

JAERI-Tech
2001-071



JP0150832



NUCEF分析業務報告書
—平成12年度—

2001年11月

田上 隆広・軍司 一彦・芳賀 孝久・深谷 洋行・園田 曜
坂爪 克則・新妻 泰・宮内 正勝・白橋 浩一・佐藤 猛

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, Tokai-mura, Nakagun,
Ibarakiken 319-1195, Japan.

NUCEF 分析業務報告書

－平成 12 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

田上・隆広・軍司・一彦・芳賀・孝久・深谷・洋行・蘭田・暁

坂爪・克則・新妻・泰・宮内・正勝・白橋・浩一・佐藤・猛

(2001 年 10 月 1 日受理)

燃料サイクル安全工学研究施設(NUCEF)の分析設備においては、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、溶液燃料(硝酸ウラニル溶液)に関する分析を実施している。平成 12 年度は、STACY 及び TRACY における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調製のための分析等を行うとともに、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 12 年度に NUCCEF へ MOX 燃料が搬入され、プルトニウム(Pu)溶液燃料調製に向けた Pu 予備試験が開始されたことに伴い、当該予備試験に係わる分析を行った。

平成 12 年度における総分析試料数は、483 試料であった。

本報告書は、平成 12 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. 2000

Takahiro TANOUE, Kazuhiko GUNJI, Takahisa HAGA, Hiroyuki FUKAYA,
Takashi SONODA, Yoshinori SAKAZUME, Yasushi NIITSUMA,
Masakatsu MIYAUCHI, Koichi SHIRAHASHI and Takeshi SATO

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 October 1, 2001)

Analytical results of uranyl nitrate solution are essential data 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. 2000. In accordance with handling and dissolution of mixed oxide(MOX) powder in the fuel treatment system of NUCEF ,the preliminary tests for dissolution of the MOX powder in nitric acid solution have started since the end of 2000 ,after the MOX powder transfer to the NUCEF. The analytical works were carried out for the preliminary tests.

A total number of analytical samples in FY. 2000 were 483 samples .

This report summarizes the data on analytical works in FY.2000.

Keywords: Analysis, NUCEF, STACY, TRACY, Uranium, Criticality, MOX, Plutonium.

目次

1. まえがき	1
2. 分析	1
2.1 分析の概要	1
2.2 平成 12 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. Pu 予備実験 (MOX 溶解試験) に係わる分析	3
3.1 U・Pu 濃度及び同位体組成の分析	3
3.2 Am 濃度の分析	3
3.3 Pu 原子価の測定 (定性分析)	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	5
4.3 廃棄物の発生量	6
5. 分析設備の整備	6
謝辞	6
参考文献	6
付録 分析管理データ	27

Contents

1. Introduction.....	1
2. Analysis.....	1
2.1 Outline of Analysis.....	1
2.2 Analytical Works in FY. 2000	2
2.3 Analysis on Material Accountancy	2
2.4 Analysis on Regular Inspection of Nuclear Facilities	2
3. Analysis on Plutonium Preliminary Tests (MOX Dissolving Tests).....	3
3.1 Analysis of U,Pu Concentration and Isotopic Composition.....	3
3.2 Analysis of Am.....	3
3.3 Measurement of Pu Valence (Qualitative Analysis)	3
4. Operation, Maintenance and Management of Analytical Laboratory.....	4
4.1 Equipment.....	4
4.2 Regular Inspection of Equipment.....	5
4.3 Formation of Radioactive Waste	6
5. Arrangement of Analytical Apparatus	6
 Acknowledgments.....	6
References	6
Appendix	27

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)において溶液燃料の臨界に関する系統的なデータを取得し、核燃料を取扱う施設の合理的な臨界安全設計・管理に役立てる研究、過渡臨界実験装置(Transient Experiment Critical Facility: TRACY)においては臨界超過時の核熱流体挙動の解析、工程機器による放射性物質の閉じ込め性能評価等に関する研究を行っている。バックエンド研究施設(Back-end Fuel Cycle Key Elements Research Facility: BECKY)においては、分離プロセス、放射性廃棄物及び TRU 化学に関する研究を行っている。

平成 12 年度の分析業務の背景となる各装置等の活動状況を概略する。

STACY では、10wt%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料を用いて、中性子相互干渉効果を明らかにするため、平板型炉心タンク 2 基を用いて、炉心タンク間の距離の違いや、炉心タンク間に配置した中性子吸収材や中性子隔離材の厚さ及びその組み合わせをパラメータとした臨界実験が行われた¹⁾。TRACY では 10wt%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料を用いて、臨界超過時の核熱特性、溶液燃料挙動及び放射性物質放出挙動に関する実験が行われるとともに、臨界時の溶液燃料及び気泡のふるまいがビデオ撮影により観測された²⁾。

また、核燃料調製設備では、STACY において、平成 14 年度実施予定の非均質炉心体系での臨界実験に備え、6wt%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料の溶解・調製が行われた。

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り、このため STACY 及び TRACY の臨界実験前後のウラン溶液性状分析、ウラン溶液燃料調製のための分析等を行うとともに、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、STACY を用いたプルトニウム臨界実験を行うため、核燃料調製設備での硝酸プルトニウム溶液燃料の調製に向けた予備試験が開始された。予備試験は少量の MOX 粉末を用いて粉末の溶解性、ウラン/プルトニウム分離特性等を確認するための試験であり、平成 12 年度は、11 月に MOX 粉末の溶解性の試験が行われ、それに係わる分析を行った。

本報告書は、平成 12 年度に行った分析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、核燃料調製設備を用いて、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12年度の分析実績

平成12年度の試料分析実績を表2に示す。平成12年度の総分析試料数は438試料、分析総数は761件であった。今年度の分析試料は、燃料調製に係わるものが24%、次いでSTACYの臨界実験に係わるものが8%、TRACYの臨界実験に係わるものが7%、本年度実施されたPu予備試験に係わるものが2%を占めている。また、本年度はNUCEF技術第2課で実施された「タンニンゲルの吸着試験」に係わる分析等の、NUCEF関連技術開発に係わる分析(項目の「その他」に分類)が試料数の6割弱を占めている。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37%を占め、次いで、不純物分析が34%、FP分析、トリプチルリン酸(TBP)分析、グロスア分析、同位体組成分析、ジブチルリン酸(DBP)分析の順となっている。また、前述以外の依頼項目(分析項目にて「その他」に分類:pHやPu濃度等)が全体の9%あった。

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。

第1四半期の試料分析実績を表5に示す。分析試料数は263試料、分析総数は382件であった。この中には、「タンニンゲルの吸着試験」に係わる不純物分析191件が含まれている。

第2四半期の試料分析実績を表6に示す。分析試料数は52試料、分析総数は117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。

第3四半期の試料分析実績を表7に示す。分析試料数は54試料、分析総数は123件であった。この中には、NUCEF技術第3課でのMOX溶解予備試験としてのウラン、プルトニウム等の分析が含まれている。

第4四半期の試料分析実績を表8に示す。分析試料数は69試料、分析総数は108件であった。

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12年9月4日～22日に行った。また、同年9月22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:500gU/L以下、濃縮度:10±0.5wt%)を満たしていることを確認した。

3.Pu 予備実験 (MOX 溶解試験) に係わる分析

平成 12 年度から開始された Pu 予備実験 (MOX 溶解試験) に係わる分析を、平成 12 年 11 月 21 日～12 月 6 日にかけて、分析室 (II)、(III)、(IV) にて実施した。

分析項目は、ウラン(U)・プルトニウム(Pu)濃度 (同位体希釈質量分析法、以下、「IDMS」という。) 及び同位体組成、硝酸濃度 (中和滴定法)、不純物 (Fe, Ni, Cr, Ag : ICP 発光分光分析)、アメリシウム(Am)濃度測定 (γ 線スペクトロメータ)、Pu 原子価 (分光光度計 : 定性分析) 等である。分析法及び分析装置の概略を表 9 に、作業実績等を表 10 に、各分析の分析フローを図 3～6 に示す。

各項目の分析は、「NUCEF プルトニウム臨界実験用分析方法の調査・選定」⁴⁾を参考として、基本的には N U C E F 分析マニュアルに基づいて実施されたが、一部の分析項目については、それ以外の手法で実施されたので、概略を以下に示す。

3.1 U・Pu 濃度及び同位体組成の分析

U・Pu の分離はイオン交換分離法により行い、表面電離型質量分析計を用いて同位体組成測定し、また、IDMS を用いて濃度を測定した。

このときの U スパイクには、ウラン濃度が既知の標準ウラン溶液(JAERI-U4 溶液)を用いて IDMS によって値付けをした NBS-U500 溶液を、Pu スパイクには NBS-Pu949c 既知濃度溶液を使用した。

Pu の同位体組成測定で問題となるのは、 ^{238}Pu 測定における ^{238}U の妨害である。このため、 ^{238}U の ^{238}Pu への影響を、イオン交換分離法を複数回行うことで除去出来ることを確認し、その必要回数を決定するために、MOX 溶液試料分析終了後に、その試料残液を用いて検討を行った。検討内容は、MOX 溶液試料を 1～3 回まで分離操作を行い、各回数ごとのプルトニウム同位体組成を測定し、その組成に有意な変動がなくなる回数を確認することとした。その結果、1 回目と 2 回目の $^{238}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 同位体比の相対誤差は -3.3%、2 回目と 3 回目については <-0.01% となった。また、サイクル機構における分析値と 2 回目及び 3 回目の相対誤差については 0.5% であった。これらのデータから、MOX 溶液試料においては 2 回以上の分離操作を行うことで、 ^{238}Pu に対する ^{238}U の影響をほぼ除去できることが確認できた。

3.2 Am 濃度の分析

Am 濃度は、 γ 線スペクトル分析装置にて実施した。グローブボックス内で 20ml ガラスバイアルに試料溶液を分取し、バッグアウトした。試料は汚染防止の為、ビニールバッグを開封せずに、ビニールバックの上から γ 線スペクトロメータで測定を行った。この結果、10%程度の分析精度となった。なお、同時に測定した Np については検出限界以下となった。

臨界試験を行う上では、今回の測定結果より高精度での分析が必要となる。今後、分離分析法、 γ 線スペクトル分析法の精度向上、及び α 線スペクトル分析法の適用等を検討していく必要がある。

3.3 Pu 原子価の測定 (定性分析)

溶解終了の MOX 溶液は、Pu を抽出分離するために還元処理が実施される。この際溶液中の Pu 値数についてのデータが必要となる。このため、溶解終了時、及び還元処理終了後の MOX 溶

解液について、紫外可視分光光度計にてスペクトルデータを測定した。図7に測定結果を示す。スペクトル測定結果から、Puの各価数における特徴的なピーク(Pu⁶⁺:833nm近傍、Pu⁴⁺:476nm近傍)を確認⁵⁾し、還元処理前後のPu価数の変化を定性的に確認した。

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8に示す)。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12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248回、気送子の総走行距離は約50kmであった。月別の運転回数を表11に、気送系統毎の気送子走行記録を図9に示す。なお、平成12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、日常点検、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、年1回の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日常点検、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、年1回の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に維持管理している。

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、メーカーによる点検・調整を行った。

(4) 後処理装置

後処理装置は、分析後の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、日常点検、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、メーカー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-0.2~-0.4kPa、温度に関しては室温にあることを確認している。本年度は計器類のSI単位系への移行のため、マノスターゲージを全て交換した。

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、破損等により交換したグローブは1双もなかった。しかし、本年度はPu予備試験に係わる分析を実施するため、より一層のPu汚染の閉じ込めに対処するために、給排気系のフィルタ類は全て交換した。また、使用頻度の高い分析装置のグローブボックスについてもグローブを全て交換した。

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ーによる点検を行い、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交換している。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、メーカーによるフード電気計装関係の点検を行った。

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 12 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 215 個、不燃物のうち白カートンボックスが 37 個、ペール缶が 10 個、フィルタが 50 個の合計 312 個であった。表 12 に、四半期毎での固体廃棄物発生量の内訳を示す。平成 12 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等の努力により、廃棄物発生量の低減化に努めた。

5. 分析設備の整備

STACY で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 12 年度は、分析室（I）フード内にイオンクロマトグラフを設置した。外観を図 10 に示す。

本イオンクロマトグラフは、送液ユニット、インジェクション部（オートサンプラ付き）、分離カラム及びカラムオーブン、電気伝導度検出器（ノンサプレッサ方式）、制御部及びデータ処理装置（パーソナルコンピュータ）等で構成されており、インジェクション部、分離カラム（カラムオーブン）部、及び測定セル部分がフード内に設置されている。目的成分に応じて、分離カラムや移動相を変更する事により、様々な無機・陰、陽イオンの分析に対応可能である。

現在は、陰イオン測定用に設定されており、亜硝酸イオンやアジ化イオンを始め、各種陰イオンの分析に用いることができるとともに、DBP を始め他の有機酸（TBP、MBP）分析にも使用している。

今後は、硝酸ヒドロキシルアミン及びヒドラジンの定量分析に用いるための検討を行う予定である。

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、後藤基次氏及び塙田学氏に感謝します。

参考文献

- (1) 小野寺清二、「平成 12 年度における STACY の運転記録－2 基の平板型炉心タンクと 10% 濃縮度硝酸ウラニル水溶液を用いた中性子相互干渉体系の実験(その 2)－(受託研究)」JAERI-Tech 2001-057(2001).
- (2) K.Ogawa et al., "Development of Solution Behavior Observation System under Criticality Accident conditions in TRACY", J.Nud.Sci.Technol., 37(12), 1086(2000).
- (3) 宮内正勝、他、「NUCEF 分析設備」、JAERI-Tech 96-007(1996).
- (4) 園部保、「NUCEF プルトニウム臨界実験用分析方法の調査・選定」、JAERI-Tech 99-083(1999).
- (5) 丸善刊「無機化学全書 X VII-2 プルトニウム」(昭和 42 年 9 月 20 日発行)

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 100gU/l	鉄(II)還元ニクロム酸カリウム酸化滴定法	自動電位差滴定装置
	数 mg/l ～数 100mg/l	分光光度法(アルセナノリⅢ染色法)	紫外可視分光光度計
酸濃度	中和滴定法		自動電位差滴定装置
	核分裂生成物		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
	数 10mg/l ～数 1000mg/l	分光光度法(溶媒抽出法)	赤外分光光度計
TBP	数 %～数 10%	酸平衡アールカリ滴定法	自動電位差滴定装置
	DBP		イオンクロマトグラフ
不純物	発光分光分析法		ICP発光分光分析装置
ウラン同位体組成	質量分析法		表面電離型質量分析計
溶液密度	振動式	振動式密度計	

表2 平成12年度の試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							その他	
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	グロスγ	
核燃料調製設備	106	71	55	23	1	17	0	16	27	0
STACY	37	37	37	1	0	5	13	0	0	3
TRACY	30	29	29	0	0	0	29	0	0	3
Pu予備試験	8	8	8	0	0	2	1	1	0	10
その他 *1	257	1	10	24	7	232	7	0	2	52
計	438	146	139	48	8	256	50	17	29	761

*1: その他は、NUCEF内で実施されている、NUCEF関連技術開発に係わる分析等を示す。

** : 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濃度分析
不純物	不純物分析
FP	γ核種分析
同位体	同位体組成分析
グロスγ	総γ放射能測定
その他	上記以外の分析

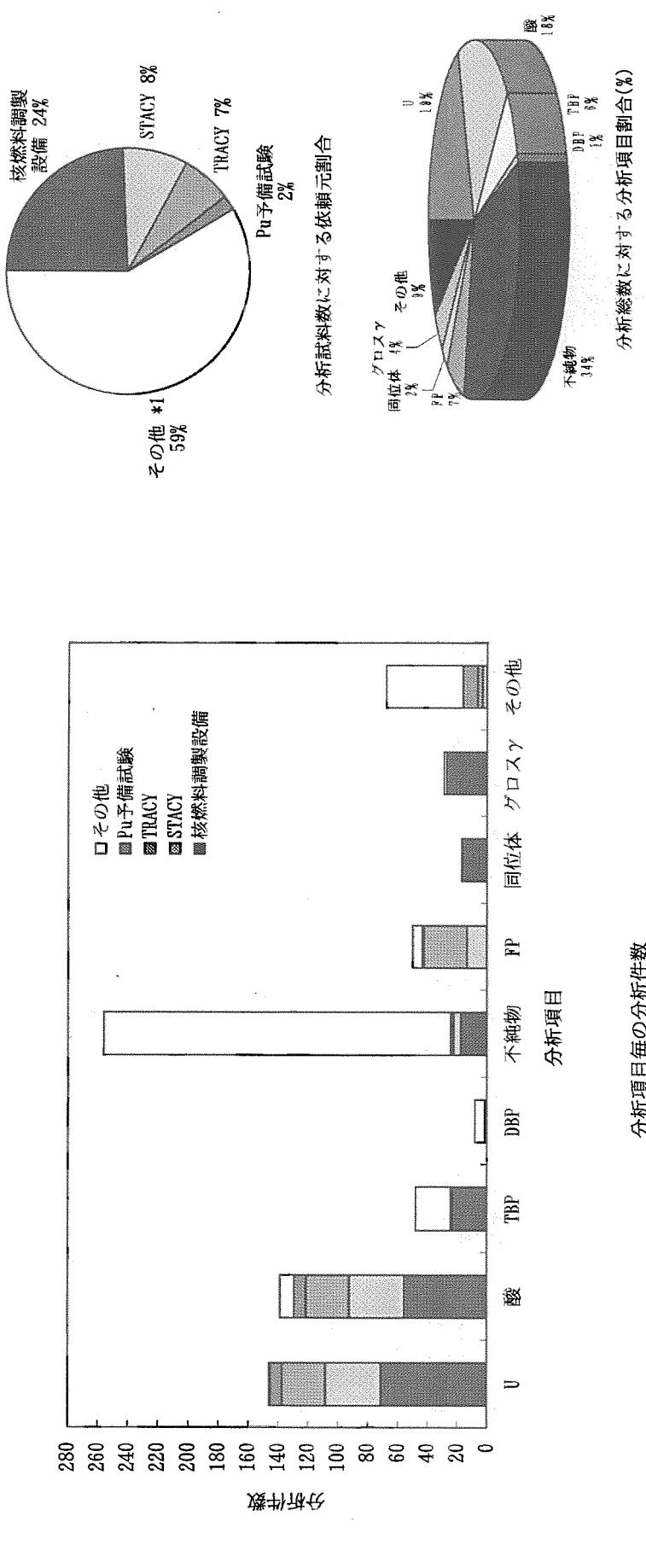


表3 STACY燃料の分析結果

試料番号	測定日	密度 g/cm ³	温度 °C	U濃度 (gU/l)	硝酸濃度 (N)
526～528	4月3日	1.42162	25.00	294.832	0.847
529～530	4月10日	1.42223	24.97	295.164	0.841
531～532	4月14日	1.42273	24.97	296.027	0.845
533	4月21日	1.42382	24.96	296.571	0.846
544	4月27日	1.42437	24.99	296.491	0.863
535～537	5月9日	1.41497	24.99	290.495	0.830
538～539	5月11日	1.41539	24.96	289.704	0.827
540～541	5月15日	1.41507	24.98	289.717	0.822
542～543	5月17日	1.41530	24.97	291.755	0.813
544～545	5月22日	1.41662	24.99	291.647	0.821
546～548	5月29日	1.41715	24.99	292.526	0.819
549～551	6月1日	1.41795	24.98	292.712	0.832
552～554	6月7日	1.41853	24.99	293.121	0.835
555～557	6月13日	1.41934	24.97	294.105	0.835
558～560	6月19日	1.41908	24.99	293.339	0.825
561～562	6月28日	1.42079	25.01	294.842	0.832
563～564	7月4日	1.42136	24.98	294.75	0.834
565～566	7月7日	1.42199	24.98	294.819	0.841
567～569	7月14日	1.42292	25.00	295.448	0.846
570～571	7月18日	1.42333	24.98	295.943	0.845
572～573	7月24日	1.42389	24.95	296.498	0.834
574～575	7月28日	1.42461	24.96	296.567	0.839
576～577	8月3日	1.42525	25.01	297.047	0.850
578～579	8月10日	1.42581	24.99	297.535	0.846
580～581	8月21日	1.42618	25.00	298.059	0.840
582～583	9月8日	1.42897	24.96	299.716	0.861
584～585	10月4日	1.41512	25.00	289.953	0.829
586	10月11日	1.41590	24.99	290.218	0.846
587～588	10月16日	1.41657	24.98	290.839	0.849
589	10月23日	1.41716	24.99	291.264	0.838
590	10月30日	1.41815	24.99	291.663	0.843
591	11月7日	1.41889	24.98	292.076	0.846
592	11月13日	1.41980	24.99	293.225	0.836
593	11月20日	1.42046	24.96	293.459	0.853
594	11月28日	1.42131	25.00	294.057	0.840
595～596	12月1日	1.42196	25.01	294.482	0.831
597～599	3月27日	1.01520	24.99	12.343	0.038

表4 TRACY燃料の分析結果

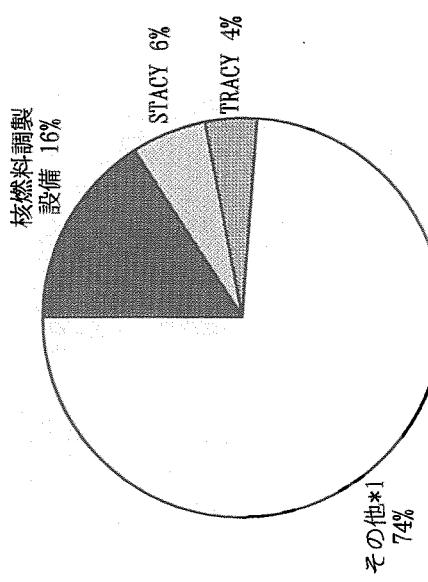
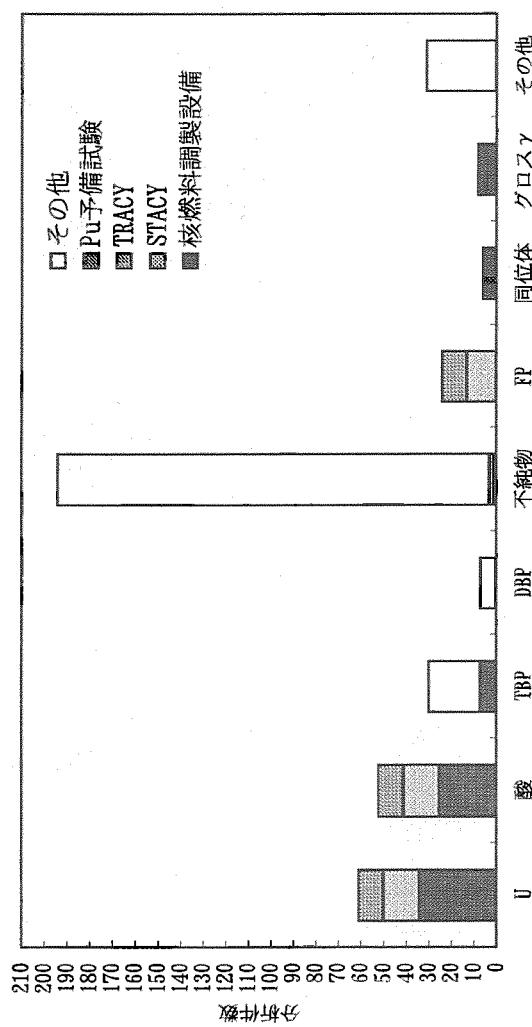
試料番号	測定日	密度 g/cm ³	温度 °C	U濃度 (gU/l)	硝酸濃度 (N)
409～410	4月4日	1.52460	24.98	376.102	0.634
411～412	4月10日	1.52395	24.97	377.889	0.617
413～414	4月17日	1.52435	24.97	377.373	0.625
415～416	4月24日	1.52463	24.98	376.983	0.625
417～419	5月9日	1.52476	24.98	377.449	0.637
420～422	5月17日	1.52532	25.01	378.391	0.622
423～424	5月22日	1.52630	24.97	380.104	0.619
425～426	5月29日	1.52649	24.98	379.409	0.602
427～428	6月12日	1.52672	24.99	379.537	0.602
429～430	6月19日	1.52766	24.96	380.351	0.609
431～432	6月26日	1.52876	24.95	381.215	0.604
433～434	7月4日	1.52901	24.95	379.816	0.612
435～436	7月10日	1.53097	25.00	382.305	0.617
437～438	7月17日	1.53396	25.03	385.128	0.610
439～441	7月21日	1.53445	24.97	384.864	0.609
442～444	7月31日	1.53845	24.98	387.517	0.620
445～446	8月8日	1.53882	24.98	388.162	0.611
446～447	8月21日	1.53841	24.98	387.751	0.605
449～450	8月25日	1.53839	24.98	387.931	0.607
451～452	9月5日	1.53880	24.97	388.182	0.630
453～455	10月5日	1.53897	25.04	388.017	0.616
456～457	10月13日	1.53885	24.99	387.990	0.627
458～459	10月20日	1.53880	25.02	388.038	0.620
460～461	10月30日	1.53878	25.01	388.417	0.600
463～465	11月7日	1.53945	25.01	388.406	0.652
466～467	11月13日	1.54008	25.01	389.468	0.610
468～469	11月28日	1.53962	25.02	388.717	0.612
470～471	12月1日	1.53990	25.00	390.497	0.607
472～474	12月6日	1.03900	25.00	26.522	0.170

表5 平成12年度第1四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							その他
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
核燃料調製設備	42	34	25	7	0	1	0	6	81
STACY	16	16	16	0	0	2	13	0	0
TRACY	11	11	11	0	0	0	11	0	33
Pu予備試験	0	0	0	0	0	0	0	0	0
その他*	194	0	0	23	7	191	0	0	31
計	263	61	52	30	7	194	24	6	252
								31	382

*1：その他は、NUCEF内で実施されている、NUCEF関連技術開発に係わる分析等を示す。

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
グロス		総γ放射能測定
その他		上記以外の分析



分析項目毎の分析件数
試料数に対する依頼元割合

表 6 平成12年度第2四半期試料分析実績

依頼元	分析 試料数	分析件数							分析総数	
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	クロスγ	
核燃料調製設備	33	26	17	7	1	7	0	6	6	0
STACY	10	10	0	0	0	0	0	0	0	70
TRACY	9	9	9	0	0	0	9	0	0	27
Pu予備試験	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
その他 *1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
計	52	45	36	7	1	7	9	6	6	117

*1：その他は、NUCEF内で実施されている、NUCEF関連技術開発に係わる分析等を示す。

**：分析項目略記号	
U	ウラ濃度分析
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
その他	上記以外の分析

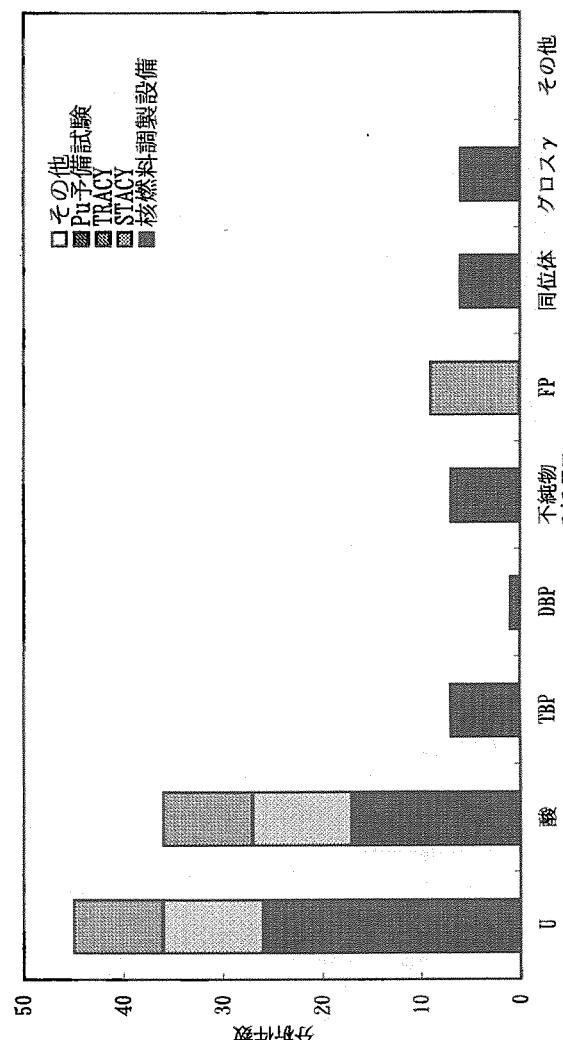
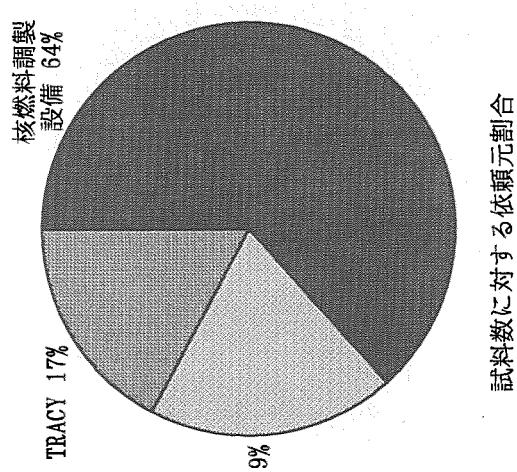


表7 平成11年度第3四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							分析総数	
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	グロスγ	
核燃料調製設備	21	7	9	8	0	6	0	1	6	0
STACY	10	10	0	0	3	0	0	0	0	37
TRACY	9	9	9	0	0	0	9	0	0	23
Pu予備試験	8	8	8	0	0	2	1	1	0	27
その他*	6	0	0	0	0	0	6	0	0	30
計	54	34	36	8	0	11	16	2	6	123

*1：その他は、NUCEF内で実施されている、NUCEF関連技術開発に係わる分析等を示す。

**：分析項目略記号

	U	ガラス濃度分析
硝酸濃度分析	TBP	TBP濃度分析
TBP濃度分析	DBP	DBP濃度測定
DBP濃度測定	FPP	不純物分析
不純物分析	FP	γ核種分析
γ核種分析	同位体	同位体組成分析
同位体組成分析	グロスγ	総γ放射能測定
総γ放射能測定	その他	上記以外の分析

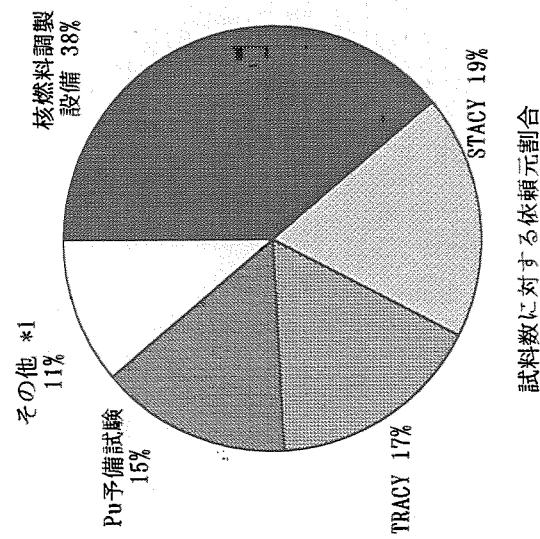
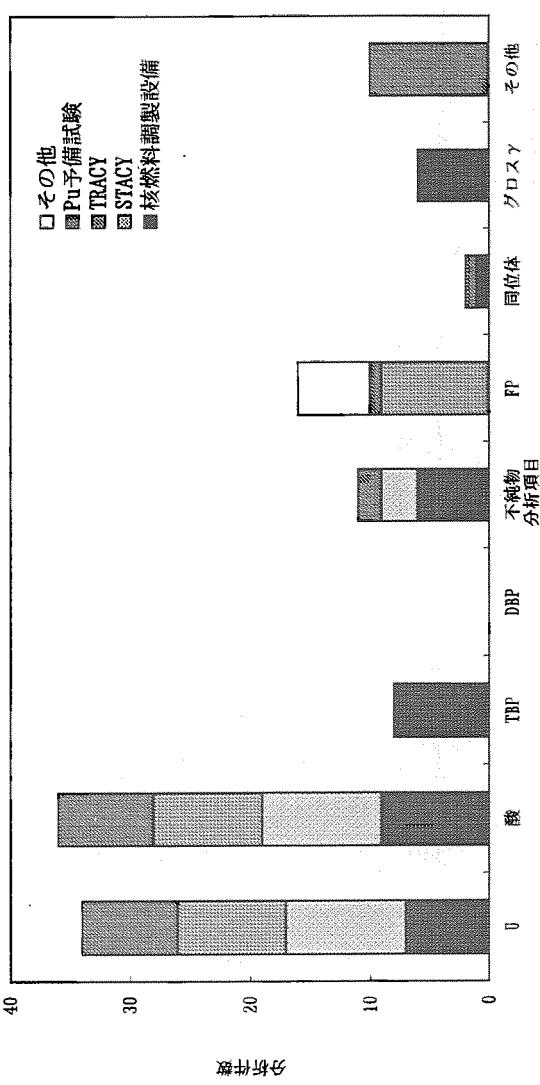


表8 平成11年度第4四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							その他
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
核燃料調製設備	10	4	4	1	0	3	0	3	7
STACY	1	1	1	1	0	0	0	0	0
TRACY	1	0	0	0	0	0	0	0	3
Pu予備試験	0	0	0	0	0	0	0	0	0
その他 *1	57	1	10	1	0	41	1	0	21
計	69	6	15	3	0	44	1	3	77
								9	27
									108

*1: その他は、NUCEF内で実施されている、NUCEF関連技術開発に係わる分析等を示す。

**: 分析項目略記号	U	ウラン濃度分析
硝酸濃度分析		
TBP 濃度分析	TBP	TBP濃度分析
DBP 濃度測定	DBP	DBP濃度測定
不純物 不純物分析		
FP γ核種分析	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		総γ放射能測定
その他 上記以外の分析		

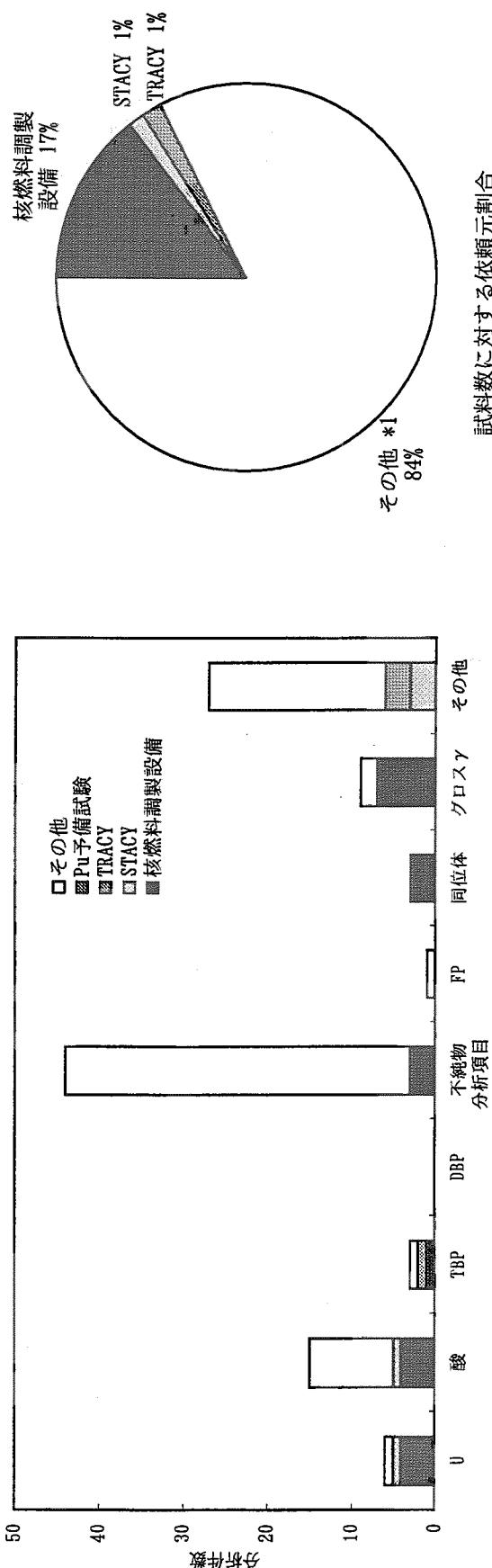


表 9 Pu 予備実験時の分析法及び分析装置

分析項目	分析法	分析装置
U・Pu濃度	同位体希釀質量分析法	表面電離型質量分析計
U・Pu同位体組成	質量分析法	表面電離型質量分析計
酸濃度	中和滴定法	自動電位差滴定装置
核分裂生成物	発光分光分析法	ICP 発光分光分析装置
Am, Np濃度	γ 線スペクトロメトリ	Ge 半導体スペクトロメータ
Pu原子価測定	分光分析法	紫外可視分光光度計

H12.12.5

表10 MOX溶解析試験試料分析予定七案結果

表 1 1 平成 12 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Na.6	7	3	1	1	4	1	0	0	0	0	1	0	18	3.960
実験室 (II)	2系統Na.0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0.168
燃取室 (V) 3	3系統Na.3	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	9	0.918
燃取室 (V) 4	4系統Na.9	6	2	2	4	7	18	0	0	1	0	1	6	47	4.794
TRACY	6系統Na.11	8	10	6	12	6	2	10	7	5	0	1	3	70	19.040
STACY	7系統Na.10	9	14	14	13	6	2	7	6	0	0	1	3	75	18.900
燃取付属室 (VI)	8系統Na.7	0	1	0	3	6	3	14	0	0	0	1	0	28	1.680
月間運転回数		38	30	23	33	29	26	31	13	6	0	7	12	248	49.460

表 1 2 平成 12 年度固体廃棄物発生量

種類		発生量(個)					合計
		第1四半期	第2四半期	第3四半期	第4四半期		
可燃物	赤カートン	67	27	64	57		215
不燃物	白カートン	4	1	21	11		37
	ペール缶	4	1	1	4		10
フィルタ		0	0	39	11		50
合計		75	29	125	83		312

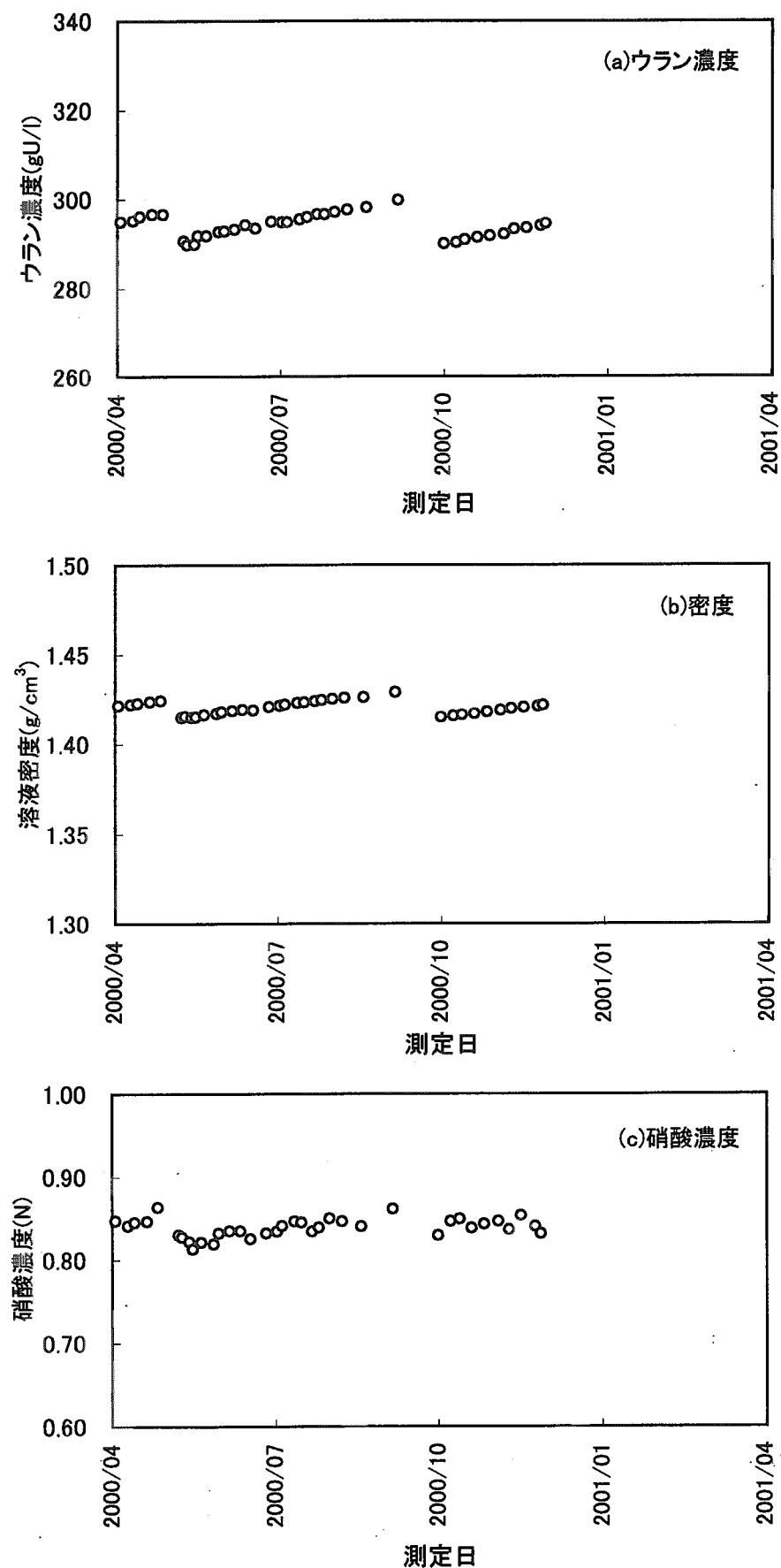


図1 STACY燃料分析結果

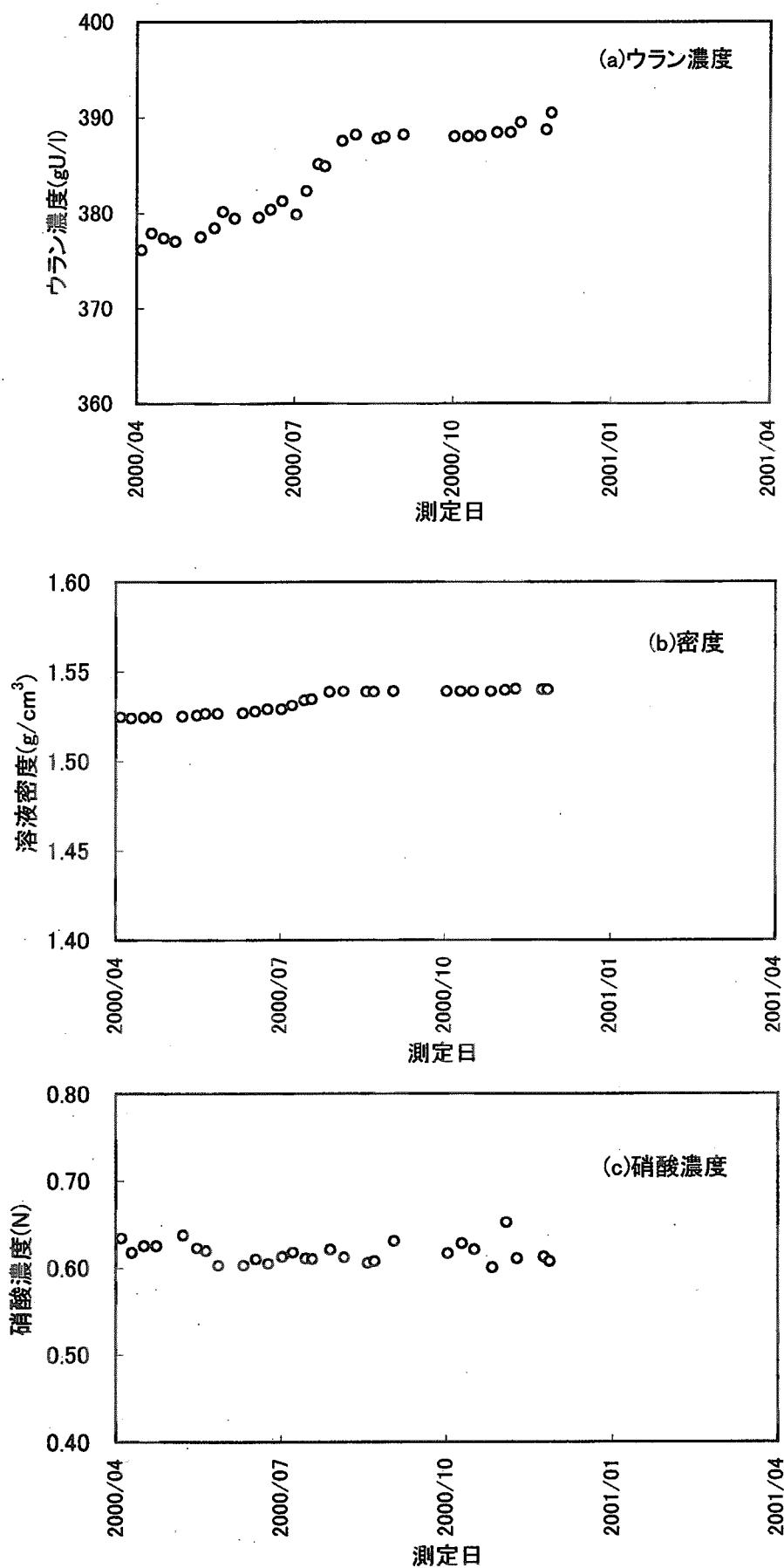


図2 TRACY燃料分析結果

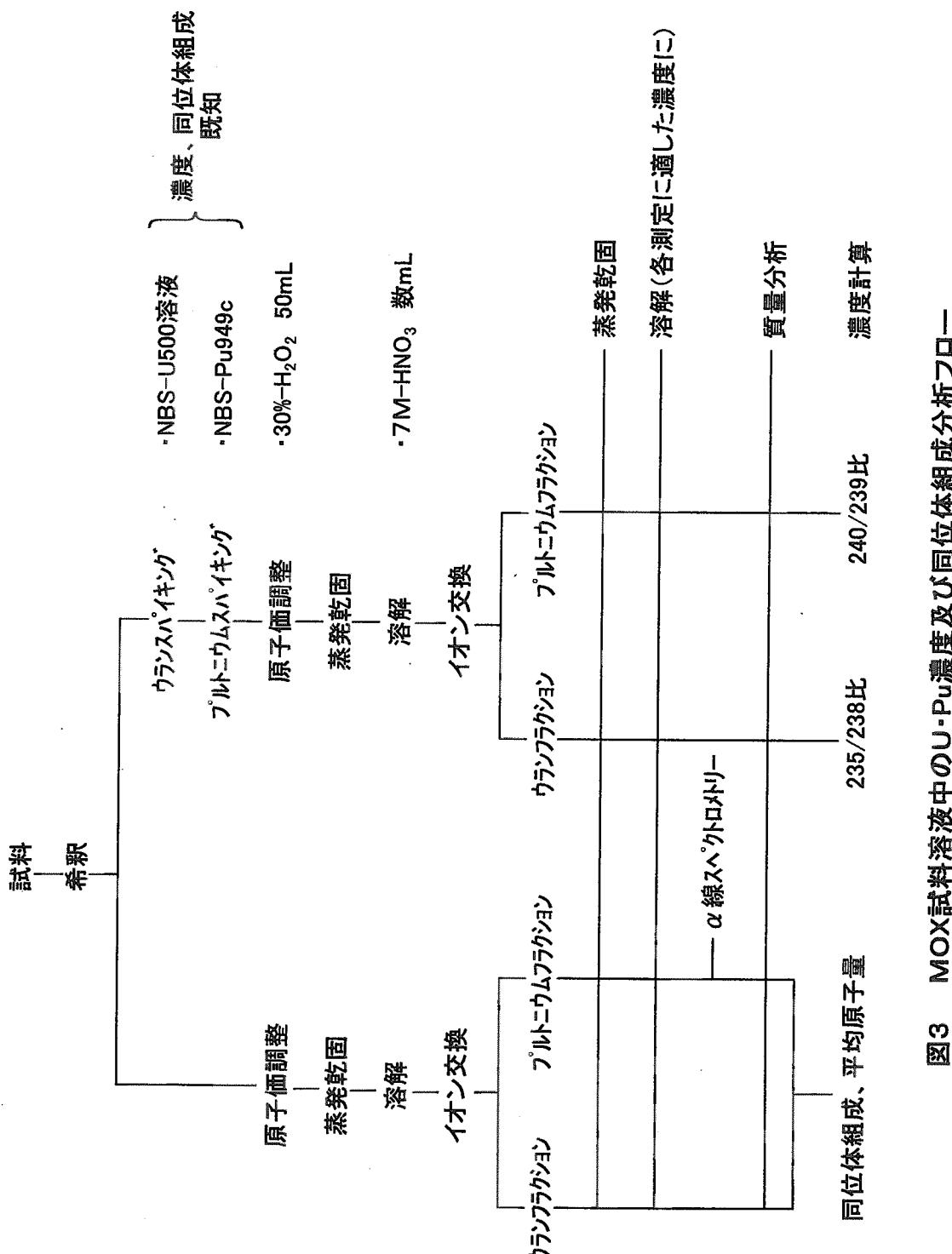


図3 MOX試料溶液中のU-Pu濃度及び同位体組成分析フロー



図4 MOX試料溶液中の遊離酸濃度分析フロー

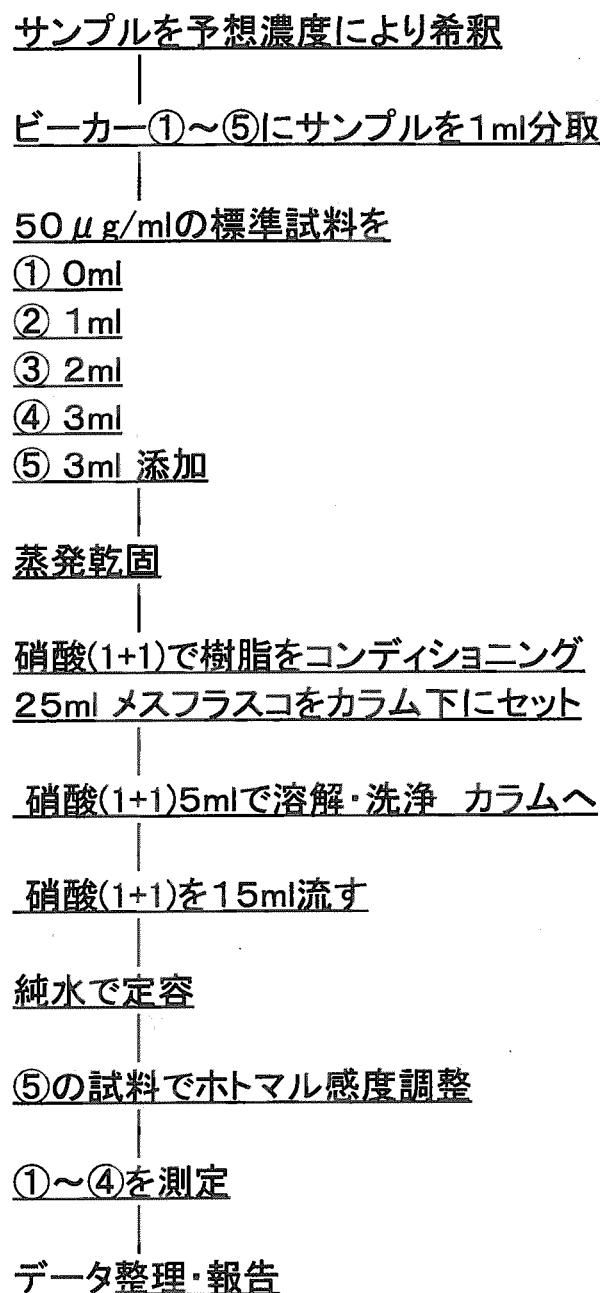


図5 MOX試料溶液中の不純物測定フロー

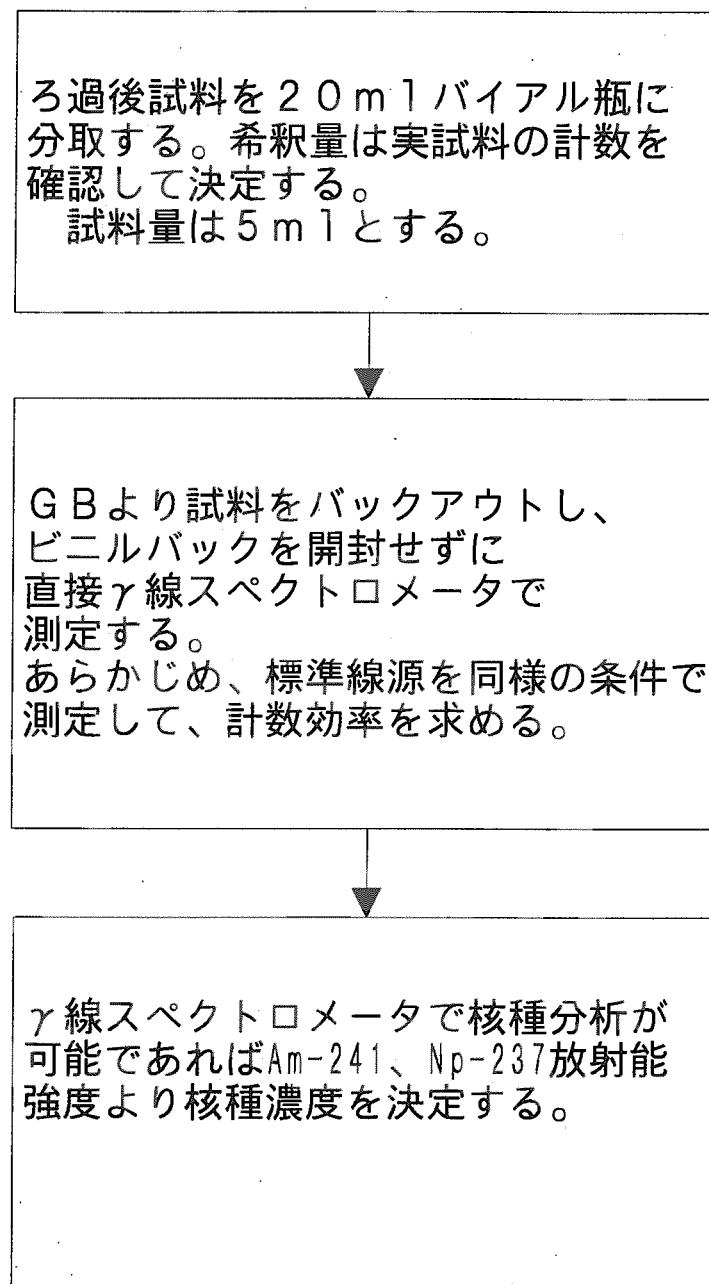


図6 MOX試料溶液中のAm・Np濃度分析フロー

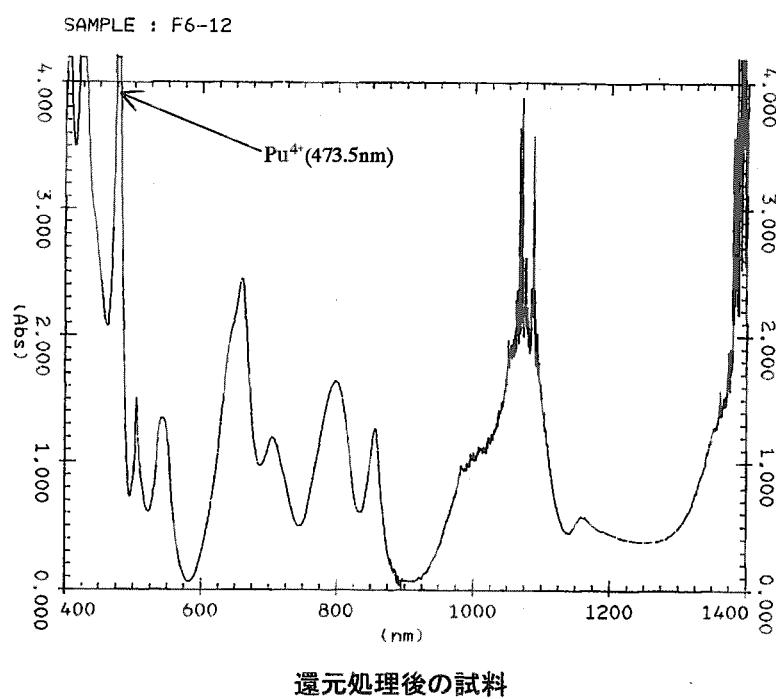
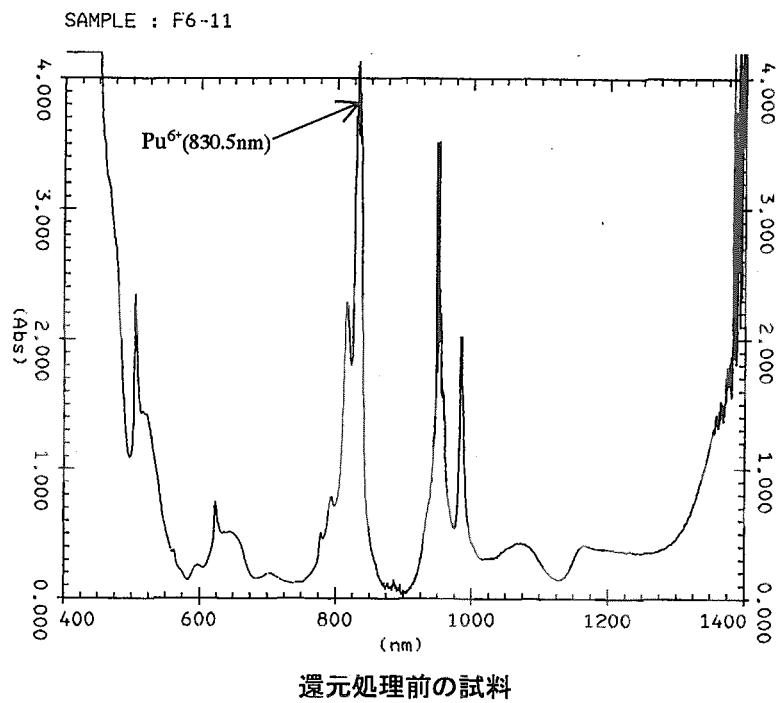


図7 MOX試料溶液の吸光スペクトル

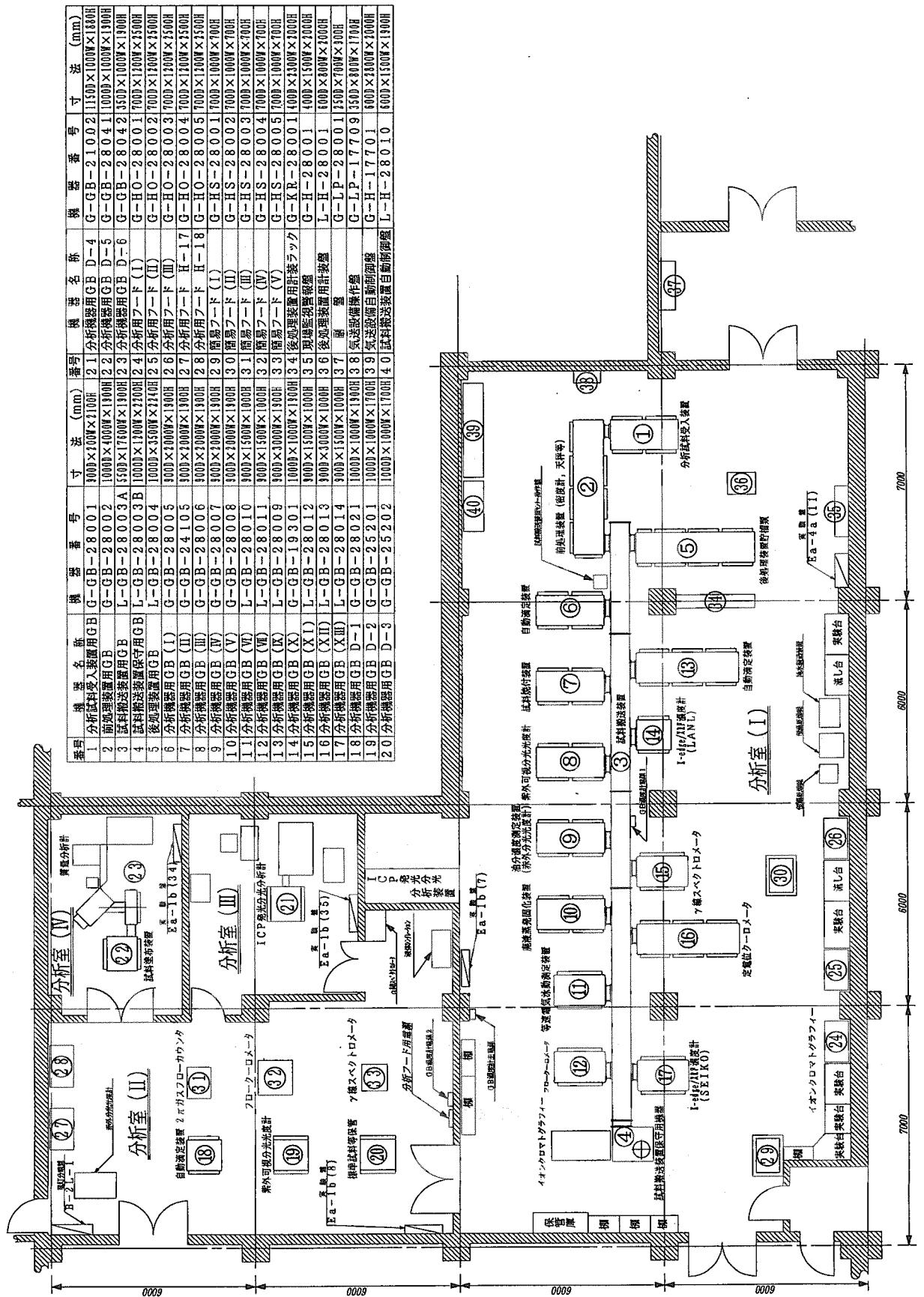


図8 分析機器等配置図

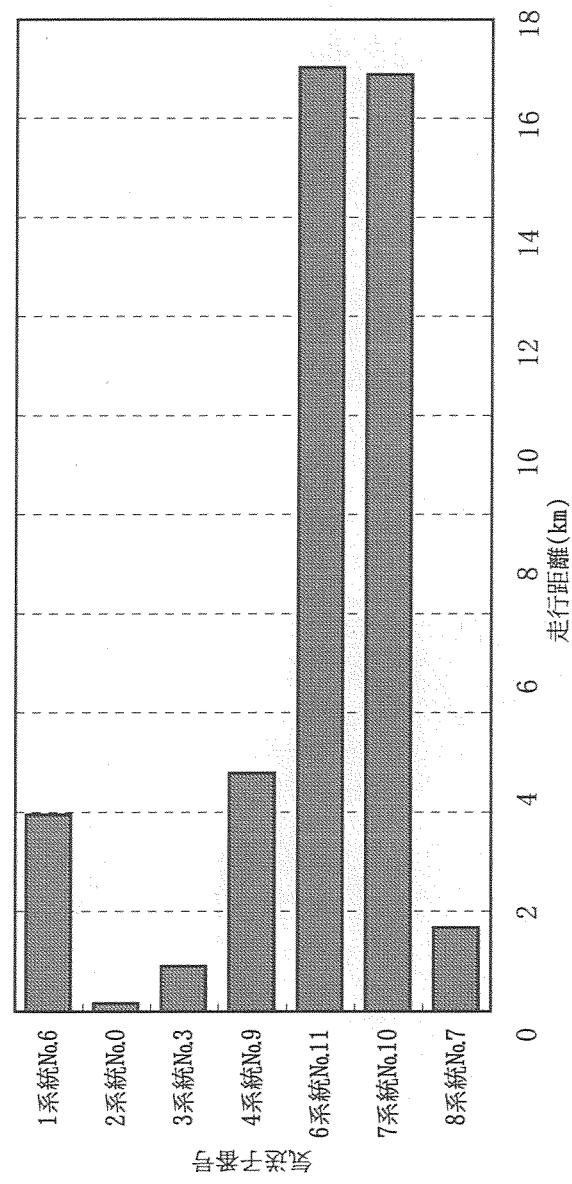
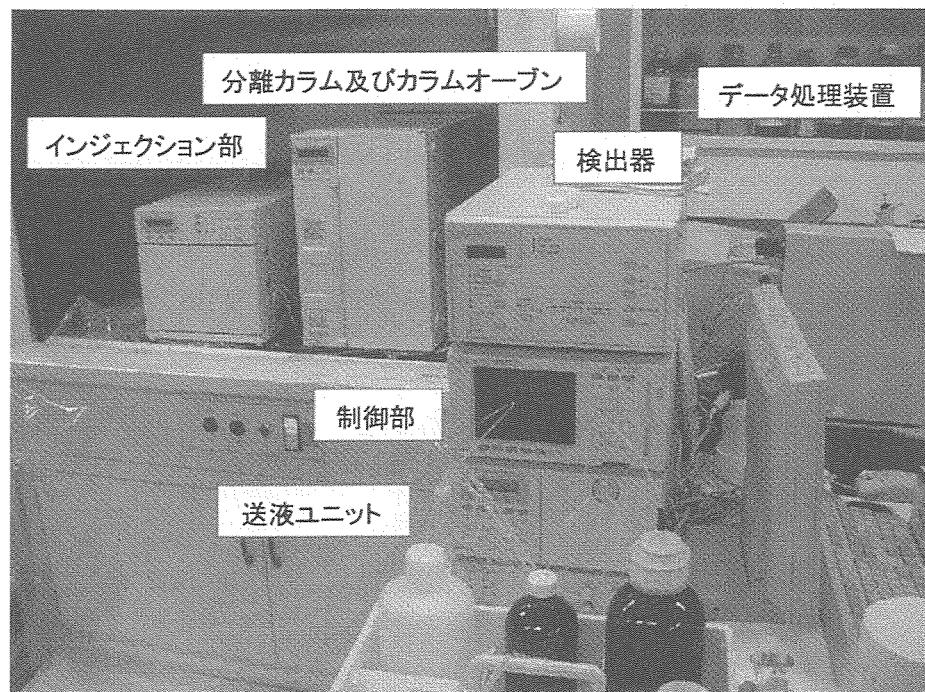


図9 気送系統毎の気送子走行距離



(1) イオンクロマトグラフ全体



(2) フード内設置機器

図10 イオンクロマトグラフ

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45%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。

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)を調製しておく、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A1 ニクロム酸カリウム標準溶液の標定結果

調整日	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 (%)	
H12.5.19	0.03274	0.00002	0.07622	滴定装置No.5用
H12.6.30	0.03268	0.00002	0.04902	滴定装置No.5用
H12.8.8	0.03271	0.00004	0.12221	滴定装置No.5用
H12.10.11	0.03299	0.00002	0.07246	滴定装置No.5用
H11.12.10	0.03270	0.00001	0.04405	滴定装置No.5用
H13.3.2	0.03276	0.00006	0.17318	滴定装置No.5用

表A2 水酸化ナトリウム標準溶液の標定結果

調整日	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 (%)	
H12.4.26	0.10025	0.00002	0.0191	滴定装置No.1用
H12.5.22	0.10058	0.00009	0.0864	滴定装置No.1用*1
H12.5.26	0.10336	0.00003	0.0323	滴定装置No.1用
H12.6.13	0.10370	0.00003	0.0323	滴定装置No.1用*2
H12.7.7	0.10902	0.00009	0.0818	滴定装置No.1用
H12.7.28	0.10937	0.00008	0.0743	滴定装置No.1用*3
H12.8.22	0.10109	0.00007	0.0664	滴定装置No.1用
H12.9.5	0.10154	0.00002	0.0150	滴定装置No.1用*4
H12.10.3	0.11270	0.00007	0.0631	滴定装置No.4用
H12.10.30	0.08662	0.00011	0.1276	滴定装置No.1用
H12.11.20	0.08695	0.00003	0.0331	滴定装置No.1用*5
H12.11.22	0.09796	0.00007	0.0750	滴定装置No.2用*6
H13.1.16	0.10374	0.00005	0.0468	滴定装置No.4用
H13.3.6	0.04494	0.00013	0.2834	滴定装置No.1用
H13.3.8	0.10375	0.00002	0.0183	滴定装置No.1用*7

注:滴定装置No.1は酸濃度分析に、滴定装置No.4は高濃度のTBP分析に使用している

*1: 4/26 の再値付け

*2: 5/26 の再値付け

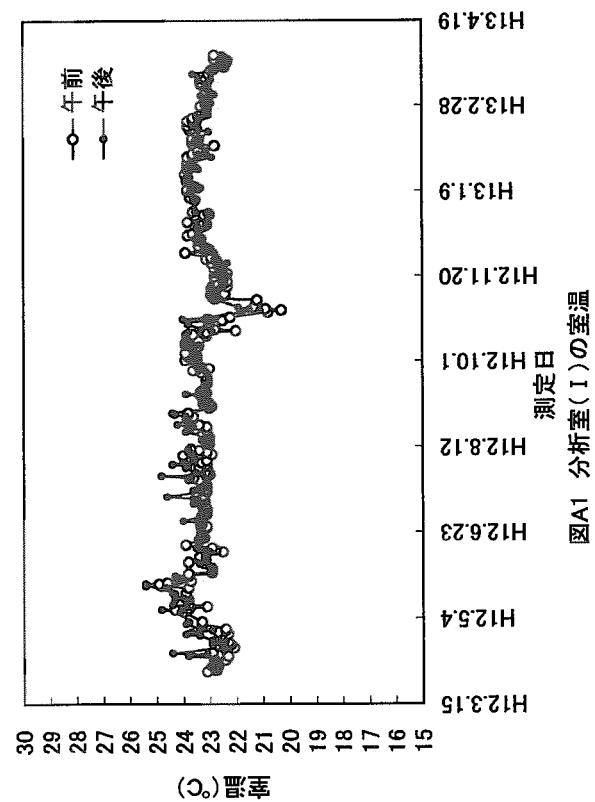
*3: 7/7分の再値付け

*4: 8/22分の再値付け

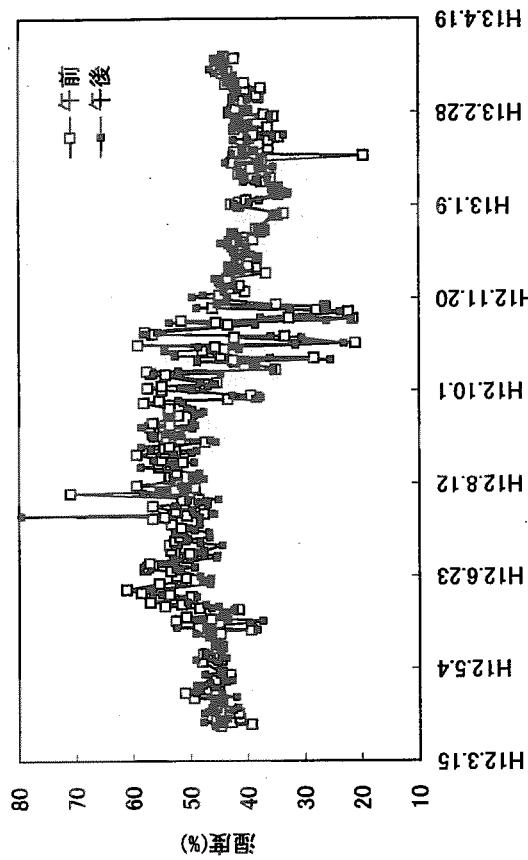
*5: 10/30分の再値付け

*6: MOX溶解試験時における酸濃度分析の為、グローブボックスD1(Tit.No.2)にて標定

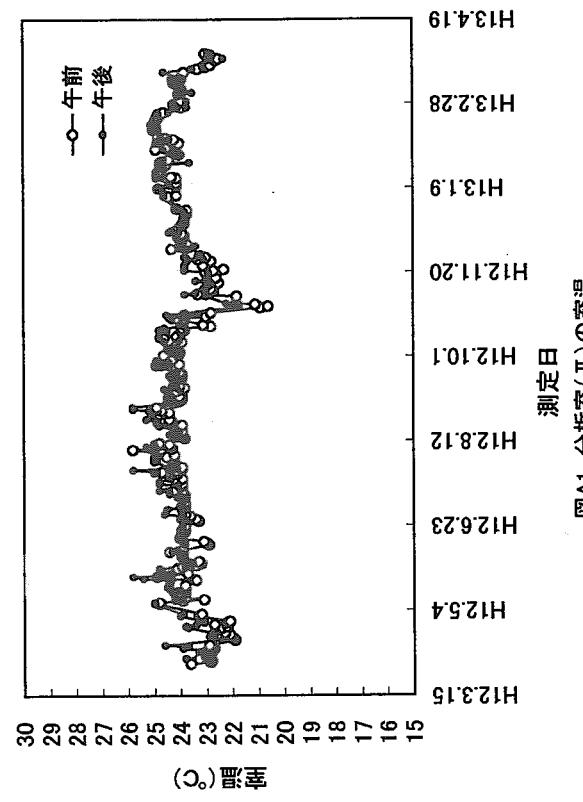
*7: 3/6調製失敗につき再調製



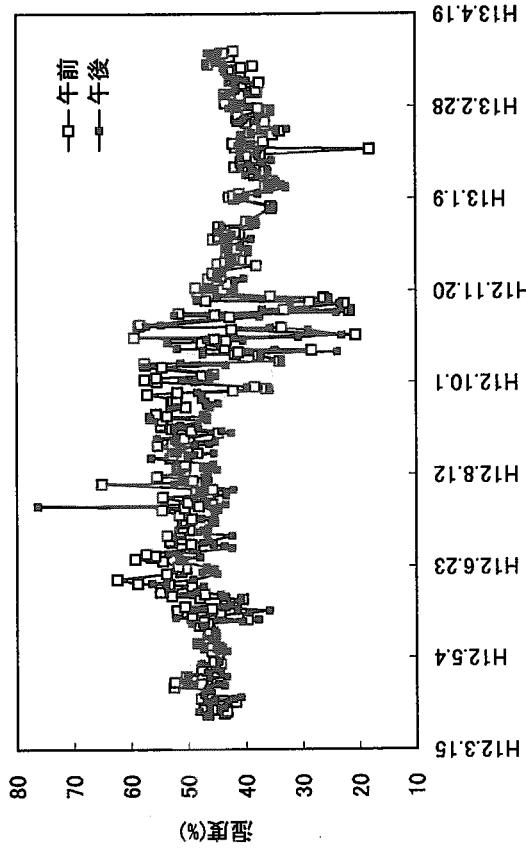
図A1 分析室(I)の室温



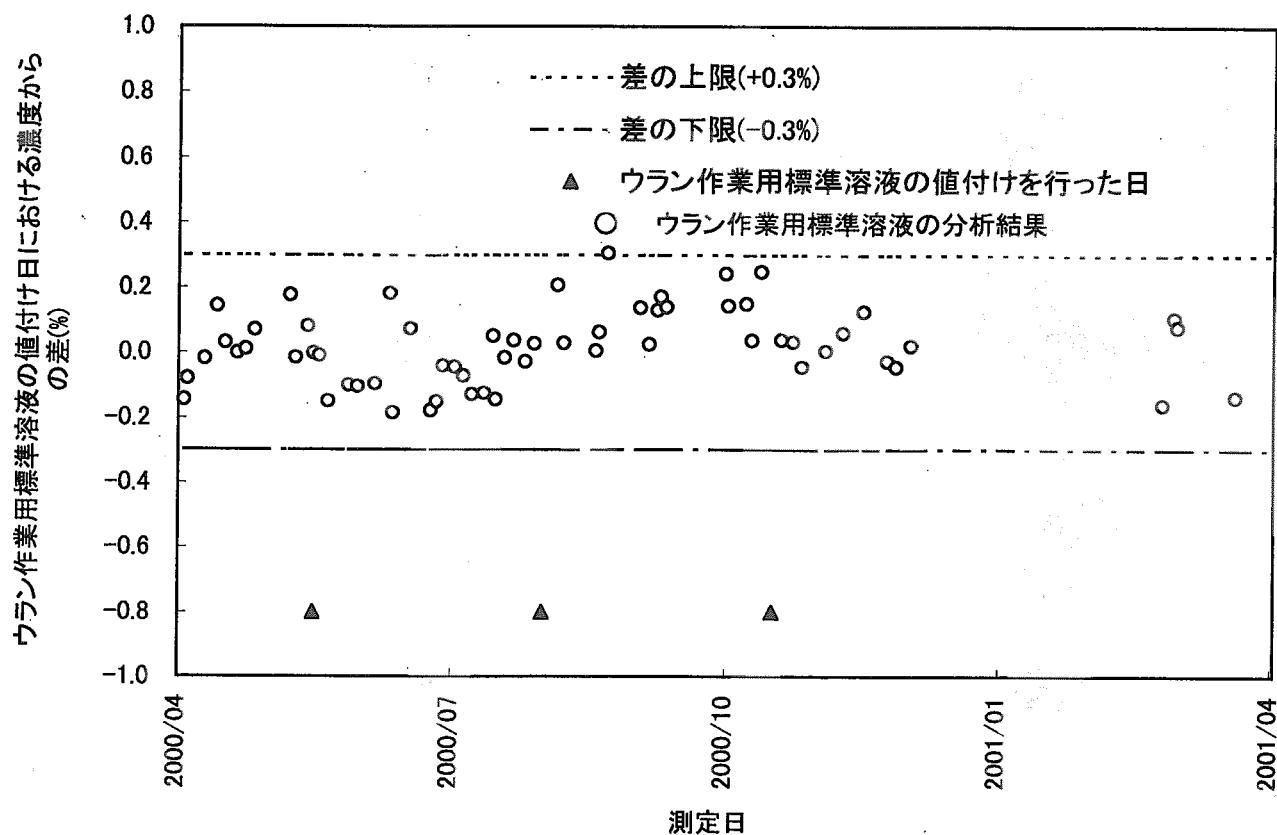
図A1 分析室(I)の湿度



図A1 分析室(II)の室温



図A1 分析室(II)の湿度



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·kg/s ²
圧力、応力	パスカル	Pa	N/m ²
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	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·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、1および1uの値はCODATAの1986年推定によった。
- 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どでこでは省略した。
- 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、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

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

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

圧力	MPa(=10 bar)	kgf/cm ²	atm	mmHg(Torr)	lbf/in ² (psi)
	1	10.1972	9.86923	7.50062 × 10 ³	145.038
力	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	= 4.184 J(熱化学)
	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(国際蒸気圧)
	4.18605	0.426858	1.16279 × 10 ⁻⁶	1	3.96759 × 10 ⁻³	3.08747	2.61272 × 10 ¹⁹	仕事率 1 PS(仏馬力)	
	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	吸収線量	Gy	rad	
	1	2.70270 × 10 ⁻¹¹		1	100	
	3.7 × 10 ¹⁰	1		0.01	1	

照射線量	C/kg	R	線量当量	Sv	rem
	1	3876		1	100
	2.58 × 10 ⁻⁴	1		0.01	1

(86年12月26日現在)

NUCEF分析業務報告書 平成12年度

R100

古紙配合率100%
白色度70%再生紙を使用しています。