

# フォトメータ開発 (I)

— フォトメータ光伝送システムの設計・製作とコールド評価試験 —

1995年4月

動力炉・核燃料開発事業団  
東海事業所

この資料は、動燃事業団の開発業務を進めるため、特に限られた関係者だけに開示するものです。ついては複製、転載、引用等を行わないよう、また第三者への開示又は内容漏洩がないよう管理して下さい。また今回の開示目的以外のことには使用しないよう特に注意して下さい。

本資料についての問合せは下記に願います。

〒319-11 茨城県那珂郡東海村大字村松 4 - 33

動力炉・核燃料開発事業団・東海事業所

技術開発推進部・技術管理室

## フォトメータ開発 (I)

### — フォトメータ光伝送システムの設計・製作とコールド評価試験 —

佐野雄一<sup>\*</sup>、三浦幸一<sup>\*</sup>、新井健太郎<sup>\*\*</sup>  
青瀬晋一<sup>\*</sup>、富樫昭夫<sup>\*</sup>

## 要 旨

リサイクル機器試験施設 (RETF) への設置が予定されているインラインフォトメータについて、RETF への設置場所及び設置方法、また試作機の設計・製作 (センサーヘッド、光ファイバ、接続コネクタ及び気泡除去システム) 及びこれを用いたコールド試験とその結果について検討を進めた。

フォトメータ光伝送システム (センサーヘッド、光ファイバ及び接続コネクタ) の設計は設置場所及び設置方法に関する検討を受けて行われ、これらをもとに最大光量伝送効率を得られる光伝送システムの試作機を製作した。

また、製作したフォトメータ光伝送システムに関する性能評価コールド試験を、インライン測定精度、光ファイバの接続による影響及び溶液中の気泡による影響の3つの観点から行った。

その結果、本システムにより  $\text{Nd}^{3+}$  (モル吸光係数  $\epsilon = 6.91/\text{cm}\cdot\text{mol}$  (575nm)) を測定誤差平均 0.24g (標準偏差 0.12g) の精度で測定することが可能であることを、また、光ファイババンドル間での光ファイバのずれなどに起因すると思われる接続損失が生ずることをそれぞれ確認した。溶液中の気泡による影響については、気泡の影響を効果的に除去できる条件を明らかにし、さらに、2波長測定による濃度評価を用いることでその影響をより低減化できることを確認した。

今後、本報によって明らかとなった検討事項を踏まえ、フォトメータ光伝送システムの改良を行い、ウランを用いたループ試験を通してより詳細な測定性能評価を進めていく予定である。

---

\* 再処理技術開発部 プロセス・分析開発室

\*\* 検査開発 (株)

## 目 次

1. はじめに	1
2. RETF へのフォトメータの適用	2
2.1 目的及び設置場所	2
2.2 設置方法	2
3. フォトメータ光伝送システム試作機的设计	4
3.1 設計条件	4
3.2 光ファイバ種類の選定	4
3.3 吸光光度計との取り合い光ファイバ	4
3.4 センサーヘッド	5
3.4.1 セルパス部構成	5
3.4.2 セルパス幅の決定	7
3.5 中継光ファイバ	8
3.6 接続コネクタ	9
4. コールド試験	10
4.1 試験目的	10
4.2 試験項目	10
4.3 試験装置	10
4.3.1 気泡除去ポットの選定	11
4.4 試験方法	11
4.4.1 インライン測定精度の確認	11
4.4.2 光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響の確認	12
4.4.3 溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の確認	12
5. コールド試験結果及び考察	14
5.1 インライン測定精度の確認	14
5.1.1 検量線作成	14
5.1.2 ループ試験	14
5.2 光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響の確認	15

5.3	溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の確認	16
5.3.1	気泡の影響評価 - 流量による違い	16
5.3.2	気泡の影響評価 - ジャマ板の位置及び枚数による違い	17
5.3.3	気泡の影響評価 - センサーヘッドの位置による違い	18
5.3.4	気泡による影響の低減化 - 2波長測定による濃度評価	19
5.4	コールド試験のまとめ	19
6.	まとめ	20
7.	今後の予定	23
8.	参考文献	24

## 表リスト

表 2-1	フォトメータ設置ポイント評価書 .....	25
表 2-2	フォトメータ設置ポイント .....	27
表 3-1	光ファイバ素線の種類 .....	28
表 3-2	光ファイババンドル径 (3mmφ) を基準とした総コア面積の比較 .....	28
表 5-1	フォトメータによるインライン測定及び 1cm セルによるサンプリング測定から得られた硝酸ネオジム 6 水和物の濃度 (インライン測定より得られた濃度は、試料添加 5 分後から 10 分後までの 5 分間における測定値の平均値、サンプリング測定より得られた濃度は試料添加 5 分後における測定値) .....	29
表 5-2	光ファイバの接続による透過率 (吸光度) の変化及び接続損失 (光ファイバの接続がない状態でベースライン補正を行った後、575nm において測定) .....	29
表 5-3	光ファイバの接続による透過率 (吸光度) の変化 (光ファイバの接続が無い状態及び接続されている状態 (1ヶ所及び2ヶ所で接続) でそれぞれベースライン補正を行った後、575 nm において測定) .....	29
表 5-4	単波長測定及び 2 波長測定による Nd <sup>3+</sup> 濃度測定時の測定誤差及び誤差の標準偏差 ...	29
表 6-1	セルパス対向数及び総面積 .....	30
表 6-2	光ファイババンドルの総コア面積及びバンドル径の比較 (バンドル径 3.5mmφ を基準とした時) .....	30
表 6-2	ファイバ数及びコア面積の比較 .....	30

## 図リスト

図 2-1	RETF 抽出試験設備フロー図	31
図 2-2	CST (Chemical Systems Test) フォトメータ全体構成	32
図 2-3	ORNL のフォトメータ設置図	33
図 2-4	フォトメータの全体概略設置図	34
図 2-5	フォトメータ+気泡除去用ポット設置詳細図	35
図 2-6	フォトメータ設置概略図	36
図 3-1	光伝送システムの構成	37
図 3-2	光ファイバ素線の波長特性	38
図 3-3	セルパス部構成 (I)	39
図 3-4	セルパス部構成 (II)	39
図 3-5	セルパス部構成 (III)	40
図 3-6	セルパス部構成 (IV)	40
図 3-7	セルパス部構成 (V)	41
図 3-8	センサーヘッド部概略図 (ファイババンドル径 3mmφ)	41
図 3-9	光線追跡図	42
図 3-10	センサーヘッド部概略図 (セルパス幅 2mm)	43
図 3-11	センサーヘッド部概略図 (セルパス幅 5mm)	43
図 3-12	センサーヘッド部概略図 (セルパス幅 10mm)	44
図 3-13	光ファイバセンサーヘッド	45
図 3-14	光ファイバセンサーヘッド詳細図	46
図 3-15	中継光ファイバ及び投光・受光側光ファイババンドル	47
図 3-16	中継光ファイバ	48
図 3-17	光ファイバ接続コネクタ	49
図 4-1	フォトメータコールド試験装置概略図	50
図 4-2	気泡除去ポット概略図	51
図 4-3	光ファイバの接続と断面図	52
図 4-4	ジャマ板の位置	53
図 4-5	センサーヘッドの位置	54

図 5-1	フォトメータ及びセルによる Nd <sup>3+</sup> の吸収スペクトル測定 (Nd 濃度 約 50g/l) ……	55
図 5-2	Nd の検量線 ……	56
図 5-3	フォトメータによるインライン吸光度測定とセルによるサンプリング吸光度測定との比較 ……	57
図 5-4	フォトメータによるインライン濃度測定とセルによるサンプリング濃度測定との比較 ……	57
図 5-5	光ファイバの接続による透過率の変化 ……	58
図 5-6	光ファイバの接続による透過率の変化 (0 点調整後) ……	58
図 5-7(a)-(p)	吸光度に及ぼす気泡の影響 ……	59
図 5-8(a)	気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板なし) ……	75
図 5-8(b)	気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板 1 枚 (上)) ……	77
図 5-8(c)	気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板 1 枚 (下)) ……	79
図 5-8(d)	気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板 2 枚) ……	81
図 5-9(a)	気泡直径の変化による上昇速度の変化 (溶液: 純水) ……	83
図 5-9(b)	気泡直径の変化による上昇速度の変化 (溶液: 30% TBP + n-dodecane) ……	83
図 5-10	ジャマ板の枚数及び位置の違いによる試料溶液及び気泡の流れの変化 ……	84
図 5-11	単波長及び 2 波長測定による Nd 濃度測定 ……	85
図 6-1	セルパス構成 ……	86



## 1. はじめに

使用済燃料再処理プラントにおいては、他の化学プラントと違い核燃料特有の臨界および遮蔽の観点から、核物質質量及び核分裂生成物量の厳重な監視及び制御が要求される。既設の使用済燃料再処理プラントでは、その抽出工程にミキサセトラやパルスカラムが主に使用されており、これは滞留時間が長く、過渡変化が緩慢なため、比較的制御が容易である。これに対してFBR燃料再処理では、燃焼度が高くPu量も多い燃料を処理することから抽出溶媒の損傷が著しく増大することが予想されるため、滞留時間が短い遠心抽出器の採用が有力となる。

動力炉・核燃料開発事業団（以下「PNC」という）が計画しているリサイクル機器試験施設（以下「RETF」という）でも遠心抽出器を採用することとしており、抽出プロセスでのU、Pu濃度をリアルタイムに測定することのできるインラインフォトメータの開発が必要とされる。フォトメータは、UやPuが特定の波長の光に対して特有の吸収特性を示す性質を利用して各々の濃度を求めるもので実験室では、一般的に実施されている。しかし、遠心抽出器を用いた実プロセスでのインライン装置としては、その使用実績がないため、1987年より開始された高速炉燃料再処理に関する日米協力の中で開発試験を進めてきた<sup>(1),(2)</sup>。この中で、プロセス溶液の同伴する気泡等の影響、遠隔保守性等、RETFに向けた実用化のためにはいくつかの問題点が存在するものの基本的には、インライン測定が可能であることが、オークリッジ国立研究所（以下「ORNL」という）の試験で分かった<sup>(3),(4)</sup>。

一方、プロセス・分析開発室でも硝酸濃度変化に対応可能な多波長解析によるU、Pu濃度分析技術を開発<sup>(5)</sup>してきており、これら開発状況を踏まえRETFでの実用化に向けたフォトメータの開発に着手した。RETFの抽出試験設備は、多くのプロセス配管、計装配管等が近接している。しかも、フォトメータにはプロセス溶液中の空気等の除去システムを付加する必要があるため、コンパクト化が要求される。また、遠隔保守を可能にするために、光伝送系（光ファイバ）の分割化が必要になるなど、実用化に向けての改良が必要である。

本報告書では、これら改良点を踏まえた試作機（主にセンサーヘッド、光ファイバ、気泡除去システム）及びこれを用いたコールド試験結果等について記載している。

## 2. RETF へのフォトメータの適用

### 2.1 目的及び設置場所

RETF に向けたフォトメータの開発は、当初臨界管理のための核物質リーク量検知装置として導入する方向で進んだが、検出下限値、精度等の装置性能上の問題と気泡等の混入が予想されるプロセス特有の問題及び RETF 抽出試験設備の使用目的（将来の RETF 以降のプラントに向けてどのようなデータを取るべきか）等の検討を進める中でフォトメータの開発目的の見直しが行われた。フォトメータは、吸光度測定を原理としており、U、Pu 濃度のほかに原理的には、原子価変化もリアルタイムに確認できるものであり、将来的には、

- (1) RETF でのプロセス自動化技術開発
- (2) RETF のプロセス及び機器の高度化
- (3) シミュレーションコードの評価・確認
- (4) RETF プロセスの運転状況確認
- (5) NRTA 技術開発

等に密接かつ重要不可欠であり、将来これらに資することがフォトメータの目的である。

しかし、フォトメータは、まだ開発段階であり、一方 RETF は安全審査を終了し、設工認、着工の段階に入っているため現状では、フォトメータは試験機器として設置することとしている。試験機器として RETF に設置する場合、現状のフォトメータ能力、すなわち以前実施された試験結果（U、Pu の測定範囲）<sup>(5)</sup> を考慮する必要がある。

図 2-1 は、RETF 抽出試験設備のフローを示している。これをもとにすべての測定ポイント（抽出バンク間）に対してフォトメータの U、Pu 測定可能濃度範囲から適用性を評価した。結果を表 2-1 に示す。これによると適用可能ポイント（少なくとも U、Pu のどちらか一つが測定できるポイント）は、11 ポイントとなる。

一方、RETF の抽出バンク間及びその近傍は、多くの配管等が複雑に近接して配置されており、気泡除去システムを付加したフォトメータを設置する場合は、この配置スペースの検討がさらに必要となる。ORNL での試験では、図 2-2 に示した機器構成において、図 2-3 に示すような気泡除去システム（U 字管、ポット等）を用いることによりフォトメータ測定が可能になったという結果が得られており、RETF でもこの配置スペースを基本とし、これが確保できるポイントを検討した。この結果、表 2-2 に示す 3 か所について設置可能であることが分かり、現在ここに据え付けることで進めている。

### 2.2 設置方法

フォトメータは、主に本体（吸光光度計、コンピュータ等）と光伝送システム（光ファイバ、

接続コネクタ、センサーヘッド) から構成され、これに気泡除去システムが付加された形で使用される。図 2-4 は、全体概略設置図である。プロセスセル内のラック上に設置される遠心抽出器バンク間の配管途中にフォトメータセンサーヘッドを設置し、溶液中の吸光度を光ファイバ、コネクタを介してセル外の本体へ伝送し測定するものである。

ORNL の場合は、図 2-3 に示すようにセンサーヘッド部がマニホールドフランジ、Femaleハウジング、Maleハウジングで構成されており、全体の寸法は、約 19cm (横) × 27cm (高さ) × 10cm (幅) である。そしてこれに気泡除去システム (U 字管、ポット等) が付加された形となっている。一方、RETF への設置を考えた場合、プロセスセル内での遠隔保守を余儀なくされる。ORNL タイプをそのまま RETF に適用することを考えると寸法的には設置可能であるが、マニプレータのアクセススペースがほとんどないため遠隔保守が困難となる。また、ORNL タイプの場合は、センサーヘッド部が 3 分割されるため、この分割部からの液漏れが懸念される。

これらの問題に対応するため、RETF に向けたフォトメータとしては、光学系が一体化したコンパクトなセンサーヘッドの開発を行い、また気泡除去システムとしては、気泡除去ポット内にジャマ板を組み込み、流路長を担保するシステムを試験検討することとした。なお、本方式では、センサーヘッドを気泡除去ポット内に浸すため外部への液漏れはなくなる。図 2-5、2-6 は、このコンパクトタイプフォトメータ及び気泡除去システムの RETF 抽出試験設備への設置予定図である。現在 RETF は、前述したように設工認・着工の段階に入っている。しかし、フォトメータの開発課題は、まだ残されている状態であり、このため現状では、図 2-6 に示すように光ファイバ用貫通穴の確保等の予備的措置を行っている。

### 3. フォトメータ光伝送システム試作機的设计

#### 3.1 设计条件

フォトメータ光伝送システム（センサーヘッド、光ファイバ、コネクタ）の試作機は以下の条件のもとに設計を行った。

- (1) センサーヘッドは、コンパクト化が必要であり、気泡除去システム（ジャマ板を組み込んだ物）に挿入できるものとして直径が約 20mm 以下とする。
- (2) センサーヘッドは、プロセス溶液が流れている状態で使用できるものとする。
- (3) 光ファイバは、放射線環境下で光透過損失が生じる。現在耐放射線性に優れたものは、純粋石英を使用したものであり、これを使用する。
- (4) U、Pu の吸光度測定波長を考慮し、約 350 ~ 800nm の範囲で光伝送能力の優れた光ファイバを使用する。
- (5) 光ファイバは、RETF プロセスセル内での遠隔保守を考慮し、3 分割できるものとする。
- (6) コネクタは、遠隔保守を考慮し、可能な限り単純な構造とする。
- (7) コールド評価試験を実施するため、PNC の所有する吸光光度計に光学的に取り合うものとする。（投光部及び受光部での有効集光・受光径 3mmφ）
- (8) (1)~(7)を満足し、かつこれら条件下で光量伝送効率が最大となるもの。  
（プロセスセル内では、放射線による光透過損失やコネクタでの光損失が生じるため、これら損失が生じて、測定上必要な光量を得るようにするため）

なお、設計に当たっての光伝送システムの構成を図 3-1 に示す。

#### 3.2 光ファイバ種類の選定

メーカー（三菱電線工業株式会社）で製造可能な光ファイバ素線を表 3-1 に示し、各々の光ファイバ素線の波長特性を図 3-2 に示す。これらの中から耐放射線上の観点から純粋石英ガラスをコア材とすること及び使用波長領域（350 ~ 800nm）での光伝送損失を最小とすることを考慮し、ST シリーズを選定した。

#### 3.3 吸光光度計との取り合い光ファイバ

PNC 所有の吸光光度計は、（株）島津製作所製 UV-160A で投光部（光源部）及び受光部（フォトマル検出部）の有効集光・受光径は各々 3mmφ である。したがって、3mmφ 以上の径を有する光ファイバは、伝送光量の総量に寄与しない。この有効集光・受光径 3mmφ を基にメーカーで製造可能な ST シリーズのバンドル径<sup>1)</sup>を基準（3mmφ）として、総コア面積を比較した結果を表 3-2 に示す。これにより、バンドル径を 3mmφ とした場合に最大総コア面積つまり最大光量

が得られるのは、ST230D（コア径 230 $\mu\text{m}\phi$ /ファイバ径 250 $\mu\text{m}\phi$ ）を投光側、受光側に各々108芯ずつを用いた場合であることが分かる。

$$*1 \quad \text{バンドル径} = \sqrt{\frac{\text{芯線数}}{\text{ファイバー占有率}}} \times \text{ファイバー径 (クラッド径)}$$

$$\text{ファイバー占有率} = 0.75$$

### 3.4 センサーヘッド

#### 3.4.1 セルパス部構成

セルパス部は、光反射材を用いて投光側光ファイバからの光を受光側光ファイバにて受光するものである。この場合の最も単純な構成には、図3-3が考えられる。また、これをモディファイしたものとして図3-4, 3-5が考えられる。

光ファイババンドルからの出射ビームは、光ファイバの NA<sup>\*1</sup>（開口数）により水中では、約 8.6°（半角）の出射角（拡がり角）を有している。ここで、NA（開口数）とは、ビームの最大出射角及び最大受光角（これより大きな角度で入射した光は、ファイバ中を伝送できない）を規定するものであり、ST シリーズは、すべて同 NA である。またメーカーの光ファイバ製造技術上の制限により、純粋石英ガラスをコア材に用いた ST シリーズでは、最大 NA=0.2（水中での最大出射角（拡がり角）及び最大受光角=約 8.6°（半角））となる。図3-3, 3-4の構成の場合においては、出射ビームが光反射材により反射されて受光側光ファイババンドル位置まで戻ってきた時点では、出射ビームの拡がり角のためにビーム面積は、受光側光ファイババンドル径よりも大きくなっており、受光側光ファイババンドルは、この反射ビームの一部を受光するに過ぎず受光効率（光伝送効率）が低下する。また、図3-5のように凹面状の光反射材を用いて反射光を強制的に受光側光ファイババンドルの方向に向けたときには、反射ビームの受光側光ファイババンドルへの入射角がファイバの NA（最大受光角）を超えるものがあるため、やはり、反射ビームの一部のみが受光・伝送されることとなる。上述のように平面、凸面、凹面ミラーを用いた場合には、光ファイバの NA の影響による損失を避けることのできるセルパス構成を得ることは、非常に困難であると考えられる。

受光効率（光伝送効率）を高くするためには、図3-6のように投光側光ファイババンドルと受光側光ファイババンドルを同軸上で対向させることが考えられる。さらに、出射ビームの拡がり角を小さくするために投光側光ファイババンドルの前方に出射レンズを置き、この出射ビームを受けて受光側光ファイババンドルに集光するための受光レンズを設けることが考えられる。

$$*1 \quad \text{NA (開口数)} \quad \text{NA} = \sin \theta_0 = \frac{\sqrt{n_1^2 n_2^2}}{n_0}$$

$n_1$  = コア屈折率

$n_2$  = クラッド屈折率

$n_0$  = 入射（出射）端面の周囲溶媒の屈折率

通常は  $n_1 = 1$ （空気）であるため  $NA = 0.2 = 11.5^\circ$  となるが、今回は水中で使用するため  $n_0 = 1.33$  として計算 ( $NA \approx 8.6^\circ$ ) している。

これが最大受光効率（最大光伝送効率）を得ることができるセルパス構成であると考えられるが、投光・受光ファイババンドル及びレンズ系を同軸上に直線的に並べることは、センサーヘッド部外径の増大を招き、設計条件である  $20\text{mm}\phi$  以内とすることが困難であり、かつ、実使用時の操作性も悪くなることが予想される。そこで図 3-7 のように出射レンズの前方に光反射材として直角プリズムを置いて光路を  $90^\circ$  曲げる。このプリズムと対向させる形でもう一つ直角プリズムを受光レンズの前方に置き、もう一度光路を  $90^\circ$  曲げてから受光レンズに入射し受光側光ファイババンドルに集光させるような構成とし、センサーヘッド部のコンパクト化と実使用時の操作性の向上を図ることとした。

しかしながら、この構成を用いる場合においても、ST230D×108 芯をそのまま投光・受光ファイババンドルとして用いることは、バンドル系が大きい（約  $3\text{mm}\phi$ ）ために受光効率（光伝送効率）を良くするためには、大口径の出・入射レンズ（外径  $8\text{mm}\phi$  程度<sup>\*1</sup>）及び大口径の直角プリズム（ $10\text{mm}\times 10\text{mm}$  程度）を使用する必要がある、このときには、センサーヘッド部外径は、約  $40\text{mm}\phi$  程度となる（図 3-8 参照）ので、本設計条件であるセンサーヘッド部外径  $20\text{mm}\phi$  以下を満足できない。

- \*1  $8\text{mm}\phi$  を使用する理由は、 $8\text{mm}\phi$  のレンズの焦点距離  $f = 10\text{mm}$  であるため、 $3\text{mm}\phi$  の投光側光ファイババンドルから出射されるレンズ焦点位置でのビーム径  $D$  を求めると

$$D = 2 \times NA \times f + d \text{ (簡略式)}$$

$D$  = 必要レンズ径（レンズ焦点位置でのビーム径）

$NA$  = 使用レンズの焦点距離

$f$  = 開口数（ST シリーズはすべて 0.2）

$d$  = 光ファイババンドル径

より、

$$D = 2 \times 0.2 \times 10 + 3$$

$$= 7\text{mm}$$

となりこれより  $1\text{mm}$  の余裕をみて  $8\text{mm}\phi$  としている。

センサーヘッド部外径 20mmφ 以下という設計条件を満足し、さらに受光効率（光伝送効率）を最大とするためには、投光・受光用光ファイババンドルを分割し、各々を対向させる方法をとることが考えられる。ただし、光ファイババンドルを分割して光学系を構成する場合、分割数を多くする程、小型の光学系とすることができるが、余りに多分割すると内部に組み込まれるレンズやプリズムが非常に微小なものとなってしまう製作時の光学系の調整に困難を伴うため各対向部の光学系が不安定となる（出射・受光光量にバラツキが起きる）可能性もあり、望ましいとは言えない。そこで、できるだけ少ない分割数で、安定した光学系の製作・調整が比較的簡単に行うことができ、かつ高い受光効率（光伝送効率）を得るためのファイババンドル径、レンズ外径、プリズム径を考慮し、投光・受光用光ファイババンドルを各々4分割（各27芯）<sup>\*1</sup>し、それぞれを対向させる光学系とした。このときの投光・受光用光ファイババンドル及び適用した投光側光ファイババンドルの出射レンズ、受光側光ファイババンドルの集光レンズ、光反射材としてのプリズムの仕様は、以下のとおりである。

① 投光側

光ファイババンドル：ST230D / 27芯（バンドル径 1.5mmφ）×4本

② 受光側

光ファイババンドル：ST230D / 27芯（バンドル径 1.5mmφ）×4本

③ 出射レンズ                   ：外径 2.4mmφ / 焦点距離 3.91mm（材質：合成石英）

④ 集光レンズ                   ：外径 2.4mmφ / 焦点距離 3.91mm（材質：合成石英）

⑤ 投光側プリズム           ：2×2mm 直角プリズム（材質：合成石英）

⑥ 受光側プリズム           ：2×2mm 直角プリズム（材質：合成石英）

この構成としたときの投光側光ファイババンドル中心部からの出射ビームの光線追跡図を図 3-9 に示す。この図より、投光側光ファイババンドル中心部からの出射ビームが出射レンズ及び投光側プリズムを経てセルパス部に出射され、受光側プリズム、集光レンズを介して投光側と同様に受光側光ファイババンドル中心部へ集光されていることが分かる。

以上より、センサヘッド部を本構成とすることによりセンサヘッド部外径を 20mmφ 以下とすることが可能であり、かつ、投光・受光バンドルを同軸上で対向させたときと同様の効果が得られ受光効率（光伝送効率）を最大限近くまで高めることができると考えられる。

\*1 投光・受光用光ファイババンドルは、ST230D（コア径 230μm / ファイバ径 250μm、芯線数 108）なので  $108 \div 4 = 27$ （芯）となる。

### 3.4.2 セルパス幅の決定

3.4.1 で決定したセルパス構成を考えると、投・受光側光ファイババンドル径は、各々 1.5 mmφ と

なる。このときには、各光ファイババンドル部と投・受光用光学系を保護するためのスリーブは、それぞれ外径が4mmφとなり、センサーヘッド部では、これを投・受光用として各4本ずつ対向させることになる。今回、測定箇所は、溶液の流通系であるのでセンサーヘッド部のセルパス部は、この流通性を阻害しないことが求められ、これを考慮してセルパス幅2mm、5mm、10mmの3つについて検討した。

- ① セルパス幅を2mmとするには、投光・受光バンドル4つずつを隣合うバンドルと接するように配置することにより可能である。しかし、この配置においては、センサーヘッド部を溶液ポットに挿入するときの回転方向によっては流通抵抗が非常に大きくなることが予想される。(図3-10参照)
- ② セルパス幅を5mmとすることは、①の場合と同様に投光・受光バンドル4つずつを隣合うバンドルと接するように配置することにより可能であるが、これも①と同様にセンサーヘッド部を溶液ポットに挿入するときの回転方向によっては流通抵抗が非常に大きくなることが予想される。(図3-11参照)
- ③ セルパス幅を10mmとすることは、各光ファイババンドル部8本を円周均等配置し対向させることにより実現できる。また、各光ファイババンドルを円周均等配置したことによりセンサーヘッド部をポットに挿入したときの流通抵抗に回転方向に対する依存性がなくなり、常に同等の流通性が得られることが予想される。(図3-12参照)

これら①、②、③によりセルパス幅は、10mmが最適であると考えられる。

以上より決定された光ファイバセンサヘッドを図3-13に示し、その詳細図を図3-14に示す。

### 3.5 中継光ファイバ

中継光ファイバは、コネクタを介して、一方は3.3の吸光光度計との取り合い光ファイバと接続され、もう一方は3.4のセンサーヘッドの光ファイバと接続される。光ファイバ同士を接続する場合において、接続損失(コネクタ部での光伝送損失)を最小とするには、接続される光ファイババンドルのバンドル径と同等か、あるいはそれ以上のコア径の光ファイバを使用する必要がある。

メーカーが製造可能なSTシリーズファイバで最大のコア径を有するものは、ST1200I(コア径1200μm/ファイバ径1500μm)であるので投光・受光側光ファイババンドルに使用される光ファイバST230D(コア径230μm/ファイバ径250μm)108芯をバンドル径1.2mmφ以下となるように分割して接続する方法が最も損失が小さいことになる。(図3-15参照)

すなわち、光ファイバ(投光用(In)/受光用(Out))を束ねて20mmφ以内とすることを考慮すればST230D×108芯を18芯(バンドル径1.2mmφ)×6分割とすることが最適であると考えられる。なお、この場合中継光ファイバはST1200Iを投光側、受光側に各々6芯ずつ使用す



ることになる。

以上より、中継光ファイバを 3.3 の吸光光度計との取り合い光ファイバ及び 3.4 のセンサーヘッドの光ファイバに接続した場合には、

- |   |                          |   |                          |
|---|--------------------------|---|--------------------------|
| ① | バンドルファイバ                 | → | 単芯大口径ファイバへ光が入射する場合       |
|   | ST230D×18 芯×6            |   | ST1200I×単芯×6             |
|   | 総コア面積 4.5mm <sup>2</sup> |   | 総コア面積 6.8mm <sup>2</sup> |
| ② | 単芯大口径ファイバ                | → | バンドルファイバへ光が入射する場合        |
|   | ST1200I×単芯×6             |   | ST230D×18 芯×6            |
|   | 総コア面積 6.8mm <sup>2</sup> |   | 総コア面積 4.5mm <sup>2</sup> |

の 2 ケースの光ファイバ間で接続が起こり、①の場合は軸ずれに起因する接続損失のみが生ずることになるが、②の場合には軸ずれによる損失に加えて総コア面積の差（約 34%減）に起因する接続損失も発生することになる。

以上より決定された光ファイバを図 3-16 に示す。

### 3.6 接続コネクタ

接続コネクタは、マニプレータによる光ファイバの挿入・抜き出しを考慮し、単純な構造とすることが必要である。また、光ファイバを最小の接続損失で接続し、両側から差し込む型のコネクタとする必要がある。これらを考慮し、図 3-17 に示す接続コネクタを製作した。この接続コネクタには位置決め用のキィ及びコネクタからの光ファイバの抜け防止のためのブランジャを設けている。また、光ファイバ側にも本コネクタに接続している最中でのダスト等の進入防止のために O-リングを装置し、本コネクタと接続した場合のシール性を持たせている。

## 4. コールド試験

### 4.1 試験目的

RETF へのフォトメータの適用を考えた場合、フォトメータを用いたインライン濃度測定の実験精度を把握しておく必要がある。また、その設置条件を考えた場合、試験セル内に設置される測定部分（センサーヘッド部分）とセル外に設置される吸光光度計は光ファイバ及び接続コネクタを介して接続されるため、接続による光量損失を考慮しなければならない。さらに、フォトメータによるインライン測定においては測定部分であるセンサーヘッドを直接試料溶液中に挿入して吸光度測定を行うため、溶液中に存在する気泡の測定に及ぼす影響が懸念される。

以上の点から、フォトメータを用いたインライン濃度測定の実験精度及び光ファイバの接続による光量損失、さらに試料溶液中に存在する気泡がフォトメータによるインライン測定性能に与える影響について検討を行い、問題点及び対策等を抽出して実機設計へ反映させるため、今回コールド試験を実施した。

### 4.2 試験項目

本コールド試験において検討及び考察を行うフォトメータ用光伝送システムの性能確認試験項目を以下に記す。

- ① インライン測定精度の確認
- ② 光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響の確認
- ③ 溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の確認

### 4.3 試験装置

本コールド試験に使用したループ装置の概略図を図 4-1 に示す。本装置は、試料濃度調整・気泡発生タンク（ポリタンク（約 3 l）及び攪拌器）、気泡除去ポット、液送ポンプから形成され、それぞれの部品は 8mmφ のタイゴンチューブで接続されている。気泡の発生は、試料濃度調整・気泡発生タンク内において攪拌器を運転することにより行い、気泡を含んだ試料溶液は送液ポンプにより気泡除去ポットへと導かれる。また、ループ内の流量調整は送液ポンプの回転数を変化させることにより行う。ループ中の試料溶液の吸光度は、気泡除去ポット内に設置されたセンサーヘッド及び光ファイバを介して接続された吸光光度計により測定され、光ファイバの接続数（最大 3 本まで）を変化させることにより、光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響について検討できるようになっている。なお、センサーヘッド、接続コネクタ及び光ファイバの詳細は前章に、気泡除去ポットの詳細は次項にそれぞれ記している。

#### 4.3.1 気泡除去ポットの選定

気泡除去ポットの寸法及び形状は、基本的に ORNL の CST 試験で使用されているものを参考とした。今回用いた気泡除去ポットの外形図を図 4-2 に示す。ポットの直径は、Pu 単独系での形状管理の一つである無限円筒直径の勧告値 10.7cm を下回る 8cm で製作し、ポット内の有効保有量は 750ml とした。また、溶液の供給、排出ラインは上下差し替えが可能で、速抽出器の入口、出口ラインの芯差が 80mm 程度であることから、この高さ関係も担保できる形状とした。さらに、ポットの材質は内部観察が可能ないように透明アクリル製とし、内部構造の違いが気泡除去に及ぼす影響を確認することができるようポット内にジャマ板（最大 2 枚）を取り付けられる構造とした。

#### 4.4 試験方法

##### 4.4.1 インライン測定精度の確認

フォトメータによるインライン測定の測定精度を確認するため、硝酸ネオジウム 6 水和物 ( $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ( $M = 438.326$ ) (モル吸光係数  $\epsilon = 6.91 \text{ l/cm} \cdot \text{mol}$  (575 nm))) を含む水溶液を試料溶液としてインライン測定を行い、同時に進めたサンプリングによるオフライン測定との比較を行った。試験手順を以下に記す。

- ① 硝酸ネオジウム 6 水和物の濃度を 0 ~ 100g/l (0 ~ 0.2281M) の範囲で変化させ、標準試料溶液を作成した。
- ② 標準試料溶液を用いて、1cm セル及びフォトメータにより  $\text{Nd}^{3+}$  の検量線を作成した。吸光度測定は 575nm において行った。なお、フォトメータによる検量線の作成は、標準試料溶液を満たした試料管にセンサーヘッドを浸して吸光度を測定することにより行った。
- ③ ループ内の水量を 2l、流量を 0.36l/min (線速度 716cm/min) (RETF での試料溶液の標準線速度である 795cm/min (標準流量 2.5l/min、配管径 20mmφ より計算) にほぼ合わせた設定) とし、ループ内の硝酸ネオジウム 6 水和物の吸光度変化をフォトメータによりリアルタイムで測定した。また、ループ内溶液のサンプリングによる硝酸ネオジウム 6 水和物の吸光度測定を並行して進め、フォトメータによる測定結果との比較、検討を行った。なお、硝酸ネオジウム 6 水和物の濃度は、10 分おきに 20g の硝酸ネオジウム 6 水和物をループ内に添加することにより変化させた。フォトメータ及びサンプリングによる 1cm セルでの吸光度の測定は 575 nm において、それぞれ 60 分間 (10 秒ごとの測定) 及び 15, 25, 35, 45, 55 分ごとに行い、得られた吸光度より②で求められている検量線を用いて溶液中の硝酸ネオジウム 6 水和物濃度の算出を行った。

#### 4.4.2 光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響の確認

フォトメータを用いたインライン測定において、光ファイバの接続数の違いが測定に及ぼす影響を明らかにするため、光ファイバ間の接続コネクタ数を変化させてインライン測定を行い、それぞれの結果を比較した。試験手順を以下に記す。

- ① 純水を試料溶液として、接続コネクタがない場合、すなわち光ファイバの接続がない状態でベースライン補正を行った。
- ② 水量 2l、流量を 0.36l/min、硝酸ネオジム 6 水和物濃度を約 40g/l として、接続コネクタがない状態で透過率を測定した。測定は 400 - 800nm で行った。
- ③ 接続コネクタ数を 1つ及び 2つとして、ベースライン補正を行わずに透過率を測定し、接続コネクタがない場合に得られた結果との比較、検討を行った。光ファイバの接続の模式図を図 4-3 に示す。
- ④ 純水を試料溶液として、接続コネクタがない状態及び 1つ、2つそれぞれの状態でベースライン補正を行った後、透過率の測定を行い、それぞれの測定結果を比較、検討した。測定は水量 2l、流量 0.36l/min、硝酸ネオジム 6 水和物濃度約 40g/l、波長領域 400 - 800nm で行った。

#### 4.4.3 溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の確認

フォトメータを用いたインライン測定において、溶液中の気泡が測定に及ぼす影響を明らかにするため、以下に示す観点から試験を行い、検討を進めた。

- (1) 流量による違い
- (2) 気泡除去ポット内のジャマ板の位置及び枚数による違い
- (3) センサーヘッドの位置による違い

また、気泡による影響を低減するため、2 波長測定による濃度評価も併せて行った。

試料溶液は、気泡の発生を容易にするため、純水 2l に中性洗剤 40ml を混合したものをを用いた。また、インライン測定は、測定波長 575nm において 15 分間（1 秒ごとの測定）を行い、3 - 8 分の 5 分間、攪拌器により気泡発生ポット内において気泡を発生させた。

##### 4.4.3.1 気泡の影響評価 - 流量による違い -

ループ内の流量の違いにより、インライン測定に及ぼす溶液中の気泡の影響がどのように異なるのか評価するため、ループ内の流量が 0.17, 0.24, 0.36, 0.56 l/min の計 4 種類の場合についてインライン測定を行い、それぞれの測定結果を比較した。

#### 4.4.3.2 気泡の影響評価 - ジャマ板の位置及び枚数による違い -

気泡除去ポット内に設置されたジャマ板の位置及び枚数の違いにより、インライン測定に及ぼす溶液中の気泡の影響がどのように異なるのか評価するため、気泡除去ポット内におけるジャマ板の枚数及び位置が、ジャマ板なし、1枚（上）、1枚（下）、2枚の計4種類の場合についてインライン測定を行い、それぞれの測定結果を比較した。図4-4に気泡除去ポット内におけるジャマ板の設置状態を示す。

#### 4.4.3.3 気泡の影響評価 - センサーヘッドの位置による違い -

気泡除去ポット内に設置されたセンサーヘッドの位置の違いにより、インライン測定に及ぼす溶液中の気泡の影響がどのように異なるのか評価するため、気泡除去ポット内におけるセンサーヘッドの位置が、気泡除去ポット底より1cm（以下、「下」という）及び6cm（以下、「上」という）の計2種類の場合についてインライン測定を行い、それぞれの測定結果を比較した。図4-5に気泡除去ポット内におけるセンサーヘッドの位置を示す。

#### 4.4.3.4 気泡による影響の低減化 - 2波長測定による濃度評価 -

ループ内の試料溶液に気泡が含まれる条件下で単波長測定により濃度評価をした場合、気泡の影響により測定波長での吸光度に変化が起り、試料溶液中の目的物質の濃度を正確に評価することが困難となる。このような試料溶液中に気泡が存在するために、あるいは試料溶液が濁っているために単波長測定では濃度評価が正確にできない場合の対応策の一つとして、2波長測定による濃度評価があげられる。気泡の影響による吸光度の変化が波長に依存しない場合、気泡がないときの単波長測定より得られる吸光度  $A_1$  は、気泡が存在するときの2波長測定より得られる吸光度  $A_2, A_3$  によって以下のように表すことができる。

$$A_1(\lambda_1) = A_2(\lambda_1) - A_3(\lambda_2)$$

ここで  $\lambda_1$  は単波長測定時の測定波長を、 $\lambda_2$  は気泡が存在しないときに吸光度が0であった任意の波長を表しており、 $A_1, A_2, A_3$  は、それぞれ括弧内の波長における吸光度を表している。これより、ループ内の溶液中に気泡が存在する場合、単波長測定時の測定波長と気泡がないとき吸光度が0であった波長の2波長において同時に吸光度を測定し、その差をとることにより、溶液中における目的物質の正確な濃度評価を行うことが可能となる。本実験では、試薬に硝酸ネオジム6水和物を用い、 $\lambda_1 = 575 \text{ nm}$ ,  $\lambda_2 = 602.5 \text{ nm}$  として吸光度の測定を行った。また、得られた吸光度の差から、4.4.1において求めた検量線を用いることによりループ内の試薬濃度の評価を行い、単波長測定 ( $\lambda_1 = 575 \text{ nm}$ ) から得られる試薬濃度との比較を行った。

## 5. コールド試験結果及び考察

### 5.1 インライン測定精度の確認

#### 5.1.1 検量線作成

図 5-1 に 1cm セル及びフォトメータにより測定した 400 ~ 800nm における  $\text{Nd}^{3+}$  の水溶液中での吸収スペクトルを示す。また、575nm における吸収ピークより求めた 1cm セル及びフォトメータによる  $\text{Nd}^{3+}$  の検量線を図 5-2 に示す。図 5-1 よりフォトメータを用いた測定では 1 cm セルを用いた測定に比べて同濃度の  $\text{Nd}^{3+}$  に対してより大きな吸光度が得られていることを、また図 5-2 よりフォトメータによる  $\text{Nd}^{3+}$  の検量線の傾きが 1cm セルによる  $\text{Nd}^{3+}$  の検量線の傾きに比べてより大きいことを、それぞれ確認できるが、これらはともにセンサーヘッドにおける光路長が 1cm より若干大きいことに起因するものと考えられる。したがって、今回用いたフォトメータにより試料のモル吸光係数を算出する場合、あるいは試料のモル吸光係数と得られた吸光度よりその濃度を計算する場合には、光路長の補正が必要となる。

#### 5.1.2 ループ試験

図 5-3 にフォトメータによるインライン吸光度測定及び 1cm セルによるサンプリング吸光度測定の結果を示す。また、この結果を用いて前項において求めた検量線から計算された硝酸ネオジム 6 水和物の濃度変化の様子を図 5-4 に示す。フォトメータによるインライン吸光度測定の結果において観測されている試料添加直後の吸光度の過度の上昇は、添加試料とループ内溶液の混合が十分になされないまま測定が行われたことを意味しており、時間が経過するにしたがってループ内の試料濃度は均一になるため、得られる吸光度も時間が経過すると図 5-3 に示されるように一定値となる。また、前項において述べた理由により、フォトメータによるインライン測定から得られる吸光度は 1cm セルによるサンプリング測定から得られる吸光度に比べ、大きい値となっている。しかしながら、前項において求められた検量線を用いて濃度計算を行うことによりフォトメータと 1cm セルとの間の光路長の違いが補正されるため、両吸光度測定の結果より計算された硝酸ネオジム 6 水和物の濃度はほぼ同じ値となる。

表 5-1 に、フォトメータによるインライン測定から得られた硝酸ネオジム 6 水和物の平均濃度（硝酸ネオジム 6 水和物添加 5 分後から 10 分後までの 5 分間における測定値の平均値）と 1cm セルによるサンプリング測定から得られた試料濃度をそれぞれ記す。これより、水溶液中の  $\text{Nd}^{3+}$  を測定試料とした場合のサンプリング測定に対するインライン測定の測定誤差平均は 0.24g/l（誤差の標準偏差  $\sigma = 0.13\text{g/l}$ ）となり、高  $\text{Nd}^{3+}$  濃度（数十 g/l）では 1% 以下の測定誤差で濃度測定が可能であることが分かる。なお、フォトメータによるインライン測定及び 1cm セルによるサンプリング測定から求められた硝酸ネオジム 6 水和物の濃度はともに実際にループ内へ添

加した硝酸ネオジウム6水和物の濃度より小さな値を示しているが、これは添加した硝酸ネオジウム6水和物とループ内溶液との混合が十分になされていないことに起因しているものと思われる。

## 5.2 光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響の確認

図 5-5 に、ベースライン補正を光ファイバの接続がない状態で行った後、光ファイバの接続がない状態及び接続されている状態（接続コネクタ数が1つ及び2つの場合）において実施したインライン測定より観測された  $\text{Nd}^{3+}$  の透過スペクトルを示す。また、表 5-2 に、接続コネクタがなし、1つ及び2つの場合にそれぞれ得られた 575 nm における透過率、吸光度、さらにこれより計算された接続損失を記す。接続損失の計算は次式により行った。

接続コネクタが1つのとき、

$$-10 \cdot \log\left(\frac{2.49}{13.04}\right) = 7.19\text{dB}$$

接続コネクタが2つのとき、

$$-10 \cdot \log\left(\frac{1.17}{13.04}\right) = 10.47\text{dB}$$

図 4-2 に示したように、接続コネクタが1つのときは、光ファイババンドル ST230D/18 芯（バンドル径 1.2mmφ）どおしの接続となるため、バンドル間での光ファイバのずれによる損失と端面反射（フレネル反射）による損失及びその他の原因（接続時の軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がり等）による損失を接続損失として考慮しなければならない。端面反射による接続損失を一般的に言われている 4%程度と考えると、これが光ファイバの出射端及び入射端の両方で発生することになるので、

$$(1 - 0.04)^2 = 0.9216$$

dB に換算すると、

$$-10 \cdot \log 0.9216 = 0.35\text{dB}$$

となり、今回観測された接続損失（7.19 dB）の大部分はバンドル間での光ファイバのずれによる損失及び接続時の軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がり等による損失と考えることができる。

一方、接続コネクタが2つのときは、光ファイババンドル ST230D/18 芯（バンドル径 1.2 mmφ）と単芯光ファイバ ST1200I（コア径 1.2mm、ファイバ径 1.5mm）との間の接続になるため、コア面積の違いによる損失と端面反射による損失及び接続時の軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がり等による損失を接続損失として考慮しなければならない。バンドルから単芯への入射については、バンドルからの光量をすべて単芯側で受けることができると考えられるが、単芯からバ

ンドルへの入射についてはそのコア面積比によって以下のように損失が計算される。

$$\frac{\left(18 \times \left(\frac{230}{2}\right)^2\right)}{\left(\frac{1200}{2}\right)^2} = 0.66$$

dB に換算すると、

$$-10 \cdot \log 0.66 = 1.8 \text{ dB}$$

端面反射による損失とコア面積の違いによる損失の合計は、

$$1.8 \text{ dB} \times 2 + 0.35 \text{ dB} \times 2 = 4.3 \text{ dB}$$

となる。したがって、今回観測された接続損失 (10.47 dB) の 1/2 以上はバンドル間での光ファイバのずれによる損失及び接続時の軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がり等による損失と考えられる。

以上のような光ファイバの接続による透過率 (吸光度) への影響は、光ファイバの接続がない状態及び接続されている状態 (接続コネクタ数が 1 つ及び 2 つの場合) それぞれにおいて、ベースライン補正をすることにより、ある程度軽減させることができる。図 5-6 に、それぞれの接続状態でベースライン補正を行った後、インライン測定より観測された  $\text{Nd}^{3+}$  の透過スペクトルを示す。また、表 5-3 に、各接続状態での 575nm における透過率及び吸光度の値を示す。これらより、ベースライン補正によって光ファイバの接続による影響が軽減されていることが確認できるが、透過率が大きい、すなわち吸光度が小さい領域では、光量不足が原因と思われるノイズの増加が観測されている。したがって、より精度の高い測定を行うには、光ファイバ接続時の接続損失を可能な限り減らすとともに強力な光源の開発が必要となる。

### 5.3 溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の確認

図 5-7 (a) ~ (p) に、気泡存在下 (3 ~ 8 min の 5 分間) においてフォトメータによるインライン測定から得られた 575nm における吸光度の変化を示す。測定時の条件はそれぞれの図の下に記している。また、図 5-8 (a) ~ (d) にループ試験時の各条件下における気泡除去ポット内部の様子をそれぞれ示す。以下、各条件 (流量、ジャマ板枚数及び位置、センサーヘッド位置) の違いによる気泡の影響の変化について考察する。

#### 5.3.1 気泡の影響評価 - 流量による違い -

図 5-7 (a) ~ (d), (e) ~ (h), (i) ~ (l), (m) ~ (p) のそれぞれから、ループ内流量が増加するにしたがって吸光度の乱れが大きくなっていることを確認できる。これは流量の増加に伴って、より



多くの気泡が、またより大きな径をもつ気泡がセンサーヘッド部分に到達するようになり、気泡による測定光の散乱が増加するためであると思われる。溶液中における気泡の浮力による定常的な上昇速度  $u_b$  は、F. N. Peedles 等によって次式のように示されている<sup>(6)</sup>。

$$\begin{aligned} \text{Re}_p < 2 & \quad u_b = \frac{d^2 \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_f}\right)}{18\nu_f} \\ 2 \leq \text{Re}_p < 4.02M^{-0.214} & \quad u_b = 0.33g^{0.76} \left(\frac{1}{\nu_f}\right)^{0.52} \left(\frac{d}{2}\right)^{1.28} \\ 4.02M^{-0.214} \leq \text{Re}_p < 3.10M^{-0.25} & \quad u_b = 1.35 \left(\frac{2\sigma}{\rho_f d}\right)^{1/2} \\ \text{Re}_p \geq 3.10M^{-0.25} & \quad u_b = 1.18 \left(\frac{\sigma(\rho_f - \rho_p)g}{\rho_f^2}\right)^{1/3} \\ \text{Re}_p = \frac{du_b}{\nu_f} & \quad M = \frac{g\mu_f^4}{\rho_f\sigma^3} \end{aligned}$$

ここで、 $d$  は気泡直径、 $g$  は重力加速度、 $\rho_p$  及び  $\rho_f$  は粒子及び流体の密度、 $\mu_f$  及び  $\nu_f$  は流体の粘性係数及び動粘性係数、 $\sigma$  は液体の表面張力を表している。

本試験において用いた試料溶液を純水 ( $\rho = 0.9982\text{g/cm}^3$ ,  $\mu = 1.002\text{mPas}$ ) として、試料溶液中における気泡の直径と上昇速度との関係について計算したものを図 5-9 (a) に示す。また、溶液を 30% TBP-n-dodecane ( $\rho = 1.1123\text{g/cm}^3$ ,  $\mu = 1.05\text{mPas}$ ) として、気泡の直径と上昇速度との関係について計算したものを図 5-9 (b) に示す。これらより、水溶液中に比べ有機溶媒中では同じ直径をもつ気泡の上昇速度が遅くなる、すなわち溶液から気泡を除去しにくくなることが確認できる。今回行ったループ試験において、試料溶液は、10mmφ の配管より流量 0.17 ~ 0.56 l/min の範囲で気泡除去ポット内に鉛直下向きに注入される。したがって、入口配管付近での試料溶液の流速は 5.29 ~ 17.43 cm/s 程度となり、これ以上の上昇速度をもつ気泡は溶液の流れに乗らず浮力により上昇する。気泡除去ポット内の試料溶液の流れ及び気泡の動きは、ポット内のジャマ板枚数及びその位置により大きく変化するが、これについては次項で検討する。

### 5.3.2 気泡の影響評価 - ジャマ板の位置及び枚数による違い -

図 5-7 より、ループ流量及びセンサーヘッド位置が同じ場合、ジャマ板 1 枚 (上)、ジャマ板なし、ジャマ板 2 枚、ジャマ板 1 枚 (下) の順に気泡の影響が大きくなっていることを確認できる。これは、ジャマ板の枚数及び位置の違いにより、気泡除去ポット内における試料溶液

及び気泡の流れが図 5-10 に示すように変化するためであると思われる。今回のループ試験における流量範囲では、入口配管よりポット内に注入された気泡は、ジャマ板の枚数及び位置にかかわらず一旦ポット内の液面付近まで上昇した後、再び試料溶液内に混入するといった流路をとる。したがって、液面付近に存在する気泡がセンサーヘッド測定部へ進入することを防止できるポットの構造、すなわちジャマ板枚数が 1 枚でその取付位置が上の場合に、吸光度測定に及ぼす気泡の影響を最も低減することができるものと考えられる。図 5-8 (b)からも、このジャマ板により気泡の除去が効果的に行われていることを確認できる。これに対し、ジャマ板 2 枚及びジャマ板 1 枚 (下) の場合は、液面に上昇した気泡がすべて再度ポット内に混入する形となるので吸光度の乱れは非常に大きくなる。また、ジャマ板がない場合は、液面付近に存在する気泡の一部 (径が小さくその上昇速度が試料溶液の流量より小さいもの) が試料溶液内へ混入するため吸光度に乱れが生ずるが、その乱れはジャマ板 2 枚及びジャマ板 1 枚 (下) の場合に比べ小さい。以上のように、本ループ試験においては、ジャマ板枚数 1 枚、取付位置が上の場合に最も効果的に気泡を除去できたが、その影響を完全に取り除くには至らなかった。これは、上昇速度が試料溶液の流量より小さい気泡、すなわち径が小さい気泡がセンサーヘッド測定部に混入していることに起因している。一例として、試料溶液の流量を 0.36//min とし、前項の気泡径と上昇速度の関係式より、センサーヘッド測定部に混入する可能性がある気泡径を計算すると、 $d < 0.60\text{mm}$  となる。気泡による影響をさらに低減化するには、このような小さい径をもつ気泡を除去する方法 (ジャマ板の枚数及び位置など気泡除去ポット内の形状を改良することで試料溶液の滞留時間を長くするなど) について今後検討を進めていく必要がある。

### 5.3.3 気泡の影響評価 - センサーヘッドの位置による違い -

図 5-7 より、ジャマ板 2 枚及びジャマ板 1 枚 (下) のときはセンサーヘッド位置が下の場合に、それ以外のときはセンサーヘッド位置が上の場合に、それぞれ吸光度の乱れがより大きくなっていることを確認できる。これは図 5-10 に示すような気泡除去ポット内の試料溶液及び気泡の流路の違いにより説明することができる。すなわち、ジャマ板 2 枚及びジャマ板 1 枚 (下) の場合はセンサーヘッド測定部の下方から気泡が浮力により上昇していく形になるため、センサーヘッド位置が下の場合に気泡の影響をより大きく受けることになる。これに対し、ジャマ板が 1 枚 (上) 及びない場合は、一旦ポット内の液面付近まで上昇した気泡が再び試料溶液へ混入することにより吸光度に乱れが生ずるため、気泡数の多い試料溶液上部での測定の場合に気泡の影響をより大きく受けることになる。また、流量 0.36//min、ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下及び流量 0.56//min、ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置下における吸光度測定の際に、気泡発生を停止した後にも吸光度が気泡発生前の定常値に戻らないといった現象が見られる (図 5-7 (g)及び(p)) が、これはセンサーヘッドに気泡が付着したままで

あることを示しており、今後センサーヘッドを気泡が付着しにくい形状に改良するなどの対策を施していく必要がある。

#### 5.3.4 気泡による影響の低減化 - 2波長測定による濃度評価 -

図 5-11 に単波長測定及び2波長測定より得られた  $\text{Nd}^{3+}$  濃度測定の結果を示す。測定条件はそれぞれの図の下に記している。また、単波長測定及び2波長測定時の測定誤差（気泡を発生させる前に測定された濃度を真値として計算）の平均値とその標準偏差を求めたものを表 5-4 に示す。これより、2波長測定を行うことで気泡による影響を低減化できることを確認できるが、その影響を完全に排除するには至っていない。これは、本試験では単波長での測定を短時間で交互に行い、各波長より得られた吸光度をもとに濃度評価を行っているため、両波長における測定時の気泡の状態が異なったものになってしまうためであると考えられる。したがって、吸光度計に2波長同時測定が可能なものを用いることにより、より精度の高い濃度評価を行うことができるものと期待される。

#### 5.4 コールド試験のまとめ

今回実施したフォトメータ性能確認コールド試験において得られた結果の主要なポイントを以下に記す。

- ①  $\text{Nd}^{3+}$ （モル吸光係数  $\epsilon = 6.91 \text{ l/cm}\cdot\text{mol}$  (575nm)）を測定対象試料とした場合、本システムにより測定誤差平均 0.24g（標準偏差 0.12g）の精度で測定が可能であることを確認した。
- ② 光ファイバ間の接続の際、バンドル間での光ファイバのずれ、さらに軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がりなどに起因すると思われる接続損失が観測された。
- ③ 試料溶液中に存在する気泡が測定に及ぼす影響について、流量の違い、ジャマ板の枚数及び位置の違い、センサーヘッドの位置の違いといった観点より、以下の点を確認した。
  - ・ループ内流量が大きいほど気泡による影響が大きくなる。
  - ・ジャマ板1枚（上）、ジャマ板なし、ジャマ板2枚、ジャマ板1枚（下）の順に気泡による影響が大きくなる。
  - ・ジャマ板2枚及びジャマ板1枚（下）のときはセンサーヘッド位置が下、ジャマ板1枚（上）及びジャマ板なしのときはセンサーヘッド位置が上の場合に、それぞれ気泡による影響がより大きくなる。
- ④ 2波長測定により得られた吸光度から濃度評価をすることで気泡による影響を低減化できることを確認した。

## 6. まとめ

リサイクル機器試験施設 (RETF) への設置が予定されている抽出プロセスでの U, Pu 濃度のリアルタイム測定を目的としたインラインフォトメータについて、本報告書では RETF への設置場所及び設置方法、また試作機の設計 (センサーヘッド、光ファイバ及び気泡除去システム) 及びこれを用いたコールド試験とその結果について検討を進めてきた。

フォトメータ光伝送システム (センサーヘッド、光ファイバ及び接続コネクタ) の試作機設計は、設置場所及び設置方法に関する検討を受け、センサーヘッド部に関してはコンパクト化が要求されるため直径 20 mm 以下の条件のもとで、また光ファイバに関しては耐放射線性の観点から純粋石英製とし、かつ吸光光度計との取り合いが一致する条件のもとでそれぞれ設計を進め、これらの条件下で最大光量伝送効率を得られる光伝送システムを製作した。

また、製作したフォトメータ光伝送システムに関する性能評価コールド試験を、インライン測定精度、光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響及び溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響の 3 つの観点から行った。その結果、インライン測定精度に関しては  $\text{Nd}^{3+}$  (モル吸光係数  $\epsilon = 6.91/\text{cm}\cdot\text{mol}$  (575nm)) を測定対象試料とした場合、本システムにより測定誤差平均 0.24g (標準偏差 0.12g) の精度で測定が可能であることを、また、光ファイバの接続がインライン測定に及ぼす影響に関しては、バンドル間での光ファイバのずれ、さらに軸ずれ、エアギャップ、折れ曲がりなどに起因すると思われる接続損失が生ずることをそれぞれ確認した。さらに、溶液中の気泡がインライン測定に及ぼす影響については、流量の違い、気泡除去ポット内のジャマ板の枚数及び位置の違い、センサーヘッドの位置の違いといった観点から検討を行い、以下の点を確認した。

- ・ループ内流量が大きいほど気泡による影響が大きくなる。
- ・ジャマ板 1 枚 (上)、ジャマ板なし、ジャマ板 2 枚、ジャマ板 1 枚 (下) の順に気泡による影響が大きくなる。
- ・ジャマ板 2 枚及びジャマ板 1 枚 (下) のときはセンサーヘッド位置が下、ジャマ板 1 枚 (上) 及びジャマ板なしのときはセンサーヘッド位置が上の場合に、それぞれ気泡による影響がより大きくなる。

また、インライン測定に 2 波長測定による濃度評価を用いることでさらに気泡の影響を低減化できることを確認した。

今回製作したフォトメータ光伝送システムの試作機は RETF への設置時に必要となるセンサーヘッド部の直径が 20mm 以下という条件のほかに、現在プロセス・分析開発室で所有する吸光光度計との取り合いが一致する条件 (投光部及び受光部での有効集光・受光径が 3mm $\phi$ ) を考慮に入れて最大光量伝送効率を得られるよう設計された。しかしながら、吸光光度計との取り合

い条件は吸光光度計側の改良によりある程度対応できるため、以下、センサーヘッド部の直径が20mm以下という条件のみを考えた場合に最大光量伝送効率を得られるよう設計されるフォトメータ光伝送システムについて検討を行い、今回製作したフォトメータ光伝送システムとの比較を進めていく。

3.4.1 において設計のセルパス部構成より投光・受光バンドルをすべて用いセルパスを一对向とすることは光学系（プリズム、レンズ）の大口径化が必要であり、外径20mmφより光ファイバ数を考えた場合不利であることが分かる。したがって、セルパス部構成は、投光・受光バンドルを分割し、各々を対向させる方法をとることとする。また、3.4.2 において設計のセルパス幅の決定より、セルパス幅2mm、5mmの場合は、回転方向によって流通抵抗が大きくなることが予想される。したがってセルパス幅10mmにて各々の径及び対向数を検討する。

表6-1にセルパスの対向数と総面積の関係を、図6-1に各セルパスの構成をそれぞれ示す。これらより、光ファイバを最大数使用可能なセルパス部の構成は、外径5.5mmφ、3対向が最大となる。この場合のセルパス部の構成を外径5.5mmφより考えると、以下のとおりとなる。

- 投光側プリズム : 3 × 3 mm 直角プリズム (材質 : 合成石英)
- 受光側プリズム : 3 × 3 mm 直角プリズム (材質 : 合成石英)
- 出射レンズ : 外径4.5mmφ / 焦点距離5mm (材質 : 合成石英)
- 集光レンズ : 外径4.5mmφ / 焦点距離5mm (材質 : 合成石英)

この構成の場合に有効光量が最大となるバンドル径は5mmφとなるが、セルパス外径が5.5mmφであり、光ファイバのコーティング層及び端末スリーブの肉厚等を考慮すると最大製作可能なバンドル径は3.5mmφ程度が限界となる。このバンドル径3.5mmφを基にメーカー（三菱電線工業株式会社）で製造可能な純粋石英コアファイバ素線STシリーズを用いて比較した結果を表6-2に示す。この表よりバンドル径を3.5mmφとした場合に最大総コア面積が得られるのはST230D（コア径230mmφ / ファイバ径250mmφ）をセルパス1か所に各々147芯ずつ用いた場合であることが分かる。

以上の結果から、ファイバ数及びコア面積について、センサーヘッド部の直径20mm以下のみを考慮した場合及び3章において行った吸光光度計との取り合い（投光部及び受光部の有効集光・受光径が3mmφ）を考慮にいれた場合をそれぞれ比較すると表6-3のとおりとなり、センサーヘッド部の直径20mm以下のみを考慮した場合のコア面積は、吸光光度計との取り合いを考慮にいれた場合のそれに比べ約4倍となるが、この場合、吸光光度計の投光、受光各部においてバンドル径が3mmφを超えてしまうため、ランプの集光径及び受光部の径を大きくする、吸光光度計のスリーブ径を10mmφから15mmφに変更するなどの吸光光度計側の改良が必要とな

る。 しかしながら、U-Pu 系への本システムの適用の際には多波長同時測定による濃度評価を導入する予定であり、吸光光度計も多波長同時測定が可能であるものを選定する必要があるため、吸光光度計側の変更及び改良には制限を伴う。 これらを踏まえ、新たに導入予定である多波長同時測定が可能な吸光光度計との取り合いを考慮したもとの最大光量伝送効率を得られるフォトメータ光伝送システムについて今後検討を進めていく予定である。

## 7. 今後の予定

第6章でのまとめを踏まえ、今後以下の事項について検討を進めていく予定である。

フォトメータ光伝送システムの設計に関しては、

- ・気泡除去ポットの改良（形状、ジャマ板の枚数及び位置）を行い、気泡の影響の低減化をさらに進める。
- ・センサーヘッド部の形状を改良し、気泡が付着しにくい構造にする。
- ・センサーヘッド部の外径制限及び吸光光度計との取り合いを考慮したもとの最大光量伝送効率を得られるシステムについて検討を進める。

以上の検討をもとに改良されたフォトメータ光伝送システム及び実際に遠心抽出器を使用した試験ループを用いて、今後

- ・有機相中における測定性能評価
- ・エマルジョンによる影響評価
- ・多波長解析による濃度評価

などを、コールド及びホット試験を通して進めていく考えである。

## 8. 参考文献

- (1) 河田東海夫他、高速炉燃料再処理に関する日米協力の成果のまとめ (PNC ZN6410 90-001)
- (2) 河田東海夫他、高速炉燃料再処理に関する日米協力の成果のまとめ (PNC ZN8410 93-002)
- (3) 青瀬晋一、ORNL におけるフォトメータ開発 (PNC ZN8600 93-001)
- (4) 鷺谷忠博、ORNL におけるケミカルシステムテスト (CST) (PNC ZNR600 93-803X)
- (5) 桐嶋健二他、インライン U, Pu 酸濃度分析装置の開発 (I) (PNC ZN8410 90-014)
- (6) F. N. Peedles & H. J. Garber, Studies on the motion of Gas Bubbles in liquids, *Chem. Eng. Prog.*, 49-2 (1953), 88.



表 2-1 フォトメータ設置ポイント評価書 (1/2)

フォトメータ設置予定ポイント		抽出器取り出し濃度	適用濃度範囲	評価
R2001 最終出口 (水相) 第1希釈剤	U [g/l]	$1.0 \times 10^{-2}$	10~100	×
	Pu [g/l]	$4.0 \times 10^{-4}$	5~10	×
R2004 → R2101 (有機相) 第1希釈剤 → 分離第1	U [g/l]	$1.0 \times 10^{-9}$	5~50	×
	Pu [g/l]	$1.0 \times 10^{-9}$	5~30	×
R2101 → R2004 (水相) 分離第1 → 第1希釈剤	U [g/l]	$< 10^{-10}$	10~100	×
	Pu [g/l]	$< 10^{-10}$	5~10	×
R2104 → 05 (有機相) 分離第1	U [g/l]	$1.0 \times 10^{-4}$	5~50	×
	Pu [g/l]	$8.0 \times 10^{-5}$	5~30	×
R2105 → 04 (水相) 分離第1	U [g/l]	$2.0 \times 10^{-2}$	10~100	×
	Pu [g/l]	$1.0 \times 10^{-4}$	5~10	×
R2108 → 09 (有機相) 分離第1	U [g/l]	73.0	5~50	○
	Pu [g/l]	15.0	5~30	○
R2109 → 08 (水相) 分離第1	U [g/l]	20.0	10~100	○
	Pu [g/l]	5.0	5~10	○
R2112 → 13 (有機相) 分離第1	U [g/l]	73.0	5~50	○
	Pu [g/l]	15.0	5~30	○
R2113 → 12 (水相) 分離第1	U [g/l]	20.0	10~100	○
	Pu [g/l]	7.0	5~10	○
R2116 最終出口 (有機相) 分離第1	U [g/l]	66.0	5~50	○
	Pu [g/l]	13.0	5~30	○
R2201 最終出口 (水相) 第2希釈剤	U [g/l]	0.24	10~100	×
	Pu [g/l]	24.0	5~10	○
R2204 → R2301 (有機相) 第2希釈剤 → 分離第2	U [g/l]	2.0	5~50	△
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	6.0	5~30	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	1.0		
R2301 → R2204 (水相) 分離第2 → 第2希釈剤	U [g/l]	0.1	10~100	×
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	0.8	5~10	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	23.0		

表 2-1 フォトメータ設置ポイント評価書 (2/2)

フォトメータ設置予定ポイント		抽出器取り出し濃度	適用濃度範囲	評価
R2304 → 05 (有機相) 分離第 2	U [g/l]	40.0	5 ~ 50	○
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	25.0	5 ~ 30	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	0.3		
R2305 → 04 (水相) 分離第 2	U [g/l]	20.0	10 ~ 100	△
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	10.0	5 ~ 10	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	23.0		
R2312 → 13 (有機相) 分離第 2	U [g/l]	73.0	5 ~ 50	△
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	2.0	5 ~ 30	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	0.07		
R2313 → 12 (水相) 分離第 2	U [g/l]	50.0	10 ~ 100	○
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	0.2	5 ~ 10	△
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	5.5		
R2320 最終出口 (有機相) 分離第 2	U [g/l]	60.0	5 ~ 50	○
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 30	×
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>		
R2401 最終出口 (水相) 第 3 希釈剤	U [g/l]	70.0	10 ~ 100	○
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 10	×
R2501 → R2404 (水相) 分離第 3 → 第 3 希釈剤	U [g/l]	70.0	10 ~ 100	○
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 10	×
R2508 → 09 (有機相) 分離第 3	U [g/l]	0.1	5 ~ 50	×
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 30	×
R2509 → 08 (水相) 分離第 3	U [g/l]	0.1	10 ~ 100	×
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 10	×
R2512 最終出口 (有機相) 分離第 3	U [g/l]	10 <sup>-10</sup>	5 ~ 50	×
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 30	×

○：測定可

△：共存元素（原子価）の影響を回避できれば可能

×：濃度範囲から測定不可

注) 抽出計算コード (MIXSET) から濃度算出

表 2-2 フォトメータ設置ポイント

フォトメータ設置予定ポイント		抽出器取り出し濃度	適用濃度範囲	評価
R2116 最終出口 (有機相) 分離第 1	U [g/l]	66.0	5 ~ 50	○
	Pu [g/l]	13.0	5 ~ 30	○
R2320 最終出口 (有機相) 分離第 2	U [g/l]	60.0	5 ~ 50	○
	Pu <sup>4+</sup> [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 30	×
	Pu <sup>3+</sup> [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>		
R2401 最終出口 (水相) 第 3 希釈剤	U [g/l]	70.0	10 ~ 100	○
	Pu [g/l]	< 10 <sup>-10</sup>	5 ~ 10	×

表 3-1 光ファイバ素線の種類

シリーズ名	ST	STU	STUH	MCG	PLA
コア材	石英			多成分ガラス	プラスチック
開口数 NA	0.2	0.2	0.22	0.57	0.5
主な用途	可視光・ 赤外光伝送用	UV 光伝送用	UV 光源用	可視光伝送用	

表 3-2 光ファイババンドル径 (3mmφ) を基準とした総コア面積の比較

光ファイバ素線	ST50A	ST100A	ST200D	ST230D	ST400F
コア径/ファイバ径 (μmφ)	50/125	100/125	200/250	230/250	400/500
バンドル径 (mmφ)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
総芯数	432	432	108	108	27
総コア面積 (mm <sup>2</sup> )	0.85	3.39	3.39	4.49	3.39

光ファイバ素線	ST600F	ST800G	ST1000H	ST1200I
コア径/ファイバ径 (μmφ)	600/750	800/1000	1000/1250	1200/1500
バンドル径 (mmφ)	3.0	3.1	2.9	3.0
総芯数	12	7	4	3
総コア面積 (mm <sup>2</sup> )	3.39	3.51	3.14	3.39

表 5-1 フォトメータによるインライン測定及び 1cm セルによるサンプリング測定から得られた硝酸ネオジム 6 水和物の濃度（インライン測定より得られた濃度は、試料添加 5 分後から 10 分後までの 5 分間における測定値の平均値、サンプリング測定より得られた濃度は試料添加 5 分後における測定値）

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5
インライン測定	9.53 g/l	19.18 g/l	28.93 g/l	38.69 g/l	48.38 g/l
サンプリング測定	9.99 g/l	19.44 g/l	29.15 g/l	38.6 g/l	48.18 g/l

表 5-2 光ファイバの接続による透過率（吸光度）の変化及び接続損失（光ファイバの接続がない状態でベースライン補正を行った後、575nm において測定）

	透過率（吸光度）	接続損失
接続なし	13.04 % (0.885)	0
1 か所で接続	2.49 % (1.604)	7.19 dB
2 か所で接続	1.17 % (1.932)	10.47 dB

表 5-3 光ファイバの接続による透過率（吸光度）の変化（光ファイバの接続が無い状態及び接続されている状態（1ヶ所及び2ヶ所で接続）でそれぞれベースライン補正を行った後、575 nm において測定）

	透過率（吸光度）
接続なし	13.04 % (0.885)
1 か所で接続	15.02 % (0.823)
2 か所で接続	12.50 % (0.903)

表 5-4 単波長測定及び 2 波長測定による  $\text{Nd}^{3+}$  濃度測定時の測定誤差及び誤差の標準偏差

	単波長測定		2 波長測定	
	測定誤差平均	誤差の標準偏差	測定誤差平均	誤差の標準偏差
流量 0.36 //min ジャマ板 1 枚（上） センサーヘッド位置下	0.39 g/l	0.43 g/l	0.09 g/l	0.11 g/l
流量 0.56 //min ジャマ板 1 枚なし センサーヘッド位置上	0.86 g/l	1.10 g/l	0.19 g/l	0.27 g/l

表 6-1 セルパス対向数及び総面積

対向数	径 [mm]	セルパス 1 個の面積 [mm <sup>2</sup> ]	総面積 [mm <sup>2</sup> ]
1	6	28.27	28.27
1*	8	50.26	50.26
2	6	28.27	56.54
3	5.5	23.75	71.25
4	4	12.56	50.24
5	3	7.06	35.30

\* セルパス幅を 5mm とした場合

表 6-2 光ファイババンドルの総コア面積及びバンドル径の比較 (バンドル径 f3.5mm を基準としたとき)

光ファイバ素線	ST50A	ST100A	ST200D	ST230D	ST400F
コア径/ファイバ径 (μmφ)	50/125	100/125	200/250	230/250	400/500
バンドル径 (mmφ)	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
総芯数	588	588	147	147	36
総コア面積 (mm <sup>2</sup> )	1.15	4.62	4.62	6.11	4.52

光ファイバ素線	ST600F	ST800G	ST1000H	ST1200I
コア径/ファイバ径 (μmφ)	600/750	800/1000	1000/1250	1200/1500
バンドル径 (mmφ)	3.5	3.5	3.5	3.5
総芯数	16	9	6	4
総コア面積 (mm <sup>2</sup> )	4.52	4.52	4.71	4.52

表 6-3 ファイバ数及びコア面積の比較

条件項目	センサーヘッド外径のみ	センサーヘッド外径 及び 吸光光度計との取り合い
ファイバ数 (全体)	441 芯	108 芯
コア面積 [mm <sup>2</sup> ]	18.32	4.49
バンドル径 (投光・受光部)	6.1 mmφ	3 mmφ

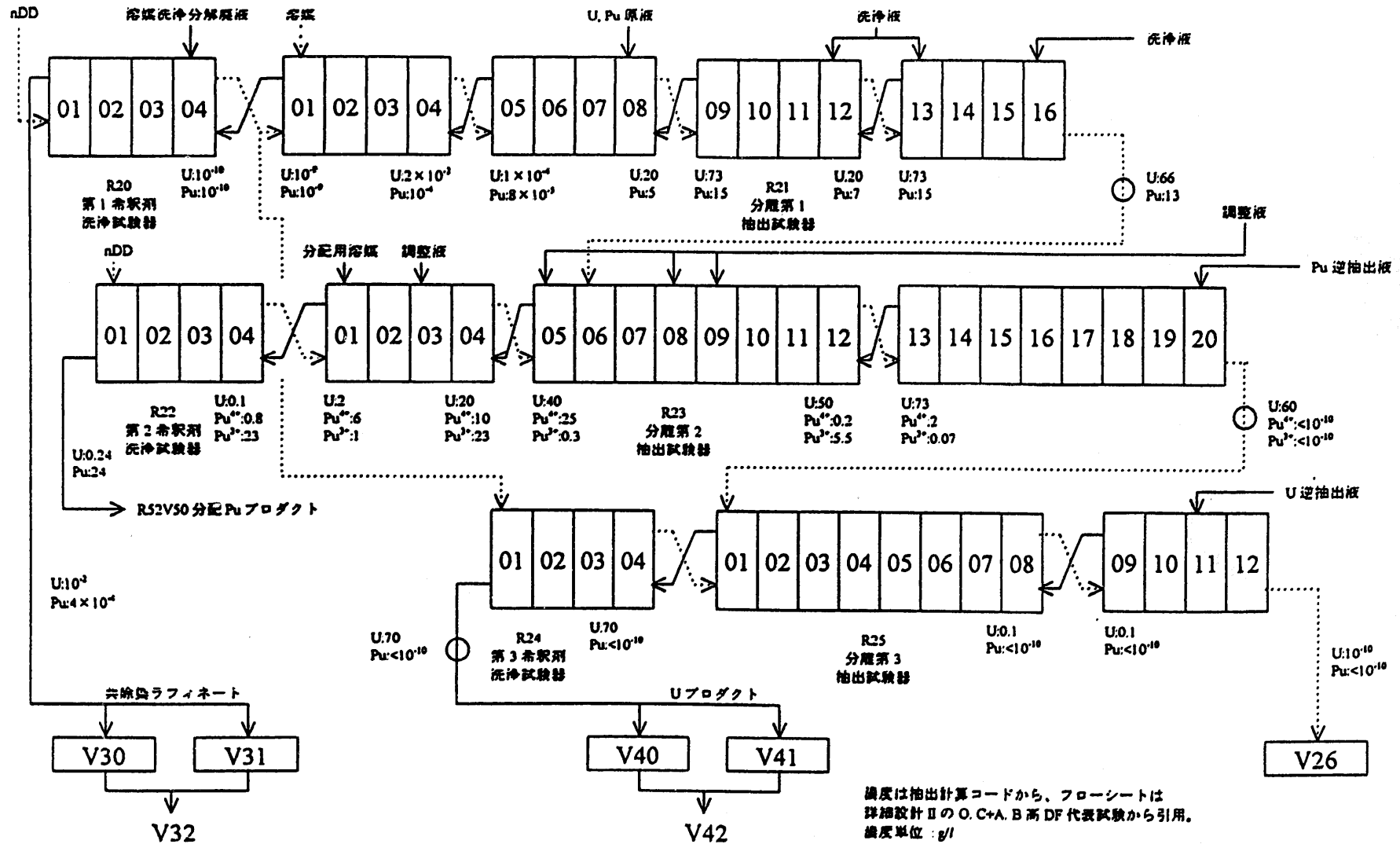
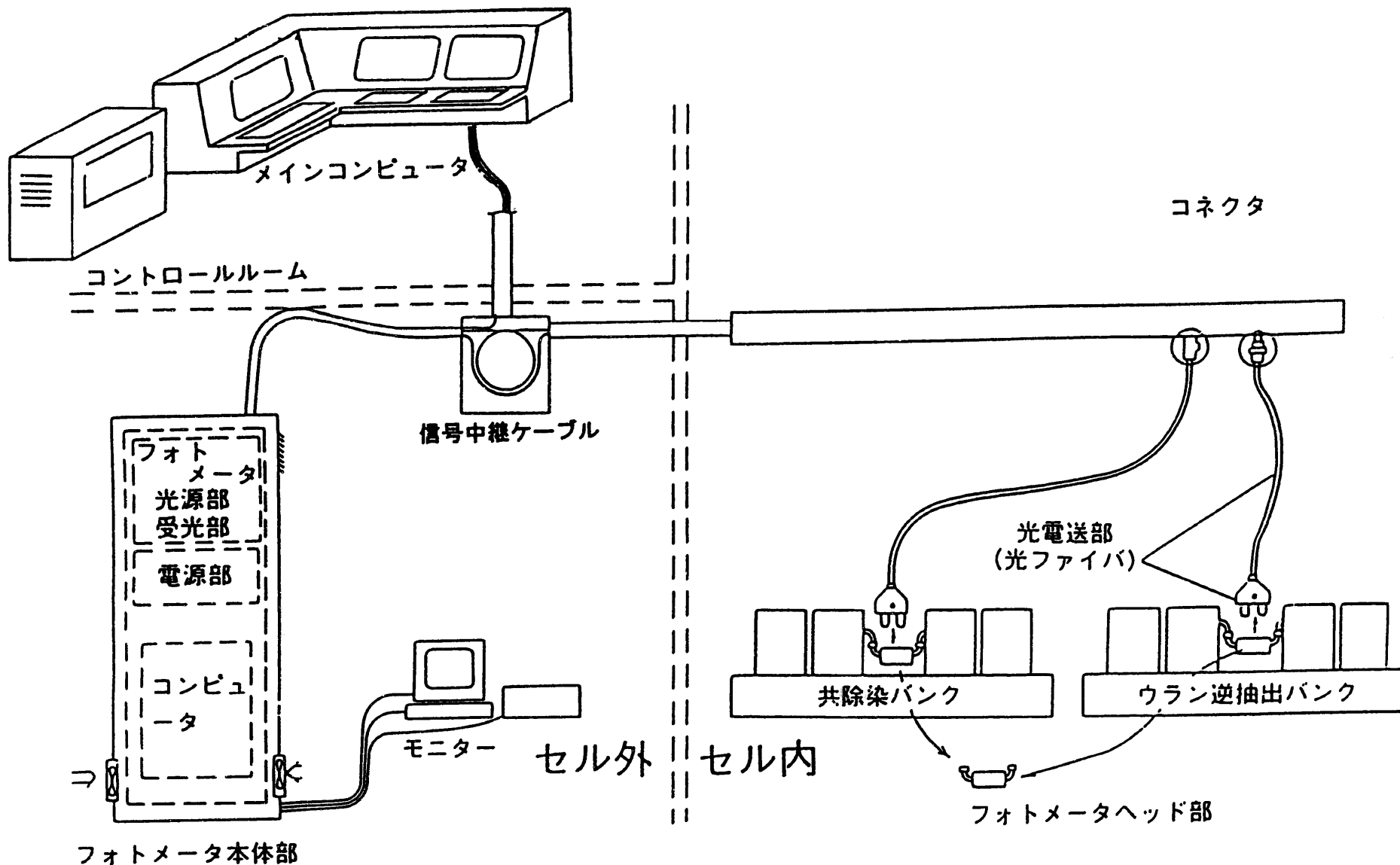


図 2-1 RETF 抽出試験設備フロー図



-32-

図 2-2 CST (Chemical Systems Test) フォトメータ全体構成



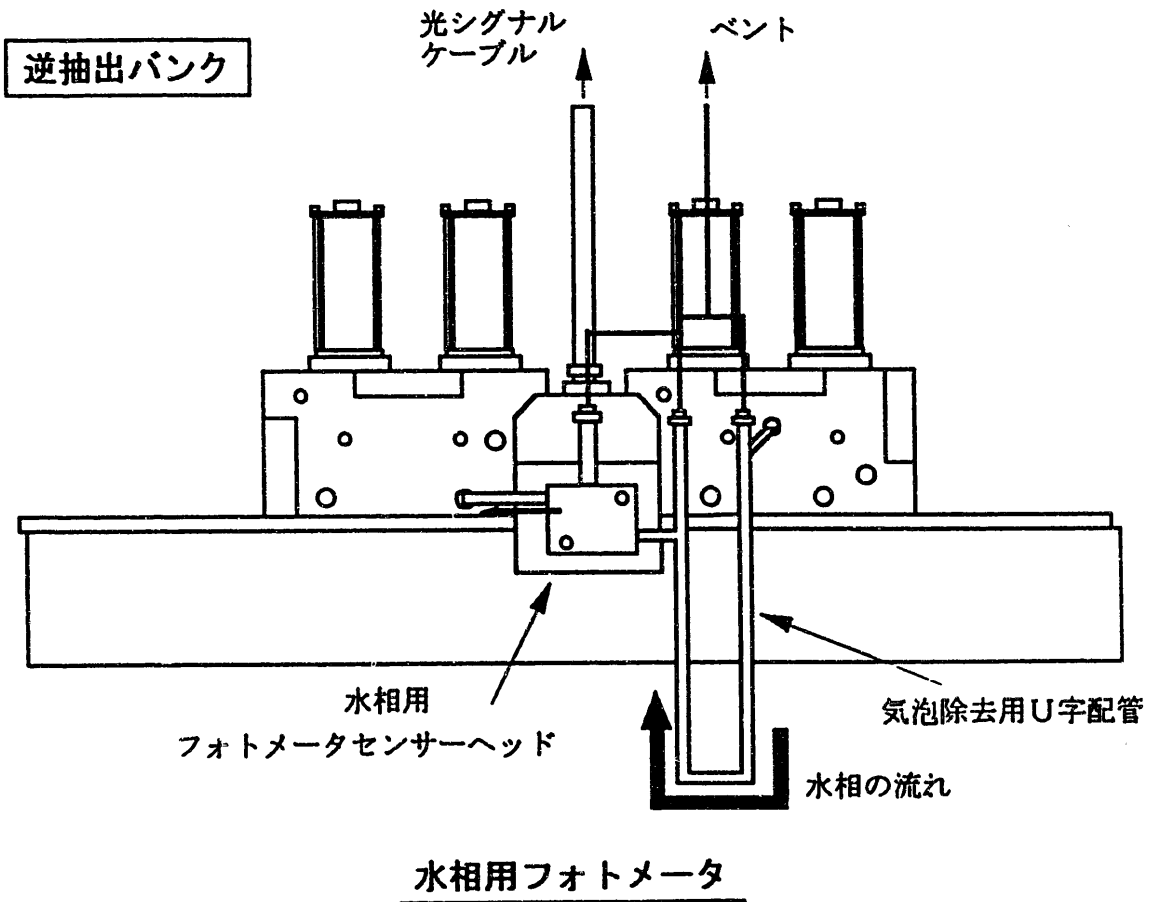
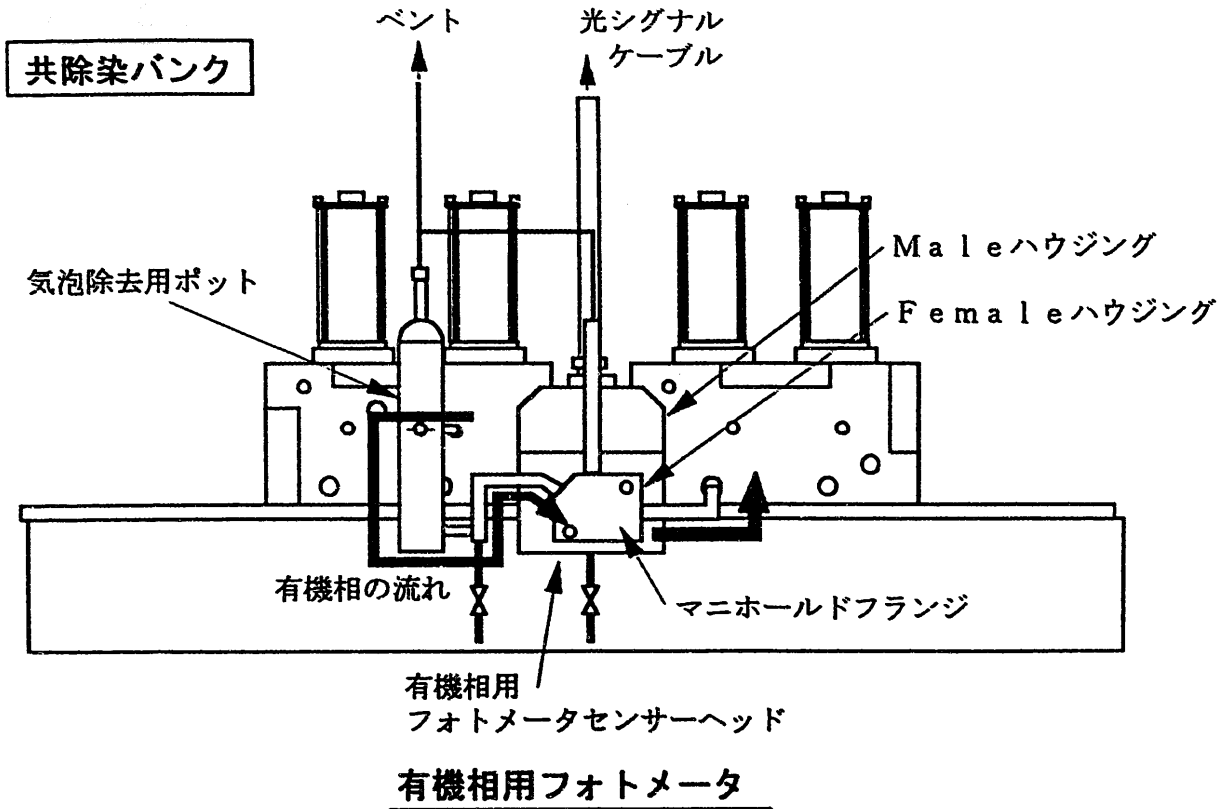


図 2-3 ORNLのフォトメータ設置図

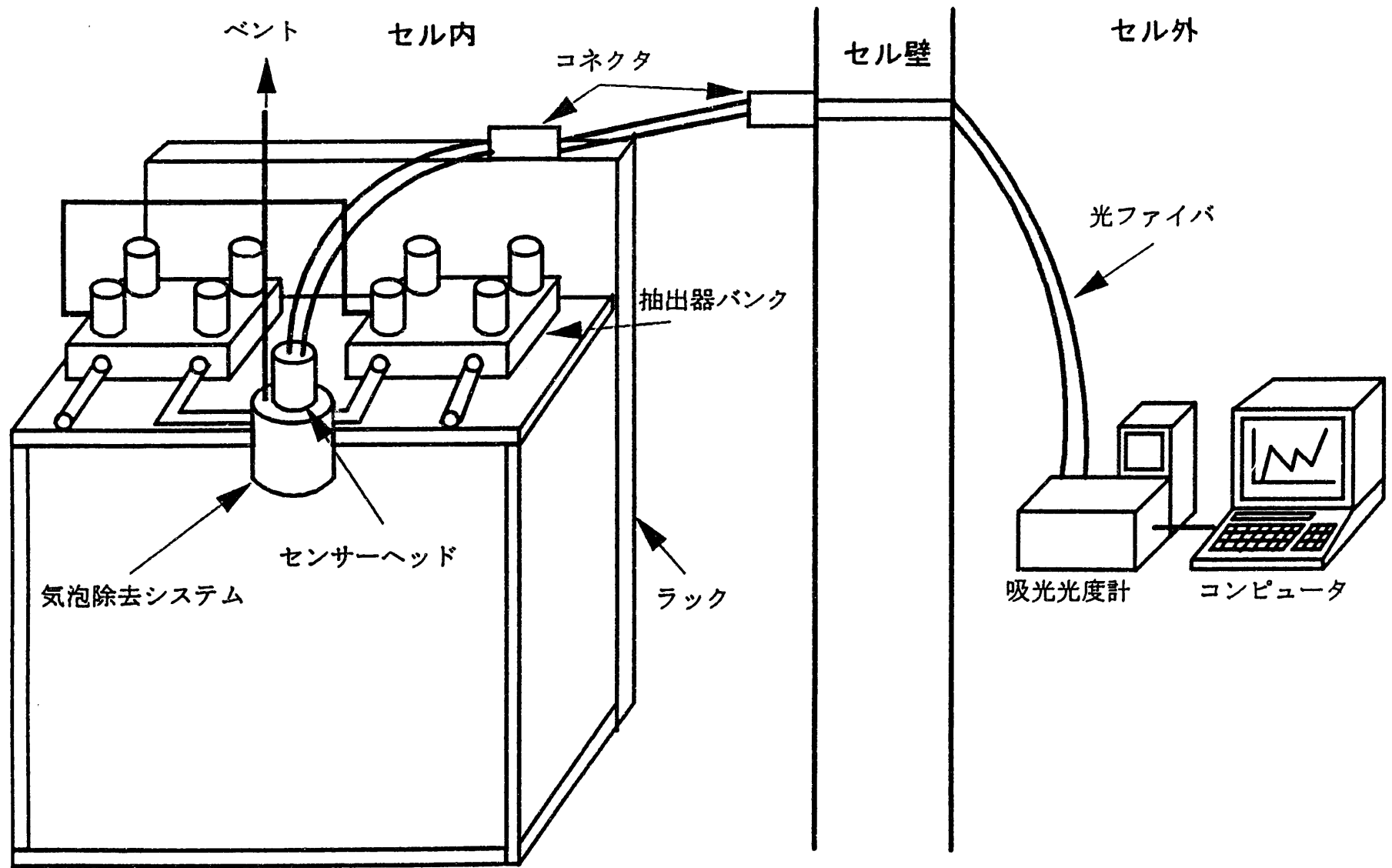


図 2-4 フォトメータの全体概略設置図

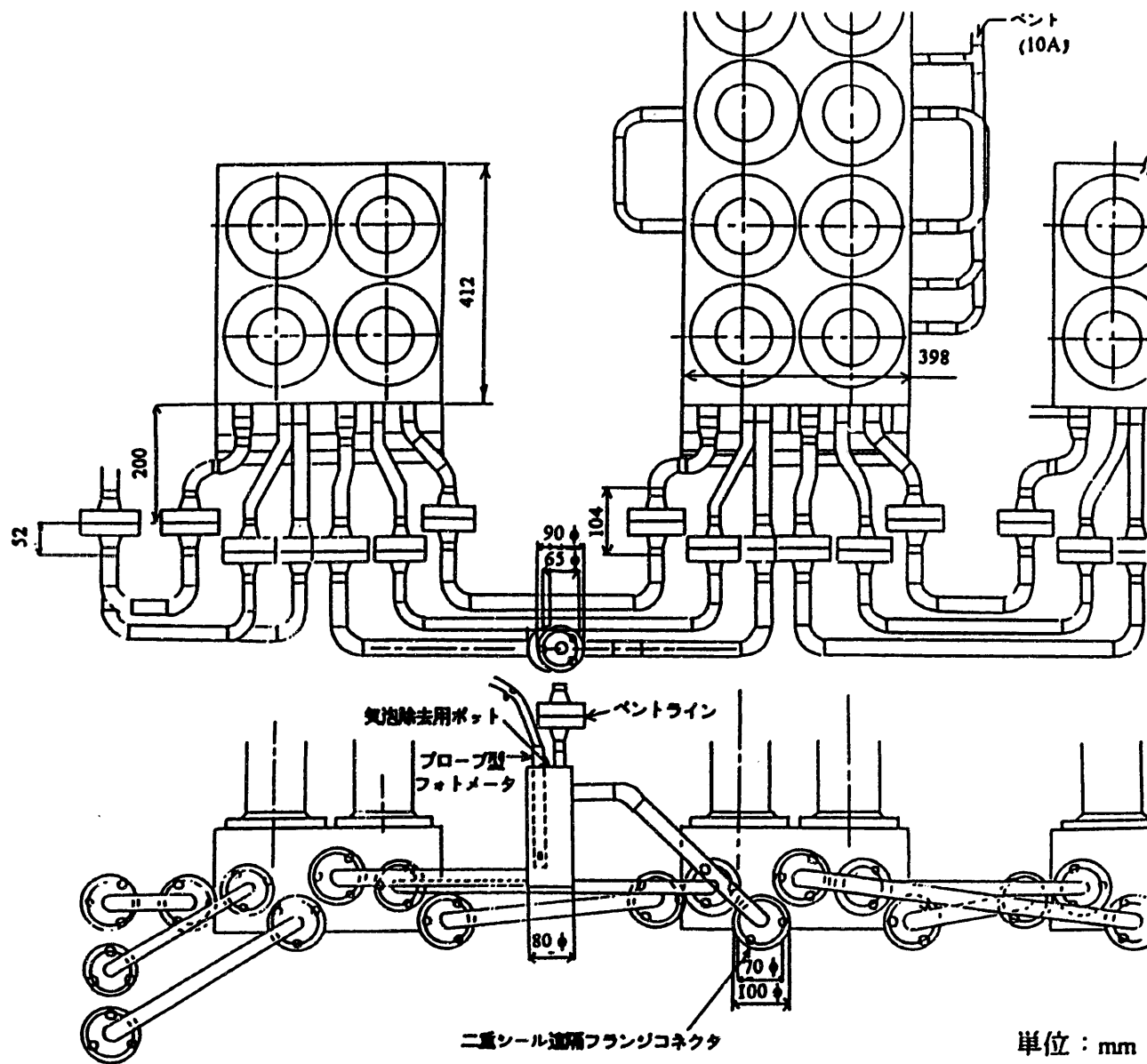


図 2-5 フォトメータ+気泡除去用ポット設置詳細図

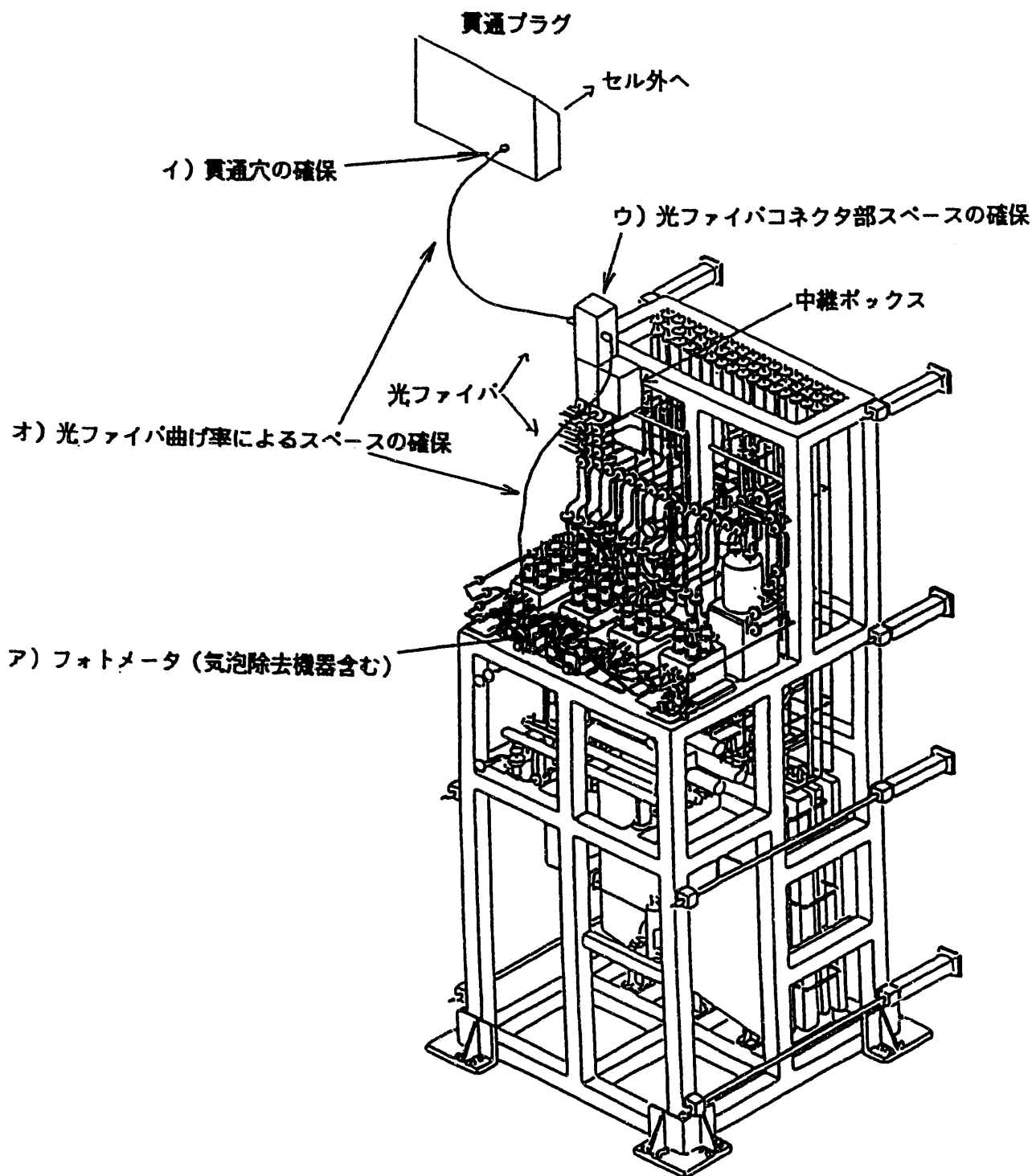


図 2-6 フォトメータ設置概略図

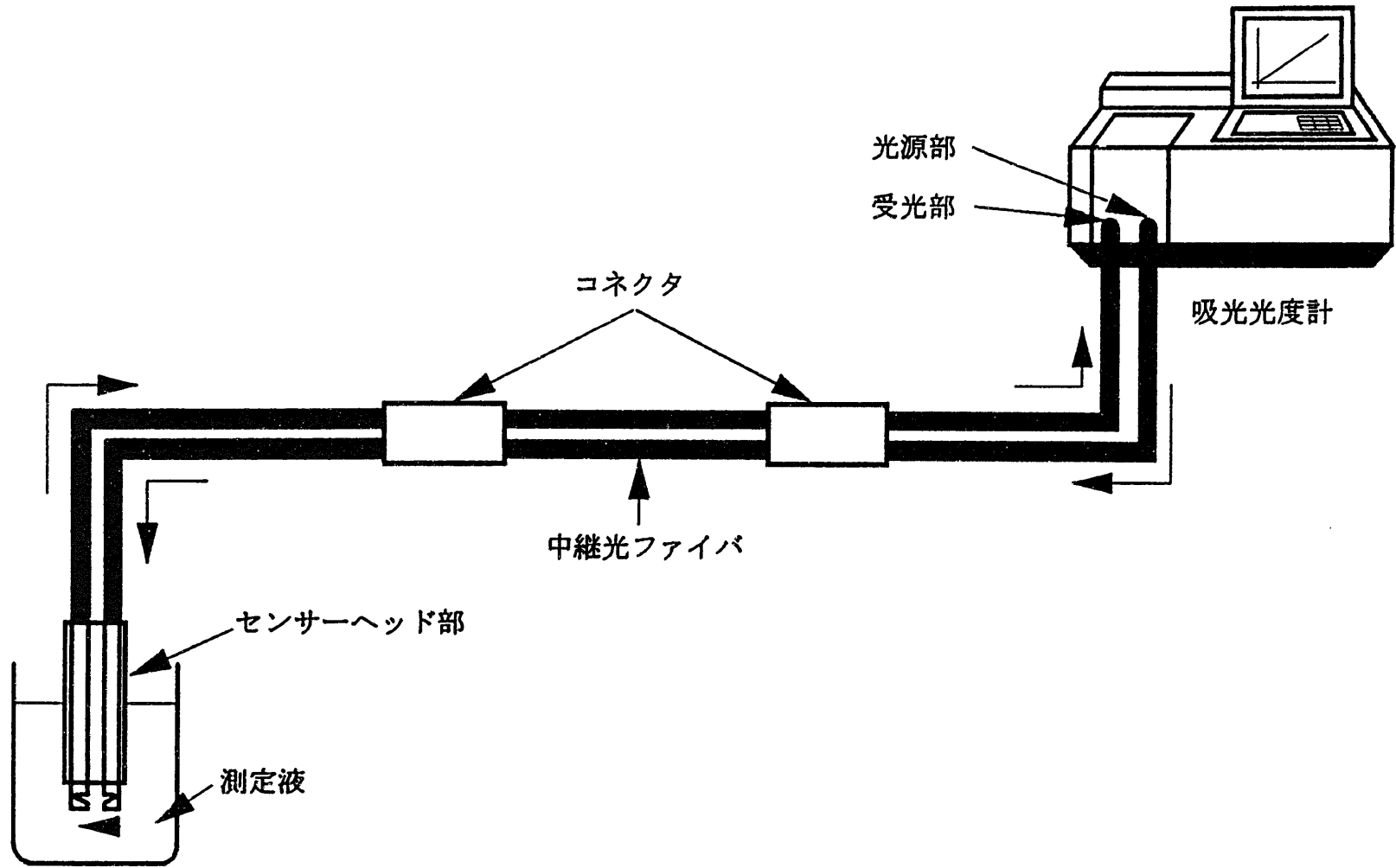


図 3-1 光伝送システムの構成

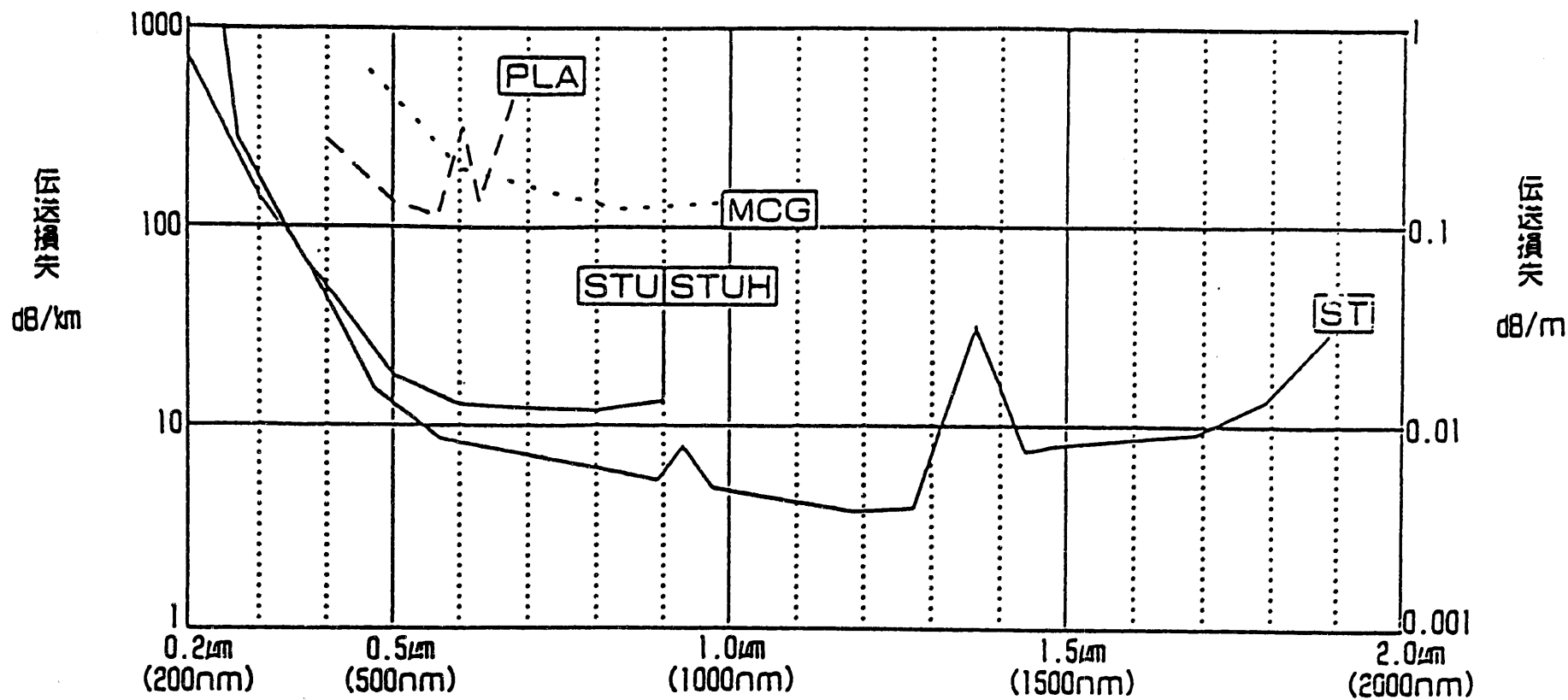


図 3-2 光ファイバ素線の波長特性

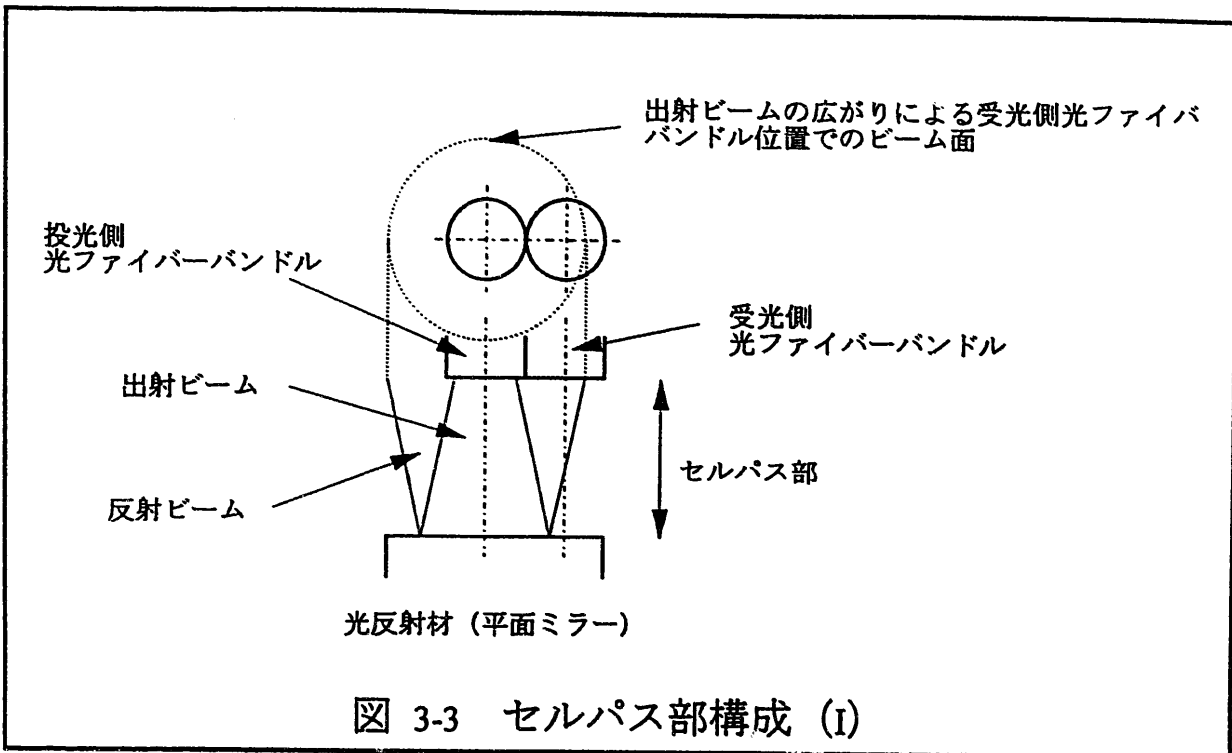


図 3-3 セルパス部構成 (I)

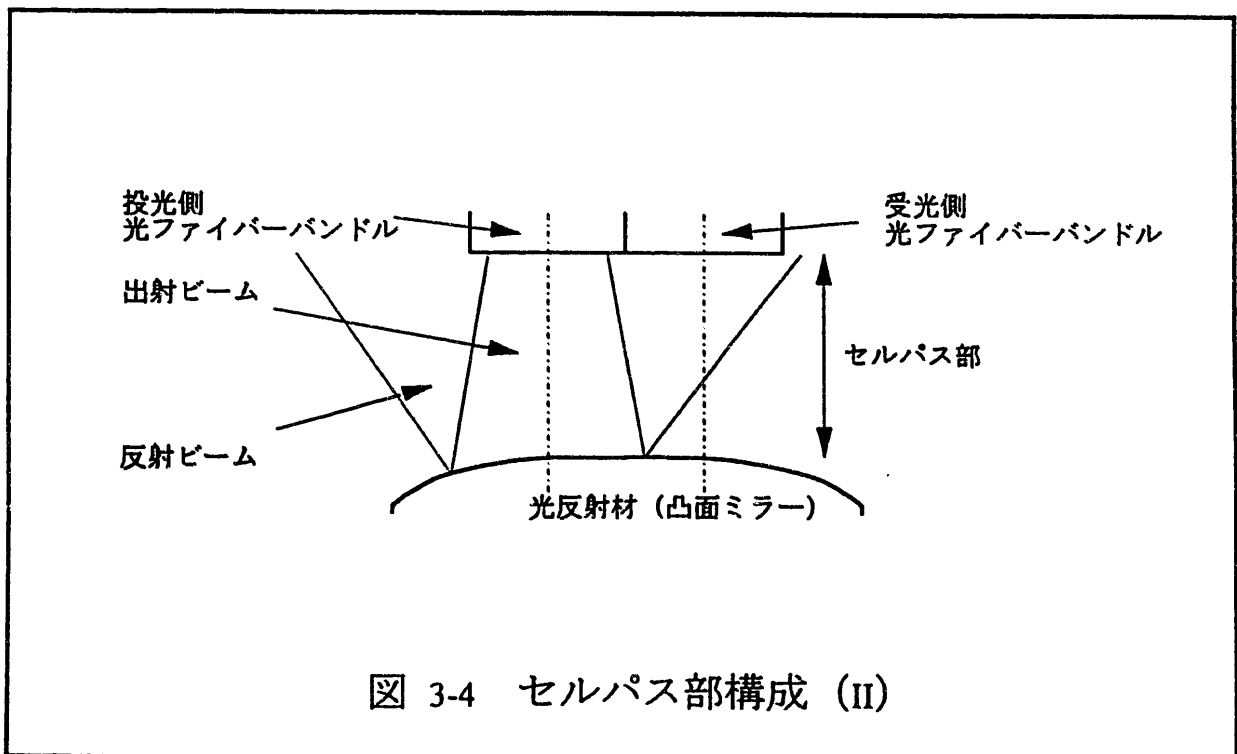
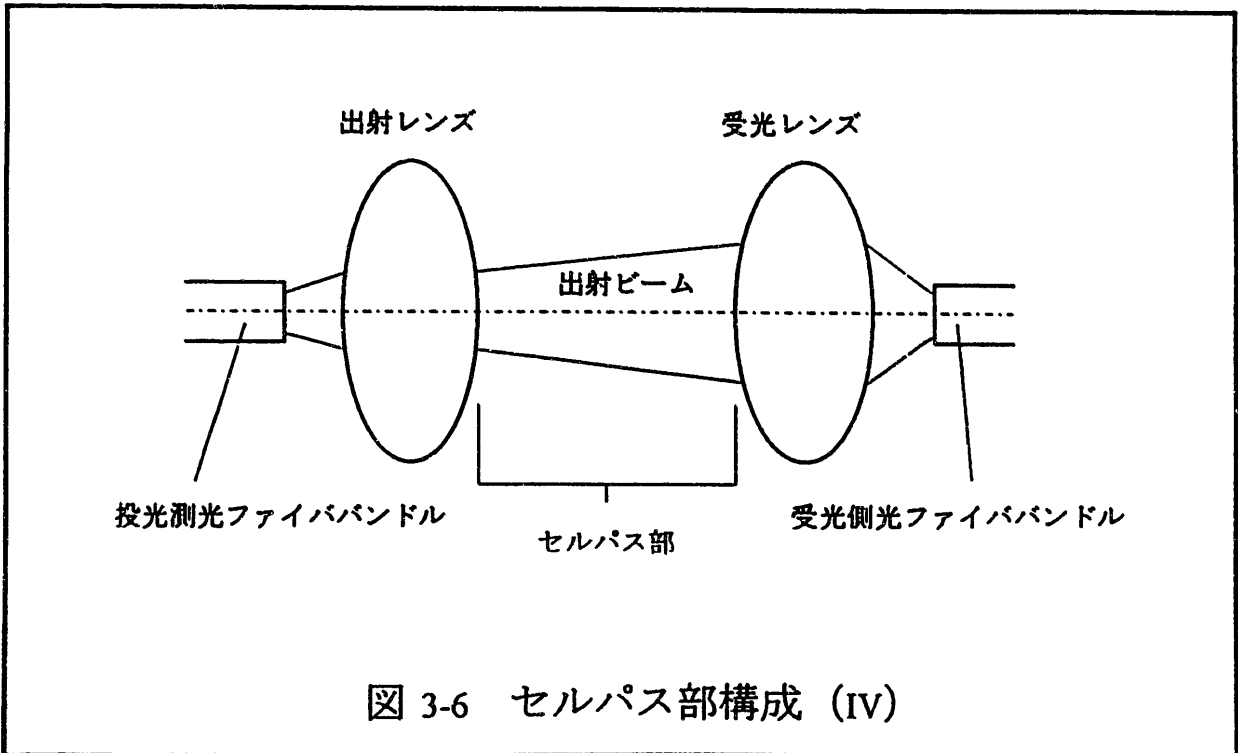
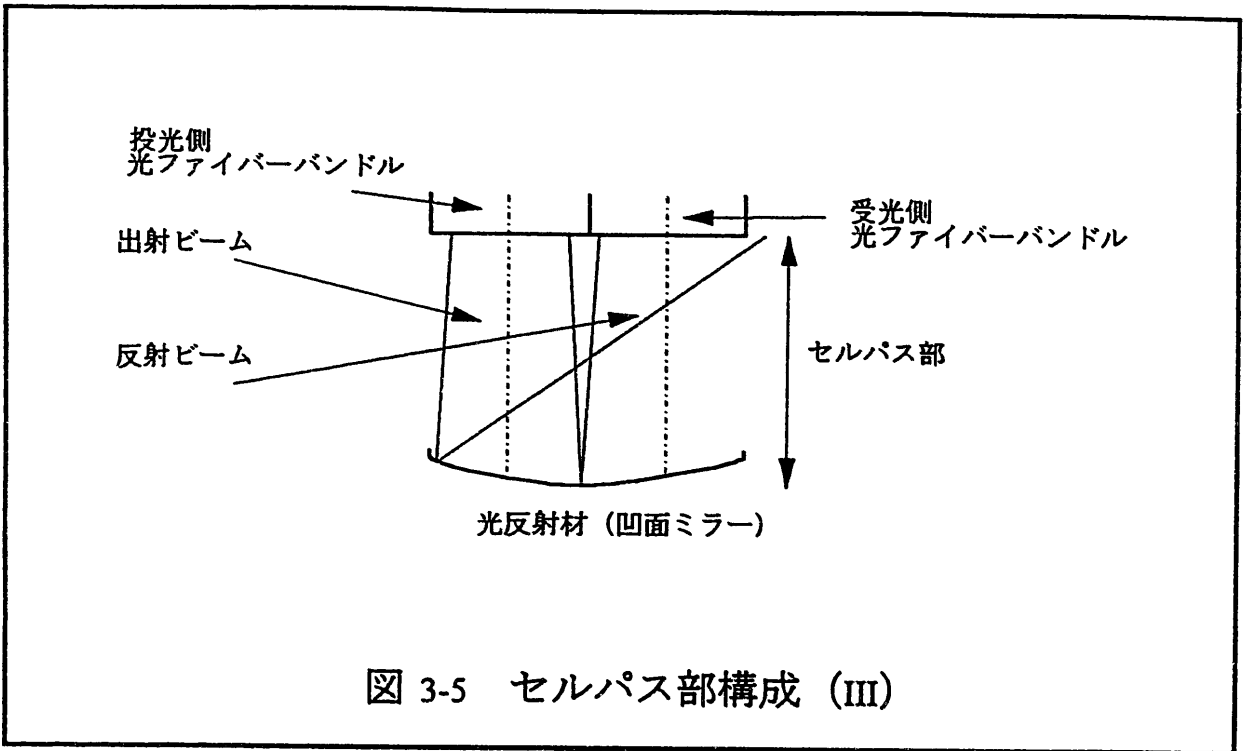
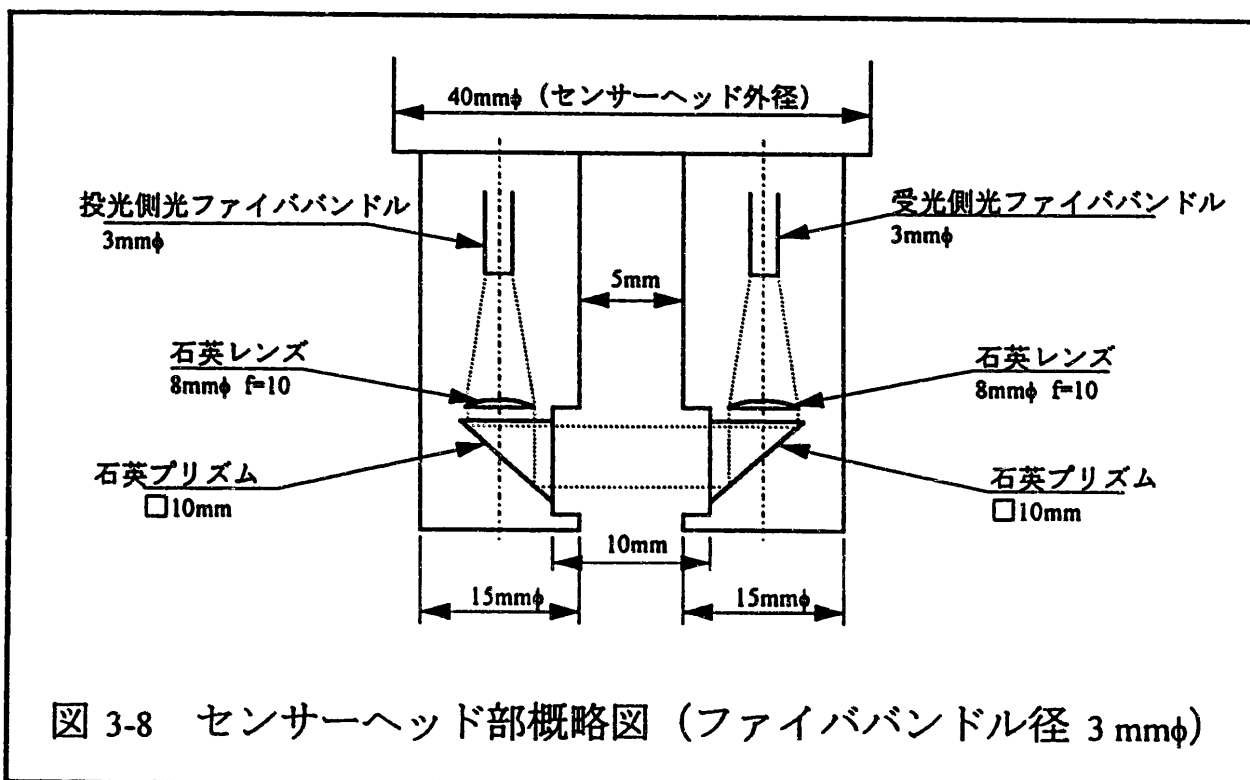
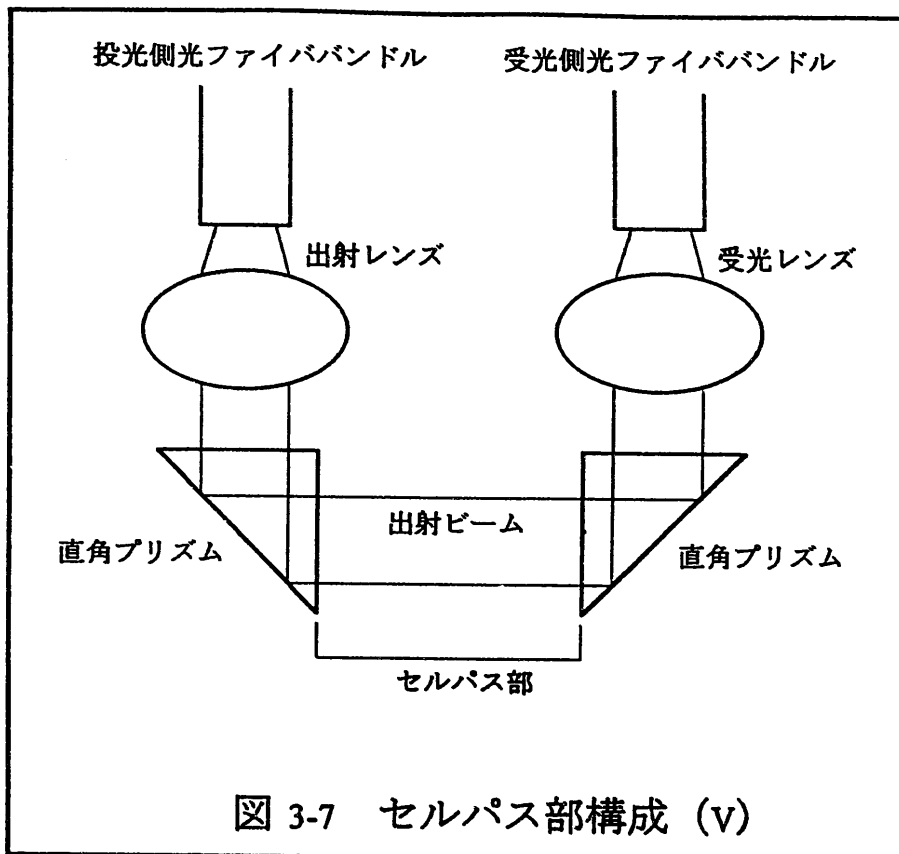


図 3-4 セルパス部構成 (II)







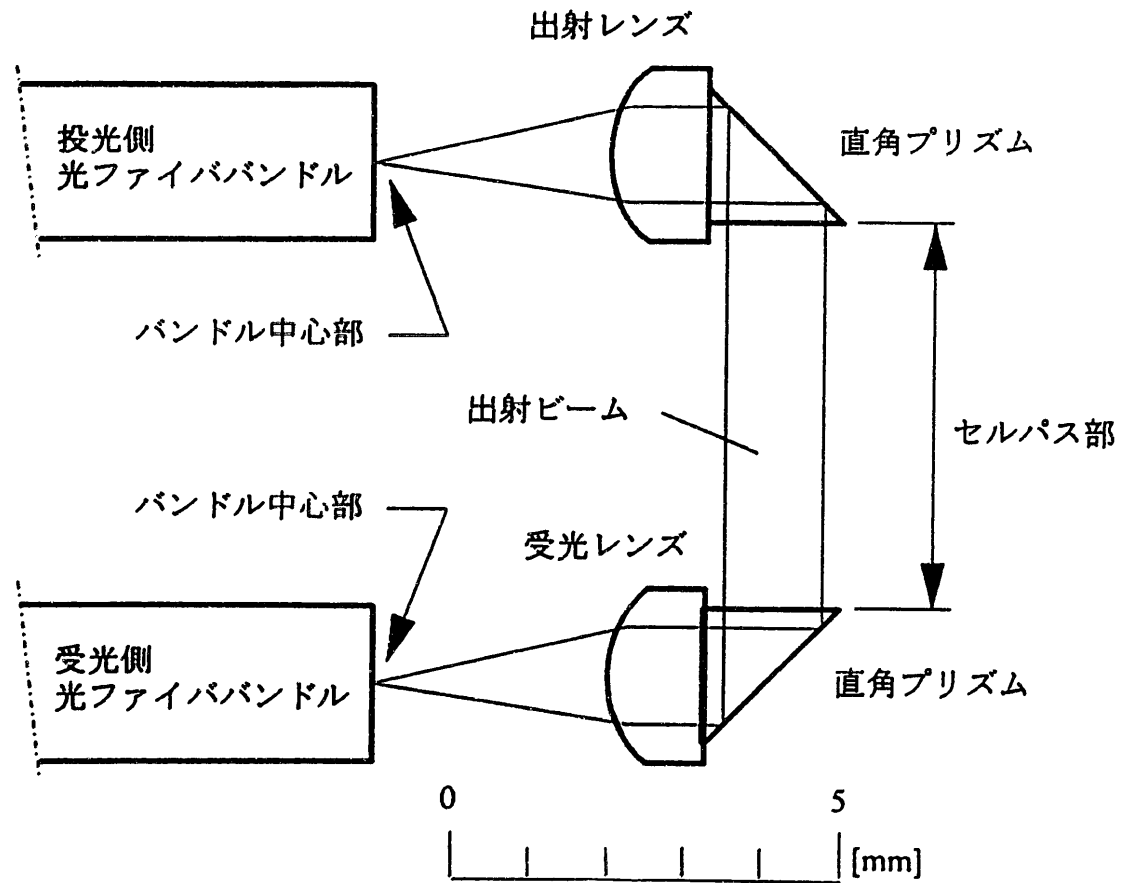
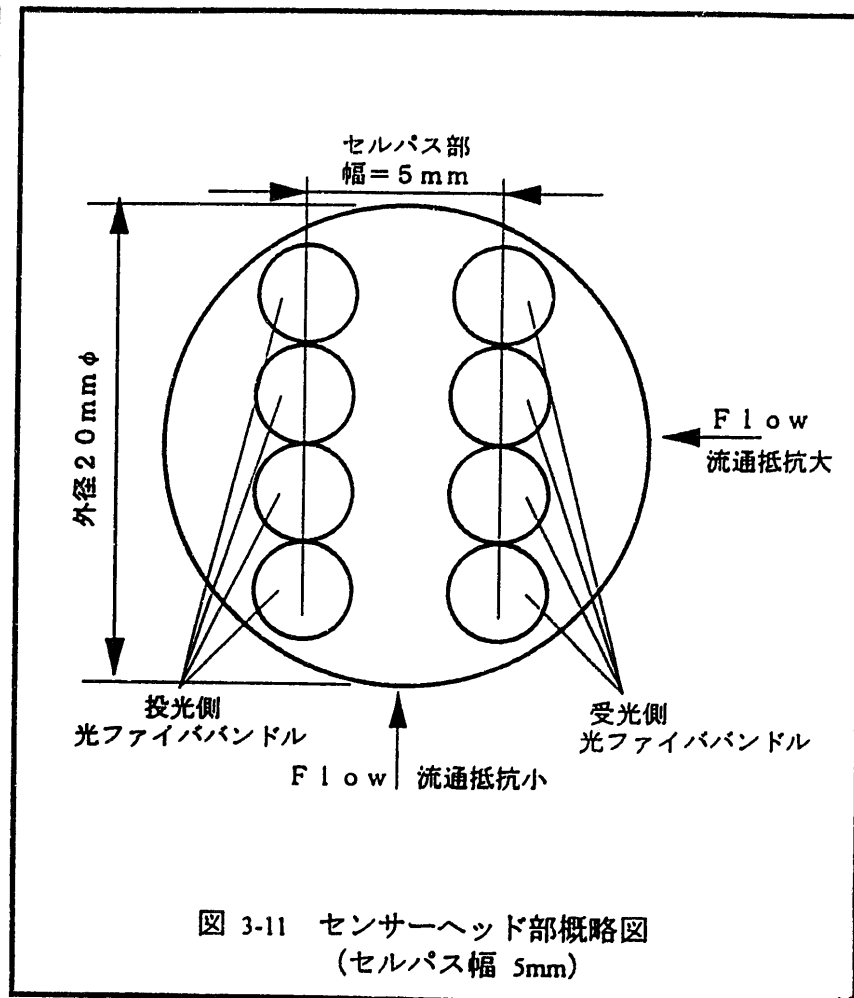
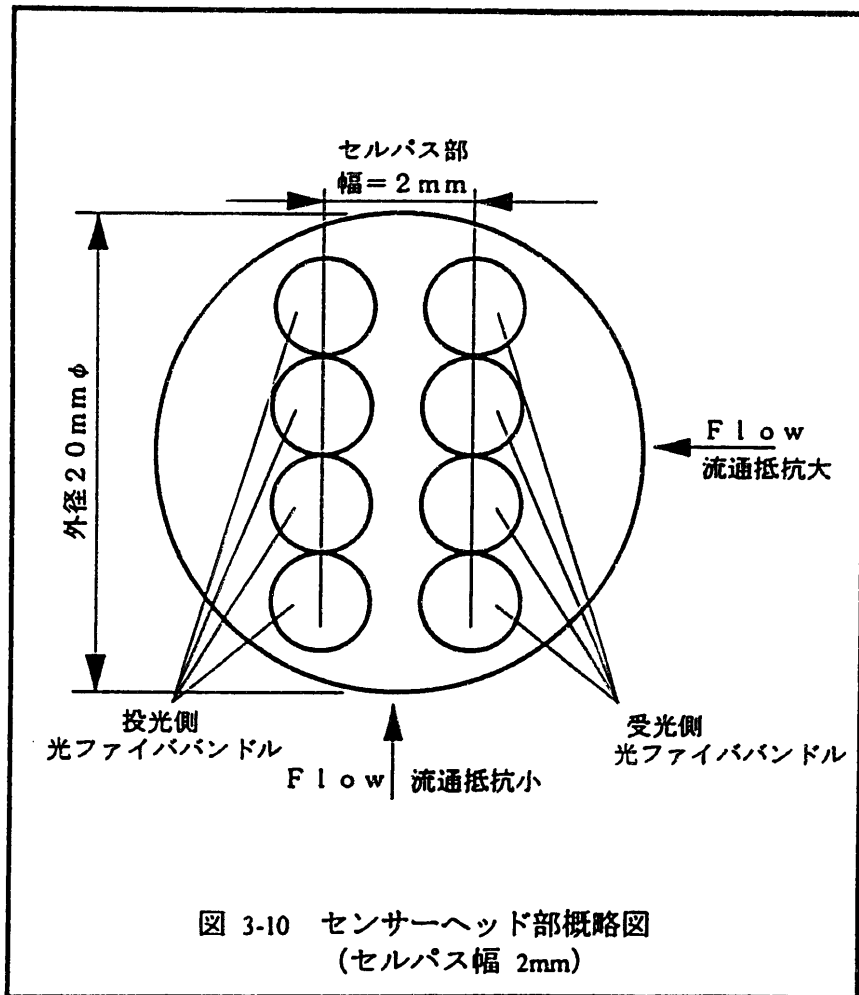


図 3-9 光線追跡図



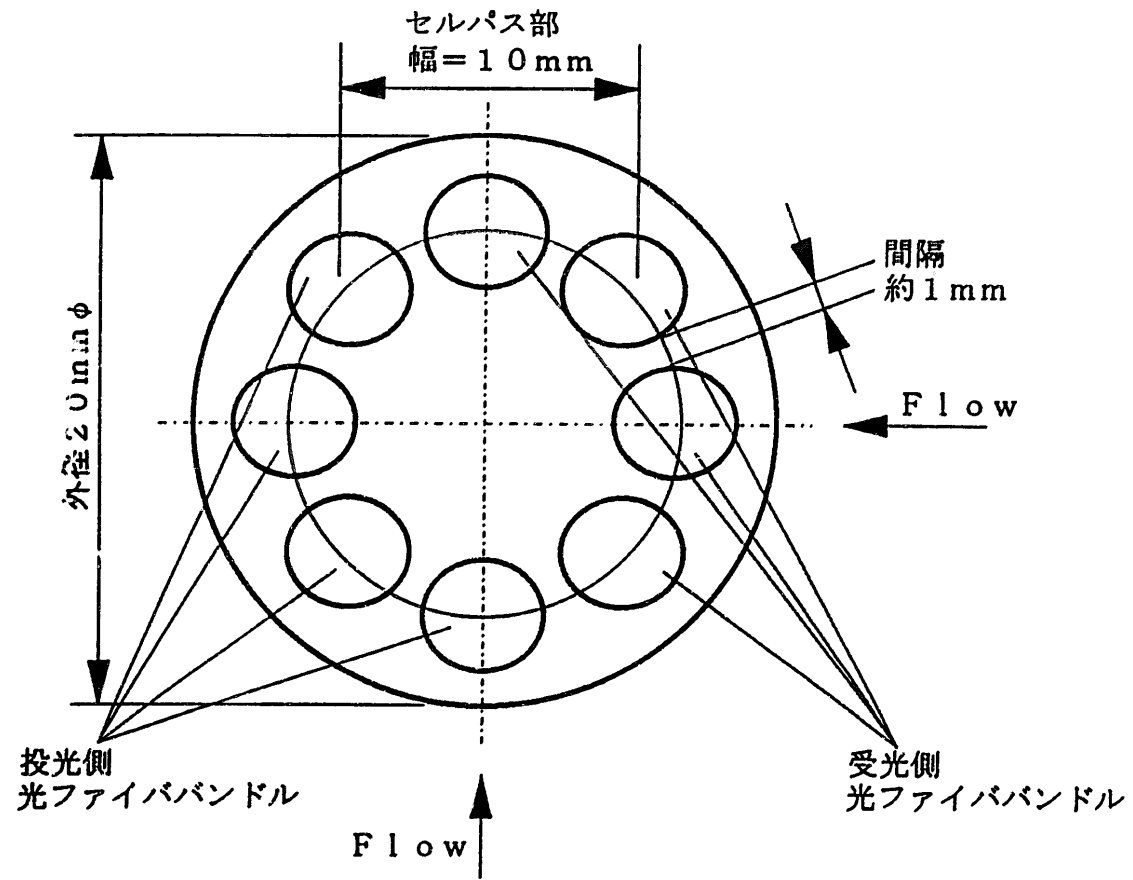
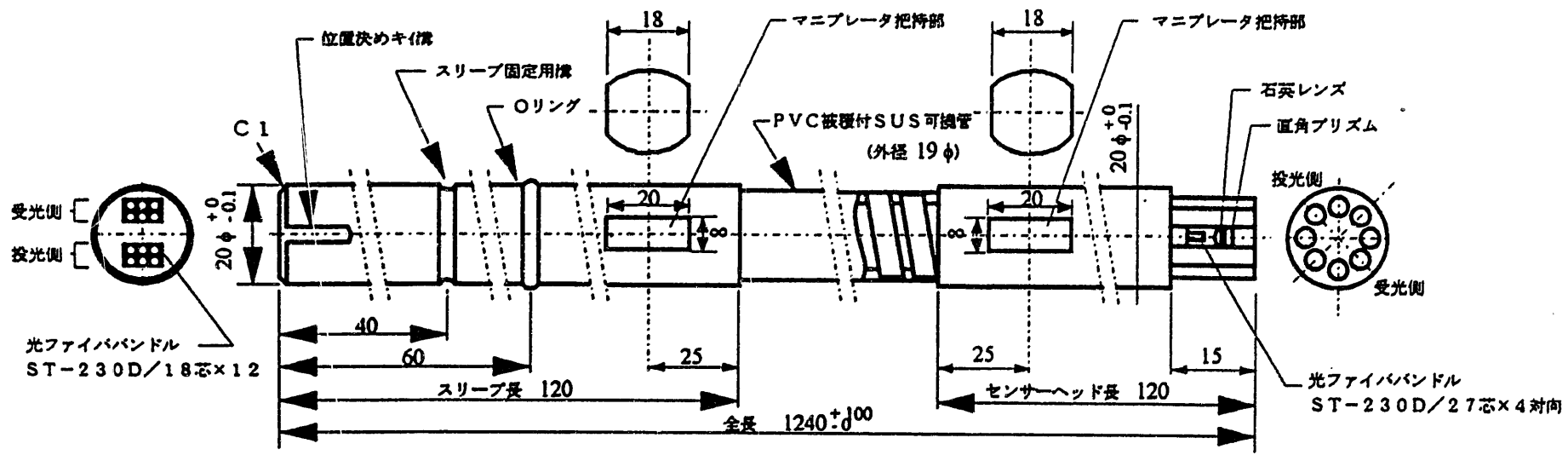


図 3-12 センサーヘッド部概略図  
(セルパス幅 10mm)

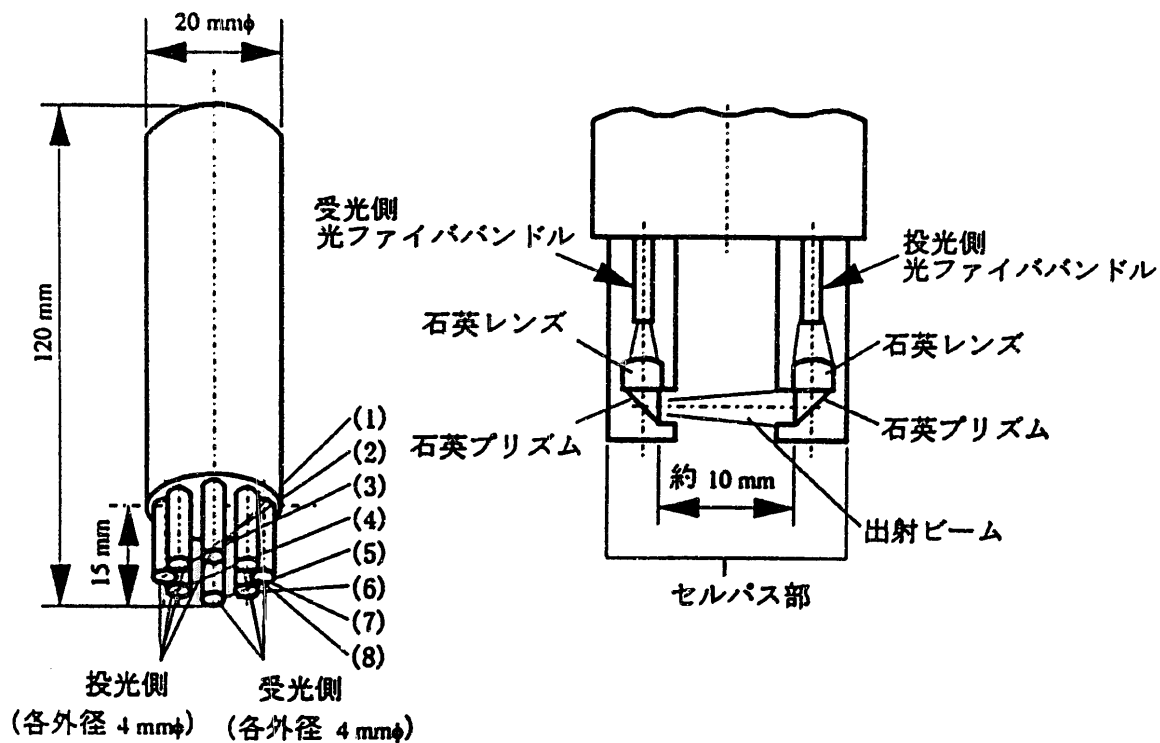


仕様

単位：mm

- (1) 適用ファイバ : ST-230D-S (コア径230 μm / ファイバ径250 μm) 通常グレード  
総芯線数 2×108芯
- (2) 金具材質 : SUS316
- (3) 許容屈曲半径 : 100mmR
- (4) 断線率 : 2%以下
- (5) 使用温度 : 常温

図 3-13 光ファイバセンサーヘッド

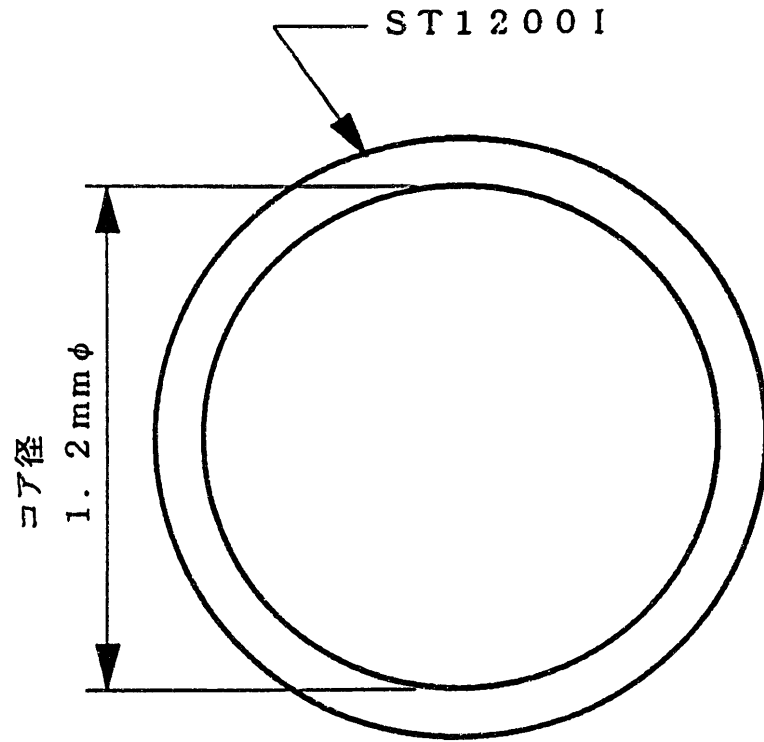


光ファイバセンサーヘッド部は、投光用光ファイバと受光用光ファイバを各々4つの光ファイババンドルに分割し、その投光側バンドルと受光側バンドルを対向させることによりセルパス部を構成している。

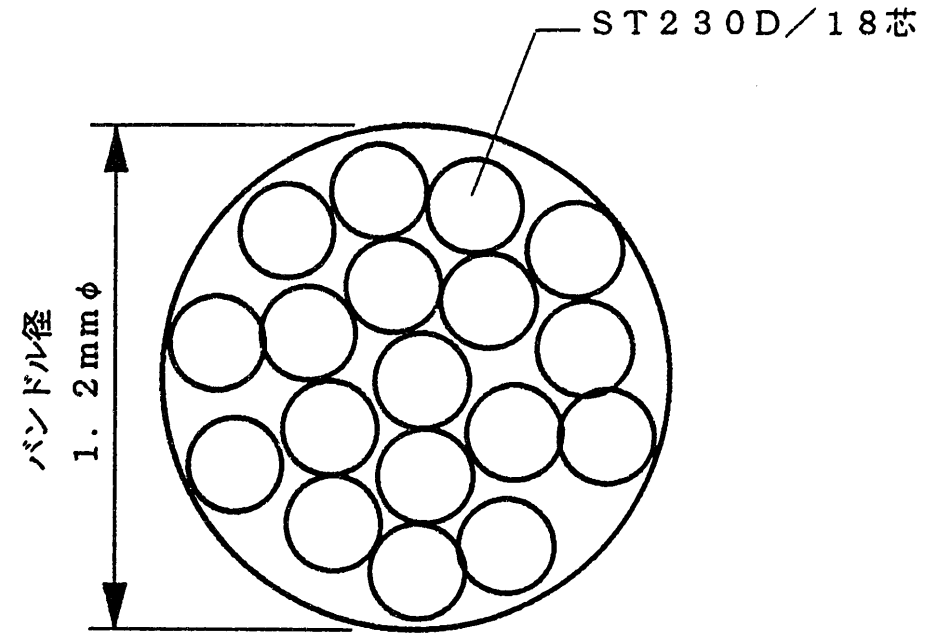
すなわち、左図における(1)(2)(3)(4)が投光側(5)(6)(7)(8)が受光側であり、これらを(1)と(5)、(2)と(6)、(3)と(7)、(4)と(8)とで各々対向させ更に投光側、受光側共に光ファイババンドル先端部に石英レンズと石英プリズムを装着して集光力、受光力を向上させて全体としての光量が大きく得られるようにしている。

また、溶液は各々の光ファイババンドル部の間を通過するようになっている。

図 3-14 光ファイバセンサーヘッド詳細図

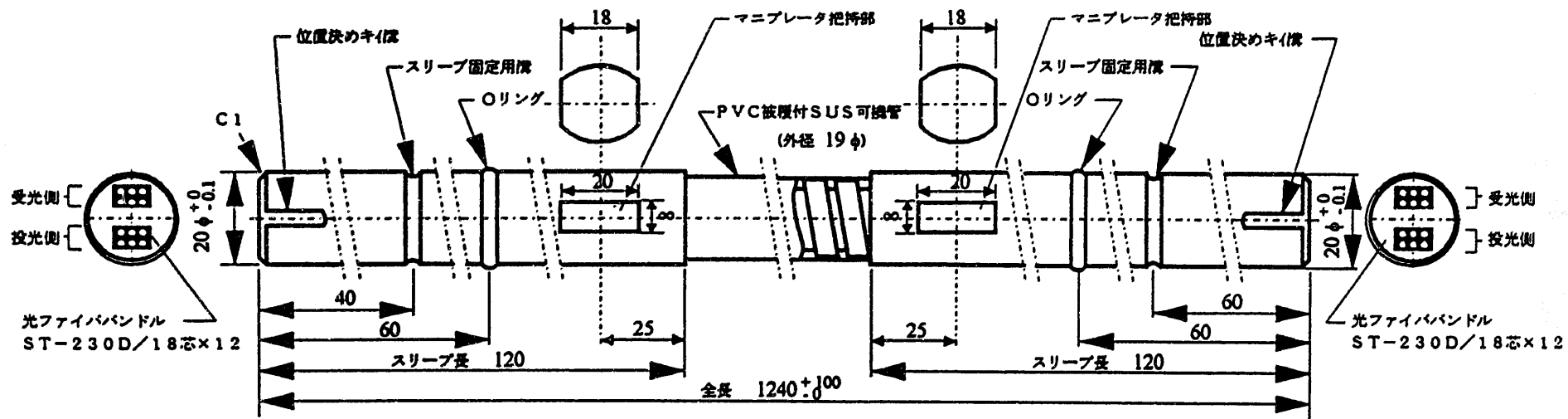


中継光ファイバ



投光・受光側光ファイババンドル

図 3-15 中継光ファイバ及び投光・受光側光ファイババンドル



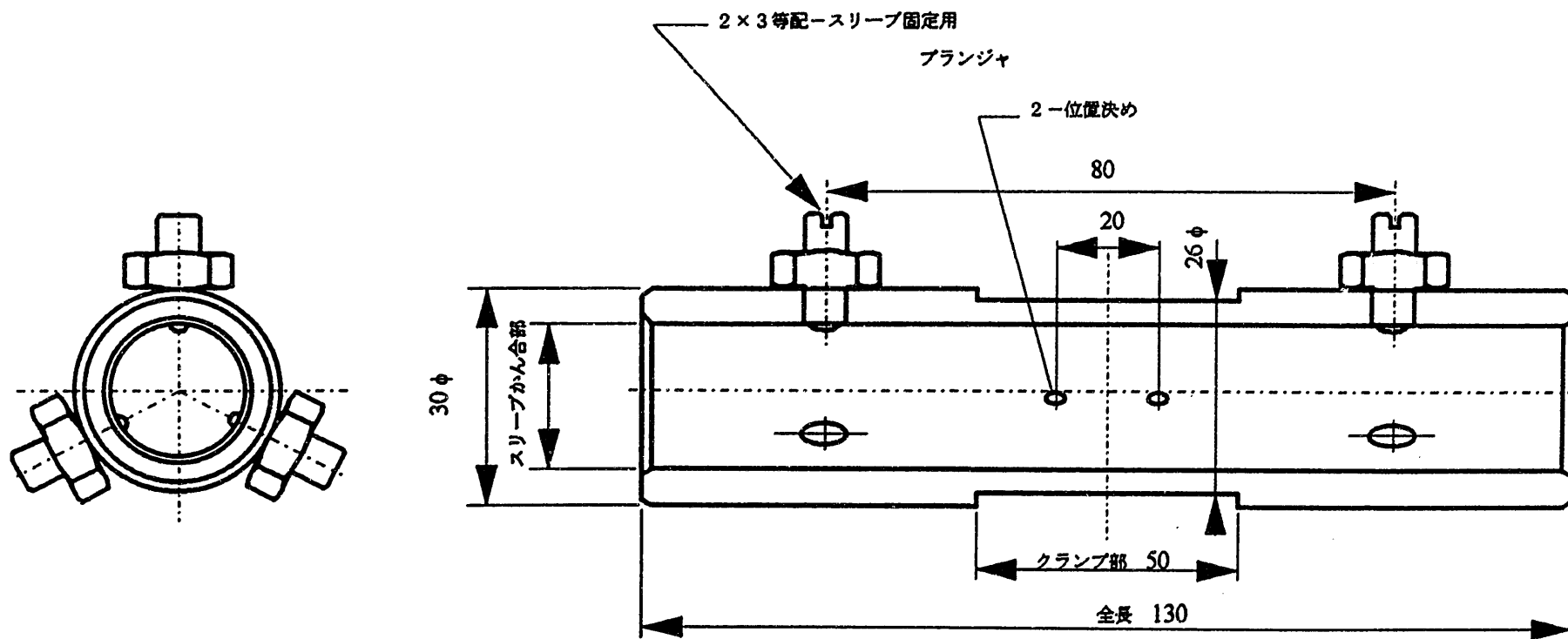
単位 : mm

仕様

- (1) 適用ファイバ : ST-12001-SY (コア径1200 μm/ファイバ径1500 μm) 通常グレード  
総芯線数 12芯
- (2) 金具材質 : SUS316
- (3) 許容屈曲半径 : 400mmR
- (4) 断線率 : 0%以下
- (5) 使用温度 : 常温

図 3-16 中継光ファイバ





単位 : mm

図 3-17 光ファイバ接続コネクタ

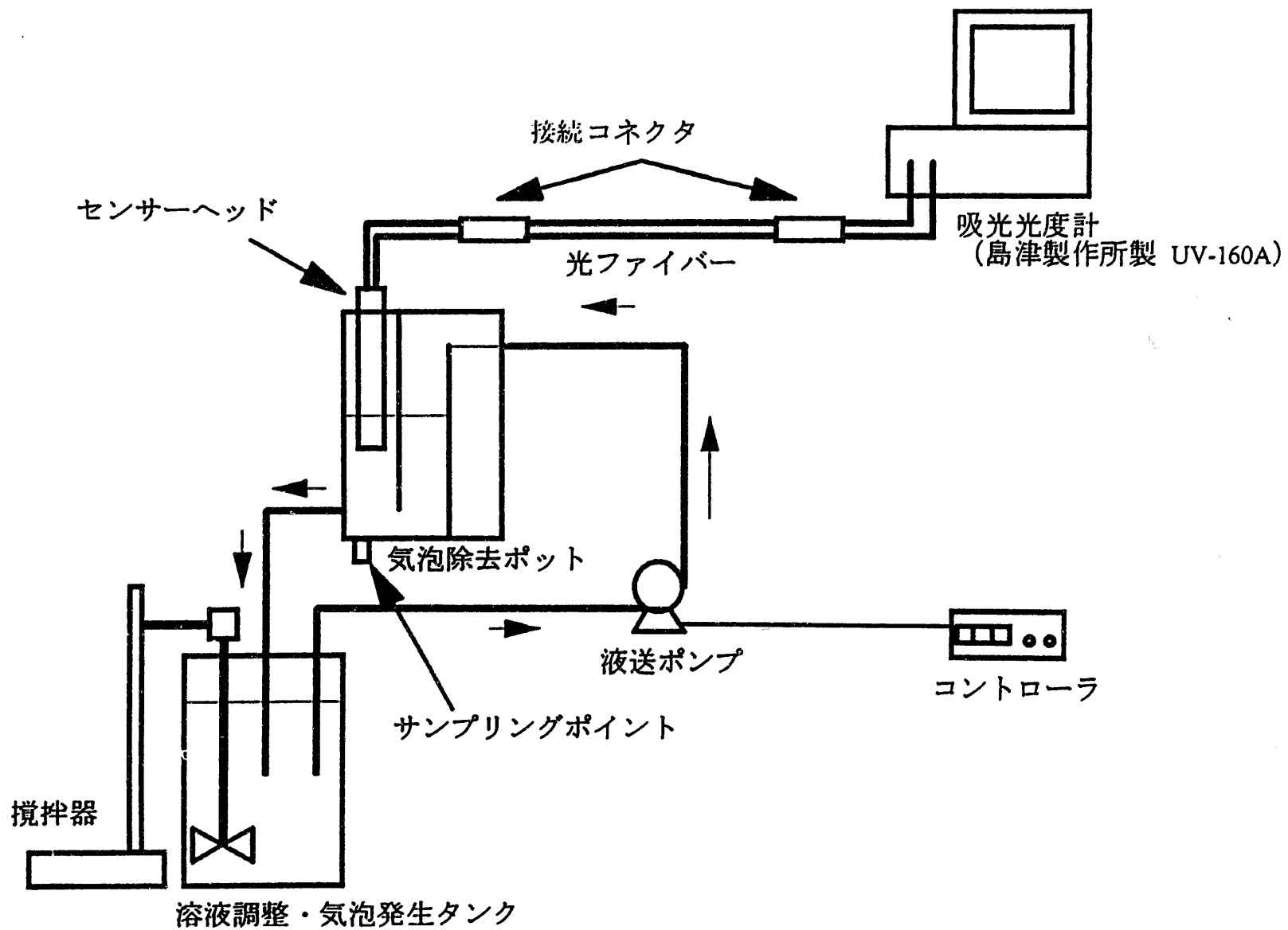


図 4-1 フォトメータコールド試験装置概略図

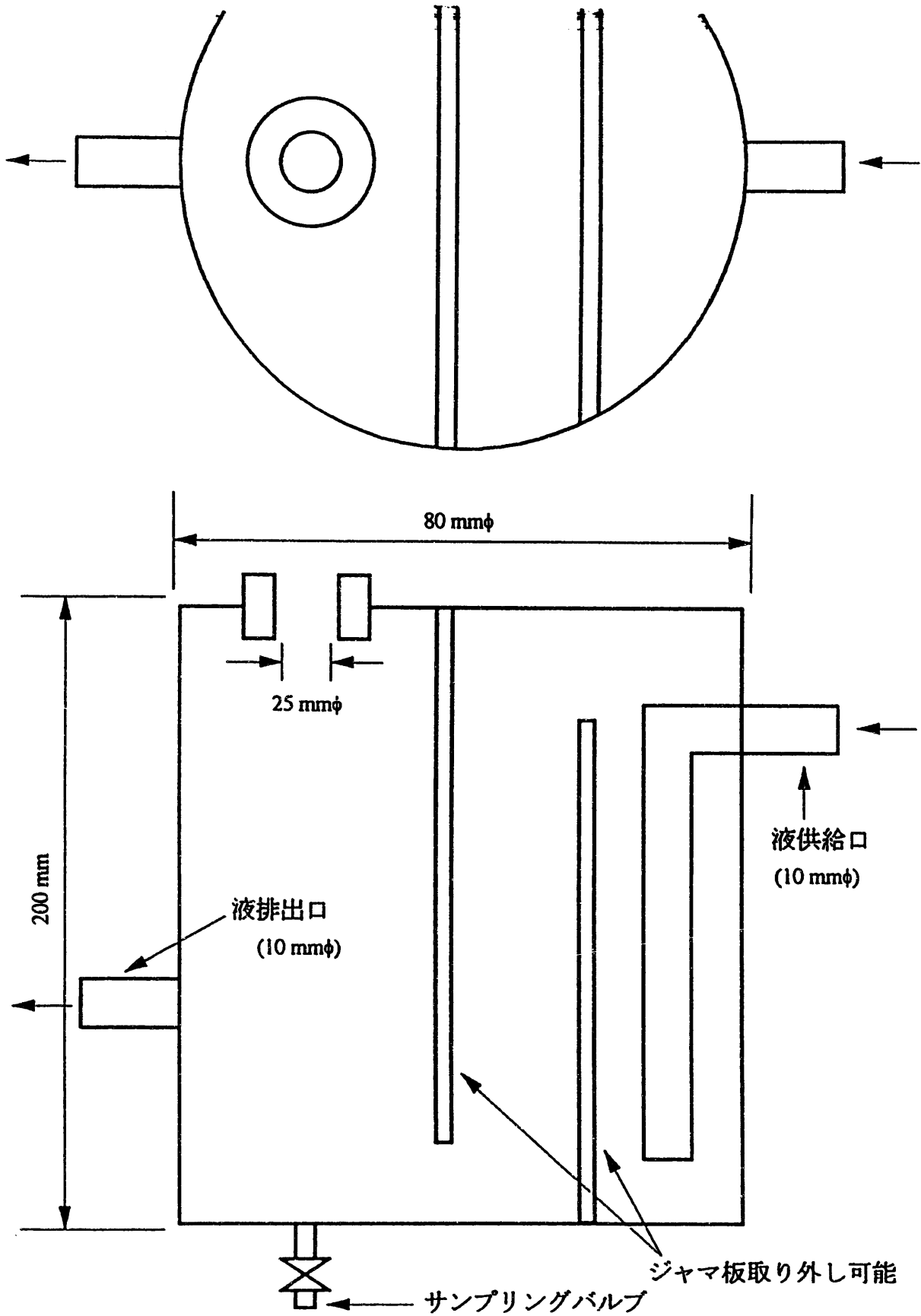


図 4-2 気泡除去ポット概略図

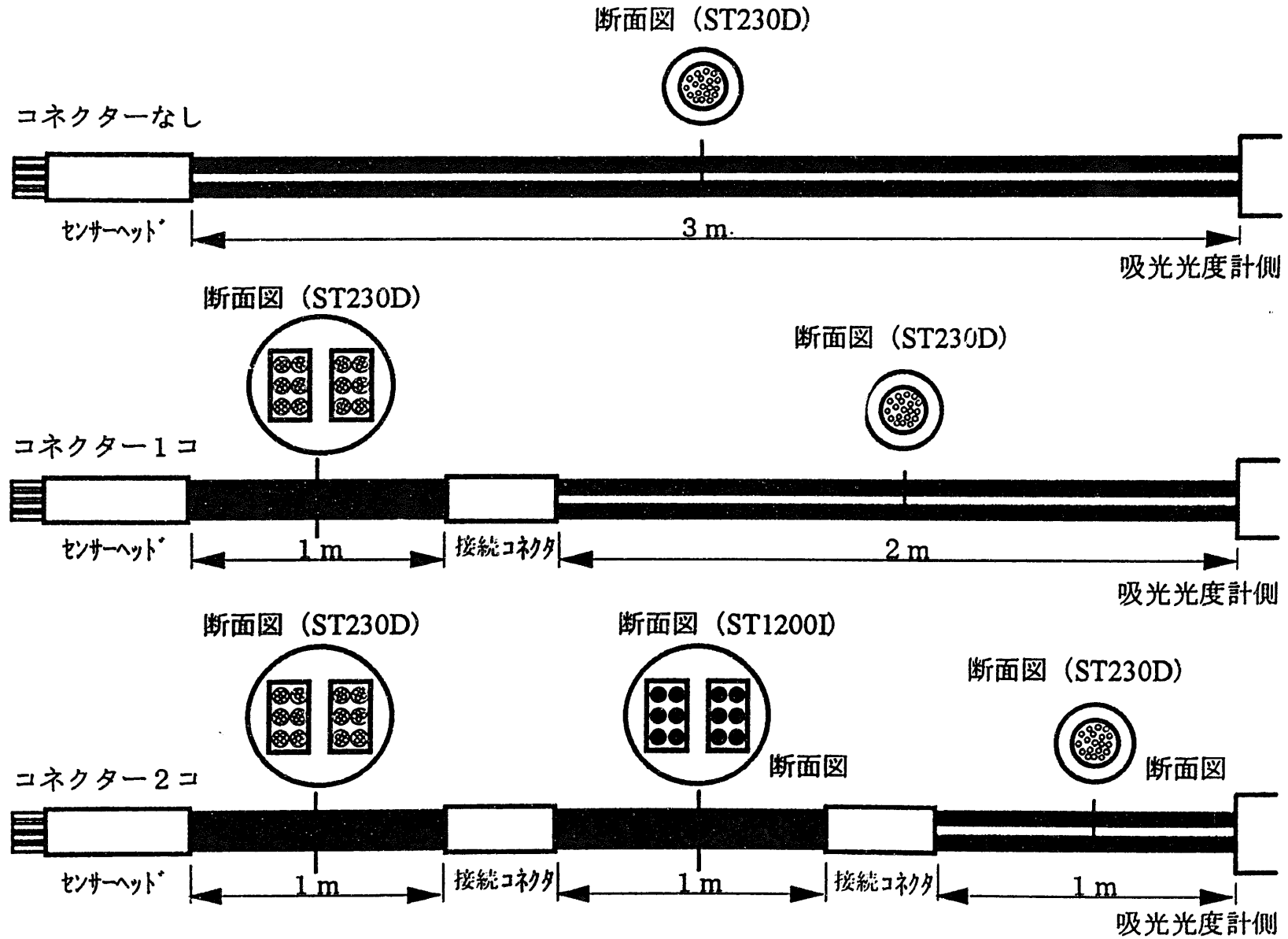


図 4-3 光ファイバの接続と断面図

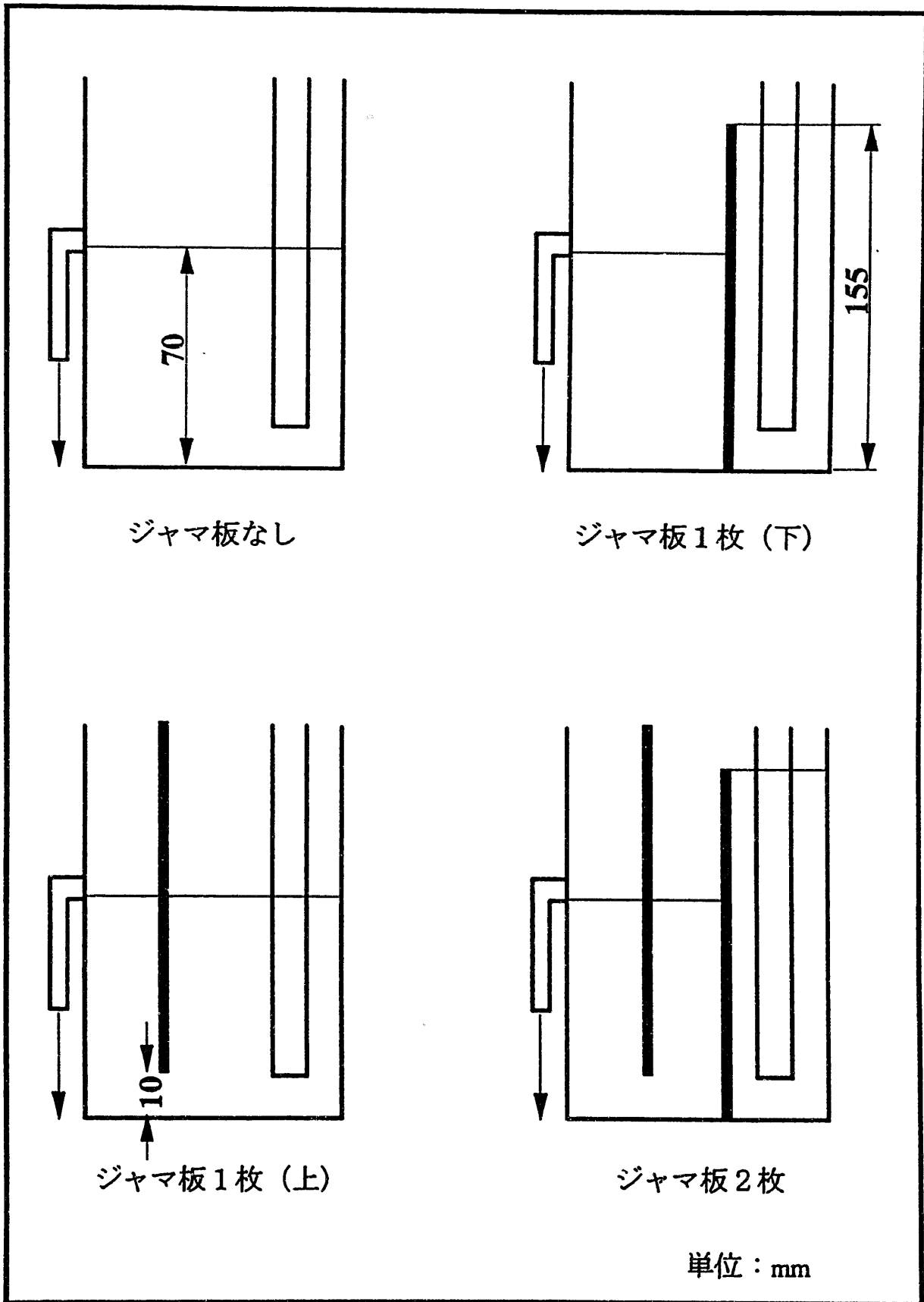


図 4-4 ジャマ板の位置

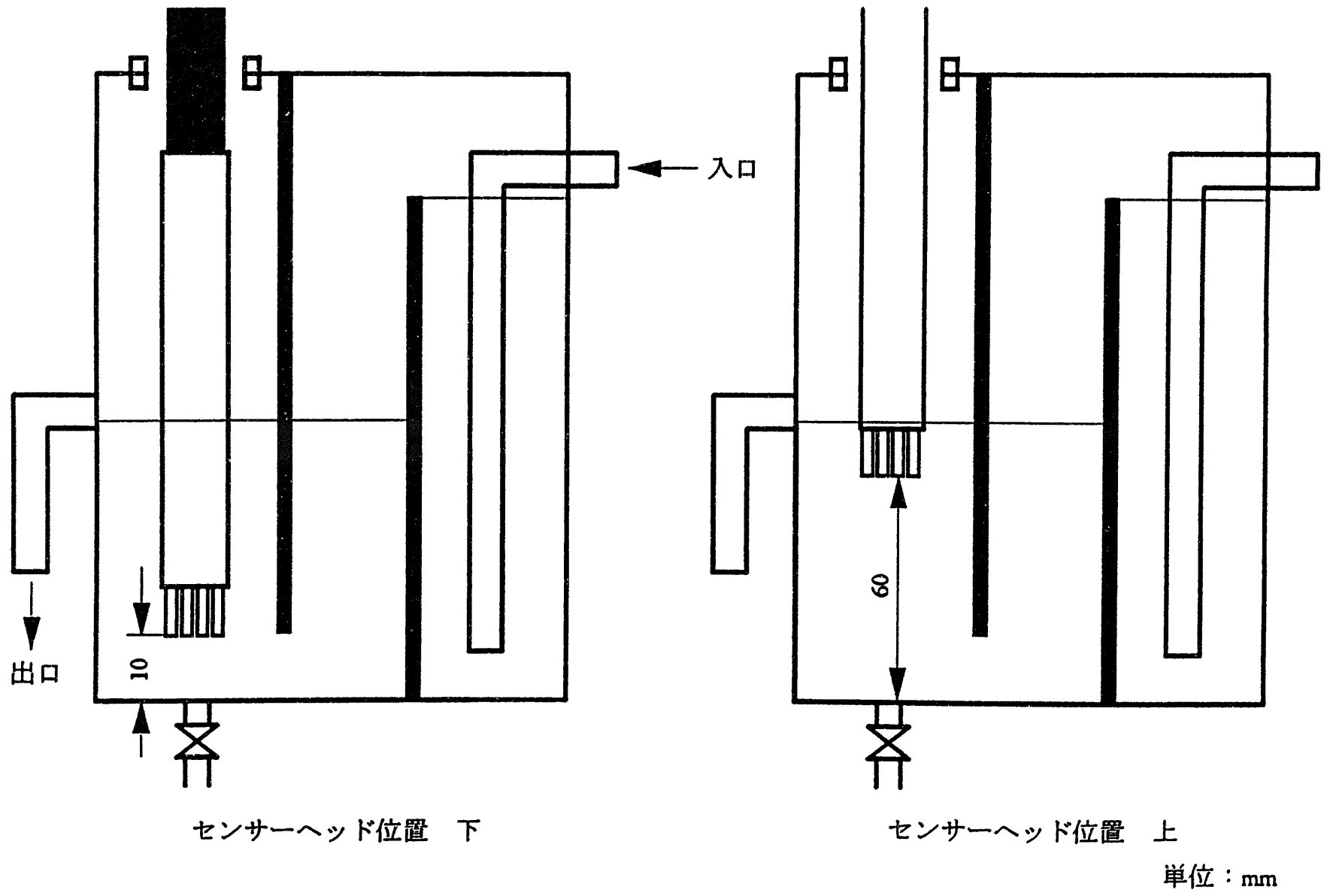


図 4-5 センサーヘッドの位置

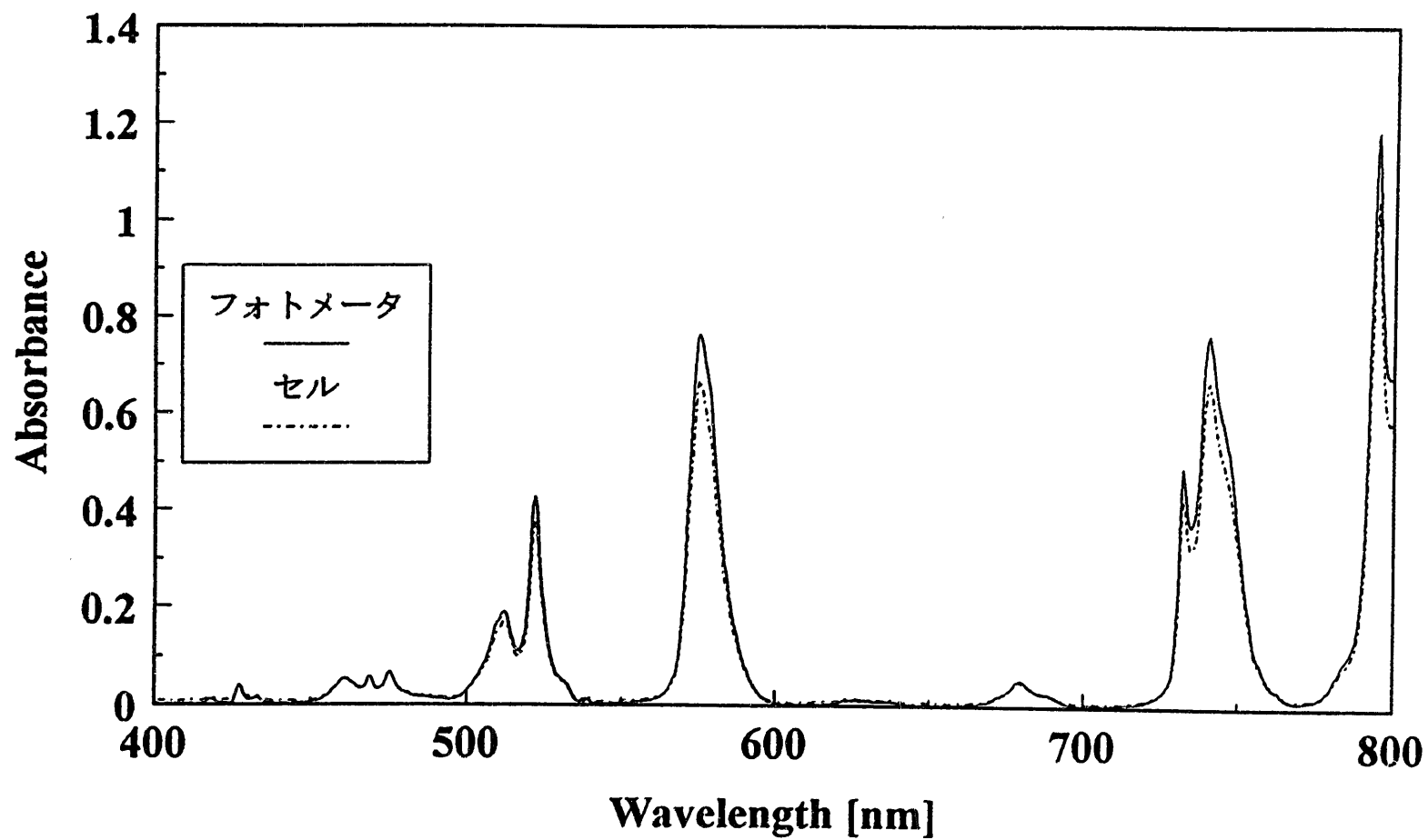
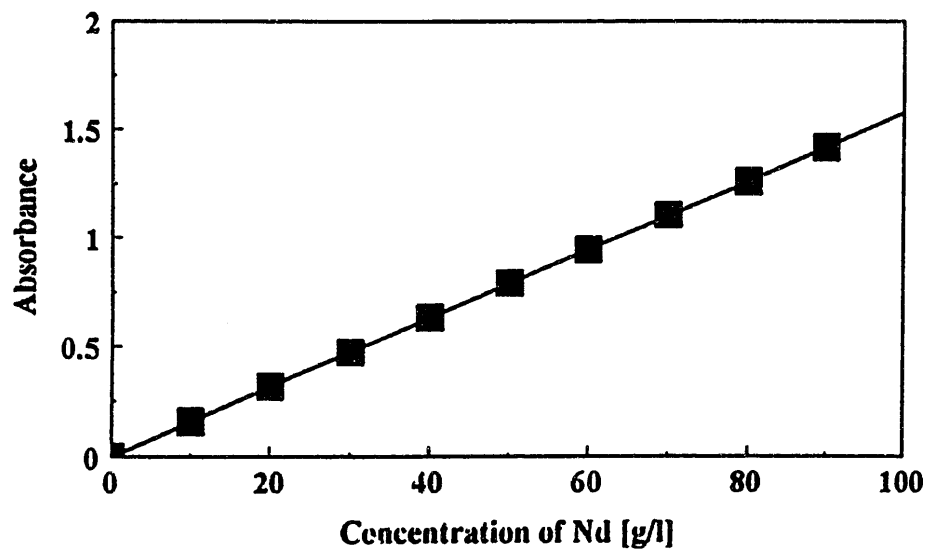


図 5-1 フォトメータ及びセルによる  $\text{Nd}^{3+}$  の吸収スペクトル測定 (Nd 濃度 約 50 g/l)

検量線 (1 cm セルを使用)

$$\text{Abs.} = 0.016 \times \text{Con.}[\text{g/l}] - 0.0016$$

$$(R^2 \text{ (寄与率)} = 0.99999)$$



検量線 (フォトメータを使用)

$$\text{Abs.} = 0.017 \times \text{Con.}[\text{g/l}] - 0.0064$$

$$(R^2 \text{ (寄与率)} = 0.99995)$$

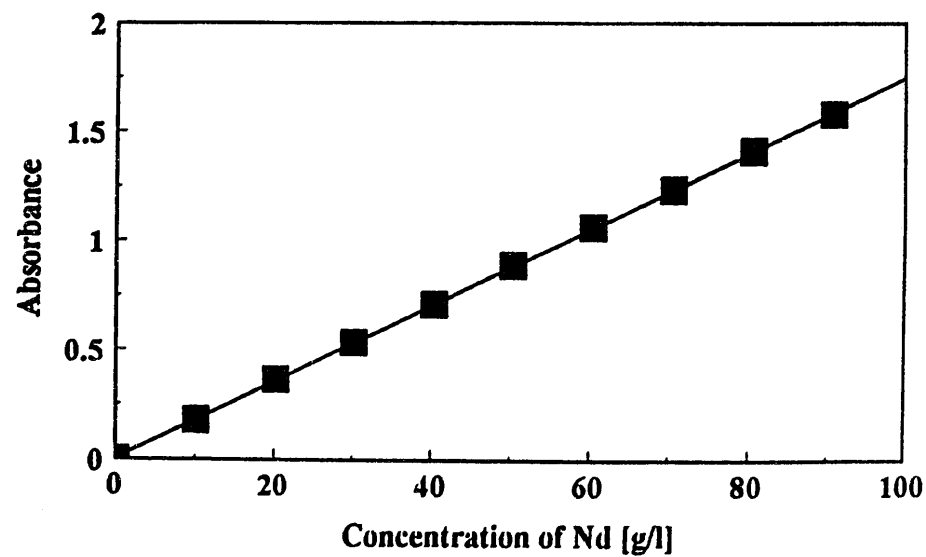


図 5-2 Nd の検量線



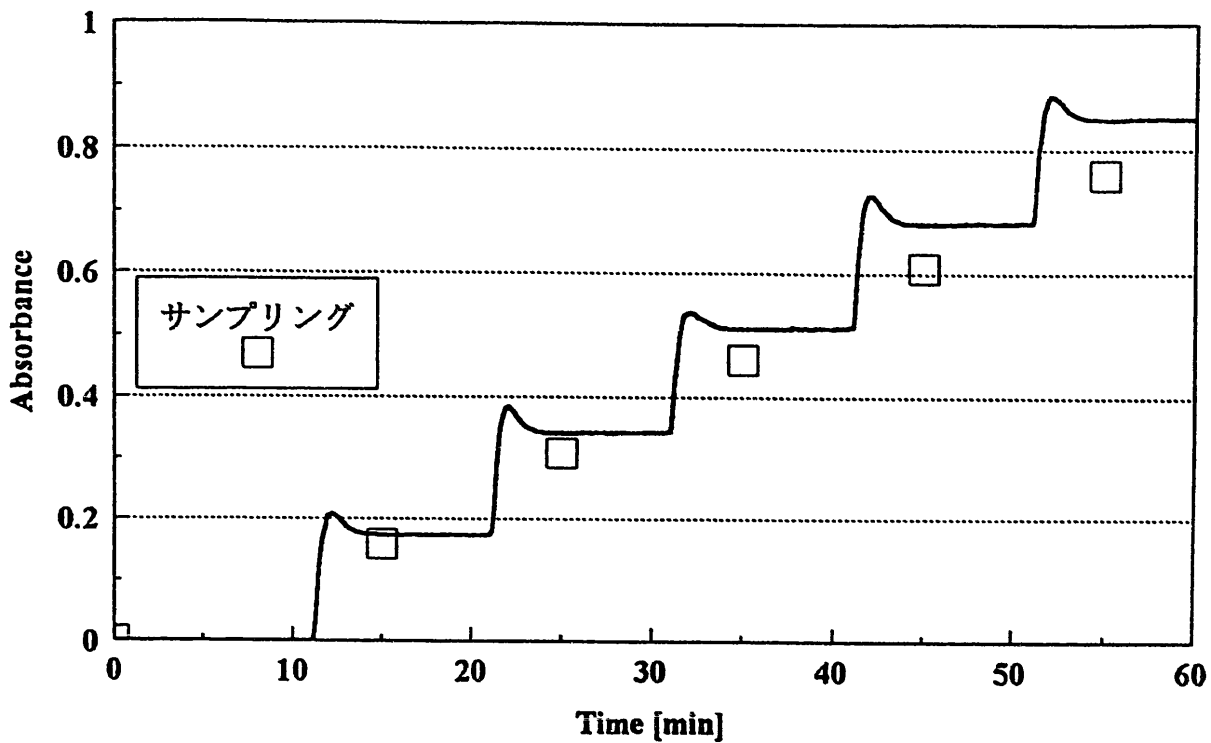


図 5-3 フォトメータによるインライン吸光度測定とセルによるサンプリング吸光度測定との比較

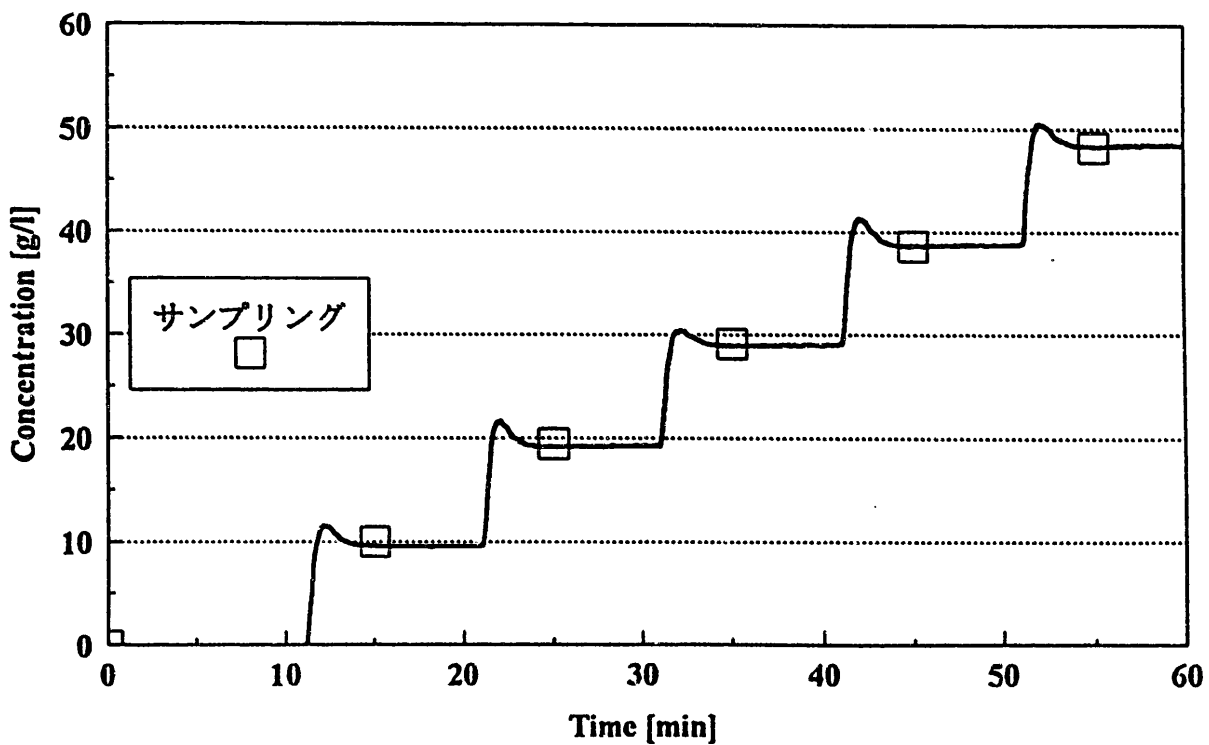


図 5-4 フォトメータによるインライン濃度測定とセルによるサンプリング濃度測定との比較

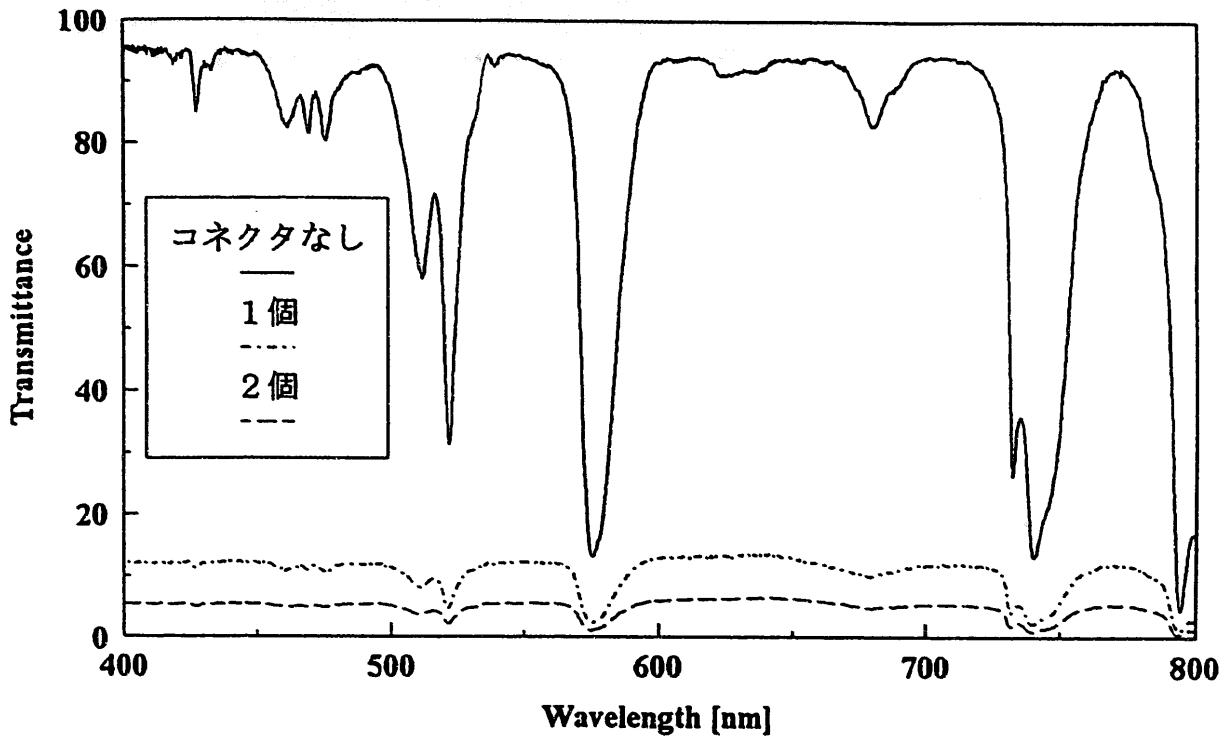


図 5-5 光ファイバの接続による透過率の変化

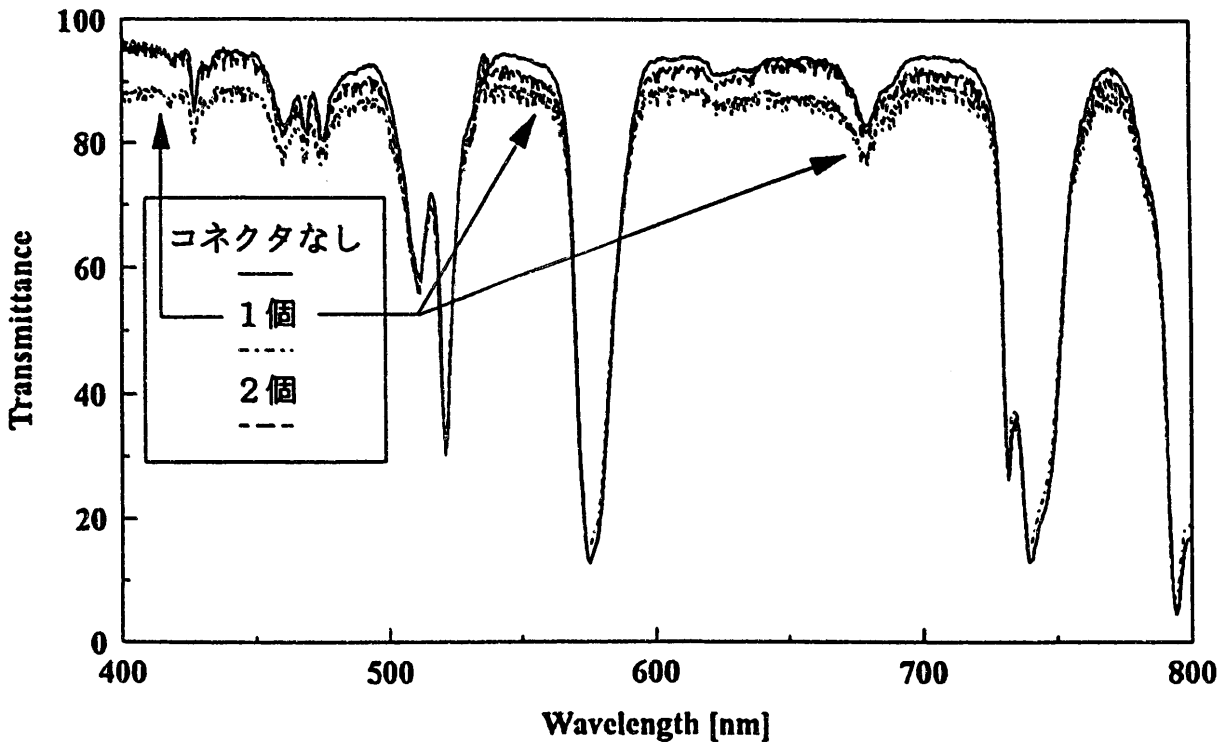
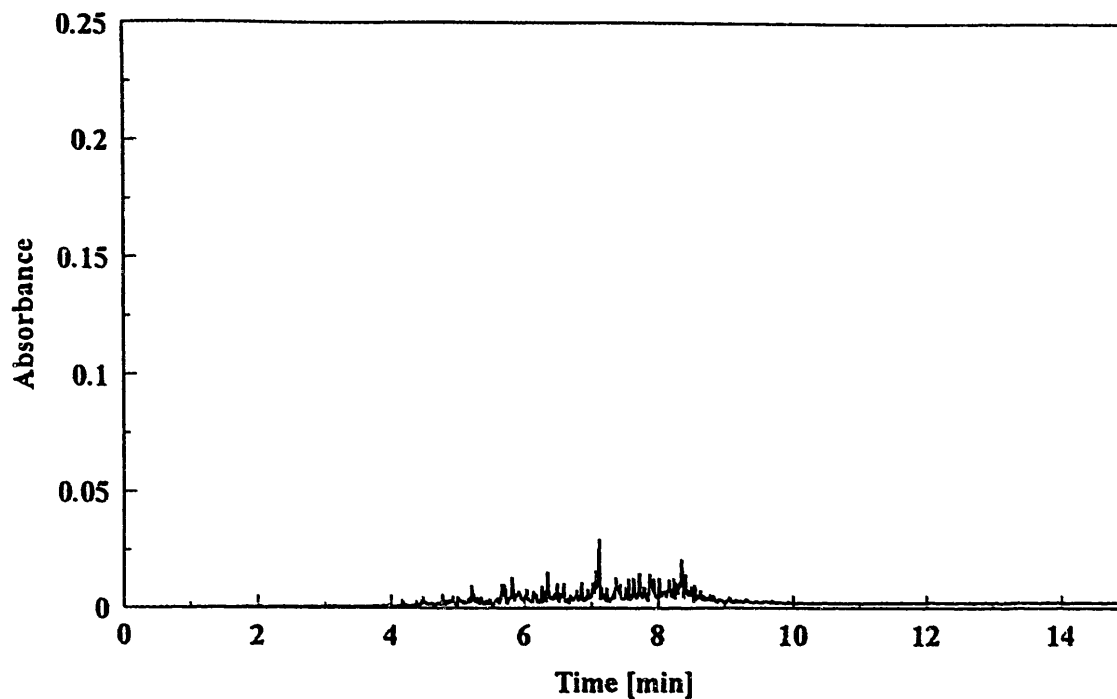
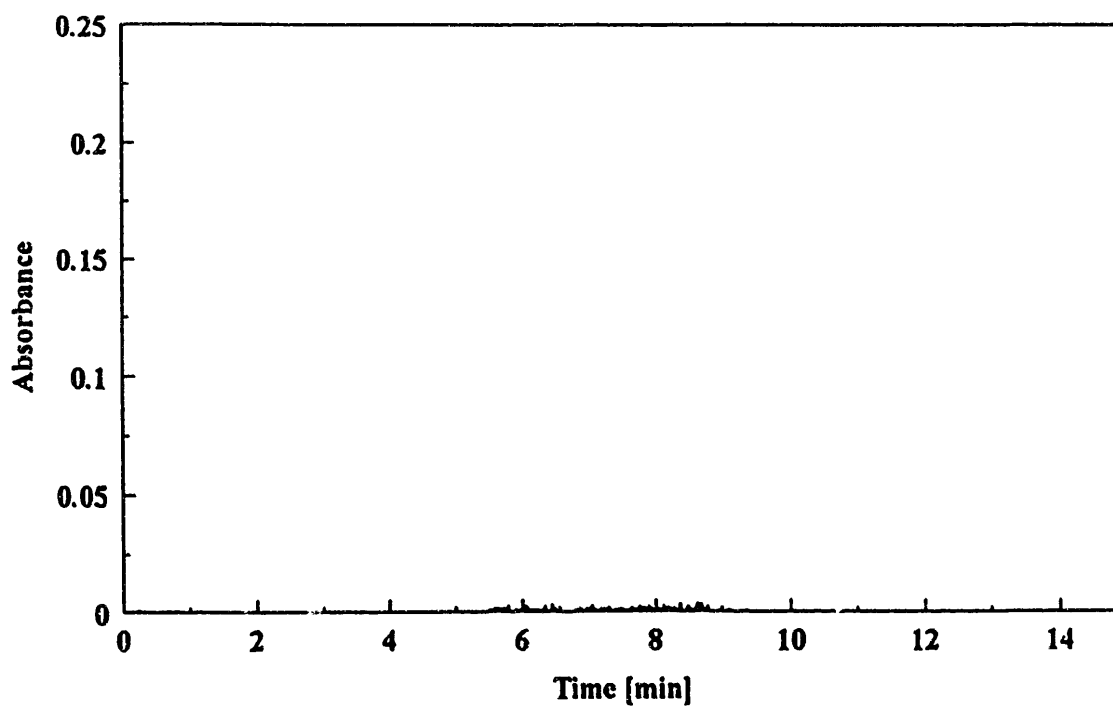


図 5-6 光ファイバの接続による透過率の変化 (0点調整後)

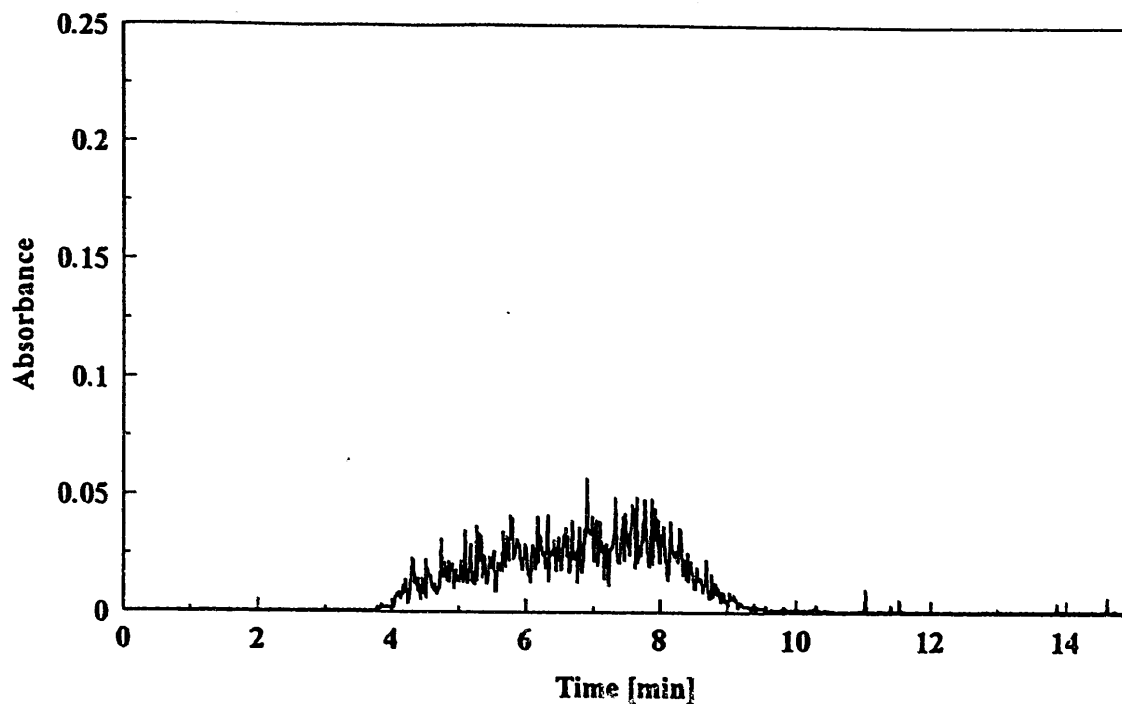


流量 0.17 l/min, ジャマ板なし, センサーヘッド位置上

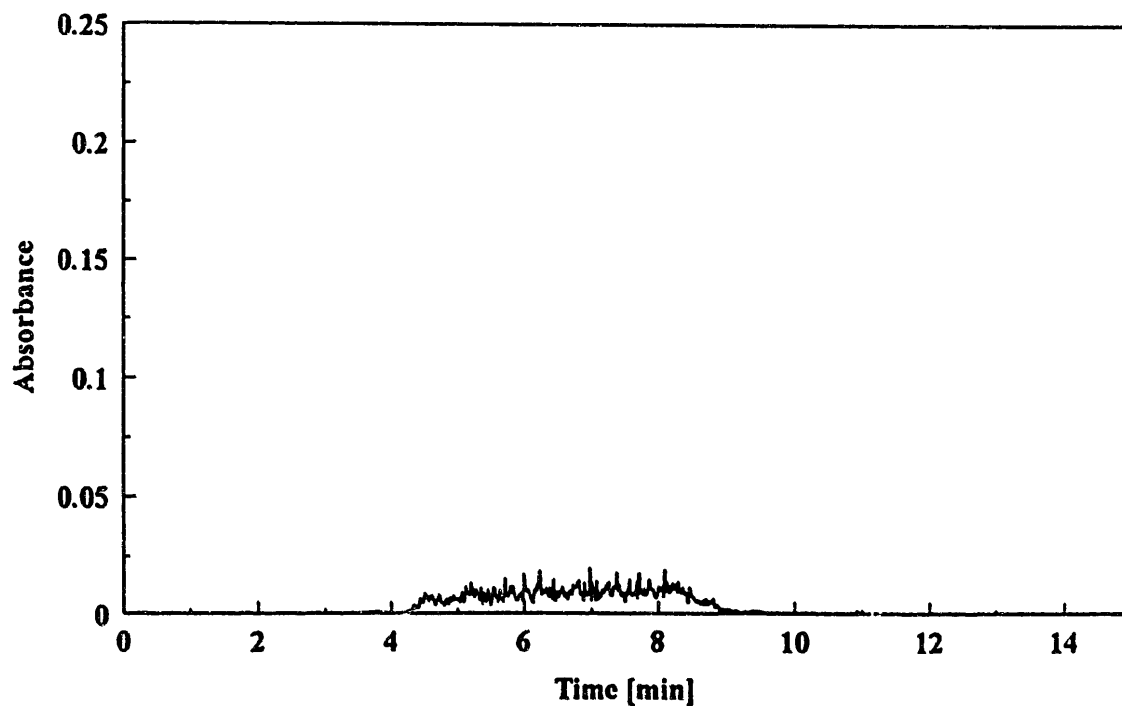


流量 0.17 l/min, ジャマ板なし, センサーヘッド位置下

図 5-7 (a) 吸光度に及ぼす気泡の影響

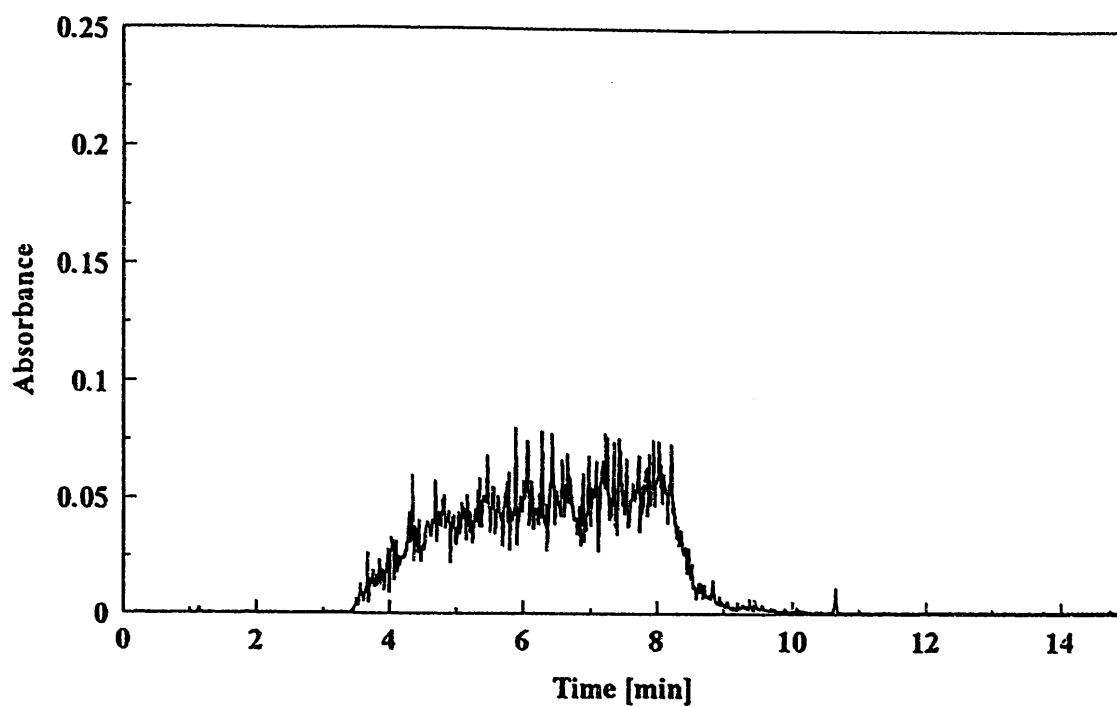


流量 0.24 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置上

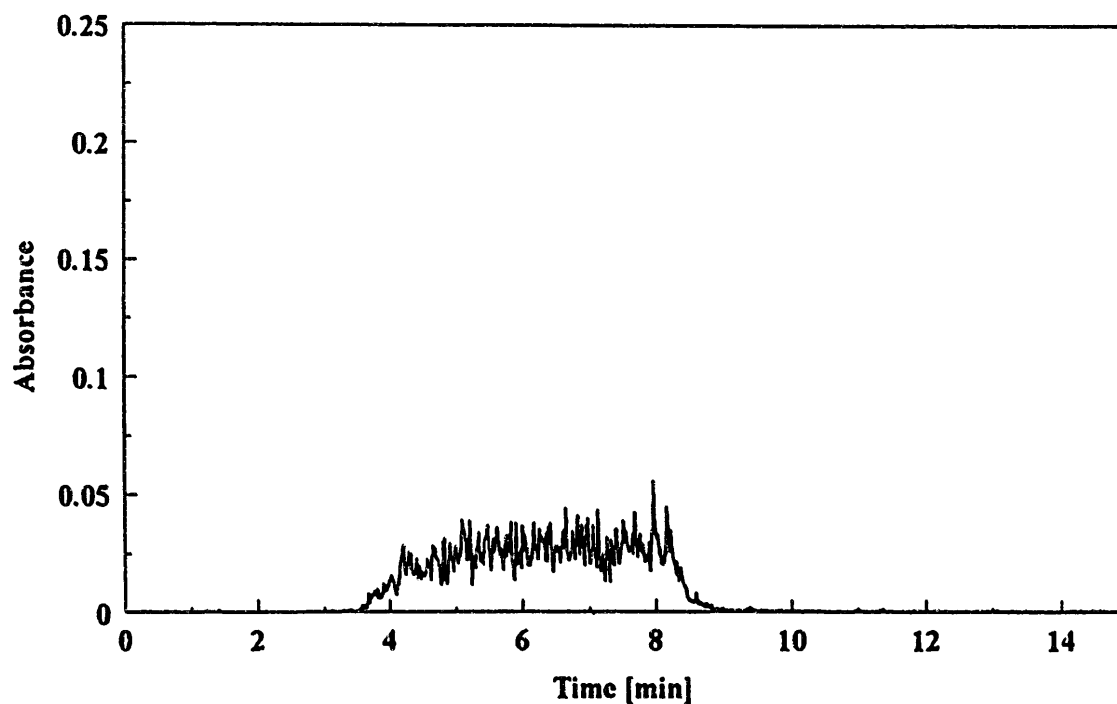


流量 0.24 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置下

図 5-7 (b) 吸光度に及ぼす気泡の影響

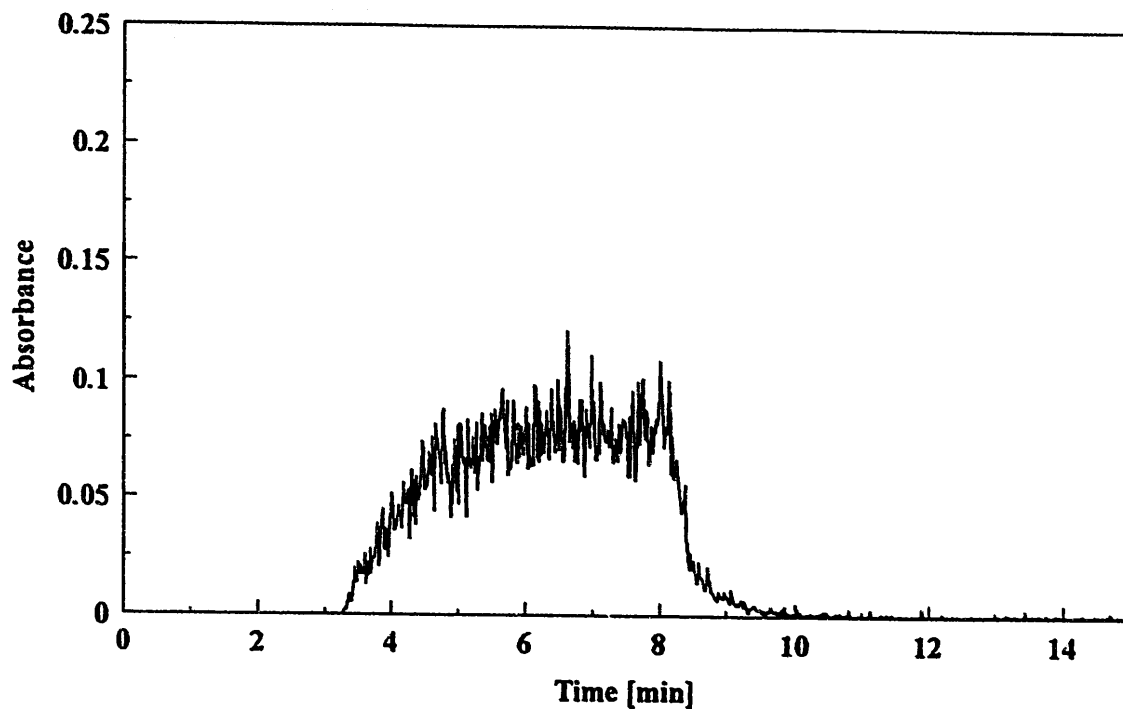


流量 0.36 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置上

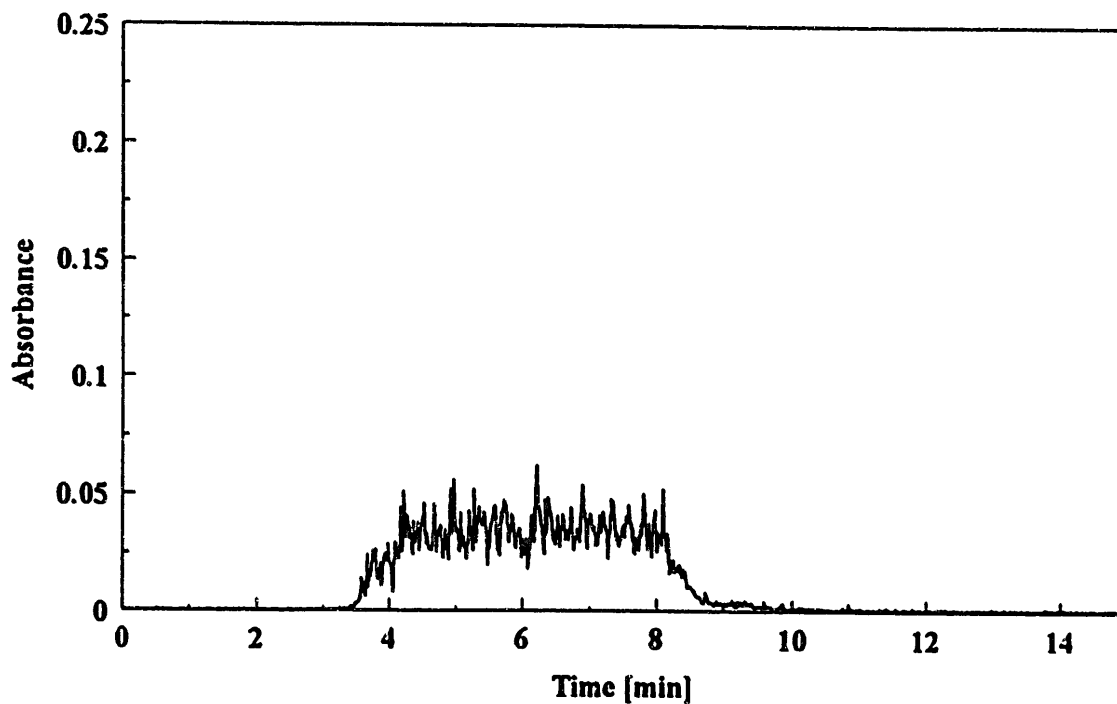


流量 0.36 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置下

図 5-7 (c) 吸光度に及ぼす気泡の影響

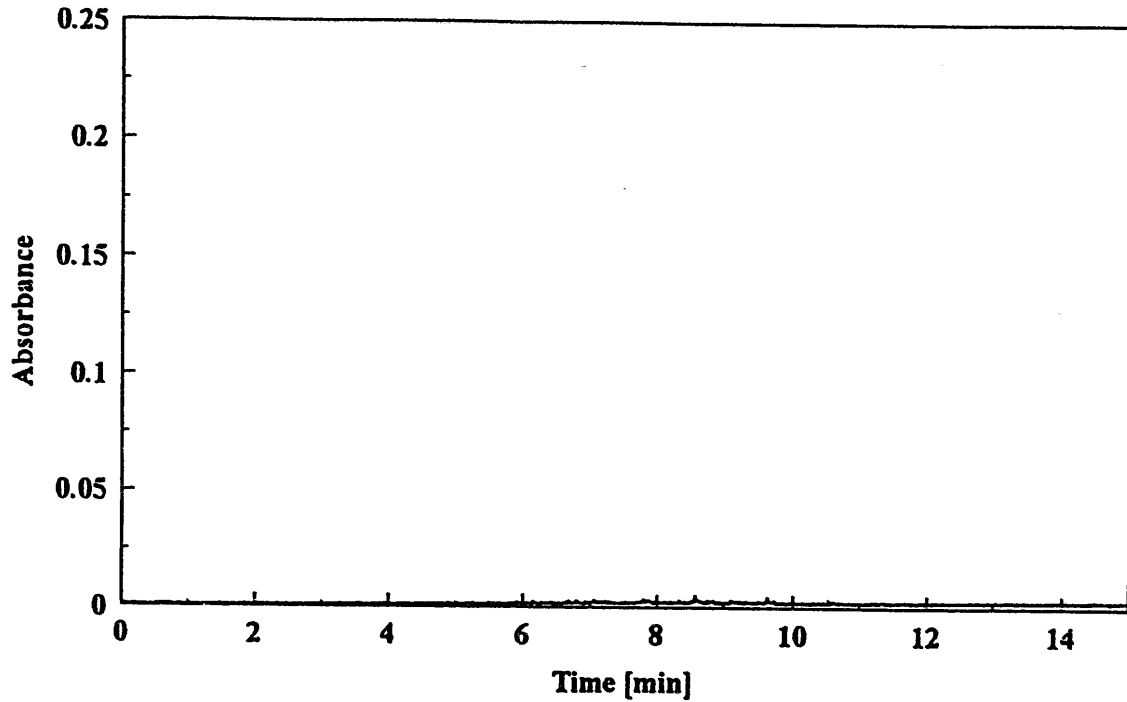


流量 0.56 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置上

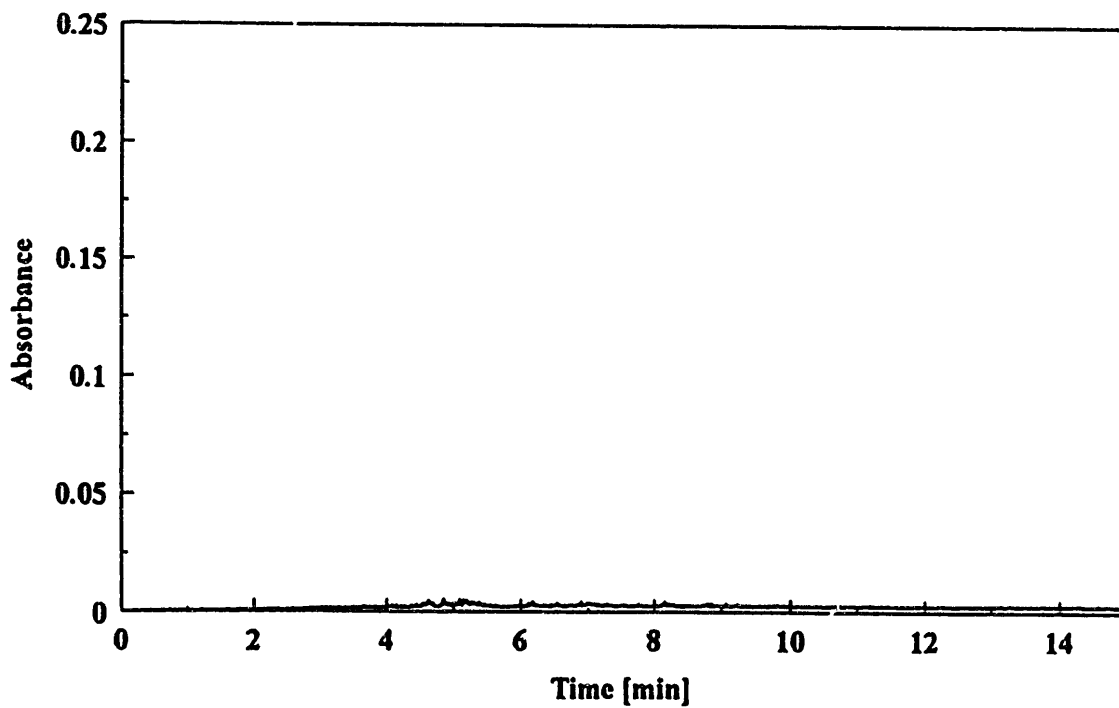


流量 0.56 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置下

図 5-7 (d) 吸光度に及ぼす気泡の影響

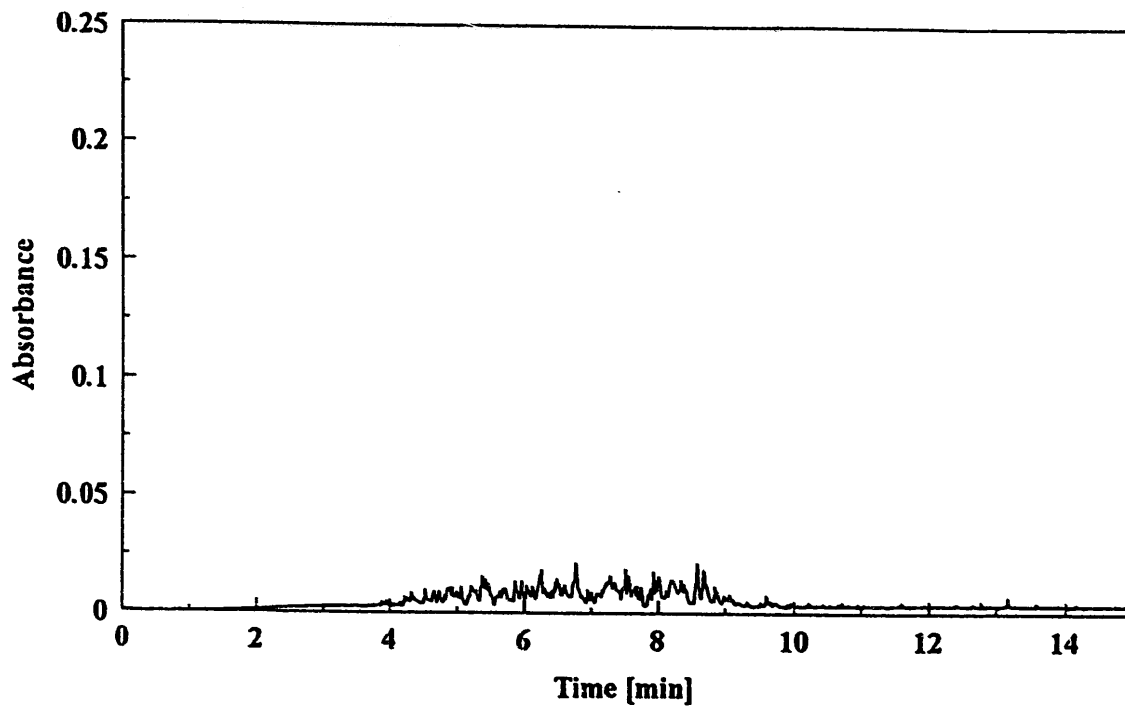


流量 0.17 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置上

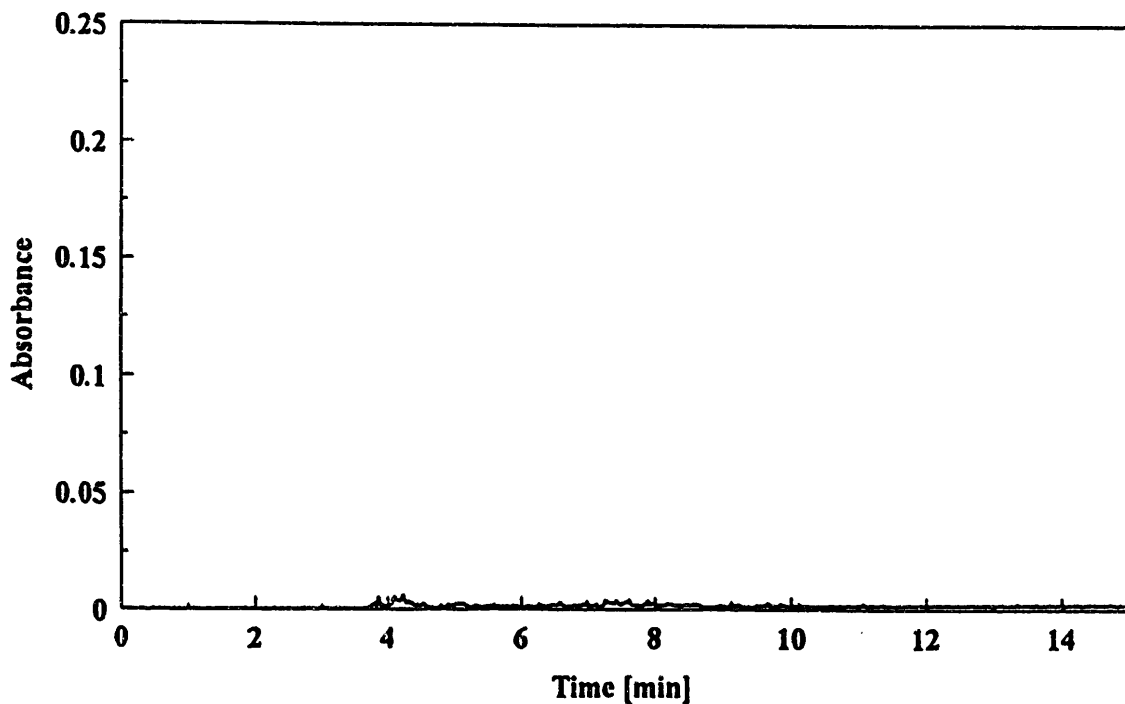


流量 0.17 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (e) 吸光度に及ぼす気泡の影響



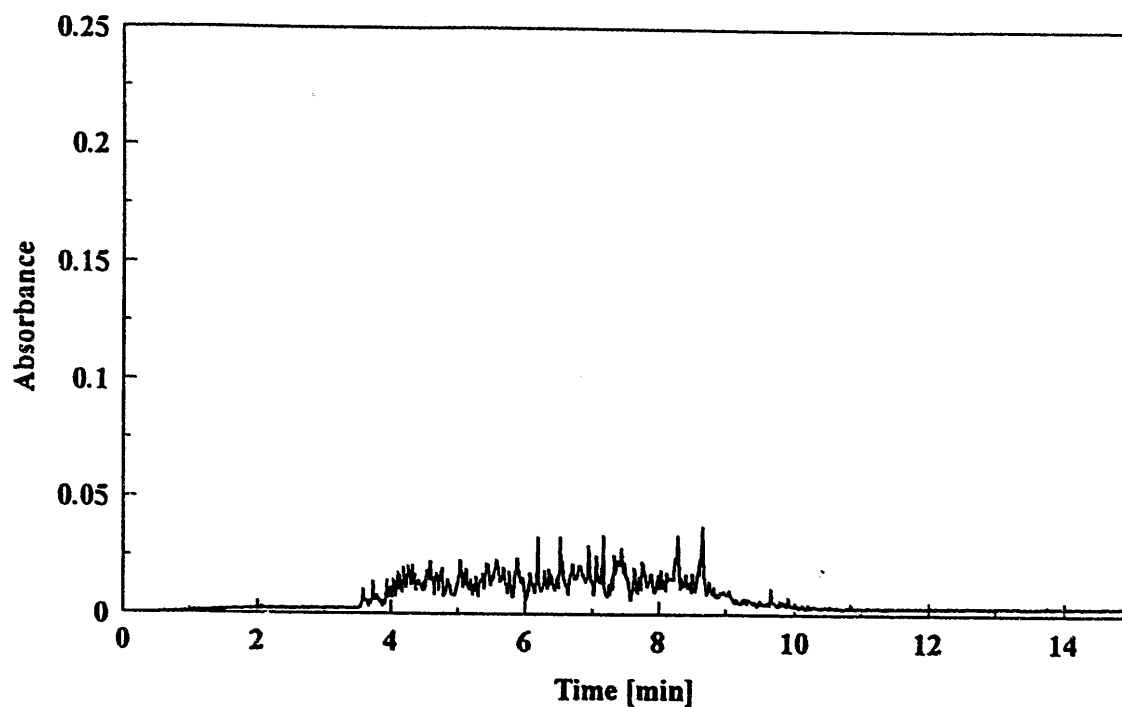
流量 0.24 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置上



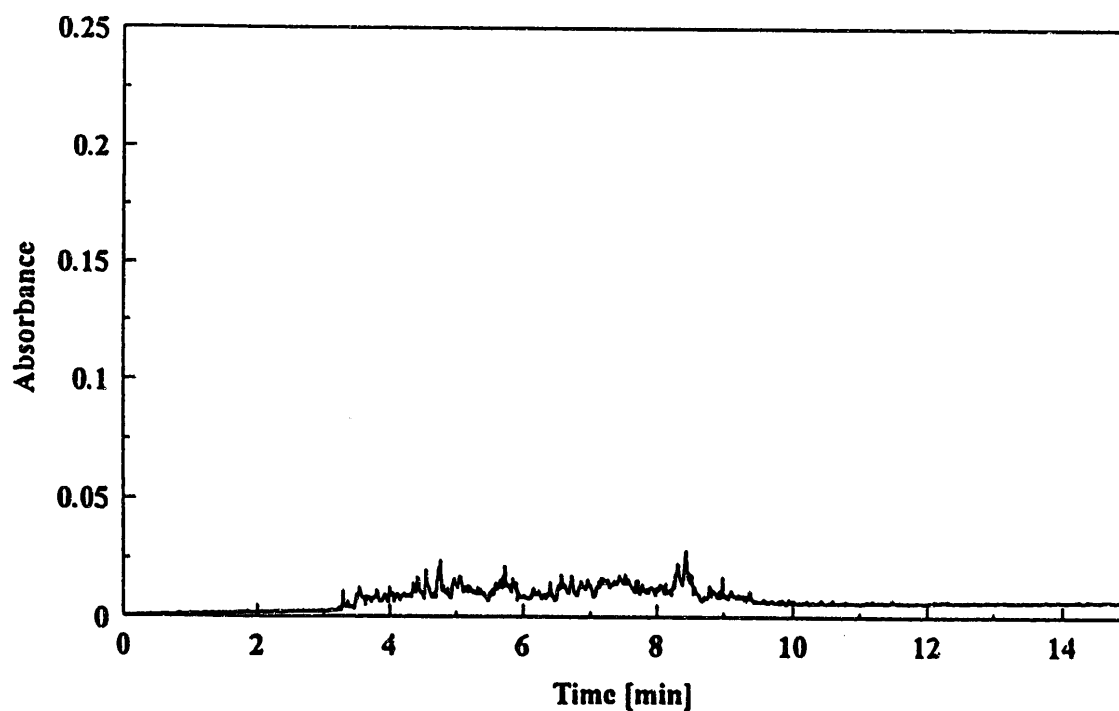
流量 0.24 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (f) 吸光度に及ぼす気泡の影響



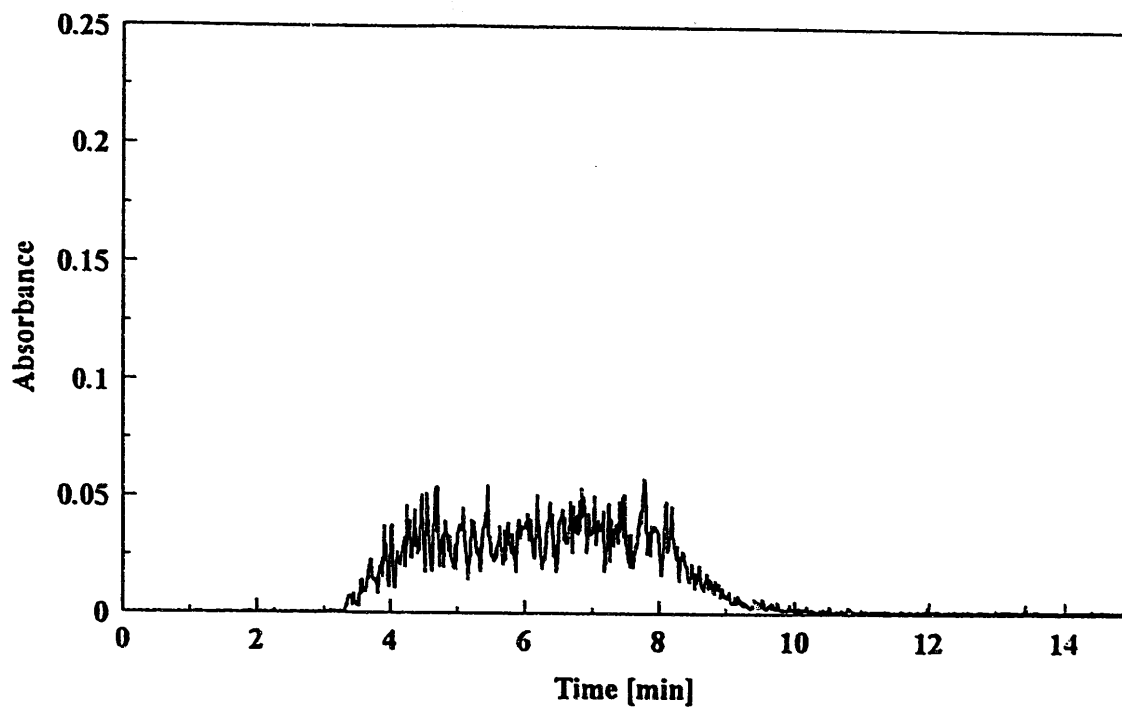


流量 0.36 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置上

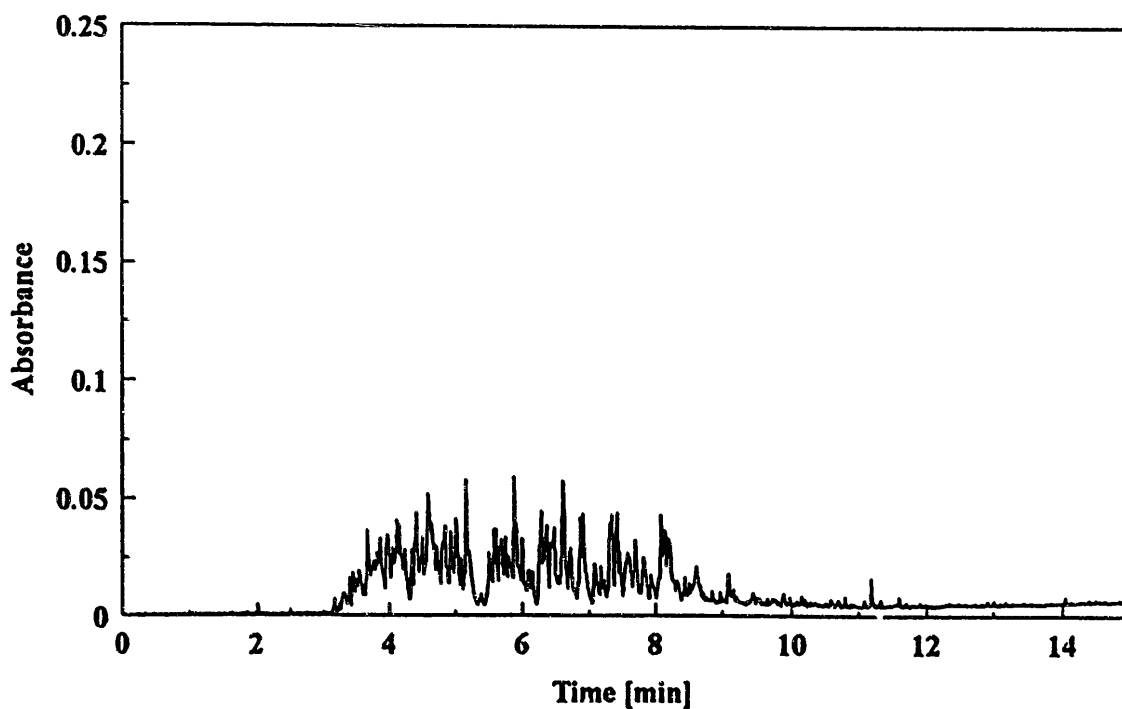


流量 0.36 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (g) 吸光度に及ぼす気泡の影響

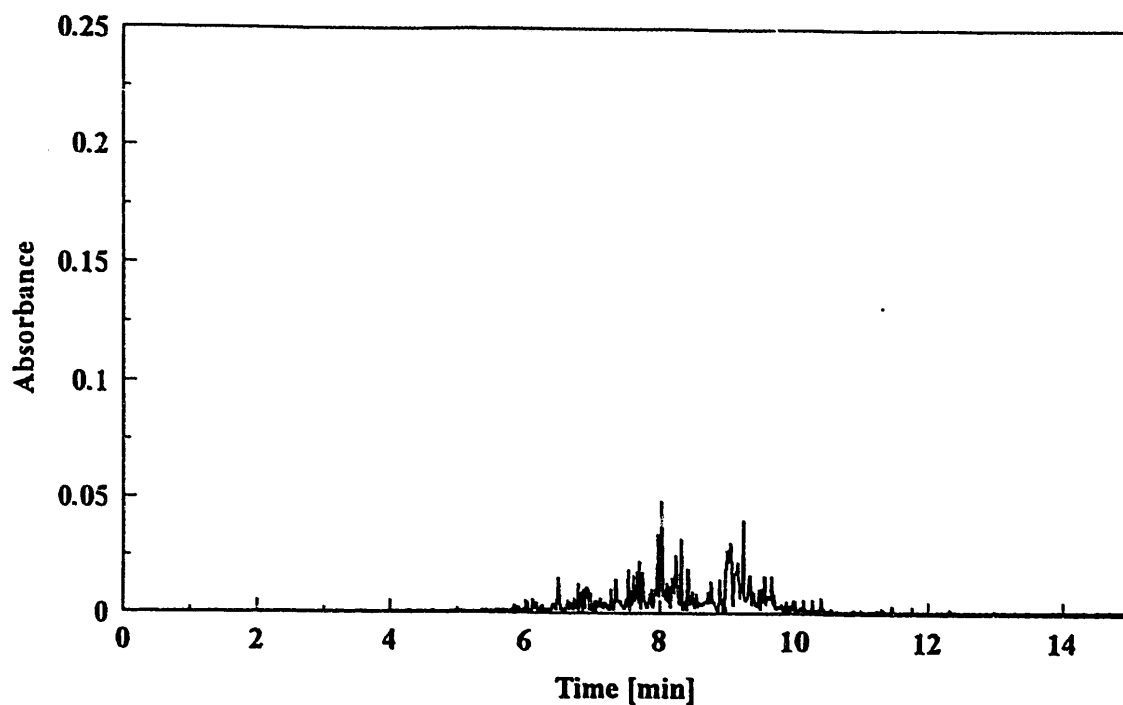


流量 0.56 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置上

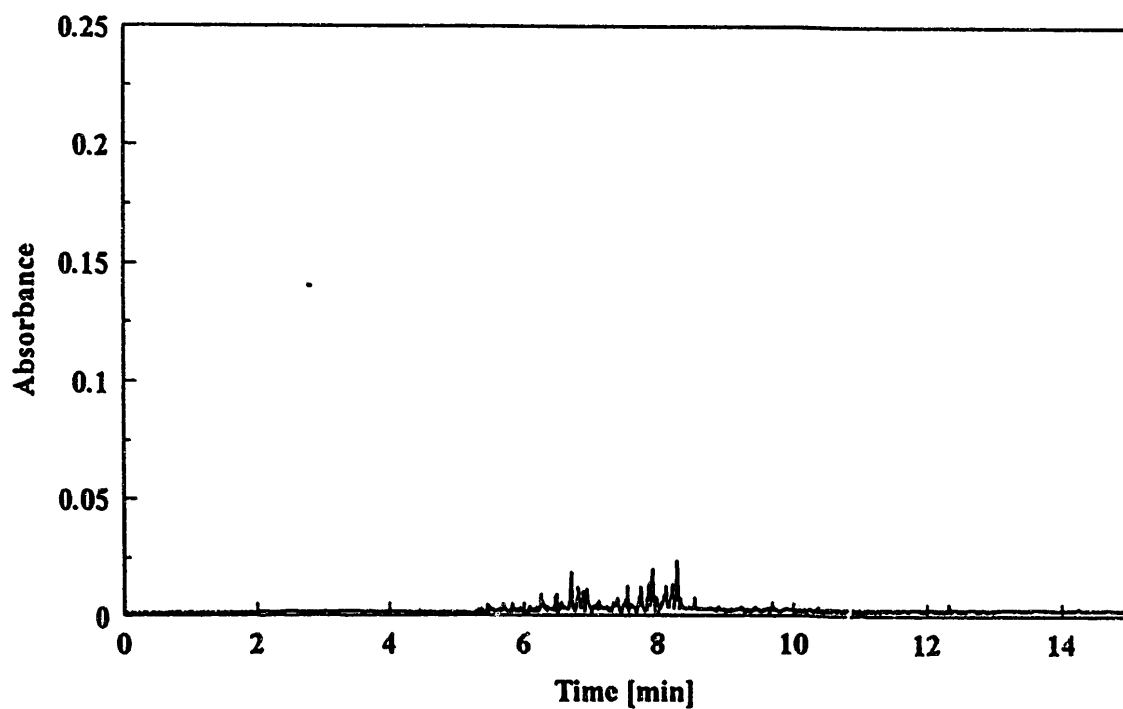


流量 0.56 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (h) 吸光度に及ぼす気泡の影響

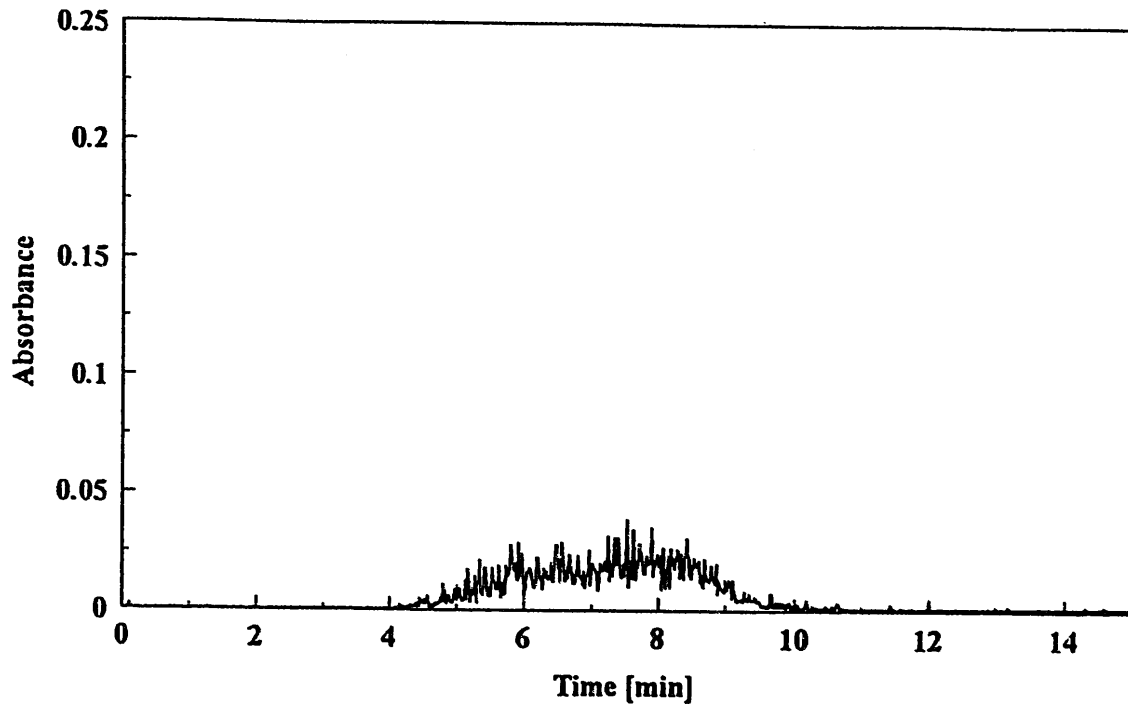


流量 0.17 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置上

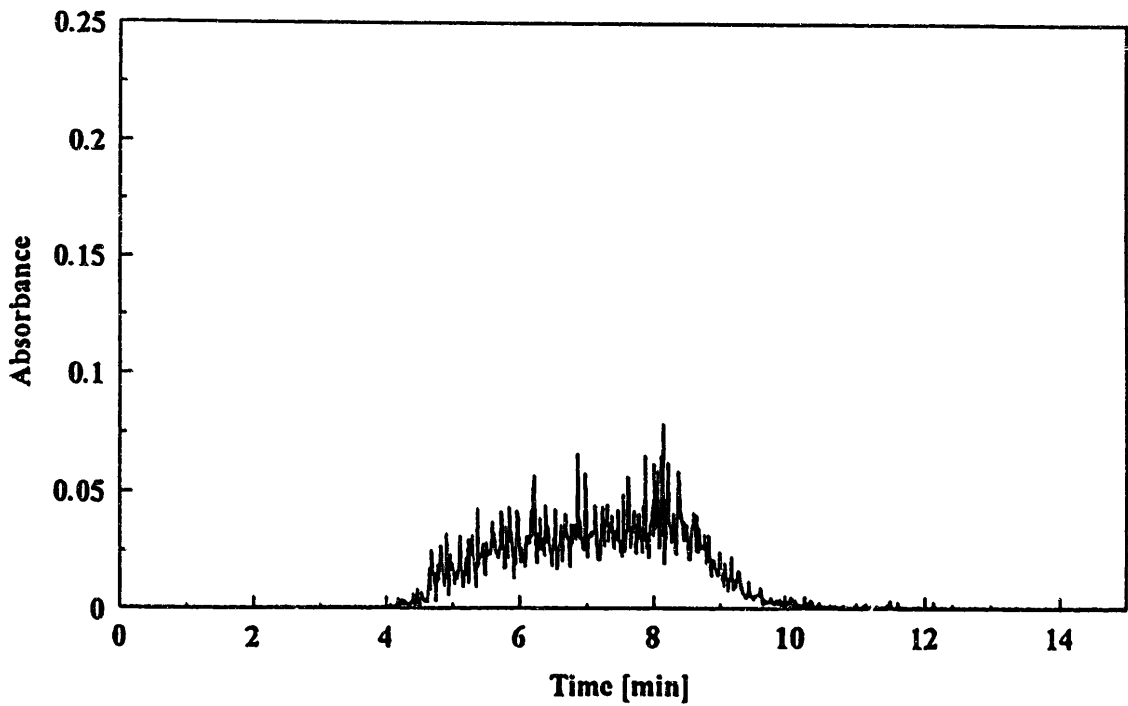


流量 0.17 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (i) 吸光度に及ぼす気泡の影響

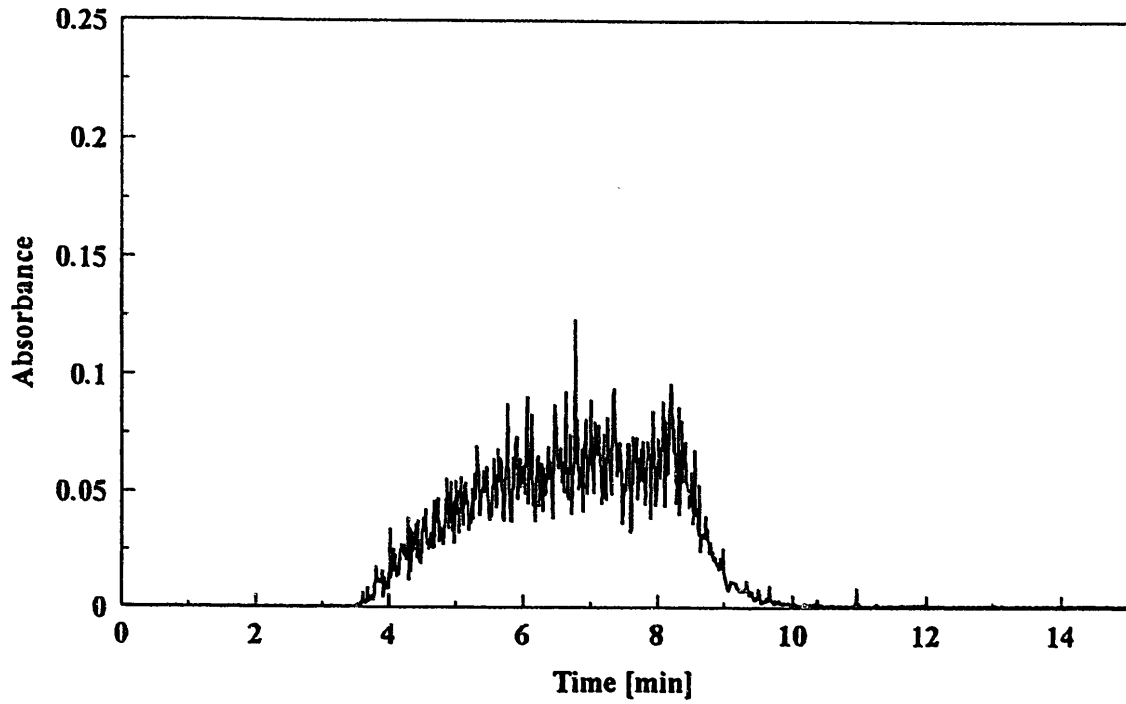


流量 0.24 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置上

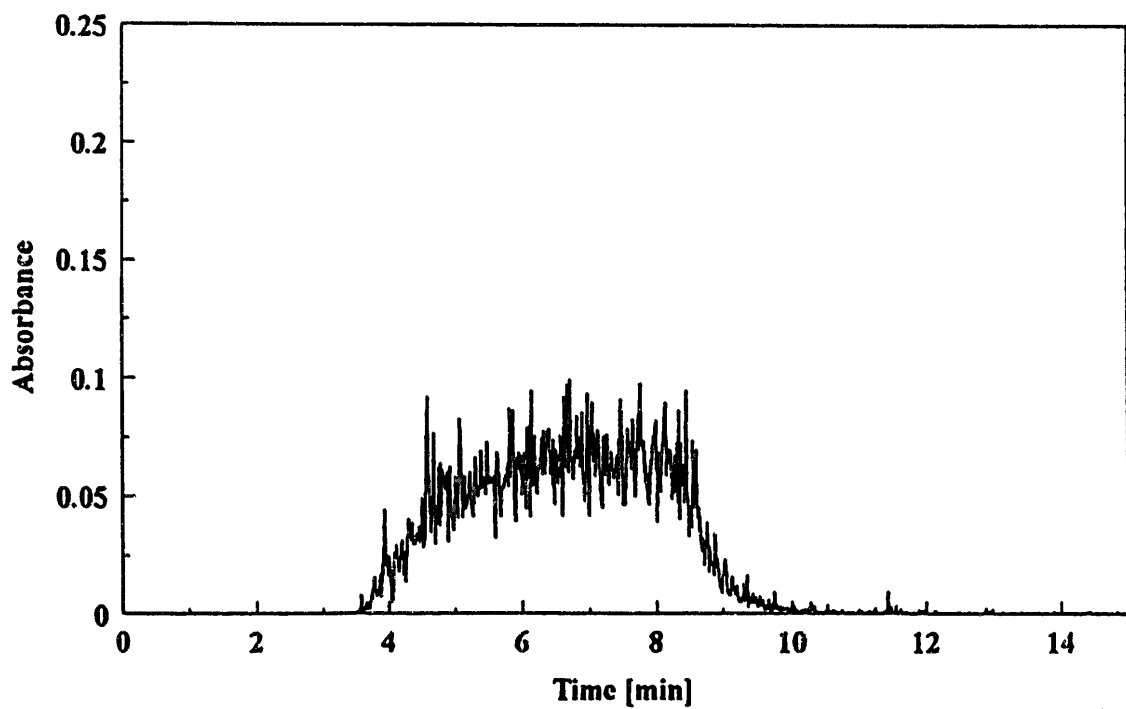


流量 0.24 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (j) 吸光度に及ぼす気泡の影響

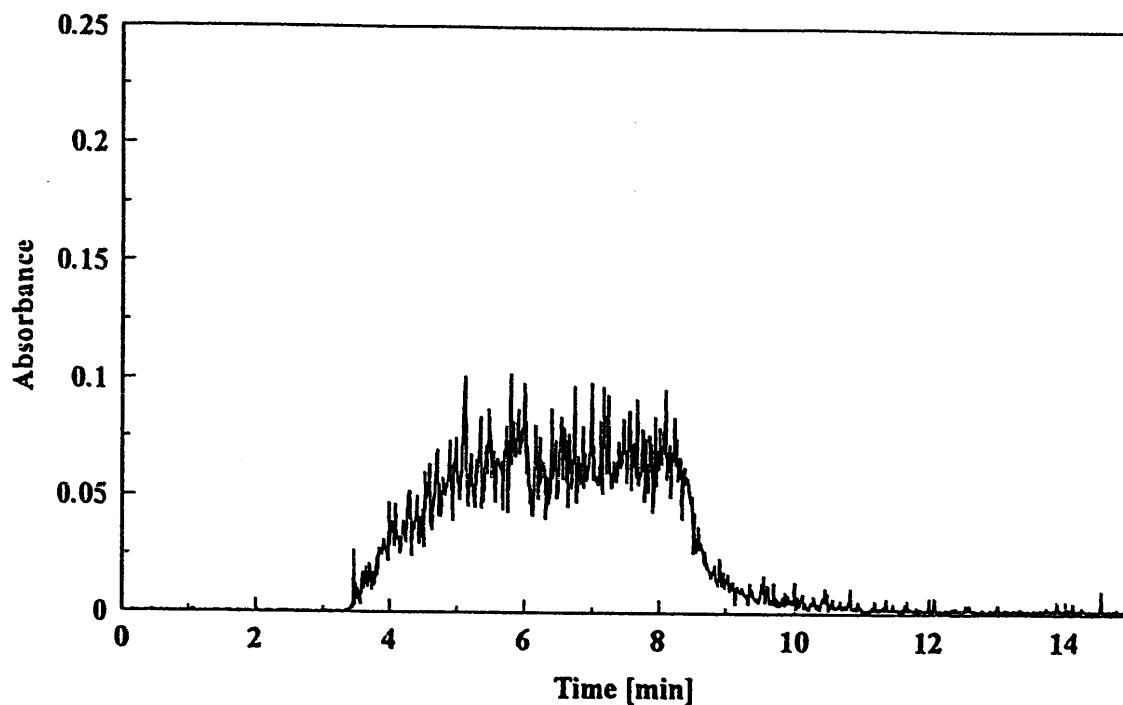


流量 0.36 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置上

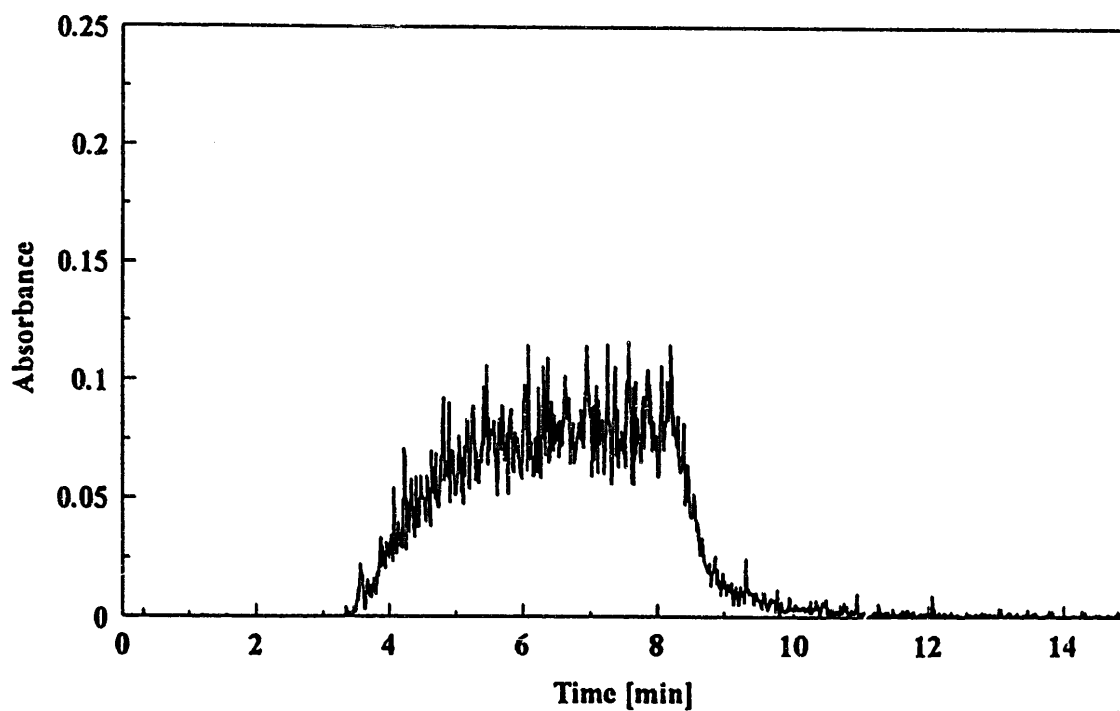


流量 0.36 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (k) 吸光度に及ぼす気泡の影響

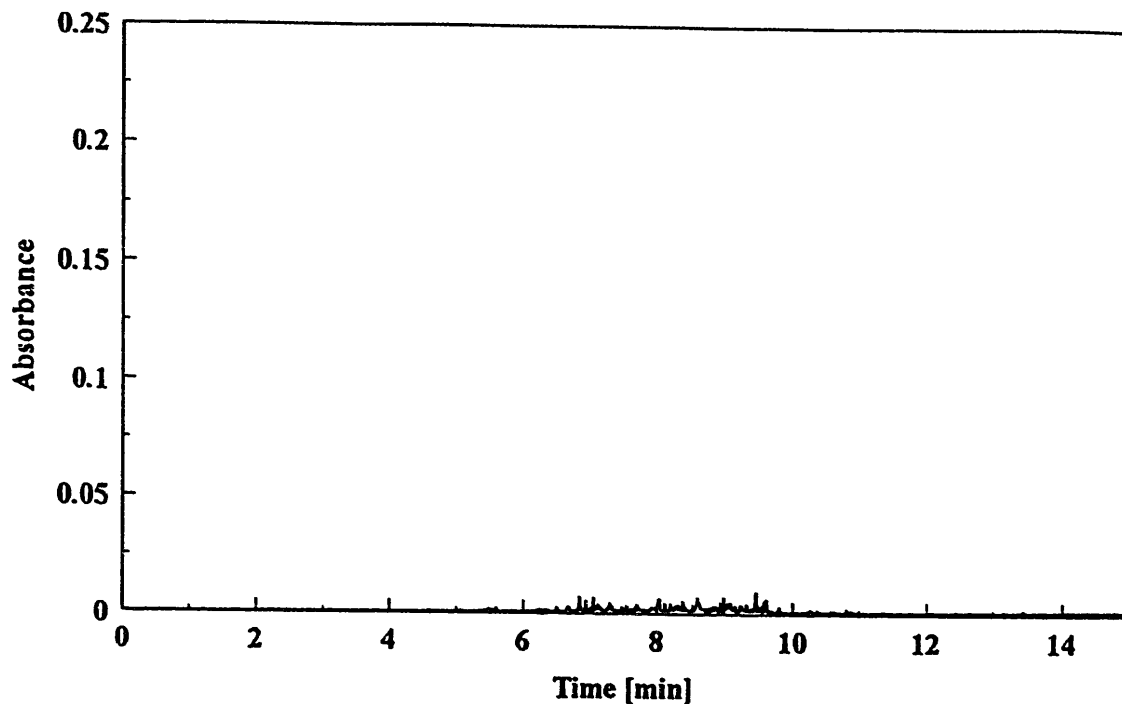


流量 0.56 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置上

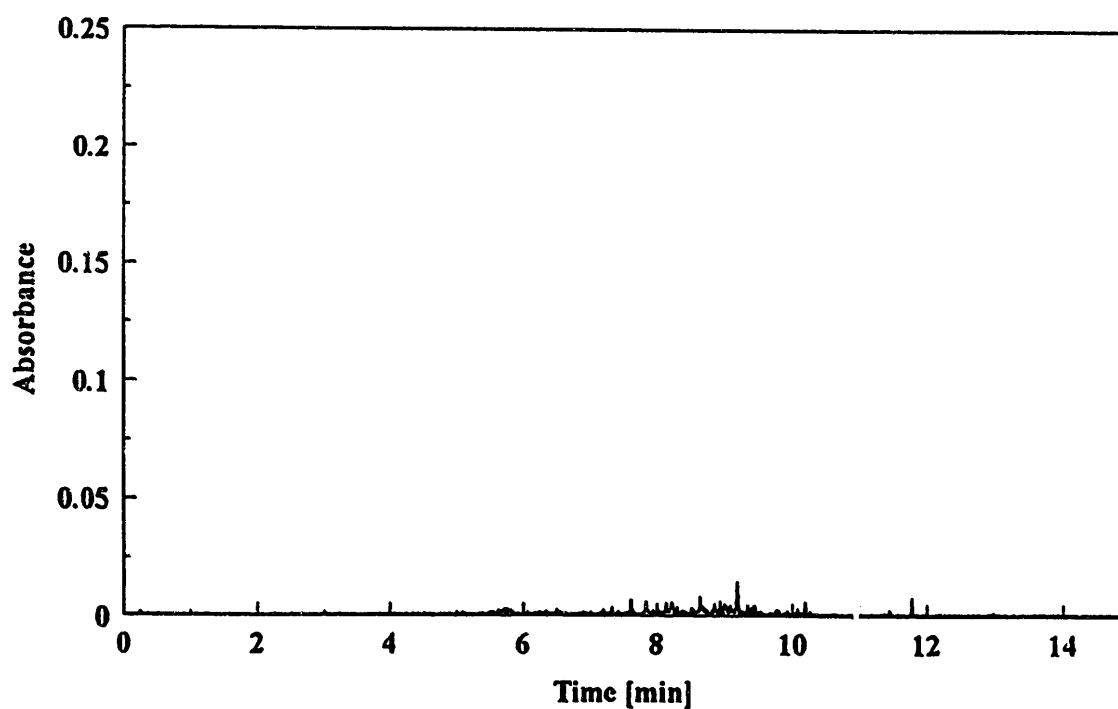


流量 0.56 l/min, ジャマ板 1 枚 (下)、センサーヘッド位置下

図 5-7 (I) 吸光度に及ぼす気泡の影響

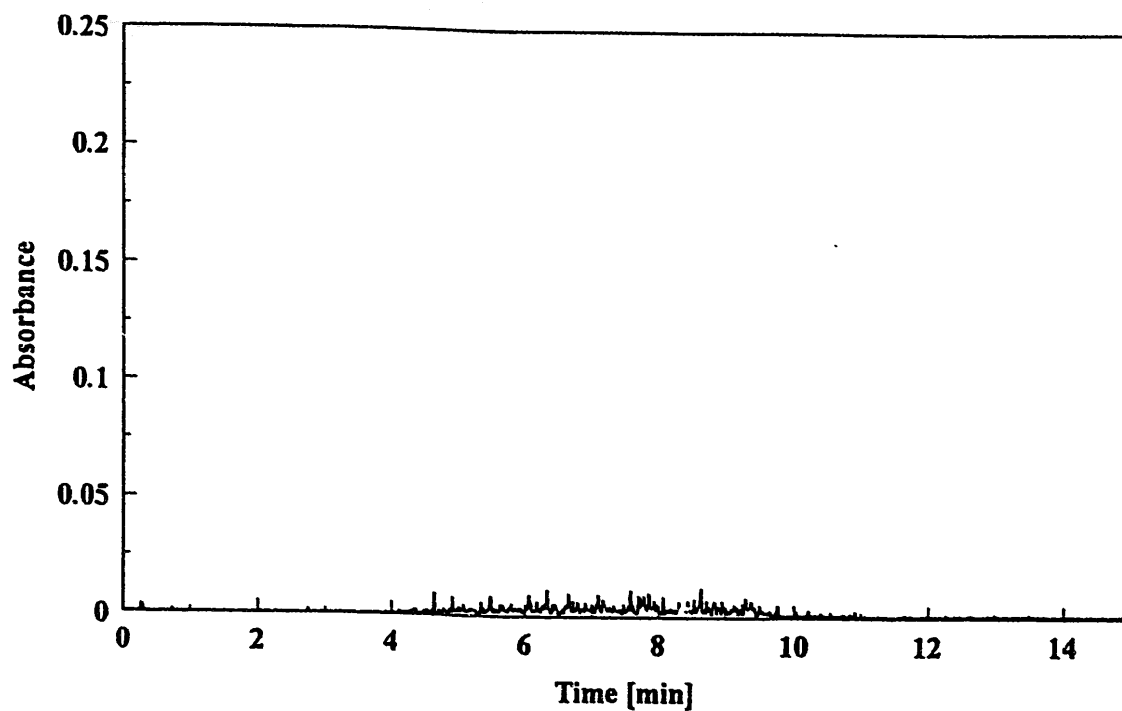


流量 0.17 l/min, ジャマ板 2 枚、 センサーヘッド位置上

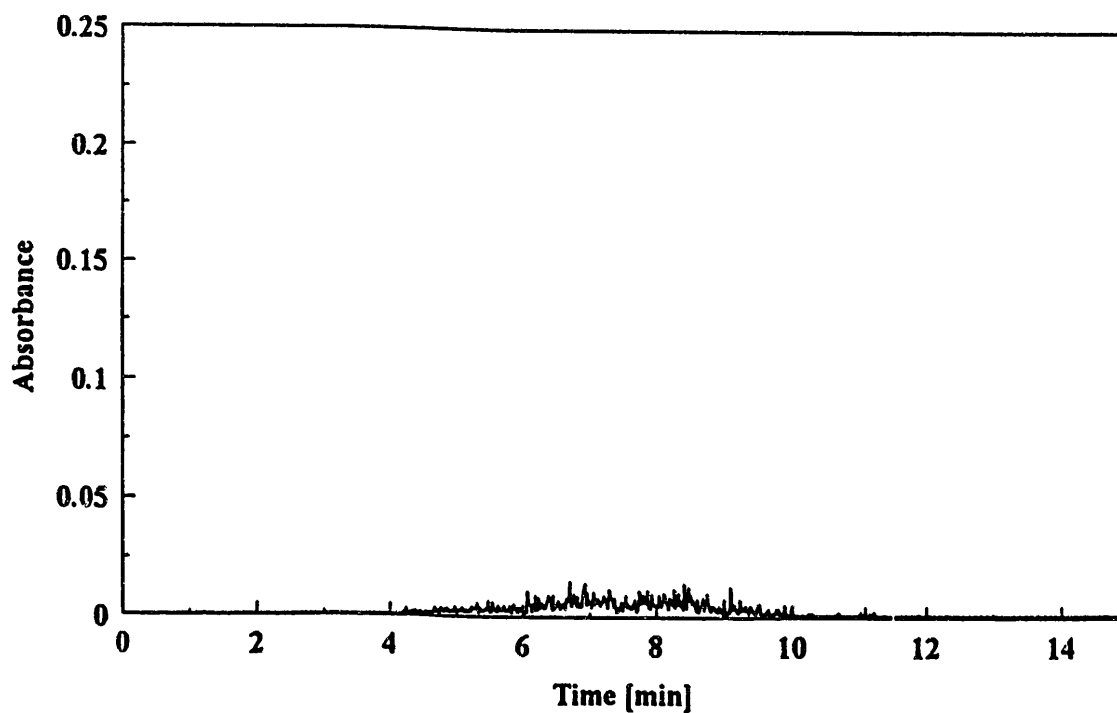


流量 0.17 l/min, ジャマ板 2 枚、 センサーヘッド位置下

図 5-7 (m) 吸光度に及ぼす気泡の影響



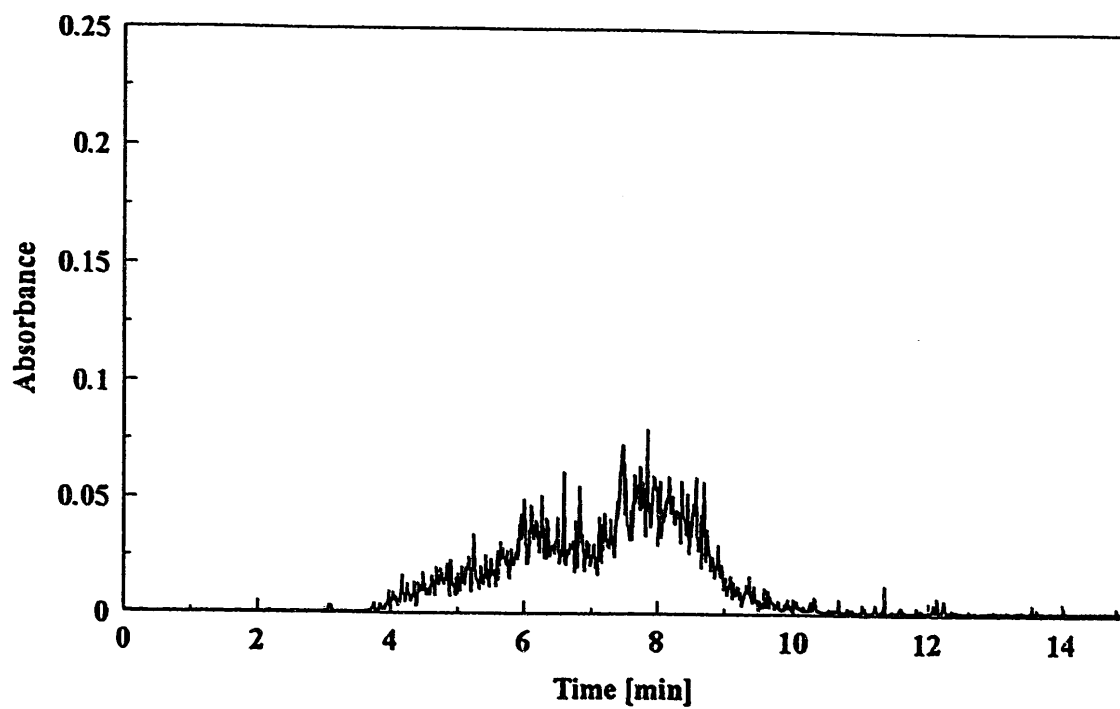
流量 0.24 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置上



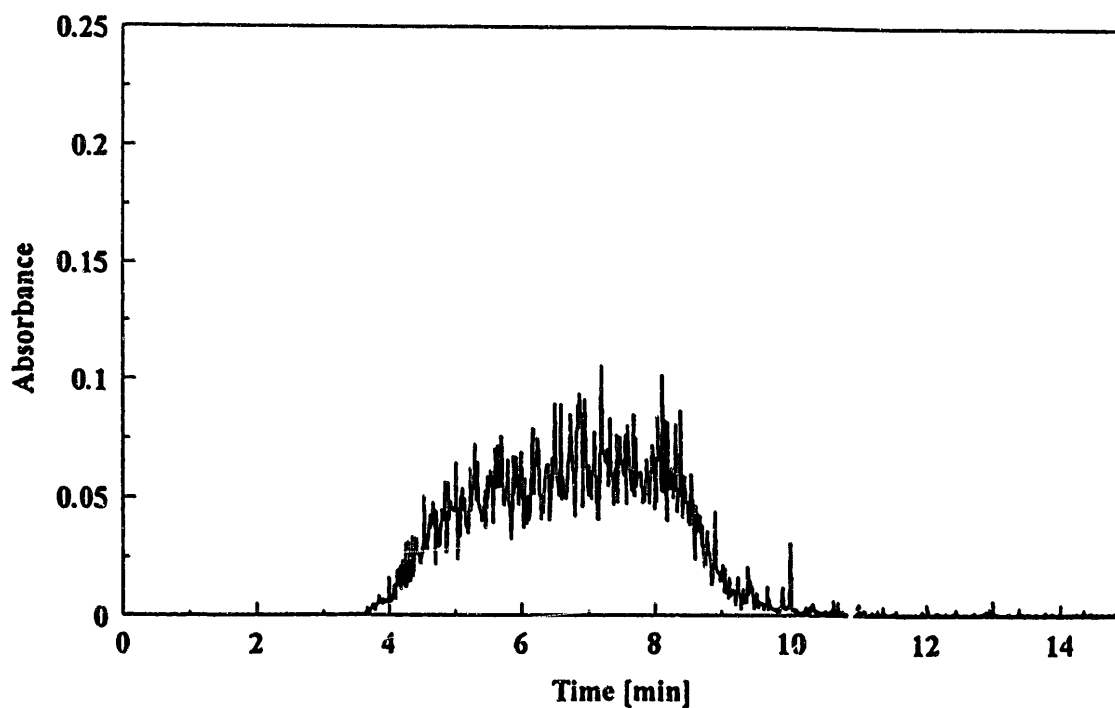
流量 0.24 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置下

図 5-7 (n) 吸光度に及ぼす気泡の影響



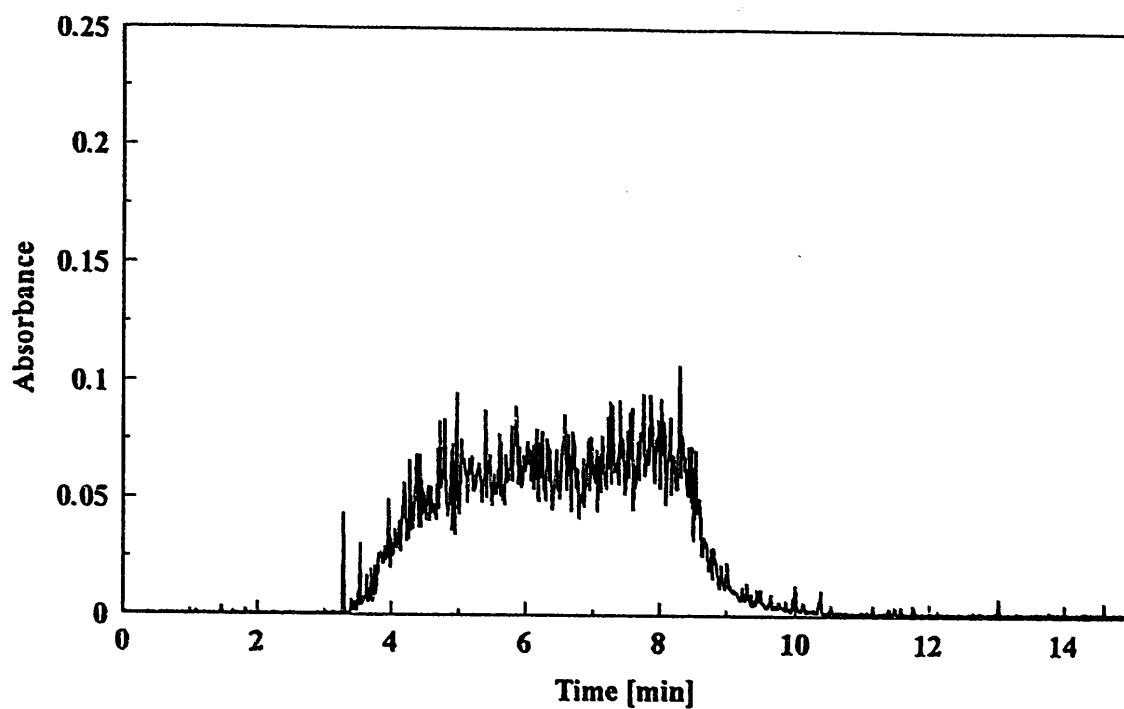


流量 0.36 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置上

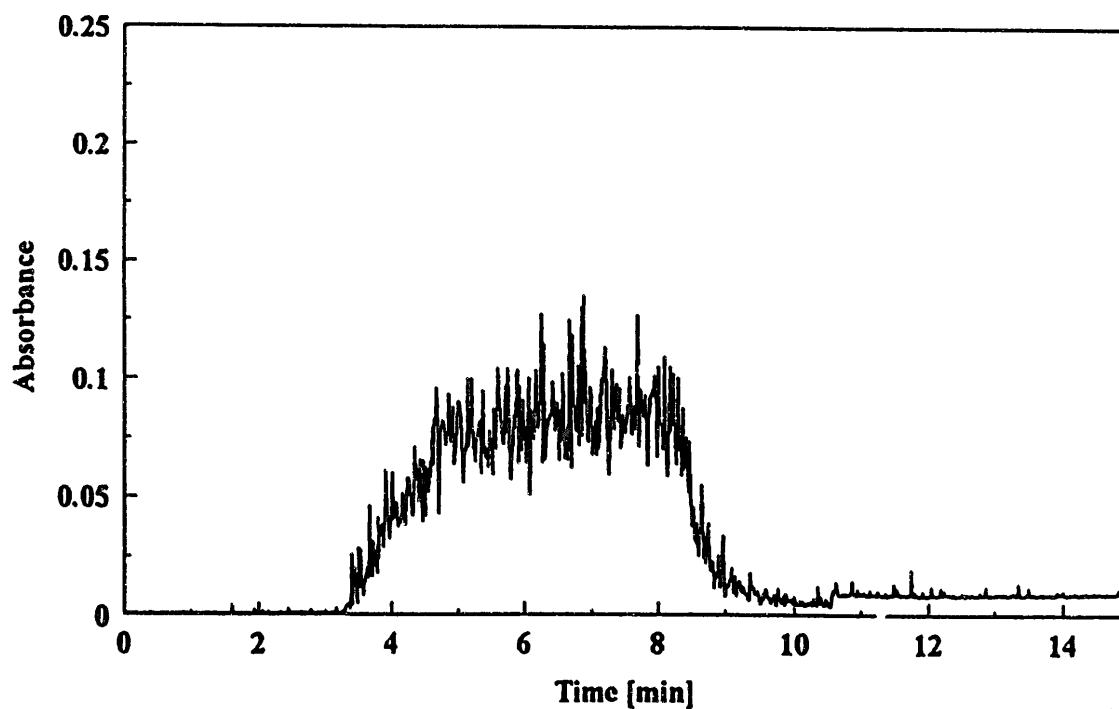


流量 0.36 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置下

図 5-7 (o) 吸光度に及ぼす気泡の影響

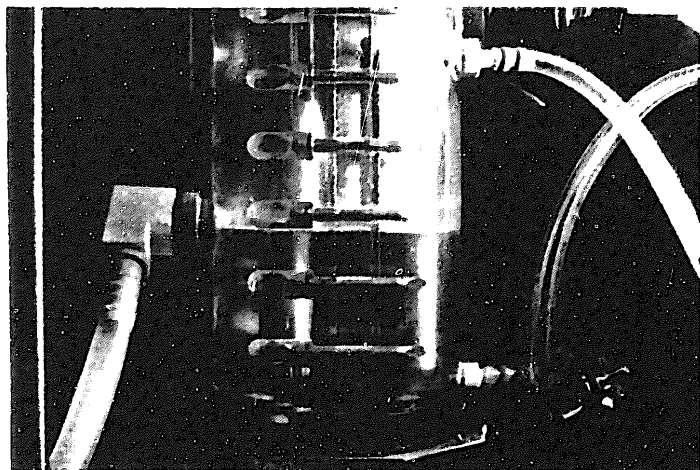


流量 0.56 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置上

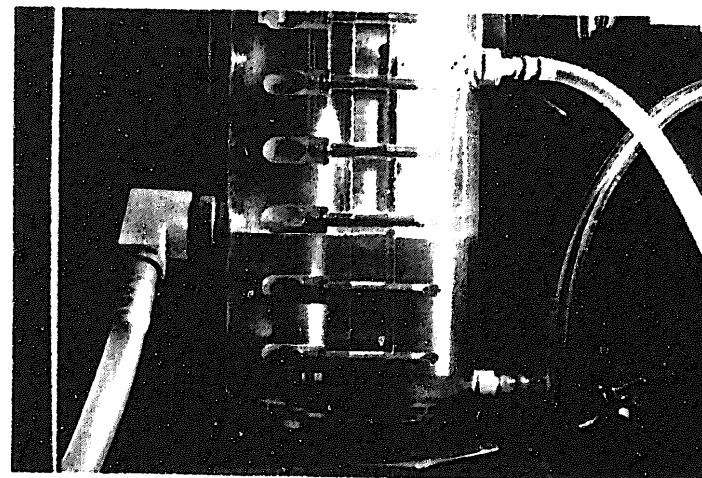


流量 0.56 l/min, ジャマ板 2 枚、センサーヘッド位置下

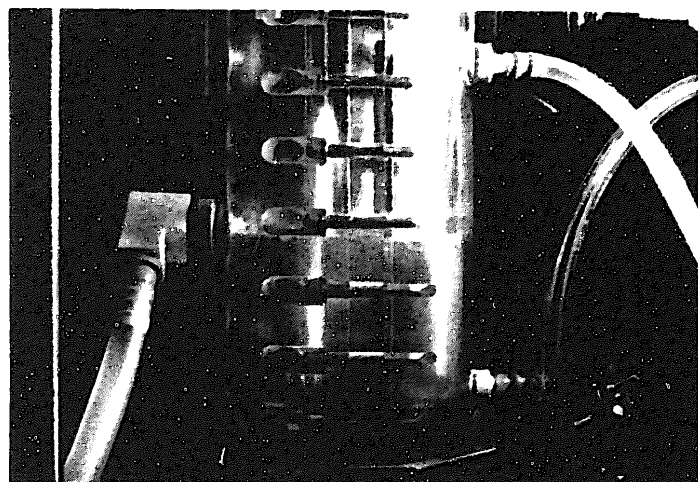
図 5-7 (p) 吸光度に及ぼす気泡の影響



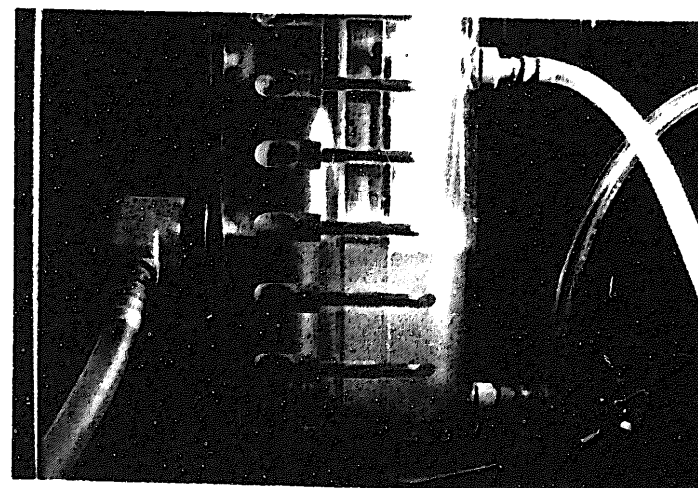
流量 0.171/min



流量 0.241/min

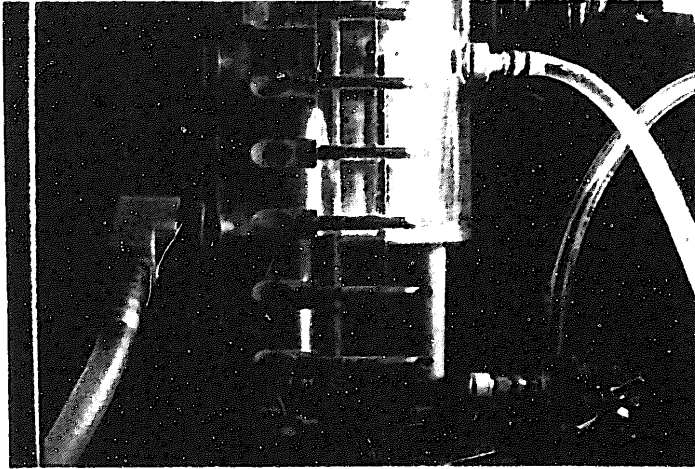


流量 0.361/min

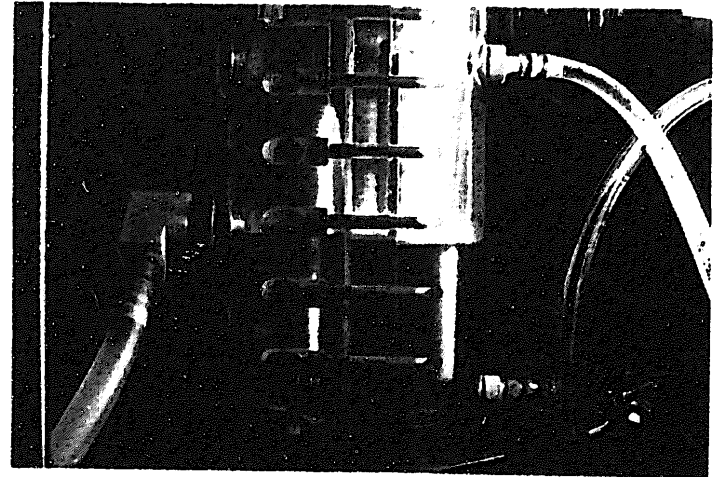


流量 0.561/min

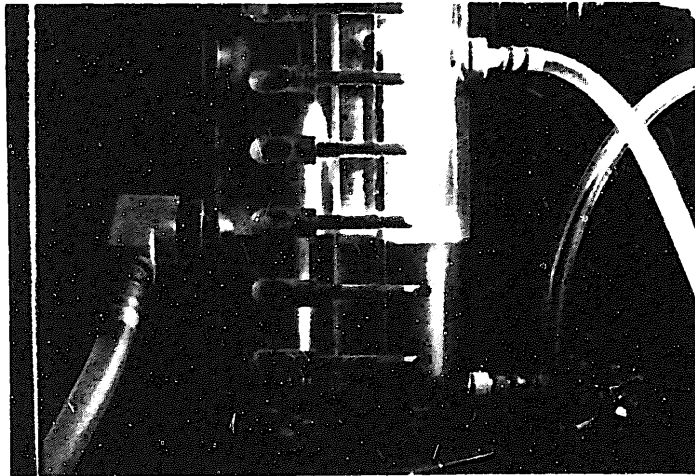
図5-3(a) 気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板なし)



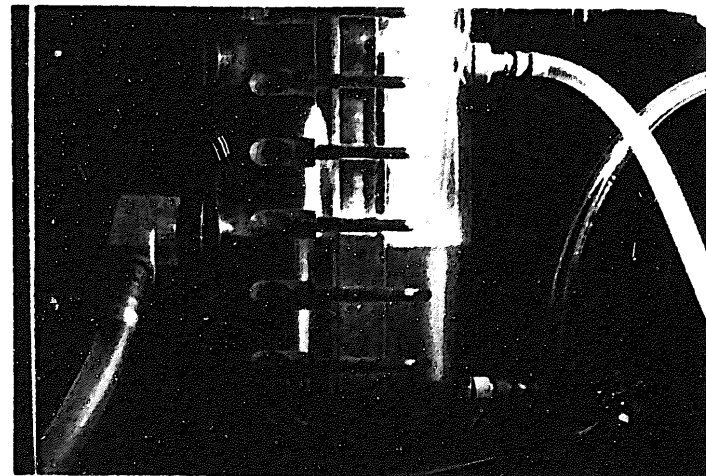
流量 0.171/min



流量 0.241/min

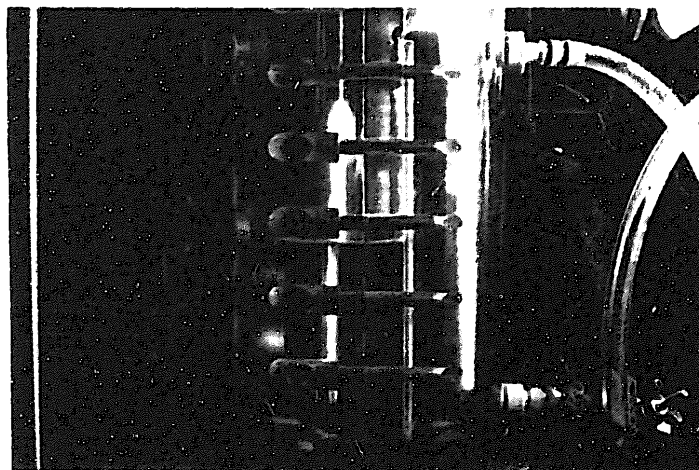


流量 0.361/min

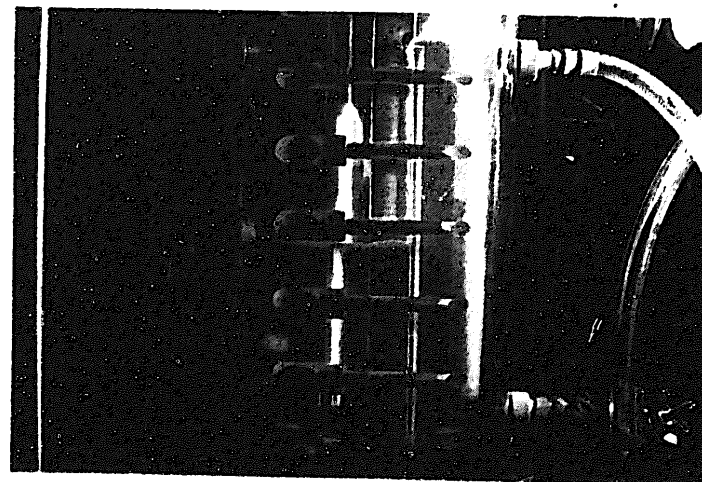


流量 0.561/min

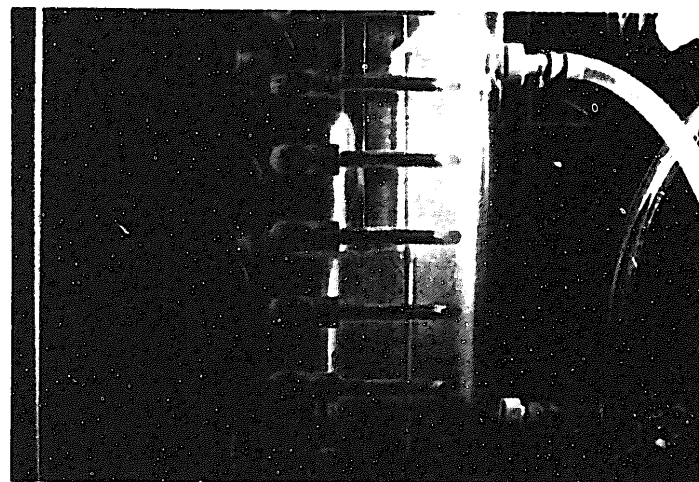
図5-8(b) 気泡除去ポット内の様子(ジマ板1枚(上))



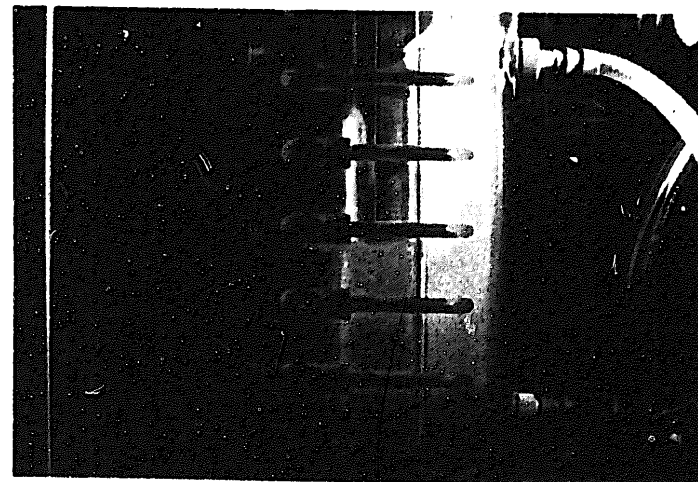
流量 0.171/min



流量 0.241/min

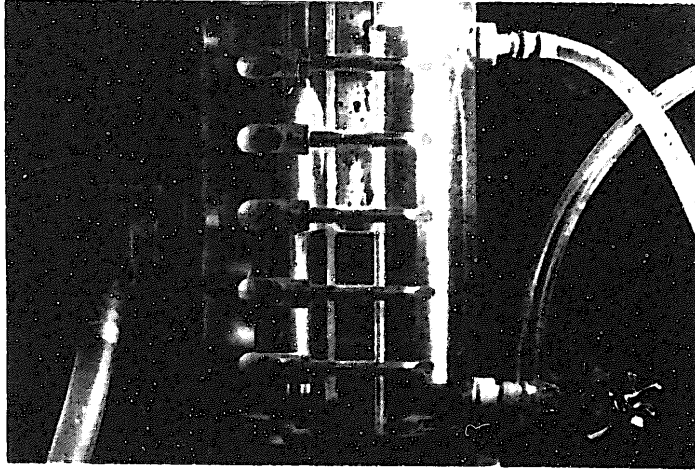


流量 0.361/min

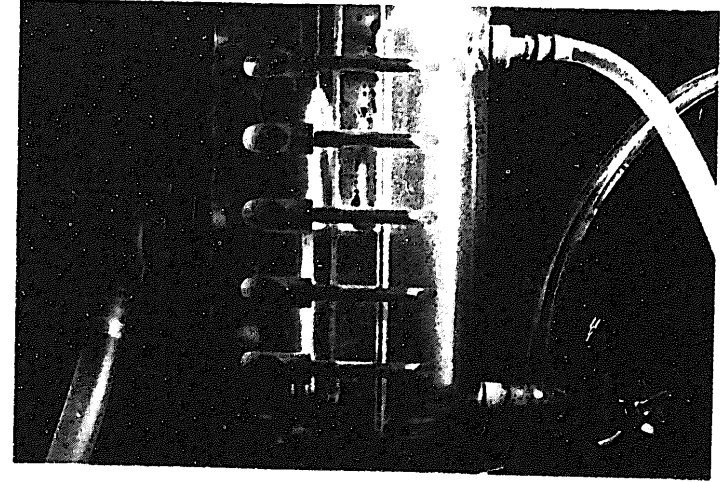


流量 0.561/min

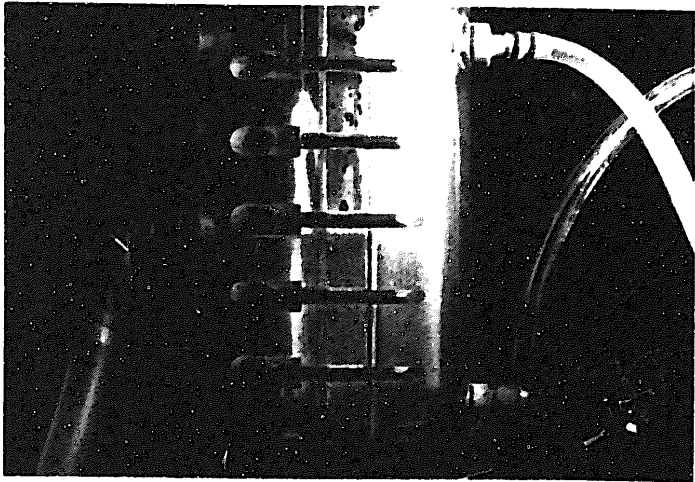
図5-8(c) 気泡除去ホット内の様子 (ジャマ板1枚 (下))



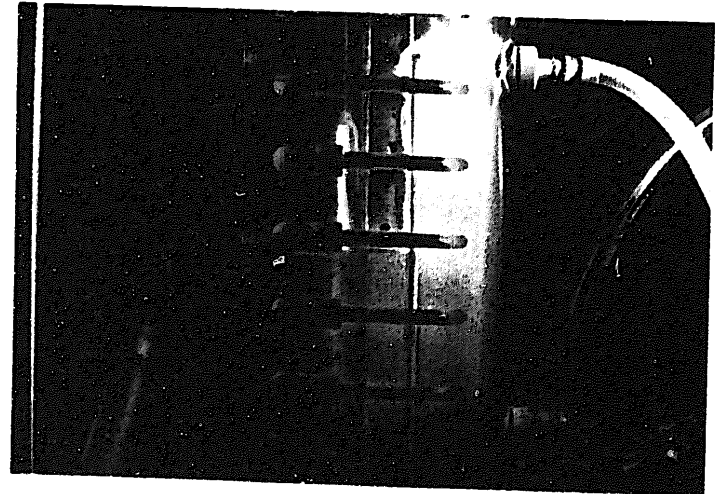
流量 0.171/min



流量 0.241/min



流量 0.361 min



流量 0.561/min

図 5-8(d) 気泡除去ポット内の様子 (ジャマ板 2 枚)

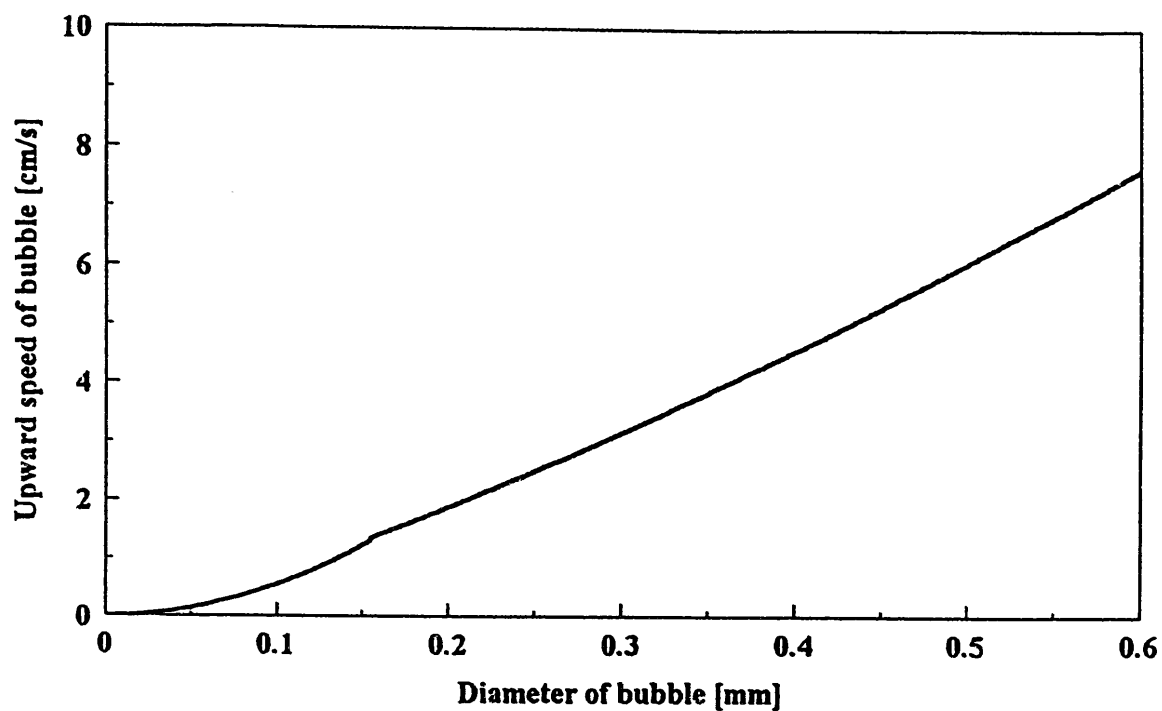


図 5-9 (a) 気泡直径の変化による上昇速度の変化 (溶液：純水)

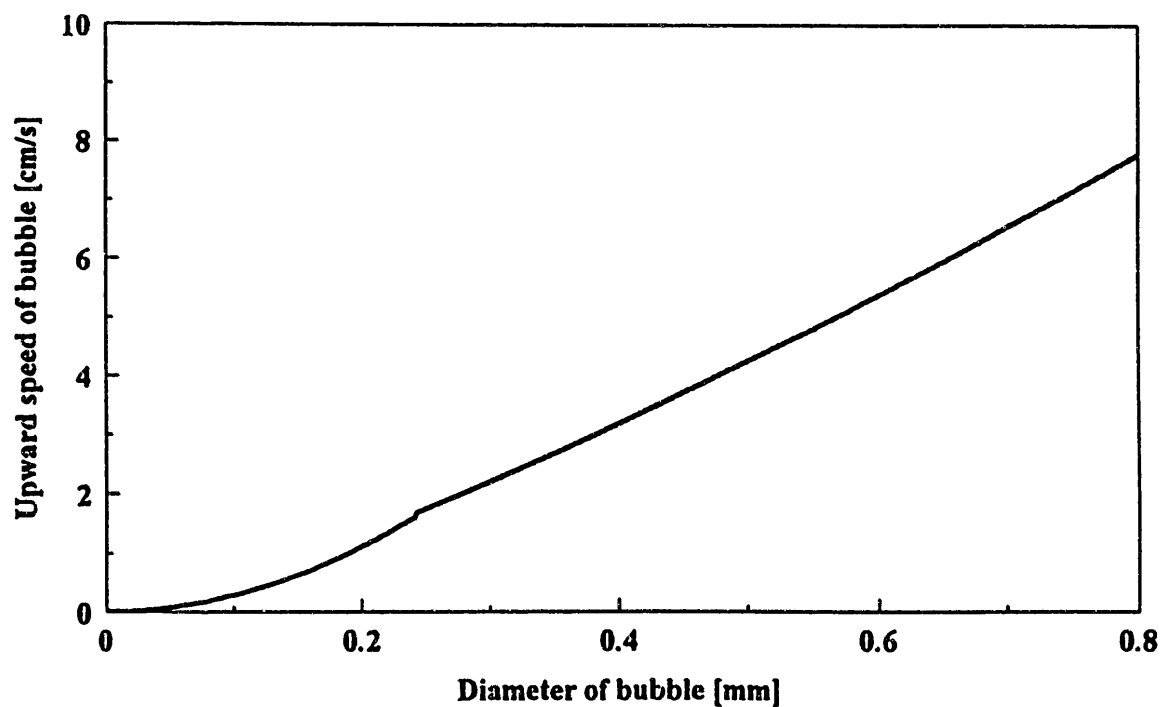


図 5-9 (b) 気泡直径の変化による上昇速度の変化  
(溶液：30% TBP + n - dodecane)

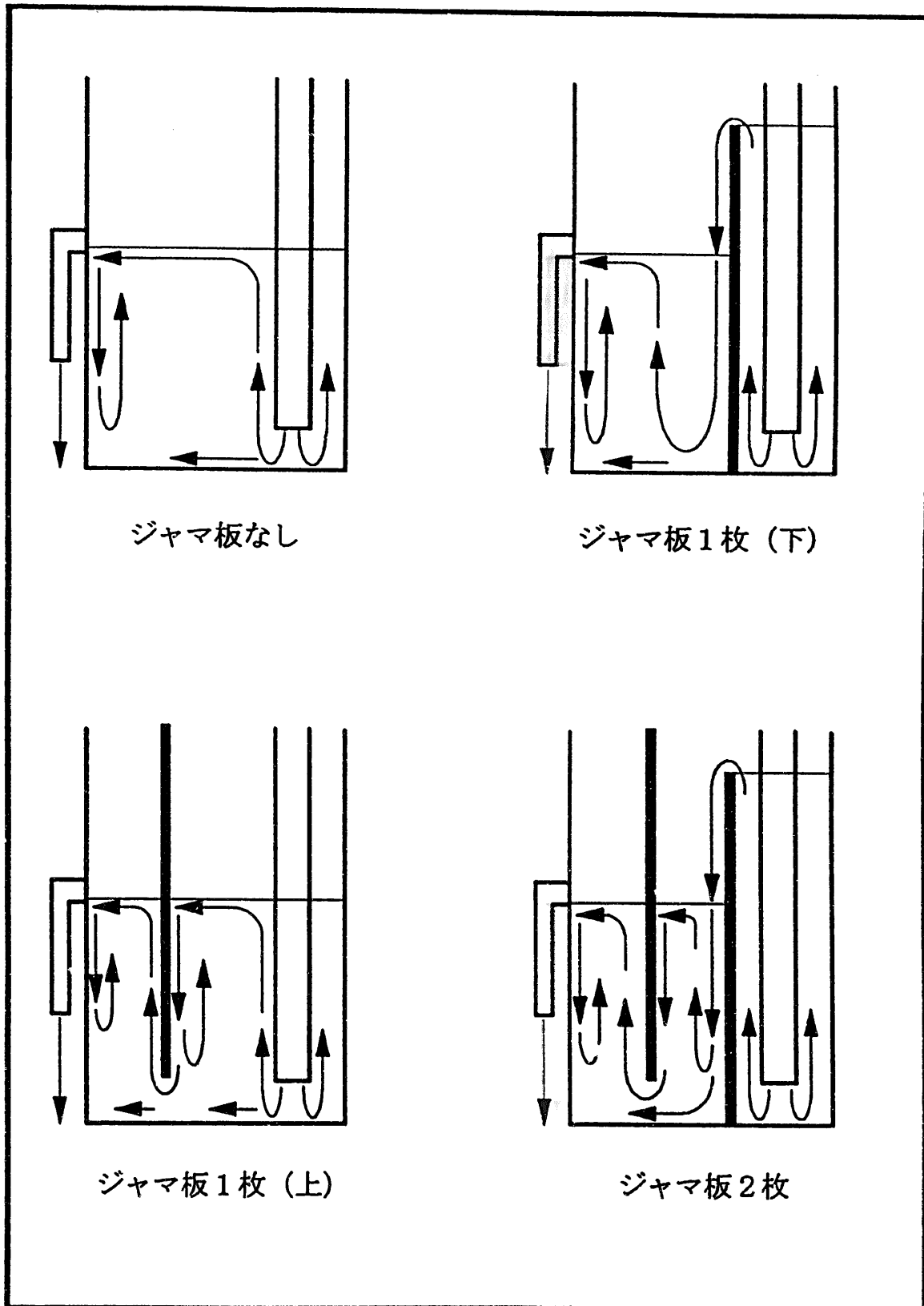
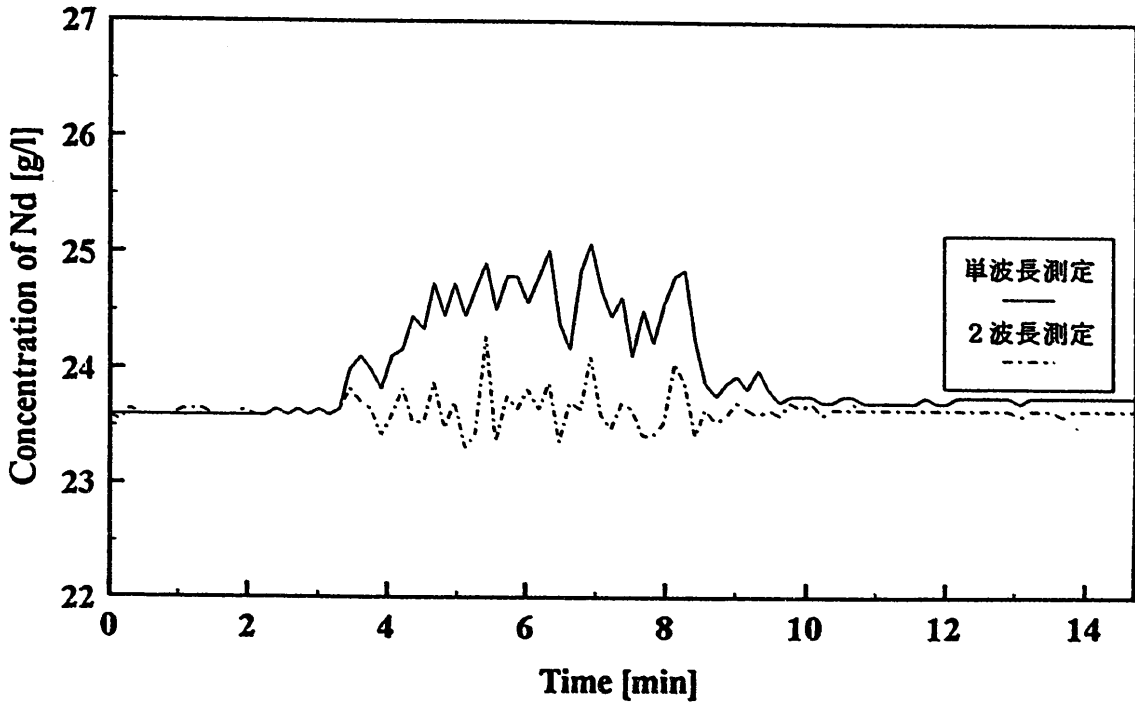
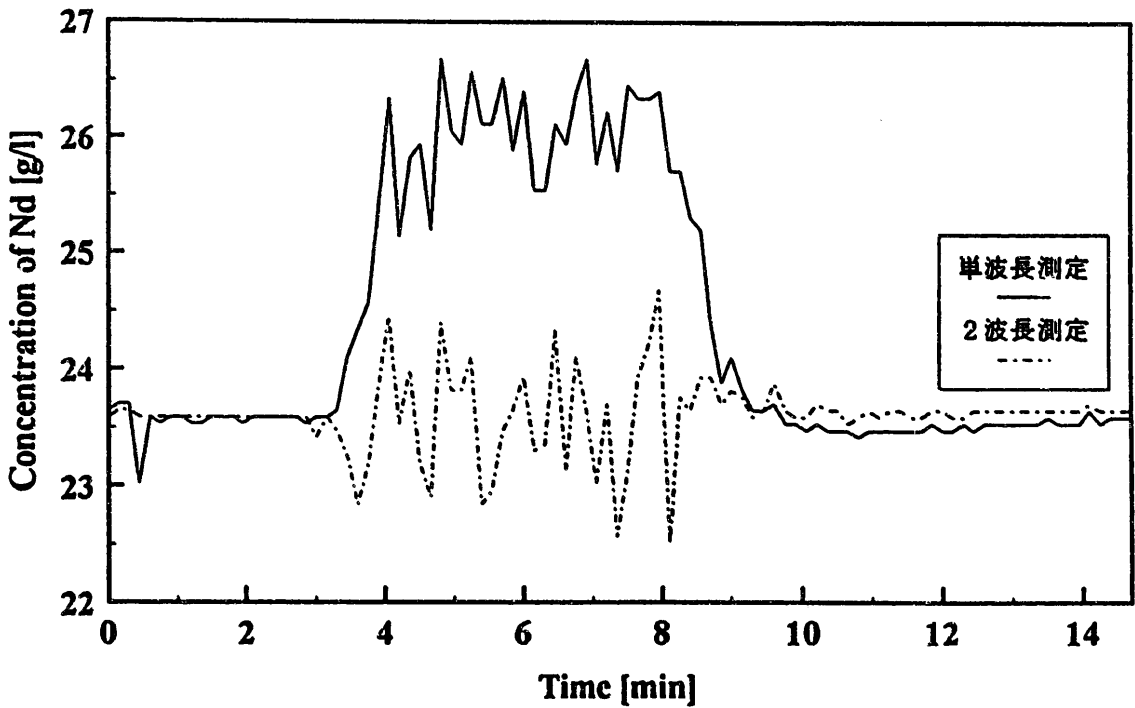


図 5-10 ジャマ板の枚数及び位置の違いによる試料溶液及び気泡の流れの変化



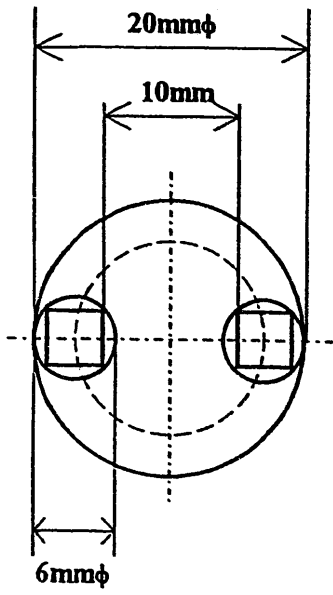


流量 0.36 l/min, ジャマ板 1 枚 (上)、センサーヘッド位置下

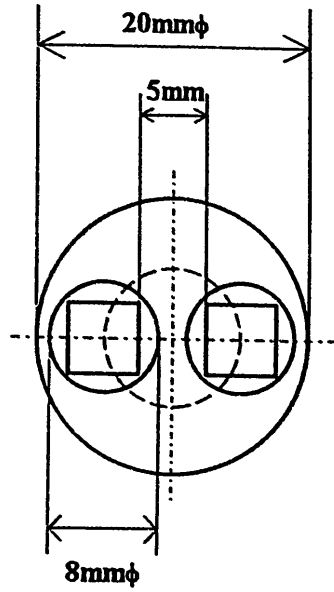


流量 0.56 l/min, ジャマ板なし、センサーヘッド位置上

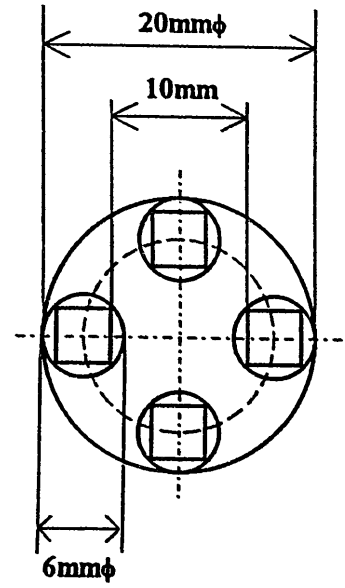
図 5-11 単波長及び2波長測定による Nd 濃度測定



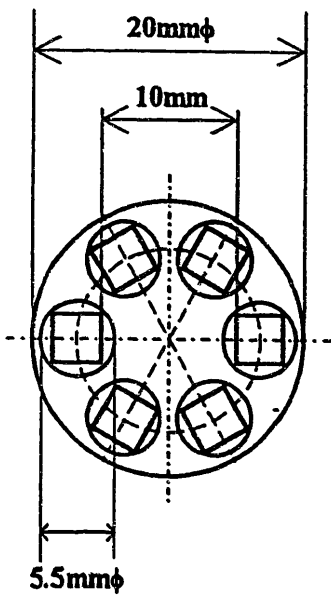
1 対向 (10 mm)  
28.27 mm<sup>2</sup>



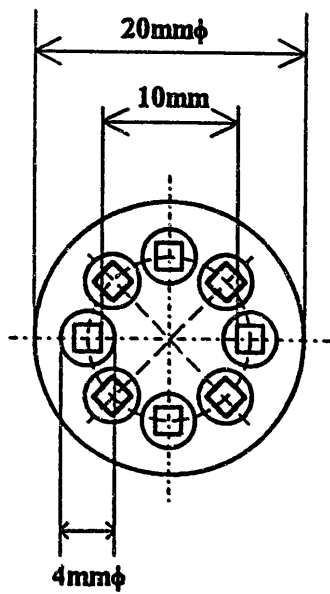
1 対向 (5 mm)  
50.26 mm<sup>2</sup>



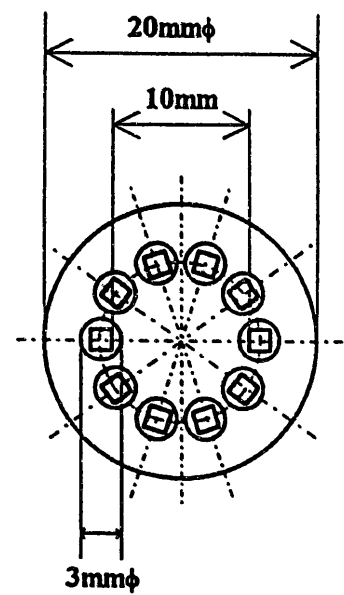
2 対向 (10 mm)  
56.54 mm<sup>2</sup>



3 対向 (10 mm)  
71.25 mm<sup>2</sup>



4 対向 (10 mm)  
50.24 mm<sup>2</sup>



5 対向 (10 mm)  
35.30 mm<sup>2</sup>

図6-1 セルパス構成