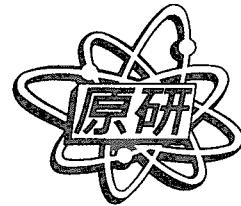


JAERI-Tech
2001-008



JP0150324



NUCEF分析業務報告書
—平成11年度—

2001年3月

NUCEF管理課

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）で複写による実費領布をお
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, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 〒319-1195, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 2001

編集兼発行 日本原子力研究所

NUCEF 分析業務報告書
－平成 11 年度－

日本原子力研究所東海研究所安全性試験研究センター安全試験部
NUCEF 管理課

(2001 年 1 月 19 日受理)

燃料サイクル安全工学研究施設(NUCEF)に設置された定常臨界実験装置(STACY)、過渡臨界実験装置(TRACY)及び核燃料調製設備の運転に当たっては、燃料として用いる硝酸ウラニル溶液に関する分析結果が基本条件となる。平成 11 年度は、STACY 及び TRACY の臨界実験前後の硝酸ウラニル溶液の性状分析、硝酸ウラニル溶液燃料の調製のための分析等を行うと共に、核燃料物質の計量管理のため、計量槽に貯蔵してある硝酸ウラニル溶液の分析等を行った。また、平成 11 年 9 月 30 日に発生した JCO 臨界事故の調査支援の一環として、総核分裂数の評価のため沈殿槽に残っていた硝酸ウラニル溶液の分析等を行った。

平成 11 年度における総分析試料数は、JCO 臨界事故の調査支援のための分析を除き 351 試料の分析を行った。

本報告書は、平成 11 年度に行った分析等の業務についてまとめたものである。

Annual Report on Analytical Works in NUCEF in FY. 1999

Project Planning Division

Department of Safety Research Technical Support

Nuclear Safety Research Center

Tokai Research Establishment

Japan Atomic Energy Research Institute

Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received January 19, 2001)

Analytical results of uranyl nitrate solution are essential for the operation of the Static Experiment Critical Facility (STACY), the Transient Experiment Critical Facility (TRACY) and the fuel treatment system in the Nuclear Fuel Cycle Safety Engineering Research Facility (NUCEF). Analytical works were carried out for the determination of fuel characteristics before and after criticality experiments, fuel preparation and nuclear material accountancy in FY. 1999. In addition, the uranyl nitrate solution in the precipitation tank was analyzed to evaluate the total number of fission etc. for a part of technical supports of the investigation of the JCO criticality accident occurred on September 30, 1999. A total number of analytical samples in FY. 1999 were 351 without samples of the JCO criticality accident.

This report summarizes the data on analytical works and other related works in FY.1999.

Keywords: Analysis, NUCEF, STACY, TRACY, Uranium, Criticality

目次

1. まえがき	1
2. 分析	1
2.1 分析の概要	1
2.2 平成 11 年度の分析実績	2
2.3 国際規制物資の計量管理	2
2.4 原子炉施設 (STACY 及び TRACY) の定期検査に係る分析	2
3. JCO 臨界事故調査に関する支援	3
3.1 採取サンプルの運搬	3
3.2 分析等	3
4. 施設の運転・保守・管理	4
4.1 設備	4
4.2 原子炉施設(STACY 及び TRACY)の定期検査及び定期自主検査	6
4.3 廃棄物の発生量	6
5. 分析設備の整備	6
5.1 フロークローメータ	7
5.2 ICP 発光分光分析装置	7
謝辞	8
参考文献	8
付録 分析管理データ	9

Contents

1. Introduction	1
2. Analysis	1
2.1 Outline of Analysis	1
2.2 Analytical Works in FY. 1999	2
2.3 Analysis on Material Accountancy	2
2.4 Analysis on Regular Inspection of Nuclear Facilities	2
3. Analysis on Investigation of JCO Criticality Accident	3
3.1 Transportation of Samples	3
3.2 Analysis of Samples	3
4. Operation, Maintenance and Management of Analytical Laboratory	4
4.1 Equipment	4
4.2 Regular Inspection of Equipment	6
4.3 Formation of Radioactive Waste	6
5. Arrangement of Analytical Apparatus	6
5.1 Flow-Coulometer	7
5.2 ICP Apparatus	7
Acknowledgments	8
References	8
Appendix	9

1. まえがき

燃料サイクル安全工学研究施設(Nuclear Fuel Cycle Safety Engineering Research Facility: NUCEF)では、定常臨界実験装置(Static Experiment Critical Facility: STACY)を用いた溶液燃料の臨界安全性に関する研究、過渡臨界実験装置(Transient Experiment Critical Facility: TRACY)を用いた過渡臨界時の臨界安全性及び放射性物質の閉じ込めに関する研究を行っている。また、再処理、群分離、放射性廃棄物及びTRU化学に関する研究開発を行っている¹⁾。

平成11年度は10%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料を用いて、STACYでは厚さ35cmの平板炉心2基を対に配置した中性子相互干渉実験が行われた。TRACYでは円環炉心に最大2.9\$の反応度を添加した臨界超過実験が行われた。さらに、TRACYを用いた放射性物質の閉じ込め機能試験として、0.7\$の反応度を炉心に添加した場合の全核分裂数をパラメータとした放射性物質及び放射性分解ガスの放出挙動を調べるための試験が行われた。また、使用済燃料を用いた再処理試験、高レベル放射性廃液を用いた群分離の研究等が行われた。

臨界実験では、燃料として用いる硝酸ウラニル溶液（以後、「ウラン溶液」という）に関する種々の分析結果が実験等の基本条件となる。このため平成11年度は、STACY及びTRACY臨界実験前後のウラン溶液の性状分析、ウラン溶液燃料の調製のための分析等を行うと共に、国際規制物資としての核燃料物質の計量管理のため、計量槽のウラン溶液の分析及び計量を行った。

また、平成11年9月30日に発生したJCO臨界事故の調査支援の一環として、(株)JCOからNUCEF施設まで沈殿槽等に残っていた硝酸ウラニル溶液の輸送、総核分裂数の評価のための各種分析等を行った。

本報告書は、平成11年度に行った分析等の業務についてまとめたものである。

2. 分析

2.1 分析の概要

(1) 分析の目的

STACY及びTRACYでは、種々のウラン濃度のウラン溶液燃料を用いて臨界実験を行う。臨界実験前のウラン溶液燃料は核燃料調製設備²⁾において、ウラン濃度の濃縮又は希釀により臨界実験に必要な濃度に調整され、STACY及びTRACYに供給される。燃料の調製過程におけるウラン濃度、酸濃度等を分析により確認することは、臨界実験を行う際の基本条件となる。さらに、臨界実験終了後のウラン溶液燃料について、臨界実験の解析に必要なウラン濃度、硝酸濃度及び不純物濃度を分析している。また、実験の際のSTACYとTRACYの原子炉出力を評価するための核分裂生成物(FP)に関する分析を行っている。これらは、いずれも精度の高い分析が必要とされる。

(2) 分析項目と分析法

試料の分析方法は、分析の対象、濃度、共存元素の有無、要求される分析精度等によって異なり、これまでの経験に基づいて、最適な分析方法を選定している。NUCEFにおける分析法及び分析装置³⁾をまとめたものを表1に示す。

2.2 平成11年度の分析実績

平成11年度の試料分析実績を表2に示す。

平成11年度の総分析試料数は351試料、分析総数は769件であった。分析試料は燃料調整に係わるものが全体のおよそ8割を占め、次いでTRACYの臨界実験に係わるものが7%、STACYの臨界実験に係わるものが5%を占めている。分析項目割合別でみると、ウラン分析と硝酸濃度分析（酸分析）で全体のおよそ7割を占め、次いで、トリプチルリン酸(TBP)分析、FP分析、同位体組成分析、グロスγ分析、不純物分析、ジブチルリン酸(DBP)分析の順となっている。

表3及び図1に、STACY燃料のウラン濃度、密度及び硝酸濃度の変化を示す。表4及び図2に、TRACY燃料のウラン濃度、密度及び硝酸濃度の変化を示す。これらの結果からほぼ安定な燃料の調整ができているものと考えられる。

四半期毎の試料分析実績を表5～表8に示す。

表6に示す第2四半期の試料分析実績において、分析試料数は86試料、分析総数は164件であった。この中には、国際規制物資としての保障措置上の計量管理に関する実在庫の確認(PIT; Physical Inventory Taking)のためのウラン分析が含まれている。また、「その他」の中には、原子炉安全工学部燃料安全研究室からの依頼による軽水炉燃料の高燃焼度化に伴う反応度事故時挙動を調べるため、NSRRでパルス照射した照射済燃料の質量分析（U, Pu及びNdの同位体組成分析）が24件含まれている。

なお、平成11年9月30日に起きたJCO臨界事故調査支援の一環として、沈殿槽、ステンレススピーカー等に残っていた硝酸ウラニル溶液等の分析を行ったが、これらは集計には含まれていない。

2.3 国際規制物資の計量管理

東海研究所国際規制物資計量管理規定に基づき、NUCEF施設内の物質収支エリアにおけるPITを平成11年9月13日～24日にわたり行った。また、同年9月24日には、IAEA及び国による同エリアのPIV(Physical Inventory Verification(実在庫の検認))が行われた。このため、計量槽（ダンプ槽）のウラン溶液燃料の計量、ウラン濃度の分析を行った。

2.4 原子炉施設(STACY及びTRACY)の定期検査に係る分析

STACY及びTRACYの定期検査に対応するため、ウラン溶液燃料の分析（ウラン濃度、ウラン濃縮度）を行い、判定基準（ウラン濃度：500 gU/l以下、濃縮度：10±0.5 wt%）を満たしていることを確認した。

3. JCO 臨界事故調査に関する支援

平成 11 年 9 月 30 日に発生した JCO 臨界事故の調査に関する支援として、次に示す項目について試験、分析等を行った。

- －高濃度硝酸ウラニル溶液へのホウ素溶解度測定試験
- －ウラン溶液の分析
- ・沈殿槽ウラン溶液の分析
 - ・ビーカー残存溶液及びバケツ残存溶液の分析
 - ・ホース内ウラン溶液の分析
- －ウラン溶液の自然蒸発確認試験

ウラン溶液の分析では、国からの臨界事故に係る残存ウラン溶液の分析等に関する協力依頼に基づき、臨界を起こした沈殿槽ウラン溶液、沈殿槽に未投入のビーカー残存溶液及び沈殿槽の周りにあったバケツ残存溶液、ホウ酸水を沈殿槽に注入した消防ホース内に逆流したと考えられるホース内ウラン溶液のサンプルを、3回にわたり（株）JCO から NUCEF への運搬を行い、核分裂生成物濃度、ウラン濃度、ウラン同位体組成、不純物濃度、ナトリウム濃度（ホウ酸濃度）に関する分析を行った。

3.1 採取サンプルの運搬

沈殿槽などから採取されたそれぞれ溶液サンプルは、3回にわたって（株）JCO から NUCEF 施設へ、A型輸送物として運搬した。溶液サンプルの NUCEF への運搬に先立ち、実際の運搬に使用する輸送容器と同形式の上記 A 型輸送容器を使用して、吸水材の水分吸水力テスト及びサンプルつめこみのテストを行った。また、関係機関への連絡・調整を行いながら運搬を実施した。

運搬に使用した採取サンプルの種類、容量、運搬日時等を表 9 に示す。また、サンプル瓶、輸送容器の概観を図 3 に示す。

3.2 分析等

分析では、沈殿槽における総核分裂数の評価、沈殿槽から放出した放射性物質の評価、臨界を起こしたウラン量の推定のための核分裂生成物濃度、ウラン濃度等の測定を行った。なお、採取したサンプルの分析項目については、沈殿槽など採取した場所によって異なっている。

－高濃度硝酸ウラニル溶液へのホウ素溶解度測定試験－

臨界事故を起こした沈殿槽に臨界未満をより確実にするため、中性子吸収材として NUCEF で製作されたホウ酸水が注入された。注入後、直ちに高濃度硝酸ウラニル溶液のホウ素溶解度を検討するとともに、同ホウ酸水を用いて溶解度を確認するため緊急に検討実験を行い、溶液中にホウ素が 5 g/l 以上の濃度で溶解することを確認した（図 4）。結果等についての詳細は、文献(4)に記載されているため、省略する。

－ウラン溶液の分析－

・沈殿槽ウラン溶液の分析

分析用サンプル溶液は平成11年10月20日午後1時からのサンプリング作業により沈殿槽から採取され、午後3時56分 NUCEF に運搬された。運搬後、直ちにサンプルの分析前処理作業が開始され、翌10月21日より本格的な分析作業が開始された。結果等の詳細については、文献(4)、文献(5)等に記載されているため、省略する。

・ビーカー残存溶液及びバケツ残存溶液の分析

分析用サンプル溶液は10月27日午後1時からのサンプリング作業により、SUS容器手付きビーカー及びSUSバケツから採取され、午後3時43分 NUCEF に運搬された。運搬後、直ちにサンプルの分析前処理作業が開始され、翌10月28日より本格的な分析作業が開始された。結果等の詳細については、文献(4)、文献(5)等に記載されているため、省略する。

・ホース内ウラン溶液の分析

分析用サンプル溶液は12月20日のサンプリング作業によりホウ酸注入用ホースから採取され、12月22日午前10時26分NUCEFに運搬された。運搬後、直ちにサンプルの分析前処理作業及び分析作業が開始された。結果等の詳細については、文献(4)に記載されているため、省略する。

－ウラン溶液の自然蒸発確認試験

JCO 臨界事故沈殿槽に未投入の手付きビーカー内残存ウラン溶液のウラン濃度が自然蒸発により 370g/l から 630g/l 程度に上昇する可能性を確認した。併せて、残存ウラン溶液に共存する酸濃度上昇の可能性についても確認した。結果等の詳細については、文献(4)に記載されているため、省略する。

4. 施設の運転・保守・管理

NUCEFにおける分析業務を行う分析室には、各種分析機器に加えて気送設備、試料搬送設備、後処理装置、グローブボックス及びフードがある（図5）。分析業務を安全かつ円滑に行うため、これらの設備及び装置の保守管理を行っている。

4.1 設備

(1) 気送設備

気送設備は、STACY、TRACY、核燃料調製設備等から分析室（I）の受入グローブボックスに分析試料を搬送する設備である。分析用試料は気送子に入れられて気送管中を空気流を利用して送られる。ほとんどの試料はこの気送設備を利用して、分析室へ搬送されている。

平成11年度に気送設備を利用して STACY、TRACY、核燃料調製設備から分析室（I）へ分

析試料を搬送した回数は 394 回、気送子の総走行距離は約 56 km であった。月別の運転回数を表 10 に、気送系統毎の気送子走行記録を図 6 に示す。なお、平成 11 年度は、磨耗等により交換した気送子はなかった。

気送設備は、毎日の点検、週例点検及び月例点検を行い、設備の性能の維持管理に努めている。また、メーカによる総合自主点検検査も行った。

(2)試料搬送設備

試料搬送設備は、分析室（I）のグローブボックス 15 台間と接続されている試料搬送用グローブボックス内を試料搬送用台車が移動し、グローブボックス間で試料を自動的に運搬する設備である。

試料搬送設備については毎日の点検、週例点検及び月例点検を行い、設備の性能の維持管理に努めている。また、メーカによる総合自主点検検査も行った。

(3)分析機器

各分析機器については、機器の操作開始前及び操作終了後の点検、週例点検、月例点検等を行っている。また、機器の消耗品を補充管理することによって、常に全ての機器が使用できるよう維持管理している。

質量分析計、ICP 発光分光分析計及び振動式密度計については、分析精度の保証の観点から、メーカによる点検・調整が必要であり、メーカによる点検を行った。

(4)後処理装置

後処理装置は、分析を終えた放射性溶液を核燃料調製設備等へ移送するまで一時的に貯蔵しておく貯槽類から成り立っている。再使用可能な分析残液を貯蔵しておく貯槽（再使用水系試料貯槽）、分析試薬が含まれていて再使用が不可能な分析済廃液の貯槽（水系試料貯槽）、再使用不可能な分析済廃液から核燃料物質を回収するための沈殿槽（I）、（II）、分析器具の洗浄で発生した再使用可能な溶液の貯槽（水系洗浄液貯槽）、有機溶媒を含む再使用可能な溶液の貯槽（再使用有機系試料貯槽）、有機溶媒を含む再使用不可能な溶液の貯槽（有機系廃液貯槽）が後処理装置用グローブボックス内に設置されている。また、再使用可能な分析残液を一時的に貯蔵しておく貯槽（再使用水系試料一時貯槽）は、前処理装置用グローブボックス内に設置されている。

後処理装置については、毎日の点検、週例点検及び月例点検を行い、設備の性能の維持管理に努めている。また、メーカによる計装盤のシーケンス制御の動作確認を行った。

(5)グローブボックス

分析室（I）には 17 台、分析室（II）には 3 台、分析室（III）には 1 台、分析室（IV）には 2 台の計 23 台のグローブボックスがある。主要な分析機器は、23 台のグローブボックスに設置されており、性能の維持・管理に努めている。グローブボックスは 1 日の作業開始前及び終了後に内部の負圧及び温度を点検しており、室内の圧力に対して負圧が -20～-30mmAq、温度に関しては室温にあることを確認している。

グローブボックスのグローブ及びバグポートのビニールバッグは、日常の分析作業の都度汚染検査を行っている他、一ヶ月に 1 度の割合で、ピンホールの有無、劣化によるひび割れ等について総合点検を行っている。点検の結果、全てのグローブに問題はなく、交換したグローブは 1 双もなかった。

定期自主検査関係では、グローブボックスの気密漏洩検査、負圧計の作動試験及び警報試験を年 1 回行い、漏洩率が 0.1 vol%/h 以下であること、機器が正常に動作することを確認している。また、グローブボックス用計器（圧力指示計等）、グローブボックス警報盤についてメーカによる点検を行い、問題はなかった。

(6) フード

分析室(I)には 3 台、分析室(II)には 2 台の計 3 台のフードがあり、試料の分取、保管、前処理、後処理等に使用しており、グローブボックス同様、性能の維持・管理することに努めている。約 3 ヶ月に 1 度の割合で、フード前のエリアのビニール養生を取り替えている。また必要に応じ、フード内を養生しているビニールも交換した。

さらに、全フードについてフードの前面扉を 1/2 開口した場合の流速が、0.5 m/s 以上であることを確認した。また、メーカによるフード電気計装関係の点検を行った。

(7) 高精度液位計

PIT では、計量槽に貯蔵されたウラン溶液は高精度液位計を用いて 0.1% 以内の高精度で計量される。高精度液位計の性能の維持・管理のため、メーカによる点検を行った。

4.2 原子炉施設(STACY 及び TRACY)の定期検査及び定期自主検査

原子炉施設(STACY 及び TRACY)の分析設備に関する定期検査では、後処理装置の再使用水系試料貯槽と核燃料調製設備の戻液受槽との送液隔離弁(G-VP-28001)のインターロック作動検査を行い、正常に作動することを確認した。また分析設備の定期自主検査として、後処理装置の貯槽類の漏洩点検を行い、漏洩のないことを確認した。

4.3 廃棄物の発生量

平成 11 年度に分析業務で発生した固体廃棄物量は、可燃物（赤カートンボックス）が 192 個、不燃物のうち白カートンボックスが 79 個、ペール缶が 7 個、フィルタが 5 個の合計 283 個であった。表 11 に、四半期毎の固体廃棄物の発生量の内訳を示す。平成 11 年度も引き続き、管理区域に持ち込む物品を極力少なくするなどの努力により、廃棄物発生量の低減化に努めた。

5. 分析設備の整備

STACY の硝酸プルトニウム溶液を用いた臨界実験に向けた準備として、平成 11 年度は、分析室 (I) にフロークローメータ及び ICP 発光分光分析装置を設置した（図 5）。

これらの分析装置は平成 11 年度末に設置したため、本格利用は平成 12 年度となり、ウラン・プルトニウムの原子価測定及びコールド試料の不純物の定量分析に使用する予定である。

5.1 フロークローメータ

(1)目的

NUCEF の燃料調製設備で溶解液中のプルトニウムの原子価調整を行う場合、原子価別のプルトニウム濃度を把握することは、燃料調製工程管理上有益となる。今回、プルトニウム溶液を電解する手法を用いて、プルトニウム溶液中の原子価別のプルトニウムの存在状態を調べる分析装置（フロークローメータ）を整備した。

(2)概要

本装置は、2 個のフロークローメータが直列に接続されたもので、それぞれのセルに電気化学測定システムとデータ処理装置がついており、各セルに別々の酸化還元電位を印可することができる。フロークローメータの構成図を図 7 に示す。フロークローメータ、定量送液ポンプ、ダンパ及びインジェクタは、グローブボックス内に納められている（図 8）。装置の主な仕様を表 12 に示す。

(3)性能試験

フェリシアン化カリウム ($K_3[Fe(CN)_6]$) 溶液を用いて、第 1 セルで $Fe(CN)_6^{3-}$ を $Fe(CN)_6^{4-}$ に還元させ、第 2 セルでは $Fe(CN)_6^{4-}$ を $Fe(CN)_6^{3-}$ に酸化させ、それぞれの電解に要した電気量と理論的電気量を比較検討した。第 1 セル、第 2 セルとも、理論値に比べ 1 ~ 3 % の誤差で電気量が測定できた。この結果、本装置は所定の性能を有していることを確認した。

5.2 ICP 発光分光分析装置

(1)目的

溶液中の Fe, Cr, Ni 等の不純物濃度を測定する装置として、分析室には既に ICP 発光分光分析装置が設置されている。既存の ICP 発光分光分析装置は分光器にポリクローメータを用いたタイプであり、多元素同時分析が出来る反面、発光ピークのプロファイルが測定できないため、妨害元素の影響を確認しにくい欠点があった。そこで、今回、分光器にモノクローメータタイプを用い波長走査の出来る ICP 発光分光分析装置を整備した。

(2)概要

図 9 に装置の構成図を示す。また、図 10 に分光装置の外観写真を示す。装置の主な仕様を表 13 に示す。

(3)性能試験

測定対象元素である Fe, Cr, Ni の標準溶液を用いて検量線を作成し、元素濃度と発光ピーク高さとの間に直線性があった。これらの元素の発光ピークのプロファイルを測定した。これらの結

果、本装置は所定の性能を有していることを確認した。

謝辞

試料の分析業務および分析設備の維持管理にご協力いただいた東京ニュークリアサービス(株)の寺門久雄氏、関根忠氏及び後藤基次氏に感謝します。また、JCO 臨界事故における各種サンプル運搬の際に、輸送容器を貸していただいた研究炉部製造開発課及び松本正勝氏に感謝いたします。

参考文献

- (1)Isao Takeshita, et al., "Current Status of Criticality Safety Experiment in NUCEF and its Enhancement of Facility Function Toward Pu Experiment", Proc. of Sixth International Conference on Nuclear Criticality Safety (ICNC '99), page 1512(1999).
- (2)杉川進、他、「燃料サイクル安全工学研究施設(NUCEF)燃料調製設備の概要」、JAERI-Tech 97-007(1997).
- (3)宮内正勝、他、「NUCEF 分析設備」、JAERI-Tech 96-007(1996).
- (4)JCO 臨界事故調査支援原研タスクグループ、「JCO 臨界事故における原研の活動」、JAERI-Tech 2000-074(2000)
- (5)原子力安全委員会、「ウラン加工工場臨界事故調査委員会報告」、平成 11 年 12 月 24 日

付録 分析管理データ

(1) 室温及び相対湿度

分析室（I）及び分析室（II）の室温及び相対湿度の年間変動を図A1に示す。分析室（I）及び分析室（II）の年間平均室温は約 24°C、相対湿度は約 46%であり、分析機器および試薬調製等にとって好ましい環境に保たれていると考えている。

(2) 自動電位差滴定装置の安定性

ウラン濃度分析は、重要な分析項目の一つである。そのため、日常的にウラン濃度分析に用いる自動電位差滴定装置の安定性を確認している。

試験計画課（現、NUCEF 管理課）では、次のようにして装置の安定性を確認している。あらかじめウラン作業用標準溶液(WSD)を調製しておき、自動電位差滴定装置で調製日におけるウラン濃度(U_A)を求めておく。次に、試料の分析当日に WSD のウラン濃度(U_B)を測定する。そして、次式で ΔU を求める。

$$\Delta U = (U_A - U_B)/U_A \times 100(\%)$$

装置の安定性の判断基準として、 ΔU が 0.3%以下である場合装置は安定していると判断し、試料の分析を行う。

図A2に具体的なウラン作業用標準溶液の分析結果を示す。これらの結果は、自動電位差滴定装置が誤差の範囲で安定した結果となっていることを示している。

(3) 滴定に用いる標準溶液の調製及び標定

自動電位差滴定装置を用いた滴定分析では、滴定液としてウラン分析には二クロム酸カリウム溶液を、全酸分析には水酸化ナトリウム溶液を用いている。滴定分析では、滴定液の濃度を正確に評価しておく必要がある。このため、滴定液の調製の都度、二クロム酸カリウム溶液については、ウラン濃度が既知の標準ウラン溶液(JAERI-U4)を用い、また、水酸化ナトリウム溶液については、濃度が既知のアミド硫酸を用いて値付けをしている。表A1及び表A2に、二クロム酸カリウム標準溶液及び水酸化ナトリウム標準溶液の標定結果を示す。

表1 分析法及び分析装置

分析項目		分析法	分析装置
ウラン濃度	数 gU/l ～数 10gU/l 数 ppm ～数 10ppm	滴定法（ディピス・グレイ法） 分光光度法（アルセゾナⅢ発色法）	自動電位差滴定装置 紫外可視分光光度計
酸濃度		滴定法（中和滴定法）	自動電位差滴定装置
核分裂生成物		γ線スペクトロメトリ	Ge 半導体スペクトロメータ
全γ		全γ分析法	NaI(Tl)シンチレーション計数装置
TBP	数 10ppm ～数 1000ppm 数%～数 10%	分光光度法（溶媒抽出法） 滴定法（酸一アルカリ滴定法）	赤外分光光度計 自動電位差滴定装置
DBP		電気泳動法	等速電気泳動装置
不純物		発光分光分析法	ICP 発光分光光度計
ウラン同位体組成		質量分析法	熱イオン化扇型磁場質量分析計
溶液密度	振動式		振動式密度計

表2 平成11年度の試料分析実績

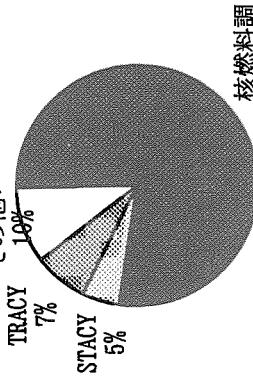
依頼元	分析試料数	分析件数							分析総数
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
核燃料調製設備	272	243	185	118	1	16	1	0	594
STACY	18	18	18	0	0	3	7	2	48
TRACY	25	25	25	2	0	1	22	1	76
その他*	36	9	12	1	0	1	3	24	51
計	351	295	240	121	1	21	33	27	769

*その他とは、研究室等からの依頼による分析を示す。

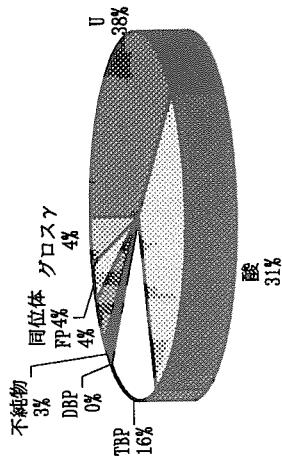
**：分析項目略記号

U	酸	U/TBP濃度分析
TBP	硝酸濃度分析	
DBP	DBP濃度分析	
FP	不純物分析	
同位体	γ核種分析	
クロスγ	同位体組成分析	
U	総γ放射能測定	

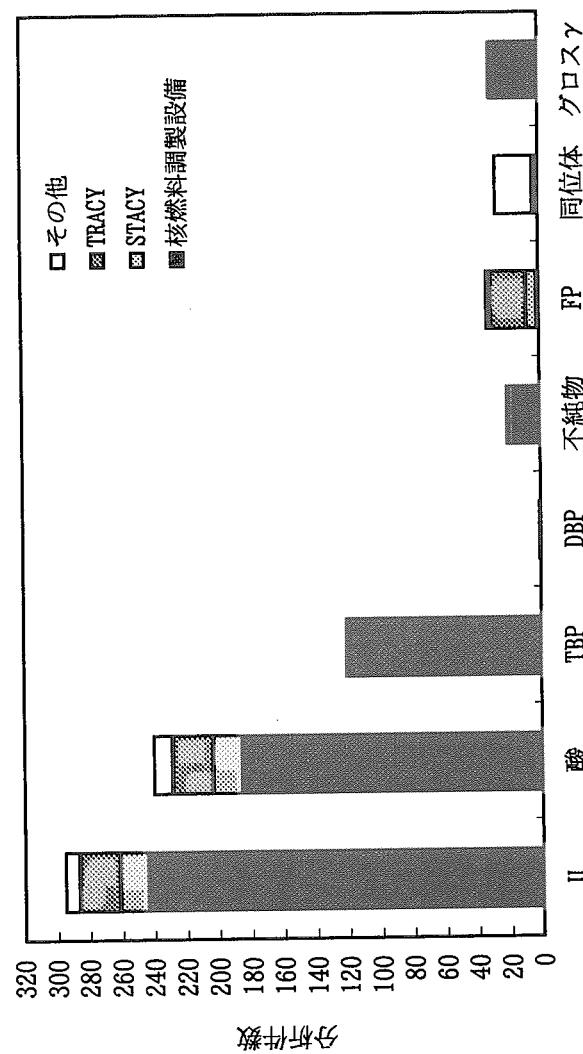
その他の*



分析試料数に対する依頼元割合



分析項目毎の分析件数



分析総数に対する分析項目割合(%)

表3 STACY燃料の分析結果

試料番号	測定日	分析室(I) 温度(°C)	密度 (g/cm ³)	U濃度 (gU/l)	硝酸濃度 (N)
495	8月31日	25.01	1.56252	395.731	1.097
497～498	9月2日	24.98	1.47196	330.364	0.912
499	9月7日	24.99	1.45751	320.803	0.879
500～501	9月9日	25.00	1.45812	320.5	0.880
502	11月4日	25.02	1.46163	324.956	0.896
503～504	11月9日	25.00	1.46261	324.293	0.924
505～506	12月6日	24.99	1.46757	327.069	0.910
507～508	12月9日	24.99	1.46811	327.559	0.895
509	1月12日	25.00	1.47270	330.988	0.915
510	1月14日	25.00	1.46211	323.861	0.897
511～512	1月17日	24.98	1.46264	324.818	0.894
513～514	1月21日	25.00	1.46330	324.805	0.897
515	1月25日	25.00	1.46918	327.253	0.947
516～518	1月26日	24.99	1.41524	290.014	0.834
520～521	2月16日	24.97	1.41734	291.552	0.829
522～523	2月17日	24.96	1.41766	291.271	0.844
524～525	2月24日	24.99	1.41839	291.599	0.845

表4 TRACY燃料の分析結果

試料番号	測定日	分析室(I) 温度(°C)	密度 (g/cm ³)	U濃度 (gU/l)	硝酸濃度 (N)
343～344	6月14日	25.01	1.52159	373.788	0.667
355～356	6月16日	24.98	1.52183	373.722	0.662
345～346	6月18日	24.98	1.52075	372.705	0.661
347～348	6月28日	25.00	1.52113	373.858	0.655
357～358	6月30日	25.04	1.52143	373.565	0.654
359～360	7月9日	24.98	1.52109	373.695	0.669
361～362	7月16日	25.01	1.52195	374.093	0.666
365～366	9月17日	24.99	1.52189	374.167	0.665
373～374	10月7日	24.97	1.52195	374.485	0.669
375～376	11月2日	24.97	1.52141	374.764	0.648
377～378	11月5日	24.99	1.52239	374.959	0.671
379～380	11月12日	24.98	1.52306	375.547	0.670
381～382	11月19日	24.98	1.52349	375.858	0.666
383～384	11月29日	24.94	1.52318	376.151	0.641
385～386	12月7日	25.00	1.52406	374.905	0.639
387～388	12月13日	24.99	1.52389	375.416	0.649
389～391	1月7日	24.98	1.52371	375.866	0.644
392～394	1月17日	24.96	1.52432	376.447	0.638
395～396	1月24日	25.01	1.52385	376.263	0.650
397～398	1月31日	25.00	1.52430	376.174	0.641
399～400	2月7日	24.98	1.52471	376.642	0.637
401～402	2月17日	24.98	1.52414	375.738	0.643
403～404	2月21日	24.99	1.52475	376.658	0.646
405～406	2月25日	24.97	1.52503	376.866	0.642
407～408	3月6日	25.01	1.52542	378.135	0.615

表5 平成11年度第1四半期試料分析実績

**：分析項目略記号

依頼元	分析試料数	分析件数						
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体
核燃料調製設備	67	66	44	49	0	1	0	0
STACY	1	1	1	0	0	0	0	0
TRACY	4	4	0	0	1	3	1	0
*その他	3	0	3	0	0	1	2	0
計	75	71	52	49	0	3	5	1
								190

*その他とは、研究室等からの依頼による分析を示す。

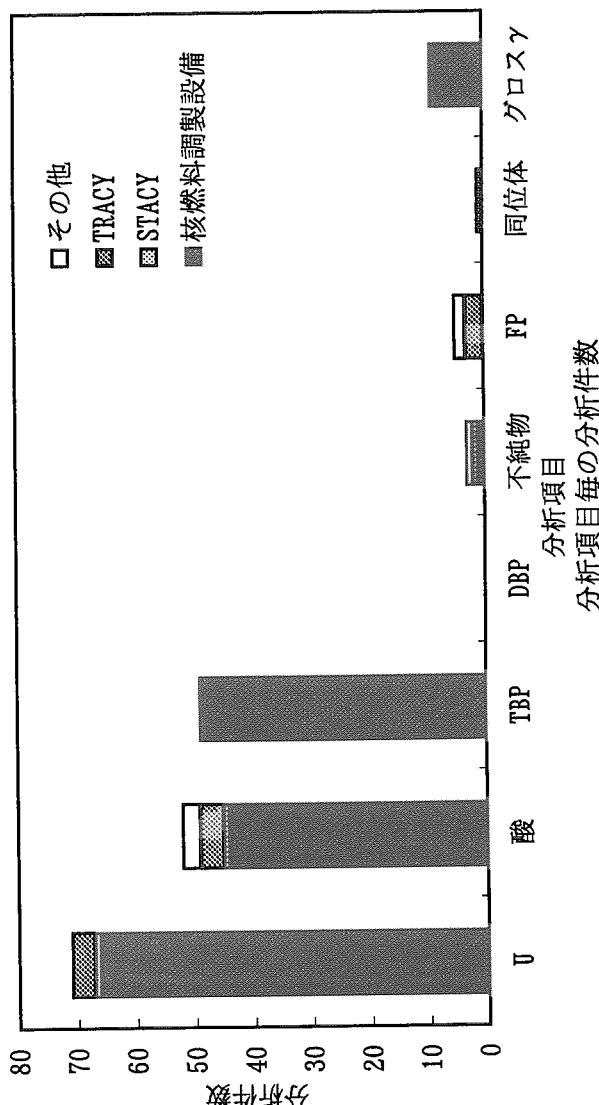
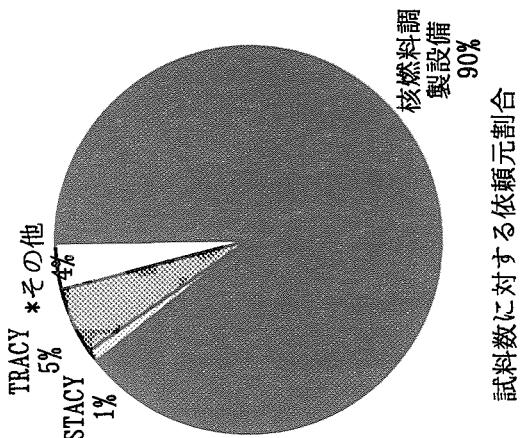


表6 平成11年度第2四半期試料分析実績

**：分析項目略記号

依頼元	分析試料数	分析件数							分析総数
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
核燃料調製設備	50	44	40	21	0	2	0	0	4
STACY	3	3	3	0	0	1	0	1	0
TRACY	4	4	4	1	0	0	2	0	0
*その他	29	5	5	0	0	0	0	24	0
計	86	56	52	22	0	3	2	25	4

*その他とは、研究室等からの依頼による分析を示す。

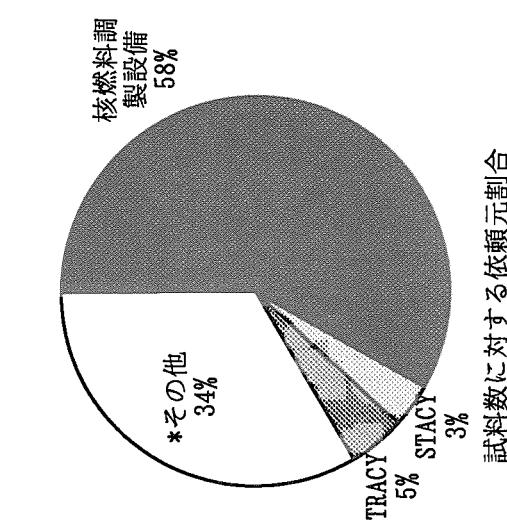
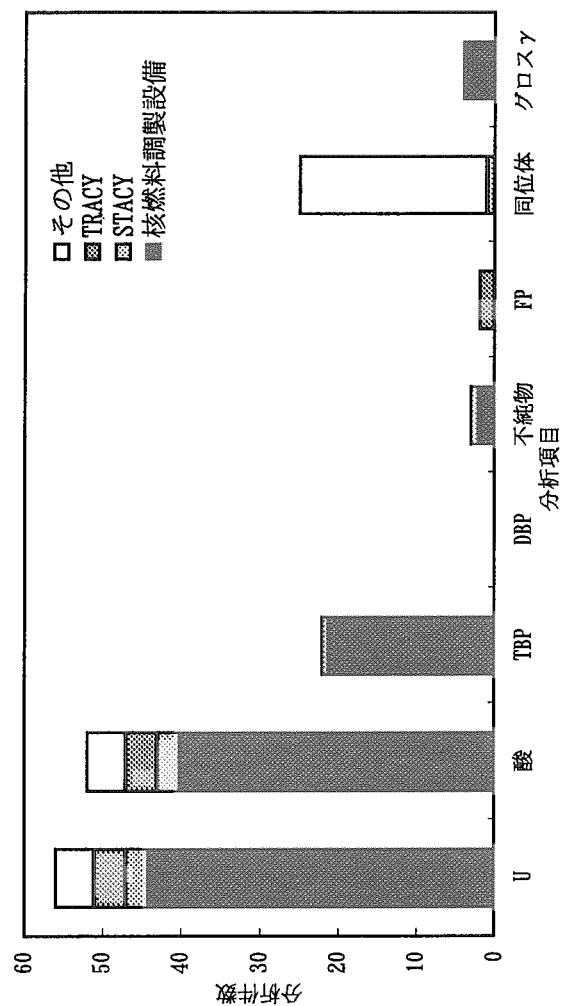


表7 平成11年度第3四半期試料分析実績

**：分析項目略記号

依頼元	分析試料数	分析件数						分析総数
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	
核燃料調製設備	30	24	22	13	0	5	1	0
STACY	4	4	4	0	0	1	2	0
TRACY	8	8	8	0	0	0	8	0
*その他	3	3	3	0	0	0	0	0
計	45	39	37	13	0	6	11	8

*その他とは、研究室等からの依頼による分析を示す。

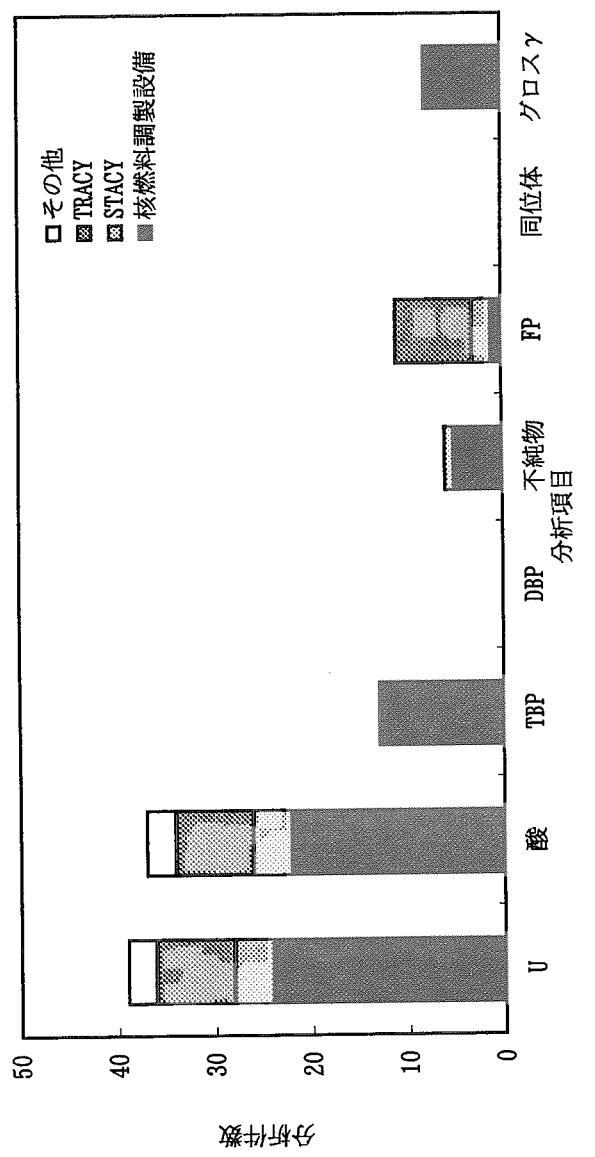


表8 平成11年度第4四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数						分析総数
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	
核燃料調製設備	125	109	79	35	1	8	0	9
STACY	10	10	10	0	0	1	5	241
TRACY	9	9	9	1	0	0	9	27
*その他	1	1	1	1	0	0	0	28
計	145	129	99	37	1	9	15	301

*その他とは、研究室等からの依頼による分析を示す。

** : 分析項目略記号	
U	ウラン濃度分析
酸	硝酸濃度分析
TBP	TBP濃度分析
DBP	DBP濃度測定
不純物	不純物分析
FP	γ核種分析
同位体	同位体組成分析
クロスγ	総γ放射能測定

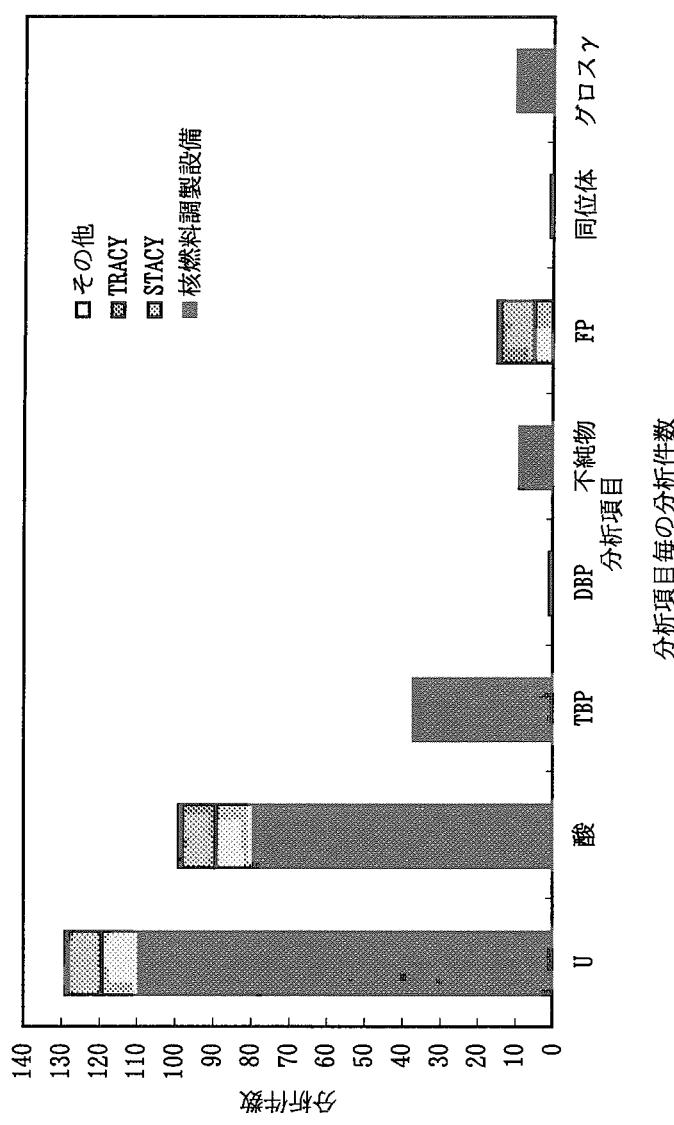


表9 JCO 臨界事故における各種サンプルの運搬

運搬回数	運搬年月日	サンプルの種類	容量(ml)
第1回運搬	平成11年10月20日 午後3時56分NUCEF着	沈殿槽内の硝酸ウラニル溶液	約50ml
第2回運搬	平成11年10月27日 午後3時43分NUCEF着	沈殿槽への入れ残したビーカー 一残存硝酸ウラニル溶液 バケツ残存溶液(溶媒(TBP))	約50ml
第3回運搬	平成11年12月22日 午前10時26分NUCEF着	消防用ホース内残液	約50ml

表10 平成11年度気送設備運転状況

送信側	気送子番号	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	年間運転回数	走行距離(km)
試薬供給室(A)	1系統No.6	0	0	3	4	0	0	0	2	0	3	4	3	19	4.18
実験室 (II)	2系統No.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	3	0.504
燃取室 (V) 3	3系統No.3	4	13	0	6	1	4	0	1	3	3	24	11	70	7.14
燃取室 (V) 4	4系統No.2	0	0	18	28	9	3	0	13	17	14	25	20	147	14.994
TRACY	6系統No.8	0	0	9	6	0	2	7	10	4	10	10	2	60	16.32
STACY	7系統No.5	0	0	0	3	6	0	3	4	10	9	0	0	35	8.82
燃取付属室 (VI)	8系統No.7	0	14	10	8	5	3	0	4	4	2	2	8	60	3.6
月間運転回数		4	27	40	52	18	18	7	33	32	42	77	44	394	55.558

表11 平成11年度 固体廃棄物発生量

種類		発生量(個)				
		第1四半期	第2四半期	第3四半期	第4四半期	合計
可燃物	赤カートン	39	51	53	49	192
不燃物	白カートン	9	2	2	66	79
	ペール缶	0	1	4	2	7
フィルタ		3	0	0	2	5
合計		51	54	59	119	283

表 12 フロークロメータ主要仕様

(1) フローセル HX-201

セル型	カラム型
セル材質	ポリエチレン
セル容量	2ml
参照電極	Ag · AgCl ($\phi 4 \times 70$)
対極	白金線 ($\phi 0.3\text{mm} \times 300\text{mm}$)
作用電極	カーボン繊維 (表面積 3000cm^2)
隔膜	バイコールガラス

(2) 電気化学測定システム HAG-5001

ポテンショスタット	最大出力電圧	$\pm 50\text{V}$
	最大出力電流	$\pm 1\text{A}$
	検出電流レンジ	$\pm 1\text{ }\mu\text{A} \sim \pm 1\text{ A}$ (Auto レンジ, 7 レンジ)
	制御電圧	$\pm 10\text{V}$
	同上精度	$<1\text{mV}$
	ノイズ除去フィルタ (カットオフ周波数)	OFF, 10Hz ~ 100kHz (11 段階)
	IR 補正	交流インピーダンス法
ガルバノスタット	最大出力電圧	$\pm 50\text{V}$
	最大出力電流	$\pm 1\text{A}$
	設定電流レンジ	$\pm 1\text{ }\mu\text{A} \sim \pm 1\text{ A}$ (7 レンジ)
	制御電流	$0 \sim \pm 1\text{A}$
	同上精度	$\pm 0.2\%$ /フルスケール
エレクトロメータ	電圧分解能	0.06mV (2V レンジ)、 0.3mV (10V レンジ)
	測定電位範囲	$\pm 10\text{V}$
	同上精度	$\pm 1\text{mV}$
	入力インピーダンス	$10^{11}\Omega$
	暗電流	$<50\text{pA}$
クーロンメータ	最小計測値	: 0.5nC
計測データサンプリング時間	20 μsec /データ ~ 240min/データ	
通信方式	RS-232C, GP-IB	
その他の機能	ファンクションジェネレータ、ロックインアンプ	

表 13 ICP 発光分光分析装置主要仕様

機器	項目	仕様	備考
高周波電源	周波数	40.68MHz	
	出力	最大 1.8kW	
	冷却方式	空冷	
分光器	分光方式	ツエルニターナ方式	
	焦点距離	650mm	
	回折格子	2400 本/mm	
	波長範囲	175~780nm	190nm 以下では窒素ガスページが必要
	分解能	0.02nm	
試料導入部	チャンバ	サイクロンチャンバ	
	ネブライザ	同軸型ネブライザ	
解析ソフトウェア	測定元素数	75 元素	
	測定波長数	225 本	
	定量法	検量線法、内標準法、標準添加法	

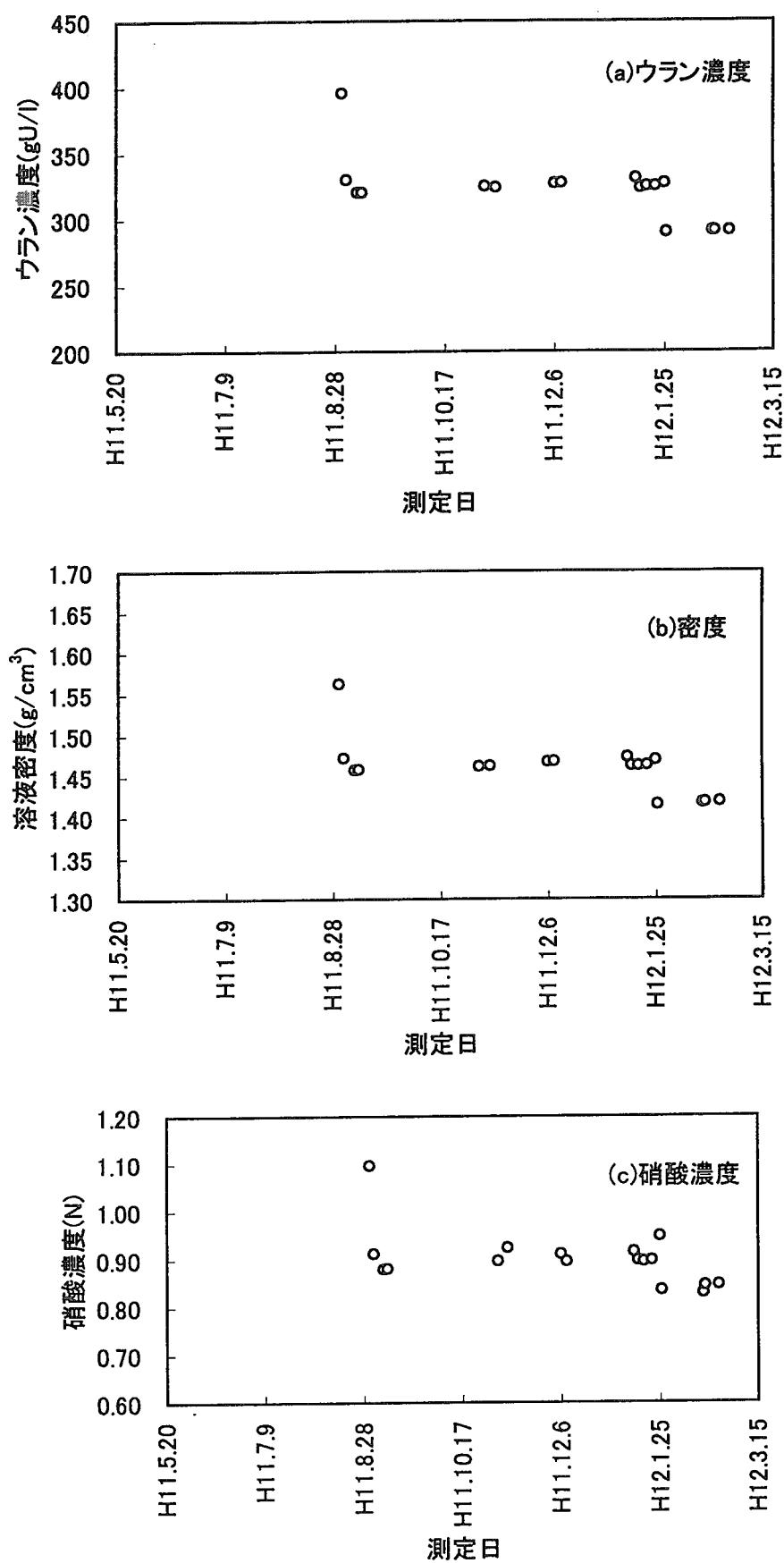


図1 STACY燃料分析結果

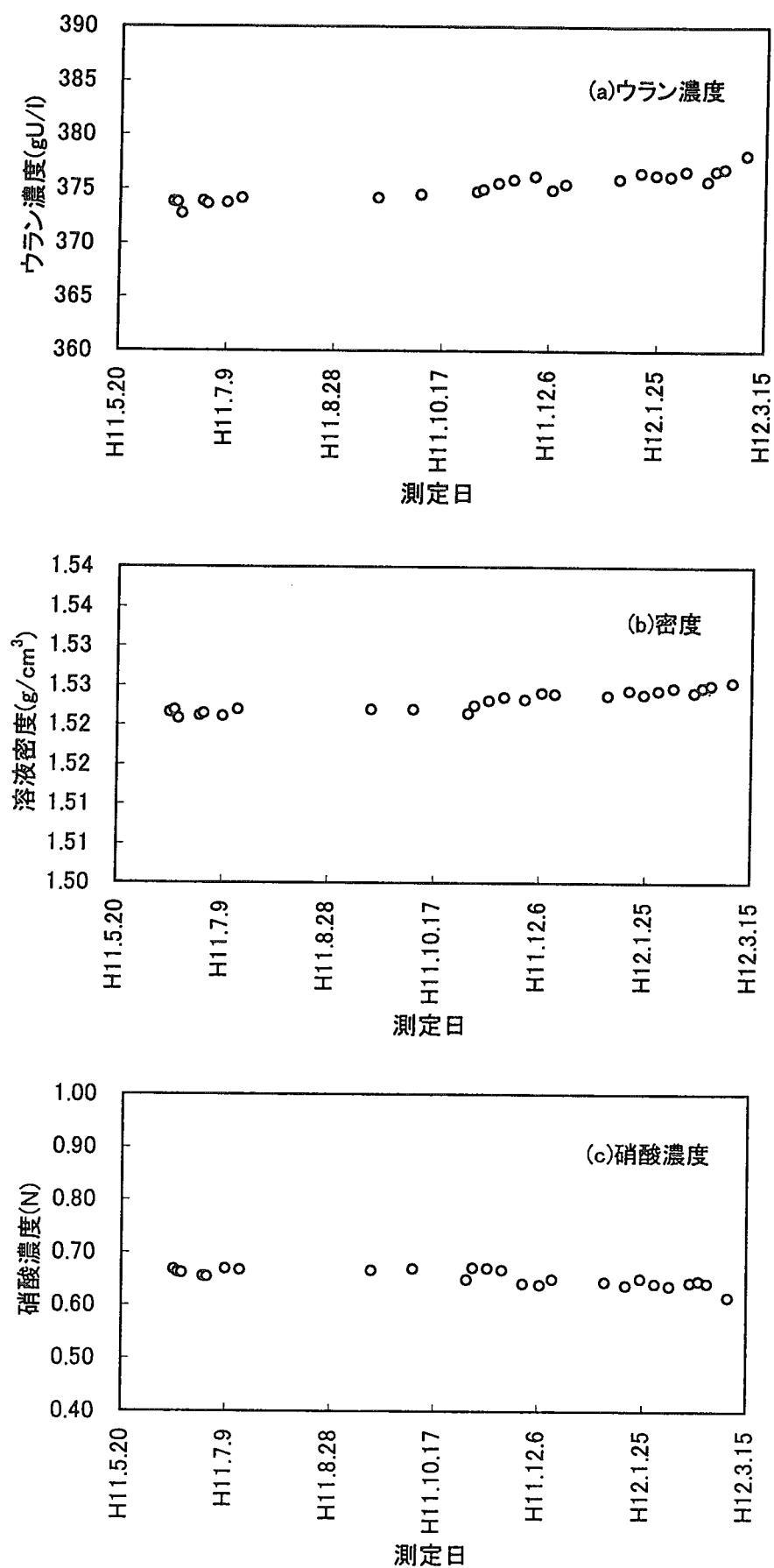


図2 TRACY燃料分析結果

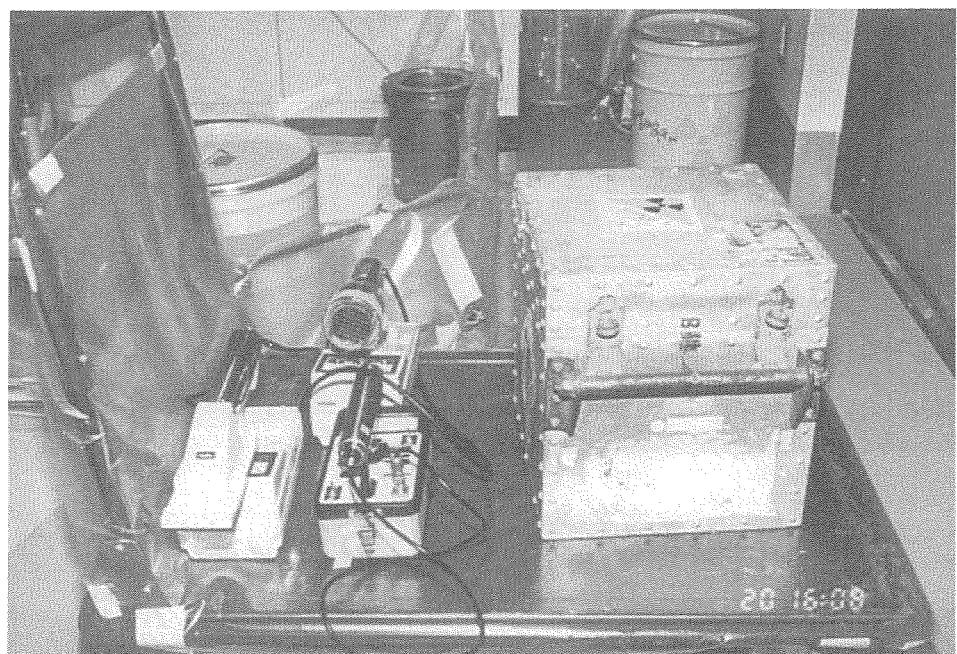


図3(1) JCOウラン溶液サンプル輸送容器(A型輸送容器)
(平成11年10月20日撮影)

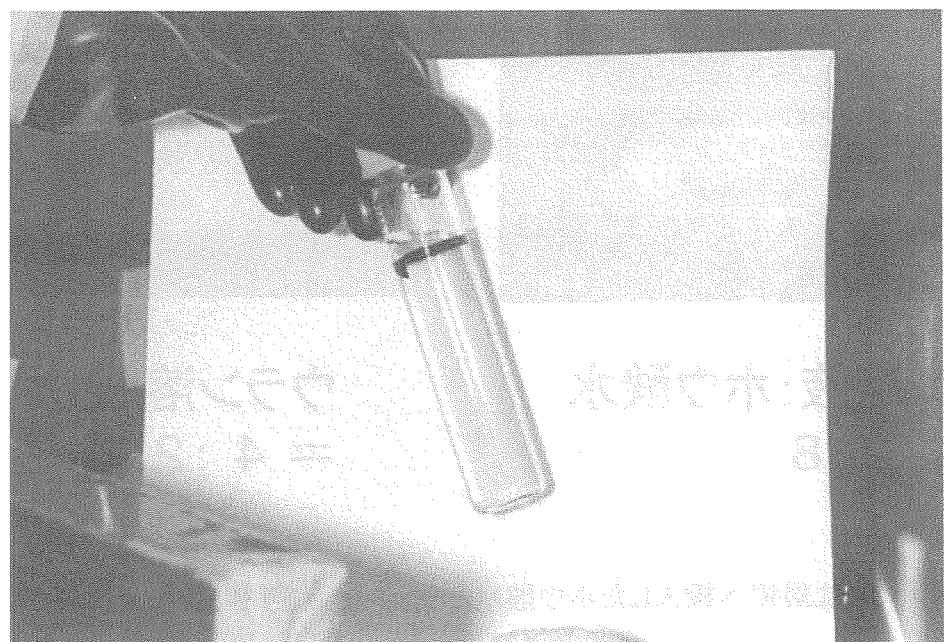
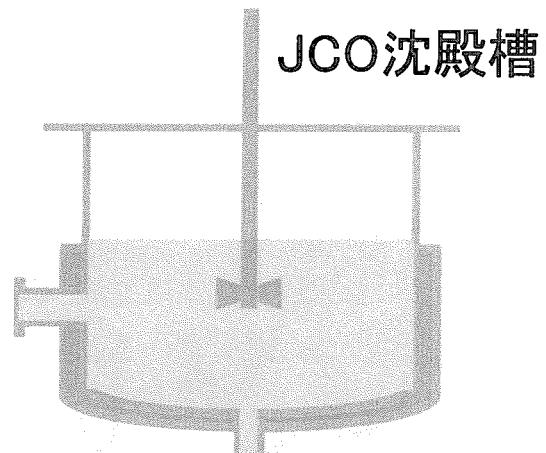
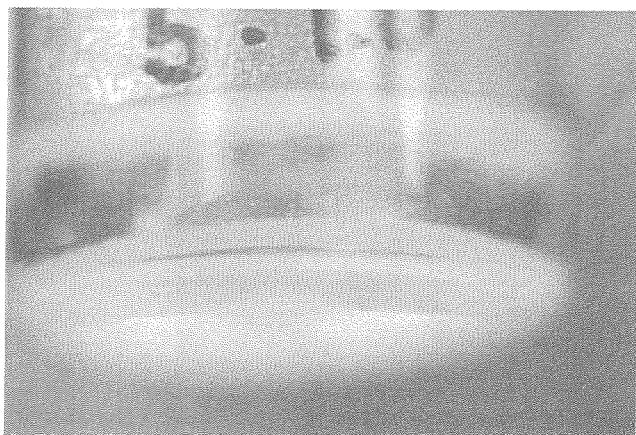
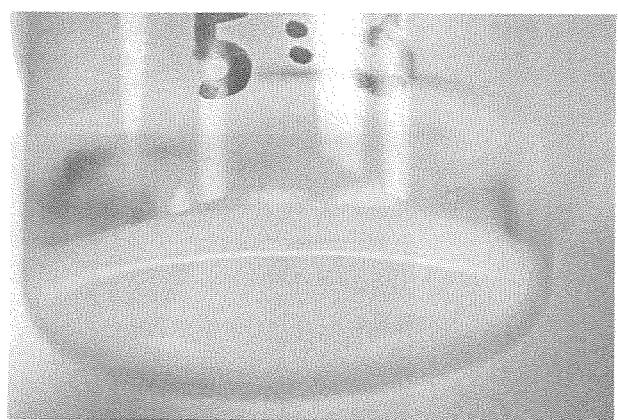
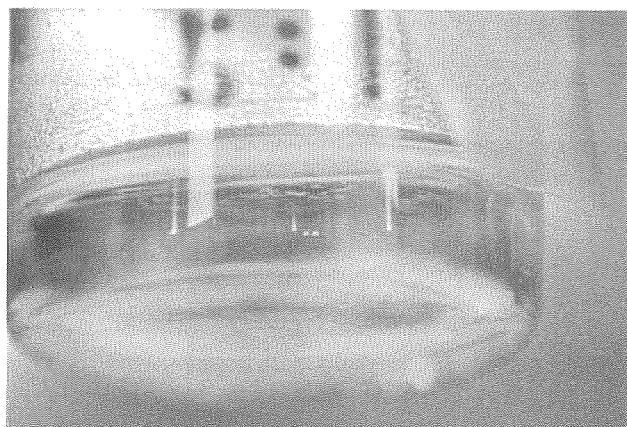


図3(2) JCOサンプル採取試料(10/20採取、NUCEFで分析)



ウラン溶液:ホウ酸水
 $= 4 : 1.4$

ウラン溶液:ホウ酸水
 $= 4 : 1.7$



ウラン溶液:ホウ酸水
 $= 4 : 0.8$

ウラン溶液:ホウ酸水
 $= 4 : 2.4$

図4 JCO沈殿槽へ投入したホウ酸水とウラン溶液を用いた化学反応評価試験
(ホウ素濃度5g/lit.以上を確認)

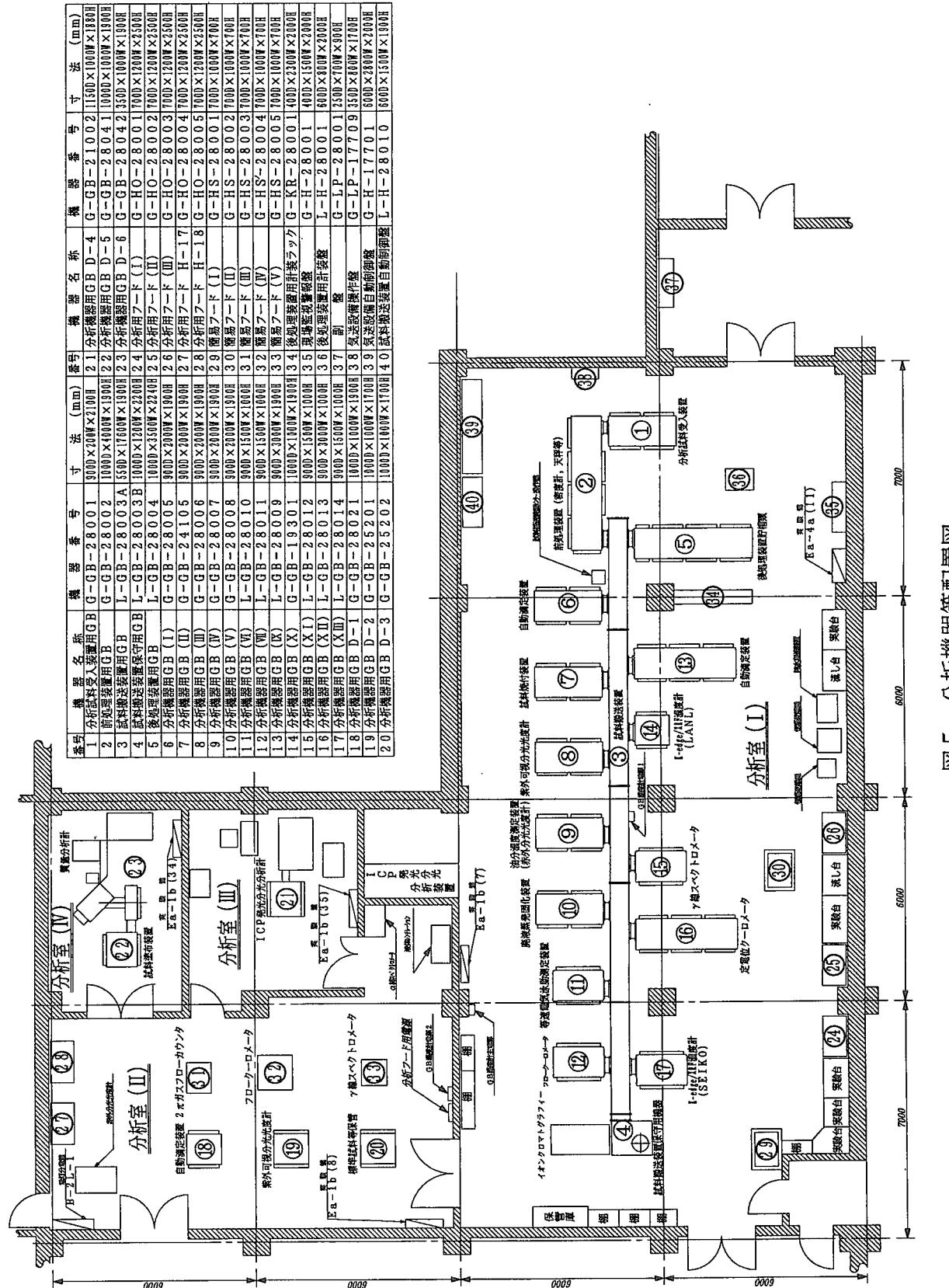


図5 分析機器等配置図

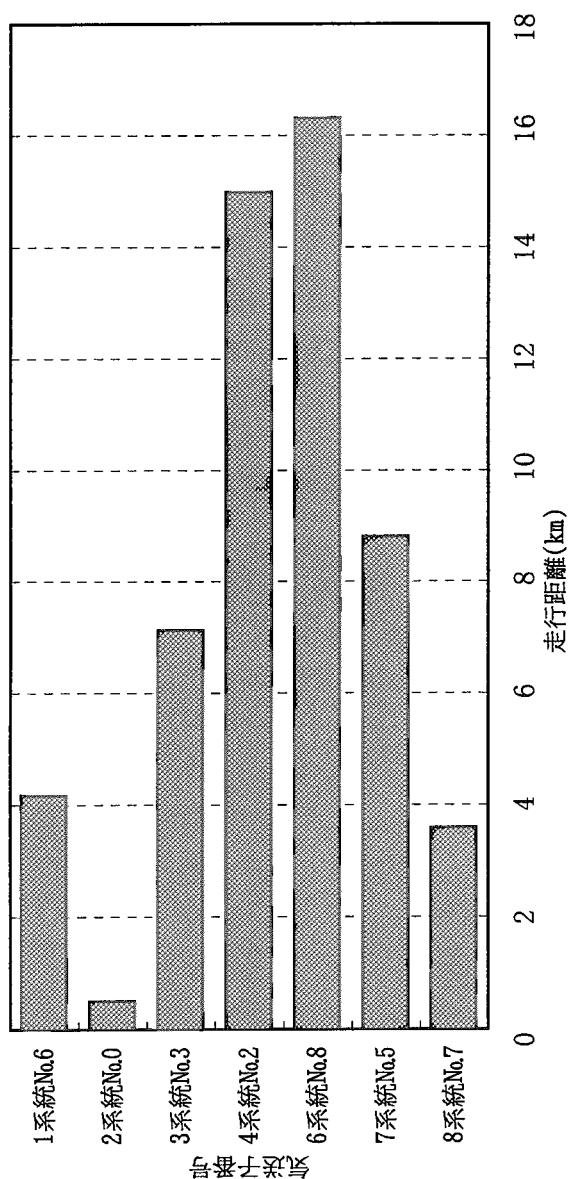


図 6 気送系統毎の気送子走行距離

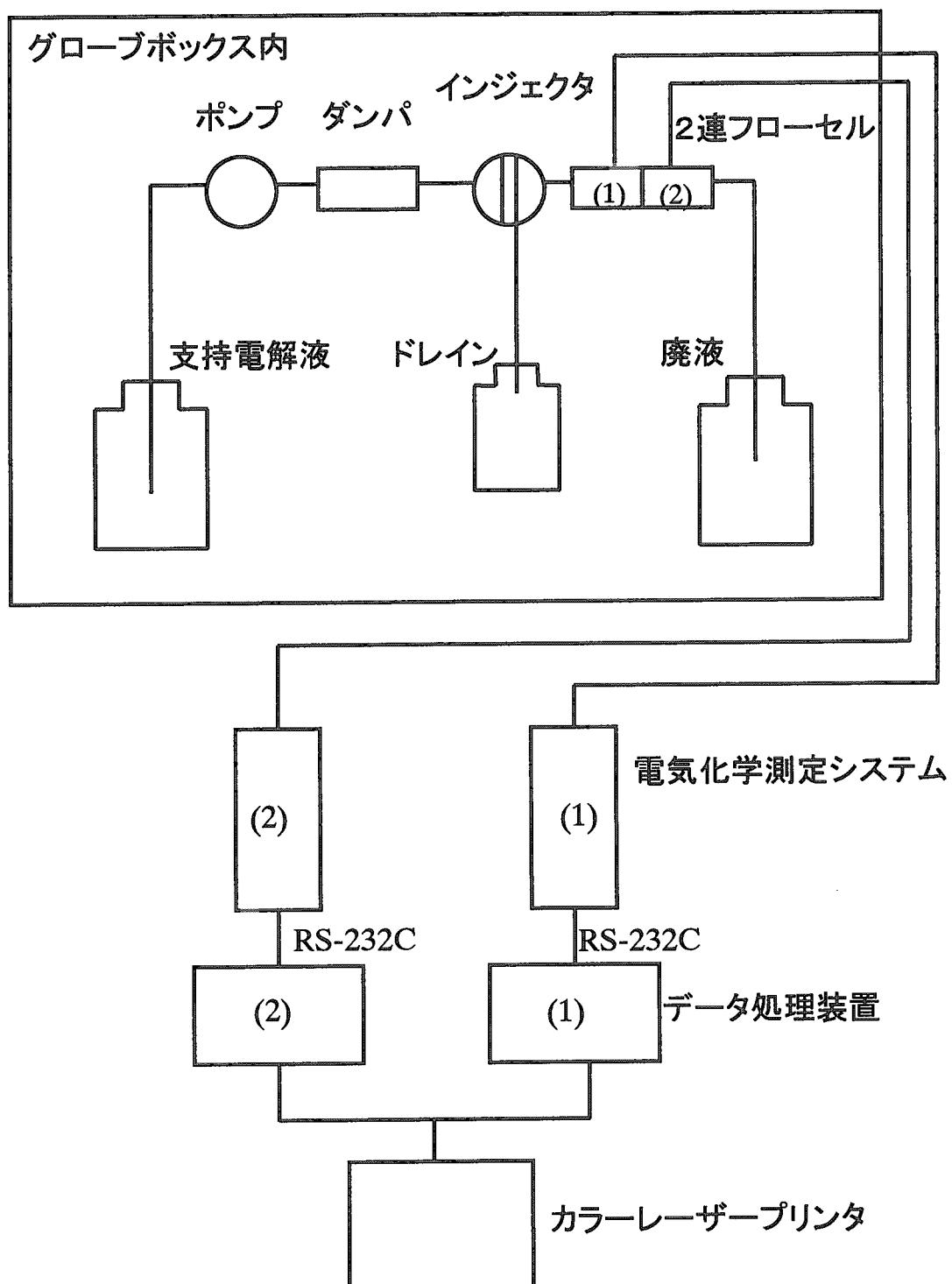




図8(1) フロークロメータ全体

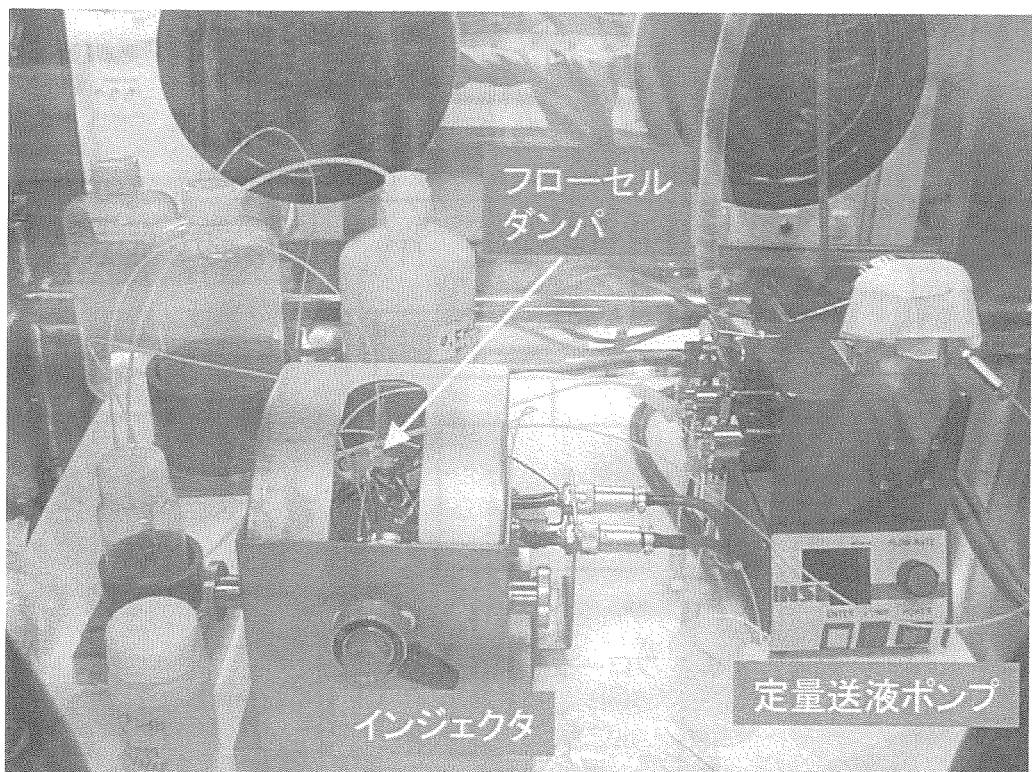


図8(2) グローブボックス内の機器

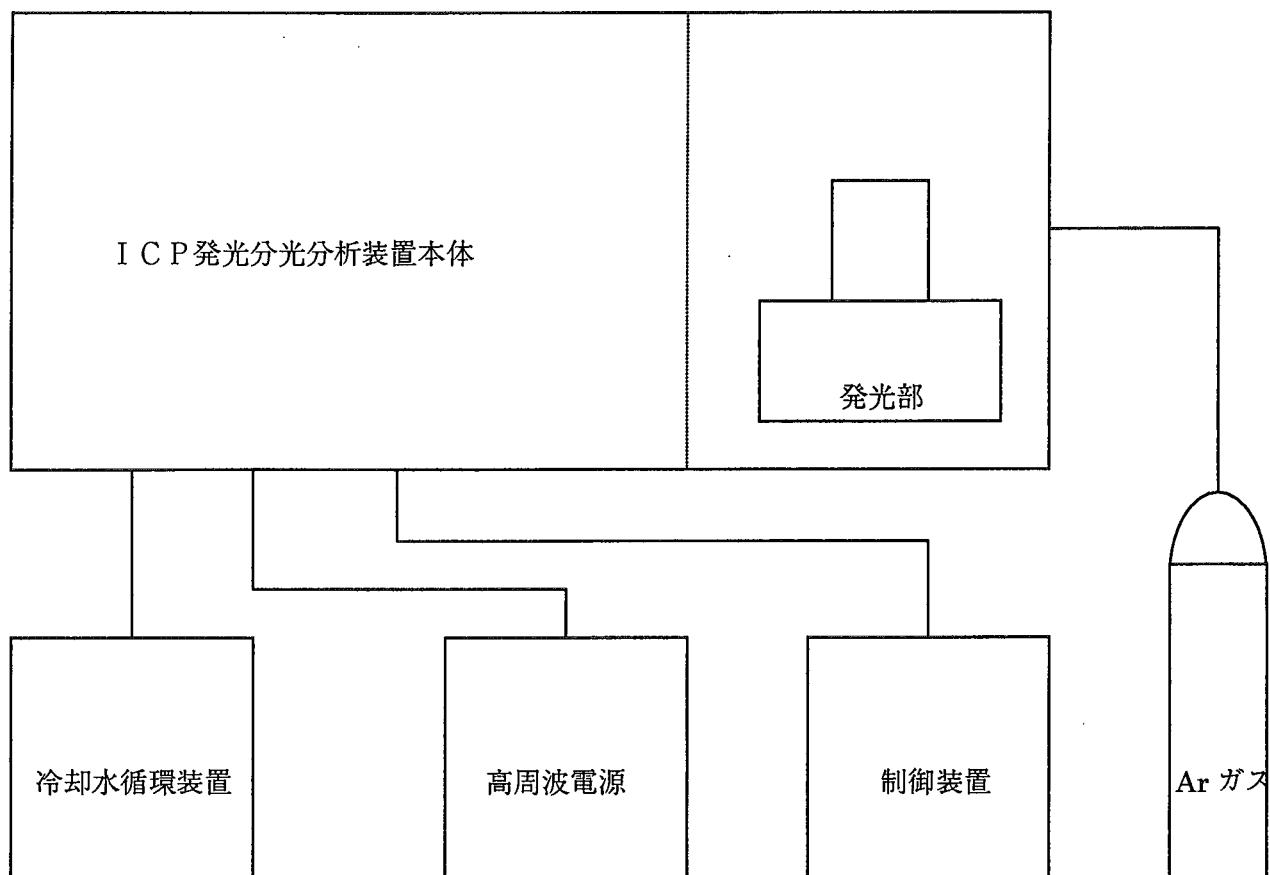


図9 ICP発光分光分析装置構成図

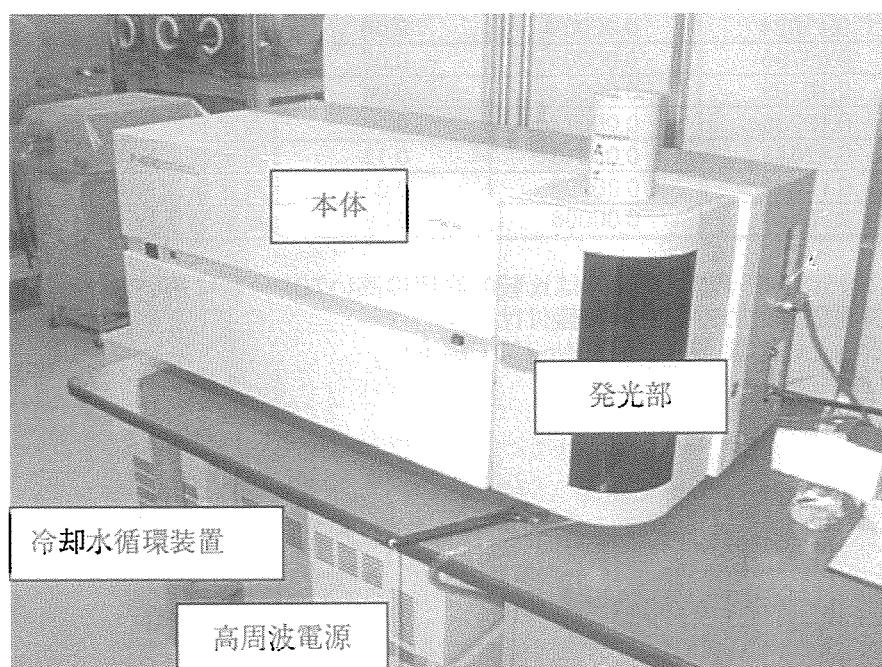


図10 ICP発光分光分析装置全体図

表A1 ニクロム酸カリウム標準溶液の標定結果

調製日	標準ウラン溶液U4による標定結果			備考
	標定値 (N)	標準偏差 σ_{n-1} (N)	変動係数 (%)	
H11.6.4	0.03265	0.00003	0.08	滴定装置No.5用
H11.8.26	0.03268	0.00003	0.09	滴定装置No.5用
H11.10.20	0.03276	0.00001	0.04	滴定装置No.2用(JCO分析用)
H11.11.1	0.03262	0.00002	0.07	滴定装置No.5用
H11.12.10	0.03270	0.00001	0.04	滴定装置No.5用
H12.1.7	0.03269	0.00001	0.04	滴定装置No.5用
H12.2.24	0.03260	0.00003	0.08	滴定装置No.5用

*1 グローブボックスD1の滴定装置(Tit. No.2)で標定

表A2 水酸化ナトリウム標準溶液の標定結果

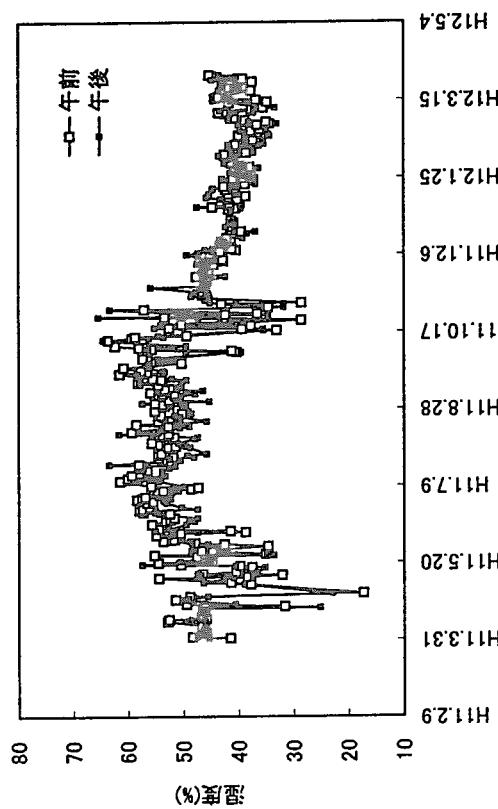
調製日	アミド硫酸による水酸化ナトリウムの標定結果			備考
	標定値 (N)	標準偏差 σ_{n-1} (N)	変動係数 (%)	
H11.4.1	0.11166	0.00009	0.08	滴定装置No.1用
H11.5.17	0.10065	0.00002	0.02	滴定装置No.4用
H11.6.9	0.10805	0.00004	0.04	滴定装置No.1用
H11.7.7	0.10095	0.00012	0.12	滴定装置No.1用
H11.8.25	0.10270	0.00006	0.05	滴定装置No.1用
H11.9.17	0.09438	0.00002	0.03	滴定装置No.1用
H11.10.7	0.09699	0.00004	0.04	滴定装置No.1用(JCO分析用)*1
H11.10.13	0.11110	0.00003	0.03	滴定装置No.2用(JCO分析用)*2
H11.11.4	0.11870	0.00012	0.10	滴定装置No.1用
H11.11.24	0.11024	0.00004	0.04	滴定装置No.4用
H12.1.6	0.09796	0.00005	0.05	滴定装置No.4用
H12.1.7	0.10703	0.00004	0.04	滴定装置No.1用
H12.1.24	0.10736	0.00018	0.17	滴定装置No.1用*3
H12.2.21	0.12046	0.00013	0.11	滴定装置No.1用
H12.3.24	0.11034	0.00006	0.05	滴定装置No.4用
H12.3.30	0.09510	0.00006	0.06	滴定装置No.1用

注:滴定装置No.1は酸分析に、滴定装置No.4は比較的濃度の高いTBP分析に用いている。

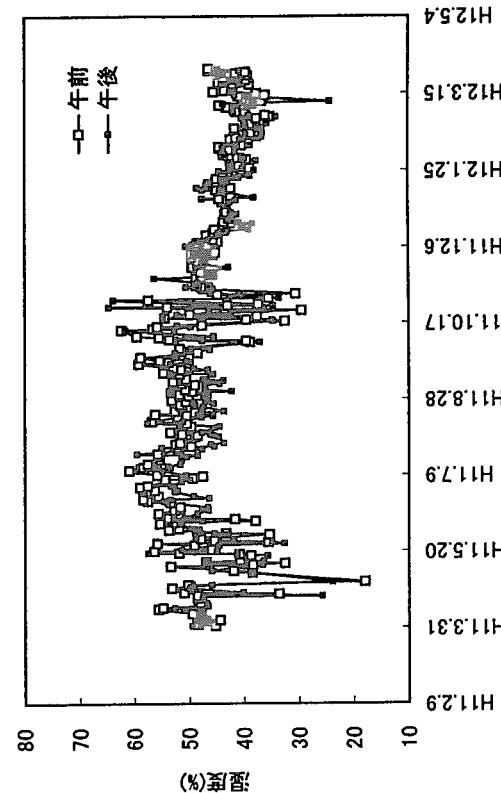
*1 JCO関連の検討実験のため9/17分の再値付け

*2 JCO関連の分析のため調製、値付け(Tit.No.1にて標定)

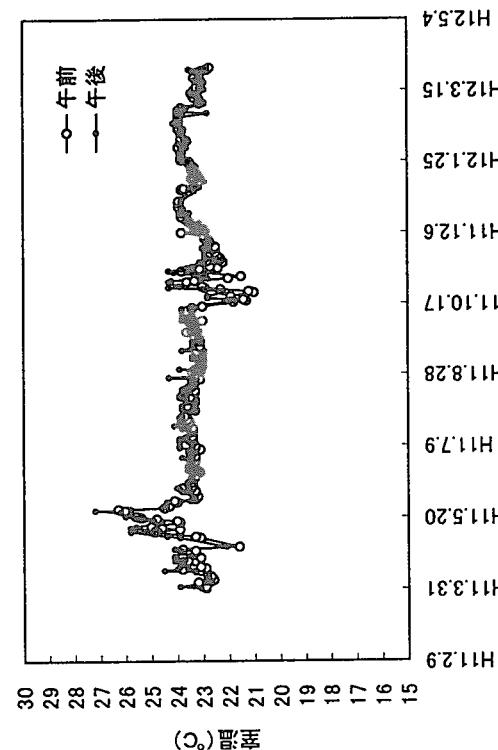
*3 1/7分の再値付け



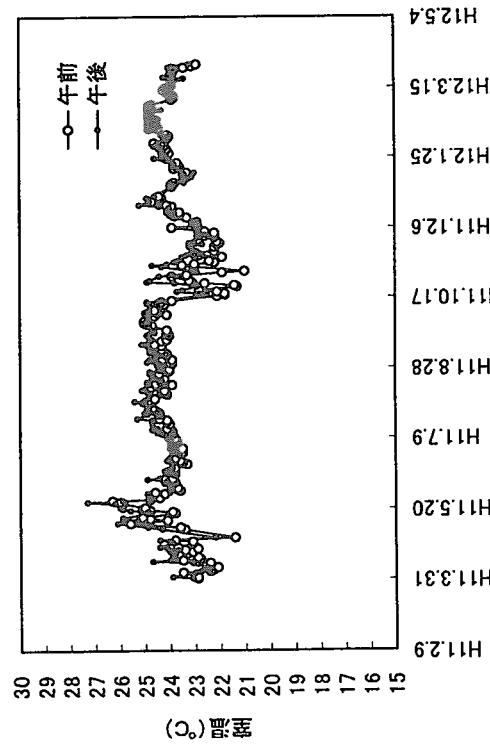
図A1 分析室(I)の湿度



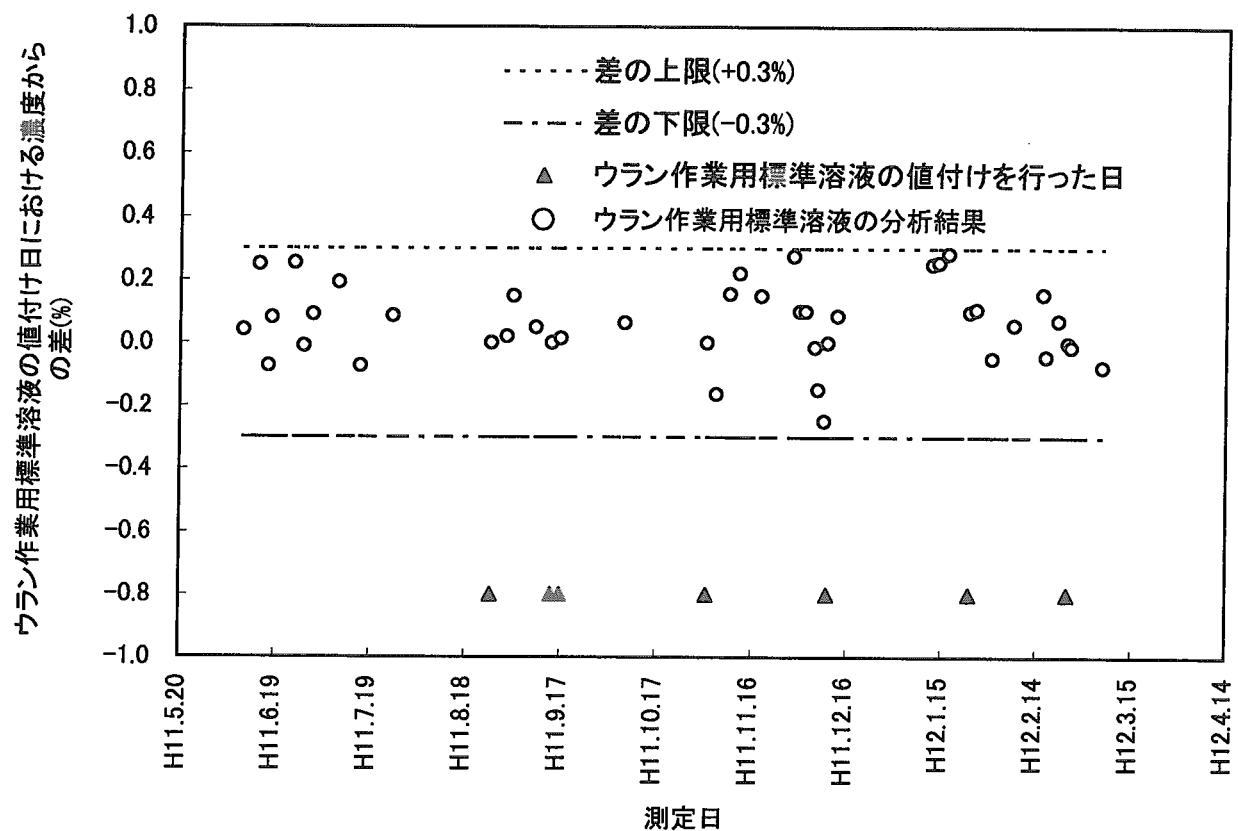
図A1 分析室(II)の湿度



図A1 分析室(I)の室温



図A1 分析室(II)の室温



図A2 ウラン作業用標準溶液の分析結果

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}
力	ニュートン	N	$m \cdot kg/s^2$
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m^2
エネルギー、仕事、熱量	ジユール	J	N·m
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	$cd \cdot sr$
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	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、度量衡局 1985年刊行による。ただし、および1uの値は CODATA の19864値によった。
- 表4には海里、ノット、アール、メールも含まれているが日常の単位などで省略した。
- barは、JISでは流体の圧力を表す場合に限り表2のカテゴリーに分類される。
- EC閣僚理事会指令では bar、bar 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	

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

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

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	0.0980665	1	0.967841	735.559	14.2233
0.101325	0.101325	1.03323	1	760	14.6959
1.33322×10^{-4}	1.33322×10^{-4}	1.35951×10^{-3}	1.31579×10^{-3}	1	1.93368×10^{-3}
6.89476×10^{-3}	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		cal(計量法)	Btu	ft · lbf	eV
		1	2.77778×10^{-7}	0.238889	9.47813×10^{-4}	0.737562	6.24150×10^{18}
9.80665	1	2.72407×10^{-6}	2.34270	9.29487×10^{-3}	7.23301	6.12082×10^{19}	
3.6×10^6	3.67098×10^5	1	8.59999×10^5	3412.13	2.65522×10^6	2.24694×10^{25}	
4.18605	0.426858	1.16279×10^{-6}	1	3.96759×10^{-3}	3.08747	2.61272×10^{19}	
1055.06	107.586	2.93072×10^{-4}	252.042	1	778.172	6.58515×10^{21}	
1.35582	0.138255	3.76616×10^{-7}	0.323890	1.28506×10^{-3}	1	8.46233×10^{18}	
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	

$$1 \text{ cal} = 4.18605 \text{ J (計量)}$$

$$= 4.184 \text{ J (熱化)}$$

$$= 4.1855 \text{ J (15°C)}$$

$$= 4.1868 \text{ J (国際蒸発度率)}$$

$$= 1 \text{ PS (仏馬力)}$$

$$= 75 \text{ kgf} \cdot \text{m/s}$$

$$= 735.499 \text{ W}$$

放射能	Bq	Ci		吸収線量	Gy	rad	照射線量	C/kg	R
		1	2.70270×10^{-11}		1	100		1	100
	3.7×10^{10}	1		0.01	1				

線量当量	Sv	rem	C/kg	R
	0.01	1		

(86年12月26日現在)

