

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]

迅速電着法による全 α 放射能測定法

—専用装置類の製作と排水放出管理への適用結果—

1980年10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

迅速電着法による全 α 放射能測定法

—専用装置類の製作と排水放出管理への適用結果—

実施責任者 北原 義久^{*}
 報告者 吉村 征二^{*} 今熊 義一^{**}
 江尻 英夫^{*} 吉崎 裕一^{*}
 林 直美^{*}

要 旨

原子力施設から環境へ放出される排水は放出以前にその水質及び放射能濃度を詳細に把握し、放出基準値を下まわっていることを確認してから放出しなければならない。特にウランやプルトニウム等の α 線放出核種を比較的多く取扱う施設では、排水中に含まれる全 α 放射能濃度や核種を簡便かつ迅速に測定することが強く要求されている。

従来、全 α 放射能濃度は蒸発乾固法等によって測定されていたため、分析に時間がかかる上、その中に含まれる α 線放出核種を精度よく測定するためには、別途放射化学分析を行う必要があった。

蒸発乾固法では試薬や器具、並びに高度な分析技術を必要としない長所はある反面、この試料を用いて放射能測定をした場合、排水中に存在する塩類や浮遊物質によって飛程の短い α 線が吸収される事と、マウントされる残渣の形状や位置が一定しない事の二つの理由から大きな測定誤差を生ずる欠点をもっていた。

そこで、これらの短所を補う技術として、迅速電着法による測定試料作成の開発考案を行なった。

迅速電着法では排水 20 ml に電解質 (1.5 M HCOONH_4 - 0.1 M NaNO_3 - HNO_3 , pH 2) を 10 ml 加え、ポリエチレン製ディスポーザルセルとステンレス製プロテクターからなるカートリッジ式電着セル、および回転白金電極を用いて 6.3 アンペアでステンレス製ディスク (陰極) に 90 分間電着し、均一にマウントされた測定試料を作成する。電着試料は表面障壁型 Si 半導体検出器 (SSD, 分解能 25 KeV FWHM at 5.486 MeV) を用いて計数し、 α 線スペクトルにより全 α 放射能濃度及び核種濃度を算出する。これにより、蒸発乾固法では不可能であったトレーサーを用いた回収率の補正及び α 線スペクトル解析による同位体比の測定が可能となった。

この方法による回収率は平均 90% (^{236}Pu)、検出限界値 $5 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^2$ で、分析所要時間は約 4 時間 30 分である。

本報告書では、迅速電着法の排水放出管理への適用結果とカートリッジ式電着セル等の専用装置類の開発製作について報告する。

* 安全管理部環境安全課

** 人形峠事業所安全管理課

Measurement of Gross α Activity in Liquid Waste Effluent
by Rapid Electrodeposition Method

Yoshihisa KITAHARA* Seiji YOSHIMURA*
Giichi IMAGUMA** Hideo EJIRI*
Yuichi YOSHIZAKI* and Naomi HAYASHI*

Abstract

The regulations require a severe discharge control on both concentration and activity of α -emitting nuclides in the liquid waste effluent from nuclear facilities.

A rapid electrodeposition method was developed for the quantitative and uniform deposition of actinides in the effluent onto a stainless steel disc for counting alpha radiation. The electrodeposition cell consists of a dispersal tube made of polyethylene and a set of stainless steel protector with the disc cathode (1 inch in diameter).

Sample of 20ml aliquot is added to the cell which contains 10ml of the electrolyte solution (1.5M HCOONH₄-0.1M NaNO₃-HNO₃, pH2). Voltage is regulated to give a current of 6.3 amperes during the 90-minute deposition. Before the current is discontinued, 1ml of concentrated ammonium is added immediately. After the current was turned off, the disc is removed from the cell, rinsed with water and flamed to a dull red. The uniform counting samples were measured with the full automatic alpha spectrum analyzer which was equipped with Silicon Surface Barrier Radiation Detector (S.S.D) and a computerized pulse height analyzer. S.S.D's alpha resolution is 25 KeV FWHM at 5.486 MeV.

Each α -emitting nuclides were discriminated and the total of them was equal to the gross alpha activity. The average recovery of 90% ²³⁶Pu tracer and the detection limit of $5 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ for gross alpha activity were obtained.

* HEALTH AND SAFTY DIVISION, TOKAI WORKS.

** NINGYO TOGE WORKS.

The adoption of the rapid electrodeposition method and the full automatic alpha spectrum analyzer enables them to measure, precisely and rapidly, the activity of the actinide in the effluent with ^{236}Pu tracer.

迅速電着法による全 α 放射能測定法

目 次

1. まえがき	1
2. 装置類の概要	2
2-1 電解セル	2
2-1-1 電解セルの問題点	2
2-1-2 電解セルの改良目標	2
2-1-3 カートリッジ式電解セルの材質と製作方法	4
2-1-4 カートリッジ式電解セルの構造	4
2-2 電解電極	12
2-2-1 電解電極の問題点	12
2-2-2 電解電極の改良目標	12
2-2-3 電解電極の構造	12
2-3 電解装置	14
2-3-1 電解装置の問題点と改良の目標	14
2-3-2 定電流電源部の方式と構造	14
2-3-3 電解処理部の方式と構造	14
2-3-4 定温冷却装置と冷却方式	24
2-4 α 放射能測定装置	24
2-4-1 α 放射能測定装置の問題点と改良の目標	24
2-4-2 α 線スペクトル解析装置の構成	26
2-4-3 α 線スペクトル解析装置の仕様	26
2-4-4 α 線スペクトル解析の方法	30
2-4-5 α 線スペクトル解析装置による結果の表示方法	33
3. 再処理海洋放出排水への適用	37
3-1 迅速電着法による全 α 放射能測定操作	37
3-2 測定結果の比較方法	37
3-2-1 測定結果の比較方法	37
3-2-2 蒸発乾固法による全 α 放射能濃度の比較	37
3-2-3 蒸発乾固法による全 α 放射能濃度と放射化学分析によるプルトニウム 及びウラン合計値との比較	40

3-2-4	迅速電着法による全 α 放射能濃度と迅速電着法による プルトニウム及びウランの合計値との比較	40
3-2-5	実排水の α 線スペクトル測定結果	40
4.	実排水適用結果の考察	45
4-1	全 α 放射能濃度測定精度	45
4-2	全 α 放射能濃度測定作業の省力化	45
4-3	全 α 放射能濃度測定時に発生する廃棄物量の削減	45
4-4	全 α 放射能濃度の検出限界値	46
5.	放射化学分析への応用	47
5-1	放射化学分析経費削減	47
5-2	放射化学分析作業の省力化	47
5-3	放射化学分析で発生する廃棄物量の削減	47
6.	まとめ	49
7.	参考文献	50
8.	添付資料	51

1. ま え が き

排水中の全放射能を測定する方法として一つには全 β 放射能測定法があるが、 α 放射能を正確に測定するためにはそれぞれの核種を分離後測定しなければならず、多くの手間と長時間を必要として、短時間内に結果を要求する排水放出管理に適用することはむずかしい。

一方、再処理工場保安規定では排水中の全 α 放射能の測定が義務づけられており、これを測定する方法として、現在全 β 放射能測定法と同様の蒸発乾固法による測定法が採用されている。

この蒸発乾固法による全 α 放射能測定法は短時間内に簡便に測定値が得られる特長をもっており、排水放出管理に有効な方法である。この方法の短所は飛程の短い α 線が残留する塩、浮遊物質によって吸収される他、試料皿に均一にマウントされない欠点もあるために、大きな測定誤差を生ずる事である。この測定誤差を少なくするために排水中に存在する塩の量を電気電導度で測定して自己吸収を補正する方法を採用すると共に排水一試料当りの測定件数を多くして極力この誤差を少なくする努力をしている。また、蒸発乾固法による全 α 放射能測定法では測定された α 線を放出している主要核種を即その試料で把握する事が出来ないことも欠点の1つである。

そこで、①排水中に含有する塩等による影響を受けないで均一な測定試料を蒸発乾固法に匹敵する短時間内に作成する事、また、②測定された全 α 放射能の主要核種が即その試料で把握できる事、③保管管理を必要とする廃棄物の発生量を削減する事を目標に、この条件を満たす方法として迅速電着法による全 α 放射能測定法を検討してきた。

この方法は、排水中に含まれるウラン及び超ウラン核種を直接金属板上に電着して全 α 放射能及び α 線スペクトルを測定する方法である。

すでに電解質及び電流と電解時間等の基礎的実験結果については社内報 PNCT 841-78-39 で報告しているが、本報告では本法を再処理工場海洋放出排水の管理に適用する事を目標に専用電解装置、電解セルと電極、さらに α 線スペクトル自動解析装置について製作検討を行なった結果と実排水の分析への適用結果についてまとめたものである。

2. 装置の概要

2-1 電解セル

2-1-1 電解セルの問題点

電解セルの材質として頻ぱんに用いられる物はテフロン樹脂である。テフロン樹脂は高価であるが、従来のガラス製セルに比較して、①加工性がすぐれていること、②柔軟性がある事、③耐摩擦性がすぐれている事、④疎水性がある事などのすぐれた特徴をもっている。定常分析作業ではテフロン製のセルを使用している他、本法も基礎実験ではこのセルを使用して検討を行って来た。

しかし、テフロン製のセルを使用した場合でも(表-1)に示すごとく試料溶液を電解した後に、セル内に核種が残留して、次の試料を電解する時にこれが溶出して電着されるため正の誤差を生ずる欠点を持っている。

このため、洗浄後の電解セルは電解質溶液のみによる電解(空電着)操作を行なって、前回使用した試料の汚染がセル内に残留していない事を確認してから、次の試料の電解に使用するなどの注意が必要である(表-2)。通常、この操作は2回くり返して確認をしているため1試料当たり3回の電解と測定を行なう事になる。

洗浄をくり返しても汚染が残存する場合や、テフロン管のねじ部の摩耗により電着試料の漏れが生じるようになった場合にはテフロン製電解セルを廃棄するが、これまでの α 線放出核種分析作業工程においては、電解セルの使用材料と製作経費が高い事、焼却処理が困難である事、セルの形状、材質が廃棄物減容に不向きである事等の問題もあり、これを使い棄て式に使用する事は経費と廃棄物対策上好ましくなかったため、同一セルをくり返して使用する方法をとってきた。

このためこれまで比較的低濃度の試料を分析した時に生ずる誤差の中には、電解作業工程におけるセルの汚染に起因するものがあつたものと推測されている。

さらに、 α 線放出核種の分析作業において電解工程、セル洗浄工程、汚染残存状況確認の工程がしめる時間と労力、そして経費の割合が大きく、これが分析費を高くにする要因となっていた。

一方、分析実験室から発生する固体廃棄物や酸含有廃液を極力少なくする事は、放射性廃棄物の処理や保管廃棄処分のための経費を削減するためにも、また、公害防止の立場からも重要である。

2-1-2 電解セル改良の目標

以上述べた点を改善し、より分析精度を上げるために次の目標をもってカートリッジ式の電解セルを製作した。

- ① 電解セル内に残存する核種によって起こる誤差を無くする事。
- ② 測定誤差を最小限にするために行なっている電解セルの洗浄作業と汚染残存の有無を確認す

表-1 汚染が電解セル内に残存し電解時に与える影響 (1)

		試料電解後のセルを洗浄しない場合					
		1. 799 dpm		18. 45 dpm		169. 8 dpm	
始めに電解に用いた放射能量							
試料電解後 1回目の空電解で溶出 してくる放射能量	残存量	0. 125 dpm	0. 105 dpm	1. 643 dpm	1. 368 dpm	1. 654 dpm	5. 150 dpm
	残留率	6. 96 %	5. 82 %	8. 91 %	7. 42 %	0. 97 %	3. 03 %
試料電解後 2回目の空電解で溶出 してくる放射能量	残存量	0. 0549 dpm	0. 056 dpm	0. 557 dpm	0. 559 dpm	0. 672 dpm	0. 531 dpm
	残留率	3. 05 %	3. 10 %	3. 02 %	3. 03 %	0. 40 %	0. 31 %

表-2. 汚染が電解セル内に残存し電解時に与える影響 (2)

		試料電解後のセルを洗浄した場合					
		1. 799 dpm		18. 45 dpm		169. 8 dpm	
始めに電解に用いた放射能量							
1回目の洗浄を終えた 後の電解で溶出して くる放射能量	残存量	0. 023 dpm	0. 031 dpm	0. 039 dpm	0. 078 dpm	0. 077 dpm	0. 169 dpm
	残留率	1. 28 %	1. 73 %	0. 50 %	0. 42 %	0. 05 %	0. 101 %
2回目の洗浄を終えた 後の電解で溶出して くる放射能量	残存量	0. 021 dpm	0. 007 dpm	0. 035 dpm	0. 045 dpm	0. 068 dpm	0. 064 dpm
	残留率	1. 15 %	0. 38 %	0. 19 %	0. 24 %	0. 04 %	0. 04 %

るために必要とする人件費、電力費、消耗品費などを節減する事。

- ③ α線放出核種の分析作業を能率的に進めるために、電解セルの洗浄と汚染の有無を確認する作業時間を削減して分析時間の短縮をはかる事。
- ④ 洗浄作業によって発生する酸含有廃液を削減する事によって排水処理に必要とする経費や労力等を削減する事。
- ⑤ 発生する固体廃棄物を減容し、焼却処理が容易な形態に変えると共にこの工程から発生する永年保管廃棄物量を削減する事。

2-1-3 カートリッジ式電解セルの材質と製作方法

カートリッジ式電解セル(写真-1, 図-1)は、合成樹脂を押し出し成型した物である。

使用する材質はポリエチレン樹脂、またはポリプロピレン樹脂の比較的低密度の物であるが、

- ①これらの樹脂は成型が容易である事、②材料費が比較的安価である事、③大量生産が可能である事、④柔軟性があること、⑤製作が簡単で製作費が安い事、⑥廃棄物の圧縮減容が容易で公害防止の面から見て焼却処置が可能である事など多くの利点を兼ね備えている。

一方、台座とセルプロテクターをステンレス製にすることによってセル全体を冷却し、冷却効率を高めるとともに定温冷却槽に発生するサビを防止して絶縁不良を起さないようにしている。

2-1-4 カートリッジ式電解セルの構造

電解セルのステンレス製台座底面にある電着板セット部分に電着板をはめ込んでセットし、これにプラスチック製カートリッジセルとプロテクターを組合せてネジ込み式に電着板とセルの底部を圧着する構造になっている。

カートリッジ式セルは厚さ0.5 mm～1 mm、重量約7.5 gのものである。以下に、各効果に対する構造を述べる。

① 冷却効果を上げる構造

電着板を電解セルの底部に直接露出させて、これに冷却水を吹きつける方式をとり、電着板の温度上昇によるセル内の沸騰を防いでいる。

② 発泡による妨害除去の構造

電着時は電解液中の白金電極と電着板の間で激しい電気分解が起き、水素ガス等が発生する。これを効率よく拡散させなければ電着板とプラスチック製管の接点部分に泡が付着して通電面積が小さくなり、発熱沸騰によって電着率の低下という妨害が起こる。

これを防ぐ為に電着板とプラスチック管との接点部分に勾配を作り、泡が付着しにくい構造にすると共に、電極を回転させて発生する泡を拡散させる方法をとっている。

③ 電解液の漏れ防止の方式

ステンレス製台座に電着板をセットして、これにプラスチック製カートリッジ式セルとセル

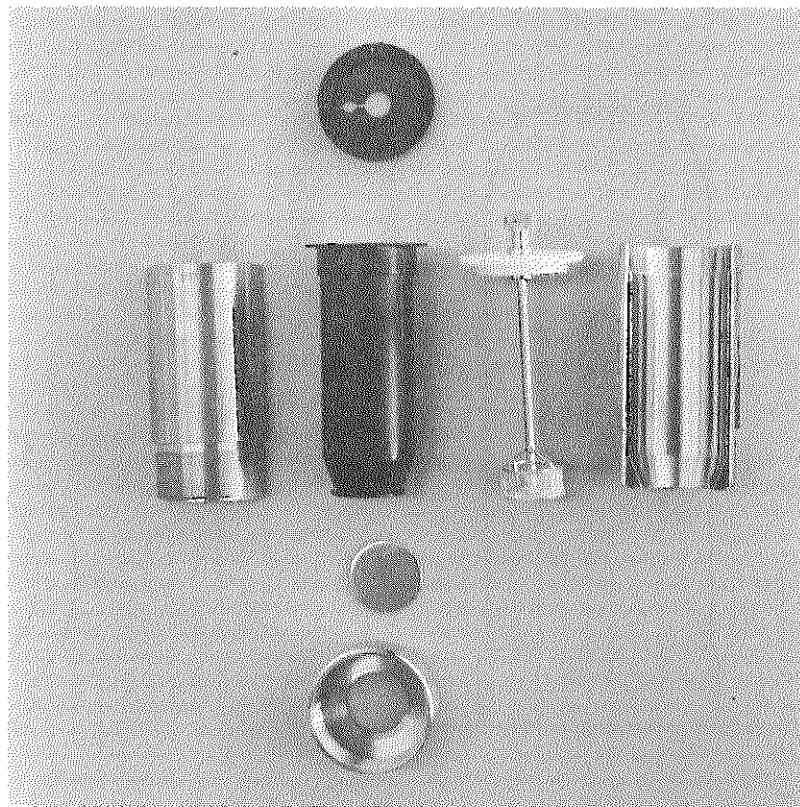


写真-1. カートリッジ式電解セル

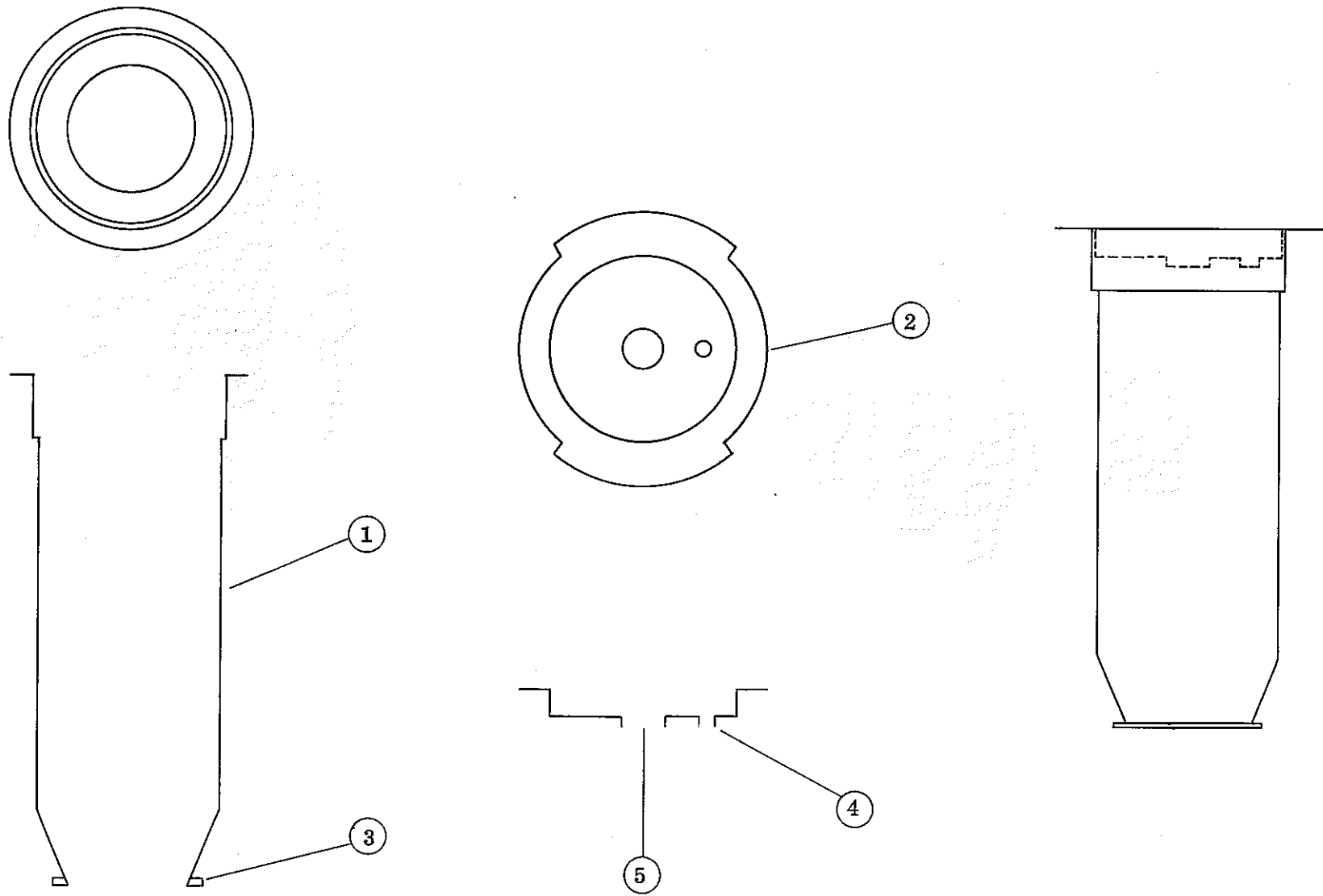


図-1. カートリッジ式電解セル図面

カートリッジ式電解セル各部名称

No.	名 称	役 割
①	カートリッジ式セル管	厚み 0.5 ~ 1.0 mm の管状をなす容器の一部で、底部に電着板を密着する事によって電解質溶液を入れる容器となる。
②	カートリッジ式セル蓋	厚み 0.5 ~ 1.0 mm でセル管①の上部から蓋としてはめこみ、電解中に飛散する電解質溶液が外部へ出ない様にこれを防ぐ。
③	パッキング部分	この部分は厚み 1.5 ~ 2 mm あり、セルプロテクターのパッキング部締め付け部によって電着板と密着させられ、電解質溶液の洩れを防ぐ。
④	通 気 口	電解中に水素ガス等が発生するために、これを通気する。
⑤	電極の軸貫通口	この穴を通して電極が電解質溶液中に滴る事になる。内側へ折り返し部分を設けて電解質の飛末がセル外へ出るのを防ぐ。

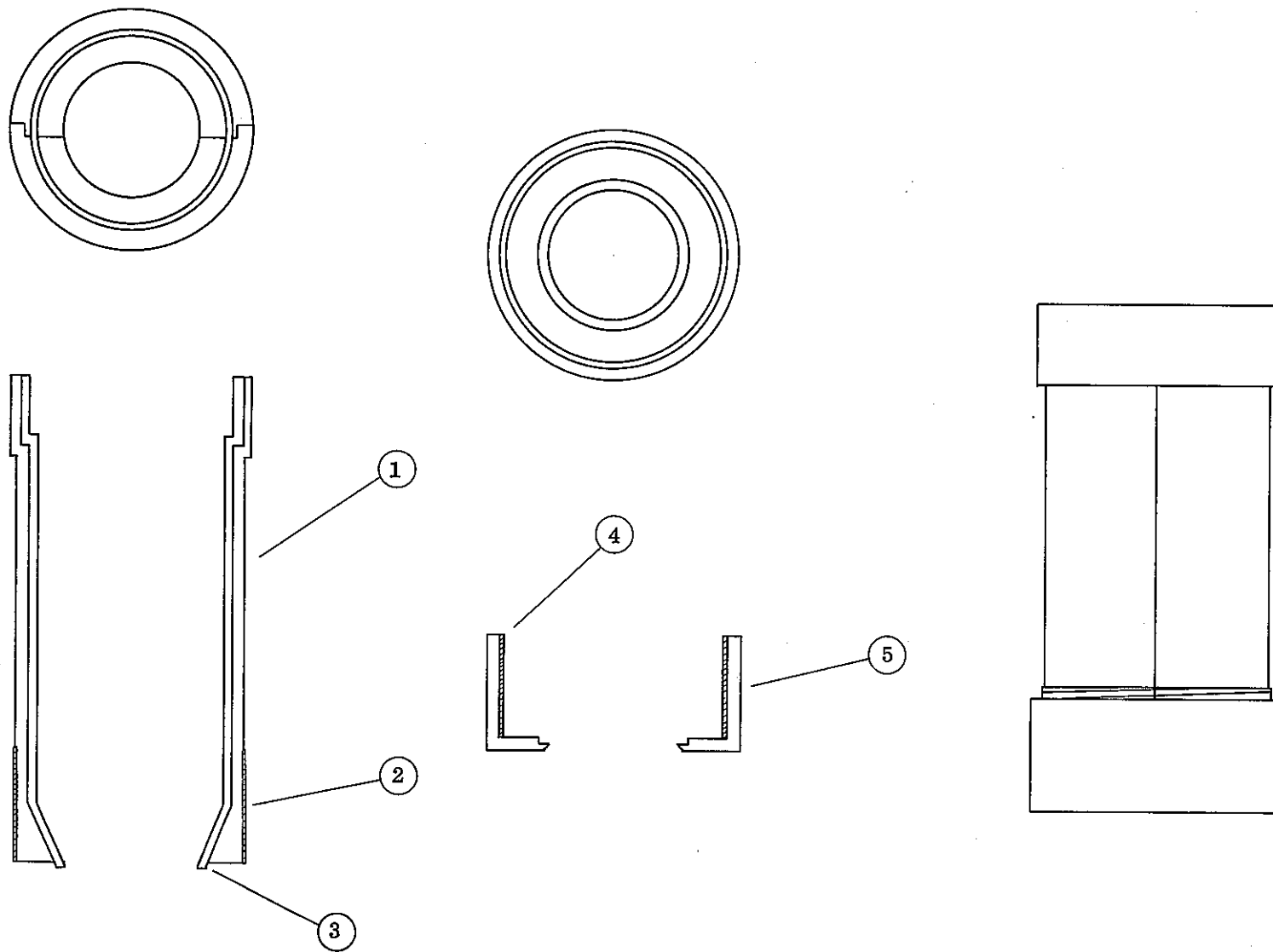


図-2. カートリッジ式電解セルプロテクター図面

カートリッジ式電解セルプロテクター各部名称

No.	名 称	役 割
①	セルプロテクター	セル管を外部から包みこんで保護するとともに、内部で発生する熱を吸収し、外部へ放出する。
②	ネジ部	セル台座と共通ネジになっており、セルプロテクターと結合させて一体にする。
③	セルパッキング部分 締め付け部	セル管のパッキング部分を外側からかこみ、電着板に押しつけて液洩れを防ぐ。
④	セル台座ネジ部	セルプロテクターと共通ネジになっており、セルプロテクターと台座を結合させて一体にする。
⑤	セル台座	底部中央に電着板を位置し、セルプロテクターと結合して電解セルの底部を形成する。

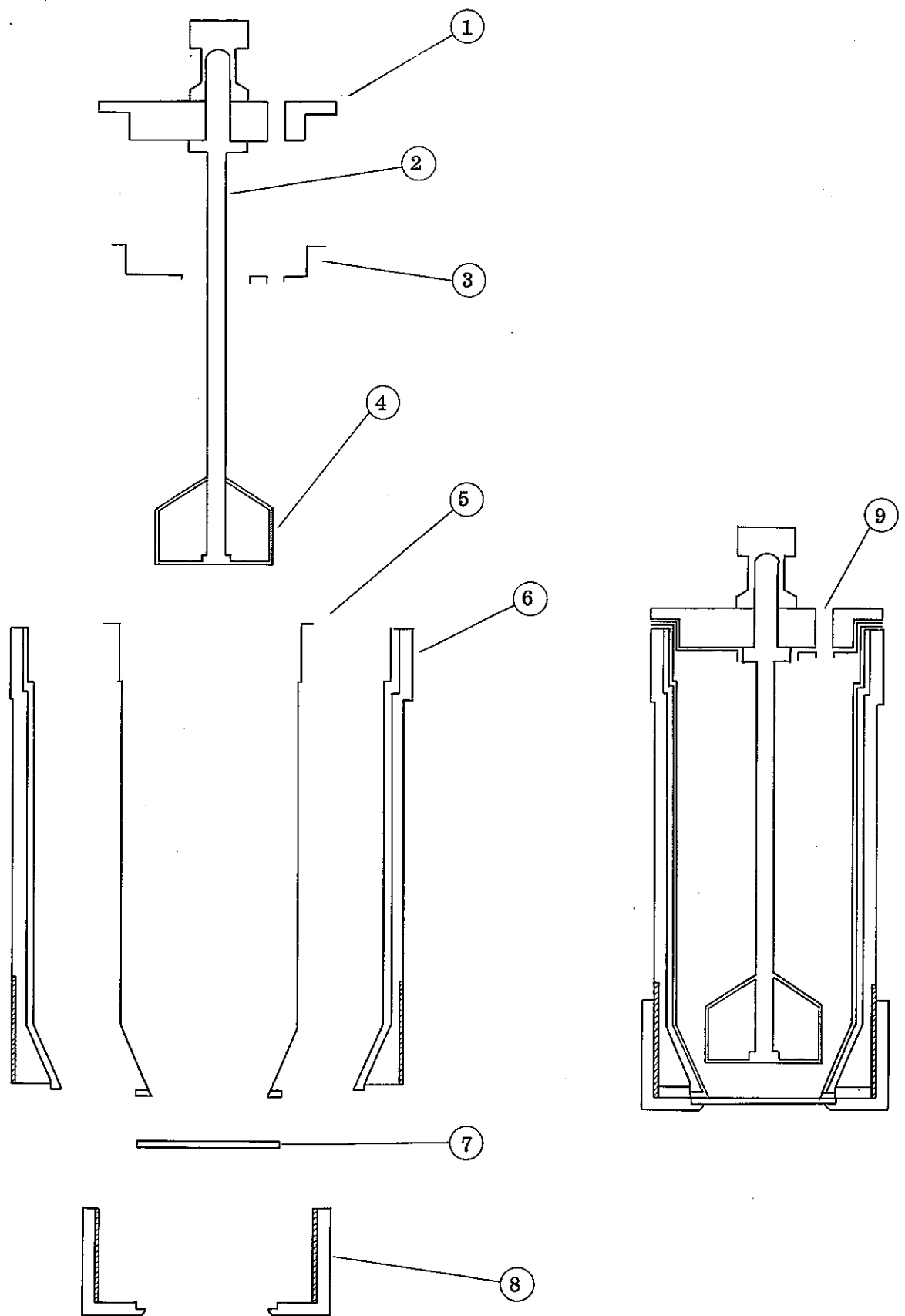


図-3. カートリッジ式セルとプロテクターの組立図

カートリッジ式セルとプロテクターの組立て

No.	名 称	役 割
①	電極回転軸受 兼用セル蓋	電極を回転させる時、軸受の役割を果たす。
②	電 極 軸	籠状の陽極部分を回転させるための軸
③	カートリッジ式セル蓋	電解中に飛散する電解質溶液がセル外に出るのを防止すると共に、電極回転軸受兼用セルの汚染を防ぐ。使い棄式に使用する。
④	籠状陽極部分	⊕電気を電解液中に流す。
⑤	カートリッジ式セル管	管状をなす容器の一部で電着板を底部に密着する事によって電解質を入れて電解する容器となる。これを使い棄式に使用する事によって省力化が可能となる。
⑥	カートリッジ式セル管 のプロテクター	セル管を外側から包む様に保護し、内部で発生する熱を吸収して放熱する。
⑦	電 着 板	セルの底を兼用し、これに核種を電着して α 放出核種の測定試料となる。 ⊖極を兼ねる。
⑧	セ ル 台 座	電着板を中央底部に位置させ、プロテクターと結合して一体となり、セルの底部をなす。
⑨	通 気 口	電解電着中に発生する水素等のガスをセル外に放出する口。

プロテクター(図-2)を組合せて、ネジ込み式に圧着させる。

プラスチック製カートリッジ式セルは柔軟性を持っており、電着板とセル管との接点がよく圧着して電解液の漏れを防止できる(図-3)。

2-2 電解電極

2-2-1 電解電極の問題点

従来使用している電解電極は直径1mm、長さ約30cmの白金線を用いて先端をうず巻状に加工して使用している。この様な電極では接液部分の面積が小さく電流が流れにくいため発熱の原因となる他、セル内で発生する気泡を積極的に拡散させる事が出来ないため発生する水素ガス等の気泡が陽極と陰極の間にたまって沸騰の原因になる。

また、本迅速電着法では比較的大電流で電解するために陽極部分が動かない構造ではうず巻き形がそのまま電着板に騰写した模様を生ずる。

2-2-2 電解電極改良の目標

- ① 接液部分の面積を大きくする事。
- ② 電解中に発生する気泡を積極的に拡散する事。
- ③ 堅牢である事。
- ④ 均一で大きな電流密度が得られる構造にする事。

2-2-3 電解電極の構造

① 接液部分の面積を大きくする構造

白金電極の先端の陽極部分を籠状にし、さらにこの周囲を20メッシュの網を張って接液面積を大きくすることにより接触抵抗を小さくして、発熱の防止をはかると共に、電流密度を大きくしている。

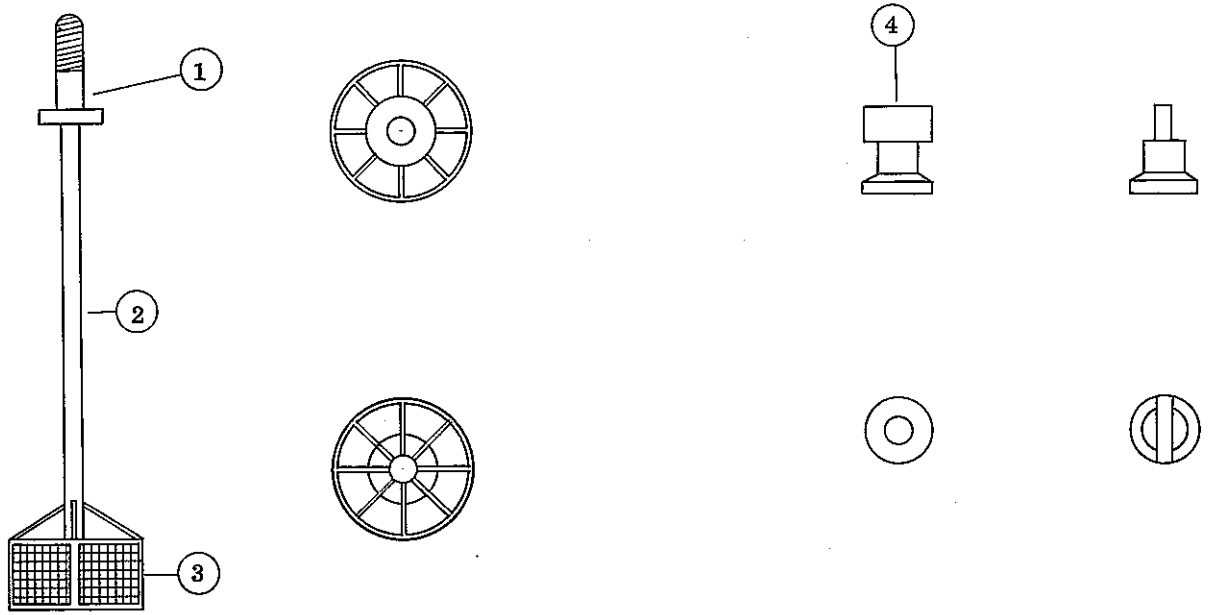
② 電解中に発生する気泡を積極的に拡散する構造

電解中には陽極と陰極の間に激しい電気分解がおき、水素等のガスが多量に発生するが、これを積極的に拡散しなければ電着率の低下を招くため白金電極を毎分50回転で回転させる構造にした。

また、この陽極を回転させる方式をとる事によって電流密度が一定になったため、均一な電着試料の作成を可能にした。

③ 電極を堅牢にする構造

実用化に向けて電極を堅固なものとするため、電極の回転軸を太くすると共に先端陽極の籠状部分から四本のささえを回転軸に溶着し、籠状部分が軸からずり落ちるのを防止した(図-4)。



No.	名 称
①	電極回転軸部
②	電極軸部
③	籠状電極部
④	電極回転軸受締め付け頭部

図-4. 白金電極概観図

また、回転軸の受に摩擦が生じない様にするためにセルの外蓋をテフロン樹脂製にして、白金電極の軸と組合せたため、テフロン樹脂の耐摩擦特性が生かされ、摩擦の生じない簡単な一体式構造とする事が出来た。

2-3 電解装置

2-3-1 電解装置の問題点と改良の目標

従来使用している電解装置はスライダックを使用して電流の制御を行なうもので、常時作業者が設定電流に合う様スライダックを調節しなければならない。また、本法における電解電流は比較的大電流であるためにスライダックを使用すると装置が大型化し重量も増加する。

一方、大電流で電解を行なうため電解セル内の発熱が激しく、電解セル冷却槽と白金電極の回転機構を設ける必要がある。

この様な事から電解装置は作業能率の向上と省力化を図るために定電流自動制御方式を採用した。装置は定電流電源部と電解処理部、そして電解セル定温冷却部の各ユニットに分けて、よりコンパクト化した電解装置を設計製作した。

2-3-2 定電流電源部の構造と方式

概観と電気回路等を(写真-2)、および(図-5)~(図-7)に示す。定電流電源部の制御電気回路(全ソリットステート方式)によって電解中に負荷の変動があった場合、これを電解処理部からのリモートコントロールによってあらかじめ1~10 A(連続可変式)に設定した定電流に自動制御しながら電解を行なうことが出来る。

電圧は最大30 Vであり、リップルは1 mV(rms)である。

2-3-3 電解処理部の構造と方式

電解処理部の外観図と電気回路を(図-8)と(図-9)に示す。電解セル6個を定温冷却しながら、同時に電解処理する能力をもっている。

また、電解中はセル内を攪拌する方法をとっており、白金電極を回転させながら直流電流を流すため回転軸受部の構造は(図-10)に示す通りである。

軸を回転させる為の動力は小型コンデンサーモーターから受ける。この時、電流は定電流制御電気回路を経てカーボンブラシから回転軸へ、そして軸の先端にあるクリップ部分から白金電極へと伝達される。

軸の回転数は毎分50回転である。回転軸は先端のクリップが簡単に白金電極の頭部をはさんで回転しながら電流を通す方式をとっているために回転軸と電解セルの中心が比較的大きくずれていても対応できる能力を持っている。

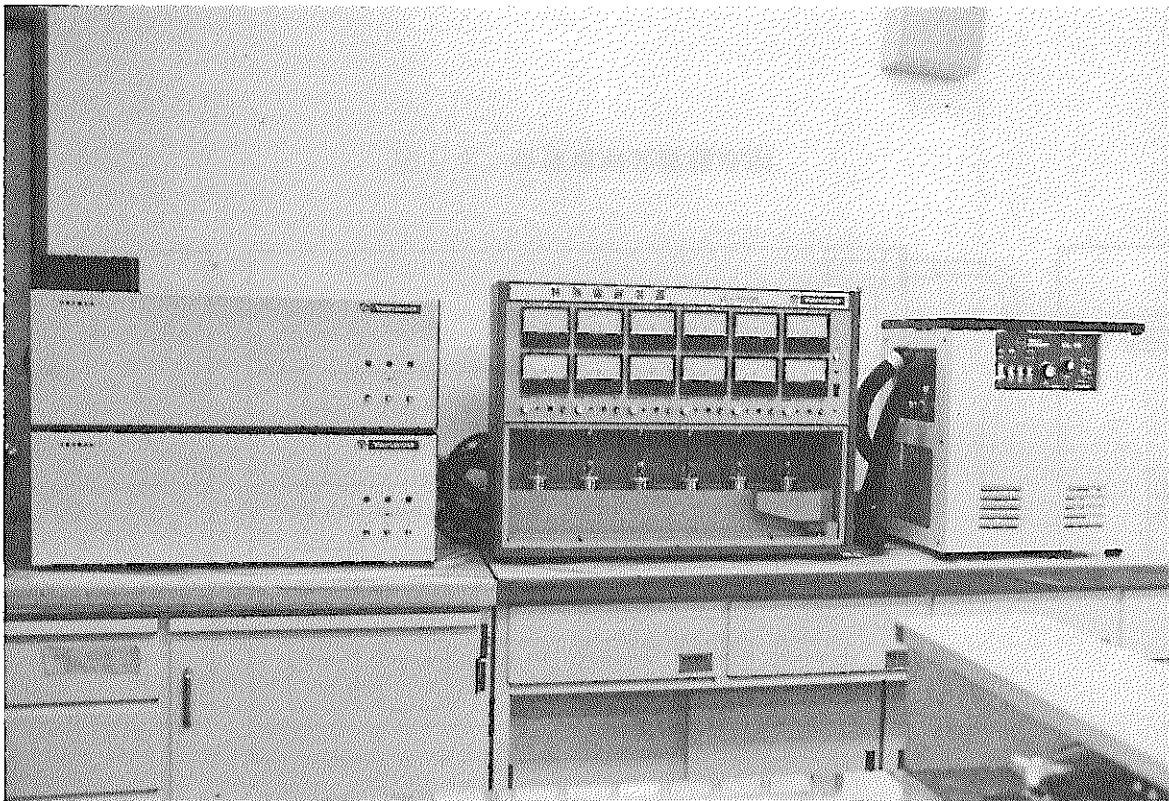


写真-2. 特殊電解装置

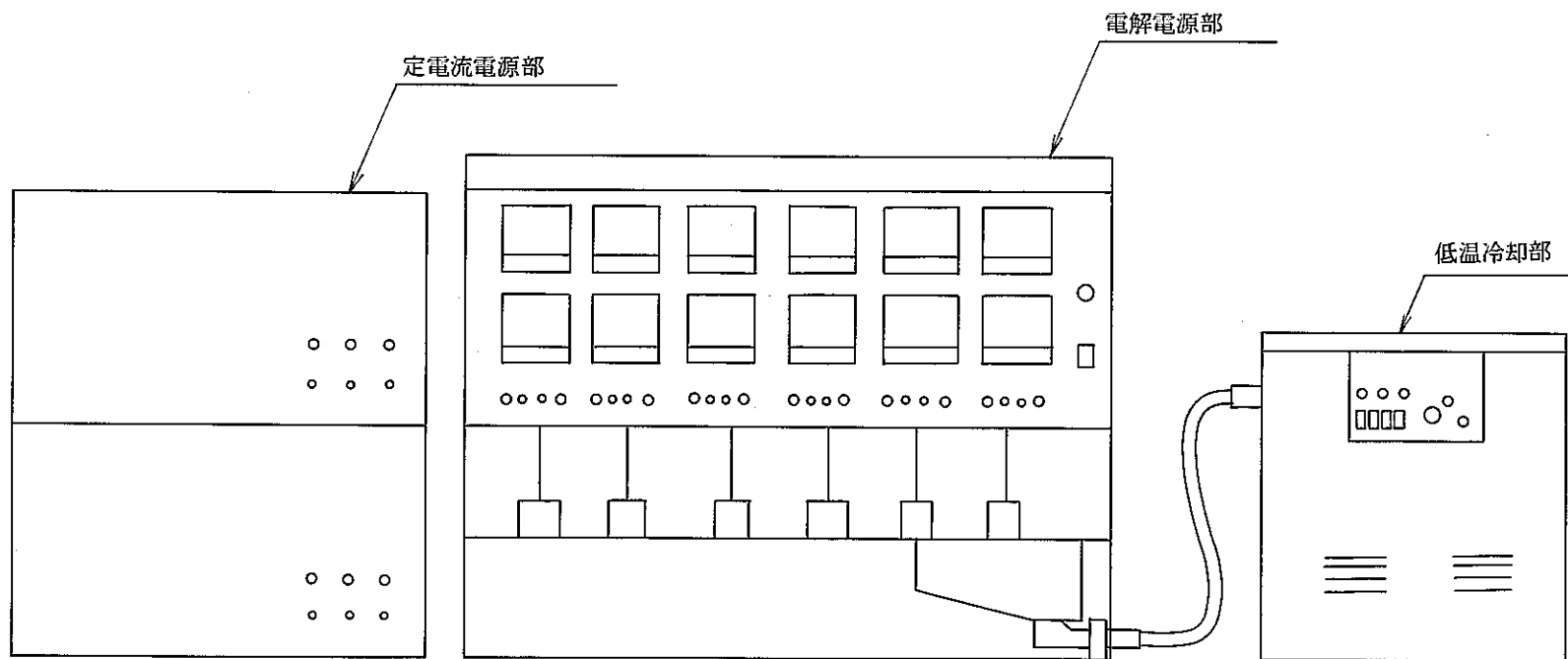


図 - 5. 特殊電解装置構成図

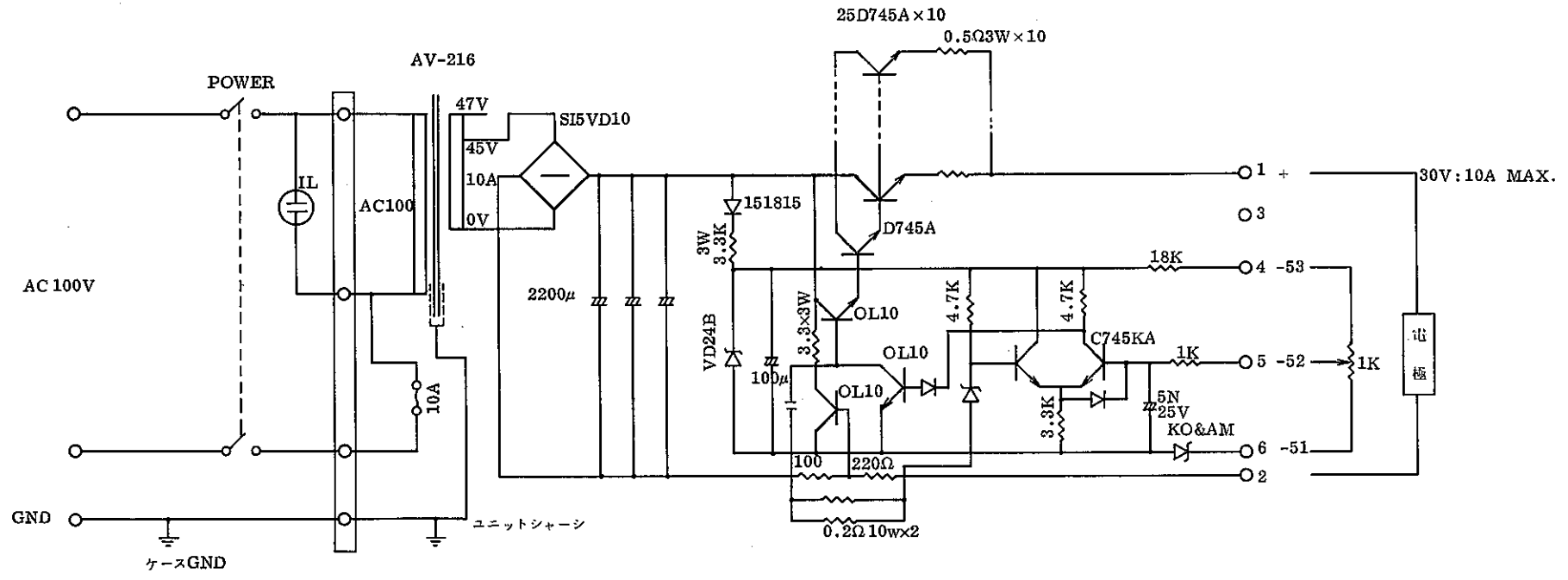
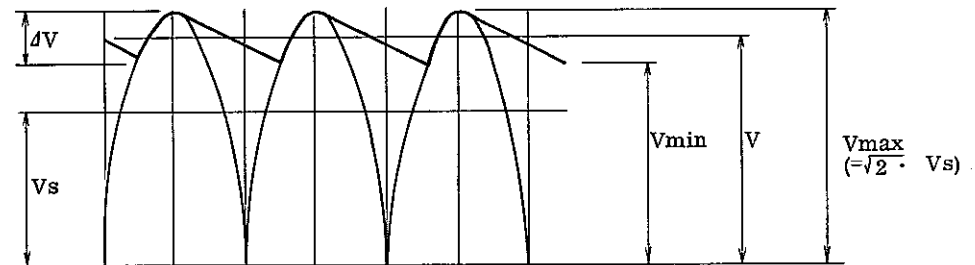
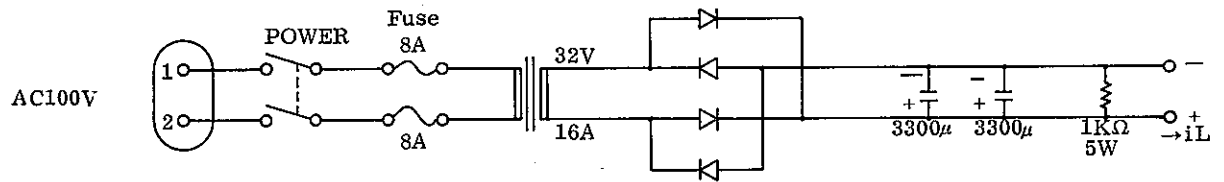


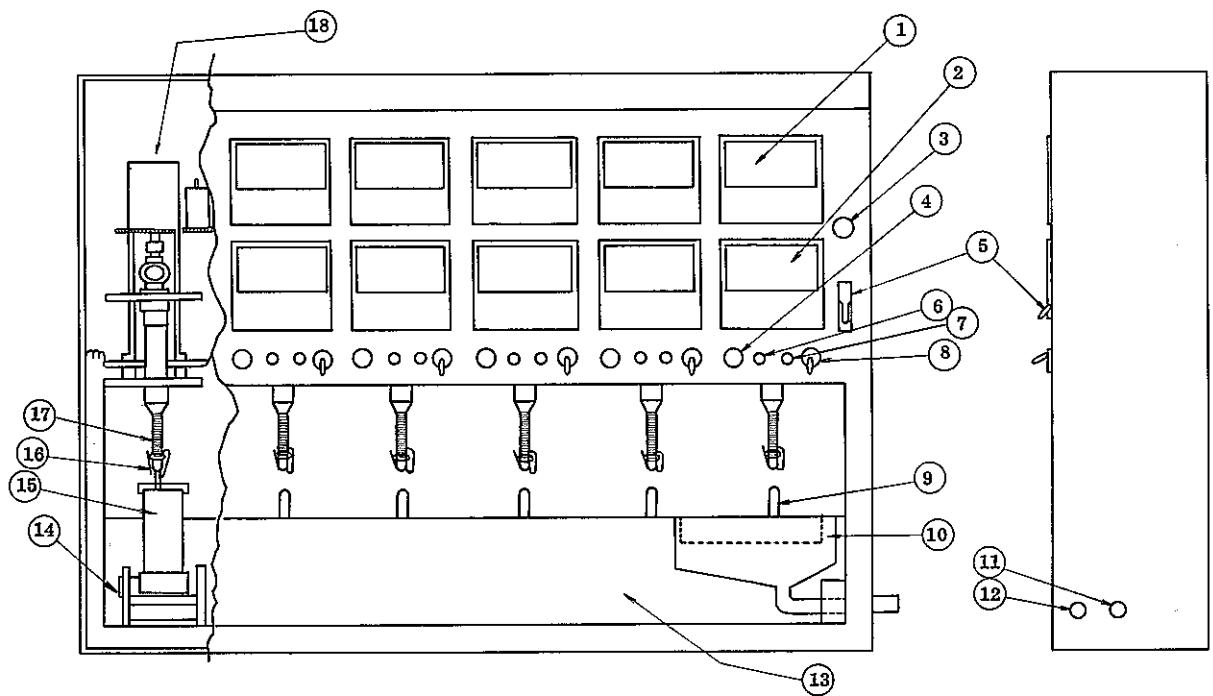
図 - 6. 定電流制御回路



iL	AC 90V					Ac 100V				
	Vs	ΔV	Vmin	V	Vmax	Vs	ΔV	Vmin	V	Vmax
0 A	23.8V	0 V	40.7V	40.7V	40.7V	32 V	0 V	45 V	45 V	45 V
1	"	1.5	39.2	39.9	"	"	1.5	43.5	47.2	"
2	"	3.0	37.7	39.2	"	"	3.0	42.0	43.5	"
5	"	7.5	33.2	36.9	"	"	7.5	37.5	41.2	"
10	"	15.0	25.7	33.2	"	"	15.0	30.0	37.5	"

$$\Delta V = \frac{i \cdot t}{c} = \frac{10^{-2}}{6.6 \times 10^{-3}} \cdot iL \approx 1.5 \cdot iL$$

図-7. 電源回路 インプット形



- | | |
|---------------|-------------------------|
| ① 電圧計 | ⑩ オーバーフロー槽 |
| ② 電流計 | ⑪ 冷却水入口 (IN PUT) |
| ③ 主電源標示ランプ | ⑫ オーバーフロー出口 (OUT PUT) |
| ④ 電流調整器 | ⑬ 冷却水槽 |
| ⑤ 主電源スイッチ | ⑭ 電解セル受け |
| ⑥ モータ始動スイッチ | ⑮ カートリッジ式電解セル |
| ⑦ モータ用標示ランプ | ⑯ 電極クリップ |
| ⑧ 電解開始スイッチ | ⑰ フレキシブルジョイント |
| ⑨ 電解電極 (陽極) | ⑱ モーター |

図 - 8. 電解処理部概略図

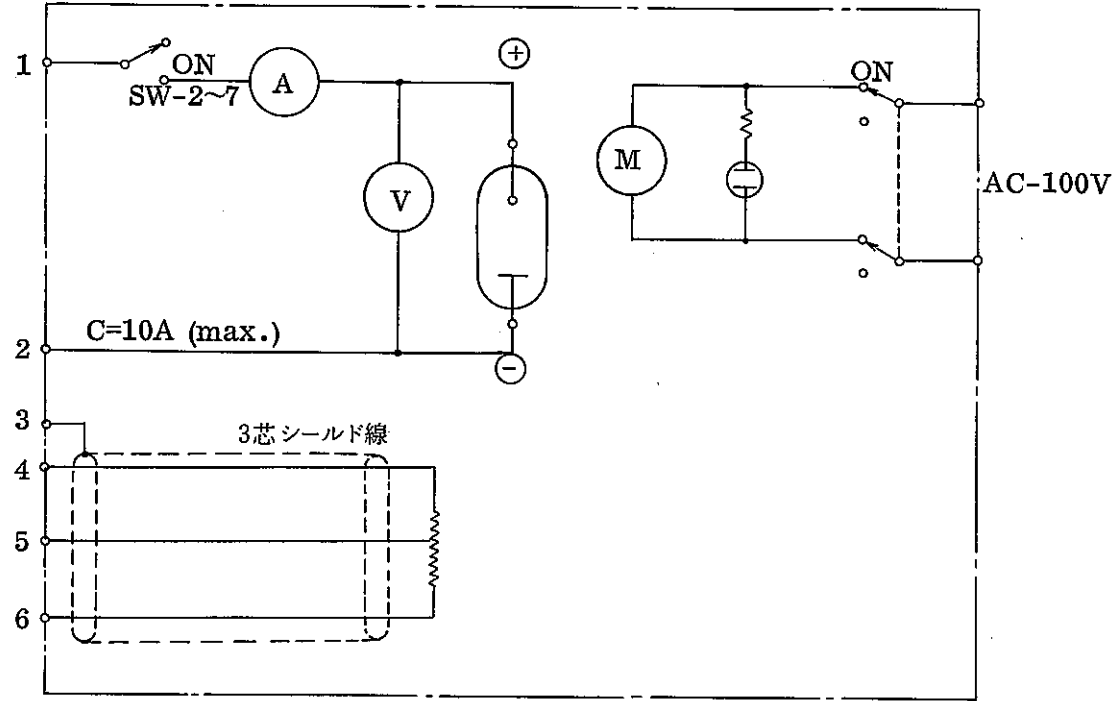


図 - 9. 電解処理部回路図

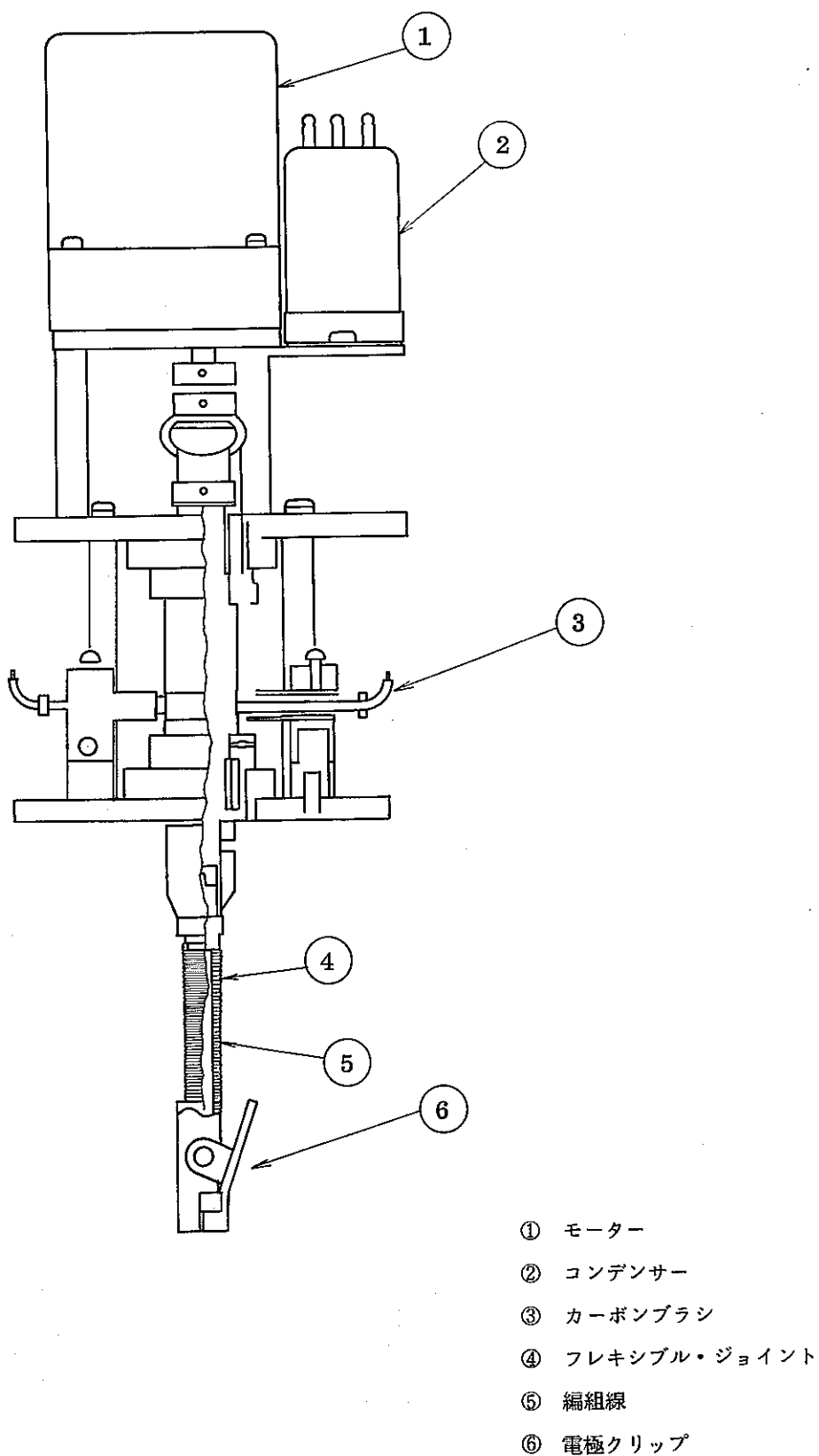
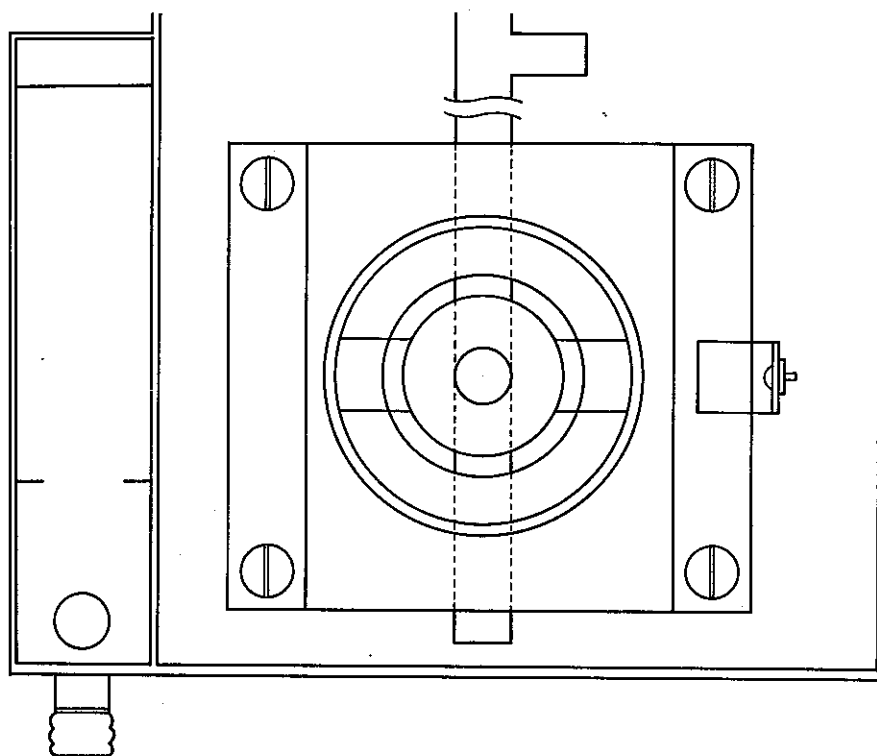
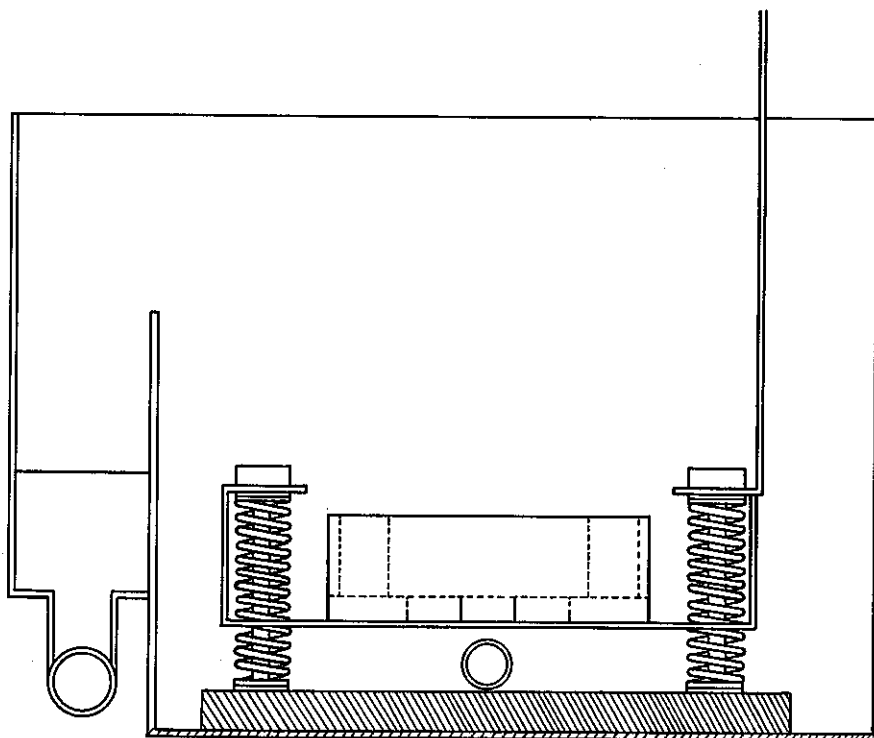


図-10. 電極回転機構



(1) 平面図



(2) 側面図

図-11. セル受け台の構造

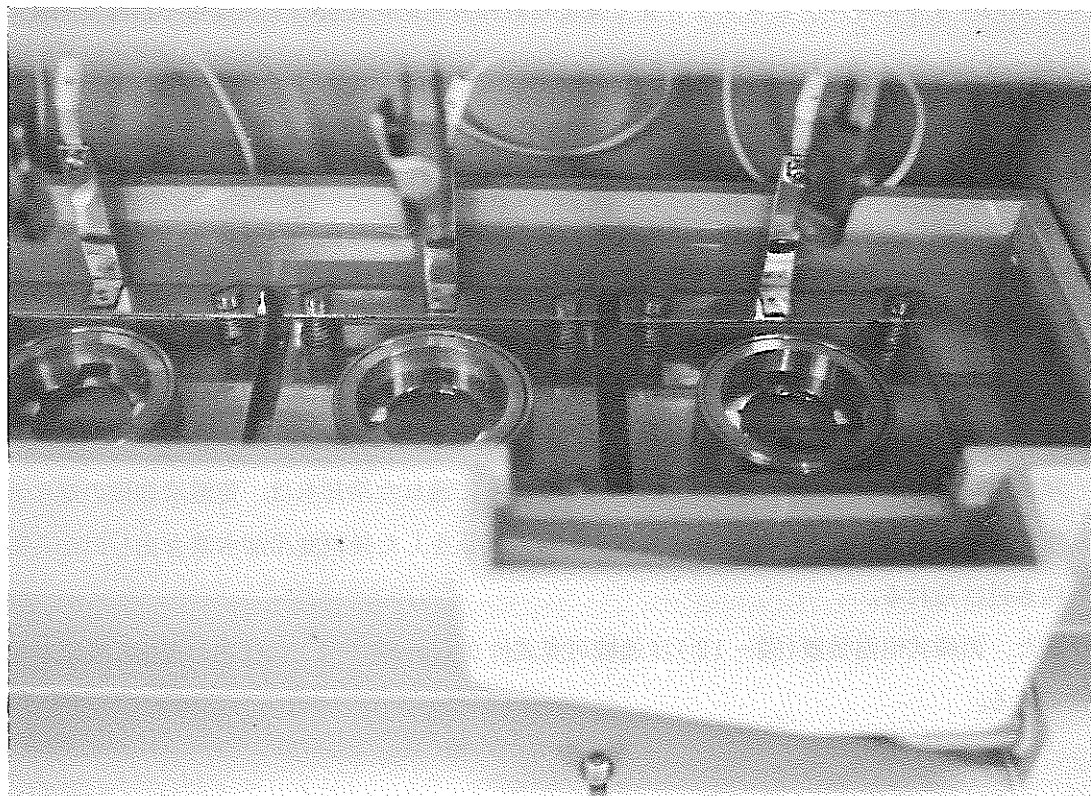


写真-3. セル受け台

また、電解セル定温冷却槽は塩化ビニール樹脂で製作して絶縁性をもたせており、電解セルはこの槽内に4本のボルトとスプリングで支えられたステンレス製のセル受台の台座受(図-11, 写真-3)にさし込むようにセットする。

2-3-4 定温冷却装置と冷却方式

定温冷却部は電解セル定温冷却槽と循環式恒温装置とからなり相方は保温フレキシブルパイプで連結しており、冷却槽内の水は強制循環する方式をとっている。

電解セルの冷却は、この循環式恒温装置から送られてくる冷却水を吹き出し口から直接電着板に吹きつけ、強制冷却する方式をとっており、電解セルの底に発生した気泡を追払う役割りも果たす。

電解セル受台と台座受に設けた冷却水通路を通して流れた冷却水は、定温冷却槽の端にある冷却水汚過槽を通して定温冷却装置に入り、水温の補正をした後再度冷却水吹き出し口から電着板へ吹き付けられる。

また、循環式恒温装置(図-12)は連続可変式に0℃～50℃までの任意の温度に設定が出来る物である。

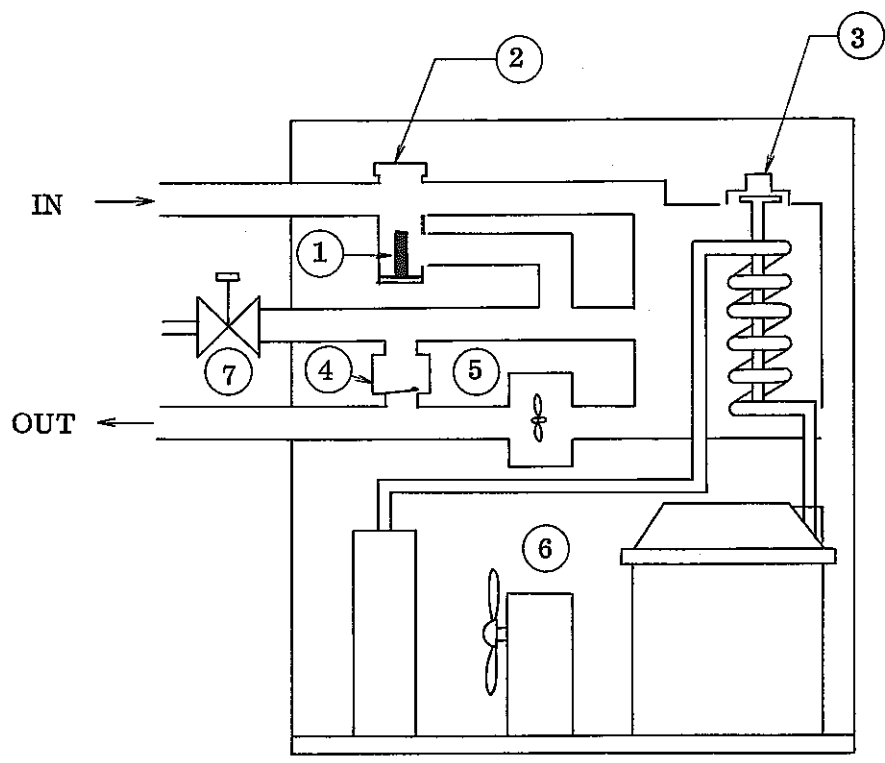
2-4 α放射能測定装置

2-4-1 α放射能測定装置の問題点と改良の目標

再処理海洋放出排水中の全α放射能測定法としては蒸発乾固試料をZnS(Ag)シンチレーション計数器を用いて測定する方法が採用され、放出可否判定に利用されているが、試料作成時のかたよりによる測定値のばらつきが大きいことや、α線の自己吸収が大きく正確な補正ができないことなどの問題があった。しかし、これらは迅速電着法を採用することにより、ほぼ克服できる見通しが立った。

測定装置についてもZnS(Ag)シンチレーション検出器はバックグランドが高く、計数効率のエネルギー依存性が大きい(天然ウランで計数効率が約14%, ^{239}Pu で30%)など問題点は多い。また分解能が悪いため定性分析が不可能であり、測定値の正確な補正も困難である。処理能力についても、複数の試料の同時測定ができないため、測定件数、測定時間にかなりの制約を受けることになる。

全α迅速電着法を実施するにあたっては、あらかじめ既知量の特定核種をスパイクすることにより正しい測定値に補正する方法をとるため、分解能が高く、計数効率のエネルギー依存性の小さい検出器が必要不可欠である。また、実際の排水の放出管理にこれを応用する場合は短時間に測定値を解析して放出可否判断を行なう必要があり、迅速なデータ処理が要求される。



- ① 温調器センサー
- ② 呼び水タンク
- ③ ヒータ
- ④ 逆止弁
- ⑤ ポンプ
- ⑥ 冷凍器ユニット
- ⑦ ドレインコック

図-12. 定温冷却装置

そこで以下のことを目標に分解能の高い表面障壁型シリコン半導体検出器を用いた α 線スペクトル自動解析装置を開発して導入した。

- 1) 定性、定量を高い精度で行ない、自動解析する能力を有すること。
- 2) 全 α 放射能分析、および核種分析が同時に可能なこと。
- 3) 多量の試料を同時測定できること。
- 4) 迅速なデータ処理能力を有すること。
- 5) 自動解析装置の操作は γ 線スペクトル自動解析装置と同程度に容易であること。

2-4-2 α 線自動解析装置の構成

本装置は次のような構成によって自動測定を行なう。 α 線スペクトル自動解析装置の全体図を(写真-4)に、構成図を(図-13)に示す。

1) MCAプロセッサ	1式
2) フロントエンドモジュール	4台
3) コンピュータネットワークインターフェース	1組
4) コンピュータ及び周辺機器	1式
5) コミュニケーションインターフェース	1組
6) シリコンサーフェスバリアディテクター	16台
7) ソフトウェア	1式

2-4-3 α 線自動解析装置の仕様

(1) プロセッサ

仕様：メモリー : 8KメモリMOS, $2^{20} - 1$ カウント/チャンネル
 CRT : 12" (30cm)
 : カレントループEIA I/Oポート
 : デュアルカーソル, オートレンジ(リニア, ログ)

(2) フロントエンドモジュール

仕様：100MHz, 8192 ch ADC
 積分非直線性 : $\pm 0.025\%$ 以下
 微分非直線性 : $\pm 1\%$ 以下
 ドリフト : ゲイン $\pm 0.01/\text{℃}$ 以下
 ドリフト $\pm 0.01/\text{℃}$ 以下
 ミキサールータ 4入力PHA
 積分非直線性 : $\pm 0.05\%$

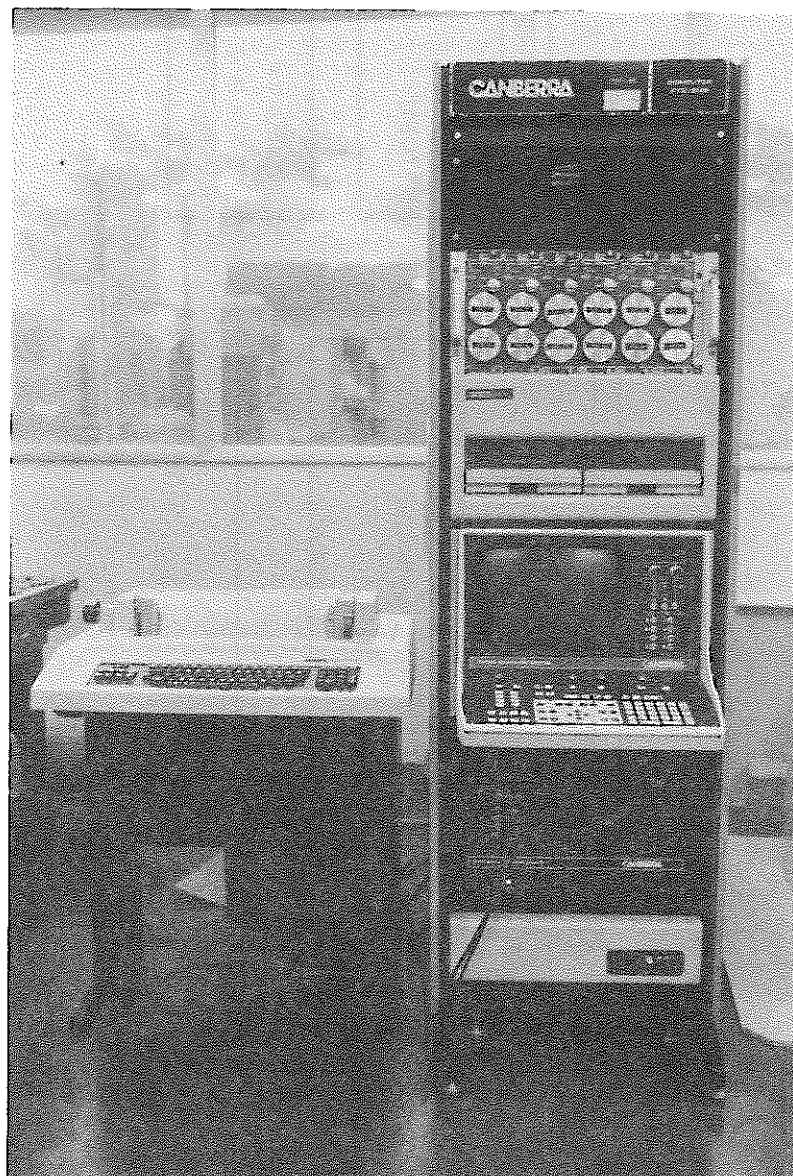


写真-4. α 線スペクトル自動解析装置

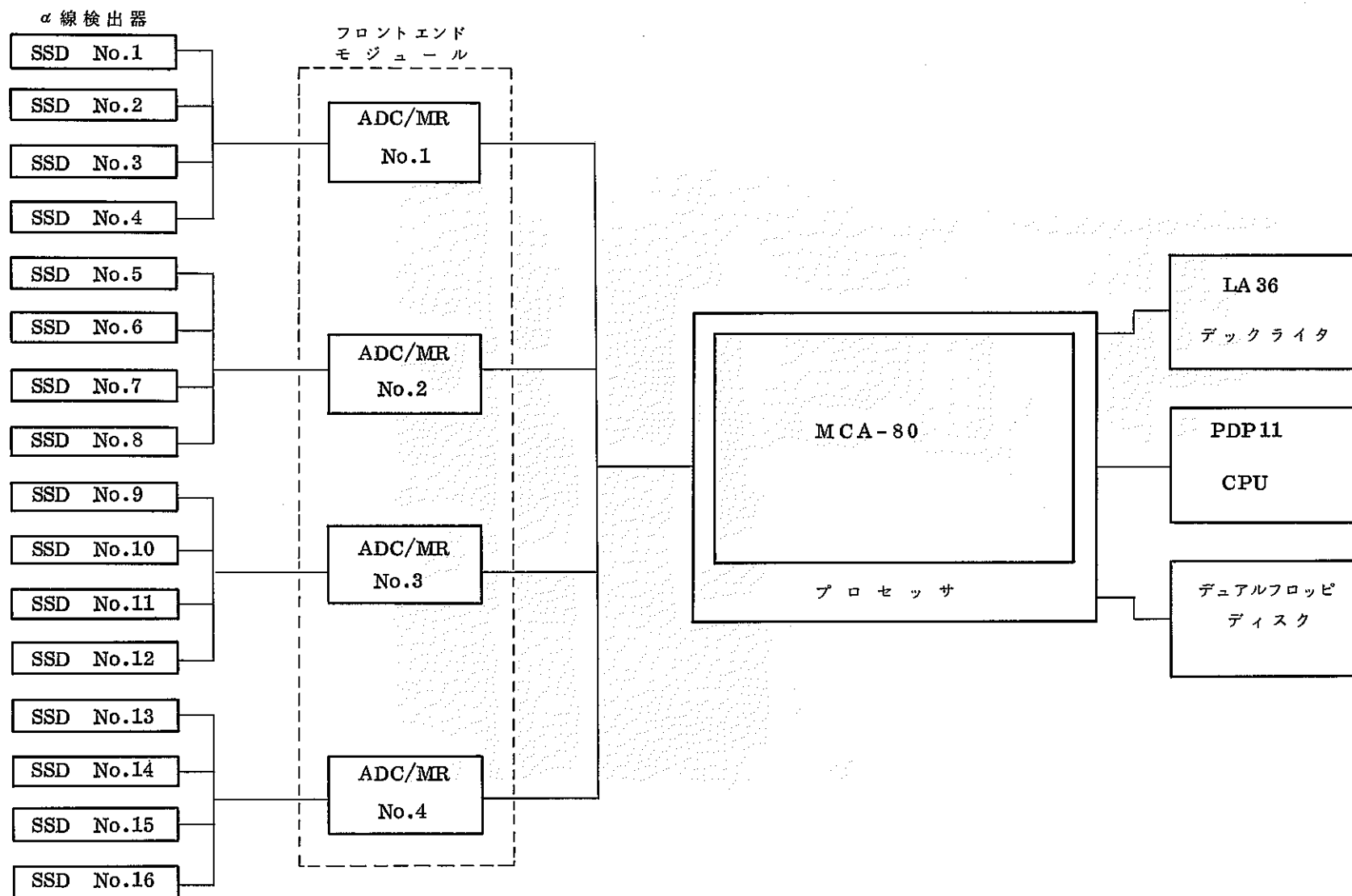


図-13. α線自動解析装置の構成図

ゲインドリフト：±0.02%/°C

ゼロドリフト：±0.02%/°C

チャンネルアイン：
レーション

80 dB 以上 at 100 KHz
70 dB 以上 at 1 MHz

(3) コンピュータネットワークインターフェース

MCAプロセッサとオペレータシステムのコンピュータを接続する時に必要になるインターフェース。

(4) コンピュータ及び周辺機器

(イ) オペレータシステム

メモリ 32 Kb MOS

(ロ) LA 36 デックライタ

(ハ) R×V-21 デュアルフロッピィディスク

512 Kb/ディスク

(5) コミュニケーションインターフェース

MCAプロセッサを接続する時のオペレーターシステム側のインターフェース。

(6) シリコンサーフェースバリアディテクター

真空チェンバ(内臓) 有効面積：450 mm²

半導体検出器() 分解能：FWHM 21 KeV以下

プリアンプ()

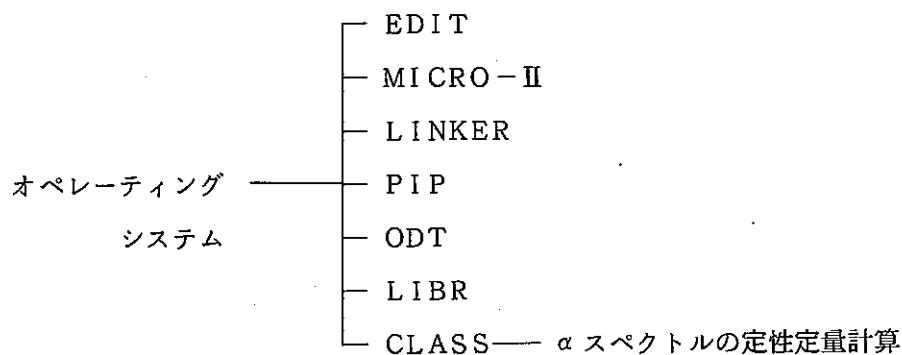
ビン電源()

(7) ソフトウェア

オペレーティングシステム (αスペクトルの定性定量計算)

1) オペレーティングシステム

本システムのモニター



2) CLASS

これはオペレーティングシステムによりサポートされた対話形式のソフトウェア言語である。

MCAプロセッサ、NIMモジュール、DATANIMモジュールを中心とした自動測定解析装置に最適のように設計されている。

その為、このソフトは通常の数値計算、条件判断機能等の他にこれらの機器を制御するのに必要な命令を持ち、また、データ等の広範囲な処理の為種々のI/O機器のサポートが行なえる。

3) α 線解析ソフトウェアは α 線解析プログラムALPHAを中心として次の様なプログラム群から成り立っている。

- (i) PUTS 80 MCAプロセッサからディスク上へのデータの転送プログラム
 - (ii) GETS 80 ディスク上からMCAプロセッサへのデータの転送プログラム
 - (iii) GETTTY ディスク上からTTY(デックライター)へのデータの転送プログラム
 - (iv) MAKAFI DATAファイルの作成、名前の登録用プログラム
 - (v) ACALIB エネルギー校正及びAm-241による効率の校正用プログラム
 - (vi) ALBEDT 解析用ライブラリーALIBDの作成、修正プログラム
 - (vii) CHSPIK 解析用スパイク核種及び校正核種のデータの登録用プログラム
 - (viii) その他のプログラム ALPHA及び1~7のプログラムが使用するルーチン
- また、ALPHAが使用するファイルには次のようなものがあります。

- ① AFLNMS DATAファイル及びヘッダーファイルの名前を保存するためのファイル
- ② ALIBD 解析用ライブラリーのファイル
- ③ AEDSK 校正データのファイル
- ④ SPIKED スパイク核種及び校正用核種のデータ用ファイル
- ⑤ (ASPEC) DATAファイル
- ⑥ (ASPECH) DATAのベターファイル

2-4-4 α 線スペクトル解析の方法

α 線スペクトルの解析は、試料中にスパイクされた既知の濃度の核種(スパイク核種)をもとに次の様な計算から求められる。

(1) エネルギー校正式

$$E = ax^2 + bx + c \quad E : \text{KeV}$$

$$x : \text{チャンネル}$$

$$a, b, c : \text{校正定数}$$

(2) エネルギー分解能校正式

$$FW1M = ax^2 + bx + c$$

FWHM : KeV またはチャンネル

x : チャンネル

a, b, c : 校正定数

(3) ピーク面積計算

$$A = P$$

P : チャンネル積分値

$$\sigma A = \sqrt{P}$$

(4) 濃度計算式

$$C = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{tb}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{tb}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W} \cdot 10^{-6}$$

$$\sigma_c = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t b + B_2 t^2}{(S_2 t b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

C : 核種の放射能濃度 ($\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$)

σ_c : " " 誤差

K : スパイクした核種の濃度 (^{236}Pu または ^{232}U) dpm

σK : " " 誤差

t : 試料測定時間 (分)

tb : B. G 測定時間 (分)

S_1 : 核種のチャンネルピーク面積 (Count)

S_2 : スパイク核種のチャンネルピーク面積 (Count)

B_1 : S_1 核種のチャンネル範囲の B・G ピーク面積 (Count)

B_2 : S_2 " " " (Count)

ϵ : 計数効率 (%)

$\sigma\epsilon$: 計数効率誤差

W : 試料量 (ml)

Y : 化学収率 (%)

σY : 化学収率誤差

$$Y = \left(\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{tb}\right) \cdot \frac{100}{\epsilon} \cdot \frac{100}{K}$$

$$\sigma_Y = \sqrt{\frac{S_2 t b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma \varepsilon}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{\sigma k}{K}\right)^2}$$

(5) B・Gの測定

計算に必要な各核種のチャンネルについてそのB・G計数と測定時間を解析し、核種計算の場合には核種チャンネル範囲のB・Gを差し引く。

(6) チャンネル指定プログラム

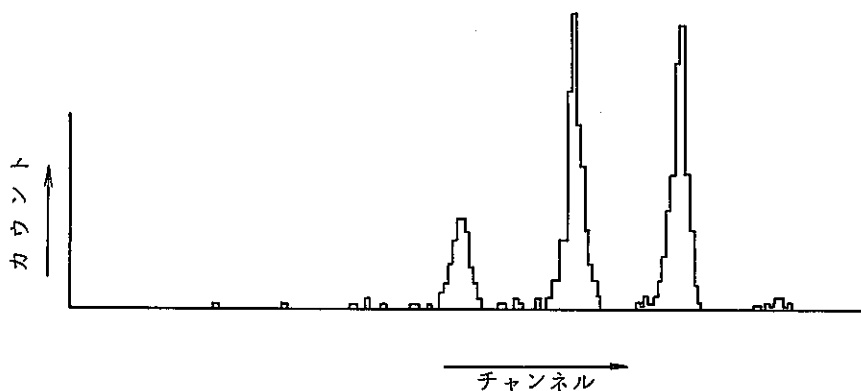


図-14. チャンネルの指定

このようなデータの場合ピークに輝度をかければチャンネル指定を自動的に行なう。

(7) 計数効率の算出

$$\varepsilon = \left(\frac{k}{t_2} - \frac{k b}{t b} \right) \cdot \frac{100}{S}$$

$$\sigma \varepsilon = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{k \cdot t b^2 + k b \cdot t^2}{(k \cdot t b - k b \cdot t_2)^2} + \left(\frac{\sigma S}{S}\right)^2}$$

ε : 計数効率 (%)

k : 標準試料 (^{241}Am) のチャンネルピーク面積 (Count)

t_2 : 標準試料 (^{241}Am) の測定時間 (分)

$k b$: k チャンネル範囲の B・G 面積 (Count)

$t b$: B・G 測定時間 (分)

S : 標準試料の濃度 (dpm)

σ_s : 標準試料の誤差

$\sigma \varepsilon$: 計数効率の誤差

(8) 標準試料(スパイク核種)の半減期補正(^{236}Pu , ^{232}U)

これらの計算においてスパイク核種及び較正用核種 Am-241 の濃度は最初の濃度 I_0 から経過時間 t に応じて次の式で補正される。

$$I_{t_1} = I_0 \cdot \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t}{T}}$$

$$K = I_{t_1} \cdot m$$

I_0 : 最初の濃度 (dpm/ml)

K : スパイクした放射能濃度 (dpm)

I_{t_1} : t 時間後の濃度 (dpm/ml)

I_t : t 時間後の " "

T : 半減期

m : スパイクした量 (ml)

t_1 : 経過時間

$$\sigma_k = m \cdot I_{t_1} \cdot \sigma I_0 \quad (\text{dpm})$$

最初に ^{236}Pu , ^{232}U の年, 月, 日, 濃度, 半減期をインプットしておけば濃度計算時に m のみインプットすれば自動解析する。

	T	MeV	放出率(%)
^{232}U	72 y (26280日)	5.134	0.32
		5.261	32
		5.318	68
^{236}Pu	2.85 y (1040日)	5.763	68.9
		5.716	30.9
		5.61	0.18

2-4-5 α 線スペクトル解析装置による結果の表示方法

測定結果は下記の内容にしたがってプリントアウトされる。 α 線スペクトル例を(図-15), プリントアウト例を(表-3)に示す。

- スペクトラムインデクスNo
- 試料名
- 試料の種類
- 検出器No
- ジェオメトリNo
- アイソトープNo
- スパイクアイソトープ量
- 供試量
- バックグラウンドスペクトラムNo
- 測定日
- ライブラリーNo
- 分析値

- 試料計数
- BG計数
- スパイクアイソトープ
- 化学収率
- スパイクアイソトープ計数
- BG計数
- 計数効率
- BG計数時間
- 試料計数時間

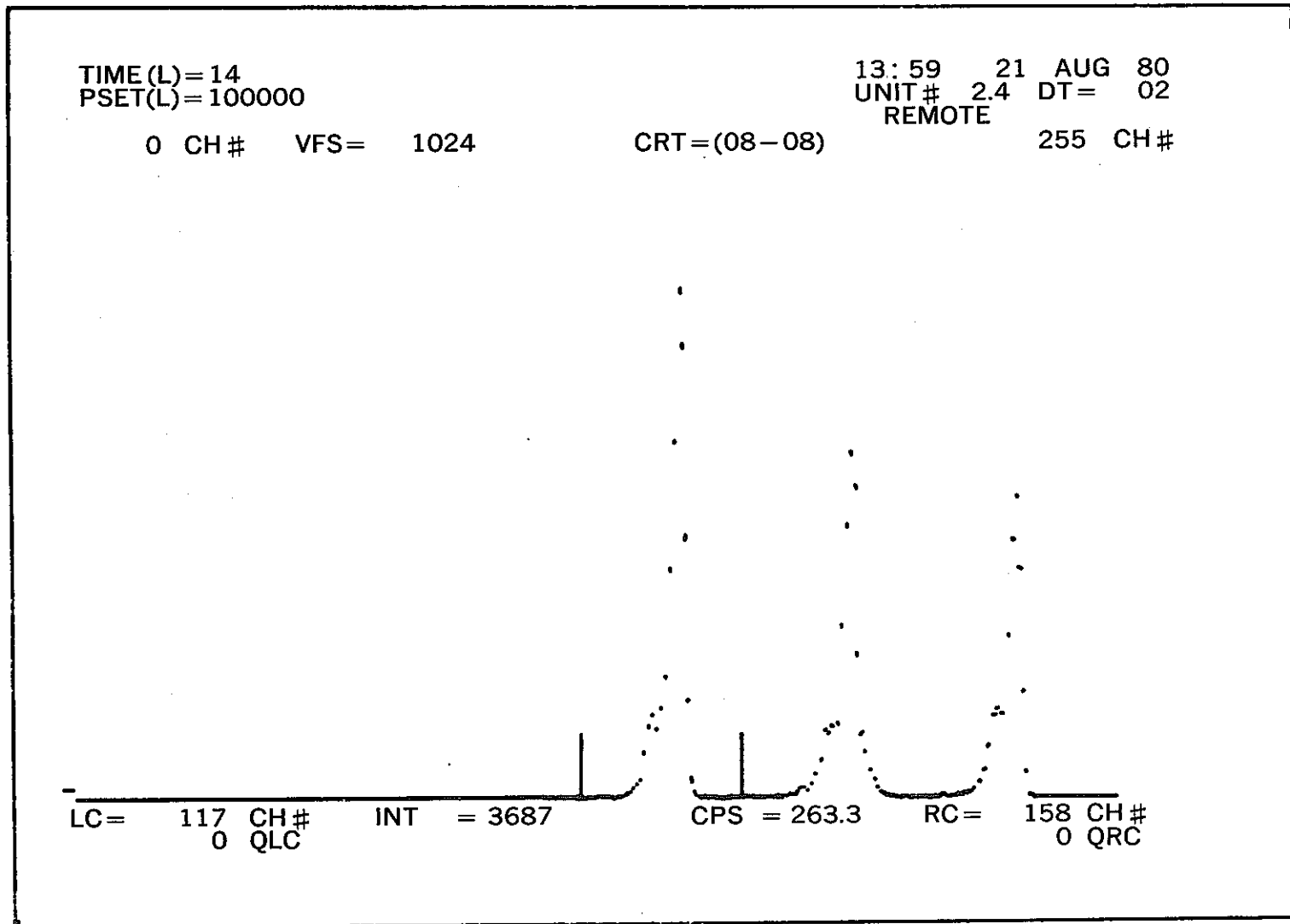


図-15 α線スペクトル例

表-3. プリントアウト例

RUN ALPHA
SPECTRUM INDEX (0 FOR MCA) : 33

SAMPLE ID : R-4 7M PU2
SAMPLE DESCRIPTION : POINT
MEMORY REGION : 5.
DETECTOR : 6.
GEOMETRY : 1.
ISOTOPE NO. (1 TO 3) : 1.
VOLUME OF SPIKED ISO. : 1.
SAMPLE VOLUME (ML) : 100.
B.G. SPECTRUM NO. : 6.
DATE SAMPLED : 5-AUG-80
LIBRARY : 1

ISOTOPE ACTIVITY (UCI / ML)	ERR	COUNTS	B.G. COUNTS
PU239 2.12741E-08	1.17296E-09	1294.	3.
PU238 5.85982E-09	4.18234E-10	358.	5.

SPIKED ISO. : PU236
COLLECTION RATE : 9.25731E+01 %
ERROR : 4.84586E-02
COUNTS : 447.
B.G. COUNTS : 1.

EFFICIENCY 3.03323E+01 %
B.G. COLLECT TIME : 155000. SEC
COLLECT TIME : 58494. SEC

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA ? Y
*

3. 再処理海洋放出排水への適用

3-1 迅速電着法全 α 放射能測定操作

操作のフロシートを(図-16)に示す。

排水を一定量ビーカーに攪拌分取して、濃硝酸を少量加え加熱し、浮遊物質があれば溶解する。これを室温に冷却し蒸留水を加えて元の分取量に調整した後、よく攪拌して電解セルに20ml分注する。これに電解質溶液を10mlを加えてよく攪拌した後、 ^{236}Pu キャリアー(回収率補正用)を一定量加えて電解する。電解終了1分前にアンモニア水を1.5ml加え、さらに1分間電解した後電解装置から手早くセルを取り出してセル内部を流水で洗浄する。洗浄が終了したら速やかにセルプロテクターを分解して電着板を取りはずし、再度電着面に蒸留水を流して洗浄する。これを電熱器の上で軽く焼き付けた後、室温に冷却して α 線自動解析装置で全 α 放射能と含まれる主要核種を測定する。(別添分析マニュアルを参照)

3-2 測定結果の比較

3-2-1 測定結果の比較方法

実際の再処理海洋放出排水を用いて、現在実施している全 α 放射能測定法による測定値と放射化学分析によるプルトニウム及びウラン分析値との比較、本法における全 α 放射能測定値との比較をそれぞれ相互の値が1:1に対応する相関グラフにプロットしてその値の一致状況を見る事とする。

3-2-2 蒸発乾固法による全 α 放射能と放射化学分析によるプルトニウム及びウラン合計値との比較

現状の再処理工場海洋放出排水に含まれる主要な α 線放出核種はプルトニウムとウランである。この排水の月間合成試料を用いて蒸発乾固法による全 α 放射能濃度と放射化学分析によるプルトニウムとウランの合計値を比較して見た。その結果を(Fig-1)に示す。

相互の値が1:1に対応する線を中心にばらついており、両者を比べると大きいもので2倍位の差が見られ、現行の技術では相方の値が一値しにくい事がわかる。

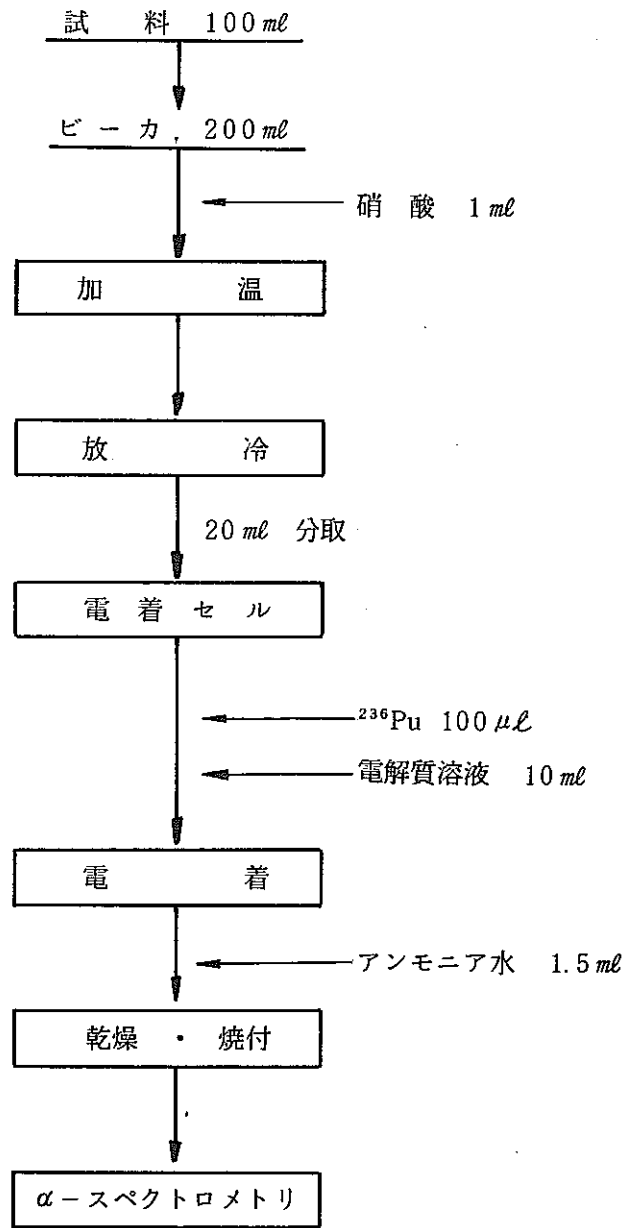


図-16 迅速電着法による全α放射能およびα核種測定フローシート

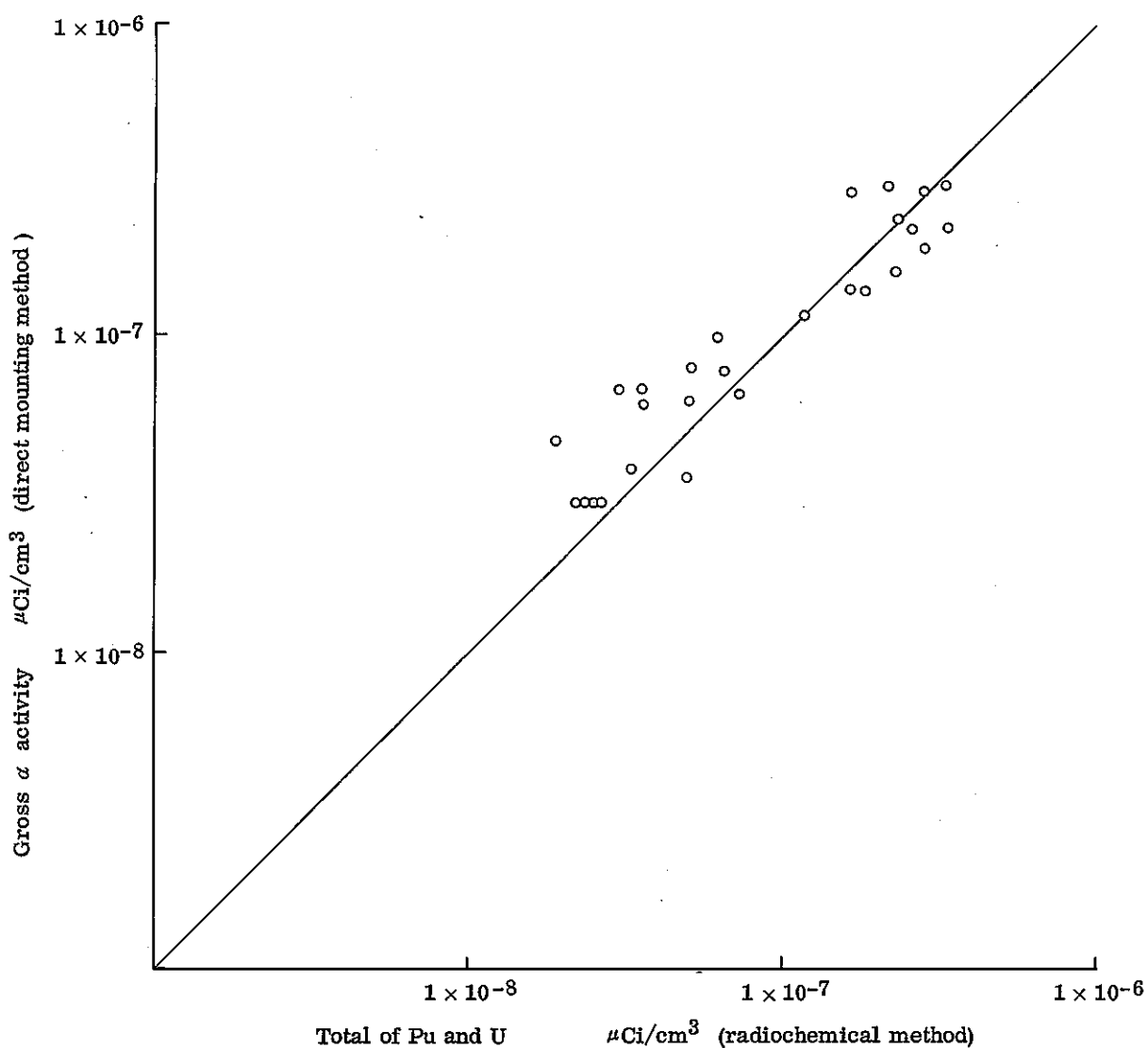


Fig-1 Comparison of gross α activity by direct mounting method and total of Pu and U observed by radiochemical method in monthly composite sample.

3-2-3 蒸発乾固法と迅速電着法による全 α 放射能濃度の比較

① 月間合成試料を用いた測定値の比較

再処理工場海洋放出排水を使用して、蒸発乾固法による全 α 放射能濃度と迅速電着法による全 α 放射能濃度を比較して見た。結果を(Fig-2)に示す。

蒸発乾固法による全 α 放射能濃度の方が迅速電着法にくらべ全体に高い値となっている。これは蒸発乾固法による全 α 放射能測定では、測定試料皿に残留する塩による吸収が大きいために測定誤差を生ずるが、これを防止する方法として溶存塩の濃度を測定して α 線の自己吸収分を安全側に補正しているためやや過大評価の値となっていると思われる。

比較値の中には数倍の差が見られるものもあり、蒸発乾固法による全 α 放射能測定法の欠点がこのに現われている。

3-2-4 迅速電着法による全 α 放射能とプルトニウム・ウラン合計値との比較

① 月間合成試料による測定結果

再処理海洋放出排水の月間合成試料を27試料用いて測定した全 α 放射能の値とプルトニウム・ウランの合計値とを比較した結果を(Fig-3)に示す。

相方の値が1:1に対応する線に近いところに存在し、測定値がよく一致している。

② 毎放出時の測定結果

過去27ヶ月分368試料について分析した値をそれぞれ月平均してプロットした結果を(Fig-4)に示す。

月間合成試料を用いて測定したものに比較して平均値を算出するときの計算誤差のため若干のばらつきはあるものの蒸発乾固法による全 α 放射能濃度と放射化学分析法によるプルトニウム・ウラン合計値との比較グラフに対比して相方の値が非常によくあっていることがわかる。

迅速電着法で測定するとこの様に含有する主要核種の濃度と全 α 放射能濃度とがよく合致する。

3-2-5 実排水の α 線スペクトルの測定結果

再処理海洋放出排水の α 線スペクトル測定結果の一例を(図-17)に示す。

このスペクトル図では ^{236}Pu を回収率補正のためにスパイクしているものであるが、含まれる核種のそれぞれがきれいに分離測定されている。この排水の場合はウランに比較してプルトニウムの含有量がやや多い事がわかる他、 ^{238}U のピーク面積に比較して ^{234}U のピーク面積が大きい事から ^{234}U のエネルギーに近い他の核種、例えば ^{237}Np が少量含まれている可能性も推測される。

この様に放出毎の試料について詳細な情報を得ることが出来ると共にそれぞれの電着試料について回収率を補正してより正確な値を測定できることが本法最大の利点と言える。

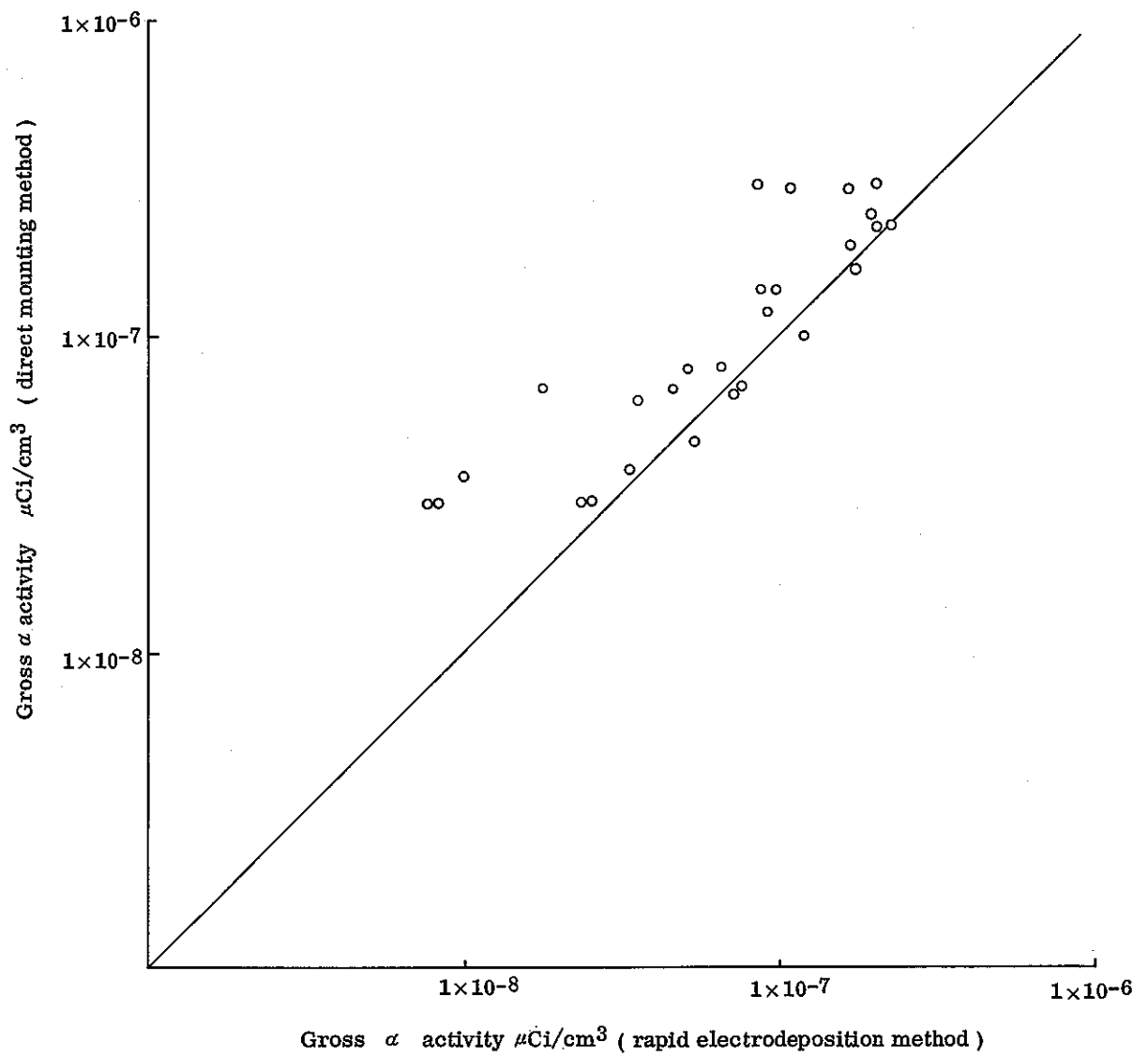


Fig-2 Comparison of observed α activity in monthly composite sample by rapid electrodeposition method and direct mounting method.

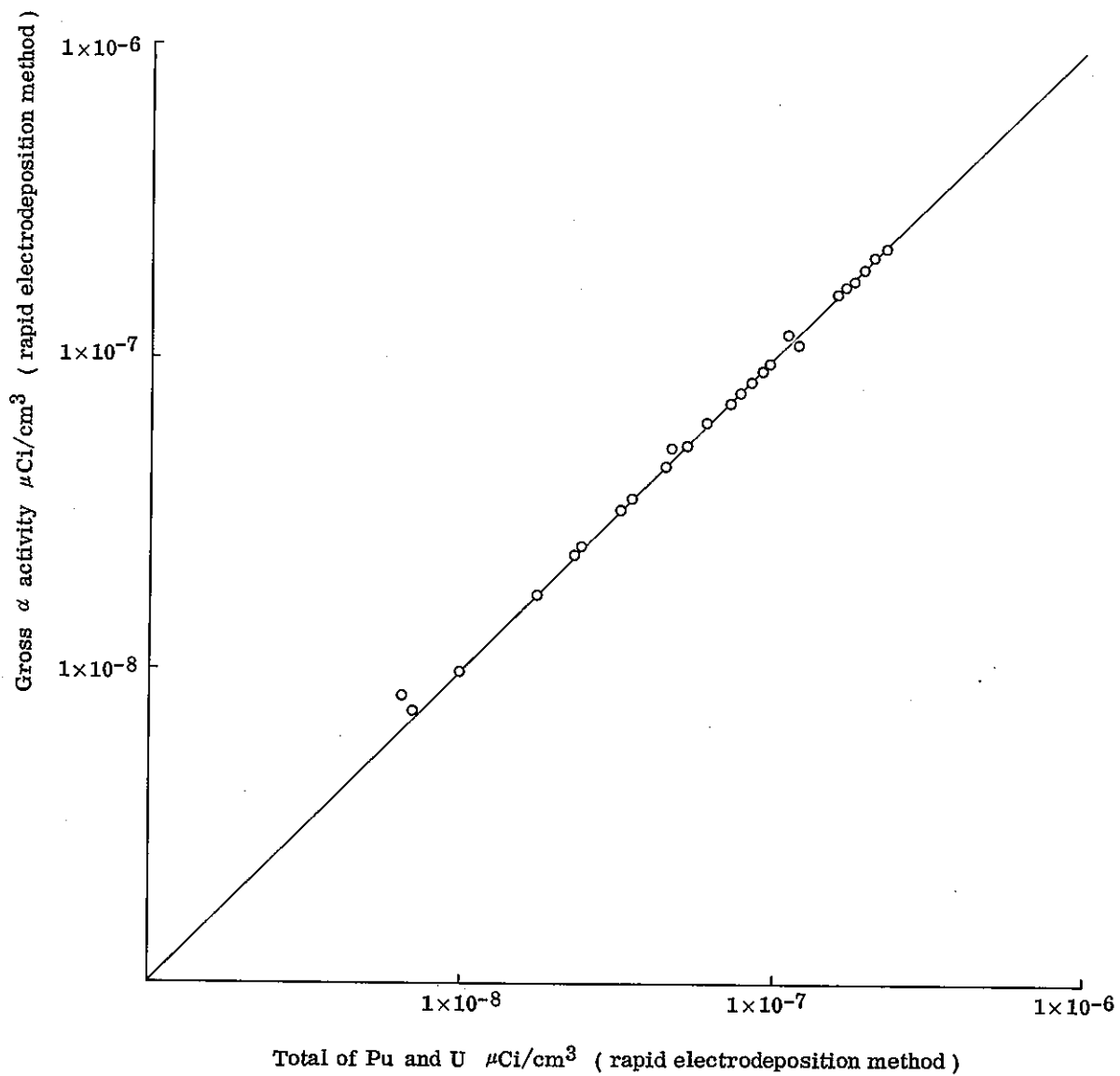


Fig-3 Comparison of gross α activity and total of Pu and U by the rapid electrodeposition method in monthly compsite samples.

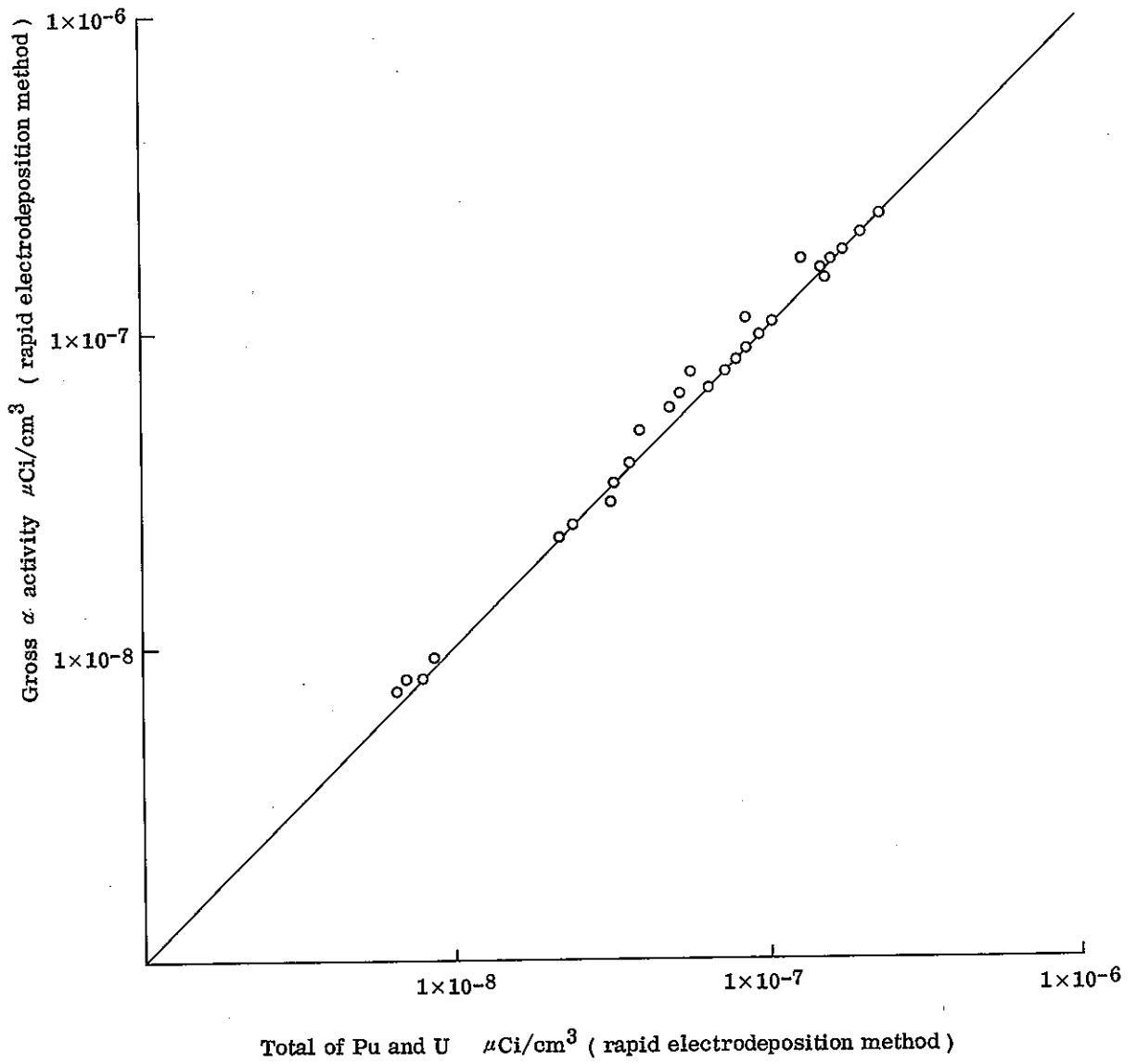


Fig-4 Comparison of monthly averages of gross α activity and total of Pu and U observed in batch sample by rapid electrodeposition method.

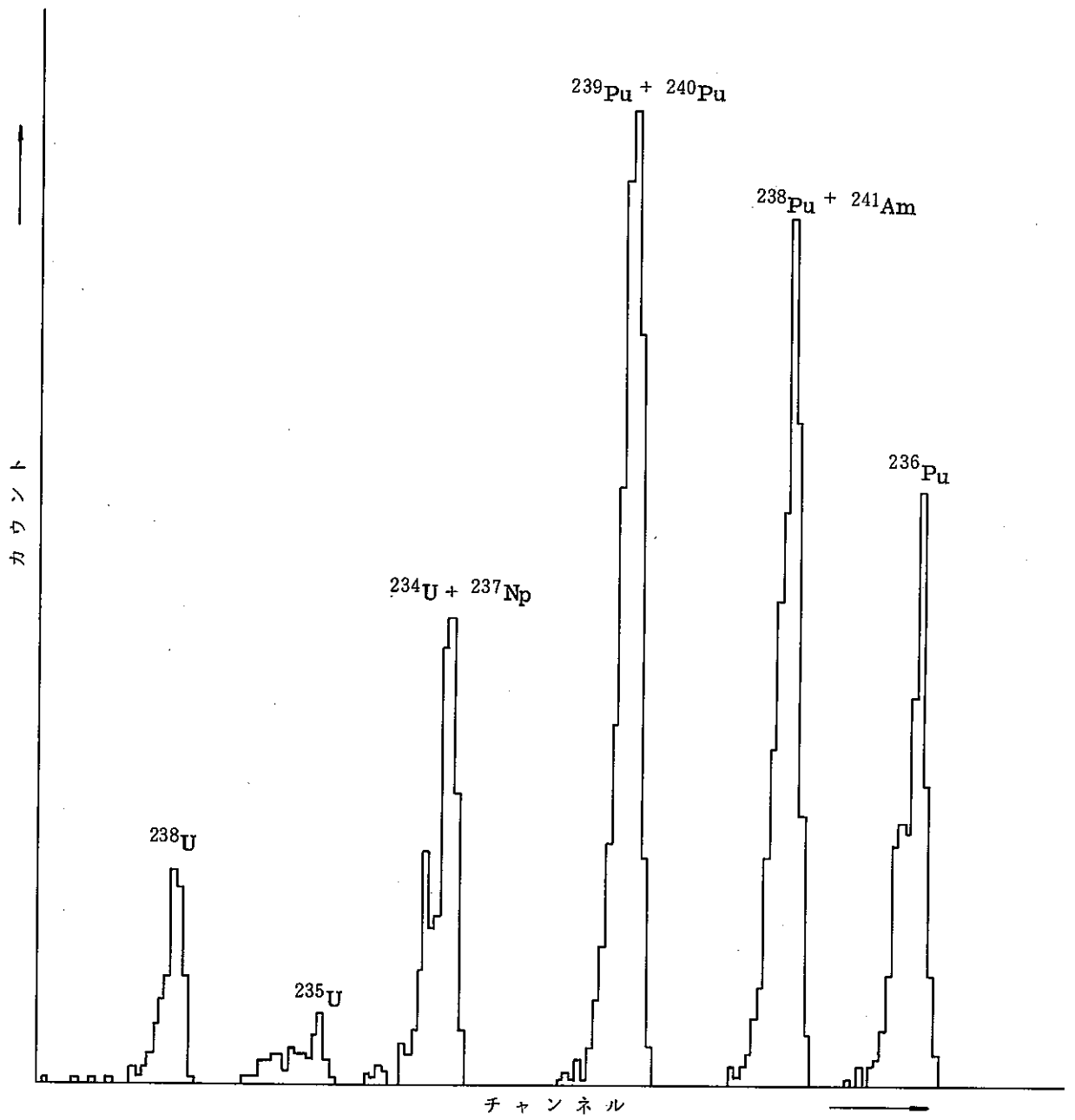


図-17 α 線スペクトル図

4. 実排水への適用結果についての考察

4-1 全 α 放射能濃度の測定精度

従来の蒸発乾固法では、排水試料をそのままステンレス製試料皿にマウントして蒸発乾固するが、この時に試料皿上に均一に試料を乾固させる事が難しく、多くの場合片寄りが生じてしまう。また、蒸発乾固法では排水中に存在する浮遊物質や塩が試料皿上に残留するために飛程の短い α 線が吸収されるなど根本的な原因によって測定誤差が生じている。

一方、本法では排水試料に電解質を加えて電気分解を行なうため、排水中に存在する塩や浮遊物質の影響は受けない他、金属板上に均一に電着した試料が作成出来る。さらに、蒸発乾固法では測定にZnSシンチレーション計数器を用いるのに対し、本法は α 線スペクトル自動解析装置を使用するためにあらかじめ排水中に含まれない核種の既知量をトレーサーとして添加しておけば回収率の補正を行うことができる。また、 α 線スペクトル自動解析装置はバックグラウンドが低い事と電着によって均一な測定試料が作成されているため1試料当りの測定件数が少なく済み、単位時間内における試料の測定時間を延長する事が出来る。

以上の理由により蒸発乾固法による全 α 放射能測定値と比較して本法の測定精度は高くなっている。

4-2 全 α 放射能濃度測定作業の省力化

蒸発乾固法による測定試料の作成では、試料皿の上に均一に乾固した試料を作成するために作業者が常時監視をしながら試料皿の傾きなどを操作しなければならないが、本法では電解セルに排水試料を一定量分注して電解質溶液を加え、自動コントロールのもとで電解を行なうために、作業者はこれに常時ついていない必要がない他、排水1件当りの測定試料作成個数を減らす事が出来る。

また、従来は排水1件当りの測定試料数が5個であったため測定データの処理に費やす時間も比較的多かったのに対し、本法では α 線スペクトル自動解析装置を使用して測定したデータの解析を行うために回収率補正用に添加した核種のエネルギーと添加量、排水試料の供試量等を情報として入力してやると試料の測定完了と共に全 α 放射能濃度とそれぞれのピークにおける核種を同定してそのピーク面積から主要核種の濃度を演算する。従って従来このデータ処理に費やしていた労力を必要としなくなる。

4-3 全 α 放射能濃度測定時に発生する廃棄物量の削減

測定済の試料で特にプルトニウムが主体となる場合には保管廃棄物となるが、この試料分析後に発生する廃棄物量を削減する事は大きな意味がある。特に永久保管を必要とする様な物では尚の事である。

蒸発乾固法における測定済試料はステンレス製の試料皿であるが、これを電着試料にする事によって約 $\frac{1}{40}$ に減容できる。

尚、本法では2組15gのカートリッジ式電解セルが廃棄物として出るが、これは圧縮減容及び焼却処分の容易な低密度のポリエチレンまたはポリプロピレン製であるから、これを無視して最終保管廃棄物の発生量を比較するならば排水1件当たり約 $\frac{1}{100}$ に減容できる。

4-4 全 α 放射能濃度の検出限界値

蒸発乾固法における全 α 放射能濃度の検出限界値は供試料10ml、測定時間20分で計数効率約28%の時2 σ 値で約 $3 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ である。

本法における全 α 放射能濃度の検出限界値は供試料20ml、測定時間180分、計数効率20%として3 σ 値で約 $5 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ である。

5. 放射化学分析への応用

5-1 放射化学分析経費の削減

本法における迅速電着法をウラン、プルトニウム、アメリシウム等 α 線放出核種の放射化学分析の電解工程と測定工程に応用するならば、これらの工程における所要時間と諸経費は約 $\frac{1}{6}$ に削減出来る。

5-2 放射化学分析作業の省力化

本迅速電着法による全 α 放射能測定法は核種のそれぞれを分離して精密に分析する放射化学分析と取り変わるものではないが、従来放射化学分析に用いられて来た電解装置や電解セルに変えて本法による方式をその工程に取り入れる事により電解時間を $\frac{1}{3} \sim \frac{1}{4}$ に短縮できると共にこの工程における労力を約 $\frac{1}{6}$ に省力化できる。

5-3 放射化学分析で発生する廃棄物量の削減

放射化学分析の電解工程で使用しているテフロン製の電解セルに変えて本法のカートリッジ式電解セルを使用するならば、従来不燃物として保管廃棄物となっていた使用済のテフロン製電解セルの廃棄物が出なくなってしまう。つまり、本カートリッジ式セルは焼却処理が容易であり、かつ灰分がないからである。

また、本カートリッジ式電解セルを応用する事によって従来セルの洗浄で発生していた酸含有廃液が $\frac{1}{13}$ に削減し、その中和処理のため必要とした荷性ソーダが $\frac{1}{10}$ に削減できる。(表-4)

表-4 一試料電解電着を行なう工程に必要な経費等の比較

	項 目		単 価	本 法		従来法	
				使用数量	経費円	使用数量	経費円
試 薬	電解質溶液	試料電解	200円	10 ml	40	10 ml	40
		セルの汚染確認	500 ml	-	-	20 ml	80
電 着 板		試料電解	150円 / 枚	1枚	150	1枚	150
		セルの汚染確認		-	-	2枚	300
消耗品	電解のセル消耗	本 法	55円 / 組	1組	55	-	-
		従 来 法	11,000円 / 組	-	-	4回 / 組	2,750
	硝 酸		350円 / 500ml	100 ml	106	1,000 ml	1,060
蒸 留 水	電着試料洗浄		500円	50 ml	50	50 ml	50
		セルの洗浄等	500 ml	-	-	900 ml	900
	廃液処理荷性ソーダ		520円 / 500g	64 g	67	640 g	666
使用電力	電 解	試料電解	18.52円 / kw/h	0.09kw/h	2	0.09kw/h	2
		セルの汚染確認電解		-	-	0.18kw/h	4
α放射能測定	試料測定		18.52円 / kw/h	6kw/h	111	6kw/h	111
		セルの汚染確認		-	-	12kw/h	222
サンドバス	試料加熱		18.52円 / kw/h	6kw/h	111	6kw/h	111
		セルの煮沸洗浄		-	-	12kw/h	222
人 件 費	電解作業	試料の電解	450,000円	0.75時間	2,336	0.75時間	2,336
		セルの洗浄	144.5時間	-	-	1.5時間	4,672
	α放射能測定作業	試料の測定	450,000円	1時間	3,114	1時間	3,114
		セルの汚染確認	144.5時間	-	-	2時間	6,228
	セルの洗浄作業	450,000円 / 144.5時間	-	-	5.2時間	16,349	
経 費 合 計				6,142円		39,367円	
消費時間	α放射能測定時間	試料測定		0.75時間		0.75時間	
		セルの汚染状況確認		-		1.5時間	
	電解時間	試料電解		1時間		1時間	
		セルの汚染状況確認		-		2時間	
	セルの洗浄作業		-		5.25時間		
消費時間合計				1.75時間		10.5時間	
廃液発生量	硝酸溶液			100 ml		1000 ml	
	蒸留水			50 ml		950 ml	
	水道水			350 ml		5000 ml	
	電解済溶液			30 ml		90 ml	
廃液発生量合計				530 ml		7040 ml	

6. ま と め

α 線放出核種について精度の高い測定を行なうためには最終測定試料を電着試料の形にするのが一般的な方法である。この場合、イオン交換分離法や溶媒抽出法等の放射化学分析によって α 線放出核種のそれぞれを分離後、測定しなければならないために多くの手間と長時間を必要とする他、複雑な分析操作を行なわなければならない。

一方、排水放出管理をより確実に行なうためにはあらかじめ放出される排水について、その詳しい情報を得ておく事は有意義な事である。しかし、迅速さが要求される排水放出管理において、毎放出時にこれらの放射化学分析を行ないその詳細を把握する事は困難であるため、短時間内に放射化学分析を行なった場合と同等の精度で分析を行なう事を目標に迅速電着法を検討して来た。

本迅速電着法は、従来放出毎の排水分析に実施している蒸発乾固法による全 α 放射能測定法では得る事の出来ない情報を得る事が出来る。すなわち、毎放出時に全 α 放射能を測定すると即その排水に含まれる主要 α 線放出核種のおおよそが把握出来るという事である。そしてさらにこの測定試料を用いて長時間測定をするならばより詳しい情報を得る事も出来る。この様な特長をもつ全 α 放射能測定法は再処理排水の様に複数の核種が含まれる排水の放出管理を行なうためには大変有意義な方法である。

一方、本法は溶解性の金属塩等電解によって電着される物質が多量に含まれる排水に適用する事は出来ない。この様な排水に適用する場合にはこれら妨害物質を前処理操作によって取り除く必要があるが、最近放出排水に対しての厳しい社会情勢を反映して、放出排水の低減化対策が進む中で妨害物質の含有量が少なくなる傾向から、本法を応用して放出管理の出来る施設の範囲は広がってゆくものと考えている。

尚、本年度9月の再処理排水から蒸発乾固法とオーバーラップして測定を行ない、本格操業時からルーチン化する方針である。

7. 参 考 文 献

1. A.Ramaswami, et al. *Radiochimica Acta* 19, (1) 46-47 (1973).
2. M.Y.Donnan & E.K.Dukes, *Analytical chemistry* 36, 392-394 (1964).
3. D.Tomlin & G.A.Barnett, *Health Physics* 11, 783 (1965).
4. F.L.Moore & G.W.Smith, *Nucleonics* 13 (4) 66 (1955).
5. F.J.Sandall & A.Morgan, AERE-R 4391 (1964).
6. USAEC Report HASL-300 (1972) E-U-02-01, 03.
7. 片岡芳一, 井上武一郎, *保健物理*, 4, 38-41 (1969)
8. 無機化学全書 XV 11-2, プルトニウム, 中井敏夫, 齊藤信房, 石森富太郎, 編, (丸善)
(1967) PP 46
9. 電析と腐食, 岡本剛, 石川達雄, 紫田俊夫, 訳 (産業図書)
10. 迅速電着法による全 α 放射能測定法 — 排水放出管理への応用 — PNCT 841-78-39

8. 添 付 資 料

8. 添付資料

目次

1) 排水中の全 α 放射能測定法(迅速電着法)	55
2) α 線スペクトル自動解析装置	61

排水中の全 α 放射能測定法 (迅速電着法)

1. 要 旨

試料を電着セルに一定量分取し電解質溶液を加えて、ステンレス板上に電着する。これを、シリコン半導体検出器を接続した α 線派高分析器で、測定して定量する。

2. 適用範囲および分析精度

本法は全 α 放射能濃度が、 $5 \times 10^{-9} \mu\text{Ci}/\text{cm}^3$ 以上で、妨害物質が含まない試料に適用する。この信頼度は計測時間が3時間で99.73%である。

3. 試薬および装置

- 1) ^{238}Pu 標準液 : $10 \text{ dpm}/\text{cm}^3$ 程度のものを用いる。
- 2) 硝酸
- 3) アンモニア水
- 4) 電解質溶液 : ギ酸アンモニウム 283.8 g, 硝酸ナトリウム 25.5 gを温湯で溶解し, 硝酸で pH2 に調整後, 水で 1 ℓ にする。
- 5) カートリッジ式電着セル : 図1
- 6) 電着セルプロテクターと白金電極 : 図2
- 7) α 線波高分析器 : 図3

4. 安 全

- 1) 酸, アルカリの皮ふ, 眼への飛散または濃厚ガスの吸入をしない様に注意する。
- 2) 汚染の恐れがある作業については, ゴム手袋を着用して慎重に行なう事。
- 3) 電着装置を通電運転中は, みだりに電極部分等にふれてはならない。

5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料をよく攪拌しながら100mlをビーカーに分取し硝酸1mlを加えて静かに加温して、浮遊物質を溶解する。	1) 浮遊物を含まない試料は、この操作をはぶいてもよい。
2) 浮遊物質が溶解したらビーカーを室温に放冷し、水で正確に100mlとする。	
3) 電着板をセットした電着セルに試料を20ml正確に分取する。	
4) 電解質溶液を10ml加える。	4) この時、pHは2.0~2.3になる。
5) ^{236}Pu 標準液を100 μl 加える。	5) 電着率を補正するために添加する。
6) 電着装置の水槽内に電着セルをセットする。	6) 冷却水の温度は、あらかじめ30°C~35°Cに調整しておく。
7) DC 6.5Aで、90分間通電する。	7) 電解中は沸騰がおこらない様に冷却水の温度を38°C以下に恒温装置でコントロールする。
8) 電着が完了したら、アンモニア水を2ml加えて、引き続き1分間通電する。	
9) 電着装置から電着セルをはずし、電解液を捨てて、セル内を水道流水で十分洗浄する。	9) この操作は手早く行なう。
10) 電着板を取りはずして流水でよく洗浄した後、ドライヤーで乾燥して電気ヒーターの上で10分間加熱焼付けを行なう。	10) 電着面に指等がふれない様、十分注意して行なう。
11) あらかじめ調整してある波高分析器を用いて、真空中でシリコン半導体検出器により α 放射能を3時間以上測定する。	11) 波高分析器は ^{236}Pu 、 ^{238}Pu 、 ^{239}Pu 、 ^{234}U 、 ^{238}U 等の混合標準線源で、校正をしておく。バックグラウンドもあらかじめ3時間以上測定しておく。(B ₁ , B ₂)
12) 標準線源と同じチャンネル範囲の計数(S ₁ , S ₂)を読みとり計算を行なう。データの呼び出しは組み込みのプリンターで行う。	
13) 次式に従って α 放射能を定量する。	13) 波高分析器の取扱説明書に従う。

6. 計 算

$$\text{全}\alpha\text{放射能 } (\mu\text{Ci}/\text{cm}^3) A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \times K \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times 10^{-6}$$

$$\sigma_A = A \times \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma_K}{K}\right)^2}$$

$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100} \times K} \cdot 100$$

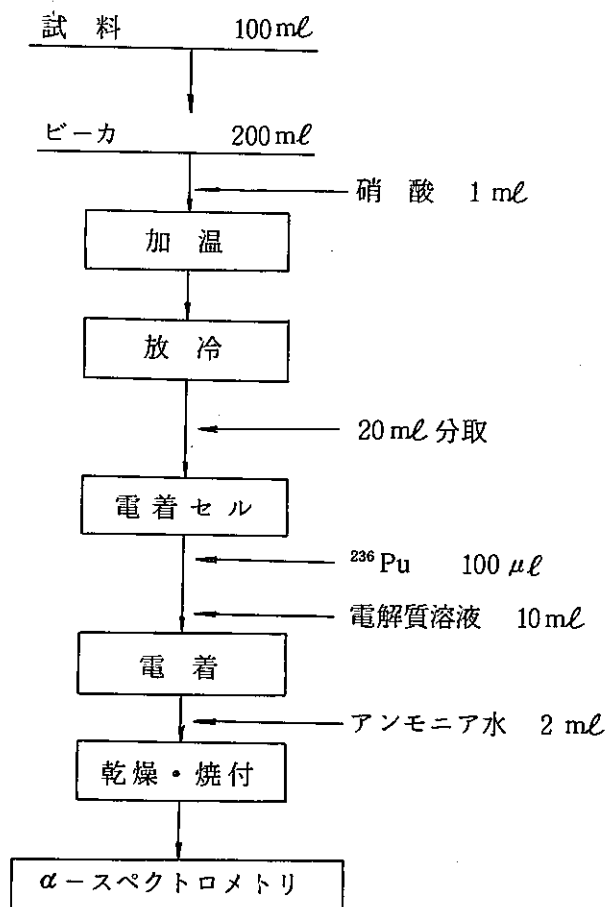
- A : 全 α 放射能濃度 ($\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$)
 σ_A : 全 α 放射能濃度誤差 ($\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$)
 K : スパイクしたPu-236量 (dpm)
 σ_K : スパイクしたPu-236量誤差 (dpm)
 t : 試料測定時間 (分)
 t_b : B.G測定時間 (分)
 S_1 : 試料測定における全 α チャンネル計数值 (counts)
 S_2 : 試料測定におけるPu-236チャンネル計数值 (counts)
 B_1 : B.G測定における全 α チャンネル計数值 (counts)
 B_2 : B.G測定におけるPu-236チャンネル計数值 (counts)
 Y : 回収率 (%)
 f : 計数効率 (%)
 W : 試料量 (cm^3)

7. 解説および文献

1. A. Ramaswami, et al, Radimica. Octa 19, (1) 46-47 (1973).
2. M Y. Donnan & E. K. Dukes, Analytical chemistry 36, 392-394 (1964).
3. D. Tomlin & G. W. Barnett, Health Physics 11, 783 (1965).
4. F. L. Moore & G. W. Smith, Nucleonics 13 (4) 66 (1955)
5. F. J. Sandall & A. Morgan, AERE-R 4391 (1964).

6. USAEC Report HASL-300 (1972) E-U-02-01, 03.
7. 片岡芳一, 井上武一郎, 保健物理, 4, 38-41 (1969)
8. 無機化学全書 XV 11-2, プルトニウム, 中井敏夫, 斎藤信房, 石森富太郎, 編, 丸善 (1967) PP 46

8. 工程図



1. 電着筒

2. 上蓋

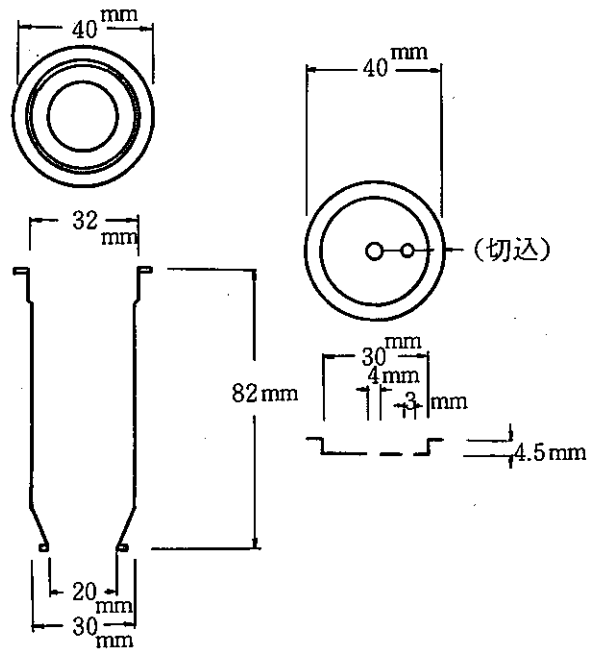
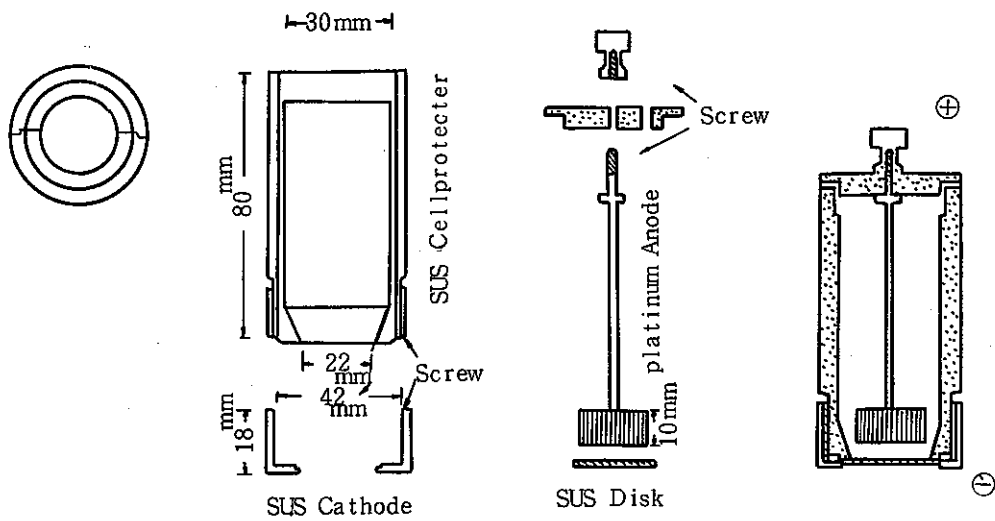


図1. 電着セル

1. プロテクター

2. 白金陽極

3. 組立図



2. 台座

図2. 電着セルプロテクターと白金電極

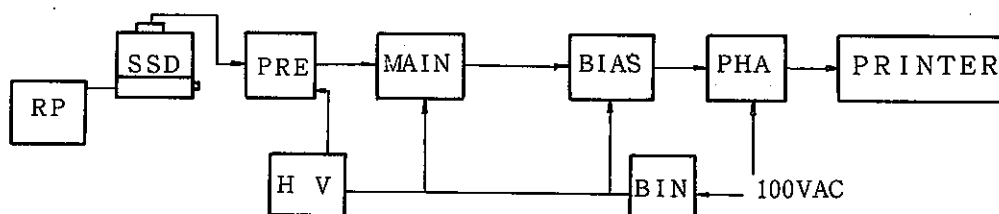
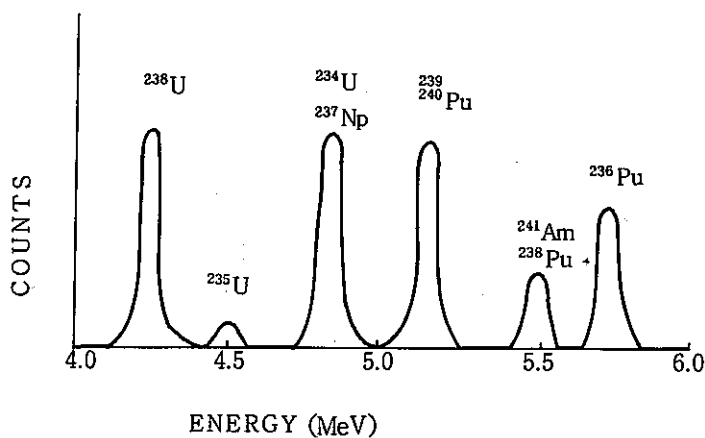


図3 α線スペクトロメータ

- PHA : 多重波高分析器
- RP : 真空ポンプ
- PRE : PRE AMP
- MAIN : MAIN AMP
- SSD : 検出器および真空容器 : 有感面積 450mm², FWHM 25 keV程度の 検出器
を使用
- HV : 検出器用高圧電源
- BIN : 低圧電源付筐体

〔α線放射体〕

α線放出核種については数多く存在するが、通常排水中に含有する可能性のあるものは、²³⁸U, ²³⁵U, ²³⁴U, ²³⁷Np, ²³⁴⁺²⁴⁰Pu, ²³⁸Pu, ²⁴¹Am 等である。これらの測定スペクトルの代表的なものを右図に示す。



α線スペクトル自動解析装置

1. 要 旨

本法は再処理工場およびその他の核燃料物等取扱施設から放出される排水中のα線放出核種を表面障壁型Si半導体検出器で検出し、α線スペクトル自動解析装置で定量する方法である。

2. 適用範囲および精度

本法は迅速電着法による電着試料の全α放射能測定、および標準分析作業法によるウラン、プルトニウム分析試料の測定に適用する。検出限界値を下記に示す。この場合の信頼度は、99.73%の精度である。

項 目	検 出 限 界 値 $\mu\text{Ci}/\text{cm}^3$	測 定 時 間
全α放射能	5×10^{-9}	3時間
プルトニウム	5×10^{-10}	15時間
ウ ラ ン	1×10^{-9}	15時間

3. 装置の仕様

(1) プロセッサ

仕 様 : メモリー : 8 Kメモリー-MOS, 2^{20} 1カウント/秒
 CRT : 12" (30 cm)
 : カレントループ EIA I/O ポート
 : デュアル カーソル, オートレンジ (リニア, ログ)

(2) フロントエンドモジュール

仕 様 : 100MHz, 8192ch ADC

- 積分非直線性 : $\pm 0.025\%$ 以下
- 微分非直線性 : $\pm 1\%$ 以下
- ドリフト : ゲイン $\pm 0.01\%/^{\circ}\text{C}$ 以下
 ドリフト $\pm 0.01\%/^{\circ}\text{C}$ 以下
- ミキサールータ 4入力PHA
 - 積分非直線性 : $\pm 0.05\%$
 - ゲインドリフト : $\pm 0.02\%/^{\circ}\text{C}$
 - ゼロドリフト : $\pm 100\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$
 - チャンネルアイソレーション : 80 B以上@ 100KHz
 70 B以上@ 1MHz

(3) コンピュータネットワークインタフェース

型式 : 8671

(4) コンピュータ及び周辺機器

(イ) オペレーターシステム

メモリ 32Kb MOS

(ロ) LA 36デックライタ

(ハ) R×V-21デュアルフロッピィディスク

5/2 Kb ディスケット

(5) コミュニケーションインタフェース

型式 : 5711V

(6) シリコンサーフェス・バリア・ディテクター

真空チェンバ (内臓) 有効面積 : 450mm

半導体検出器 (") 分解能 : FWHM21KeV以下

プリアンプ (")

ピン電源 (")

4. α線スペクトル自動解析装置の作動方法

操 作	備 考
1) コンピュータ PdP 11/03電源のスイッチをONにする。 2) コンピュータ PdP 11/03のHALT-RUNスイッチをRUN側に上げる。 3) DECライターのPRINTERスイッチをONにする。 4) コンピュータ PdP 11/03のRESTARTスイッチを上を上げる。 5) DECライター上に右記がプリントアウトされる。 START?の後にYとタイプし RETURN キーを押す。 6) DECライター上に右記がプリントアウトされる。 7) ・(ポイント)の後にR CLASSとタイプし RETURN キーを押す。右記がプリントアウトされ、α線スペクトル自動解析用プログラムが使用可能になる。	5) 173474 16 START? <u>Y</u> 6) RT-11SJ (S) VO3B-00D ・SET USR:NOSWAP 7) ・ <u>R CLASS</u> O CLASS VO4 24-RT 16-NOV-77

5. ダブルデンシティーディスクットのフォーマット

(フロッピーディスクットの容量を倍にする)

操 作	備 考
1) 新しいフロッピーディスクットを用意する。 2) この新しいフロッピーディスクットをフロッピーディスクの右側へ入れる。 3) DECライターの CTRL キーを押したまま C を押す。・(ポイント)がプリントアウトされる。・の後にR FORMATとタイプし RETURN キーを押す。 4) *(アスタリスク)がプリントアウトされる。 *の後にDY1:とタイプし RETURN キーを押す。右記がプリントアウトされたらYESとタイプし RETURN キーを押す。つづいて右記がプリントアウトされ、フロッピーディスクットの容量が倍になる。	3) <u>^C</u> ・ <u>R FORMAT</u> 4) <u>*DY1:</u> DY1: /FORMAT-Are you sure? <u>Y</u> ?FORMAT-I-Formatting complete

6. フロッピーディスクのイニシアライズ方法


(新しいフロッピーディスクを使用可能にする。)

操 作	備 考
<p>1) フロッピーディスクを用意する。</p> <p>2) このフロッピーディスクをフロッピーディスクの右側に入れる。</p> <p>3) DECライターの<code>CTRL</code>キーを押したまま <code>C</code> を押す。・(ポイント) がプリントアウトされる。・の後に <code>INIT_DY1:</code> とタイプし <code>RETURN</code> キーを押す。右記がプリントアウトされたら <code>YES</code> とタイプし <code>RETURN</code> キーを押す。・(ピリオド) がプリントアウトされる。</p> <p>4) ・の後に <code>R CLASS</code> とタイプし <code>RETURN</code> キーを押す。右記がプリントアウトされる。</p> <p>5) *(アスタリスク) の後に <code>RUN_MAKAFL</code> とタイプし <code>RETURN</code> キーを押す。下記注意事項を参照しながら右記のようにタイプする。</p>	<p>1) 5.ダブルディンシティディスクのフォーマットを行ったフロッピーディスク</p> <p>3) <code>^C</code> <code>・INIT DY1:</code> <code>DY1:/Init are you sure?Y</code></p> <p>4) <code>・R CLASS</code> <code>CLASS VO4. 24 - RT</code> <code>16 - NOV - 77</code></p> <p>5) <code>*RUN MAKAFL</code> <code>ROUTINE TO SETUP</code> <code>ALPHA DATA FILE NAMES</code> <code>USE DEFAULT FILE DEVICE</code> <code>SY1? Y</code> <code>USE DEFAULT FILE NAME</code> <code>ASPEC? N</code> <code>TYPE FILE NAME:xxx(注1)</code> <code>CREATE A NEW DATA</code> <code>FILE? Y(注2)</code></p> <p>注1) 英字で始まる6英数文字以内の文字をタイプする。</p> <p>注2) 新しいフロッピーディスクのイニシャライズを行なうときは必ず<code>YES</code>とタイプし、その後データファイルの指定を行うときは<code>NO</code>とタイプする。</p>

7. 測定

1.1 標準線源による校正式の求め方

操 作	備 考
1) 前記の接続および設定条件が正しいか確認する。	1) スイッチが全てONになっていた場合、設定条件を確認する。又設定条件が変更している場合があるのでα線スペクトル自動解析装置設定条件一覧表を参照のこと。
2) 標準線源を検出器の中に入れ真空ポンプで真空にする。	2) 標準線源は3核種のMIX線源とする。
3) キーボードのDISPLAY CONTROLSの HOME を押す。キーボード右上の FUNCTION キーをSTATUSにし、 SELECT キーを押す。右記の表示が画面に表われる。右記の様である場合は YES キーを押す。	3) ADC1 DETECTOR 1の場合 * CRT=(01-01){.2K} OF [8K] OK ? 上記の条件以外に設定する場合は、MCA80取扱い説明書を参照のこと。
4) FUNCTION キーをADCにし SELECT キーを押す。右記の表示が画面に表われる。右記の様である場合には、 YES キーを押す。	4) * ADC#1 4 INPUTS MODE=PHA+ SEQ=MANUAL MEMORY=B (01-04){1K} GAIN=.2K OFFSET=0 OK ?
5) FUNCTION キーをPRESETにし、 SELECT キーを押す。右記の表示が画面に表われる。 NO キーを押すと右記が表示される。次に測定時間を数字キーを押して入力し、 STORE キーを押す、 YES キーを2回押す。	5) * ADC#1.1 LIVE TIME=100000 SEC NO COMP PRESET X = OK ? * ADC#1.1 * LIVE TRUE LIVE TIME=100000 SEC X = NEXT?
6) COLLECT キーを押す。右記が表示される。 YES キーを押す。	6) * ADC#1.1 START? X =

- 7) 測定が終了したら画面を見て、LEFT CURSOR キーを押し、 キーを押しながら ^{239}Pu (5.16MeV) のピークまでカーソルを移動させ、ピークチャンネルを求める。
- 8) エネルギー校正プログラムを使用してエネルギー校正する。DECライターに RUN_ACALIB とタイプする。備考を参考にDECライターより入力する。

7) ピークチャンネルは画面の左下に $\text{LC}=\times\times\times\text{ch}$ と出る。このとき画面をREMORTにしておく。

8) *RUN ACALIB

REGION : 4
 DETECTOR : 1
 ENERGY CALIBRATION?
Y
 CARIBRATION DATE
 $\times\times-\times\times-\times\times$
 NUMBER OF PEAKS : 3
 PEAK NO. 1 ^{239}Pu
 PEAK (CH) : 140
 FW. 1M (CH) : 3.4
 ENERGY (KEV) : 5160
 PEAK NO. 2 ^{241}Am
 PEAK (CH) : 185
 FM. 1M (CH) : 2.9
 ENERGY (KEV) : 5490
 PEAK NO 3 ^{244}Cm
 PEAK (CH) : 227
 FW. 1M (CH) : 3.1
 ENERAGY (KET) : 5810
 CALIBRATION
 COEFFICIENTS :
 ENERGY=3.284072E-03
 *CH²+6.266010 E-00
 *CH+4.218391E+03
 FW. 1M=1.824485E-04*CH²
 2+-7.040686 E-02*CH
 +9.680971E+00

操 作	備 考
<p>8) 計数効率の校正式は別に入力するのでNO でよい。これでエネルギー校正は全てすみ結果はα線スペクトル自動解析用プログラムフロッピーディスクに記録される。</p>	<p>8) DO YOU WISH TO DO EFFICIENCY CALIBRATION? <u>NO</u></p>
<p>9) 次にEFFICIENCY CARIBRATIONを求めるため、前記1)~6)と同様に操作する。</p>	<p>9) 標準線源は放射能既知の単一核種の線源を測定する。</p>
<p>10) 測定が終了したら、<u>HOME</u> キーを押す。<u>INTENS</u> キーを押し、<u>CLEAR ROI</u> キーを押し、<u>LEFT CURSOR</u> キーと <u>RIGHT CURSOR</u> キーにてピークチャンネルにCURSORを移動させ、<u>ENTER ROI</u> キーを押しROIをかける。</p>	<p>10) このとき画面をREMORT にしておく。</p> <p><u>*RUN ACALIB</u></p>
<p>11) DECライターにて、RUN ACALIBとタイプする。備考を参考にDECライターより入力する。</p>	<p>11) REGION : <u>4</u> DETECTOR : <u>1</u> ENERAY CARIBRATION ? <u>NO</u> DO YOU WISH TO DO EFFICIENCY CARIBRATION? <u>YES</u> GEOMEIRY : <u>1</u> GEOMETRY DESCRIPTION POINT CARIBRATION DATE : <u>xx-xx-xx</u> MANUAL ENTRY? NO B·G SPEC NO : <u>1</u> VOLUME OF AM-241(ML):<u>1</u> ILLEGAL REGION. OK? <u>NO</u></p>
<p>これで計数効率はα線スペクトロメトリ自動解析用プログラムフロッピーディスクに記録されている。</p>	<p>EFFICIENCY (%) ERR AM241 2.12598E+01 0.29 COLLECT TIME : 100SEC</p>

1.2 再処理海洋放出試料の測定

操 作	備 考
<p>1. 試料の作成</p> <p>1) 試料を十分攪拌しながら正確に100mlビーカーにとる。</p> <p>2) 硝酸0.5mlを加え、加温する。</p> <p>3) 100mlにメスフラスコに移し、蒸留水で定容にする。</p> <p>4) 電着セルに正確に20ml分取する。</p> <p>5) 既知量の²³⁶Puをスパイクする。</p> <p>6) 電解液を10ml加える。</p> <p>7) 特殊電解装置に電着セルをセットし、90分通電する。</p> <p>8) 電着セルを取りはずす前にアンモニア水2mlを加え1分間通電する。</p> <p>9) 特殊電解装置から電着セルをはずし電解液を捨てる。セル内を水で十分洗浄したのち、電着板を取りはずす。</p> <p>10) 電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥する。ヒーター上で10分間赤熱する。</p> <p>11) この試料を検出器に入れ検出器内を真空にし、HVをONにする。</p>	<p>5) 約1 dpm程度</p> <p>6) ギ酸アンモニウム284gと硝酸ナトリウム25.5gを水で溶かし、硝酸でPH2.3として1 lにした溶液</p> <p>7) 水温35°C, 電流6.3 A</p>
<p>2. MCA80 ADCと測定時間の設定及び測定開始</p> <p>1) CRT画面の右上を見てREMOTEの表示でないことを確認する。</p> <p>2) FUNCTIONロータリースイッチをPRESETの位置にし、SELECTスイッチを押す。</p> <p>3) キーボードのNOボタンを押す。</p> <p>4) 測定時間を数字キーで5000を押し、STOREキーを押す。次にYESキーを2回押す。</p> <p>5) キーボードの中央のCLEAR DATAのキーを2つ同時に押したのち、YESキーを押す。</p>	<p>2. ADC1コに対して4つの検出器があるので検出器ごとに測定時間を1~4の操作に従って設定する。</p> <p>1) REMOTEの状態では、測定時間の変更が出来ない。</p> <p>3) *がLIVE TRUEの頭に移動する。</p> <p>4) PRESET (T) 5000に変更されて、最初のCRT画面に戻る。</p>

操 作	備 考
<p>6) <input type="button" value="COLLECT"/> キーを押すと右のような表示が出る。 これでよければ <input type="button" value="YES"/> キーを押すと測定開始,ちがって いれば数字キーで右記のように操作する。</p>	<p>6) * ADC#1.1 START? X = Det. 1 ~ 4 のとき <input type="button" value="1"/> <input type="button" value="STORE"/> <input type="button" value="YES"/> Det.1 <input type="button" value="1"/> · <input type="button" value="1"/> <input type="button" value="STORE"/> <input type="button" value="YES"/> 2 <input type="button" value="1"/> · <input type="button" value="2"/> <input type="button" value="STORE"/> <input type="button" value="YES"/> 3 <input type="button" value="1"/> · <input type="button" value="3"/> <input type="button" value="STORE"/> <input type="button" value="YES"/> 4 <input type="button" value="1"/> · <input type="button" value="4"/> <input type="button" value="STORE"/> <input type="button" value="YES"/></p>
<p>3. フロッピーディスクの設定 DECライターとフロッピーディスクを操作する。</p> <p>1) 測定データを収納すべきフロッピーディスクを用意する。(もし、このフロッピーディスクがイニシャライズされていない新しいディスクなら5章を参照のこと。)</p> <p>2) α線スペクトルメトリ用フロッピーディスクを左側へ入れ、右側に試料収納用フロッピーディスクを入れる。(ラベルを上にして)</p> <p>3) *印がDECライターにプリントされていることを確認する。</p> <p>4) RUN_MAKAFLとタイプし <input type="button" value="RETURN"/> キーを押す。 右記のようにプリントアウトするので下線部分をキー操作する。 〔これは入出力用データファイル作成〕 〔TYPE FILE NAME : 〕は、任意英数字 6文字以内とする。但し一番最初は英字とする。</p> <p>5) CRT画面の右上を見てREMOTEの表示であることを確認する。REMOTEでないときは、<input type="button" value="FUNCTION"/> ロータリースイッチをADCの位置にしたのち、 <input type="button" value="SELECT"/> を押し、<input type="button" value="NO"/> <input type="button" value="YES"/> <input type="button" value="YES"/> <input type="button" value="YES"/> <input type="button" value="NO"/> <input type="button" value="NO"/> <input type="button" value="NO"/> <input type="button" value="NO"/> <input type="button" value="YES"/> の順に押し REMOTEにする。</p>	<p>2) フロッピーディスクは、扉の黒の取手を上に押し上げると開く、ディスクを中に入れたら必ず扉を下に押し閉じておく。</p> <p>* RUN MAKAFL ROUTINE TO SETUP ALPHA DATA FILE NAMES USE DEFAULT FILE DEVICE SY1? <u>Y</u> USE DEFAULT FILT NAME ASPEC? <u>N</u> TYPE FILE NAME : <u>ALL 1</u> CREATE A NEW DATA FILE? <u>N</u></p> <p>5) REMOTEの状態でない、MCA 80からフロッピーディスクに入力されない。</p>

操 作	備 考
<p>4. MCA 80 で集収したデータをフロッピーディスク トへ移す。</p> <p>(1) CRT画面を見て、ピークチャンネルにROIを設定 する。</p> <p>HOME を押す。</p> <p>INTENS を押す。</p> <p>CLEAR ROI を押す。</p> <p>LEFT CURSOR と RIGHT CURSOR を使い ROI をきめ ENTER ROI を押す。</p> <p>HOME を押して、CURSOR をもどす。</p> <p>(2) DECライターを操作し、フロッピーに入力する。</p> <p>1) RUN PUTS80 とタイプする。↓ (RETURN)</p> <p>2) BACK GROUND SPECTRUMと聞いてくるの で右記のように入れる。↓</p> <p>3) SPECTRUM INDEXは次に入れるところのフ ロppyディスクの番号を入れる。</p> <p>4) MEMORY REGIONは測定器によって変わる。↓</p> <p>5) DETECTORは測定した測定器の番号を入れる。 ↓</p> <p>6) GEOMETRYは右記のように入れる。↓</p> <p>7) VOLUME (ML)はサンプル量を入れる。↓</p> <p>8) B.G. SPECTRUM NOは前もってフロッピー ディスクに入れてあるので、その測定器の番号を 入れる。↓</p> <p>9) SPIKED ISOTOPE NOは右記のように入れ る。↓</p> <p>10) VOLUM OF SPIKED ISOは右記のように 入れる。↓</p> <p>11) SAMPLE ID は SAMPLE NUMBER を入れ る。↓</p> <p>12) SAMPLE DESCRIPTIONは右記のように入 れる。↓</p>	<p>1) Pu-236と全 チャンネルに ROIを設定する。</p> <p>1) <u>RUN PUT80</u></p> <p>2) BACK GROUND SPECTRUM ? <u>N</u></p> <p>3) SPECTRUM INDEX: <u>22</u></p> <p>4) MEMORY REGION: <u>4</u></p> <p>5) DETECTOR: <u>5</u></p> <p>6) GEOMETRY: <u>1</u></p> <p>7) VOLUME (ML) : <u>20</u></p> <p>8) B.G. SPECTRUM NO: <u>5</u></p> <p>9) SPIKED. ISOTOPE NO. (1 TO 3): <u>1</u></p> <p>10) VOLUME OF SPIKED ISO.: <u>2</u></p> <p>11) SAMPLE ID.: <u>SD-089-1</u></p> <p>12) SAMPLE DESCRIPTION : <u>SOLUTION</u></p>

操 作	備 考
<p>13) DATE SAMPLEDは、測定日の日-月-年を入れる。↓</p> <p>14) 上記のことを入れたら30秒待つ。 ○DECライターを操作し、フロッピーに入力したあるデータを解析する。</p> <p>1) RUN ALPHAとタイプする。↓</p> <p>2) SPECTRUM INDEXはフロッピーに入力した番号を入れる。</p> <p>3) 下記のようにDATE SAMPLEDまでタイプアウトされてくる。</p> <p>4) LIBRARYを2と入れる。↓</p> <p>5) 結果がタイプアウトされる。</p> <p>6) 最後にDO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA とタイプされてくるので YES と押す。</p>	<p>13) DATE SAMPLED:8-SEP-80 年は西暦、月は英文字3つで入れる。</p>
<p><u>*RUN ALPHA</u></p> <p>SPECTRUM INDEX (O FOR MCA): <u>22</u></p> <p>SAMPLE ID. : <u>SD-089-1</u></p> <p>SAMPLE DESCREPTION: <u>SOLUTION</u></p> <p>MEMORY REGION: <u>4</u></p> <p>DETECTOR: <u>5</u></p> <p>GEOMETRY: <u>1</u></p> <p>ISOTOPE NO.(1 TO 3): <u>1</u></p> <p>VOLUME OF SPIKED ISO.: <u>2</u></p> <p>SAMPLE VOLUME (ML): <u>20</u></p> <p>B.G. SPECTRUM NO.: <u>5</u></p> <p>DATE SAMPLED: <u>8-SEP-80</u></p> <p>LIBRARY: <u>2</u></p>	
<p>ISOTOPE ACTIVITY (UCI/ML)</p> <p>ALPHA 9.43263E-09</p>	<p>ERR COUNTS</p> <p>3.66058E-09 8.</p>

操	作	備	考
B.G. COUNTS			
8.			
SPIKED ISO.:	PU236		
COLLECTION RATE:	8.74147E+01%		
ERROR:	1.30695E-01		
COUNTS:	59.		
B.G. COUNTS:	1.		
EFFICIENCY	2.53764E+01%		
B.G. COLLECT TIME:	155000. SEC		
COLLECT TIME:	5000. SEC		
DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA?	<u>Y</u>		
7) 台帳に記入する。		7) 小数点以下2ケタ目を四捨五入し、有効数字2ケタを記入する。	

8. スペクトランプログラム

(1) 下記に示すプログラムは、R_CLASSにおいて*印がプリントアウトされている場合

* RUN_PLOGRAMで実行できる。

プログラム名	
PUTS80	S-80 MCAからディスク上へのデータの転送
GETS80	ディスク上からS-80 MCAへのデータの転送
GETTTY	ディスク上からDECライターへのデータの転送
MAKAFL	データファイルの指定及び作成
ACALIB	エネルギー校正及び計数効率の校正
ALBEDT	定量用ライブラリーの作成及び修正
CHSPIK	解析用スパイク核種及び校正用核種のデータの登録
ALPHA	指定核種の解析