

本資料は 2001. 6. 20 日付けで登録区分、
変更する。

[技術情報室]

六フッ化ウランの質量分析マニュアル

Mass Spectrometry Manual of Uranium Hexafluoride

1980年5月

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所

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

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

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

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

≡ N 8 5 2 - 8 0 - 0 6

1 9 8 0 年 5 月 9 日



六フッ化ウランの質量分析マニュアル

技術部分分析課編集

編集責任者 大 西 紘 一

編 集 者 秋 山 繁 夫

菅 原 薫

園 部 次 男

- 目 的 : 初心者にもわかりやすく, かつ実際の取扱いに役立つ六ッ化ウランの
質量分析マニュアルの作成
- 要 旨 : Nuclide 社製 12-90-CG 型質量分析計を用いて, 六フッ化ウラ
ンの濃縮度分析を行なう者のために, できるだけ順序正しく, 又実際
の経験をとおしての操作上の注意事項等を豊富にとり入れ実際に役立つ
ことを目標に編集した。

目 次

I	質量分析装置の取扱い	1
1.	仕 様	1
2.	操作法	2
2-1	電 気 系	2
2-2	真空を得るための操作	2
2-3	各回路の作動	4
2-4	圧縮空気を得るための操作	5
2-5	試料容器の導入系への取り付け、および取りはずし	5
2-6	Sampling Reservoir に試料を導入する方法	6
2-7	イオンソースに試料を導入する操作	8
2-8	ソースマグネットの調整	8
2-9	分解能の測定	9
2-10	Ratio Recorder の校正	10
2-11	エアーバルブの配置、結線および調整	11
2-12	質量分析装置の停止法	11
3.	質量分析装置に関する一般的な保守点検および注意事項	13
3-1	質量分析計	13
3-2	油回転ポンプ	13
3-3	油拡散ポンプ	13
3-4	コンプレッサー	14
3-5	コールドトラップ	14
3-6	冷 却 水	14
3-7	空 調	14
II	六フッ化ウラン中の U-235 濃縮度分析法	15
1.	要 旨	15
2.	適用範囲および精度	15
3.	試薬および装置	15
4.	操 作 法	15
4-1	試料の前処理	15
4-2	質量分析	16

4-3 濃縮度計算法	26
III 付 録	27
1. イオンソースの洗浄方法	27
2. イオンソースの組み立て方法	27
3. 同位体比, 原子数分率, 重量分率の計算	29
3-1 同位体比	29
3-2 原子数分率	29
3-3 重量分率	30
4. コールドトラップの脱着と洗浄方法の注意	30
4-1 取りはずし方	30
4-2 洗 浄	30
4-3 取り付け方	31
5. UF ₆ 標準試料	31
IV 参 考 資 料	32

I 質量分析装置の取扱い

1. 仕様

型 式	: ニール型, 単一収束型
イオンソース	: ニールボックス改良型電子衝撃方式
ソーススリット	: 0.008 インチ (0.20 mm)
コレクタースリット	: 0.014 インチ (0.36 mm)
分 解 能	: 最大 500 M/ΔM
電 磁 石	: 90° 偏向, 曲率半径 12 インチ (約 30 cm)
磁 束	: 最大 8,000 ガウス (最大 25 A)
加 速 電 圧	: 最大 5,000 V
電 子 電 流	: 最大 2,000 μA
フィラメント	: タングステンワイヤー
トラップヒータ	: タングステンリボン
入 力 抵 抗	: ^{235}U - $10^{10}, 10^{11}, 10^{12}$ オーム ^{238}U - $10^9, 10^{10}, 10^{11}$ オーム
コレクター	: 2重コレクター方式
真 空 度	: イオンソース側 (100 ℓ/sec イオンポンプ) - 2×10^{-8} Torr 以下 (試料導入時 4×10^{-8} Torr 以下) 分析管側 (50 ℓ/sec イオンポンプ) - 1×10^{-8} Torr 以下
試料導入量コントロール	: $^{238}\text{UF}_6^+$ イオンフィードバックコントロール方式
試料導入方式	: 5 系列, 自動導入方式
質量分析装置重量	: 2,500 kg
電気容量	: 単相 200 VAC, 30 A

2. 操 作 法	備 考
2-1 電気系 (1) 主電源（配電盤）のスイッチを入れる。 (2) スタビライザーのスイッチを入れる。 (3) スライダックの電圧を115 Vまで上昇させる。 (4) 質量分析計の各回路の電源（Power Switch）を入れる。	図1-1, 1-2 参照 (1) トランジスター冷却ファン (2) 拡散ポンプ, ロータリーポンプ用電源 (3) ベーキング用電源 (4) その他テーブルタップ（後部扉）から電源をとるものすべて（真空計等） (5) イオンポンプ電源
2-2 真空を得るための操作 a. 試料導入側, イオンソース, イオンポンプ, 分析管が大気圧であるときの操作 (1) バルブ, フランジ等が閉じていることを確認してから Fore Pump のスイッチを入れる。 (2) Thermocouple Gauge の電源を入れる。 (3) イオンソース用イオンポンプのアイソレーションバルブを全開にする。 (4) グリーンバルブ（荒引用）を全て全開にする。 (5) 0.01 Torr 以下になるまで真空引きする。 (6) アイソレーションバルブ, グリ	図1-1, 1-2, 2 参照 このポンプは荒引用のための Mechanical Pump（図2）で, 直結型のロータリーポンプ（ケミカルタイプ）を使用している。 図1-1 参照 拡散ポンプを使用すると時間が短縮される。

ーンバルブを全て閉じる。

- (7) イオンポンプの電源スイッチ
(Power Start)を入れる。

- (8) 分析管側イオンポンプを作動させる。Pumps 1のスイッチを
" Amp " の状態にし, " OUTP
UT VOLTAGE " の電圧をス
ライドさせる。正常電圧 4.5 KV
までかける。

- (9) 分析管側が正常な真空度が得ら
れたなら, イオンソース側の
Pumps 2 を作動させる。

- (10) 両方のイオンポンプが正常に作
動し, 真空度が得られたらイオン
ソース側のアイソレーションバル
ブを少しずつ開く。

- (11) 上記の真空度が得られたら
Protect を 10^{-5} Torr にセッ
トする。

- (12) 分析管とイオンソース間の
Vacuum Valve を全開にする。

b. イオンソース交換時の操作

- (1) イオンポンプの排気速度

イオン源: $100 \text{ l N}_2/\text{sec}$

分析管: $50 \text{ l N}_2/\text{sec}$

- (1) 真空漏れがある時は, ポンプ内部で放電
し正常電圧がかからない。
(2) " Amp " の状態で電圧をスライドさせ,
約 5 ~ 10 分間待っても電流 (DC, A)
が流れている場合は, 再度グリーンバルブ
を開いて真空引きする。
(3) 大気圧の状態で長く置いた場合は, ベー
キングした方が時間が短縮できる。
操作方法は(8)と同じである。備考の項は厳
守する。

- (1) 真空度を見ながら少しずつ開き, 1×10^{-5}
Torr 以上にはしない。
(2) 1×10^{-6} Torr 以下になるまでは確認
する。
(3) 全開の状態で 10^{-8} Torr の真空度が得
られるには約 24 時間はかかる。
特にイオンソース側はフランジ部があるか
ら真空漏れがしやすい。
(4) 各々の到達真空度は以下の通りである。
(i) 分析管側 1×10^{-8} Torr 以下
(ii) イオンソース側 2×10^{-8} Torr 以下

この場合は分析管側は正常な真空度を保持

- (1) イオンソースとイオンポンプ間のアイソレーションバルブを閉じる。
- (2) 分析管とイオンソース間の Vacuum Valve を閉じる。
- (3) 古いイオンソースを外す。
- (4) 新しいイオンソースを取り付け、イオンソース側のグリーンバルブを全開にする。
- (5) a. (5) ~ a. (6) 及び a. (10) ~ a. (12) 項を行なう。

2-3 各回路の作動

- (1) エクスターナルリセットを押し、ソースパワー、プロテクトスイッチをONにする。
- (2) High Voltage Power Supply の加速電圧をCoarse ダイアルを少しずつスライドさせ4.5 KV にする。
- (3) Emission Regulator 回路を調整する。
 イ Electron Accelerating Potential 約 70 V
 ロ Filament Current
 2.7 ~ 3.5 A
 ハ Mode Switch Manual
 ニ Trap Current 200 ~ 400 μ A
- (4) Trap Heater (TH-2) のヒーター電流を2.5 ~ 3.5 A にする。
- (5) Magnet Power Supply (MS-12) のスイッチをONにする。

している。

- (1) イオンソースの交換は迅速に行なうこと。
- (2) 新しいイオンソースの絶縁試験、概観検査等をする。
- (3) ゴールドパッキン, UF₆ 導入部の銅ガスケットの有無を確認し、付着物(ホコリ等)を除いてから取り付ける。

図1-1, 1-2 参照

- (1) エクスターナルリセットは ION PUMP POWER SUPPLY にソースパワー、プロテクトスイッチは CONTROL PANEL についている。
- (1) Loss of Electron Voltage Regulation Indicator Lamp
 (イ) 正常のとき：ソースパワースwitchをONにすると1~2秒点灯するがすぐ消える。
 (ロ) 異常のとき：ソースパワースwitchをONにすると点灯したまま消えない(イオンソースの不良か Emission Regulator 回路の故障)
- (2) Filament Current, Trap Heater
 は真空度を見ながら徐々に上げる。
- (1) 冷却水が流れていることを確認してからスイッチをONにする。

- (6) Magnet Regulator (MR
- 12) 回路の Current
Adjustment - Coarse ダイヤ
ルをスライドさせ電流を 16 A にす
る。
- (7) Balance Panel (BP-103)
の Power スイッチを ON (push)
にする。
- (8) CARY-401 VRE
(Vibrating reed electr-
ometer) A, B の Function ス
イッチを Current + にする。
- (9) リザーバーの圧力をみるための
Vacuume Gauge (容量真空計)
のスイッチを ON にする。

2-4 圧縮空気を得るための操作

- (1) エアコンプレッサーのスイッチ
を ON にする。

- 2-5 試料容器の導入系への取り付け, お
よび取りはずし

- (1) Input Resistor のスイッチはプリ
アンプ内部の抵抗に合わせて選択する。

A $^{235}UF_5^+$

B $^{238}UF_5^+$

- (2) Ratio Recording System は
図 3 に示す。

- (1) 電気的な安定を得るためには各回路のス
イッチを ON にしてから 30 分は待つべき
である。通常はこれらの回路の電源は切ら
ない。

- (1) 継手の脱落, ホースの破損, ドレインバ
ルブの全開の時は正常な圧力がかからない。
- (2) チェックリストに従い点検する。
- (3) Solenoid Panel (SP-1) の各
メータは以下の数値を示す。
 - Line Pressure Meter
60 psi
 - Regulated Pressure Meter ...
22 ~ 30 psi (この圧力は Regulator
バルブで調整可)

- (1) 試料導入系原理図は図 4 に示す。

- (1) 試料容器を質量分析計の導入系に取り付ける。
- (2) 試料容器～ V_B 間（大気圧状態）を V_B （電磁バルブ）を開いて真空引きする。
- (3) 真空度が 10^{-2} Torr 以下になったら V_B を閉じて試料容器のバルブを全開にする。
- (4) 分析終了後は試料容器のバルブを閉める。
- (5) 試料容器～ V_B 間を真空引きする。
- (6) 真空度が 10^{-2} Torr 以下になったら試料容器を取りはずし、次の試料を取りつける。

2-6 Sampling Reservoir に試料を導入する方法

a. マニュアルによる試料導入法

- (1) N_3 を "Manual" にする。
- (2) N_1 を "ON" にする。
- (3) N_6 Sequence 1-2-3 のスイッチが Alternate LSH で、 N_5 が 1 である時、 N_4 を "IN" の状態にすると図 4 の L の試料が Sampling Reservoir に導入される。
- (4) 図 5 に示した N_4 のスイッチ機構について説明する。
- (3) 項で記述したように L を Sampling Reservoir に導入したい時は以下に示す。
"IN" V_{A1} , V_C が開き
 V_D が閉じる。

- (1) 試料容器は L, C, H, S-1, S-2 のいずれかに取り付ける。

- (1) 10^{-2} Torr 以下にする。

- (1) 試料容器～ V_B 間は UF_6 雰囲気となる。

図 5 参照

- (1) この時、 N_4 が "OUT" の状態にあることを確認する。
- (1) "IN" の状態は 7～8 秒にする。

図 4 参照

—ガスがリザーバーに導入される。

" Read " V_{A1} , V_C が閉
じ V_D が開く。

" Out " V_{A1} が閉じ V_C ,
 V_D が開く。

(5) 図 5 の N_6 のスイッチ機構につ
いて説明する。

ーリザーバー内のガス圧を読む。ガス圧一定。

ーガスが排気される。

N_6 のスイッチ	N_6 のスイッチ	導 入 試 料
LCH (Repeat)	1	L
	2	C
	3	H
LSH (Repeat, Alternate)	1	L
	2	S_1 か S_2
	3	H
LSC (Alternate)	1	L
	2	S_1 か S_2
	3	C
CSH (Alternate)	1	C
	2	S_1 か S_2
	3	H

これらの試料導入経路は図 1-1
に示した Inlet Valve
Monitor に図示されている。

(6) N_4 を 7~8 秒 " IN " にして
試料を導入したなら次に " Read "
の位置で停止する。

(7) Sampling Reservoir (図
4) 内の試料圧を確認する。

b. オートマチックによる試料の導入
方法

(1) N_6 のスイッチが S の場合 S_1 か S_2 か
の選択は図 5 の Sample Step の P_1
を押すことによって決定される。

(1) 図 1-1 に示した Vacuum Gauge
でチェックする。正常圧は 70~100
Torr である。

図 5 参照

- (1) N_1 を "EVACUATE" にする。
- (2) N_3 を "AUTO" にする。
- (3) "SEQUENCE" を任意に設定する。
- (4) "TIMER" を ON にし T の針の位置が排気の状態になっていることを確かめる。
- (5) N_1 のスイッチを ON にする。

2-7 イオンソースに試料を導入する操作

- (1) Leak Control Panel の Standard Leak Valve の圧力を上げる。

2-8 ソースマグネットの調整

- (1) シールド電流が最小になり、トラップ電流および $^{238}\text{UF}_5^+$ イオン量が最大になり、かつ安定するようにソースマグネットを前後左右に動かし調整する。

- (1) $N_7 \sim N_{12}$ を任意に設定する。

- (1) この状態で "STEP RESET" P_2 を押すと、プログラムはスタートの位置に戻る。

- (1) プログラムがスタートする。

- (1) 15 ~ 18 psi まで少しずつ圧力を上げる。

圧力を上げれば UF_6 がイオンソースに導入される量が多くなる。

- (1) ソースマグネットはイオン化効率を高めるために電子ビームに回転運動を与えるもので、最適な位置に置かなければならない。

新しいイオンソースを使用するとき及びイオン量が安定しないときはマグネットの調整を行なう。ソースマグネットを調整するときには、エミッションレギュレータパネルの "Regulate" モードを

"Manual" モードにして操作すること。

"Regulate" モードで調整するとフィラメントが切れる原因になる。

- (2) $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオンが最大になるように Source Divider のフォーカスプレートの調整、イオン加速電圧の Fine (10 Turns = 100 V) ダイアルの調整を同時に行なう。

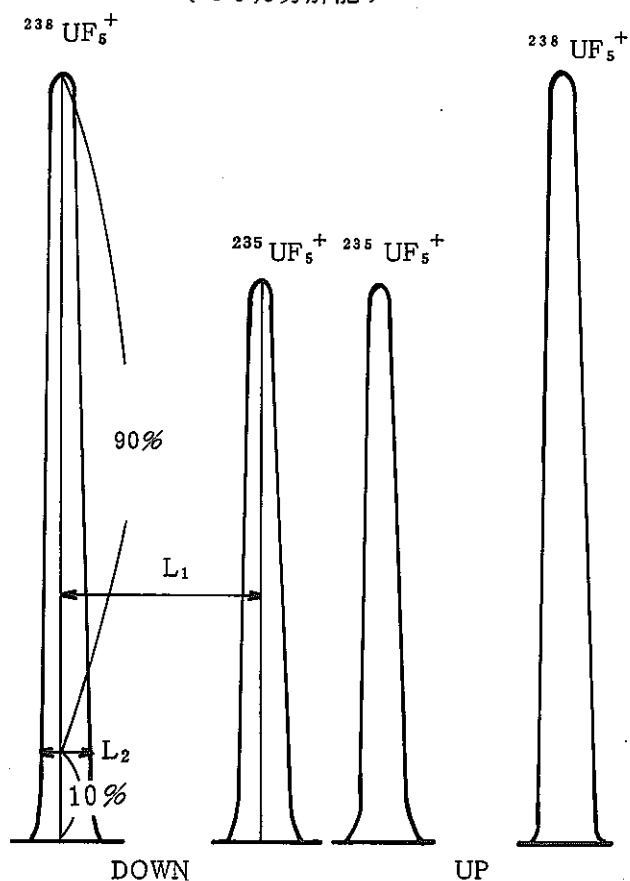
2-9 分解能の測定

(1) 磁場電流, Source Divider
イオン加速電圧等を調整し,
 $^{238}\text{UF}_5^+$ イオンが CARY-401A
の 30 V レンジで測定できる条件が
決定したら, Magnet Regulator
の磁場電流を "AUTO" でスライ
ドさせる。

(2) 電流方向を "DOWN" にする。
各イオンは, 図 3 の C_A のコレク
ターに入射するので, そのイオン強
度を測定する。

(3) 分解能測定のための条件が決定し
たら $^{238}\text{UF}_5^+$, $^{235}\text{UF}_5^+$ イオンの
ピークを Ratio Recorder に記
録させる。

(4) 分解能の計算方法は以下に示す。
(90% 分解能)



(1) 新しいイオンソースを使用するときに測
定する。

(2) 分解能は 5 台の CG 型質量分析計とも
 $M/4M$ は 400 ~ 500 である。

(3) 磁場電流速度は mA/sec で表示され,
適当な速度を選択する。

(1) "DOWN" とは $^{238}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{236}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{235}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{234}\text{UF}_5^+$ である。

(2) "UP" とは $^{234}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{235}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{236}\text{UF}_5^+ \rightarrow ^{238}\text{UF}_5^+$ である。

(3) この原理については図 3 に示した。

(1) 各イオンのピークの波形を図 7 に示した。
分解能測定は $^{238}\text{UF}_5^+$, $^{235}\text{UF}_5^+$ の強い 2
ヶのピークでよい。

この時, 天然ウランで分解能を求める時,

$^{238}\text{UF}_5^+$ イオンが 30 V レンジであれば,

$^{235}\text{UF}_5^+$ イオンは 300 mV レンジである。

(1) 分解能が 400 以下の場合には電磁石等を
再調整する。

電磁石を移動する場合は圧縮空気等を利用
する。

(2)

$$\text{分解能 } R = \frac{L_1}{L_2} \times \frac{333}{333 - 330}$$

2-10 Ratio Recorder の校正

- (1) TG-2型 Test Generator
を Balance Panel の後部, V.
R. E. 1, V. R. E. 2 に接続
する。

- (1) 校正は Test Generator (TG-
2型, DC 9V) を用いて行なう。
月1回位校正する。
(2) Balance Panel の Meter Input,
Range, Buckout は使用しない。

操作 手順	Balance Panel (B.P.)のデカ-トスイッチ	TG-2型の スイッチ(分数)	操 作 方 法 Ratio Recorder および B. P.
1	0.1 が 0, 0.01 が 0 on	0 / 0	Ratio Recorder の "ZERO" を調整し てチャート上の任意の位置に止める。
2	0. 0	0 / 9	B. P フロントパネルの "DENOMINATOR ZERO" を調整して Ratio Recorder のチャート上に 0 になるようにする。
3	0. 0	0 / 0 → 0 / 9	操作手順 1 と 2 を数回繰り返す。
4	9. 9	9 / 9	B. P. リヤパネルの "TRINPOT" を調 整して, Ratio Recorder のチャート上に 100 になるようにする。
5	任意の数字 2. 2	X / 9	B. P. デカ-トスイッチを任意の数字 (例 えば 2.2 にすると) において, TG-2 型のダ イヤルスイッチ (10 Turns) で Ratio Recorder のチャート上に 0 になるように する。
6	2. 1	X / 9	B. P. デカ-トスイッチ (2.2) を 1 小さ くする。(2.1 にする) Ratio Recorder のフロントパネルの "CALIBRATE" でチャート上に 100 に なるように調整する。
7	(2.2 ↔ 2.1)	X / 9	操作手順 5 と 6 を数回繰り返す。

2-11 エアーバルブの配置、結線、および調整

- (1) $VA_1 \sim VA_5$ は 5 系統の UF_6 導入用エアーバルブである。その接続は図 13 に示した。 V_D のエアーバルブは排気のみ作動し、 V_C のエアーバルブは導入および排気のとき作動する。

各々のエアーバルブと Solenoid Panel (SP-1) は カラープラスチックチューブで色分けして接続してある。

- (2) エアーバルブの部品は以下の通りである。

ゴムパッキン

ガスケット (アスベスト)

ベロー (Phosphor Bronze)

Kel-F ガスケット

- (3) UF_6 導入量の調整

(2) の部品が正常でないと漏れや、 UF_6 の導入が正常に行なわれない原因となる。

イ UF_6 導入量は図 12 に示したエアーバルブの最上部のネジを六角レンチで調節することによって調整する。

2-12 質量分析装置の停止法

- (1) III-4 項に従ってコールドトラップの脱着を行なう。
- (2) コンプレッサーが OFF になっていることを確認する。
- (3) Trap Heater の電流を 0 にす

- (1) 図 12 にエアーバルブの配置を示した。
- (2) 各バルブの導入および排気時の開閉は以下の如くである。

エアーバルブ \ N_4	I N	READ	OUT
V_A	開	閉	閉
V_C	開	閉	開
V_D	閉	開	開

- (1) 調整が不可能な場合はゴムパッキン、アスベストガスケット、ベロー、Kel-F ガスケットのいずれかを交換する。

- (1) 停電が予めわかっている場合は質量分析装置全体を停止する。

但し、毎日の作業終了時における操作は II-4-2 質量分析の(4)項参照

- (1) HEATER VOLTAGE ADJ. を左に

- る。
- (4) Filament Current .
Emission Current .
Trap Current を 0 にする。
- (5) イオン加速電圧を切る。
COARSE (10 TURNS = 5KV)
を左にまわし電圧を 0 にした後、
POWER スイッチを OFF にする。
- (6) イオンポンプを止める
- (6)-1 イオンソース側及び分析管側
のアイソレーションバルブを閉
める。
- (6)-2 PUMPS 1, 2 のダイヤルを
OFF にし OUTPUT VOL -
TAGE を左にまわして 0 にす
る。
- (6)-3 POWER のストップボタン
(赤) を押す。
- (7) CONTROL PANEL の
SOURCE POWER スイッチを
OFF にする。
- (8) MAGNET SUPPLY の
POWER スイッチを OFF にする。
- (9) POWER SWITCH (SE-3)
を全部 OFF にする。
- (10) スライダックの電圧を 0 V に下げ
る。
- (11) スタビライザーのスイッチを切る。
- (12) 主電源 (配電盤) のスイッチを切
る。
- (13) 冷却水を止める。

まわす。

- (1) EMISSION REGULATOR の FIL.
CURRENT のつまみを左にまわす。

- (1) ION ACCELERATING POTEN -
TIAL パネル

- (1) ION PUMP POWER SUPPLY

- (1) 図 1-1 参照, I-2-1 電気系の(4)項
参照

3. 質量分析装置に関する一般的な保守点検および注意事項

3-1 質量分析計

- (1) 真空管の交換 : 1～2年に1回は交換する。
- (2) 水銀電池の交換 : 1～2年に1回は交換する。
- (3) 冷却ファン : 電子回路冷却のもので、異常音が発生したら停止して点検する。
- (4) フィルター : 金属製のフィルターは1年に1回以上は洗浄する。
その他のフィルターは1年に1回交換する。

3-2 油回転ポンプ

- (1) 異常音が発生したら、停止し点検する。
- (2) 油量の確認をする。
規定量になっていないときは補充する。
- (3) オイルの交換は1年に1回以上行なう。
- (4) 交換の際はウランで汚染されているから十分注意し、身体汚染、床汚染を防止するための処置を施す。
- (5) 交換後の廃油は放射性であるから、所定の場所に保管する。
- (6) 油は規定量まで供給する。
- (7) 作動試験を行ない、漏れの確認をする。

3-3 油拡散ポンプ

- (1) 作動している時は冷却水を流す。(電源は110Vである。)
- (2) 作業が終了したら電源を切る。冷却水は流したままでよい。(完全に冷えるまで約2時間はかかる。)
- (3) 拡散ポンプのオイル交換は1年に1回以上行なう。
- (4) 交換の際はウランで汚染されているから十分注意し、身体汚染、床汚染を防止するための処置を施す。
- (5) 交換後の廃油は放射性であるから、所定の場所に保管する。
- (6) 油は規定量を供給する。
- (7) 作動試験を行ない、漏れがないことを確認する。

3-4 コンプレッサー

- (1) チェックリストに従い始動時の点検をする。
- (2) 異常が認められたら使用を中止する。
- (3) 分析開始時に作動させ、分析終了時には必ず停止させること。
- (4) 随時、エアー抜きをする。(タンク内にたまった水が抜ける。)
- (5) その他安全作業基準によること。

3-5 コールドトラップ

- (1) 分析開始時(ウランの導入を行なうとき)には、必ず液体窒素が入っていることを確認する。
- (2) 液体窒素は、原則として午前および午後の2回、必ずコールドトラップに十分量入れる。
- (3) 休日の前日には、コールドトラップをはずし、トラップされているUF₆を水洗する。

このとき、 $\text{UF}_6 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{UO}_2\text{F}_2 + 4\text{HF} \uparrow$ の反応により、HFガスがでるので、必ず半面マスクを着用する。

3-6 冷却水

拡散ポンプ及びMAGNET SUPPLYがONのときは必ず冷却水を流すこと。

3-7 空 調

質量分析室は温度20～23℃、湿度50～70%で管理されているので、毎日、温湿度計でチェックする。

Ⅱ 六フッ化ウラン中の U-235 濃縮度分析法

1. 要 旨

試料容器を精製装置に取り付け、 UF_6 中の蒸発性不純物を排気して除去したのち、質量分析計に取り付け、 UF_6 ガスをイオン源に導入する。電子衝撃により発生した UF_5^+ イオンを電場で加速して分析管に導入する。磁場によってウラン同位体を分離し、 $^{235}\text{UF}_5^+$ イオンと他の UF_5^+ イオンをダブルコレクターで別々に捕捉し、その比を Ratio Recorder に記録する。同様にして測定した二種類の標準試料の値から、内挿法によって試料の同位体比（モル比）を計算する。

2. 適用範囲および精度

UF_6 中の U-235 の全濃縮度範囲に適用する。測定精度は $\pm 0.03\%$ 以下である。定常分析における測定精度は $\pm 0.05\%$ （95%信頼）以下であり、正確度は $\pm 0.05\%$ 以下である。

3. 試薬および装置

- (1) 液体窒素
- (2) エチルアルコール
- (3) 炭酸ナトリウム
- (4) 過酸化水素水
- (5) アセトン
- (6) 硝 酸
- (7) エーミング装置
- (8) 試料精製装置
- (9) 質量分析計
- (10) UF_6 標準試料（ウラン同位体標準）

4. 操 作 法	備 考
4-1 試料の前処理	
(1) 試料容器を試料精製装置に取り付ける。	(1) 試料容器に取り付けてあるメクラフランジをはずす時はフードの中又は排気カートを作動させて取りはずす。その時に UF_6

- (2) 試料容器を約-80℃の液体窒素-エチルアルコール冷媒浴に10分程度浸して冷却する。

- (3) そのままの状態では容器のバルブを開き、10～15分間真空排気して蒸発性不純物ガスを除去する。
- (4) 次に試料精製装置から取りはずし、試料容器を室温まで温める。

4-2 質量分析

- (1) 前処理を終った試料容器を質量分析計の試料導入系に取り付ける。
- (2) この時、一緒にU-235濃縮度の異なる二種類の標準試料(低濃縮度標準試料:A, 高濃縮度標準試料:B)および質量分析計調整用試料(C)を導入系に取り付ける。この場合、試料のU-235濃縮度をXとするとU-235の濃縮度関係が $A < X < B$ を満たすように標準試料を選択する。

- (3) 試料容器を取り付けた後、導入系

漏洩があるか否か確認する。

バルブの故障の時は依頼課員に引き渡す。

- (1) 液体窒素容器を移動する時には重量物、高圧ガス容器であるから慎重に取り扱い、バルブ等の操作はていねいに行なう。
- (2) 液体窒素の充填、取り出しは革手袋を使用する。
- (3) 液体窒素容器の内圧が規定圧以上になった時は使用を中止し、修理する。
- (4) 容器は高圧ガス取締法の規定により再検査を受ける。
- (1) 蒸発性不純物ガスを除去する時はピラニゲージの真空度で0.5 Torr以下にする。

- (1) S_1 , S_2 に取りつける。
- (2) AをLに、CをCに、BをHにとりつける。
- (3) Cは天然ウラン
- (4) 使用する標準試料の差(A-X間, B-X間)が10%以内であれば最も良い結果をもたらす。

一般に、A-X間, B-X間が40%以上の差があるときはメモリー効果の影響が大きくなり、精度、正確度は悪くなる。この時に標準試料は $(X-A) = (B-X)$ となるように標準試料を選択したほうが良い。真空度が悪い時は上記の事を満足していても精度正確度は悪い。

- (1) I-2-5項参照

を真空排気する。

- (4) トラップヒーター電流, フィラメント電流, トラップ電流, 加速電圧が規定量であるかどうかをチェックする。
- (5) C の容器の導入系列のエアバルブを操作して, Sampling Reservoir に UF_6 ガスを導入する。その時, Sampling Reservoir の UF_6 ガス圧が 70~100 Torr であることを容量真空計で確認する。

- (1) I-2-3 項参照

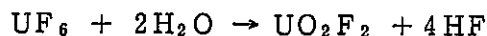
- (1) I-2-6-a 項参照

- (2) エアバルブの開閉はコンプレッサーからの圧縮空気により行なう。空気圧は約 25 psi になるように REGULATOR でコントロールする。

- (3) UF_6 のガス圧は常温で 70~100 Torr (Sampling Reservoir 内の圧力) であるが次のような原因でガス圧は低くなる。
- イ 試料量が少ない時(約 300 mg 以下)。
Sample 量は最低 UF_6 で 1 g 位必要とする。

- ロ 試料量は充分あるがでてこない場合
(この場合は 1 Torr 以下又はこれ以上高くても 10~20 Torr 程度まで)。

このような原因はバルブの故障にもよるが, 大部分はバルブの出口付近で UF_6 が空気中の水分と反応して詰まるためである。



- ハ エアバルブの故障とエアバルブ開度の調整不良。

エアバルブの故障は銅ベローかゴムパッキン (Kel-F) を交換する。

- ニ UF_6 の蒸気圧は温度によって変化する。
試料精製後, 室温に戻さないで測定したり, 室温が極端に低い場合はガス圧は低くなる。

今迄の検討試験から 60 Torr 以下のガス

- (6) リークコントロールバルブを開いて、 UF_6 ガスを Sampling Reservoir から Ion Source に導入する。

- (7) CARY-401A の電圧レンジを 300 mV にする。
- (8) コレクター A に $^{238}\text{UF}_5^+$ イオンが到達するように磁場電流を調整する。

- (9) 磁場電流を調整し、 $^{238}\text{UF}_5^+$ イオンが捕捉できたら、CARY-401A の 300 mV レンジでイオン量を調整し、リークバルブも制御する。

圧の場合何は、測定結果にバラツキがでる。

- (1) I-2-7 項参照
- (2) リークコントロールバルブは急激に開けないこと。イオンポンプの真空度、CARY-401A の $^{238}\text{UF}_5^+$ の電圧値を見ながら徐々に開けること。
- 何故なら、イオン源内に UF_6 が一度に導入されると真空度が極端に悪くなったり、フィラメントなどに物理的な悪い影響を与えるからである。
- (3) 試料導入時のイオン源内部の真空度は 4×10^{-8} Torr 以下とし、最悪でも 1×10^{-7} Torr とする。 1×10^{-7} Torr 以上の真空度で分析を続けると、精度、正確度は悪くなるし、イオン源の汚れが早くなり寿命が短くなったり、フィラメントが切れる原因にもなる。
- (4) 図 5 の N_5 が “2” の状態であれば Sample Leak バルブを、“1” と “3” であれば Standard Leak バルブをコントロールする。

- (1) トグルスイッチを下にした状態が ON である。
- (1) CURRENT ADJ. の COARSE ダイアルを調整する。
- このとき FINE は Max 10 にしておく。
- (2) $^{238}\text{UF}_5^+$ の場合、磁場電流は 16 ~ 17 A で、磁束は約 6,000 ガウスである。ガウスメータで磁束、磁極を測定する。

(10) $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオンが最大になるようにソースデバイダーのフォーカスプレート、イオン加速電圧の Fine (10 Turns = 100 V) ダイアル、エミッションレギュレータ、およびソースマグネットを調整する。

(11) CARY-401A の電圧レンジを 30 V にし、 $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量がこのレンジで調整できるようにリークバルブを調整する。

(12) (10)項と同様にフォーカスプレート、イオン加速電圧の Fine を調整する。

(13) $^{238}\text{UF}_5^+$ イオンがコレクターよりはずれるように磁場電流の "FINE" ダイアルを左に少しまわしてから CARY-401A の電圧レンジを 300 mV にする。

(14) 磁場電流を調整して (CURRENT ADJ. の "FINE" ダイアルを左に回す) $^{235}\text{UF}_5^+$ イオンはコレクター-A に、その他の UF_5^+ イオンはコレクター-B に捕促されるようにする。

(1) $^{235}\text{UF}_5^+$ イオン量は Vibrating Reed Electrometer で 300 mV である。その時の Preamp の高抵抗は $1 \times 10^{11} \Omega$ である。

その他の UF_5^+ イオンは Preamp の高抵抗 $1 \times 10^9 \Omega$ で増幅される。

なお、参考までにイオンの捕促方法が質量分析計によって異なる。上記のように $^{235}\text{UF}_5^+$ イオンとその他の UF_5^+ イオン ($^{234}\text{UF}_5^+$, $^{236}\text{UF}_5^+$, $^{238}\text{UF}_5^+$) を捕促するような場合は $^{235}\text{U} / (^{234}\text{U} + ^{236}\text{U} + ^{238}\text{U})$ の同位体比が測定されることになる。このような捕促方法は CG 1.3, CG 1.5, CG 1.6, CG 1.7 タイプがある。

その他に、CG 1.10 タイプの捕促方法もある。これは $^{235}\text{U} / ^{238}\text{U}$ の同位体比が測定さ

(15) (10)項と同様にフォーカスプレート、イオン加速電圧の Fine を調整する。

(16) Ratio Recorder のスイッチを ON にする。

(17) Balance Panel の Power を ON (押す) にし、Range を R/1 か R/3 にする。
Meter Input を 2 にする。

(18) リークコントロールバルブを操作して、 $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量が Recorder のチャート上で 30~40 の間で任意の一定値を示すように調整する。

(19) Balance Panel の "RATIO" のスイッチを ON にし、チャート上に Ratio が記録されるように "RATIO" のダイヤルを選択する。

れる。

(2) CARY-401A に $^{235}\text{UF}_5^+$ が捕捉され、CARY-401B にその他のイオン ($^{234}\text{UF}_5^+$, $^{236}\text{UF}_5^+$, $^{238}\text{UF}_5^+$) が捕捉される。原理については図 3 に示した。

(1) この場合は $^{235}\text{UF}_5^+$ イオンのピークを最大に調整する。

(1) $^{238}\text{UF}_5^+$ イオンを捕捉したときでもよい。

(2) Ratio Recorder の 2 ペンには次のようなことが記録される。

1 ペン: Ratio (通常緑色)

1 ペン: $^{238}\text{UF}_5^+$ イオン量 (通常赤色)

(3) 1 回/月位、校正をする。校正法は、I-2-10 項を参照のこと。

(1) Range の R/1, R/3 とは Ratio Recorder に記録されるイオン量の倍率である。(R/3 は R/1 の 3 倍となる。)

(2) この操作により $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量が Recorder 上に記録される。

(3) Meter Input 1 のときは CARY-401A のイオン量が、Meter Input 2 のときは CARY-401B のイオン量が Recorder 上に記録される。

(1) 記録紙は Honeywell 製、フルスケール 0~100, 又は -10~110 を使用する。

(1) 天然ウランの場合、Ratio ダイヤルは 2.3~2.6 位である。

このときは CARY-401 のレンジを一般的には以下の組合わせにする。

イ A-3V, B-1V

(20) イオン加速電圧の 10 TURNS
= 100 V のダイヤルをまわして
Ratio が最大になるように調整する。

(21) EMISSION REGULATORの
REG TRAP CURRENTを任意
に設定し(通常 250 ~ 350 μ A),
MODE スイッチを REG TRAP
CURRENT にする。

(22) Ratio が安定するまで待つ。

□ A-10 V, B-3 V

$$(1) \frac{\text{Trap Current}}{\text{Emission Current}} \times 100 > 95\%$$

となるようにする。

(1) このときの条件は、装置によって若干異なるが、ほぼ表-1 の通りである。

表-1 UF₆ 質量分析条件

加 速 電 圧		4.5 K V
電 磁 電 流		16 ~ 17 A (5,000 ~ 6,000 ガウス)
エレクトロンポテンシャル		70 V (D . C)
フィラメント電流		3 A 前後 (D . C)
トラップ電流		200 ~ 400 μ A (D . C)
トラップヒータ電流		約 3 A (A . C)
入力抵抗	U-235	$10^{11} \Omega$
	U-238	$10^9 \Omega$
真 空 度	分 析 管	2×10^{-9} Torr
	イオンソース	$1 \times 10^{-8} \sim 4 \times 10^{-8}$ Torr (測定中)
		$0.3 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-8}$ Torr (分析前後)

(23) 依頼試料(X)の分析を行なう前に、
コントロール試料(C)の天然ウランを
測定する。
先ず、測定のためにプログラムを
設定する。試料の導入は A C B B C
A の順序で行なう。

(1) II-4-2 項で述べたように $A < C < B$
とする。

(2) 測定した C の同位体比の結果から装置が
正常に作動していることを確認する。これ
が管理分析である。

(3) プログラムの設定は次のような方法があ
る。

表-2 プログラムの設定

1. Repeat (繰り返し測定) モード

- ① LCH : LCHHCL (1 サイクル)
 ② LSH : LSHHSL (1 サイクル) } このプログラムを何回でも繰り返す。

2. Alternate (選択測定) モード

- ① LSH : $LS_1HHS_1L \rightarrow LS_2HHS_2L$
 ② LSC : $LS_1CCS_1L \rightarrow LS_2CCS_2L$
 ③ CSH : $CS_1HHS_1C \rightarrow CS_2HHS_2C$

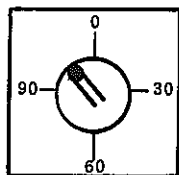
S_1, S_2 試料の選択ができ、 $S_1(S_2)$ と $S_2(S_1)$ を交互に分析できる。

Alternate モードでも $S_1(S_2)$ だけ測定したい時は、Step Reset ボタンをプログラムが1 サイクル終了するごとに押せば可能である。

(24) Inlet Programmer を次のようにセットする。

- N_1 : L_4 (EVACUATE)
 N_2 : ON
 N_3 : AUTO
 N_4, N_5 : AUTO のときは関係なし
 N_6 : REPEAT の LCH
 N_7 : 1
 N_8 : 2
 N_9 : 3
 N_{10} : 3
 N_{11} : 2
 N_{12} : 1

タイマー :



(25) STEP RESET P_2 を 2 ~ 3 度

(1) 図 5 参照

(2) タイマーは 120 秒で規定されている。

最初の 7 ~ 8 秒は試料の導入である。次の 90 秒までは測定で、残りの 30 秒が排気である。

タイマーを OFF にするとプログラムは停止し、ON にするとプログラムは継続するが、 N_1 のスイッチが L_4 の EVACUATE の位置にあると、タイマーが ON の位置でもプログラムは停止する。

(1) N_1 が L_4 , N_2 が ON, N_3 が AUTO

- 押しプログラムをStartに戻す。
- (26) N_1 を L_3 のONにする。
- (27) LにとりつけたLow Standard Aが導入される。
- (28) Leak Control PanelのSTANDARD LEAKバルブを操作して、 $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量がRecorderのチャート上で30～40の間の任意の点を示すように調整する。
- (29) チャート上にレシオが記録されるようにBalance Panelの“Ratio”ダイヤルを選択する。
- (30) プログラムに従って、試料導入から90秒後にReservoir中のガスは排気される。
- (31) CにとりつけたControl Sampleが導入される。
- (32) Leak Control PanelのSAMPLE LEAKバルブを操作して $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量がRecorderのチャート上で30～40の間の任意の点を示すように調整する。
- (33) Balance PanelのRATIOを任意に選択する。
- (34) 以下、LCHHCLのプログラムに従って1サイクル終了するまで上記
- の状態でない P_2 を押してもプログラムはStartに戻らない。
- (1) これでプログラムがスタートする。
- (1) このとき図1のVACUUM GAUGE (Reservoir)の圧力が80～100 Torrであることを確認する。
- (以下、すべての試料導入時に確認する。)
- (1) 測定中は常に $^{238}\text{UF}_5^+$ のイオン量が一定となるようにリークコントロールバルブを操作する。
- (2) 通常は30に調整する。
- (1) Balance PanelのスイッチがONになっていることを確認する。
- (2) このときのダイヤルの読みをチャートに記入する。(以下Ratio測定時には必ず記入する。)
- (1) 試料導入から測定、排気迄の1測定は120秒であり、1サイクルの測定時間は

のような操作を繰り返す。

(35) 1 サイクルが終了したなら N_1 を EVACUATE にする。

(36) 4-3 項の濃縮度計算法に従って計算した値が、精度、正確度共に $\pm 0.05\%$ 以内であれば、質量分析計の調整が良好であり、次に依頼試料の分析に移る。

(37) Inlet Programmer を次のようにセットする。

N_1 : L_4 (EVACUATE)

N_2 : ON

N_3 : AUTO

N_4 , N_5 : AUTO のときは関係なし

N_6 : ① ALTERNATE LSC

(依頼試料が West のとき)

② ALTERNATE CSH

(依頼試料が Product のとき)

N_7 : 1

N_8 : 2

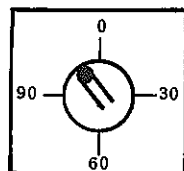
N_9 : 3

N_{10} : 3

N_{11} : 2

N_{12} : 1

タイマー



720 秒である。

(2) N_1 を ON, N_2 を ON, N_3 を AUTO にしている限り測定は連続して行なわれる。

(1) N_2 を OFF にしてもよい。これで測定は停止する。

(1) C に天然ウラン 0.7252 を用いた場合、0.7248 ~ 0.7256 であれば調整が良好とみなす。

これ以外のときは、II-4-2-(4) ~ 4-2-(36) の操作をくり返す。(再調整をする。)

(1) プログラムについては I-2-6-a-

(5) 項, 又は II-4-2-(23) 項, 参照のこと。

(38) (25)項～(30)項を行なう。

(39) S に取りつけた未知試料が導入される。

(40) (32)項～(33)項を行なう。

(41) 以下、LSCCSL, 又は CSHHSC
※ ※
のプログラムに従って連続測定を行なう。

(42) 依頼試料の分析が終了したら、N₁を EVACUATE にする。

(43) 4-3 項の濃縮度計算法によって計算する。

(44) 以上で質量分析は終了するわけであるが、次の試料を新らたに行うまでは質量分析計を以下のような状態にしておく。

イ EMISSION REGULATOR
の MODE スイッチを MANUAL
にする。

ロ Recorder のスイッチ 2 ケを
OFF にする。

ハ CARY-401 のレンジを 30
V にし、スイッチを INPUT
SHORTED にする。

ニ MAGNET REGULATOR の
CURRENT ADJ. の FINE ダ
イヤルを右にいっぱいまわし、
10.0 にする。

ホ LEAK CONTROL PANEL
の STANDARD 及び SAMPLE
LEAK バルブを左にまわし圧力

※
(1) S が Sample Reservoir に導入され
た直後に、依頼試料 S を付け替えると、プ
ログラムを中断せずに連続測定ができる。

但し、その場合は Operator の他に補
助者をつけ、その者が試料の脱着およびガ
ス抜き等の操作を行なう。

(1) 停電、又はイオンソースの交換等がない
限りはこのような状態にしておく。

(1) この操作は必ず忘れずに行なうこと。

(1) 2 台とも同じ。

を下げる。

へ BALANCE PANEL の
METER INPUT 及び RATIO
を OFF にする。

- (45) 試料導入系についているサンプル
チューブのバルブを閉める。次に電
磁バルブ V_B を開けてサンプルチュ
ーブ～電磁バルブ間のガスを排気す
る。

VACUUME GAUGE の圧力が 10^{-2}
Torr になったら V_B を閉じる。

- (46) コンプレッサーを OFF にする。

4-3 濃縮度計算法

測定は LXHHXL で測定したとき、チャートには図 8 に示したように記録さ
れる。

SA_1, SA_2 : Low Standard の測定でチャート上の読み
 X_1, X_2 : 未知試料の測定でチャート上の読み
 SB_1, SB_2 : High Standard の測定でチャート上の読み
 Ra, Rx, Rb : 同一試料を測定した時の変動幅
 Ra_1, Rx_1, Rb_1 : 各々の平均値

この場合の測定順序は $SA_1, X_1, SB_1, SB_2, X_2, SA_2$ である。

図 8 から SA, X, SB の数字は各々の測定値である。例えば, $SA_1=0.68615$
の小数点 2 桁目迄は Balance Panel の Ratio のダイヤルの読み 0.68 で, 小
数点 3 桁目からはチャートからの読み 0.00615 である。

この方法は現在も使用している最も一般的な方法である。

図 8 から,

$$\text{Ratio } X = \frac{Rx_1 - Ra_1}{Rb_1 - Ra_1} \times (H-L) + L$$

L は SA_1, SA_2 の Low Standard の真値

H は SB_1, SB_2 の High Standard の真値

Ⅲ 付 録

1. イオンソースの洗浄方法

操 作 法	備 考
1-1 $\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 混合液をつくり、イオンソースを10～15分浸す。	(1) H_2O ……温水25% H_2O_2 (30%) ……75% Na_2CO_3 ……ティースプーン $\frac{1}{2}$ ～1 ばい (2) 外科用手袋を着用して行なう。
1-2 イオンソースに付着しているウランが溶解したら、イオンソースを取り出し、水洗する。	
1-3 イオンソースを分解する。分解したメタルパーツをシルバークリーム（みがき粉）を付けて歯ブラシでみがき水で洗う。	
1-4 さらに約10分間超音波洗浄器を用いて水洗する。	
1-5 最後にアルコールで洗い、乾燥する。	

2. イオンソースの組み立て方法

操 作 法	備 考
2-1. Jのフィラメント（タングステンワイヤー）とKのトラップヒータ（タングステンリボン）は電極棒に溶接する。 図9のようにフィラメント、トラップヒ	(1) イオンソースパーツについては図9に示した。 (2) 溶接はウェルダ（スポット溶接器）を用いて行なう。

ータをマウントに取りつける。

2-2. Aの基盤にネジ棒を通したセラミックパイプを4本取り付ける。

組立て順序は、

A → B → C → D → E → F → G → H

→ I である。

A-B 間に 2.54 mm のガラスパイプを入れる。

B-C, D-E, E-F, F-G, G-H, H-I も同様にガラスパイプを入れる。
C-D 間にはイオン化室を入れ、この間のみ SUS のパイプを入れる。

I まで取り付けたらワッシャーとネジで固定する。

2-3. 最後に K, J を固定する。

2-4. Gas Inlet からイオン化室まで UF₆ ガスを導くための特殊なガラスパイプを A → B → C → イオン化室まで通してソースマウントフランジに取りつける。

2-5. 図 11 に電極の位置を示した。図 11 の 1 ~ 13 までの数字と図 9 に示した○数字をリード線（銅線）で接続する。

2-6. 全体の調整およびチェック

(1) トラップヒータとフィラメントが平行になり、かつ、フィラメントの先端がトラップヒータの中央に位置するようにする。

(1) パイプのすり合わせ部分にバルカーテープをまき漏れを防ぐ。

(2) ソースマウントフランジは図 10 に示した。

(1) 最後にイオンソースフランジの管壁に接触しないように管と同径のガラスパイプを挿入し接触の有無をチェックする。

(1) これらのチェックは絶縁抵抗計、テスター及び目視により行なう。

(1) この調整が完全でないと電子ビームがトラップされずトラップ電流が流れない。

(2) リード線の接触 フォーカスプレートの接触, ゴミ, ホコリの付着	(1) 接触していると高電圧 4.5 KV がかからない。
(3) トラップヒータ, フィラメントの 断線	(1) 各々の電流が流れない。
(4) ソースマウント, イオンソース部 品の汚れ	(1) フォーカスプレートの調整ができない。 フィラメント, トラップヒータに電流が流れない。
7. 以上の調整およびチェックが終了したら 分析管に取りつけ, 管壁に接触しているか どうかテスターでチェックする。	(1) イオンソースを分析管に取りつける前に, 大気圧中で, 十分注意しながらイオン加速 電圧 4.5 KV がかかることを確認する。

3. 同位体比, 原子数分率, 重量分率の計算

3-1 同位体比

高濃縮度標準試料同位体比 (モル比) R_B , チャート上の読み C_B , 低濃縮度標準試料同位体比 (モル比) R_A , チャート上の読み C_A , 未知試料同位体比 (モル比) R_X , 未知試料のチャート上の読み C_X とすると,

$$\frac{R_B - R_A}{C_B - C_A} = \frac{R_X - R_A}{C_X - C_A}$$

$$R_X = \frac{C_X - C_A}{C_B - C_A} (R_B - R_A) + R_A$$

3-2 原子数分率

標準試料 A, B, 未知試料 X について, U-235 のモル分率 (原子数分率) および U-235 と他のウラン同位体とのモル比をそれぞれ a_A , a_B , a_X および R_A , R_B , R_X とすると,

$$\left. \begin{aligned} R_A &= a_A / (1 - a_A) \\ R_B &= a_B / (1 - a_B) \\ R_X &= a_X / (1 - a_X) \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (2)$$

で表わされる。測定されるのは、それぞれ R_A , R_B , R_X である。

R_X は R_A , R_B , R_X の比例配分により求められる。従って、U-235 の原子数分率 a_X は既知となった R_X を用いて、

$$a_X = R_X / (1 + R_X) \dots\dots\dots (3)$$

で求められる。

3-3 重量分率

差の比 R_D を次のように定義する。

$$R_D = \frac{R_X - R_A}{R_B - R_A} \dots\dots\dots (4)$$

標準試料 A, B および未知試料 X の重量分率をそれぞれ H_A , H_B , H_X とすると、未知試料中の U-235 の重量分率は近似的に次式で求められる。

$$H_X = R_D (H_B - H_A) + H_A$$

4. コールドトラップの脱着と洗浄方法の注意

4-1 取りはずし

- (1) 油拡散ポンプが冷えていることを確認する。(電源を切ってから冷えるまで約 2 時間かかる。)
- (2) 油回転ポンプの電源を切る。
- (3) 図 4 の電磁バルブ V_B を開いて、大気圧にする。
- (4) 取りはずす前には半面マスク、ゴム手袋を着用し、排気カートを用意する。
- (5) コールドトラップの両方のカップリングをはずし、ガムテープで封印する。
- (6) デュアービンの液体窒素に浸したままフードまで運ぶ。

4-2 洗 浄

- (1) コールドトラップをデュアービンから抜き取り、ガムテープをはがして水

道水を入れる。その時に HF が多量に出るので注意すること。

(2) 廃液は所定の容器に入れる。水道水で数回洗浄し、表面も洗浄する。廃液が飛散しないように注意して扱うこと。

(3) エチルアルコールで洗浄し、乾燥する。

(コールドトラップの材質はポリカーボネイトであり、アセトンやメチルアルコールで洗浄すると、ひびわれを生ずるので注意すること。)

4-3 取り付け方

(1) 取り付ける前に概観検査をすること。

傷、ひび等が生じていたらトラップを交換する。

(2) 異常がなかったら取り付ける。

(3) 取り付けたら、油回転ポンプを作動する。

(4) 真空があがることを確認する。

3 ~ 4 分経過しても真空が悪いときは、接続部をもう一度見直して締付け等を行なう。

(5) 交換する前の真空度まであがったら取り付けは完了である。

(乾燥が十分でないと目的の真空になるまで時間がかかる。)

5. UF₆ 標準試料

現在 0.2 ~ 5 wt% 濃縮度の UF₆ 標準試料を所有している。

これらの標準試料は天然ウラン、その他一部のものを除いて図 14 に示したシリンダーに充填してある。使用しない場合は、すべてメクラ栓をし、リークしないように保管する。これ以外のシリンダーは 100 cc 容器で SUS で製作したものを使用している。

Ⅳ 参 考 資 料

- (1) 西谷, 佐藤, 朝倉他: PNC 技術レポート, SN 8 4 1 - 7 1 - 0 2, 質量分析によるウラン, プルトニウム等の同位体組成分析の研究
- (2) 1 2 - 9 0 - CG Mass Spectrometer Instruction Manual : Nuclide Corporation

	VACUUM GAUGE (RESERVOIR)	ION PUMP POWER SUPPLY IPS - 3
TRAP HEATER TH - 2	THERMOCOUPLE GAUGE TC - 4C	INLET VALVE MONITOR IVM - 1
	CARY - 401 VRE - A	AUTOMATIC INLET PROGRAM- MER AIP - 1
SOURCE DIVIDER SC - 15C	CARY - 401 VRE - B	
EMISSION REGULATOR ER - 10C	MAGNET REGULATOR MR - 12	BALANCE PANEL AMPLIFIER BPA - 1
HIGH VOLTAGE POWER SUPPLY HV - 21	RATIO RECORDER	LEAK CONTROL PANEL LCP - 1
		SOLENOID PANEL SP - 1
MAGNET POWER SUPPLY MS - 12	POWER SWITCH SE - 3	CONTROL PANEL
FAN	FAN	

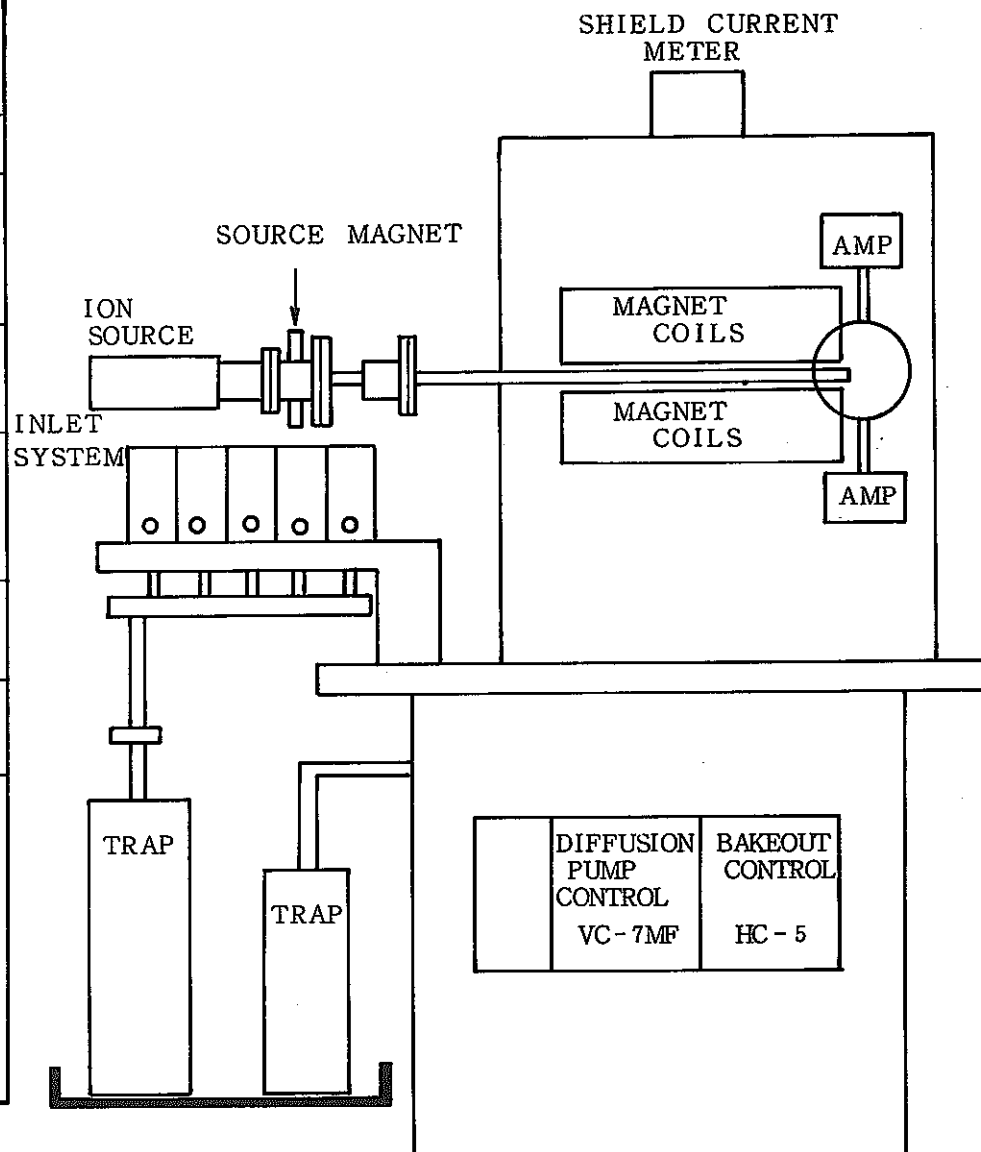


图 1-1 质 量 分 析 装 置 概 略 图

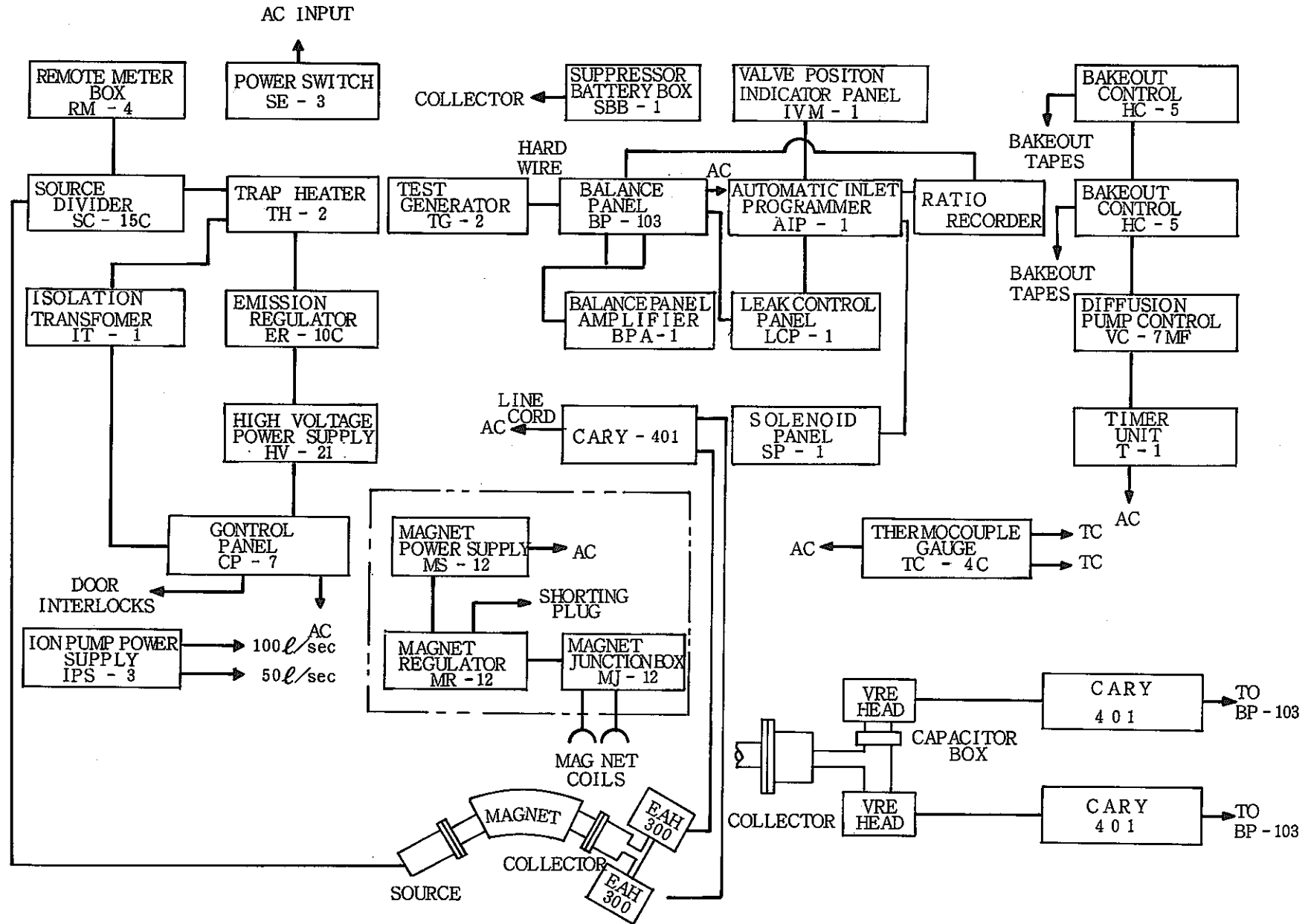


図 1-2 質量分析計ダイアグラム

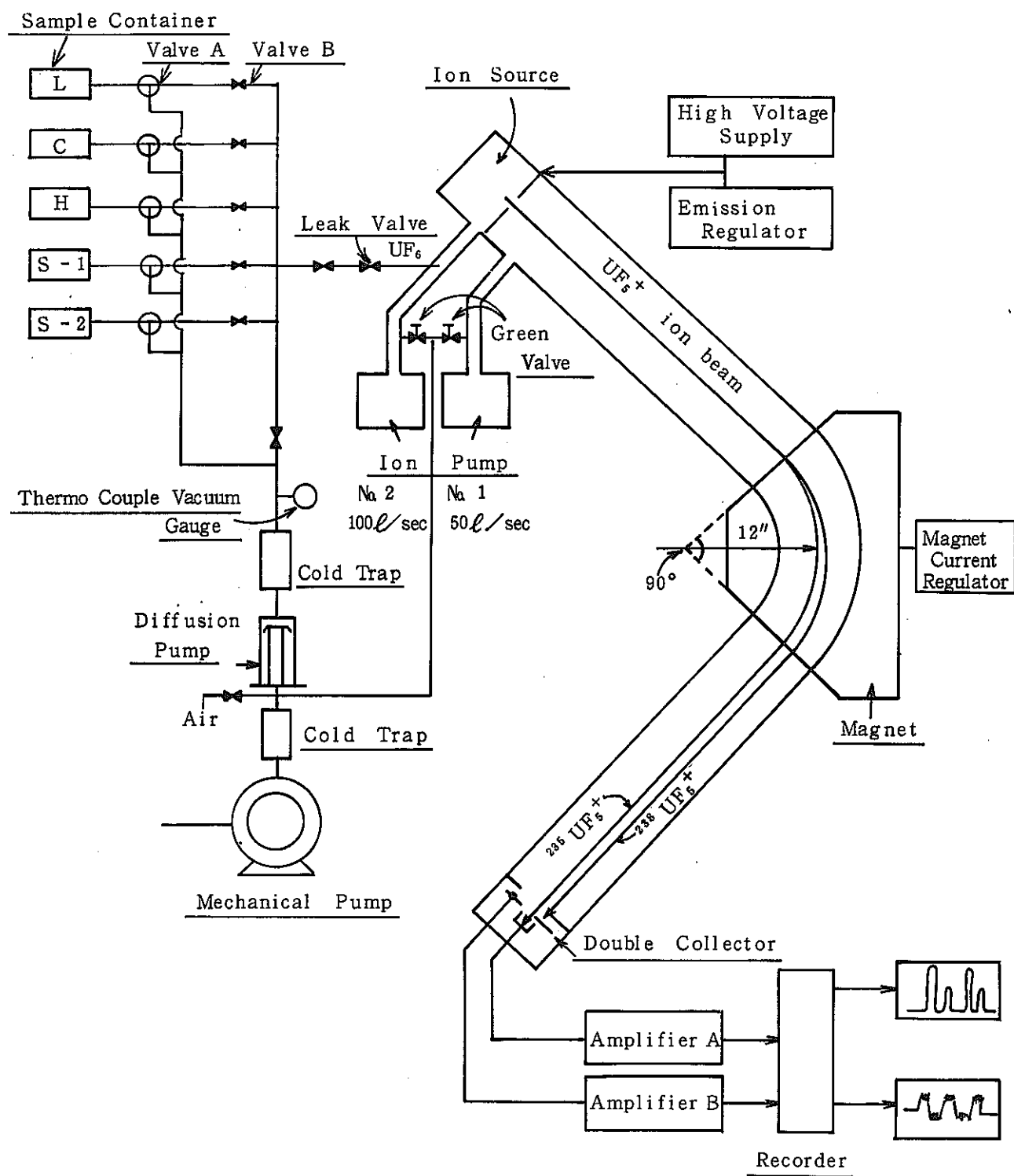


圖 2 質量分析計原理圖

C_A = Collector A V. R. E. = Vibrating Reed Electrometer
 C_B = Collector B R_P = Decade Potentiometer
 P_A = Priamp A
 P_B = Priamp B
D = Defining Slit

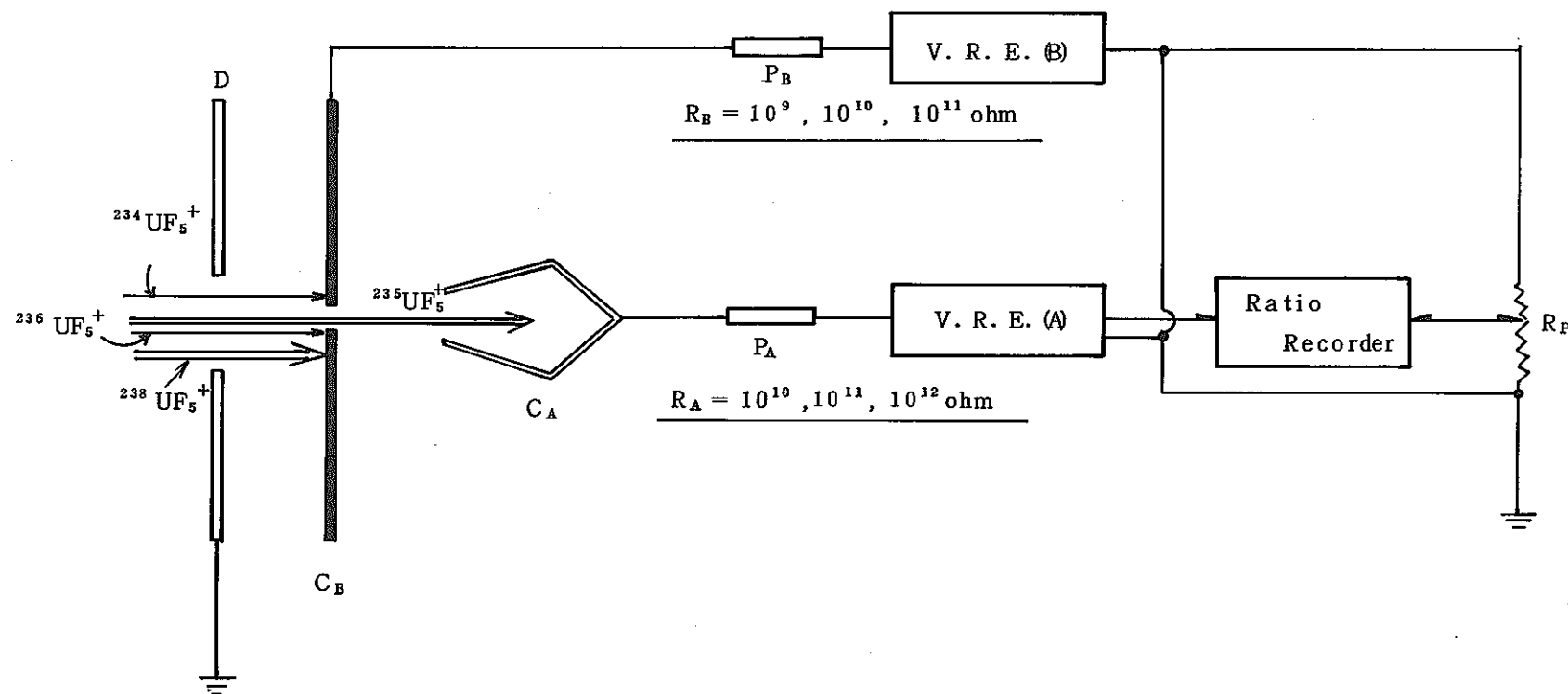


图 3 Ratio Recording System

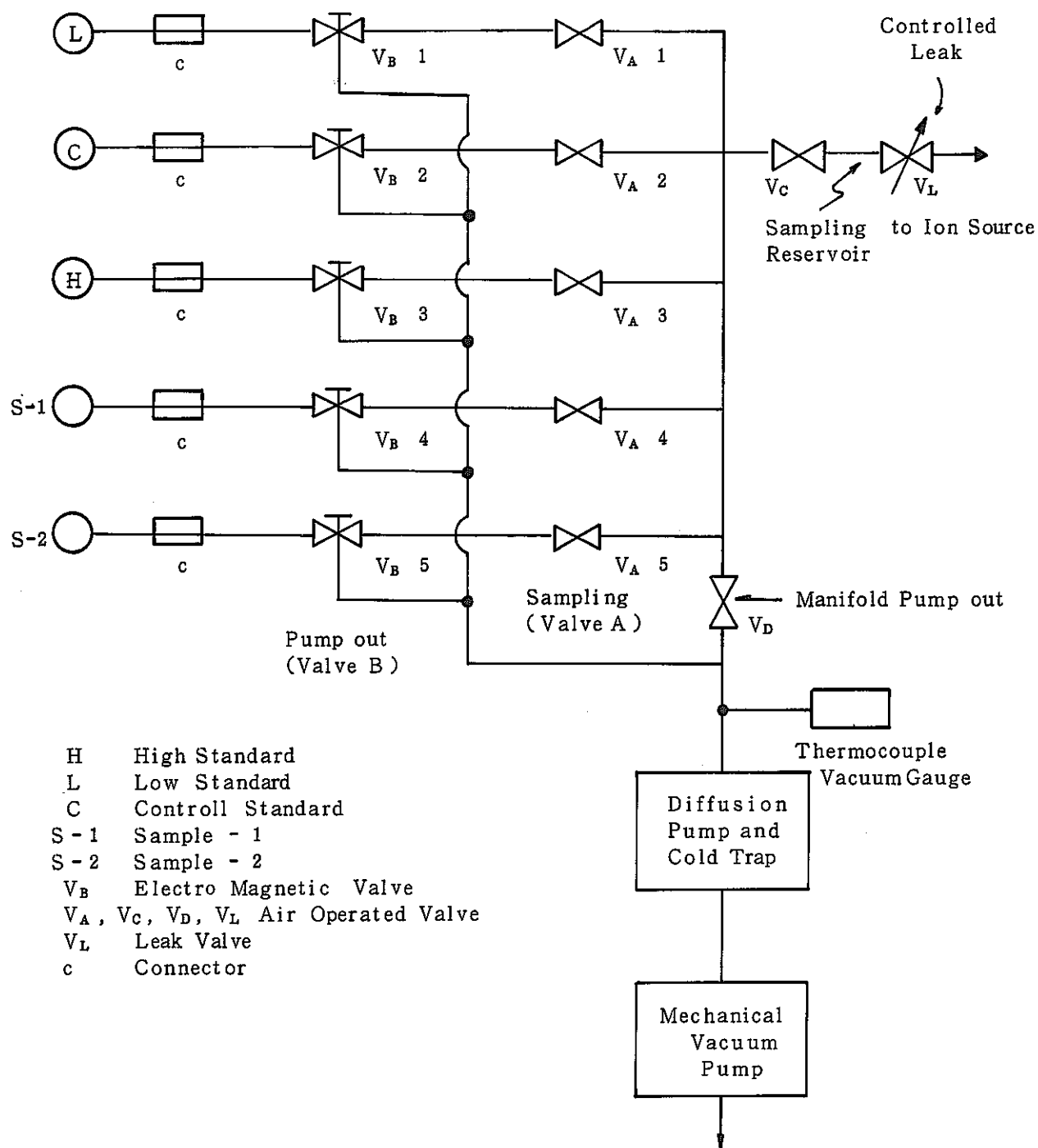


圖4 試料導入系原理圖

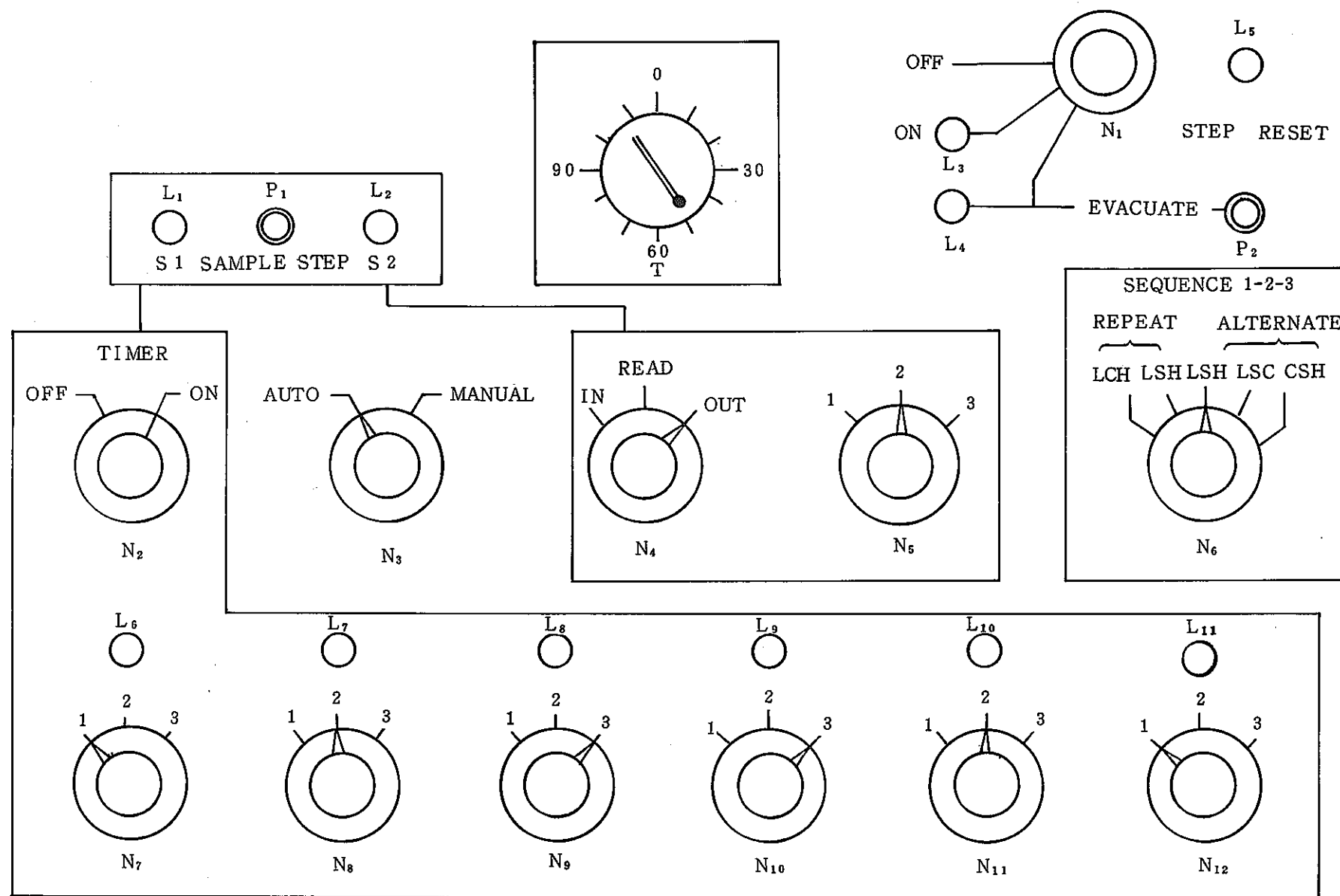


図 5 試料導入系プログラム用パネル

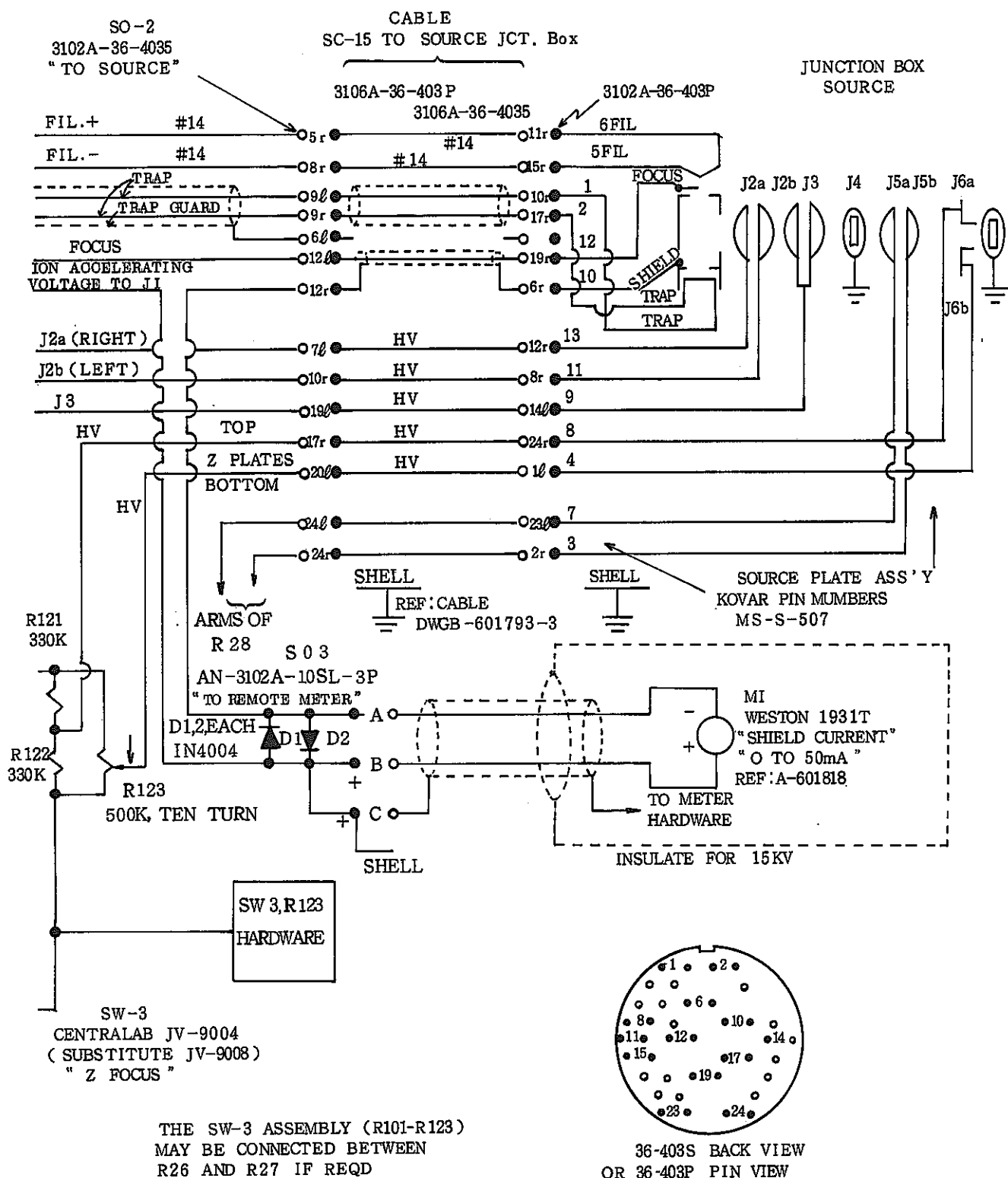


図 6 イオンフォーカスプレートの原理図

$$\text{分解能} = \frac{L_2}{L_1} \times \frac{(\text{mol} \cdot \text{wt})_{^{235}\text{UF}_6^+}}{^{238}\text{UF}_6^+ - ^{235}\text{UF}_6^+} = \frac{L_2}{L_1} \times \frac{333}{3}$$

(mol·wt) (mol·wt)

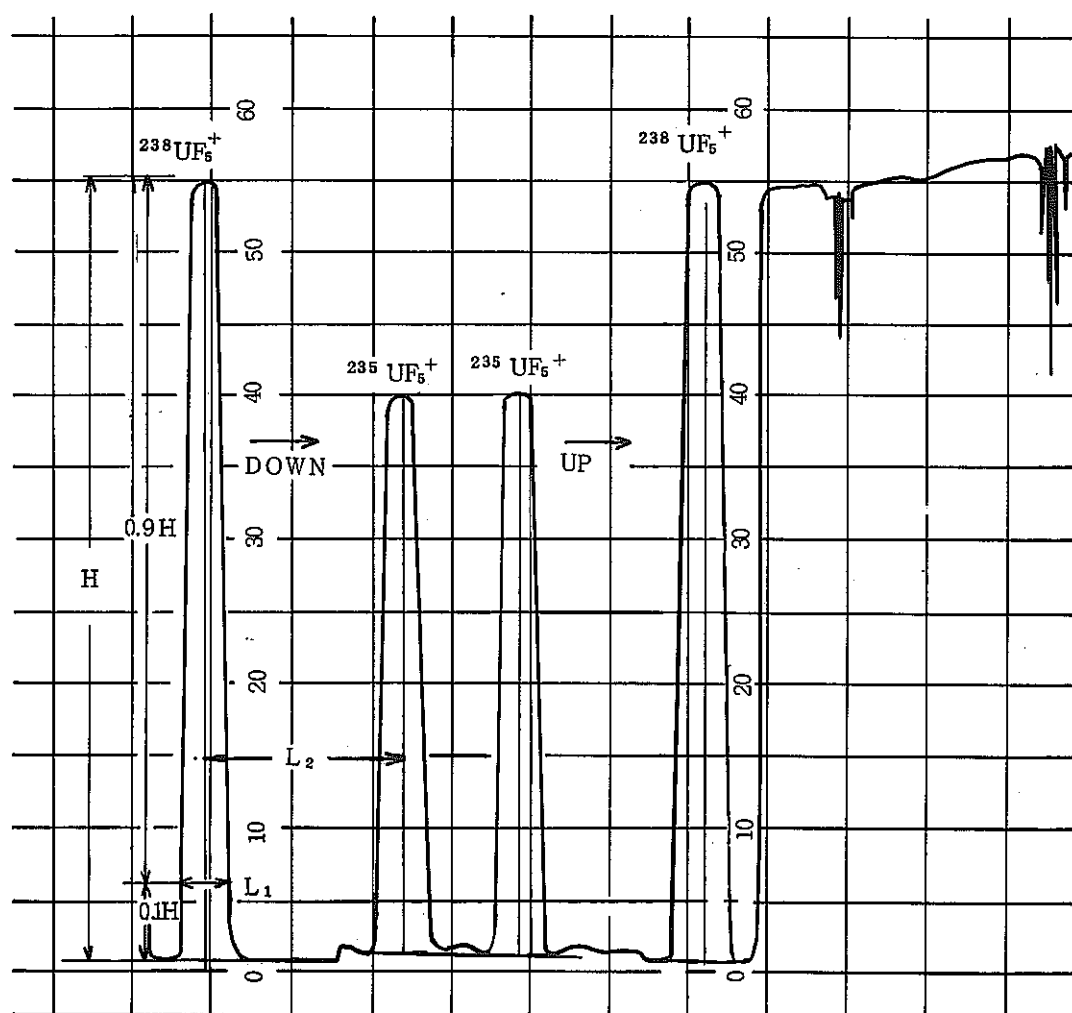


図7 分解能の測定

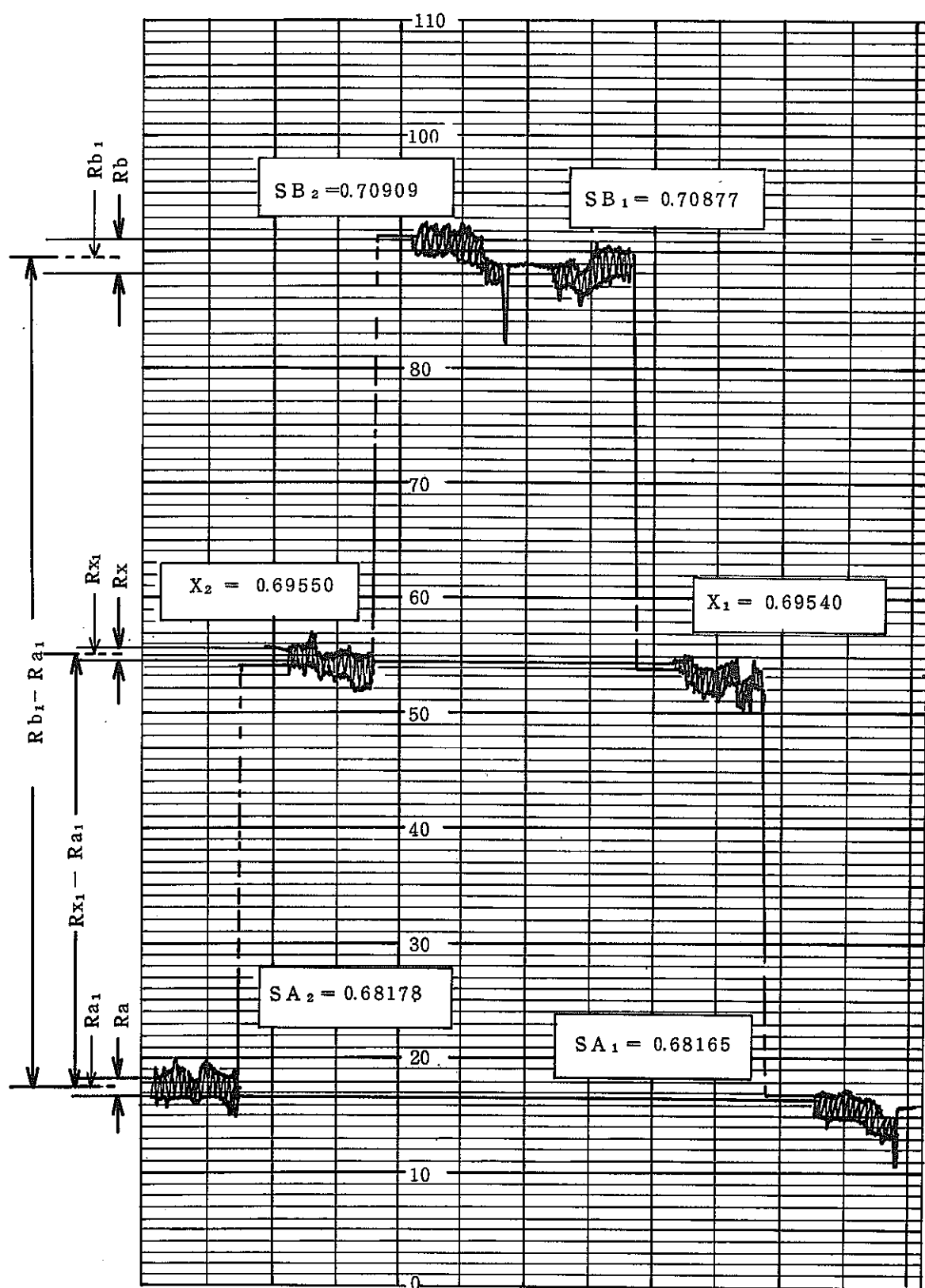
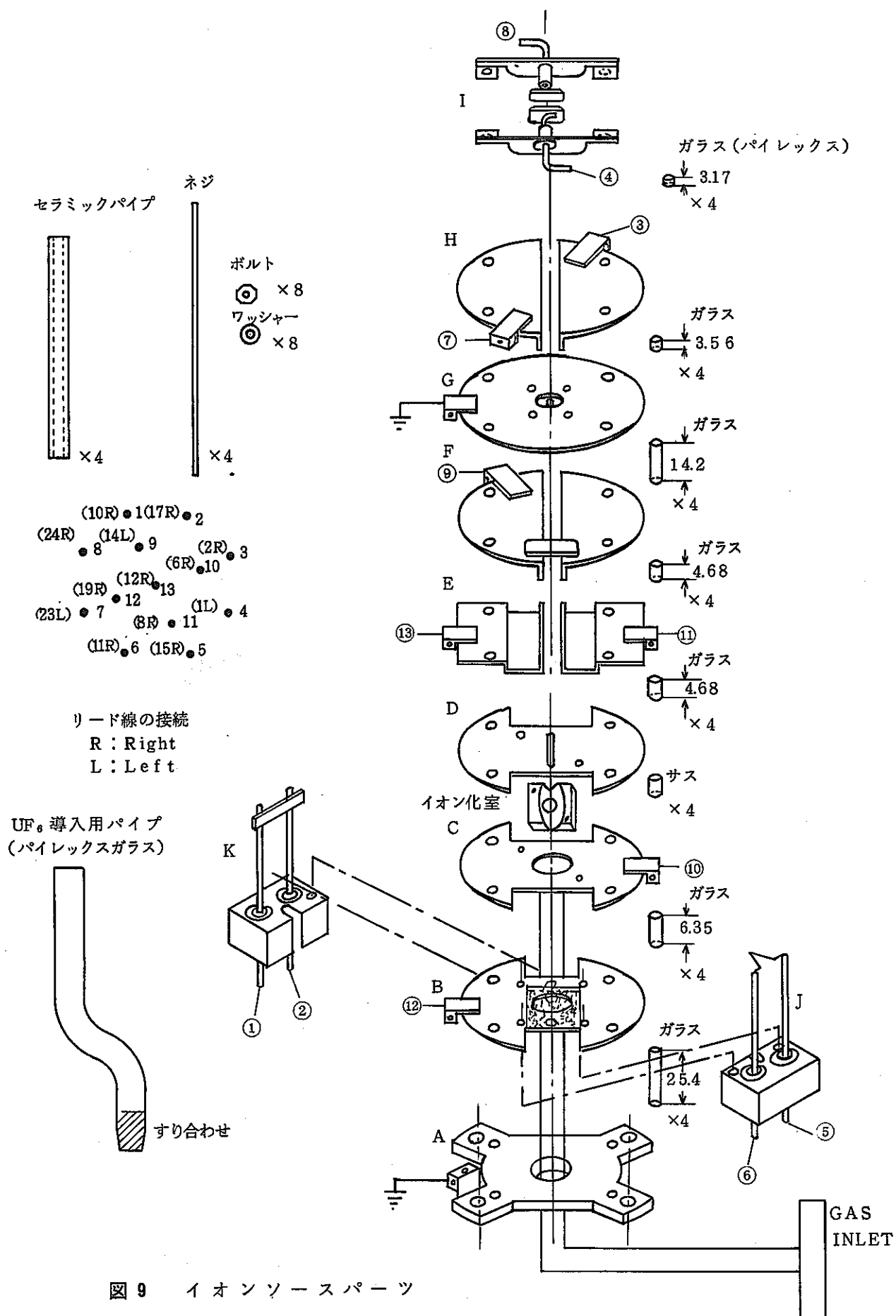


図 8 同位体比測定チャート



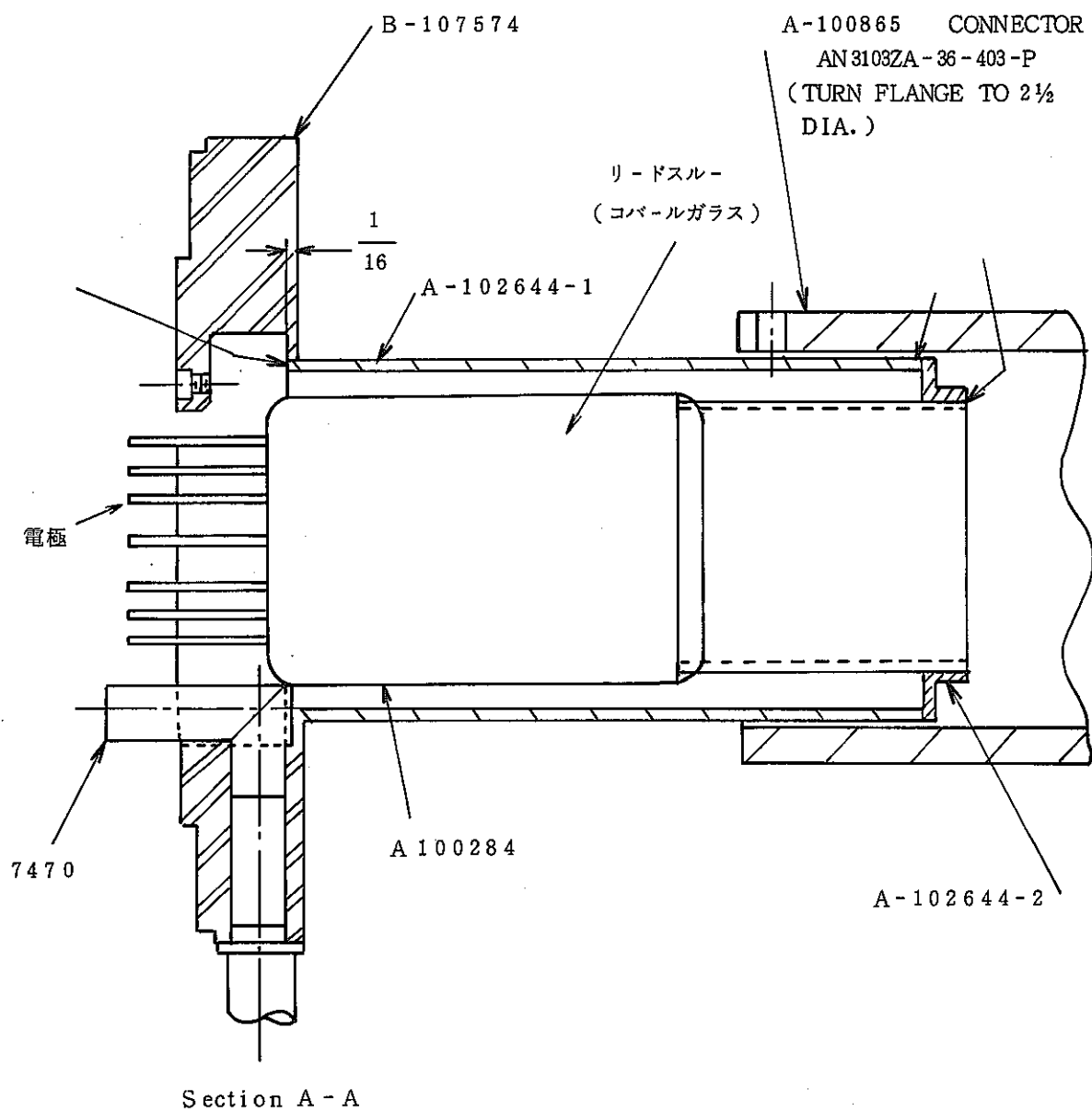
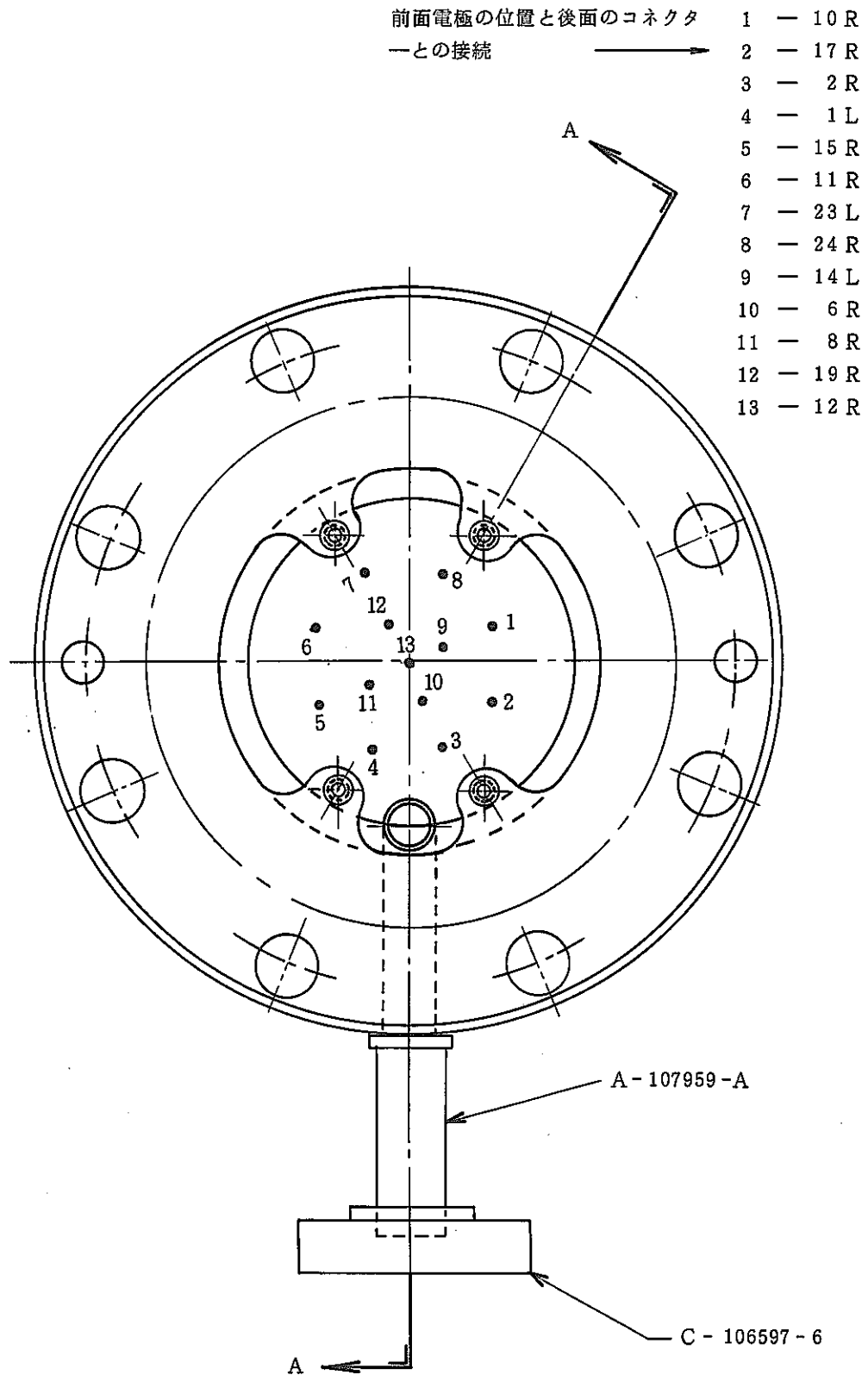


図 10 SOURCE MOUNTING FLANGE



NOTE : WELD A-102644-1 -2 TO B-107594
LEAK TEST PRIOR TO WELDING
A-100284

図 11 電 極 の 位 置

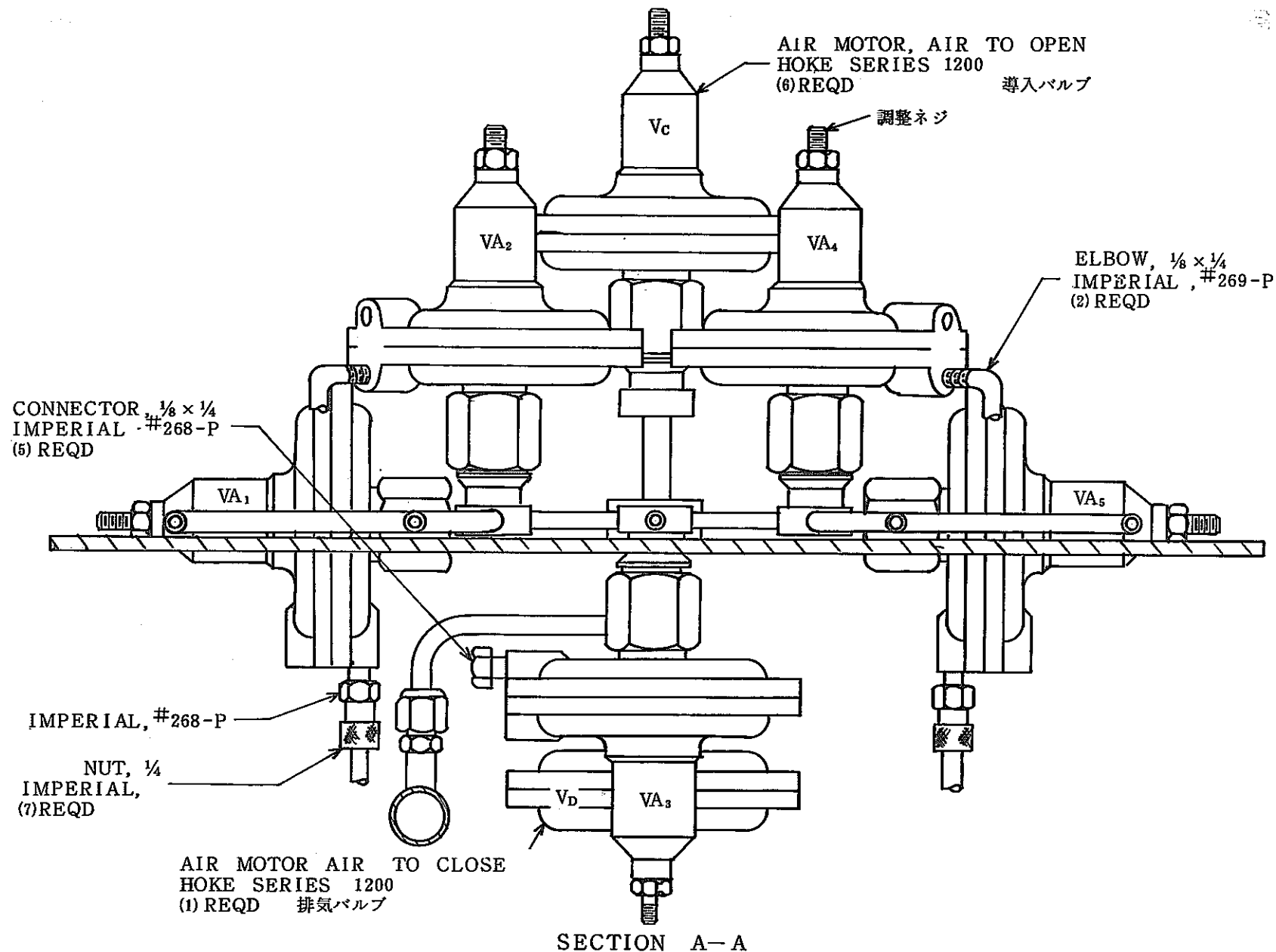
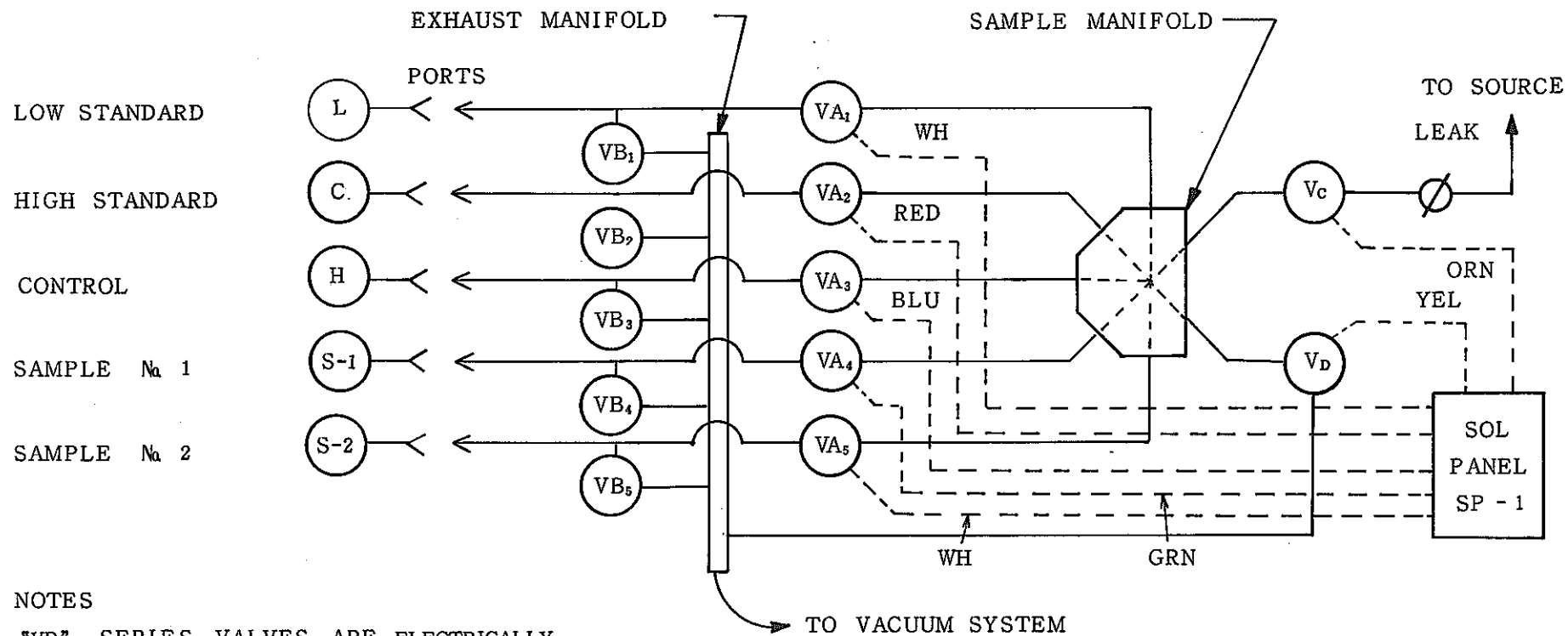


図 1 2 エ ア ー バ ル ブ の 配 置 図



NOTES

"VB" SERIES VALVES ARE ELECTRICALLY OPERATED

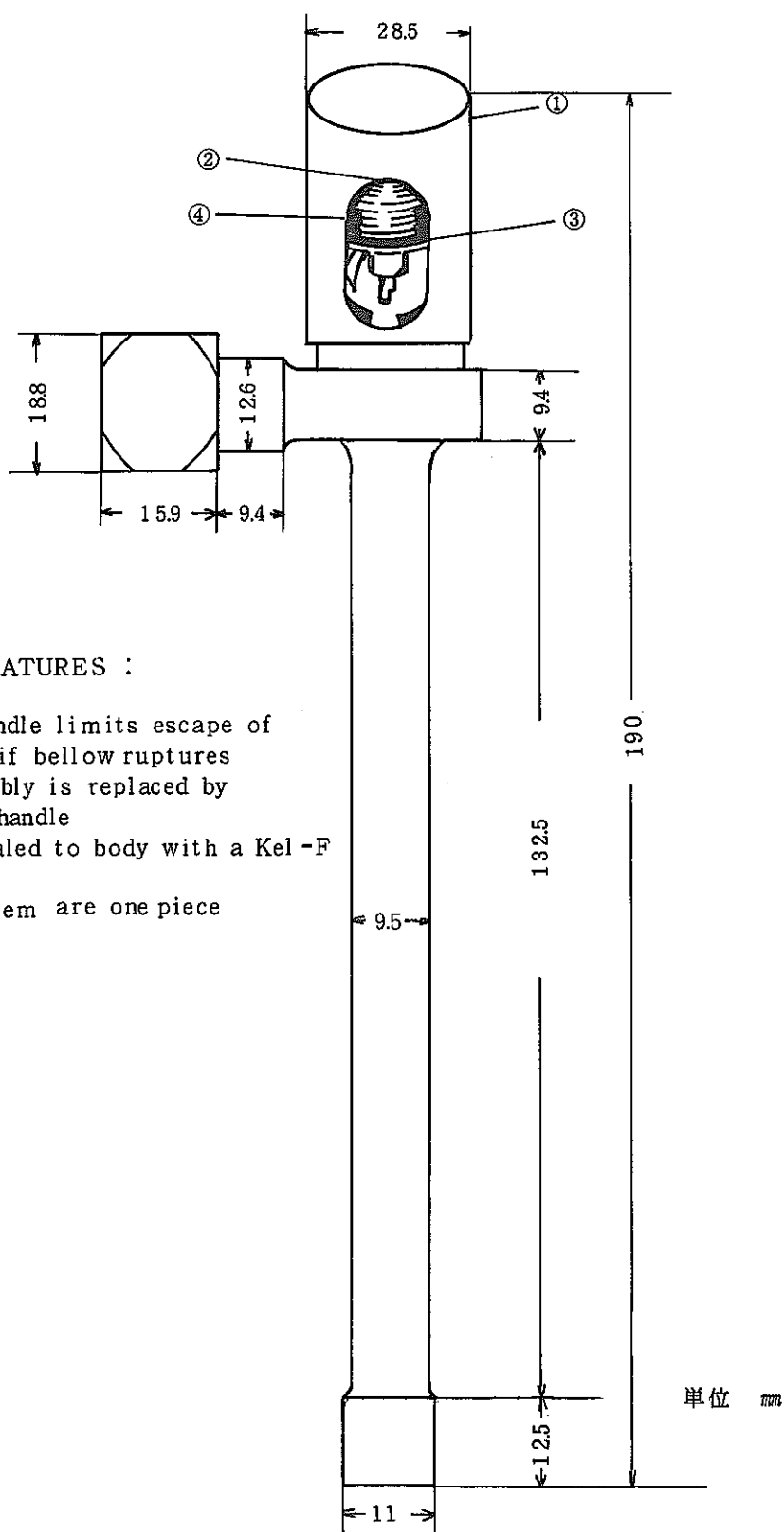
"VA" SERIES AND V_C, V_D VALVES ARE AIR OPERATED

———— IS MONEL TUBING

----- IS PLASTIC TUBING

13 INLET SYSTEM SCHEMATIC

(Hoke, Angle Pattern 4561Q 4M)



FEATURES :

1. Protective handle limits escape of process fluid if bellow ruptures
2. Bellows assembly is replaced by removing cap handle
3. Bellows is sealed to body with a Kel-F gasket
4. Bellows and stem are one piece assembly

図 14 UF₆ 標準試料シリンダー