

本資料は 年 月 日付の登録区分、
変更する。 2001. 6. 20

[技術情報室]

分析マニュアルー 2

(計量分析編)

1986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

分析マニュアル（計量分析編）



実施責任者	林 允之	和地 勇
報告者	寺門 茂	川崎 明
	鎌田 正行	久野 祐輔
	渡辺 将	廣木 俊男
	竹田 誠一	畠中 照夫
	神長 一博	光田 秀
	阿部 勝男	綿引 博美
	古野 俊男	古谷 隆幸
	深川 一広	

期 間 昭和61年(1986)5月

目 的 再処理工程管理分析の標準化

要 旨 再処理工場における各工程に関する計量分析方法についてマニュアル化したものである。

本編は、特に計量管理分析関係の分析方法について編集したもので、内容は1979年第1報及び1981年第2報を基に見直し改定したものである。再処理工程試料中のウラン、プルトニウム、同位体、全 α 、密度、不純物の分析操作手順について記述した。

尚、附則に分析標準作業の改定経緯表を添付した。

 運転要領書(Ⅱ)計量分析編

目 次

1. 通 則	1
2. 試薬調製法	11
2.1 一般試薬の調製方法	12
2.1.1 亜硝酸ナトリウム溶液 (10%)	12
2.1.2 亜硝酸ナトリウム溶液 (20%)	12
2.1.3 アンモニア水溶液	13
2.1.4 塩化カリウム (1 + 13)	13
2.1.5 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10%)	14
2.1.6 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35%)	14
2.1.7 オルトフェナントロリン-酢酸-酢酸アンモニウム混合溶液	14
2.1.8 混酸溶液	15
2.1.9 硝酸アルミニウム溶液 (51%)	15
2.1.10 硝酸-スルファミン酸-モリブデン酸アンモニウム混合溶液	16
2.1.11 硝酸第二鉄溶液 (3.5%)	17
2.1.12 硝酸溶液 (X + Y)	17
2.1.13 ジベンゾイルメタン溶液	19
2.1.14 TTA-キシレン溶液 (11.1%)	19
2.1.15 硫酸 (X + Y)	20
2.1.16 硫酸第一鉄・スルファミン酸混合溶液 (7%)	21
2.1.17 硫酸第一鉄・スルファミン酸混合溶液 (28%)	21
2.1.18 硫酸バナジウム溶液 (0.2%)	22
2.1.19 TBP-CCl ₄ (1 + 4)	22
2.1.20 塩酸溶液 (1 + 1)	23
2.1.21 TBP-n・ドデカン (30%)	23
2.2 標準溶液の調製方法	25
2.2.1 重クロム酸カリウム標準溶液 (0.05N)	25
2.2.2 硝酸鉛標準溶液	25
2.2.3 ウラン同位体標準溶液	26

2.2.4	プルトニウム同位体標準溶液	27
2.2.5	ウラン標準溶液 (40 mg/ml)	28
2.2.6	ウラン標準溶液 (7 mg/ml)	31
2.2.7	プルトニウム標準溶液 (5 mg/ml)	34
2.2.8	ウラン・プルトニウム混合標準溶液 (1次標準溶液)	38
2.2.9	ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液 (2次標準溶液)	43
2.2.10	ウラン・プルトニウム混合標準溶液 (3次標準溶液)	46
2.2.11	鉄標準溶液 (X mg/ml)	50
2.3	標準試料の一覧表	51
2.3.1	ウラン標準試料 (NBS 9506)	51
2.3.2	分光分析用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U1	51
2.3.3	化学分析用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U2	52
2.3.4	濃縮度測定用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U3	53
2.3.5	金属ウラン標準試料 JAERI-U4	54
2.3.6	不純物分析用八三酸化ウラン標準試料 (NBL-98 シリーズ)	56
2.3.7	ウラン同位体標準試料 (NBS)	57
2.3.8	ウラン-233 標準試料 (ORNL 製)	57
2.3.9	金属プルトニウム標準試料	57
2.3.10	硫酸プルトニウム・四水化物標準試料	58
2.3.11	プルトニウム同位体標準試料	58
2.3.12	プルトニウム-242 標準試料	59
3.	分析標準作業法	60
3.1	ウランの分析	61
3.1.1	硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法 〔鉄(II)還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法〕 32・222・21・U・01 (1986)	62
3.1.2	三酸化ウラン中のウランの分析方法 〔鉄(II)還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法〕 34・271・21・U・01 (1986)	70
3.1.3	硝酸ウラン・プルトニウム溶液中のウランの分析方法 〔酢酸エチル抽出ージベンゾイルメタン吸光光度法〕 32・222・31・U・03 (1986)	79
3.1.4	硝酸プルトニウム溶液中のウランの分析方法	85

	〔イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法〕	
	34・282・31・U・05 (1986)	
3.2	プルトニウムの分析	90
3.2.1	微量プルトニウムの分析方法	91
	〔TTA-キシレン抽出- α 計測法〕	
	32・222・58・PU・01 (1986)	
3.2.2	保障措置用収去試料の処理方法	95
	〔IAEA・NSB 収去試料処理〕	
	34・222・29・PU・01 (1986)	
3.2.3	高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法	99
	〔K-sdae デンシトメータ測定法〕	
	34・222・29・PU・01 (1986)	
3.2.4	高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法	112
	〔電位規制クーロメトリー法〕	
	34・222・25・PU・01 (1986)	
3.3	表面電離化方式・質量分析法	129
3.3.1	ウラン同位体組成の分析方法	130
	〔質量分析法〕	
	34・222・45・MAS・01 (1986)	
3.3.2	プルトニウム同位体組成の分析方法	136
	〔イオン交換-質量分析法〕	
	34・222・45・MAS・02 (1986)	
3.3.3	ウラン・プルトニウム混合溶液中の温度および同位体組成の分析方法	141
	〔同位体希釈・質量分析法〕	
	32・222・45・IDA・01 (1986)	
3.4	密度の分析	157
3.4.1	試料溶液の密度測定方法	158
	〔振動型密度計法〕	
	32・225・91・DENST・03 (1986)	
3.5	不純物分析	170
3.5.1	高濃度プルトニウム溶液中のクロム・ニッケル・チタンの分析方法	171
	〔フレイムレス原子吸光分析法〕	
	34・222・32・IMP・01 (1986)	

3.5.2	三酸化ウラン中の希土類の分析方法	178
	〔TBP・ドデカン抽出分離・ICP発光分光法〕	
	34・271・34・IMP・01 (1986)	
3.5.3	三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法	183
	〔TBP・CCl ₄ 抽出分離—ICP発光分光法〕	
	34・271・32・IMP・01 (1986)	
3.5.4	三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法	188
	〔発光分光分析法〕	
	34・271・34・IMP・01 (1986)	
3.5.5	三酸化ウラン中の不揮発性酸化物の分析方法	193
	〔重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法〕	
	34・271・11・UNVOL・01 (1986)	
3.5.6	高濃度プルトニウム溶液中の鉄の分析方法	197
	〔O-フェナントロリン吸光々度法〕	
	34・222・31・F・01 (1986)	
4.	質量分析の測定方法及び標定・装置定数の測定方法	202
4.1	VG型質量分析計によるウラン・プルトニウム同位体組成の測定方法	203
4.2	MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウム同位体組成の測定方法	218
4.3	質量分析計の装置定数の測定方法	247
	〔ウラン同位体標準試料—質量分析法〕	
4.4	ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の標定方法	252
	〔逆同位体希釈・質量分析法〕	
4.5	燃焼度の計算方法	258
	〔HEAVY・ELEMENT法〕	

1. 通 則

1. 通 則

本通則は、本標準作業法で使用している共通事項について定めたもので、文章上特記されていない場合は本通則によるものとする。

- (1) 再処理工場で対象となっている試料はプルトニウム、ウランおよび核分裂生成物等の放射性試料であるため、その取扱操作については十分注意する必要がある。
- (2) 試薬はすべて純良なものを用い、特に指定されているもののほかは JIS 特級試薬またはこれと同等品を用いる。
- (3) 水は蒸留またはイオン交換法で精製したものをを用いる。
- (4) 単に溶液と称し溶媒を示さないものはすべて水溶液を指す。
- (5) 単に塩酸、硝酸、硫酸などと記したものはそれぞれつぎの濃度のものを指す。

名 称	化学式	濃度(%)	比 重
塩 酸	HCl	約 35	1.18
硝 酸	HNO ₃	約 60	1.38
硫 酸	H ₂ SO ₄	約 95	1.84
り ん 酸	H ₃ PO ₄	約 85	1.70
過 塩 素 酸	HClO ₄	約 60	1.55
ふっ化水素酸	HF	約 46	1.14
過酸化水素水	H ₂ O ₂	約 30	1.33

- (6) 溶液の濃度を (1 + 2) のような記号で表わしたものは液体試薬と水の混合割合を示すもので、たとえば硝酸 (1 + 2) は硝酸 (60% 比重 1.38) 1 容と水 2 容の割合で混合したものを意味する。
- (7) 溶液の濃度を % で表わしたもので溶質が固体のときは特に指定しないかぎり溶液 100 ml 中の無水物の g 数を示す。また溶質が液体 100 ml 中の溶質の ml 数を示す。
- (8) 液体試薬または水の測定法で、表示により次の測定方法で操作する。

表 現 例	用 いる 測 容 方 法
" 約 5 ml "	自分量ではかる
" 5 ml "	メスシリンダー
" 正確に 5 ml "	ピペットまたはビュレット

- (9) 固体試薬の重量はかりとり法は、表示により次頁のはかり方で操作する。

表 現 例	用 い る 方 法
" 5 g "	上皿はかり
" 正確に "	} 化学天秤ではかる
" 5,000 g "	

- (10) 温度の記述は、標準温度 20 °C、常温は 15 ~ 25 °C、室温は 1 ~ 35 °Cとする。
- (11) メスフラスコ中で溶液を標線まで希釈した場合は、栓を付け倒立し混合する。
- (12) プルトニウム、ウランの質量数、半減期は次表の数値を用いる。

同 位 体	質 量 数
²³³ U	233. 0395
²³⁴ U	234. 0409
²³⁵ U	235. 0439
²³⁶ U	236. 0457
²³⁸ U	238. 0509

同 位 体	質 量 数	半 減 期 (年)
²³⁸ Pu	238. 0495	8. 771300 × 10 ¹
²³⁹ Pu	239. 0521	2. 413116 × 10 ⁴
²⁴⁰ Pu	240. 0539	6. 570600 × 10 ³
²⁴¹ Pu	241. 0567	1. 435570 × 10 ¹
²⁴² Pu	242. 0587	3. 763900 × 10 ⁵
²⁴⁴ Pu	244. 0642	8. 051000 × 10 ⁷

※ 参照：Table of Isotopes (7th)

- (13) プルトニウムの平均原子量は次式により求める。

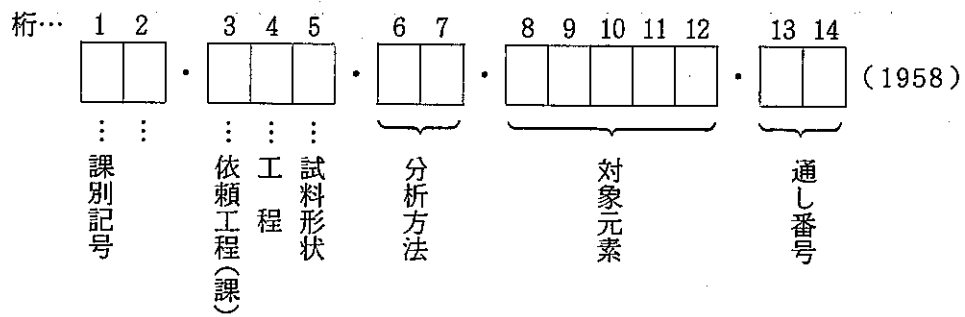
$$\begin{aligned} \text{プルトニウムの原子量} = & [(W_{238} \cdot M_{238}) + (W_{239} \cdot M_{239}) + (W_{240} \cdot M_{240}) \\ & + (W_{241} \cdot M_{241}) + (W_{242} \cdot M_{242})] \times 1 / 100 \end{aligned}$$

ただし、W_i：プルトニウム同位体含有率 (%)

M_i：同位体別分子量

- (14) 用語および単位は、分析化学会誌、JISなどを参考に統一してある。
- (15) 分析方法、番号については次の方法により統一してある。

イ 桁取り (カラム番号) は次頁の通り



□ 意味付は次の通り

番号とその意味は表 1.1 および表 1.2 に示す。

- (16) 溶液試料とは、溶液状態の試料を表す。
- (17) 分析結果の数値の丸め方は、JIS Z 8401 に従う。

(参 考)

数値の丸め方 28401-1961

“Rules for Rounding” off of Numerial Values

表 1.1 標準分析作業法番号表

		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	課別番号				再処理分析						
2		共通一般	一般分析法	管理分析	受入分析	製品分析					その他
3	依頼工程(課)	再処理工程	前処理	主工程		廃棄物処理	保守		O T L	分析	その他
4	工程	再処理工程	Unit 201 (放射性)	主工程	廃棄物処理 工程			Unit 275	UO ₃ 製品	Pu(NO ₃) ₄ 製品	その他
5	試料形状		固体	液体 (水和)	液体 (有機相)	気体	液体 (水相 & 有機相)				
6	分析方法	表 1.2 による。									
7											
8	対象分析	表 1.3 による。									
9											
10											
11											
12											
13	通し番号	1～12桁まで一ヶ所でも異なる場合は01より通し番号とする。									
14											
()	制定あるいは 改訂年	() 内に西暦で記入									

表1.3 対象分析表

対象分析	ウラン	: U	硝酸イオン	: NO ₃	希土類	: IMP
	プルトニウム	: PU	炭酸	: CO ₃	核分裂生成物	: FP
	gross α	: ALPHA	pH	: PH	蛍光X線法	: X-RAY
	gross γ	: GAMMA	D B P	: DBP	アメリシウム	: Am
	gross β	: BETA	タップ密度	: TAPD	キュリウム	: Cm
	酸	: H	水分	: MOIST	ネプツニウム	: NP
	水酸基	: OH	粒度分布	: GRANU	ヨウ素	: ¹²⁹ I
	ヒドラジン	: N ₂ H ₄	ウラン同位体希釈法	: UIDA	ストロンチウム	: ⁹⁰ Sr
	亜硝酸	: NO ₂	プルトニウム同位体希釈法	: PUIDA	トリチウム	: ³ H
	T B P	: TBP	ウラン同位体組成	: UMAS	濁度	: SS
	全塩	: SOLT	プルトニウム同位体組成	: PUMAS	電導度	: EC
	化学的酸素量	: COD	炭素	: C		
	油分	: OIL	リン	: P		
	密度	: DENST	有機物	: ORG		
	原子吸光法	: A ABS	不純物	: IMP		
	塩素	: CL	不溶解残渣	: INSOL		
	フッ素	: F	不揮発性酸化物	: UNVOL		
	鉄	: FE	燃焼度	: BURN		

表1.2 分析法別番号表

記号		記号	
10	湿式化学分析法	48	
11	重量分析法	49	その他
12	中和滴定法		
13	沈殿滴定法	50	放射能分析法
14	酸化還元滴定法	51	放射化学分析法
15	キレート滴定法	52	放射化分析法
16		53	同位体希釈放射能測定法
17		54	α 線スペクトロメトリ
18		55	γ 線スペクトロメトリ
19	その他	56	中性子線法
20	電気分析法	57	液体シンチレーション測定法
21	電位差滴定法	58	放射能測定法
22	電流滴定法	59	その他
23	電導度滴定法		
24	イオン電極法	60	分離分析法
25	クロマトリ	61	ガス分析法
26	ポーラログラフ分析法	62	ガスクロマトグラフ分析法
27		63	イオン交換クロマトグラフ
28		64	
29	その他	65	
30	光学分析法	66	
31	吸光分析法	67	
32	原子吸光分析法	68	
33	炎光, けい光, りん光分析法	69	その他
34	発光分析法		
35	比濁分析法	70	熱分析法
36	赤外分光分析法	71	示差熱分析法
37		72	熱天秤分析法
38		73	カロリメトリ分析法
39	その他	74	
40	X線分析法・質量分析法	75	
41	X線回折法	76	
42	けい光X線分析法	77	
43	X線吸収法	78	
44	X線マイクロアナライザ分析法	79	その他
45	質量分析法(4重極ガス分析含む)	80	
46		90	その他の分析法
47		91	物性測定法

日 本 工 業 規 格

数 値 の 丸 め 方

Rules for Rounding of Numerical Values

1. 適用範囲

この規格は、鋳工業において用いる十進法の数値の丸め方について規定する。

2. 数値の丸め方

ある数値を、有効数字 n ケタの数値に丸める場合、または小数点以下 n ケタ⁽¹⁾の数値に丸める場合には、 $(n+1)$ ケタ目以下の数値を、つぎのように整理する。

注 (1)有効数字のケタ数とは、 $(n+1)$ ケタ目以下の数値を、つぎのように整理する。

(1) $(n+1)$ ケタ目以下の数値が、 n ケタ目の1単位の $1/2$ 未満の場合には切り捨てる。

(例1参照)

(2) $(n+1)$ ケタ目以下の数値が、 n ケタ目の1単位の $1/2$ をこえる場合には、 n ケタ目を1単位だけ増す。(例2参照)

(3) $(n+1)$ ケタ目以下の数値が、 n ケタ目の1単位 $1/2$ であることがわかっているか、また $(n+1)$ ケタ目以下の数値が切り捨てたものか切り上げたものかわからない場合には、(a)または(b)のようにする。

(a) n ケタ目の数値が、0, 2, 4, 6, 8 ならば、切り捨てる。(例3参照)

(b) n ケタ目の数字が、1, 3, 5, 7, 9 ならば、 n ケタ目を1単位だけ増す。(例4参照)

(4) $(n+1)$ ケタ目以下の数値が、切り捨てたものか切り上げたものであることがわかっている場合には、(1)または(2)の方法によらなければならない。(例5参照)

備 考 この丸め方は、1段階に行なわなければならない。

たとえば、5.346 をこの方法で有効数字2ケタに丸めれば、5.3 となる。これを2段階に分けて

	(1段階目)	(2段階目)
5.346	5.35	5.4

のようにしてはいけない。

例 1 : 1.23	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (1)の方法により	1.2
1.2344	を, 有効数字 3 ケタに丸めれば, (1)の方法により	1.23
1.2344	を, 小数点以下 3 ケタに丸めれば, (1)の方法により	1.234
例 2 : 1.26	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (2)の方法により	1.3
1.2501	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (2)の方法により	1.3
1.2967	を, 有効数字 3 ケタに丸めれば, (2)の方法により	1.30
1.2967	を, 小数点以下 3 ケタに丸めれば, (2)の方法により	1.297
例 3 : 1.105	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(a)の方法により	0.10
1.450	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目以下が正しく有効数字 2 ケタ目の 1 単位の 1 / 2 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(a)の方法により	1.4
1.25	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(a)の方法により	1.2
0.0625	(この数値は, 小数点以下 4 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 小数点以下 3 ケタに丸めれば, (3)(a)の方法により	0.062
例 4 : 0.0955	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(b)の方法により	0.096
1.350	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目以下が正しく有効数字 2 ケタ目の 1 単位の 1 / 2 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(b)の方法により	1.4
1.15	(この数値は, 有効数字 3 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 有効数字 2 ケタに丸めれば, (3)(b)の方法により	1.2
0.095	(この数値は, 小数点以下 3 ケタ目が正しく 5 であることがわかっているか, または切り捨てたものか, 切り上げたものかわからないとする。)	
	を, 小数点以下 2 ケタに丸めれば, (3)(b)の方法により	0.10

-
- 例5 : 2.35 (この数値は、たとえば、2.347を切り上げたものであることがわかっている)
とする。)
を、有効数字2ケタに丸めれば、(1)の方法により 2.3
- 2.45 (この数値は、たとえば、2.452を切り捨てたものであることがわかってい)
るとする。)
を、有効数字2ケタに丸めれば、(2)の方法により 2.5
- 4.185 (この数値は、たとえば、4.1852を切り捨てたものであることがわかってい)
るとする。)
を、小数点以下2ケタに丸めれば、(2)の方法により 4.19

2. 試薬調製法

2.1 一般試薬の調製方法

2.1.1 亜硝酸ナトリウム溶液（10％）の調製法

1. 使用試薬

亜硝酸ナトリウム：NaNO₂（JIS・K 809） 劇

2. 調製方法

亜硝酸ナトリウム 10 g を水に溶解し，水で 100 ml に希釈する。

3. 性状

白色もしくは微黄色の結晶性粉末または粒状で潮解性があり，水に溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

冷暗所に保存する。（屋内貯蔵は木の床は不可）

5. 調整時の注意

一般に不安定であるのでなるべく使用の都度調製する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	TTA キンレン抽出- α 計測法	32・222・58・PU・01
U	イオン交換分離-酢酸エチル-ジベンブイルメタン吸光度法	34・282・39・U・05

2.1.2 亜硝酸ナトリウム溶液（20％）の調製法

1. 使用使薬

亜硝酸ナトリウム：NaNO₂（JIS・K 8019） 劇

2. 調製方法

亜硝酸ナトリウム 20 g を水に溶解し，水で 100 ml に希釈する。

3. 性状

白色もしくは微黄色の結晶性粉末または粒状で潮解性があり，水に溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

冷暗所に保存する。

5. 調製時の注意

一般に不安定であるのでなるべく使用の都度調製する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	イオン交換-質量分析法	32・222・45・MAS・02
U, Pu	逆同位体希釈・質量分析法	32・992・45・IDA・01
U, Pu	同位体希釈・質量分析法	32・222・45・IDA・01

2.1.3 アンモニア水溶液の調整方法

1. 使用試薬

- (1) アンモニア水：NH
- ₄
- OH (JIS・K 8085)
- 危
- 毒
- 特化物

水：N₂O

(2) 調製方法

(1 + 1) (1 + 100)

(3) 性 状

無色透明の液体で、特異の揮発性刺激臭があり強いアルカリ性反応を呈する。

(4) 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
不 揮 酸	重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法	34・271・11・UNUOL01

2.1.4 塩化カリウム溶液 (1.0 N) の調整方法

1. 使用試薬

- (1) 塩化カリウム：KCl (JIS・K 8121)

水：H₂O

(2) 調整方法

塩化カリウム 7.46 g を水に溶解し、水を加え 100 ml に希釈する。

(3) 性 状

無色の結晶又は白色の結晶性粉末で、水に溶けやすく、エチルアルコールにほとんど溶けない。

(4) 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	電位規制クーロメトリ法	34・222・25・Pu・01

2.1.5 塩酸ヒドロキシルアミン溶液（10％）の調製法

1. 使用試験

塩酸ヒドロキシルアミン： $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ （JIS・K8201）

2. 調製方法

塩酸ヒドロキシルアミン 10 g を水に溶解し、水を加え 100 mL に希釈する。

3. 性 状

無色潮解性の結晶で水にきわめて溶けやすく、エチルアルコールに溶ける。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法	34・282・31・U・05

2.1.6 塩酸ヒドロキシルアミン溶液（35％）の調製法

1. 使用試験

塩酸ヒドロキシルアミン： $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ （JIS・K8201）

2. 調製方法

塩酸ヒドロキシルアミン 35 g を水に溶解し、水を加え 100 mL に希釈する。

3. 性 状

無色潮解性の結晶で水にきわめて溶けやすく、エチルアルコールに溶ける。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	TTA・キシレン抽出- α 計測法	32・222・58・Pu・01
Fe	O-フェナントロリン吸光々度法	34・222・31・Fe・01

2.1.7 O-フェナントロリン-酢酸アンモニウム混合溶液の調製方法

1. 使用試験

(1) オルトフェナントロリン： $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$

(2) 酢酸： CH_3OOH （JIS・K8355） 危

(3) 酢酸アンモニウム： $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ （JIS・K8359）

2. 調製方法

(1) オルトフェナントロリン (0.25%) 溶液

オルトフェナントロリン 0.25 g に HCl (1 + 1) 数滴を加えて湿らし、水で 100 ml に希釈する。

(2) 酢酸-酢酸アンモニウム (30%) 溶液

酢酸アンモニウム 30 g を水に溶解し、酢酸 2 ml を加え、水を加え 100 ml に定容する。

(3) (1) のオルトフェナントロリン溶液 100 ml と (2) の酢酸-酢酸アンモニウム溶液 100 ml を混ぜ合わせ発色試薬とする。

3. 使薬の保管方法

試薬瓶に密栓して保管する。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Fe	オーフェナントロリン吸光々度法	34・222・31・Fe・01

2.1.8 混酸 (HNO₃ + HF)

1. 使用試薬

硝 酸：HNO₃ (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

フッ化水素酸：HF (JIS・K 8819) 毒 特化物

2. 調製方法

硝酸 (1 + 1) 溶液 500 ml に HF 溶液を 0.5 ml 加える。

3. 性状 (フッ化水素酸)

無色の液体で空気中で発煙し、水、エチルアルコールと混和する。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U, Pu	同位体希釈・質量分析法	32・222・45・IDA・01

2.1.9 硝酸アルミニウム溶液 (51%) の調製法

1. 使用試験

(1) 硝酸アルミニウム：Al(NO₃)₃・H₂O (JIS・K 8544) 毒

(2) 硝酸 (1 + 13)：HNO₃ (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

2. 調製方法

硝酸（1+13）500 ml に硝酸アルミニウム 900 g を溶解したのち硝酸（1+13）で 1 ℓ に希釈する。

3. 性 状

白色の結晶または結晶性粉末で潮解性があり、水またはエチルアルコールに溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

密封して貯蔵する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	酢酸エチル抽出—ジベンゾイルメタン吸光光度法	32・222・31・U・03
U	イオン交換分離—酢酸エチル抽出—ジベンゾイルメタン吸光光度法	34・282・31・U・05

2.1.10 硝酸—スルファミン酸—モリブデン酸アンモニウム混液

1. 使用試薬

- (1) スルファミン酸：HOSO₂NH₂（JIS・K 8587）
- (2) モリブデン酸アンモニウム：(NH₄)₆MO₇O₂₄・4H₂O（JIS・K 8905）
- (3) 硝酸：HNO₃（JIS・K 8541） **危 劇**

2. 調製方法

- (1) 希釈酸溶液：水 300 ml に硝酸 400 ml を攪拌しながら加える。
- (2) スルファミン酸溶液（15%）：スルファミン酸 15 g を少量の水で溶解した後水を加えて 100 ml にする。
- (3) モリブデン酸アンモニウム溶液（0.4%）：水 90 ml にモリブデン酸アンモニウム 4 g を溶解し全量を 100 ml に希釈する。
- (4) (1) の溶液 700 ml と (2) の溶液 100 ml を混合する。
- (5) (4) の溶液 800 ml と (1) の溶液 100 ml を混合する。水を加えて全量を 1 ℓ に希釈する。

3. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	鉄(Ⅱ)還元—重クロム酸カリウム電位差滴定法	32・222・21・U・01
U	鉄(Ⅱ)還元—重クロム酸カリウム電位差滴定法	34・271・21・U・01

2.1.11 硝酸第二鉄溶液（3.5%）の調製法

1. 使用試薬

硝酸第二鉄： $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ （JIS・K 8559）

2. 調製方法

硝酸第二鉄 5.85 g を水に溶解し、100 ml に定容する。

3. 性 状

帯紫色透明の潮解性のある結晶で、たやすく褐色に変わる。水に極めて溶けやすい。

4. 調製時の注意

特になし

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	TTA・キシレン抽出- α 計測法	32・222・58・PU・01

2.1.12 硝酸（X+Y）溶液調製及び（N）溶液調製方法

1. 使用試薬

硝酸： HNO_3 （JIS・K 8541） 劇 危 特化物

2. 調製方法

硝酸 X 容容に対し水 Y 容を加えよく混ぜる。

〔例〕 1 + 9 の調製は硝酸 1 容に対し水 9 容を加えよく混ぜる。

※ X = 硝酸 Y = 水

〔例〕 8N- HNO_3 溶液（1 ml の場合） $NV = NV$ $13.8 \times X \text{ ml} = 8 \times 1000$ $X = 580$ ※ HNO_3 580 ml 水 = 420 ml

3. 性 状

無色透明の液体で、光にさらすと次第にだいたい色を呈し、熱すれば揮散する。

4. 試薬の保管方法

直射日光をさけ冷所に貯蔵する。

5. 調製時の注意

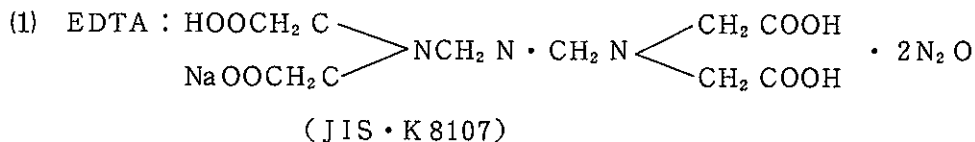
手に液をつけない様に注意して取扱う。

6. 適用範囲

硝酸溶液	分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
(1+1)	U	〔イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度計〕 〔酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法〕 〔鉄Ⅱ還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法〕	34・282・31・U・05 32・222・31・U・03 34・271・21・U・01
	Pu	〔TTA-キシレン抽出- α 計測法〕	32・222・58・PU・01
	Fe, Ni, Cr, B Cd, Co, Li	〔TBP・ CCl_4 , 抽出分離-ICP発光分光分析法〕	34・271・32・IMP・02
	U, Pu	〔イオン交換-質量分析法〕 〔逆同位体希釈・質量分析法〕 〔質量分析法〕 〔同位体希釈・質量分析法〕	34・222・45・MAS・02 32・992・45・IDA・01 34・222・45・MAS・01 32・222・45・IDA・01
(5+9)	不揮酸	〔重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法〕	34・271・11・UNVOL・01
(1+4)	U	〔イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法〕	34・282・31・U・05
	Pu	〔TTA-キシレン抽出- α 計測法〕 〔IAEA・NSPの収去試料処理〕	32・222・58・PU・01 34・222・79・PU・01
	U, Pu	〔逆同位体希釈・質量分析法〕 〔イオン交換-質量分析法〕 〔質量分析法〕 〔同位体希釈・質量分析法〕	32・992・45・IDA・01 34・222・45・MAS・02 34・222・45・MAS・01 32・222・45・IDA・01
	Pu	〔電位規制クロメトリー法〕	34・222・25・PU・01
(1+13)	U	〔イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法〕	34・282・31・U・05
(1+26)	U	〔鉄Ⅱ還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法〕	34・271・21・U・01
	Fe, Ni, Cr, B Cd, Co, Li	〔TBP・ CCl_4 , 抽出分離-ICP発光分光分析法〕	34・271・32・IMP・02
	Dy, Eu Sm, Gd	〔TBP・ドデカン抽出分離-ICP発光分光分析法〕	34・271・34・IMP・01
	Ni, Cr, Ti	〔フレイムレス原子吸光光度法〕	34・222・32・IMP・01
(1+1000)	U	〔イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法〕	34・282・31・U・05
	U, Pu	〔イオン交換-質量分析法〕 〔ウラン同位体標準試料-質量分析法〕 〔質量分析法〕 〔同位体希釈・質量分析法〕 〔プルトニウム同位体標準試料-質量分析法〕	34・222・45・MAS・02 32・222・45・MAS・04 34・222・45・MAS・01 32・222・45・IDA・01 32・222・45・MAS・04

2.1.13 ジベンゾイルメタン溶液の調製法

1. 使用試薬

(2) ジベンゾイルメタン： $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{COC}_6\text{H}_5$ (3) ピリジン： $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ (JIS・K 8777)(4) 硝酸マグネシウム： $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (JIS・K 8567)

2. 調製方法

- (1) ジベンゾイルメタン 1 g をピリジン 500 ml に溶解する。
- (2) 硝酸マグネシウム 11 g を水 100 ml に溶解する。
- (3) EDTA 12.5 g を水 100 ml に完全に溶解する。
- (4) 上記(1)の溶液に(2)の溶液を加え、水 200 ml を加える。さらに(3)の溶液を加えたのち水で 1 l に希釈する。

3. 性状 (ジベンゾイルメタン)

特異臭のある淡褐色の結晶性粉末で、水に不溶、エーテル、エチルアルコールに溶け易い。

4. 調製時の注意

硝酸マグネシウムとEDTAは完全に溶解すること、そしてEDTA溶液を加える前にならず水を加えないと濁りが生じやすい。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
不 揮 酸	重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法	34・271・11・UNVOL・01
U	酢酸エチル抽出—ジベンゾイルメタン吸光光度法	32・222・31・U・03
U	イオン交換分離—酢酸エチル抽出—ジベンゾイルメタン吸光光度法	34・282・31・U・05

2.1.14 TTA—キシレン溶液 (11.1%) の調製法

1. 使用試薬

(1) TTA (テノイル三弗化アセトン)： $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{SF}_3$ (2) キシレン： $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ (JIS・K 8271) 危(3) 硝酸 (1+13)： HNO_3 (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

2. 調製方法

- (1) TTA 11.1 g をキシレン 100 ml に溶解する。
- (2) TTA-溶液を 500 ml の分液ロートに移し、硝酸 (1+13) 100 ml を加え 15 分間攪拌したのち、5 分間静置後水相を捨て有機相を褐色ポリビンに保存する。

3. 性状 (キシレン)

特異の臭気がある無色、透明、揮発性の液体で、光線を強く屈折し、また引火性がある。

4. 試薬の保管方法

使用期間は調製後 5 日間とし、褐色ビンで保存する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	TTA・キシレン抽出- α 計測法	32・222・58・PU・01

2.1.15 硫酸 (X+Y) 溶液調製方法

1. 使用試薬

硝酸： H_2SO_4 (JIS・K 8872) 劇 危 特化物

2. 調製方法

硝酸 X 容に対し水 Y 容を加えよく混ぜる。

〔例〕 1 + 16 の調製は硝酸 1 容に水 16 容である。

※ X = 硫酸 Y = 水

3. 性 状

純粋な硫酸は無色の粘り液体であり、比重は 1.834 である。

4. 試薬の保管方法

直射日光をさけ冷所に貯蔵する。

5. 調製時の注意

硫酸を水で希釈する場合、大量の水を攪拌しながら硫酸を少量ずつ加える。

6. 適用範囲

硫酸溶液	分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
(1+1)	Fe, Ni, Cr, B Cd, Co, Li	TBP- CCl_4 抽出分離-ICP 発光分光法	34・271・32・IMP・02
	Dy, Eu Sm, Gd	TBP-ドデカン抽出分離-ICP 発光分光法	34・271・34・IMP・01
(1+26)	Pu	電位規制クロマトリー	34・222・25・Pu・01

2.1.16 硫酸第一鉄-スルファミン酸混合溶液（7%）の調製法

1. 使用試薬

- (1) 硫酸第一鉄： $\text{FeSO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （JIS・K 8978）
- (2) スルファミン酸： HOSO_2NH_2 （JIS・K 8587）

2. 調製方法

硫酸第一鉄7gを水に溶かしたのち、スルファミン酸10gを加え、水で100mlに希釈する。

3. 性 状

（硫酸第一鉄）

白っぽい緑の結晶又は結晶性の粉末で、空気中で風化する。水に溶けやすい。

（スルファミン酸）

無色又は白色の結晶で水に溶けやすく、水溶液は強い酸性を呈する。

4. 試薬の保管方法

冷暗所に保存する。

5. 調製時の注意

一般に不安定であるのでなるべく使用の都度調製する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	イオン交換-質量分析法	34・222・45・MAS・02
U, Pu	逆同位体希釈-質量分析法	32・992・45・IDA・01
U, Pu	同位体希釈-質量分析法	32・222・45・IDA・01

2.1.17 硫酸第一鉄-スルファミン酸混合溶液（28%）の調製法

1. 使用試薬

- (1) 硫酸第一鉄： $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （JIS・K 8978）
- (2) スルファミン酸： HOSO_2NH_2 （JIS・K 8587）
- (3) 硫酸： H_2SO_4 （JIS・K 8591） 劇 危 特化物

2. 調製方法

- (1) 硫酸第一鉄溶液（28%）；水750mlに硫酸100mlを攪拌しながら注意深く加える。この温硫酸に硫酸第一鉄7水塩280gを加えて溶解する。冷却後水を加えて全量を1ℓに希釈する。
- (2) スルファミン酸溶液（15%）；水750mlにスルファミン酸を加えて溶解する。水を加えて全量を1ℓに希釈する。
- (3) (1)の溶液180mlと(2)の溶液120mlを混合する。

3. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	鉄(Ⅱ)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法	32・222・21・U・01
U	鉄(Ⅱ)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法	34・271・21・U・01

2.1.18 硫酸バナジウム溶液(0.2%)の調製法

1. 使用試薬

- (1) 硫酸バナジル： $\text{VO}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- (2) 硫酸(1+1)： H_2SO_4 (JIS・K8951)

2. 調製方法

硫酸バナジル2gを硫酸(1+1)950mlに溶解して、硫酸(1+1)で1ℓに希釈する。

3. 性状(硫酸バナジル)

青色の粉末で、希硫酸と溶ける。冷蔵庫に保管する。

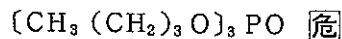
4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	鉄(Ⅱ)還元-重クロム酸カリウム滴定法	32・222・21・U・01
U	鉄(Ⅱ)還元-重クロム酸カリウム滴定法	34・271・21・U・01

2.1.19 TBP- CCl_4 (1+4)の調製方法

1. 使用試薬

- (1) TBP：(リン酸トリー-n-ブチル)



- (2) 四塩化炭素： CCl_4 劇

2. 調製方法

TBP 1容に対し四塩化炭素4容を加えてよく混合する。

3. 性 状

TBP-無色の液体で比重は0.979でエチルアルコール、エーテルに溶ける。

CCl_4 -無色の液体でクロロホルムに似た特異臭があり、比重1.60、蒸気密度5.3、沸点76.8°C

4. 試薬の保管方法

ポリエチレン製の瓶に入れて保管しないこと。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Na Fe Ni Cr Cd	TBP-CCl ₄ 抽出分離-ICP発光分光法	34・271・32・IMP・02

2.1.20 塩酸(1+1)調製方法

1. 使用試薬

塩酸：HCl (JIS・K 8180) 劇 危 特化物

2. 調製方法

塩酸1容に対して水1容を加えよく混ぜる。

3. 性 状

無色透明、刺激臭を持つ液体で、空气中で発煙する。

4. 試薬の保管方法

直射日光を避けて、なるべく冷所にたくわえる。

5. 調製時の注意

本品を衣服及び身体に付けない様、特に手にはR1手袋を着用して作業する。

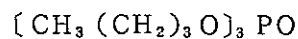
6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Dy, Eu Sm, Gd	TBP-ドデカン抽出分離-ICP発光分光法	34・271・34・IMP・01

2.1.21 TBP-n-ドデカン(30%)の調製方法

1. 使用試薬

(1) TBP：(リン酸トリー-n-ブチル) 危



(2) n-ドデカン：CH₃(CH₂)₁₀CH₃

(3) 硝酸(3+11)：HNO₃ (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

2. 調製方法

分液ロート(容量2ℓ)にTBP 150 mlとn-ドデカン 350 mlを採取し、あらかじめ調製した硝酸(3+11) 500 mlを加えて5分間振とうする。5分間静置後、水相を捨て有機相をポリビンに保存する。

3. 性状 (TBP)

無色の液体で比重は0.979でエチルアルコール、エーテルに溶ける。

4. 試薬の保管方法

ポリエチレン製の瓶に入れて保管しないこと。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Dy, Eu Sm, Gd	TBP-ドデカン抽出分離-ICP発光分光法	34・271・34・IMP・01

2.2 標準溶液の調製方法

2.2.1 重クロム酸カリウム標準溶液 (0.05N) の調製法

1. 使用試薬

重クロム酸カリウム (純度 99.99%) : $K_2Cr_2O_7$ (JIS・K8005) 劇 危

2. 調整方法

重クロム酸カリウム約 5 g を 140～150℃ で約 60 分間電気電気定温乾燥器で加熱したのち、デシケータ中で約 30 分間放冷する。その 4.9032 g を正しく秤り取り水で溶解する。ロートを使用して、検定済メスフラスコ (容量 2000 ml) に移し、正しく定容する。

次式に従い力価 (F) を計算する。

$$F (\text{Umg/ml}) = \frac{K_2Cr_2O_7 \text{ 採取量}}{4.9032} \times \frac{2000}{\text{メスフラスコ 検定値 (2\ell)}} \times \frac{K_2Cr_2O_7 \text{ 純度}}{100} \times 5.9507$$

3. 試薬の保管方法

保存容器 (500 ml) に分液し、密封後冷暗所に保管する。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	鉄(II)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法	32・222・21・U・01
U	鉄(II)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法	34・271・21・U・01

2.2.2 硝酸鉛標準溶液

1. 使用試薬

(1) 硝 酸 鉛 : $Pb(NO_3)_2$ (JIS・K8563) 劇 危

2. 調製方法

硝酸鉛約 1200 g を採取し、水に溶解して 2000 ml とする。この硝酸鉛溶液を検定済ホールピペットで 5 ml 採取し、秤量瓶に入れ電子天秤 (メトラー HK160) を用いて重量を秤量する。つぎに硝酸鉛溶液の液温を測定して、次の計算式を使用して密度を求める。

計算式

温度係数 $0.0004 \text{ g/cm}_3/\text{°C}$

$$\text{硝酸鉛作成時密度} - \{ \text{温度係数} \times (\text{振動型密度計測定温度} - \text{硝酸鉛の液温}) \} = \text{振動型密度計測定温度時の密度}$$

3. 試薬の保管方法

ガラスアンプルに溶封して、G = 115 室セフティーキャビネット内に入れて保管する。

4. 調製時の注意

メスフラスコ、ホールピペット、秤量瓶は、使用する前に容量を検定しておく。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
ρ	試料溶液の密度測定方法	32・225・91・DENST・03

2.2.3 ウラン同位体用標準溶液の調製法

1. 使用試薬

(1) 八三酸化ウラン標準試料

NBS-010 : U_3O_8 (ORNL 製品)

NBS-020 : U_3O_8 (")

NBS-500 : U_3O_8 (")

(2) 硝酸(1+1) (1+130) : HNO_3 (JIS K8541) 劇 危 特化物

2. 調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) NBS-010 (又はNBS-020, 500) 120mgを秤量瓶に秤り取る。	(1) U量として100mgを秤り取る。
(2) 硝酸(1+1)を5ml加え、加熱溶解する。	
(3) 完全に溶解した後、乾固寸前まで濃縮する。	
(4) 放冷後、硝酸(1+1) 5mlを加え再溶解する。	
(5) 溶解液を50mlメスフラスコに移す。	(5) ロートを使用する。
(6) 秤量瓶を硝酸(1+1) 2mlで洗浄し、洗浄液をメスフラスコに入れる。	(6) 洗浄を3回行い、洗浄液は全てメスフラスコに入れる。
(7) 硝酸(1+4)をメスフラスコの秤線まで入れる。	
(8) ペニシリン瓶にエッペンドルフピペット(1ml)で2mlづつ分取する。	(8) U量4mg/Vial
(9) 乾固寸前まで加熱濃縮する。	
(10) 放冷後、ペニシリン瓶にゴム栓で封をする。	

3. 標準試料の保管方法

標準試料ごとにプラスチック製コンテナに入れFH内に保管する。

4. 調製時の注意

- (1) RI手袋等を着用し、飛散等に注意し、安全に心掛けること。
- (2) 秤量、溶解、分取は1標準試料ごとに行い、他の標準試料とのクロスコンタミに十分注意する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	ウラン, 同位体標準試料-質量分析法	

2.2.4 プルトニウム同位体標準溶液の調製法

1. 使用試薬

- (1) 硫酸プルトニウム標準試料
 - NBS-946 : $\text{Pu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ORNL 製品)
 - NBS-947 : $\text{Pu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ORNL 製品)
 - NBS-948 : $\text{Pu}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (ORNL 製品)
- (2) 硝酸(1+1) : HNO_3 (JIS・K8541) 劇 危 特化物
- (3) フッ酸 : HF (JIS・8819)

2. 調製方法

調 製 手 順	備 考
(1) グローブボックス中で、硫酸プルトニウム 20mℓ を秤量ビンに秤り取り、硝酸(1+1)1~2mℓ、フッ酸1滴を加え、加熱溶解する。	他の試料で汚染させないよう充分配慮しながら調製する。
(2) 100mℓメスフラスコに、全量を移し入れ蒸留硝酸(1+1)で標線まで希釈し、良く混合する。	

3. 試薬の保管方法

放射能に対する防御や汚染の防止に十分な配慮を払わなければならない。グローブボックス内で管理しなければならない。溶液はポリエチレン容器又はガラス容器に入れ、熱シール等をして保存する。

4. 調製時の注意

希釈調製する時は酸濃度に注意し、加水分解を起こさないようにしなければならない。また、プルトニウムは毒性および放射能に対する保健物理的見地から、取扱いはグローブボックス内で使用し、放射能に対する防御や汚染の防止に十分考慮を払わなければならない。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	ウラン・プルトニウム同位体標準試料-質量分析法	

2.2.5 ウラン標準溶液 (40mg/ml)の調製法

1. 使用試薬および装置

- (1) 金属ウラン標準試料：JAERI-U4 (純度 99.99%)
- (2) 硝酸 (1+1)；HNO₃ (JIS・K8541) 劇 危 特化物
- (3) 塩酸 (1+1)；HCl (JIS・K8180) 劇 特化物
- (4) 蒸留硝酸 (1+1)：蒸留装置を用いて亜硝酸ガスが出ないように注意して加熱回収する。
(約 12N)
- (5) アセトン：CH₃COCH₃ (JIS・K8034)
- (6) 検定済メスフラスコ
- (7) 天 秤：メトラーHK-160

2. 調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) 金属ウラン (約 2 g) を硝酸 (1+1) に浸たし、金属光沢が出るまで加熱する。	(1) 表面酸化物を除去するために行なう。(5~10分間加熱する。)
(2) 水で洗い、塩酸 (1+3) に 5 分間浸す。	
(3) 水ついでアセトンで洗い風乾後すみやかにデシケータ中に入れ、30分間放置する。	(3) 乾燥剤は、シリカゲル又は硫酸を使用する。
(4) 天秤で金属ウランを秤量する。	(4) 使用する天秤は、あらかじめ1級基準分銅を用いて校正しておく。
(5) 100 ml ビーカーに金属ウランを入れ、硝酸 (1+1) 10 ml 加え、時計皿で蓋をし、加熱溶解する。	
(6) 放冷後、検定済み 50 ml メスフラスコに移し入れる。	

調 製 方 法	備 考
(7) ビーカー壁を硝酸(1+1)で洗浄し、メスフラスコに移し入れる。同じ操作を3回繰返す。 (8) 一昼夜放置後、硝酸(1+1)でメスアップする。	

3. 標準溶液の保管方法

硝酸ウラン溶液は保存容器に分取し、密封後、暗所に保管する。取扱いは放射性物質に対する防御や汚染防止に十分配慮を払うこと。

4. 調製時の注意

- (1) 使用ガラス類は硝酸(1+1)で加熱洗浄後、蒸留水、アルコール、アセトンで洗浄し、乾燥後デシケータ中に保管する。
- (2) 天秤は使用する前に1級基準分銅を用いて校正する。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法の調製法フローシート図を図2.2.5-1に示す。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	鉄(II)還元-重クロム酸カリウム滴定法	32・222・21・U・01
U	酢酸エチル抽出ジベルゾイルメタン吸光光度法	32・222・31・U・04
U	イオン交換分離・酢酸エチル抽出ジベルゾイルメタン吸光光度法	34・222・31・U・05

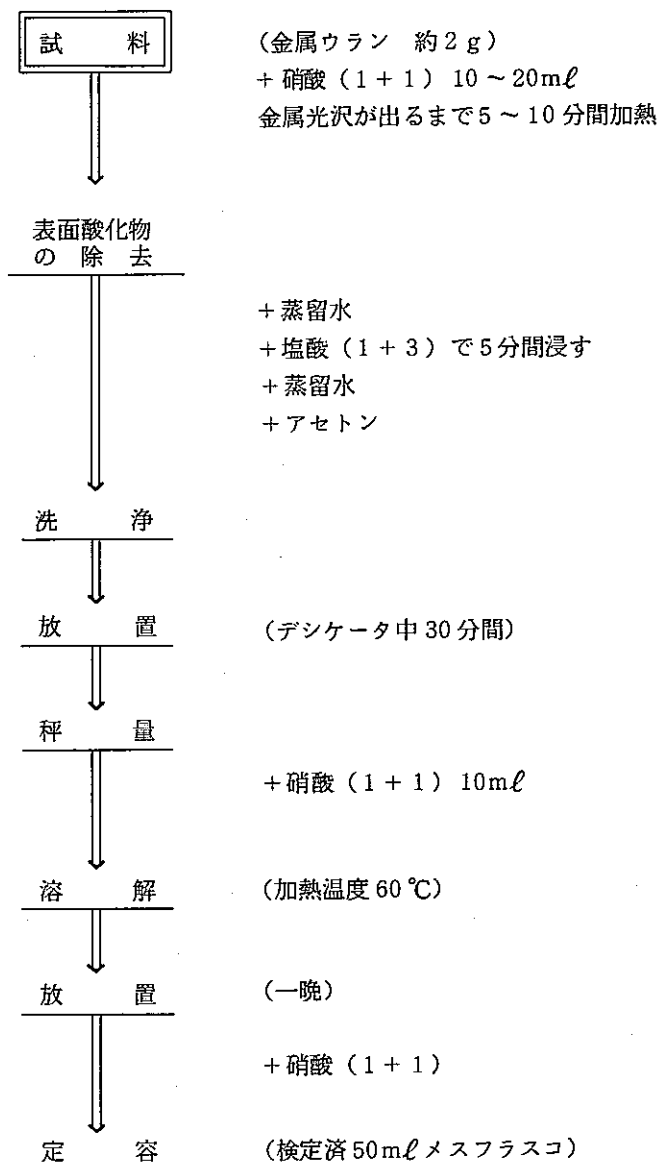


図 2.2.5 - 1 標準溶液の調製手順フローシート図

[ウラン標準溶液 (40 mg/ml) の調製法]

2.2.6 ウラン標準溶液 (7 mg/ml) 調製法

1. 使用試薬および装置

- (1) 金属ウラン：(JAERI U-4 純度 99.99%)
- (2) 硝酸 (1+1)：HNO₃ (JIS・K8541) 劇 危 特化物
- (3) 塩酸 (1+3)：HCl (JIS8180)
- (4) アセトン：CH₃COCH₃ (JIS・K8034)
- (5) 検定済メスフラスコ：(容量 100 ml)
- (6) 天 秤：メトラー社 (H54AR)

2. 調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) 金属ウラン (約 7 g) を硝酸 (1+1) に浸し、金属光沢が出るまで加熱する。	(1) 表面酸化物を除去するために行なう。(5~10 分間加熱する。)
(2) 水で洗い、塩酸 (1+3) に 5 分間浸す。	
(3) 水ついでアセトンで洗い、風乾後すみやかにデシケータ中に入れ、30 分間放置する。	(3) 乾燥剤はシリカゲル又は硫酸を使用する。
(4) 天秤で金属ウランを秤量する。	(4) 使用する天秤はあらかじめ 1 級基準分銅を用いて校正しておく。
(5) 100 ml ビーカーに金属ウランを入れ、硝酸 (1+1) 10 ml 加え、時計皿で蓋をし、加熱溶解する。	
(6) 放冷後、風袋重量を測定した検定済み 100 ml メスフラスコに移し入れる。	
(7) ビーカー壁を硝酸 (1+1) で洗浄し、メスフラスコに移し入れる。同じ操作を 3 回繰り返す。	
(8) 一昼夜放置後、硝酸 (1+1) でメスアップし、天秤を用いて重量測定を行なう。	

3. 標定方法

ウラン標準溶液は、金属ウランを硝酸などで浸し表面酸化物を除き、天秤で重量を秤り硝酸で溶解後、メスフラスコに移し硝酸 (8N) で希釈する。

ウランの濃度 (容量法：mg/ml)

$$\frac{\text{ウラン重量(g)} \times \text{純度 (99.99\%)}}{\text{メスフラスコ容量 (ml)}}$$

ウランの濃度（重量法：mg/g）

$$\frac{\text{ウラン重量(g)} \times \text{純度 (99.99\%)}}{[(\text{メスフラスコ+ウラン容量})(\text{g}) - \text{メスフラスコ重量(g)}]}$$

4. 試薬の保管方法

フード内に保管するとともに放射能に対する防御や汚染の防止に十分に考慮を払わなければならない。

5. 調製時の注意

- (1) 天秤を使用して重量測定する時、あらかじめ1級基準分銅を用いて校正しておく。
- (2) 使用ガラス器具は硝酸（1+1）で加熱洗浄後、蒸留水、アルコールで洗浄し、乾燥後、デシケータに保管すること。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	ウラン標準溶液の調製法	

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法の標準溶液の調製手順フローシート図を図 2.2.6-1 に示す。

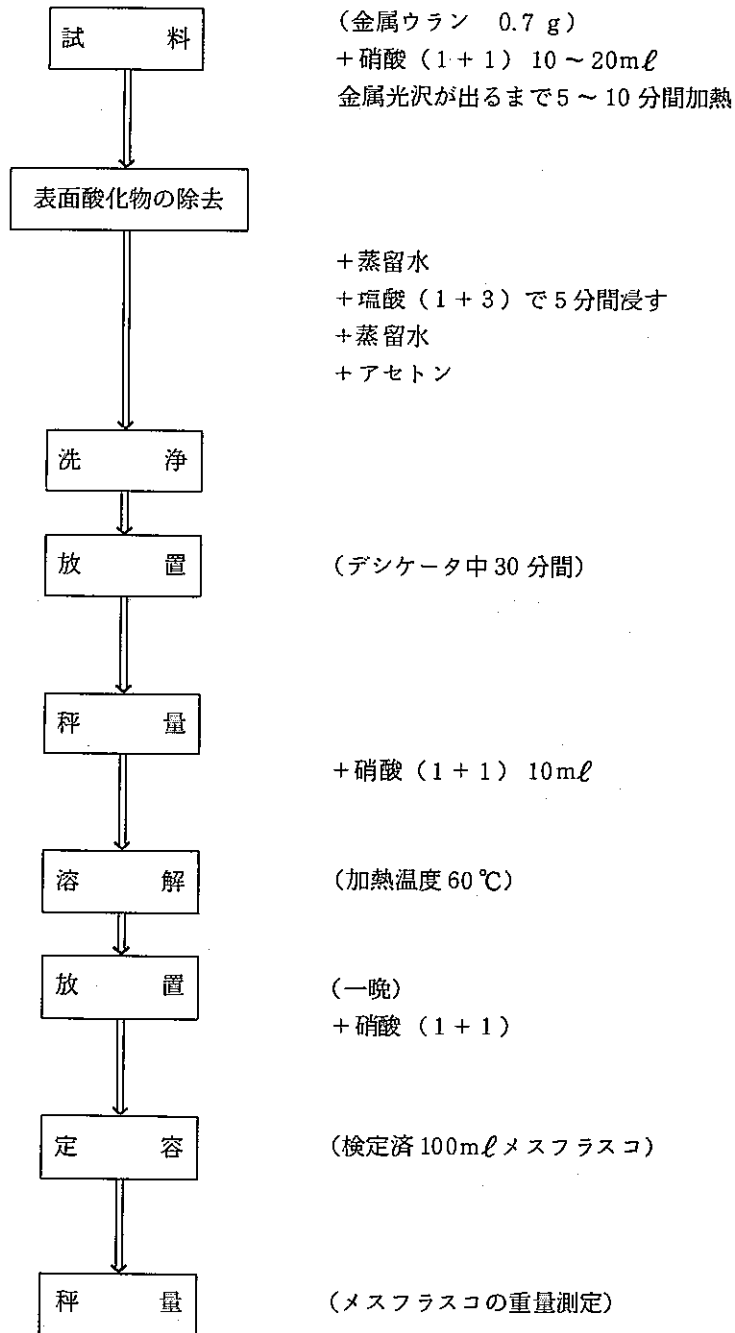


図 2.2.6-1 ウラン標準溶液の調製手順フローシート図

[ウラン標準溶液 (7 mg/mℓ) の調製法]

2.2.7 プルトニウム標準溶液 (5 mg/ml) の調製法

1. 使用試薬および装置

- (1) 金属プルトニウム標準試料：(NBS-949 d 純度 99.99%)
- (2) 塩酸 (1+1) (1+5)：HCl (JIS・K8180)
- (3) 硝酸 (1+1)：HNO₃ (JIS・K8541) ㊦
- (4) フッ酸：HF (JIS・K8819)
- (5) 検定済メスフラスコ (容量 100 ml)
- (6) 検定済ホールピペット (容量 2 ml)
- (7) マイクロバイアル (容量 5 ml)
- (8) 試料採取装置：
- (9) 天秤：メトラー社 (H54AR)

2. 調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) 試料容器のネジ蓋部の樹脂コーティングをナイフで切り取る。	(1) 随時 α サーベイを行ない Pu 漏れのないことを確認する。
(2) 試料容器のネジ蓋部を万力とパイレンを用いて外す。	
(3) ガラスアンプルを試料容器から取り外す。	(3) ガラスアンプルが破損していないことを確認する。
(4) ガラスアンプルに張ってあるラベルを確認する。	(4) 詳細の Pu 重量が記載されている (Pu 量)
(5) グローブボックスにバックインする。	
(6) ラベルをきれいにはがす。	
(7) ガラスアンプルの表面をアルコールで拭いて油膜を取り除く。	
(8) ガラスアンプルに金ヤスリでカットする箇所には傷をつける。	(8) ガラスが破損しないように注意する。又この時金属 Pu 片を一方へよせる。
(9) 100 ml の石英製ビーカーと石英時計皿を用意し、蒸留、塩酸 (1+5) 10 ml を入れておく。	
(10) ガラスアンプルをポリ袋で覆い、飛散しないようにしたのち折る。	(10) ガラスでグローブを傷つけない様に十分注意する。

調 製 方 法	備 考
(11) 迅速にPu片をビーカー内に入れ、時計皿で蓋をす る。	(11) 反応が緩い時は、塩酸(1+1)を 除々に加え溶解させる。溶解液は濃 青色を呈する(この時黒い残渣が残 ることがある。)
(12) 折ったガラスアンプルの両片内を蒸留塩酸(1+1) で残存の碎粒Pu片を溶解、洗浄しビーカーに加える。	(12) 3~4回繰返し洗浄する。
(13) フッ酸を2滴加え攪拌放置して残渣を溶解する。	(13) 黒い残渣が溶解し、濁青色を呈す る。
(14) 完全に溶解したのを確認した後、硝酸(1+1)で ビーカー壁を洗浄する。	(14) スライダックで45Vに設定し、 濃縮させる。乾固前に30Vに設定 し、低温度で乾固させる。酸化プ ルトニウムにならないよう注意する。
(15) 硝酸(1+1)でビーカー壁を洗浄する。	
(16) 再度硝酸(1+1)10ml加え、蒸発乾固する。	(16) 塩酸系から硝酸系に完全に転換し たのち塩酸を完全に除去する。溶液 は褐色を呈する。
(17) 硝酸(1+1)10mlを加え加熱溶解する。	
(18) 放冷後、風袋重量を測定した検定済み100mlメ スフラスコに移し入れる。	(18) メスフラスコの標線以上に液がふ れないようにロートを用いて移し入 れる。
(19) ビーカー壁を硝酸(1+1)で洗浄し、メスフラスコ に移し入れる。同じ操作を2回繰り返す。	
(20) 一昼夜放置後、硝酸(1+1)でメスアップし、天 秤を用いて重量測定を行なう。	(20) 使用する天秤はあらかじめ基準分 銅を用いて校正しておく。
(21) 攪拌後、検定済2mlホールピペットを用いて採 取し、風袋重量を測定した5ml用マイクロバイ アル瓶に移し入れる。	(21) プルトニウム量として約10mgで ある。
(22) Pu溶液の入った5ml用マイクロバイアル瓶の 重量を測定する。	
(23) ケースに入れ保管しておく。	(23) Pu溶液がマイクロバイアル瓶の 蓋に付かないように注意して取り扱 う。

3. 標定方法

プルトニウム標準溶液は、金属プルトニウムを塩酸で溶解後、硝酸系に転換する。重量は封入されているガラスサンプルの表示値に従う。

プルトニウム濃度 (容量法: mg/ml)

$$\frac{\text{プルトニウム重量(g)} \times \text{純度 (99.99\%)}}{\text{メスフラスコ容量 (ml)}}$$

プルトニウム濃度 (重量法: mg/g)

$$\frac{\text{プルトニウム重量(g)} \times \text{純度 (99.99\%)}}{[(\text{メスフラスコ+ウラン溶解量})(g) - \text{メスフラスコ重量(g)}]}$$

4. 試薬の保管方法

放射能に対する防御や汚染の防止に十分な考慮を払わなければならないため、グローブボックス内で管理しなければならない。

5. 調製時の注意

- (1) 使用ガラス器具は硝酸(8N)で加熱洗浄後、蒸留水、アルコール、アセトンで洗浄し、乾燥後デシケータに保管すること。
- (2) 天秤は使用する前に1級基準分銅を用いて点検、校正すること。
- (3) 金属プルトニウムは非常に酸化されやすいので記載されてある表示値の重量を使用する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu	混合標準溶液の調製法	2・2・11
Pu	TTA・キシレン抽出・α計測法	32・222・58・PU・02

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法のプルトニウム標準試料の調製手順フローシート図を図2.2.7-1に示す。

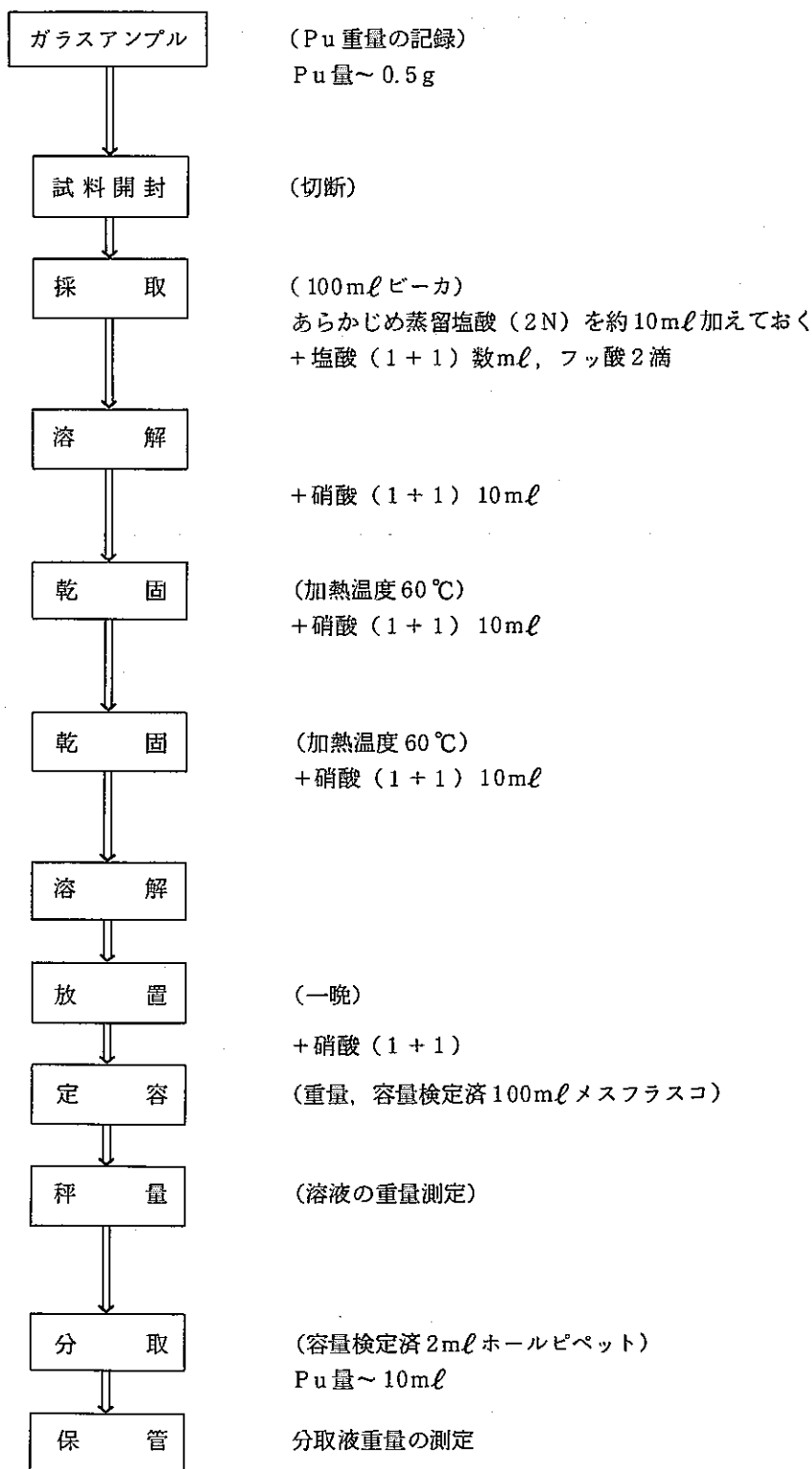


図 2.2.7-1 プルトニウム標準試料調製手順フローシート図

[プルトニウム標準溶液 (5mg/ml) の調整法]

2.2.8 ウラン・プルトニウム混合標準溶液の調製法（1次標準溶液）

1. 試薬および装置

- (1) ウラン標準溶液：（5 mg/ml）
- (2) プルトニウム標準溶液：（5 mg/ml）
- (3) 硝酸（1+1）：HNO₃
- (4) 検定済メスフラスコ：（容量 100 ml）
- (5) 検定済ホールピペット：（容量 15 ml， 5 ml）
- (6) 試料採取装置：
- (7) 天 秤：（H54AR）

2. ウランプルトニウム混合溶液の調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) バイアル中の標準溶液（約 10 mg/vial）をエッペンピペットで採取し、検定済（100 ml）メスフラスコに移し入れる。	(1) あらかじめの検定済（100 ml）メスフラスコの風袋重量を秤量しておく。 バイアル中の溶液をメスフラスコに入れた後、硝酸（1+1）1～2 ml × 5回で vial を洗浄し、メスフラスコに洗浄液を入れる。
(2) 硝酸（1+1）でメスアップし、天秤を用いて秤量する。	
(3) 攪拌後、二次希釈調製した Pu 標準試料溶液から、検定済 5 ml ホールピペットで採取し、風袋重量を測定した検定済み 100 ml メスフラスコに移し入れる。	(3) 2次希釈調製 Pu 標準溶液を用いる。
(4) 天秤を用いて 100 ml メスフラスコの重量測定を行う。	(4) プルトニウムの採取量
(5) ポリ瓶に必要量を入れて Glove Box にバックインしたウラン標準試料溶液を検定済み 15 ml ホールピペットで採取し、操作(4)の 100 ml メスフラスコに移し入れる。	(5) ポリ瓶は洗浄済みのものを使用する。
(6) 天秤を用いて 100 ml メスフラスコの重量測定を行なう。	(6) ウランの採取量
(7) 硝酸（1+1）でメスアップし、天秤を用いて重量測定を行なう。	(7) 混合標準試料溶液の重量測定を行なう。

3. 標定方法

(1) 混合標準溶液中のウランおよびプルトニウム濃度

(1)-1) ウラン濃度

イ) 容量法 (Umg/ml)

$$SU_v (\text{g/ml}) \times \frac{U_v (\text{ml})}{M_v (\text{ml})} \times 1000$$

ロ) 重容量 (Umg/g)

$$SU_w (\text{g/g}) \times \frac{U_w (\text{g})}{M_w (\text{g})} \times 1000$$

ここで、

- 1) SU_v ……ウラン標準溶液の濃度 (g/ml) (2.2.8項参照のこと)
- 2) U_v ……ウラン標準溶液の採取量 (ml)
- 3) M_v ……混合標準溶液量 (ml)
- 4) SU_w ……ウラン標準溶液の濃度 (g/g) (2.2.8項参照のこと)
- 5) U_w ……ウラン標準溶液の採取量 (g)
- 6) M_w ……混合標準溶液量 (g)

(1)-2) プルトニウム濃度

イ) 容量法 (Pu $\mu\text{g/ml}$)

$$\frac{SP_u (\text{mg})}{D_v (\text{ml})} \times \frac{SD_v (\text{ml})}{M_v (\text{ml})} \times 1000$$

ロ) 重量法 (Pu $\mu\text{g/g}$)

$$\frac{SP_u (\text{mg})}{D_w (\text{g})} \times \frac{SD_w (\text{g})}{M_w (\text{g})} \times 1000$$

ここで、

- 1) SP_u ……バイアル中のPu量 (mg/vial) (2.2.9項参照のこと)
- 2) D_v ……希釈液量 (ml)
- 3) SD_v ……希釈液の採取量 (ml)
- 4) M_v ……混合標準溶液量 (ml)
- 5) DW ……希釈液の重量 (g)
- 6) SD ……希釈液の採取量 (g)
- 7) M_w ……混合標準溶液の重量 (g)

(2)-1) 混合標準溶液中の U^{238} のAtom数イ) 容量法 (U^{238} 個/ ml)

$$U_v (\text{mg}/\text{ml}) \times A(8) \times \frac{6.022045 \times 10^{23} \text{個}}{AW(U)(g)} \times 10^{-3}$$

ロ) 重量法 (U^{238} 個/ g)

$$U_w (\text{mg}/\text{g}) \times A(8) \times \frac{6.022045 \times 10^{23} \text{個}}{AW(U)(g)} \times 10^{-3}$$

ここで、

- 1) U_v …… 混合標準溶液中の U 濃度 (容量法) 3.1-1) イ) 項参照のこと
 - 2) $A(8)$ …… 混合標準溶液中の U^{238} の原子数分率
 - 3) 6.022045×10^{23} …… アボガドロ定数
 - 4) AW …… ウランの平均原子量
 - 5) U_w …… 混合標準溶液中の U 濃度 (重量法) 3.1-1) ロ) 項参照のこと
- (2)-2) 混合標準溶液中の Pu^{239} のAtom数

イ) 容量法 (Pu^{239} 個/ ml)

$$P_{uv} (\text{mg}/\text{ml}) \times A(9) \times \frac{6.022045 \times 10^{23} \text{ (個)}}{AW(Pu)(g)} \times 10^{-6}$$

ロ) 重量法 (Pu^{239} 個/ g)

$$P_{uw} (\text{mg}/\text{g}) \times A(9) \times \frac{6.022045 \times 10^{23} \text{ (個)}}{AW(Pu)(g)} \times 10^{-6}$$

ここで、

- 1) P_{uv} …… 混合標準溶液中の Pu 濃度 (容量法) 3.1-2) イ) 項参照のこと
- 2) P_{uw} …… 混合標準溶液中の Pu 濃度 (重量法) 3.1-2) ロ) 項参照のこと
- 3) $A(9)$ …… 混合標準溶液中の Pu^{239} の原子数分率
- 4) $AW(Pu)$ …… プルトニウムの平均原子量

4. 試薬の保管方法

放射能に対する防御や汚染の防止に十分な考慮を払わなければならないため、グローブボックス内で管理しなければならない。

5. 調製時の注意

- (1) 使用ガラス器具は硝酸(1+1)で加熱洗浄後、蒸留水、アルコール、アセトンで洗浄し乾燥後デシケータに保管すること。
- (2) 天秤は使用する前に1級基準分銅を用いて点検、校正すること。
- (3) 希釈調製する時は酸濃度に注意し、加水分解を起こさないようにしなければならない。また

プルトニウムは毒性および放射能に対する保健物理的見地から、取扱いはグローブボックス内で使用し、放射能に対する防御や汚染の防止に十分配慮を払わなければならない。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U, Pu	逆同位体希釈・質量分析法	

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法のウラン・プルトニウム混合標準溶液の調製手順フローシート図を図 2.2.8-1 に示す。

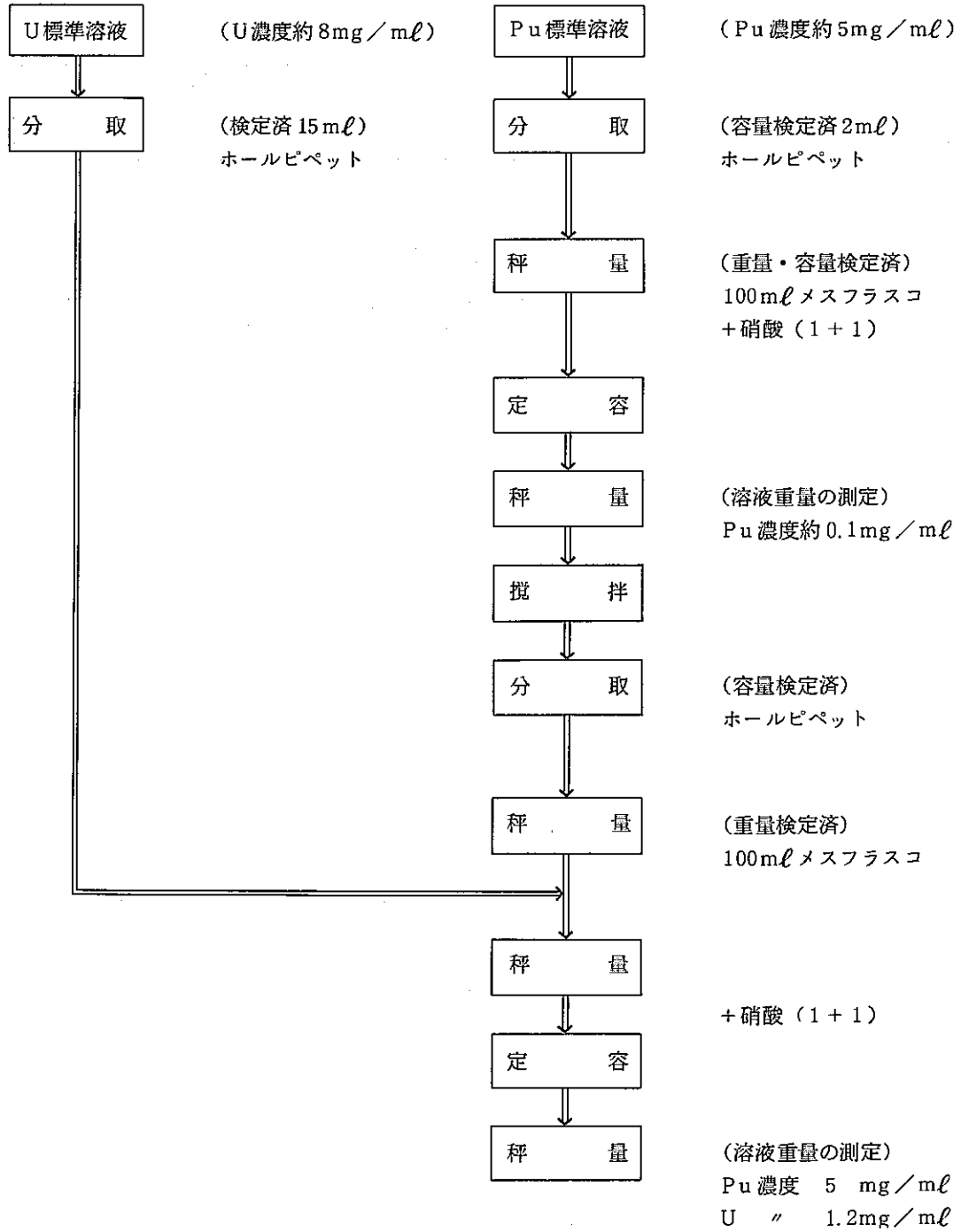


図 2.2.8 - 1 ウラン・プルトニウム混合標準溶液の調製手順フローシート図

〔ウラン・プルトニウム混合標準溶液調製法〕

2.2.9 ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の調製法（2次標準溶液）

1. 使用試薬および装置

- (1) 八三酸化ウラン： U_3O_8 ^{233}U 99%（ORNL製品）
- (2) 二酸化プルトニウム： PuO_2 ^{242}Pu 98%（ORNL製品）
- (3) 硝酸（1+1）： HNO_3 （JIS・K8541）劇 危 特化物
- (4) フッ化水素酸： HF （JIS・K8819）
- (5) 天 秤：HR-54型

2. 調製方法

調 製 方 法	備 考
(1) 八三酸化ウラン (U_3O_8) 2.85 g を正確に秤量し、ビーカー (100 ml) に採取する。	
(2) 硝酸 (1+1) を 10 ~ 15 ml 加え加熱溶解し放冷する。	
(3) 二酸化プルトニウム (PuO_2) 14 mg を天秤で正確に秤量瓶に採取する。	(3) グローブボックス内に設置した天秤で秤量する。
(4) 硝酸 (1+1) を 5 ml, フッ化水素酸 1 滴を加えて加熱, 完全に溶解したのち放冷する。	
(5) 2 l メスフラスコに手順 (2) で調製した ^{233}U 溶液および手順 (4) で調製した ^{242}Pu 溶液を移し入れる。	(5) ビーカーを硝酸 (1+1) 5 ml で洗浄しメスフラスコに洗浄液を移す。この操作を 3 ~ 5 回行なう。
(6) 硝酸 (1+1) で標線まで正確に希釈し良く混合する。	(6) 混合スパイク溶液濃度 $U = 1.2 \text{ mg/ml}$ $Pu = 6 \text{ } \mu\text{g/ml}$

3. 標定方法

3.7.5 ウラン・プルトニウム混合標準溶液によるウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の標定に準ずる。

4. 試薬の保管方法

ポリエチレン容器に約 100 ml ずつ分散し熱シールする。保存に際しては、他の試料で汚染させないように十分配慮する。

5. 調製時の注意

他の試料で汚染させないように十分配慮しながら調製する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U, Pu	逆同位体希釈・質量分析法	32・992・45・1DA・01
U, Pu	逆同位体希釈・質量分析法	32・222・45・1DA・01

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法のウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の調製手順フローシート図を図 2.2.9-1 に示す。

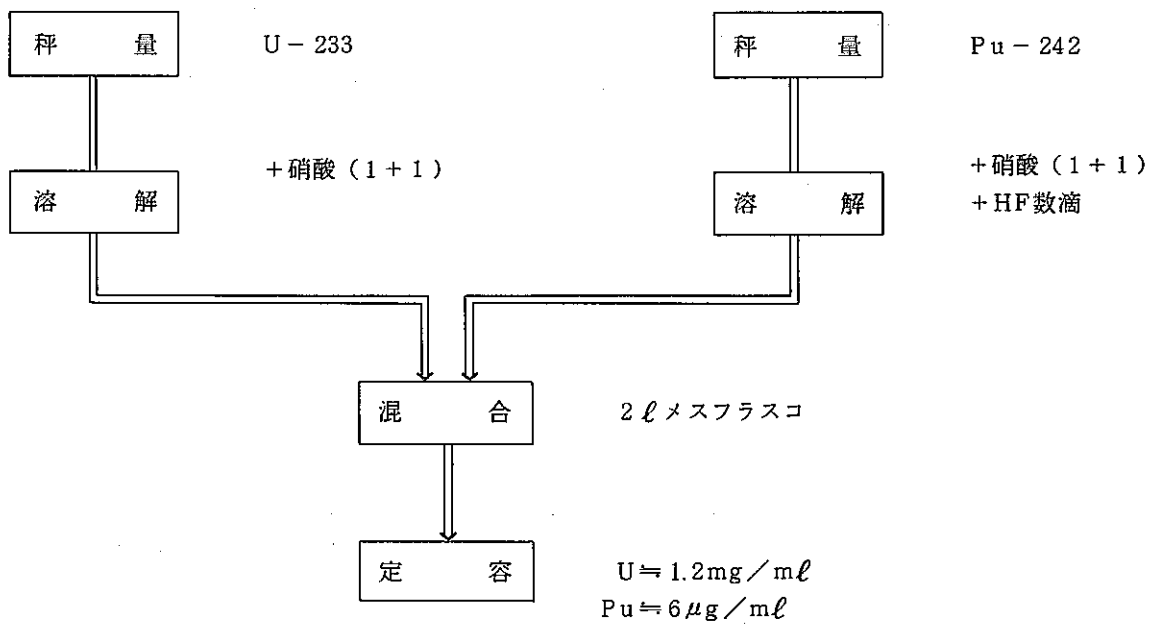


図 2.2.9-1 ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の

調製手順フローシート図 (2次標準溶液)

2.2.10 ウラン・プルトニウム混合標準溶液の調製法（3次標準溶液）

1. 使用試薬および装置

- (1) ウラン：NBS-950b（ORNL製品）
- (2) プルトニウム：NBS-944（ORNL製品）および硝酸プルトニウム（PNC製品）
- (3) 蒸留硝酸（1+1）：
- (4) 検定済メスフラスコ：（容量200mℓ）
- (5) 検定済ホールピペット：（容量15mℓ）
- (6) 天秤：
- (7) フッ酸：HF（JIS・K8819）

2. 調製方法

2.1 ウランの調製法

調 製 方 法	備 考
(1) NBS-950bを電気炉で2時間以上酸以させる。	(1) 水分等の除去およびウランを完全に酸化させるため加熱温度900℃で酸化させる。
(2) 白金皿に八三酸化ウラン U_3O_8 約43gを採り正確に天秤で秤量する。	(2) ウラン量として36g相当である。
(3) 硝酸（1+1）約60mℓを加え、ホットプレート上で加熱溶解する。	(3) 時計皿で蓋をし、溶液の飛散を防ぐ。

2.2 プルトニウムの調製法

調 製 方 法	備 考
(1) V型秤量瓶に硫酸プルトニウム（NBS-944）約0.47gを採り天秤で正確に秤量する。	(1) Pu量として230mg相当である（純度47.5%） 又は、267V12などの硝酸プルトニウムを15mg/mℓに希釈後、プルトニウム滴定法で標定したものでよい。
(2) 硝酸（1+1）5mℓにフッ酸1滴を加え、加熱溶解する。	(2) 加熱温度は80℃以下で行ない溶液の飛散を防止する。

2.3 ウラン・プルトニウム混合標準液の調製法

調 製 方 法	備 考
(1) 検定済メスフラスコに2.1で調製したウラン溶液を移し入れる。白金皿を硝酸(1+1)2mlで洗い洗浄後は、検定済メスフラスコに入れる。	(1) 洗浄は3回繰返して行なう。
(2) 同様に2.2で調製したプルトニウム溶液をウラン溶液が入っている検定済メスフラスコに移し入れる。V型秤量瓶を硝酸(1+1)1mlで洗浄する。	(2) 滴定法により標定されたプルトニウム溶液を約15mg/mlを使用する場合、検定済ホールピペットを用いて15ml採取してもよい。この場合のプルトニウム量は225mgである。
(3) 硝酸(1+1)で標線まで希釈する。	(3) 希釈する時検定済メスフラスコの標線より上部に蒸留硝酸を附着させないように注意する。

3. 標定方法

3.1 NBS950b (ウラン濃度)

$$\frac{[\text{採取量(g)} - \text{風袋(g)}] \times 0.848 \times 1000}{\text{検定済メスフラスコ容量 (ml)}} = \text{ウラン濃度 (mg/ml)}$$

3.2 NBS944 または、標定済硝酸プルトニウム溶液 (プルトニウム濃度)

(NBS-944)

$$\frac{[\text{採取量(g)} - \text{風袋(g)}] \times 0.4750 \times 1000}{\text{検定済メスフラスコ容量 (ml)}} = \text{プルトニウム濃度 (mg/ml)}$$

(検定済硝酸プルトニウム溶液)

$$\frac{\text{標定済硝酸プルトニウム濃度 (mg/ml)} \times \text{検定済ホールピペット (15mg)}}{\text{検定済メスフラスコ容量 (ml)}} = \text{プルトニウム濃度 (mg/ml)}$$

4. 試薬の保管方法

ポリエチレン容器又はガラス容器に約80mlづつ分取後、熱シール等して保存する。保存は際しては他の試料で汚染させないように十分注意する。

保存はグローブボックス内で管理しなければならない。

5. 調製時の注意

- (1) 天秤は使用する前に1級基準分銅を用いて点検、校正すること。
- (2) プルトニウムは毒性および放射能に対する保健物理的見地から、取扱いはグローブボックス

内で使用し、放射能に対する防御や汚染の防止に十分考慮を払わなければならない。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U, Pu	同位体希釈・質量分析法	32・222・45・1DA・01

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法のウラン・プルトニウム混合標準溶液（3次）の調製手順フローシート図を図2.2.10-1に示す。
- (3) 3次混合標準溶液は、ウラン・プルトニウム濃度のワーキングスタンダードとして使用する。

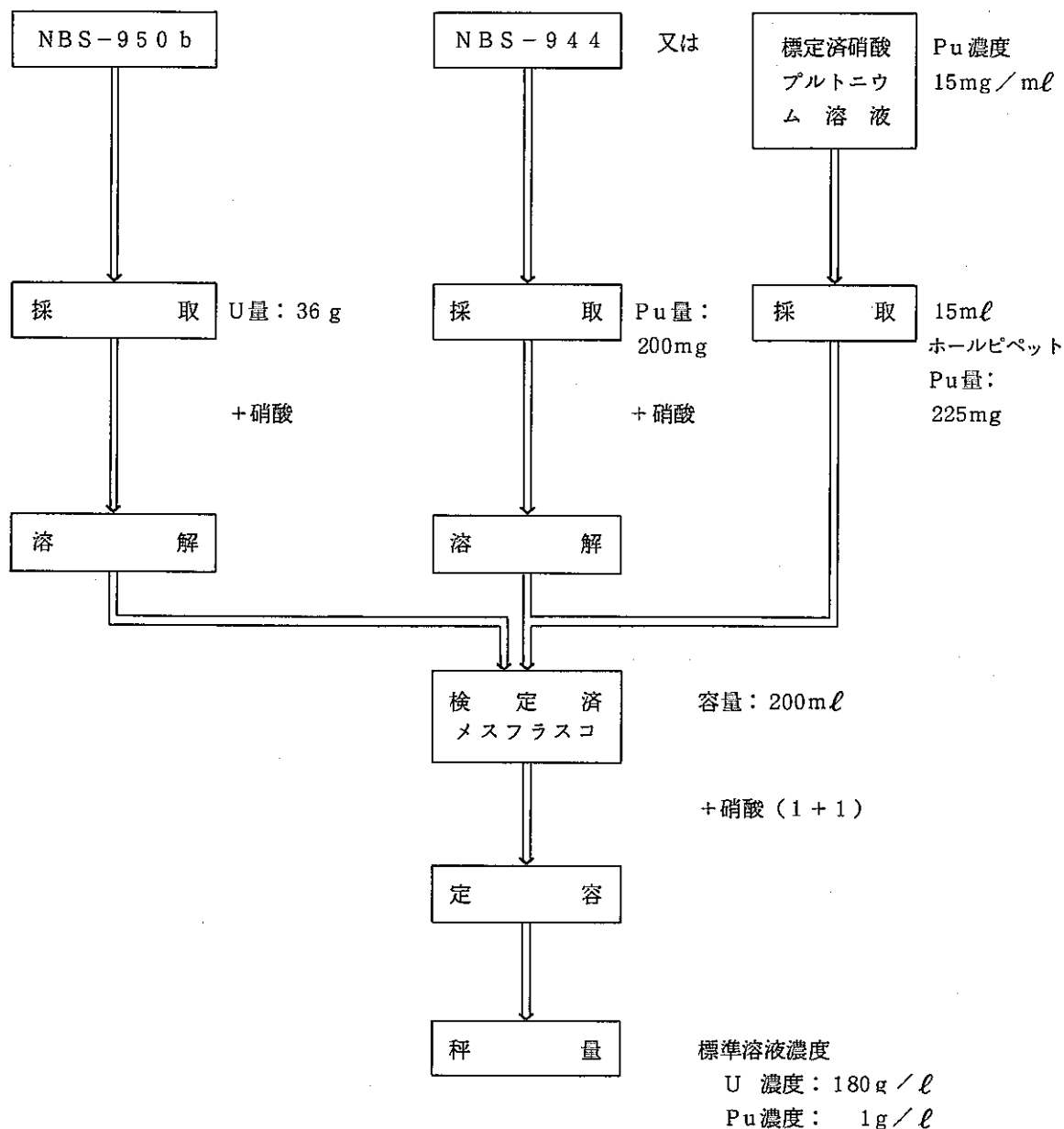


図 2.2.10 - 1 標準溶液 (3次) 調製手順フローシート図

[ワーキング標準溶液の調製法]

2.2.11 鉄標準溶液 (Xmg/ml) の調製方法

1. 使用試薬

- (1) 鉄標準液 (市販されている原子吸光分析用)
 (2) 塩酸 (1+1) : HCl (JIS・K8180) 劇 危 特化物

2. 使用器具

- (1) ホールピペット
 (2) メスフラスコ

3. 調製方法

あらかじめ調製 (市販) されている鉄標準液 (1mg/ml) より、ホールピペット (容量10ml) を用いて10mlを分取し100mlのメスフラスコに移し入れ、塩酸 (1+1) を5ml加え、水でメスアップし、必要とする0.1mg/mlの濃度の標準試料を調製する。

4. 性 状

塩 酸……無色透明、刺激臭をもつ液体で比重は15/4℃で約1.18～1.19である。空气中で発煙し熱すると揮散する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Fe	O-フェナントロリン吸光光度法	31・222・31・FE・01

2.3 標準試料の一覧表

2.3.1 ウラン標準試料 (NBS 950b)

U₃O₈ 品位 99.968 ± 0.020%

不純物元素	標準値 (ppm)
Fe	3
V	1

2.3.2 分光分析用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U1

1977年4月

茨城県那珂郡東海村

日本原子力研究所

原子炉化学部分析センター

表示値, ppm in U

元素	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
Ag	2.3	1.1	0.6	0.3	<0.2
Al	62	32	16	8.0	
Cd	2.0	1.0	0.53	0.24	<0.1
Co	9.7	5.0	2.6	1.4	
Cr	50	26	13	6.7	<3
Cu	20	10	5.3	2.7	<1
Fe	150	80	43	22	<10
Mg	25	12	7.8	3.9	
Mn	26	13	6.8	3.6	<0.5
Mo	29	14	7.1	3.6	
Ni	99	50	26	13	<0.7
P	159	84	45	25	<20
Si	98	52	28	16	<10

- 注 (1) 各表示値，参考値は核燃料・炉材料等分析委員会で審議の上決定された。分析あるいは審議に参加した事業所はつぎのとおりである。(順不同)：名古屋大学工学部，三菱金属鋳業中央研究所，東京芝浦電気総合研究所，住友金属鋳山中央研究所，動力炉・核燃料開発事業団，日立製作所日立研究所，日本原子力研究所。
- (2) 太字は表示値であり，最大，最小を除いた全化学分析値の平均。細字は参考値であり，Ag は 2 分析所の化学分析値，その他は分光分析値。No.5 は製作時の基本物質分析値。詳細は J A E R I 4053 (1971) (日本原子力研究所) 参照。
- (3) Co についてはつぎの報告がある。(ppm in U)
- (a) Na 1 9.6, Na 2 4.8, Na 3 2.3, Na 4 1.1, 分析化学, 24, 452 (1975) 参照。
- (b) Na 4 1.0, Na 5 0.04, Analyst, 100, 39 (1975) 参照。
- (4) 本保証書は最初 1968 年 2 月に作成され，1971 年 8 月調製後の汚染が確認されて B の参考値を削除し，1977 年 4 月 Co 分析結果を注に加えた。

2.3.3 化学分析用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U 2

1977 年 4 月

茨城県那珂郡東海村

日本原子力研究所

原子炉化学部分析センター

元 素	表示値, ppm in U
Co	8
Cu	13
Mn	9
Mo	16
Ni	64
P	66
Pb	2
Si	29
Sn	8
V	18
Zn	2

参 考 値 (ppm in U)

Ag 0.3, Al 21, B 0.2, Cr 4, Fe 80, Mg 5

- 注 (1) 各表示値，参考値は，核燃料・炉材料等分析委員会ウラン分析小委員会で審議の上決定された。分析および審議に参加した事業所はつぎのとおりである（順不同）：三菱金属鉱業中央研究所，住友電気工業伊丹研究所，動力炉・核燃料開発事業団，東京芝浦電気中央研究所，住友金属鉱山中央研究所，古河電気工業中央研究所，日立製作所日立研究所，日本原子力研究所。
- (2) 参考値のうち Ag, B, Mg は分光分析値である。
- (3) 本資料は金属ウランを直接強熱して作製されたため難溶であり，とくに難溶性酸化物をつくる，Al, Cr, Fe の化学分析では試料の溶解法に問題が残されている。これらの参考値は酸溶解によるものである。
- (4) 詳細は JAERI 4053 (1971) (日本原子力研究所) 参照。
- (5) 本保証書は最初 1968 年 2 月に作成され，1977 年 4 月 Co 表示値を改めた。これについては分析化学，24, 452 (1975) 及び Analyst, 100, 39 (1975) 参照。

2.3.4 濃縮度測定用八三酸化ウラン標準試料 JAERI-U3

同位体組成表示値

1971 年 8 月

茨城県那珂郡東海村

日本原子力研究所

原子炉化学部分分析センター

同位体	表示値				
	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5
²³⁴ U	0.0049	0.0101	0.0199	0.0598	0.1204
	0.0048	0.0100	0.0196	0.0588	0.1187
²³⁵ U	0.6892	1.498	3.003	9.876	20.000
	0.6806	1.479	2.966	9.764	19.798
²³⁶ U		0.0054	0.0143	0.0386	0.0806
		0.0053	0.0142	0.0383	0.0800
²³⁸ U	99.306	98.486	96.962	90.025	79.799
	99.314	98.506	97.000	90.139	80.003

上段 原子% 下段 重量%

- 注 (1) 日本原子力研究所で調整した試料を動力炉・核燃料開発事業団および日本原子力研究所で質量分析法を用いて共同分析し、核燃料・炉材料等分析委員会で審議のうえ表示値を決定した。
- (2) 各測定値はNBS同位体標準試料系列をもとにしたものである。No.1の ^{236}U は検出されなかった。
- (3) 詳細はJAERI 4053参照。

2.3.5 金属ウラン標準試料JAERI-U4

保証書

1977年4月

日本原子力研究所

原子炉化学部分析センター

純分ウラン 99.99重量パーセント

1. 本資料は、ウラン純分定量用標準である。

2. 製作

1965年原子燃料公社（現動力炉・核燃料開発事業団）において溶融塩電解法で製作した金属ウランインゴットを、1972年古河電工において一片1g大に圧延切断加工した。

3. 純分ウラン

日本原子力研究所核燃料・炉材等分析委員会で審議決定した。純分は、①4に示す日本原子力研究所の不純物分析結果（0.004%以下）、②精密酸化重量法の結果（99.997%， $n=3$ ）、及び③東京理科大学の精密電量法の結果（99.998 ± 0.012%， $n=11$ ）から99.99%を超えるものと推定されるが、6に示す表面酸化物の実験結果を考慮して保証は4桁にとどめた。

4. 不純物（ppm）Ag < 0.2*， Al 5， B 0.1*， C 9， Cd < 0.1*， Co < 1， Cr 4， Cu 0.7， Fe 3， Mg < 2*， Mn < 1， Mo < 1， N 6， Ni 0.8， P 1， Si 3， V < 0.4， Li < 1*， K < 1*

*は分光分析値，他は化学分析値

5. 原子量

質料分析法による同位体比測定から天然ウランであることが確認された。原子量は1971年国際純正および応用化学連合（IUPAC）で決定した238.029を用いるとよい。

6. 酸化皮膜の除去及び表面酸化実験

ひょう量にさきだち、たとえば次のようにして表面酸化物を除く。

- (1) 試料片を硝酸（1+1）に浸し、金属光沢が出るまで5～10分間加熱する。
- (2) 水で洗い、塩酸（1+3）5分間浸す。
- (3) 水、ついでアセトンで洗い、風乾後すみやかにデシケータ（五酸化リン、硫酸または過塩素酸マグネシウム）に入れ、30分間放置する。

本試料片を上記処方で洗浄乾燥後の放置時間と酸素量との関係は次のとおりであった。

放置時間 (hr)	0	0.5	1	2～3	24以上
酸素 (ppm)	～15	20～30	～60	60～150	300～400

なお表面酸化は水分の存在で促進されるので、(3)のアセトン洗浄は不可決である。

7. 保 存

6の処理後、空气中に5年間放置しておいても酸素量は400 ppm程度であった。

8. 詳細は日本原子力研究所刊JAERI - M 5343 (1973) 参照、精密電量法については分析化学, 24, 614 (1975) 参照。

9. 本保証書は、1973年7月に作成され、1977年4月純分定量結果などを追加した。

2.3.6 不純物分析用八三酸化ウラン標準試料 (NBL-98シリーズ)

元 素	不純物元素 (μg) / ウラン (g)(金 属)						
	98-1	98-2	98-3	98-4	98-5	98-6	98-7
アルミニウム	522	214	115	55	25	15	5
アンチモン	25	10	5	2.5	1	0.5	0
バリウム	50	20	10	5	2	1	0
ベリリウム	25.7	10.5	5.3	2.8	1.0	0.5	0
ビスマス	46	15	7	4	1	0.4	< 0.2
ボロン	5.5	2.3	1.2	0.7	0.4	0.2	0.1
カドミウム	5.6	2.6	1.9	0.7	0.6	0.5	0.3
カルシウム	100	42	19	9.5	4.5	3.5	1.5
クロム	101	42	22	12	9	5	2
コバルト	25	11	5	2.7	1	0.6	0.06
銅	51	22	10	5.4	2.4	1.1	0.4
インジウム	8	2.7	1.4	0.7	0.3	0.2	< 0.2
鉄	515	215	110	58	32	20	13
鉛	46	18	9	5.6	2.5	1.7	0.8
リチウム	26.2	10.3	5	2.3	1.2	0.5	0
マグネシウム	91	34	17	9	4	2	1
マンガン	49.2	20.5	10.6	5.2	2.9	1.8	0.8
モリブデン	51	20	10	5	2	1	< 0.1
ニッケル	103	40	22	12	5.6	3.8	2
リン	505	198	99	51	23	13	3.7
カリウム	725	270	138	71	28	11.5	2.3
ケイ素	315	140	65	30	10	6	2
銀	6	2	0.8	0.5	0.3	0.2	0.1
ナトリウム	455	183	88	39	16	8	4
ストロンチウム	55	21	10	5.2	2.6	1.8	0
スズ	50	18	10	4.7	2.5	1.2	< 1
チタン	50	20	11	5.5	2.1	1.2	0.3
タングステン	48	19	9.9	5	2	1	0.1
バナジウム	250	100	50	20	10	5	0
亜鉛	480	195	96	50	19	11	1.5

注 (1) 各標準試料を 5g 以下採取し、125ml の白金皿に均一に広げて、600℃で 2 時間焼結することが望ましい。

(2) アンチモン、バリウム、バナジウムの分析値は添加法を基礎として計算したもので、化学的に確認されたものではない。

2.3.7 ウラン同位体標準試料 (NBS)

試料	原子数百分率 (%)				組成比 U-235 / U-238
	U-234	U-235	U-236	U-238	
U-005	0.00218	0.4895	0.00466	99.504	0.004919
U-010	0.00541	1.0037	0.00681	98.984	0.010140
U-015	0.00850	1.5323	0.0164	98.443	0.015565
U-020	0.0125	2.038	0.0165	97.933	0.02081
U-030	0.0190	3.046	0.0204	96.915	0.03143
U-050	0.0279	5.010	0.0480	94.915	0.05278
U-100	0.0676	10.790	0.0379	89.704	0.11360
U-150	0.0093	15.307	0.0660	84.528	0.18109
U-200	0.1246	20.013	0.2116	79.651	0.25126
U-350	0.2498	35.290	0.1673	64.393	0.5465
U-500	0.5181	49.696	0.0755	49.711	0.9997
U-750	0.5923	75.357	0.2499	23.801	3.166
U-800	0.6563	80.279	0.2445	18.820	4.266
U-850	0.6437	85.137	0.3704	13.848	6.148
U-900	0.7777	90.196	0.3327	8.693	10.375
U-930	1.0812	93.336	0.2027	5.380	17.349
U-970	1.6653	97.663	0.1491	0.5229	186.78

2.3.8 ウラン-233 標準試料 (ORNL 製)

同位体組成	重量百分率 (%)
U-232	0.47
U-233	99.92
U-234	0.018
U-235	0.0015
U-236	0.0002
U-238	0.056

2.3.9 金属プルトリウム標準試料 (NBS 949 d)

Pu品位 99.99 ± 0.05 %

2.3.10 硫酸プルトニウム・四水化物標準試料 (NBS 944)

Pu品位 $47.50 \pm 0.05\%$

2.3.11 プルトニウム同位体標準試料

(1) NBS - 946

同位体組成	原子数百分率 (%)	重量百分率 (%)
Pu-238	0.247 ± 0.007	0.246
Pu-239	83.128 ± 0.015	83.052
Pu-240	12.069 ± 0.015	12.109
Pu-241	3.991 ± 0.005	4.021
Pu-242	0.565 ± 0.003	0.572

(測定日：1971年10月19日)

(2) NBS - 947

同位体組成	原子数百分率 (%)	重量百分率 (%)
Pu-238	0.296 ± 0.006	0.294
Pu-239	75.696 ± 0.022	75.600
Pu-240	18.288 ± 0.022	18.341
Pu-241	4.540 ± 0.006	4.572
Pu-242	1.180 ± 0.004	1.193

(測定日：1971年10月13日)

(3) NBS - 948

同位体組成	原子数百分率 (%)	重量百分率 (%)
Pu-238	0.011 ± 0.001	0.011
Pu-239	91.574 ± 0.010	91.540
Pu-240	7.914 ± 0.010	7.944
Pu-241	0.468 ± 0.001	0.472
Pu-242	0.0330 ± 0.0003	0.0334

(測定日：1972年9月1日)

2.3.12 プルトニウム-242標準試料 (ORNL 製)

同位体組成	重量百分率 (%)
Pu - 238	0.180
Pu - 239	0.162
Pu - 240	1.135
Pu - 241	0.166
Pu - 242	97.93
Pu - 244	0.191

(分析日: 1979年8月8日)

3. 分析標準作業法

3.1 ウランの分析

3.1.1 硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法

[鉄(II)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法]

1. 要 旨

試料にリン酸および鉄(II)-スルファミン酸混合溶液を加えてウラン(IV)に還元する。過剰の鉄(II)を硝酸-スルファミン酸-モリブデン酸アンモニウム混合溶液で酸化したのち、緩衝剤として硫酸バナジウム溶液を加え、重クロム酸カリウム標準溶液で滴定しウラン量を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程における硝酸ウラン溶液中のウランの分析に適用する。適用範囲はウランとして10~400 g/lを含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------|
| (1) リン酸 | 試薬特級 |
| (2) 硝酸-スルファミン酸-モリブデン酸アンモニウム
混合溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.10 参照 |
| (3) 硝酸(1+26) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) 鉄四-スルファミン酸混合溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.17 参照 |
| (5) 硫酸バナジウム溶液(0.2%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.18 参照 |
| (6) 重クロム酸カリウム標準溶液(0.05 N) | : 標準溶液の調整方法 2.2.1 参照 |
| (7) ウラン標準溶液 | : 標準溶液の調整方法 2.2.5 参照 |
| (8) 検定済メスフラスコ(容量25~100 ml) | |
| (9) ウラン全自動滴定装置 | |
| (10) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>〔試料調整〕</p> <p>(1) 試料を検定済ホールピペットを用い回転子の入れたビーカーに正確に分取する。</p> <p>(2) ビーカーを装置にセットする。</p> <p>〔条件設定〕</p> <p>(3) 画面の左下スミにカーソルが点滅した後 [A] START キーを押し、自動滴定条件画面 (メニュー) を表示させる。</p>	<p>(1)-① 試料はウラン量として60~170mg $\mu = 2$ 採取する。複数の試料を同時に分析する場合は、ほぼ一定のウラン濃度になる様に分取する。</p> <p>(1)-②</p> $\text{分取量} = \frac{\text{原液採取量}}{\text{メスフラスコ容量}} \times \text{採取量}$ <p>(2) 解説(2)参照</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <ol style="list-style-type: none"> 1. カクシュヘンスウトウノセッテイ 2. マエショリジョウケンノセッテイ 3. ドジマツコントロール 4. サンプルリョウノインプット 5. テキテイスター 6. データノプリント 7. データノカイセキ 8. (キーインニヨル End point セット) 9. (データノファイル) 10. メンテナンス </div>	<p>図-1 主プログラム (メニュー)</p> <p>2) Fe (II) の添加量は検討分析等に</p> <p>3) VOLUME・LIMIT, BEGININGVOL はウラン採取量が通常と異なる場合に変更する。なお条件を変更する場合は、5. 解説(3)を参照</p>
<p>(4) [F] START キーを押し、各種変数等の設定画面を表示させる。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <ol style="list-style-type: none"> 1. DATE (ネン, ガツ, ビ) 2. NAME 3. UNIT 4. K_2-Cr_2-07, FACTOR </div>	<p>図-2 各種変数等の設定</p>

操 作 手 順	備 考
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> 5. SAMPLE SET 6. SAMPLING-MODE 7. SAMPLE Namming 1 M- □□□□□□□□) 10 M-□□□□□□□□ 8. CVカンリチノセッテイ 9. ファイルシテメニューへモデル </div> <p>(5) 各種変数等の設定をするために図-2から項目別に入力する。</p> <p>1) ① <input type="text" value="START"/> キーを押す。 DATE : ① □□□□ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 ② □□ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 ③ □□ <input type="text" value="START"/> キーを押す。</p> <p>2) ② <input type="text" value="START"/> キーを押す。 NAME :測定者の名前を入力し <input type="text" value="START"/> キーを押す。</p> <p>3) ③ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 UNIT : ユニットNoを入力して <input type="text" value="START"/> キーを押す。</p> <p>4) ④ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 K₂Cr₂O₇ FACTOR : 数値を入力して <input type="text" value="START"/> キーを押す。</p> <p>5) ⑤ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 SAMPLE SET : 試料セット数を入力し <input type="text" value="START"/> キーを押す。</p> <p>6) ⑥ <input type="text" value="START"/> キーを押す。 SAMPLING HOPE : ① Sampleハ1. エキタイ, 2. コタイ</p>	<p>1) 測定年月日の入力 例 1986年 月 日</p> <p>2) カタカナ, 英文字で入力</p> <p>例 5, 9507</p> <p>5) ビーカーのセット情報入力 ① セットできるビーカー数: W. std 2 + 試料 20 ② 必ず1試料で=2でセットする。 ③ 0の位置はw.std</p> <p>6) 試料の形状, 採取の方法を選択する。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>① START キーを押す。</p> <p>② Sampling ハ 1. ヨウリヨウホウ, 2. ジュウリョウホウ</p> <p>① START キーを押す。</p> <p>7) ⑦ START キーを押す。 SAMPLE Naming : N START キーを押す。</p> <p>① M-□□□□ START キーを押す。</p> <p>8) 複数の試料を同時に分析する場合は、操作手順7)を試料数分だけ繰り返す。</p> <p>(6) ⑨ START キーを押し、操作手順(3)の図-1に戻す。</p> <p>(7) ④ START キーを押し、試料の容量設定画面を表示させる。</p>	<p>7) N は試料番号を表わし、数値キーから入力する。</p> <p>① M-伝票Noです。</p> <p>② セット数によって1M~10 Mまで入力出来る。</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>1. W. STDノセッテイ</p> <p>2. ソクテイサンプル (ジュウリョウ)</p> <p>3. ソクテイサンプル (ヨウリョウ)</p> <p>4. メニューへ</p> </div>	<p>図-5 試料採取量の入力 w. std 及び試料相方の採取量を入力する必要がある。</p>
<p>(8) ① START キーを押し、標準試料の容量設定画面を表示させる。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>W. STD UOLUME INPUT</p> <p>S 1" : STD-1 mg</p> <p>S 2" : STD-2 mg</p> <p>1. デンシテンビンヨリノインプット</p> <p>2. キーインニヨルインプット</p> <p>3. インプットノシュウリョウ</p> <p>4. メニューヘモドル</p> <p>バンゴウニヨリコウモクヲシテイシテクダサイ</p> </div>	<p>図-6 採取量入力手段を選択し、採取量を入力する。</p>
<p>1) ② START キーを押す。</p> <p>① ① START キーを押す。</p>	<p>① ワーキングスタンダードNo.1 およびウ</p>

操 作 手 順	備 考																																								
<p>STD-1□□□□□ START キーを押す。</p> <p>② 2 START キーを押す。</p> <p>③ STD-2□□□□□ START キーを押す。</p> <p>④ 3 START キーを押し、入力を終了する。</p> <p>(9) 4 START キーを押し操作手順(3)の図-1に戻す。</p> <p>(10) 4 START キーを押し操作手順(11)の図-5に戻す。</p> <p>(11) 3 START キーを押し試料の容量設定画面を表示させる。</p>	<p>ランの採取量を入力する。</p> <p>② ワーキングスタンダードNo.2 およびウランの採取量を入力する。</p> <p>③ ①, ②の操作で入力ミスがあった場合再度①, ②を実行することが出来る。</p> <p>(11) 試料採取量の入力</p>																																								
<p>SAMPLE VOLUME INPUT (ヨウリョウ)</p> <table border="0"> <tr> <td>1. M1-1</td> <td>ml</td> <td>2-2</td> <td>ml</td> </tr> <tr> <td>3. M2-1</td> <td>"</td> <td>4-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>5. M3-1</td> <td>"</td> <td>6-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>7. M4-1</td> <td>"</td> <td>8-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>9. M5-1</td> <td>"</td> <td>10-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>11. M6-1</td> <td>"</td> <td>12-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>13. M7-1</td> <td>"</td> <td>14-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>15. M8-1</td> <td>"</td> <td>16-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>17. M9-1</td> <td>"</td> <td>18-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>19. M10-1</td> <td>"</td> <td>20-2</td> <td>"</td> </tr> </table> <p>1. デンシテンビンヨリノインプット 2. キーインニヨルインプット 3. インプットノシュウリョウ 4. メニューヘモドル</p>	1. M1-1	ml	2-2	ml	3. M2-1	"	4-2	"	5. M3-1	"	6-2	"	7. M4-1	"	8-2	"	9. M5-1	"	10-2	"	11. M6-1	"	12-2	"	13. M7-1	"	14-2	"	15. M8-1	"	16-2	"	17. M9-1	"	18-2	"	19. M10-1	"	20-2	"	<p>図-7</p>
1. M1-1	ml	2-2	ml																																						
3. M2-1	"	4-2	"																																						
5. M3-1	"	6-2	"																																						
7. M4-1	"	8-2	"																																						
9. M5-1	"	10-2	"																																						
11. M6-1	"	12-2	"																																						
13. M7-1	"	14-2	"																																						
15. M8-1	"	16-2	"																																						
17. M9-1	"	18-2	"																																						
19. M10-1	"	20-2	"																																						
<p>バンゴウニヨリコウモクヲシテイシテクダサイ</p> <p>1) 2 START キーを押す。</p> <p>① 1 START キーを押し、採取量を入力する。</p> <p>② 2 START キーを押し、採取量を入力する。</p> <p>③ 入力ミスがないことを確認し START キーを押す。</p>	<p>1) 入力手段の選択及び採取量を入力する。</p> <p>① 試料を希釈した場合は、次式より求めた値を入力する。</p> $\frac{1}{\text{希釈倍率}}$ <p>③ 複数の試料を同時に分析する場合は操作手順①, ②を試料数分だけ繰り返す。</p>																																								

操 作 手 順	備 考
<p>(12) ④ START キーを押し、操作手順(3)の図-1に戻す。 〔測定〕</p> <p>(13) ⑤ START キーを押し。</p> <p>1) ビーカーの位置など最終確認し、OKならば START キーを押し、測定開始</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(14) 滴定終了後、分析結果は自動的にプリントアウトされる。</p> <p>(15) 濃度は、次の式を用いて計算する。 計算式</p> $\text{ウラン (g/l)} = \frac{\text{K}_2\text{Gr}_2\text{O}_7(0.05\text{N})\text{の力価 (Umg/ml)} \times \text{K}_2\text{Gr}_2\text{O}_7(0.05\text{N})\text{の消費量 (ml)}}{\text{試料分取量 (ml)}}$	<p>また入力ミスがあった場合は再度①、②を実行することが出来る。</p> <p>(13) 滴定に必要な諸条件が自動的にチェックされる。</p> <p>1) NOの場合は CLEAR キーを押し、A START を押し、操作手順(3)より再実行する。</p>

5. 解 説

(1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。

(2) 試料セットの手順を以下に示す。

1) サンプルチェンジャーのビーカー移動爪を滴定前の定位置にするため、自動滴定条件画(メニュー)を確認し、次の事を行なう。

- ① ⑩ **START** キーを押し、メンテナンス画面(項目No.1~18)を表示させる。
- ② ⑥ **START** キーを押し。……電極支持器を上昇定位置にさせる。
- ③ ① **START** キーを押し、ビーカー移動爪(正面右二番目)を手前から3列の位置する。

2) 試薬注入器の予め作動する時は、次の事を行なう。

- ① ⑩ **START** キーを押し。INJ No.3と聞いて来る。2~7から選択する。
- ② ② **START** キーを押し。……リン酸のとき、VOLUMEはと聞いて来る。
- ③ ② **START** キーを押し。……同試薬が2ml充填される。
- ④ サンプルチェンジャーの三支持器の下に空ビーカーを置く。
- ⑤ ⑪ **START** キーを押し。INJ No.2と聞いて来る。
- ⑥ ② **START** キーを押し。……リン酸が排出される。

各試薬注入器は排出した状態とする。

3) 試料セット

- ① w. stdは、正面前列右より1, 2番に配置する。
- ② 試料は、正面二列右より左側へ番号順に配置する。各n=2
- ③ 配置後 F8 **START** を押し、本法操作自動滴定条件画面(メニュー)に戻る。

(3) 前処理条件の設定値の変更の手順を以下に示す。

1) F2 **START** キーを押し、前処理条件の設定画面を表示する。

2) 硫酸バナジウム溶液の添加量および反応時間を変更する時

- ① F6 **START** キーを押す。
- ② 添加量 $\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ③ 反応時間 $\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ④ F10 **START** キーを押し、条件変更のファイルする。

3) F11 **START** キーを押し、自動滴定条件のメニューに戻る。

(4) ドジマットコントロールルーチンの設定値の変更の手順を以下に示す。

1) F3 **START** キーを押し、ドジマットコントロールルーチの設定画面を表示する。

2) VOLUMELIMIT ($\times\times\text{m}\ell$) を変更する時

- ① F3 **START** キーを押す。
- ② $\text{N}/20$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準溶液の注入する上限量 $\square\square.\square\square$ **START** キーを押し、入力する。

3) BEGING VOL ($\times\times\text{m}\ell$) を変更する時

- ① F4 **START** キーを押す。
- ② $\text{N}/20$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準溶液の最初に注入する量 $\square\square.\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ③ F7 **START** キーを押し、条件変更のファイルする。

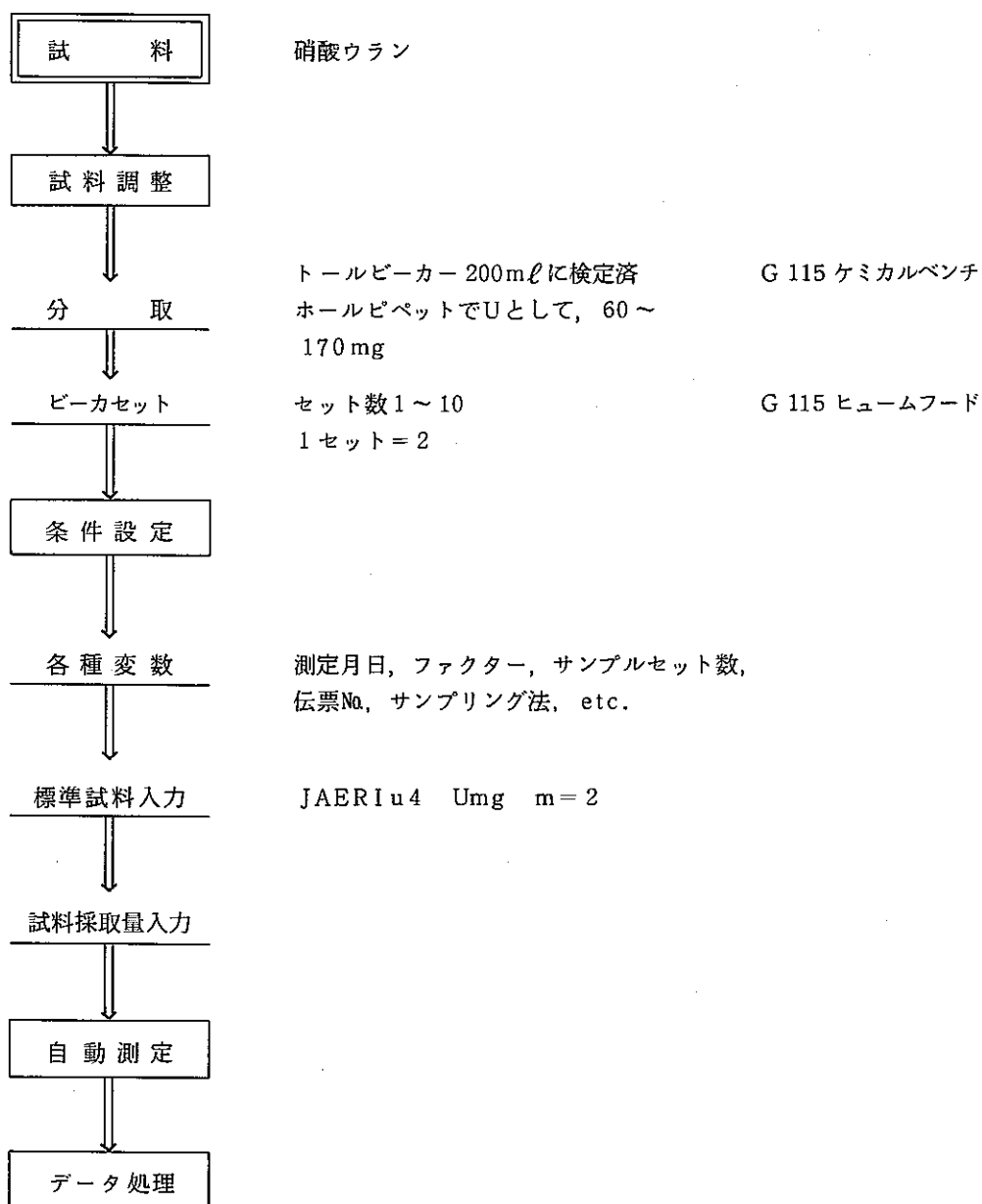
4) F8 **START** キーを押し、自動滴定条件のメニューに戻る。

(5) Talanta 11. 1203 (1964) によればNi (II), W (VI), Al (III), Cu (II), Fe (III), Pb (II), Hg (II) の200 mg以下, Pb (IV), Ti (III) の100 mgの共存では妨害せずに適用できる。TBP (35%) 5 m ℓ H_2O_2 30 mgは妨害しない。Br, Iが共存すると終点が得られなくなり妨害する。V (IV), (V), Sn (II), Ag (I)はウラン定量値を高値とし, Cr (III)の共存は終点の検出を困難とする。

(6) V (IV), (V)は電位差法により終点を得れば妨害しない。

(7) MO (IV) 10 mg以下の場合では妨害しないが, 10 mg以上共存して硝酸(14 N)に換算して3.5 m ℓ 以上共存する場合, 妨害してウラン定量値を低くする。

本法の分析操作手順フロシート図を図3.1.1に示す。



$$\text{計算式: ウラン (g/l)} = \frac{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (0.05\text{N}) \text{ の力価 (Umg/ml)} \times \text{消費量 (ml)}}{\text{試料分取量 (ml)}}$$

図 3.1.1 - 1 分析操作手順フローシート

硝酸ウラン中のウランの分析法
〔鉄(II)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法〕

3.1.2 三酸化ウラン中のウランの分析方法

[鉄(Ⅱ)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法]

1. 要 旨

試料を硝酸で溶解後、リン酸及び鉄(Ⅱ)-スルファミン酸混合溶液を加えて、ウラン(Ⅳ)に還元する。過剰の鉄(Ⅱ)を硝酸-スルファミン酸-モリブデン酸アンモニウム混合溶液で酸化したのち緩衝剤として、硫酸バナジウム溶液を加え、重クロム酸カリウム標準溶液で滴定しウラン量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における三酸化ウラン製品中のウランの定量に適用する。適用範囲はウランとして60～210 mgを含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-------------------------------------|-----------------------|
| (1) リン酸 | : 試薬特級 |
| (2) 硝酸-スルファミン酸-モリブデン酸アンモニウム
混合溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.10 参照 |
| (3) 硝酸 (1+1), (1+26) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) 鉄(Ⅱ)-スルファミン酸混合溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.17 参照 |
| (5) 硫酸バナジウム溶液 (0.2%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.18 参照 |
| (6) 重クロム酸カリウム標準溶液 (0.05 N) | : 標準溶液の調整方法 2.2. 3 参照 |
| (7) ウラン標準溶液 | : 標準溶液の調整方法 2.2. 7 参照 |
| (8) ウラン全自動滴定装置 | |
| (9) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>〔試料調整〕</p> <p>(1) 試料をあらかじめ秤量してある秤量ビンに約 4 g 採取する。</p> <p>(2) 秤量ビンの全重量を 0.0001 g まで秤量する。</p> <p>(3) 試料をコニカルビーカ (100 mℓ) に移し, 硝酸 (1 + 1) 15 mℓ を加え, 時計皿で覆い加熱溶解する。</p> <p>(4) 放熱したのち, 検定済メスフラスコ (100 mℓ) に移し, 硝酸 (1 + 26) で定溶する。</p> <p>(5) 希釈溶液をホールピペットで 5 mℓ 正確にビーカ (200 mℓ) に採取する。</p> <p>(6) ビーカーを装置にセットする。</p> <p>〔条件設定〕</p> <p>(7) 画面の左下スミにカーソルが点滅した後 A START キーを押し, 自動滴定条件画面 (メニュー) を表示させる。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <ol style="list-style-type: none"> 1. カクシュヘンスウトウノセッテイ 2. マエショリジョウケンノセッテイ 3. ドジマツコントロール 4. サンプルリョウノインプット 5. テキテイスタート 6. データノプリント 7. データノカイセキ 8. (キーインニヨル End point セット) 9. (データノファイル) 10. メンテナンス </div>	<p>(1) n = 2 を採取する。</p> <p>(3) ホットプレートは, 温度 80 ~ 90 °C に設定する。</p> <p>(5)</p> <p>1) 試料は, ウラン量として 120 ~ 165 mg 採取する。但し複数の試料を同時に分析する場合は, ほぼ一定のウラン濃度になる様に採取する。</p> <p>2) 検定済ホールピペットを使用する。</p> <p>(6) 解説(2)参照</p> <p>図-1 主プログラム (メニュー)</p> <p>2. Fe (II) の添加量は検討分析時に</p> <p>3. VOLUME LIMIT, BEGINING VOL は, ウラン採取量が通常に異なる場合に変更する。なお条件を変更する場合は, 5. 解説() を参照</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(8) ① START キーを押し、各種変数等の設定画面を表示させる。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <ol style="list-style-type: none"> 1. DATE (ネン, ガツ, ビ) 2. NAME 3. UNIT 4. K_2-Cr_2-07 FACTER 5. SAMPLE SET 6. SAMPLING-MODE 7. SAMPLE Naming 1 M - <input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/> } 10 M - <input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/> 8. CVカンリチノセッテイ 9. ファイルシテメニューへモドル </div> <p>(9) 各種変数等の設定をするために図-2から項目別に入力する。</p> <p>1) ① START キーを押す。 DATE : ① <input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/><input type="checkbox"/> START キーを押す。 ② <input type="checkbox"/><input type="checkbox"/> START キーを押す。 ③ <input type="checkbox"/><input type="checkbox"/> START キーを押す。</p> <p>2) ② START キーを押す。 NAME : 測定者の名前を入力し START キーを押す。</p> <p>3) ③ START キーを押す。 UNIT : ユニットNoを入力して START キーを押す。</p> <p>4) ④ START キーを押す。 $K_2Cr_2O_7$ FACTER : 数値を入力して START キーを押す。</p> <p>5) ⑤ START キーを押す。 SAMPLE SET : 試料数のセット数を入力し、</p>	<p>図-2 各種変数等の設定</p> <p>1) 測定年月日 例 1986 年 01 月 01 日</p> <p>2) カタカナ, 英文字で入力</p> <p>例 5, 99999</p> <p>5) ビーカーのセット情報入力 ① セットできるビーカー数:</p>

操 作 手 順	備 考
<p style="text-align: center;">[START] キーを押す。</p> <p>6) [6] [START] キーを押す。 SAMPLING MODE : ① Sample ハ1. エキタイ, 2. コタイ ① [START] キーを押す。 ② Sampling ハ1. ヨウリョウホウ, 2. ジュウリョウ ホウ ① [START] キーを押す。</p> <p>7) [7] [START] キーを押す。 SAMPLE Naming : [N] [START] キーを押す。 ① M-□□□□ [START] キーを押す。</p> <p>8) 複数の試料を同時に分析する場合は、操作手順7)を試料数分だけ繰り返す。</p> <p>(10) [9] [START] キーを押し、操作手順(3)の図-1に戻す。</p> <p>(11) [4] [START] キーを押し、試料の容量設定画面を表示させる。</p>	<p>w. std 2 + 試料 20</p> <p>② 必ず1試料 n = 2 でセットする。 ③ 0 の位置はw. std</p> <p>6) 試料の形状、採取の方法を選択する。</p> <p>7) [N]はサンプル番号の指定 ① M-伝票Noです。 ② セット数によって1M~10Mまで入力出来る。</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>1. W. STDノセッテイ 2. ソクテイサンプル (ジュウリョウ) 3. ソクテイサンプル (ヨウリョウ) 4. メニューへ</p> </div>	<p>図-5 試料採取量の入力 w. std 及び試料相方の採取量を入力する必要がある。</p>
<p>(12) [1] [START] キーを押し、標準試料の容量設定画面を表示させる。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>W. STD VOLUME INPUT</p> <p>S 1" : STD-1 mg</p> <p>S 2" : STD-2 mg</p> <p>1. デンシテンビンヨリノインプット</p> </div>	<p>図-6 採取量入力手段を選択し、採取量を入力する。</p>

操 作 手 順	備 考																																								
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p>2. キーインニヨルインプット 3. インプットのシュウリョウ 4. メニューへモドル バンゴウニヨリコウモクヲシテイシテクダサイ</p> </div> <p>1) ② START キーを押す。</p> <p>① ① START キーを押す。 STD-1 □□□□□ START キーを押す。</p> <p>② ② START キーを押す。 STD-2 □□□□□ START キーを押す。</p> <p>③ START キーを押す。</p> <p>④ ③ START キーを押し、入力を終了する。</p> <p>(13) ④ START キーを押し、操作手順(3)の図-1に戻す。</p> <p>(14) ④ START キーを押し、操作手順(11)の図-5に戻す。</p> <p>(15) ③ START キーを押し、試料の容量設定画面を表示させる。</p> <p>SAMPLE VOLUME INPUT (ヨウリョウ)</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%;">1. M 1-1</td> <td style="width: 10%;">mℓ</td> <td style="width: 25%;">2-2</td> <td style="width: 10%;">mℓ</td> </tr> <tr> <td>3. M 2-1</td> <td>"</td> <td>4-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>5. M 3-1</td> <td>"</td> <td>6-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>7. M 4-1</td> <td>"</td> <td>8-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>9. M 5-1</td> <td>"</td> <td>10-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>11. M 6-1</td> <td>"</td> <td>12-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>13. M 7-1</td> <td>"</td> <td>14-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>15. M 8-1</td> <td>"</td> <td>16-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>17. M 9-1</td> <td>"</td> <td>18-2</td> <td>"</td> </tr> <tr> <td>19. M 10-1</td> <td>"</td> <td>20-2</td> <td>"</td> </tr> </table> <p>1. デンシテンビンヨリノインプット 2. キーインニヨルインプット 3. インプットノシュウリョウ 4. メニューへモドル バンゴウニヨリコウモクヲシテイシテクダサイ</p>	1. M 1-1	mℓ	2-2	mℓ	3. M 2-1	"	4-2	"	5. M 3-1	"	6-2	"	7. M 4-1	"	8-2	"	9. M 5-1	"	10-2	"	11. M 6-1	"	12-2	"	13. M 7-1	"	14-2	"	15. M 8-1	"	16-2	"	17. M 9-1	"	18-2	"	19. M 10-1	"	20-2	"	<p>① ワーキングスタンダードのNo.1 およびウランの採取量を入力する。</p> <p>② ワーキングスタンダードのNo.2 およびウランの採取量を入力する。</p> <p>③ ①, ②の操作で入力ミスがあった場合再度①, ②を実行することができる。</p> <p>(15) 試料採取量の入力</p> <p>図-7</p>
1. M 1-1	mℓ	2-2	mℓ																																						
3. M 2-1	"	4-2	"																																						
5. M 3-1	"	6-2	"																																						
7. M 4-1	"	8-2	"																																						
9. M 5-1	"	10-2	"																																						
11. M 6-1	"	12-2	"																																						
13. M 7-1	"	14-2	"																																						
15. M 8-1	"	16-2	"																																						
17. M 9-1	"	18-2	"																																						
19. M 10-1	"	20-2	"																																						

操 作 手 順	備 考																																						
<p>1) ② [START] キーを押す。</p> <p>① ① [START] キーを押し、採取量を入力する。</p> <p>② [START] キーを押し、採取量を入力する。</p> <p>③ 入力ミスがないことを確認し [START] キーを押す。</p> <p>④ ③ [START] キーを押し、入力を終了する。</p> <p>(16) ④ [START] キーを押し、操作手順(3)の図-1に戻す。</p> <p>(17) ⑩ [START] キーを押し、メンテナンス画面を表示させる。</p>	<p>1) 入力手段の選択及び採取量を入力する。</p> <p>① 試料を希釈した場合に次式より求めた値を入力する。</p> $\frac{\text{採取量}}{\text{希釈量}} \times \text{希釈採取量}$ <p>③ 複数の試料を同時に分析する場合は操作手順①、②を試料数だけ繰返す。また入力ミスがある場合は再度①、②を実行することができる。</p>																																						
<table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="203 1075 266 1108">No</th> <th data-bbox="282 1075 838 1108">CONTENTS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1.</td><td>SAMPLE TABLE NEXT STEP</td></tr> <tr><td>2.</td><td>NEEDLE 1 UP</td></tr> <tr><td>3.</td><td>" 1 DOWN</td></tr> <tr><td>4.</td><td>NEEDLE 2 UP</td></tr> <tr><td>5.</td><td>" 2 DOWN</td></tr> <tr><td>6.</td><td>NEEDLE 3 UP</td></tr> <tr><td>7.</td><td>" 3 DOWN</td></tr> <tr><td>8.</td><td>" 3 TURN R</td></tr> <tr><td>9.</td><td>" 3 TURN L</td></tr> <tr><td>10.</td><td>INJECTOR CHARGE</td></tr> <tr><td>11.</td><td>" DISCHARGE</td></tr> <tr><td>12.</td><td>DOSIMAT CONT</td></tr> <tr><td>13.</td><td>PERIPHEOAL READ</td></tr> <tr><td>14.</td><td>HEATER TEST</td></tr> <tr><td>15.</td><td>STIRROR TEST</td></tr> <tr><td>16.</td><td>ASH VALVE</td></tr> <tr><td>17.</td><td>AIR PUMP</td></tr> <tr><td>18.</td><td>RETURN TO MENU</td></tr> </tbody> </table>	No	CONTENTS	1.	SAMPLE TABLE NEXT STEP	2.	NEEDLE 1 UP	3.	" 1 DOWN	4.	NEEDLE 2 UP	5.	" 2 DOWN	6.	NEEDLE 3 UP	7.	" 3 DOWN	8.	" 3 TURN R	9.	" 3 TURN L	10.	INJECTOR CHARGE	11.	" DISCHARGE	12.	DOSIMAT CONT	13.	PERIPHEOAL READ	14.	HEATER TEST	15.	STIRROR TEST	16.	ASH VALVE	17.	AIR PUMP	18.	RETURN TO MENU	<p>本ルーチンは装置各部の手动操作を行なうときに利用する。</p> <p>本手順においては、電極支持器の上昇のために使用する。</p>
No	CONTENTS																																						
1.	SAMPLE TABLE NEXT STEP																																						
2.	NEEDLE 1 UP																																						
3.	" 1 DOWN																																						
4.	NEEDLE 2 UP																																						
5.	" 2 DOWN																																						
6.	NEEDLE 3 UP																																						
7.	" 3 DOWN																																						
8.	" 3 TURN R																																						
9.	" 3 TURN L																																						
10.	INJECTOR CHARGE																																						
11.	" DISCHARGE																																						
12.	DOSIMAT CONT																																						
13.	PERIPHEOAL READ																																						
14.	HEATER TEST																																						
15.	STIRROR TEST																																						
16.	ASH VALVE																																						
17.	AIR PUMP																																						
18.	RETURN TO MENU																																						

操 作 手 順	備 考
<p>1) ⑥ START キーを押す。</p> <p>(18) ⑱ START キーを押し、操作手順(3)図-1に戻す。</p> <p>〔測 定〕</p> <p>(19) ⑤ START キーを押す。</p> <p>1) START キーを押し、測定開始</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(20) 滴定終了後、分析結果は自動的にプリントアウトされる。</p> <p>(21) 濃度は次の式を用いて計算する。</p> <p>計算式</p> $\text{ウラン量(％)} = \frac{\text{メスフラス容量 (mℓ)}}{\text{試料採取量 (g)} \times \text{分取量 (mℓ)}} \times \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (0.05\text{N}) \text{ の力価 (u mg/mℓ)} \\ \times \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (0.05\text{N}) \text{ 消費量 (mℓ)} \times \frac{100}{1000}$	<p>1) 電極の支持器の上昇</p> <p>(19) チップ先を機器No.2に空ビーカーをセットしておく。</p>

5. 解 説

(1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。

(2) 試料セットの手順を以下に示す。

1) サンプルチェンジャーのビーカー移動爪を滴定前の定位置にするため、自動滴定条件画（メニュー）を確認し、次の事を行なう。

- ① ⑩ **START** キーを押し、メンテナン画面（項目No.1～18）を表示させる。
- ② ⑥ **START** キーを押す。……電極支持器を上昇定位置にさせる。
- ③ ① **START** キーを押し、ビーカー移動爪（正面右二番目）を手前から3列の位置する。

2) 試薬注入器の予め作動する時は、次の事を行なう。

- ① ⑩ **START** キーを押す。INJ No.3と聞いて来る。2～7から選択する。
- ② ② **START** キーを押す。……リン酸のとき、VOLUMEはと聞いて来る。
- ③ ② **START** キーを押す。……同試薬が2 mℓ充填される。
- ④ サンプルチェンジャーの三支持器の下に空ビーカーを置く。
- ⑤ ① **START** キーを押す。INJ No.2と聞いて来る。
- ⑥ ② **START** キーを押す。……リン酸が排出される。

各試薬注入器は排出した状態とする。

3) 試料セット

- ① w. stdは、正面前列右より1, 2番に配置する。
- ② 試料は、正面二列右より左側へ番号順に配置する。
- ③ 配置後 \square **START** を押し、本法操作自動滴定条件画面(メニュー)に戻る。

(3) 前処理条件の設定値の変更の手順を以下に示す。

- 1) \square **START** キーを押し、前処理条件の設定画面を表示する。

2) 硫酸バナジウム溶液の添加量および反応時間を変更する時、

- ① \square **START** キーを押し。
- ② 添加量 $\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ③ 反応時間 $\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ④ \square **START** キーを押し、条件変更のフェイルする。

- 3) \square **START** キーを押し、自動滴定条件のメニューに戻る。

(4) ドジマットコントロールルーチンの設定値の変更の手順を以下に示す。

- 1) \square **START** キーを押し、ドジマットコントロールルーチの設定画面を表示する。

2) VOLUMELIMIT ($\times\times\text{m}\ell$) を変更する時

- ① \square **START** キーを押し。
- ② $\text{N}/20 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準溶液の注入する上限量 $\square\square.\square\square$ **START** キーを押し、入力する。

3) BEGINING VOL ($\times\times\text{m}\ell$) を変更する時、

- ① \square **START** キーを押し。
- ② $\text{N}/20 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 標準溶液の最初に注入する量 $\square\square.\square\square$ **START** キーを押し、入力する。
- ③ \square **START** キーを押し、条件変更のフェイルする。

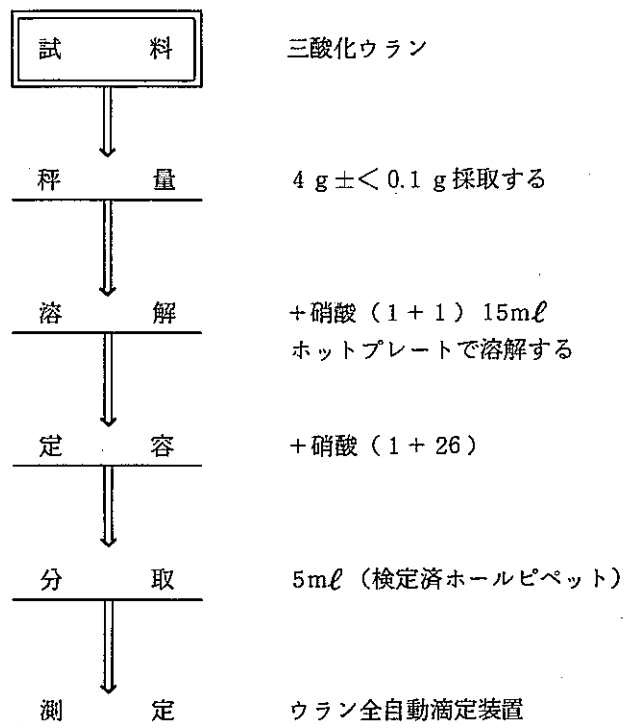
- 4) \square **START** キーを押し、自動滴定条件のメニューに戻る。

- (5) Talanta 11. 1203 (1964)によればNi(II), W(VI), Al(III), Cu(II), Fe(III), Pb(II), Hg(II)の200 mg以下, Pb(IV), Ti(III)の100 mgの共存では妨害せずに適用できる。TBP (35%) 5 m ℓ H₂O₂ 30 mgは妨害しない。Br, Iが共存すると終点が得られなくなり妨害する。V(IV), (V), Sn(II), Ag(I)はウラン定量値を高値とし, Cr(III)の共存は終点の検出を困難とする。

- (6) V(IV), (V)は電位差法により終点を得れば妨害しない。

- (7) MO(IV) 10 mg以下の場合では妨害しないが, 10 mg以上共存して硝酸(14 N)に換算して3.5 m ℓ 以上共存する場合, 妨害してウラン定量値を低くする。

本法の分析操作手順フロシート図を図3.1.2-1に示す。



計算式：ウラン量 (%) = $\frac{\text{メスフラスコ容量 (ml)}}{\text{試料採取量 (g)} \times \text{分取量 (ml)}} \times \frac{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (0.05\text{N})}{\text{力価 (Umg/ml)}} \times \frac{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (0.05\text{N})}{\text{消費量 (ml)}} \times \frac{100}{1000}$

図 3.1.2 - 1 分析操作手順フローシート図

三酸化ウラン中のウランの分析方法
〔鉄(II)還元-重クロム酸カリウム電位差滴定法〕

3.1.3 硝酸ウラン・プルトニウム溶液中の ウランの分析方法

[酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法]

1. 要 旨

試料に硝酸アルミニウムを加え、ウランを酢酸エチルで抽出したのち、ジベンゾイルメタン溶液を加えて発色し、波長 410 nm での吸光度を測定し、ウラン量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程におけるプルトニウムが共存する試料中の微量ウランの分析に適用できる。適用範囲は、ウランとして 0.01 ~ 0.4 g/l を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬および装置

- | | |
|--------------------|-----------------------|
| (1) 酢酸エチル | : 試薬特級 |
| (2) 硝酸アルミニウム (51%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.9 参照 |
| (3) 硝 酸 (1+1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) ジベンゾイルメタン溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.13 参照 |
| (5) ドジマツト装置 | |
| (6) 分光光度計 | |
| (7) 抽出容器 | |
| (8) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
[試料調整] (1) 試料を 1 mℓ 正確に抽出容器 (50 mℓ) に採取する。 (2) 硝酸アルミニウム溶液 10 mℓ を加える。 (3) 酢酸エチル 10 mℓ を加え、5 分間攪拌する。	(1) U 量として 400 μg 以下、試料がアルカリ性の場合、硝酸 (1+1) 1 mℓ を加え酸性にする。

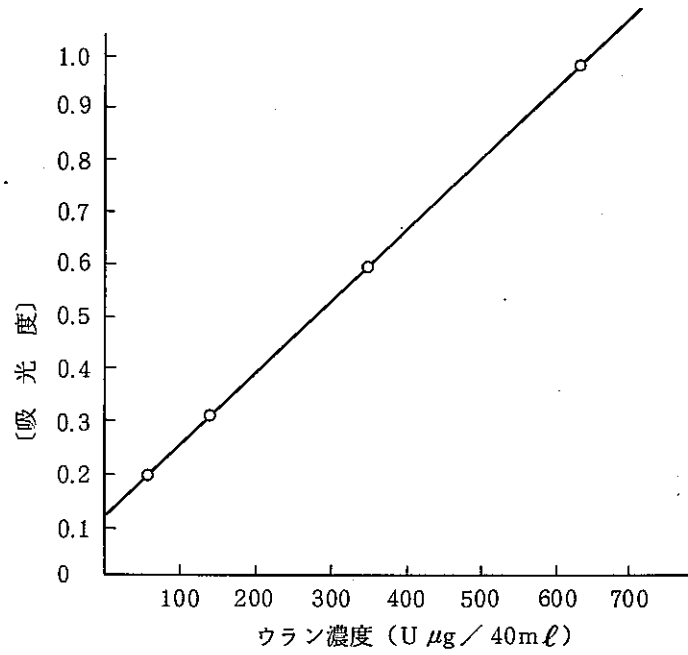
操 作 手 順	備 考
<p>(4) ガラス試験管 (20 ml) に移し入れて、3 分間放置する。</p> <p>(5) 三角フラスコ (50 ml) にジベンゾイルメタン溶液 35ml を加えておいたものに、ガラス試験管の有機相 4 ml およびライン洗浄用酢酸エチル 1 ml を正確に加える。</p> <p>(6) スターラーでかるく混合したのち、約 10 分間放置する。 〔データ処理装置の設定〕</p> <p>(7) 分析方法を選択し、START キーを押す。</p> <p>(8) ユニット番号を入力し、START キーを押す。</p> <p>(9) サンプルング量を入力し、START キーを押す。</p> <p>(10) N 数を入力し、START キーを押す。</p> <p>〔測 定〕</p> <p>(11) 波長が 410 nm である事を確認した後に溶液の一部を吸収セルに移す。</p> <p>(12) 吸光度が安定したのを確認した後、1 を入力し START キーを押す。</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(13) 分析結果が自動的に画面に表示される。</p> <p>(14) 分析結果を確認した後、下記の番号を選択入力し、START キーを押す。</p> <p>1 : プリンター出力結果登録</p> <p>2 : プリンター出力のみ</p> <p>3 : 再測定をする場合</p> <p>(15) 次式によりウラン量 (g/l) が計算される。</p> $\text{ウラン (g/l)} = \frac{\text{ファクタメ吸光度}}{\text{試料採取量 (ml)}}$ <p>F : 検量線より求めた係数</p>	<p>(5) 有機層抽出液からの分取はドジマツト装置により行なう。なお、分取の方法については 6. 解説 (7) を参照</p> <p>(10) 分析回数を複数回指定した場合は、操作手順 (14) 終了後、操作手順 (9) 以降を繰り返す。</p>

5. 検量線の作り方

抽出容器にウラン標準試料 (1.0 mg/ml) 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 ml をそれぞれ正しく採取する。以下操作手順(1)以降に従い吸光度を測定し、吸光度とウラン量の関係線を作成し検量線とする。

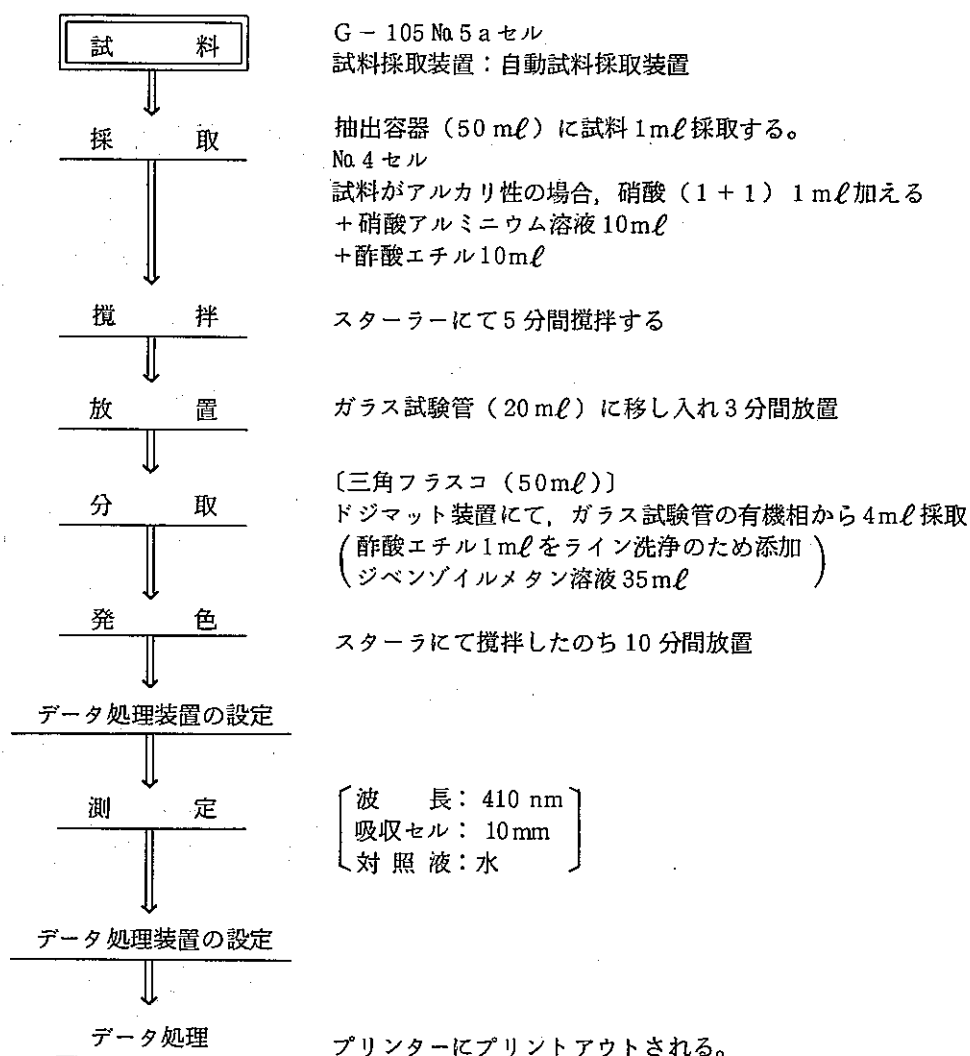
6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法はプルトニウム存在下の微量ウランの定量に適しているが、プルトニウム量が約 20 mg を超えるときは妨害する。この場合、採取試料に塩酸ヒドロキシルアミンの適量を添加し、Pu (IV, VI)をPu (III)に還元し有機層に抽出されないようにすればよい。
- (3) 試料がアルカリ性のときは吸光度が安定しない場合がある。この時は適量の硝酸を加えて弱酸性溶液とすることにより測定できる。又、アルカリ性試料では水酸化鉄等の褐色沈殿が生じている場合が多く、この沈殿にウラン、プルトニウムが共沈していると考えられる。この時は濃い硝酸 (7 N) で沈殿を溶解させてから分析することが必要である。
- (4) 本法ウラン抽出率はPH依存性がある。酸性度が高すぎると抽出率が大幅に低下するので注意する必要がある。
- (5) 検量線の一例を図 3.1.3 - 1 に示す。
- (6) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.1.3 - 2 に示す。
- (7) ドジマツ装置の分取方法を図 3.1.3 - 3 に示す。



波 長：410 nm
吸収セル：10 mm
対 照 液：水
分光光度計：

図 3.1.3 - 1 検 量 線



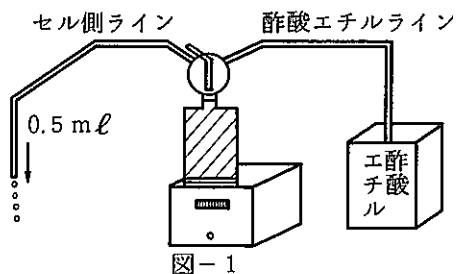
$$\text{計算式：ウラン (g/l)} = \frac{\text{ウラン検量線ファクター} \times \text{吸光度} - \text{補正值}}{\text{試料採取量 (ml)}}$$

図 3.1.3-2 分析操作手順フローシート図

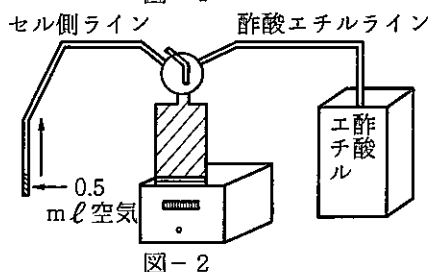
硝酸ウラン、プルトニウム溶液中のウランの分析方法
〔酢酸エチル抽出—ジベンゾイルメタン吸光度法〕

1

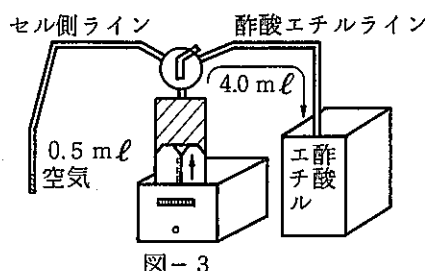
1) 図-1の状態では酢酸エチル0.5 mlセル側に吐き出す。



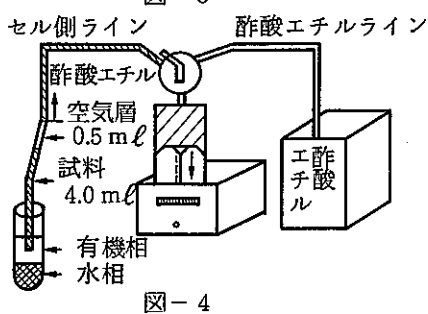
2) 図-2の状態では空気層0.5 ml吸引し、分離帯の層を作る。



3) 図-3の状態ではドジマツビューレット側の酢酸エチルを試薬ビン側に4.0 ml吐き出す。



4) 図-4の状態では抽出液（有機相）から4.0 ml採取する。



5) 図-5の状態では三角フラスコ（50 ml）に有機相4.0 mlと空気相0.5 mlとライン洗浄用の酢酸エチル1.0 mlの計5.5 mlを吐き出す。

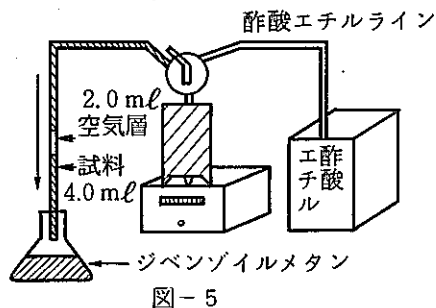


図 3.1.3 - 3 ドジマツ装置の分取方法図

3.1.4 硝酸プルトニウム溶液中のウランの分析方法

〔イオン交換分離－酢酸エチル抽出－ジベンゾイルメタン吸光光度法〕

1. 要 旨

試料を正確に採取し、酸濃度・原子価調整をしたのち、イオン交換法にて分離したウラン溶液を酢酸エチル抽出したのちジベンゾイルメタン溶液を加え発色し、波長 410 nm での吸光度を測定しウラン量を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程における硝酸プルトニウム溶液中のウランの分析に適用できる。適用範囲はウラン量として 0.01 ～ 0.4 g/l を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--|----------------------------------|
| (1) 酢酸エチル | : 試薬特級 |
| (2) 亜硝酸ナトリウム溶液 (10%) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 1 参照 |
| (3) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (10%) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 5 参照 |
| (4) 硝酸アルミニウム溶液 (51%) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 9 参照 |
| (5) 硝酸 (1 + 1) (1 + 4) (1 + 13) (1 + 1000) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (6) ジベンゾイルメタン溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.13 参照 |
| (7) 陰イオン交換樹脂 | : BioRad AG-MP1
(100～200)メッシュ |
| (8) イオン交換カラム | |
| (9) 抽出容器 | |
| (10) 加熱装置 | |
| (11) 分光光度計 | |
| (12) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
(1) 試料を2 mℓ正確にビーカー(100 mℓ)に採取する。	
(2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(35%) 1 mℓを加え軽く攪拌し10分間放置する。	(2) 原子価調整 Pu(IV) → Pu(III)
(3) 亜硝酸ナトリウム溶液(10%) 0.5 mℓを加え加熱し放冷する。	(3) 亜硝酸ガスが発生する。 Pu(III) → Pu(IV) スライダック 50 Vで加熱する。
(4) 濃硝酸 3 mℓを加える。	
(5) イオン交換カラムに試料を全量移す。	(5) ビーカー内部を硝酸(1+1) 1 mℓ×3回洗浄し、イオン交換カラムに移す。
(6) 硝酸(1+1) 10 mℓ 3回で洗浄する。	(6) FPを洗浄する。
(7) 硝酸(1+4) 10 mℓ 3回でウラン溶液を回収する。	(7) ビーカーにて回収する。 プルトニウムがカラムを通過しない様に注意する。
(8) 硝酸(1+1000) 50 mℓでプルトニウムを回収する。	(8) プルトニウムがカラムから完全に溶離するまで加える。 回収されたプルトニウム溶液はポリビンに保管する。
(9) 操作手順(7)のウラン溶液を乾固寸前まで蒸発濃縮する。	(9) スライダック 50 Vで加熱する。
(10) 濃縮液をメスフラスコ(10 mℓ)に入れて硝酸(1+4)で定容する。	(10) ビーカー内部を極少の硝酸(1+4)で洗浄しメスフラスコに移す。
(11) 試料を正確に5 mℓ分取する。	
(12) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(10%) 1 mℓを加える。	(12) U量 400 μg以下
(13) 硝酸アルミニウム溶液(51%) 10 mℓを加える。	
(14) 酢酸エチル 10 mℓを加え5分間攪拌し、5分間放置する。	
(15) 抽出容器の有機層より5 mℓを正確に分取しメスフラスコ(20 mℓ)に移す。	
(16) メスフラスコをジベンゾイルメタン溶液で定容する。	
(17) 軽く振り混ぜた後、10分間放置する。	
(データ処理装置の設定)	
(18) 分析方法を選択し、STARTキーを押す。	
(19) ユニット番号を入力し、STARTキーを押す。	
(20) サンプル量をを入力し、STARTキーを押す。	
(21) N数を入力し、STARTキーを押す。	(21) 分析回数を複数回指定した場合は、操

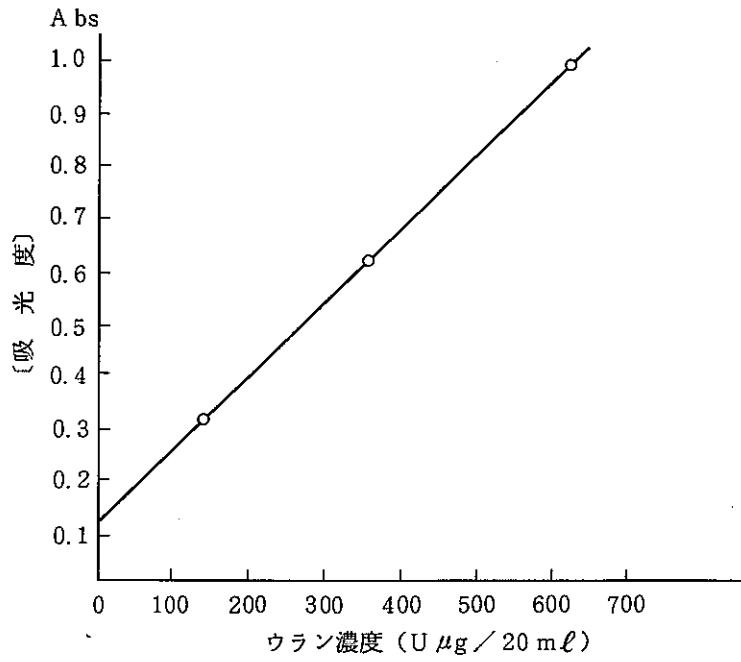
操 作 手 順	備 考
<p>〔測 定〕</p> <p>(22) 波長が410 nmである事を確認した後に溶液の一部を吸収セルに移す。</p> <p>(23) 吸光度が安定したのを確認した後、1を入力し、STARTキーを押す。</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(24) 分析結果が自動的に画面に表示される。</p> <p>(25) 分析結果を確認した後、下記の番号を選択し、STARTキーを押す。</p> <p>(26) 次式によりウラン量 (g/l) が計算される。</p> $\text{ウラン (g/l)} = \frac{\text{ファクター} \times \text{吸光度}}{\text{試料採取量 (ml)}}$ <p>F : 検料線より求めた係数</p>	<p>作手順(26)終了後、操作手順(22)以降を繰り返す。</p>

5. 検量線の作り方

抽出容器にウラン標準試料 (500 g/ml) 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 mlをそれぞれ正しくはかり取る。操作手順(1)~(26)以下に従って操作し、ウラン量と吸光度の関係線を作成して検量線とする。

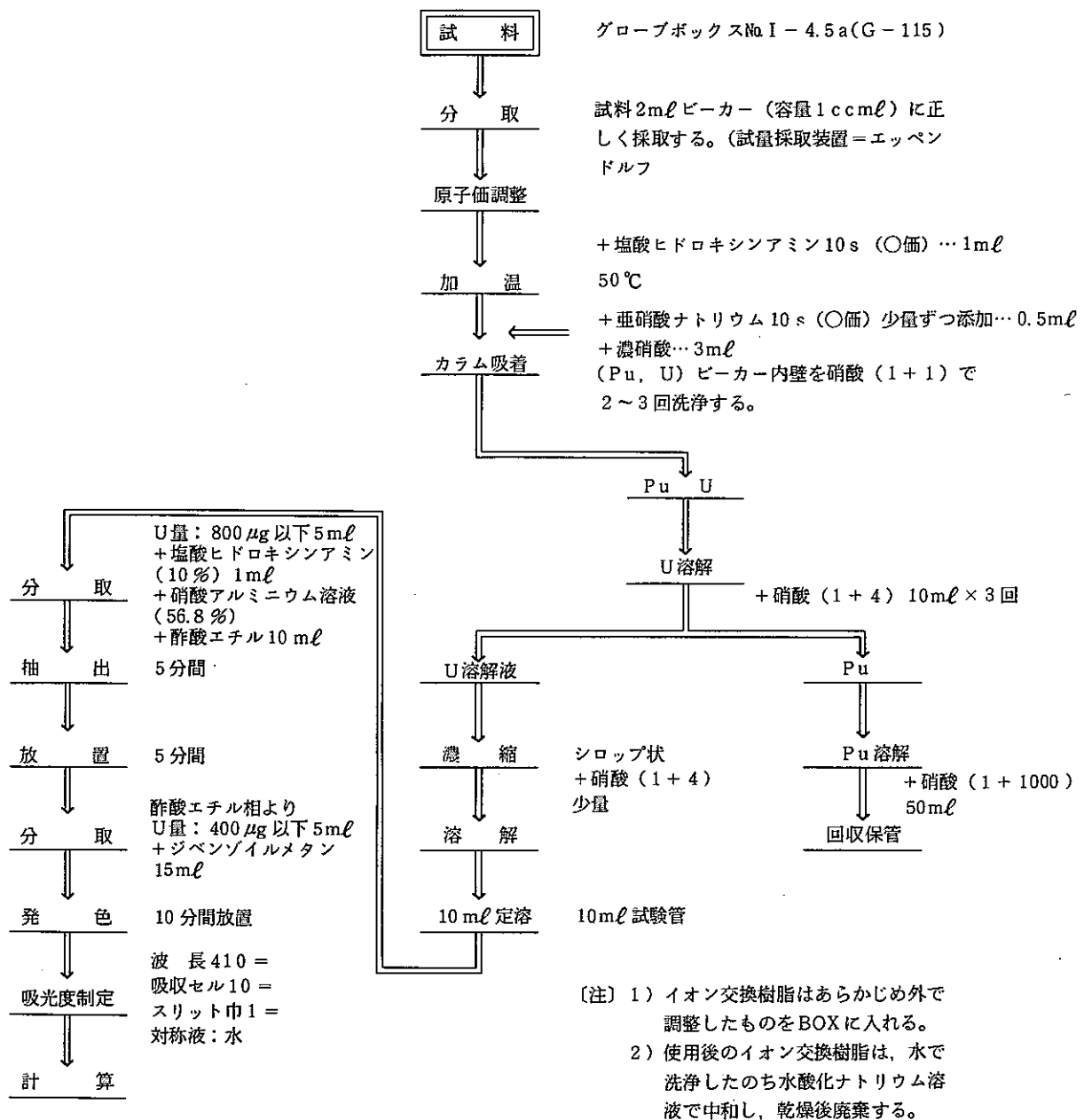
6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法は、プルトニウム存在下の微量ウランの定量に適しているが、プルトニウム量が20 mgを越えるときは妨害する。この場合は、採取試料に塩酸ヒドロキシルアミンを適量を添加し、Pu (IV, VI)をPu (III)に還元し有機量に抽出されにくいようにすれば分析可能となる。
- (3) 検量線の一例を図3.1.4-1に示す。
- (4) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.1.4-2に示す。



波長：410 nm
吸収セル：10 mm
対照液：水
分光光度計：

図 3.1.4 - 1 検量線作成図



計算式

$$\text{ウラン (g/l)} = \frac{\text{U検量線ファクター} \times \text{Abs} + \text{補正值}}{\text{試料採取量}} \times \frac{\text{希釈量}}{\text{分取}}$$

図 3.1.4 - 2 分析操作手順フローシート図

硝酸プルトニウム溶液中のウランの分析方法

[イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法]

3.2 プルトニウムの分析

3.2.1 微量プルトニウムの分析方法

〔TTA-キシレン抽出- α 計測法〕

1. 要 旨

試料に、硝酸第2鉄、塩酸ヒドロキシルアミンを加えプルトニウムを3価に還元したのち、亜硝酸を加え4価に酸化する。TTAキシレン溶液で抽出し、有機層を試料皿に焼付け α 計測法によりプルトニウム量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程分析でのウランなどの共存イオンの多い試料中の微量プルトニウムの分析に適用でき、定量範囲はプルトニウム量として、0.001～0.1 μg を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬および装置

- | | |
|-------------------------|-----------------------|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液 (10%) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 1 参照 |
| (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35%) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 6 参照 |
| (3) 硝酸第2鉄溶液 (3.5%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.11 参照 |
| (4) 硝酸 (1+4) (1+1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (5) TTA-キシレン溶液 (11.1%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.14 参照 |
| (6) 加熱装置 | |
| (7) 試料皿 | |
| (8) 高周波加熱装置 | |
| (9) α -測定装置 | |
| (10) 抽出器 | |
| (11) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料を1 m ℓ 正確に抽出容器に採取する。	

操 作 手 順	備 考
<p>(2) メチルレッドを添加し、酸、アルカリを調べる。</p> <p>(3) 硝酸第2鉄溶液（3.5%）2滴加える。</p> <p>(4) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液（35%）2滴を加える。</p> <p>(5) 抽出器で5分間攪拌する。</p> <p>(6) 亜硝酸ナトリウム溶液（10%）、10滴を加える。</p> <p>(7) 抽出器で5分間攪拌する。</p> <p>(8) TTA-キシレン（11.1%）3.0 mlを加える。</p> <p>(9) 抽出器で15分間攪拌してプルトニウムを抽出する。</p> <p>(10) 5分間放置して有機相と水相を良く分離し、有機相を別の容器に採取する。</p> <p>(11) 操作手順(7)~(9)の操作を2回繰り返す、有機相を混合する。</p> <p>(12) 有機相液を試料容器に全量回収する。</p> <p>(13) 有機相から100 μl採取する。</p> <p>(14) 加熱装置上にあらかじめ予熱してあるSUS製1インチの試料皿の中央に1滴ずつ滴下し乾固する。</p> <p>(15) 試料皿を高周波加熱装置を用いて赤熱状態で加熱焼付する。</p> <p>(測定)</p> <p>(16) 試料皿の底面をアルコールでふく。</p> <p>(17) 試料皿をα-計測装置の検出部に入れる。</p> <p>(18) α-計測装置で計数を測定する。</p> <p>(19) 次式に従って試料1 ml当りの壊変数（dpm/ml）を求める。</p> <p>(20) 次式によりプルトニウム量（mg/l）が計算される。</p> $\text{プルトニウム (dpm/ml)} = \frac{[\text{計数值 (cpm)} - \text{BG (cpm)}]}{[\text{試料採取量 (ml)}]} \times \frac{[\text{TTA} \cdot \text{Xylene 採取量 (ml)}]}{[\text{有機相分取量 (ml)}]}$	<p>(2)</p> <p>1) 試料が酸性の時は、硝酸(1+4) 1 ml加える。</p> <p>2) 試料がアルカリ性の時は、硝酸(1+1)でアワが出なくなるまで加え、硝酸(1+4) 1 ml加える。</p> <p>(4) プルトニウムが3価に還元される。</p> <p>(5) ゆるやかに抽出する。</p> <p>(6) プルトニウムは4価に調整される。</p> <p>(7) ゆるやかに抽出する。</p> <p>(8) 抽出比を1対1とする。</p> <p>(9) 激しく抽出する。</p> <p>(13) Pu量として0.001~0.1 μg/皿</p> <p>(14) 突沸しないように注意して行なう。</p> <p>(15) 15秒間1回行なう。</p> <p>(16) バックグラウンドの測定をあらかじめ行なっておく。</p> <p>(18) 計数効率は、あらかじめ求めておく。</p>

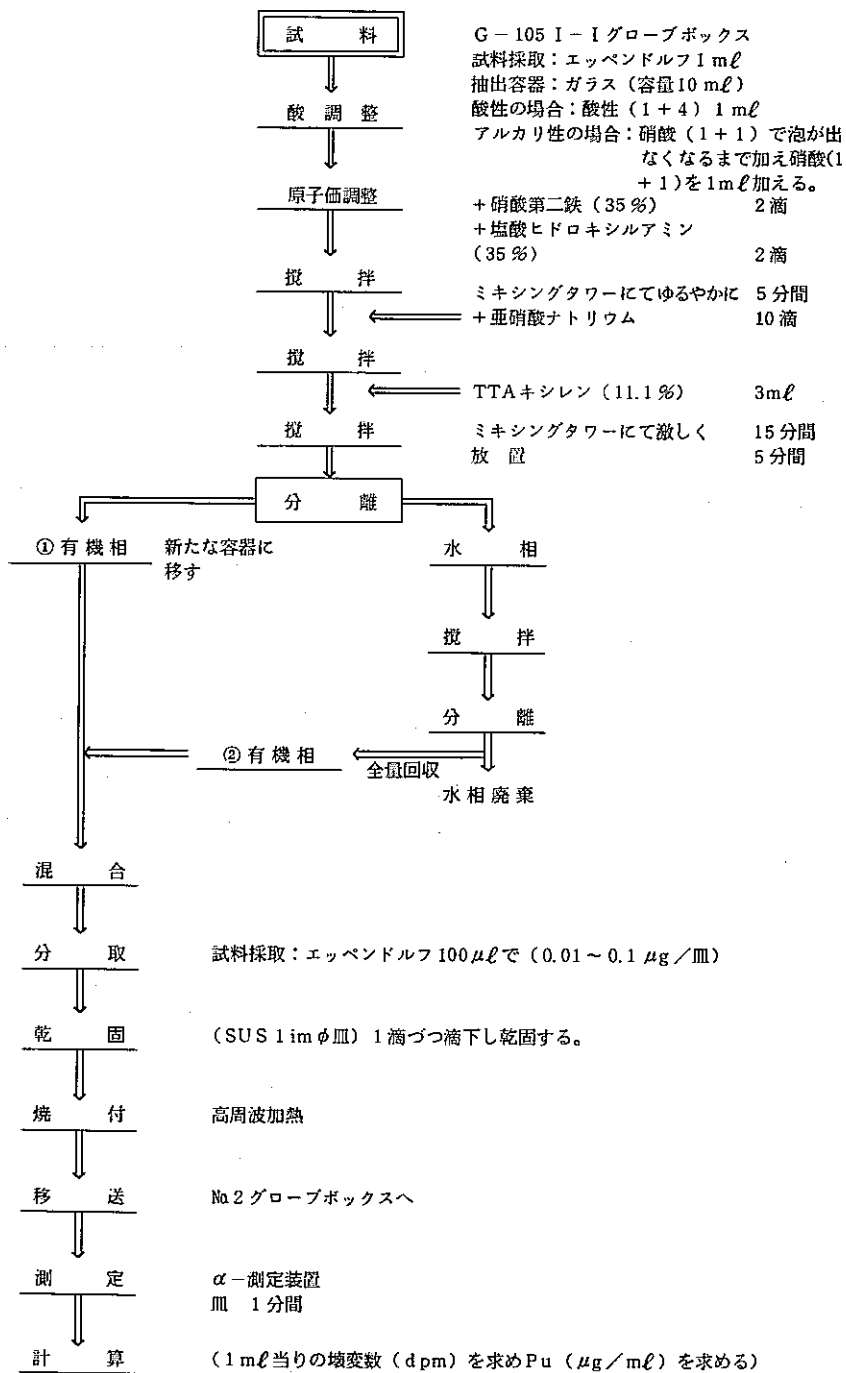
操 作 手 順	備 考
$\times \frac{100}{\text{計数効率 (\%)}}$ <p>(2) 試料 1 ml 当りの壊変数から試料 1 ml 当りのプルトニウム量 (Pu $\mu\text{g}/\text{ml}$) を求める。</p> $\text{プルトニウム } (\mu\text{g}/\text{ml}) = \frac{[1 \text{ ml 当りの壊変数 (dpm/ml)}]}{[\text{比放射能 (dpm}/\mu\text{g})]}$	

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18 を参考にして作成した。
- (2) TTA抽出法は高放射性試料及び α 計測法の場合、妨害する他の金属イオンなどよりプルトニウムを分離するのに有効であり、次のような反応式で示され

$$\text{Pu(IV)(aq)} + 4 \text{HKe(org)} = \text{Pu(Ke)}_4(\text{org}) + 4 \text{H}^+(\text{aq})$$
 TTAはキシレン、又はベンゼンに溶解し使用され、特にプルトニウム(IV)が抽出される。
 最適抽出硝酸濃度は0.5～1.0 NでTTA濃度は0.5 Mが良い。Pu(III)、(VI)の共存で原子価を調整しないで、この分析法を適用するとPuの(III)、(IV)は抽出されず誤差を与えるので原子価の調整を要する。
- (3) Pu(III, IV), Fe(III), Am(III), U(VI), NP(V, VI), Al(III)Naなどは抽出されないが有機相中に機械的に混入してアルファ計測試料調整の際に析出して、自己吸収を起して妨害するので注意を要する。
- (4) Zr(IV), NP(IV), はこの分析法では挙動が一致して妨害する。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.2.1に示す。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法



計算式

$$Pu (dpm/ml) = \frac{[計数値 (cpm) - BG (cpm)]}{[試料採取量 (ml)]} \times \frac{[TTA \cdot Xylene \text{ 採取量} (ml)]}{[有機相分取量 (ml)]} \times \frac{100}{\text{計数効率} (\%)}$$

$$Pu (\mu g/ml) = \frac{[1ml \text{ 当りの壊変数} (dpm/ml)]}{[比放射能 (dpm/\mu g)]}$$

図 3.2.1 分析操作手順フローシート図

微量プルトニウムの分析方法
(TTA抽出-α計測法)

3.2.2 保障措置用収去試料の処理方法

(IAEA及びNSBの収去処理)

1. 要 旨

プルトニウム製品及びプルトニウム製品貯槽中のプルトニウムは保障措置上 IAEA・NSB の査察の対象になっている。

本手順は試料の調整等一連の操作を査察官の立合いの基に行なう作業の詳細をマニュアル化したものである。

輸送上の制限によりプルトニウム量として最大 4 mg までとする。

2. 適用範囲

本法は、プルトニウム製品及びプルトニウム製品貯槽中のプルトニウム溶液の収去処理に適用する。

3. 試薬及び装置

- (1) 硝 酸 (1 + 4) : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照
- (2) バイヤルビン (IAEA 及び NSB 用)
- (3) " 蓋加締器
- (4) ホットプレート
- (5) 試料採取装置 (オーバフロー型ホールピペット)

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
[準備作業]	
(1) ワークシートにバイヤルビン番号を記入する。	(1) バイヤルビン番号 IAEA : 5本 NSB : 3本
(2) ワークシートに試料名等を記入する。	(2) バッチ番号 ユニット番号 伝票番号

操 作 手 順	備 考
<p>(3) ワークシートに試料採取用器具類を記入する。</p> <p>(4) IAEA及びNSB用バイアルビンを投入筒よりグローブボックス内に投入する。</p> <p>(5) ワークシートの記載事項の項目を査察官に確認してもらう。</p> <p>(6) SG処理, K-edge用の空試料ビンにサインを受ける。</p> <p>(7) 試料及びバッチ番号と操作手順(6)でのサイン入の確認を受ける。</p> <p>(8) 試料3本を50ccのポリビンに入れて混合する。</p> <p>(9) 試料をSG処理, K-edge用の試料ビンにそれぞれ小分けする。</p> <p>[試料調整]</p> <p>(10) オーバフロー型ホールピペット(1ml, 2ml)の番号, メスフラスコの番号, IAEA・NSB各バイアルビン番号の確認を受ける。</p> <p>(11) 試料の確認を受ける。</p> <p>(12) 試料をオーバフロー型ホールピペット(2ml)で2ml正確にメスフラスコ(100ml)に採取する。</p> <p>(13) 硝酸(1+4)で正しく標線に合わせて標線の確認を受けて攪拌する。</p> <p>(14) 希釈調整液をオーバフロー型ホールピペット(1ml)で1ml正確にバイアルビンに分取するこの操作を7回繰り返す。</p> <p>(15) 希釈調整液を50μlをバイアルビンに分取する。</p> <p>(16) 分取後ホットプレートで乾固する。</p> <p>(17) 乾固後取り出し30分間放置する。</p> <p>(18) 放冷後バイアルビンにゴム栓をし加締器でフタを加締める。</p>	<p>受入月日</p> <p>(3) 試料採取用オーバフロー型ホールピペット(2ml) メスフラスコ(100ml) 番号及び希釈率 分取用オーバフロー型ホールピペット(1ml)</p> <p>(4) メスフラスコ(100ml)には硝酸(1+4)を8分目入れておく</p> <p>(5) ワークシート以降は査察の対象であり確認を受けてから作業する。</p> <p>試料=3本</p> <p>(11) 操作手順(9)で小分けしたSG処理用試料の確認。</p> <p>(13) 100倍希釈</p> <p>(14) IAEA濃度用: 4本 NSB濃度用: 3本</p> <p>(15) IAEA同位体用: 1本</p> <p>(16) 90℃で約8時間</p>

操 作 手 順	備 考
(19) バイアルピンをグローブボックスよりバックアウトする。 (20) ワークシートを計量担当者に提出する。	(19) 二重シールをして所定の容器に保管する。

5. 解 説

- (1) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.2 に示す。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

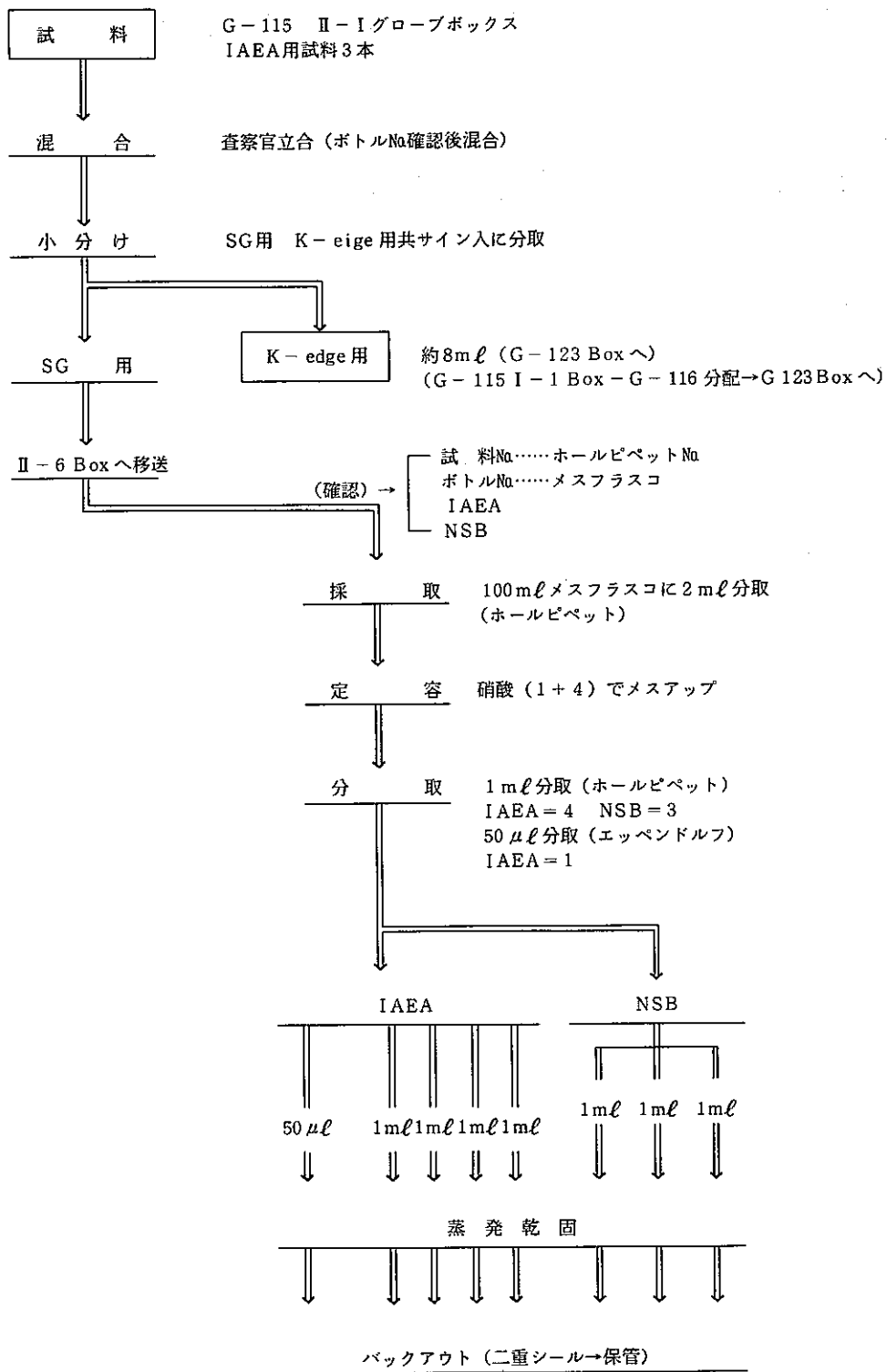


図 3.2.2 分析操作手順フローシート図

保障措置用高濃度プルトニウム溶液中の収去処理方法
(IAEA・NSBの収去試料処理)

3.2.3 高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法

(K-edge デンシトメータ測定法)

1. 要 旨

プルトニウム製品、貯槽中のプルトニウムをK-edge デンシトメータでプルトニウム濃度を測定しプルトニウム量を定量する。

2. 適用範囲

本法はプルトニウム製品、プルトニウム製品貯槽のプルトニウム濃度を測定する。適用範囲はプルトニウム量として50～250 g/lを含む分析に適用できる。

3. 試薬および装置

- (1) K-edge デンシトメータ
- (2) 測定用セル

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>[装置のセットアップ]</p> <p>(1) <input type="button" value="Break"/> キーを押す。</p> <p>(2) <input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> <input type="button" value="RETUTRN"/> キーを押す。 以下の様にプリンター出力される。</p> <pre>RT-11FB (S1V03B-00 .ASS DX1 1 .ASS DX1.12 .ASS DX1 DX .SET TT:MOCR LF .ASS DX1 13 .FR ND660/N:3072.</pre> <p>(3) <input type="button" value="R"/> <input type="button" value="E"/> <input type="button" value="N"/> <input type="button" value="S"/> <input type="button" value="I"/> <input type="button" value="T"/> <input type="button" value="RETUTRN"/> キーを押す。以下の様にプリンター出力される。</p>	<p>(1) 165110 が出るまで <input type="button" value="Break"/> キーを打つ。</p> <p>(2) OS (RT-11) をロードし、周辺機器 (ND660 等) を初期設定する。</p> <p>(3) メモリー上に測定プログラムがロードされる。 <input type="checkbox"/> はスペースキーです。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>INITIALIZATION OF DENSIT PROGRAM</p> <p>READING SY:INITAL.IZE</p> <p>SY:INITAL.IZE WAS WRITTEN 01-SEP-80 14:50:34</p> <p>READING SY:MEASUR.COM</p> <p>SY:MEASUR.COM WAS WRITTEN 24-SEP-80 12:12:21 SPECTRA TAKEN 24-SEP-80 11:44:01</p>	
<p>(4) TYPE OPERATOR ID : <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> <input type="text"/> RETURN</p> <p>キーを押す。</p> <p>1) TYPE DATE IN THE FORM 30/04/79</p> <p><input type="text"/> <input type="text"/> / <input type="text"/> <input type="text"/> / <input type="text"/> <input type="text"/> RETURN キーを押す。</p> <p>2) TYPE TIME IN THE FORM 13:55:01 -></p> <p><input type="text"/> <input type="text"/> : <input type="text"/> <input type="text"/> : <input type="text"/> <input type="text"/> RETURN キーを押す。</p> <p>3) 24-SEP-80 14:28:00 HIT RETURN IF OK, C TO CHANGE -></p> <p>RETURN キーを押す。</p>	<p>(4) 測定者名を入力する。</p> <p>1) 測定日の日/月/年を入力する。</p> <p>2) 測定日の現在の時:分:秒を入力する。</p> <p>3) 測定日, 日, 月, 年及び現在時間に誤りのある時は [C] RETURN キーを押し本操作1)にもどし直す。</p>
<p>(5) DO YOU WISH TO WRITE SPECTRA TO DISK? (Y/N) -></p> <p>[N] RETURN キーを押す。</p>	<p>(5) スペクトルはフロッピーに収録しないので [N] RETURN キーを押す。</p>
<p>(6) PAUSE -- HIT SP1 TO DISPLAY PAGE 1 - THEN HIT RETURN</p> <p>CRTターミナルキーボードの [SPI] を押す。</p>	<p>(6) [SPI] を押すことにより, CRTの画面が変わる。</p>
<p>(7) WHEN BG FLASHES, HIT SP1 UNTIL BG DISAPPEARS</p> <p>CRTターミナルキーボードの [SPI] を押す。</p> <p>以下の様にプリンターに出力される。</p> <p>INTENSIFYING REGIONS OF INTEREST</p> <p>POSITIONING WHEEL AT BLANK</p>	<p>(7) CRT上でBGが点滅していたらBGが消えるまで [SPI] を押す。</p>
<p>(8)</p> <p>A - ASSAY M - HELP I - ISOTOPICS CHECK R - MEASUREMENT CONTROL O - OPERATOR CHANGE T - TIME AND DATE VERIFICATION W - TURN ON/OFF WRITING OF SPECTRA TO DISK U - AUTOCYCLE X - EXIT FROM PROGRAM</p> <p>24-SEP-80 12:13:01</p>	<p>(8) 測定メニュー</p> <p>A=試料(Tatoilも含む)測定 M=バックグラウンドの測定 W=フロッピーの書き込みON/OFF X=プログラムを終了させる</p>
<p>(9) ENTER OPTION -></p> <p>[W] RETURN キーを押す。</p> <p>以下の様にプリンターに出力される。</p>	<p>(9)</p> <p>1) バックグラウンドの測定の前に, フロッピードライブを「書き込み」の状態にする。</p>

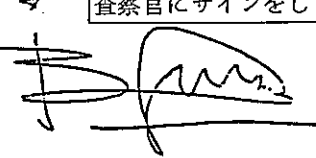
操 作 手 順	備 考
<p style="text-align: center;">DXI : DWO : DWI CURRENTLY WRITTEN : NO NO NO</p> <p>1) DO YOU WISH TO CHANGE THE A BOYE ? (Y/N) <input type="checkbox"/> Y <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>2) WRITE DATA TO DXI : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> Y <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>3) WRITE DATA TO DWO : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> Y <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>4) WRITE DATA TO DWI : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(10) PAUSE -- INSERT DATA DISK(S) -- THEN HIT RETURN <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(11) DATE CHANGE REQUIRES MEASUREMENT CONTROL BEFORE FURTHER ASSAYS DO YOU WISH TO DO IT NOW? (Y/N) <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(12) ENTER OPTION -> <input type="checkbox"/> M <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(13) PLEASE CHECK TIME... 22 - FEB - 86. 08 : 11 : 44 HIT RETURN IF. OK. C TO CHANGE -> <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(14) PART 1: STRAIGHT-THROUGH MEASUREMENTS WILL ISOTOPICS BE DONE TODAY? (Y/N) -> <input type="checkbox"/> Y <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(15) PAUSE -- REMOVE ANY SAMPLE - THEN HIT RETURN <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p>	<p>2) 本操作 4) は現在使用していないので <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(10) イニシャライズ済のフロッピーをセッ トシフタを閉めて確認してから <input type="checkbox"/> RET- URN キーを押す。</p> <p>(12) <input type="checkbox"/> M はバックグラウンド測定の実施 1) 日時に誤りがある時には、<input type="checkbox"/> C <input type="checkbox"/> RE- TURN キーを押して変更する。</p> <p>(14) 精度の良いメジャーメント、コントロ- ルを実施する。</p> <p>(15) サンプルが無い事を確認し、<input type="checkbox"/> RETU- RN キーを押す。 〔測定時間は、約1時間30分〕 バックグラウンド測定結果は、解説 5.(6)に示 す。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>[装置の正常確認]</p> <p>(16) ENTER OPTION-> <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。 以下の様にプリンター出力される。 <div style="text-align: center;">DXI : DWO DWI</div> CURRENTLY WRITTEN : YES YES NO 1) DO YOU WISH TO CHANGE THE ABOVE? (Y/N) <input type="checkbox"/> Y RETURN キーを押す。 2) WRITE DATA TO DXI : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> N RETURN キーを押す。 3) WRITE DATA TO DWO : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> N RETURN キーを押す。 4) WRITE DATA TO DWI : ? (Y/N) <input type="checkbox"/> N RETURN キーを押す。</p> <p>(17) ENTER OPTION <input type="checkbox"/> A RETURN キーを押す。</p> <p>(18) ASSAY TYPE SAMPLE ID -> <input type="checkbox"/> T <input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> U <input type="checkbox"/> F <input type="checkbox"/> O <input type="checkbox"/> I <input type="checkbox"/> L <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(19) TYPE COUNTING TIME (SECONDS) FOR SE -> <input type="checkbox"/> 3 <input type="checkbox"/> 0 <input type="checkbox"/> 0 RETURN キーを押す。</p> <p>(20) TYPE COUNTING TIME (SECONDS) FOR CO -> <input type="checkbox"/> 3 <input type="checkbox"/> 0 <input type="checkbox"/> 0 RETURN キーを押す。</p> <p>(21) DO YOU WANT ISOTOPICS? (Y/N) -> <input type="checkbox"/> N RETURN キーを押す。</p> <p>(22) PUT SAMPLE IN WELL ... PAUSE -- CHECK ORIENTATION OF SAMPLE - THEN HIT RETURN <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p>	<p><input type="checkbox"/> <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> はTa Foilの組合せはPu 製品予想濃度をもとに組み合わせる。 Pu濃度... 230 g/l以下7と20 " ... 230 g/l以上0と15</p> <p>(19) ⁷⁵Seの測定時間</p> <p>(20) ⁵⁷Coの測定時間</p> <p>(21) 同位体は測定していないので <input type="checkbox"/> N <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p> <p>(22) 予想濃度により、7の時は挿入口から差し込み <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。 0の時は、そのまま <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>STABILIZING ON CHANNELS 3893 : 74650 AND 1157 (2205) POSITIONING WHEEL AT SE TEMPERATURES : ROOM : 23 C NIMBIN : 88 C LST / 11 : 36 C TAKING DATA - 300 SECONDS</p>	<p>測定が開始されたら、線源回転モーターの スイッチを "MANUAL" に切り替える。</p>
<p>⊕ LIYE TIME : 300 CLOCK TIME : 367 ※ スイッチは引いて下げる。 TEMPERATURES : ROOM : 23 C NIMBIN : 61 C LSI / 11 : 37 C</p>	
<p>PRINT-OUT FROM SE RUN</p>	
<p>CD PEAK 1 ENERGY = 88.0 AREA = 101275.9 SIGMA = 394, FRACT SIGMA = 0.30 % SE PEAK 3 ENERGY = 121.1 AREA = 76350.1 SIGMA = 307, FRACT SIGMA = 0.40 % SE PEAK 4 ENERGY = 136.0 AREA = 274366.6 SIGMA = 552, FRACT SIGMA = 0.20 % SE PEAK 5 ENERGY = 279.5 AREA = 50393.8 SIGMA = 231, FRACT SIGMA = 0.46 %</p>	
<p>STABILIZING ON CHANNELS 1851 (3473) AND 1157 (2205) POSITIONING WHEEL AT SE</p>	<p>これが打ち出されたら、Ta Foil (15番 or 20番) を差し替えて、 線源回転モーターのスイッチを "COMPUTE" に戻す。</p>
<p>TEMPERATURES : ROOM : 23 C NIMBIN 71 C LSI / LL : 36 C TAKING DATA - 300 SECONDS LIYE TIME : 300 CLOCK TIME : 332 TEMPERATURES : ROOM : 23 C NIMBIN : 94 C LSI / LL : 40 C</p>	
<p>PRINT-OUT FROM CO RUN</p>	

操 作 手 順	備 考
<pre> CC PEAK 2 ENERGY= 122.1 TRANSMISSION= 0.12280E+00 SE PEAK 3 ENERGY= 121.1 TRANSMISSION= 0.49023E+00 SE PEAK 4 ENERGY= 134.0 TRANSMISSION= 0.58506E+00 SE PEAK 5 ENERGY= 279.5 TRANSMISSION= 0.89506E+00 </pre>	<pre> TRANS SIGMA= 0.39351E-02 TRANS SIGMA= 0.56871E-02 TRANS SIGMA= 0.42431E-02 TRANS SIGMA= 0.64605E-02 </pre>
<p>PU DENSITY IN GM/LITRE = 0.20253E+03</p>	<p>+/- 0.10118E+01</p>
<p>*****</p>	
<pre> SAMPLE ID: TA FOIL7/20 DATE: 22-AUG-85 OPERATOR ID: KATSUYAMA TIME: 09:36:54 </pre>	
<pre> PU DENSITY IN GM/LITRE = 202.526 ABSOLUTE SIGMA = 1.012 FRACTIONAL SIGMA = 0.500 % </pre>	
<p>*****</p>	
<p>(23) POSITIONING WHEEL AT BLANK FALSE -- REMOVE SAMPLE - THEN HIT RETURN</p> <p><input type="text" value="RETURN"/> キーを押す 22-AUG-85 09:57:30</p> <p>ENTER OPTION -></p>	<p>(23) 測定が終了したら挿入口よりサンプルを取り出して <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。 IAEA用TA. FOILを測定する時は操作手順(20)~(23)を繰り返し操作する。</p>
<p>(試料の測定)</p> <p>(24) ENTER OPTION --></p> <p><input type="text" value="W"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。 以下の様にプリンターに出力される。</p> <p style="text-align: center;">DX1 : DWO DWI :</p> <p>CURRENTLY WRITTEN : YES YES NO</p> <p>1) DO YOU WISH TO CHANGE THE ABOVE? (Y/N)</p> <p><input type="text" value="Y"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>2) WRITE DATA TO DXI : ? (Y/N)</p> <p><input type="text" value="Y"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>3) WRITE DATA TO DWO : ? (Y/N)</p> <p><input type="text" value="Y"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>4) WRITE DATA TO DWI : ? (Y/N)</p> <p><input type="text" value="N"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p>	<p>(24)</p> <p>1) 試料を測定する前にフロッピードライブを「書き込み」の状態にする。 2) 本操作4)は現在使用していないので <input type="text" value="N"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p>
<p>(25) PAUSE...INSERT DATA DISK(S)- THEN HIT RETURN</p>	<p>(25) フロッピーは既に入っているので <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p>

操 作 手 順	備 考																																																
<p><input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(26) TYPE SAMPLE ID -> <input type="text" value="P"/><input type="text" value="U"/><input type="text" value="A"/><input type="text" value=""/><input type="text" value=""/><input type="text" value=""/><input type="text" value=""/><input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(27) TYPE COUNTING TIME (SECONDS) FOR SE -> <input type="text" value="3"/><input type="text" value="0"/><input type="text" value="0"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(28) TYPE COUNTING TIME (SECONDS) FOR CO -> <input type="text" value="3"/><input type="text" value="0"/><input type="text" value="0"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(29) DO YOU WANT ISOTOPIES? (Y/N) -> <input type="text" value="N"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(30) PUT SAMPLE IN WELL ... PAUSE -- CHECK ORIENTATION OF SAMPLE - THEN HIT RETURN</p> <p><input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p>	<p>(26) 試料番号を入力する。</p> <p>(27) ⁷⁵Se の測定時間</p> <p>(28) ⁵⁷Co の測定時間</p> <p>(29) 同位体は測定していないので <input type="text" value="N"/> <input type="text" value="RE-"/> <input type="text" value="TURN"/> キーを押す。</p> <p>(30) 1) 実サンプルセット方法は解説5(3)を参照 2) 査察官に試料の確認を受け、測定用ブーツにセットし <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p>																																																
<p>[データ処理]</p> <p>STABILIZING ON CHANNELS 3893 (7485) AND 1157 (2205) POSITIONING WHEEL AT SE TEMPERATURES: ROOM : 26 C NIMBIN: 27 C LSI/11: 27 C TAKING DATA - 300 SECONDS LIVE TIME: 300 CLOCK TIME: 352 PRINT-OUT FROM SE RUN</p> <table border="0"> <tr> <td>CD PEAK 1 ENERGY=</td> <td>88.0</td> <td>AREA=</td> <td>184672.4</td> <td>SIGMA=</td> <td>460.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.25 %</td> </tr> <tr> <td>SE PEAK 3 ENERGY=</td> <td>121.1</td> <td>AREA=</td> <td>63125.7</td> <td>SIGMA=</td> <td>288.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.46 %</td> </tr> <tr> <td>SE PEAK 4 ENERGY=</td> <td>136.0</td> <td>AREA=</td> <td>124130.1</td> <td>SIGMA=</td> <td>382.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.31 %</td> </tr> <tr> <td>SE PEAK 5 ENERGY=</td> <td>279.5</td> <td>AREA=</td> <td>43474.0</td> <td>SIGMA=</td> <td>214.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.49 %</td> </tr> </table> <p>WRITING DX1:PUA175.01S SE SPECTRUM WRITTEN TO DX1:PUA175.01S 13-DEC-83 17:27:31 WRITING DWO:PUA175.01S SE SPECTRUM WRITTEN TO DWO:PUA175.01S 13-DEC-83 17:27:31 STABILIZING ON CHANNELS 1851 (3473) AND 1157 (2205) POSITIONING WHEEL AT CO TEMPERATURES: ROOM : 26 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 27 C TAKING DATA - 300 SECONDS LIVE TIME: 300 CLOCK TIME: 340 TEMPERATURES: ROOM : 26 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 27 C PRINT-OUT FROM CO RUN</p> <table border="0"> <tr> <td>CD PEAK 1 ENERGY=</td> <td>88.0</td> <td>AREA=</td> <td>197850.4</td> <td>SIGMA=</td> <td>465.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.24 %</td> </tr> <tr> <td>CO PEAK 2 ENERGY=</td> <td>122.1</td> <td>AREA=</td> <td>246250.9</td> <td>SIGMA=</td> <td>511.</td> <td>FRACT SIGMA=</td> <td>0.21 %</td> </tr> </table>		CD PEAK 1 ENERGY=	88.0	AREA=	184672.4	SIGMA=	460.	FRACT SIGMA=	0.25 %	SE PEAK 3 ENERGY=	121.1	AREA=	63125.7	SIGMA=	288.	FRACT SIGMA=	0.46 %	SE PEAK 4 ENERGY=	136.0	AREA=	124130.1	SIGMA=	382.	FRACT SIGMA=	0.31 %	SE PEAK 5 ENERGY=	279.5	AREA=	43474.0	SIGMA=	214.	FRACT SIGMA=	0.49 %	CD PEAK 1 ENERGY=	88.0	AREA=	197850.4	SIGMA=	465.	FRACT SIGMA=	0.24 %	CO PEAK 2 ENERGY=	122.1	AREA=	246250.9	SIGMA=	511.	FRACT SIGMA=	0.21 %
CD PEAK 1 ENERGY=	88.0	AREA=	184672.4	SIGMA=	460.	FRACT SIGMA=	0.25 %																																										
SE PEAK 3 ENERGY=	121.1	AREA=	63125.7	SIGMA=	288.	FRACT SIGMA=	0.46 %																																										
SE PEAK 4 ENERGY=	136.0	AREA=	124130.1	SIGMA=	382.	FRACT SIGMA=	0.31 %																																										
SE PEAK 5 ENERGY=	279.5	AREA=	43474.0	SIGMA=	214.	FRACT SIGMA=	0.49 %																																										
CD PEAK 1 ENERGY=	88.0	AREA=	197850.4	SIGMA=	465.	FRACT SIGMA=	0.24 %																																										
CO PEAK 2 ENERGY=	122.1	AREA=	246250.9	SIGMA=	511.	FRACT SIGMA=	0.21 %																																										

操 作 手 順	備 考
CO PEAK 2 ENERGY= 122.1 TRANSMISSION= 0.19495E+00 SE PEAK 3 ENERGY= 121.1 TRANSMISSION= 0.44006E+00 SE PEAK 4 ENERGY= 136.0 TRANSMISSION= 0.26003E+00 SE PEAK 5 ENERGY= 279.5 TRANSMISSION= 0.58685E+00 PU DENSITY IN GM/LITRE = 0.11919E+03 +/- 0.10120E+01 WRITING DX1:PUA175.01C CO SPECTRUM WRITTEN TO DX1:PUA175.01C 13-DEC-83 17:37:37 WRITING DW0:PUA175.01C CO SPECTRUM WRITTEN TO DW0:PUA175.01C 13-DEC-83 17:37:37 ***** SAMPLE ID: PUA175 DATE: 13-DEC-83 OPERATOR ID: K.KURAKATA TIME: 17:37:37 FILE: PUA175.01 PU DENSITY IN GM/LITRE = 119.191 ABSOLUTE SIGMA = 1.012 FRACTIONAL SIGMA = 0.849 % *****	TRANS SIGMA= 0.37991E-02 TRANS SIGMA= 0.57807E-02 TRANS SIGMA= 0.43922E-02 TRANS SIGMA= 0.62258E-02 結果が打ち出されたら 査察官にサインをしてもらう。 
(31) 操作手順(24)~(30)までの操作を3回繰り返す。 (32) POSITTONING WHEELAT BLANK PAUSE...REMOYE SAMPLE - THEN HIT RETURN RETURN キーを押す。 ENTER OPTION -> <input checked="" type="checkbox"/> RETURN キーを押す。	(31) 気泡の有無の確認及び気泡の除去の方法は解説5(4)参照 (32) 1) 試料を測定用ブーツより取り出し RETURN キーを押す。 2) プログラムを終了させるために <input checked="" type="checkbox"/> RETURN を押す。 3) フロッピー内容を打ち出す方法は、 解説5(5)参照

5. 解 説

- (1) 本法はN852 - 81 - 63を参考に作成した。
- (2) K-エッジデンストメータは、プルトニウム (Pu) 溶液 (10 ml) に2種類の r 線を透過させる。2種の r 線について、Pu 溶液の入っていない時に対する溶液の入った時の透過率(T)を求める。Pu 濃度は、この2種の透過率の比 (T₂/T₁) と次の関係式から求める。

$$\rho_{\text{Pu}} = \frac{1}{\Delta \mu x} \ln \left(\frac{T_2}{T_1} \right)$$

ただし、 x = 試料の厚さ

$\Delta \mu$ = 試料の質量吸収係数の差、 $\mu(122) - \mu(121)$

r 線源は、Se-75、Co-57を用い、測定には、Pu-K-エッジ(Pu-K-吸収端：121.8 KeV)をはさむ r 線：121.1 KeV(Se-75)と122.1 KeV(Co-57)を使用する。測定の定数($\Delta \mu x$)は、既知のPu濃度試料を用いてK-エッジ両側の透過率比： $T_2(\text{Co-57}) / T_1(\text{Se-75})$ を計算し上の式より求める。

この方法は、非破壊測定で迅速分析が出来る。 r 線は、高純度Ge検出器で検出し、データ解析をマイクロコンピュータで行う。さらにこの装置は、Pu同位体比を測定・解析出来る機構になっている。しかしAm-241の多い試料は、解析は出来ない。

(3) 実サンプルのセット方法

- 1) 査察官のサイン入りサンプルを査察官に確認してもらう。

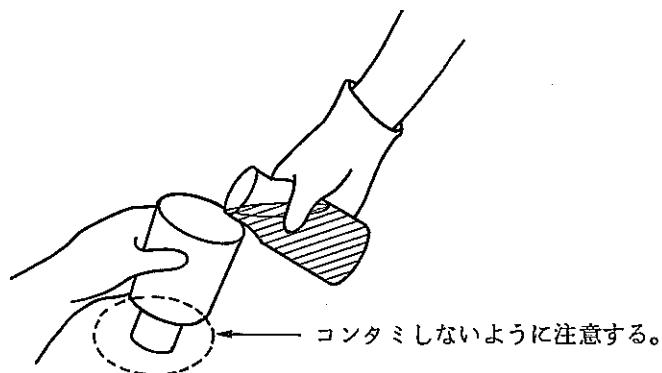
(左右とも保護手をつけて行う)

- 2) 試料ビンのフタを開けて、倒れないように置く。

- 3) 左手の保護手をはずす。

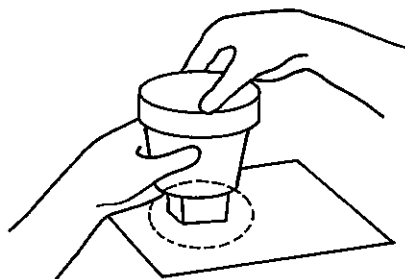
(左手のグローブは極力汚さないようにする)

- 4) 左手に測定セルを持ち、下図のようにして試料を移す。



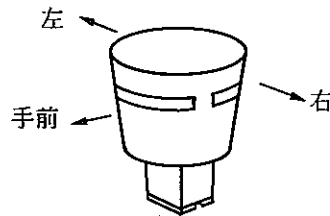
- 5) 測定セルをキレイな所に置き、右手の保護手もはずす。

- 6) 測定セルにフタをする。(下図参照)



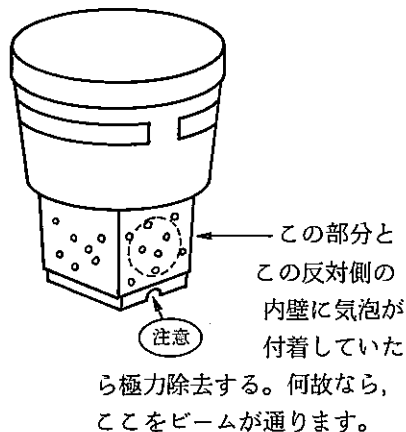
この部分にさわらない様に

- 7) K-edge 測定ブーツのフタを開ける。
8) 測定セルの内壁に気泡が発生していないことを確認して、ブーツにセットする。
(セットの方向は下図参照)



(4) 気泡の有無の確認及び気泡の除去

- 1) 左手で測定セルをブーツから取り出す。
(この時、保護手はつけない)
2) 気泡が測定セルの内壁に付着していないかどうかを見る。付着していなければ、査察官に確認してもらい、ブーツにセットする。(気泡下図参照)



- 3) フタに試料が付着しないように注意しながら、攪拌したり、傾けたりして気泡を除去する。
(ビーム通過位置)
4) 気泡が取り除けたら、査察官に確認してもらいブーツにセットする。
(5) フロッピーの内容を打ち出す方法

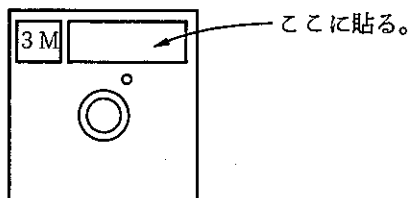
キーボードより、`D I R □ D X 1 □` `RETUTRN` と入力する。

命令 ス ドライブ名
 ペ
 ー
 ス

この命令により、DX1 : にはいっているフロッピー内容が打ち出される。

同様に、`D I R □ D W Q □` `RETUTRN` と入力する。

DWO: に入っているフロッピーの内容が打ち出される。
上で打ち出されたフロッピーの内容は後で切り取ってフロッピーに貼る。
(下図参照)



PART 1: STRAIGHT-THROUGH MEASUREMENTS

```

WILL ISOTOPICS BE DONE TODAY? (Y/N) ->
PAUSE -> REMOVE ANY SAMPLE - THEN HIT RETURN ->

STABILIZING ON CHANNELS 3893 ( 7465) AND 1157 ( 2205)
POSITIONING WHEEL AT BLANK
TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 29 C
PRESET TOTAL = 400000. COUNTS IN PEAK 1
TAKING DATA - 1500 SECONDS
LIVE TIME: 376 CLOCK TIME: 403

TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 29 C
    
```

BK SPECTRUM WRITTEN TO DX1:MC24SE.01B 24-SEP-80 11:41:38

PRINT-OUT FROM BK RUN

CD PEAK	1	ENERGY=	88.0	AREA=	389833.7	SIGMA=	643.	FRACT	SIGMA=	0.16	X
BK PEAK 2	ENERGY=	122.1	AREA=	21.2	SIGMA=	35.	FRACT	SIGMA=	134.01	X	
BK PEAK 3	ENERGY=	121.1	AREA=	22.1	SIGMA=	27.	FRACT	SIGMA=	120.19	X	
BK PEAK 4	ENERGY=	136.0	AREA=	-14.0	SIGMA=	25.	FRACT	SIGMA=	-175.52	X	
BK PEAK 5	ENERGY=	279.5	AREA=	-2.9	SIGMA=	7.	FRACT	SIGMA=	-242.64	X	
BK PEAK 6	ENERGY=	38.7	AREA=	-3.5	SIGMA=	80.	FRACT	SIGMA=	-2275.92	X	
BK PEAK 7	ENERGY=	43.5	AREA=	-19.5	SIGMA=	78.	FRACT	SIGMA=	-401.64	X	
BK PEAK 8	ENERGY=	45.2	AREA=	8.3	SIGMA=	84.	FRACT	SIGMA=	1030.75	X	
BK PEAK 9	ENERGY=	51.6	AREA=	14.2	SIGMA=	89.	FRACT	SIGMA=	627.01	X	
BK PEAK 10	ENERGY=	129.3	AREA=	-36.0	SIGMA=	29.	FRACT	SIGMA=	-79.10	X	
BK PEAK 11	ENERGY=	148.6	AREA=	-2.2	SIGMA=	24.	FRACT	SIGMA=	-1079.00	X	
BK PEAK 12	ENERGY=	152.7	AREA=	20.8	SIGMA=	21.	FRACT	SIGMA=	98.80	X	

```

STABILIZING ON CHANNELS 3893 ( 7465) AND 1157 ( 2205)
POSITIONING WHEEL AT SE
TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 29 C
PRESET TOTAL = 400000. COUNTS IN PEAK 3
TAKING DATA - 1500 SECONDS
LIVE TIME: 594 CLOCK TIME: 828

TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 29 C LSI/11: 29 C
    
```

SE SPECTRUM WRITTEN TO DX1:MC24SE.01S 24-SEP-80 11:58:59

```

88. KEV PEAK ---- FWHM (KEV) = 0.515
MEASURED CENTROID CHANNEL = 1157.4510 EXPECTED = 1157.5000

280. KEV PEAK ---- FWHM (KEV) = 0.802
MEASURED CENTROID CHANNEL = 3893.5071 EXPECTED = 3893.5000
    
```

PRINT-OUT FROM SE RUN

CD PEAK	1	ENERGY=	88.0	AREA=	389833.7	SIGMA=	647.	FRACT	SIGMA=	0.19	X
SE PEAK 2	ENERGY=	121.1	AREA=	364374.7	SIGMA=	677.	FRACT	SIGMA=	0.19	X	
SE PEAK 4	ENERGY=	136.0	AREA=	1183667.9	SIGMA=	1139.	FRACT	SIGMA=	0.10	X	
SE PEAK 5	ENERGY=	279.5	AREA=	173271.7	SIGMA=	426.	FRACT	SIGMA=	0.25	X	

ORIGINAL SE 121/136 EFFICIENCY RATIO = 1.0577
PRESENT SE 121/136 EFFICIENCY RATIO = 1.0564
THE ABOVE AGREE SUFFICIENTLY

OK TO DO ISOTOPICS

STABILIZING ON CHANNELS 1851 (3473) AND 1157 (2205)

POSITIONING WHEEL AT CO

TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 29 C

PRESET TOTAL = 1800000. COUNTS IN PEAK 2

TAKING DATA - 1500 SECONDS

LIVE TIME: 361 CLOCK TIME: 480

TEMPERATURES: ROOM : 24 C NIMBIN: 28 C LSI/11: 30 C

CO SPECTRUM WRITTEN TO DX1:MC24SE.01C 24-SEP-80 12:10:17

88. KEV PEAK — FWHM (KEV) = 0.508
MEASURED CENTROID CHANNEL = 1157.4373 EXPECTED = 1157.5000122. KEV PEAK — FWHM (KEV) = 0.539
MEASURED CENTROID CHANNEL = 1645.0791 EXPECTED = 1645.1801

PRINT-OUT FROM CO RUN

CO PEAK 1 ENERGY= 88.0 AREA= 265358.8 SIGMA= 566. FRACT SIGMA= 0.21 X
CO PEAK 2 ENERGY= 122.1 AREA= 1785592.8 SIGMA= 1355. FRACT SIGMA= 0.08 X

POSITIONING WHEEL AT BLANK

PART 2: DENSITOMETRY CHECK

OK TO DO DENSITOMETRY

WRITING SY:MEASUR.CON

SY:MEASUR.CON WRITTEN 24-SEP-80 12:12:21
SPECTRA DATED 24-SEP-80 11:44:01

POSITIONING WHEEL AT BLANK

24-SEP-80 12:13:01

ENTER OPTION

(6) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.3 に示す。

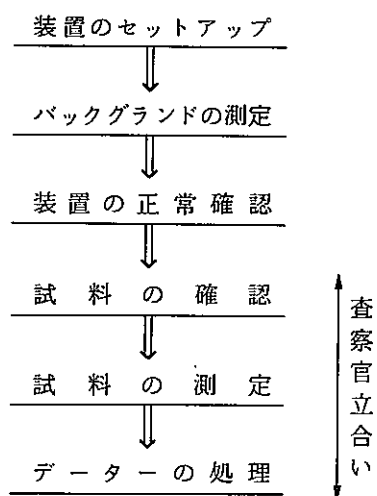


図 3.2.3 高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法のフローシート図

K-edge デンシトメータ測定法

3.2.4 高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法

〔電位規制クーロメトリー法〕

1. 要 旨

プルトニウム製品及びプルトニウム製品貯槽の試料を、自動電位規制クーロメトリー装置により定電位電解を行い、電極上でおこる酸化・還元反応に生じた電気量の積分値により硝酸プルトニウム量を分析する。

2. 適用範囲

本法は、プルトニウム製品及びプルトニウム製品貯槽溶液中など高濃度プルトニウムの分析に適用する。適用範囲はプルトニウム量として、5 mg～30 mg を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|------------------------------|-----------------------|
| (1) スルファミン酸 | : 試薬特級 |
| (2) 塩化カリウム (1 + 13) | : 一般試薬の調整方法 2.1. 4 参照 |
| (3) 硝酸 (1 + 4) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) 硫酸 (1 + 26) | : 一般試薬の調整方法 2.1.15 参照 |
| (5) 窒素ガス | |
| (6) 自動クーロメトリー装置用ビーカー | |
| (7) 検定済メスフラスコ | |
| (8) 自動電位規制クーロメトリー装置 | |
| (9) 試料採取装置 (オーバーフロー型ホールピペット) | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料を 2 ml 正確に検定済メスフラスコ (50ml) に採取する。	(1) 1) 検定済メスフラスコ $n = 2(A \cdot B)$ とする。 2) 検定済オーバーフロー型ホールピペット

操 作 手 順	備 考
<p>(2) 硝酸 (1 + 4) で定容する。</p> <p>(3) 希釈液から 2 ml を正確に自動クロマトリー装置用ビーカーに分取する。</p> <p>[装置のセットアップ]</p> <p>(4) * SET DATA FLOPPY TO FDD 2 ! (OK=SET) <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(5) / FDD HOKORI AREA = 80 * START OK (if ok then Y) ? Y データエリアが測定個数より多い場合は <input type="text" value="Y"/> <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。</p> <p>(6) 次の画面が表示される。</p> <p style="text-align: center;"><< クロマトリー作業の画面 >></p> <p style="margin-left: 20px;">1 ヌトウ ヲツテ 2 ヌトウ ヲツテ 3 テ-ヲ ヲツテ 4 テ-ヲ アツ 5 カリ アツヒ 6 オツ</p> <p style="margin-left: 20px;">FLニ スルカ(1-6)?</p> <p>1) クロマトリー作業選択番号を入力する。 1 <input type="text" value="RETURN"/> キーを押す。 次の画面が表示される。</p>	<p>ト (2 ml) を使用</p> <p>(3) プルトニウム量で 5 mg ~ 30 mg に調整する。</p> <p>1) ビーカー n = 2 (A・B) とする。 2) 鉄等の不純物の混入を防ぐため、分取後ビーカーにシーロンフィルムを張る。</p> <p>(4) FDD 2 にデータディスクを挿入する。</p> <p>(5) データエリアが測定個数より少ない場合は <input type="text" value="Y"/> 以外のキーを入力する。この場合操作手順(4)に戻り、必要があれば、データディスクを交換する。</p>

操 作 手 順	備 考																																																																																				
<p>[バックグラウンド測定]</p> <p>(7) << CONDITION INPUT >> 85/08/22</p> <p>* PORT NO(1, 2, 3=(1+2))= 3</p> <p>* KENTAI SUU (1-12) = 12</p> <p>/ KENTAI CODE(0= blank, 1xxxx= Pu sample, 2xxxx= standard Pu)</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">T.NO</th> <th style="text-align: left;">K.NO</th> <th style="text-align: left;">Pu(mg)</th> <th style="text-align: left;">T.NO</th> <th style="text-align: left;">K.NO</th> <th style="text-align: left;">Pu(mg)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>0</td> <td></td> <td>7</td> <td>0</td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>10001</td> <td></td> <td>8</td> <td>10005</td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>10002</td> <td></td> <td>9</td> <td>10006</td> <td></td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>10003</td> <td></td> <td>10</td> <td>10007</td> <td></td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>10004</td> <td></td> <td>11</td> <td>10008</td> <td></td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>20001</td> <td>11.1</td> <td>12</td> <td>20002</td> <td>12.2</td> </tr> </tbody> </table> <p>* MODEL 173 OK(CH=A-EXT, REM/LOC=REM, POT.A=xxx, POT.B=xxx) ?</p> <p>* MODEL 179 OK(CUR.RANGE = 100 mA) ?</p> <p>* DVM T6855 OK(M.SEL=CV, S.HOLD front=ON, S.HOLD rear=ON) ?</p> <p>* DVM T6841 OK(V=ON, AC+DC=ON, S.HOLD=ON) ?</p> <p>1) PORT NO(1, 2, 3=(1+2))= 3 測定位置を選択し、入力する。</p> <p>2) KENTAI SUU(1-12)= 12 試料数(検体数)を入力する。</p> <p>3) / KENTAI CODE(0=blank, 1xxxx=Pu sample, 2xxxx= standard Pu)</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">T. NO</th> <th style="text-align: left;">K. NO</th> <th style="text-align: left;">Pu(mg)</th> <th style="text-align: left;">T.NO</th> <th style="text-align: left;">K.NO</th> <th style="text-align: left;">Pu(mg)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>0</td> <td></td> <td>7</td> <td>0</td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>10001</td> <td></td> <td>8</td> <td>10005</td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>10002</td> <td></td> <td>9</td> <td>10006</td> <td></td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>10003</td> <td></td> <td>10</td> <td>10007</td> <td></td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>10004</td> <td></td> <td>11</td> <td>10008</td> <td></td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>20001</td> <td>11.1</td> <td>12</td> <td>20002</td> <td>12.2</td> </tr> </tbody> </table> <p>それぞれのテーブルナンバー(T. NO)に対応した試料番号(K. NO)と標準試料の場合は、標準試料のプルトニウム採取量を入力する。</p> <p>4) *MODEL 173 OK(CH=A-EXT, REM/LOC=REM, POT.A=xxx, POT.B=xxx) ?</p> <p>*MODEL 179 OK(CUR, RANGE=100 mA) ?</p> <p>*DVM T6855 OK(M. DGV, S.HOLD front=ON, S.HOLD rear = ON) ?</p>	T.NO	K.NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)	1	0		7	0		2	10001		8	10005		3	10002		9	10006		4	10003		10	10007		5	10004		11	10008		6	20001	11.1	12	20002	12.2	T. NO	K. NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)	1	0		7	0		2	10001		8	10005		3	10002		9	10006		4	10003		10	10007		5	10004		11	10008		6	20001	11.1	12	20002	12.2	<p>(7)</p> <p>1) 条件設定</p> <p>2) 試料数は最大12試料までできる。</p>
T.NO	K.NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)																																																																																
1	0		7	0																																																																																	
2	10001		8	10005																																																																																	
3	10002		9	10006																																																																																	
4	10003		10	10007																																																																																	
5	10004		11	10008																																																																																	
6	20001	11.1	12	20002	12.2																																																																																
T. NO	K. NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)																																																																																
1	0		7	0																																																																																	
2	10001		8	10005																																																																																	
3	10002		9	10006																																																																																	
4	10003		10	10007																																																																																	
5	10004		11	10008																																																																																	
6	20001	11.1	12	20002	12.2																																																																																

操 作 手 順	備 考																																										
<p>*DVM T6841 OK (V=ON, AC+DC=ON, S. HOLD = ON) ?</p> <p>1) クーロメータデジタルボルトメータのスイッチ類 (MODEL, DVM) が正常な位置にあるかを確認し、それぞれ RETURN キーを押す。</p> <p>(8) << CONDITION INPUT >> 85/03/22</p> <p>* PORT NO(1, 2, 3=(1+2)) = 3</p> <p>* KENTAI SUJ (1-12) = 12</p> <p>/ KENTAI CODE(0= blank, 1xxxx= Pu sample, 2xxxx= standard Pu)</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>T.NO</th> <th>K.NO</th> <th>Pu(mg)</th> <th>T.NO</th> <th>K.NO</th> <th>Pu(mg)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>0</td> <td></td> <td>7</td> <td>0</td> <td></td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>10001</td> <td></td> <td>8</td> <td>10005</td> <td></td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>10002</td> <td></td> <td>9</td> <td>10006</td> <td></td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>10003</td> <td></td> <td>10</td> <td>10007</td> <td></td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>10004</td> <td></td> <td>11</td> <td>10008</td> <td></td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>20001</td> <td>11.1</td> <td>12</td> <td>20002</td> <td>12.2</td> </tr> </tbody> </table> <p>* MODEL 173 OK(CI=A-EXT, REM/LOC=REM, POT.A=xxx, POT.B=xxx)?</p> <p>* MODEL 179 OK(CUR.RANGE = 100 mA) ?</p> <p>* DVM T6855 OK(M.SEL=9CV, S.HOLD front=ON, S.HOLDrear=ON)?</p> <p>* DVM T6841 OK(V=ON, AC+DC=ON, S.HOLD=ON) ?</p> <p>* WASH TIME (0-25 sec) = 2 ←</p> <p>* sure (INPUT OK THEN Y) ? ←</p> <p>1) ☆APB1 OUT (0 - 40 ml) = 0 ☆APB2 OUT (0 - 40 ml) = 0 ☆APB3 OUT (0 - 40 ml) = 0 ☆APB4 OUT (0 - 40 ml) = 0 硫酸及びスルファミン酸の添加量を入力する。</p> <p>2) WASH TIME (0 - 25 sec) = 2 電極の洗浄時間を入力する。</p> <p>3) sure (INPUT OK THEN Y) ? 自動分析において、今まで入力したデータが正しい場合は <input checked="" type="checkbox"/> RETURN を押す。</p> <p>(9) * sample set !!!!! * sample set end ?</p> <p>1) データを入力した通りにターンテーブルに試料をセットする。</p> <p>2) 試料のセットが終了したら RETURN を押すと、測定が開始される。</p>	T.NO	K.NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)	1	0		7	0		2	10001		8	10005		3	10002		9	10006		4	10003		10	10007		5	10004		11	10008		6	20001	11.1	12	20002	12.2	<p>(8)</p> <p>1) APB1 - システム1 スルファミン酸 APB2 - システム1 硫酸 APB3 - システム2 スルファミン酸 APB4 - システム2 硫酸</p> <p>2) 0 ~ 25 秒まで設定可能</p> <p>3) データに誤りがある場合 RETURN キーを押し、操作手順(10)に戻し、再入力する。</p>
T.NO	K.NO	Pu(mg)	T.NO	K.NO	Pu(mg)																																						
1	0		7	0																																							
2	10001		8	10005																																							
3	10002		9	10006																																							
4	10003		10	10007																																							
5	10004		11	10008																																							
6	20001	11.1	12	20002	12.2																																						

操 作 手 順	備 考
<p>(11) << SKUTEI >> NOKORI KAISU = 1</p> <pre> system [1] K.NO=1 T.NO=1 BG start 85/08/22 13:30:29 BG-4 L-M-N: 2- 2- 5 Csw: ON Ch:A I= 16.6665uA Im = 16.6665uA dIm/dt= .0205299uA/min CD= 2 Q = 0.7-0 </pre> <pre> system [2] K.NO=1 T.NO=7 BG start 85/08/22 13:30:30 BG-5 L-M-N : 1- 1- 1 Csw:ON Ch: B </pre> <p>1) 測定が開始すると、画面上にシステム1とシステム2の状態が表示される。</p>	<p>(11) バックグラウンドの測定開始</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) NOKORI KAISU : 現在測定中を含め、残りの測定回数を示す。 2) BG - _ L - M - N : BG - _ はプログラムの動作位置を示し、1~7までである。 3) L - M - N は、プログラムのループ回数を示す。 L : 酸化及び還元の数 M : 電流測定ブロック N : 電流測定回数 (1~5回) 4) Csw : メインスイッチのON or OFF 状態 5) Ch : チャンネルA. Bの状態 A : 酸 化 B : 還 元 6) I : 測定電流値 Im : 5回測定した電流の平均値 dIm/dt : Imを測定に要した時間で割ったもの。 7) CD : 1 Im < 30 uAかつ dIm/dt = 1 μA/分 CD : 2 Im < 20 uAかつ dIm/dt = 1.5 μA/分 CD : 3 Im < 10 μA 8) Q : 終点における測定電気量を示す。
<p>(12) << SKUTEI >> NOKORI KAISU = 1</p> <pre> system [1] K.NO=0 T.NO=1 BG stop 85/08/22 13:55:59 BG-6 L-M-N: 5- 3- 6 Csw:OFF Ch:A I= 16.6665uA CD2,Q2,I2,DT2 2, 0, 16.6665, 76 CD4,Q4,I4,DT4 0, 0, 16.6665, 77 Q = 0.7-0 </pre>	<p>(12)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) CD 2, Q 2, I 2, DT 2 : データの1つ前のデータをそれぞれ、終点の条件電気量(クーロン)、電流(μA)経過時間(秒)を表示する。 2) CD 4, Q 4, T 4, DT 4 : 最終データをそれぞれ終点の条件、電流(μA)経過時間(秒)を表示する。

操 作 手 順	備 考
<pre>system [2] K.NO= T.NO= 7 8G start 85/08/22 13:48:42 8G-5 L-Y-H : 1- 1- 1 Csw:ON Ch: 8</pre>	
<p>1) 測定が終了すると、画面上のように表示する。</p> <p>(13)</p> <pre><< SOKUTEI >> NOKORI KAISU = 1</pre> <pre>system [1] K.NO=0 T.NO= 1 8G stop 85/08/22 13:55:59 //// L-Y-H: 5- 3- 6 Csw: Ch: I= 16.6665uA q1= -9.82654E-04 7-D C1= -9.82654E-04 7-D q2= -9.75321E-04 7-D C2= -9.75321E-04 7-D</pre>	<p>(13)</p> <p>1) q 1, C 1 : 最終データの1つ前のデータをそれぞれ測定した電気量のq1の終点条件により補正した電気量を表示する。</p> <p>2) q 2, C 2 : 最終データをそれぞれ測定した電気量, 終点条件により補正した電気量を表示する。</p>
<pre>system [2] K.NO= T.NO= 7 8G start 85/08/22 13:48:42 8G-5 L-Y-H : 1- 1- 1 Csw:ON Ch: 8</pre>	<p>3) バックグラウンド測定終了後試料測定画面にかわる。</p>
<p>1) 測定が開始すると、画面上にシステム1とシステム2の状態が表示される。</p> <p>[試料測定]</p> <p>(14)</p> <pre><< SOKUTEI >> NOKORI KAISU = 1</pre> <pre>system [1] K.NO=10901 T.NO= 1 Pu start 85/08/22 14:53:02 PU-5 L-Y-H: 5- 3- 6 Csw:OFF Ch:A I= 16.6665uA CS2 = .001 7-D Im = 16.6665uA dIm/dt= 0uA/min CD= 2 q = 0 7-D</pre>	
<pre>system [2] K.NO=10002 T.NO= 7 Pu start 85/08/22 14:53:04 PU-5 L-Y-H : 1- 1- 1 Csw:ON Ch: 8 CS2 = 0 7-D</pre>	

操 作 手 順	備 考
<p>1) 測定が開始すると、画面上にシステム1とシステム2の状態が表示される。</p> <p>(15)</p> <p><< SGKITEI >> NOKORI KAISU = 1</p> <pre> system [1] K.NO=10001 T.NO= 1 Pu start 85/08/22 14:53:02 PU- 8 L-N-H: 5- 3- 6 Csw:OFF Ch:A I= 16.8665uA CS2= .0017-D S= -9.87937E-04-D Cn= 2 Im = 16.8665uA dIm/dt= 0uA/min CD= 2 TE2= 76sec Ie= 16.8665uA Qe= 07-D </pre> <pre> system [2] K.NO=10002 T.NO= 7 Pu start 85/08/22 14:53:04 PU-5 L-N-H : 1- 1- 1 Csw:ON Ch: B CS2 = 0 7-D </pre> <p>1) 結果を画面上に表示され、プリンターで出力される。</p>	<p>(15)</p> <p>1) S : 終点条件により、測定電気量を補正した電気量を示す。</p> <p>終点条件</p> <p>CD = 1 → $I_r = I_m - 6 (\mu A)$</p> <p>CD = 2 → $I_r = I_m - 4 (\mu A)$</p> <p>CD = 3 → $I_r = 6 (\mu A)$</p> <p>2) C_m = 測定終了までの酸化の回数を示す</p> <p>3) TE 2 : 最終回における酸化に要した時間</p> <p>4) I_e : I_mの最終電流値</p> <p>5) Q_e : 終点条件で止まった時の最終電気量</p> <p>6) 操作手順(9)の画面に戻る。</p>

5. 解 説

(1) 参考文献：PNC SN841 85-02 1985年1月

「電位規制クーロメトリーによる再処理工場プルトニウム製品中のプルトニウム分析法の検討」

(2) 本法は、一定量のプルトニウム製品試料に対し、定電位電解を行い、電極上でおこる酸化、還元反応 ($Pu^{3+} \rightleftharpoons Pu^{4+} + e$) により生じた電気量の積分値から、試料の量を求めるものである。

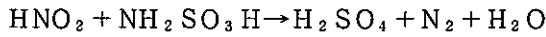
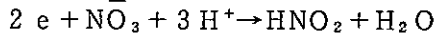
(3) 不純物の影響

1) 主に不純物として、鉄、ニッケル、クロム、ウラン、アメリシウム、ネプツニウムなどがあるが、鉄以外は酸化還元電位より考慮し、特に影響のないものとする。

2) 0.5 M硫酸溶液中に含まれる溶存酸素により還元反応に影響がある。これを防止するため、あらかじめ N_2 ガスで H_2SO_4 溶液をバブリングする。また、測定時は、 N_2 ガスを表面通気する。

3) 支持電解質が 0.5 M硫酸系のため、硝酸プルトニウム中の硝酸根が反応し生ずる亜硝酸の影響で酸化・還元電位が変化する。

これを防止するため、スルファミン酸を約 1 ml 添加する。



(4) 本自動電位規制クーロメトリ装置は、最大 12 試料の測定が一度に可能である。測定系として Systan 1 及び 2 があり、それぞれ No. 1 ~ 6, No. 7 ~ 12 となっている。一般に No. 1 及び 7 は、バックグラウンドを測定し、No. 2 ~ 6, No. 8 ~ 12 を実際の試料測定に使用する。また、それぞれ、1 回は標準試料の測定にあてる。

(5) 参照電極及び対極内の内部液が減少した場合、それぞれ参照電極には塩化カリウム 1 M を、対極には 0.5 M を追加する。

(6) [手動分析]

操 作 手 順	備 考
<p>1) 操作手順(9)の中から、2 RETURN を押す。 次の画面に表示される。</p> <pre style="text-align: center;"> << 操作画面 >> 1. ELEVATOR UP 2. WASH 3. HESURE 4. DOWN 5. TABLE REMOTE 6. LOCAL 7. HOME 8. ROTATE 9. DENKYOKU WASH 10. N2 ON 11. OFF 12. STALER ON 13. OFF </pre> <p style="text-align: center;">= トレニワズ 3 (1-13, END = e or E) ?</p>	
<p>2) シュドウソウサにおける項目を選び、入力する。</p> <pre style="text-align: center;"> << 操作画面 >> ELEVATOR UP 2. WASH 3. HESURE 4. DOWN 5. TABLE REMOTE 6. LOCAL 7. HOME 8. ROTATE 9. DENKYOKU WASH 10. N2 ON 11. OFF 12. STALER ON 13. OFF </pre> <p style="text-align: center;">= トレニワズ 3 (1-13, END = e or E) ? 1 = トレニワズ 3 (1, 2) =</p>	<p>2) E 又は e を入力すると、操作手順(9)の画面に戻る。</p> <ul style="list-style-type: none"> • ELEVATOR UP : エレベーターが上がる。 • ELEVATOR WASH: エレベーターが洗浄側に移動 • ELEVATOR HESURE: エレベーターが測定側に移動 • ELEVATOR DOWN : エレベーターがさがる。 • TABLE REMOTE : テーブルの制

操 作 手 順	備 考
<p>3) 例えば「1 ELEVATOR UP」選択した場合、その項目のNOが白黒反転が表示する。</p> <p>4) 次にシステム1か2を選択する。</p> <p style="text-align: center;"><< システム選択 >></p> <pre> 1. ELEVATOR UP 2. WASH 3. MEASURE 4. DOWN 5. TABLE REMOTE 6. LOCAL 7. HOME 8. ROTATE 9. DENKYOKU WASH 10. N2 ON 11. OFF 12. STARLER ON 13. OFF </pre> <p>* トリニクス (1-13, END = e or E) ? = 3 → # (1,2) = 1</p> <p style="text-align: center;">/ ACT recieved</p> <p>* 7F ニクス (Y=YES, E=END) ?</p> <p>5) 正常に命令が実行された場合は /ACT recieved の表示が出る</p> <p>6) ☆ツギニクスミマスカ (Y=YES, E=END) ? ☑ を入力するとシュドウソウサの画面に戻る。</p>	<p>御をコントローラ部に移す。</p> <ul style="list-style-type: none"> ◦ TABLE LOCAL : テーブルの制御をフットスイッチに移す。 (フォトスイッチを押すごとにテーブルが1位置回転する。) ◦ TABLE HOME : TABLE, REMOTE時, TABLEの位置が原点に戻る。 ◦ TABLE ROTATE : TABLE・REMOTE時, テーブルが1位置回転する。 ◦ DENKYOKU WASH : 電極洗浄水が0～25秒間任意に出る。 ◦ N2 ON : セル(ピーカー内)に窒素ガスが流れる。 ◦ N2 OFF : 窒素ガスが止まる。 ◦ STARLER ON : セル内の攪拌を行う。 ◦ STARLER OFF : 攪拌が止まる。 <p>6) ☑ を入力すると操作手順(9)の画面に戻る。</p>

(7) [データ再計算]

操 作 手 順	備 考
<p>1) 4 操作手順(9)の中から3 <input type="text" value="RETURN"/> を押す。 次の画面が表示される。</p>	<p>1) データの再計算が複数の時は、この操作を繰り返す。</p>

操 作 手 順		操 作	
<pre> << DATA RECORD CODE TABLE >> * = calculated data 1 1 10002- 2 21 10022-10 41 10042- 6 61 10062- 2 2 10003- 3 22 10023-11 42 10043- 7 62 10063- 3 3 10004- 4 23 10024-12 43 10044- 8 63 10064- 4 4 10005- 5 24 10025- 1 44 10045- 9 64 10065- 5 5 10006- 6 25 10026- 2 45 10046-10 65 10066- 6 6 10007- 7 26 10027- 3 46 10047-11 66 10067- 7 7 10008- 8 27 10028- 4 47 10048-12 67 10068- 8 8 10009- 9 28 10029- 5 48 10049- 1 68 10069- 9 9 10010-10 29 10030- 6 49 10050- 2 69 10070-10 10 10011-11 30 10031- 7 50 10051- 3 70 10071-11 11 10012-12 31 10032- 8 51 10052- 4 12 10013- 1 32 10033- 9 52 10053- 5 13 10014- 2 33 10034-10 53 10054- 6 14 10015- 3 34 10035-11 54 10055- 7 15 10016- 4 35 10036-12 55 10056- 8 16 10017- 5 36 10037- 1 56 10057- 9 17 10018- 6 37 10038- 2 57 10058-10 18 10019- 7 38 10039- 3 58 10059-11 19 10020- 8 39 10040- 4 59 10060-12 20 10021- 9 40 10041- 5 60 10061- 1 Point no. by - [F1] key, set print by RETURN (maxi2), end by ESC </pre>			
<p>2) カーソルキーを押し、データの番号を選択し RETURN キーを押す。</p> <p>3) 選択終了後 ESC を押す。 次の画面が表示される。</p> <pre> << DATA LIST >> 85/08/22 ----- K NO DATE BG (C) Pu (C) O1(ml) O2(ml) O3(ml) Fe(abs) Pu (g/l) ----- 10002- 2 85/08/22 1.24512 31 </pre> <p>4) 備考(20)-1)を入力し、 RETURN キーを押す。</p> <p>5) 入力を繰り返えすと、例えば次の画面が表示される。</p>	<p>3) KNo : 自動測定時入力した試料ナンバー</p> <p>DATE : 測定した日付</p> <p>BG : 測定時のバックグラウンド</p> <p>Pu : 試料測定終了時の生データ</p> <p>D 1 : 1次採取量 (ml)</p> <p>D 2 : 希釈量 (ml)</p> <p>D 3 : 2次分取量 (ml)</p> <p>Fe : 鉄分析時の吸光度 (Abs)</p> <p>Pu : D 1, D 2, D 3, Fe.を入力後試料の Pu濃度が表示される。</p>		

操 作 手 順										備 考
<< DATA LIST >> 85/08/22										
K NO	DATE	EG (C)	Pu (C)	D1 (ml)	D2 (ml)	D3 (ml)	Fe (abs)	Pu (g/l)		
10002-2	85/08/22	1.24512	31	1	1	1	.5	70.1472		
10003-3	85/08/22	1.31197	31.5	1	1	1	.4	72.0295		
10004-4	85/08/22	1.05831	31.7	1	1	1	.4	73.1589		
10005-5	85/08/22	.00149	711.3	1	1	1	.35	1769.39		
10006-6	85/08/22	1.93454	31.9	1	1	1	.5	70.5474		
10007-7	85/08/22	1.72731	31	1	1	1	.5	68.9455		
10008-8	85/08/22	1.98942	31	1	1	1	.5	68.3421		
10009-9	85/08/22	1.85622	31	1	1	1	.5	68.375		
10010-10	85/08/22	1.89661	31.6	1	1	1	.5	70.0189		
* COPY (yes = 1, 2) ? * 再 算 (yes = y , no = n) ?										
6) (5)で指定したデータの再計算が全て終わるとプリントアウトの型式が表示される。 ☆COPY (yes = 1, 2) ? 備考3)の1又は2を入力するとデータがプリントアウトされる。										(6) ☆CORY 1 の時 : 縮小表示 ☆CORY 2 の時 : 拡大表示
7) ☆オワリマスカ (yes = y, no = n) ? 終了したい場合は, y を入力する。 再計算を終了し, 作業選択画面に戻したい場合は n を入力する。										

(8) [データ出力]

操 作 手 順	備 考
1) 4 操作手順(9)の中から, 4 RETURN キーを押すと, 次の画面が表示される。	

操 作 手 順	備 考																																																																																																																																																																
<< DATA RECORD CODE TABLE >> * = calculated data																																																																																																																																																																	
<table border="0"> <tr><td>1</td><td>10002= 2</td><td>21</td><td>10022-10</td><td>41</td><td>10042- 6</td><td>61</td><td>10062- 2</td></tr> <tr><td>2</td><td>10003= 3</td><td>22</td><td>10023-11</td><td>42</td><td>10043- 7</td><td>62</td><td>10063- 3</td></tr> <tr><td>3</td><td>10004= 4</td><td>23</td><td>10024-12</td><td>43</td><td>10044- 3</td><td>63</td><td>10064- 4</td></tr> <tr><td>4</td><td>10005= 5</td><td>24</td><td>10025- 1</td><td>44</td><td>10045- 9</td><td>64</td><td>10065- 5</td></tr> <tr><td>5</td><td>10006= 6</td><td>25</td><td>10026- 2</td><td>45</td><td>10046-10</td><td>65</td><td>10066- 6</td></tr> <tr><td>6</td><td>10007= 7</td><td>26</td><td>10027- 3</td><td>46</td><td>10047-11</td><td>66</td><td>10067- 7</td></tr> <tr><td>7</td><td>10008= 8</td><td>27</td><td>10028- 4</td><td>47</td><td>10048-12</td><td>67</td><td>10068- 8</td></tr> <tr><td>8</td><td>10009= 9</td><td>28</td><td>10029- 5</td><td>48</td><td>10049- 1</td><td>68</td><td>10069- 9</td></tr> <tr><td>9</td><td>10010=10</td><td>29</td><td>10030- 6</td><td>49</td><td>10050- 2</td><td>69</td><td>10070-10</td></tr> <tr><td>10</td><td>10011-11</td><td>30</td><td>10031- 7</td><td>50</td><td>10051- 3</td><td>70</td><td>10071-11</td></tr> <tr><td>11</td><td>10012-12</td><td>31</td><td>10032- 8</td><td>51</td><td>10052- 4</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>12</td><td>10013- 1</td><td>32</td><td>10033- 9</td><td>52</td><td>10053- 5</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>13</td><td>10014- 2</td><td>33</td><td>10034-10</td><td>53</td><td>10054- 6</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>14</td><td>10015- 3</td><td>34</td><td>10035-11</td><td>54</td><td>10055- 7</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>15</td><td>10016- 4</td><td>35</td><td>10036-12</td><td>55</td><td>10056- 8</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>16</td><td>10017- 5</td><td>36</td><td>10037- 1</td><td>56</td><td>10057- 9</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>17</td><td>10018- 6</td><td>37</td><td>10038- 2</td><td>57</td><td>10058-10</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>18</td><td>10019- 7</td><td>38</td><td>10039- 3</td><td>58</td><td>10059-11</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>19</td><td>10020- 8</td><td>39</td><td>10040- 4</td><td>59</td><td>10060-12</td><td></td><td></td></tr> <tr><td>20</td><td>10021- 9</td><td>40</td><td>10041- 5</td><td>60</td><td>10061- 1</td><td></td><td></td></tr> </table>	1	10002= 2	21	10022-10	41	10042- 6	61	10062- 2	2	10003= 3	22	10023-11	42	10043- 7	62	10063- 3	3	10004= 4	23	10024-12	43	10044- 3	63	10064- 4	4	10005= 5	24	10025- 1	44	10045- 9	64	10065- 5	5	10006= 6	25	10026- 2	45	10046-10	65	10066- 6	6	10007= 7	26	10027- 3	46	10047-11	66	10067- 7	7	10008= 8	27	10028- 4	47	10048-12	67	10068- 8	8	10009= 9	28	10029- 5	48	10049- 1	68	10069- 9	9	10010=10	29	10030- 6	49	10050- 2	69	10070-10	10	10011-11	30	10031- 7	50	10051- 3	70	10071-11	11	10012-12	31	10032- 8	51	10052- 4			12	10013- 1	32	10033- 9	52	10053- 5			13	10014- 2	33	10034-10	53	10054- 6			14	10015- 3	34	10035-11	54	10055- 7			15	10016- 4	35	10036-12	55	10056- 8			16	10017- 5	36	10037- 1	56	10057- 9			17	10018- 6	37	10038- 2	57	10058-10			18	10019- 7	38	10039- 3	58	10059-11			19	10020- 8	39	10040- 4	59	10060-12			20	10021- 9	40	10041- 5	60	10061- 1			
1	10002= 2	21	10022-10	41	10042- 6	61	10062- 2																																																																																																																																																										
2	10003= 3	22	10023-11	42	10043- 7	62	10063- 3																																																																																																																																																										
3	10004= 4	23	10024-12	43	10044- 3	63	10064- 4																																																																																																																																																										
4	10005= 5	24	10025- 1	44	10045- 9	64	10065- 5																																																																																																																																																										
5	10006= 6	25	10026- 2	45	10046-10	65	10066- 6																																																																																																																																																										
6	10007= 7	26	10027- 3	46	10047-11	66	10067- 7																																																																																																																																																										
7	10008= 8	27	10028- 4	47	10048-12	67	10068- 8																																																																																																																																																										
8	10009= 9	28	10029- 5	48	10049- 1	68	10069- 9																																																																																																																																																										
9	10010=10	29	10030- 6	49	10050- 2	69	10070-10																																																																																																																																																										
10	10011-11	30	10031- 7	50	10051- 3	70	10071-11																																																																																																																																																										
11	10012-12	31	10032- 8	51	10052- 4																																																																																																																																																												
12	10013- 1	32	10033- 9	52	10053- 5																																																																																																																																																												
13	10014- 2	33	10034-10	53	10054- 6																																																																																																																																																												
14	10015- 3	34	10035-11	54	10055- 7																																																																																																																																																												
15	10016- 4	35	10036-12	55	10056- 8																																																																																																																																																												
16	10017- 5	36	10037- 1	56	10057- 9																																																																																																																																																												
17	10018- 6	37	10038- 2	57	10058-10																																																																																																																																																												
18	10019- 7	38	10039- 3	58	10059-11																																																																																																																																																												
19	10020- 8	39	10040- 4	59	10060-12																																																																																																																																																												
20	10021- 9	40	10041- 5	60	10061- 1																																																																																																																																																												
Point no. by <input type="checkbox"/> key, set print by RETURN (max12), and by ESC																																																																																																																																																																	
2) データの再計算されたものについては、*印が付いて表示される。																																																																																																																																																																	
3) カーソルキーを押し、*印（再計算済みデータ）の付いているデータより、出力したいデータを選択し <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。	3) データ出力が複数の時は、この操作を繰り返す。																																																																																																																																																																
4) 選択終了後 <input type="checkbox"/> ESC を押す。 次の画面が表示される。																																																																																																																																																																	
<< DATA LIST >> 85/08/22																																																																																																																																																																	
<table border="1"> <thead> <tr> <th>データID</th> <th>日時</th> <th>B G 値</th> <th>P u 値</th> <th>P u 値</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>10002= 2</td><td>85/08/22</td><td>1.24512</td><td>31</td><td>70.1472</td></tr> <tr><td>10003= 3</td><td>85/08/22</td><td>1.31187</td><td>31.5</td><td>72.0285</td></tr> <tr><td>10004= 4</td><td>85/08/22</td><td>1.05931</td><td>31.7</td><td>73.1589</td></tr> <tr><td>10005= 5</td><td>85/08/22</td><td>.00149</td><td>711.3</td><td>1769.89</td></tr> <tr><td>10006= 6</td><td>85/08/22</td><td>1.98454</td><td>31.9</td><td>70.5474</td></tr> <tr><td>10007= 7</td><td>85/08/22</td><td>1.72731</td><td>31</td><td>68.9455</td></tr> <tr><td>10008= 8</td><td>85/08/22</td><td>1.96942</td><td>31</td><td>63.3421</td></tr> <tr><td>10009= 9</td><td>85/08/22</td><td>1.95622</td><td>31</td><td>68.375</td></tr> <tr><td>10010=10</td><td>85/08/22</td><td>1.99661</td><td>31.6</td><td>70.0189</td></tr> </tbody> </table>	データID	日時	B G 値	P u 値	P u 値	10002= 2	85/08/22	1.24512	31	70.1472	10003= 3	85/08/22	1.31187	31.5	72.0285	10004= 4	85/08/22	1.05931	31.7	73.1589	10005= 5	85/08/22	.00149	711.3	1769.89	10006= 6	85/08/22	1.98454	31.9	70.5474	10007= 7	85/08/22	1.72731	31	68.9455	10008= 8	85/08/22	1.96942	31	63.3421	10009= 9	85/08/22	1.95622	31	68.375	10010=10	85/08/22	1.99661	31.6	70.0189																																																																																																															
データID	日時	B G 値	P u 値	P u 値																																																																																																																																																													
10002= 2	85/08/22	1.24512	31	70.1472																																																																																																																																																													
10003= 3	85/08/22	1.31187	31.5	72.0285																																																																																																																																																													
10004= 4	85/08/22	1.05931	31.7	73.1589																																																																																																																																																													
10005= 5	85/08/22	.00149	711.3	1769.89																																																																																																																																																													
10006= 6	85/08/22	1.98454	31.9	70.5474																																																																																																																																																													
10007= 7	85/08/22	1.72731	31	68.9455																																																																																																																																																													
10008= 8	85/08/22	1.96942	31	63.3421																																																																																																																																																													
10009= 9	85/08/22	1.95622	31	68.375																																																																																																																																																													
10010=10	85/08/22	1.99661	31.6	70.0189																																																																																																																																																													
* PRINT (YES= Y ,NO = N) ? Y * END (YES=Y ,NO = N) ?																																																																																																																																																																	
5) ☆PRINT (YES = Y , NO = N) ? 結果をプリントアウトしたい場合は <input checked="" type="checkbox"/> RETURN キーを押す。	5) 結果を出力しなくともよい場合は、 <input type="checkbox"/> RETURN キーを押す。																																																																																																																																																																
6) データ出力を終了したい場合は <input checked="" type="checkbox"/> RETURN キー	6) 再度データを出力したい場合は、 <input checked="" type="checkbox"/>																																																																																																																																																																

操 作 手 順	備 考
を押すと4操作手順(9)に戻る。	RETURN を押すとデータアウトの画面に戻る。

(9) [標準試料による管理分析]

操 作 手 順	備 考
<p>1) 4操作手順(9)の中から 5 RETURN キーを押すと、次の画面が表示される。</p> <pre> << KARI BUNSEKI >> / Data point = 3 control level = 0.005 NO. K.NO-TM DATE Pu-key Pu-cal Pu-key/ Pu-cal 1 2G500-2 85/08/20 4.215 4.21918 1.001 2 2T000-3 85/08/20 4.215 4.22414 1.0022 3 20000-4 85/08/20 4.215 4.21873 1.0004 4 10004-4 85/06/28 49.9016 49.8866 .9997 5 10005-5 85/06/27 49.9694 49.9028 .9957 6 10006-6 85/06/27 49.0408 49.5385 1.0095 7 10007-7 85/06/28 49.5545 49.5931 1.0007 8 10008-8 85/06/28 49.353 49.4775 .9924 9 10009-9 85/06/29 49.5939 49.8713 1.0013 10 10010-10 85/06/29 49.9331 49.8107 1.0118 11 10011-11 85/06/31 49.2965 49.4066 1.0024 12 10012-12 85/06/31 49.2265 49.7313 1.0103 13 10013-1 85/06/02 49.9574 49.5169 .9932 14 10014-2 85/06/02 49.0234 49.5391 1.0103 15 2R000-8 85/08/20 4.215 4.21145 .9992 16 2C000-9 85/08/20 4.215 4.22622 1.0027 17 2D000-10 85/08/20 4.215 4.20679 .9961 18 2F000-11 85/08/20 4.215 4.22980 1.0032 19 2R000-12 85/08/20 4.215 4.21641 1.0003 20 2E000-1 85/08/20 4.215 4.21989 1.0009 * control level(0 - 1) = 0.005 </pre>	<p>1) 管理分析のデータは、最大20個まで記録し、それ以降は、順次データの入れ替えが行なわれる。</p>
<p>2) control level (管理限界) を入力する。</p> <p>3) データの \bar{x} 管理図が画面に表示される。</p>	<p>2) control level は0~0.1とし例えば0.005と入力した場合 1 ± 0.005</p>
<pre> << X of standard sample >> C. LEVEL = 0.2 </pre>	

操 作 手 順	備 考
4) ☆HARD COPYシマスカ (1, 2, E=END) ? 1 プリントアウトする場合は, 1 又は 2 を入力する。プリントアウトせず E を入力すると 4 操作手順(9)の画面に戻る。	

(10) 計算方法

1) 反応の終点決定

反応電流 i は, 指数関数的に減少するので, 実験結果より反応の終点を以下のように定めた。

- ① $30 (\mu A) \geq i > 20 (\mu A)$ かつ $1 di / dt 1 < 1.0 (\mu A / min)$
- ② $20 (\mu A) \geq i > 10 (\mu A)$ かつ $1 di / dt 1 < 1.5 (\mu A / min)$
- ③ $10 (\mu A) \geq i$

また, 上記各場合における残余電流値は, 実験的に以下のようにした。

- ①の条件で終点を判定した場合 $i_r = i_{stop} - 6 (\mu A)$
- ② " " $i_r = i_{stop} - 4 (\mu A)$
- ③ " " $i_r = 6 (\mu A)$

i_{stop} = 各条件により, 終点と判定された時の電流値

2) バックグラウンドの計算

各終点におけるクーロメータの測定電気量よりバックグラウンドを計算する。

$$C_{BG} = C - i_r t$$

ここで, C_{BG} : 終点条件により補正した電気量 (C)

C : クーロメータによる測定電気量 (C)

i_r : 各終点条件による残余電流 (μA)

t : 酸化に要した時間 (sec)

ところで, バックグラウンドの測定においては, 還元・酸化の回数を繰り返す(7~8日)と安定した値が得られることが実験によりわかっている。

しかし, 通常, 分析時間等から考えて, 2~3回の還元・酸化により, 安定時の値を近似する。

$C_{BG} = (2.6 \sim 2.9) \times 10^{-2} (C)$ の場合	$BG = (C_{BG} - 0.6) \times 10^{-2} (C)$
$= (2.2 \sim 2.5) \times 10^{-2} (C)$ "	$BG = (C_{BG} - 0.5) \times 10^{-2} (C)$
$= (1.7 \sim 2.1) \times 10^{-2} (C)$ "	$BG = (C_{BG} - 0.4) \times 10^{-2} (C)$
$= (1.2 \sim 1.6) \times 10^{-2} (C)$ "	$BG = (C_{BG} - 0.3) \times 10^{-2} (C)$
$= (0.6 \sim 1.1) \times 10^{-2} (C)$ "	$BG = (C_{BG} - 0.2) \times 10^{-2} (C)$

$$=(0. \sim 0.5) \times 10^{-2} (C) \text{ の場合} \quad BG = (C_{BG} - 0.1) \times 10^{-2} (C)$$

3) プルトニウム濃度計算

$$C_{PU} = \frac{\frac{X}{F} \cdot \frac{M_{PU}}{N_C} \cdot D \cdot (f_i) - \frac{f_{PU/Fe} \cdot f_{Fe} \cdot A_{Fe}}{S}}{1 - f_{PU/Fe} \cdot f_{PU} \cdot f_{Fe}}$$

ここで、

C_{PU} : 求められるプルトニウム濃度 (g/ℓ)

X : 全電気量 (C)

F : ファラデー定数 96500 (C)

M_{PU} : プルトニウム質量数 239.4 (g)

N_C, f_i : 装置定数

D : 希釈率

$f_{PU/Fe}$: プルトニウムと鉄の質量数の割合

$$239.4 / 55.8 = 4.290$$

(例1は、鉄1gはプルトニウム4.29gに相当する)

f_{Fe} : 鉄の比色分析におけるファクター

A_{Fe} : 鉄の比色分析における吸光度

S : " サンプル量 (mℓ)

f_{PU} : プルトニウムの比色分析におけるファクター

ただし、全電気量 X は以下のように求める。

$$X = Q - (i_r t + BG)$$

ここで、

Q : クーロメータによる測定電気量 (C)

i_r : 各終点条件による残余電流 (μA)

t : 酸化に要した時間 (sec)

BG : バックグラウンドの電気量 (C)

4) プルトニウム濃度計算例

自動測定により、プルトニウム濃度の測定が終了すると以下のようにプリンタに印字される。

```
SYS 1, K.NO=11307 T.NO= 3      95/12/12      19:49:03
CB2= .00727687-07      S= 9.218997-07      Cn= 2
Im = 7.66uA      dIm/dt= 7.54286uA/min      CD= 3
TE2= 504sec      Ie= 7.66uA      Qe= 6.0227 07
Pu-cal (mg)= 15.249467
```

この結果より、全電気量 X を計算する。

$$X = Q - (irt + BG)$$

ここで、 i_r は、 $I_e < 10 \mu A$ のため $6 \mu A$ となる。

$$\begin{aligned} \therefore X(C) &= 6.222(C) - (6 \times 10^{-6}(A) \times 504(\text{sec}) + 0.0072768(C)) \\ &= 6.212(C) \end{aligned}$$

ファクタを全て 85-2 キャンペーンの値とする。

$$f_{PU} = 2.396 \times 10^{-4}$$

$$f_{Fe} = 0.547$$

$$\frac{f_i}{N_c} = 0.989409$$

本試料の条件を以下のようにする。

$$1 \text{ 次採取量} = 1.9485 \text{ (ml)}$$

$$\text{希 積 量} = 49.974 \text{ (ml)}$$

$$2 \text{ 次分取量} = 2.005 \text{ (ml)}$$

$$A_{Fe} = 0.113$$

$$S = 0.2 \text{ (ml)}$$

この結果よりプルトニウム濃度を求める。

$$\begin{aligned} C_{PU} &= \frac{\frac{X}{F} \cdot \frac{M_{PU}}{N_c} \cdot D \cdot f_i - \frac{f_{PU/Fe} \cdot f_{Fe} \cdot A_{Fe}}{S}}{1 - f_{PU/Fe} \cdot f_{PU} \cdot f_{Fe}} \\ &= \frac{\frac{X}{96500} \times 239.4 \times \frac{f_i}{N_c} \times \frac{\text{希積}}{1 \text{ 次} \times 2 \text{ 次}} \times 1000 \times \frac{4.29 \times 0.547 \times A_{Fe}}{S}}{1 - 4.290 \times 2.396 \times 10^{-4} \times 0.547} \\ &= 2.482 \cdot X \cdot \frac{f_i}{N_c} \cdot \frac{\text{希積}}{1 \text{ 次} \times 2 \text{ 次}} - 2.348 \cdot \frac{A_{Fe}}{S} \\ &= 2.482 \times 6.212 \times 0.989409 \times \frac{49.474}{1.9485 \times 2.005} - 2.348 \times \frac{0.113}{0.2} \\ &= 195.136 - 1.327 \\ &= 193.81 \text{ (g/l)} \end{aligned}$$

(11) 本法は、PNC SN841 85-02を参考に作成した。

(12) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.4-1 に示す。

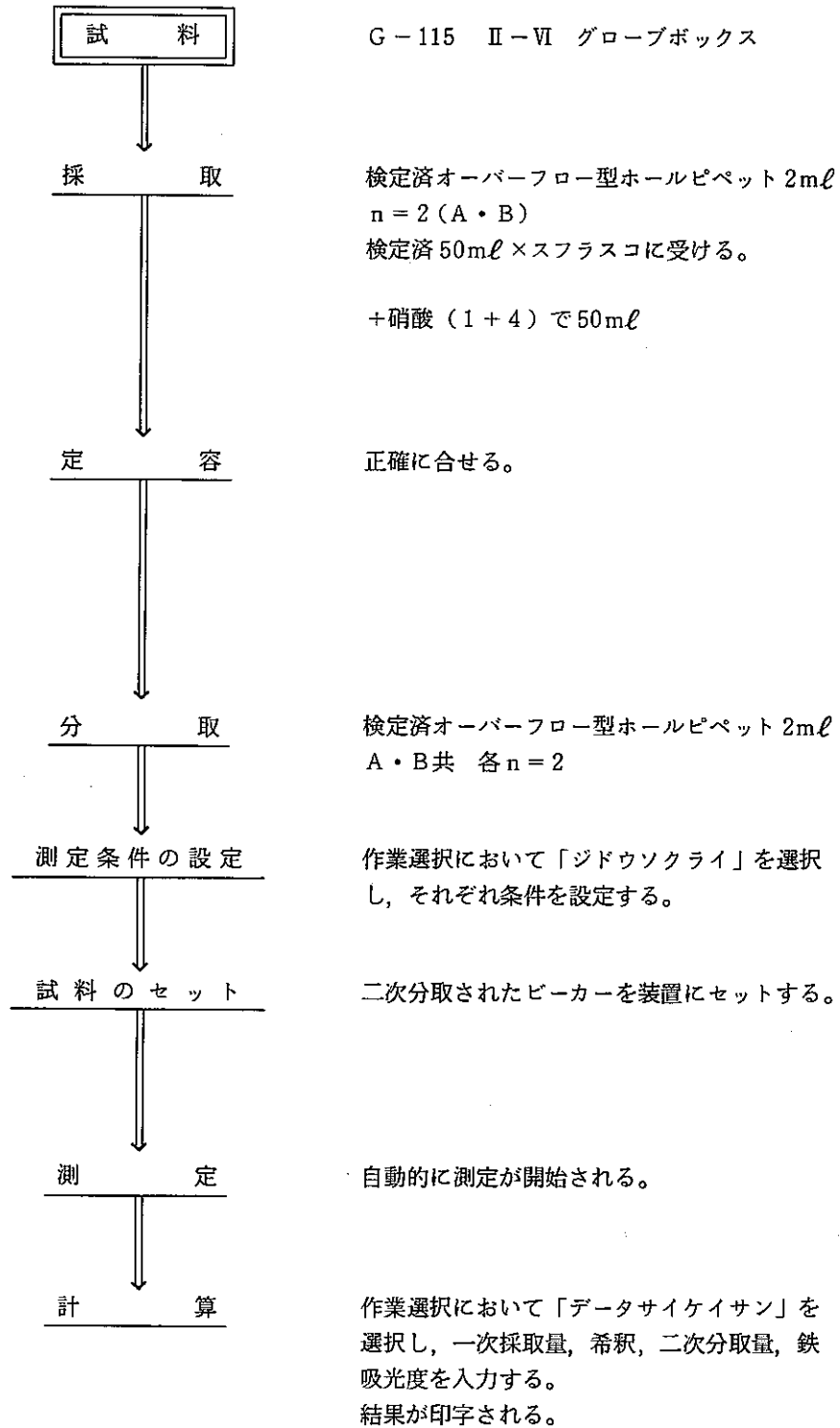


図 3.2.4-1 分析操作手順フローシート図

硝酸プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析法
(電位規制クーロメトリ法)

3.3 表面電離化方式・質量分析法

3.3.1 ウラン同位体組成の分析方法

〔質量分析法〕

1. 要 旨

試料を硝酸で溶解したのち、溶解液をフィラメントに塗布し、質量分析装置を用いてウランの同位体組成を分析する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における三酸化ウラン、及び硝酸ウラン溶液のウラン同位体組成の分析に適用する。

3. 試薬および装置

- (1) 硝 酸(1+1)(1+4)(1+1000) : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照
- (2) 質量分析装置 : 4.1 VG型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照
- (3) データ処理装置
- (4) 試料塗布装置
- (5) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>〔試料調正〕</p> <p>(1) 試料を約 5 g 秤量しビーカーに移し入れる。</p> <p>(2) 濃硝酸, 10 mℓを加えホットプレート上で溶解する。</p> <p>(3) 硝酸(1+1000), を加え 200 mℓに希釈する。</p> <p>(4) ピペットを用い, 秤量ビンへ 0.5 mℓ分取する。</p>	<p>〔硝酸ウラン溶液の場合〕</p> <p>ウラン量として 2 ing を秤量ビンに採取したのち約 2 DC 倍に希釈し操作手順(6)以降を実施する。</p> <p>なお, 希釈倍率については, ウラン量により異なる。</p>

操 作 手 順	備 考
(5) 硝酸(1 + 1000)を加え 5 ml とする。 [試料の塗布] (6) トリプルフィラメントを試料塗布装置に装着する。 (7) 試料塗布用ピペットで 1 μl 採取する。 (8) サイドフィラメントに 1 ~ 1.2 A 通電し、フィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。 (9) 塗布後、数秒間通電して試料を脱水する。 (10) 乾燥後 2 ~ 2.3 A 通電しフィラメント上のウラン試料を黄橙色の UO ₃ に酸化する。 (11) もう一方のサイドフィラメントにも操作手順(8)~(10)の操作を行い試料を塗布する。 (12) VG 型質量分析計にセットし、ウラン同位体組成を測定する。	(8) センターフィラメントに試料が付着しない様に注意し、サイドフィラメント中央に塗布する。 (11) 塗布量は U 量で約 2 μg とする。 (12) 質量分析計の取扱いについては、4.1 VG 型質量分析計によるウラン・プルトニウム同位体組成の測定方法を参照すること。

5. 計 算

(1) ウラン同位体組成の計算

1) 同位体比 \bar{R} の計算

各々のピーク高のなかで最大ピーク ²³⁸U を基準にして同位体比 R を求め、それぞれ質量差別補正を行う。

$$\bar{R}_{38} = \frac{\sum R_{38}}{N} \cdot F_{38}$$

$$\bar{R}_{48} = \frac{\sum R_{48}}{N} \cdot F_{48}$$

$$\bar{R}_{58} = \frac{\sum R_{58}}{N} \cdot F_{58}$$

$$\bar{R}_{68} = \frac{\sum R_{68}}{N} \cdot F_{68}$$

ここで、 \bar{R}_{38} 、 \bar{R}_{48} 、 \bar{R}_{58} 、 \bar{R}_{68} : 各々の補正された平均同位体比

R_{38} : ²³³U ピーク高 / ²³⁸U ピーク高

$$R_{48} : {}^{234}\text{U} \text{ピーク高} / {}^{238}\text{U} \text{ピーク高}$$

$$R_{58} : {}^{235}\text{U} \text{ピーク高} / {}^{238}\text{U} \text{ピーク高}$$

$$R_{68} : {}^{236}\text{U} \text{ピーク高} / {}^{238}\text{U} \text{ピーク高}$$

N : 繰り返し測定数

F_{38} , F_{48} , F_{58} , F_{68} : 各々の補正係数

2) 原子数百分率(A tom%)の計算

$$A_{233} = (R_{38} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{234} = (R_{48} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{235} = (R_{58} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{236} = (R_{68} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{238} = (1 / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

ここで, A_{233} : ${}^{233}\text{U}$ の原子数百分率

A_{234} : ${}^{234}\text{U}$ の原子数百分率

A_{235} : ${}^{235}\text{U}$ の原子数百分率

A_{236} : ${}^{236}\text{U}$ の原子数百分率

A_{238} : ${}^{238}\text{U}$ の原子数百分率

3) 重量百分率(Weight %)の計算

$$W_{233} = ({}^{233}\text{UW} \cdot \bar{R}_{38} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{234} = ({}^{234}\text{UW} \cdot \bar{R}_{48} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{235} = ({}^{235}\text{UW} \cdot \bar{R}_{58} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{236} = ({}^{236}\text{UW} \cdot \bar{R}_{68} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{238} = ({}^{238}\text{UW} \cdot 1 / \text{WS}) \times 100$$

ここで, W_{233} : ${}^{233}\text{U}$ の重量百分率

W_{234} : ${}^{234}\text{U}$ の重量百分率

W_{235} : ${}^{235}\text{U}$ の重量百分率

W_{236} : ${}^{236}\text{U}$ の重量百分率

W_{238} : ${}^{238}\text{U}$ の重量百分率

${}^{233}\text{UW}$: ${}^{233}\text{U}$ の質量数 (233.04)

${}^{234}\text{UW}$: ${}^{234}\text{U}$ の質量数 (234.04)

${}^{235}\text{UW}$: ${}^{235}\text{U}$ の質量数 (235.04)

${}^{236}\text{UW}$: ${}^{236}\text{U}$ の質量数 (236.05)

${}^{238}\text{UW}$: ${}^{238}\text{U}$ の質量数 (238.05)

$$\text{WS} : {}^{233}\text{UW} \cdot \bar{R}_{38} + {}^{234}\text{UW} \cdot \bar{R}_{48} + {}^{235}\text{UW} \cdot \bar{R}_{58} + {}^{236}\text{UW} \cdot \bar{R}_{68} + {}^{238}\text{UW}$$

4) 平均原子量WUの計算

$$WU = {}^{233}\text{UW} \cdot A_{233} + {}^{234}\text{UW} \cdot A_{234} + {}^{235}\text{UW} \cdot A_{235} + {}^{236}\text{UW} \cdot A_{236} + {}^{238}\text{UW} \cdot A_{238} / 100$$

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法の分析操作手順フローシート図で図3.3.1-1～2に示す。

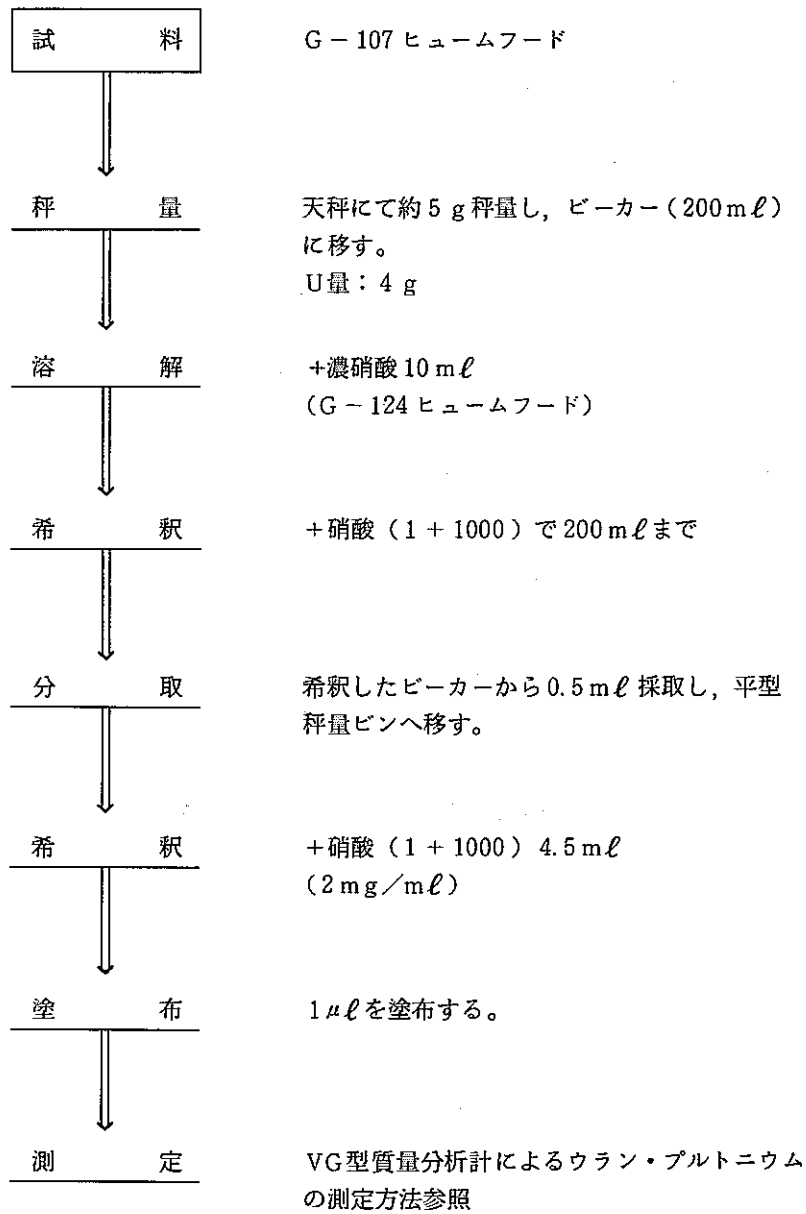


図-3.3.1-1 分析操作手順フローシート図(UO₃)

ウラン同位体組成の分析法
〔質量分析法〕

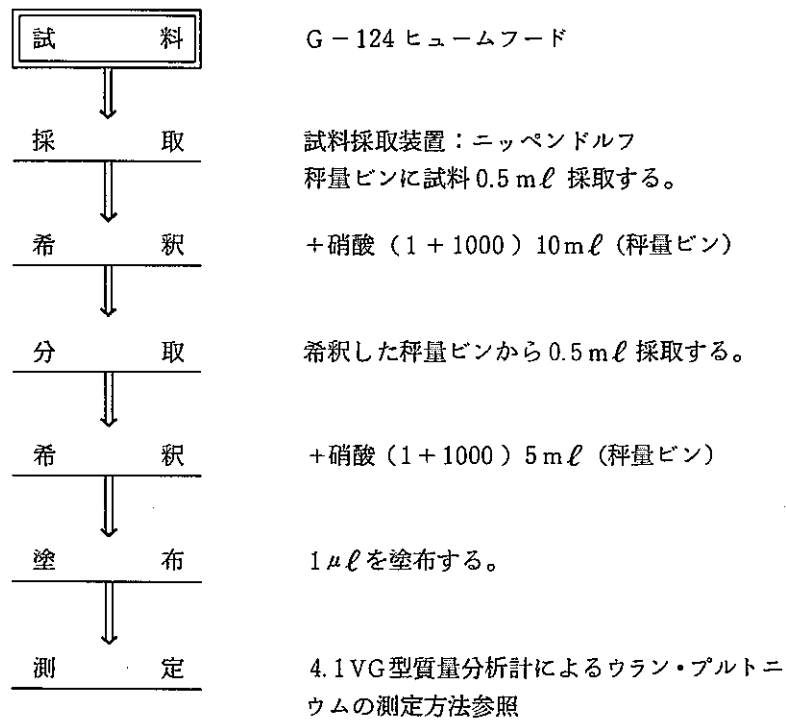


図-3.3.1-2 分析操作手順フローシート図 (硝酸ウラン溶液)

ウラン同位体組成の分析方法
(質量分析法)

3.3.2 プルトニウム同位体組成の分析方法

〔イオン交換－質量分析法〕

1. 要 旨

試料中のプルトニウムを陰イオン交換分離により精製したのちフィラメントに塗布し、質量分析装置を用いてプルトニウムの同位体組成を分析する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における硝酸プルトニウム溶液のプルトニウム同位体組成の分析に適用する。

3. 試薬および装置

- | | |
|----------------------------|--|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液 (20%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.2 参照 |
| (2) 硝酸 (1+1) (1+4) (1+100) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (3) 硝酸第一鉄－スルファミン酸混合溶液 (7%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.16 参照 |
| (4) イオン交換樹脂 | : BioRad AG-MPI (100～200
メッシュ) |
| (5) 乾固装置 | |
| (6) 試料塗布装置 | |
| (7) データ処理装置 | |
| (8) 質量分析計 | : MAT型質量分析計によるウラン・
プルトニウムの測定方法 4.2 参照 |
| (9) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料を秤量ビンに0.2 ml採取する。	(1) プルトニウム量として5 mg相当採取する。
(2) 硝酸 (1+4) 1 mlを加え希釈する。	

操 作 手 順	備 考
(3) 硫酸第一鉄-スルファミン酸混合溶液 (7%) 0.5 ml を加え加熱する。	(3) プルトニウムを3価にする。 スタイダック 45 Vにて約20分間
(4) 亜硝酸ナトリウム溶液 (20%) 1 ml を加え乾固寸前まで蒸発濃縮する。	(4) プルトニウムを4価にする。
(5) イオン交換カラムを架台に用意する。	(5) 前もって硝酸 (1+1) でコンディショニングしておく。 イオン交換樹脂MP-1 (3 cm)
(6) 硝酸 (1+1) 1 ml で試料を溶解しカラムに移し入れる。	
(7) 硝酸 (1+4) 1 ml で5回洗浄する。	(7) 鉄, アメリシウム, FP, ウランの洗浄
(8) 硝酸 (1+1000) 1.5 ml でプルトニウム成分をV型秤量ビンに溶離する。	
(9) α スペクトル用にピペットで2滴, V型秤量ビンに分取する。	(9) 蒸発乾固後バックアウトする。
(10) 操作手順(8)~(9)のV型秤量ビンを蒸発乾固する。	
(11) 硝酸 (1+1000) 20 μ l で溶解する。 〔試料の塗布〕	
(12) シングルフィラメントを試料塗布装置に装着する。	
(13) 試料塗布用ピペットで1 μ l 採取する。	(13) プルトニウム量で2 μ g
(14) フィラメントに1~1.2 A 通電し, フィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。	(14) フィラメント中央部に塗布する様注意 する。
(15) 塗布後, 数秒間通電して試料を脱水する。	
(16) 乾燥後2~2.3 A 通電しフィラメント上のプルトニウム試料を茶褐色のPuO ₂ にする。	
〔測定〕	
(17) MAT型質量分析計にセットしウラン同位体組成を測定する。	(17) 質量分析計の取扱いについては, 4.2 MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウム同位体組成の測定方法を参照すること。

5. 計 算

(1) プルトニウム同位体組成の計算

1) 同位体比 R の計算

各々のピーク高のなかで最大ピーク²³⁹Puを基準にして同位体比 R を求め、それぞれ質量差別補正を行なう。

$$\bar{R}_{89} = \frac{\sum R_{89}}{N} \cdot F_{89}$$

$$\bar{R}_{09} = \frac{\sum R_{09}}{N} \cdot F_{09}$$

$$\bar{R}_{19} = \frac{\sum R_{19}}{N} \cdot F_{19}$$

$$\bar{R}_{29} = \frac{\sum R_{29}}{N} \cdot F_{29}$$

$$\bar{R}_{49} = \frac{\sum R_{49}}{N} \cdot F_{49}$$

ここで、 \bar{R}_{89} 、 \bar{R}_{09} 、 \bar{R}_{19} 、 \bar{R}_{29} ：各々の補正された平均同位体比

R_{89} ：²³⁸Pu ピーク高/²³⁹Pu ピーク高

R_{09} ：²⁴⁰Pu ピーク高/²³⁹Pu ピーク高

R_{19} ：²⁴¹Pu ピーク高/²³⁹Pu ピーク高

R_{29} ：²⁴²Pu ピーク高/²³⁹Pu ピーク高

R_{49} ：²⁴⁴Pu ピーク高/²³⁹Pu ピーク高

N：繰り返し測定数

F_{89} 、 F_{09} 、 F_{19} 、 F_{29} 、 F_{49} ：各々の補正係数

2) 原子数百分率(A tom%)の計算

$$A_{238} = (\bar{R}_{89} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{239} = (1 / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{240} = (\bar{R}_{09} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{241} = (\bar{R}_{19} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{242} = (\bar{R}_{29} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{244} = (\bar{R}_{49} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

ここで、 A_{238} ：²³⁸Puの原子数百分率

A_{239} ：²³⁹Puの原子数百分率

A_{240} ：²⁴⁰Puの原子数百分率

A_{241} : ^{241}Pu の原子数百分率

A_{242} : ^{242}Pu の原子数百分率

A_{244} : ^{244}Pu の原子数百分率

3) 重量百分率 (Weight %) の計算

$$W_{238} = (^{238}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{89} / WS)$$

$$W_{239} = (^{239}\text{Pu}W \cdot 1 / WS)$$

$$W_{240} = (^{240}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{09} / WS)$$

$$W_{241} = (^{241}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{19} / WS)$$

$$W_{242} = (^{242}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{29} / WS)$$

$$W_{244} = (^{244}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{49} / WS)$$

ここで, W_{238} : ^{238}Pu の重量百分率

W_{239} : ^{239}Pu の重量百分率

W_{240} : ^{240}Pu の重量百分率

W_{241} : ^{241}Pu の重量百分率

W_{242} : ^{242}Pu の重量百分率

W_{244} : ^{244}Pu の重量百分率

$^{238}\text{Pu}W$: ^{238}Pu の質量数 (238.05)

$^{239}\text{Pu}W$: ^{239}Pu の質量数 (239.05)

$^{240}\text{Pu}W$: ^{240}Pu の質量数 (240.05)

$^{241}\text{Pu}W$: ^{241}Pu の質量数 (241.05)

$^{242}\text{Pu}W$: ^{242}Pu の質量数 (242.06)

$^{244}\text{Pu}W$: ^{244}Pu の質量数 (244.06)

$$WS = ^{238}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{89} + ^{239}\text{Pu}W \cdot 1 + ^{240}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{09} + ^{241}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{19} + \\ ^{242}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{29} + ^{244}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{49}$$

4) 平均原子量 W_{Pu} の計算

$$W_{\text{Pu}} = (^{238}\text{Pu}W \cdot A_{238} + ^{239}\text{Pu}W \cdot A_{239} + ^{240}\text{Pu}W \cdot A_{240} + ^{241}\text{Pu}W \cdot A_{241} + \\ ^{242}\text{Pu}W \cdot A_{242} + ^{244}\text{Pu}W \cdot A_{244}) / 100$$

6. 解 説

(1) 本法は, PNC SN852-81-18 を参考にして作成した。

(2) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.3.2-1 に示す。

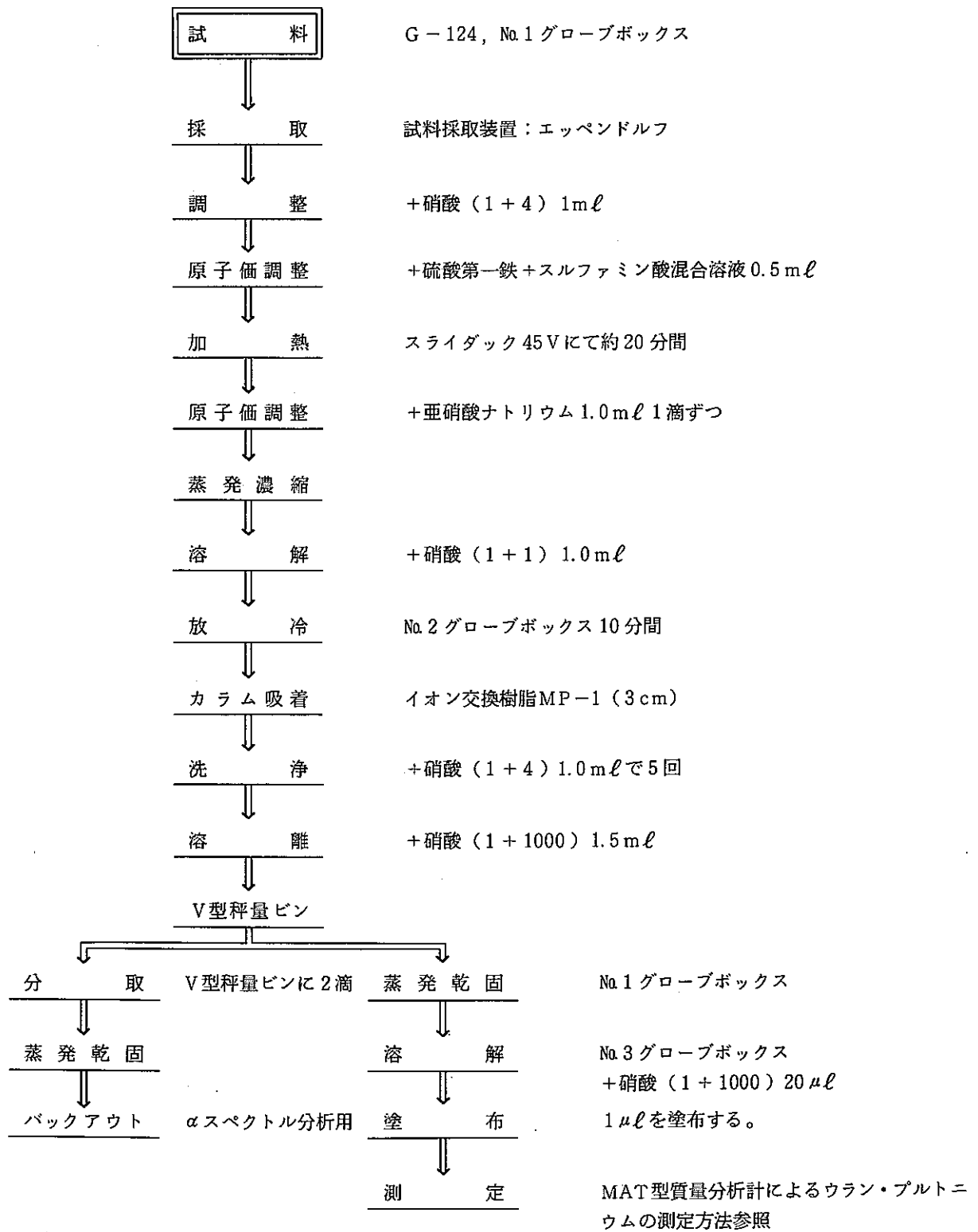


図 3.3.2-1 分析操作手順フローシート図

プルトニウム同位体組成の分析方法

[イオン交換・質量分析法]

3.3.3 ウラン・プルトニウム混合溶液中の濃度および同位体組成の分析方法

〔同位体希釈－質量分析法〕

1. 要 旨

試料溶液の一定量を正確に希釈し、その希釈液の一定量に濃度既知の混合スパイク液を添加する。このスパイクされた溶液および希釈液をイオン交換分離により、ウランとプルトニウムを分離した後、質量分析法および α スペクトル法により各々の同位体組成を分析する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工場の受入計量槽(251-V-10)のウラン・プルトニウム濃度および同位体組成分析に適用する。適用範囲はウラン 30 g/l 、プルトニウム 0.1 g/l 以上である。

3. 試薬および装置

- | | |
|-----------------------------|---|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液 (20%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.2 参照 |
| (2) 硝酸－フッ化水素混合溶液 | : 一般試薬の調整方法 2.1.8 参照 |
| (3) 硝酸 (1+1) (1+4) (1+1000) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) 硫酸第一鉄－スルファミン酸混合溶液 (7%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.16 参照 |
| (5) ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液 | : 標準溶液の調整方法 2.2.11 参照 |
| (6) イオン交換樹脂 | : BioRad AG-MPI (100～200
メッシュ) |
| (7) 希釈装置 | |
| (8) 乾固装置 | |
| (9) 試料塗布装置 | |
| (10) データ処理装置 | |
| (11) 質量分析計 | : VG型及びMAT型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法
4.1, 4.2 参照 |
| (12) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>(試料調整)</p> <p>(1) 試料をオーバーフロー型ホールピペット (1 mℓ) で 1 mℓ 正確にポリエチレン製コップ①②③に採取する。</p> <p>(2) ポリエチレン製コップ①②③にそれぞれ硝酸 (1 + 4) 50 mℓ を 3 回入れて希釈する。</p> <p>(3) スターラーで攪拌混合する。</p> <p>(4) オーバーフロー型ホールピペットを交換し、操作手順(2)のポリエチレン製コップ①より 2 mℓ 正確に秤量ビン①に分取する。</p> <p>(5) 操作手順(2)のポリエチレン製コップ②より秤量ビン②に 2 mℓ、秤量ビン③に 2 mℓ を 2 回それぞれ正確に分取する。</p> <p>(6) 操作手順(2)のポリエチレン製コップ③より秤量ビン③に 2 mℓ 正確に分取する。</p> <p>(7) オーバーフロー型ホールピペットを交換し、混合スパイク溶液を操作手順(4)~(6)の秤量ビン①②③に 2 mℓ 正確に添加する。</p> <p>(8) 操作手順(4)~(6)の秤量ビン①②③④に硫酸第一鉄-スルファシン酸混合溶液 (7%) 0.5 mℓ 加え加熱する。</p> <p>(9) 亜硝酸ナトリウム溶液 (20%) 1 mℓ を加え乾固寸前まで蒸発濃縮する。</p> <p>(10) イオン交換カラムを架台に用意する。</p> <p>(11) 硝酸 (1 + 1) 1 mℓ で試料を溶解しカラムに移し入れる。</p> <p>1) 秤量ビン① → カラム No 1 2) 秤量ビン② → カラム No 2 3) 秤量ビン③ → カラム No 3 4) 秤量ビン④ → カラム No 4</p>	<p>(1) 試料は A₄ (保障措置用) を使用する。オーバーフロー型ホールピペットは全て検定済を使用すること。</p> <p>(2) 検定済ドジマツ (50 mℓ) を使用する。</p> <p>(3) 約 5 分間</p> <p>(4) 秤量ビン① (濃度用)</p> <p>(5) 秤量ビン② (濃度用) " ③ (同位体用)</p> <p>(6) 秤量ビン④ (濃度用)</p> <p>(8) スタイダック 45 V にて、約 20 分間プルトニウムを 3 回にする。</p> <p>(9) 一滴づつ徐々に加え急激な反応をさせない様に注意する。 プルトニウムを 4 価にする。</p> <p>(10) 前もって硝酸 (1 + 1) でコンディショニングしておく。 イオン交換樹脂は MP-1 (3 cm)</p> <p>(11) 秤量ビン①の試料を 0.5 mℓ 残す。 (NSB用)</p>

操 作 手 順	備 考
(12) 硝酸(1+1) 0.5 mℓで2回洗浄する。	
(13) 硝酸(1+4) 1.5 mℓでウラン成分を試料ビンに溶離する。	
(14) 硝酸(1+4) 0.5 mℓで2回洗浄する。	(14) ウラン洗浄
(15) 硝酸(1+1000) 1.5 mℓでプルトニウム成分を試料ビンに溶離する。	(15) 操作手順(13)の試料ビンと共にG 124完全に気送する。
〔ウランの試料調整〕	
(16) 操作手順(13)のウラン成分を秤量ビンに移し入れる。	
(17) イオン交換カラムを架台に用意する。	(17) 前もって硝酸(1+1)でコンディショニングしておく。 イオン交換樹脂はAG-1(3 cm)
(18) 濃硝酸 1.5 mℓを加え、試料をカラムに移し入れる。	
1) 秤量ビン①→カラムNa 1	
2) 秤量ビン②→カラムNa 2	
3) 秤量ビン③→カラムNa 3	
4) 秤量ビン④→カラムNa 4	
(19) 硝酸(1+1) 0.5 mℓで2回洗浄する。	
(20) 硝酸(1+1000) 1.5 mℓでV型秤量ビンに溶離する。	
(21) 蒸発乾固する。	
(22) 硝酸(1+1000) 20 μℓで溶解する。	
〔試料の塗布〕	
(23) トリプルフィラメントを試料塗布装置に装着する。	
(24) 試料塗布用ピペットで1 μℓ採取する。	(24) ウラン量で2 μg
(25) サイドフィラメントに1~1.2 A通電し、フィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。	(25) センターフィラメントに試料が付着しない様に注意し、サイドフィラメント中央に塗布する。
(26) 塗布後、数秒間通電して試料を脱水する。	
(27) 乾燥後2~2.3 A通電し、フィラメント上のウラン試料を黄褐色のUO ₃ に酸化する。	
(28) もう一方のサイドフィラメントにも操作手順(25)~(27)の操作を行ない試料を塗布する。	
〔測定〕	
(29) VG型質量分析計にセットし、ウラン・プルトニウム同位体組成を測定する。	(29) 質量分析計については、4.1 VG型質量分析計によるウラン・プルトニウム同位

操 作 手 順	備 考
<p>〔プルトニウムの試料調整〕</p> <p>(30) 操作手順(15)のプルトニウム成分をV型秤量ビンに移し入れる。</p> <p>(31) αスペクトル用にピペットで2滴V型秤量ビンに分取する。</p> <p>(32) 操作手順(30)～(31)のV型秤量ビンを蒸発乾固する。</p> <p>(33) 硝酸(1+1000) 20 μℓで溶解する。</p> <p>〔試料の塗布〕</p> <p>(34) シングルフィラメントを試料塗布装置に装置する。</p> <p>(35) 試料塗布用ピペットで1 μℓ採取する。</p> <p>(36) フィラメントに1～1.2 A通電し、フィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。</p> <p>(37) 塗布後、数秒間通電して試料を脱水する。</p> <p>(38) 乾燥後2～2.3 A通電し、フィラメント上のプルトニウム試料を茶褐色のPuO₂にする。</p> <p>〔測 定〕</p> <p>(39) MAT型質量分析計にセットする。</p> <p>〔IAEAの試料調整〕</p> <p>(40) オーバーフロ型ホールピペットを交換し、操作手順(2)のポリエチレン製コップ①より1 mℓ正確に秤量ビン①②③に分取する。</p> <p>(41) 秤量ビン①②に混酸0.5 mℓを加える。</p> <p>(42) 秤量ビン①②③を蒸発乾固させる。</p> <p>(43) 乾固後取り出し30分間放置する。</p> <p>(44) 放冷後ゴム栓し加締器でフタを加締める。</p> <p>(45) 鉛容器に収納してバッグアウトする。</p> <p>〔NSBの試料調整〕</p> <p>(46) 操作手順(4)の時ポリエチレン製コップ①より2 mℓ正確に秤量ビン⑤に分取する。</p> <p>(47) 操作手順(8)～(10)の操作を繰返す。</p> <p>(48) 操作手順(11)の備考の試料と共に操作手順(11)～(13)の操作を繰返しウラン成分を試料ビンに溶離する。</p>	<p>体の測定方法を参照。</p> <p>(31) 蒸発乾固後バッグアウトする。</p> <p>(35) プルトニウム量で2 μg</p> <p>(36) フィラメント中央に塗布する。</p> <p>(39) 4.2 MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照。</p> <p>(40) 査察官の確認を受ける。 秤量ビンはIAEA用を使用する。 濃度用2本、同位体用1本。</p> <p>(41) 濃度用のみ</p> <p>〔NSBの試料調整〕 操作手順(40)～(45)の操作を行ない濃度用同位体用各々1本調整する。</p>

操 作 手 順	備 考
(49) 試料ビンを秤量ビンに交換し、操作手順(14)～(15)の操作を繰返しプルトニウム成分を溶離する。 (50) イオン交換カラムを架台に用意する。 (51) 操作手順(48)の試料ビンに濃硝酸 1 mℓ を加えカラムに移し入れる。 (52) 硝酸 (1 + 1) 0.5 mℓ で 2 回洗浄する。 (53) 硝酸 (1 + 1000) 1.5 mℓ でウラン成分を秤量ビンに溶離する。 (54) 操作手順(49)の秤量ビンと共に蒸発乾固する。 (55) 乾固後取り出し 30 分間放置する。 (56) 放冷後ゴム栓し、加締器でフタを加締める。 (57) 鉛容器に収納してバッグアウトする。	(49) 秤量ビンは NSB 用を使用する。 濃度用 1 本、同位体用 1 本。 (50) イオン交換樹脂：AG-1 を使用

5. スペクトル装置による Pu-238 の補正

- (1) 試料のイオン交換分離後 48 時間以内における同位体比
- R_{89}
- の計算

$$R_{89} = M1 (0.00358 + 0.0133 \cdot \bar{R}_{09})$$

- (2) 試料のイオン交換分離後 48 時間を経過したときの同位体比
- R_{89}
- の計算

$$R_{89} = 0.00358 \{ M2 (1 + 3.714 \cdot \bar{R}_{09}) - 0.00715 \cdot \bar{R}_{19} \cdot t \}$$

ここで、M1： α スペクトル値（イオン交換後 48 時間以内に測定した値）

\bar{R}_{09} ： $^{240}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ の平均同位体比

\bar{R}_{19} ： $^{241}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ の平均同位体比

M2： α スペクトル値（イオン交換後 48 時間以上経過した時の測定した値）

t：イオン交換分離後の経過日数

6. 計 算

1. 試料中のウラン同位体および濃度

- (1) 試料中のウラン同位体比(R)，原子数百分率(At%)，重量百分率(Wt%)，平均原子量(A，W)の計算

- 1) 同位体比 R の計算

各々のピーク高のなかで最大ピーク ^{238}U を基準にして同位体比 R を求め、それぞれ質量差別補正を行う。

$$\bar{R}_{38} = \frac{\sum R_{38}}{N} \cdot F_{38}$$

$$\bar{R}_{48} = \frac{\sum R_{48}}{N} \cdot F_{48}$$

$$\bar{R}_{58} = \frac{\sum R_{58}}{N} \cdot F_{58}$$

$$\bar{R}_{68} = \frac{\sum R_{68}}{N} \cdot F_{68}$$

ここで、 \bar{R}_{38} 、 \bar{R}_{48} 、 \bar{R}_{58} 、 \bar{R}_{68} ：各々の補正された平均同位体比

R_{38} ： ^{233}U ピーク高/ ^{238}U ピーク高

R_{48} ： ^{234}U ピーク高/ ^{238}U ピーク高

R_{58} ： ^{235}U ピーク高/ ^{238}U ピーク高

R_{68} ： ^{236}U ピーク高/ ^{238}U ピーク高

N：繰り返し測定数

F_{38} 、 F_{48} 、 F_{58} 、 F_{68} ：各々の補正係数

2) 原子数百分率(A tom%)の計算

$$A_{233} = (\bar{R}_{38} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{234} = (\bar{R}_{48} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{235} = (\bar{R}_{58} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{236} = (\bar{R}_{68} / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

$$A_{238} = (1 / \bar{R}_{38} + \bar{R}_{48} + \bar{R}_{58} + \bar{R}_{68} + 1) \times 100$$

ここで、 A_{233} ： ^{233}U の原子数百分率

A_{234} ： ^{233}U の原子数百分率

A_{235} ： ^{233}U の原子数百分率

A_{236} ： ^{233}U の原子数百分率

A_{238} ： ^{233}U の原子数百分率

3) 重量百分率(Weight %)の計算

$$W_{233} = ({}^{233}\text{UW} \cdot \bar{R}_{38} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{234} = ({}^{234}\text{UW} \cdot \bar{R}_{48} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{235} = ({}^{235}\text{UW} \cdot \bar{R}_{58} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{236} = ({}^{236}\text{UW} \cdot \bar{R}_{68} / \text{WS}) \times 100$$

$$W_{238} = ({}^{238}\text{UW} \cdot 1 / \text{WS}) \times 100$$

ここで、 W_{233} ： ^{233}U の重量百分率

W_{234} : ^{234}U の重量百分率

W_{235} : ^{235}U の重量百分率

W_{236} : ^{236}U の重量百分率

W_{238} : ^{238}U の重量百分率

^{233}UW : ^{233}U の質量数 (233.04)

^{234}UW : ^{234}U の質量数 (234.04)

^{235}UW : ^{235}U の質量数 (235.04)

^{236}UW : ^{236}U の質量数 (236.05)

^{238}UW : ^{238}U の質量数 (238.05)

$$W_S : ^{233}\text{UW} \cdot \bar{R}_{38} + ^{234}\text{UW} \cdot \bar{R}_{48} + ^{235}\text{UW} \cdot \bar{R}_{235} + ^{236}\text{UW} \cdot \bar{R}_{68} + ^{238}\text{UW}$$

4) 平均原子量WUの計算

$$WU = ^{233}\text{UW} \cdot A_{233} + ^{234}\text{UW} \cdot A_{234} + ^{235}\text{UW} \cdot A_{235} + ^{236}\text{UW} \cdot A_{236} + ^{238}\text{UW} \cdot A_{238} / 100$$

2. 試料中のウラン濃度の計算

1) スパイクされた試料中の同位体比 $R_{(83)M}$ を求める。

$$\bar{R}_{(83)M} = \frac{\sum R_{(83)M}}{N} \cdot F_{83}$$

ここで, $R_{(83)M}$: 平均同位体比

N : 測定回数

F_{83} : 装置定数

$R_{(83)M}$: 同位体測定値 ($^{238}\text{U}/^{233}\text{U}$)

2) ウラン濃度 U (g/ℓ) を次式により計算する。

$$U(\text{g}/\ell) = \left(\frac{V_T}{V_E} \cdot \frac{S_3}{A_{(8)E}} \times \frac{\bar{R}_{(83)M} - \bar{R}_{(83)T}}{1 - \bar{R}_{(83)M} / \bar{R}_{(83)E}} \right) \frac{AW}{6.022045 \times 10^{20}} \cdot D$$

ここで, V_E : 試料の採取量 ($\text{m}\ell$)

V_T : U, Pu 混合スパイク溶液の採取量 ($\text{m}\ell$)

S_3 : U, Pu 混合スパイク溶液中 ^{233}U 原子数/ $\text{m}\ell$ (既知)

$A_{(8)E}$: 試料中の ^{238}U の原子数分率

$R_{(83)E}$: 試料中の $^{238}\text{U}/^{233}\text{U}$ 同位体比

$R_{(83)T}$: U, Pu 混合スパイク溶液の $^{238}\text{U}/^{233}\text{U}$ 同位体比 (既知)

$R_{(83)M}$: スパイクされた試料の $^{238}\text{U}/^{233}\text{U}$ 平均測定値

AW : 試料溶液のウランの平均原子量

D : 試料溶液の希釈率

3. プルトニウムの濃度および同位体の計算

(1) 試料溶液中のプルトニウムの同位体比(R), 原子数百分率(A%), 重量百分率(W%), 平均原子量(WPu)の計算

1) 同位体比Rの計算

各々のピーク高のなかで最大ピーク²³⁹Puを基準にして同位体比Rを求め、それぞれ質量差別補正を行なう。

$$\bar{R}_{09} = \frac{\sum R_{09}}{N} \cdot F_{09}$$

$$\bar{R}_{19} = \frac{\sum R_{19}}{N} \cdot F_{19}$$

$$\bar{R}_{29} = \frac{\sum R_{29}}{N} \cdot F_{29}$$

$$\bar{R}_{49} = \frac{\sum R_{49}}{N} \cdot F_{49}$$

ここで、 \bar{R}_{09} , \bar{R}_{19} , \bar{R}_{29} , \bar{R}_{49} : 各々の補正された平均同位体比

R_{89} は α スペ値, R_{09} , また R_{19} の値から求められる。

R_{09} : ²⁴⁰Pu ピーク高 / ²³⁹Pu ピーク高

R_{19} : ²⁴¹Pu ピーク高 / ²³⁹Pu ピーク高

R_{29} : ²⁴²Pu ピーク高 / ²³⁹Pu ピーク高

R_{49} : ²⁴⁴Pu ピーク高 / ²³⁹Pu ピーク高

N : 繰り返し測定数

F_{09} , F_{19} , F_{29} , F_{49} : 各々の補正係数

2) 原子数百分率(A tom%)の計算

$$A_{238} = (\bar{R}_{89} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{239} = (1 / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{240} = (\bar{R}_{09} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{241} = (\bar{R}_{19} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{242} = (\bar{R}_{29} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

$$A_{244} = (\bar{R}_{49} / \bar{R}_{89} + \bar{R}_{09} + \bar{R}_{19} + \bar{R}_{29} + \bar{R}_{49} + 1) \times 100$$

ここで、 A_{238} : ²³⁸Pu の原子数百分率

A_{239} : ²³⁹Pu の原子数百分率

A_{240} : ²⁴⁰Pu の原子数百分率

A_{241} : ²⁴¹Pu の原子数百分率

A_{242} : ^{242}Pu の原子数百分率

A_{244} : ^{244}Pu の原子数百分率

3) 重量百分率(Weight %)の計算

$$W_{238} = (^{238}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{89} / WS)$$

$$W_{239} = (^{239}\text{Pu}W \cdot 1 / WS)$$

$$W_{240} = (^{240}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{09} / WS)$$

$$W_{241} = (^{241}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{19} / WS)$$

$$W_{242} = (^{242}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{29} / WS)$$

$$W_{244} = (^{244}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{49} / WS)$$

ここで, W_{238} : ^{238}Pu の重量百分率

W_{239} : ^{239}Pu の重量百分率

W_{240} : ^{240}Pu の重量百分率

W_{241} : ^{241}Pu の重量百分率

W_{242} : ^{242}Pu の重量百分率

W_{244} : ^{244}Pu の重量百分率

$^{238}\text{Pu}W$: ^{238}Pu の質量数 (238.05)

$^{239}\text{Pu}W$: ^{239}Pu の質量数 (239.05)

$^{240}\text{Pu}W$: ^{240}Pu の質量数 (240.05)

$^{241}\text{Pu}W$: ^{241}Pu の質量数 (241.06)

$^{242}\text{Pu}W$: ^{242}Pu の質量数 (242.06)

$^{244}\text{Pu}W$: ^{244}Pu の質量数 (244.06)

$$WS = ^{238}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{89} + ^{239}\text{Pu}W \cdot 1 + ^{240}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{09} + ^{241}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{19} + \\ ^{242}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{29} + ^{244}\text{Pu}W \cdot \bar{R}_{49}$$

4) 平均原子量 W_{Pu} の計算

$$W_{\text{Pu}} = (^{238}\text{Pu}W \cdot A_{238} + ^{239}\text{Pu}W \cdot A_{239} + ^{240}\text{Pu}W \cdot A_{240} + ^{241}\text{Pu}W \cdot A_{241} + \\ ^{242}\text{Pu}W \cdot A_{242} + ^{244}\text{Pu}W \cdot A_{244}) / 100$$

(4) 試料中のプルトニウム濃度の計算

1) スパイクされた試料中の同位体比 $R_{(92)M}$ を求める。

$$\bar{R}_{(92)M} = \frac{\sum R_{(92)M}}{N} \cdot F_{92}$$

ここで, $\bar{R}_{(92)M}$: 平均同位体比

N : 測定回数

F_{92} : 装置定数

$\bar{R}_{(92)M}$: 同位体測定値 ($^{239}\text{Pu}/^{242}\text{Pu}$)

2) プルトニウム濃度 $\text{Pu}(\text{g}/\ell)$ を次式により計算する。

$$\text{Pu}(\text{g}/\ell) = \frac{V_T}{V_E} \cdot \frac{S_2}{A_{(9)E}} \cdot \frac{\bar{R}_{(92)M} - \bar{R}_{(92)T}}{1 - \bar{R}_{(92)M}/\bar{R}_{(92)E}} \cdot \frac{W_{\text{Pu}}}{6.022045 \times 10^{20}} \cdot D$$

ここで、 V_E : 試料の採取量 (mℓ)

V_T : ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の採取量 (mℓ)

S_2 : ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液中の ^{242}Pu 原子数/mℓ (既知)

$A_{(9)E}$: 試料中の ^{239}Pu の原子数百分率

$R_{(92)E}$: 試料中の $^{239}\text{Pu}/^{242}\text{Pu}$ 同位体比

$R_{(92)T}$: ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の $^{239}\text{Pu}/^{242}\text{Pu}$ の同位体比
(既知)

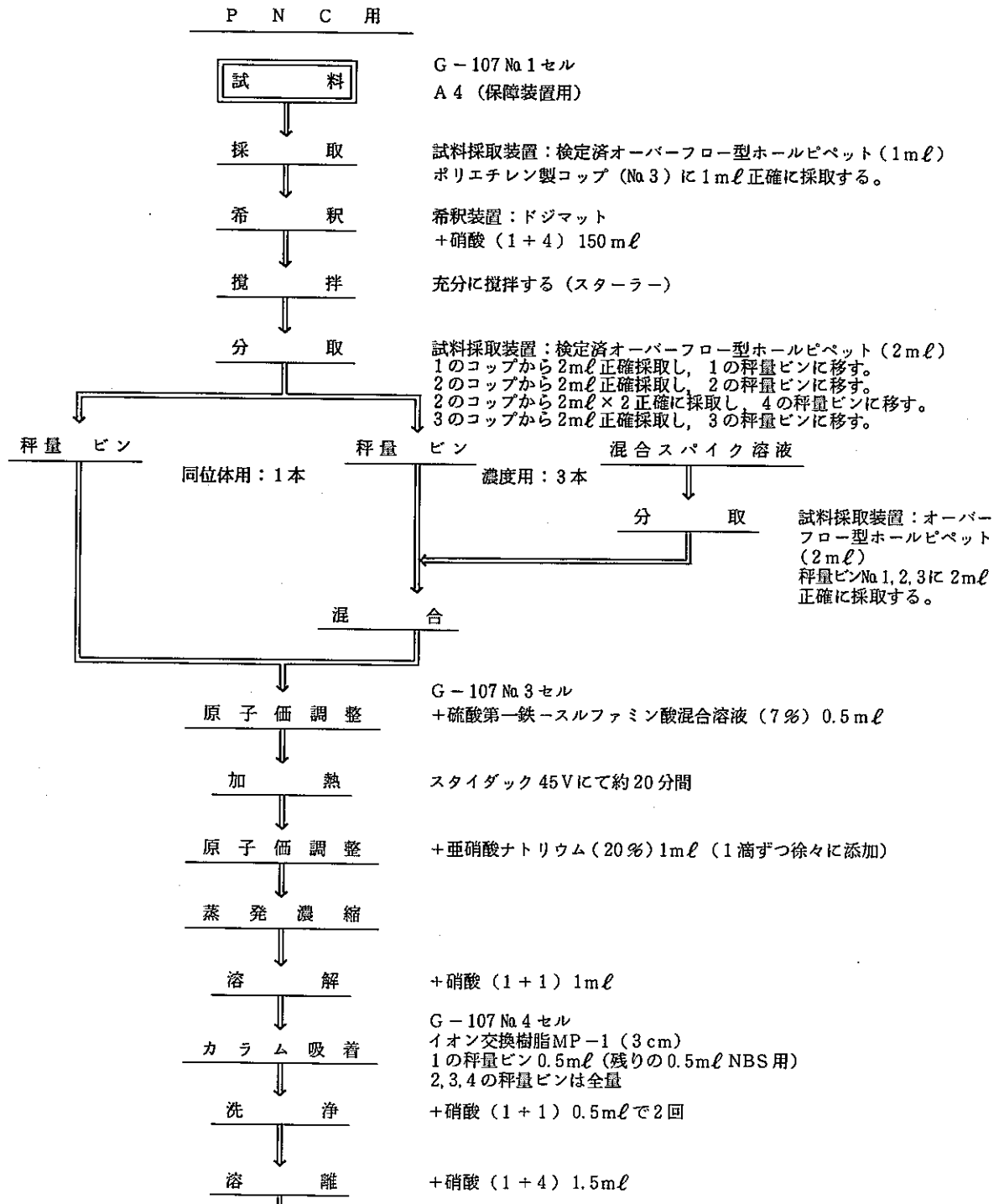
$R_{(92)M}$: スパイクされた試料の $^{239}\text{Pu}/^{242}\text{Pu}$ 平均測定値

AW : 試料溶液のプルトニウムの平均原子量

D : 試料溶液の希釈率

7. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法は、SN841-71-02(1971)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を参考にした。
- (3) 本法の試料調製フローシート図を図 3.3.3-1, 2, 3, 4 に示す。



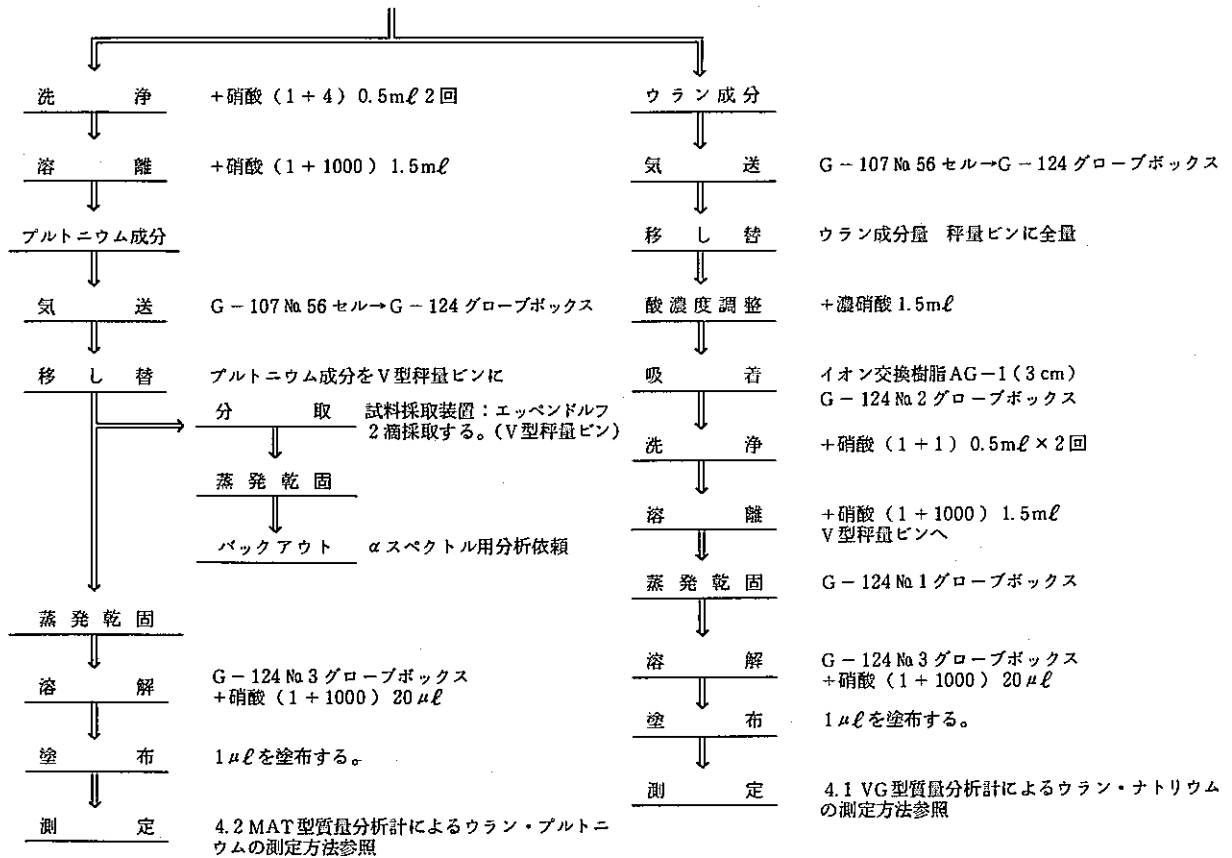


図 3.3.3 - 1 分析操作手順フローシート図

ウラン・プルトニウム混合溶液中の濃度及び同位体組成の分析方法

〔同位体希釈・質量分析法〕

IAEA用

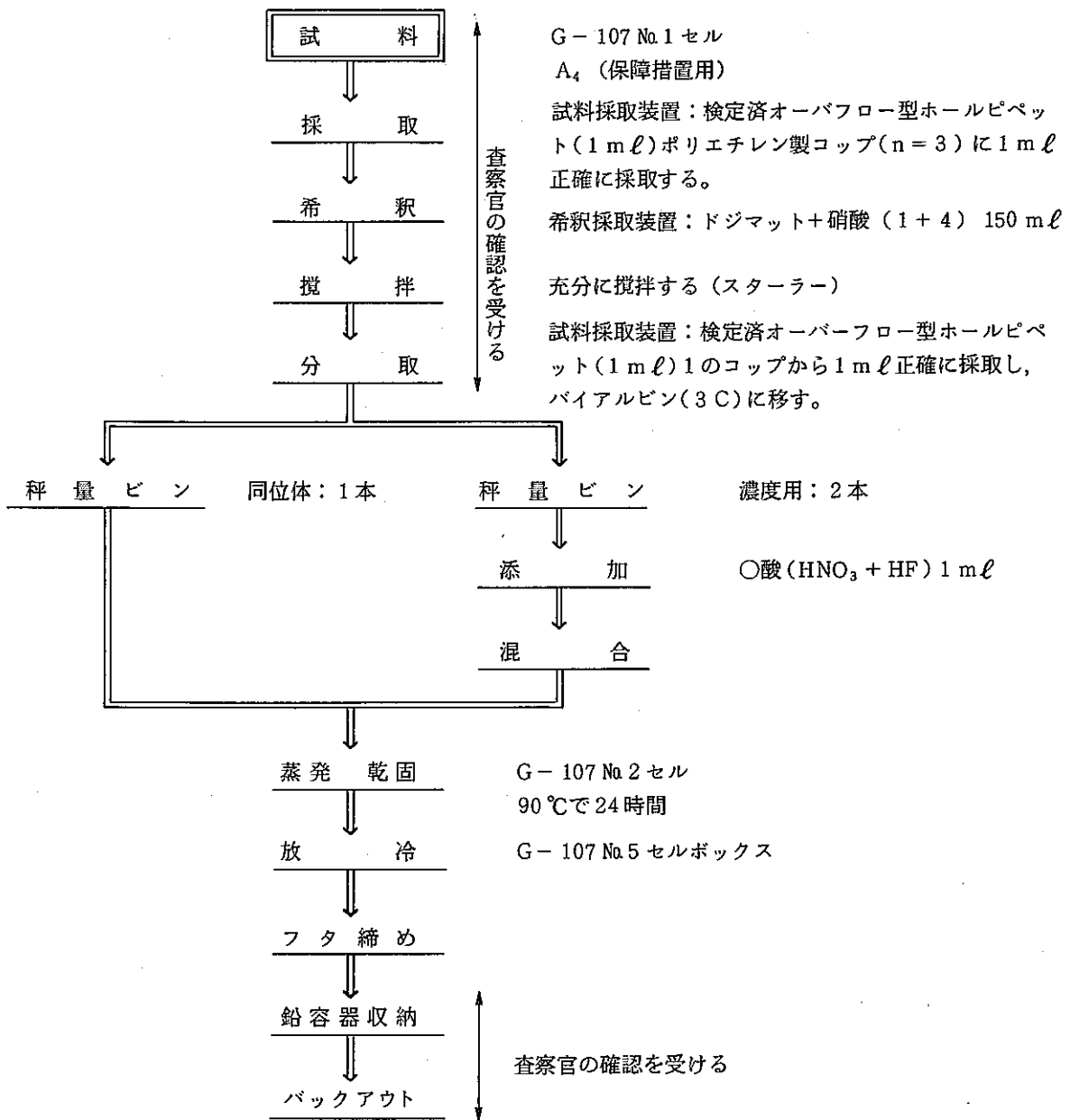


図3.3.3-2 IAEA収去試料のフローシート図

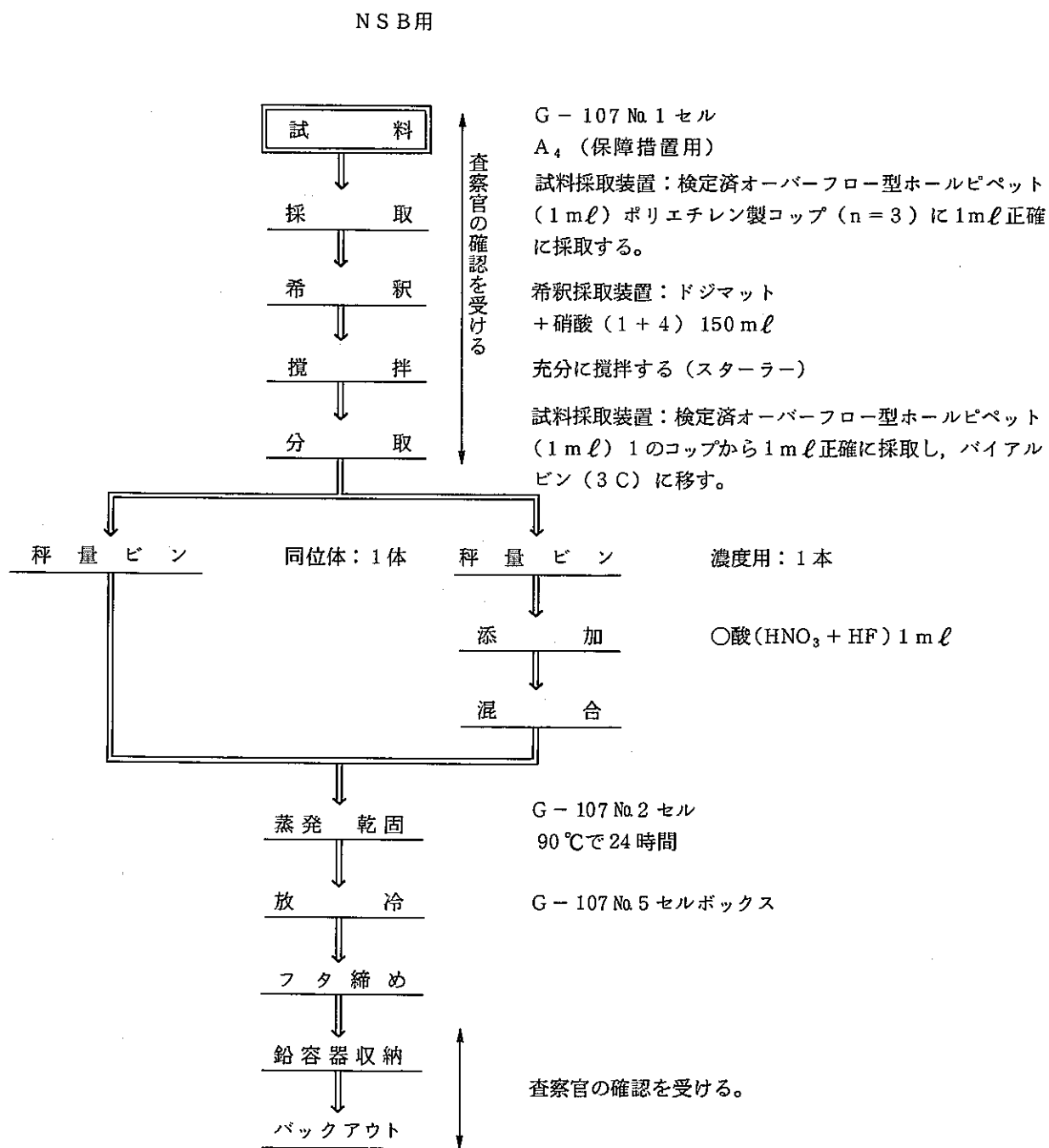
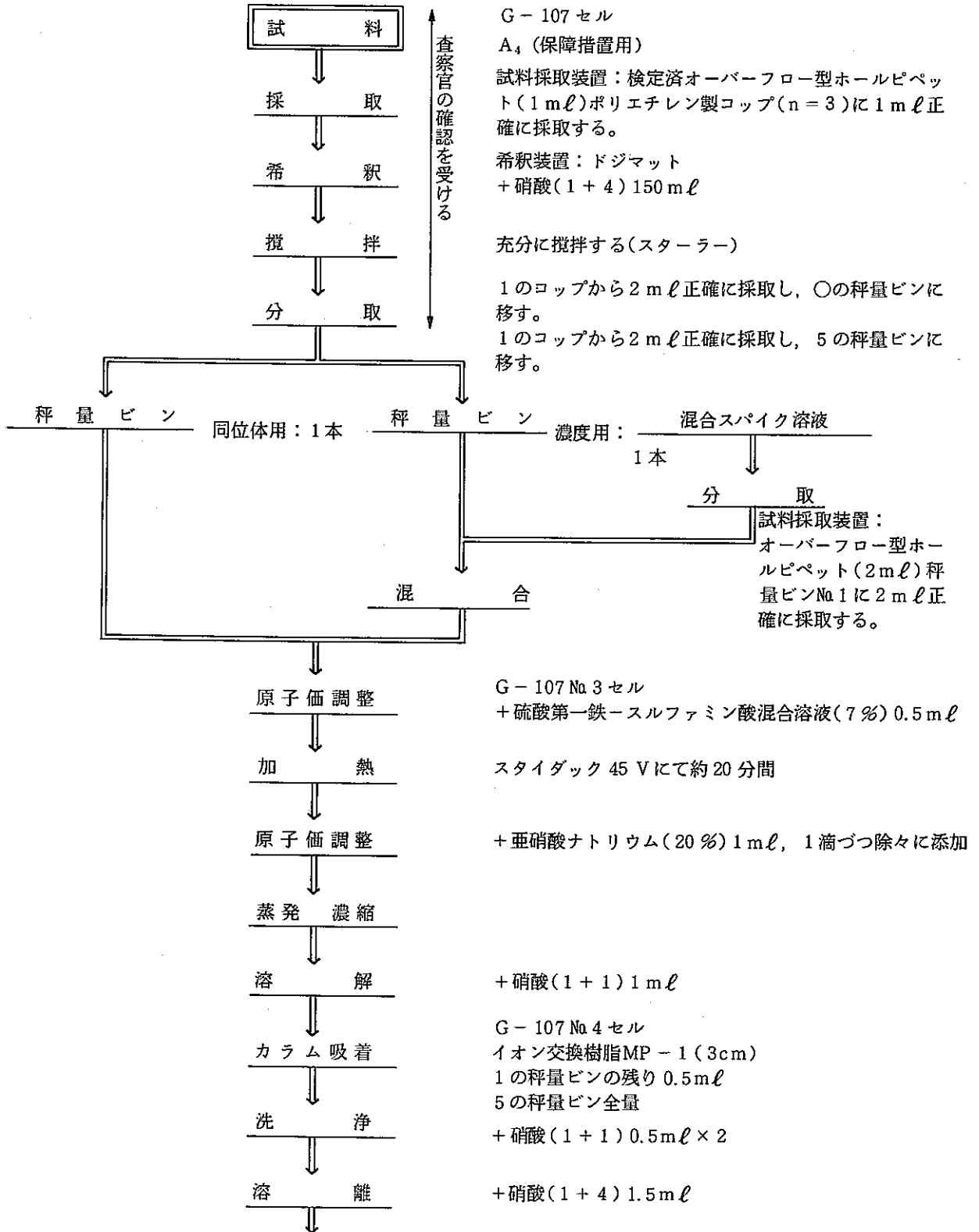


図 3.3.3-3 NSB 収去試料のフローシート図

NSB用



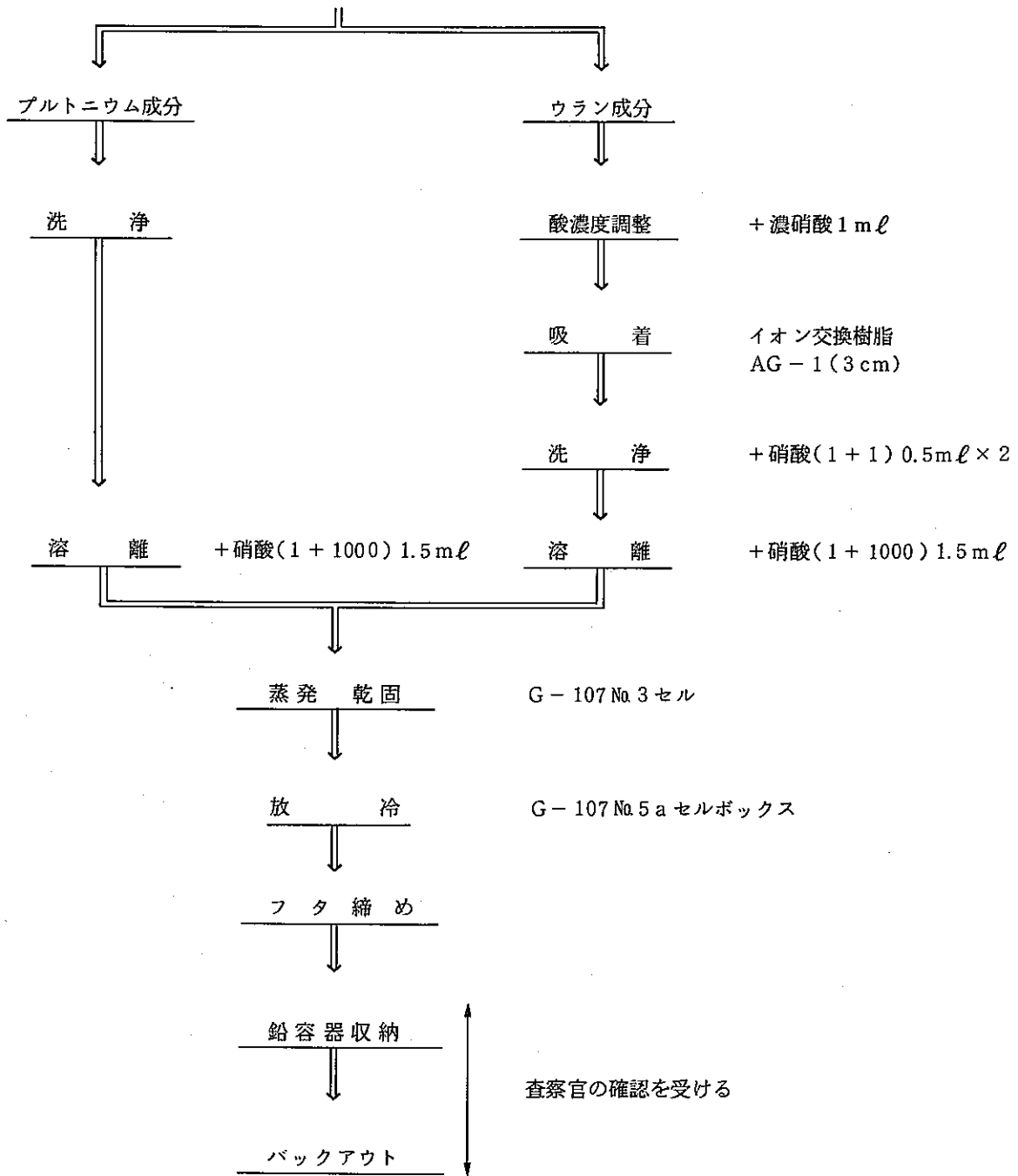


図 3.3.3-4 NSB 除去試料のフローシート

3.4 密度の分析

3.4.1 試料溶液の密度測定方法

[振動型密度計]

1. 要 旨

試料を振動セルに挿入し、振動型密度計を用いて測定する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程における試料溶液の密度の測定に適用する。

3. 試薬および装置



- (1) 振動型密度計
- (2) データ処理装置

4. 操 作

4.1 自動操作

操 作 手 順	備 考
<p>[データ処理装置の設定]</p> <p>(1) データ処理装置の場所選択画面より <input type="checkbox"/> HA <input type="checkbox"/> MA <input type="checkbox"/> LA <input type="checkbox"/> CB のいずれかを選択する。</p>	<p>(1) 場所選択画面を以下に示す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; text-align: center;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM</p> <p><input type="checkbox"/> H A <input type="checkbox"/> M A <input type="checkbox"/> L A <input type="checkbox"/> C B</p> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE. </p> </div>

操 作 手 順	備 考
<p>(2) <input type="button" value="自動制御"/> キーを押す。</p> <p>(3) ユニット番号を入力し <input type="button" value="↵"/> キーを押す。</p>	<p>場所選択後、以下の画面が表示される。</p> <div data-bbox="890 430 1329 654" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA)</p> <p><input type="button" value="AUTO."/> <input type="button" value="MANU. --"/></p> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE <input type="checkbox"/></p> </div> <p>(2)</p> <div data-bbox="890 810 1329 1012" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA)</p> <p>DATE 80/01/21 TIME 10:50</p> <p>UNIT No.</p> <p>CARD No.</p> <p>CORD</p> <hr/> <p>KEY INPUT PLEASE</p> </div> <p>と表示される。</p> <p>(3)</p> <div data-bbox="890 1236 1329 1438" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA)</p> <p>DATE 80/01/21 TIME 10:50</p> <p>UNIT No. 281V12</p> <p>CARD No.</p> <p>CORD</p> <hr/> <p>KEY INPUT PLEASE</p> </div> <p>と表示される。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(4) 伝票番号を入力し  キーを押す。</p>	<p>(4)</p> <div data-bbox="948 430 1387 631" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <pre>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA) DATE 60/01/21 TIME 10:50 UNIT No. 261V12 CARD No. M000102 CORD KEY INPUT PLEASE</pre> </div> <p>と表示される。</p>
<p>(5) 職員コード番号を入力する。</p>	<p>(5)</p> <div data-bbox="948 862 1387 1064" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <pre>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA) DATE 60/01/21 TIME 10:50 UNIT No. 261V12 CARD No. M000102 CORD 140789 KEY INPUT PLEASE</pre> </div> <p>と表示される。</p>
<p>(6)  キーを押す。</p>	<p>(6)</p> <div data-bbox="948 1288 1387 1512" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <pre>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA) ----- AUTO MODE----- STAN BY OK PUSH START KEY PLEASE</pre> </div> <p>と表示される。</p>
<p>[測 定] (7) サンプリングチップ先を試料ビンに浸す。</p>	

操 作 手 順	備 考					
<p>(8) START キーを押す。 測定を開始すると現在行なわれている工程を白黒反転で知らせる。</p> <p>[データ処理]</p> <p>(9) 測定が終了すると、測定値(3回分)及び平均値がプリンターに印字される。</p> <p>(10) 試料吐出・洗浄・乾燥を自動で行う。</p> <p>(11) END キーを押す。</p>	<p>(8)</p> <div data-bbox="887 454 1332 674" style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA)</p> <p>-----AUTO MODE-----</p> <table border="1" style="margin: auto;"> <tr> <td>SAMP IN</td> <td>MEAS</td> <td>DATA OUT</td> <td>WASH DRY</td> <td>END</td> </tr> </table> </div> <p>と表示され3回測定を行う。 エラー発生時は SHIFT ERR キーを押し、復帰後再度 SHIFT キーを押し、操作手順(1)から繰返す。</p> <p>(9) 5.解説(5)にプリンターの出力例を示す。</p>	SAMP IN	MEAS	DATA OUT	WASH DRY	END
SAMP IN	MEAS	DATA OUT	WASH DRY	END		

4.2 手動操作

操 作 手 順	備 考				
<p>[データ処理装置の設定]</p> <p>(1) データ処理装置の場所選択画面より HA MA LA CB のいずれかを選択する。</p>	<p>(1) 場所選択画面を以下に示す。</p> <div data-bbox="903 1503 1332 1724" style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM</p> <table border="1" style="margin: auto;"> <tr> <td>H A</td> <td>M A</td> <td>L A</td> <td>C B</td> </tr> </table> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE. </p> </div>	H A	M A	L A	C B
H A	M A	L A	C B		

操 作 手 順	備 考
	<p>場所選択後、以下の画面が表示される。</p> <div data-bbox="932 443 1372 667" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA)</p> <p>AUTO. MANU.</p> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE </p> </div>
<p>(2) 手動制御 キーを押す。</p>	<p>(2)</p> <div data-bbox="932 810 1372 1034" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM -----MANUAL MODE-----</p> <p>↑↑↑ ↓↓ ↓↓↓ ↑↑↑</p> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE </p> </div> <p>と表示される。</p>
<p>(3) 密度測定 キーを押す。</p>	<p>(3)</p> <div data-bbox="932 1243 1372 1467" style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> <p>DENSIMETER CONTROL SYSTEM (HA) -----MANUAL MODE-----</p> <p>SAMP IN MEAS SAMP OUT WASH DRY END</p> <p>SELECT ITEM-KEY PLEASE </p> </div> <p>と表示される。</p>
<p>[測 定]</p> <p>(4) サンプリングチップ先を試料ビンに浸す。</p> <p>(5) 試料採取 キーを押す。</p> <p>(6) 測定 キーを押す。</p>	<p>(5) 試料採取中は備考(3)画面の SAMP IN 部分が白黒反転し、終了すると元の画面に戻る。</p> <p>(6) 測定中は備考(3)画面の MEAS 部分が白黒反転し、終了すると元の画面に戻る。</p>

操 作 手 順	備 考
(データ処理) (7) 測定が終了すると、測定値(3回分)及び、平均値がプリンターに印字される。 (セル洗浄) (8) <input type="button" value="試料吐出"/> キーを押す。 (10) <input type="button" value="END"/> キーを押す。	(7) 5.解説(5)にプリンターの出力例を示す。 (8) 試料吐出中は備考(3)画面の <input type="button" value="SAMP OUT"/> 部分が白黒反転し、終了すると元の画面に戻る。 (9) 洗浄・乾燥中は備考(3)画面の <input type="button" value="WASH DAY"/> 部分が白黒反転し、終了すると元の画面に戻る。

5. 装置定数の変更方法

- (1) 水及び空気の振動周期を1日3回測定を行ない3日間測定し、その平均値を次式に代入して装置定数を求める。

$$d_1 - d_2 = \frac{1}{K} (T_1^2 - T_2^2)$$

d_1 = 31°C水の密度 (0.995351 g/cm³)

d_2 = 31°Cの空気密度 (0.001161 g/cm³)

K = 装置定数

T_1^2 = 水の振動周期

T_2^2 = 空気の振動周期

6. 解 説

- (1) 本法はPNC SN 852-81-18を参考にして作成した。
 (2) 装置の設定部を変更しない事。

測定部 DIV 1 × 10

 TIMBASE 10

- (3) 試料管内部へは沈澱物を絶対に入れないこと。
 (4) 本装置測定部は敏感なため電気ノイズに弱いので高周波プラスチックシーラー等の装置が運転中の場合は同時に測定しない。

- (5) データ処理装置のキーボードを図3.4.1-1に示す。
 - (6) プリンターの印字の一例を図3.4.1-2に示す。
 - (7) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.4.1-3～6に示す。
- ※ 硝酸プルトニウム溶液試料は手動測定にして行ない試料液の回収は“試料吐出”工程で行なうこと。

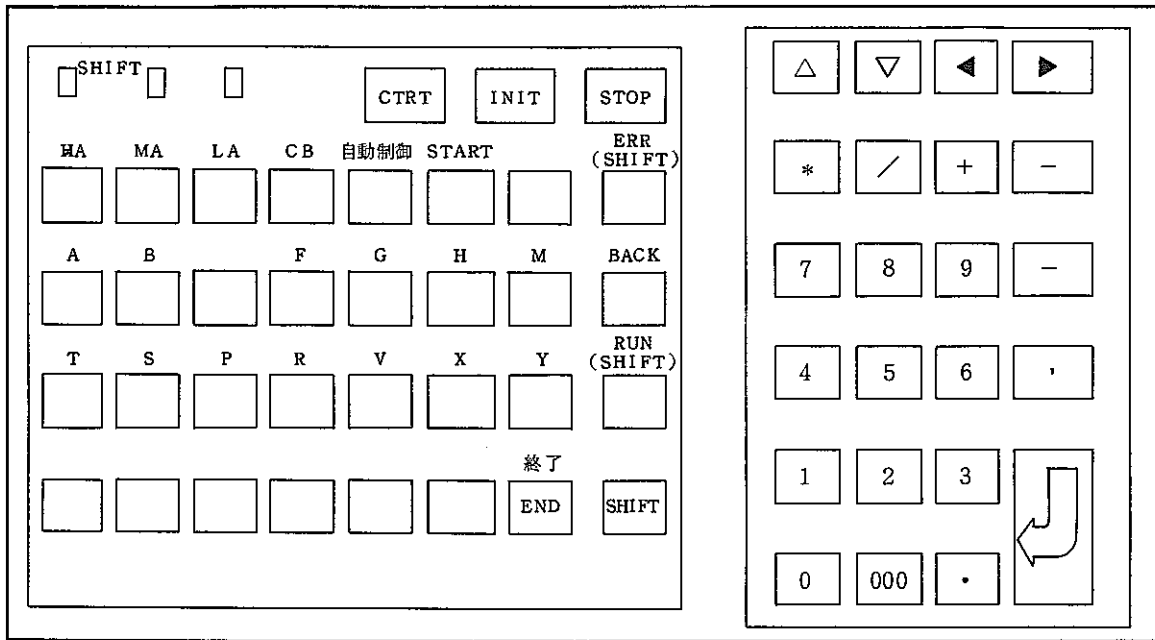


図 3.41-1 データ処理装置キーボード

```

DENSIMETER CONTROL SYSTEM  [HA]

DATE 86/01/29    TIME 10:29:31
UNIT :251V10
CARD :A123456
CODE :832189

      INTERVAL          DENSITY
3    18.58425          .89508
2    18.58421          .89506
1    18.58417          .89503
AVG                      .89506
R                               8.01086E-05
    
```

図 3.41-2 プリンター印字例

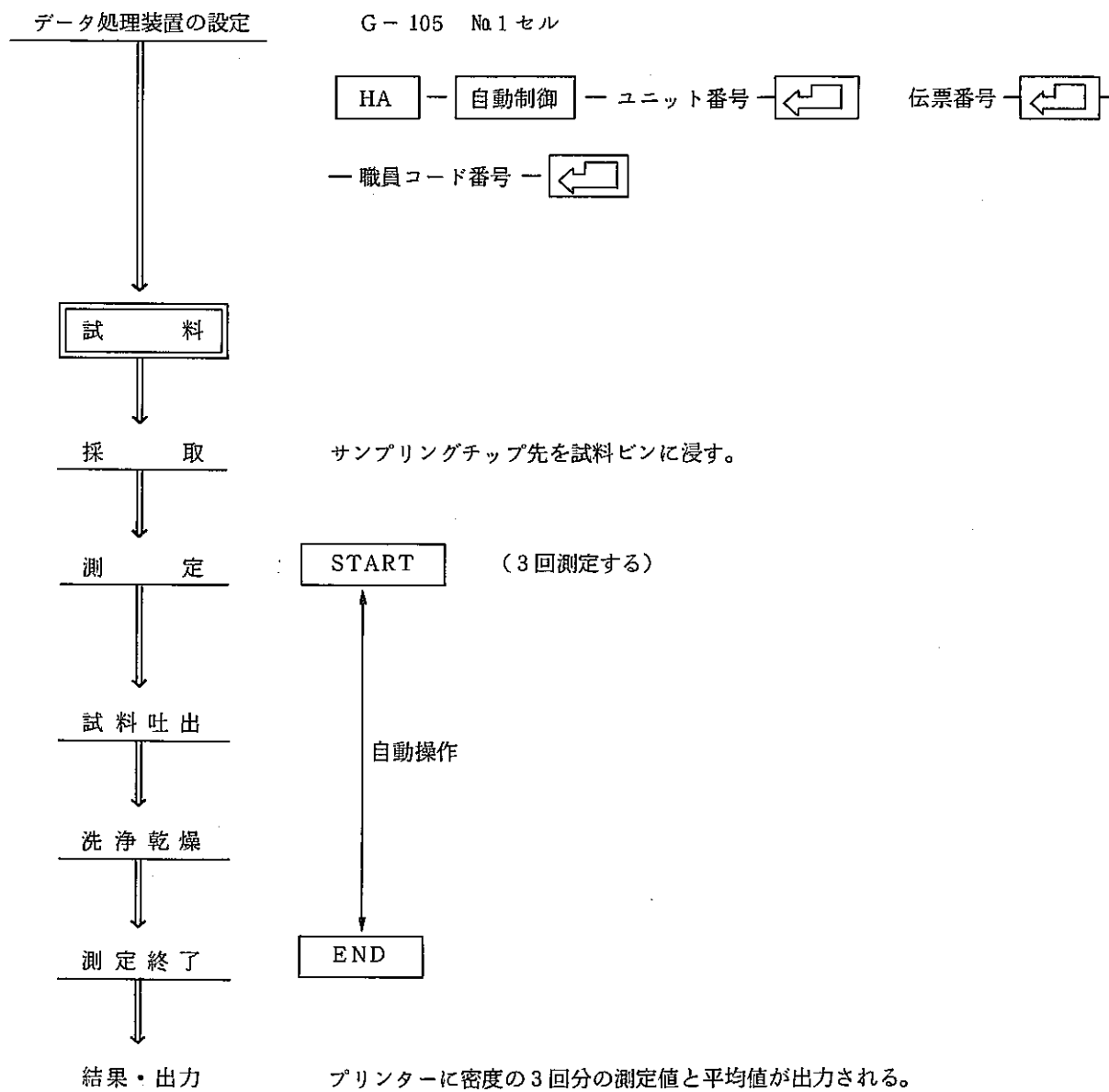


図 3.4.1-3 分析操作手順フローシート図(HA) (自動操作法)

試料溶液の密度 測定方法
(振動型密度計法)

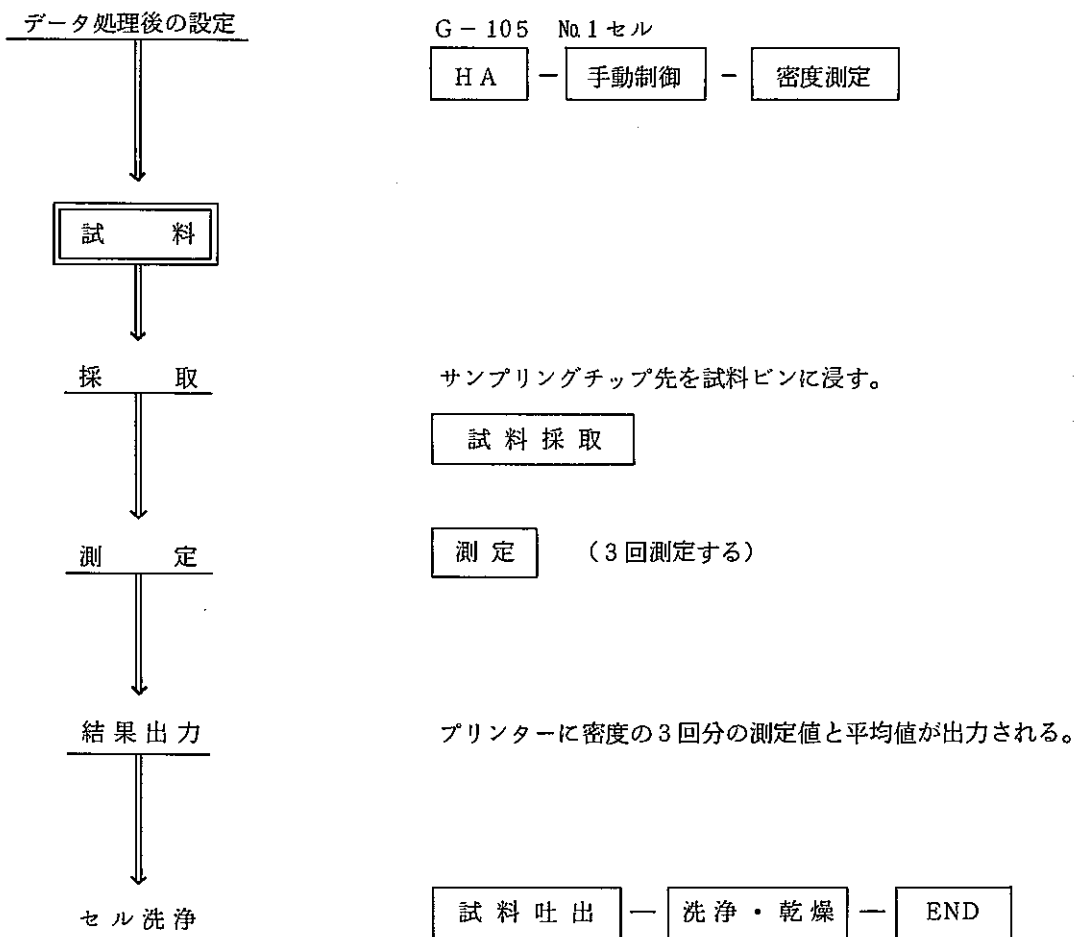


図 3.4.1 - 4 分析操作手順フローシート図(HA) (手動操作法)

試料溶液の密度測定方法
(振動型密度計法)

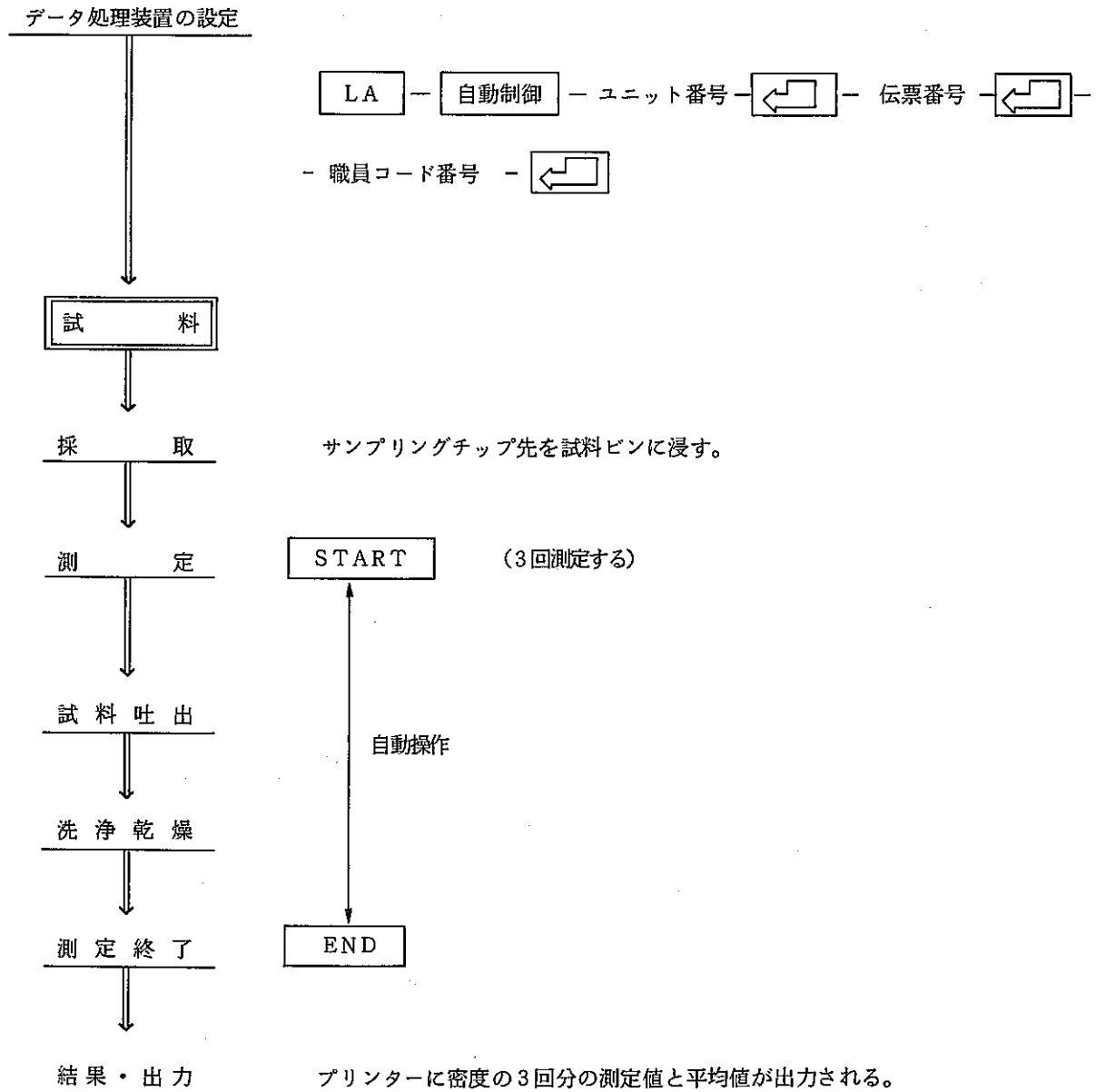


図3.4.1-5 分析操作手順フローシート図(LA)(自動操作法)

試料溶液の密度 測定方法
(振動型密度計法)

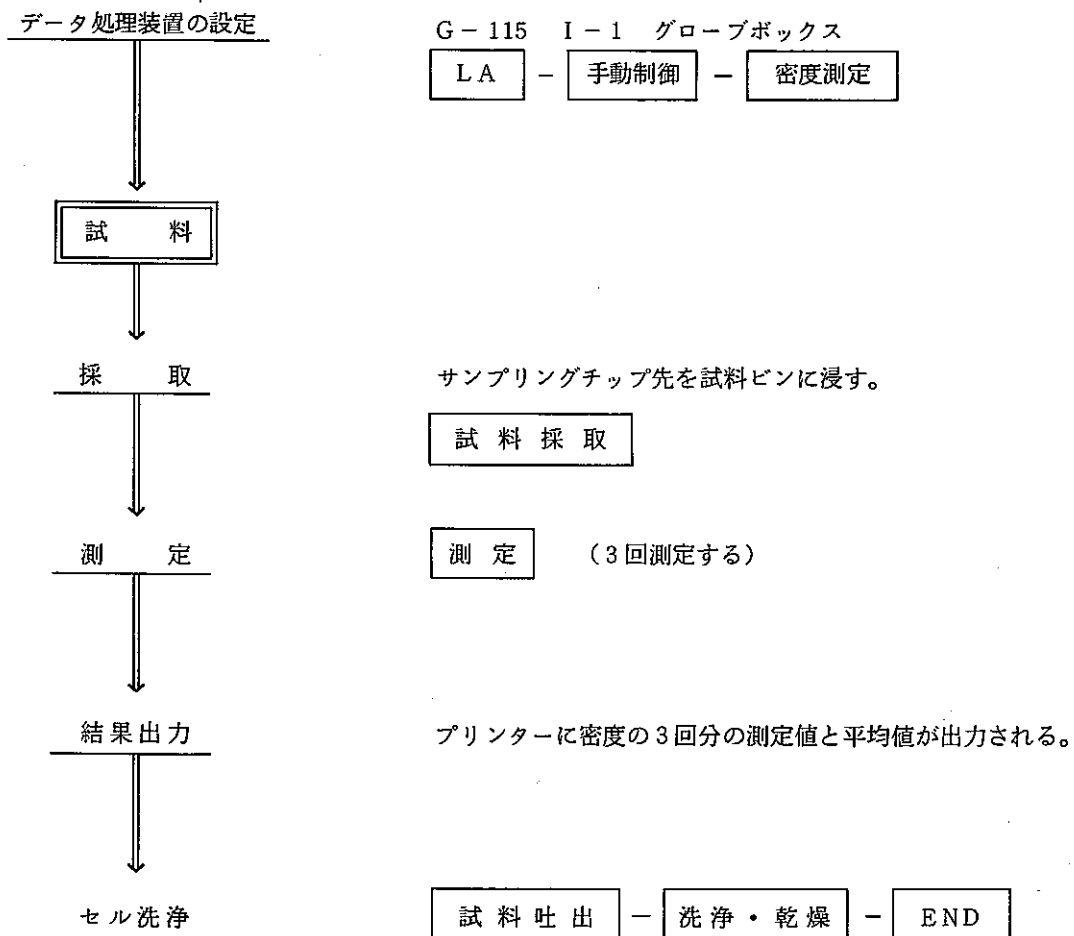


図 3.4.1 - 6 分析操作手順フローシート図(LA) (手動操作法)

試料溶度の密度 測定方法
(振動型密度計法)

3.5 不純物分析

3.5.1 高濃度プルトニウム溶液中のクロム、ニッケル、チタンの分析方法

〔フレイムレス原子吸光分析法〕

1. 要 旨

試料を希釈し、その一定量をフレイムレス原子吸光装置にて各元素の定量を行う。

2. 適用範囲

本法は、高濃度プルトニウム溶液中のクロム、ニッケル、チタンの分析に適用する。適用範囲は、ニッケル10 ppb以上、クロム10 ppb以上、チタン50 ppb以上を含む、試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|------------------|--------------------|
| (1) 硝酸(1+25) | : 一般試薬の調整方法2.1.2参照 |
| (2) 標準溶液 | : 本法解説を参照 |
| (3) フレイムレス原子吸光装置 | |
| (4) アルゴンガス | |
| (5) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料を0.2 ml正確にメスフラスコ(25 ml)に採取する。 (2) 硝酸(1+25)で定容し、振り混ぜる。 (3) 希釈溶液から1 ml正確にメスフラスコ(25 ml)に分取する。 (4) 硝酸(1+25)で定容し、振り混ぜる。 (5) 試料約6 mlを試料ビンに入れる。	(1) 試料はプルトニウム量として50 mg (5) 気送試料ビンを使用する。

操 作 手 順	備 考
<p>〔測定条件〕</p> <p>ニッケルについての選択例を示す。</p> <p>(6) ニッケルの測定の操作をする時は、元素リスト画面 (ELEMENTS) を確認し、[2][4]・[2] ENTER キーを押す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <pre style="font-family: monospace; font-size: small;"> *** ELEMENTS *** 1 Ag 11 Co 21 Mn 31 Si 2 Al 12 Cr 22 Mo 32 Sn 3 As 13 Cu 23 Na 33 Sr 4 Au 14 Fe 24 Ni 34 Ti 5 B 15 Ga 25 Pb 35 V 6 Ba 16 Hg ** 26 Pd 36 W * 7 Be 17 In 27 Pt 37 Zn 8 Bi 18 K 28 Rh 38 9 Ca 19 Li 29 Sb 10 Cd 20 Mg 30 Se ** BURNER ONLY ** Hg CELL ATOMIZER *1 BURNER (CELL) *2 GRAPHITE ATOMIZER </pre> </div> <p style="text-align: center;">元素リスト画面</p> <p>(7) 操作手順(6)を行うと次の分析条件画面 (ANALYSIS) が表示される。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <pre style="font-family: monospace; font-size: small;"> *** ANALYTICAL CONDITIONS *** ELEMENT No * LAMP CURRENT : 15 mA * WAVELENGTH : 232.0 nm * SLIT : 1.3 nm * CUVETTE : TUBE * CARRIER GAS : 200 ml/min * SAMPLE VOLUME : 20 ul H.C.LAMP == 0.0 * LAMP CURRENT * RANGE 0.0 - 200 mA </pre> </div> <p style="text-align: center;">分析条件画面</p> <p>(8) ランプ電流値を[1][5] ENTER キーと押し入力する。</p> <p>(9) SHIFT キーを4回押し、サンプリング量を[2][0]</p>	<p>(6) 数値は次の様に示す。</p> <p>1) [2][4] = 元素配列番号</p> <p>2) [] [2] = グラファイトアトマイザー</p> <p>3) この分析法において必要元素の注を下記に示す。</p> <p>① (チタンの場合) [3][4]・[2] ENTER と押す。</p> <p>② (クロムの場合) [1][2][] [2] ENTER と押す。</p> <p>(7) チタン、ニッケルについても同様の操作で画面が表示される。</p> <p>1) 入力するのは、ランプ電流値、サンプリング量のみである。</p> <p>(8) ランプ電流値を15 mAにする。</p> <p>(9) サンプリング量を20 μlにする。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>ENTER キーと押し入力する。</p> <p>(10) 測光部のスリット数を調整ツマミにて合せる。</p> <p>(11) 測光部の波長数を調整ツマミにて合せる。</p> <p>(12) 画面のH・C・LAMPの0.0値を測光部の波長調整ツマミで最大値にする。</p> <p>(13) 画面のH・C・LAMPの値を測光部のGAIN調整ツマミで95.0～100に合せる。</p> <p>(14) 分析条件のプリントアウトとする。PRINT キーを押す。</p> <p>(15) MEASURE キーを押し、測定条件画面を表示させる。</p>	<p>(10) スリット数は、ブラウン管画面に表示される。</p> <p>(11) 波長数は、ブラウン管画面に表示される。</p>
<pre> *** MEASUREMENT CONDITIONS *** * ANALYTICAL MODE : AAS(CONC) * MEASUREMENT MODE : PEAK HEIGHT * EQUATION TYPE : LINEAR FIT * BACKGROUND CORR : OFF * RECORDER OUTPUT : DIRECT (0.5 SEC) * SCALE EXPANSION : 10 X * REPEAT TIMES : 3 * CONCENTRATION : PPB * : 0 -- S1 * : 0 -- S2 * : 0 -- S3 H.C.LAMP ===== 91.0 * ANALYTICAL MODE * 1 AAS(ABS) 2 AAS(CONC) * 3 EMISSION </pre>	<p>※ ここでは通常、入力するのは、ANALYTICAL MODE, REPEAT TIMES, CONCENTRATION, 標準溶液の濃度値のみである。</p>
<p style="text-align: center;">測定条件画面</p> <p>(16) ANALYTICAL MODEを② ENTER キーを押し、AAS (CONC) と入力する。</p> <p>(17) SHIFT キーを4回押し、マークの移動を行う。</p> <p>(18) REPEAT TIMESを③ ENTER キーを押し、測定回数を3回と入力する。</p> <p>(19) CONCENTRATIONを② ENTER キーを押し、単位をppbと入力する。</p>	<p>(18) 測定繰返し回数を表わす。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(20) 標準溶液の濃度値を次の様に入力する。</p> <p>S₁ <input type="text" value="20"/> <input type="text" value="ENTER"/> キーを押す。</p> <p>S₂ <input type="text" value="50"/> <input type="text" value="ENTER"/> キーを押す。</p> <p>S₃ <input type="text" value="100"/> <input type="text" value="ENTER"/> キーを押す。</p> <p>(21) 測定条件をプリントアウトする。 <input type="text" value="PRINT"/> キーを押す。</p> <p>(22) <input type="text" value="GA"/> キーを押し、グラファイトアトマイザープログラム画面を表示させる。</p>	<p>(20) 標準溶液のニッケルの濃度値入力を示す。</p> <p>(チタンの場合)</p> <p>S₁ <input type="text" value="50"/> <input type="text" value="ENTER"/> } キーを押す。</p> <p>S₂ <input type="text" value="100"/> <input type="text" value="ENTER"/> }</p> <p>S₃ <input type="text" value="200"/> <input type="text" value="ENTER"/> }</p> <p>(クロムの場合)</p> <p>S₁ <input type="text" value="20"/> <input type="text" value="ENTER"/> } キーを押す。</p> <p>S₂ <input type="text" value="50"/> <input type="text" value="ENTER"/> }</p> <p>S₃ <input type="text" value="100"/> <input type="text" value="ENTER"/> }</p> <p>入力するのは、RECORDER STARTのみである。チタン、クロムについても同様である。</p>
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <pre> *** GRAPHITE ATOMIZER PROGRAM *** STAGE TEMP<C> TIME<SEC> * 1 DRY 80 120 30.0 2 ASH 400 400 30.0 3 ATOM 2000 2000 2.0 4 CLEAN 2400 2400 2.0 COOLING RECORDER START 3 CARRIER GAS OFF * DRY TEMP <0-3000> * TIME <0-99.9> - * 0.0 </pre> </div> <p>グラファイトアトマイザープログラム画面</p>	
<p>(23) <input type="text" value="SHIFT"/> キーを4回押し、マークの移動を行う。</p> <p>(24) RECORDER STARTを <input type="text" value="3"/> <input type="text" value="ENTER"/> と押し、3と入力する。</p> <p>(25) グラファイトアトマイザープログラムをプリントアウトする。 <input type="text" value="PRINT"/> キーを押す。</p> <p>(26) <input type="text" value="RESULT"/> キーを押し、分析結果画面を表示させる。</p>	<p>(24) 3 = レコーダーの記録が原子化時であることを示す。</p>

操 作 手 順	備 考								
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-bottom: 10px;"> <p style="text-align: center;">※※※ ANALYTICAL RESULTS ※※※</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: left;">SAMPLE No.</th> <th style="text-align: left;">CONC (μg/l)</th> <th style="text-align: left;">BACKGROUND (ABS)</th> <th style="text-align: left;">REMARKS (ABS)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>※ SAMPLE No (1-999)</td> <td></td> <td></td> <td>0.0</td> </tr> </tbody> </table> </div> <p style="text-align: center;">分析結果画面</p> <p>(27) 測定試料をカップに分取する。</p> <p>(28) ダミー・BL・S₁～S₃・試料の順に、ターンテーブルにのせ測定架台にセットする。</p> <p>(29) ターンテーブルの上に蓋を置く。</p> <p>(30) ターンテーブルを時計方向に廻しながら、最初の試料をリンスカップ前に位置する。</p> <p>(31) BOOST キーを押し、グラフィトアトマイザー内、キューベットの空焼きを行う。</p> <p>(32) ZERO キーを押し、ディスプレイの表示値を“0”にする。</p> <p>(33) RESET キーを押し。</p> <p>(34) START/STOP キーを押し、測定を開始する。</p>	SAMPLE No.	CONC (μg/l)	BACKGROUND (ABS)	REMARKS (ABS)	※ SAMPLE No (1-999)			0.0	<p>ニッケル、クロムについて入力することはない。</p> <p>(27) 下記に分取例を示す。</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>※ ダミとブランクについては、0.5 N 硝酸を使用しS₁～S₃までは、スタンダードを調整し使用、その後に試料を並べる。</p> <p>(29) この蓋は、試料飛散防止をする。</p> <p>(31) この空焼きで、キューベットの取付け状態も確認する。</p>
SAMPLE No.	CONC (μg/l)	BACKGROUND (ABS)	REMARKS (ABS)						
※ SAMPLE No (1-999)			0.0						

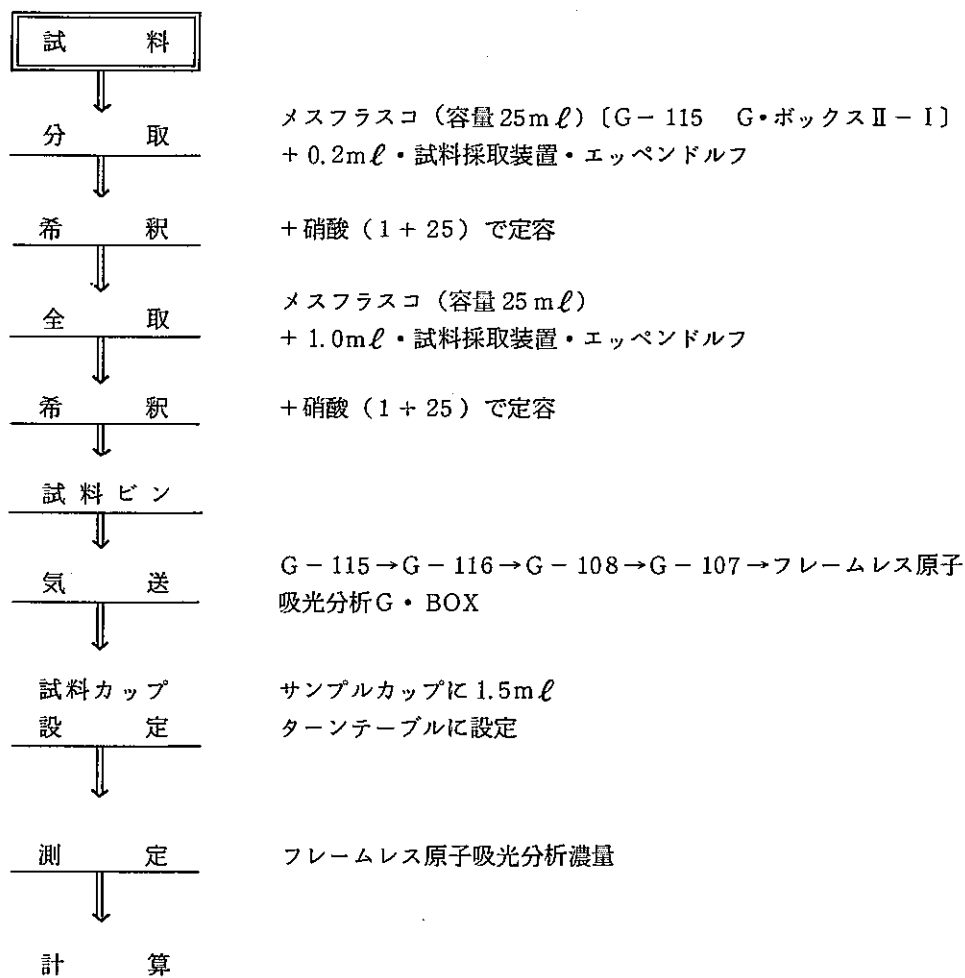
操 作 手 順	備 考
<p>(35) 分析結果画面にCORRELATION COEFFICIENTの値が0.998～1.000の範囲に表示する。</p> <p>(36) START/STOP キーを押し、測定を再スタートする。</p> <p>[データ処理]</p> <p>(37) 濃度は次の式により計算する。</p> $\text{濃度}(\text{mg}/\ell) = \frac{\text{一次希釈量}(\text{ml})}{\text{試料採取量}(\text{ml})} \times \frac{\text{二次希釈量}(\text{ml})}{\text{一次希釈液採取量}(\text{ml})} \times \text{検出量} \div 1000$	<p>(35) CORRELATION COEFFICIENTは相関係数を示す。</p>

5. 検量線の作成

検量線の作成：ニッケル，クロム，チタン原子吸光標準溶液の二次希釈溶液0，20，50，100 $\mu\text{g}/\ell$ を用い，装置画面のMEASUREMENT CONDITIONSのANALYTICALMODEをAAS (CONC) に設定し測定する。

6. 解 説

- 1) 標準溶液：ニッケル，チタン，クロム各原子吸光標準溶液（1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ）を0.5 ml分取し，メスフラスコ（容量500 ml）に入れる。0.5 規定硝酸溶液にて希釈定容する。この溶液1 mlは，Ni，Ti，Cr各1000 $\mu\text{g}/\ell$ を含有する。この希釈溶液を0，200，500，1000 $\mu\text{g}/\ell$ 分取し，各々メスフラスコ（容量10 ml）入れ，0.5 規定硝酸溶液で希釈定容する。
- 2) 不純物測定時のPu濃度は，100 ppm/Ni，80 ppm/Cr，80 ppm/Feまで影響しない。
- 3) 本法の分析操作手順フローシート図を図5.1-1に示す。



計算式

$$\text{濃度 (mg/ℓ)} = \frac{\text{一次希釈量 (mℓ)}}{\text{試料採取量}} \times \frac{\text{二次希釈量 (mℓ)}}{\text{一次希釈液採取量 (mℓ)}} \times \text{検出量} \div 1000$$

図 3.5.1-1 分析操作手順フローシート図

高濃度硝酸プルトニウム溶液中のクロム, ニッケル, チタンの分析方法
(フレームレス原子吸光分析法)

3.5.2 三酸化ウラン中の希土類の分析方法

〔TBP－ドデカン抽出分離－ICP発光分光法〕

1. 要 旨

試料を塩酸で溶解し、リン酸トリ n-ブチル (TBP)・ドデカン溶液でウランを抽出除去する。その水相を蒸発乾固し有機物を分解したのち硝酸で溶解し ICP 発光分光分析装置にて希土類を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における三酸化ウラン製品中の希土類の分析に適用する。適用範囲は Dy, Gd, Eu, Sm, それぞれ 0.5 ppm 以上を含む試料に対して適用できる。

3. 試薬および装置

- | | |
|-------------------------|-----------------------|
| (1) 過塩素酸 | : 試薬特級 |
| (2) 硝酸 (1 + 1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (3) 硫酸 (1 + 1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.15 参照 |
| (4) 塩酸 (1 + 1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.20 参照 |
| (5) TBP-ドデカン溶液 (3 ÷ 7) | : 一般試薬の調整方法 2.1.21 参照 |
| (6) nドデカン溶液 | |
| (7) 原子吸光用 1000 ppm 標準溶液 | Dy・Ed・Gd・Sm |
| (8) 抽出びん | |
| (9) 電子天秤 | |
| (10) ICP 発光, 分光分析装置 | |
| (11) 採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料をあらかじめ秤量してある秤量ビンに約 5 g 彩取する。	

操 作 手 順	備 考
(2) 秤量ビンの全重量を 0.0001 g まで秤量する。	
(3) 試料で、石英ビーカーに移し、塩酸 (1 + 1) 15 ml を加え、溶解する。	
(4) 放冷した後、抽出用ポリビンに移す。	
(5) TBP-ドデカン (3 + 7) 15 ml 加えて、3 分間振とうし、静量後、有機相を廃棄する。	(5) ウランを抽出し除去する。
(6) 操作手順(5)を水相が無色になるまで繰り返す。	
(7) ドデカン 5 ml 加え振とうし分離後、有機相を廃棄する。	(7) TBP を除く。
(8) 操作手順(7)を 2 回繰り返す。	
(9) 水相を石英ビーカーに移し、過塩素酸 1 ml 加え、さらに硫酸 (1 + 1) 2 滴を加え、蒸発乾固する。	(9) 水相に残存する有機物を分解する。
(10) 硝酸 (1 + 26) を加え溶解し、放冷後、メスフラスコに移し、硝酸 (1 + 26) を用いて定容する。	
(11) この溶液を試料びんに移し、ICP 発光分析用グローブボックスに入れる。	(11) G-119 グローブボックス搬入塔
(12) 合量計算秤 (Qd-3) の INT スイッチを“ON”する。	(12) INT スイッチはイニシャライズ
〔検量線補正〕	
(13) 標準溶液のスペクトル強度を測定するため、次の項目を入力する。	(13) P : プログラム G 1 8 : グループ No. C : スペクトル強度
1) P G 1 3 C RETURN キーを押し、入力する。	I : 試料番号又は記号
2) I : 0 1 RETURN キーを押し、入力する。	
(14) ブランク硝酸 (1 + 26) を吸引し、発光させる。	(14) 吸引時: 30 秒
(15) 分光計のスタート鈕を押し、測定する。	(15) プリンターにスペクトル強度が印字する。
(16) 操作手順(15)を繰り返す。	(16) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。
(17) 次に標準溶液を測定するため次のキーを押し、入力する。	
1) 1 : F 2 RETURN キーを押し。	
2) I : 0 2 RETURN キーを押し。	
(18) 標準溶液を吸引し、発光させる。	(18) 標準溶液: 10 μg/ml
(19) 操作手順(15)を繰り返す。	(19) 試料を n = 2 で測定するためこの操作を行う。
(20) 検量線の補正係数を印字させるため、次のキーを押し、	(20)

操 作 手 順	備 考
入力する。 1) I : F [F] [RETURN] キーを押す。 [試料測定] (21) 試料を測定するため、次のキーを押し、入力する。 1) G [I] [8] [0] [RETURN] キーを押す。 2) I : B [L] [A] [N] [K] キーを押す。 (22) 試料を吸引し、発光させる。 (23) 分光計のスタート釦を押し、測定する。 (24) 操作手順(23)を繰り返す。 (25) 次の試料より測定は、[I] キーを押し、伝票番号を入力する。 1) I : Y [0] [0] [0] [RETURN] を押す。 (26) 試料を吸引し、発光させる。 (27) 分光計のスタート釦を押し、測定する。 (28) 操作手順(27)を繰り返す。 [データ処理] (29) 濃度は、次の式を用いて計算する。 計算式 $\text{濃度 (ppm)} = \frac{\text{検出量 (}\mu\text{g)}}{\text{試料採取量 (g)}}$	1) 補正係数はプリントアウトする。 (23) (24) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。 1) Y は伝票番号 (28) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。

5. 検量線の作成

原子吸光用 1000 PPM 標準溶液 0 ~ 10 μg をメスフラスコ (10 ml) に各々段階的に採取して、硝酸 (1 + 26) で定容する。

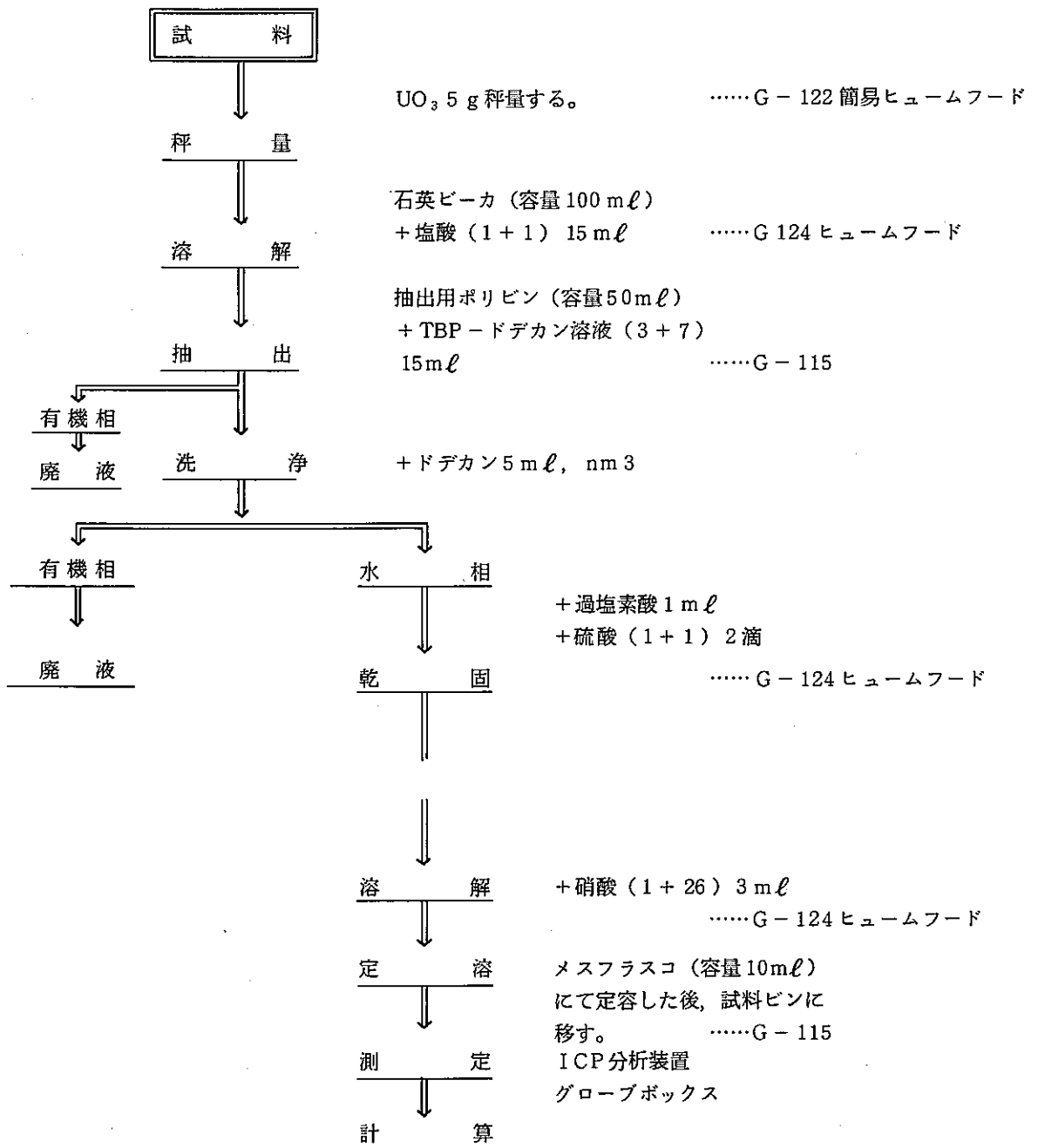
希釈溶液を ICP 発光分光分析装置で測定し検量線の補正又は、濃度とスペクトル強度の関係を作成し、検量線とする。

6. 解 説

(1) 本法は、PNC SN 852 - 81 - 18 を参考にして作成した。

(2) ICP は誘導結合プラズマ (INDUCTIVELY COUPLED PLASMA) の略である。

- (3) 本法の分析操作手順のフロシート図を図 3.5.2 - 1 に示す。



計算式

$$\text{溶液 (ppm)} = \frac{\text{検出量 (}\mu\text{g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times 10$$

図 3.5.2-1 分析操作手順フローシート

三酸化ウラン中の希土類の分析法
(TBP-ドデカン 抽出分離- ICP発光分光法)

3.5.3 三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法

〔TBP - ccl₄ 抽出 - ICP 発光分光法〕

1. 要 旨

試料を溶解し、リン酸トリ n-ブチル (TBP)・四塩化炭素溶液でウランを抽出除去する。その水相を蒸乾固し有機相を分解したのち硝酸で溶解し ICP 発光分光分析装置にて金属不純物を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程における三酸化ウラン製品中の金属不純物の分析に適用する。

適用範囲は、Fe, Ni, Cr については 10 ppm 以上, Cd は 1.0 ppm 以上, Co は 0.6 ppm, Li は 0.5 ppm 以上, B は 0.3 ppm 以上を含む試料に対して適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-------------------------|-----------------------------|
| (1) 過塩素酸 | : 試薬特級 |
| (2) 四塩化炭素 | : 試薬特級 |
| (3) 硝酸 (1 + 1) (1 + 26) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (4) 硫酸 (1 + 1) | : 一般試薬の調整方法 2.1.15 参照 |
| (5) TBP-四塩化炭素 (3 + 7) | : 一般試薬の調整方法 2.1.19 参照 |
| (6) 原子吸光用 1000 ppm 標準溶液 | : Fe, Ni, Cr, Co, Cd, Li, B |
| (7) 抽出びん | |
| (8) 電子天秤 | |
| (9) ICP 分析装置 | |
| (10) 採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料をあらかじめ秤量してある秤量びんに約 5 g 採取す	

採 取 手 順	備 考
<p>る。</p> <p>(2) 秤量びんの全重量を0.0001 gまで秤量する。</p> <p>(3) 試料は石英ビーカーに移し、硝酸(1+1) 15 mlを加え、溶解し蒸発乾固する。</p> <p>(4) 放冷した後、硝酸(1+1)を加え溶解する。</p> <p>(5) 試料は、抽出用ポリビンに移す。</p> <p>(6) TBP-四塩化炭素(3+7) 15 ml加えて3分間振とうし、静置後、有機相を廃棄する。</p> <p>(7) 操作手順(6)を水相が無色になるまで繰り返す。</p> <p>(8) 洗浄用に水相へ四塩化炭素5 ml加えて振とうし、分離後、有機相を廃棄する。</p> <p>(9) 操作手順(8)を繰り返す。</p> <p>(10) 水相を石英ビーカーに移し、過塩素酸1 ml加え、さらに硫酸(1+1) 2滴を加え蒸発乾固する。</p> <p>(11) 硝酸(1+26)を加え溶解し、放冷後メスフラスコに移し、硝酸(1+26)を用いて定容する。</p> <p>(12) この溶液を試料びんに移す。</p> <p>(13) 含量計算機(QC-3)の INT スイッチを押す。 〔検量線補正〕</p> <p>(14) 標準溶液のスペクトル強度を測定するため、次の項目を入力する。</p> <p>1) P G 1 8 C RETURN キーを押す。</p> <p>2) I : 0 1 RETURN キーを押す。</p> <p>(15) ブランク硝酸(1+26)を吸引し、発光させる。</p> <p>(16) 分光計のスタート釦を押し、測定する。</p> <p>(17) 操作手順(16)を繰り返す。</p> <p>(18) 次に標準溶液を測定するため次のキーを押し、入力する。</p> <p>1) I : F I RETURN キーを押す。</p> <p>2) I : 0 2 RETURN キーを押す。</p> <p>(19) 標準溶液を吸引し、発光させる。</p>	<p>(3) 溶解始は時計皿をし、溶解後はとる。</p> <p>(10) 水相に残存する有機物を分解する。</p> <p>(11) 硝酸(1+26)を少量で溶解する。</p> <p>(13) INT スイッチはイニシャライズ</p> <p>(14)</p> <p>1) P : プログラム G 1 8 : グループNo C : スペクトル強度 I : 試料番号又は記号 0 1 : ブランク</p> <p>(15) 吸引時間: 30秒</p> <p>(16) プリンターにスペクトル強度が印字する。</p> <p>(17) 試料をn=2で測定するため、この操作を行う。</p> <p>(19) 標準溶液: 10 μg/ml</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(20) 分光計のスタート釦を押し、測定する。</p> <p>(21) 操作手順(20)を繰り返す。</p> <p>(22) 検量線の補正係数を印字させるため、次のキーを押し、入力する。 1) I : F F RETURN キーを押す。 〔試料測定〕</p> <p>(23) 試料を測定するため次のキーを押し、入力する。 1) G I 8 0 RETURN キーを押す。 2) I : B L A N K RETURN を押す。</p> <p>(24) 試料を吸引し、発光させる。</p> <p>(25) 分光計の スタート 釦を押し、測定する。</p> <p>(26) 操作手順(25)を繰り返す。</p> <p>(27) 次の試料より測定は、I キーを押し、伝票番号を入力する。 1) I : Y 0 0 0 RETURN を押す。</p> <p>(28) 試料を吸引し、発光させる。</p> <p>(29) 分光計のスタート釦を押し、測定する。</p> <p>(30) 操作手順(29)を繰り返す。</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(31) 濃度は、次の式を用いて計算する。 計算式</p> $\text{濃度 (ppm)} = \frac{\text{検出量 (}\mu\text{g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times 10$	<p>(21) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。</p> <p>(22) 1) 補正係数は、プリントアウトする。</p> <p>(23) 2) I : 試料番号又は記号</p> <p>(26) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。</p> <p>(27) 1) Y は伝票No</p> <p>(29) 測定データは自動的にプリントする。</p> <p>(30) 試料を n = 2 で測定するため、この操作を行う。</p>

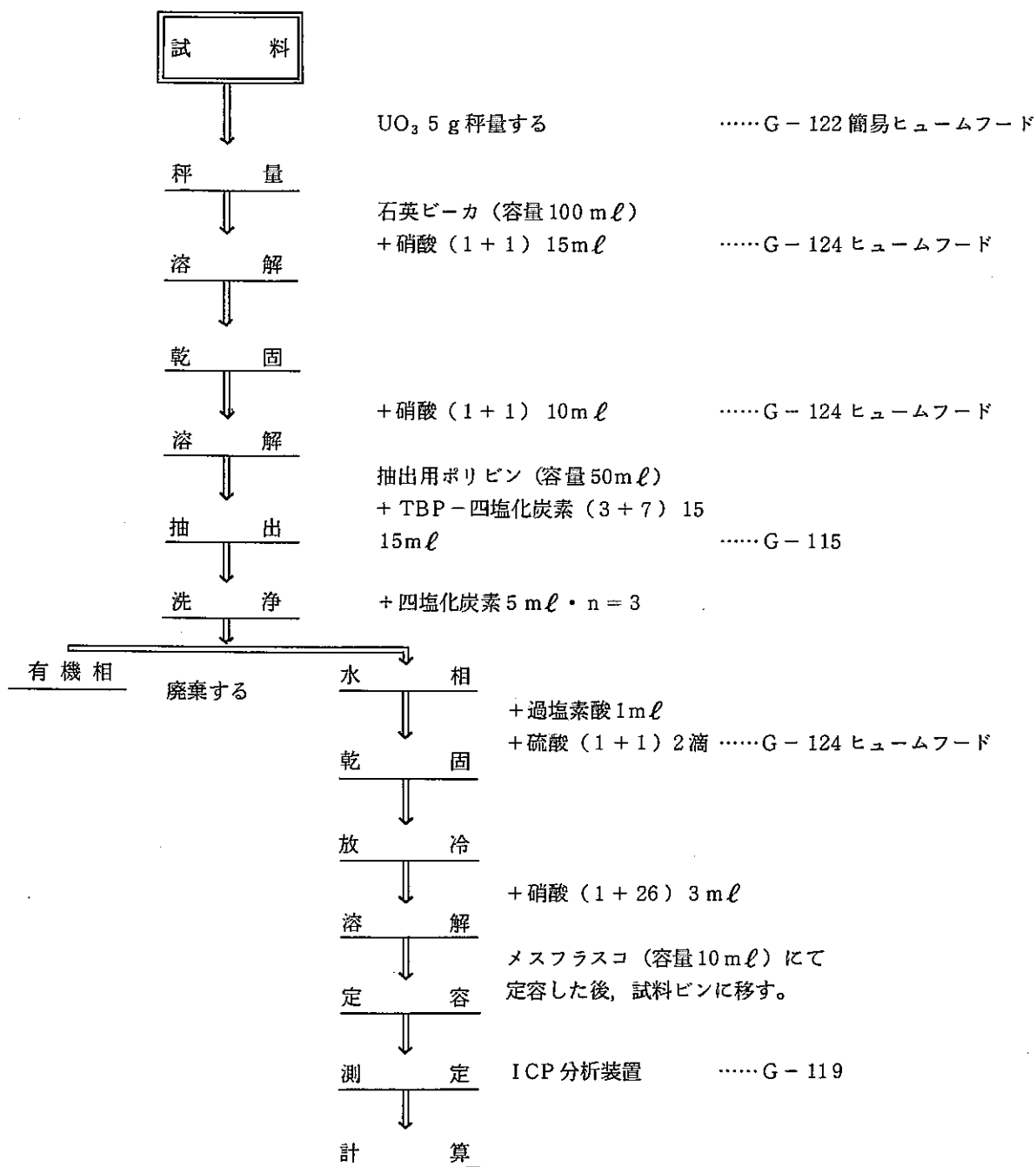
5. 検量線の作成

原子吸光用 1000 ppm標準溶液 0 ~ 100 μg をメスフラスコ (10 ml) に各々段階的に採取して硝酸 (1 + 26) で定容する。

希釈溶液を ICP 発光分光分析装置で測定し、検量線の補正又は、濃度とスペクトル強度の関係を作成し、検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) ICPは誘導結合プラズマ（INDUTIVELY COUPLED PLASMA）の略である。
- (3) 本法の分析操作手順のフローシートを図3.5.3-1に示す。



計算式

$$\text{濃度 (ppm)} = \frac{\text{検出量 } (\mu\text{g})}{\text{試料採取量 (g)}} \times 10$$

図 3.5.3-1 分析操作手順フローシート図

三酸化ウラン中の金属不純物の分析法
(TBP-四塩化炭素抽出分離-ICP発光分光法)

3.5.4 三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法

〔発光分光分析法〕

1. 要 旨

試料を加熱酸化し、これに担体としてフッ化ナトリウムを加え混合する。この試料を黒鉛電極につめ直流アークにより励起発光させ、発光分光分析装置でスペクトル強度を測定し、各元素を定量する。

2. 適用範囲

本法は三酸化ウラン中の銀、アルミニウム、ホウ素、カドミニウム、クロム、銅、鉄、マグネシウム、マンガン、モリブデン、ニッケル、鉛、ケイ素、スズ、バナジウム、亜鉛の分析方法に適用する。

適用範囲 (ppm)

Ag > 0.2	Cr > 10	Mn > 10	Si > 10
Al > 10	Fe > 10	Ns > 10	Sn > 10
B > 0.3	Cu > 1	Pb > 10	V > 10
Cd > 0.5	Mg > 2	Mo > 10	Zn > 50

3. 試薬及び装置

- | | |
|--------------------|-------------------|
| (1) ハ三酸化ウラン標準試料 | : 2.標準試料 2.3.2 参照 |
| (2) フッ化ナトリウム | : 解説参照 |
| (3) 現像液 | : 解説参照 |
| (4) 定着液 | : 解説参照 |
| (5) 停止液 | |
| (6) 発光分光分析装置 | |
| (7) 冷却水循環機 | |
| (8) 自動現像装置 | |
| (9) 写真測光装置 | |
| (10) 直示天秤 (HK-160) | |
| (11) 電気炉 (FM-21) | |

- (12) アマルガメータ混合機
- (13) 白金ボート
- (14) 試料成型治具
- (15) 黒鉛電極 (SPK-L-4224) (試料極)
(SPK-L-4236) (対極)
- (16) バイアル

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
(1) 試料約 1 g を白金ボートに直示天秤で計り取る。	
(2) 試料を電気炉に入れ、850 °C で 2 時間加熱酸化する。	
(3) 試料をデシケータ内で 30 分放冷する。	
(4) 試料 100 mg ± 10 mg を薬包紙に直示天秤で計り取り、これにフッ化ナトリウム 4 % を加える。	(4) 標準試料 (NBL 98-6~1) を同様に行う。
(5) この試料をバイアル (容量 5 ml) に移す。	
(6) 次にバイアルはアマルガメータ混合機にセットし、10 分間混合する。	
(7) 混合試料 0.1 g を正確に、薬包紙に直示天秤で計り取る。	(7) ①試料 n = 3 ②サンプル誤差は + 0.002 g - 0.001 g
(8) 試料を発光分光分析用グローブボックスに入れる。	(8) G 129 G・BOX トランスポートより
(9) 試料極に試料 100 mg を移す。	(9) 試料極 Na SPK-L-4224
(10) 試料極を試料成型治具に固定し、成型する。	
(11) 発光スタンドの陽極に試料極を陰極に対極をとりつける。	(11) 対極 Na SPK-L-4236
(12) 測定条件を以下に示す。 1) 電極間隙 4 mm 2) 発光条件 真アーク 10 A 3) 発光時間 60 秒	(12) 回折格子 1200 本/mm 波長 2100 Å ~ 3300 Å
(13) 測定は、標準試料、98-6~1、試料の順で行う。	(13) n = 2
(14) 写真乾板は自動現像装置を用い、次の手順で行う。 1) 現像液に 4 分間浸漬する。 2) 現像停止液に 30 秒浸漬する。 3) 定着液に 4 分間浸漬する。 4) 水洗を 15 分間行う。 5) 乾燥を 5 分間行う。	

操 作 手 順	備 考
(15) 写真乾板は投影式測微光度計を用い、各元素のスペクトル線の黒化度を測定する。	
(16) 各元素の濃度は、検量線より求める。	

5. 検量線の作成

標準試料（NBL 98 - 6 ~ 1）を操作手順(4)~(15)に従って発光させ、スペクトル線の黒化度（ピク）を測定し、両対数方眼紙の縦軸に黒化度、横軸に濃度を取り関係線を作成して検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852 - 81 - 18に基づき作成した。
- (2) 本法の現像液：停止液、定着液等の調整法を以下に記す。
 - ① 現 像 液：メトール6 g，無亜硫酸ナトリウム270 g，ハイドロキノン24 g，炭酸ナトリウム-水塩158 g，臭化カリウム15 gを湯温50℃約1500 mlに溶解し，冷却後水で3 lにする。
 - ② 定 着 液：水2850 ml（30℃以下）にフジフィックス（酸性硬膜定着剤）660 gを連続的に投入し完全に溶解し，水を加えて3 lとする。
 - ③ 停 止 液：酢酸45 mlを水で希釈して3 lとする。
- (3) 本法の測定元素の分析線を表3.5.4-1に示す。
- (4) 本法の試料成型治具及び黒鉛電極図を図3.5.4-1に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を3.5.4-2に示す。

表 3.5.4 - 1 測定元素の分析線

元 素	分 析 線 (Å)	元 素	分 析 線 (Å)	元 素	分 析 線 (Å)
Cd	2280.0	Pb	2833.1	Cu	3247.5
B	2497.9	Ni	3050.8	Zn	3345.0
Si	2516.1	Al	3082.2	Ti	3349.0
Mn	2576.1	Mo	3132.6	Co	3453.5
Fe	2599.4	Sn	3175.2	Ca	3933.6
Cr	2780.7	V	3183.9		
Mg	2795.5	Ag	3280.7		

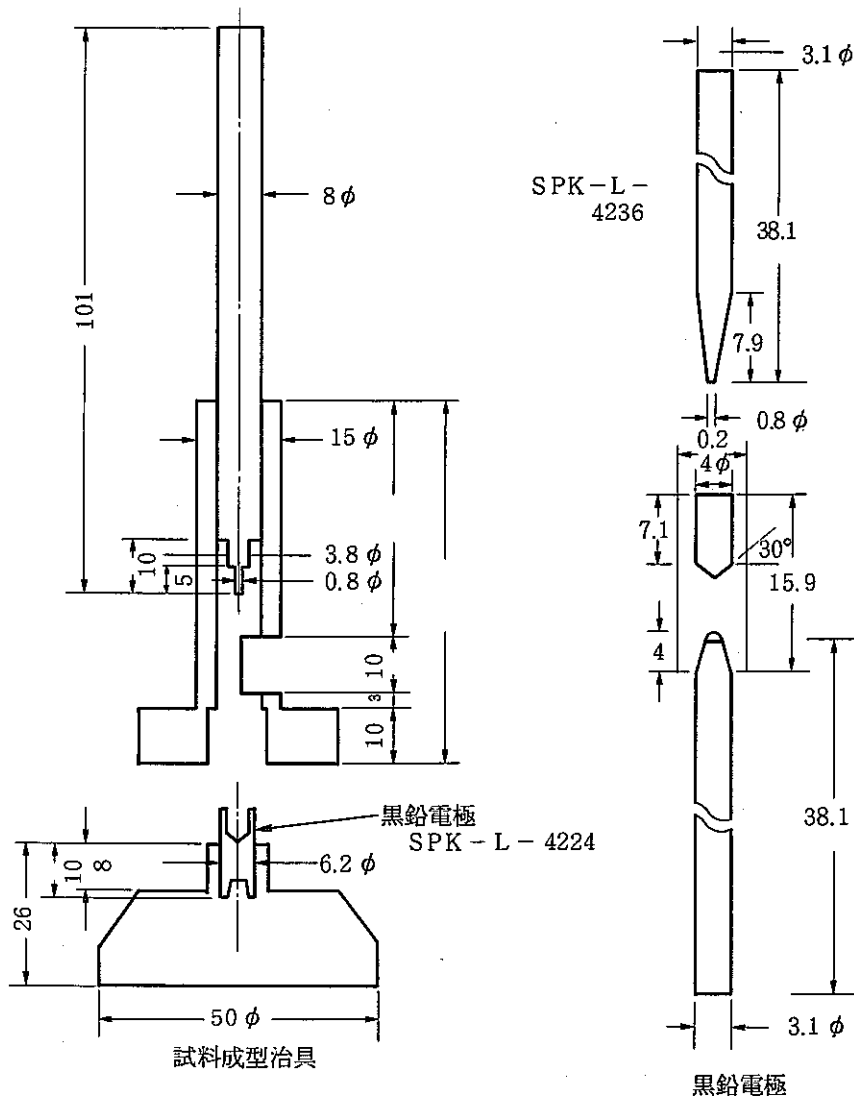


図 3.5.4 - 1 試料成型治具及び黒鉛電極

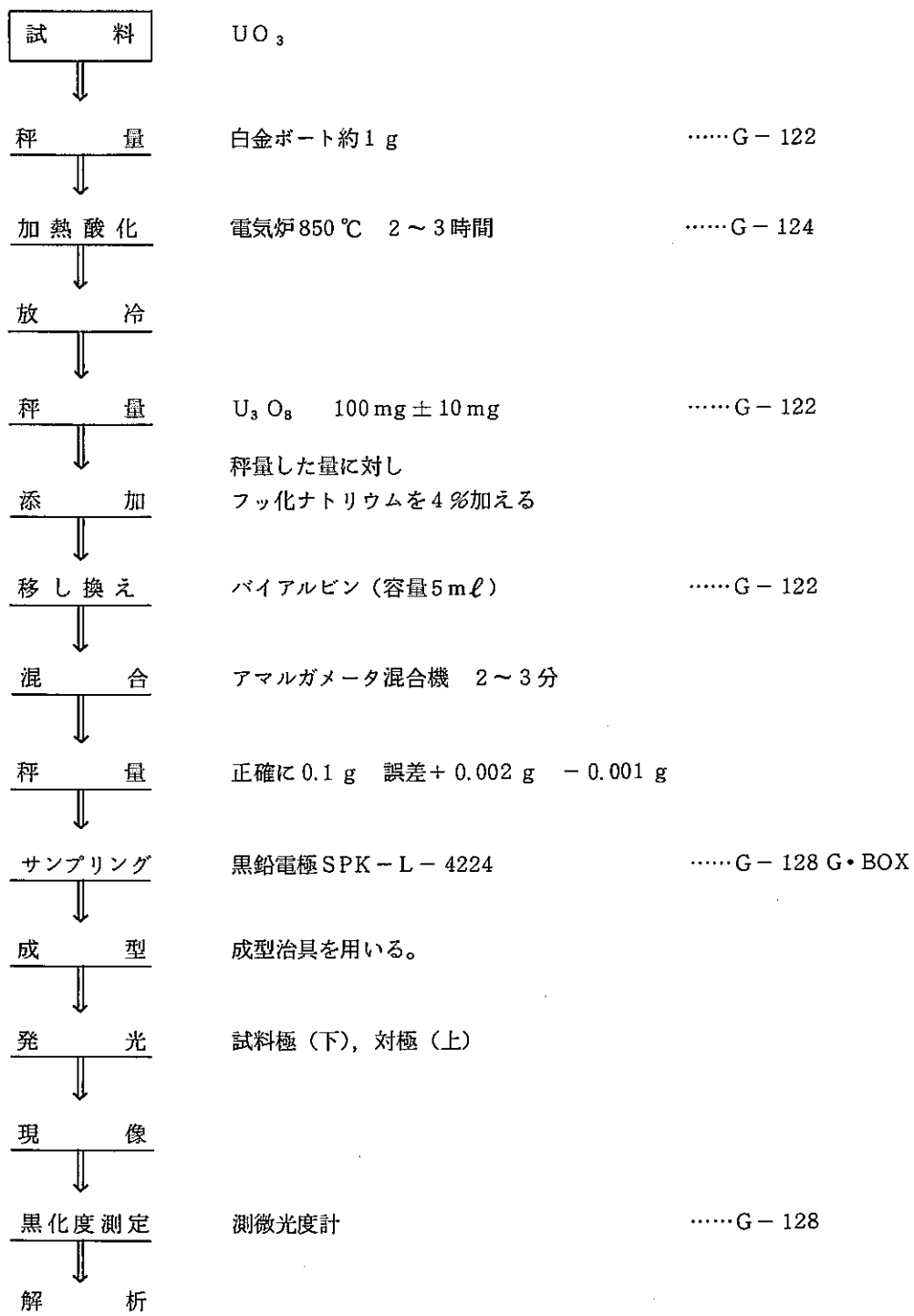


図 3.5 4 - 2 分析操作手順フローシート図

三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法
(発光分光分析法)

3.5.5 三酸化ウラン中の不揮発性酸化物の分析方法

〔重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法〕

1. 要 旨

試料を電気炉で酸化し、その一定量を秤量後、硝酸で溶解したのち、アンモニア水を加え、重ウラン酸アンモニウムの沈殿を生成させ、ろ過分離後沈殿を乾燥し、電気炉で酸化後秤量する。又、ろ液中のウランを測定し、積算後その重量差から不揮発性酸化物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、三酸化ウラン製品中の不揮発性酸化物の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-------------------------------|------------------------|
| (1) 硝酸 (5 + 9) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (2) アンモニア水 (1 + 1), (1 + 100) | : 一般試薬の調整方法 2.1.3 参照 |
| (3) ジベンゾイルメタン溶液 | : 一般試薬の調整方法 12.1.13 参照 |
| (4) 白金ルツボ (25 ml) | |
| (5) 白金 tong | |
| (6) 電子天秤 | |
| (7) 採取装置 | |
| (8) 電気炉 | |
| (9) 電気定温乾燥器 | |
| (10) 分光光度計 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料約 4 g を白金ルツボ 25 ml に採取し、電気炉内で 850 °C 2 時間加熱酸化する。 (2) 白金ルツボを電気炉内より取出し、デシケータ中で 30 分	

操 作 手 順	備 考
<p>間放冷する。</p> <p>(3) 酸化した試料をあらかじめ秤量してある秤量びんに約 0.5 g 採取し、正確に秤量する。(A)</p> <p>(4) 採取した試料をビーカーに移し入れ硝酸 (5+9) 20 ml を加え、時計皿で覆い、ホットプレート上で加熱溶解する。</p> <p>(5) 溶解後、液量を 150 ~ 220 ml 位にして加温し、攪拌しながらその溶解液に温アンモニア水 (1+1) を加え、重ウラン酸アンモニウムの沈殿を生成させ、過剰にアンモニア水 1 ml を加え、時計皿をして煮沸する。</p> <p>(6) 2 ~ 3 分静置し重ウラン酸アンモニウムの沈殿を二枚重ねた定量ろ紙 (5 A) でろ過し、(ビーカー壁の沈殿物をこすり落とす)、温アンモニア水 (1+100) で 3 回繰返し洗浄する。</p> <p>(7) 分離した沈殿物はホットプレート (70 ~ 80 °C) 上で乾燥する。</p> <p>(8) 乾燥した沈殿は、あらかじめ秤量してある白金ルツボに入れ、灰化する。</p> <p>(9) 白金ルツボを電気炉へ入れ 850 °C 2 時間加熱酸化する。</p> <p>(10) 白金ルツボを電気炉から取出し、デシケータ中で 30 分間放冷後秤量する。(B)</p> <p>(11) ろ過分離洗浄操作 (6) で得られたろ液に硝酸 (5+9) 15 ml 加え酸性にする。</p> <p>(12) 溶液を 20 ~ 30 ml に濃縮する。</p> <p>(13) 放冷後、メスフラスコ (50 ml) に移し入れ、標線まで希釈する。</p> <p>(14) 溶液をメスフラスコ (20 ml) に 1 ml 分取し、ジベンソイルメタン溶液で定容する。</p> <p>(15) 分光光度計で測定し、ウラン含量を求める。</p> <p>(16) ウラン含有量から八三酸化ウランに換算する。(C)</p> <p>(17) 次式に従い不揮発性酸化物含有量を求める。</p> <p style="margin-left: 40px;">A = U₃O₈ 採取量 (g)</p> <p style="margin-left: 40px;">B = U₃O₈ 生成量 (g)</p> <p style="margin-left: 40px;">C = ろ液中のウラン含有量を U₃O₈ に換算した量 (g)</p>	<p>(5) 溶液を十分煮沸し、炭酸ガスを駆逐する。</p> <p>(6) ろ液中のウラン含有量も測定する。</p> <p>(8) プロパンガスバーナーで灰化する。</p> <p>(10) ろ紙の重量を秤量値より差引く。</p> <p>(15) ウラン含量 = 検出量 × 50</p> <p>(16) 換算係数は 1,179</p>

操 作 手 順	備 考
$\text{不揮発性酸化物 (ppm)} = \left(1 - \frac{(B + C)}{A}\right) \times 10^6$	

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852 - 81 - 18を参考にして作成した。
- (2) 白金ルツボはあらかじめ、電気炉内で850℃で1時間加熱し、放冷後秤量する。
- (3) 試料は白金ルツボの底に均一になるように拡げてとる。
- (4) 試料を加熱酸化する操作では電気炉の蓋を少し開けるなどして、試料が空気と十分接触するように留意する。
- (5) ここでいう不揮発性酸化物とは各元素の安定酸化物を指し、たとえば鉄、アルミニウムはそれぞれ Fe_2O_3 、 Al_2O_3 を指す。
- (6) 酸化物元素となるのは、Ag, Al, B, Bi, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Si, Sn, V, Znである。
- (7) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.5.5-1に示す。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

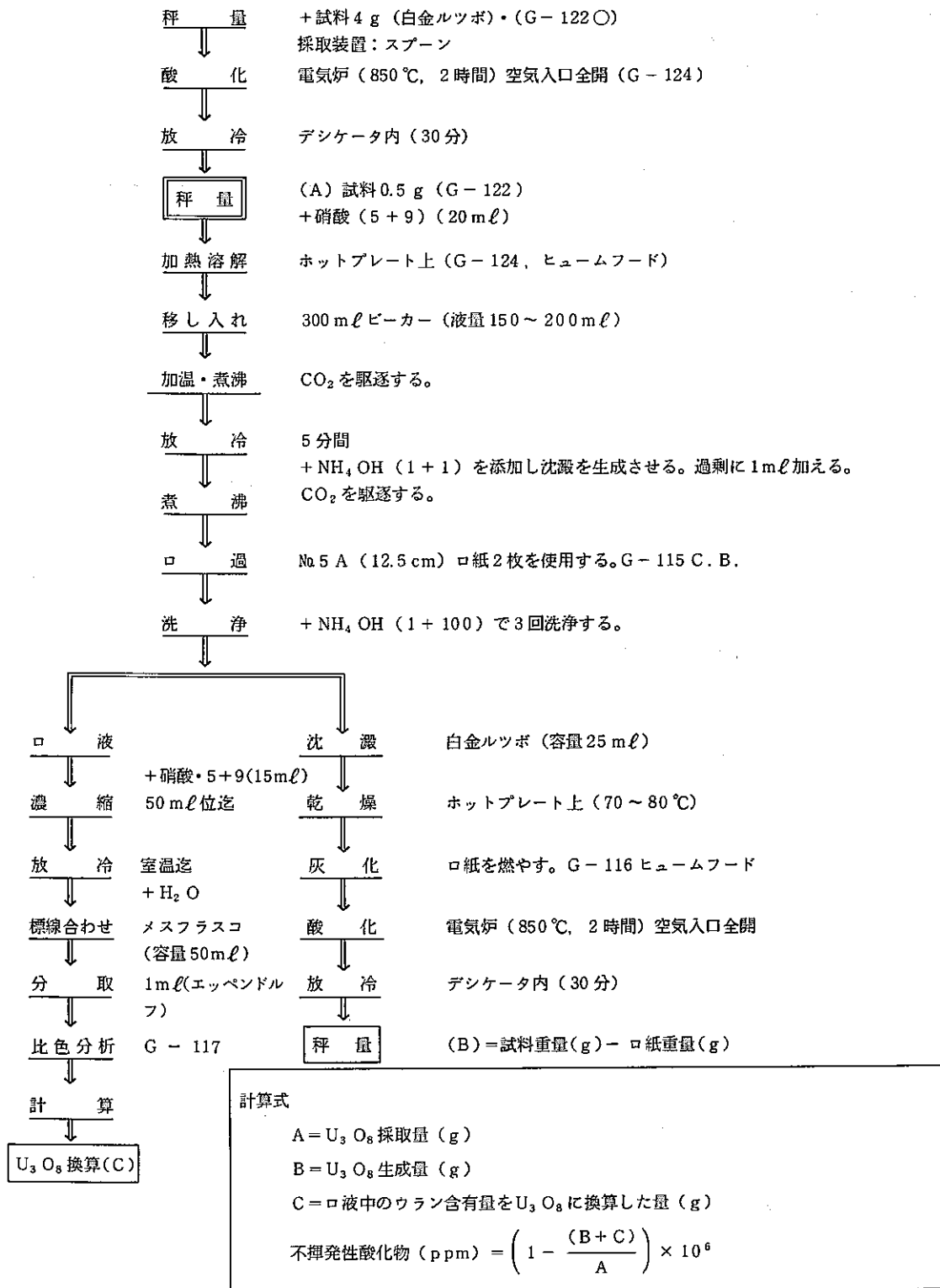


図 3.5.5-1 分析操作手順フローシート図

三酸化ウラン中の不揮発性酸化物の分析方法
(重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法)

3.5.6 高濃度プルトニウム溶液中の鉄の分析方法

〔0-フェナントロリン吸光々度法〕

1. 要 旨

試料に塩酸ヒドロキシルアミン溶液を加え、鉄を二価に還元したのち、0-フェナントロリン混合溶液を加えて発色させ、波長 508 nm における吸光度を測定して鉄を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程におけるプルトニウム製品、製品貯槽液など高濃度プルトニウム溶液中の鉄の分析に適用する。適用範囲は鉄として 5～120 mg/ℓ を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-----------------------|-----------------------|
| (1) 塩酸ヒドロキシルアミン (35%) | : 一般試薬の調整方法 2.1.6 参照 |
| (2) 0-フェナントロリン混合溶液 | : " 2.1.7 " |
| (3) 鉄標準溶液 | : 標準溶液の調整方法 2.2.13 参照 |
| (4) 試料採取装置 | |
| (5) メスフラスコ | |
| (6) 分光々度計 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
(試料調整)	
(1) 試料を 0.2 ml 正確にメスフラスコ (100 ml) に採取する。	(1) 鉄として 5～120 μg になるように採取する。
(2) 水約 50 ml を加える。	
(3) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35%) を 1 ml 加え、軽く振り混ぜる。	(3) 鉄を二価に還元する。
(4) 0-フェナントロリン混合溶液 4 ml を加え、水で定容し、振り混ぜ 15 分間放置する。	

操 作 手 順	備 考
<p>〔データ処理装置の設定〕</p> <p>(5) 分析方法を選択し、START キーを押す。</p> <p>(6) ユニット番号を入力し、START キーを押す。</p> <p>(7) サンプル量を入力し、START キーを押す。</p> <p>(8) N数を入力し、START キーを押す。</p> <p>〔測 定〕</p> <p>(9) 波長が 508 nm である事を確認した後に溶液の一部を吸収セルに移す。</p> <p>(10) 吸光度が安定したのを確認した後、1 を入力し、START キーを押す。</p> <p>〔データ処理〕</p> <p>(11) 分析結果が自動的に画面に表示される。</p> <p>(12) 分析結果を確認した後、下記の番号を選択し、START キーを押す。</p> <p>1 : プリンター出力結果登録</p> <p>2 : プリンター出力のみ</p> <p>3 : 再測定をする場合</p> <p>(13) 次式により Fe 量 (g / ℓ) が計算される。</p> $Fe (g / \ell) = \frac{A_{Fe} - A_{Pu}}{S} \times F_1$ <p>$A_{Pu} = F \times Pu$ 濃度 (g / ℓ) × S</p> <p>A_{Fe} = Fe のみかけの吸光度</p> <p>A_{Pu} = Pu の影響により増加した吸光度</p> <p>F_1 = Fe の検量線のファクター</p> <p>F_2 = Pu の 508 nm における吸光度の検量線のファクター</p> <p>S = 試料採取量</p>	<p>(8) 分析回数を複数回指定した場合は、操作手順(12)終了後、操作手順(8)以降を繰り返す。</p>

5. 検量線の作成

(1) 鉄の検量線

鉄標準溶液 (100 μg / ml), 0.2, 0.5, 1.0 ml 正確にそれぞれのメスフラスコ (容量100

mℓ) に採取する。以下操作手順(1)~(12)に従って吸光度を測定し、鉄量と吸光度との関係線を作成し検量線とする。

(2) Pu の 508 nm における検量線

Pu 標準溶液 (100 mg/ml) 0.2, 0.5, 1.0 ml 正確にそれぞれのメスフラスコ (容量 100 ml) を採取する。以下操作手順(1)~(12)に従って吸光度を測定し、Pu 量との関係線を作成し検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852 - 81 - 18 を参考にして作成した。
- (2) オーフェナントロリンは二価の鉄と pH 2 ~ 9 で定量的に発色するが、ウランが共存すると pH 4 以上では沈殿を生じるので、低い pH 領域で発色させることが望ましい。
- (3) 発色直後はわずかに黒色の増加がみられるが 5 分以後数時間は安定である。
- (4) 鉄検量線の一例を図 3.5.6 - 1 に示す。
- (5) Pu 影響検量線の一例を図 3.5.6 - 2 に示す。
- (6) 本法の操作手順フローシート図を図 3.5.6 - 3 に示す。

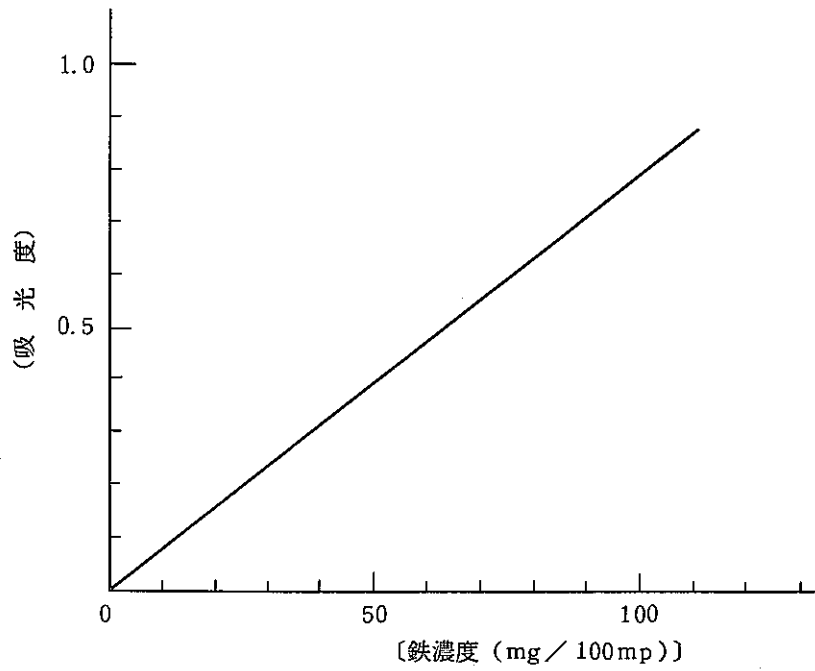


図 3.2.5 - 1 鉄の検量線作成図

波長 508 nm スリット巾 2 nm
対照液 水
分光光度計

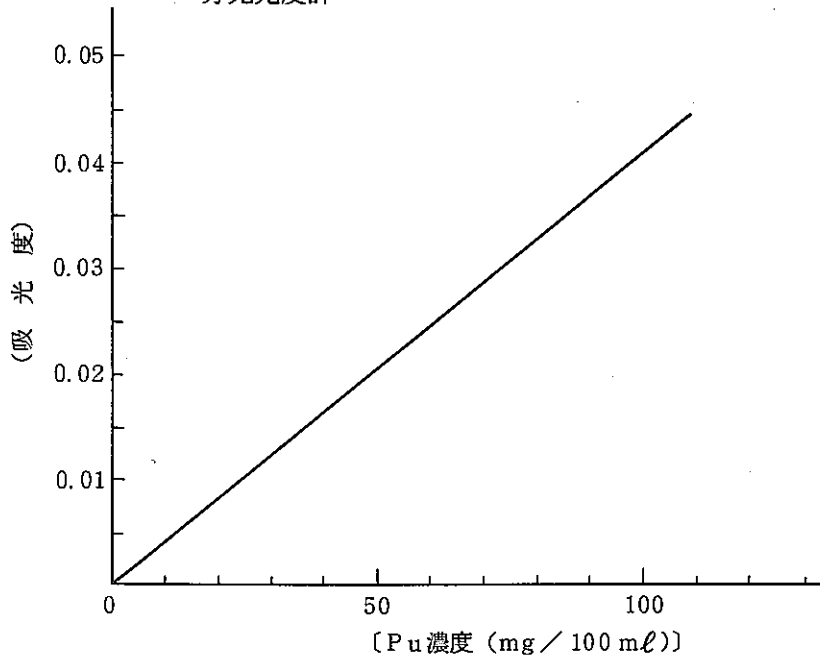
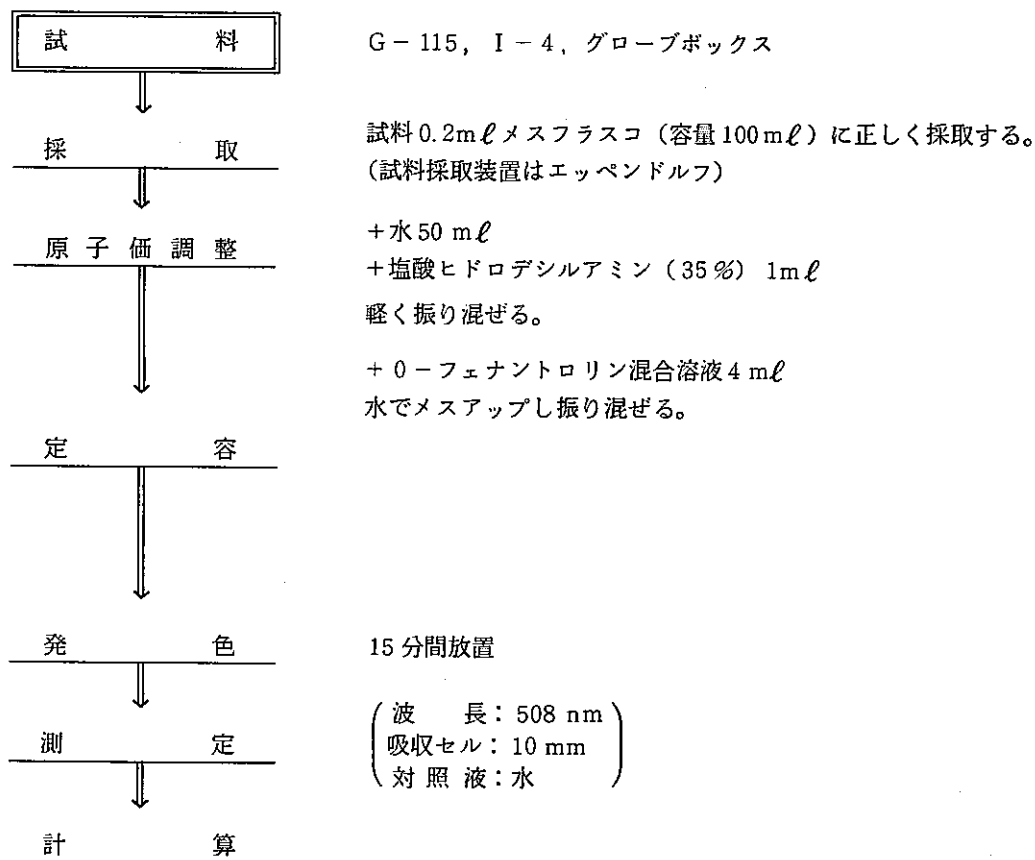


図 3.2.5 - 2 Pu 影響の検量線作成図

波長 508 nm スリット巾 2 nm
対照液 水



計算式

$$Fe (g/l) = \frac{A_{Fe} - A_{Pu}}{S} \times F_1$$

$$A_{Pu} = F_2 \times Pu \text{ 濃度 } (g/l) \times S$$

$$A_{Fe} = Fe \text{ のみか け の 吸 光 度 }$$

$$A_{Pu} = Pu \text{ の 影 響 に よ り 増 加 し た 吸 光 度 }$$

$$S = \text{試料採取量}$$

$$F_1 = Fe \text{ の 検 量 線 の フ ァ ク タ ー }$$

$$F_2 = Pu \text{ の } 508 \text{ nm に お け る 吸 光 度 の 検 量 線 の フ ァ ク タ ー }$$

図 3.2.5 - 3 分析操作手順フローシート図

高濃度プルトニウム溶液中の鉄の分析方法
（0-フェナントロリン吸光度法）

4. 質量分析の測定方法及び 標定・装置定数の測定方法

4.1 VG型質量分析計によるウラン・プルトニウム 同位体組成の測定方法

1. 要 旨

VG型質量分析計を用いてウラン、プルトニウム同位体組成を測定する場合の、装置の取扱いについて記述する。

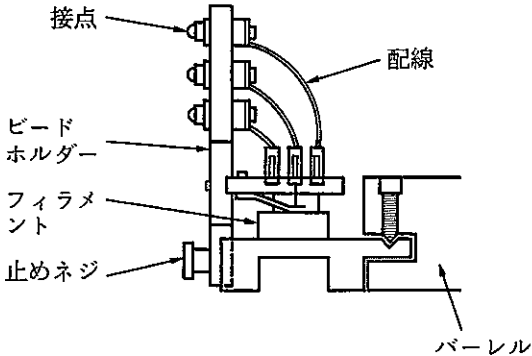
2. 適用範囲

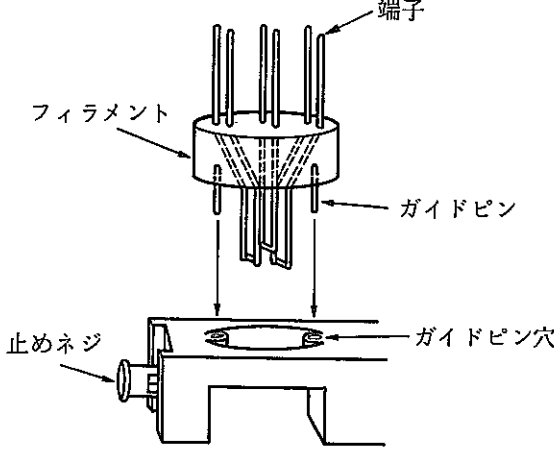
3.3.1, 3.3.2 で塗布した試料をVG型質量分析計を用いて、ウラン、プルトニウム同位体組成の分析に適用する。

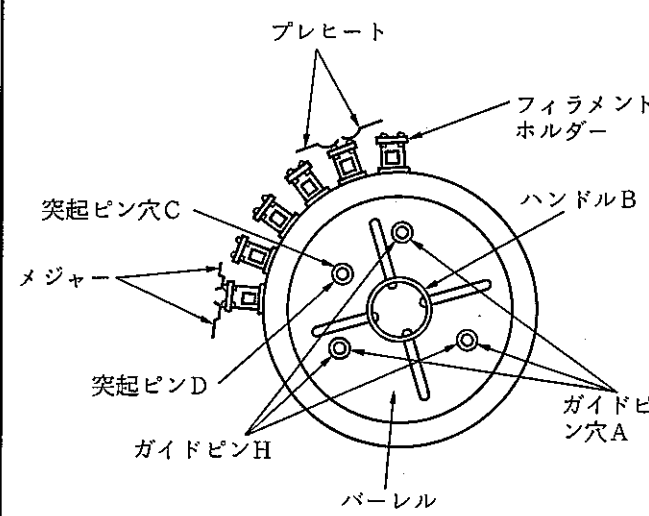
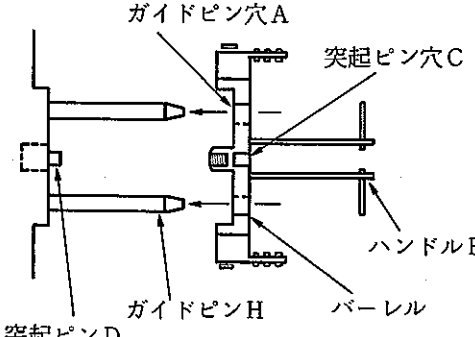
3. 装 置

(1) 質量分析計 : VGISOMASS 54 E型

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
<p>〔試料バーレルへの取付け〕</p> <p>(1) 分析済フィラメントの取外し</p> <p>1) バーレルにフィラメントホルダーを固定している止めネジをゆるめフィラメントホルダーを引抜く。</p> <p>2) ラジオペンチを使用してフィラメントホルダーから分析済のフィラメントを取外す。</p> 	<p>(1)</p> <p>1) デシケータ中に保管してある測定済バーレルから測定済フィラメントを取外す。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(2) フィラメントの取付け</p> <p>1) フィラメントのガイドピンをフィラメントホルダーのガイドピン穴に入れホルダーに取付ける。</p> <p>2) フィラメントホルダーをバーレルに差し込み止めネジで固定する。</p>  <p>3) フィラメントの数だけ1)～2)の操作を行う。</p> <p>[試料バーレルの交換]</p> <p>(1) 分析済バーレルの取外し</p> <p>1) フィラメントユニット及びフォーカスユニットのメインスイッチをOFFにする。</p> <p>2) 真空計ユニットの後部の切換スイッチをアナライザー側にする。</p> <p>3) バーレルドライブのコネクターを外す。</p> <p>4) 真空バルブ (V1 V2) を閉める。</p> <p>5) ロータリーポンプのスイッチをOFFにする。</p> <p>6) リークラインの先端を液体チッ素のビンに入れる。</p> <p>7) 真空バルブ (V3) を開ける。</p> <p>8) リークバルブ (V4) を開けイオンホース側にチッ素ガスを吸入し大気圧までリークする。</p> <p>9) ソース蓋が外れたらリークバルブ (V4) と真空バルブ (V3) を締める。</p>	<p>(2) 試料を塗布したフィラメントを試料バーレルへ取付ける。</p> <p>1) フィラメントに手を触れない様に注意する。</p> <p>2) フィラメントの中心部をドライバーで押しフィラメントホルダーに密着する様にする。</p> <p>注1) 配線同士が接触していないか確認する。</p> <p>注2) フィラメントの端子がビードホルダーの接点と接触していることを確認する。</p> <p>8) リークバルブ (V4) を除々に開けソース蓋を軽く引いて外れるまでリークする。</p> <p>9) バーレルがフリーになるまでハンドルを回す。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>10) バレルのガイドピンHを押えハンドルBを回す。</p> 	<p>10) 接点金属板にフィラメントホルダーを引っかけない様に注意する。</p>
<p>11) ビードNa.9をメジャーに、ビードNa.10をプレヒートの位置に合せそのまま静かに、バレルを手前に引抜く。</p>	
<p>(2) 試料バレルの取付け</p>	
<p>1) 試料フィラメントをセットしたバレルを用意する。</p>	<p>1) [試料フィラメントの取付け]の操作手順のバレル</p>
<p>2) バレルのガイドピンHにバレルのガイドピン穴Aを合せてバレルを静かに押し込む。</p>	<p>2) バレルを取外した時と同様ビード位置を合せる。</p>
	
<p>3) ガイドピンHを押えハンドルBを締めてバレルを固定する。</p>	
<p>4) バレルを手動で回しフィラメントの通電を確認する。</p>	<p>4) バレルを回しフィラメントの通電を順次確認する。</p>
<p>① フィラメントのメインスイッチをONにする。</p>	

操 作 手 順	備 考
<p>② MAN/AUTO 切換スイッチをMANにする。</p> <p>③ センターフィラメント、サイドフィラメントのダイヤルを回しそれぞれ0.5 A通電する。</p> <p>5) フィラメントの通電を確認後フィラメントユニットのメインスイッチをOFFにする。</p> <p>6) ソース蓋をしボルトネジを軽く締める。</p> <p>7) バーレルドライブのコネクターを差し込む。</p> <p>8) 真空バルブ (V 3) を開ける。</p> <p>9) ターボポンプ及びロータリーポンプのスイッチをONにする。</p> <p>10) 真空復帰のため10～15分間真空引をする。</p> <p>[プレヒート]</p> <p>(1) フィラメントユニット (プレヒート、メジャー共) の電源をONし通電状態にする。</p> <p>1) フィラメントユニットのメインスイッチをONにする。</p> <p>2) MAN/AUTO 切換スイッチをAUTOにする。</p> <p>(2) モーターコントロールユニットの電源がONになっていることを確認する。</p> <p>(3) HP 9845 BのメインスイッチをONにする。</p> <p>(4) HP 9845 BのT 14にPNC TEST WORKのカートリッジテープを入れる。</p> <p>(5) HP 9845 BのキーボードよりGET " PREHET:T 14" と入力し EXECUTE キーを押す。</p> <p>(6) RUN キーを押してプログラムを実行する。</p> <p>(7) センターフィラメント電流値入力画面がCRTに表示される。</p> <p>ENTER MAXIMUM CURRENT VALUE FOR CENTRE FILAMENT</p> <p>3 0 0 CONT キーを押す。</p>	<p>ソース蓋とリングに汚れがないことを確認する。</p> <p>(3) 小型コンピュータ グラフィック画面 (CRT) に9845 B READY FOR USFと表示される。</p> <p>(5) [^]の入力は SHIFT を押しながら ▽ キーを押す。 CRTの実行ランプが点灯しプログラムの読みを行う。 読み込みを終了すると実行ランプが消える。</p> <p>(7) センターフィラメント電流値</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(8) サイドフィラメント電流値入力画面がCRTに表示される。</p> <p style="text-align: center;">ENTER MAXIMUM CURRENT VALUE SIDE FILAMENT</p> <p>① <input type="checkbox"/> ② <input type="checkbox"/> CONT キーを押す。</p> <p>(9) プレヒート時間入力画面がCRTに表示される。</p> <p style="text-align: center;">ENTER LENGTH OF TIME 'IN MINUTES' FOR PREHEATING</p> <p>③ <input type="checkbox"/> CONT キーを押す。</p> <p>(10) 最初にプレヒートするビードNo入力画面が表示される。</p> <p style="text-align: center;">ENTER THE BEAD NUMBER FOR EACH FILAMENT REQUIRING PRE-HEAT</p> <p style="text-align: center;">ENTER FIRST NUMBER THEN PRESS 'CONT'</p> <p>④ <input type="checkbox"/> CONT キーを押す。</p> <p>(11) プレヒートするビードNo入力画面が表示される。</p> <pre> Bead No. 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 SELECTED X </pre> <p style="text-align: center;">ENTER NEXT NUMBER AND PRESS 'CONT'</p> <p style="text-align: center;">OR PRESS 'CONT' TO TERMINATE INPUTS</p> <p>(12) 試料の数だけ(10)の操作を行う。</p> <p>(13) 試料の数だけ入力終了したら <input type="checkbox"/> CONT キーを押す。</p> <p>(14) プレヒートするビードNoの確認画面が表示される。</p> <p style="text-align: center;">ENTER NEXT NUMBER AND PRESS 'CONT'</p> <p style="text-align: center;">OR PRESS 'CONT' TO TERMINATE INPUTS</p> <pre> Bead No. 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 SELECTED X X X X X X X X X X X X X X NUMBER IN - </pre> <p><input type="checkbox"/> CONT キーを押す。</p> <p>[1 マスキャリブレーション]</p> <p>(1) 各バルブの確認</p> <p>1) V3, V4バルブが閉まっていること。</p>	<p>(8) サイドフィラメント電流値</p> <p>(9) プレヒート時間</p> <p>(11) 1～16 プレヒートのビードNoを順に 入力し <input type="checkbox"/> CONT キーを押すとSELE- CTEDに×印が表示され入力した事を 示す。</p> <p>(13)</p> <p>1) プレヒートするビードNoを変更する 時は <input type="checkbox"/> STOP <input type="checkbox"/> RUN キーを順 に押し操作手順(6)に戻し操作する。</p> <p>2) プレヒートが開始されるプレヒート が終了すると画面の実行ランプが消える。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>2) V1, V2 が開いていること。</p> <p>(2) 真空圧の確認</p> <p>1) 分析管の真空圧が 5×10^{-3} mbar に入っていること。</p> <p>2) イオンソース室の真空圧が 5×10^{-7} mbar に入っていること。</p> <p>(3) 各ユニットの確認</p> <p>1) ブランディングバグユニット</p> <p>① メインスイッチボタンが押されていること。</p> <p>② トリップランプが点灯していないこと。</p> <p>2) マグネット電源がONになっていること。</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② モードスイッチ-1をMANに設定する。</p> <p>③ モードスイッチ-2をFIELDに設定する。</p> <p>3) システムモニタ</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② AUTO/MAN切換えスイッチをMANに設定する。</p> <p>4) デジタルインテグレータ=DI-1</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② レスポンスダイヤルが0.03に設定してあること。</p> <p>③ タイミングダイヤルがINT-1に設定してあること。</p> <p>④ ゲインダイヤルを×1に設定してあること。</p> <p>⑤ インプットダイヤルが1に設定してあること。</p> <p>5) デジタルインテグレータ=DI-2</p> <p>① レスポンスダイヤルが0.03に設定してあること。</p> <p>② タイミングダイヤルがREMに設定してあること。</p> <p>③ ゲインダイヤルが×1に設定してあること。</p> <p>④ インプットダイヤルが1に設定してあること。</p> <p>6) エネルギーフィルタユニット</p> <p>① パワースイッチがONになっていること。</p>	<p>イオンポンプ電源ユニット-1のMETER RANGダイヤルをmbarに切換えて見る。</p> <p>イオンポンプ電源ユニット-2のMETER RANGダイヤルをmbarに切換えて見る。</p> <p>5×10^{-8} 5×10^{-7}に入っていない時はTSPを使用して入るまで待つ。</p> <p>点灯している時は、リセットボタンを押しトリップを解除する。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>7) ピラニゲージコントロールユニット</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② メータが1×10^{-7} mbar になっていること。</p> <p>8) フィラメントユニット (メジャ)</p> <p>① センターフィラメントスイッチがONになっていること。</p> <p>② サイドフィラメントがONになっていること。</p> <p>③ AUTO/MAN 切換えスイッチがMANに設定されていること。</p> <p>9) デフレクションユニット</p> <p>① POWER ランプが点灯していること。</p> <p>② MODE 切換えスイッチがMANになっていること。</p> <p>10) フォーカスユニット</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② STANDBY スwitchがONになっていること。</p> <p>③ MODE 切換えスイッチがMANになっていること。</p> <p>④ kV ダイアルが8 kV になっていること。</p> <p>(4) HP 9845 BよりOUTPUT 3 ; "\$OMW?0?0" を入力し EXEC を押して、システムモニタユニットをマニュアル作動にする。</p> <p>(5) HP 9845 Bよりバーレル動作のコードNoを入力し、任意のビードをメジャーの位置に設定する。</p> <p>(6) システムモニタユニットのセレクトダイアルを 04 に設定しDI-1 ユニットのデジタルメータでDIのゼロを読む。</p> <p>(7) システムモニタユニットのセレクトダイアルを 13 に設定しDI-1 ユニットのデジタルメータで加速電圧を読み8 kV になっていることを確認する。 ※フォーカスユニットのΔV変換スイッチが0 になっていること。</p> <p>(8) フィラメントユニットのセットカレントダイアル-1で</p>	<p>フォーカスユニットのPOWERスイッチをONにすると点灯する。</p> <p>(") の入力は SHIFT を押しながら 7 キーを押す。</p> <p>・ビード1でMass cal を行う場合 OUTPUT3 ; "\$OBB0100" EXEC</p> <p>・バーレルが動作しない場合 OUTPUT3 ; "\$OMW0008" EXEC</p> <p>例) 0001480</p> <p>例) 8 kV になっている場合は、0801480 と表示される。 8 kV になっていない場合は、DI を読みながらフォーカスユニットのVダイアルで0801480 になるように調整する。</p>

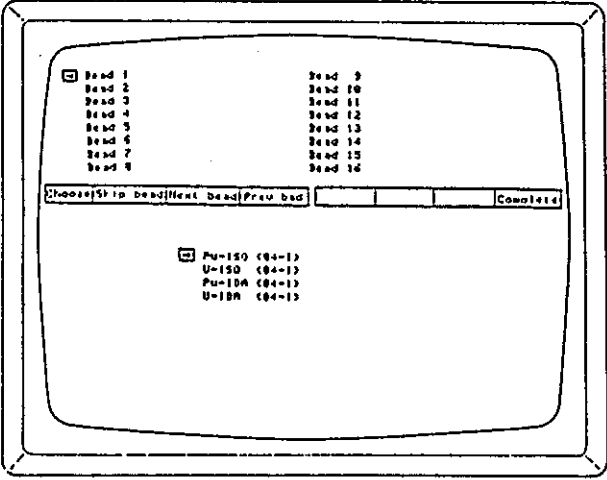



操 作 手 順	備 考
<p>センターフィラメントに4.2 A通電する。</p> <p>(9) フィラメントユニットのセットカレントダイヤル-2でサイドフィラメントに1.0 A通電する。</p> <p>(10) Re 187のイオンを探しフィールド値を読む。</p> <p>1) システムモニタユニットのセレクトダイヤルを ① ⑤ に設定する。</p> <p>2) DI-1のゲインダイヤルを×100に設定する。</p> <p>3) マグネット電源ユニットのコースダイヤルを動かして Re 187を探す。</p> <p>4) ファインダイヤルを動かしてピークの中央に合わせる。</p> <p>5) ディフレクションユニットとフォーカスユニットのフォーカスダイヤルを動かしてピーク高を最大に調整する。</p> <p>6) DI-1ユニットのゲインダイヤルを×1に設定する。</p> <p>7) システムモニタユニットのセレクトダイヤルを ① ② に設定し、DI-1のデジタルメータでフィールド値を読む。</p> <p>(11) Re 185のイオンを探しフィールド値を読む。</p> <p>(12) K 39のピークを探しフィールド値を読む。</p> <p>(13) Na 23のピークを探しフィールド値を読む。</p> <p>(14) フィラメントユニット(メジャー)のセットカレントダイヤル-2でサイドフィラメント2.2 A通電する。</p> <p>(15) U 238のピークを探しフィールド値を読む。</p>	<p>・DI-1にファラデー1の出力(R 187のイオン強度)が表示される。</p> <p>・表-1参照</p> <p>・フォーカスユニットのΔV変換スイッチを⊕側にし、DI-1でピーク高を読む。同じ様に⊖側にし、ピーク高を読む。</p> <p>・⊕側と⊖側のピーク高が同じになる様にファインダイヤルで調整する。</p> <p>・DI-1のメータを読みながらソースダイヤルを変換しピーク高を最大に調整する。同じ様に、Zバイアス、Dバイアス、スリット、エクストラクション、Zフォーカス、Dフォーカスダイヤルを変換しピーク高を最大に調整する。</p> <p>・操作手順(10)の1)～7)を行う。</p> <p>・操作手順(10)の1)～7)を行う。</p> <p>・操作手順(10)の1)～7)を行う。</p> <p>・操作手順(10)の1)～7)を行う。</p>

操 作 手 順		備 考	
表-1	同 位 体	マグネット電流	フィールド値(例)
	Na 23	1.7 A付近	173534
	k 39	2.2 A "	227434
	Re 185	4.8 A "	513150
	Re 187	4.9 A "	516150
	U 238	5.6 A "	587506
	Pu 239	5.7 A "	589200
	<p>(16) フィラメントユニットのセットカレントダイヤル-1及び2を0にする。</p> <p>(17) HP 9845 Bより, Mass Calibデータを入力し, 質量数に対するフィールドキャリブレーションを行う。</p> <p>1) HP 9845 BのT14にPNC TEST WORKテープカートリッジを入れる。</p> <p>2) キーボードよりGET " CALIB : T 14 " と入力し EXEC を押す。</p> <p>3) CRTの実行ランプが消えたら RUN を押す。</p> <p>4) DI ゼロの入力指示がCRTに表示される。 CALIB - a program to calibratate mass to Field D, I, ZERO (disits) =</p> <p>5) DI ゼロを入力し CONT を押す。</p> <p>6) ピーク数の入力指示がCRTに表示される。 CALIB-a program to calibratate mass to Filed No to peak for calibration</p> <p>7) ピーク数を入力し CONT を押す。</p> <p>8) Mass No 及びフィールド値の入力指示がCRTに表示される。 CALIB-a program to caribrate mass to Field Peak 1 Mass, HPO (disits)</p> <p>9) Mass No, とフィールド値をカンマ (,) で区切って入力しCONTを押す。</p> <p>10) 操作手順9) をピーク数だけ繰り返し行う。</p>		<p>。センタ, サイドフィラメントの電流を0にする。</p> <p>(*)(:)の入力は SHIFT を押しながらそれぞれ [] [] を押す。</p> <p>例 1480</p> <p>例 5</p> <p>例 23,173534 39,227434 185,513150</p>

操 作 手 順	備 考																														
<p>11) データを訂正するかを確認入力指示がCRTに表示される。</p> <p>CALIB-a program to calibrate Mass to Field</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>No,</th> <th>Mass</th> <th>HPO (disits)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>23.00</td> <td>173534</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>39.00</td> <td>227434</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>185.00</td> <td>513150</td> </tr> <tr> <td>4</td> <td>187.00</td> <td>516150</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>238.00</td> <td>587506</td> </tr> </tbody> </table> <p>Any Change</p>	No,	Mass	HPO (disits)	1	23.00	173534	2	39.00	227434	3	185.00	513150	4	187.00	516150	6	238.00	587506	<p>187,516150</p> <p>238,587506</p>												
No,	Mass	HPO (disits)																													
1	23.00	173534																													
2	39.00	227434																													
3	185.00	513150																													
4	187.00	516150																													
6	238.00	587506																													
<p>12) データを訂正しない場合は, <input checked="" type="checkbox"/>を入力し <input type="checkbox"/>CONT を押す。</p>	<p>データを訂正する場合は <input type="checkbox"/>を入力し <input checked="" type="checkbox"/>CONT を押す。</p> <p>次ぎにCRTの下部にNo. of peak to be change と表示されるので, 訂正するデータのNoを入力し <input type="checkbox"/>CONT を押し8)に戻る。</p>																														
<p>13) フィールドキャリブレーションのパラメータが下の様にプリントされ同時にテープカートリッジに記憶される。</p> <p>MASS TO FIELD CALIBRATION</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Mass</th> <th>F(obs)</th> <th>F(calc)</th> <th>diff</th> <th>Mass(calc)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>23.00</td> <td>1.7205</td> <td>1.7203</td> <td>.0002</td> <td>23.01</td> </tr> <tr> <td>39.00</td> <td>2.2595</td> <td>2.2597</td> <td>-.0002</td> <td>38.99</td> </tr> <tr> <td>185.00</td> <td>5.1167</td> <td>5.1169</td> <td>-.0002</td> <td>184.99</td> </tr> <tr> <td>187.00</td> <td>5.1467</td> <td>5.1465</td> <td>.0002</td> <td>187.02</td> </tr> <tr> <td>238.00</td> <td>5.8603</td> <td>5.8603</td> <td>-.0000</td> <td>238.00</td> </tr> </tbody> </table> <p>Parameters: Mp2= -.03297 Mpi= 2.81790 Mp0= .04568</p>	Mass	F(obs)	F(calc)	diff	Mass(calc)	23.00	1.7205	1.7203	.0002	23.01	39.00	2.2595	2.2597	-.0002	38.99	185.00	5.1167	5.1169	-.0002	184.99	187.00	5.1467	5.1465	.0002	187.02	238.00	5.8603	5.8603	-.0000	238.00	
Mass	F(obs)	F(calc)	diff	Mass(calc)																											
23.00	1.7205	1.7203	.0002	23.01																											
39.00	2.2595	2.2597	-.0002	38.99																											
185.00	5.1167	5.1169	-.0002	184.99																											
187.00	5.1467	5.1465	.0002	187.02																											
238.00	5.8603	5.8603	-.0000	238.00																											
<p>(試料測定)</p> <p>(1) 各バルブの開閉を確認する。</p> <p>1) V1, V2が開いていること。</p> <p>2) V3, V4が閉まっていること。</p> <p>(2) イオンソース部と分析管部の真空圧を確認する。</p> <p>1) イオンソース部が5×10^{-7} mbar になっていること。</p> <p>2) 分析管部が5×10^{-8} mbar になっていること。</p>	<p>イオンポンプ電源ユニットのメータで確認する。</p> <p>イオンポンプが5×10^{-7} mbar, 分析管が5×10^{-8} mbar 以下になっていない場合はTSPを作動させ, それぞれの真空圧が上</p>																														

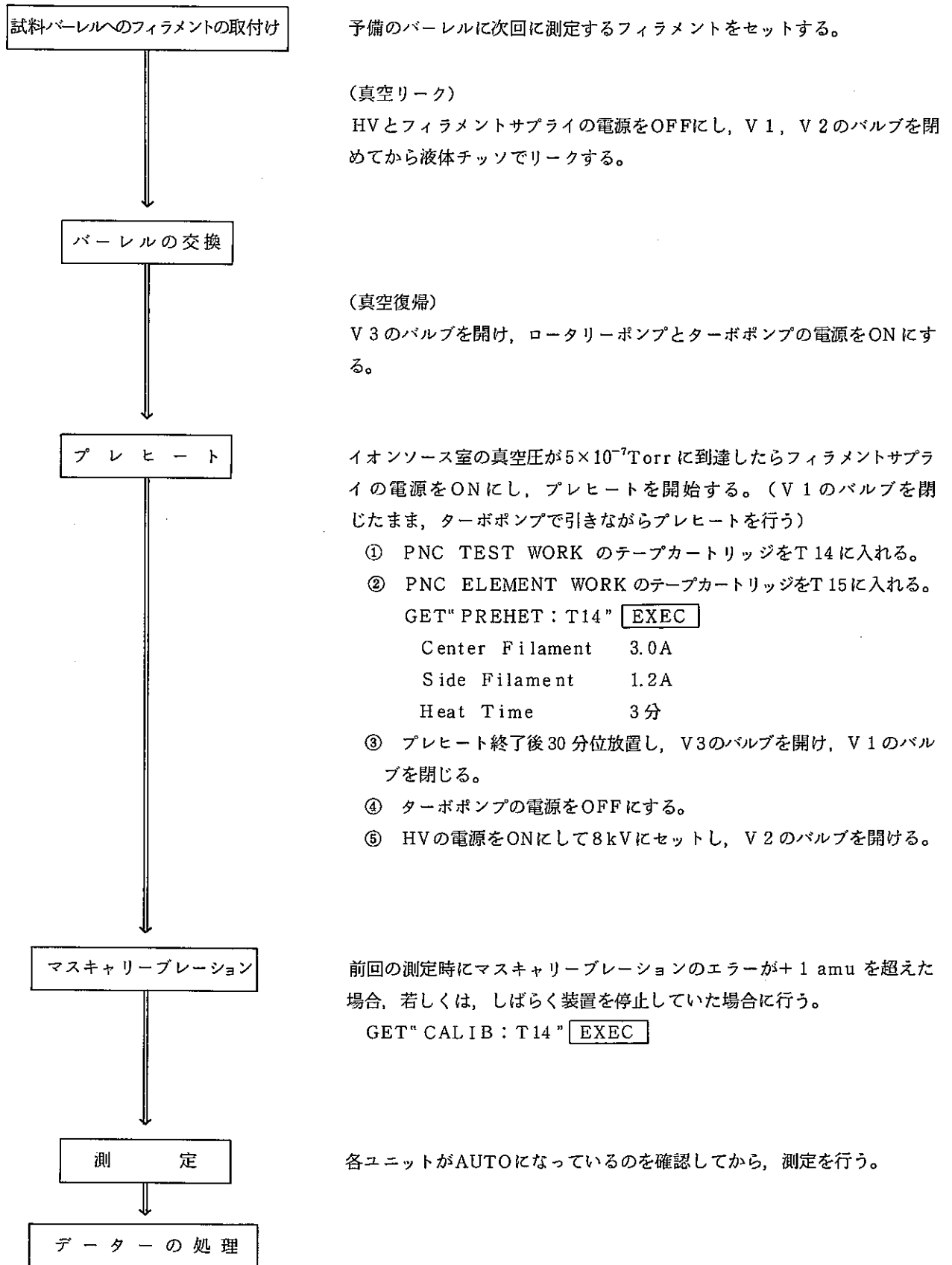
操 作 手 順	備 考
<p>(3) 各電源ユニットの確認をする。</p> <p>1) ブランデンバーグ</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② トリップがかかっているかないこと。</p> <p>③ Coarse ダイアルが設定位置にあること。</p> <p>2) マグネット電源ユニット</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② モード設定スイッチ-1がDigital 位置になっていること。</p> <p>③ モード設定スイッチ-2がField 位置になっていること。</p> <p>3) システムモニタ</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② AUTO/MAN 切換えスイッチがAUTOに設定されていること。</p> <p>4) デジタルインテグレータ (DI-1)</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② Responce ダイアルが0.1に設定されていること。</p> <p>③ Timing ダイアルが5に設定されていること。</p> <p>④ Gain ダイアルが×1に設定されていること。</p> <p>⑤ Input ダイアルが3に設定されていること。</p> <p>5) デジタルインテグレータ (DI-2)</p> <p>(4)の①～⑤と同じ確認を行なう。</p> <p>6) エネルギーフィルタユニット</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② DETECTOR スイッチがAUTOに設定されていること。</p> <p>7) 真空計ユニット</p> <p>① メインスイッチがONになっていること。</p> <p>② READ, PRESSUREが0.1 mbar に設定されていること。</p> <p>③ DEGESが10に設定されていること。</p> <p>④ TRIP LEVELが10^{-4}に設定されていること。</p>	<p>記以下になるまで待つ。</p> <p>トリップがかかっている場合はリセットボタンを押す。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>8) フィラメント電源ユニット</p> <p>① センターフィラメント電源がONになっていること。</p> <p>② サイドフィラメント電源がONになっていること。</p> <p>③ AUTO/MAN切換えスイッチがAUTOに設定されていること。</p> <p>9) ディフレクションユニット</p> <p>① MODE切換えスイッチがAUTOに設定されていること。</p> <p>10) フォーカスユニット</p> <p>① メインスイッチ及びOUTPUTスイッチがONになっていること。</p> <p>② MODE切換えスイッチがAUTOに設定されていること。</p> <p>③ kVダイヤルが8kVに設定されていること。</p> <p>(4) HP 9845 B の AUTOST キーを押す。</p> <p>(5) テープドライブ：T 14にPNC TEST WORKテープを入れる。</p> <p>(6) テープドライブ：T 15にELEMENT NEW WORKを入れる。</p> <p>(7) データ収録用ディスクをディスクドライブに挿入する。</p> <p>(8) HP 9845 Bの電源をONにする。 DATA転送用ディスクが入っていればプログラムを呼び込む。</p> <p>(9) プリントアウト形式の選択がCRTに表示される。 How much printout is required 1) Results only 2) Results + intermediate ratio 3) Results + intermediate ratio + raw data How much printout (1, 2, or 3)</p> <p>(10) プリントアウト形式の入力をする前に P r h t ≡ 0 と入力し EXECUTE を押す。</p>	<p>① 一度リセットするとONになる。</p> <p>② 一度リセットするとONになる。</p> <p>(8) すでにONに成っている場合は一度電源をOFFにしてから再度ONにする。 ディスクが入っていないと表示された場合はディスクを入れてから RUN を押す。しばらくしてからCRTにPlease wait linking MEAS1と表示される。</p> <p>(9) 1) 測定条件+結果 (平均) 2) 測定条件+結果 (平均) +レシオ 3) 測定条件+結果 (平均) +レシオ+イオン強度</p> <p>(10) 測定前にプレヒートを行った場合に入力する (測定中のプレヒートがカットさ</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(11) ②を入力し CONT を押す。</p> <p>(12) 測定条件の選択がCRTに表示される。</p>  <p>(13) 各Bead Noにセットした試料に合う測定条件にCRTの  をキーボードの   で合わせChoose (K0)を押す。</p> <p>(14) Bead 2～16についても操作手順(13)を繰り返し行い測定条件を設定する。</p> <p>(15) 測定条件の設定が終了したならComplete (K7)を押す。</p> <p>(16) 日付入力の指示がCRTに表示される。 Today's data (DDMMYY)</p> <p>(17) 日付(DDMMYY)を入力し CONT を押す。</p> <p>(18) Batch名の入力指示がCRTに表示される。 Batch Name for bead No. 1 is ?</p> <p>(19) バッチ名を入力し CONT を押す。</p>	<p>れる)</p> <p>英小文字の入力は SHIFT を押しなが ら英大文字キーを押すことにより入力 できる。</p> <p>(13) 前のBead Noの試料と同じ測定条件 にしたい時はNext bead (K2)を押す。 測定をしなくてもよいBead Noの時 はSkip bead (K1)を押す。(…Skip- ped…)と表示される。 前のBead Noに戻りたい時はPrev baed (K3)を押す。</p> <p>(15) CRTの表示が消える。</p> <p>(17) 例 1986年4月1日は 010486と入力する。</p> <p>(18) GE 1071又はPOT100の様に 入力する。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(20) Ident の入力指示がCRTに表示される。 Ident for bead No. 1 is ?</p> <p>(21) Ident を入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> <p>(22) Bead 2～16 についても操作手順 (15)～(18) を繰り返し行う。</p> <p>(23) Teisei Arimasuka ? とCRTに表示されるので入力項目の確認を行う。</p> <p>(24) 正しければ <input type="text" value="N"/> と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> <p>[データの処理]</p> <p>(1) 測定が終了したならばディスクドライブ左側よりDATA収録用ディスクを抜き取りG 128 計算用HP 9845 Bのディスクドライブ左側に挿入する。</p> <p>(2) HP 9845Bの <input type="text" value="AUTOST"/> キーを押して、HP 9845 B の電源をONにする。</p> <p>(3) CRT 画面に次の表示が現われる。 DETA NO TENSOU OKONAIMASUKA YES.....→Y PRESS CONT (ATTENTION DATA DICS INSERT) NO→N PRESS CONT</p> <p>(4) <input type="text" value="Y"/> と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> <p>(5) 計算結果がプリントアウトされる。</p>	<p>(21) ISO-1 又は IDA-1 の様にして入力する。</p> <p>(23) 訂正があれば <input type="text" value="Y"/> と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。訂正するBead を入力し (15)～(18) の操作を行う。</p> <p>(24) 入力項目がプリントされ測定を開始する。</p> <p>(1) G 128 計算用HP 9485 Bディスクドライブ右側に総合ファイルが入っていることを確認する。</p> <p>(2) すでにONになっている場合は一度電源をOFFにしてから再度ONにする。</p> <p>(4)</p> <p>1) データが転送されてデータの揃ったものから自動的に計算が行なわれる。</p> <p>2) 転送されたデータはプリントアウトされる。</p> <p>3) もし管理限界をオーバーしたものがあればメッセージがプリントアウトされるのでその試料について再分析を行う。</p>

VG 測定フロー



4.2 MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウム 同位体組成の測定方法

1. 要 旨

MAT型質量分析計を用いてウラン・プルトニウム同位体組成を測定する場合の、装置の取扱いについて記述する。

2. 適用範囲

3.3.1, 3.3.2で述べた試料をMAT型質量分析計を用いて、ウラン・プルトニウム同位体組成の分析に適用する。

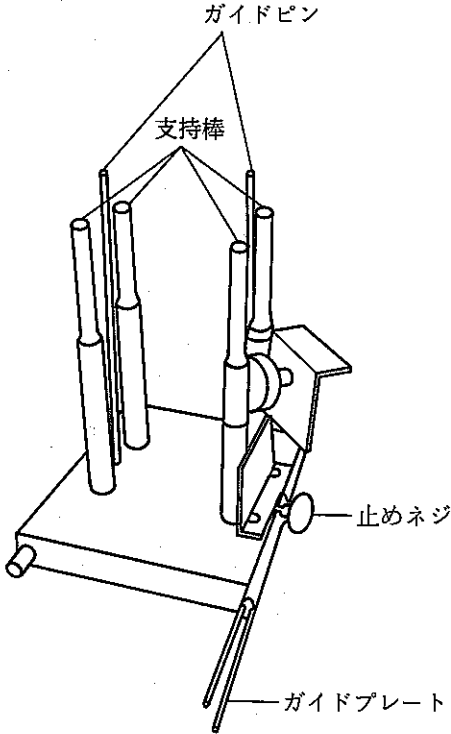
3. 試薬及び装置

(1) 質量分析計：MAT 261型

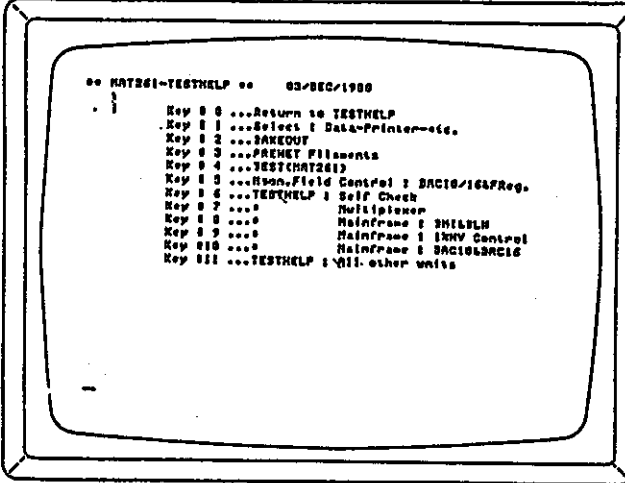
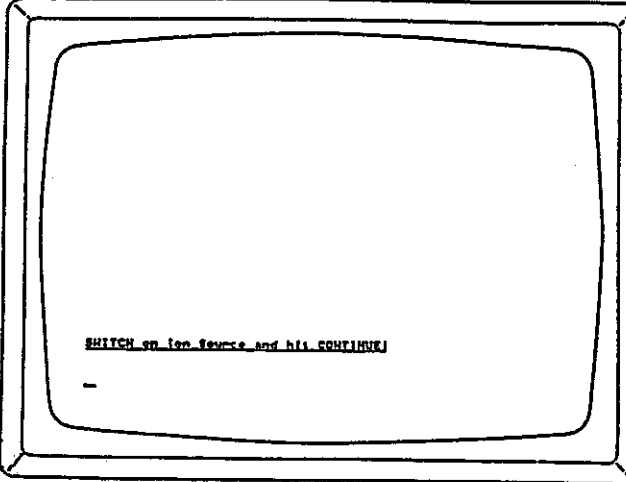
4. 操 作

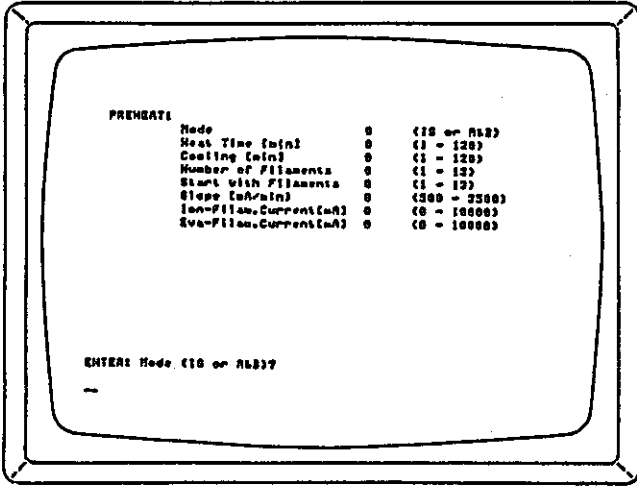
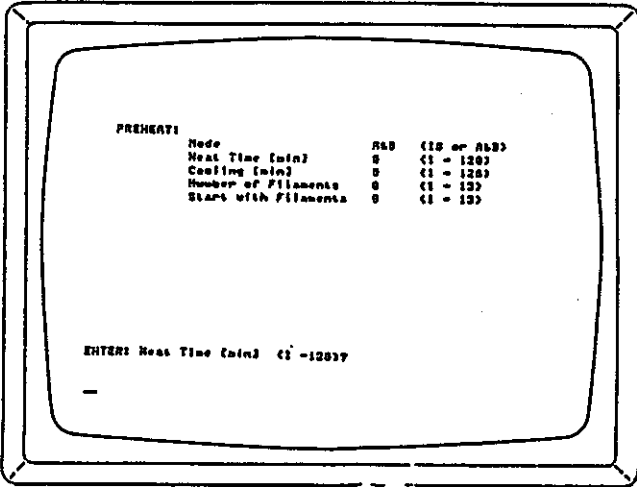
操 作 手 順	備 考
<p>[試料マガジンの交換]</p> <p>(1) 真空リーク</p> <p>1) V1 (Iso Lation Valve) を閉める。</p> <p>2) V2 (Amplifier Valve) を閉める。</p> <p>3) 各ユニットの確認</p> <p>① BMIユニットの加速電圧をOFFにする。</p> <p>② BLBユニットのフィラメント電流が0であることを確認する。</p> <p>③ BLSユニットのION SOURCE電源をOFFにする。</p> <p>4) V3 (Venting Valve) のホースを液体窒素の中に入れる。</p> <p>5) PUMP/VENT電源をOFFにする。</p>	<p>② 電流が流れている場合はフィラメントコントロールスイッチをDOWNにして電流を下げる。</p> <p>5) 約30秒後にVenting Valveが開き液体窒素を吸い上げる。</p>

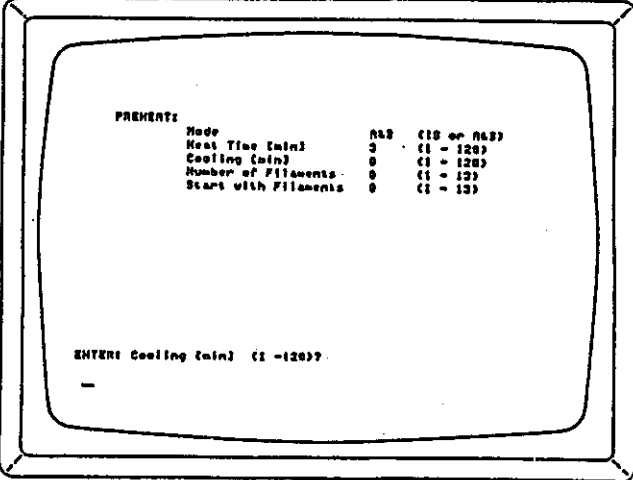
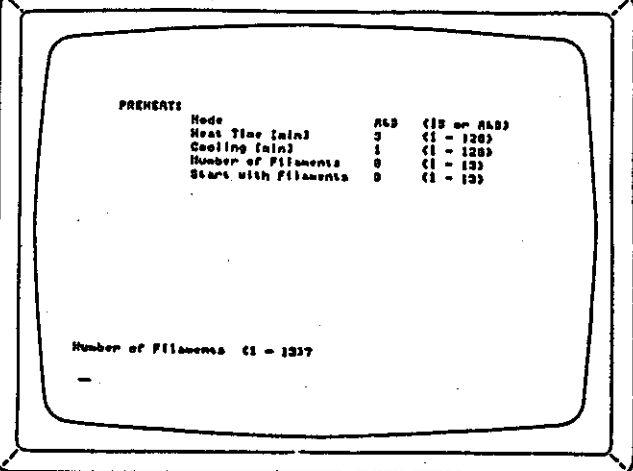
操 作 手 順	備 考
<p>[マガジンの取り外し]</p> <p>(1) イオンソースの蓋を外す。</p> <p>(2) マガジンドライブ機構を回し IS (MEASUR) の位置に フィラメントローケーションの 4 を合わせる。</p> <div data-bbox="335 577 691 880" data-label="Image"> </div> <p>(3) 六角レンチで固定ネジ 4 本を外す。</p> <p>図-1 イオンソース室中のマガジン</p> <div data-bbox="241 1070 848 1664" data-label="Image"> </div> <p>(4) 固定ネジを外した穴に、マガジンホルダーの支持棒 (4 本) を挿入しガイドピンをマガジンのガイドピン穴にネジ 込む。</p>	

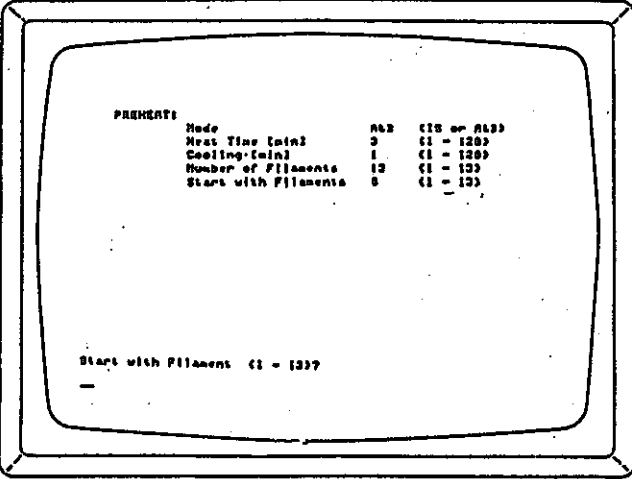
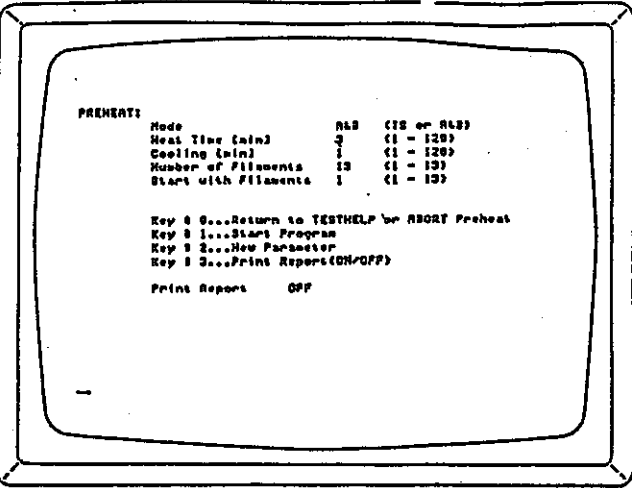
操 作 手 順	備 考
<p>図-2 マガジンホルダー</p>  <p>(5) マガジンホルダーのガイドプレートをマガジンの連結ピンに接触させ止めネジを締める。</p> <p>(6) マガジンホルダーのガイドピンをゆっくり引きマガジンを取り出す。</p> <p>(7) マガジンホルダーのガイドピンを援め引きぬく。 〔フィラメントの取り付け〕</p> <p>(1) フィラメントをマガジンの止めネジ部に挿入しドライバーで止めネジを締める。</p> <p>(2) マガジンを回しながらフィラメント数だけ (1) の操作を繰り返し行う。</p> <p>(3) フィラメントにスリットカバーを手で取り付ける。</p> <p>(4) マガジンを回しながら、フィラメント数だけ (3) の操作を繰り返し行う。</p>	<p>(1) ピンセットを使用する。</p> <p>(2) イオンフィラメントを右側（マガジンにナンバーが刻印してある側）にセットする。試料フィラメントを左側にセットする。</p>

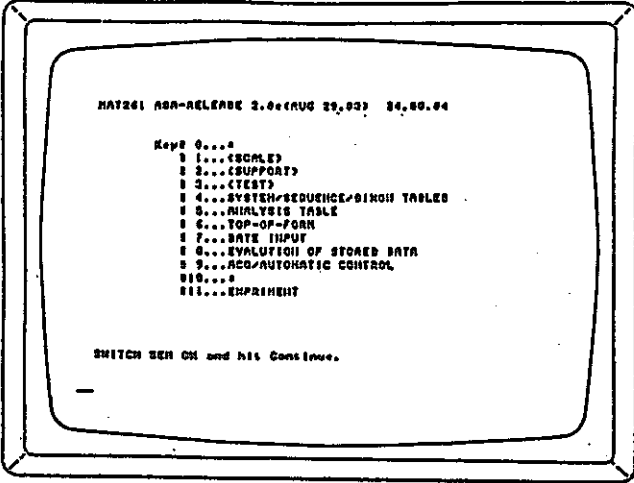
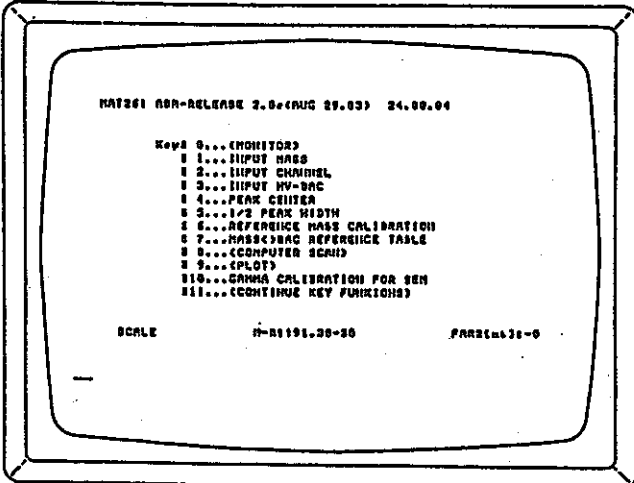
操 作 手 順	備 考
<p>[マガジンの取り付け及び真空復帰]</p> <p>(1) マガジンの4の位置が上にくるようにしてマガジンホルダーのガイドピンをマガジンの連結ピンに挿入し、止めネジを締める。</p> <p>(2) マガジンホルダーのガイドピン穴にガイドピンをネジ込む。</p> <p>(3) マガジンホルダーの支持棒をイオンソース室内のマガジン固定ネジ穴に挿入しガイドピンをゆっくり押ししてマガジンをイオンソース室にセットする。</p> <p>(4) マガジンホルダーのガイドピンを緩めてマガジンホルダーを引き抜く。</p> <p>(5) マガジンドライブのISの位置を4と11の間にセットして接点端子板を取り付け、固定ネジ(4本)を締める。</p> <p>(6) マガジンドライブを手でゆっくりと回転させてフィラメントと端子板の接触を確認する。</p> <p>(7) イオンソース室の蓋を開める。</p> <p>(8) BLSユニットのPOMP / SYSTEM VENTスイッチをONにする。</p> <p>(9) イオンソース室の真空圧が6×10^{-6}になったらV2バルブを開ける。</p> <p>(10) イオンソース室の真空圧が1×10^{-6}になったらBLSユニットのION SOURCEスイッチをONにする。</p> <p>[プレヒート]</p>	<p>The diagram illustrates the assembly of the magazine. At the top, a pair of tongs is used to hold a component. Below, a magazine holder is shown with a support rod being inserted into a hole. A locking screw is used to secure the holder. A separate view shows the support rod being inserted into a hole in the ion source chamber. Labels include 'トング' (tongs), '止めネジ' (locking screw), '支持棒' (support rod), and 'ガイドピン穴' (guide pin hole).</p>

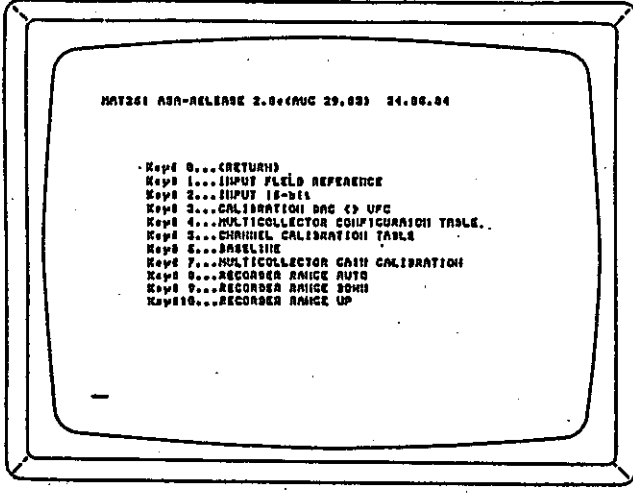
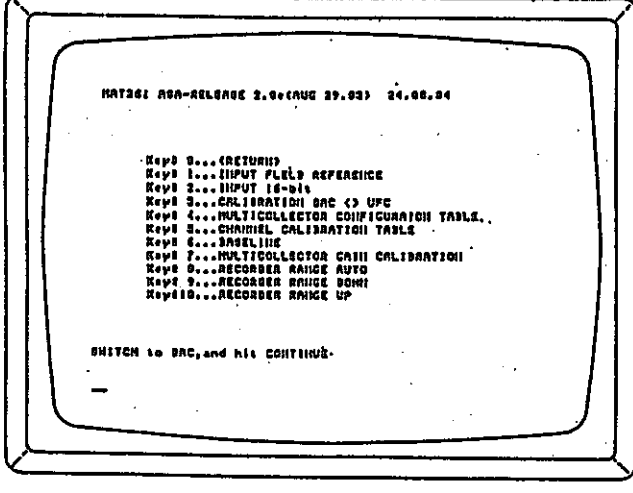
操 作 手 順	備 考
<p>[プレヒート]</p> <p>(1) YHP 9845 Bの電源をONしHELPのカートリッジテープをT: 15に入れる。</p> <p>(2) LORD "HELP" と入力し EXEC を押し、プログラムの読み込みをする。</p> <p>(3) CRTの実行プランが消えたら RUN を押し、プログラムを実行する。</p> <p>(4) K 3 を押し、プレヒートプログラムを選択する。</p>	<p>(2) 実行ランプが点灯する。</p> <p>(4) HELPのプログラムがCRTに表示される。</p>
	
<p>(5) BLSユニットのイオンソース電源ボタンがONであることを確認して CONT を押す。</p> 	<p>(5) SWITCH on Ion……とCRTに表示される。</p>

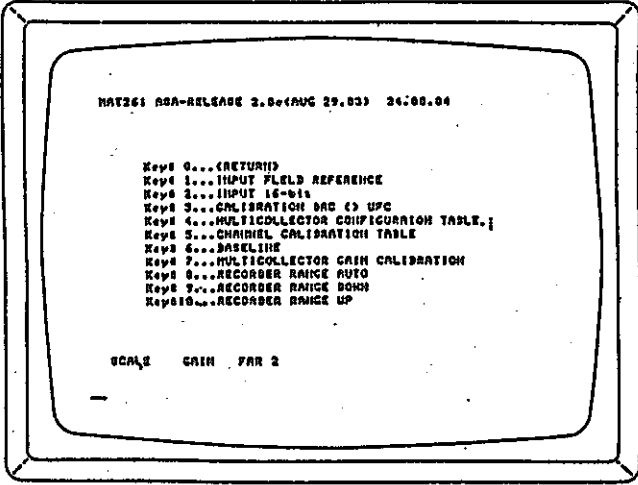
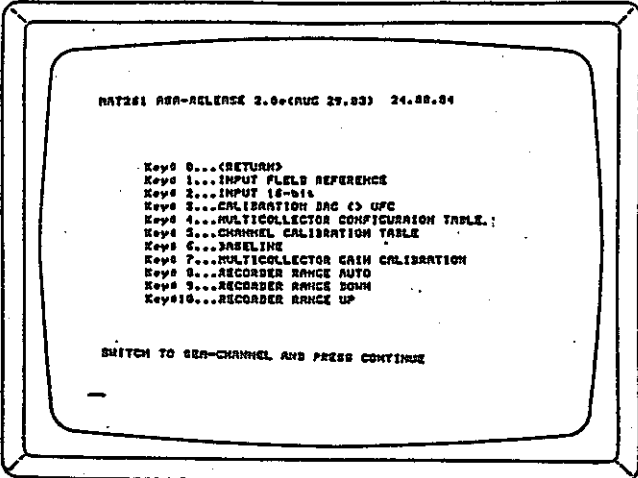
操 作 手 順	備 考
<p>(6) プレヒートパラメータ (条件) を順次入力する。</p> <p>プレヒート I S 入力し, CONT を押す。</p> 	<p>(6) IS or A & B どちらでもプレヒートが出来る。</p> <p>ENTER : Mode (IS or A&B) ? とCRTに表示される。</p>
<p>(7) フィラメントの加熱時間 3 入力し, CONT を押す。</p> 	<p>(7) ENTER : Heat Time …… とCRTに表示される。</p>

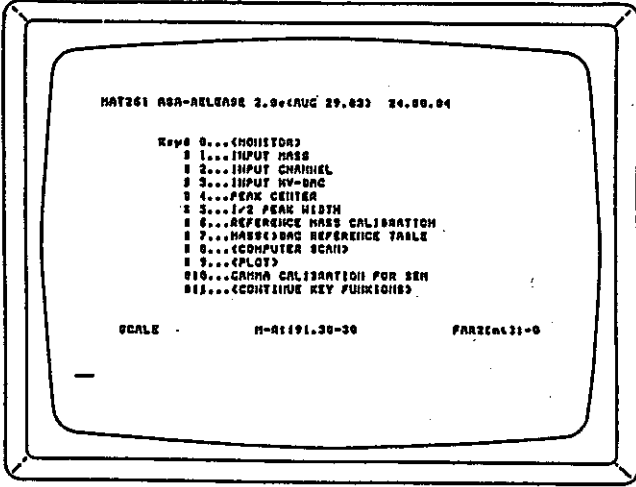
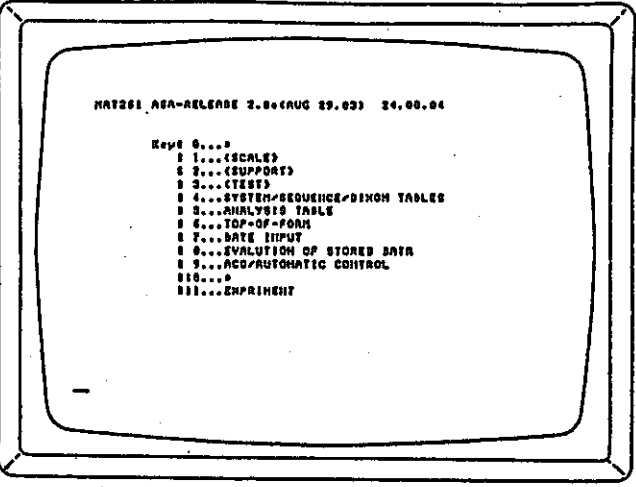
操 作 手 順	備 考
<p>(8) フィラメントの放冷時間 <input type="text" value="1"/> 入力し, <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>(8) ENTER : Cooling ……とCRTに表示される。</p>
<p>(9) フィラメント数を入力し, <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>(9) 測定するフィラメント数 (1~13) を入力する。 Number of ……とCRTに表示される。</p>

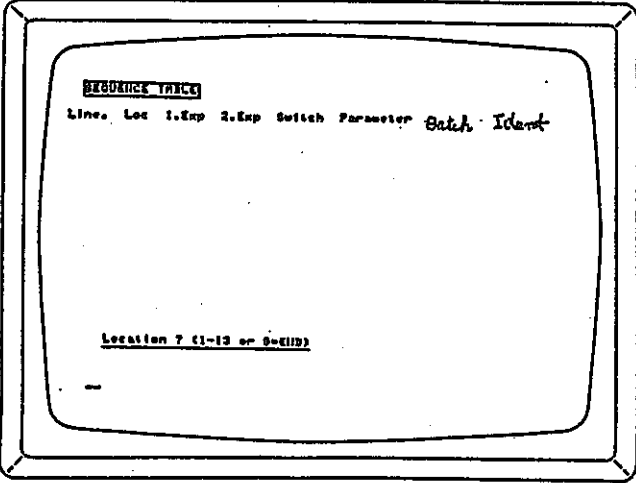
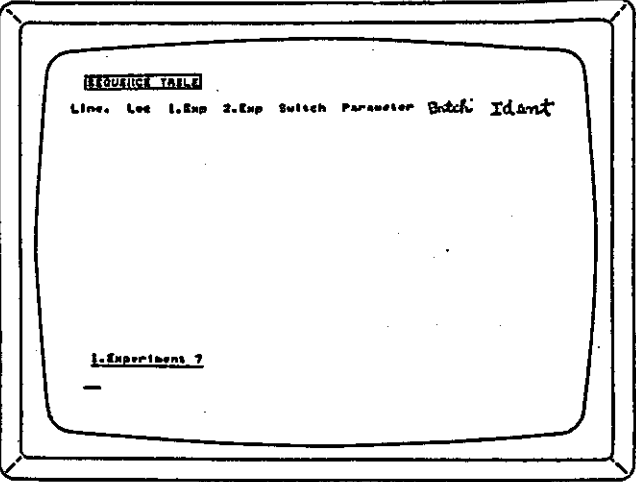
操 作 手 順	備 考						
<p>(10) プレヒートを行う最初のフィラメントNoを入力し、CONTを押す。</p> 	<p>(10) Start with …… とCRTに表示される。 例 1</p>						
<table border="1"> <tr> <td>Slope [mA/min] 0</td> <td>(500 - 3500) → 1000 と入力 CONT</td> </tr> <tr> <td>Ion-Filam・Current [mA] 0</td> <td>(0 - 10000) → 4500 "</td> </tr> <tr> <td>Eva-Filam・Current [mA] 0</td> <td>(0 - 10000) → 800 "</td> </tr> </table>	Slope [mA/min] 0	(500 - 3500) → 1000 と入力 CONT	Ion-Filam・Current [mA] 0	(0 - 10000) → 4500 "	Eva-Filam・Current [mA] 0	(0 - 10000) → 800 "	
Slope [mA/min] 0	(500 - 3500) → 1000 と入力 CONT						
Ion-Filam・Current [mA] 0	(0 - 10000) → 4500 "						
Eva-Filam・Current [mA] 0	(0 - 10000) → 800 "						
<p>(11) K 3 を押し、Print ReportをONにする。</p> 	<p>(11) プレヒートパラメータがCRTに表示される。 Key # 0 - TESTHELPのプログラムがCRTに表示される。 Key # 1 - プレヒートの開始 Key # 2 - パラメータの訂正 Key # 3 - プリントの選択</p>						

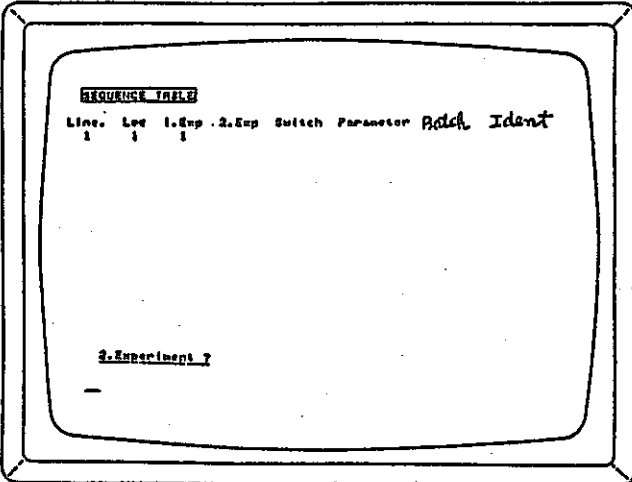
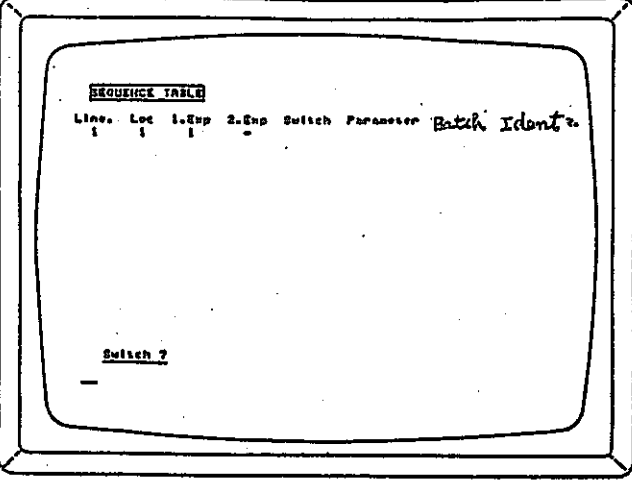
操 作 手 順	備 考
<p>(6) BMIユニットのSEMのスイッチボタンがONであることを確認して CONT を押す。</p> 	<p>(6) ONでランプが点灯 MONITOR画通とSWITCH SEM ……とCRTに表示される。</p>
<p>(7) K1 を押し、SCALEを選択する。 K11 を押し、CONTINUE KEY FUNKTIONを選択する。</p> 	<p>(7) SCALE 1がCRTに表示される。</p>

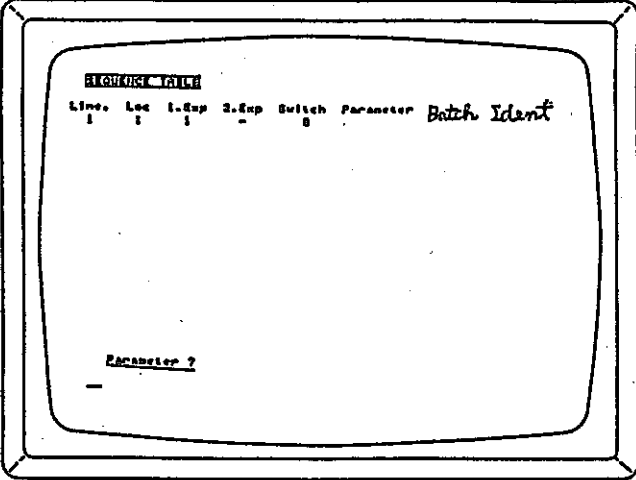
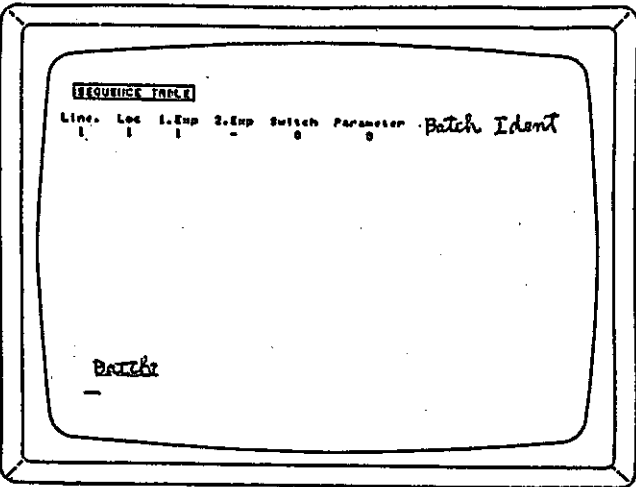
操 作 手 順	備 考
<p>(8) K 3 を押し、CALIBRATION DAC< >UFC を選択する。</p> 	<p>(8) SCALE 2 がCRTに表示される。</p>
<p>(9) BMI ユニットのM-SELECTOR 切換えスイッチを、DAC に設定し CONT を押す。</p> 	<p>(9) CONT を押すとDAC< >UFC キャリブレーションが開始され、終了するとディスクにキャリブレーションファクターが記憶されて、CRTのCALDAC< >UFCが消える。 SWITCH to DAC……とCRTに表示される。</p>

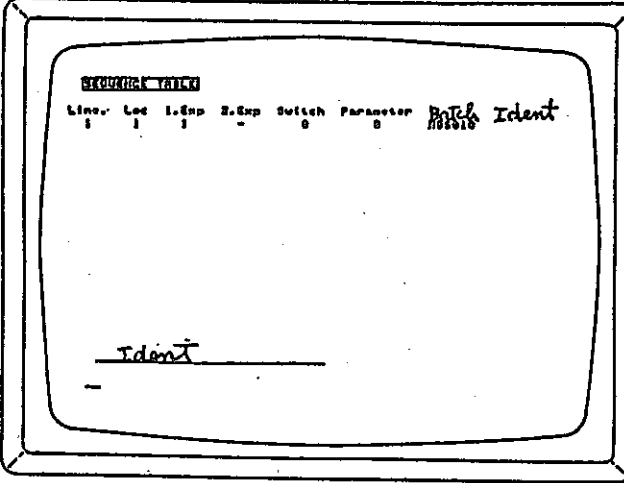
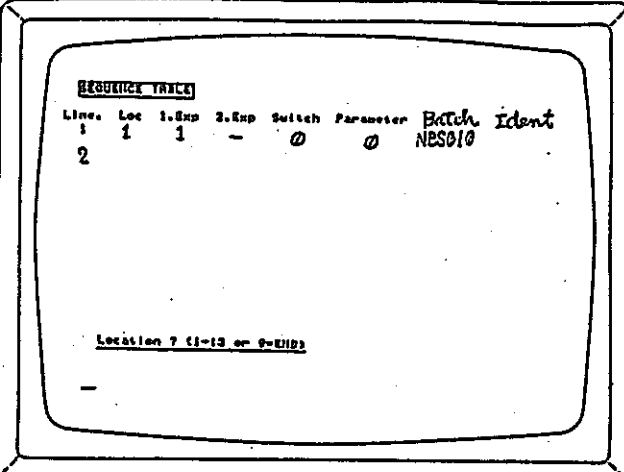
操 作 手 順	備 考
<p>(10) K 7 を押し、MULTICollector GAIN CALIBRATIONを実行する。</p> 	<p>(10) マルチコレクターゲインキャリブレーションが終了すると、キャリブレーションファクターがディスクに記憶されて、CRTがSCALE 2にもどる。</p>
<p>(11) K 0 を押し、RETURNを選択する。</p> 	<p>(11) SCALE 2 がCRTに表示される。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(12) K 0 を押し、MONITORを選択する。</p> 	<p>(12) SCALE 1がCRTに表示される。</p>
<p>(13) K 4 を押し、SYSTEM/SEQUENCE/DIXON TABLESを選択する。</p> 	<p>(13) MONITORがCRTに表示される。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(16) シーケンステーブルの作成</p> <p>1) 1 と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p>  <p>2) Exp テーブルNoを入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>(16) ラインNo.1がロケーションNo.1になる。 Location ? ……とCRTに表示される。</p> <p>2) Experiment ? とCRTに表示される。</p>

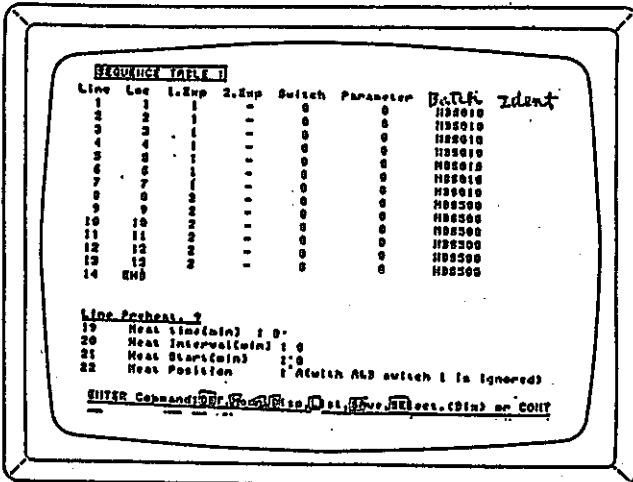
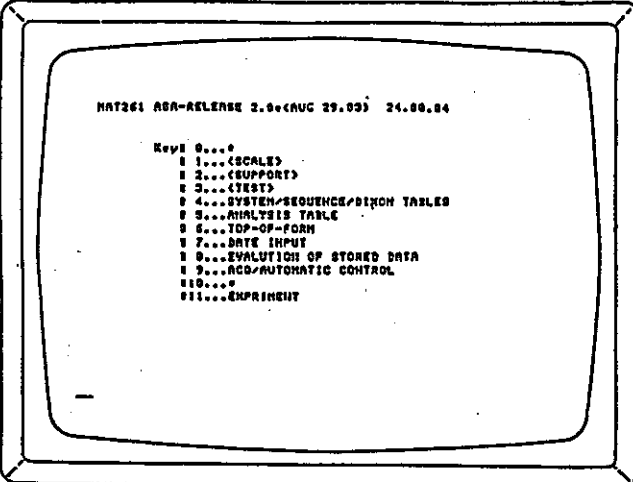
操 作 手 順	備 考
<p>3) <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>U同位体測定の場合</p> <p>例 1</p> <ul style="list-style-type: none"> Exp 1 - U, ISD Exp 2 - Pu, ISD Exp 3 - U, IDA Exp 4 - Pu, IDA <p>3) Experiment ? とCRTに表示される。</p>
<p>4) <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>同じフィラメントで測定, 条件を変えて測定する場合は, その Exp テーブルNoを入力する。</p> <p>測定条件を変えない場合は, 0 と入力する。</p> <p>4) Switch ? とCRTに表示される。</p> <p>測定条件を変えて測定する場合は, 0 と入力する。</p>

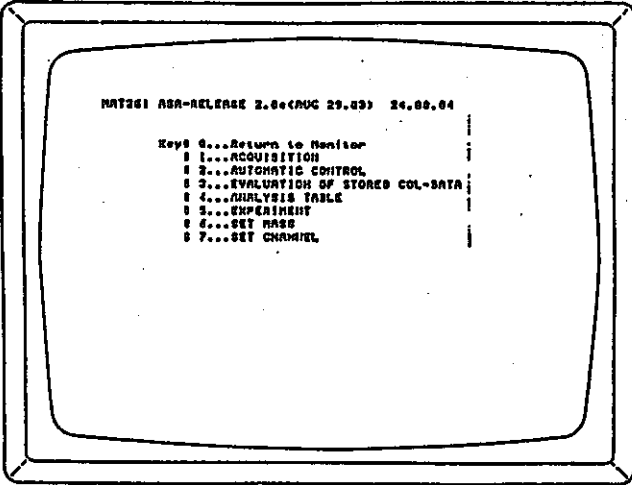
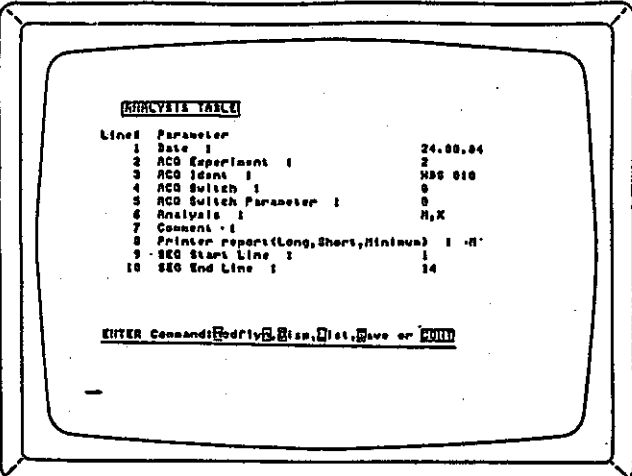
操 作 手 順	備 考
<p>5) <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>5) Parameter ?とCRTに表示される。</p>
<p>6) 試料名を入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>6) Batch ?とCRTに表示される。 例 GEI 071 6ケタまで入力できる。</p>

操 作 手 順	備 考												
<p>7) Ident を入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>7) Ident …… と CRT に表示される。</p> <p>例</p> <table border="1" data-bbox="948 425 1317 716"> <thead> <tr> <th>Ident</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>IDA-1</td> <td>濃 度-1</td> </tr> <tr> <td>IDA-2</td> <td>濃 度-2</td> </tr> <tr> <td>IDA-3</td> <td>濃 度-3</td> </tr> <tr> <td>ISO-1</td> <td>同位体-1</td> </tr> <tr> <td>ISO-2</td> <td>同位体-2</td> </tr> </tbody> </table>	Ident		IDA-1	濃 度-1	IDA-2	濃 度-2	IDA-3	濃 度-3	ISO-1	同位体-1	ISO-2	同位体-2
Ident													
IDA-1	濃 度-1												
IDA-2	濃 度-2												
IDA-3	濃 度-3												
ISO-1	同位体-1												
ISO-2	同位体-2												
<p>8) 0 と入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> 	<p>8) Location ? (1-13 or 0=END) と CRT に表示される。</p>												
<p>〔 1) ~ 7) の操作をフィラメント数だけ繰り返し入力する。 〕</p>													

操 作 手 順	備 考																																																																																																																								
<p>9) <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">SEQUENCE TABLE 1</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Line</th> <th>Loc</th> <th>1.Exp</th> <th>2.Exp</th> <th>Switch</th> <th>Parameter</th> <th>Batch</th> <th>Ident</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>2</td><td>2</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>3</td><td>3</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>4</td><td>4</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>5</td><td>5</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>6</td><td>6</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>7</td><td>7</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>8</td><td>8</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>9</td><td>9</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>10</td><td>10</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>11</td><td>11</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>12</td><td>12</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-1</td></tr> <tr><td>13</td><td>13</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td>250-2</td></tr> <tr><td>14</td><td>END</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>Line Preheat. ?</p> <p>Heat time (min) ?</p> </div>	Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Batch	Ident	1	1	1	-	0	0	H0010	250-1	2	2	1	-	0	0	H0010	250-2	3	3	1	-	0	0	H0010	250-1	4	4	1	-	0	0	H0010	250-2	5	5	1	-	0	0	H0010	250-1	6	6	1	-	0	0	H0010	250-2	7	7	1	-	0	0	H0010	250-1	8	8	2	-	0	0	H0200	250-1	9	9	2	-	0	0	H0200	250-2	10	10	2	-	0	0	H0200	250-1	11	11	2	-	0	0	H0200	250-2	12	12	2	-	0	0	H0200	250-1	13	13	2	-	0	0	H0200	250-2	14	END							<p>9) Line Preheat ?・Heattime(min) ?とCRTに表示される。</p> <p>終了したならば0 (END)を入力する。</p>
Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Batch	Ident																																																																																																																		
1	1	1	-	0	0	H0010	250-1																																																																																																																		
2	2	1	-	0	0	H0010	250-2																																																																																																																		
3	3	1	-	0	0	H0010	250-1																																																																																																																		
4	4	1	-	0	0	H0010	250-2																																																																																																																		
5	5	1	-	0	0	H0010	250-1																																																																																																																		
6	6	1	-	0	0	H0010	250-2																																																																																																																		
7	7	1	-	0	0	H0010	250-1																																																																																																																		
8	8	2	-	0	0	H0200	250-1																																																																																																																		
9	9	2	-	0	0	H0200	250-2																																																																																																																		
10	10	2	-	0	0	H0200	250-1																																																																																																																		
11	11	2	-	0	0	H0200	250-2																																																																																																																		
12	12	2	-	0	0	H0200	250-1																																																																																																																		
13	13	2	-	0	0	H0200	250-2																																																																																																																		
14	END																																																																																																																								
<p>10) <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">SEQUENCE TABLE 2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Line</th> <th>Loc</th> <th>1.Exp</th> <th>2.Exp</th> <th>Switch</th> <th>Parameter</th> <th>Batch</th> <th>Ident</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>2</td><td>2</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>3</td><td>3</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>4</td><td>4</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>5</td><td>5</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>6</td><td>6</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>7</td><td>7</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0010</td><td></td></tr> <tr><td>8</td><td>8</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>9</td><td>9</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>10</td><td>10</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>11</td><td>11</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>12</td><td>12</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>13</td><td>13</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td>H0200</td><td></td></tr> <tr><td>14</td><td>END</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>Line Preheat. ?</p> <p>Heat Interval (min) ?</p> </div>	Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Batch	Ident	1	1	1	-	0	0	H0010		2	2	1	-	0	0	H0010		3	3	1	-	0	0	H0010		4	4	1	-	0	0	H0010		5	5	1	-	0	0	H0010		6	6	1	-	0	0	H0010		7	7	1	-	0	0	H0010		8	8	2	-	0	0	H0200		9	9	2	-	0	0	H0200		10	10	2	-	0	0	H0200		11	11	2	-	0	0	H0200		12	12	2	-	0	0	H0200		13	13	2	-	0	0	H0200		14	END							<p>10) Heat Interval (min) ?とCRTに表示される。</p>
Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Batch	Ident																																																																																																																		
1	1	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
2	2	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
3	3	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
4	4	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
5	5	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
6	6	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
7	7	1	-	0	0	H0010																																																																																																																			
8	8	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
9	9	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
10	10	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
11	11	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
12	12	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
13	13	2	-	0	0	H0200																																																																																																																			
14	END																																																																																																																								

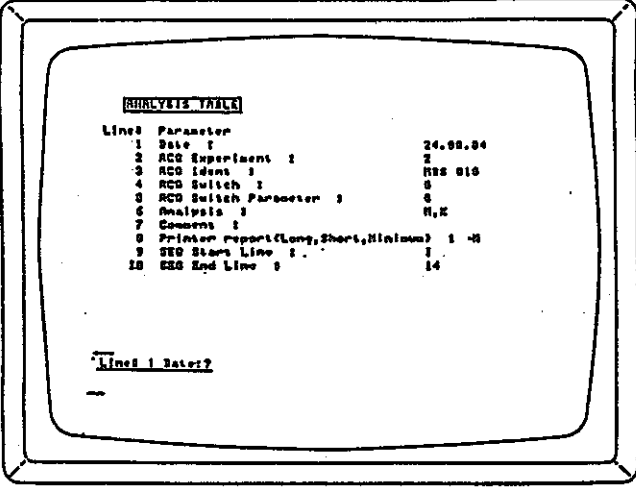
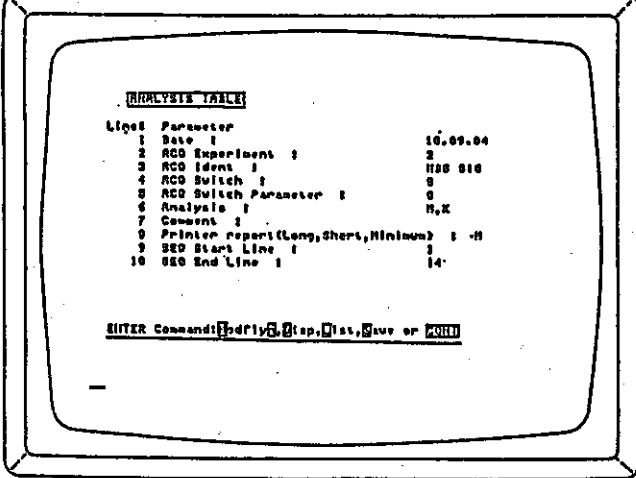
操 作 手 順	備 考																																																																																																																								
<p>11) <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">SEQUENCE TABLE</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Line</th> <th>Loc</th> <th>1.Exp</th> <th>2.Exp</th> <th>Switch</th> <th>Parameter</th> <th>Butt.</th> <th>Ident</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>2</td><td>2</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>3</td><td>3</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>4</td><td>4</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>5</td><td>5</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>6</td><td>6</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>7</td><td>7</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>8</td><td>8</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>9</td><td>9</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>10</td><td>10</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>11</td><td>11</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>12</td><td>12</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>13</td><td>13</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>14</td><td>END</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td>H00300</td></tr> </tbody> </table> <p>Line Preheat. ?</p> <p>17 Heat Interval(min) : 0 20 Heat Interval(min) : 0</p> <p>Heat Start(min) ?</p> <p>_____</p> </div>	Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Butt.	Ident	1	1	1	-	0	0		H00010	2	2	1	-	0	0		H00010	3	3	1	-	0	0		H00010	4	4	1	-	0	0		H00010	5	5	1	-	0	0		H00010	6	6	1	-	0	0		H00010	7	7	1	-	0	0		H00010	8	8	2	-	0	0		H00300	9	9	2	-	0	0		H00300	10	10	2	-	0	0		H00300	11	11	2	-	0	0		H00300	12	12	2	-	0	0		H00300	13	13	2	-	0	0		H00300	14	END						H00300	<p>11) Heat Start [min] ? と CRT に表示される。</p>
Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Butt.	Ident																																																																																																																		
1	1	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
2	2	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
3	3	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
4	4	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
5	5	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
6	6	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
7	7	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
8	8	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
9	9	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
10	10	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
11	11	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
12	12	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
13	13	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
14	END						H00300																																																																																																																		
<p>12) <input type="button" value="A"/> と入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">SEQUENCE TABLE</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Line</th> <th>Loc</th> <th>1.Exp</th> <th>2.Exp</th> <th>Switch</th> <th>Parameter</th> <th>Butt.</th> <th>Ident</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>2</td><td>2</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>3</td><td>3</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>4</td><td>4</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>5</td><td>5</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>6</td><td>6</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>7</td><td>7</td><td>1</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00010</td></tr> <tr><td>8</td><td>8</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>9</td><td>9</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>10</td><td>10</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>11</td><td>11</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>12</td><td>12</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>13</td><td>13</td><td>2</td><td>-</td><td>0</td><td>0</td><td></td><td>H00300</td></tr> <tr><td>14</td><td>END</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td><td>H00300</td></tr> </tbody> </table> <p>Line Preheat. ?</p> <p>17 Heat Interval(min) : 0 20 Heat Interval(min) : 0 21 Heat Start(min) : 0</p> <p>Heat Position No. 002 ?</p> <p>_____</p> </div>	Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Butt.	Ident	1	1	1	-	0	0		H00010	2	2	1	-	0	0		H00010	3	3	1	-	0	0		H00010	4	4	1	-	0	0		H00010	5	5	1	-	0	0		H00010	6	6	1	-	0	0		H00010	7	7	1	-	0	0		H00010	8	8	2	-	0	0		H00300	9	9	2	-	0	0		H00300	10	10	2	-	0	0		H00300	11	11	2	-	0	0		H00300	12	12	2	-	0	0		H00300	13	13	2	-	0	0		H00300	14	END						H00300	<p>12) Heat Position ? と CRT に表示される。</p>
Line	Loc	1.Exp	2.Exp	Switch	Parameter	Butt.	Ident																																																																																																																		
1	1	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
2	2	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
3	3	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
4	4	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
5	5	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
6	6	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
7	7	1	-	0	0		H00010																																																																																																																		
8	8	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
9	9	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
10	10	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
11	11	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
12	12	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
13	13	2	-	0	0		H00300																																																																																																																		
14	END						H00300																																																																																																																		

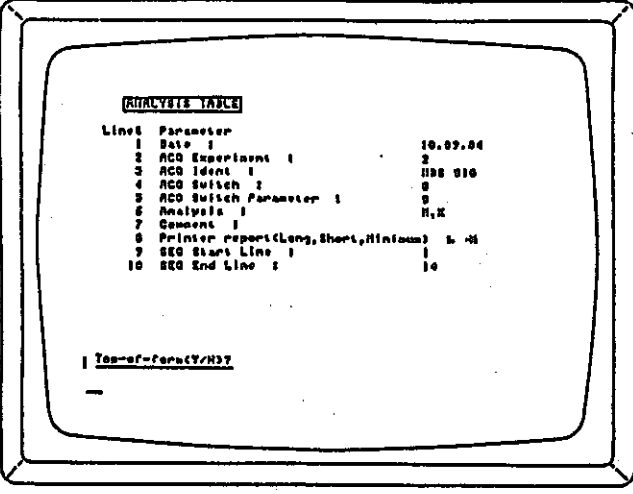
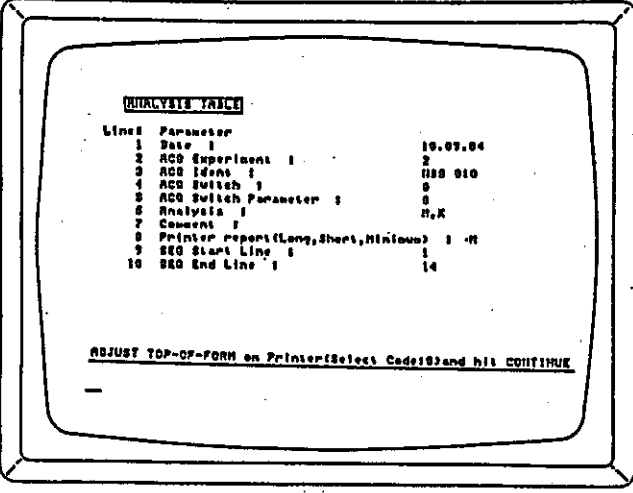
操 作 手 順	備 考
<p>13) S A と入力し CONT を押す。</p> <p>14) L と入力し CONT を押す。</p> 	<p>13) ディスクに記憶される。</p> <p>14) プリンタに出力される。</p> <p>測定と並行してプレヒートを行う時は、Line No. 19, 20, 21, 22について入力する。ENTER Command ……とCRTに表示される。</p> <p>シーケンステーブルを一部変更する場合は、Line No.を入力する。MOO (変更するNo.) と入力し CONT を押し、手順19の2) ~ 7)を行う。</p>
<p>15) CONT を押す。</p> <p>(17) K 9 を押し、ACQ/AUTOMTIC CONTROLを選択する。</p>	<p>シーケンステーブルがディスクに記憶されてシーケンステーブルの作成が終了する。また、シーケンステーブルがプリントされる。</p> <p>(17) MONITORがCRTに表示される。</p>
	

操 作 手 順	備 考
<p>(18) K 2 を押し、AUTOMATIC CONTROL を実行する。</p>  <pre> MAT261 ASB-RELEASE 2.0<AUC 29.03> 24.08.04 ----- Keys 0...Return to Monitor 1...ACQUISITION 2...AUTOMATIC CONTROL 3...EVALUATION OF STORED COL-DATA 4...ANALYSIS TABLE 5...EXPERIMENT 6...SET MASS 7...SET CHANNEL </pre>	<p>(18) ACQ/AUTOMATIC CONTROL が CRT に表示される。</p>
<p>(19) アナリシステーブルの作成 MOO (変更ラインNo) と入力し CONT を押す。</p>  <pre> ANALYSIS TABLE ----- Line# Parameter Date 1 Date 1 24.08.04 2 ACQ Experiment 1 2 3 ACQ Ident 1 HAS 010 4 ACQ Switch 1 0 5 ACQ Switch Parameter 1 0 6 Analysis 1 H,K 7 Comment 1 8 Printer report(Long,Short,Minimum) 1 -M 9 SEQ Start Line 1 1 10 SEQ End Line 1 14 ----- ENTER Command: Ed Fl Pr Is St Save or CONT </pre>	<p>(19) ANALYSIS TABLE が CRT に表示される。</p>
<p>※ Line No 1 の日付を変更する時、M 1 と入力する。</p>	<p>前回のパラメータが表示されるので変更する Line No を入力し、パラメータを入力する。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Date : 日付を入力 2. ACQ Experiment : 測定条件 (Exp No) を入力 3. ACQ Ident : 試料名を入力 4. ACQ Switch : オートマチックコン

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

操 作 手 順	備 考
	<p>トロール時は0を入力</p> <p>5. ACQ Switch Parameter : オート マチックコントロール時は0を入力</p> <p>6. Analysis : 分析者名を入力</p> <p>7. Comment : コメントを入力</p> <p>8. Print report : プリント形式を入力</p> <p>9. SEQ Start Line : 測定開始ライン Noを入力</p> <p>10. SEQ End Line : 測定終了ラインNo を入力</p>

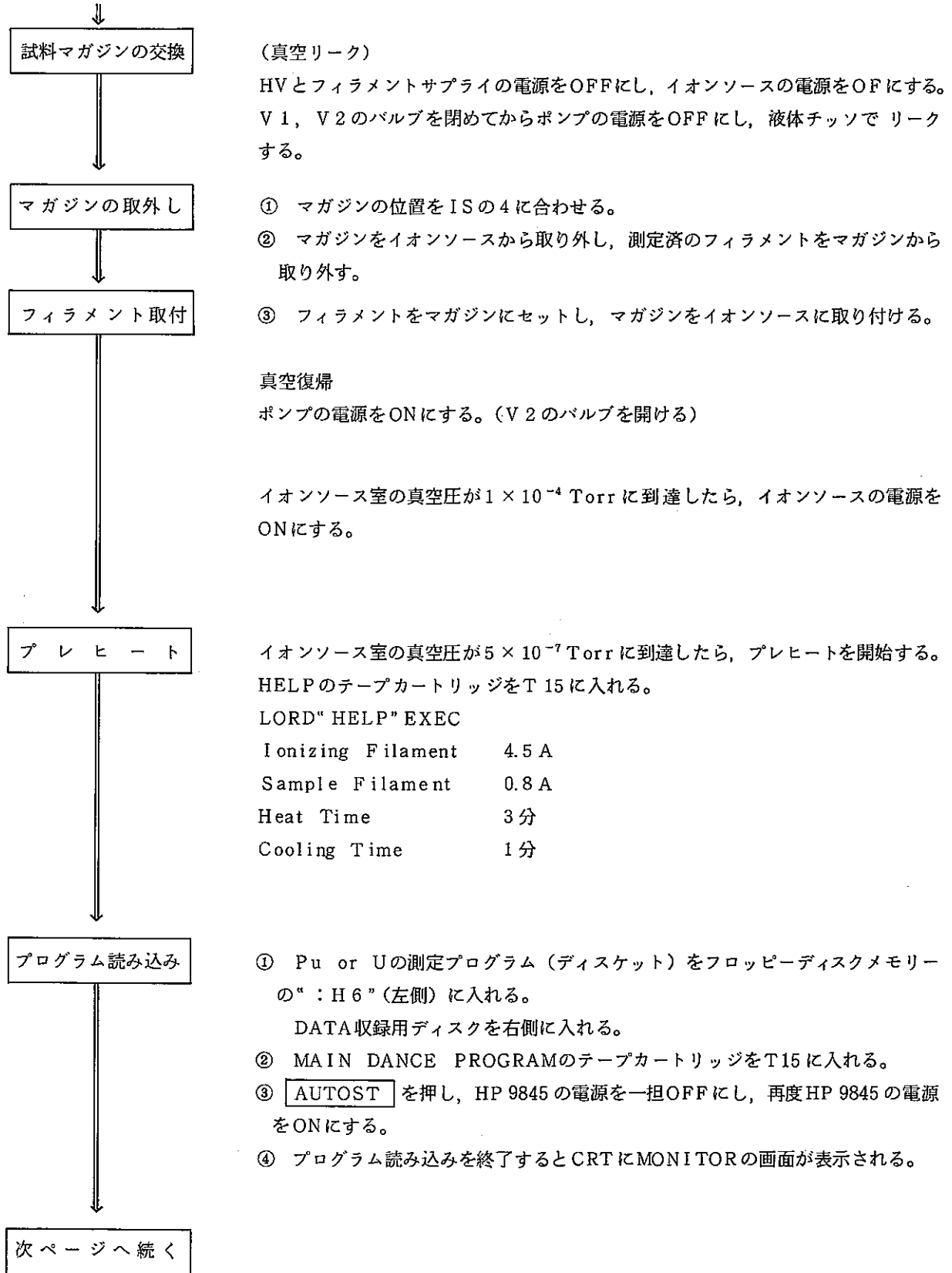
操 作 手 順	備 考
<p>1) 10, 09, 84 と入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p>  <pre> ANALYSIS TABLE Line# Parameter 1 Date 1 10.09.84 2 RCG Experiment 1 2 3 RCG Ident 1 H26 010 4 RCG Switch 1 0 5 RCG Switch Parameter 1 0 6 Analysis 1 H,K 7 Comment 1 8 Printer Report(Long,Short,Minimum) 1 -H 9 SEO Start Line 1 1 10 SEO End Line 1 14 </pre> <p>Lines 1 Date?</p>	<p>1) Line #1 Date と CRT に表示される。</p>
<p>(2) 1) ANALYSIS TABLE の作成が終了したら、<input type="button" value="S"/> と入力し <input type="button" value="CONT"/> を押しアナリシステーブルをディスクに記憶する。</p> <p>2) <input type="button" value="L"/> と入力し <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p> <p>3) <input type="button" value="CONT"/> を押す。</p>	<p>アナリシステーブルがプリントされる。</p>
 <pre> ANALYSIS TABLE Line# Parameter 1 Date 1 10.09.84 2 RCG Experiment 1 2 3 RCG Ident 1 H26 010 4 RCG Switch 1 0 5 RCG Switch Parameter 1 0 6 Analysis 1 H,K 7 Comment 1 8 Printer Report(Long,Short,Minimum) 1 -H 9 SEO Start Line 1 1 10 SEO End Line 1 14 </pre> <p>ENTER Command: <input type="button" value="F1"/> <input type="button" value="F2"/> <input type="button" value="F3"/> <input type="button" value="F4"/> <input type="button" value="F5"/> <input type="button" value="F6"/> <input type="button" value="F7"/> <input type="button" value="F8"/> <input type="button" value="F9"/> <input type="button" value="F10"/> <input type="button" value="F11"/> <input type="button" value="F12"/> <input type="button" value="ESC"/> <input type="button" value="END"/> <input type="button" value="HOME"/> <input type="button" value="DEL"/> <input type="button" value="PAGE UP"/> <input type="button" value="PAGE DOWN"/> <input type="button" value="PRINT"/> <input type="button" value="STOP"/> <input type="button" value="CONT"/></p>	<p>変更した日付 (10, 09, 84) が CRT に表示される。</p>
<p>以上の操作を変更する Line No. だけ実行する。</p>	

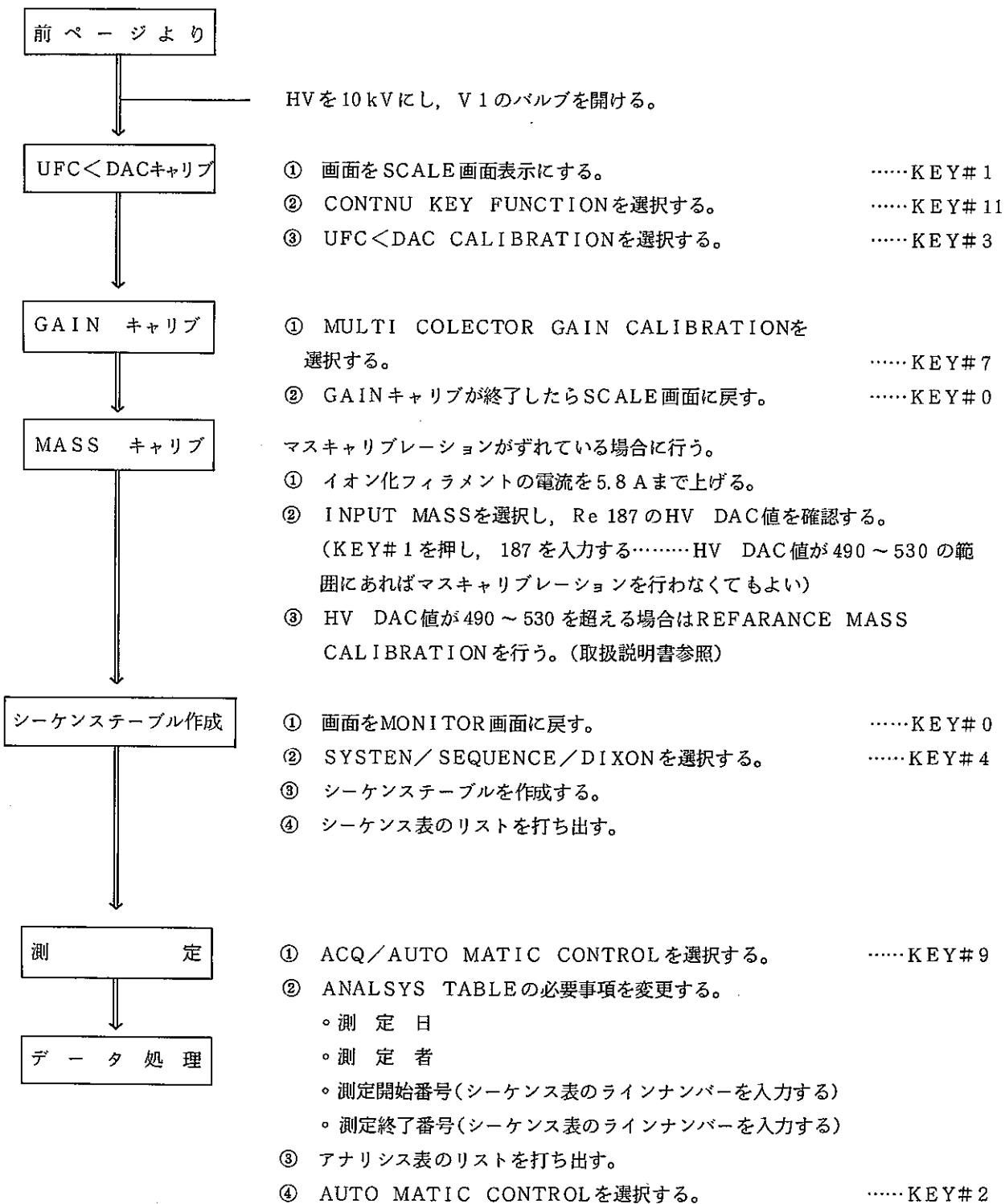
操 作 手 順	備 考
<p>(21) YHP 9845 Bの Top-of-form を押し <input checked="" type="checkbox"/> と入力し、 <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p>  <pre> ANALYSIS TABLE Line# Parameter 10.09.04 1 Date 1 2 2 ACO Experiment 1 338 010 3 ACO Ident 1 0 4 ACO Switch 1 0 5 ACO Switch Parameter 1 0 6 Analysis 1 H,K 7 Comment 1 8 Printer report(Long,Short,Minimum) 1-N 9 SEQ Start Line 1 1 10 SEQ End Line 1 14 Top-of-form(Y/N)? </pre>	<p>Top-of-form (Y/N) ? と CRT に表示される。</p>
<p>(22) <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p>  <pre> ANALYSIS TABLE Line# Parameter 10.09.04 1 Date 1 2 2 ACO Experiment 1 338 010 3 ACO Ident 1 0 4 ACO Switch 1 0 5 ACO Switch Parameter 1 0 6 Analysis 1 H,K 7 Comment 1 8 Printer report(Long,Short,Minimum) 1-N 9 SEQ Start Line 1 1 10 SEQ End Line 1 14 ADJUST TOP-OF-FORM on Printer>Select Code?and hit CONTINUE </pre>	<p>ADJUST TOP-OF-FORM……と CRT に表示される。</p>

操 作 手 順	備 考
<p>(2) BMIユニットのSEMスイッチボタンがONになっていることとM-SELECTOR切換えスイッチがDACモードになっていることを確認して\bar{Y}と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p> <div data-bbox="221 510 852 994" style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <pre> ANALYSIS TABLE Line# Parameter 10.09.84 1 Date I 2 2 ACD Experiment I 2 3 ACD Ident I HSE 010 4 ACD Switch I 0 5 ACD Switch Parameter I 0 6 Analysis I H,K 7 Comment I 8 Printer report(Long,Short,Minimum) I -H 9 SEM Start Line I 1 10 SEM End Line I 14 SEM on ? ME in DAC mode ? PAPER SPEED-off? (Y/N) </pre> </div> <p>※ 測定が開始される。</p> <p>[データ処理]</p> <p>(1) 測定が終了したならばディスクドライブ右側よりDATA収録用ディスクを抜き取りG 128 計算用HP 9845 Bのディスクドライブ左側に挿入する。</p> <p>(2) HP 9845 Bの <input type="text" value="AUTOST"/> キーを押して、HP 9845 Bの電源をONにする。</p> <p>(3) CRT画面に次の表示が現れる。</p> <div data-bbox="221 1420 852 1899" style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px 0;"> <pre> DETA NO TENSOU OKONAIMASUKA YES.....-> Y PRESS CONT (ATTENTION DATA DICS INSERT) NO-> N PRESS CONT </pre> </div> <p>(4) \bar{Y}と入力し <input type="text" value="CONT"/> を押す。</p>	<p>(2) SEM on?とCRTと表示される。</p> <p>(4) データが転送されてデータの揃ったも</p>

操 作 手 順	備 考
(5) 計算結果がプリントアウトされる。	のから自動的に計算が行われる。 転送されたデータはプリントアウトされる。 もし管理限界をオーバーしたものがあれば メッセージがプリントアウトされるのでそ の試料について再分析を行う。

MAT 測定フロー





4.3 質量分析計の装置定数の測定方法

〔ウラン・同位体標準試料—質量分析法〕

1. 要 旨

表面電離型質量分析装置による同位体分析の特徴として、イオン源の表面電離プロセスやイオン源のコレクター到達までのイオン光学およびイオン検知システムなどによって、質量差別効果というものが生じる。この質量差別効果を補正するために、NBS標準試料を分析してその装置固有の装置定数を求める。

2. 適用範囲

本法は、ウラン同位体標準試料を用いて、質量分析計の装置定数の測定に適用する。

3. 試薬および装置

- | | |
|------------------------------|--|
| (1) ウラン同位体標準試料 | : 標準溶液の調整方法 2.2.3 参照 |
| NBS-010 : U_3O_8 (ORNL 製品) | |
| NBS-500 : U_3O_8 (ORNL 製品) | |
| (2) 硝酸 (1+1000) | : 一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (3) 試料採取製置 | |
| (4) 塗布装置 | |
| (5) 質量分析計 | : 4.1VG型及び4.2MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照 |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 調整済ウラン同位体標準試料を硝酸(1+1000)2mlで溶解する。	(1) ウラン同位体標準試料を使用する。(2.2.5 参照)。ウラン濃度として2mg/mlに溶解する。

操 作 手 順	備 考
<p>(試料の塗布)</p> <p>(2) トリプルフィラメントを塗布装置に装着する。</p> <p>(3) 試料塗布用ピペットで1μl採取する。</p> <p>(4) フィラメントに1~1.2A通電し、フィラメントで試料溶液を蒸発させながら塗布する。</p> <p>(5) 塗布後数秒間通電して試料を脱水する。</p> <p>(6) 乾燥後2~2.3 A通電し、フィラメント上のウラン試料を黄橙色のUO₃に酸化する。</p> <p>(測定)</p> <p>(7) VG型及びMAT型質量分析計にセットし、同位体を測定する。</p>	<p>(3) ウラン量で2μg</p> <p>(4) フィラメントの中央に塗布する。</p> <p>1) MATはシングルフィラメント</p> <p>2) VGはトリプルフィラメントなので両サイドに塗布する。</p> <p>3) 塗布量はU量で2μg とすること。</p> <p>(7) 4.1VG型及び4.2MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照</p> <p>(注) NBS010, NBS500の各々につき、15フィラメント以上測定し、その平均値$\bar{R}58 : U^{235}/U^{238}$を求める。</p> <p>なお、測定に当っては5フィラメントづつ日を変えて行うこと。</p>

5. 装置定数の計算方法

(1) ウラン同位体組成の分析装置定数の計算方法

(NBS 010 の測定結果より算出する)

1) NBS 010 の測定値 ($\bar{R}58$ の平均値) から次式により質量差別補正係数 (B 値) を求める。

$$B = \frac{1}{C} \left(\frac{\bar{R}58}{R58} - 1 \right)$$

ここで、Cは $\Delta M/M$ とする。

M : 同位体比の分母側に質量数 (238.05)

 ΔM : 同位体比の分母側と分子側の質量差 (238.05 \cdot 235.043 \cdot 01)R 58 : NBS010 の U^{235}/U^{238} の表示値R 58 : NBS010 の U^{235}/U^{238} の測定値 (n個の平均値)

- 2) 1)のB値を次式に代入し、各々の同位体比の補正係数を求める。

$$F = \frac{1}{1 + C \cdot B} = \frac{1}{1 + \frac{\Delta M}{238.05} \times B}$$

ここで、各々の同位体比の ΔM は以下の通りとする。

$$F_{38} = 238.05 - 233.04 = 5.01$$

$$F_{48} = 238.05 - 234.04 = 4.01$$

$$F_{58} = 238.05 - 235.04 = 3.01$$

$$F_{68} = 238.05 - 236.05 = 2.00$$

- (2) プルトニウム同位体組成分析の装置定数の計算方法

(NBS 500 α 測定結果より算出する。)

- 1) NBS 500 の測定値 (\bar{R}_{58} の平均値) から次式により質量差別補正係数 (B値) を求める。

$$B = \frac{1}{C} \left(\frac{\bar{R}_{58}}{R_{58}} - 1 \right)$$

- 2) 1)のB値を次式に代入し、各々の同位体比の補正係数を求める。

$$F = \frac{1}{1 + C \cdot B} = \frac{1}{1 + \frac{\Delta M}{239.05} \times B}$$

ここで、各々の同位体比の ΔM は以下の通りとする。

$$F_{89} = 239.05 - 238.05 = 1.00$$

$$F_{09} = 239.05 - 240.05 = -1.00$$

$$F_{19} = 239.05 - 241.06 = -2.01$$

$$F_{29} = 239.05 - 242.06 = -3.01$$

$$F_{49} = 239.05 - 244.06 = -5.01$$

- (3) ウラン濃度分析の装置定数の計算方法

(NBS 500 の測定結果より算出する。)

- 1) NBS 500 の測定値 (\bar{R}_{58} の平均値) から次式により質量差別補正係数 (B値) を求める。

$$B = \frac{1}{C} \left(\frac{\bar{R}_{58}}{R_{58}} - 1 \right)$$

- 2) 1)のB値を次式に代入し、同位体比 (F₈₃) の補正係数を求める。

$$F_{83} = \frac{1}{1 + C \cdot B} = \frac{1}{1 + \frac{-5.01}{233.04} \times B}$$

(4) プルトニウム濃度分析の装置定数の計算方法

(NBS 500 の測定結果より算出する。)

- 1) NBS 500 の測定値 (
- $\bar{R} 58$
- の平均値) から, 次式により質量差別補正係数(B 値)を求める。

$$B = \frac{1}{C} \left(\frac{\bar{R} 58}{R 58} - 1 \right)$$

- 2) 1)のB 値を次式に代入し, 同位体比(F 92)の補正係数を求める。

$$F 92 = \frac{1}{1 + C \cdot B} = \frac{1}{1 + \frac{3.01}{242.06} \times B}$$

6. 解 説

- (1) 本法は, PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法の分析操作手順フローシートを図4.3-1図に示す。

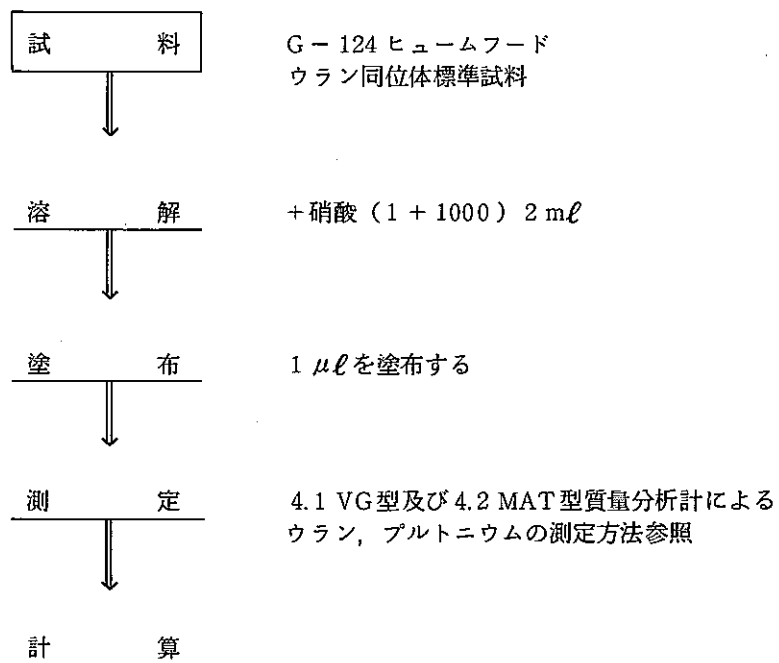


図 4.3-1 分析操作手順フローシート図

質量分析計の装置定数の測定方法
(ウラン・同位体標準試料-質量分析法)

4.4 ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の標定方法

〔逆同位体希釈・質量分析法〕

1. 要 旨

ウラン・プルトニウム混合標準溶液（1次標準溶液）の一定量をウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の一定量に添加する。この溶液からイオン交換分離法によりウランとプルトニウムを分離精製した後、質量分析方法により混合スパイク溶液を標定する。

2. 適用範囲

本法は、ウラン・プルトニウム混合標準溶液によってウラン・プルトニウム混合スパイク溶液を標定する分析に適用する。

3. 試薬および装置

- | | |
|---------------------------|--|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液（20%） | ：一般試薬の調整方法 2.1.2 参照 |
| (2) 硝酸（1+1）（1+4）（1+1000） | ：一般試薬の調整方法 2.1.12 参照 |
| (3) ウラン・プルトニウム混合標準溶液 | ：（1次標準溶液）
標準溶液の調整方法 2.2.10 参照 |
| (4) ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液 | ：（2次標準溶液）
標準溶液の調整方法 2.2.11 参照 |
| (5) 硫酸第一鉄-スルファミン酸混合溶液（7%） | ：一般試薬の調整方法 2.1.16 参照 |
| (6) イオン交換樹脂 | ：Blorad AG-MPI（100~200
メッシュ） |
| (7) 乾固装置 | |
| (8) 試料塗布装置 | |
| (9) データ処理装置 | |
| (10) 質量分析計 | ：VG型及びMAT型質量分析計に
よるウラン・プルトニウムの測
定法 4.1, 4.2 参照 |
| (11) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液をオーバーフロー型ホールピペットで2ml正確に秤量ビンに採取する。	(1) n=15 オーバーフロー型ホールピペットは検定済を使用する。
(2) オーバーフロー型ホールピペットを交換後、操作手順(1)で使用した秤量ビンにウラン・プルトニウム混合標準溶液を正確に2ml採取しよく混合する。	
(3) 硫酸第一鉄-スルファミン酸混合溶液(7%) 0.5ml加え加熱する。	(3) スタイダック 45Vにて約20分間 プルトニウムを4価にする。
(4) 亜硝酸ナトリウム溶液(20%) 1mlを加え、乾固寸前まで蒸発濃縮する。	(4) プルトニウムを3価にする。
(5) イオン交換カラムを架台に用意する。	(5) イオン交換樹脂MP-1(3cm)
(6) 硝酸(1+1) 1mlで試料を溶解し、カラムに移し入れる。	
(7) 硝酸(1+1) 0.5mlで2回洗浄する。	(7) F.Pを洗浄
(8) 硝酸(1+1) 1.5mlでウラン成分を秤量ビンに溶解する。	
(9) 硝酸(1+4) 0.5mlで2回洗浄する。	(9) ウランを洗浄
(10) 硝酸(1+1000) 1.5mlでプルトニウム成分をV型秤量ビンに溶離する。	
(11) イオン交換カラムを架台に用意する。	(11) イオン交換樹脂 AG-1(3cm)
〔ウランの試料調整〕	
(12) 操作手順(8)の秤量ビンに濃硝酸 1.5mlを加える。	
(13) イオン交換カラムに試料を移し入れる。	
(14) 硝酸(1+1) 0.5mlで2回洗浄する。	
(15) 硝酸(1+4) 1.5mlでV型秤量ビンに、ウラン成分を溶解する。	
(16) 操作手順(10)の秤量ビンと共に蒸発乾固する。	
(17) 硝酸(1+1000) 20μlで溶解する。	
〔試料の塗布〕	
(18) トリプルフィラメントを試料塗布装置に装着する。	
(19) 試料塗布用ピペットで1μl採取する。	(19) ウラン量で2μl
(20) サイド・フィラメントにフィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。	(20) センター・フィラメントに試料液が付着しない様に注意し、サイド・フィラメ

操 作 手 順	備 考
<p>(21) 塗布後、数秒間通電して試料を脱水する。</p> <p>(22) 乾燥後2～2.3A通電し、フィラメント上のウラン試料を黄橙色 (UO₃) に酸化する。</p> <p>(23) もう一方のサイド・フィラメントにも操作手順(20)～(22)の操作を行ない、試料を塗布する。</p> <p>〔測 定〕</p> <p>(24) VG型 質量分析計にセットする。</p> <p>〔プルトニウムの試料調整〕</p> <p>(25) 操作手順(10)のV型秤量ピンを硝酸 (1+1000) 20μℓ で溶解する。</p> <p>〔試料の塗布〕</p> <p>(26) シングル・フィラメントを試料塗布装置に装置する。</p> <p>(27) 試料塗布用ピペットで1μℓ採取する。</p> <p>(28) フィラメントに1～1.2A通電し、フィラメント上で試料を蒸発させながら塗布する。</p> <p>(29) 塗布後、数秒間通電して試料を脱水する。</p> <p>(30) 乾燥後2～2.3A通電し、フィラメント上のプルトニウム試料を茶褐色のPuO₂にする。</p> <p>(31) MAT型質量分析計にセットする。</p>	<p>ント中央に塗布する。</p> <p>(24) 4.1VG型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照</p> <p>(27) プルトニウム量で2μg</p> <p>(28) フィラメント中央に塗布する。</p> <p>(31) 4.2MAT型質量分析計によるウラン・プルトニウムの測定方法参照</p>

5. 計 算

(1) ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液中の (²³³U原子数濃度/mlの計算)

1) (ウラン・プルトニウム混合標準溶液+ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液) 中の²³⁸U、²³³Uの平均同位体比 $\bar{R}_{(38)M}$ を求める。

$$\bar{R}_{(38)M} = \frac{\sum R_{(38)M}}{N} \cdot F_{38}$$

2) ²³³Uの原子数/mlを計算する。

ここで、 $\bar{R}_{(38)M}$: 平均同位体比

N : 測定回数

F₍₃₈₎ : 装置回数

$R_{(38)M}$: 同位体比 ($^{233}\text{U}/^{238}\text{U}$)

$$T_3 = \frac{V_c}{V_T} \cdot C_{238} \cdot \frac{\bar{R}_{(38)M} - \bar{R}_{(38)C}}{1 - \bar{R}_{(38)M} / \bar{R}_{(38)T}}$$

ここで, T_3 : ^{233}U 原子数/ml

V_c : ウラン・プルトニウム混合標準溶液の採取量 (ml)

V_T : ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の採取量 (ml)

C_{238} : 混合標準溶液中の ^{238}U 原子数/ml

$\bar{R}_{(38)M}$: (ウラン・プルトニウム混合標準溶液+ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液) の $^{233}\text{U}/^{238}\text{U}$ 平均同位体比

$\bar{R}_{(38)T}$: ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液中の $^{233}\text{U}/^{238}\text{U}$ 平均同位体比

$\bar{R}_{(38)S}$: U, Pu 混合標準溶液中の $^{233}\text{U}/^{238}\text{U}$ 平均同位体比

(2) U, Pu 混合スパイク溶液中の ^{242}Pu の原子数/ml の計算

1) (U, Pu 混合標準溶液+U, Pu 混合スパイク溶液) 中の ^{239}Pu , ^{242}Pu の平均同位体比 $\bar{R}_{(29)M}$ を求める。

$$\bar{R}_{(29)M} = \frac{\sum R_{(29)M}}{N} \cdot F_{29}$$

2) ^{242}Pu の原子数/ml を計算する。

ここで, $\bar{R}_{(29)M}$: 平均同位体比

N : 測定回数

F_{29} : 装置定数

$R_{(29)M}$: 同位体比 ($^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$)

$$T_2 = \frac{V_c}{C_T} \cdot C_{239} \cdot \frac{\bar{R}_{(29)M} - \bar{R}_{(29)T}}{1 - \bar{R}_{(29)M} / \bar{R}_{(29)T}}$$

ここで, T_2 : ^{242}Pu 原子数/ml

V_c : ウラン・プルトニウム混合標準溶液の採取量 (ml)

V_T : ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の採取量 (ml)

C_{239} : ウラン・プルトニウム混合標準溶液中の ^{239}Pu 原子数/ml

$\bar{R}_{(29)M}$: (ウラン・プルトニウム混合標準溶液+U, Pu 混合スパイク溶液) の $^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 平均同位体比

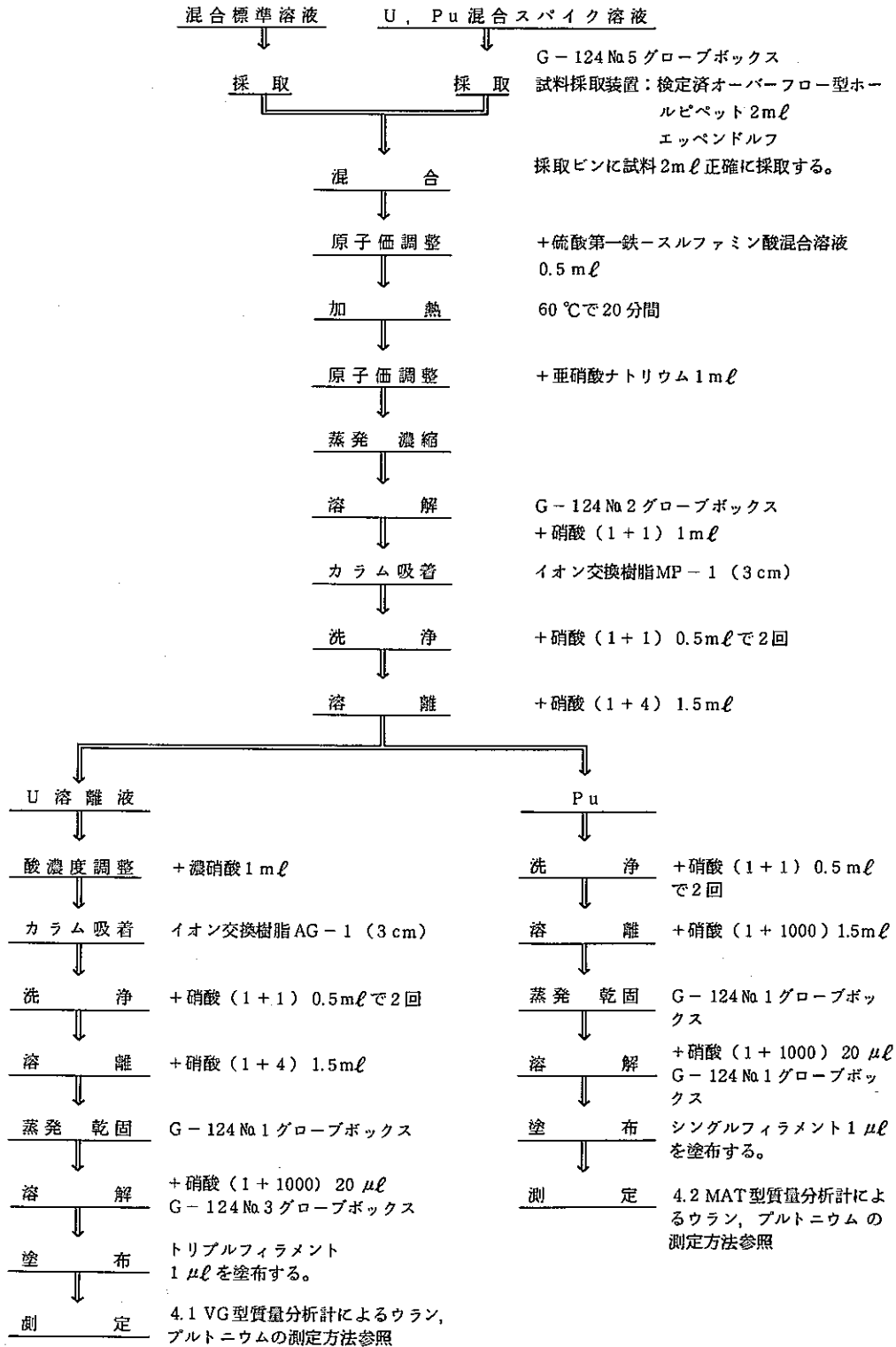
$\bar{R}_{(29)T}$: ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の $^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 平均同位体比

$\bar{R}_{(29)C}$: ウラン・プルトニウム混合標準溶液の $^{242}\text{Pu}/^{239}\text{Pu}$ 平均同位体比

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。
- (2) 本法の操作手順フローシート図3.3.3-1図に示す。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法



ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の標定方法
(逆同位体希釈・質量分析法)

4.5 燃 焼 度 の 計 算 方 法

〔 HEAVY・ELEMENT 法 〕

1. 要 旨

燃焼度とは、原子炉で核分裂した核燃料の最初の量に対する割合、最初に原子炉に装荷した核燃料が再処理されるまでに消費するものの割合を言う。

再処理工場に於いて、主工場（入量計量槽）のウラン・プルトニウムの濃度及び同位体組成を、質量分析装置を使用し測定する。

その結果から、ASTM・E-244, (Heavy-Element 法) に従って燃焼度の計算を行なう。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程に於ける 251・V・10（調整槽）の同位体、濃度分析値および炉側データ等により燃焼度を計算する。

3. 計 算

(1) 高濃縮ウラン燃料を用いている炉で²³⁸U, ²³⁶Uの損失、又は核分裂を無視した場合

$$F_5 = N_8^0 \{ (R_{58}^0 - R_{58}) - (R_{68}^0) \} \quad \dots\dots(1)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} N_8^0 = \text{照射前のウラン中の}^{238}\text{Uの原子数百分率} \\ R_{58}^0 = \text{照射前のウランの}^{235}\text{U}/^{238}\text{U} \\ R_{68}^0 = \quad \quad \quad \text{の}^{236}\text{U}/^{238}\text{U} \\ R_{58} = \text{照射後のウランの}^{235}\text{U}/^{238}\text{U} \\ R_{68} = \quad \quad \quad \text{の}^{236}\text{U}/^{238}\text{U} \\ F_5 = ^{235}\text{Uの核分裂数} \end{array} \right.$$

(2) 天然又は低濃縮ウラン燃料を用いている炉では燃焼が進行するにつれ²³⁸U, ²³⁹Pu, ²⁴¹Pu の核分裂による燃焼度寄与は無視できなくなる。

これらの核分裂係数を F_8, F_9, F_1 とした場合。

$$F_8 = C \left(F_5 + \frac{\nu_9}{\nu_5} F_9 + \frac{\nu_1}{\nu_5} F_1 \right) \quad \dots\dots(2)$$

$$F_9 = \frac{N_8^0 P}{\alpha_9} \quad \dots\dots(3)$$

$$\text{但し, } P = (R_{08} - R_{88}^0) + (R_{18}^1 - R_{18}^0)$$

$$F_1 = \frac{N_8^0 (R_{28})}{\alpha_1}$$

$$C = (\epsilon - 1) \frac{\nu_5}{(r_3 - 1 - \alpha_3)}$$

$F_8 = {}^{238}\text{U}$ の核分裂数

$F_9 = {}^{239}\text{Pu}$ の "

$F_1 = {}^{241}\text{Pu}$ の "

$\alpha_9 =$ 核分裂断面積に対する ${}^{239}\text{Pu}$ ($n - r$) 中性子捕獲断面積の比

$$\sigma_c(239) / \sigma_f(239) \quad (0.57 \pm 0.13)$$

$\epsilon =$ 高速中性子核分裂係数 (1.031)

$$\alpha_8 = \sigma_c(238^1) / \sigma_f(238) \quad (0.58 \pm 0.13)$$

$$\nu_5 = {}^{235}\text{U} \text{核分裂当の放出中性子数} \quad (2.44 \pm 0.02)$$

$$\alpha_1 = \sigma_c(241) / \sigma_f(241) \quad (0.40 \pm 0.15)$$

$$\nu_8 = {}^{238}\text{U} \text{ " の " } \quad (2.67 \pm 0.30)$$

$$\nu_9 = {}^{239}\text{Pu} \text{ " の " } \quad (\nu_9 / \nu_5 = 1.19 \pm 0.02)$$

$$\nu_1 = {}^{241}\text{Pu} \text{ " の " } \quad (\nu_1 / \nu_5 = 1.26 \pm 0.02)$$

$C =$ 他の全てのリースからの核分裂の割合と ${}^{238}\text{U}$ fission との割合の比

$$R_{08}^0 = \text{照射前の } {}^{240}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

$$R_{18}^0 = \text{ " } {}^{241}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

$$R_{08} = \text{照射後の } {}^{240}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

$$R_{18} = \text{ " } {}^{241}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

R_{18} は次式によって求める。

$$R_{18} = R_{18}^0 e^{\lambda_1 t} + \left(1 + \frac{\lambda_1}{\sigma_1 \phi}\right) \left(\frac{1 + d_1}{d_1}\right) (R_{28} - R_{28}^0)$$

$$\lambda_1 = {}^{241}\text{Pu} \text{ の崩壊定数 } (1.66 \times 10^{-9} \text{ sec}^{-1})$$

$$t^1 = \text{照射後からの冷却時間 (sec)}$$

$$\phi = \text{中性子束} \left(\frac{1}{\sigma_5 t} \ell n \frac{R_{58}^0}{R_{58}} \right)$$

$$d_1 = \sigma_c(241) / \sigma_f(241) \quad (0.40 \pm 0.15)$$

$$t = \text{照射時間 (sec)}$$

$$R_{28}^0 = \text{照射前の } {}^{242}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

$$R_{28} = \text{照射後の } {}^{242}\text{Pu} / {}^{238}\text{U}$$

(3) 燃焼度の補正

(238Uと236Uの燃焼による各同位体比の補正)

(3)-1 238Uの燃焼の為に R_{5/8}, R_{6/8}, R_{0/8}, R_{1/8}, R_{2/8} に次式より求めた補正値を乗じ補正する。

$$C_1 = 1 / \{ 1 + R_{9/8} + P [(1 + \alpha_9) / \alpha_9] + (F_8 / N_8^0) - R_{9/8}^0 \}$$

但し、fissonとの割合の比

$$\left\{ \begin{array}{l} R_{83} = \text{IDA測定時の } ^{238}\text{U} / ^{233}\text{U} \\ R_{92} = \text{ " " } ^{239}\text{Pu} / ^{242}\text{Pu} \\ R_{23} = \text{スパイクの原子数比 } ^{242}\text{Pu} / ^{233}\text{U} \\ R_{08}^0 = \text{照射前の } ^{240}\text{Pu} / ^{238}\text{U} \\ R_{18}^0 = \text{ " } ^{241}\text{Pu} / ^{238}\text{U} \\ R_{96} = \text{照射後の } ^{239}\text{Pu} / ^{238}\text{U} \\ R_{09} = \text{ " } ^{240}\text{Pu} / ^{239}\text{Pu} \\ R_{19} = \text{ " } ^{241}\text{Pu} / ^{239}\text{Pu} \\ R_{29} = \text{ " } ^{242}\text{Pu} / ^{239}\text{Pu} \end{array} \right.$$

(3)-2 236Uの燃焼の為に 238Uの燃焼により補正された R₆₈ を次式より求めた補正値を乗じ、補正する。

$$C_2 = \frac{\sigma_5 - \sigma_6}{\sigma_5} \left\{ \frac{1 - (R_{58} / R_{58}^0)}{e \times p [(\sigma_6 / \sigma_5) \ln (R_{58} / R_{58}^0)] - R_{58} / R_{58}^0} \right\}$$

但し、d₅ = 核分裂断面積に対する 235U (n・r) 中性子
捕獲断面積の比…… (0.176)

(4) 燃焼度の算定式

(1) (2) (3) (4)式より

$$F \text{ total} = F_5 + F_8 + F_9 + F_1$$

但し、単位を% Fisson とした場合は、次式より

$$\text{MWD} / \text{T (U)} \text{ が計算出来る。}$$

$$1 \% \text{ Fission} = 9.5 \times 10^3 \text{ MWD} / \text{T}$$

但し、1 Fisson で発生するエネルギーを 200MeV とした場合。

(5) 燃焼度計算例 (MI 1-039)

(5)-1 同位体比又はAtom%分析結果例

照 射 前				照 射 後						
U (Weight %)				U Atom 比		Pu 比			U 比	
234	235	236	238	R ₅₈ ⁰	R ₅₈ ⁰	R ₀₉	R ₁₉	R ₂₉	R ₅₈	R ₆₈
				×10 ⁻²	×10 ⁻⁴				×10 ⁻²	×10 ⁻³
0.015	2.3	0.0001	97.70	2.35415	1.00	0.266531	0.088024	0.024575	1.25391	2.1689

$R = \frac{Pu}{U}$			
R ₉₈	R ₀₈	R ₁₈	R ₂₈
×10 ⁻³	×10 ⁻³	×10 ⁻⁴	×10 ⁻⁴
4.40203	1.17327	3.87484	1.8179

△照射時間： 534 日

△冷却時間： 2,757 日

(5)-2 計算例

$$F_5 = N_8^0 \{ (R_{58}^0 - R_{58}) - (R_{68} - R_{68}^0) \}$$

$$F_5 = 97.7 \{ (0.0235415 - 0.0125391) - (0.0021689 - 0.0001) \} \\ = 0.87280$$

$$\phi = \frac{1}{\sigma_5 \cdot t} \ell_n R_{58}^0 / R_{58}$$

$$= \frac{1}{6.808 \times 10^{-22} \cdot 534 \times 24 \times 3600} \ell_n \frac{0.023542}{0.012539} \\ = 2.0054 \times 10^{12}$$

$$R_{18}^1 = R_{18} e^{\lambda_{18} t} + \left(1 + \frac{\lambda_1}{\sigma_1 \phi} \right) \left(\frac{1 + \alpha_1}{\alpha_1} \right) (R_{28})$$

$$= 3.8748 \times 10^{-4} \cdot e^{1.66 \times 10^{-9} \cdot 2757 \times 24 \times 3600} + \left(1 + \frac{1.66 \times 10^{-9}}{1.377 \times 10^{-22} \times 2.0054} \right)$$

$$\left(\frac{1 + 0.4}{0.4} \right) (1.08179 \times 10^{-4})$$

$$= 1.1816 \times 10^{-3}$$

$$P = (R_{08}) + R_{18}^1$$

$$= 1.1733 \times 10^{-3} + 1.18164 \times 10^{-3}$$

$$= 2.3549 \times 10^{-3}$$

$$\begin{aligned}
 F_9 &= N_8^0 P / \alpha_9 \\
 &= 97.7 \times 2.3549 \times 10^{-3} / 0.57 \\
 &= 0.40364
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 F_1 &= N_8^0 R_{28} / \alpha_1 \\
 &= 97.7 \times 1.0818 \times 10^{-4} / 0.4 \\
 &= 0.026423
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 C &= (\epsilon - 1) \frac{\nu_5}{\nu_8 - 1 - \alpha_8} \\
 &= (1.031 - 1) \frac{2.44}{2.67 - 1 - 0.58} \\
 &= 0.069394
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 F_8 &= C \left(F_5 + \frac{\nu_9}{\nu_5} F_9 + \frac{\nu_1}{\nu_5} F_1 \right) \\
 &= 0.069394 [0.87280 + (1.19 \times 0.40364) + (1.26 \times 0.26423)] \\
 &= 0.096210
 \end{aligned}$$

ここで燃焼度の補正值 C_1 および C_2 を計算すると

$$\begin{aligned}
 C_1 &= 1 / 1 + R_{98} + \{ (1 + \alpha_9) / \alpha_9 \} + (F_8 / N_8^0) \\
 &= 1 / 1 + 4.4020 \times 10^{-3} + 2.3549 \times 10^{-3} \times 1.57 / 0.57 + \frac{0.096210}{97.7} \\
 &= 0.98827
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 C^2 &= \frac{\sigma_5 - \sigma_6}{\sigma_5} \left\{ \frac{1 - (R_{58} / R_{58}^0)}{\exp \{ (\sigma_6 / \sigma_5) \ell n (R_{58} / R_{58}^0) - R_{58} / R_{58}^0 \}} \right\} \\
 &= \frac{6.808 \times 10^{-22} - 5.2 \times 10^{-24}}{6.808 \times 10^{-22}} \left\{ \frac{1 - (0.012539 / 0.023542)}{\exp \{ (5.2 \times 10^{-24} / 6.808 \times 10^{-21}) \ell n (0.012539 / 0.023542) - (0.012539 / 0.023542) \}} \right\} \\
 &= 1.0027
 \end{aligned}$$

が求められる。

補正值 C_1 に R_{58} , R_{08} , R_{18} , R_{28} を乗じる。また、 R_{68} は補正值 C_1 と C_2 が乗じて計算される。

以上の補正された各同位体比を用いて、燃焼度を計算すると以下に示す結果となる。

$$\begin{aligned}
 F_5^1 &= N_8^0 \{ (R_{58}^0 - R_{58}^1) - (R_{68}^1 - R_{68}^0) \} \\
 &= 97.7 [(0.0235415 - 0.0123919) - (0.00214914 - 0.0001)]
 \end{aligned}$$

$$= 0.88912$$

$$\phi^1 = \frac{1}{\sigma_s t} \ln \frac{R_{58}^0}{R_{58}^1}$$

$$= \frac{1}{3.14104 \times 10^{-13}} (-3.7489905 - (-4.3907122))$$

$$= 2.0430 \times 10^2$$

$$18^{11} = R_{18}^1 e^{\lambda_{11} t} + \left(1 + \frac{\lambda_1}{\sigma_1 \phi}\right) \left(\frac{1 + \alpha_1}{\alpha_1}\right) R_{28}^1$$

$$= 3.82937 \times 10^{-4} \cdot e^{-1.66 \times 10^{-9} \times 2575 \times 24 \times 3600}$$

$$+ \left(1 + \frac{1.66 \times 10^{-9}}{1.377 \times 10^{-21} \cdot 2.04302 \times 10^{12}}\right) \left(\frac{1.4}{0.4}\right) \cdot 1.06909 \times 10^{-4}$$

$$= 1.1636 \times 10^{-3}$$

$$P^1 = (R_{08}^1) + (R_{18}^1)$$

$$= 1.1595 \times 10^{-3} + 1.1636 \times 10^{-3}$$

$$= 2.3231 \times 10^{-3}$$

$$F_8^1 = N_8^0 P / \alpha_8$$

$$= 97.7 \times 2.32313 \times 10^{-3} / 0.57$$

$$= 0.39819$$

$$F_8^1 + F_8^2 + F_8^3 + F_8^4 \text{ から}$$

$$0.87280 + 0.09621 + 0.40364 + 0.02642$$

$$= 1.39908 \text{ \% Fission}$$

$$1 \text{ \% Fission} = 9.5 \times 10^3 \text{ MWD/T とすると,}$$

$$1.39908 \times 9500 = 13431$$

故に

燃焼度は 13431 MWD/T である。

4. 解 説

1. 上記に記述した以外に燃焼度の測定法として、次の様な方法がある。

1) 非破壊法

- 1) - 1. τ 測定法
2. Co-Monitor 法
3. カロリメトリ法
4. Inpile-Counter 法

2) 破壊法

2) - 1. 放射化学法

2. 同位体法

3. 安定同位体法

上記のうち、2) - 2.及び3.の測定方法は質量分析法を用いる。

2. 本法は、PNC SN852-81-18を参考にして作成した。

分 析 法 改 定 の 履 歴

番号	分析コード	分 析 方 法	経 緯				備 考
			制 定	改訂1	改訂2	改訂3	
1	32・222・21・U・01	硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法 (鉄(III)還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (32・222・U・01)
2	32・271・21・U・01	三酸化ウラン中のウランの分析方法 (鉄(III)還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法)	1981.5	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (34・271・21・U・01)
3	34・271・21・U・02	三酸化ウラン中のウランの分析方法 (鉄(III)還元・重クロム酸カリウム電位差滴定法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
4	32・222・31・U・01	硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法 (アルカリ過酸化水素吸光光度法)	1981.5				SN852-81-18 (計量分析編)
5	32・222・31・U・02	硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法 (ジベンゾイルメタン直接吸光光度法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
6	32・222・31・U・03	硝酸ウラン・プルトニウム溶液中のウランの分析方法 (酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (32・222・31・U・03)
7	34・282・31・U・05	硝酸プルトニウム溶液中のウランの分析方法 (イオン交換分離-酢酸エチル抽出-ジベンゾイルメタン吸光光度法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (34・282・31・U・05)
8	32・222・42・U・01	硝酸ウラン溶液中のウランの分析方法 (蛍光X線分析法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
9	32・282・21・Pu・01	硝酸プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法 (過酸化銀酸化-鉄(III)還元-硫酸セリウム逆滴定法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
10	32・222・31・Pu・01	硝酸プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法 (過酸化銀酸化-プルトニウム(VI)直接吸光光度法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
11	32・222・58・Pu・01	微量プルトニウムの分析方法 (TTA-キシレン抽出- α 計測法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (32・222・58・Pu・01)
12	32・222・58・Pu・02	高濃度ウラン溶液中の微量プルトニウムの分析方法 (TTA・キシレン抽出- α 計測法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
13	34・222・79・Pu・01	保障措置用高濃度プルトニウム溶液の収去処理方法 (IAEA・NTB・収去試料処理)	1986.4 (新規)				
14	34・222・29・Pu・01	高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法 (K-edge デンシトメーター測定法)	1986.4 (新規)				
15	34・222・25・Pu・01	高濃度プルトニウム溶液中のプルトニウムの分析方法 (電位規制クーロメトリー法)	1986.4 (新規)				
16							
17	32・222・45・MAS・03	質量分析装置および α スペクトル装置による同位体測定方法 (α スペクトル・質量分析法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
18	34・222・45・MAS・01	ウラン同位体組成の分析方法 (質量分析法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (34・222・45・MAS・01)
19	34・222・45・MAS・02	プルトニウム同位体組成の分析方法 (イオン交換-質量分析法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (34・222・45・MAS・02)
20	32・992・45・IDA・01	ウラン・プルトニウム混合スパイク溶液の標定方法 (逆同位体希釈・質量分析法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (32・992・45・IDA・01)

番号	分析コード	分 析 方 法	経 緯				備 考
			制 定	改訂1	改訂2	改訂3	
21	32・222・45・IDA・01	ウラン・プルトニウム混合溶液中の濃度および同位体組成の分析方法 (同位体希釈・質量分析法)	1979.3	1986.4 手順書化			1986.4分析コード 変更 (32・222・45・IDA・01)
22	34・282・45・IDA・01	硝酸プルトニウム溶液中の微量ウラン濃度及びプルトニウム同位体 組成の同時分析法	1981.5				SN852-81-18 (計量分析編)
23	32・992・45・MAS・01	燃焼度の計算方法 (HEAVY ELEMENT法)	1979.3				
24	32・335・91・DENST・01	溶液試料の密度測定方法 (浮力式密度計法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
25	32・225・91・DENST・02	溶液試料の密度測定方法 (振動型密度計法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
26	32・225・91・DENST・03	溶液試料の密度測定方法 (振動型密度計法)	1979.3	1986.4 手順書化			
27	32・271・25・C・01	三酸化ウラン中の炭素の分析方法 (クーロメトリー法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
28	34・271・25・S・01	三酸化ウラン中のイオウの分析方法 (クーロメトリー法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
29	34・271・31・P・01	三酸化ウラン中のリンの分析方法 (モリブデン青-吸光度法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
30	34・271・34・IMP・01	三酸化ウラン中の希土類の分析方法 (TBP・ドデカン抽出・発光分光分析法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
31	34・271・32・IMP・01	三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法 (TBP・CCl ₄ 抽出-フレイム原子吸光分析法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
32	34・271・11・UNVOL・01	三酸化ウラン中の不揮発性酸化物の分析方法 (重ウラン酸アンモニウム沈殿重量法)	1979.3	1986.4 手順書化			
33	34・282・36・ORG・01	硝酸プルトニウム溶液中の有機物の分析方法 (赤外分光光度法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
34	34・282・11・S・01	硝酸プルトニウム溶液中のイオウの分析方法 (TBP・ドデカン抽出-硫酸バリウム重量法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
35	34・282・35・CL・01	硝酸プルトニウム溶液中の塩素の分析方法 (TBP・ドデカン抽出-塩化銀比濁法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
36	34・282・11・INSOL・01	硝酸プルトニウム溶液中の不溶解残渣の分析方法 (重量法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
37	34・282・34・IMP・01	硝酸プルトニウム溶液中の金属不純物の分析方法 (陰イオン交換分離-発光分光分析法)	1979.3				SN852-81-18 (計量分析編)
38	34・222・32・IMP・01	高濃度プルトニウム溶液中のクロム、ニッケル、チタンの分析方法 (フレイムレス原子吸光分析法)	1979.3				
39	34・271・34・IMP・01	三酸化ウラン中の希土類の分析方法 (TBP・ドデカン抽出・ICP発光分光法)	1979.3				
40	34・271・32・IMP・02	三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法 (TBP・CCl ₄ 抽出分離・ICP発光分光法)	1979.3				

番号	分析コード	分 析 方 法	経 緯				備 考
			制 定	改訂 1	改訂 2	改訂 3	
41	34・271・34・IMP・01	三酸化ウラン中の金属不純物の分析方法 (発光分光分析法)	1986. 4 (新規)				
42	34・222・31・Fe・01	高濃度プルトニウム溶液中の鉄の分析方法 (O・フェナントロリン吸光光度法)	1979. 3	1986. 4 手順書化			1986. 4 分析コード 変更 (34・222・31・Fe・01)
43	39・221・31・ NI・Cr・MO・01	ステンレス中のニッケル・モリブデンの分析法	1981. 5				SN852-81-18 (計量分析編)
44	39・431・13・P・01	付着物中のリンの分析方法 (リン・モリブデン酸アンモニウム沈殿分離～硝酸滴定法)	1981. 5				SN852-81-18 (計量分析編)