

## 原因究明のための運転状況調査

—アスファルト固化処理施設火災爆発事故の  
原因究明・再発防止に関する報告（4／7）—

1998年2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。

〒319-1194 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

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technology Management Section, Tokai Works, Power Reactor and Nuclear Fuel  
Development Corporation 4-33, Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki,  
319-1194, Japan

© 動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development  
Corporation) 1998

## 原因究明のための運転状況調査

### －アスファルト固化処理施設火災爆発事故の 原因究明・再発防止に関する報告（4/7）－

アスファルト固化処理施設火災・爆発事故原因究明・再発防止対策班

山内 孝道, 藤田 秀人<sup>1)</sup>, 小林 健太郎<sup>2)</sup>,  
北嶋 卓史<sup>3)</sup>, 黒沢 明<sup>4)</sup>, 佐藤 嘉彦<sup>5)</sup>,  
林 直美<sup>6)</sup>

#### 要 旨

平成9年3月11日10時6分頃、アスファルト固化処理施設のアスファルト充てん室においてアスファルト固化体を充てんしたドラムから火災が発生した。さらに、同日20時4分頃、同施設内で爆発が発生した。

この火災・爆発事故の原因を究明し事故の再発を防止するために、アスファルト固化処理施設火災・爆発事故原因究明・再発防止対策班が設置され、事故発生時の状況や事故当時の運転操作などの調査及び分析・試験を実施し、その結果を科学技術庁が設置した「東海再処理施設アスファルト固化処理施設における火災爆発事故調査委員会」へ提出すると伴に、自らの火災・爆発事故の原因究明及び再発防止対策に資した。

本報告書は、アスファルト固化処理施設の火災・爆発事故の原因究明及び再発防止対策のために、アスファルト固化処理施設の運転状況について調査した結果をまとめたものである。

- 
- 1) 建設工務管理室
  - 2) 再処理工場工務部技術課
  - 3) 建設工務管理室
  - 4) 再処理工場工務部分析課
  - 5) 安全管理部安全技術課
  - 6) 技術開発推進部研究開発調整室

## Investigation of operating condition

### —The report for Investigation of Bituminization Demonstration Facility Incident(4/7)—

Investigation Group for Bituminization Demonstration Facility incident

Takamichi Yamanouchi, Hideto Fujita\*, Kentaro Kobayashi\*\*,  
Takafumi Kitajima\*, Akira Kurosawa\*\*\*, Yoshihiko Sato\*\*\*\*,  
Naomi Hayashi\*\*\*\*\*

#### abstract

The fire and explosion incident occurred at the Bituminization Demonstration Facility of the Tokai Reprocessing Plant on march 11th, 1997. For investigation of Bituminization Demonstration Facility Incident and prevention relapse, Investigation Group for Bituminization Demonstration Facility Incident was set up. It has been investigated the situation at the time of incident was occurred. The result of investigated was presented for Science and Technology Agency. This report is arranged the result of investigated the situation for investigation and prevention relapse.

---

\* Construction and maintenance office

\*\* Technical service division maintenance section

\*\*\* Technical service division analysis section

\*\*\*\* Health and safety division safety technology development section

\*\*\*\*\* Technology development co-ordination division research and development co-ordination section

## 目 次

1. はじめに .....	1
2. 原因究明のための運転状況調査 .....	2
2. 1 事故発生当時の運転状況 .....	2
2. 1. 1 廃液受入、調整工程 .....	2
2. 1. 2 脱水混合工程 .....	3
2. 1. 3 充てん工程 .....	4
2. 1. 4 換気設備 .....	5
3. 運転記録、計測制御系記録の施設からの回収 .....	10
3. 1 施設内からの記録類の回収方法 .....	10
3. 2 回収したエクストルーダの運転記録類 .....	11
3. 3 回収した施設運転記録類 .....	13
3. 4 回収したその他の記録類 .....	14
4. 試料採取及び分析結果 .....	18
4. 1 試料採取 .....	18
4. 2 分析方法及び結果 .....	23
4. 3 熱分析結果 .....	141
4. 3. 1 目的 .....	141
4. 3. 2 主な測定試料 .....	141
4. 3. 3 主な測定結果 .....	142
4. 3. 4 熱分析のまとめ .....	143
5. 謝辞 .....	186

## 1. はじめに

平成9年3月11日10時6分頃、アスファルト固化処理施設のアスファルト充てん室においてアスファルト固化体を充てんしたドラムから火災が発生した。さらに、同日20時4分頃、同施設内で爆発が発生した。

火災爆発事故の原因究明のためには事故発生当時の運転状況及び比較のために過去の運転状況を明確にすることが重要である。このため、アスファルト固化処理施設火災・爆発事故原因究明・再発防止対策班では、事故直後から運転員への聞き取り調査及び計測制御設備の記録紙や運転日誌などの運転記録の調査を実施するとともに、供給廃液やアスファルト固化体などの試料採取、分析を計画して順次実施してきた。

## 2. 原因究明のための運転状況調査

### 2.1 事故発生当時の運転状況

火災爆発事故を起こした97-M46-1キャンペーンは、以下に示す三つのことを目的に平成9年2月7日から実施された。

- ①廃棄物処理場（以下、AAFという。）の低放射性濃縮廃液貯槽（331V11）内の下段のスチームジェットから送られる液の量を多くしてその影響を調査する。
- ②施設内での槽間液移送時のプルトニウムの移動量を調査する。
- ③廃液供給量を低減した場合のアスファルト固化体の減容率を調査する。

#### 2.1.1 廃液受入、調整工程

キャンペーン計画作成当初は、廃棄物処理場(AAF)の低放射性濃縮廃液貯槽(331V10,11)からの廃液を2月中旬及び3月中旬に受け入れる予定であったが、低放射性濃縮廃液貯槽の液移送機器の不調が判明し、キャンペーン計画を変更して、上記の低放射性濃縮廃液貯槽(331V10,11)からの廃液80m<sup>3</sup>と廃溶媒処理技術開発施設(以下、ST施設という)からのリン酸廃液2m<sup>3</sup>を第35バッチ終了後に受け入れることにした。

しかしながら、ST施設の蒸発缶の上流側にある廃液供給槽（V41）がほぼ満杯の状況であったため、蒸発缶の運転を行う必要があり、第29バッチ終了後の3月6日にST施設からのリン酸廃液約1m<sup>3</sup>を廃液受入貯槽(V21)に受け入れた。受入後、エアスパージングによる攪拌を約1時間40分行った後、分析試料を採取した。

なお、廃液受入貯槽(V21)は、平成8年9月30日から10月1日にかけてAAFからの低放射性濃縮廃液(MA廃液)を受け入れたのが最後であり、その量は331V10から43.5m<sup>3</sup>、331V11から19.5m<sup>3</sup>(合計63m<sup>3</sup>)であった。

また、第29バッチは、第28バッチと比較すると廃液調整時に硝酸を5ℓ、水酸化ナトリウムを25ℓ多く加えている。給液調整の際に添加する硝酸の量は、通常、廃液受入貯槽での分析結果から硝酸の添加量を定め、さらに、キャンペーン開始当初の数バッチの硝酸添加量から最適な添加量を決定しているが、第29バッチは廃液受入貯槽(V21)に新たにリン酸廃液約1m<sup>3</sup>を受け入れたにもかかわらず、第28バッチと同量の硝酸を添加したため、水酸化ナトリウム(NaOH)、硝酸(HNO<sub>3</sub>)による中和操作を繰り返したと考えられる。しかし、このような中和操作自体は今回のキャンペーンでも他の数バッチで実施しており、特異なものではない。

### 2.1.2 脱水混合工程（次章図3.2.2-1, 3.2.2-2参照）

今回のキャンペーンでは、廃液供給量を第1バッチ（2月7日）から第10バッチ（2月18日）までは $200 \text{ l/h}$ 、第11バッチ（2月19日）から第25バッチ（3月6日）までは $180 \text{ l/h}$ 、第26バッチ（3月6日）以降は $160 \text{ l/h}$ で運転しており、事故当時は第30バッチの処理運転を行っていた。

エクストルーダの温度については、第26バッチまではバッチの切り替え時にエクストルーダの運転を停止することによる温度下降が各ゾーンに見られ、また、ゾーン5にエクストルーダのオートドームクリーニングを作動させた時的小さな温度下降が見られるが、各ゾーンとも安定している。第27バッチ（3月7日）では、第26バッチまで $170\sim180^\circ\text{C}$ の範囲で安定していたゾーン7の温度が徐々に上がり始め、警報設定値の $190^\circ\text{C}$ を超えたため、ゾーン7の加熱用蒸気の供給を停止して冷却水による制御に切り替え、冷却水を通水することにより冷却し、第28バッチ（3月9日）についても途中まで手動又は自動によって冷却操作を行い、その後は通常運転に戻っている。

なお、エクストルーダの運転は事故が発生した3月11日の10時13分頃、ESD（Emergency Shut Down）を作動させて停止させているが、エクストルーダの温度記録紙には3月11日の火災・爆発時の温度も記録されており、3月11日の10時頃、ゾーン8の温度が急激に $260^\circ\text{C}$ まで上昇した後 $140^\circ\text{C}$ まで下降し、再び $160^\circ\text{C}$ まで上昇、その後 $100^\circ\text{C}$ まで下降している。11時から20時にかけてゾーン8の温度は $100^\circ\text{C}$ で安定しているが、17時頃 $110^\circ\text{C}$ まで上昇した小さなピークが見られる。3月11日の20時過ぎには、ゾーン8の温度が $100^\circ\text{C}$ から $70^\circ\text{C}$ 付近まで一旦下降した後、振り切れるほど上昇している。21時から22時にかけて $200^\circ\text{C}\sim300^\circ\text{C}$ 付近を上下し、22時過ぎに再び振り切れるほど急上昇している。この火災から爆発に至るゾーン8の温度変化は、火災によって温度が $260^\circ\text{C}$ まで急上昇したが、水噴霧によって急冷され、17時頃換気系の再起動操作によってアスファルト充てん室内の空気が多少流動したことにより室内の温度が変化したのではないかと推測される。20時以降は爆発によりアスファルト充てん室の遮蔽扉などが破損したことによって外気が室内に流入し一時的に室温が低下し、その後アスファルト固化体の燃焼によって温度が急上昇したのではないかと推測される。

エクストルーダのスクリューシャフトの回転トルクについては、奇数バッチと偶数バッチでトルクの波形が異なっているという点はあるが、第26バッチまでは $20\sim30\%$ の範囲でほぼ安定している。しかしながら、瞬間的に第14バッチではトルク値が55%まで、第22バッチではトルク値が62%まで上昇しNSD（Normal Shut Down）が作動した。

第27バッチの後半からトルク値は徐々に上昇し、第27バッチ終了時には30%

を超えるようになっている。トルクの上昇は第28バッチの途中まで続き、第28バッチでトルク値が53%, 55%となりNSDが作動している。その後、トルクは第30バッチまで30%前後で推移しているが、第29バッチではトルクのハンチングが他の奇数バッチ（第25バッチ、第27バッチ）と比較して大きく、25~35%の範囲でふれている。この第27バッチから第28バッチにかけてのトルクの上昇は前述の温度の上昇の時間とほぼ一致している。

さらに、第30バッチのスタート時にはトルクオーバー（114%）によりESDが作動し、再起動して運転を継続した。

なお、奇数バッチと偶数バッチでトルクの波形が異なっているのは、奇数バッチと偶数バッチでは反応槽からエクストルーダまでの廃液供給系統が異なるためではないかと推定されるが、確証は得られていない。

### 2.1.3 充てん工程

アスファルト混合物の充てん状況については、第28バッチ以降アスファルト混合物がエクストルーダからドラムへの流下時に跳ねを上げるようになり、柔らかくなつたという運転員の観察結果が報告されている。この現象は第30バッチ（火災発生時）まで続き、ドラム上面の養生シート（アルミガラスクロス製）に転々としみが付いており、第29バッチでは約50%充てん時にドラム内壁にアスファルト混合物が飛び散っているのが観察されている。また、第28バッチからターンテーブル上の充てん中のドラム(特にドラム容量の85%までの充てん中)より白い水蒸気のようなものが出ており、第29, 30バッチは通常よりもかなり多めに、かつ長時間立ち昇っていたのが観察されている。このような事象は過去に記録はない。なお、85~100%充てん時間が、通常20分程度かかっていたが第28バッチの後半から10分程度になっていた。これは、ドラム中のアスファルト混合物の表面がガスの発生により膨潤し100%のレベルまで早く上昇してきたことによると考えられ、充てん量そのものは減少していたと思われる。

また、第29バッチでは、充てん時はアスファルト混合物は柔らかかったが、100%充てん終了後は表面が硬くなつていたことが確認されている。充てん後、アスファルト混合物がドラム開口部付近までドーム状に盛り上がつたものもあつたが、コンベア上にしばらく放置しておくと、通常のアスファルト固化体と同様に窪んでいたことが観察されている（通常、アスファルト固化体からのガスの抜けや熱収縮により約20~30ℓの窪みが生じる）。

事故当日の午前8時頃にセル内のアスファルト固化体の状態を遮蔽窓(M312)から作業員が観察したが、見える範囲内のコンベア上のアスファルト固化体の表面は通常と同じ窪みが生じており、特段の異常は認められなかつたことが報告されている。また、10時少し前にエクストルーダのゾーン4の温度を下げたらトルクが安定した印象であり、この時ターンテーブル上に異常は認められて

いない。

火災事故直前は、第30バッチの5本目のドラム（ドラムNo.30104）にアスファルト混合物を充てん中であり、充てん開始から約1時間15分経過後、火災が発生し、ドラムには約50%のアスファルト混合物が充てんされている状態であった。

運転員からの報告に基づいた火災発生前のアスファルト充てん室内のドラム配置を図2.1.3-1に示す。

また、表2.1.3-1に上述の第27バッチから第30バッチにかけての工程の特徴をまとめて示す。

なお、エクストルーダは火災発生直後にESDを作動させて停止しているが、ESDを作動させた場合、エクストルーダの排出管（ゾーン8）の弁は開いた状態であり、この状態はエクストルーダの電源を3月14日に切るまで継続していた。

#### 2.1.4 換気設備

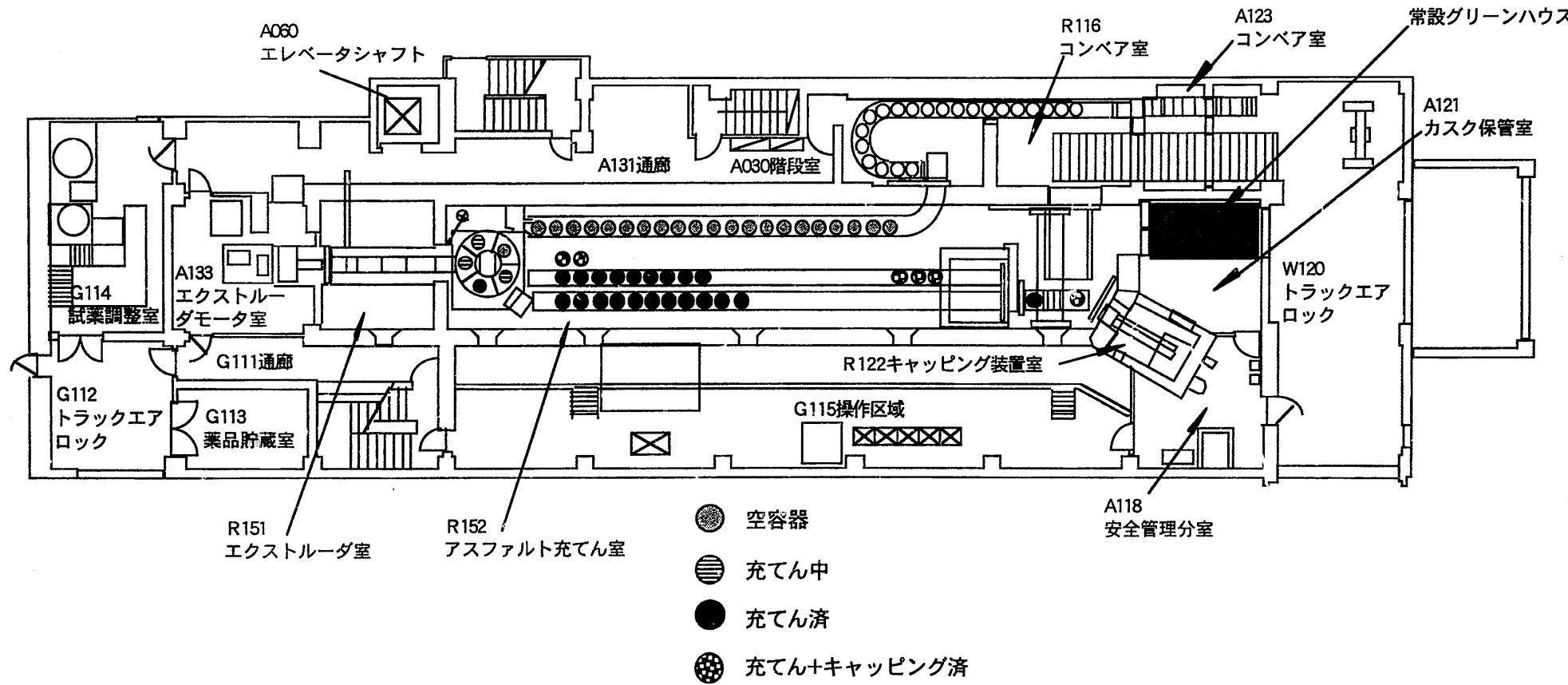
建家換気設備及びセル換気設備については、火災発生前までは正常に運転されており、火災発生から6分後に換気系異常警報が吹鳴し、さらに12分後にセル換気系の排風機の出口ダンパが閉となり建家換気系の送風機及び排風機が各々1基のみ運転する制限運転となっていることを確認している。このため、火災発生から17分後に、建家換気系の送風機、排風機及びセル換気系の排風機を停止させて、セル換気系の排風機の再起動を試みたが、再起動しなかつたため、建家換気系及びセル換気系の送排風機の運転を停止した。さらに火災発生から約7時間経過した17時頃、建家及びセル換気系の再起動を試み、一旦、セル換気系の排風機が起動したため、建家換気系の排風機を起動させたが、すぐにセル換気系排風機の出口ダンパが閉となったため、建家換気系及びセル換気系の排風機を停止させている。

一方、槽類換気設備は3月14日まで運転されており、風量は仮設の風量記録計（FX）から3月11日の10時頃までは $120\sim140\text{m}^3/\text{h}$ であり、その後、3月11日の20時頃まで $75\sim100\text{m}^3/\text{h}$ であった。20時以降については記録されていない（図2.1.4-1参照）。

槽類換気系からの排気は、セル換気系の排気と合流した後、第一付属排気筒から排出されるが、セル換気系のフィルタは目詰まりして排気されていなかつたと考えられることから、槽類換気系からの上記風量は、セル換気系排気ダクトを通じて各セルへ逆流していたと考えられ、各セルのリーク率にもよるが、アスファルト充てん室には $30\sim40\text{m}^3/\text{h}$ 、多く見積もると $90\text{m}^3/\text{h}$ 程度が逆流していたと考えられる。（図2.1.4-2参照）

表 2.1.3-1 第 27 バッチから第 30 バッチの特徴

バッチ No.	27	28	29	30
充填時の硬さ	普通又は柔らかめ	柔らかめ又は柔らかい	柔らかめ又は柔らかい	柔らかい
泡の出方	普通	普通又はやや多め	極めて多い	極めて多い
水蒸気のようなものの発生	少ない	普通又はやや多め	激しく発生	激しく発生
アスファルト固化体表面の状態	普通	やや硬い（養生シートは簡単にアスファルト固化体内に挿入できた）	硬い殻のような感じ（養生シートを挿入するのに苦労）	硬い殻のような感じ（養生シートを挿入するのに苦労）



注) コンベア上のドラムの配置は運転記録などに基づくものであるが、アスファルト充てん室内に立ち入り、ドラムNo.を確認しなければ最終的には確定しない。

図2.1.3-1 事故直前のアスファルト充てん室及びその周辺の状況

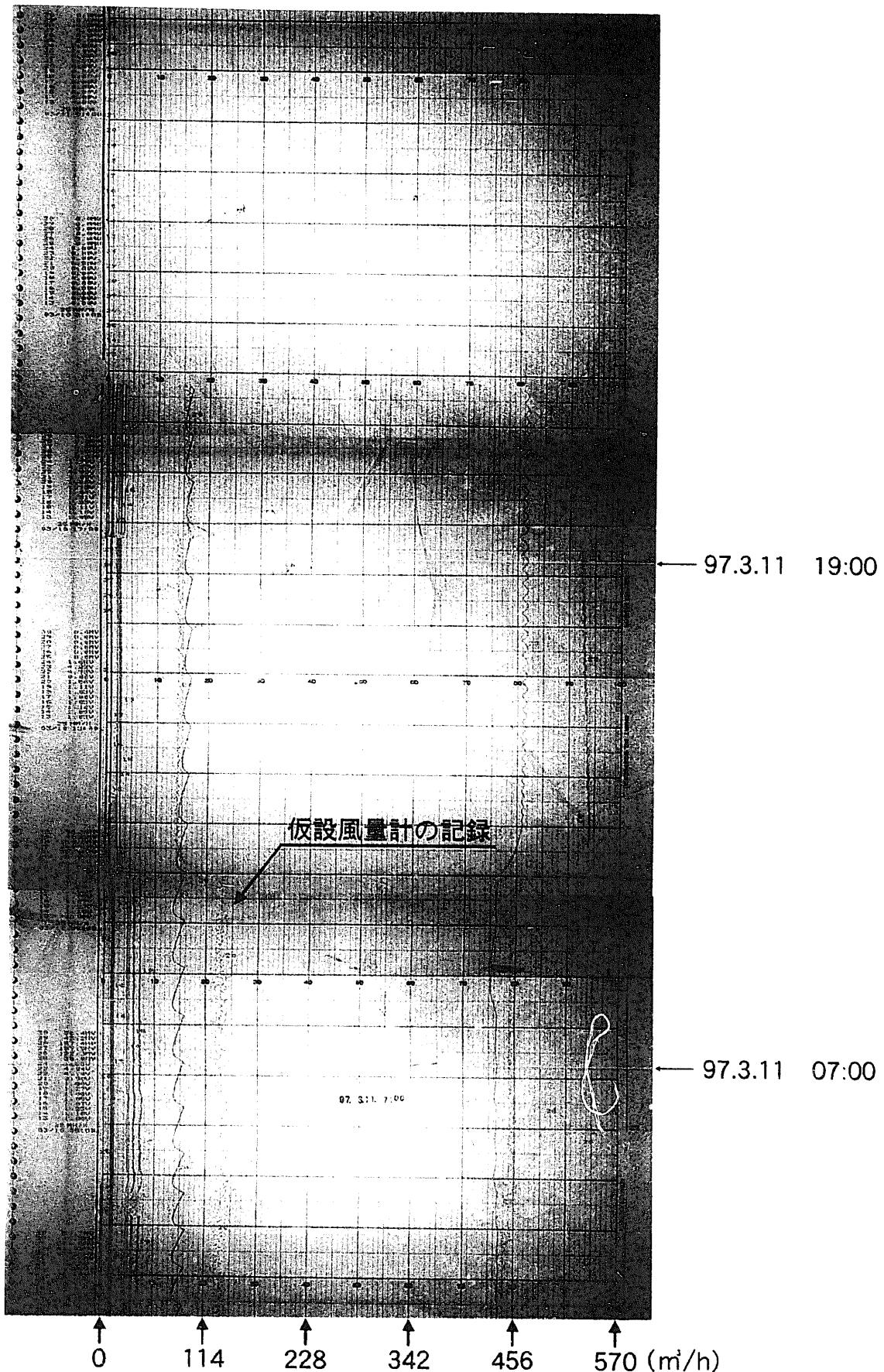


図2.1.4-1 仮設風量計の記録

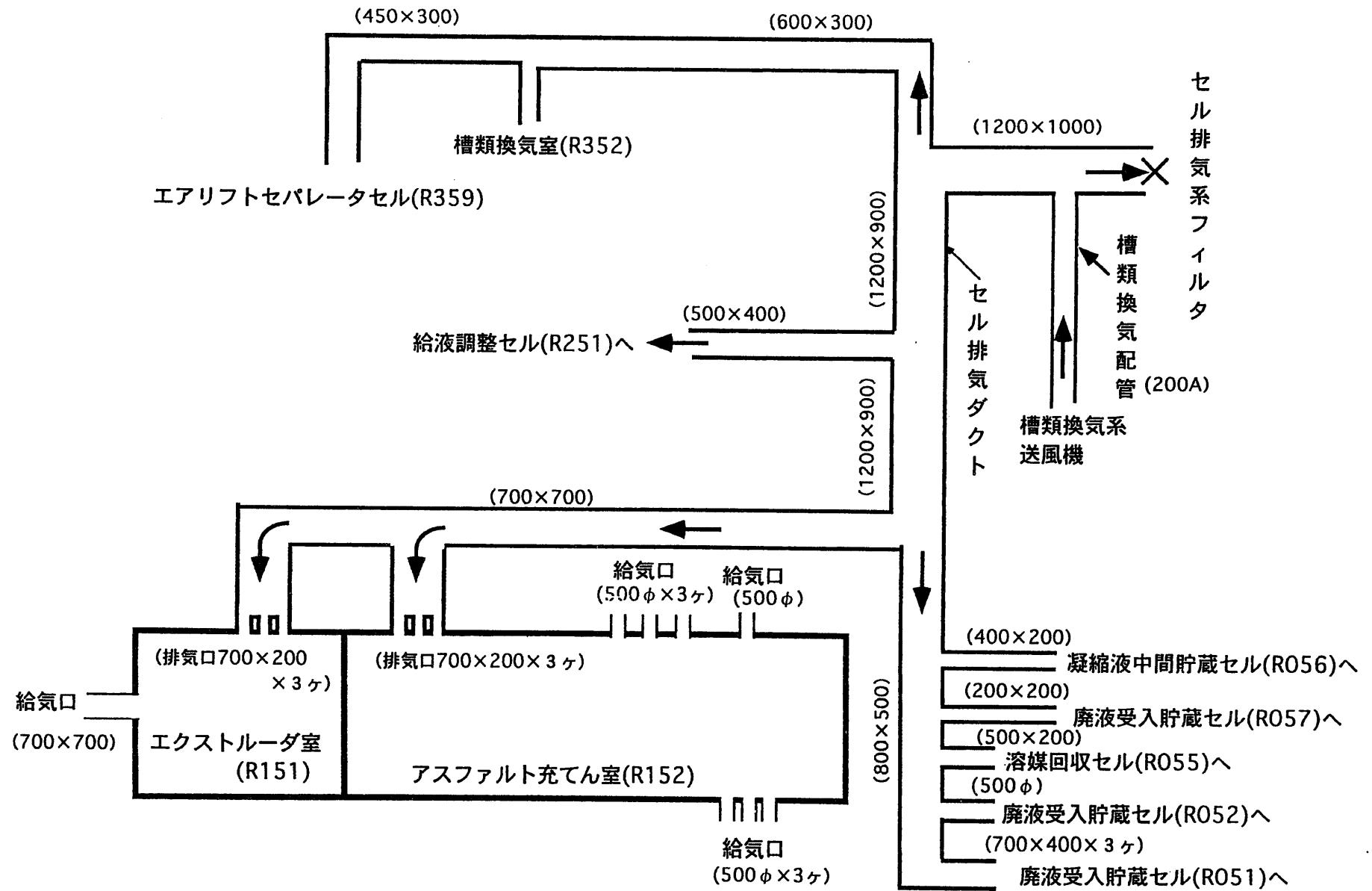


図2.1.4-2 逆流排気フロー概念図

注: () はダクトの寸法を示す (単位mm)

### 3. 運転記録、計測制御系記録の施設からの回収

火災爆発の原因究明に必要となる事故当時の施設の運転記録は、運転員が記録する帳票類、日誌等のほか、計測制御系の記録（記録計の記録紙）があるが、その多くが施設内の制御室（G218）、事務室（G219）及び操作区域（G115）に残されていた。

また、計測制御系の記録（記録紙）については、過去約1年分が事務室に保管されていた。事故原因の究明及び事故後の施設の状態を推定するために必要となる主な運転記録及び計測制御系の記録には以下のものがあり、施設内に残された記録の確認を行うため、除染場（管理区域）へ運搬（回収）し、写真撮影を行うこととした。

#### (1) エクストルーダの運転記録

エクストルーダの運転状況を示す記録類には、運転員が記入する日誌（エクストルーダ引継帳）、ドラム充填記録、エクストルーダ運転データシート等のほか、計測制御系の記録としてエクストルーダ本体各ゾーンの温度記録、スクリューシャフト回転用電動機のトルク（電流値）・回転数記録、エクストルーダ加熱蒸気調節弁開度記録等の重要度の高いものがある。

#### (2) 施設運転記録

エクストルーダ以外の設備に係る運転記録類には、廃液調整系の日誌、データシート、各貯槽の液面計、密度計、温度計等の記録がある。

#### (3) その他の記録

事故前後の施設の状態を推定できる可能性のある記録類としては、排出管（充填中のドラム近傍）のガス検知器、建家換気系の風量計及びNOxモニタがある。

## 3.1 施設内からの記録類の回収方法

#### (1) 施設内に事故後も残されていた記録類の回収方法

制御室、事務室及び操作区域に残された記録類のうち、重要度の高いものの回収方法は以下のとおりである。

- ① 制御室その他に入域し、目的の記録類の捜索を行う。
- ② 目的の記録類を確認後、ビニール袋に梱包し、科学技術庁の常駐担当官の確認（サイン）を得る。
- ③ ビニール袋をさらに梱包、養生し、アスファルト固化処理施設から搬出する。
- ④ 搬出した記録類を除染場に搬入する。

## (2) 施設外に飛散した記録類の回収方法

施設外に飛散した記録類は、不燃物との仕分けがされて6本のドラム（低放射性固体廃棄物用）に収納され、第一低放射性固体廃棄物貯蔵場に保管されていた。この6本のドラムからの記録類の回収は環境施設部に依頼して行い、その方法は以下のとおりである。

- ① ドラムを第一低放射性固体廃棄物貯蔵場から第二アスファルト固化体貯蔵施設に運搬し、フォークリフト保守室（A135）に搬入する。
- ② ドラムを開缶し、ビニール袋に収納されている記録類をさらにビニール袋に収納し、予備セル（R054）に移動する。
- ③ 予備セル内でビニール袋を開封し、目的の記録類の検索を行う。
- ④ 目的の記録類を確認後、ビニール袋に梱包し、第二アスファルト固化体貯蔵施設から搬出する。
- ⑤ 搬出した記録類を除染場に搬入する。

## (3) 回収した記録類の写真撮影と整理の方法

除染場に搬入した記録類は、 $\gamma$ 除染室（A1207）に常設しているパネルハウスに搬入し、写真撮影を行う。写真撮影が完了した記録類は表3.1-1に示すとおりである。写真の撮影枚数は21,330枚である。

撮影した写真については、写真集としてアルバム（撮影順及び記録毎）に整理するとともにPhotoCDに書き込みを行った後データベース化した。また、一部の記録については写真のつなぎ合わせを行うとともに、必要に応じて事故調査委員会への提出を行った。

写真撮影済みの記録（写真撮影が不要であると判断したものを含む）については、環境施設部に返還した（現在は、第二アスファルト固化体貯蔵施設の管理区域内で保管管理している）。

## 3.2 回収したエクストルーダの運転記録類

### (1) エクストルーダ引継帳

施設内から5冊を回収した。記録期間は、平成7年3月26日から平成9年3月11日までである。この引継帳には、運転員の氏名、運転操作時刻、申し送り事項等が記入されている。

### (2) ドラム充填記録

施設内から5枚（ドラムNo.30101～30105）、施設外に飛散した記録類を収納したドラムから23枚（ドラムNo.30042,30043, 30080～30100）を回収した。

### (3) エクストルーダ運転データシート

施設内から事故当日分1枚を回収した。

(4) 固化体充填ドラム記録、固化体充填作業日誌

固化体充填ドラム記録は、施設内から15枚（平成9年2月7日～3月11日）を回収した。また、固化体充填作業日誌は、施設内から92枚（平成9年2月7日～3月11日）を回収した。

固化体充填ドラム記録には、ドラムNo.毎にキャンペーンバッチ番号、充填経過（充填時間）、キャッシング経過（ピュアビチューメン充填時間、注入前後の固化体重量等）搬出日等が記入されている。

固化体充填作業日誌は、各直毎に1枚作成されるもので、運転員の氏名のほか、主にキャッシング経過について記入されている。

(5) エクストルーダ関係の温度等の測定データ

施設内から15枚（97-M46-1キャンペーン）を回収した。これは、運転員が1日6回記入するデータシートで、ドーム（凝縮器）温度、冷却水温度、各ゾーン温度等が記入されている。

(6) エクストルーダ本体各ゾーンの温度記録

エクストルーダの温度記録計は2台（ゾーン1～4及びゾーン5～8）あり、その記録紙については、事故当日分を含めて施設内に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、ゾーン1～4については平成8年3月22日～平成9年3月11日、ゾーン5～8については平成8年3月29日～平成9年3月11日である。

事故時の運転（97-M46-1キャンペーン）の第27バッチは、ゾーン7の温度が高めに推移し、途中からは断続的に加熱を停止して冷却水を供給する状態が続いた。第28バッチも温度が高い状態が続いた。

また、ゾーン8の温度は、火災時に約170℃であったものが約1時間後には約100℃にまで下降し、その状態で安定していたが、爆発直後から約2時間半にわたって200℃以上（二度にわたって400℃を超えた状態があった）の状態が続いていた。

(7) エクストルーダのトルク・回転数

エクストルーダのトルク・回転数の記録計については、事故当日分を含めて施設内に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、平成8年3月26日～平成9年3月11日である。

(8) エクストルーダ加熱蒸気調節弁開度

エクストルーダの加熱蒸気調節弁開度の記録計は、制御室入口近くに倒れていた計器盤に設置されており、環境施設部がこの計器盤を起こす作業に同行して記録紙の回収を行った。この記録紙についても、事故当日分を含めて施設内に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、平成8年5月30日～平成9年3月11日である。

### (9) 充填中のドラムの超音波式液面計

充填中のドラムの超音波式液面計の記録計は、操作区域（G115）に設置されており、事故当日分を含めて施設内（保管場所は操作区域）に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、平成8年3月12日～平成9年3月11日である。

通常の充填中は、ほぼ直線的に指示値が上昇するものが、第29バッチ（第28バッチの後半から）以降では不自然な変動（充填中に一時的に指示値が急上昇したり、勾配が一時的に緩くなったりしている）をしていることがわかった。充填中にドラムの内容物が膨張・収縮を繰り返すような現象は考えられず、液面計のセンサに外乱を与える現象が発生しているものと考えられる。これについては、充填操作を行っていた運転員の証言等から、排出管から流下したアスファルトの跳ね上がりやドラムから発生した水蒸気が外乱となっていた可能性がある。

## 3.3 回収した施設運転記録類

### (1) 運転日誌

平成9年3月分（3月1日～3月11日）を施設内から回収した。この日誌には、運転員の氏名のほか、槽類換気、エクストルーダ、廃液調整、サンプリング、輸送及び貯蔵、メカ関係（キャッピング）、実施作業及び引継ぎ事項についての簡単な記載がある。

### (2) 前処理系の運転日誌

施設内から2冊を回収した。記録期間は、平成7年3月13日から平成9年3月11日までである。この日誌には、運転員の氏名のほか、廃液移送、廃液調整（試薬添加量）、サンプリングについての記載がある。

### (3) 廃液調整系データシート

施設内から7枚（第4バッチ、第5バッチ、第10バッチ、第30バッチ、第31バッチ、第32バッチ、第33バッチ）を回収した。

### (4) 廃液受入貯槽、反応槽、供給槽等の液面計、密度計、温度計

各貯槽の液面計、密度計、温度計等については、事故当日分を含めて施設内に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、それぞれ約1年分である。

### (5) 給液調整時の廃液の水素イオン濃度計、蒸気圧縮機温度計

事故当日分を含めて施設内に保管されていたものを全て回収した。記録期間は、それぞれ約1年分である。

### 3.4 回収したその他の記録類

#### (1) ガス検知器

事故当日の記録が含まれている記録紙は回収した。火災発生の約2時間後から爆発直前までの約8時間にわたって指示値の上昇がみられる（最大値約6ppm）。しかし、火災後の現場調査において、サンプリング系のファンが停止していることが確認されており、この状態ではサンプリング配管のバルブが閉となる機構であるため、指示値が上昇していることは何ら意味をなさない。

#### (2) 建家換気系風量計

事故当日の記録が含まれている記録紙は回収した。火災発生後に、フィルタの目詰まり及びそれに伴った換気系の制限運転移行による風量変動がみられる。また、3月11日17時頃に行った排風機の手動起動に伴う風量変動及び爆発時のものと思われるスパイクがみられる。

#### (3) NOxモニタ

事故当日の記録が含まれている記録紙は回収した。火災発生直後にNOx濃度が急上昇している（100ppm以上）のがみられる。また、SOx濃度等についても上昇がみられる。

NOxモニタは、ダクト内の排気をサンプリングする系統であること及び1時間毎にモニタ周囲の空気により校正を行う機構であることから、換気停止中及び爆発後の指示変動、指示値については信頼できるものではない。

表3.1-1 回収した記録類一覧

(1/3)

ファイル No.	記録名称	Tag No.	記録期間
1,2	エクストルーダ温度計(Zone 1~4)	A21 TR40.13,40.23,40.32,40.42	平成8年3月22日~平成9年3月11日
3,4	エクストルーダ温度計(Zone 5~8)	A21 TR40.52,40.62,40.73,40.82	平成8年3月29日~平成9年3月11日
5~7	エクストルーダトルク・回転数記録計	A21 SpiROW <sup>+</sup> 40.1,ZIROW <sup>-</sup> 40.1	平成8年3月26日~平成9年3月11日
8~10	蒸気弁開度記録計	(仮設計器)	平成8年5月30日~平成9年3月11日
11	ゾーン8内部温度記録計	(仮設計器)	平成8年3月28日~平成9年3月11日
12,13	ガス検知器	A21 AR10	平成8年4月12日~平成9年3月11日
14,15	NOxモニタ	A07 ZRA07	平成8年3月2日~平成9年3月11日
16~18	供給槽(V33)密度・液面計	A12 DR33,LR33.1	平成8年3月30日~平成9年3月11日
19~21	反応槽(V30,31)・供給槽(V32,33)温度計	A12 TRA <sup>±</sup> 30.1,31.1,32.1,33.1	平成8年3月29日~平成9年3月11日
22~24	廃液受入貯槽(V20,21)密度・液面計	A12 DR20,LR20.1,DR21,LR21.1	平成8年3月22日~平成9年3月11日
25~27	供給槽(V32)密度・液面計	A12 DR32,LR32.1	平成8年3月22日~平成9年3月11日
28~30	反応槽(V31)密度・液面計	A12 DR31,LR31.1	平成8年3月18日~平成9年3月11日
31~33	反応槽(V30)密度・液面計	A12 DR30,LR30.1	平成8年3月18日~平成9年3月11日
34~36	中間貯槽(V22)・凝縮液貯槽(V23)液面計	A11 LR22.1,23.1	平成8年3月16日~平成9年3月11日
37~39	低放射性廃液中間貯槽(V24)密度・液面計	A11 DR24,LR24.1	平成8年3月15日~平成9年3月11日
40~42	廃液受入貯槽(V21)温度計	A12 TR21.1,21.2,21.3	平成8年3月22日~平成9年3月11日
43~45	低放射性廃液中間貯槽(V25)密度・液面計	A11 DR25,LR25.1	平成8年3月18日~平成9年3月11日
46~48	溶媒回収蒸発缶(E42)温度・液面計	A21 TR42,LR42.1	平成8年3月31日~平成9年3月11日
49~51	エアリフトセパレータ(D34,35)流量計	A12 FR34.1,35.1	平成8年3月15日~平成9年3月11日

表3.1-1 回収した記録類一覧

(2/3)

ファイル No.	記録名稱	Tag No.	記録期間
52~54	エアリフトセパレータ(D34,35)液面調節計	A12 LIC34,35	平成8年3月24日～平成9年3月8日
55~57	中間貯槽(V50)密度・液面計	A45 DR50,LR50.1	平成8年3月19日～平成9年3月11日
58~60	洗浄塔(T51)圧力調節計	A45 PRC51	平成8年3月20日～平成9年3月11日
61~63	洗浄塔(T51)差圧計	A45 dPR51.1	平成8年3月24日～平成9年3月11日
64~66	水素イオン濃度測定槽(V309,319)pH計	A03 pHR30.21,31.21	平成8年3月22日～平成9年3月11日
67~69	水素イオン濃度測定槽(V408)pH計	A21 pH408	平成8年3月18日～平成9年3月11日
70~72	還水受槽(V70)液面計・蒸気圧縮機(K73)温度計	A82 LR70.1,A21 TR73	平成8年3月17日～平成9年3月11日
73~75	インラインモニタ(X119)・凝縮液貯槽(V23)・低放射性廃液中間貯槽(V24,25)放射線量計	A82 β γ R19.1,A11 γ R23.1,24.1,25.1	平成8年3月18日～平成9年3月11日
76~80	充填ドラムの超音波レベル計	A21 LO <sup>+</sup> 152.94,LA <sup>+</sup> 152.95	平成8年3月12日～平成9年3月11日
81~85	エクストルーダ引継帳		平成7年3月26日～平成9年3月11日
86	前処理系の日誌		平成7年3月13日～平成9年3月11日
87	送液伝票(V20,21)		(散乱していたため未確認)
88	送液伝票(V23,24,25)		(散乱していたため未確認)
89	固化体充填作業日誌		平成9年2月7日～平成9年3月11日
90	運転日誌		平成9年3月1日～平成9年3月11日
90	日常巡視点検記録		平成9年3月5日～平成9年3月11日
90	固化体充填ドラム記録		平成9年2月7日～平成9年3月11日
91	Z o n e 8 内部点検記録		平成8年4月23日～平成9年3月11日
91	A S P Gr連絡書(運転計画)		平成9年3月10日～平成9年3月11日

表3.1-1 回収した記録類一覧

(3/3)

ファイル No.	記録名称	Tag No.	記録期間
91	A S P Gr連絡書(前処理系)		昭和63年7月18日～平成9年3月11日
92	ドラム充填記録		ドラムNo.30101～30105
92	エクストルーダ関係の温度等の測定データ		平成9年2月7日～平成9年3月11日
92	エクストルーダ運転データシート		30B
92	廃液調整系データシート		4B,5B,10B,30B,31B,32B,33B
92	故障・不具合報告書		平成9年2月13日
92	建家換気系流量計	A07FRS001S	平成9年3月7日～平成9年3月11日
92	制御室内自記温湿度計		平成9年3月8日～平成9年3月11日
92	操業日報		平成9年3月5日～平成9年3月9日
92	固化体充填ドラム履歴表		平成9年3月5日～平成9年3月10日
92	アスファルト受入データシート		平成9年3月6日
92	週間空間線量率測定記録		平成9年3月6日
92	ドラム充填記録		ドラムNo.30042,30043,30080～30100

注) 記録計のチャートは、事故後も正常に記録を続けていたものも多いが、記録期間は平成9年3月11日までとした。

## 4 試料採取及び分析結果

アスファルト固化処理施設の火災爆発事故の原因究明を進めるため、同施設内で処理された濃縮廃液や試薬類、施設内に付着した煤及びアスファルト固化体等から得られる情報が不可欠である。対象となる試料としては、ST施設からのリン酸廃液(ST廃液)とAAFからの濃縮廃液、原料アスファルト、試薬類、固化処理対象廃液、アスファルト固化体、エクストルーダ内アスファルト混合物、施設内に付着した煤、換気系フィルタへの付着物等とした。

上記の試料について火災に至ったメカニズム、さらに消火後に爆発に至ったメカニズムを解明するため、必要な情報としては、試料の組成、性状及び熱的特性であり、また、火災爆発に伴う放射性物質の施設内、外への移行率評価の観点から、濃縮廃液、アスファルト固化体及び煤等に含まれる放射性能濃度等と考える。

一方、アスファルト固化処理施設は、火災爆発による施設、設備の破損により、上記試料のうち、原料アスファルト、試薬類、固化処理対象廃液、アスファルト固化体、煤、及び換気系フィルタ付着物の試料採取のための施設内への立ち入り作業が制限されたことから、最小限の試料に対する分析作業については可能な限り効率的に実施することとした。

試料採取、分析等に関する計画を図4-1に示す。

### 4.1 試料採取

#### (1) 廃溶媒処理技術開発施設(ST施設)からのリン酸廃液(ST廃液)

ST施設では、ST施設内の希釀剤洗浄槽(V47)から発生する炭酸ナトリウム廃液及び蒸発缶(E45)から発生するリン酸廃液を、一旦廃液中間貯槽(V43)に受けてから、アスファルト固化処理施設へ移送する。今回、97-M46-1キャンペーンで平成9年3月6日にアスファルト固化処理施設へ廃液を $1\text{m}^3$ 移送したのち、廃液中間貯槽(V43)には、希釀剤洗浄槽(V47)から $0.2\text{m}^3$ 、蒸発缶(E45)から $0.5\text{m}^3$ の合計 $0.7\text{m}^3$ を受け入れ、現在約 $7.7\text{m}^3$ 貯蔵している。

試料採取した廃液に関しては、前述のように平成9年3月6日の移送廃液と必ずしも同一ではないが、異物等の混入の有無を確認するために、この廃液の試料採取、分析を実施した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・ pH
- ・ Pu, U濃度
- ・ Total Salt濃度

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・T- $\alpha$
- ・TBP濃度

上記の項目は、通常時のルーチンとしても実施されている分析項目である。

また、以下の項目については、原因究明のため今回特別に追加した分析項目である。

- ・陰イオン濃度 ( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・全油分濃度
- ・DBP等濃度
- ・ドデカン濃度
- ・ $\text{NH}_4^+$ 濃度
- ・熱分析

廃液中間貯槽（V43）からの廃液の試料採取にあたっては、平成9年4月2日にアスファルト固化処理施設への送液ノズル（ノズル先端位置は槽底より約50mm）を使用してポンプによる槽内かくはん混合を約1時間行った後、サンプリングベンチより試料採取したが、さらにTBP濃度に関して、平成9年2月26日と平成9年4月2日との間の分析結果に差異を生じたことから、再度確認のため平成9年5月14日に試料を採取した。この場合、試料採取にあたっては、ポンプによる槽内かくはんを約1時間以上行い、出来る限り槽内を均一化させた後に実施したものと、槽内を静置させた状態から実施したものとを各々分析した。

## (2) 廃棄物処理場（AAF）の濃縮廃液

AAFの低放射性廃液第一蒸発缶内の濃縮廃液は、AAF内の3基の低放射性廃液濃縮廃液貯槽に貯蔵され、これらの貯槽からアスファルト固化処理施設の廃液受入貯槽（V21）に受け入れるようになっている。AAF内の3基の低放射性廃液濃縮廃液貯槽については、サンプリング設備はないが、原因究明のために4月5日、6日に蒸発缶内から直接採取した。蒸発缶では缶内液のかくはん機能がないため、試料採取時に必ずしも均一にならない可能性があるが、廃液受入貯槽（V21）に内蔵されている廃液と同じ系統の廃液という観点から分析した。（図4.1-1 参照）

分析項目は、以下のとおり。

- ・水酸イオン濃度
- ・Pu, U濃度
- ・ $\gamma$ スペクトル

上記の項目は、通常時のルーチンとしても実施されている分析項目である。

また、以下の項目については、原因究明のため今回特別に追加した分析項目である。

- ・熱分析
- ・陰イオン濃度 ( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・全油分濃度
- ・TBP, DBP等濃度
- ・ドデカン濃度
- ・ $\text{NH}_4^+$ 濃度
- ・ $T-\alpha$

なお、低放射性濃縮廃液貯槽内の廃液については、平成9年7月4, 7~9日に予備のサンプリングノズルからテフロンチューブを挿入し、当該貯槽内から試料採取した。

### (3) 原料アスファルト

アスファルト貯槽（V45）から供給される原料アスファルトについては、事故後加熱を停止したため、当該貯槽内及び供給配管内等で固まっているものと考えられた。

このため、アスファルト貯槽（A21V45）からポンプ（A21P452）を経由してエクストルーダへ供給する配管の一部から約3kg採取した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・熱分析
- ・陰イオン濃度( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・ $\text{NH}_4^+$ 濃度

さらに、試料採取時の汚染のないことを確認した上で、石油類特有の分析については、外部の第三者機関にも依頼した。

### (4) 試薬類

試薬類については、購入時の品質保証書の確認により適正なものであることは判断できるものと考えるが、アスファルト固化処理施設内に残存する調合済みの試薬類については、原因究明の観点から各試薬貯槽等から試料採取したものを分析した。

試料採取した試薬類に関しては、試薬濃度調整、異物混入の有無等を確認するため、試薬貯槽（V09, 11, 14, 16）から水酸化ナトリウム溶液、硝酸、フェロシアン化カリウム溶液、硫酸ニッケル溶液をそれぞれ採取し、分析を実施した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・試薬調整濃度
- ・金属元素（不純物）
- ・全油分濃度

#### (5) 換気系フィルタ付着物

セル換気系の排気フィルタへの付着物の採取を行い、付着物中に含まれる放射能濃度を測定することで放射能濃度の移行量推定をするとともに、化学形態を把握するため分析することとした。

換気系フィルタのうち、破損したプレフィルタ、及びHEPAフィルタについては、既に交換され、ビニル袋に入れてアスファルト固化処理施設内の排気フィルタ室（A336）に保管していたので、これらのうち、レッド排気系のフィルタ（F27）から採取した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・Total Salt濃度
- ・全油分濃度
- ・熱分析

#### (6) 煤

施設内の各所に付着している煤の付着状況を写真、ビデオ等で記録確認した上で試料採取を行い、煤中に含まれる放射能濃度を測定することで放射能濃度の移行量推定をするとともに、化学形態を把握するため分析することとした。

採取した試料に関しては、アスファルト充てん室（R152）付近で、かつ、分析に必要な量を確保するため、比較的厚く付着した箇所から採取した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・Total Salt濃度
- ・全油分濃度
- ・熱分析

#### (7) 固化処理対象廃液

アスファルト固化処理施設内に残存する固化処理対象廃液（廃液受入貯槽（V21）、反応槽（V30, 31）、供給槽（V32, 33））の試料については、サンプリングベンチへ廃液をエアリフトで移送するために必要な圧縮空気設備、エアリフトの試料移送を補助する真空設備等の機能の回復、並びに各機

器、配管類及びサンプリングベンチの健全性を確保した上で採取を実施した。  
(図4.1-2, 3, 4, 5, 6参照)

分析項目は、以下のとおり。

- ・pH
- ・水酸イオン濃度
- ・陰イオン濃度 ( $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ )
- ・Pu, U濃度
- ・Total Salt濃度

上記の項目は、通常時のルーチンとしても実施されている分析項目である。

また、以下の項目については、原因究明のため今回特別に追加する分析項目である。

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・陰イオン濃度( $\text{SO}_4^{2-}$ )
- ・全油分濃度
- ・TBP, DBP等濃度
- ・ドデカン濃度
- ・ $\text{NH}_4^+$ 濃度
- ・元素分析
- ・熱分析

#### (8) アスファルト固化体

アスファルト充てん室 (R152) 内に残存するアスファルト固化体の十分な分析を実施するためには、試料採取設備を持つ第二アスファルト固化体貯蔵施設へ固化体を運び出し、当該施設の固化体評価試験設備による試料採取が望ましいと考えるが、一方、当該固化体を運び出す際には、コンベア、ドラムハンドリングマニプレータ、グラブツール、カスククレーン等の正常な搬出ルートの機能の回復が必要となり、これにはかなりの時間を要すると考えられた。しかしながら、原因究明を可能な限り速やかに進めるためには、上記の措置を待たずして試料採取、及び分析を実施することが必要であるため、アスファルト充てん室 (R152) 内に残留している固化体の一部を保守作業室 (A234) の開口部から遠隔治具を用いて応急的に採取することとした。(図4.1-7, 8参照)

また、既に、第二アスファルト固化体貯蔵施設に移送済みである97-M46-1キャンペーンの第10バッチ、第25バッチ、第26バッチ及び第27バッチ、並びに96-M45-4キャンペーンの第9バッチ及び第23バッチ一部の固化体について、固化体評価試験設備により試料採取を行い、写真撮影及び物性測定（比重、含水率、針入度）を実施した。(図4.1-9, 10, 11, 12, 13, 14)

参考)

分析項目は、以下のとおり。

- ・熱分析
- ・陰イオン濃度( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・Total Salt濃度
- ・ $\text{NH}_4^+$ 濃度
- ・ $\gamma$ スペクトル

なお、第10バッチ、及び、第27バッチについては陰イオン濃度、Total Salt濃度のドラム内の垂直方向分布を調べるため試料を分取し、各試料について上記の分析を実施した。

#### (9) アスファルト充てん室（R152）内の灰状物質、煤、破片

保守作業室（A234）側から見てアスファルト充てん室（R152）内のドラム内に灰状物質が観察されたことから、これについては原因究明を可能な限り速やかに進めるため、遠隔治具を用いて応急的に試料を採取し、分析を実施した。また、アスファルト充てん室内の片づけ作業を行うために入室した際にも、充てん室の床上物質、ドラム内部表面上の灰状物質などの試料を採取し、分析を実施した。

分析項目は、以下のとおり。

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・陰イオン濃度( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・Total Salt濃度
- ・全油分濃度
- ・熱分析

#### (10) エクストルーダ内アスファルト混合物

事故当時からエクストルーダ本体内で廃液とアスファルトとの混合状態のまま残されていたものを採取した。（図4.1-15, 16参照）

分析項目は、以下のとおり。

- ・ $\gamma$ スペクトル
- ・陰イオン濃度( $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ )
- ・Total Salt濃度（有機溶媒溶出分）
- ・全油分濃度
- ・熱分析

## 4.2 分析方法及び結果

分析方法（図4.2-1参照）については、通常の分析で行われてきた方法と同様である。今回の分析では、正確さを期するため、各サンプルとも2回ずつ実施して、その平均値を採用した。これら分析値の誤差については、各項目とも±10%程度と考えている。

### (1) 廃溶媒処理技術開発施設 (ST施設) からのリン酸廃液 (ST廃液)

#### ① リン酸廃液の分析結果（表4.2-1参照）

希釈剤洗浄槽 (V47) から廃液中間貯槽 (V43) へ移送した廃液については、廃溶媒処理技術開発施設での大きな運転の変動もなかったことから、それまでの廃液と同様と考えられる。また、今回希釈剤洗浄槽 (V47) から廃液中間貯槽 (V43) へ移送した廃液のTBP濃度は約100ppmであり、この廃液受け入れ後の廃液中間貯槽 (V43) 内の廃液のTBP濃度の増加は、1 ppm以下と考えられる。

また、蒸発缶 (E45) から廃液中間貯槽 (V43) へ移送した廃液に関しては、通常の分析は行わないが、蒸発缶 (E45) の前段の廃液供給槽 (V41) での分析結果（約40ppm）から推定すると、廃液受け入れ後の廃液中間貯槽 (V43) でのTBP濃度の増加は、1 ppm以下と考える。

- ・放射能濃度については、特段の変化はなかった。
- ・TBP濃度については、前回の分析値では有意量（67ppm）を示したが、今回は分析下限値以下であった。前述のように平成9年3月6日にアスファルト固化処理施設に移送した後の受け入れ廃液 (0.7m<sup>3</sup>) の影響はないと考える。なお、TBP濃度の分析結果のバラツキが試料採取方法によるものかを確認するため、再度試料採取、分析を行った結果、分析下限値以下であることが確認できた。
- ・Total Salt中のリン酸塩の割合は約76%であった。
- ・全油分濃度も、TBP、DBP、MBP濃度の分析値から、DBPが油分のほとんどを示していると考える。
- ・アンモニウム塩の存在は認められなかった。
- ・示差走査熱量測定及び熱重量測定結果については、150～200°C、250～300°C、500 °C以上でリン酸塩に係わる吸熱反応、400～450°Cで硝酸ナトリウムの分解に起因する発熱反応が示されていると考える。なお、図4.2-2では、約100°Cで僅かに発熱反応が見られるが、昇温条件を変えて再度分析を実施した結果では特段の発熱反応は見られなかった。

以上のことから、ST施設からの廃液中には、特別に注目すべき異物はなかったと考える。ただし、DBPについては、絶対値としては微量であるが、相対的にはTBPより多いことが確認できた。

### (2) 廃棄物処理場 (AAF) から発生する濃縮廃液

## (1) 濃縮廃液の分析結果（表4.2-1参照）

・pH, 水酸イオン濃度, Pu濃度, U濃度, Total Salt濃度, 放射能濃度, 陰イオン濃度等については、蒸発缶から採取した2試料とも特段異常な値は示されていない。また、濃縮廃液貯槽から採取した試料についても同様であった。

・分析結果のうち、全油分, TBP, DBP濃度については、蒸発缶から採取した2試料間に有意な差異が生じた。これらの成分に関しては、試料採取の代表性に欠けていたものと考えられる。これは、蒸発缶にかくはん機能がないため、缶内の油分の分布が必ずしも均一にならなかったことによるものと考える。一方、通常分析項目として行われてきた陰イオン濃度の分析値と今回の試料との比較では大差がなく、少なくとも試料中の水相に関しては、代表性を持つ試料であると考える。また、濃縮廃液貯槽から採取した試料については、液相と沈殿物に分けて分析を実施し、このうち液相の全油分, TBP, DBP濃度の結果は、上記2試料の中間的な結果を示した。これは、当該貯槽からの試料採取が、予備ノズルにテフロンチューブを通し、静置状態から真空ポンプで揚液したものであり、当該貯槽内でTBP, DBPを含む油分のバラツキがあったことによるものと考える。

・アンモニウム塩の存在は認められなかった。

・示差走査熱量測定及び熱重量測定結果については、50～100℃で吸熱反応が示されているが、前処理の段階で蒸発乾固した試料が再度空気中の水分を吸収したことによるものと考える。180～220℃ではリン酸塩に係わる吸熱反応が示されている。350～500℃では硝酸ナトリウムの分解に起因する発熱反応が示されているものと考える。

以上のことから、AAFの濃縮廃液に関しては、試料中の水相に関しては、異常な物質の混入はなかったものと考える。また、濃縮廃液貯槽から採取した試料に存在する沈殿物に関して、アスファルトと硝酸塩との分解反応の触媒として作用する白金族元素などの存在はICP分光分析の結果からは認められなかった。

## (3) 原料アスファルト

## (1) 分析結果（表4.2-1参照）

・示差熱測定及び熱重量測定結果については、～250℃で緩やかなアスファルトの酸化による発熱反応が示されていると考える。

・ $\text{NH}_4^+$ については、原油中に含まれていた窒素、及び、水素に由来するものと考える。

## (4) 試薬類

### ① 試薬類の分析結果

- ・試薬調整濃度については、各試薬類（硝酸、水酸化ナトリウム、フェロシアン化カリウム、硫酸ニッケル）とも所定の濃度に調整されていたことが確認できた。
- ・極微量の金属元素が認められるものの、問題とならない程度の不純物と考えられる。
- ・各試薬類の油分濃度は有意値以下であったことから、各試薬類への油分の混入はなかったものと考えられる。

### (5) 換気系フィルタ付着物

#### ① 分析結果（表4.2-1参照）

- ・採取したフィルタのうち、特に1段目のHEPAフィルタのγスペクトルの分析結果に関しては、煤のγスペクトル分析結果と同様の核種組成であることが示されている。

### (6) 煤

#### ① 煤の分析結果（表4.2-1参照）

各所の煤のγスペクトルの分析結果から、アスファルト固化処理施設内の供給槽（V32）の廃液のγスペクトル分析結果と同様の核種組成であることが確認された。

また、陰イオン濃度、Total Salt濃度、全油分濃度の分析結果から、特に保守作業室（A234）に付着した煤は他の室の煤に比べて塩を多く含むことが認められた。

### (7) 固化処理対象廃液

#### ① 廃液受入貯槽（V21）内廃液の外観観察及び分析結果（表4.2-1参照）

- ・エアースパージングによる槽内かくはんを3時間行ったのちに採取した試料である。この採取試料を静置すると試料ピン底部に固体ではなくゾル状の浮遊物のような沈殿物が認められた。
- ・沈殿物に関して、アスファルトと硝酸塩との分解反応の触媒として作用する白金族元素などの存在は、ICP分光分析の結果からは認められなかった。

#### ② 反応槽（V30, 31）内廃液の外観観察及び分析結果（表4.2-1参照）

- ・槽内の底層、中層、表層の各層からテフロンチューブを用いて真空ポンプにより揚液し、採取したものである。V30では第32バッチの試薬調整を終えた廃液を内蔵しており、沈殿物が観察された。V31では第32バッチの試薬調整の途中段階の廃液を内蔵しており、沈殿物は観察されなかった。

- ・ $\gamma$ スペクトルの結果から、試薬調整処理により沈殿中に選択的にFP核種が移行していることが認められる。
- ・沈殿物に関して、アスファルトと硝酸塩との分解反応の触媒として作用する白金族元素などの存在は、ICP分光分析の結果からは認められなかった。

- ③ 供給槽（V32, 33）内廃液の外観観察及び分析結果（表4.2-1参照）
- ・反応槽と同様に槽内の底層、中層、表層の各層からテフロンチューブを用いて真空ポンプにより揚液し、採取したものである。V32, 33では第31バッチの試薬調整を終えた廃液を内蔵しており、沈殿物が観察された。
  - ・ $\gamma$ スペクトルの結果から、試薬調整処理により沈殿中に選択的にFP核種が移行していることが認められる。
  - ・沈殿物に関して、アスファルトと硝酸塩との分解反応の触媒として作用する白金族元素などの存在は、ICP分光分析の結果からは認められなかった。

#### (8) アスファルト固化体

##### ① 物性測定結果（表4.2-1参照）

- ・比重、及び含水率を測定した各バッチの試料に関しては、従来から測定して得られている値に対して、特段の差異はなかった。
- ・針入度に関しては、特に第27バッチの試料で、従来から測定して得られている値に対して、低い値を示している。
- ・外観に関しては、特に第27バッチの試料で、従来では見られなかった白っぽい析出物が観察された。この他の試料については、第27バッチ程の析出物は観察されなかった。
- ・第27バッチの試料から析出物を選択的に採取し、X線マイクロアナリシス（EPMA:Electron Probe Micro Analysis）による元素分析を行った結果、Co, O, Na, Al, Si, P, S, Cl, K, Fe, Znが同定された。また、当該析出物は、数 $\mu\text{m}$ 程度の微粒子から構成されていることが観察された。
- ・示差熱測定及び熱重量測定結果については、 $\sim 250^\circ\text{C}$ で緩やかなアスファルトの酸化による発熱反応、 $250\sim 300^\circ\text{C}$ でアスファルトの分解に伴う発熱反応が示されていると考えられる。
- ・第27バッチ、及び第10バッチドラム内の垂直方向の陰イオン濃度、及び、Total Salt濃度の分布を調べた結果、第27バッチドラムは上部から約30cmと約80cmの付近で濃度が比較的高いことがわかった。また、第10バッチドラムについては、垂直方向でほぼ一定の濃度を示した。
- ・第27バッチドラムについて、塩の粒径を測定した結果、数十 $\mu\text{m}$ であった。また、第29バッチドラムの固化体についても同様に塩の粒径を測定すべく四塩化炭素に溶解したところ、第27バッチでは塩の存在を目視で確認されてい

たのに対し、当該バッチでは塩を目視で確認することができなかった。塩の粒径測定の前処理の段階で、明らかに第27バッチと第29バッチとの間で性状に違いがあることが認められた。

② アスファルト充てん室内の固化体の分析結果（表4.2-1参照）

- ・アスファルト充てん室内の3ドラム（A7, A8, A9）から採取した固化体のうち、A9ドラムについては、粉粒状であり燃焼は比較的進んでいるように観察された。A7ドラムについては、固化体状に採取され外観上も燃焼していないように観察された。A8ドラムについては、外観上はA9ドラムと同様に粉粒状であった。

- ・陰イオン濃度、及び、Total Salt濃度の分析結果から、炭酸イオンを多く含有しTotal Salt濃度の高いA9ドラムと、硝酸イオン、亜硝酸イオンを多く含有するA7ドラムとの間で傾向の違いが認められた。また、A8ドラムについては上記2ドラムの中間的な結果が認められた。

(9) アスファルト充てん室（R152）内の灰状物質、煤、破片

① ドラム内灰状物質の分析結果（表4.2-1参照）

- ・採取した6ドラムのうち、B9ドラムについてはA7ドラムの陰イオン濃度、及びTotal Salt濃度の分析結果と同様の傾向が認められた。一方、その他の5ドラムについてはA9ドラムの分析結果と同様の傾向が認められた。

② 床上の付着物の分析結果（表4.2-1参照）

- ・試料採取したときの感覚では、粘着性を有する煤のように感じられた。陰イオン濃度、及びTotal Salt濃度の分析結果からも保守作業室（A234）で採取した煤の分析結果とドラム内灰状物質の中間的な傾向が認められた。これは、火災時にアスファルトから発生した有機ガス成分が凝縮し、さらに消防の際に灰などが混在したためと考えられる。

(10) エクストルーダ内アスファルト混合物

① 分析結果（表4.2-1参照）

- ・エクストルーダの3つのドームのうち、ドーム1から採取した試料はピュアアスファルトのように表面は光沢があった。試料の一部に粒子が付着していたがドームから取り出す際にドーム上部のフランジに付着していた物質が付着したものである。その他の2ドームには事前の観察で混合物が確認されなかったため試料採取は行っていない。

- ・スペクトル、陰イオン濃度、Total Salt濃度の分析結果から、各含有率が低く、塩との混合がほとんど進んでいなかつたものと考えられる。

なお、各種試料の採取、及び分析に関しては、以下により実施した。

① ST廃液

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

② AAF廃液

試料採取；再処理工場 処理部 化学処理三課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

③ 原料アスファルト

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課、環境施設部 処理一課  
株式会社 化研

④ 試薬類

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課  
再処理技術開発部 アクチニドプロセス・分析開発室

⑤ 換気系フィルタ付着物

試料採取；環境施設部 処理一課、技術課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

⑥ 煤

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

⑦ 固化処理対象廃液

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

⑧ アスファルト固化体（アスファルト充てん室内）

試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課

- ⑨ アスファルト固化体（第二アスファルト固化体貯蔵施設内）  
試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課,  
環境技術開発部 地層処分開発室, 環境施設部 処理一課
- ⑩ アスファルト充てん室内の灰状物質，煤，破片  
試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課, 環境施設部 処理一課
- ⑪ エクストルーダ内アスファルト混合物  
試料採取；環境施設部 処理一課  
分 析；再処理工場 工務部 分析課, 環境施設部 処理一課

図4-1 試料採取・分析等に関する計画

	1997												1998
	4	5	6	7	8	9	10	11	12		1		
	1 8 15 22 29	6 13 20 27	3 10 17 24	1 8 15 22 29	5 12 19 26	2 9 16 23 30	7 14 21 28	4 11 18 25	2 9 16 23 30	6 13			
(1)廃溶媒処理技術施設 リン酸廃液													
(2)廃棄物処理場濃縮廃液													
(3)原料アスファルト													
(4)試薬類													
(5)換気系フィルタ付着物													
(6)煤													
(7)固化処理対象廃液													
(8)アスファルト固化体 ・本格的なアスファルト充てん室内の 固化体試料採取 ・応急的装置による試料採取													
・第二アスファルト固化体 貯蔵施設に移送済みの固化体													
(9)アスファルト充てん室内灰状物質 ・煤、破片													
(10)エクストラーグ内アスファルト混合物													
[参考] アスファルト固化処理 施設に係わる作業計画													
	<p style="text-align: center;">△換気起動</p> <p style="text-align: center;">安全管理に係わる作業</p> <p style="text-align: center;">安全通路、作業エリアの確保</p> <p style="text-align: center;">建家の封じ込め</p> <p style="text-align: center;">器具類及び安全管理設備の復旧</p> <p style="text-align: center;">既設換気設備の復旧起動</p> <p style="text-align: center;">セル内の片づけ、除染、ドラム搬出等</p>												

予 定 □  
実 績 ■

表4.2-1 アスファルト固化処理技術開発施設の火災・爆発事故の原因究明のための試料分析について

分析対象	試料採取	分析項目	分析方法(図4.2-1参照)	分析目的	分析結果	備考
(図4.2-2参照)	H9.2.26	pH	pH電極法	液性を把握するため水素イオン濃度の測定	3.9 <sup>n</sup>	資料7-8
	H9.4.2	Total Salt濃度	蒸留乾涸-重量測定法	液性を把握するためTotal Salt濃度の測定	518 g / 0 <sup>n</sup>	資料7-8
	H9.5.14	陰イオン濃度	陰イオンクロマト測定法	液性を把握するため陰イオン濃度の測定	表4.2-2 参照	資料7-8
	全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	771 ppm <sup>n</sup>	資料7-8,10-3	
	TBP濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるTBP濃度の測定	67 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup>	資料7-8,10-3	
	DBP濃度	4(5)	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるDBP濃度の測定	760 ppm <sup>n</sup> / 840 ppm <sup>n</sup>	資料7-8,10-3	
	MBP濃度	4)	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるMBP濃度の測定	44 ppm	資料7-8	
	アリ-/#濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるアリ-/#濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup>	資料7-8	
	硝酸アリ濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる硝酸アリ濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup>	資料7-8	
	ドデカン濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるドデカン濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup>	資料7-8,10-3	
	NH <sub>4</sub> 濃度	陰イオンクロマト測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> 濃度の測定	<0.2 ppm	資料7-8	
	熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-2 参照	資料7-8	
	T- $\alpha$	ZnSシグレーション測定法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	2.6 × 10 <sup>8</sup> Bq/m <sup>2</sup>	資料7-8	
	Pu濃度	溶媒抽出-α線計測法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	1.76 mg / g	資料7-8	
	U濃度	溶媒抽出-蛍光光度法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	0.29 g / g	資料7-8	
	T- $\beta$	GM管計測法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	2.1 × 10 <sup>8</sup> Bq/m <sup>2</sup>	資料10-3	
	γスペクトル	Ge検出器	放出放射エネルギーの評価・解析のため	表4.2-3 参照	資料7-8	
(図4.2-3参照)	H9.4.5	水酸イオン濃度	電位差滴定法	液性を把握するため水酸イオン濃度の測定	1.54 n <sup>o</sup> / 1.71 n <sup>o</sup>	資料8-5
	H9.4.6	Total Salt濃度	蒸留乾涸-重量測定法	液性を把握するためTotal Salt濃度の測定	425 g / 0 <sup>n</sup> / 424 g / 0 <sup>n</sup>	資料8-5
	H9.7.4	陰イオン濃度	陰イオンクロマト測定法	液性を把握するため陰イオン濃度の測定	表4.2-2 参照	資料8-5
	H9.7.7~9	全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	860 ppm <sup>n</sup> / <100 ppm <sup>n</sup>	資料8-5
	TBP濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるTBP濃度の測定	210 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	DBP濃度	4(5)	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるDBP濃度の測定	800 ppm <sup>n</sup> / 220 ppm <sup>n</sup> / 580 ppm <sup>n</sup> , <20 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	MBP濃度	4)	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるMBP濃度の測定	<40 ppm <sup>n</sup> / <40 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	アリ-/#濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるアリ-/#濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	硝酸アリ濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる硝酸アリ濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	ドデカン濃度	溶媒抽出-ガスクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるドデカン濃度の測定	<20 ppm <sup>n</sup> / <20 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	NH <sub>4</sub> 濃度	陰イオンクロマト測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> 濃度の測定	<0.2 ppm <sup>n</sup> / <0.2 ppm <sup>n</sup>	資料8-5	
	熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-9,10,10-3,10-32 参照	資料8-5,9-3	
	T- $\alpha$	ZnSシグレーション測定法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	1.5 × 10 <sup>8</sup> Bq/m <sup>2</sup> / 2.2 × 10 <sup>8</sup> Bq/m <sup>2</sup>	資料8-5	
	Pu濃度	溶媒抽出-α線計測法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	0.15 mg / g <sup>n</sup> / 0.16 mg / g <sup>n</sup>	資料8-5	
	U濃度	溶媒抽出-蛍光光度法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	0.08 g / 0 <sup>n</sup> / 0.10 g / 0 <sup>n</sup>	資料8-5	
	T- $\beta$	GM管計測法	放出放射エネルギーの評価・解析のため	1.4 × 10 <sup>8</sup> Bq/m <sup>2</sup>	資料10-3	
	γスペクトル	Ge検出器	放出放射エネルギーの評価・解析のため	表4.2-3 参照	資料8-5	
(図4.2-4参照)	H9.5.13	陰イオン濃度	陰イオンクロマト測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-4 参照	資料10-3
	NH <sub>4</sub> 濃度	陰イオンクロマト測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> 濃度の測定	0.06 mg / g	資料10-3	
	熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-25,26 参照	資料13-5	
	針入度	JIS K 2207 6.3	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	35	資料10-3	
	蒸発質量変化率	JIS K 2207 6.9	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	0.03 wt%	資料10-3	
	引火点	JIS K 2207 7	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	332 °C	資料10-3	
	トルエン可溶分	JIS K 2207 6.6	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	0.9997 wt%	資料10-3	
	伸度	JIS K 2207 6.5	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	4 cm	資料10-3	
	密度	JIS K 2207 6.12	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	1.022 g / cm <sup>3</sup>	資料10-3	
	軟化点	JIS K 2207 6.4	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	80.5 °C	資料11-4-1	
	燃火点	ASTM E656	納入時以降の物性的変化の有無を確認するため	477 °C	資料13-5	
	金属元素	ICP発光分光法	不純物としての金属元素が異常に混入したかの確認のため	表4.2-4 参照	資料11-4-1	
	CHNOS元素	CHN <sub>2</sub> - $\delta$ -法等	酸化反応等による組成変化を把握するため	表4.2-4 参照	資料11-4-1	
	組成分析	薄層カラム-FID法	酸化反応等による組成変化を把握するため	表4.2-4 参照	資料11-4-1	
	燃焼熱量	ボンバーリード計測法	アスファルトが燃焼する際の熱量を把握するため	8380 cal/g	資料12-6	
	試薬類	H9.4.29	試薬調整濃度	試薬類の濃度が所定のとおり行われたことの確認	表4.2-5 参照	資料9-3
	(図4.2-5参照)	金属元素(不純物)	ICP発光分光法等	試薬類中の異常な量の金属元素が混入していたかの確認のため	表4.2-6 参照	資料9-3
	全油分濃度	n-ペントル-重量法	試薬類中の異常な量の油分が混入していたかの確認のため	<20 ppm	資料9-3	

注) 平成9年2月2日6日に採取した廃溶媒処理技術開発施設からのリン酸廃液の試料の分析については、アスファルト固化処理施設内で実施したもの。

1)平成9年2月2日に採取。

2)平成9年4月2日に採取。 3)平成9年5月14日に採取。

4)溶媒抽出-等速電気泳動分析法。

5)溶媒抽出-赤外分光分析法。

6)平成9年4月5日に採取。

7)平成9年4月6日に採取。

8)溶媒廃液貯槽(331V10,11)から採取した試料の分析結果は表4.2-15を参照。

表4.2-1 アスファルト固化処理技術開発施設の火災・爆発事故の原因究明のための試料分析について

(2/2)

分析対象	試料採取	分析項目	分析方法(図4.2-1参照)	分析目的	分析結果	備考
換気系フィルタ付着物	H9.5.12	Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	採取量が微量のため分析出来ず	
	H9.5.13	全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	採取量が微量のため分析出来ず	
	(図4.2-6参照)	熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	採取量が微量のため分析出来ず	
煤	H9.5.1 H9.5.2 H9.5.21	アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-7参照	資料10-3
		Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-8参照	資料11-4-1
		全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	表4.2-8参照	資料11-4-1
	H9.5.23	陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-8参照	資料11-4-1
	H9.5.26	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-8参照	資料11-4-1
		熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-11-16参照	資料11-4-1
固化処理対象廃液	H9.7.2~4 H9.7.7 H9.7.8 H9.8.7 H9.8.8 (図4.2-13, 19, 40参照)	pH	pH電極法	液性を把握するため水素イオン濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
		水酸イオン濃度	電位差滴定法	液性を把握するため水酸イオン濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
		Total Salt濃度	高堿化塩-重量測定法	液性を把握するためTotal Salt濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料17-3
		全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
		TBP濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるTBP濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
		DBP濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるDBP濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
	ドデカン濃度 陰イオン濃度 元素分析 熱分析	ドデカン濃度	溶媒抽出-ガスクロ測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられるドデカン濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料17-3
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	液性を把握するため陰イオン濃度の測定	表4.2-15-1参照	資料15-4
		元素分析	ICP発光分光法	廃液中に存在する元素を把握するため	表4.2-15-1参照	資料17-3
		熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-33-41参照	資料17-3
	H9.7.8 (図4.2-49, 50参照)	アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-15-1参照	資料15-4
		Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		元素分析	ICP発光分光法	アスファルトの発熱反応に関与する金属元素の確認	表4.2-17参照	
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-43-45参照	資料17-3
		アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-17参照	資料17-3
アスファルト固化体 (アスファルト充てん室内)	H9.7.8 (図4.2-49, 50参照)	Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		元素分析	ICP発光分光法	アスファルトの発熱反応に関与する金属元素の確認	表4.2-17参照	
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-17参照	資料17-3
	H9.4.2 H9.4.29 H9.5.2 H9.5.13 H9.5.23 H9.5.27 (図4.2-7参照)	Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-10参照, 表4.2-16参照	資料10-3, 15-4
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-10参照, 表4.2-16参照	資料10-3, 15-4
		NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-10参照	資料10-3
		元素分析	EPMA	アスファルトとの発熱反応に関与する金属元素の確認	27B(Co, O, Na, Al, S, P, Si, K, Fe, Zn)	資料9-3
		熱分析	DTA法, DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-17-22参照, 表4.2-46, 47参照	資料8-5, 9-3, 10-3
アスファルト固化体 (無アスファルト固化体貯蔵棟)	H9.4.2 H9.4.29 H9.5.2 H9.5.13 H9.5.23 H9.5.27 (図4.2-7参照)	針入度	JIS K 2207 6.3	廃液との混合条件等による変化をバーガーの比較を行うため	表4.2-11参照	資料8-5, 9-3, 10-3
		含水率	トマトシリー法	廃液との混合条件等による変化をバーガーの比較を行うため	表4.2-11参照	資料8-5, 9-3, 10-3
		比重	JIS Z8807	廃液との混合条件等による変化をバーガーの比較を行うため	表4.2-11参照	資料8-5, 9-3, 10-3
		アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-12参照	資料10-3
		Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-13参照	資料12-6
	H9.5.26 (図4.2-51参照)	全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	表4.2-13参照	資料12-6
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-13参照	資料12-6
		NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-13参照	資料12-6
		熱分析	DTA法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-23-24参照	資料11-4-1
		アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-14参照	資料11-4-1, 13-5
アスファルト充てん室内的灰状物質、 煤、破片	H9.5.26 (図4.2-51参照)	Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		全油分濃度	溶媒抽出-赤外分光法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる油分濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度	陰イオント測定法	爆発性物質として考えられるNH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		熱分析	DSC法	~300°Cの発熱反応の確認	表4.2-42参照	資料17-3
エクストルーダ内アスファルト混合物	H9.7.10 (図4.2-52参照)	アスペクトル	Ge検出器	放出放射能量の評価・解析のため	表4.2-17参照	資料17-3
		Total Salt濃度	溶媒抽出-重量法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる塩濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3
		陰イオン濃度	陰イオント測定法	アスファルトとの発熱反応の可能性が考えられる陰イオン濃度の測定	表4.2-17参照	資料17-3

表4.2-2 STリン酸廃液及びAAF濃縮廃液試料の陰イオン濃度分析結果

項目＼分析対象	STリン酸廃液	AAF濃縮廃液
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	<1ppm	68.4 <sup>1)</sup> /66.7 <sup>2)</sup>
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	<1ppm	45.6 <sup>1)</sup> /43.6 <sup>2)</sup>
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	6.47	23.6 <sup>1)</sup> /20.6 <sup>2)</sup>
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	<1ppm	<1ppm
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	394	<10ppm

1) 平成9年4月5日採取。

2) 平成9年4月6日採取。

表4.2-3 STリン酸廃液及びAAF濃縮廃液試料の $\gamma$ スペクトル分析結果

単位 (Bq/g)

核種\試料名	STリン酸廃液	AAF濃縮廃液	
		平成9年4月5日採取	平成9年4月6日採取
241Am	5.2E+03	3.8E+02	<3.7E+02
144Ce	1.9E+02	5.2E+02	<3.7E+02
137Cs	6.1E+02	2.6E+04	1.5E+04
134Cs	4.8E+01	3.1E+03	1.9E+03
125Sb	9.1E+03	4.5E+02	<3.7E+02
106Ru	1.5E+04	8.4E+03	3.2E+03
103Ru	<3.7E+01	<3.7E+02	<3.7E+02
95Zr	<3.7E+02	<3.7E+02	<3.7E+02
95Nb	<3.7E+02	<3.7E+02	<3.7E+02
60Co	6.4E+01	<3.7E+02	<3.7E+02

表4.2-4 原料アスファルト分析結果

	平成9年5月13日採取	平成9年3月6日納入時の試験成績
軟化点(℃)	80.5	82
針入度(—)	35	37
蒸発質量変化率(wt%)	0.03	0.02
引火点(℃)	332	318
トルエン可溶分(wt%)	99.97	99.39
伸度(25℃ cm)	4	4
密度(15℃ g /cm <sup>3</sup> )	1.022	1.017
元素分析(wt%)	C;86.4 H;11.2 N;0.5 O;1.1 S;3.1 Ag;<0.1 K;<1.0	
組成分析(wt%)	飽和分;14.0 芳香族分;45.9 レジン分;18.7 アスファルテン分;21.4	
陰イオン濃度(mg/g)		
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	0.02	
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	<0.005	
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.01	
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.01	
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	<0.005	

表4.2-5 試薬調整濃度分析結果

	硝酸	水酸化ナトリウム	フェロシアン化カリウム	硫酸ニッケル
分析値	13N	9.6N	0.5mol/l	2.1mol/l
目標値	13N	10N	0.5mol/l	2.13mol/l

表4.2-6 調整済試薬試料の金属元素（不純物）濃度及び全油分濃度分析結果

単位(ppm)

	硝酸	水酸化ナトリウム	フェロシアン化カリウム	硫酸ニッケル
金属元素濃度	Si<2	Si<2	Mn<2	B<2
	Na<1	Fe<2	Mo<2	Cr<2
	K<3	K=98	Cd<2	Zn<2
	Fe=3.8		Na=98	Fe=5.8
			Mg=3.0	Nb=3.8
			Si=2.1	Na=9.8
			S=86	K=5.8
			Ca=30	Si=4
			Zn=3.5	Ca=9.9
全油分濃度	<20ppm	<20ppm	<20ppm	<20ppm

表4.2-7 換気系フィルタ付着物の $\gamma$ スペクトル分析結果(No.1,2,4,6単位 : Bq/cm<sup>2</sup>)

(No.3,5単位 : Bq/g)

核種\No.*	1(HEPA)	2(HEPA)	3(%)	4(HEPA)	5(%)	6(HEPA)
241Am	<2E+00	<4E-01	<4E+01	<8E-01	<6E+00	<8E-01
144Ce	<2E+00	<3E-01	<4E+01	<7E-01	<5E+00	<7E-01
137Cs	2.5E+02	4.3E+01	4.7E+03	1.3E+02	5.9E+03	2.0E+02
134Cs	2.3E+01	3.6E+00	3.5E+02	1.2E+01	5.0E+02	1.8E+01
125Sb	<2E+00	<3E-01	<3E+01	<7E-01	<5E+00	<7E-01
106Ru	3.2E+00	1.0E+00	1.9E+02	1.4E+00	1.3E+02	2.2E+00
103Ru	<4E-01	<8E-02	<1E+01	<3E-01	<2E+00	<3E-01
95Zr	<3E-01	<5E-02	<5E+00	<2E-01	<9E+00	<2E-01
95Nb	<2E-01	<3E-02	<3E+00	<6E-02	<5E+00	<7E-02
60Co	2.6E-01	5.2E-02	1.1E+01	<6E-02	1.1E+01	2.2E-01

\*図4.2-6に示す番号と対応。

表4.2-8 アスファルト固化処理施設内に付着した煤の化学分析結果  
単位(mg/g)

項目＼試料採取箇所	A118	A121	A234	A235	A333	G311
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	<0.05	<0.05	4.2	<0.05	0.092	<0.05
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	<0.05	<0.05	3.5	2.2	<0.05	<0.05
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.12	0.066	2.1	<0.05	1.7	2.5
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.1	0.44	65	48	0.57	3.8
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	1.2	2.5	0.09	<0.01	0.1	0.54
Total Salt	27	16	170	280	7.2	33
全油分	730	730	370	25	570	190

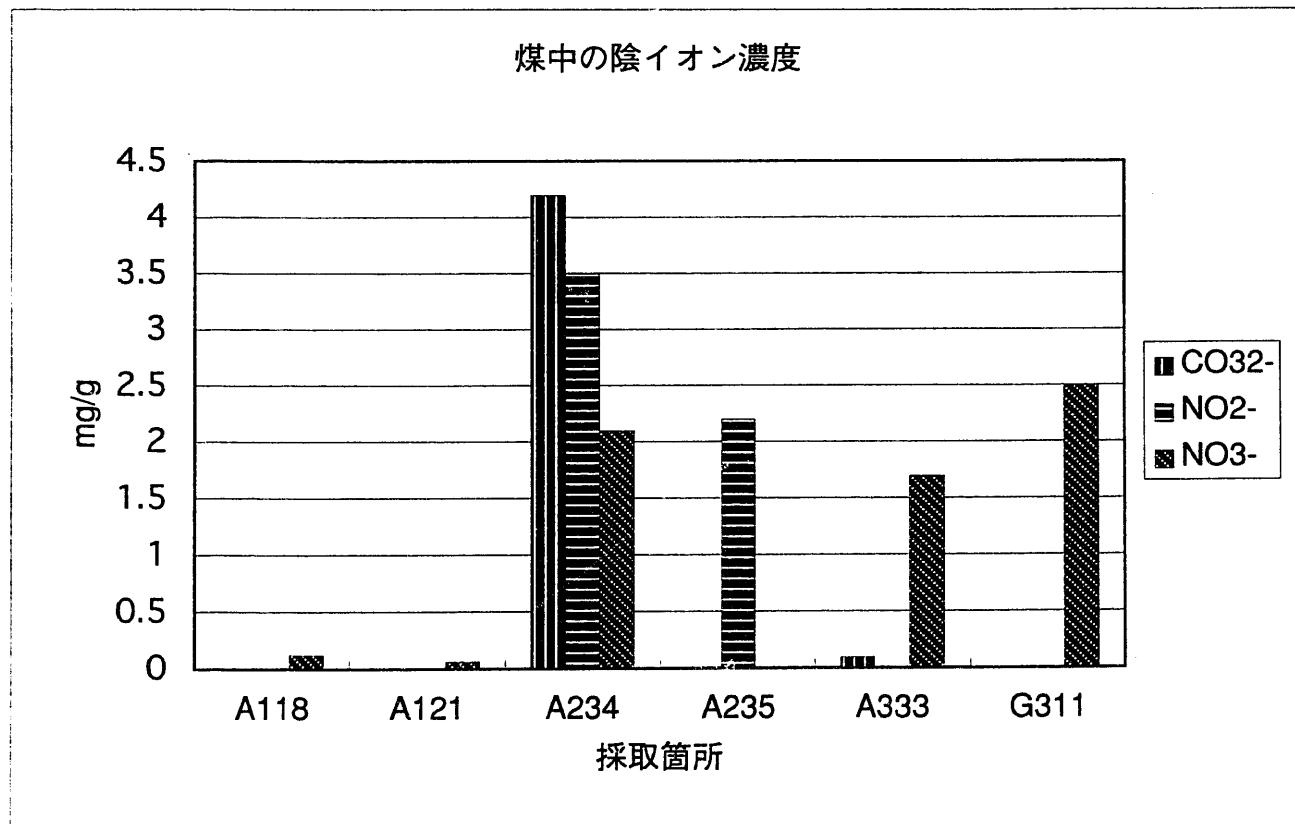


表4.2-9 アスファルト固化処理施設内の煤の $\gamma$ スペクトル分析結果

単位 (Bq/g)

核種\試料採取箇所	A121	A118	A234	A235	A333	G311
241Am	<4E+01	<2E+01	3.5E+02	2.1E+02	<6E+01	<7E+01
144Ce	<4E+01	<2E+01	<3E+02	<6E+01	<6E+01	<6E+01
137Cs	2.1E+03	1.7E+03	1.4E+05	6.2E+04	2.5E+04	1.8E+04
134Cs	2.0E+02	1.5E+02	1.3E+04	5.5E+03	2.3E+03	1.6E+03
125Sb	<2E+01	<1E+01	4.4E+02	2.0E+02	<5E+01	<6E+01
106Ru	5.7E+01	2.9E+01	4.9E+03	2.3E+03	2.0E+02	1.8E+02
103Ru	<7E+00	<4E+00	<8E+01	<2E+01	<2E+01	<2E+01
95Zr	<7E+00	<3E+00	<3E+01	<2E+01	<1E+01	<1E+01
95Nb	<4E+00	<2E+00	<2E+01	<7E+00	<5E+00	<7E+00
60Co	<4E+00	1.7E+00	2.4E+02	1.2E+02	1.9E+01	1.8E+01

表4.2-10 アスファルト固化体試料の陰イオン濃度、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>濃度、Total Salt濃度分析結果  
単位 (mg/g)

測定項目＼バッチ	10B*		25B*		26B*		27B*		9B**		23B**	
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	5	6	4	5	4	12	22	6	24	33	10	6
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	11	10	5	12	14	15	8	7	16	16	13	13
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	250	200	190	230	240	250	240	160	230	240	250	240
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	6	7	5	8	5	5	7	7	6	5	5	5
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Total Salt	~	510	~	390	~	510	~	490	~	510	~	530

注) 各試料とも2カ所から分取し、分取した各試料についてn=2で陰イオン濃度、及び、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>濃度の分析を実施。

\*97-M46-1キャンペーン。

\*\*96-M45-4キャンペーン。

表4.2-11 アスファルト固化体物性測定結果

測定項目 サンプル位置 <sup>2)</sup> \バッチ	ビヤフ アスファルト	針入度 <sup>1)</sup> 単位 (-)						含水率 単位 (wt%)						比重 単位 (-)						示差熱及び熱重量測定						
		10B	25B	26B	27B	9B	23B	10B	25B	26B	27B	9B	23B	10B	25B	26B	27B	9B	23B	10B	25B	26B	27B	9B	23B	
1		15.4	10.8	12.6	8.5	14.4	16.3	0.48	0.30	0.37	0.33	0.40	0.70				1.36									
2																	1.38	1.36	1.35	1.31	1.37	1.37				
3		13.8	17.7	12.3	8.3	13.9	15.4	0.48	0.51	0.41	0.32		0.56									3)	3)	3)	3)	3)
4	15.8			13.0									0.34		1.38	1.36		1.32	1.37	1.37						
5		13.2	13.5		8.1	13.5	16.8	0.49	0.40	0.39	0.33		0.65													
6													0.36		1.38			1.32		1.37						
7		14.1						0.41																		

1)温度条件を約20℃とした。

2)コアサンプル上部より各サンプルに付番。

3)図4.2-17~22に測定結果を示す。

注) 平成3年から平成7年までに実施したアスファルト固化体の物性測定結果ではアスファルト固化体の比重は1.3~1.4、針入度は12~24、含水率は0.1~0.8wt%の範囲に分布している。(動燃技術資料PNC TN1410 97-009 核燃料施設の安全研究の成果「アスファルト固化体、プラスチック固化体の健全性に関する研究」)

表4.2-12 アスファルト固化体試料の $\gamma$ スペクトル分析結果

(単位 : Bq/g)

核種\バッチ	10B*	25B*	26B*	27B*	9B**	23B**
241Am	<8.5E+01	<1.0E+02	<2.0E+02	<8.5E+01	<7.9E+01	4.3E+02
144Ce	<1.2E+02	<1.3E+02	<3.7E+02	<1.1E+02	<2.9E+02	<3.5E+02
137Cs	6.5E+04	6.6E+04	7.8E+04	6.5E+04	4.2E+04	9.2E+04
134Cs	6.5E+03	6.5E+03	7.4E+03	6.3E+03	4.4E+03	9.8E+03
125Sb	4.9E+02	4.1E+02	4.8E+02	4.4E+02	3.2E+02	1.5E+03
106Ru	5.6E+03	5.7E+03	6.4E+03	5.4E+03	4.6E+03	1.3E+04
103Ru	<1.7E+02	<1.3E+02	<2.8E+02	<1.0E+02	<3.6E+03	<3.1E+03
95Zr	<7.6E+01	<7.1E+01	<1.4E+02	<6.3E+02	<7.8E+02	<4.8E+02
95Nb	<9.0E+01	<7.0E+01	<1.2E+02	<5.3E+01	<1.9E+03	<2.5E+03
60Co	1.2E+02	1.2E+02	1.4E+02	1.2E+02	1.9E+02	1.8E+02

\*97-M46-1キャンペーン。

\*\*96-M45-4キャンペーン。

表4.2-13 アスファルト充てん室内の灰状物質の化学分析結果

単位(mg/g)

項目\試料採取箇所	ドラムA7	ドラムA8	ドラムA9	ドラムA11	ドラムB9	ドラムD1	ドラムD2	ドラムD3	ドラムD5	ドラムE1	床付着物1	床付着物2
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	<1	<1	369	594	211	264	555	573	461	617	124	169
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	9.70	6.45	<0.9	<1	11.6	<1	<1	<1	<1	<1	6.42	8.75
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	246	239	<0.9	<1	121	<1	<1	<1	<1	<1	13.8	23.5
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	7.29	7.06	95.3	92.2	16.8	134	86.6	88.2	60.9	59.6	14.8	27.4
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	3.70	3.95	13.6	25.7	8.21	22.4	23.3	23.6	17.6	26.0	4.96	10.7
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	-	-
Total Salt	429	410	739	813	407	857	756	783	650	869	-	-
全油分	-	-	-	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<1	380	290

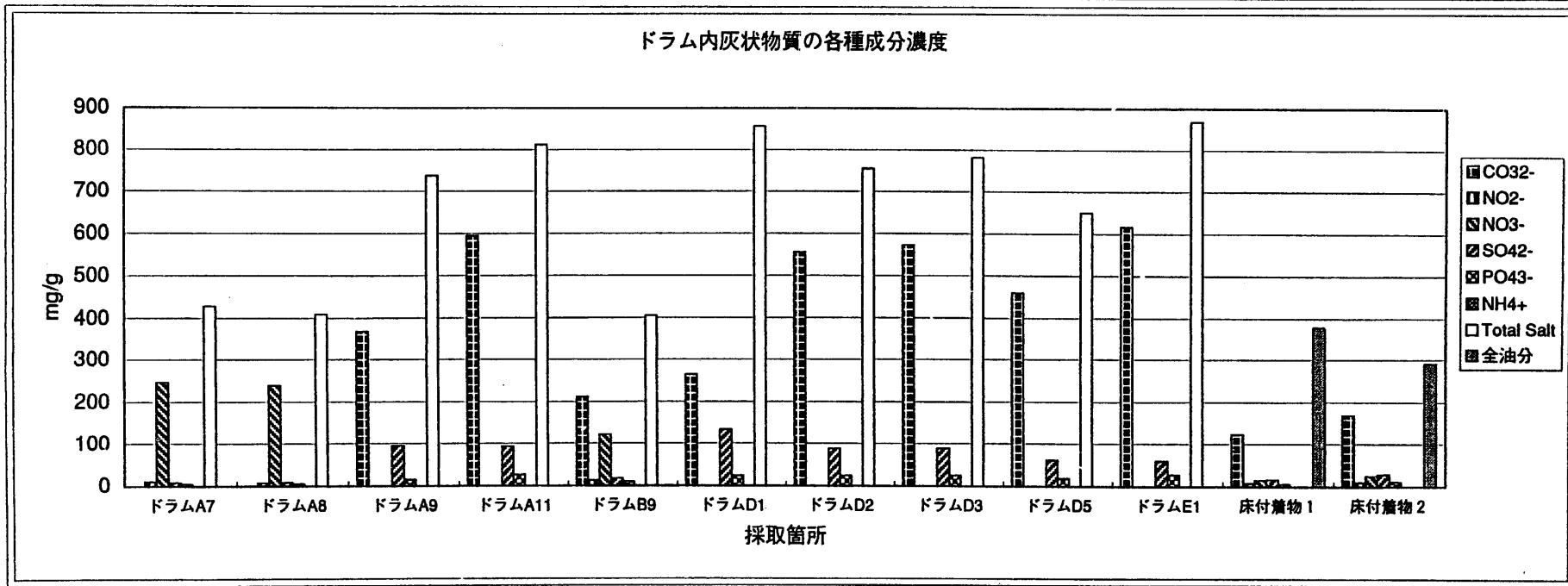


表4.2-14 アスファルト充てん室内の灰状物質等の試料の $\gamma$ スペクトル分析結果

核種\試料名	*単位 (Bq/g)													**単位 (Bq/サンプル)		
	ドラムA8内灰状物質*	ドラムA9内灰状物質*	ドラムA11内灰状物質*	ドラムB9内灰状物質*	ドラムD1内灰状物質*	ドラムD2内灰状物質*	ドラムD3内灰状物質*	ドラムD5内灰状物質*	ドラムE1内灰状物質*	セル南壁1 **	セル南壁2 **	ドラムNo.8鋼表面**	ドラムNo.9鋼表面**	コンペア上**		
241Am	1.3E+03	2.6E+03	1.2E+03	4.9E+02	4.6E+02	1.2E+03	3.1E+02	2.7E+02	1.2E+03	1.0E+02	1.1E+02	<6.0E+01	<2.0E+01	<2.0E+01		
144Ce	2.6E+02	5.5E+02	<2E+02	<2E+02	<2E+02	<2E+02	<2E+02	<2E+02	<2E+02	<7.0E+01	<5.0E+01	<7.0E+01	<3.0E+01	<2.0E+01		
137Cs	1.7E+05	2.1E+05	2.1E+05	8.2E+04	2.2E+05	1.8E+05	1.9E+05	1.9E+05	2.5E+05	3.0E+04	1.5E+04	2.5E+04	2.4E+03	1.3E+03		
134Cs	1.5E+04	1.8E+04	1.7E+04	6.7E+03	1.6E+04	1.4E+04	1.6E+04	1.5E+04	2.0E+04	3.0E+03	1.5E+03	2.4E+03	2.4E+02	1.3E+02		
125Sb	1.7E+03	3.6E+03	1.6E+03	6.3E+02	1.7E+03	1.6E+03	1.6E+03	1.4E+03	1.8E+03	2.1E+02	1.4E+02	5.6E+01	2.3E+01	1.3E+01		
106Ru	1.6E+04	4.9E+04	1.3E+04	5.4E+03	1.2E+04	1.3E+04	1.2E+04	1.1E+04	1.3E+04	2.1E+03	1.5E+03	1.8E+03	2.4E+02	1.0E+02		
103Ru	<7.0E+00	<7.0E+00	<5E+01	<3E+01	<4E+01	<5E+01	<5E+01	<5E+01	<2.0E+01	<2.0E+01	<2.0E+01	<2.0E+01	<4.0E+00	<3.0E+00		
95Zr	<5.0E+00	<6.0E+00	<5E+01	<2E+01	<4E+01	<4E+01	<5E+01	<4E+01	<5E+01	<9.0E+00	<7.0E+00	<8.0E+00	<2.0E+00	<2.0E+00		
95Nb	<3.0E+00	<3.0E+00	<3E+01	<2E+01	<2E+01	<3E+01	<3E+01	<3E+01	<3E+01	<5.0E+00	<4.0E+00	<4.0E+00	<2.0E+00	<9.0E+00		
60Co	5.7E+02	1.3E+03	5.6E+02	2.4E+02	5.6E+02	5.2E+02	5.0E+02	4.9E+02	5.8E+02	5.5E+01	3.7E+01	2.6E+01	5.8E+00	2.7E+00		

表4.2-15-1 廃棄物処理場の濃縮廃液及びアスファルト固化処理施設内から採取した固化処理対象廃液の分析結果

	濃縮液貯槽331V10		濃縮液貯槽331V11		廃液受入貯槽V21		反応槽V30			反応槽V31			供給槽V32			供給槽V33				
	液相	沈殿物	液相	沈殿物(沈殿物を含む)	攪拌前	3時間攪拌後	表層(液相)	中層(液相)	底層(沈殿物)	表層(液相)	中層(液相)	底層(沈殿物)	表層(液相)	中層(液相)	底層(沈殿物)	表層(液相)	中層(液相)	底層(沈殿物)		
pH	<1.0		13.8			13.3		8.8			9.0			9.2			9.2			
OH(N)			1.99			0.44		<0.01			<0.01			<0.01			<0.01			
H'(N)	1.58																			
Total Salt濃度(mg/mℓ) <sup>1)</sup>	449		379				306	309		313			290			282				
沈殿物量(mg/mℓ) <sup>1)</sup>	17.3		200				<5	15					16			12				
<sup>241</sup> Am	1.5E+04	2.3E+05	1.3E+02	3.7E+05			<2E+02		<1E+01	1.2E+03		<2E+01			<5E+00	4.3E+03		<6E+00	3.0E+03	
<sup>144</sup> Ce	4.1E+03	4.3E+02	1.2E+02	4.6E+04			<2E+02		<8E+00	<9E+02		<1E+01			<5E+00	<3E+03		<5E+00	<2E+03	
<sup>137</sup> Cs	2.4E+05	1.6E+05	3.2E+04	7.5E+04			6.6E+04		4.6E+00	1.8E+06		1.0E+02			5.9E+01	2.4E+06		1.9E+01	1.8E+06	
<sup>134</sup> Cs	2.2E+04	1.4E+04	3.1E+03	3.4E+03			5.6E+03		<5E+00	1.5E+05		9.5E+00			3.7E+00	2.0E+05		<3E+00	1.5E+05	
<sup>125</sup> Sb	5.5E+03	6.7E+05	1.1E+02	1.7E+05			2.6E+02		3.9E+02	1.9E+03		4.3E+02			3.4E+02	<3E+03		3.8E+02	2.3E+03	
<sup>109</sup> Ru	2.7E+04	7.4E+04	5.0E+03	2.7E+05			4.1E+03		1.5E+03	7.1E+04		2.4E+03			1.3E+03	1.1E+05		1.5E+03	7.0E+04	
(Bq/沈殿物g)	<sup>103</sup> Ru	<2E+02	<2E+02	<4E+01	<9E+01			<6E+01		<2E+00	<4E+02		<2E+00			<8E-01	<8E+02		<9E-01	<6E+02
<sup>85</sup> Zr	<9E+01	<2E+02	<3E+01	<2E+02			<4E+01		<2E+00	<3E+02		<3E+00			<1E+00	<8E+02		<1E+00	<5E+02	
<sup>95</sup> Nb	<5E+01	<2E+02	<2E+01	<2E+02			<2E+01		<2E+00	<2E+02		<2E+00			<5E-01	<4E+02		<6E-01	<3E+02	
<sup>60</sup> Co	5.9E+02	8.5E+03	4.2E+02	1.1E+05			1.6E+02		3.2E+01	4.0E+03		9.8E+01			2.8E+01	5.4E+03		2.8E+01	4.0E+03	
T- $\alpha$ (Bq/mℓ)	1.5E+05		1.0E+05				4.4E+04		1.7E+05			4.9E+04			1.5E+04			7.2E+04		
T- $\beta$ (Bq/mℓ)	3.8E+05		2.0E+04				2.4E+04		3.3E+03			3.6E+03			1.8E+03			2.3E+03		
$CO_3^{2-}$	<10	<4	57.4	48.2			14.7		11.2	7.32		12.0			8.13	<0.2		5.92	0.48	
陰イオン濃度 (mg/mℓ)	$NO_3^-$	<10	<4	33.3	20.1		13.3		10.5	18.0		11.5			9.44	14.8		9.38	14.9	
(mg/沈殿物g)	$NO_3^-$	376	281	81.4	43.9		142		174	274		181			151	219		152	223	
$SO_4^{2-}$	<10	1.98	<1	0.57			<1		5.10	8.86		<1			4.81	8.02		5.42	7.40	
$PO_4^{3-}$	<20	<8	<2	<0.2			7.68		6.11	12.5		7.19			4.88	14.0		4.59	14.3	
全油分濃度(ppm)	27	8.3mg/沈殿物g	610	76mg/沈殿物g	180	250 <sup>2)</sup>	220	210	<1mg/沈殿物g	220	220		190	190	<1mg/沈殿物g	190	190	<1mg/沈殿物g		
TBP濃度(ppm)	<20	<3mg/沈殿物g	<20	<3mg/沈殿物g			<20		<20	<1mg/沈殿物g		<20			<20	<1mg/沈殿物g		<20	<1mg/沈殿物g	
DBP濃度(ppm)	<20	<3mg/沈殿物g	590	<3mg/沈殿物g			250		220	<1mg/沈殿物g		220			200	<1mg/沈殿物g		240	<1mg/沈殿物g	
ドデカン濃度(ppm)	<20		<20				<20		<20			<20			<20			<20		
ブタノール濃度(ppm)	<20		<20				<20		<20			<20			<20			<20		
精製ブチル濃度(ppm)	<20		<20				<20		<20			<20			<20			<20		
金属成分 (mg/l)	B	<9	<0.7	360	<0.4		120		110	<0.9		130			108	<1		106	<9	
(mg/沈殿物g)	Ba	37	<0.5	<6	0.8		<7		<9	120		9			8	210		<8	170	
Ca	680	36	<3	15			<3		<1	8		<3			<3	64		<4	30	
Cr	11	<0.8	<10	<0.4			<11		<14	<1		<11			<11	<2		<13	<1	
Fe	83	18	<7	79			22		<8	240		64			<8	320		<8	160	
K	760	<4	670	<2			550	4.7g/ℓ	12		930			4.9g/ℓ	13		3.5g/ℓ	11		
Li	<63	<2	<63	<1			<71		<94	<3		<71			<73	<4		<82	<2	
Mg	220	16	<10	8			<5		<7	11		<5			<5	42		<6	18	
Mn	30	<0.3	<4	0.3			<4		<6	<0.4		<4			<4	<0.6		<5	<0.4	
Na	93g/ℓ	69	110g/ℓ	550			79g/ℓ		73g/ℓ	170		470g/ℓ			64g/ℓ	140		62g/ℓ	130	
Ni	76	<0.3	5	0.7			<4		103	29		23			140	74		140	54	
P	120	<7	150	<1			2.4g/ℓ		2.3g/ℓ	<3		2.7g/ℓ			1.8g/ℓ	<4		2.0g/ℓ	<1	
Si	59	4	180	0.3			77		26	0.6		43			16	1		21	0.6	
Zn	170	24	7	8			<5		<7	22		<5			<5	56		<6	26	

1)槽内を攪拌による均一化した後採取した試料を分析。

2)4時間攪拌後の全油分濃度は240ppm。

表4.2-15-2 廃液受入貯槽（V21）から採取した固化処理対象廃液の分析結果

		廃液受入貯槽V21	
		ろ液	沈殿物
密度 (g/cm <sup>3</sup> )		1.2	
沈殿物量(g/l)		0.6	
γスペクトル (Bq/g)	241Am		1.8E+06
	155Eu		2.3E+05
	154Eu		6.4E+05
	152Eu		N.D.(<3E+03)
	144Ce		3.4E+05
	137Cs		1.9E+04
	134Cs		N.D.(<2E+03)
	125Sb		2.1E+05
	106Ru		1.1E+06
	103Ru		N.D.(<9E+02)
	95Zr		N.D.(<2E+03)
	95Nb		N.D.(<9E+02)
	60Co		6.7E+04
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度(ppm)		N.D.(<20)	
アジ化水素濃度(g/l)		N.D.(<1)	
ヒドラジン濃度(mg/l)		N.D.(<100)	
全油分濃度(ppm)			N.D.(<4)
消泡剤濃度(mg/g)			N.D.(<4)
金属成分 <sup>1)</sup> ろ液 ; mg/l 沈殿物 ; mg/g	B;107		Ba;15
	Cr;9		Ca;71
	Fe;23		Fe;11
	K;550		Li;3
	Li;15		Mg;30
	Na;90 g/l		Mn;2
	P;2.4 g/l		Na;29
			Ni;26
			P;20
			Zn;29

1)補足資料-1 参照。

表4.2-15-3 V21沈殿物中の金属成分の定性分析<sup>1)</sup>

元素	定性分析結果	元素	定性分析結果	元素	定性分析結果
Ag	N.D.	Ge	N.D.	Pr	N.D.
Al	○	Hf	N.D.	Pt	N.D.
Au	N.D.	Hg	N.D.	Rb	N.D.
B	N.D.	Ho	N.D.	Re	N.D.
Ba	○	In	N.D.	Rh	N.D.
Be	N.D.	Ir	N.D.	Ru	N.D.
Bi	N.D.	K	○	S	N.D.
Ca	○	La	N.D.	Sb	N.D.
Cd	N.D.	Li	○	Sc	N.D.
Ce	N.D.	Lu	N.D.	Sm	N.D.
Co	N.D.	Mg	○	Sn	N.D.
Cr	N.D.	Mn	○	Sr	N.D.
Cs	N.D.	Mo	N.D.	Ta	N.D.
Cu	N.D.	Na	○	Tb	N.D.
Dy	N.D.	Nb	N.D.	Ti	N.D.
Er	N.D.	Nd	N.D.	Tl	N.D.
Eu	N.D.	Ni	○	Tm	N.D.
Fe	○	Os	N.D.	V	N.D.
Ga	N.D.	P	○	w	N.D.
Gd	N.D.	Pb	N.D.	Y	N.D.
				Yb	N.D.
				Zn	○
				Zr	N.D.

表4.2-15-4 V21ろ液中の金属成分の定性分析<sup>2)</sup>

元素	定性分析結果	元素	定性分析結果	元素	定性分析結果
Ag	N.D.	Ge	N.D.	Pr	N.D.
Al	N.D.	Hf	N.D.	Pt	N.D.
Au	N.D.	Hg	N.D.	Rb	N.D.
B	○	Ho	N.D.	Re	N.D.
Ba	N.D.	In	N.D.	Rh	N.D.
Be	N.D.	Ir	N.D.	Ru	N.D.
Bi	N.D.	K	○	S	N.D.
Ca	N.D.	La	N.D.	Sb	N.D.
Cd	N.D.	Li	○	Sc	N.D.
Ce	N.D.	Lu	N.D.	Sm	N.D.
Co	N.D.	Mg	N.D.	Sn	N.D.
Cr	○	Mo	N.D.	Sr	N.D.
Cs	N.D.	Na	○	Ta	N.D.
Cu	N.D.	Nb	N.D.	Tb	N.D.
Dy	N.D.	Nd	N.D.	Ti	N.D.
Er	N.D.	Ni	N.D.	Tl	N.D.
Eu	N.D.	Os	N.D.	Tm	N.D.
Fe	○	P	○	V	N.D.
Ga	N.D.	Pb	N.D.	w	N.D.
Gd	N.D.			Y	N.D.
				Yb	N.D.
				Zn	N.D.
				Zr	N.D.

表中の「○」は定性分析の結果有意であったものを示す。

表中の「N.D.」は検出されなかったことを示す。

1)補足資料-2参照。

2)補足資料-3参照。

表4.2-16 アスファルト固化体 (97-M46-1キャンペーン10BドラムNo.29906,27BドラムNo.30072) の塩濃度等の垂直方向分布

27BドラムNo.30072<sup>a</sup>

No.*	1a	1b	4	6	7	8	10	13a	13b	16	17	18	19	20	21	22a	22b	23	平均値	標準偏差
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	1.4	1.8	N.D.(<0.5)	5.6	0.6	4.8	0.6	N.D.(<0.5)	N.D.(<0.5)	5.1	7.0	5.3	6.6	1.2	0.9	N.D.(<0.5)	N.D.(<0.5)	1.3	-	-
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	14.1	14.2	12.3	12.9	11.7	12.7	11.6	11.4	11.1	11.1	12.9	10.9	12.3	9.4	12.2	12.3	12.1	13.2	12.1	1.1
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	253	261	247	261	249	255	241	247	256	259	284	245	274	215	266	255	257	254	13.9	
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	8.2	8.2	6.4	8.5	6.9	8.3	6.7	7.3	7.3	10.1	13.2	10.8	11.6	7.1	8.7	8.0	7.9	8.3	8.5	1.8
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	N.D.(<0.5)	-	-																	
Total Salt	433	451	420	449	481	436	432	426	437	509	520	525	516	473	453	438	441	461	464	34.8

表中の「N.D.」は検出されなかったことを示す。

1)補足資料-4参照。

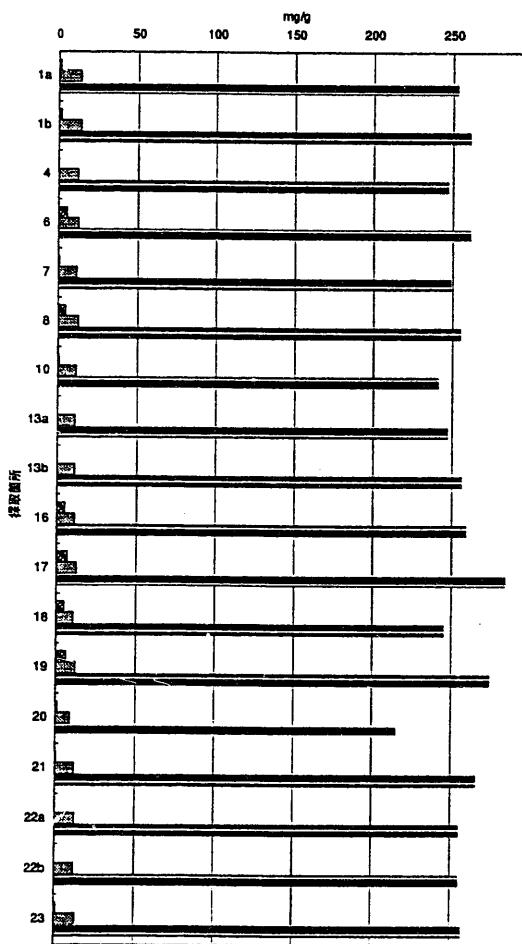
10BドラムNo.29906<sup>b</sup>

No.*	1	6	11	16	21	26	31	36	38	平均値	標準偏差
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	6.3	5.7	6.3	5.8	5.3	5.2	5.1	5.1	4.8	5.5	0.5
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	12.7	12.6	12.5	12.1	11.7	11.9	12.9	12.2	12.6	12.4	0.4
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	260	259	263	261	258	260	262	260	263	261	1.7
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	7.1	7	7.6	7.4	7	7.2	7.1	7.3	7	7.2	0.2
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	N.D.(<0.5)	-	-								
Total Salt	419	418	436	434	420	428	431	434	438	429	7.8

表中の「N.D.」は検出されなかったことを示す。

2)補足資料-5参照。

27Bドラム内各種成分濃度



10Bドラム内各種成分濃度

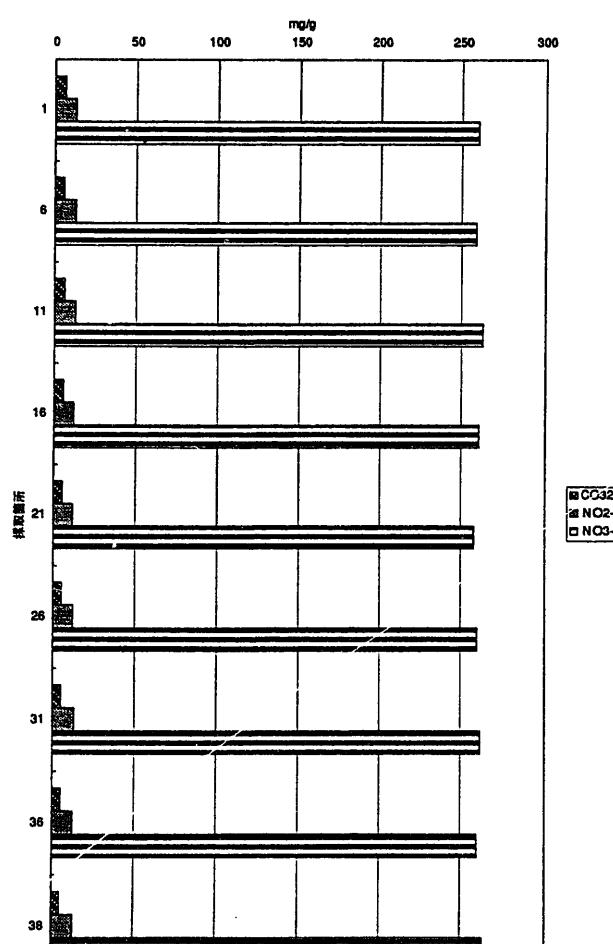


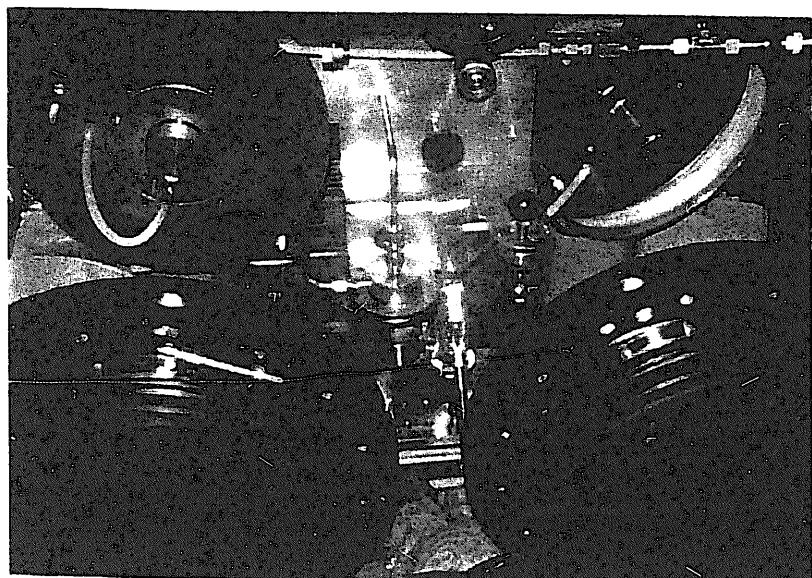
表4.2-17 エクストルーダ内のアスファルト混合物及びアスファルト充てん室内の固化体の分析結果

		アスファルト充てん室内の固化体			エクストルーダ内のアスファルト混合物
		ドラムA7	ドラムA8	ドラムA9*	
Total Salt濃度(mg/g)		429	410	739	<20
$\gamma$ スペクトル (Bq/g)	$^{241}\text{Am}$	5.5E+02	4.8E+02	1.4E+03	1.3E+01
	$^{144}\text{Ce}$	<2E+02	<3E+02	4.8E+02	<8E+00
	$^{137}\text{Cs}$	8.7E+04	8.4E+04	1.9E+05	3.7E+03
	$^{134}\text{Cs}$	7.2E+03	7.1E+03	1.6E+04	2.4E+02
	$^{125}\text{Sb}$	7.7E+02	6.5E+02	2.0E+03	1.4E+01
	$^{106}\text{Ru}$	6.1E+03	5.9E+03	1.7E+04	9.3E+01
	$^{103}\text{Ru}$	<6E+01	<6E+01	<2E+02	<3E+00
	$^{95}\text{Zr}$	<3E+01	<4E+01	<8E+01	<2E+00
	$^{95}\text{Nb}$	<2E+01	<2E+01	<5E+01	<7E-01
	$^{60}\text{Co}$	2.3E+02	2.3E+02	6.5E+02	4.4E+00
陰イオン濃度 (mg/g)	$\text{CO}_3^{2-}$	<1	<1	369	2.96
	$\text{NO}_2^-$	9.70	6.45	<0.9	0.43
	$\text{NO}_3^-$	246	239	<0.9	6.48
	$\text{SO}_4^{2-}$	7.29	7.06	95.3	0.55
	$\text{PO}_4^{3-}$	3.70	3.95	13.6	<2
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 濃度		<1mg/g	<1mg/g	<1mg/g	
金属成分 (mg/g)	B	<2	<17	<2	
	Ba	<1	<11	<1	
	Ca	<0.6	<5	<0.7	
	Cr	<2	<18	<2	
	Fe	<0.6	<0.6	<0.6	
	K	<11	<97	14	
	Li	<5	<47	<6	
	Mg	<1	<9	<1	
	Mn	<0.8	<7	<0.9	
	Na	120	110	300	
	Ni	<1	<7	<0.9	
	P	<3	<26	<6	
	Si	2	9	2	
	Zn	<1	<9	<1	

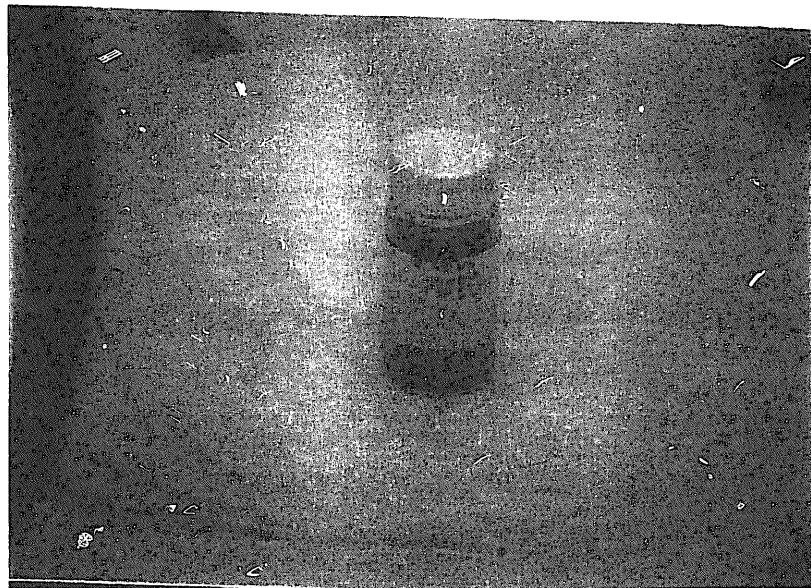
\* ドラムA9に関しては、採取した試料の全てが炭化したものであった。



試料採取装置外観



サンプリングヘッド



試料外観 (331V10)

図4.1-1 試料採取装置及び試料採取後の外観 (AAF331V10)

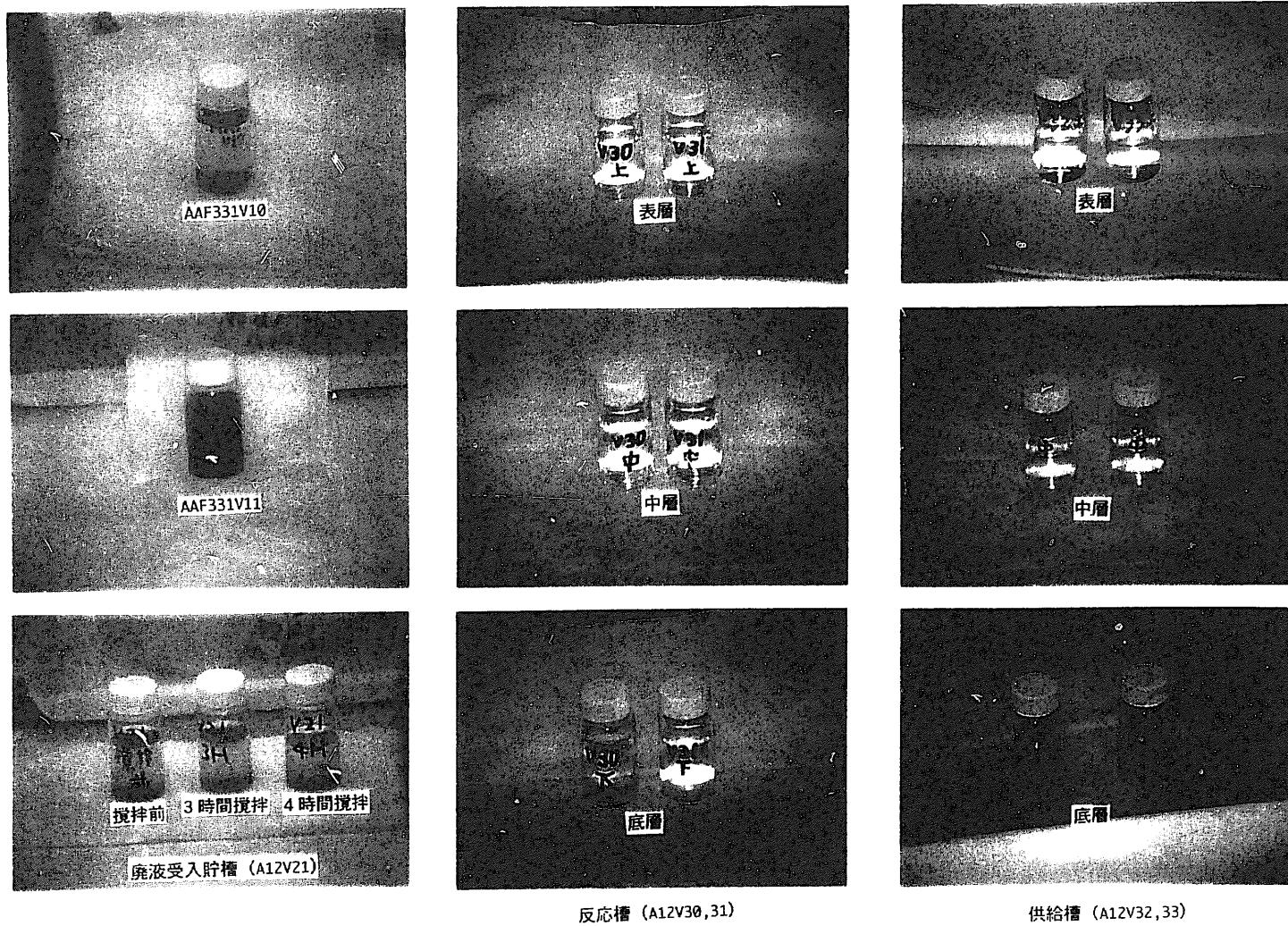


図4.1-2 廃液試料外観

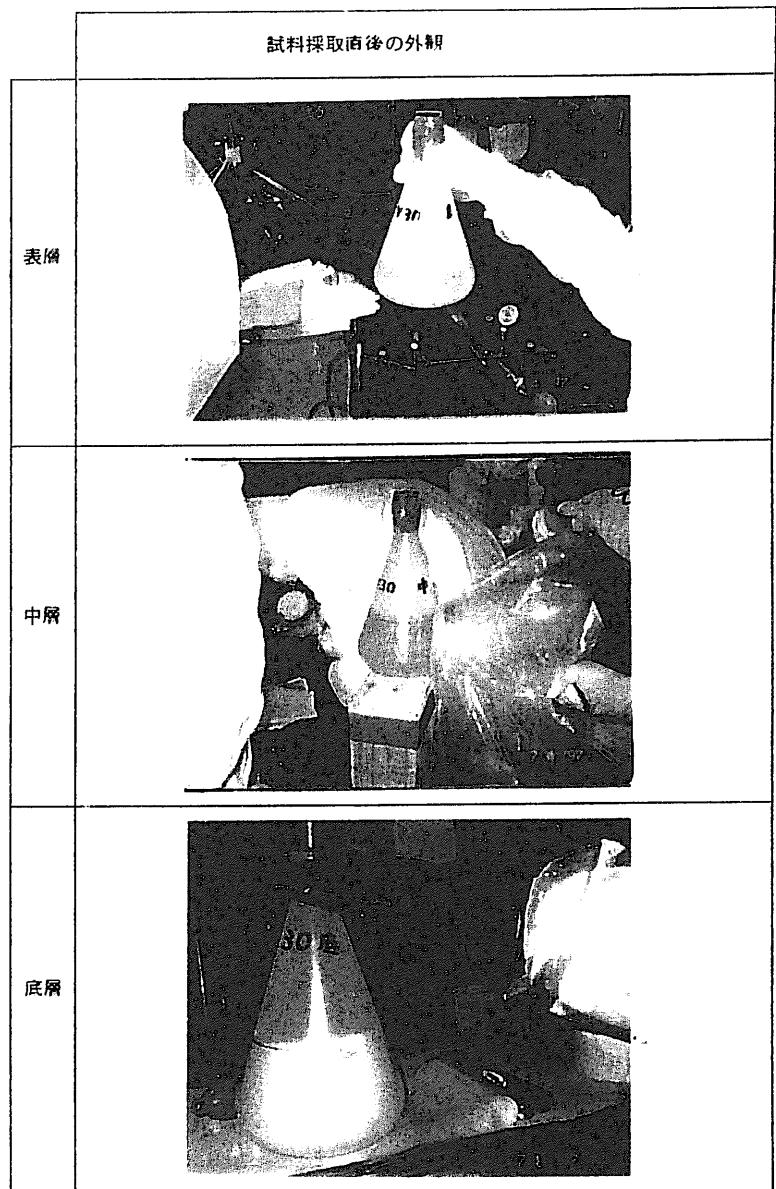
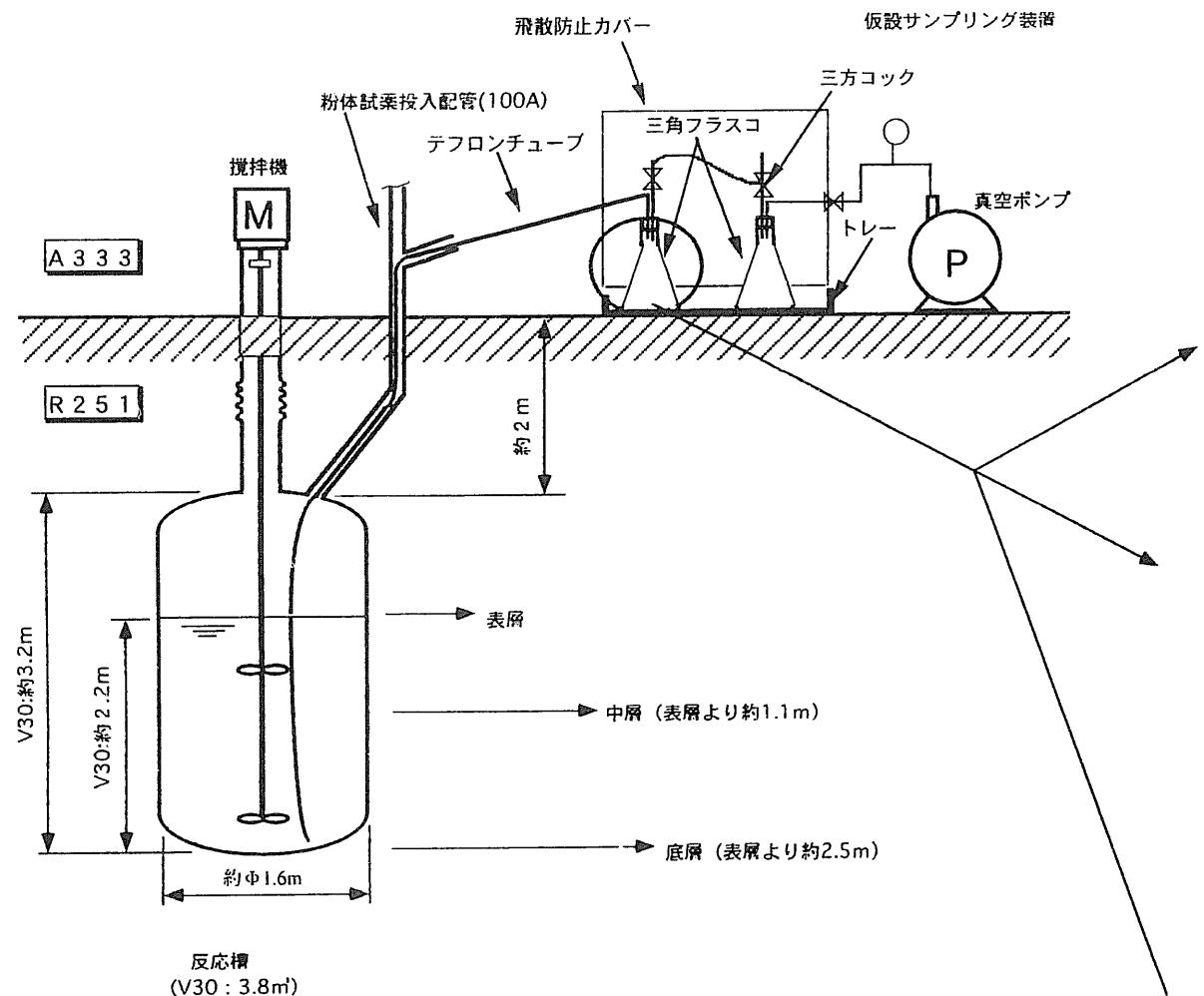


図4.1-3 反応槽（A12V30）直接採取による試料外観

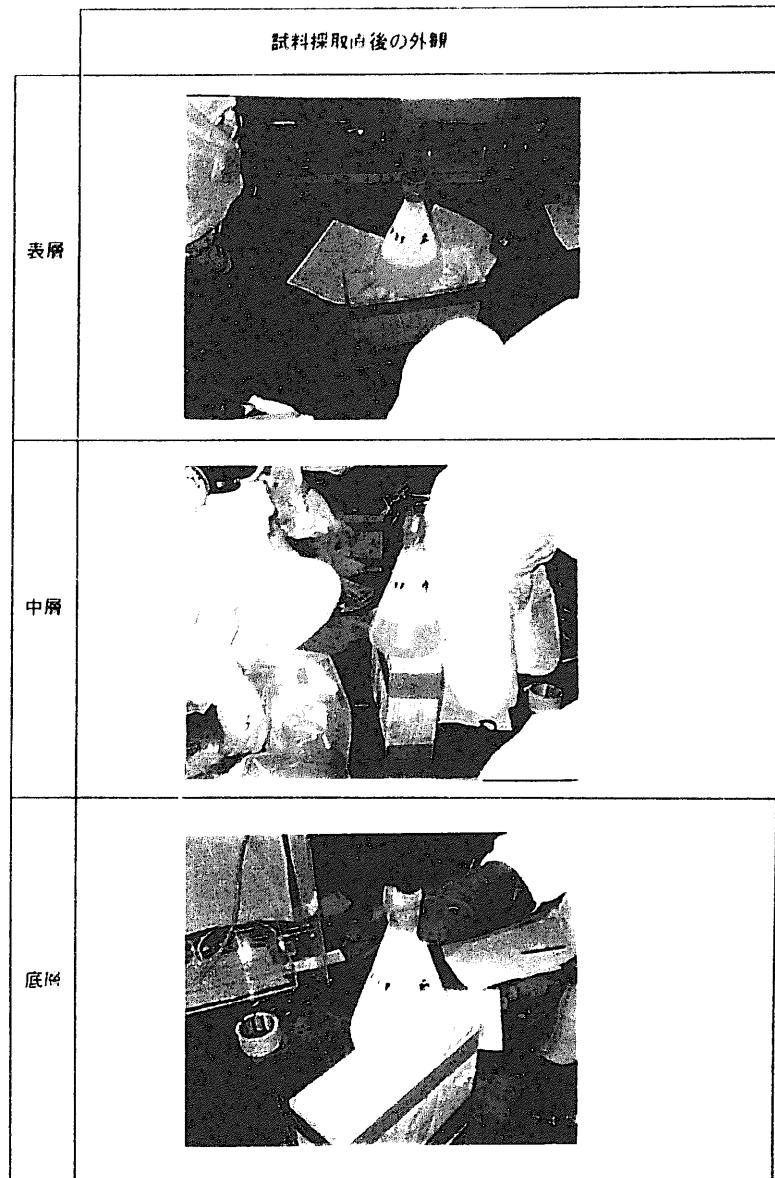
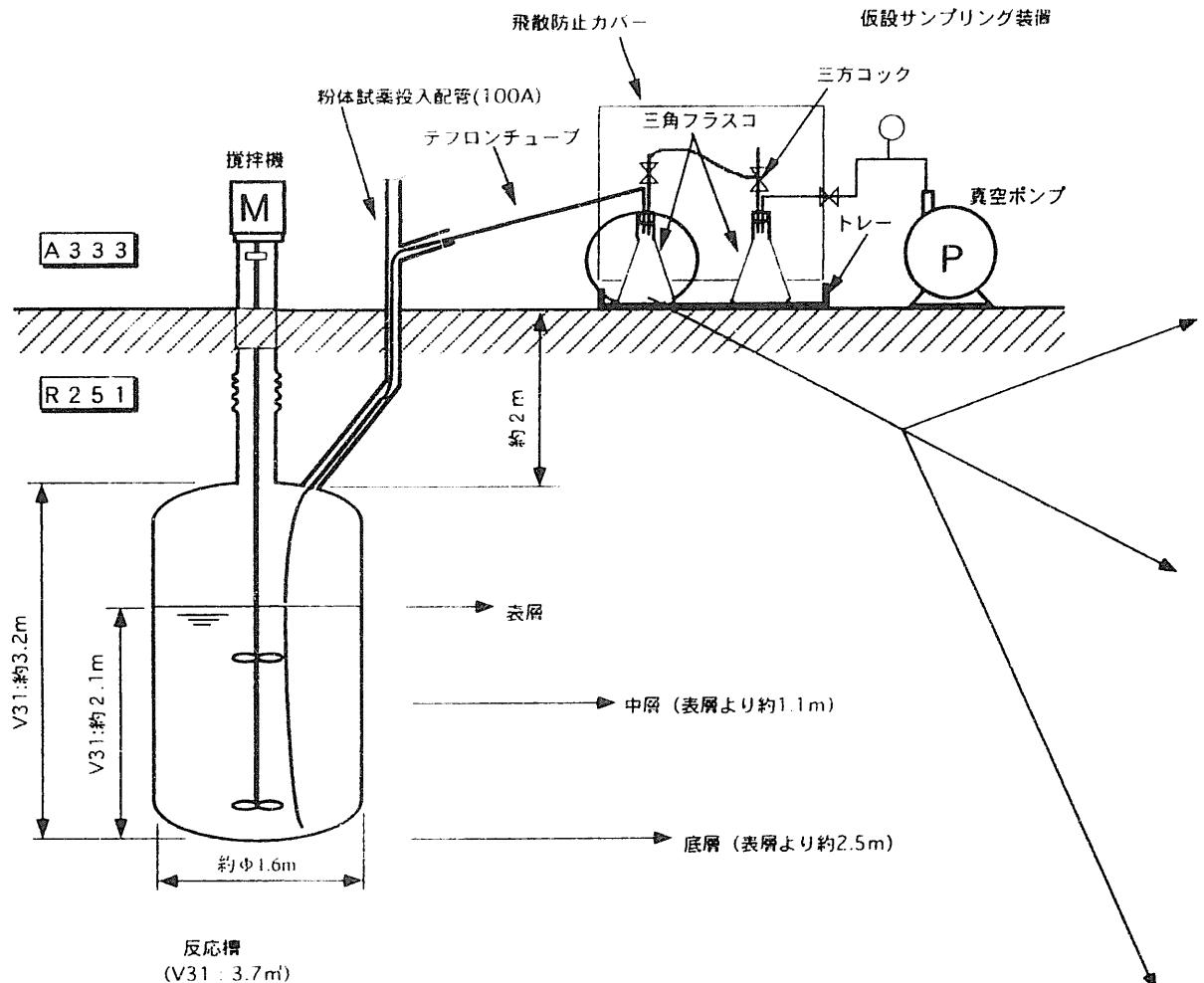


図4.1-4 反応槽(A12V31)直接採取による試料外観

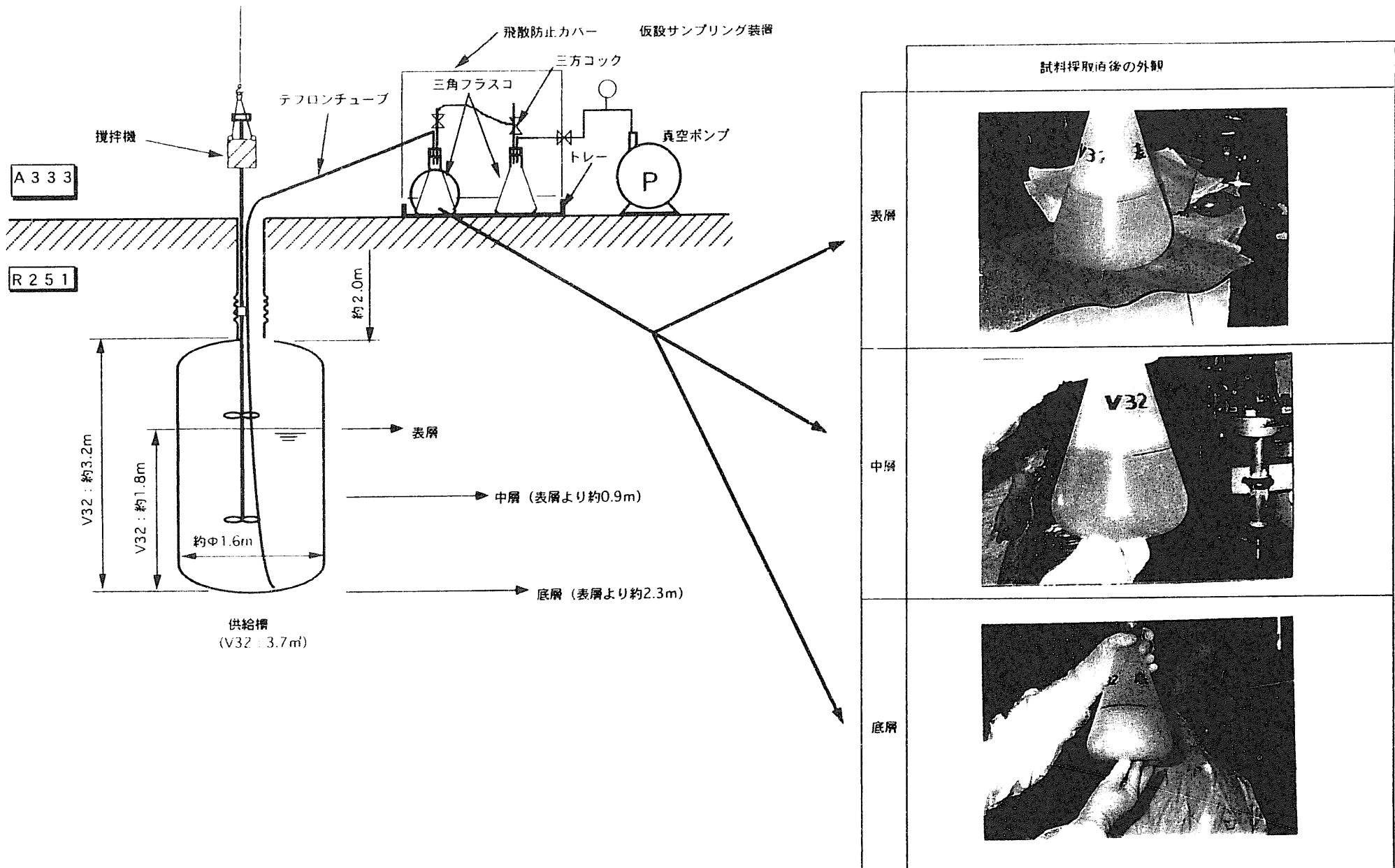


図4.1-5 供給槽 (A12V32) 直接採取による試料外観

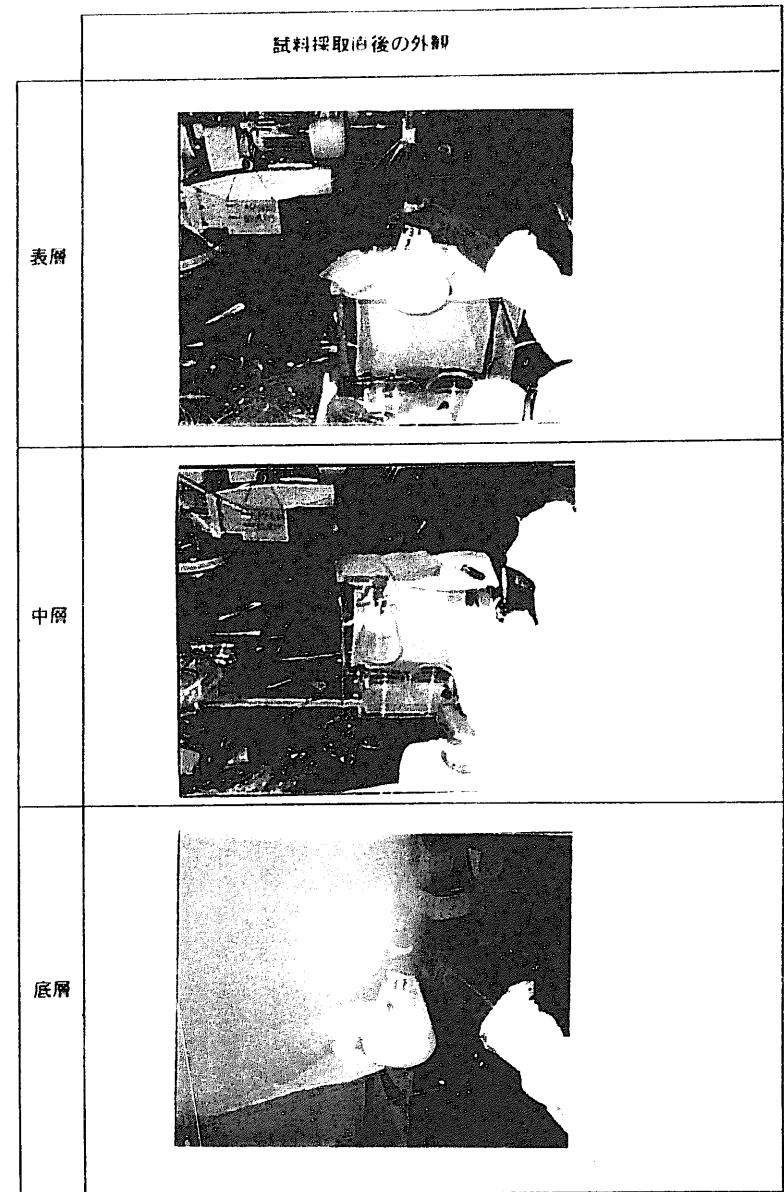
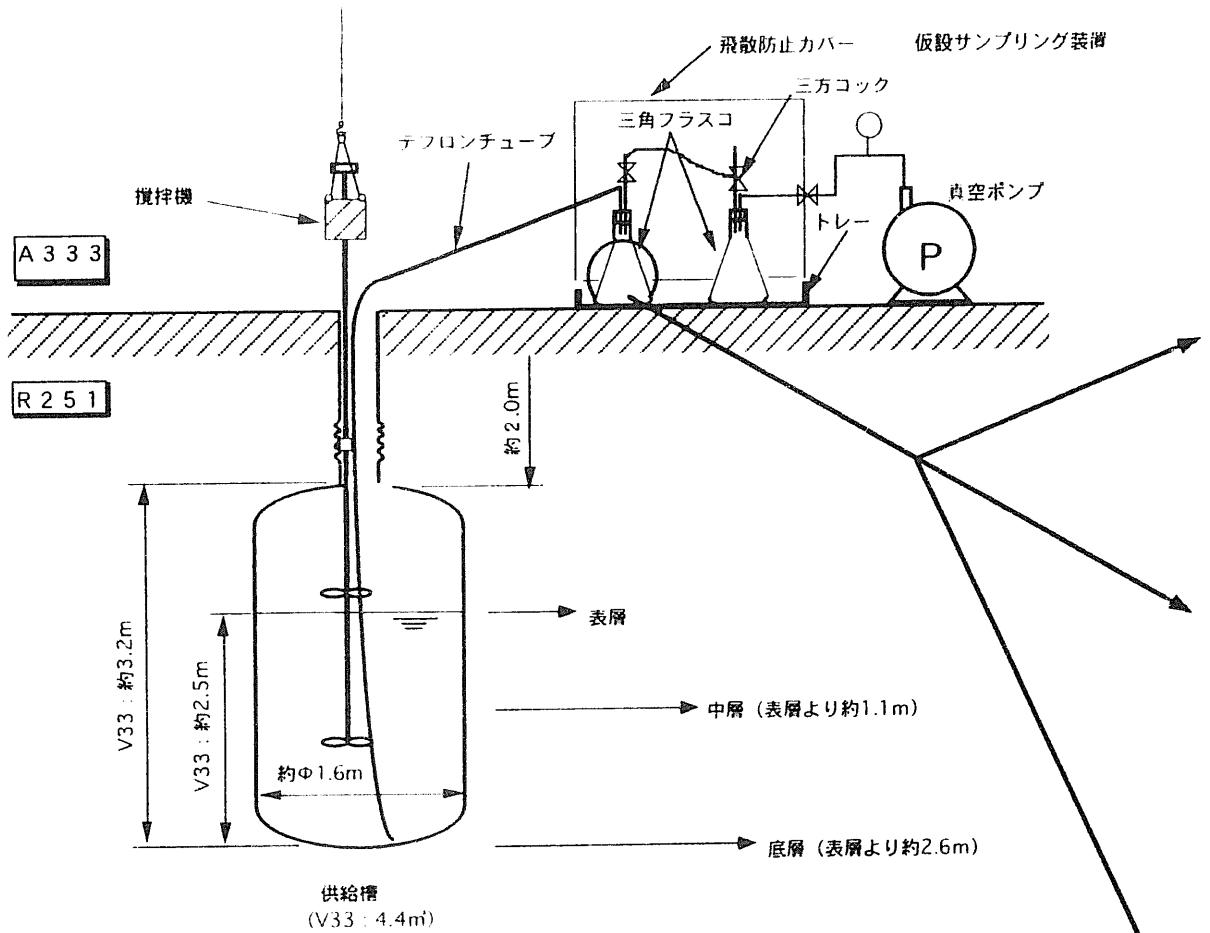


図4.1-6 供給槽（A12V33）直接採取による試料外観



保守作業室(A234)ハッチ開口部での作業状況



A : M131(コンペア) 上のドラム缶	● : キャッピング缶
B : M132(コンペア) 上のドラム缶	◎ : 充填缶 (100%) 若くは充填途中 (85%)
C : M103(コンペア) 上のドラム缶	○ : 空
D : ターンテーブル上のドラム缶	■ : 汚量用
E : 駆逐したドラム缶	△ : 充填の有無不明
F : 後蓋用ドラム缶	

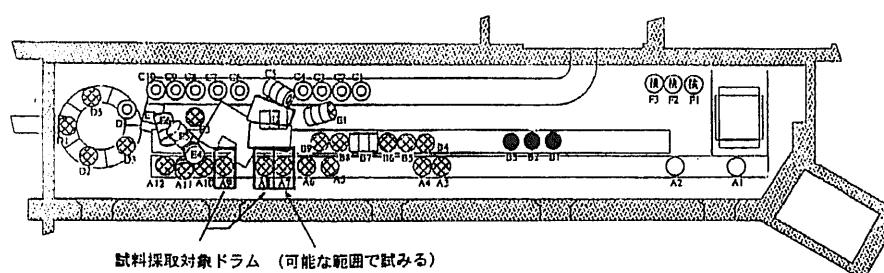
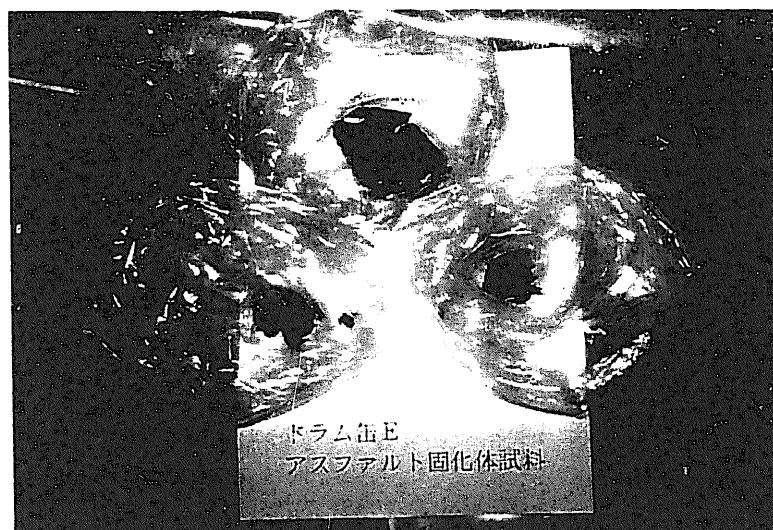


図4.1-7 アスファルト充てん室内固化体試料採取状況



ドラムA7

打ち込み深さ：約3.3cm



ドラムA8

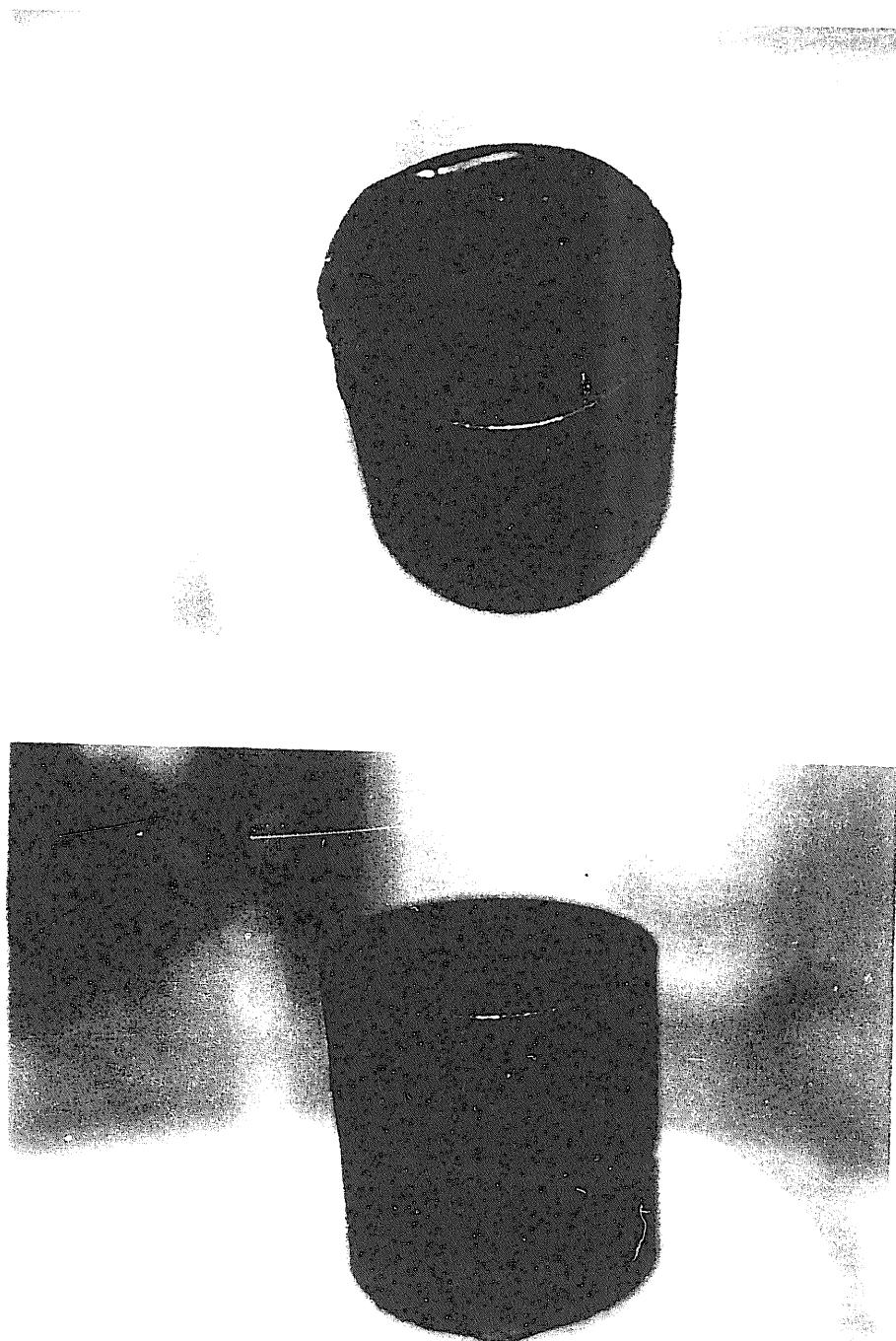
打ち込み深さ：約2.5cm



ドラムA9

打ち込み深さ：約4.5cm

図4.1-8 アスファルト充てん室内固化体試料外観



ドラムNo.29906 10B  
フィード流量 : 200 ℥ / h  
固化体重量 : 265.2kg  
固化分（塩）濃度 : 45.0%

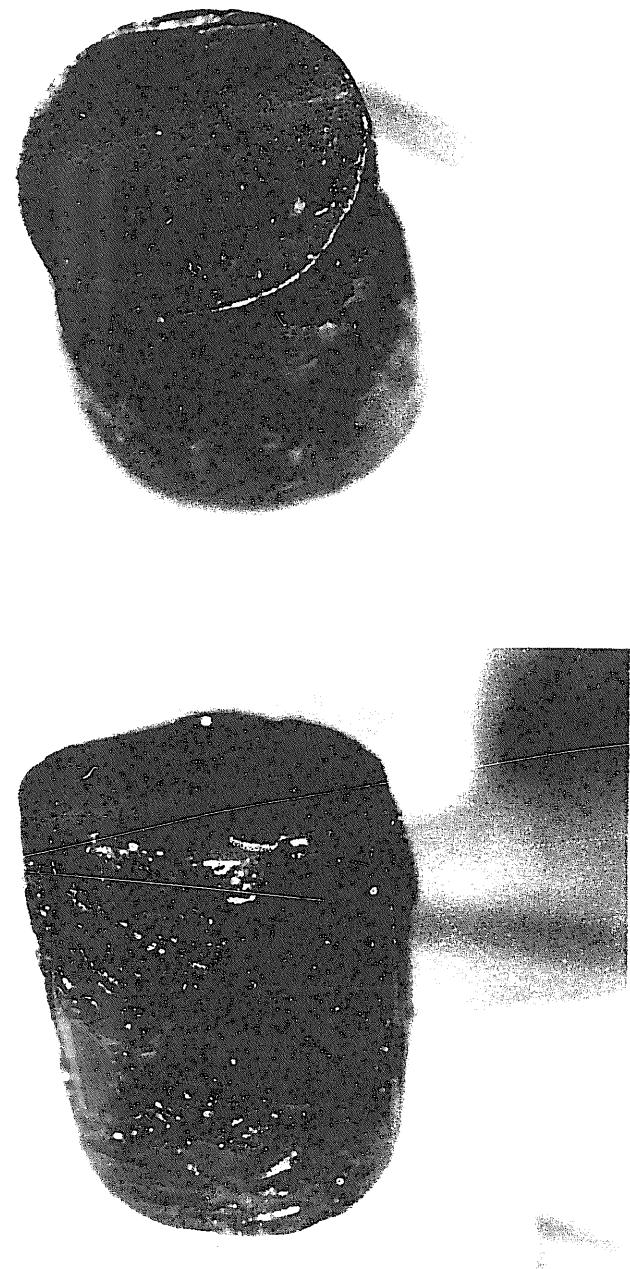
図4.1-9 アスファルト固化体試料外観



ドラムNo.30055 25B  
フィード流量 : 180 l / h  
固化体重量 : 260.0kg  
固化分（塩）濃度 : 44.5%

図4.1-10 アスファルト固化体試料外観

10  
100



ドラムNo.30064 26B  
フィード流量 : 160 ℓ / h  
固化体重量 : 261.1 kg  
固化分（塩）濃度 : 41.1%

図4.1-11 アスファルト固化体試料外観



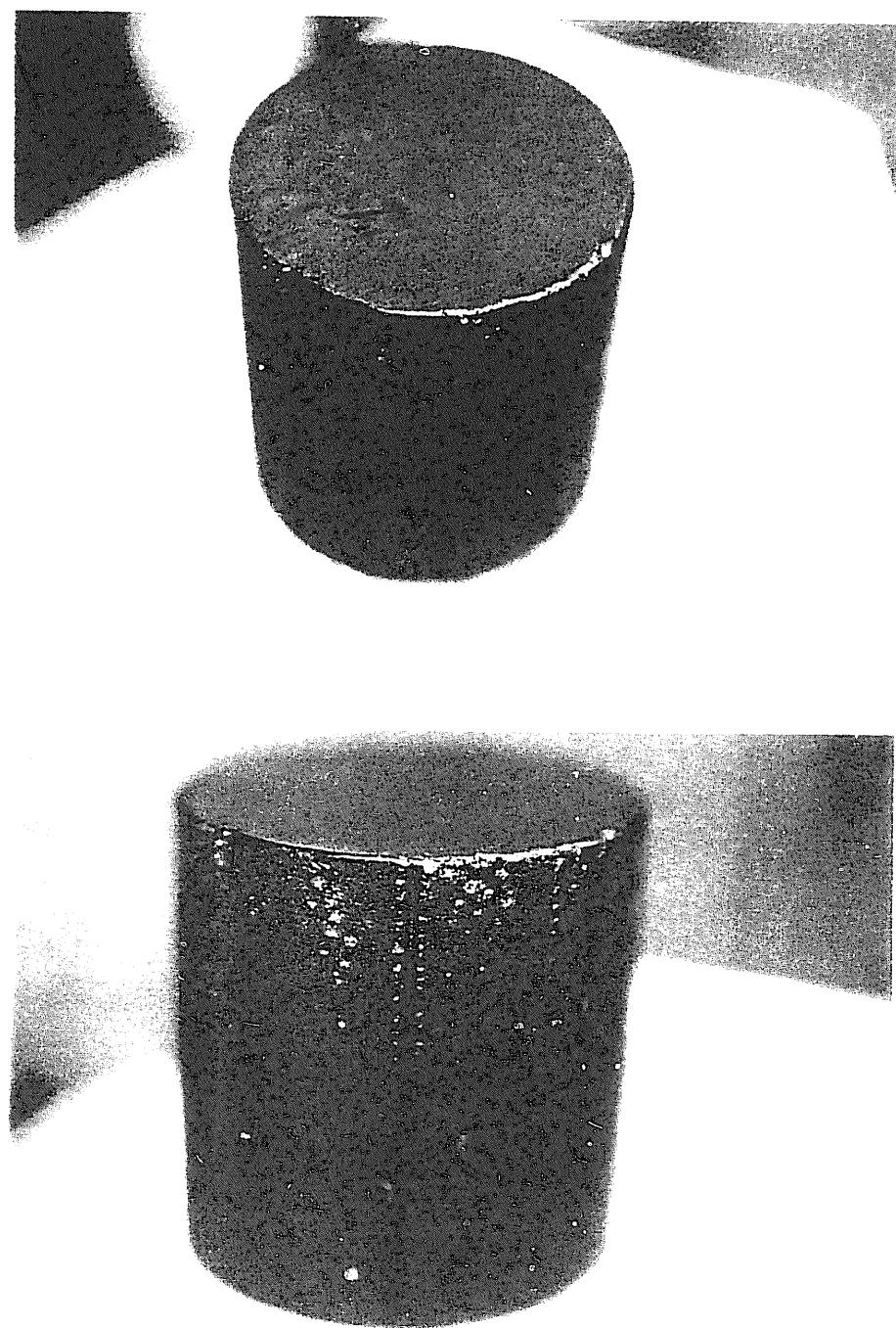
ドラムNo.30075 27B

フィード流量 : 160 ℓ /h

固化体重量 : 256.4kg

固化分（塩）濃度 : 43.2%

図4.1-12 アスファルト固化体試料外観



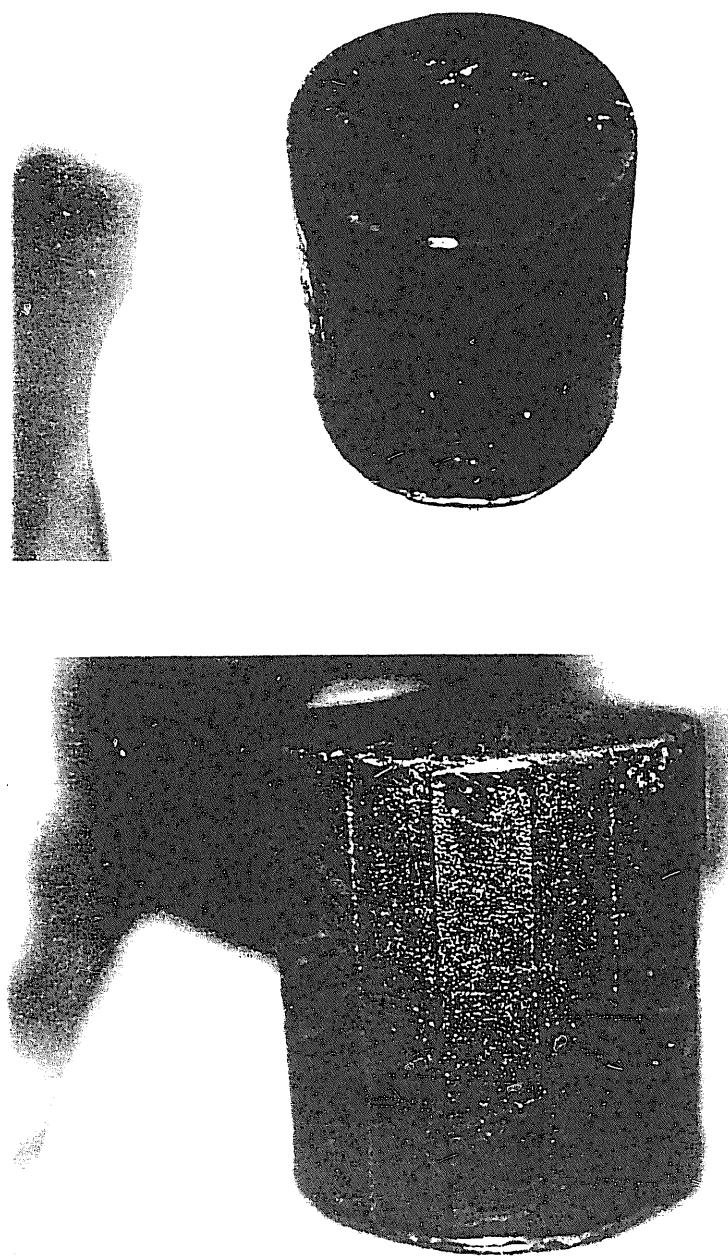
ドラムNo.29074 9B

フィード流量 : 1800 / h

固化体重量 : 259.2 kg

固化分 (氯) 濃度 : 44.8%

図4.1-13 アスファルト固化体試料外観



ドラムNo.29230 23B  
フィード流量 : 200 l/h  
固化体重量 : 267.0kg  
固化分（塩）濃度 : 39.5%

図4.1-14 アスファルト固化体試料外観

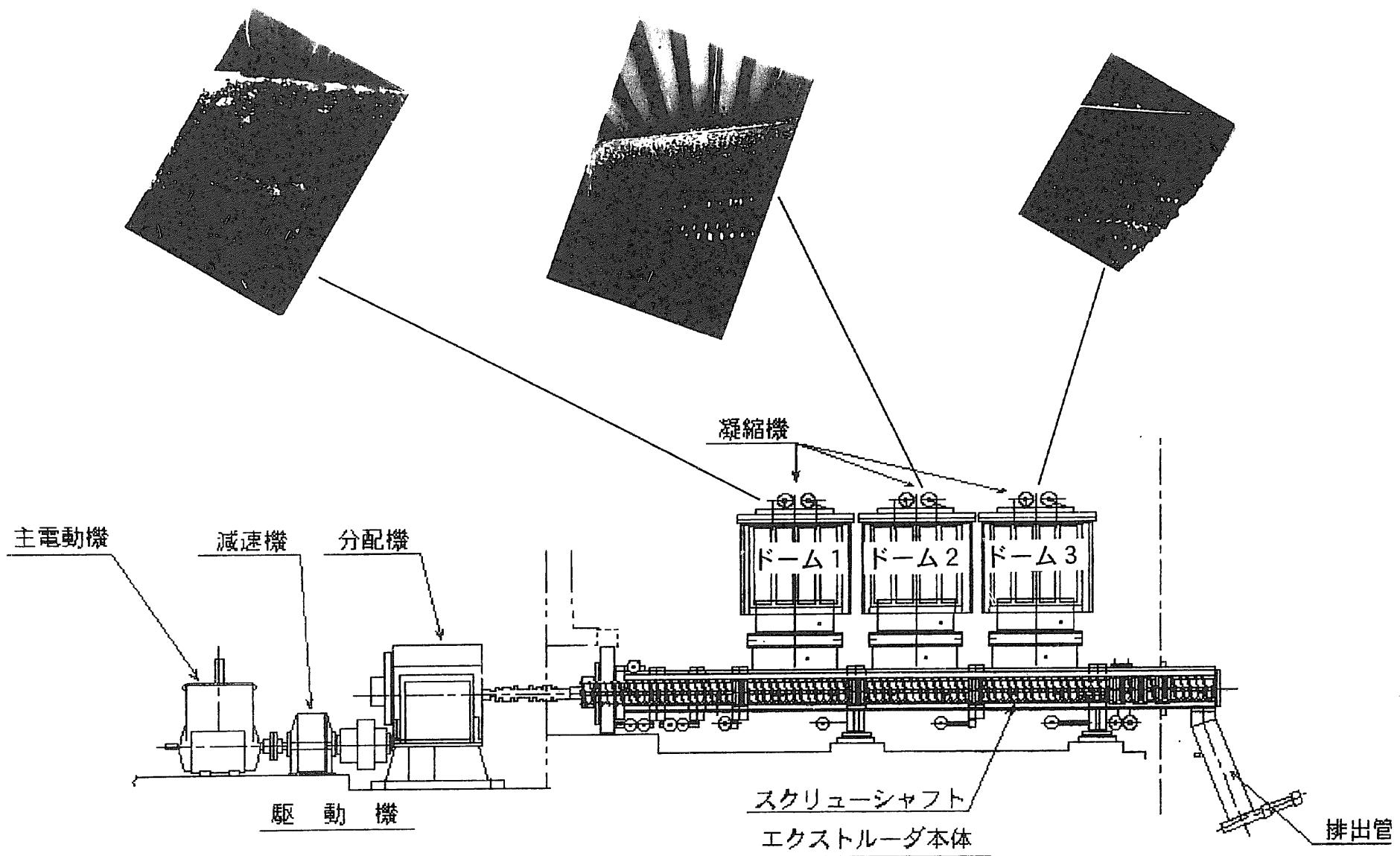


図4.1-15 エクストルーダ内アスファルト混合物観察状況

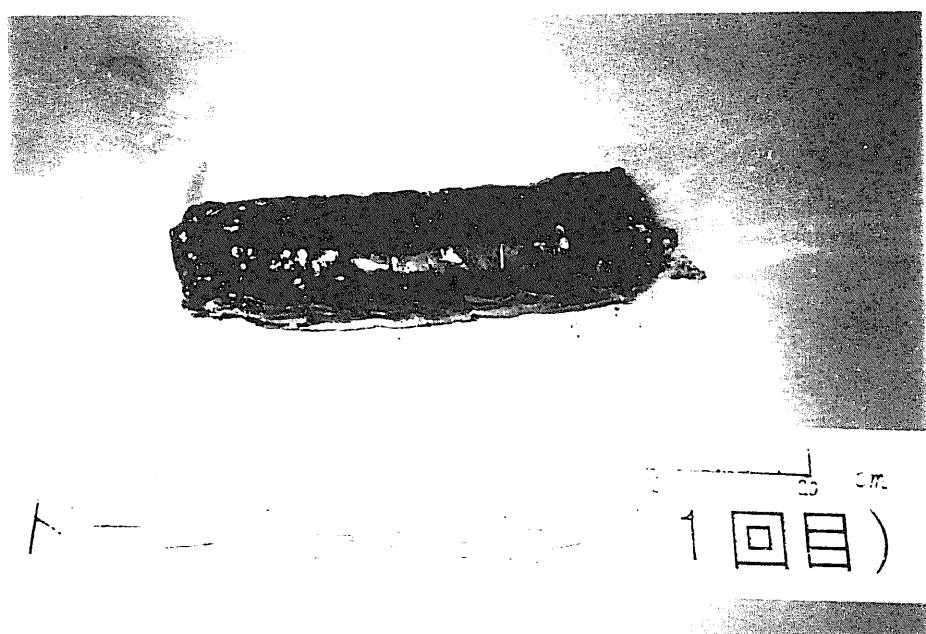
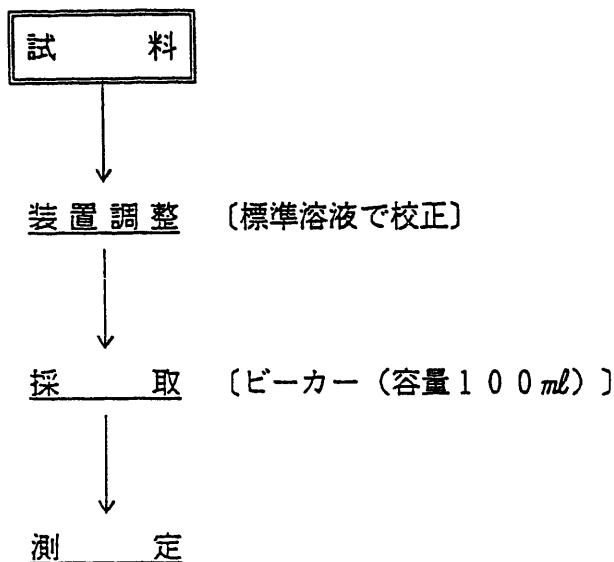


図4.1-16 エクストルーダ内のアスファルト混合物試料外観

## 図4.2-1 分析方法

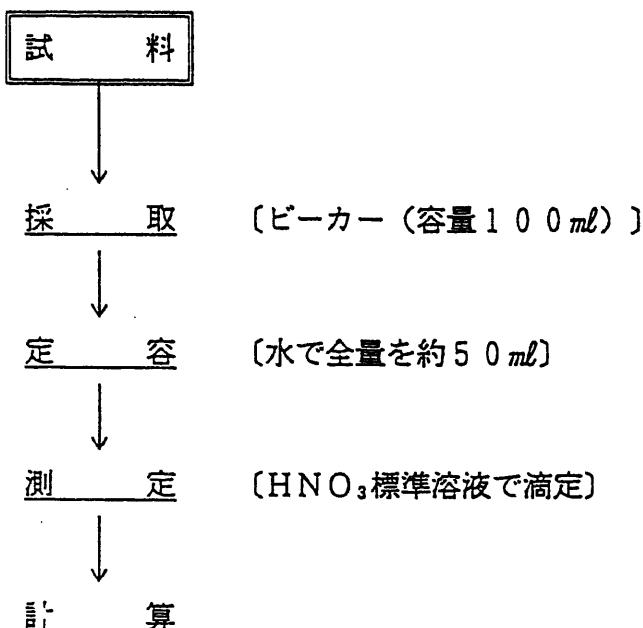
廃溶媒処理技術施設 リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中の pH 分析作業方法



分析装置：電位差滴定装置（平沼産業製コムタイト900型）  
 電極、ガラスカロメル複合電極  
 pH標準液：4.01(25°C), フタル酸塩標準溶液  
 6.86(25°C), 中性リン酸塩標準溶液

図 pH 分析操作手順フローシート

廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中の水酸化物イオン分析方法

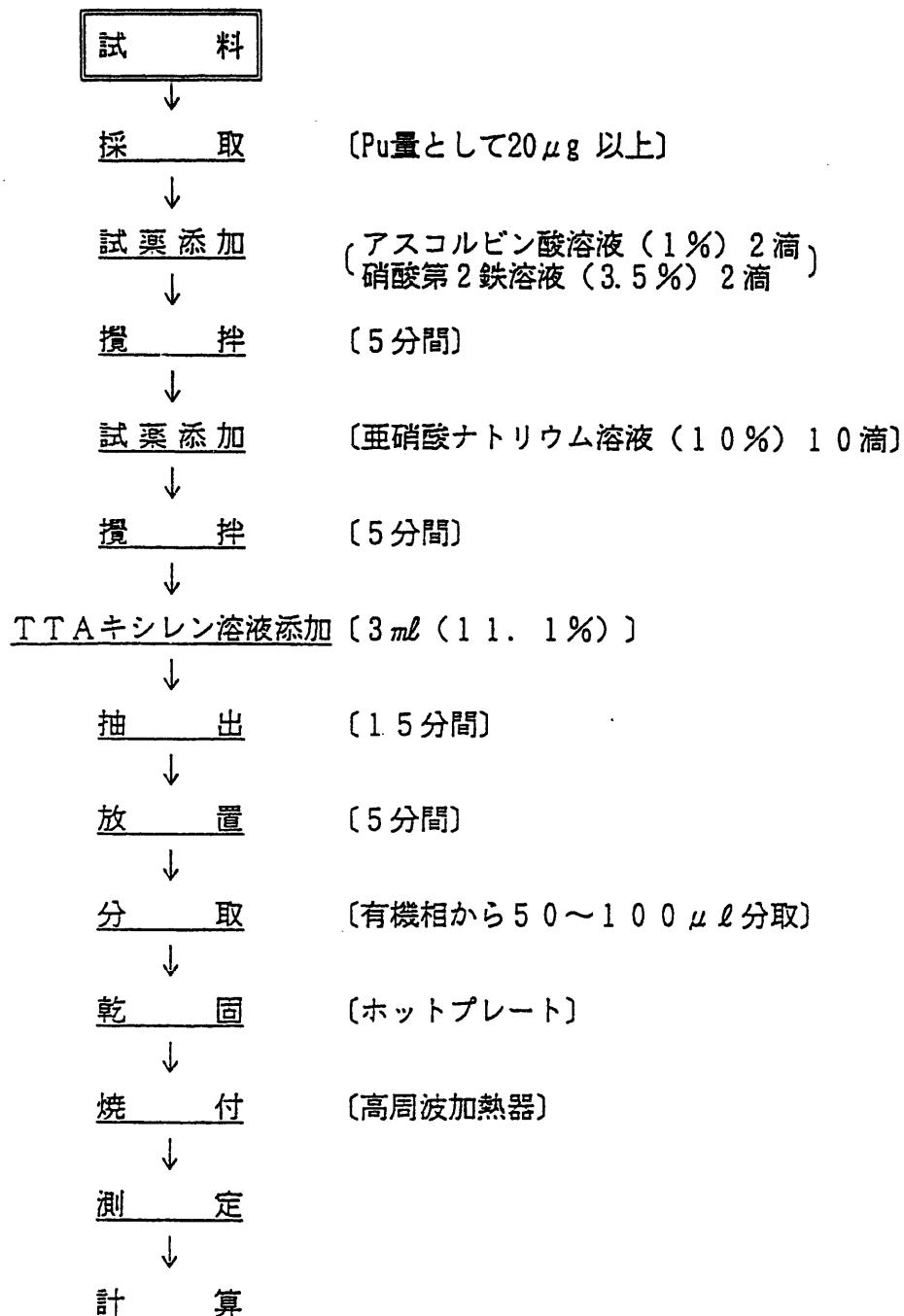


分析装置：電位差滴定装置（平沼産業製コムタイト900型）  
電極、ガラスカロメル複合電極

HNO<sub>3</sub>標準溶液：0.1997N

図 水酸化物イオン分析操作手順フローシート

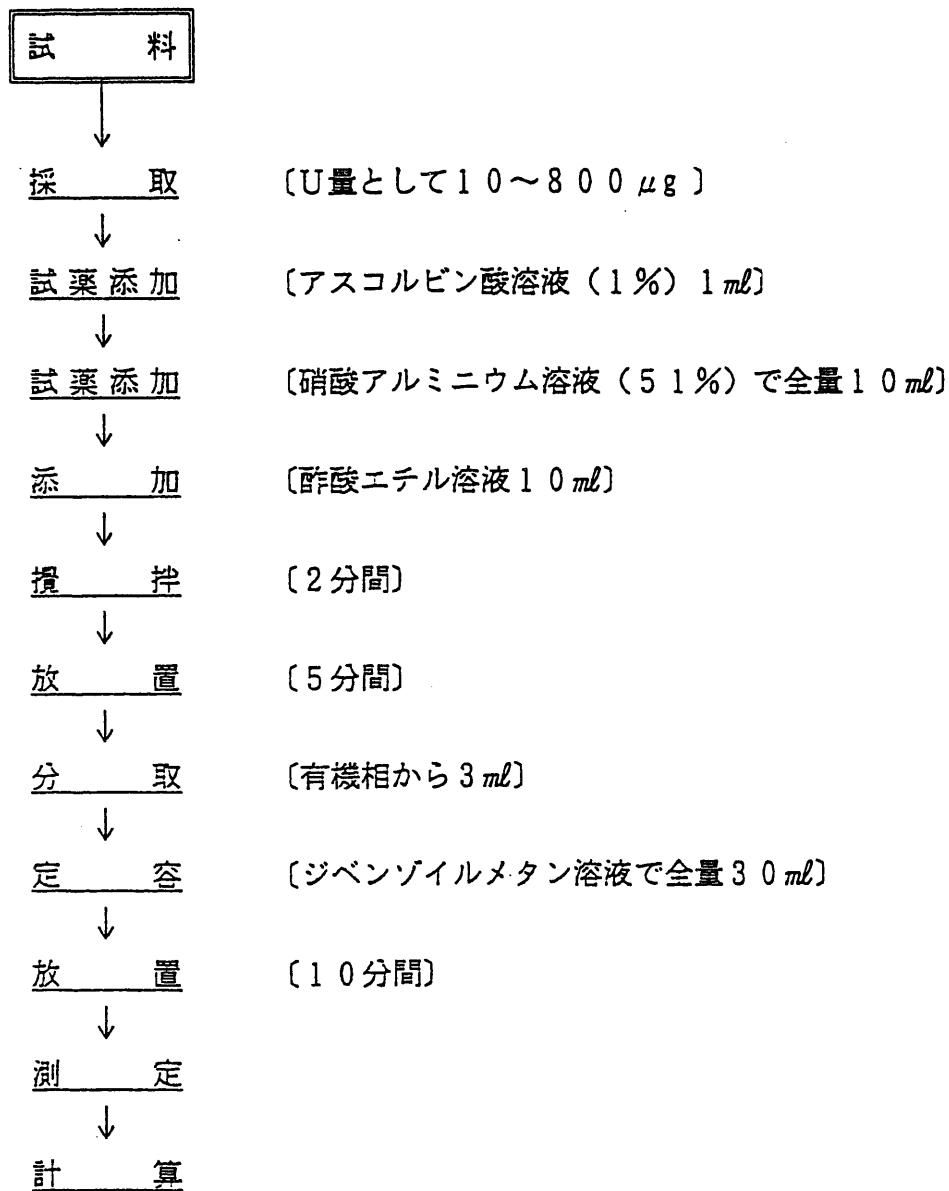
廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中のプルトニウム分析作業方法



測定装置	: 検出器 ; ZnS (Ag) シンチレーション検出器 (アロカ製)
計測器	: TDC-511型スケーラ (アロカ製)
計数効率	: 30.6%

図 プルトニウム分析操作手順フローシート

# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中のウラン分析作業方法

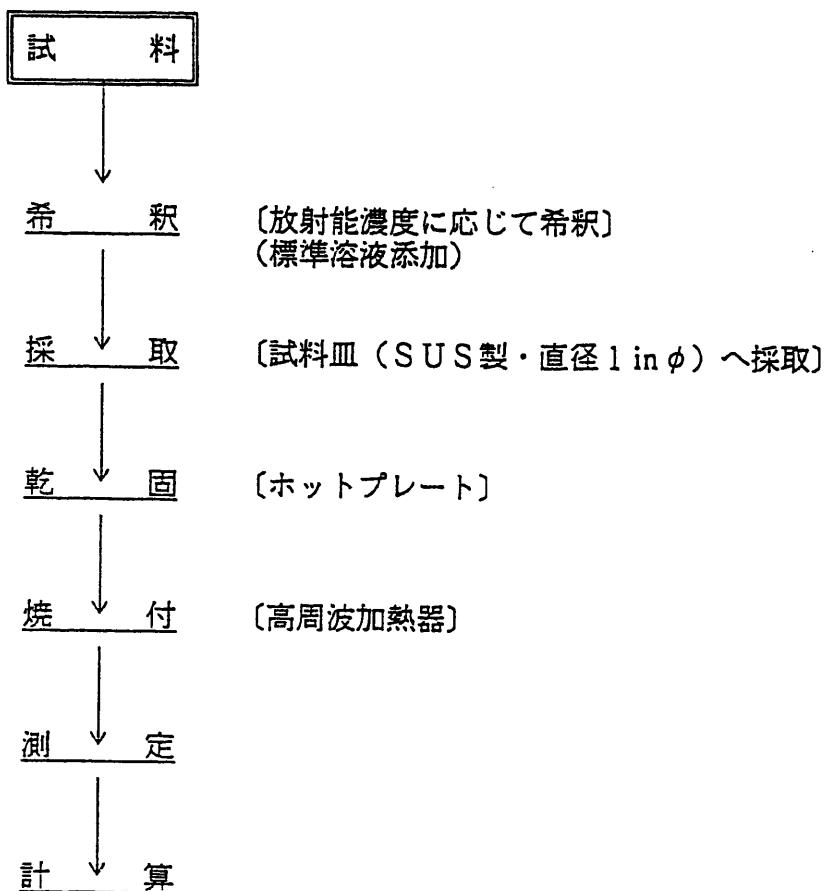


分析装置：自記分光光度計（島津製作所製UV2400）

測定条件：測定波長 410 nm  
 ベース波長 540 nm  
 吸収セル 10.0 mm

図 ウラン分析操作手順フローシート

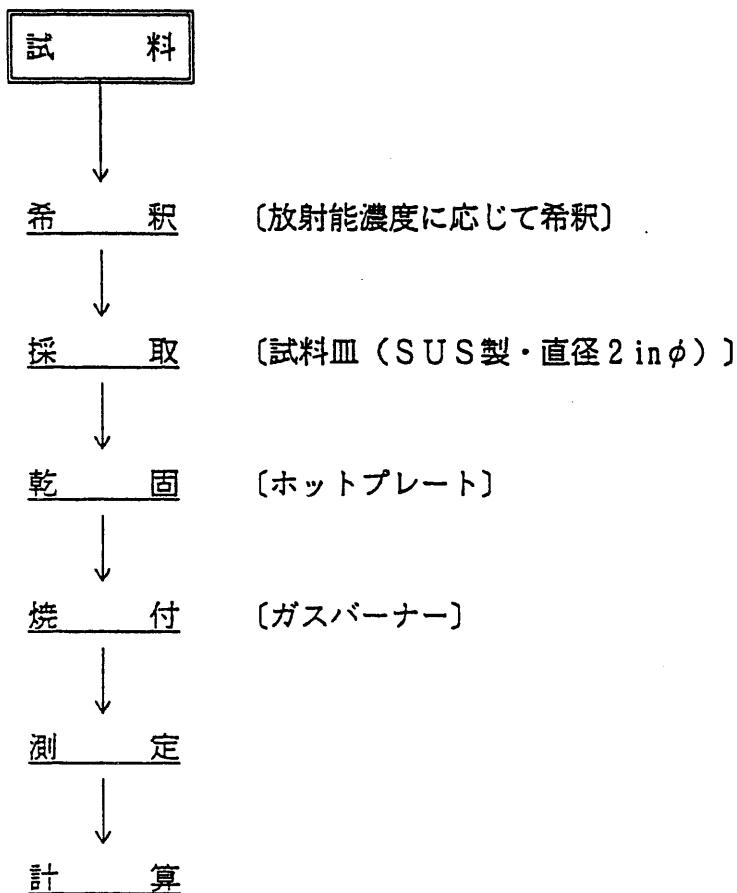
廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中の全 $\alpha$ 分析作業方法



分析装置 :	検出器 ; ZnS (Ag) シンチレータ (アロカ製)
	計測器 ; TDC-511型スケーラ (アロカ製)
計数効率 :	27.3%

図 全 $\alpha$ 分析操作手順フローシート

廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中の全β分析作業手順



分析装置	： 検出器；ガイガー・ミューラ（GM）計数管（アロカ製） 計測器；TDC-511型スケーラ（アロカ製）
計数効率	： 27.3%

図 全β分析操作手順フローシート

# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場 濃縮廃液中のγスペクトル分析作業方法

## 試 料



調 製 [放射能強度に応じて調製]  
 (エッペンドルフで分取、希釈)



採 取 [1 mlを測定容器 (R I カプセル) に採取]



測 定 [γ線スペクトル分析装置: 3000秒測定]



データ処理 [自動解析]  
 平成2年度科学技術庁指針対応  
 γ線核種分析プログラム

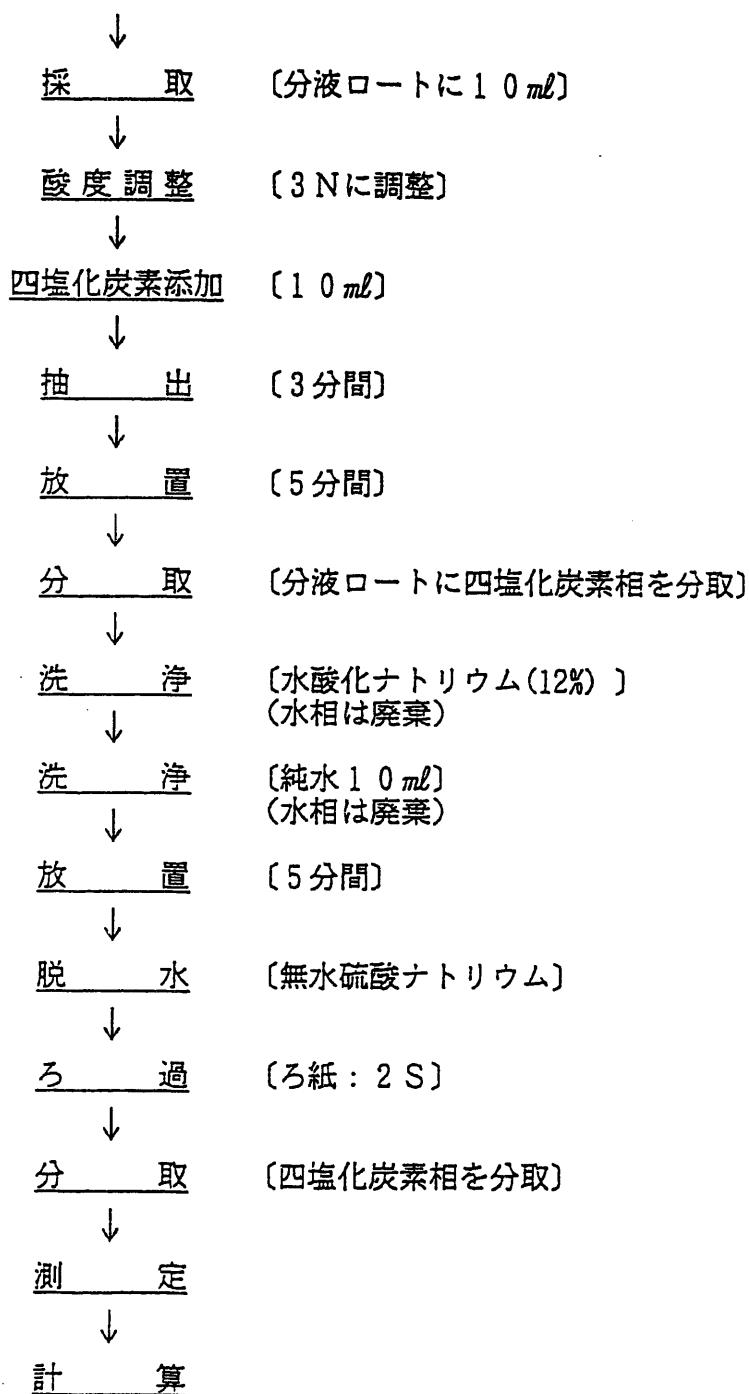
<sup>241</sup> Am	<sup>144</sup> Ce	<sup>137</sup> Cs	<sup>134</sup> Cs
<sup>125</sup> Sb	<sup>106</sup> Ru	<sup>103</sup> Ru	<sup>95</sup> Zr
<sup>95</sup> Nb	<sup>60</sup> Co	<sup>54</sup> Mn	

分析装置: γ線スペクトル分析装置  
 (セイコーEG&G社製 7700)  
 検出器: 高純度Ge検出器

図 水相試料中のγスペクトル分析操作手順フローシート

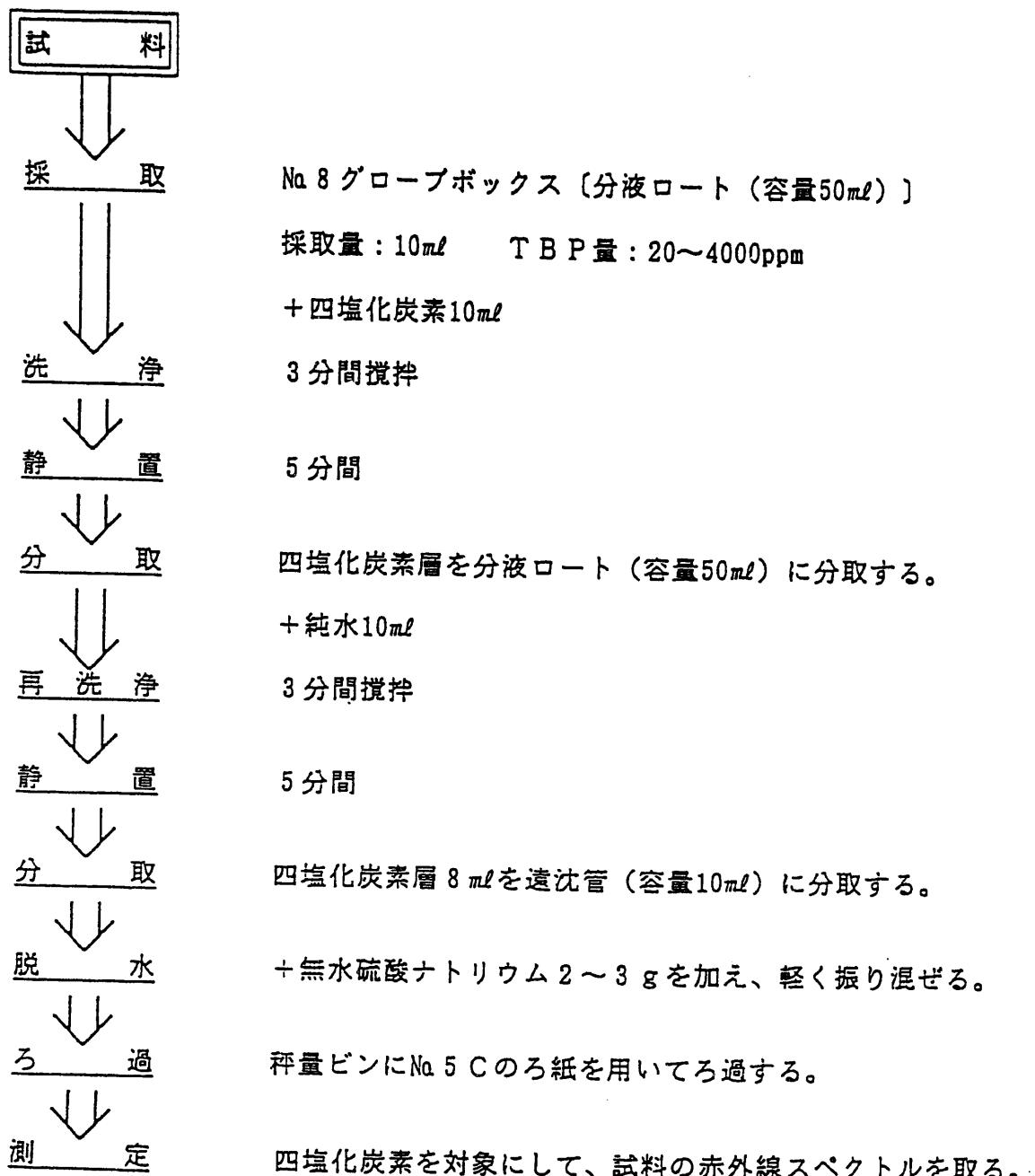
# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中のTBP分析方法

試 料



分析装置	フーリエ変換赤外分光光度計（日本分光製FT/IR 300型）
試料セル	KRS-5 1.0 mm
測定条件	測定波長 1030 cm <sup>-1</sup> 付近

図 TBP分析操作手順フローシート



## 計算式

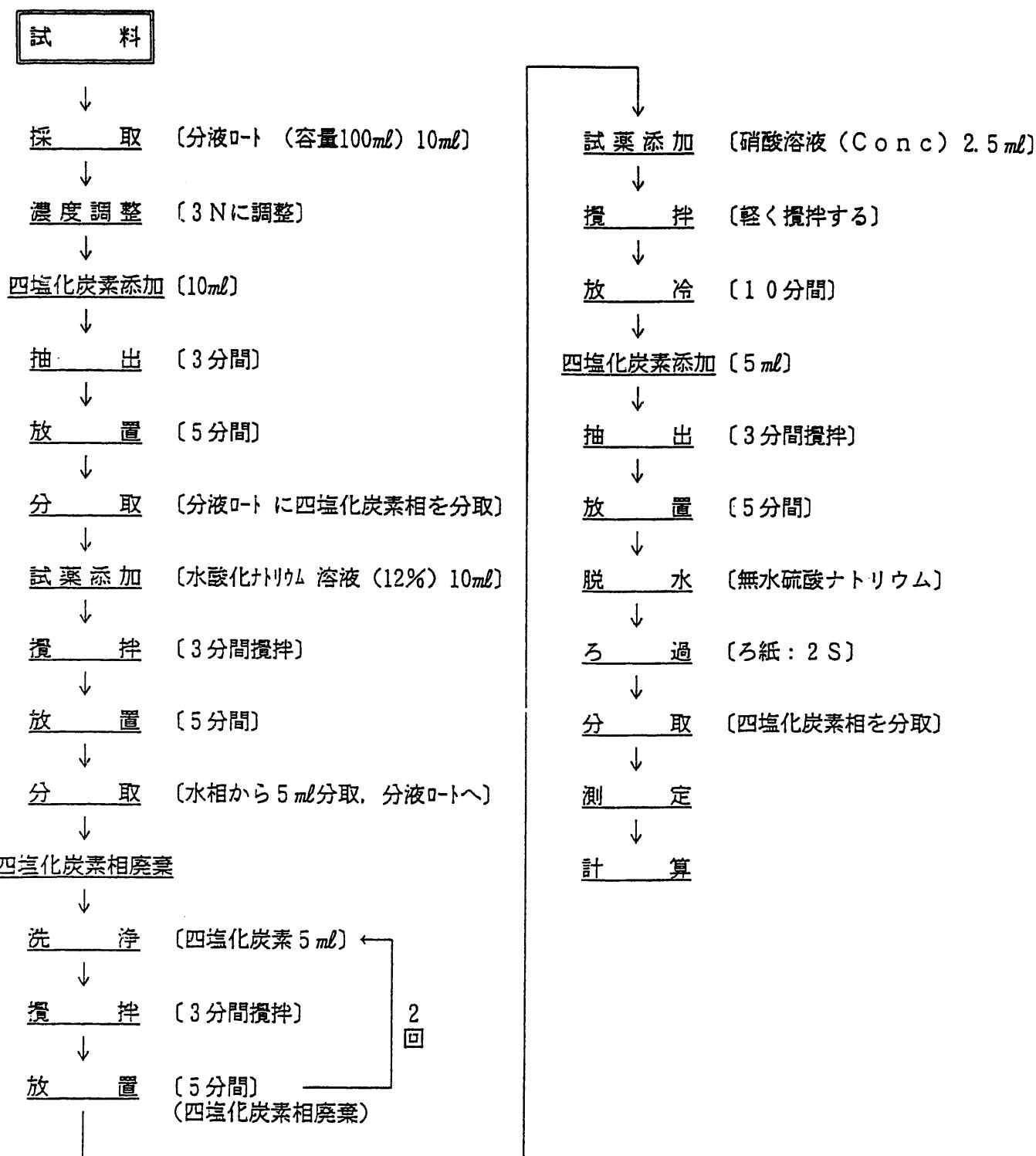
$$TBP \text{ (ppm)} = Abs \times F$$

分析操作手順フローシート図

水相試料中のTBPの分析方法

〔赤外分光光度法〕

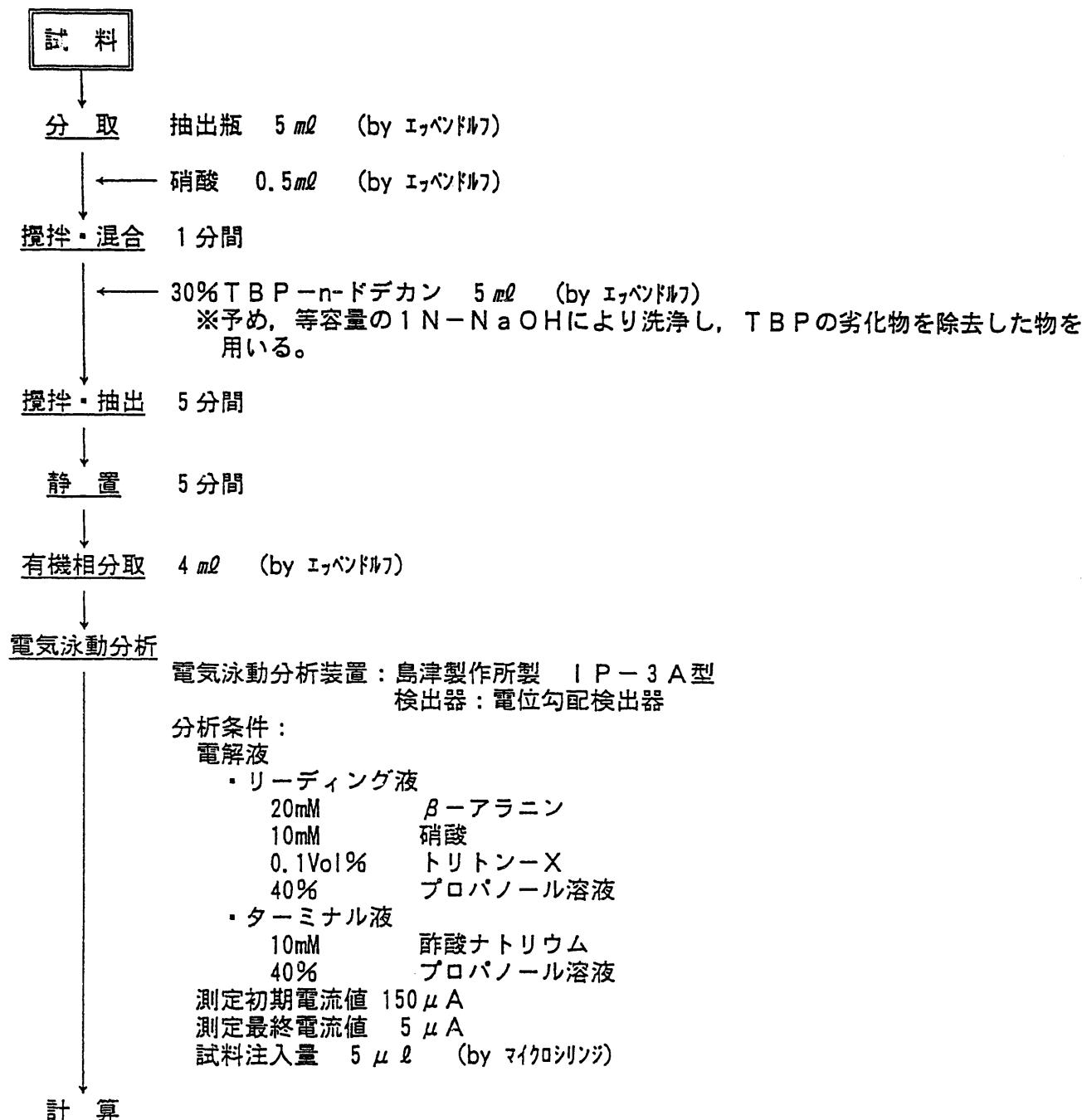
# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場濃縮廃液中のD B P分析作業方法



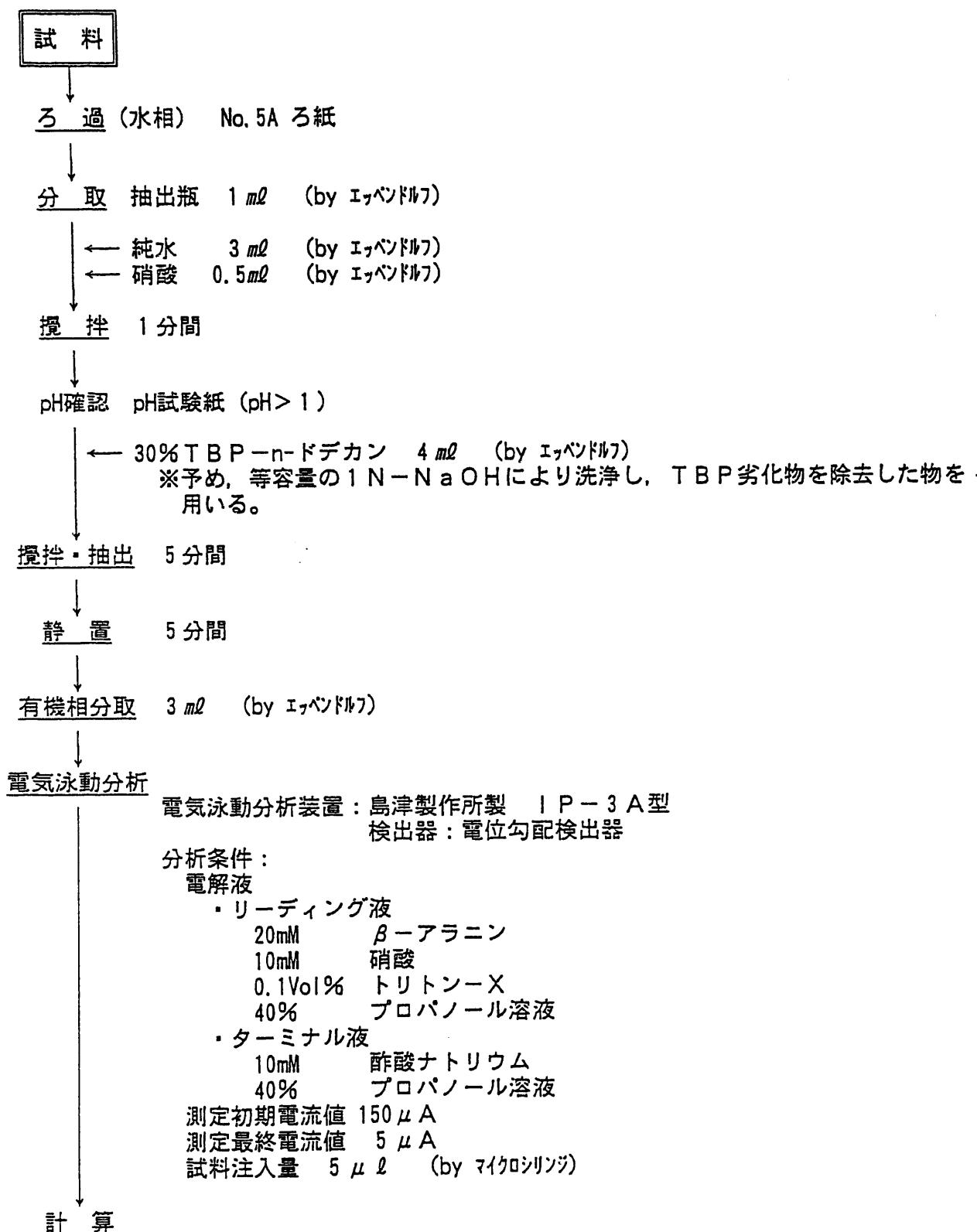
分析装置 : フーリエ変換赤外分光光度計(日本分光製FT/IR300型)  
 測定セル : KRS-5 1.0mm  
 測定条件 : 測定波長  $1030\text{cm}^{-1}$ 付近

図 D B P 分析操作手順フローシート

# 廃溶媒処理技術開発施設リン酸廃液中のDBP, MBP分析作業方法



# 廃棄物処理場濃縮廃液中のD B P, M B Pの分析作業方法



# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場 濃縮廃液中のブタノール濃度分析作業方法

## 試 料



試料採取 [ガラス製抽出瓶に 5 ml]



酸濃度調整 [酸濃度(約 0.5 M)]



クロロホルム添加 [5 ml 添加]



抽出 [15 分間]



放置 [5 分間]



ろ過 [No. 2 S 紙、ろ液採取]



ガスクロマト測定 [注入量: 1  $\mu\ell$ ]



解析 [予め作成している検量線からブタノール濃度を求める]

分析装置: ガスクロマトグラフィー  
(島津製作所製 GC-14A)  
検出器 : FID (Flame Ionization Detector)  
カラム : Thermon-1000 5%Sunpak-A  
キャリアガス : アルゴン

図 水相試料中のブタノールの分析操作手順フローシート

# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場 濃縮廃液中の硝酸ブチル濃度分析作業方法

## 試 料

↓

試料採取 [ガラス製抽出瓶に 5 ml]

↓

酸濃度調整 [酸濃度(約 0.5 M)]

↓

クロロホルム添加 [5 ml 添加]

↓

抽出 [15 分間]

↓

放置 [5 分間]

↓

ろ過 [No 2 Sろ紙、ろ液採取]

↓

ガスクロマト測定 [注入量: 1  $\mu l$ ]

↓

解析 [予め作成している検量線から硝酸ブチル濃度を求める]

分析装置: ガスクロマトグラフィー  
(島津製作所製 GC-14A)  
検出器 : FID(Flame Ionization Detector)  
カラム : Thermon-1000 5%Sunpak-A  
キャリアガス : アルゴン

図 水相試料中の硝酸ブチルの分析操作手順フローシート

# 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中及び廃棄物処理場 濃縮廃液中のドデカン濃度分析作業方法

## 試 料



試 料 採 取 [ガラス製抽出瓶に 5 ml]



酸濃度調整 [酸濃度(約 0.5 M)]



クロロホルム添加 [5 ml 添加]



抽 出 [15 分間]



放 置 [5 分間]



ろ 過 [No. 2 S ろ紙、ろ液採取]



ガスクロマト測定 [注入量: 1  $\mu l$ ]



解 析 [予め作成している検量線からドデカン濃度を求める]

分析装置 : ガスクロマトグラフィー (島津製作所製 GC-14A)
検出器 : FID (Flame Ionization Detector)
カラム : OV-1
キャリアガス : アルゴン

図 水相試料中のドデカンの分析操作手順フローシート

## 廃溶媒処理技術施設リン酸廃液中の全油分分析作業方法

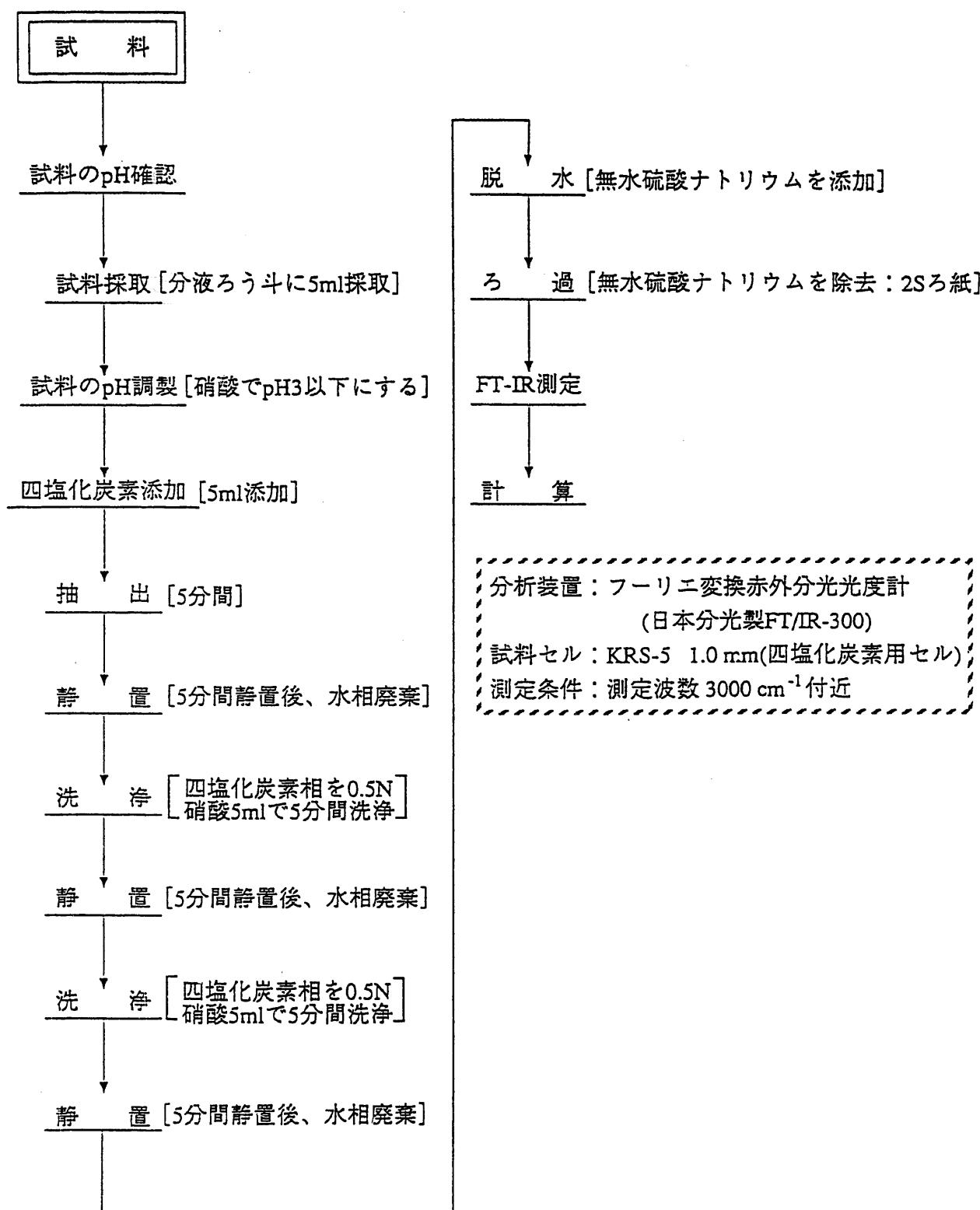


図 全油分分析操作手順フローシート

## 廃棄物処理場濃縮廃液中の全油分分析作業方法(サンプルをろ過する場合)

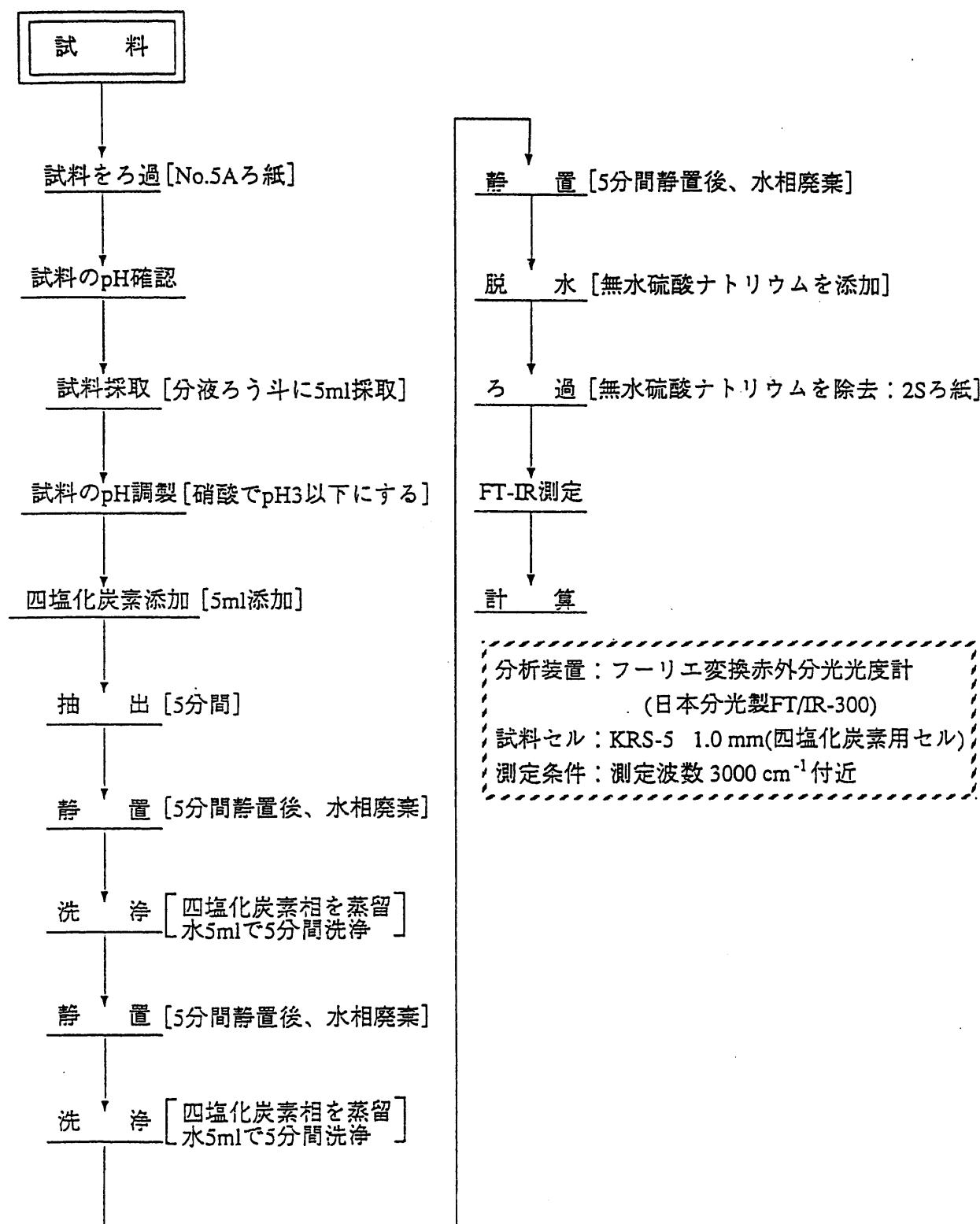


図 全油分分析操作手順フローシート

## 廃棄物処理場濃縮廃液中の全油分分析作業方法(サンプルをろ過しない場合)

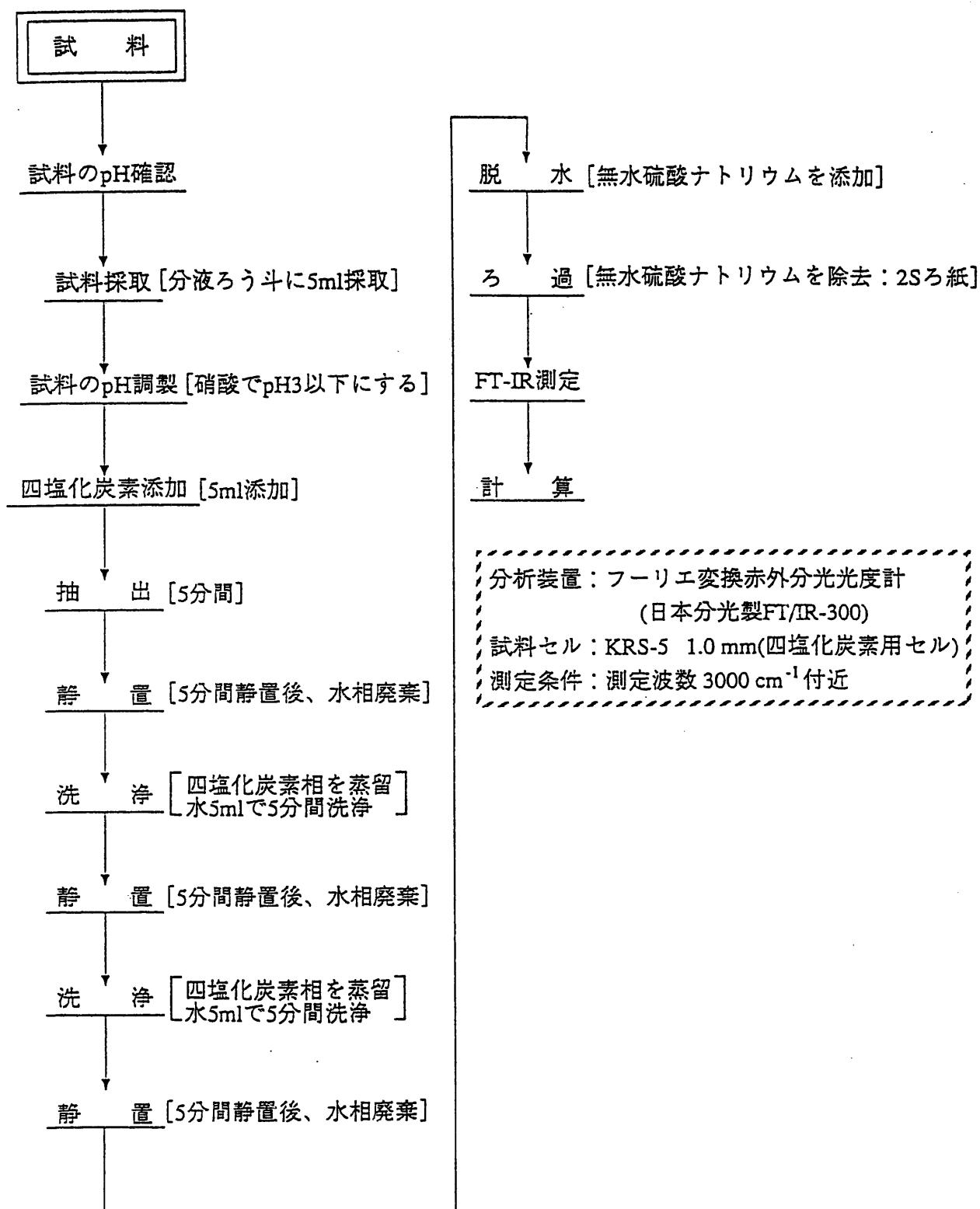


図 全油分分析操作手順フローシート

廃溶媒処理技術開発施設からのリン酸廃液および廃棄物処理場の濃縮廃液中の無機イオン ( $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ) および 塩濃度分析作業方法

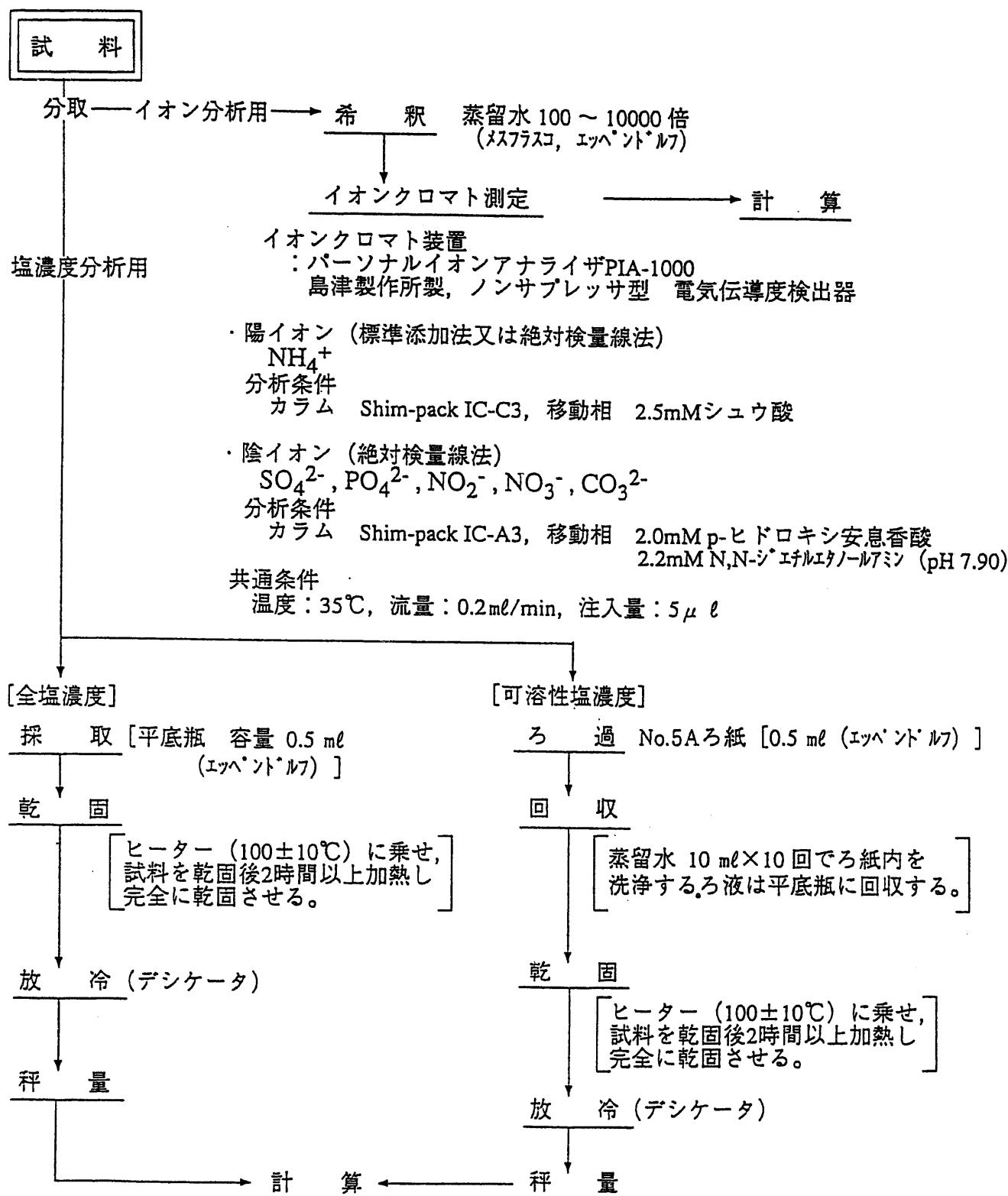


図 廃溶媒処理技術開発施設からのリン酸廃液および  
廃棄物処理場の濃縮廃液分析操作手順フローシート

# 施設内付着ススサンプルのγスペクトル分析作業方法

## 試 料



試料の分取 [ススをR I カプセルに分取し、秤量する]



溶 解 [四塩化炭素 1mℓを添加し、溶解する]



測 定 [γ線スペクトル分析装置：3000秒測定]



データ処理 [自動解析]  
平成2年度科学技術庁指針対応  
γ線核種分析プログラム

$^{241}\text{Am}$	$^{144}\text{Ce}$	$^{137}\text{Cs}$	$^{134}\text{Cs}$
$^{125}\text{Sb}$	$^{106}\text{Ru}$	$^{103}\text{Ru}$	$^{95}\text{Zr}$
$^{95}\text{Nb}$	$^{60}\text{Co}$	$^{54}\text{Mn}$	

分析装置：γ線スペクトル分析装置  
(セイコーEG&G社製 7700)  
検出器：高純度Ge検出器

図 水相試料中のγスペクトル分析操作手順フローシート

## 施設内付着ススサンプル中の全油分分析作業方法

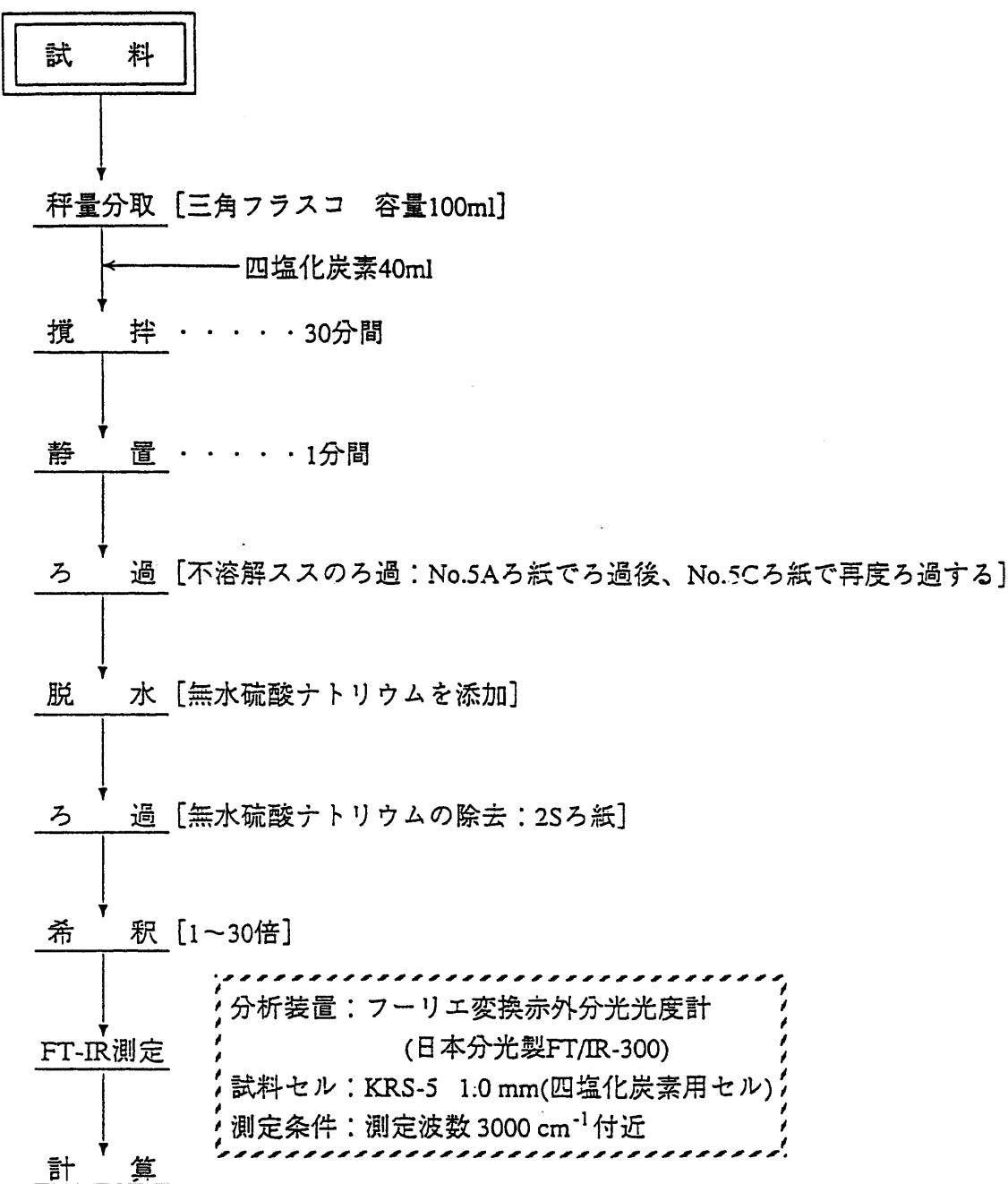


図 全油分分析操作手順フローシート

施設内付着ススサンプル中の無機イオン ( $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ )  
および塩濃度分析作業方法

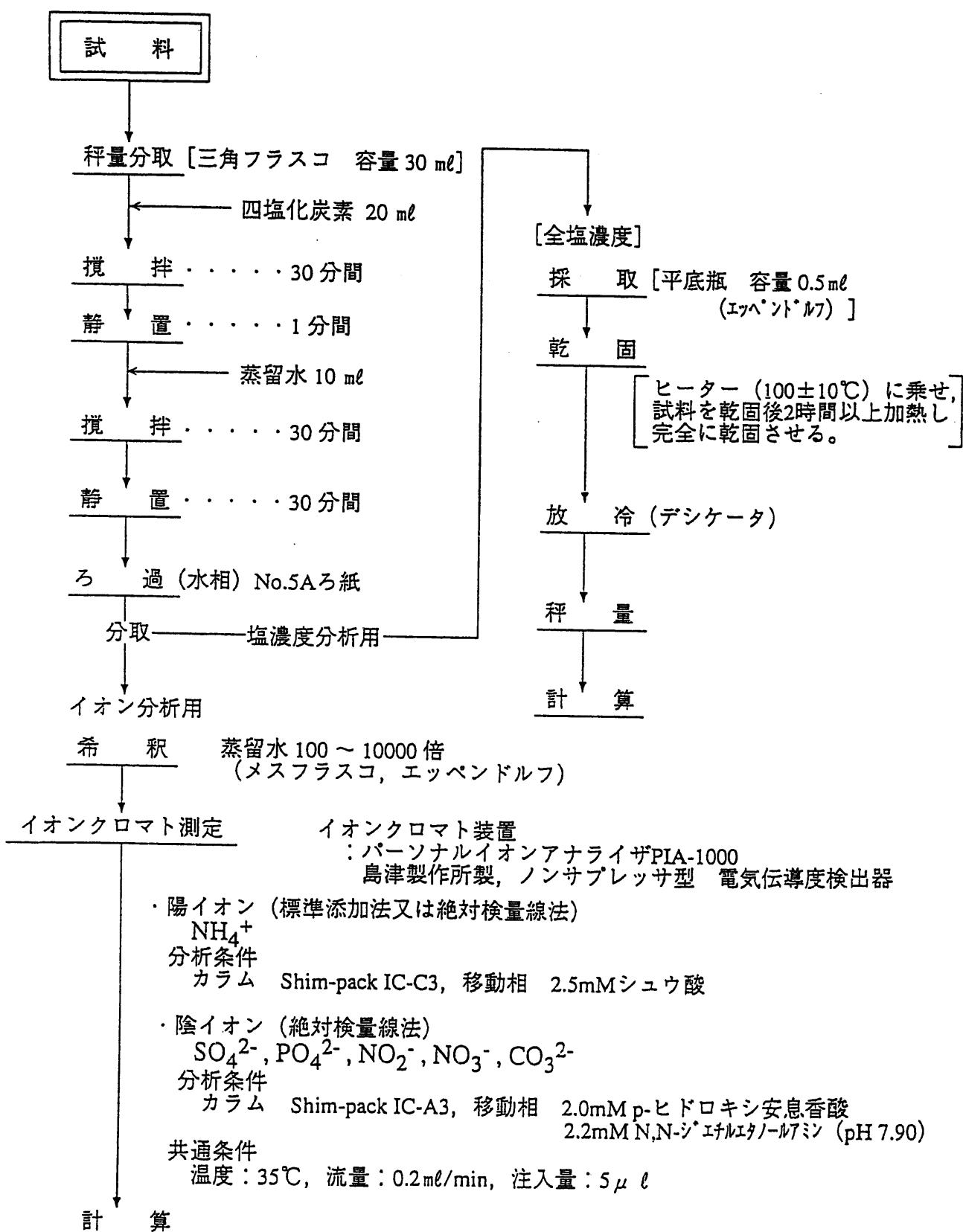


図 施設内付着スス分析操作手順フローシート

## 施設内付着ススサンプルの熱分析作業方法

- 試 料 . . . . . スス (アスファルト固化処理施設内)
- ↓
- 採 取 . . . . . 採取した試料を秤量後、試料容器(SUS耐圧セル)に入  
れる。
- ↓
- 設 定 . . . . . 測定温度範囲、昇温速度の設定を行う。
- ↓
- 測 定 . . . . . 基準試料として測定温度範囲内で熱的変化のない物  
質 ( $\alpha\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ ) を用いる。
- ↓
- 解 析 . . . . . 校正したDSC曲線から熱変化開始温度、終了温度お  
よび、ピーク面積（総熱量）を算出する。

### データ出力

測定装置	: DSC-8230D 示差走査熱量計 (株) 理学電気製
解析ソフト	: TAS-200熱分析データ処理システム (株) 理学電気製
測定温度範囲	: 室温～700°C
昇温速度	: 10°C/min.
基準物質	: $\alpha\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$
セル	: SUS耐圧セル (50kg/cm <sup>2</sup> )
測定状態	: 開放系
雰囲気	: Air (50ml/min.)

校正に用いた標準物質一覧

試料	温度 (°C)	融解熱 (cal/g)
In (99.999%)	156.4	6.79
Pb (99.999%)	327.4	5.51
Sn (99.9%)	231.9	14.2
Zn (99.999%)	419.6	24.4

図 示差走査熱量計(DSC)分析操作手順フローシート

アスファルト固化体および原料アスファルト中の無機イオン  
 $(\text{NH}_4^+, \text{SO}_4^{2-}, \text{PO}_4^{2-}, \text{NO}_2^-, \text{NO}_3^-, \text{CO}_3^{2-})$  および塩濃度分析作業方法

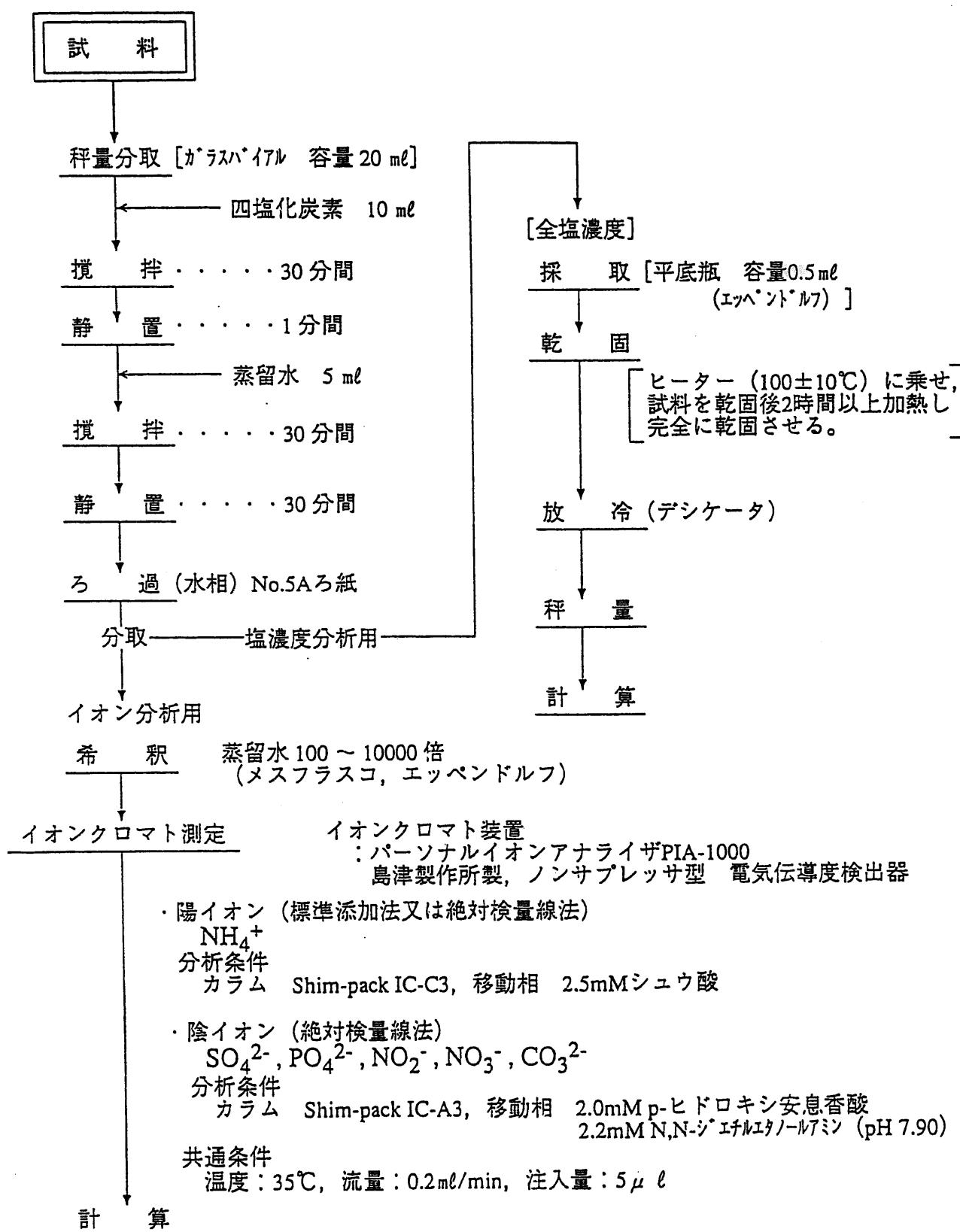
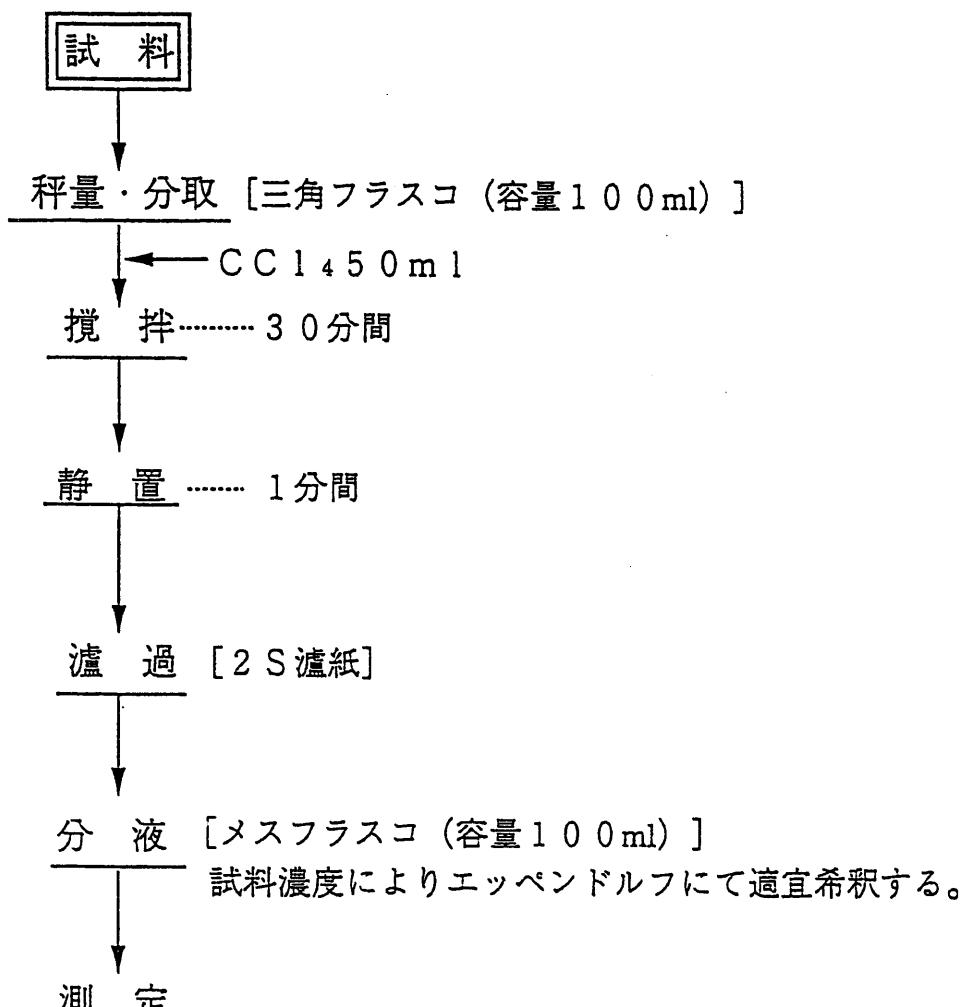


図 アスファルト固化体および原料アスファルト  
 分析操作手順フローシート

## アスファルト固化体中の全リンの分析作業手順

---

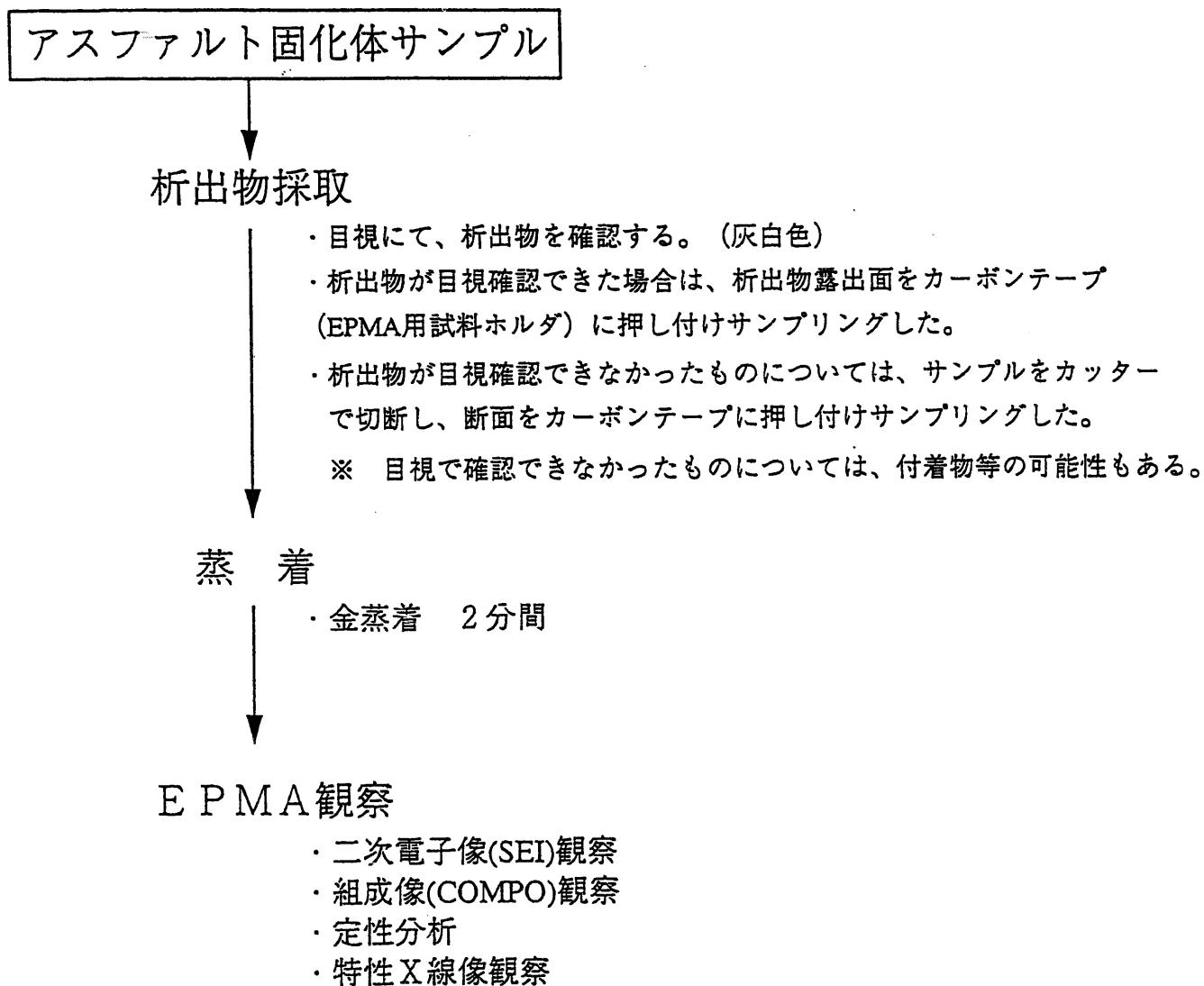


### 全リン定量分析（検量線法）

高周波出力：1.4 K<sub>w</sub>  
 Coolantガス (Ar) 流量：18 l/min  
 Plazmaガス (Ar) 流量：1.4 l/min  
 Carrierガス (Ar) 流量：0.7 l/min  
 溶媒噴霧時間：30 sec

図 アスファルト固化体中の全リンの分析操作手順  
フローシート図 (ICP-AES法)

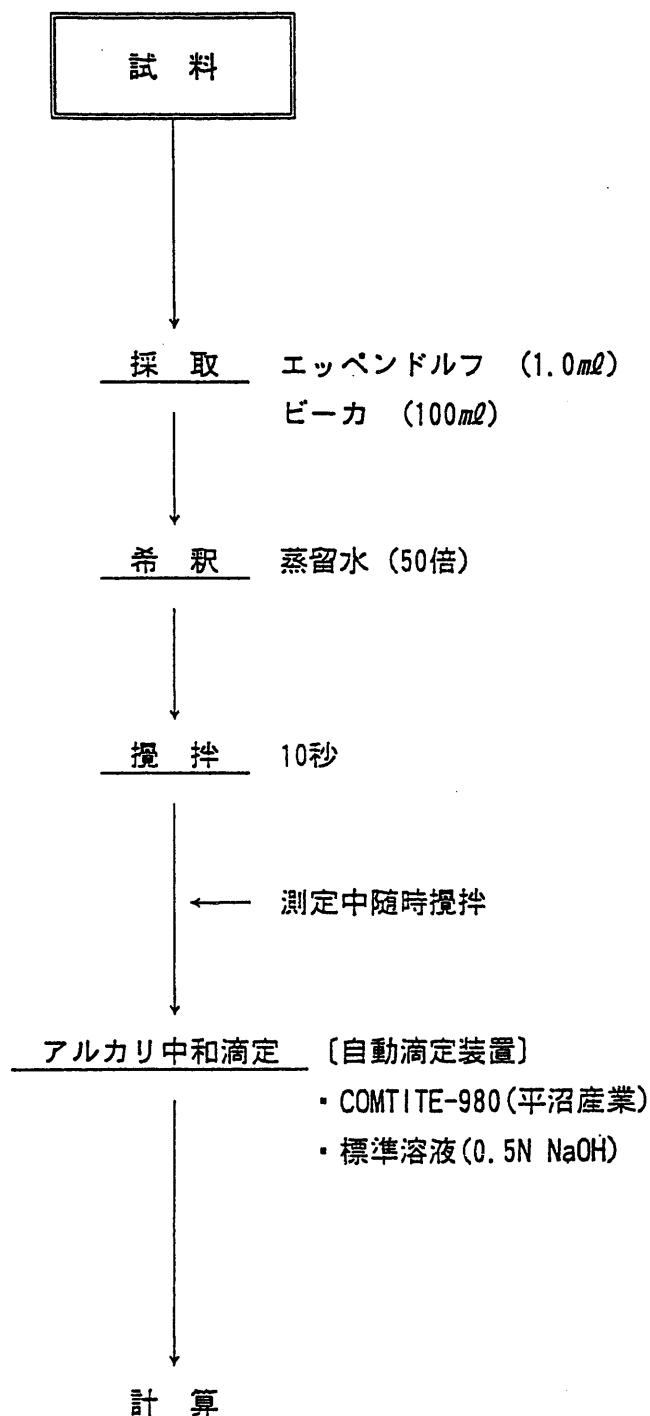
## アスファルト固化体析出物分析フロー



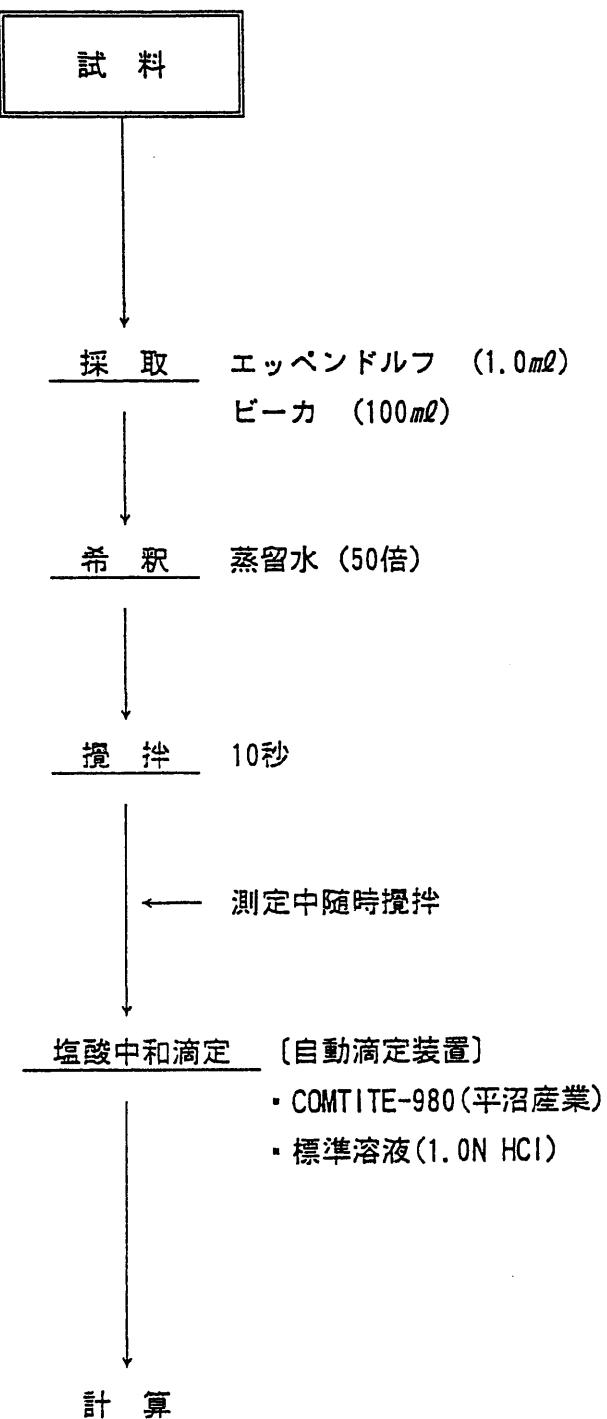
使用装置 ; EPMA 日本電子製 JRXA-503

- ・装置の校正 : 年一度のメーカー点検による。
- ・X線分光方法 : 波長分散型 (WDX)
- ・使用分光結晶の名称 : TAP, STE, PET, LIF

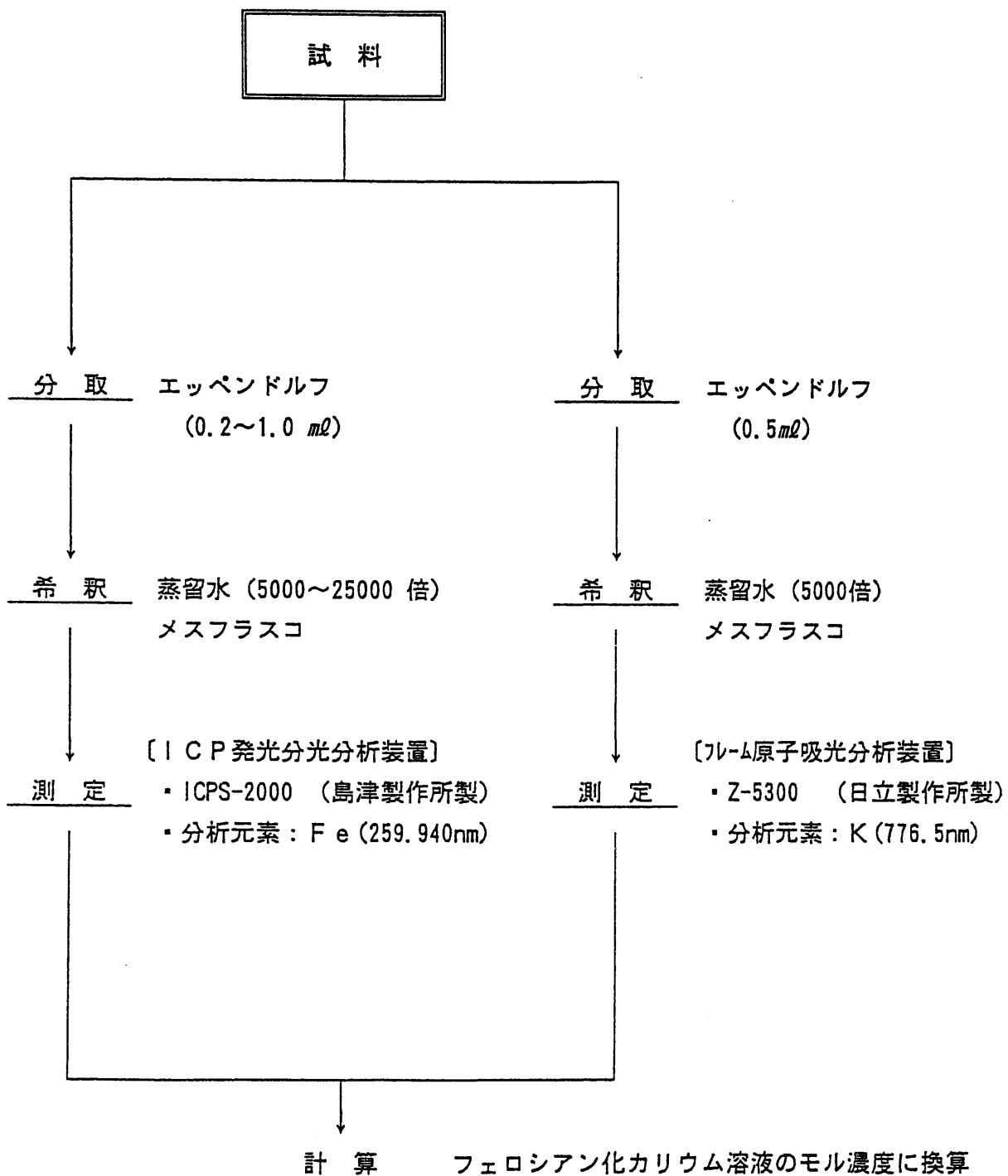
## 試薬類（硝酸）の調製濃度分析作業方法



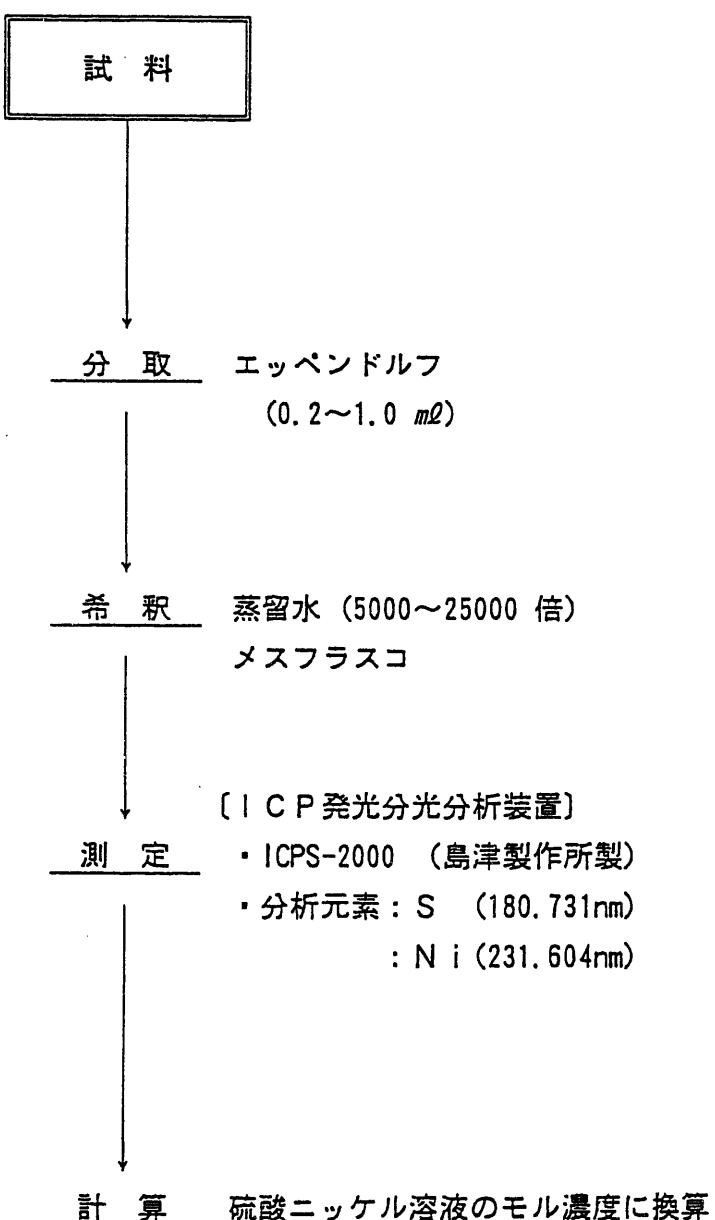
## 試薬類（水酸化ナトリウム溶液）の調製濃度分析作業方法



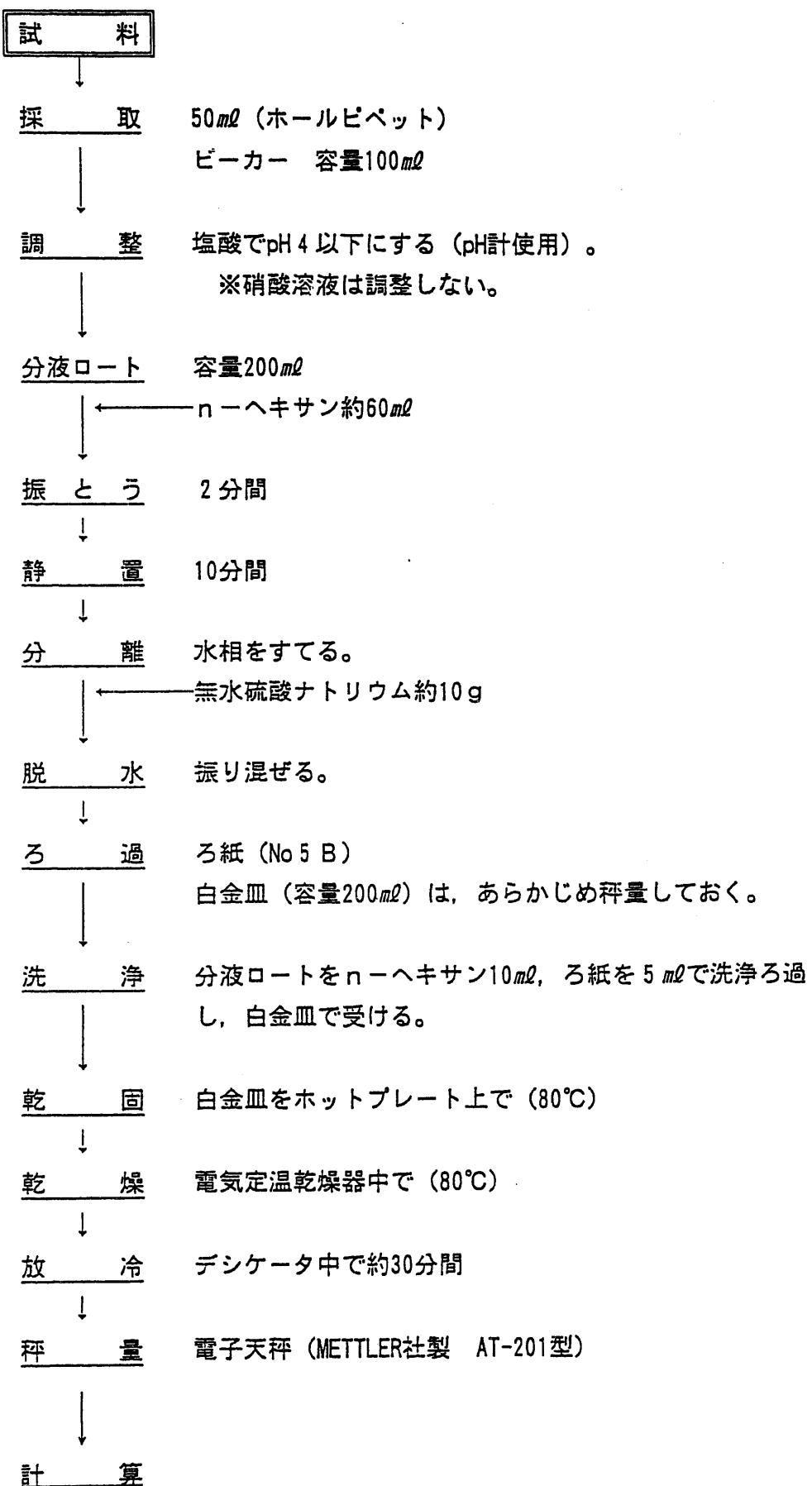
## 試薬類（フェロシアン化カリウム溶液）の調製濃度分析作業方法



## 試薬類（硫酸ニッケル溶液）の調製濃度分析作業方法

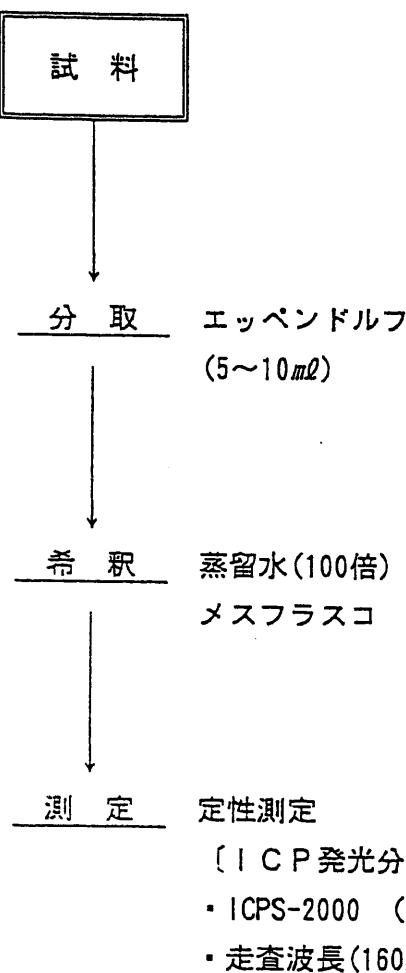


試薬類（水酸化ナトリウム、硝酸、  
フェロシアン化カリウム、硫酸ニッケル溶液）の油分濃度分析作業方法

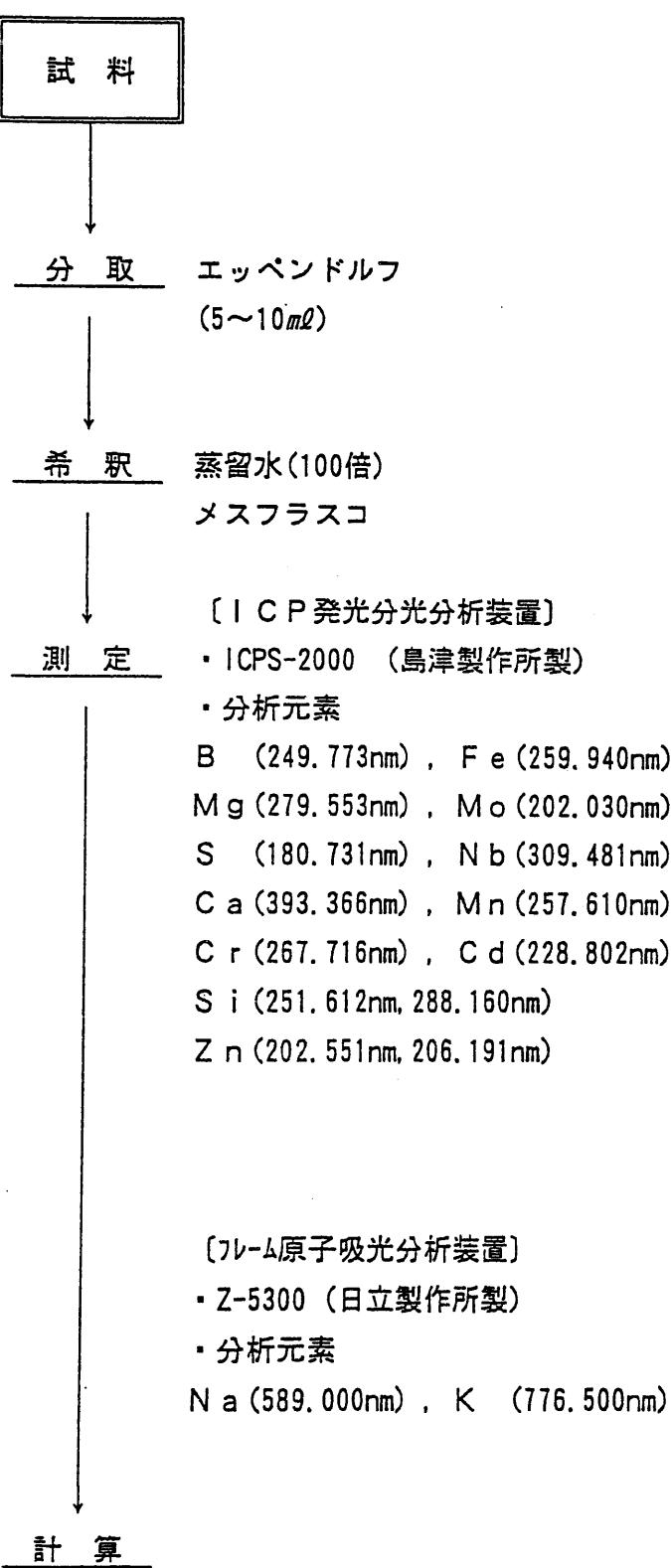


試薬類（フェロシアン化カリウム溶液、硫酸ニッケル溶液、  
水酸化ナトリウム溶液、硝酸）の金属不純物分析作業方法

## 〔定性分析〕



## 〔定量分析〕



## 固化処理対象廃液および廃棄物処理場濃縮廃液中の金属分析作業方法

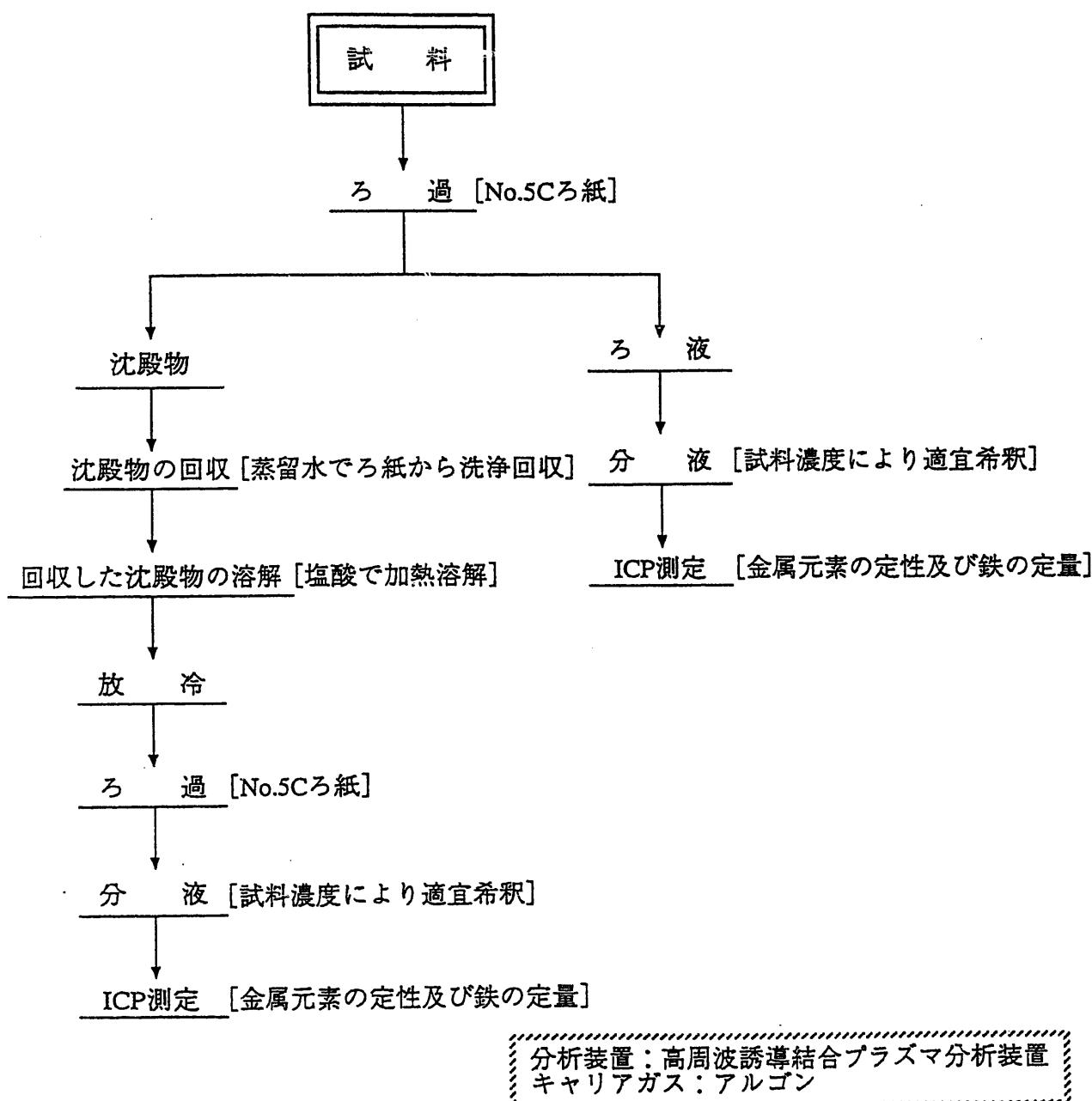


図 固化処理対象廃液および廃棄物処理場濃縮廃液中の金属分析フローシート

## 固化処理対象廃液および廃棄物処理場濃縮廃液中の油分分析作業方法

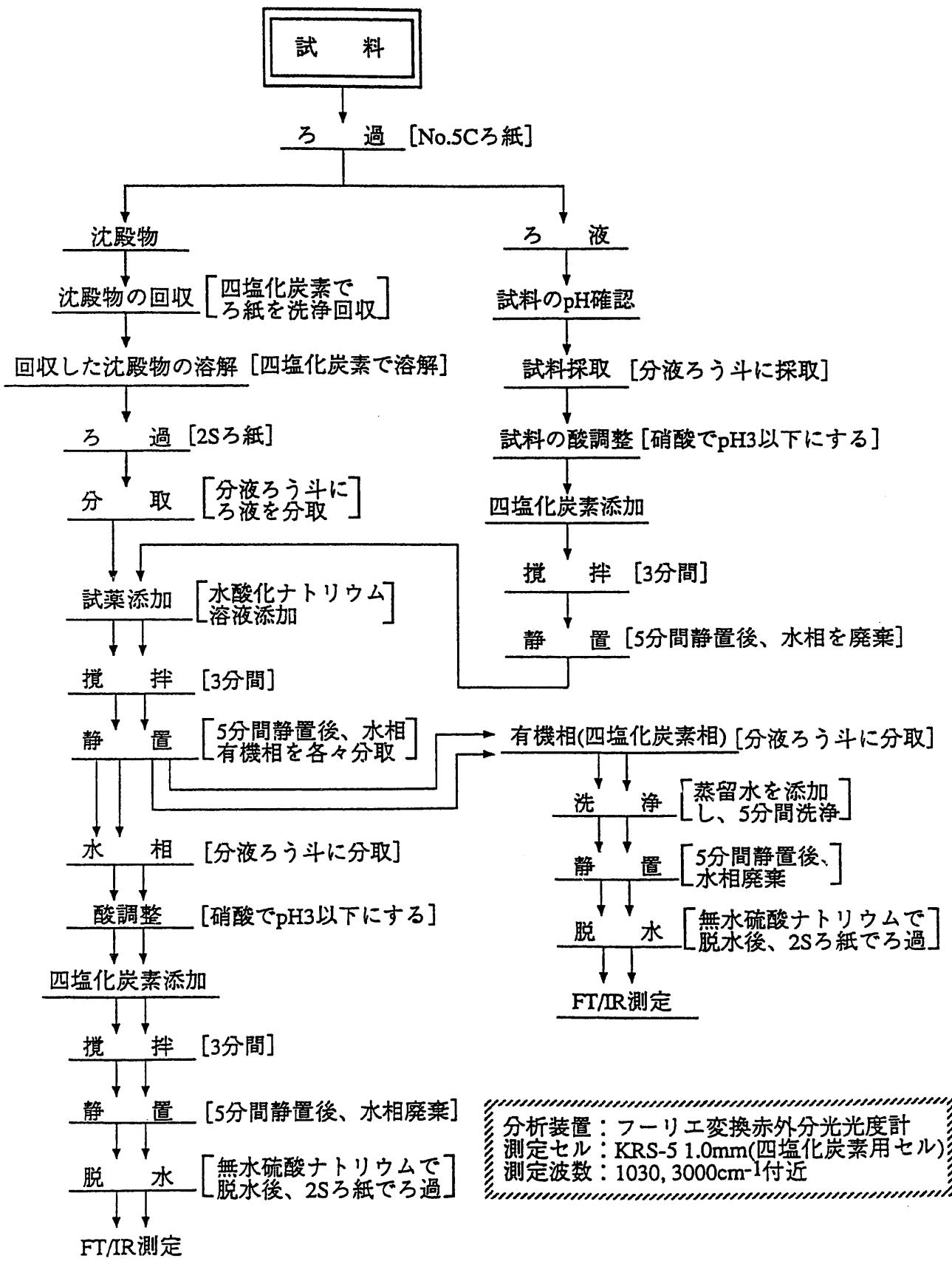


図 固化処理対象廃液および廃棄物処理場濃縮廃液中の油分分析フローシート

## 図-2 廃液受入貯槽V21 試料中の沈殿物量の測定



※ 秤量値-1, 2間に差のないこと(0.0005g以下)を確認する

$$\text{沈殿物重量(g/L)} = (\text{測定値 A} - \text{測定値 B}) / 0.5$$

測定値A 0.5176g

測定値B

単位: g

1回目	2回目	3回目	4回目	平均値	標準偏差
0.1634	0.2271	0.2865	0.2285	0.247	0.050

$$\begin{aligned} \text{沈殿物重量(g/L)} &= (0.5176 - 0.23) / 0.5 \\ &\doteq 0.6 \text{ g/L} \end{aligned}$$

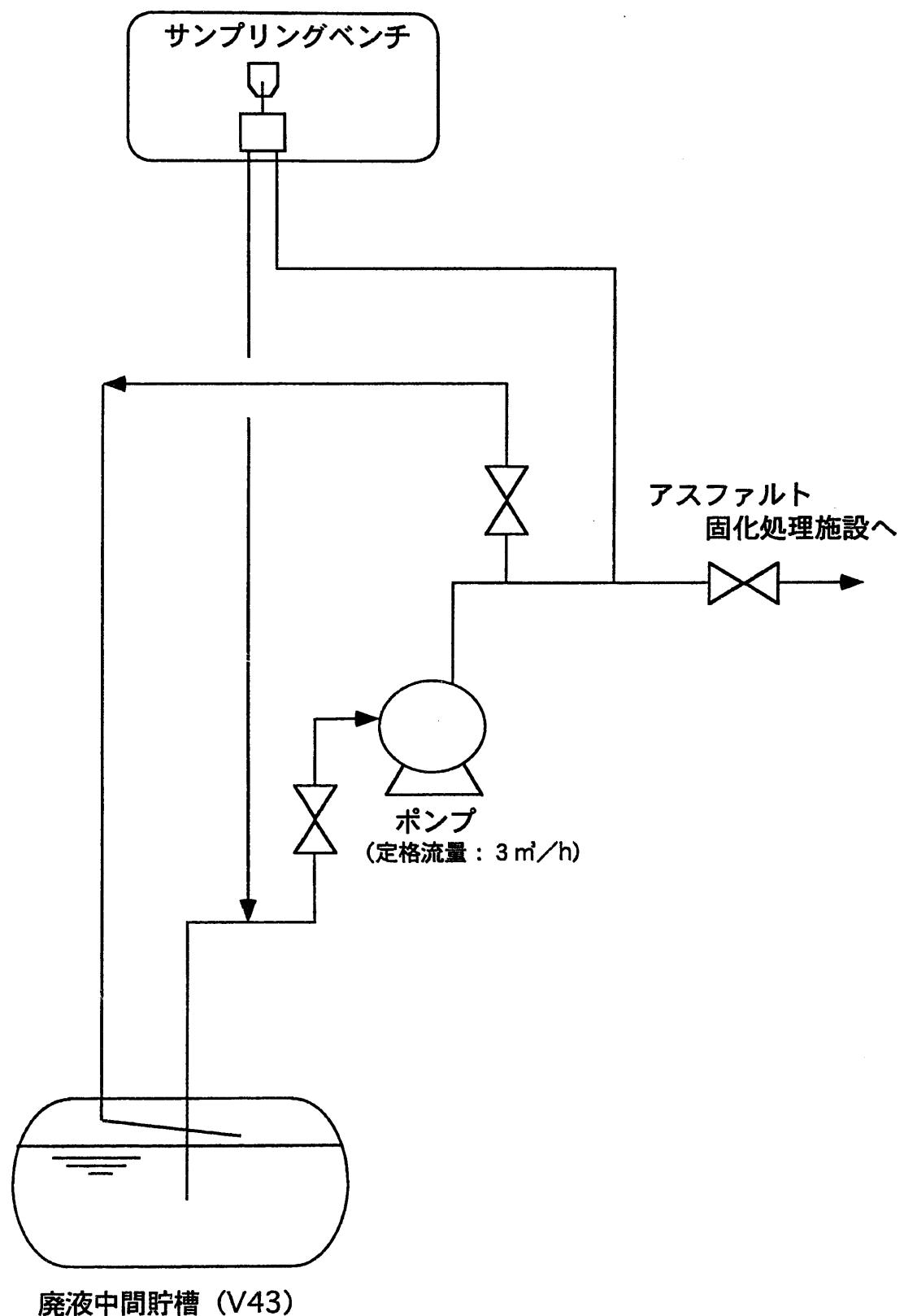


図4.2-2 廃溶媒処理技術開発施設リン酸廃液試料採取の系統概要

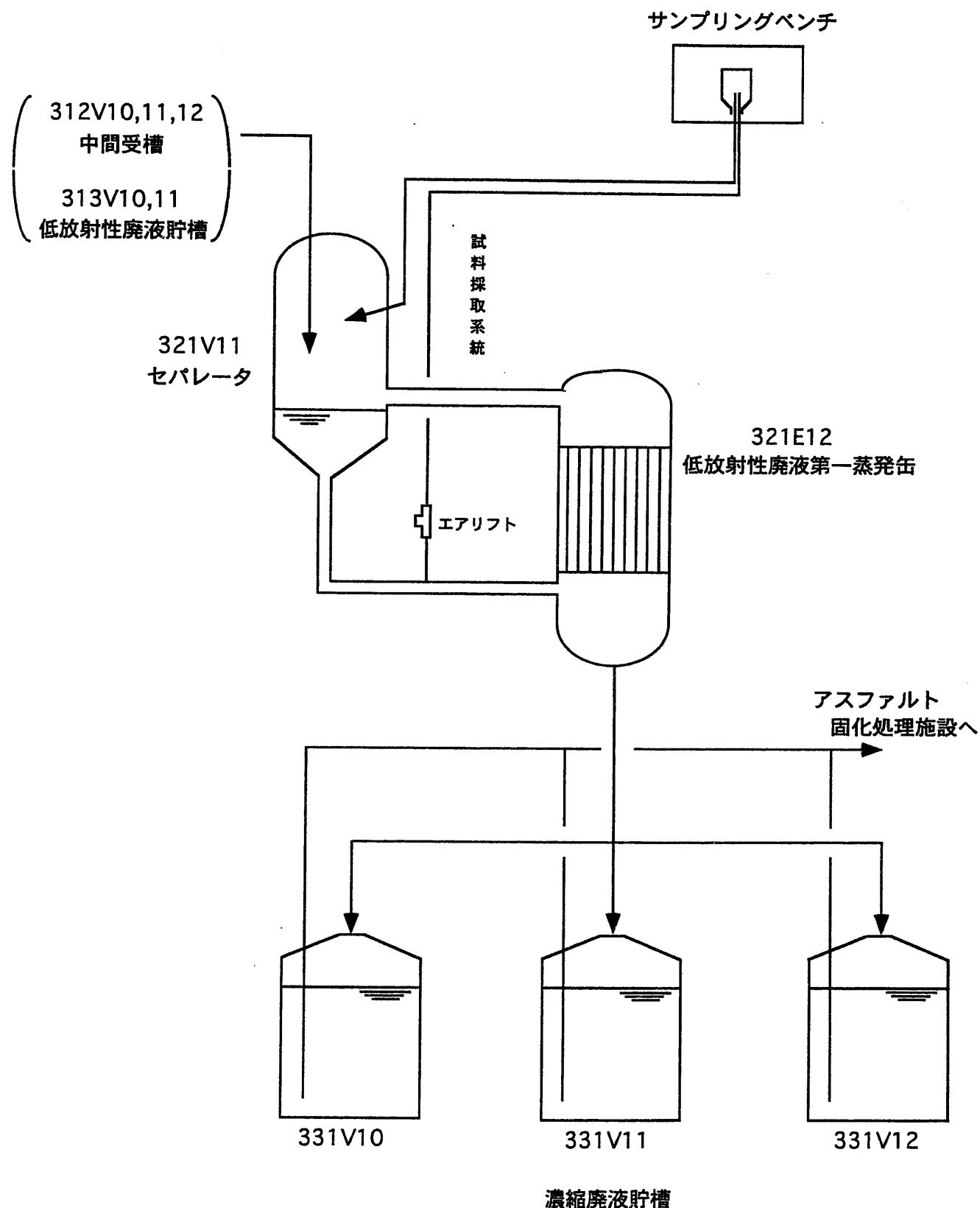


図4.2-3 廃棄物処理場低放射性廃液第一蒸発缶の濃縮廃液系統概要

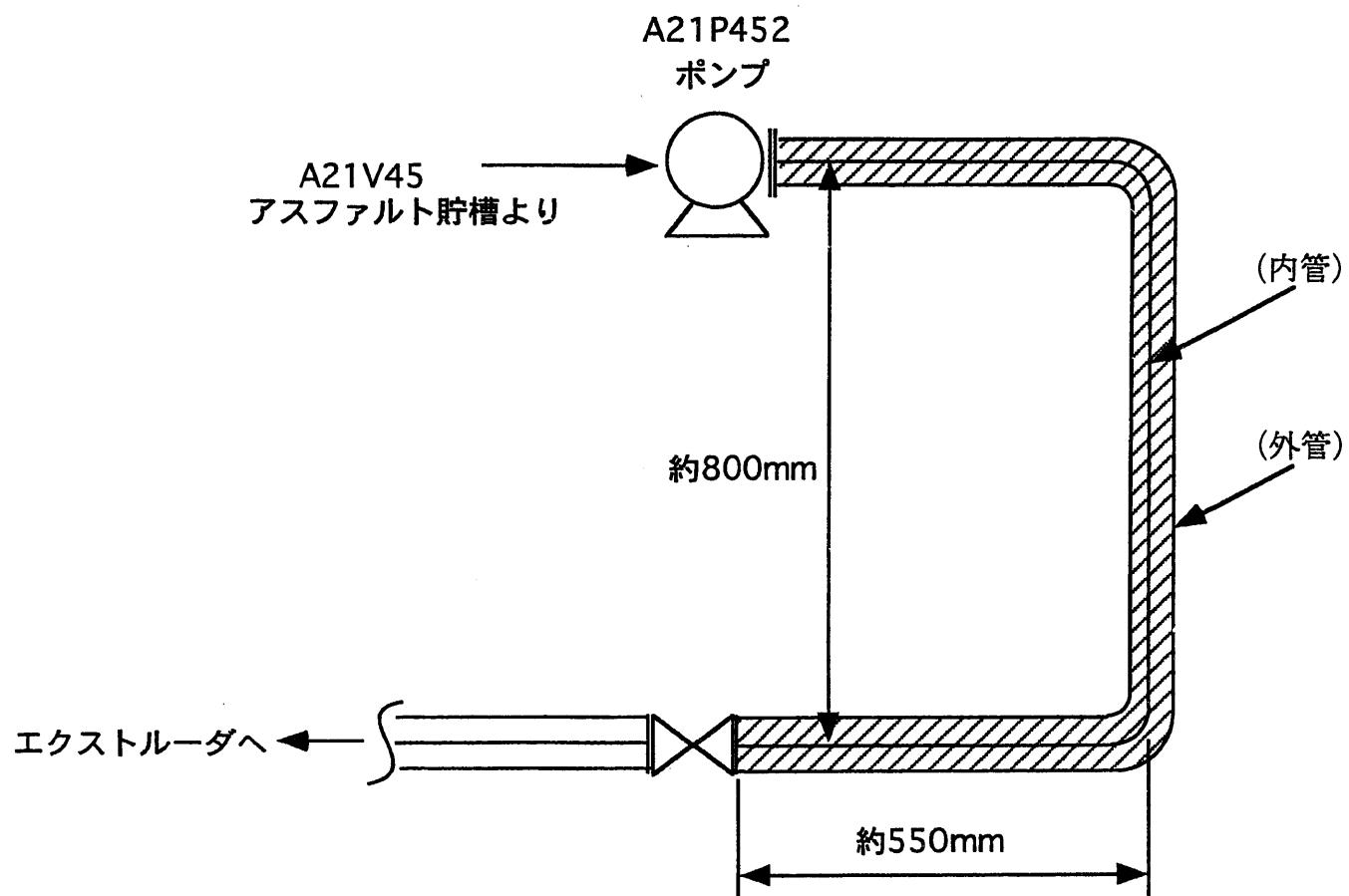
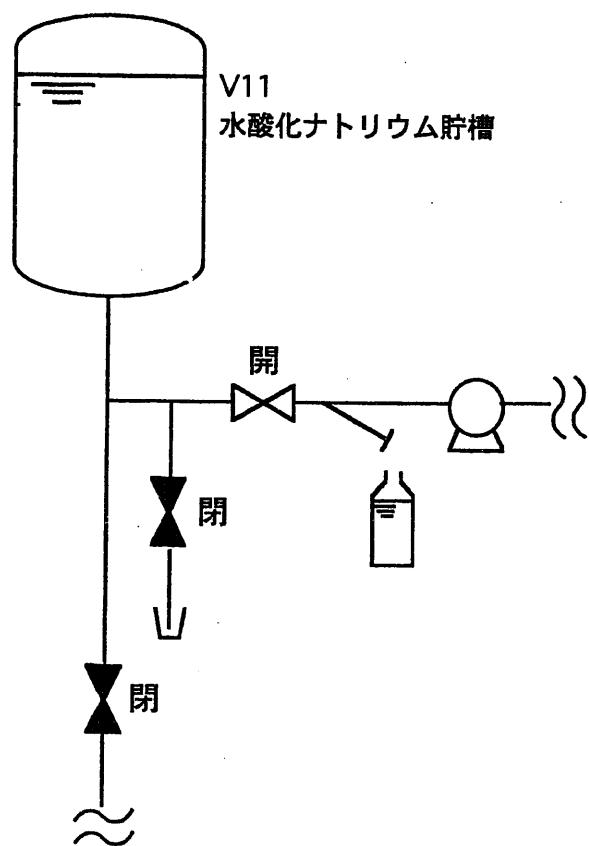


図4.2-4 原料アスファルト試料採取箇所 (図部)

(ストレーナより採取)



(ドレンラインより採取)

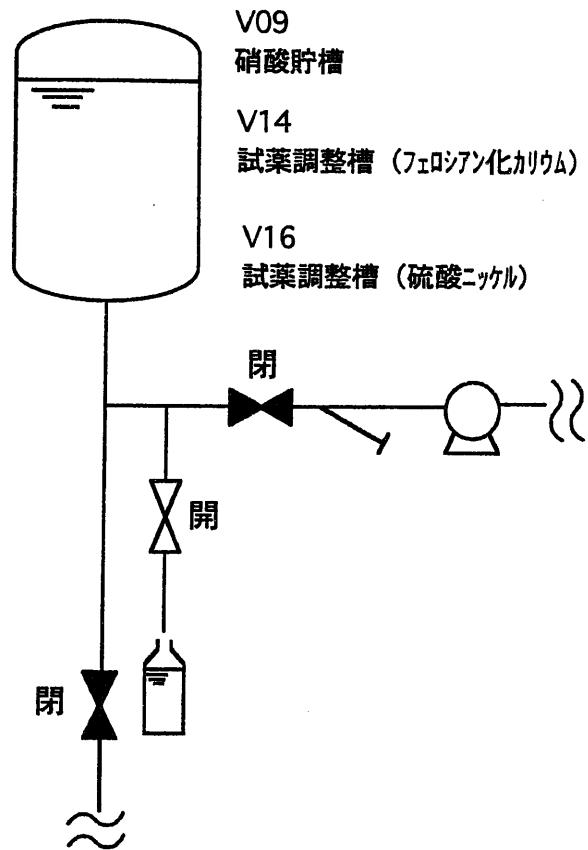
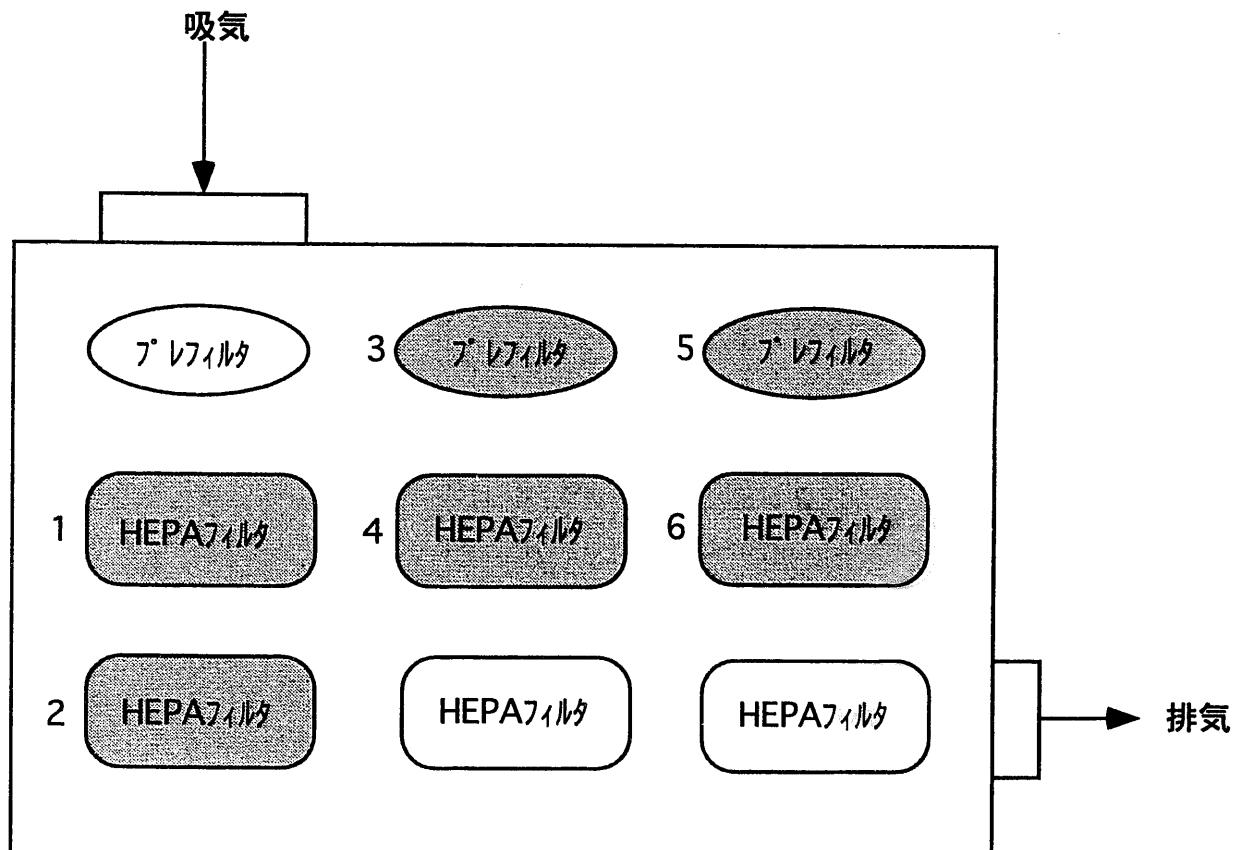


図4.2-5 試薬類採取系統概要



■で示したフィルタから付着物を採取。

図4.2-6 試料採取を行ったレッド排気系フィルタ (F27)

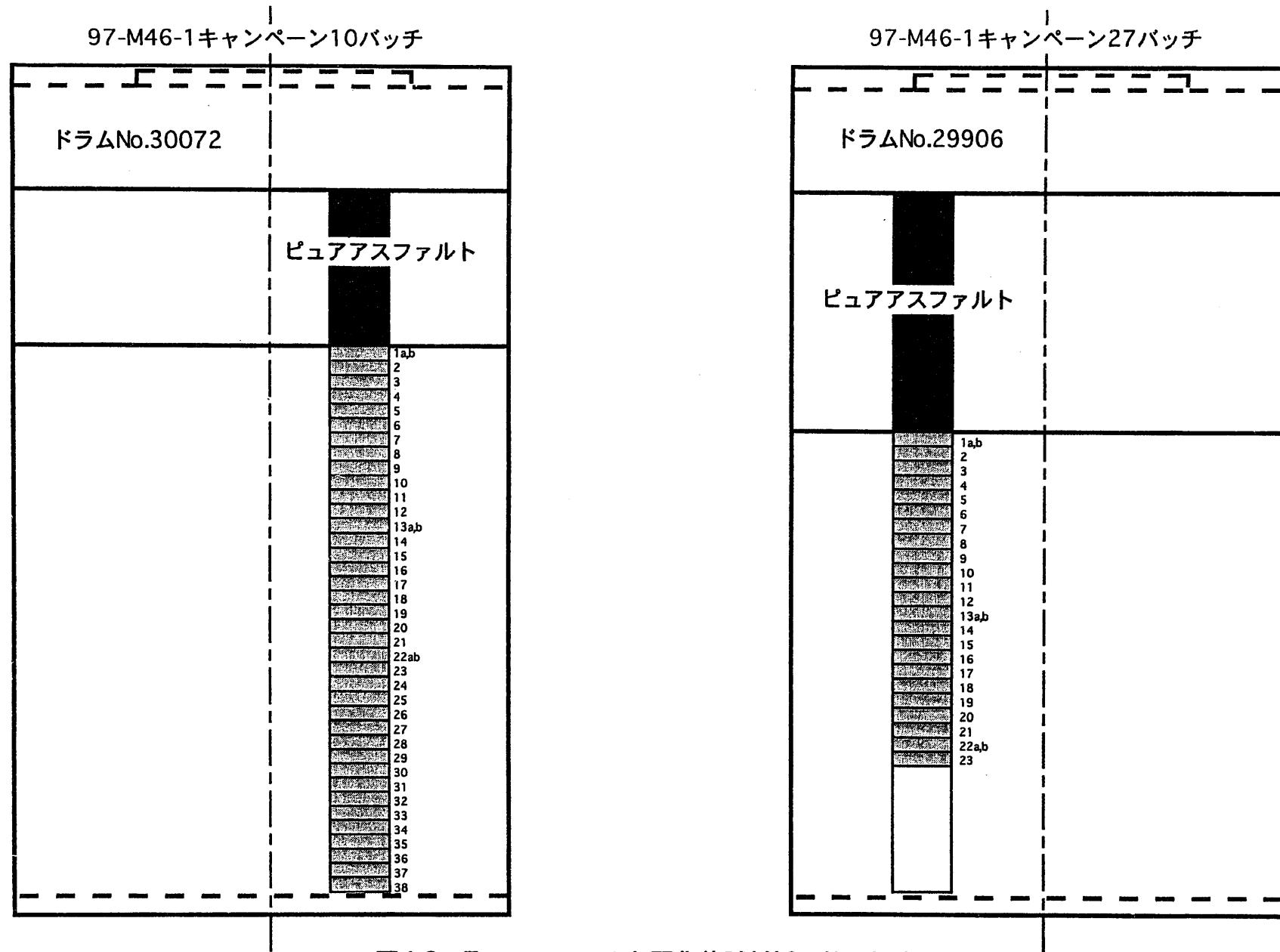


図4.2-7 アスファルト固化体試料採取状況概念図

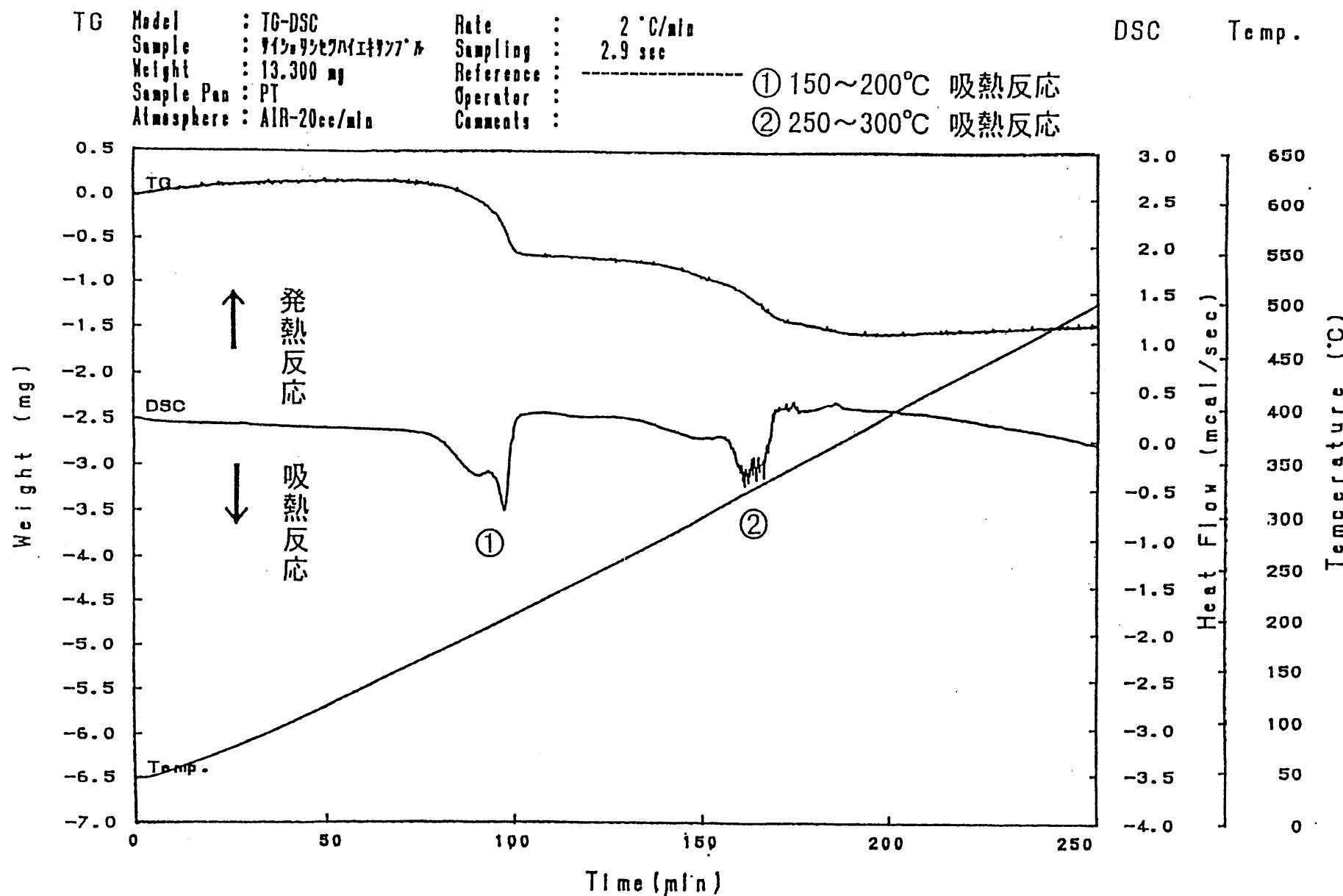


図4.2-8 示差走査熱量測定(DSC)及び熱重量測定(TG)結果 (STリン酸廃液)

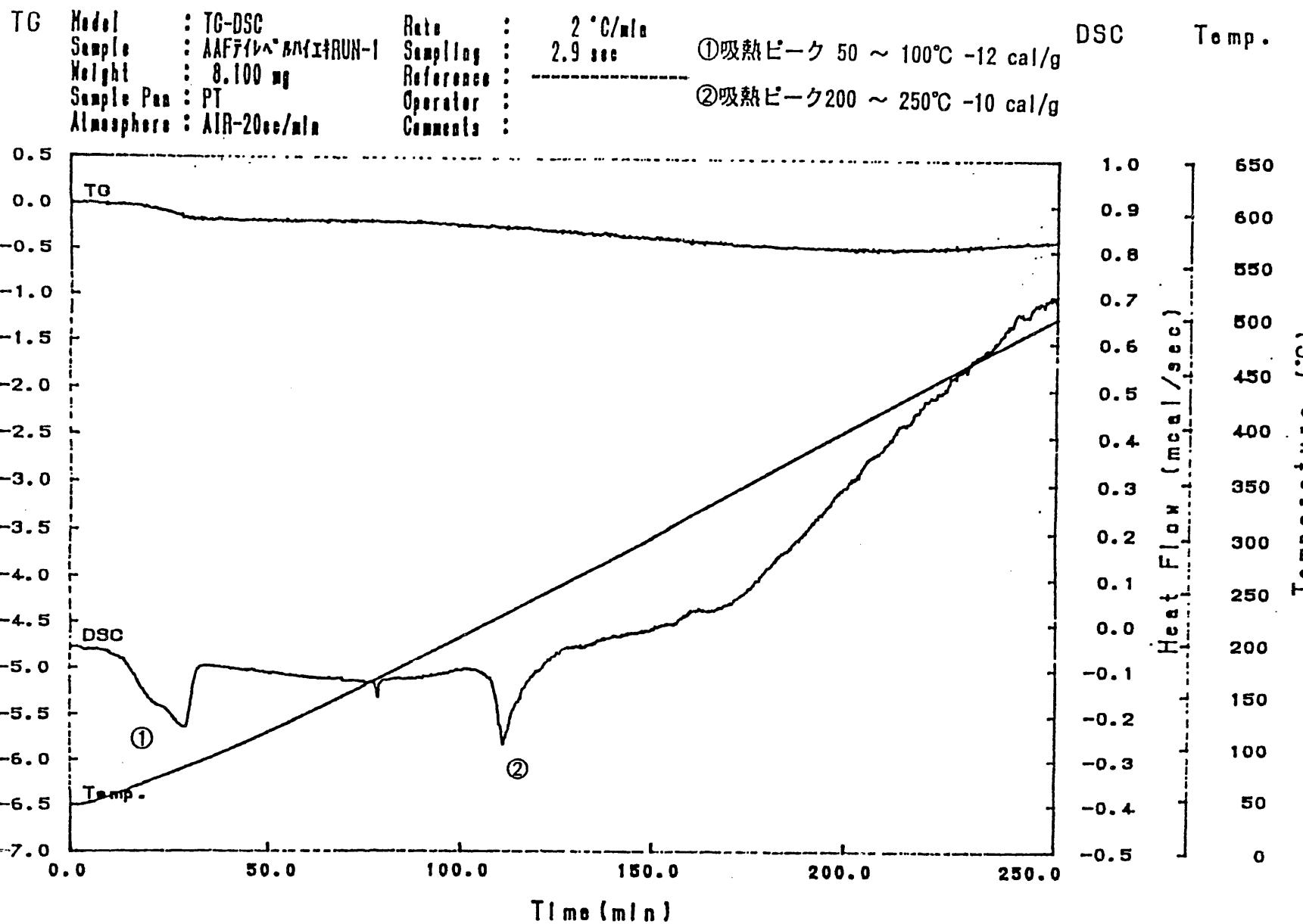


図4.2-9 示差走査熱量測定(DSC)及び熱重量測定(TG)結果 (AAF濃縮廃液 平成9年4月5日採取)

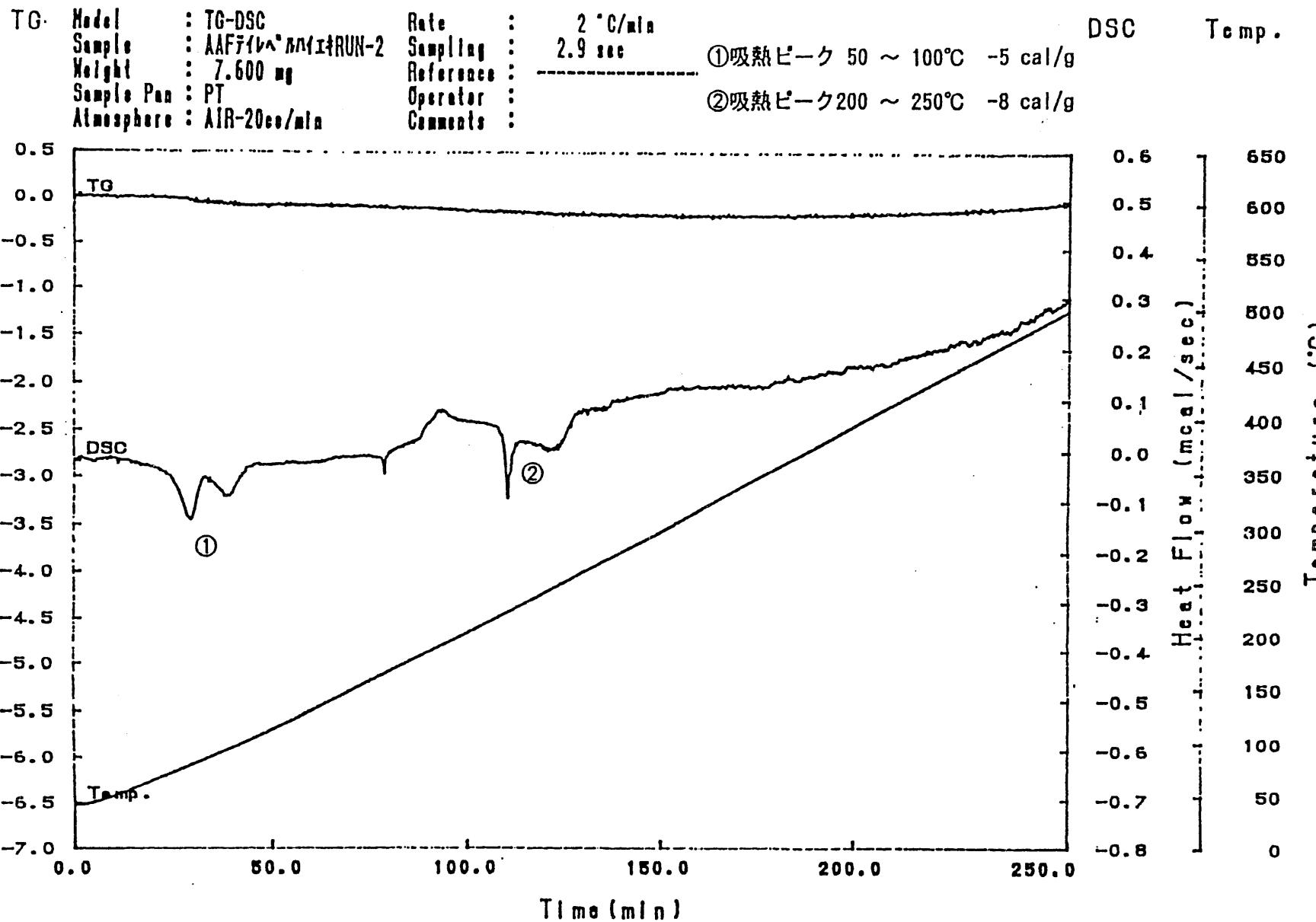


図4.2-10 示差走査熱量測定(DSC)及び熱重量測定(TG)結果 (AAF濃縮廃液 平成9年4月6日採取)

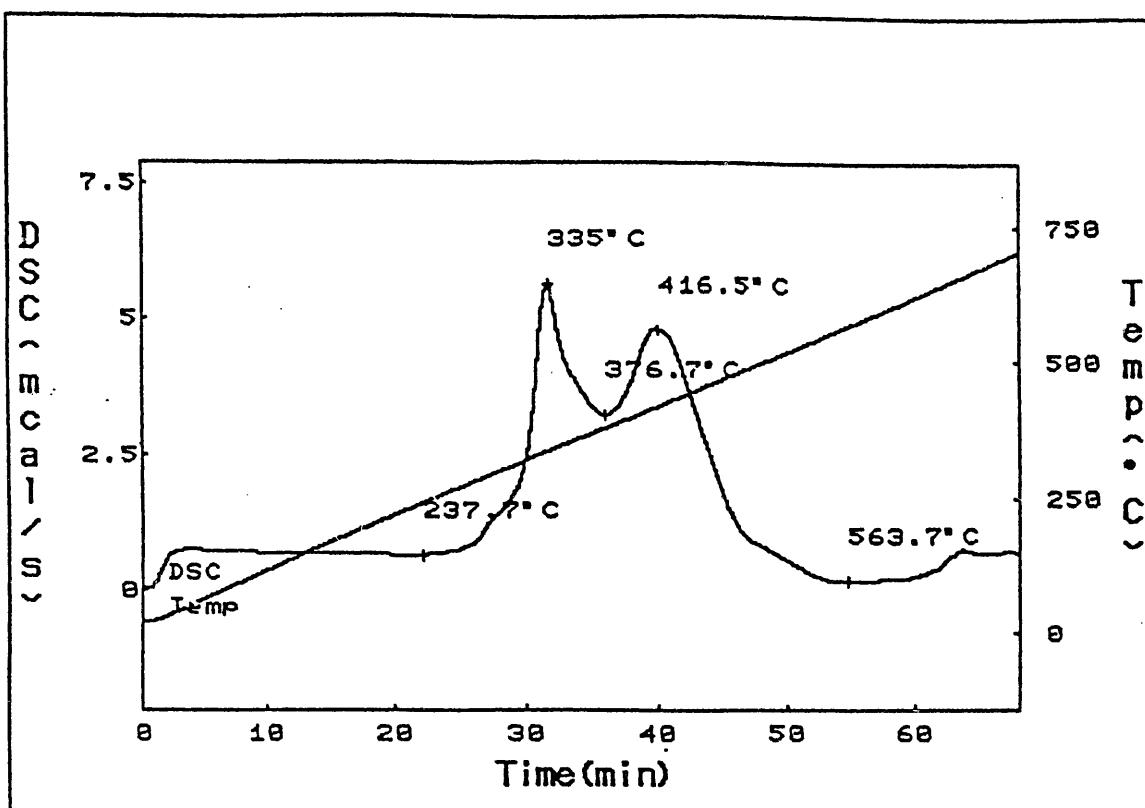


図4.2-11 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A118内付着煤)

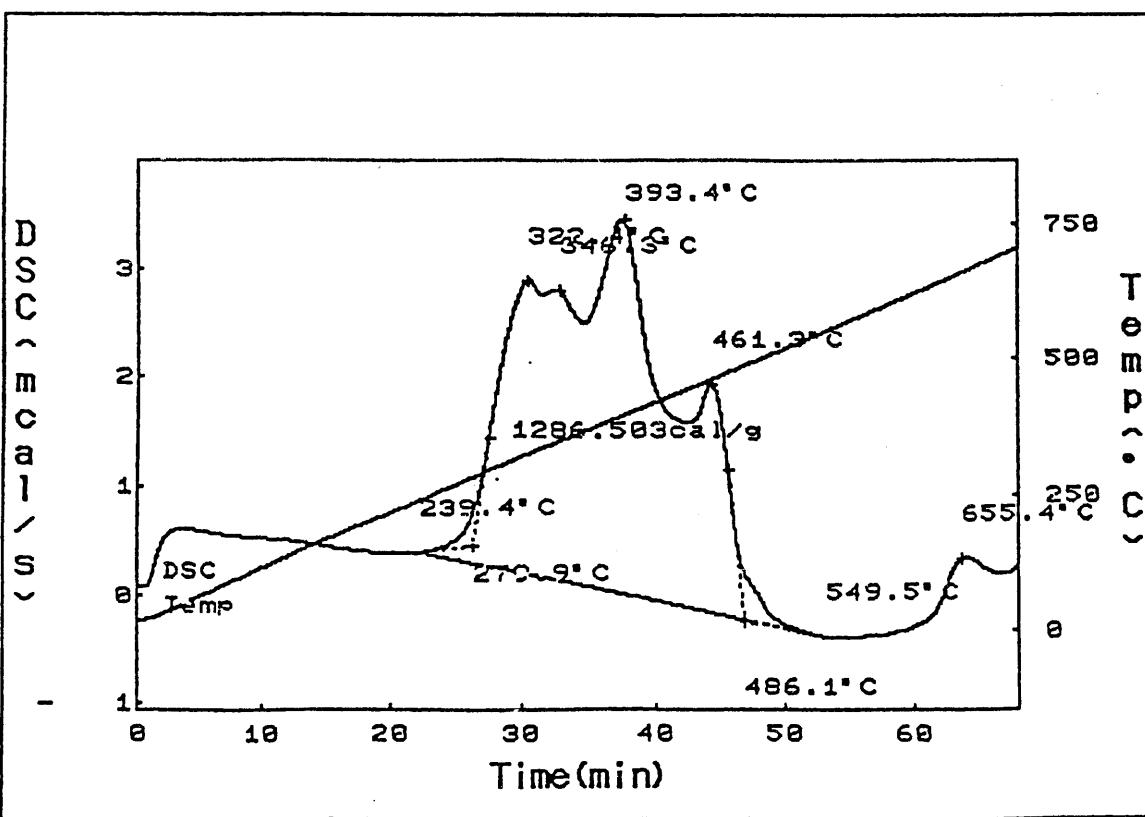


図4.2-12 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A121内付着煤)

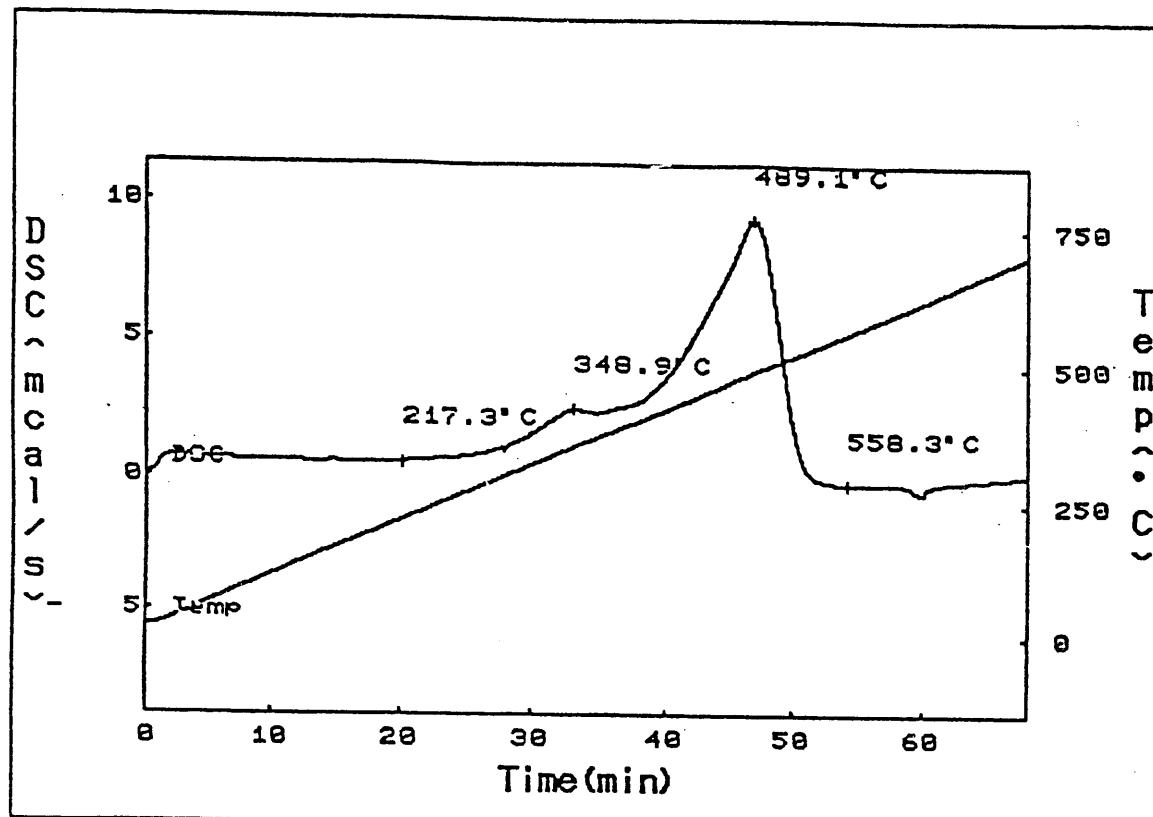


図4.2-13 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A234内付着煤)

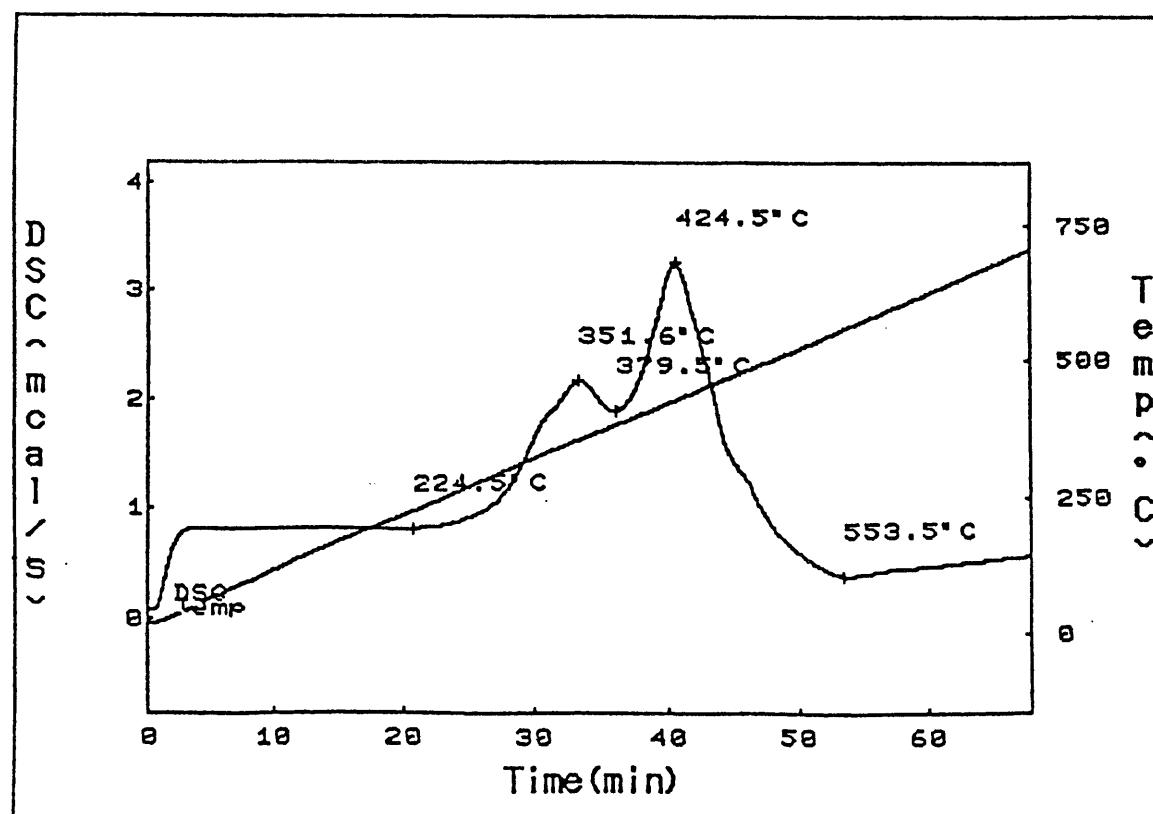


図4.2-14 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A235内付着煤)

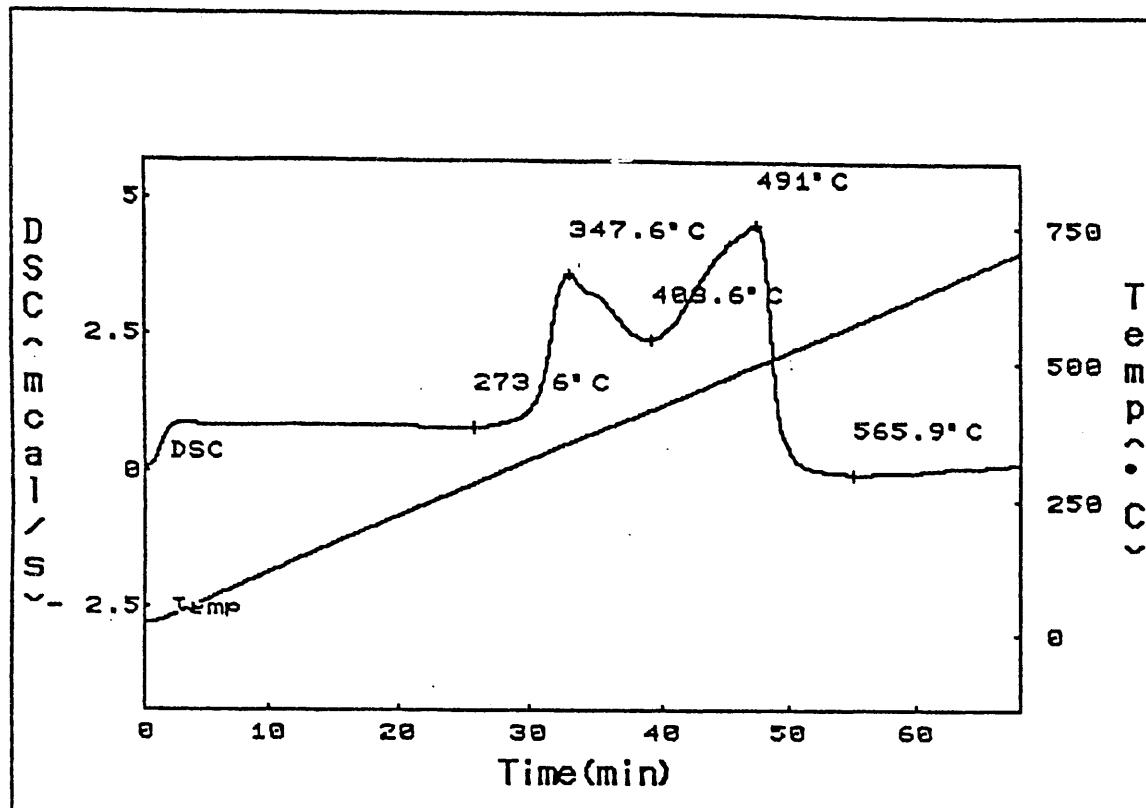


図4.2-15 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A333内付着煤)

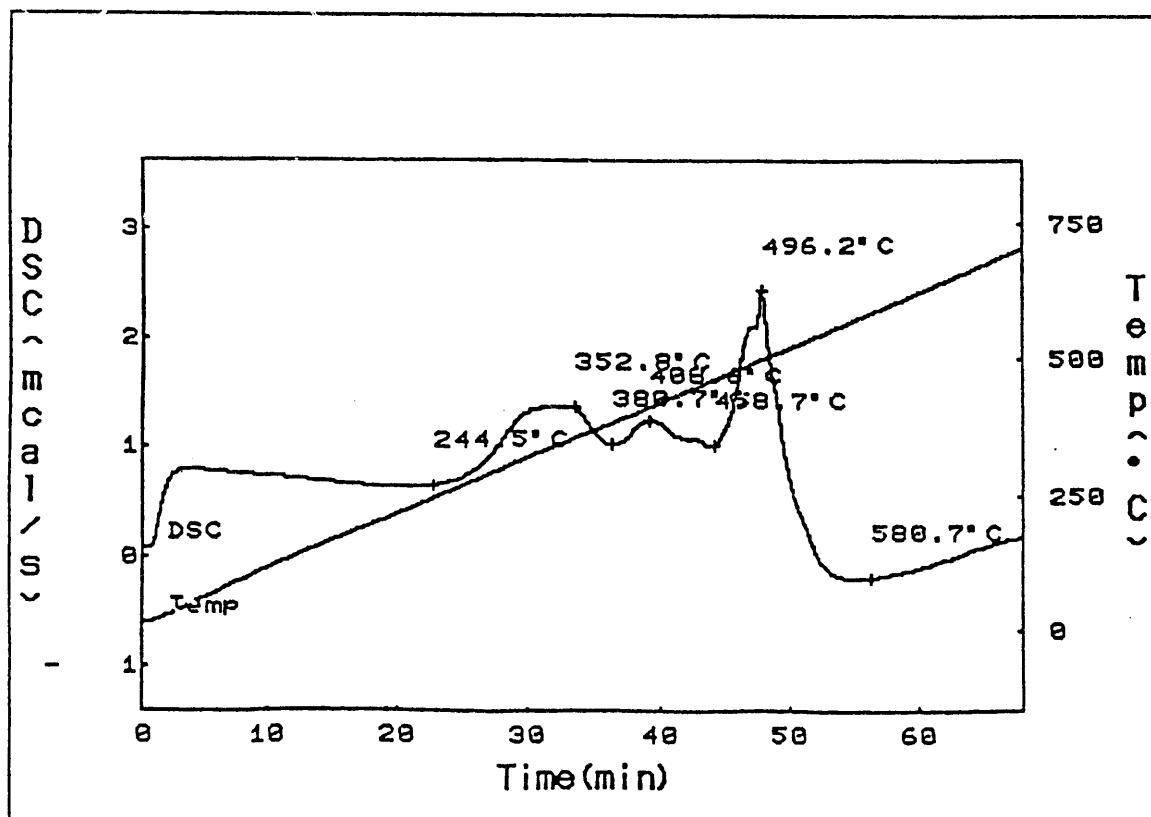


図4.2-16 示差走査熱量測定(DSC)結果 (G331内付着煤)

TG Model : TG8120  
 Sample : Asp  
 Weight : 2.951 mg  
 Reference : Al2O3  
 Sample Pan : Pt

Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Rate : 5°C/min  
 Sampling : 0.50 sec  
 Operator :  
 Comments : 97-M46-1 10B

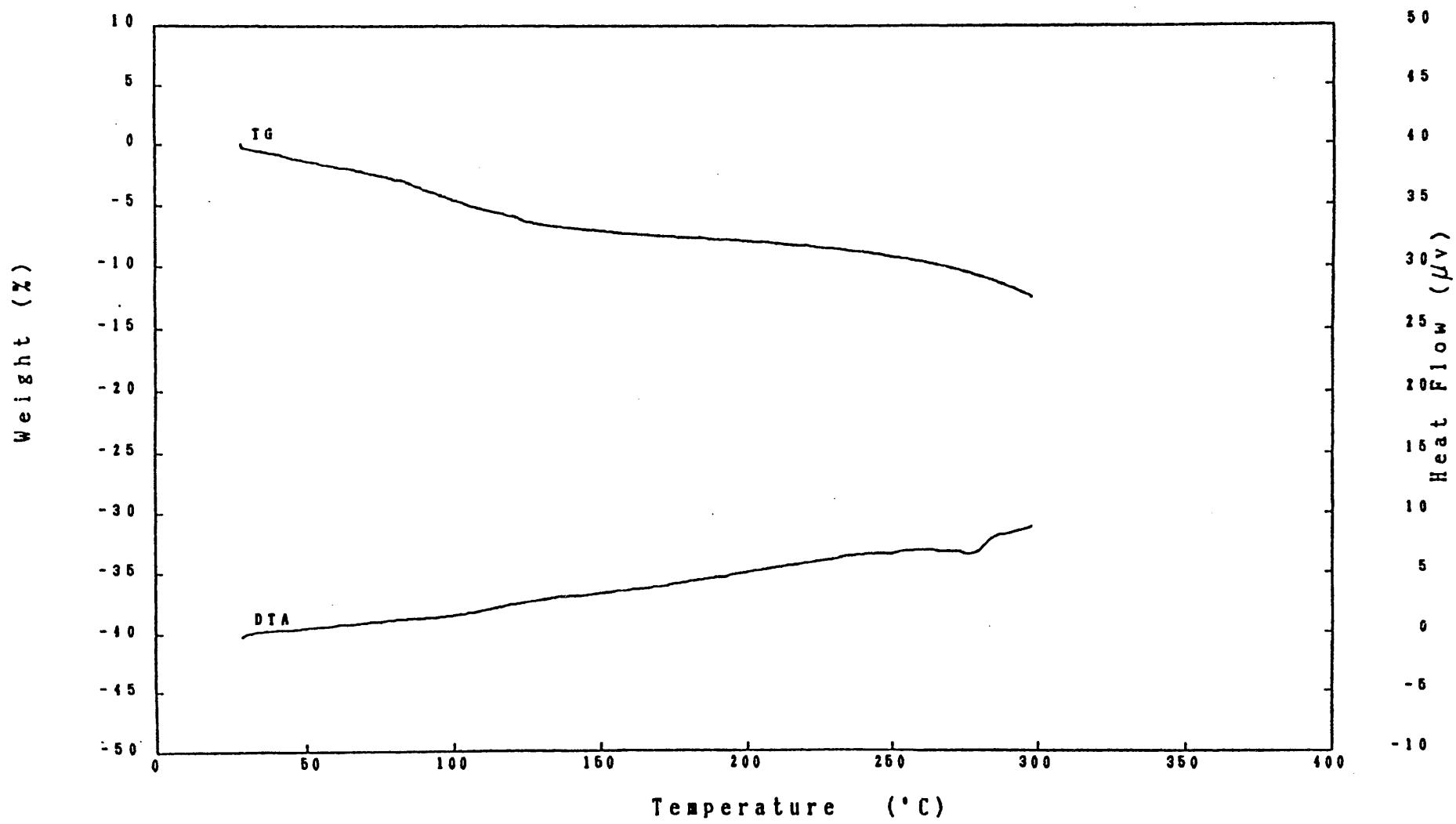


図4.2-17 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(97-M46-1 10B)

T G

Model : TG8120  
 Sample : Asp  
 Weight : 2.899 mg  
 Reference : Al2O3  
 Sample Pan : Pt

Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Rate : 5°C/min  
 Sampling : 0.50 sec  
 Operator :  
 Comments : 97-M46-1 25B

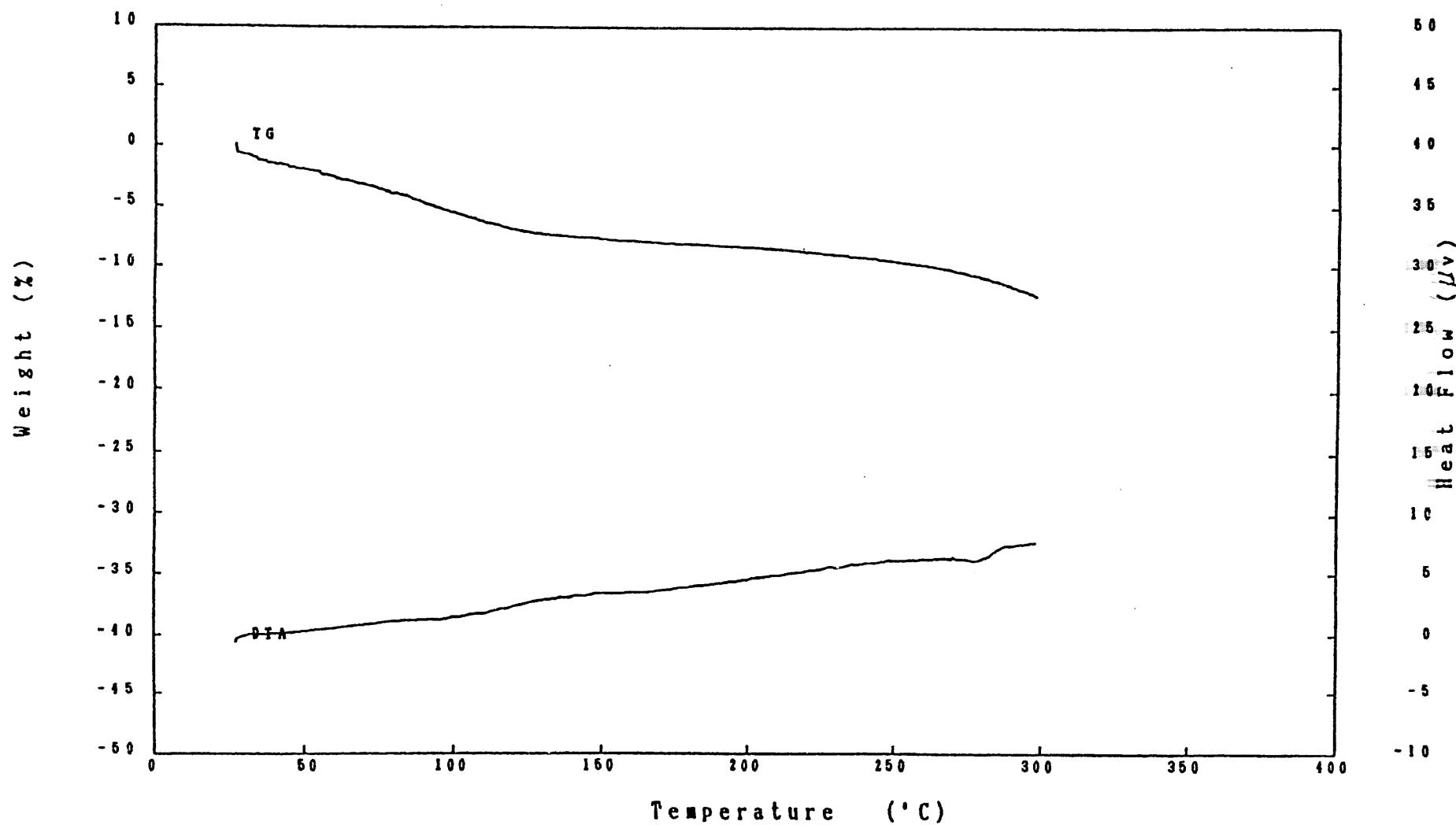


図4.2-18 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(97-M46-1 25B)

T G      Model : TG8120  
 Sample : Asp      Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Weight : 1.737 mg      Rate : 5°C/min  
 Reference : Al2O<sub>3</sub>      Sampling : 0.50 sec  
 Sample Pan : Pt      Operator :  
                     Comments : 97-M46-1 26B

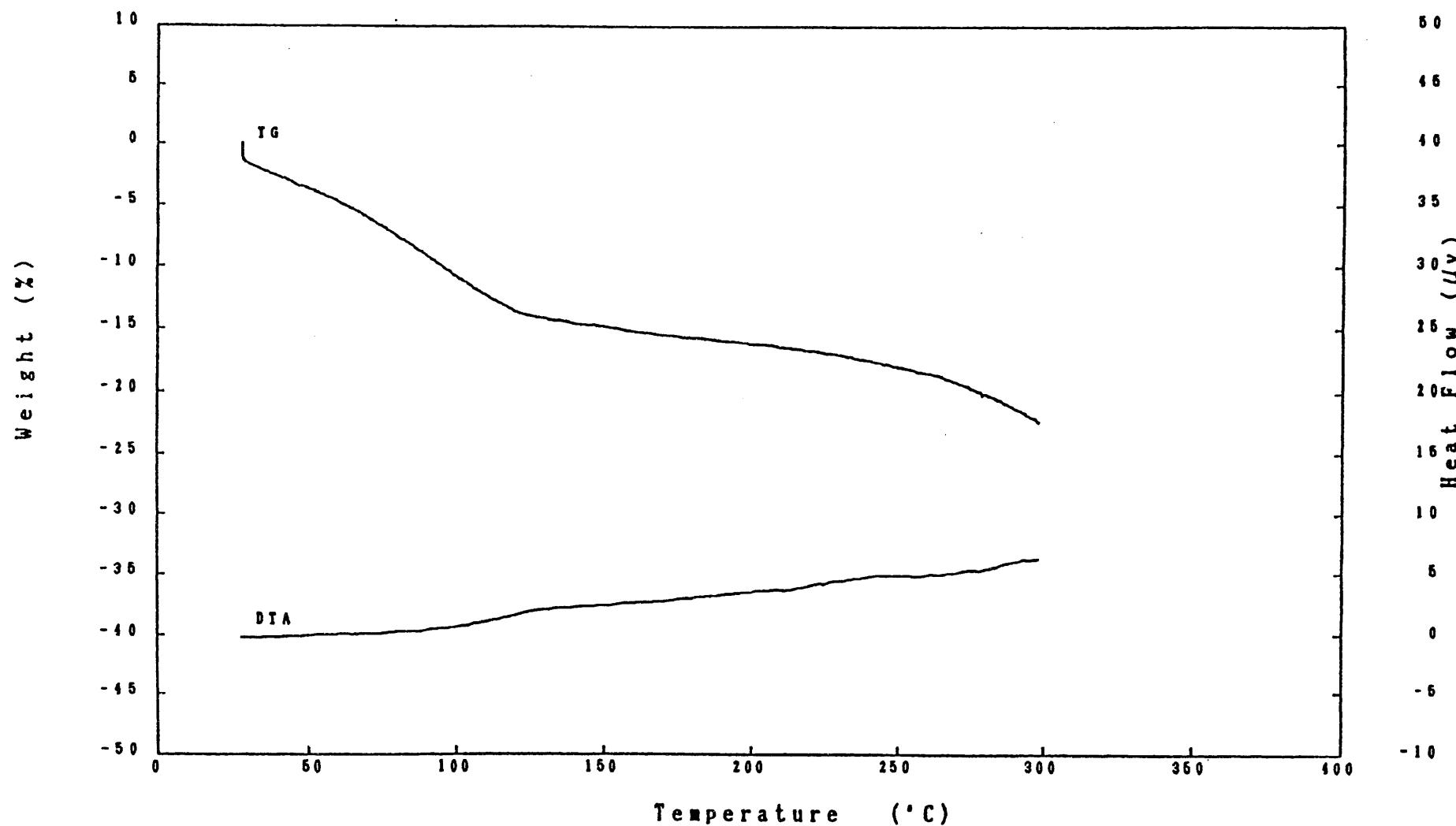


図4.2-19 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(97-M46-1 26B)

TG Model : TG8120  
 Sample : Asp Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Weight : 2.873 mg Rate : 5°C/min  
 Reference : Al203 Sampling : 0.50 sec  
 Sample Pan : Pt Operator :  
 Comments : 97-M46-1 27B

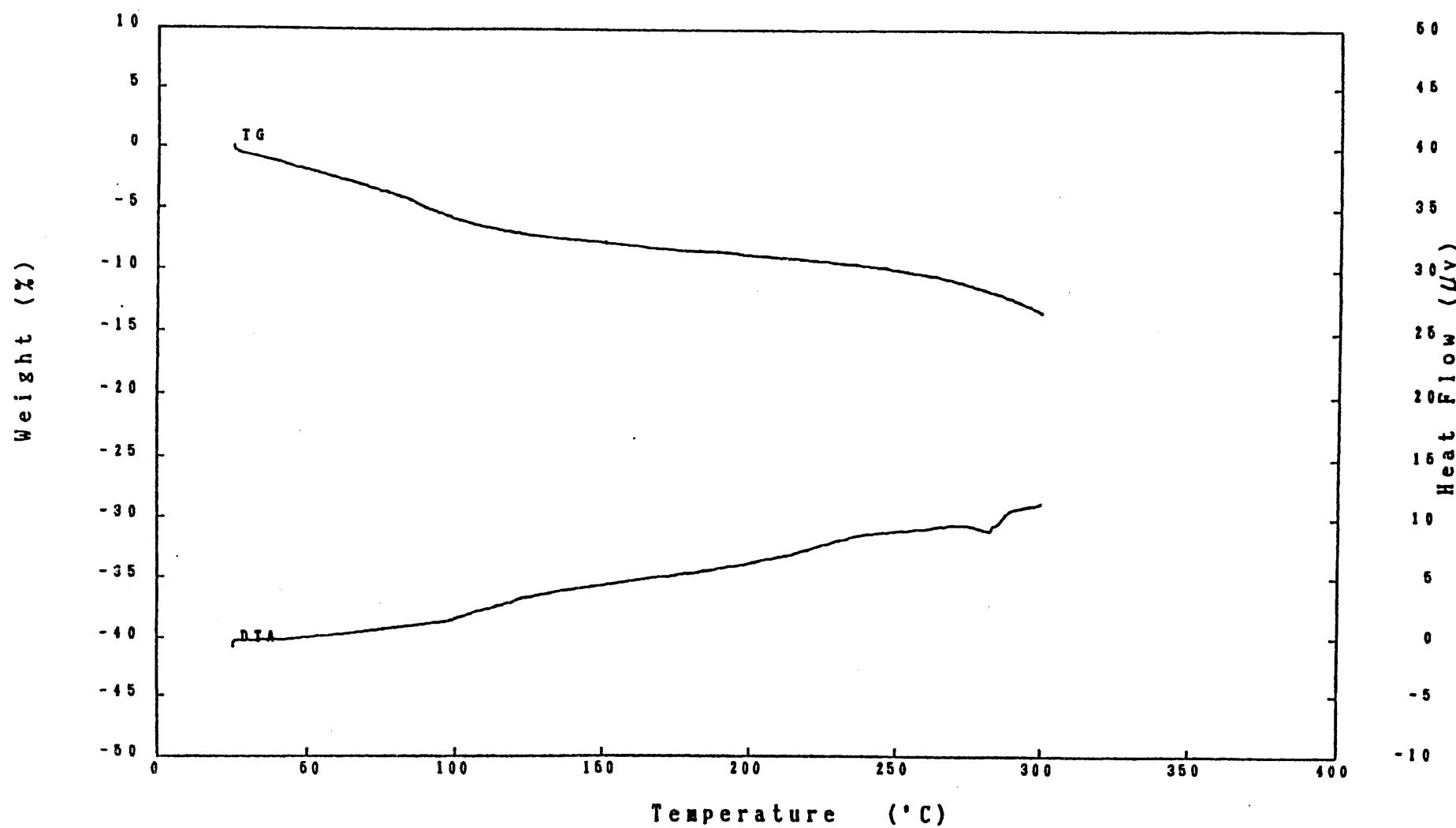


図4.2-20 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(97-M46-1 27B)

TG Model : TG8120  
 Sample : Asp  
 Weight : 2.938 mg  
 Reference : Al2O3  
 Sample Pan : Pt

Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Rate : 5°C/min  
 Sampling : 0.50 sec  
 Operator :  
 Comments : 96-M45-4 9B

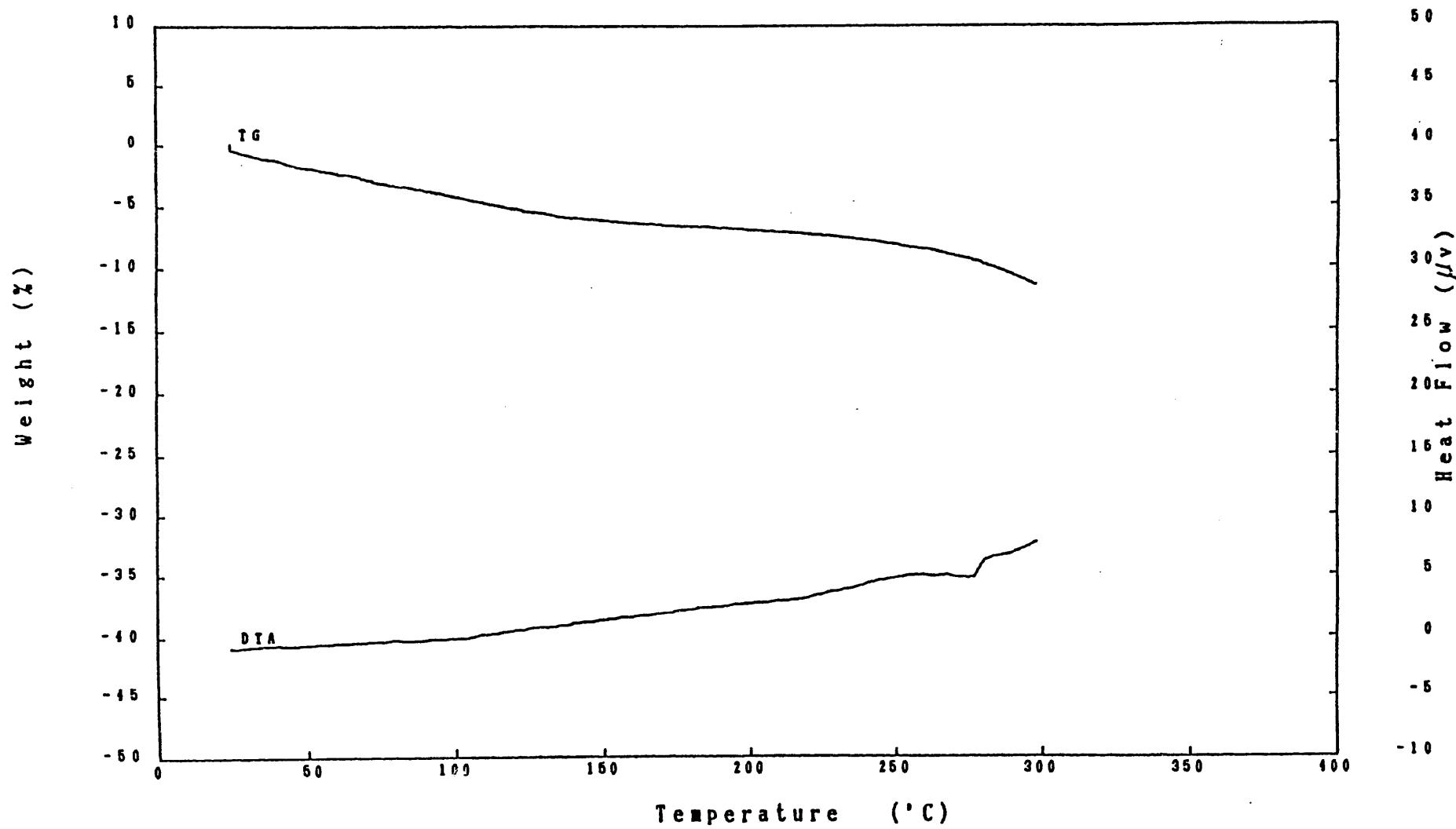


図4.2-21 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(96-M45-4 9B)

T G      Model : TG8120  
 Sample : Asp  
 Weight : 2.629 mg  
 Reference : Al2O3  
 Sample Pan : Pt

Atmosphere : N<sub>2</sub>  
 Rate : 5°C/min  
 Sampling : 0.50 sec  
 Operator :  
 Comments : 96-M45-4 23B

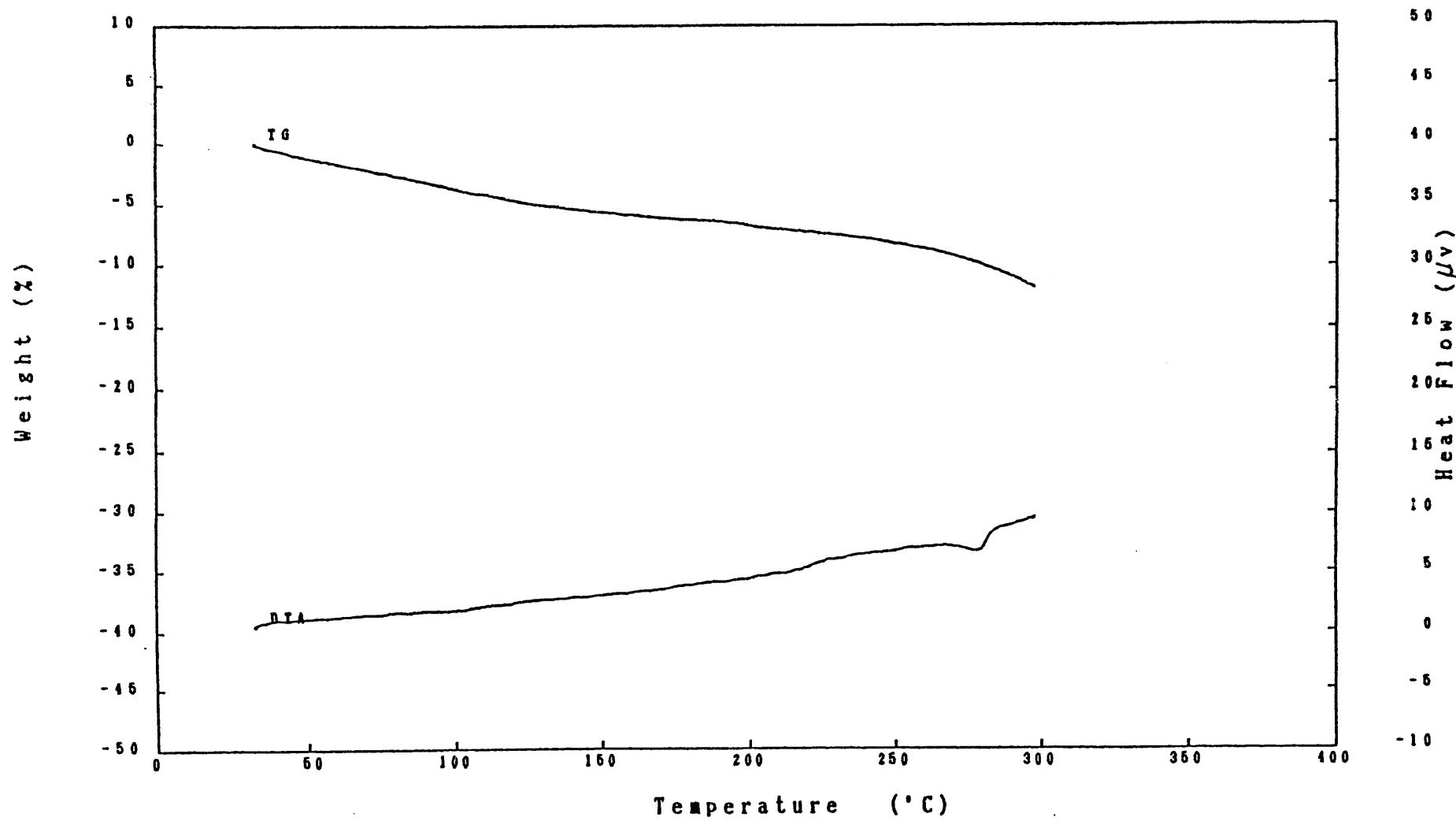


図4.2-22 示差熱測定(DTA)及び熱重量測定(TG)結果(96-M45-4 23B)

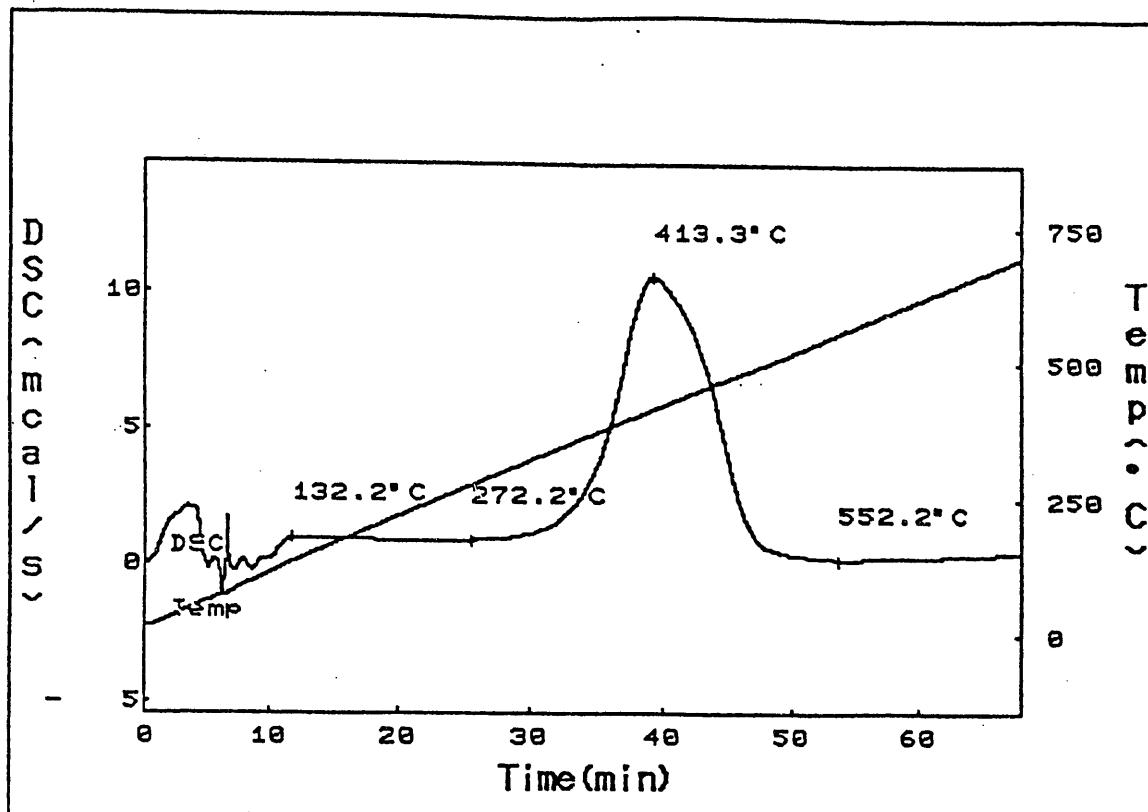


図4.2-23 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A8 ドラム)

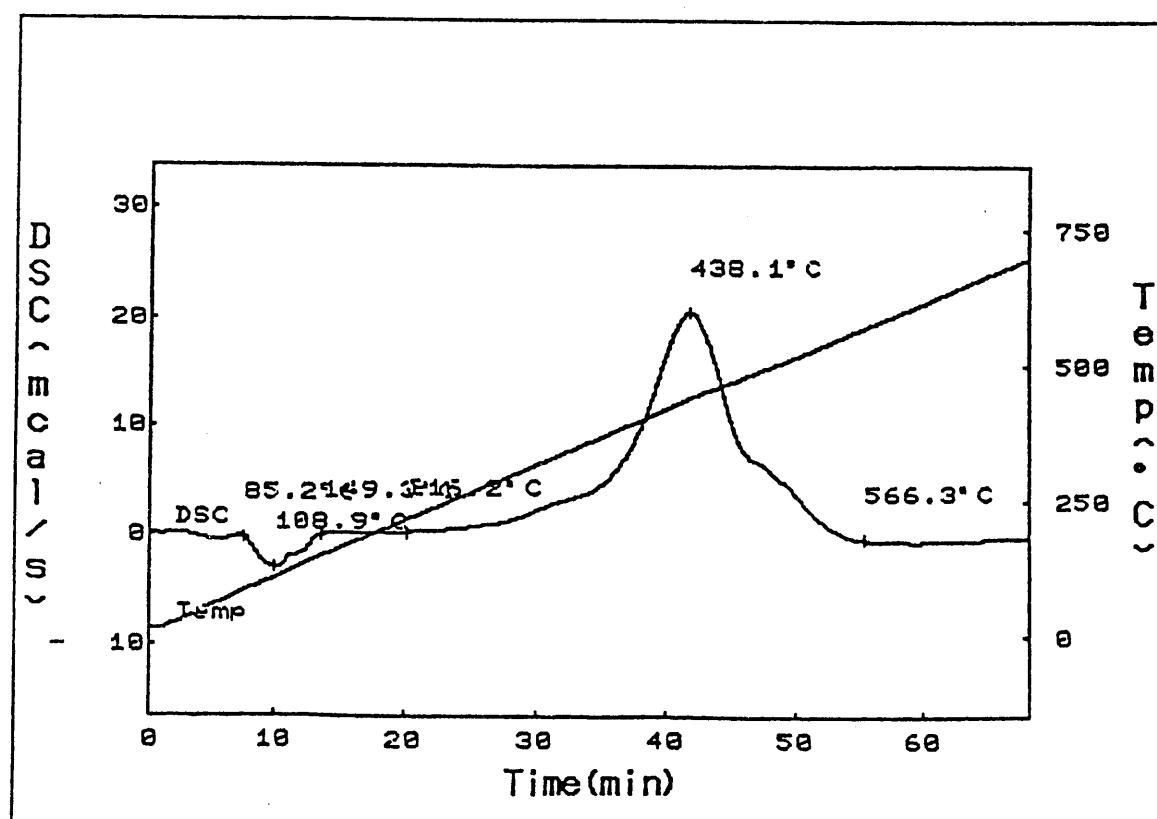


図4.2-24 示差走査熱量測定(DSC)結果 (A9 ドラム)

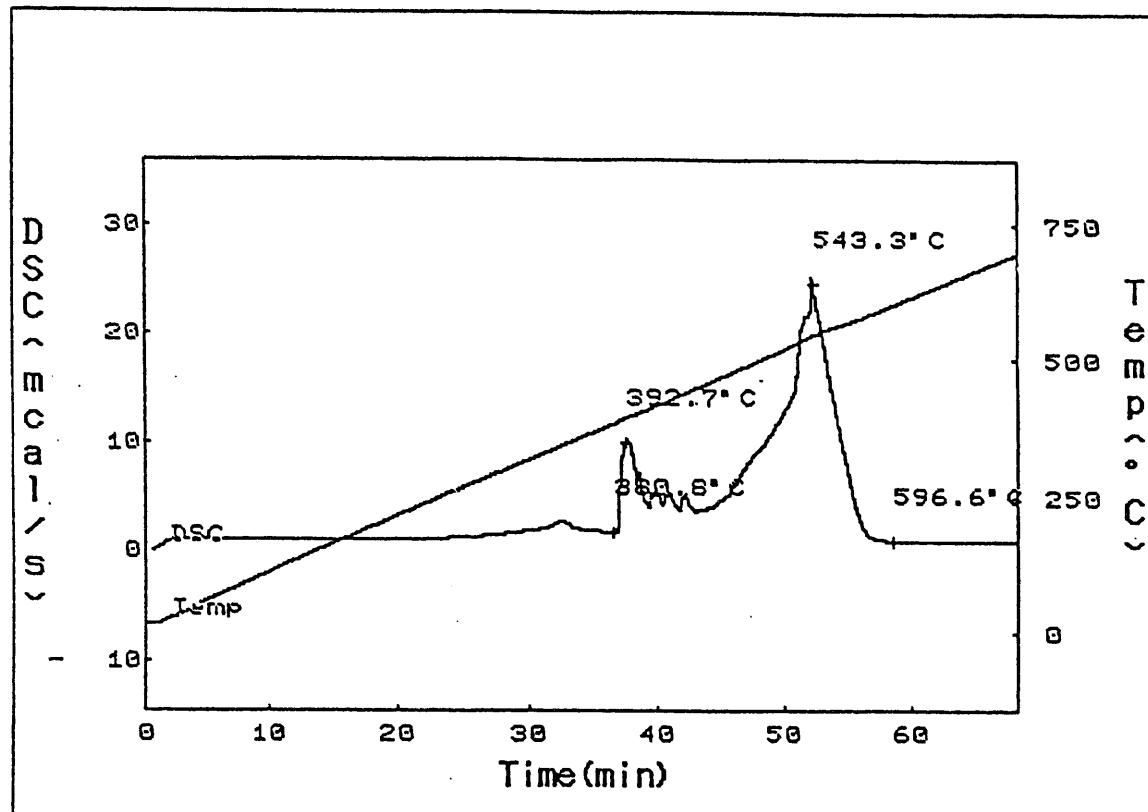


図4.2-25 示差走査熱量測定(DSC)結果(空気雰囲気)(原料アスファルト)

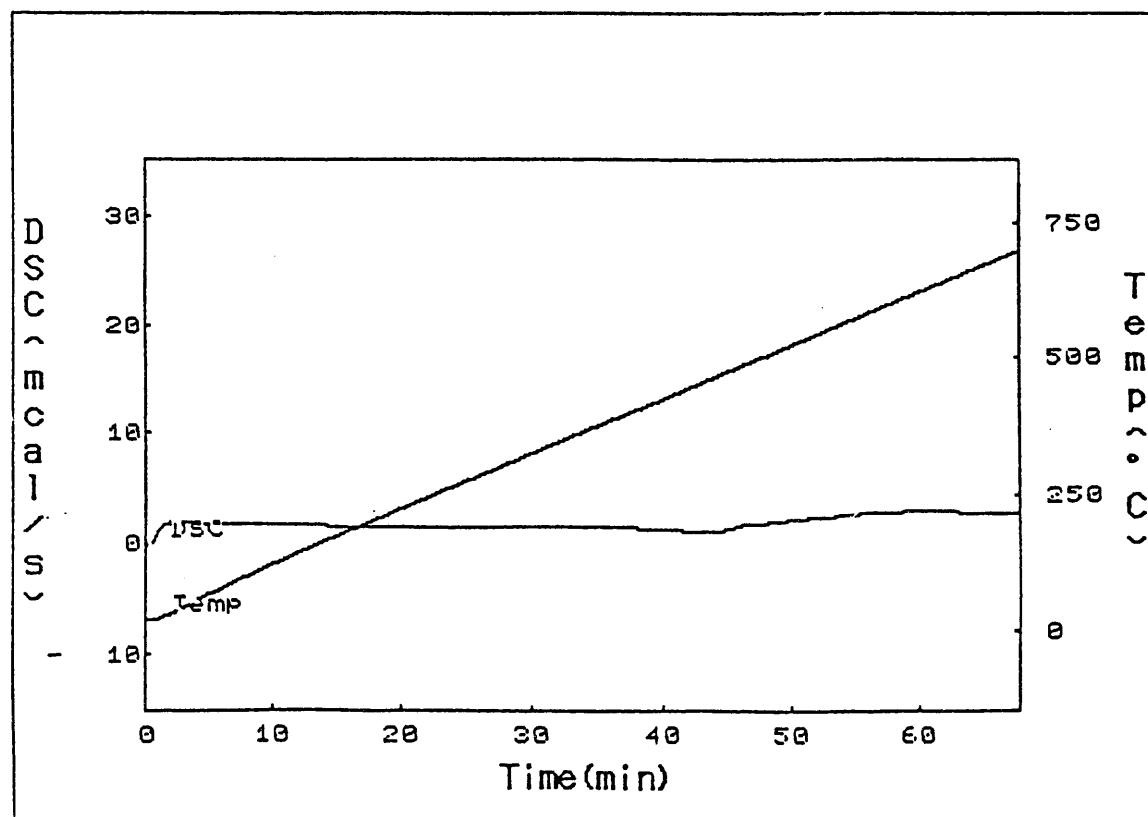


図4.2-26 示差走査熱量測定(DSC)結果(窒素ガス雰囲気)(原料アスファルト)

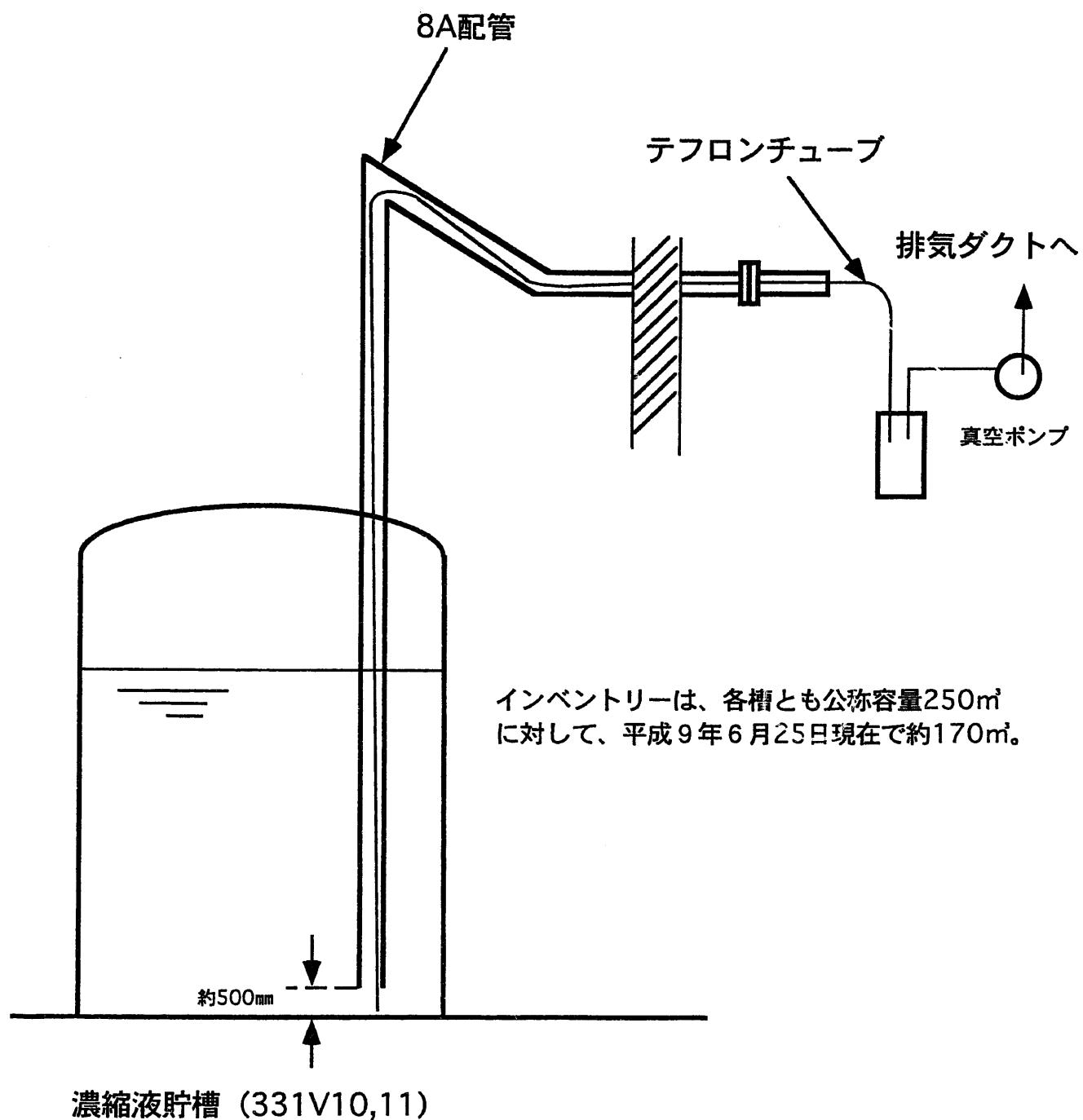


図4.2-27 廃棄物処理場濃縮液貯槽 (331V10,11) 直接採取概念図

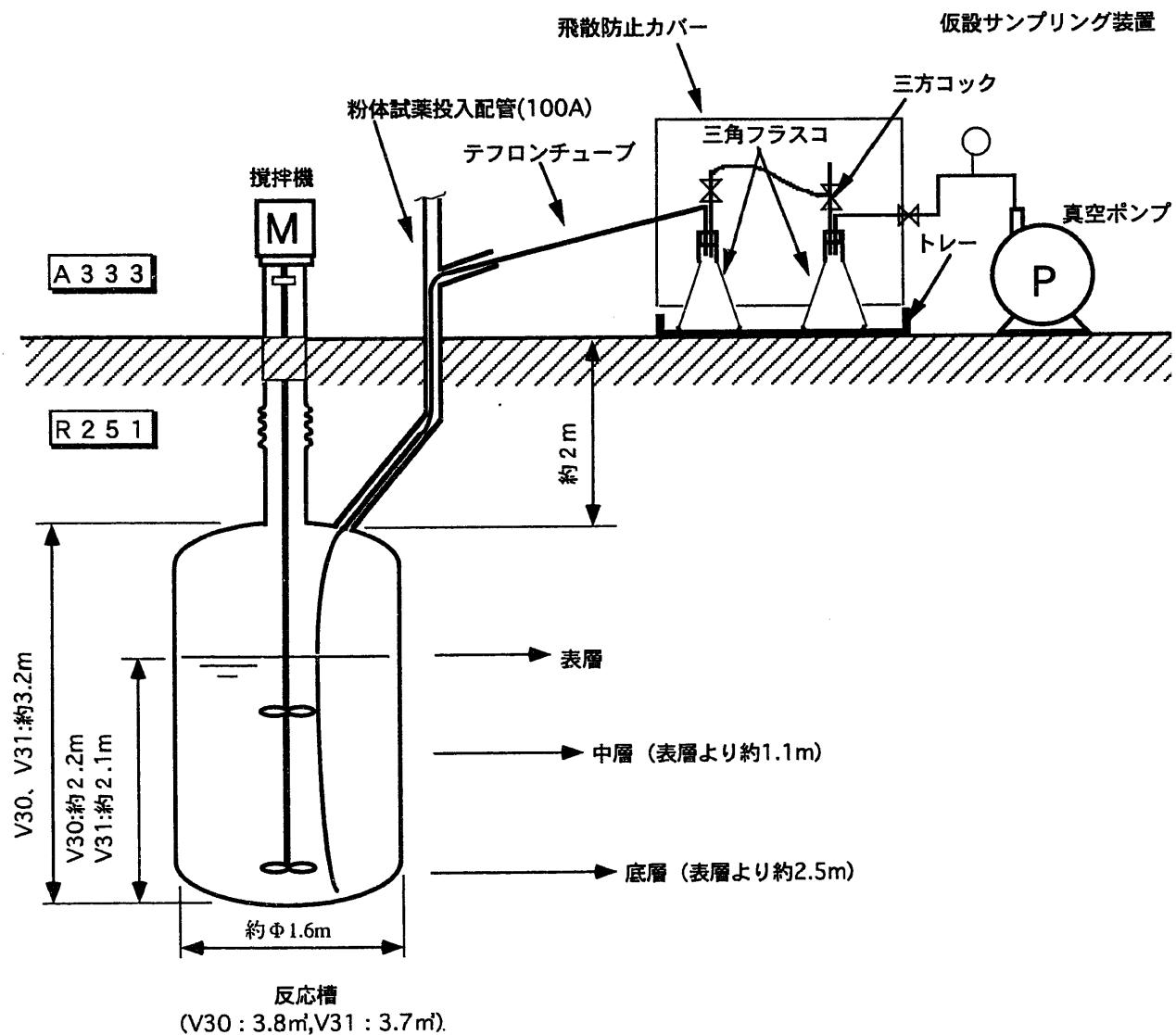


図4.2-28 反応槽 (A12V30,31) 直接採取概念図

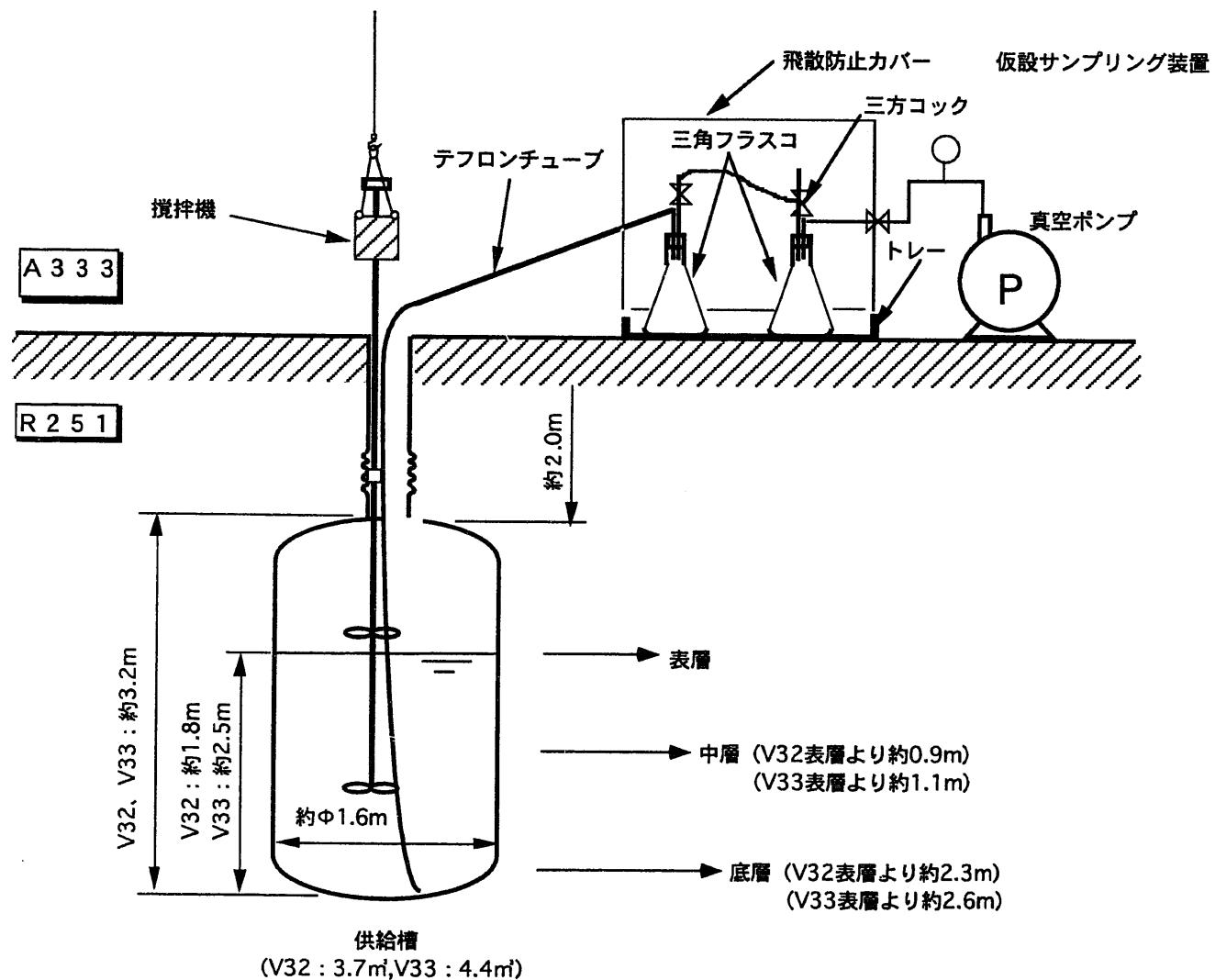


図4.2-29 供給槽 (A12V32,33) 直接採取概念図

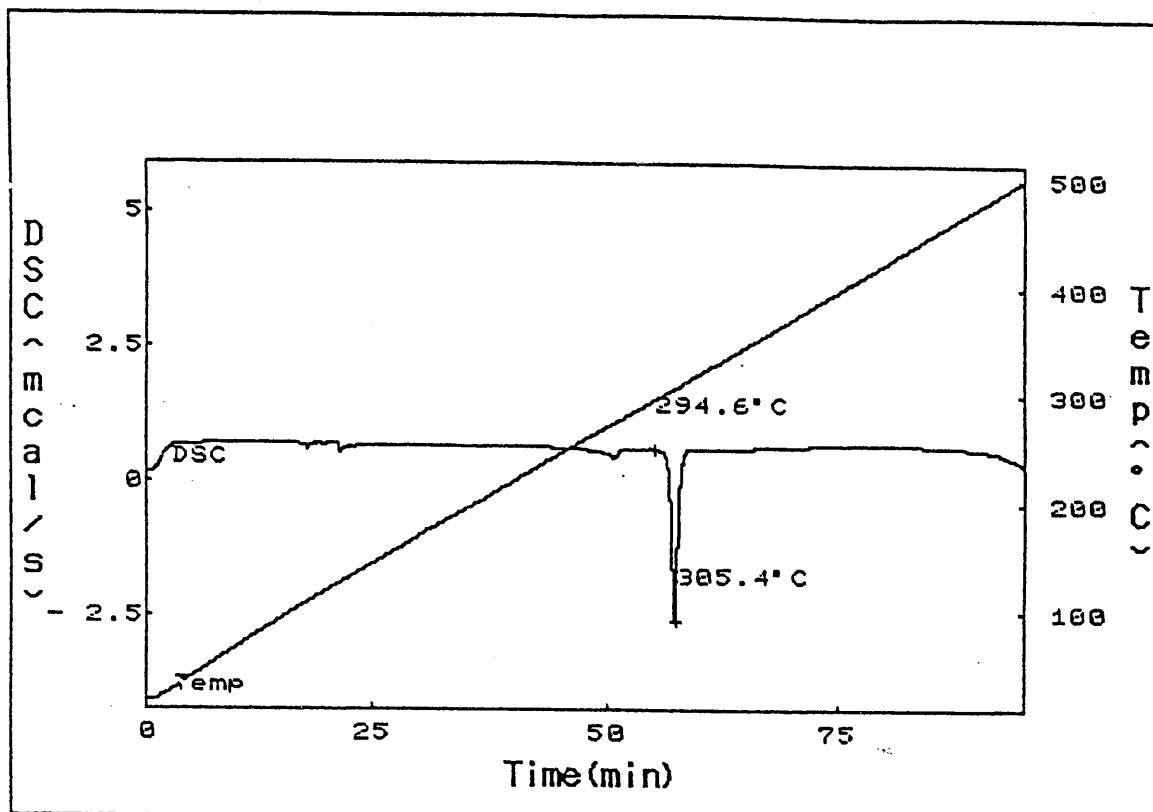


図4.2-30 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(廃棄物処理場の濃縮廃液331V10)

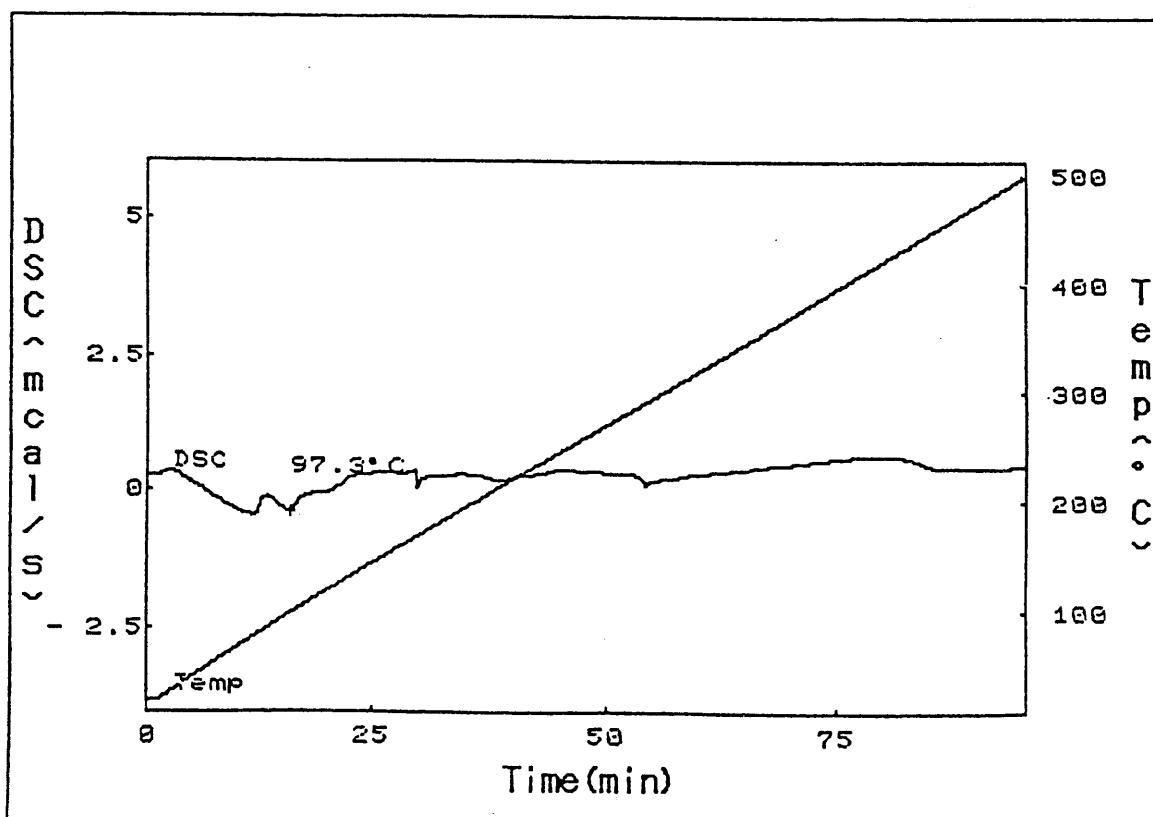


図4.2-31 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(廃棄物処理場の濃縮廃液331V11液相)

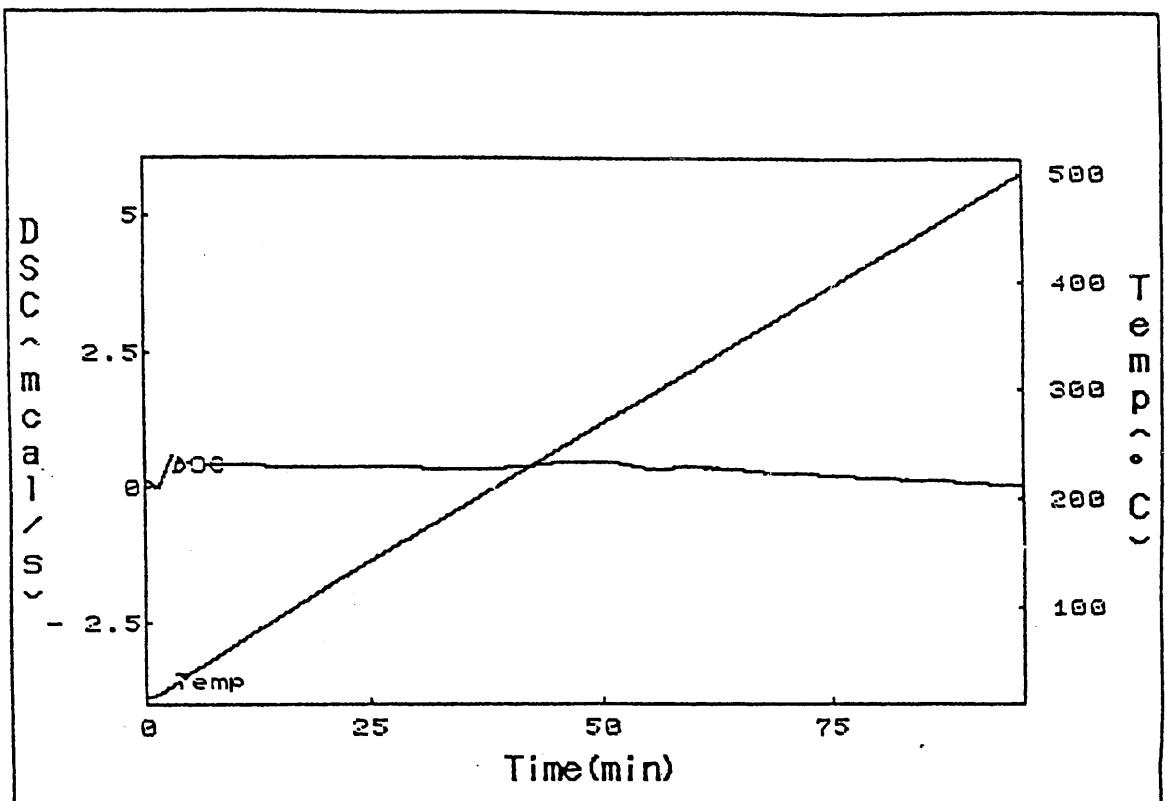


図4.2-32 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(廃棄物処理場の濃縮廃液331V11沈殿物)

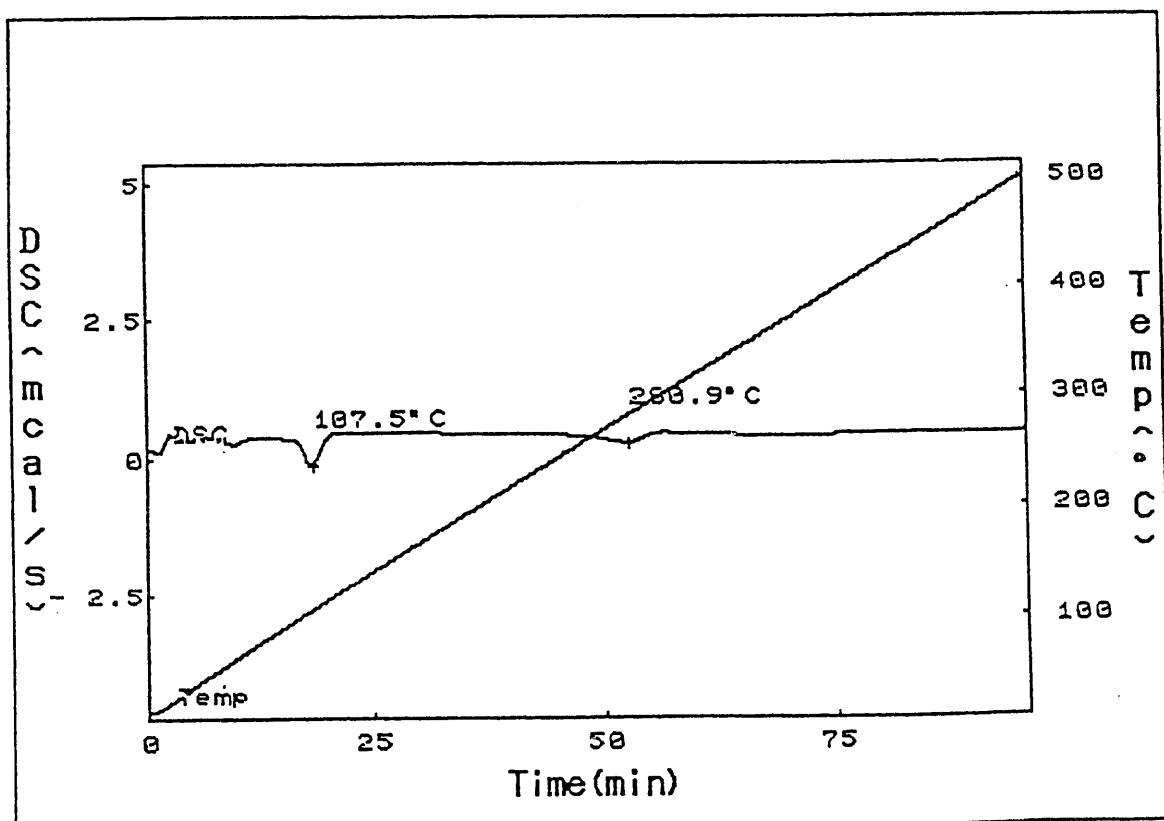


図4.2-33 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V21)

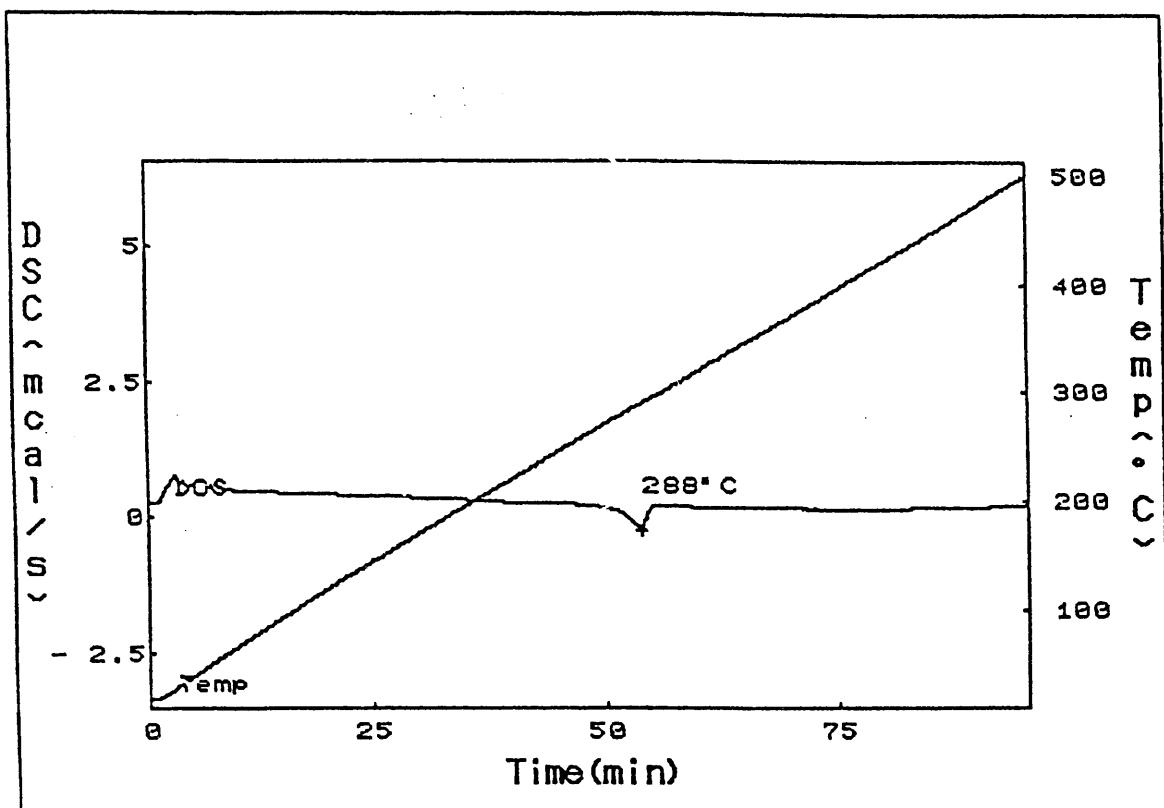


図4.2-34 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V21 pH7に調整)

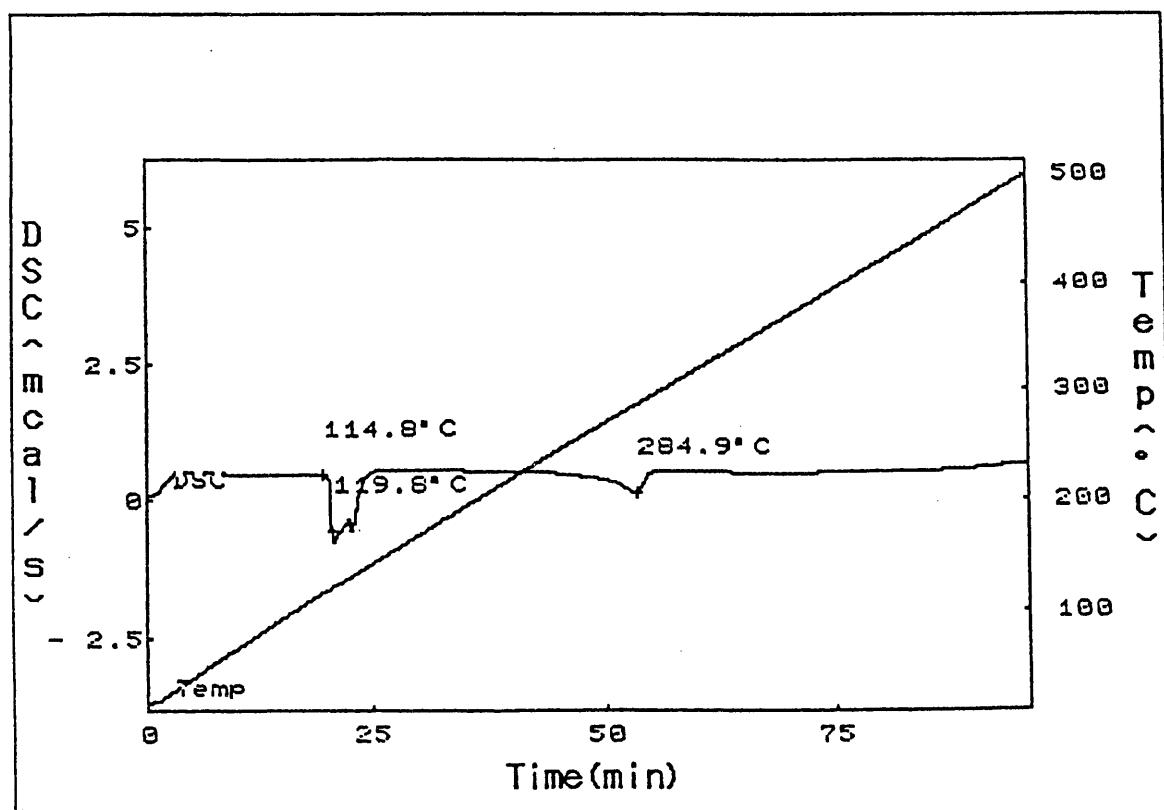


図4.2-35 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V30液相)

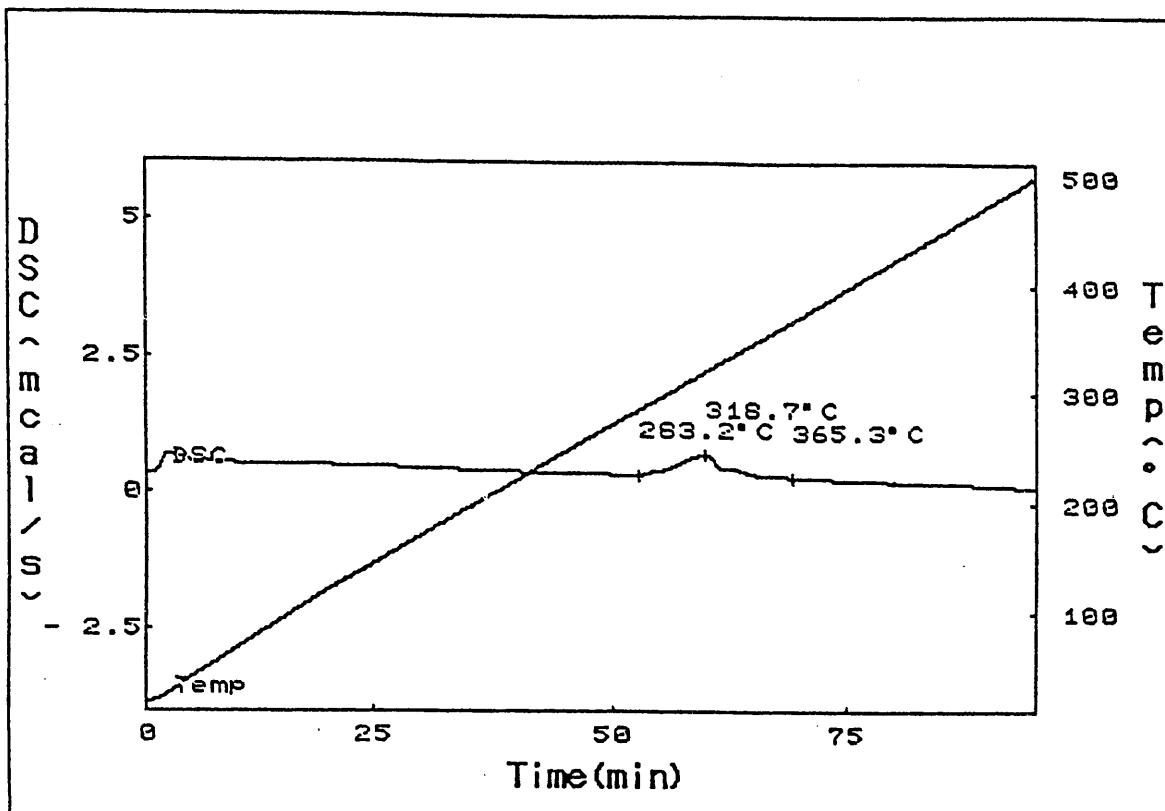


図4.2-36 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V30沈殿物)

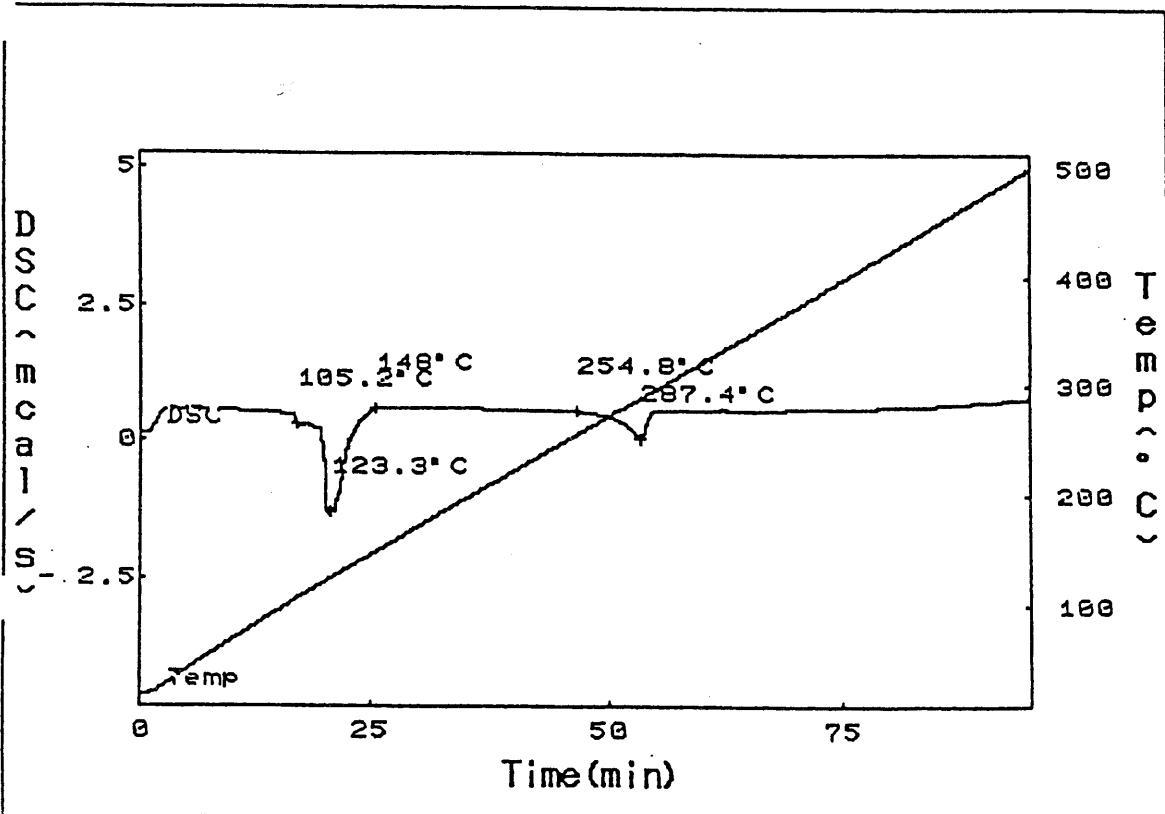


図4.2-37 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V31液相)

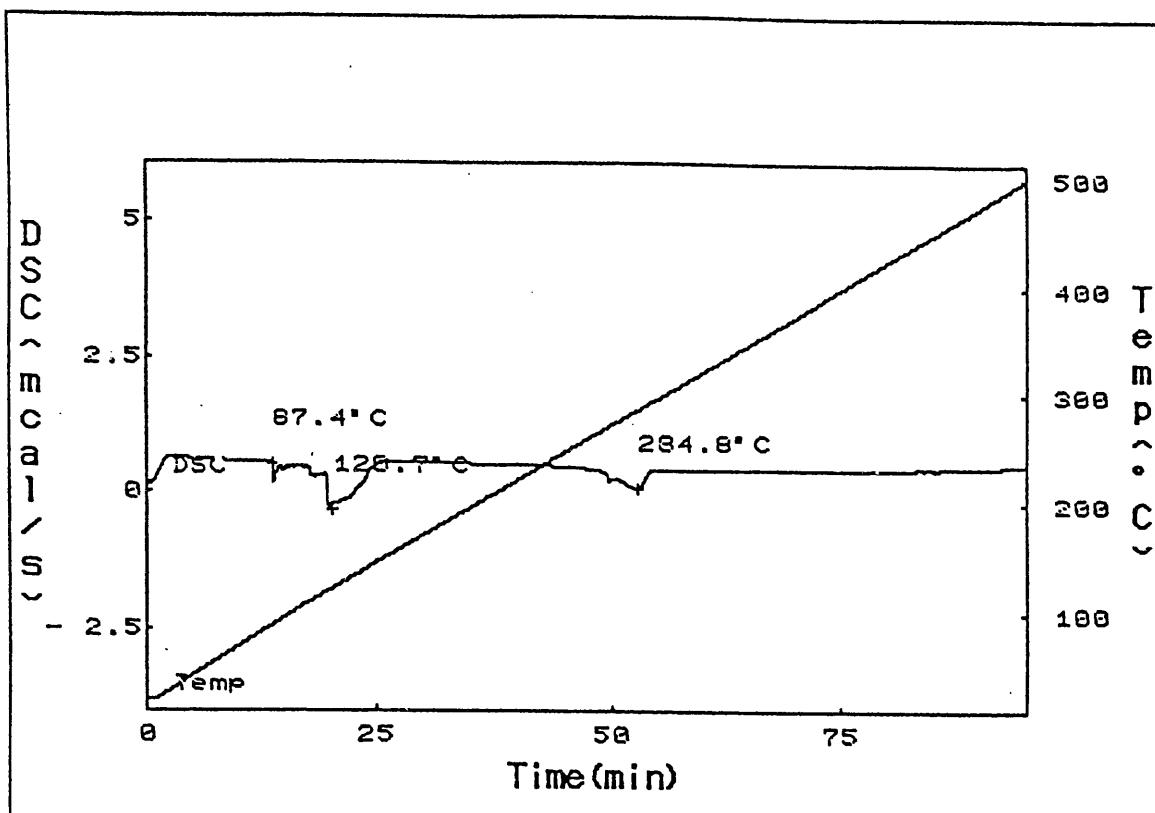


図4.2-38 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V32液相)

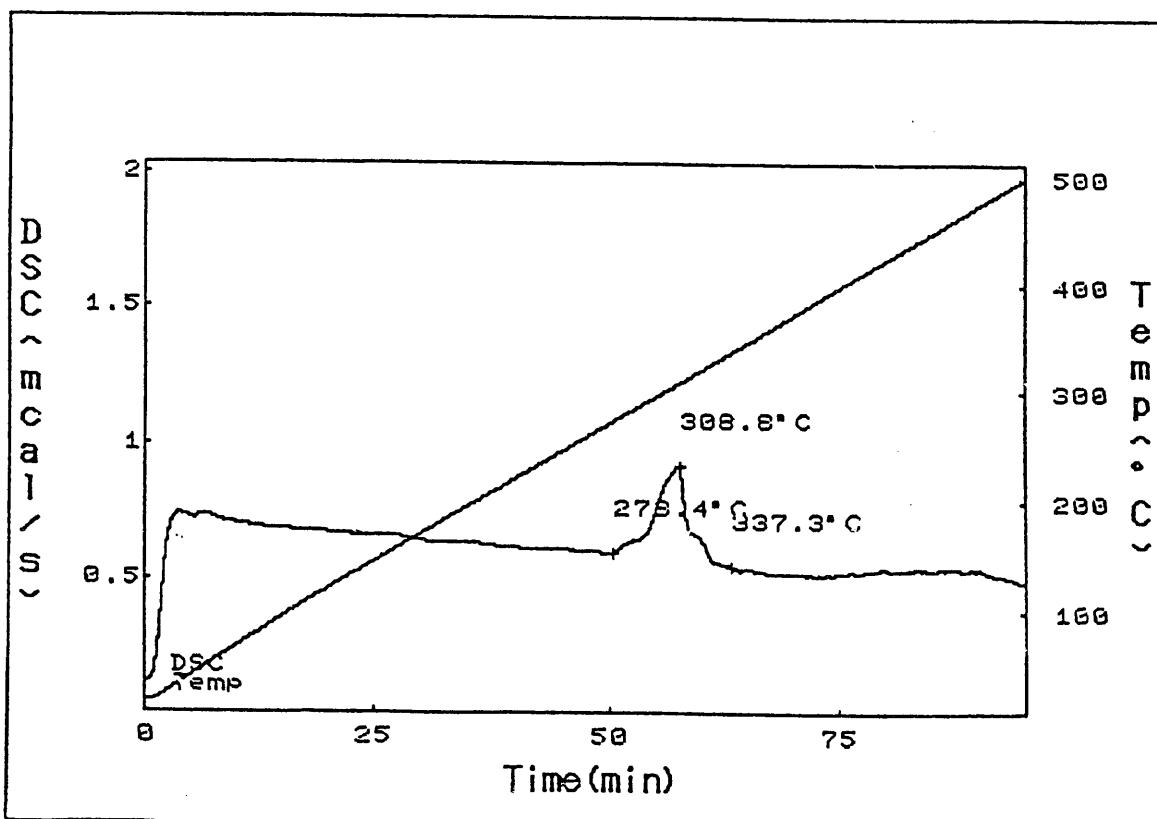


図4.2-39 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V32沈殿物)

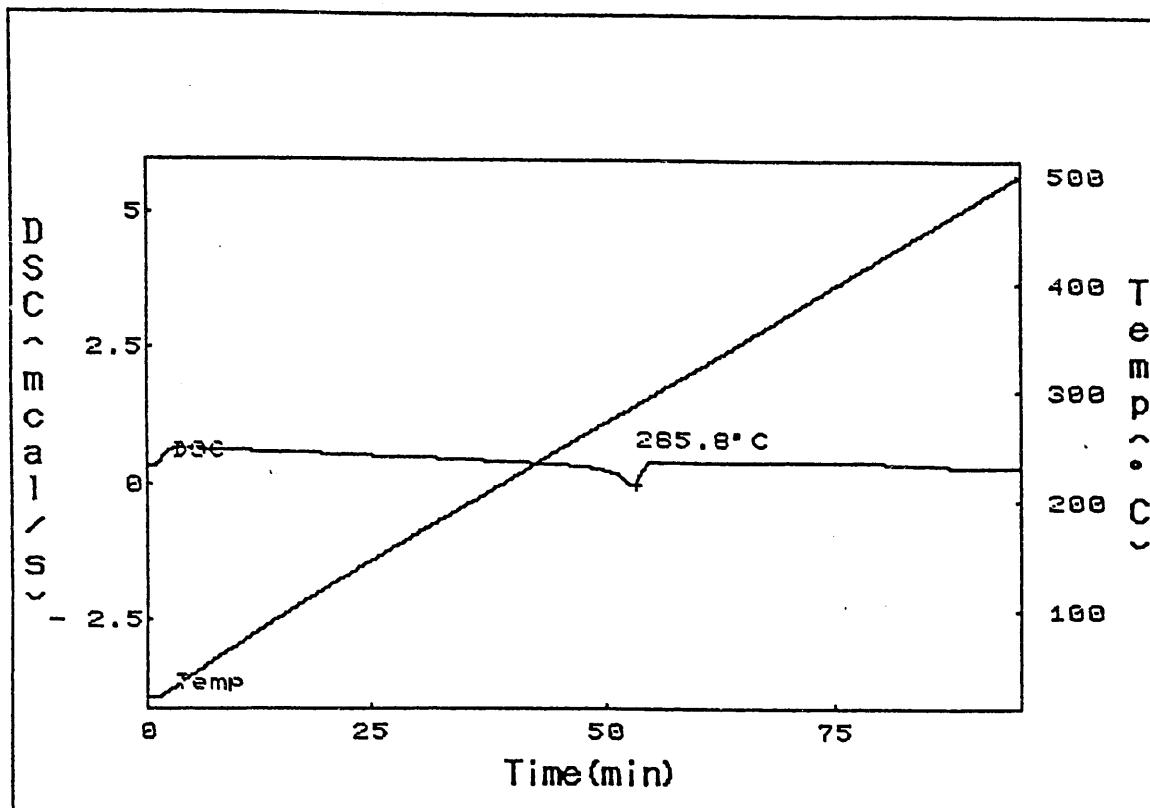


図4.2-40 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V33液相)

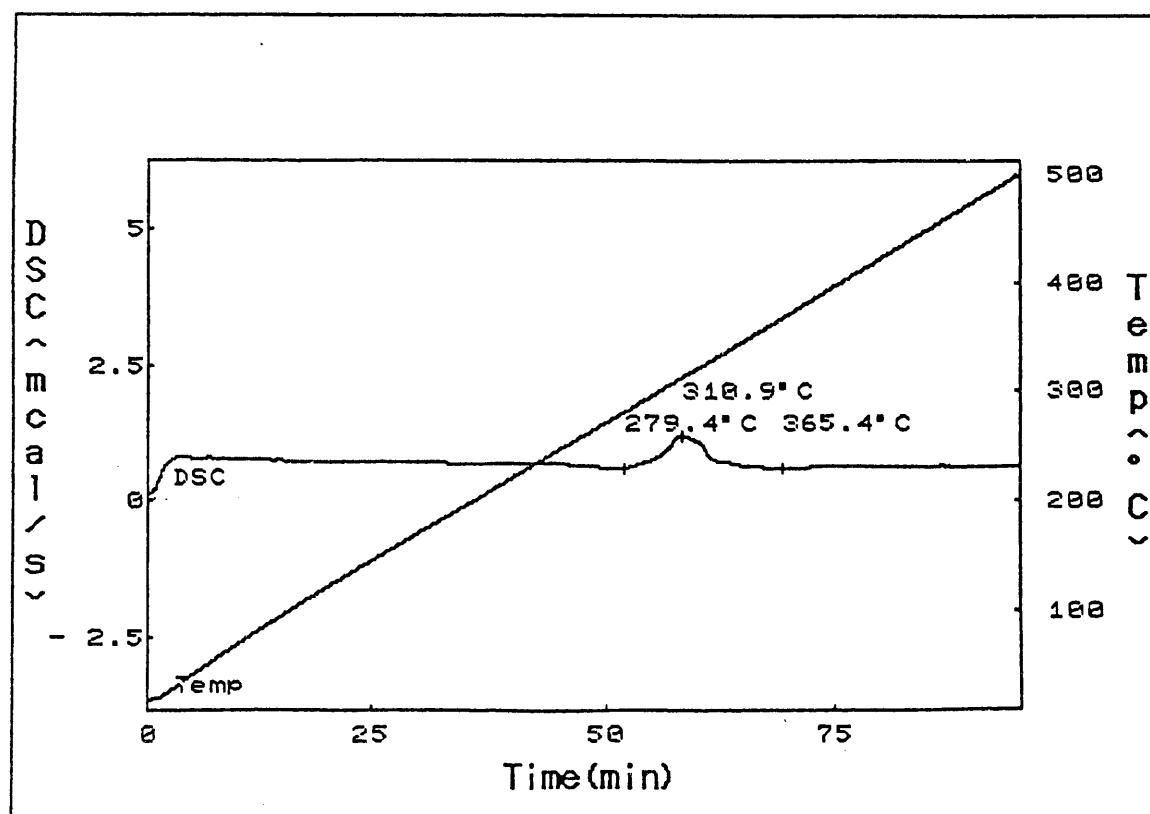


図4.2-41 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(固化処理対象廃液A12V33沈殿物)

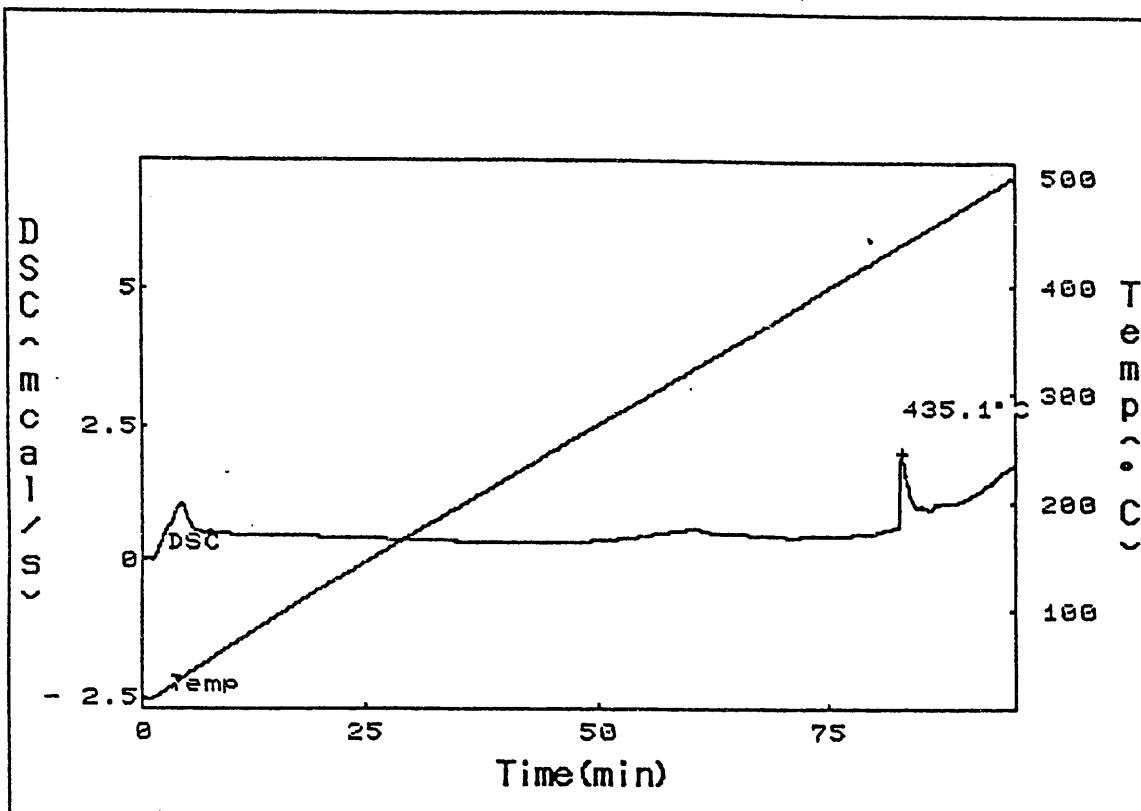


図4.2-42 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(エクストルーダ内アスファルト混合物)

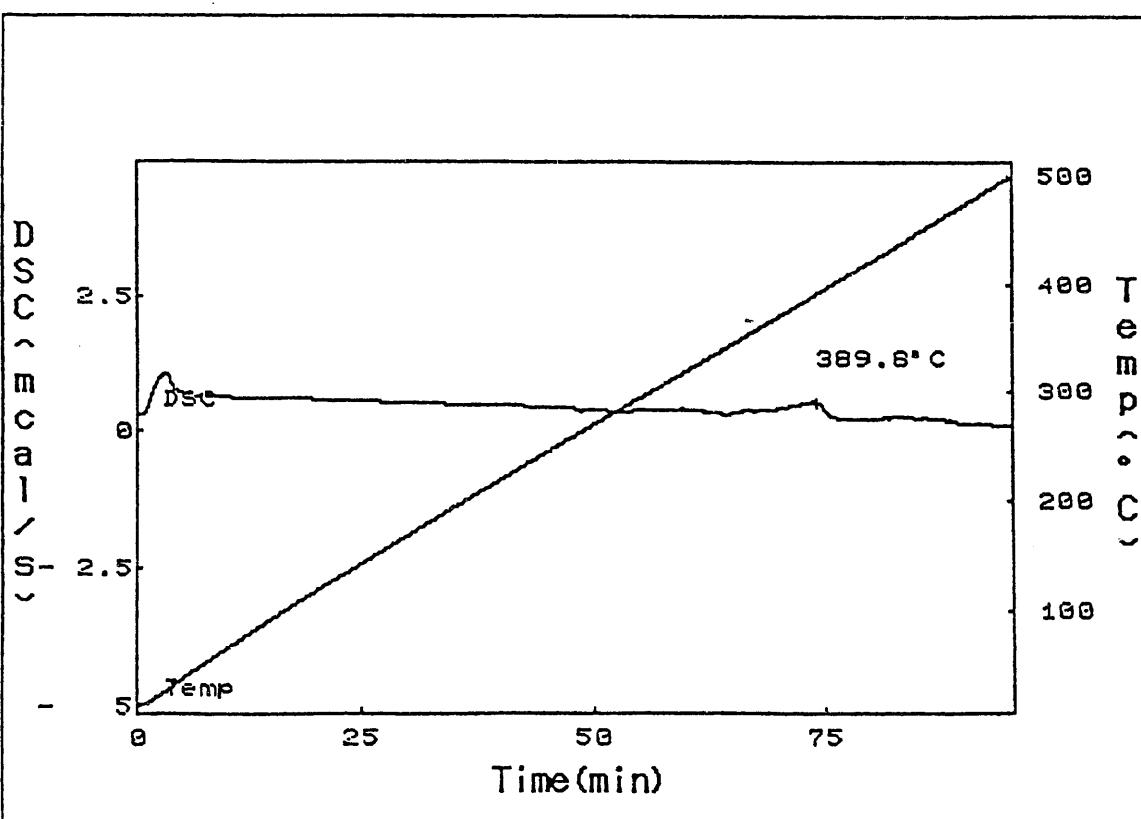


図4.2-43 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(アスファルト充てん室内固化体A7 ドラム)

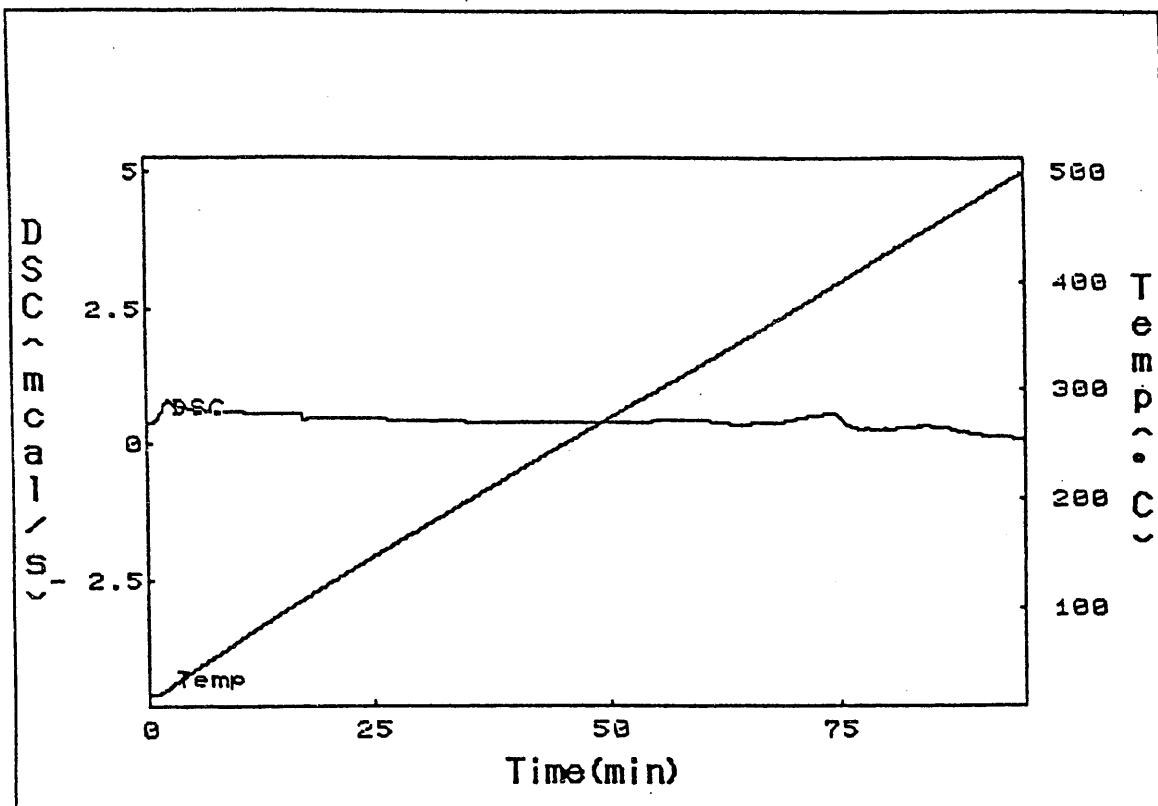


図4.2-44 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(アスファルト充てん室内固化体A8 ドラム)

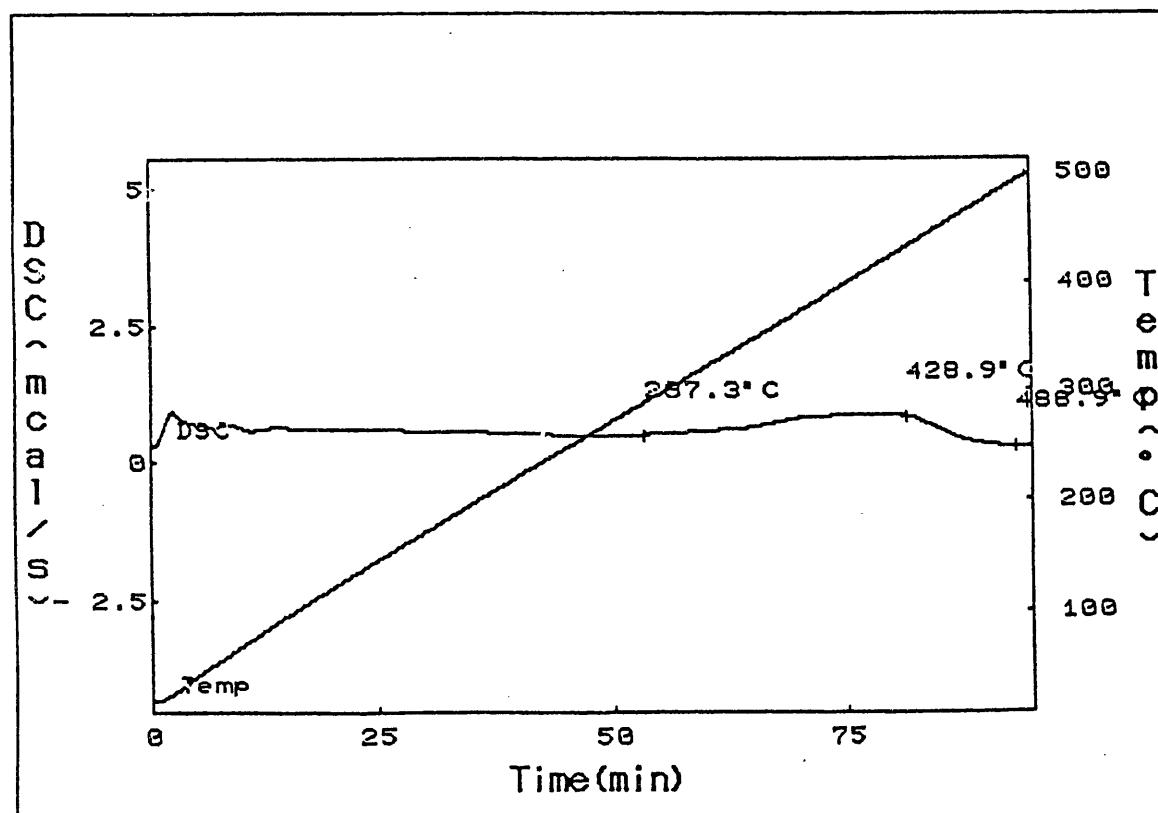


図4.2-45 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(アスファルト充てん室内固化体A9 ドラム)

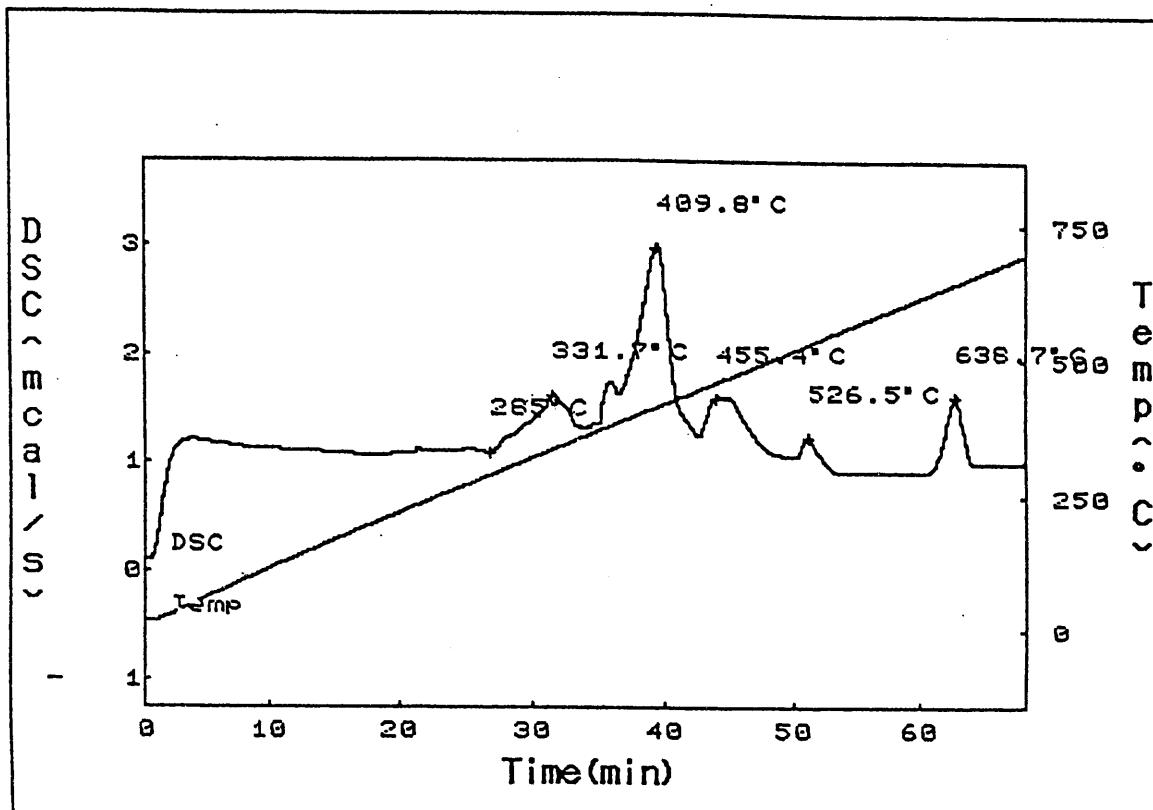


図4.2-46 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(アスファルト固化体97-M46-1 10B)

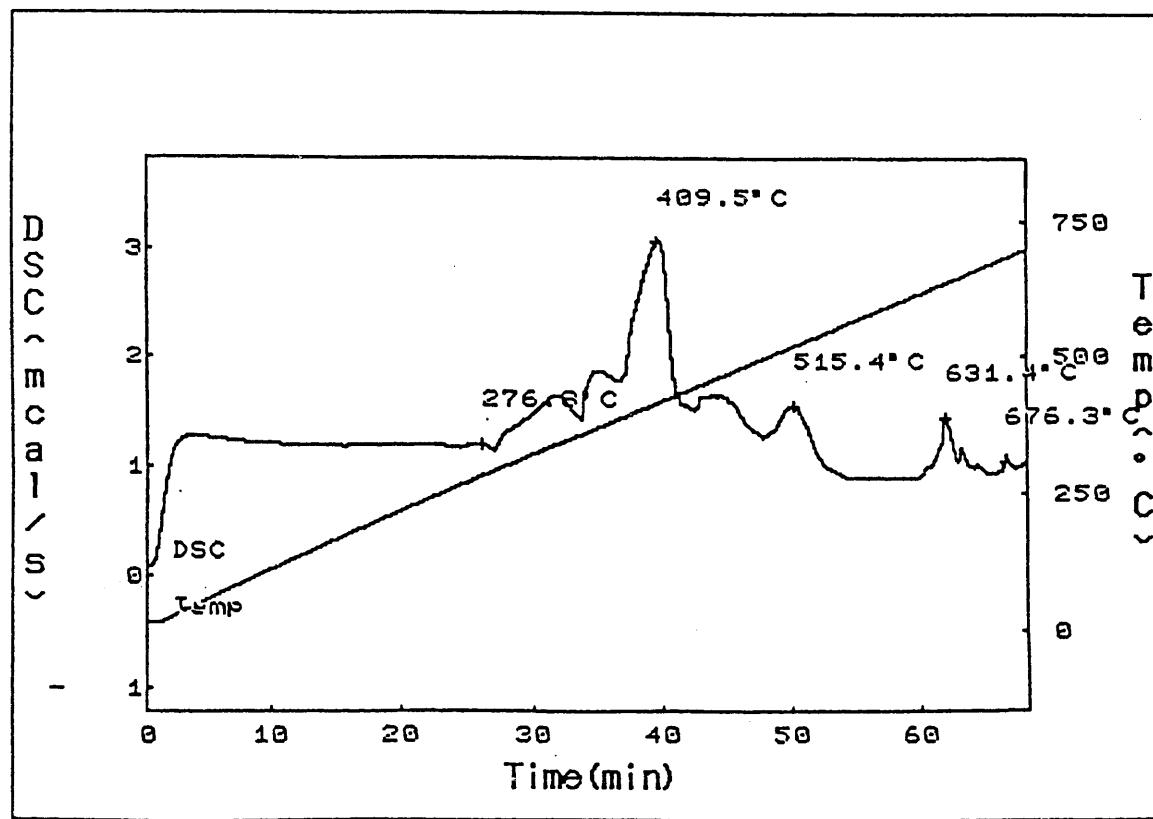


図4.2-47 示差走査熱量測定(DSC)結果  
(アスファルト固化体97-M46-1 27B)

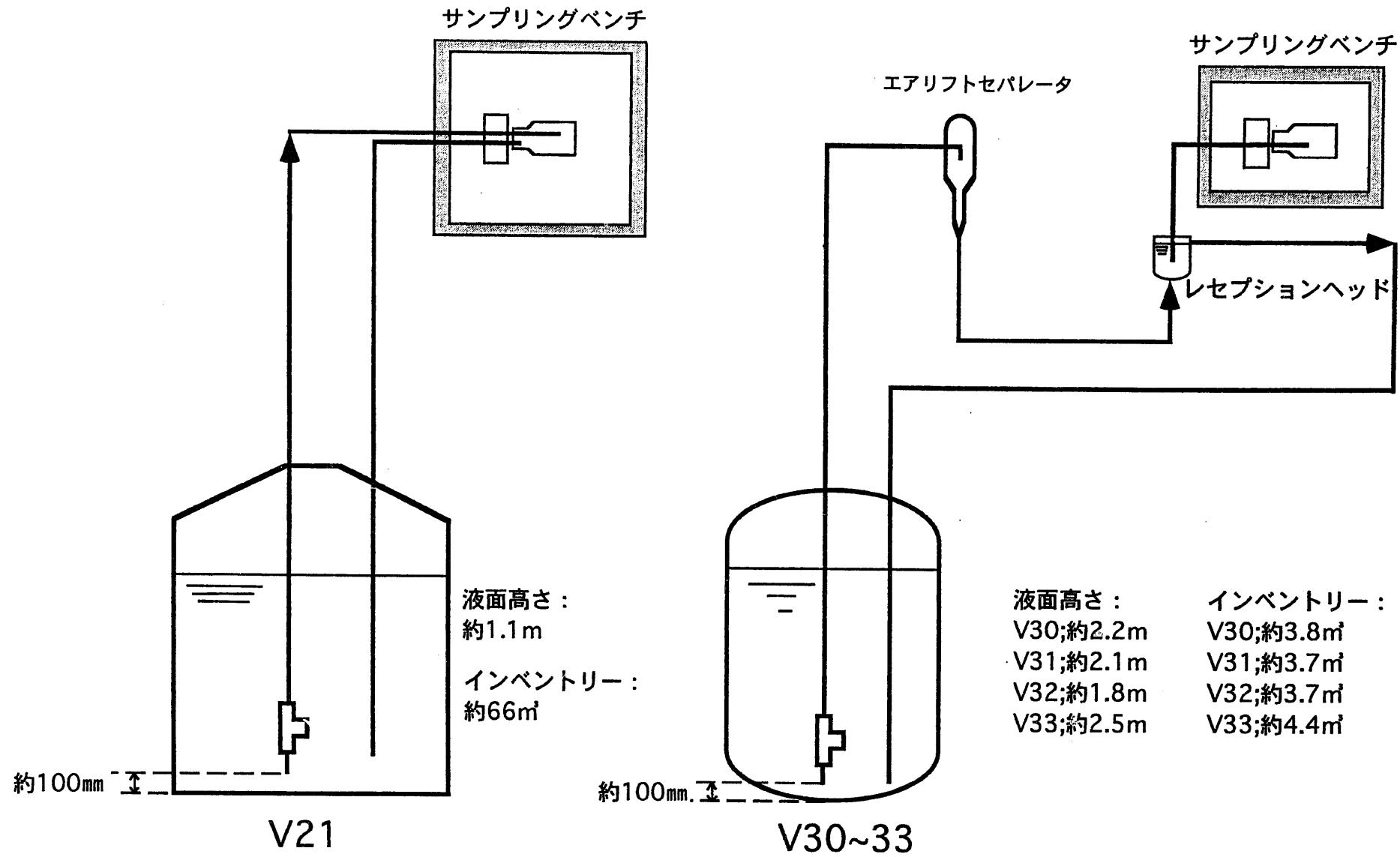


図4.2-48 固化処理対象廃液試料採取系統概要図（サンプリングベンチによる採取）

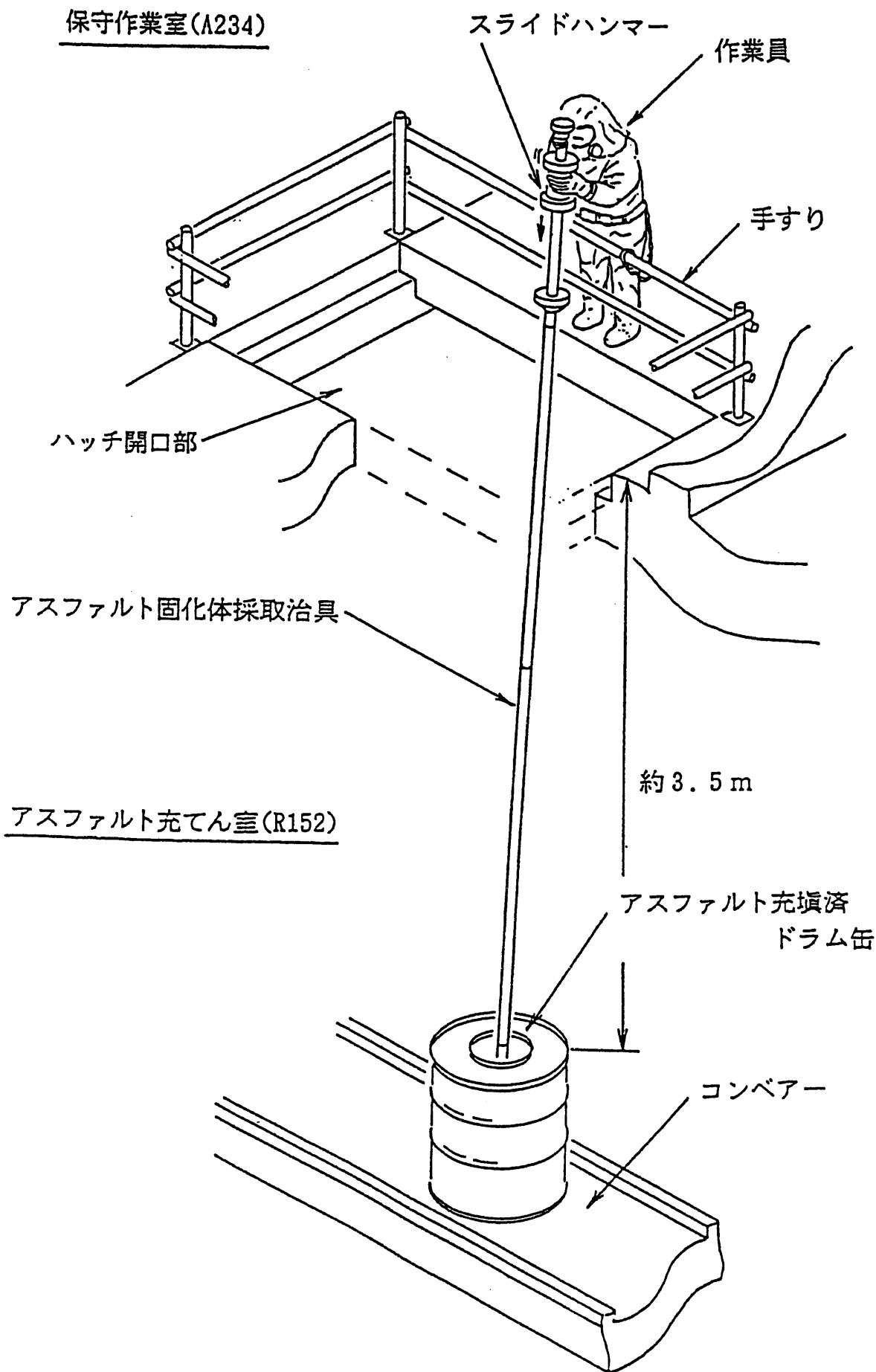


図4.2-49 アスファルト固化体採取作業概念図

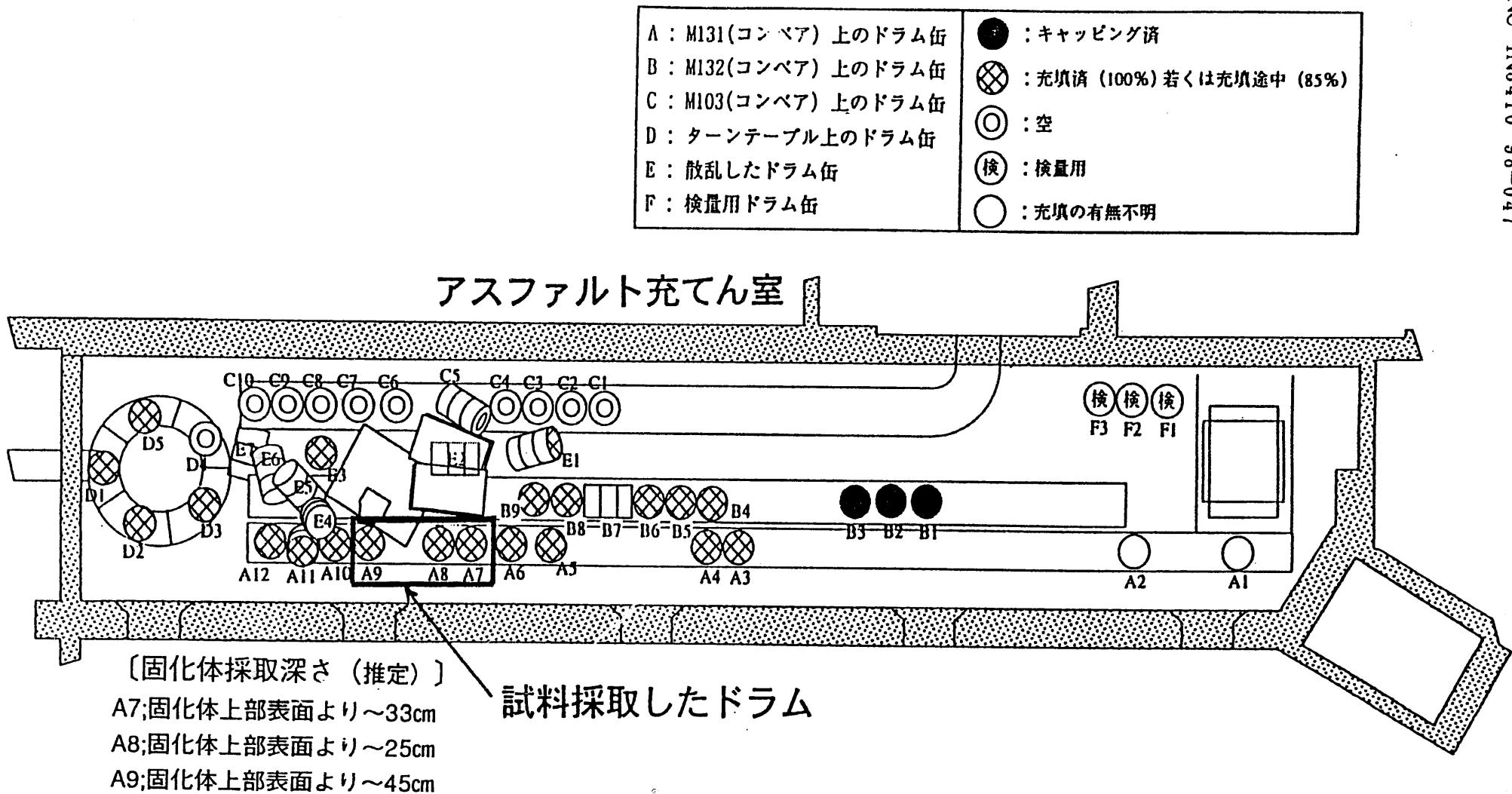


図4.2-50 アスファルト充てん室内固化体試料採取ドラム

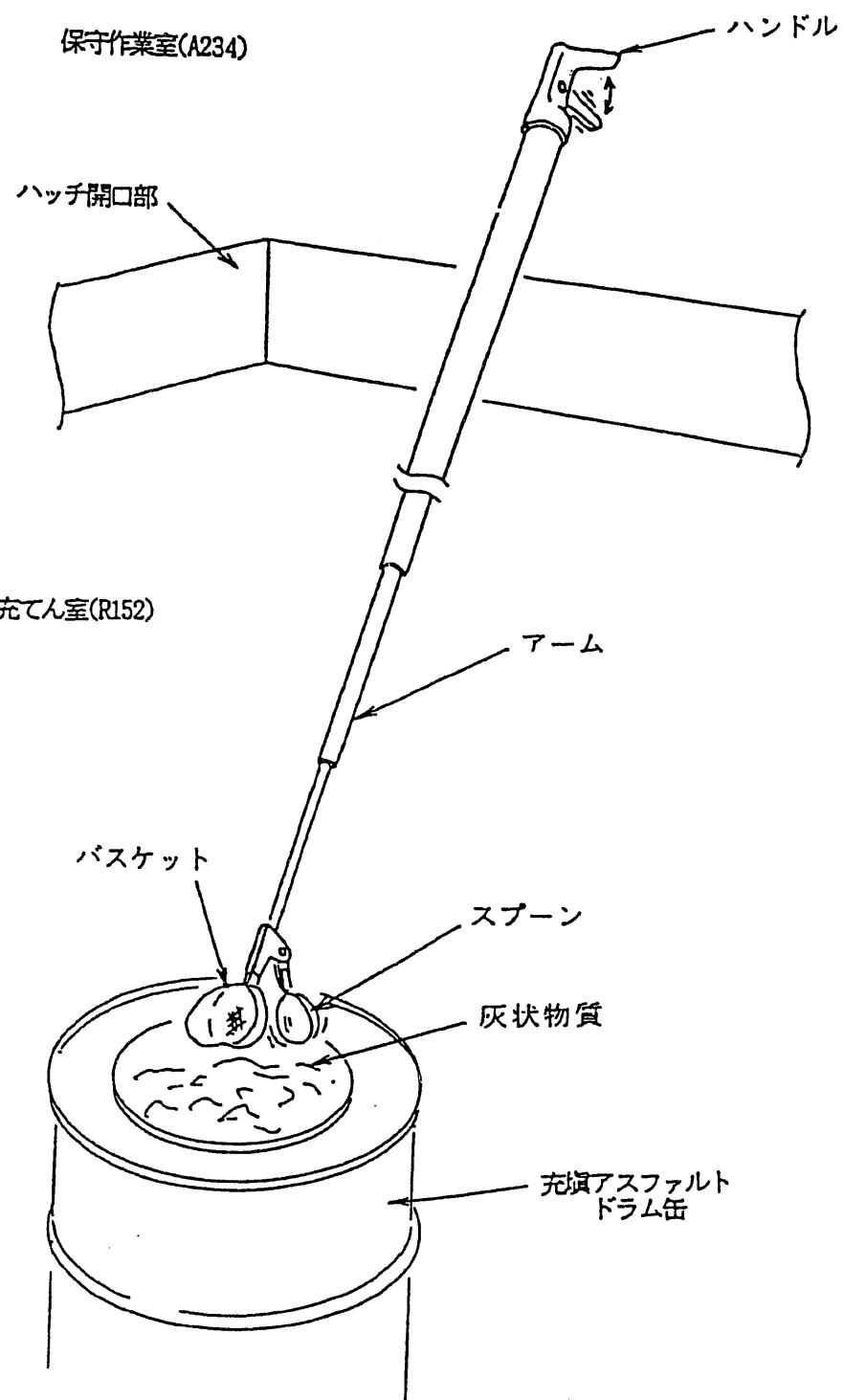


図4.2-51 灰状物質の採取治具概念図

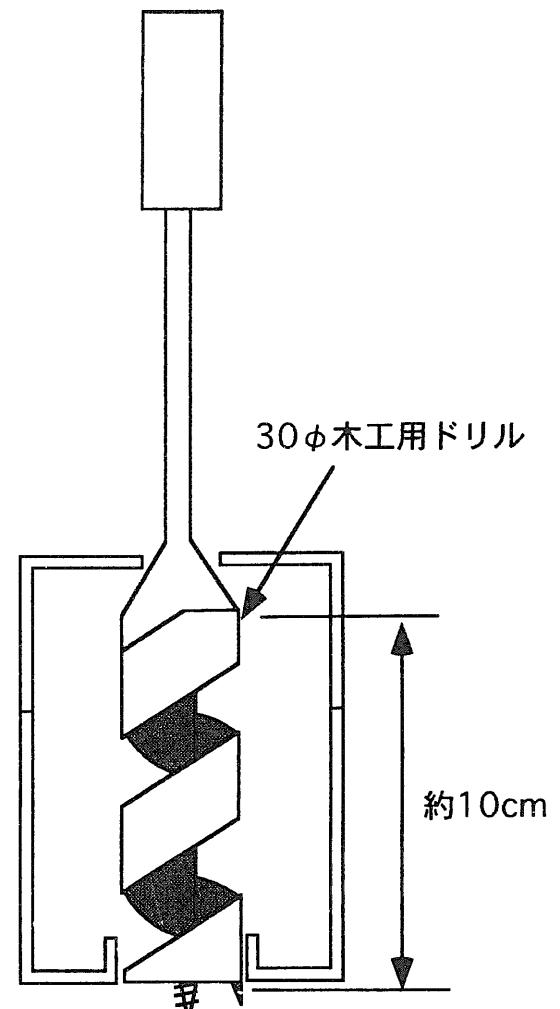
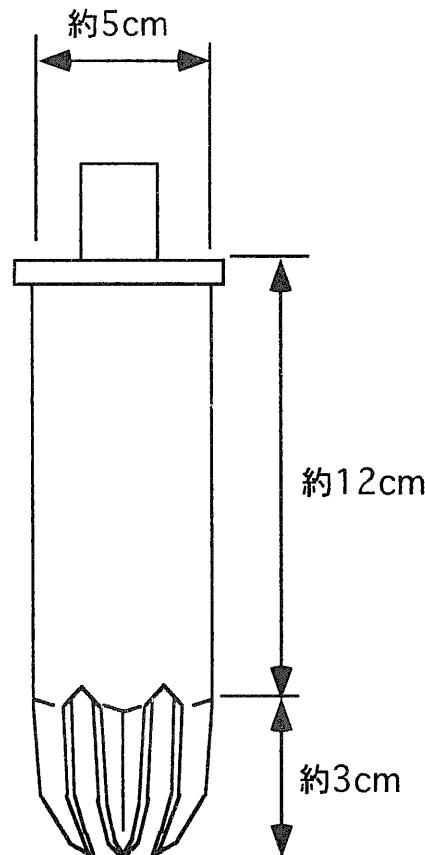
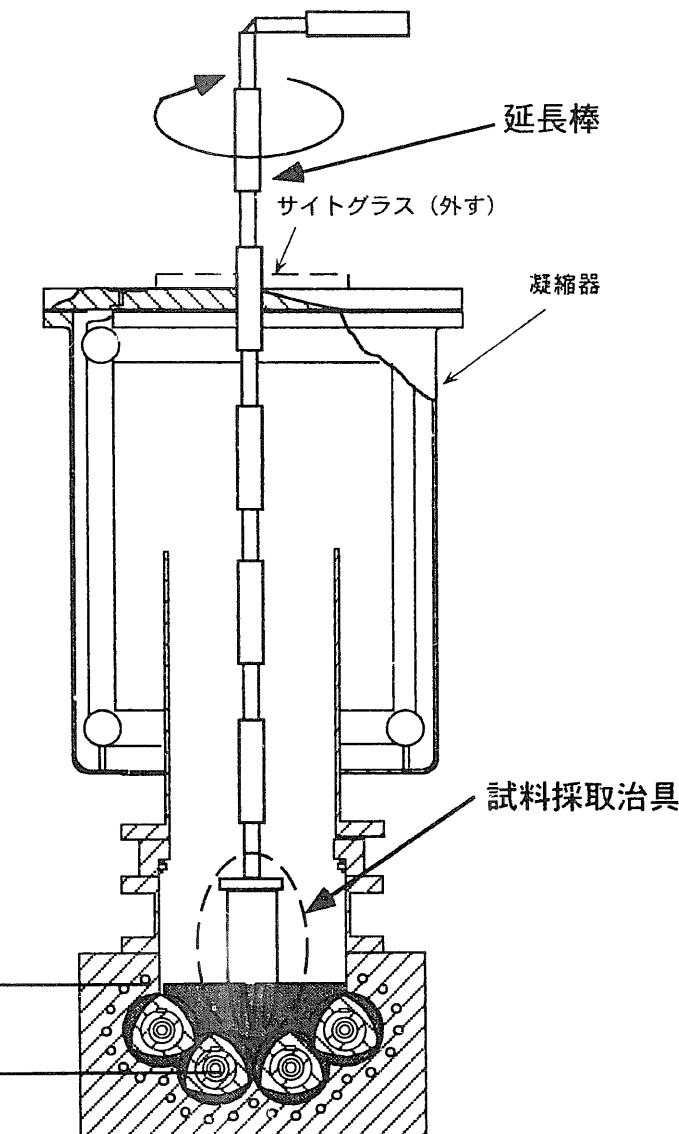


図4.2-52 試料採取治具概念図

## 4.3 熱分析結果

### 4.3.1 目的

アスファルト実固化体や廃液試料等のホット試料の熱分析データの評価や解析に資するために、アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウム等のコールド試料の発熱挙動を密封セル示差走査熱量計（SC-DSC）及び加速速度熱量計（ARC）を用いて測定し、それぞれの素反応の発熱挙動を把握する。また、ホット試験として、アスファルト充填室（R152）内のドラム缶から採取した試料を含む実固化体及びアスファルト固化処理施設等に残された廃液の蒸発乾固試料、並びに廃液の蒸発乾固試料と原料アスファルトを測定セル内で混合した試料について、SC-DSC、ARC等を用いた測定試験を行い、発熱特性及び発熱反応の反応速度の確認を行う。その他にアスファルト固化対象廃液に存在しうる金属化合物及び白金族元素を対象に、原料アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムの反応に対し触媒効果を示すかどうか、SC-DSCを用いて確認する。

### 4.3.2 主な測定試料

#### (1) アスファルト等の発熱反応に関する試験

- ① アスファルト+亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウム
- ② 模擬アスファルト固化体

#### (2) 実廃液、実固化体等の発熱特性確認試験

##### ① アスファルト実固化体試料

97-M46-1 キャンペーンの10B、27B の実固化体試料及びアスファルト充填室（R152）から採取した実固化体試料（29B ドラムA7、A8）

##### ② 実廃液の蒸発乾固試料と原料アスファルトの混合物

廃液受入槽V21 及び供給槽V32、V33から採取した廃液試料の蒸発乾固試料並びに蒸発乾固試料と原料アスファルトの混合試料

#### (3) 原料アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムとの反応に対する触媒効果の確認試験

##### ① 金属化合物

フェロシアン酸ニッケル、SUS304L通電腐食残渣、二酸化マンガン、酸化第二鉄、水酸化第二鉄と模擬アスファルト固化体を試料セル内で混合した試料

##### ② 白金族元素

ルテニウム、ロジウム、パラジウム、白金の金属粉末と模擬アスファルト固化体を

## 試料セル内で混合した試料

### 4.3.3 主な測定結果

#### (1) アスファルト等の発熱反応に関する試験

SC-DSCによる測定では、アスファルト+亜硝酸ナトリウムの発熱開始温度は380～400℃であり、アスファルト+硝酸ナトリウムの発熱開始温度は419～469℃であった（表4.3.3-1, 2、図4.3.3-1, 2）。塩単位重量当たりの発熱量はそれぞれ3.9kJ/g-NaNO<sub>2</sub>及び4.1kJ/g-NaNO<sub>3</sub>であり、塩の濃度（10～70wt%）によらずほぼ一定になった（図4.3.3-3, 4）。

ARCによる測定では、アスファルトと亜硝酸ナトリウムとの反応の自己発熱開始温度は302℃であり、硝酸ナトリウムとの反応の自己発熱開始温度は356～367℃であった（表4.3.3-3、図4.3.3-5, 6）。模擬アスファルト固化体については平成8年11月に調製した固化体と平成9年7月に調製した固化体を測定し、平成8年調製の固化体については311～336℃で主要な発熱が開始したのに対し、平成9年調製の固化体については281℃付近から主要な発熱が開始した（表4.3.3-4、図4.3.3-7, 8）。

#### (2) 実廃液、実固化体等の発熱特性確認試験

SC-DSCによる廃液の蒸発乾固試料の測定では発熱は認められなかった。また、廃液の蒸発乾固試料等と原料アスファルトの混合物の発熱開始温度は約440℃で、低温領域での発熱は認められなかった。実固化体試料のSC-DSC測定では、発熱開始温度は約400℃で、発熱量は0.9～1.4kJ/g-試料であった（表4.3.3-5）。

ARCによる実固化体の測定では、主要な発熱は約240℃以上から開始したが、B29ドラムA7から採取した試料の中に約190℃から主要な発熱が開始した例があった（図4.3.3-9）。B29ドラムA7の測定例では発熱挙動と圧力変化は相似的な関係にあり（図4.3.3-10）、何らかの化学変化が存在するものと考えられるが、この原因については微量の無機物あるいは有機物の混入の影響なのか、火災による加熱の影響なのか、現在のところ不明である。これは未燃焼のB10固化体や模擬アスファルト固化体に比べて、断熱系において低温側から発熱する可能性を示すものであるが（図4.3.3-11）、再現性が見られず、採取試料に起因する局在化した現象と考えられる。

ARCによる廃液の蒸発乾固試料と原料アスファルトの混合物の測定では、主要な発熱は約270℃で開始し、模擬アスファルト固化体と同様の挙動を示したが、V21で攪拌した後に採取した廃液について、不溶化処理等の試薬を加えたうえで蒸発乾固し、原料アスファルトと混合したもののが171℃付近から主要な発熱が開始した例があった（図4.3.3-12）。この低温側での発熱については、圧力挙動と合わせて考えると約210℃以上では何らかの化学反応が生じていると考えられる（図4.3.3-13）。この原因としては、V21で攪拌した後に採取した廃液には微量の沈殿物が含まれている

ことから、微量の無機物あるいは有機物の混入の影響などが考えられるが、現在のところ不明である。しかしながら、上記の試料（試料量約1g）にV21沈殿物（試料量約0.1g）をさらに混合した試料の測定結果は、沈殿物を混合しない試料とほぼ同様であり、沈殿物を加えた効果は見いだせず、アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムの反応に対するV21から採取した実沈殿の触媒効果はこの測定条件では確認することができなかった。

ARC測定結果を用いた発熱反応の反応速度の解析では、高温側の主要な発熱反応について、廃液の蒸発乾固試料と原料アスファルトの混合物の反応速度定数はほぼ模擬アスファルト固化体に等しかったが、実固化体の反応速度定数はこれらより大きくなる傾向を示した（図4.3.3-14, 15）。

### (3) 原料アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムとの反応に対する触媒効果の確認試験

原料アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムとの反応に対する金属化合物の触媒効果について、フェロシアン酸ニッケルでは、それ自体の亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムとの反応と考えられる発熱ピークが確認された。また、二酸化マンガン及び水酸化第二鉄では、模擬アスファルト固化体と比較して低温側での発熱や高温側ピークの立ち上がり温度の変化が観測された（表4.3.3-6、図4.3.3-16～18）。

原料アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムとの反応に対する白金族元素の触媒効果について、昇温速度10°C/minの測定では模擬アスファルト固化体と比較してピーク温度がルテニウムでは約30°C、ロジウムでは約10°C低温側にシフトし（表4.3.3-7、図4.3.3-19, 20）、昇温速度1°C/minの測定では模擬アスファルト固化体と比較してピーク温度がルテニウムでは約40°C、パラジウムでは約20°C、ロジウムでは約10°C低温側にシフトし（表4.3.3-7、図4.3.3-21～24）、触媒効果が見られた。また、280°C以下の発熱はSC-DSCでは確認されなかった。

ただし以上の試験は模擬アスファルト固化体1に対して金属化合物及び白金族元素が重量比で0.1～0.5であり、金属化合物及び白金族元素を過剰に加えていることと、実固化体でなく模擬アスファルト固化体の反応であることを考慮にいれる必要がある。

#### 4.3.4 熱分析のまとめ

SC-DSC及びARCを用いてアスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムの発熱開始温度等を確認し、SC-DSCによる発熱開始温度はそれぞれ380～400°C及び419～469°Cであった。また、アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムの反応に対する金属化合物及び白金族元素の触媒効果をSC-DSCを用いて確認し、金属化合物では二酸化マンガン及び水酸化第二鉄、白金族元素ではルテニウム、ロジウム及びパラジウムについて発熱開始温度等の低下が見られ、金属化合物及び白金族元素を過剰に加えた条件ではあるが、触媒効果が見られた。また、V21で攪拌した後に採取した廃液について、不溶化処理等の試薬を加えたうえで蒸発乾固し、原料アスファルト

と混合したものと、並びに上記の試料にV21沈殿物を混合したものを測定し、アスファルトと亜硝酸ナトリウム／硝酸ナトリウムの反応に対するV21から採取した実沈殿の触媒効果はこの測定条件では確認することができなかった。

ホット試料のARCの測定結果から、B29以降の処理液に相当するB29固化体及びV21廃液（廃液を不溶化処理したもの）蒸発乾固試料と原料アスファルトの混合物等は、未燃焼のアスファルト実固化体や模擬アスファルト固化体に比べて、断熱系において低温側から発熱する可能性が示された。

表4.3.3-1 アスファルト+亜硝酸ナトリウムのDSC測定結果

試料量 (mg)	吸・発熱範囲 (°C)	吸・発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量		備考
Asp-NaNO <sub>2</sub> 0.77 : 0.15 重量比 84 : 16	270~285 374~427	- 404 (381)	276 408	-24 J/g-Asp 727 J/g-Asp	-20 J/g-試料 608 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>2</sub> 0.81 : 0.43 重量比 65 : 35	272~285 364~418	275 385	277 393	-54 J/g-Asp 2134 J/g-Asp	-35 J/g-試料 1394 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>2</sub> 0.85 : 0.71 重量比 54 : 46	270~288 371~433	273 395	278 402	-106 J/g-Asp 3138 J/g-Asp	-58 J/g-試料 1710 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>2</sub> 0.82 : 0.98 重量比 46 : 54	265~292 375~439	273 394	277 404	-196 J/g-Asp 4860 J/g-Asp	-89 J/g-試料 2210 J/g-試料	図1

表4.3.3-2 アスファルト+硝酸ナトリウムのDSC測定結果

試料量 (mg)	吸・発熱範囲 (°C)	吸・発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量		備考
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.87 : 0.18 重量比 83 : 17	297~309 409~474	- 419	301 459	-18 J/g-Asp 862 J/g-Asp	-15 J/g-試料 714 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.98 : 0.39 重量比 72 : 28	298~312 429~492	300 439	303 471	-45 J/g-Asp 1513 J/g-Asp	-32 J/g-試料 1083 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.92 : 0.6 重量比 61 : 39	293~320 442~532	299 456	303 519	-82 J/g-Asp 2307 J/g-Asp	-50 J/g-試料 1396 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.82 : 0.85 重量比 49 : 51	297~312 435~509	299 452	303 480	-129 J/g-Asp 4248 J/g-Asp	-63 J/g-試料 2086 J/g-試料	
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.76 : 0.93 重量比 45 : 55	295~322 442~521	300 469	305 488	-153 J/g-Asp 5470 J/g-Asp	-69 J/g-試料 2500 J/g-試料	図2
Asp-NaNO <sub>3</sub> 0.94 : 2.34 重量比 29 : 71	267~280 293~312 424~507	- 296 447	273 301 482	-16 J/g-Asp -298 J/g-Asp 10545 J/g-Asp	-5 J/g-試料 -85 J/g-試料 3022 J/g-試料	

## DSC DATA PROCESSING

File No.	Sample Name	Sample No.	Weight (mg)	Date	thermocouple
ASPN09	ASPHALT/NANO <sub>2</sub>	1	0.82	1997 May 11 15:55	K
	Atmosphere			Remark	
	N <sub>2</sub> 200cc FLOW			ASPHALT/NANO <sub>2</sub>	

DSC (mC/sec)

15.00

アスファルト 0.82mg  
亜硝酸ナトリウム 0.90mg

13.00

11.00

9.00

7.00

5.00

3.00

1.00

-1.00

-3.00

-5.00

0

110

220

330

440

550

Temp (C)

285°C  
277°C  
292°C  
273°C  
375°C-196J/g-ASP  
-89J/g-試料

404°C

4860J/g-ASP  
2210J/g-試料

439°C

394°C

図4.3.3-1 アスファルト十亜硝酸ナトリウムのDSC曲線（アスファルト：塩（重量比）=46:54）

## DSC DATA PROCESSING

File No	Sample Name	Sample No	Weight (mg)	Date	Thermocouple
ASPHALT/NANO3		1	0.76	1997 May 11 10:25	K
Atmosphere				Remark	
N2 200cc/min				ASPHALT/NANO3 60wt%	

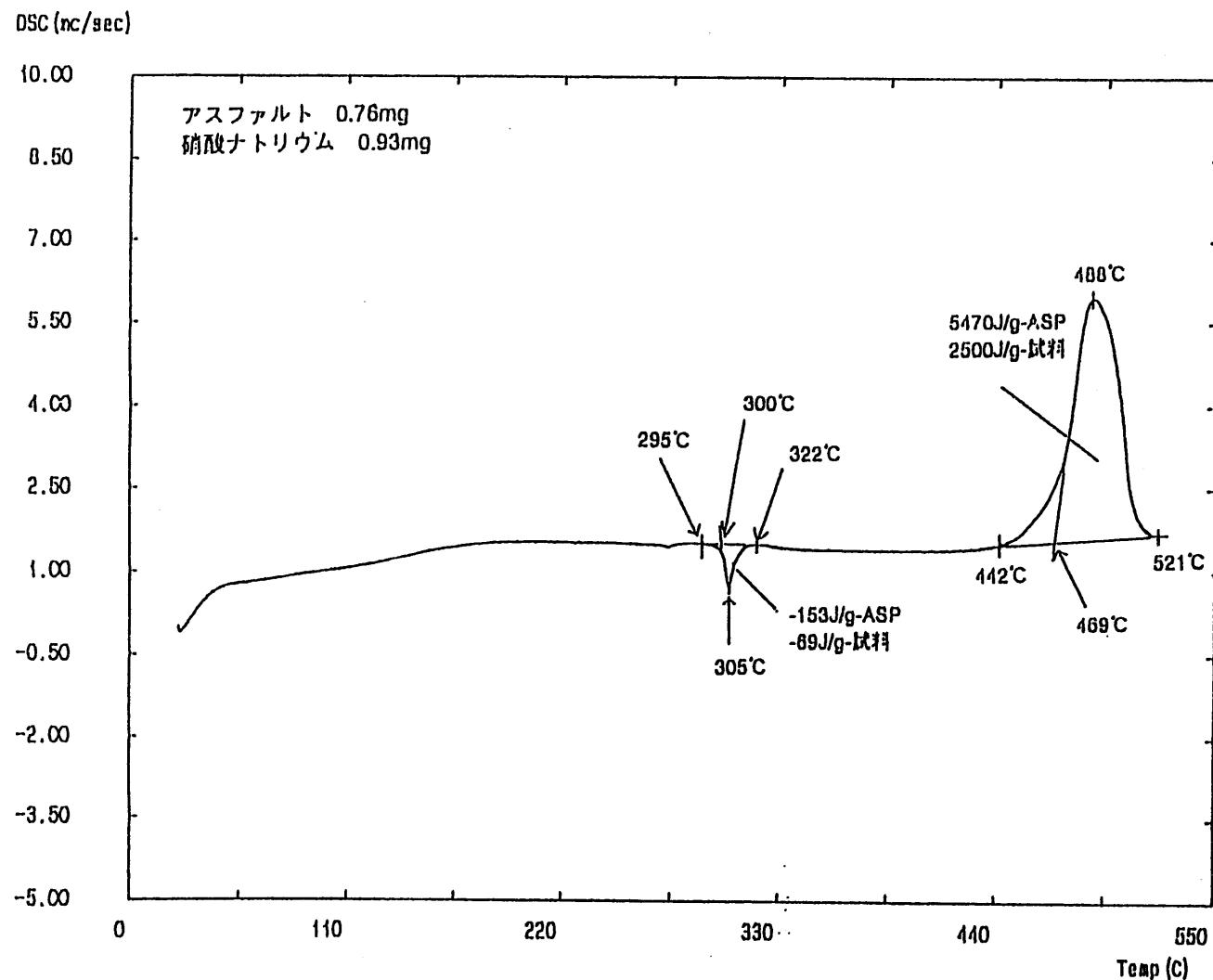


図4.3.3-2 アスファルト十硝酸ナトリウムのDSC曲線（アスファルト：塩（重量比）=45:55）

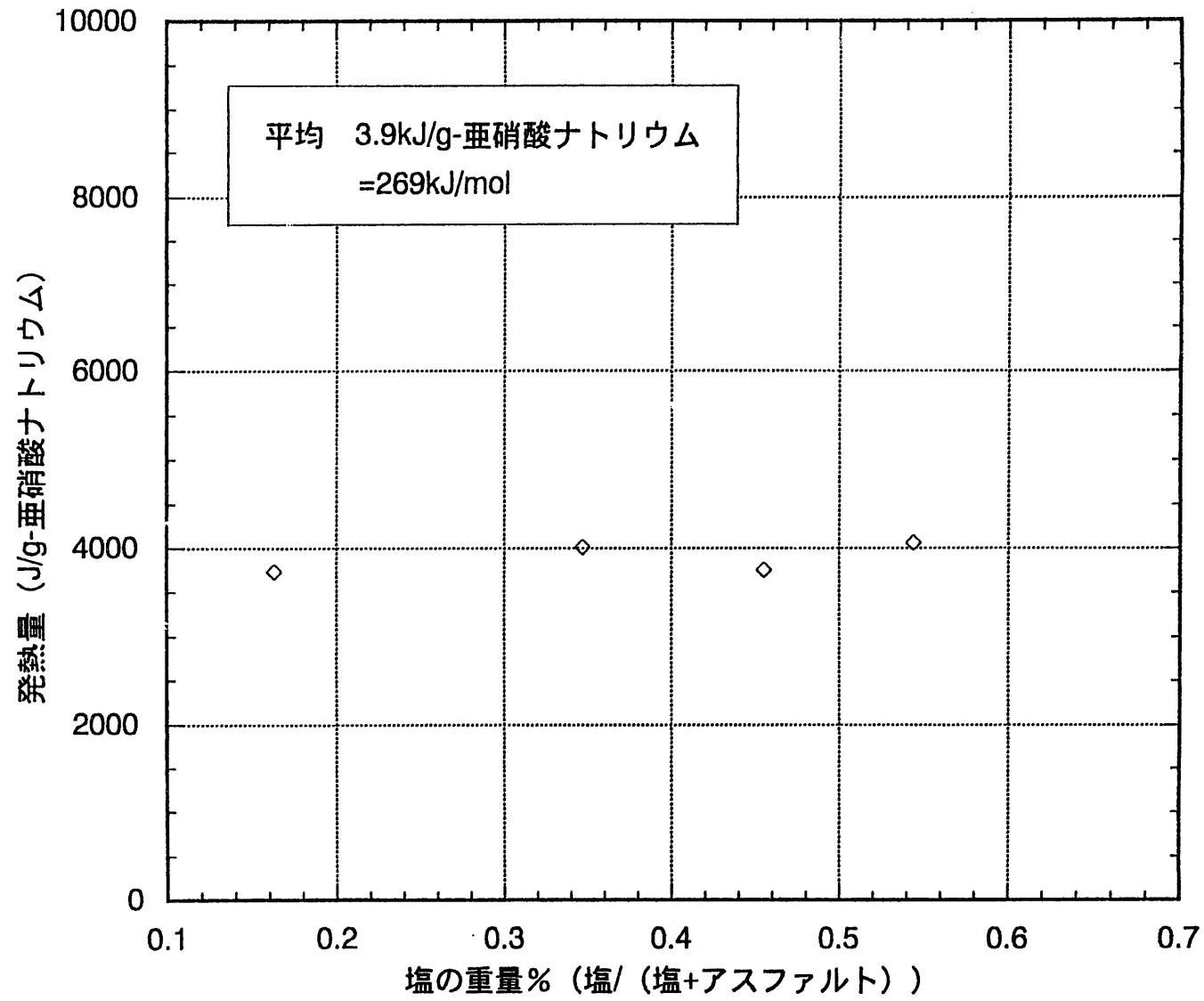


図4.3.3-3 アスファルト+亜硝酸ナトリウムの発熱量変化

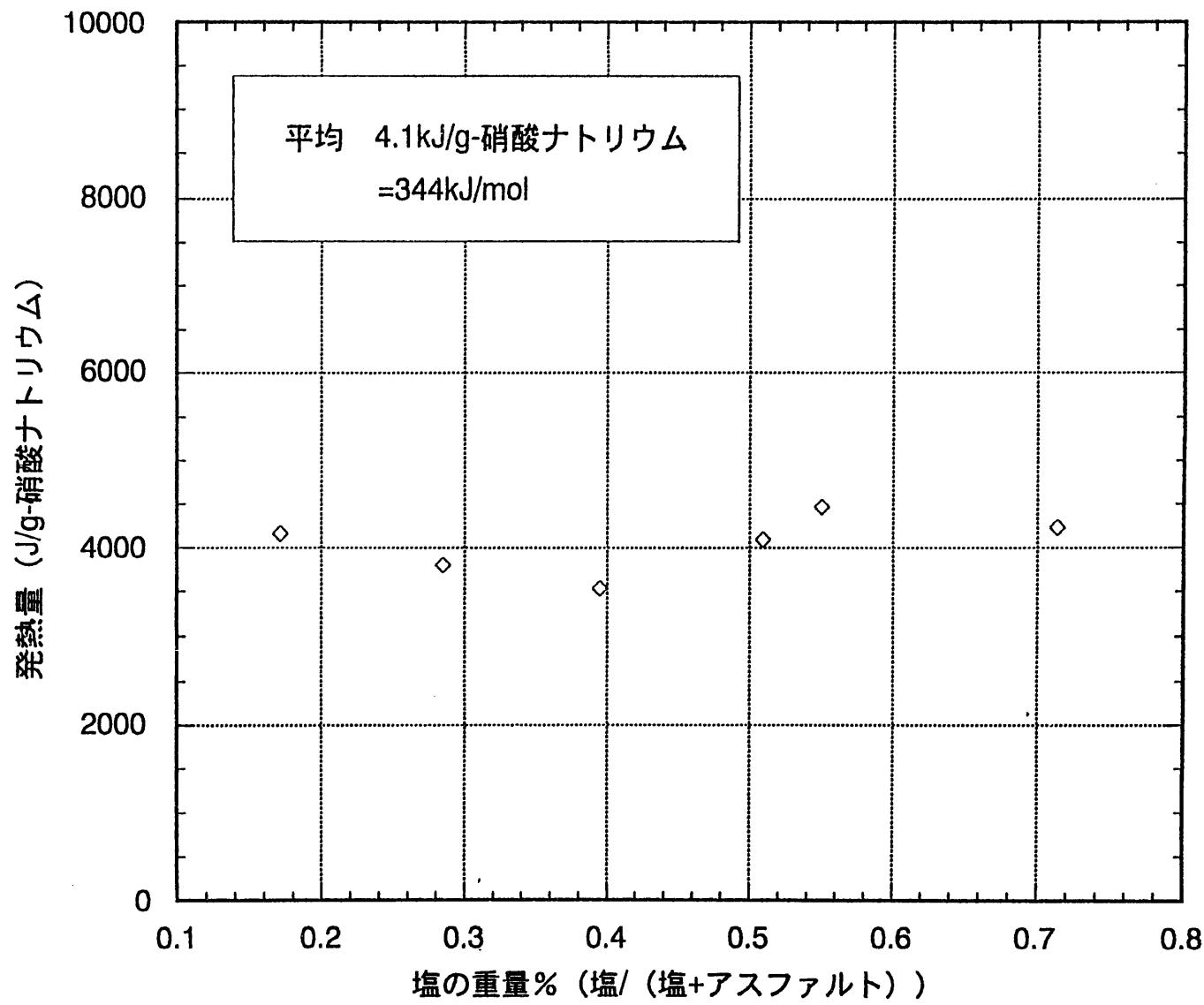


図4.3.3-4 アスファルト+硝酸ナトリウムの発熱量変化

表4.3.3-3 アスファルト+亜硝酸ナトリウム/硝酸ナトリウム  
のARC測定結果

	アスファルト+ 硝酸ナトリウム No.1	アスファルト+ 硝酸ナトリウム No.2	アスファルト+ 亜硝酸ナトリウム
重量(g)	0.500	0.320	0.964+0.119
Bomb重量(g)	9.802	9.750	9.690
測定範囲 (°C)	100~500	50~500	100~500
$T_{\text{obs-ARC}}^0$ (°C)	367	356	302
$T_{f-\text{obs}}$ (°C)	500<	448	346
$P_{f-\text{obs}}$ (Pa)	$3.1 \times 10^6 <$	$1.2 \times 10^6$	$7.9 \times 10^5$
$TMR_{\text{obs}}$ (min)	42	101	50
$E_a$ (kJ/mol)	311	256	257
$A$ (/min)	$1.16 \times 10^{23}$	$3.65 \times 10^{18}$	$1.55 \times 10^{21}$
備考	発熱を最後まで 測定できなかつ た。		

\*  $T_{\text{obs-ARC}}^0$  : Bombの測定で自己発熱 (0.02°C/min以上) を開始した温度

$T_{f-\text{obs}}$  : Bombの測定での反応終了時の温度

$P_{f-\text{obs}}$  : 反応終了時のBomb内の圧力

$TMR_{\text{obs}}$  : Bombの測定での $T_{\text{obs-ARC}}^0$ からの最大発熱速度までの誘導時間の  
実測値

$E_a$  : 活性化工エネルギー

$A$  : 頻度因子

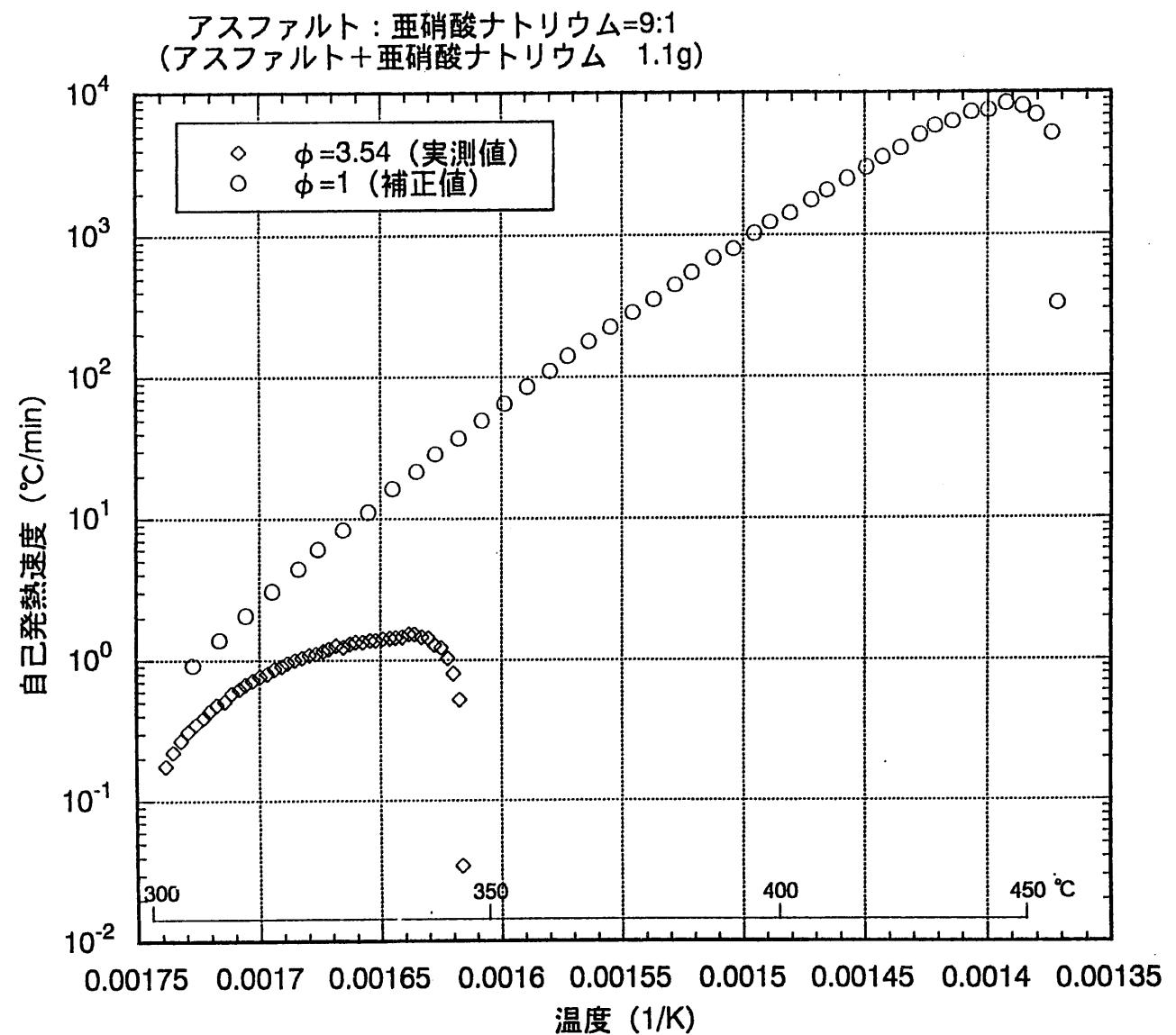


図4.3.3-5 アスファルト+亜硝酸ナトリウムの自己発熱速度プロット

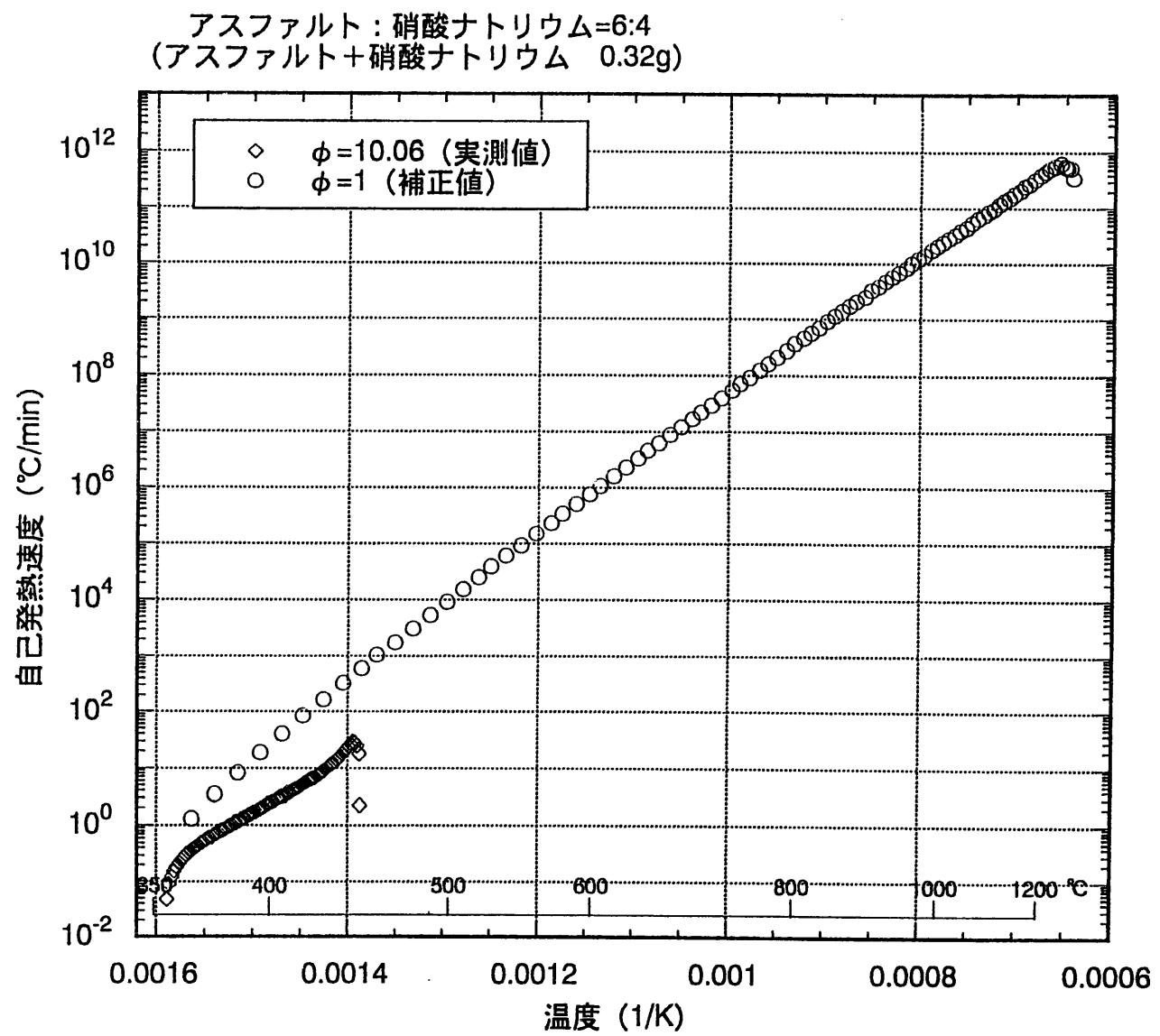


図4.3.3-6 アスファルト+硝酸ナトリウム (No.2) の自己発熱速度プロット

表4.3.3-4 模擬アスファルト固化体の熱分析結果

試料	試料名	試料量	ARC
模擬アスファルト固化体	平成9年7月動燃調製 (原研測定)	1.0387g	$T_{obs-ARC}^0=260^{\circ}\text{C}$ 及び $265^{\circ}\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=285^{\circ}\text{C}$ から主要な発熱
	平成9年7月動燃調製 (動燃測定)	1.000g	$T_{obs-ARC}^0=251^{\circ}\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=258^{\circ}\text{C}$ から小さな発熱ピークがあり、 続いて $281^{\circ}\text{C}$ 付近から主要な発熱
	平成8年11月動燃調製 (動燃測定)	0.496g	$T_{obs-ARC}^0=336^{\circ}\text{C}$ から主要な発熱
		0.498g	$T_{obs-ARC}^0=326^{\circ}\text{C}$ から主要な発熱
		0.701g	$T_{obs-ARC}^0=311^{\circ}\text{C}$ から主要な発熱

\* $T_{obs-ARC}^0$  : ARCでBomb上から測定された発熱開始温度

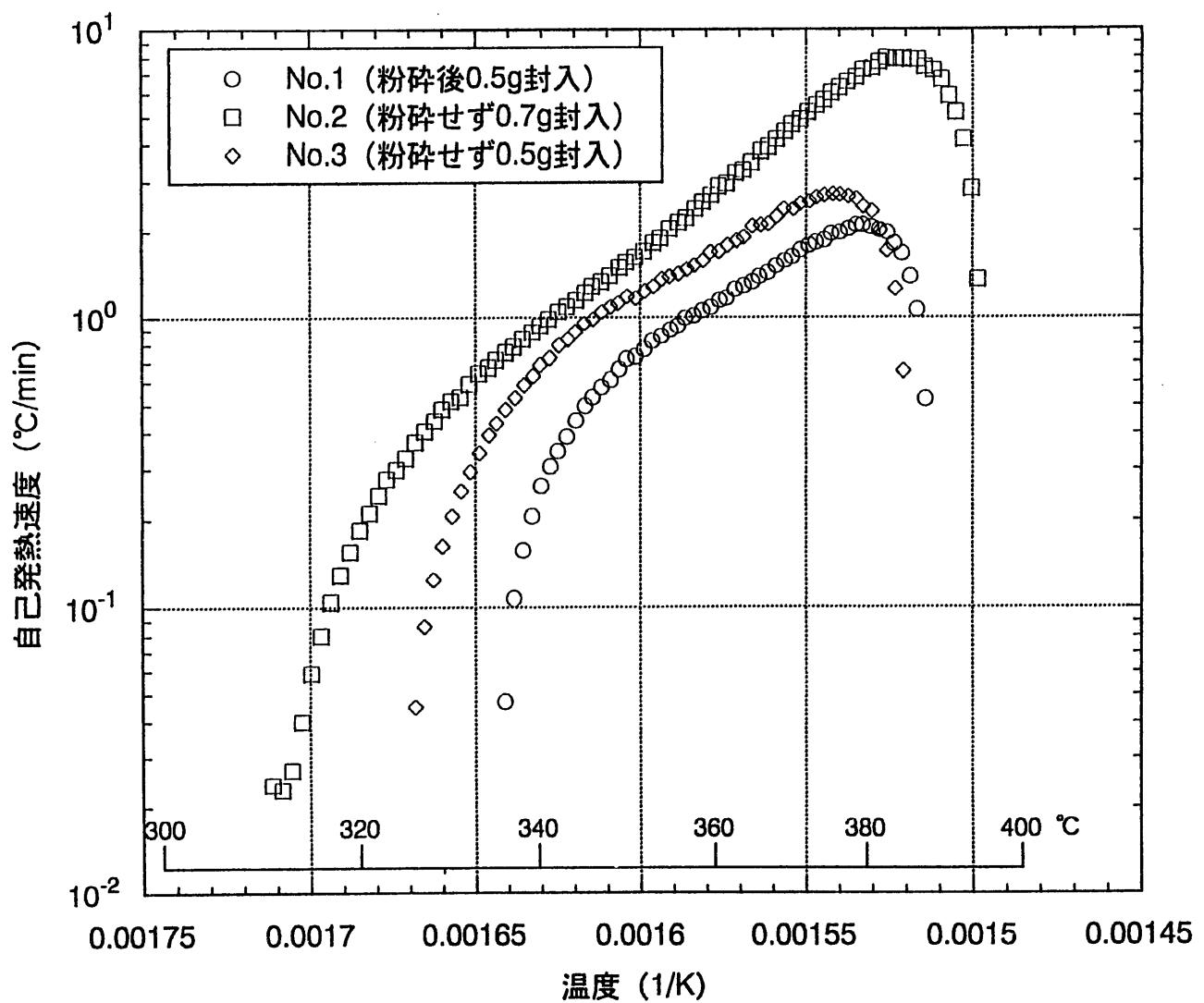


図4.3.3-7 模擬アスファルト固化体（平成8年11月調製）の  
自己発熱速度プロット（Bombでの測定値）

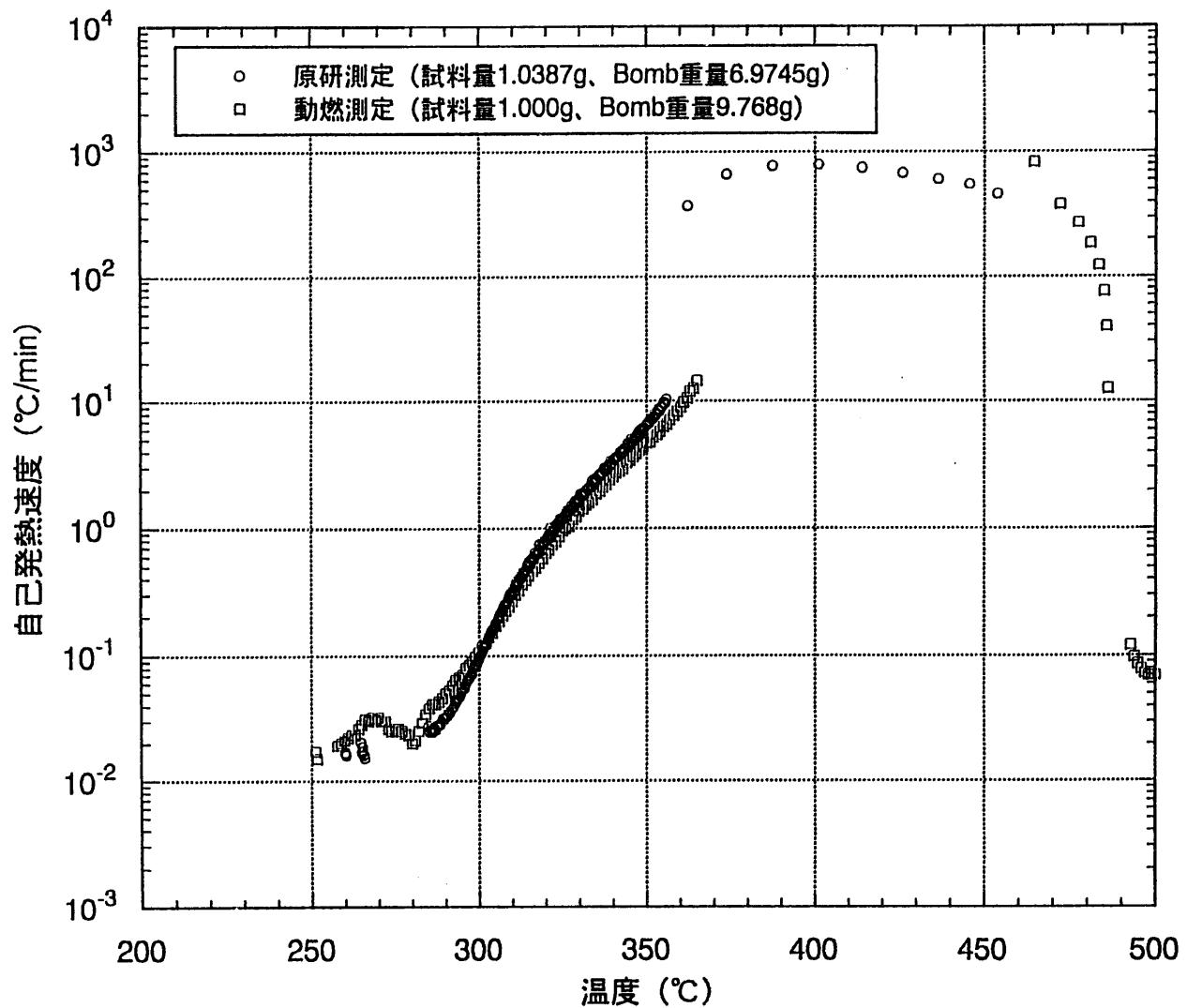


図4.3.3-8 模擬アスファルト固化体（平成9年7月調製）の  
自発熱速度プロット（Bombでの測定値）

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(1/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC
蒸発乾固物	V21 (原液) (H9.7.7,8採取)	$T_{DSC}^0=268^\circ\text{C}$ $H=-43\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-	吸・発熱なし	-
	V21 (pH7に調整) (H9.7.7,8採取)	$T_{DSC}^0=282^\circ\text{C}$ $H=-113\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-	$T_{DSC}^0=261^\circ\text{C}$ $H=-149\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-
	V21 (pH7に調整) (H9.8.7,8採取)	-	-	ピーク温度264°Cの吸熱	-
	V21 (沈殿物) (H9.8.7,8採取)	-	-	吸・発熱なし	-
	V32 (原液)	$T_{DSC}^0=269^\circ\text{C}$ $H=-191\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-	吸・発熱なし	-
	V32 (pH7に調整)	$T_{DSC}^0=259^\circ\text{C}$ $H=-86\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-	$T_{DSC}^0=259^\circ\text{C}$ $H=-148\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-
	V33 (原液)	$T_{DSC}^0=277^\circ\text{C}$ $H=-273\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-	$T_{DSC}^0=239^\circ\text{C}$ $H=-109\text{J/g}$ -試料 (吸熱)	-
	V33 (沈殿物)	$T_{DSC}^0=293^\circ\text{C}$ $H=584\text{J/g}$ -試料	-	$T_{DSC}^0=335^\circ\text{C}$ $H=1.1\text{kJ/g}$ -試料	-

\* $T_{DSC}^0$  : DSCで測定された反応開始温度

H : 吸・発熱量

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(2/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC
蒸発乾固物	AAF331V10（原液）	$T_{DSC}^0=303^\circ\text{C}$ H=-105J/g-試料（吸熱）	-	$T_{DSC}^0=287^\circ\text{C}$ H=-126J/g-試料（吸熱）	-
	AAF331V11（原液）	吸・発熱なし	-	ピーク温度377°Cの発熱	-
	AAF331V11（沈殿物）	$T_{DSC}^0=223^\circ\text{C}$ H=2.1kJ/g-試料	-	$T_{DSC}^0=175^\circ\text{C}$ H=77J/g-試料 $T_{DSC}^0=361^\circ\text{C}$ H=830J/g-試料	-

\* $T_{DSC}^0$  : DSCで測定された反応開始温度

H : 吸・発熱量

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(3/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC
実固化体試料	97-M46-1 B10	$T^0_{DSC}=367^\circ C$ H=5.2kJ/g-試料	$T^0_{DSC}=404^\circ C$ H=1.7kJ/g-試料	$T^0_{DSC}=404^\circ C$ H=1.4kJ/g-試料	試料量約0.5g $T^0_{obs-ARC}=236^\circ C$ (微小な発熱) $T^0_{obs-ARC}=244^\circ C$ (主要な発熱)
	97-M46-1 B27	$T^0_{DSC}=379^\circ C$ H=4.9kJ/g-試料	$T^0_{DSC}=409^\circ C$ H=1.5kJ/g-試料	$T^0_{DSC}=404^\circ C$ H=1.1kJ/g-試料	試料量約1g $T^0_{obs-ARC}=226^\circ C$ 及び $234^\circ C$ に 微小な発熱 $T^0_{obs-ARC}=243^\circ C$ から 主要な発熱

\* $T^0_{DSC}$  : DSCで測定された反応開始温度

$T^0_{obs-ARC}$  : ARCでBomb上から測定された発熱開始温度

H : 吸・発熱量

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(4/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC	
実固化体試料	97-M46-1 B29 ドラムA7	$T_{DSC}^0=354^\circ\text{C}$ H=604J/g-試料	-	$T_{DSC}^0=401^\circ\text{C}$ H=1.3kJ/g-試料 $T_{DSC}^0=419^\circ\text{C}$ H=1.4kJ/g-試料 $T_{DSC}^0=384^\circ\text{C}$ H=918J/g-試料 $T_{DSC}^0=417^\circ\text{C}$ H=1.2kJ/g-試料 $T_{DSC}^0=416^\circ\text{C}$ H=1.3kJ/g-試料	試料量 約0.5g	$T_{obs-ARC}^0=221^\circ\text{C}$ (微小な発熱) $T_{obs-ARC}^0=230^\circ\text{C}$ (主要な発熱)
				試料量 約1g	$T_{obs-ARC}^0=106^\circ\text{C}$ 及び $165^\circ\text{C}$ に 比較的小さい発熱 $T_{obs-ARC}^0=188^\circ\text{C}$ から 主要な発熱	
				試料量 約0.7g	$T_{obs-ARC}^0=251^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=279^\circ\text{C}$ から 主要な発熱	
	97-M46-1 B29 ドラムA8	$T_{DSC}^0=370^\circ\text{C}$ H=660J/g-試料	-	$T_{DSC}^0=397^\circ\text{C}$ H=1.1kJ/g-試料	$T_{obs-ARC}^0=226^\circ\text{C}$ 及び $233^\circ\text{C}$ に 微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=242^\circ\text{C}$ から主要な発熱	
	エクストルーダ内 アスファルト混合物	ピーク温度435°C の発熱	-	$T_{DSC}^0=327^\circ\text{C}$ H=72J/g-試料	-	

\* $T_{DSC}^0$  : DSCで測定された反応開始温度

$T_{obs-ARC}^0$  : ARCでBomb上から測定された発熱開始温度

H : 吸・発熱量

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(5/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC
蒸発乾固物+アスファルト	V21(pH7)+アスファルト (H9.7.7,8採取)	-	-	$T_{DSC}^0=438^\circ\text{C}$ H=1.6kJ/g-試料 $T_{DSC}^0=436^\circ\text{C}$ H=1.6kJ/g-試料	-
	V21(pH7)+アスファルト (H9.8.7,8採取)	-	-	$T_{DSC}^0=432^\circ\text{C}$ H=1.9kJ/g-試料	-
	V21(廃液を不溶化処理したもの) +アスファルト（重量比0.45:0.55） (H9.8.7,8採取)	-	-	$T_{DSC}^0=440^\circ\text{C}$ H=1.6kJ/g-試料	$T_{obs-ARC}^0=131^\circ\text{C}$ に比較的小さな発熱 $T_{obs-ARC}^0=171^\circ\text{C}$ 及び244から傾きの小さい発熱があり、 そのまま283°C付近から主要な発熱
	V21(廃液を不溶化処理したもの) +アスファルト再測定 (重量比0.45:0.55) (H9.8.7,8採取)	-	-		$T_{obs-ARC}^0=231^\circ\text{C}, 243^\circ\text{C}, 250^\circ\text{C}$ 及び $265^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=282^\circ\text{C}$ から主要な発熱
	V21(廃液を不溶化処理したもの) +アスファルト（重量比0.60:0.40） (H9.8.7,8採取)	-	-		$T_{obs-ARC}^0=221^\circ\text{C}, 237^\circ\text{C}, 245^\circ\text{C}, 256^\circ\text{C}$ 及び $268^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=281^\circ\text{C}$ から主要な発熱
	V21(廃液を不溶化処理したもの) +アスファルト+V21沈殿物 (H9.8.7,8採取)	-	-		$T_{obs-ARC}^0=221^\circ\text{C}$ 及び $231^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=242^\circ\text{C}$ から比較的小さな発熱 $T_{obs-ARC}^0=276^\circ\text{C}$ から主要な発熱
	V21(廃液を不溶化処理したもの) +アスファルト+V21沈殿物再測定 (H9.8.7,8採取)	-	-		$T_{obs-ARC}^0=216^\circ\text{C}, 224^\circ\text{C}, 231^\circ\text{C}$ 及び $255^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0=268^\circ\text{C}$ から主要な発熱

 $T_{DSC}^0$  : DSCで測定された反応開始温度 $T_{obs-ARC}^0$  : ARCでBomb上から測定された発熱開始温度

H : 吸・発熱量

表4.3.3-5 実廃液、実固化体等（ホット試料）の熱分析結果(6/6)

試料	試料名	DSC-air	DSC-N <sub>2</sub>	SC-DSC	ARC
蒸発乾固物+アスファルト	V32(原液)+アスファルト	-	-	$T_{DSC}^0 = 431^\circ\text{C}$ H=1.5kJ/g-試料	$T_{obs-ARC}^0 = 206^\circ\text{C}$ 及び $213^\circ\text{C}$ に 微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0 = 225^\circ\text{C}$ から主要な発熱
	V33(原液)+アスファルト	-	-	$T_{DSC}^0 = 438^\circ\text{C}$ H=1.4kJ/g-試料	$T_{obs-ARC}^0 = 256^\circ\text{C}$ に微小な発熱 $T_{obs-ARC}^0 = 280^\circ\text{C}$ から主要な発熱

\* $T_{DSC}^0$  : DSCで測定された反応開始温度

$T_{obs-ARC}^0$  : ARCでBomb上から測定された発熱開始温度

H : 吸・発熱量

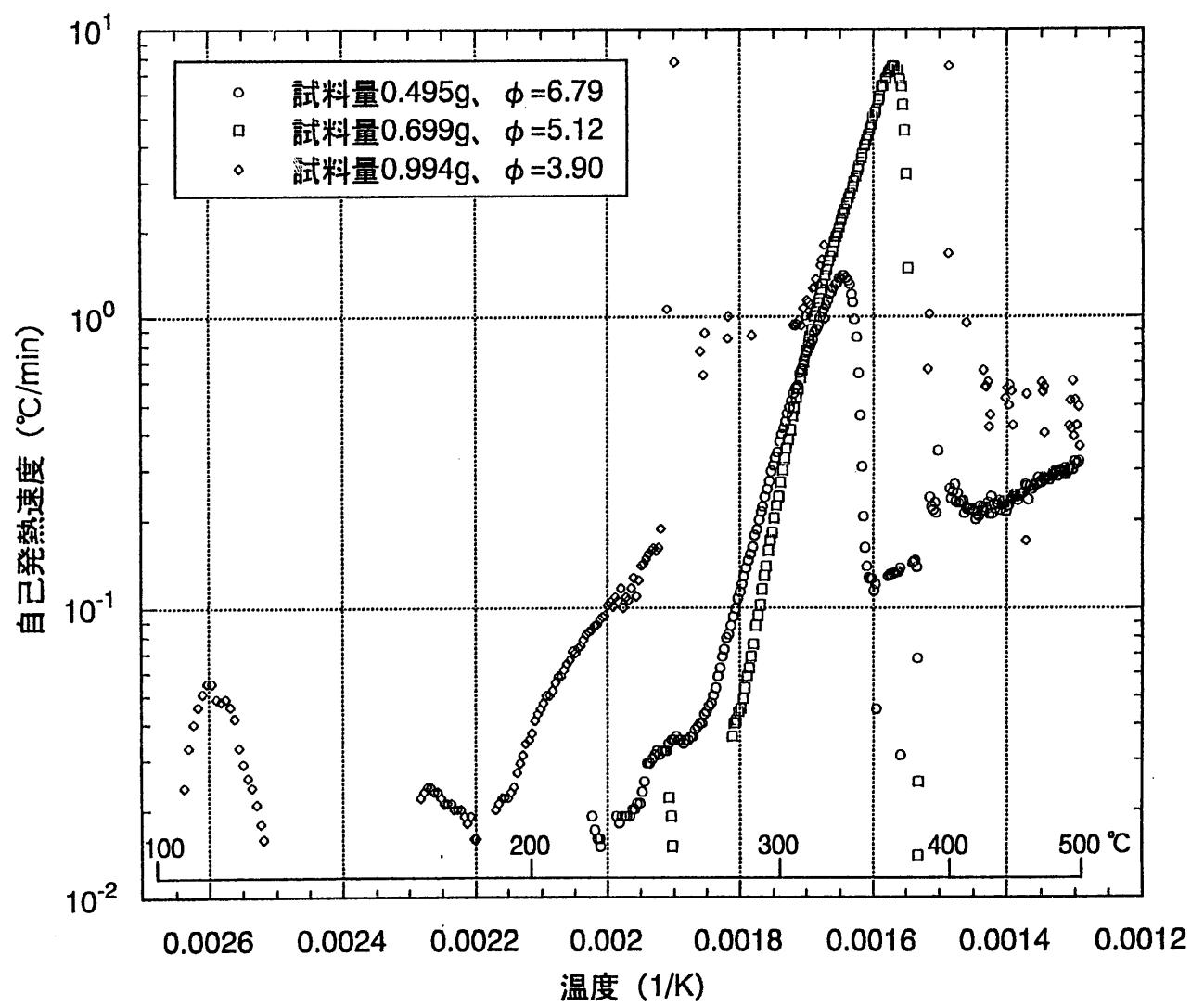


図4.3.3-9 97-M46-1 B29 ドラムA7の自己発熱速度（Bombでの測定値）の比較

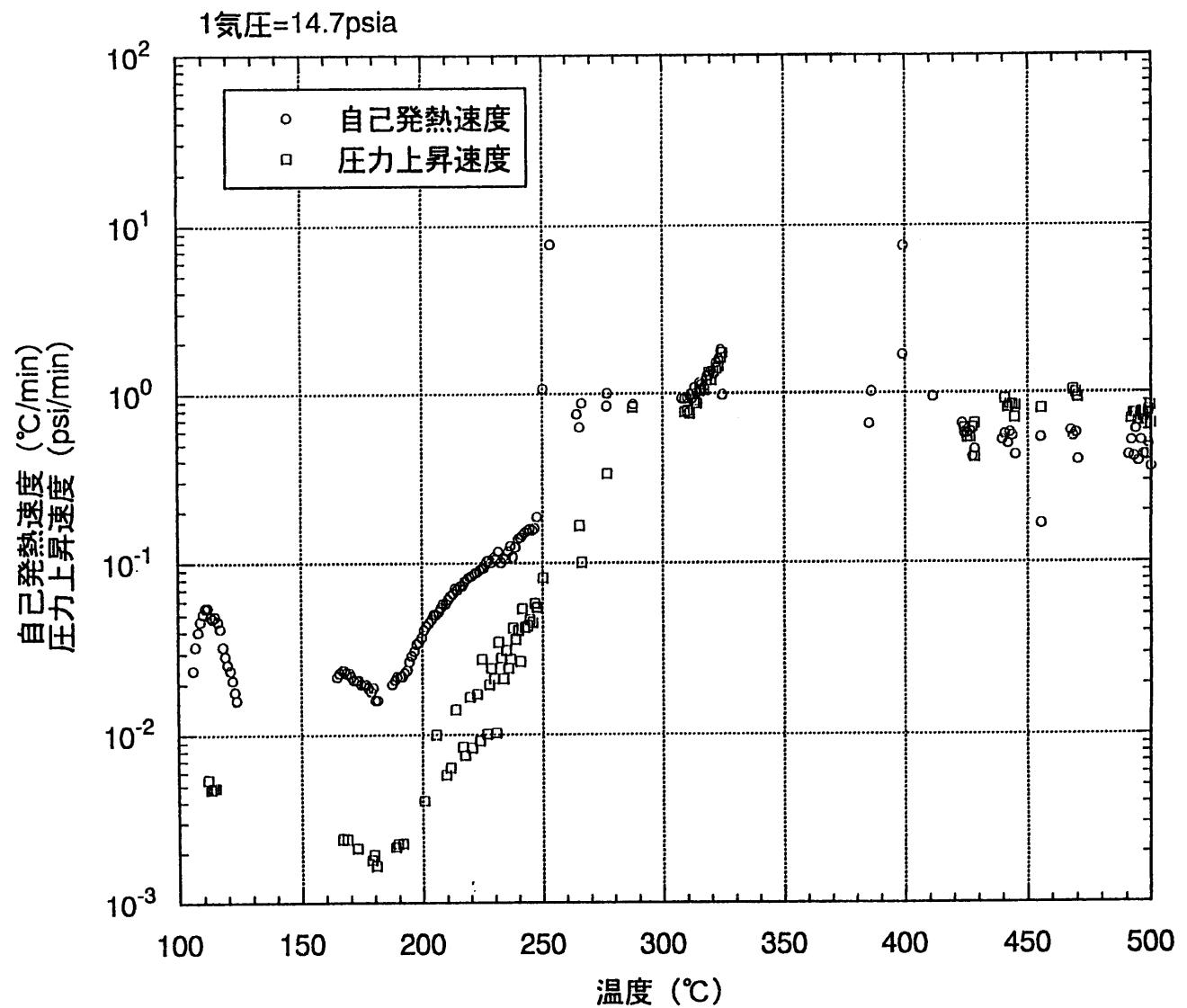


図4.3.3-10 97-M46-1 B29 ドラムA7 (試料量0.994g) の自己発熱速度及び圧力上昇速度

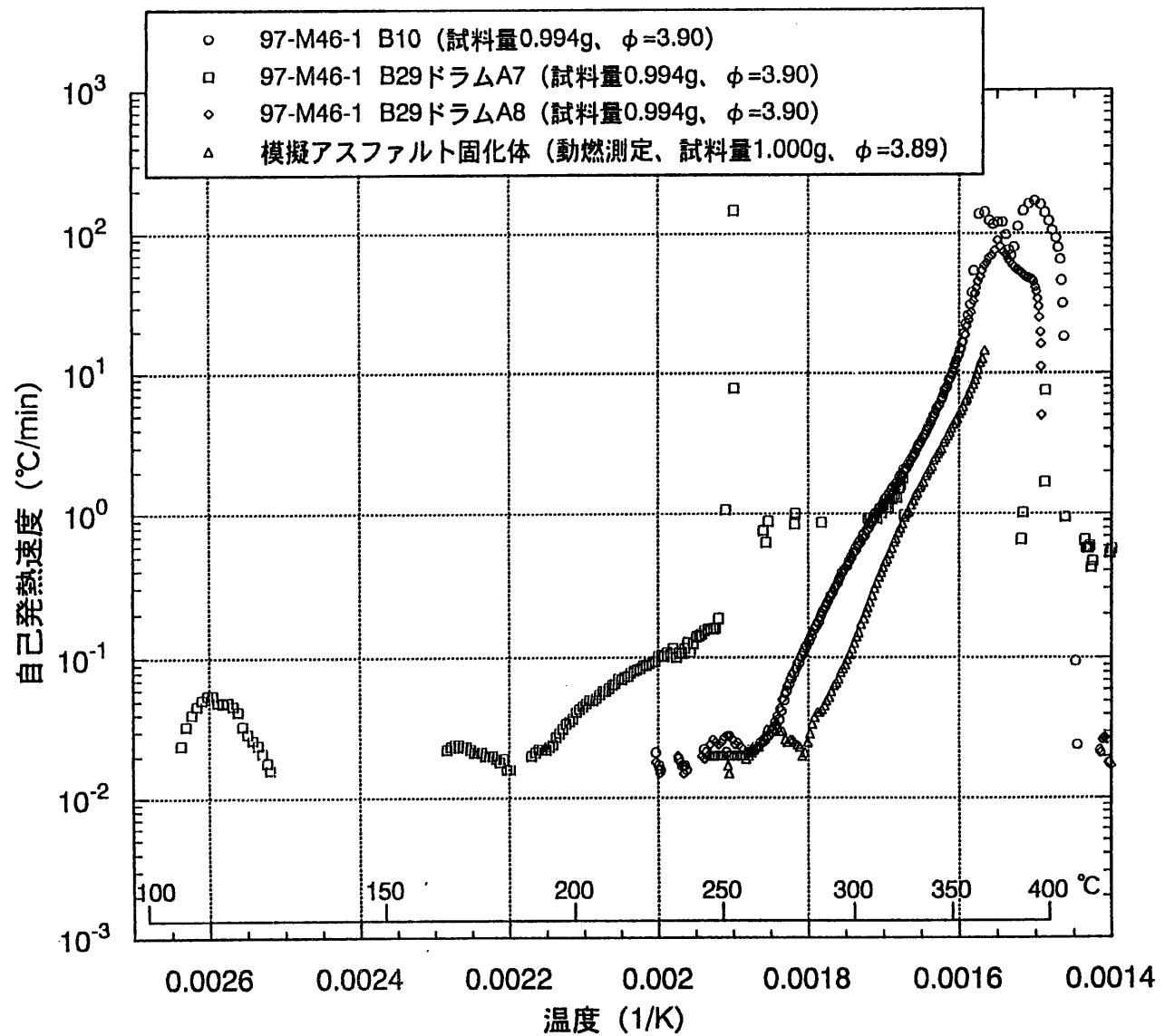


図4.3.3-11 アスファルト実固化体（試料量約1g）の自己発熱速度の比較  
 (Bombでの測定値、約100~400°Cの範囲の発熱)

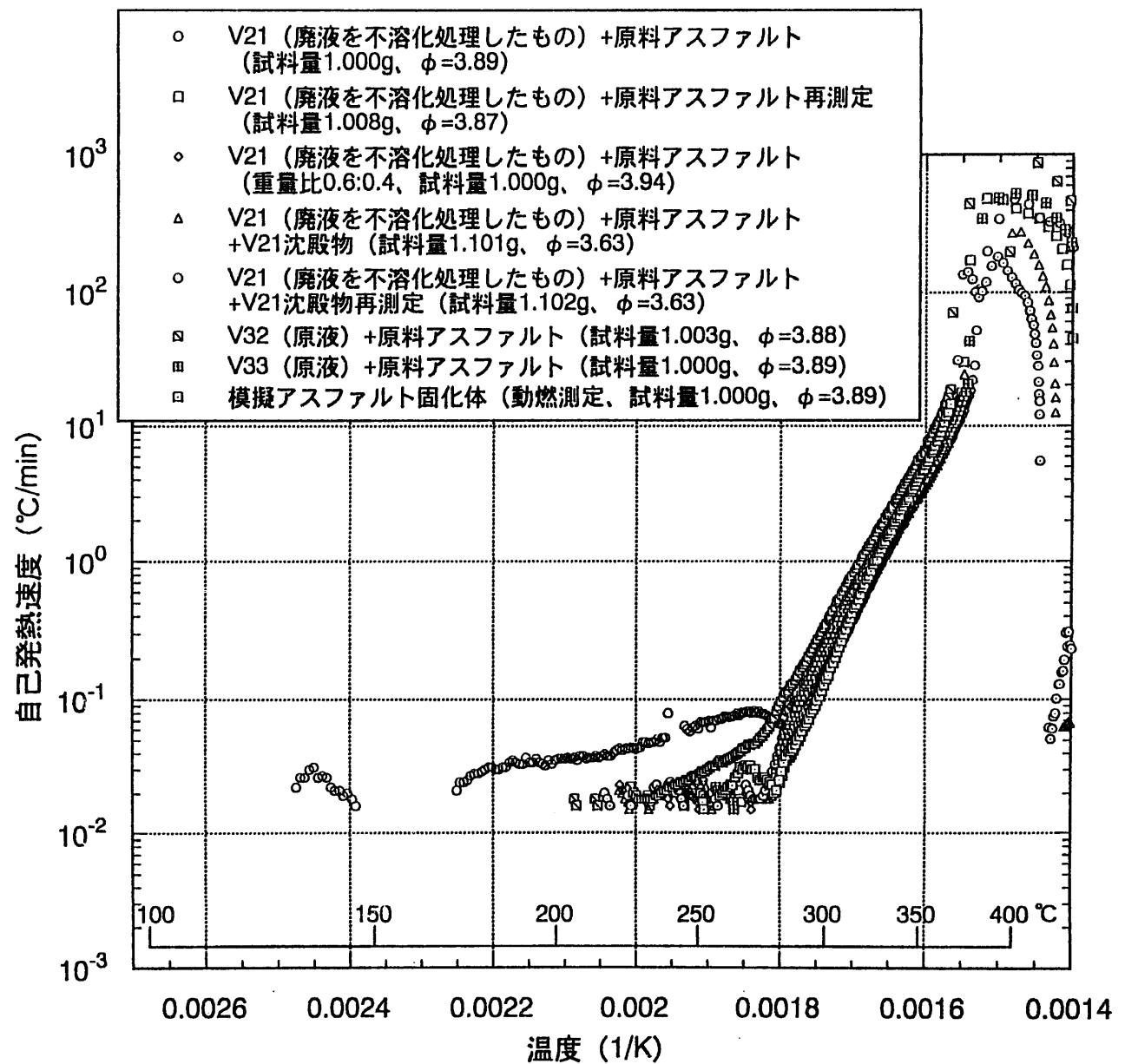


図4.3.3-12 廃液の蒸発乾固試料+原料アスファルトの自己発熱速度の比較  
(Bombでの測定値、約100~400°Cの範囲の発熱)

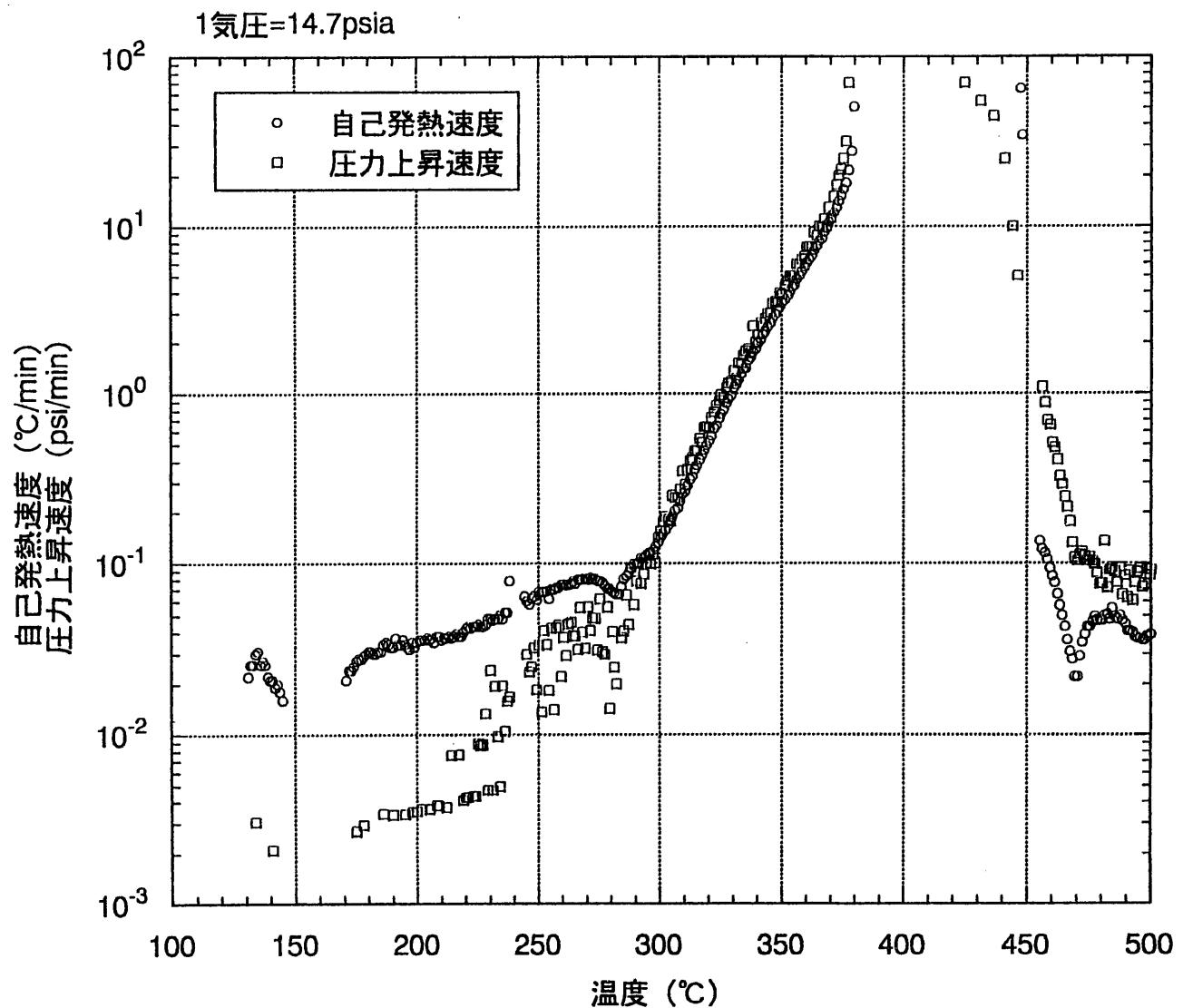


図4.3.3-13 V21（廃液を不溶化処理したもの）蒸発乾固試料+原料アスファルトの自己発熱速度及び圧力上昇速度

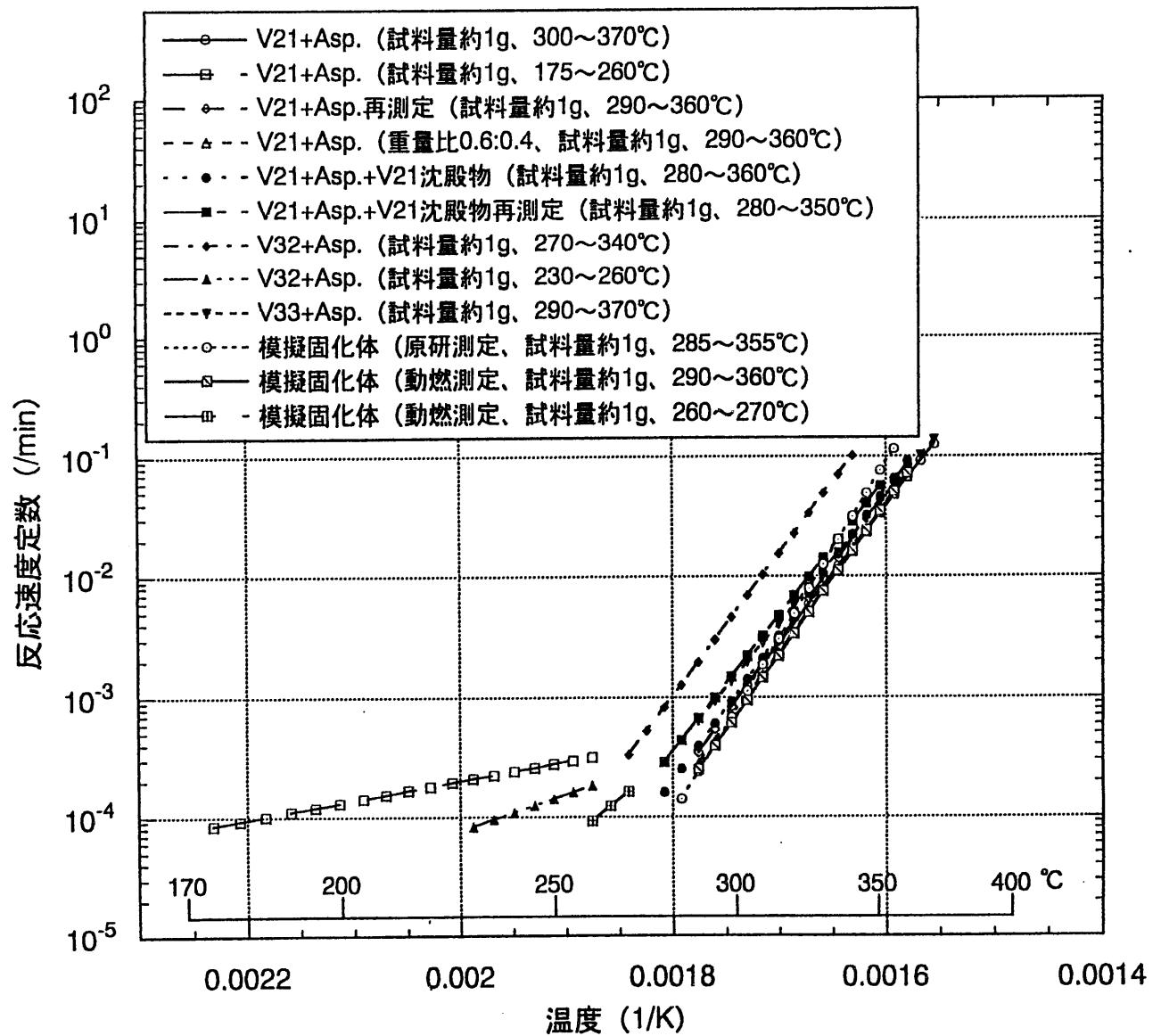


図4.3.3-14 廃液の蒸発乾固試料+原料アスファルトの反応速度定数の比較

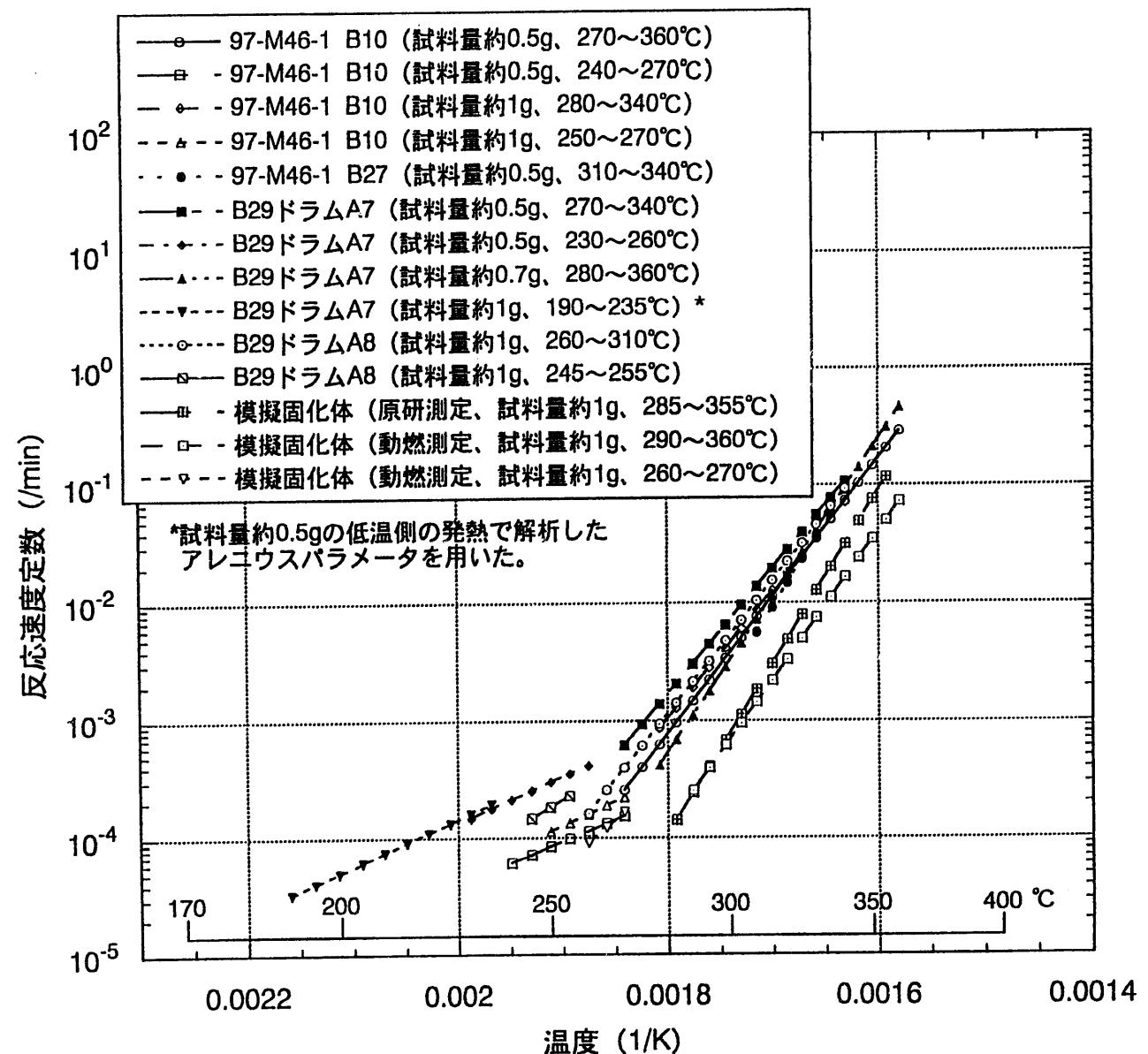


図4.3.3-15 アスファルト実固化体の反応速度定数の比較

表4.3.3-6 金属化合物の触媒効果確認試験結果(1/2)

試料名	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬アスファルト固化体 (10°C/min)	1.24	405～501	440	458	1030J/g-Asp固化体	
	1.19	405～506	445	464	1850J/g-Asp固化体	
	1.06	405～492	441	465	1770J/g-Asp固化体	
	1.42	415～498	443	464	1720J/g-Asp固化体	図16
模擬アスファルト固化体 + フェロシアン酸ニッケル (10°C/min)	Asp=1.35 フェロシアン酸Ni=0.43	350～418 418～507	359 447	384 474	110J/g-Asp固化体 1210J/g-Asp固化体	
	Asp=1.11 フェロシアン酸Ni=0.39	342～400 400～499	349 437	374 468	99J/g-Asp固化体 1120J/g-Asp固化体	
模擬アスファルト固化体 + SUS304L通電 腐食残渣 (10°C/min)	Asp=1.34 SUS304L通電 腐食残渣=0.49	401～506	440	461	1860J/g-Asp固化体	
	Asp=1.42 SUS304L通電 腐食残渣=0.66	407～514	447	470 (485)	1930J/g-Asp固化体	
模擬アスファルト固化体 + MnO <sub>2</sub> (10°C/min)	Asp=1.21 MnO <sub>2</sub> =0.53	355～400 400～504	365 449	381 475	16J/g-Asp固化体 1430J/g-Asp固化体	図17

表4.3.3-6 金属化合物の触媒効果確認試験結果(2/2)

試料名	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量 (J/g)	備考
模擬アスファルト固化体 + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (10°C/min)	Asp=1.03 Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> =0.45	406~507	438	474	1650J/g-Asp固化体	
模擬アスファルト固化体 + Fe(OH) <sub>3</sub> (10°C/min)	Asp=1.46 Fe(OH) <sub>3</sub> =0.69	268~376 376~518	278 424	347 465	72J/g-Asp固化体 1280J/g-Asp固化体	図18

ファイル名： ASP46.DFO  
 取扱日： 97/07/29  
 取扱時間： 10:46:55  
 供試料名： 模擬アスファルト固化体  
 供試料量： 1.420 [mg]  
 セル： ステンレス  
 カス比重： 密度  
 カス流速： 50.00 [ml/min]

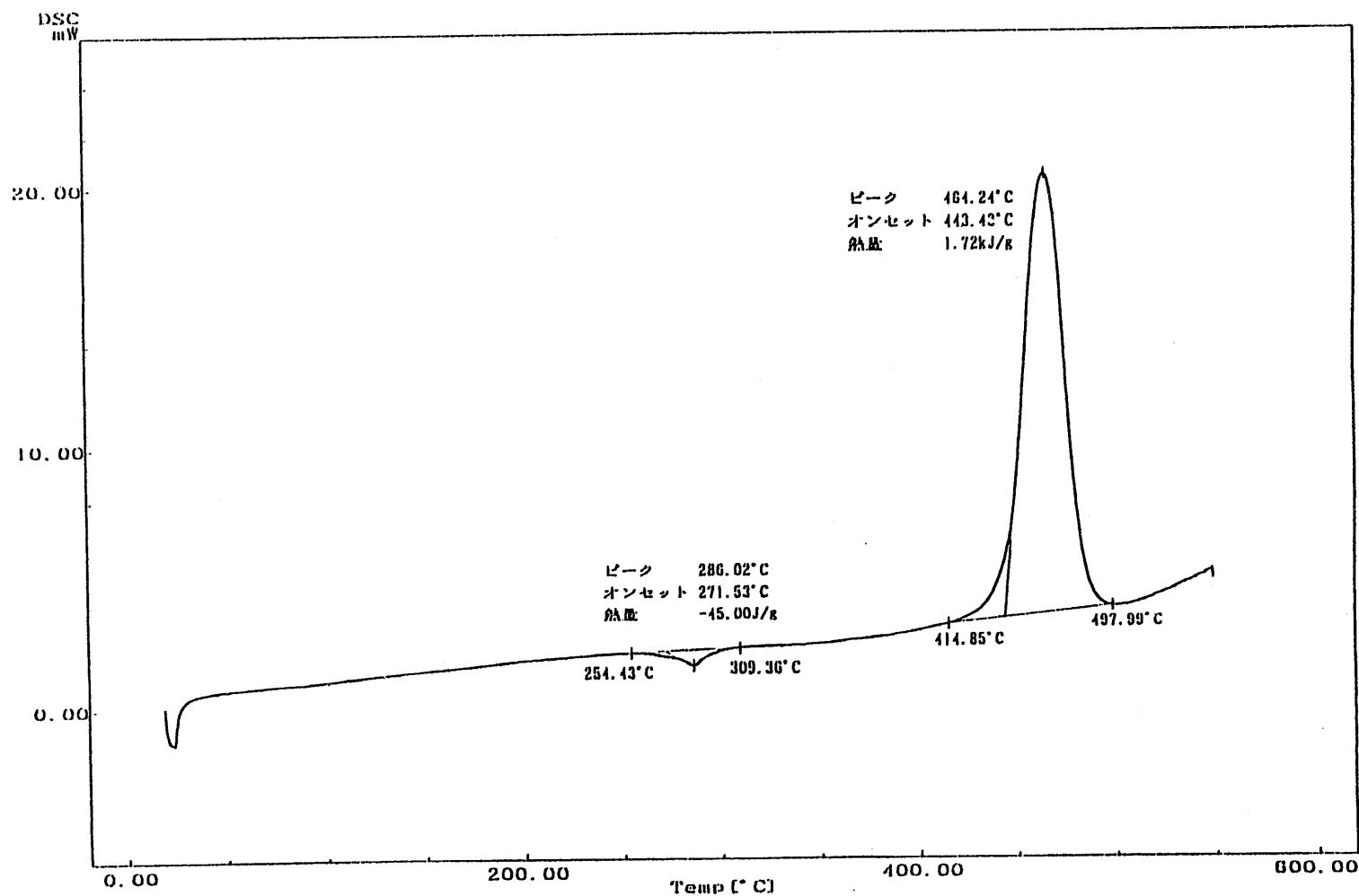


図4.3.3-16 模擬アスファルト固化体のDSC曲線（昇温速度10°C/min）

ファイル名: ASP39.DFO  
 取扱日: 97/07/26  
 取扱時間: 10:18:22  
 供試料名: 模擬アスファルト固化体+MnO<sub>2</sub>  
 供試料量: 1.210 [mg]  
 セル: ステンレス  
 カス混合物質: 鋼製  
 カス混合量: 50.00 [ml/min]  
 コメント: MnO<sub>2</sub>=0.53mg

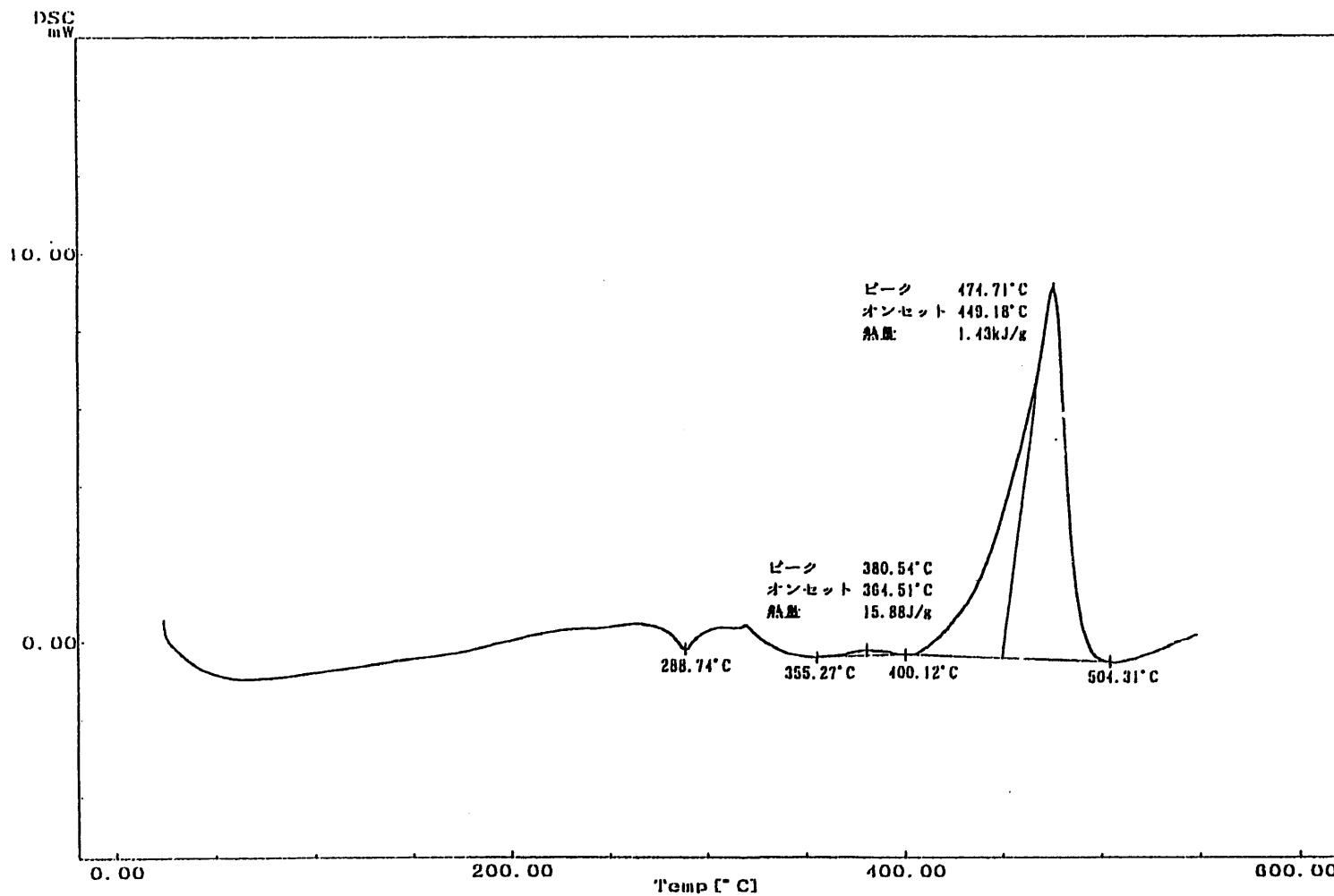


図4.3.3-17 模擬アスファルト固化体十二酸化マンガンのDSC曲線（昇温速度10°C/min）

ファイル名: ASP42.DFO  
 リスト日: 97/07/26  
 リスト時間: 15:12:06  
 供試料名: 模擬アスファルト固化体+Fe(OH)3  
 供試料量: 1.460 [mg]  
 セル: ステンレス  
 ガス種類: 空氣  
 ガス流量: 60.00 [ml/min]  
 コメント: Fe(OH)3=0.69mg

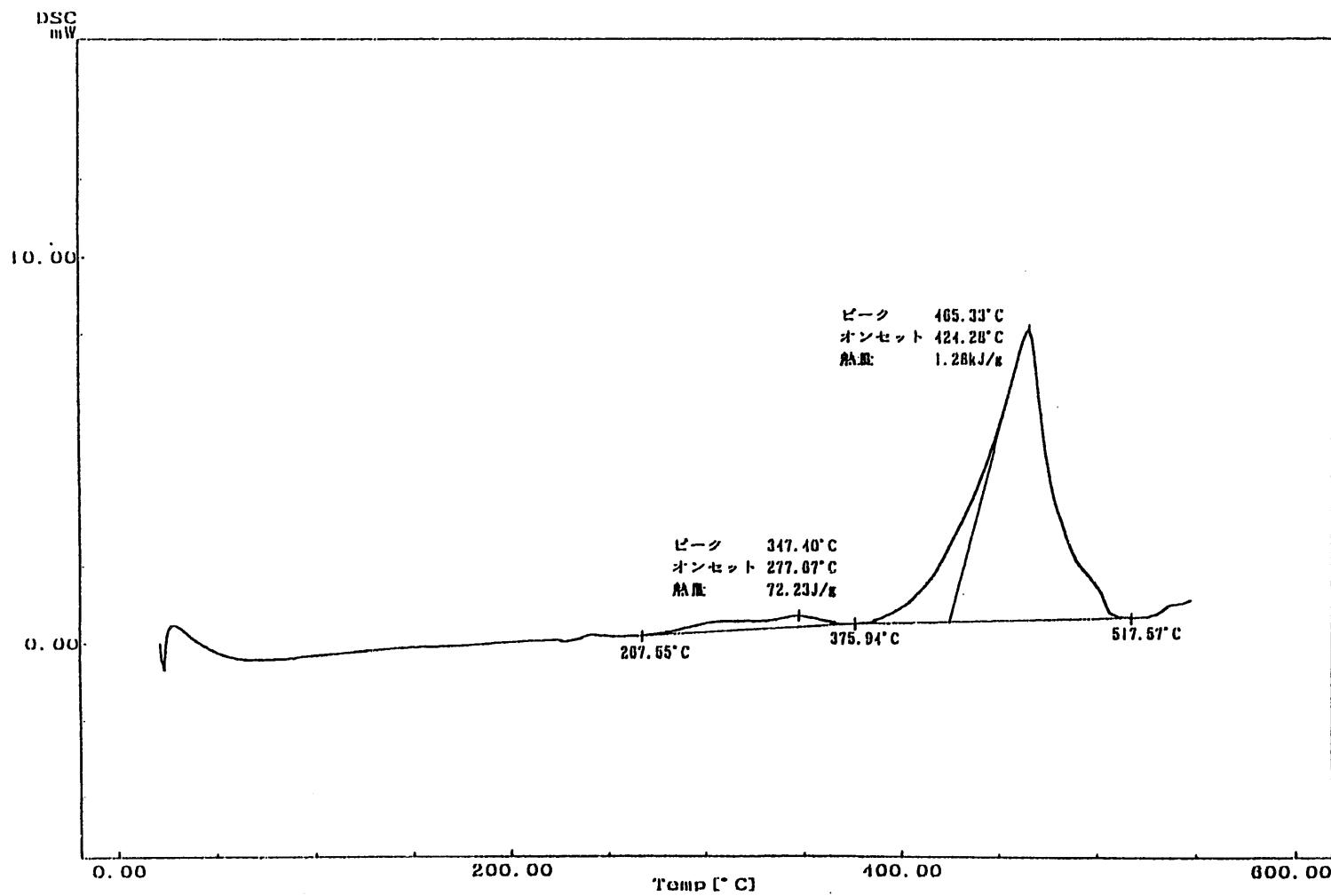


図4.3.3-18 模擬アスファルト固化体+水酸化第二鉄のDSC曲線（昇温速度10°C/min）

表4.3.3-7 白金族元素の触媒効果確認試験結果(1/5)

試料名	昇温速度	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬アスファルト固化体	10°C/min	1.34	369~503	441	464	1.87kJ/g-模擬固化体	
		1.19	405~506	445	464	1.85kJ/g-模擬固化体	
		1.06	405~492	441	465	1.77kJ/g-模擬固化体	
		1.42	415~498	443	464	1.72kJ/g-模擬固化体	
		1.24	405~501	440	458	1.03kJ/g-模擬固化体	
		1.51	404~509	447	462	1.60kJ/g-模擬固化体	
	1°C/min	1.42	319~427	371	393	1.60kJ/g-模擬固化体	図21

表4.3.3-7 白金族元素の触媒効果確認試験結果(2/5)

試料名	昇温速度	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬固化体 +ルテニウム	10°C/min	ルテニウム=0.74 模擬固化体=1.47	350~475	411	436	2.22kJ/g-模擬固化体	
		ルテニウム=0.62 模擬固化体=1.31	348~473	414	436	1.81kJ/g-模擬固化体	
		ルテニウム=0.56 模擬固化体=1.10	356~478	407	433	1.93kJ/g-模擬固化体	
		ルテニウム=0.11 模擬固化体=1.43	364~478	416	436	1.77kJ/g-模擬固化体	図19
		ルテニウム=0.15 模擬固化体=1.56	346~473	406	425	1.83kJ/g-模擬固化体	
		ルテニウム=0.20 模擬固化体=1.05	370~482	409	426	1.73kJ/g-模擬固化体	
	1°C/min	ルテニウム=0.48 模擬固化体=1.09	310~378	342	355	1.83kJ/g-模擬固化体	図22

表4.3.3-7 白金族元素の触媒効果確認試験結果(3/5)

試料名	昇温速度	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬固化体 +ロジウム	10°C/min	ロジウム=0.62 模擬固化体=1.37	329~365 365~501	331 426	342 450	10J/g-模擬固化体 2.19kJ/g-模擬固化体	
		ロジウム=0.67 模擬固化体=1.18	349~385 385~486	355 423	364 447	24J/g-模擬固化体 1.54kJ/g-模擬固化体	
		ロジウム=0.29 模擬固化体=1.17	346~384 384~482	349 421	366 449	24J/g-模擬固化体 1.66kJ/g-模擬固化体 一括すると 1.77kJ/g-模擬固化体	図20
		ロジウム=0.13 模擬固化体=1.52	361~400 400~493	364 432	374 456	36J/g-模擬固化体 1.71kJ/g-模擬固化体 一括すると 1.86kJ/g-模擬固化体	
		ロジウム=0.15 模擬固化体=1.17	374~416 416~506	383 434	388 463	43J/g-模擬固化体 1.66kJ/g-模擬固化体 一括すると 1.88kJ/g-模擬固化体	
		ロジウム=0.15 模擬固化体=1.31	335~375 375~510	336 427	343 451	14J/g-模擬固化体 1.88kJ/g-模擬固化体	
	1°C/min	ロジウム=0.64 模擬固化体=1.08	314~338 338~397	323 365	325 380	56J/g-模擬固化体 1.83kJ/g-模擬固化体 一括すると 2.00kJ/g-模擬固化体	図23

表4.3.3-7 白金族元素の触媒効果確認試験結果(4/5)

試料名	昇温速度	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬固化体 +パラジウム	10°C/min	パラジウム=0.59 模擬固化体=1.06	357~491	422	457	1.67kJ/g-模擬固化体	
		パラジウム=0.60 模擬固化体=1.30	354~492	432	461	1.95kJ/g-模擬固化体	
		パラジウム=0.63 模擬固化体=1.28	338~506	438	467	1.97kJ/g-模擬固化体	
		パラジウム=0.17 模擬固化体=1.11	351~504	427	460	1.74kJ/g-模擬固化体	
		パラジウム=0.14 模擬固化体=1.27	360~499	431	468	1.86kJ/g-模擬固化体	
		パラジウム=0.23 模擬固化体=1.42	368~515	433	461	1.71kJ/g-模擬固化体	
	1°C/min	パラジウム=0.66 模擬固化体=1.30	289~421	319	377	1.71kJ/g-模擬固化体	図24

表4.3.3-7 白金族元素の触媒効果確認試験結果(5/5)

試料名	昇温速度	試料量 (mg)	発熱範囲 (°C)	発熱開始温度 (°C)	ピーク温度 (°C)	発熱量	備考
模擬固化体 +白金	10°C/min	白金=0.52 模擬固化体=1.08	350～498	415	465	1.91kJ/g-模擬固化体	
		白金=0.63 模擬固化体=1.12	351～491	415	451	1.86kJ/g-模擬固化体	
		白金=0.52 模擬固化体=1.05	349～503	414	467	2.06kJ/g-模擬固化体	
		白金=0.15 模擬固化体=1.12	363～507	436	463	1.87kJ/g-模擬固化体	
		白金=0.13 模擬固化体=1.31	384～514	440	468	1.63kJ/g-模擬固化体	
		白金=0.21 模擬固化体=1.30	370～507	432	462	1.81kJ/g-模擬固化体	
	1°C/min	白金=0.61 模擬固化体=1.22	330～409	366	391(382)	1.62kJ/g-模擬固化体	

サンプル名: ASP035.DFO  
 収集日: 97/09/05  
 収集時間: 13:23:37  
 試料名: 模擬アスファルト(NEW)/アルミニウム  
 試料量: 1.430[mg]  
 ベース: アンレス  
 加熱量: 定常  
 ガス流量: 50.00[mL/min]  
 コメント: ASP=1.43mg,Alu=0.11mg

温度プロファイル  
 加熱速度 ホード 温度 ホード 時間  
 [°C/min] [°C] [min]  
 10.0 550.0 0.0

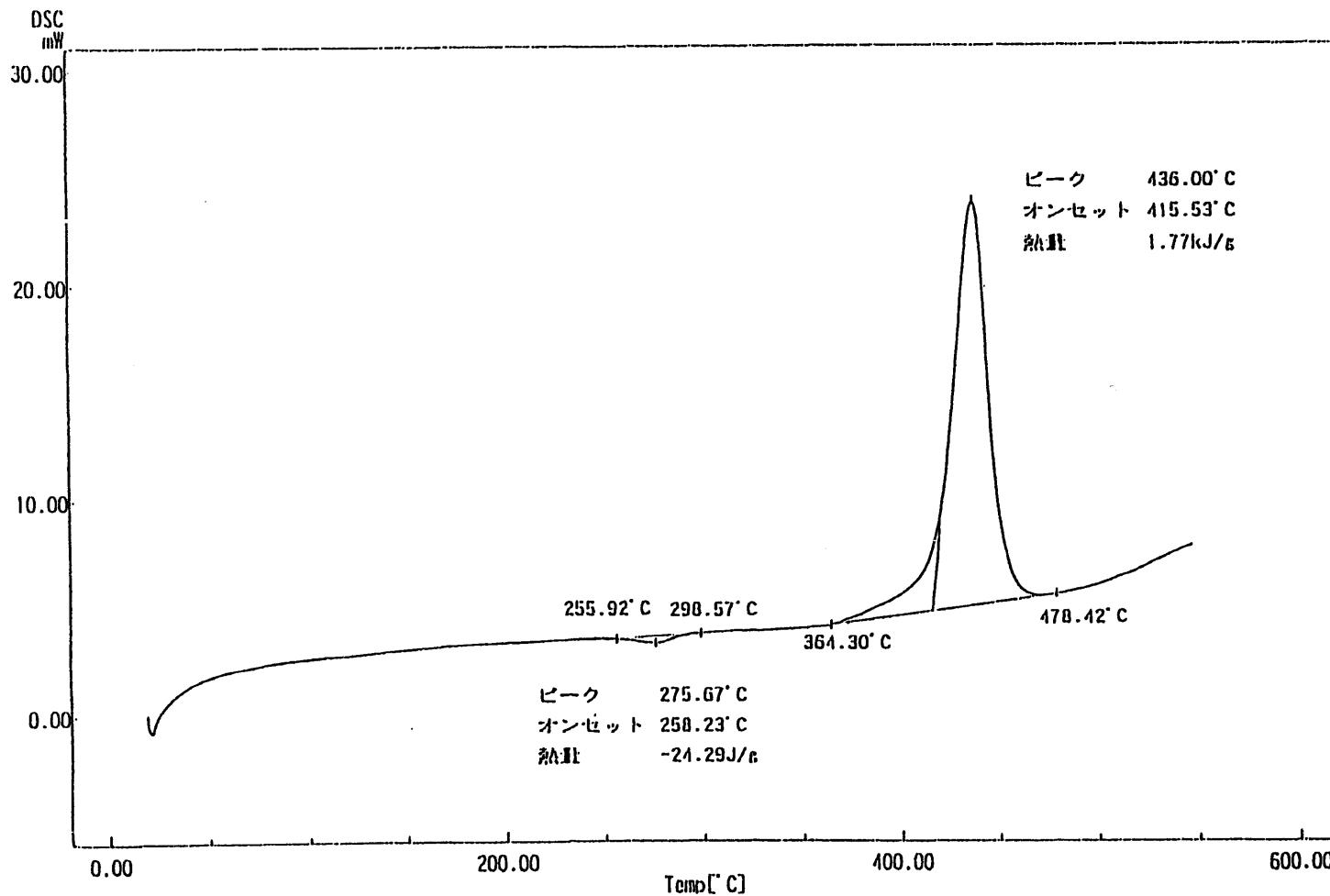


図4.3.3-19 模擬アスファルト固化体タルテニウムのDSC曲線（重量比約1:0.1、昇温速度10°C/min）

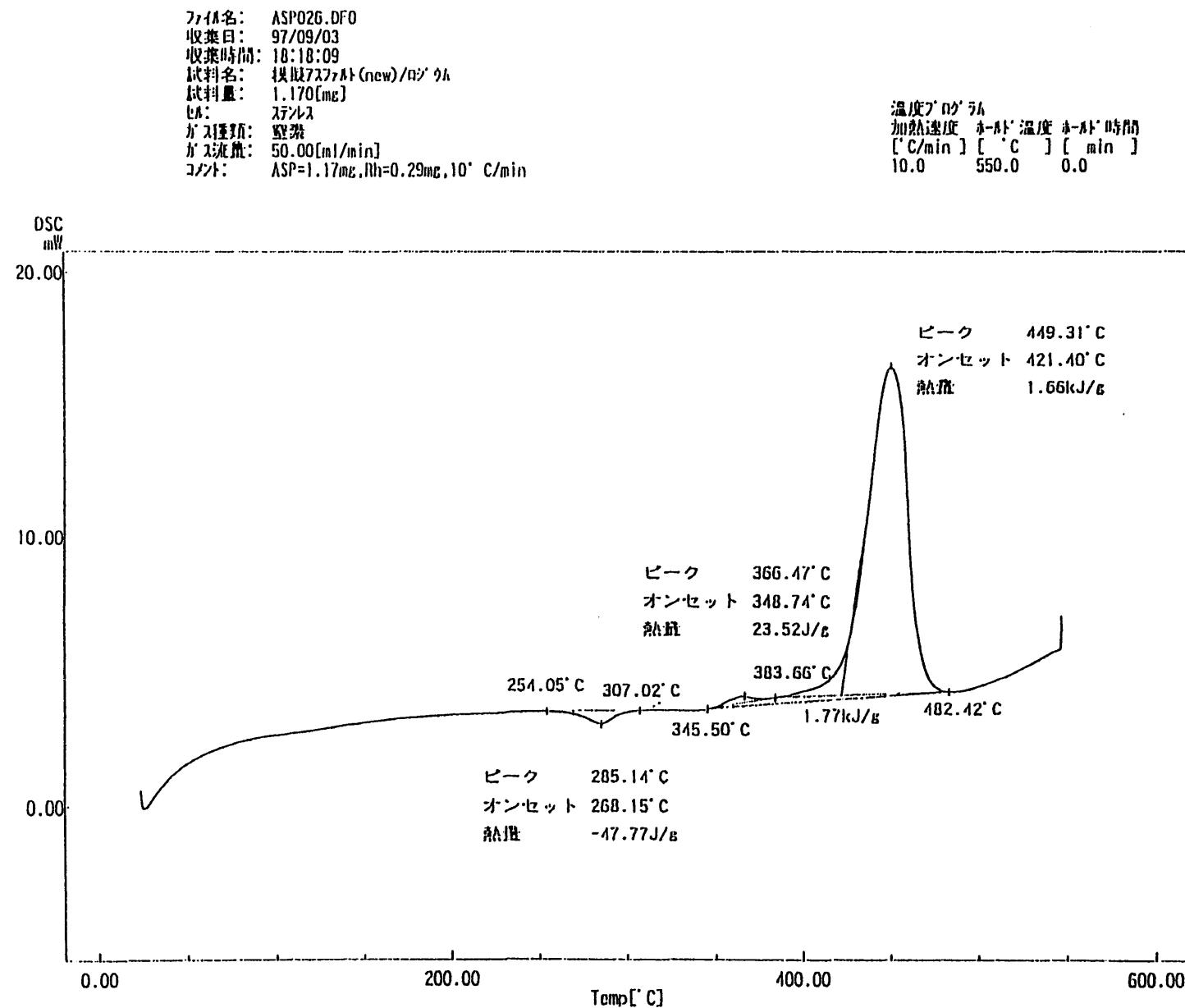


図4.3.3-20 模擬アスファルト固化体十ロジウムのDSC曲線（重量比約1:0.1、昇温速度10°C/min）

ファイル名: ASP008.DFO  
 収集日: 97/08/21  
 収集時間: 16:57:22  
 試料名: 模擬アスファルト固化体(new)  
 試料量: 1.420[mg]  
 フレ: ステンレス  
 ガス種類: 空素  
 ガス流量: 50.00[ml/min]  
 コンド: 1°C/min

温度プログラム  
 加熱速度 オ-ル 温度 オ-ル 時間  
 [°C/min] [ °C ] [ min ]  
 1.0 550.0 0.0

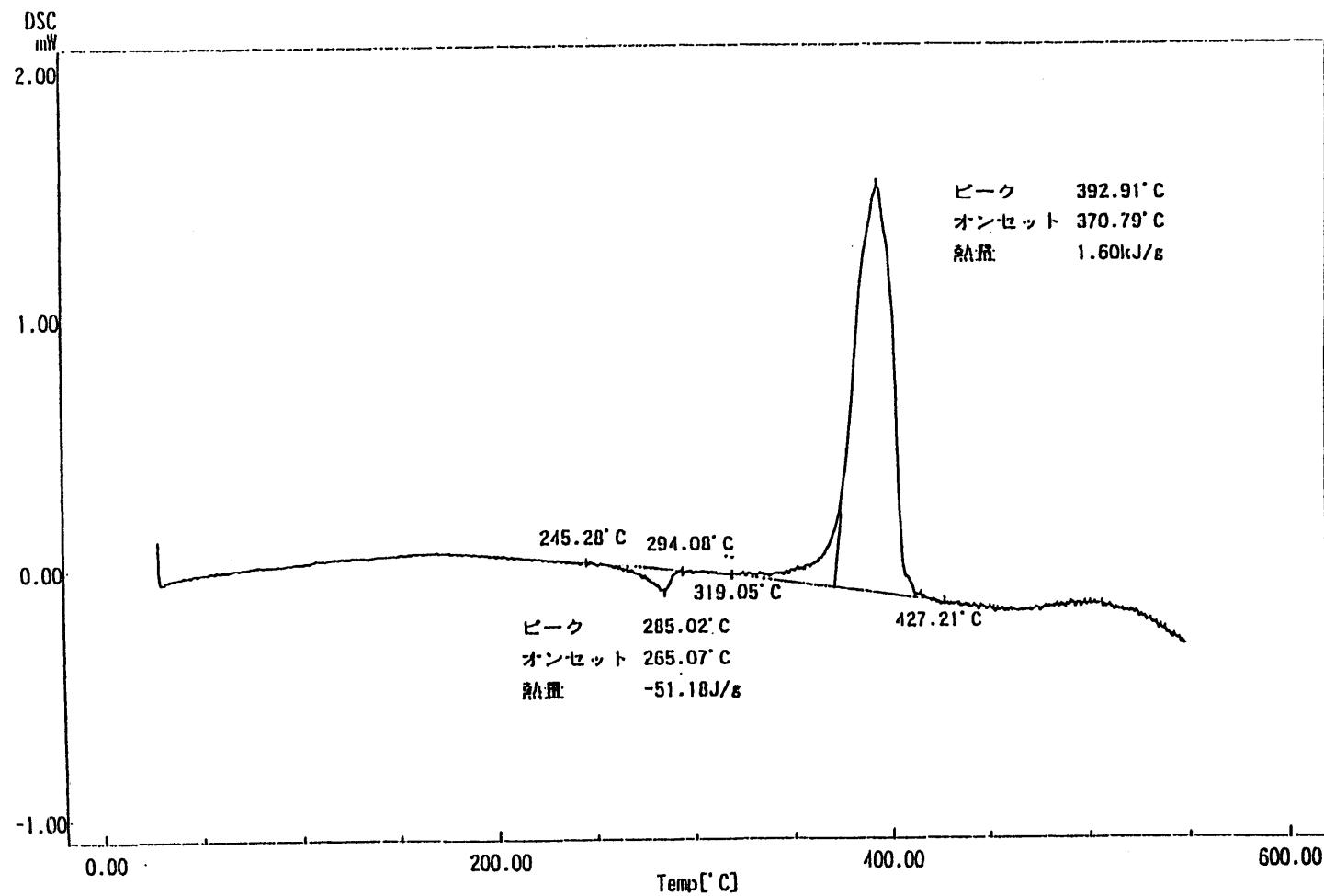


図4.3.3-21 模擬アスファルト固化体のDSC曲線（昇温速度1°C/min）

ファイル名: ASP027.DFO  
 収集日: 97/09/03  
 収集時間: 19:50:25  
 試料名: 模擬アスファルト(new)/アルミニウム  
 試料量: 1.090[mg]  
 ヒート: ステンレス  
 ガス種類: 空気  
 ガス流量: 50.00[mL/min]  
 コメント: ASP=1.09mg, ΔH=0.48mJ, 1°C/min

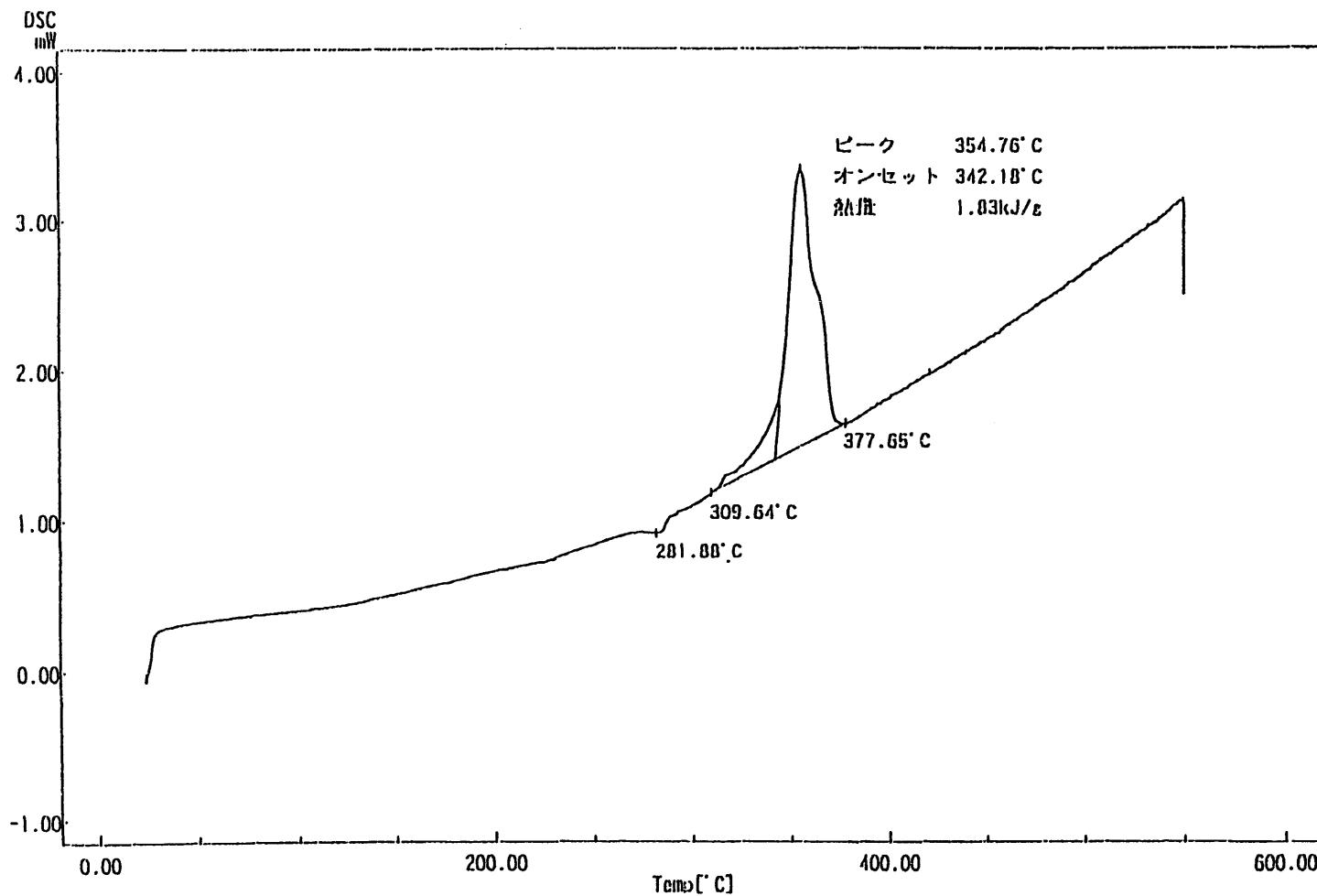


図4.3.3-22 模擬アスファルト固化体タルテニウムのDSC曲線（重量比約1:0.5、昇温速度1°C/min）

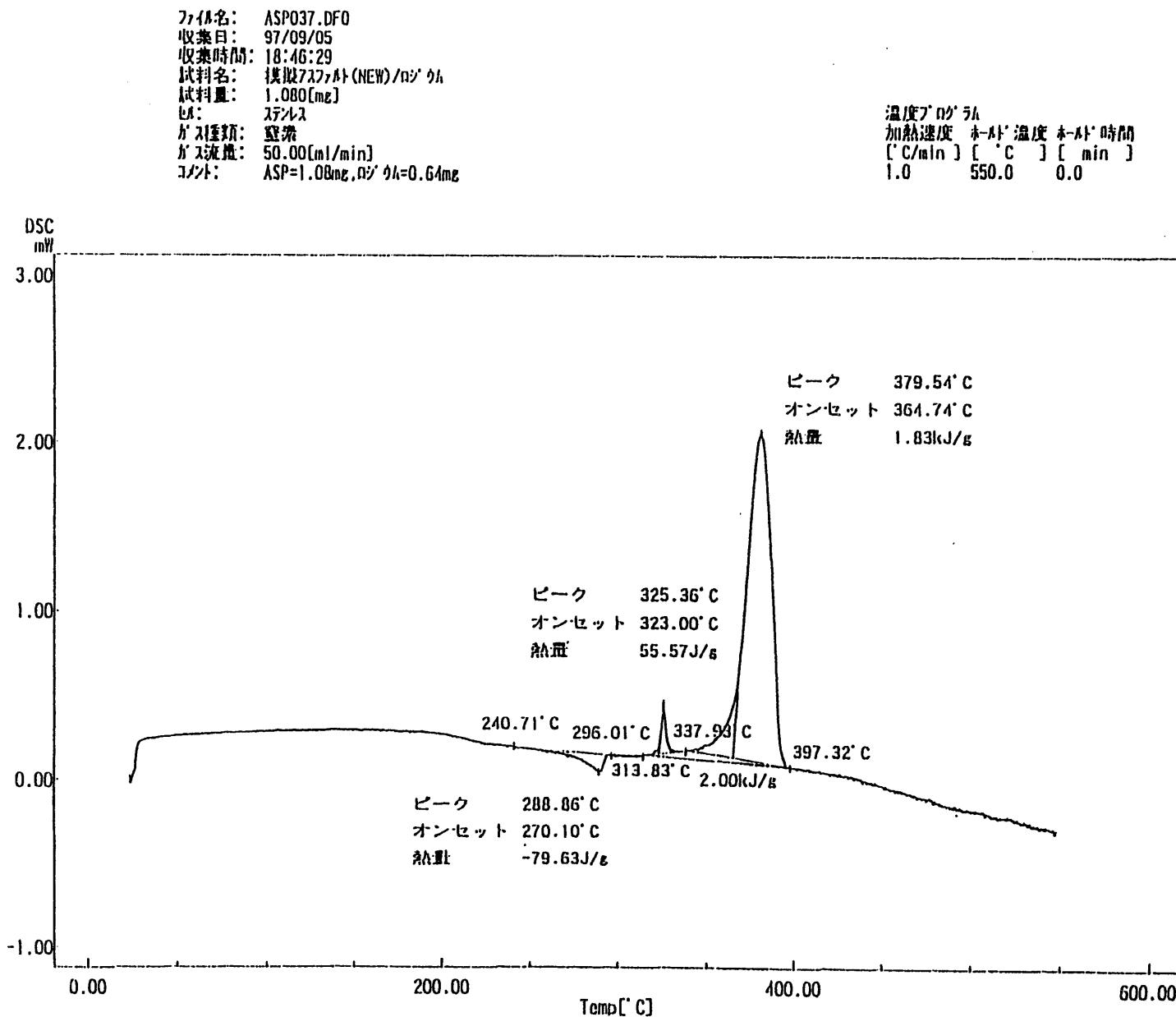


図4.3.3-23 模擬アスファルト固化体十ロジウムのDSC曲線（重量比約1:0.5、昇温速度1°C/min）

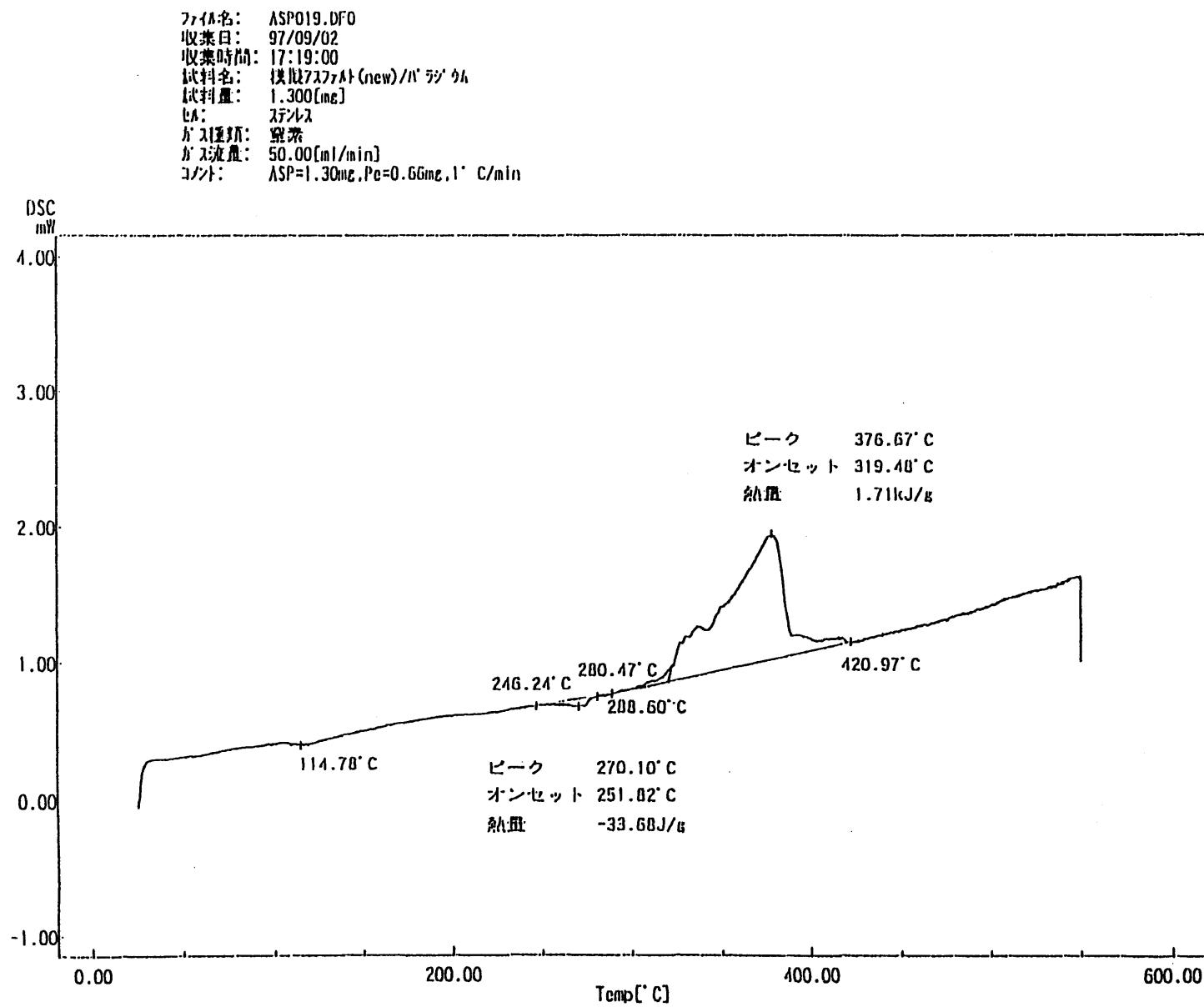


図4.3.3-24 模擬アスファルト固化体十パラジウムのDSC曲線（重量比約1:0.5、昇温速度1°C/min）

## 5 謝辞

原因究明のための運転状況調査を実施するにあたって、日本原子力研究所の方々に多大なご協力を頂いた。ここに厚く感謝の意を表します。

## 補足資料目次

補足資料－1 V21全油分、消泡剤濃度分析データ

補足資料－2 V21沈殿物中の金属成分分析データ

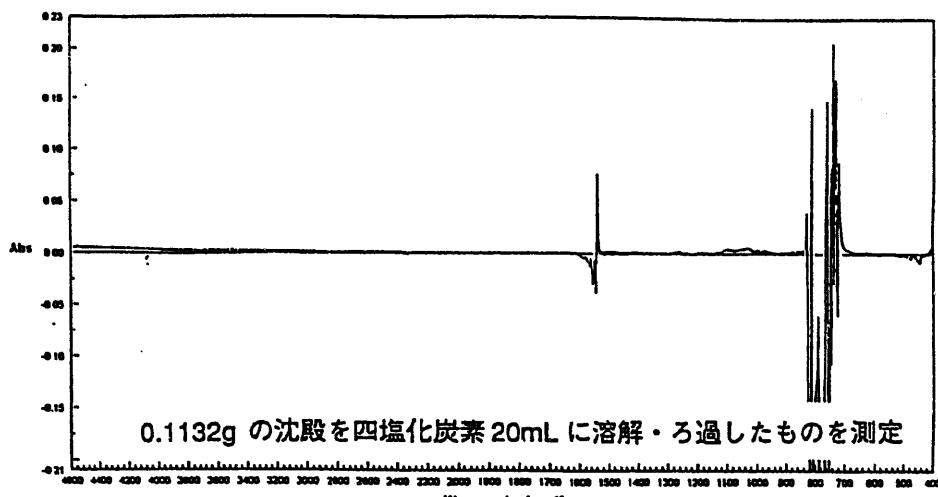
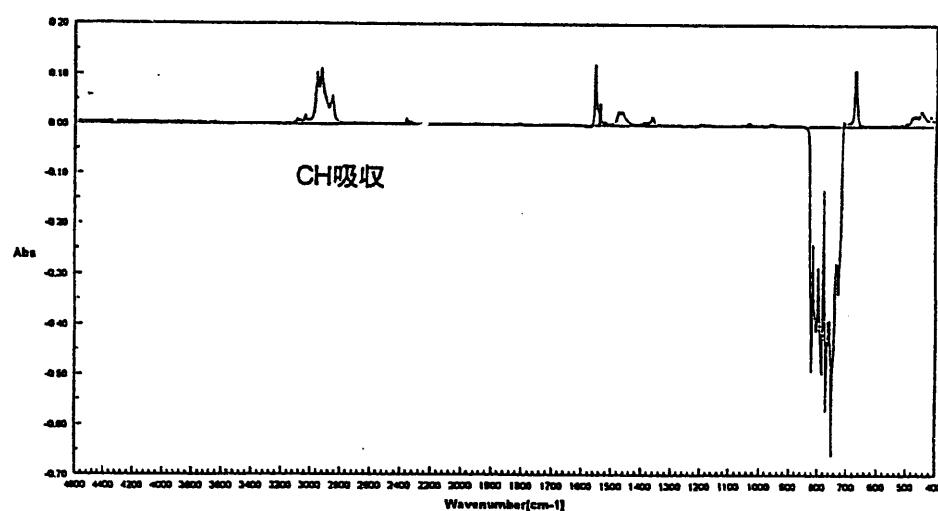
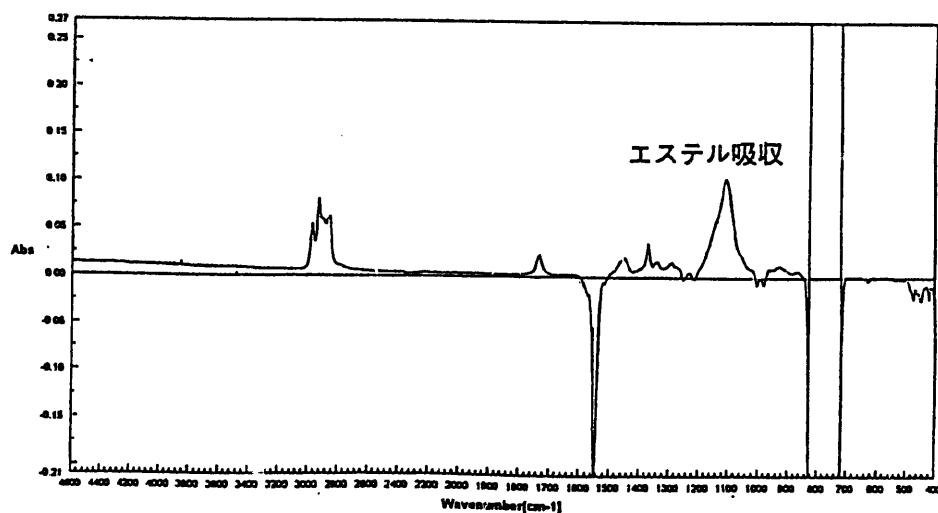
補足資料－3 V21ろ液中の金属成分分析データ

補足資料－4 アスファルト固化体中の陰イオン濃度  
分析データ(97-M46-1キャンペーン27B)

補足資料－5 アスファルト固化体中の陰イオン濃度  
分析データ(97-M46-1キャンペーン10B)

## 補足資料－1

### 全油分、消泡剤濃度分析データ

V21 沈殿の赤外吸収スペクトル油分標準物質(OCB : 500ppm)の赤外吸収スペクトル消泡剤(500ppm)の赤外吸収スペクトル

沈殿試料の赤外吸収スペクトルには、3000cm<sup>-1</sup>付近のC H吸収及び1100cm<sup>-1</sup>付近の消泡剤によるエステル吸収は確認されなかった。よって、全油分及び消泡剤濃度とも検出限界以下(-4mg/g)とした。

## 補足資料－2

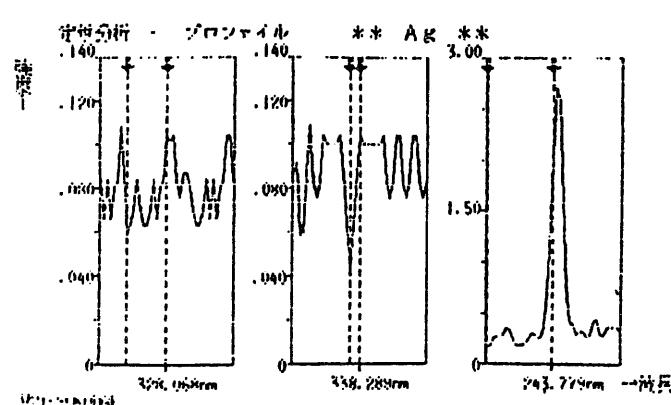
### V21沈殿物中の金属成分分析データ

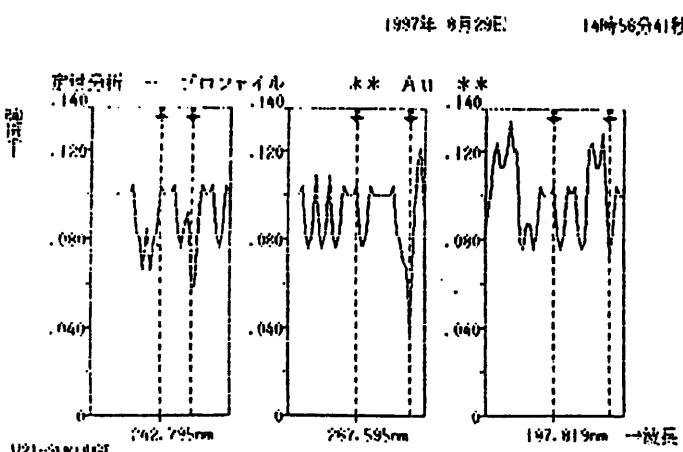
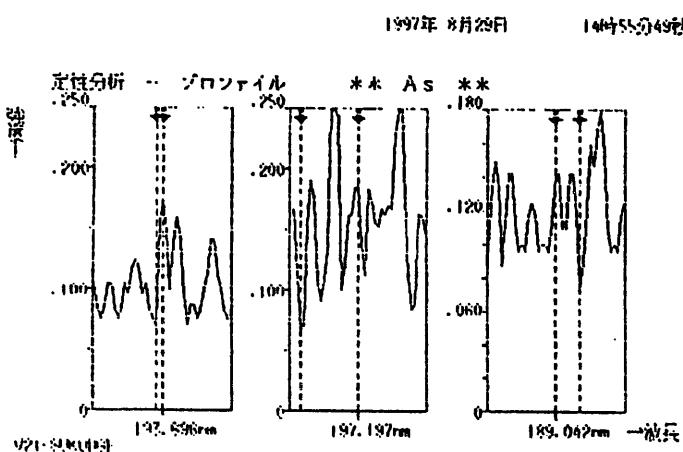
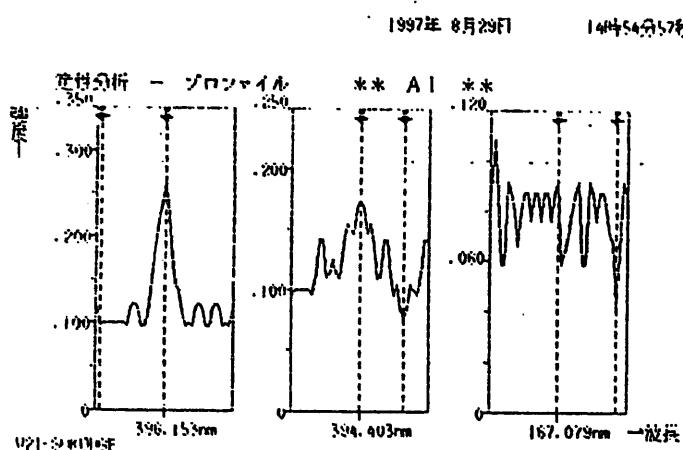
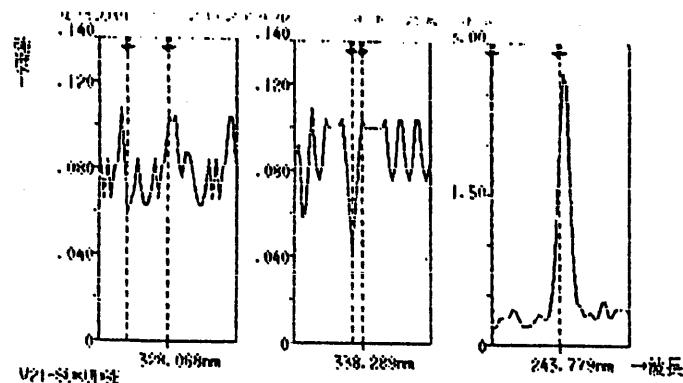
C 392 : "0"~"0"~"R"~"1"~"1"~"0"~"0"~"E"~"100"~"F"~"1000"~"G" / ppm

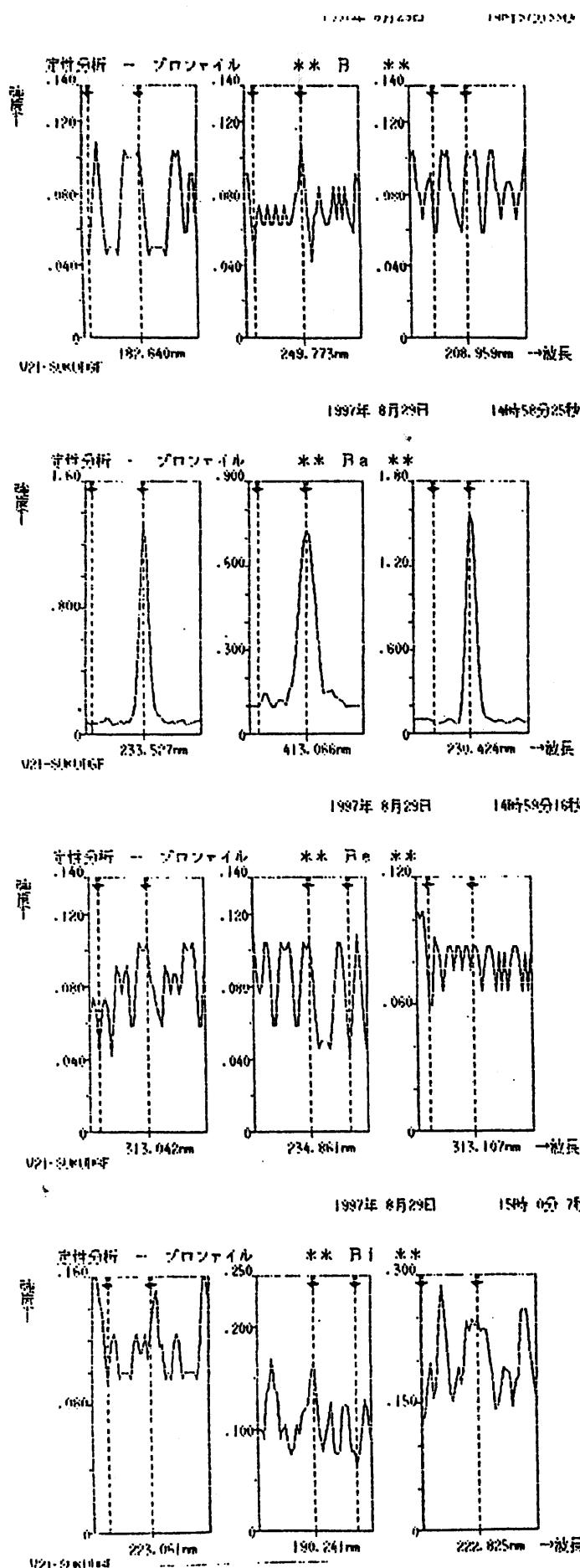
試料名 : V21-SURFACE

単位 : ppm

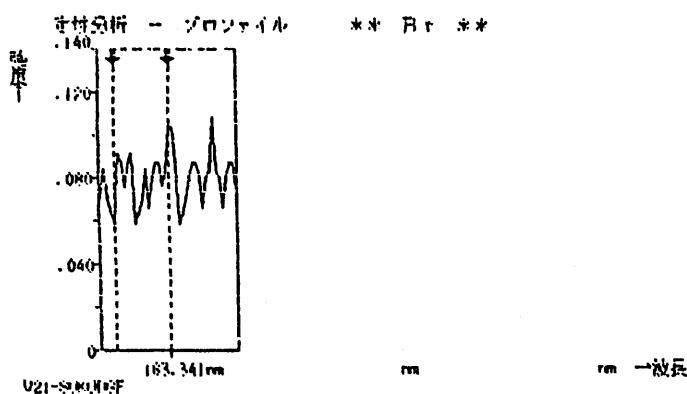
元素	波長1 nm	波長2 nm	含有量	波長3 nm	波長4 nm	含有量	波長5 nm	含有量	
Al	428.068	C	.2031	348.289	C	.6521	243.779	E	.4655
Si	396.153	D	1.659	394.403	D	2.082	167.079	B	.0193
Sc	193.698	D	2.650	197.197	D	6.598	189.042	D	4.075
Ti	242.795	C	.4609	267.595	D	1.809	197.819	D	1.016
V	182.640	C	.2432	249.775	C	1.2593	208.959	C	.2578
Cr	233.527	D	4.337	413.066	D	7.224	230.424	D	3.622
Mn	313.062	B	.0137	234.981	B	.0152	313.107	BL	.0098
Fe	223.061	CL	.5055	190.241	F	15.82	222.825	D	2.771
Co	183.541	E	.4687						
Ni	393.366	C	.3443	396.847	C	.5525	317.933	E	13.95
Cd	226.502	C	.1329	228.802	C	.1999	214.458	B	.0709
Ge	413.765	D	1.659	413.380	D	2.325	418.660	D	1.765
Se	228.616	C	.1797	238.892	C	.1709	237.862	C	.2085
Br	287.716	C	.8424	205.559	C	.9043	276.654	D	1.801
As	452.671	B	2.001	455.546	B	.6887			
Sn	324.754	C	.2730	327.398	C	.2329	224.700	C	.2222
Pb	353.171	C	.5349	364.542	C	.2168	340.789	D	1.380
Fr	237.275	C	.4106	349.910	C	.2592	323.059	C	.9557
Eu	581.966	C	.1039	412.974	C	.1691	420.505	C	.1926
Fe	238.204	D	1.658	239.562	D	3.467	259.840	D	2.438
Ga	294.384	CL	.8534	417.206	D	1.719	287.474	D	2.294
Gd	342.247	C	.2347	336.224	C	.5234	335.048	C	.5625
Ge	209.422	D	1.679	265.118	CL	.8024	208.865	D	1.603
Hf	264.141	C	.7692	282.023	C	.5385	271.336	C	.4140
Ag	184.950	C	.1891	194.227	C	.2713	253.652	D	1.759
Ho	345.600	C	.2415	339.898	C	.6523	389.102	C	.8495
I	178.276	C	.6039	183.038	D	5.349			
In	230.806	D	1.757	325.609	D	3.689	303.936	D	3.226
Ir	224.268	C	.9637	212.661	CL	.7452	205.022	D	3.560
K	404.720	F	101.1						
La	408.671	C	.1125	398.852	C	.5613	379.477	C	.1856
Li	323.261	E	.2810	274.119	E	.27.60	256.254	D	1678.
Lu	281.542	R	.0453	291.139	R	.0923	219.554	C	.2187
Na	279.553	R	.0716	280.270	R	.0784	285.213	C	.8908
Mo	257.810	C	.1477	259.373	C	.1258	260.569	C	.2572
Ne	202.030	C	.2109	281.615	C	.3750	277.540	C	.9188
Os	330.232	F	84.04	330.299	F	100.7			
Nb	309.418	D	1.178	316.340	D	2.289	289.708	D	1.563
Ud	491.225	D	2.016	430.357	D	3.792	406.109	D	2.578
Bi	231.604	E	.24.15	341.472	E	17.86	221.647	E	12.78
Os	225.585	R	.0094	228.226	R	.0242	189.900	R	.0607
P	178.287	C	.5740	177.499	C	.4052	213.820	C	.35.66
Ph	220.351	D	1.156	283.307	D	3.982	280.200	D	4.990
Pd	340.458	D	1.282	229.651	E	32.68	324.270	D	1.422
Pr	390.843	C	.6894	414.314	CL	.3871	417.342	BL	.0000
Pt	214.423	CL	.5000	203.648	D	2.978	204.937	D	3.704
Rb	420.185	E	1170.						
Re	197.313	C	.1648	221.426	C	.1289	227.525	C	.1797
Rh	442.489	CL	.8394	359.682	D	1.507	352.802	D	1.630
Ru	260.272	CL	.7437	267.976	D	1.732	349.894	D	2.808
S	186.731	C	.4962	182.037	C	.6360	182.625	D	1.484
Sb	206.858	H	1.421	217.569	D	1.101	231.147	D	2.178
Sc	361.384	E	.0187	357.252	R	.0670	365.074	B	.0922
Se	196.026	D	4.220	203.985	D	2.895	206.279	E	57.55
Si	251.612	C	.5668	212.415	C	.7168	288.160	D	1.185
Sm	359.269	D	2.431	360.948	D	3.242	428.078	D	1.875
Sn	189.989	D	1.005	283.999	D	3.866	235.465	D	9.068
Sr	407.771	R	.0140	421.552	R	.0219	216.596	C	.3564
Ta	226.030	D	1.085	240.063	D	1.920	264.511	CL	.7812
Tb	350.917	C	.2168	384.873	D	2.432	362.635	D	2.834
Tc	214.375	D	1.373	238.325	E	.51.70	238.576	D	8.998
Tl	283.730	D	2.429	283.232	D	3.890	274.716	D	2.599
Ti	534.941	C	.1570	336.121	C	.2174	337.280	C	.1797
Tl	190.884	D	3.287	276.787	D	3.501	351.924	D	2.969
Tm	513.126	C	.2304	346.820	C	.3456	384.802	C	.4224
U	385.958	F	13.36	367.007	E	19.70	263.553	E	31.18
V	311.071	C	.5511	291.403	C	.1406	290.882	C	.1467
W	220.448	D	2.100	207.911	R	.0890	209.860	D	2.964
Y	371.029	C	.1536	324.228	C	.1920	360.073	C	.2199
Yb	328.937	B	.0755	369.420	CL	.0374	289.138	BL	.0267.
Zn	213.958	C	.1323	202.551	C	.2705	206.191	C	.3600
Zr	343.823	C	.2899	339.198	C	.3140	349.621	C	.1662



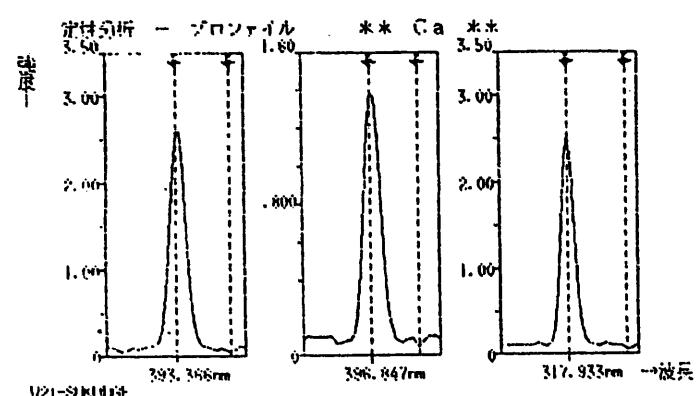




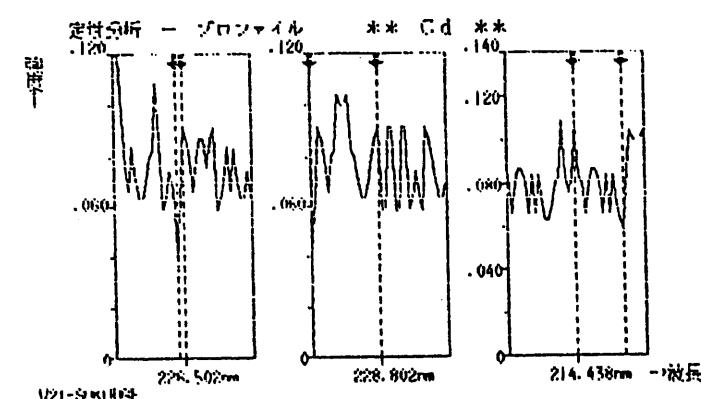
1997年 8月29日 15時 1分38秒



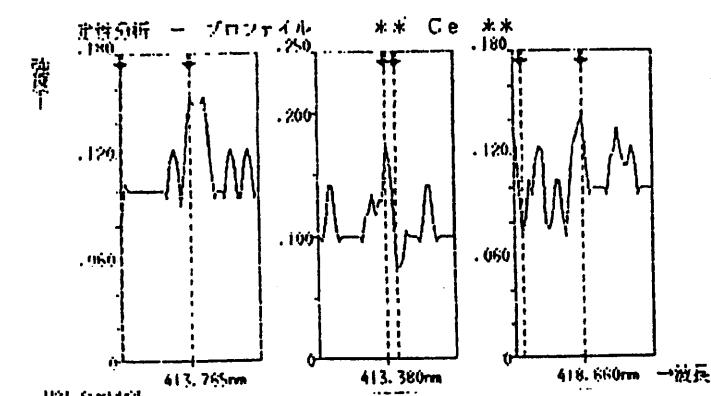
1997年 8月29日 15時 1分38秒

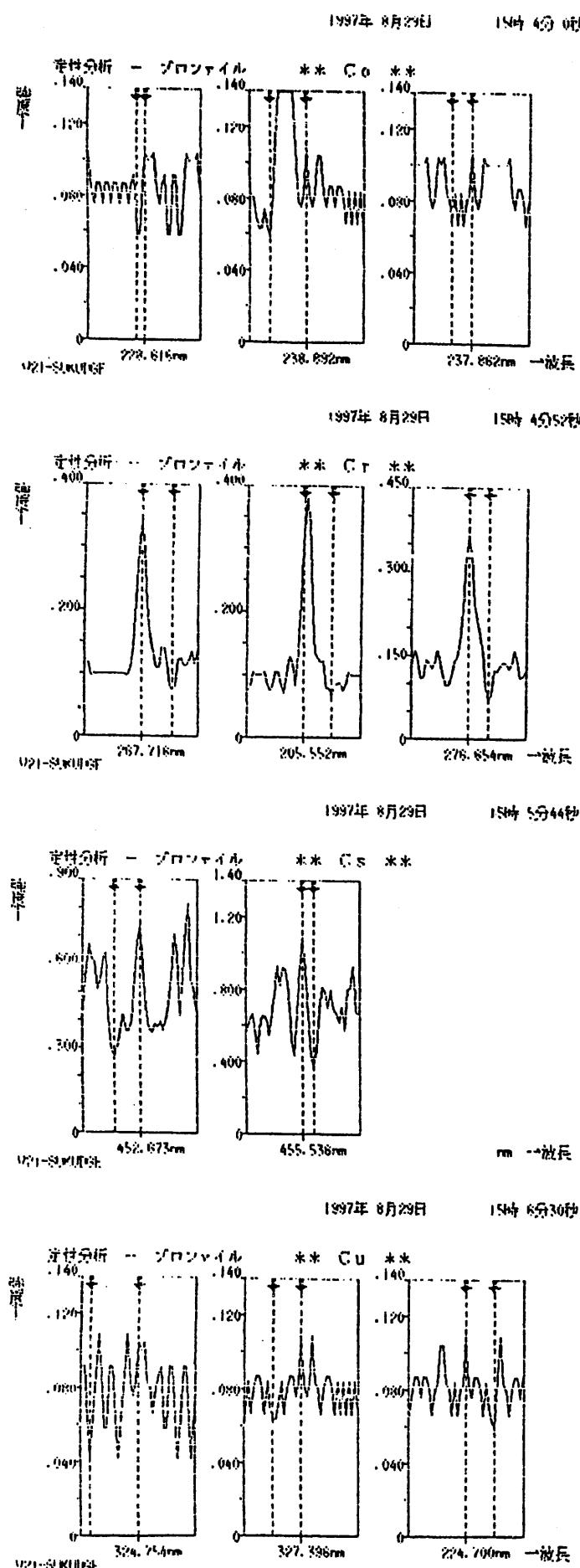


1997年 8月29日 15時 25分09秒

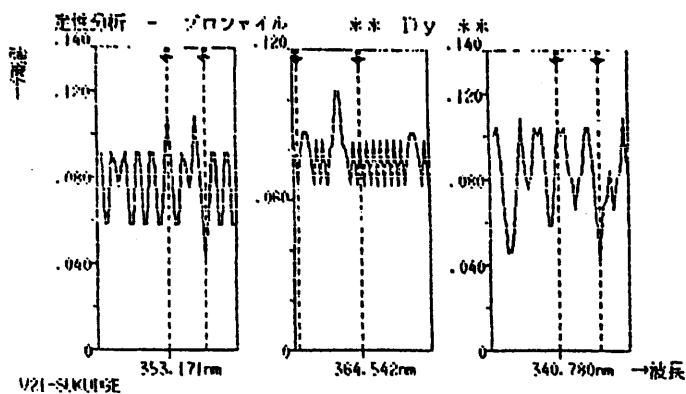


1997年 8月29日 15時 3分10秒

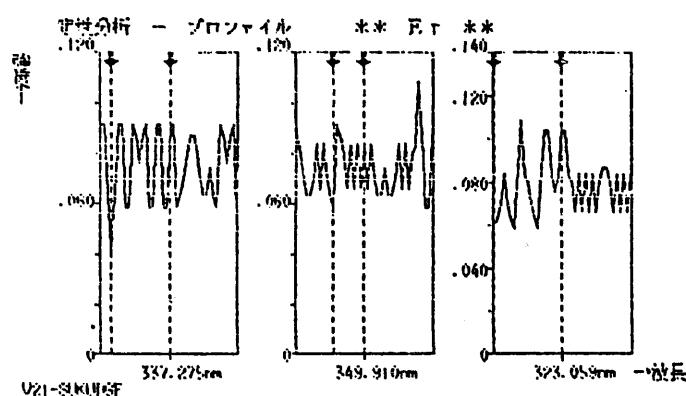




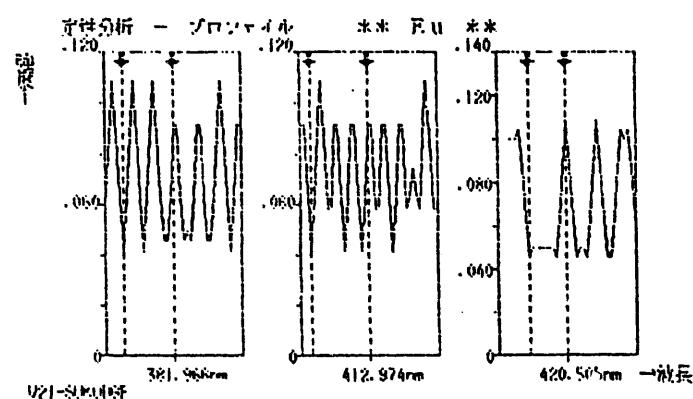
1997年 8月29日 15時 02分16秒



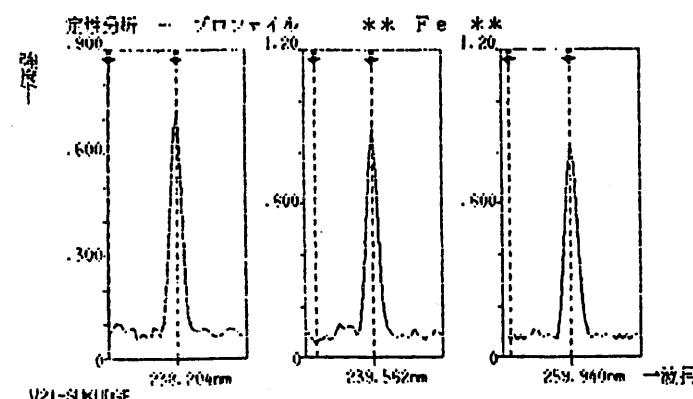
1997年 8月29日 15時 05分 7秒



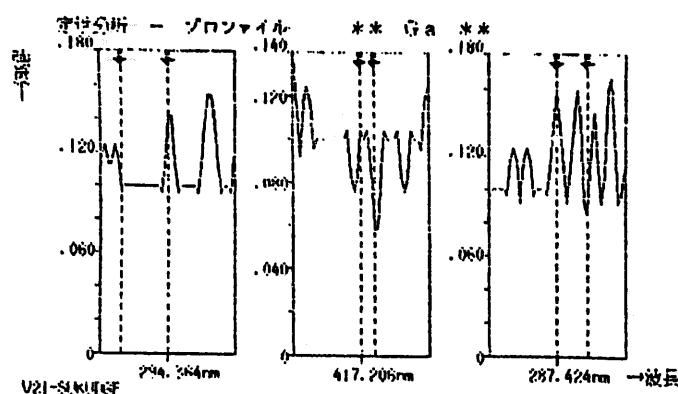
1997年 8月29日 15時 05分 09秒



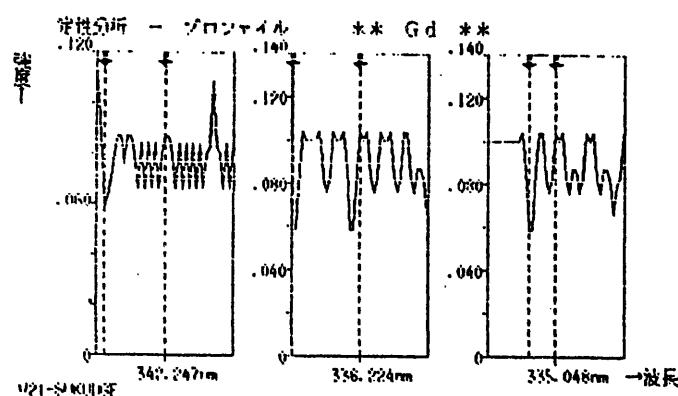
1997年 8月29日 15時 05分 34秒



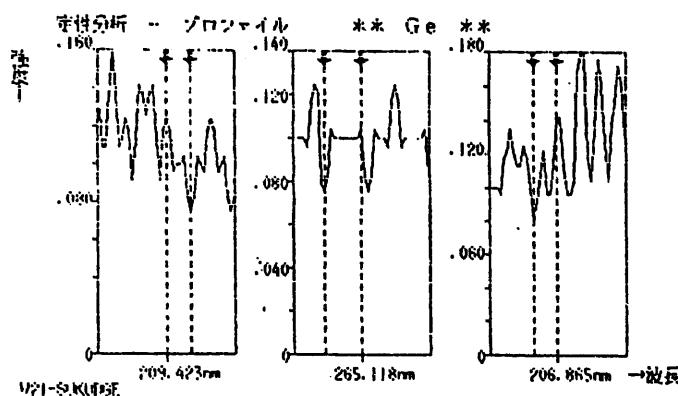
1997年 8月29日 15時10分43秒



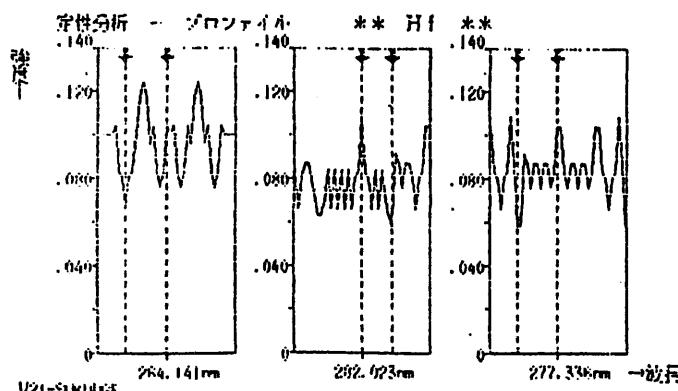
1997年 8月29日 15時11分37秒



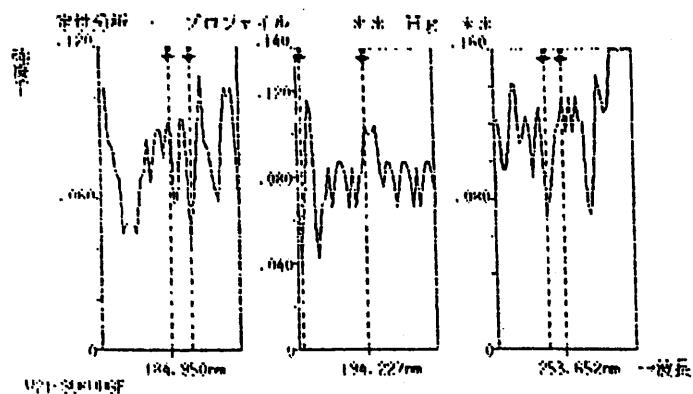
1997年 8月29日 15時12分28秒



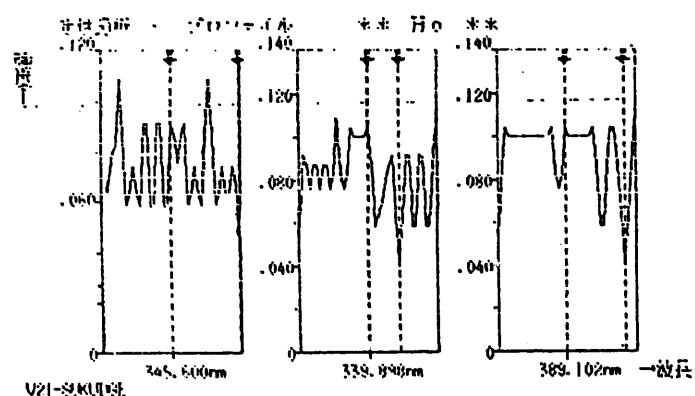
1997年 8月29日 15時13分20秒



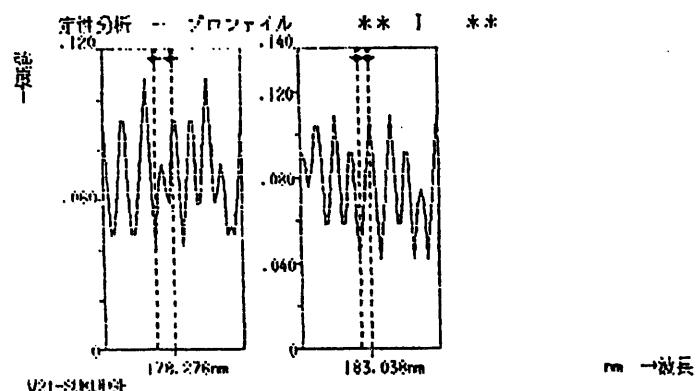
1997年 8月29日 19時14分40秒



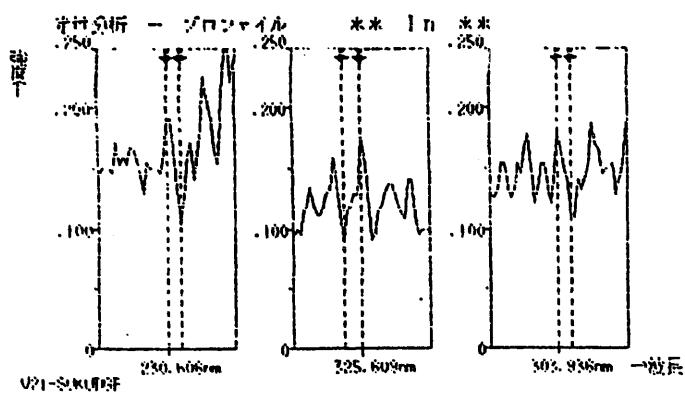
1997年 8月29日 19時15分35秒



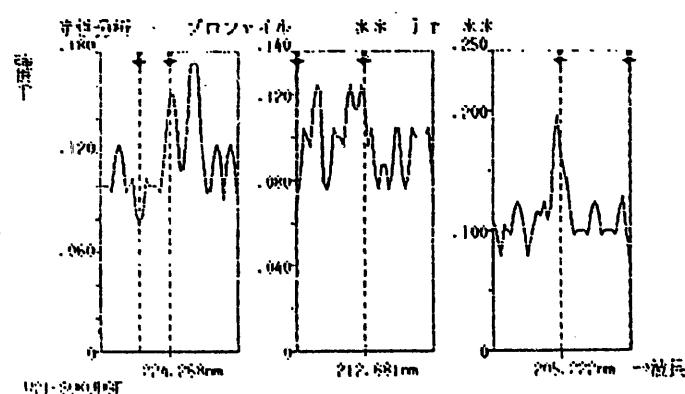
1997年 8月29日 19時16分25秒



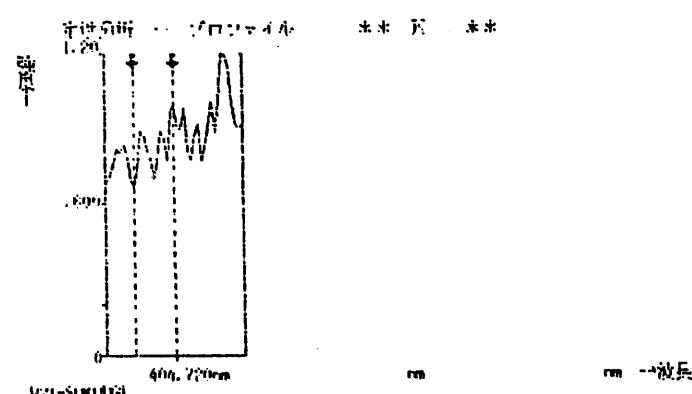
1997年 8月29日 15時19分11秒



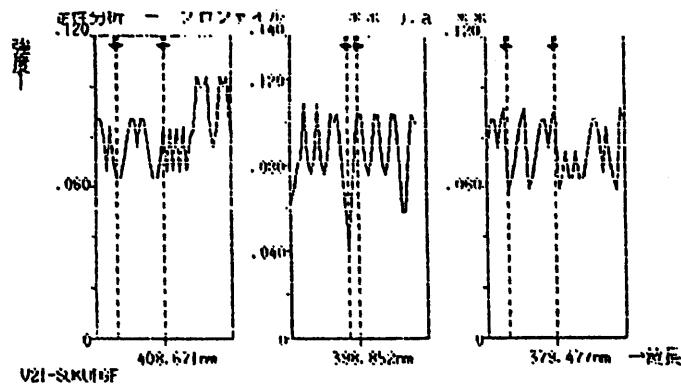
1997年 8月29日 15時19分33秒



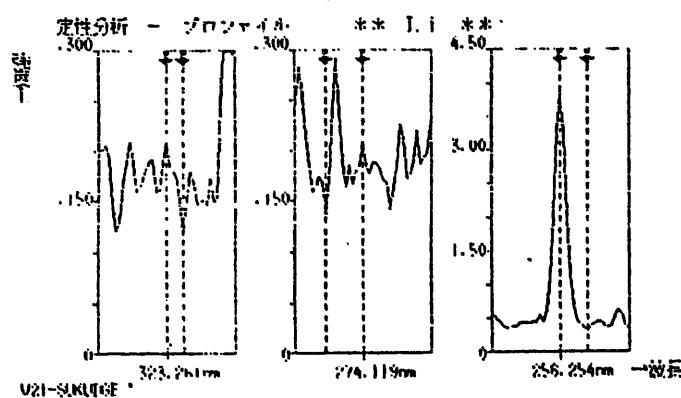
1997年 8月29日 15時19分36秒



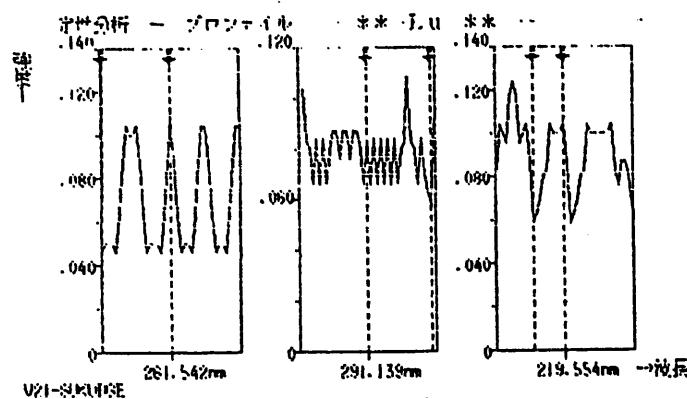
1997年 8月29日 15時21分10秒



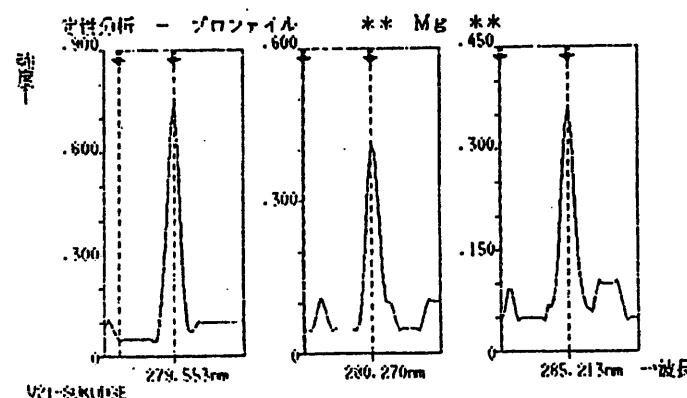
1997年 8月29日 15時26分52秒

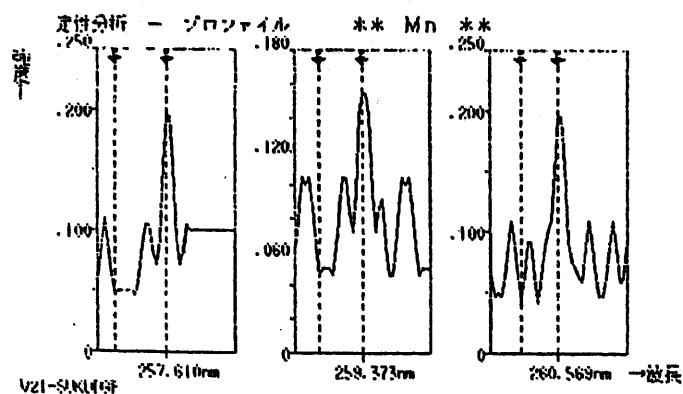


1997年 8月29日 15時27分43秒

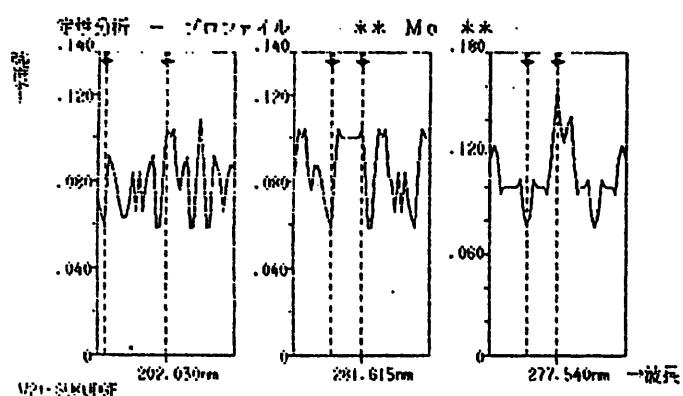


1997年 8月29日 15時28分33秒

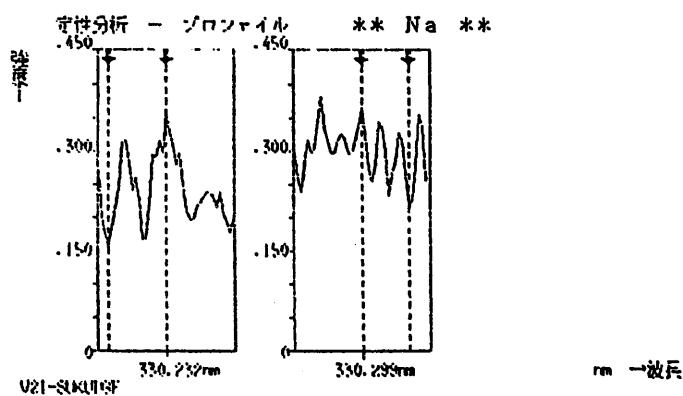




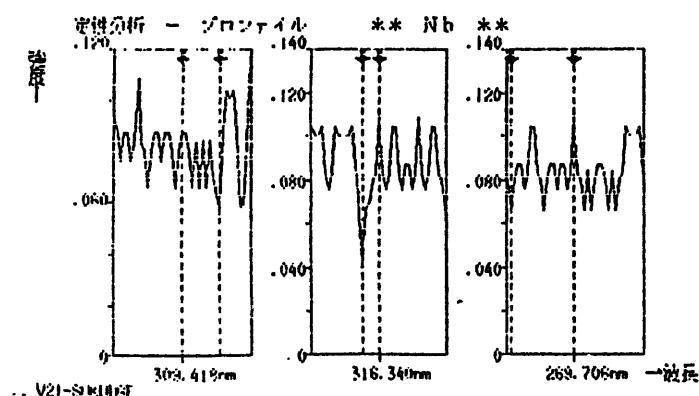
1997年 8月29日 15時30分14秒

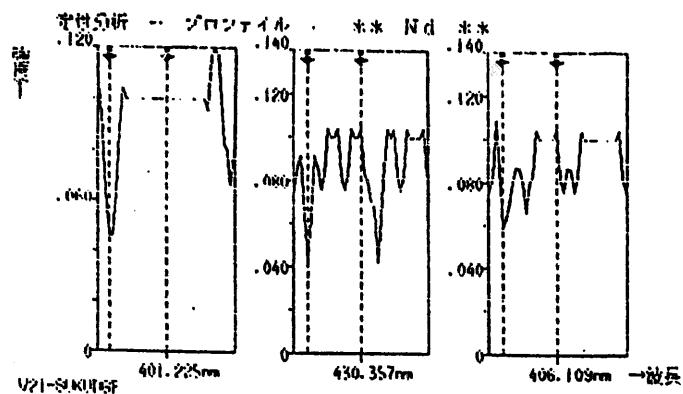


1997年 8月29日 15時31分 56秒

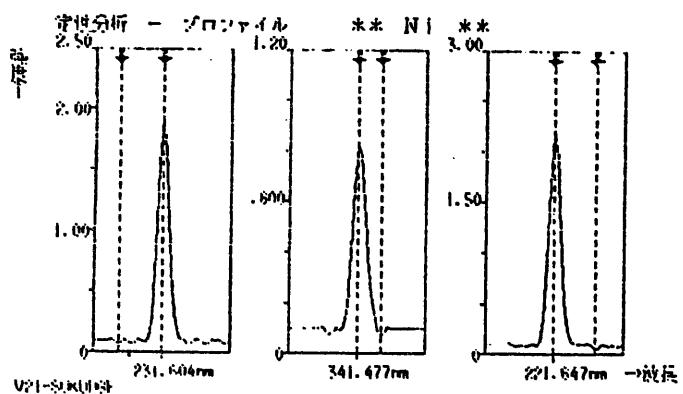


1997年 8月29日 15時31分56秒

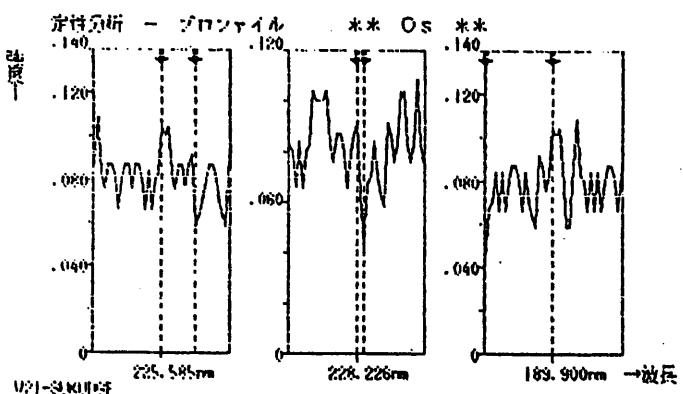




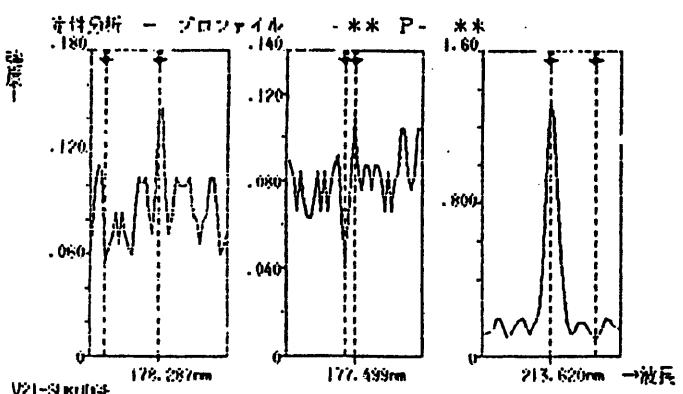
1997年 8月29日 15時33分27秒

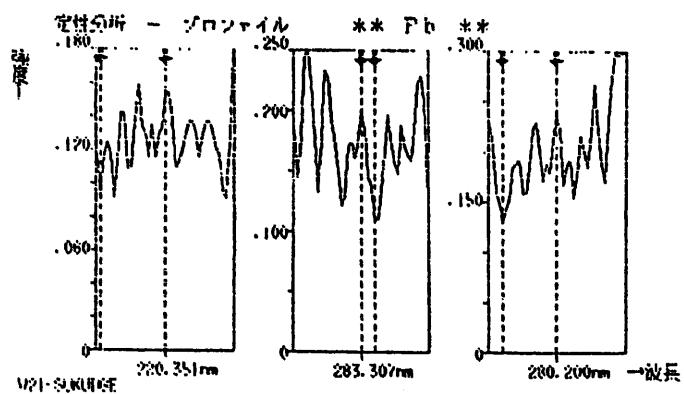


1997年 8月29日 15時34分18秒

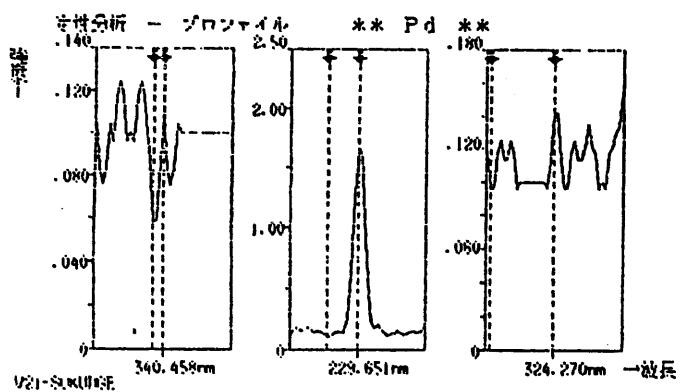


1997年 8月29日 15時35分14秒

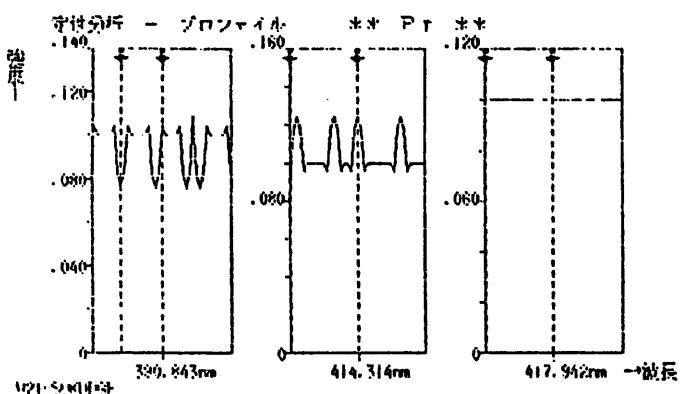




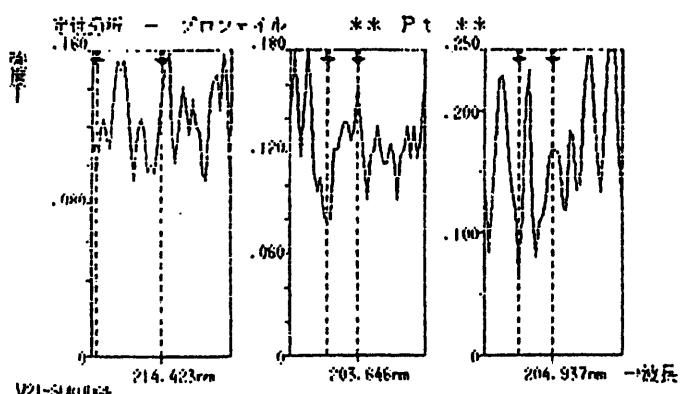
1997年 8月29日 15時37分 1秒



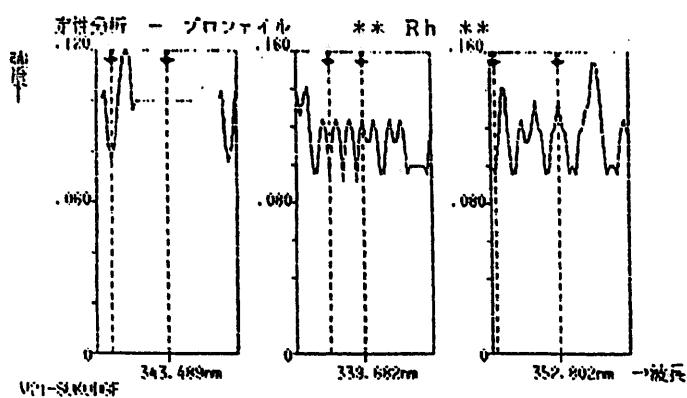
1997年 8月29日 15時37分54秒



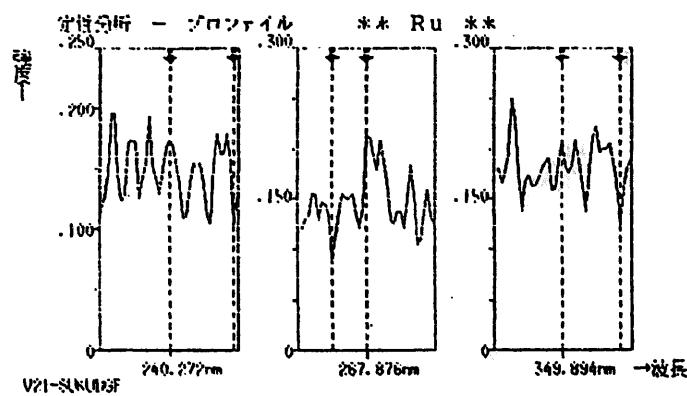
1997年 8月29日 15時39分33秒



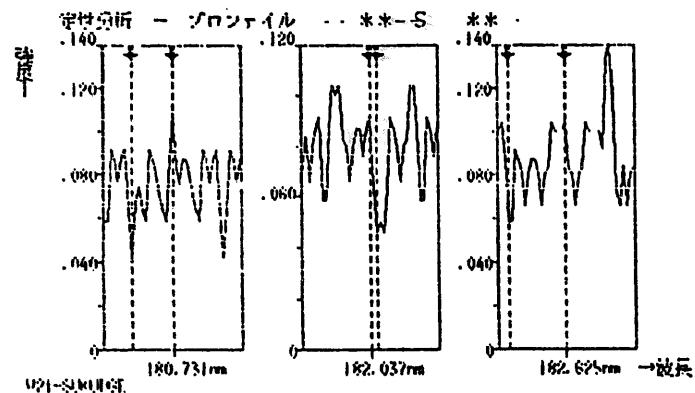
1997年 8月29日 15時41分44秒



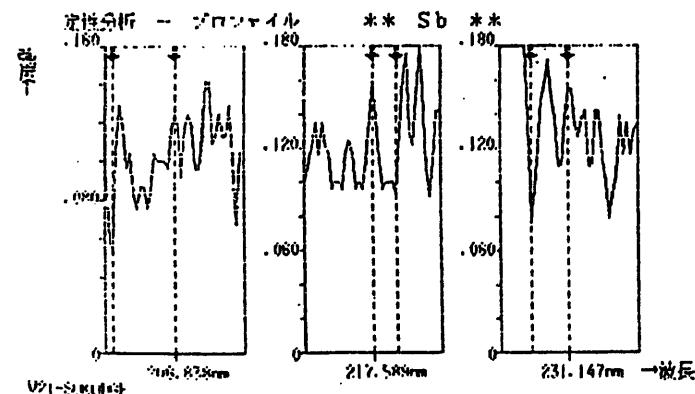
1997年 8月29日 15時42分35秒

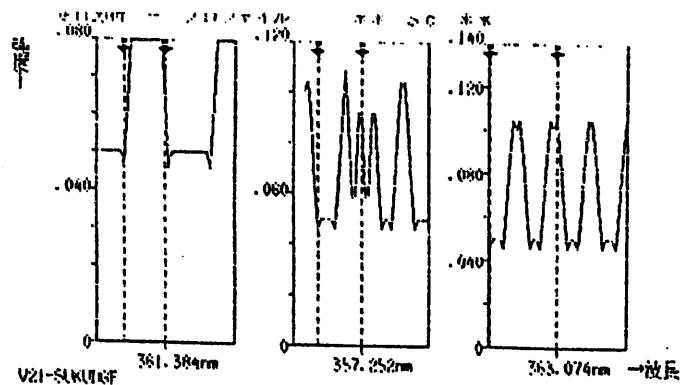


1997年 8月29日 15時43分25秒

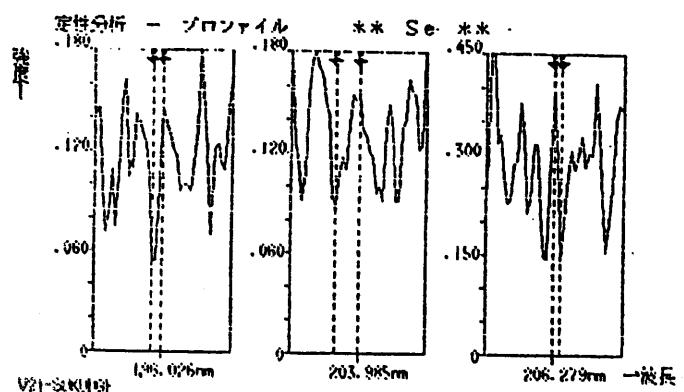


1997年 8月29日 15時44分16秒

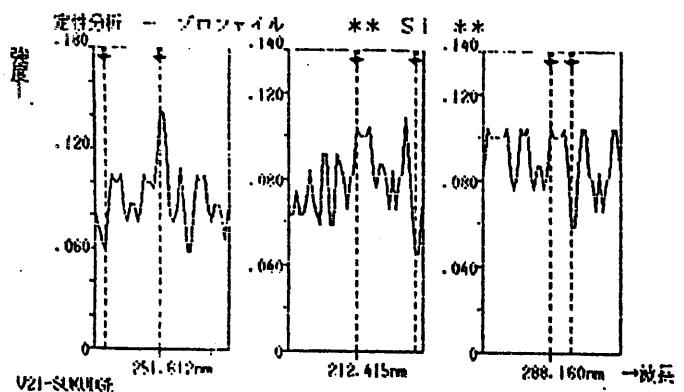




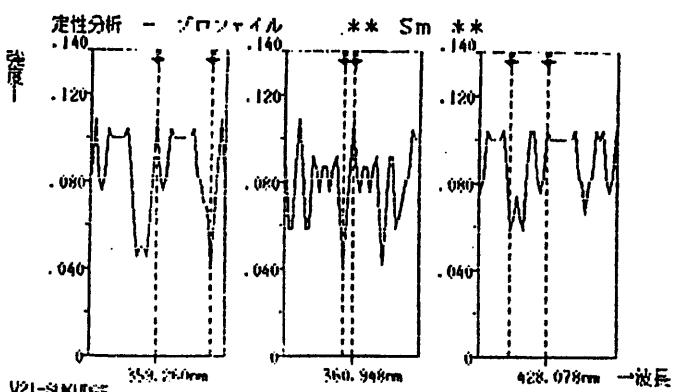
1997年 8月29日 15時46分 9秒

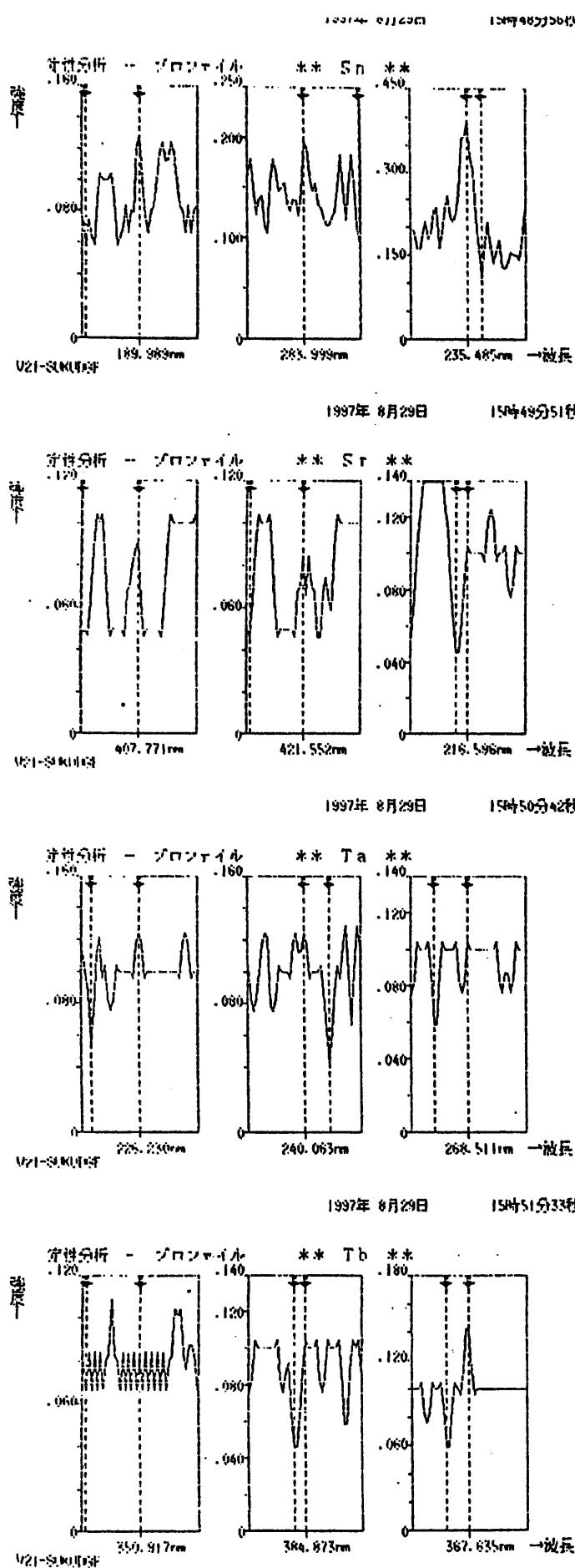


1997年 8月29日 15時46分59秒

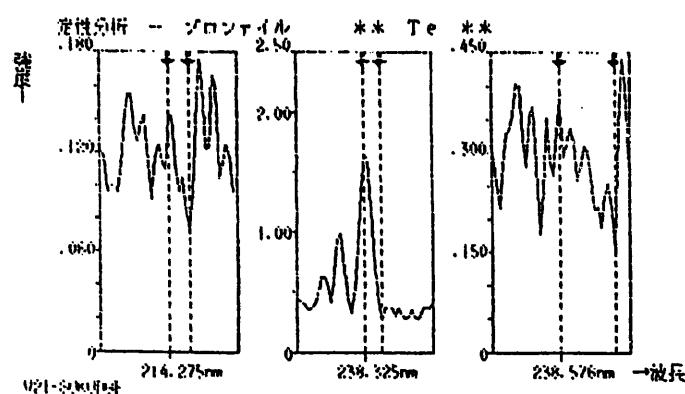


1997年 8月29日 15時47分50秒

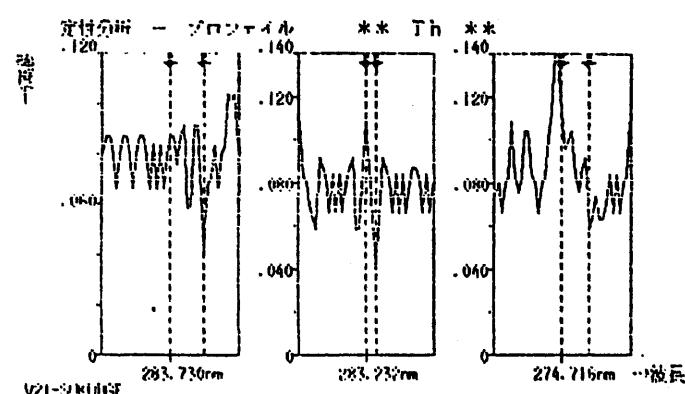




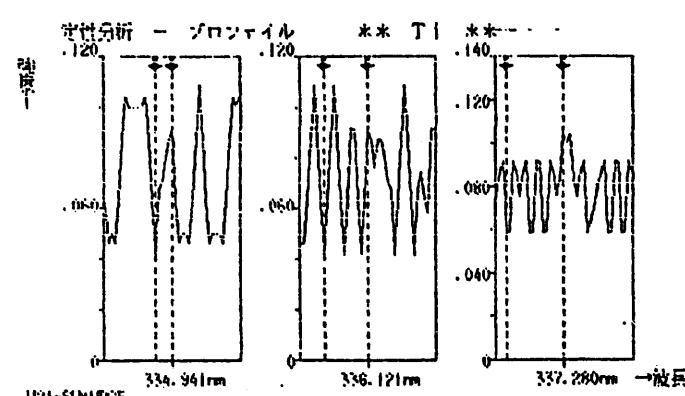
1997年 8月29日 15時52分23秒



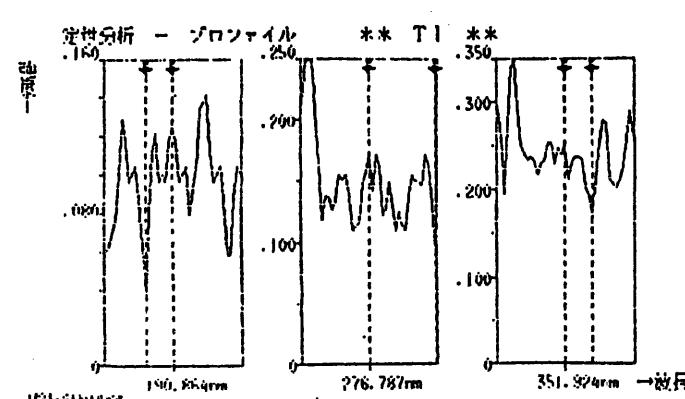
1997年 8月29日 15時53分13秒

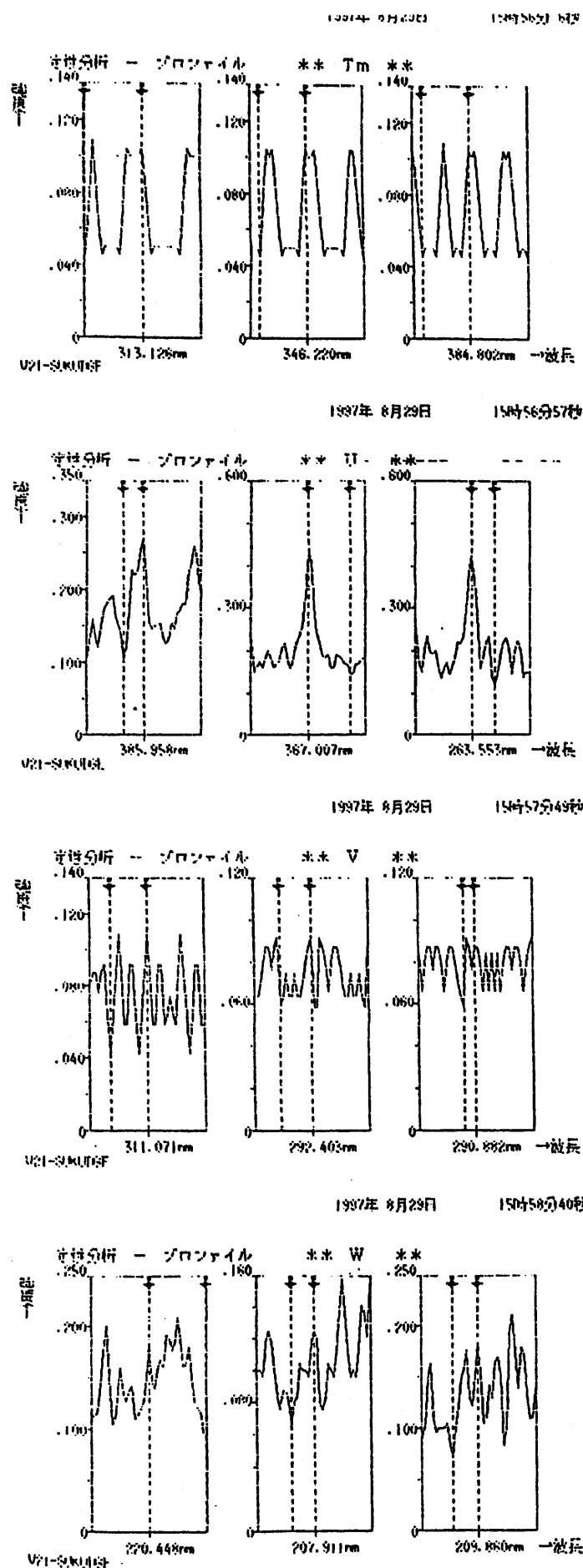


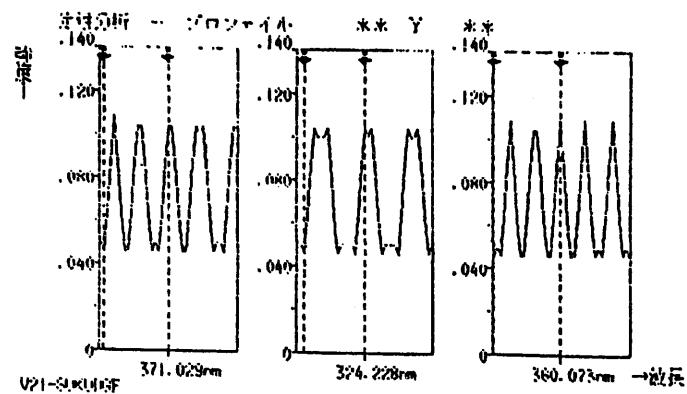
1997年 8月29日 15時54分45秒



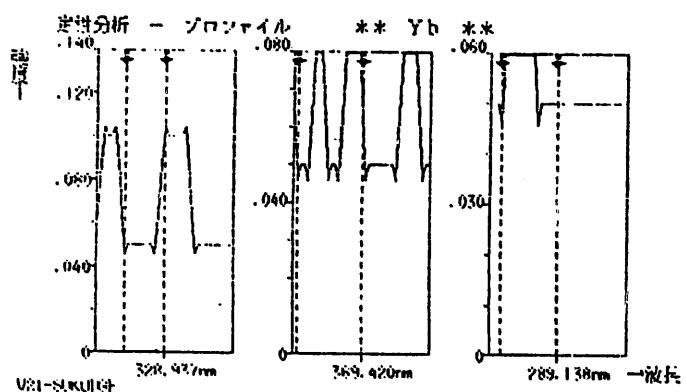
1997年 8月29日 15時55分16秒



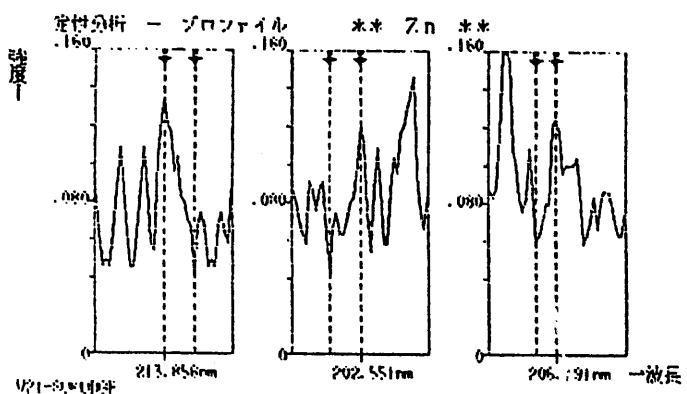




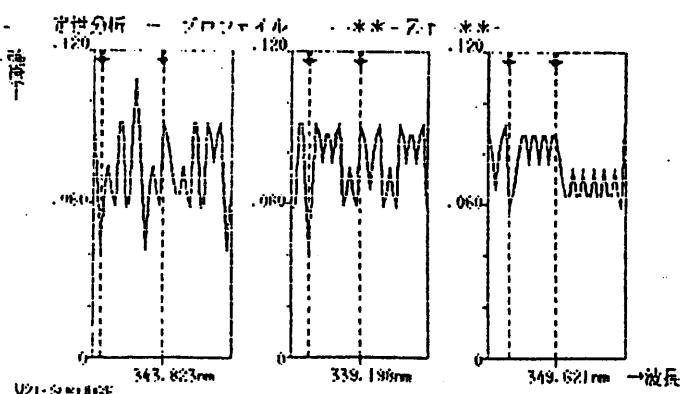
1997年 8月29日 16時 0分22秒



1997年 8月29日 16時 1分41秒



1997年 8月29日 16時 2分33秒

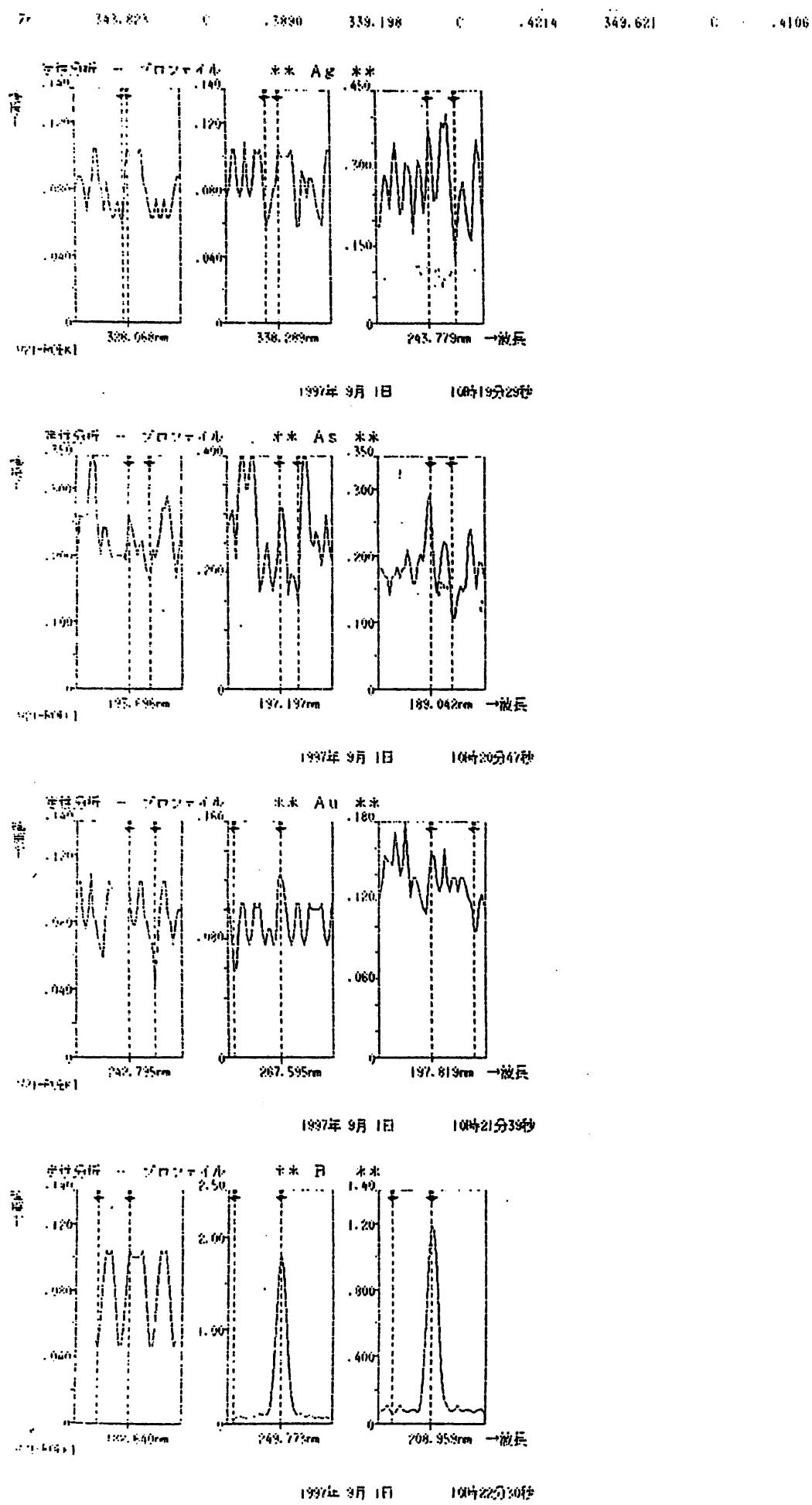


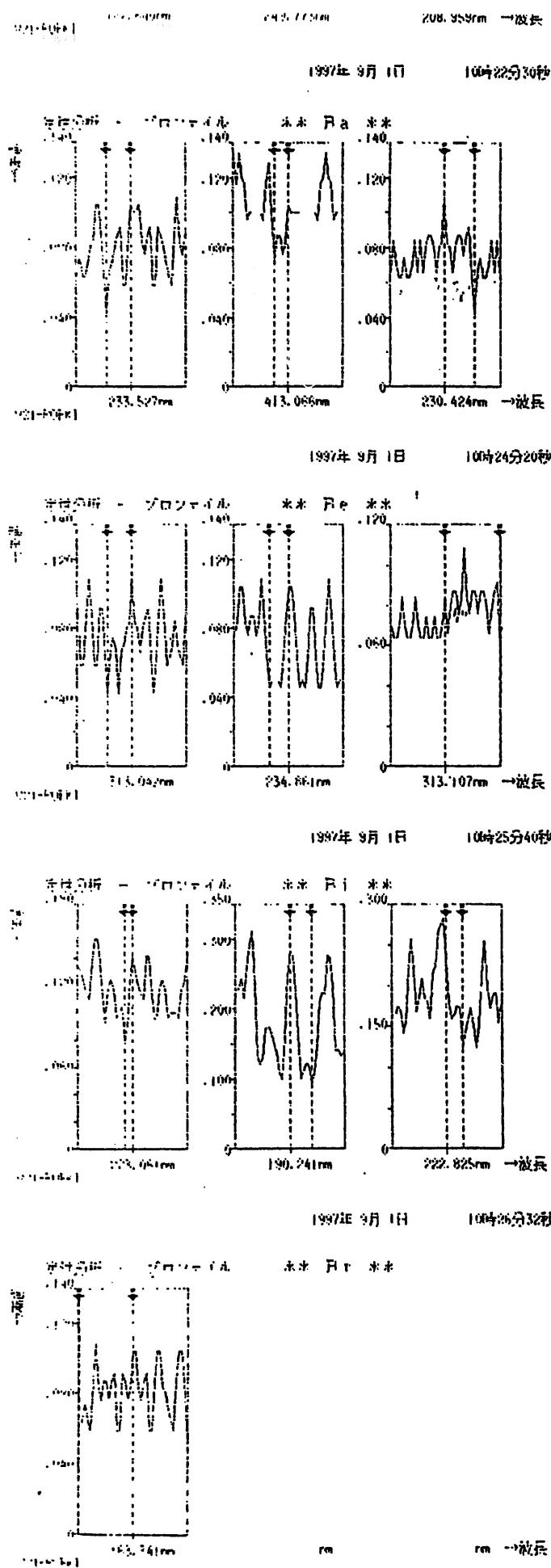
1997年 8月29日 16時 3分24秒

補足資料一 3

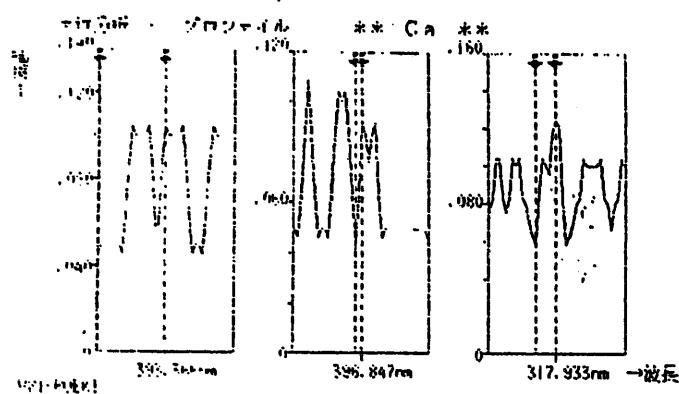
V21ろ液中の金属成分分析データ

*** 定性分析 水素水							1997年 9月 1日	10時16分43秒
波長 : 700~900 nm, 910~800 nm, 1~200 nm, 1~100 nm, E~100~700 nm, F~1000~700 nm (nm)							ppm	ppm
元素	波長 1 nm	波長 2 nm	波長 3 nm	波長 4 nm	波長 5 nm	波長 6 nm	波長 7 nm	波長 8 nm
Si	398.668	C	.2031	398.289	C	.7359	245.779	B
Al	398.155	C	.8245	394.403	D	1.389	187.079	B
Ca	193.630	D	1.151	197.197	D	2.930	193.042	D
Mg	262.795	C	.8950	267.595	D	1.123	197.819	C
Na	193.530	C	.2432	249.773	D	6.849	208.959	D
K	226.527	C	.2124	413.068	C	.5053	230.424	C
Cl	212.042	B	.0166	234.881	B	.0128	313.107	B
S	225.961	C	.9615	190.241	F	20.94	222.825	D
P	193.531	E	.48.87					2.383
S	203.574	D	.0072	396.847	B	.0205	317.933	C
Cl	206.505	C	.1683	228.802	C	.1099	214.438	B
Ca	412.765	D	1.132	413.380	D	1.089	418.580	D
Mg	212.116	C	.1297	238.892	C	.2000	237.862	C
Na	192.716	D	1.287	205.552	D	1.030	276.854	D
K	226.877	C	.2984	455.536	G	.5505		1.631
P	349.754	C	.2174	327.396	C	.1564	224.700	C
S	212.171	C	.3986	364.542	C	.0979	310.780	C
Cl	337.275	C	.4106	349.910	D	.0084	325.059	C
Ca	421.564	C	.1380	412.874	C	.2269	420.505	C
Mg	228.204	C	.3058	239.562	C	.7193	259.940	C
Na	192.466	D	1.219	417.206	D	1.719	281.424	D
K	242.747	C	.2347	336.224	C	.5234	335.048	C
Cl	212.522	D	.8831	265.113	D	.2701	266.865	D
Ca	284.141	C	.9557	282.023	C	.3080	277.336	C
Mg	193.950	C	.1086	194.227	D	.0585	253.852	D
Na	245.106	C	.2415	339.898	C	.3129	309.102	C
K	228.276	C	.8104	185.038	D	5.906		
Cl	276.606	D	1.781	325.609	D	2.969	304.858	D
Ca	229.299	D	1.387	212.681	D	1.002	295.222	D
Mg	194.720	C	.6214					
Na	405.571	C	.1613	398.852	C	.4469	379.477	C
Cl	223.261	E	.51.15	274.119	E	50.51	256.354	F
Ca	261.542	B	.0422	291.139	C	.1021	219.554	C
Mg	229.553	D	.0065	280.270	B	.0128	285.215	C
Na	262.119	B	.0160	259.373	B	.0004	260.569	C
Cl	202.040	C	.2109	281.615	C	.3750	271.549	C
Ca	320.152	B	.9950	330.299	G	.12584		
Mg	263.519	D	.7511	316.340	D	2.120	289.706	D
Na	401.225	C	.9962	430.357	D	4.052	406.109	D
Cl	224.596	C	.8040	341.477	D	.5435	221.647	C
Ca	226.585	B	.0059	228.226	B	.0324	189.900	B
Mg	224.267	C	.1682	177.499	C	.1098	213.520	F
Na	226.351	D	1.529	283.307	D	3.298	280.200	D
Cl	226.658	D	2.275	229.651	D	1.689	324.270	D
Ca	226.843	D	1.837	414.314	D	1.556	417.942	D
Mg	224.152	D	.8407	203.646	D	1.638	204.337	D
Na	416.195	E	.2269					4.909
Cl	197.313	C	.3201	221.426	C	.1719	227.525	C
Ca	245.679	D	3.034	339.682	D	1.581	352.892	D
Mg	249.577	C	.7341	267.876	D	1.763	349.894	D
Na	220.731	C	.4860	182.037	C	.5385	182.825	D
Cl	208.839	C	.9675	217.589	CL	.9610	231.147	CL
Ca	261.229	B	.0453	357.252	C	.1016	383.074	B
Mg	206.070	D	.5.381	203.985	D	9.867	206.279	F
Na	211.812	D	1.028	212.415	D	1.120	288.180	D
Cl	359.260	D	1.282	360.948	D	1.582	428.070	D
Ca	129.992	C	.7747	284.399	D	3.239	235.485	D
Mg	227.771	B	.0127	421.552	DL	.0024	216.586	C
Na	224.246	C	.3679	240.063	C	.0205	288.511	D
Cl	226.917	C	.6581	384.873	CL	.0097	367.635	D
Ca	214.275	C	.7064	236.305	E	22.87	248.576	D
Mg	223.730	D	1.880	283.232	D	1.375	274.716	D
Na	224.941	C	.1584	336.121	C	.2174	337.380	C
Cl	199.884	D	2.298	278.787	D	4.000	351.924	D
Ca	215.128	C	.2500	346.220	C	.3458	346.802	C
Mg	225.958	F	10.20	367.007	E	10.58	283.553	F
Na	211.671	C	.5511	292.403	C	.4052	286.882	C
Cl	229.448	D	2.515	207.911	DL	.0641	203.960	D
Ca	221.029	C	.1450	324.298	C	.1920	366.673	C
Mg	228.837	B	.0755	369.420	C	.1280	289.138	C
Na	214.256	B	.0956	292.551	C	.2369	206.191	C
Cl	223.823	C	.2890	339.198	C	.4214	349.621	C

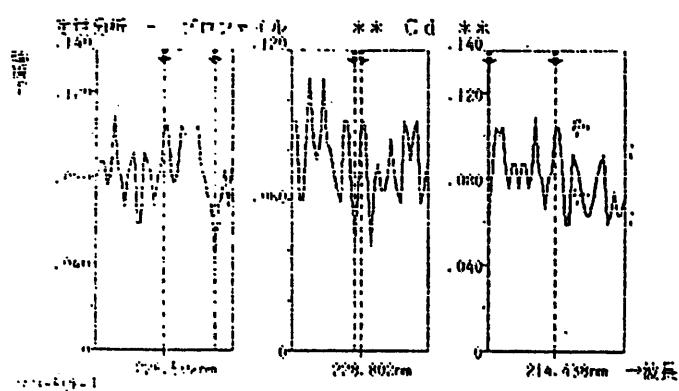




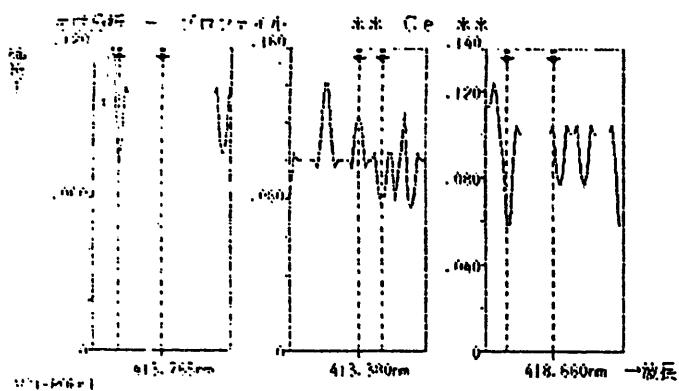
1997年 9月 1日 10時27分39秒



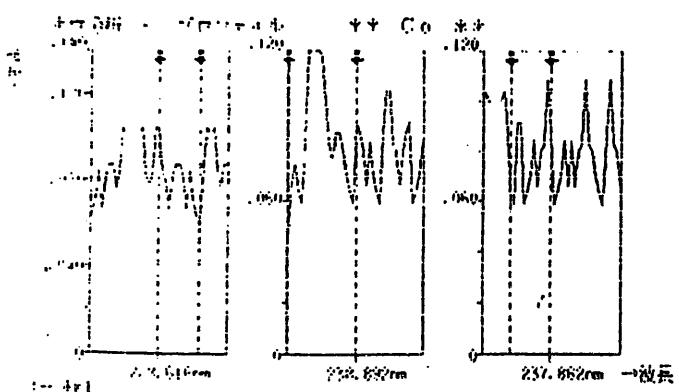
1997年 9月 1日 10時28分18秒



1997年 9月 1日 10時29分35秒

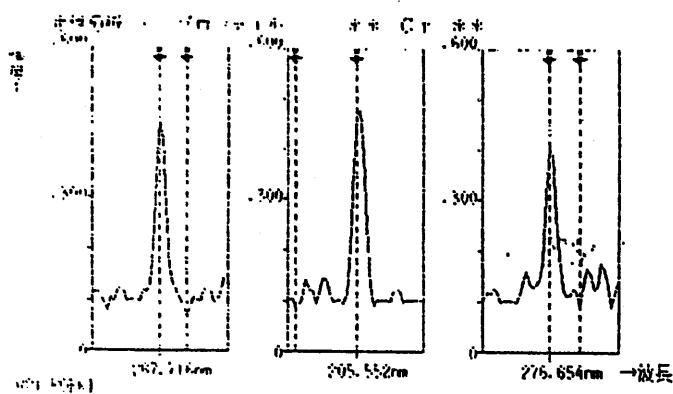


1997年 9月 1日 10時30分25秒

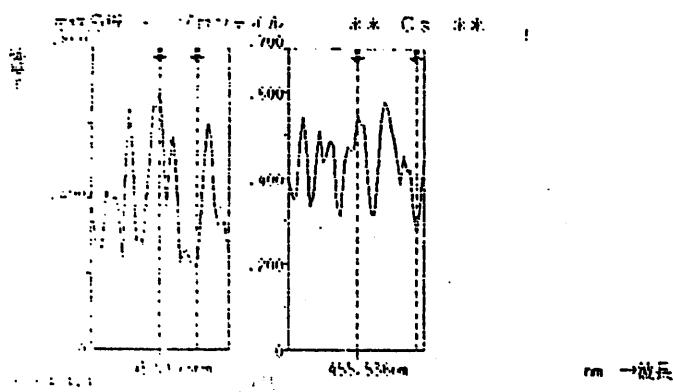


1997年 9月 1日 10時31分16秒

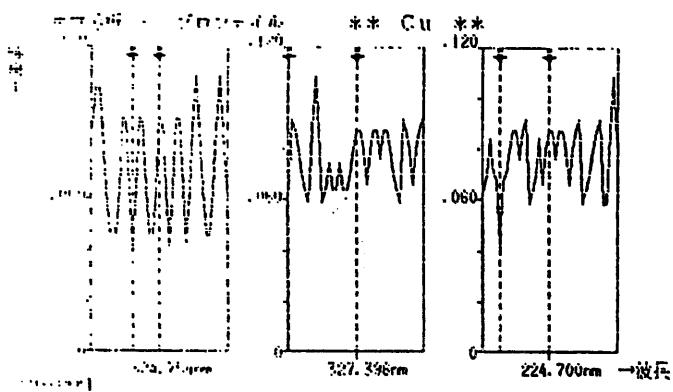
1997年 9月 1日 10時31分16秒



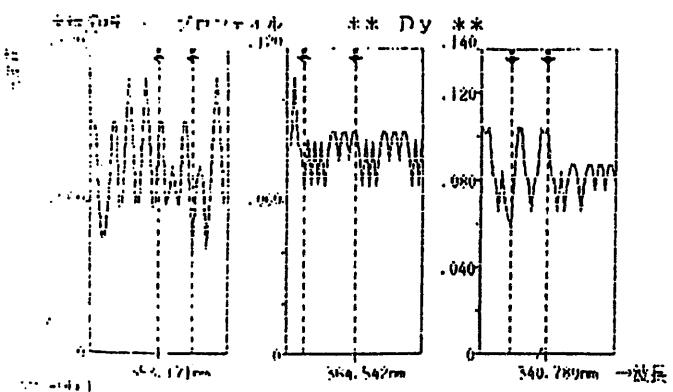
1997年 9月 1日 10時32分 7秒



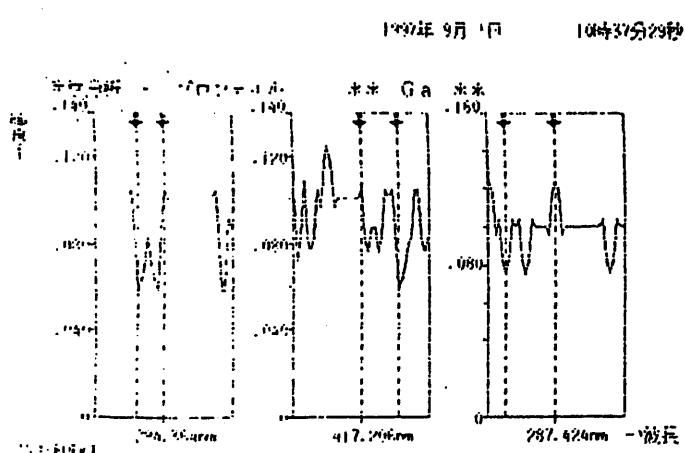
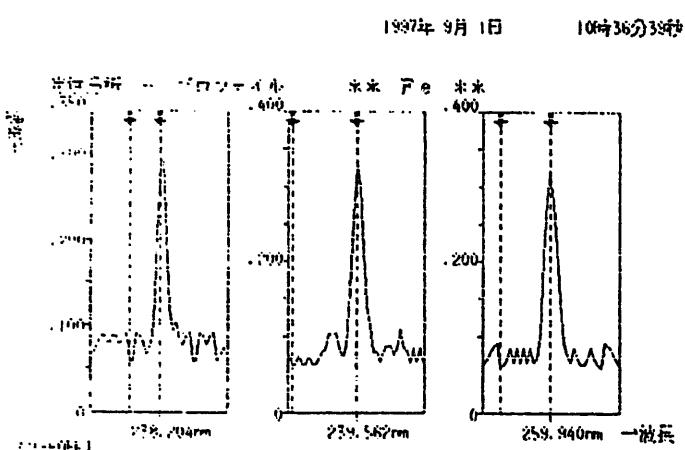
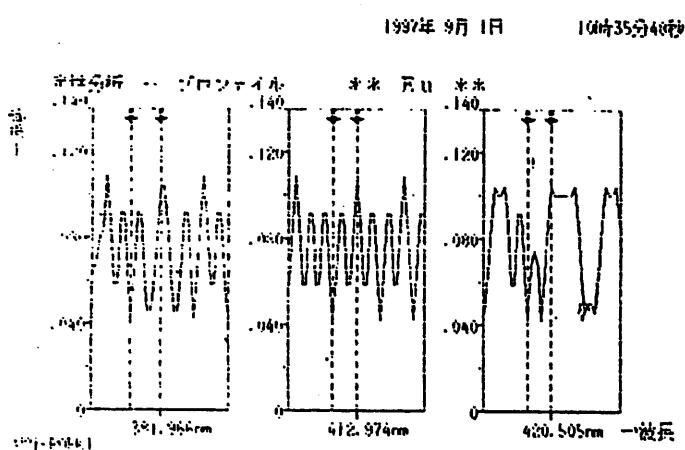
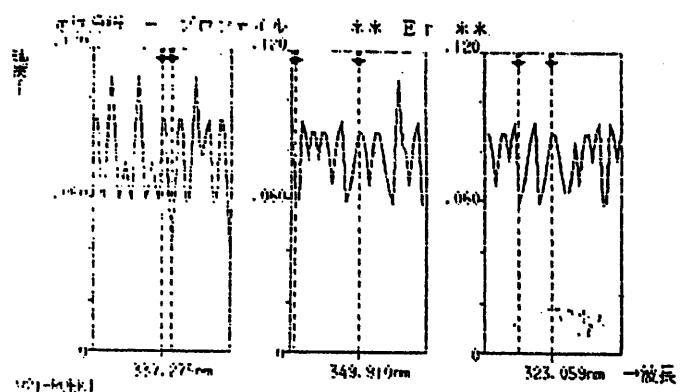
1997年 9月 1日 10時32分53秒



1997年 9月 1日 10時33分52秒

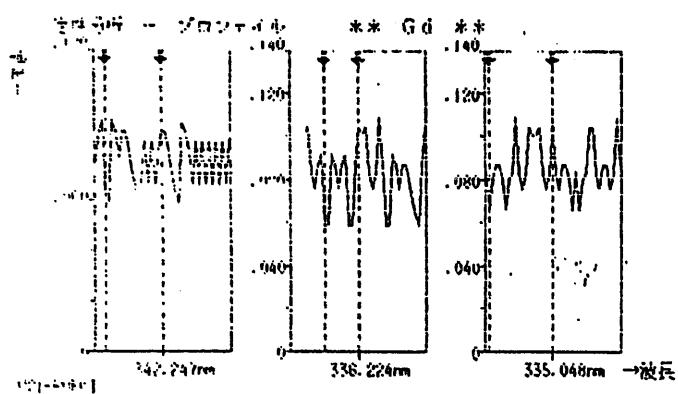


1997年 9月 1日 10時36分02秒

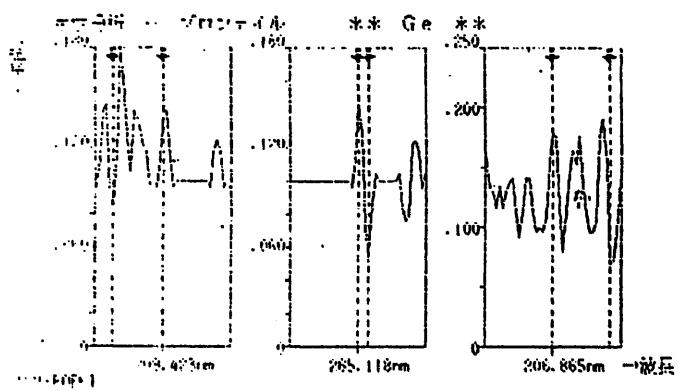


1997年9月1日 10時38分22秒

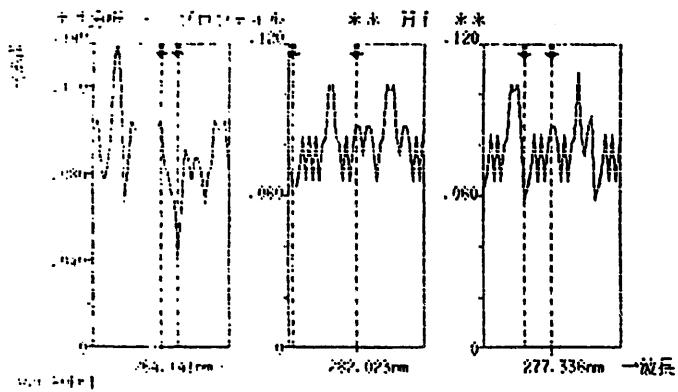
1997年9月1日 10時38分22秒



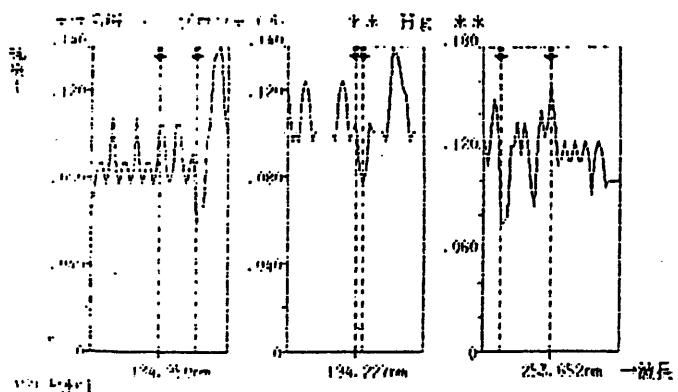
1997年9月1日 10時39分13秒

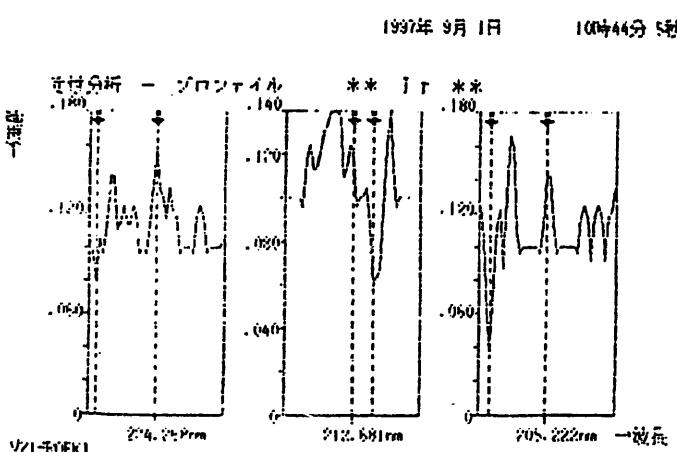
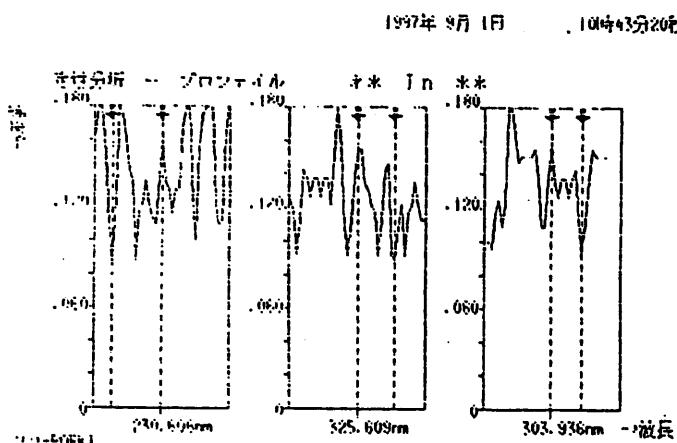
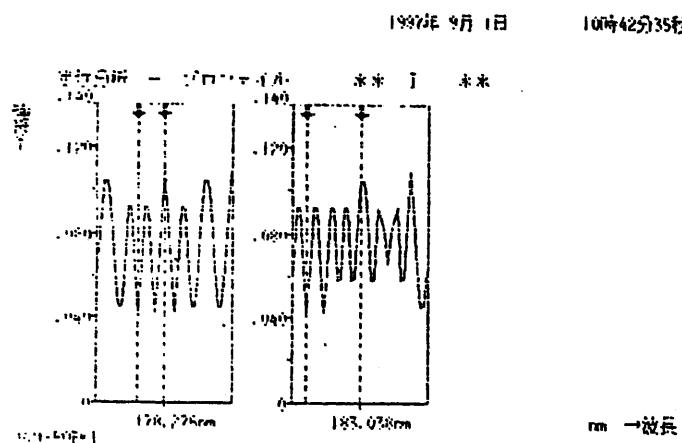
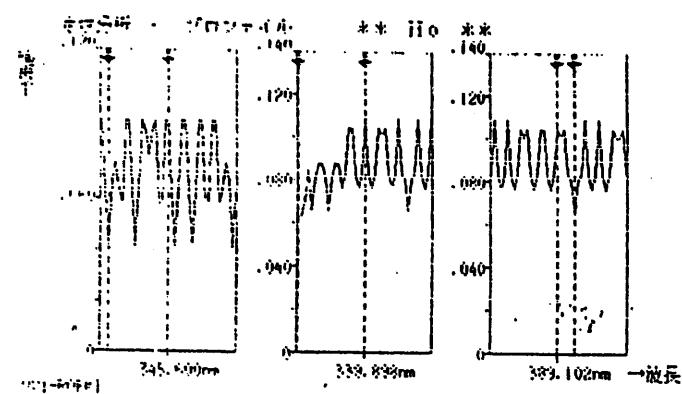


1997年9月1日 10時40分35秒

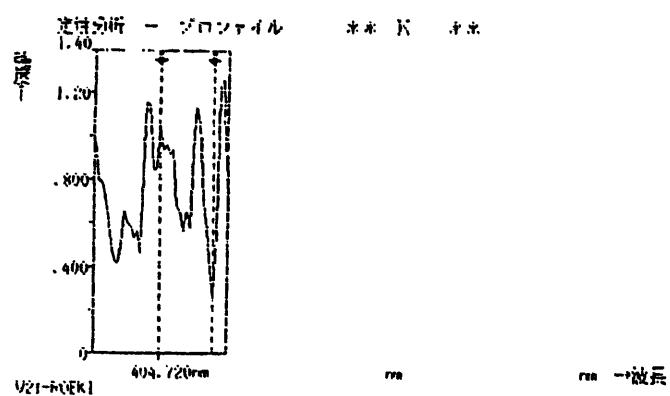


1997年9月1日 10時40分54秒

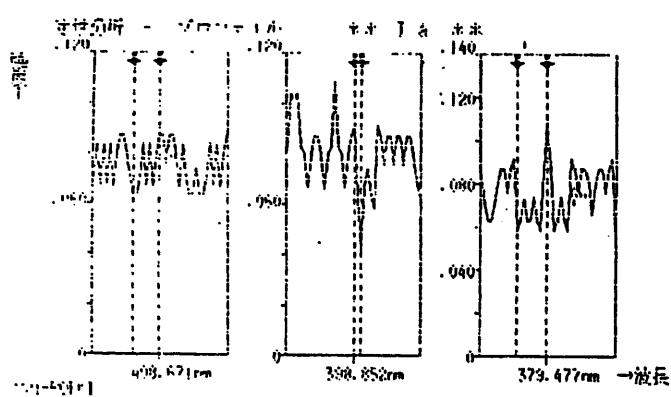




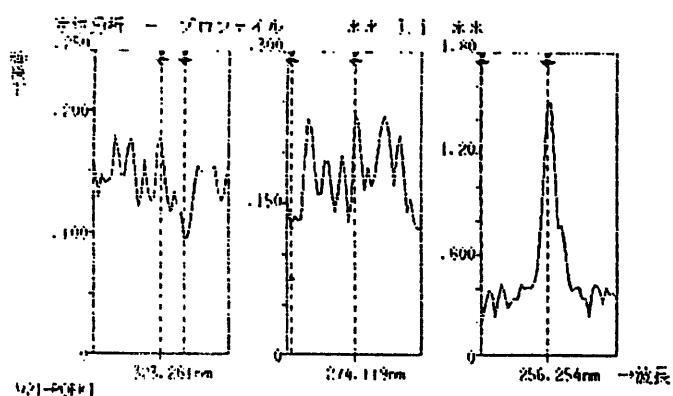
1997年 9月 1日 10時44分56秒



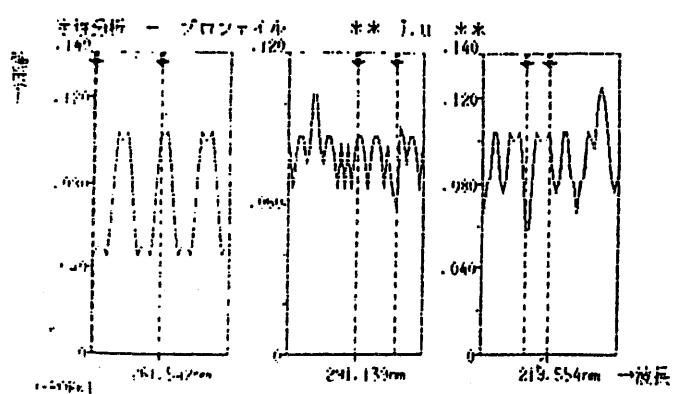
1997年 9月 1日 10時45分36秒



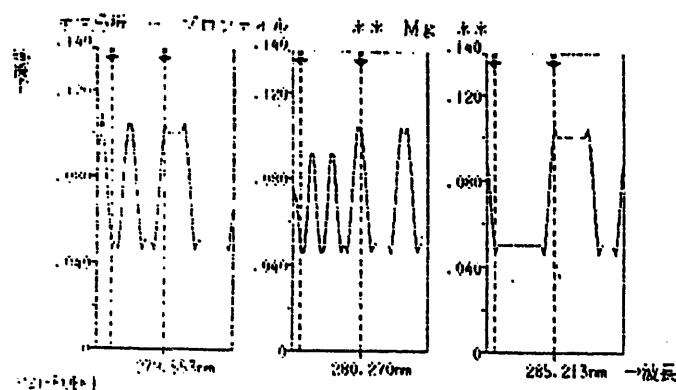
1997年 9月 1日 10時46分15秒



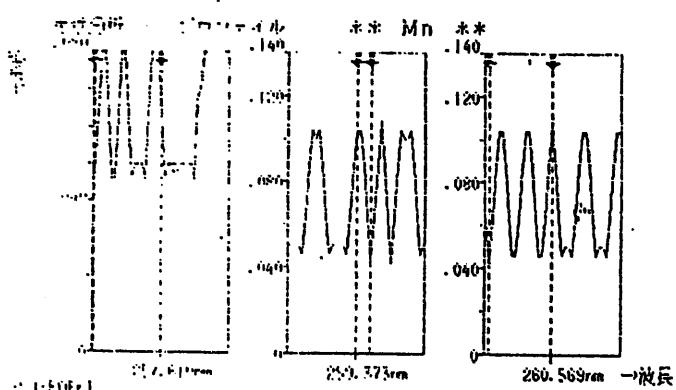
1997年 9月 1日 10時47分 6秒



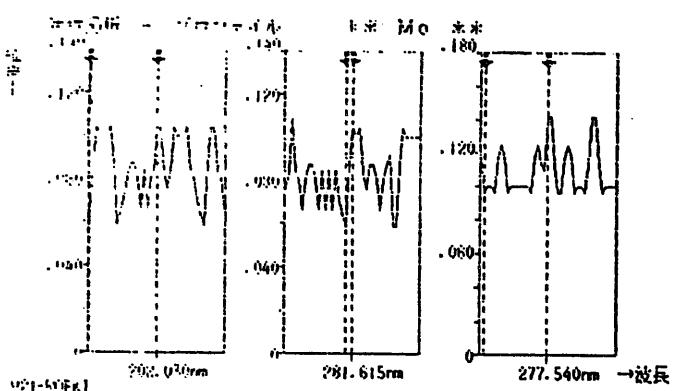
1997年 9月 1日 10時47分56秒



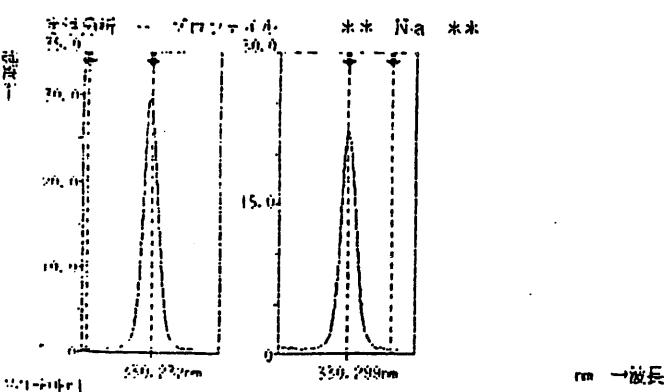
1997年 9月 1日 10時48分48秒



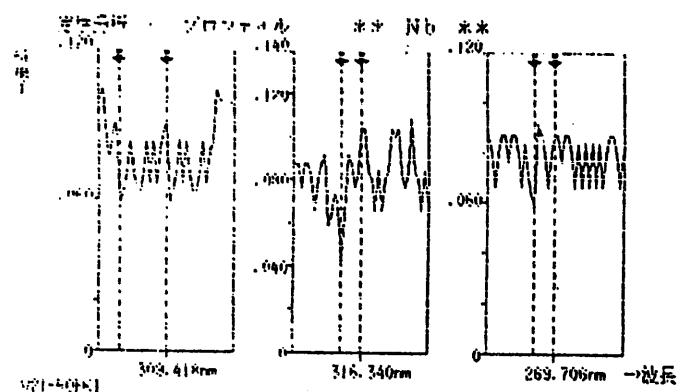
1997年 9月 1日 10時49分39秒



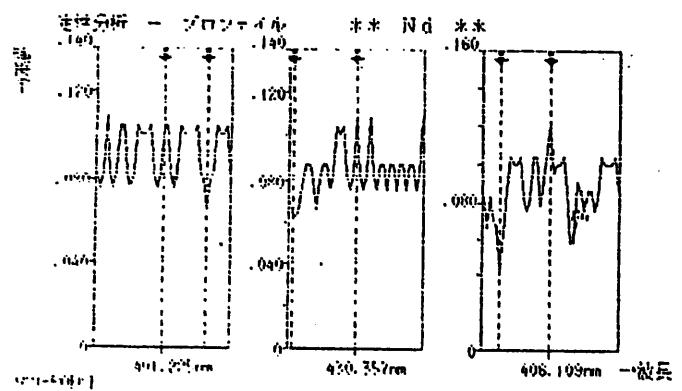
1997年 9月 1日 10時50分30秒



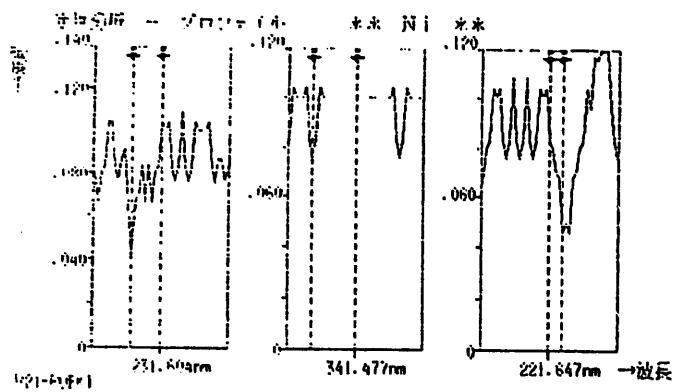
1997年9月1日 10時51分17秒



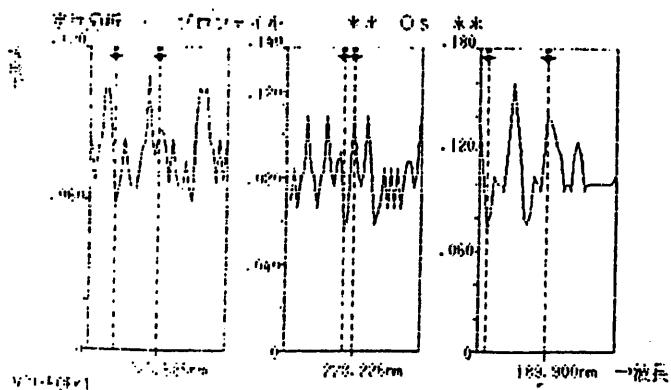
1997年9月1日 10時52分2秒



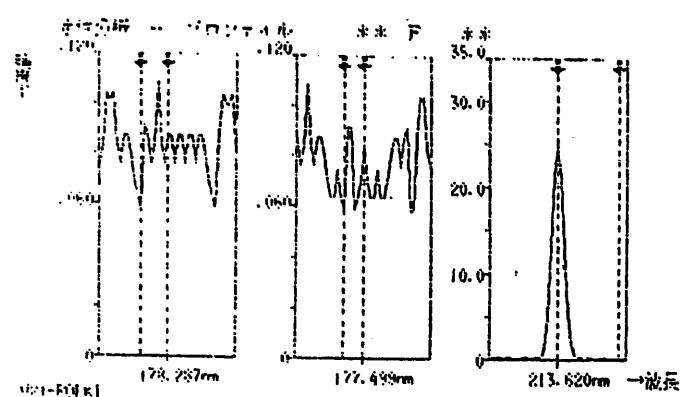
1997年9月1日 10時52分53秒



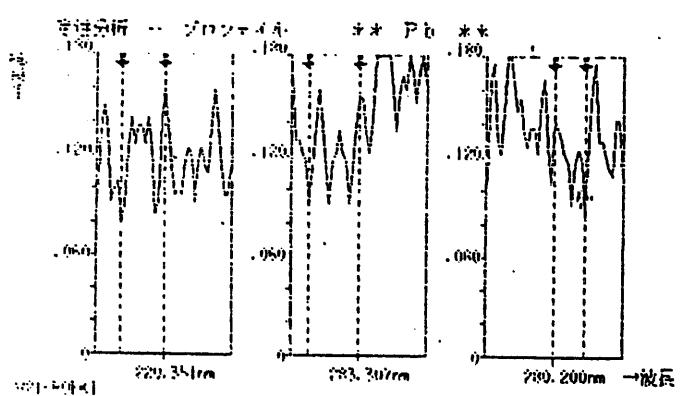
1997年9月1日 10時53分43秒



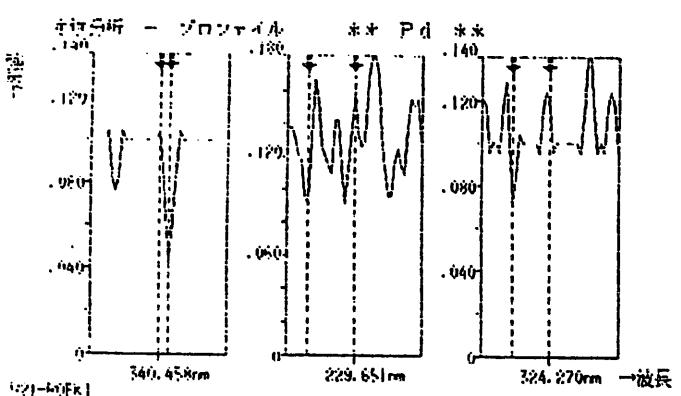
1997年 9月 1日 10時54分33秒



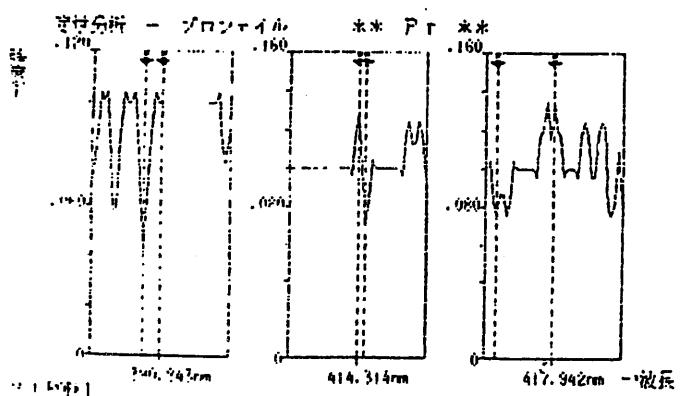
1997年 9月 1日 10時55分23秒



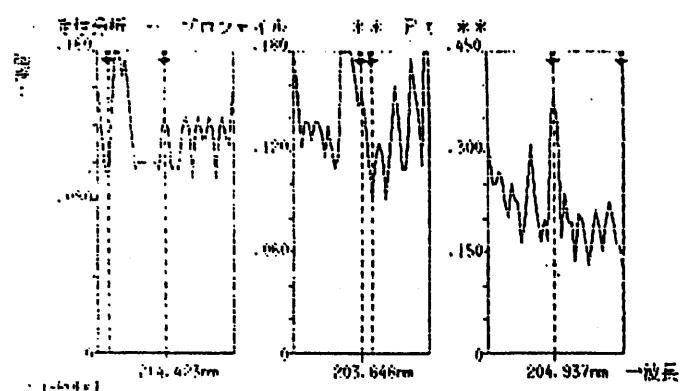
1997年 9月 1日 10時56分17秒



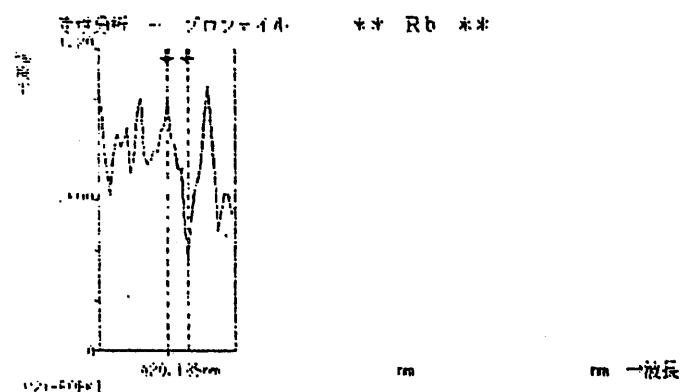
1997年 9月 1日 10時57分 8秒



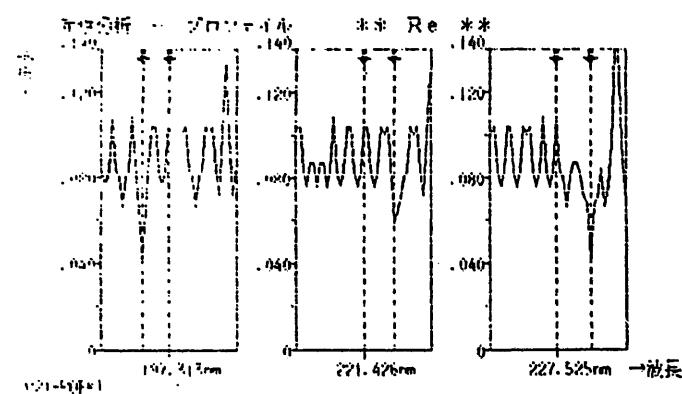
1997年 9月 1日 10時57分56秒



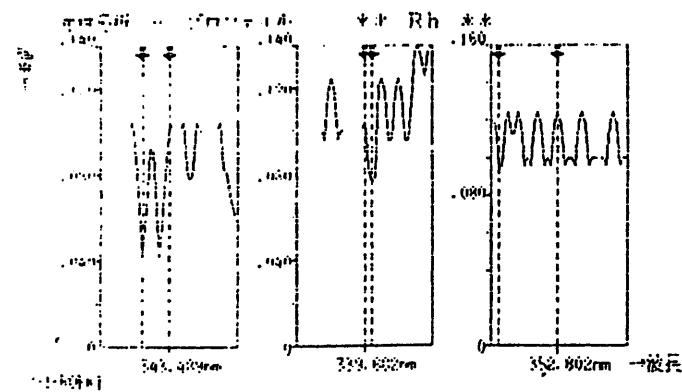
1997年 9月 1日 10時58分55秒



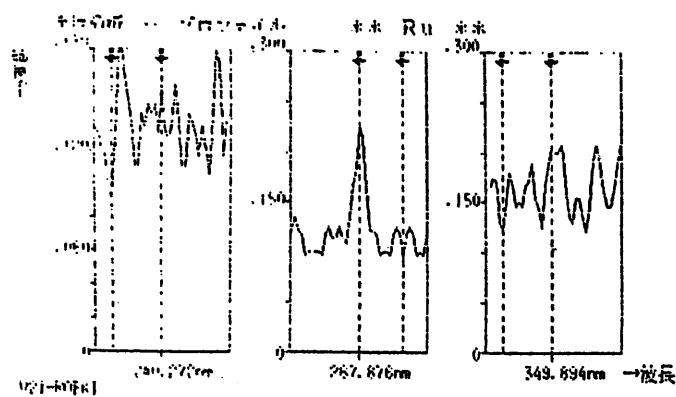
1997年 9月 1日 10時59分38秒



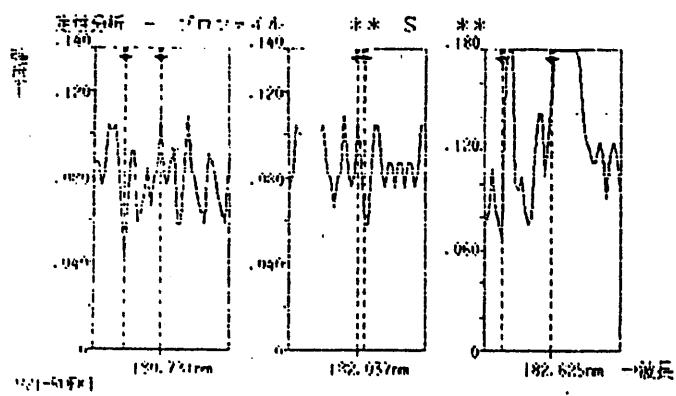
1997年 9月 1日 11時 0分20秒



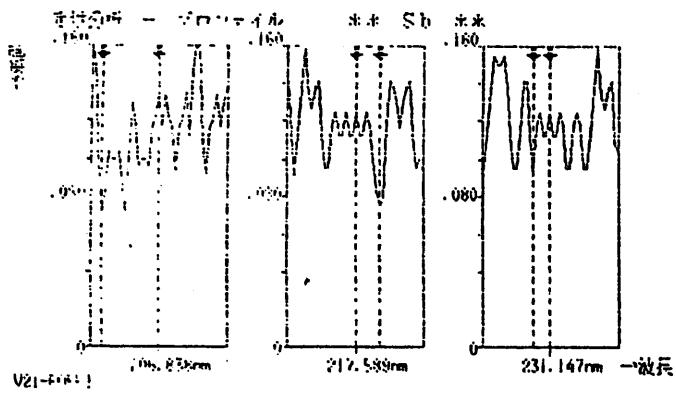
1997年 9月 1日 10時 18分3秒



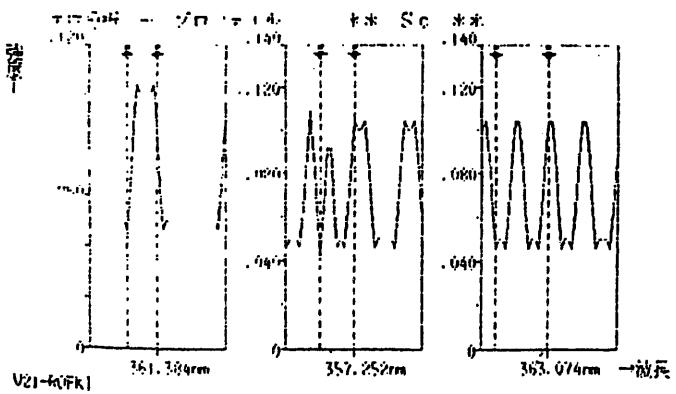
1997年 9月 1日 10時 29分4秒



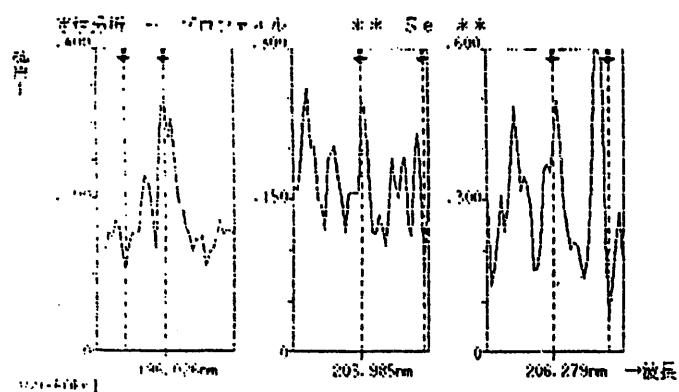
1997年 9月 1日 10時 29分56秒



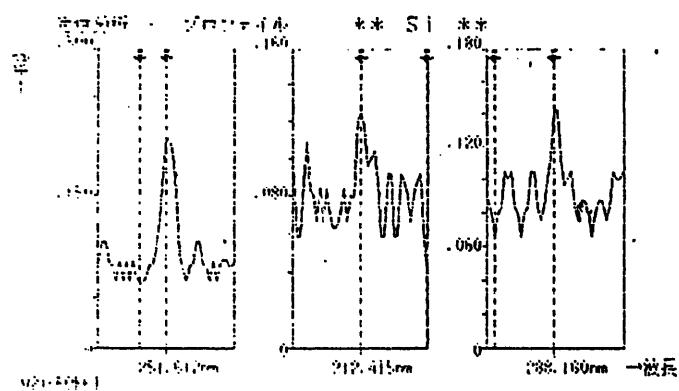
1997年 9月 1日 10時 39分46秒



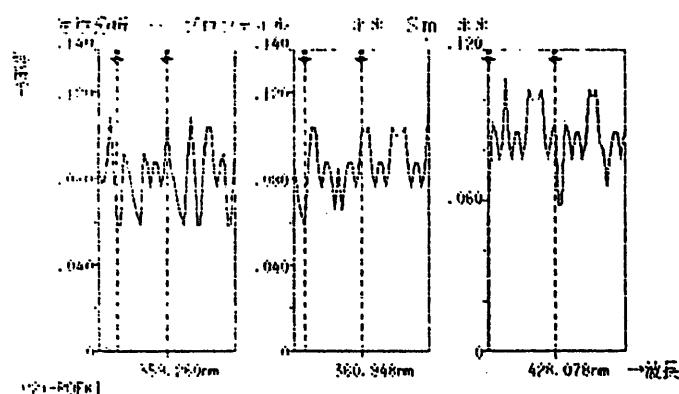
1997年 9月 1日 11時 45分36秒



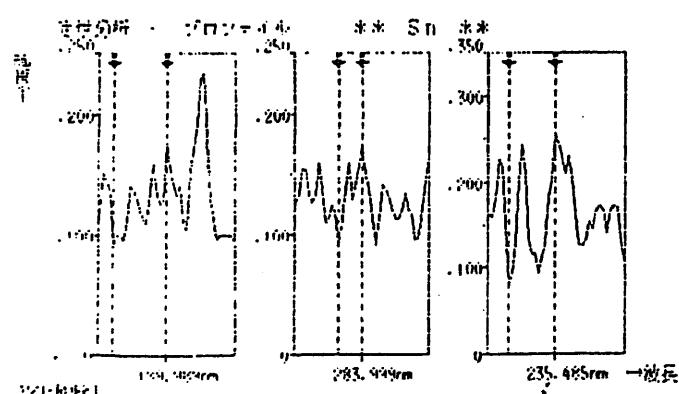
1997年 9月 1日 11時 55分25秒



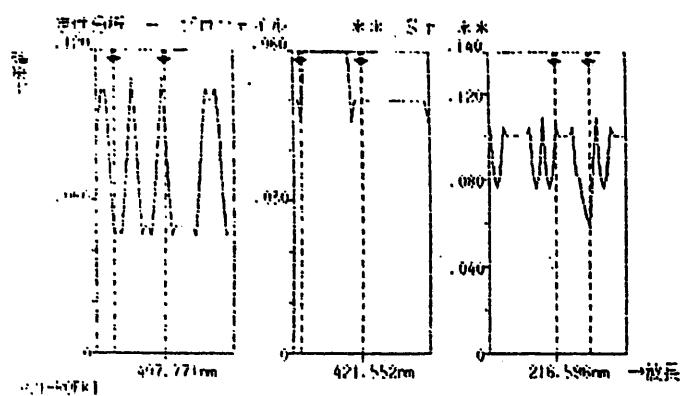
1997年 9月 1日 11時 6分15秒



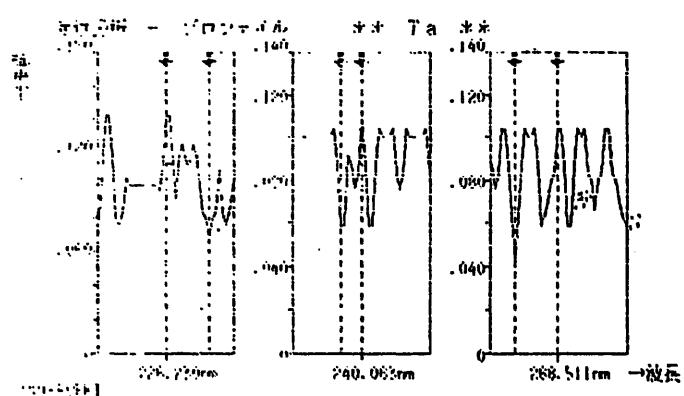
1997年 9月 1日 11時 7分 6秒



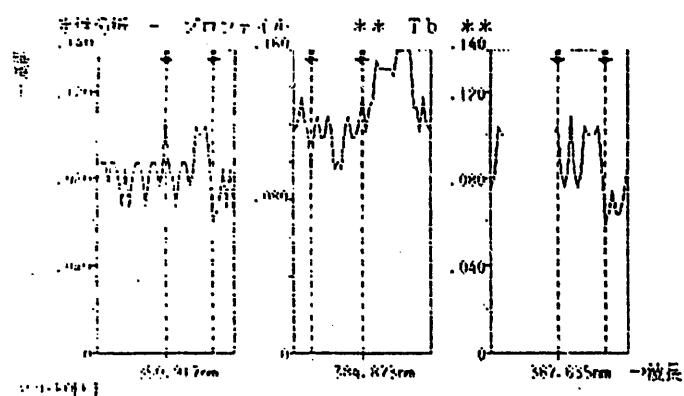
1997年 9月 1日 11時 7分57秒



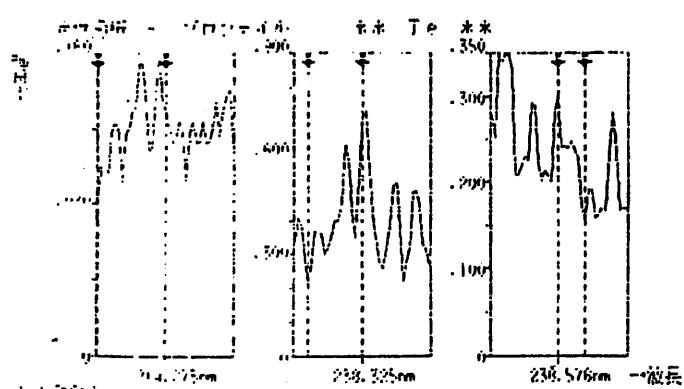
1997年 9月 1日 11時 8分47秒



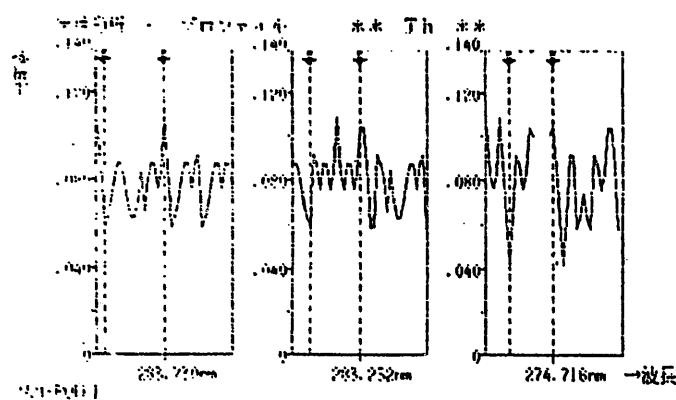
1997年 9月 1日 11時 9分39秒



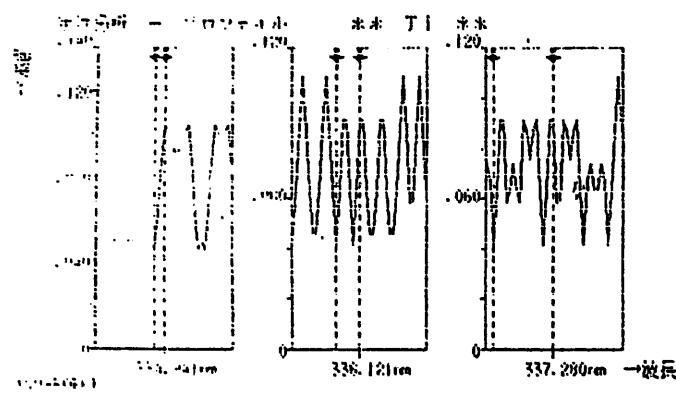
1997年 9月 1日 11時10分42秒



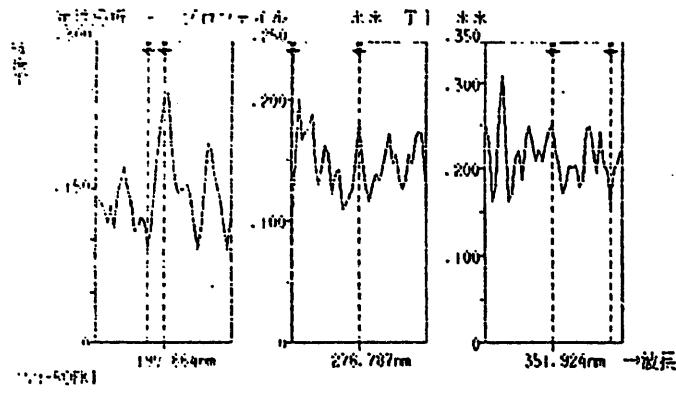
1997年9月1日 11时11分33秒



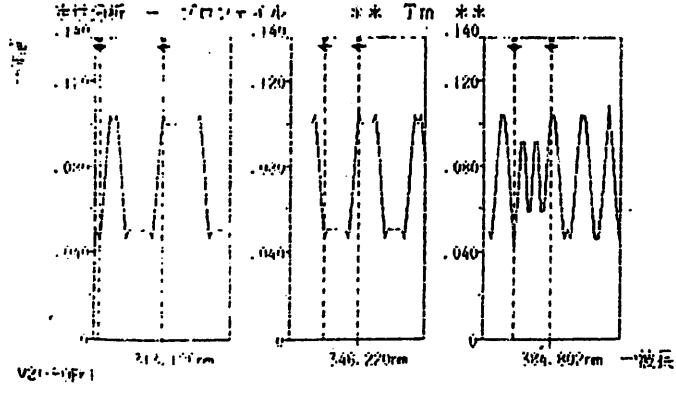
1997年9月1日 11时12分26秒

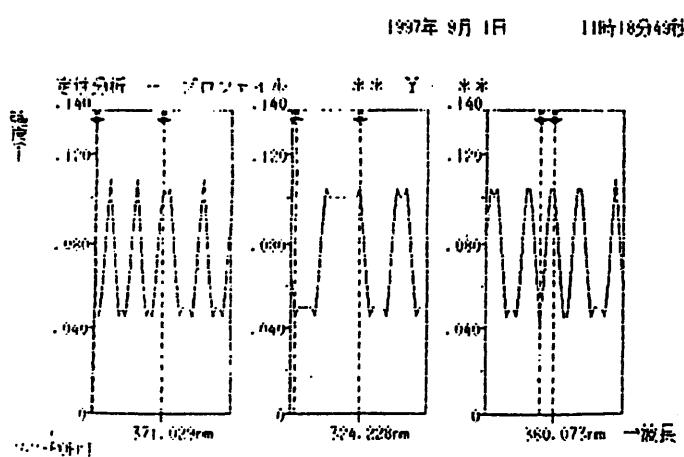
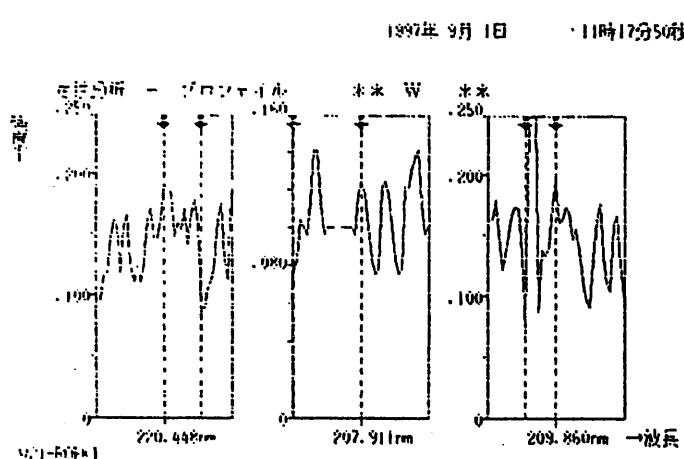
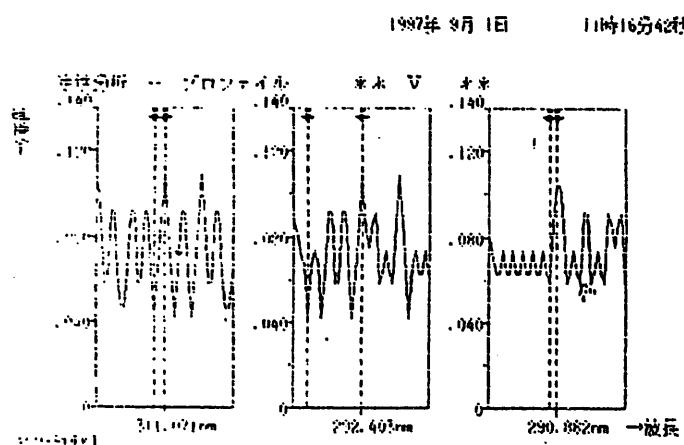
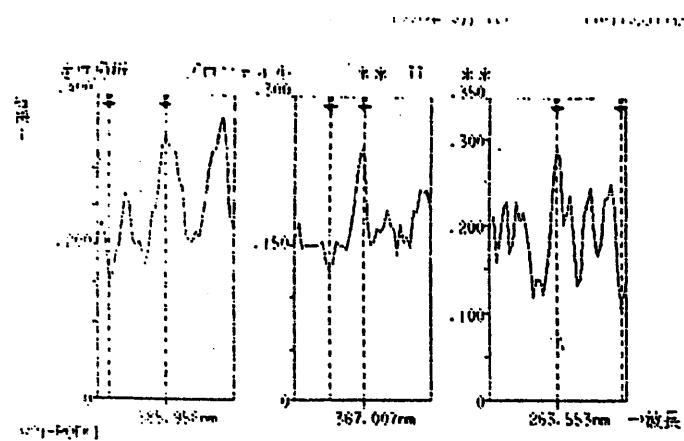


1997年9月1日 11时13分22秒

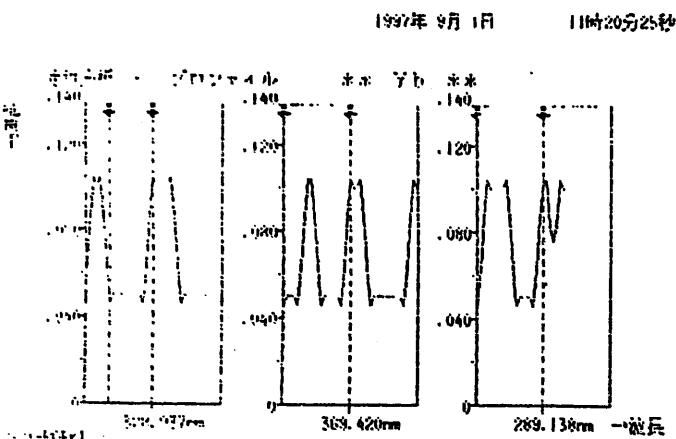


1997年9月1日 11时14分22秒

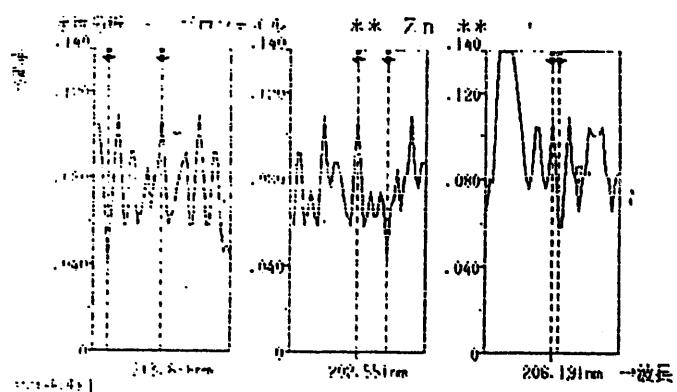




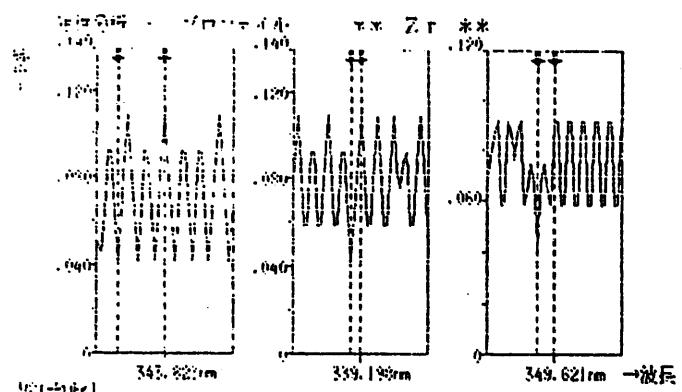
水深(分メートル)



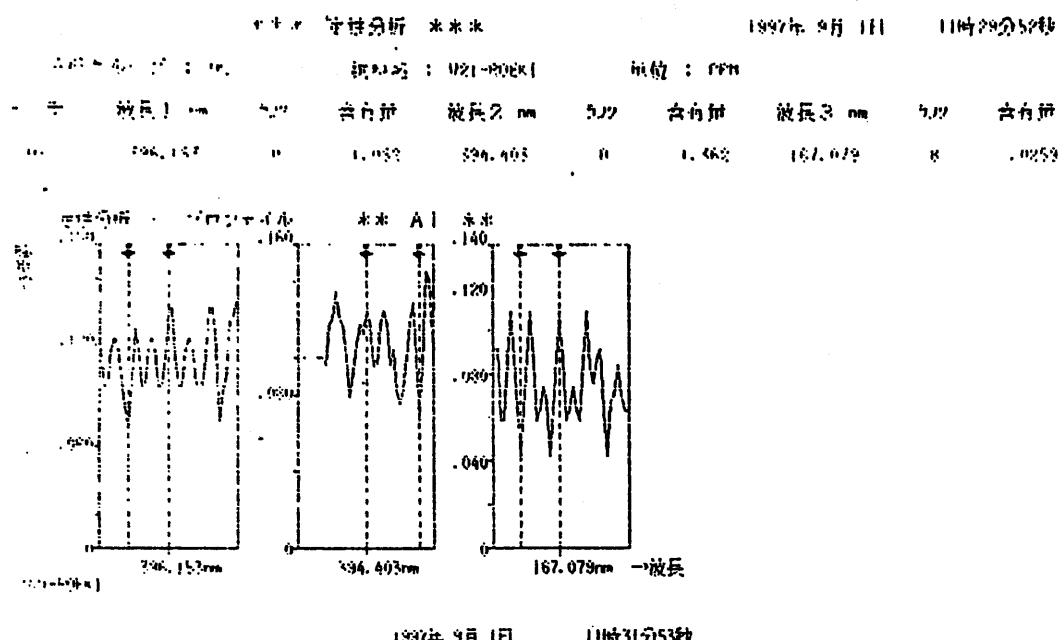
1997年 9月 1日 11時21分16秒



1997年 9月 1日 11時22分 7秒



1997年 9月 1日 11時23分55秒



アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析データ  
(97-M46-1 キャンペーン27B)

アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析用検量データ (97-M46-1キャンペーン27B)  
(No.1~22)

成分名	検量線式	1ppmオーダ	10ppmオーダ	100ppmオーダ	1000ppmオーダ
		peak area [-] / 濃度 [ppm]			
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	2.507×10E-5×X+2.454	41113/1.0035	210354/10.035	1256842/100.35	-
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.325×10E-5×X+0.2080	70360/1.0897	802719/10.897	8210616/108.97	-
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.838×10E-5×X+1.754	65486/1.0152	522325/10.152	5236470/101.52	55140297/1015.2
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.272×10E-5×X+0.07020	85919/1.0132	777971/10.132	7959825/101.32	-
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	8.334×10E-5×X-4.769	19793/2.5025	280743/10.01	1901779/50.05	-

アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析用検量データ (97-M46-1キャンペーン27B)  
(No.17,18,20,21)

成分名	検量線式	1ppmオーダ	10ppmオーダ	100ppmオーダ	1000ppmオーダ
		peak area [-] / 濃度 [ppm]			
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	8.817×10E-5×X-3.679	29978/1.0035	182229/10.035	1176356/100.35	-
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.322×10E-5×X+0.3015	73658/1.0897	786391/10.897	8224226/108.97	-
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.843×10E-5×X+1.042	57886/1.0152	598533/10.152	5270869/101.52	55030518/1015.2
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	2.647×10E-5×X+1.092	86359/1.0132	742372/10.132	7905381/101.32	-
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	1.279×10E-5×X+0.2577	57886/2.5025	309550/10.01	1853476/50.05	-

アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析用検量データ (97-M46-1キャンペーン27B)  
(No.23)

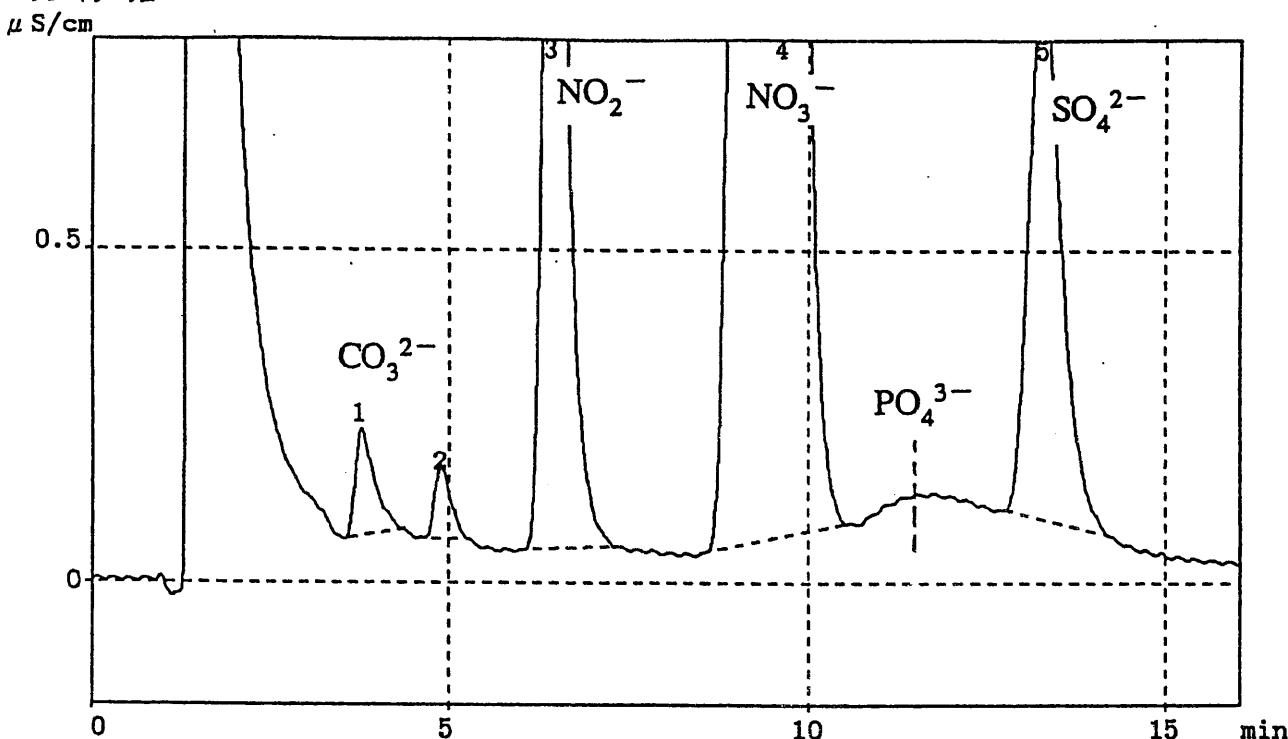
成分名	検量線式	1ppmオーダ	10ppmオーダ	100ppmオーダ	1000ppmオーダ
		peak area [-] / 濃度 [ppm]			
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	2.507×10E-5×X+2.454	41113/1.0035	210354/10.035	1256842/100.35	-
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.325×10E-5×X+0.2080	70360/1.0897	802719/10.897	8210616/108.97	-
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.838×10E-5×X+1.754	65486/1.0152	522325/10.152	5236470/101.52	55140297/1015.2
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.272×10E-5×X+0.07020	85919/1.0132	777971/10.132	7959825/101.32	-
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	8.334×10E-5×X-4.769	19793/2.5025	280743/10.01	1901779/50.05	-

試料名 : 27B-1A 試料採取量 : 0.2033 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.41 クロマト=970625U0.C17

メソット・ファイル : A3STD001.MET  
 分析日時 : 97/06/25 17:41:30 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 レポート出力日時 : 97/06/25 17:41:36  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 36

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ピークレポート \*\*

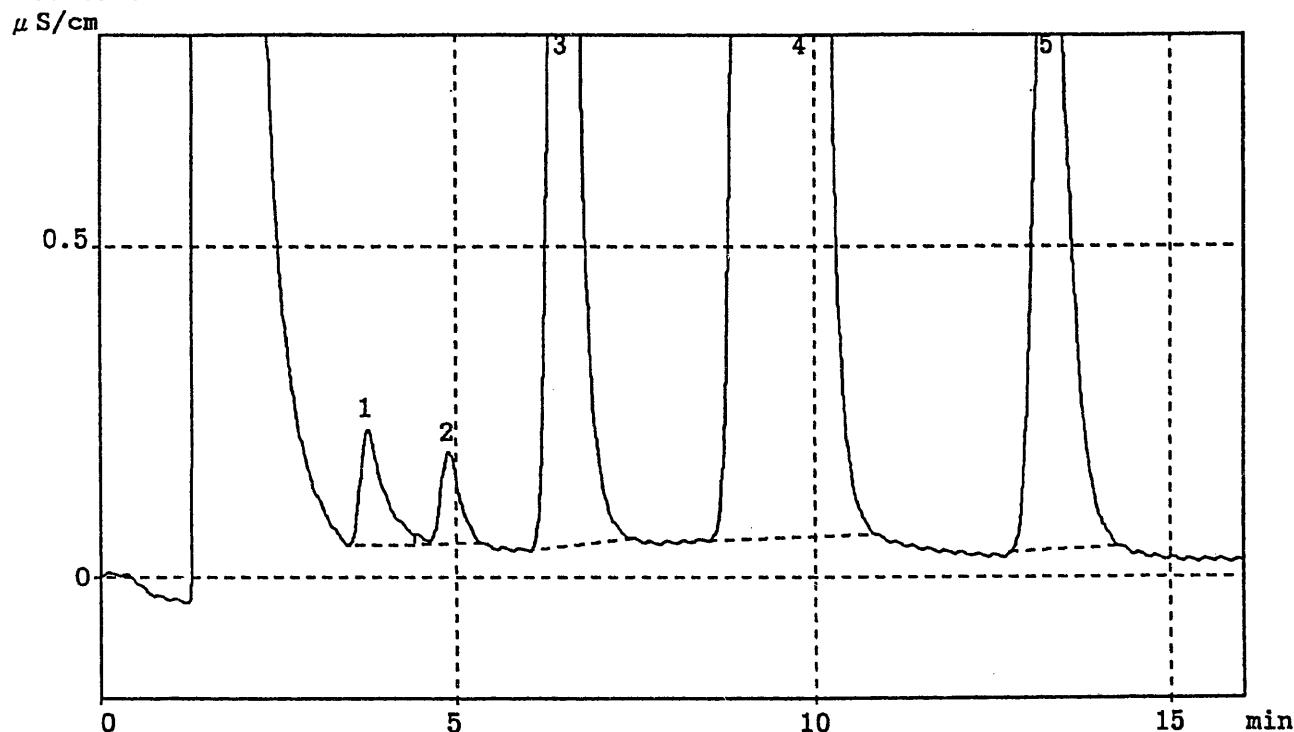
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.767	32090	1614				
	2	4.883	17288	1117				
	3	6.435	418351	21148				
	4	9.603	5490869	167763				
	5	13.245	267474	8190				
TOTAL			6226072	199831				

試料名：27B-1B 試料採取量：0.2929 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.42 クロマト=970625U0.C18

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 18:01:46 レポート出力日時 : 97/06/25 18:01:52  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 64kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 37

\*\* クロマトグラム \*\*



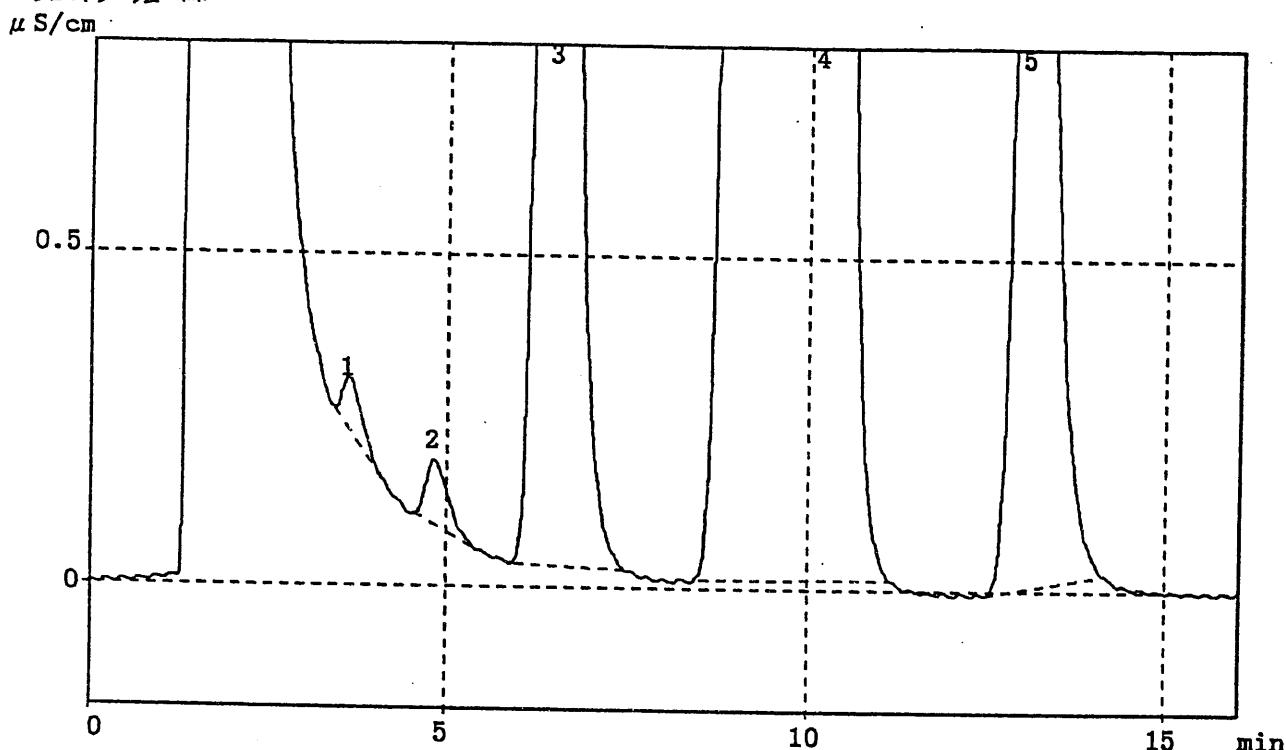
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.769	41569	1760				
	2	4.897	26880	1397				
	3	6.464	611274	28846				
	4	9.788	8226801	213830				
	5	13.259	385211	11660				
TOTAL			9291736	257492				

試料名： 27B-4 試料採取量： 0.6398 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.36 クロマト=970625U0.C12

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 15:45:23 レポート出力日時 : 97/06/25 15:45:29  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスピングス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 31

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

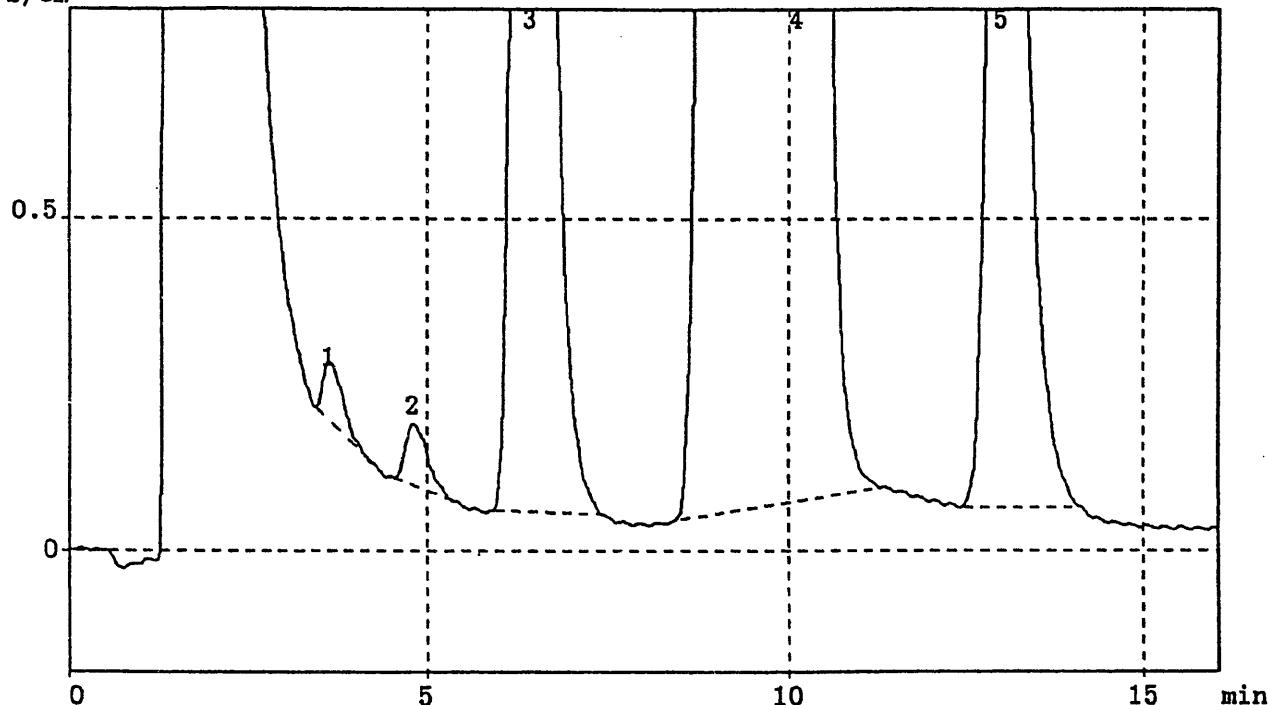
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.615	14880	767				
	2	4.815	21493	975				
	3	6.458	1170038	43213				
	4	10.135	17108854	321660				
	5	13.057	651338	19294				
TOTAL			18966603	385908				

試料名 : 27B-4 試料採取量 : 0.6398 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.35 クロマト=970625U0.C11

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 15:19:08 レポート出力日時 : 97/06/25 15:19:14  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 30

\*\* クロマトグラム \*\*

μS/cm



\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.608	17181	880				
	2	4.805	20400	931				
	3	6.443	1168227	43190				
	4	10.117	17110685	321028				
	5	13.008	648866	19313				
TOTAL			18965358	385342				

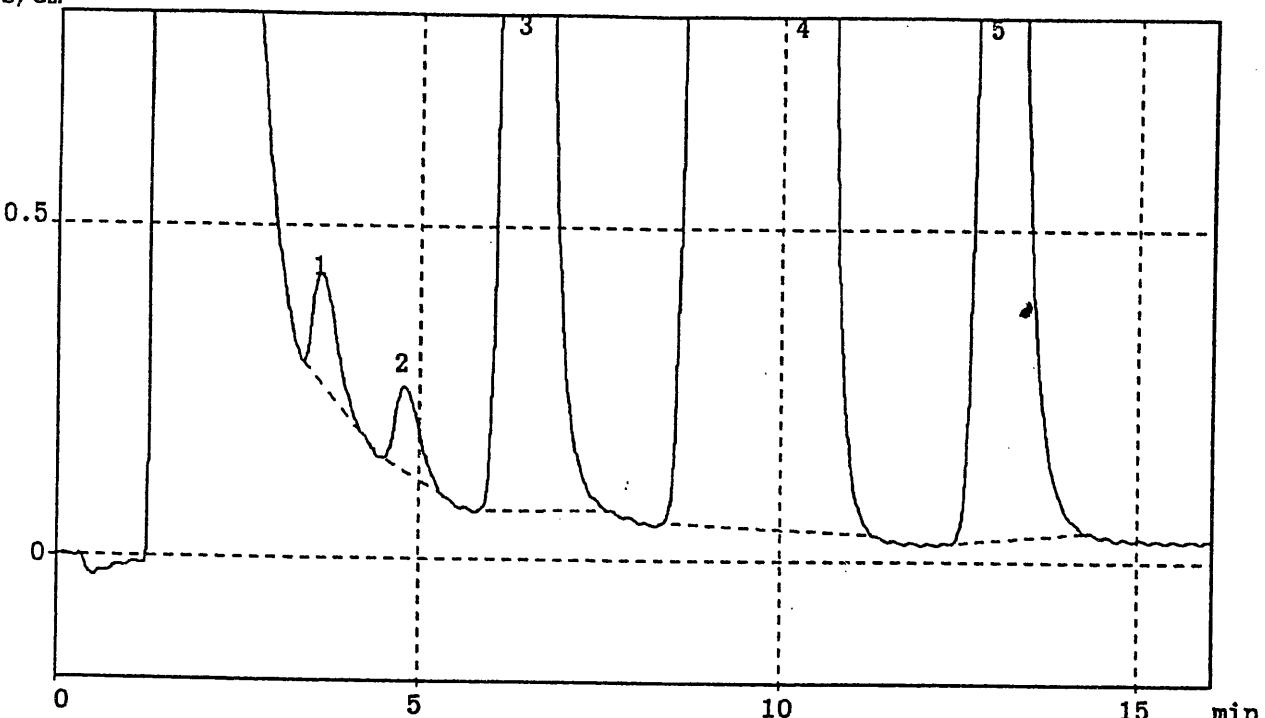
試料名 : 27B-7 試料採取量 : 0.7569 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.33 クロマト=970625U0.C09

メソットファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 14:44:51 レポート出力日時 : 97/06/25 14:44:57  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 28

\*\* クロマトグラム \*\*

μS/cm



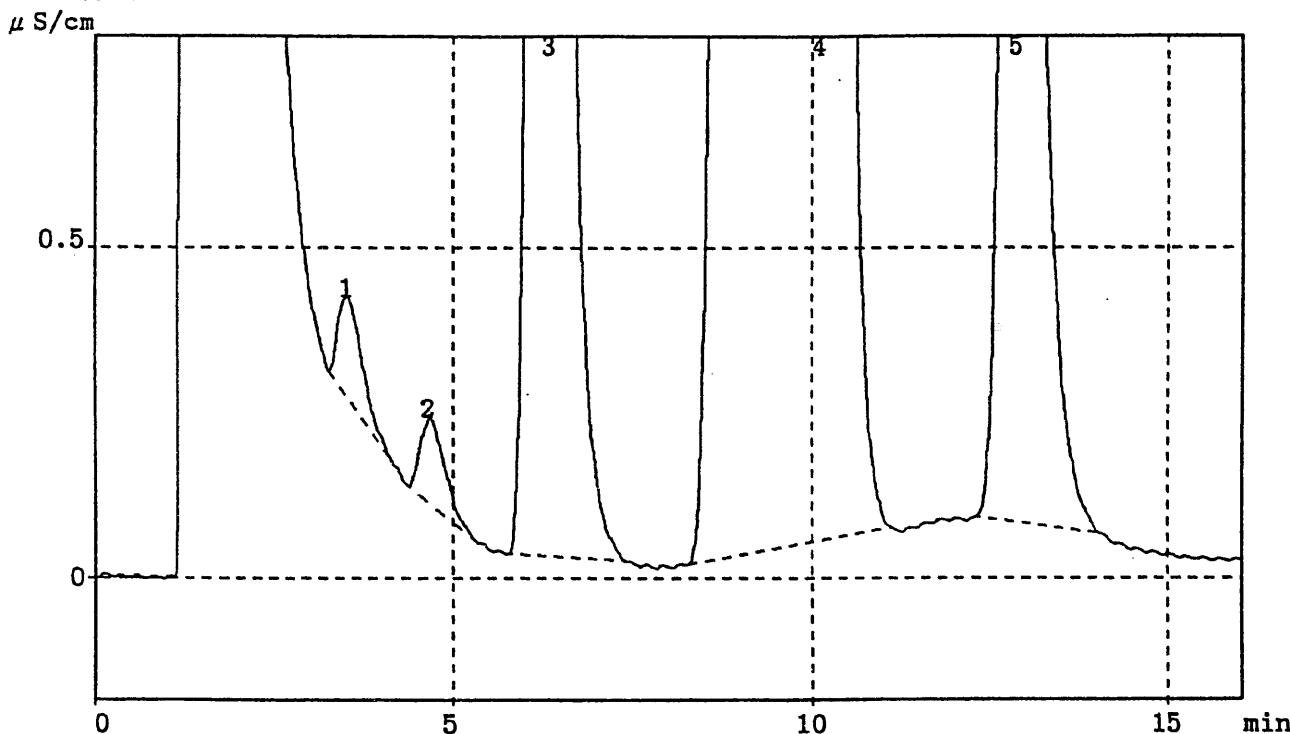
\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.609	38838	1640				
	2	4.779	29538	1260				
	3	6.434	1333475	44333				
	4	10.221	20431237	353416				
	5	12.944	829854	23943				
TOTAL			22662942	424592				

試料名： 27B-7 試料採取量： 0.7569 g 100倍希釀  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.34 クロマト=970625U0.C10

ソフト\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 15:01:33 レポート出力日時 : 97/06/25 15:01:39  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 29

\*\* クロマトグラム \*\*



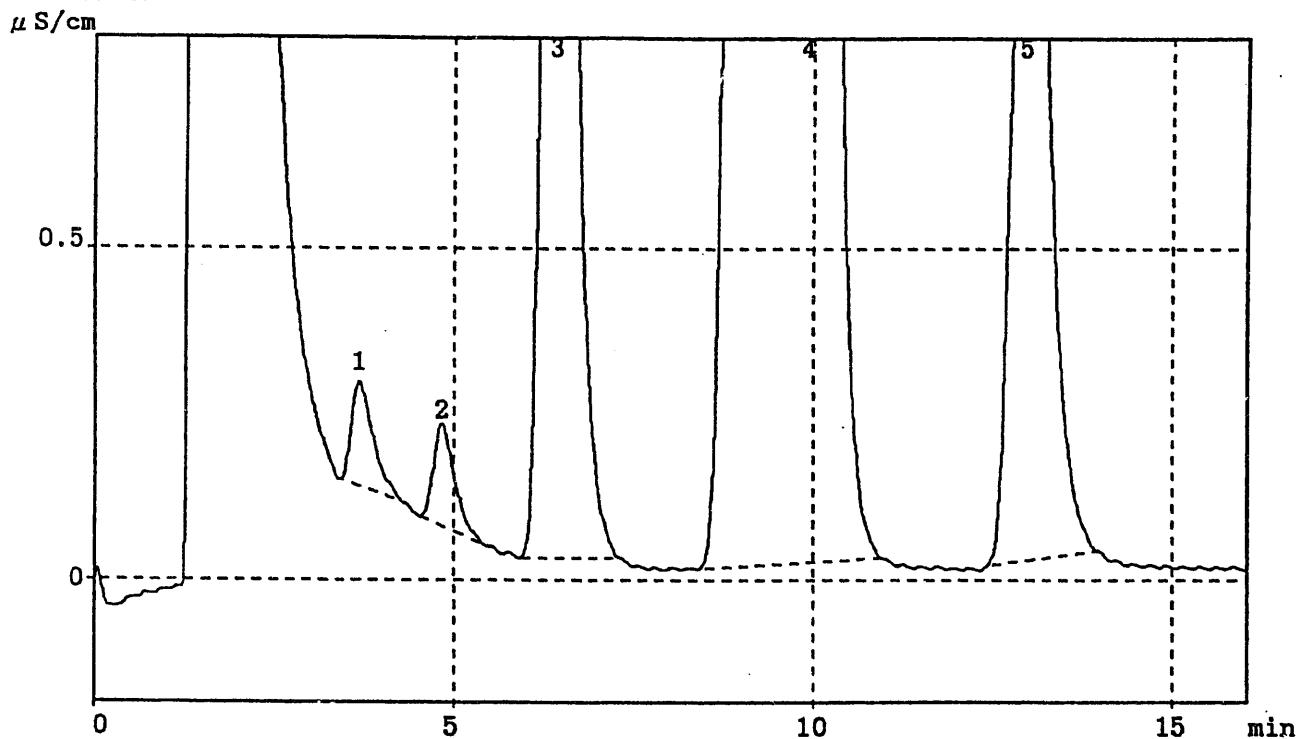
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.520	36671	1507				
	2	4.683	30609	1293				
	3	6.325	1319675	44313				
	4	10.111	20406147	352713				
	5	12.850	819766	23709				
TOTAL		22612867	423535					

試料名：27B-10 試料採取量：0.4887 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.31 クロマト=970625U0.C07

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 14:06:18 レポート出力日時 : 97/06/25 14:06:25  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 26

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.691	33716	1569				
	2	4.827	31396	1548				
	3	6.416	839749	35190				
	4	9.920	12742843	275452				
	5	12.933	517817	15741				
TOTAL		14165521	329500					

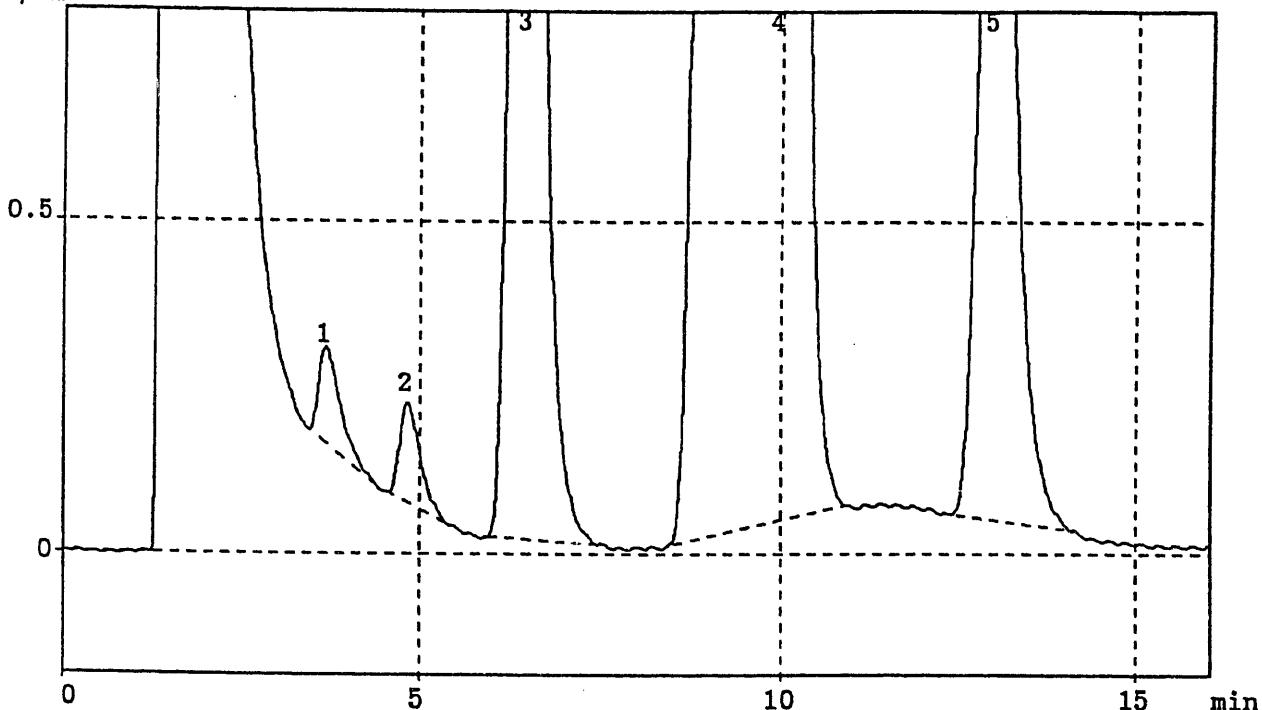
試料名：27B-10 試料採取量：0.4887 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.32 クロマト=970625U0.C08

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 14:23:17 レポート出力日時 : 97/06/25 14:23:24  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 27

\*\* クロマトグラム \*\*

μ S/cm



\*\* ヒークレポート \*\*

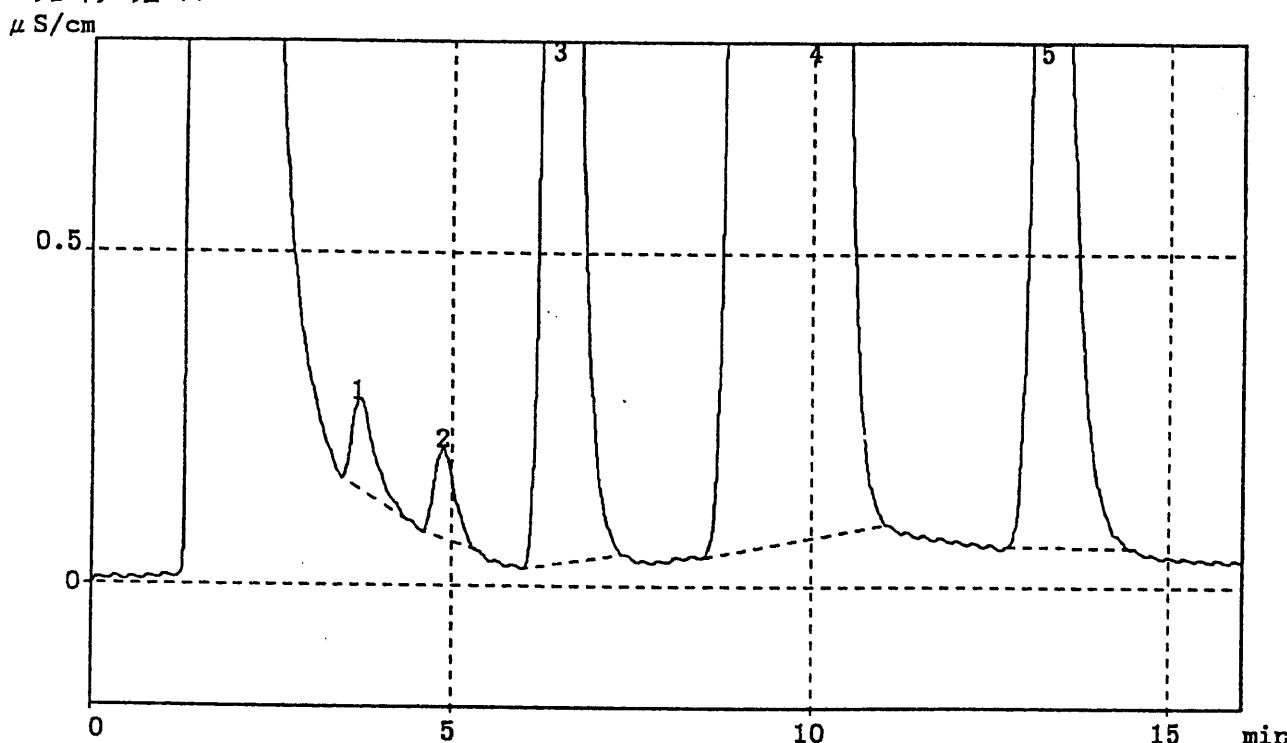
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.679	31328	1435				
	2	4.819	29867	1486				
	3	6.415	843828	35222				
	4	9.920	12716423	274918				
	5	12.955	520597	15684				
TOTAL			14142043	328745				

試料名：27B-13A 試料採取量：0.4928 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.43 クロマト=970625U0.C19

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 18;20:32 レポート出力日時 : 97/06/25 18:20:38  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM, シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 64kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 オーラティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 38

\*\* クロマトグラム \*\*



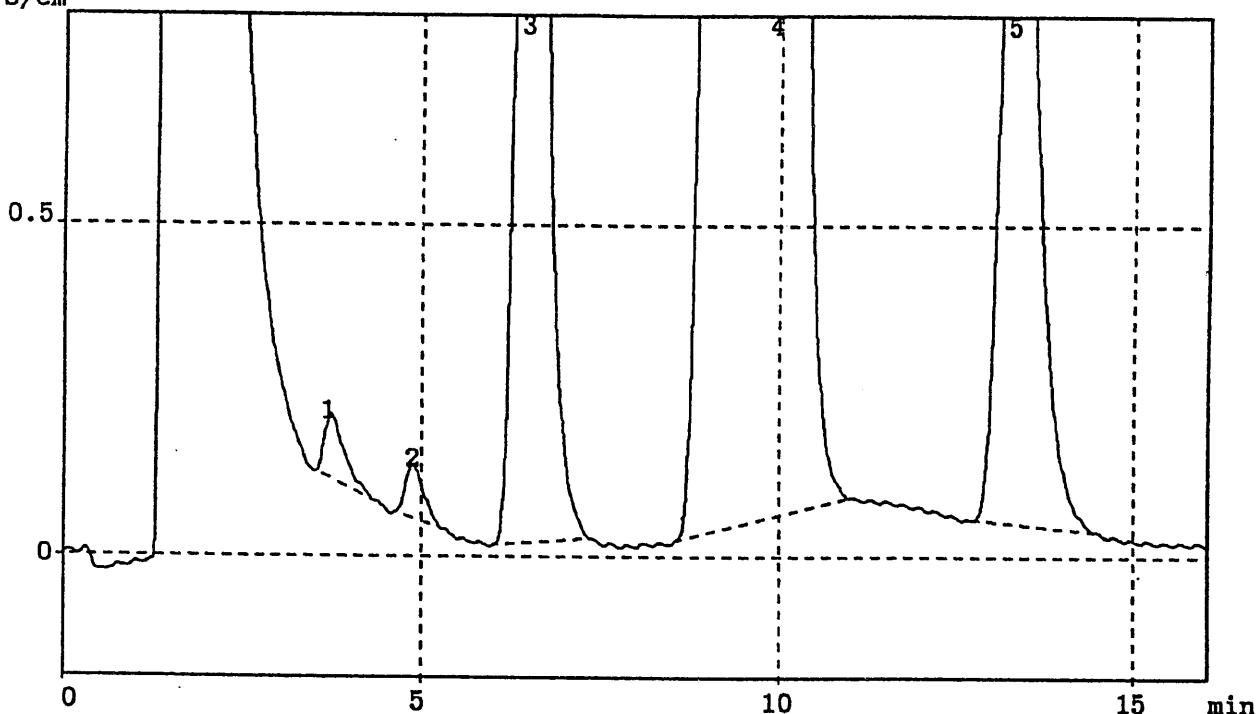
\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.723	31123	1387				
	2	4.876	26781	1373				
	3	6.474	835183	34539				
	4	10.030	13160431	278204				
	5	13.260	569518	16741				
TOTAL		14623037	332242					

試料名：27B-13B 試料採取量：0.3984 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.44 クロマト=970625U0.C20

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 18:39:05 レポート出力日時 : 97/06/25 18:39:12  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 39

\*\* クロマトグラム \*\*  
 $\mu S/cm$



\*\* ヒークレポート \*\*

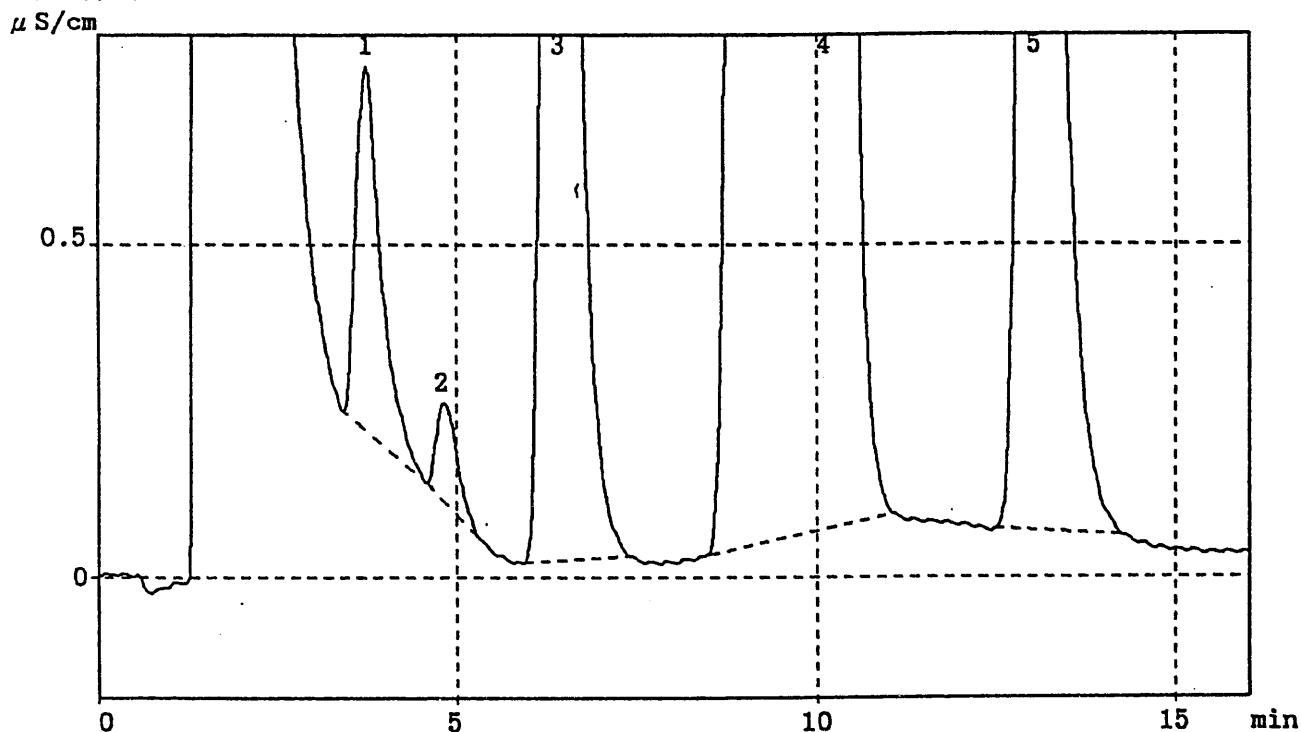
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.726	20082	990				
	2	4.875	14072	823				
	3	6.466	652113	28612				
	4	9.938	10988584	252010				
	5	13.301	463379	13773				
TOTAL			12138230	296210				

試料名 : 27B-16 試料採取量 : 0.5737 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.37 クロマト=970625U0.C13

ソフトウェア : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 16:03:04 レポート出力日時 : 97/06/25 16:03:11  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 バイアルID番号 : 32

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

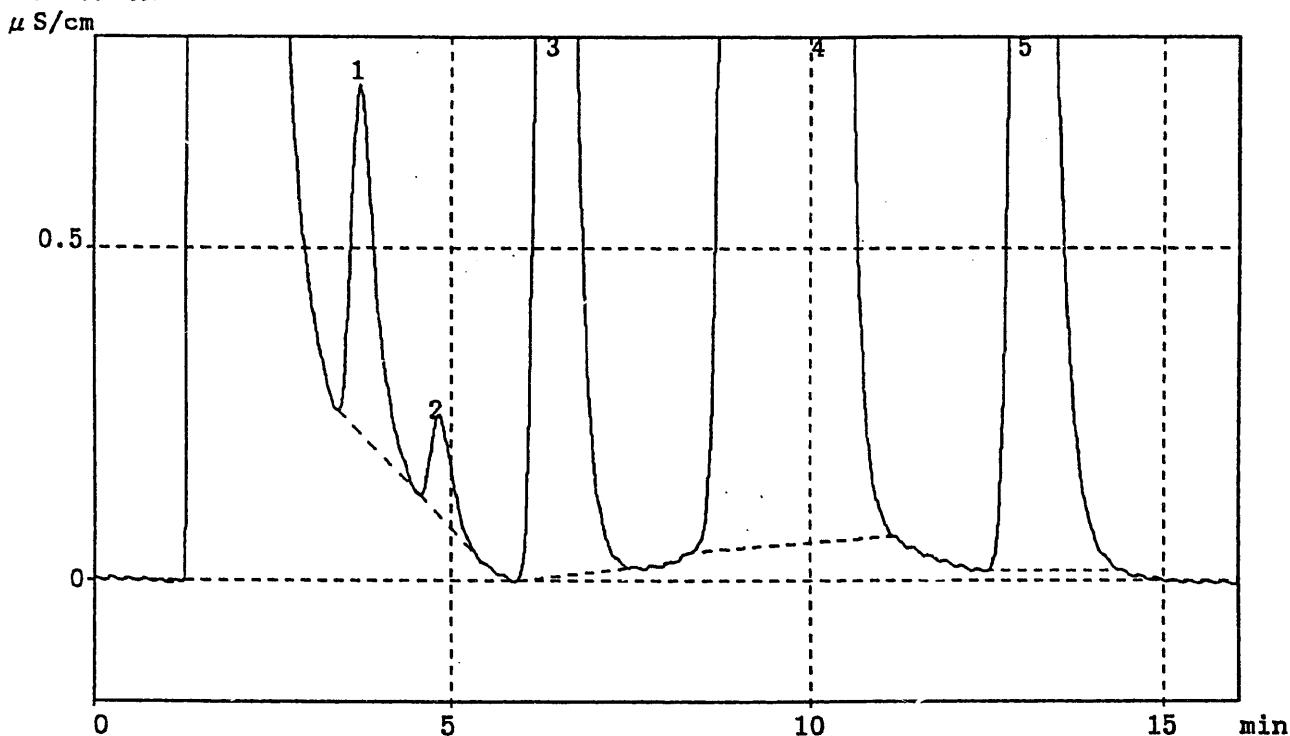
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.733	138964	5487				
	2	4.820	30710	1470				
	3	6.439	946019	36015				
	4	10.092	16039299	310661				
	5	13.016	911160	26138				
TOTAL			18066152	379770				

試料名：27B-16 試料採取量：0.5737 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.38 クロマト=970625U0.C14

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 16:22:11 レポート出力日時 : 97/06/25 16:22:18  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 33

\*\* クロマトグラム \*\*



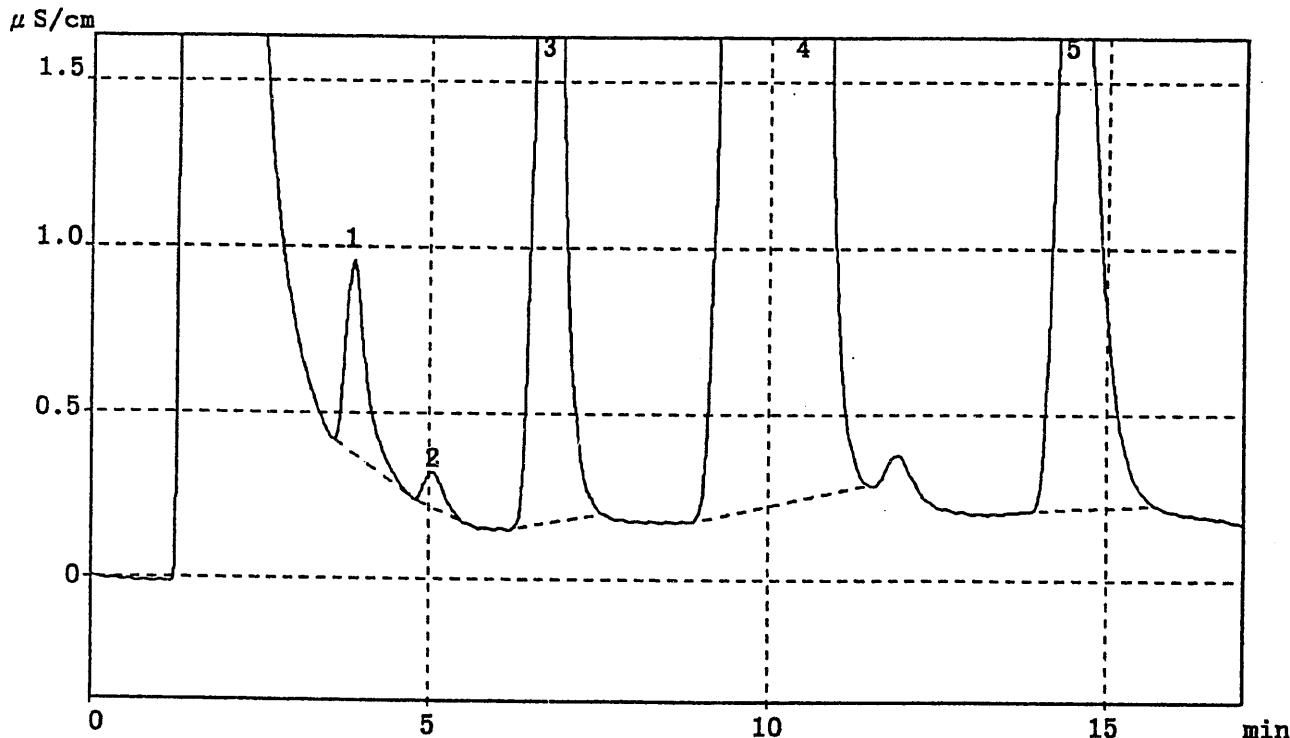
\*\* ピークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.725	130124	5247				
	2	4.823	30332	1498				
	3	6.439	946555	35946				
	4	10.100	16090475	309918				
	5	13.046	914799	26115				
TOTAL			18112285	378724				

試料名 : 27B-17 試料採取量 : 0.4379 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.11 クロマト=970725U0.C05

ソフト\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 11:48:46 レポート出力日時 : 97/07/25 11:50:32  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 オーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 5

\*\* クロマトグラム \*\*



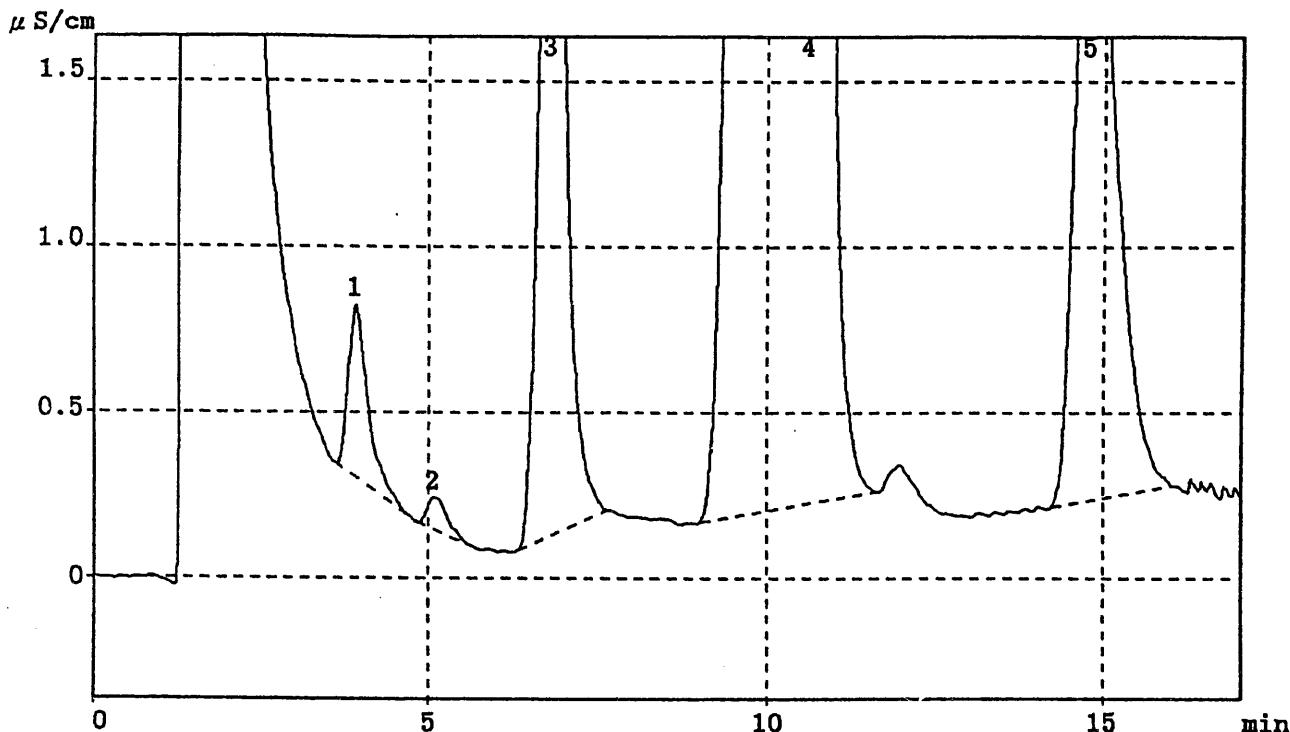
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.860	128590	5796				
	2	5.036	20938	1057				
	3	6.725	835948	33017				
	4	10.473	13448630	271613				
	5	14.435	889993	22187				
<hr/> TOTAL			15324100	333669				

試料名： 27B-17 試料採取量： 0.4379 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.19 クロマト=970725U0.C10

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 14:43:18 レポート出力日時 : 97/07/25 14:44:23  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 10

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

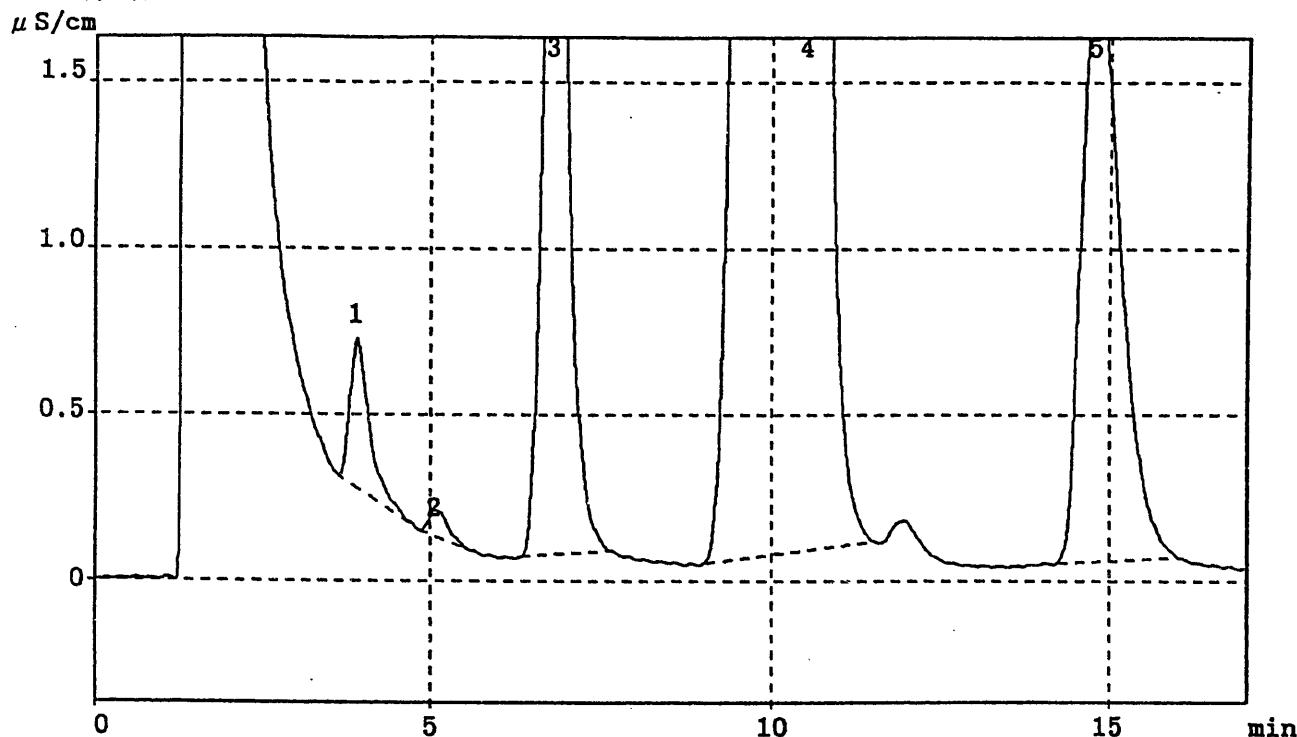
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.898	110849	5174				
	2	5.074	20575	983				
	3	6.794	821728	32562				
	4	10.573	13469804	270742				
	5	14.764	878213	21422				
TOTAL			15301169	330884				

試料名：27B-18 試料採取量：0.4431 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.15 クロマト=970725U0.C07

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 13:43:37 レポート出力日時 : 97/07/25 13:44:51  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 7

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークリスト \*\*

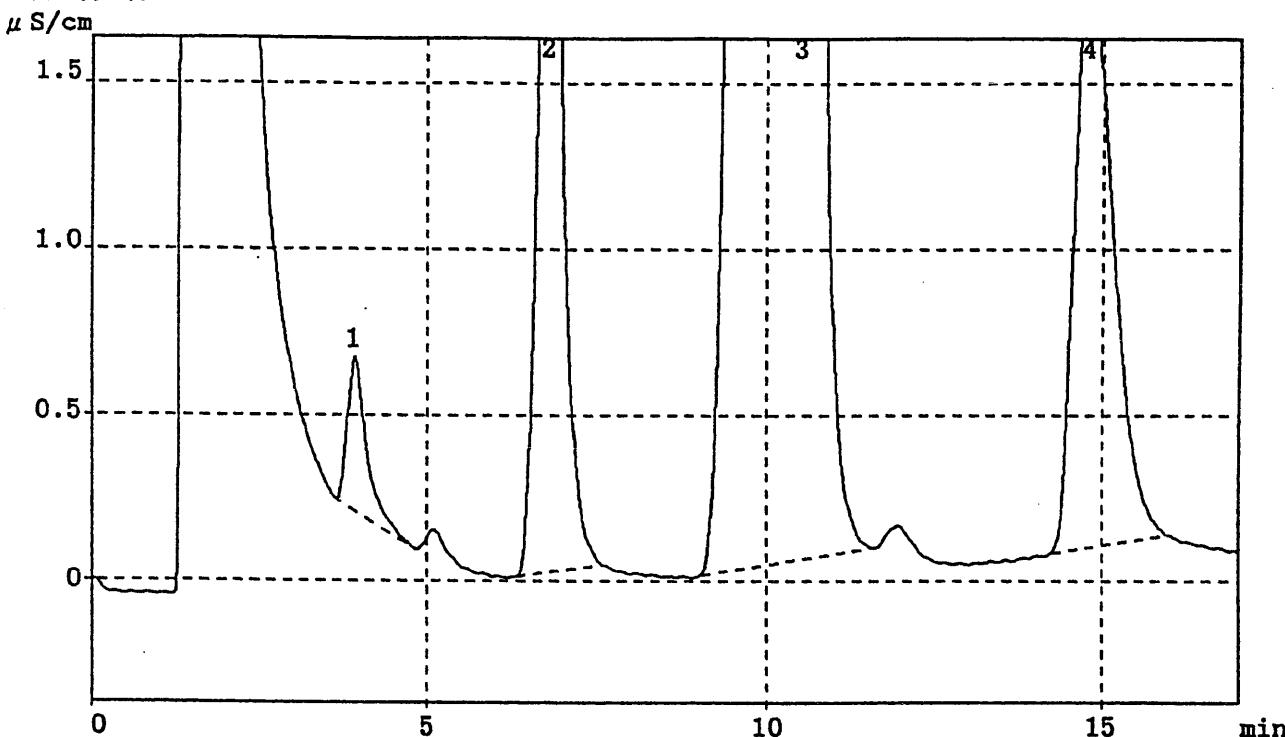
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.898	91669	4485				
	2	5.076	15735	798				
	3	6.781	711483	29339				
	4	10.486	11708180	250794				
	5	14.778	735145	18389				
TOTAL			13262213	303806				

試料名： 27B-18 試料採取量： 0.4431 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.17 クロマト=970725U0.C09

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 14:23:08 レポート出力日時 : 97/07/25 14:23:15  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 9

\*\* クロマトグラム \*\*



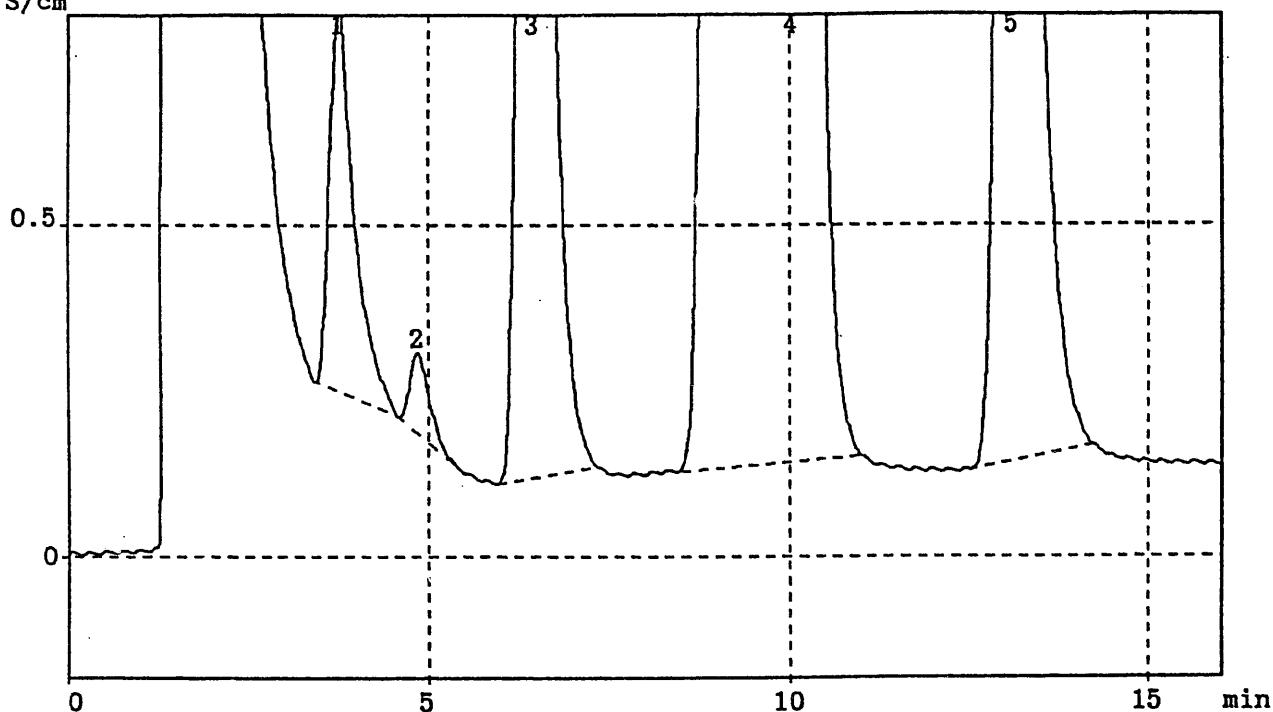
\*\* ピークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.901	97285	4637				
	2	6.780	707362	29298				
	3	10.484	11697581	250383				
	4	14.775	726599	18111				
	TOTAL		13228827	302429				

試料名 : 27B-19 試料採取量 : 0.4552 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.39 クロマト=970625U0.C15

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 17:06:44 レポート出力日時 : 97/06/25 17:06:51  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 63kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 34

\*\* クロマトグラム \*\*  
 $\mu\text{S}/\text{cm}$



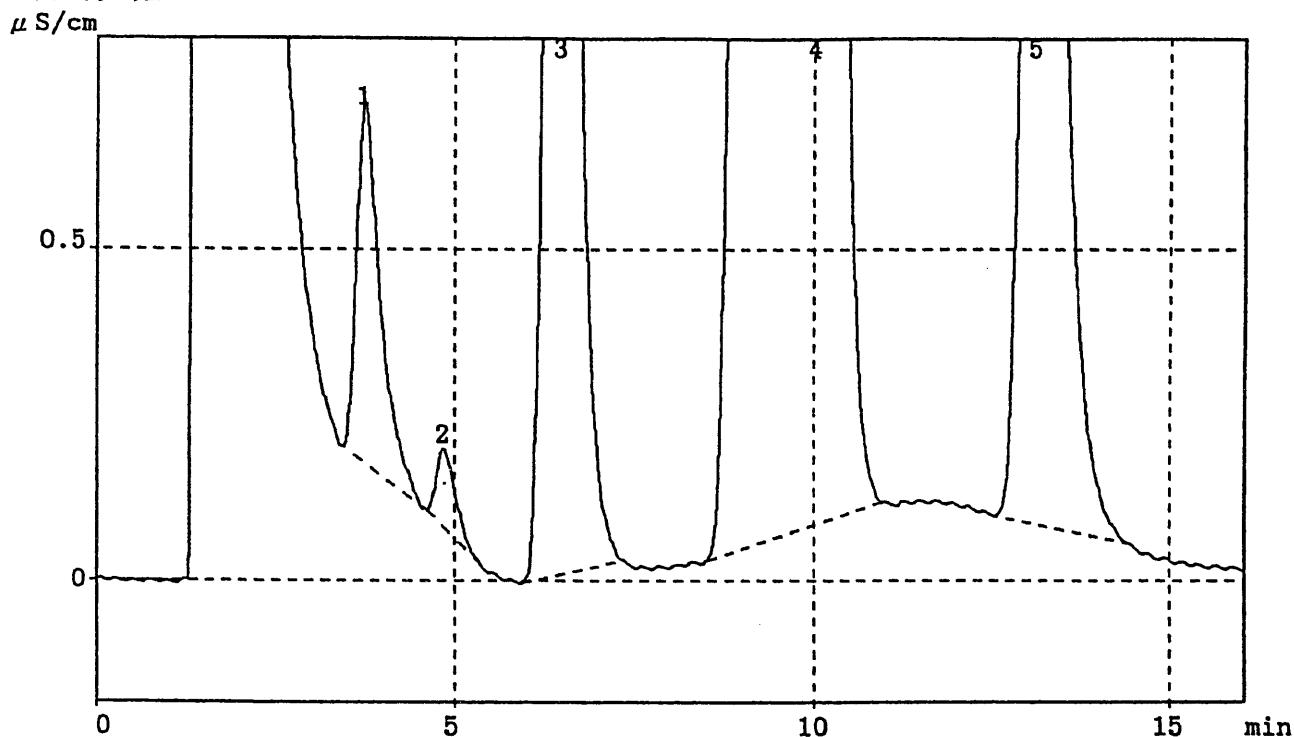
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.747	144414	5871				
2		4.842	23095	1220				
3		6.445	826424	33862				
4		10.003	13505515	283249				
5		13.077	832902	24093				
TOTAL			15332350	348295				

試料名：27B-19 試料採取量：0.4552 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.40 クロマト=970625U0.C16

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 17:23:54 レポート出力日時 : 97/06/25 17:24:01  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 64kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 35

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒドロキシ \*\*

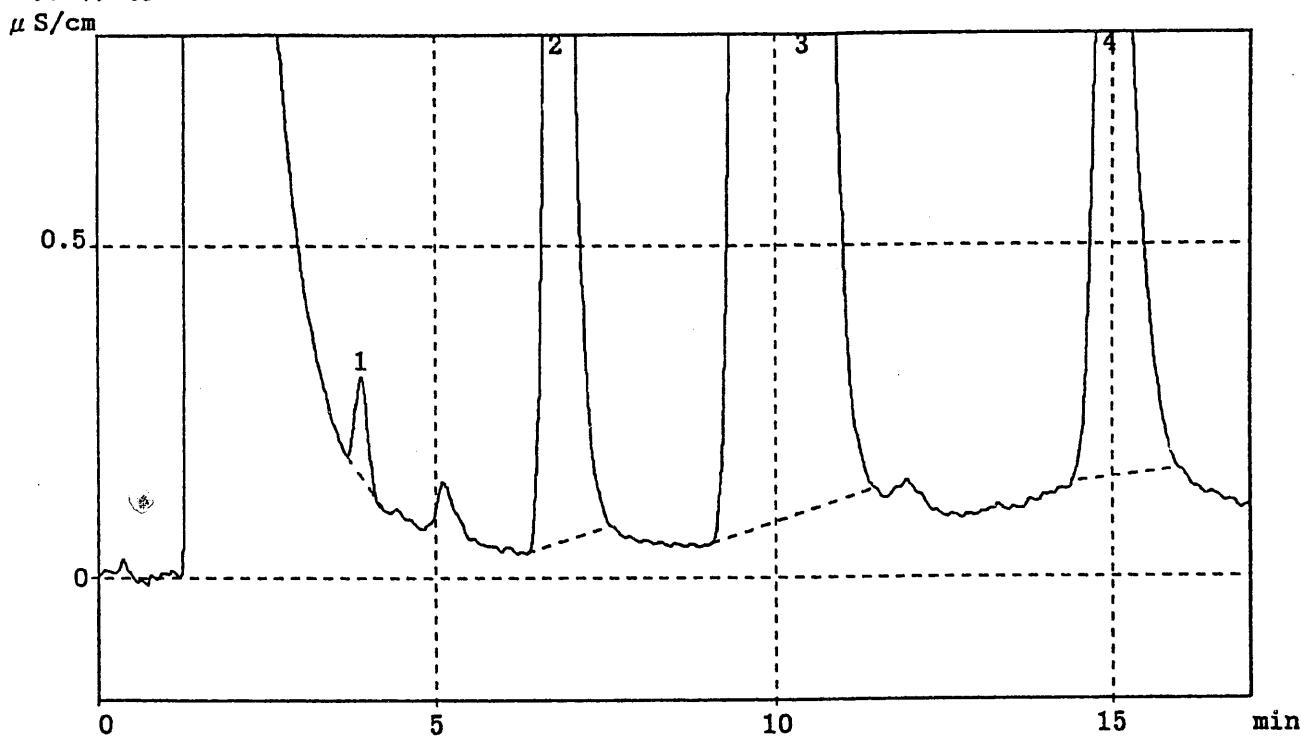
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.750	131919	5450				
	2	4.842	22025	1180				
	3	6.451	825891	33796				
	4	10.011	13457619	282023				
	5	13.120	833682	23855				
TOTAL			15271135	346302				

試料名： 27B-20 試料採取量： 0.4306 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.20 クロマト=970725U0.C11

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 15:04:40 レポート出力日時 : 97/07/25 15:04:46  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 11

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

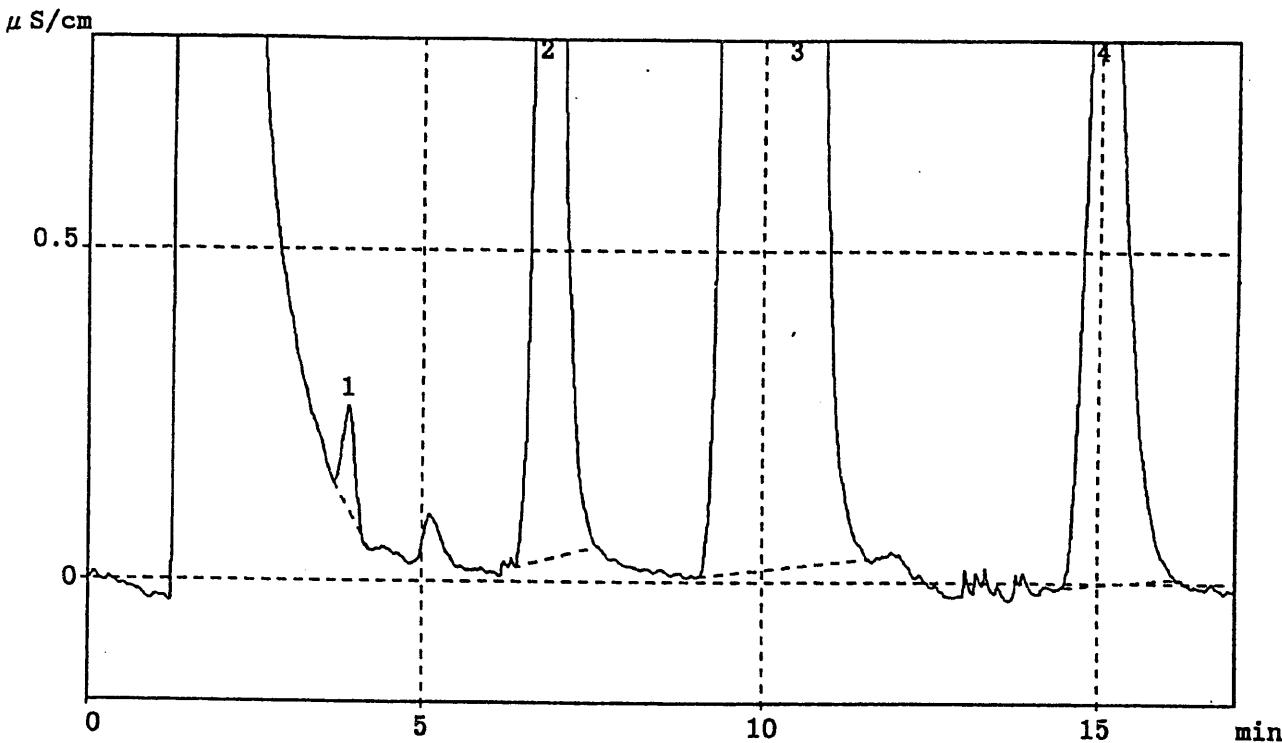
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.874	19881	1486				
	2	6.791	588452	25421				
	3	10.429	9995417	228926				
	4	14.974	458045	11799				
	TOTAL		11061795	267632				

試料名： 27B-20 試料採取量： 0.4306 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.21 クロマト=970725U0.C12

メソット・ファイル : A3STD001.MET  
 分析日時 : 97/07/25 15:22:51 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 レポート出力日時 : 97/07/25 15:22:57  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポリラティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 12

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

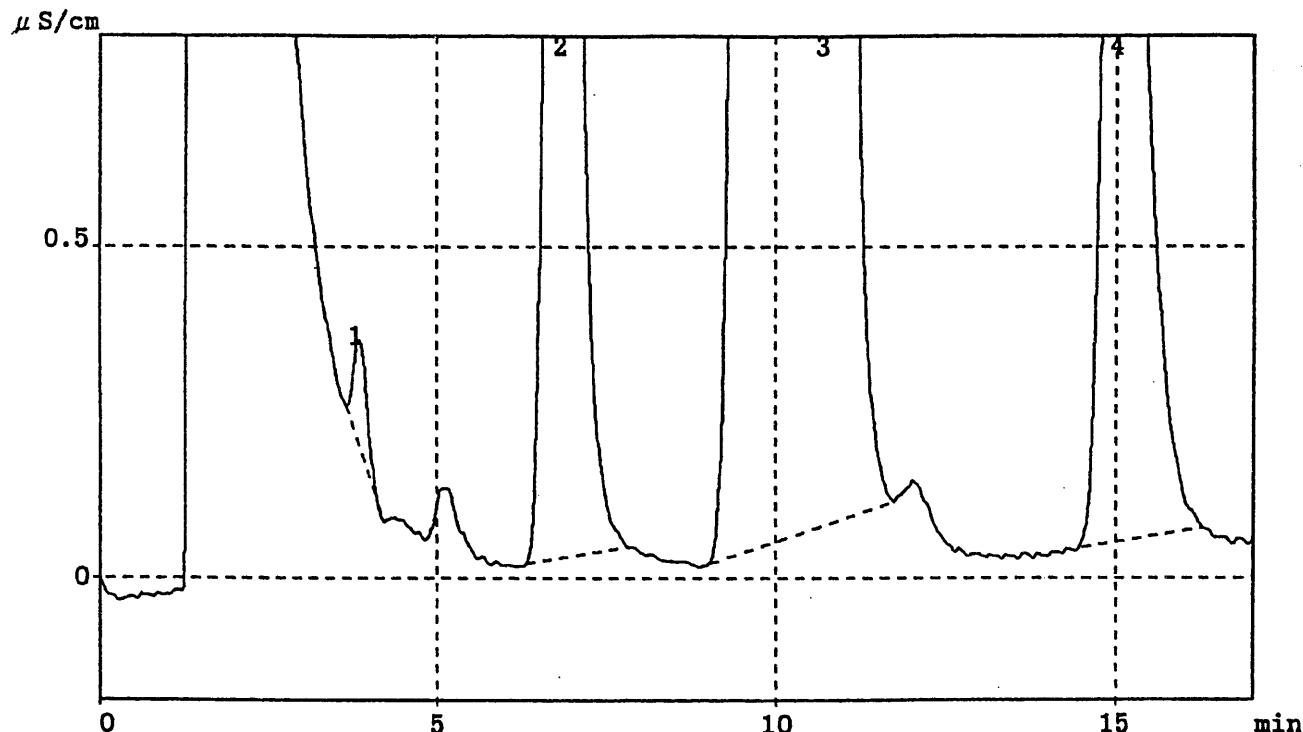
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.880	20238.	1550				
	2	6.798	584475	25344				
	3	10.443	9994490	228758				
	4	15.026	460913	11785				
	TOTAL		11060116	267436				

試料名：27B-21 試料採取量：0.5280 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.22 クロマト=970725U0.C13

ソフトファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 15:42:45 レポート出力日時 : 97/07/25 15:42:51  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 76kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 13

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.823	22269	1550				
2		6.834	962625	35925				
3		10.701	15157199	287694				
4		15.025	701822	17349				
		TOTAL	16843915	342519				

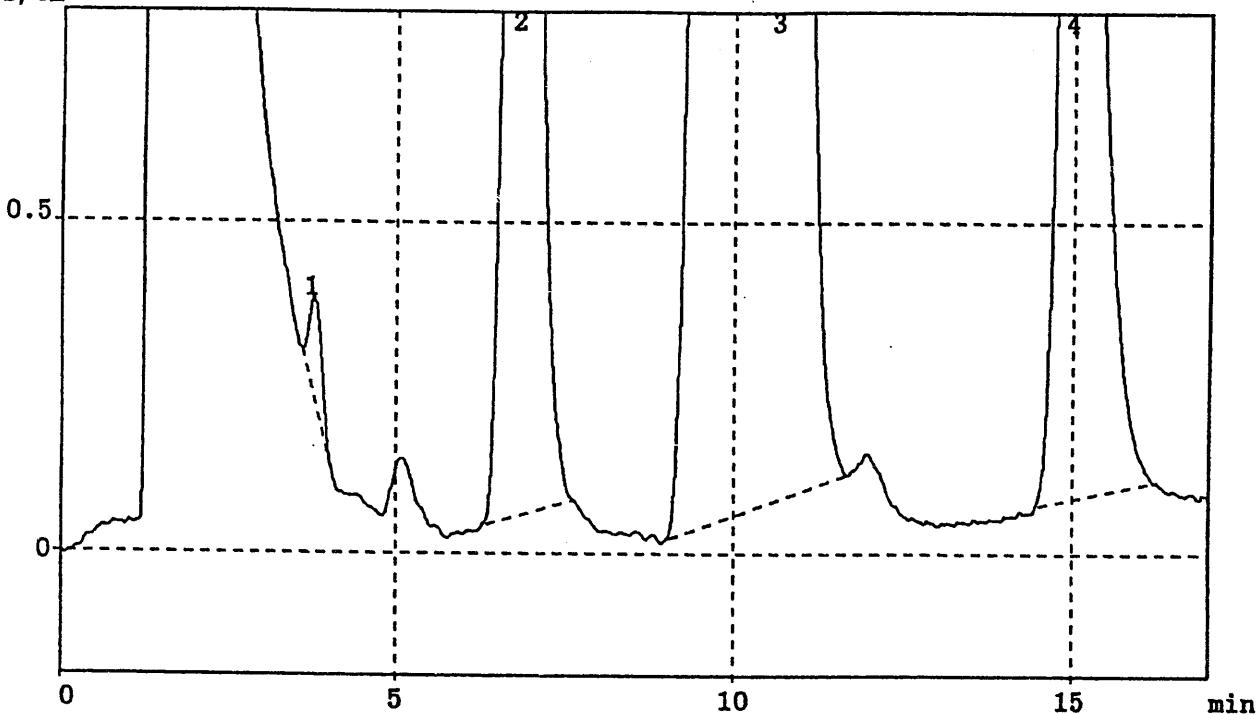
試料名： 27B-21 試料採取量： 0.5280 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.23 クロマト=970725U0.C14

ソフトウェア名 : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/25 16:00:31 レポート出力日時 : 97/07/25 16:00:38  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シーエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 14

\*\* クロマトグラム \*\*

μS/cm



\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.768	20054	1427				
	2	6.790	947400	35772				
	3	10.660	15159962	287772				
	4	14.990	695448	17274				
	TOTAL		16822864	342246				

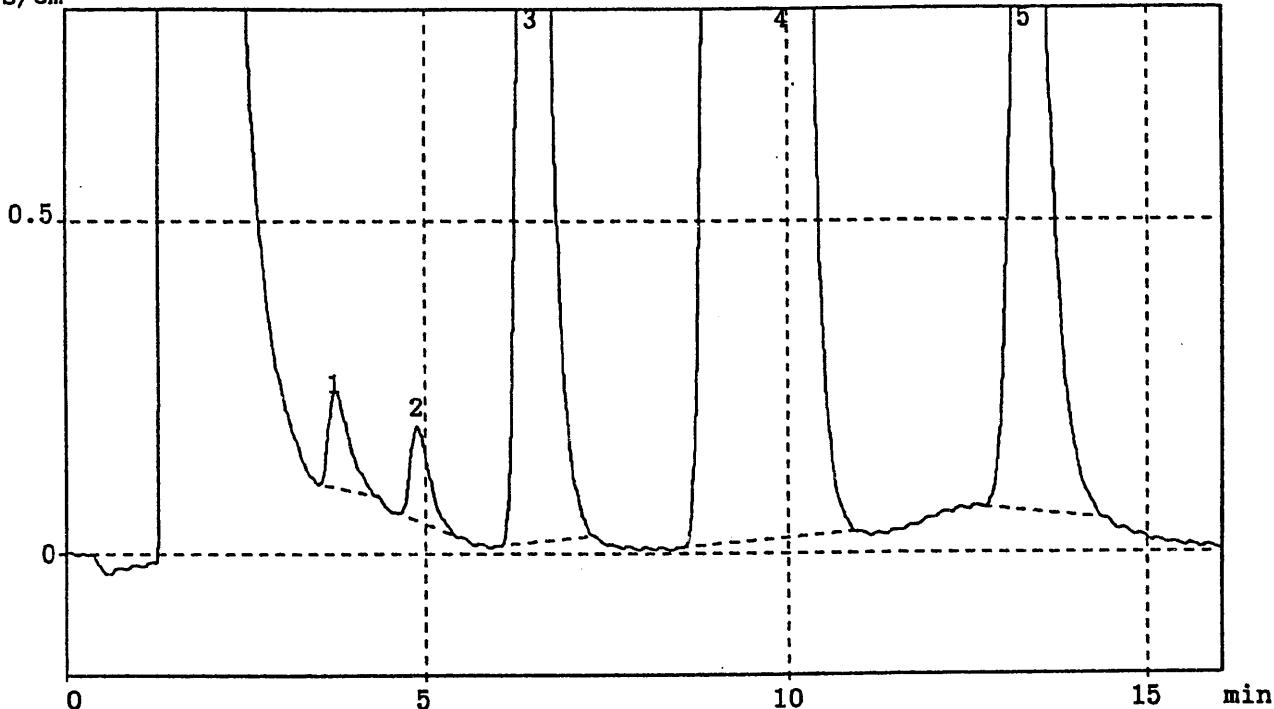
試料名： 27B-22A 試料採取量： 0.3790 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.45 クロマト=970625U0.C21

メソット*ファイル	: A3STD001.MET	検量線作成日時	: 00/00/00 00/00/00
分析日時	: 97/06/25 18:56:31	レポート出力日時	: 97/06/25 18:56:37
カラム	: Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)		
移動相	: p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM		
流量	: 0.2mL/min	設定温度	: 35°C
カラム圧力	: 64kgf/cm <sup>2</sup>	実測温度	: 35°C
検出	: 電導度 ポラリティ : +	レスポンス	: 3sec
試料	: 未知試料	注入量	: 5 μL
ハイアルID番号	: 40		

\*\* クロマトグラム \*\*

μS/cm



\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.744	30588	1474				
	2	4.881	26819	1414				
	3	6.476	688395	30867				
	4	9.917	10404205	244214				
	5	13.310	482320	14246				
<hr/>		TOTAL	11632327	292215				

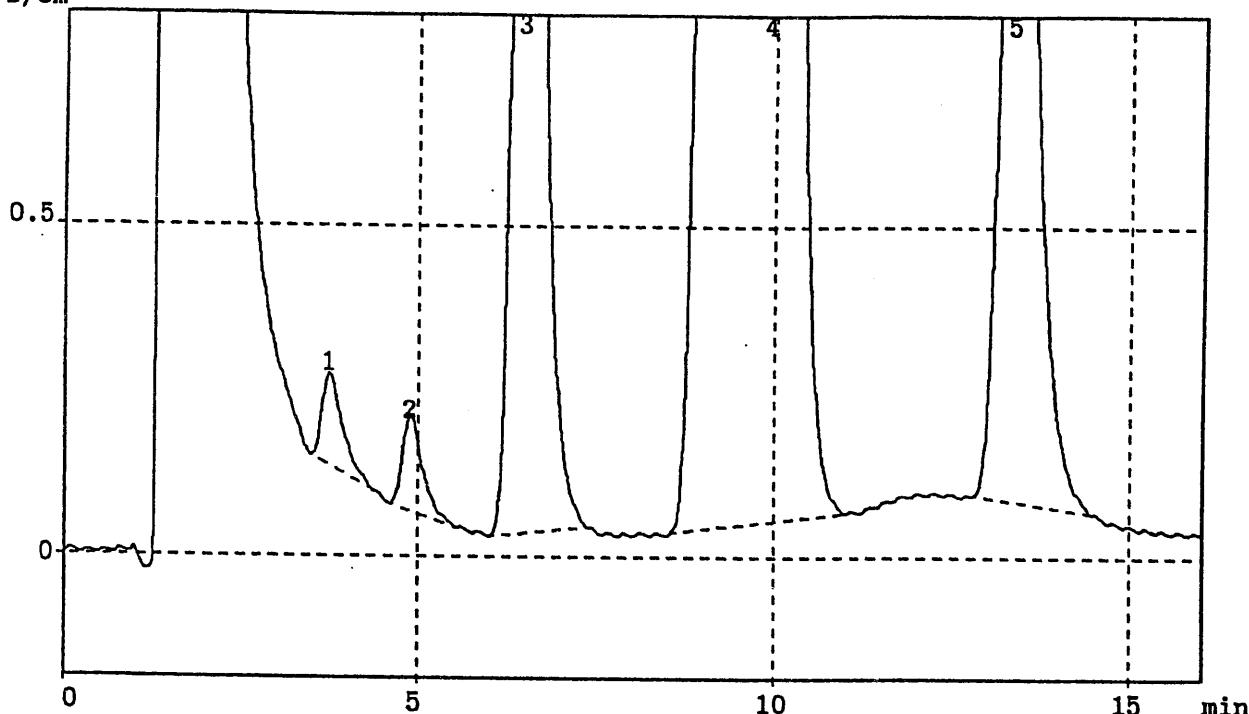
試料名：27B-22B 試料採取量：0.3949 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.46 クロマト=970625U0.C22

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/06/25 19:14:29 レポート出力日時 : 97/06/25 19:14:36  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 64kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 41

\*\* クロマトグラム \*\*

μS/cm



\*\* ヒークレポート \*\*

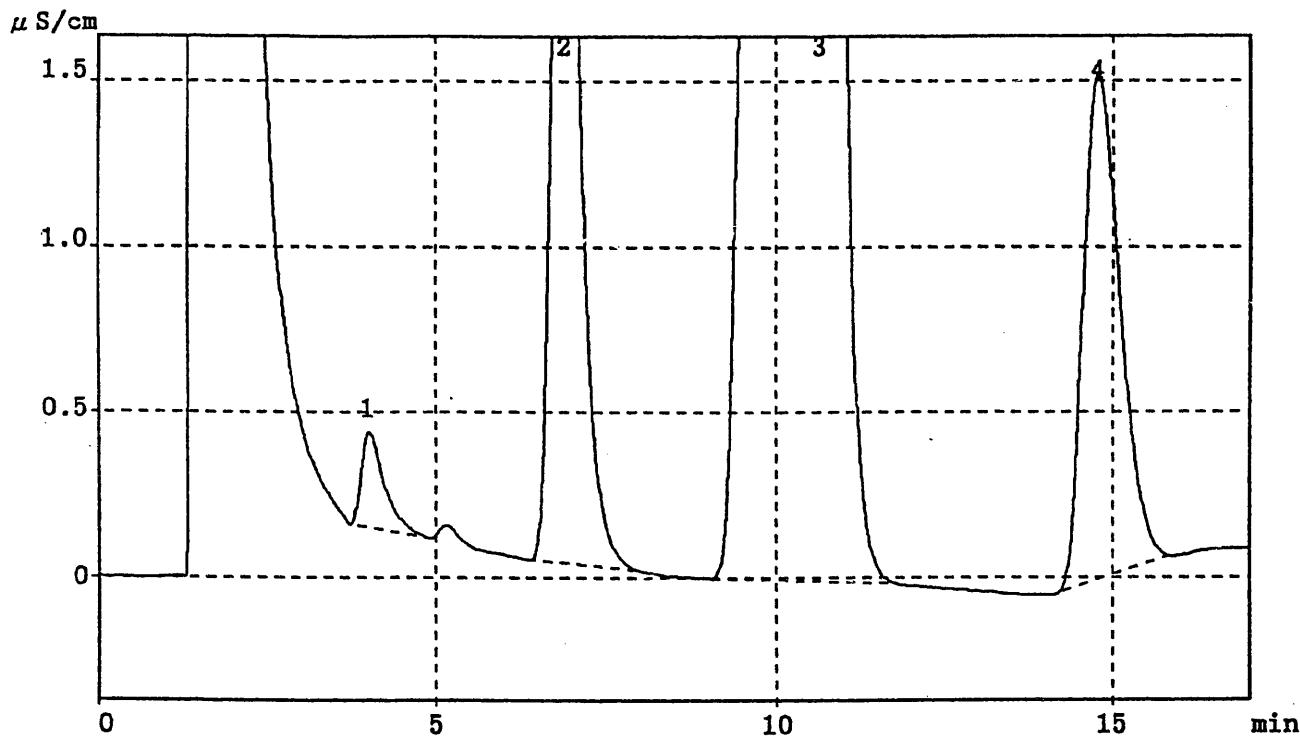
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.741	29038	.1402				
	2	4.887	28972	1467				
	3	6.477	707940	31155				
	4	9.941	10881275	250674				
	5	13.334	495037	14569				
TOTAL			12142261	299268				

試料名： 27B-23 試料採取量： 0.4658 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.25 クロマト=970703U0.C26

ソフト\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/03 19:28:57 レポート出力日時 : 97/07/03 19:29:03  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 65kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 26

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

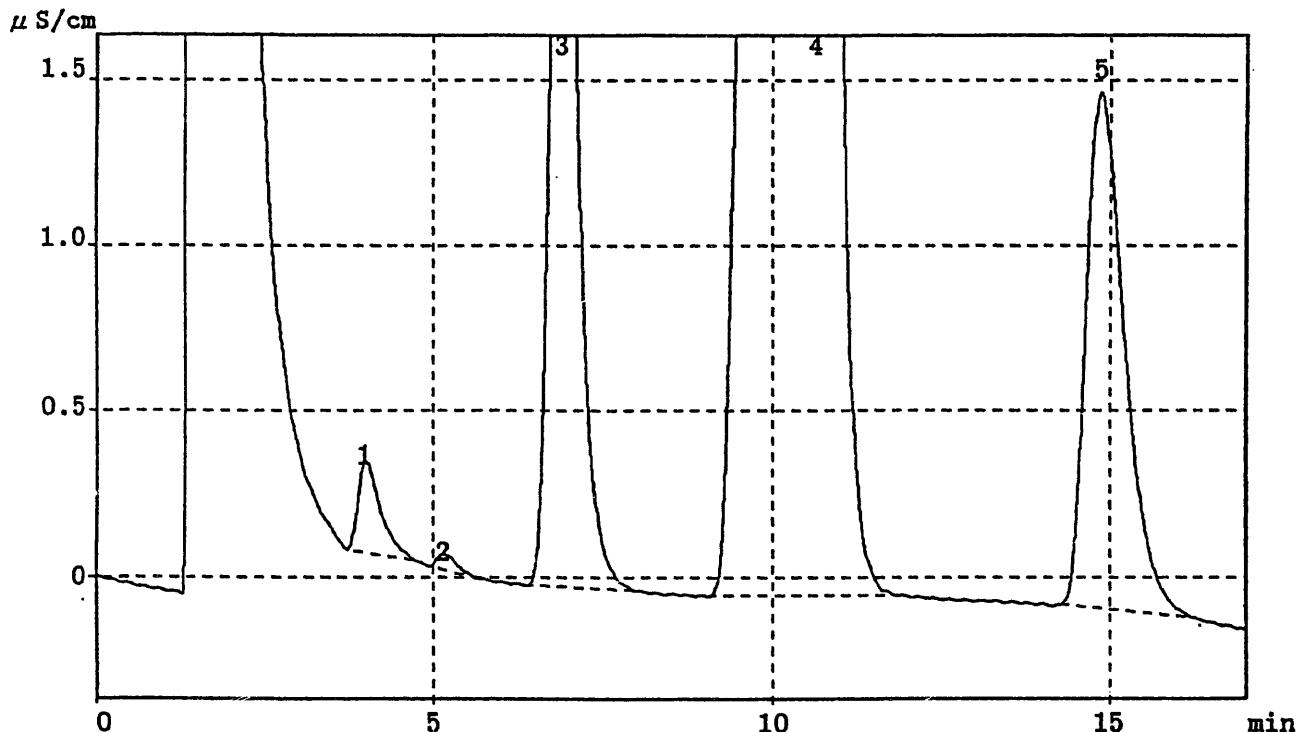
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.993	70989	2912				
	2	5.887	925966	36825				
	3	10.634	13047078	264859				
	4	14.773	593363	15265				
	TOTAL		14637396	319861				

試料名：27B-23 試料採取量：0.4658 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.24 クロマト=970703U0.C23

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/07/03 18:44:59 レポート出力日時 : 97/07/03 18:45:05  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 65kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 23

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.986	65763	2773				
	2	5.137	9621	466				
	3	6.889	927606	36824				
	4	10.638	13044444	265099				
	5	14.854	637221	15594				
TOTAL			14684655	320755				

補足資料一 5

アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析データ  
(97-M46-1 キャンペーン10B)

アスファルト固化体中の陰イオン濃度分析用検量データ (97-M46-1キャンペーン10B)  
(No.1~38)

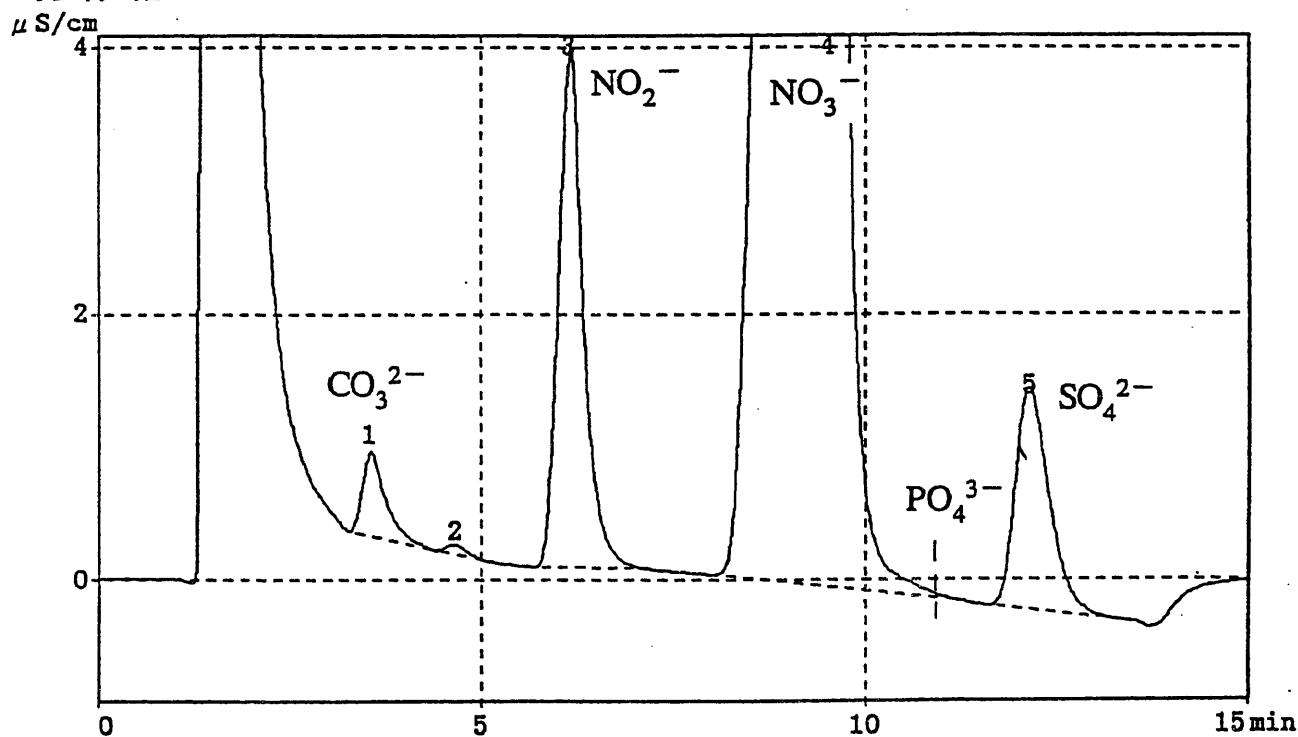
成分名	検量線式	1ppmオーダ	10ppmオーダ	100ppmオーダ	1000ppmオーダ
		peak area [-] / 濃度 [ppm]			
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	2.786×10E-5×X+2.011	34887/1.0035	217923/10.035	1346642/100.35	-
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.299×10E-5×X+0.2646	70613/1.0897	810937/10.897	8371148/108.97	-
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.825×10E-5×X+1.629	47140/1.0152	556678/10.152	5287178/101.52	55185763/1015.2
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.265×10E-5×X-0.0326	86895/1.0132	799030/10.132	8013789/101.32	-
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	7.724×10E-5×X-4.053	9269/2.002	275753/10.01	1726232/50.05	-

試料名： 10B-1 試料採取量： 0.4857 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.13 クロマト=970819U0.C06

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 16:01:16 レポート出力日時 : 97/08/19 16:01:22  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒトロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 6

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

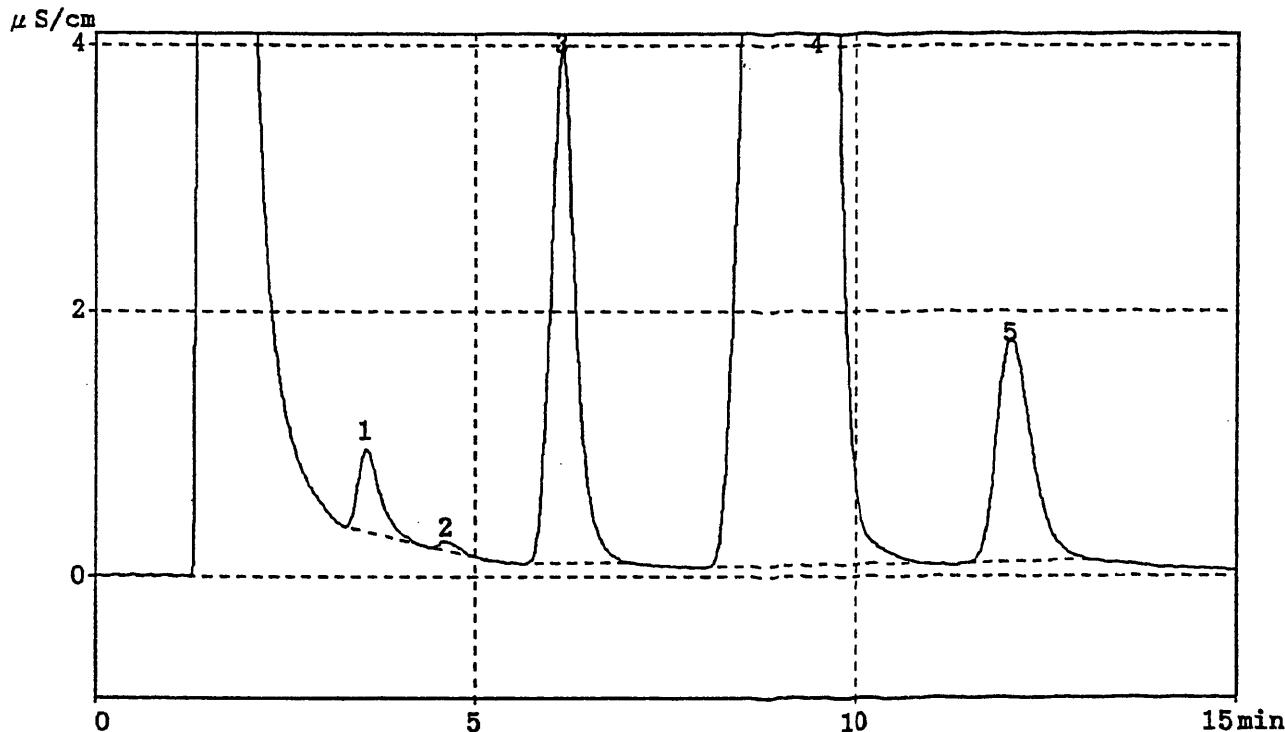
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.566	139677	6367				
	2	4.656	11917	728				
	3	6.161	908695	39466				
	4	9.504	13544860	297435				
	5	12.122	530126	16760				
TOTAL			15135275	360756				

試料名： 10B-1 試料採取量： 0.4857 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.14 クロマト=970819U0.C07

メソットファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 16:17:41 レポート出力日時 : 97/08/19 16:17:48  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 7

\*\* クロマトグラム \*\*



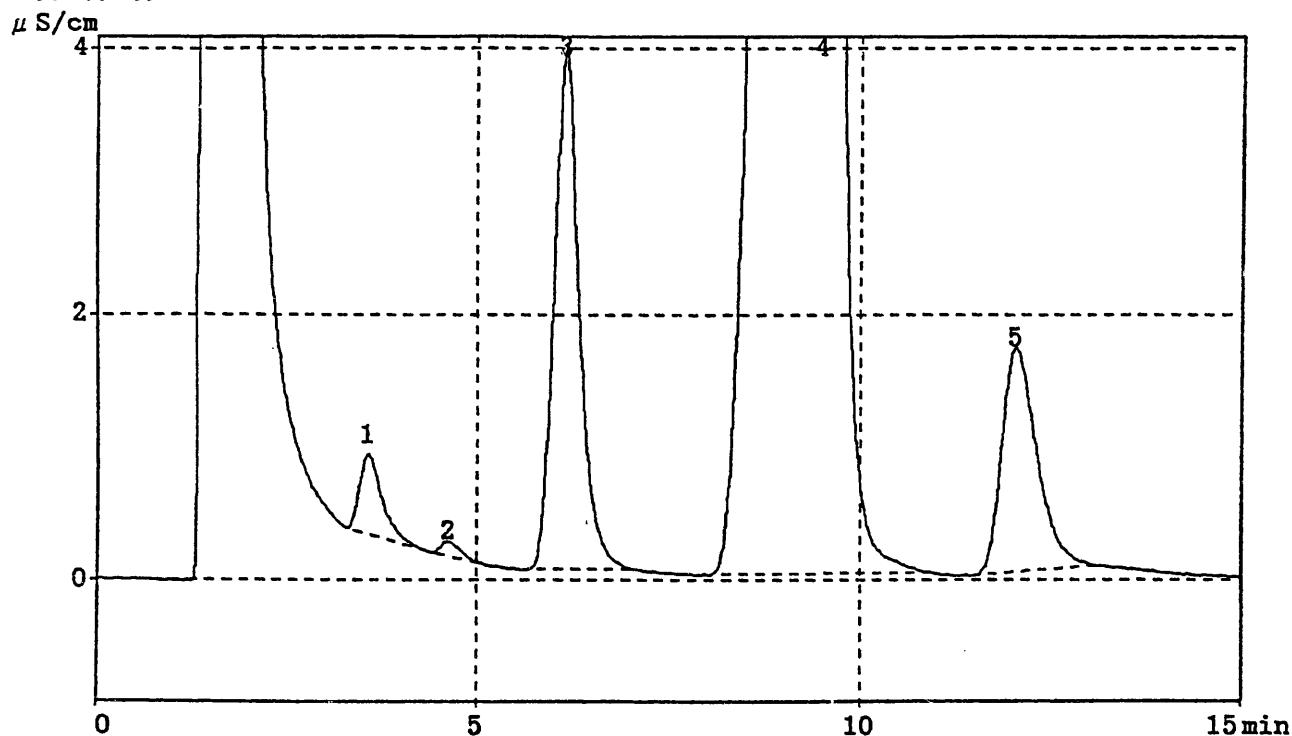
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.563	134418	6253				
	2	4.610	12381	719				
	3	6.148	903808	39452				
	4	9.477	13431542	296217				
	5	12.055	557627	16859				
	TOTAL		15039775	359501				

試料名 : 10B-6 試料採取量 : 0.4966 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.15 クロマト=970819U0.C08

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 16:33:34 レポート出力日時 : 97/08/19 16:33:41  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 8

## \*\* クロマトグラム \*\*



## \*\* ヒークレポート \*\*

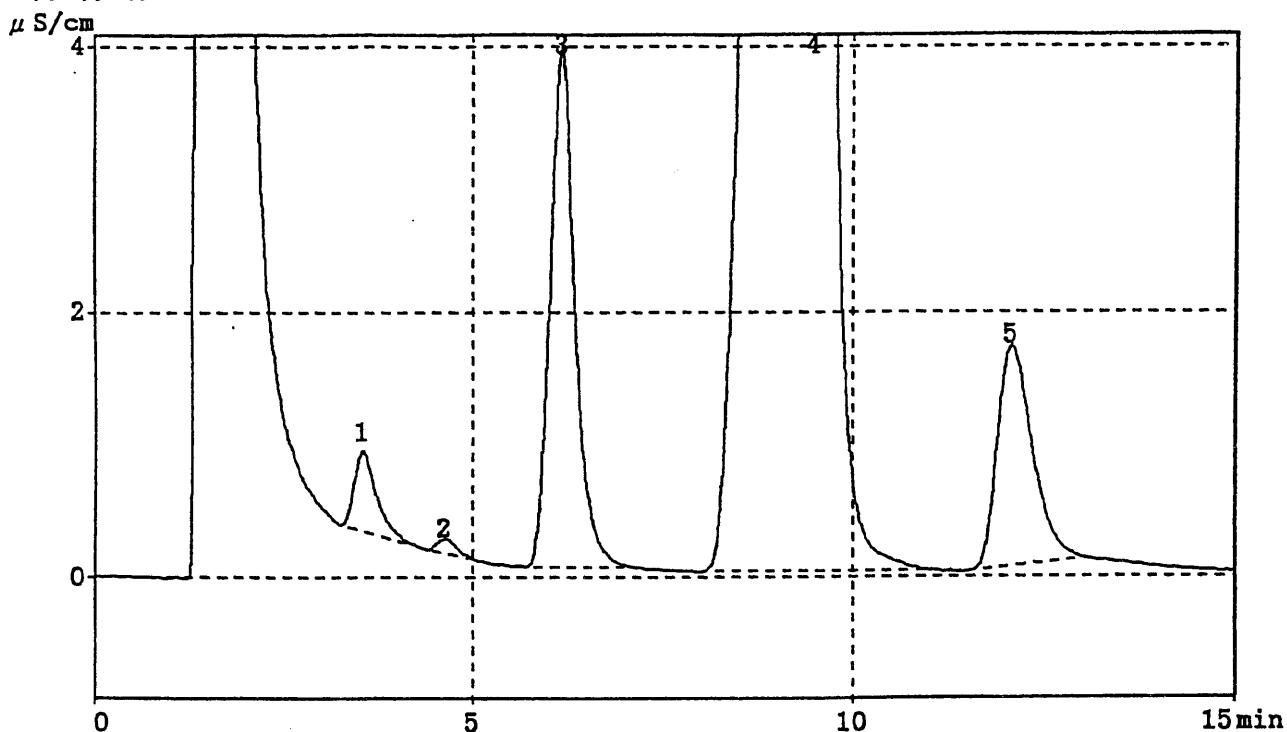
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.556	129404	6067				
	2	4.618	19709	1095				
	3	6.145	915731	39663				
	4	9.489	13762442	300157				
	5	12.054	559108	16971				
TOTAL			15386394	363953				

試料名：10B-6 試料採取量：0.4966 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.16 クロマト=970819U0.C09

メソットファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 16:49:18 レポート出力日時 : 97/08/19 16:49:25  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 オーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 バイアルID番号 : 9

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークリスト \*\*

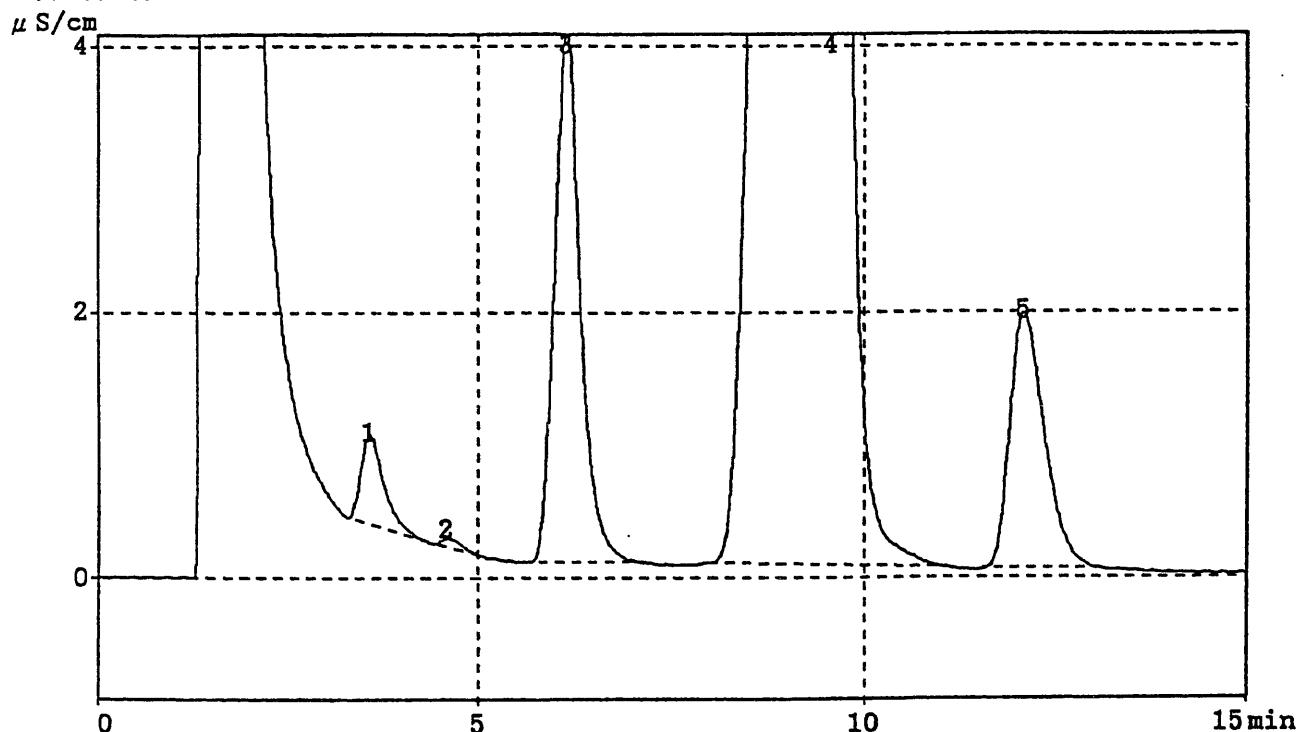
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.558	130578	6134				
	2	4.629	20072	1074				
	3	6.145	918962	39632				
	4	9.490	13765973	300110				
	5	12.061	542341	16704				
TOTAL			15377925	363655				

試料名：10B-11 試料採取量：0.5364 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.17 クロマト=970819U0.C10

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 17:09:14 レポート出力日時 : 97/08/19 17:09:20  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポリラティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 10

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ピークレポート \*\*

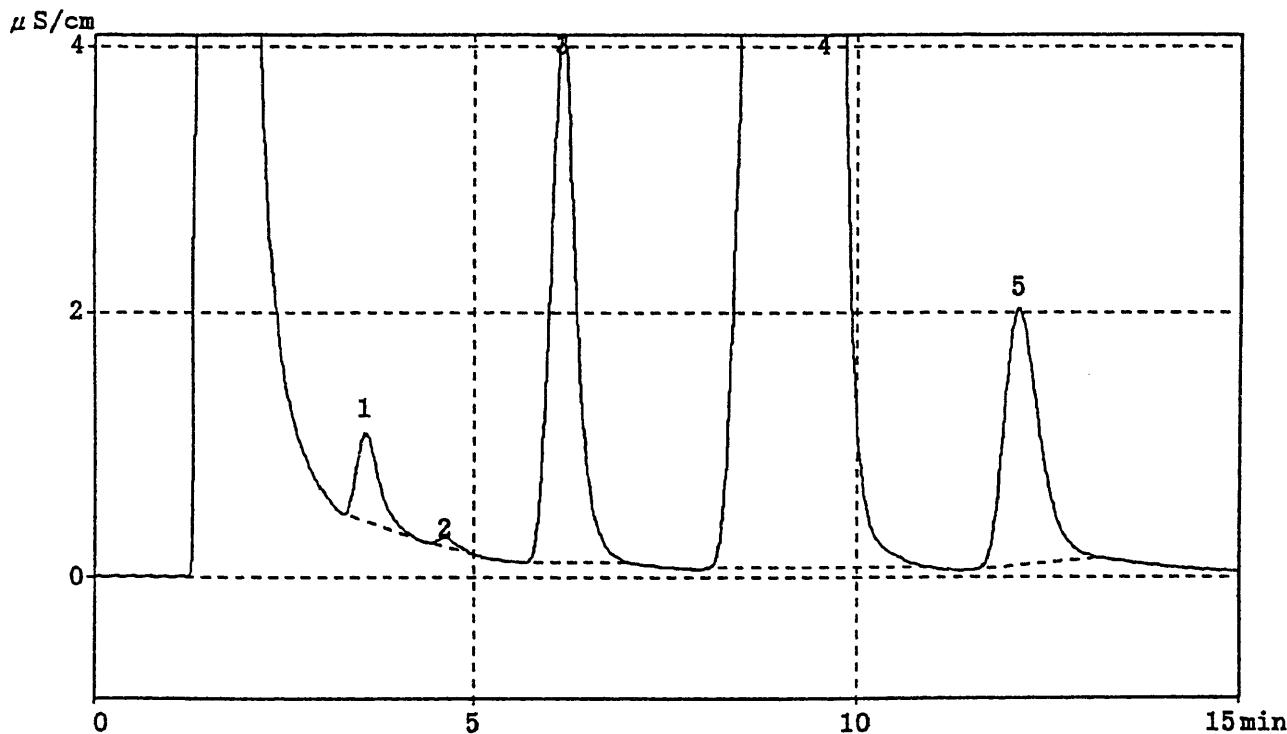
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.563	148445	6776				
	2	4.602	12404	649				
	3	6.151	982597	40935				
	4	9.553	15143182	315239				
	5	12.089	625536	19297				
TOTAL			16912165	382897				

試料名：10B-11 試料採取量：0.5364 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.18 クロマト=970819U0.C11

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 17:25:13 レポート出力日時 : 97/08/19 17:25:19  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 11

\*\* クロマトグラム \*\*



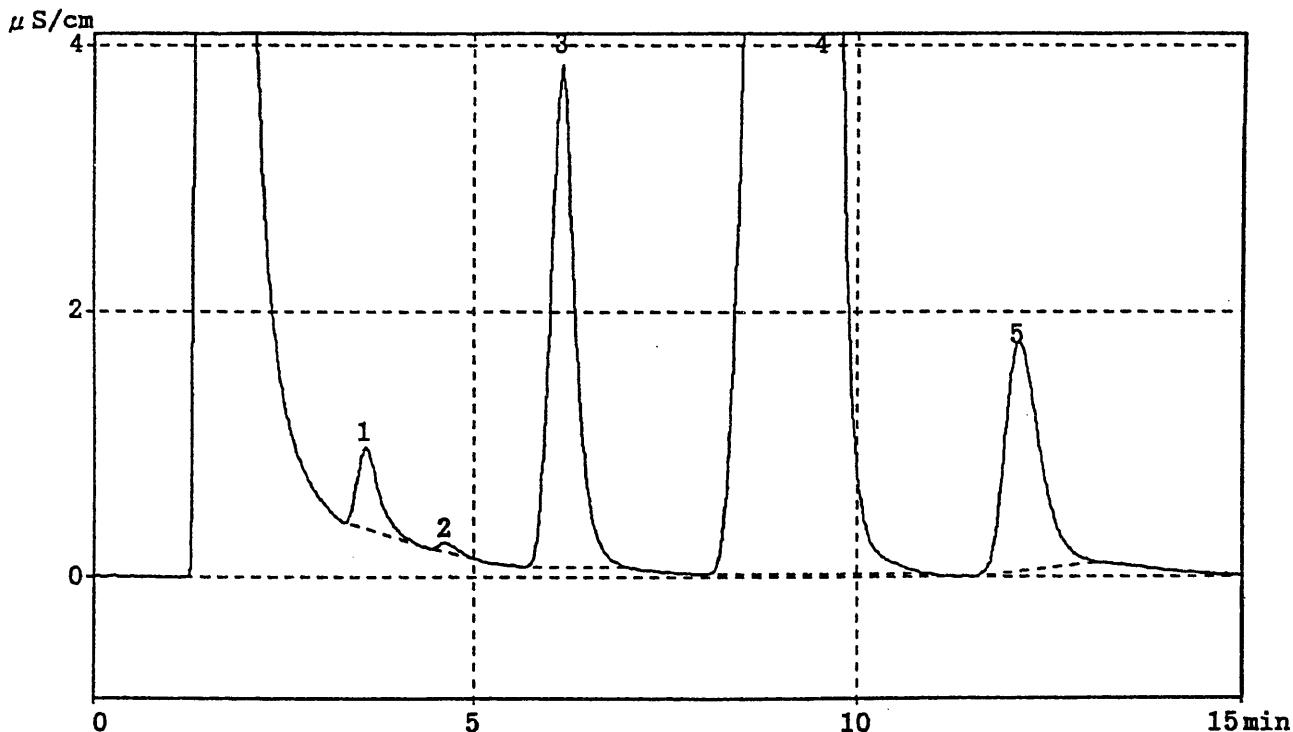
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.558	146177	6690				
	2	4.609	10948	666				
	3	6.153	982076	40944				
	4	9.552	15085323	315070				
	5	12.091	652825	19485				
<hr/>		TOTAL	16877349	382855				<hr/>

試料名：10B-16 試料採取量：0.4943 g 100倍希釈  
PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.19 クロマト=970819U0.C12

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 17:41:05 レポート出力日時 : 97/08/19 17:41:11  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 オーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハードウェアID番号 : 12

## \*\* クロマトグラム \*\*



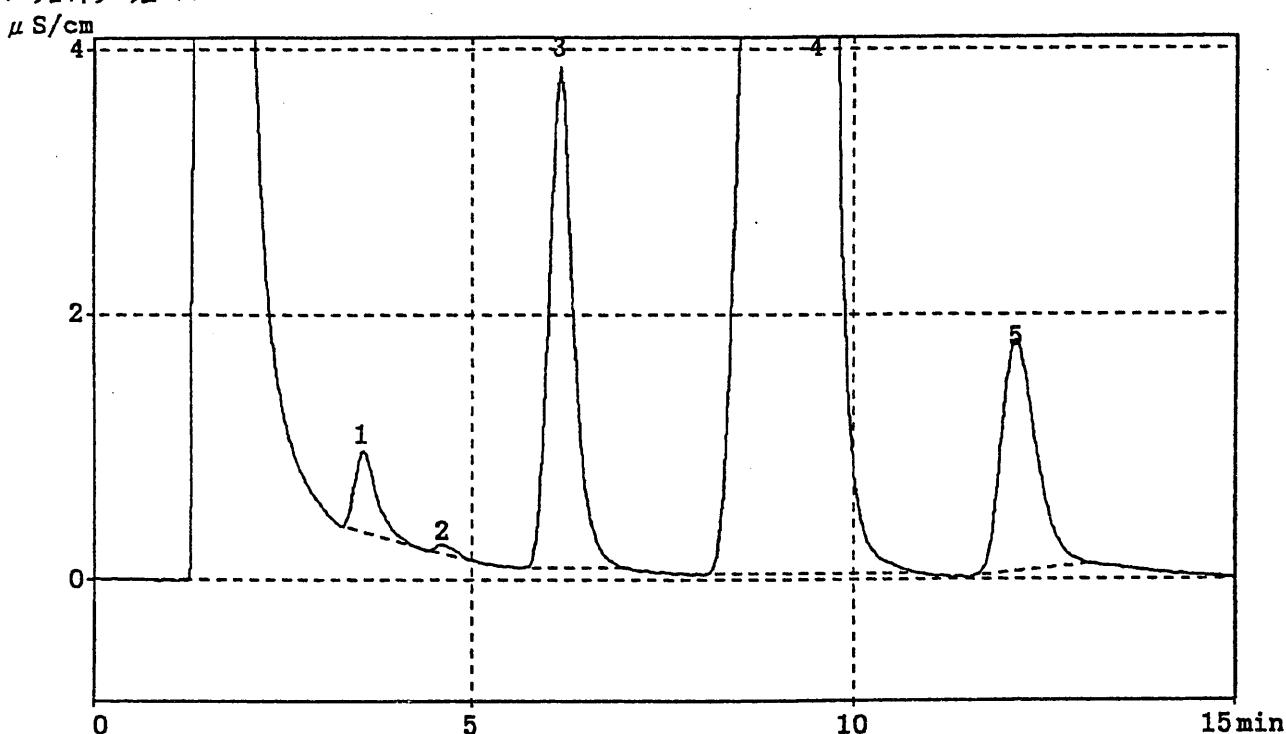
\*\* ヒークレホート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.567	130866	6134				
	2	4.612	11089	665				
	3	6.155	875093	37763				
	4	9.512	13805204	300161				
	5	12.110	573631	17355				
		TOTAL	15395882	362079				

試料名 : 10B-16 試料採取量 : 0.4943 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.20 クロマト=970819U0.C13

ソフトウェア : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 17:57:12 レポート出力日時 : 97/08/19 17:57:19  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 オーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 13

## \*\* クロマトグラム \*\*



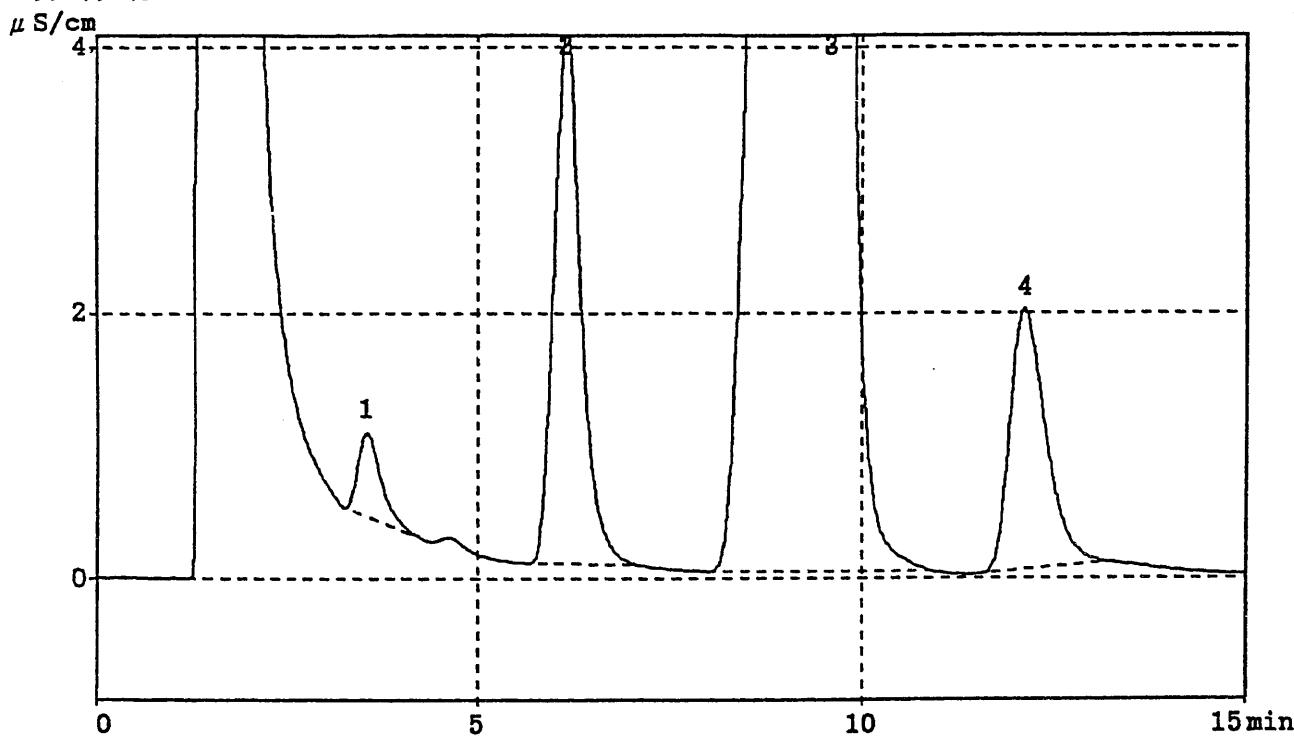
## \*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.566	131262	6121				
	2	4.613	11920	671				
	3	6.155	871884	37747				
	4	9.515	13804352	299884				
	5	12.123	578824	17490				
<hr/>		TOTAL	15398242	361913				

試料名： 10B-21 試料採取量： 0.5941 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.21 クロマトID=970819U0.C14

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 18:13:12 レポート出力日時 : 97/08/19 18:13:18  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 14

\*\* クロマトグラム \*\*



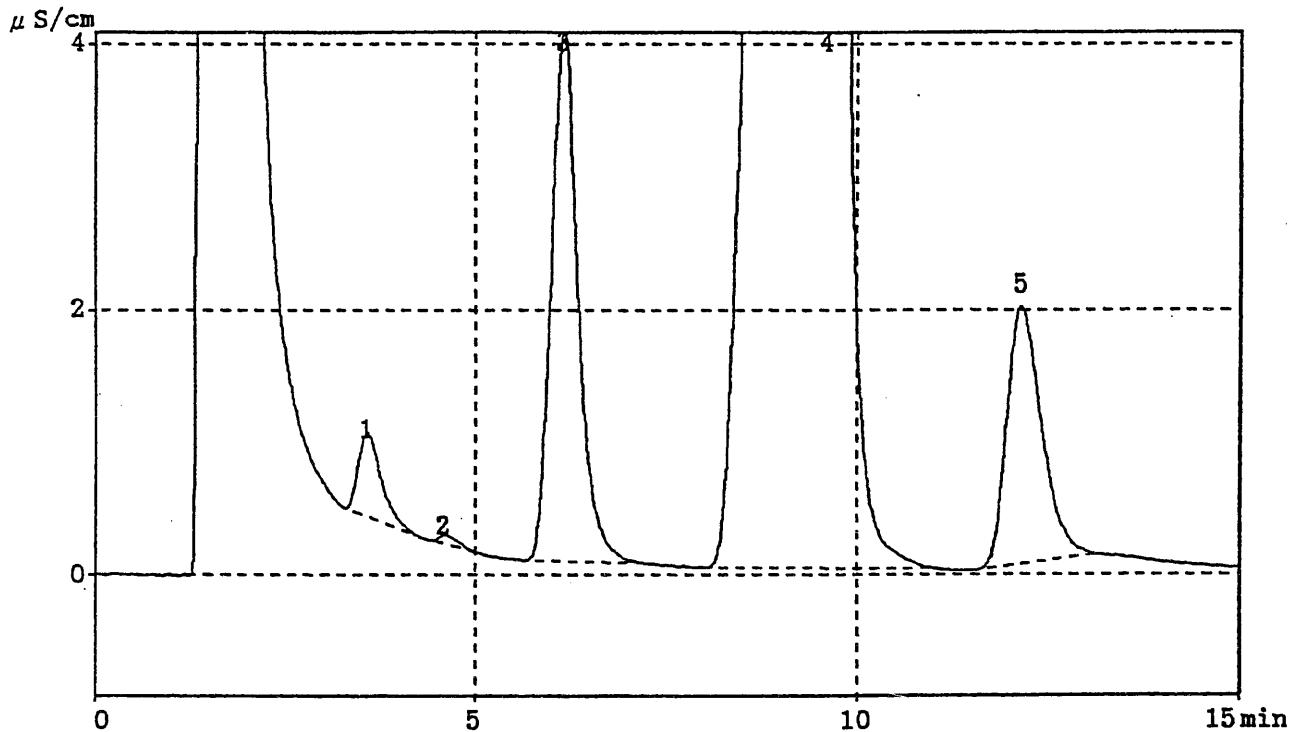
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.550	139960	6322				
	2	6.154	1014663	40820				
	3	9.608	16407783	329516				
	4	12.126	662735	19694				
	TOTAL		18225141	396352				

試料名 : 10B-21 試料採取量 : 0.5941 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.22 クロマト=970819U0.C15

ソフト\*ファイル : A3STD001.MET 検査線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 18:28:56 レポート出力日時 : 97/08/19 18:29:02  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 15

## \*\* クロマトグラム \*\*



## \*\* ヒークレポート \*\*

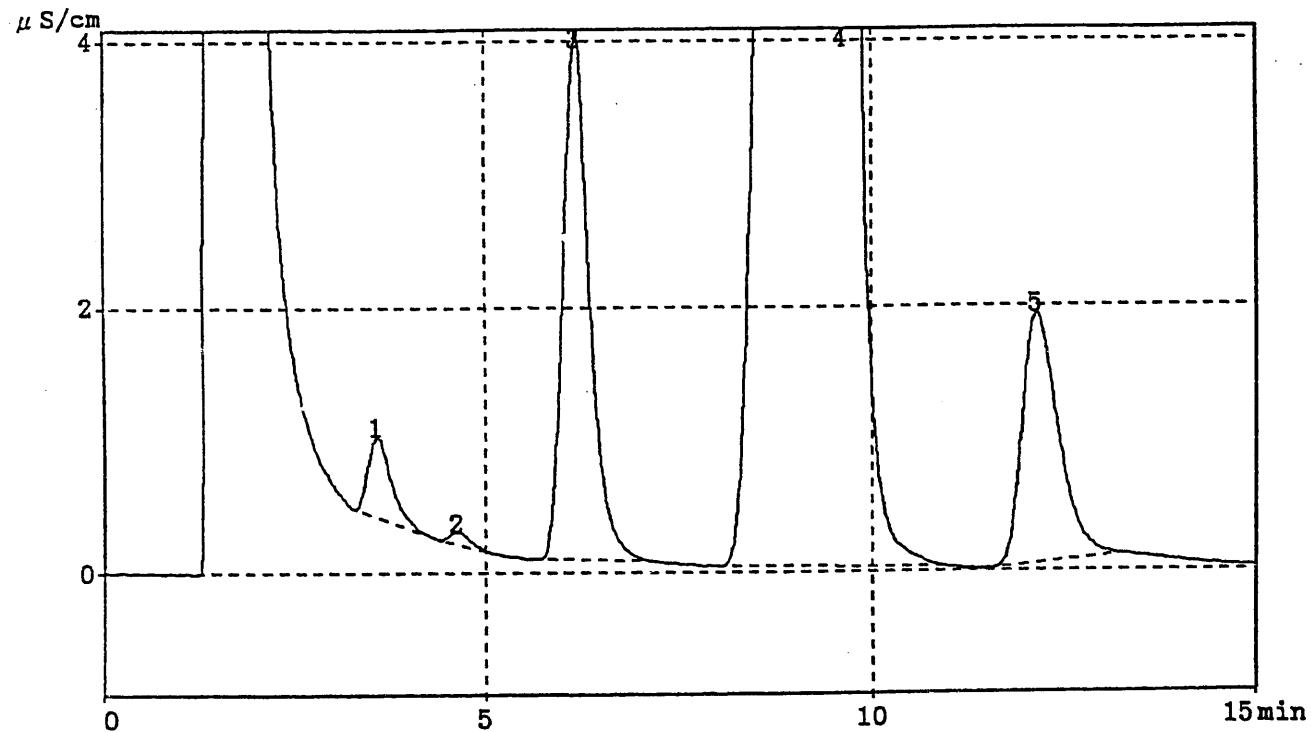
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.555	141440	6332				
	2	4.596	11918	652				
	3	6.160	1017461	40869				
	4	9.613	16374753	328917				
	5	12.127	646371	19502				
TOTAL			18191942	396272				

試料名：10B-26 試料採取量：0.5564 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.23 クロマト=970819U0.C16

ソフトウェア名 : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 18:44:53 レポート出力日時 : 97/08/19 18:44:59  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、ジエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 16

\*\* クロマトグラム \*\*



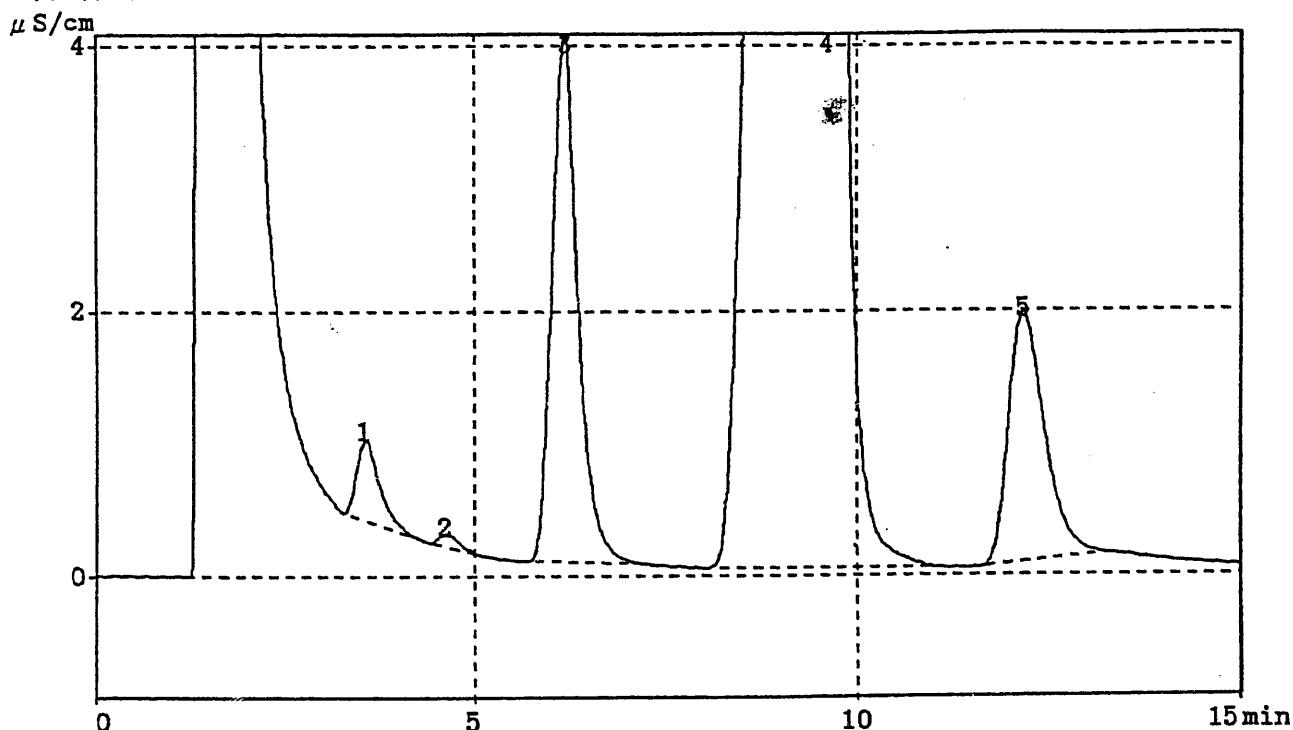
\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.560	133390	6131				
	2	4.619	17354	887				
	3	6.159	975281	40221				
	4	9.583	15473974	318810				
	5	12.143	631221	18840				
TOTAL			17231220	384890				

試料名：10B-26 試料採取量：0.5564 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.24 クロマト=970819U0.C17

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 19:00:58 レポート出力日時 : 97/08/19 19:01:05  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 17

## \*\* クロマトグラム \*\*



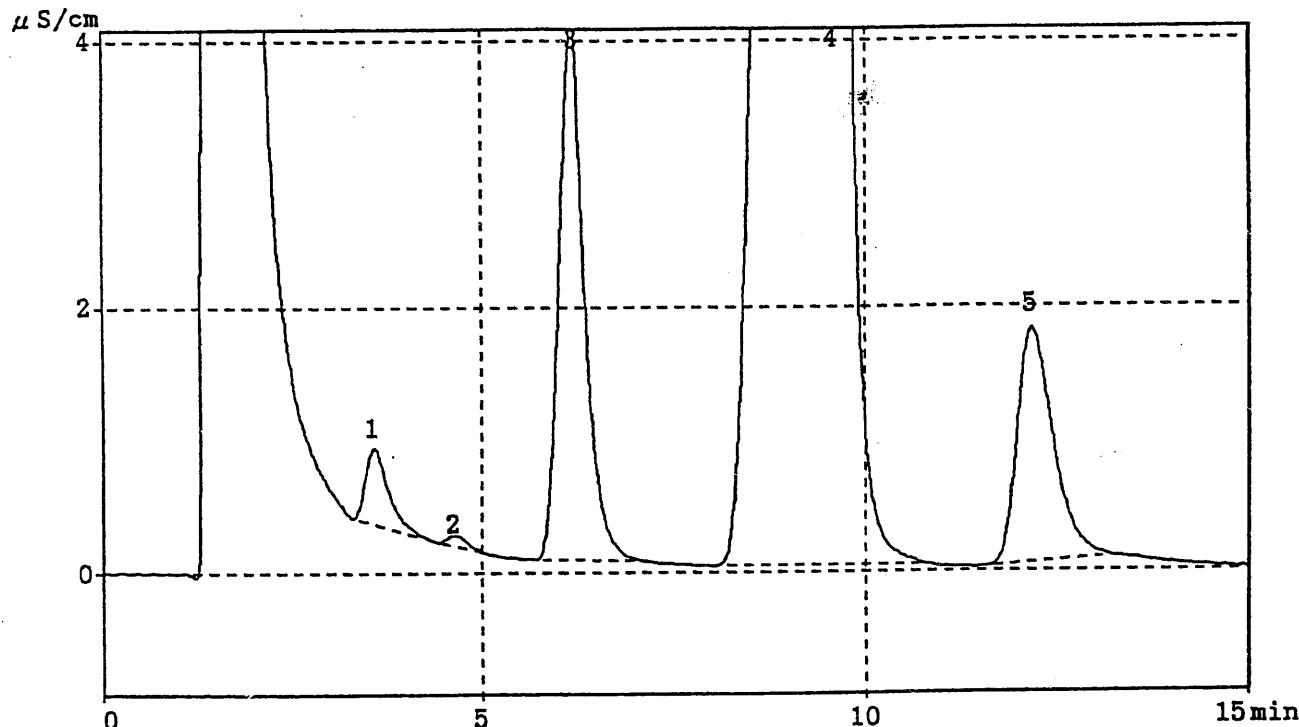
## \*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.566	132062	6075				
	2	4.627	17082	886				
	3	6.168	973115	40157				
	4	9.592	15471620	319160				
	5	12.168	636530	18912				
TOTAL			17230408	385190				

試料名：10B-31 試料採取量：0.5113 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.25 クロマト=970819U0.C18

メソット\*ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 19:17:31 レポート出力日時 : 97/08/19 19:17:37  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 18

\*\*クロマトグラム\*\*



\*\*ピーケレポート\*\*

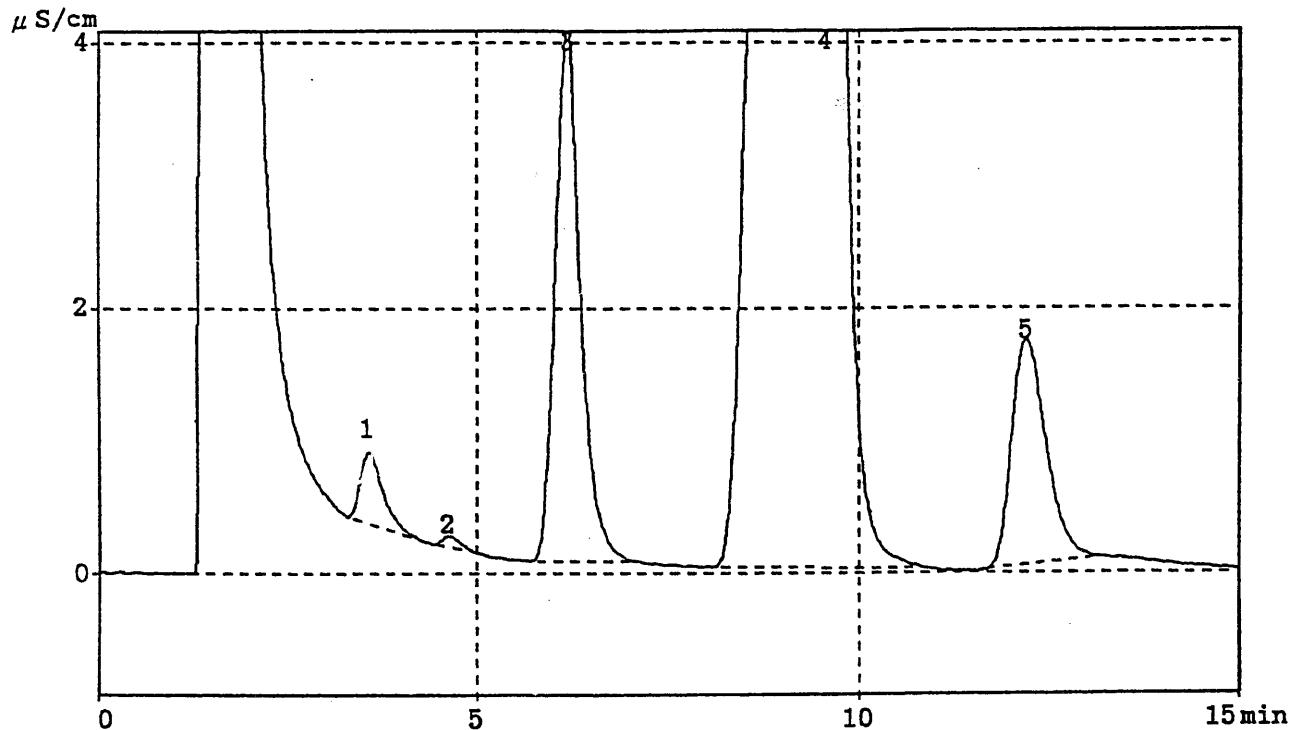
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	ILNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.569	126766	5796				
	2	4.632	15379	815				
	3	6.171	965204	41090				
	4	9.552	14310921	305866				
	5	12.190	596347	17733				
TOTAL			16014617	371300				

試料名： 10B-31 試料採取量： 0.5113 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.26 クロマト=970819U0.C19

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 19:33:28 レポート出力日時 : 97/08/19 19:33:35  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シーエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポーラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 19

\*\* クロマトグラム \*\*



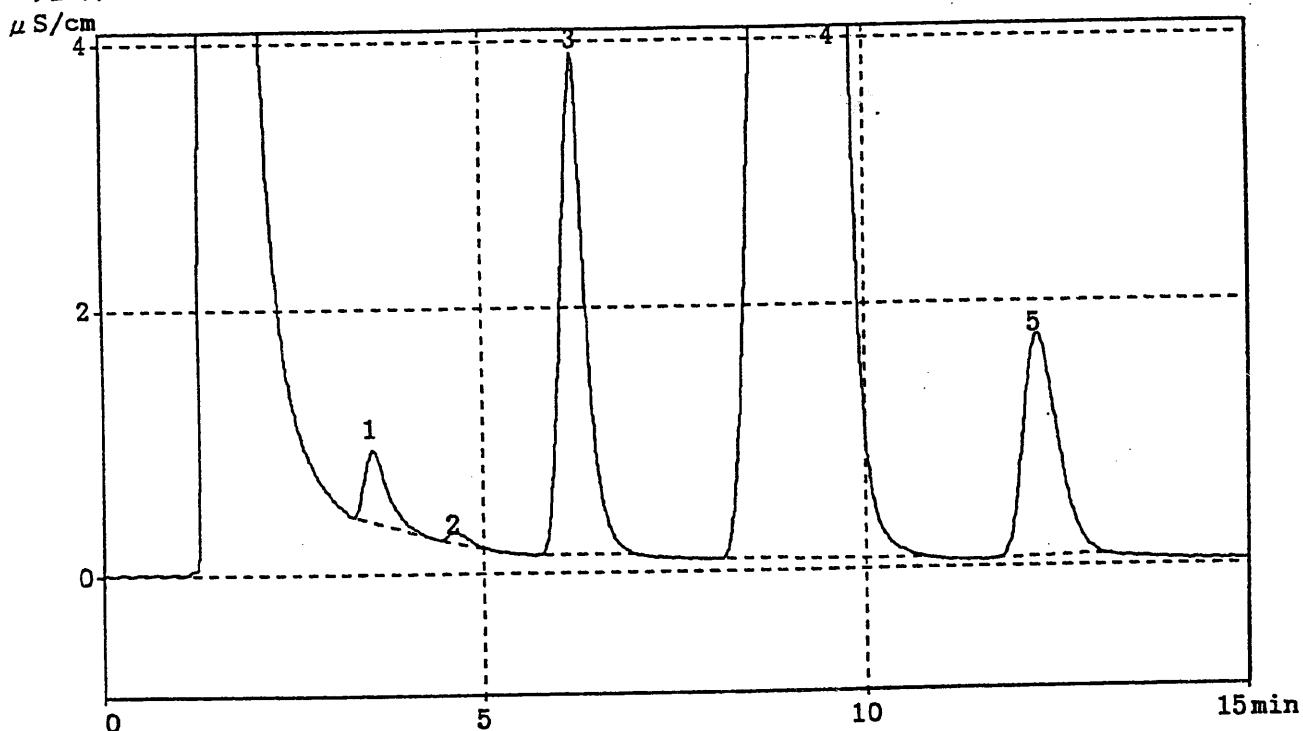
\*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.571	116826	5434				
	2	4.630	13765	820				
	3	6.181	962254	41039				
	4	9.563	14313868	305584				
	5	12.207	553126	17120				
TOTAL			15959840	369998				

試料名：10B-36 試料採取量：0.4903 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.27 クロマト=970819U0.C20

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 20:24:05 レポート出力日時 : 97/08/19 20:24:12  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レッシュ : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 20

## \*\* クロマトグラム \*\*



## \*\* ヒークリスト \*\*

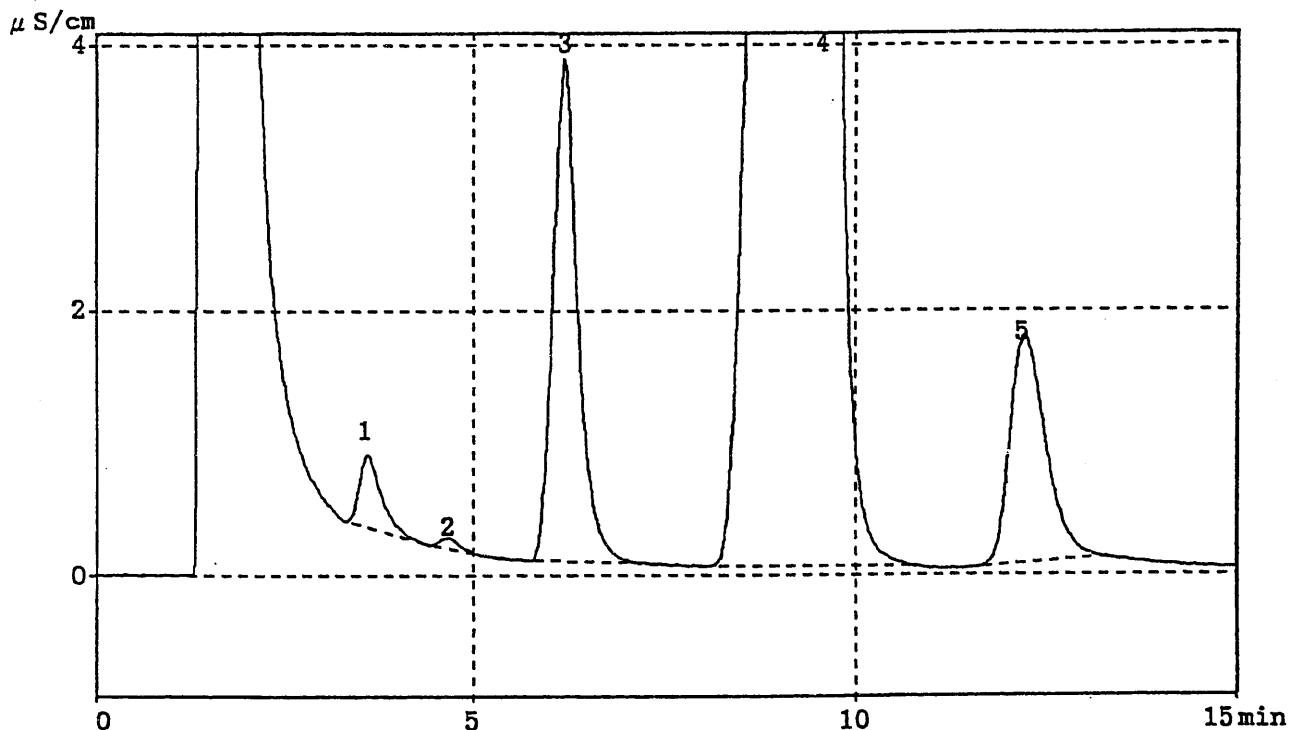
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.574	117803	5480				
	2	4.636	14458	795				
	3	6.176	868758	37871				
	4	9.542	13674929	298156				
	5	12.240	545345	16856				
	TOTAL		15221293	359159				

試料名：10B-36 試料採取量：0.4903 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.28 クロマト=970819U0.C21

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 20:40:58 レポート出力日時 : 97/08/19 20:41:05  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 75kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 21

## \*\* クロマトグラム \*\*



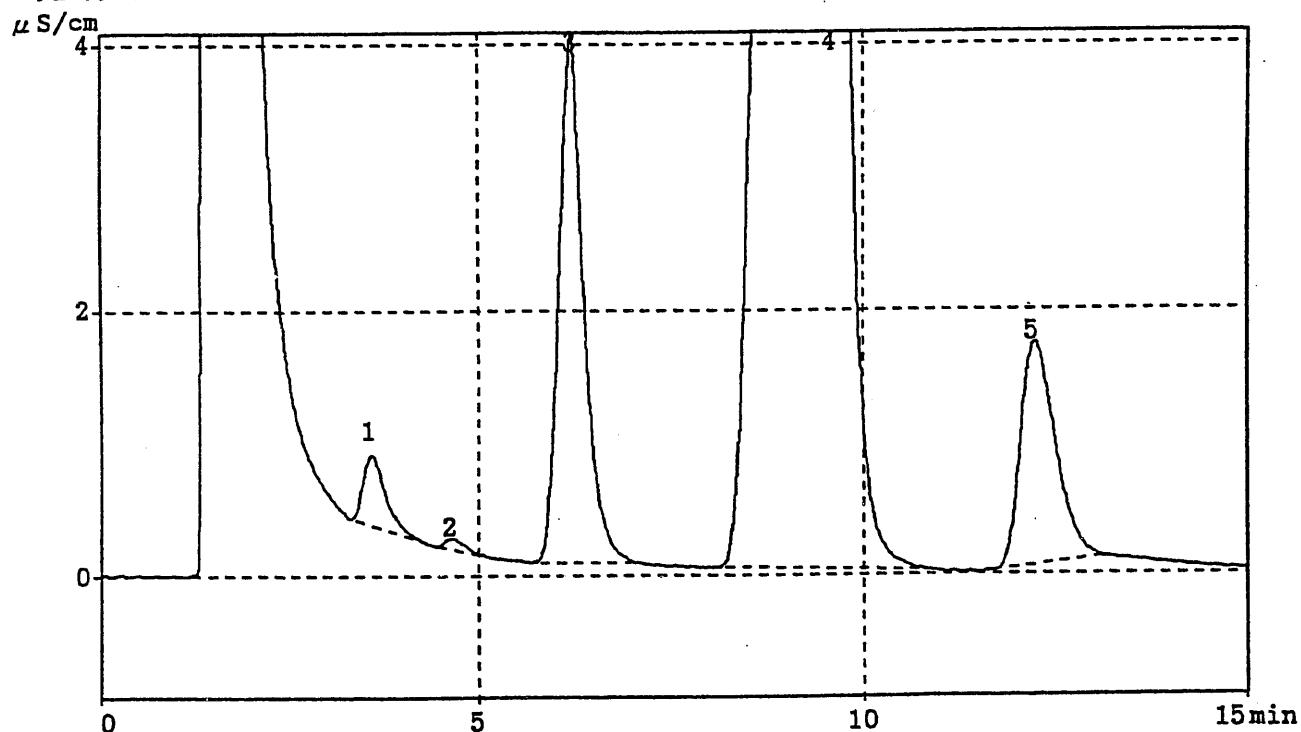
## \*\* ヒークレポート \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.575	118536	5488				
	2	4.670	14163	833				
	3	6.176	874067	37941				
	4	9.540	13632048	297927				
	5	12.232	576865	17216				
TOTAL			15215678	359406				

試料名： 10B-38 試料採取量： 0.4974 g 100倍希釈  
 PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.29 クロマト=970819U0.C22

メソット・ファイル : A3STD001.MET 検量線作成日時 : 00/00/00 00/00/00  
 分析日時 : 97/08/19 20:57:10 レポート出力日時 : 97/08/19 20:57:16  
 カラム : Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)  
 移動相 : p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM  
 流量 : 0.2mL/min 設定温度 : 35°C  
 カラム圧力 : 74kgf/cm<sup>2</sup> 実測温度 : 35°C  
 検出 : 電導度 ポラリティ : + レスポンス : 3sec  
 試料 : 未知試料 注入量 : 5 μL  
 ハイアルID番号 : 22

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークレポート \*\*

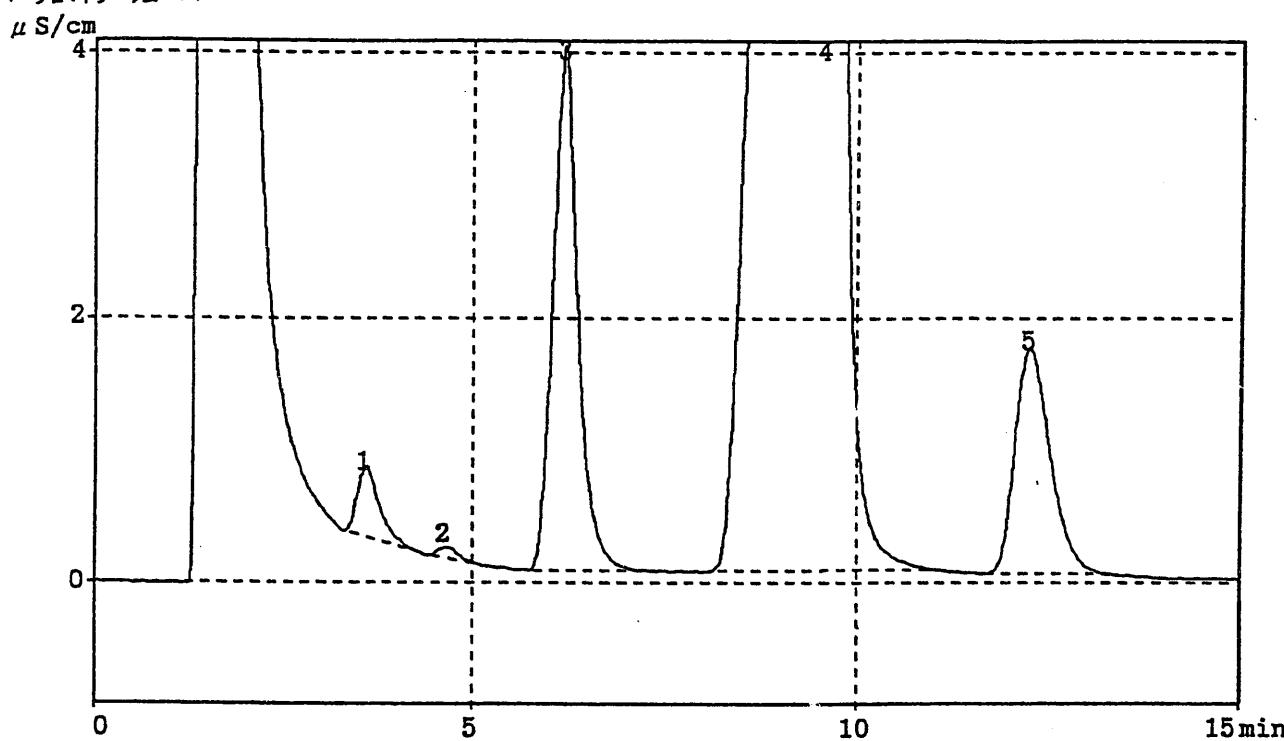
CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.577	114381	5334				
	2	4.641	14174	820				
	3	6.186	920022	39641				
	4	9.563	14011471	301973				
	5	12.242	546104	16896				
<hr/>		TOTAL	15606151	364666				

試料名： 10B-38 試料採取量： 0.4974 g 100倍希釈

PIA-1000 Ver.1.05 CH=1 Report No.30 クロマト=970819U0.C23

メソット*ファイル	: A3STD001.MET	検量線作成日時	: 00/00/00 00/00/00
分析日時	: 97/08/19 21:16:58	レボート出力日時	: 97/08/19 21:17:05
カラム	: Shim-pack IC-A3(S) (2.0 mm ID X 150 mm L)		
移動相	: p-ヒドロキシ安息香酸, 2.0 mM、シエチルエタノールアミン, 2.2 mM		
流量	: 0.2mL/min	設定温度	: 35°C
カラム圧力	: 75kgf/cm <sup>2</sup>	実測温度	: 35°C
検出	: 電導度 ポラリティ : +	レスポンス	: 3sec
試料	: 未知試料	注入量	: 5 μL
バイアルID番号	: 23		

\*\* クロマトグラム \*\*



\*\* ヒークリスト \*\*

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	NAME	CONC(ppm)
1	1	3.577	117140	5431				
	2	4.646	15682	830				
	3	6.183	920281	39556				
	4	9.561	14020039	301403				
	5	12.262	559575	17123				
<hr/>		TOTAL	15632717	364343				