面および天井

面にそれぞれ溶接で取り付けられたボックス本体との一体構造である。小口径バックポートは定常作業用であるが、大口径バックポートは耐用期間が比較的短いと見込まれる排ガス冷却器等の内装装置の更新を対象としている。したがって、大口径バックポートの使用頻度は極めて少ないと予想されることから、その設置場所として作業性は悪いが、スペースに若干余裕のある天井面を選んだ。

(2) 架 台

グローブボックス本体を支持固定する架台は、等辺山形鋼 (SS 41, 辺 65 mm × 辺 65 mm × 厚さ 8 mm) を用いた溶接組立構造であり、その外形寸法は幅 221 × 奥行 96 × 高さ 70 (単位 cm) である。架台の総負荷重量が約 950 kg と大きいため、架台の接点部の全てに補強リブ (SS 41) を、脚 8 本には奥行方向に支持フレーム (SS 41) を溶接で取り付けることによって架台の構造的補剛を行った。本グローブボックスではその架台の高さを、立体作業姿勢の標準高さである 90 cm に対して 70 cm とした。その理由は、① DCA および ICP 発光スタンドの分光器に対する光軸を水平にするために、前者の光源と後者の入射口との高さ位置を近づける、② DCA および ICP 発光分光分析法による分析は神経を使う繊細なグローブ作業であるために、椅子座位作業姿勢が適しており、その場合の標準架台高さは 70 cm である、③ グローブボックス天井までの床面からの高さは、屋根部に設置した負圧指示計等の読み取りが容易な 200 cm 以下が望ましいためである。

(3) 給・排気系

グローブボックスの給・排気系および計測制御系は、Fig. 5 に示すとおりである。グローブボックス内雰囲気は必要に応じて空気からアルゴンガスへのワンス・スルー (Once-through) 方式による置換が、給気系の手動三方弁 (ステンレス鋼製 3 インチボールバルブ) の切り換え操作によって可能である。アルゴンガス置換の進捗状況は、グローブボックスの雰囲気ガスを小型ガスライン高性能フィルタ (捕集効率: 粒径 0.05 μm の粉塵に対して 99.99% 以上) を通してサンプリングを行い、他グローブボックスと共用の既設のセラミック式酸素分析装置 (目盛範囲 0 ~ 10⁴ ppm) によって酸素濃度を連続測定して調べる。

本グローブボックスでは、分析時に DCA および ICP 発光スタンドに付設の排気ダクトから放出される排ガスは、前述したようにできるだけ速やかにグローブボックス外へ排出することが望ましい。このため、分析時にはグローブボックスの換気量を放出排気量 (約 120 m³/h) 相当に増大する必要がある。一方、グローブボックスの換気量は、グローブボックスと室または排気ダクト (排気第 1 系統, 負圧 150 mmH₂O) との差圧および給・排気時の圧力損失に依存する。グローブボックスが所定の負圧 (30 mmH₂O) に維持された場合、給・排気系の差圧はそれぞれ約 30 および約 120 mmH₂O と一定である。以上の理由から、本グローブボックスでは換気時の圧力損失を低減して換気量を増大するために、給・排気系のステンレス鋼 (SUS 304) 配管を従来の標準型グローブボックスの呼び径 2 B から 3 B および 2 1/2 B に変更するとともに、給・排気系の高性能エアフィルタ (セルフコンテンド型, アスベスト製セパレータ, ガラス繊維製濾紙) はその定格風量を 1.43 m³/min から 3.84 m³/min のものに改めた。

グローブボックス内負圧監視用の圧力指示警報計 (PIA) およびアルゴンガス置換時の負圧制御用の圧力指示調節計 (PIC) には、その圧力検出用ダイヤフラムが耐食性に優れたステンレ

ス鋼 (SUS 216) 製のもの (上下限警報接点付, 圧力指示目盛範囲 $-150 \sim +50 \text{ mmH}_2\text{O}$) を使用した。

(4) 安全警報系

グローブボックスそれ自体の安全警報としては, 温度上昇 (60°C 以上), 負圧破壊 ($5 \text{ mmH}_2\text{O}$ 以下) および負圧超過 ($55 \text{ mmH}_2\text{O}$ 以上) の 3 種類を設けた。これらの異常予告警報は, グローブボックスに付設した現場警報盤で表示点灯およびブザーの吹鳴とともに, 燃料研究棟保安管理室の集中警報監視盤へも異常別に発信し, さらに夜間, 休日等には中央警備詰所まで通報する。また, 警報の電源には非常用電気系統を接続して, 安全警報の機能を常時確保している。

(5) 遮蔽体

使用する Pu 等の核燃料から放出される γ 線用遮蔽板には, 厚さ 23 mm , 鉛当量 1.5 mm (公称値) の透明な含鉛アクリル樹脂板を使用した。遮蔽板は, 含鉛アクリル樹脂板の機械的強度がやや弱いため, 板の縁部を保護する目的で, 断面がコ字形のステンレス鋼 (SUS 304) 製の枠を板周囲に取り付けた構造である。板 1 枚当たりの大きさは縦 $110 \times$ 横 70 (単位 cm) であり, これをグローブボックス窓板 6 面の外側に支持固定した。

(6) 光学窓および光学架台連結部

DCA および ICP 発光スタンドから分光器に至る光路に設けたグローブボックスの窓は, 光学用石英板 (直径 $70 \text{ mm} \times$ 厚さ 10 mm) を真空規格の O リングフランジに取り付けた気密構造である。

両発光スタンドを支持固定する光学架台は, 光軸を保持するために, さらにグローブボックスの外に設置した分光器に連結・固定する必要がある。光学架台を分光器まで延長するためのグローブボックス境界における気密部は, ステンレス鋼 (SUS 316) 製ペローズ管 (直径 $120 \text{ mm} \times$ 長さ 100 mm) の使用により光軸調節に伴う光学架台の微動を可能にするとともに, 真空規格の気密性を有する構造とした。

3.3 配 置

(1) 実験室内の配置

102号室におけるグローブボックスおよび発光分光分析装置の各構成装置の配置は, Fig. 6 に示すとおりであり, グローブボックスの両操作面側には奥行方向に 1 m 以上の作業領域を, また装置周囲には幅 50 cm 以上の保守点検および非常避難用の通路を設けた。構成装置のうちグローブボックス, 分光器等は床固定設置であるが, 高周波電源装置およびデータ処理装置は必要に応じて移動が可能なキャスタ付き等の構造である。高周波電源装置の移動は分光器および冷却水循環装置の内部構成の保守・修理に, またデータ処理装置の移動は 102号室出入口からの大型装置等の搬出入に必要な作業領域の確保を目的としている。

(2) グローブボックス内の配置

ICP 発光分光分析用液体試料から発生した酸性蒸気によるグローブボックス内装装置の腐食劣化等を回避する観点からは, 西独のカーlsruエ研究所で採用しているように,⁷⁾ DCA

および ICP 発光スタンドを、雰囲気を隔離した 2 台のグローブボックス内にそれぞれ配置するのが理想的である。また、測定感度の見地からも、2 台のグローブボックス内に配置して両スタンドの発光源から分光器までの光路長を最短にするのが望ましい。しかしながら、102 号室の利用可能な床面積、装置製作予算等に厳しい制限があったため、本装置では、DCA および ICP 発光スタンドを 1 台のグローブボックス内に、しかも 1 台の分光器により容易に測定できるように同一光路上に配置した。その結果、全構成装置は、前述したように 102 号室の使用条件をほぼ満足するコンパクトな配置とすることができた。

グローブボックス内における DCA および ICP 発光スタンドの配置は、Fig.1 に示したように分光器寄り側に ICP 発光スタンドを、その隣りに 27 cm の間隔を設けて DCA 発光スタンドを並べる設計で、グローブによる作業性も確保した。

4. 安全性能検査

グローブボックスおよび定量装置本体の安全に係わる主な性能検査の概要およびその結果について述べる。

4.1 グローブボックス

(1) 材 料

グローブボックス本体および給・排気系のうち、Pu の閉じ込め機能に係わる本体、配管等の構成材について、その化学成分および機械的強度が日本工業規格品の規格基準、JIS G4304 SUS 304 および JIS G3459 SUS 304TP に適合していることを材料証明書(ミルシート)により確認した。

(2) 溶接の健全性

グローブボックス本体および給・排気系のうち、Pu の閉じ込め機能に係わる本体、配管等の溶接部の全線について、日本工業規格 JIS Z 2343 に基づく浸透探傷試験を行い、欠陥による発色がないことにより溶接の健全性を確認した。

(3) 耐震安全性

(イ) 固有振動数

全内装装置を格納した、使用状態におけるグローブボックスが静的地震力(水平方向 0.36)に対して剛構造(固有振動数が 20 Hz 以上)であることを確認するため、グローブボックス全体を二質点系にモデル化して固有振動係数の計算を行い、20.57 Hz を得た。

(ロ) グローブボックスの固定

グローブボックス本体と架台との固定用ボルト(M8×12本)、グローブボックスの高さ調節用ボルト(M12×16本)およびグローブボックスの床へのアンカーボルト(M24×8本)について、地震時(水平地震力 0.36)に作用する応力を、転倒に対して不利な短辺方向で計算により求めた。得られたせん断応力および引張応力は、それぞれ 57 kg/cm² および 97 kg/cm²

および I C P 発光スタンドを、雰囲気を隔離した 2 台のグローブボックス内にそれぞれ配置するのが理想的である。また、測定感度の見地からも、2 台のグローブボックス内に配置して両スタンドの発光源から分光器までの光路長を最短にするのが望ましい。しかしながら、102 号室の利用可能な床面積、装置製作予算等に厳しい制限があったため、本装置では、D C A および I C P 発光スタンドを 1 台のグローブボックス内に、しかも 1 台の分光器により容易に測定できるように同一光路上に配置した。その結果、全構成装置は、前述したように 102 号室の使用条件をほぼ満足するコンパクトな配置とすることができた。

グローブボックス内における D C A および I C P 発光スタンドの配置は、Fig.1 に示したように分光器寄り側に I C P 発光スタンドを、その隣りに 27 cm の間隔を設けて D C A 発光スタンドを並べる設計で、グローブによる作業性も確保した。

4. 安全性能検査

グローブボックスおよび定量装置本体の安全に係わる主な性能検査の概要およびその結果について述べる。

4.1 グローブボックス

(1) 材 料

グローブボックス本体および給・排気系のうち、Pu の閉じ込め機能に係わる本体、配管等の構成材について、その化学成分および機械的強度が日本工業規格品の規格基準、JIS G 4304 SUS 304 および JIS G 3459 SUS 304TP に適合していることを材料証明書(ミルシート)により確認した。

(2) 溶接の健全性

グローブボックス本体および給・排気系のうち、Pu の閉じ込め機能に係わる本体、配管等の溶接部の全線について、日本工業規格 JIS Z 2343 に基づく浸透探傷試験を行い、欠陥による発色がないことにより溶接の健全性を確認した。

(3) 耐震安全性

(イ) 固有振動数

全内装装置を格納した、使用状態におけるグローブボックスが静的地震力(水平方向 0.36)に対して剛構造(固有振動数が 20 Hz 以上)であることを確認するため、グローブボックス全体を二質点系にモデル化して固有振動係数の計算を行い、20.57 Hz を得た。

(ロ) グローブボックスの固定

グローブボックス本体と架台との固定用ボルト(M8×12本)、グローブボックスの高さ調節用ボルト(M12×16本)およびグローブボックスの床へのアンカーボルト(M24×8本)について、地震時(水平地震力 0.36)に作用する応力を、転倒に対して不利な短辺方向で計算により求めた。得られたせん断応力および引張応力は、それぞれ 57 kg/cm² および 97 kg/cm²

cm²以下であり、いずれもボルトの許容せん断応力(900kg/cm²)および許容引張応力(1200kg/cm²)以下であった。

(4) 遮蔽板(含鉛アクリル樹脂板)の遮蔽検査

(イ) 遮蔽性能

グローブボックス窓面の外側に取り付けた含鉛アクリル樹脂板の遮蔽性能は、次に述べる線源使用条件に基づいて含鉛アルカリ樹脂板の外表面から10cmの位置における線量当量率を計算することにより調べた。グローブボックス内の線源条件は、本グローブボックスの許可最大取扱量であるPu50gのうち、2gは分析に供試中であり、残る48gは遮蔽の機能を備えた試料保管容器(厚さ約8mmのSUS304板製)内に保管されており、これらPuは窓面から内側へ30cm離れた場所に位置しているとして、実際の分析作業に近いPu使用状況で設定した。Puの同位体組成等の条件は2.1(3)で述べたとおりである。その結果、評価位置における合計線量当量率は0.011mSv/hであり、基準値(0.02mSv/h)を下回った。

なお、含鉛アクリル樹脂板は、その主成分がH、C等の軽元素であるので、Puから放出される中性子源に対しても遮蔽効果を有すると考えられる。しかし、現在公認の分析データがないため、上記の遮蔽性能計算においては、ガンマ線のみを含有鉛による遮蔽の対象とし、中性子線は距離による減衰効果だけを考慮した。

(ロ) 鉛含有量

含鉛アクリル樹脂板中の鉛含有量は、(財)化学品検査協会に定量を依頼して、板6面から採取した試料片について、湿式分解・キレート滴定法によって行った。その結果、鉛含有量は全面において遮蔽性能計算条件の値(29.0w/o)を超えた29.23~30.12w/oであった。

(ハ) 密度

含鉛アクリル樹脂板の密度は、上述の鉛定量と同様に(財)化学品検査協会に測定を依頼し、試料片について水中懸架法により測定を行った。その結果、密度はいずれの板においても遮蔽性能計算条件の値(1.58g/cm³)を上回る1.60g/cm³であった。

(ニ) 厚さ

含鉛アクリル樹脂板の厚さは、現物6面についてノギス(JIS1級)により測定し、全面において遮蔽性能計算条件の厚さ(20mm)以上の約23mmであることを確認した。

(5) 試料保管容器の遮蔽性能

固体および液体用の試料保管容器(各1式)(許可Pu保管量、最大50g)の遮蔽性能検査のうち、容器の構成材料についてはその化学成分が日本工業規格の規格基準、JIS G4304 SUS304に適合していることを材料証明書により確認した。また、遮蔽に寄与する箱型容器の6壁面の厚さはノギス(JIS1級)により測定し、(4)(イ)で述べた含鉛アクリル板の遮蔽性能計算条件として使用した厚さ(7mm)を超える約8mmであることを確認した。

(6) 気密性

グローブボックス本体の気密性は、漏洩率を大気圧比較法により測定し、規準値0.1Vol%/hを下回る0.05Vol%/h以下であることをもって確認した。一方、大気圧比較法による漏洩試験の対象外であった給・排気系配管等の気密性については、ハロゲン漏洩検査法および石けん法により調べた。

(7) 安全機能

(イ) 負圧および換気量

グローブボックス内負圧は室内圧に対して $30 \text{ mmH}_2\text{O}$ に常時安定して維持され、その時の換気量は、グローブボックス給気口の風速測定から最大 $135 \text{ m}^3/\text{h}$ まで確保できることがわかった。この最大換気量は、グローブボックス換気回数で約 $50 \text{ 回}/\text{h}$ に、また、グローブ 1 本脱落時のグローブポート開口部における空気流入線速で約 $66 \text{ m}/\text{min}$ に相当する。

(ロ) 換気切換え

グローブボックス内雰囲気は、給気系の空気—アルゴンガス給気三方弁の切換え操作によって、その負圧を $30 \pm 10 \text{ mmH}_2\text{O}$ の範囲内に維持しながら、空気からアルゴンガスのワンズ・スルー (Once-through) に置換できることを確認した。置換所要時間は、アルゴンガス (1 ppm, 水分 2.5 ppm) の供給量が $40 \text{ m}^3/\text{h}$ のとき、グローブボックス内雰囲気の酸素濃度が 1% に到達するまでに約 13 分、100 ppm までに約 40 分であった。

(ハ) 安全警報

グローブボックスの負圧破壊および超過警報は、それぞれ 5 および $55 \text{ mmH}_2\text{O}$ で、現場の警報盤および保安管理室の集中警報盤で同時に表示点灯およびブザーが吹鳴することを確認した。また、温度上昇警報についても両警報盤で点灯・吹鳴することをグローブボックス内温度検出器を 60°C に調節したドライヤの熱風で加熱することによって調べた。

4.2 発光分光分析装置

(1) 耐震安全性

(イ) 内装装置の固定

グローブボックス内装装置のうち DCA および ICP 発光スタンドについて、地震時 (水平地震力 0.36) にこれらをグローブボックス床面に固定または支持するボルト (M10×8 本および M8×16 本) および L 型金具に作用する応力を、転倒しやすい短辺方向に対して計算で求めた。その結果得られた引張応力は $161.3 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 以下であり、固定ボルト等の許容引張応力 ($1200 \text{ kg}/\text{cm}^2$) を下回った。

また、使用した固定用 L 型金具の長さおよび厚さ、ならびにボルトの規格 (直径)、員数および配置が、上記耐震設計計算の条件を満足していることを、ノギス (JIS 1 級) 等の測長器による測定、目視等によって調べて確認した。

(ロ) 分光器等の固定

耐震安全上重要な、グローブボックス外に設置の分光器、高周波電源装置および冷却水循環装置についても、(イ)と同様にこれら装置を部屋の床面に固定するアンカボルト等に作用する応力を計算し、ボルト等の許容応力に比べて小さいことを確認した。また、使用したアンカボルト等の規格、員数および配置が耐震安全設計計算の条件に適合していることも合わせて調べた。

(2) 安全機能

(イ) 内装装置の表面温度

グローブボックス内装装置のうち発熱源を有するDCAおよびICP発光スタンドについて、熱的に最大使用条件の発光状態にあるときの表面温度を接触温度計により測定した。その結果、両発光スタンドの表面温度は、(室温+5℃)以下であった。

(ロ) 排ガスの温度

ICP発光スタンドが熱的に最も厳しい発光状態(出力1.6kW)にあるとき、排ガス冷却器から放出される排気の温度をアロメル・クロメル熱電対で測定した。その結果、冷却水の温度および流量がそれぞれ10℃および12ℓ/minのときの排ガス温度は27℃であった。排ガス冷却器の冷却性能に係わる詳細については、次章で述べる。

(ハ) 安全警報およびインターロック

アーク発光またはICP発光状態において、3.1.8で述べた諸異常現象を人為的に起こし、Table 2に示したように各異常に対応してインターロックが作動するほか、警報が現場安全警報装置において異常の種類別に表示が点灯し、ブザーが吹鳴すると同時に保安管理室の集中監視装置にも「不純物定量装置異常」として表示点灯し、警報音が燃料研究棟の全館に吹鳴することを確認した。

5. 基本性能試験

5.1 光学系

本装置では、発光スタンド2台をグローブボックス内に設置しているために光路長が市販装置よりも長くなるが、光軸レンズ系を設置して減光を防止している。市販の単独のDCAまたはICP発光分光分析装置と本装置との光学系の性能を比較するために、BEC(Background Equivalent Concentration)値を測定した。BEC値は、Fig.7に示す発光線プロファイルを有するとき、次式により定義される。¹⁹⁾

$$BEC = \frac{B_s}{I_s} \times C_s$$

ここで、 B_s はバックグラウンド強度、 I_s は発光強度であり、 C_s は試料溶液の濃度(ppm)である。上式より明らかのように、BEC値も C_s と同じ単位をもつことになる。BEC値を通常光学系とグローブボックス内設置系で比較した結果をTable 3に示す。同表でBEC値の比である(a)/(b)の値が低いものほど、グローブボックス内に設置した場合の感度低下が大きいことを表している。DCA発光分光分析法の場合、光源がICP発光分光分析法と比較して不安定であるために、Fe、Coで1を下回る値となっている。一方、ICP発光分光分析法の場合では、レンズ系を採用することにより、平均的に各元素に対する感度向上が認められる。しかしながら、いずれの場合においても、今回のグローブボックス内に設置した光学系で著しい感度低下は認められず、市販装置の性能を十分に維持した状態でグローブボックス内に設置するこ

(2) 安全機能

(イ) 内装装置の表面温度

グローブボックス内装装置のうち発熱源を有するDCAおよびICP発光スタンドについて、熱的に最大使用条件の発光状態にあるときの表面温度を接触温度計により測定した。その結果、両発光スタンドの表面温度は、(室温+5℃)以下であった。

(ロ) 排ガスの温度

ICP発光スタンドが熱的に最も厳しい発光状態(出力1.6kW)にあるとき、排ガス冷却器から放出される排気の温度をアロメル・クロメル熱電対で測定した。その結果、冷却水の温度および流量がそれぞれ10℃および12ℓ/minのときの排ガス温度は27℃であった。排ガス冷却器の冷却性能に係わる詳細については、次章で述べる。

(ハ) 安全警報およびインターロック

アーク発光またはICP発光状態において、3.1.8で述べた諸異常現象を人為的に起こし、Table 2に示したように各異常に対応してインターロックが作動するほか、警報が現場安全警報装置において異常の種類別に表示が点灯し、ブザーが吹鳴すると同時に保安管理室の集中監視装置にも「不純物定量装置異常」として表示点灯し、警報音が燃料研究棟の全館に吹鳴することを確認した。

5. 基本性能試験

5.1 光学系

本装置では、発光スタンド2台をグローブボックス内に設置しているために光路長が市販装置よりも長くなるが、光軸レンズ系を設置して減光を防止している。市販の単独のDCAまたはICP発光分光分析装置と本装置との光学系の性能を比較するために、BEC(Background Equivalent Concentration)値を測定した。BEC値は、Fig.7に示す発光線プロファイルを有するとき、次式により定義される。¹⁹⁾

$$BEC = \frac{B_s}{I_s} \times C_s$$

ここで、 B_s はバックグラウンド強度、 I_s は発光強度であり、 C_s は試料溶液の濃度(ppm)である。上式より明らかなように、BEC値も C_s と同じ単位をもつことになる。BEC値を通常光学系とグローブボックス内設置系で比較した結果をTable 3に示す。同表でBEC値の比である(a)/(b)の値が低いものほど、グローブボックス内に設置した場合の感度低下が大きいことを表している。DCA発光分光分析法の場合、光源がICP発光分光分析法と比較して不安定であるために、Fe、Coで1を下回る値となっている。一方、ICP発光分光分析法の場合では、レンズ系を採用することにより、平均的に各元素に対する感度向上が認められる。しかしながら、いずれの場合においても、今回のグローブボックス内に設置した光学系で著しい感度低下は認められず、市販装置の性能を十分に維持した状態でグローブボックス内に設置するこ

とができた。

5.2 光電測光系

光分器内部に設置した波長駆動部の外観を Photo.4 に示す。図中④で示したグレーティングランプは測光装置が正常に動作しているかどうかを確認するためのものである。このランプを点灯して測光することにより各検出器系の光電子増倍管、インテグレータ等の劣化度を検知することができる。Table 4 に、各元素に対する10回測定を行った時の強度値と AVE (10回測定の平均値)、R (最大値と最小値の差)、STD (標準偏差) および CV 値 (変動係数) を示す。各元素に対応する強度値に多少感度の違いが認められるものの変動係数はいずれも小さく、安定した測光が可能であることがわかる。

定量性能を確認するために、ICP および DCA 発光分光分析法について混合標準試料を用いて検量線を作成した。ICP 用の標準試料は、和光純薬工業(株)製の原子吸光分析用金属標準液 (1000 ppm) を適宜希釈混合して調製した。また、DCA では、SPEX 社製のグラファイト粉末をマトリックスにした混合標準試料である SPEXMIX (#1000) を使用した。ICP 用の検量線を作成するために、Al, Ba, Cr, Na, Fe および Co をそれぞれ 0.001 ppm, 0.01 ppm, 0.1 ppm, 1.0 ppm および 10 ppm になるように調製した混合標準溶液を用いて発光強度測定を行い、その平均値および標準偏差、相関係数、BEC 値を求めた。その結果を Table 5 に示す。また、これらの値を用いて作成した検量線を Fig.8 から Fig.13 に示す。一方、DCA 用の検量線作成は、ICP の場合と同様の元素について、1 ppm, 3 ppm, 10 ppm および 30 ppm のグラファイトベースの SPEXMIX (#1000) を、Fig.14 に示す形状のグラファイト電極²⁰⁾に充填して発光させ、各濃度について5回測定を行い、平均値および標準偏差、相関係数、BEC 値を求めた。その結果を Table 6 に示す。また、これらの値を用いて作成した各元素の検量線を Fig.15 から Fig.20 に示す。本装置に接続しているデータ処理装置 QC-7 では、検量線作成の際に入力する標準試料の濃度とその発光強度について、1次、2次および3次関数でフィッティングすることが可能である。Fig.8 から Fig.13 および Fig.15 から Fig.20 に示した検量線は、いずれも QC-7 を用いて1次関数でフィッティングしたものである。また、各々の検量線について、関数の係数、標準偏差および BEC 値が検量線の下部に表示される。上述の6元素中では、ICP の場合の Al と Na について、BEC 値がやや高いものの各元素とも Table 5 の r^* に示すように、優れた相関関係を有している。一方、DCA では、全体的に BEC 値が高く、相関係数も ICP と比較してやや劣るもののほぼ満足できる検量線が得られた。

5.3 写真測光系

島津製作所製の分光器 GEW-170 の最大の特徴は、マルチチャンネルの光電測光に加えて分光用乾板によるスペクトル写真撮影が可能なことである。Photo.5 にスペクトル写真の一例を示す。写真に①で示したスペクトルは 100 ppm の鉄の溶液を露出時間 180 秒で撮影したものである。②は、ブランク試料であり、露出時間は①同様 180 秒間である。③および④は、いずれ

も、0.1 Mの鉄の溶液であり、③は露出時間を150秒間に、④は90秒に設定して撮影したものである。いずれの試料の場合も物理的干渉を防止するために、酸濃度を0.1 Mの硝酸酸性にした。得られたスペクトル写真は、分光写真投影器（島津製作所製2 A形）を用いて標準スペクトル写真と比較することにより波長を決定した。スペクトル写真に付記した波長のうち、259.940 nmに相当する発光線が光電測光時における測定波長である。写真より明らかなように低濃度の①の場合には、隣接する259.837 nmと明確に分離されている。しかしながら、③および④のように、高濃度の試料では、隣接するスペクトルとの識別が不可能になる。今回の分光器選定に際し、このGEW-170を採用した理由の一つは、写真撮影による微量試料の定性分析が可能であるからである。シーケンシャルタイプの分光器では、広範囲の波長スキャンには多量の試料が必要であり、これは、プルトニウム等を取り扱う施設では、あまり好ましいことではない。DCA発光分光分析法とICP発光分光分析法を組み合わせる発想の原点は、予備的に粉末試料（未知試料）を発光させてスペクトル写真を撮影し、ある程度の含有量、含有している元素等を推定した後に粉末試料を溶解し、化学分離等を行う定量分析に反映できることである。

5.4 排ガス冷却器

1台のグローブボックス内に、粉末試料を取り扱うDCA発光スタンドと液体試料を取り扱うICP発光スタンドを設置しているために、ICP発光スタンドから発生する酸性蒸気によるDCA発光スタンドの腐食およびその他の内装機器の腐食が懸念される。本装置では、ICP発光スタンドから発生する高温の酸性蒸気を冷却回収するためにスタンド上部に排ガス冷却器を設置している。

排ガス冷却器の性能を確認するために、ICPの出力を1.6 kW、冷却水水量を12 ℓ/min、水圧を1 kg/cm² および排ガス冷却器内の空気流量を6 m³/min以下とした時の排ガス冷却器入口のガス温度、出口のガス温度、復路水温、往路水温の経時変化を測定した。その結果をFig. 21に示す。ICP点灯を継続した場合排ガス冷却器の入口ガス温度が約170℃から180℃に上昇するが、排ガス冷却器の出口温度が約27℃に保たれており、排ガス冷却器は、設計性能を満足していることを確認した。

6. あ と が き

大洗研究所の燃料研究棟に、我が国で初めてDCAおよびICPの両発光源を備えた「プルトニウム燃料用微量金属不純物定量装置」を整備した。DCAおよびICP発光スタンドを1台のグローブボックス内に、しかも1台の分光器で測定できるよう同一光路上に配置する新規な設計を採用して、定量装置全体の小型化に成功した。その結果、燃料研究棟102号室（物性室）の限られた床面積（4 m×4 m）にグローブボックスの作業性および安全性の条件（作業スペース、保守点検・緊急避難用通路等）をほぼ満足して設置することができた。また、新しい

も、0.1 Mの鉄の溶液であり、③は露出時間を150秒間に、④は90秒に設定して撮影したものである。いずれの試料の場合も物理的干渉を防止するために、酸濃度を0.1 Mの硝酸酸性にした。得られたスペクトル写真は、分光写真投影器（島津製作所製2 A形）を用いて標準スペクトル写真と比較することにより波長を決定した。スペクトル写真に付記した波長のうち、259.940 nmに相当する発光線が光電測光時における測定波長である。写真より明らかなように低濃度の①の場合には、隣接する259.837 nmと明確に分離されている。しかしながら、③および④のように、高濃度の試料では、隣接するスペクトルとの識別が不可能になる。今回の分光器選定に際し、このGEW-170を採用した理由の一つは、写真撮影による微量試料の定性分析が可能であるからである。シーケンシャルタイプの分光器では、広範囲の波長スキャンには多量の試料が必要であり、これは、プルトニウム等を取り扱う施設では、あまり好ましいことではない。DCA発光分光分析法とICP発光分光分析法を組み合わせる発想の原点は、予備的に粉末試料（未知試料）を発光させてスペクトル写真を撮影し、ある程度の含有量、含有している元素等を推定した後に粉末試料を溶解し、化学分離等を行う定量分析に反映できることである。

5.4 排ガス冷却器

1台のグローブボックス内に、粉末試料を取り扱うDCA発光スタンドと液体試料を取り扱うICP発光スタンドを設置しているために、ICP発光スタンドから発生する酸性蒸気によるDCA発光スタンドの腐食およびその他の内装機器の腐食が懸念される。本装置では、ICP発光スタンドから発生する高温の酸性蒸気を冷却回収するためにスタンド上部に排ガス冷却器を設置している。

排ガス冷却器の性能を確認するために、ICPの出力を1.6 kW、冷却水水量を12 ℓ/min、水圧を1 kg/cm² および排ガス冷却器内の空気流量を6 m³/min以下とした時の排ガス冷却器入口のガス温度、出口のガス温度、復路水温、往路水温の経時変化を測定した。その結果をFig. 21に示す。ICP点灯を継続した場合排ガス冷却器の入口ガス温度が約170℃から180℃に上昇するが、排ガス冷却器の出口温度が約27℃に保たれており、排ガス冷却器は、設計性能を満足していることを確認した。

6. あとがき

大洗研究所の燃料研究棟に、我が国で初めてDCAおよびICPの両発光源を備えた「プルトニウム燃料用微量金属不純物定量装置」を整備した。DCAおよびICP発光スタンドを1台のグローブボックス内に、しかも1台の分光器で測定できるよう同一光路上に配置する新規な設計を採用して、定量装置全体の小型化に成功した。その結果、燃料研究棟102号室（物性室）の限られた床面積（4 m×4 m）にグローブボックスの作業性および安全性の条件（作業スペース、保守点検・緊急避難用通路等）をほぼ満足して設置することができた。また、新しい

設計の採用に伴い発生した、光路長の増大に起因する測定感度の低下、ICP発光分光分析時に発生する酸性蒸気によるDCA発光スタンド等の問題については、光学系への集光レンズ等の採用、DCA発光スタンドへの直接給気系の新設等により解決できた。その結果、本装置は、グローブボックス内に組み込まない、しかも単一発光機能のDCAまたはICP発光分光分析装置と同等の定量性能を有していることが、BEC (Background Equivalent Concentration) 値の測定・比較から判明した。さらに、プルトニウム使用設備で最も重要な安全機能についても、十分にその性能を備えていることが科学技術庁の施設検査を含む試験・検査で確認された。

本装置の整備をもって、燃料研究棟におけるプルトニウム燃料の主要な成分および不純物分析装置は整った。今後、平成元年度末までプルトニウム使用開始前に不可欠な装置の最終点検・整備等を行い、ウランテストランを経て、平成2年度初めを目標にプルトニウム試料の分析実験を開始する計画である。

謝 辞

本装置の設計・製作にあたり御指導御鞭撻をいただいた燃料・材料工学部近藤達男部長および同部柴是行次長ならびに有益な御助言をいただいた化学部分析センター高島教一郎氏に深く感謝致します。また、本装置の設置に係わる許認可、施設検査等で全面的な御協力をいただいたプルトニウム燃料研究室大道敏彦主任研究員および大洗研究所管理部プルトニウム技術開発室栗原正義室長（燃料研究棟施設管理者）に謝意を表します。

最後に、グローブボックスの窓に架橋型アクリル樹脂板を採用するにあたり、同板について諸情報をご提供いただきました㈱クラレにお礼を申し上げます。

設計の採用に伴い発生した、光路長の増大に起因する測定感度の低下、ICP発光分光分析時に発生する酸性蒸気によるDCA発光スタンド等の問題については、光学系への集光レンズ等の採用、DCA発光スタンドへの直接給気系の新設等により解決できた。その結果、本装置は、グローブボックス内に組み込まない、しかも単一発光機能のDCAまたはICP発光分光分析装置と同等の定量性能を有していることが、BEC (Background Equivalent Concentration) 値の測定・比較から判明した。さらに、プルトニウム使用設備で最も重要な安全機能についても、十分にその性能を備えていることが科学技術庁の施設検査を含む試験・検査で確認された。

本装置の整備をもって、燃料研究棟におけるプルトニウム燃料の主要な成分および不純物分析装置は整った。今後、平成元年度末までプルトニウム使用開始前に不可欠な装置の最終点検・整備等を行い、ウランテストランを経て、平成2年度初めを目標にプルトニウム試料の分析実験を開始する計画である。

謝 辞

本装置の設計・製作にあたり御指導御鞭撻をいただいた燃料・材料工学部近藤達男部長および同部柴是行次長ならびに有益な御助言をいただいた化学部分析センター高島教一郎氏に深く感謝致します。また、本装置の設置に係わる許認可、施設検査等で全面的な御協力をいただいたプルトニウム燃料研究室大道敏彦主任研究員および大洗研究所管理部プルトニウム技術開発室栗原正義室長（燃料研究棟施設管理者）に謝意を表します。

最後に、グローブボックスの窓に架橋型アクリル樹脂板を採用するにあたり、同板について諸情報をご提供いただきました㈱クラレにお礼を申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 半田宗男, 前多厚, 塩沢憲一, 星野昭: “高速炉用プルトニウム混合炭化物系燃料の分析ラインの設計, 製作ならびに性能試験”, JAERI-M 8312 (1979).
- 2) 半田宗男, 前多厚, 矢幡胤昭: “ウラン・プルトニウム混合炭化物燃料中の酸素の定量”, JAERI-M 8406 (1979).
- 3) 半田宗男, 前多厚, 塩沢憲一: “ウラン・プルトニウム混合炭化物燃料中の炭素の定量”, JAERI-M 8414 (1979).
- 4) 半田宗男, 前多厚, 矢幡胤昭, 星野昭: “炭化ウラン中の酸素の定量, 試料調製法の重要性”, 日本原子力学会誌, 21, No 9, 738 (1979).
- 5) A. Maeca, T. Iwai, T. Ohmichi and M. Handa: “Quality Control Uranium-Plutonium Mixed Carbide and Nitride Fuels”, IAEA-TECDOC-466, p.35 (1988); Proc. Tech. Committee Mtg. on Advanced Fuels for FBRs, Vienna, 3-5 Nov. 1987.
- 6) H. Handa, K. Shiozawa, T. Iwai and Y. Arai: “Determination of Nitrogen in UN, PuN and (U, Pu)N by Oxidation in Circulating Oxygen and Gas Chromatographic Measurement of Combustion Gases”, Anal. Chemica Acta, to be published.
- 7) 半田宗男, 平田勝, 塩沢憲一, 福島奨: 「発光分光分析法による核燃料中の金属不純物の定量の現状(調査報告書)」, JAERI-M 90-015 (1990).
- 8) E. Minka: “Chemical Assay as an Element of Quality Control of Light Water Fuels”, D. Vollath (Editor), KfK 3777, p.431 (1984).
- 9) 科学技術庁原子力安全局監修: 「原子力規制関係法令集(89年版)」, 大成出版社, 東京, 433頁(1989).
- 10) 科学技術庁原子力安全局原子力安全調査室監修: “原子力安全委員会安全審査指針集(改訂4版)”, 大成出版社, 東京, (1988).
- 11) 科学技術庁原子力安全局核燃料規制課編: “核燃料施設の技術基準(解説)”, (財)原子力安全技術センター, 東京, 29頁(1987).
- 12) (株)島津製作所編: “グローブボックスに配置したICP光源”, 島津科学器機ニュース, Vol.23, No 1, 19 (1982).
- 13) 大道敏彦, 笹山龍雄, 前多厚, 渡辺斉: “プルトニウム蒸発挙動測定グローブボックスの製作”, JAERI-M 7572 (1978).
- 14) 半田宗男, 高橋一郎, 渡辺斉: “ウラン・プルトニウム混合炭化物燃料の汎用高温実験装置”, JAERI-M 7924 (1978).
- 15) 福島奨, 阿部治郎, 栗原正義: “U-Pu混合炭化物系燃料用熱定数測定装置の試作と性能試験”, JAERI-M 8299 (1979).
- 16) 福島奨, 荒井康夫, 半田宗男, 大道敏彦, 塩沢憲一: “U-Pu炭化物燃料用試料表面処理装置”, JAERI-M 8248 (1979).

- 17) 半田宗男, 大道敏彦, 塩沢憲一, 福島奨, 荒井康夫, 平居暉士: “プルトニウム燃料用しゃへい型X線マイクロアナライザ”, JAERI-M 8322 (1979).
- 18) 笹山龍雄, 鈴木康夫, 渡辺齊, 半田宗男: “ウラン・プルトニウム混合炭化物燃料ピンの製作設備”, JAERI-M 83-136 (1983).
- 19) 原口紘煮: “ICP発光分析の基礎と応用”, 講談社サイエンティフィック, 東京, 179頁 (1986).
- 20) R.A. Storer, J.L. Cornillot, et al. (Eds): “Annual Book of ASTM Standards”, Vol. 03.06, ASTM, Philadelphia, p.91 (1989).

Table 1 Analytical lines and detection limits for elements

Element	Wavelength (nm)	D.L.* of DCA-AES (ppm)	D.L.* of ICP-AES (ppm)
Al	308.216	20	0.26
B	249.773	3	0.03
Ba	233.526	30	0.01
Ca	393.366	0.5	-
Ce	413.765	-	0.2
Cd	228.802	3	0.04
Co	345.350	10	0.4
Cr	267.716	3	0.03
Eu	397.296	-	0.1
Fe	259.939	10	0.03
Ga	294.364	-	0.5
Gd	342.247	-	0.3
Mg	279.553	1	0.001
Mo (1)	281.615	-	0.05
Mo (2)	313.257	3	-
Na	588.995	10	0.3
Nd	406.109	-	0.2
Ni (1)	231.604	-	0.1
Ni (2)	305.082	3	-
Pd	360.955	30	1
Pu	425.430	-	-
Rh	352.802	-	1
Ru	349.874	-	1
Si	288.160	10	0.2
Ta	240.063	-	0.5
Ti	334.941	-	0.3
U	385.958	-	-
W (1)	220.448	-	0.3
W (2)	400.875	30	-
Y	371.029	-	0.01
Zr	339.198	30	-

- not tested

(1) ICP emission

(2) DCA emission

D.L.* is abbreviation of detection limits

Table 2 Lists of interlocks and alarms for spectrograph and glove box

Phenomenon	Interlock	Indication
Pressure drop of Ar gas for ICP torch	ICP power off	AR GAS
Seismic intensity, ≥ 3	ICP or DCA power off	EARTH QUAKE
Trouble of fan for off-gas cooling unit	ICP power off	FAN OF COOLER
Pressure drop of cooling water	ICP power off	WATER PRESS OF COOLER
Temperature rise of cooling water	ICP power off	WATER TEMP OF COOLER
Temperature rise of exhausted gas from ICP stand	ICP power off	GAS TEMP
Pressure drop of cooling water for ICP coil or DCA electrode chuck	ICP or DCA power off	WATER PRESS OF COIL AND CHUCK
Temperature rise of cooling water for ICP coil or DCA electrode chuck	ICP or DCA power off	WATER TEMP OF COIL AND CHUCK
ICP plasma off	ICP power off	TORCH
Temperature rise of ICP emission stand	ICP power off	TEMP OF ICP STAND
Temperature rise of DCA emission stand	DCA power off	TEMP OF ARC STAND
Door open of ICP stand	ICP power off	
Door open of DCA stand	DCA power off and fan turn on	
Temperature rise of glove box	ICP or DCA power off	TEMP OF GLOVE BOX
Break of negative pressure for glove box	ICP or DCA power off	
Excess of negative pressure for glove box	ICP or DCA power off	

Table 3 BEC values measured for commercial spectrograph (a)
and for present one (b)

Elements	DCA-AES			ICP-AES		
	(a)	(b)	(a)/(b)	(a)	(b)	(a)/(b)
Si	9.8	5.7	1.7	1.90	1.50	1.27
Mo	1.5	0.9	1.7	4.30	1.87	2.30
Fe	3.6	4.1	0.9	0.47	0.25	1.88
Co	1.0	1.7	0.6	6.00	2.60	2.31

BEC (Background Equivalent Concentration)

$$\text{BEC} = (B_s / I_s) \times C_s \quad (\text{ppm})$$

B_s : background intensity
 I_s : emission intensity
 C_s : concentration (ppm)

Table 4 Performance test of photoelectric photometer

** INT1. **		2] (527) 示)													
		Al	B	Ba	Cd	Cr	Pu	Mg	Na	Si	Ti	Ca	Nd	Eu	Gd
N=1		52.343	47.266	53.105	35.324	52.707	46.476	49.732	42.563	41.960	44.283	42.533	42.345	47.949	66.553
N=2		52.327	47.300	53.096	35.323	52.690	46.476	49.728	42.554	41.920	44.301	42.545	42.333	47.958	66.489
N=3		52.328	47.298	53.093	35.336	52.708	46.477	49.744	42.564	41.981	44.294	42.560	42.360	47.960	66.588
N=4		52.333	47.321	53.104	35.339	52.702	46.477	49.735	42.567	41.977	44.315	42.537	42.377	47.971	66.499
N=5		52.333	47.304	53.097	35.337	52.707	46.487	49.739	42.558	41.991	44.313	42.573	42.367	47.967	66.534
N=6		52.366	47.311	53.105	35.359	52.712	46.484	49.748	42.557	42.000	44.313	42.551	42.358	48.005	66.530
N=7		52.366	47.300	53.147	35.352	52.723	46.460	49.740	42.560	42.002	44.325	42.601	42.385	47.969	66.582
N=8		52.366	47.322	53.152	35.353	52.716	46.489	49.743	42.551	42.020	44.330	42.568	42.368	47.984	66.492
N=9		52.331	47.326	53.135	35.349	52.723	46.481	49.747	42.560	42.025	44.340	42.596	42.383	47.974	66.533
N=10		52.365	47.319	53.167	35.360	52.735	46.492	49.752	42.560	42.029	44.361	42.598	42.359	47.973	66.577
Ave.		52.346	47.308	53.120	35.343	52.712	46.481	49.741	42.560	42.000	44.318	42.571	42.364	47.971	66.535
R.		.03939	.06581	.07319	.03759	.04420	.03419	.02369	.01570	.06880	.07789	.06860	.05169	.05648	.09230
STD.		.01729	.01885	.02704	.01357	.01247	.01015	.00745	.00458	.02106	.02278	.02410	.01621	.01951	.03347
C-U.		.03303	.03985	.05091	.03842	.02366	.02185	.01498	.01077	.05014	.05141	.05663	.03827	.03234	.05030

	Zr	Mo-1	Mo-2	Ru	Rh	Pd	Fe	Co	Ni-1	Ni-2	W-1	W-2	Ca	Y
N=1	41.054	45.761	46.672	49.607	58.203	58.598	53.991	58.815	56.699	50.000	53.283	64.511	52.541	53.047
N=2	41.009	45.752	46.675	49.603	58.209	56.617	53.975	58.826	56.734	50.002	53.273	64.514	52.566	53.009
N=3	41.029	45.773	46.686	49.592	58.244	56.603	53.994	58.824	56.732	50.007	53.282	64.522	52.505	53.057
N=4	41.034	45.758	46.692	49.583	58.244	56.599	53.987	58.853	56.754	50.010	53.292	64.518	52.536	53.026
N=5	41.038	45.759	46.693	49.596	58.246	56.647	53.992	58.860	56.724	50.005	53.284	64.520	52.561	53.040
N=6	41.055	45.773	46.694	49.648	58.269	56.624	53.988	58.830	56.746	50.014	53.277	64.523	52.525	53.035
N=7	41.056	45.778	46.705	49.608	58.246	56.652	54.002	58.844	56.726	50.016	53.288	64.525	52.557	53.030
N=8	41.024	45.769	46.697	49.642	58.245	56.660	54.001	58.864	56.760	50.021	53.285	64.500	52.551	53.043
N=9	41.046	45.767	46.707	49.642	58.275	56.652	54.004	58.867	56.772	50.012	53.277	64.527	52.545	53.034
N=10	41.027	45.790	46.703	49.607	58.275	56.636	54.018	58.880	56.735	50.030	53.280	64.541	52.526	53.084
Ave.	41.044	45.768	46.692	49.613	58.246	56.629	53.995	58.846	56.738	50.012	53.280	64.523	52.541	53.041
R.	.08780	.03878	.03469	.06491	.07200	.06330	.04329	.06550	.07251	.03021	.01870	.05371	.06050	.07519
STD.	.02392	.01129	.01179	.02305	.02463	.02386	.01178	.02187	.02059	.00909	.00553	.01515	.01862	.02002
C-U.	.05822	.02467	.02525	.04647	.04230	.04213	.02181	.03717	.03629	.01817	.01039	.02348	.03545	.03776

	M.D	Ta	Ga	U
N=1	52.553	50.780	59.317	48.309
N=2	52.568	50.804	59.320	48.305
N=3	52.563	50.780	59.332	48.308
N=4	52.587	50.822	59.337	48.336
N=5	52.594	50.797	59.344	48.327
N=6	52.607	50.812	59.349	48.357
N=7	52.611	50.804	59.342	48.316
N=8	52.625	50.829	59.301	48.329
N=9	52.632	50.827	59.394	48.337
N=10	52.642	50.815	59.412	48.334
Ave.	52.600	50.807	59.345	48.326
R.	.08209	.04910	.11110	.05259
STD.	.02866	.01752	.03408	.01646
C-U.	.03449	.03448	.05742	.03407

Table 5 Relation between concentration and ICP emission intensity
(n=10, ave. \pm σ), correlation coefficient and BEC value for
calibration curve

Element (Wavelength :nm)	Al (308.216)	Ba (233.526)	Cr (267.716)	Na (588.995)	Fe (259.939)	Co (345.350)
Blank	9.0454 ± 0.0221	1.0271 ± 0.0028	1.9599 ± 0.0039	8.0618 ± 0.0311	1.0143 ± 0.0038	9.7929 ± 0.0217
0.001ppm	9.0787 ± 0.1299	1.0342 ± 0.0052	1.9668 ± 0.0058	8.1413 ± 0.0304	1.0224 ± 0.0051	9.8275 ± 0.0299
0.01ppm	9.1099 ± 0.0270	1.0832 ± 0.0072	2.0025 ± 0.0088	8.1229 ± 0.0477	1.0532 ± 0.0045	9.7934 ± 0.0407
0.1ppm	9.5077 ± 0.0232	1.5753 ± 0.0032	2.4907 ± 0.0061	8.4315 ± 0.0377	1.5499 ± 0.0083	10.264 ± 0.023
1.0ppm	13.282 ± 0.029	6.3560 ± 0.0306	7.1767 ± 0.0258	11.604 ± 0.027	6.4216 ± 0.0356	14.477 ± 0.034
10.0ppm	48.721 ± 0.169	50.840 ± 0.178	51.111 ± 0.175	41.733 ± 0.163	52.175 ± 0.233	54.794 ± 0.170
r*	0.99998	0.99998	0.99998	0.99999	0.99998	0.99999
BEC	2.302	0.2217	0.4119	2.416	0.2095	2.186

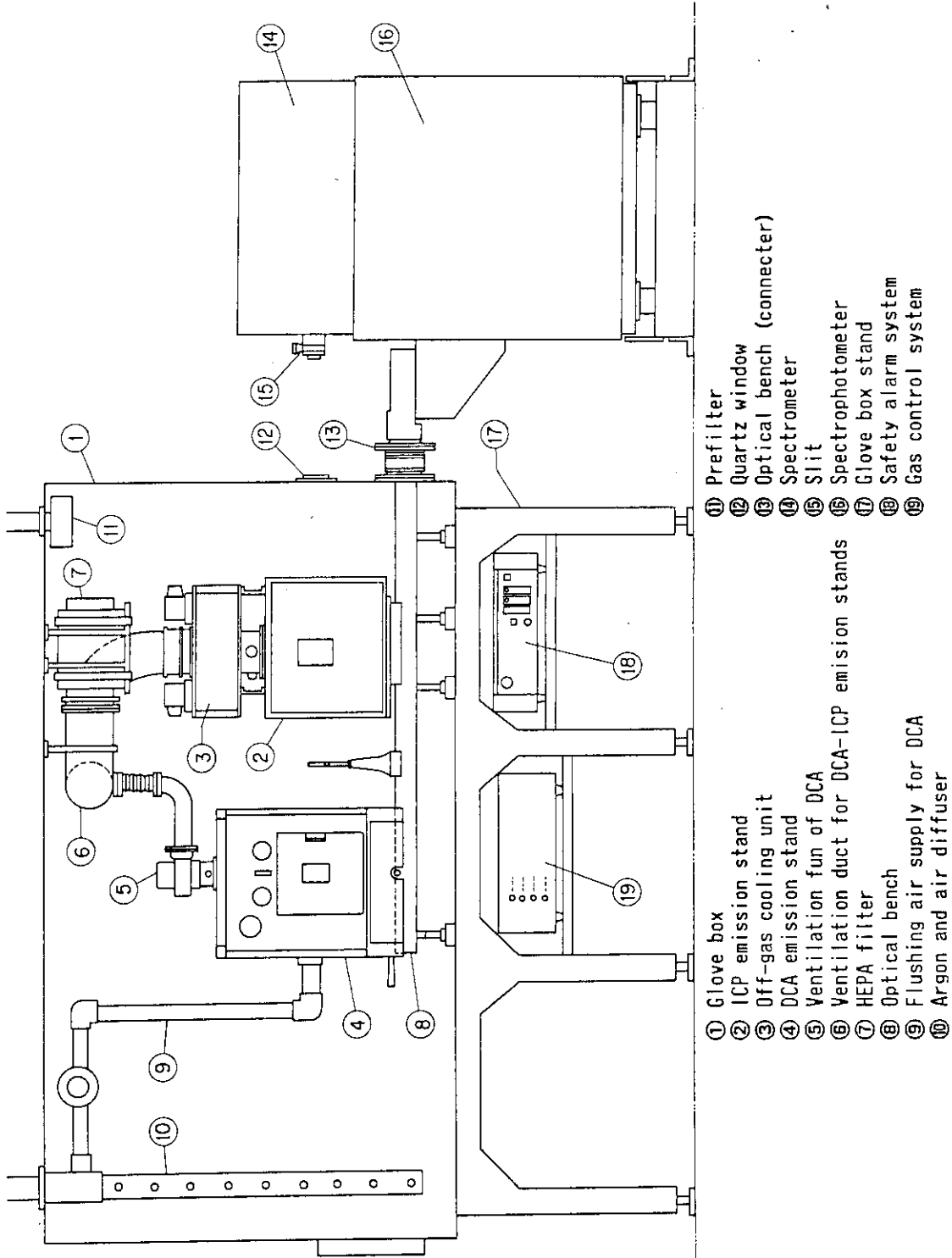
r* : Coefficient of correlation
 BEC : Background Equivalent Concentration
 ave. : Average
 σ : Standard deviation

Table 6 Relation between concentration and DCA emission intensity
(n=5, ave. \pm σ), correlation coefficient and BEC value for
calibration curve

Table 6 Relation between concentration and DCA emission intensity (n= 5,
ave. \pm σ), correlation coefficient and BEC value for calibration curve

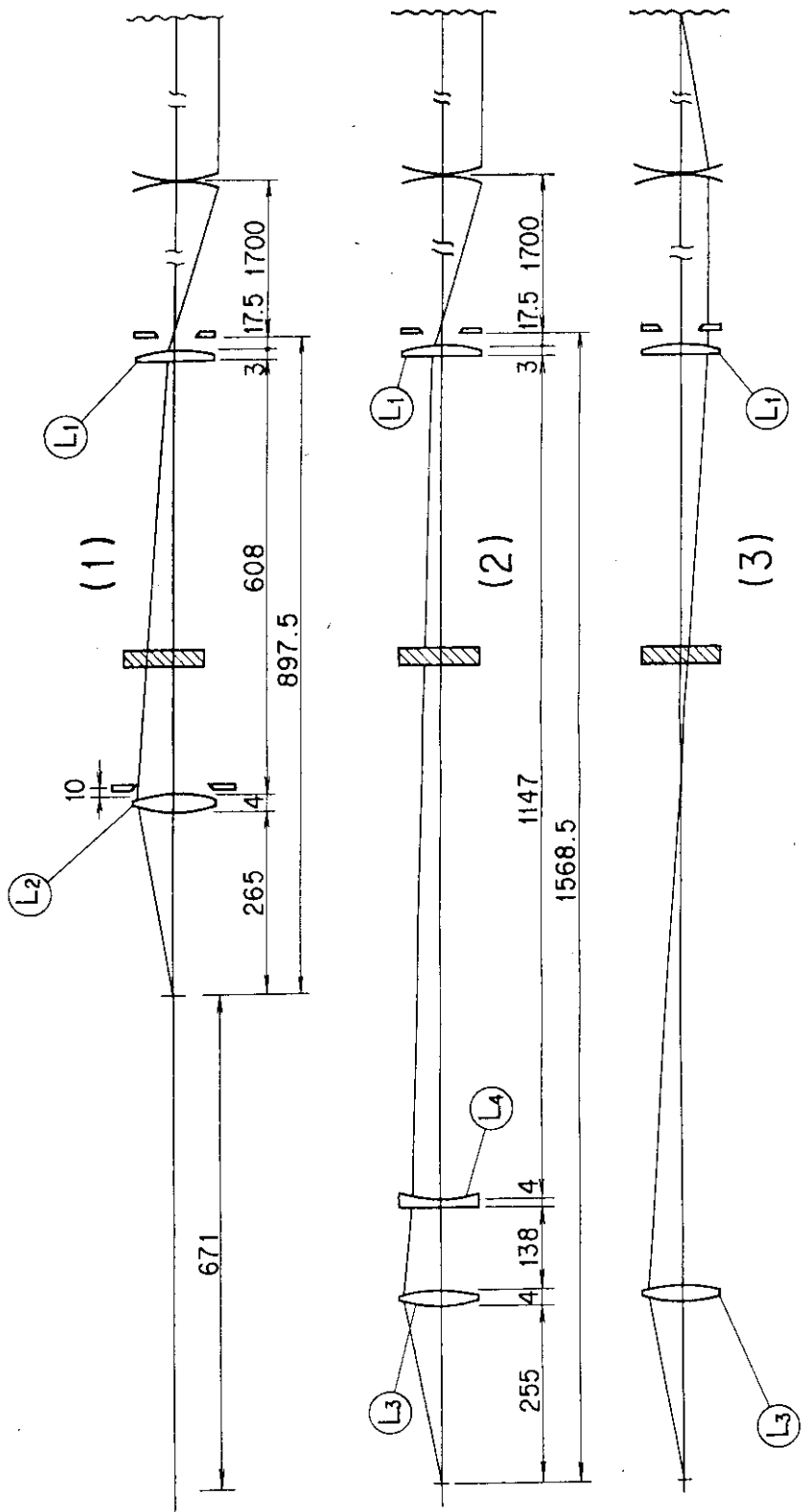
Element (Wavelength :nm)	Al (308.216)	Ba (233.526)	Cr (267.716)	Na (588.995)	Fe (259.939)	Co (345.350)
Blank	0.27298 \pm 0.00954	3.5917 \pm 0.14443	1.5264 \pm 0.07178	3.2493 \pm 0.05692	1.0963 \pm 0.03818	0.62322 \pm 0.03084
1ppm	0.50010 \pm 0.02634	3.6568 \pm 0.10079	1.6613 \pm 0.04918	4.1869 \pm 0.30671	1.5186 \pm 0.46946	0.98224 \pm 0.09329
3ppm	0.91522 \pm 0.04158	4.0709 \pm 0.06278	1.9291 \pm 0.02092	5.5016 \pm 0.47511	1.8031 \pm 0.06917	1.6808 \pm 0.18820
10ppm	2.4409 \pm 0.09005	5.5219 \pm 0.15612	2.9810 \pm 0.09540	8.7585 \pm 0.28265	3.1597 \pm 0.15286	4.6711 \pm 0.39245
30ppm	5.9438 \pm 0.20842	9.6881 \pm 0.38442	6.1485 \pm 0.14502	10.892 \pm 0.29644	7.2519 \pm 0.19047	14.146 \pm 1.8543
r*	0.99879	0.99973	0.99981	0.92439	0.99946	0.99939
BEC	1.868	16.95	9.6119	6.590	5.8935	0.9302

r* : Coefficient of correlation
BEC : Background Equivalent Concentration
ave. : Average
 σ : Standard deviation



- ① Glove box
- ② ICP emission stand
- ③ Off-gas cooling unit
- ④ DCA emission stand
- ⑤ Ventilation fun of DCA
- ⑥ Ventilation duct for DCA-ICP emission stands
- ⑦ HEPA filter
- ⑧ Optical bench
- ⑨ Flushing air supply for DCA
- ⑩ Argon and air diffuser
- ⑪ Prefilter
- ⑫ Quartz window
- ⑬ Optical bench (connector)
- ⑭ Spectrometer
- ⑮ Slit
- ⑯ Spectrophotometer
- ⑰ Glove box stand
- ⑱ Safety alarm system
- ⑲ Gas control system

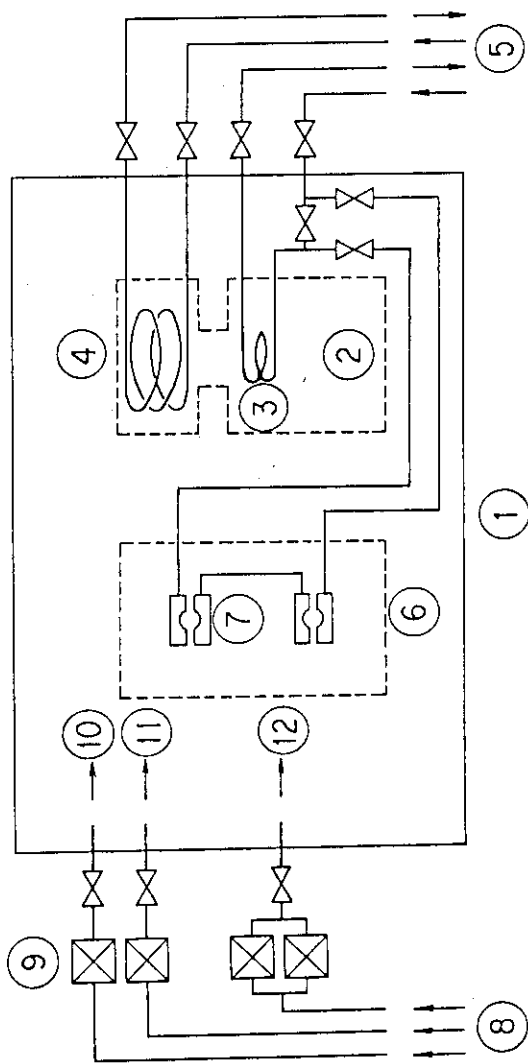
Fig. 1 Conceptual view of DCA and ICP emission stands in glove box and spectrometer



- ① Optical system for ICP
- ② Optical system for DCA photographic photometer
- ③ Optical system for DCA photoelectric photometer

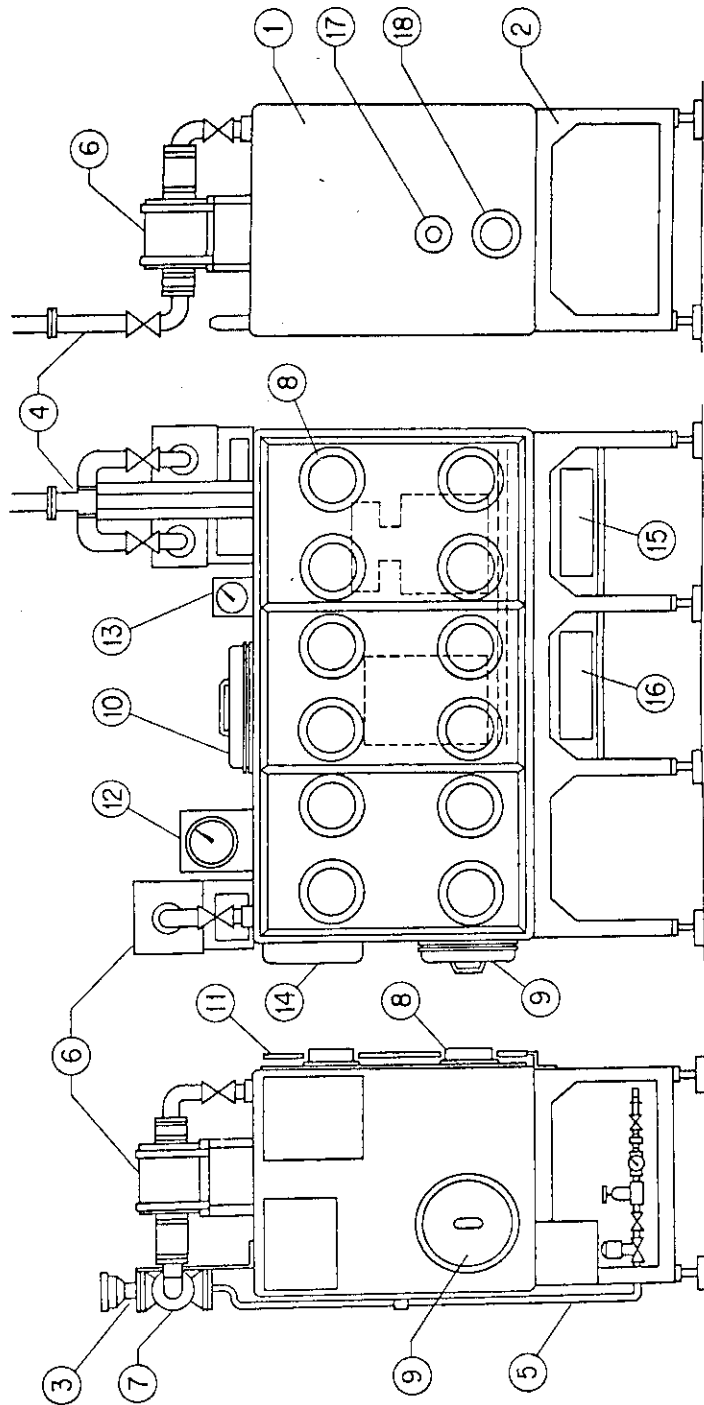
L₁: Condensing lens for ICP and DCA at the slit
 L₂: Condensing lens for ICP
 L₃: Condensing lens for DCA
 L₄: Cylindrical lens for DCA

Fig. 2 Optical systems for DCA and ICP spectrometry



- ① Glove box
- ② ICP emission stand
- ③ Induction coil
- ④ Off-gas cooling unit
- ⑤ Water chilling unit
- ⑥ DCA emission stand
- ⑦ Electrode chuck
- ⑧ Argon gas controller
- ⑨ Gas line filter
- ⑩ To plasma
- ⑪ To nebulizer
- ⑫ To plasma torch cooler

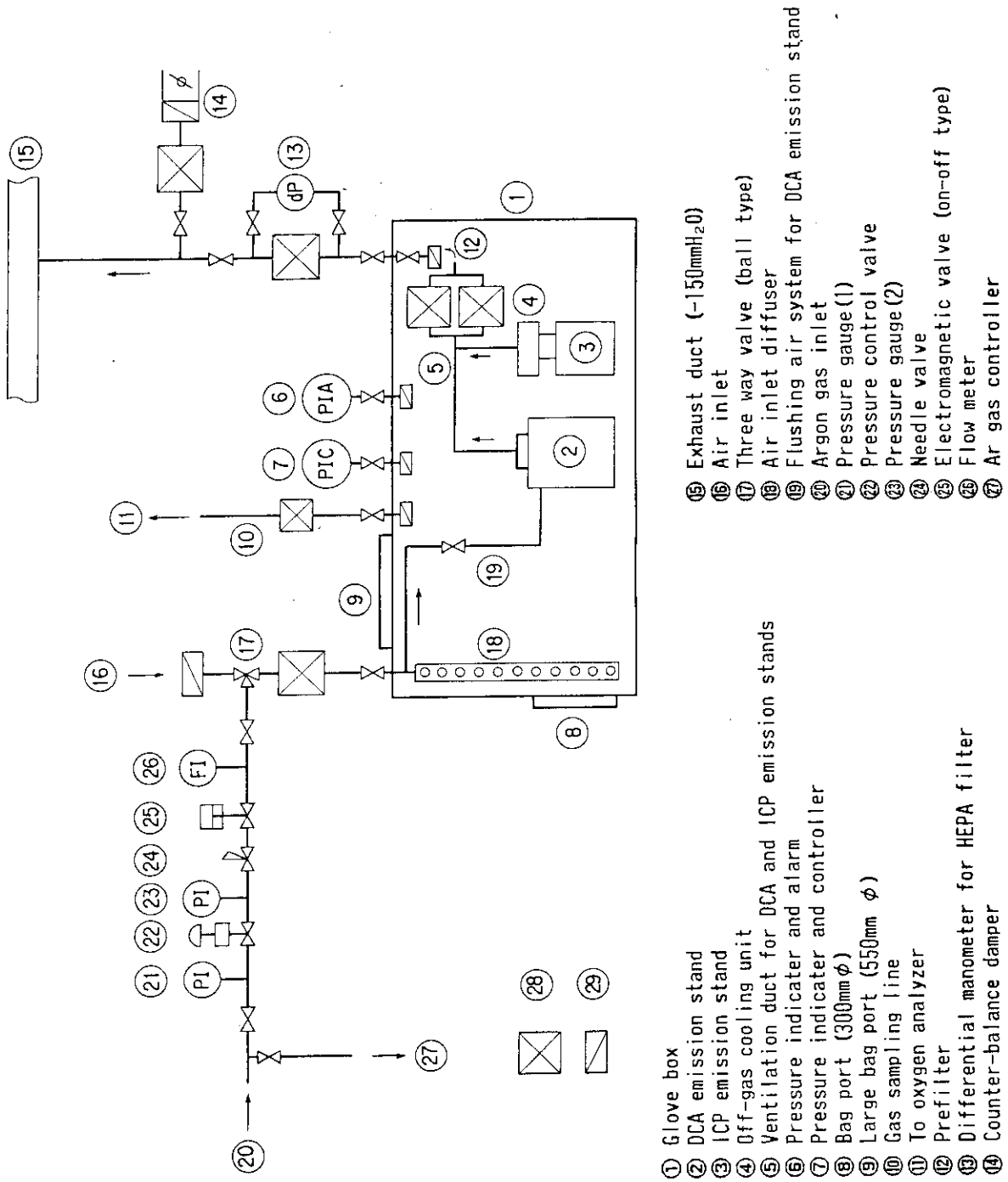
Fig. 3 Cooling water circulation and argon gas supply systems for DCA and ICP emission stands



- ① Glove box
- ② Glove box stand
- ③ Air supply system
- ④ Ventilation system
- ⑤ Argon gas supply system
- ⑥ Self contained type HEPA filter
- ⑦ Three way valve
- ⑧ Glove port
- ⑨ Bag port

- ⑩ Large bag port
- ⑪ Shielding plate (lead acrylic resin)
- ⑫ Pressure indicator and alarm
- ⑬ Differential manometer for HEPA filter
- ⑭ Safety alarm system for glove box
- ⑮ Gas controller
- ⑯ Safety alarm system for spectrometer
- ⑰ Quartz window
- ⑱ Connection between optical bench and spectrometer

Fig. 4 Conceptual views of glove box



- ① Glove box
- ② DCA emission stand
- ③ ICP emission stand
- ④ Off-gas cooling unit
- ⑤ Ventilation duct for DCA and ICP emission stands
- ⑥ Pressure indicator and alarm
- ⑦ Pressure indicator and controller
- ⑧ Bag port (300mmφ)
- ⑨ Large bag port (550mmφ)
- ⑩ Gas sampling line
- ⑪ To oxygen analyzer
- ⑫ Prefilter
- ⑬ Differential manometer for HEPA filter
- ⑭ Counter-balance damper
- ⑮ Exhaust duct (-150mmH₂O)
- ⑯ Air inlet
- ⑰ Three way valve (ball type)
- ⑱ Air inlet diffuser
- ⑲ Flushing air system for DCA emission stand
- ⑳ Argon gas inlet
- ㉑ Pressure gauge (1)
- ㉒ Pressure control valve
- ㉓ Pressure gauge (2)
- ㉔ Needle valve
- ㉕ Electromagnetic valve (on-off type)
- ㉖ Flow meter
- ㉗ Ar gas controller

Fig. 5 Ventilation systems of glove box

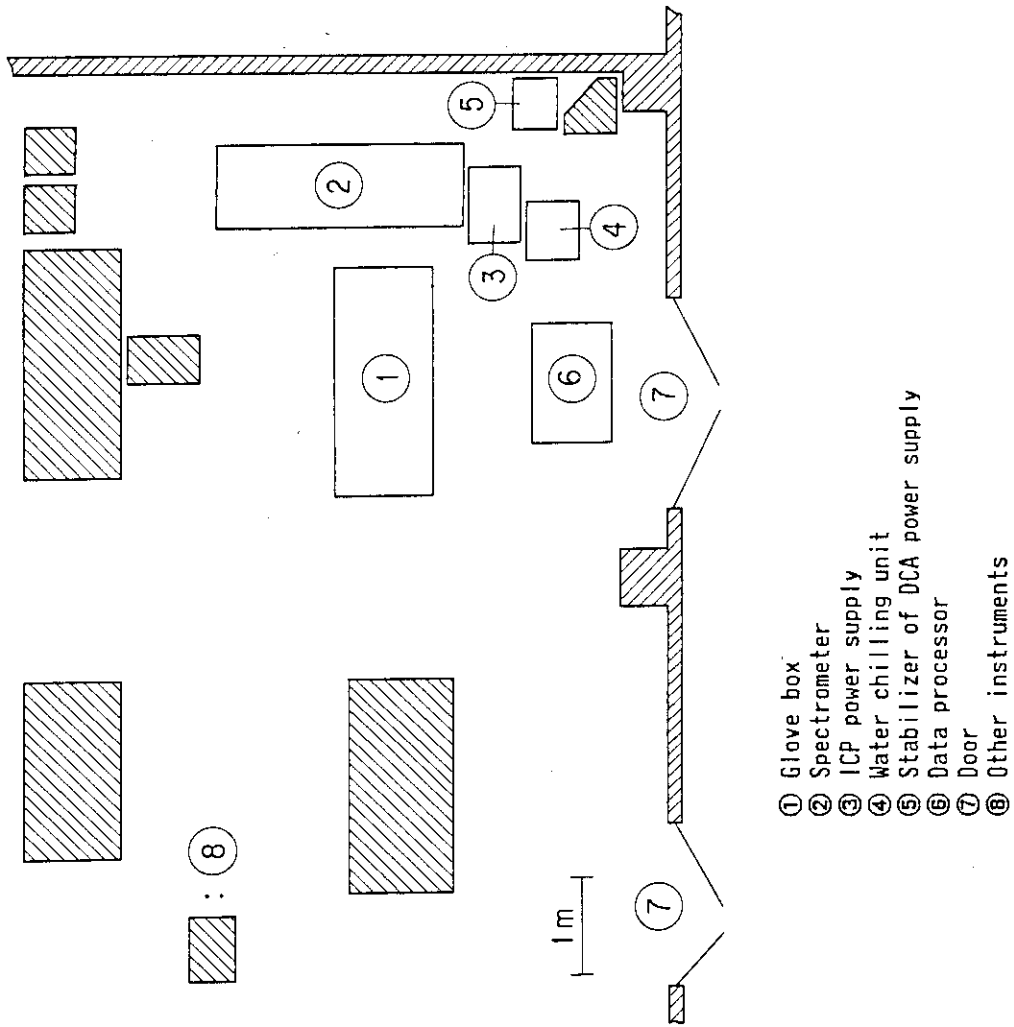


Fig. 6 Layout of DCA-ICP atomic emission spectrometer

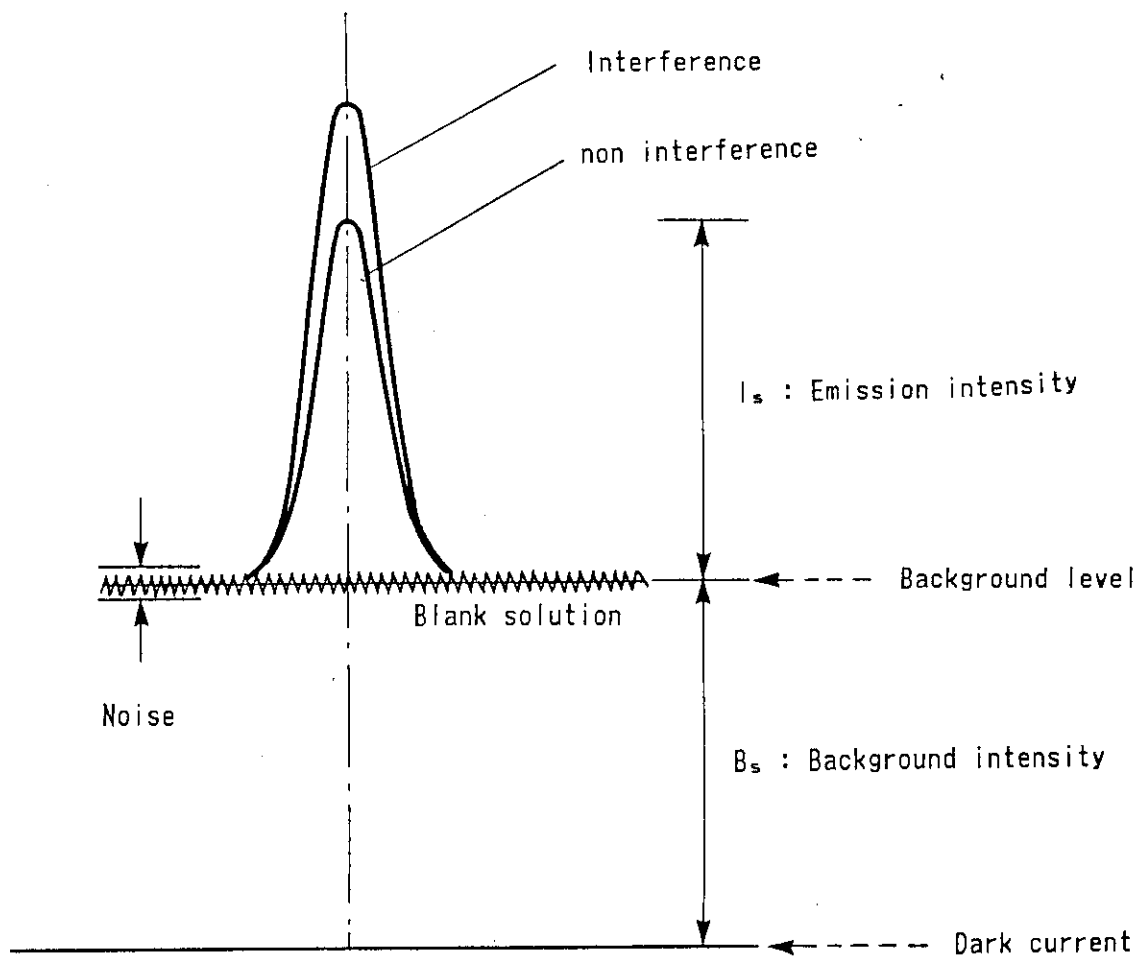
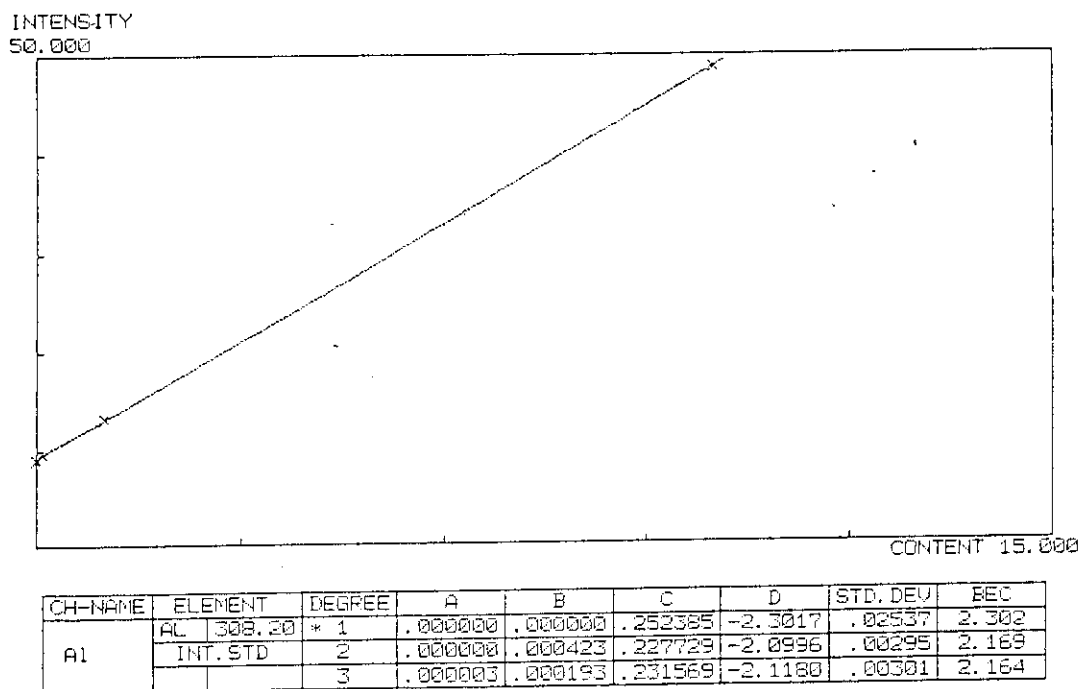
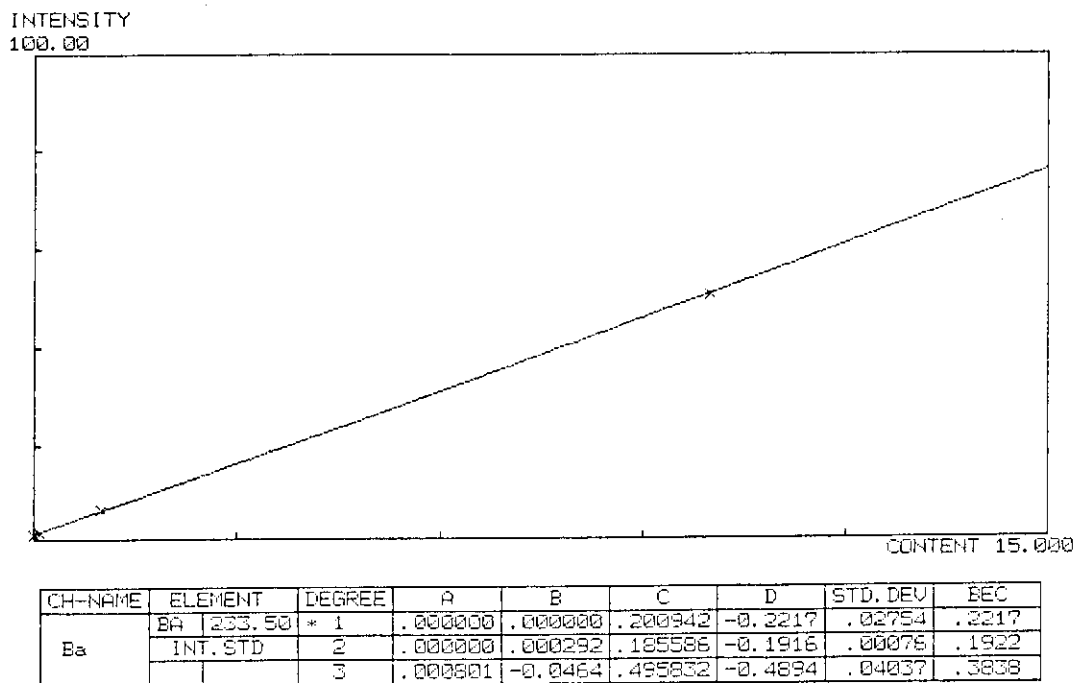


Fig. 7 Emission line profile



グループ: [3] CH-No.: [1] DEGREE: [1]

Fig. 8 Calibration curve of Al by ICP-AES



グループ: [3] CH-No.: [3] DEGREE: [1]

Fig. 9 Calibration curve of Ba by ICP-AES

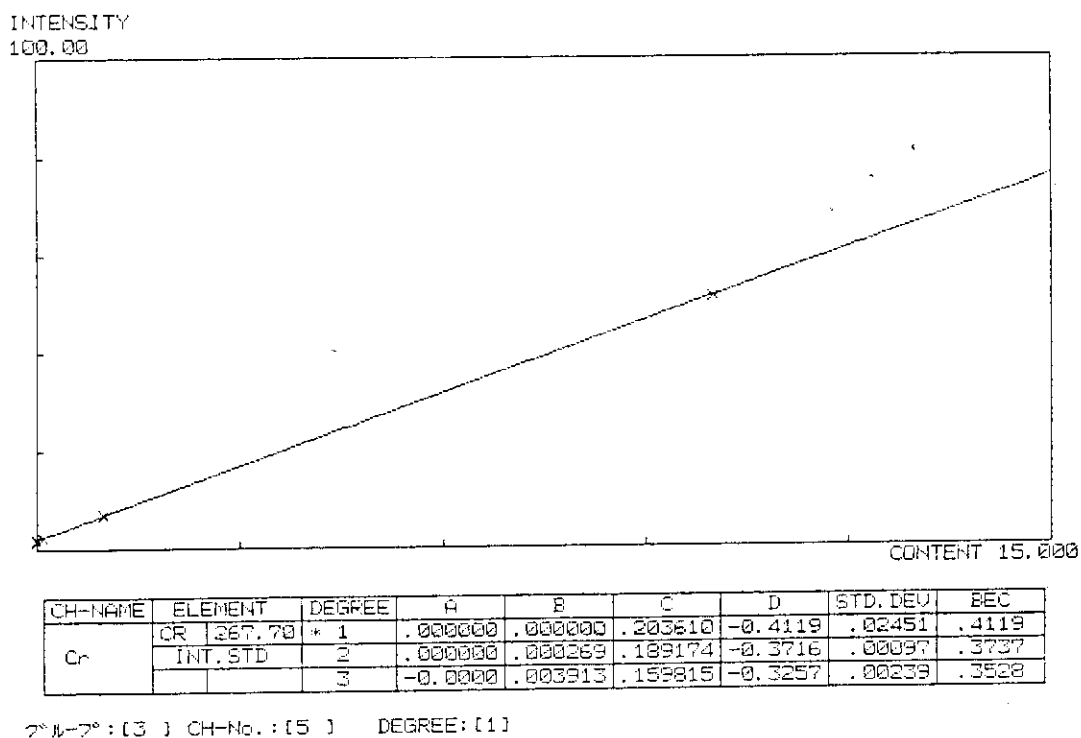


Fig. 10 Calibration curve of Cr by ICP-AES

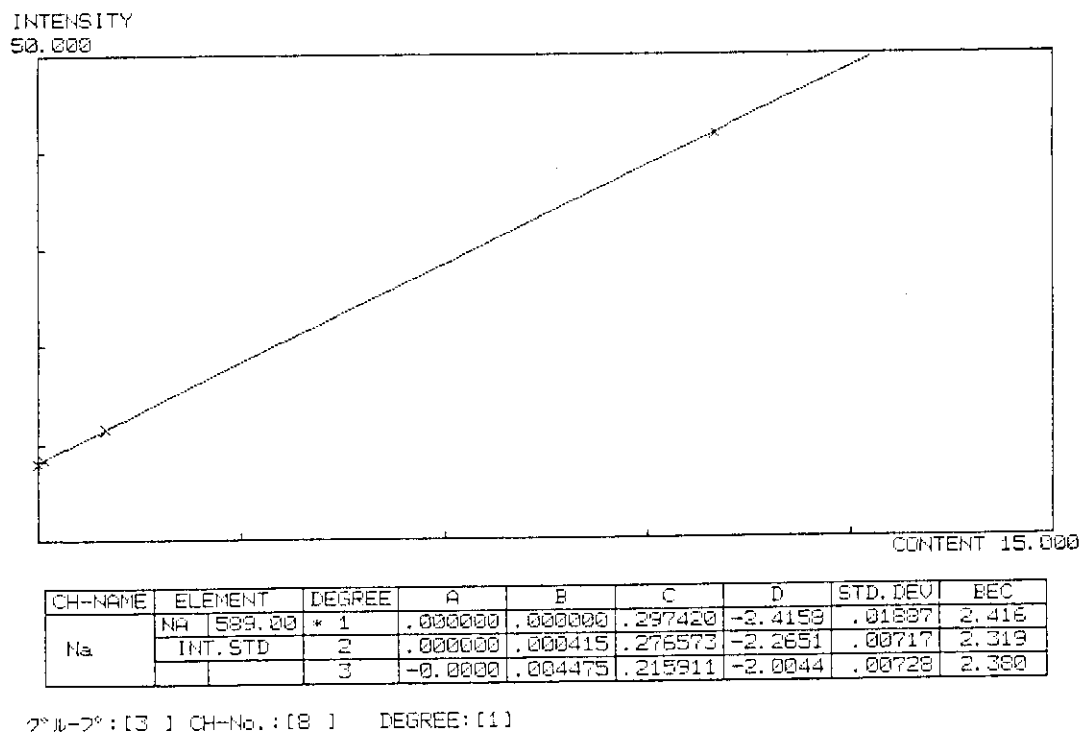
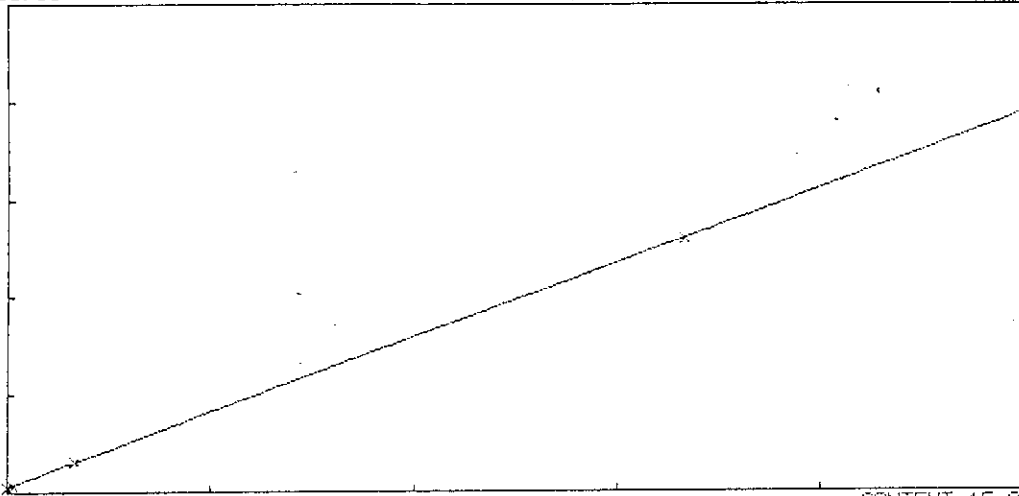


Fig. 11 Calibration curve of Na by ICP-AES

INTENSITY
100.00

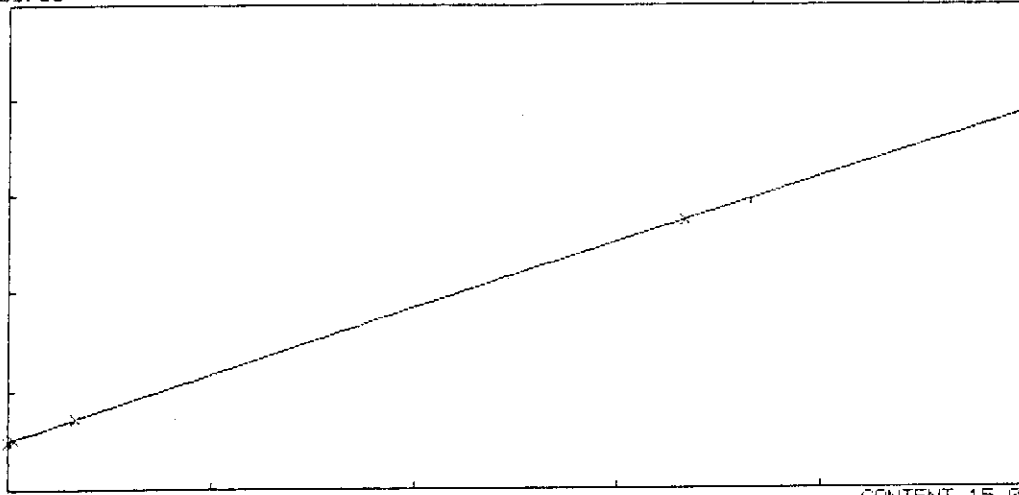


CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Fe	FE 259.90	* 1	.000000	.000000	.195586	-0.2095	.02298	.2095
	INT. STD	2	.000000	.000233	.183035	-0.1849	.00119	.1854
		3	-0.0000	.001485	.174647	-0.1769	.00185	.1798

チャンネル: [3] CH-No.: [21] DEGREE: [1]

Fig. 12 Calibration curve of Fe by ICP-AES

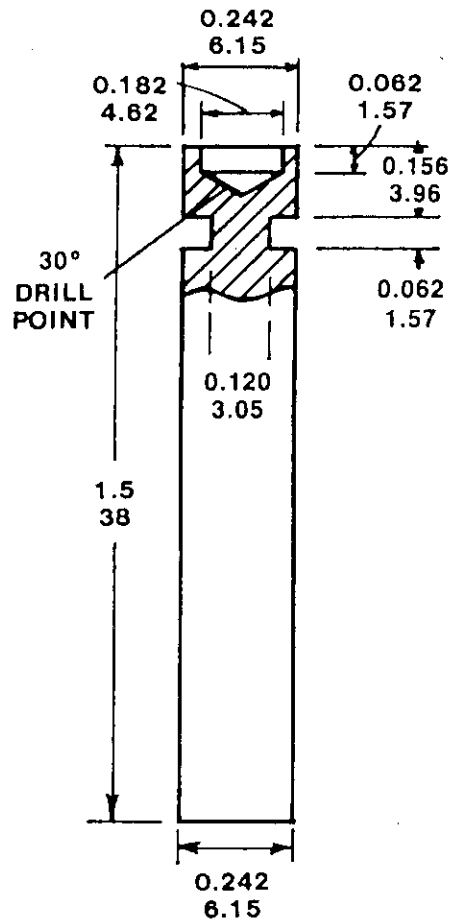
INTENSITY
100.00



CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Co	CO 345.30	* 1	.000000	.000000	.223325	-2.1859	.01915	2.186
	INT. STD	2	.000000	.000244	.206423	-2.0438	.00517	2.091
		3	-0.0000	.001331	.186119	-1.9361	.00514	2.114

チャンネル: [3] CH-No.: [22] DEGREE: [1]

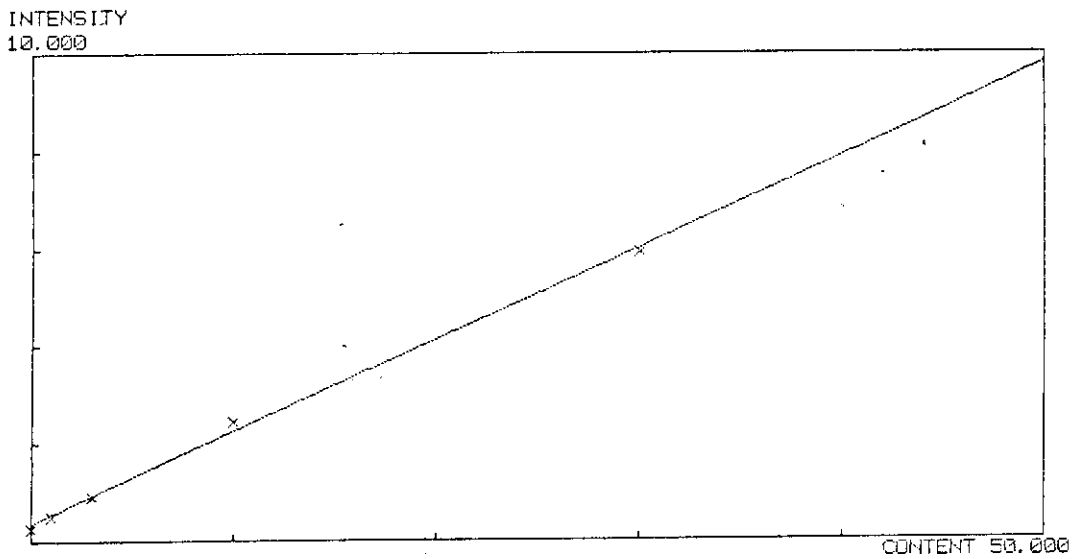
Fig. 13 Calibration curve of Co by ICP-AES



INCHES
MM

S-4

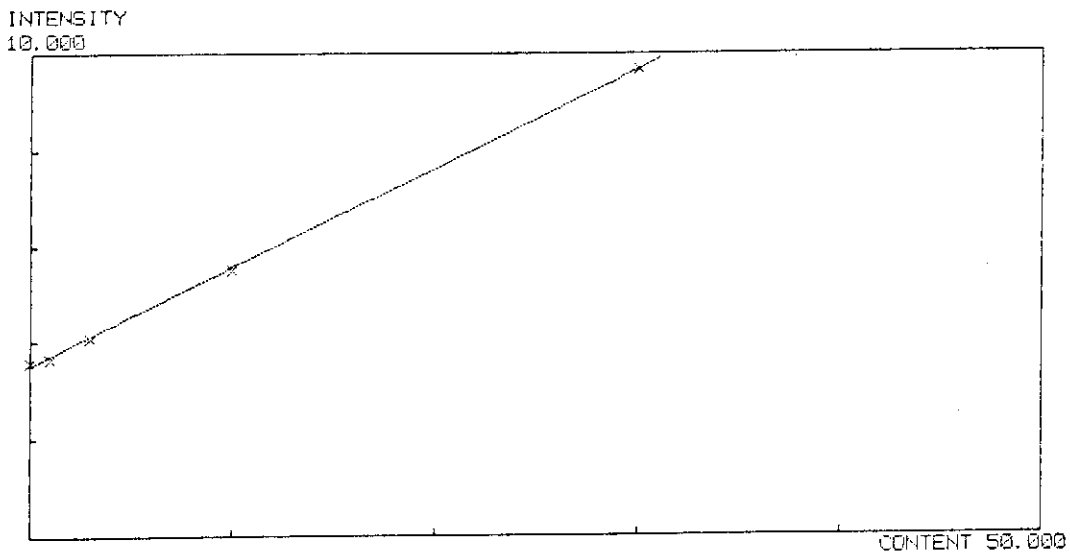
Fig. 14 Shape and size of graphite electrode



CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Al	AL	303.20 * 1	.000000	.000000	5.29548	-1.8682	.61242	1.868
	INT. STD	2	.000000	.190662	4.09137	-1.0611	.09274	1.086
		3	.044359	-0.1930	4.85243	-1.3369	.02932	1.313

チャンネル:[4] CH-No.:[1] DEGREE:[1]

Fig. 15 Calibration curve of Al by DCA-AES

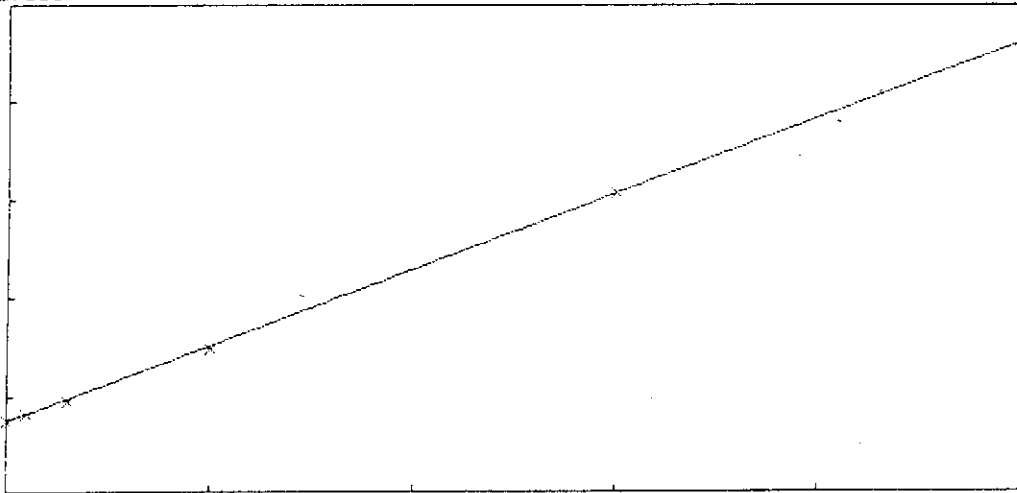


CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Ba	BA	233.50 * 1	.000000	.000000	4.85263	-16.947	.29047	16.95
	INT. STD	2	.000000	-0.0385	5.36763	-18.391	.25850	17.44
		3	.071330	-1.3795	13.0944	-32.243	.21791	16.65

チャンネル:[4] CH-No.:[3] DEGREE:[1]

Fig. 16 Calibration curve of Ba by DCA-AES

INTENSITY
10.000



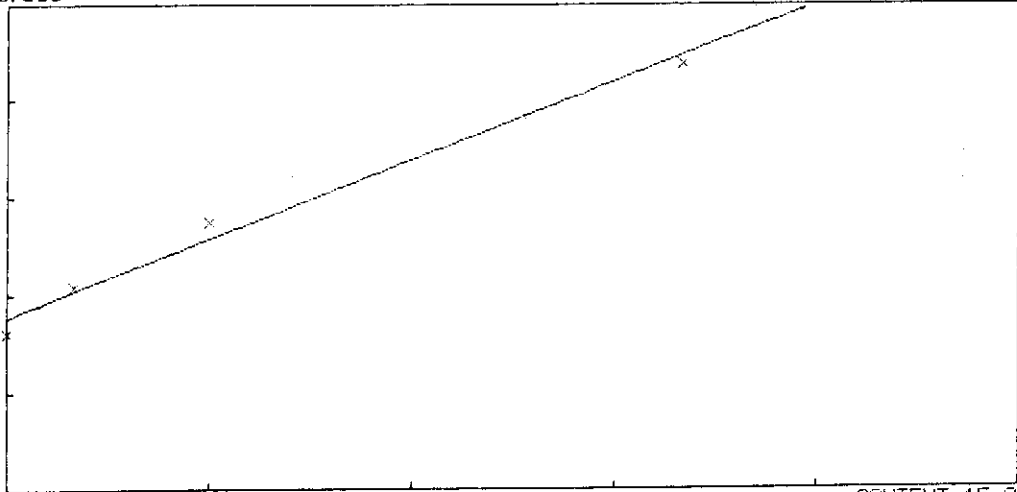
CONTENT 50.000

CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Cr		* 1	.000000	.000000	6.46174	-9.6111	.24280	9.611
	INT. STD	2	.000000	-0.1207	7.40235	-10.950	.07233	10.39
		3	.096137	-1.1473	10.5377	-13.761	.01219	10.46

グラフ: [4] CH-No.: [5] DEGREE: [1]

Fig. 17 Calibration curve of Cr by DCA-AES

INTENSITY
10.000

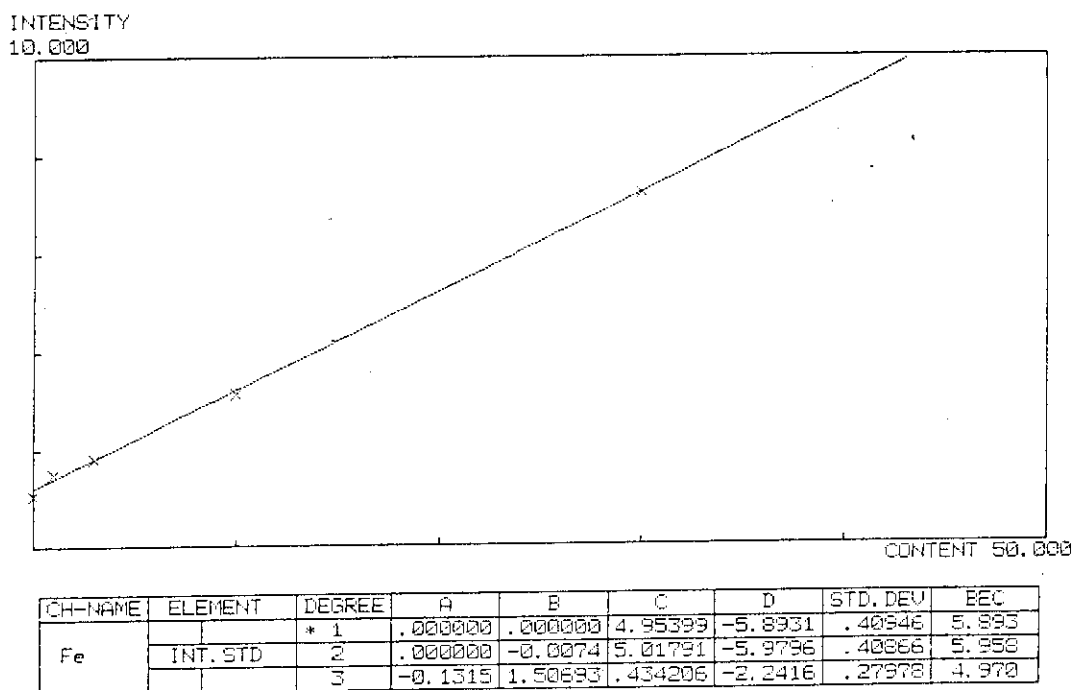


CONTENT 15.000

CH-NAME	ELEMENT	DEGREE	A	B	C	D	STD. DEV	BEC
Na		* 1	.000000	.000000	1.86024	-6.5901	.52928	6.590
	INT. STD	2	.000000	.150203	.015727	-1.6571	.03030	4.889
		3	-0.0129	.375332	-1.1909	.354395	.00327	!

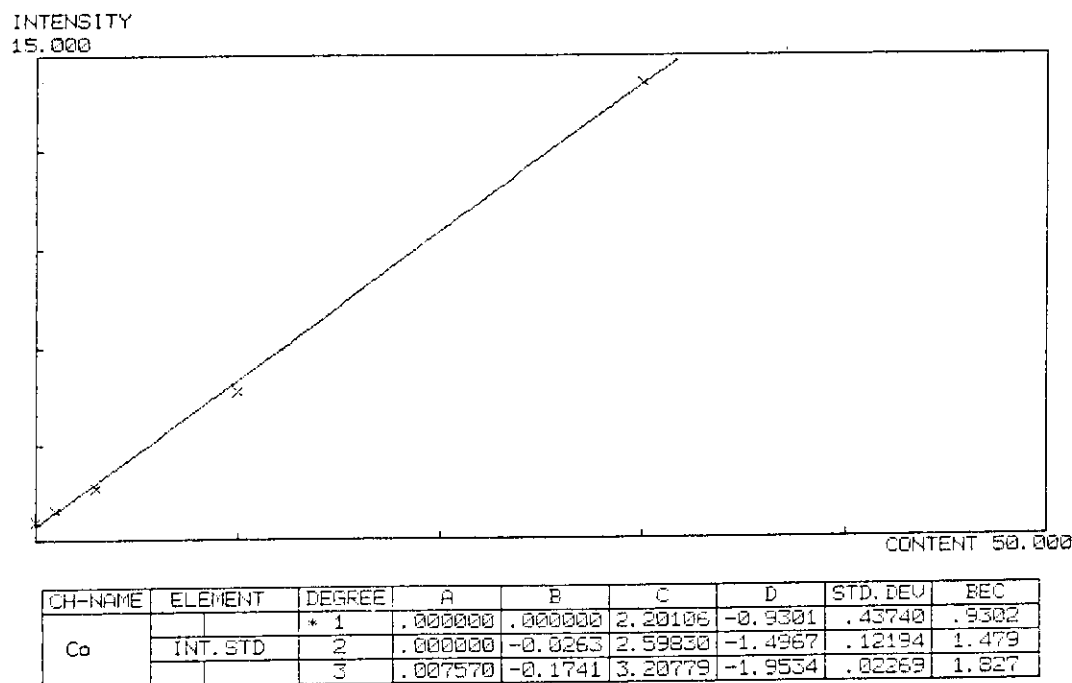
グラフ: [4] CH-No.: [7] DEGREE: [1]

Fig. 18 Calibration curve of Na by DCA-AES



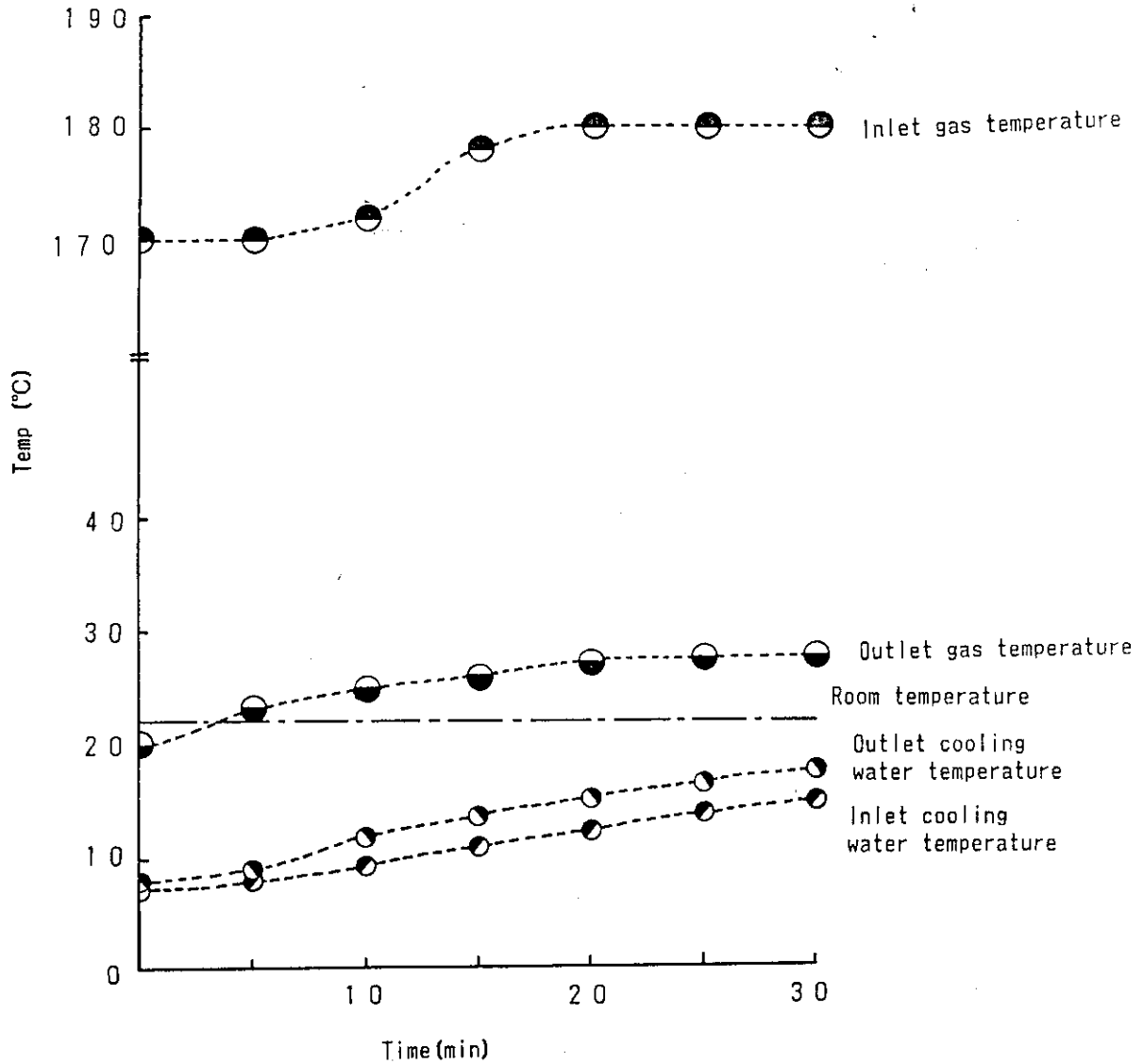
グループ:[4] CH-No.:[14] DEGREE:[1]

Fig. 19 Calibration curve of Fe by DCA-AES



グループ:[4] CH-No.:[15] DEGREE:[1]

Fig. 20 Calibration curve of Co by DCA-AES



High frequency power supply : 1.6kw
 Flow rate of Coolant water : 12ℓ/min
 Pressure of water : 1kg/cm²
 Flow rate of gas : 6m³/min

Fig. 21 Performance test for off-gas cooling unit

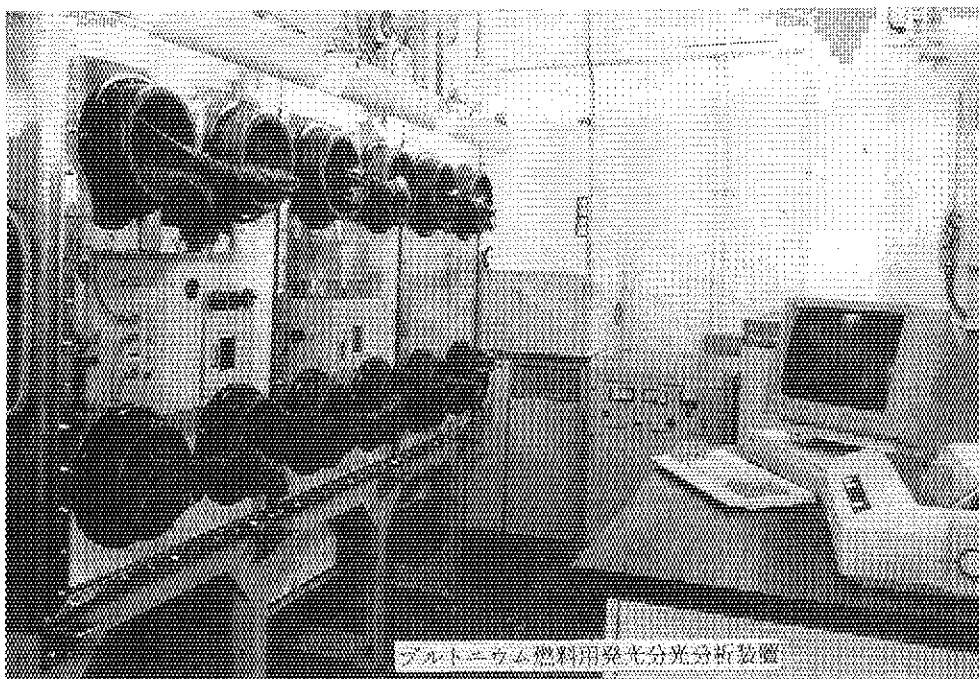


Photo. 1 Atomic emission spectrograph with DCA and ICP excitation systems for plutonium bearing fuels

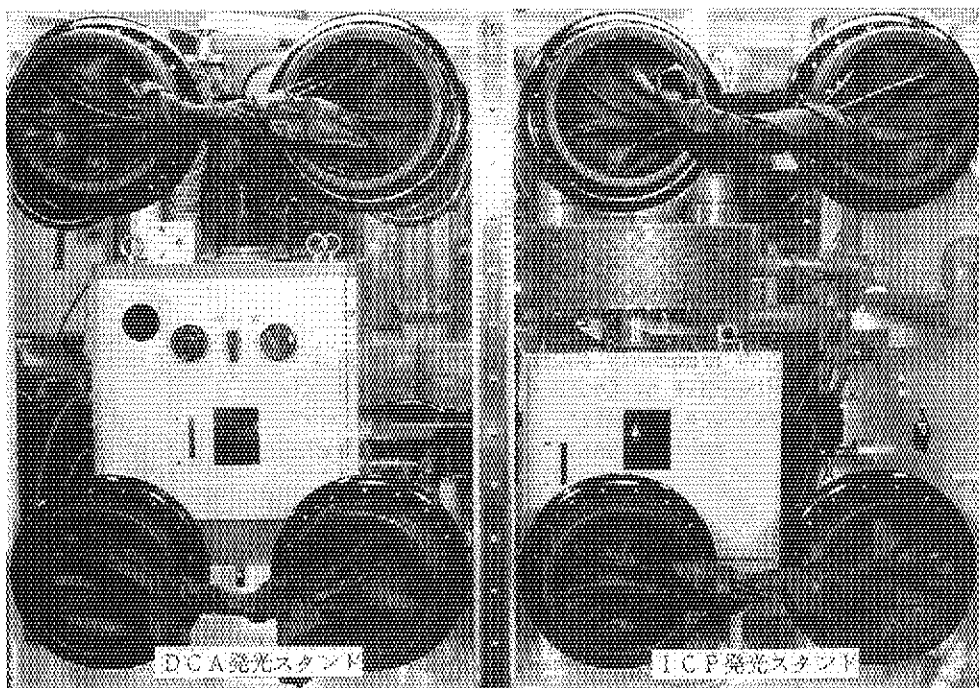


Photo. 2 DCA and ICP emission stands in glove box

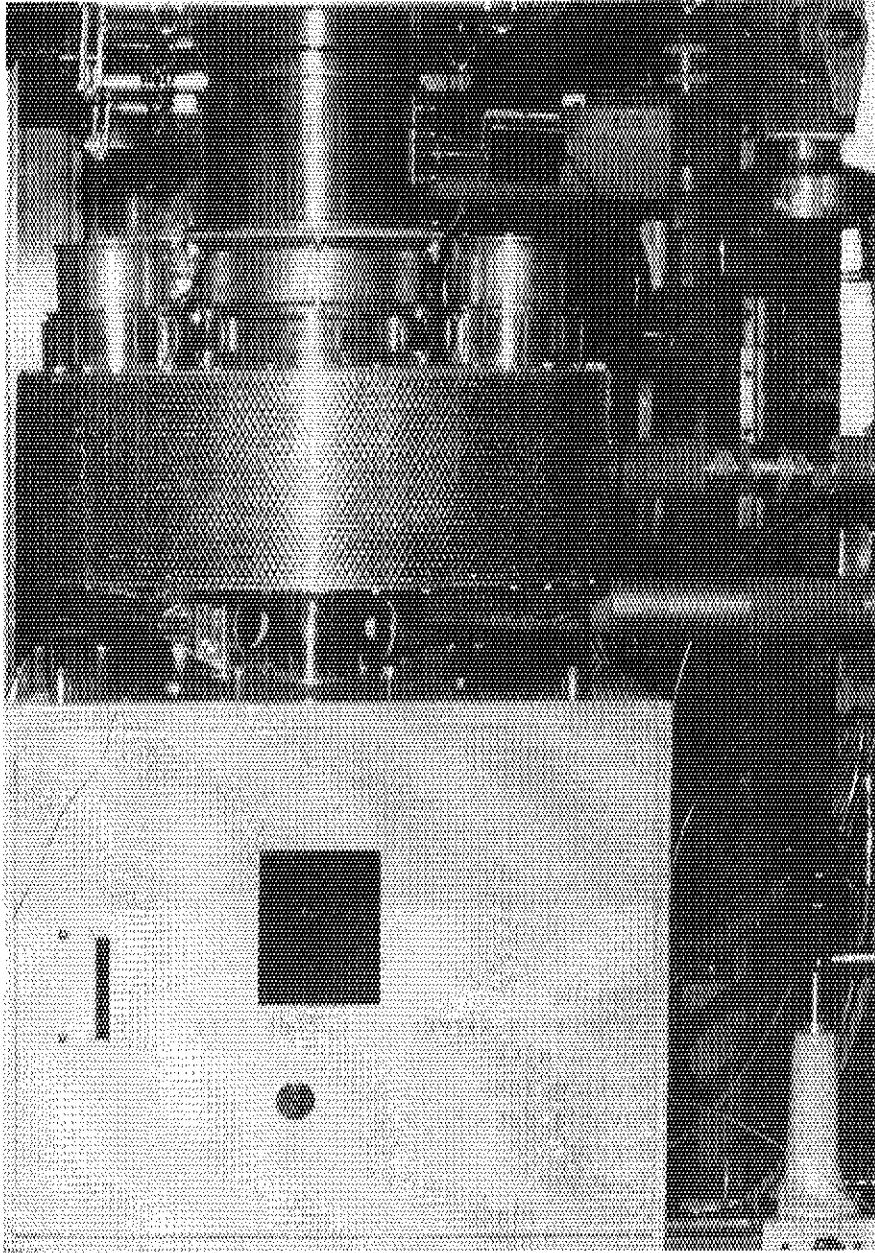
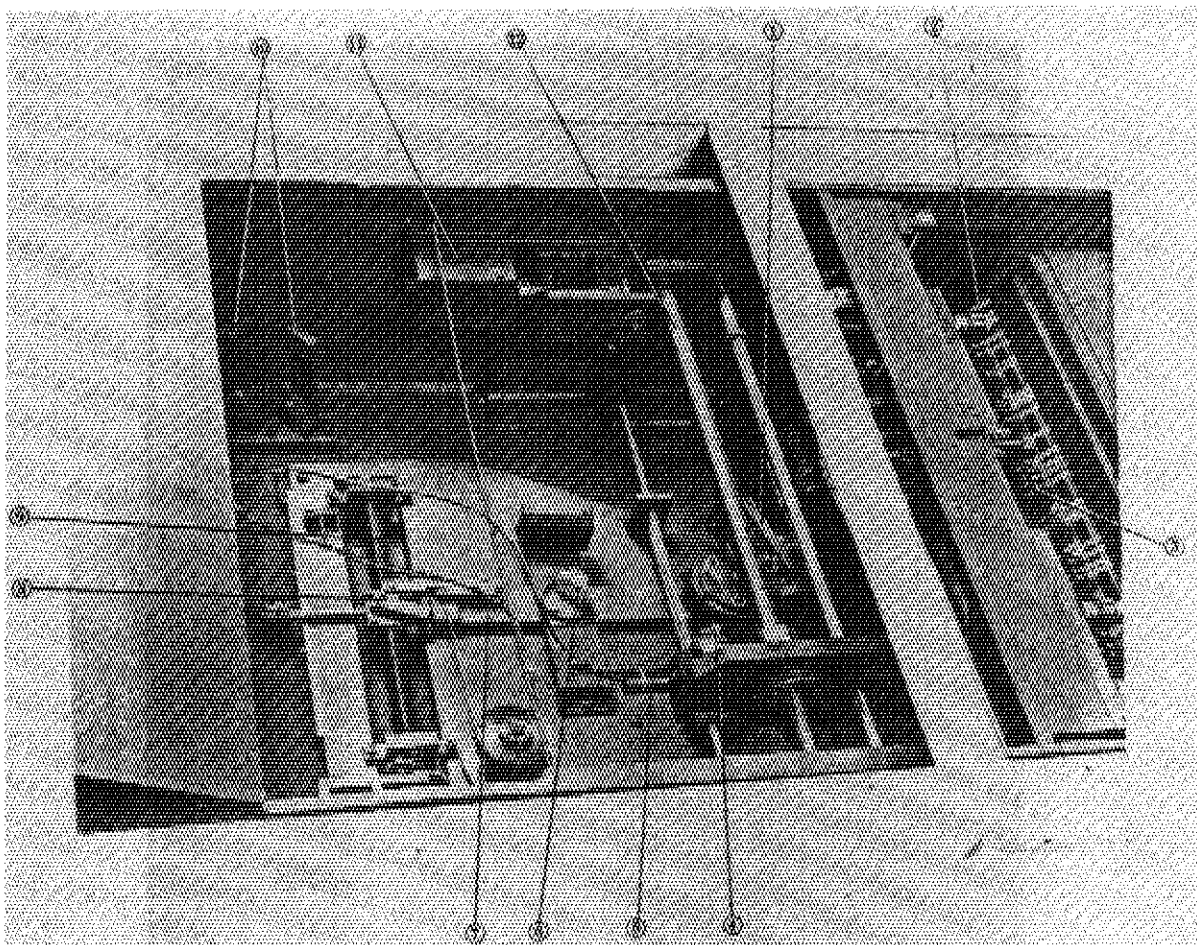
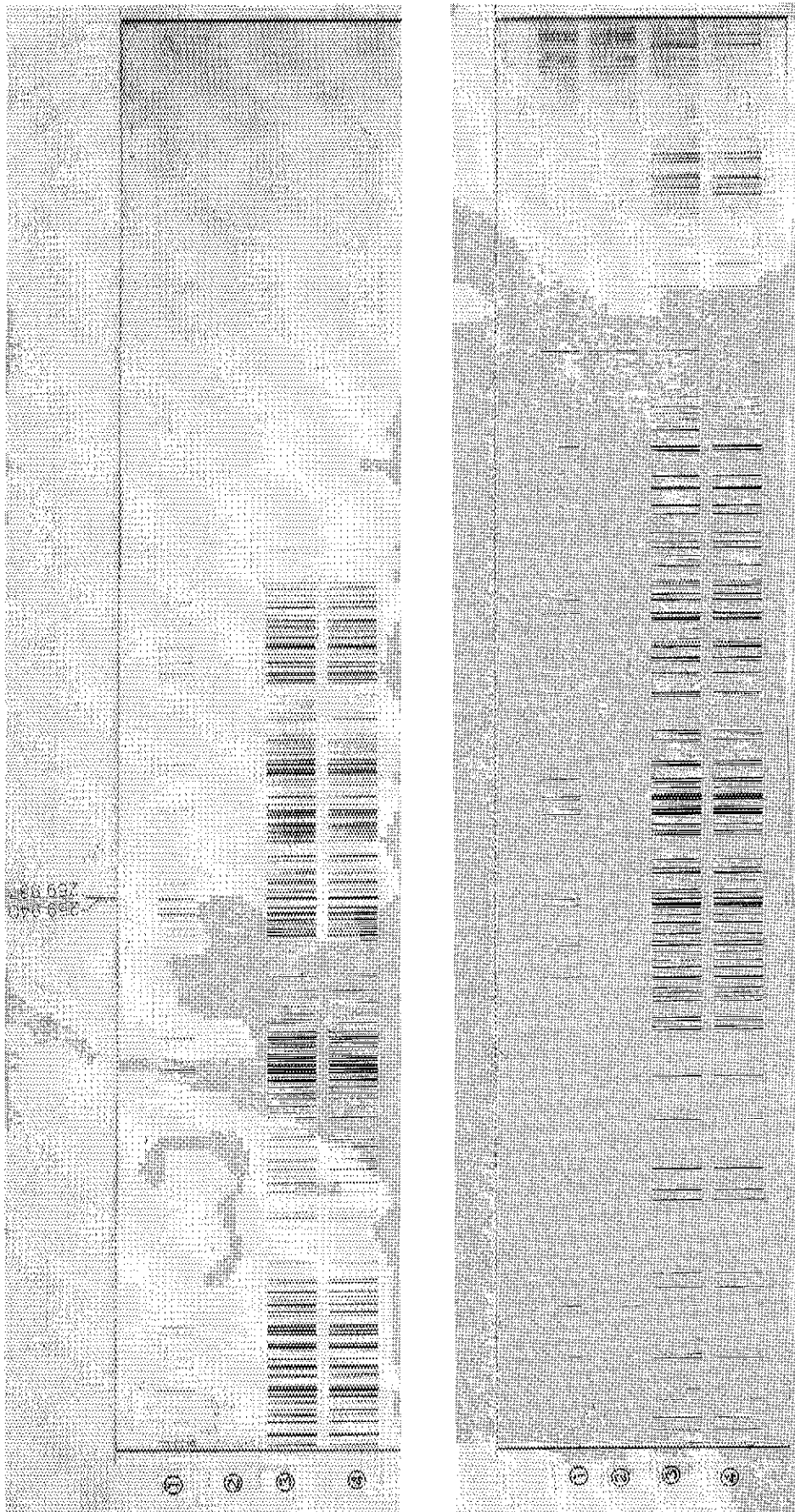


Photo. 3 Off-gas cooling unit and ICP emission stand



- ① Grating
- ② Condensing mirror of outlet slit
- ③ Outlet slit
- ④ Grating lamp
- ⑤ Movable detector
- ⑥ Mirror
- ⑦ Sine bar
- ⑧ Contact clasp
- ⑨ Screw
- ⑩ Condensing mirror
- ⑪ Counter for movable detector
- ⑫ Screw for movable detector

Photo. 4 Inside view of spectrometer



- ① 100ppm Fe solution (180sec exposure)
 - ② Blank solution (180sec exposure)
 - ③ 0.1M Fe solution (150sec exposure)
 - ④ 0.1M Fe solution (90sec exposure)
- slit width 10 μ m

Photo. 5 ICP spectrograms of iron