

JAERI-Review

JP0150187

2000-032



依頼分析及びガラス工作業務報告書
(平成11年度)

2001年1月

伊藤 光雄・小原 和弘・樋田 行雄
鈴木 大輔・郡司 勝文・加藤 金治・渡部 和男

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

本レポートは、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。

入手の問合せは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-1195 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。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokaimura, Nakagun, Ibarakiken 319-1195, Japan.

依頼分析及びガラス工作業務報告書
(平成 11 年度)

日本原子力研究所東海研究所環境科学研究所
伊藤 光雄・小原 和弘・樋田 行雄
鈴木 大輔・郡司 勝文・加藤 金治・渡部 和男

(2000 年 10 月 30 日受理)

分析科学研究グループ（平成 10 年度まで分析センター）は、業務テーマ「依頼分析とガラス工作」のもとに、研究所内の各課室から要求される依頼分析及びガラス工作業務を実施している。

依頼分析では、核燃料、各種材料及び放射性廃棄物をはじめとする非常に多種多様な分析試料に適切に対応した。また、依頼分析に関連する分析技術開発も実施した。ガラス工作では、工作室でのガラス器具の製作や修理の他に、実験室等に設置されている大型ガラス機器、放射性物質を取り扱うガラス機器の現場修理を行った。平成 11 年度の依頼分析件数は 33 件、実施件数は 30 件、分析成分数は 673 であり、ガラス工作件数は 115 件であった。

本報告書は、平成 11 年度に実施した依頼分析及び関連技術開発並びにガラス工作業務についてまとめたものである。

**Annual Report on the Services for Chemical Analysis and Scientific
Glassblowing in the Fiscal Year 1999**

Mitsuo ITO, Kazuhiro OBARA, Yukio TOIDA, Daisuke SUZUKI
Katsuhumi GUNJI, Kaneharu KATO and Kazuo WATANABE

Department of Environmental Sciences
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received October 30, 2000)

A variety of analytical service and glassblowing service was carried out on requests from other laboratories and R&D programs within the JAERI.

In the field of analytical service, various samples such as nuclear fuels, nuclear materials and radioactive wastes, were analyzed using mainly Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES), Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS), Thermal Ionization Mass Spectrometry (TIMS), Electron Probe X-ray Microanalyzer (EPMA), etc., and mostly in combination with various chemical separation methods. In the glassblowing service, various experimental instruments and vessels, made of Pyrex glass or quartz glass were produced and repaired.

Thirty-three requests for the analytical service and 115 requests for the glassblowing service have been received and treated in the fiscal year 1999.

This report describes the activity of the analytical service and the glassblowing service performed in the fiscal year 1999.

Keywords : Analytical Service, Glassblowing Service, Nuclear Fuels and Materials,
Radioactive Wastes, ICP-AES, ICP-MS, TIMS, EPMA

目 次

1.はじめに -----	1
2.依頼分析 -----	2
2.1 依頼分析の概要 -----	2
2.2 平成11年度実施状況 -----	2
3.ガラス工作 -----	3
3.1 ガラス工作の概要 -----	3
3.2 平成11年度実施状況 -----	4
4.分析方法の開発 -----	4
4.1 ICP-MSによる黒鉛中の極微量元素の定量 -----	4
4.2 イオン交換分離法によるBaからの極微量元素Laの分離 -----	5
5.むすび -----	6
謝 辞 -----	6
参考文献 -----	7
付 錄 平成11年度依頼分析表 -----	26

Contents

1. Introduction -----	1
2. Service for Chemical Analysis -----	2
2.1 Outlines of Service for Chemical Analysis -----	2
2.2 Service for Chemical Analysis in the Fiscal Year 1999 -----	2
3. Scientific Glassblowing Service -----	3
3.1 Outlines of Glassblowing Service -----	3
3.2 Glassblowing Service in the Fiscal Year 1999 -----	4
4. Developments of Analytical Methods -----	4
4.1 Determination of Trace Elements in Graphite by ICP-MS -----	4
4.2 Separation of Ultra-trace La from Ba by Ion Exchange Method -----	5
5. Conclusions -----	6
Acknowledgments -----	6
References -----	7
Appendix Records on the Service for Chemical Analysis in the Fiscal Year 1999	26

This is a blank page.

1. はじめに

分析科学研究グループ（平成 10 年度まで分析センター）は、原研発足以来、業務テーマ「依頼分析とガラス工作」のもとに、研究所内の各課室から要求される依頼分析及びガラス工作業務を実施¹⁾している。

原研の依頼分析は、生産工場における工程(管理)分析等とは異なり、①依頼試料が液体、固体、ホット試料等と非常に多岐にわたること、②対象元素が依頼試料ごとに異なること、等からマニュアルに準じた分析が困難な場合がほとんどである。また、分析項目が主成分元素(%レベル)から極微量不純物元素(ppb レベル)の定量、放射性核種分析、同位体組成分析、表面状態分析と広範囲にわたっている。これらの依頼分析は、分析機器による直接測定だけでの対応は難しく、分離操作等の試料前処理が必要となる。分析科学研究グループでは、信頼性の高い分析値を提供するため、標準試料の整備はもとより、測定条件の検討、試料前処理操作を含む分析方法の開発、分析技術の指導、と幅広く業務を進めている。

ガラス工作は、石英、パイレックス、硬質ガラス等あらゆるガラスを用いて、基礎研究用小型ガラス製装置、器具から大型ガラス製装置の製作・修理を行うと共に技術開発にも力を入れ、各研究課室の工作依頼に的確に応えている。また、ガラス工作室内の作業だけでなく依頼元の要求により管理区域内実験室等現場での修理も行っている。

平成 11 年度の依頼分析においても、従来同様、核燃料、炉材料、液固体廃棄物等々のコールド試料あるいはホット試料と多種多様な分析試料に迅速に対応するとともに、依頼分析に関連する分析技術開発も行った。また、一般依頼分析の他に① ジェー・シー・オー(JCO)臨界事故に係る沈殿槽内のウラン溶液の分析、② 核燃料輸送容器の腐食原因究明に関する分析を行った。

ガラス工作では、工作室内で酸素ポテンシャル測定用セル、還流用冷却器、原子炉照射用アンプルの製作等を行った。また、実験室等に設置されている大型のガラス製装置及び放射性物質を取り扱うガラス機器、例えば高周波誘導加熱炉の真空ラインの更新を現場に赴き修理を行った。

平成 11 年度の依頼分析件数は、東海、大洗及び那珂研究所内の 22 の研究課室から 33 件、実施件数は 30 件、分析成分数は 673 であり、3 件が 12 年度に持越された。ガラス工作件数は、東海、大洗及び那珂研究所内の 30 の研究課室から 115 件あった。

本報告書は、平成 11 年度に実施した依頼分析及び関連技術開発並びにガラス工作業務についてまとめたものである。

2. 依頼分析

2.1 依頼分析の概要

平成 11 年度は、東海、大洗及び那珂研究所内 11 のセンター及び研究・開発部の 22 研究課室から合計 33 件の分析依頼があった。

分析試料は多種多様であり、目的元素の種類、必要とされるデータの質等により、測定法、前処理法もそれぞれ異なる。固体試料をそのまま分析あるいは鉱酸により分解し、溶液とした後に適宜希釈して測定できる場合もある。極微量の不純物元素分析では、一般にマトリックスの存在が測定に影響を与えることが多い。このため、試料を鉱酸及びアルカリ融解により分解して溶液とした後に、イオン交換分離、蒸留分離、沈殿分離等の前処理操作を行わなければならない。更に信頼性の高い分析結果を得るには、実際の試料を分析する前に標準試料の調製、分析操作におけるブランクの把握、妨害元素の有無の確認などの検討が必要である。従って、分析期間は、試料数、測定元素数、分離操作を行うかどうかによって異なるが、通常 5 日間から 1 ヶ月間程度を必要としている。

平成 11 年度に実施した依頼分析項目と測定法を表 1 に示す。技術的な検討を要した主要な分析項目としては、① HTTR 臨界試験に係わる「模擬黒鉛ブロック材中の不純物分析」、② JRR-2 解体におけるインベントリー評価のための「金属アルミニウム及び生体遮蔽体コンクリートの組成分析」、③ 核融合炉材料開発の一環としての「フェライト鋼中の Ni-59 と Ni-60 の定量」、「アルミ分散強化鋼及びオーステナイトステンレス鋼中の元素分析」、④ 先端基礎研究に伴う分析として「超伝導体の元素分布状態の分析」、「金属リチウムの同位体組成分析」、⑤ ダウンストリーム関連試料分析として「放射性廃液中のウランの定量及び放射性スラッジの分解」等、が挙げられる。

なお、一般の依頼分析の他に、① JCO 臨界事故時の総核分裂数やウラン溶液の再臨界性評価等の検討に資することを目的とした、沈殿槽内のウラン溶液中の短半減期核分裂生成物の分析、ウラン濃度と同位体組成比測定、ホウ素分析及び不純物元素分析、② 核燃料輸送容器の腐食原因究明に係わる、容器内断熱材パーライトセメント中の塩素の定量を行った。

2.2 平成 11 年度実施状況

平成 11 年度の依頼分析実施状況を表 2 に示す。依頼分析件数は合計 33 件、実施件数は合計 30 件、総成分数 673 であった。なお、上記の表は、依頼分析に関する分野別及び適用した手法別の件数、試料数及び成分数等をそれぞれまとめたものである。これらのうち、部別件数を図 1 に、分野別及び分析方法別件数、試料数及び成分数を図 2、3 にそれ

それをグラフ化して示した。また、依頼分析実施状況を第1～第4四半期毎に分類し、表3に示す。

依頼件数、試料数とも昨年度よりやや少な目であった。依頼項目の中では燃料・材料関連試料の化学分析（溶解、分離／誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-AES)及び誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)による測定）が依然として多数を占めたが、材料開発に伴うEPMAによる固体表面の元素分布状態分析の依頼が若干増加した。また、クルクミン吸光光度法によるホウ素の定量分析²⁾、放射性試料の分析依頼があること等、当然ではあるが原子力開発研究に特有な依頼分析が多かった。各依頼項目に対して行った分析操作等は付録に示した「依頼分析表」を参照のこと。なお、四半期毎の依頼件数は多少増減はあるものの年間を通じて平均的に推移した。

JCO沈殿槽内のウラン溶液の分析では、① 短半減期核分裂生成物 (⁹⁵Zr、⁹⁹Mo、¹⁰³Ru、¹³¹I、¹⁴⁰Ba等) は、試料溶液1mlをポリエチレン製棒状瓶に採取し、低パックグラウンド用鉄遮へい体付きGe半導体検出器を用いて測定した、② ウラン溶液中のホウ素及びナトリウムは、実試料を希釈後、また、鉄、クロム及びニッケルは、硝酸系陰イオン交換分離法によりウランから分離した後に、それぞれICP発光分析法により測定した、③ ウラン濃度は、試料を適宜希釈し同位体希釈-表面電離型質量分析法により、同位体比測定は表面電離型質量分析法によりそれぞれ行った。分析操作の概略を図4、5に示す。

核燃料輸送容器の腐食原因究明に関して、パーライトセメント中の塩素の定量を熱加水分解-イオンクロマトグラフ法³⁾により行った。

3. ガラス工作

3.1 ガラス工作の概要

平成11年度は、東海、大洗及び那珂研究所内12のセンター及び研究・開発部の30研究課室から115件のガラス工作依頼があった。

ガラス工作ではガラス旋盤を使用する大型装置、機器の製作、修理からハンドバーナーを用いる小型の実験機器、器具の製作、修理に至るまで幅広く作業を行っている。また、依頼元の要求に適切に対処するため、製作・修理の通常業務の他に技術開発も同時に行い、ガラス工作技術の向上に努めている。

平成11年度の代表的な製作品は、①「窒化ウラン合成用加熱容器」、② レーザー照射によるダイオキシン分解実験に用いる「ダイオキシン用供試管⁴⁾」、③「JMTRの温度モニター用試料容器」、④ 放射性ガスを封入後照射するための「石英製ブレーカブルシール付アンプル」、⑤ PuO₂の酸素ポテンシャル測定用「高気密性EMFセル」、⑥ 管理区域

内に設置されている「高周波誘導加熱炉の真空ライン」等である。いずれも研究開発を進める上で欠かせないガラス製装置や器具である。

3.2 平成 11 年度実施状況

平成 11 年度に受注した依頼ガラス工作の総件数は 115 件であり、大部分が実験用装置、器具、原子炉照射用や放射性物質封入用のアンプルの製作並びに修理であった。これらの中には精密、高気密性が要求される製作品も多くあり、高度な工作技術を必要とした。代表的な製作品を表 4 に示すと共に、その製作品を写真 1～5 に紹介する。

依頼元の部別工作件数を図 6 に示す。物質科学研究部からの依頼が 57 件と多く全体の約半数を占めた。また、昨年度と比較して、核融合工学研究部、先端基礎研究センターからの工作依頼が増加する傾向にある。

工作件数をガラスの材質別に分類すると、石英及びパイレックスガラスの製作品が総件数のそれぞれ 4 割程度、残りが各種金属封入用硬質ガラスなどの製作品であった。今後ともこの割合で推移するものと思われる。

4. 分析方法の開発

平成 11 年度に要請された依頼分析試料の中にも、分析方法が未確立のもの及び技術的検討を必要とするものがあった。これらについては、あらかじめ分析方法の開発を行った。ここでは、技術開発についてその概略を述べる。

4.1 ICP-MS による黒鉛中の極微量元素の定量

分析科学研究グループでは、これまでに核燃料・炉材料等分析研究委員会の活動の一環として高純度黒鉛の分析法開発^{6)～8)}を行ってきたが、対象とした不純物元素は主に灰分の構成元素であり、ppb レベルの元素については充分な検討がなされていなかった。今年度は、HTTR 技術開発室からの分析依頼に応え、特に中性子吸収断面積が大きく炉心の反応度等に影響を及ぼす極微量元素カドミウム、サマリウム、ガドリニウム及びハフニウムの定量法を開発した。黒鉛の分解方法として、湿式酸化分解法及び乾式灰化法を比較、検討すると共に、定量法については、ICP 質量分析法⁹⁾におけるスペクトル干渉等について詳細に検討し、本分析方法を確立した。

① 試料分解法：電気マッフル炉等で黒鉛を灰化する乾式灰化法ではカドミウムが揮

散がする可能性がある。そこで湿式酸化分解法を試みたが、両法による分析結果に有意差は認められなかつた。従つて、黒鉛中のカドミウムは乾式灰化法を適用しても揮散しないと考えられる。また、他の元素についても、両分解法による結果間に有意差は認められなかつた。これらの結果から、黒鉛の分解方法には、より簡便で迅速な乾式灰化法が適用できることが分かつた。

湿式酸化分解法及び乾式灰化法の分析操作を図7, 8に示す。

② スペクトル干渉：ICP質量分析法によるガドリニウムの測定では、ガドリニウムの測定質量数157 ($^{157}\text{Gd}^+$) にプラセオジムが共存すると $^{141}\text{Pr}^{16}\text{O}^+$ (質量数157) として干渉することを見いだした。プラセオジムの干渉を調べた結果を表5に示す。

ガドリニウム等の混合標準溶液にプラセオジムを10~1000ng/mlの濃度範囲で共存させてガドリニウムを測定した結果、プラセオジム1ng/mlの溶液がガドリニウム0.81ng/mlに相当することが分かつた。このため、試料中のプラセオジムを定量して干渉補正を行い、ガドリニウムを定量する必要があつた。

ICP質量分析法におけるカドミウム等の不純物の検出限界を表6に示す。カドミウム、サマリウム、ガドリニウム及びハフニウムの検出限界はそれぞれ3.0、0.9、3.1及び3.7ng/mlであった。

確立した分析方法を依頼分析「HTTR用模擬黒鉛中の極微量カドミウム、サマリウム、ガドリニウム及びハフニウムの定量¹⁰⁾」に適用した。

4.2 イオン交換分離法によるBaからの極微量Laの分離

La-137の分光学的挙動を研究する過程で生じた分析依頼「BaとLaの分離・定量」に対応するため、分離法の検討を行つた。

La-137はBa-137ターゲット(炭酸バリウム、300mg)を陽子ビームで照射して得られる。生成量はわずかに数十ngとBa-137と比較してはるかに少ない。La-137の分光学的挙動を調べるためにには、Ba-137からLa-137を完全に分けなければならない。分離法としては溶媒抽出分離法¹¹⁾等があるが、ここではより簡便、迅速な陽イオン交換分離法を検討した。

確立した分離操作を図9に示す。過塩素酸を溶離液とする陽イオン交換分離法を用いてBaとLaの溶離挙動を詳細に調べた。その結果、試料溶解後、BaとLaを陽イオン交換樹脂(湿潤樹脂4ml)に吸着させ、過塩素酸(3+1)70mlを流しBaを溶離させた後、硝酸(1+1)20mlを流しLaを溶離する。この一回の分離操作では、LaフラクションにBaが0.1mg程度混入するので、もう一度イオン交換分離を行う。この場合、Baの溶離液に過塩素酸(1+1)70mlを用いる。

分離操作を二度繰り返すことによりBaとLaを完全に分離できることが分かつた。Laフラクションに混入するBaは約30ngと操作プランクの値とほぼ同じであり、また、分離操作におけるLaの化学收率は約90%とほぼ満足すべき結果が得られた。

5. むすび

平成 11 年度に実施した依頼分析とガラス工作の実施状況をまとめた。依頼分析件数は、東海、大洗及び那珂研究所内の 22 の研究課室から 33 件、実施件数は 30 件、分析成分数は 673 であり、3 件が 12 年度に持越された。ガラス工作件数は、東海、大洗及び那珂研究所内の 30 の研究課室から 115 件あった。昨年度の依頼分析件数と比較すると、分析件数は若干減少したがガラス工作件数はほぼ同じであった。

これら一般の依頼分析の他に、平成 11 年度は、JCO 臨界事故時の総核分裂数やウラン溶液の再臨界性評価等の検討に資することを目的とした、沈殿槽内のウラン溶液の分析、更に核燃料輸送容器の腐食原因究明に係わる、輸送容器内断熱材パーライトセメントの分析を実施した。

依頼件数は、年度により多少増減があるものの依然として多くの研究課室からのニーズ —— 物質を扱う研究・開発と分析化学は不可分 —— があり、今後もこれに積極的に応えていくことが肝要である。しかしながら、昨今の原子力を取り巻く厳しい状況の中、分析技術者の補充がないまま高齢化が進み、順次定年を迎え、技術の継承も困難になりつつある。すでに平成 11 年度から燃焼度測定等の使用済み燃料の分析及び気体試料の質量分析が実施困難な状況になっている。分析科学研究グループでは、少人数でもできるだけこれまでの分析依頼に対処できるように、より簡便、迅速な分析方法を確立するなど分析業務の効率化に努めているところである。

今後とも依頼分析及びガラス工作が研究・開発を積極的に推進する上で、あるいはトラブル等の原因を究明する上で、少しでも役立てば幸いである。

謝　　辞

依頼分析業務を実施するにあたりご協力いただいた高橋由博氏 ((財)放射線利用振興協会)、ガラス工作業務にご協力いただいた川崎昌彦氏 ((財)放射線利用振興協会) に心から感謝いたします。

参考文献

- 1) 化学部プログレスレポート編集委員会： JAERI-M 92-036, “Department of Chemistry Progress Report” (1991).
- 2) 樋田行雄、渡部和男： 分析化学, **42**, T43 (1992).
- 3) L. Chen, K. Watanabe and M. Itoh : JAERI-Research 95-061, “Determination of Chlorine in Graphite by Combustion-Ion Chromatography” (1995).
- 4) 山内俊彦、峰原英介、菊沢信宏、早川岳人、沢村勝、永井良治、西森信行、羽島良一、静間俊行、亀井康幸、猪飼久登、伊藤伸一、古川行夫： 環境科学誌, **13** (3), 383-390 (2000).
- 5) 核燃料・炉材料等分析研究委員会： JAERI-M 93-013, “高純度黒鉛の分析－標準試料の製作と分析方法の開発” (1993).
- 6) 渡部和男、樋田行雄、福島弘之： 日本分析化学会第 44 年会講演要旨集, p. 596 (1995).
- 7) K. Watanabe and J. Inagawa : Analyst, **121**, 623 (1996).
- 8) 渡部和男、高島教一郎、福島弘之： 分析化学, **44**, 19 (1994).
- 9) T. Hirata, H. Shimizu, T. Akagi, H. Sawatari and A. Masuda : Anal. Sci. , **4**, 637 (1988).
- 10) 伊藤光雄、加藤金治、樋田行雄、渡部和男：日本分析化学会第 48 年会講演要旨集, p. 319 (1999).
- 11) 日本分析化学会編：分析化学便覧，丸善，東京, p. 62 (1981) .

表 1 平成 11 年度依頼項目一覧表

受付番号	依頼項目	測定方法
11-001A	人工ダイヤモンド単結晶中の不純物分析	
11-002A	模擬黒鉛ブロック材中の不純物分析	ICP-AES
11-003A	JRR-2 中央実験孔サンプル及び生体遮蔽体の組成分析	ICP-AES,-MS
11-004A	質量分析法による U、Pu、Nd の定量	
11-005A	フェライト鋼中の同位体 58Ni と 60Ni の定量	ICP-AES
11-006A	超伝導体(CeRu ₂ -Gd)の分布状態分析	EPMA 法
11-007A	EPMA の使用方法の指導	EPMA 法
11-008A	リチウムの同位体比分析	質量分析法
11-009A	鉱石の組成分析	ICP-AES
11-010A	フィルター付着物の同定及び組成分析	EPMA 法, 重量法
11-011A	水銀中の不純物の同定	ICP-MS
11-012A	有機薄膜の SEM 分析	EPMA 法
11-013A	フェライト鋼中のホウ素の定量	クルクミン吸光光度法
11-014A	HTTR 冷却材流量調整箱に混入した金属の分析	EPMA 法, ICP-AES
11-015A	ゼオライトの組成分析	ICP-AES
11-016A	ゼオライト中のケイ素の定量	ICP-AES
11-017A	ホットラボ廃液中のスラッジの溶解 (1)	酸溶解法
11-018A	銀添着ろ紙中の Ag の定量	ICP-AES,-MS
11-019A	アルミニウム粉末押出材中の組成分析	ICP-AES
11-020A	ホットラボ廃液中のスラッジの溶解 (2)	酸溶解法
11-021A	銅表面のセシウムの定量	ICP-MS
11-022A	アルミ強化銅中の Al、オステナイトステンレス鋼中の Cr 等の定量	ICP-AES
11-023A	ゼオライトの表面観察及び定性分析	EPMA
11-024A	アルミ強化銅とステンレス鋼接合体近傍の Al 等の分布測定	EPMA
11-025A	ケーブル用ゴムとう管への付着物の定性及び吸湿性の有無	EPMA, 熱分析法
11-026A	アルミ強化銅とオステナイトステンレス鋼中のホウ素の定量	クルクミン吸光光度法
11-027A	液体廃棄物中のウランの定量	ICP-MS
11-028A	原子炉建家換気空調フィルタに付着した煤の定性分析	ICP-AES, 熱分析法
11-029A	酢酸ウラニル中の U-235 の定量	質量分析法
11-030A	水相中のバリウム、ランタンの定量	ICP-MS
11-031A	JRR-2 生体遮蔽体内鉄筋の組成分析	ICP-MS,-AES
11-032A	JRR-2 生体遮蔽体重晶石コンクリート	
11-033A	水相中のバリウム、ランタンの定量	ICP-MS

表2 平成11年度依頼分析実施状況

1 依頼分析及びガラス工作

依頼分野	燃料・材料関連	ダウストリーム関連	燃焼率測定関連	総計	依頼分野	ガラス工作関連
件 数	25	5	—	30	件 数	115
試 料 数	116	8	—	124	数 量	
成 分 数	591	82	—	673		

なお、方法別区分による件数、成分総数を次の表に示す。

分析方法	化学分析(含む ICP)	分光分析	質量分析	放射能分析	表面・状態分析	総計
件 数	18	—	2	2	8	30
試 料 数	84	—	14	4	22	124
成 分 数	415	—	59	20	179	673

依頼分析の部別件数は、次の通りである。

高温工学試験研究炉開発部	4 件	研究炉部	2 件
物質科学研究所	7 件	先端基礎研究センター	4 件
中性子科学研究所センター	1 件	燃料サイクル安全工学部	4 件
保健物理部	2 件	核融合工学部	4 件
核融合装置試験部	1 件		
安全管理室	1 件		

(1) 燃料・材料関連

模擬黒鉛ブロック材中の不純物分析	ICP-MS法
超伝導体 (CeRu2-Gd) の分布状態分析	EPMA法
EPMAの使用方法の指導	EPMA法
フェライト鋼の同位体58Niと60Niの分析	ICP-MS法
リチウム同位体比 (6Li/7Li) の分析	質量分析法
フィルタ付着物の同定及び組成分析	EPMA法、酸化重量法
水銀の不純物の同定	ICP-MS法
鉱石の組成分析	ICP-AES法
有機薄膜のSEM分析	EPMA法
HTTR冷却材 (ヘリウム) 流量調整箱に混入した金属の分析	EPMA法、ICP-AES法
銀添着ろ紙中のA gの定量	ICP-AES法
フェライト鋼中のホウ素の定量	クルクミン吸光光度法
ゼオライトの組成分析	ICP-AES法
アルミニウム粉末押出材中の組成分析	ICP-AES法
ゼオライト中のケイ素の定量	ICP-AES法
銅板表面のセシウムの定量	ICP-MS法
ケーブル用ゴムとう管の付着物の定性および付着物の吸湿性の有無	EPMA法、熱分析法
ゼオライトの表面観察及び定性分析	EPMA法
原子炉建家Ⅰ系換気空調フィルターに付着したカーボン (煤) の定性分析	ICP-MS法、熱重量分析
酢酸ウラニル中のウラン-235の定量	質量分析法
水相中のバリウム、ランタンの定量	ICP-MS法
アルミナ分散強化銅とオーステナイトステンレス鋼中のホウ素の定量	クルクミン吸光光度法
アルミナ分散強化銅中のAl、オーステナイトステンレス鋼中のCr、Ni、Co定量	ICP-AES法
アルミナ分散強化銅とステンレス鋼HIP接合体界面近傍のAl等の分布	EPMA法

表 2 平成 11 年度依頼分析実施状況（続き）

水相中のバリウム、ランタンの定量	ICP-MS法
(2) ダウンストリーム関連	
JRR-2中央実験穴シール及び生体遮蔽体の組成分析	ICP-AES法、ICP-MS法、 γ線スペクトロメトリ
ホットラボ廃液中のスラッジの溶解(1)	γ線スペクトロメトリ
ホットラボ廃液中のスラッジの溶解(2)	ICP-MS法
液体廃棄物中のウランの定量	ICP-MS法、ICP-AES法
JRR-2生体遮へい体内鉄筋の組成分析	

表3 四半期毎の依頼分析実施状況

1. 第1四半期

依頼分野	燃料・材料関連	ダウストリーム関連	燃焼率測定関連	総計	依頼分野	ガラス工作関連
件 数	5	1	—	6	件 数	31
試 料 数	21	2	—	23	数 量	
成 分 数	142	50	—	192		
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)	分光分析	質 量 分 析	放射能分析	表面・状態分析	総 計
件 数	3	—	1	—	2	6
試 料 数	8	—	13	—	2	23
成 分 数	100	—	52	—	40	192

2. 第2四半期

依頼分野	燃料・材料関連	ダウストリーム関連	燃焼率測定関連	総計	依頼分野	ガラス工作関連
件 数	7	—	—	7	件 数	29
試 料 数	13	—	—	13	数 量	
成 分 数	121	—	—	121		
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)	分光分析	質 量 分 析	放射能分析	表面・状態分析	総 計
件 数	4	—	—	—	3	7
試 料 数	7	—	—	—	6	13
成 分 数	78	—	—	—	43	121

3. 第3四半期

依頼分野	燃料・材料関連	ダウストリーム関連	燃焼率測定関連	総計	依頼分野	ガラス工作関連
件 数	4	2	—	6	件 数	22
試 料 数	56	4	—	60	数 量	
成 分 数	183	20	—	203		
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)	分光分析	質 量 分 析	放射能分析	表面・状態分析	総 計
件 数	4	—	—	2	—	6
試 料 数	56	—	—	4	—	60
成 分 数	183	—	—	20	—	203

4. 第4四半期

依頼分野	燃料・材料関連	ダウストリーム関連	燃焼率測定関連	総計	依頼分野	ガラス工作関連
件 数	9	2	—	11	件 数	33
試 料 数	26	2	—	28	数 量	
成 分 数	145	12	—	157		
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)	分光分析	質 量 分 析	放射能分析	表面・状態分析	総 計
件 数	7	—	1	—	3	11
試 料 数	13	—	1	—	14	28
成 分 数	54	—	7	—	96	157

表 4 平成 11 年度主なガラス工作品

製作名	依頼元 (部)
1. 窒化ウラン(UN)合成用の 加熱容器 (写真-①)	(物質科学研究部)
2. ダイオキシン用供試管 微生物中のダイオキシンを分解させるために ZnSe 窓を利用した密閉式試料瓶の製作。	(光量子科学研究センター)
3. 高気密性酸素ポテンシャル測定用セル PuO ₂ の酸素ポテンシャルを測定するために、 気密性を重視した EMF セルを製作。 (写真-②)	(物質科学研究部)
4. 酸回収容器 フード内での蒸発酸 (塩酸) を防止すると共に、 酸を回収するカバー容器。 (写真-③)	(物質科学研究部)
5. エアロゾル生成回収部品 霧状の液滴粒子 (エアロゾル) を加熱した ガラス管内に、乾燥通過させることにより効 率的に回収をする部品。	(環境科学研究部)
6. 合成石英アンプル (2種類 計 100 本) 自然環境中に設置したモニターのフィルターに 吸着したヨウ素を、原子炉照射するための容器。	(国際原子力総合技術センター)
7. 高周波誘導加熱炉の真空ライン更新	(物質科学研究部)

表4 平成11年度主なガラス工作品（続き）

8. J M T Rの温度モニター用
試料容器
 〔金属スプリングと低融点合金（スズ系）
を真空中で鋳込みするための容器を製作。〕
9. 石英製ブレーカブルシール付
アンプル
 〔放射性ガスマニタの校正用線源である
 ^{132}Xe （キセノン）ガスを封入後、
原子炉照射するためのアンプルを製作。
(写真-④)〕
10. 還流用冷却器
 〔有機物の酸（硝酸）分解用冷却器
を製作。〕
11. タングステン電極
 〔溶融塩の電解セル用として、陽極側に
用いる電極を製作。〕

表 5 Cd, Sm, Hf 及び Gd 測定における Pr の影響

($^{157}\text{Gd}^+$ に対する $^{141}\text{Pr}^{16}\text{O}^+$ 分子イオンの干渉)

共存元素 Pr / ng ml ⁻¹	Cd-111*	Sm-147*	Hf-178*	Gd-157*	Gd conc.(ng ml ⁻¹) per Pr 1ng ml ⁻¹
0	9.87	9.80	10.73	9.90	---
10	9.82	9.74	10.74	18.22	0.83
50	9.71	9.68	10.60	51.31	0.83
100	9.71	9.68	10.77	92.52	0.83
500	9.75	9.65	10.68	411.0	0.80
1000	9.77	9.74	10.76	787.3	0.78
平均	9.77	9.71	10.71		0.81
±SD	0.06	0.05	0.06		0.02
RSD,%	0.65	0.57	0.60		2.8

* Cd, Sm, Hf, Gd の濃度はそれぞれ 10 ng ml⁻¹

表 6 Cd, Sm, Gd, Hf 及び Pr の検出限界

同位体	存在比(%)	検出限界 / pg ml ⁻¹ (3σ, n=10)
Cd-111	12.80	3.0
Sm-147	15.0	0.9
Gd-157	15.65	3.1
Hf-178	27.297	3.7
Pr-141	100	2.7

Cd, Sm, Gd 及び Hf 混合標準試料 (HNO_3 (1+13)溶液)
 Pr 標準試料 (HNO_3 (1+13)溶液)

平成11年度

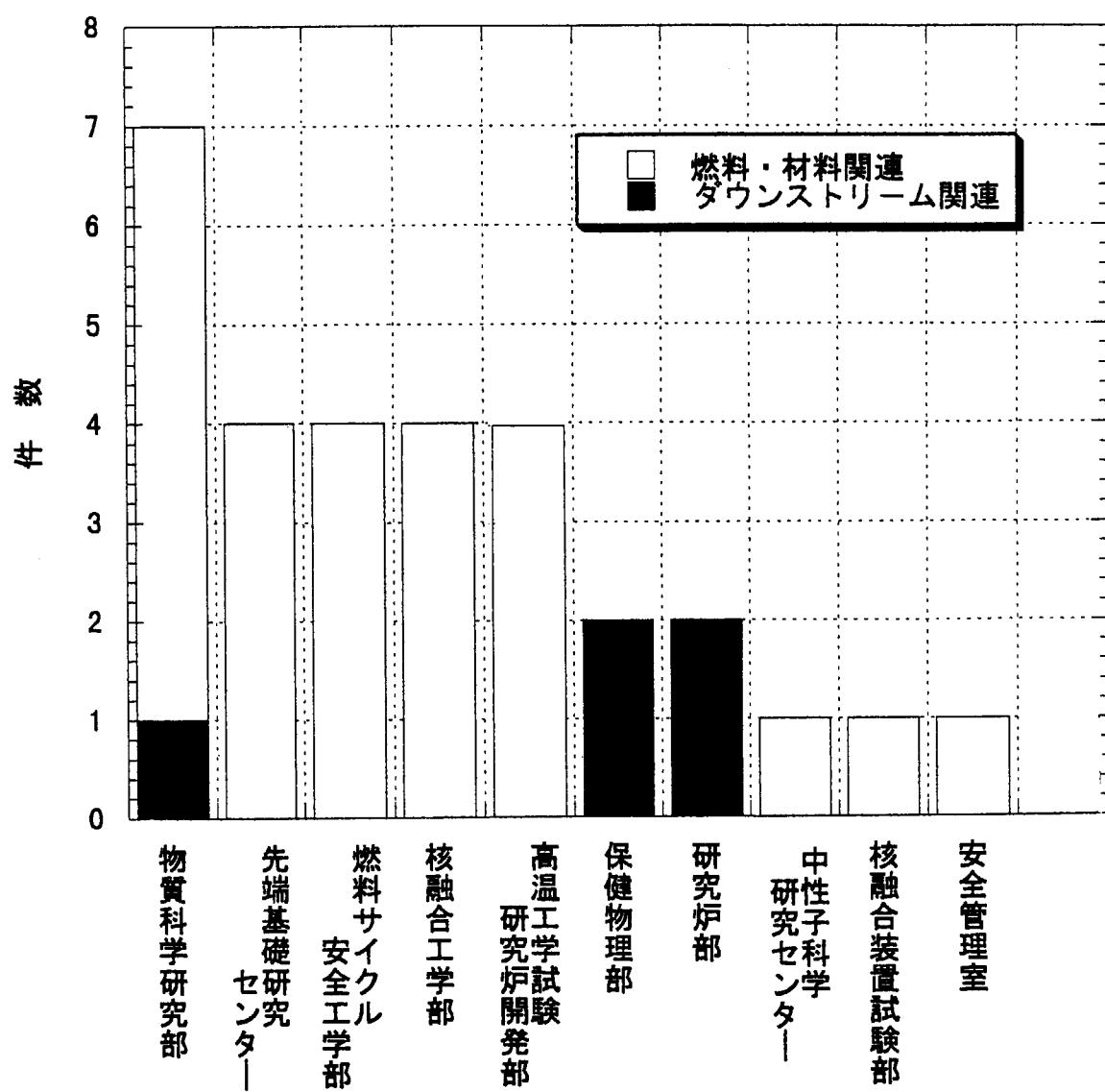


図 1 部別依頼件数

平成11年度

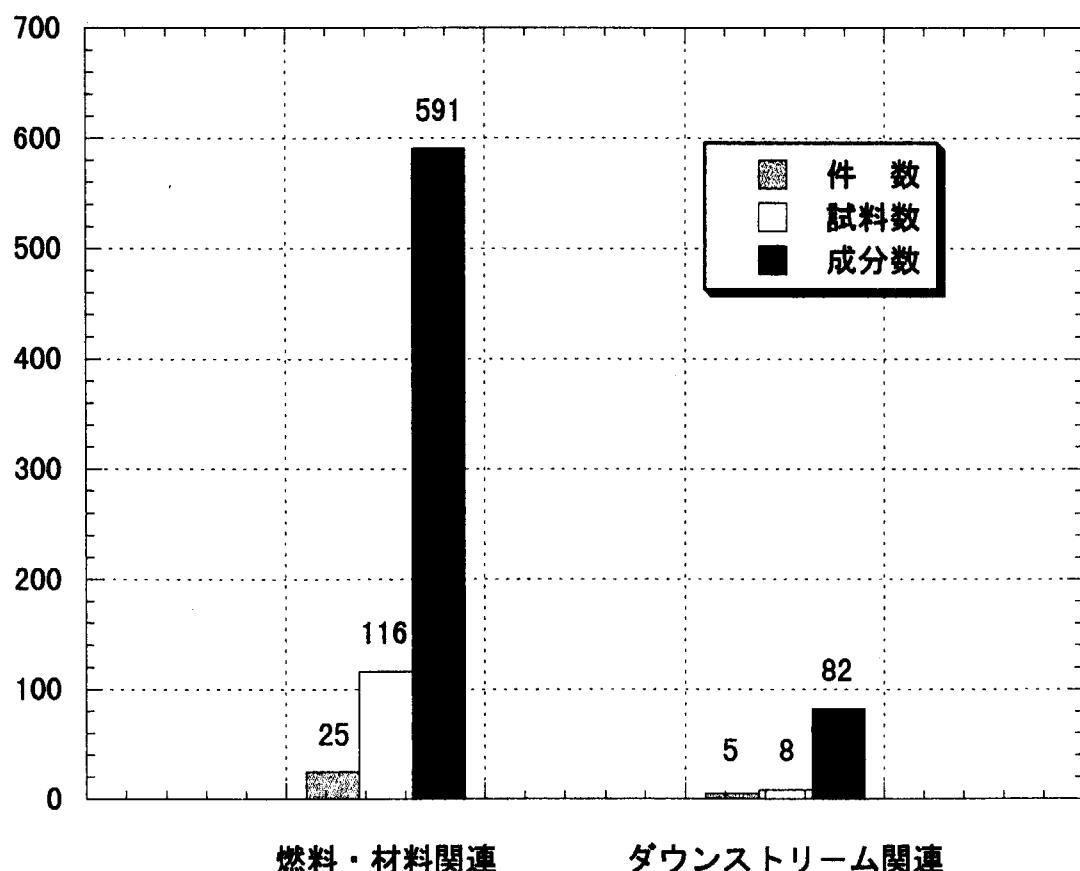


図2 分野別依頼件数

平成11年度

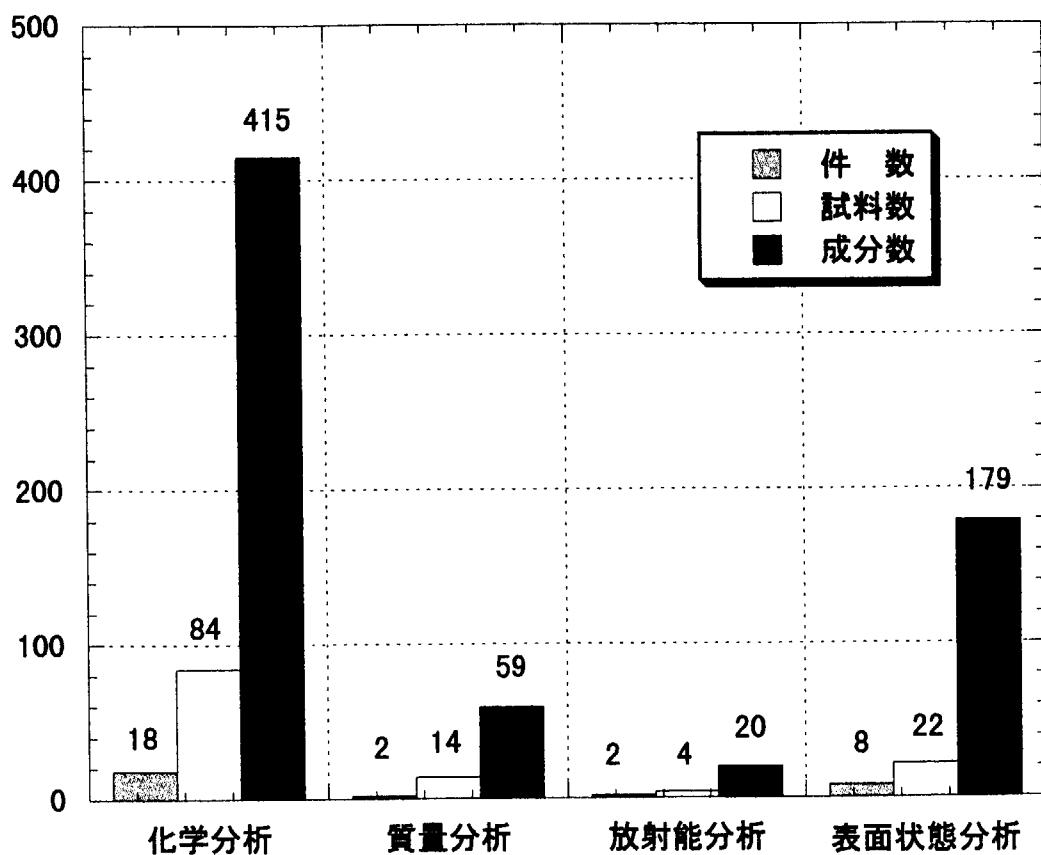


図3 分析方法別依頼件数

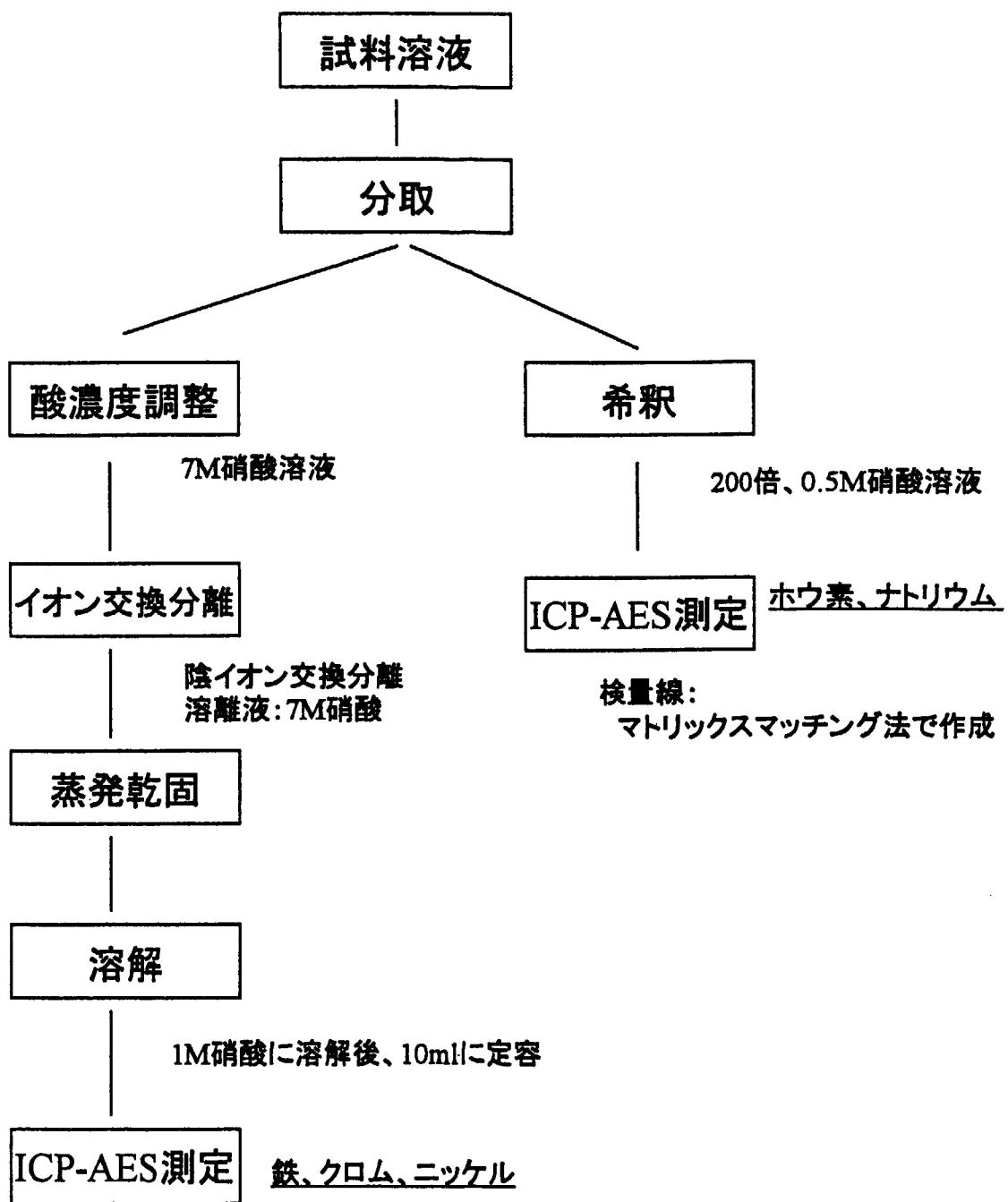


図4 ICP発光分析法によるウラン溶液中の不純物元素の定量

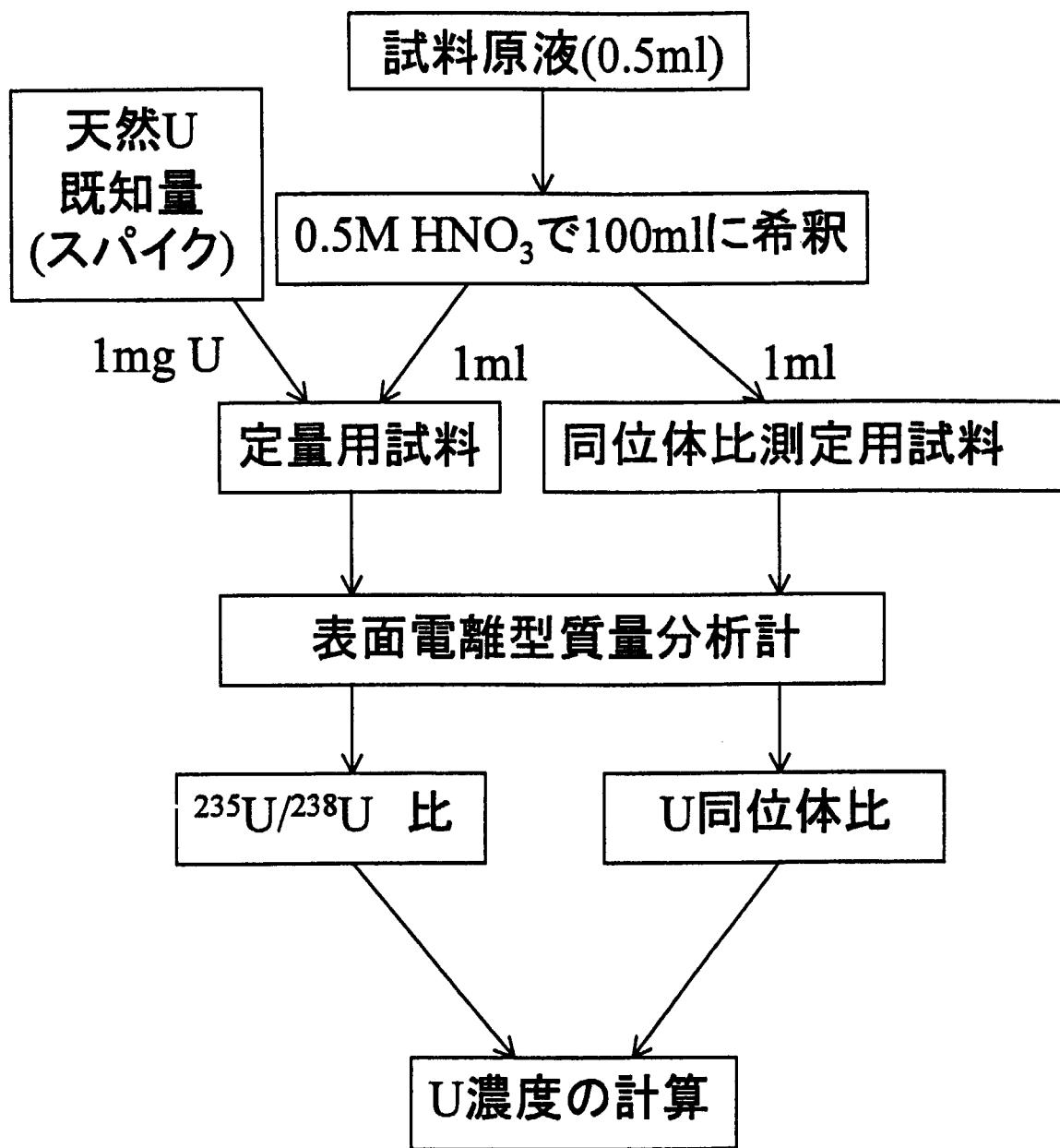


図5 質量分析法によるウランの定量及び同位体比測定

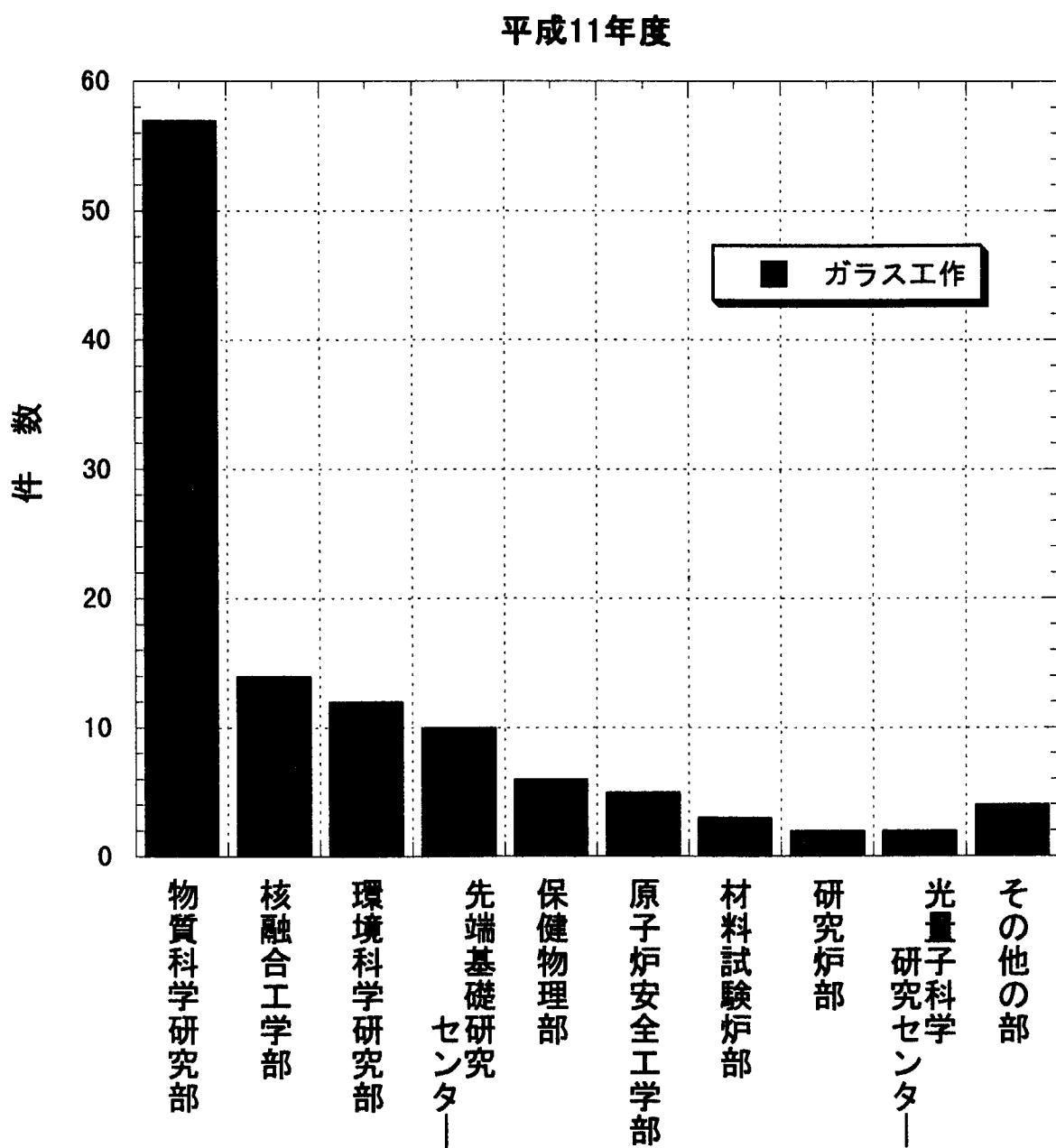


図 6 部別工作件数

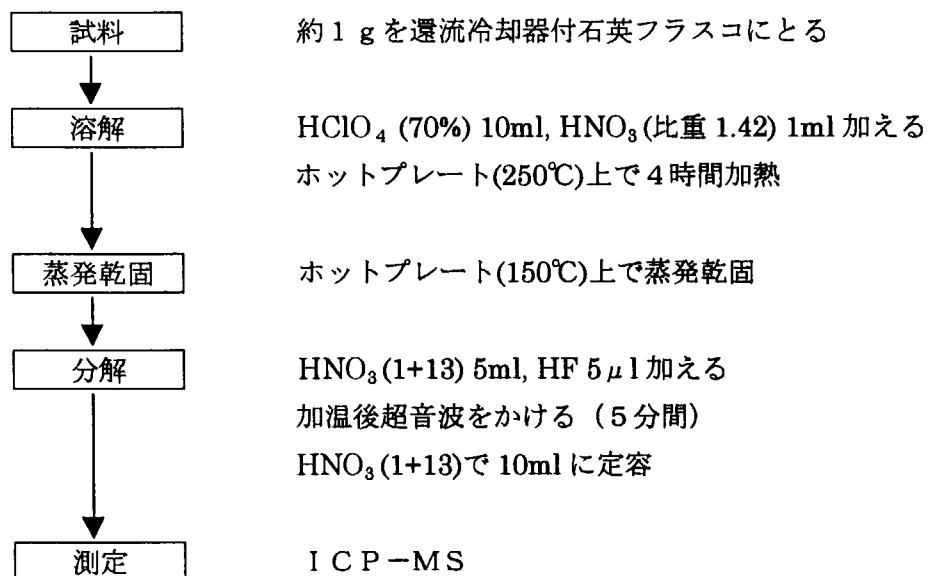


図7 湿式酸化分解法

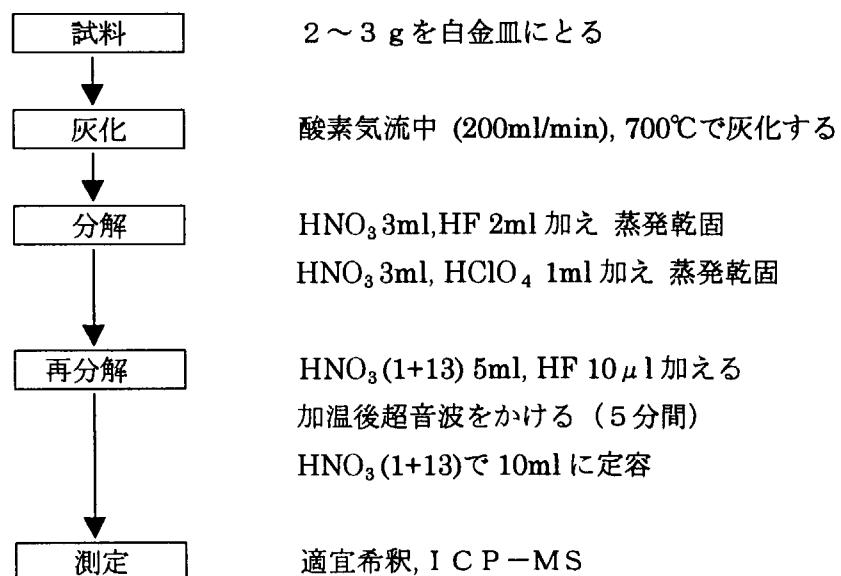


図8 乾式灰化法

対象元素 Ba、La

分析操作

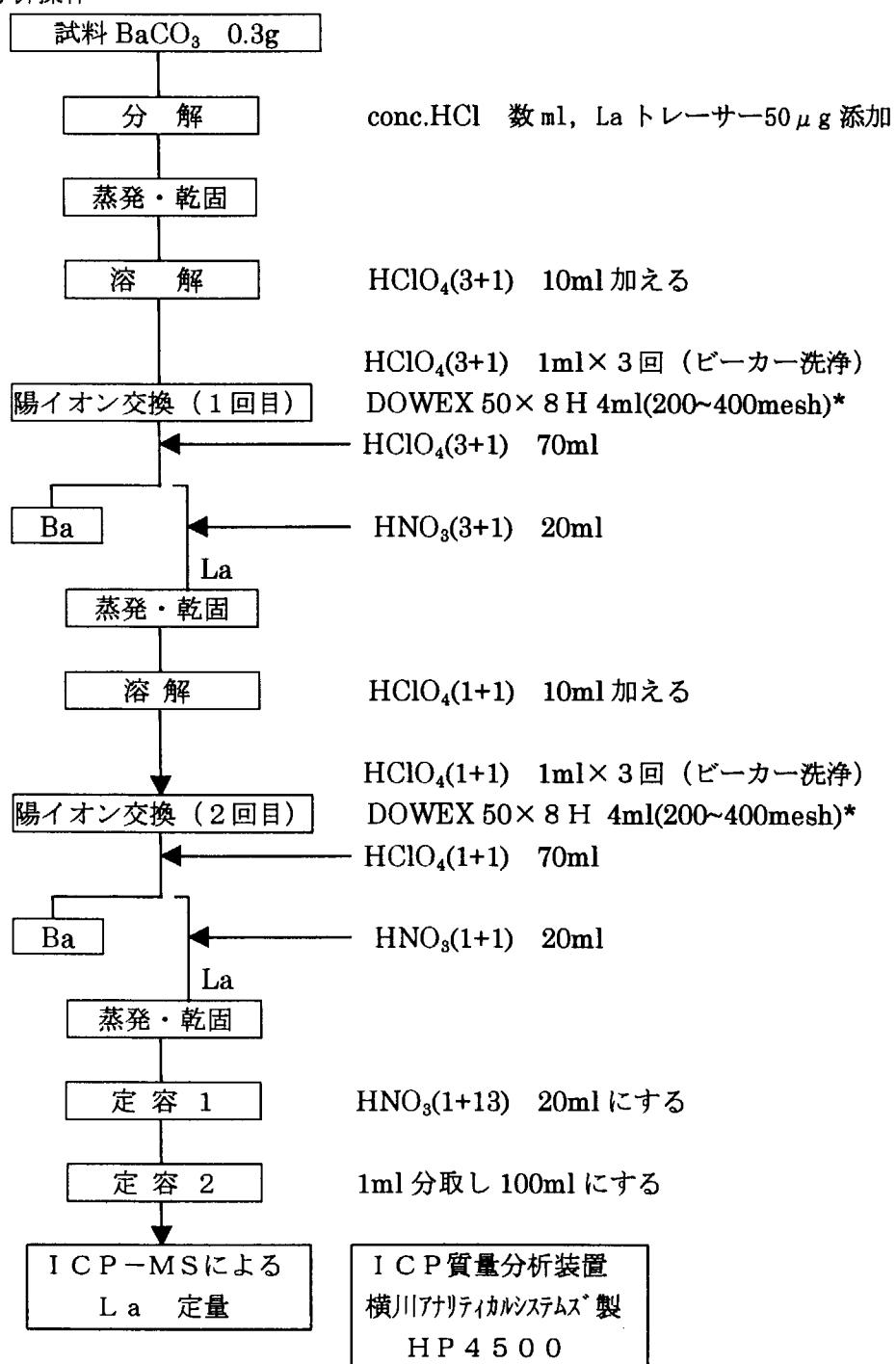
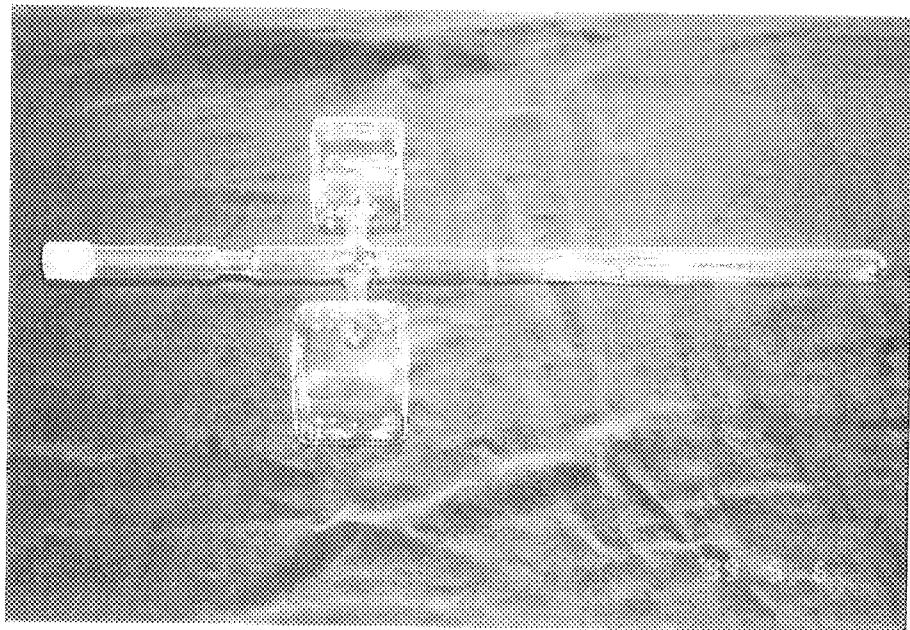
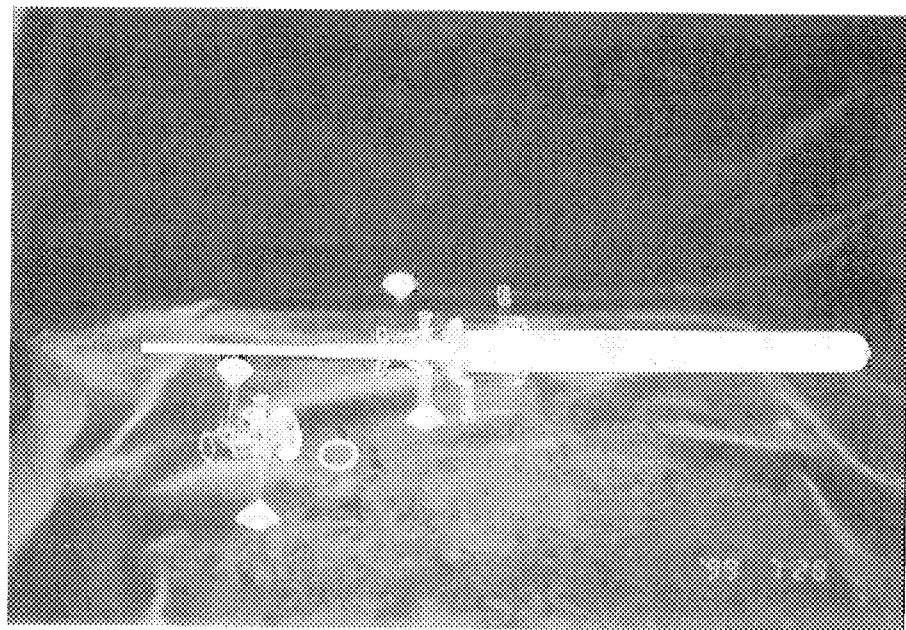


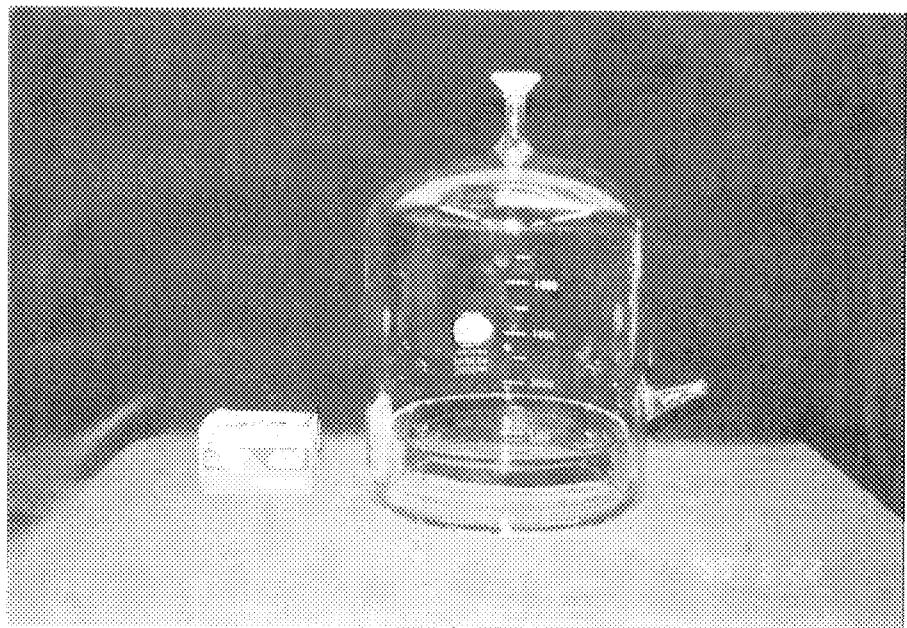
図9 分離操作



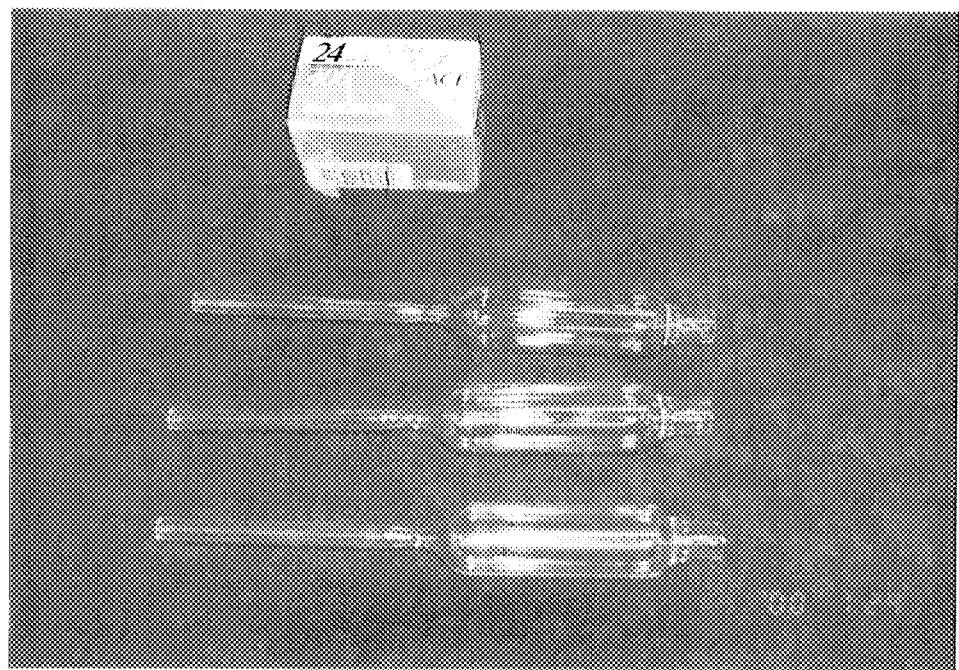
窒化ウラン(UN)合成用の加熱容器
(写真-①)



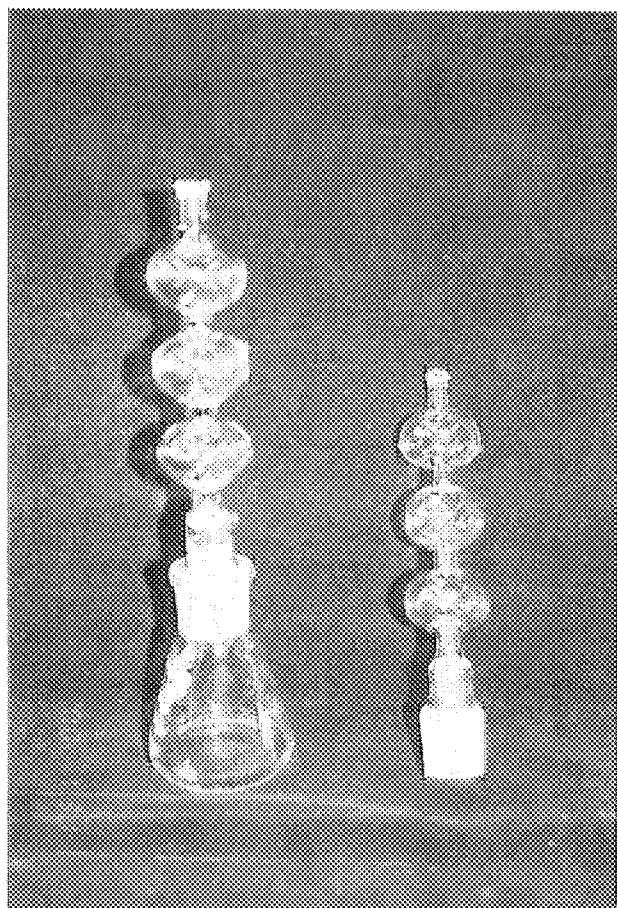
高気密性酸素ポテンシャル測定用セル
(写真-②)



酸回収容器
(写真-③)



石英製ブレーカブルシール付アンプル
(写真-④)



還流用冷却器

(写真-⑤)

付 錄

平成11年度 依頼分析表

1

受付番号	11-001A
整理番号	
依頼項目	人工ダイヤモンド単結晶中の不純物分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究部
課室	核融合強力中性子源研究室
元担当者	金子 純一
電話	6075
依頼年月日	
希望期限	
分析期間	
分析担当者	
分析試料名	Ib型及びIIa型ダイヤモンド単結晶
分析方法	放射能分析
前処理法	
測定法	
試料数	9
成分数	
分析項目	Ti、Fe、Ni、Cu
分析目的	現在人工ダイヤモンド結晶を用いた放射線検出器の開発を行っている。ダイヤモンドを放射線検出器や電子ディバイスに応用する際には、その不純物の定量的な把握が重要な意味を持つ。一般には、FTIRやSIMSによってその測定を行うが高純度IIa型ではその測定限界以下まで純度がたかめられている。そこで中性子放射化法により、金属触媒中からダイヤモンド中に入る可能性のあるTi、Fe、Ni、Cu等の不純物の定量的把握を行いたい。本試料では、不純物量を直接定量化出来なくても、定量的な測定限界値以下であることを示すことが出来れば意味を持つ。
分析方法	
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

2

受付番号	11-002A
整理番号	11-001
依頼項目	模擬黒鉛ブロック材中の不純物分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	高温工学試験研究炉開発部
頼課室	HTTR技術開発室
元担当者	藤崎 伸吾
電話	8665
依頼年月日	11.02.18
希望期限	
分析期間	11.01.12 ~ 11.04.01
分析担当者	伊藤 光雄、加藤 金治、樋田 行雄
分析試料名	IG-11
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	灰化-硫酸分解
測定法	ICP-MS法
試料数	4
成分数	40
分析項目	Li, Cd, Gd, Sm, Hfの定量
分析目的	HTTR臨界試験では、最小臨界炉心(19カラム)から全炉心構成するまで(30カラム)の過程で、炉心構成材として模擬黒鉛ブロックを使用していた。この黒鉛中に含まれる不純物としてほう素等は炉心の反応度変化の主な要因と考えられており、これらは炉心核計算の重要な要素の一つとなっている。
分析方法	試料3gを白金ポートに採取、酸素気流中、700°Cで灰化した。残分に硝酸 5mlとフッ化水素酸 2mlを加え、蒸発乾固、さらにHN03 5ml+HClO4 1mlを加え加熱蒸発乾固した。再度HN03(1+13)10mlを加え、加熱そして超音波溶解した。この溶解液をHN03(1+13)を用いて20mlに定容。適宜希釈各元素をICP-MS法で定量。 検討事項：①灰化温度の検討(測定元素の揮散状況)、②灰化後の溶解条件の検討、③試料分解法の比較(酸分解法と灰化法)、④スペクトル干渉等の測定条件の検討。
分析仕様	Gd, Cd, Sm, Hf, Liの定量。サンプル片の番号：A-1, B-3, D-1, E-3。
備考	A-1, D-1 は黒鉛ブロック外周部のサンプル。B-3, E-3 は黒鉛ブロック中央部のサンプル。

平成11年度 依頼分析表

3

受付番号	11-003A
整理番号	11-004
依頼項目	JRR-2中央実験穴シップル及び生体遮蔽体の組成分析
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	研究炉部
課室	JRR-2解体計画課
元担当者	岸本 克巳
電話	5624
依頼年月日	10.12.18
希望期限	11.03.12
分析期間	11.03.15 ~ 11.05.20
分析担当者	伊藤 光雄
分析試料名	JRR-2中央実験孔シップルA6061及び生体遮蔽体コンクリート
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
方法前処理法	酸溶解、アルカリ融解、沈殿分離
方法測定法	ICP-AES法、ICP-MS法、重量法
試料数	2
成分数	50
分析項目	Li、Ca、Cr、Fe、Co、Ni、Zn、Ag、Ba及びEuの定量
分析目的	<p>現在解体工事を実施しているJRR-2では、原子炉本体の放射化放射能量を計算コードで算出している。この放射化放射能量については、原子炉本体より試料を採取し、実測することにより再評価することを計画している。</p> <p>今回の原子炉本体の採取試料に関する組成分析の目的は、組成分析を実測の一環として実施し、原子炉本体放射化放射能量の再評価に資することである。</p> <p>試料は、中央実験穴シップルA6061と生体遮蔽体重晶石コンクリートである。</p>
分析方法	<p>中央実験孔シップル(A1)</p> <p>試料0.5gに塩酸20ml、過酸化水素酸1mlを加え溶解する。蒸発乾固後硝酸に溶解、適宜希釈し硝酸(1+13)溶液とする。Li、AgはICP質量分析法で、Ca、Cr、Fe、Co、Ni及びZnはICP発光分析法でそれぞれ定量する。</p> <p>生体遮へいコンクリート(重晶石)</p> <p>試料0.2~0.5gに硝酸10mlフッ化水素酸5ml、過塩素酸1mlを加え加熱、不純物元素を溶解する。蒸発乾固後0.2M塩酸50mlを加えて加温溶解する(硫酸バリウムは沈殿として残る)。希硫酸10mlを加え加温後、4Hr放置してミリポアフィルターでろ別する。ろ液を蒸発乾固、硝酸(1+13)10mlで残渣を溶解、定容とする。ICP質量分析法でLi、Ag、Euを定量する。</p> <p>試料0.1gに炭酸ナトリウム0.5gを加えアルカリ融解(約900°C、3Hr)を行う。空冷後硝酸で溶解、硝酸(1+13)溶液として定容とする。ICP発光分析法でCa、Cr、Co、Fe、Niを定量する。</p> <p>バリウムの定量は、アルカリ融解-沈殿分離-重量法で行った。</p>
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

4

受付番号	11-004A
整理番号	
依頼項目	質量分析によるU, Pu, Ndの定量
依頼分野	燃焼率測定関連
依頼部	原子炉安全工学部
課室	反応度安全研究室
元担当者	中村 武彦
電話	5955
依頼年月日	
希望期限	
分析期間	
分析担当者	
分析試料名	NSSR実験試料
分析方法	質量分析
前処理法	
測定法	質量分析法
試料数	36
成分数	
分析項目	
分析目的	NSSRでは反応度事故時の高燃焼度燃料の破損挙動を調べる実験を行っている。同実験では、燃料燃焼度及びNSSR ¹⁰ M実験照射時の燃料発熱量が最も重要なパラメータとなる。これらのパラメータは定常照射中及びパルス照射時の核分裂数／燃料質量より求める。本分析により定常照射中の核分裂数を示すNd, 燃焼量を示すU, PUを定量化する。
分析方法	
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

5

受付番号	11-005A
整理番号	11-005
依頼項目	フェライト鋼の同位体58Niと60Niの分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究所
課室	照射解析研究室
元担当者	若井 栄一
電話	6563
依頼年月日	11.01.14
希望期限	11.02.19
分析期間	11.05.17 ~ 11.05.26
分析担当者	伊藤 光雄
試料名	F82H+1.4wt%58Ni、F82H+1.4wt%60Ni
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解、希釀
測定法	ICP-MS法
試料数	2
成分数	10
分析項目	Ni-58、Ni-60の定量
分析目的	核融合炉の構造材料開発のための米国オークリッジ国立研究所と原研で、米国のHFIR炉を利用して日米協力試験を行っている。最近、低放射化フェライト鋼F82Hの様々な照射特性が明らかになりつつある。その中で現在注目を集めている重要なテーマはスエリング特性とヘリウム脆性である。核融合炉の構造材料は核融合反応で生じた高エネルギー中性子によって核変換を受け、材料中にヘリウム等のガス原子が生成され、それらの特性に影響を及ぼすことが予想されている。我々はこのヘリウム量を調整するために、アイソトープ調整した58Niや60NiをF82H(Fe-7.4Cr-2W-0.5Mn-0.2V-0.14Si-0.1C-0.04Ta)鋼に添加して材料を作製した。このスエリング特性は核変換によって生成されるヘリウムなどガス原子により著しく影響を受けることが考えられるからである。本件の分析目的は核変換によってガス原子を作り出す元の元素の濃度を調べることである。 メインの分析する同位体は58Niと60Niである。他のNiの同位体量の総量としてどの程度含まれているか調べてほしい。
分析方法	試料(40~60mg)を硝酸-塩酸-水(2+1+2)10mlを加え、加温溶解する。蒸発乾固したのち硝酸(1+13)で100mlに定量する。この溶液を適宜希釈し、ICP質量分析法でニッケル-58、60の濃度及び同位体比を測定する。 ニッケル-58、60濃度は、天然組成のニッケル標準試料を用いて検量線を作成しニッケルを定量する。この定量値に同位体比を乗じてニッケル-58、60を定量する。 ニッケル-58の定量では鉄-58と質量数が重なるため、鉄-57を測定し鉄-58の寄与分を補正した。
分析仕様	希望する有効数字は3桁である。
備考	予想含量：Ni-58、Ni-60とも～1.4% 共存元素：Fe、Cr、W、Si、Mn、P、S、V、Ta、C

平成11年度 依頼分析表

6

受付番号	11-006A
整理番号	11-002
依頼項目	超伝導体(CeRu2-Gd)の分布状態分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	先端基礎研究センター
課室	量子凝縮相研究グループ
元担当者	松岡 由貴
電話	6729
依頼年月日	11.04.05
希望期限	11.04.09
分析期間	11.04.07 ~ 11.04.08
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
試料名	(Ce0.88Gd0.12)Ru2
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法
試料数	1
成分数	25
分析項目	定性分析、SEM及びX線像撮影
分析目的	超伝導体CeRuのCeサイトにGdをドープしていくと、超伝導体と強磁性の共存相があらわれるという報告がある。この共存相が確かに存在するのか、それとも超伝導相と強磁性相が別々に存在し、混在系となっているのか明らかにしたい。
分析方法	試料をカーボンテープ上に採取し、カーボン蒸着を行った。この試料をEPMAに装着し、加速電圧 20kV、試料電流 20nAの条件下で定性分析を行い、さらにSEM像及びCe、Gdの分布X線像を撮った。なお、定性分析は10~200μmの範囲で行った。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

7

受付番号	11-007A
整理番号	11-003
依頼項目	EPMAの使用方法の指導
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	先端基礎研究センター
課室	量子凝縮相研究グループ
元担当者	松岡 由貴
電話	6729
依頼年月日	11.05.06
希望期限	11.05.12
分析期間	11.05.06 ~ 11.05.13
分析担当者	樋田 行雄
分析試料名	(Ce0.88Gd0.12)Ru2
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法
試料数	1
成分数	15
分析項目	定性分析、SEM及びX線像撮影、線分析
分析目的	(Ce _{1-n} ,Gd _x) Ru ₂ はx:0.09~0.13の時超伝導と強磁性の共存相が出現している可能性がある。この試料が均一であり、共存相が出現していることを確かめるには試料中にGdとCeが均一に分布していることを明らかにする必要がある。 この測定を行うために、EPMAの使用法を指導、訓練をしていただく。
分析方法	試料をカーボンテープ上に採取し、カーボン蒸着を行った。この試料をEPMAに装着し、加速電圧 20kV、試料電流 20nAの条件下で定性分析を行い、さらにSEM像及びX線像を撮った。なお、分析は依頼元担当者と共に行った。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

8

受付番号	11-008A
整理番号	11-006
依頼項目	リチウム同位体比(6Li/7Li)の分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	先端基礎研究センター
依頼課室	原子トンネル反応研究グループ
元担当者	荒殿 保幸
電話	6031
依頼年月日	11.04.05
希望期限	11.05.28
分析期間	11.04.15 ~ 11.06.02
分析担当者	鈴木 大輔
分析試料名	超重力場原子沈降法で処理したリチウム金属
分析方法	質量分析
前処理法	水-ヨウ化水素酸分解
測定法	質量分析法
試料数	13
成分数	52
分析項目	Li同位体比
分析目的	<p>超重力場を用いる同位体分離のため、約100万gをかけて沈降させたリチウム金属中の$^{6}\text{Li}/^{7}\text{Li}$の比を分析し、重力方向のリチウム同位体の分布を知る。</p> <p>試料は重力処理後に溶解した水溶液。</p>
分析方法	<p>前処理法 :</p> <p>試料容器に水及びヨウ化水素酸を加え、試料を溶解したのち、テフロン容器に移し、赤外線ランプを用いて蒸発乾固する。残査を水 0.1mlに溶解し、測定試料とした。</p> <p>測定法 : 質量分析法 (表面電離型固体質量分析計 (VG54E) を使用)</p>
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

9

受付番号	II-009A
整理番号	II-009
依頼項目	鉱石の組成分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究所部
課室	材料照射研究グループ
元担当者	石山 孝
電話	6563
依頼年月日	11.05.19
希望期限	
分析期間	11.06.10 ~ 11.07.23
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	隕石及びラバイト
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	炭酸ナトリウム融解-酸溶解
測定法	ICP-AES法
試料数	2
成分数	50
分析項目	Si, Al, Fe, Ti, Ca, Mg, K
分析目的	廃棄物の固化処理法を検討するにあたり、技術的なデータを蓄積する必要がある。その一環として、鉱物である隕石、ラバイトの組成分析を行い、人工鉱物合成の参考データとして用いる。
分析方法	<p>Al、Fe、Ti、Ca、Mg、Kの定量 試料 0.1 g を白金るつぼに正確に量り取り、炭酸ナトリウム 2 g 加え、約900 °C、2 時間強熱して試料を融解する。放冷後、融成物を硝酸(1+1)20m l で溶解する。この溶液をろ過し、ろ液を100m l に定容(1 M 硝酸溶液)、適宜希釈後 ICP-AESで各元素を定量する。</p> <p>Siの定量 上記の操作と同様に試料を融解後、融成物を温水で溶解する。水で100m l に定容、適宜希釈して ICP-AES で定量する。</p>
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

10

受付番号	11-010A
整理番号	11-007
依頼項目	フィルタ付着物の同定及び組成分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	高温工学試験研究炉開発部
依頼課室	HTTR試験室
元担当者	鎌田 崇
電話	8542
依頼年月日	11.06.11
希望期限	11.06.18
分析期間	11.06.17 ~ 11.07.01
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	フィルタ付着物
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法、酸化重量法
試料数	1
成分数	15
分析項目	定性分析
分析目的	HTTRでは原子炉の冷却材としてヘリウムガスを使用している。そのガスを炉心に供給したり、炉心から回収するために、フィルターを設置した圧縮材を用いている。 今回、フィルタの目詰まりが生じたために取り外したところ、黒い粉状のものが全面に付着していた。 この付着物を分析することにより、系統への影響の有無を判断する。
分析方法	粉末試料をカーボンテープ上に採取し、カーボン蒸着を行った。この試料をEPMAに装着し、加速電圧 20kV、試料電流 20nAの条件下で定性分析を行った。また、酸化重量法により試料中の可燃物及び水分量を定量した。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

11

受付番号	11-011A
整理番号	11-008
依頼項目	水銀の不純物の同定
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	中性子科学研究センター
課室	粒子線工学研究室
元担当者	中島 宏
電話	6144
依頼年月日	11.06.25
希望期限	11.07.16
分析期間	11.06.28 ~ 11.07.12
分析担当者	伊藤 光雄
分析試料名	水銀
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	蒸留分離-酸溶解
測定法	ICP-MS法
試料数	1
成分数	12
分析項目	Auの定量及び他不純物の同定
分析目的	<p>中性子科学研究計画における中性子源では、核破碎反応により生じる中性子を用いることが予定されている。このターゲットに水銀が用いられるが、放射線安全性の観点からこの水銀中に生じる核破碎反応による放射性生成物の量を同定する必要がある。そのため、BNLのAGSで行われている核破碎ターゲット実験において、水銀をターゲットからの中性子で照射した。ところが、放射化量を測定したところ、水銀に微量の金が混入していた疑いがもたれている。そこで、その金の量を同定することを目的とする。</p> <p>また、既に放射化水銀を入手しているので、ICP-MSによる分析の可能性を探るコールド実験としたい。</p>
分析方法	<p>試料1.5 g を蒸留器に正確に量り取り、水銀を300°Cに加熱して蒸留分離する。残留物を王水4 mlで加温溶解後、蒸発乾固する。1MHClを約5 ml加えて溶解し、10ml定容とする。この溶液をICP質量分析計で測定し、水銀中の不純物元素を定量する。</p> <p>水銀を完全に蒸留するには約4時間要した。蒸留分離後の残留物の溶解法及び標準溶液を用いて分析操作における回収実験を行った。</p>
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

12

受付番号	11-012A
整理番号	11-010
依頼項目	有機薄膜のSEM分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究所
課室	抽出分離化学研究グループ
元担当者	鈴木 伸一
電話	6162
依頼年月日	11.07.27
希望期限	
分析期間	11.07.27 ~ 11.07.29
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
試料名	PARC18のLB膜
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法
試料数	4
成分数	20
分析項目	
分析目的	<p>① LB膜累積状態の確認 単分子膜（LB膜）を40層積層した有機薄膜の表面状態を確認する。</p> <p>② 金属イオン吸着状態の確認 有機薄膜に金属イオン（Cu²⁺）を吸着させたときの表面状態を確認する。</p>
分析方法	各試料をカーボン蒸着後、EPMAに装着し、表面のSEM像及びCuの分布（吸着）状態分析を行った（加速電圧 20 kV、試料電流 20 nA）。
分析仕様	
備考	なお、これらの分析は依頼者と共に行った。

平成11年度 依頼分析表

13

受付番号	11-013A
整理番号	11-013
依頼項目	フェライト鋼中のホウ素の定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究所
課室	照射解析研究室
元担当者	若井 栄一
電話	6563
依頼年月日	11.08.10
希望期限	11.08.31
分析期間	11.08.20 ~ 11.09.08
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	低放射化フェライト鋼 (F82H)
分析方法	化学分析 (含ガス、ICP)
前処理法	蒸留分離
測定法	クルクミン吸光光度法
試料数	2
成分数	4
分析項目	ホウ素の定量
分析目的	<p>低放射化フェライトこうのは核融合炉第一壁の有望な候補材料である。我々はその鋼のを進め、また、核融合炉の実現に向けて、F82H鋼を中心にその照射特性の評価を行っている。照射中に発生するヘリウムは材料を脆くしたり、体積の増加を助長させ、材料の劣化を引き起こす場合がある。このため、ヘリウムによる照射特性挙動の研究は重要な課題になっている。</p> <p>このようなヘリウムの発生は鋼中に含有する不純物元素であるホウ素が熱中性子を吸収することによって起こる。発生するヘリウム濃度と照射特性の変化の関係を明らかにするために、この材料中に存在するホウ素濃度の定量分析を依頼します。</p>
分析方法	<p>石英製ビーカーに試料0.1gを量り取り、塩酸3ml、硝酸3mlを加えたのち、石英製時計皿をのせて加温溶解(150°C)する。硫酸(1+1)5mlとリン酸(1+1)10mlを加え、白煙が発生するまで蒸発濃縮する。</p> <p>濃縮した溶液を石英製蒸留フラスコに入れ、蒸留装置を組み立てる。滴下漏斗に精製メタノール90mlを加え、80~90°Cで約50分間蒸留を行い、留出液を0.2M水酸化ナトリウム溶液10mlで捕集する。この捕集液をよく混合し、蒸発乾固する。</p> <p>残留物に硫酸+酢酸(1+1)3mlとクルクミン酢酸溶液3mlを加えて、混合したのち30分間放置する。溶液を100mlメスフラスコに移し、エタノールで定容とする。</p> <p>測定溶液の一部を遠心分離器にかけ、上澄み溶液を分光光度計で測定する。</p>
分析仕様	低放射化フェライト鋼F82H (Fe-8Cr-2W-0.2V-0.04Ta) に不純物として含有するボロンの濃度を定量する。分析精度は0.1ppm程度まで分析精度は0.1ppm程度までお願いします。
備考	予想含量 : 数ppm (4ppm?)、共存元素 : Fe, Cr, W, C, V, Al, Si, Ta

平成11年度 依頼分析表

14

受付番号	11-014A
整理番号	11-011
依頼項目	HTTR冷却材(ヘリウム)流量調整箱に混入した金属の分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	高温工学試験研究炉開発部
依頼課室	HTTR試験室
元 担当者	鎌田 崇
電話	8542
依頼年月日	11.08.12
希望期限	11.08.31
分析期間	11.08.16 ~ 11.08.27
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	133VIC回収金属
分析方法	表面・状態分析
方法前処理法	
方法測定法	EPMA法、ICP-AES法
試料数	1
成分数	8
分析項目	合金の定性分析及びCr,Moの定量
分析目的	H T T R原子炉で使用している弁に異物がかみ込み、弁開閉操作が困難になった。このため、補修目的で弁体を弁箱から引き抜いた際、多数の粒状金属を回収した。 この金属が弁本体がけずれて発生したものか否かを分析結果から見極めたい。
分析方法	試料をカーボン蒸着後、EPMAに装着し、合金表面の定性分析を行う。次に試料を硝酸で溶解後、20mlに定容(1M硝酸溶液)し、ICP-AESでCr、Moを定量した。
分析仕様	
備考	弁箱の材質：2 1/4 Cr・1Mo鋼 同定についてはなるべく早くお願ひします。

平成11年度 依頼分析表

15

受付番号	11-015A
整理番号	11-016
依頼項目	ゼオライトの組成分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	燃料サイクル安全工学部
課室	プロセス安全研究室
元担当者	藤崎 進
電話	5421
依頼年月日	11.08.20
希望期限	11.10.30
分析期間	11.09.25 ~ 11.11.18
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	天然及び改質ゼオライト
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解
測定法	ICP-AES法
試料数	10
成分数	110
分析項目	Na, K, Al, Ba, Mg, Ca, Mn, Li, Cu, Zn, Feの定量
分析目的	天然ゼオライト、水素化ゼオライトをアルカリ溶液で改質して実験に使用しているが、その改質変化を調べるために組成分析が必要である。
分析方法	試料約0.2gを正確に量り取り、白金皿に入れる。フッ化水素酸10ml、塩酸2mlを加え、ホットプレート(~50°C)上で加熱濃縮する。この操作を二度繰り返し、蒸発乾固する。残分に硝酸3mlを加え溶解する。メスフラスコ(20ml)に移し、定容、測定試料とした。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

16

受付番号	11-016A
整理番号	11-018
依頼項目	ゼオライト中のケイ素の定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	燃料サイクル安全工学部
課室	プロセス安全研究室
元担当者	藤崎 進
電話	5421
依頼年月日	11.08.20
希望期限	11.10.30
分析期間	11.11.24 ~ 11.12.07
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	
方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解
測定法	ICP-AES法
試料数	10
成分数	10
分析項目	ケイ素の定量
分析目的	天然ゼオライト、水素化ゼオライトをアルカリ溶液で改質して実験に使用しているが、その改質変化を調べるために組成分析が必要である。
分析方法	試料50mgを量り取り50mLビーカーに入れる。過塩素酸2mLと硝酸1mLを加え、時計皿をのせホットプレート(300°C)上で2時間加熱分解する。蒸発乾固後、塩酸5mLを加える。ケイ素が溶解せず残る。溶液をろ過し、ろ紙を白金るつぼに入れバーナー炎で灰化させる。炭酸ナトリウム2gを加え、30分間融解する。空冷後、蒸留水を加え、加熱溶解する
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

17

受付番号	11-017A
整理番号	11-014
依頼項目	ホットラボ廃液中のスラッジの溶解(1)
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	保健物理部
課室	施設放射線管理第1課
元担当者	近藤吉男
電話	5179
依頼年月日	11.08.24
希望期限	11.09.30
分析期間	11.09.20 ~ 11.10.01
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	ホットラボ液体廃棄物
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	ろ過-酸溶解
測定法	
試料数	1
成分数	5
分析項目	放射性廃液中のスラッジの溶解
分析目的	<p>ホットラボの液体廃棄物中に含まれていることが予測されるH-3及びPu-241を液体シンチレーションカウンタを用いて測定することを計画している。</p> <p>H-3及びPu-241の両者、特にPu-241は、同廃棄物中の核燃料物質及び被覆管等から成るスラッジ中に主として存在すると考えられる。</p> <p>一般的に、液体シンチレーションカウンタを用いた測定はβ線に対して自己吸収の少ない測定方法であるといわれている。しかし、H-3及びPu-241はそれぞれ18.6及び20.8keVと極めて低エネルギーのβ線を放出するのみである。このため、スラッジ中での自己吸収が考えられるため、スラッジが溶解されたり測定試料によりH-3及びPu-241の定性、定量分析を行いたいと考えている。</p>
分析方法	<p>試料をろ紙を用いてろ過、イオン交換水で洗浄し、スラッジとろ液を分ける。</p> <p>スラッジをビーカーに入れ、塩酸-硝酸で加温溶解後蒸発乾固する。乾固物に希硝酸で加温溶解、100mlに定容(1M硝酸溶液)する。</p> <p>溶解操作は、スラッジ、ろ液、溶解液の放射能測定を行いながら、スラッジろ液のろ過を行った。</p>
分析仕様	
備考	試料中の放射能量 : 1.3E+5Bq程度、主にCs-137、Ce-144。

平成11年度 依頼分析表

18

受付番号	11-018A
整理番号	11-012
依頼項目	銀添着ろ紙中のAgの定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	燃料サイクル安全工学部
頼課室	プロセス安全研究室
元担当者	小池忠雄
電話	6672
依頼年月日	11.08.30
希望期限	11.09.03
分析期間	11.09.01 ~ 11.09.06
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	銀添着ろ紙
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解
測定法	ICP-AES法
試料数	2
成分数	12
分析項目	銀の定量
分析目的	銀添着フィルター(ヨウ素捕集用)製作に係る銀添着ろ紙の納入時検査のため銀の定量を行う。
分析方法	試料を約0.5cm角に切り、重量を正確に量る。ビーカーに移し、硝酸3mlを加えて、ホットプレート上で加熱・溶解する。蒸発乾固後、硝酸で溶解し、20mlメスフラスコに移す。イオン交換水で20mlに定容(1M硝酸溶液)し、ICP-AESで銀を定量する。
分析仕様	
備考	予想含量: ~1.5mg/cm ²

平成11年度 依頼分析表

19

受付番号	11-019A
整理番号	11-017
依頼項目	アルミニウム粉末押出材中の組成分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	先端基礎研究センター
頼課室	超低温中性子散乱研究グループ
元担当者	斎藤 徹
電話	6094
依頼年月日	11.09.22
希望期限	
分析期間	11.10.20 ~ 11.11.18
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	アルミニウム粉末
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解、定容
測定法	ICP-AES法
試料数	2
成分数	8
分析項目	Al, Si, Cu, Mg, Feの定量
分析目的	成分比率の異なる二つのアルミニウム材料(ASCM 20-5 Fe, 16-7.5 Fe)のそれぞれの成分元素を正確に把握したい。
分析方法	<p>銅、鉄、マグネシウムの定量 試料0.1gをピーカーに量り取り、塩酸5ml + 硝酸2mlを加え、加熱溶解する。蒸発乾固後、硝酸を加え残分を溶解する。100mlメスフラスコに移し、1M硝酸溶液になるように定容後、ICP-AESで定量する。</p> <p>アルミニウムの定量 試料溶解に硝酸3mlを用いる。他の操作は上記と同じ。</p>
分析仕様	
備考	予想含量はASCM 20-5 Fe 試料が Al 71%、Si 20%、Cu 3%、Mg 1%、Fe 5%、ASCM 16-7.5 Fe 試料が Al 72.5%、Si 16%、Cu 3%、Mg 1%、Fe 7.5%である。

平成11年度 依頼分析表

20

受付番号	11-020A
整理番号	11-015
依頼項目	ホットラボ廃液中のスラッジの溶解(2)
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	保健物理部
依頼課室	施設放射線管理第1課
元担当者	近藤吉男
電話	5179
依頼年月日	11.09.29
希望期限	11.10.30
分析期間	11.10.12 ~ 11.10.19
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	ホットラボ液体廃棄物
分析方法	放射能分析
分析前処理法	ろ過-酸溶解
分析測定法	γ線スペクトロメトリー
試料数	3
成分数	15
分析項目	放射性廃液中のスラッジの溶解
分析目的	<p>ホットラボ液体廃棄物中に含まれていることが予測されるH-3及びPu-241を液体シンチレーションカウンタを用いて測定することを計画している。H-3及びPu-241の両者、特にPu-241は、同廃棄物中の核燃料物質及び被覆管等から成るスラッジ中に主として存在すると考えられる。</p> <p>一般的に、液体シンチレーションカウンタを用いた測定は、β線に対して自己吸収の少ない測定方法であるといわれている。しかし、H-3及びPu-241はそれぞれ18.6及び20.8keVと極めて低エネルギーのβ線を放出するのみである。このため、スラッジ中での自己吸収が考えられるため、スラッジが溶解されたり測定試料によりH-3及びPu-241の定性、定量分析を行いたいと考えている。</p>
分析方法	<p>試料をろ過し、スラッジとろ液を分ける。スラッジをテフロンビーカに移し塩酸-硝酸で加温溶解後蒸発乾固した。残分を硝酸に溶解、100mlに定容（1M硝酸溶液）とする。</p> <p>なお、溶解操作はスラッジ、ろ液及び溶解液の放射能を測定しながら行った。</p>
分析仕様	
備考	試料中の放射能量 : 4.8E+3Bq程度、主にCs-137、Ce-144。

平成11年度 依頼分析表

21

受付番号	11-021A
整理番号	11-019
依頼項目	銅板表面のセシウムの定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	核融合工学部
課室	NBI加熱研究室
担当者	藤原幸雄
電話	7556
依頼年月日	11.10.07
希望期限	11.12.07
分析期間	11.12.01 ~ 11.12.10
分析担当者	伊藤光雄
試料名	銅板
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解
測定法	ICP-MS法
試料数	34
成分数	55
分析項目	セシウムの定量
分析目的	ITER工学R&Dの一環として分析するものであり、定常負イオン源装置において運転中のセシウムの拡散量を同定するために各計測場所に置かれた銅板上に付着したセシウムを定量する。
分析方法	試料を硝酸(1+13)10ml中で酸浸出し、銅板表面に付着しているセシウムを溶解する。銅板を洗浄したのち、溶液を硝酸(1+13)で25mlに定容する。適宜希釈してICP質量分析計でセシウムを定量する。 セシウムの溶解条件を検討した結果、1M硝酸に試料を浸出することでセシウムが完全に溶解することを確認した。
分析仕様	
備考	予想含量 : 0.1~数十 μg /試料

平成11年度 依頼分析表

22

受付番号	11-022A
整理番号	11-027
依頼項目	アルミニナ分散強化銅中のAl、オーステナイトステンレス鋼中のCr、Ni、Co定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	核融合工学部
依頼課室	プランケット工学研究室
元担当者	佐藤聰
電話	7583
依頼年月日	11.11.17
希望期限	11.12.17
分析期間	12.01.25 ~ 12.02.07
分析担当者	高橋由博、樋田行雄
分析試料名	アルミニナ分散強化銅、オーステナイトステンレス鋼
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解・希釀
測定法	ICP-AES法
試料数	2
成分数	4
分析項目	Al、Cr、Ni、Coの定量
分析目的	JMTRにて中性子照射試験を行うに際し、試料中のアルミニウム量を正確に把握する。
分析方法	<p>クロム、ニッケル、コバルトの定量 ピーカーに試料 0.1g 量り取り、塩酸 3ml と硝酸 3ml を加える。ホットプレート上で加熱・溶解し、蒸発乾固後、硝酸で溶解する。100mlメスフラスコに移し、1M硝酸溶液になるように希釈、定容とする。ICP-AES でそれぞれの元素を定量する。</p> <p>アルミニウムの定量 試料を硝酸 3ml で溶解する。その他の操作は上記の分析操作と同じ。</p>
分析仕様	
備考	予想含量 : Al 0.25%、Cr 17.48%、Ni 12.44%、Co 0.02%

平成11年度 依頼分析表

23

受付番号	11-023A
整理番号	11-021
依頼項目	ゼオライトの表面観察及び定性分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	燃料サイクル安全工学部
課室	プロセス安全研究室
元担当者	藤崎 進
電話	5421
依頼年月日	11.11.24
希望期限	11.12.29
分析期間	11.12.13 ~ 11.12.22
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	改質モルデナイト
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法
試料数	10
成分数	50
分析項目	定性分析及び表面観察
分析目的	天然モルデナイト、水素化モルデナイトを2M-NaOHで改質した。改質条件により、細孔の違いを表面観察をすると共に記録写真をとる。
分析方法	試料をカーボン蒸着し、EPMAに装着する。加速電圧20kV、試料電流20nAで試料中に含まれる元素の定性分析及びSEM像の撮影を行う。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

24

受付番号	11-024A
整理番号	11-028
依頼項目	アルミニナ分散強化銅とステンレス鋼HIP接合体界面近傍のAI等の分布
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	核融合工学部
課室	プランケット工学研究室
元担当者	佐藤 聰
電話	7583
依頼年月日	11.12.09
希望期限	12.03.31
分析期間	12.02.01～12.03.06
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
分析試料名	アルミニナ分散強化銅及びオーステナイトステンレス鋼のHIP接合体
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法
試料数	3
成分数	42
分析項目	接合体界面のAI, Fe, Ni, Cr, Mn, Oの分布状態分析
分析目的	アルミニナ分散強化銅とオーステナイトステンレス鋼のHIP（高温等方静水圧加圧）接合体の接合性に及ぼす要因を詳細に評価するために、接合界面近傍～100μmの領域の元素分布を正確に把握する。
分析方法	試料をカーボンテープを用いてホルダーに固定、カーボン蒸着後、アルミニナ分散強化銅とオーステナイトステンレス鋼の接合部より数ミクロンの範囲を分析した。分析条件は下記のとおりである。 定性及び線分析： 加速電圧 20kV、試料電流 10～30nA 表面観察(SEM)： 加速電圧 20kV、試料電流 0.8nA
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

25

受付番号	11-025A
整理番号	11-020
依頼項目	ケーブル用ゴムとう管の付着物の定性および付着物の吸湿性の有無
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	核融合装置試験部
課室	NBI装置試験室
元担当者	薄井勝富
電話	7457
依頼年月日	11.12.10
希望期限	12.01.14
分析期間	11.12.20 ~ 12.01.05
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄、伊藤 光雄
分析試料名	ケーブル用ゴムとう管表面から採取した粉末付着物
分析方法	表面・状態分析
前処理法	
測定法	EPMA法、熱分析法
試料数	1
成分数	4
分析項目	ゴムとう管の付着物の定性分析及び吸湿性の有無
分析目的	当該試料は、受配電設備(18kV)の22kV CVケーブルの終端接続部のゴムとう管表面に噴出、付着しているもので、電気的絶縁劣化を招いて、当該設備の絶縁破壊を生じるか危惧されている。 当設備の絶縁抵抗測定において、外部湿度による極端な絶縁抵抗値の低下減少があり、当該試料の吸湿性の有無を明らかにしたい。 また、試料の成分分析を行い、電気絶縁劣化を招く性質があるかを明らかにし、設備の予防保全の計画、方法を確立したい。なお、ゴムとう管は硫黄加流系の絶縁性(エネレンプロピレン)ゴム製。
分析方法	試料をカーボン蒸着後、EPMAで試料中に含まれる元素の定性分析を行う。 試料を200°Cに加熱後、重量を測定し、水分量を測定する(熱分析計)。吸湿性を確認するため、水分測定後の試料を室内に2時間放置し重量を再測定した。
分析仕様	
備考	共存元素:シリコン、二酸化ケイ素、塩分(NaCl)、加硫促進剤。

平成11年度 依頼分析表

26

受付番号	11-026A
整理番号	11-026
依頼項目	アルミナ分散強化鋼とオーステナイトステンレス鋼中のホウ素の定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	核融合工学部
課室	プランケット工学研究室
元担当者	佐藤 聰
電話	7583
依頼年月日	11.12.08
希望期限	12.01.31
分析期間	12.01.05 ~ 12.01.25
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄
試料名	アルミナ分散強化鋼及びオーステナイトステンレス鋼
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	溶解-蒸留分離
測定法	クルクミン吸光光度法
試料数	2
成分数	2
分析項目	ホウ素の定量
分析目的	JMTRにて中性子照射試験を行うに際し、試料中のホウ素量を正確に把握する。
分析方法	石英製ビーカーに試料0.1gを量り取り、塩酸3ml、硝酸3mlを加えたのち、石英製時計皿をのせて加温溶解(150°C)する。硫酸(1+1)5mlとリン酸(1+1)10mlを加え、白煙が発生するまで蒸発濃縮する。 濃縮した溶液を石英製蒸留フラスコに入れ、蒸留装置を組み立てる。滴下漏斗に精製メタノール90mlを加え、80~90°Cで約50分間蒸留を行い、留出液を0.2M水酸化ナトリウム溶液10mlで捕集する。この捕集液をよく混合し、蒸発乾固する。 残留物に硫酸+酢酸(1+1)3mlとクルクミン酢酸溶液3mlを加えて、混合したのち30分間放置する。溶液を100mlメスフラスコに移し、エタノールで定容とする。 測定溶液の一部を遠心分離器にかけ、上澄み溶液を分光光度計で測定する。
分析仕様	
備考	予想含量: ステンレス鋼 3ppm、アルミナ分散強化鋼: 0.02%

平成11年度 依頼分析表

27

受付番号	11-027A
整理番号	11-022
依頼項目	液体廃棄物中のウランの定量
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	物質科学研究部
課室	原子分子科学研究グループ
元担当者	柴田猛順
電話	5918
依頼年月日	12.01.04
希望期限	12.01.25
分析期間	12.01.17 ~ 12.01.19
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	液体廃棄物
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸濃度調整・希釀
測定法	ICP-MS法
試料数	1
成分数	5
分析項目	ウランの定量
分析目的	ウランを使用した装置内に入った水を放射性液体廃棄物としてバックエンド技術部に搬出する。このとき核燃料計量管理のため液体廃棄物中のウラン濃度を測定する。
分析方法	試料を硝酸(1+13)で適宜希釀したのち検量線法を用いるICP質量分析法でウランを定量する。なお、参考のためその他の不純物元素も半定量モードで測定した。
分析仕様	
備考	予想含量 : 10 μg/g ウラン、共存元素 : Fe, Cr, Ni, W

平成11年度 依頼分析表

28

受付番号	11-028A
整理番号	11-023
依頼項目	原子炉建家Ⅰ系換気空調フィルターに付着したカーボン(煤)の定性分析
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	高温工学試験研究炉開発部
頼課室	HTTR試験室
元担当者	太田幸丸
電話	5918
依頼年月日	11.12.22
希望期限	12.01.31
分析期間	12.01.06 ~ 12.01.19
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	フィルターに付着した粉末(煤)
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	試料を燃焼後酸溶解、酸濃度調整、希釀
測定法	ICP-MS法、熱重量分析法
試料数	4
成分数	24
分析項目	水分量、Mn、Fe、Ni、Al、Mgの定量
分析目的	原子炉建家Ⅰ系換気空調装置のフィルター差圧の上昇が、フィルターに付着したカーボン(煤)の影響によるものか明らかにしたい。
分析方法	試料を白金ルツボに量り取り、約800度に強熱する。空冷後に重量を量り、減量分を試料中の水分と可燃物の量とする。各々の白金ルツボに硝酸、過塩素酸フッ化水素酸を加え、加熱・蒸発乾固し、希塩酸で溶解、適宜希釀してICP質量分析計(半定量モード)で試料中にメイン含まれる不純物元素(Fe、Ni、Cr、Al)を測定する。
分析仕様	
備考	試料のサンプリングに多少問題があるため、半定量モードで測定を行い、試料中の測定元素の比を算出し比較検討した。

平成11年度 依頼分析表

29

受付番号	11-029A
整理番号	11-024
依頼項目	酢酸ウラニル中のウラン-235の定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	安全管理室
課室	
担当者	高橋 司
電話	2195
依頼年月日	12.01.17
希望期限	12.01.31
分析期間	12.01.18～12.01.20
分析担当者	鈴木大輔、郡司勝文
試料名	酢酸ウラニル
分析方法	質量分析
前処理法	試料分取、溶解
測定法	質量分析法
試料数	1
成分数	7
分析項目	ウラン-235の定量(同位体比測定を含む)
分析目的	古い薬品(酢酸ウラニル)中のウラン-235の量を確認したいため。
分析方法	試料の適当量(～40mg)を正確に秤量し、0.5M硝酸に溶解する。溶解液の一部をフィラメントに塗布し、質量分析計(MAT 262)でウラン-234、235、236、238の同位体組成を測定する。同位体組成を用いて酢酸ウラニル中のウラン-235を計算で求める。
分析仕様	
備考	

平成11年度 依頼分析表

30

受付番号	11-030A
整理番号	11-025
依頼項目	水相中のバリウム、ランタンの定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学研究所部
頼課室	原子核科学研究グループ
元担当者	飯村秀紀
電話	5525
依頼年月日	12.01.20
希望期限	12.01.31
分析期間	12.01.21～12.01.24
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	溶媒抽出後の水相
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸濃度調整・希釀
測定法	ICP-MS法
試料数	2
成分数	4
分析項目	バリウム、ランタンの定量
分析目的	<p>タンデム加速器の陽子ビームで炭酸バリウムを照射し、核反応で生成したランタンを科学分離する実験を予定している。生成されるランタン量は不明のため、核反応断面積を決定するには、あらかじめ分離効率を知っておく必要がある。</p> <p>試料は、既知量のバリウム、ランタンを混合した溶液よりTTAを用いた溶媒抽出法によりランタンを分離した溶液である。溶液中のバリウム、ランタンを定量することにより、この方法での分離効率を決定したい。</p>
分析方法	<p>試料を硝酸(1+13)で適宜希釀し検量線法を用いるICP質量分析法でバリウム(質量数137)、ランタン(質量数139)をそれぞれ定量する。</p> <p>なお、測定質量数のところに他元素の分子干渉があるかどうか調べた結果、特に影響を及ぼす分子干渉は確認できなかった。</p>
分析仕様	
備考	予想含量：バリウム、ランタンとも10～100ppm程度。

平成11年度 依頼分析表

31

受付番号	11-031A
整理番号	11-030
依頼項目	JRR-2生体遮へい体内鉄筋の組成分析
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	研究炉部
課室	JRR-2解体計画課
元担当者	岸本克己
電話	5624
依頼年月日	12.02.23
希望期限	13.03.31
分析期間	12.03.08 ~ 12.03.24
分析担当者	高橋 由博、樋田 行雄、伊藤光雄
分析試料名	生体遮へい体内鉄筋
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	酸溶解・希釀、陰イオン交換分離
測定法	ICP-MS、ICP-AES法
試料数	1
成分数	7
分析項目	Ca、Co、Ni、Zn及びBaの定量
分析目的	<p>現在解体中のJRR-2では、原子炉本体の放射能量を計算コードによる計算値と実測値を組み合わせることにより評価している。実測評価としては、採取した試料について、組成分析及び放射能量測定を実施することにより評価している。組成分析に関しては、分析科学研究グループに依頼することにより、平成10年度に生体遮へい体量晶石コンクリート及び中央実験孔シンブルアルミニウムについて、それぞれ実施した。そこで得られた元素組成は、計算コードによる放射能量計算に有効に活用されている。</p> <p>今回の依頼では、組成分析実施数が全構造材料に対して少ない点を解消し、より精度の高い放射能量評価に資することを目的として、前回と異なる構造材料である生体遮へい体内鉄筋について組成分析を実施する。</p>
分析方法	<p>ビーカーに試料約 0.5g を正確に量り取り、硝酸を加えて加熱溶解後、蒸発乾固する。残分を硝酸に加温溶解し、水で 20ml に定容後 (1M HNO₃溶液)、ICP-AESで各元素を定量する。</p> <p>なお、検量線の作成にはマトリックスマッチングした標準溶液を使用した。</p>
分析仕様	
備考	予想含量 Ca : 5.0E-3、Co : 1.0E-2、Ni : 1.1E-1、Zn : 6.7E-3、Ag : 4.2E-4、Ba : 4.0E-2、Eu : 9.0E-6 wt%

平成11年度 依頼分析表

32

受付番号	11-032A
整理番号	
依頼項目	生体遮へい体重晶石コンクリート
依頼分野	ダウンストリーム関連
依頼部	研究炉部
課室	JRR-2解体計画課
元担当者	岸本克己
電話	5624
依頼年月日	12.02.23
希望期限	13.03.31
分析期間	
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	JRR-2生体遮へい体重晶石コンクリートの分析
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
方法前処理法	
方法測定法	ICP-MS、ICP-AES法、重量法
試料数	3
成分数	30
分析項目	Li、Ca、Cr、Fe、Co、Ni、Ag、Ba、Eu及び水分の定量
分析目的	<p>現在解体中のJRR-2では、原子炉本体の放射能量を計算コードによる計算値と実測値については、平成10年度に試料を採取し、組成分析及び放射能量測定を実施することにより評価している。組成分析に関しては、分析科学研究グループに依頼して実施した。そのなかでは、生体遮へい体重晶石コンクリート等の評価を行い、得られた元素組成を計算コードによる放射能量計算に適用することにより、有効に活用している。</p> <p>今回の依頼では、生体遮へい体重晶石コンクリートが、放射能量評価上、重要な構造材であることから、より精度の向上した元素組成を得ることを目的として前回と異なる部位、硬度の重晶石コンクリートの組成分析を実施する。</p>
分析方法	
分析仕様	
備考	予想含量 Li : 1.6E-4、Ca : 3.6E-0、Cr : 7.8E-3、Fe : 2.9E-1、Co : 7.3E-4 Ni : 2.5E-3、Ag : 1.7E-5、Ba : 4.8E+1、Eu : 3.6E-5、水分量 : 2.6E+0 wt%

平成11年度 依頼分析表

33

受付番号	11-033A
整理番号	11-029
依頼項目	水相中のバリウム、ランタンの定量
依頼分野	燃料・材料関連
依頼部	物質科学部
課室	原子核科学研究グループ
元担当者	飯村秀紀
電話	5525
依頼年月日	12.03.02
希望期限	12.03.17
分析期間	12.03.03～12.03.10
分析担当者	伊藤光雄
分析試料名	溶媒抽出後の水相
分析方法	化学分析(含ガス、ICP)
前処理法	陽イオン交換分離、酸濃度調整・希釈
測定法	ICP-MS法
試料数	1
成分数	8
分析項目	バリウム、ランタンの定量
分析目的	<p>La-137(半減期:6万年)の分光データの取得を目的として、タンデム加速器を用いてBa-137の(p,n)反応によりLa-137を生成した。照射したBa-137から溶媒抽出法によりLa-137を分離した。</p> <p>試料は分離して得られたLa-137を含む硝酸溶液である。これを分光実験に使用するため、試料の精製と残存するBaの定量を依頼する。</p>
分析方法	<p>試料溶液を蒸発乾固し、過塩素酸(3+1)2mlに溶解する。この溶液を陽イオン交換カラム(10Φカラムに樹脂3ml)に流す。ピーカの洗浄を繰返した後、過塩素酸(3+1)80mlを流し、バリウムを溶離する。次にHNO3(1+1)15mlを流してランタンを溶離する。溶離液を蒸発乾固し、HNO3(1+1)1mlに加温溶解適宜希釈して測定試料とする。HNO3(1+13)溶液。なお、予備検討としてランタン、バリウムの陽イオン交換分離における溶離挙動を検討した。</p> <p>ICP-MSで136、137、138及び139の質量数を測定し、ランタン、バリウムをそれぞれ定量する。</p>
分析仕様	
備考	予想含量: La、Baとも約100ppb

国際単位系(SI)と換算表

表1 SI基本単位および補助単位

量	名称	記号
長さ	メートル	m
質量	キログラム	kg
時間	秒	s
電流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光度	カンデラ	cd
平面角	ラジアン	rad
立体角	ステラジアン	sr

表3 固有の名称をもつSI組立単位

量	名称	記号	他のSI単位による表現
周波数	ヘルツ	Hz	s ⁻¹
圧力、応力	ニュートン	N	m·kg/s ²
エネルギー、仕事、熱量	パスカル	Pa	N/m ²
工率、放射束	ワット	W	J/s
電気量、電荷	クーロン	C	A·s
電位、電圧、起電力	ボルト	V	W/A
静電容量	ファラード	F	C/V
電気抵抗	オーム	Ω	V/A
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V
磁束	ウェーバ	Wb	V·s
磁束密度	テスラ	T	Wb/m ²
インダクタンス	ヘンリー	H	Wb/A
セルシウス温度	セルシウス度	°C	
光束度	ルーメン	lm	cd·sr
照度	ルクス	lx	lm/m ²
放射能	ベクレル	Bq	s ⁻¹
吸収線量	グレイ	Gy	J/kg
線量当量	シーベルト	Sv	J/kg

表2 SIと併用される単位

名称	記号
分、時、日	min, h, d
度、分、秒	°, ', "
リットル	l, L
トン	t
電子ボルト	eV
原子質量単位	u

$$1 \text{ eV} = 1.60218 \times 10^{-19} \text{ J}$$

$$1 \text{ u} = 1.66054 \times 10^{-27} \text{ kg}$$

表4 SIと共に暫定的に維持される単位

名称	記号
オングストローム	Å
バーン	b
バール	bar
ガル	Gal
キュリ	Ci
レントゲン	R
ラド	rad
レム	rem

$$1 \text{ Å} = 0.1 \text{ nm} = 10^{-10} \text{ m}$$

$$1 \text{ b} = 100 \text{ fm}^2 = 10^{-28} \text{ m}^2$$

$$1 \text{ bar} = 0.1 \text{ MPa} = 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Gal} = 1 \text{ cm/s}^2 = 10^{-2} \text{ m/s}^2$$

$$1 \text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10} \text{ Bq}$$

$$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{ C/kg}$$

$$1 \text{ rad} = 1 \text{ cGy} = 10^{-2} \text{ Gy}$$

$$1 \text{ rem} = 1 \text{ cSv} = 10^{-2} \text{ Sv}$$

表5 SI接頭語

倍数	接頭語	記号
10^{-18}	エクサ	E
10^{-15}	ペタ	P
10^{-12}	テラ	T
10^{-9}	ギガ	G
10^{-6}	メガ	M
10^{-3}	キロ	k
10^{-2}	ヘクト	h
10^{-1}	デカ	da
10^{-1}	デシ	d
10^{-2}	センチ	c
10^{-3}	ミリ	m
10^{-6}	マイクロ	μ
10^{-9}	ナノ	n
10^{-12}	ピコ	p
10^{-15}	フェムト	f
10^{-18}	アト	a

(注)

- 表1~5は「国際単位系」第5版、国際度量衡局1985年刊行による。ただし、1eVおよび1uの値はCODATAの1986年推奨値によった。
- 表4には海里、ノット、アール、ヘクタールも含まれているが日常の単位なのでここでは省略した。
- barは、JISでは液体の圧力を表わす場合に限り表2のカテゴリーに分類されている。
- EC閣僚理事会指令ではbar、barnおよび「血圧の単位」mmHgを表2のカテゴリーに入れている。

換算表

力	N(=10 ⁵ dyn)	kgf	lbf
	1	0.101972	0.224809
9.80665		1	2.20462
4.44822		0.453592	1

$$\text{粘度 } 1 \text{ Pa}\cdot\text{s} (\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2) = 10 \text{ P(ボアズ)} (\text{g}/(\text{cm}\cdot\text{s}))$$

$$\text{動粘度 } 1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ St(ストークス)} (\text{cm}^2/\text{s})$$

圧力	MPa(=10 bar)	kgf/cm ²	atm	mmHg(Torr)	lbf/in ² (psi)
力	1	10.1972	9.86923	7.50062×10^3	145.038
	0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233
	0.101325	1.03323	1	760	14.6959
	1.33322×10^{-4}	1.35951×10^{-3}	1.31579×10^{-3}	1	1.93368×10^{-2}
	6.89476×10^{-3}	7.03070×10^{-2}	6.80460×10^{-2}	51.7149	1

エネルギー・仕事・熱量	J(=10 ⁷ erg)	kgf·m	kW·h	cal(計量法)	Btu	ft · lbf	eV	1 cal = 4.18605 J(計量法)
	1	0.101972	2.77778×10^{-7}	0.238889	9.47813×10^{-4}	0.737562	6.24150×10^{-18}	= 4.184 J(熱化学)
9.80665		1	2.72407×10^{-6}	2.34270	9.29487×10^{-3}	7.23301	6.12082×10^{-19}	= 4.1855 J(15°C)
3.6×10^6	3.67098×10^5	1	8.59999×10^5	3412.13	2.65522×10^6	2.24694×10^{25}		= 4.1868 J(国際蒸気表)
4.18605	0.426858	1.16279×10^{-6}	1	3.96759×10^{-3}	3.08747	2.61272×10^{19}		仕事率 1 PS(仮馬力)
1055.06	107.586	2.93072×10^{-4}	252.042	1	778.172	6.58515×10^{21}		= 75 kgf·m/s
1.35582	0.138255	3.76616×10^{-7}	0.323890	1.28506×10^{-3}	1	8.46233×10^{18}		= 735.499 W
1.60218×10^{-19}	1.63377×10^{-20}	4.45050×10^{-26}	3.82743×10^{-20}	1.51857×10^{-22}	1.18171×10^{-19}	1		

放射能	Bq	Ci
1	2.70270×10^{-11}	
3.7×10^{10}	1	0.01

吸収線量	Gy	rad
1	100	
0.01	1	

照射線量	C/kg	R
1	3876	
2.58×10^{-4}	1	

線量当量	Sv	rem
1	100	
0.01	1	

(86年12月26日現在)

依頼分析及びガラス工作業務報告書（平成11年度）