

JAERI-Tech
2004-006



JP0450272



NUCEF分析業務報告書
—平成14年度—

2004年 2月

境 裕・軍司 一彦・芳賀 孝久・深谷 洋行・菌田 曜
坂爪 克則・坏 英之・新妻 泰・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, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 2004

編集兼発行 日本原子力研究所

NUCEF 分析業務報告書

－平成 14 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

境 裕・軍司 一彦・芳賀 孝久・深谷 洋行・薗田 晓
坂爪 克則・坪 英之・新妻 泰・白橋 浩一・佐藤 猛

(2004 年 1 月 6 日受理)

燃料サイクル安全工学研究施設（NUCEF）の分析設備では、定常臨界実験装置（STACY）、過渡臨界実験装置（TRACY）及び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 14 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を行うとともに、核燃料物質の計量管理のため計量槽に集めた硝酸ウラニル溶液の分析を行った。また、STACY を用いたプルトニウム臨界実験に備えて、硝酸プルトニウム溶液燃料の調製条件を確認するための予備試験が実施された他、TRU 高温化学試験において使用する予定のアメリシウム（Am）を供給するための Am 抽出分離試験も行われ、当該試験に係わる分析を合わせて行った。

平成 14 年度における総分析試料数は、275 試料であった。

本報告書は、平成 14 年度に実施し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.2002

Yutaka SAKAI,Kazuhiko GUNJI,Takahisa HAGA, Hiroyuki FUKAYA,
Takashi SONODA,Yoshinori SAKAZUME,Hideyuki AKUTSU,
Yasushi NIITSUMA,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 January 6,2004)

Analyses of the uranyl nitrate solution fuel are carried out at the analytical laboratory, NUCEF (the Nuclear Fuel Cycle Engineering Research Facility), which provide essential data for the operations of STACY (the Static Experiment Critical Facility), TRACY (the Transient Experiment Critical Facility) and the fuel treatment system.

In the FY 2002, analyses of the uranyl nitrate solution fuel from STACY/TRACY on its pre- and post-operations, analyses of the uranyl nitrate solution under preparation stage for the fuel and analyses for nuclear material accountancy purpose, have been conducted. In addition, analyses on the preliminary tests to confirm adjustment condition of plutonium solution fuel for its further use at STACY, and analyses on the americium extraction/separation tests to provide americium for the research on high temperature chemistry of TRU, were conducted. A total number of analytical samples in the FY 2002 were 275.

This report summarizes works related to the analyses and management of the analytical laboratory in the FY 2002.

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

目次

1. まえがき	1
2. 分析	1
2.1 分析の概要	1
2.2 平成 14 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
2.5 MOX 溶解及び U/Pu 抽出分離試験に係わる分析	3
2.6 Am 抽出分離試験に係わる分析	3
2.7 HAN (硝酸ヒドロキシルアミン) 分析検討実験	3
2.8 イオンクロマトグラフによる DBP 定量法の検討	3
3. 施設の運転・保守・管理	4
3.1 設備	4
3.2 原子炉施設 (STACY 及び TRACY) の定期検査及び定期自主検査	6
3.3 廃棄物の発生量	6
4. 分析設備の整備	6
謝辞	7
参考文献	7
付録 分析管理データ	22

Contents

1. Introduction	1
2. Analysis	1
2.1 Outline of Analysis	1
2.2 Analytical Works in FY. 2002	2
2.3 Analysis on the Nuclear Material Accountancy	2
2.4 Analysis on the Regular Inspection of Nuclear Facilities	2
2.5 Analysis on the MOX Dissolution and on the U/Pu Extraction Separation Test ..	3
2.6 Analysis on the Am Extraction Separation Test	3
2.7 HAN(Hydroxylamine Nitrate) Analysis Examination Test	3
2.8 Examination in the Quantitative Analysis of DBP(Dibutyl Phosphate) by Ion Chromatograph	3
3. Operation, Maintenance and Management of Analytical Laboratory	4
3.1 Equipment	4
3.2 Regular Inspection of Equipment	6
3.3 Formation of Radioactive Waste	6
4. Arrangement of Analytical Apparatus	6
Acknowledgments	7
References	7
Appendix	22

1. まえがき

燃料サイクル安全工学研究施設（NUCEF ; Nuclear Fuel Cycle Safety Engineering Research Facility）では、定常臨界実験装置（STACY ; Static Experiment Critical Facility）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、核燃料を取り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（TRACY ; Transient Experiment Critical Facility）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こ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（BECKY ; Back-end Fuel Cycle Key Elements Research Facility）においては、分離プロセス、放射性廃棄物及び超ウラン元素（TRU）化学に関する研究を行っている。

平成 14 年度の分析業務の背景となる各装置等の稼働状況の概略を述べる。

STACY では、6wt%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料及び 5wt%濃縮二酸化ウラン棒状燃料を用いて、非均質炉心での臨界実験が行われた。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た。また、燃料調製設備では、STACY 及び TRACY において臨界実験に使用される、10wt%及び 6wt%濃縮硝酸ウラニル溶液燃料の調製が行われた。

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 STACY 及び TRACY の臨界実験前後の硝酸ウラニル溶液性状分析、硝酸ウラニル溶液燃料調製のための分析等を行った。また、国際規制物資としての核燃料物質の計量管理のため、計量槽の硝酸ウラニル溶液の分析及び計量を行った。

また、アルファ化学実験設備において、第 3 回 MOX 溶解予備試験が平成 14 年 6 月に実施され、これに係わる分析を行うとともに、ウラン（U）／プルトニウム（Pu）抽出分離特性等を確認するための試験である第 2 回 U/Pu 抽出分離試験（平成 13 年 11 月実施）に係わる分析も前年度に引き続き実施した。

さらに、BECKY において乾式再処理・酸化物燃料中の TRU 挙動の基礎研究である TRU 高温化学試験の実施が予定されており、その試験に使用するアメリシウム（Am）を供給するため、平成 15 年 1 月に Am 抽出分離試験が行われ、これに係わる分析も行った。

本報告書は、平成 14 年度に実施した分析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

STACY 及び TRACY では、種々のウラン濃度の硝酸ウラニル溶液燃料を用いて臨界実験を行う。臨界実験前の硝酸ウラニル溶液燃料は、燃料調製設備でウラン濃度の濃縮又は希釀を行い臨界実験に必要な濃度に調製後、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、臨界実験後の硝酸ウラニル溶液燃料について、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。

試料の分析法は、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をまとめたものを表 1 に示す。

燃料調製設備においては、平成 12 年度から、入手した MOX 粉末のうちの少量を用いて溶解試験が開始され、平成 13 年度からは、溶解試験に加えて、U/Pu 抽出分離試験が開始された。これら一連の予備試験にともない要求される分析項目を基に、Pu に関する分析法の確認を行った。本年度からは Am の抽出分離試験に係わる分析も行った。

2.2 平成 14 年度の分析実績

平成 14 年度の試料分析実績を表 2 に示す。平成 14 年度の総分析試料数は 275 試料、分析総数は 641 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 73%、次いで STACY の臨界実験に係わるものが 11%、TRACY の臨界実験に係わるものが 7%、本年度実施された MOX 溶解試験に係わるものが 7% を占めている。また、本年度は 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 2% を占めている。分析項目割合別でみると、ウラン濃度分析と硝酸濃度分析（酸分析）で全体の約 6 割を占め、次いでトリプチルリン酸 (TBP) 分析、ジブチルリン酸 (DBP) 分析、FP 分析、不純物元素濃度分析、全 γ 放射能分析、プルトニウム濃度分析、同位体組成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：水素イオン指数 (pH)、硝酸ヒドロキシルアミン (HAN)、ヒドラジン (HDZ) 測定等）が全体の 3% であった。

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。

第 1 四半期の試料分析実績を表 5 に示す。分析試料数は 45 試料、分析総数は 96 件であった。

第 2 四半期の試料分析実績を表 6 に示す。分析試料数は 114 試料、分析総数は 241 件であった。なお、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) のためのウラン濃度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 89 試料、分析総数は 233 件であった。

第 4 四半期の試料分析実績を表 8 に示す。分析試料数は 8 試料、分析総数は 13 件であった。

2.3 國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 14 年 8 月 26 日～9 月 13 日に行った。また、同年 9 月 13 日には、IAEA 及び国による同エリアの実在庫の検認 (PIV ; Physical Inventory Verification) が行われた。このため、計量槽 (ダンプ槽) の硝酸ウラニル溶液燃料の計量、ウラン濃度の分析を行った。

2.4 原子炉施設 (STACY 及び TRACY) の定期検査に係わる分析

STACY 及び TRACY の定期検査に対応するため、硝酸ウラニル溶液燃料の分析（ウラン濃度、ウラン濃縮度）を行い、STACY (ウラン濃度 : 500gU/L 以下、濃縮度 : 6 ± 0.3wt%)、及び TRACY (ウラン濃度 : 500gU/L 以下、濃縮度 : 10 ± 0.5wt%) の判定基準を満たしていることを確認し

た。

2.5 MOX 溶解及び U/Pu 抽出分離試験に係わる分析

ICP 発光分光分析法で行っている、銀及び不純物元素濃度（鉄、ニッケル、クロム等）の測定について、昨年度まではイオン交換法にて U 及び Pu を分離した後に目的元素の発光強度を測定していたが、本年度より廃棄物の減容及び操作の簡略化の観点より溶媒抽出法（30%TBP/n-ドデカン）に変更し測定を行った。

その他分析法には変更はなく、表 1 に示すとおりである。

2.6 Am 抽出分離試験に係わる分析

平成 15 年 1 月 22 日にアルファ化学実験設備にて、Am の抽出分離試験が行われ、当該実験に係わる分析としてネプツニウム（Np）濃度測定を行った。今まででは ^{237}Np の娘核種である ^{233}Pa を十分な時間（半年：およそ 6 半減期）放置し、放射平衡状態となった後に ^{233}Pa （プロトアクチニウム：312.0keV-36%、300.2keV-6.2%）を γ 線スペクトロメータで測定して ^{237}Np 濃度を算出してきた。

今年度は分析時間の迅速化の観点から、 ^{239}Np トレーサーを用いた分析法^{1), 2)}を検討した。

親核種 ^{243}Am から化学分離した ^{239}Np を試料溶液に加え、イオン交換法により、III 価に原子価調整した ^{241}Am と IV 価に調整した Np を分離し、回収した Np 溶液を γ 線スペクトロメータで測定した。 ^{239}Np の測定結果より、イオン交換後の Np の回収率を求め、溶液中の ^{237}Np 濃度を求めることが出来る。分析操作を図 3 に示す。

本法では娘核種 ^{233}Pa を用いた測定方法と比較しても良い一致を示しており、分析法として適用が可能であることを確認した。

今後は試料の状態に応じて ^{233}Pa 法と並行して使用していく予定である。

2.7 HAN (硝酸ヒドロキシルアミン) 分析検討実験

HAN の分析は、U 及び Pu が共存した系での分析例があまりないため、本試験では、HAN に対する共存成分による影響確認試験を実施し、今後の分析への適用性を評価する為に行なった。

本年度は、コールド試験によるオキシン吸光光度法を用いて HAN 分析を行った。手順の概略を以下に示す。

HAN 濃度を段階的になるよう分取しそれぞれに、純水、0.2M-トリスアミノメタン溶液、0.5% 酢酸-オキシン溶液、1.0M-炭酸ナトリウム溶液を加え攪拌のち湯浴上（80°C）で 3 分間加温し、室温で 30 分間放冷して発色させ、波長 700nm における吸光度で紫外可視分光光度計にて測定を行なった。HAN 濃度の適用範囲として 0~20 μg という結果が得られた。分析操作を図 4 に示す。

また、今後は HAN 濃度に対しての共存硝酸の影響を調べ、HAN 溶液に硝酸が含まれた場合の適用範囲を求める予定である。

2.8 イオンクロマトグラフによる DBP 定量法の検討

NUCEF 燃料調製設備精製工程では、30%TBP/n-ドデカンの有機溶媒及び希釀剤を使用している。この有機溶媒は、加水分解や放射線及び酸によって相乗効果的に劣化すると考えられてい

る。有機溶媒の劣化では、DBP や MBP（モノブチルリン酸）等が生成され、これらは燃料調製精製工程での溶媒抽出において除染係数の低下や重金属との錯形成により抽出器の腐食が問題となる。このことから工程管理上、有機溶媒の劣化生成物である DBP の定量が必要である。従来の DBP の定量は、等速電気泳動法や赤外吸収分析法より定量していたが、含有硝酸濃度の影響や、試料使用量の多さや操作の頻繁さ等があるため、イオンクロマトグラフによる簡便な DBP 定量法として試料使用量を 1ml 程度、頻繁な前処理等を必要としない方法の確立に向けて検討を行った。以下に検討内容の概略を述べる。

イオンクロマトグラフによる DBP 定量では、イオン排除にて DBP を分離し、ポストカラムにて緩衝溶液と反応させ溶液の pH を緩衝化させ検出感度を高めた後、電気伝導度検出器により定量する方法を検討した。

コールド試験では、DBP 標準物質を模擬試料とし、濃度 43~426mg/l 範囲で段階的に 4 試料を調製し、それぞれ 4 回繰り返し測定した。その結果、各濃度での変動係数は、1~10%程度であり、100mg/l 以上の濃度であれば、95%以上の回収率を確認した。また、この時の検量線から相関係数 $r=0.9999$ の直線性とレスポンスの標準偏差と検量線の傾きに基づき求めた検出限界は、1.5mg/l、定量下限は 4.5mg/l であった。

しかしホット試験では、実際の試料の大半が有機溶媒試料であることから、DBP の水相側への移行または置換等の前処理が必要であり、前処理方法の検討が必要となった。

この検討事項については今後実施していく予定である。

3. 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、試料搬送装置、後処理装置、グローブボックス及びフードがある（図 5 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。

3.1 設備

(1) 気送設備

気送設備は、STACY、TRACY、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の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 14 年度に気送設備を利用して STACY、TRACY、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 389 回、気送子の総走行距離は約 56km であった。月別の運転回数を表 9 に、気送系統毎の気送子走行記録を図 6 に示す。なお、平成 14 年度は、摩耗等により交換した気送子はなかった。

気送設備については日常点検、週例点検及び月例点検により、設備の性能の維持管理に努めている。また、年 1 回の総合点検も行った。

(2) 試料搬送装置

試料搬送装置は、分析室（I）のグローブボックス（15 台）と接続されている試料搬送用ゲ

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。試料搬送装置は試料を 1 試料ずつしか搬送できないため、搬送回数及び操作時間短縮の観点から改良を必要としていた。今年度作成した試料搬送装置用治具を試料搬送装置に装着することによって、最大 5 試料までを搬送することが可能となり、搬送回数を減らし装置への負担の軽減及び操作時間を短縮することが出来た。

試料搬送装置については日常点検、週例点検及び月例点検により、設備の性能の維持管理に努めている。また、年1回の総合点検も行った。

(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。

後処理装置については、日常点検及び月例点検により、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点検校正を行った。

(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。グローブボックスには主要な分析機器が設置されている。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 $-0.2 \sim -0.4 \text{ kPa}$ 、温度に関しては室温の範囲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ビニルバッグは、日常の分析作業の都度汚染検査を行っているほか、1 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。

定期自主検査では、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 $0.1 \text{ vol\%}/\text{h}$ 以下であること、機器が正常に動作することを確認した。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年 1 回点検校正を行った。

(6)フード

分析室（I）には 3 台、分析室（II）には 2 台の計 5 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、グローブボックスと同様な性能の維持・管理に努めている。約 3 ヶ月に 1 度の割合で、フード前の作業エリアのビニ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ルも交換した。

さらに、1ヶ月に一度全フードについてフードの全面扉を1/2開口した時の風速が、0.5m/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。

3.2 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燃料調製設備の廃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。

3.3 廃棄物の発生量

平成14年度に分析業務で発生した固体廃棄物量（アルファ系固体廃棄物を除く）は、可燃物（赤カートンボックス）が246個、不燃物のうち白カートンボックスが34個、ペール缶が4個、フィルタが2個の合計286個であった。また、グローブボックスからバッグアウトした α 系固体廃棄物量は、可燃物が20袋、ビニルバッグが19袋、金属が3袋、ガラスが3袋、イオン交換樹脂が1袋であった（1袋当たりの容量は約5L）。四半期毎での固体廃棄物発生量の内訳をそれぞれ表10、11に示す。

また、硝酸ウラニル溶液の分析廃液を廃棄物処理場に払出すため、分析廃液の分離・固化処理を行った。この処理は分析廃液を水酸化ナトリウムで中和し、沈殿物と上澄み液に分離するもので、沈殿物はセメントで固化して固体廃棄物として、上澄み液は液体廃棄物として各々を廃棄物処理場へ払出すこととしている。処理作業は平成14年3月に実施し、各廃棄物は平成14年5月に払出した。払出した廃棄物数は固体、液体廃棄物でそれぞれ15体、20Lであった（固体廃棄物1体当たりの容量は3L）。

平成14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。

4. 分析設備の整備

平成14年度の分析設備の整備として、紫外可視分光光度計の更新を行った。

本装置は試料中のU、Pu等の含有量測定に用いるものであり、グローブボックス外に設置される分光光度計から光ファイバを介して、グローブボックス内のセルホルダ部に測定光束を導き、透過光を再び分光光度計に導入することで紫外可視光を測定し定量するものである。

NUCEF分析設備では、同様の紫外可視分光分析装置を1台所有しており、分析管理上測定したデータを共有化できることが望ましい。また、分析精度も同程度を要求されることから、本装置への更新が必要とされていた。

更新した装置を用いて模擬試料の測定を行ったところ、要求される分析精度を満足することができ、実試料においても対応可能であることを確認した。

謝 辞

試料の分析業務及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、西沢英俊氏及び横塚邦弘氏に深く感謝いたします。

また、本レポートの作成に対し査読及び貴重なコメントをいただいた環境科学研究部分析科学研究グループ伊藤光雄氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 河野信昭、渡部和男 “イオン交換分離/ α 線スペクトロメトリーによる回収ウラン中の微量アクチノイドの定量”,JAERI-Reserch98-023
- 2) 小山真一,”照射済 MOX 燃料中の Np、Am 分析技術の確立”,サイクル機構技報 No3. 1999.6 研究報告 45

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	0.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ～数 mg/l	同位体希釈質量分析法 (IDMS) 硫酸アンモニウム添加ーアルカリ中和滴定法
	～数 100mg/l	表面電離型質量分析装置 自動電位差滴定装置
	数 g/l	鉄 (II) 還元－二クロム酸カリウム酸化滴定法
	～数 100g/l	自動電位差滴定装置
プルトニウム濃度	10 μg ～400 $\mu\text{g}/\text{ml}$	ジベンゾイルメタン発色－紫外・可視分光光度法
	0.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ～10 μg	表面電離型質量分析法 (IDMS)
	～400 $\mu\text{g}/\text{ml}$	紫外可視分光光度計
酸濃度	不純物元素濃度	Ce (IV) 添加－紫外・可視分光光度法
	核分裂生成物	γ 線スペクトロメトリ
TBP	数 10mg/l ～数 1000mg/l	ICP 発光分光分析法
	数 %～数 10%	中和滴定法
DBP		γ 線スペクトロメトリ
全 γ		分光光度法 (溶媒抽出法)
同位体組成		酸平衡－アルカリ滴定法
		イオンクロマトグラフ
		全 γ 分析法
		Nal(Tl)シンチレーション計数装置
		表面電離型質量分析装置

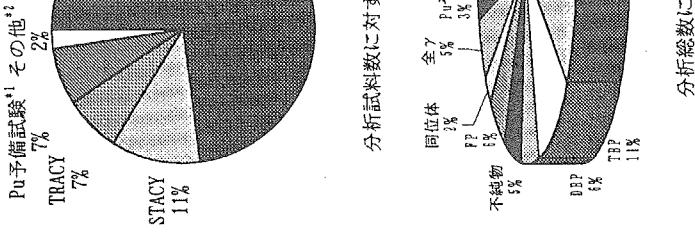
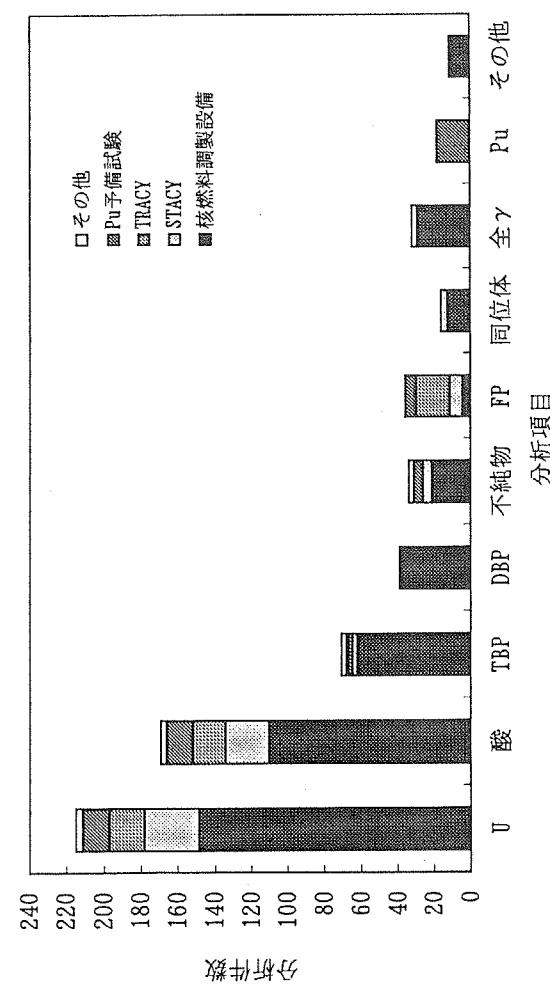
表2 平成14年度の試料分析実績

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	
燃料調製設備	201	148	110	62	39	21	4	12	29
STACY	30	30	24	3	0	5	7	4	0
TRACY	19	19	18	2	0	0	19	0	0
Pu予備試験 ^{*1}	19	14	14	1	0	5	6	0	0
その他 ^{*2}	6	4	3	3	0	3	0	3	0
計	275	215	169	71	39	34	36	16	32
								18	11
								641	

*1 : Pu予備試験(溶解・抽出特性試験)は14年度全般にわたって分析を行つたため、四半期ごとの分析件数にはカウントしていない。

*2 : 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	不純物元素分析
FP	γ核種分析
同位体	同位体組成分析
全γ	全γ放射能測定
その他	上記以外の分析



分析項目に対する分析項目割合(%)

Pu予備試験^{*1} その他^{*2}その他^{*2}

TRACY

STACY

燃料調製設備

表3 STACY燃料の分析結果(ダンプ槽ⅠA)

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)
656～657	6月10日	24.40	1.56016	362.2	2.5
658～659	6月17日	24.50	1.56059	362.6	2.5
660～	6月26日	23.80	1.56330	364.7	2.5
661～662	6月28日	23.90	1.56445	365.0	2.6
663～664	7月10日	24.10	1.56740	367.9	2.6
665～667	7月12日	24.20	1.56847	367.2	2.6
668	7月15日	24.10	1.56908	368.2	2.6
669	7月16日	24.30	1.45756	283.5	2.5
670～671	7月23日	24.10	1.46056	285.4	2.5
672	7月29日	24.30	1.46249	286.5	2.5
673	7月30日	24.10	1.36662	213.6	2.5
674	7月30日	24.10	1.36712	213.5	2.5
675	8月6日	24.30	1.36987	215.5	2.5
676～677	8月9日	24.10	1.37135	216.7	2.6
678～679	8月19日	24.10	1.37292	217.0	2.6
680	8月26日	24.30	1.37447	218.3	2.6
681～682	8月27日	24.30	1.28379	150.4	2.6
683～684	8月27日	24.30	1.45430	279.0	2.6
685	10月1日	24.90	1.28785	152.9	2.6
686	9月24日	24.90	1.28875	153.9	2.6
687～688	9月30日	24.80	1.29126	155.3	2.6
689	10月11日	23.60	1.29302	156.7	2.6
690	10月21日	23.80	1.29574	158.0	2.6
691～692	10月22日	23.30	1.21691	101.3	2.5
693	10月28日	21.20	1.21872	103.0	2.6
694	10月29日	20.30	1.14874	50.7	2.5
695～696	11月1日	20.80	1.15008	51.5	2.5
697～698	11月8日	23.00	-1.15071	51.8	2.5

表4 TRACY燃料の分析結果(ダンプ槽ⅢA)

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)
531～532	5月9日	23.80	1.55114	397.5	0.6
533～534	5月10日	23.10	1.54911	394.7	0.6
535～536	5月20日	22.80	1.54943	395.7	0.6
537～538	6月10日	24.40	1.54909	395.5	0.6
539～540	6月17日	24.50	1.54931	395.3	0.6
541～542	6月24日	24.00	1.54947	396.0	0.6
543～544	7月9日	24.10	1.54989	395.9	0.6
545～546	7月23日	24.10	1.54982	396.2	0.6
548～549	7月29日	24.30	1.55188	396.6	0.6
550～551	8月2日	24.30	1.55191	397.2	0.6
552～553	8月9日	24.10	1.55263	397.4	0.6
554～555	8月19日	24.10	1.55292	397.2	0.6
556～557	8月26日	24.30	1.55633	400.1	0.6
558～559	10月1日	24.90	1.55637	402.0	0.6
560～561	10月8日	24.70	1.55680	401.4	0.6
562～563	10月22日	23.30	1.55737	402.7	0.6
564～565	10月31日	22.70	1.56189	405.2	0.6
566～567	11月7日	23.00	1.56227	404.2	0.6

表5 平成14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							その他
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
燃料調製設備	35	30	20	13	0	0	1	0	4
STACY	4	4	1	0	0	1	2	1	0
TRACY	5	5	5	0	0	0	5	0	0
その他*	1	1	1	1	0	0	0	1	0
計	45	40	27	14	0	1	8	1	96

*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。

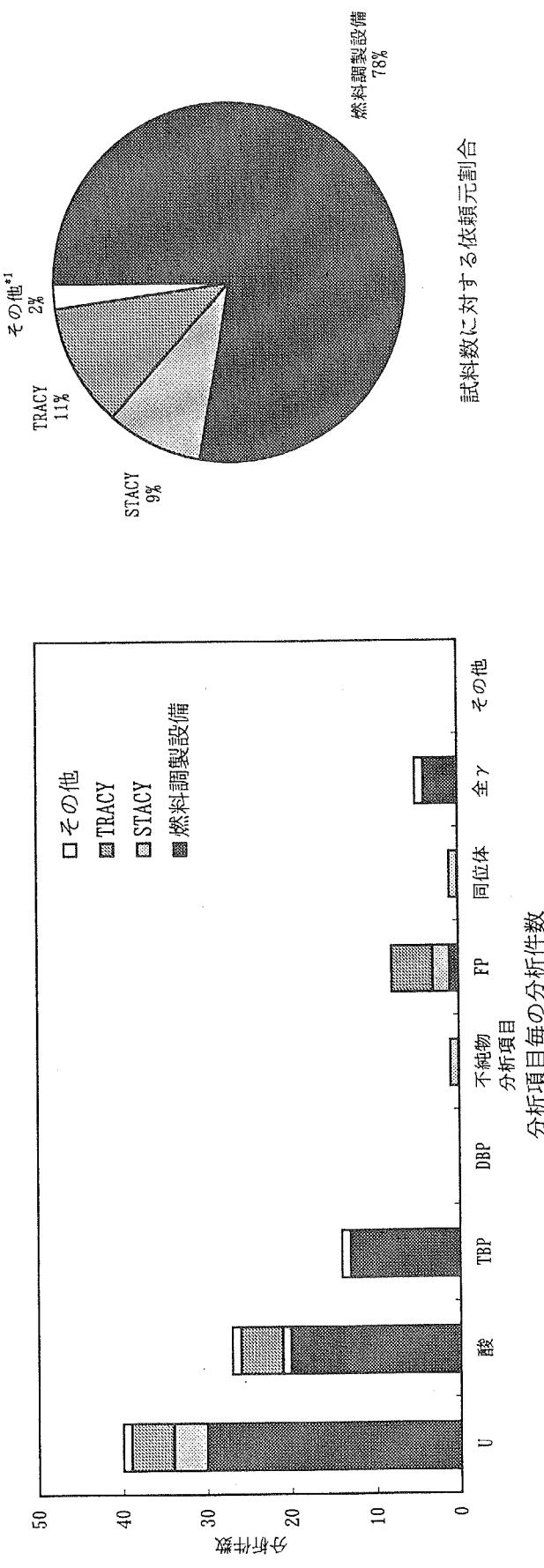


表 6 平成14年度第2四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							その他
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
燃料調製設備	86	60	30	24	9	3	4	12	0
STACY	16	16	13	0	0	3	2	0	0
TRACY	8	8	7	0	0	0	8	1	0
その他 ^{*1}	4	2	1	1	0	3	0	0	8
計	114	86	51	31	24	15	14	7	241

*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	不純物元素分析
FP	γ核種分析
同位体	同位体組成分析
全γ	全γ放射能測定
その他	上記以外の分析

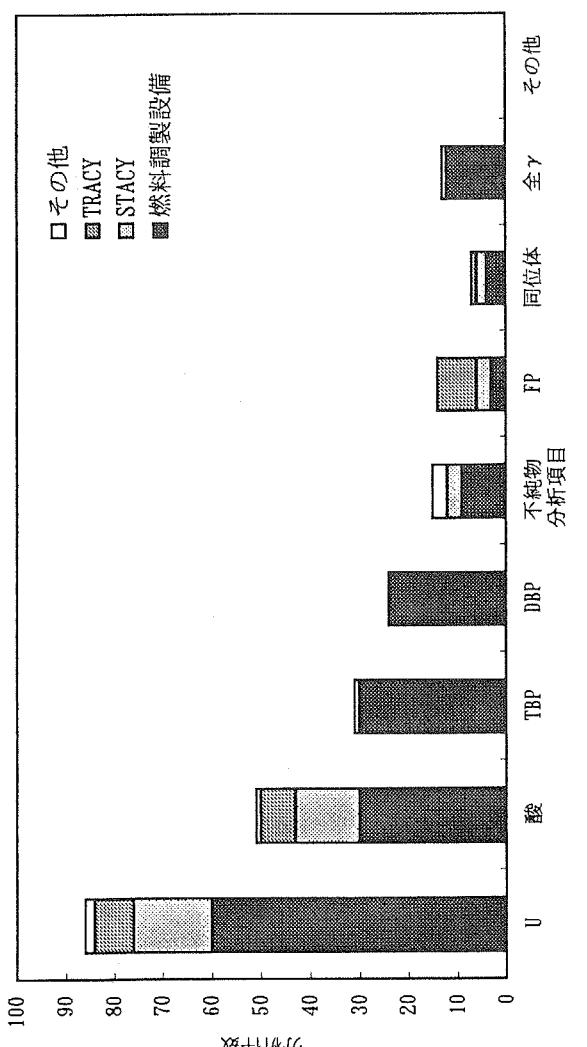


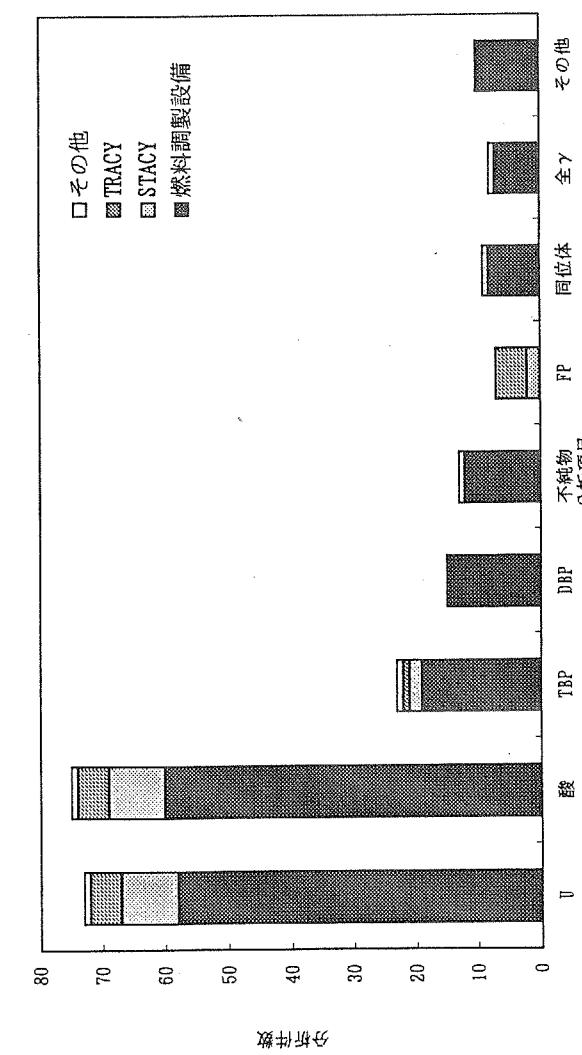
表7 平成14年度第3四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数								その他
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	全γ	
燃料調製設備	74	58	60	19	15	12	0	8	7	10
STACY	9	9	9	2	0	1	2	1	0	0
TRACY	5	5	5	1	0	0	5	0	0	16
その他 ^{*1}	1	1	1	1	0	0	0	0	1	0
計	89	73	75	23	15	13	7	9	8	233

*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	不純物元素分析
FP	γ核種分析
同位体	同位体組成分析
全γ	全γ放射能測定
その他	上記以外の分析



試料数に対する依頼元割合

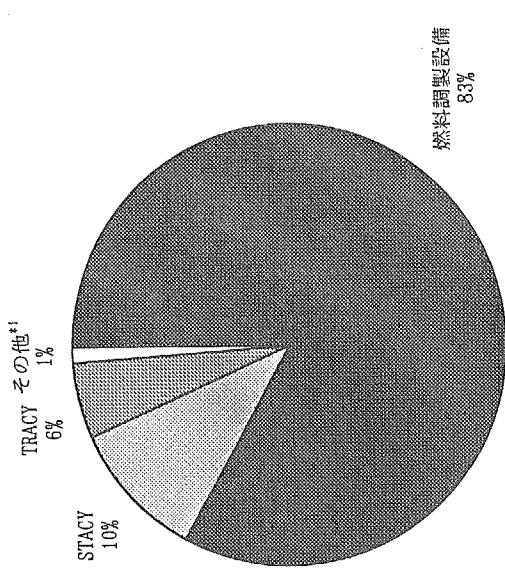


表8 平成14年度第4四半期試料分析実績

依頼元	分析試料数	分析件数							分析総数
		U	酸	TBP	DBP	不純物	FP	同位体	
燃料調製設備	6	0	0	0	0	0	0	0	6
STACY	1	1	1	1	0	0	0	0	0
TRACY	1	1	1	1	0	0	1	0	4
その他 ¹⁾	0	0	0	0	0	0	0	0	0
計	8	2	2	2	0	0	1	0	13

*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。

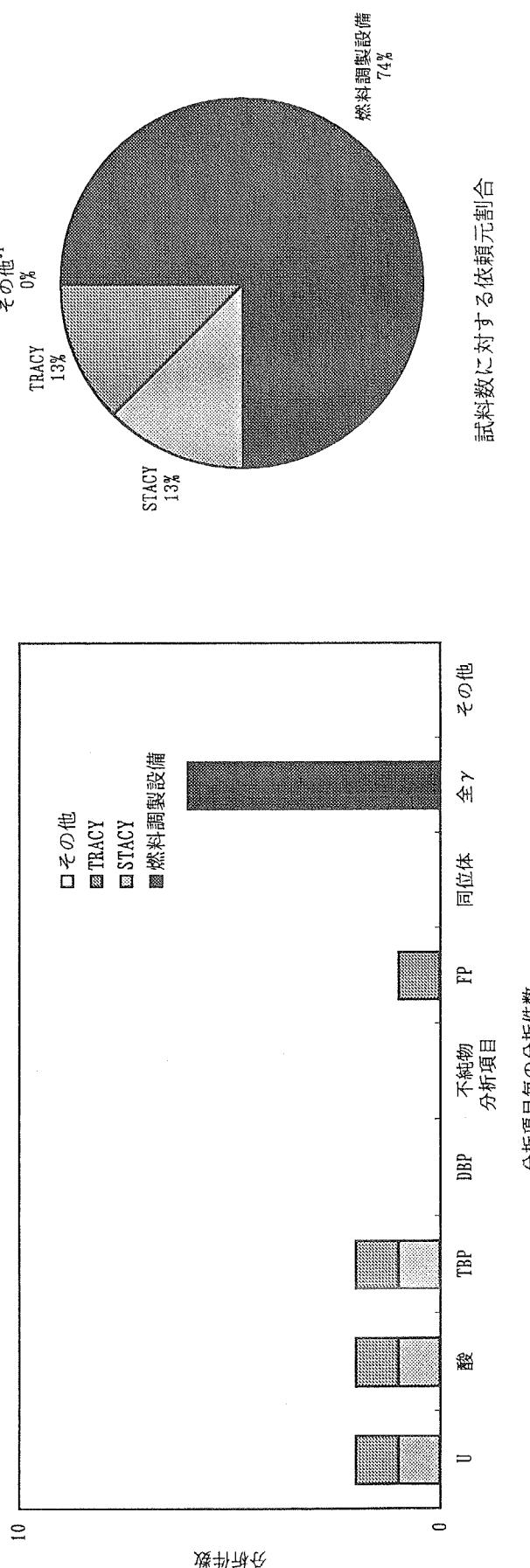


表9 平成14年度気送設備運転状況

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Na6	0	6	2	0	0	1	1	3	1	0	3	0	17	3.740
実験室 (II)	2系統Na0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	2	0.336
燃取室 (V) 3	3系統Na3	0	5	7	15	6	3	23	0	0	0	3	0	62	6.324
燃取室 (V) 4	4系統Na9	3	5	13	45	36	24	4	0	16	0	3	0	149	15.198
TRACY	6系統Na11	0	6	6	7	8	2	6	6	0	0	0	5	46	12.512
STACY	7系統Na10	0	0	7	12	10	5	7	16	0	0	0	3	60	15.120
燃取付属室 (VI)	8系統Na7	0	8	4	2	4	10	9	7	6	0	3	0	53	3.180
月間運転回数		3	30	39	81	64	45	50	32	23	0	14	8	389	56.410

表10 平成14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	61	70	77	38	246
不燃物	白カートン	14	8	8	4	34
	ペール缶	2	0	2	0	4
フィルタ		1	0	0	1	2
合計		78	78	87	43	286

表11 平成14年度 α 系固体廃棄物発生量

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	0	7	8	5	20	
不燃物	ビニルバック	0	10	6	3	19
	金属	0	1	1	1	3
	ガラス	0	1	1	1	3
	樹脂	0	0	0	1	1
合計	0	19	16	11	46	

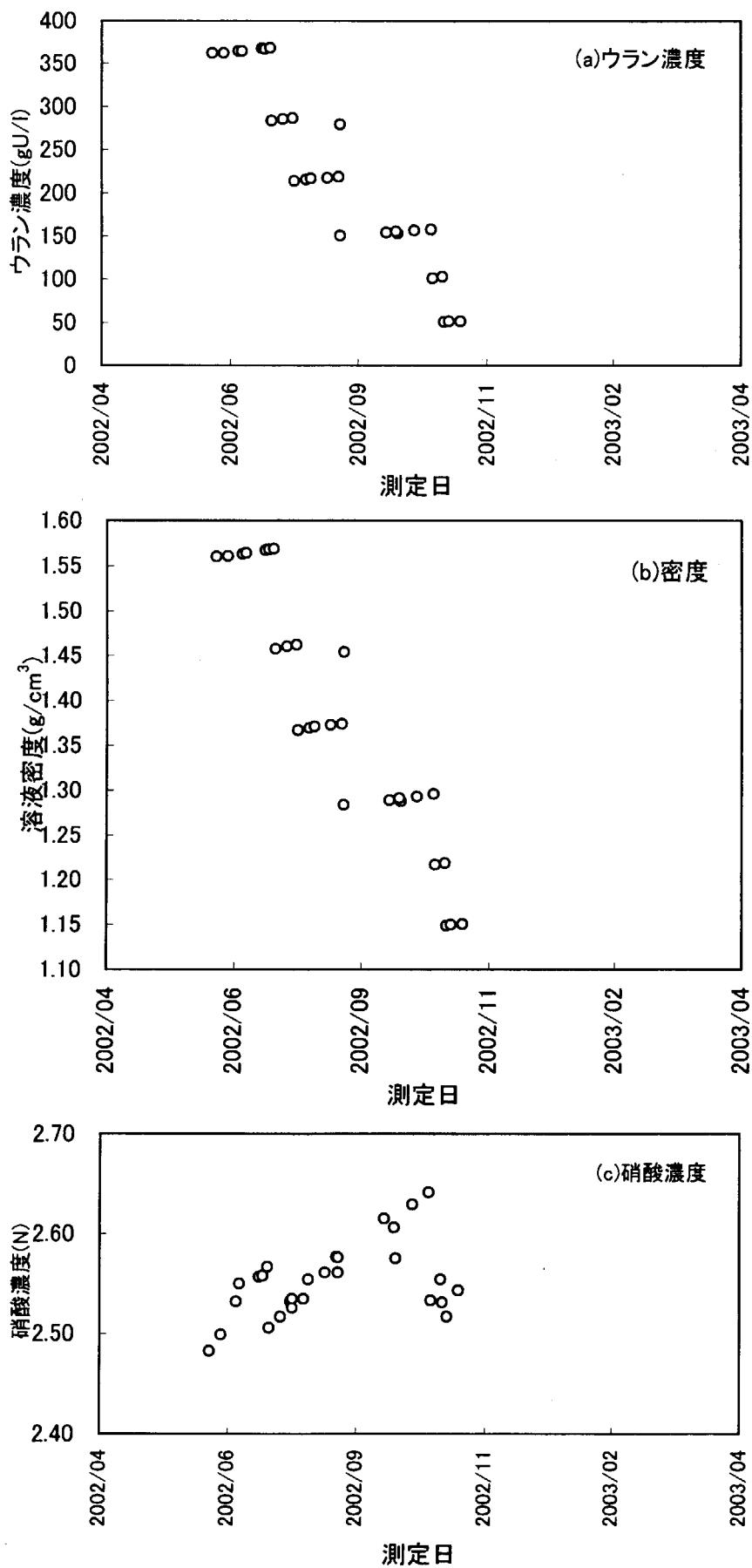


図1 STACY燃料分析結果

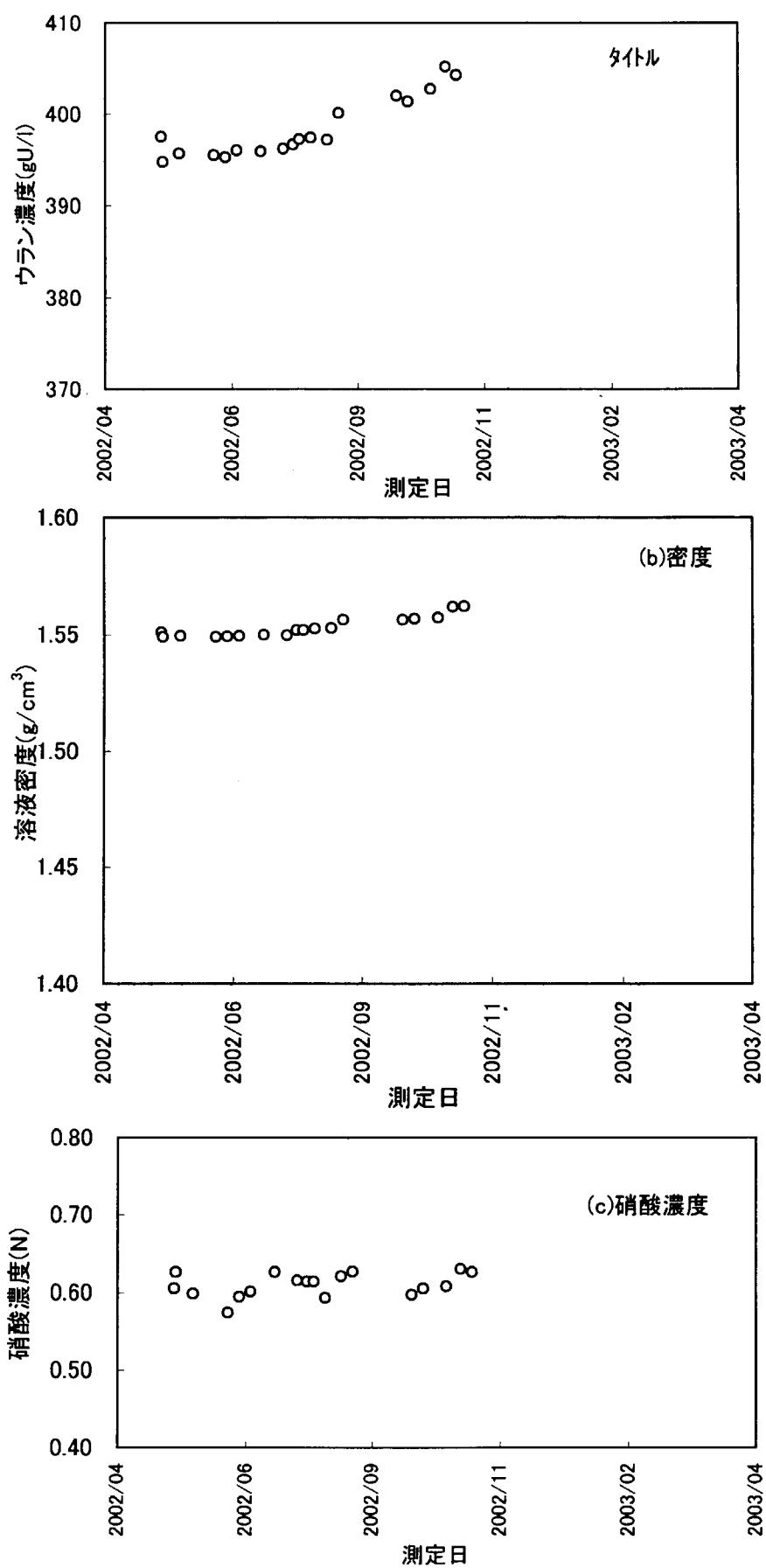


図2 TRACY燃料分析結果

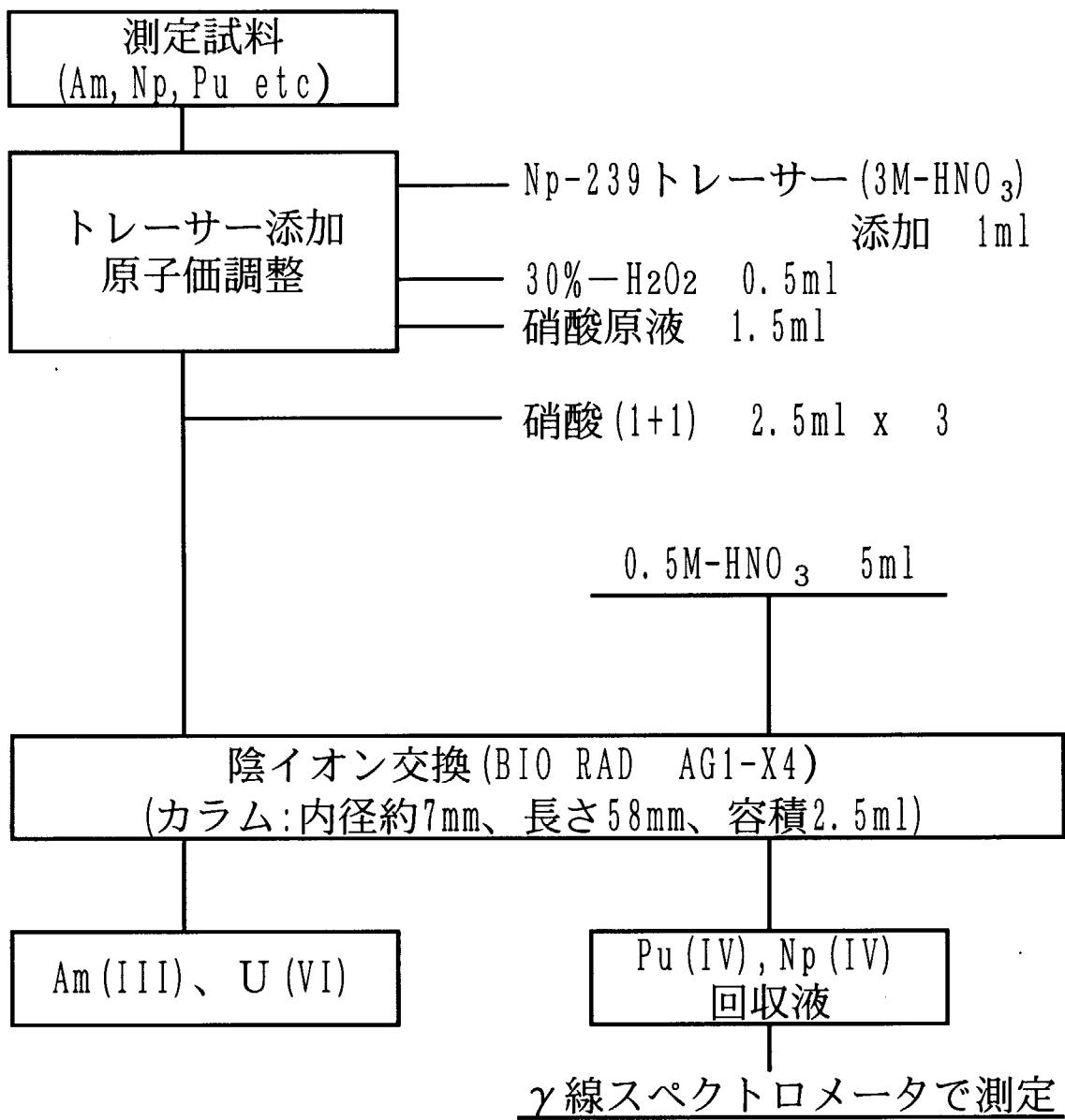


図3 ネプツニウムの分析操作

試料の調製

ビーカー

- ← HAN を各濃度にあわせ、適量分取する。
- ← 試料に純水を加え全液量を 4ml にする。*1
- ← 0.2M—トリス（ヒドロキシルメチル）アミノメタン溶液を 2.0ml 加える。
- ← 0.5%酢酸—オキシン（8-ヒドロキシキノリン）溶液を 2.0ml 加える。
- ← 1.0M—炭酸ナトリウム溶液を 2.0ml 加える。
- ← 約 80°C の湯浴上で 3 分間加温する。

室温で 30 分間放冷後測定する。

紫外可視分光光度計で波長 700 nm での吸収スペクトルを測定する。

*1 酸の影響を調べるときには、HAN と純水、硝酸で全液量を 4ml とする。

図 4 HAN (硝酸ヒドロキシアミン) の分析操作

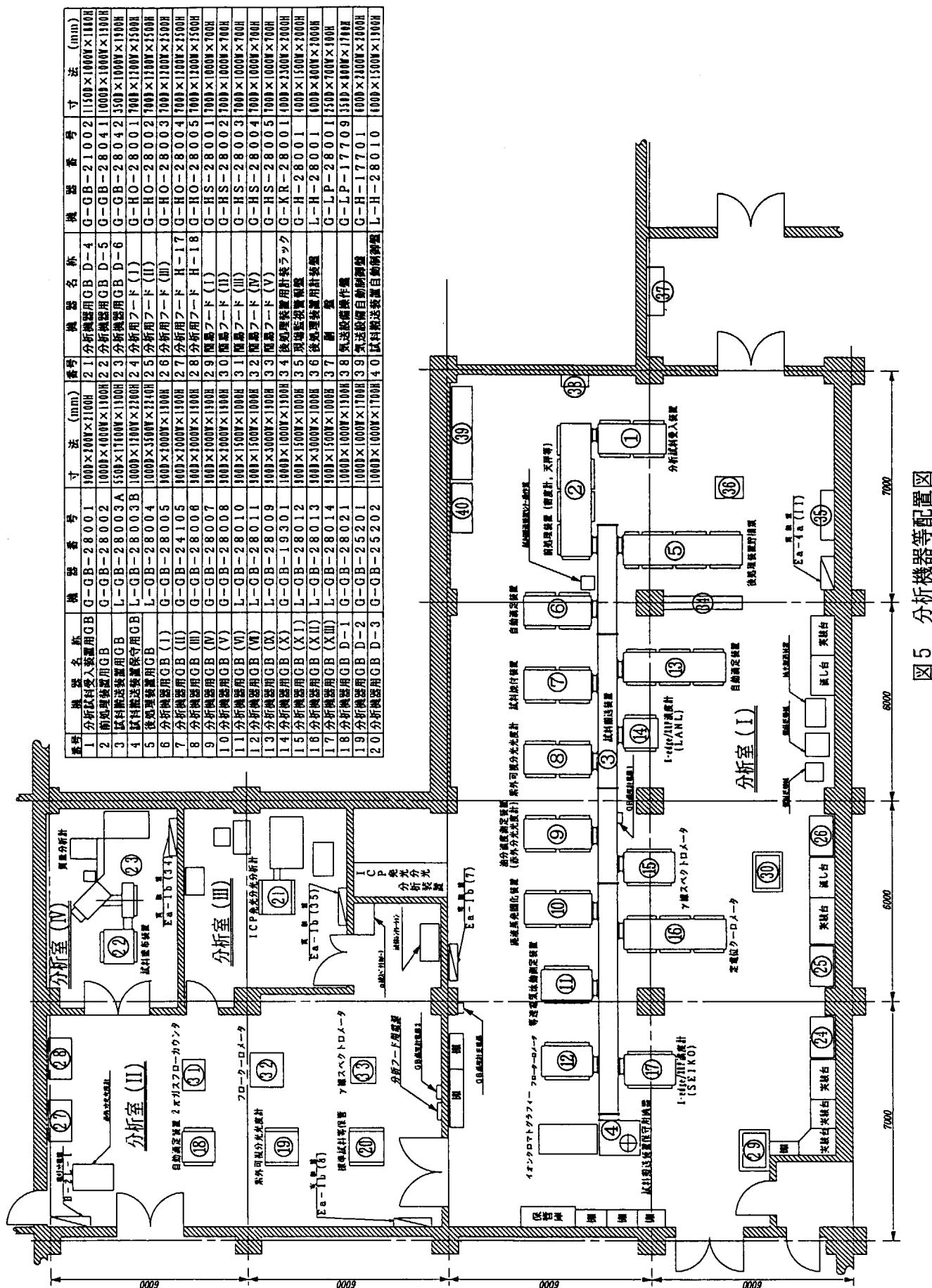


圖 5 分析機器等配置圖

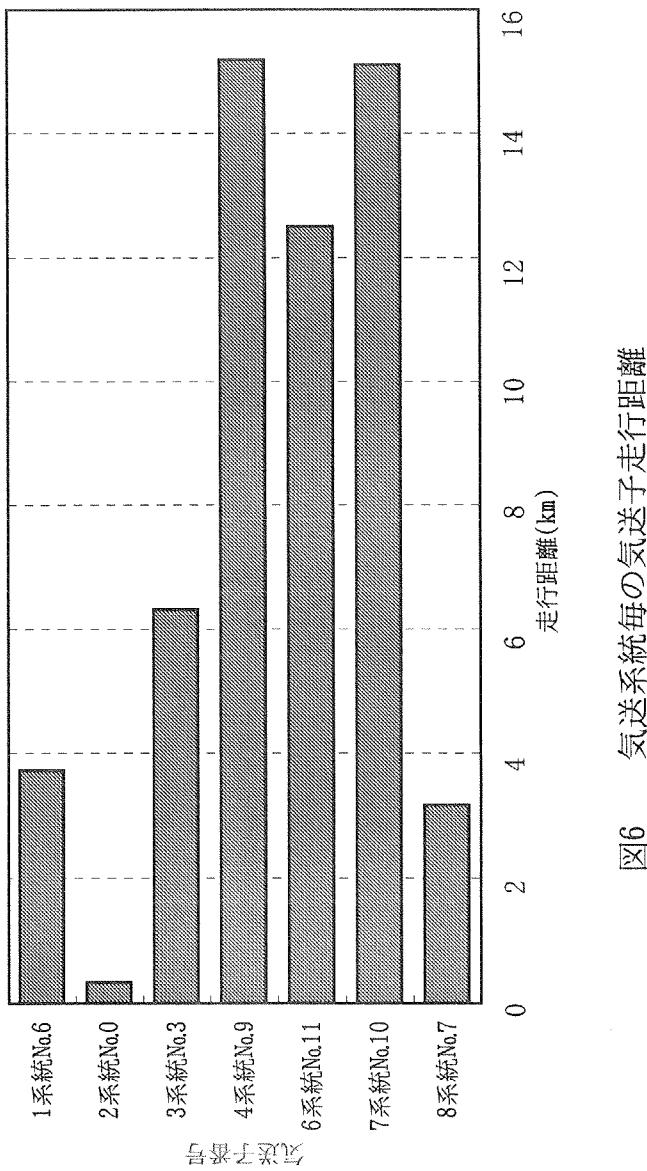


図6 気送系統毎の気送子走行距離

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、相対湿度約 36%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) 滴定分析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濃度分析には二クロム酸カリウム溶液を、硝酸濃度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硝酸ウラニル溶液(金属ウラン標準試料 JAERI-U4 から調製)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標定をしている。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

測定日	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 (%)	
H14.5.9	0.03276	0.00004	0.12757	滴定装置No.5用
H14.6.7	0.03269	0.00002	0.06698	滴定装置No.5用
H14.9.3	0.03262	0.00004	0.10972	滴定装置No.5用
H14.10.3	0.03253	0.00005	0.15305	滴定装置No.5用
H14.11.8	0.03261	0.00002	0.05157	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

測定日	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 (%)	
H14.4.15	0.12239	0.00008	0.0671	滴定装置No.4用
H14.5.8	0.10582	0.00008	0.0567	滴定装置No.1用
H14.6.14	0.10114	0.00004	0.0348	滴定装置No.1用 * 1
H14.6.24	0.10228	0.00003	0.0287	滴定装置No.1用
H14.7.3	0.08853	0.00002	0.0197	滴定装置No.4用
H14.7.9	0.10258	0.00009	0.0835	滴定装置No.1用 * 2
H14.8.13	0.10352	0.00010	0.0999	滴定装置No.1用 * 3
H14.8.19	0.10393	0.00024	0.2222	滴定装置No.1用 * 4
H14.8.20	1.04120	0.00010	0.0922	滴定装置No.1用
H14.8.21	0.08917	0.00034	0.3782	滴定装置No.4用 * 5
H14.8.28	0.10986	0.00002	0.0219	滴定装置No.4用
H14.9.24	0.10717	0.00020	0.1868	滴定装置No.1用
H14.9.25	0.10693	0.00003	0.0326	滴定装置No.4用
H14.10.21	0.10729	0.00014	0.1277	滴定装置No.4用 * 6
H14.10.23	0.09640	0.00000	0.0408	滴定装置No.4用
H14.10.28	0.10775	0.00014	0.1272	滴定装置No.1用
H14.11.11	0.10752	0.00019	0.1722	滴定装置No.1用 * 7
H14.11.12	0.10871	0.00013	0.1201	滴定装置No.1用
H14.11.27	0.09691	0.00006	0.0628	滴定装置No.4用 * 8
H15.3.17	0.10996	0.00005	0.0445	滴定装置No.1用

*1 : 5/8の再標定

*2 : 6/24の再標定

*3 : 7/9の再標定

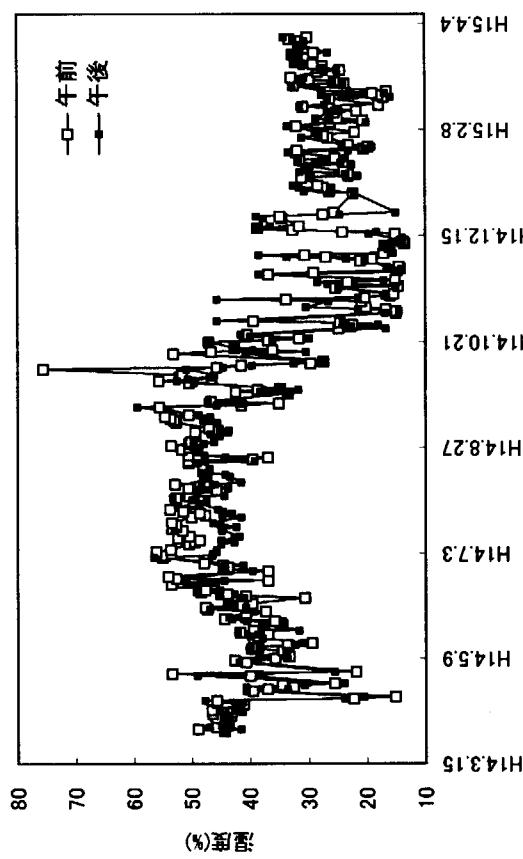
*4 : 8/13の再標定

*5 : 7/3の再標定

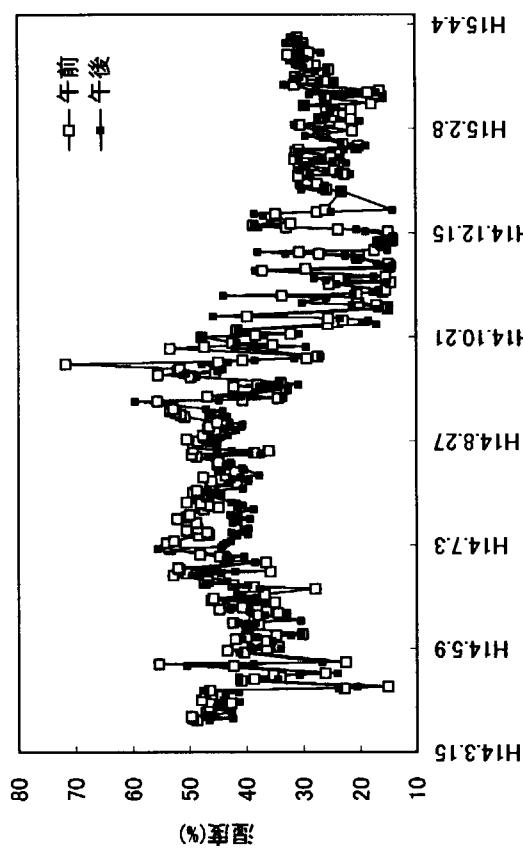
*6 : 9/25の再標定

*7 : 10/28の再標定

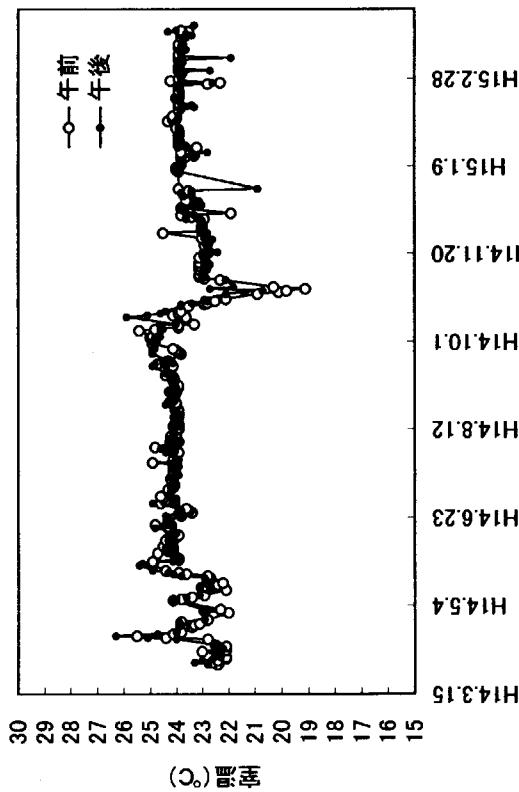
*8 : 10/23の再標定



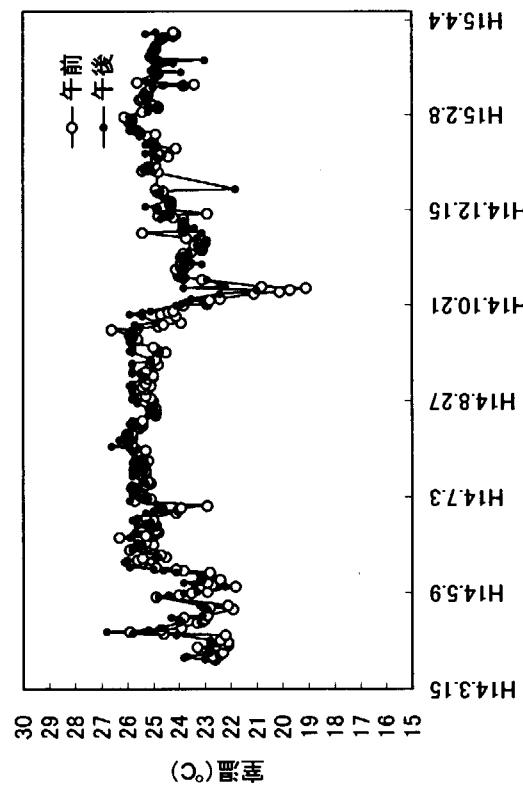
図A1 分析室(I)の湿度



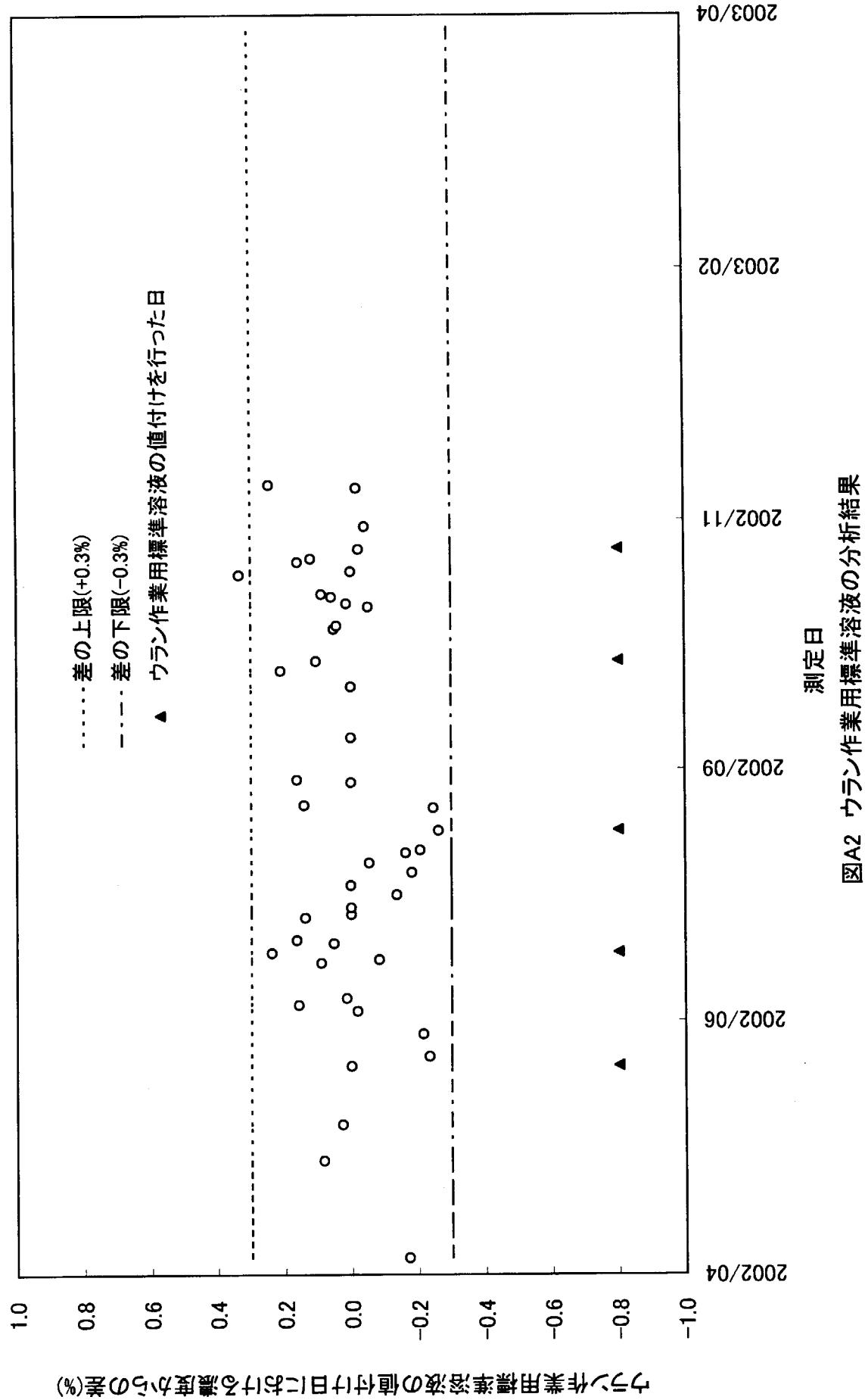
図A1 分析室(II)の湿度



図A1 分析室(I)の室温



図A1 分析室(II)の室温



This is a blank page.

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
功率、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 eVおよび1 u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。

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
バーソル	b
バール	bar
ガル	Gal
キュリ	Ci
レントゲン	R
ラド	rad
レム	rem

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

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

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

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

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

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

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

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

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

粘度 1 Pa·s(N·s/m²) = 10 P(ポアズ)(g/(cm·s))

動粘度 1 m²/s = 10⁴St(ストークス)(cm²/s)

圧	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) = 4.184 J(熱化学) = 4.1855 J(15 °C) = 4.1868 J(国際蒸気表)
	1	0.101972	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	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	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
	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)



古紙配合率100%
白色度70%再生紙を使用しています