

再処理技術開発部  
アクチニドプロセス・分析開発室における技術開発  
— 成果報告書(平成7年度) —

1996年3月

動力炉・核燃料開発事業団  
東海事業所

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒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

Enquires about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section, Tokai Works, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation, 4-33 O-aza-Muramatsu, Tokai-mura, Naka, Ibaraki-ken, 319-11, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation)

再処理技術開発部  
アクチニドプロセス・分析開発室における技術開発  
—— 成果報告書（平成7年度） ——

実施責任者 田中康正

報告者 アクチニドプロセス・分析開発室員

要 旨

再処理技術開発部アクチニドプロセス・分析開発室において平成7年4月より平成8年3月の期間に実施した技術開発に係わる成果の概要について取りまとめた。

アクチニドプロセス・分析開発室では、高速炉燃料再処理技術の高度化を目的としたプロセス技術開発、及びそれらに係わる分析技術開発を推進してきている。また、先進的核燃料リサイクルにおける湿式核種分離技術の開発も進めている。

今年度は、Pu及びNpの共抽出等のピューレックスプロセス高度化試験、TRUEX法、SETRICS法等のマイナーアクチニド分離回収技術開発、新抽出剤の開発、 $\alpha$ モニタ、抽出錯体構造解析、RETF関連分析確認試験等の分析技術開発、所内各部室の研究開発支援分析、先進的核燃料リサイクル技術開発を進めるためにCPF設備改造に係わる詳細設計等を実施してきた。

本報では、これらの技術開発の経緯と主要な成果について取りまとめた。また、技術開発の進展に不可欠な施設の維持・管理・利用及び改造計画についても、合わせて示した。

## 目 次

はじめに .....	1
1. 先進プロセス研究開発 .....	2
1.1 ピューレックスプロセスの高度化 .....	2
1.1.1 FBR燃料の溶解基礎試験 .....	2
1.1.2 Pu及びNpの原子価調整と共抽出ホット試験 .....	9
1.1.3 Pu溶液化学基礎試験 .....	18
1.2 マイナーアクチニド分離回収技術開発 .....	22
1.2.1 TRUEX法 .....	23
1.2.2 SETFICS法 .....	25
1.2.3 Am/Cm分離法 .....	28
1.3 新抽出剤の開発 .....	33
1.4 窒化物燃料再処理基礎試験 .....	37
1.5 晶析法を応用したプロセス改良研究 .....	42
2. 分析技術開発 .....	45
2.1 $\alpha$ モニタ開発 .....	45
2.2 蛍光K-EDGE開発 .....	52
2.3 フォトメータ開発 .....	57
2.4 セル内発光分析装置開発 .....	62
2.5 オフガス中の $^{14}\text{C}$ の分析方法 .....	65
2.6 溶解液中の $^{129}\text{I}$ 分析法開発 .....	69
2.7 NMRによる抽出錯体構造解析 .....	74
2.8 溶媒劣化に関する基礎研究 .....	80
2.9 RETF関連分析確証試験 .....	86
2.9.1 ハル中のU, Pu分析法関連模擬ハルを用いた溶解法の検討 .....	87
2.9.2 硝酸・ヒドラジン共存下でのしょう酸の分析 .....	92
2.9.3 U, Pu, 硝酸, HAN, ヒドラジン共存下でのアンモニウムイオンの分析 .....	97
2.9.4 U, Pu原子価分析 .....	100
2.9.5 HAN, HDZ, $\text{HN}_3$ の分析確証試験 .....	105
2.9.6 全 $\beta$ 分析確証試験 .....	108

3. 支援分析 .....	112
3.1 CPFでの支援分析 .....	112
3.2 A棟, B棟での支援分析 .....	145
4. CPF改造 .....	152
4.1 設計業務 .....	152
4.1.1 高レベル放射性物質研究施設 (CPF) - A系列設備改造設計 .....	152
4.1.2 インセルクレーンの補修工事に関する設計 .....	162
4.2 解体・除染試験 .....	167
5. 保安関係 .....	174
5.1 施設維持管理 .....	174
5.1.1 高レベル放射性物質研究施設 (CPF) .....	174
5.1.1.1 概要 .....	174
5.1.1.2 施設・設備の管理 .....	174
5.1.2 A棟 .....	192
5.1.3 B棟 .....	208
5.2 教育訓練等の実施状況 .....	227
6. その他 .....	232
6.1 業務改善提案 .....	232
6.2 社外委員会等の状況 .....	233
6.3 対外協力 .....	237
7. 参考資料 .....	238
7.1 アクチニドプロセス・分析開発室の主要構成員の変遷 .....	238
7.2 アクチニドプロセス・分析開発室における平成7年度成果物一覧 .....	238

## はじめに

アクチニドプロセス・分析開発室(AAS: Actinide Recycle Process and Analysis Development Section)は、平成元年4月の組織改正により発足した再処理技術開発部傘下の一室として設置されたプロセス分析開発室を引き継ぎ、平成7年4月に現名称に変更して新たに発足したセクションである。

この間、高速炉燃料再処理技術に関するプロセス開発、分析技術開発等に取り組んできた。プロセス開発については、CPFでのホット基礎試験を中心にプロセス改良・高度化を進めている。特にここ最近では、次世代の先進的核燃料リサイクル技術の確立を目指した研究開発の一環として、工程の簡素化を目指した研究や、Np、Am、Cmなどマイナーアクチニドの挙動に着目した新分離・回収技術の開発にも取り組んでいる。この辺の意識が現室名にも採り入れられたものと考えられる。現在、従来から実施している技術開発を継続しつつ、先進的核燃料リサイクル技術に関する分離技術の開発に重点を置いた新しいフェーズに入る時期にきている。

分析技術開発としては、プロセス開発に不可欠なものや、RETFの設計・建設に向けた $\alpha$ モニタ、K-エッジ等の分析機器開発及び分析確証試験、NMRによる抽出錯体の構造解析等を進めている。RETF向けの機器開発はほぼ終了する段階にきている。今後プロセスの高度化と連携した分析技術の開発に重点を移していく計画である。

これまでに得られた個々の技術開発の成果は、多くの技術資料として取りまとめてきた。しかし、室全体の年間の成果を資料化したことはなかった。今後の展開を図るためにも必要と考え、平成7年度よりAASの研究開発業務の概要をまとめることとした。合わせて技術開発を支える施設の運転・管理結果も報告する。

## 1. 先進プロセス研究開発

### 1.1 ピューレックスプロセスの高度化

現行の再処理技術として採用されているピューレックスプロセスを将来的な視点に立ったより高度化されたプロセスとするため、溶解、抽出、分離に関する個々の要素技術の開発を進めるとともに、核不拡散性を向上させるためのU/Pu/Np共抽出に関する技術開発を行うことを目標に平成7年度の研究開発を開始した。

#### 1.1.1 FBR燃料の溶解基礎試験

##### 1.1.1.1 開発の経緯および概要

CPFにおけるRBR燃料の溶解試験は1982年にスタートし、常陽「MK-I」、「MK-II」及び仏国のPhenix等で照射したさまざまな燃料を回分式溶解試験装置により溶解し、溶解速度をはじめ溶解性などの各種基礎データを採ってきた。

これらのデータはシミュレーションコードに反映できる速度式として解析・評価してきており、溶解槽設計のシミュレーションコードにも応用されてきた。

しかしながら、RETF溶解槽はCPF溶解基礎試験装置と異なりスパイラル式の8段型連続溶解槽であるため、CPFにおける試験も従来の回分式からRETFの連続溶解槽の任意の段の溶解反応に着目した模擬連続系に移行し、これまでに加えてより幅広いデータ確保に努めてきた。

また、改造後のセル内での使用を目指し、5段からなる小型連続溶解槽の設計ならびに試作を進めた。

##### 1.1.1.2 研究開発成果

###### 1) 研究開発の目標

- ・RBR燃料の回分式溶解基礎データの採取ならびにシミュレーションコードへの反映を目指した溶解速度式導出への評価・解析
- ・連続溶解系への応用
- ・新溶解技術開発への着手（電解溶解）
- ・小型連続溶解槽の設計と試作
- ・剪断および溶解工程における $^{85}\text{Kr}$ 放出挙動把握
- ・溶解液の小型遠心清澄機の設計・製作

## 2) 開発の現状

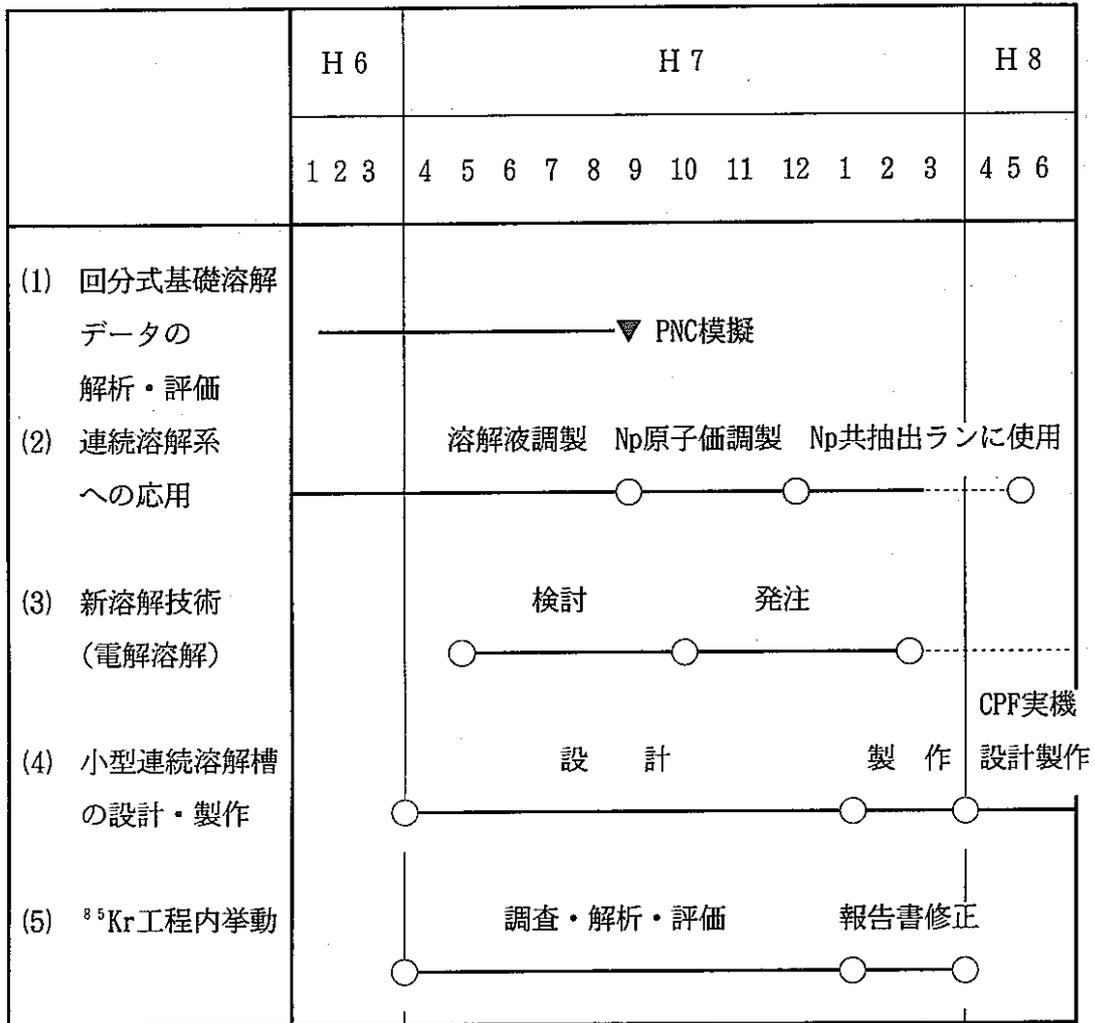
平成6年度まで実施してきた回分式溶解に関する基礎データの総合的評価を進めた。本評価により、これまで継続してきた回分式溶解に関してシミュレーションコードへの反映可能な速度式を導出するとともに回分式溶解基礎試験装置の改良を図り、溶解硝酸および溶解液を連続的に供給/抽出することを可能とした。

また、セル改造後の溶解試験に供するため、5段からなる小型連続溶解槽の設計ならびに試作を進め、今年度内には作動確認に入る予定である。本小型連続溶解槽についてはセル内で使用する実機的设计・製作に反映させる予定で進めている。

一方、新溶解技術開発への着手を目指し、ビーカースケールの電解溶解基礎試験装置の設計・製作を進めている。本装置は平成8年度末に入荷予定であり、改造後のセル内で新溶解技術開発に供する。

本年度は溶解並びに剪断オフガスに関する研究についても進め、主にCPF ホット試験の実績を重視し、剪断時および溶解時における $^{85}\text{Kr}$ の工程内挙動についてのホット試験結果とともに詳細な検討を行った。

3) 開発スケジュール



#### 4) 主要な成果

これまでの主要な成果は以下に示すとおりである。

- (1) 回分式溶解基礎試験結果に総合的な解析・評価を加え、これまで求めてきた溶解速度式の充実を図った。
- (2) これらの基礎データと比較評価を行うため、模擬連続系での基礎データを採取した。この結果、回分式とほぼ同じ速度であることを確認した。これによって、これまで CPF ホットデータをもとに導出してきた溶解速度式が連続系においても採用可能であることが分かった。
- (3) 模擬連続溶解における溶解オフガス中の<sup>85</sup>Kr放出パターンは、図 1. 1. 1. 1 及び図 1. 1. 1. 2 に示すように回分式溶解とは異なり、溶解の初期から中期まではほぼ一定に推移し、終期にかけては低下している。その原因としては溶解初期条件の違い等が考えられる。
- (4) 剪断および溶解工程におけるオフガス放出挙動の調査として、CPF でのホット試験結果のうち、これらに着目し評価・解析を進めた。

燃焼度の上昇に伴って剪断時における<sup>85</sup>Krの放出割合は増加し、燃焼度が約 100,000 MWd/tにおいてはその90%以上が剪断時に放出されることが判明した。すなわち、剪断法の改良によって、高濃度<sup>85</sup>Krを希釈せずに処理回収することの可能性について示唆された。

- (5) RETF溶解槽のバックアップデータ採取とCPF での溶解試験への実用を目指した、5段からなる小型連続溶解槽の設計及び試作を進めてきた。

次年度はCPF での実用機の設計・製作に移行し、セル改造後の試験に供する。

- (6) Agを触媒として電解系での溶解試験が実施できる小型試験装置の検討ならびに設計・製作を進めてきた。本装置の完成は平成8年度末である。

- (7) その他、溶解液の清澄機の設計および製作を進めた。本機は小型の遠心式清澄機であり、遠心力等についてはRETFの運転条件をカバーするよう設計した。ロータ内径が約10 cmの上向きタイプの小型連続式である。なお残渣の洗浄回収も容易とした。

駆動は電気式モーターであり、ローター下部シャフトにモーター機能をもたせたものである。本機の完成は平成8年末である。

#### 5) 成果の評価

- (1) 模擬連続系での溶解試験結果を解析・評価した結果、その速度は回分式溶解とほぼ同じ傾向にあることが確認された。したがって、CPF ホットデータをもとに導出した溶解速度式は連続系においても適用できる見通しを得た。
- (2) 照射済燃料の剪断・溶解工程において放出される<sup>85</sup>Krは、燃焼度によってその放出特性が異なり、燃焼度の上昇に伴って剪断時の放出割合が増加する。すなわち、高燃焼度

燃料の場合、剪断法の改良により高濃度の<sup>85</sup>Krの処理回収が可能となる。

#### 1.1.1.3 今後の開発課題等

照射済燃料の溶解に関しては、小型連続溶解槽を用いた溶解試験データを解析・評価することにより、溶解方法の違いによる溶解特性の差異を確認するとともに、CPF データより導出した溶解速度式の連続系への対応を図る。

また、小型遠心清澄機の開発を進め、RETFの運転領域での分離特性等を確認・評価するとともに、容易で確実な残渣の回収および洗浄法の検討を行う。

## 1.1.1.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
(1) 回分式溶解基礎試験結果の評価・解析 (2) 模擬連続小型溶解槽による溶解試験	柴田 淳広 坂井 敏幸 根本 慎一
(3) 電解溶解槽基礎試験装置の検討並びに設計・製作	柴田 淳広 根本 慎一
(4) CPF 小型 5 段連続溶解槽の設計及び製作	柴田 淳広 根本 慎一
(5) 剪断及び溶解工程における <sup>85</sup> Krの挙動調査	柴田 淳広 榊原 哲朗 根本 慎一
(6) 小型遠心清澄機の検討・製作	柴田 淳広 根本 慎一

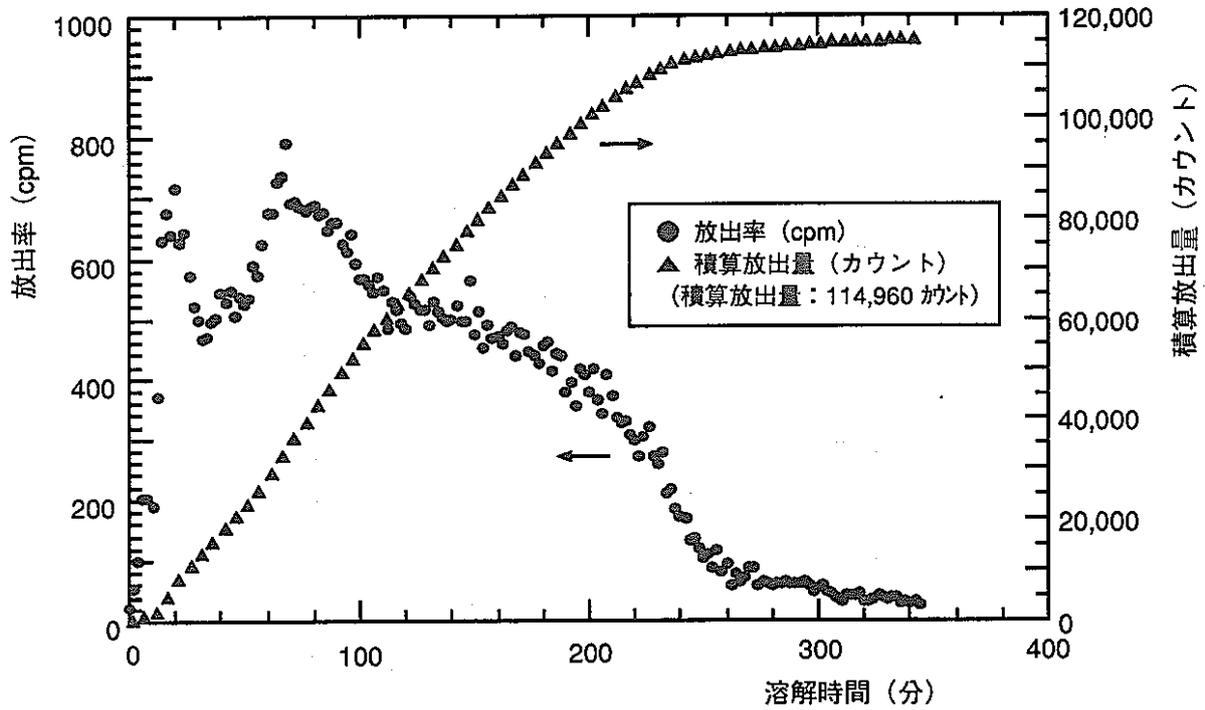


図1.1.1.1 模擬連続溶解試験における $^{85}\text{Kr}$ 放出状況

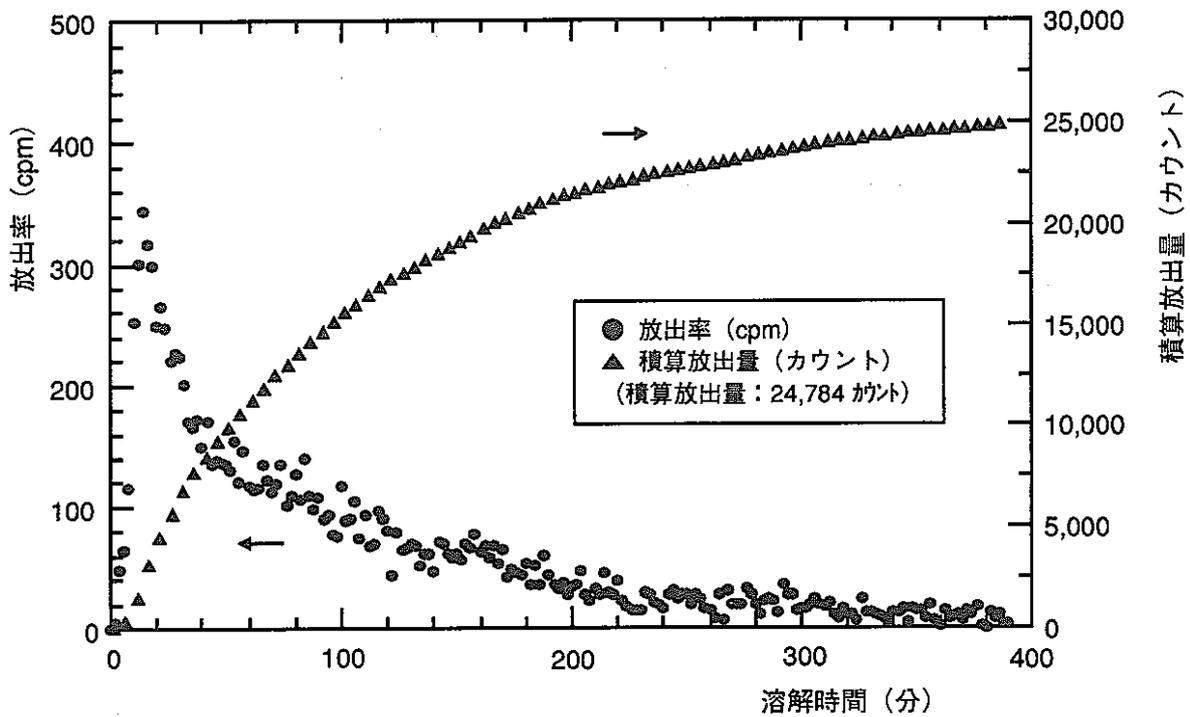


図1.1.1.2 回分式溶解試験における $^{85}\text{Kr}$ 放出状況

## 1. 1. 2 Pu及びNpの原子価調整と共抽出ホット試験

### 1. 1. 2. 1 開発の経緯及び概要

使用済燃料中にはU, Puを始め, Np, Am, Cm等のマイナーアクチニド元素 (MA: Minor Actinides) が含まれている。UおよびPuは再処理工程で製品として回収され, 他のMAは核分裂生成物と共に高レベル廃液として管理されてきている。

最近, 共存するMAについても他の核分裂生成物から分離し, Puと共に高速炉等で燃焼, もしくはより短半減期核種へ変換することの必要性が論じられており, MA核種の分離技術開発に加え, ピューレックスプロセスの高度化の一環としてのNp共抽出技術開発に目が向けられてきている。つまり, 比較的原子価調整しやすいNpはピューレックス法の改善によりU・Puと共に分離し, Puと共に高速炉ヘリサイクルする方向で, また高レベル廃液中に共存するAmやCmはより抽出性の優れた2座配位型抽出剤等により他のFPから分離回収し, 上記のNpと同様にPuと共に高速炉ヘリサイクルするといった技術開発に移行してきている。

このような技術開発の動きは, 仏国においても見られ, スピン計画と称してピューレックスプロセス改良の観点からの“PURETDX”と高レベル廃液中のMA分離のための“ACTINEX”の両プログラムをすでにスタートさせている。

上述の背景をもとに, CPFではPurexプロセス高度化およびMA分離技術開発の一環として, 平成5年度よりU/Pu/Np共抽出フローシートの開発に着手しており, 本フローシート検討の基礎試験としていくつかの連続抽出試験を実施し, 以下に示す結果を得た。

- (1) 溶解液の加熱による濃縮操作 (酸濃度も上昇) により, 溶解液中のほぼ全量のPuは6価へ酸化される (Npも6価に酸化されると推定)。
- (2) 溶解調整液中のPu及びNpは, 全量が抽出されて製品側へ回収され, 高レベル廃液側ではPuおよびNpとも検出されなかった。
- (3) Pu逆抽出液として硝酸ヒドロキシルアミン (HAN) を用いたことにより, 装荷溶媒中のPu及びNpの全量とUが混合物として製品側へ回収できた。これは, HAN 混合溶液によるPu及びNpの還元・共逆抽出が可能であることを示す結果でもある。
- (4) U/Pu分配工程のU再抽出段削除および水相/有機相比 (A/O比) の調整により, ほぼU : Pu = 1 : 1の混合製品を得た。

以上, ピューレックスプロセスの高度化を目指した予備試験の結果であるが, フィード液中のPuを6価に酸化できるような環境を提供することによって, Npの共抽出が結果として達成できることが明らかになった。しかしながら, これまでの試験ではこれらの結果を説明するに十分な反応メカニズムまでは明らかにされておらず, 今後の試験で調査していくこととした。

### 1.1.2.2 研究開発成果

#### 1) 研究開発の目標

これらの背景をもとに以下の点を明らかにするため、2回の連続抽出試験（19ラン、20ラン）を計画し、実施した。

- (1) 19回抽出試験においては、フィード調整液を加熱することによって含有Puを6価に酸化したのち、自然還元により4価にPuを還元し、6価として20%残存している条件でフィードする。これにより、Npの回収率と物質収支への影響を調べる。
- (2) 20回抽出試験ではフィード液中のPuを上記方法により6価に酸化したのち、Pu量に対して過剰の $\text{NaNO}_2$ でPuを4価に原子価調整して抽出工程にフィードし、Npの回収率と物質収支を調べる。
- (3) 上記の試験を通して、溶解液中に共存するPuおよびNpの酸化還元特性を調べ、Npを回収する上でのフィード液調整法を決定もしくは明らかにする。

このうち(1)は前回の再確認を目的とするが、(2)は従来のPu抽出に主をおいた調整であり、このような操作によってNpの原子価がどのように変化するかを抽出挙動の観点から推定することを目的としている。

#### 2) 開発の現状

使用済燃料中に含まれるマイナーアクチニド元素（Np, Am, 及びCm）の中で、Npの化学的性質はAm, Cmと大きく異なる。特に硝酸溶液においてAm, Cmは安定な3価の原子価をとることに対して、Npは4価、5価及び6価と複数の原子価を容易にとりえる。この原子価の違いは、ピューレックスプロセスで用いられている抽出剤“TBP”への抽出特性にも大きな差を生じさせる。プラントレベルでAm, Cmが安定に高レベル廃液側に排出されているにもかかわらず、運転条件の違いによりNpが高レベル廃液側やPu, Uストリーム側に分配されたりするゆえんでもあると考えられる。つまり、Npは使用済燃料中に含まれるアクチニド元素のうち、硝酸溶液中で最も不安定な元素として位置付けることができる。

今年度は、溶解液中に含まれるPuの酸化還元反応に着目した試験結果を、すでに動燃で測定されているNpの酸化還元データ及び文献を参考に、硝酸溶液中におけるPuとNpの関係を調べた。さらに、これらの結果からNpをPu, Uストリーム側へ共抽出するための検討を加えた。

## 3) スケジュール

	H 6	H 7												H 8
	1 2 3	4 5 6 7 8 9 10 11 12	1 2 3	4 5 6										
1. 原子価調整試験	○	○	○											
2. U, Pu, Np共抽出	○	○	○	○										

## 4) 主な成果

これらの検討の結果、これまで不明とされていた幾つかの課題についてクリアーにすることができつつある状況に達した。主要なポイントを以下に示す。

- (1) 溶解液中に含まれるPu (IV) は、100°Cに加熱した条件下でPu (VI) に酸化され、硝酸濃度の約5乗に逆比例する。つまり、硝酸濃度が高いほど酸化速度が低下し、3.5M-HNO<sub>3</sub>系で0.337(h<sup>-1</sup>)であった速度定数が、10M-HNO<sub>3</sub>系では0.0017(h<sup>-1</sup>)と約1/200になることが明らかになった。これは、Pu (IV) がPu (VI) に酸化することをPu (IV) の減少速度としてとらえた半減期法で示すならば、3.5Mでは約2時間、10Mでは約400時間になる。
- (2) 上記条件で酸化したPuは、系の温度を約30°Cに冷却することによって還元されはじめる。この還元反応は、測定値のバラツキが多いため硝酸濃度に対して定量的な関係を示すことができないが、硝酸濃度が高くなるにつれて低くなり、8M以上の10Mでは、30°Cでも酸化系に移行することが明らかになった。還元反応と酸化反応の境界が、硝酸濃度で約8M程度に存在しているらしい。
- (3) 100°Cでの酸化速度定数と30°Cでの還元速度定数を比較してみると、8M以下の硝酸濃度系ではいずれも酸化速度定数が高く、3.5Mでは60倍、5Mで25倍、8Mで7倍である。硝酸濃度の上昇に従いこの比が低くなり、10Mになると温度に関係なく(100°Cと30°C)酸化反応系のみとなり、その比も約0.9と1に近い。

このことは、10M系では酸化反応が支配し、その速度は温度に見かけ上影響されないことを示している。

- (4) Pu (IV) の硝酸による酸化反応は、70°C以上で顕著に現れる。70°Cでの酸化速度は0.005 (h<sup>-1</sup>)であるが、100°Cになると0.337 (h<sup>-1</sup>)と30°Cの67倍の速度の上昇をまねく。

硝酸濃度約 4 M系での見かけの活性化エネルギーは、34.2Kcal/molである。

- (5) 硝酸溶液中におけるNp (V) もPuと同様に温度の上昇に伴い酸化される。
- (6) 硝酸溶液中におけるNp (VI) /Np (V) の比は、硝酸濃度の増加に伴い大きくなり、Pu (VI) /Pu (IV) の比とくらべると、平衡時におけるNpの比は1~2ケタ高い値である。
- (7) 4 M-HNO<sub>3</sub>系におけるNp (VI) /Np (V) の比は、系に共存するNO<sub>2</sub>によって変化し、最もNp (VI) の存在率の高いHNO<sub>2</sub>濃度は $1.25 \times 10^{-4}$  Mであり、この濃度より低いか、高いNO<sub>2</sub>共存下ではNp (VI) の存在率が低くなる。
- (8) Np (V) の酸化速度は、系の硝酸濃度の増加と系に存在するNO<sub>2</sub>濃度の増加 (HNO<sub>2</sub> /Np (V) = 1以下の系) に伴い高くなる。つまり、HNO<sub>2</sub>はNp (V) のHNO<sub>3</sub>による酸化反応系における触媒的効果を有する。

以上が硝酸溶液中におけるPuとNpの酸化還元反応をまとめたものであるが、この中でNpがPuの反応系と大きく異なる点はHNO<sub>2</sub>の役割である。HNO<sub>2</sub>はPu (VI) 及びNp (VI) の還元作用を示すが、Np (V) に対しては酸化促進剤的効果を示し、Pu (IV) の酸化反応系にない効果を有している。

このため常温系でのNp (VI) /Np (V) 及びPu (VI) /Pu (IV) 平衡関係に大きな差となって現れていると考えられる。

これらより、Pu, Np共存系では温度の上昇によりそれぞれ6価に酸化されるが、系に生じたNO<sub>2</sub>はNp (V) に対しては酸化促進剤的効果を、またPu (VI) に対しては還元剤的効果を示すと結論づけられ、加温によりPuと同時に酸化されたNp (VI) は系にPu (VI) が存在する限り、Np (VI) として安定に存在していると考えられる。

- (9) 溶媒抽出工程でNpをPu, Uストリーム側から回収するには、フィード液の調整が重要である。ここでは、溶解調整液を昇温 (100°C) させることによって共存Puを6価としたのち、セル内常温下で静置して自然還元法で20%のPu (VI) 含有液をフィードしたケース (19回抽出試験) と、過剰のNaNO<sub>2</sub> を添加してすべてのPuを4価に還元した液をフィードしたケース (20回抽出試験) の2種類で比較検討した。

Pu (VI) が20%残存している19回試験では、図1.1.2.1に示すように、ほぼ全量のNpが共抽出された。一方、NaNO<sub>2</sub> で調整してすべてのPuを4価とした20回試験では、図1.1.2.2に示すように、約12%のNpが高レベルラフィネート側に漏れることが再確認できた。この結果は、前述の説明を裏付ける事象である。

以上、溶解液中におけるPuの酸化還元データとすでに得られているNpの酸化還元特性を文献調査結果を含めて検討した。

## 5) 成果の評価

溶媒抽出工程におけるNpの挙動と溶解液中におけるPu, Npの酸化還元特性より、ピュー

レックスプロセスでNpをPu, Uストリーム側に回収するには,

- ・フィード液中の硝酸濃度は高い方が好ましいが, 4~5 M程度でも十分である。
- ・フィード前には液を昇温させ, Puを6価に酸化することが重要。
- ・この液を冷却すると, Pu(VI)がPu(IV)に還元されるが, Pu(VI)を残存させるようにする。

これらの3点が重要であることが確認できた。

#### 1.1.2.3 今後の開発課題等

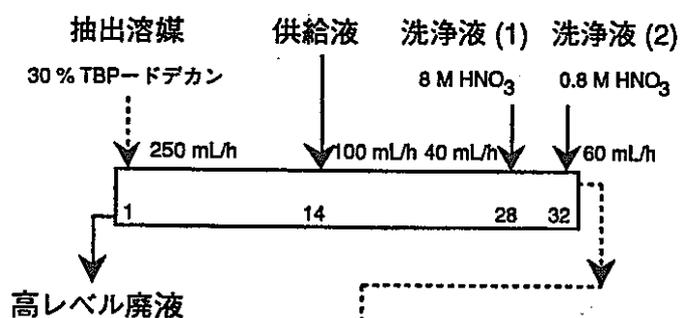
これまでの研究により, 溶解液中のNpをPu, Uストリーム側に回収する方法は確認できた。しかしながら, Npの硝酸系における酸化還元反応のメカニズムや他の金属(Pu等)の同伴による影響等については不明確な部分があり, 今後はこれらの解明を進める。

また, 本回収法を実プラントにおいて実施するに十分な, さらなる基礎的データの取得も必要である。

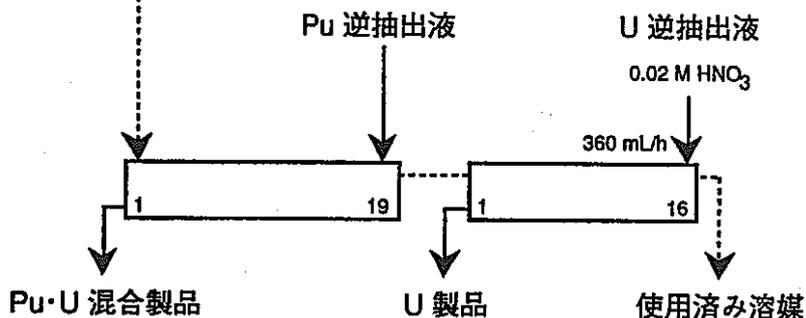
1.1.2.4 実施担当者

本年度に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
(1) Np及びPuの酸化還元反応系の調査及び基礎試験	柴田 淳広 榊原 哲朗 坂井 敏幸 根本 慎一
(2) Np共抽出に関するバッチ抽出基礎試験	坂井 敏幸 岡本 隆 根本 慎一
(3) Np共抽出連続ホット試験	坂井 敏幸 岡本 隆 石井 太郎 根本 慎一



	Run-1 20% Pu(VI) 共存	Run-2 100% Pu(IV)
供給液		
Pu 濃度, g/L	45	50
U 濃度, g/L	110	130
Np 濃度, mg/L	57	69
HNO <sub>3</sub> 濃度, M	5.6	3.4
Pu 逆抽出液		
HAN 濃度, M	0.16	0.25
HNO <sub>3</sub> 濃度, M	0.2	0.2
流量, mL/h	210	300



向流多段抽出試験のフローシート

主な成分の物質収支

		高レベル廃液	Pu・U 混合製品		U 製品	
Run - 1 20% Pu(VI) 共存	U	—	54%	28 g/L	46%	14 g/L
	Pu	—	100%	21 g/L	—	—
	Np	—	100%	27 mg/L	—	—
	FP	100%	—	—	—	—
Run - 2 100% Pu(IV)	U	—	58%	25 g/L	72%	26 g/L
	Pu	—	108%	18 g/L	—	—
	Np	12%	4.2 mg/L	57%	1.6 mg/L	—
	FP	100%	—	—	—	—

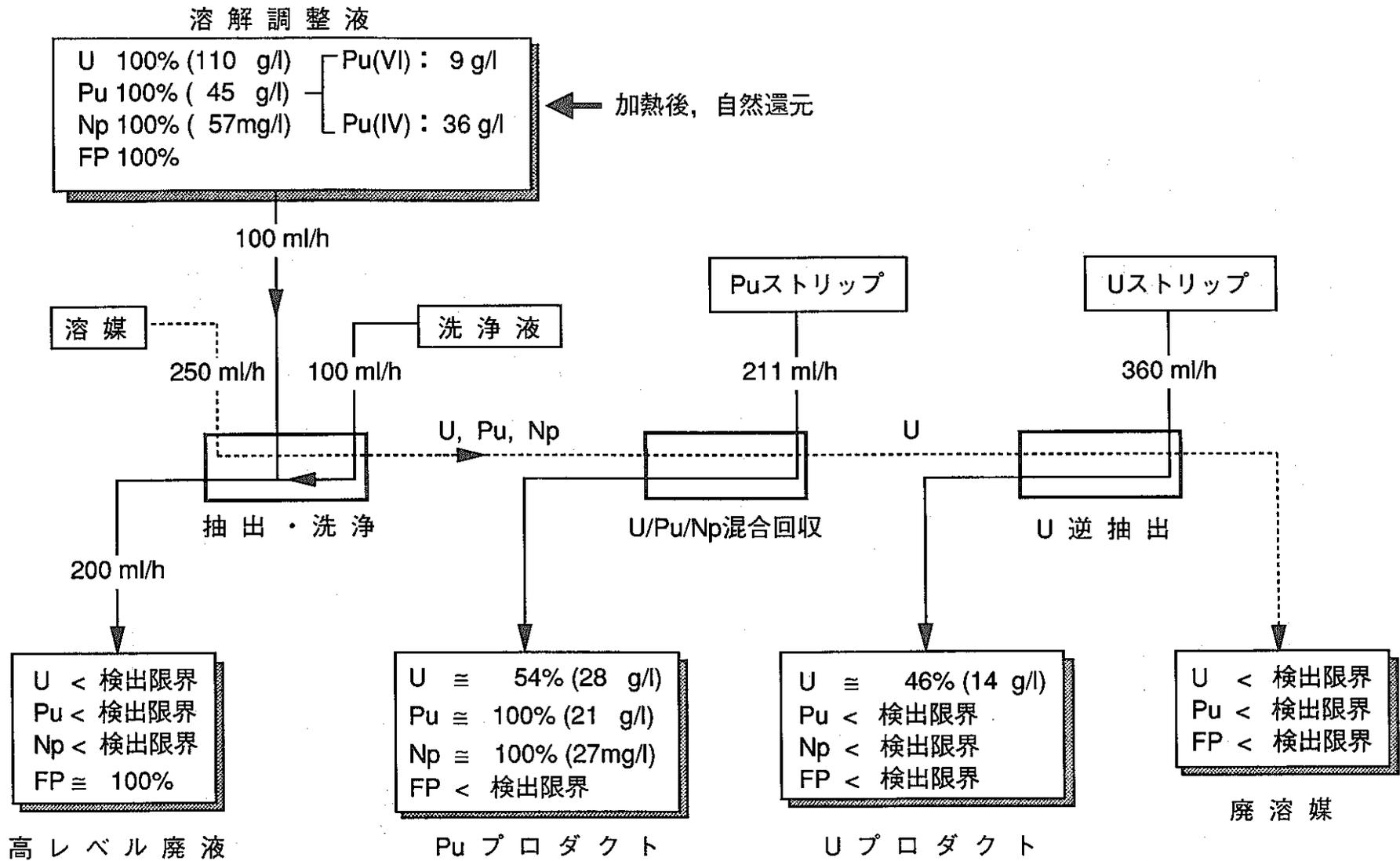


図1.1.2.1 第19回連続抽出試験 主要核種の物質収支

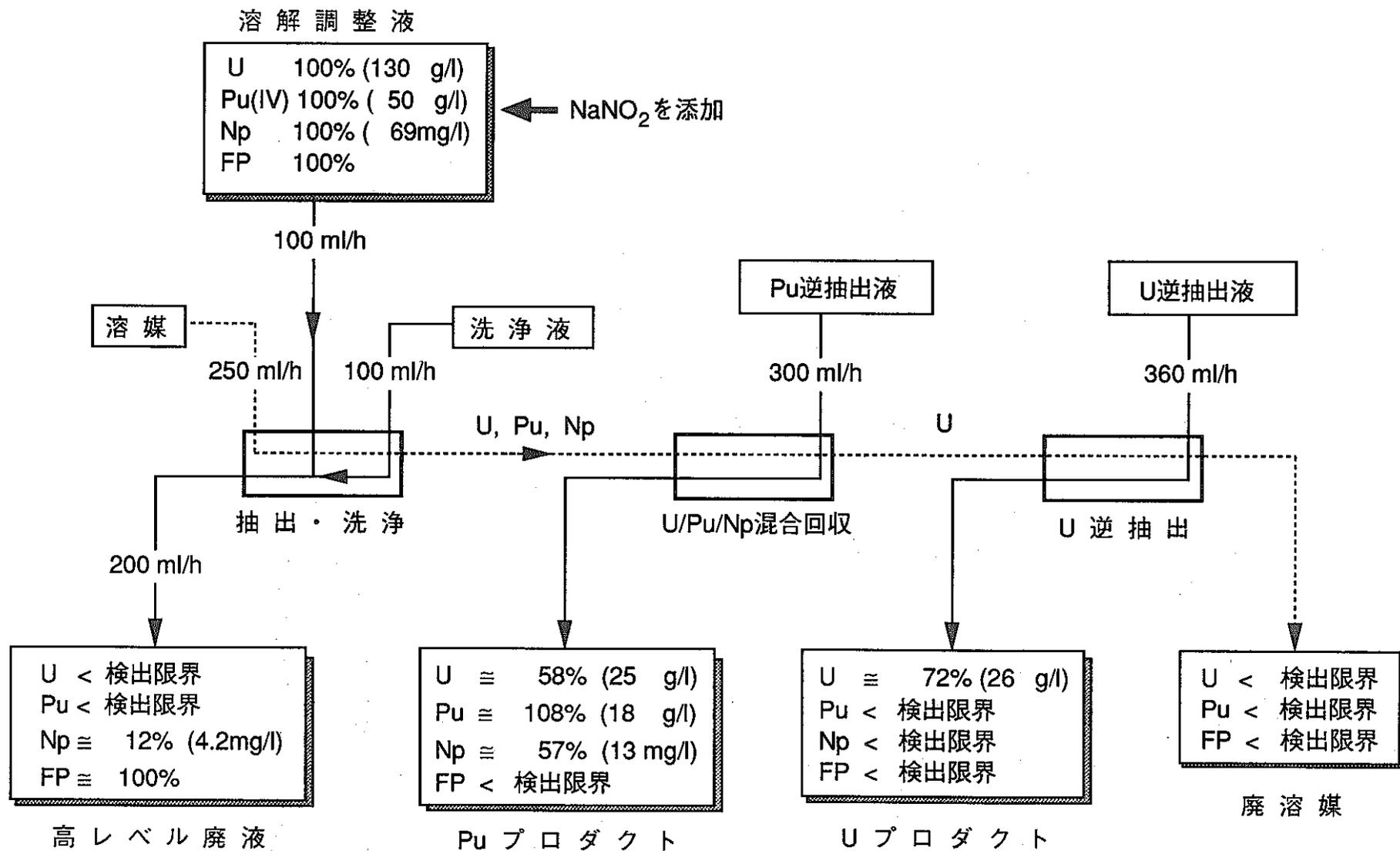


図1.1.2.2 第20回連続抽出試験 主要元素の物質収支

### 1.1.3 Pu溶液化学基礎試験

#### 1.1.3.1 開発の経緯及び概要

使用済燃料再処理プロセスの高度化や新プロセス開発の一環として、燃料中に含まれる核種の新たな分離法の開発がある。これまでは、ピューレックス法に代表される溶媒抽出法を中心に核種分離技術の研究・開発を進めてきたが、今後はその他の分離法たとえば沈澱法や電気化学的手法等にも着手し、新たな核種分離法の開発を目指している。

#### 1.1.3.2 研究開発成果

##### 1) 研究開発の目標

核種分離法の開発を行うに当たっては燃料中に含まれる各核種の化学的性質を確認する必要があり、これらの核種の溶液中における化学的性質およびその挙動についての調査の一環として、Puポリマーに関する基礎試験を実施する。

ビーカスケールにおいてPuポリマーの生成条件を設定して、その生成挙動を把握するとともに、ポリマーを回収してその性状等を調査することである。

##### 2) 開発の現状

Puポリマーが生成する条件（高Pu濃度，低酸濃度）のPu溶液を得るために、陰イオン交換法によりPu精製を実施した。この陰イオン交換法をバッチ方式で行うためにカートリッジ型小型カラムを用いたPu基礎試験を行い、吸着量および吸着時間等を決定した。

Pu精製により得られたPu溶液をPuポリマーが生成し得る条件に近づけるために、NO<sub>x</sub>発生装置によるPu（IV）への原子価調整およびマイクロ波加熱装置での濃縮によるPu濃度の調整を実施した。

調整の完了したPu溶液（高Pu濃度，低酸濃度，原子価：4価）に希硝酸（0.01N）を少量ずつ添加することにより酸濃度を低下させ、文献で確認したポリマー生成領域とした。

この間、Pu溶液のスペクトル測定を行い、目視とともにスペクトルの変化により溶液の観察を行った。

さらに、高Pu濃度を維持したまま酸濃度を低下させるため、希硝酸添加による酸濃度調整をNaOH添加による中和法に変更し、効率良く酸濃度を低下させた。本法においても、上記と同様に、スペクトルによる観察を実施した。

3) 開発スケジュール

年 月 項 目	平成 7 年												平成 8 年				
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3					
1. Pu精製関連																	
(1) Pd確認試験	○	○															
(2) Pu基礎試験		○	○														
(3) Pu精製			○	○													
2. Puポリマー基礎試験																	
(1) 回収Puの原子価調整				○	○												
(2) 重合体生成試験				○			○										

4) 主な成果

いずれの試験においても、文献調査結果によるポリマー生成領域に到達していたが、Puポリマーの特性（緑色の沈澱物又は付着物、特異な吸収スペクトル等）は確認されなかった。

また、中和法により得られたPu水酸化物を回収し、洗浄、再溶解したものについてもスペクトルによる観察を行ったが、Puポリマーとは確認されなかった。

図 1. 1. 3. 1 に示すようなPuポリマーが生成する条件（高Pu濃度、低酸濃度、原子価 4 価）にPu溶液を調整すること自体がとても困難であり、また、条件を整えてもPuポリマーは容易に生成し得ないことが確認できた。

なお、Puを精製するため、バッチ方式のカートリッジ型イオン交換法とNO<sub>x</sub> 発生装置による原子価調整を考案し、効率良くPu溶液を処理することができた。これらの装置は、今後の作業にも有用となる。

5) 成果の評価

Pu溶液をPuポリマーが生成し得る条件に調整すること、すなわち、低酸濃度としつつ高Pu濃度にすることや、他の金属（U等）を除去して純粋なPu溶液とすることは、通常の操作では困難が伴う。また、生成領域内であってもPuポリマーは容易に生成しないことが確認された。

したがって、再処理工程においてPuポリマーが生成する可能性は、特殊な操作を行わな

いかぎり、非常に少ないものと考えられる。

1.1.3.3 今後の開発課題等

今後もPuやU等の主要核種の化学的性質の調査を継続するとともに、沈澱法や電気化学的手法等についても基礎的研究を行う。沈澱法としてU共沈法や、電解分解法等についても調査・研究を進め、新たな核種分離法を検討する。

1.1.3.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
(1) Pu精製関連	坂井 敏幸 岡本 隆 岩崎伊佐央 根本 慎一
(2) Puポリマー基礎試験	岡本 隆 岩崎伊佐央 根本 慎一

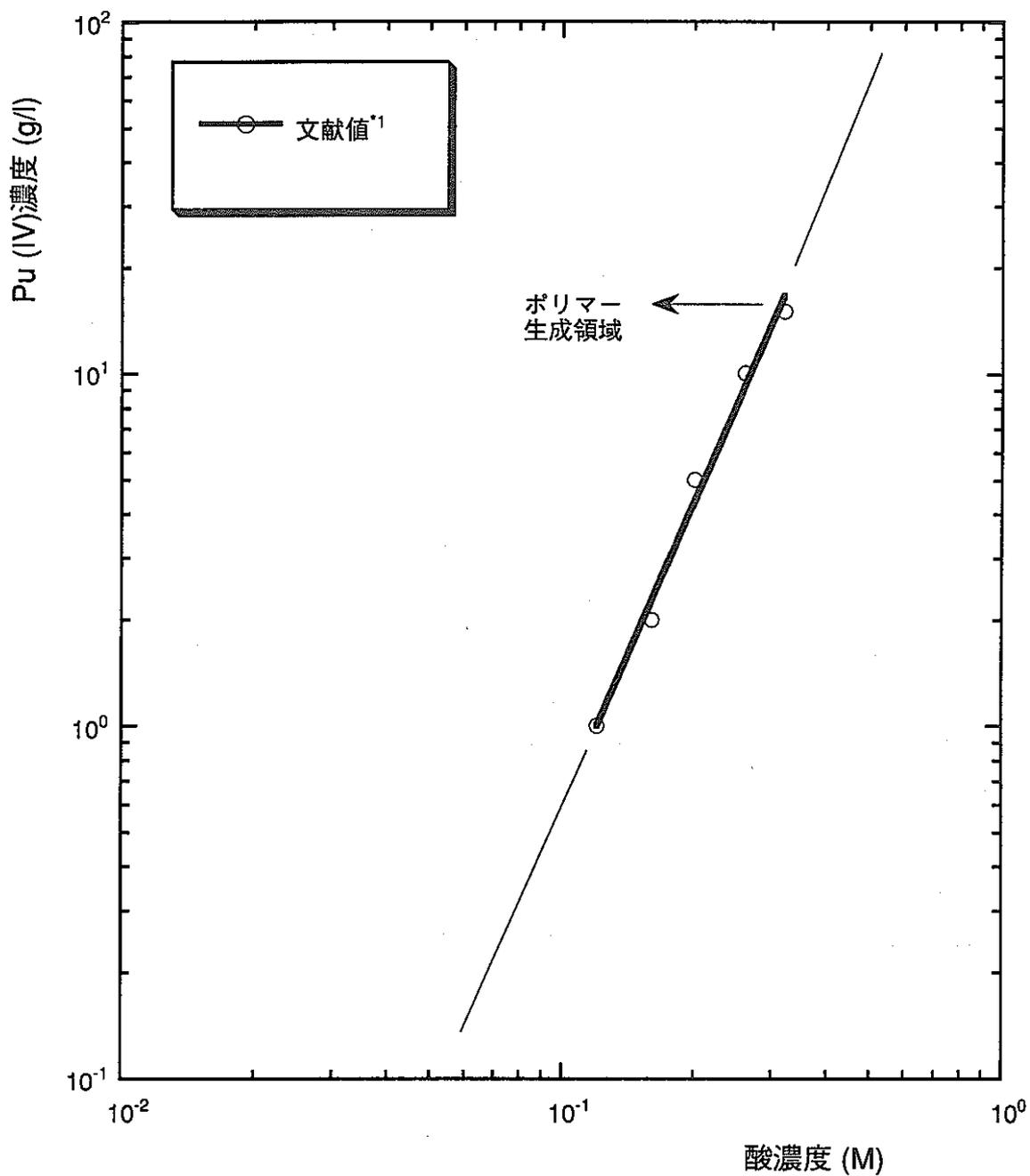


図1.1.3.1 Puポリマー生成に及ぼすPu濃度と酸濃度の関係

\*1: "The Chemistry of Plutonium" より引用

## 1.2 マイナーアクチニド分離回収技術開発

再処理高レベル廃液からTRU 元素を回収する研究開発は、廃棄物処理・処分への負担を軽減することを主な目的として開始した。当初は、高酸性溶液からAmやCmを抽出することが可能であるCMPOを用いたTRUEX 法の工学的な成立性の評価が主要な作業であった。高レベル廃液からのAm・Cmの高回収及びFPの除染性はホットでの向流多段抽出試験を中心として確認している。このとき、Am・Cmと化学的な性質が類似している希土類元素が同伴することも認められている。

アクチニドリサイクル／先進的核燃料リサイクルの開発に関する社内検討の中で、すべてのアクチニド (An) をより高い割合で回収し、燃料サイクルの中で燃焼させていく方針がまとめられた。また、酸化物燃料の体系におけるAm・Cmのリサイクル方策としては、AmはできうるかぎりCm及び希土類を除去した後、燃料としてリサイクルすること、Cmについては冷却保管することが方針としてまとめられている。このような状況の変化を受け、マイナーアクチニドの回収技術についてもより明確ではあるが、難しい課題が与えられることとなった。

このため、作業としては、従来より進めているTRUEX 法の工学的成立性の評価に加え、三価アクチニド (An(III))／希土類 (Ln) の分離技術を並行して検討している。An(III)／Ln分離については種々の方法が報告されているが、実現性が高く、各種の応用が期待できる陽イオン交換法と、CMPO溶媒系での分離を対象として選定し開発を進めている。

今年度は、TRUEX 法については、基本的な性能としてFPの除染向上をとりあげるとともに、廃溶媒処理についての検討を行った。An(III)／Ln分離では、An(III) と選択的に錯形成するDTPAを適用したCMPO溶媒抽出プロセス (SETFICS) に関する試験を進めた。

なお、TRUEX とSETFICS についてホットでの向流多段抽出試験を行ったが、次年度から開始するCPF の改造工事の間には実施できないものと思われる。

## 1.2.1 TRUEX法

### 1.2.1.1 開発の経緯及び概要

TRUEX 法の開発目標は、アクチニド元素 (An) をその他のFP元素等から高い回収率で分離することにある。プロセス開発に関しては、抽出・洗浄部におけるFPの除染方法と逆抽出部におけるAnの逆抽出手法の確立が主な目標であると考えられる。フローシート設計においてこれらは密接に関連しており、Anの分離回収の明確な方針のもとにフローシートを検討していく必要がある。

TRUEX をPUREX と組み合わせた再処理システムを考えると、TRUEX で処理すべき溶液の条件はPUREX の回収条件と整合しなければならない。現在、PUREX 法の改良研究では、PuとNpを一部のUとともにより高い割合で回収することを的とした検討を行っている。そのため、TRUEX においてU・Pu・Npを個別に回収するような必要性は低くなっている。むしろ、抽出・洗浄部において、廃液処理等の周辺工程への負担を最小化しながらFPの除染性を高めるといった方向での研究が重要である。

周辺的な技術としては、溶媒洗浄工程にソルトフリー試薬を適用する検討を昨年度まで行ってきたが、これとともに廃溶媒の処理に関する検討が重要である。廃溶媒の処理法としては、CPF においてこれまでに行ってきたホット試験で発生した使用済溶媒を将来的に処理することも勘案して、PUREX 溶媒に対して再処理工場で行っているリン酸付加体法-エポキシ固化法への適用性を評価することが望まれる。

また、フローシートの設計のためには計算コードの整備が必須である。これまでに、硝酸の抽出について文献を基に簡単な分配比の計算について検討を行っている。この分配比計算のルーチンを向流多段抽出プログラムに載せる作業が必要である。

今年度は、上記3項目について検討を進めた。

### 1.2.1.2 研究開発成果

#### ① FPの高除染化に関するコールド試験

TRUEX 法で除染性が問題となるFPは主にRu、Zr、Moの3元素である。Zrの分配比は硝酸濃度ともに増加する傾向にあるが、シュウ酸の添加により抽出を抑制できることが分かっている。ANL が提案したオリジナルのフローシートにおいても、ZrとMoの除染性向上のために供給液と洗浄液にシュウ酸を添加している。Ruは一部の抽出性の成分が一旦抽出されるとその除去は困難であり、シュウ酸を用いても除染は向上できず、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 等のアルカリ洗浄剤を用いる必要がある。

これらのFP元素の高除染化のためには、硝酸濃度等の抽出条件と添加する錯形成試薬の種類をそれぞれ最適に設定する必要がある。今年度は後者の錯形成試薬に関し、コールドのバッチ試験を行った。試薬としては、シュウ酸、クエン酸、ケトマロン酸等のカルボン

酸系の試薬を選定し、Zr、Mo及びFeの分配比の変化を調べた。2  $\text{MNO}_3^-$  の溶液については、シュウ酸とともにケトマロン酸が分配比を3桁程度抑制する効果を示す。クエン酸と酒石酸も1～2桁低下する効果を有している。また、シュウ酸はZr、Mo、Feのいずれに対して有効である。ケトマロン酸は、仏国CEAで研究開発が進められているDIAMBEX法でZrとMoの除染向上のために添加が検討されている試薬であるが、TRUEX 溶媒系においても同様に有効であることを確認した。

プロセスに除染性向上のために添加する試薬としては、本来期待される分離向上の因子の他に、試薬そのものあるいは金属錯体の溶解度等、使用に際して考慮すべきパラメータの確認を行い、総合的に評価していく必要がある。一方、硝酸溶液中での挙動が複雑であるRuやTc等の元素についても基礎的なデータを収集し、除染性の向上を図っていくことが望まれる。今後は、TRUEX 工程の基本性能の向上を目指して上記に着目した試験を行っていく。

#### ② 実廃液を用いた確証試験（ホットでの向流多段抽出試験）

Npの高抽出やRuの高除染化等を目的として、比較的高い酸濃度の溶液を供給液として用いたホット試験を行ってきた。しかしながら、分離工程内に余分な酸を投入することは、分離工程を全体的に簡素化するために、廃液処理系への負担を軽減する上からは好ましいことではない。そこで、比較的低い酸濃度（～2 M）の供給液を用いたときの抽出・洗浄部におけるFPの除染性能を調べるため、ホットの向流多段抽出試験を行った。

この試験では、TRUEX については抽出・洗浄部のみに着目し、以降の工程については後述のSETFICS に関する試験とした。ホット試験は平成8年2月15日に実施し現在試料を分析中である。結果の詳細は次年度に解析して報告することとなる。

#### ③ 廃溶媒の処理法の検討

CMPO-TBP 混合溶媒では、比較的低い濃度の金属の抽出で有機相が分相する（第三相を生成する）現象が起こる。生成する第三相（重有機相）にはTBP とCMPOがともに濃縮されており、これらの有機溶媒と希釈剤であるドデカンとの親和性は比較的小さいといえる。この事実から、現行のPUREX 溶媒処理法であるリン酸付加体法をCMPO-TBP 混合溶媒に適用した場合、ドデカンと抽出剤を分離できる可能性が示唆される。

今年度は、リン酸付加体法-エポキシ固化法への適用性を評価する一環として、リン酸溶液による溶媒の分離特性と分離した抽出剤の固化特性を概略的に調べ、プロセス上の問題点を摘出する検討を行った。実施は（株）東レリサーチセンターに委託した。結果は現段階ではまとめられていないが、次年度は各工程を詳細に検討していく予定である。

#### ④ 計算コードの整備

TRUEX 法の計算コードの開発として、ANL からの報告を基に硝酸の分配比をコード化する作業を行っている。向流多段抽出を行うエンジンとしては、コードとして比較的コンパ

クトなSBPHISに着目しているが、今年度はSEPHISをMacintoshで動作するように移植する作業を行った。図1.2.1にSBPHISの実行例を示す。併せて、入力データを作成・修正するアプリケーションも作成した。

今後必要な作業としては、硝酸溶液中の硝酸の活量係数計算のコード化、Am等の主要成分の分配比のコード化、さらにそれらに向流多段抽出の計算を行う計算コードへの組み込みが挙げられる。

## 1.2.2 SETFICS法 (DTPAを適用したCMPO溶媒抽出系での分離)

### 1.2.2.1 開発の経緯及び概要

アミノポリ酢酸系のキレート試薬であるDTPAは、希土類に比べAn(III)と強く錯形成するため、この目的によく利用されてきた。DTPAはpHが2以上の比較的高い領域で上記の作用を示す。CMPOは高酸性溶液からのAn(III)抽出が可能であるものの、高pHでの抽出では塩析剤の適用が必須となる。これらのことから、An(III)とLnを抽出した装荷溶媒とDTPA及び塩析剤を含む水溶液を接触させ、選択的にAn(III)を回収するプロセスが考えられる。

この方法の化学的な実現の可能性は平成4年度に確認しており、従来のTRUEX法に硝酸逆抽出とAn(III)逆抽出の工程を加えたプロセスを提案している。6年度以降は基礎データの収集とプロセスの成立性の確認を中心に作業を進めている。

PUREX法やTRUEX法のプロセス開発では、これまで主にホットでの向流多段抽出試験を中心に進めてきたが、CMPOを用いるプロセスでは希土類を用いた試験により、基礎的な分離特性の多くを知ることができる。そこで、今年度はコールドのミキサセトラシステムを整備し、これを用いた向流多段抽出試験を行ってフローシートの概略的なパラメータを求め、ホット試験において確認するというステップで検討を進めた。

また、標題とした“SETFICS”は本プロセスの名称として提唱するものであり、“Solvent Extraction for Tri-valent f-elements Intra-group separation in CMPO-complexant System”の略である。

### 1.2.2.2 研究開発成果

#### ① 分配データの収集 (コールド・トレーサーレベルでのバッチ試験)

希土類を抽出した装荷溶媒からDTPA-塩析剤溶液を用いて逆抽出を行う際の分配特性について、昨年度より継続してコールドのバッチ試験で調べた。パラメータとしては、pH、塩析剤の種類及び濃度、温度を対象とした。希土類はCe、Nd、Eu及びDyの4種類を用いた。このうち、DyはDTPAとの錯生成の強度の観点からAmの模擬元素として選定した。塩析剤は、主にNaNO<sub>3</sub>を用いたが、Li、K等のアルカリ金属、Mg等のアルカリ土類金属やAlの塩とともにHANの適用性も検討した。

種々の条件の中でも分離に最も大きな影響を与える因子はpHである。分配比のpHに対する依存性の結果から、今後の検討において代表的な逆抽出液の組成は、0.05M DTPA-3 M NaNO<sub>3</sub> (pH 2.0) であることが分かった。また、一価の陽イオンからなる塩析剤を用いた際のNdの分配比をみると、アルカリ金属では原子番号とともに抽出性が上昇する傾向にあり、HAN の場合もアルカリ金属と同程度の分配比を示すことが分かる。また、アルカリ土類金属はアルカリ金属よりも一般に抽出性が低下する。このような分離特性から適切な陽イオンを選定すれば良いが、廃液処理の観点からはHAN も有望な選択肢であるといえる。

また、AmとCmの分配比を測定するため、トレーサー (<sup>241</sup>Amと<sup>244</sup>Cm) を用いた試験を行った。結果は現在解析を行っているが、AmよりもCmの方が分配比が低い傾向にあることが分かっている。

今後はTRUEX において除染の向上が望まれるZrやRu、あるいは、PuやU等のアクチニド元素に対する分配特性を収集する作業を行っていく。

## ② 向流多段抽出での分離特性の把握 (コールドでの向流多段抽出試験)

SETFICSは、抽出・洗浄部、硝酸逆抽出部、An(III) 逆抽出部、Ln逆抽出部から構成されるが、硝酸とAn(III) 逆抽出部がSETFICS に特有の工程である。硝酸逆抽出部では、0.5M程度の濃度の塩析剤溶液を装荷溶媒と接触させ、金属を溶媒に保持したまま硝酸のみを選択的に逆抽出する。An(III) 逆抽出部では、DTPA-塩析剤溶液を接触させてAmとCmを逆抽出するが、工程内のpH分布を知ることが重要である。これらの工程の成立性を見極めるためには、向流多段抽出における硝酸の挙動を把握した上で、希土類の分離特性を調べることが必要である。そこで、3バンクからなるコールドのミキサセトラシステムを整備し、向流多段抽出試験を行った。

DTPAは酢酸を配位子として有するため、pH領域で緩衝能を有することが期待される。30%TBPを溶媒として用いて硝酸の挙動を調べたところ、硝酸の移動が行われる洗浄部(再抽出部)においてDTPAの存在による緩衝効果がみられた。

また、3 M及び4 M NaNO<sub>3</sub>溶液を用いた試験を行い、希土類の分離挙動を調べた。Dyに対する除染係数は、Ce、Nd、Sm、Euについて、それぞれ200 : 30 : 3 : 2であった。本プロセスが、Ndまでの軽希土の除去に関してはかなり期待できることを確認した。

今後は、逆抽出液組成や流量等のプロセス条件を最適化していく。

## ③ 実廃液を用いた確認試験 (ホットでの向流多段抽出試験)

昨年度には、最小限のコールド試験のデータを基にフローシートを作成し、向流多段抽出での適用の可能性を調べた。その結果、CeやNd等の軽希土とAn(III) との分離は良好に行えるが、SmやEu以後の中・重希土との分離は比較的難しいことが明らかとなった。

HAN 溶液の硝酸逆抽出工程への適用、比較的低い塩析剤濃度 (2 M) でのAm・Cmの高回

収を主な目的としてホット試験を行った。前述の通り、抽出・洗浄部についてはTRUBX の試験と兼ねている。ホット試験は2月15日に実施し現在試料を分析中である。結果の詳細は次年度に解析して報告することとなる。

### 1.2.3 Am/Cm分離法

#### 1.2.3.1 開発の経緯及び概要

AmをCmと分離して回収する方法としては、陽イオン交換法やAmの酸化を伴う炭酸沈澱法、抽出クロマトグラフィーが報告されている。陽イオン交換法については、昨年度にコールド試験を行い、小規模な分離の実現性を確認している。その他の方法は、基本的にAmの3価から4・5・6価への酸化を行う。そこで、Amの酸化を行ってAm・Cmを分離する方法の工的な成立性を評価する作業の一環として比較的単純な系について予備的な評価を行った。

溶液系としては、アルカリ溶液（炭酸カリウム溶液）中でのAm（V）の沈澱生成と、希硝酸溶液中でのAm酸化後のCMPOによる抽出の2種類を選定した。

Amの酸化については日立製作所（株）が高レベル廃液を対象とした検討を進めていることから、同社に研究を委託して実施した。

#### 1.2.3.2 研究開発成果

##### ① Am酸化－炭酸沈澱

炭酸カリウム溶液中では、Amは5価に酸化され $K_3AmO_2(CO_3)_2$ として沈澱することが以前から知られている。沈澱を生成させる各種の条件はほぼ明らかとなっているが、Am（V）が安定に生成する機構や、溶液中のAmの原子価の分析手法等の基礎的な情報が不足している。今年度は、酸化処理時の溶液中のAmの原子価の変化について、温度をパラメータとして調べた。酸化剤にはオゾンを用いた。

結果は現段階ではまとめられていないが、次年度は、Amの酸化機構を詳細に検討していく予定である。

##### ② Am酸化－CMPO抽出

TRUBX法の製品は希硝酸溶液として得られる。CMPOはU（VI）やPu（IV）に対して低硝酸濃度領域でも非常に高い抽出性を示すことから、TRUBX製品にAm酸化の処理を行うことによって、酸濃度を調整することなくAmのみを選択的に抽出されることが期待される。今年度は、希硝酸溶液にペルオキソ二硫酸を添加して酸化を行い、Amの分配比を測定し、化学的な実現の可能性を調べた。

結果は現段階ではまとめられていないが、次年度は、酸化されたAmの抽出機構を詳細に検討していく予定である。

1.2.3.3 開発スケジュール

本年度実施の開発項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
TRUEX 法													
(1)FPの高除染化に関するコールド試験													
(2)実液を用いた確証試験 (ホットでの向流多段抽出試験)													
(3)廃溶媒の処理法の検討													
(4)計算コードの整備													
SETFICS 法													
(1)分配データ収集 (コールド、トレーサーレベルでのバッチ試験)													
(2)向流多段抽出での分離特性の把握 (コールドでの向流多段抽出試験)													
(3)実液を用いた確証試験 (ホットでの向流多段抽出試験)													
Am/ Cm分離法													
(1)Am酸化-炭酸沈殿法													
(3)Am酸化-CMPO抽出													

## 実施担当者

開 発 項 目		実施担当者	
TRUEX 法	(1) FPの高除染化に関するコールド試験	平野弘康 稲田達夫	森島 博 根本慎一
	(2) 模擬廃液を用いた確証試験 (ホットでの向流多段抽出試験)	駒 義和 渡部雅之 稲田達夫	野村和則 森島 博 根本慎一
	(3) 廃溶媒の処理法の検討	平野弘康	根本慎一
	(4) 計算コードの整備	駒 義和	
SETFICS 法	(1) 分配データの収集 (コールド・トレーサブルでの バッチ試験)	渡部雅之 駒 義和 稲田達夫	駒 義和 森島 博 根本慎一
	(2) 向流多段抽出での分離特性の把握 (コールドでの向流多段抽出)	駒 義和 森島 博	渡部雅之 稲田達夫
	(3) 実廃液を用いた確証試験 (ホットでの向流多段抽出試験)	駒 義和 渡部雅之 稲田達夫	野村和則 森島 博 根本慎一
Am/Cm分離	(1) Am酸化-炭酸沈殿	駒 義和	根本慎一
	(2) Am酸化-CMPO抽出	駒 義和	根本慎一

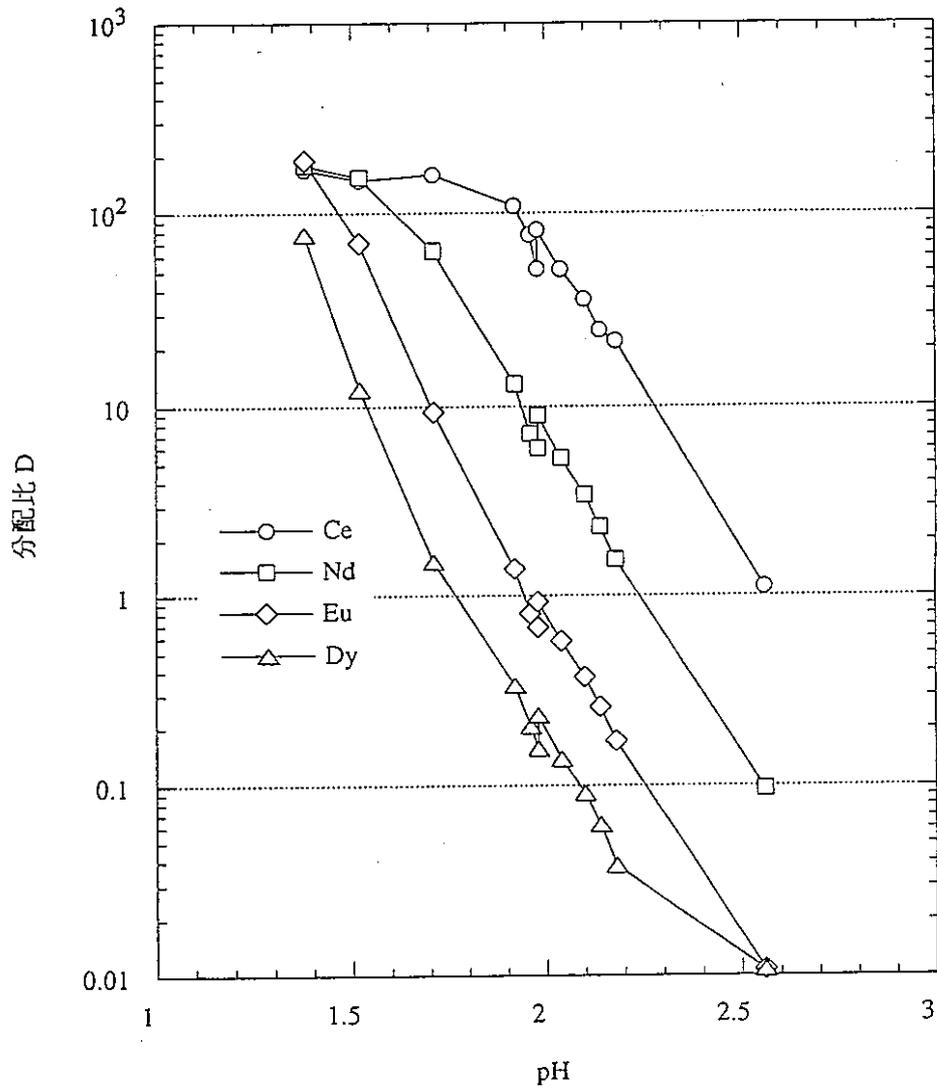


図 1.2. 主要な希土類元素の分配比の pH 依存性

溶媒： 0.2 M CMPO-1.0 M TBP-n-dodecane  
 水溶液： 0.05 M DTPA-3 M NaNO<sub>3</sub>

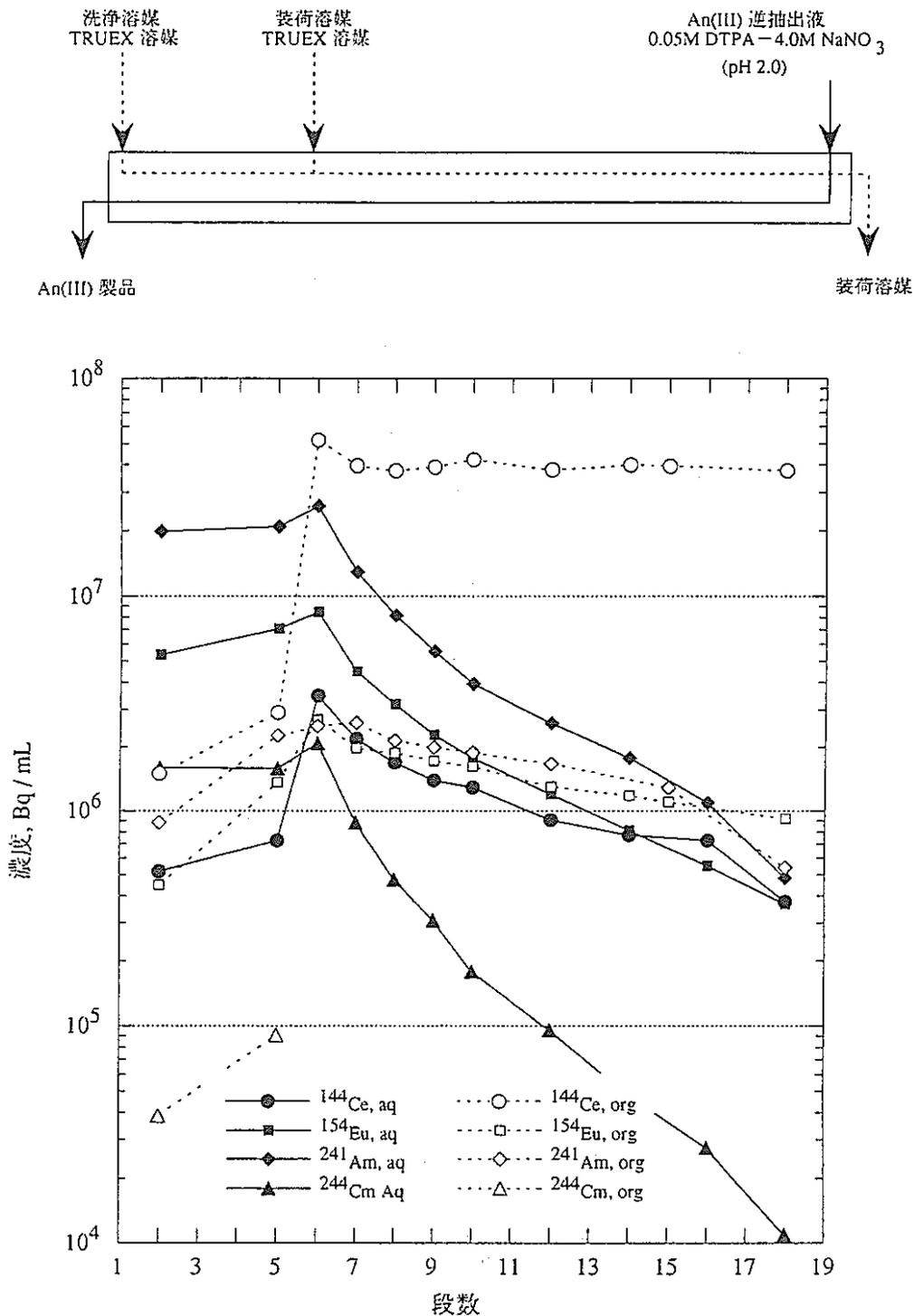


図 1.2. An(III) 逆抽出バンクにおける主な核種の濃度プロファイル

### 1.3 新抽出剤の開発

#### 1.3.1 開発の経緯及び概要

新抽出剤とは、PUREX プロセスで知られるTBP 及びTRUEX プロセスのCMPOを除く抽出剤で、元素分離に有効な、あるいは廃溶媒処理の容易な抽出剤である。

本開発は平成3年度より着手し、まず基礎的な知見を得ることを目的とした大学委託研究を開始した。この中で、各々の空孔とイオン半径に起因する金属イオン選択性を有し、またその基本骨格がC, H, OあるいはNで構成されるといった特徴を有する大環状化合物に着目した。

平成6年度より、委託研究成果のより実用的な系における評価及び主にクラウン化合物に関する文献データの確認並びに分離抽出剤として適用するための課題抽出を目的として、内部でのコールド試験を開始した。

#### 1.3.2 研究開発成果

##### 1.3.2.1 研究開発の目標

文献情報及び大学委託研究の成果から選択した抽出剤について基礎試験を実施し、硝酸環境における分離試薬としての適用性評価と課題の抽出を行うとともに、データの蓄積及び基盤技術の構築を目指し、将来の新抽出プロセスの開発に資する。

##### 1.3.2.2 開発の現状

ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルを中心とした新抽出剤の硝酸環境への適用性及び金属イオン抽出特性等を段階的に調査・検討することを目的として、昨年度までに実施したコールド基礎試験の結果について報告書にまとめた。

引き続き、ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルを用いて、振とう時間及び温度をパラメータとした試験を実施した。

また、クラウン化合物のヘテロ原子の数と種類、並びに官能基を変えた誘導体についても、昨年度実施した基礎試験結果及び大学委託研究などの情報を基に検討し、数種の抽出剤を選定し、合成・購入依頼を行った。これらの抽出剤を用いて、硝酸環境での抽出試験を実施するとともに、ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルとの協同効果の有無や希釈剤の影響について調査した。

1.3.2.3 開発スケジュール

本年度実施の開発項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年									平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
(1) DC18C6コールド基礎試験	ま	と	め	○						時間/温度	○	○
(2) 誘導体を用いた試験 ・抽出剤の検討及び購入 ・硝酸環境適用試験 ・協同効果/希釈剤検討試験				○	検	討				購	入	○
(3) 大学委託研究	○									コールド試験		○
										コールド試験	○	○
		群	馬	/	静	岡	/	九	州	大	学	

1.3.2.4 主要な成果

ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルを用いて、振とう時間及び温度をパラメータとした試験を実施し、抽出・逆抽出時間及び温度依存性に関する基礎データを採取し、その関係を明らかとした。

クラウン化合物の誘導体について硝酸環境での抽出試験を実施し、ヘテロ原子の数や種類、あるいは官能基を変えた各抽出剤の硝酸環境適用性の有無及び抽出性の変化を確認した。

また、ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルとの協同効果の有無や希釈剤の影響について調査し、その関係を明らかとした。

## 1.3.2.5 成果の評価

これまで入手した大環状化合物による金属イオンの抽出に関する情報のほとんどは、ピクリン酸-極性溶媒系で行われたものである。本研究では、硝酸系でのバッチ法によるコールド分配基礎試験を実施したことにより、その挙動に関する知見を得ることができた。

また、クラウン化合物のヘテロ原子や官能基を変えた場合の効果を確認するとともに、抽出・逆抽出時間及び温度依存性に関するデータを取得することができた。

## 1.3.3 今後の開発課題等

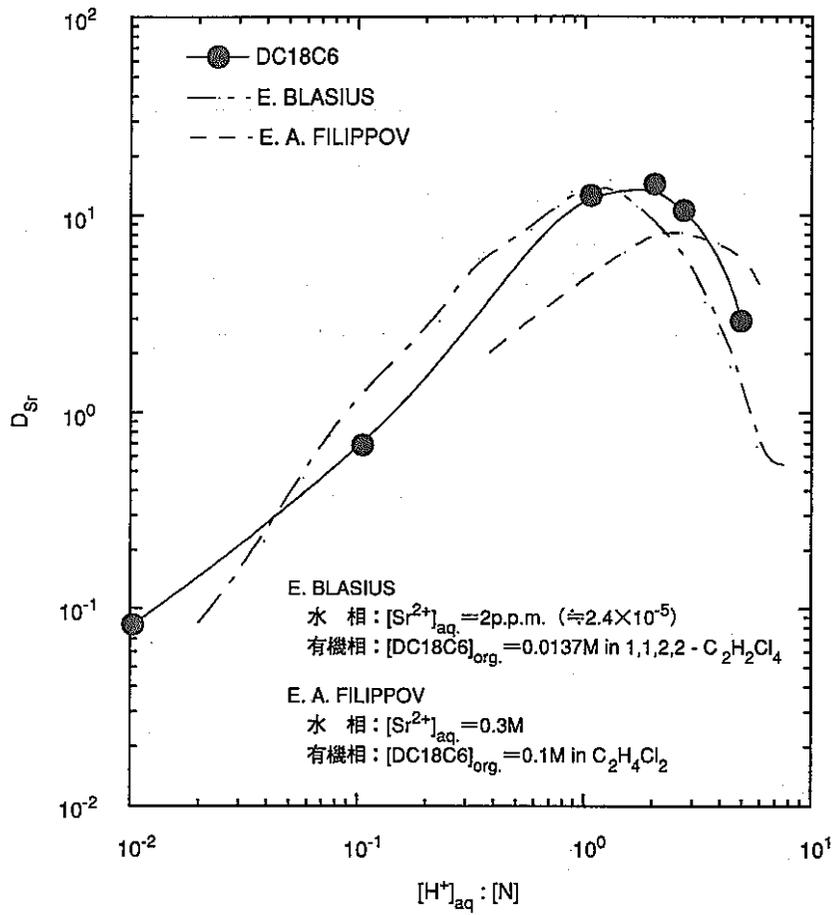
これまでの開発では、クラウン化合物に着目した試験を実施してきた。この中で、硝酸系での適用の可能性を示唆するデータを取得してきているが、一方で有機相として含塩素メタンを使用してきている。今後は工業的にも安定な溶媒の使用を考慮した誘導体への展開をしていく。さらに、これまでは被抽出元素としてSrを用いてきたが、ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテルを用いたアクチニドの抽出に関する報告もあることから、アクチニドの抽出試験を進める。

また、新抽出剤の選定については、今後も継続して調査を行うが、当面はクラウン化合物とともに、フランスで開発が進んでいるアミド系の抽出剤について、予備的な試験を開始することも検討している。

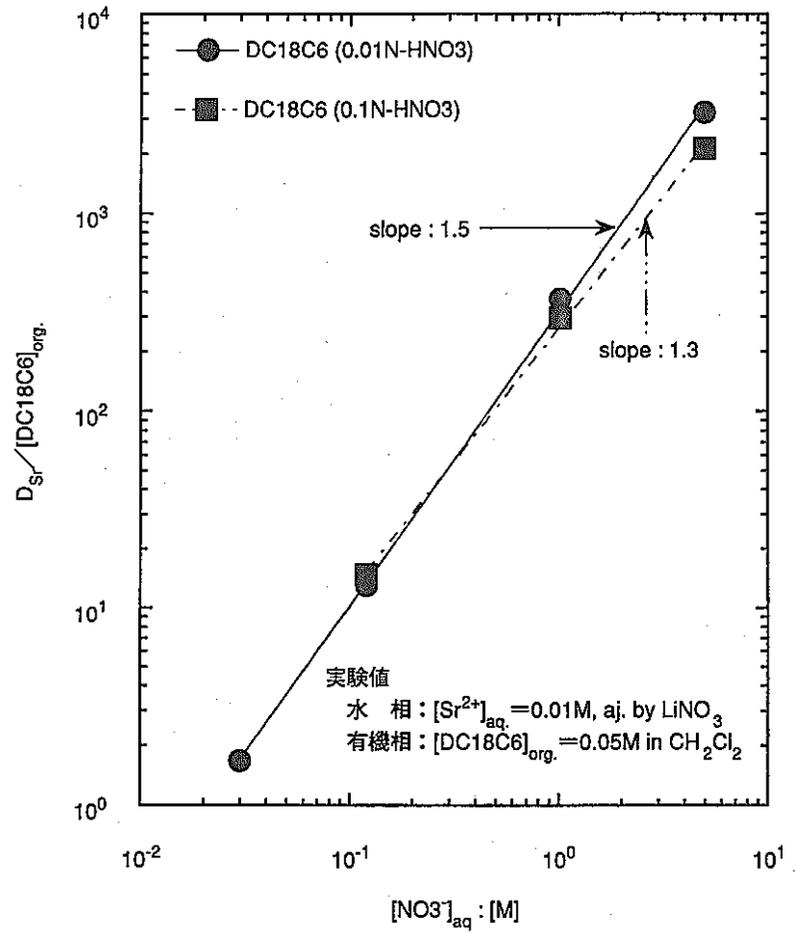
## 1.3.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
・抽出剤の検討・選定	野村 和則 渡部 雅之 根本 慎一 小沢 正基
・コールド基礎試験	野村 和則 根本 慎一 小沢 正基



$D_{Sr}$  に対する硝酸濃度依存性の実験値と文献値の比較



DC18C6によるSrの分配比に対する硝酸根濃度依存性

## 1.4 窒化物燃料再処理基礎試験

### 1.4.1 開発の経緯及び概要

#### (1) 窒化物燃料溶解試験

新型燃料のうち高速炉用窒化物燃料の再処理技術の確立として、平成6年度より硝酸による直接溶解法の基礎研究に着手した。平成6年度は、窒素化合物データ取得のための分析装置の準備を行った。今年度は窒素化合物分析システムの構築を行い、未照射の窒化ウランペレットを用いた直接溶解試験を実施している。

#### (2) C-14回収・除去法の調査研究

窒化物燃料サイクルの成立性評価や将来の再処理プラントにとって、C-14の放出低減は重要な課題である。今年度は、C-14の回収・除去に関する文献調査を進めている。

### 1.4.2 研究開発成果

#### 1.4.2.1 研究開発の目標

##### (1) 窒化物燃料溶解試験

- ・硝酸による溶解反応系での反応生成物の同定と反応式の調査並びに試験による確認。
- ・溶解速度の測定と酸化物溶解速度との比較評価。
- ・課題抽出と必要な解決方法の検討。

##### (2) C-14回収・除去法の調査研究

C-14の回収・除去に関する文献調査を幅広く行い、得られた情報をC-14の放出低減化対策に資する。

#### 1.4.2.2 研究開発の現状

##### (1) 窒化物燃料溶解試験

窒化物燃料の硝酸に対する溶解性を調べるため、硝酸濃度を3N～6N、溶解温度を80℃として溶解を実施した。また、NO<sub>x</sub>分析システムの構築を平成8年1月に終了し、同システムを用いた反応生成物同定及び溶解特性に関するデータ取得のための溶解試験を現在実施中である。

##### (2) C-14回収・除去法の調査研究

C-14の回収・除去に関する文献調査を行い、その結果をまとめている。

#### 1.4.2.3 研究開発スケジュール

研究開発スケジュールを表1.4.1に示す。

#### 1.4.2.4 主要な成果

##### (1) 窒化物燃料溶解試験

UN直接溶解試験の結果の一例を図1.4.1に示す。溶解オフガスの分析の結果NO<sub>x</sub>が発生していることを確認した。

試験の結果については、部内技術資料として報告している。

- ① 窒化物燃料溶解試験中間報告, A-95-010-0-2, 1995.6.
- ② 窒化物燃料溶解試験装置総合機能試験報告書, A-95-039-0-2, 1995.12.

##### (2) C-14回収・除去法の調査研究

C-14の捕集法の文献調査を行った。まとめについては、AASメモとして報告している。

- ① <sup>14</sup>C捕集法文献調査報告書(1), 07-(分)-169, 平成7年12月

#### 1.4.2.5 成果の評価

##### (1) 窒化物燃料溶解試験

これまでのUN直接溶解試験の結果から以下の知見を得た。

- ・硝酸濃度4N, 溶解温度80°Cの条件下では、UNはUO<sub>2</sub>や照射済MOX燃料に比べて溶解性に富んでいる。
- ・UNペレットの溶解速度は、硝酸濃度の約2.1乗に比例する。
- ・UN溶解オフガス中のNO<sub>x</sub>は、NO > N<sub>2</sub>O >> NO<sub>2</sub>の順で多く発生する。

##### (2) C-14回収・除去法の調査研究

C-14を含むCO<sub>2</sub>をアルカリと反応させて炭酸塩として回収する方法が、調査した全ての捕集法に共通した方針であった。

#### 1.4.2.6 今後の開発課題等

##### (1) 窒化物燃料溶解試験

- ・硝酸による溶解反応系での溶解液中の反応生成物の同定と反応式の確認。
- ・課題抽出と必要な解決方法の検討。

##### (2) C-14回収・除去法の調査研究

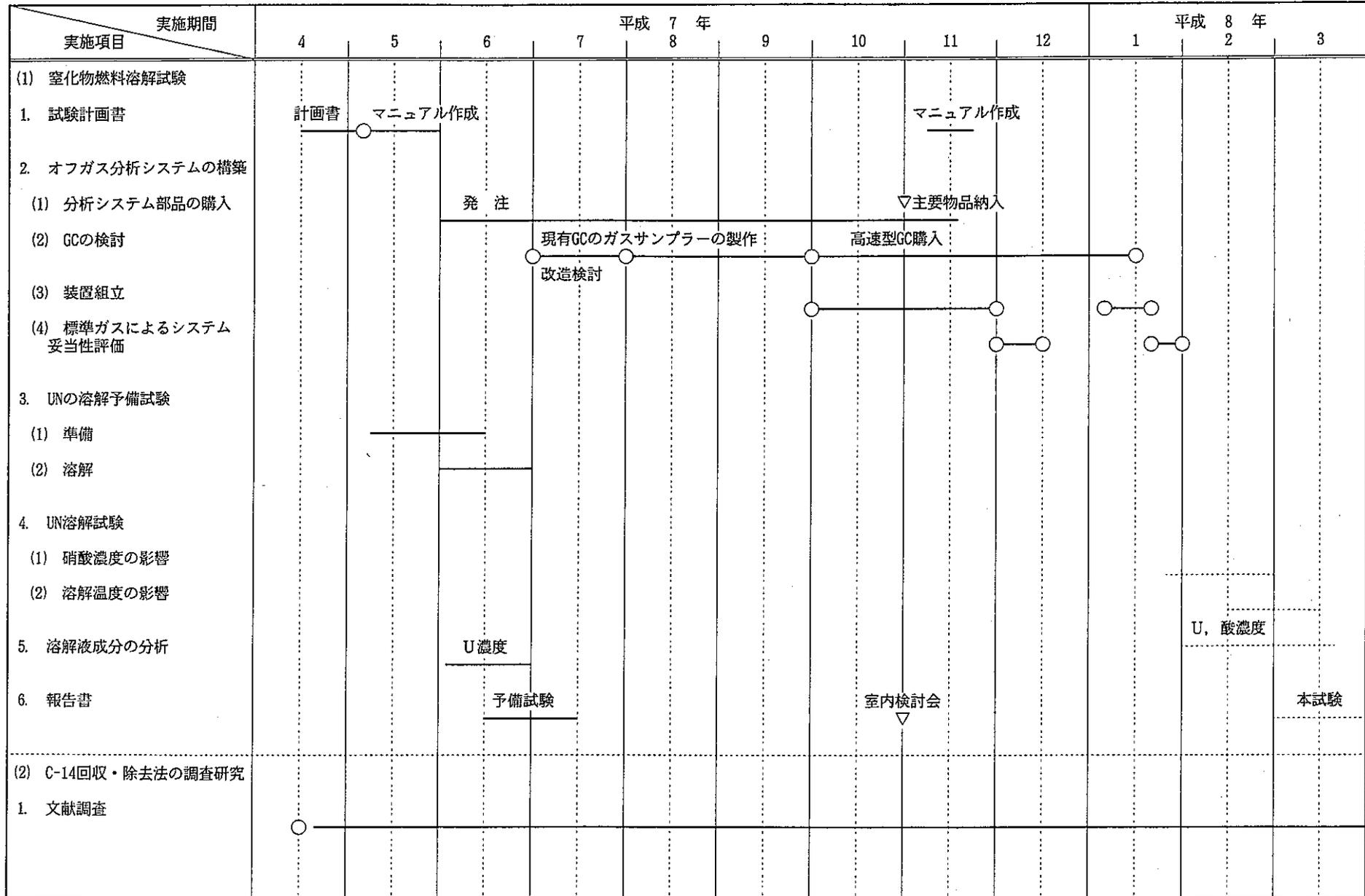
工学的に最適なプロセスを選定するために、幅広い調査を継続して行っていく必要がある。

## 1.4.3 実施担当者

本研究開発に係る実施担当者を以下に示す。

開発項目	実施担当者
(1) 窒化物燃料溶解試験	阿部 吉隆 榊原 哲朗 柴田 淳広
(2) C-14回収・除去法の調査研究	榊原 哲朗

表1.4.1 研究開発スケジュール



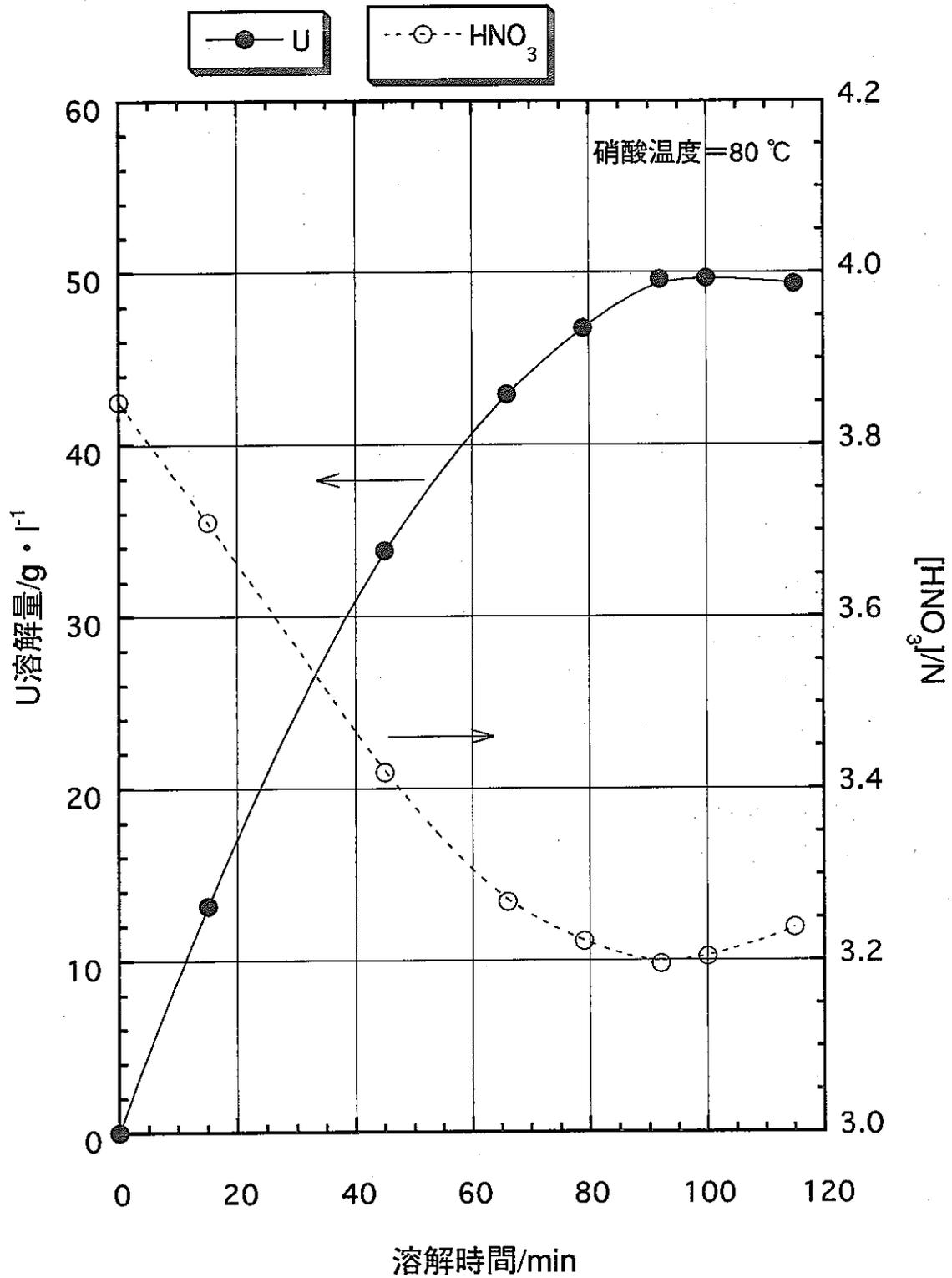


图1.4.1 UN溶解曲线

## 1.5 晶析法を応用したプロセス改良研究

### 1.5.1 開発の経緯及び概要

Purex 法をベースとした再処理工程を大きく簡素化し、再処理の経済性を向上することが望まれている。

かつて、U精製工程の簡素化を目的として、独KfKにおいて晶析法の適用性が検討された。

晶析法は、共存成分の多いU溶液から純粋なUを部分的に分離するのに適している。溶媒抽出法に比べて高い除染係数は得られないが、廃液発生量の低減が期待できる。高速炉燃料を対象とした再処理では、除染係数を従来より大幅に低くできる可能性があり、粗分離工程として晶析法が適用できるものと考えられる。

国内では(株)三菱マテリアルがウラン試験を実施し、上記の分離特性を確認している。また、U、Pu共存下での分離については核開部転換室の知見がある。

上述の低除染を許容するという前提に立ち、今年度より再処理の簡素化を目的とした晶析法の適用性を検討していく。

### 1.5.2 研究開発成果

#### 1.5.2.1 研究開発の目標

溶解液に晶析法を適用し、大部分のUを回収し、溶媒抽出工程への負担を軽減するプロセスの成立性を予備的に明らかにする。

#### 1.5.2.2 研究開発の現状

晶析法を適用した時のPFD、物質収支、機器等を評価し、Purex法によるプロセスと比較する研究を(株)三菱マテリアルに委託して行った。また、晶析法に関する文献調査を行った。

1.5.2.3 研究開発スケジュール

研究開発スケジュールを以下に示す。

研究開発スケジュール

	平成7年										平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
委託研究 (三菱マテリアル)							○	—	—	—	—	—	○
文献調査										○	—	—	○

1.5.2.4 主要な成果

晶析法とPurex 法を組み合わせたプロセスフローについて、物質収支や機器構成等を評価した。溶媒抽出のみのプロセスと比較した結果、廃液の発生量が3～50%低減できることを確認した。

1.5.2.5 成果の評価

Purex 法を補完するプロセスとしての、晶析法の有用性を確認することができた。

1.5.3 今後の開発課題等

Purex 法と組み合わせる場合の制約条件の整理およびPuを用いた基礎試験が必要である。また、試験装置の検討も含め、機器開発が重要な課題である。

## 1.5.4 実施担当者

本研究開発に係る実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
晶析法を応用したプロセス改良研究 (委託研究)	駒 義和 根本 慎一
晶析法についての文献調査	榊原 哲朗

## 2. 分析技術開発

### 2.1 $\alpha$ モニタ開発

#### 2.1.1 開発の経緯及び概要

これまでの $\alpha$ モニタ開発の経緯を表-2.1.1に示す。

東海事業所で建設が進められているリサイクル機器試験施設（以下「RETF」という）において、遠隔試験セル内分配工程等でのプルトニウムのリーク検知を目的に設置されるフォトメータの補完機器として、平成2年開発に着手した。

RETF詳細設計Ⅱへの設計の進捗に伴い、また安全審査の過程で今までフォトメータの補完的位置づけだったものが、安全上重要な機能維持に係わる計装（以下「安重機器」という）へと位置づけが変更された。このため、東海再処理工場をはじめ世界の再処理工場で多く使用され、実績のあるドラム型 $\alpha$ モニタへと型式が変更された。

ドラム型 $\alpha$ モニタは、仏国SGN社から市販されてはいるが、平成5年2月国産化を目指して開発に着手、試作機の製作を終了し各種基本特性を取得した。一方、ドラム型 $\alpha$ モニタの一部の技術に関連して、COGEMAから特許が申請されていることが判明した。調査の結果、特許請求範囲の動向によってはその特許に抵触する可能性のあることがわかった。

SGN社製ドラム型 $\alpha$ モニタがRETFへ設置できるかどうかの調査（特に配管位置及び外形寸法）として、SGN社製ドラム型 $\alpha$ モニタのグローブボックスタイプを基に、設計検討を行った。

#### 2.1.2 研究開発成果

##### 2.1.2.1 研究開発の目標

RETFにおいて、インライン化、小型化、遠隔保守・校正、耐放射線性を考慮し、遠隔試験セル内分配工程等でのプルトニウムのリーク検知器を開発する。

##### 2.1.2.2 開発の現状

開発の経緯及び概要において前述のとおり、現在、ドラム型 $\alpha$ モニタ国産機の開発を進めるとともに、再処理機器㈱においてSGN社製ドラム型 $\alpha$ モニタのグローブボックスタイプを基に設計検討を行った。

##### ① ドラム型 $\alpha$ モニタ国産機の現状

平成5年2月から平成6年3月にかけて概念設計及び製作を行い、平成7年1月までに試作機の製作を終了した。（図2.1.1）その後、平成7年2月までに配管位置決定のた

めのコールドによる流動特性確認試験、固体標準線源を用いた検出器の基本特性確認試験、マニプレータ及びグローブボックスを想定した遠隔保守性確認試験を行ってきた。平成7年度は、ドラム表面に均一な液膜が形成しやすいドラム表面仕上げ仕様を決定するための液膜厚確認試験、実液系（U単独溶媒系、U-Pu共存溶媒系、Pu単独水相系等）でのシステム基本性能確認試験、長時間運転による保守頻度の目安取得のための耐久性確認試験を行い、各種情報を取得した。

② SGN社製ドラム型 $\alpha$ モニタの設計検討

再処理機器（株）においてSGN社製 $\alpha$ モニタのグローブボックスタイプを基に設計検討を行った。

2.1.2.3 開発スケジュール

年 月 項 目	平成7年										平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
ドラム型 $\alpha$ モニタ													
1. PNC 製 (国産機)													
(1)液膜厚確認試験				○									
(2)実液系システム基本性能 確認試験												○	
(3)耐久性確認試験								○					
2. SGN 社製													
(1)設計検討 (再処理機器株)										○		○	
3. その他													
(1)文献特許調査									○				

#### 2.1.2.4 主要な成果

##### (1) 液膜厚確認試験

ドラム表面に形成される液膜は、形成しやすく、均一かつ安定していること及び $\alpha$ 線の最大飛程程度の液膜厚さがあれば $\alpha$ 線と $\beta/\gamma$ 線の弁別の観点から十分である。これらの条件及びRETF運転時の諸条件を考慮して、ドラム表面仕上げ仕様及びドラム型 $\alpha$ モニタ運転条件について評価した。その結果、ドラム表面仕上げ仕様については、塩化第二鉄腐食処理が適しており、ドラム回転数については、30~40rpm以上あれば、 $\alpha$ 線測定上十分な液膜厚さが形成されることを確認した。

##### (2) 実液系システム基本性能確認試験

試作機を用い、実液としてU単独溶媒系、U-Pu共存溶媒系、Pu単独水相系等により、U・Pu濃度、液温、ドラム接液深さ（流量に相当）、ドラム回転数をパラメータとして計数値を取得し、計数率対U・Pu濃度の出力直線性、応答性、安定性、再現性のシステム基本性能を確認した。

その結果、図2.1.2に示すようにPu濃度 0.088mg/l以上においては、良好な直線性の関係が得られた。検出限界については、U-Pu共存溶媒系及びPu単独溶媒系では0.12mg/l (0.14MBq/l)、Pu単独水相系では0.18mg/l (0.21MBq/l)を得た。また、精度は、試験セル内に設置される $\alpha$ モニタの設定値Pu濃度 100mg/l相当では、約0.2%であった。応答性については、応答時間約0.5秒程度（レートメータペンの動作時間がほとんどを占める）、安定性については約2%以下、再現性については約4%以下の振れであった。

##### (3) 耐久性確認試験

試作機を用い、連続運転時の耐久性、保守頻度の目安について確認するため、運転後のドラム及びドラム駆動軸の振れ幅、モータ表面温度を取得した。その結果、累積運転時間504時間における各測定値から、耐久性について問題ないことを確認した。

#### 2.1.2.5 成果の評価

RETFの基本試験条件である本試験条件下において、国産機の実液系溶液を用いた測定により、計数率対Pu濃度の出力直線性、応答性、安定性、再現性等の基本特性を取得し、その結果、RETFに設置するための基本的性能を有することを確認した。

また、耐久性については、RETFにおける1キャンペーン稼働日数20日間では問題ないことを確認した。

#### 2.1.3 今後の開発課題等

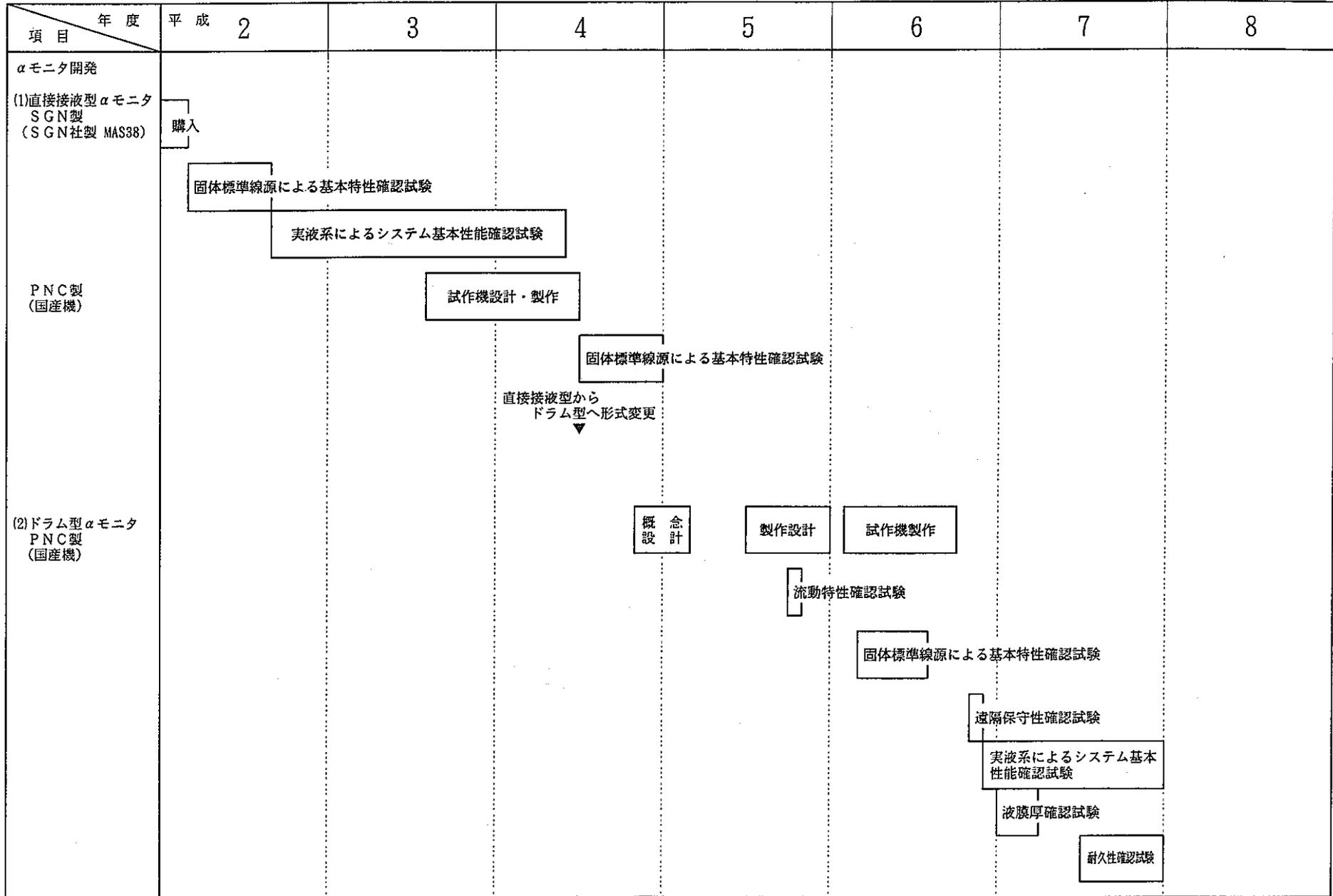
国産機については、システムの基本性能等各種データを取得し、ドラム型 $\alpha$ モニタの開発は平成7年度をもって終了する。

## 2.1.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
ドラム型 $\alpha$ モニタ 1. PNC 製 (国産機) (1)液膜厚確認試験 (2)実液系システム基本性能確認試験 (3)耐久性確認試験	栗林 正和 齊藤 和則 服部 弘美 寺田 誠二 三浦 幸一 青瀬 晋一
ドラム型 $\alpha$ モニタ 2. SGN 社製 (1)設計検討 (再処理機器株)	服部 弘美 三浦 幸一 青瀬 晋一
ドラム型 $\alpha$ モニタ 3. その他 (1)文献特許調査	服部 弘美 三浦 幸一 青瀬 晋一

表-2. 1. 1 開発の経緯



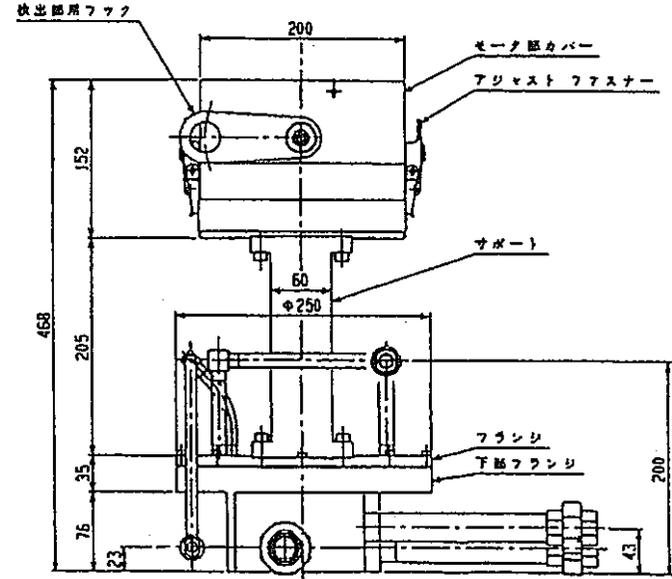
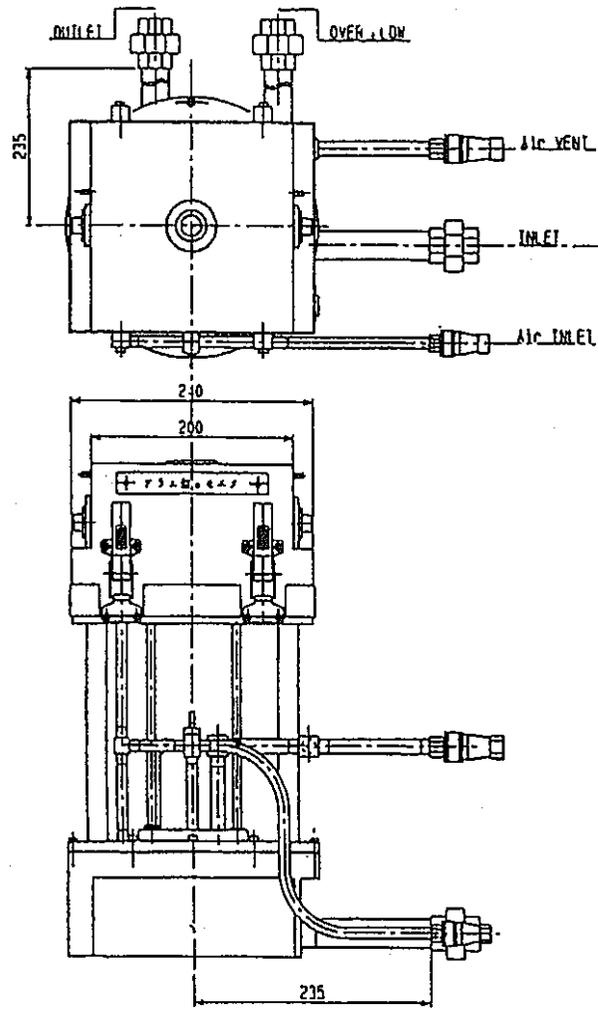


図 2.1.1 ドラム型  $\alpha$  モニタ試作機外観図

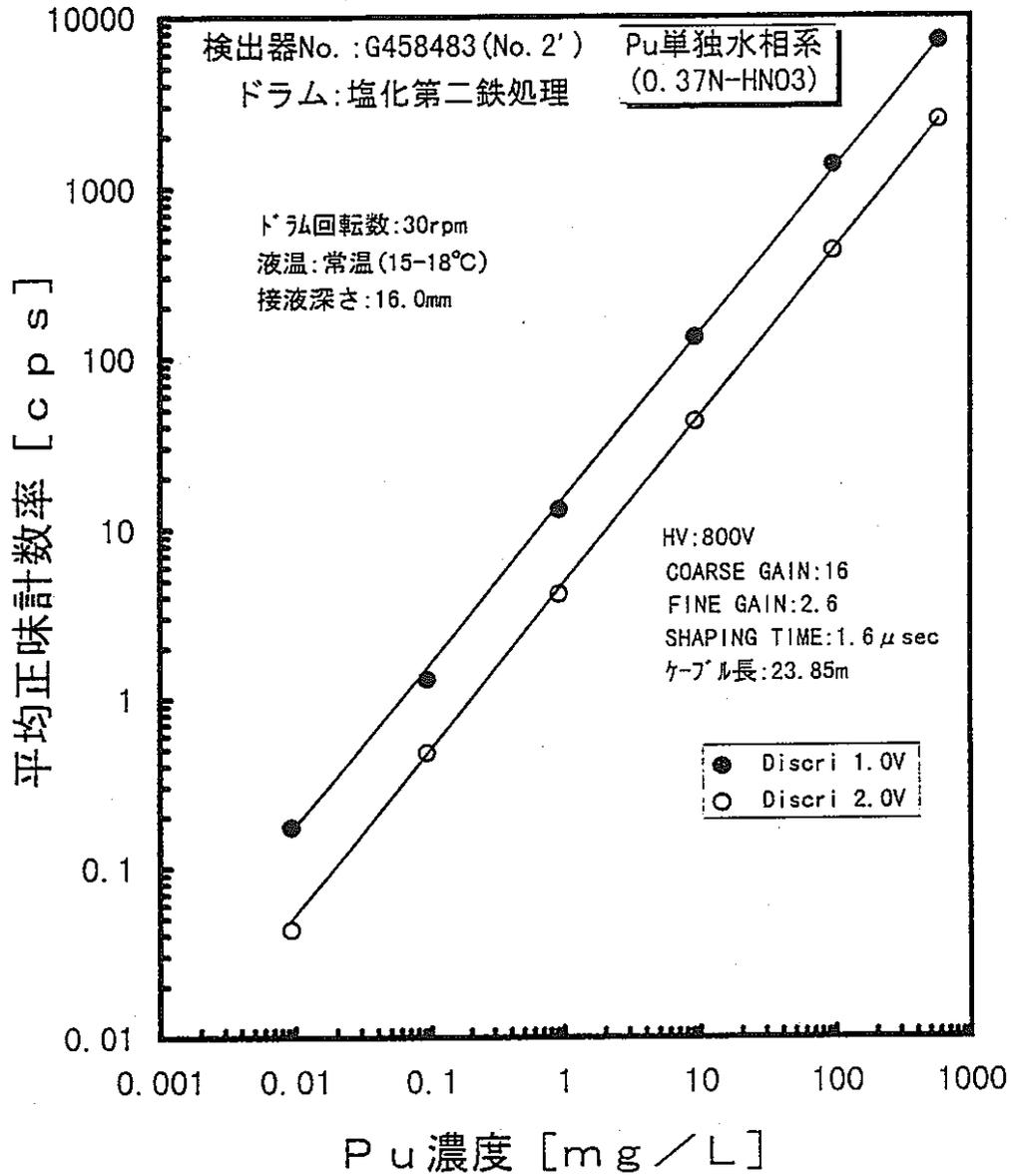


図2.1.2 出力直線性

## 2.2 蛍光K-EDGE開発

### 2.1.1 開発の経緯及び概要

これまでの蛍光K-EDGE開発の経緯を表-2.2.1に示す。

東海事業所で建設が進められているリサイクル機器試験施設（以下「RETF」という。）において、分析セルに送られてくる溶解液等、各種試験中のU、Pu濃度分析を行う装置として、平成5年開発に着手した。

蛍光K-EDGE法は、従来から行われている同位体希釈法に対して前処理等の試料調整を必要とせず迅速に測定が行われる非破壊測定技術である。

RETF分析セルにTRPで開発を進めている蛍光K-EDGE装置を既存のまま設置することは、装置の配置構成、試料の移送方法、必要試料量等の観点から問題があった。（図2.2.1）

平成5年10月より蛍光K-EDGE試料移送試験機的设计・製作を行い、平成6年6月から第二応用試験棟3階試験室を利用し遠隔操作試験を実施した。抽出した問題点については、改良試験機（2号機）への設計・製作に反映すべく平成6年12月から改良試験機（2号機）の設計・製作に着手した。

改良試験機は、試料移送台車にガタツキの少ないLMガイドを使用し精度良い位置再現性を可能にした。

平成7年9月から改良試験機による遠隔操作試験を行い、前回試験時に出た問題点が評価できるよう試験パラメータを見直し実施した。

その結果、一連の操作は可能であり前回試験で出た問題点はクリアできたものの、改良したことによる問題点も見いだされた。（試料装脱着治具、トンネル内レールの重量）

### 2.2.2 研究開発成果

#### 2.2.2.1 研究開発の目標

蛍光K-EDGE分析装置への試料セットを行う試料移送部の大きさ、形状、機能及び保守データは、RETF設計（分析セル—鉄室間のしきい壁設計、蛍光K-EDGE分析装置配置設計及び保守設計）に必要であり、これらデータを試料移送試験機的设计・製作・試験を通じて取得し実機設計に反映する。

#### 2.2.2.2 開発の現状

開発の経緯及び概要において記述した通り、現在蛍光K-EDGE試料移送方式の開発を進めており、これまでに(1)しきい壁設計に必要な試料移送試験機の大きさ、形状、床面からの高さ、位置(2)試料移送試験機のハンドリング評価を行い改良点の抽出等を行ってきた。

さらに、蛍光K-EDGE分析装置（試料移送部）を製作するために必要な試料移送部形状、試料測定部形状（X線発生管、検出器等の位置、形状）を確定するために、セル内設置押し

込み方式の改良設計・製作を実施した。

2.2.2.3 開発スケジュール

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
遠隔操作試験(2)						○	○						
試作機(3)設計・製作										○	○	○	
遠隔操作試験(3)													

2.2.2.4 主要な成果

(1) 遠隔操作試験

試料の測定セルへの注入、試料の測定位置までの移送、試料の抜き出し、トンネル部レール交換等セル内でのマニプレータ操作を想定して試験を行った結果、一連の操作を行うことは可能であったが、実機設計に向けてさらなる改良点を見いだした。具体的には、移送用治具及びトンネル内レールの重量、バランス、移送台車用のストッパー等である。

改良すべき点については対策等の検討を行い、3号機の改良設計・製作に反映し、改良点は全て処置できたことを確認した。

(2) セル内配置設計

蛍光K-EDGE分析装置のセル内配置設計に関しては、トンネル寸法、床面からの高さ、位置、X線発生装置等主要機器の選定・構成が終了した。計算ソフトについては、TRPの技術を流用する予定である。

また、セル-鉄室間のトンネル部には、通常測定しない時には盲プラグを装着することになったためレール交換等を含めた保守性の再検討を行う必要がでた。

トンネル内レールについては、設計側からの要求で通常測定しない時は、トンネル内に盲プラグを挿入することにしたため、トンネル内レールを交換可能な設計とした。(図2.2.2)

### 2.2.2.5 成果の評価

蛍光K-edge分析装置にかかわる試料移送方法の設計については、これまで2回の遠隔操作試験を行い、いくつかの問題点が見い出されているものの、その都度改良設計を実施し、設計を進捗させている。

### 2.2.3 今後の開発課題等

今後は、試料移送系の信頼性、保守性等の向上を図る。

### 2.2.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
蛍光K-edge試料移送試験機の設計・製作	三浦 幸一 新井健太郎 青瀬 晋一
遠隔操作試験(1)	三浦 幸一 新井健太郎 青瀬 晋一
遠隔操作試験(2)	三浦 幸一 新井健太郎 青瀬 晋一

表-2. 2. 1 開発の経緯

項目 \ 年度	平成 5	6	7	8	
試作機(1)設計・製作		○	○		
遠隔操作試験(1)		○	○		
試作機(2)設計・製作			○	○	
遠隔操作試験(2)			○	○	
試作機(3)設計・製作				○	○
遠隔操作試験(3)				○	○
セル内配置図			○	○	

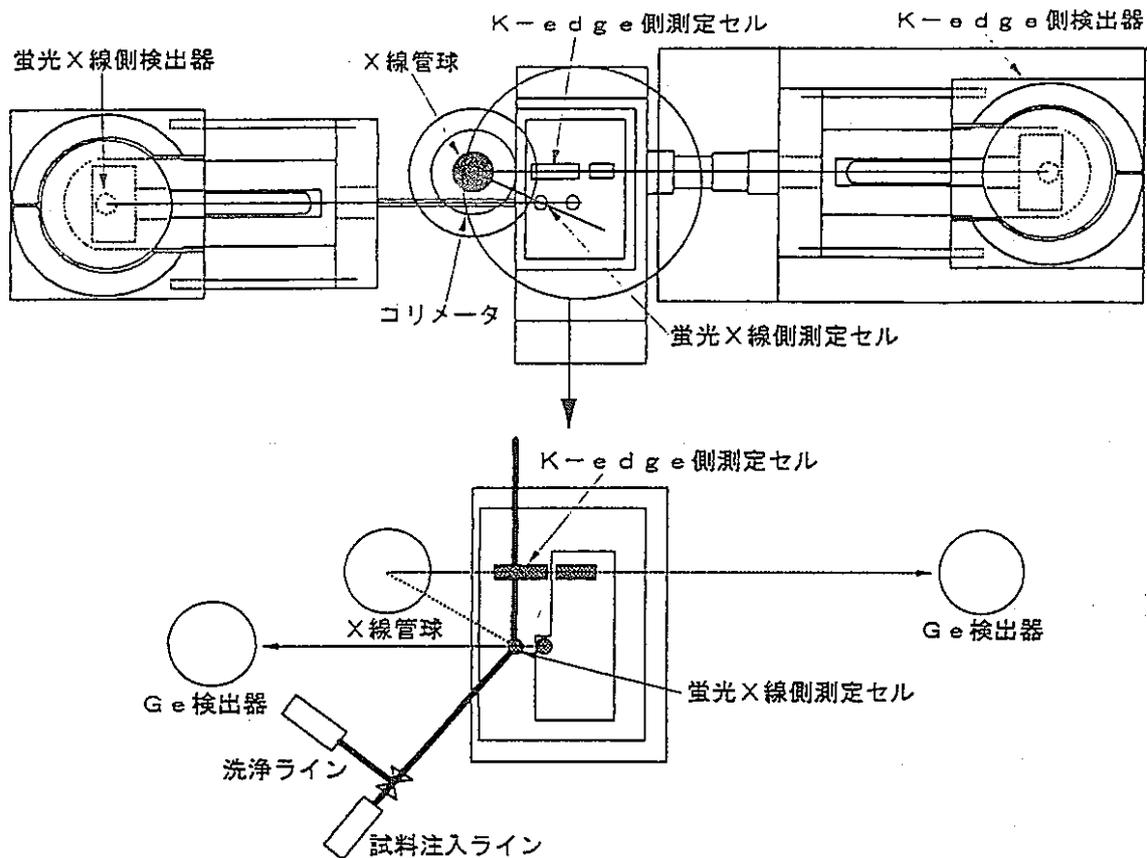


図-2.2.1 TRPの試料移送方法

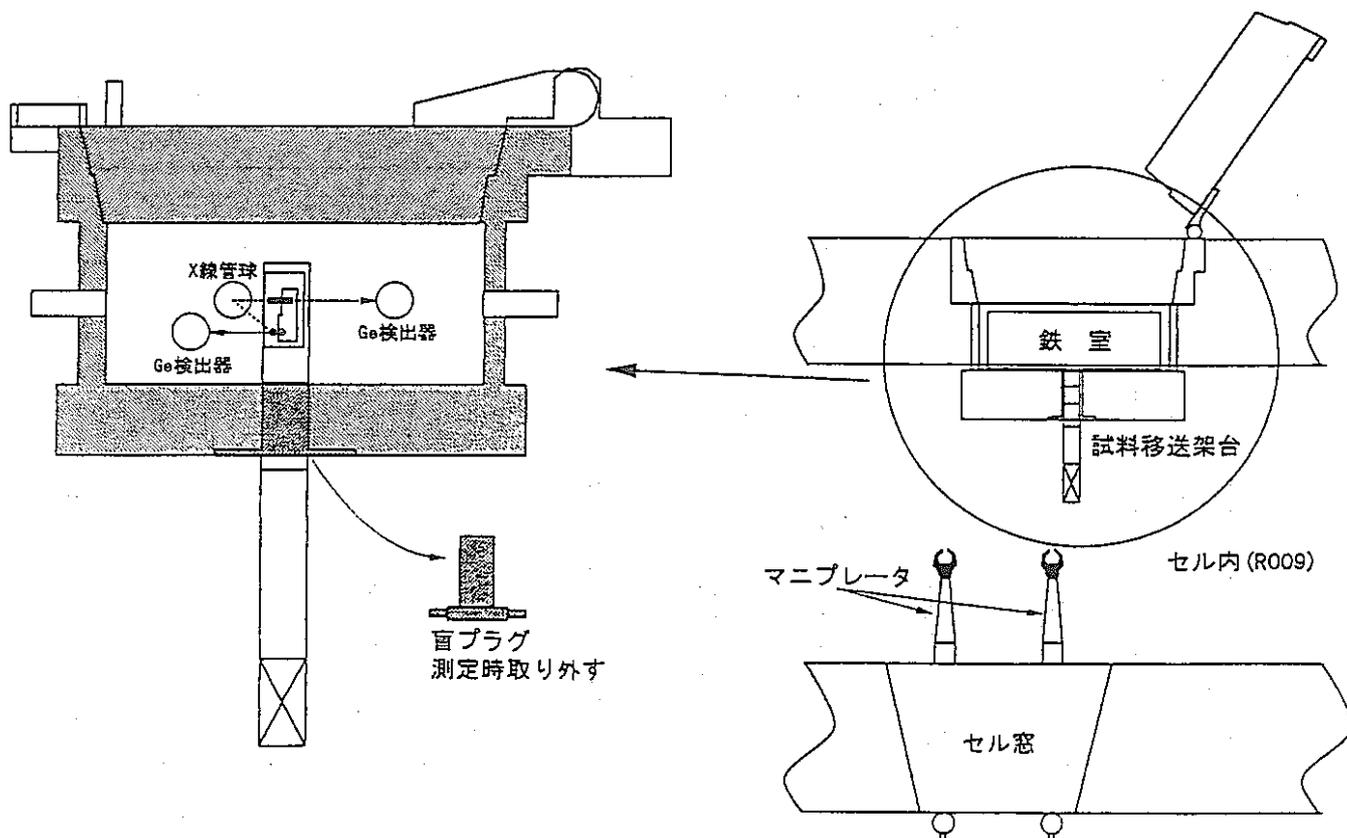


図-2.2.2 RETFにおける試料移送方法

## 2.3 フォトメータ開発

### 2.3.1 開発の経緯及び概要

高速炉燃料再処理では、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、滞留時間の短い遠心抽出器の採用が有力となる。

東海事業所で建設が進められ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工程監視用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、実験室では一般的な分析手法として実施されている。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、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。この中で、プロセス溶液に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）の試験でわかった。

一方、アクチニドプロセス・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、コンパクト化、光伝送系（光ファイバ）の分割化など、改良に着手した。

平成5年より開発に着手し、既存の吸光光度計と取り合いが可能な光伝送システム（光ファイバ、接続コネクタ、センサーヘッド）と気泡除去ポットの設計と試作を行い、コールドによる基本性能確認試験を行った。平成6年度は、前年度の評価試験の結果をもとに多波長解析が可能な吸光光度計及びセンサーヘッド部の大きさを考慮し光伝送量が最大となる光伝送システムの設計・試作を行った。

現在、遠心抽出器の溶液の流れが模擬できるインラインループ装置及び気泡の影響をさらに低減させるポットの設計・試作を行っている。

### 2.3.2 研究開発成果

#### 2.3.2.1 研究開発の目標

RETF抽出工程の運転状況監視用装置として、特に流通系でのPu、U溶液濃度測定が可能な分析装置を開発する。

#### 2.3.2.2 開発の現状

現在フォトメータ開発を進めておりセンサーヘッドの基本構造はほぼ確定した。図-2.3.1にフォトメータセンサーヘッドの概略図を示す。また、図-2.3.2にセル内設置概略図を示す。

平成5年9月から平成6年2月にかけて既存の吸光度計に対応可能な光伝送システム（センサーヘッド、光ファイバ、コネクタ）及び気泡除去ポットの設計・試作を行い、その後平成6年7月から9月にコールドによる静置系及び流通系での基本性能確認試験を実施し、光ファイバ接続、センサーヘッドの取り付け位置等による吸光度の影響及び2波長測定によるノイズの低減化等を確認した。

平成6年12月から平成7年3月にかけて、アクチニドプロセス・分析開発室で開発した多波長同時測定プログラムが対応可能な吸光度計を導入し、センサーヘッド部との取り合いを考慮し光伝送量が最大となる光伝送システム（センサーヘッド、光ファイバ）の設計・製作を行った。

平成7年8月から12月にかけてコールドによる静置系及び流通系による性能確認試験を行い、気泡共存状態での測定の可能性を示唆した。

現在、実液系の流通状態を模擬できるインラインループ装置の改造を行っている。

### 2.3.2.3 開発スケジュール

年 月 項 目	平成7年										平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
・フォトメータ基本特性確認試験 (1)流通系での測定性能評価 (2)気泡発生による吸光度への影響 (3)センサーヘッド閉塞による 吸光度への影響 (4)コネクタ接続による 吸光度への影響 ・インラインループの改造					○	—	—	—	—	○			
											○	○	

### 2.3.2.4 主要な成果

#### (1) 検量線の作成（流通系）

硝酸ネオジム濃度をパラメータにインラインループ装置を用い気泡を発生させた状態で各々の濃度についてn=5で吸光度を測定した結果、相関係数0.9997と良い直線性が得られた。（気泡の発生を容易にするため中性洗剤を100μℓ添加）

また、各濃度におけるCV値は、 $1\text{ g/l}$ で2.4%、 $2\sim 80\text{ g/l}$ で0.5%以内と精度の良い結果であった。

(2) 気泡発生による吸光度への影響

硝酸ネオジム濃度 $25\text{ g/l}$ 、ループ内流量 $2.5\text{ l/min}$ 、中性洗剤を $100\text{ }\mu\text{ l}$ 添加し気泡発生時における吸光度への影響を確認したところ(2)で作成した検量線を用い算出した結果 $\text{Nd}22\text{ g/l}$ に相当する正の影響を与えることが判った。

(3) 閉塞による吸光度への影響

測定中に何らかの事象でセンサーヘッドのセルパス部が閉塞した場合、吸光度の最小と最大の差で $(0.3825 - 0.3733)\text{ at ABS} = 0.092$ であり、(2)で作成した検量線から算出すると $0.44\text{ g/l}$ のズレであった。

(4) コネクタ接続による吸光度への影響

光ファイバがコネクタで接続された際の吸光度への影響を確認したところ3波長での補正により、その影響を低減できることを確認した。

### 2.3.2.5 成果の評価

流通系でのインライン測定の確証を目標に開発を進めているが、これまで流通状態は完全に模擬できないものの流通系での測定(3波長による吸光度補正)は可能(誤差 $3\text{ g/l}$ )であった。今後は気泡除去ポットの改良を進め精度の高い測定が可能となるよう開発を進めて行く。

### 2.3.3 今後の開発課題等

実液系の流通状態を模擬可能なインラインループを用い測定評価すると共に多波長解析プログラムの測定性能を把握すべくUによる試験を実施して行く。

また、測定性能の向上をめざし気泡除去ポット内部構造を検討し精度の高い測定が可能な光伝送システムの開発を進めて行く。

#### 2.3.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
フォトメータ開発	三浦 幸一 佐野 雄一 新井健太郎 青瀬 晋一

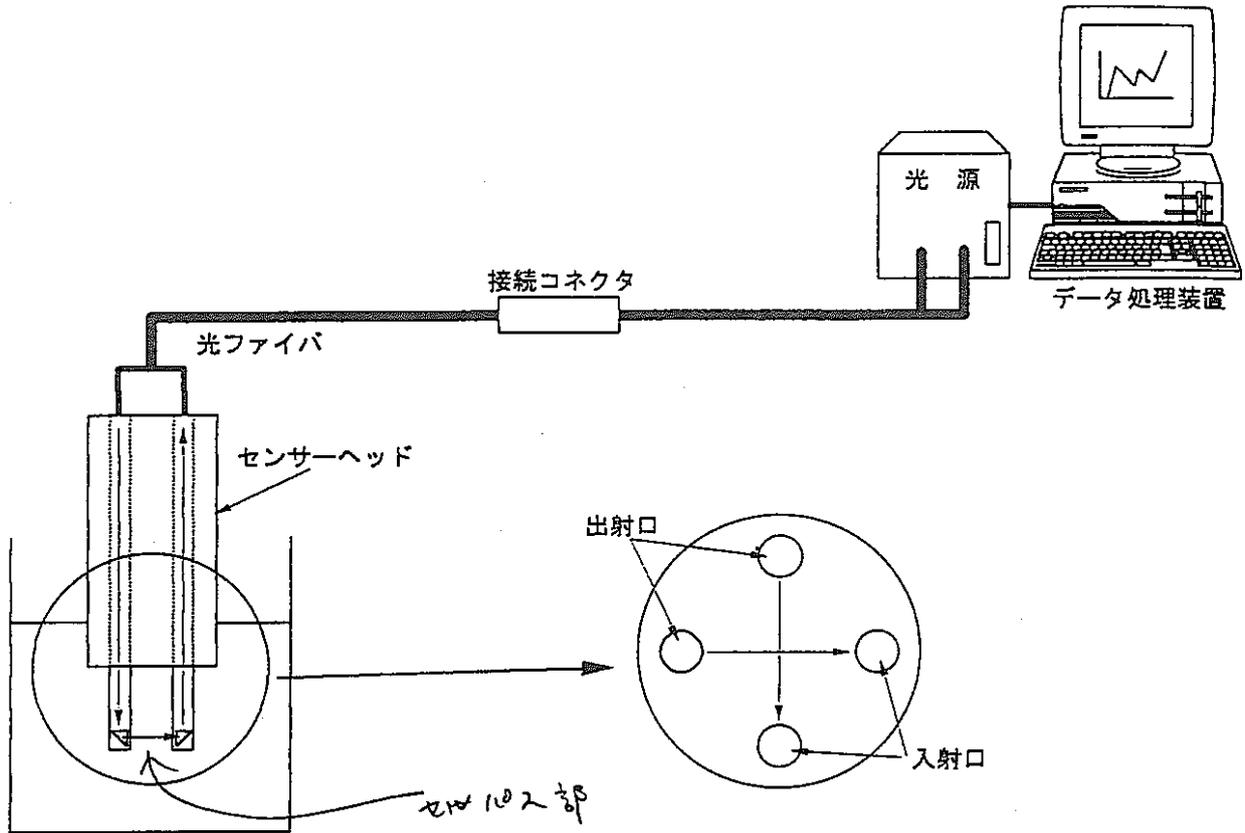


図-2. 3. 1 フォトメータセンサーヘッド概略図

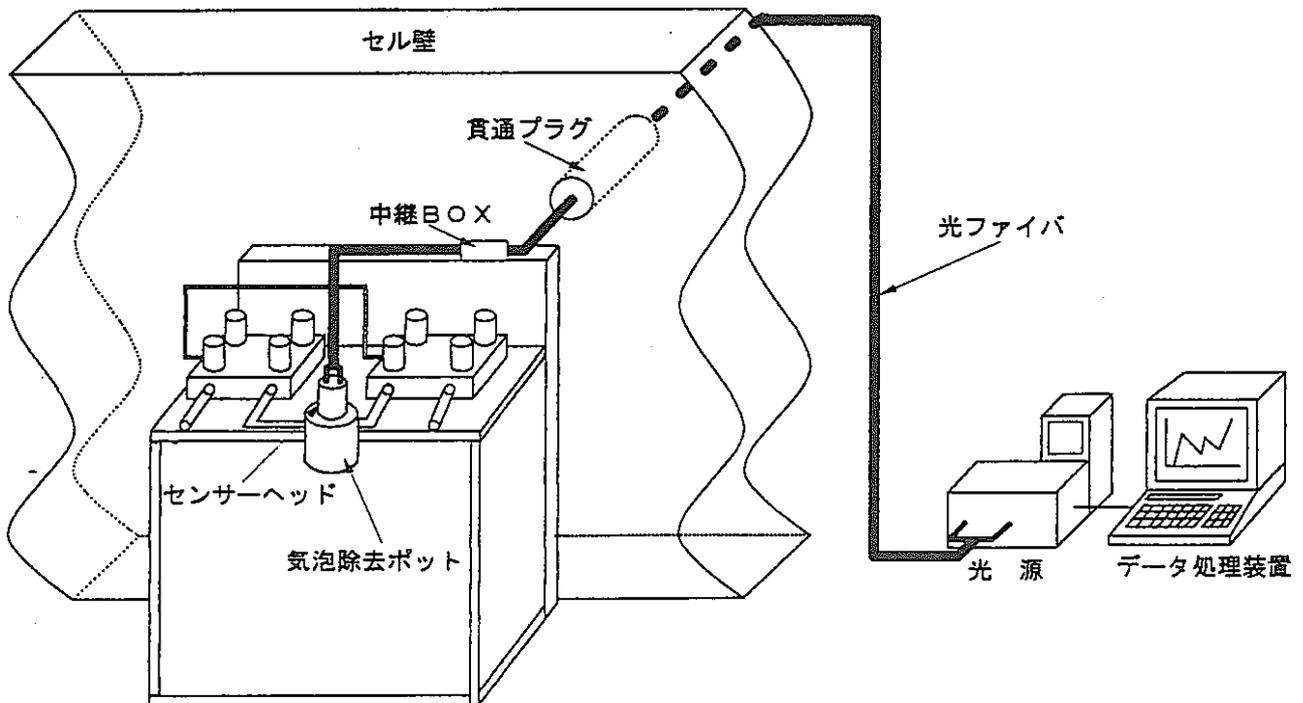


図-2. 3. 2 セル内設置概略図

## 2.4 セル内発光分析装置開発

### 2.4.1 開発の経緯及び概要

本試験研究は、ホットセル内に於ける固体試料（高レベル廃棄物ガラス固化体、使用済燃料被覆管、残渣等）の分析手法の高度化を目的とし、前処理の不要な固体試料の分析技術開発の一環として着手したものである。

平成5年度までにモノクロメータ（単一元素分析器）を用いた予備試験とポリクロメータ（多元素同時分光分析器）を用いた分析装置の試作と予備試験を実施した。平成6年度には、一部試験装置改良と多元素同時分析装置によるICP発光分析法の各種基本データの取得試験（コールド試験）を実施し、年度末に原子力学会にて成果報告を行った。

平成7年度には、試験結果の理論解析とシミュレーション試験による実験式の同定を行うとともに成果を技術資料としてまとめた。

### 2.4.2 研究開発成果

#### 2.4.2.1 研究開発の目標

溶解工程で発生する不溶性残渣中のルテニウム、モリブデン、テクネチウム、使用済燃料被覆管ジルカロイ酸化物層中のルテニウム、ストロンチウム、プルトニウム、及び高レベル廃棄物ガラス固化体中のナトリウム等のホットセル内での直接分析技術の開発。

#### 2.4.2.2 研究開発の目標

ステンレス、ジルカロイ、及びガラス固化体の各模擬試料を用いたコールドでの多元素同時分析試験の結果、クロム、鉄、ニッケル、モリブデン等代表的な標準元素については、通常の検量線法又は内標準法により定量分析の実現性があることが確認できている。

また、化学工学ないしは制御工学的手法に基づくシミュレーションにより装置の特性を相当程度理論的、実験式的に把握できている。

2.4.3 開発スケジュール

	H 6	H 7年度												H 8
	1 2 3	4 5 6 7 8 9 10 11 12	1 2 3	4 5 6										
(1) 予備・補助試験		○												
(2) コールド基礎試験														
①感度関係	○													
②再現性	○													
(3) モデル化と シミュレーション		○												

2.4.4 主要な成果

主要な成果は以下に示すとおりである。

- (1) コールド試験により基礎データを取得した。
- (2) シミュレーションにより装置特性を把握した。
- (3) 技術資料登録 (PNC ZN8410 95-238)

2.4.5 成果の評価

- (1) コールド試験において、代表的な元素について定量分析装置としての実現可能性の評価が得られた。
- (2) シミュレーションにより、装置の特性を理論的に把握しやすくなり、今後実施すべき評価試験項目の抽出が容易となった。
- (3) 基礎試験段階としての成果を取りまとめた。

2.4.6 今後の開発課題等

- (1) プラズマ温度の発光強度、再現性への与因評価
- (2) CWレーザーまたは高速パルスレーザーによる評価試験
- (3) 内標準法のための試料の検討

## 2.4.7 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
(1) 予備・補助試験	寺田 誠二 石井 太郎
(2) コールド基礎試験	寺田 誠二 石井 太郎 青瀬 晋一
(3) モデル化とシミュレーション	寺田 誠二

## 2.5 オフガス中の<sup>14</sup>Cの分析方法

### 2.5.1 開発の経緯及び概要

再処理工程オフガス中の核種<sup>14</sup>Cは、環境評価等で重要な核種であるため、将来は、<sup>14</sup>C濃度を短時間内に測定し、その結果を各除去工程へフィードバックすることが必要となると考える。しかし、従来のオフガス中<sup>14</sup>C分析法は、吸収・沈殿・再溶解等の化学操作を行う他、サンプリングに数日を要するためインライン化は困難である。

また、これまでは、発生源である剪断・溶解時の<sup>14</sup>C濃度経時変化を観測できる分析技術がないため、<sup>14</sup>Cの挙動把握が十分でなかった。そこで、剪断・溶解オフガスを対象とし、インライン化を視野にいたした低濃度<sup>14</sup>C迅速測定装置開発を目標に検出部を高感度な四重極型質量分析器とする装置を試作し、その測定法開発を進めている。

ガスクロマトグラフ・四重極型質量分析器（以下GC/MS）は、試料を気体状のまま検出装置に導入でき、測定に要する時間も短く、NO<sub>x</sub>等の妨害核種は分離カラムで除去可能である等、利点が多くオフガス中の<sup>14</sup>C濃度の測定器として適していると考えられるので、前処理方法も含めて分析方法の開発を行っている。

平成3年にGC/MSを設置し、測定システムの基本性能（検出限界・定量下限）を検討した後、測定対象をCO<sub>2</sub>の化学形に絞り込み、実験を継続している。<sup>14</sup>CO<sub>2</sub> (m/e46)の検出に直接影響するNO<sub>x</sub>は、NO<sub>2</sub>とN<sub>2</sub><sup>18</sup>Oがあり、前処理工程で分離する必要があるため、分離充填剤の選定・性能確認・最適条件の検討を行った。また、酸素の安定同位体<sup>18</sup>Oを含むCO<sup>18</sup>Oも測定に妨害を与えることがわかった。

平成7年度は、物理的性質が良く似ていて、分離が困難なN<sub>2</sub>OとCO<sub>2</sub>の分離に重点をおいた実験を行った。また、測定形態をCO<sub>2</sub>からC単体に変更する測定手法の基礎試験準備を行った。

これまでの開発の経緯を表2-5-1に示す。

測定装置システムの概要を図2-5-1に示す。

### 2.5.2 研究開発成果

#### 2.5.2.1 研究開発の目標

使用済燃料再処理の剪断・溶解工程から発生するオフガス中の<sup>14</sup>C濃度の経時変化モニタを開発する。

#### 2.5.2.2 開発の現状

本年度は、下記の2項目の試験を実施した。

- ① 分離が困難であり影響が大きいN<sub>2</sub>OとCO<sub>2</sub>の分離に重点をおいた分離充填剤の選定及び分離性能・条件の検討。



3. 測定システムの改造

触媒・装置の基礎試験準備

2.5.3 成果の評価

NO<sub>x</sub>・酸素安定同位体のm/e46への測定妨害試験，及び本年度のNO<sub>2</sub>とCO<sub>2</sub>の分離試験結果から，<sup>14</sup>Cの検出部における測定形態を<sup>14</sup>CO<sub>2</sub>以外の形態に変換する必要があることを確認するとともに，装置の改造を行い，基礎特性試験を行うための準備をした。

2.5.4 今後の開発課題等

本年度に引き続き，CO<sub>2</sub>以外の形態に変換して測定する方式の基礎試験を行い，その有効性・定量性を確認していく。

2.5.5 実施担当者

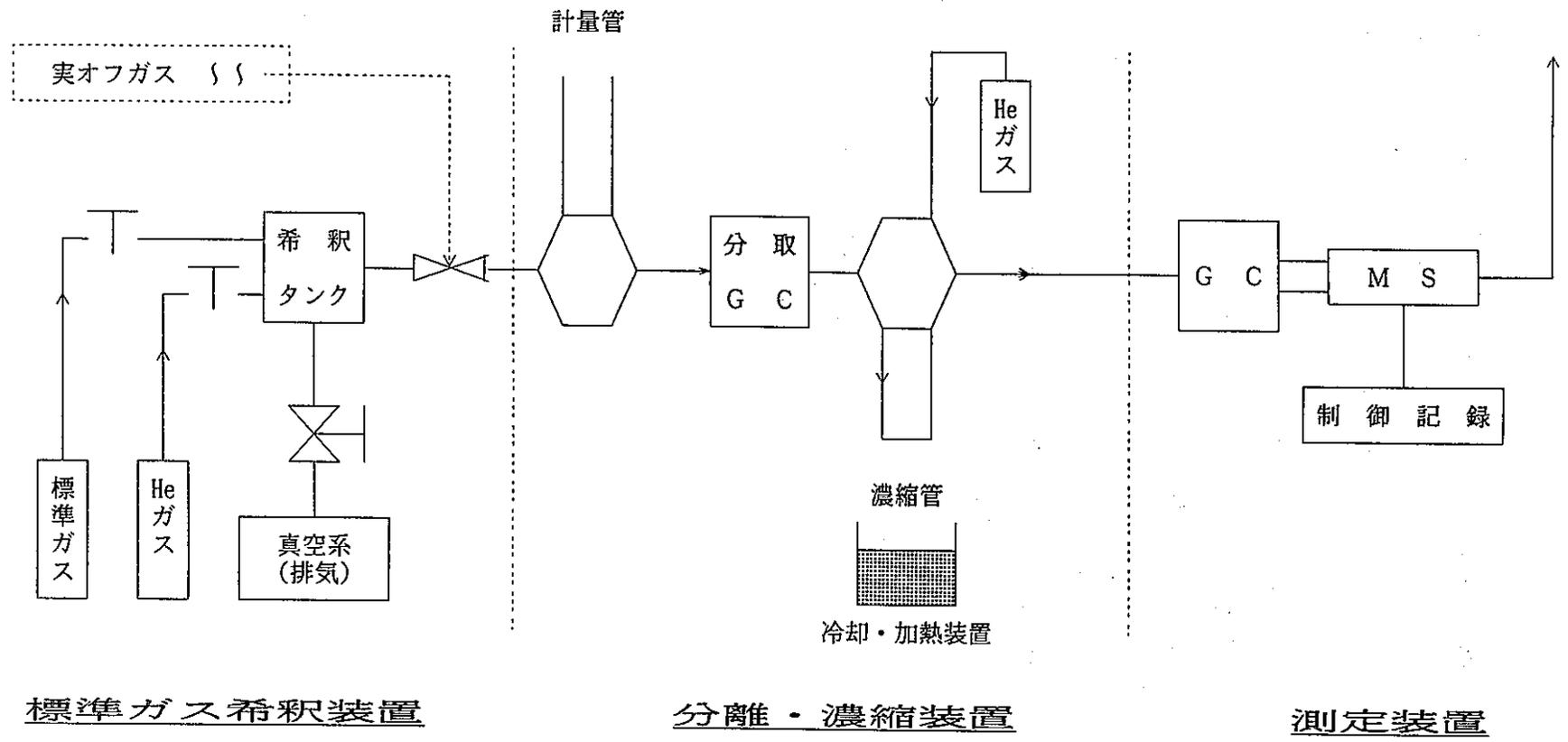
本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開発項目	実施担当者
オフガス中の <sup>14</sup> Cの分析法開発	茨目 幸雄  檜山 敬

表 2-5-1 開発の経緯

項目	年度	平成元年	2年	3年	4年	5年	6年	7年
オフガス中の <sup>14</sup> C分析			計画・発注 ○ 製作	装置性能試験 ○ 検出限界 定量下限		NOxの影響 ○ 確認試験		N <sub>2</sub> Oの分離 ○ 試験

図 2-5-1 測定装置システムの概要



## 2.6 溶解液中の<sup>129</sup>I分析法開発

### 2.6.1 試験の経緯及び概要

使用済燃料の溶解によって発生する放射性ヨウ素 (<sup>129</sup>I) は、半減期 ( $1.577 \times 10^6$ 年) が長く、工程内挙動が複雑であるため、再処理施設の安全性評価及びプロセスの運転管理上その定量評価が極めて重要である。

溶解液中の<sup>129</sup>I分析法の開発は、NO<sub>2</sub>ガス追い出し- $\gamma$ 波高分析法を対象として平成元年度より試験に着手し、第一段階として25%NO<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>混合ガスを使用し、硝酸溶液中からのヨウ素の分離回収試験を行い、その実用性を確かめた。次に、第二段階として、FBR燃料溶解液を模擬した試験液(模擬溶解液)を使用し、溶解液中のヨウ素の化学形態を推定するとともに、NO<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>ガスを25%から、安全性と取扱いの容易性を考慮して5%NO<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>ガスに変更し、不足するNO<sub>2</sub><sup>-</sup>をNaNO<sub>2</sub>溶液で補充する分離方法について、コールド及びRI試験を行った。その結果、溶解液中のヨウ素の化学形態としては、I<sup>-</sup>、IO<sub>3</sub><sup>-</sup>、IO<sub>4</sub><sup>-</sup>の他にAgI、PdI<sub>2</sub>などの難溶性ヨウ素化合物の存在が確認された。また、<sup>129</sup>I標準を用いたRI試験の結果から、ヨウ素の分離回収率として90%以上、相対標準偏差(CV)2%以内の結果が得られた。なお、ウエル型ゲルマニウム検出器を測定系とした、本法の定量下限値は0.037Bq/mlであった。

平成7年度においては、第三段階として、更に、セル内分析の安全性向上及び分析コスト低減化を狙い、ヨウ素の分離法をNO<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>ガス通気法からNaNO<sub>2</sub>溶液の添加によって生成するHNO<sub>2</sub>を利用し、エア通気でヨウ素を分離する方法に変更し、分離回収条件の選定試験及び<sup>129</sup>I標準を使用したRI試験を行うとともに、CPFの実溶解液によるホット試験を行っている。

### 2.6.2 試験成果

#### 2.6.2.1 試験の目標

平成7年度は、NaNO<sub>2</sub>溶液添加-エア通気- $\gamma$ 波高分析法による溶解液中の<sup>129</sup>I分析法の確立を目的とし、コールド試験において、NO<sub>2</sub>ガス法と同レベルの回収率及び再現性を有する分離回収条件の選定試験を、また、<sup>129</sup>I標準を実溶解液に添加するトレーサ試験及び実溶解液の分析試験により、分析フローシートの総合的な確認を行う。

#### 2.6.2.2 試験の状況

模擬溶解液及び実溶解液を使用し、NaNO<sub>2</sub>溶液添加-エア通気- $\gamma$ 波高分析法(以下「NaNO<sub>2</sub>溶液添加法」と記す。)による溶解液中の<sup>129</sup>I分析法の検討として、以下の試験を行った。

- (1) 安定ヨウ素を用いたコールド試験
  - ① 各ヨウ素形態への適用性確認
  - ② 分離回収条件の選定
  - ③ 再現性の確認
- (2)  $^{129}\text{I}$ , RI標準を用いたトレーサ試験
  - ① 模擬溶解液への $^{129}\text{I}$ 添加回収試験
  - ② 実溶解液への $^{129}\text{I}$ 添加回収試験
  - ③ 同伴核種の特定制及び影響度の把握
  - ④ FBR 燃料溶解液中の $^{129}\text{I}$ 分析試験

2.6.2.3 試験のスケジュール

本年度実施の試験項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成7年										平成8年				
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	
1. コールド試験															
① 各ヨウ素形態への適用性確認		○	○												
② 分離回収条件の選定		○	○												
③ 再現性の確認			○	○											
2. <sup>129</sup> I標準を用いたトレーサ試験															
① 模擬溶解液への <sup>129</sup> I添加回収試験							○	○							
② 実溶解液への <sup>129</sup> I添加回収試験							○	○							
③ 同伴核種の特定及び影響度の把握							○	○							
④ FBR燃料溶液中の <sup>129</sup> I分析試験							○						○		

2.6.2.4 主要な成果

平成7年度の試験において得られた成果は、以下の通りである。

(1) 安定ヨウ素を用いたコールド試験

NaNO<sub>2</sub> 溶液添加法によるヨウ素の分離に関し、安定ヨウ素を用いたコールド試験において、NaNO<sub>2</sub> 溶液の最適濃度及び添加量を決定し、同条件において、I<sup>-</sup>（難溶性ヨウ素化合物を含む）、IO<sub>4</sub><sup>-</sup>を用いた、ヨウ素の分離回収試験を行った。結果としては、I<sup>-</sup>、IO<sub>3</sub><sup>-</sup>、IO<sub>4</sub><sup>-</sup>の回収率は、88%以上であり、本法が各形態ヨウ素の分離に十分適用できることを確認した。

溶解液中の<sup>129</sup>I分析に適用できる方法であることを確認した。

(2) <sup>129</sup>I標準を使用したトレーサ試験

<sup>129</sup>I標準を用いたトレーサ試験では、実溶解液中のヨウ素量と推定される<sup>129</sup>I (3.7Bq/ml) を模擬溶解液に添加し、<sup>129</sup>Iの分離回収試験を行った。その結果、<sup>129</sup>Iの回収率は、コールド試験と同等の89%が得られ、本法が微量<sup>129</sup>Iの分離に適用できることを

確認した。また、CPF のFBR 使用済燃料の小規模な溶解試験（剪断片単位の溶解試験）で得られた溶解液（清澄液）を使用し、 $^{129}\text{I}$  標準を添加した添加回収試験を行った。その結果、 $^{129}\text{I}$  の回収率は89%以上、相対標準偏差（CV）は4%以内であり、本法が溶解液中の  $^{129}\text{I}$  分析法として適用できることを確認した。

また、実溶解液中  $^{129}\text{I}$  の分析をPhenix照射済燃料溶解液及び常陽C型特殊燃料を1ピン溶解した溶解液を用いて実施した。その結果、Phenix照射済燃料溶解液については、本法の定量下限値（0.037Bq/ml）以下であったが、常陽C型特殊燃料溶解液については、不溶性残渣を含んだ溶解液の $^{129}\text{I}$ 量は、5.1Bq/ml、ろ過後の不溶性残渣を含まない溶解液については、1.2Bq/mlであった。

#### 2.6.2.5 成果の評価

本年度実施した、コールド試験、RI試験及び実溶解液によるホット試験結果から、 $\text{NaNO}_2$  溶液添加—エア通気— $\gamma$ 波高分析法が、溶解液中の  $^{129}\text{I}$  分析法として、適用できることを確認した。

常陽C型特殊燃料溶解中の  $^{129}\text{I}$  分析については、不溶性残渣を含む溶解液の定量値が不溶性残渣を含まない溶解液の定量値に対して、約4倍程度の高値を示したことから、溶解液中に残留するヨウ素形態としては、難溶性ヨウ素化合物が主に存在することが推測できた。

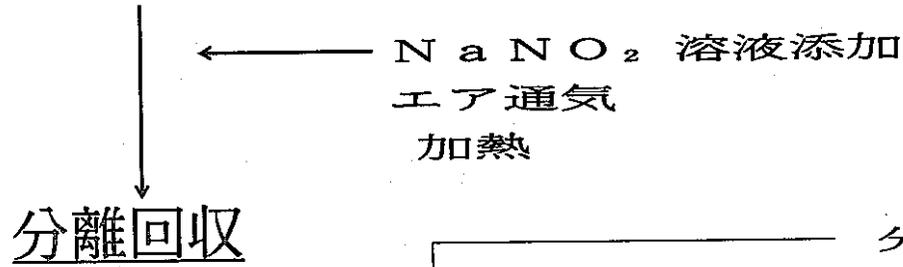
#### 2.6.3 今後の試験課題等

溶解液中の  $^{129}\text{I}$  分析法の開発については、平成7年度をもって終了する計画であるが、次年度以降については、微量 $^{129}\text{I}$  (39.5KeV) の測定の効率的化と $^{129}\text{I}$  の測定に際し、他核種及びコンプトン散乱等の影響がない測定法の確立のため、検出器をウエル型ゲルマニウム検出器からホスウエルサドウィッチ型検出器（ホスウィッチ型検出器）に変更し、測定試験を実施する計画である。

#### 2.6.4 実施担当者

開発項目	実施担当者
1. 溶解液中の $^{129}\text{I}$ 分析法の開発	篠崎 忠宏 菅沼 隆

F B R 燃料溶解液



↓

定 容

↓

分 取

↓

$\gamma$  波高分析

分離回収条件	
回収液	: 3 M $\text{NaOH}$ 10 ml
追い出し槽内温度	: 104 °C
回収槽加熱温度	: 90 °C
分離回収時間	: 90 分間
エア流量	: 20 ml / min
酸化還元剤	: 1 M $\text{NaNO}_2$ 10 ml

図2.6.1 溶解液中の<sup>129</sup>I分析フローシート

## 2.7 NMRによる抽出錯体構造解析

### 2.7.1 開発の経緯及び概要

使用済燃料溶解液からTBPを抽出剤として用いることによりU、Puを抽出分離し、燃料として再利用するといった現行のPUREX法に対し、使用済燃料中に含まれるNp、Am、Cmなど長半減期のマイナーアクチニド元素をさらに回収する、いわゆる「アクチニドリサイクル」の観点に立った湿式分離プロセス、また、SrなどのFP元素もさらに分離対象とした再処理プロセス及び新抽出剤などの研究開発が近年進められている。これらの分離プロセスにおける各元素の抽出挙動を把握する上で、使用済燃料溶解液中に含まれるアクチニド、ランタニド元素などの金属イオンと有機溶媒中の抽出剤との間の反応性、さらには生成する抽出錯体の構造などを明らかにすることは非常に重要であり、また今後新たな再処理プロセスや新抽出剤などの開発を進めていく上でも有効な基礎データとなる。

AASでは、マイナーアクチニド元素の分離回収技術として、抽出剤にCMPOを用いるTRUBEX法の、またFP元素(Sr、Cs)の分離回収技術として、抽出剤にクラウン化合物やカリックスアレーン誘導体を用いる溶媒抽出法の研究開発をそれぞれ進めている。TRUBEX法については、CPFにおけるホット試験などを通して、分離プロセスとしての実用レベルにまで開発が進んでいるが、相改質剤として加えられるTBPと金属イオンとの反応、第三相の生成機構、アクチニド/ランタニド分離工程におけるDTPAと金属イオンとの反応など、今後の湿式分離プロセス開発を進める際にも有用となる溶液化学的な面での検討は十分ではない。また、クラウン化合物やカリックスアレーン誘導体によるSr、Csの分離回収については、コールド試験による抽出特性評価試験等が進められているが、これらの抽出剤による金属イオンの抽出機構を明らかにし、より優れた抽出特性をもつ誘導体を導入していくためには、クラウン化合物やカリックスアレーン誘導体と金属イオンとの反応やこれらの中で生成する錯体の構造など、やはり溶液化学の基礎的な部分におけるデータの収集が必要不可欠となる。

このような溶液中における各種の基礎データを得る手法の一つとして核磁気共鳴法(以下「NMR」という。)があげられる。NMRは磁気モーメントをもつ原子核を対象とした分析方法であり、磁場中におかれた測定対象核種の共鳴周波数が、核種のおかれた環境により少しずつ異なることを利用して、測定核種近辺の構造情報を求めるものである。

AASでは、平成6年度に日本電子(株)製LAMBDA-400型NMR分光装置を購入し、今年度より、TRUBEX法における抽出剤であるCMPO及び相改質剤であるTBPとランタニドイオンとの反応に関する研究を中心として、溶液中における各種の基礎データ収集を行っている。

### 2.7.2 研究開発成果

#### 2.7.2.1 研究開発の目標

使用済燃料溶解液中に含まれるアクチニド元素及びFP元素と再処理プロセスにおいて用い

られる抽出剤との反応機構、さらにこれらの中で生成する錯体構造について明らかにする。

### 2.7.2.2 開発の現状

前項に示した目標に対し、分析手法の1つとしてNMRを採用し、平成6年度に装置本体購入、今年度より基礎試験を進めている。本年度は、TRUEX法において3価アクチニド元素と類似の挙動を示すFP元素であるランタニド元素に注目し、ランタニド元素と抽出剤であるCMPO及び相改質剤であるTBPとの間の反応機構及び生成する錯体構造の解析を主研究開発テーマとして取り上げ、CMPO/TBP系における各種ランタニド錯体のNMR測定、解析手法に関わる文献調査及び測定データの解析を進めた。また、これと並行してクラウンエーテルとSrとの錯体構造及び再処理工場からの依頼を受け、Zr/HDBP/TBP系における第三相生成に関する調査をそれぞれ行い、さらに今後アクチニド元素やFP元素などを対象としたNMR測定を進めていく際に問題となる放射性物質を含む試料の取扱についても検討を進めた。

### 2.7.2.3 開発スケジュール

年 月 項 目	平成7年										平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
NMRによる抽出錯体構造解析													
(1) Ln/CMPO/TBP系におけるランタニド錯体の構造解析	○												
(2) クラウンエーテル関連					○	○						○	
(3) Zr/HDBP/TBP系における第三相生成に関する検討								○	○				
(4) NMRホット化検討												○	

### 2.7.2.4 主要な成果

#### (1) Ln/CMPO/TBP系におけるランタニド錯体の構造解析

TRUEXプロセスにおいて使用される抽出剤CMPO及び相改質剤TBPと軽ランタニド元素(La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu)との反応について、検討を行った。NMR測定の結果から、ランタニド/TBP系においては2分子のTBPが、ランタニド/CMPO系においては3分子のCMPOが、それぞれランタニドイオンに単座配位及び2座配位することが示された。また、

ランタニド/CMPO/TBP 系においては、CMPOのみが直接ランタニドイオンに2座配位し、TBP は第一配位圏には存在しないことが確認された。

ランタニド/TBP 系及びランタニド/CMPO系における配位子交換反応については、CBS (complete bandshape) 法から求められた活性化パラメータの値から、会合機構あるいは第1配位圏外での溶媒などとの相互作用を伴う解離機構により配位子交換反応が進むものと推測された。一方、ランタニド/CMPO/TBP 系におけるCMPOの交換反応は、第1配位圏外でのTBP による影響を伴った反応で進行することが示唆された。

## (2) クラウンエーテル関連

プロセス開発グループにおいて研究が進められているクラウンエーテルによる金属イオンの溶媒抽出に関連して、DC18C 6 (ジシクロヘキサノ-18-クラウン-6-エーテル) とSrとの間で形成される錯体構造について、NMR を用いて検討を行った。現在までに、Sr に対して2分子のDC18C 6が配位した錯体の存在が確認されているが、この結果は文献値及びスロープ法から求められた値とは異なるものであり、今後、より詳細な考察を進めていかなければならない。

## (3) Zr/HDBP/TBP系における第三相生成に関する検討

PUREXプロセスにおいて問題となる第三相生成の一因として、FP元素であるZrとTBPの放射線劣化生成物であるHDBP、H<sub>2</sub>MBPとの錯体生成反応があげられる。これらTBP の放射線劣化生成物とZrとの反応については、これまでに多くの研究がなされており、再処理工場においても、EXAFS を用いた研究が実施されている。分析開発グループでは、再処理工場からの依頼を受け、ZrとHDBPとの反応機構及び系内に存在するTBP の果たす役割について検討を進めるため、Zr/HDBP/TBP 系における第三相生成に関する調査をNMR を用いて実施した。その結果、以下の結論が得られた。

- ① 有機相をHDBP/n-dodecane、水相をZr(NO<sub>3</sub>)<sub>4</sub>/2N HNO<sub>3</sub>とした抽出系において、HDBP 濃度が過剰になると、白色の錯体(ゲル上の第三相)は消滅するが、有機相は二相に分離したままとなる。この原因として、過剰のHDBP存在下において生成する網目構造をもったZr(DBP)<sub>n</sub>( $n > 4$ )錯体の存在が考えられる。
- ② 上記の系にTBP が存在すると、有機相が二相に分離することはない。これは、系内のTBP が網目構造をもったZr(DBP)<sub>n</sub>( $n > 4$ )錯体を分解するためと考えられる。

## (4) NMRホット化検討

これまでに、放射性の試料については、グローブボックスあるいはフード中で調整を行い、これを二重のサンプル管に封入する方向で検討を進めている。今年度は、サンプル管として二重管を用いる場合の安全面及び測定面などについて評価を進めるため、二重管測定用のNMR プローブ及びサンプルチューブを購入し、現在、測定精度及び感度等、測定面に関する評価を行っている。

### 2.7.2.5 成果の評価

#### (1) Ln/CMPO/TBP系におけるランタニド錯体の構造解析

Ln/CMPO/TBP系におけるランタニドイオンとCMPO及びTBPとの間の反応及び生成する錯体について、基礎的な知見を得ることができた。今後、錯体構造について、結合距離などのさらに詳細なデータを得るため、引き続き測定及び解析を進めていく。

#### (2) クラウンエーテル関連

前項に示したとおり、今年度の研究から得られた結果は、これまでに文献値等で紹介されている結果とは異なるものであった。今後、Sr濃度等をパラメータとした測定を行い、得られた結果の再評価を進めるとともに、 $^{14}\text{N}$ を対象としたNMR測定を行い、硝酸イオンの影響についても検討していく。

#### (3) Zr/HDBP/TBP系における第三相生成に関する検討

Zr/HDBP系における第三相の生成及び消滅、さらにはTBPの添加による有機相分離の抑制などといった現象について、NMR測定を用いることにより、その反応メカニズムに関する情報を得ることができた。

### 2.7.3 今後の開発課題等

平成8年度は、構造情報などのより詳細なデータを得るため、新たな解析手法やFT-IR、EXAFSなどの分析手法を取り入れながら、Ln/CMPO/TBP系、さらには抽出系におけるランタニド錯体の構造解析を主研究開発テーマとして引き続き進めていく。また、クラウンエーテル関連の研究については、今年度得られた測定結果の再評価を進め、溶液中の硝酸イオンの影響について $^{14}\text{N}$ -NMR測定などから検討を行っていく予定である。さらにNMR測定のホット化に向けて、現在進めている二重管を用いたNMR測定における測定精度、感度等の評価試験とともに、今後、安全面に関する評価試験を行い、これらの結果を受けて測定方法及び二重サンプル管の改良等必要な処置を取っていく。将来的には、測定結果のデータベース化を進めていくとともに、理論面からのアプローチとして計算機シミュレーションによる検討を取り入れ、より抽出特性に優れた抽出剤及び抽出プロセスの開発にフィードバックさせていくことが重要となる。

## 2.7.4 実施担当者

本開発に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
NMR による抽出錯体構造解析 (1) Ln/CMPO/TBP 系における ランタニド錯体の構造解析 (2) クラウンエーテル関連 (3) Zr/HDBP/TBP 系における 第三相生成に関する検討 (4) NMR ホット化検討	佐野 雄一 狩野 純一 塩浦 隆夫 青瀬 晋一

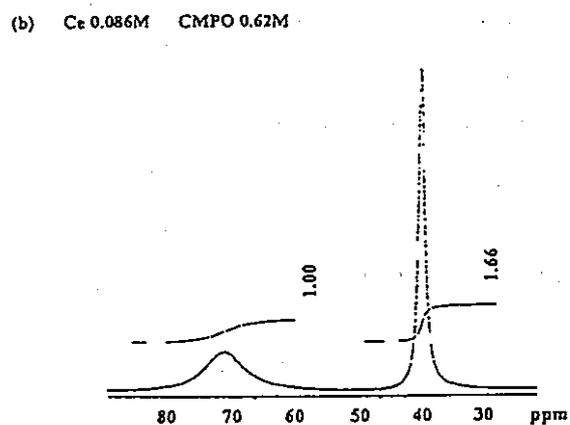
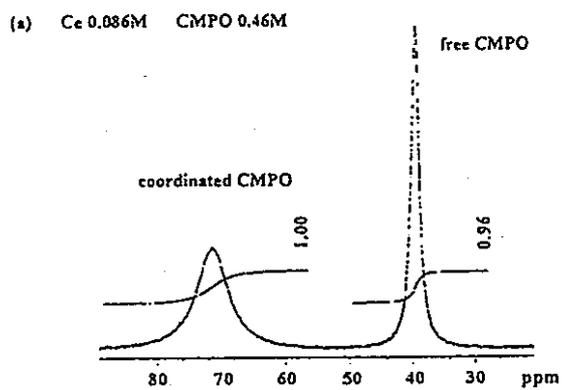


Fig. 1  $^{31}\text{P}$ -NMR spectra in Ce/CMPO system.

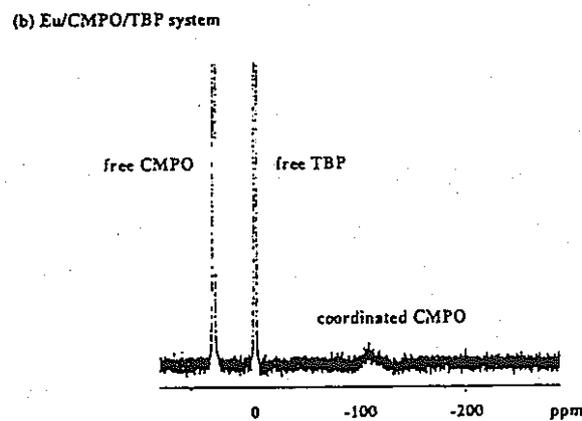
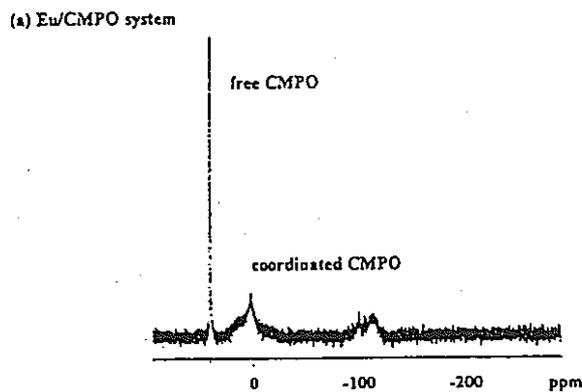


Fig. 2  $^{31}\text{P}$ -NMR spectra in Eu/CMPO and Eu/CMPO/TBP systems.

Table 1 Parameters for CMPO exchange reaction in Sm/CMPO/TBP system.

Sm 0.023M / CMPO 0.13M			
TBP (M)	$k(300\text{K})$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta H^\ddagger$ (kJ/mol)	$\Delta S^\ddagger$ (J/mol-K)
0.12	$(8.8 \pm 0.3) \times 10^3$	$49.7 \pm 2.5$	$-4.1 \pm 10.3$
0.24	$(4.0 \pm 0.3) \times 10^3$	$39.9 \pm 0.8$	$-43.3 \pm 3.1$
0.47	$(2.3 \pm 0.3) \times 10^3$	$36.6 \pm 1.6$	$-58.7 \pm 6.0$

## 2.8 溶媒劣化に関する基礎研究

### 2.8.1 試験の経緯及び概要

Purex法再処理プロセスで用いられるTBP・ドデカンは、放射線や硝酸の存在下で劣化し、FPの除染効率低下やPuの回収率低下などの問題を発生させる。従って、プロセスの安全性、経済性強化の観点から溶媒の劣化に関する基礎的データの取得が課題となっている。本試験は、溶媒中に生成する劣化物と、その生成量から溶媒の劣化度（使用履歴）を推定し、プロセスへの影響を間接的に予測する技法を確立することを主目的としており、平成3年度からは安全研究（溶媒劣化に関する基礎研究）のテーマとして取り組んでいる。平成3年度～平成4年度の間にはTBP劣化物の同定試験及び溶媒劣化物の分析法確立試験を行い、TBP劣化物として新たに4種を明らかにするとともに、これら劣化物の分析法を確立した。また、平成5年度～平成6年度の間には放射線等複数因子による影響把握試験及び劣化溶媒のウラン抽出特性の把握試験等を行い、放射線、酸と劣化物の生成量との関係を把握するとともに、劣化溶媒のウラン抽出特性を把握した。平成7年度は、年度当初の計画では、硝酸による溶媒の生成速度評価試験、実劣化溶媒を用いた測定試験及び溶媒劣化に関する基礎データのデータベース化を予定していたが、硝酸による溶媒の劣化速度評価試験において評価上重要な劣化物（DBP）の分析法を確立する必要性が生じたため、予定を変更し、DBP分析法の確立試験を実施している。

これまでの開発の経緯を表2.8.1に示す。

### 2.8.2 試験成果

#### 2.8.2.1 試験の目標

溶媒の劣化速度評価試験では、硝酸濃度及び接触時間をパラメータとして、溶媒中に生成する劣化物をガスクロマトグラフィにより定量し、その分析値から硝酸による溶媒の劣化速度を評価する。分析の効率化を考慮して劣化物を全てガスクロマトグラフィにより測定するため、劣化物の中でガスクロマトグラフィによる分析法が確立されていないDBPについて、ガスクロマトグラフィによる分析法確立試験を実施する。また、本試験終了後、 $\alpha$ 線による溶媒の劣化評価のために実劣化溶媒を用いた測定試験を行うとともに、溶媒劣化に関する基礎データについてデータベース化を行う。

#### 2.8.2.2 試験の状況

平成6年度に導入したフード型ガスクロマトグラフ（GC）分析装置の性能試験を終了し、本装置を用いて以下に示すエステル化-GC法によるDBP分析法確立試験を実施した。

- ① エステル化条件の検討
- ② 内標準法による再現精度の確認

③ 試料中に共存する硝酸の影響評価

④ 硝酸の影響排除法の検討

今年度は①～③まで終了し、④の検討を実施中である。

2.8.2.3 試験のスケジュール

本年度実施の試験項目及びスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成7年									平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
1. 硝酸による溶媒の劣化速度評価								○				
2. 実劣化溶媒を用いた測定試験								○				○
3. データベース化	○											○
4. エステル化-GC法によるDBP 分析法確立試験		○		○								

○---○ 計画

○—○ 実績

2.8.2.4 主要な成果

平成7年度の試験において得られた成果は、以下の通りである。

- (1) エステル化-GC法によるDBP の分析性能は、硝酸を含有しない溶媒系においては、再現精度は4%、分析時間は約20分であった。DBP の検量線を図2.8.1に示す。
- (2) 本法では、溶媒中に共存する硝酸によりDBP 測定値に負の影響を受け、約1Nの硝酸を含有する溶媒においては検出不能となる。しかし、エステル化剤（ジアゾメタン試薬）を通常の条件の20倍に増加させることにより影響度は約50%まで回復した。

2.8.2.5 成果の評価

エステル化-GC法によるDBP 分析法確立試験では、硝酸を含有しない溶媒試料においては他の劣化物とDBP をガスクロマトグラフィにより定量できることを確認した。硝酸を含有す

る試料についてもエステル化剤の添加量を増加させることにより、DBP を定量できる見通しを得た。

### 2.8.3 今後の試験課題等

- (1) エステル化-GC法によるDBP 分析法確立試験は、硝酸の影響排除法の検討を継続して実施し、分析法を確立する。
- (2) 硝酸による溶媒の劣化速度評価試験は、エステル化-GC法によるDBP 分析法確立試験終了後に開始するが、約6ヵ月を要することから、分析に要する時間を極力低減する方策（劣化物の同時分析等）を検討する。
- (3) 実劣化溶媒を用いた測定試験は、実劣化溶媒の調整法、劣化物の評価方法について検討する。

#### 2.8.4 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

試 験 項 目	実施担当者
1. エステル化-GC法によるDBP 分析法確立試験 2. 硝酸による溶媒の劣化速度評価 3. 実劣化溶媒を用いた測定試験 4. データベース化	市毛 良明 菅沼 隆

表2.8.1 溶媒劣化に関する基礎研究における開発経緯

項 目	平成3年度	平成4年度	平成5年度	平成6年度	平成7年度
1. 新規TBP劣化物の同定試験	○		○		
2. 溶媒劣化物の分析法確立試験	○		○		
3. 放射線等複数因子による影響把握試験			○		○
4. 劣化溶媒のウラン抽出特性の把握試験			○		○
5. 硝酸による溶媒の劣化速度評価					○
6. 実劣化溶媒を用いた測定試験					○
7. イソ化-GC法によるDBP分析法確立試験					○

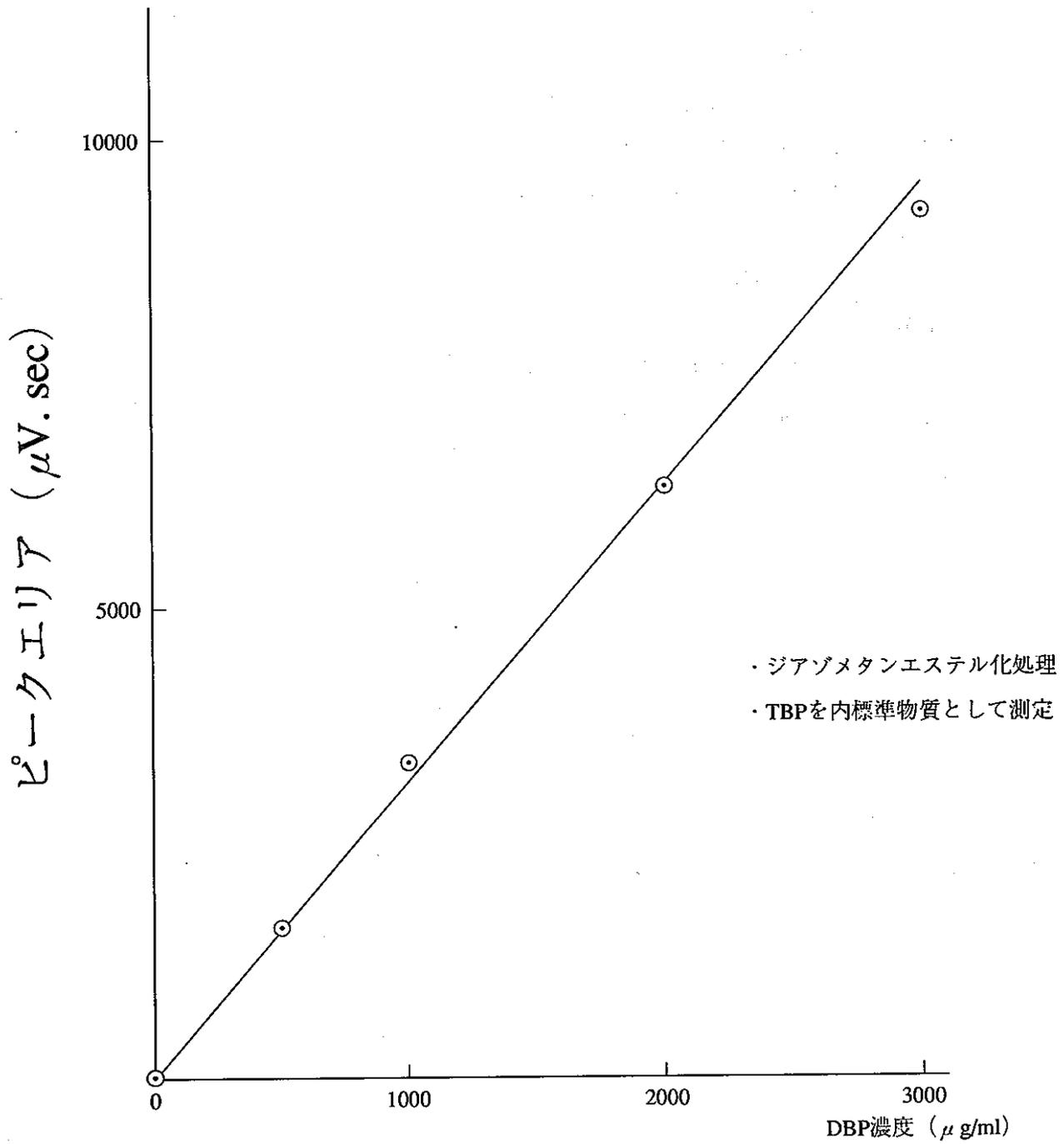


図2.8.1 DBP 検量線

## 2.9 RETF関連分析確証試験

### 経緯

RETFへ適用される分析法の中で、下記の6分析項目について建工室からの依頼を受け、平成6年から検討を開始した。

- ① ハル中のU, Pu分析法関連模擬ハルを用いた溶解法の検討
- ② 硝酸ヒドラジン共存下でのしょう酸の分析
- ③ U, Pu、硝酸、HAN、ヒドラジン共存下でのアンモニウムイオンの分析
- ④ U, Pu原子価分析
- ⑤ HAN、HDZ,  $\text{HN}_3$ の分析確証試験
- ⑥ 全 $\beta$ 分析確証

作業としては、選定した分析法についての確認試験を行うこと、及び、その方法が使えない場合は代替法を検討・提案することである。

## 2.9.1 ハル中のU, Pu分析法関連模擬ハルを用いた溶解法の検討

### 2.9.1.1 試験の目的

ハル中のU, Pu分析は保障措置の観点から将来必要となると考えられる。RETFでは、分析法としてハルを前処理した後、発光分光分析で測定する方法を想定している。そこで、ハルの溶解等の前処理法を確立するため、ハル溶解法について試験を実施する。達成目標は、非ハロゲン系の試薬だけを用い模擬ハルであるSUS-316材の溶解法を確立する。

### 2.9.1.2 試験の現状

平成5年度には、電解溶解法の適用試験を実施し、試薬として非ハロゲン系の硝酸だけを用い模擬ハル（もんじゅ被覆管）を容易に溶解できることを確認した。また、平成6年度には、最適電解条件の検討、0.2%生成する残渣の $\text{Ag}^{2+}$ を用いての溶解試験、試料の溶解電位を知るための電解特性試験及び溶解液中のウランの分析法の検討を実施した。

本年度は、ホットセル用電解装置の設計試作にあたり、以下の試験を実施した。

- ① 溶解電位の関係でプルトニウムは残渣側に残ることから、残渣を完全に溶解するために、耐酸性フィルタを用いた $\text{Ag}^{2+}$ による残渣の溶解試験。
- ② 溶解で $\text{Ag}^{2+}$ を生成するには、塩橋又は隔膜を必要とするが、隔膜を使用した場合、隔膜を通し陰極液へ溶解液が混入するおそれがある。そこで、隔膜孔径等をパラメータとして陰極液への溶解液の抑制効果を試験する。
- ③ 残渣電解方法の検討
  - ・ 最適な $\text{Ag}^{2+}$ の生成条件を決定するため、電解電流、電解液硝酸濃度をパラメータとした $\text{Ag}^{2+}$ の最適生成条件の検討。
  - ・ 残渣の溶解試験。
- ④ 隔膜を用いた場合、電解装置が複雑になりホットセル内での操作が困難になる。また、陰極液への溶解液の透過のおそれもあることから、 $\text{Ag}^{2+}$ の生成を電解から酸化銀( $\text{Ag}_2\text{O}$ )を用いての残渣の溶解試験。
- ⑤ ホットセル用の電解装置を設計試作。

2.9.1.3 試験スケジュール

本年度実施の試験項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年 度						平成 8 年 度						
	4	6	8	10	12	2	4	6	8	10	12	2	4
1. 残渣の最適電解条件の検討 ・ 耐酸性フィルタによる残渣の溶解試験 ・ 電解による $Ag^{2+}$ の生成条件 ・ 酸化銀 ( $AgO$ )による $Ag^{2+}$ の生成	○	—	—	○									
2. ホットセル用電解装置の設計試作 ・ 電解槽 ・ 電解装置			○	—	—	○							
3. 試作装置の評価試験 ・ 遠隔性能試験 ・ 模擬炉の溶解確認 ・ 報告書作成							○	—	—	○			
											○	—	○

#### 2.9.1.4 主要な成果

本年度実施した試験の主な成果を以下に示す。

##### ① 耐酸性フィルタによる残渣の電解試験

耐酸性フィルタを用いることにより、分離なしに直接 $\text{Ag}^{2+}$ で電解できるため残渣をロスすることなく溶解できることを確認した。

##### ② 陰極液への溶解液の抑制試験

陰極液へ透過した銀量を見た結果、隔膜を使用するかぎり溶解液の陰極への透過を完全に防止することはできず、分析操作を簡略化するためにも他の方法を考える必要がある。

##### ③ 残渣の電解方法の検討

電解液の温度を低く硝酸濃度を高くすることによって、最も高い $\text{Ag}^{2+}$ 濃度が得られる。残渣の溶解試験は $\text{Ag}^{2+}$ を生成したのち通電を停止し、生成した $\text{Ag}^{2+}$ のみで溶解する方法で行った。 $\text{Ag}^{2+}$ 濃度が0.04M100 mlで、試料採取量(2 g)の99.9%を溶解出来ることを確認した。

##### ④ 酸化銀( $\text{AgO}$ )による残渣の溶解試験

酸化銀( $\text{AgO}$ )による $\text{Ag}^{2+}$ の生成は、電解による生成と同様に電解液の温度と硝酸濃度が影響する。添加酸化銀濃度0.1M、電解硝酸濃度10M(100ml)で電解温度を28°C(通常セル内の温度は28°C)とした場合、 $\text{Ag}^{2+}$ 濃度は約0.05Mとなり、試料2 g溶解時の残渣を溶解できることを確認した。

##### ⑤ ホットセル用の電解装置を設計試作

酸化銀( $\text{AgO}$ )による残渣の溶解が可能になったことから隔膜が不要になり、図2-9-1に示すように簡単な構造の電解槽を考案した。この電解槽の特徴は、模擬ハルの溶解と溶解によって発生した残渣を同じ電解槽で連続して行なえる構造であり、図2-9-1に示す電解装置を設計製作した。

##### ⑥ 成果物

- 再処理技術開発部 技術資料 A-1995-16  
「ハル中のU, Puの分析方法の確証試験(コールド試験)実験速報Ⅲ」
- 再処理技術開発部 技術資料 A-1995-42  
「ハル中のU, Puの分析方法の確証試験(コールド試験)実験速報Ⅳ」

## 2.9.1.5 まとめ

現在までの試験の結果、模擬ハルであるSUS-316相当品の“もんじゅ”被覆管を金属のアンード溶解による電解 $\text{Ag}^{2+}$ による残渣の溶解で、試料採取量の99.9%を溶解できることを確認した。また、酸化銀 ( $\text{AgO}$ ) の採用により、電解槽は隔膜が不要となり、セル内で操作可能な簡単な構造に設計することができた。

## 2.9.1.6 今後の試験予定等

今後の試験予定は、スケジュールに示すように、セル内での電解装置の操作性を見る遠隔性能試験及び模擬ハルの溶解確認試験等の試作装置の評価試験を行う。また、本試験に係わる実験担当者を以下に示す。

試験項目	実施担当者
1. 残渣の最適電解条件の検討	菅原 薫
2. ホットセル用電解装置の設計試作	檜山 敬

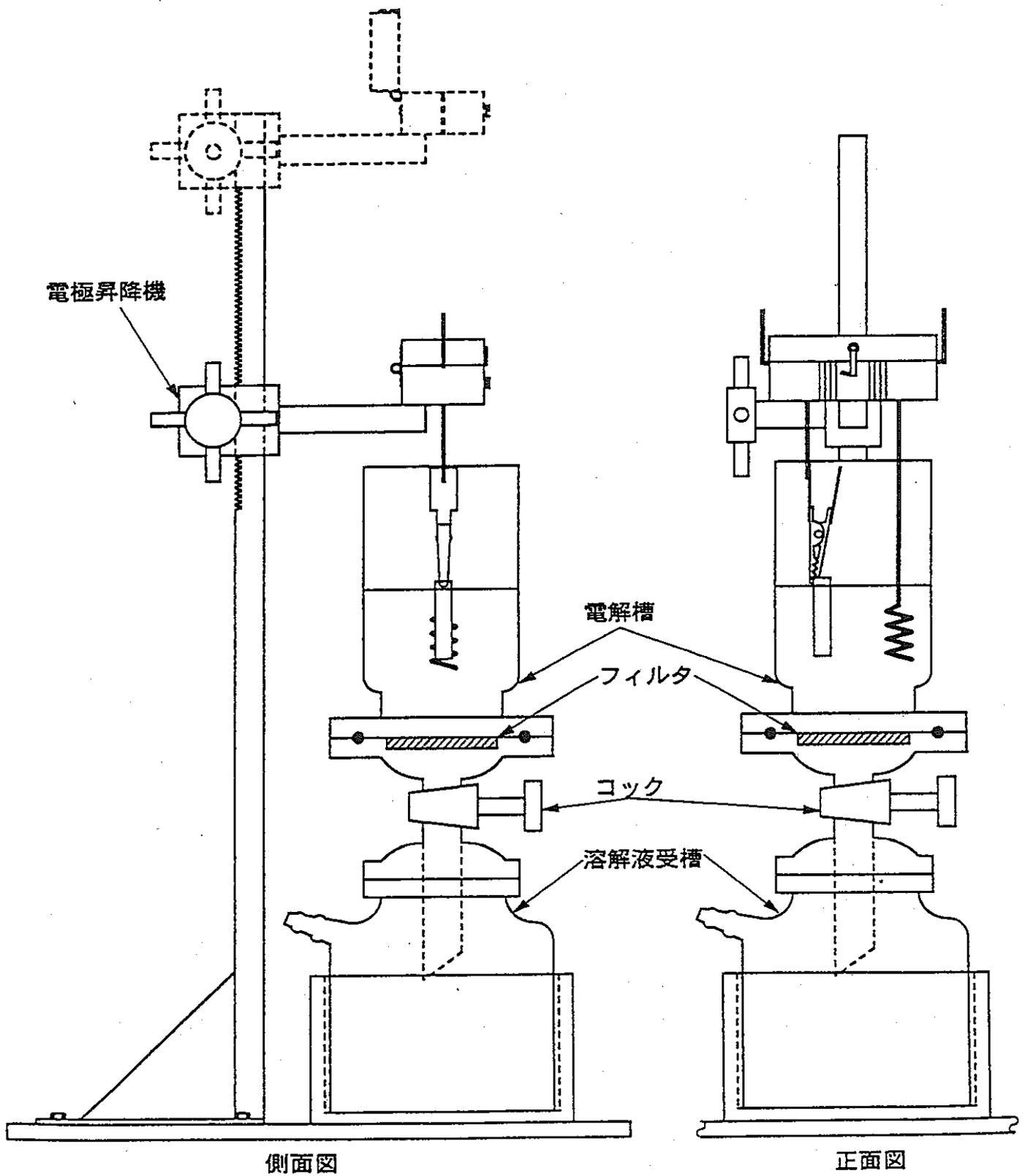


図2.9.1 電解装置

## 2.9.2 硝酸・ヒドラジン共存下でのしゅう酸の分析

### 2.9.2.1 試験の目的

RBTF施設では、施設での工程分析において「しゅう酸」の分析が必要とされている。しかし、同様の施設である再処理工場やCPF 施設においては過去にルーチ的に「しゅう酸」の分析が行われた実績がなく、分析方法として確立されていない。そこで、RBTFでは「しゅう酸」の分析法として「硫酸アンモン滴定法」を前提に設計を進めていた。

従って、想定される共存成分下で同分析法において「しゅう酸」の分析が可能か確認することを第一目的とし、同分析法の適用が不可能な場合は、これに代わる分析法を確立することを目的とする。

尚、検討試験は以下の条件で実施する。

- |                                  |            |
|----------------------------------|------------|
| (1) $\text{HNO}_3$ .....         | ~ 2 N      |
| (2) $\text{N}_2\text{H}_4$ ..... | ~ 5 mg / l |
| (3) U .....                      | ~ 10 g / l |

### 2.9.2.2 試験の現状

平成6年度までに文献等の調査及び予備試験を実施した。

#### (1) 文献等調査

「しゅう酸」を滴定法で分析する方法としては、以下の4手法に可能性があることが判明した。

- ① 中和滴定法
- ② 酸化還元滴定法
- ③ 分極滴定法
- ④ 沈殿滴定法

#### (2) 予備検討試験

文献調査で得た4つの分析法について、予備試験を実施した結果、①中和滴定法については、硝酸の影響を受け適用することは不可能である。②酸化還元滴定法については、2種類の滴定試薬が使える。第一の滴定試薬である、過マンガン酸カリウムは硫酸酸性でのみ滴定可能で、しゅう酸との反応が遅いという問題がある。第二の滴定試薬である、セリウム4価（硫酸第二セリウムアンモニウム）での滴定では、硝酸酸性溶液での分析が可能である。いずれの滴定試薬でも共存成分のヒドラジンが影響する。③分極滴定法については、通常の滴定装置では測定不能である。④沈殿滴定法では、終点の検出法を考える必要があるということが明らかになった。

以上の結果を元に平成7年度は滴定試薬として、セリウム4価を用いる酸化還元滴定法を重点に試験を実施した。また、硝酸第二セリウムアンモニウムでの滴定の可否判断と硝

酸、ヒドラジン、ウランの各共存成分影響を中心に試験を実施すること及び可能性の残された沈殿滴定法についても検出法の試験を実施した。

2.9.2.3 試験のスケジュール

平成7年度当初に立てた、平成7年度及び平成8年度の試験の実施予定を以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年 度						平成 8 年 度						
	4	6	8	10	12	2	4	6	8	10	12	2	4
1. Ce (IV) 酸化還元 滴定法の共存成分の 影響確認	○	—	—	○									
2. 沈殿滴定法の検出器 購入・検討		○	—	○	—	○							
3. イオンクロマト法検 討						○	—	—	—	—	—	—	○

2.9.2.4 主要な成果

今年度の試験で得られた結果は以下の通りである。

- (1) 滴定試薬に硝酸第二セリウムアンモニウムを用いて分析が可能で、測定系から完全に硫酸を除くことができる。
- (2) 硝酸は、0.5～3Nの範囲で全く影響しない。
- (3) 滴定に用いる参照電極にpH測定用のガラス電極を代用できる可能性を見出した。

また、沈殿滴定法に終点検出にはイオン電極あるいは、電気伝導度法が使用の可能性があり、これに必要な機材を購入し、試験準備を終えた。

2.9.2.5 まとめ

現在までの試験の結果「しゅう酸」の分析法としては、滴定試薬に硝酸第二セリウムアンモニウムを用いた、酸化還元滴定法が以下の理由により最も有望と考えられる。

- (1) 測定試料溶液は硝酸酸性で分析が可能なこと。

(2) 影響を与えることが現時点で明らかな、ヒドラジンは試料中の含有量が少いこと。

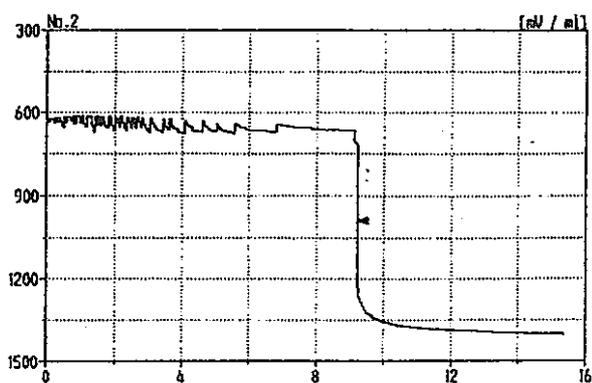
#### 2.9.2.6 今後の試験予定

滴定試薬に硝酸第二セリウムアンモニウムを用いた酸化還元滴定法について、今年度実施できなかった、ヒドラジン、ウランの影響試験を行い、分析濃度範囲や精度を確認する。また、参照電極にpH測定用のガラス電極を使用しての分析試験を実施する。

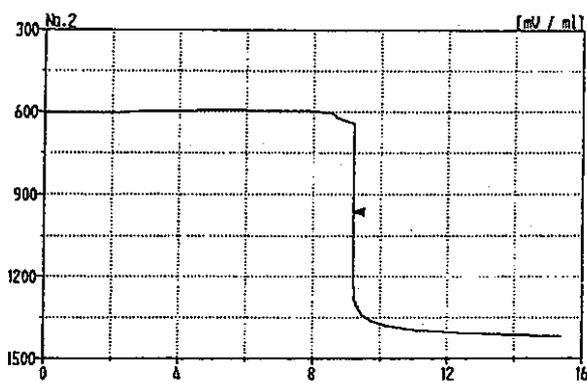
イオンクロマト法についても、分析カラムの選定を行い、共存成分の影響について検討を行い、滴定法との比較を実施する。

2.9.2.7 実施担当者

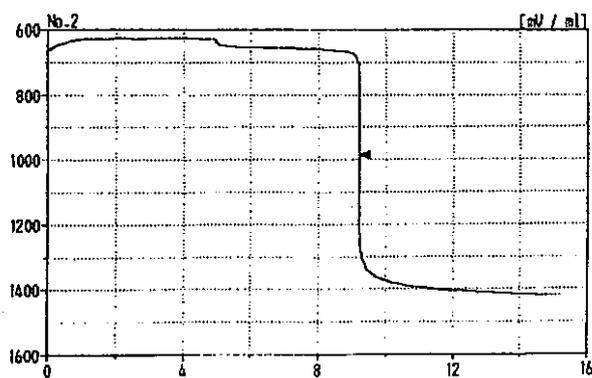
試 験 項 目	実施担当者
1. Ce (IV) 酸化還元滴定法の検討	近藤 吉隆
2. 沈殿滴定法の検出器購入・準備	檜山 敬



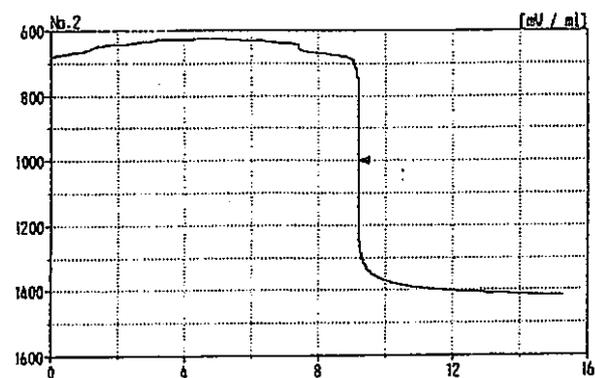
硝酸0.5Nの滴定曲線



硝酸1.0Nの滴定曲線



硝酸1.5Nの滴定曲線



硝酸2.0Nの滴定曲線

図2.9.2 しゅう酸の滴定曲線

## 2.9.3 U, Pu, 硝酸, HAN, ヒドラジン共存下でのアンモニウムイオンの分析

## 2.9.3.1 試験の目的

RETF施設では、施設での工程分析において「アンモニウムイオン」の分析が必要とされている。しかし、同様の施設である再処理工場やCPF施設においては過去にルーチ的に「アンモニウムイオン」の分析が行われた実績がなく、分析方法として確立されていない。RETFでは「アンモニウムイオン」の分析法として「イオンメータ法」で設計を進めていた。

従って、想定される共存成分下で同分析法において「アンモニウムイオン」の分析が可能か確認することを第一目的とし、同分析法の適用が不可能な場合は、これに代わる分析法を確立することを目的とする。

なお、検討試験は、次の共存成分条件で実施する。

- |   |          |
|---|----------|
| (1) HNO <sub>3</sub> .....              | ~ 2 N    |
| (2) N <sub>2</sub> H <sub>4</sub> ..... | ~ 8 g/l  |
| (3) U .....                             | ~ 2 g/l  |
| (4) しょう酸 .....                          | ~ 5 mg/l |
| (5) N <sub>3</sub> H .....              | ~ 5 mg/l |

## 2.9.3.2 試験の現状

平成6年度までの試験の状況は、イオン電極法で0.1~100ppmの濃度範囲で測定可能であることを確認したが、電極の応答性と洗浄方法に問題があり、共存成分の影響等、次の試験段階に進めない現状である。

そこで、平成7年度の試験としては、まず、電極の洗浄法を確立すること。ついで共存成分の影響評価試験を実施することとした。

また、イオン電極法に代わる分析法としては、イオンクロマトグラフ法が有望であることから、同分析法の試験に必要な資材（分離カラム等）の発注を実施し試験準備を整えることとした。

2.9.3.3 試験のスケジュール

平成7年度当初に立てた、平成7年度及び平成8年度の試験の実施予定を以下に示す。

実施項目	平成7年度						平成8年度						
	4	6	8	10	12	2	4	6	8	10	12	2	4
1. イオン電極法による共存成分 (Puを除く) の影響確認	○	—	—	—	—	○							
2. 定量下限, 分析精度確認					○	○							
3. イオンクロマト法検討		○	—	—	○	○	—	—	—	—	—	—	○

2.9.3.4 主要な成果

イオンクロマト法については、分離カラム等の調査を行い、溶離液として硝酸が使えるものも購入し、試験準備は完了した。

2.9.3.5 まとめ

現在までの試験の結果、イオン電極法は電極の応答性、要求される分析濃度範囲等の問題で実現性が低い。特に電極の洗浄方法の確立が必要。

2.9.3.6 今後の予定

イオン電極の洗浄法について、早急に結論を出し、試験の継続の判断を行う。洗浄法が確立できれば共存成分の影響確認の試験を実施する。

イオンクロマト法については、購入した3種類のカラム性能評価を行い、実際の検討試験に用いるカラムの選定を行う。

2.9.3.7 実施担当者

試 験 項 目	実施担当者
(1) イオンクロマト法カラム等調査	近藤 吉隆 檜山 敬

## 2.9.4 U, Pu原子価分析

### 2.9.4.1 試験の経緯及び概要

RETFの分析設計では、U, Pu共存溶液（溶解液）中のU, Pu原子価分析法は吸収スペクトル法により行うこととされているが、これまでに報告されている実験データは、Pu及びUの各単体での吸収スペクトル測定が中心で、溶解液中もしくは、模擬溶解液を用いた吸収スペクトルの報告例は数少ない。

本試験は、模擬溶解液及び模擬溶解液に原子価を調整したU, Puを添加し、吸収スペクトルを測定するとともにU, Pu各原子価別濃度の測定における測定に与える共存成分の影響についてデータを取得する。併せて、CPFの実溶解液の吸収スペクトルを測定し、設計分析手法の適応性評価の礎に資する。

### 2.9.4.2 試験の目標

U, Pu各原子価における吸収スペクトルの文献データを基に、RETF分析設計における溶解液のFP成分について、U, Pu各原子価測定に対する影響を確認する。

コールド試験では、模擬溶解液及び模擬溶解液中の各成分単体について、酸化／還元剤の共存状態における吸収スペクトルを測定し、試薬単味及び試薬無添加時の比較を行い、各成分における吸光度の影響を確認する。

ホット試験においては、U, Pu各原子価における模擬溶解液の影響について、吸収スペクトル及び吸光度を測定し、U, Pu各原子価別のモル吸光係数を比較することにより定量分析値に与える影響を評価する。

上記の結果をふまえ、RETFにおける設計分析手法の適応性評価のための試験データとして、まとめる。

### 2.9.4.3 試験の状況

コールド試験では、Pu, Uの価数調整に用いる酸化還元剤、模擬溶解液及び模擬溶解液中の各成分単体の吸収スペクトル測定を行い、ホット試験では、U, Pu各原子価別の吸収スペクトルの測定を行った。

#### (1) コールド試験

##### ① 酸化還元剤の吸収スペクトル測定

- ・酸化剤（硝酸銀溶液及び過硫酸アンモニウム溶液の混合溶液）
- ・還元剤（HAN・HDZ混合溶液）
- ・酸化還元剤（亜硝酸ナトリウム溶液）

##### ② 模擬溶解液及び模擬溶解液成分の吸収スペクトル測定

- ・模擬溶解液成分単体（Ba, Ag, Cs, Ruのほか計10成分）

- CP成分 (Fe, Ni, Cr)
- 模擬溶解液
- ③ 模擬溶解液及び模擬溶解液成分へ酸化還元剤を添加した場合の吸収スペクトル測定
  - 模擬溶解液へ酸化剤 (硝酸銀溶液及び過硫酸アンモニウム溶液の混合溶液) を添加
  - 模擬溶解液へ還元剤 (HAN・HDZ混合溶液) 添加
  - 模擬溶解液へ酸化還元剤 (亜硝酸ナトリウム溶液) を添加

(2) ホット試験

- ① U, Pu各原子価別の吸収スペクトルの測定
  - U (6 価) に調整する。
  - Pu (3 価, 4 価, 6 価)
- ② 模擬溶解液に①のU, Puを原子価調整し, 添加した場合の吸収スペクトルの測定
  - 模擬溶解液にU (6 価) 添加
  - 模擬溶解液にPu (3 価, 4 価, 6 価) 添加

取得した吸収スペクトルをまとめ, 影響評価として, U, Pu原子価測定に与える影響確認のための追試験を計画している。

2.9.4.4 試験のスケジュール

本年度実施の試験項目及びそのスケジュールを次項に示す。

年 月 項 目	平成 7 年							平成 8 年		
	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
1. 文献調査			○	—			○			
2. 模擬溶解液及び模擬溶解液成分の 吸収スペクトル測定 (コールド試験)					○	○		○	○	
3. 模擬溶解液にU, Pu各原子価別に 調製・添加した場合の吸収スペク トル測定 (ホット試験)								○	○	
4. 報告書作成及び追試験										

○—○ 実績 (下段)

2.9.4.5 主要な成果

平成7年度の検討試験で得られた成果は、以下のとおりである

- (1) コールド試験の結果、U, Pu各原子価における測定波長の吸光度に与える影響は、模擬溶解液成分中のRu, Pdが大きく、その他の模擬溶解液成分については、影響の度合いが少ないことが確認された。しかし、Pu (6価) の測定波の吸光度への影響はみとめられなかった。
- (2) ホット試験では、U, Pu各原子価に調整して吸収スペクトルを測定したものと模擬溶解液にU, Pu各原子価に調整したものとの比較を行ったところ、Pu (6価) は、影響なく分離できることが分かった (図2.9.3)。U (6価), Pu (3価, 4価) については、有意な影響が確認された。

また、実溶解液の吸収スペクトルを測定したところ、U (6価), Pu (4価) が確認された。

## 2.9.4.6 成果の評価

今回の試験結果から、吸収スペクトル法によるU, Pu原子価毎の定量可能なものは、Pu(6価)であることが確認された。また、その他のU, Pu原子価の定量は、模擬溶解液中のFP濃度、特にRu, Pdの濃度に応じた吸光度補正が必要で、吸収スペクトル法によりPu(6価)を除いた、U(4価), Pu(3価, 4価)の原子価測定をするためには、予め測定対象の溶液中のRu, Pd濃度を把握しておく必要がある。

## 2.9.4.7 今後の試験課題等

今回の試験データをもとに、モル吸光係数による評価を行い、RETF分析設計における適応性評価資料としてまとめる。

## 2.9.4.8 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
1. 文献調査	鈴木 真司
2. コールド試験	木村 卓
3. ホット試験	菅沼 隆

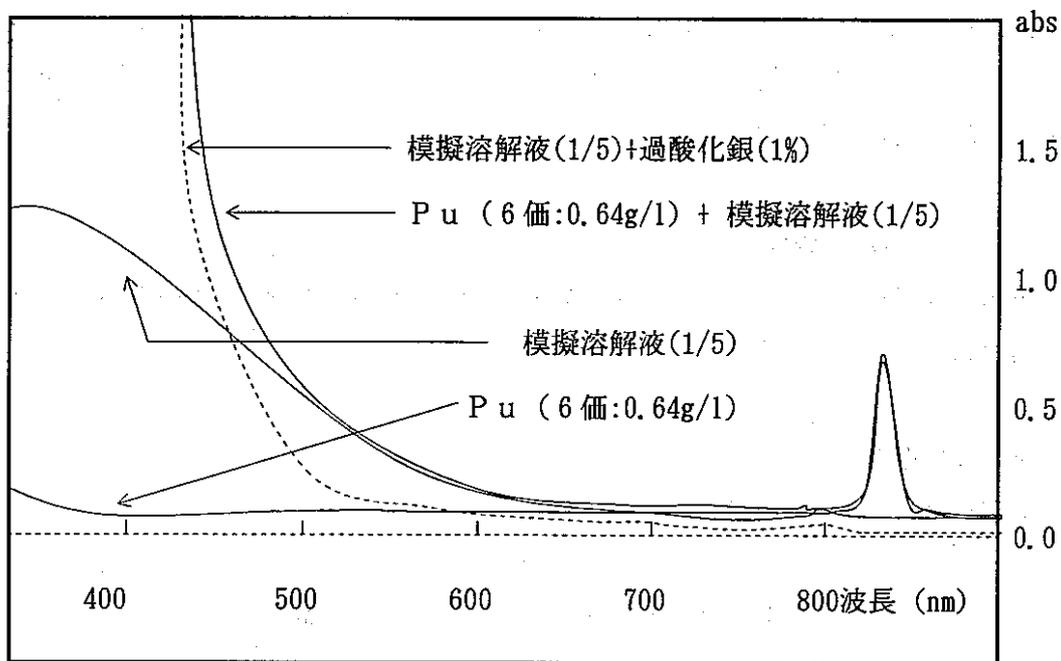


図2.9.3 模擬溶解液及び模擬溶解液へ酸化・還元剤添加の吸収スペクトル

## 2.9.5 HAN、HDZ、HN<sub>3</sub>の分析確証試験

### 2.9.5.1 試験の経緯及び概要

RETFの分析設計に係わる確証試験として、吸光光度法による抽出工程、溶媒再生工程における水相試料中の硝酸ヒドロキシルアミン (HAN)、ヒドラジン (HDZ)、アジ化水素 (HN<sub>3</sub>) 分析の適用性を検討評価する。

HAN 及びHDZ の分析は、ウラン、プルトニウム、HN<sub>3</sub> が共存した系での分析例がなく、また、HN<sub>3</sub> は一部これら混合系での試験データがあるものの実試料での分析例がない。

よって、本試験では、HAN 及びHDZ については、共存成分による影響確認試験を実施し、分析法の適用性を評価する。また、HN<sub>3</sub> については、実試料による測定試験を行い、分析法の確証を行う。

平成7年度は、既取得データの整備を行った。

### 2.9.5.2 試験の目標

#### (1) HAN及びHDZ

抽出工程、溶媒再生工程における共存成分の影響確認試験を実施し、分析法の適用性を評価することを目的とする。

#### (2) HN<sub>3</sub>

実試料による測定試験を行い、分析法の確証を行うことを目的とする。

### 2.9.5.3 試験の状況

#### (1) HAN及びHDZ

HANについては、オキシソルミン吸光光度法についての文献を調査し、ウランでは20倍量まで、ヒドラジンでは6倍量まで影響しないが、硝酸は0.05M以上で負の影響を与えることが分った。またPuについては検討データがないことが分った。

HDZ については、P-ジメチルアミノベンズアルデヒド吸光光度法についての文献を調査し、ウランでは10倍量まで、HAN では35倍量まで、硝酸では3Mまで影響しないことが分った。しかし、Puについては検討データがないことが分った。

#### (2) HN<sub>3</sub>

吸光光度法についての文献を調査し、HDZ、HAN、Puは影響しないこと、硝酸、亜硝酸は影響を与えるが補正法により対処できることが分った。

2.9.5.4 試験スケジュール

本年度の試験スケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成7年									平成8年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
既取得データの整備							○	—	—	—	—	○

○——○ 実績

2.9.5.5 主要な成果

平成7年度の試験において得られた成果は、以下の通りである。

- (1) HAN, HDZ, HN<sub>3</sub> それぞれの分析法について文献を調査し、共存成分の影響を確認した。

2.9.5.6 成果の評価

平成7年度に実施した文献調査は、平成8年度の試験計画に反映した。

2.9.5.7 今後の試験課題等

- (1) HAN及びHDZ

HAN, HDZともPu, HN<sub>3</sub> 共存による影響確認試験を実施し、分析法の適用性を評価する。

- (2) HN<sub>3</sub>

実試料による測定試験を行い、分析法の確証を行う。

2.9.5.8 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

試 験 項 目	実施担当者
1. HAN 及びHDZ の分析確証試験 2. HN <sub>3</sub> の分析確証試験	鈴木 眞司 市毛 良明 菅沼 隆

## 2.9.6 全 $\beta$ 分析確証試験

### 2.9.6.1 試験の経緯及び概要

RETFの分析設計に係わる確証試験として、GM計数法によるHA試料中の全 $\beta$ 分析の適用性を検討評価する。本試験ではGM計数管による直接計測を行うが、 $\beta$ 線の計測は試料中の $\gamma$ 核種の存在によって測定値に誤差を与えることが考えられる。本計測法は、GM計数管による直接計数値( $\beta\gamma$ )と $\beta$ 線遮へい用A $\ell$ 吸収板により、 $\beta$ 線を完全に吸収した後の計数値( $\gamma$ )との差引値から全 $\beta$ を算出する方法である。本試験は平成7年10月から平成8年1月の間に $^{137}\text{Cs}$ 及び $^{90}\text{Sr}$ を用いたRI試験を行い、GM計数管による全 $\beta$ 分析の適用性を評価するとともに、平成8年3月までに実高レベル廃液(HAW)を用いた確証試験を実施する。

### 2.9.6.2 試験の目標

平成7年度は、 $\beta\gamma$ 核種が混在する試料中の $\beta$ 核種を評価するため、HA試料中の主要な $\beta$ 核種である $^{90}\text{Sr}$ ( $^{90}\text{Y}$ )及び $\gamma$ 核種である $^{137}\text{Cs}$ ( $^{137\text{m}}\text{Ba}$ )の標準溶液を用いたRI試験を行い、GM計数管によるHA試料中の全 $\beta$ 分析を評価することとした。また、CPFの実HAW(L再HAW)を用いてRI試験で得られた結果の確認を行い実用性を評価する。

### 2.9.6.3 試験の状況

HA試料中の全 $\beta$ 分析ではGM計数管を用いた検討評価として、以下の試験を実施した。

- (1)  $\beta$ 線遮へい用A $\ell$ 吸収板厚の決定
- (2) GM計数管の幾何学的効率の算出
- (3) GM計数管の検出効率測定
- (4)  $^{90}\text{Sr}$ ( $^{90}\text{Y}$ ) -  $^{137}\text{Cs}$ ( $^{137\text{m}}\text{Ba}$ ) 混合溶液の $\gamma$ 線寄与率の測定
- (5)  $\gamma$ 線に対するGM計数管の検出効率測定
  - ① GM計数管の $^{137}\text{Cs}$ ( $^{137\text{m}}\text{Ba}$ )の $\gamma$ 線に対する検出効率測定
  - ② 全 $\beta$ 計数値に与える内部転換電子の寄与率確認
  - ③  $\gamma$ 線に対するGM計数管検出効率のエネルギー依存性確認

また、実HAWを用いた確証試験については、GM計数管と $\gamma$ スペクトロメータによる測定試験及びGM計数法の分析精度確認を平成7年度中に行う計画である。

2.9.6.4 試験のスケジュール

本年度実施の試験項目及びスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
1. $\beta$ 線遮へい用A $\ell$ 吸収板厚の決定							○	○					
2. GM計数管の幾何学的効率の算出							○	○					
3. GM計数管検出効率測定								○	○				
4. $^{90}\text{Sr}-^{137}\text{Cs}$ 混合溶液の測定								○	○				
5. $\gamma$ 線に対するGM計数管の検出効率測定								○	○				
6. 実HAWを用いた確認											○	○	

2.9.6.5 主要な成果

平成7年度の試験において得られた結果は以下の通りである。

- (1)  $\beta\gamma$ 放射体の混在した試料中の $\beta$ 線を遮へいするための最適なA $\ell$ 吸収板厚は、計算値及び実測値により4mmが最適であることが確認できた。
- (2) 本試験で使用するGM計数管の計算上の幾何学的効率は約18%であり、 $\beta$ 線に対する実測の検出効率は約19%とほぼ一致しており、実測の検出効率の妥当性についても確認できた。
- (3)  $^{90}\text{Sr}$  ( $^{90}\text{Y}$ ) -  $^{137}\text{Cs}$  ( $^{137\text{m}}\text{Ba}$ ) の混合標準溶液を用いた全 $\beta\gamma$ 計数値に対する全 $\gamma$ 計数値の寄与率は0.2~0.8%であり、実測の全 $\beta\gamma$ 計数値と計算による全 $\beta$ 計数値はほぼ同値であることから、全 $\beta$ 測定に対する全 $\gamma$ 計数値の影響は無視できるものと考えられる。
- (4)  $^{137\text{m}}\text{Ba}$ の $\gamma$ 線に対するGM計数管の検出効率は0.05~0.08%であり、極めて低い値を示し、(3)項の妥当性が確認できた。
- (5)  $^{137}\text{Cs}$ 単体核種における全 $\beta$ 計数値に与える内部転換電子の寄与率は、約11%であった。
- (6)  $^{241}\text{Am}$ 及び $^{133}\text{Ba}$ の低エネルギー $\gamma$ 線に対するGM計数管の検出効率は純 $\beta$ 放射体の検出効率の6/1000~8/1000程度であり、エネルギー依存性として問題にならないことが確認できた。

2.9.6.6 成果の評価

本年度の試験結果から、GM計数管によるHA試料中の全 $\beta$ 計測において、 $\gamma$ 線に対するGM係

数管の検出効率及び $^{137}\text{Cs}$ の内部転換電子の寄与率が極めて低いこと等から、一定の誤差（約5%以内と推定）を有するものの、GM計数管によるHA試料の直接計測により得られた計数値は、ほぼ全 $\beta$ 計数値と見なせるものと考えられる。

#### 2.9.6.7 今後の試験課題等

実HAW中に存在する核種のほとんどが $\beta\gamma$ 放射体である。そこで、RI試験における結果をもとに実HAWへの適用性を確認するため、GM計数管及び $\gamma$ スペクトロメータを用いた測定試験を実施する。実験では、リファレンスとなる濃度既知の全 $\beta$ 試料を得ることは困難なため、簡易的な計算手法を採用する。方法としては、GM計数管を用いた直接計測による実測の全 $\beta$ 放射能濃度を求め、次にこの実測値の妥当性を確認するため $\gamma$ スペクトロメトリ及びORIGEN計算コードを用い、各核種毎の放射能濃度を求めるとともに評価上の全 $\beta$ 放射能濃度を算出し実測値の妥当性を評価する。また、実HAWをGM計測に適した濃度に希釈調整した後、計測を行い一連の工程における分析精度（RSD）を確認する。

## 2.9.6.8 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

開発項目	実施担当者
1. $\beta$ 線遮へい用A $\ell$ 吸収板厚の決定	
2. GM計数管の幾何学的効率の算出	船越 智雅
3. GM計数管検出効率測定試験	柴 正憲
4. $^{90}\text{Sr}$ ( $^{90}\text{Y}$ ) - $^{137}\text{Cs}$ ( $^{137\text{m}}\text{Ba}$ ) 混合溶液の測定試験	菅沼 隆
5. $\gamma$ 線に対するGM計数管の検出効率測定試験	

### 3. 支援分析

#### 3.1 CPFでの支援分析

##### 3.1.1 支援分析及び支援分析に係わる分析試験の実施概要

CPFにおける分析業務は、A系列における高速炉燃料の再処理に関する研究、湿式核種分離に関する研究、並びにB系列における高レベル廃液のガラス固化に関する研究等に関連して要求される支援分析を中心に、関連する分析技術の開発試験を継続した。

##### 1) 平成7年度の支援分析業務

- (1) A系列の第6回湿式分離ホット試験、F再21ラン溶解試験、Np共抽出ホット試験
- (2) B系列のガラス固化28ラン、ガラス浸出試験など総依頼件数として7901件（A系：4275件、B系：3584件、その他：42件）を処理した。この分析件数は前年度比の約40%増であった。

表-3.1(1)に依頼分析項目と分析件数を、図-3.1(1)依頼分析件数の年度推移を示した。

##### 2) 支援分析に係わる分析試験業務

HAW中のPu定量法、溶解液中の $^{129}\text{I}$ 定量法、 $^{99}\text{Tc}$ 定量法について、基礎条件の検討を終了し実液を用いたホット確認試験に移行した。

CPFにおける支援分析に係わる分析試験の成果概要は、本項3.1.2以降に記載した。

##### 3) CPFの分析設備

設備・機器の老朽化対策については、平成3年度より計画的に分析機器等の更新を進めており、前年度までにセル外設置機器のほぼ全数を更新した。今後は、セル内機器の補修・更新に着手することとしており、平成7年度は、CA-5セルのインセルクレーンの補修工事設計、セル内型ICPの製作・設置工事設計及び自動滴定装置の設計・試作を行い、今後の補修工事等に備えた。なお、インセルクレーンは、平成8年～10年度に実施されるCPFのA系列改造工事の一環として補修を実施することになっている。

表3.1に依頼分析項目と分析件数を、図3.1に依頼分析件数の年度推移を示した。

4) 本支援分析に係わる実施担当者を以下に示す。

主 査	実 施 担 当 者
菅 沼 隆	湿式分析Gr 市毛 良明 ( SGL ) 鈴木 眞司 矢吹 光史 木村 卓
	機器分析Gr 篠崎 忠宏 ( SGL ) 船越 智雅 柴 正憲 戸田 暢史 黒沢 勝寿

表3.1 依頼分析項目と分析総件数

	試 験 項 目	分析件数
A系列試験	<ul style="list-style-type: none"> <li>・湿式分離第6回ホット試験</li> <li>・Puポリマー試験</li> <li>・F再第21回溶解試験</li> <li>・PIT 関連試料</li> <li>・Np共抽出ホット試験</li> <li>・湿式分離第7回ホット試験</li> </ul>	4275件
B系列試験	<ul style="list-style-type: none"> <li>・第28回ガラス固化試験</li> <li>・圧縮ベントナイト核種移行挙動評価試験</li> <li>・Cm添加ガラス浸出試験</li> </ul>	3584件
そ の 他	<ul style="list-style-type: none"> <li>・Pu原子価測定試験 (CMS)</li> <li>・一般排水, CW, 蒸発缶供給液, 凝縮液等(研管課)</li> </ul>	42件
総 分 析 件 数		7901件

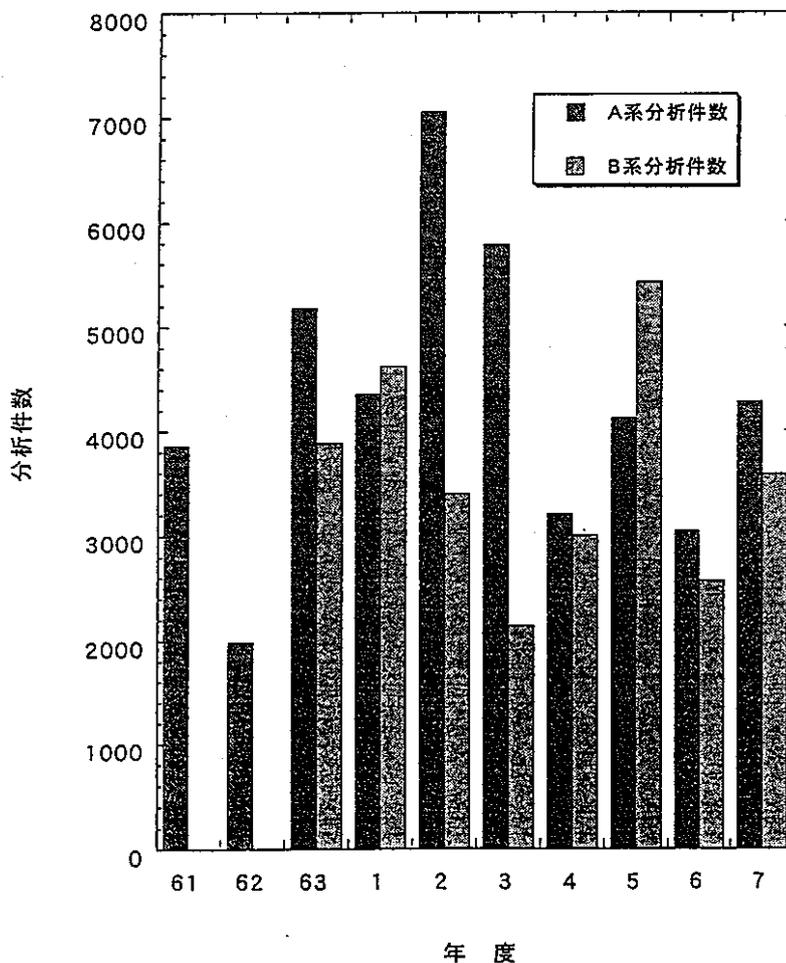


図3.1 依頼分析件数の年度推移

### 3.1.2 支援分析に係わる分析試験検討

#### 3.1.2.1 HAW中の微量Pu分析法の検討

##### 1) 実施経緯及び概要

アクチニド湿式分離に関する研究やガラス固化体の品質保証技術解説の進展に伴い、HAW中の微量Pu及びその他アクチニド核種の分析技術開発が重要な課題となっている。本検討は、陰イオン交換分離- $\alpha$ スペクトロメトリによるHAW中の微量Pu元素分析法の確立することを目的として、平成5年から試験に取り組んだ。平成5年度から平成6年度においては、硝酸系陰イオン交換分離におけるFP、TRU分離特性及びPuの溶離特性を模擬HAW、実HAWを用いて確認し、前処理法としての基礎的知見を得た。

また、Pu同位体比と比放射能からPu元素濃度を求める補正式を考案した。平成7年度は、硝酸Pu溶液、模擬HAW、実HAWを用いた分析精度及びPuの収率確認試験並びにPu元素濃度換算手法の検証を実施し、HAW中の微量Pu分析法としての実用性を確かめた。平成5年度、平成6年度において得られた主な成果を以下に列挙する。

- ① HAW中のPu価数調整剤として、亜硝酸ナトリウム溶液が最適な特性を最適な示した。過酸化水素水は多量の金属元素の共存において特異な挙動を示しイオン交換樹脂へのPuの吸着を著しく低下させることから、HAW中のPuの価数調整には適さないことが分かった。
- ② 亜硝酸ナトリウム溶液を価数調整剤とした場合、陰イオン交換樹脂へのPu(IV)の吸着率は、98%以上であった。
- ③ 陰イオン交換分離による主要FPの除染係数は、7M硝酸28mℓの洗浄においてAm、Cs、Ce、が $DF10^3$ 以上、Sb、Euが $10^2$ 以であり、十分な除染性が確認できた。Ruは緩慢な溶離特性を示し同条件でのDFは、 $10^1$ 程度に留まった。
- ④ 陰イオン交換樹脂に吸着するPu(IV)は、0.2M硝酸ヒドロキシルアミン-0.01M硝酸混合溶液によりPu(III)に還元後、溶離することで95%以上の溶離回収率を得た。

##### 2) 実施成果

###### (1) 試験目的

平成5、6年度の検討において得られた陰イオン交換分離基礎条件の適用性を確かめるため、平成7年度においては模擬HAW、実HAWを用いた試験として、分析精度及びPuの収率確認試験を実施した。また考案したPu元素濃度換算手法の妥当性を評価するため、その検証も実施した。

###### (2) 実施状況

陰イオン交換分離基礎条件の適用性評価及び考案したPu元素濃度補正式の検証を行うため、以下の試験を実施した。またサーベイ試験の位置付けでHAW沈殿物中のPu分析試験についても実施した。

①Puの添加回収試験

②Pu元素濃度換算手法の検討

③実HAW の分析試験

④実HAW 沈殿物中のPu分析試験

(3) 実施スケジュール

年 月 項 目	平成 7 年									平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
1. Puの添加回収試験			○									
2. Pu元素濃度換手法 の検討			○									
3. 実HAW の分析試験			○	○								
4. 実HAW 沈殿物中の Pu分析試験					○	○	○					

(4) 主要な成果

本検討において得られた成果は以下の通りである。

- ① 実HAW によるPu添加回収試験におけるPuの化学収率は94～96%全分析工程の相対標準偏差は1.1%～9.1%でありセル分析法として十分であった。
- ② 考案したPu元素濃度換算手法を用いたαスペクトロメトリによるPu元素定量値は、吸光度法による定量値と良い一致を示し、その偏りは4.2%以内、並行分析の相対標準偏差も1.7%以内であり、本方法の妥当性が確認できた。
- ③ 確立した分析操作に基づき再処理工場から受け入れた第9～11回調整HAW を分析した結果、Puの含有率は38～60mg/lであった。
- ④ HAW の沈殿物中に存在するPuの測定を試みた結果、 $^{239}\text{Pu} + ^{240}\text{Pu}$ として約 $2.0 \times 10^7$  Bq/gの定量値が得られ、沈殿物中に有意なPuの存在が確認された。

3) 成果の評価

模擬HAW 及び実HAW を用いた分析試験により、陰イオン交換分離基礎条件の適用性が確認でき、実HAW 中の微量Pu分析法としての実用性を確かめた。また、考案したPu元素濃度補正式の有効性が確認できた。

4) 今後の課題等

(1) 沈澱物中のPu分析法の確立

沈澱物の分解法，溶解調整法及びPuの原子価調整条件など前処理全般の試験を行い，沈澱物中の微量Pu分析フローを確立する。

(2) MA分離研究に係わる分析への適用検討

MA分離研究では，MA核種を選択的に分離することを目的に抽出分離工程において，DTPAやしゅう酸ヒドラジンなどの錯化剤の使用を検討している。そこで，これらの工程試料中の微量Pu分析法として本法の適用性を確認する。

5) 実施担当者

本検討に係わる実施担当者を以下に示す。

検 討 項 目	実施担当者
1. Puの添加回収試験	柴 正憲
2. Pu元素濃度換算手法の検討	船越 智雅
3. 実HAW の分析試験	菅沼 隆
4. 実HAW 沈澱物中のPu分析試験	

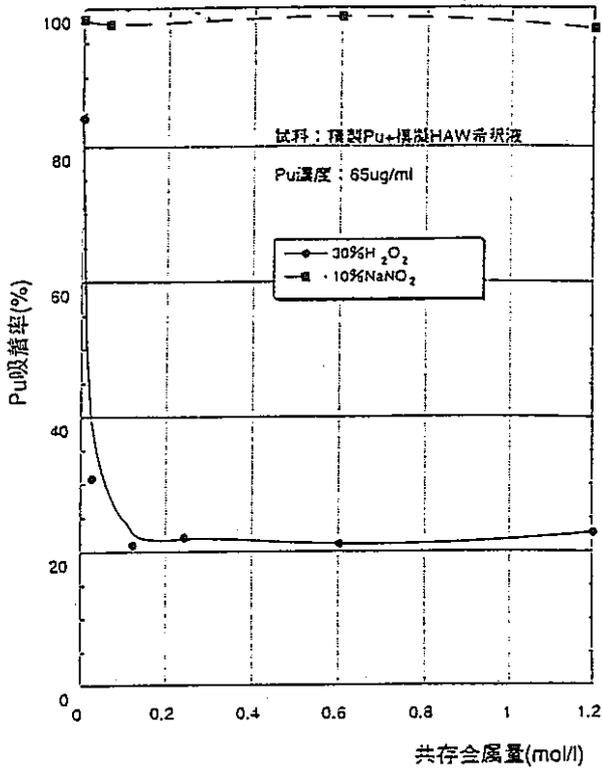


図3.1.2(1) 原子価調整剤の検討

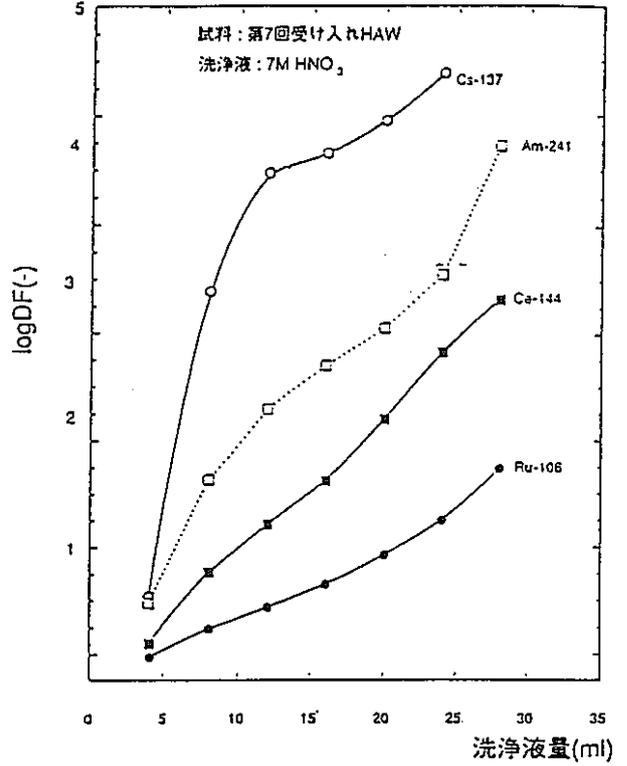


図3.1.2(2) FP洗浄条件の検討

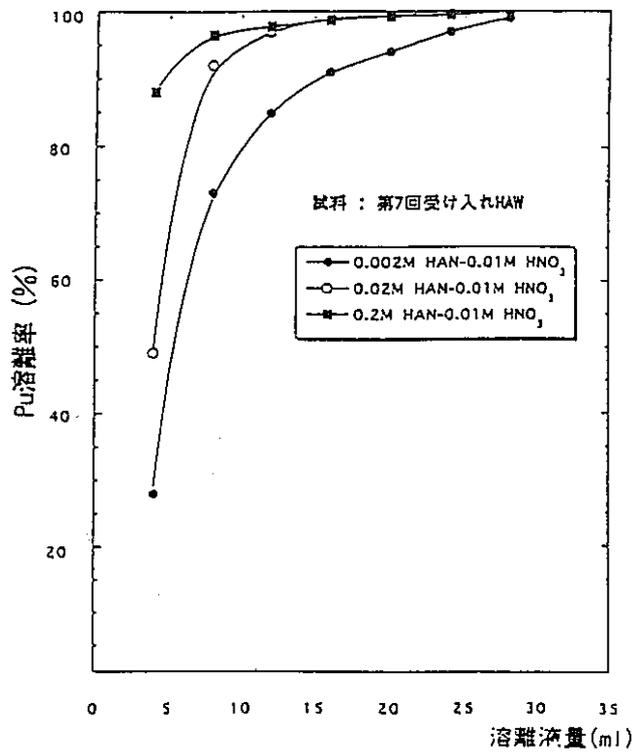


図3.1.2(3) Pu溶離条件の検討

### 3.1.2.2 溶解液中の<sup>99</sup>Tc分析試験

#### 1) 試験の経緯及び概要

<sup>99</sup>Tcは、<sup>129</sup>Iや<sup>237</sup>Npとともに長半減期核種として再処理施設等の安全評価上注目される核種である他、再処理プロセスにおいても複雑な挙動を示すとされており、その挙動を把握するためにも分析技術の確立が求められている。CPFでは、不溶解残渣及び高レベル放射性廃液中のTcを対象として、共存元素による化学干渉の少ない直流プラズマ(DCP)発光分光分析法による定量方法が開発されているが、PuやUが大量に共存する使用済燃料溶解液中のTcの定量には適応できず、共存するPu、UとTcを分離する前処理が不可欠であった。<sup>99</sup>Tc分析法については、揮発法、溶媒抽出法、イオン交換法などにより、Tcを分離精製した後、液体シンチレーション法によりβ放射能を測定する方法が報告されているが、いずれの場合も前処理操作が煩雑な上に、溶解液中のTcを対象とした場合、FP核種をグローブボックスレベルで取扱えるまで分離除去するのは容易ではない。また、放射能測定においても共存核種の妨害があり、十分な精度が得られない可能性がある。そこで、セル内での簡便な分析法として沈澱分離法に着目し、アルカリ沈澱分離-DCP発光分光分析法の適応性について検討した。本試験においては、アルカリ沈澱分離法によるTcとPu、U及びFP金属元素との分離条件の確認と、Tcの分光測定におけるFP金属元素等の影響について確認した。

#### 2) 試験成果

##### (1) 試験の目的

FBR燃料溶解液中のTc分析法の確立を目的として、アルカリ沈澱分離-DCP発光分光分析法の諸条件を検討し、適応性を確認する。また、CPFのFBR燃料再処理試験における実溶解液中の<sup>99</sup>Tcの定量を試みる。

##### (2) 試験の状況

Tcは、溶液中で7価のTcO<sub>4</sub><sup>-</sup>が最も安定で、4価の化学種がこれに次ぐ。したがって、試料を酸化し7価の状態にしてから分離操作するのが良いとされている。また、pH0～14の範囲で安定である。そこで、試料に過酸化水素を添加しTcを7価に調整後、アンモニア水によりpHを9程度に調整すると、Pu、U及びFe等は沈澱を形成するが、Tcは沈澱することなく上澄み液中に残り、Pu、U及びFe等と分離できることから、常陽MK-II使用済み燃料溶解液を模擬した模擬溶解液を用いての試験及び実溶解液を用いてのホット確認試験を行った。

- ① 共沈剤の最適添加量確認及びウランの分離係数確認
- ② 過酸化水素によるTc原子価調整の確認
- ③ 妨害元素の影響確認
- ④ Tcの収率確認

⑤ ホット確証試験

(3) 試験スケジュール

本年度実施の試験項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年			
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3		
1. 共沈剤の最適添加量確認及びウランの分離係数確認				○	—	○								
2. 過酸化水素によるTc原子価調整の確認					○	—	○							
3. 妨害元素の影響確認					○	—	○							
4. Tcの収率確認					○	—	○							
5. ホット確証試験												○	—	○

(4) 主要な成果

平成7年度の試験において得られた成果は、以下の通りである。

- ① 共沈剤〔硝酸第二鉄（30%）〕の最適添加量としては、1.0ml以上添加すると分離係数（SF）がほぼ平衡状態になることが確認された。
- ② ウランの分離係数（SF）は、 $>1.0 \times 10^4$ であった。
- ③ Tc（7価）原子価調整時の過酸化水素水（30%）の最適添加量は、0.1 mlで十分であることが確認された。また、過酸化水素水を全く添加しない場合は、ろ過液中にTcは検出されないことが分かり、4価の状態では他元素と共沈殿をおこす可能性が示唆された。
- ④ DCP測定におけるTcの分析線（426.226nm）に対する妨害元素の影響について模擬溶解液を用いて確認した結果、影響を与えるようなピークの存在は確認されなかった。
- ⑤ アルカリ沈殿分離-DCP 発光分光分析法におけるTcの回収率を確認するため模擬溶解液に既知量のTcを添加した試料を用いて試験した結果、Tcの回収率は平均98%でCV 5%以下であり、本分析法が適応できることが確認された。
- ⑥ 硝酸Pu溶液及び実溶解液を用いてTcの回収率を確認するため(5)同様の試験をした結果、Tcの回収率はそれぞれ96%、106%であり、本分析法が適応できることが確認された。また、実溶解液中のTcを分析し、ORIGEN値を参考にその存在量を明らかにした。

3) 成果の評価

アルカリ沈殿分離-DCP 発光分光分析法によるTc分析法については、試験結果から十分適応できることが確認できた。また、原子価調整操作の有無により7価以外の価数のTcが定量できる可能性が認められた。

4) 今後の試験課題

有機相試料中のTc分析法への応用検討を進めていく。

## 5) 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

試 験 項 目	実施担当者
1. 共沈剤の最適添加量確認及びウランの分離係数確認 2. 過酸化水素によるテクネチウム原子価調整の確認 3. 妨害元素の影響確認 4. テクネチウムの収率確認 5. ホット確証試験	戸田 暢史 黒沢 勝寿 菅沼 隆

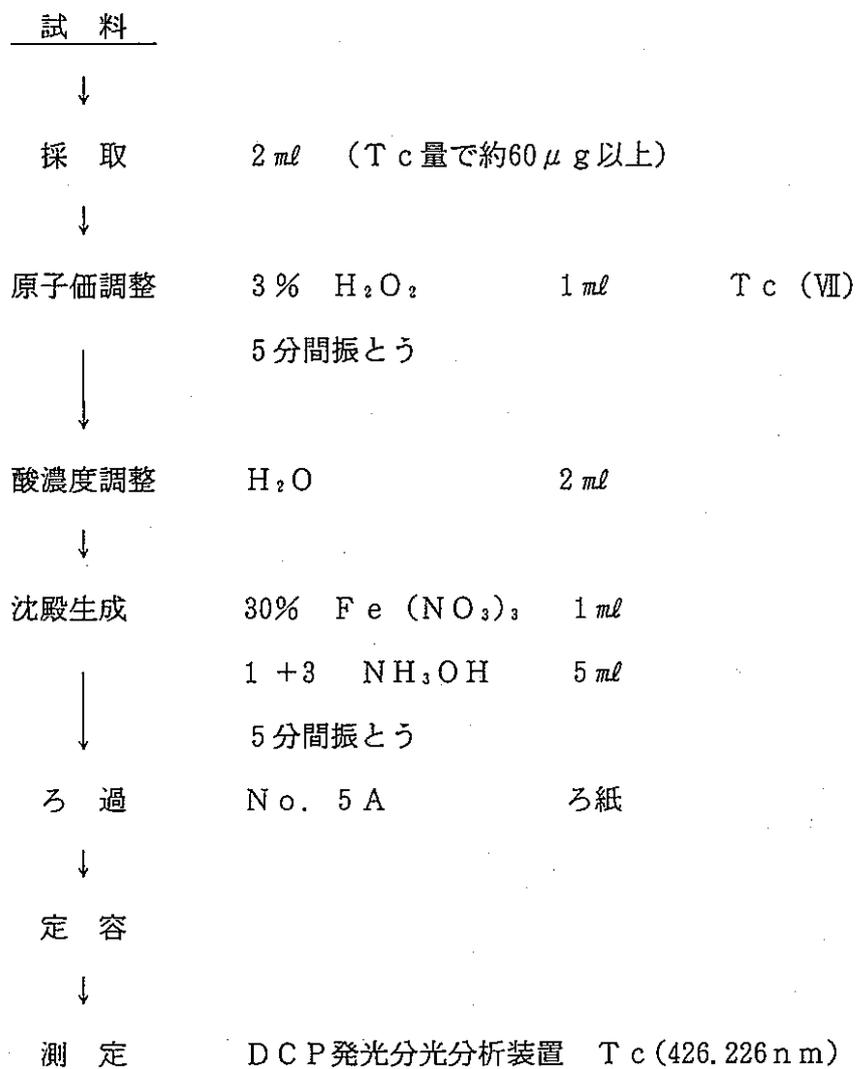


図3.1.2.2 テクネチウム分離フローシート

### 3.1.2.3 $^{237}\text{Np}$ 分析法の改良

#### 1) 試験の経緯及び概要

陰イオン交換-TTA抽出- $\alpha$ 波高分析法による水相中の $^{237}\text{Np}$ 分析に使用される陰イオン交換樹脂(IRA-93)が入手困難となったため、代替樹脂(IRA-94S)を選定し既存分析フローでの確認試験を実施した。しかし、従来この分析法におけるNpの収率は約80%であったが代替樹脂では、約50%と低値を示した。そこで、収率低下の原因究明及び分析法の改良を行う必要が生じ、平成6年度に既存陰イオン交換法、TTA抽出法及び $\alpha$ 波高分析法の最適化について検討し、既存分析フローの健全性を確認した。しかし、Npの収率低下の原因を特定することができなかつたため、平成7年度は分析収率及び測定精度を向上させるために継続して分析フローの詳細なサーベイ試験を行った。

#### 2) 試験成果

##### (1) 試験の目的

平成6年度に行った試験結果では、分析値のバラツキが大きく分析フローの各操作のどこに原因があるか特定できなかつた為、分析精度を低下させていると考えられる項目について再度詳細試験を行い、本分析法の精度を評価するとともに収率の低下原因を特定する。また、過去に行った試験結果も合わせてまとめる予定。

##### (2) 試験の状況

試料の焼付け及び $\alpha$ 測定に与える影響、抽出時の還元剤及び抽出操作で使用する試薬中の鉄による影響について以下の試験項目を実施した。

- ① 有機相(TTA-キシレン)への水相混入による影響  
相分離時間による $\alpha$ 測定への影響
- ②  $\alpha$ 測定における還元試薬(スルファミン酸第一鉄溶液)の共存量による影響
- ③ NpのTTA抽出における還元試薬(スルファミン酸第一鉄溶液)の添加量による影響
- ④ 試薬の経時変化によるNp抽出性能への影響
- ⑤ 試料皿への塗布方法による影響
- ⑥ スルファミン酸第一鉄溶液の調製法及び使用する試薬による影響
- ⑦  $^{237}\text{Np}$ 分析の再現性確認

(3) 試験スケジュール

本年度実施の試験項目及びそのスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
1. 有機相への水相混入による影響			○	○									
2. α測定における還元試薬の共存量による影響			○	○									
3. NpのTTA抽出における還元試薬の添加量による影響				○	○								
4. 試薬の経時変化によるNp抽出性能への影響				○	○								
5. 試料皿への塗布方法による影響				○	○								
6. スルファミン酸第一鉄溶液の調製法及び使用する試薬による影響				○	○								
7. <sup>237</sup> Np分析の再現性確認				○	○								

○—○ 実績

(4) 主要な成果

平成7年度の試験において得られた成果は、以下の通りである。

① 有機相 (TTA-キシレン) への水相混入による $\alpha$ 測定への影響

相分離時間による $\alpha$ 測定への影響確認では、抽出分離後5分間の静置で十分相分離され、有機相に混入している可能性のある微量水分は、測定に影響を与えないことが確認できた。

②  $\alpha$ 測定における還元試薬 (スルファミン酸第一鉄溶液) の共存量による影響

抽出時間を一定とし、抽出後の有機相試料をTTA-キシレンにより1/4まで段階的に希釈した結果、Np含有量とTTA-キシレンの希釈度には一次の相関関係があり、鉄共存量による $\alpha$ 測定への影響はないことが確認できた。

③ NpのTTA抽出における還元試薬 (スルファミン酸第一鉄溶液) の添加量による影響

規定量の2mlまでを段階的に添加して実施した。添加量は、0.3ml以上であれば十分還元されることが確認できた。また、HAN・HDZ溶液も同時に添加しているが、HAN・HDZ溶液のみではNp(III)には還元されないことが確認できた。

④ 試薬の経時変化によるNp抽出性能への影響確認

試薬調製日から8日までは試薬の安定性が担保できることが確認できた。

⑤ 試料皿への塗布方法による影響

試料皿から飛散するような塗布方法を行わない限り特に影響はなかった。

⑥ スルファミン酸第一鉄溶液の調製法及び使用する試薬による影響

調製時の加熱溶解温度による影響と使用途中の試薬、新品の試薬による調製液で試験を行ったが、抽出性能への影響は見られなかった。

⑦  $^{237}\text{Np}$ 分析の再現性確認

模擬廃液にNp標準液を添加して分析フローに従い分析を行った。分析収率は76.8%、CV約8%であった。

3) 成果の評価

本年度に実施した試験の結果、従来の分析フローシート条件に問題点がないことを再確認できた。また、Npの分析収率、精度共に良い結果が得られ、当初の目的である分析精度を低下させる原因を絞り込むことができなかった。しかし、分析収率の変動する間接的な要因として、試験データのバラツキが大きいことによることも考えられ、今後の検討事項としたい。

4) 今後の試験課題

平成6年度と本年度に実施した試験結果を整理してまとめ、再解析を実施する。

## 5) 実施担当者

本試験に係わる実施担当者を以下に示す。

開 発 項 目	実施担当者
1. 試料の焼付け及び $\alpha$ 測定に与える影響 2. 抽出時の還元剤及び抽出操作で使用する試薬中の鉄による影響	矢吹 光史 木村 卓 菅沼 隆

表3.1.2.3 Np分析の再現性確認  
(Np-STD, 模擬HAW. Pu-STD混合液)

試料	分析収率 (%)	C.V (%)	平均 (%)
	71.3	5.3	(分析収率)
模擬廃液	73.9	5.1	76.8
	86.9	14.2	(C.V)
	80.1	5.4	7.7
	72.0	2.3	

### 3.1.2.4 金属Pu標準試料の溶解調製

#### 1) 実施経緯及び概要

CPFにおける工程試料中のプルトニウム分析は、過酸化銀酸化Pu(VI)直接吸光光度法または $\alpha$ 波高分析法により行っている。このうち、吸光光度法においては、過酸化銀酸化一鉄(II)還元—硫酸第二セリウムアンモニウム逆滴定法でPu濃度を決定した硝酸Pu溶液を管理試料(二次標準試料)としており、この滴定法では、重クロム酸カリウムが一次標準試料として用いられている。

今後の核物質の計量管理及び工程分析の信頼性を維持、向上させるためには、金属Pu標準試料による分析管理が不可欠であり、これを一次標準試料とし、硝酸Pu溶液(管理試料)の濃度決定を行っていくことが望ましい。

そこで今回、米国NBSの高純度金属Pu(純度99.96%以上)の溶解調製を行った。

#### 2) 実施成果

##### (1) 実施目的

今回の金属Pu標準試料の調製では、硝酸Pu溶液の濃度決定において一次標準試料としてきた重クロム酸カリウムから金属Puに変更することを目的とし、国際標準試料である金属Pu〔NBS-949-f(99.96% 0.5g/Pu)〕を用いた溶解調製作業を実施し、溶解調製した金属Puを従来の重クロム酸カリウム滴定法で分析し、その分析結果と金属Pu採取量との重量法による比較評価を行う。

また、溶解後のPu溶液は、安定化と再溶解性を高めるためにPu量の約4倍量のUを添加し加熱乾固して保存するのが望ましい(IABA推奨法)とされているが、今回幾つかの加熱乾固等の条件を設定し、再溶解性に与える影響を確認することとした。

##### (2) 実施状況

金属Pu標準試料の溶解調製は、当グループでの作業経験がCPFのホットイン時の過去1度しかないため、プルトニウム燃料工場の作業マニュアルを参考に、「金属プルトニウム溶解調製作業マニュアル CPF-A-31」を作成し、金属Pu(NBS-949-f)を用いて、以下の作業項目で実施した。

- ① 金属プルトニウムの溶解・調製
- ② 標定
- ③ 報告書作成

(3) 実施スケジュール

本調製作業における作業項目及び実施スケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年			平成 8 年
	10	11	12	1
1. 金属Puの溶解調製		○		
2. 標定		○ ○		
3. 報告書作成			○	○

(4) 主要な成果

本調製作業において得られた成果は、以下の通りである。

- ① シロップ状の条件で加熱濃縮したサンプル (N=3) について重クロム酸カリウム滴定法でPuを標定し、金属Pu採取量 (理論Pu重量) と比較評価を行ったが、双方の差が、0.6%以内という極めて良好な結果が得られた。

標定結果

- ② 今回、溶解調製をしたPuを一次標準試料とすることにより、今まで以上に、計量管理及び工程試料中のPu分析の信頼性が向上する。
- ③ 作成した「金属プルトニウム溶解調製作業マニュアル」に従い溶解調製を実施した結果、良好な結果が得られるので、今後もこのマニュアルを使用し、金属Pu標準試料の調製を行うこととした。

3) 成果の評価

金属Pu採取量及び重クロム酸カリウム滴定結果から、今回溶解調製を行った金属Pu標準試料を一次標準試料として硝酸Pu溶液 (二次標準試料) の校正に使用できることを確認できた。

今後の硝酸Pu溶液 (二次標準試料) の校正について、以下のとおりとする。

- ① 滴定法で用いる一次標準試料は、金属Pu標準試料に変更する。
- ② 校正は、 $n = 3$ で実施する。
- ③ 校正は、従来どおり2回/年の頻度で実施する。
- ④ 通常のPu分析の管理は、上記標準試料により値付けした硝酸Puを用いる。

4) 今後の課題等

今回の標定において、シロップ状処理のサンプルのみの標定しかを行っていないので、その他の加熱乾固条件のサンプルに関しても標定及び評価確認を行い、各加熱乾固状態でどのような影響（標定結果、再溶解性等）が生じるかを確認し、今後の最適な調製及び保管管理条件（加熱乾固条件）の検討を進めていく。

5) 実施担当者

本作業に係わる実施担当者を以下に示す。

作 業 項 目	実施担当者
1. 金属プルトニウムの溶解・調製 2. 標定 3. 報告書作成	木村 卓 鈴木 眞司 黒沢 勝寿 菅沼 隆

NBS-949-f

米国NBS社製 SRM-949-f

組成：金属プルトニウム

放射エネルギー： $\alpha$

比放射能：71 mCi/g

重量：0.5 g/Pu

純度：99.99% (1980年10月当時)

：99.92% (1995年11月現在)

収納容器を含む総重量：737 g

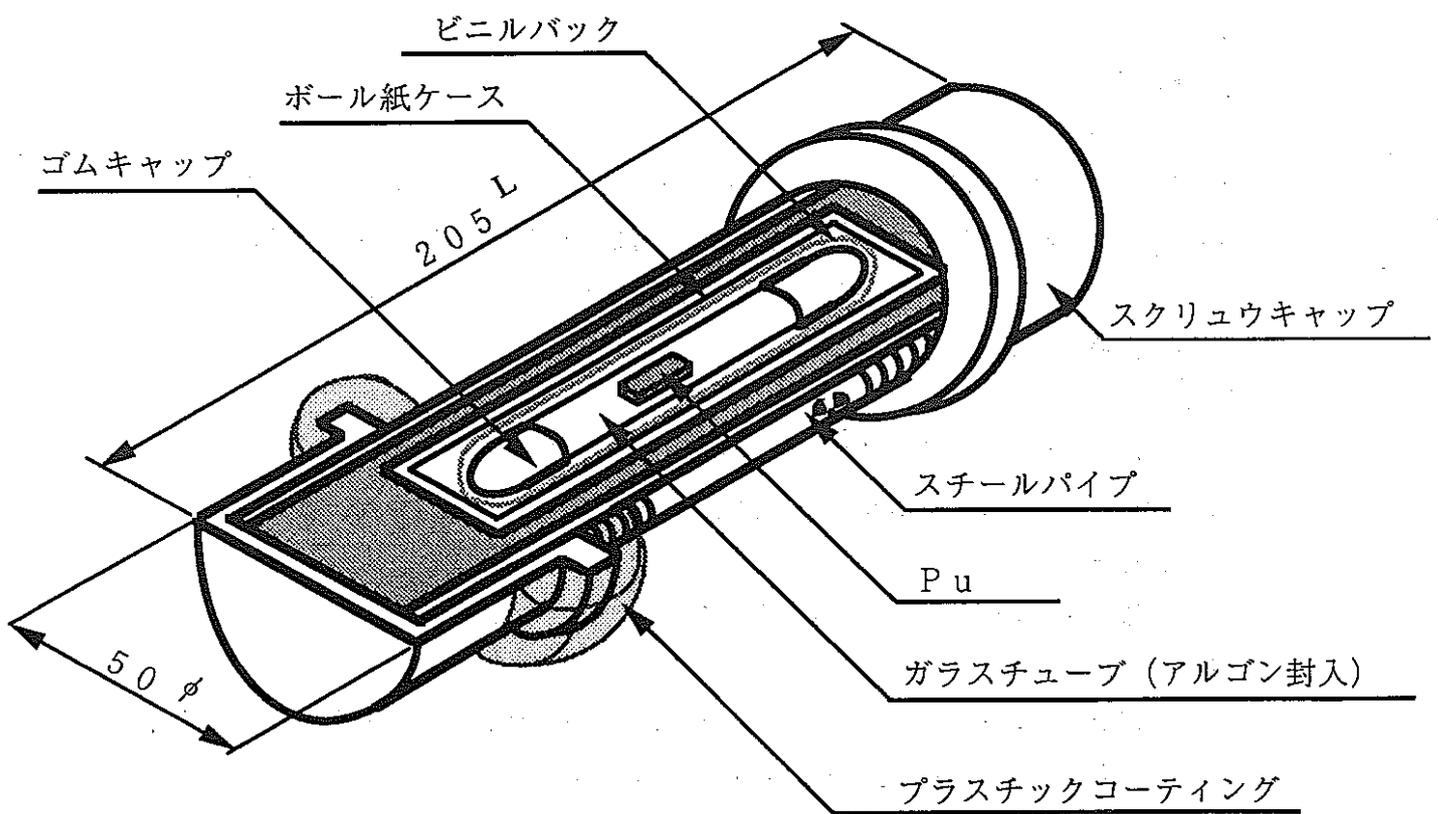


図3.1.2.4 金属Pu標準試料 (NBS-949-f) 及び収納状態図

### 3.1.2.5 セル内操作型自動滴定装置の設計

#### 1) 実施経緯及び概要

高レベル放射性物質研究施設（CPF）において、各種試験試料中のウラン・酸分析装置として使用している既設の自動滴定装置は、セル内にスターラを内蔵したオートサンプルチェンジャーと電極を、セル外には、滴定装置本体とサンプルチェンジャーのコントローラを配置し、セル内外機器を信号ケーブルで接続する構成となっており、セル外からのリモートコントロールで滴定装置を運転できる。しかし、この装置は、半自動の設計思想となっているため、滴定操作においては、試料のサンプリングをはじめ、ビーカーや電極のセッティング、滴定終了後のビーカー洗浄など各作業工程毎の手動入力操作が必要で、遠隔操作の頻度が多いほか、メンテナンスでは、セル内装置が一体型のため、一部が故障した場合、部分的な修理ができない構造となっている。

このため、無人運転により、滴定分析における作業の省力化や効率向上を図るため、試料のサンプリング、ビーカーセッティング、洗浄などの一連の工程をPC制御によってフルオート化し、かつメンテナンスが容易なセル内操作型自動滴定装置を設計・試作することとした。

#### 2) 実施結果

##### (1) 実施目的

CPFにおいて、各種試験試料中のウラン・酸分析装置として使用している既設の自動滴定装置の更新に合わせて、セル内操作型自動滴定装置の設計製作を行うこととし、平成7年度においては、セル内機器及びPC制御系を含めた装置の設計を行うとともに、セル内の自動滴定装置ユニットを試作する。

##### (2) 実施状況

セル内操作型自動滴定装置の設計においては、以下の設計思想のもとに検討を行った。（セル内操作型自動滴定装置設計図を図3.1.2.5(1)、(2)に示す）

##### ① 設定分析フロー

- ・硫酸アンモニウム、過酸化水素添加によるウラン-酸同時滴定法

##### ② 基本構成

- ・滴定セルユニット、オートサンプルチェンジャー、サンプリングポンプ及び制御装置からなるユニットにまとめ、セル内に分離設置する。
- ・試薬は、外部導入方式にする。

##### ③ 寸法

- ・セル内導入機器をユニット化し、各機器は、500φmm以下にする。

##### ④ センサー類

- ・半導体、光センサーは、耐放射線性に劣るため採用しない。

- ・ マイクロスイッチは、耐放射線性に優れているが、耐腐食性に劣るため、防滴カバー内に収納する。
  - ⑤ オートサンプルチェンジャー
    - ・ オートサンプルチェンジャーにセットする試料容器は、RIカプセルとし、最大収納数を10検体とする。
  - ⑥ 流路切替えユニット
    - ・ 各流路におけるチューブの交換を容易に行えるように遠隔操作型特殊八方バルブを採用する。
  - ⑦ 滴定ユニット
    - ・ 電極及び試薬添加ノズルなどを一体化した滴定セルユニットとして構成し、単独での交換保守に対応できること。
  - ⑦ 部材の選定
    - ・ セル内収容機器類は、耐酸、耐放射線性を考慮した部材を選定すること。
  - ⑧ 制御方式
    - ・ シーケンス制御とする。
  - ⑨ 低廃棄物性
    - ・ システム設計にあたり、低廃液発生量を考慮すること。
- セル内操作型自動滴定装置の試作装置の設計・製作については、以下の検討を行った。
- ・ 滴定セルユニット間の接続は、遠隔操作性の優れたジョイント（クイックコネクタ）を使用し、メンテナンスに必要な十分なスペースを設ける。
  - ・ サンプリング部のパージポンプを遠隔保守性に優れたローラポンプへ変更

(3) 実施スケジュール

本年度実施の試験及び試験及び検討項目のスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成7年			平成8年		
	10	11	12	1	2	3
1.セル内操作型自動滴定装置の設計製作 検討① (基本設計検討)	○	○				
2.セル内操作型自動滴定装置の設計製作 検討② (メーカ打合せ等)		○		○		
3.セル内操作型自動滴定装置の製作 (試作装置製作)				○		○

○---○ 計画

○—○ 実績

(4) 主要な成果

平成7年度は、セル内操作型自動滴定装置の設計検討を進め、同装置の設計基本方針を策定した。また、年度末までに、基本方針を反映した製作設計図を作成し、セル内ユニットの試作機を製作することとした。

3) 成果の評価

セル内操作型自動滴定装置の検討結果を踏まえ、設計の基本方針を策定することで、試作装置の設計及び製作が可能となった。

4) 今後の課題等

平成7年度は、セル内操作型自動滴定装置の設計製作及び試作までとし、平成8年度に同装置の制御装置及びPC制御方式のプログラムを設計製作する。

また、試作装置については、遠隔操作性試験や耐放射性試験を行い、設計検討の妥当性を確認するとともに同結果からセル内ユニットの改良設計を行い、更新に反映する。

5) 実施担当者

本検討に係わる実施担当者を以下に示す。

検 討 項 目	実施担当者
1. セル内操作型自動滴定装置の設計製作 検討① (基本設計検討)	鈴木 真司 木村 卓
2. セル内操作型自動滴定装置の設計製作 検討② (メーカー打合せ等)	菅沼 隆

图 3.1.2.5(1)

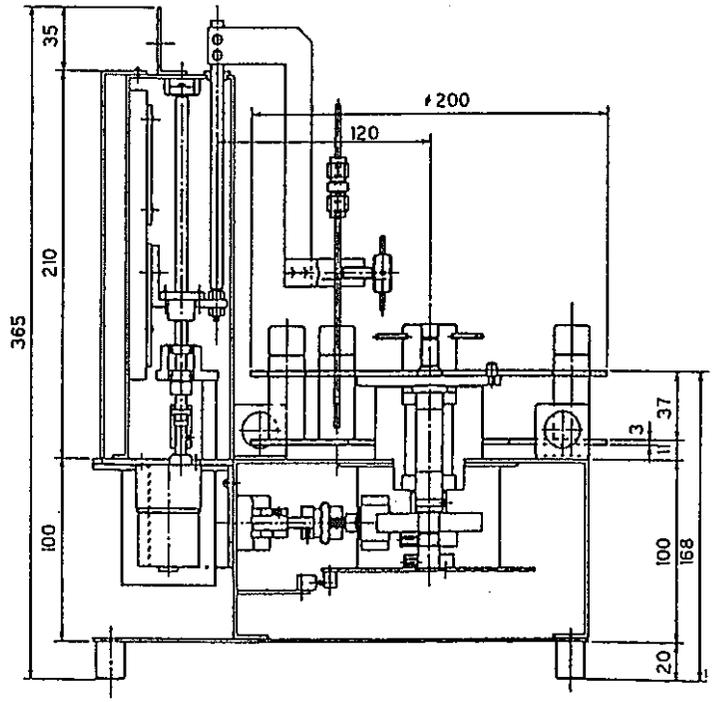
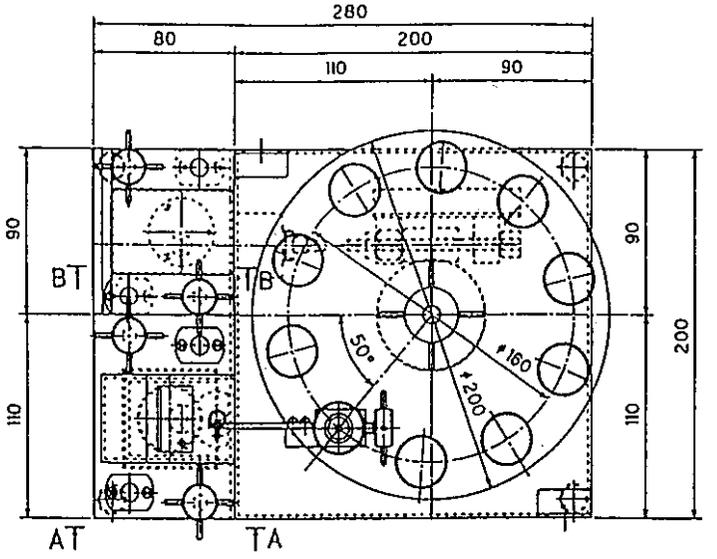
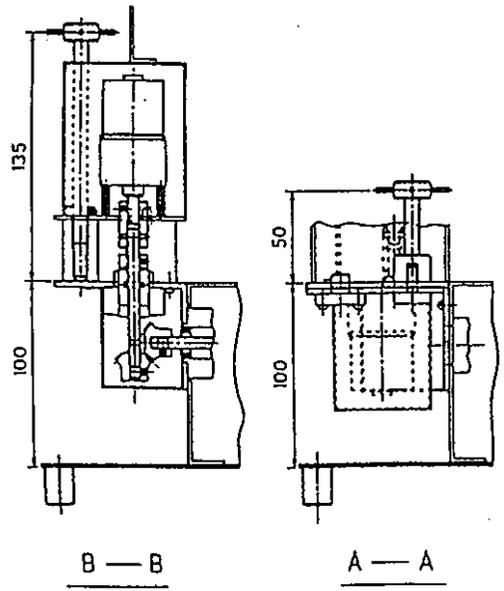
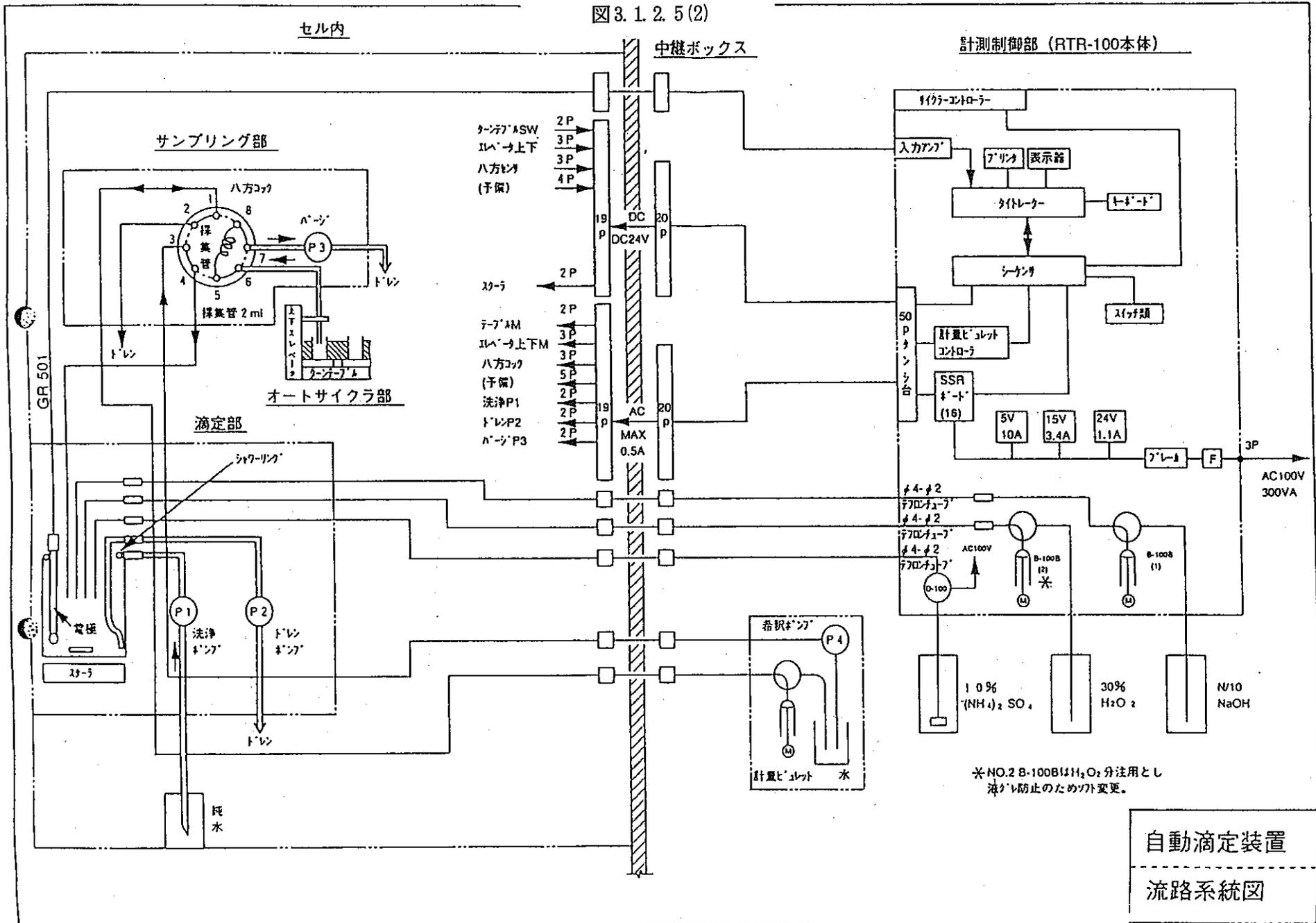


図 3. 1. 2. 5 (2)



### 3.1.2.6 セル内ICPの設計及び設置工事設計

#### 1) 実施経緯及び概要

高レベル放射性物質研究施設（CPF）において、高放射性試料中の元素分析装置として使用している既設の直流プラズマ発光分光分析装置（DCP）は、米国SMI社製を、遠隔操作型に改良開発したものを使用している。しかし、高周波プラズマ発光分析装置（ICP）の普及によって、国内外においても販売代理店が次々と同装置の販売から撤退し、分析機器のメンテナンスや部品類の入手が困難な状態となっている。セル外の分光器については、平成2年度に国内メーカー〔(株)京都光研製へ更新〕し、メンテナンスの負担を軽減してきたが、セル内に設置しているDCP 発光装置については、輸入の専用部品の供給がメーカー側の諸事情（吸収合併、代理店の変更等）により不安定（一部については供給停止で、納入が著しく遅延している）なため今後、高放射性試料中の元素分析を継続していくために、国内にて安定に部品の供給ができるセル内型ICP 発光分析システムへの更新を緊急に進める必要がある。

#### 2) 実施成果

##### (1) 実施目的

CPF において、高放射性試料中の元素分析装置として使用している既設のプラズマ発光分光分析装置の更新を目的として、セル内型ICP の製作設計及び同装置の分析セルへの設置工事に関する設計を行う。平成7年度の実施内容として、セル内型ICP の製作設計においては、耐放射線性、省スペース性、セル内操作における安全性及び分析セル本体との取り合い等の検討を行う。

また、分析セルへの設置工事設計においては、工期の短縮化、発生廃棄物の低減化及び被ばくの低減化、工事における合理化、安全性を検討する。

なお、本設計にはセル内型ICP の製作及び分析セルの設置工事全般に係わるコスト算出及び設置工事に伴う許認可の調査も含める。

##### (2) 実施状況

i) セル内型ICP の設計においては、以下の検討を行った。

（セル内型ICP の製作設計図を図3.1.2.6に示す。）

- ① CPF のセル内線量を考慮しICP 部材の耐放射線性の評価
  - ・部材の照射試験（原研高崎研究所）
  - ・照射部材及び未照射部材の引張試験（Pu燃検査課依頼）
- ② 保守作業性を考慮した設計検討
  - ・ICP 発光ユニット設計
  - ・排ガス吸熱・処理装置設計
  - ・Arガスコントロールユニット及び導入方式設計

- ・冷却水循環ユニット設計
  - ・貫通プラグ設計（遮蔽計算を含む）
  - ・光ファイバー導入方式設計
  - ・高周波伝送ケーブル結合装置設計（伝送ケーブルの延長及び高周波漏洩による他の機器・設備への影響の評価を含む）
- ii) セル内型ICP の設置工事設計については、以下の検討を行った。  
セル内型ICP 装置の搬入及び組み立て方法の検討。  
貫通プラグの更新工事に係わる工事方法の検討及び許認可事項の調査
- iii) セル内型ICP の製作設計及び分析セルへの設置工事に係わるコスト算出
- iv) セル内型ICP の製作及び設置工事に関する技術仕様及び設計図書の作成

(3) 実施スケジュール

本年度実施の試験及び検討項目のスケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年							平成 8 年		
	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
1. セル内型ICP 装置の製作設計検討					○	—	○			
2. セル内型ICP 装置の設置工事検討					○	—	○			
3. セル内型ICP 装置の製作及び設置工事コストの算出								○	○	
4. セル内型ICP 装置の製作及び設置工事に関する技術仕様、設計図書の作成								○	○	

(4) 主な成果

平成7年度の検討において得られた成果は、以下の通りである。

- ① セル内型ICP 装置の照射・未照射部材の引張試験結果より、部材毎の耐久性が確認できた。
- ② セル内型ICP 装置のセル内機器設計及び分析セルとの取り合い設計検討の結果、遠隔操作性及び効率的な保守作業性等の合理的な設計ができた。
- ③ 高周波伝送ケーブルの延長及び高周波漏洩による他機器・設備への影響の評価の検討結果により、セル内型ICP 装置の使用に支障のないことが確認された。
- ④ セル内型ICP 装置の搬入・組立て及び貫通プラグの更新工事の方法の検討により、安全の確保及び発生廃棄物の推定並びに作業手順等を確立した。
- ⑤ セル内型ICP 装置の製作設計及び分析セルへの設置工事方法の決定により、セル内型ICP装置の製作及び分析セルへの設置工事のコストを算出することができた。また、セル内型ICP 装置製作及び設置工事に関する技術仕様及び設計図書も作成した。

3) 成果の評価

本年度の実施結果から、セル内型ICP 装置の製作及び分析セルへの設置工事の作業手順及びコストの算出に並びに技術仕様及び設計図書も作成され、今後実際にセル内型ICP

装置製作及び設置工事を行う際の技術要件が満足され、発注から設置にかけての時間も大幅に短縮されるものと思われる。

4) 今後の課題等

今後、CPF のセル内型ICP 装置を製作し、遠隔操作性及びICP 装置の性能評価を行い、設計の妥当性を確認するとともに、改良設計を行い更新に備える。

5) 実施担当者

本検討に係る実施担当者を以下に示す。

検 討 項 目	実施担当者
1. セル内ICP 装置の製作 2. セル内ICP 部材の耐放射線性の検討 ① 部材の照射試験（原研高崎研究所） ② 照射・未照射部材による引っ張り試験 3. セル内ICP 装置の設置工事設計 （許認可調査を含む） 4. セル内ICP 装置製作設計及び設置工事に係わるコストの算出 5. セル内ICP 装置製作・設置工事に関する技術仕様・設計図書の作成	黒沢 勝寿 戸田 暢史 菅沼 隆



### 3.2 A棟, B棟での支援分析

A棟, B棟では, 所内各部の開発試験に伴う定常・非定常の試料の依頼分析を実施している。主な依頼内容は, 下記の3種類に分けられる。

#### 1) 高レベル放射性廃液ガラス固化体評価及び地層処分関連技術開発支援

高レベル放射性廃液のガラス固化技術高度化試験に係わるコールド試料及び地層処分技術開発に関する各種試験試料の分析。

#### 2) 高速炉燃料再処理技術開発支援

高速炉燃料再処理技術開発に係わる材料腐食試験, 先進リサイクル関連の高度化PUREX プロセス開発試験及び湿式核種分離試験, 更に乾式再処理基礎試験に関連した各種試験試料の分析。

#### 3) その他の分析支援

核燃料技術開発部, 環境施設部及びその他の各施設で実施される技術開発に伴う定期, 不定期の依頼分析。

#### 3.2.1 A棟, B棟の分析設備

A棟は, 核物質としてウラン及びトリウムを取り扱える施設となっている。所内各部からの定常依頼試料は, ほとんどがコールド試料である。しかし, 試料性状, 依頼元素の種類・濃度は広範囲かつ多岐に亘っている。A棟では, これらに対応するために必要な分析装置及び前処理装置を整備してきている。主な分析装置を下記に示す。

分析装置	用途
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ ICP 発光分光分析装置</li> <li>・ 原子吸光分析装置 (ﾌﾟﾚｰﾑ, ﾌﾟﾚｰﾑｽ)</li> <li>・ イオンクロマト分析装置</li> <li>・ 蛍光X線分析装置</li> <li>・ 分光光度計</li> <li>・ 分光蛍光光度計</li> <li>・ 赤外分光光度計</li> </ul>	元素分析 アルカリ, アルカリ土類元素分析 陰イオン分析 成分分析 成分分析 成分分析 成分分析

B棟は、プルトニウム、ウラン、トリウム及び各種放射性同位元素を取り扱える施設となっている。これらに対応する極微量元素及び核種分析装置を具備している。主な分析装置を下記に示す。

分析装置	用途
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 質量分析装置</li> <li>・ <math>\alpha</math>-スペクトロメトリー</li> <li>・ <math>\gamma</math>-スペクトロメトリー</li> <li>・ ICP-MS</li> </ul>	同位体分析 $\alpha$ 核種分析 $\gamma$ 核種分析 極微量元素分析

### 3.2.2 平成7年度の支援分析実績

A棟・B棟における平成8年3月末現在の総分析件数は、約9500件であった。(表3-2-1)  
 また、分析処理実績について、分析件数の年度別推移を依頼元と共に図3-2-1に示す。

当年度も昨年と比較し、分析件数の大半を地層処分関連試料及び湿式核種分離試験関連試料が占めている。

総件数では昨年より約3割減少し、その原因は環境技術開発関連の試料の減少によるものである。

先進リサイクル関連試料は、件数では、ほぼ昨年と横這い状態であった。目新しいものとしては、乾式再処理基礎試験に伴う試料が依頼されており、この方面の試料は今後増加していくものと思われる。

一方、平成7年度の分析件数の状況は、多元素同時分析の可能な発光分光分析が5割以上、アルカリ金属分析に適した原子吸光が2割、イオン分析のイオンクロマトが約1.5割であった。この3種の分析装置で約85%を占める結果となった。

分析装置別の分析処理件数を図3-2-2に示す。

### 3.2.3 その他

#### (1) パソコン利用による新分析管理システムの製作及び運用開始

従来の光学式文字読取装置による依頼分析の受付・伝票の処理は、効率が悪く拡張性がほとんどなかった。近年極めて便利になりつつあるパソコンを利用し、市販ソフトを駆使して、当室の支援分析システムに適応しかつ、今後の拡張性に優れたシステムを当グループ独自で製作し、4月より運用を開始した。従来と比較し、経済性、効率性、汎用性等極めて使い易く、1年を経過し、平成8年3月末現在迄順調に運用してきている。

#### (2) 質量分析装置の信頼性維持

質量分析については、定期的な依頼分析はないが、分析法そのものの重要性、TRU分析手法の有力な開発手段である等の理由により、データ信頼性維持のため、定期的（1回/月）にU及びPu標準試料による測定を継続した。

#### (3) 原子力研究交流生の研修

動燃では、国の原子力研究交流制度に基づき、原子力開発途上国との協力を行うことを目的に昭和60年度から外国研究者を受け入れてきている。

当室においても、1991年までに中国、タイ、インドネシアから受入れていた。本年度はインドネシアから研修者を受入れ3ヶ月の研修を行った。

- 1) 研修者 : 氏名等 ; Siti Amini IKA, 女性, 41才  
所属機関 ; インドネシア原子力庁 核燃料要素センター, 博士  
役 職 ; 放射冶金研究室化学分析グループリーダー
- 2) 受入期間 : 平成7年9月4日～12月2日
- 3) 研修内容 : 研究者が核物質等に関する分析技術を希望していることから、極力希望に沿った内容とするため、A棟・B棟の多種かつ最新の、支援分析に使用している分析装置を用いて研修を実施した。

研修の詳細報告は部内資料「A-1995-35 ; 原子力研究交流生研修報告」を参照。

## 3.2.5 実施担当者

A棟・B棟での支援分析に係わる実施担当者を以下に示す。

主 査	実 施 担 当 者
檜山 敬	田山 敏光 近藤 吉隆 菅原 薫 照井 直幸 八木沼龍治 川崎 諭 塙 隆行 杉 剛 田村 一 室井 一浩
青瀬 晋一	斉藤 和則 (ICP-MS)

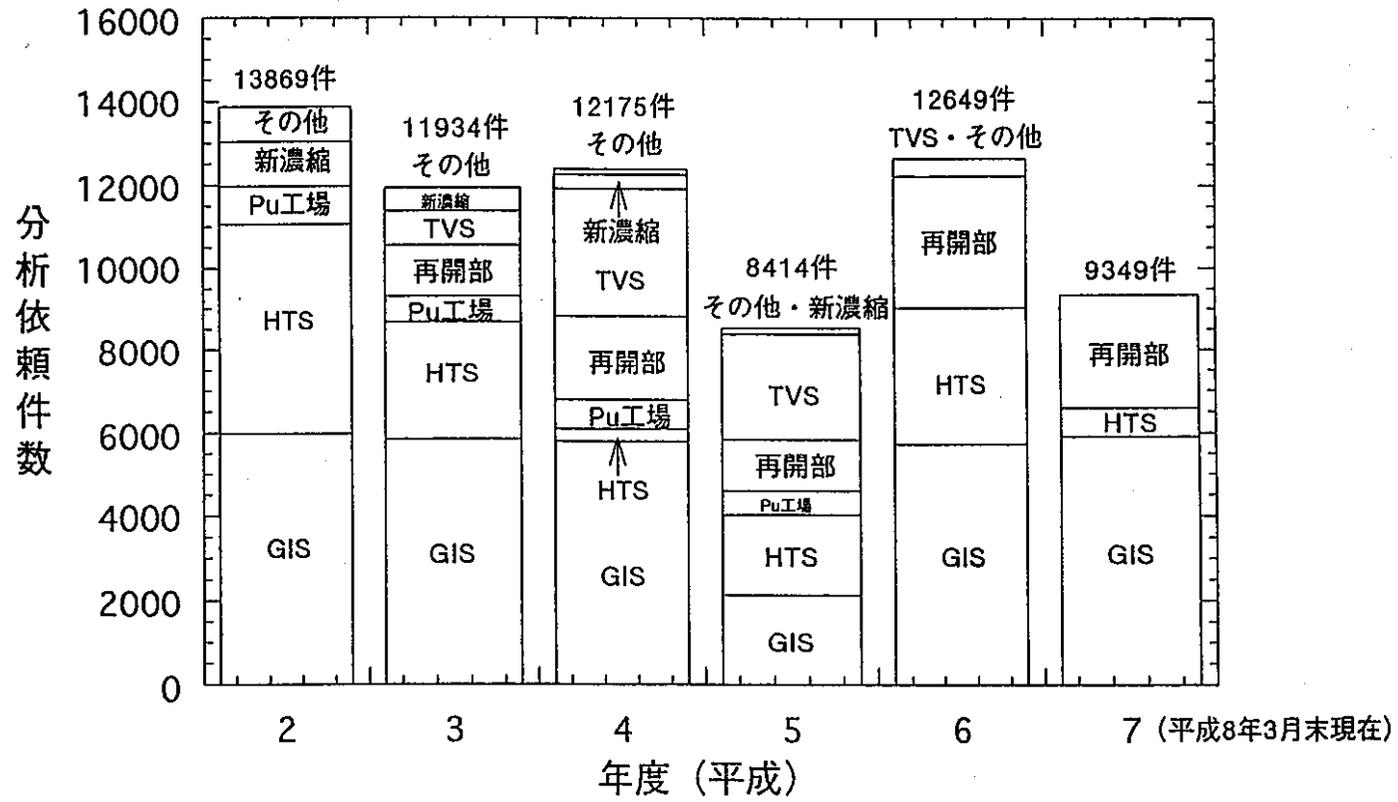
表 3 - 2 - 1 平成 7 年度分析処理件数実績

(A棟・B棟)

平成 8 年 3 月末現在

依 頼 元	A棟分析 (件)	B棟分析 (件)	計 (件)
H T S	6 8 4	—	6 8 4
G I S	5 5 1 4	3 8 7	5 9 0 1
E D S	1 2 8	—	1 2 8
C M S	1 5 0	—	1 5 0
A A S	2 3 4 9	1 3 7	2 4 8 6
そ の 他	0	—	0
合 計 (件)	8 8 2 5	5 2 4	9 3 4 9

図3.2.1 分析依頼件数の推移（A・B棟）



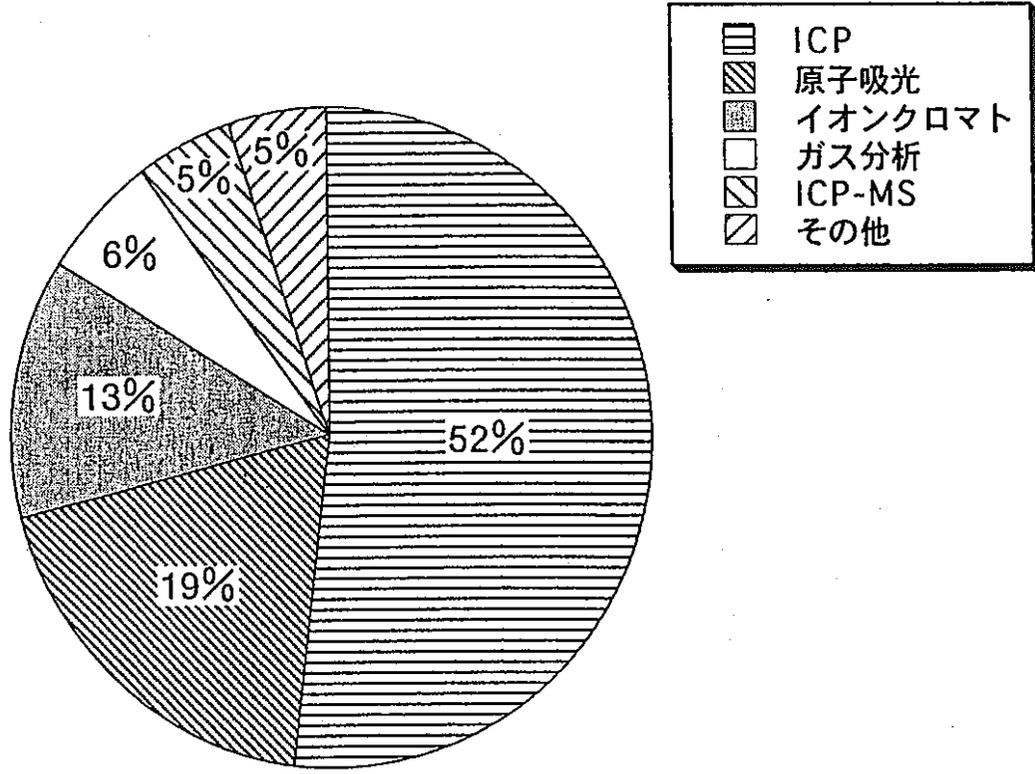


図3.2.2 分析法別分析件数割合（平成7年度）

## 4. CPF改造

### 4.1 設計業務

#### 4.1.1 高レベル放射性物質研究施設（CPF）－A系列設備改造設計

##### 4.1.1.1 実施経緯及び概要

CPF－A系列では、昭和57年以降、高速炉燃料の再処理技術開発試験として照射済燃料を用いPurex法の適用性評価及びホット試験でのデータベース構築を目的に各種パラメータ試験を実施してきた。

近年、これに加え、先進リサイクル技術開発としてマイナーアクチニド核種のリサイクルのための技術開発要求が高まっている。CPFでは、これらの要求から現設備で限られた条件下で基礎試験に取り組んでいる。

今後、先進リサイクル技術開発に伴うPurex法の改良、高度化並びにマイナーアクチニド湿式分離研究を本格的に進めるには、新たな試験設備・機器を設置することが必要となっている。

このためA系列試験設備で上記の試験目的に応じた種々の基礎試験及び実証試験が行なえるようにA系列設備の改造設計を実施している。

設備改造設計作業として平成7年1月～5月に概念設計を実施し、それを基に平成7年11月から詳細設計を実施した。

##### 4.1.1.2 実施成果

###### 1) 概念設計

本設計では、CPF－A系列の現状設備を前記目的のために、改造計画全体の概念を構築した。

###### (1) セル改造検討

A系列の試験セルは、CA－2（燃料ピンの剪断）、CA－3（溶解・抽出）、CA－4（精製）で構成されており、アクチニド核種の分離基礎試験を行うには、溶解液及び高レベル廃液を取り扱えるCA－3セルが適切である。現、CA－3セルは、実証試験を目的に溶解及び抽出機器等が配置されており基礎試験エリアの確保が困難なため、現セル内操作床上に配置されている機器を撤去し、新たな基礎試験用装置の設置エリアを確保する。

なお、セル付帯設備である操作盤の小型化などについても検討を行った。

###### (2) 実験室A・分析室の改造検討

アクチニド核種の分離試験に伴う各種基礎データの取得を行う必要性から、グローブ

ボックス設備及び分析設備の整備を進めるための検討を行った。

実験室Aをグリーン区域からアンバー区域に変更し、基礎試験用グローブボックスを設置すると共に核磁気共鳴装置、ICP 発光分光分析装置等の分析装置を配置する。分析室については、ウラン及びプルトニウム精製用グローブボックス内を整備し、基礎試験用スペースを確保する。

### (3) 改造に伴う課題の抽出

- ・セル改造に伴う除染・解体の調査及び技術の選定を行った。操作性、安全性等の技術確認を行い確実なものとする。
- ・実験室Aの改造では、グリーン区域からアンバー区域への変更に伴う換気系統の変更及びグローブボックスの増設、フードの増設により換気量が増加したため、給・排気設備への影響を少なくする検討が必要となった。

## 2) 詳細設計

概念設計を基にセル改造に係わる詳細設計を行った。あわせて、許認可変更申請を主眼にした基礎試験設備及び試験機器等に係わる設計を進めた。

### (1) 改造範囲

#### ①セルの改造設計 (CA-3セル等)

- ・試験機器の新設
- ・セル内の機器・設備配置
- ・セル付帯設備の更新
- ・セル内設備の除染／解体／撤去

#### ②基礎試験設備の改造設計

##### イ) 実験室Aの改造設計

- ・分離試験セルの新設
- ・区域区分の変更
- ・グローブボックスの新設、フード等設備・機器の増設

##### ロ) 分析室の改造設計

- ・グローブボックス内機器の改造

##### ハ) 機器補修室 (実験室C) の改造設計

- ・機器補修設備の撤去
- ・グローブボックスの新設

#### ③付帯設備の改造設計

- ・換排気設備に係わる設計
- ・気送管設備に係わる設計

(2) セル改造設計

主要設備の改造設計について、その概要は以下の通りである。

① CA-3セルの改造設計

現状のセル内配置及び試験機器は、Purex 法の実証試験を目的とした配置となっている。このため基礎試験を行うためのエリアを確保し、アクチニド核種の分離試験を目的とした新たな基礎試験装置を設置する。また、Purex 法の高度化試験など実証試験を行うため、長年使用し老朽化した溶解槽等の試験機器を撤去し新たな試験機器へ更新する。

セル内機器の解体、除染方法などの検討も実施した。

② セル内機器配置

- ・実証試験エリアと基礎試験エリアの設定

試験機器の配置としては、セル内の中央部からセル背面側を実証試験エリアとし、セル操作窓側を基礎試験エリアとして設定し機器配置を行った。

③ セル付帯設備

セル改造に伴う付帯設備に係わる設計としては、試薬供給設備、A系列操作盤、天井ハッチ、天井ポート等を変更することにもなう検討を行った。

④ セル天井ハッチ

天井ハッチは、大型装置等のセル内搬入のために設置されている。

高レベル固体廃棄物を再処理施設である第二高放射性固体廃棄物貯蔵施設へ移管するには、CPF の天井ハッチを再処理施設用廃棄物缶の仕様に合わせる必要がある。そのため、既設天井ハッチをポート付天井ハッチに更新する。

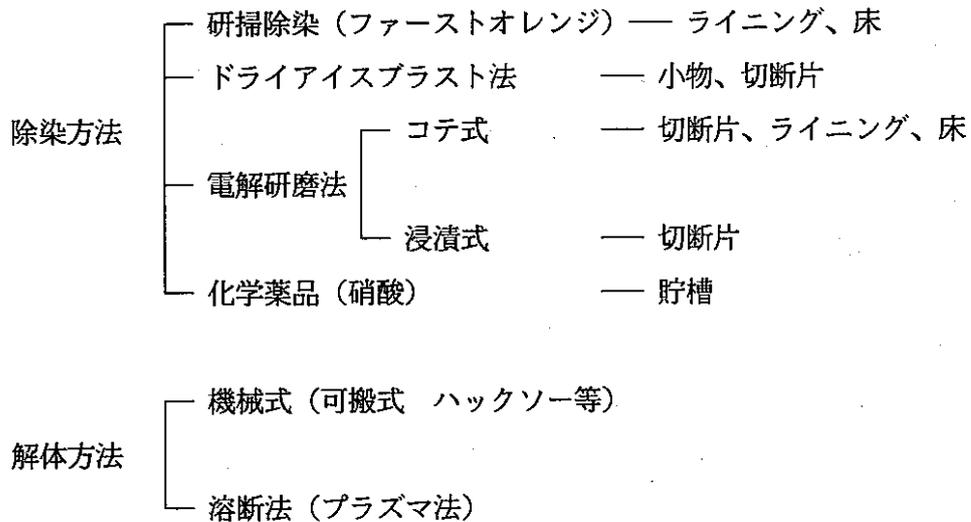
天井ハッチを更新するセルは、CA-1セル、CA-2セル、CB-4セルである。

⑤ CA-4セル天井ポートの変更

実験室A改造に伴いCA-4セル上部（クレーンホール）に分離試験セルを設置し天井ポートと接続してCA-4セルとの取り合いを確保した。

⑥ セル内設備の除染／解体方法

セル内設備の除染、解体方法の調査検討を行った。対象物に応じた除染、解体方法として選定を行っている。主な除染、解体方法を次に示す。



(3) 実験室Aの改造

アクチニド核種の分離技術に関する基礎試験を行うため、トレーサレベルのアクチニド核種を使用した試験を行うグローブボックスとマクロ量のアクチニド核種を使用する分離試験を行う分離試験セルを新設する。また、基礎試験に応じた分析用グローブボックスも新設する。

実験室Aはグリーン区域からアンバー区域への変更に伴う換気系統の変更についても検討を行った。

(4) 分析室の改造

分析室には、U及びPu精製用グローブボックスと精製用試薬供給設備が配置されている。このグローブボックスをアクチニド核種の分離試験に活用することを目的にグローブボックス内機器を撤去し、除染を行った後、U、Pu及びNp等の溶液化学試験用の試験設備新設をするための改造設計を実施した。主要設備としてはプルトニウム受槽、脱硝装置等である。

(5) 機器補修室 (実験室C) の改造

機器保守設備を撤去し小型の機器保守設備を設置し、UとPuを使用する溶融塩電解基礎試験を行う乾式再処理試験用グローブボックスを新設する。

(6) 換気設備改造設計

実験室Aのグリーン区域からアンバー区域への変更及びグローブボックス、フード等の増設にとともに、換気系の風量収支を見直すとともに、各換気系統の風量バランスの調整及びダクト径の変更、改造に伴うダクトルートの見直し設計を進めた。

(7) 気送管設備の設計

実験室A及び分析室の改造に伴い、試験及び分析用試料を各グローブボックスに移送するために、気送管設備の増設設計を行った。

- 実験室A GA-7 A ←→ GA-8 A (機器補修室 (実験室C))  
 GA-7 B ←→ 分離試験セル  
 GA-7 B ←→ GA-1 A (分析室)
- 分析室 GA-1 C ←→ GA-2 A  
 GA-3 A ←→ GA-2 A (GA-2 Cから変更)

4.1.1.3 実施スケジュール

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
(1) CPF-A系列設備改造概念設計		○ 1/27	○ 5/31										
(2) CPF-A系列設備改造詳細設計								○ 11/24				○ 4/26	

4.1.1.4 成果の評価

先進的核燃料サイクル技術開発として、ピューレックスプロセスの改良・高度化、マイナーアクチニドの分離回収技術等の基礎試験を行うために、CPF-A系列設備の改造を計画した。

CPF-A系列の現状の設備をこれらの目的に応じた種々の基礎試験及びフローシート確認試験が実施できる試験設備に改造するための概念を構築するとともに、改造のための設備設計を完成させた。

4.1.1.5 実施担当者

CPF－A系列設備改造概念設計

園部 次男

根本 慎一

菅沼 隆

友広 淳也

小泉 健治

CPF－A系列設備改造詳細設計

園部 次男

根本 慎一

菅沼 隆

友広 淳也

小泉 健治

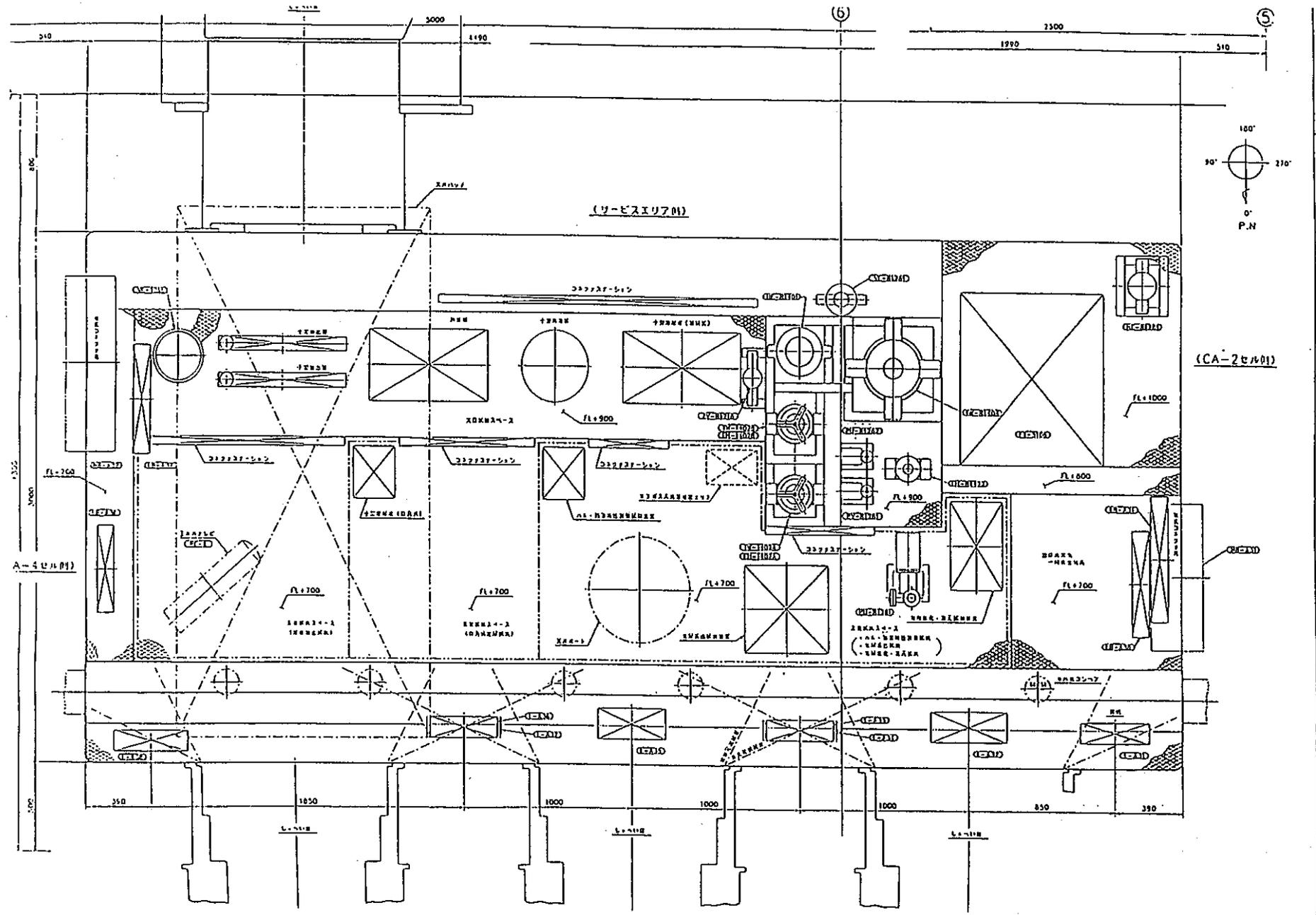


図4-1-1 CA-3セル機器配置図(上部平面図)

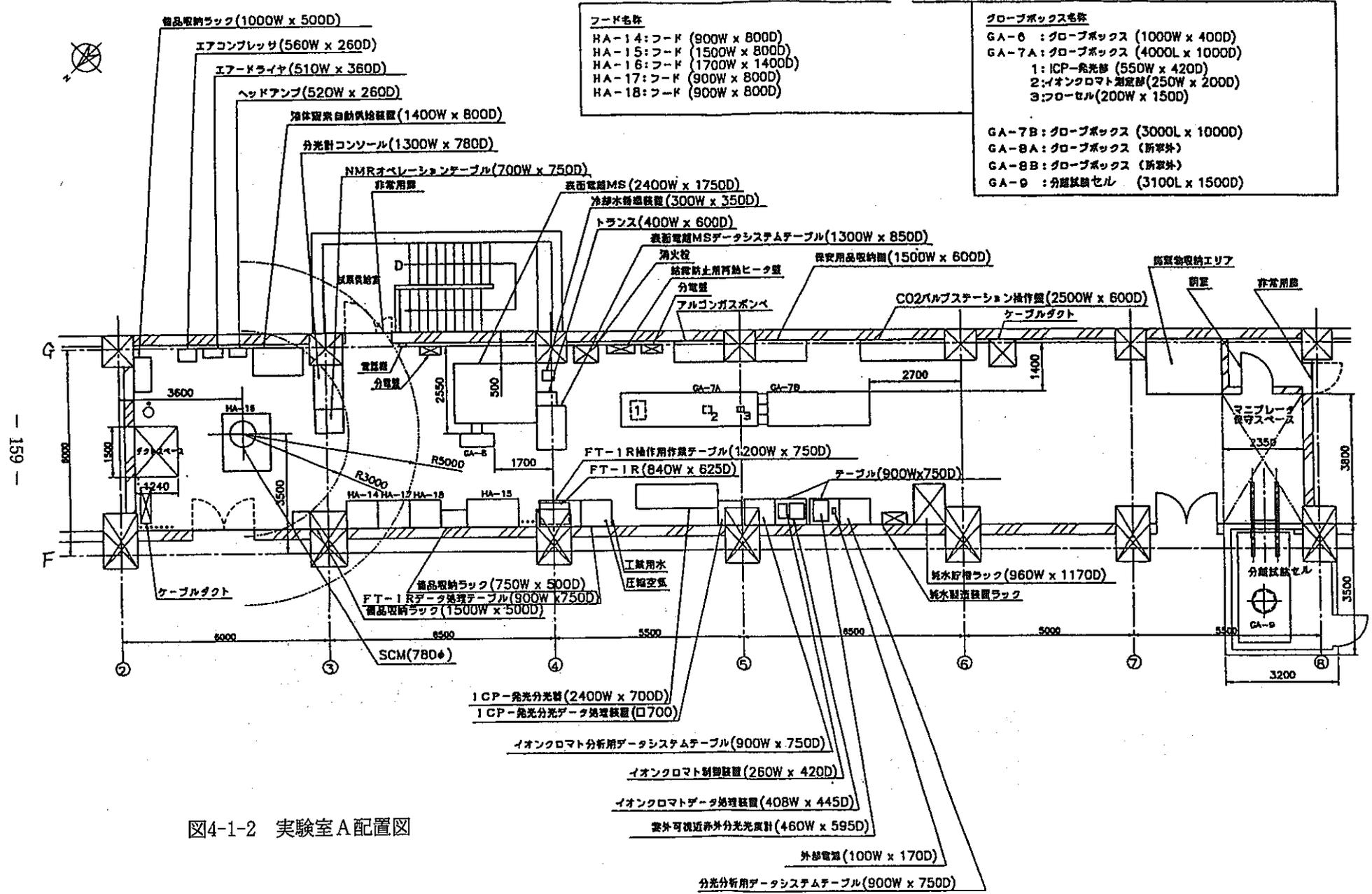


図4-1-2 実験室A配置図

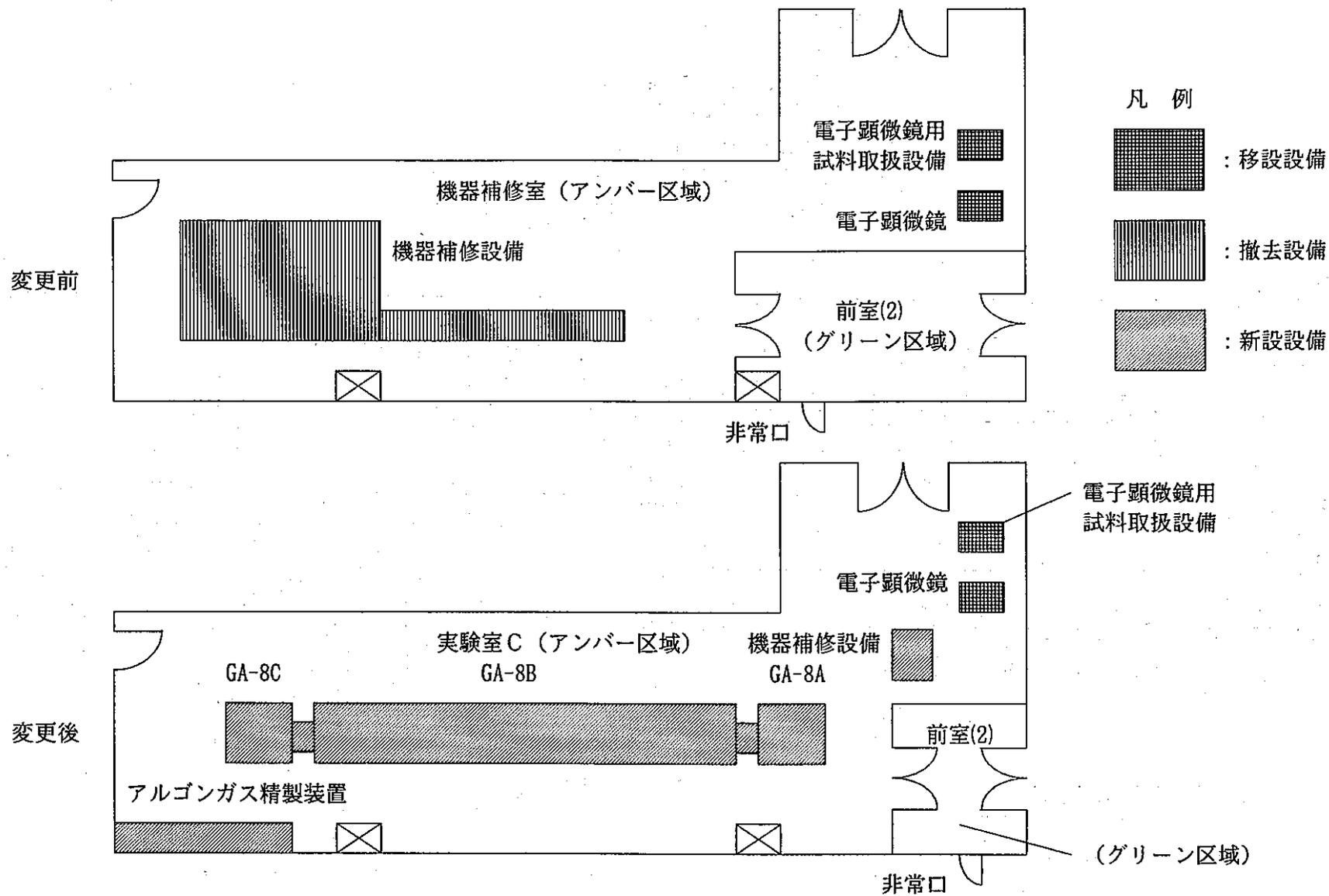


図4-1-3 機器補修室 (実験室C) の変更前後の配置図



#### 4.1.2 インセルクレーンの補修工事に関する設計

##### 4.1.2.1 実施経緯及び概要

CPFの分析セル（CA-5セル）内に設置されているインセルクレーンは、昭和56年以来約14年間重量機器の運搬、分析設備の保守並びに高レベル廃棄物缶の搬出作業等に使用してきたが、老朽化によると思われる走行動作不良（車輪の空転）の事象が頻発してきたため、平成8年度から実施するCPF-A系列改造工事に合わせてインセルクレーンの補修工事を実施することとし、平成7年度は本補修工事の設計を実施した。

##### 4.1.2.2 実施成果

###### 1) 実施の目的

インセルクレーンの補修工事は、インセルクレーンが遠隔補修困難な構造であることから、セル内立ち入り作業による直接補修を行う必要がある。そこで、工事の短縮化、発生廃棄物の低減化及び工事における作業員の被ばく量の低減化を考慮した合理的なセル内除染作業の設計、インセルクレーンの補修工事方法の検討を行う。

###### 2) 実施状況

現地調査を含めたインセルクレーンの補修工事設計を実施した。

- (1) CA-5セル内汚染レベルの測定評価
- (2) セル内除染方法の設計
- (3) インセルクレーンの故障原因の調査
- (4) インセルクレーン補修工事方法の検討

CA-5セル内汚染レベルの測定評価では、セル内の空間線量当量率及び表面密度を測定し、セル内の高線源箇所を特定した。また、セル内除染方法の設計では、物理除染法11種類と化学除染法2種類について調査し、有力な除染方法を選定した。インセルクレーンの故障原因の調査では、セル内にCCDカメラを搬入して点検を行い、原因を推定し、その結果をもとに、最適なインセルクレーン補修工事方法を選定した。

### 3) 実施スケジュール

本年度の実施スケジュールを以下に示す。

年 月 項 目	平成 7 年										平成 8 年		
	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3	
1.設計仕様検討			△										
2.設 計 (メーカ)					▲	○	●						
3.工事仕様検討										△			

△：発注 ▲：契約 ○：中間報告 ●：最終報告

### 4) 主要な成果

本設計において得られた成果は、以下の通りである。

#### (1) CA-5セル内汚染レベルの測定評価

セル内の空間線量当量率は最大で約100mSv/hであり、クレーンレール部の高さで約10 mSv/hであった。また、表面密度は最大で約470Bq/cm<sup>2</sup>であった。セル内の高線源箇所は、測定結果から廃液貯蔵タンク(VE-1802)、廃液保管容器、インセルフィルタ及び分析試料(溶解液)であると特定した。

#### (2) セル内除染方法の設計

除染効果、操作性、低廃棄物性等を考慮して、セル内の除染は機械式研削法、拭き取り法、電解研磨法の併用法を選定した。

#### (3) インセルクレーンの故障原因の調査

CCDカメラ等を用いた点検及び製作メーカ確認等により、若干のレール減少や車輪減少に加え、必要以上にクレーンガータの剛性が強いことによる車輪とレールの接地不良が故障(車輪空転)の有力原因と推定した。

#### (4) インセルクレーン補修工事方法の検討

車輪空転の事象を解消するためには、ウエイトを載せる方法、車輪のみ交換する方法、駆動部を4駆にする方法、全交換する方法が考えられるが、工期、コスト、低廃棄物性等を考慮して、駆動部を4輪駆動に改造する方法を選定した。インセルクレーンの構造を図-1に、改造方法の概略を図-2に示す。

また、CA-5セル内への入域方法は、クレーンホールのCA-5セル天井ハッチ部にグ

リーンハウスを設置し、天井ハッチポートを開放して、そこから入域することとした。

5) 成果の評価

本設計により、工期の短縮化、発生廃棄物の低減化及び工事における作業員の被ばく量の低減化を考慮した合理的なセル内除染作業の方法及びインセルクレーン補修工事方法が選定でき、本工事の実施計画に反映できた。

4.1.2.3 今後の課題等

インセルクレーンの補修工事は、CPF-A系列の改造工事とスケジュール調整しながら平成8年度以降に実施していくが、補修工事開始までに分析セル内の機器移設、廃液移送等を実施する必要があり、これによる分析停止期間や発生廃棄物などの事前の十分な評価検討が必要である。

4.1.2.4 実施担当者

本件に係わる実施担当者を以下に示す。

実 施 項 目	実施担当者
インセルクレーン補修工事に関する設計	市毛 良明 菅沼 隆

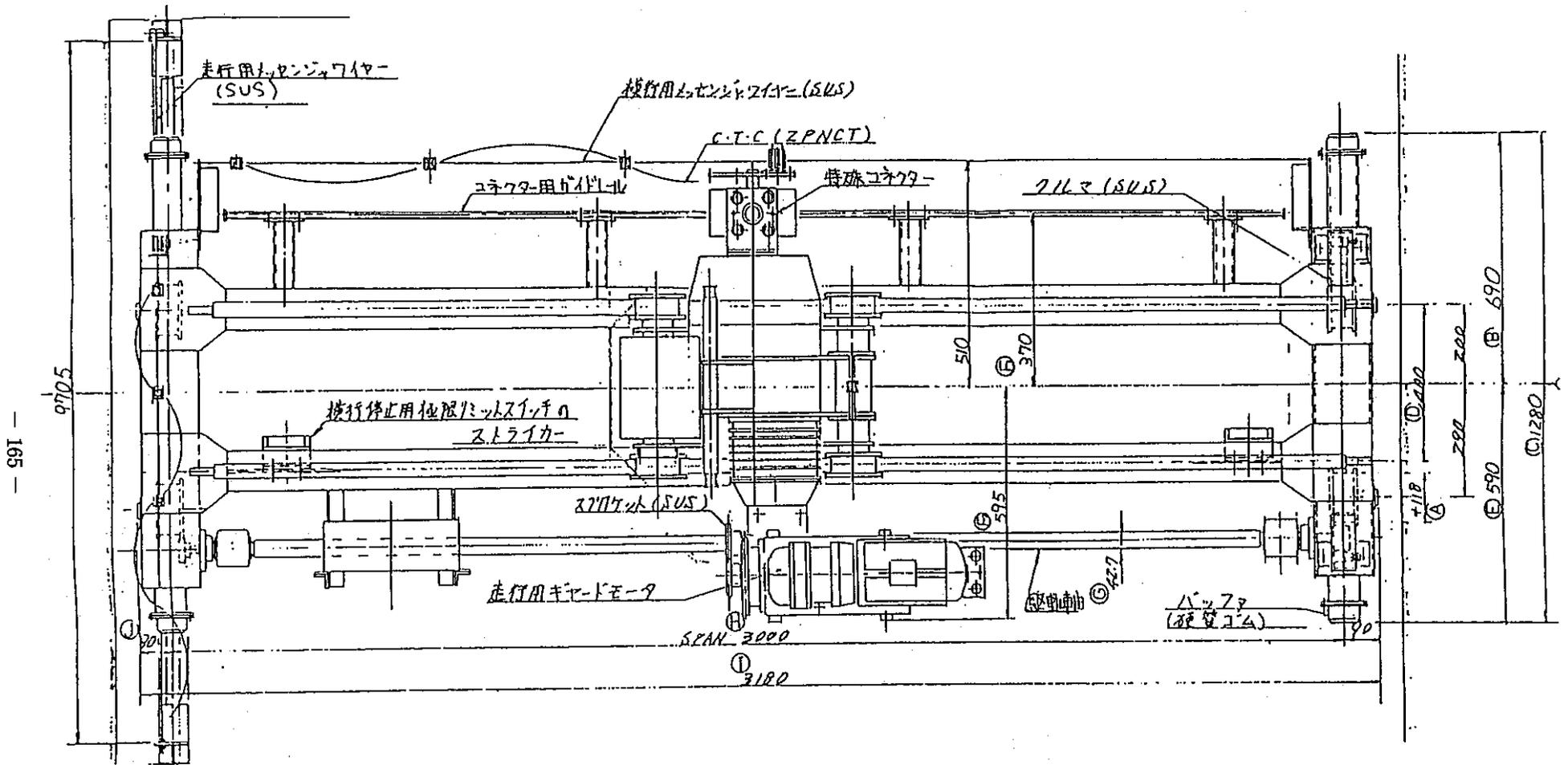
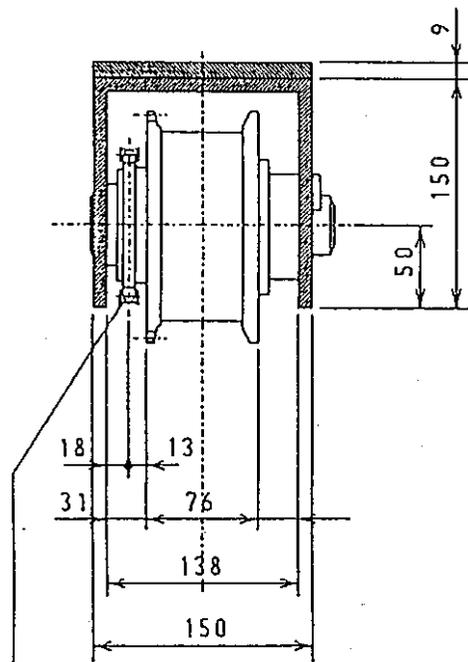


図4-1-5 インセルクレーンの構造



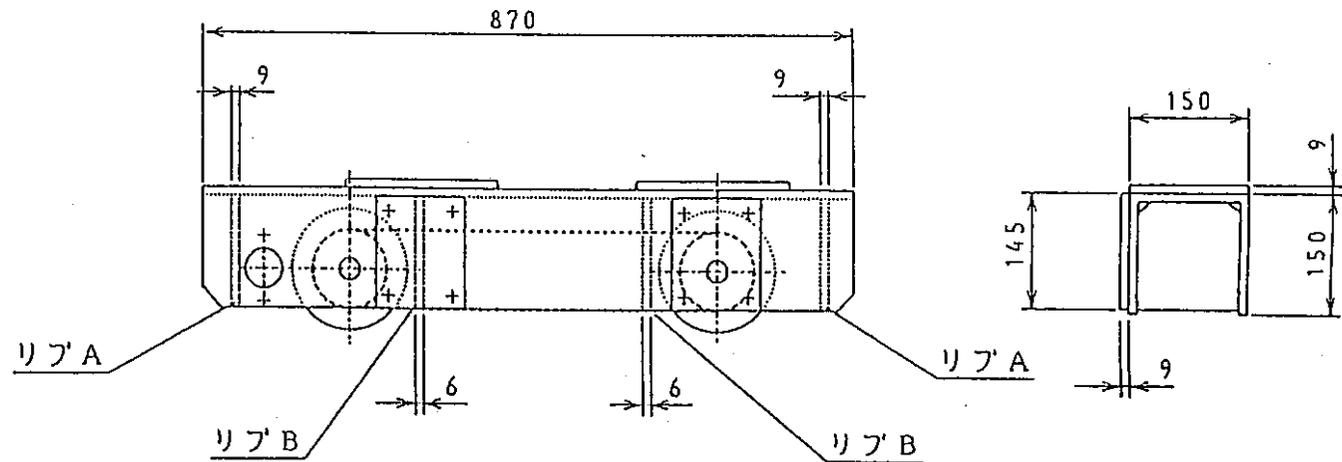
スプロケット

外形: 98

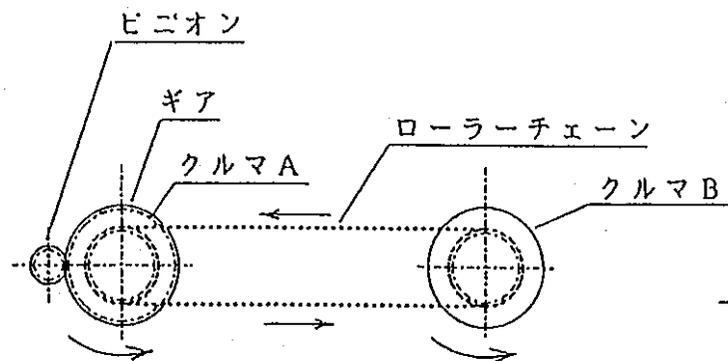
PCD: 91.42

歯数: 18

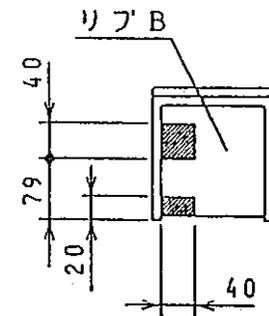
クorma 取付部詳細



サドル部概略



四輪駆動方法



ローラーチェーン干渉防止切欠き (2箇所)

図4-1-6 インセルクレーン改造方法の概略

## 4.2 解体・除染試験

### 4.2.1 概要

CPF 設備改造工事に伴い必要となる、既存設備の解体撤去及び除染作業に関して、調査及び試験を実施した。CA-3セル内の汚染状況調査及びコールド、ホットでの除染試験等を行った。また、遠隔による解体・除染作業については詳細設計の一環として、コールドモックアップ試験を実施した。以下にこれらの成果をまとめる。

### 4.2.2 実施成果

#### 4.2.2.1 除染技術調査

##### 1) 実施内容

除染技術調査は、(1)除染対象となるCA-3セル内の汚染状況調査、(2)改造工事時の被ばく低減化及び発生廃棄物の低レベル化に主眼を置き、更に二次廃棄物の処理を考慮した除染技術の調査、(3)除染技術のコールド及びホット環境下での適用性確認の各項目について実施した。

(1)除染対象となるCA-3セル内の汚染状況調査は、インセルサーベイメータにより、CA-3セル内の32ポイントの線量当量率を測定し、線量分布を把握した。また、スミヤ法により、CA-3セル内の13箇所について表面密度の把握を行うとともに、そのうちの5か所については拭き取り除染を行い、汚染の付着状況の調査も実施した。

(2)除染技術の調査では、国内外の除染実績の調査及びCPFの実情を考慮し、適用可能な除染技術を選定した。

(3)除染技術の適用性確認は、選定した除染技術（浸漬電解研磨法、コテ式電解研磨法）の効果を、コールド試験及びホット試験により確認した。

##### 2) 実施結果

##### (1) CA-3セル内の汚染状況調査

CA-3セル内の線量当量率を測定した。測定時は運転状態であり、高線量物品が存在し、その影響が少なくない状態ではあったが、セル内の線量当量率分布の概要を把握することができた。今後は、移動可能な物品等を他セルに移動し、詳細な測定により除染作業の初期データを採取する予定である。

また、表面汚染状況については、スミヤ法により確認を試みたが、十分な測定手段が確保できなかったため、有益なデータは採取できなかった。

##### (2) 除染技術の調査

原子力施設の除染には様々な手法が検討され、国内外の除染例も幾つか報告されているが、大半は強力な除染剤や多量の水等を使用し効果をあげている。CPFの場合は、高レベル固体廃棄物の保管裕度が少なく、廃液は施設内に保管するのみという廃棄物処理

上の制約があることや、除染対象物の約半数は再利用する計画のため、採用できる除染技術は限られてくる。以下にこれらの条件を考慮し選定した除染技術を示す。

① 電解研磨法

対象物表面を電解研磨により除去することにより、浸透した汚染も除去する除染法であり、金属に対しては高い除染効果が得られ、対象物に応じて浸漬式やコテ式を選択できる。浸漬式は廃液発生量が多いが、硝酸を電解液として使用する技術もあり、使用可能である。

② 化学除染法

対象物表面に付着した汚染を薬品等により除去する方法であり、使われる除染剤は数多くある。CPFの場合は、廃液処理を考慮し原則として硝酸を使用するものとする。除染効果は他の除染剤に対し低いが、濃度や温度（加温）により除染効果を高めることができる。主に貯槽や配管内部の除染（系統除染）に適用するが、廃棄物を対象とした加温硝酸浸漬除染としても利用できる。

③ 研掃剤による研掃法（拭き取り法）

研磨粒子入り除染剤（洗剤）により対象物表面を研掃する方法であり、初期除染に比較的容易に対応可能で、効果も比較的高い。ただし、その拭き取りで多量のウエス等の二次廃棄物が発生することを認識する必要がある。

④ 塗膜剝離法

塗膜剝離剤を塗布し、汚染をその内部に取り込んで剝離する除染法であり、ルーズな汚染に対して有効な方法である。また、除染済みの部位に対しては、新たな汚染の付着防止の効果も期待できる。ただし、塗膜剝離剤自体が二次廃棄物となることや、塗布及び剝離方法に工夫が必要となる。

⑤ ブラスト法

研磨粒子を高圧空気等により対象物表面に叩きつけ除染する方法であり、狭隘部等の拭き取り等のできない部分に適用可能である。また、研磨粒子はドライアイス粒とすることで二次廃棄物はほとんど発生しない。電解研磨除染の前処理や、塗膜剝離剤の剝離等にも利用可能である。ただし、剝離した汚染が飛散するため、それを捕集する必要がある。

以上の除染法を状況に応じて組み合わせることにより、セル内のほぼ全域の除染に対応可能と考えられるが、セル内に立ち入るための条件が満たされない場合を想定し、より強力な除染法も準備しておく必要がある。

(3) 除染技術の適用性確認

選定した除染技術のうち、電解研磨法についてその効果及び適用性の確認のため、コールド及びホット試験を実施した。

コールド試験では、電解液をパラメータとして研磨量及び研磨効率を比較した。電解液は、硝酸、リン酸及び中性塩の3種類を使用し浸漬式及びコテ式の双方で確認した。その結果、リン酸及び中性塩は同等であるが、硝酸の場合はNO<sub>x</sub> ガス発生を考慮し電流密度を低くしているため、電解時間を3倍としても研磨量は1/3～1/5程度となった。

一方、ホット試験では、CA-3セル内から実汚染物を持ち出して試験試料とし、除染室内で除染試験を実施した。試験は、硝酸及びリン酸を電解液とした浸漬電解除染とリン酸及び中性塩を電解液としたコテ式電解除染とし、対象物のダイレクトサーベイによる線量当量率評価及びスミヤ法による表面密度評価を行った。

試験結果の一例を図4.2.1及び4.2.2に示すように、今回の試験試料の場合、線量当量率はいずれの除染方法においても、20分程度の電解除染により目標の200μSv/h以下に除染することができた。しかしながら、表面密度については除去が不十分であり、電解除後の洗浄あるいは拭き取りが必要と思われる。

#### 4.2.2.2 遠隔除染モックアップ試験

##### 1) 実施内容

CPF改造詳細設計の一環として、除染作業の遠隔操作性確認のため、第2応用試験棟の試験室で、マスタースレーブマニプレータを用いモックアップ試験を実施した。試験は、セル内貯槽の模擬体を対象物とし、機器表面等の汚染を剝離するために使用するドライアイスブラスト除染装置（ノズル）の操作性及びペイントを模擬汚染物とした除染効果の確認並びに電解除染用コテ式電極の操作性確認を主目的として実施した。

##### 2) 実施結果

###### ① ドライアイスブラスト除染

ノズルの操作性確認では、貯槽模擬体の外表面をブラスト除染する操作を行い、ノズル形状等の改良点を確認した。また、ブラスト時の反力を測定する事によりマスタースレーブマニプレータへの影響が少ないことを確認した。

ペイントを模擬汚染物とした除染効果の確認試験では、スプレー式ペイント、ストリップابلペイント及び研磨粒子入り洗剤を塗布した貯槽模擬体にブラストし、ノズルの移動速度、距離及び剝離効果を確認した。一般のブラスト圧力より低い（約7kg/cm<sup>2</sup>）ために剝離効率は低いが、ペイントの剝離は可能であり、また拭き取りに代えて研磨粒子入り洗剤の除去にも使用可能であることが確認された。ただし、剝離された模擬汚染物は、ブラストにより広範囲に飛散するため、ブラスト前に塗膜剝離剤等により汚染を固定する等の処置や飛散物の補集方法に検討を要する。

###### ② 電解除染用コテ式電極の操作性確認

コテ式電極の操作性確認は、コテ式電極に電解液の代わりにペイントを浸し、遠隔に

より貯槽模擬体表面に塗布することにより、一部の狭隘部を除くほとんどの範囲を電解除染可能であることを確認するとともに、コテ式電極の改良点を確認した。

今回実施したモックアップ試験で、各々の除染法の基礎的なデータを取得したが、今回の結果を踏まえ、より詳細な手順を検討の上で、実工事実施前に最終確認のモックアップ試験を行う必要がある。

#### 4.2.2.3 遠隔解体・撤去モックアップ試験

##### 1) 実施内容

解体・撤去作業の遠隔操作性確認のため、遠隔除染モックアップ試験と同様に試験を実施した。試験は、選定した切断手段による配管、アングルの切断試験及びセル内貯槽の模擬体を対象物とし、実際の現場を想定した解体・撤去手順の確認に分けて実施した。切断手段としては、エアープラズマ溶断、セーバーソー、ディスクソー及びパイプカッターを選定した。

切断試験は、対象物の位置、方向を変えると同時に、単体の場合と集合配管の場合等に条件を変え、各切断手段の操作性、切断速度、刃物等の寿命、切粉等の飛散状況等の基礎データを取得した。また、解体・撤去手順の確認については、セル内の撤去対象機器のうち、作業条件が厳しい貯槽の模擬体を、切断試験の結果をもとに切断手段を組合せて解体・撤去操作を行い、作業時間、切断位置と切断手段および手順の妥当性確認等を行った。

##### 2) 実施結果

切断試験の結果、切断時間の長短はあるものの、各切断手段ともに遠隔切断は可能であることを確認した。また、実作業工程の検討を行う上で重要な、各々の刃物等の耐久カット数及び1カット当たりの作業時間等の基礎データを取得した。この切断試験の中で、集合配管のうち任意の配管を選択的に切断できる手段はエアープラズマ溶断のみであることが確認されたため、切断方針及び手順の再検討が必要となる。これを除いては、各切断手段を組み合わせることにより、CA-3セル内設備のほとんどが切断可能と思われる。しかしながら、パイプカッターを除いては、切粉（又は溶断時のスパッタ）の集塵法を検討する必要がある。

上記切断試験の結果をもとに、切断位置に応じた切断手段の選定を行った上で実施した貯槽模擬体の解体・撤去試験の結果、手順の検討ポイント及び切断位置の決定基準等を確認し、実工事に反映させることとした。

今回の実施結果をもとに、再度現場を詳細に調査し、最適な解体・撤去手順を検討することとし、実工事前に再度モックアップ試験を計画することとした。

#### 4.2.3 成果の評価

今年度実施した解体・除染関連試験により、次年度から開始するCPF 改造工事の主要作業となる遠隔による除染、解体・撤去作業に関し、調査及び基礎データの取得並びにモックアップによる確認を行うことができ、実工事を実施するに当たり、改善・改良が必要な箇所を把握するとともに、より効率的な作業を行う上で必要な情報を取得することができたと考える。

#### 4.2.4 今後の課題

今回得られた情報をもとに、保安管理、作業効率、廃棄物量低減等々も含め、PNC 及び受注メーカー両者で工事計画をより安全で効率的なものとしていく必要がある。さらに、工事前及び工事期間中も含め、必要に応じてモックアップ等による確認、訓練を織り込み安全かつ円滑な工事を進めていくことが重要と考える。

#### 4.2.5 実施担当者

本件に係わる実施担当者を以下に示す。

実施項目	実施担当者
解体・除染試験	算用子裕孝 根本 慎一 園部 次男

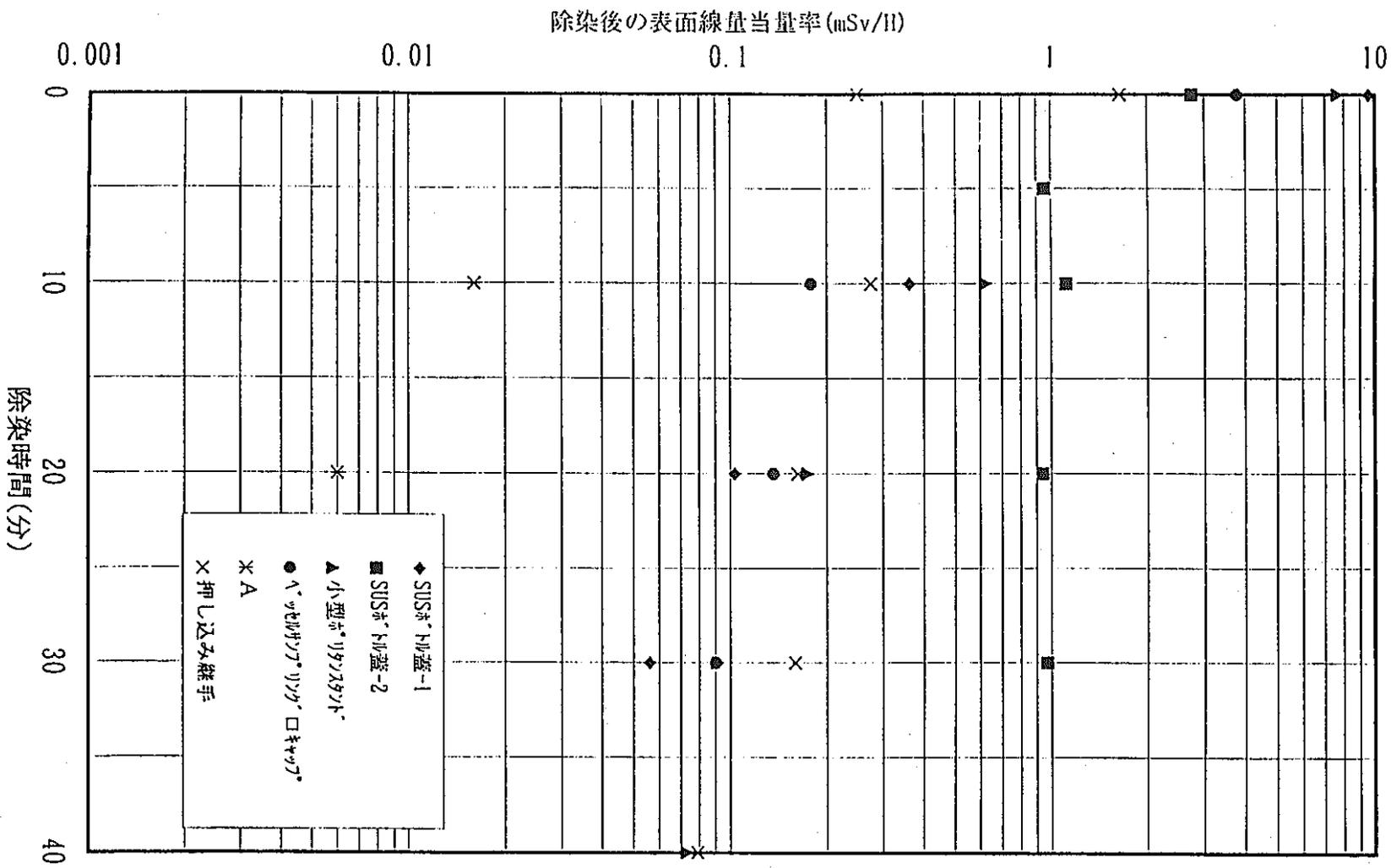


図 4.2.1 浸漬法硝酸電解研磨除染結果

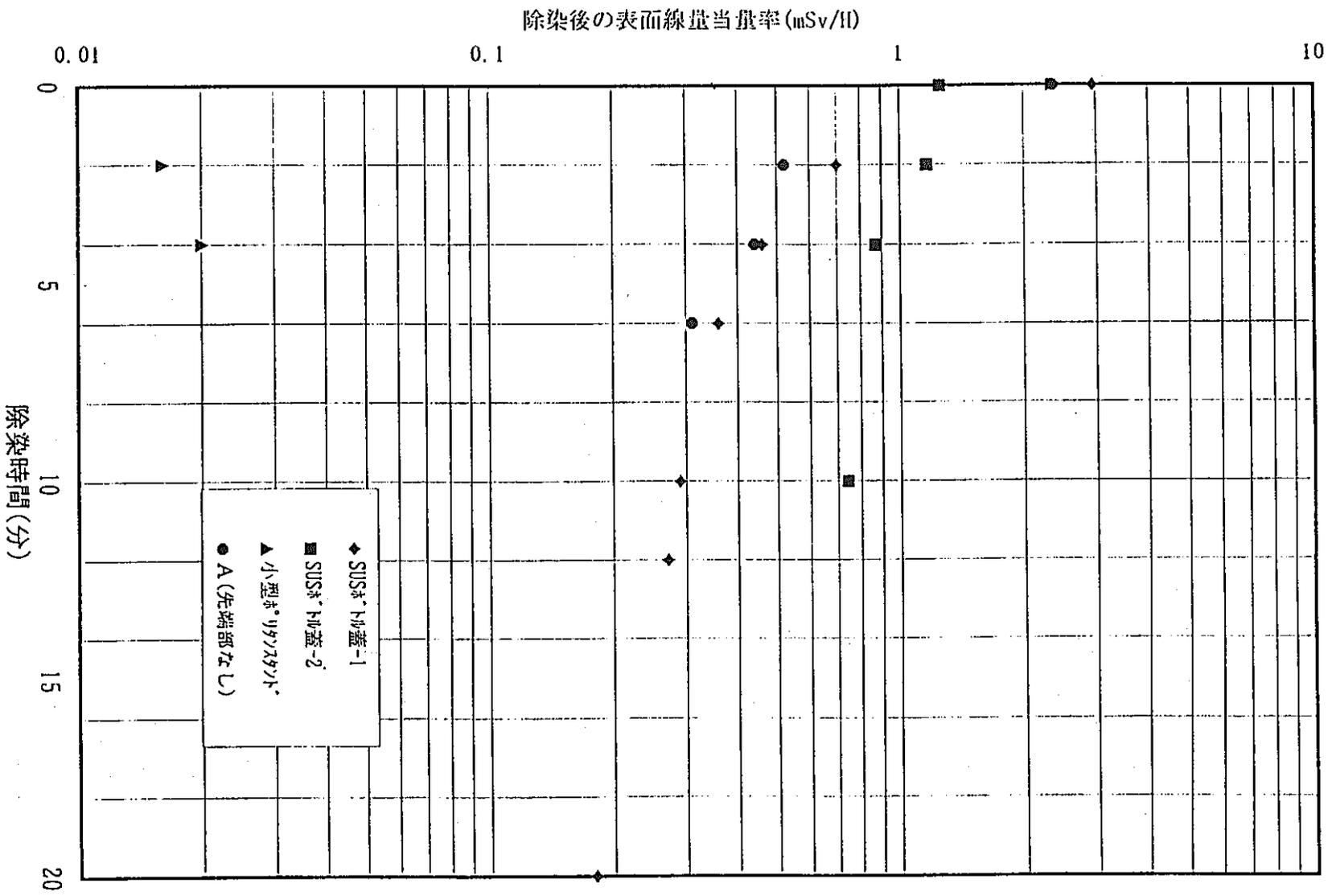


図 4.2.2 浸漬法中性塩電解研磨除染結果

## 5. 保安関係

### 5.1 施設維持管理

#### 5.1.1 高レベル放射性物質研究施設 (CPF)

##### 5.1.1.1 概要

CPF は昭和56年10月に完成し、昭和57年9月に「常陽」の照射済み燃料を使用したホット試験を開始して以来13年間にわたって、各種のホット試験を実施してきた。この施設は、図5.1.1.1から図5.1.1.4に示すように、地上3階地下一階建ての研究棟と地上2階建ての管理棟からなる。

AASが所掌している主要な設備は、CA-1からCA-5セルのプロセス試験設備と分析設備、実験室A、分析室のプロセス試験設備と分析設備及び実験室Bの分析設備である。

##### 5.1.1.2 施設・設備の管理

###### 5.1.1.2.1 使用・運転状況

給排気設備等のユーティリティ設備の運転管理は研究施設管理課が担当し、AAS、GISがそれぞれの所掌設備の運転管理を行っている。複数課室の保安上の連携を図るため、CPF調整会議（毎週）、CPF保安連絡会議（毎月）及びCPF核燃料管理者会議（適宜）が設けられている。平成7年度の運転管理計画及びその実績を図5.1.1.5に示す。

###### 5.1.1.2.2 許認可申請書、基準、マニュアル整備状況

###### イ) 核燃料物質使用変更許可申請

CPF-A系列設備の改造に係わり、変更申請のための準備を進めた。平成8年3月の事業所安全専門委員会で変更内容の承認を得た。

主な変更点を以下に示す。

###### (1) 使用の目的及び方法

- ① 使用の方法のうち、新型炉燃料の再処理技術に関する研究で取り扱う核燃料物質等について、高速実験炉「常陽」の特殊燃料の燃焼度を105,000MWd/t以下から200,000MWd/t以下に変更するとともに、高速増殖原型炉「もんじゅ」の燃料及び軽水炉燃料（「ふげん」の燃料を含む。）を追加する。
- ② 使用の方法のうち、新型炉燃料の再処理技術に関する研究に乾式再処理試験を追加する。
- ③ 使用の方法のうち、新型炉燃料の再処理技術に関する研究の試験工程にマイナーア

クチニド分離及び基礎化学試験を、高レベル放射性廃液の処理・処分技術に関する研究の試験工程に元素分離を追加する。

- ④ 使用の方法のうち、A系列で取り扱う核燃料物質等の変更、追加及び試験工程の追加により、最大取扱放射能及び核燃料物質取扱制限量の一部を変更する。

(2) 使用施設の位置、構造及び設備

- ① 1階アンバー区域の機器補修室を実験室Cに変更し、既設の機器補修設備の仕様変更及び乾式再処理試験用グローブボックス、試験装置を新設する。
- ② 実験室Aをグリーン区域からアンバー区域へ変更し、マイナーアクチニド分離試験及び分析が行えるようにグローブボックス等を新設する。
- ③ 再処理試験に係るセル内スペースの利用拡大を図るため、既設の試験検査機器を撤去し、プロセス高度化に関する試験装置を新設する。
- ④ 分析室に設置してあるウラン回収設備、ウラン精製試験装置及びプルトニウム精製試験装置を撤去し、ウラン、プルトニウム脱硝装置として新設する。
- ⑤ ガラス固化体の処分試験を行うため、CB-4セルに雰囲気制御試験装置を新設する。
- ⑥ グローブボックス設備等の新設に伴い、放射線管理機器を新設する。

(3) 廃棄施設の位置、構造及び設備

- ① 実験室Aの区域区分の変更等に伴い、排気系統の変更を行う。
- ② 廃棄物貯蔵庫の貯蔵裕度が逼迫してきたため、高レベル固体廃棄物を再処理施設へ搬出する。それに伴い、セルの天井ハッチを改造し、再処理施設用の廃棄物缶に適合できるようにする。

ロ) マニュアル整備

下記事項が該当するCPF 運転マニュアルを対象に、見直しを行った。

- ① 作業中断時の措置（汚染拡大防止対策、作業手順、その他、安全確保に必要な事項等）がマニュアルに反映されていないもの。
- ② 頻度の少ない定型作業に係わる要領マニュアル類でチェック項目を追加する必要があるもの。
- ③ 内部被ばくの可能性を有する作業でチェックリストが整備されていないもの。
- ④ 規定・基準類との不整合が認められるもの。
- ⑤ 装置類の更新により、作業手順の見直しが必要なもの。

見直し作業は、下記のように、平成8年3月末までに完了した。

該当項目	対象マニュアル数	平成8年3月末終了数	未完数
①	93	93	0
②	44	44	0
③	42	42	0
④	1	1	0
⑤	9	9	0

※該当項目が複数あるマニュアルについては重複して記載した

#### 5.1.1.2.3 施設維持

CPF は複数課室が使用する施設であることから、各設備毎に分担所掌を設定している。表 5.1.1.1 に主な設備の所掌分担を示す。

AAS 所掌設備に係わる設備保守は、プロセスGrと分析Grでそれぞれ担当の設備について実施している。設備保守管理実績を、プロセス設備については表 5.1.1.2 に、分析設備については表 5.1.1.3 に示す。

#### 5.1.1.2.4 廃棄物管理

##### (1) 廃液管理

各種試験等にて発生する水相及び有機相廃液については、核物質の回収処理をほどこして一定量に達するまでセル内貯槽に保管したのち、CPF 地下貯槽（研究施設管理課所掌）へ排出する。廃液を排出するに当たっては、廃液の成分分析を行い核物質量が規定値以下であることを確認するとともに、その放射能濃度に応じて高レベル廃液から極低レベル廃液までに分類され、液の種類にしたがって処理される。

##### (2) 固体廃棄物管理

試験等の実施に伴い固体廃棄物も発生するが、発生元設備及び使用状況に応じて高レベル廃棄物または低レベル廃棄物に分類され、研究施設管理課へ払い出してその処理を依頼する。各種廃棄物の平成7年度の発生状況を表 5.1.1.4 に示す。

高レベル廃棄物とは主にセル内で発生した廃棄物であり、セル内でのホット試験の状況や分析件数に応じて発生量が多少変動するものの、平成7年度は廃棄物缶換算で6缶分が発生している。

低レベル廃棄物については、発生場所および使用状況によって、Pu系または $\beta$   $\gamma$ 系に分類される。分析室のGA-2系およびGA-3系グローブボックスから発生、もしくはPuで汚染されているものがPu系廃棄物となり、その他の汚染物が $\beta$   $\gamma$ 系廃棄物として処理される。

試験等を実施するに当たり、廃棄物発生量を少なくできる試験方法や備品の検討とともに、廃棄物の減容についても取り組んでいる。

#### 5.1.1.2.5 見学者対応

CPFには毎年多数の見学者が来訪する。年度別来訪者数を表5.1.1.5に、平成7年度の来訪者実績を表5.1.1.6に示した。

見学者の割合としては、大学関係者、特に学生の見学が多い。省庁関係では原研や科技庁関係者がそのほとんどである。また、マスコミの取材も少なくないが、CPFだけの取材ではなく、東海事業所の主要施設の一つとしての見学が多い。なお、外国人の見学者数は、国際会議等の開催数に影響される。平成7年度は東海事業所にて湿式核種分離に関する日仏会議が東海事業所で開催されたため、外国人見学者数が増加している。

#### 5.1.1.2.6 その他

FBR燃料再処理試験等により回収したPuやUについては、酸化物に転換してCPF貯蔵庫にて保管している。これら貯蔵物を1回/1月の点検により管理しているが、貯蔵庫の容量等を考慮すると、将来的には他施設への移管が必要であり、現在検討を進めている。



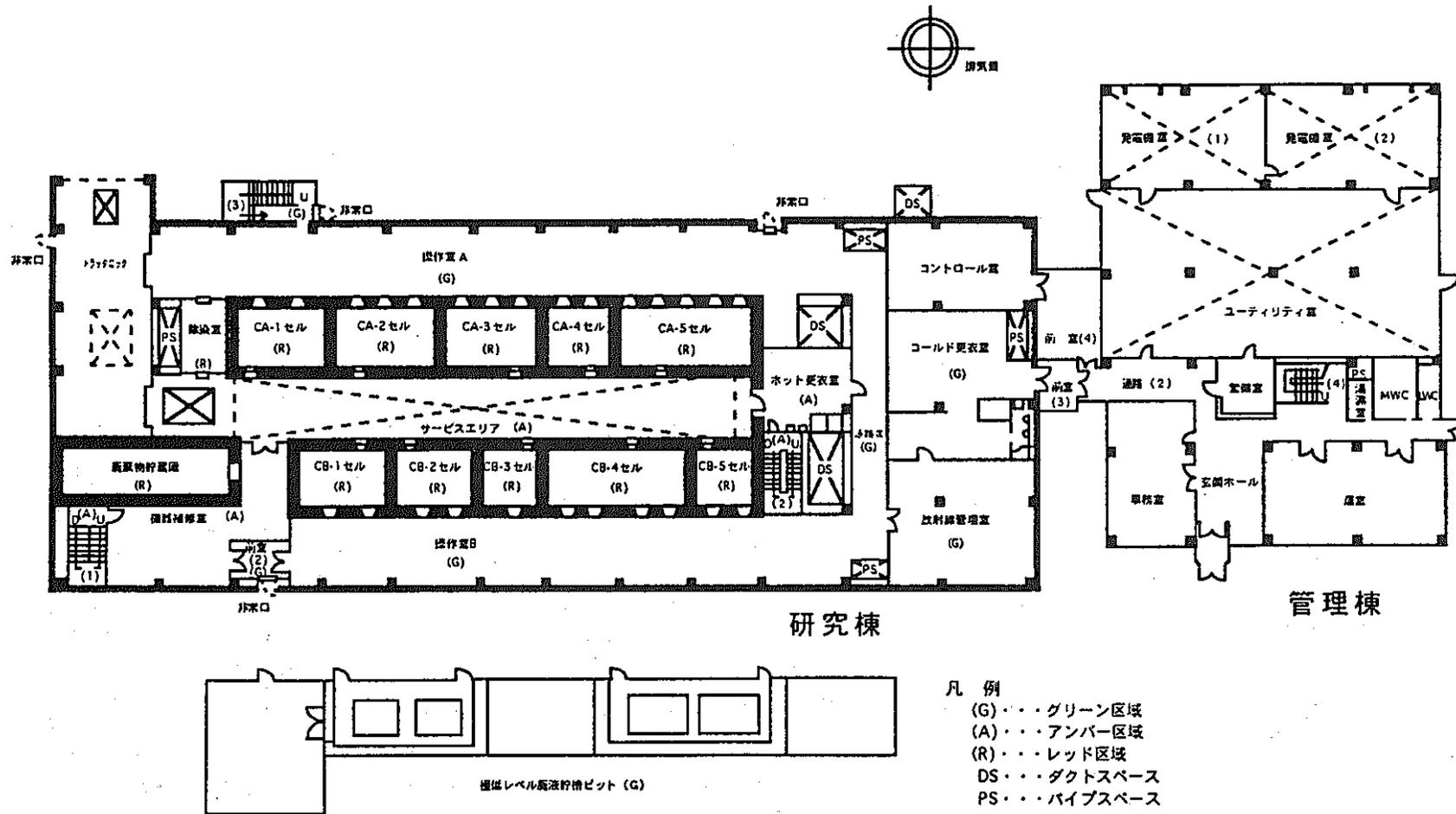


図5.1.1.2 高レベル放射性物質研究施設 1階平面図

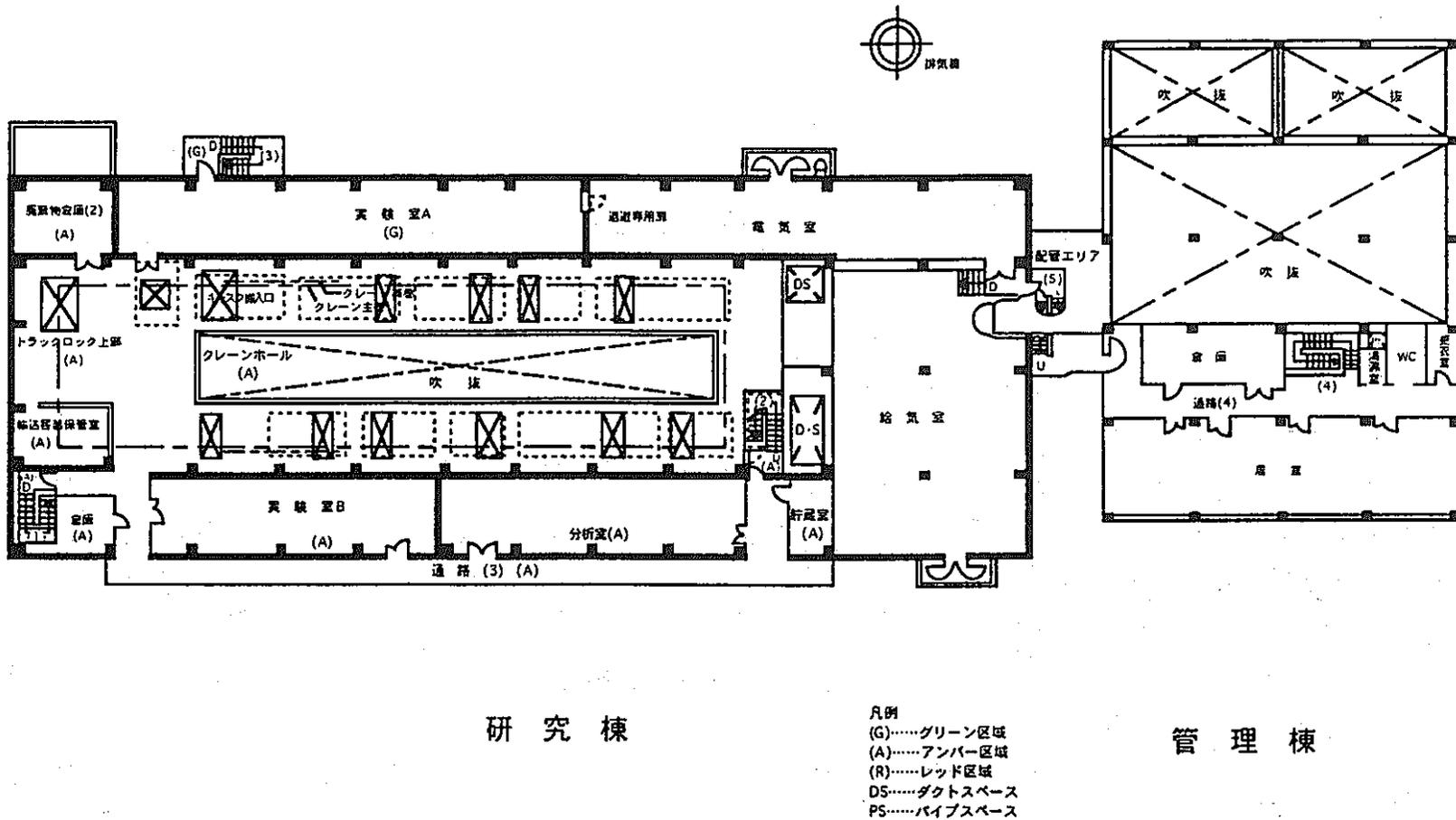
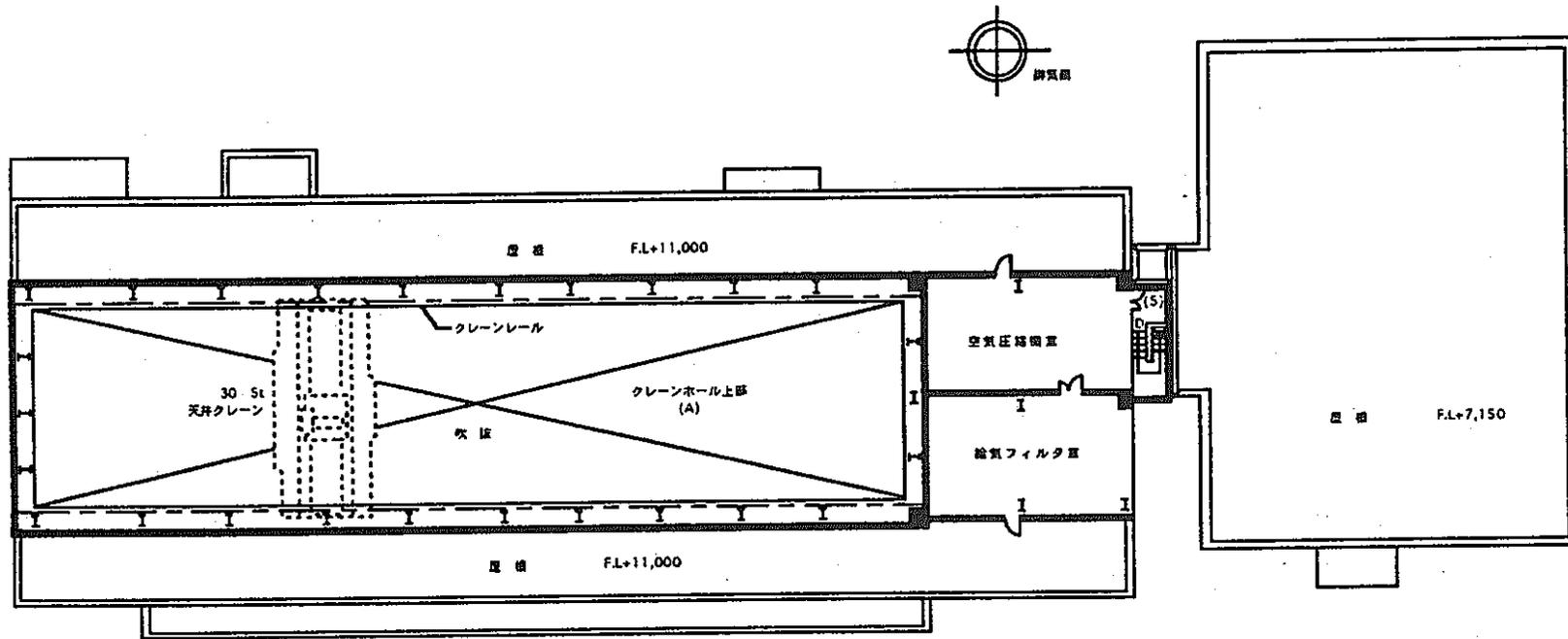


図5.1.1.3 高レベル放射性物質研究施設 2階平面図



研究棟

- 凡例  
 (G)……グリーン区域  
 (A)……アンバー区域  
 (R)……レッド区域  
 DS……ダクトスペース  
 PS……パイプスペース

管理棟

図5.1.1.4 高レベル放射性物質研究施設 3階平面図

図5.1.1.5 施設運転管理業務計画及び実績 (CPF)

No	項目	平成7年										平成8年			備考	
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3			
A	先進プロセス研究開発															
	1.ピュレックスプロセス高度化試験	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
	2.MA分離回収試験												■	■	■	
B	分析															
	1.支援分析	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
	2.分析技術開発	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
C	廃棄物管理															
	1.高レベル固体廃棄物搬出								①	②⑤⑥				⑦	⑧	プロセスGr: 4 缶 分析Gr: 2 缶
D	保守・点検等															
	1.G.B.用加工程, PVCバッグ定期点検	■		■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	GA-1~GA-5 (1回/3ヶ月)
	2.G.B.用加工程, PVCバッグ定期交換							②	③④	⑤						GA-1~GA-5
	3.加工程ボックス排気ホース交換								■							GA-3, GB-3
	4.パーティ流量測定装置の設置												■			スチームジェット用パーティ
	5.分析設備計画保守作業								■							
	6.M/Sマニプレータ補修				①			②③	④⑤	⑥⑦	⑧	⑨	⑩⑪⑫	⑬		
	7.貯蔵庫点検	⑭	⑮	⑯	⑰	⑱	⑲	⑳	㉑	㉒	㉓	㉔	㉕	㉖	㉗	
E	その他															
	1.保安教育訓練		① 従事者再教育		② 作業事故訓練				③ 臨界退避訓練					④ 所総合防災訓練		
	2.PIT								■	■	■	■	⑤ PIT			

○内数字: 実施日    ■: 実績

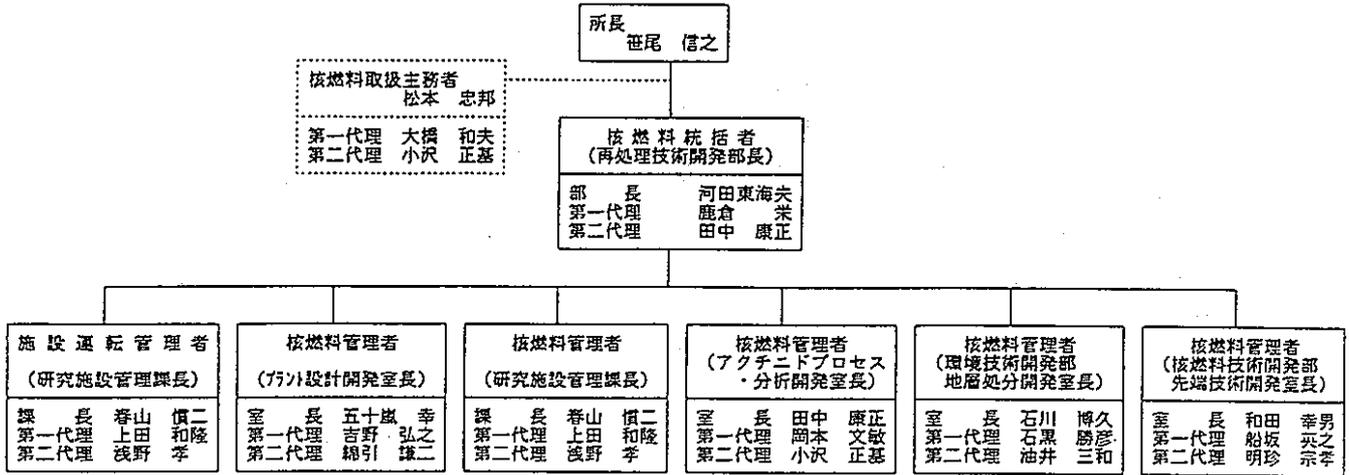
図5.1.1.5 施設運転管理業務計画及び実績 (CPF)

No	項目	平成7年									平成8年			備考		
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3			
A	先進プロセス研究開発															
	1. E-レックスプロセス高度化試験	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
	2. MA分離回収試験												■	■	■	
B	分析															
	1. 支援分析	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
	2. 分析技術開発	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	
C	廃棄物管理															
	1. 高レベル固体廃棄物搬出								⑪ ⑫ ⑬ 2缶						⑭ 2缶	プロセスGr: 4缶 分析Gr: 2缶
D	保守・点検等															
	1. G. B. 用グローブ, PVCバッグ定期点検	■		■	■		■	■		■	■		■	■	■	GA-1~GA-5 (1回/3ヶ月)
	2. G. B. 用グローブ, PVCバッグ定期交換							⑮	⑯ ⑰		⑱					GA-1~GA-5
	3. グローブ排気ホース交換									■						GA-3, GB-3
	4. パージ流量測定装置の設置													■		スチームシフト用パージ
	5. 分析設備計画保守作業									■						
	6. M/Sマニプレータ補修					⑲			⑲ ⑳	㉑ ㉒	㉓ ㉔		㉕	㉖ ㉗ ㉘	㉙	
7. 貯蔵庫点検	㉚	㉛	㉜	㉝	㉞	㉟	㊱	㊲	㊳	㊴		㊵	㊶ ㊷	㊸		
E	その他															
	1. 保安教育訓練		① 従事者再教育		② 作業事故訓練				④ 臨界退避訓練						③ 所総合防災訓練	
	2. PIT								■	■		⑩ PIT				

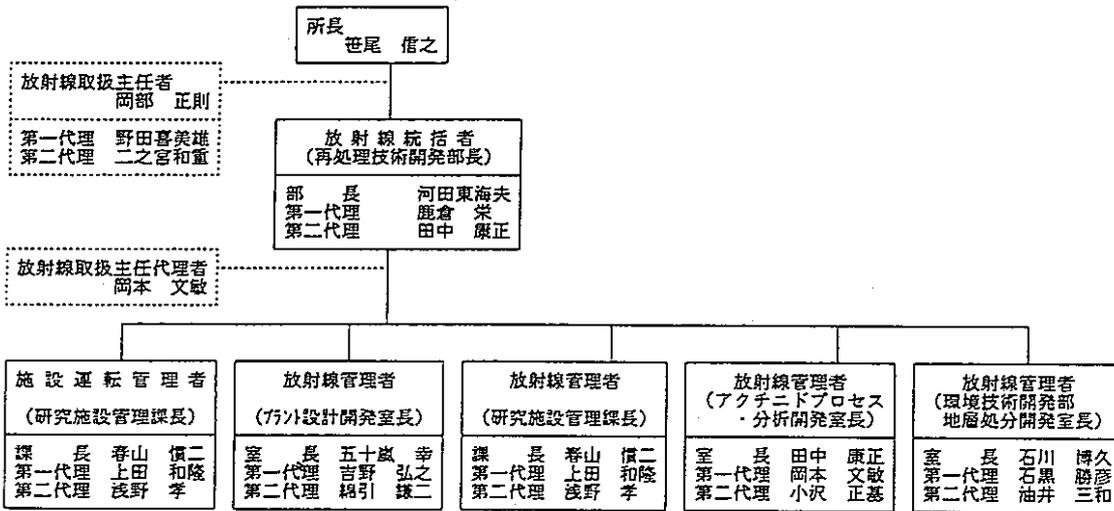
○内数字：実施日 ■：実績

- |                  |               |                        |
|------------------|---------------|------------------------|
| 1. 核燃料物質使用施設保安規定 | 5. 防火管理規則     | 9. 高圧ガス製造施設危害予防規程（一般）  |
| 2. 放射線障害予防規定     | 6. 防火管理組織     | 10. 高圧ガス製造施設危害予防規程（冷凍） |
| 3. 東海事業所放射線保安規則  | 7. 安全衛生管理規則   | 11. 電気工作物保安規程          |
| 4. 防護活動措置規則      | 8. 化学薬品取扱管理組織 | 12. 危険物災害予防規程          |

1. 核燃料物質使用施設保安規定



2. 放射線障害予防規定



4. 防護活動措置規則

- 第一代理者 鹿倉 崇  
 第二代理者 吉野 弘之  
 第三代理者 田中 康正

施設名	CPF
(室名)	
組織等名称	研究施設管理課
班 長	春山 慎二
第一代理者	岡本 文敏
第二代理者	石川 博久
第三代理者	

6. 防火管理組織

施設防火統括者	施設名	施設防火管理者	施設防火責任者	所掌場所等
河田東海夫	CPF	田中 康正	根本 慎一 菅沼 隆	研究棟1階操作室(A), A系セル(CA-2, 3, 4セル), 研究棟2階実験室(A), 貯蔵室 CA-5セル, 分析室

図5.1.1.6 CPF保安管理体制図(1/2) (平成7年度)

7. 安全衛生管理規則

安全衛生統括者 河田 東海夫  
 安全主任者 岡部 正則  
 衛生管理者 檜山 敬

組織等名称	77f-f70tλ・分析開発室
安全衛生管理者	田中 康正

8. 化学薬品取扱管理組織

再処理技術開発部長 河田 東海夫

組織等名称	77f-f70tλ・分析開発室
課室長	田中 康正
薬品管理責任者	根本 慎一 菅沼 隆
薬品管理担当者	算用子裕考

12. 危険物災害予防規定

組織等名称	77f-f70tλ・分析開発室
再処理 技術開発部長	河田 東海夫
危険物保安監督者 " 代理	都築 清次 檜山 敬
課室長	77f-f70tλ・分析開発室 田中 康正
第4類少量未満 危険物担当者	算用子裕考

図5.1.1.6 CPF保安管理体制図(2/2) (平成7年度)

表 5.1.1.1 設備・機器所掌分担表 (CPF)

設備・機器名称	建工室	研管課	AAS	GIS	放一課
①CPF 受変電設備	○				
②無停電電源装置	○				
③動力盤・制御盤		○	○	○	○
④給排気設備		○			
⑤廃液・排水設備		○			
⑥圧縮空気設備		○			
⑦低圧蒸気設備		○			
⑧冷却水設備		○			
⑨空調設備		○			
⑩純水設備		○	○	○	
⑪オフガス排気設備		○		○	
⑫気送管排気設備		○	○		
⑬建屋クレーン設備		○			
⑭廃棄物キャスク		○			
⑮除染室		○			
⑯CA-1		○			
⑰CA-2～CA-5セル, A系制御盤		○	○		○
⑱CB-1～CB-5セル, B系制御盤		○		○	
⑲高レベル廃棄物貯蔵室		○			
⑳核物質貯蔵室			○		
㉑実験室A			○		
㉒実験室B			○	○	
㉓分析室			○		
㉔機器補修室		○		○	
㉕放管警報盤					○
㉖核防制御盤		○			
㉗火報設備		○			
㉘通信設備		○			

表 5.1.1.2 設備保守管理実績表（プロセス設備編）

設備名称	点検・保守項目	点検・保守内容	実施日	備考
1.溶解槽（CA-3セル）	定期自主検査	温度上昇警報作動試験	H7.7.7	
		計器効正（圧力計, 温度計）	H7.7.6~7	
2.グローブボックス （分析室：GA-1A~GA-1C, GA-2A~GA-2D） （操作室A：GA-4, GA-5）	定期自主検査	温度上昇警報作動試験	H7.7.17	
	グローブ, PVC バッグ 定期点検	・グローブ(ハイロン) : 92本 ・PVC バッグ : 75本	1回目：H7.6.20~21 2回目：H7.9.22, 28 3回目：H7.12.19 4回目：H8.4.2~3	
	グローブ定期交換	・グローブ(ハイロン) : 1本	H7.9.28	
	PVC バッグ定期交換	・PVC バッグ : 2本 ・PVC バッグ : 3本	H7.9.28 H7.12.19	
3.フード （HA-1A, HB-1B, HB-2）	定期自主検査	面速測定	H7.7.10	
4.M/S マニプレータ （CA-2~CA-4セル）	保守作業	<ul style="list-style-type: none"> <li>・指先開閉不良の補修</li> <li>・電動上下不良の補修</li> <li>・ブーツ交換</li> <li>・ブーツ交換</li> <li>・電動上下不良の補修</li> </ul>	H7.12.7 H8.2.21 H8.2.28 H8.2.29 H8.3.18	CA-3セル, WD-6 (右) CA-4セル, WD-10 (左) CA-3セル, WD-6 (右) CA-2セル, WD-4 (右) CA-4セル, WD-10 (左)

表 5.1.1.3 設備保守管理実績表 (分析設備編)

設備名称	点検・保守項目	点検・保守内容	実施日	備考
CA-5セル	定期自主検査	温度上昇警報作動試験	1回目: 7/18 2回目: /	
		漏洩検知装置作動試験	1回目: 7/18 2回目: /	
グローブボックス (GA-3A ~GA-3J, GB-3)	定期自主検査	温度上昇警報作動試験	1回目: 7/18 2回目: /	
フード (HA-1B, HB-1B, HB-2)	定期自主検査	面速測定	1回目: 7/10 2回目: /	
グローブボックス (GA-3A ~GA-3J, GB-3) (物品搬入設備)	グローブ定期点検	ハイロングローブ: 44本 鉛グローブ: 2本 ビニールバック: 80本	1回目: 1/25 2回目: 4/24 3回目: 7/17 4回目: 10/27	
グローブボックス (GA-3A ~GA-3J, GB-3)	グローブ定期交換	グローブ交換作業 ハイロングローブ: 17本 鉛グローブ: 2本	・10/30, 31	
グローブボックス (GA-3A ~GA-3D)	ビニールバック 定期交換	ビニールバック 交換作業 交換本数: 4本	・10/31	
グローブボックス (GA-3A ~GA-3D, GB-3)	計画保守	排気ホース交換作業 交換本数: 5本	・11/1, 2 ・11/6, 7	
M/S マニプレータ	保守作業	ブーツ交換作業 交換本数: 5本	・3/13   ・7/19 ・10/19   ・10/23	
		電動上下機構の修理	・1/25   ・12/6	
		スレーブアーム 除染作業: 1基	・11/9, 10	

表 5.1.1.4 平成7年度放射性固体廃棄物発生量

種類	分類	区分	発生元	発生量
低レベル	Pu系	可燃性	70ㇵGr	ラジパック 2個* <sup>1</sup>
			分析Gr	ラジパック 0個* <sup>1</sup>
		難燃性	70ㇵGr	ラジパック 3個* <sup>1</sup>
			分析Gr	ラジパック 0個* <sup>1</sup>
		不燃性	70ㇵGr	ラジパック 0個* <sup>1</sup>
			分析Gr	ラジパック 0個* <sup>1</sup>
	$\beta\gamma$ 系	可燃性	70ㇵGr	カートボックス 4個* <sup>2</sup>
			分析Gr	カートボックス 10個* <sup>2</sup>
		難燃性	70ㇵGr	ラジパック14個* <sup>1</sup>
			分析Gr	ラジパック32個* <sup>1</sup>
		不燃性	70ㇵGr	ラジパック 1個* <sup>1</sup>
			分析Gr	ラジパック 6個* <sup>1</sup>
高レベル		混合	70ㇵGr	廃棄物缶 4缶* <sup>3</sup>
			分析Gr	廃棄物缶 2缶* <sup>3</sup>

\*1 : 15 ℓ 容量。廃棄物の形状等によってはビニール袋にて梱包することもある。

\*2 : 60 ℓ 容量。

\*3 : 130 ℓ 容量。

表5.1.1.5 年度別CPF来訪者件数及び人数表

年 度	省庁等* <sup>1</sup>	大学関係	電力関係	メーカー	外国人* <sup>2</sup>	マスコミ	一 般	合 計
平成6年度	43人 (14件)	99人 (13件)	20人 (1件)	18人 (5件)	9人 (2件)	49人 (8件)	30人 (3件)	268人 (46件)
平成7年度	77人 (25件)	129人 (8件)	22人 (6件)	9人 (3件)	42人 (8件)	29人 (6件)	33人 (2件)	341人 (58件)

\*1：省庁，原研及び動燃関係者

\*2：海外の原子力関連機関及び大学関係者

表5.1.1.6 平成7年度CPF来訪者実績表

年 月	省庁等*1	大学関係	電力関係	メーカー	外国人*2	マスコミ	一 般	合 計
H7. 4	26人 (4件)	29人 (1件)	—	3人 (1件)	1人 (1件)	—	—	59人 (7件)
H7. 5	2人 (2件)	17人 (1件)	1人 (1件)	—	7人 (1件)	—	1人 (1件)	28人 (6件)
H7. 6	7人 (5件)	56人 (3件)	—	—	—	—	32人 (1件)	95人 (9件)
H7. 7	8人 (2件)	—	12人 (2件)	5人 (1件)	—	22人 (3件)	—	47人 (8件)
H7. 8	6人 (3件)	26人 (2件)	—	—	—	5人 (1件)	—	37人 (6件)
H7. 9	—	—	—	—	—	1人 (1件)	—	1人 (1件)
H7. 10	3人 (2件)	—	2人 (1件)	1人 (1件)	10人 (3件)	—	—	16人 (7件)
H7. 11	19人 (4件)	—	—	—	24人 (3件)	—	—	43人 (7件)
H7. 12	4人 (2件)	—	—	—	—	1人 (1件)	—	5人 (3件)
H8. 1	—	—	—	—	—	—	—	0人 (0件)
H8. 2	2人 (1件)	—	3人 (1件)	—	—	—	—	5人 (2件)
H8. 3	—	1人 (1件)	4人 (1件)	—	—	—	—	5人 (2件)
合 計	77人 (25件)	129人 (8件)	22人 (6件)	9人 (3件)	42人 (8件)	29人 (6件)	33人 (2件)	341人 (58件)

\*1：省庁、原研及び動燃関係者

\*2：海外の原子力関連機関及び大学関係者

## 5.1.2 A棟

### 5.1.2.1 概要

A棟は、昭和33年5月、核燃料物質の使用許可を受けて以来、約40年間、核燃料サイクルに係わる分析及び分析技術開発等に使用されてきている。

この施設は、図5.1.2.1に示すように縦16m×横70m×高さ4mの平屋L字型建屋であり、主要な設備は、分析前処理及びウラン取り扱いのためのフードが約20台、ICP、原子吸光、蛍光X線といった大型分析装置などである。

平成5年度は外壁塗装工事、天井防水シート交換工事、平成6年度は居室系還気ダクト改造工事を行った。施設管理として、今年度も経年変化に伴う補修工事をいくつか行った。

### 5.1.2.2 施設・設備の管理

#### 5.1.2.2.1 使用・運転状況

給排気設備等のユーティリティ設備の運転管理は、研究施設管理課が点検保守を、当室が運転管理を行う体制となっている。施設内での試験は、当室と核燃料技術開発部先端室が実施している。これらの複数課室の保安上の連携を図るため、A・B棟保安連絡会（月1回開催）での連絡指示や連絡書等により、定期点検及び故障時の対応等はスムーズに行われ、平成7年度も特に問題は生じていない。平成7年度の主な施設の運転管理計画と実績を図5.1.2.2に示す。

また、施設の運営に係わるユーティリティ設備等の点検状況及び月別ユーティリティ使用実績を、それぞれ図5.1.2.3及び図5.1.2.4に示す。

#### 5.1.2.2.2 基準マニュアル整備状況

##### (1) 安全作業基準の変更

安全作業基準にA-1項「管理区域内作業における基本動作」の追加等改訂を行った。

##### (2) マニュアル整備

下記事項に当てはまるマニュアルを対象に見直しを行った。

- ① 作業中断時の措置（汚染拡大防止対策、作業手順、その他、安全確保に必要な事項等）がマニュアルに反映されていないもの。
- ② 頻度の少ない定型作業に係わる要領マニュアル類でチェック項目を追加する必要があるもの。
- ③ 内部被ばくの可能性を有する作業の中でチェックリストが整備されていないもの。
- ④ 規定・基準類との不整合が認められるもの。
- ⑤ 装置類の更新により、作業手順の見直しが必要なもの。

見直し作業は、下記の表のように、平成8年3月末までに完了した。

該当項目	対象マニュアル数	平成8年3月末終了数	未完数
①	22	22	0
②	1	1	0
③	2	2	0
④	0	0	0
⑤	2	2	0

また、平成7年度に新規に制定したマニュアルは表5.1.2.1に示す通り、G2作業4件、G1作業2件であった。

表 5.1.2.1 平成7年度 新規制定マニュアル (A棟)

作業種別	マニュアル名	マニュアル承認日
G 2 作業	ハル中のU・Puの分析方法の確証試験 (ウラン試験) マニュアル	平成7年4月17日
	蛍光X線分析作業	平成7年9月8日
	ガス成分分析作業	平成7年9月8日
	オフガス分析作業マニュアル	平成7年11月22日
G 1 作業	電気配線工事作業手順書	平成7年6月22日
	ICP 発光分光装置の保守作業手順書	平成7年8月9日

## 5.1.2.2.3 施設維持

A棟は、建築後約40年が経過している。このため、施設の老朽化に伴う補修工事が欠かせない。

図 5.1.2.5 に平成7年度補修実績を示す。昨年、一昨年と比較し、平成7年度は大きな補修工事がないたため、補修件数は少なかったが、今後とも経年変化対策は必要不可欠である。昨年度から実施している経年変化の評価手法による評価の推移等を見ながら今後も適時適切な補修又は、更新をしていく。

## 5.1.2.2.4 廃棄物管理作業

## (1) 排水管理

A棟は60<sup>m</sup>の排水受槽が2基あり、交互に施設からの排水を受け入れている。満水時には全 $\alpha$ 、全 $\beta$ 放射能、pH、フッ素濃度を測定し、放出承認を受けた後、中央排水処理場へ放出する。平成7年度の実績は、平成8年1月末現在で放出回数が8回、放出量は279<sup>m</sup>であり、放出基準値を超えるものはなかった。排水1回当たりの全 $\alpha$ の平均濃度は $1.0 \times 10^{-4}$  Bq/cm<sup>3</sup>未満、全 $\beta$ は $2.2 \times 10^{-3}$  Bq/cm<sup>3</sup>未満で、排水放出基準値の全 $\alpha$  ;  $1 \times 10^{-3}$  Bq/cm<sup>3</sup>、全 $\beta$ は $3 \times 10^{-2}$  Bq/cm<sup>3</sup>を充分下回る良好な結果であった。

(2) 固体廃棄物管理

A棟の放射性固体廃棄物は、ウラン系廃棄物である。本年度の発生量は、平成8年3月末現在で可燃物51カートン、難燃物1缶(200ℓドラム缶)、不燃物2缶(200ℓドラム缶)である。

これらに対し、搬出量は平成7年11月に可燃物38カートン、不燃物2缶(200ℓドラム缶)を搬出している。

本年度の固体廃棄物管理実績を表5-1-2-2 に示す。

5.1.2.2.5 今後の課題・問題点

(1) 経年変化対策

A棟は築後約40年経過していることから、経年変化対策が必要不可欠である。認可予算上施設解体撤去済となっており、操業費予算が計上できない。補修費の財源確保が検討課題である。

5.1.2.2.6 その他

A棟の平成8年3月現在の保安管理体制を図5-1-2-6 に示す。

図5.1.2.7 A棟 保安管理組織図

表5.1.2.2 固体廃棄物管理実績 (A棟)

平成8年3月末現在

種 類		前年度保管量	発 生 量	搬 出 量	現 在 量
U 系	可 燃	0	51	38	13
	難 燃	2	1	0	3
	不 燃	4	2	2	4

\*可燃はカートンボックス, 難燃, 不燃はドラム缶の個数。

表 5. 1. 2. 3 施設管理定常業務報告書リスト (A棟)

[日・週報]

- (1) 電気工作物点検週例点検表
- (2) 管理区域最終退出者安全チェックシート
- (3) A棟最終退棟者安全チェックシート
- (4) Gr員業務週報

[月報]

- (1) サーベイメータ点検記録
- (2) 排水月報
- (3) 危険物倉庫週例点検記録
- (4) 毒劇物点検記録
- (5) 清掃作業月報
- (6) 役務月報 (週報も含む)

[その他]

- (1) 化学薬品在庫調査 (6ヶ月)
- (2) 危険物倉庫上期・下期報告 (6ヶ月)
- (3) 安全管理計画・報告書 (約3ヶ月)
- (4) 防護具点検 (6ヶ月)
- (5) 核物質使用計画報告書 (3ヶ月)
- (6) PIT (1年)
- (7) 衛生管理状況報告 (作業環境測定含む) (2ヶ月)
- (8) 衛生管理状況報告 (有機則・特化則に基づく報告) (6ヶ月)
- (9) G2作業統括者承認 (1年)
- (10) 高圧ガス保管状況調査記録 (6ヶ月)

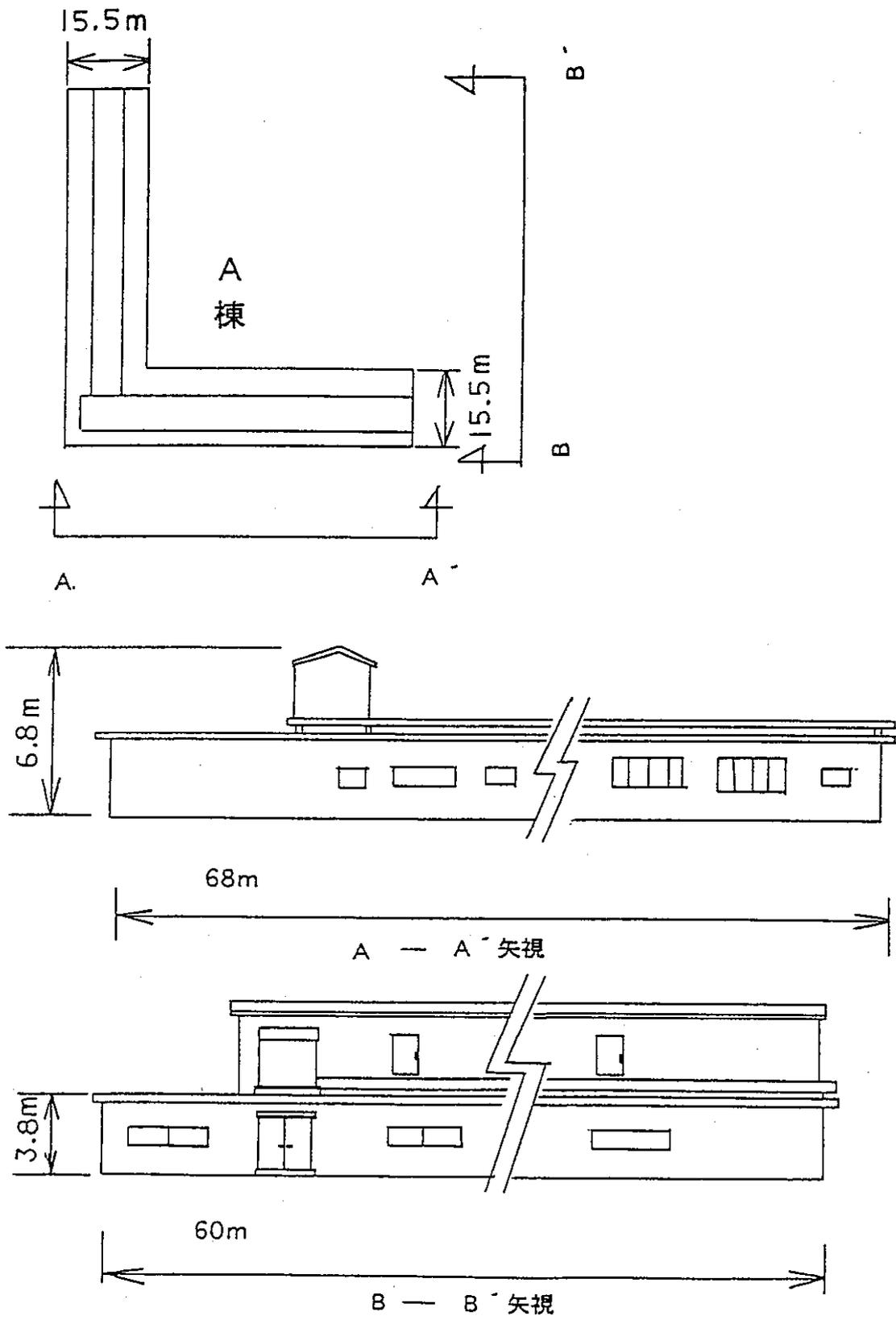


図5-1-2-1 A棟概要図



図5.1.2.2 施設運転管理業務計画及び実績 (A棟)

(1/2)

No	項目	平成7年										平成8年			備考		
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3				
A	計画・修正																
B	排水受槽管理																
100	希釈・放出	㉔ 35m <sup>3</sup>		㉑ 34.7m <sup>3</sup>	㉒ 35.9m <sup>3</sup>	㉓ 34.8m <sup>3</sup>	㉔ 33.9m <sup>3</sup>	㉕ 35.6m <sup>3</sup>	㉖ 34.7m <sup>3</sup>	㉗ 34.0m <sup>3</sup>				㉘ 34.4m <sup>3</sup>			
101	点検・検査																101 漏洩検査
C	固体廃棄物管理																
200	受入・搬出																200 受入 搬出 ○可燃 ▼難燃 □不燃
D	放射性物質管理																
300	核燃料物質移動																
301	定常報告・在庫調査	◇															301 ◇安全協定四半期報告 302 核燃料物質計量管理 (PIT)
302																	

○内数字：実施日    ：計画    ：実績

No	項目	平成7年										平成8年			研: 研究施設管理課 A: ファクトリス・分析開発室 建: 建設工務管理室
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3		
<b>E</b>	<b>調査・測定</b>														担当
401	半面マスク (1回/年)		①												A
402	緊急保護器材		①												A
403	フード風速測定(2回/年)				①							②			研
<b>F</b>	<b>定期自主検査</b>														
501	危険物屋内貯蔵所				⑯							⑰			A
502	化学薬品在庫調査				⑰							⑰			A
503	電気設備 (計画停電)									⑳		㉓㉔			建
<b>G</b>	<b>保守・整備工事</b>														
601	廊下照明等の改修	■■■■		■■■■											A
602	電気配線工事	■■■■			■■■■										A
603	ドアの交換	■■■■						■■■■							A
604	空調用ダンパーの更新等				■■■■							■■■■			研
605	管理区域系給気系ダクト補修					■■■■						■■■■			研
606	ターボ冷凍機の点検整備						■■■■		■■■■						研
<b>H</b>	<b>その他</b>														
701	安全作業基準改訂		■■■■												A
702	基本動作マニュアル教育		⑪					㉔		㉕					A
703	保安教育訓練		⑪ 従事者 再教育	㉔ 作業 事故訓練					㉔ 汚染 事故訓練			㉔ 火災 事故訓練	㉕ 所総合 防災訓練		A
704	A・B棟保安連絡会	㉔	㉕	㉖	㉗	㉘	㉙	㉚	㉛	㉜	㉝	㉞	㉟	㊱	A

○内数字: 実施日    ■■■■: 発注    ■■■■: 実績  
■■■■: 計画

図5.1.2.3 ユーティリティ設備等の点検状況 (A棟)

設備名称	担当課室	点検頻度	2年度	3年度	4年度	5年度	6年度	7年度	備考
空調設備		2回/年	① 6/6 ② 10/17	① 5/21 ② 10/25	① 6/10 ② 11/4	① 5/19 ② 11/9	① 5/23 ② 11/4	① 5/12 ② 10/16	
消火器・消火栓	総務課	2回/年	① 6/11~7/4 ② 12/17~3/12	① 8/20, 22 ② 2/21	① 7/3	① 7/28 ② 12/9	① 8/25 ② 12/20	① 7/4 ② 12/21	
自火報・誘導灯		2回/年	① 8/23 ② 2/22	① 10/9 ② 3/6	① 9/22	① 8/26 ② 1/31	① 9/14 ② 2/8	① 9/18 ② 1/19	
冷凍高圧ガス 製造設備	研究施設	3回/年	—	① 5/11, 12, 18 ② 7/30 ③ 12/9~10	① 4/13~14 ② 7/8 ③ 11/12~14	① 5/11, 17 ② 7/28 ③ 11/17~18	① 5/11~13 ② 7/28 ③ 10/27~29	① 11/21	平成7年度は新規設置の 為、点検は1回であった 8年度は3回/年になる
給排気ブロウ	管理課	1回/年	11/15, 21	11/21 ~22	11/9, 15	12/24, 27	11/19 ~22	12/26 ~27	
ルーツブロウ		2回/年	① 8/9 ~10 ② 1/7 ~10	① 7/30 2/17~19	① 7/9 ② 1/2 ~4	① 7/8 ② 2/15~16	① 7/18 ② 2/20~21	① 6/26 ② 1/10	
電気負荷設備	アチドラボ・ 分析開発室	1回/年	8/11	8/23	9/14	9/18	10/8	10/21	

○内数字：年度毎の実施回数

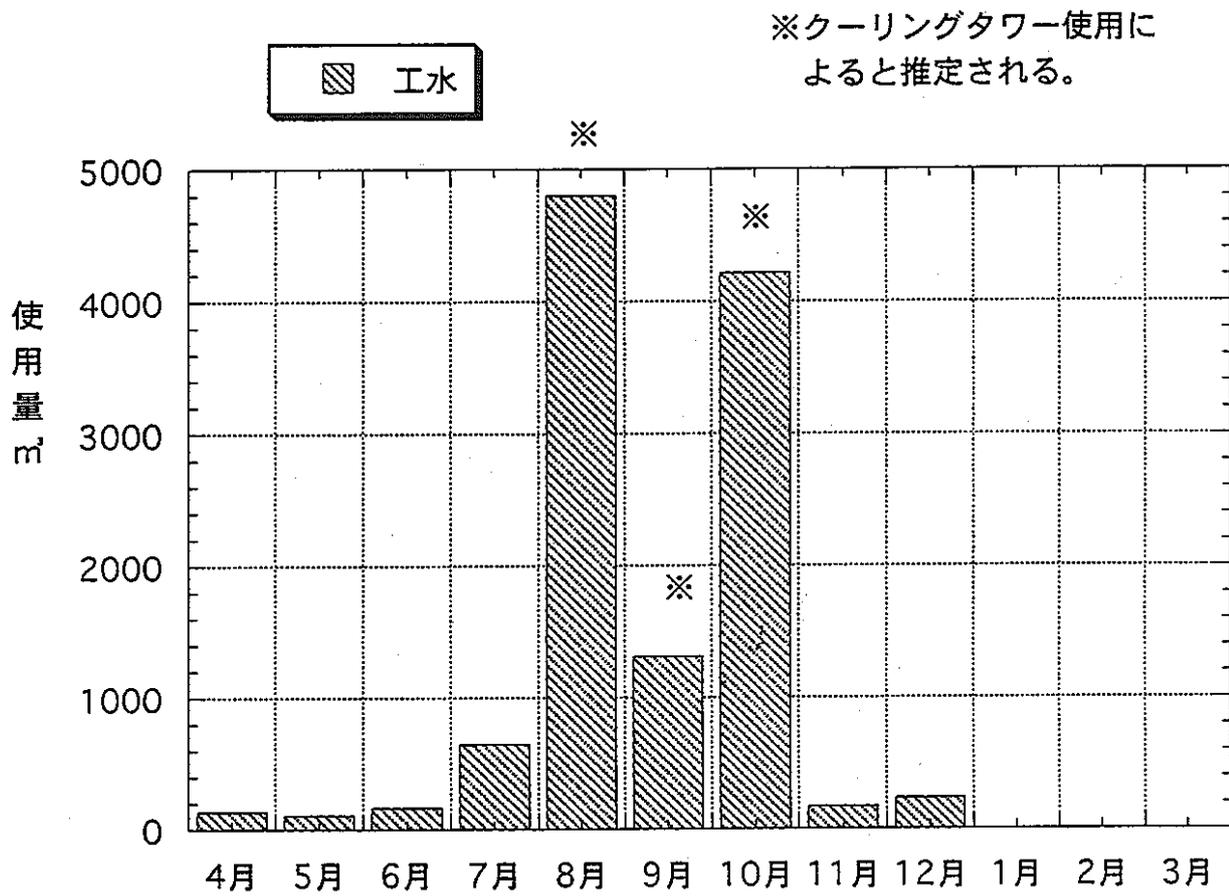


図5-1-2-4 A棟月別ユーティリティ使用実績 (1/3) (平成7年度)

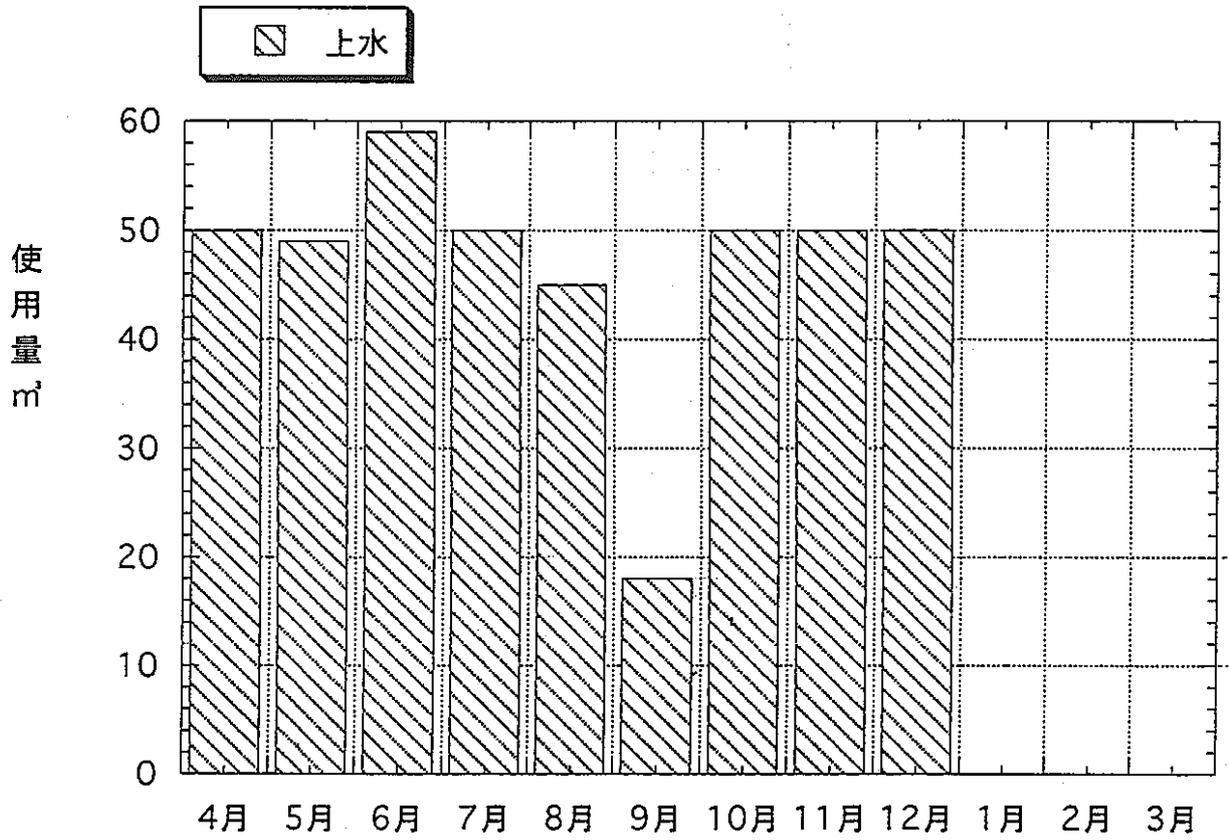


図5-1-2-4 A棟月別ユーティリティ使用実績 (2/3) (平成7年度)

													(万Kwh)
月	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
電気	7.7	8.1	9.2	16.3	17.1	14.4	9.0	6.6	9.8	8.5	9.0		

(万Kwh)

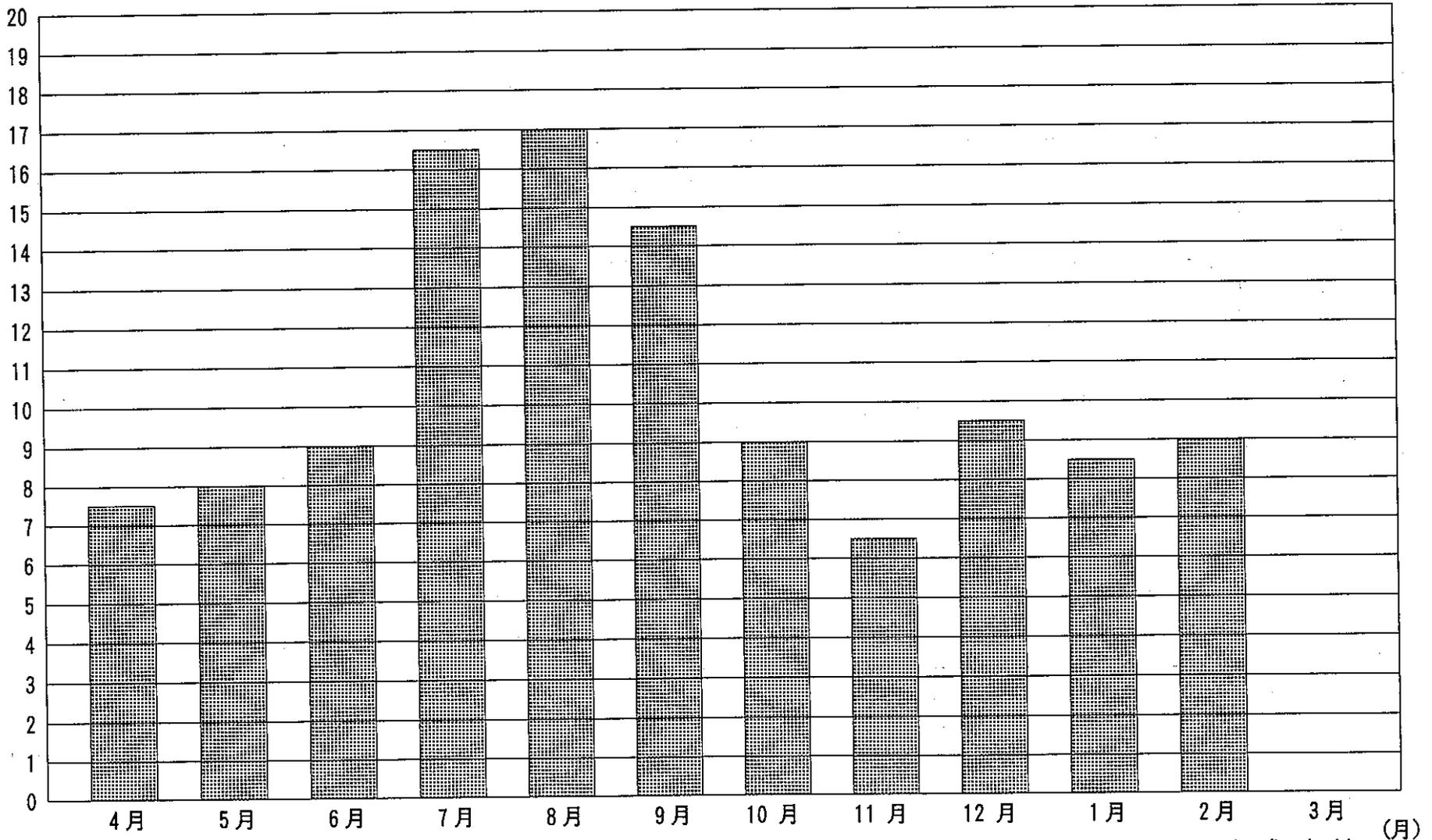


図5.1.2.4 A棟ユーティリティ使用実績 (3/3)

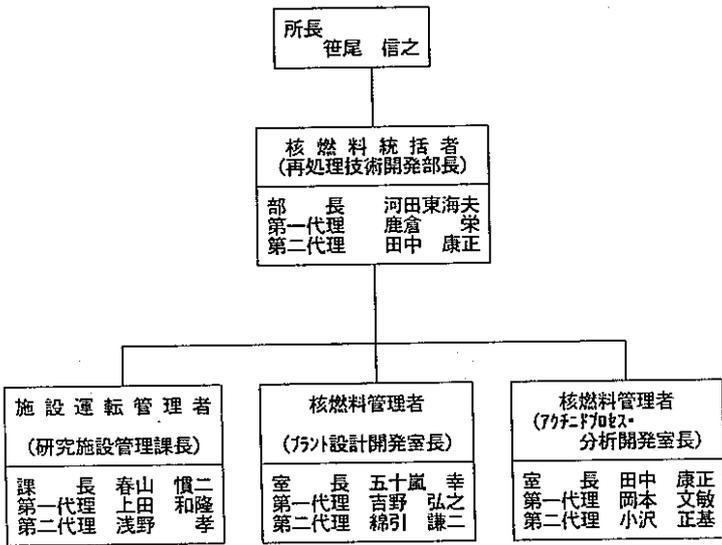
(平成7年度)

図5.1.2.5 平成7年度補修実績表

年 度	件 名	期 間
7	廊下照明等の改修工事	7. 6. 5 ~ 7. 6. 7
7	電気配線工事	7. 7. 20
7	ドア交換工事	7. 9. 25 ~ 7. 10. 12
7	ターボ冷凍機点検整備	7. 11. 13, 17, 22
7	空調用ダンパーの更新	7. 12. 25 ~ 8. 1. 9
7	管理区域系給気ダクトの補修	8. 1. 11 ~ 8. 2. 29

- |                  |               |                        |
|------------------|---------------|------------------------|
| 1. 核燃料物質使用施設保安規定 | 5. 防火管理規則     | 9. 高圧ガス製造施設危害予防規程（一般）  |
| 2. 放射線障害予防規定     | 6. 防火管理組織     | 10. 高圧ガス製造施設危害予防規程（冷凍） |
| 3. 東海事業所放射線保安規則  | 7. 安全衛生管理規則   | 11. 電気工作物保安規程          |
| 4. 防護活動措置規則      | 8. 化学薬品取扱管理組織 | 12. 危険物災害予防規程          |

3. 放射線保安規則



4. 防護活動措置規則

現場指揮者 河田 東海夫  
 第一代理者 鹿倉 栄  
 第二代理者 吉野 弘之  
 第三代理者 田中 康正

施設名 (室名) 組織等名称	A 棟  (アクチニドプロセス ・分析開発室)
班 長	田中 康正
第一代理者	岡本文敏
第二代理者	小沢正基
第三代理者	園部次男

6. 防火管理組織

施設防火 統括者	施設名	施設防火 管理者	施設防火 責任者	所掌場所等
河田東海夫	A 棟	田中 康正	檜山 敬	A棟全域（機械室・新A棟機械室を除く）
		春山 慎二	上田 和隆	機械室・新A棟機械室
		三宮 都一	菊池 明夫	変電室

7. 安全衛生管理規則

安全衛生統括者 河田東海夫  
 安全主任者 岡部 正則  
 部衛生管理者 檜山 敬

組織等名称	777-F70E1・分析開発室
安全衛生管理者	田中 康正

8. 化学薬品取扱管理組織

再処理技術開発部長 河田 東海夫	
組織等名称	777-F70E1・分析開発室
課室長	田中 康正
薬品管理責任者	檜山 敬
薬品管理担当者	檜山 敬

11. 電気工作物保安規程

組織等名称	777-F70E1・分析開発室
課室長	田中 康正
電気従事者	篠崎 忠宏

12. 危険物災害予防規程

組織等名称	777-F70E1・分析開発室
再処理 技術開発部長	河田 東海夫
危険物保安監督者 " 代理	都築 清次 檜山 敬
課室長	777-F70E1・分析開発室 田中 康正
危険物取扱者	檜山 敬
第4類少量未満 危険物担当者	檜山 敬

図5.1.2.6 A棟 保安管理体制図（平成7年度）

### 5.1.3 B棟

#### 5.1.3.1 概要

B棟は、昭和37年12月、核燃料物質の使用許可を受けて以来、約35年間、高速炉燃料再処理技術開発を含めた、核燃料サイクルに係わる分析及び分析技術開発、再処理工程や放射性廃棄物処分技術に関する基礎的開発試験等に使用されてきている。

この施設は、図5.1.3.1に示すように縦18m×横38m×高さ8mの2階立て建屋であり、主要な設備は、プルトニウム、ウラン及びRIを取り扱うためのグローブボックス3台とフード13台を保有している。

経年変化に伴う補修工事として、パッケージ用ダクト保温材更新工事を行った。

#### 5.1.3.2 施設・設備の管理

##### 5.1.3.2.1 使用・運転状況

給排気設備等のユーティリティ設備の運転管理は、原則として、研究施設管理課が行う。AAS、先端室、地層処分技術開発室（GIS）及び環境技術第2開発室（LTS）は、所掌設備に応じ運転管理を行う体制となっている。施設内での試験は、AAS、GIS、LTSの各室が実施している。複数課室の保安上の連携を図るため、B棟週間報告予定表（毎週）、B棟調整会議（月1回開催）、A・B棟保安連絡会（月1回開催）、B棟核燃料管理者会議が設けられている。連絡指示や連絡書等により、定期点検及び故障時の対応等はスムーズに行われてきた。

平成8年2月現在の主な施設の運転管理計画と実績を図5-1-3-2に示す。

施設を運営する上で重要なユーティリティ設備等の点検状況及び月別ユーティリティ使用実績を、それぞれ図5.1.3.3及び図5.1.3.4に示す。

##### 5.1.3.2.2 許認可・基準・マニュアル整備状況

###### (1) 核燃料物質使用許可申請の変更

旧中央運転管理室の撤去により「CPF 非常用発電機からのB棟への供給」に関する、B棟及びCPFの許認可申請及び使用前検査の準備を進めた。申請は平成8年度に行うこととして現在、建工室で検討しておりAASは、これを支援する形で進めている。

###### (2) マニュアル整備

下記事項に当たるマニュアルを対象に見直しを行った。

- ① 作業中断時の措置（汚染拡大防止対策、作業手順、その他、安全確保に必要な事項等）がマニュアルに反映されていないもの。
- ② 頻度の少ない定型作業に係わる要領マニュアル類でチェック項目を追加する必要があるもの。

- ③ 内部被ばくの可能性を有する作業の中でチェックリストが整備されていないもの。
- ④ 規定・基準類との不整合が認められるもの。
- ⑤ 装置類の更新により、作業手順の見直しが必要なもの。

見直し作業は、下記のように、平成8年3月末までに完了した。

該当項目	対象マニュアル数	平成8年3月末終了数	未完数
①	26	26	0
②	2	2	0
③	12	12	0
④	0	0	0
⑤	2	2	0

また、平成7年度に新規に制定したマニュアルは表5.1.3.2に示す通り、G2作業2件、G1作業2件、S2作業1件であった。

表5.1.3.2 平成7年度 新規制定マニュアル（B棟）

作業種別	マニュアル名	マニュアル承認日
G2作業	法定外RI等の取扱管理マニュアル	平成8年1月17日
	γ波高分析装置によるγ核種分析法	平成8年3月18日
G1作業	B棟パッケージ用ダクトの保温材更新手順書	平成7年12月26日
	グローブポート用気密コネクタの交換作業マニュアル	平成7年9月4日
S2作業	質量分析計用真空ゲージ交換作業	平成7年11月7日

#### 5.1.2.2.3 施設維持

B棟は、築後約40年が経過しているため、施設の老朽化に伴う補修工事が不可欠である。

図5.1.3.5に平成7年度補修実績を示す。平成7年度は大きな補修工事がなく補修費は減少したが、今後とも経年変化対策は必要不可欠である。平成6年度から実施している経年変化の評価手法による評価の推移等を見ながら今後も適時適切な補修・更新をしていく。

## 5.1.3.2.4 廃棄物管理作業

## (1) 排水管理

B棟は6 m<sup>3</sup>の排水受槽1基と23 m<sup>3</sup>の極低放射性廃液貯槽2基を保有している。低放射性廃液は極低放射性廃液貯槽に送られ必要な希釈操作ができる。極低放射性廃液貯槽は2基が交互に施設からの排水を受入れ、満水時には全 $\alpha$ 、全 $\beta$ 放射能、pH、<sup>129</sup>I濃度の測定を行い、放出承認を受けた後、中央排水処理場へ放出する。

平成7年度の実績は、平成8年1月末現在で放出回数が4回、放出量は86 m<sup>3</sup>であり、放出基準値を超えるものはなかった。排水1回当たりの全 $\alpha$ の平均濃度は $2.5 \times 10^{-4}$  Bq/cm<sup>3</sup>、全 $\beta$ は $2.2 \times 10^{-3}$  Bq/cm<sup>3</sup>未満で、排水放出基準値の全 $\alpha$   $1 \times 10^{-3}$  Bq/cm<sup>3</sup>、全 $\beta$ は $3 \times 10^{-2}$  Bq/cm<sup>3</sup>を充分下回る良好な結果であった。

## (2) 固体廃棄物管理

B棟の放射性固体廃棄物は、プルトニウム系とウラン系廃棄物、RI系廃棄物及び管理区域内一般廃棄物（第1種使用器材）に区分される。

上記各廃棄物の本年度の発生量は、平成8年3月末現在でプルトニウム系が可燃、難燃、不燃共1缶づつ、FP系は1缶、管理区域内一般廃棄物が可燃物11カートン、難燃物11カートンである。これらに対し、搬出量は平成7年12月に管理区域内一般廃棄物を前年度の分を加え可燃物18カートン、難燃物21カートンを搬出している。本年度の固体廃棄物管理実績を表5.1.3.3に示す。

プルトニウム燃料工場のプルトニウムホールドアップ問題に関連し、従来管理の対象外としていた放射性廃棄物中の核物質量を測定することになり、プルトニウム廃棄物施設（PWTF）へ払いだすB棟の廃棄物もその対象となった。このNDA測定（WDAS）を行う際にPu同位体比、U濃縮度、Pu/U比及びAm含有率が必要となった。B棟で発生する廃棄物中のこれらの項目をカートン又はドラム缶毎に提示するのは廃棄物毎のデータがないことから困難であった。B棟で発生したプルトニウム廃棄物は従来からプルトニウム燃料工場に品質保証分析として依頼されてきた、ウラン・プルトニウム同位体測定試料に伴う廃棄物がほとんどであることから、B棟で測定した同位体比を平均して求める等の方法を検討し提示した。なお、調査を進めるにあたっては、EDSの計量担当者、プルトニウム燃料工場関連課、環施部、保障措置室と打ち合わせ、連携をとりながら進めた。

今後、環施部側で行っているNDA測定が終了しないと、現在B棟廃棄物一時保管庫（A倉庫）に保管しているプルトニウム系廃棄物が払い出せない状況である（PWTSでの測定はB棟分も含め、平成8年10月頃まで継続する計画）。従って、平成7年度はPWTSへの払い出しが行われていない。また、今後、B棟から発生する放射性廃棄物は計量管理の対象となり、同様の項目の提示が求められることとなる。

#### 5.1.3.2.5 今後の課題・問題点

##### (1) 経年変化対策

B棟は築後約35年経過していることから、経年変化対策が必要不可欠である。認可予算上施設解体撤去済となっており、操業費予算が計上できない。補修費の財源確保が検討課題である。

##### (2) RI系廃棄物の管理

B棟で発生するRI系廃棄物は、B棟建屋内、A倉庫及びB倉庫で保管することになっている。B棟建屋内の一時保管室で種類毎に置いてある廃棄物缶が満杯になった時点で各倉庫に移動する仕組みとしている。

B倉庫は現在91缶保管されており、これ以上保管ができない。従って、今後はA倉庫での保管となる。A倉庫は核物質廃棄物の一時保管庫として共用であり、RI系廃棄物が増加すれば核物質廃棄物の一時保管ができなくなることも考えられる。RI系廃棄物の移動先がないことは、他のRI使用施設の共通課題と思われるが、今後、B棟でのアクチニド分離関係等でRI系廃棄物が増加することになるので、廃棄物についての対応策を検討していく。

#### 5.1.3.2.6 その他

B棟の平成8年3月末現在の保安管理体制を図5.1.3.6に示す。

図5.1.3.6 B棟 保安管理組織図

表 5.1.3.1 設備・機器所掌分担一覧表

名 称	運転・管理	保 守	日常点検	定期点検
① 加-プロセス設備 GB-1, 3	AAS	AAS	AAS	AAS
GB-2	先端室	先端室	先端室	先端室
② フード設備 B-9 No.1	GIS	GIS	GIS	GIS
B-14 No.6	GIS	GIS	GIS	GIS
B-14 No.2	LTS	LTS	LTS	LTS
上記以外	AAS	AAS	AAS	AAS
③ 給排気設備	研管課 (一部AAS)	研管課	研管課	研管課
④ 圧縮空気設備	研管課	研管課	研管課	研管課
⑤ 空調設備	研管課	研管課	研管課	建工室
⑥ 排水設備	AAS	研管課	研管課	研管課
⑦ 蒸気設備	研管課	研管課	—	—
⑧ 放射線管理設備	放一課・研管課	放一課・研管課	放一課・研管課	放一課・研管課
⑨ 消火設備	AAS	AAS	—	総務課
⑩ 警報設備	AAS	AAS	—	—
⑪ 放送設備	AAS	AAS	—	AAS

AAS : マチド加工・分析開発室

研管課 : 研究施設管理課

建工室 : 建設工務管理室

放一課 : 放射線管理第一課

GIS : 地層処分開発室

LTS : 環境技術第2課

表5.1.3.3 固体廃棄物管理実績 (B棟)

平成8年3月末現在

種 類		前年度保管量	発 生 量	搬 出 量	現 在 量	
U 系	可 燃	0	0	0	0	A 倉庫 ∧ 貯蔵能力 50 缶 ∨
	難 燃	0	0	0	0	
	不 燃	8	0	0	8	
Pu 系	可 燃	4	1	0	5	
	難 燃	2	1	0	3	
	不 燃	2	1	0	3	
FP 系	混 合	3	1	0	4	
一 般	可 燃	7	11	18	0	保 安 用 品 倉 庫
	難 燃	10	11	21	0	

\* Pu系, U系, FP系はドラム缶, 一般はカートンボックスの個数。

表 5. 1. 3. 4 施設管理定常業務報告書リスト (B棟)

[日・週報]

- (1) 日常点検表
- (2) 核物質使用状況日常点検表 (PP)
- (3) B棟週間報告予定
- (4) 電気工作物点検週例点検表
- (5) 管理区域最終退出者安全チェックシート
- (6) B棟最終退棟者安全チェックシート
- (7) Gr員業務週報

[月報]

- (1) サーベイメータ点検記録
- (2) 排水月報
- (3) 清掃作業月報
- (4) 役務月報 (週報も含む)
- (5) 臨界管理状況報告
- (6) PP点検月報 (防護施設, 核物質使用点検, 出入管理, PP全体報告)
- (7) 密封RI点検記録
- (8) B棟調整会議用月報
- (9) 貯蔵品月報

[その他]

- (1) 化学薬品在庫調査 (6ヶ月)
- (2) 安全管理計画・報告書 (約3ヶ月)
- (3) 防護具点検 (6ヶ月)
- (4) 核物質使用計画・報告書 (3ヶ月)
- (5) RI使用計画・報告書 (3ヶ月)
- (6) RI使用・保管・廃棄の記録 (6ヶ月)

- (7) RI定期自主検査（6ヶ月）
- (8) RI保安調査（6ヶ月）
- (9) PP定期自主検査（1年）
- (10) PIT（1年）
- (11) ビニルバック交換, 接続ビニル点検記録（6ヶ月）
- (12) グローブ点検記録（3ヶ月）
- (13) G2作業統括者承認（1年）
- (14) 高圧ガス保管状況調査記録（6ヶ月）
- (15) 核物質点検記録（3ヶ月）
- (16) 輸送容器定期自主点検記録（1年）
- (17) 安全協定四半期報告（3ヶ月）
- (18) 消火設備定期自主検査記録（1年）

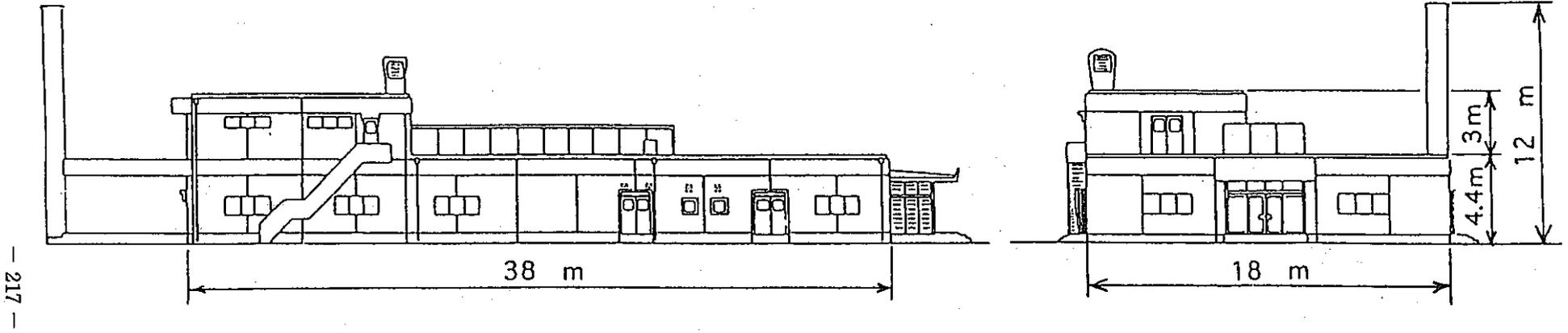


図5-1-3-1 B棟概要図

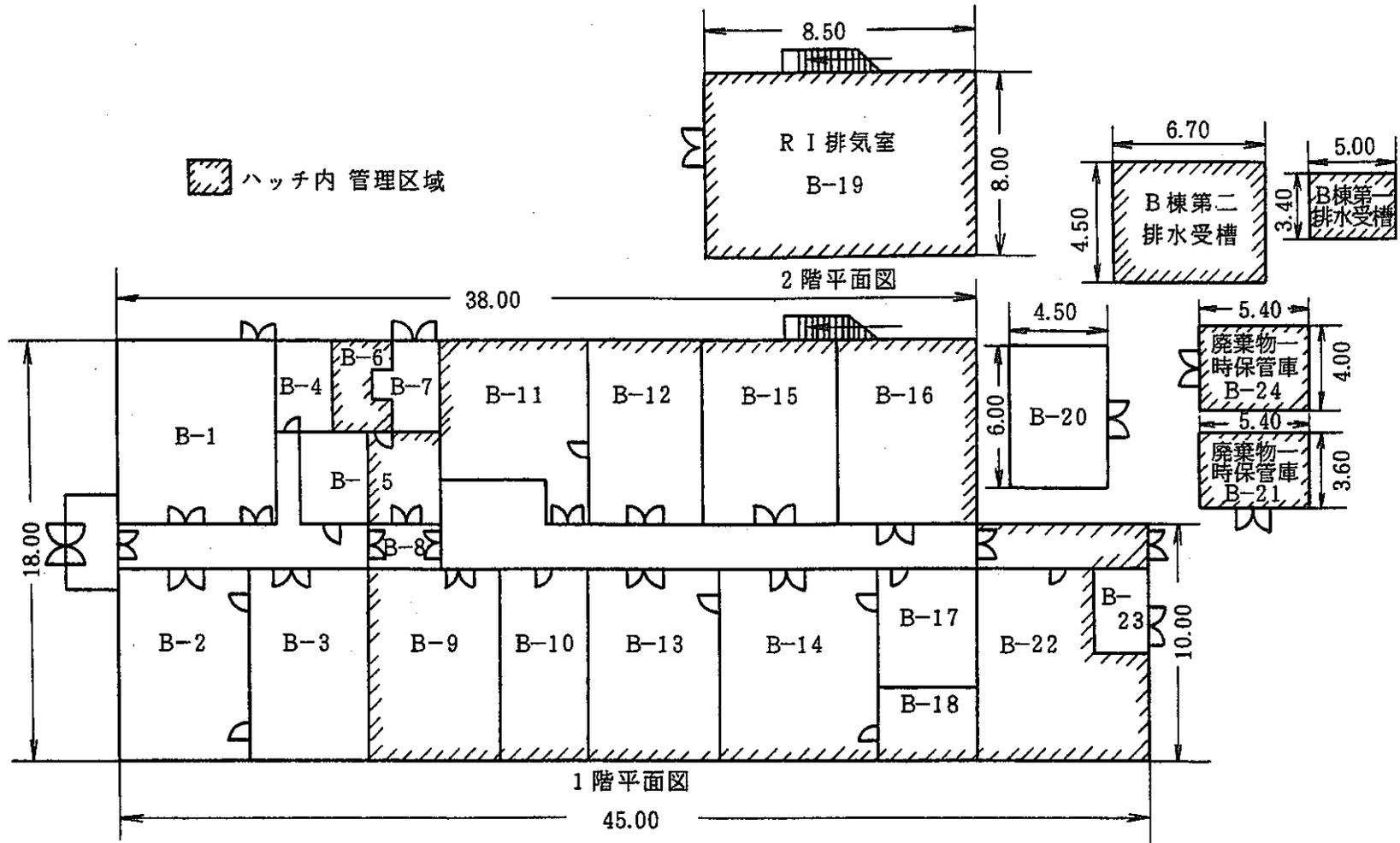


図 B棟平面図



No	項 目	平成 7 年										平成 8 年			研：研究施設管理課 A：7カドプロセス分析開発室 建：建設工務管理室		
		4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3				
E	調査・測定															担当	
401	半面マスク (1回/年)		①													A	
402	緊急保護器材		①													A	
403	フード風速測定(2回/年)					⑫							㉔			研	
404	グローブボックス検査		㉔			⑬						㉕	⑰			A	
F	定期自主検査																
501	非常用発電機											⑰				建	
502	電気設備 (計画停電)										㉖		⑬⑭			建	
G	保守・整備工事																
601	空調機冷水コイルの補修	≡	≡													研	
602	パッケージ用ダクト保温材更新								≡				≡			A	
603	空気式ダンパー操作器の更新								≡				≡			研	
604	ドアの交換	≡							≡							A	
H	その他																
701	許認可変更申請							⑨								L 建	L：環境技術第2開発室 申請取り下げ
702	基本動作マニュアル教育		⑪						㉙			⑳				A	
703	保安教育訓練		⑪ 従事者 再教育	㉙ 作業 事故訓練					㉚ 汚染 事故訓練			㉛ 火災 事故訓練		⑳ 所総合 防災訓練		A	
704	B棟調整会議	㉗	㉘	㉙	㉚	㉛	㉜	㉝	㉞	㉟	㊱	㊲	㊳	㊴		A	
705	A・B棟保安連絡会	㉖	㉗	㉘	㉙	㉚	㉛	㉜	㉝	㉞	㉟	㊱	㊲	㊳		A	

○内数字：実施日    ≡：発注    ≡：実績  
 ≡：計画

図5.1.3.3 ユーティリティ設備等の点検状況（B棟）

設備名称	担当課室	点検頻度	2年度	3年度	4年度	5年度	6年度	7年度	備考
空調設備	建設工務管理室	2回/年	① 6/6 ② 10/17	① 5/21 ② 10/25	① 6/10 ② 11/4	① 5/19 ② 11/9	① 5/23 ② 11/4	① 5/12 ② 10/16	平成7年度より研究施設管理課で点検を実施。
消火器・消火栓	総務課	2回/年	① 6/11~7/4 ② 12/17~3/12	① 8/20, 22 ② 2/21	① 7/3	① 7/28 ② 12/9	① 8/25 ② 12/20	① 7/4 ② 12/21	
自火報・誘導灯		2回/年	① 8/23 ② 2/22	① 10/9 ② 3/6	① 9/22	① 8/26 ② 1/31	① 9/14 ② 2/8	① 9/18 ② 1/19	
給排気ブロワ	研究施設管理課	1回/年	11/16~20	11/18~25	3/11~12	1/14	11/19~22	12/18~22	
ルーツブロワ		2回/年	① 8/9~10 ② 1/11~17	① 7/30 ② 2/6	① 6/9 ② 2/21~3/1	① 7/9 ② 2/21	① 7/19 ② 2/22	① 6/22~23 ②	
圧縮空気 製造設備		2回/年	① 10/5 ② 2/11~13	① 9/24 ② 2/12	① 6/18 ② 1/25	① 6/24 ② 2/14	① 8/17 ② 2/1	① 6/20 ② 1/10	
電気負荷設備	アチノプロセス・分析開発室	1回/年	8/11	8/23	9/14	9/18	10/8	10/21	

○内数字：年度毎の実施回数

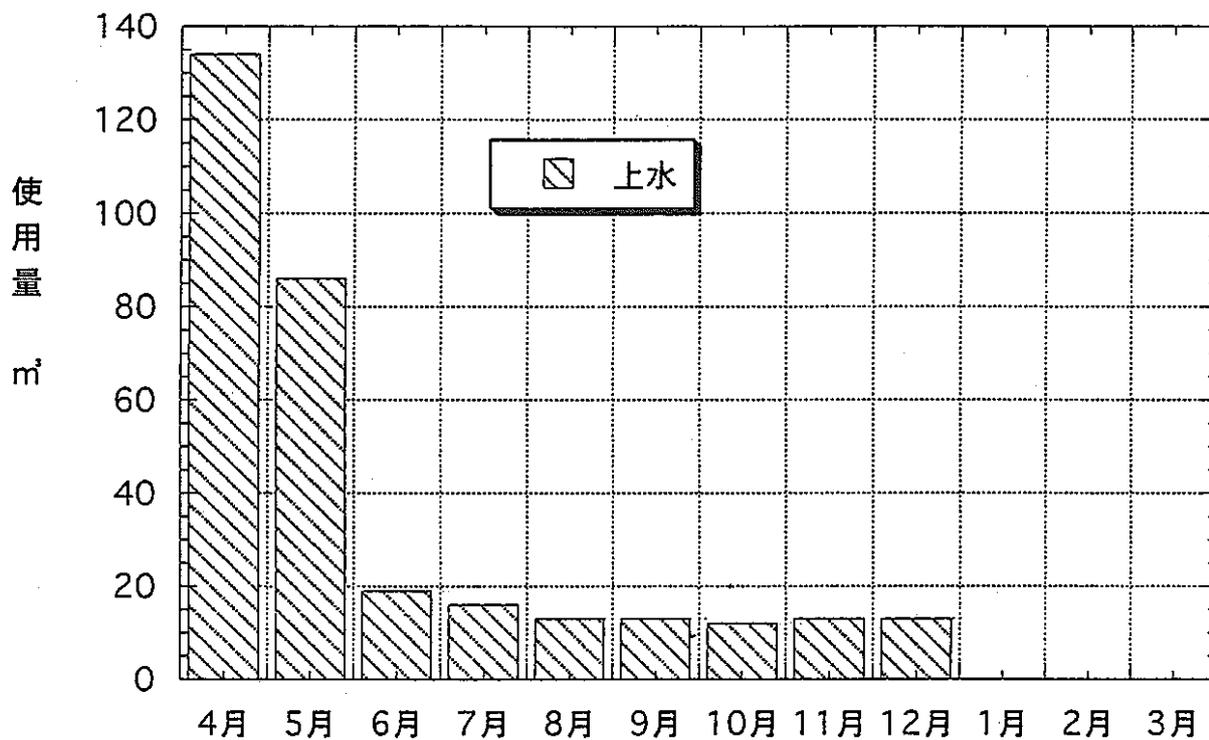


図5-1-3-4 B棟月別ユーティリティ使用実績 (1/2) (平成7年度)

(万Kwh)

月	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月	計
電気	1.1	1.1	1.0	1.1	1.0	1.0	1.2	1.1	1.0	1.0	1.1		

(万Kwh)

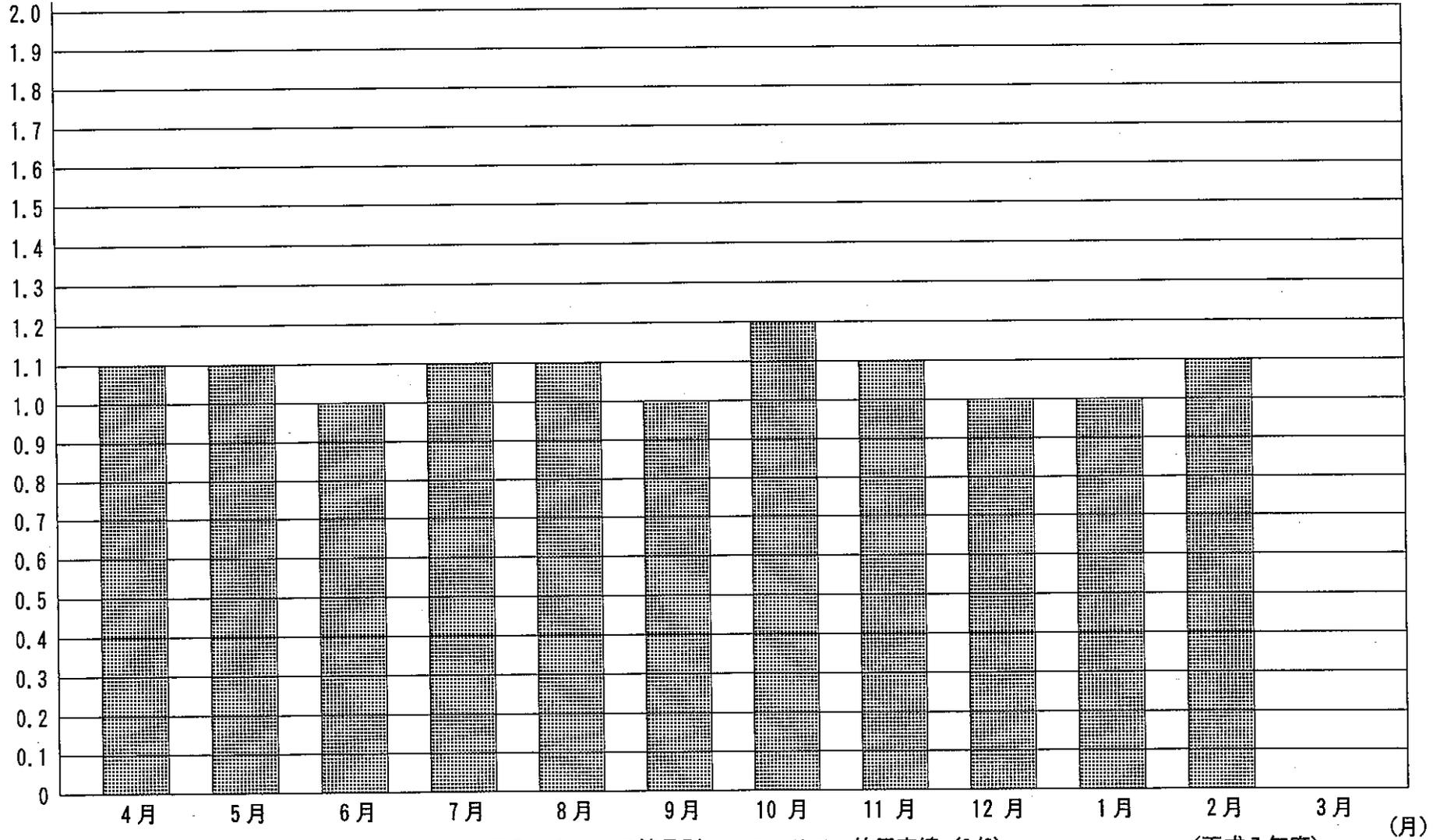


図5.1.3.4 B棟月別ユーティリティ使用実績 (2/2)

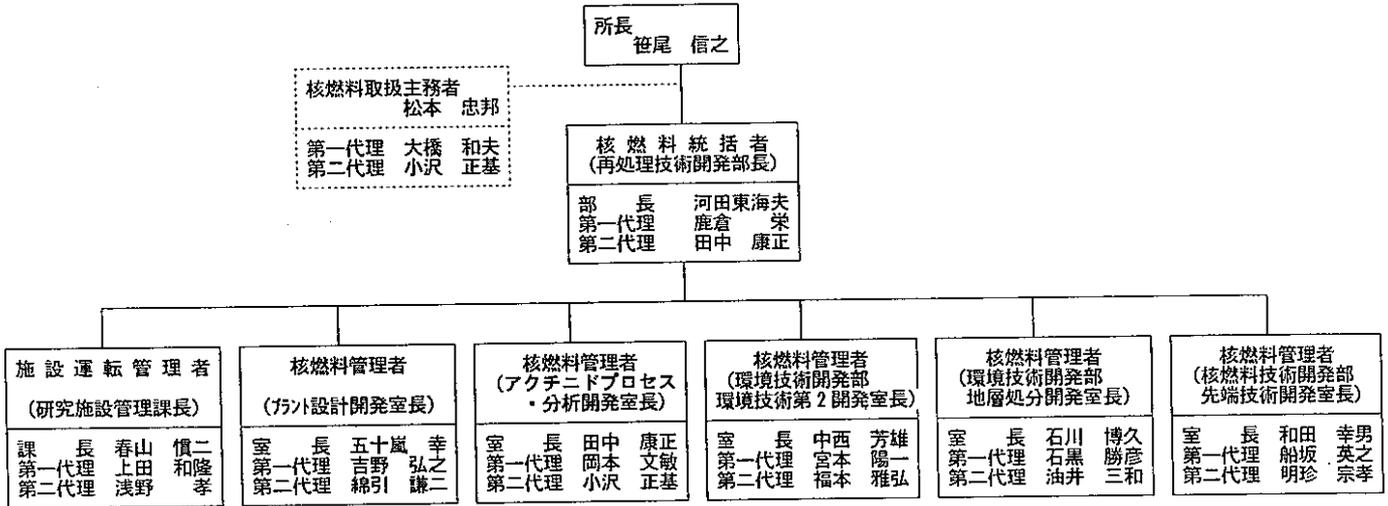
(平成7年度)

図5.1.3.5 平成7年度補修実績表

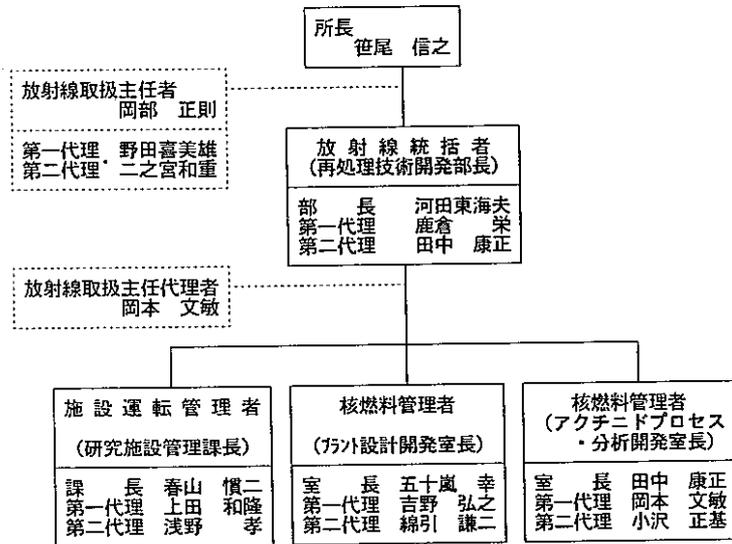
年 度	件 名	期 間
7	空調機冷水コイルの補修	7. 5. 29 ~ 7. 5. 31
7	ドア交換工事	7. 9. 25 ~ 7. 10. 12
7	空気式ガン操作機器等の更新	7. 12. 21 ~ 7. 12. 22
7	パッケージ用ダクトの保温材更新	8. 1. 13 ~ 8. 2. 13

- |                 |              |                        |
|-----------------|--------------|------------------------|
| ① 核燃料物質使用施設保安規定 | 5. 防火管理規則    | 9. 高圧ガス製造施設危害予防規程（一般）  |
| ② 放射線障害予防規定     | ⑥ 防火管理組織     | 10. 高圧ガス製造施設危害予防規程（冷凍） |
| 3. 東海事業所放射線保安規則 | ⑦ 安全衛生管理規則   | ⑪ 電気工作物保安規程            |
| ④ 防護活動措置規則      | ⑧ 化学薬品取扱管理組織 | ⑫ 危険物災害予防規程            |

1. 核燃料物質使用施設保安規定



2. 放射線障害予防規定



4. 防護活動措置規則

- 第一代理者 鹿倉 栄  
第二代理者 吉野 弘之  
第三代理者 田中 康正

施設名 (室名) 組織等名称	B棟 アクチニドプロセス・分析開発室
班 長	田中 康正
第一代理者	岡本 文敏
第二代理者	小沢 正基
第三代理者	岡部 次男

6. 防火管理組織

施設防火 統括者	施設名	施設防火 管理者	施設防火 責任者	所掌場所等
河田東海夫	B棟	田中 康正	檜山 敬	B棟全域（下記を除く）
		春山 慎二	上田 和隆	排気室, R1排気室
		三宮 都一	菊池 明夫	発電室

7. 安全衛生管理規則

- 安全衛生統括者 河田 東海夫  
安全主任者 岡部 正則  
部衛生管理者 檜山 敬

組織等名称	アクチニドプロセス・分析開発室
安全衛生管理者	田中 康正

図5.1.3.6 B棟 保安管理体制図 (1/2) (平成7年度)

8. 化学薬品取扱管理組織

再処理技術開発部長 河田 東海夫

組織等名称	707-7070t2・分析開発室
課室長	田中康正
薬品管理責任者	檜山 敬
薬品管理担当者	檜山 敬

11. 電気工作物保安規定

組織等名称	707-7070t2・分析開発室
課室長	田中康正
電気従事者	篠崎忠宏

12. 危険物災害予防規定

組織等名称	707-7070t2・分析開発室
再処理 技術開発部長	河田 東海夫
危険物保安監督者 " 代理	都築清次 檜山 敬
課室長	707-7070t2・分析開発室 田中康正
危険物取扱者 第4類少量未満 危険物担当者	檜山 敬 檜山 敬

図5.1.3.6 B棟 保安管理体制図 (2 / 2) (平成7年度)

## 5.2 教育訓練等の実施状況

平成7年度に実施した室員に対する教育は、室内教育、事業所内教育、外部研修の3形態である。

AAS 内部の研修状況を表5.2.2に示す。

表5.5.1 内部教育の実施状況（平成7年度）

4月	CPF 放射線業務従事者指定教育（1人） A棟・B棟放射線業務従事者指定教育（1人） A棟・B棟・CPF 放射線業務従事者指定教育（6人） CPF 新規配属者の教育（業務実習）（1人） 新規配属者への業務概要等教育（1人） 新規制定マニュアルの周知教育 放射性物質取り扱い基本動作マニュアル（A棟編）の教育
5月	平成7年度品質保証活動計画書の周知 A棟放射線業務従事者指定教育 B棟放射線業務従事者指定教育 CPF 放射線業務従事者指定教育 A棟・B棟・CPF（A系）放射線業務従事者就業中保安再教育 特殊放射線作業（S2）に係わる事前教育
6月	プロセス監視装置用ファイバーの交換作業（CA-4セル）説明会 セル内ITV 性能試験作業の事前教育 身体汚染の除去教育 A・B棟合同作業事故訓練（A棟編） 経年変化の評価手法勉強会 A棟及びB棟の放射線業務従事者に対する保安教育
7月	経年変化に関する評価手法の勉強会 経年変化に関する評価手法の事例研究 内部被ばく放射線防護教育
8月	要領マニュアル類の見直し整備 電気保安教育

9月	グローブポート用気密コネクタの交換作業 高レベル廃棄物缶搬出入作業事前教育 CPF 放射線業務従事者に対する品質保証教育 CPF 放射線業務従事者に対する品質保証教育 管理区域内作業における基本動作教育（B棟編）
10月	CPF インセルクレーンの補修工事に関する事前教育 新規制定マニュアルの周知教育 新規制定マニュアルの周知教育 A・B棟合同作業事故訓練（B棟編） 除染試験用物品搬出入作業事前教育 半面マスクの装着方法に関する教育 不適合・再発防止に係わる教育
11月	新規作製マニュアルの教育
12月	基本動作マニュアルの教育（CPF編）
1月	A・B棟合同火災事故訓練（A棟編） 化学物質安全取り扱い教育

## 品質保証教育・訓練実施状況

7カチンドプロセス・分析開発室

月	実施日	実施教育・訓練名	実施内容
4月	4/4	CPF放射線業務従事者指定教育(1人)	・ CPF施設別教育
	4/6~4/7	A棟・B棟放射線業務従事者指定教育(1人)	・ A棟施設別教育 ・ B棟施設別教育
	4/6~4/7	A棟・B棟・CPF放射線業務従事者指定教育(6人)	・ A棟施設別教育 ・ B棟施設別教育 ・ CPF施設別教育
	4/8~4/18	CPF新規配属者の教育(業務実習)(1人)	・ CPFの業務概要紹介(施設の業務内容) ・ 保安教育(CPF従事者教育) ・ 分析方法の概要及びマニュアル教育 ・ CPF施設見学 ・ 分析実習( $\gamma$ 核種分析, $\alpha$ 核種分析, 酸の分析, 放射能分析, ウランの分析, プルトニウムの分析, 元素分析)
	4/4~4/10	新規配属者への業務概要等教育(1人)	・ グループ概要説明 ・ 分析室G, Bでの試験計画 ・ ピューレックス高度化試験 ・ 湿式分離試験 ・ CPF保安, 保全 ・ CPF運転マニュアル
	4/25	新規制定マニュアルの周知教育	・ トングマニユプレータ用ブーツの交換作業
	4/27	放射性物質取り扱い基本動作マニュアル(A棟編)の教育	・ 新規制定された基本動作マニュアル(A棟編)
5月	5/9	平成7年度品質保証活動計画書の周知	・ 平成7年度再処理技術開発部関連施設品質保証活動計画書及び品質保証活動計画に対する主な作業
	5/8~5/9	A棟放射線業務従事者指定教育	・ A棟施設別教育
	5/8~5/9	B棟放射線業務従事者指定教育	・ B棟施設別教育
	5/8~5/9	CPF放射線業務従事者指定教育	・ CPF施設別教育
	5/11	A棟・B棟・CPF(A系)放射線業務従事者就業中保安再教育	・ 保安規定, 放射線障害予防規定 ・ 管理区域内の基本動作教育(A棟編) ・ 施設の保安設備等 ・ 放射線防護 ・ 異常時の措置等 ・ 作業の放射線管理 ・ 放射性同位元素の取り扱い
	5/26	特殊放射線作業(S2)に係わる事前教育	・ 作業目的及び作業概要 ・ 作業手順及び安全確保

## 品質保証教育・訓練実施状況

フキニドプロセス・分析開発室

月	実施日	実施教育・訓練名	実施内容
6月	6/15	フキニド監視装置用ケーブルの交換作業 (CA-4セル)説明会	<ul style="list-style-type: none"> <li>計画書(作業手順)の説明</li> <li>注意事項の確認</li> </ul>
	6/15	セル内ITV性能試験作業の事前教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>ITV性能試験の作業手順</li> <li>安全作業のための事前評価</li> </ul>
	6/16	身体汚染の除去教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>身体汚染</li> <li>身体汚染の種類</li> <li>身体汚染時の応急措置</li> <li>身体汚染時の行動</li> <li>皮膚汚染の除去方法</li> </ul>
	6/20	A・B棟合同作業事故訓練(A棟編)	<ul style="list-style-type: none"> <li>皮膚汚染発生時の処置</li> <li>通報連絡</li> </ul>
	6/30	経年変化の評価手法勉強会	<ul style="list-style-type: none"> <li>経年変化の「劣化度合いの統一的評価手法について」(経年変化設備診断手法)</li> </ul>
	6/30	A棟及びB棟の放射線業務従事者に対する保安教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>組織名の変更及び管理区域内における基本動作等(A棟編)</li> <li>組織名の変更及び所要の見直し(引火性液体)(B棟編)</li> </ul>
7月	7/10	経年変化に関する評価手法の勉強会	<ul style="list-style-type: none"> <li>経年変化に関する評価手法について</li> </ul>
	7/10~7/31	経年変化に関する評価手法の事例研究	<ul style="list-style-type: none"> <li>経年変化対応評価手法のAAS所掌の設備への適用性検討</li> </ul>
	7/20	内部被ばく放射線防護教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>サーベメータの基本的な取り扱い</li> <li>半面マスクの基本的な取り扱い</li> </ul>
8月	8/1~	要領マニュアル類の見直し整備	<ul style="list-style-type: none"> <li>作業中断時の措置</li> <li>頻度の少ない定型作業に係わる要領マニュアル類でチェック項目を付加するもの</li> <li>内部被ばくの可能性を有する作業</li> <li>その他見直しが必要なもの</li> </ul>
	8/21~8/31	電気保安教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>電気配線資料教育</li> <li>電気保安ビデオ教育</li> </ul>
9月	9/6	グローブポート用気密コネクタの交換作業	<ul style="list-style-type: none"> <li>グローブポート用気密コネクタの交換作業マニュアルの内容読み合わせ</li> <li>モックアップ訓練</li> </ul>
	9/11	高レベル廃棄物缶搬出入作業事前教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>作業概要及び実施体制</li> <li>作業要領及び注意事項</li> </ul>
	9/25	CPF放射線業務従事者に対する品質保証教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>施設の概要</li> <li>事故時の措置、行動</li> <li>出入管理</li> <li>放射線測定器類の取り扱い方法</li> <li>防護具の装脱着</li> </ul>

## 品質保証教育・訓練実施状況

7カチンドプロセス・分析開発室

月	実施日	実施教育・訓練名	実施内容
9月	9/27	AAS地震発生時の時間外通報連絡訓練	<ul style="list-style-type: none"> <li>地震発生時のAASにおける時間外通報連絡</li> </ul>
	9/27	CPF放射線業務従事者に対する品質保証教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>施設の概要</li> <li>事故時の措置, 行動</li> <li>出入管理</li> <li>放射線測定器類の取り扱い方法</li> <li>防護具の装脱着</li> </ul>
	9/29	管理区域内作業における基本動作教育 (B棟編)	<ul style="list-style-type: none"> <li>管理区域内作業の遵守事項</li> <li>放射性廃棄物の取り扱い</li> <li>作業マニュアルの作成, 登録</li> </ul>
10月	10/3	CPFインセルクレーンの補修工事に関する事前教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>作業内容</li> <li>使用防護具, 装備</li> <li>作業手順</li> <li>廃棄物管理, 保安上の措置</li> <li>異常時の措置</li> </ul>
	10/4	新規制定マニュアルの周知教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>新規制定の蛍光X線分析作業及びガス分析作業について, 関係者への周知教育</li> </ul>
	10/23	A・B棟合同作業事故訓練 (B棟編)	<ul style="list-style-type: none"> <li>鼻腔洗浄教育</li> <li>職場防護班編成について</li> </ul>
	10/23	除染試験用物品搬出入作業事前教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>作業概要</li> <li>作業手順及び注意事項</li> </ul>
	10/23	半面マスクの装着方法に関する教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>半面マスクの装着方法について</li> </ul>
	10/31	不適合・再発防止に係わる教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>目的</li> <li>管理</li> <li>対策</li> <li>報告書</li> </ul>
11月	11/8	新規作製マニュアルの教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>質量分析計用真空ゲージ交換作業の読み合わせ及び操作手順の周知教育。</li> </ul>
12月	12/26	基本動作マニュアルの教育 (CPF編)	<ul style="list-style-type: none"> <li>放射線作業の遵守事項</li> <li>安全作業のルール</li> <li>異常時の対応</li> </ul>
1月	1/29	A・B棟合同火災事故訓練 (A棟編)	<ul style="list-style-type: none"> <li>火災発生時の初期消火活動</li> <li>通報連絡</li> <li>応援の要請</li> </ul>
	1/29	化学物質安全取り扱い教育	<ul style="list-style-type: none"> <li>アルカリ金属の取り扱い</li> <li>アルカリ金属の物理的性質</li> <li>アルカリ金属の反応熱</li> </ul>



の部分が平成7年度品質保証年間教育訓練計画書の該当箇所

## 6. その 他

### 6.1 業務改善提案

平成7年度の業務改善提案は、全部で84件であった。上期、下期の状況は以下の通りであった。

#### ① 上期

提案件数；49件

特賞；CMPO混合溶媒を用いた三価アクチニドと希土類元素の分離方法の提案

(駒 義和、渡部 雅之)

銀賞；低廃液型フローセルの考案

(篠崎 忠宏、鈴木 眞司)

#### ② 下期

提案件数；34件

金賞；FBR 再処理溶解液中の $^{129}\text{I}$ 分析方法の改善

(篠崎 忠宏、菅沼 隆)

金賞；HAW 中のPu元素分析方法の考案

(柴 正憲、船越 智雅)

## 6.2 社外委員会等の状況

### 1) 核燃料施設安全性研究会

兼職者；田中

主催：日本原子力研究所

委員長：金川 名大名誉教授

目的：再処理施設における放射性核種がプロセス内の限定された区域に閉じ込められるとともに適切な廃棄物処理によって、環境への放出される放射性核種の量は、安全評価値に対して十分に小さいことを主としてNUCEFでの試験により実証する。本件は科学技術庁からの委託研究として実施する。

会合：第6回 東京 平成7年7月3日

第7回 東京 平成7年12月5日

第8回 東京 平成8年3月19日

### 2) 再処理技術高度化調査第1部会(委員)

兼職者；小沢

主催：通商産業省

事務局：(財)産業創造研究所

主査：富安 東工大教授

目的：再処理設備高度化調査の一環として、廃棄物発生量低減化技術に資することを目的に、化学吸着法を適用した廃液処理工程の高度化、劣化溶媒再生工程の高度化(Salt-Free化)及び低温・低酸濃度下における溶解特性等のデータ取得を行い、当該法の実用化について審議する。

会合：第1回 東京 平成7年7月10日

第2回 東京 平成7年12月8日

### 3) 原子エネルギーシステム研究委員会

兼職者；小沢

主催：中部原子力学会

主査：仁科 名大教授

講演：題目「アクチニド分離」

内容：PUREX法のSalt-Free化、TRUBEX法によるHLW中のアクチニド分離とフローシート  
の高度化、新機能配位子による核種分離研究の動向等、講演。

開催：第16回東京 平成7年7月13日

### 4) 再処理技術高度化調査第3部会(委員)

兼職者；小沢

主催：通商産業省

事務局：日本原燃(株)

主査：松本 埼玉大教授

目的：再処理設備高度化調査の一環として、高効率溶媒抽出プロセスの成立に資することを目的に、円環型パルスカラムを用いた実規模試験によるウラン抽出特性等のデータ取得を行い、共除染工程へ高効率フローシート条件を採用した場合の再処理工程での主要核種挙動及び除染効率を評価し、フローシート条件の最適化を図る。

会合：第1回六カ所村 平成7年7月20, 21日 六カ所建設サイト見学, 中間報告会  
第2回東京 平成7年12月11日 中間報告会  
第3回東京 平成8年2月20日 最終報告会

#### 5) 次世代燃料研究専門委員会

兼職者；小沢

主催：日本原子力学会

主査：古屋 九大教授

講演：題目「アクチニドの分離研究」

内容：PUREX法のSalt-Free化, TRUEX法によるHLW中のアクチニド分離とフローシートの高度化, 新機能配位子による核種分離研究の動向等, 講演。

開催：第14回東京 平成7年7月25日

講演：題目「GLOBAL'95 報告 燃料関係」

内容：GLOBAL'95 国際会議における燃料・再処理関係での特筆すべき研究成果, 今後の動向を左右すると考えられる重要研究をピックアップして紹介。

開催：第16回東京大学工学部 平成7年11月16日

#### 6) 消滅処理工学研究専門委員会(委員)

兼職者；小沢

主催：日本原子力学会

主査：向山武彦氏(原研)

目的：HLW管理技術としての消滅処理の新たな進展に関する調査と検討, アクチニドリサイクル及び軽水炉MOX燃料利用に伴うマイナーアクチニド消滅処理に関する技術的可能性や燃料サイクルへの影響等の課題について調査, 検討する。

会合：第2回 東京 平成7年10月3日

(議事内容) PT法の地層処分に与える影響, GLOBAL'95 参加報告, その他

#### 7) シンポジウム 東北大学素材工学研究所第4回研究懇談会(非常勤講師)

兼職者；小沢

主催：東北大学素材工学研究所

代表 : 秋葉 東北大教授

主題 : 湿式分離技術の原子力・素材プロセスにおける展開

講演 : 題目「再処理分離技術の高度化」

内容 : PUREX法のSalt-Free化, TRUEX 法によるHLW 中のアクチニド分離とフローシート  
の高度化, 新機能配位子による核種分離研究の動向等, 講演。

開催 : 東北大学工学部 平成7年11月8～10日

8) シンポジウム アクチニドの化学と工学専門研究会(委員)

兼職者;小沢

代表 : 森山 京都大教授

講演 : 題目「再処理分離技術の高度化—アクチニド分離の進展—」

内容 : in-Situ 電気化学プロセスによるPUREX 法のSalt-Free 化, 核種分離機能の高  
度化, CMPO抽出挙動, TRUEX 法によるHLW 中のアクチニド分離とフローシート  
の高度化, 新機能配位子による核種分離研究の現状, 今後の動向等, 講演。

開催 : 京都大学原子炉実験所 平成7年11月20～22日

9) NUCEF セミナー

兼職者;小沢

主催 : 日本原子力研究所 NUCEF

講演 : 題目「二座配位型抽出剤によるアクチニド分離」

内容 : HLW 中のアクチニド分離法としてのTRUEX 法の進展, DIAMEX法との予備的な比  
較研究(予定)

開催 : 原研東海 平成8年2月23日

10) 群分離・消滅処理研究委員会

兼職者;岡本

主催者;日本原子力研究所

部会長;梅澤 日本アイソトープ協会アイソトープ部長

目的 ; 群分離・消滅処理研究開発に関する事項について討議する。

会合 ; 第1回 原研本部

群分離プロセスの研究開発、高度化再処理プロセスの研究開発、新抽出剤の研究  
開発、窒化物の熔融塩電解に関する研究開発についてこれまでの開発成果と  
今後の研究計画について議論した。

11) イオン交換法検討委員会

兼職者;駒

主催者;(財)産業創造研究所

部会長;高島洋一(産創研)

目的 ; 東京電力、関西電力の委託に基づいて産創研が実施している「再処理工場へのイオン交換法適用可能性 (Phase-II)」について、研究内容等を審議する。

会合 ; 第5回 東京 平成7年6月16日

第6回 東京 平成7年11月16日

12) 新湿式法再処理システム技術検討委員会

兼職者 ; 駒

主催者 ; (財) 産業創造研究所

部会長 ; 高島洋一 (産創研)

目的 ; 科学技術庁の委託に基づいて産創研が実施している「新湿式再処理システム技術開発」研究について、研究内容等を審議する。

会合 ; 第1回 東京 平成8年1月30日

第2回 東京 平成8年3月25日

13) JNFL分析業務の省力化に関する(その2)WG委員会

兼職者 ; 菅沼

事務局 ; 株式会社 ペスコ

部会長 ; 鈴木篤之 東京大学教授

目的 ; JNFL再処理工場における分析業務の合理化、省力化に資することを目的に分析項目、分析頻度の合理化、分析装置の保守方法、保守頻度の合理化、並びにオンライン、インライン化の予備的検討を行い、省力化の総合評価を行う。

会合 ; 第3回WG委員会 平成7年4月14日 (東京)

第2回委員会/第4回WG委員会 平成7年6月5日 (東京)

(合同委員会)

第5回WG委員会 平成7年9月21日 (東京)

技術打合せ 平成7年12月27日 (東京)

第6回WG委員会 平成8年2月29日 (東京)

14) 保証措置分析業務の効率化開発委員会

兼職者 ; 檜山

事務局 ; 核物質管理センター

部会長 ; 山本忠史 大阪大学教授

目的 ; 核燃料施設からの収去試料の効率的かつ合理的な新しい分析システムの開発

① 保障措置分析業務の試料標準化システムの開発

② 大型再処理施設用オンサイト保障措置分析システムの技術調査

会合 ; 第1回委員会 平成7年11月2日 (東京)

第2回委員会 平成8年3月4日 (東京)

### 6.3 対外協力

#### 1) 核種分離に関する第5回PNC/CEA専門家会議

内容 : 1994年6月～1995年6月間のPNC及びCEAにおける核種分離研究の進展をレビュー, また今回は分離消滅のシステム解析及び溶融塩分離法についても追加討議。以上をCEA本部にて総括。CNAMにて大環状化合物を用いた再処理, 核種分離法について討議。

参加者 : 小沢, 野村 (以上AAS), 山村 (核サ部), 五十嵐 (再開部), 塩月 (大洗)

開催 : CEA(フランス・アビニョン), CNAM(Le Conservatoire National des Arts et Metiers 通称パリ工芸大学), パリ事務所 平成7年6月12～16日

報告書: PNC ZNR600 95-805X PNC/CEA(FC)-P009

#### 2) 核種分離に関する第1回動燃/原研情報交換会議

内容 : HLW中の核種分離研究及び新抽出剤の研究開発について両研究機関より最新の研究成果と研究計画が示された。また今後の協力の進め方について議論。

参加者: AAS 核種分離関係者及びプロセス化学研, 群分離研関係者

開催 : 東海事業所 再処理技術開発部 平成7年12月7日

報告書: PNC ZN8410 96-219

## 7. 参考資料

- 7.1 アクチニドプロセス・分析開発室の主要構成員の変遷
- 7.2 アクチニドプロセス・分析開発室における平成7年度成果物一覧

組織名 年度 役職: 7名	プロセス・分析開発室 (PAS)						7名: プロセス・分析 開発室 (AAS)
	平成元年度	平成2年度	平成3年度	平成4年度	平成5年度	平成6年度	平成7年度
部長	← 林		10/1	大西		河田	
部長代理	← 大西	武田(宏)		河田		鹿倉	
室長	← 大西	富樫					田中
室長代理	10/1	岡本					
担当役			← 大内		10/1		
				7/1	小沢		園部
F再分析試験	← 山本	根本(慎)	滑川	7/1	根本(慎)		
湿式核種分離試験			← 根本(慎)				
分析技術開発	← 大内	10/1	加藤木	岡本	10/1	青瀬	
CPF分析	← 岡本	10/1	菅沼				
分析技術・支援	← 菅沼	10/1	大内		根本(昌)	10/1	
				10/1	檜山		
CPF改造設計・工事						7/1	園部

1. プロセス技術開発 (外部発表資料)

No	資料コード	標 題	発表年月日	報告先機関	執筆者氏名
①	<投稿論文>	・大環状化合物の化学と核種分離技術への応用	1995年6月	動燃技報94号	野村 和則 小沢 正基 田中 康正 富樫 昭夫
①	<外部口頭発表>	・高レベル廃液からのTRU元素の湿式分離研究(XII) ～三価アクチニド/希土類分離フローシート構成と硝酸逆抽出工程～	1995年10月	日本原子力学会秋の年会	駒 義和
②		・高レベル廃液からのTRU元素の湿式分離研究(XIII) ～DTPA-HNO <sub>3</sub> 溶液による三価アクチニドの選択的逆抽出～	1995年10月	日本原子力学会秋の年会	渡部 雅之
③		・高レベル廃液からのTRU元素の湿式分離研究(XIII) ～実液を用いた三価アクチニドと希土類元素の分離試験(1)～	1996年3月	日本原子力学会春の年会	渡部 雅之
④		・高レベル廃液からのTRU元素の湿式分離研究(XIV) ～実液を用いた三価アクチニドと希土類元素の分離試験(2)～	1996年3月	日本原子力学会春の年会	駒 義和
⑤		・マイナーアクチニドの分離について	1995年7月	原子力エネルギーシステム 研究委員会(第16回)	小沢 正基
⑥		・アクチニドの分離研究	1995年7月	次世代燃料研究専門委員会	小沢 正基
⑦		・Enhancing Actinides Separation by Consolidated PUREX and TRUEX Process Intensified by Salt-Free Requisite	1995年9月	International Conference on Evaluation of Nuclear Fuel Cycle Systems	小沢 正基 平野 弘康 駒 義和 田中 康正 河田 東海夫
⑧		・PUREX プロセスにおけるNpの共抽出に関する研究	1995年10月	日本原子力学会秋の年会	根本 慎一
⑨		・再処理分離技術の高度化	1995年11月	東北大学 素材研 研究懇談会	小沢 正基

1. プロセス技術開発（外部発表資料）

No	資料コード	標 題	発表年月日	報告先機関	執筆者氏名
⑩		・ GLOBAL '95 報告 ～燃料関係について～	1995年11月	次世代燃料研究専門委員会	小沢 正基
⑪		・ 再処理分離技術の高度化 ～アクチニド分離の進展～	1995年11月	77fnd 元素の化学と工学 専門研究会	小沢 正基
⑫		・ Study of Lanthanide(III) Nitrate Complexes in CMPO/TBP Syztems by Nuclear Magnetic Resonance	1995年11月	溶媒抽出討論会（第14回）	佐野 雄一 小沢 正基 岡本 文敏 田中 康正
⑬		・ 二座配位型抽出剤による高レベル廃液の核種分離	1996年2月	NUCEF セミナー	小沢 正基

1. プロセス技術開発 (社内登録資料)

No	資料コード	標 題	発表年月日	報告先機関	執筆者氏名
①	ZN8410 95-193	・CMPOを用いた溶媒抽出による三価アクチニドとランタニドの分離(2)	1995年 6 月		駒 義和 渡 雅之 部 慎一 根 慎一 本 正基 小 正敏 沢 文敏 岡 康正 本 康正 田 康正
②	ZN8410 95-387	・CMPOを用いた溶媒抽出による三価アクチニドとランタニドの分離(3)	1995年11月		駒 義和 渡 雅之 部 慎一 根 慎一 本 正基 小 正敏 沢 文敏 岡 康正 本 康正 田 康正
③	ZN8410 95-	・CMPOを用いた溶媒抽出による三価アクチニドとランタニドの分離(5)	1996年		駒 義和 渡 雅之 部 慎一 根 慎一 本 正基 小 正敏 沢 文敏 岡 康正 本 康正 田 康正
④	ZN8410 95-286	・クラウンエーテルによる金属イオンの溶媒抽出 ランタニドの分離(2)	1995年11月		野村 和則 根 慎一 本 正基 小 正敏 沢 文敏 岡 康正 本 康正 田 康正
⑤	ZNR600 95-805X PNC/CEA(FC)-P009	・高レベル廃液中のアクチニド元素の湿式分離に関するPNC /CEA技術協力	1995年 7 月		野村 和則 塩 正雄 月 正基 小 正敏 沢 文敏 五十嵐 康正 山 幸修 村 修

1. プロセス技術開発（社内登録資料）

No	資料コード	標 題	発表年月日	報告先機関	執筆者氏名
⑥	TN8410 95-320	・再処理分離技術の高度化 ～アクチニド分離の進展～	1995年11月		小沢 正基
⑦	PN8440 96-003 PNC/CEA(FC)-P010	・高レベル廃液中のアクチニド元素の湿式分離に関するPNC /CEA技術協力 ～第一フェーズ（1991年～1995年）における協力の総括と 今後～	1996年2月		小沢 正基
⑧	ZN8410 95-112 PNC/CEA(FC)-P006	・CMPO, Diamide の比較評価研究	1995年5月		柴田 淳広 P.Y. Cordier 稲田 達夫 根本 慎一 小沢 正基 岡本 文敏 田中 康正
⑨	ZNR410 95-805Z	・再処理プロセス高度化に関する研究	1995年5月		根本 慎一 駒 義和 坂井 敏幸 阿部 吉隆 柴田 淳広 岡本 文敏 田中 康正

PNC TN8410 96-284

2. 共通基盤技術開発 (社内登録資料)

No	資料コード	標 題	発表年月日	報 告 先 機 関	執 筆 者 氏 名
①	<内部報告書> ZN8410 95-010	オフガス中の <sup>14</sup> Cの分析法開発(Ⅱ) -ガスクロマトグラフ質量分析による基礎試験-	1995年 4月		茨目 幸雄、檜山 敬 岡本 文敏、富樫 昭夫
②	ZN8440 95-060	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 コールド試験-	1995年 4月		佐野 雄一、三浦 幸一 新井 健太郎、青瀬 晋一 富樫 昭夫
③	PN8840 95-026	平成7年度東海事業所研究開発等成果報告会 7月期資料集(分析計装技術)	1995年 8月		三浦 幸一、佐野 雄一 他
④	ZN8410 95-238	レーザーサンプリングによる固体試料のICP 発光分析法の開発	1995年 8月		寺田 誠二、斉藤 和則 菅沼 隆、青瀬 晋一 岡本 文敏、田中 康正
⑤	ZN8410 95-313	NMRによるCMPO/TBP系における ランタニド錯体の構造解析	1995年10月		佐野 雄一、狩野 純一 青瀬 晋一、岡本 文敏 田中 康正
⑥	ZN8410 96-018	高レベル放射性廃液中の微量Pu元素分析法 -陰イオン交換分離-αスペクトロメトリーの 適用検討-	1995年11月		柴 正憲、船越 智雅 市毛 良明、菅沼 隆 岡本 文敏、田中 康正

2. 共通基盤技術開発 (外部発表資料)

No	資料コード	標 題	発表年月日	報 告 先 機 関	執 筆 者 氏 名
①	<投稿論文>	Study of Lanthanide (III) Nitrate Complexes in CMPO/TBP systems by Nuclear Magnetic Resonance	1995年11月	Solvent Extraction Research & Development, Japan	佐野 雄一、小沢 正基 岡本 文敏、田中 康正
①	<口頭発表>	再処理施設における分析技術に関する研究-放射性固体試料を対象としたICP発光分光分析技術の研究-	1995年11月	第7回安全研究成果発表会	青瀬 晋一
②					
③		NMRによるCMPO/TBP系におけるランタニド錯体の構造解析	1996年 3月	日本原子力学会 春の年会	佐野 雄一、青瀬 晋一 岡本 文敏、田中 康正
④		FBR燃料溶解液中の <sup>129</sup> I分析法の開発(2)	1996年 3月	日本原子力学会 春の年会	篠崎 忠宏、菅沼 隆 岡本 文敏、田中 康正