

<技術レポート>

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。 2001. 6. -6

[技術情報室]

3 社分析技術研究会成果報告書

ジルコニウム合金の分析法 (I) 正誤表

1974年7月

動力炉・核燃料開発事業団
東海事業所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

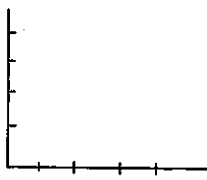
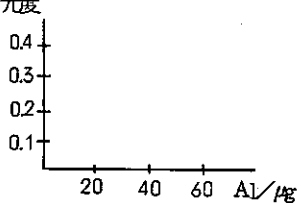
〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

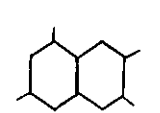
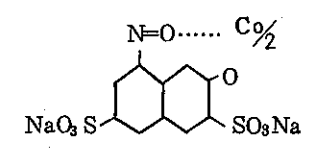
Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

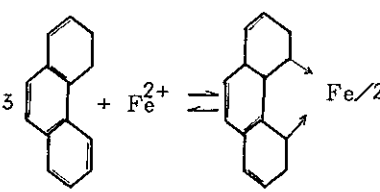
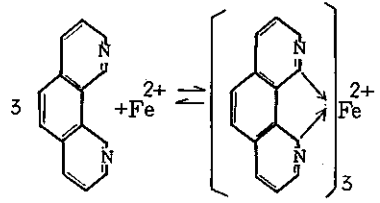
© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
2001

3 社分析技術研究会成果報告書

ジルコニウム合金の分析法(1) 正誤表

ページ	位置	誤	正	元素
	表紙	3 Parcipating	Participating	
	目次	1 2 - 3 (動燃) ----- 172	1 2 - 3 (住金) ----- 172	
	"	1 2 - 4 (住金) ----- 177	1 2 - 4 (神鋼) ----- 177	
5	試薬および装置 (10行)	0.1000gを白白血皿	0.1000gを白金ざら	Al
"	" (13行)	7) イオン交換樹脂柱	7) イオン交換樹脂塔	"
6	" (4.7行)	綿状ポリエチレン		"
7	手順および操作 (3行)	除々に	徐々に	"
"	備考(2) (1行)	試料の分解	試料・分解	"
"	手順および操作(3) (1行)	3) 酸度調節	<u>酸度調節</u>	"
"	" (3行) ⁽⁶⁾	(容量 50ml)	(容量 50ml)	"
8	備考(8) (5行)	3092 ^o A	3092	"
"	検量線の作成 (8行)	ニッケル溶液	ニッケル溶液	"
"	" (1行)	N重クロム酸	重クロム酸	"
"	解説 (11行)	Sn	Sn	"
10	"	空白	測定条件 (パーキンエルマ社 403型)	"
15	"	使用する試薬	使用する試薬 (中性または弱アルカリ性塩) は	"
16	第2図		吸光度 	"
20	試薬および装置 (1行)	(図1 参照)	(図2 参照)	C
"	" (6行)	100mlにうすめる。	水で100mlにうすめる。	"
21	計器装置(12行)	PHが設定値と一致するとき。	PHが設定値に近づくとき電気分解量は少なくなり、設定値と一致するとき。	"
23	PH設定 (1行)	3. PH設定	<u>3. PH設定</u>	"
25	図 1 (3行)	金属すず	金属すず 0.5g	"

ページ	位 置	誤	正	元素
25	2. 試料そう入 (1行)	試料そう入	<u>試料そう入</u>	C
"	(5行)	最高温度	最高温度内	"
27	解 説 (2行)	TIS	JIS	"
32	e) 計 測 部 (12行)	自動平衡記録などからなり	自動平衡記録計などからなり,	"
38	試薬および装置 (6行)	(2W/V%)	(0.2W/V%)	Co
"	(13行)	0.500g	0.5000g	"
39	手順および操作 (3行)	徐々に	徐々に	"
"	備考(2) (1行)	2) 試料の分解	試料分解	"
"	" (8) (1行)	できるだけ	出来るだけ	"
40	検量線の作成 (2行)	標準コバルト溶液	標準コバルト溶液 (5μgCo/ml)	"
"	(4行)	操作3以降	操作3以降	"
"	解 説 (4行)	迅速性もあるので	迅速性もあり	"
41	" (3行)	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} \text{N} - \text{C} - \text{S}$	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} \text{N} - \text{C} = \text{S}$	"
43	備 考 (3行)	20 ^{mm} ヤル 10 ^{mm} ヤル	20 ^{mm} セル 10 ^{mm} セル	"
45	" (2行)	コバルト-αニトロソ-β-ナ フトール錯体は	コバルト-α-ニトロソ-β -ナフトール錯体の抽出は	"
"	" (6行)	共存元素の影響 (コバルトとニ トロソR塩錯化合物)	共存元素の影響	"
"	" (13行)			"
48		クロムの定量値	含有量	Cr
50	試薬および装置 (12行)	使用のつど作成する。	使用のつど調製する。	"
"	試料はかりとり (1行)	1. 試料はかりとり	<u>1. 試料はかりとり</u>	"
51	分 解 (1行)	2. 分解	<u>2. 分解</u>	"
"	希 釈 (1行)	3. 希釈	<u>3. 希釈</u>	"
"	分解酸度調節 (1行)	4. 分解酸度調節	<u>4. 分解酸度調節</u>	"
"	酸 化 (1行)	5. 酸化	<u>5. 酸化</u>	"
52	備 考 (2行)	じゅうぶん	充分	"
"	計 算 (5行)	7. 呈色	<u>7. 呈色</u>	"

ページ	位置	誤	正	元素
52	計算(5行)	$\frac{A}{W \times B} \times 100$	$\frac{A}{W \times B} \times 100$	Cr
53	検量線の作成 (2行)	(5 μg Cu/ml)	(5 μg Cr/ml)	"
54	4-3(1行)	ジフェニルカルバジド吸光光度 法(神鋼)	ジフェニルカルバジド吸光光度 法(神鋼)	"
60	検量線	Cu(ug) × As × 4.625	Cu(ug) = As × 4.625	Cu
"	"	Cu(ug)	Cu(ug/20ml)	"
61	標準銅溶液 (2行)	0.100g	0.1000g	"
62	備考(2行)	Zr(g)	試料はかりとり量(g)	"
"	"(2行)	クエン酸溶液(20%)	くえん酸溶液(20w/v%)	"
"	抽出(5行)	ベンゼン200ml	ベンゼン20ml	"
65	要旨(4行)	酢酸イソアミルを加えて抽出したのち	酢酸エチルを加えて抽出したのち	"
"	試薬および装置 (7行)	ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(0.2%)	ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(0.2w/v%)	"
"	解説(16行)	$\begin{array}{c} S=C-S \\ \quad \\ N \cdots \cdots Cu/2 \\ \\ (C_2H_5)_2 \end{array}$	$\begin{array}{c} C_2H_5 \quad N-C-S-Cu/2 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \\ C_2H_5 \quad \quad \quad S \end{array}$	"
68	解説 第2図	CH ₃ COOC ₂ H ₅	CH ₃ COOC ₂ H ₅	"
70	測定(1行)	セル(100mm)	セル(10mm)	Fe
77	解説(9行)			Fe
81	試薬および装置 (7行)	(使用のつど調整する)	(使用のつど調製する)	Mn
"	" (12行)	(容量200ml)	以下DDTCと略す	"
"	" (12行)	エチルアルコール	(容量200ml)	"
"	" (16行)		エチルアルコール(95V/V%)	"
84	解説(7行)	$\begin{array}{c} C_2H_5 \quad N-C-SNa \\ \quad \quad \quad \\ C_2H_5 \quad \quad \quad S \end{array}$	$\begin{array}{c} C_2H_5 \quad N-C-SNa \\ \quad \quad \quad \\ C_2H_5 \quad \quad \quad S \end{array}$	"

ページ	位置	誤	正	元素								
86	試薬および装置 (3行)	ほうふつ酸(飽和)～ふつ化水素酸	ほうふつ酸(飽和):ふつ化水素酸	Mn								
"	試料はかりとり (1行)	試料はかりとり	試料をはかりとり	"								
87	分解	硫酸(1+1)および	硫酸(1+1)40mlおよび	"								
88	解説(1行)	$\rightarrow 2MnO_4^- + 5ZnO_3^- + 6H^+$	$\rightarrow 2MnO_4^- + 5IO_3^- + 6H^+$	"								
94	試薬および装置 (4行)	これに(2)の硫酸	これに(1)の硫酸	Nb								
"	手順および装置 (2行)	<table border="1"> <tr> <td>Mn, Co含有率</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </table>	Mn, Co含有率				<table border="1"> <tr> <td>含有率(%)</td> <td></td> </tr> <tr> <td></td> <td></td> </tr> </table>	含有率(%)				"
Mn, Co含有率												
含有率(%)												
97	試薬および装置 (9行)	除々に	徐々に	"								
104	解説(7行)	7) ニオブ-過酸化水素錯係生成～	7)を削除して8を7)とする。	"								
108	適用範囲(3行)	未満の試料	以上の試料	Ni								
"	試薬および装置 (17行)	硫酸白塩	硫酸白煙	"								
109	分解(3行)	除々に加え水浴上で加温	徐々に加え、水浴上で加温	"								
"	備考(3行)	時計皿	時計ざら	"								
"	" (2行)	分取量 ml	分取量 (ml)	"								
121	解説(11行)	$\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{C}-\text{NO} \quad \text{Ni} \quad \text{ON}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{OH} \quad \quad \quad \text{OH} \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{N} \quad \quad \quad \text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{OH} \quad \quad \quad \text{OH} \end{array} \right]$	$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}=\text{N}-\text{Ni} \quad \text{O}-\text{N}=\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{CH}_3-\text{C}=\text{N}-\text{O}-\text{Ni} \quad \text{N}=\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{OH} \end{array}$	"								
124	試料はかりとり (2行)	Si 含有率 (ppm)	Si 含有率 (%)	Si								
127	試薬および装置	1アミノ, 2メフトール, 4スルホン酸	1アミノ, 2ナフトール, 4スルホン酸	"								
128	試料はかりとり (2行)	Si 含有量 (ppm)	Si 含有量 (%)	"								
131	試薬および装置 (5行)	1,000ml	1000ml	"								
"	" (8行)	(10w/v%)～	(10w/v%)	"								
"	" (13行)	1アミノ-2-ナットール	1アミノ-2-ナフトール	"								
"	" (20行)	1,000ml	1000ml	"								
133	呈色(3行)	1	4行目に移動	"								
"	検量線の作成 (2行)	(25mg Si/ml)	(25ug Si/ml)	"								
134	解説(20行)	(PH8以下)	(PH8以下)	"								

ページ	位置	誤	正	元素
140	装置(3行)	脱脂綿のつめ方などわ	脱脂綿のつめ方などを	Si
"	"	ニトブを離し	ニオブを溶離し	"
148	試薬および装置 (5行)	(1N~PH0.85に調整したもの)	約0.14N(PH0.85に調整する。)	Sn
"	" (13行)	(PH0.85)	PH0.85	"
"	" (19行)	0.200g	0.2000g	"
"	" (20行)	1,000ml	1000ml	"
"	" (22行)	空白	15) PHメーター 16) 光度計	"
149	備考(1行)	試量はかりとり量	試料はかりとり量	"
"	" (2行)	含有量(%)	含有率(%)	"
150	抽出洗浄(2行)	すてる。	捨てる。	"
"	PH調整(1行)	PH調整	PH調整	"
"	" (6行)	PHメーター計	PHメーター	"
"	" (8行)	PH	PH	"
"	備考(3行)	PHメーターの調整にはPH7	PHメーターの調整にはPH	"
"	"	およびPH2	7およびPH2	"
"	" (5行)	PH電極は液間電位	PH電極は、液間電位	"
"	" (8行)	PHの範囲	PHの範囲	"
"	" (11行)	PH0.75	PH0.75	"
"	抽出(2行)	硫酸1N溶液(PH0.85)	硫酸0.14N(PH0.85)	"
151	備考(1行)	PH	PH	"
152	検量線の作成 (3行)	PH計を用いて...PHを1.2	PHメーターを用いて...PH1.2	"
153	試薬および装置 (12行)	1,000ml	1000ml	"
"	" (20行)	(使用のつど調整する)	(使用のつど調製する)	"
154	溶解(2行)	ほうふつ酸50ml	ほうふつ酸5ml	"
155	備考(6行)	(飽和)	(飽和)	"
157	要旨(4行)	有機相の吸光度と測定する。	有機相の吸光度を測定する。	"
158	試料はかりとり (1行)	試料はかりとり	試料をはかりとり	"
159	抽出(1行)	すずはSnCl ₂ (Ox) ₂ と抽出 する。	すずはSnCl ₂ (Ox) ₂ として 抽出される。	"

ページ	位置	誤	正	元素
160	解説(図)			Sn
165	要旨(3行)	過塩素	過塩素酸	Ti
166	手順および操作(備考)(10行)	ブランク	ブランク	"
167	解説(5行)	試料分析	試料分解	"
172	試薬および装置(14行)	1000ml	1000ml	"
176	解説(10行)	Ca 0.1	Cd 0.1	"
185	13-1(2行)	チオシアン酸体	チオシアン錯体	W
"	試薬および装置(7行)	100ml	塩酸(2+1)で100ml	"
"	手順および操作(2行)	含有量(%)	含有率(%)	"
186	分解(3行)(備考も)	除々に	徐々に	"
"	分解(5行)	白金皿	白金ざら	"
"	還元(2行)	5) 塩類	5) 塩酸	"
187	検量線の作成(4行)	除々に	徐々に	"
188	解説(4行)	容量200mlの	ビーカー(容量200ml)の	"
191	"(4行)	[W(SCN)m]S-m(無色) [W(SCN)m]S-m	[W(SCN)m] ^{5-m} (無色) [W(SCN)m] ^{5-m}	"
194	操作手順(9行)	静止	停止	発光
197	表1-5(試料)	Z1, Z2, Z3, Z4	Z5, Z6, Z7, Z8	"
203	適用範囲(11行)	Al	Al*	"
"	標準試料(4行)	p.p.m	ppm	"
"	"(13行)	515	51	"
204	用具および装置(6行)	光電測光兼用	光電写真測光兼用	"
"	測定条件(3行)	表1-8 下記の如く入替		"

元素	分析線 Å	発光条件		光電測光条件		写真測光条件
Sn	3175.0	キャパシタンス	10 μF	アルゴン置換	10秒	10秒
Fe	2599.4	インダクタンス	50 μF	予備放電	30秒	30秒
Cr	2677.2	レジスタンス	5Ω	露光時間	25秒	30秒
Ni	2316.0	ピークボルテージ	960V	入口スリット巾	60 μ	20 μ

ページ	位置	誤 正				元素	
Ti	3349.0	対電極	銀	二段フィルター	100:6	100:6	発光
Si	2516.1	試料側極性	—				
Zr	2945.5	アルゴン流量	150ℓ/分				
Al	3944.0 4016.5 (Zr)	分析間隙	3 mm				
206	繰り返し(3行)	原則として3. 発光図の		原則として放電を3回行ない、		発光	
207	計 算(10行)	$\Delta Z = \frac{100}{TS.L} - 1$ $\frac{100}{TIN.S} - 1$		$\Delta Z = \frac{100}{TS.L} - 1$ $\frac{100}{TIN.S} - 1$		"	
"	" (13行)	TIN.Sは		TS.Lは		"	
"	" (14行)	TS.Lは		TIN.Sは		"	
"	解 説(2行)	銀電極は90°, 円錐は10回の放電で再調整を行う。		銀電極は、10回放電ごとに再調整を行い、90°の円錐として用いる。		"	
210	適用範囲(表)	※印, Zr-NbはNbの線が重なり不可能		※印, Zr-Nb合金はNbの線が重なり使用出来ない。		"	
"	試料および装置(7行)	CC-60(SiC)		CC-60(SiC)		"	
"	(9行)	3000Å 2nd(2500Å 2nd)		6000Å 2nd(5100Å 2nd)		"	
224	標準試料(2行)	p.p.m		ppm		X線	
225	測定条件(分光結晶~Al)(6行)	LiF(Alの結晶)		PET		"	
"	測定条件(19行)(研磨紙)	(X線照射面粗さ)		(X線照射面粗さ)		"	
"	装置調整(2行)	対応して		応じて		"	
"	装置調整(6行)	70ml/min		50ml/min		"	
"	装置調整(備考)(6行)	自然に流れる		自動的に流れる		"	
226	測 定(14行)	15分以上で充分である) Sn, Fe, Cr, Cu, Nb, Mn, Hf を測定する。		約15分間で充分である。) Sn, Fe, Cu, Nb, Mn, Hf を測定する。なお同時に標準試料を測定して検量線をチェックする。		"	
"	" (9行)	真空メーターが緑色		真空メーターの指針が緑色		"	
240	操 作(13行)	6~12を繰り返す		測定試料を入れ換え8~12を		"	

ページ	位置	誤	正	元素
240	操 作 (備考)	10 μ H γ 以下	繰り返す 100 μ H γ 以下	X線
243	表示値 注(1)		分析所に神戸製鋼所中央研究所 を記載。	表示 値
245	" 注		"	"