

本資料は 年 月 日付けで登録区分、
変更する。 2001. 6. 20

[技術情報室]

分析マニュアルー 3

(特殊分析編)

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— 3 (特殊分析編)



実施責任者 林 允之, 和地 勇
報 者 者 入之内重徳, 廣木 俊男
照沼 友之, 黒沢 明
田辺 陽司, 日野田正博*
桑名 宏一, 木幡 真澄

期 間 昭和61年(1986)年5月

目 的 再処理工程管理分析の標準化

要 旨 再処理工程における試料の日常分析についてマニュアル化したものである。

本編は、特に特殊分析関係の分析方法について編集したもので、1980年初報及び、1981年第2報を基に見直し、改訂した。

内容は、 γ 線放出核種の分析方法、 α 線放出核種の分析方法、 β 線放出核種の分析方法、環境レベル試料の分析方法及びその他の分析方法に分類し、分析操作手順を記述した。

尚、附則に分析標準作業法の改訂経緯表を添付した。

* 環境工学開発部低レベル廃棄物固化処理技術開発室

目 次

1. 通 則

2. 試薬調製法

2.1 一般試薬の調製法

- 2.1.1 亜硝酸ナトリウム溶液 (10 %)
- 2.1.2 亜硫酸ナトリウム溶液 (0.5 %)
- 2.1.3 塩化アンモニウム溶液 (5 %)
- 2.1.4 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (2 N)
- 2.1.5 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35 %)
- 2.1.6 塩酸溶液 (0.25 N)
- 2.1.7 塩酸溶液 (1 N)
- 2.1.8 塩酸溶液 (1 + 1)
- 2.1.9 しゅう酸溶液 (0.5 %)
- 2.1.10 硝酸銀溶液 (10 %)
- 2.1.11 硝酸-硝酸ナトリウム溶液 (52 %)
- 2.1.12 硝酸第二鉄溶液 (3.5 %)
- 2.1.13 硝酸溶液 (X + Y)
- 2.1.14 水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム混合溶液
- 2.1.15 水酸化ナトリウム溶液 (2 N)
- 2.1.16 スルファミン酸第一鉄溶液
- 2.1.17 炭酸ナトリウム溶液 (10 %)
- 2.1.18 TTA-キシレン溶液 (11.1 %)
- 2.1.19 TBP-n・ドデカン溶液 (TBP 30 %)
- 2.1.20 ブチルセロソルブ溶液 (2 + 1)
- 2.1.21 ヨウ化カリウム溶液 (10 mg I / mℓ)

2.2 標準溶液の調製法

- 2.2.1 ウラン第二標準溶液 (X mg / mℓ)
- 2.2.2 塩化カリウム標準溶液
- 2.2.3 塩素標準溶液 (100 μg / mℓ)
- 2.2.4 硝酸標準溶液 (0.2 N)
- 2.2.5 水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2 N)
- 2.2.6 濁度標準溶液 (1000 ppm)

2.2.7 鉄・ニッケル・クロム混合標準溶液

(Fe 400ppb, N: 200ppb, Cr 100ppb)

3. 分析標準作業法

3.1 γ 線放出核種の分析方法

3.1.1 核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・005・55・FP・01(1986)

3.1.2 三酸化ウラン製品中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・271・55・FP・01(1986)

3.1.3 硝酸プルトニウム製品中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・282・55・FP・01(1986)

3.1.4 硝酸プルトニウム製品中の Am-241 の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・282・55・Am・01(1986)

3.1.5 I-129 の分析方法

(四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法)35・002・51・ ^{129}I ・01(1986)

3.1.6 焼却灰中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・431・55・FP・01(1986)

3.1.7 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法

(γ 線計測法)35・001・55・ ^{129}I ・01(1986)

3.1.8 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)35・001・55・ ^{129}I ・02(1986)3.2 α 線放出核種の分析方法

3.2.1 超ウラン元素の分析方法

(α 線スペクトル測定法)

35・002・54・Pu・Am・Cm・01(1986)

3.2.2 ネプツニウムの分析方法

(スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出
- α 線スペクトル測定法)

35・002・54・Np・01(1986)

3.2.3 三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法

(溶媒抽出- α 線スペクトル測定法)

35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01(1986)

3.2.4 プルトニウム同位体比の分析方法

(α 線スペクトル測定法)

35・892・54・Pu・01(1986)

3.2.5 焼却灰中のプルトニウムの分析方法

(TTA・キシレン抽出- α 線計測法)

35・431・58・Pu・01(1986)

3.3 β 線放出核種の分析方法

3.3.1 トリチウムの分析方法

(イオン交換分離-液体シンチレーション測定法)

35・002・57・ ^3H ・01(1986)

3.3.2 Sr-90の分析方法

(イオン交換分離- β 線計測法)

35・002・58・ ^{90}Sr ・01(1986)

3.4 環境レベル試料の分析方法

3.4.1 環境レベル試料中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

35・002・55・FP・01(1986)

3.4.2 環境レベル試料中の全 α 及び全 β の分析方法

(α 線、 β 線同時計数法)

35・002・58・ALPHA・BETA・01(1986)

3.4.3 環境レベル試料中の全 α の分析方法

(α 線計測法)

35・002・58・ALPHA・01(1986)

3.4.4 環境レベル試料中の全 β の分析方法

(β 線計測法)

35・002・58・BETA・01(1986)

3.4.5 環境レベル試料中の PH の分析方法

(PH 電極法)

31・002・24・PH・01(1986)

3.4.6 環境レベル試料中の導電率の分析方法

(導電率電極法)

31・002・29・EC・01(1986)

3.4.7 環境レベル試料中の遊離酸の分析方法

(アルカリ中和滴定法〔電位差自動滴定法〕)

31・002・21・H・01(1986)

3.4.8 環境レベル試料中のアルカリの分析方法

(酸中和滴定法〔電位差自動滴定法〕)

31・002・21・OH・01(1986)

3.4.9 環境レベル試料中の油分の分析方法

(n・ヘキサン抽出ー重量法)

31・002・11・OIL・01(1986)

3.4.10. 環境レベル試料中の塩素の分析方法

(塩化銀比濁法)

31・002・35・CL・01(1986)

3.4.11. 環境レベル試料中の濁度 (S. S) の分析方法

(直接吸光光度法)

31・002・31・SS・01(1986)

3.5 その他の分析方法

3.5.1 焼却灰中のウランの分析方法

(アルカリ過酸化水素吸光光度法)

31・431・31・U・01(1986)

3.5.2 水溶液中の鉄、ニッケル、クロムの分析方法

(フレームレス原子吸光法)

31・002・32・Fe・Ni・Cr・01(1986)

3.5.3 プール水中の鉄、ニッケル、クロムの分析方法

(フレームレス原子吸光法)

31・122・32・Fe・Ni・Cr・01(1986)

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、ウラン及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。特にヒュームフードでの試料の調整に当っては、分析運転要領書(I)に従って行なう。
- (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特級試薬又はこれと同等品を用いる。
- (3) 水は蒸留又はイオン交換法で精製したものを用いる。
- (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100mℓ中の無水物のg数を示す。又、溶質が液体のときは溶液100mℓ中の溶質mℓ数を示す。
- (8) 液体試薬又は水の測定法で、表示により次の測定方法で操作する。

表 現 例	用いる測定方法
"約5mℓ"	目分量ではかる
"5mℓ"	メスシリンダ
"正確に5mℓ"	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、表示により次のはかり方で操作する。

表 現 例	用いる測定方法
"約 5 g"	目分量(なるべく 10 %の範囲)
" 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℃、常温は 15～25℃、室温は 1～35℃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、ウランの質量は次表の数値を用いる。

同 位 体	質 量
²³⁴ U	234.0409
²³⁵ U	235.0439
²³⁶ U	236.0457
²³⁸ U	238.0508
天然ウラン	238.03

同 位 体	質 量
²³⁸ Pu	238.0495
²³⁹ Pu	239.0522
²⁴⁰ Pu	240.0540
²⁴¹ Pu	241.0567
²⁴² Pu	242.0587

- (13) プルトニウムの平均原子量は次式により求める。

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

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) 用語及び単位は、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)は次の通り

桁……	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	3													(1958)
	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	
	課		依	工	試	分		対					通	
	別		頼	程	料	析		象					し	
	記		工		形	方		元					番	
	号		程		状	法		素					号	
			(課											

ロ 意味付は次の通り

番号とその意味は表 1.1 及び表 1.2 に示す。

表 1.1 標準分析作業法番号表

	記 事	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	課 別 記 号				再処理分析						
2		共通一般	一般分析方法	管理分析	受 入 分 析	製 品 分 析					そ の 他
3	依頼工程欄	再 処 理 工 程	前 処 理	主 工 程		廃棄物処理	保 守		OTL	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 (水相)	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 元 素	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											
()	制定あるいは改定年	()内に西暦で記入									

表 1.2 分析法別番号表

記号		記号	
10	湿式化学分析法	47	
11	重量分析法	48	
12	中和滴定法	49	その他
13	沈殿滴定法		
14	酸化還元滴定法	50	放射能分析法
15	キレート滴定法	51	放射化学分析法
16		52	放射化分析法
17		53	同位体希釈放射能測定法
18		54	α 線スペクトロメトリ
19	その他	55	γ 線スペクトロメトリ
		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	クーロメトリ	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	
		66	
30	光学分析法	67	
31	吸光分析法	68	
32	原子吸光分析法	69	その他
33	炎光, けい光, りん光分析法		
34	発光分析法	70	熱分析法
35	比濁分析法	71	示差熱分析法
36	赤外分光分析法	72	熱天秤分析法
37		73	カロリメトリ分析法
38		74	
39	その他	75	
		76	
40	X線分析法・質量分析法	77	
41	X線回折法	78	
42	けい光X線分析法	79	その他
43	X線吸収法		
44	X線マイクロアナライザ分析法	80	
45	質量分析法(4重極ガス分析含む)		
46		90	その他の分析法
		91	物性測定法

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 β	: BETA	DBP	: DBP	アメリシウム	: Am
	gross γ	: GAMMA	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
	TBP	: 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	導 電 率	: 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	: AABS	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		

2. 試 藥 調 製 法

2.1 一般試薬の調製法

2.1.1 亜硝酸ナトリウム（10％）の調製法

1. 使用試薬

亜硝酸ナトリウム：NaNO₂（JIS・K8019）

2. 調製方法

亜硝酸ナトリウム10gを水に溶解し、水で100mlに希釈する。

3. 性 状

白色もしくは微黄色の結晶性粉末又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. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出-α線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
Pu	TTA・キシレン抽出-α線計測法	35・431・58・Pu・01

2.1.2 亜硫酸ナトリウム溶液（0.5％）の調製法

1. 使用試薬

亜硫酸ナトリウム：Na₂SO₃（JIS・K8061）

2. 調製方法

亜硫酸ナトリウム0.5gを水に溶解し、水で100mlに希釈する。

3. 性 状

白色の結晶性粉末で、水に溶けやすい。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
¹²⁹ I	四塩化炭素抽出-γ線スペクトル測定法	35・002・51・ ¹²⁹ I・01

2.1.3 塩化アンモニウム溶液（5％）の調製法

1. 使用試薬

塩化アンモニウム： NH_4Cl （JIS・K8116）

2. 調製方法

塩化アンモニウム5gを水で溶解し100mlに希釈する。

3. 性 状

白色結晶性の粉末又は塊で、においがなく、熱すると揮散する。水に溶けやすい。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 番 号	分 析 番 号
Sr-90	イオン交換分離- β 線計測法	35-002-58- ^{90}Sr -01

2.1.4 塩酸ヒドロキシルアミン（2N）の調製法

1. 使用試薬

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13.9gを水に溶解し、水を加え100ml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
Np	スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出 - α 線スペクトル測定法	35-002-54-Np-01
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出- α 線スペクトル測定法	35-271-54-Pu・Np・Am・Cm-01

2.1.5 塩酸ヒドロキシルアミン溶液（35％）の調製法

1. 使用試薬

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35gを水に溶解し、水で100ml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, Np, Am, Cm	溶媒抽出- α 線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
Pu	TTA・キシレン抽出- α 線計測法	35・431・58・Pu・01

2.1.6 塩酸溶液（0.25 N）の調製法

1. 使用試薬

塩酸：HCl（JIS・K 8180） 劇 危 特化物

2. 調製方法

塩酸21mlに水を加えて1ℓとする。

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
Sr-90	イオン交換分離- β 線計測法	35・002・58・ ⁹⁰ Sr・01

2.1.7 塩酸溶液（1 N）の調製法

1. 使用試薬

塩酸：HCl（JIS・K 8180） 劇 危 特化物

2. 調製方法

塩酸80mlに水を加えて1ℓとする。

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
Sr-90	イオン交換分離-β線計測法	35・002・58・ ⁹⁰ Sr・01

2.1.8 塩酸溶液（1+1）調整法

1. 使用試薬

塩酸：HCl（JIS・K8180）

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
Sr-90	イオン交換分離-β線計測法	35・002・58・ ⁹⁰ Sr・01
油 分	n・ヘキサン抽出-重量法	31・002・11・OIL・01

2.1.9 しゅう酸溶液（0.5％）の調製法

1. 使用試薬

しゅう酸：HOCOCOOH・2H₂O（JIS・K8521）

2. 調製方法

しゅう酸0.7gを水で溶解し100mlに希釈する。

3. 性 状

結晶又は結晶性粉末で、水に溶けやすい。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Sr-90	イオン交換分離-β線計測法	35・002・58・ ⁹⁰ Sr・01

2.1.10 硝酸銀溶液（10％）の調製法

1. 使用試薬

硝酸銀：AgNO₃（JIS・K 8550）

劇

危

2. 調製方法

硝酸銀10gを少量の水に溶解したのち、水を加えて100mlにする。

3. 性 状

光沢ある無色又は白色の結晶で、水にきわめて溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

光を避け褐色ビンに入れて保存する。

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

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Cl	塩 化 銀 比 濁 法	31・002・35・CL・01

2.1.11 硝酸－硝酸ナトリウム溶液（52％）の調製法

1. 使用試薬

(1) 硝酸ナトリウム：NaNO₃（JIS・K 8562）(2) 硝酸：HNO₃（JIS・K 8541）

劇

危

特化物

2. 調製方法

水300mlを攪拌しながら硝酸70mlを少しづつ加えたのち、硝酸ナトリウム520gを加え、水で1ℓに定容する。

3. 性 状（硝酸ナトリウム）

無色の結晶又は結晶性粉末で潮解性があり、水に溶けやすく、エチルアルコールにやや溶けにくい。

4. 試薬の保管方法

気密容器に保存する。

5. 調製時の注意

手に液をつけないように注意して取扱う。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01

2.1.12 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・K8559）

2. 調製方法

硝酸第二鉄 5.8 g を水で溶解し 100ml に希釈する。

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. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出- α 線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
Pu	TTA・キシレン抽出- α 線計測法	35・431・58・Pu・01

2.1.13 硝酸溶液（X+Y）調製法

1. 使用試薬

硝酸： HNO_3 （JIS・K8541）

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 + 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

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)	F, P	γ 線スペクトル測定法	35・271・55・FP・01 35・282・55・FP・01
	Am-241	γ 線スペクトル測定法	35・282・55・Am・01
	I-129	四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法	35・002・51・ ¹²⁹ I・01
	Ce	塩化銀比濁法	31・002・35・Ce・01
(1+2)	Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出- α 線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
(1+3)	F, P	γ 線スペクトル測定法	35・431・55・FP・01
	U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01
(1+7)	³ H	イオン交換分離-液体シンチレーション測定法	35・002・57・ ³ H・01
(1+9)	Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出- α 線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
(1+13)	Pu, Am, Cm	α 線スペクトル測定法	35・002・54・Pu・Am・Cm・01
	Np	スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出- α 線スペクトル測定法	35・002・54・Np・01
	Pu	α 線スペクトル測定法	35・892・54・Pu・01
	Pu	TTA・キシレン抽出- α 線計測法	35・431・58・Pu・01
(1+27)	Fe, Cr, Ni	フレイムレス原子吸光法	31・002・32・Fe・Cr・Ni・01 31・122・32・Fe・Cr・Ni・01
	F, P	γ 線スペクトル測定法	35・005・55・FP・01

2.1.14 水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム混合溶液の調製法

1. 使用試薬

(1) 炭酸ナトリウム溶液 (10%) : Na₂CO₃ (JIS・K 8625)

(2) 水酸化ナトリウム溶液 (10%) : NaOH (JIS・K 8576) 劇

2. 調製方法

炭酸ナトリウム溶液 (10%) 3 容に対し水酸化ナトリウム溶液 (10%) 1 容を混合する。

(3 : 1に混合する。)

3. 性 状 (炭酸ナトリウム)

白色の粉末で吸湿性があり、水に溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

使用の都度調製し、長期間は保存しない。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01

2.1.15 水酸化ナトリウム溶液（2N）の調製法

1. 使用試薬

水酸化ナトリウム：NaOH（JIS・K 8576）劇

2. 調製方法

水 800 mℓ に水酸化ナトリウム 100 g を徐々に加えて攪拌しながら溶解し、室温まで放冷後水で 1 ℓ に定容する。

3. 性 状

白色の塊片、棒状または粒状で、空气中で二酸化炭素を吸収し、湿気によって潮解する。水、エチルアルコールに溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

ポリビンに保管する。

5. 調製時の注意

水に溶解する時、発熱するので注意を要する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・222・31・U・01
³ H	イオン交換分離-液体シンチレーション測定法	35・002・57・ ³ H・01

2.1.16 スルファミン酸第一鉄溶液の調製法

1. 使用試薬

(1) スルファミン酸：HOSO₂NH₂（JIS・K 8587）

(2) 還元鉄：Fe（K 8262）

2. 調製方法

スルファミン酸 35 g, 還元鉄 6.7 g を水 200 mℓ で溶解し 400 mℓ に希釈する。

3. 性 状

スルファミン酸は、無色又は白色の結晶で水に溶けやすい。還元鉄は、光沢のない灰黒色の粉末である。

4. 試薬の保管方法

かっ色ビンに保存する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Np	スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出 -α線スペクトル測定法	35・002・54・Np・01
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出-α線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01

2.1.17 炭酸ナトリウム溶液（10％）の調製法

1. 使用試薬

炭酸ナトリウム： Na_2CO_3 （JIS・K8625）

2. 調製方法

水800mℓに炭酸ナトリウム100gを徐々に加えて攪拌しながら溶解したのち、水を加えて1ℓに定容する。

3. 性 状

白色の粉末で吸湿性があり、水に溶けやすい。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01

2.1.18 TTA-キシレン溶液（11.1％）調製法

1. 使用試薬

(1) TTA（テノイル三沸化アセトン）： $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_2\text{SF}_3$

(2) キシレン： $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CH}_3)_2$ （JIS・K8271）

(3) 硝酸（1+13）： HNO_3 （JIS・K8541）

2. 調製方法

(1) TTA 11.1gをキシレン100mℓに溶解する。

(2) TTA-キシレン溶液を500mℓの分液ロートに移し、硝酸溶液（1+13）100mℓ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、褐色ビンで保管する。

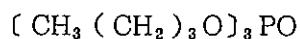
5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Np	スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出 -α線スペクトル測定法	35・002・54・Np・01
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出-α線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
Pu	TTA・キシレン抽出-α線計測法	35・431・58・Pu・01

2.1.19 TBP-n-ドデカン (TBP30%)の調整法

1. 使用試薬

(1) TBP: (リン酸トリ-n-ブチル)



(2) n-ドデカン: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$

(3) 硝酸溶液(3+11): HNO_3 (JIS・K 8541)

2. 調製方法

分液ロート(容量2ℓ)にTBP 150mℓとn-ドデカン 350mℓを採取し、あらかじめ調製した硝酸溶液(3+11) 500mℓを加え5分間振とうする。5分間静置後、水相を捨てる。

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
Pu, Np, Am, Cm	溶媒抽出-α線スペクトル測定法	35・271・54・Pu・Np・Am・Cm・01
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01

2.1.20 ブチルセロソルブ(2+1)溶液の調製法

1. 使用試薬

(1) n-ブチルセロソルブ: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ (エチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル) 危

(2) 硝酸溶液(1+27): HNO_3 (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

2. 調製方法

n-ブチルセロソルブ 2 ℓ に硝酸溶液 (1+27) 1 ℓ を混合する。

3. 性 状 (ブチルセロソプル)

無色透明の液体で両性溶媒である。

4. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
FP	γ スペクトル測定法	35・005・55・FP・01

2.1.21 ヨウ化カリウム溶液 (10 mg l/ml) の調製法

1. 使用試薬

ヨウ化カリウム: KI (JIS・K8913)

2. 調製方法

ヨウ化カリウム 1.31 g を水に溶解し、水で 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

冷暗所に保管する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
^{129}I	四塩化炭素抽出-γ線スペクトル測定法	35・002・51・ ^{129}I ・01

2.2 標準溶液の調製法

2.2.1 ウラン第二標準溶液 (X mg/ml) 調製法

1. 使用試薬

(1) 三酸化ウラン: UO_3 (再処理工程よりの製品 UO_3)

(2) 硝酸溶液 (0.5 N): HNO_3 (JIS・K 8541) 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

あらかじめ調製されている標準溶液 (10 mg/ml, 50 mg/ml, 100 mg/ml) より, ホールピペットを用いて必要量をメスフラスコへ採取した後, 硝酸溶液 (0.5 N) でメスアップして定容し, 必要とする X mg/ml の濃度の試料を調製する。

4. 試料の保管方法

冷暗所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

ウランは放射性核物質なので R1 手袋等を着用し, 飛散等に注意し安全に心掛けて行う。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
U	アルカリ過酸化水素吸光光度法	31・431・31・U・01

2.2.2 塩化カリウム標準溶液の調製法

1. 使用試薬

塩化カリウム: KCl (JIS・K 8121)

2. 調製方法

塩化カリウム 0.7440 g を正しく秤り取り水で溶解して, 水で正しく 1 ℓ に定容する。

3. 性 状

白色の結晶又は結晶粉末で, 水に溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

直射日光をさけ冷所に貯蔵する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
導 電 率	導 電 率 電 極 法	31・002・29・EC・01

2.2.3 塩素標準溶液 (100 $\mu\text{g}/\text{m}\ell$) の調製法

1. 使用試薬

塩化ナトリウム (標準試薬 99.99%) : NaCl (JIS・K 8150)

2. 調製方法

塩化ナトリウム標準試薬を電気定温乾燥器を用いて110℃で2時間乾燥しデシケータ中で放冷したのち、その0.1648gを正しく秤り取り水で溶解して、水で正しく1 ℓ に定容する。この溶液1 $\text{m}\ell$ は塩素100 μg を含有する。

3. 性 状

白色の結晶又は結晶粉末で、水に溶けやすい。

4. 試薬の保管方法

冷暗所で褐色メスフラスコに保管すること。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Cl	塩 化 銀 比 濁 法	31・002・35・CL・01

2.2.4 硝酸標準溶液 (0.2 N) の調製法

1. 使用試薬

(1) 硝酸溶液 (0.2 N) : HNO_3 (JIS・K 8541) 劇 危 特化物

(2) 炭酸ナトリウム (標準試薬 99.5%) : Na_2CO_3 (JIS・K 8625)

(3) メチルレッド (0.1%) 指示薬 : $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N} : \text{NC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ (JIS・K 8896)

2. 調製方法

(1) 硝酸15 $\text{m}\ell$ に水を加えて1 ℓ とする。

(2) 炭酸ナトリウムを電気定温乾燥器を用いて200 $\pm$ 10℃で1時間加熱したのちデシケータ中で放冷し、その約0.3gを正しく秤りとり、水約50 $\text{m}\ell$ を加えて溶解し、水で100 $\text{m}\ell$ とする。

3. 標定方法

炭酸ナトリウム溶液 (0.2N) の一定量にメチルレッド (0.1%) を 2 ～ 3 滴滴加したのち調製した硝酸標準溶液 (0.2N) で滴定する。

次式より硝酸標準溶液 (0.2N) の規定度を求める。

$$\text{硝酸規定度(N)} = \frac{\text{炭酸ナトリウム採取量 (mg)}}{52.995 \times \text{硝酸消費量 (mℓ)}}$$

4. 試薬の保管方法

定期的に硝酸標準溶液 (0.2N) を標定する。

長期間保存をしないようにする。

5. 調製時の注意

硝酸を使用するため水を加える時注意する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
OH ⁻	酸中和滴定法 (電位差自動滴定法)	31・002・21・OH・01

2.2.5 水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2N) の調製法

1. 使用試薬

- (1) 水酸化ナトリウム溶液 (0.2N) : NaOH (JIS・K 8756) 劇
- (2) スルファミン酸 (標準試薬 99.5%) : HSO₃NH₂ (JIS・K 8005)
- (3) 炭酸ガス不含水
- (4) フェノールフタレイン : C₆H₄COOH (C₆H₄OH)₂ (JIS・K 8799)

2. 調製方法

- (1) 炭酸ガス不含水は水を30分間沸騰させ炭酸ガスを追い出して作り冷却したのちただちに使用する。
- (2) 水酸化ナトリウム 200g を三角フラスコ (容量 500mℓ) に取り, 炭酸ガス不含水 200mℓ を入れ溶解する。共栓で密栓しアルミハクで包んで数日放置したのち, 沈殿物を底に沈ませる。

この水酸化ナトリウム原液 13mℓ を取り炭酸ガス不含水で 1ℓ に希釈する。

- (3) スルファミン酸を硫酸デシケータ中で 48 時間乾燥し, 正しく 19.418g を秤り取り, 少量の水で溶解したのち, 水を加えて正しく 1ℓ に定容する。この溶液はスルファミン酸 (0.2N) に相当する。

次式にてスルファミン酸標準溶液 (0.2N) の力価を求める。

$$\text{スルファミン酸溶液 (0.2N) の力価} = \frac{\text{スルファミン酸の採取量(g)} \times (\text{純度})}{19.418(\text{g})}$$

- (4) フェノールフタレインを 0.1 g 秤り取りメチルアルコールで溶解しメチルアルコールで 100 mL に定容する。

3. 標定方法

スルファミン酸標準溶液 (0.2N) 25 mL をホールピペットを用いてコニカルビーカー (容量 300 mL) に取り, 炭酸ガス不含水約 150 mL を加える。次にフェノールフタレイン溶液 (0.1%) 2 ～ 3 滴を加えたのち水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2N) で滴定する。終点は淡紅色となる。次式により水酸化ナトリウムの力価を求める。

水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2N) の力価

$$= \frac{\text{スルファミン酸標準溶液 (0.2N) の力価} \times \text{スルファミン酸標準溶液 (0.2N) 採取量(mL)} \times (\text{純度})}{\text{水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2N) 消費量 (mL)}}$$

4. 試薬の保管方法

- (1) 調製した溶液を空気にふれないようにソーダライム管を付けて貯える。または含まれる炭酸ガスを除くため塩化バリウムを 1 ～ 2 g を含ませる。

- (2) 長期保存しない様にする。

定期的に水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2N) を標定する。

5. 調製時の注意

水酸化ナトリウムを溶解する時に発熱するので十分注意する。

6. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
H ⁺	アルカリ中和滴定法 (電位差自動滴定法)	31・002・21・H・01

2.2.6 濁度標準溶液 (1000ppm) の調製法

1. 使用試薬

- (1) 精製カオリン

- (2) ホルムアルデヒド: HCHO (JIS・K 8872) 劇 危 特化物

2. 調製方法

精製カオリン 1 g を採取し, ホルマリン 10 mL と蒸留水を加えて 1 L に定容する。

3. 性 状

- (1) 精製カオリン

白色の結晶で砂状粉末である。

(2) ホルムアルデヒド

無色透明の液体で刺激臭がある。

4. 試薬の保管方法

(1) ホルムアルデヒド

光を避け保存する。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
SS	直 接 吸 光 光 度 法	31・002・31・SS・01

2.2.7 鉄・ニッケル・クロム混合標準溶液 (Fe 400ppb, Ni 200ppb, Cr 100ppb) の調製法

1. 使用試薬

(1) 鉄標準溶液 (市販されている原子吸光分析用)

(2) ニッケル標準溶液 (市販されている原子吸光分析用)

(3) クロム標準溶液 (市販されている原子吸光分析用)

(4) 硝酸溶液 (1+27): HNO₃ (JIS・K 8541) 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) されている鉄標準溶液 (1,000 ppm), ニッケル標準溶液 (1,000 ppm) 及びクロム標準溶液 (1,000 ppm) を, ホールピペット (容量 4 mL, 2 mL, 1 mL) を用いて, 鉄=4 mL, ニッケル=2 mL, クロム=1 mL をメスフラスコ (容量 100 mL) に採取する。硝酸溶液 (1+27) で正しく 100 mL に定容する。

4. 性 状 (硝 酸)

無色透明な液体で水に溶け, 強い一基酸である。

5. 適用範囲

分析成分	分 析 方 法	分 析 番 号
Fe, Ni, Cr	フ レ ー ム ス 原 子 吸 光 法	31・002・32・Fe・Ni・Cr・01 31・122・32・Fe・Ni・Cr・01

3. 分析標準作業法

3.1 γ 線放出核種の分析方法

3.1.1 核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料から放出される γ 線を Ge 検出器を用いた γ 線スペクトル分析装置により測定し、核分裂生成物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における水相及び有機相試料中の核分裂生成物の分析に適用する。適用範囲は Am-241, Eu-155, Eu-154, Ce-144, Ce-141, Cs-137, Cs-134, Sb-125, Ru-106, Ru-103, Zr-95, Nb-95, Co-60, Mn-54 の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--------------------------|----------------------|
| (1) 硝酸溶液 (1 + 27) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (2) ブチルセロソルブ溶液 (2 + 1) | : 一般試薬の調製法 2.1.20 参照 |
| (3) 測定容器 (RI カプセル) | : 表 3.1.1 - 1 参照 |
| (4) γ 線スペクトル分析装置 | |
| (5) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 試 料 調 整 〕	
(1) 試料の放射能強度により、必要に応じ希釈等を行い測定試料液を調整する。	(1) 測定時の計数率が 1,000 ~ 5,000 cps になるよう調整する。 希釈剤として水相試料には、硝酸溶液 (1 + 27), 有機相試料にはブチルセロソルブ溶液 (2 + 1) を使用する。
(2) 測定試料液を測定容器 (5 ml 用) に 1 ml 分取する。	(2) 定量下限を低くとりたい場合等は、測定試料液量、放射能強度により、表 3.1.1 - 1 を参照し調整する。
(3) 測定容器をビニール袋に入れ、シールする。	

操 作 手 順	備 考
(測 定) (S - 40 型 γ 線スペクトル分析装置の場合) (4) 測定容器を遮蔽体内の測定位置にセットする。 (5) CLEAR DATA キーを押す。 (6) COLLECT キーを押す。通常は 3,000 秒間測定を行う。 (7) 測定終了。 操作手順(15)に進む。 (S - 85 型 γ 線スペクトル分析装置の場合) (8) 測定容器を遮蔽体内の測定位置にセットする。 (9) FUNCTION スイッチを STATUS にして、 SELECT キーを押し、更に 2 STORE YES キーを押す。 (10) CLEAR キーと DATA キーを同時に押し、更に 2 STORE YES キーを押す。 (11) COLLECT 2 STORE YES キーを押す。 通常は 3,000 秒間測定を行う。 (12) 測定終了。 (13) XFER 2 STORE YES キーを押す。 (14) FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押し、更に 1 STORE YES キーを押す。 (データ処理) (15) コンソールタイプライタ (以下 TTY と言う) で RUN (スペースキー) PUTMCA RETURN (以下, RET と言う) と打つ。 (16) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① INDEX No: <u>10</u> RET ② DETECTOR (1): RET	(5) CRT 上のスペクトルデータが消去される。 (6) COLLECT ランプが点灯し、測定が開始される。 (7) COLLECT ランプが消灯する。 (9) 測定ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 2 となる。) (10) UNIT # 2 の内容が消去される。 (11) UNIT # 2 の測定が開始し COLLECT ランプが点灯する。 (12) COLLECT ランプが消灯する。 (13) 測定したデータが UNIT # 1 に転送される。 (14) データ処理ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 1 となる。) (15) データ処理部へのデータ転送、プログラムの起動。 (16) 各パラメータ入力後、データ処理部へデータが転送される。 ① 1 ~ 10 のインデックスナンバー ②, ③ 表 3.1.1 - 1 参照

操 作 手 順	備 考								
③ GEOMETRY : <u>1</u> RET									
④ SAMPLE NUMBER : <u>A 123456</u> RET	④ 分析伝票番号								
⑤ SAMPLE DESCRIPTION : <u>1 ML</u> RET	⑤ コメント等								
⑥ DILUTION FACTOR : <u>1</u> RET	⑥ 希釈倍率								
⑦ SAMPLING POINT : <u>251 V 10</u> RET	⑦ ユニット番号								
⑧ DATE SAMPLED (1-JAN-86) : RET	⑧ カッコ内の日付があていない場合は 例 <u>2-JAN-86</u> RET								
(17) データ転送が終了すると TTY に * (アスタリスク) が出力される。	(17) 約 2 分間でデータ転送が終了する。								
(18) TTY で RUN AUTANA RET と打つ。	(18) データ処理部のデータ処理プログラムの起動。								
(19) 各パラメータを入力する。	(19) 各パラメータ入力後データ処理が開始される。								
① INDEX No : <u>10</u> RET	① 1~10 のインデックスナンバー								
② LIBRARY (1-5) (1) : RET									
③ LOWER LIMIT (50 CH) : RET									
④ UPPER LIMIT (3000 CH) : RET									
(20) データ処理が終了すると分析結果及び*が TTY に出力される。	(20) 7 ~ 10 分間でデータ処理が終了する。 出力例は図 3.1.1-1 参照。								
(21) Am-241, Zr-95, Nb-95 の 3 核種については、他核種の妨害を除くため以下の式により補正した値を分析結果とする。	(21) Am-241 には U-237, Zr-95 には Eu-154, Nb-95 には Pa-234m が妨害核種となる。								
$CA (\mu Ci / m\ell) = \frac{Ca \cdot Ya - Cb \cdot Yb}{Ya}$									
CA : 測定核種の放射能濃度補正值 ($\mu Ci / m\ell$)									
Ca : 測定核種の放射能濃度測定値 ($\mu Ci / m\ell$)									
Cb : 妨害核種の放射能濃度測定値 ($\mu Ci / m\ell$)									
Ya : 測定核種の放出率									
Yb : 妨害核種の放出率									
<table border="1"> <thead> <tr> <th>測 定 核 種 (放 出 率)</th><th>妨 害 核 種 (放 出 率)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Am - 241 (0.359)</td><td>U - 237 (0.360)</td></tr> <tr> <td>Zr - 95 (0.546)</td><td>Eu - 154 (0.0433)</td></tr> <tr> <td>Nb - 95 (0.9982)</td><td>Pa - 234 m (0.0036)</td></tr> </tbody> </table>		測 定 核 種 (放 出 率)	妨 害 核 種 (放 出 率)	Am - 241 (0.359)	U - 237 (0.360)	Zr - 95 (0.546)	Eu - 154 (0.0433)	Nb - 95 (0.9982)	Pa - 234 m (0.0036)
測 定 核 種 (放 出 率)	妨 害 核 種 (放 出 率)								
Am - 241 (0.359)	U - 237 (0.360)								
Zr - 95 (0.546)	Eu - 154 (0.0433)								
Nb - 95 (0.9982)	Pa - 234 m (0.0036)								

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-24 を参考にして作成した。
- (2) 本法の定量下限値は測定試料液量及び形状により表 3.1.1-1 に示す値を目安とする。
ただし、定量下限値は測定試料液の放射能強度により影響をうけるため変動することもある。
- (3) 定量下限と測定条件との関係を表 3.1.1-1 に示す。
- (4) 核種の半減期、 γ 線エネルギー及び放出率を表 3.1.1-2 に示す。
- (5) 分析結果の出力例を図 3.1.1-1 に示す。
- (6) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.1.1-2～4 に示す。

表 3.1.1-1 定量下限と測定条件との関係

検出器 No.	ジオメトリ No.	試 料 形 状		定 量 下 限 ($\mu\text{Ci}/\text{ml}$)
		測 定 容 器	試 量 液 量	
1	1	5 ml 用 RI カプセル	1 ml	$< 1 \times 10^{-4}$
	2	"	5 ml	$< 1 \times 10^{-5}$
	3	20 ml 用 RI カプセル	20 ml	$< 1 \times 10^{-5}$
	4	50 ml 用 ポ リ ビ ン	50 ml	$< 1 \times 10^{-6}$
	5	右図-1 参 照		$< 1 \times 10^{-3}$
2	1	右図-2 参 照		-
	2	500 ml 用 ポ リ ビ ン	500 ml	$< 1 \times 10^{-6}$
	3	1 l 用 ポ リ ビ ン	1 l	$< 1 \times 10^{-7}$

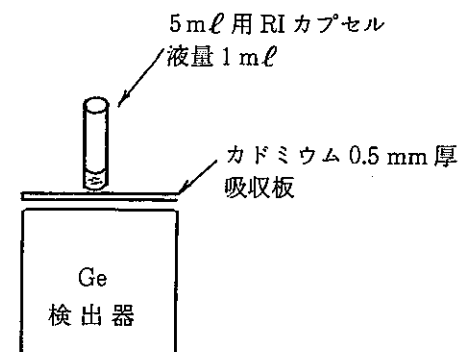


図-1

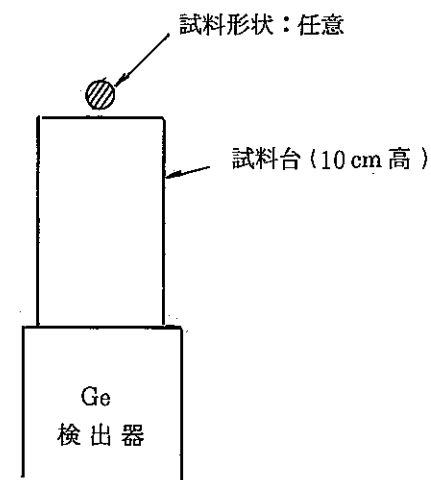


図-2

表 3.1.1-2 核種の半減期, γ 線エネルギー及び放出率

Nuclide	Half - life	γ - energy (keV)	Emission Probability
Am - 241	432 y	59.5	0.359
Ce - 144	284.5 d	133.5	0.111
Cs - 137	30.17 y	661.6	0.850
Ru - 106	366.58 d	616.3 622.2	0.106
Zr - 95	63.98 d	756.7	0.546
Nb - 95	34.97 d	765.8	0.9982
Pu - 239	2.413×10^4 y	129.3 203.5	6.26×10^{-5} 5.60×10^{-6}
U - 237	6.752 d	59.5 208.0	0.3 0.217
U - 235	7.038×10^8 y	185.7 205.3	0.540 0.047
Pa - 234 m	1.175 m	766.6 1001.0	0.0036 0.0059
Pa - 233	26.95 d	312.0	0.372
Th - 234	24.101 d	63.0	0.0577
Eu - 155	4.96 y	105.3	0.232
Eu - 154	8.55 y	756.8 1274.4	0.0433 0.355
Ce - 141	32.551 d	145.4	0.484
Ba - 140	12.789 d	537.3	0.236
La - 140	40.27 h	1596.2	0.955
Cs - 134	2.063 y	795.8 801.8	0.9417
I - 129	1.57×10^7 y	39.6	0.0752
Sb - 125	2.712 y	427.9	0.301
Ru - 103	39.35 d	497.1	0.864
Co - 60	5.2719 y	1332.5	1.000
Mn - 54	312.5 d	834.8	1.000

*RUN. AUTANA

SPECTRUM INDEX (1-10): 2
LIBRARY (1-5) (1):
LOWER LIMIT (50CH):
UPPER LIMIT (3000CH):.....
SAMPLE NUMBER: A123456
SAMPLE DESCRIPTION: AQ 1ML
SAMPLING POINT: TEST-1
DATE SAMPLED: 24-DEC-85
.....DETECTOR: 1
GEOMETRY: 1
DILUTION FACTOR: 1.0E+00
DATE COLLECTED: 85.12.24
COLLECT TIME (SEC): 3000.
DECAY TIME (MIN): 0.0000000
.....

ISOTOPE	ACTIVITY (UC/ML)	MDA (UC/ML)
AM-241	4.26898E-02 (+- 1.34847E-04)	
CE-144	*	2.42023E-04
CS-137	4.69464E-02 (+- 1.73898E-04)	
CS-134	*	6.75829E-05
SB-125	*	1.45207E-04
RU-106	*	4.67454E-04
RU-103	*	5.04536E-05
ZR-95	*	1.01701E-04
NB-95	*	5.79180E-05
CO-60	3.87915E-02 (+- 2.17664E-04)	
U-237	*	1.30149E-04
PA234M	*	1.30384E-02
EU-154	*	7.20275E-05
CE-141	*	5.54103E-05
EU-155	*	6.81624E-05

参考データ

.....
.....
GAMMA SPECTROGRAPHIC ANALYSIS

CHANNEL	AREA	ENERGY	ISOTOPES
100.44	5753. +- 8.83%	50.32	
118.63	205988. +- 0.32%	59.39	AM-241, U-237
346.92	804. +- 44.58%	173.20	
669.07	361. +- 49.02%	333.81	
1197.29	202. +- 56.27%	597.17	
1326.38	95969. +- 0.37%	661.53	CS-137
2352.05	47694. +- 0.56%	1172.91	CO-60
2671.47	40360. +- 0.63%	1332.17	CO-60
2789.55	17. +- 50.00%	1391.04	
2962.28	13. +- 49.33%	1477.16	

RADIOISOTOPE ANALYSIS

ISOTOPE	ACTIVITY	
AM-241	4.27595E-02 UC/ML +- 1.34977E-04	} 分析結果
CS-137	4.69367E-02 UC/ML +- 1.73846E-04	
CO-60	3.76617E-02 UC/ML +- 2.37344E-04	

ISOTOPE	EXPECTED	MEASURED	DIFFERENCE
AM-241	59.54	59.39	-0.15
CS-137	661.64	661.53	-0.11
CO-60	1332.50	1332.17	-0.33

STANDARD DEVIATION= 0.22

図 3.1.1 - 1 分析結果の出力例

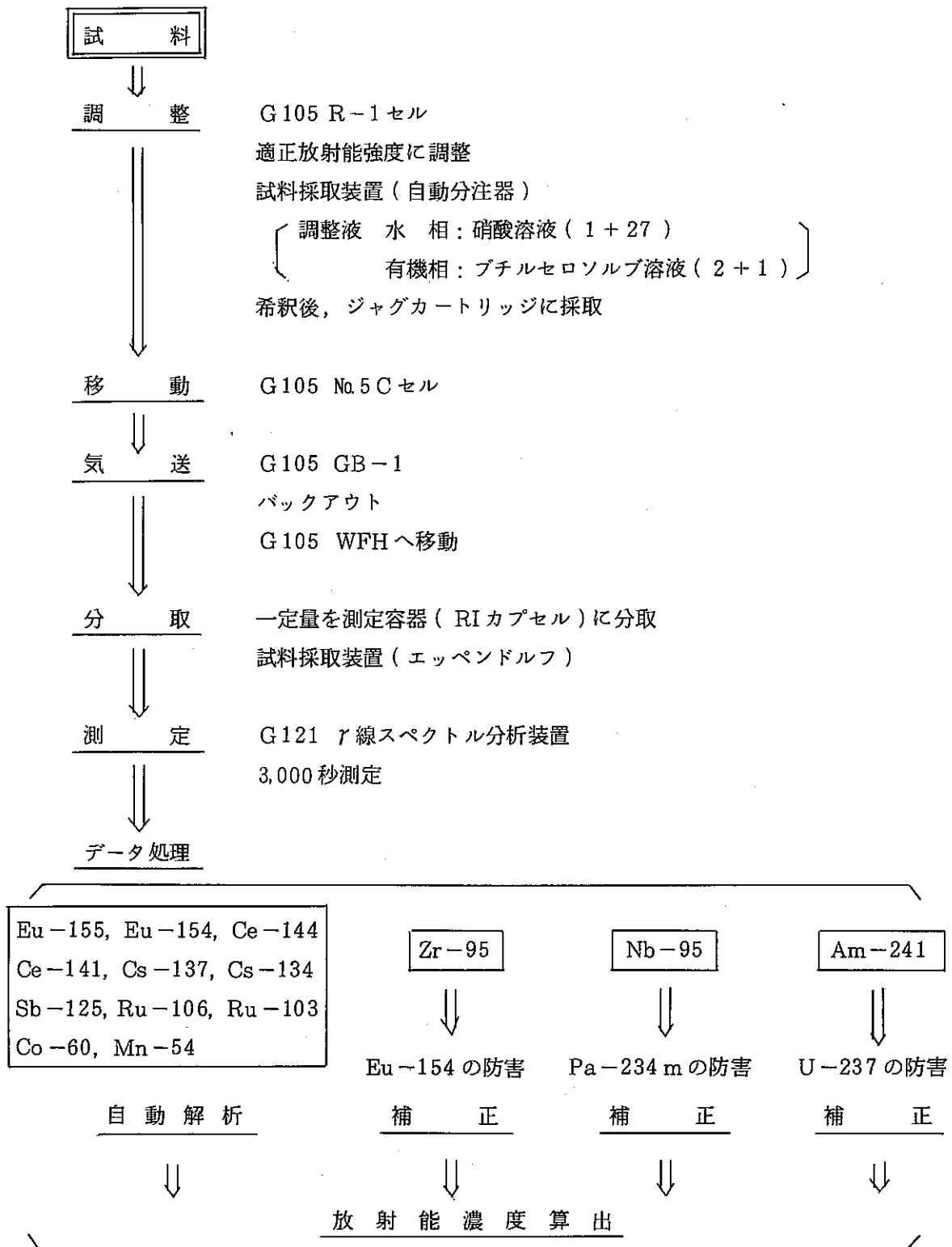


図 3.1.1-2 分析操作手順フローシート図 (HA, MA)

核分裂生成物の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

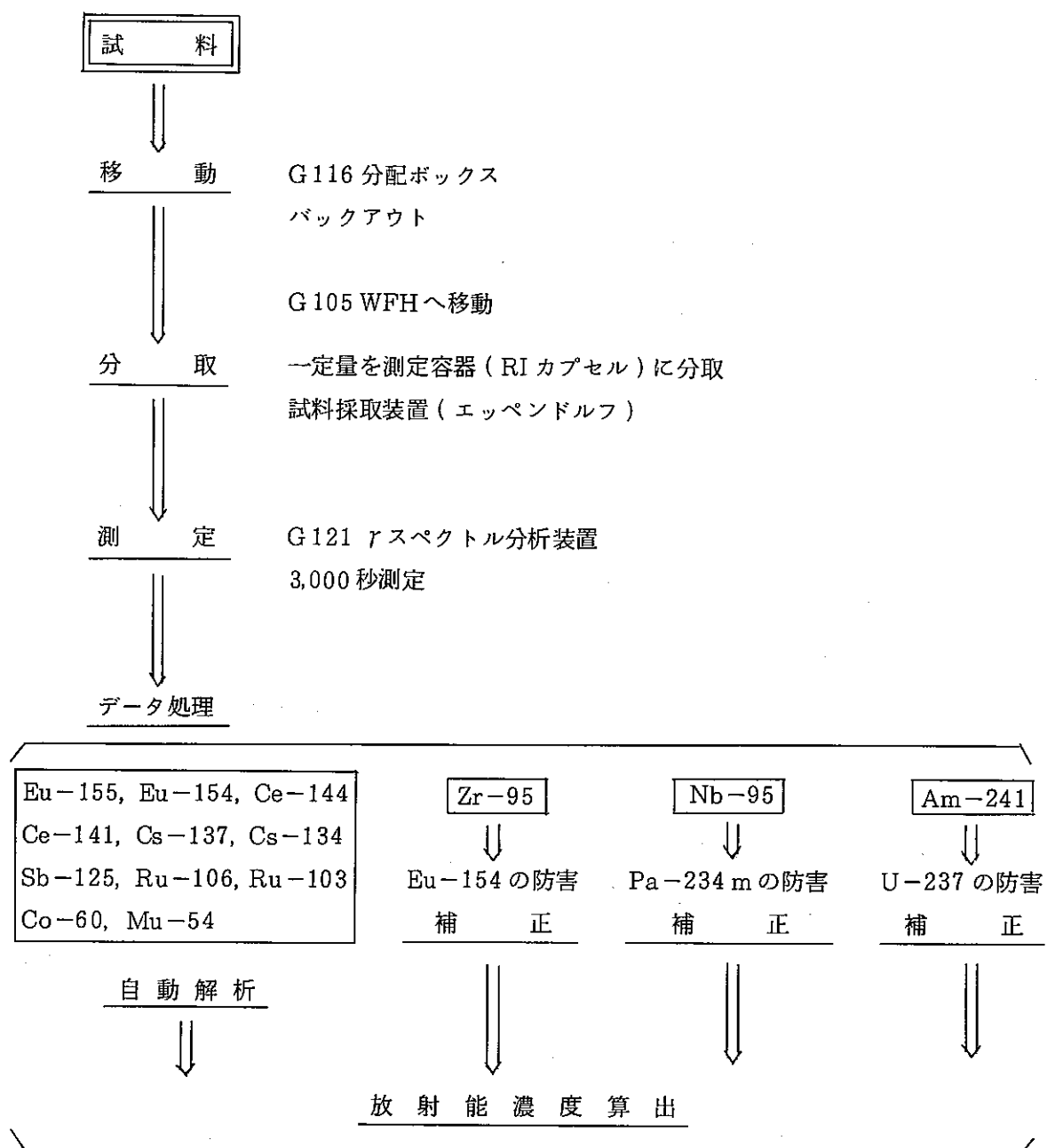


図 3.1.1-3 分析操作手順フローシート図 (LA)

核分裂生成物の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

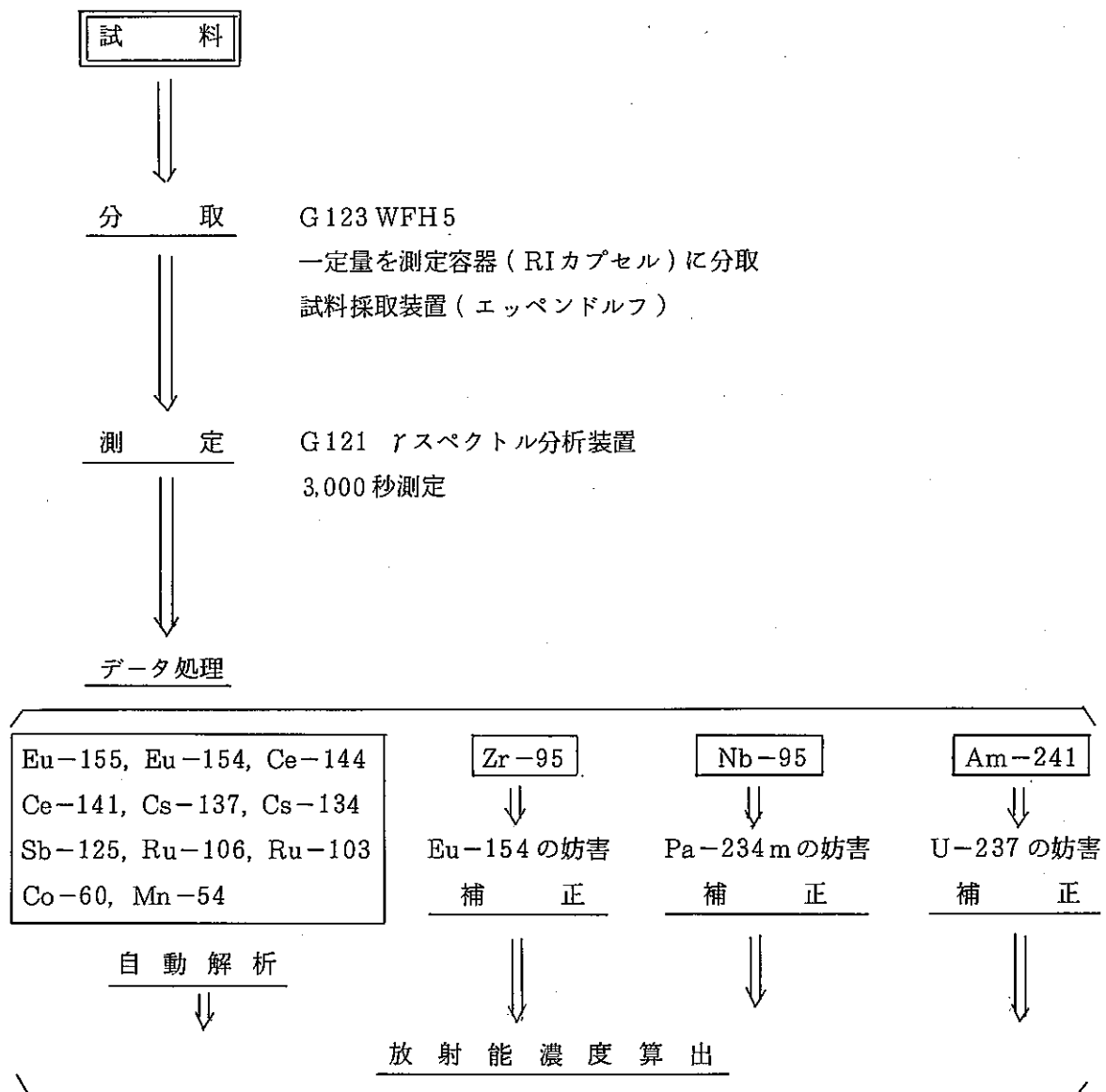


図 3.1.1-4 分析操作手順フローシート図 (CB)

核分裂生成物の分析方法
(γ線スペクトル測定法)

3.1.2 三酸化ウラン製品中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料を硝酸で溶解した後、試料から放出される γ 線を Ge 検出器を用いた γ 線スペクトル分析装置により測定し、核分裂生成物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、三酸化ウラン製品中の核分裂生成物の分析に適用する。適用範囲はCe-144, Cs-137, Ru-106, Ru-103, Zr-95, Nb-95 について $1 \times 10^{-3} \mu\text{Ci/gU}$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 硝酸溶液 (1 + 1)

: 一般試薬の調製法 2.1.13 参照

(2) 測定容器 (5 ml 用 RI カプセル)

(3) γ 線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 試 料 調 整 〕 (1) 試料約12gを秤量瓶に採取して正確に秤量し、硝酸溶液(1+1) 20mlで加熱溶解する。 (2) 溶解後放冷し、イオン交換水で50 mlに定容する。 (3) 溶解液1 mlを測定容器に分取し、ビニール袋に入れて口をシールする。 〔 測 定 〕 (4) 測定容器を遮蔽体内の測定位置にセットする。 (5) 6,000 秒間測定を行う。 〔 データ処理 〕 (6) 測定データをデータ処理装置で自動解析する。 Zr-95 とNb-95については妨害補正を行う。	(5) 3.1.1 核分裂生成物の分析方法参照。 (6) 同 上

操 作 手 順	備 考
(7) 次式に従い放射能濃度 ($\mu\text{Ci/gU}$) を算出する。 $\text{CA}(\mu\text{Ci/g}\cdot\text{U}) = \frac{\text{Ca} \times 50 \times 100}{\text{W} \cdot \text{F}}$ CA: 三酸化ウラン重量あたりの放射能濃度 Ca: 測定核種の放射能濃度測定値 ($\mu\text{Ci/ml}$) W: 試料採取量 (g) F: 三酸化ウラン中のウラン含量* (%) * 計量分析結果を使用する。	(7) $\mu\text{Ci/ml}$ から $\mu\text{Ci/gU}$ への単位変換。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-24 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 3.1.2-1 に示す。

表 3.1.2-1 核分裂生成物の放出する γ 線データ

核 種	半 減 期	γ 線エネルギー (KeV)	放 出 率 (ai)
Zr - 95	63.98 d	756.7	0.546
Nb - 95	34.97 d	765.8	0.9982
Ru - 103	39.35 d	497.1	0.864
Ru - 106	366.58 d	{ 616.3 622.2	0.106
Cs - 137	30.17 y	661.6	0.850
Ce - 144	284.5 d	133.5	0.111

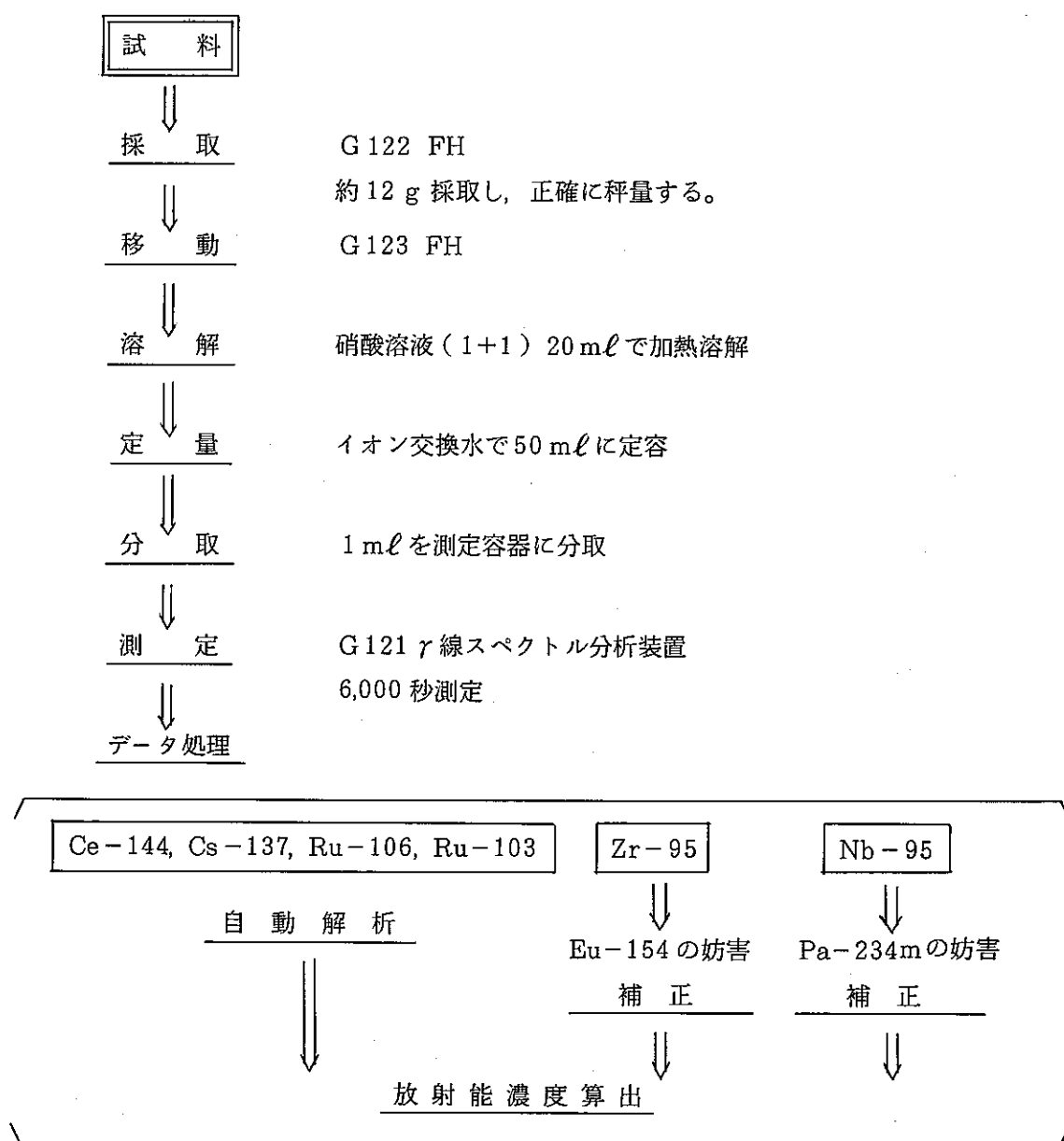


図 3.1.2-1 分析操作手順フローシート図

三酸化ウラン製品中の核分裂生成物の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

3.1.3 硝酸プルトニウム製品中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料を硝酸で希釈調整した後、試料から放出される γ 線をGe検出器を用いた γ 線スペクトル分析装置により測定し、核分裂生成物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、硝酸プルトニウム製品中の核分裂生成物の分析に適用する。適用範囲は、Ce-144, Cs-137, Ru-106, Ru-103, Zr-95, Nb-95, について $1 \times 10^{-2} \mu\text{Ci}/\text{ml}$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) 硝酸溶液 (1+1) ：一般試薬の調製法 2.1.13 参照
- (2) 測定容器 (5 ml用 RIカプセル)
- (3) γ 線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料0.5mlをメスフラスコ(50ml)に採取し、硝酸溶液(1+1)で希釈定容する。 (2) 希釈液1mlを測定容器に分取し、ビニール袋に入れて口をシールする。 〔測定〕 (3) Ge検出器上面に0.5mm厚Cd吸収板をのせ、測定容器を測定位置にセットする。 (4) 6,000秒間測定する。 〔データ処理〕 (5) 測定データをデータ処理装置で自動解析する。 Zr-95とNb-95については妨害補正を行う。	(1) 原液は放射能強度が大きく、測定が困難であるため希釈する。 (3) 試料中のAm-241の影響を除くためCd吸収板を使用する。 (4) 3.1.1 核分裂生成物の分析方法参照。 (5) 同 上

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-24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3.1.3-1に示す。

表 3.1.3-1 核分裂生成物の放出する γ 線データ

核 種	半 減 期	γ 線エネルギー (KeV)	放 出 率 (ai)
Zr-95	63.98 d	756.7	0.546
Nb-95	34.97 d	765.8	0.9982
Ru-103	39.35 d	497.1	0.864
Ru-106	366.58 d	{ 616.3 622.2	0.106
Cs-137	30.17 y	661.6	0.850
Ce-144	284.5 d	133.5	0.111

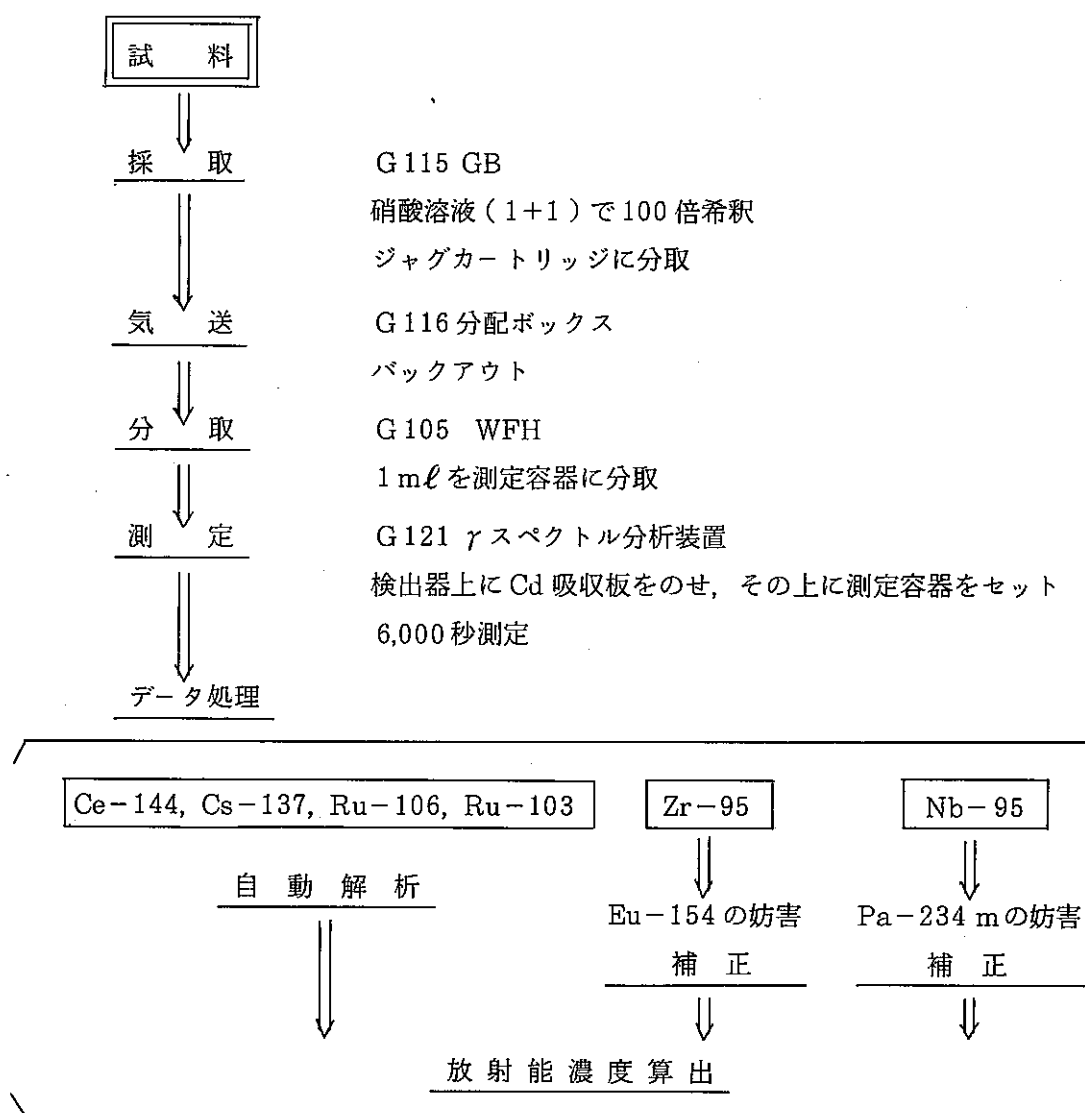


図 3.1.3-1 分析操作手順フローシート図

硝酸プルトニウム製品中の核分裂生成物の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

3.1.4 硝酸プルトニウム製品中のAm-241 の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料を硝酸で希釈調整した後、試料から放出される γ 線を Ge 検出器を用いた γ 線 スペクトル分析装置により測定し Am-241 を定量する。

2. 適用範囲

本法は、硝酸プルトニウム製品中の Am-241 の分析に適用する。適用範囲は Am-241 量として、 $1 \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 硝酸溶液 (1+1)

：一般試薬の調製法 2.1.13 参照

(2) 測定容器 (5 mℓ 用 RI カプセル)

(3) γ 線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 試 料 調 整 〕	
(1) 試料 0.5 mℓ をメスフラスコ (50 mℓ) に採取し、硝酸溶液 (1+1) で定容する。	(1) 原液は放射能強度が大きく、測定が困難であるため希釈する。
(2) 希釈液 0.5 mℓ をメスフラスコ (50 mℓ) に分取し、硝酸溶液 (1+1) で定容する。	(2) 原液を 10,000 倍に希釈する。
(3) 希釈液 1 mℓ を測定容器に分取し、ビニール袋に入れて口をシールする。	
〔 測 定 〕	
(4) 測定容器を遮蔽体内の測定位置にセットする。	
(5) 3,000 秒間測定を行う。	(5) 3.1.1 核分裂生成物の分析方法参照。
〔 データ処理 〕	
(6) 測定データをデータ処理装置でデータ処理し、U-237 の妨害補正を行う。	(6) 同 上

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-24 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 3.1.4-1 に示す。

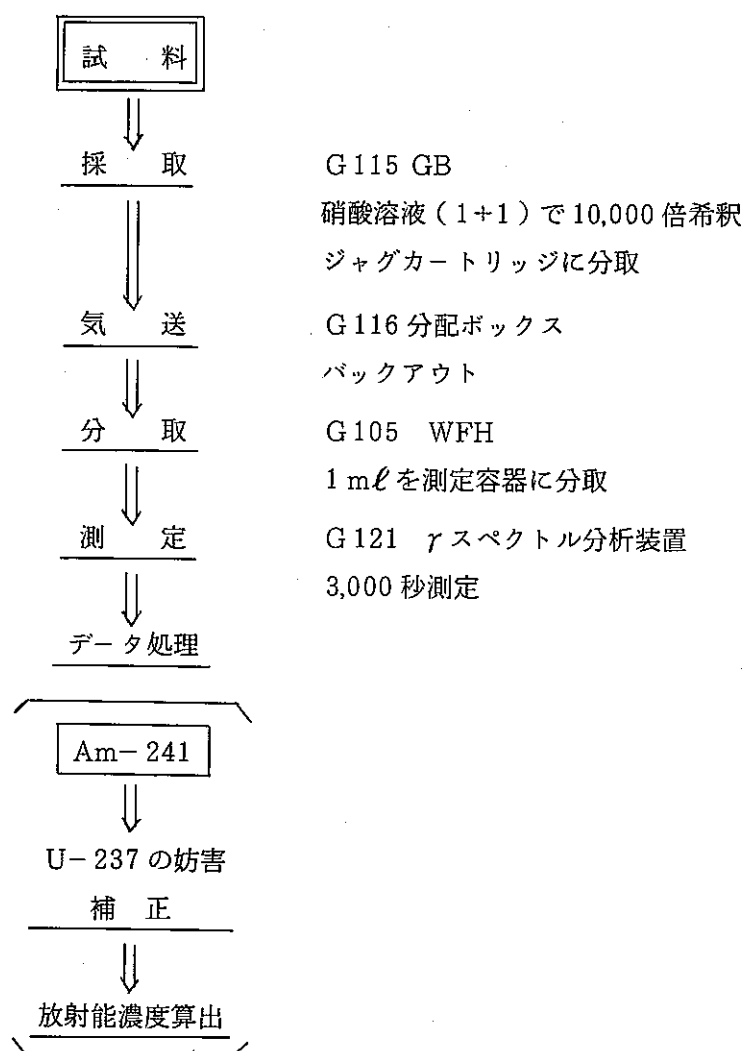


図 3.1.4-1 分析操作手順フローシート図

硝酸プルトニウム製品中の Am-241 の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

3.1.5 I-129 の分析方法

(四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料に含まれるI-129を四塩化炭素抽出法により他の γ 線放出核種と分離し、試料から放出される γ 線をGe検出器を用いた γ 線スペクトル分析装置により測定し、I-129量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程中における水相試料中のI-129の分析に適用する。適用範囲は、試料調整後の試料中のI-129量として $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}/\text{ml}$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--|----------------------|
| (1) 過酸化水素水 (30%) | : 試薬特級 |
| (2) 四塩化炭素 | : 試薬特級 |
| (3) 亜硫酸ナトリウム溶液 (0.5%) | : 一般試薬の調製法 2.1.2 参照 |
| (4) 硝酸溶液 (1+1) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (5) ヨウ化カリウム溶液 ($10\text{mgI}/\text{ml}$) | : 一般試薬の調製法 2.1.21 参照 |
| (6) 抽出容器: ポリエチレン製棒状瓶 (容量 20 ml) | |
| (7) 測定容器: (3 ml 用 RI カプセル) | |
| (8) 振とう器 | |
| (9) γ 線スペクトル分析装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料の放射能強度により、必要に応じ希釈等を行う。 〔抽出分離〕 (2) 試料 2 ml を抽出容器に採取する。 (3) ヨウ化カリウム溶液 ($10\text{mgI}/\text{ml}$) 0.1 ml を添加し、硝酸溶液 (1+1) で溶液を約 1 N の酸性度に調整する。	(1) 抽出分離操作を FH 内で行うため、FH で取扱える程度に調整する。

操 作 手 順	備 考
⑦ DATE SAMPLED (1-JAN-85): RET	⑦ カッコ内の日付があていない場合は 例 2-JAN-85 RET
(15) データ転送が終了すると TTY に * (アスタリスク) が出力される。	(15) 約 1 分間でデータ転送が終了する。
(16) TTY で RUN AUTIO RET と打つ。	(16) データ処理部のデータ処理プログラムの起動。
(17) 各パラメータを入力する。	(17) 各パラメータ入力後データ処理の開始される。
① INDEX NO : 1 RET	① 1~10 までのインデックスナンバー
② LIBRARY (1-5) (5) : RET	
③ LOWER LIMIT (50 CH) : RET	
④ UPPER LIMIT (1,500 CH) : RET	
(18) データ処理が終了すると、分析結果及び * が TTY に出力される。	(18) 3~5 分間でデータ処理が終了する。 出力例は図 3.1.5-1 参照。

5. 解 説

(1) 本法は、PNC SN852-81-24 を参考にして作成した。

(2) 原 理

本法はヨウ素が I_2 の状態で四塩化炭素に抽出され、他の F・P は抽出されないことを利用している。操作の各段階におけるヨウ素の化学形態変化を以下に示す。

I^- (水 層) 試 料 中
 $\downarrow$ (過酸化水素添加)
 I_2 (水 層) 硝酸溶液中
 $\downarrow$ (四塩化炭素に抽出)
 I_2 (有機層) 四塩化炭素中
 $\downarrow$ (亜硫酸ナトリウム添加, 逆抽出)
 I^- (水 層) 亜硫酸ナトリウム溶液中

(3) 分析結果の出力例を図 3.1.5-1 に示す。

(4) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.1.5-2~4 に示す。

*RUN AUTO

SPECTRUM INDEX (1-10): 2
 LIBRARY (1-5) (5):
 LOWER LIMIT (50CH):
 UPPER LIMIT (1500CH):

SAMPLE NUMBER: IODINE STD
 SAMPLE DESCRIPTION: AQ2.0ML
 SAMPLING POINT: G121
 DATE SAMPLED: 22-FEB-86

DETECTOR: 5
 GEOMETRY: 2
 DILUTION FACTOR: 1.0E+00
 DATE COLLECTED: 86.02.22
 COLLECT TIME (SEC): 6000.
 DECAY TIME (MIN): 0.0000000

ISOTOPE ACTIVITY (UC/ML) MDA (UC/ML)

I-129 2.10213E-02 (+- 3.93194E-05)
 I-131 *

2.57223E-07

} 参考データ

GAMMA SPECTROGRAPHIC ANALYSIS

CHANNEL	AREA	ENERGY	ISOTOPES
102.29	12683. +- 1.78%	20.75	
115.59	4812. +- 10.96%	24.12	
137.23	2693413. +- 0.08%	29.61	I-129
153.08	613003. +- 0.20%	33.63	
176.27	432276. +- 0.19%	39.51	I-129
252.06	1143. +- 11.07%	58.73	AM-241, U-237
267.56	537. +- 16.85%	62.67	TH-234
290.67	300. +- 21.73%	68.53	
305.93	84. +- 50.27%	72.40	
559.74	71. +- 49.01%	136.77	
753.00	85. +- 35.03%	185.78	U-235, RA-226

RADIONUCLIDE ANALYSIS

SOTOPE

ACTIVITY

I-129 2.10817E-02 UC/ML +- 3.94060E-05
 AM-241 1.15902E-05 UC/ML +- 1.28285E-06

} 分析結果

ISOTOPE	EXPECTED	MEASURED	DIFFERENCE
I-129	39.58	39.51	-0.07
AM-241	59.54	58.73	-0.81

STANDARD DEVIATION= 0.57

ANALYSIS TIME = 2.80 MIN.

図 3.1.5 - 1 分析結果の出力例

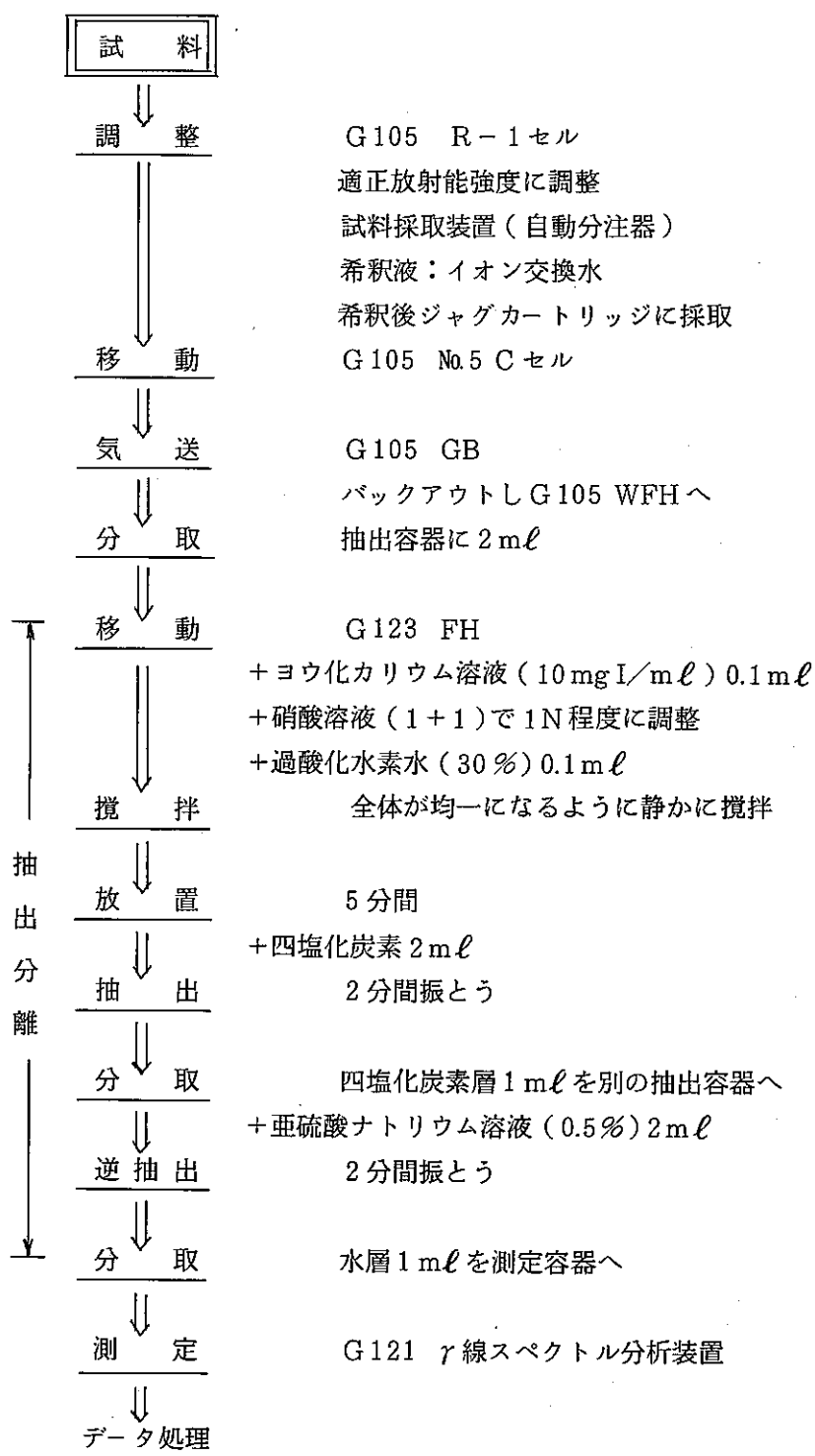


図 3.1.5-2 分析操作手順フローシート図（HA, MA）

I-129の分析方法

（四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法）

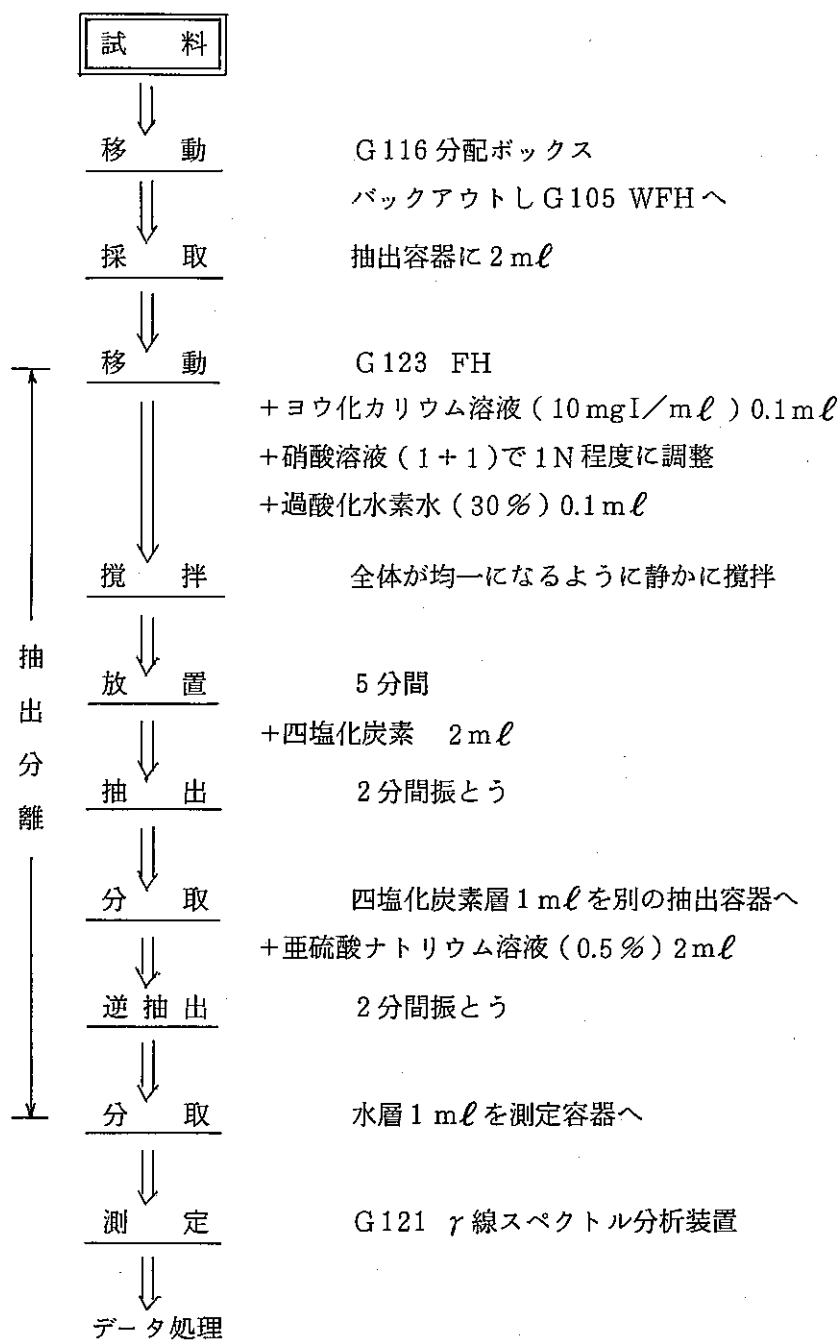


図 3.1.5-3 分析操作手順フローシート図 (LA)

I-129 の分析方法

(四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法)

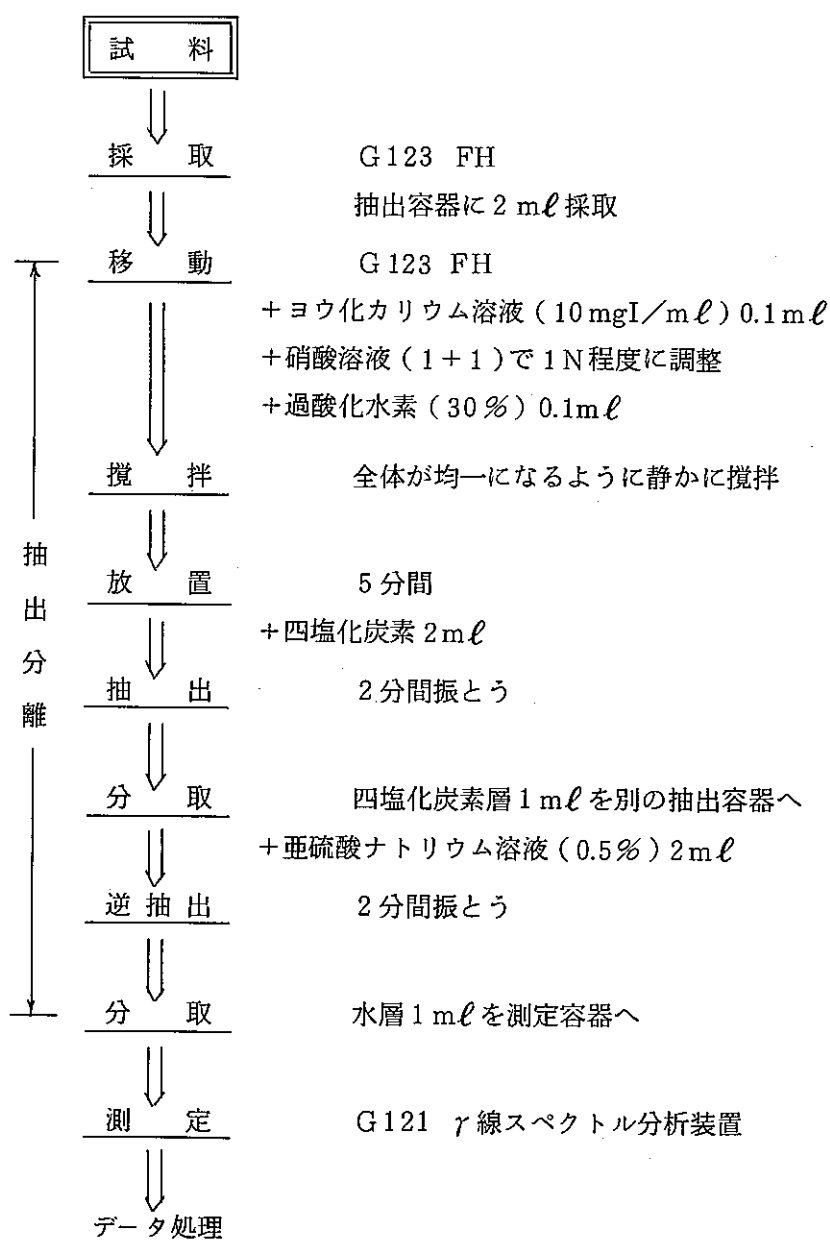


図 3.1.5-4 分析操作手順フローシート図 (CB)

I-129 の分析方法

(四塩化炭素抽出-γ線スペクトル測定法)

3.1.6 焼却灰中の核分裂生成物の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料を電気炉で灰化した後、硝酸を加えて溶解、ろ過する。ろ過液から放出される γ 線をGe検出器を用いた γ 線スペクトル分析装置により測定し、核分裂生成物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工場廃棄物処理場から発生する焼却灰中の核分裂生成物の分析に適用する。適用範囲は、Am-241, Eu-155, Eu-154, Ce-144, Ce-141, Cs-137, Cs-134, Sb-125, Ru-106, Ru-103, Zr-95, Nb-95, Co-60, Mn-54 について $1 \times 10^{-3} \mu\text{Ci/g}$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) 硝酸溶液 (1+1) : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照
- (2) 電気炉
- (3) 測定容器 (5 mℓ 用 RI カプセル)
- (4) γ 線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料 2～5 g をあらかじめ秤量した磁製ルツボ (容量 30 mℓ) に秤りとり。 (2) 直示天秤により、0.01 g まで秤量する。 (3) 試料を電気炉に入れ 800℃ で約 2 時間灰化する。 (4) 放冷後、コニカルビーカー (300 mℓ) に試料を移し、硝酸溶液 (1+1) 20 mℓ を加えホットプレート上で沸騰するまで加熱溶解する。 (5) 放冷後、試料溶液をろ紙 (No. 5 C 直径 12.5 cm) を用いてメスフラスコ (容量 100 mℓ) にろ過する。	(2) 試料採取量 (g) = (試料+ルツボ) - (ルツボ) (3) 試料中に炭化物の黒片が混入していない場合は灰化操作を省いてもよい。 (4) 試料の移し換えは、ヒュームフード内で行う。

操 作 手 順	備 考
(6) ろ紙上を水で3～4回洗浄し放冷後、水で100 mlに定容する。 (7) 試料溶液を測定容器に5 ml分取する。 (8) 測定容器をビニール袋に入れシールする。 〔測 定〕 (9) 測定容器を遮蔽体内の測定位置にセットする。 (10) 3,000 秒間測定を行う。 〔データ解析〕 (11) 測定したデータをコンピュータにより解析する。 (12) 次式に従い放射能濃度を算出する。 $CA(\mu\text{Ci/g}) = \frac{Ca \times 100}{W}$ CA: 焼却灰あたりの放射能濃度 ($\mu\text{Ci/g}$) Ca: 測定核種の放射能濃度測定値 ($\mu\text{Ci/ml}$) W: 試料採取量 (g)	(6) 温硝酸溶液 (1+100) を使用してもよい。 (10) 3.1.1 核分裂生成物の分析方法参照。 (11) 同 上 (12) $\mu\text{Ci/ml}$ から $\mu\text{Ci/g}$ への単位変換。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-17 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3.1.6-1に示す。

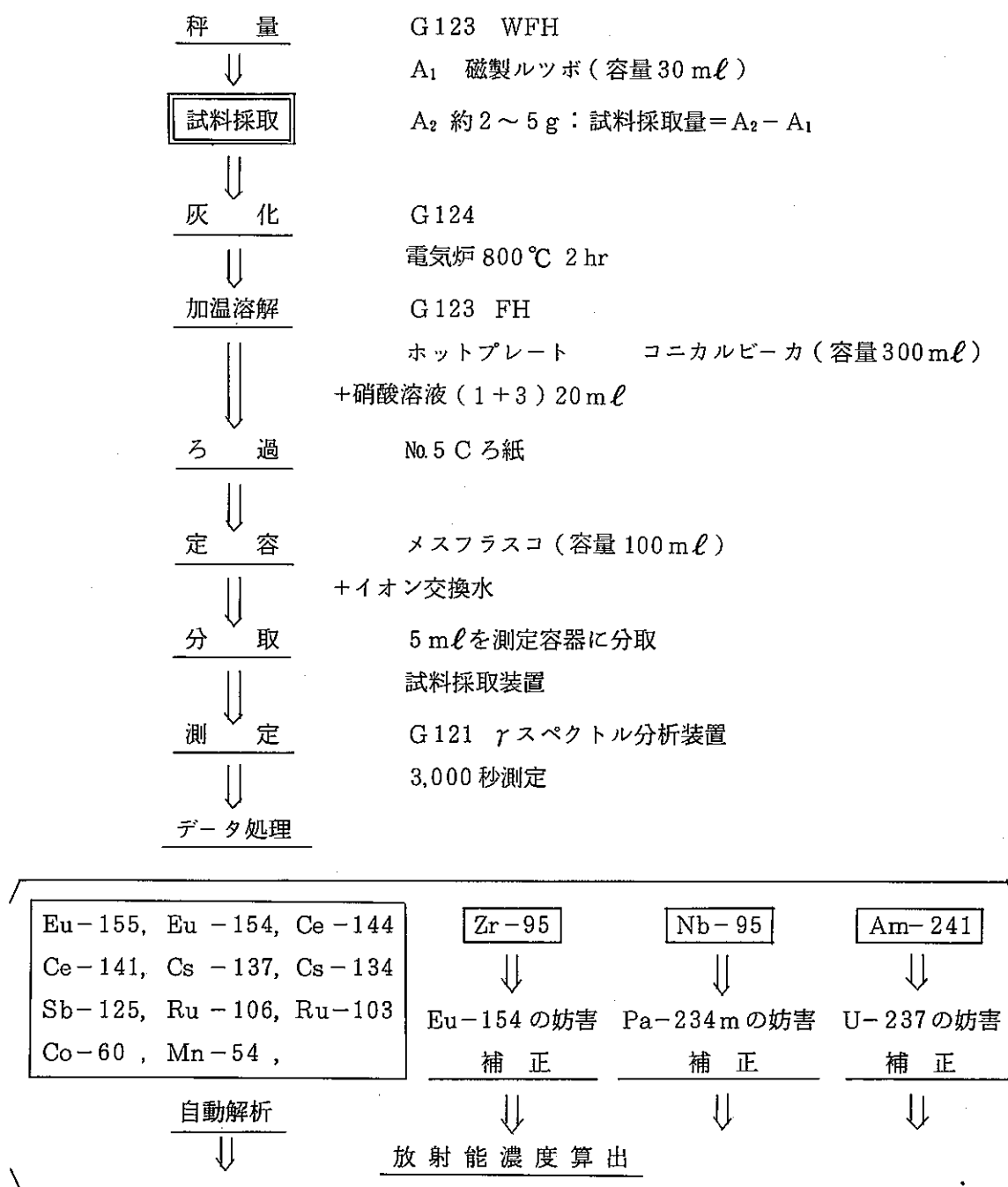


図 3.1.6-1 分析操作手順フローシート図

焼却灰中の核分裂生成物の分析方法
(γ線スペクトル測定法)

3.1.7 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法

(γ 線計測法)

1. 要 旨

試料に含まれる I-129 から放出される γ 線を, NaI 検出器により測定し定量する。

2. 適用範囲

本法は, 再処理工程中の他の核分裂生成物を含まないヨウ素フィルター中の I-129 の分析に適用する。適用範囲は I-129 量として $5 \times 10^{-5} \mu\text{Ci}/\text{Sample}$ 以上を含む試料に適用できる。

3. 装 置

- (1) γ 線計測装置 (試料判定用)
- (2) γ 線計測装置 (試料測定用)

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 F. P 含有の有無の判定 〕	
(1) 試料を遮へい体内検出器側面に置き, ふたをする。	(1) 拌定用検出器。 測定面は, マジックで記入してある方とする。
(2) PPESET COUNT ボタンを押し, 30 秒間 測定を行う。	(2) 拌定用計測装置。
(3) 測定終了。	(3) COUNT STOP ランプが点灯し, 計数計時表示管にカウント数が表示される。
(4) あらかじめ求めてある B. G 値 (cpm) と計数率 (cpm) を比較し, B. G 値 $\geq$ 計数率である事を確認する。	(4) B. G 値 < 計数率であれば, 3.1.8 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法 (γ 線スペクトル測定法) に従い分析を行う。 $\text{B. G 値 (cpm)} = \frac{\text{カウント} + \sqrt{\text{カウント}}}{\text{測定時間 (min)}}$
〔 測 定 〕	
(5) 試料を遮へい体内検出器上部に置き, ふたをする。	(5) 測定用検出器。
(6) PRESET COUNT ボタンを押し, 2 分間の測定を行う。	(6) 測定用計測装置。

操 作 手 順	備 考
(7) 測定終了。 (8) あらかじめ求めてある計数効率から次式に従い、 I-129 量を求める。 $I-129 \text{ 量 } (\mu\text{Ci/Sample}) = \frac{C - B}{t \cdot \epsilon \cdot 2.22 \times 10^6}$ C : 計数值 B : 自然計数值 t : 測定時間 (min) ε : 計数効率	(7) COUNT STOP ランプが点灯し、計数 計時表示管にカウント数が表示される。

5. 解 説

- (1) 本法は、I-129 が放出される γ 線 39.6 KeV を測定し、I-129 量を求める方法である。

NaI 検出器による γ 線計測は、シングルチャンネル測定の為、他の γ 線放出核種の共存下では測定は出来ない。この為、他の γ 線放出核種の有無を判定し、他の γ 線放出核種があれば、3.1.8 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法 (γ 線スペクトル測定法) にて分析を行う。

- (2) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.1.7-1 に示す。

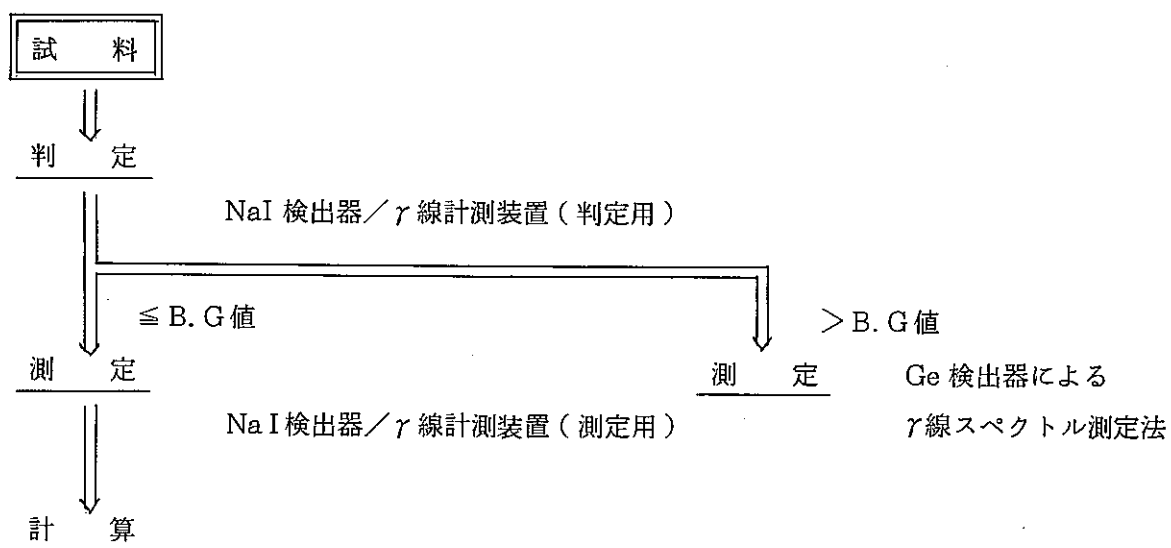


図 3.1.7-1 分析操作手順フローシート図 (C 施設)

ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法
(γ 線計測法)

3.1.8 ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法

(γ 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料に含まれる I-129 から放出される γ 線を, Ge 検出器により測定し定量する。

2. 適用範囲

本法は, 再処理工程中のヨウ素フィルター中の I-129 の分析に適用する。適用範囲は, I-129 量として $5 \times 10^{-5} \mu\text{Ci}/\text{Sample}$ 以上を含む試料に適用できる。

3. 装 置

(1) γ 線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔測 定〕 (1) 試料を専用容器に入れ, ターンテーブルにセットする。 (2) コントロール用パネルの 自動 ボタンを押す。 (3) コンソールタイプライタ (以下, TTY) で RUN ␣ (スペースキー) AUTANA RETURN (以下, RET) と打つ。 (4) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① NUMBER OF SAMPLE : <u>2</u> RET ② SPECTRUM INDEX () : <u>1</u> RET ③ M () : <u>3</u> RET ④ N () : <u>3</u> RET ⑤ DETECTOR NO.() : <u>2</u> RET ⑥ GEOMETRY () : <u>2</u> RET	(1) ターンテーブルは左回りに回る為, 試料は右回りにセットする。 試料は最大 12 個までセットできる。 測定面は, マジックで記入してある方とする。 専用容器を図 3.1.8-1 に示す。 (2) 自動 ボタンが点灯する。 ① 試料数 ② 1 ~ 20 までのインデックスナンバー ③, ④ 測定時間 $M \times 10^N$ 秒 3.000 秒ならば M = 3, N = 3 ⑥ 表 3.1.8-1 参照, 図 3.1.8-1 参照

操 作 手 順	備 考
⑦ DEAD TIME (0.00%) : <u>RET</u> ⑧ DECAY TIME (0.0000000 MIN) : <u>RET</u> ⑨ SAMPLE NUMBER () : <u>P-123456</u> <u>RET</u> ⑩ SAMPLE DESCRIPTION () : <u>129-I</u> <u>RET</u> ⑪ SAMPLING POINT () : <u>A 45-F-536</u> <u>RET</u> ⑫ DATE SAMPLED () : <u>29-JAN-86</u> <u>RET</u> ⑬ ANALYSIS LIBRARY NO. () : <u>5</u> <u>RET</u> ⑭ OK ?? () : <u>Y</u> <u>RET</u>	⑨ 分析伝票番号 ⑩ コメント等 ⑪ サンプルングポイント ⑫ 日 付 ⑭ 操作手順(4)①～⑭は1試料に対するものである。 測定開始。 入力例を図3.1.8-3に示す。
(5) 測定が終了し、TTYに* (アスタリスク) が打たれるまで待つ。 [データ解析] (6) TTYでRUN <u>GAMMAS. AUT</u> <u>RET</u> と打つ。 (7) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① SPECTRUM INDEX (1-20) : <u>1</u> <u>RET</u> ② LOWER LIMIT (CHAN) : <u>30</u> <u>RET</u> ③ UPPER LIMIT (CHAN) : <u>1,000</u> <u>RET</u>	① 1～20までのインデックスナンバ
(8) データ解析が終了し、TTYに* が打たれるまで待つ。	(8) 7～10分間でデータ解析が終了する。 出力例を図3.1.8-3に示す。

5. 解 説

- (1) 本法は、科学技術庁放射能測定基準化委員会、Ge(LI)半導体検出器を用いた機器分析法 (1972) を参考にして作成した。
- (2) 試料形状、ジオメトリ、検出器との対応を表3.1.8-1に示す。
- (3) 試料形状の入力例を図3.1.8-2に示す。
- (4) 解析結果の出力例を図3.1.8-3に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.1.8-4に示す。

表 3.1.8-1 試料形状，ジオメトリー，検出器との対応

検出器 NO.	ジオメトリー NO.	試料形状
2	2	フィルター
	1	カートリッジ

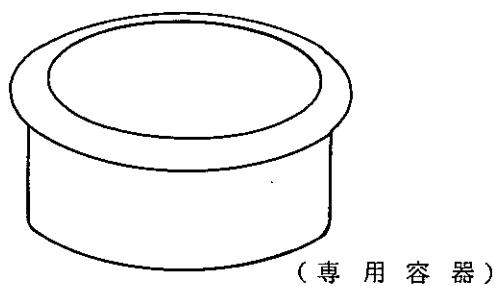
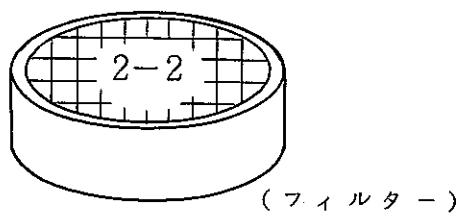
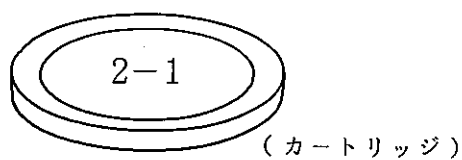


図 3.1.8-1 ヨウ素フィルター（フィルター，カートリッジ）及び専用容器

*RUN AUTANA

NOW INPUT SAMPLE DATA

NUMBER OF SAMPLES : 2

***** SAMPLE NO.(1) *****

SPECTRUM INDEX(1):

COLLECT TIME M*10^{-N} (1*10⁻³ SEC)

M(1): 3

N(3): 3

DETECTOR NO.(2):

GEOMETRY(1): 2

DEAD TIME (0.00%):

DECAY TIME (0.0000000 MIN):

SAMPLE NUMBER(): P-123456

SAMPLE DESCRIPTION(): 129-I

SAMPLING POINT(): A45-F-536

DATE SAMPLED(): 29-JAN-86

ANALYSIS LIBRARY NO. (): 5

OK ??(Y):

***** SAMPLE NO.(2) *****

SPECTRUM INDEX(2):

COLLECT TIME M*10^{-N} (3*10⁻³ SEC)

M(3):

N(3):

DETECTOR NO.(2):

GEOMETRY(2): 1

DEAD TIME (0.00%):

DECAY TIME (0.0000000 MIN):

SAMPLE NUMBER(P-123456):

SAMPLE DESCRIPTION(129-I):

SAMPLING POINT(A45-F-536) : A45-F-536

DATE SAMPLED(29-JAN-86): 29-JAN-86

ANALYSIS LIBRARY NO. (5):

OK ??(Y):

図 3.1.8 - 2 試料形状の入力例

*RUN GAMMAS.AUT

SPECTRUM INDEX (1-20): 1
 LOWER LIMIT (CHAN): 30
 UPPER LIMIT (CHAN): 1000

SAMPLE NUMBER: A123456
 SAMPLE DESCRIPTION: 129-I
 SAMPLING POINT: A45-F-536
 DATE SAMPLED: 29-JAN-86 LIBRARY NO. : 5

DETECTOR: 2
 GEOMETRY: 2
 DATE COLLECTED: 8
 COLLECT TIME (SEC): 3000.
 DECAY TIME (MIN): 0.0000000

GAMMA SPECTROGRAPHIC ANALYSIS

CHANNEL	AREA	ENERGY	ISOTOPES
143.08	7632. +- 1.77%	29.40	I-129
164.98	1352. +- 5.96%	33.39	CS-137
197.86	1143. +- 5.27%	39.39	I-129

RADIONUCLIDE ANALYSIS

ISOTOPE	ACTIVITY
I-129	7.42785E-03 UC/SAMPL +- 3.91457E-04

} 解析結果

ISOTOPE	EXPECTED	MEASURED	DIFFERENCE
I-129	39.58	39.39	-0.19

STANDARD DEVIATION= 0.19

ANALYSIS TIME = 0.84 MIN.

図 3.1.8 - 3 分析結果の出力例

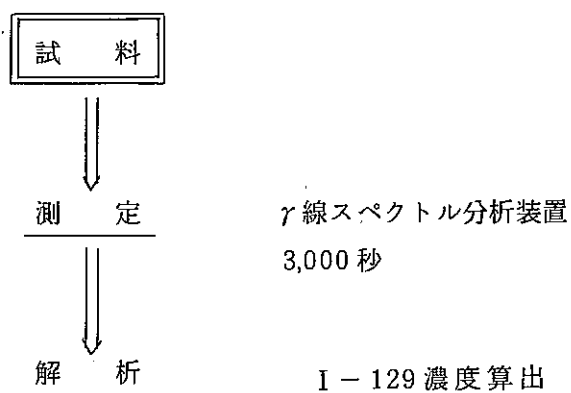


図 3.1.8-4 分析操作手順フローシート図 (C施設)

ヨウ素フィルター中の I-129 の分析方法
(γ 線スペクトル測定法)

3.2 α 線放出核種の分析方法

3.2.1 超ウラン元素の分析方法

(α 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料から放出される α 線をSi検出器を用いた α 線スペクトル分析装置により測定し、超ウラン元素を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程中における水相試料中の超ウラン元素の分析に適用する。適用範囲は希釈調整後の試料液中の $^{239}\text{Pu} + ^{240}\text{Pu}$, $^{238}\text{Pu} + ^{241}\text{Am}$, ^{242}Cm , ^{244}Cm について $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}/\text{ml}$ 以上を含む試料に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) 硝酸溶液(1 + 13) : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照
- (2) 試料皿: SUS製, 直径 25 mm
- (3) α 線スペクトル分析装置
- (4) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料の塩濃度に応じて、硝酸溶液(1 + 13)で試料を希釈する。 (2) 希釈した試料 0.05 ml を試料皿の中央に滴下する。 (フュームフード中で行う。) (3) ヒーターで蒸発乾固する。(フュームフードで行う。) (4) ガスバーナーで試料皿を赤熱状態で約15秒間加熱する。 〔測定〕 (5) 検出器1の真空チェンバー内に試料皿をセットし、検出器内を真空引きする。	(1) 析出した塩によるα線の吸収を防ぐ。 (3) 突沸しないよう温度を調整する。 (5) 予め真空ポンプを作動しておく。

操 作 手 順	備 考															
(6) 高圧電源により検出器 1 に 100 V を印加する。 (7) マルチチャンネルアナライザー(MCA)のFUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押す、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(6) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。 (7) 測定ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 2 となる。) UNIT#は次表に示すようにMEMORY REGION 及び検出器に対応している。															
<table><tr><td>UNIT #</td><td>2.1</td><td>2.2</td><td>2.3</td><td>2.4</td></tr><tr><td>MEMORY REGION</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td></tr><tr><td>検 出 器 (DETECTOR)</td><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td></tr></table>		UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4	MEMORY REGION	4	5	6	7	検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4
UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4												
MEMORY REGION	4	5	6	7												
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4												
(8) CLEAR キーと DATA キーを同時に押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。 (9) COLLECT 2 . 1 STORE YES キーを押す。通常は 3,000 秒測定を行う。 (10) 検出器 2,3 及び 4 を使用する時は(5)~(9)を繰り返す。UNIT#は各々、2.2, 2.3, 2.4 となる。 以下検出器 1 について記述する。 (11) 測定終了。 (12) XFER 2 STORE YES キーを押す。	(8) UNIT # 2.1 の内容が消去される。 (9) UNIT # 2.1 の測定が開始し、 COLLECT ランプが点灯する。															
(13) FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押す、更に 1 . 1 STORE YES キーを押す。 (14) HOME キーを押す。 (15) INTENS キーを押す。	(11) COLLECT ランプが消灯する。 (12) 測定したデータがUNIT#1 に転送される。転送はUNIT#2.1 ~ 2.4 まで同時に行なわれ、個別に転送することはいない。 (13) データ処理ユニットへの切換え(CRT の表示がUNIT#1となる。)															
(16) CLEAR ROI キーを押す。 (17) CRT 上でピークが認められた時は、 LEFT CURSOR キーを押す、カーソル移動ボタ	(14) カーソルがCRTの両端に移動する。 (15) INTENS ランプが点灯し、ROI の設定、消去が可能となり、既に ROI が設定されていればCRTのROI設定領域が明るくなる。 (16) 設定された ROI があれば消去される。 (17) LEFT CURSOR ランプが点灯し、左カーソルの使用が可能となる。															

操 作 手 順	備 考
ンを押して、左カーソルをピークの開始チャンネルに移動する。 (18) LEFT CURSOR キーを押す。 (19) RIGHT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、右カーソルをピークの終了チャンネルに移動する。 (20) RIGHT CURSOR キーを押す。 (21) ENTER ROI キーを押す。 (22) ピークが2本以上ある時は(17)~(21)の操作を繰り返す。ただし、連続したピークにROIを設定する場合、ROI領域の間隔を1チャンネル以上あげること。 〔データ処理〕 (23) コンソールタイプライタ(以下、TTYと言う)で RUN <u> </u> (スペースキー) PUTMCA RETURN (以下、RETと言う)と打つ。 (24) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① BACK GROUND SPECTRUM: ? <u>N</u> RET ② SPECTRUM INDEX: ? <u>1</u> RET ③ MEMORY REGION: ? <u>4</u> RET ④ DETECTOR: ? <u>1</u> RET ⑤ GEOMETRY: ? <u>1</u> RET ⑥ DILUTION FACTOR: ? <u>20</u> RET ⑦ B.G. SPECTRUM NO. : <u>1</u> ⑧ SAMPLE ID: ? <u>A 1 2 3 4 5 6</u> RET ⑨ SAMPLE DESCRIPTION: ? <u>251V10</u> RET ⑩ DATE SAMPLED (1-JAN-86): ? <u> </u> RET (25) データ転送が終了すると、TTYに*(アスタリスク)が出力される。	(18) LEFT CURSOR ランプが消灯する。 (19) RIGHT CURSOR ランプが点灯し、右カーソルの使用が可能となる。 (21) カーソルではさんだ領域にROIが設定される。 (22) 1チャンネルの間隔がないと1本のROI領域となる。 (23) データ処理部へのデータ転送プログラムの起動。 (24) 各パラメータ入力後、データ処理部へデータが転送される。 ① 試料なので N ② 1~240までのインデックナンバー ③, ④ DETECTOR 1 の場合 MEMORY REGION は 4 ⑥ 希釈倍率(希釈なしの場合でも乾固量が0.05mlのため20と入力する。) ⑦ ④に対応して出力される。 ⑧ 分析伝票番号 ⑨ ユニット番号 ⑩ カッコ内の日付は自動出力されるが あってない場合は例のように入力する。 例 <u>2-JAN-86</u> RET (25) 約1分間でデータ転送が終了する。

操 作 手 順	備 考
(26) TTY で RUN <u> </u> SALPHA <u>RET</u> と打つ。	(26) データ処理部のデータ処理プログラムの起動。
(27) 各パラメータを入力する。	(27) ①～③の各パラメータ入力後、データ処理が開始し、分析結果及び④が生力される。
① SPECTRUM INDEX (Ø FOR MCA) : ? <u> 1 </u> <u>RET</u>	① 1～240のインデックスナンバー(0を入力するとMCAにあるスペクトルがデータ処理される。)
② LIBRARY : ? <u> Ø </u> <u>RET</u>	
③ AUTOMATIC PEAK SERCH : ? <u> N </u> <u>RET</u>	③ PUTMCAでROIを設定したピークに関するデータ処理なので N を入力する。
④ DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA ? <u> N </u> <u>RET</u>	④ 分析結果を保存する場合は Y, 保存しない場合は N と入力する。
(28) データ処理が終了すると*がTTYに出力される。	(28) 出力例は図 3.2.1-1 参照。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-24 を参考にして作成した。
- (2) 原理は、放射性核分裂生成物から放出される α 線が核種によって固有のエネルギー値を持っていることに基ざっている。さらに、その α 線の放射線強度は、その核種の濃度に比例している。この2点を利用して、試料中にある放射性核種とその濃度を決定する。
- (3) α 線エネルギーとその強度測定には、Si 検出器、多重波高分析器及び付属電子回路等を使用する。
- (4) 試料皿への乾固時、塩が析出すると α 線の吸収が生じ、測定に支障を来す。従って塩濃度の高い試料は希釈する必要がある。
- (5) 核種の半減期、 α 線エネルギー及び放出率を表 3.2.1-1 に示す。
- (6) 分析結果の出力例を図 3.2.1-1 に示す。
- (7) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.1-2～4 に示す。

表 3.2.1-1 核種の半減期, α 線エネルギー及び放出率

核 種	半 減 期	エ ネ ル ギ ー (MeV)	放 出 率
U - 234	$2.4 \times 10^5 \text{ y}$	4.723 4.774	0.28 0.72
U - 235	$7.0 \times 10^8 \text{ y}$	4.364 4.396	0.11 0.55
U - 238	$4.5 \times 10^9 \text{ y}$	4.147 4.196	0.23 0.77
Np - 237	$2.1 \times 10^6 \text{ y}$	4.770 4.788	0.19 0.51
Pu - 238	$8.8 \times 10 \text{ y}$	5.457 5.499	0.28 0.72
Pu - 239	$2.4 \times 10^4 \text{ y}$	5.143 5.155	0.15 0.73
Pu - 240	$6.6 \times 10^3 \text{ y}$	5.123 5.168	0.27 0.73
Am - 241	$4.3 \times 10^2 \text{ y}$	5.443 5.486	0.13 0.85
Cm - 242	$1.6 \times 10^2 \text{ d}$	6.070 6.113	0.26 0.74
Cm - 244	$1.8 \times 10 \text{ y}$	5.763 5.805	0.23 0.77

* RUN SALPHA

SPECTRUM INDEX(0 FOR MCA):? 120
 LIBRARY :? 0
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO.120 SAMPLE NO.: A123456
 SAMPLE DESCRIPTION: 266V23
 REGION NO. 6 DETECTOR NO. 3 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 2.0E+01
 B.G. SPECTRUM NO. 3 SAMPLE DATE : 23-DEC-85
 LIBRARY NO. 0

ISOTOPE	ACTIVITY (UCI/ML)	ERR	COUNTS	B.G. COUNTS
PU239	2.20369E-01	4.61607E-03	203662.	2.
PU238	5.52180E-01	1.15276E-02	510319.	13.
CM242	4.23151E-03	1.11120E-04	3911.	3.
CM244	6.44938E-02	1.36910E-03	59605.	7.

EFFICIENCY 1.66520E+01 %
 B.G. COLLECT TIME: 30000. SEC
 COLLECT TIME: 3000. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS

FROM(CH) (KEV)	TO(CH) (KEV)	PEAK(CH) (KEV)	COUNTS	B.G. COUNTS
105. 4926.	130. 5250.		203662.	2.
133. 5290.	150. 5627.		510319.	13.
159. 5642.	173. 5838.		59605.	7.
183. 5981.	197. 6184.		3911.	3.

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA? N

*

図 3.2.1 - 1 分析結果の出力例

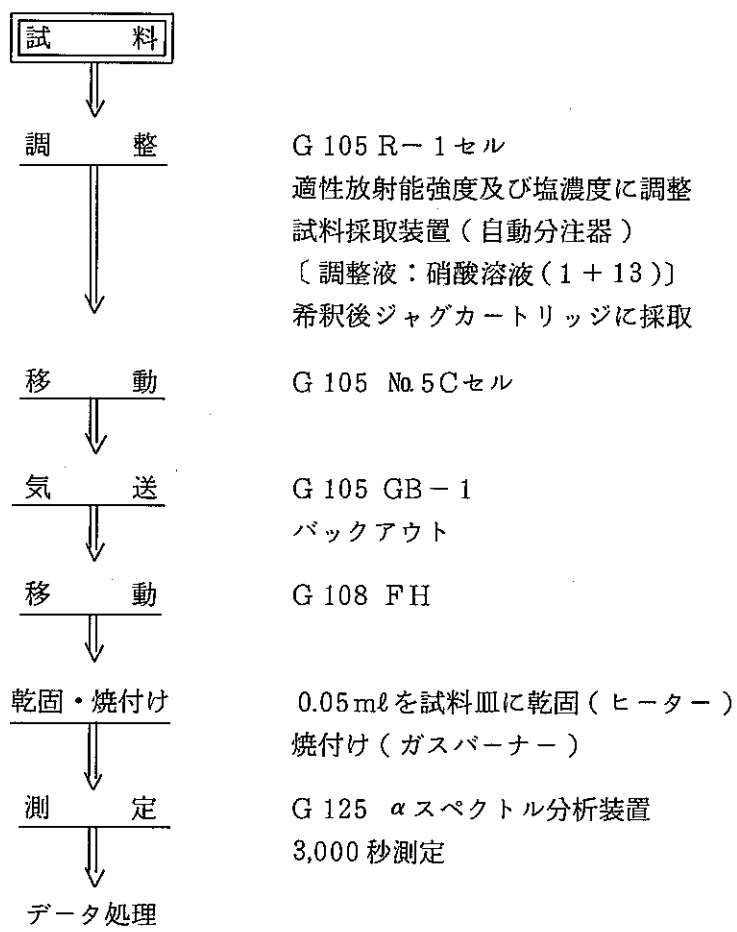


図 3.2.1-2 分析操作手順フローシート図（HA、MA）

超ウラン元素の分析方法
（ α 線スペクトル測定法）

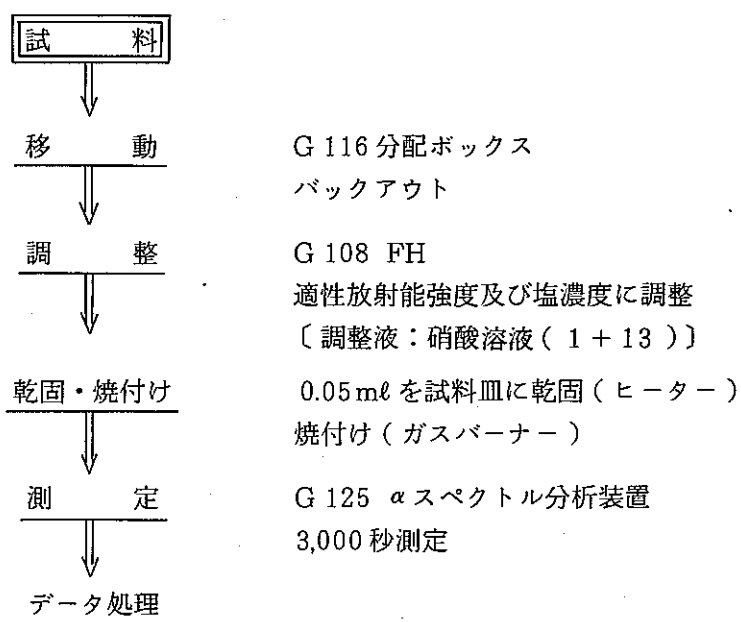


図 3.2.1 - 3 分析操作手順フローシート図 (LA)

超ウラン元素の分析方法

(α 線スペクトル測定法)

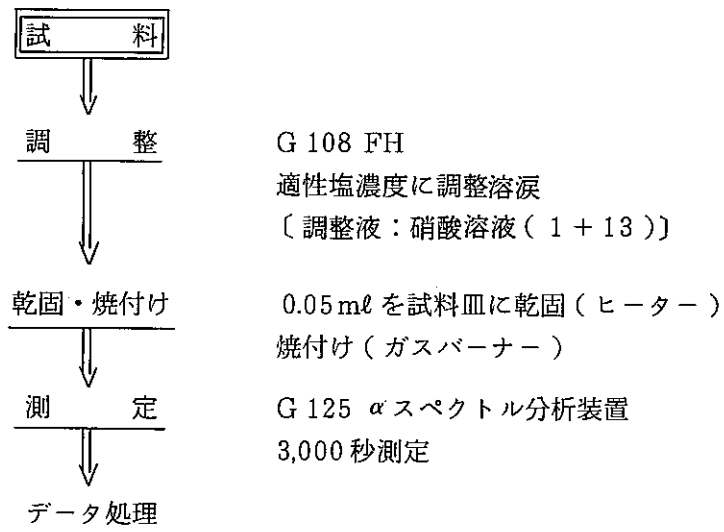


図 3.2.1 - 4 分析操作手順フローシート図 (CB)

超ウラン元素の分析方法

(α線スペクトル測定法)

3.2.2 ネプツニウムの分析方法

(スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出- α 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料から TTA-キシレン溶液でネプツニウムを抽出し、Si 検出器を用いた α 線スペクトル分析装置により測定し、ネプツニウムを定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程における水相及び有機相試料中のネプツニウムの分析に適用する。適用範囲は、抽出後の試料液中の ^{237}Np について $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}/\text{ml}$ 以上を含む試料に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--------------------------|------------------------|
| (1) 硝酸溶液 | : 試薬特級 |
| (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (2 N) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 4 参照 |
| (3) 硝酸溶液 (1 + 13) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 13 参照 |
| (4) スルファミン酸第一鉄溶液 | : 一般試薬の調製法 2. 1. 16 参照 |
| (5) TTA-キシレン溶液 (11.1 %) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 18 参照 |
| (6) 試料皿: SUS 製, 直径 25 mm | |
| (7) α 線スペクトル分析装置 | |
| (8) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料の放射能強度により、必要に応じ希釈を行う。	
(2) 抽出容器に試料を正しくはかりとる。水相試料は、硝酸溶液又は水を加えて硝酸濃度を 1.0 ~ 1.5 N に調整する。有機相試料は、スルファミン酸第一鉄溶液でネプツニウムを逆抽出し、硝酸溶液 (1 + 13) 1 ml を加えて硝酸濃度を 1.0 ~ 1.5 N に調整する。	(2) 抽出容器はガラス製で直径 27 mm, 長さ 5.5 cm のもの。
(3) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (2 N) 1 ml, スルファミン酸第一鉄溶液 1 ml を加え、マグネチックスター	(3) プルトニウムが III 価に還元され、ネプツニウムが IV 価に還元される。

操 作 手 順	備 考															
ラーで5分間攪拌する。 (4) TTA-キシレン溶液(11.1%)を正確に1ml 加える。 (5) マグネチックスターラーで10分間攪拌する。 (6) 5分間放置して有機相と水相を分離する。 (7) 有機相を0.1ml採取する。 (8) ヒーター上にてあらかじめ予熱してある試料皿の中央に1滴づつ滴下し乾固する。 (9) ガスバーナーで試料皿を赤熱状態で約15秒間加熱する。 〔 測 定 〕 (10) 検出器1の真空チェンバー内に試料皿をセットし、検出器内を真空引きする。 (11) 高圧電源により検出器1に100Vを印加する。 (12) マルチチャンネルアナライザー(MCA)のFUNCTIONスイッチをSTATUSにして[SELECT]キーを押し、更に [2] [.] [1] [STORE] [YES] キーを押す。	(8) 飛散しないように注意する。 (10) 予め真空ポンプを作動しておく。 (11) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。 (12) 測定ユニットへの切換え(CRTの表示がUNIT#2となる。) UNIT#は次表に示すように MEMORY REGION及び検出器に対応している。															
<table><tr><th>UNIT #</th><th>2.1</th><th>2.2</th><th>2.3</th><th>2.4</th></tr><tr><th>MEMORY REGION</th><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td></tr><tr><th>検 出 器 (DETECTOR)</th><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td></tr></table>		UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4	MEMORY REGION	4	5	6	7	検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4
UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4												
MEMORY REGION	4	5	6	7												
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4												
(13) [CLEAR] キーと [DATA] キーを同時に押し、更に [2] [.] [1] [STORE] [YES] キーを押す。 (14) [COLLECT] [2] [.] [1] [STORE] [YES] キーを押す。通常は3,000秒測定を行う。 (15) 検出器2, 3及び4を使用する時は(5)~(9)を繰り返す。UNIT#は各々、2.2, 2.3, 2.4となる。 以下検出器1について記述する。 (16) 測定終了。 (17) [XFER] [2] [STORE] [YES] キーを押す。	(13) UNIT# 2.1の内容が消去される。 (14) UNIT# 2.1の測定が開始し、[COLLECT] ランプが点灯する。 (16) [COLLECT] ランプが消灯する。 (17) 測定したデータがUNIT#1に転送さ															

操 作 手 順	備 考
(18) FUNCTION スイッチを STATUS にして <code>SELECT</code> キーを押し、更に <code>1</code> <code>.</code> <code>1</code> <code>STORE</code> <code>YES</code> キーを押す。 (19) <code>HOME</code> キーを押す。 (20) <code>INTENS</code> キーを押す。 (21) <code>CLEAR ROI</code> キーを押す。 (22) CRT 上でピークが認められた時は、<code>LEFT</code> <code>CURSOR</code> キーを押し、カーソル移動ボタンを押し て、左カーソルをピークの開始チャンネルに移動する。 (23) <code>LEFT CURSOR</code> キーを押す。 (24) <code>RIGHT CURSOR</code> キーを押し、カーソル移動 ボタンを押して、右カーソルをピークの終了チャンネル に移動する。 (25) <code>RIGHT CURSOR</code> キーを押す。 (26) ENTER ROI キーを押す。 (27) ピークが2本以上ある時は、(17)～(21)の操作を繰り返 す。ただし、連続したピークに ROI を設定する場 合、ROI 領域の間隔を1チャンネル以上あけること。	れる。転送は UNIT # 2.1～2.4 まで同 時に行なわれ、個別に転送することはで きない。 (18) データ処理ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 1 となる。) (19) カーソルが CRT の両端に移動する。 (20) <code>INTENS</code> ランプが点灯し、ROI の設 定、消去が可能となり、既に ROI が設定 されていれば CRT の ROI 設定領域が明 るくなる。 (21) 設定された ROI があれば消去される。 (22) <code>LEFT CURSOR</code> ランプが点灯し、 左カーソルの使用が可能となる。 (23) <code>LEFT CURSOR</code> ランプが消灯する。 (24) <code>RIGHT CURSOR</code> ランプが点灯し、 右カーソルの使用が可能となる。 (26) カーソルではさんだ領域に ROI が設定 される。 (27) 特に U-238 のピークに注意すること。 1チャンネルの間隔がないと1本の ROI 領域となる。
〔 データ処理 〕 (28) コンソールタイプライタ (以下、TTY と言う。) で RUN <code>␣</code> (スペースキー) PUTMCA <code>RETURN</code> (以下、<code>RET</code> と言う。) と打つ。 (29) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① BACK GROUND SPECTRUM : ? <u>N</u> <code>RET</code> ② SPECTRUM INDEX : ? <u>1</u> <code>RET</code> ③ MEMORY REGION : ? <u>4</u> <code>RET</code>	(28) データ処理部へのデータ転送プログラ ムの起動。 (29) 各パラメータ入力後、データ処理部へ データが転送される。 ① 試料なので N ② 1～240 までのインデックナンバー ③, ④ DETCTOR 1 の場合

操 作 手 順	備 考
④ DETECTOR : ? <u>1</u> <u>RET</u>	MEMORY REGION は 4
⑤ GEOMETRY : ? <u>1</u> <u>RET</u>	
⑥ DILUTION FACTOR : ? <u>20</u> <u>RET</u>	⑥ 希釈倍率
⑦ B.G. SPECTRUM NO. : <u>1</u>	⑦ ④に対応して出力される。
⑧ SAMPLE ID : ? <u>A123456</u> <u>RET</u>	⑧ 分析伝票番号
⑨ SAMPLE DESCRIPTION : ? <u>251V10</u> <u>RET</u>	⑨ ユニット番号
⑩ DATE SAMPLED (1-JAN-86) : ? <u>RET</u>	⑩ カッコ内の日付は自動出力されるが、 あっていない場合は例のように入力する。 例 <u>2-JAN-86</u> <u>RET</u>
(30) データ転送が終了すると、TTYに* (アスタリスク) が出力される。	(30) 約1分間でデータ転送が終了する。
(31) TTYで RUN <u>└</u> SALPHA <u>RET</u> と打つ。	(31) データ処理部のデータ処理プログラムの起動。
(32) 各パラメータを入力する。	(32) ①～③の各パラメータ入力後データ処理が開始し、分析結果及び④が出力される。
① SPECTRUN INDEX (ØFOR MCA) : ? <u>1</u> <u>RET</u>	① 1～240のインデックスナンバー (0を入力するとMCAにあるスペクトルがデータ処理される。)
② LIBRARY : ? <u>5</u> <u>RET</u>	
③ AUTOMATIC PEAK SERGH : ? <u>N</u> <u>RET</u>	③ PUTMCA で ROI を設定したピークに関するデータ処理なのでNを入力する。
④ DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA : ? <u>N</u> <u>RET</u>	④ 分析結果を保存する場合はY、保存しない場合はNと入力する。
(33) データ処理が終了すると*がTTYに出力される。	(33) 出力例は図 3.2.2-1 参照。

5. 解 析

(1) 本法は、PNC SN 852-81-24 を参考にして作成した。

(2) ^{237}Np は 4.78 MeV にスペクトルが現われる。このスペクトルには ^{234}U (4.76 MeV) のピークが重なる。これを補正するために、次のような操作を行う。 ^{238}U ($T = 4.51 \times 10^9$ 年) と ^{234}U ($T = 2.47 \times 10^5$ 年) が放射平衡すると仮定して、 ^{238}U (4.18 MeV) のピークの有無を調

べ、ピークがあれば、4.18 MeVでのカウント数を差引いてネプツニウムの放射能濃度を求める。

- (3) 核種の半減期、 α 線エネルギー及び放出率を表 3.2.2-1 に示す。
- (4) 分析結果の出力例を図 3.2.2-1 に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.2-2～4 に示す。

表 3.2.2-1 核種の半減期、 α 線エネルギー及び放出率

核 種	半 減 期	エ ネ ル ギ ー (MeV)	放 出 率
U - 234	$2.4 \times 10^5 \text{ y}$	4.723 4.774	0.28 0.72
U - 235	$7.0 \times 10^8 \text{ y}$	4.364 4.396	0.11 0.55
U - 238	$4.5 \times 10^9 \text{ y}$	4.147 4.196	0.23 0.77
Np - 237	$2.1 \times 10^6 \text{ y}$	4.770 4.788	0.19 0.51
Pu - 238	$8.8 \times 10 \text{ y}$	5.457 5.499	0.28 0.72
Pu - 239	$2.4 \times 10^4 \text{ y}$	5.143 5.155	0.15 0.73
Pu - 240	$6.6 \times 10^3 \text{ y}$	5.123 5.168	0.27 0.73
Am - 241	$4.3 \times 10^2 \text{ y}$	5.443 5.486	0.13 0.85
Cm - 242	$1.6 \times 10^2 \text{ d}$	6.070 6.113	0.26 0.74
Cm - 244	$1.8 \times 10 \text{ y}$	5.763 5.805	0.23 0.77

RUN SALPHA

SPECTRUM INDEX(O FOR MCA):? 109
 LIBRARY :? 5
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO.109 SAMPLE NO.: A156303
 SAMPLE DESCRIPTION: 266V23
 REGION NO. 6 DETECTOR NO. 3 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 2.0E+01
 B.G. SPECTRUM NO. 3 SAMPLE DATE : 16-DEC-85
 LIBRARY NO. 5

ISOTOPE	ACTIVITY (UCI/ML)	ERR	COUNTS	B.G. COUNTS
NP237	6.44938E-02	1.36910E-03	59605	7
NP-ONLY	5.17993E-02	1.11120E-04	3911	3

EFFICIENCY 1.66520E+01 %
 B.G. COLLECT TIME: 30000. SEC
 COLLECT TIME: 3000. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS

FROM(CH) (KEV)	TO(CH) (KEV)	PEAK(CH) (KEV)	COUNTS	B.G.COUNTS
40.	61.		3911	3
4146.	4388.			
76.	105.		59605	7
4567.	4926.			

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA? N

*

図 3.2.2 - 1 分析結果の出力例

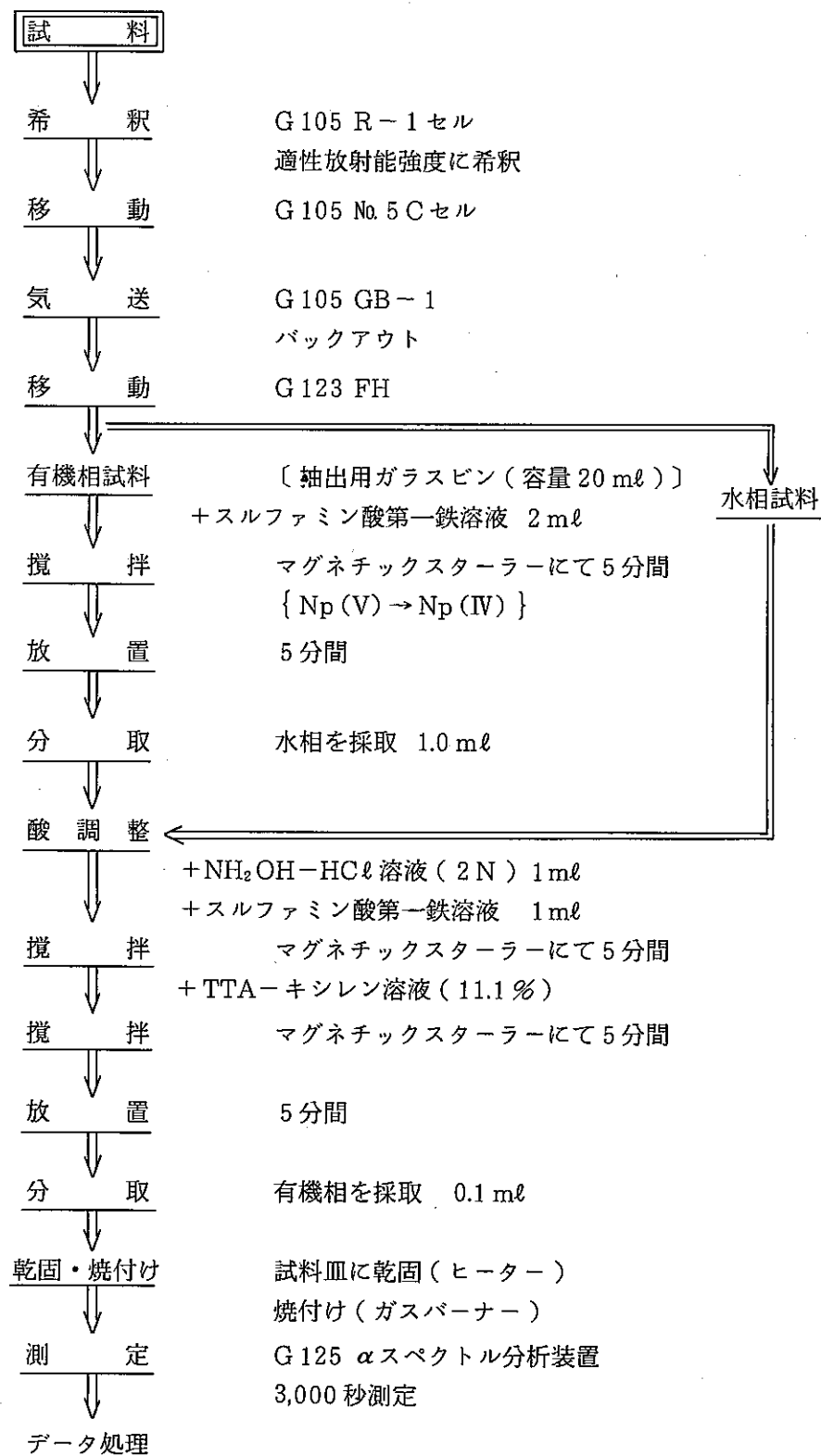


図 3.2.2-2 分析操作手順フローシート図 (HA, MA)

ネプツニウムの分析方法

(スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン油出-α線スペクトル測定法)

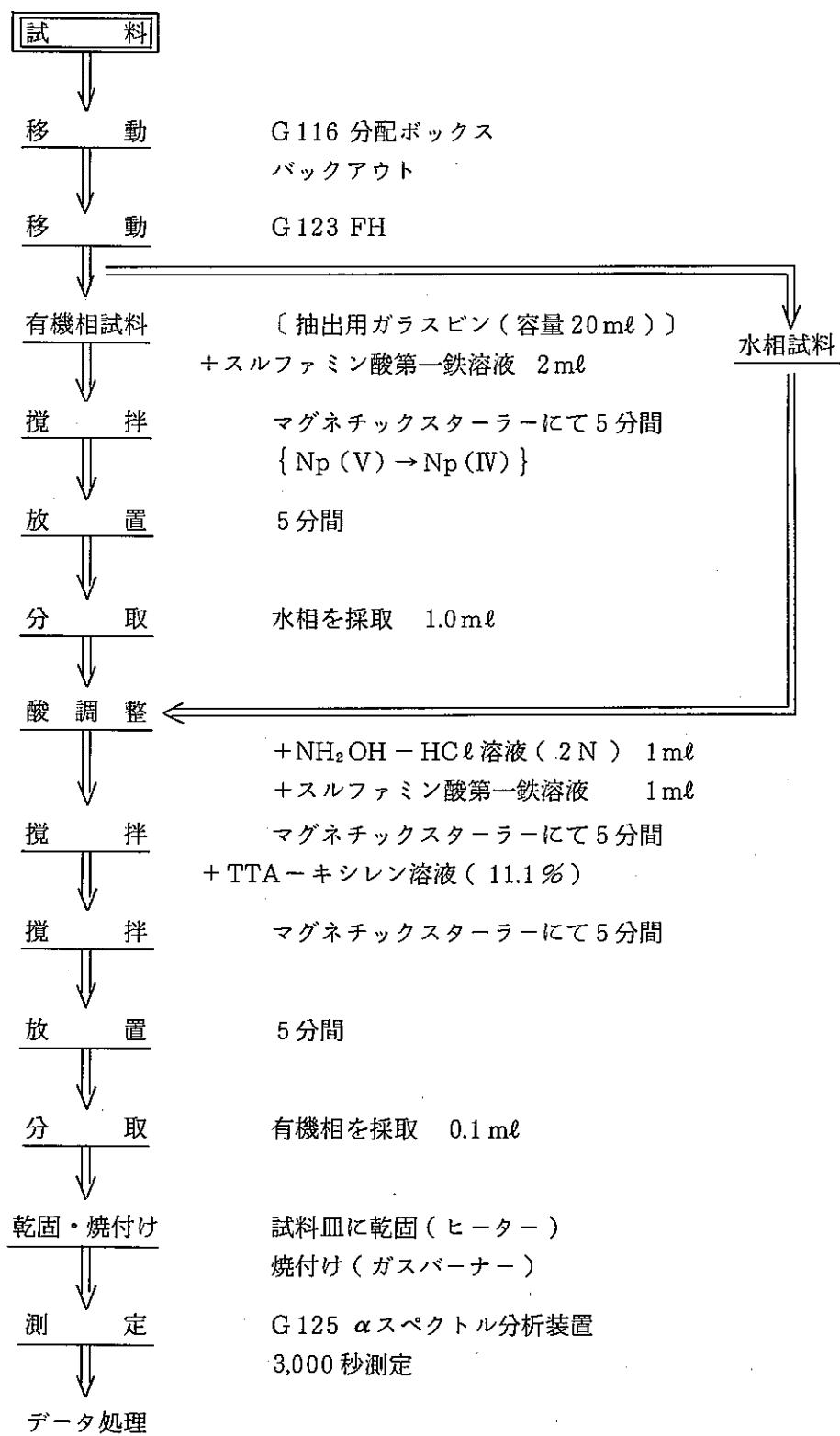


図 3.2.2 - 3 分析操作手順フローシート図 (LA)

ネプツニウムの分析方法

(スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出-α線スペクトル測定法)

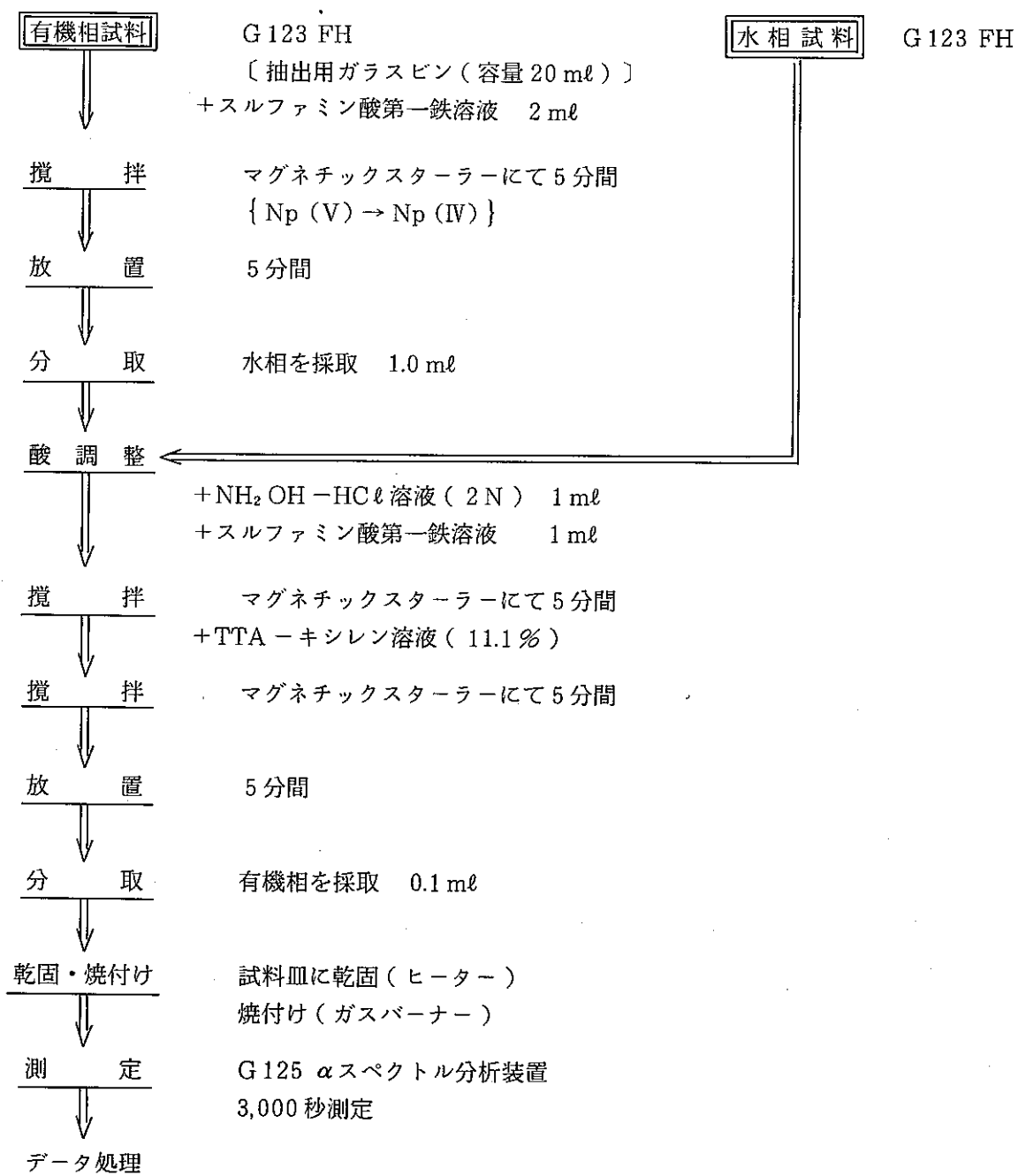


図 3.2.2-4 分析操作手順フローシート図（CB）

ネプツニウムの分析方法

（スルファミン酸第一鉄還元-TTA・キシレン抽出-α線スペクトル測定法）

3.2.3 三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法

(溶媒抽出- α 線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料を硝酸溶液とし、TTA-キシレン抽出(プルトニウム、ネプツニウム)およびTBP-ドデカン抽出除去(アメリシウム、キュリウム)により核種を分離し、Si検出器を用いた α 線スペクトル分析装置により測定し、非ウラン α 放射能を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程で製造される三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能(プルトニウム、ネプツニウム、アメリシウム及びキュリウム)の分析に適用する。適用範囲はプルトニウム、アメリシウム及びキュリウムについては2000dPm/g・U、ネプツニウムについては4000dpm/g・Uの試料に適用できる。

3. 試薬および装置

- | | |
|---------------------------|----------------------|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液(10%) | : 一般試薬の調製法 2.1.1 参照 |
| (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(2N) | : 一般試薬の調製法 2.1.4 参照 |
| (3) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(35%) | : 一般試薬の調製法 2.1.5 参照 |
| (4) 硝酸第二鉄溶液(3.5%) | : 一般試薬の調製法 2.1.12 参照 |
| (5) 硝酸溶液(1+9) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (6) 硝酸溶液(1+2) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (7) スルファミン酸第一鉄溶液 | : 一般試薬の調製法 2.1.16 参照 |
| (8) TTA-キシレン溶液(11.1%) | : 一般試薬の調製法 2.1.18 参照 |
| (9) TBP-n・ドデカン溶液(TBP 30%) | : 一般試薬の調製法 2.1.19 参照 |
| (10) 試料皿:SUS製, 直径25mm | |
| (11) α 線スペクトル分析装置 | |
| (12) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) ウラン濃度 200g/l, 硝酸濃度 1~2 N に調整した三酸化ウランの硝酸溶液 5 ml をビーカー (容量 50 ml) にホールピペットで正確に採取する。	(1) n = 2 で行なう。
(2) 硝酸第二鉄溶液 (3.5%) を 2 滴添加する。	
(3) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35%) を 2 滴添加する。	(3) プルトニウムは III 価に還元される。
(4) マグネチックスターラーで 5 分間攪拌する。	(4) ビーカーに時計皿をかぶせる。
(5) 亜硝酸ナトリウム溶液 (10%) を 10 滴加える。	(5) プルトニウムを IV 価に調整する。
(6) マグネチックスターラーで 10 分間攪拌する。	
(7) TTA - キシレン溶液 (11.1%) をホールピペットで 5 ml 添加する。	
(8) マグネチックスターラーで 15 分間攪拌する。	(8) プルトニウムを有機相に抽出する。
(9) 5 分間放置する。	(9) 水相と有機相の分離を良くする。
(10) 有機相 (TTA - キシレン相) から, 0.1 ml を試料皿に分取する。	(10) 水相はサンプリングしない。
(11) 試料皿をヒーターで蒸発乾固する。	(11) 突沸しないように温度を調節する。
(12) 試料皿をガスバーナーで焼付ける。	(12) 赤熱するまで焼付ける。
(13) 解析に使用するため, (1) で採取した試料に Pu トレーサーを添加し, 以下 (12) まで同様に操作する。	
〔測定〕	
(14) 検出器 1 の真空チェンバー内に Pu トレーサーを添加した試料皿をセットし, 検出器内を真空引きする。	(14) 予め真空ポンプを作動しておく。
(15) 高圧電源により検出器 1 に 100 V を印加する。	(15) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。
(16) マルチチャンネルアナライザー (MCA) の FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押す, 更に 2 1 STORE YES キーを押す。	(16) 測定ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 2 となる。) UNIT # は次表に示すように MEMORY REGION 及び検出器に対応している。

UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4
MEMORY REGION	4	5	6	7
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4

操 作 手 順	備 考
(17) CLEAR キーと DATA キーを同時に押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(17) UNIT # 2.1 の内容が消去される。
(18) COLLECT 2 . 1 STORE YES キーを押す。通常は3,000 秒測定を行う。	(18) UNIT # 2.1 の測定が開始し、 COLLECT ランプが点灯する。
(19) 検出器 2, 3 及び 4 を使用する時は (14)~(18) を繰り返す。UNIT # は各々、2.2, 2.3, 2.4 となる。 以下、検出器 1 について記述する。	
(20) 測定終了。	(20) COLLECT ランプが消灯する。
(21) XFER 2 STORE YES キーを押す。	(21) 測定したデータが UNIT # 1 に転送される。転送は UNIT # 2.1 ~ 2.4 まで同時に行なわれ、個別に転送することはできない。
(22) FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押す、更に 1 . 1 STORE YES キーを押す。	(22) データ処理ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 1 となる。)
(23) HOME キーを押す。	(23) カーソルが CRT の両端に移動する。
(24) INTENS キーを押す。	(24) INTENS ランプが点灯し、ROI の設定、消去が可能となる。既に ROI が設定されていれば CRT の ROI 設定領域が明るくなる。
(25) CLEAR ROI キーを押す。	(25) 設定された ROI があれば消去される。
(26) LEFT CURSOR キーを押す、カーソル移動ボタンを押して、左カーソルを添加した Pu トレーサのピークの開始チャンネルに移動する。	(26) LEFT CURSOR ランプが点灯し、カーソル移動ボタンにより、左カーソルの移動が可能になる。
(27) LEFT CURSOR キーを押す。	(27) LEFT CURSOR ランプが消灯する。
(28) RIGHT CURSOR キーを押す、カーソル移動ボタンを押して、右カーソルを添加した Pu トレーサのピークの終了チャンネルに移動する。	(28) RIGHT CURSOR ランプが点灯し、右カーソルの移動が可能になる。
(29) RIGHT CURSOR キーを押す。	(29) RIGHT CURSOR ランプが消灯する。
(30) ENTER ROI キーを押す。	(30) カーソルではさんだ領域に ROI が設定される。
(31) HOME キーを押す。	
(32) INTENS キーを押す。	(32) INTENS ランプが消灯し、ROI 設定されて明るくなった領域が通常の明るさに戻る。

操 作 手 順	備 考
① SPECTRUM INDEX(0 FOR MCA):? 1 RET	① 1～240のインデックスナンバー (0を入力するとMCAにあるスペクトルがデータ処理される。)
② LIBRALY:? 2 RET	
③ URANIUM VOLUME (GU/ML):? 0.2000 RET	③ (1)で調整したウラン溶液の濃度。 gU/ml で入力。
④ AUTOMATIC PEAK SERCH:? N RET	④ PUTMCAでROIを設定したピークに関するデータ処理なのでNを入力する。
⑤ DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA:? N RET	⑤ 分析結果を保存する場合はY, 保存しない場合はNと入力する。
(42) データ処理が終了すると*がTTYに出力される。	出力例は図 3.2.3 - 1 参照。

4.2 ネプツニウムの分析

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) ウラン濃度 200g/l, 硝酸濃度 1～2 Nに調整した三酸化ウランの硝酸溶液をホールピペットでビーカー(容量 50 ml)に正確に 5 ml採取する。	(1) n = 2で行なう。
(2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(2 N)を4滴加える。	(2) プルトニウムをⅢ価に還元する。
(3) スルファミン酸第一鉄溶液を 1 ml加える。	(3) ネプツニウムをⅣ価に還元する。
(4) マグネチックスターラーで 5 分間攪拌する。	(4) ビーカーに時計皿をかぶせる。
(5) TTA-キシレン溶液(11.1%)を正確に 2.5 ml加える。	(5) ネプツニウムをTTA-キシレン相に抽出する。
(6) マグネチックスターラーで 15 分間攪拌する。	
(7) 5 分間放置する。	(7) 水相と有機相との分離を良くする。
(8) 有機相(TTA-キシレン相)を試料瓶に採取する。	(8) 水相は採取しないこと。
(9) (5)～(8)をもう一度繰返す。	
(10) 有機相から試料皿に 0.1 ml採取する。	
(11) ヒーターで試料皿を乾固する。	(11) 突沸しないように温度を調節する。
(12) 試料皿をガスバーナーで赤熱するまで焼付ける。	
(13) 解析に使用するため(1)で採取した試料に Npトレーサーを添加し、以下(12)まで同様に操作する。	

操 作 手 順	備 考															
〔 測 定 〕 (14) 検出器 1 の真空チェンバー内にNpトレーサーを添加した試料皿をセットし、検出器内を真空引きする。 (15) 高圧電源により検出器 1 に 100V を印加する。 (16) マルチチャンネルアナライザー(MCA)の FUNCTION スイッチを STATUS にして [SELECT] キーを押し、更に [2][.][1] [STORE] [YES] キーを押す。	(14) 予め真空ポンプを作動しておく。 (15) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。 (16) 測定ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 2 となる。) UNIT # は次表に示すように MEMO - RY REGION 及び検出器に対応している。															
<table><tr><td>UNIT #</td><td>2. 1</td><td>2. 2</td><td>2. 3</td><td>2. 4</td></tr><tr><td>MEMORY REGION</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td></tr><tr><td>検 出 器 (DETECTOR)</td><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td></tr></table>		UNIT #	2. 1	2. 2	2. 3	2. 4	MEMORY REGION	4	5	6	7	検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4
UNIT #	2. 1	2. 2	2. 3	2. 4												
MEMORY REGION	4	5	6	7												
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4												
(17) [CLEAR] キーと [DATA] キーを同時に押し、更に [2][.][1] [STORE] [YES] キーを押す。 (18) [COLLECT] [2][.][1] [STORE] [YES] キーを押す。通常は 3,000 秒測定を行う。 (19) 検出器 2, 3 及び 4 を使用する時は (14) ~ (18) を繰り返す。UNIT # は各々、2. 2, 2. 3, 2. 4 となる。 以下検出器 1 について記述する。 (20) 測定終了。 (21) [XFER] [2] [STORE] [YES] キーを押す。 (22) FUNCTION スイッチを STATUS にして [SELECT] キーを押し、更に [1][.][1] [STORE] [YES] キーを押す。 (23) [HOME] キーを押す。 (24) [INTENS] キーを押す。	(17) UNIT # 2. 1 の内容が消去される。 (18) UNIT # 2. 1 の測定が開始し、[COLLET] ランプが点灯する。 (20) [COLLECT] ランプが消灯する。 (21) 測定したデータが UNIT # 1 に転送される。転送は UNIT # 2. 1 ~ 2. 4 まで同時にこなわれ、個別に転送することはできない。 (22) データ処理ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 1 となる。) (23) カーソルが CRT の両端に移動する。 (24) [INTENS] ランプが点灯し、ROI の設定、消去が可能となる。既に ROI が設定されていれば CRT の ROI 設定領域が明るくなる。															

操 作 手 順	備 考
(25) CLEAR ROI キーを押す。	(25) 設定された ROI があれば消去される。
(26) LEFT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、左カーソルを添加した Np トレーサーのピークの開始チャンネルに移動する。	(26) LEFT CURSOR ランプが点灯し、カーソル移動ボタンにより、左カーソルの移動が可能になる。
(27) LEFT CURSOR キーを押す。	(27) LEFT CURSOR ランプが消灯する。
(28) RIGHT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、右カーソルを添加した Np トレーサーのピークの終了チャンネルに移動する。	(28) RIGHT CURSOR ランプが点灯し、右カーソルの移動が可能になる。
(29) RIGHT CURSOR キーを押す。	(29) RIGHT CURSOR ランプが消灯する。
(30) ENTER ROI キーを押す。	(30) カーソルではさんだ領域に ROI が設定される。
(31) HOME キーを押す。	
(32) INTENS キーを押す。	(32) INTENS ランプが消灯し、ROI 設定されて明るくなった領域が通常の明るさに戻る。
(33) 検出器 1 の印加電圧をゼロにする	(33) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。
(34) トレーサーを添加しない試料皿を、検出器 1 の真空チェンバー内にセットし、検出器内を真空引きする。	
(35) (15)～(23)を繰返す。	
(36) (24)～(32)の操作により、Np トレーサーのピークに設定した ROI 領域と同じ領域に ROI を設定する。	(36) INTENS キーを押し、先に設定した Np の ROI 領域が消去されていなければこの操作は省略できる。
(37) 他にピークが認められる場合は(24)～(32)の操作により ROI を設定する。	(37) 特に U-238 のピークに注意すること。 (注)
〔データ処理〕	
(38) コンソールタイプライタ(以下、TTYと言う)で RUN (スペースキー) PUTMCA RETURN (以下 RET と言う)と打つ。	(38) データ処理部へのデータ転送プログラムの起動。
(39) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例)	(39) 各パラメータ入力後、データ処理部へデータが転送される。
① BACK GROUND SPECTRUM: ? N RET	① 試料なので N
② SPECTRUM INDEX: ? <u>1</u> RET	② 1～240 までの番号

4.3 アメリシウムとキュリウムの分析

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) ウラン濃度 200g/l, 硝酸濃度 4.7 N に調整した三酸化ウランの硝酸溶液を分液ロート (容量 25ml) にホールピペットで正確に 5 ml 採取する。	(1) $n = 2$ で分析を行なう。
(2) TBP-n・ドデカン (TBP 30%) を 10ml 添加する。	
(3) シューカーで 5 分間撹拌する。	(3) ウラン溶液がもれないようにシューカーに取付ける。
(4) 5 分間放置する。	(4) 水相と有機相の分離を良くする。
(5) 水相を別の分液ロートに移す。	(5) 有機相は廃液貯蔵瓶に捨てる。
(6) TBP-n・ドデカン (TBP 30%) を 10ml 添加する。	
(7) シューカーで 5 分間撹拌する。	
(8) 5 分間放置する。	
(9) 水相をポリ瓶 (容量 20ml) に採取し、そこから試料皿に 0.1ml 採取する。	
(10) 試料皿をヒーターで蒸発乾固させる。	(10) 突沸しないように温度を調節する。
(11) 試料皿をガスバーナーで赤熱するまで焼付ける。	
(12) 解析に使用するため(1)で採取した試料に Am と Cm のトレーサーを添加し、以下(11)まで同様に操作する。	
〔測定〕	
(13) 検出器 1 の真空チェンバー内に Am と Cm のトレーサーを添加した試料皿をセットし、検出器内を真空引きする。	(13) 予め真空ポンプを作動しておく。
(14) 高圧電源により検出器 1 に 100V を印加する。	(14) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。
(15) マルチチャンネルアナライザ (MCA) の FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(15) 測定ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 2 となる。) UNIT# は次表に示すように MEMORY REGION 及び検出器に対応している。

UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4
MEMORY REGION	4	5	6	7
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4

操 作 手 順	備 考
(16) CLEAR キーと DATA キーを同時に押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(16) UNIT # 2.1 の内容が消去される。
(17) COLLECT 2 . 1 STORE YES キーを押す。通常は 3,000 秒測定を行う。	(17) UNIT # 2.1 の測定が開始し、 COLLECT ランプが点灯する。
(18) 検出器 2, 3 及び 4 を使用する時は (14) ~ (18) を繰り返す。UNIT # は各々, 2.2, 2.3, 2.4 となる。 以下検出器 1 について記述する。	
(19) 測定終了。	(19) COLLECT ランプが消灯する。
(20) XFER 2 STORE YES キーを押す。	(20) 測定したデータが UNIT # に転送される。転送は UNIT # 2.1 ~ 2.4 まで同時に行なわれ、個別に転送することはできない。
(21) FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT キーを押す、更に 1 . 1 STORE YES キーを押す。	(21) データ処理ユニットへの切換え (CRT の表示が UNIT # 1 となる。)
(22) HOME キーを押す。	(22) カーソルが CRT の両端に移動する。
(23) INTENS キーを押す。	(23) INTENS ランプが点灯し、ROI 設定、消去が可能となる。既に ROI が設定されていれば CRT の ROI 設定領域が明るくなる。
(24) CLEAR ROI キーを押す。	(24) 設定された ROI があれば消去される。
(25) LEFT CURSOR キーを押す、カーソル移動ボタンを押して、左カーソルを添加した Am トレーサーのピークの開始チャンネルに移動する。	(25) LEFT CURSOR ランプが点灯し、カーソル移動ボタンにより、左カーソルの移動が可能になる。
(26) LEFT CURSOR キーを押す。	(26) LEFT CURSOR ランプが消灯する。
(27) RIGHT CURSOR キーを押す、カーソル移動ボタンを押して、右カーソルを添加した Am トレーサーのピークの終了チャンネルに移動する。	(27) RIGHT CURSOR ランプが点灯し、右カーソルの移動が可能になる。
(28) RIGHT CURSOR キーを押す。	(28) RIGHT CURSOR ランプが消灯する。
(29) ENTER ROI キーを押す。	(29) カーソルではさんだ領域に ROI が設定される。
(30) HOME キーを押す。	
(31) (25) ~ (30) の操作により、添加した Cm トレーサーのピークに ROI を設定する。	

操 作 手 順	備 考
(40) TTYでRUN $\square$ SALPHA $\square$ RET と打つ。	(40) データ処理部のデータ処理プログラムの起動。
(41) 各パラメータを入力する。	(41) ①～④の各パラメータ入力後データ処理が開始し、分析結果及び④が出力される。
① SPECTRUM INDEX (0 FOR MCA) : ? 1 $\square$ RET	① 1 ～ 240 のインデックスナンバー (0 を入力するとMCAにあるスペクトルがデータ処理される。)
② LIBRARY : ? 3 $\square$ RET	
③ URANIUM VOLUME (GU / ML) : ? 0.2000 $\square$ RET	③ (1)で調整したウラン溶液の濃度, gU / ml で入力。
④ AUTOMATIC PEAK SERCH : ? N $\square$ RET	④ PUTMCAでROIを設定したピークに関するデータ処理なのでNを入力する。
⑤ DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA ? N $\square$ RET	⑤ 分析結果を保存する場合はY, 保存しない場合はNと入力する。
(42) データ処理が終了すると*がTTYに出力される。	(42) 出力例は図 3.2.3 - 3 参照。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-24を参考にして作成した。
- (2) 核種の半減期、 α 線エネルギー及び放出率を表3.2.3-1に示す。
- (3) 分析結果の出力例を図3.2.3-1～3に示す。
- (4) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.2.3-4～6に示す。

表 3.2.3 - 1 核種の半減期, α 線エネルギーと放出率

核 種	半 減 期	エ ネ ル ギ ー (MeV)	放 出 率
U - 234	$2.4 \times 10^5 \text{ y}$	4.723 4.774	0.28 0.72
U - 235	$7.0 \times 10^8 \text{ y}$	4.364 4.396	0.11 0.55
U - 238	$4.5 \times 10^9 \text{ y}$	4.147 4.196	0.23 0.77
Np - 237	$2.1 \times 10^6 \text{ y}$	4.770 4.788	0.19 0.51
Pu - 238	$8.8 \times 10 \text{ y}$	5.457 5.499	0.28 0.72
Pu - 239	$2.4 \times 10^4 \text{ y}$	5.143 5.155	0.15 0.73
Pu - 240	$6.6 \times 10^3 \text{ y}$	5.123 5.168	0.27 0.73
Am - 241	$4.3 \times 10^2 \text{ y}$	5.443 5.486	0.13 0.85
Cm - 242	$1.6 \times 10^2 \text{ d}$	6.070 6.113	0.26 0.74
Cm - 244	$1.8 \times 10 \text{ y}$	5.763 5.805	0.23 0.77

*RUN. SALPHA

SPECTRUM INDEX(O FOR MCA):? 133
 LIBRARY :? 2
 URANIUM VOLUME (GU/ML):? 0.2000
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO.133 SAMPLE NO.: A156303
 SAMPLE DESCRIPTION: UO3 NO.16 PU
 REGION NO. 6 DETECTOR NO. 3 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 4.0E+00 URANIUM VOLUME 0.20(GU/ML)
 B.G. SPECTRUM NO. 3 SAMPLE DATE : 25-DEC-05
 LIBRARY NO. 2

ISOTOPE	ACTIVITY (DFM/GU)	ERR	COUNTS	B.G. COUNTS
PU239	4.09219E+05	1.02477E+04	203662.	2.
PU238	1.22584E+06	2.55913E+04	510319.	10.

EFFICIENCY 1.66520E+01 %
 D.G. COLLECT TIME: 30000. SEC
 COLLECT TIME: 3000. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS

FROM(CH) (KEV)	TO(CH) (KEV)	PEAK(CH) (KEV)	COUNTS	B.G.COUNTS
105. 4926.	130. 5250.		203662.	2.
133. 5290.	158. 5629.		510319.	10.

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA?

*

図 3.2.3 - 1 分析結果の出力例 (プルトニウム)

RUN SALPHA

SPECTRUM INDEX(0 FOR MCA):? 109
 LIBRARY :? 4
 URANIUM VOLUME (GU/ML):? 0.2021
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO.109 SAMPLE NO.: A156303
 SAMPLE DESCRIPTION: UO3 NO.16 NP-1
 REGION NO. 6 DETECTOR NO. 3 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 4.0E+00 URANIUM VOLUME 0.20(GU/ML)
 B.G. SPECTRUM NO. 3 SAMPLE DATE : 16-DEC-85
 LIBRARY NO. 4

.....
 ISOTOPE ACTIVITY (DPH/GU) ERR COUNTS B.G. COUNTS
 NP237 9.36598E+02 5.10591E+01 394. 0.
 NP-ONLY 3.02612E+02 5.57410E+01 89. 1.

EFFICIENCY 1.66520E+01 %
 B.G. COLLECT TIME: 30000. SEC
 COLLECT TIME: 3000. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS
 FROM(CH) TO(CH) PEAK(CH) COUNTS B.G.COUNTS
 (KEV) (KEV) (KEV)
 40. 61. 89. 1.
 4146. 4398.
 76. 105. 394. 0.
 4567. 4926.

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA?

*

図 3.2.3 - 2 分析結果の出力例 (ネプツニウム)

*RUN SALPHA

SPECTRUM INDEX(0 FOR HCA):? 132
 LIBRARY :? 3
 URANIUM VOLUME (GU/ML):? 0.2021
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO.132 SAMPLE NO.: A156303
 SAMPLE DESCRIPTION: UO3 NO.16 AM,CH-2
 REGION NO. 7 DETECTOR NO. 4 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 1.0E+01 URANIUM VOLUME 0.20(GU/ML)
 B.G. SPECTRUM NO. 4 SAMPLE DATE : 25-DEC-85
 LIBRARY NO. 3

ISOTOPE	ACTIVITY (DPM/GU)	ERR	COUNTS	B.G. COUNTS
AM241	4.98523E+02	5.68831E+01	83.	17.
CM244	1.83957E+02	3.38049E+01	30.	0.

EFFICIENCY 1.61387E+01 %
 B.G. COLLECT TIME: 30000. SEC
 COLLECT TIME: 3000. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS

FROM(CH) (KEV)	TO(CH) (KEV)	PEAK(CH) (KEV)	COUNTS	B.G. COUNTS
134. 5296.	155. 5579.		83.	17.
158. 5621.	175. 5858.		30.	0.

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA?

*

図 3.2.3 - 3 分析結果の出力例 (アメリシウム, キュリウム)

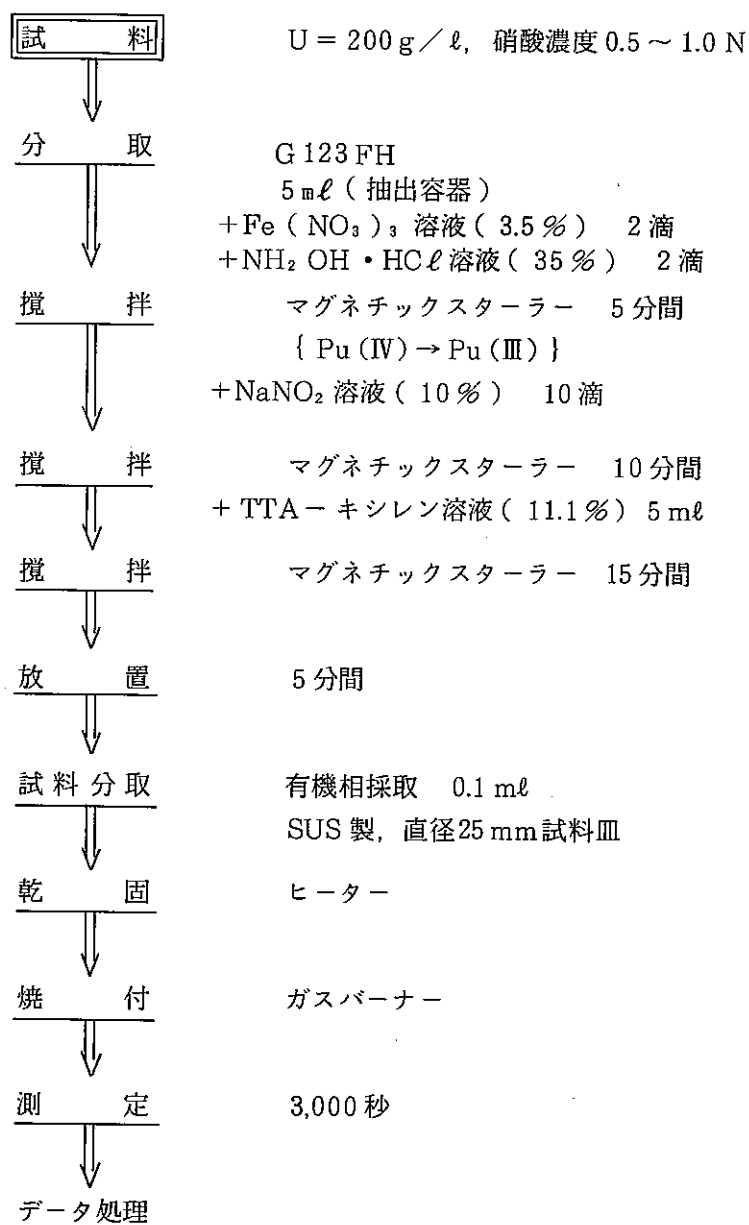


図 3.2.3-4 分析操作手順フローシート図 (プルトニウム)

三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法(溶媒抽出 - α 線スペクトル測定法)

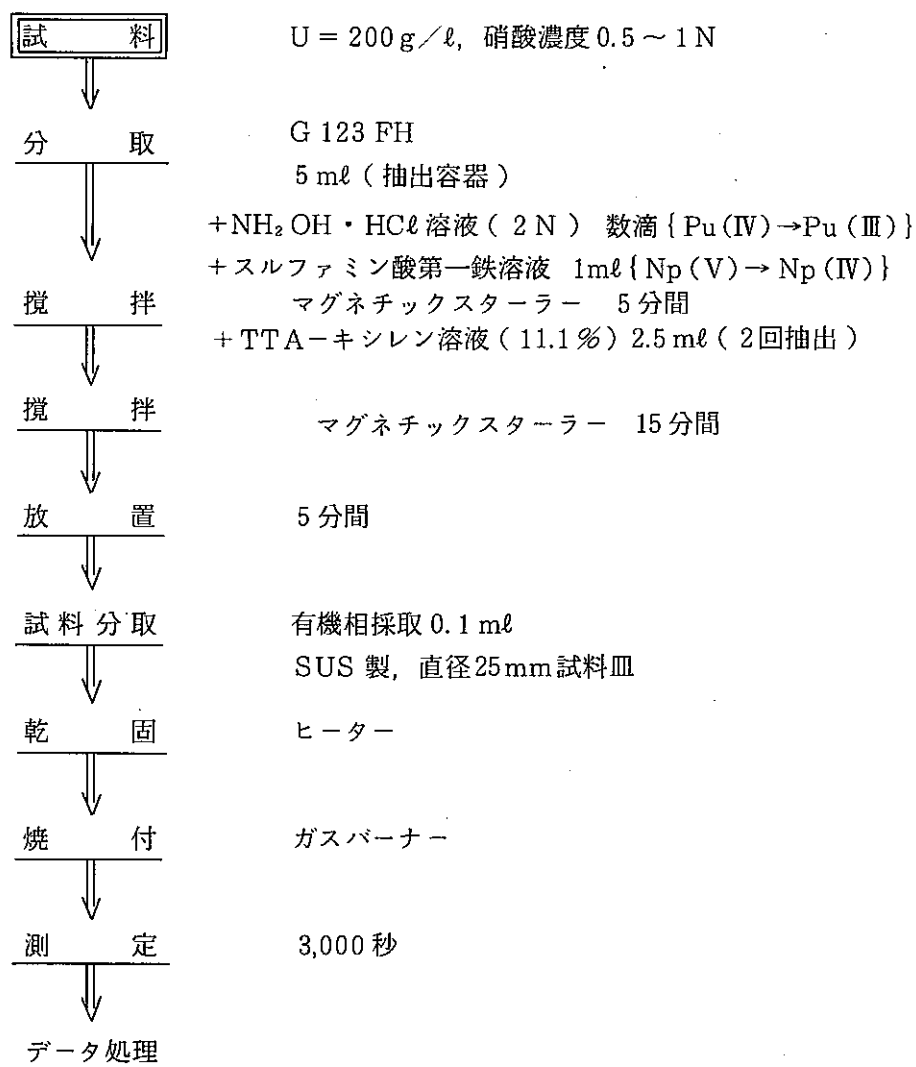


図 3.2.3-5 分析操作手順フローシート図 (ネプツニウム)

三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法(溶媒抽出- α 線スペクトル測定法)

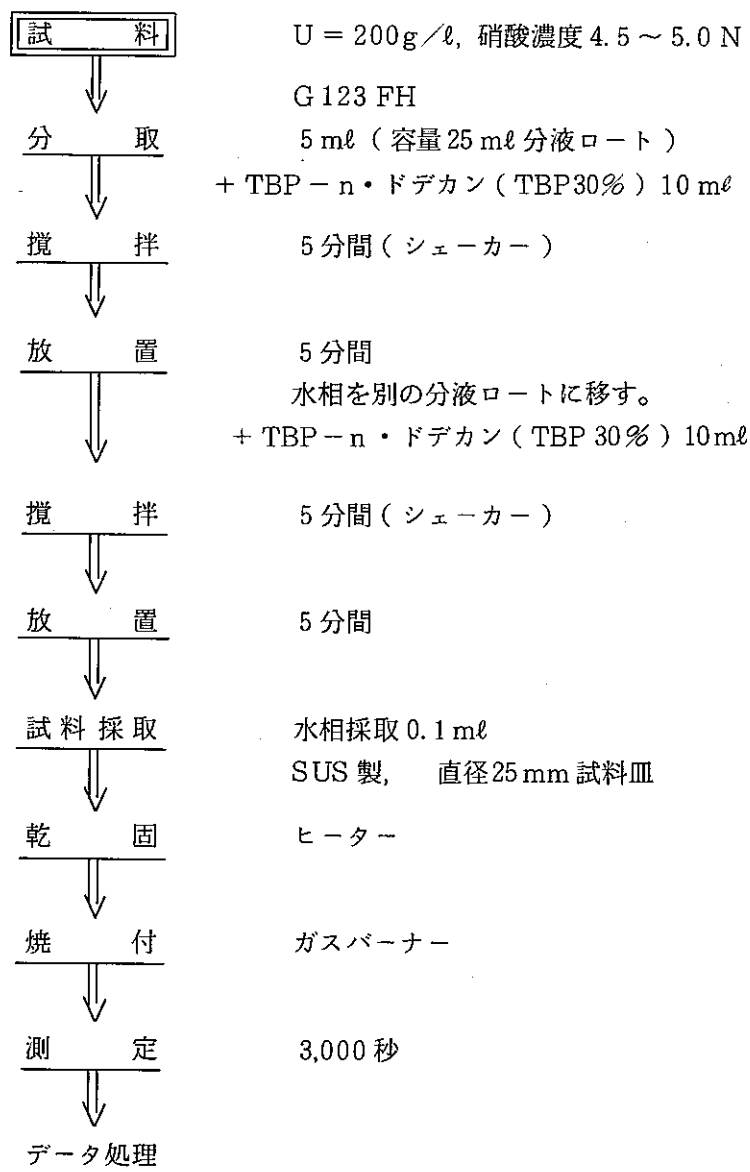


図 3.2.3-6 分析操作手順フローシート図 (アメリシウム, キュリウム)

三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法
(溶媒抽出- α 線スペクトル測定法)

3.2.4 プルトニウム同位体比の分析方法

(α線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料から放出されるα線をSi検出器を用いたα線スペクトル分析装置により測定し、プルトニウム同位体比を分析する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程における、溶解液及び硝酸プルトニウム溶液について、分析課計量グループにてイオン交換分離・精製されたプルトニウムの同位体比分析に適用する。

3. 試薬及び装置

- (1) 硝酸溶液 (1 + 13) : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照
- (2) 試料皿 : SUS製, 直径25mm
- (3) α線スペクトル分析装置
- (4) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 試 料 調 整 〕	
(1) バイアルビンに乾固された試料を硝酸溶液 (1 + 13) 25 μlで溶解する。(フュームフード中で行う。)	
(2) 溶解した試料1滴を試料皿の中央に滴下する。	
(3) ヒーターで蒸発乾固する。	
(4) ガスバーナーで試料皿を赤熱状態で約15秒間加熱する。	
〔 測 定 〕	
(5) 検出器1の真空チェンバー内に試料皿をセットし、検出器内を真空引きする。	(5) 予め真空ポンプを作動しておく。
(6) 高圧電源により検出器1に100Vを印加する。	(6) 試料皿交換時は電圧をゼロにすること。
(7) マルチチャンネルアナライザー (MCA) の FUNCTION スイッチを STATUS にして SELECT	(7) 測定ユニットへの切換え (CRTの表示が UNIT #2 となる。)

操 作 手 順	備 考															
キーを押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	UNIT #は次表に示すように MEMO- RY REGION 及び検出器に対応して いる。															
<table><tr><td>UNIT #</td><td>2.1</td><td>2.2</td><td>2.3</td><td>2.4</td></tr><tr><td>MEMORY REGION</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td></tr><tr><td>検 出 器 (DETECTOR)</td><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td></tr></table>	UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4	MEMORY REGION	4	5	6	7	検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4	
UNIT #	2.1	2.2	2.3	2.4												
MEMORY REGION	4	5	6	7												
検 出 器 (DETECTOR)	1	2	3	4												
(8) CLEAR キーと DATA キーを同時に押し、更に 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(8) UNIT# 2.1 の内容が消去される。															
(9) COLLECT 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(9) UNIT# 2.1 の測定が開始し、 COLLECT ランプが点灯する。															
(10) LEFT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、最大ピークのピークトップにカーソルを移動する。	(10) LEFT CURSOR ランプが点灯し、 左カーソルの使用が可能となる。															
(11) LEFT CURSOR キーを押す。	(11) LEFT CURSOR ランプが消灯する。															
(12) ピークトップのカウント数が500カウントを越えたら、 COLLECT 2 . 1 STORE YES キーを押す。	(12) COLLECT ランプが消灯し、測定が 終了する。															
(13) 検出器 2, 3 及び 4 を使用する時は(15)~(22)を繰り返す。UNIT #は各々 2.2, 2.3, 2.4 となる。 以下検出器 1 について記述する。																
(14) XFER 2 STORE YES キーを押す。	(14) 測定したデータがUNIT # 1 に転送さ れる。転送はUNIT# 2.1 ~ 2.4 まで同 時に行われ、個別に転送することはでき ない。															
(15) FUNCTION スイッチをSTATUSにして SELECT キーを押し、更に 1 . 1 STORE YES キーを押す。	(15) データ処理ユニットへの切換え(CRT の表示がUNIT # 1 となる。)															
(16) HOME キーを押す。	(16) カーソルがCRT の両端に移動する。															
(17) INTENS キーを押す。	(17) INTENS ランプが点灯し ROI の設 定、消去が可能となり、既に ROI が設定 されていればCRTのROI 設定領域が明 るくなる。															

操 作 手 順	備 考
(18) CLEAR ROI キーを押す。 (19) LEFT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、左カーソルを$^{239}\text{Pu} + ^{240}\text{Pu}$のピークの開始チャンネルに移動する。 (20) LEFT CURSOR キーを押す。 (21) RIGHT CURSOR キーを押し、カーソル移動ボタンを押して、右カーソルを$^{239}\text{Pu} + ^{240}\text{Pu}$のピークの終了チャンネルに移動する。 (22) RIGHT CURSOR キーを押す。 (23) ENTER ROI キーを押す。 (24) (20)～(23)の操作により^{238}PuのピークにROIを設定する。ただし、$^{239}\text{Pu} + ^{240}\text{Pu}$ピークのROI領域と$^{238}\text{Pu}$ピークのROI領域の間隔は1チャンネル以上あけること。 (25) INTENS キーを押す。 (26) HOME キーを押す。	(18) 設定されたROIがあれば消去される。 (23) カーソルではさんだ領域にROIが設定される。 (24) 1チャンネルの間隔がないと1本のROI領域となる。 (25) INTENS ランプが消灯し、ROI領域の明るさが通常に戻る。
〔データ処理〕 (27) コンソールタイプライタ(以下、TTYと言う)で RUN (スペースキー) PUTMCA RETURN (以下、RETと言う)と打つ。 (28) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① BACK GROUND SPECTRUM : ? <u>N</u> RET ② SPECTRUM INDEX : ? <u>1</u> RET ③ MEMORY REGION : ? <u>4</u> RET ④ DETECTOR : ? <u>1</u> RET ⑤ GEOMETRY : ? <u>1</u> RET ⑥ DILUTION FACTOR : ? <u>1</u> RET ⑦ B.G. SPECTRUM NO. : <u>1</u>	(27) データ処理部へのデータ転送プログラムの起動。 (28) 各パラメータ入力後、データ処理部へデータが転送される。 ① 試料なので N ② 1～240までのインデックナンバー ③, ④ DETECTOR 1の場合 MEMORY REGIONは4 ⑥ 同位体比分析なので希釈倍率は関係ないが、プログラムの都合上0以外の数値を入力する。 ⑦ ④に対応して出力される。

(6) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.2.4-2 に示す。

表 3.2.4-1 核種の半減期, α 線エネルギーと放出率

核 種	半 減 期	エ ネ ル ギ ー (MeV)	放 出 率
U - 234	$2.4 \times 10^5 \text{ y}$	4.723 4.774	0.28 0.72
U - 235	$7.0 \times 10^8 \text{ y}$	4.364 4.396	0.11 0.55
U - 238	$4.5 \times 10^9 \text{ y}$	4.147 4.196	0.23 0.77
Np - 237	$2.1 \times 10^6 \text{ y}$	4.770 4.788	0.19 0.51
Pu - 238	$8.8 \times 10 \text{ y}$	5.457 5.499	0.28 0.72
Pu - 239	$2.4 \times 10^4 \text{ y}$	5.143 5.155	0.15 0.73
Pu - 240	$6.6 \times 10^3 \text{ y}$	5.123 5.168	0.27 0.73
Am - 241	$4.3 \times 10^2 \text{ y}$	5.443 5.486	0.13 0.85
Cm - 242	$1.6 \times 10^2 \text{ d}$	6.070 6.113	0.26 0.74
Cm - 244	$1.8 \times 10 \text{ y}$	5.763 5.805	0.23 0.77

*RUN SALPHA

SPECTRUM INDEX(O FOR HCA):? 47
 LIBRARY :? 6
 AUTOMATIC PEAK SERCH ? N

.....
 SPECTRUM INDEX NO. 47 SAMPLE NO.: S001055
 SAMPLE DESCRIPTION: HOX SAMPLE PU RATIO
 REGION NO. 5 DETECTOR NO. 2 GEOMETRY NO. 1
 DILUTION FACTOR 1.0E+00
 B.G. SPECTRUM NO. 2 SAMPLE DATE : 1-NOV-85
 LIBRARY NO. 6

ISOTOPE	COUNTS	B.G. COUNTS
PU238	16980.	423.
PU239	11676.	856.

EFFICIENCY 5.22458E+00 %
 B.G. COLLECT TIME: 12016. SEC

PU-238/PU-(239,240) RATIO = 1.45444E+00
 COLLECT TIME: 29. SEC

.....
 PEAKS REPORT U - UNDEFINED PEAKS

FROM(CH) (KEV)	TO(CH) (KEV)	PEAK(CH) (KEV)	COUNTS	B.G. COUNTS
70. 4816.	75. 5206.		11676.	856.
96. 5221.	121. 5595.		16980.	423.

NO UNDEFINED PEAK

DO YOU WISH TO SAVE ANALYZED DATA? N

*

図 3.2.4 - 1 分析結果の出力例

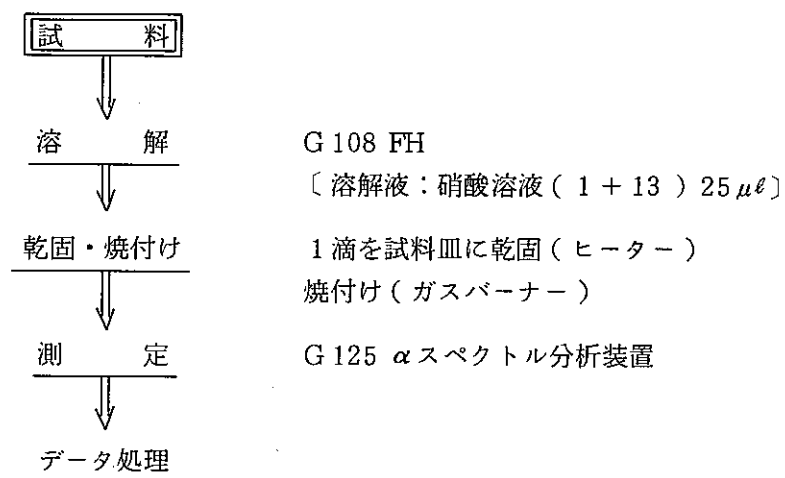


図 3.2.4 - 2 分析操作手順フローシート

プルトニウム同位体比の分析方法
（ α 線スペクトル測定法）

3.2.5 焼却灰中のプルトニウムの分析方法

(TTA・キシレン抽出- α 線計測法)

1. 要 旨

試料を電気炉で灰化したのち、硝酸を加え溶解する。溶解液に硝酸第二鉄、塩酸ヒドロキシルアミンを加えプルトニウムを三価に還元したのち、亜硝酸ナトリウムを加え四価に調整する。

TTA・キシレンでプルトニウムを抽出し有機相を試料皿に焼付け、 α 線計測法によりプルトニウムを定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工場廃棄物処理工程から発生する焼却灰中の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として $1 \times 10^{-3} \mu\text{Ci/g}$ の試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-----------------------------|------------------------|
| (1) 亜硝酸ナトリウム溶液 (10%) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 1 参照 |
| (2) 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (35%) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 5 参照 |
| (3) 硝酸第二鉄溶液 (3.5%) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 12 参照 |
| (4) 硝酸溶液 (1 + 13) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 13 参照 |
| (5) TTA・キシレン溶液 (11.1%) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 18 参照 |
| (6) 試料皿: SUS製 1 in ϕ 皿 | |
| (7) 抽出容器: ガラス製 20 ml | |
| (8) 加熱装置(A) … エピラディアツール | |
| (B) … ガスバーナ | |
| (9) 抽出器 | |
| (10) α 線計測装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料 2 ～ 5 g をあらかじめ秤量した磁製ルツボ (容量 30 ml) に秤りとり。	
(2) 直示平秤により、0.01g まで秤量する。	(2) 試料採取量(g) = (試料 + ルツボ) - (ルツボ)

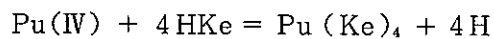
操 作 手 順	備 考
(3) 試料を電気炉に入れ800℃で約2時間灰化する。	(3) 試料中に炭化物の黒片が混入していない場合は灰化操作を省いてもよい。
(4) 放冷後、コニカルビーカー(300ml)に試料を移し、硝酸溶液(1+3)20mlを加えホットプレート上で加温溶解する。	(4) 試料の移し換えはヒュームフード内で行う。
(5) 放冷後、試料溶液をろ紙(No.5C直径12.5cm)を用いてメスフラスコ(容量100ml)にろ過する。	
(6) ろ紙上を水で3~4回洗浄し放冷後、水で100mlにする。	(6) 温硝酸溶液(1+100)を使用してもよい。
(7) 抽出容器(容量20ml)に試料溶液5mlを正しくはかりとり、硝酸溶液(1+13)を1ml加える。	(7) 硝酸濃度を0.5~1.0Nに調整する。
(8) 硝酸第二鉄溶液(3.5%)を2滴、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(35%)2滴を加え、スターラで約5分間攪拌する。	(8) プルトニウムが三価に還元される。
(9) 亜硝酸ナトリウム溶液(10%)10滴を加えてスターラで約5分間攪拌する。	(9) プルトニウム三価をプルトニウム四価にする。
(10) TTA・キシレン溶液(11.1%)1mlをエッペンドルフで加え、スターラで約15分間攪拌する。	(10) 抽出比は5:1となる。
(11) 約5分間放置する。	(11) 有機相、水相をよく分離する。
(12) 有機相を採取する。	(12) 0.1mlをエッペンドルフで正しく採取する。
(13) 加熱装置(A)上にて、あらかじめ予熱してある試料皿の中央に1滴づつ滴下し乾固する。	(13) スライダックを約50Vに設定し飛散しないようにする。
(14) 試料皿を加熱装置(B)を用いて赤熱状態で加熱する。	
〔 測 定 〕	
(15) α線計測装置で試料の計数率を測定する。	
〔 データ処理 〕	
(16) 次式に従い試料1g当りの壊変数(dpm/g)を求める。	(16) 計数効率、あらかじめ求めておく。
試料1g当りの壊変数(dpm/g) $= \frac{\text{計数値(cpm)} - \text{B.G(cpm)}}{\text{試料採取量(g)}} \times \frac{\text{TTA・キシレン添加量(ml)}}{\text{有機相分取量(ml)}} \times \frac{100}{\text{計数効率(\%)}}$	

操 作 手 順	備 考
(17) 次式に従い試料 1 g 当りの壊変数から、試料 1 g 当りのプルトニウム量 ($\mu\text{Ci/g}$) をもとめる。 $\text{Pu} (\mu\text{Ci/g}) = \frac{1 \text{ g 当りの壊変数 (dpm/g)} \times \text{希釈倍率}}{\text{比放射能 (dpm/}\mu\text{Ci)}}$ $\text{希釈倍率} = \frac{100}{5} \times \frac{1}{0.1} = 200$	

5. 解 説

(1) 本法は、PNC SN852-81-17 を参考にして作成した。

(2) TTA・キシレン抽出法は、高放射性試料、妨害する金属イオンなどからプルトニウムを分離するのに有効である。



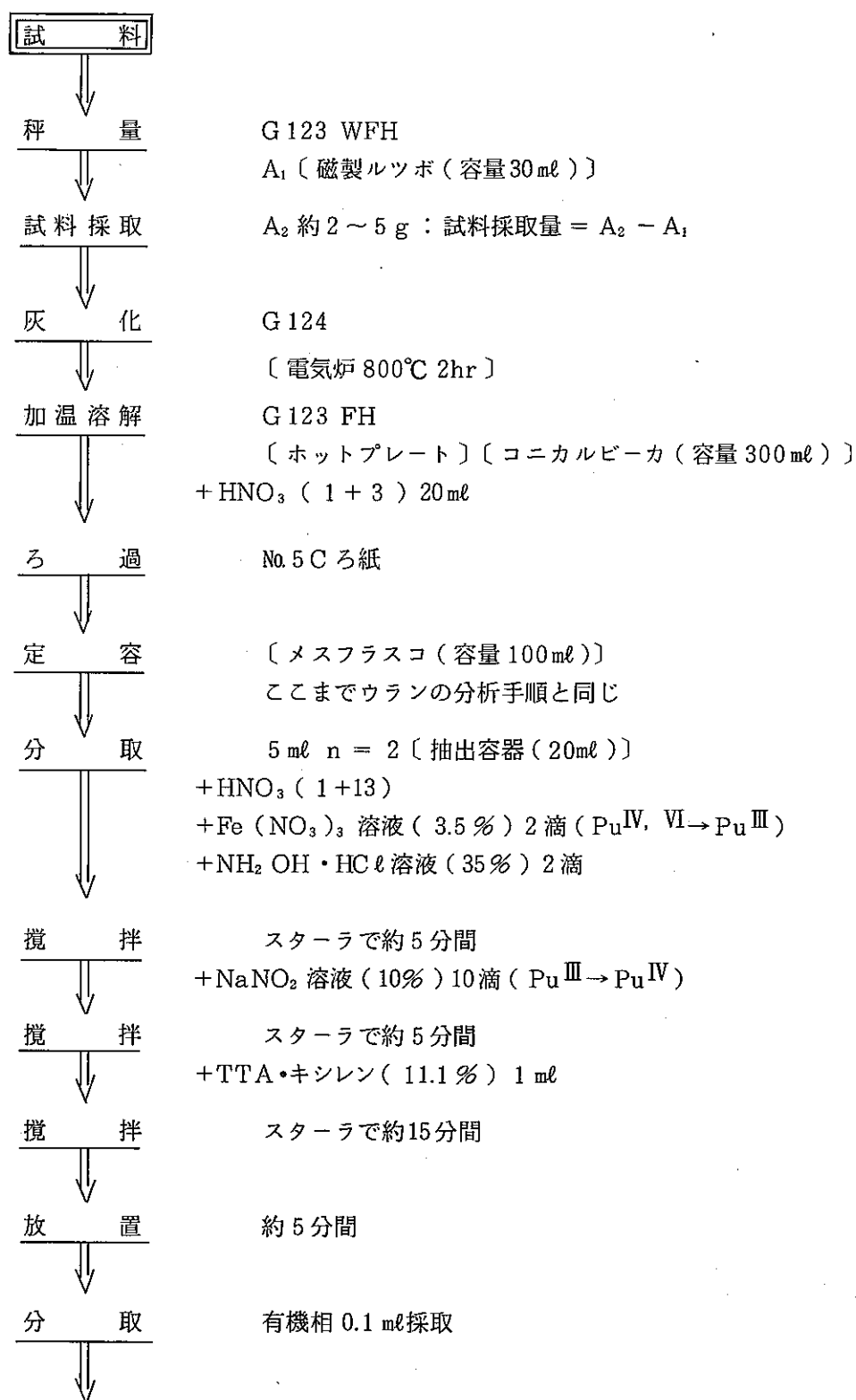
TTA は、キシレンとベンゼンに溶解し、特にプルトニウム(IV)が抽出される。

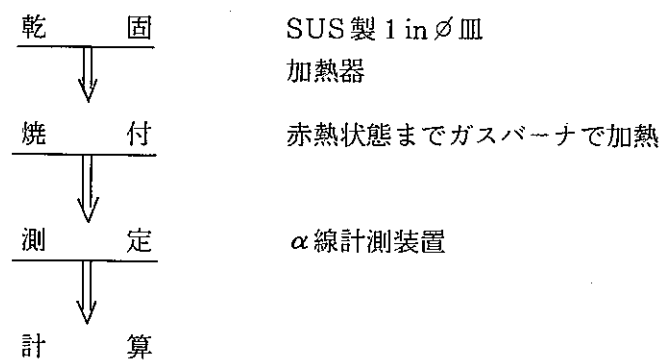
最適抽出硝酸濃度は、0.5 ~ 1.0 N で TTA 濃度は 0.5 M である。

(3) Pu(III, VI) , Fe(III) , Am(III) , 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され試料皿上に析出し、 α 計測の際、自己吸収を起すので注意を要する。

(4) Zr(IV) , Np(IV) は、この分析法において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 3.2.5-1 に示す。





計算式

試料 1 g 当りの壊変数 (dpm/g)

$$= \frac{\text{計数值 (cpm)} - \text{B.G (cpm)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times \frac{\text{TTA} \cdot \text{キシレン添加量 (ml)}}{\text{有機相分取量 (ml)}} \times \frac{100}{\text{計数効率 (\%)}}$$

$$\text{Pu (} \mu\text{Ci/g)} = \frac{1 \text{ g 当りの壊変数 (dpm/g)} \times \text{希釈倍率}}{\text{比放射能 (dpm/} \mu\text{Ci)}}$$

$$\text{希釈倍率} = \frac{100}{5} \times \frac{1}{0.1} = 200$$

図 3.2.5 - 1 分析操作手順フローシート図

焼却灰中のプルトニウムの分析方法

(TTA・キシレン抽出-α線計測法)

3.3 β 線放出核種の分析方法

3.3.1 トリチウムの分析方法

(イオン交換分離-液体シンチレーション測定法)

1. 要 旨

試料中に含まれる HTO, T₂O と他の β 線放出核種をイオン交換分離法により分離し, 試料から放出される β 線を液体シンチレーション測定器により測定し, トリチウム量を定量する。

2. 適用範囲

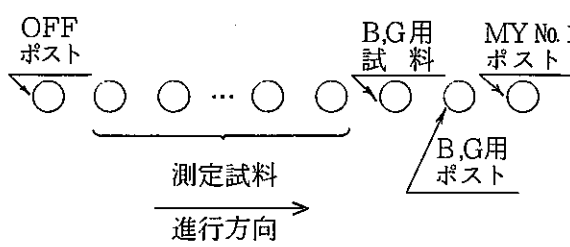
本法は, 再処理工程中における水相試料中のトリチウムの分析に適用する。適用範囲は, 試料調整後の試料中のトリチウム量として $1 \times 10^{-4} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|---------------------------|------------------------|
| (1) 硝酸溶液 (1 + 7) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 13 参照 |
| (2) 水酸化ナトリウム溶液 (2 N) | : 一般試薬の調製法 2. 1. 15 参照 |
| (3) 陽イオン交換樹脂 | |
| (4) 陰イオン交換樹脂 | |
| (5) イオン交換カラム (ポリエチレン製カラム) | |
| (6) 液体シンチレータ (乳化シンチレータ) | |
| (7) バイアルビン (ガラス製) | |
| (8) 液体シンチレーション測定器 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料の放射能強度により必要に応じ希釈等を行う。	(1) イオン交換分離を FH 内で行うため, FH で取扱える程度に調整する。
〔イオン交換分離〕	
(2) 2 個のビーカー (100 mℓ) に入れ, それぞれ別々に陽, 陰イオン交換樹脂を 2 mℓ ずつ入れ, 水酸化ナトリウム溶液 (2 N) を加え調整する。	(2) 陽イオン交換樹脂は Na 型, 陰イオン交換樹脂は OH 型にする。
(3) イオン交換カラムに, 下層に陰イオン交換樹脂を, 上層に陽イオン交換樹脂を, それぞれ約 1.5 mℓ ずつ詰める。	

操 作 手 順	備 考
(4) イオン交換水約 20 mℓ で樹脂層を洗浄する。 (5) 洗浄液が流下しきったら、カラム下に流出液受用、ビーカーをセットする。 (6) 別のビーカーに試料 1 mℓ とイオン交換水 4 mℓ を採取して攪拌し、樹脂上に滴下する。 (7) イオン交換水 5 mℓ で樹脂層を洗浄する。 (8) バイアルビンにイオン交換済試料液 1 mℓ と液体シンチレータ 9 mℓ を採取し、よく振りまぜる。	(7) (6)と(7)の流出液がイオン交換済試料液となる。 (8) 最初は白濁するが、振とう後は透明になる。
〔 測 定 〕	
(9) 液体シンチレーション測定器に、測定試料、バックグラウンド (B, G) 試料それに、測定用ポストを下图のようにセットする。 	(9) B, G 試料はバイアルビンに液体シンチレータ 10 mℓ を採取したものを使用する。
(10) START ボタンを押す。 (11) 測定が終了すると結果がタイプライタに出力される。 (12) 出力結果の H-CPM 値と C-CPM 値を比較し、C-CPM 値が H-CPM 値の 1/10 以上なら (7) の流出液を使用して (5) からくり返す。 (13) 次式により放射能濃度を算出する。	(10) START ランプが点灯し、測定が開始する。 (11) 出力例を図 3.3.1-1 (12) C-CPM 値が H-CPM 値の 1/10 をこえるのは、他核種が完全に分離できていないことによるものなので再度イオン交換分離する。
$\text{放射能濃度} (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{[\text{H-DPM値}] \times [\text{希釈倍率}]}{2.22 \times 10^6}$ H-DPM 値：出力結果の H-DPM 値 希釈倍率：液体シンチレータと混合前の試料液の希釈倍率	

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-24 を参考にして作成した。
- (2) 本法は、F.P. (核分裂生成物) などトリチウム以外の放射性核種が含まれる水相試料中のトリチウム (HTO, T₂O) を測定、分析するものである。したがって、AAF や酸回収工程等における凝縮液など、F.P. が検出されない試料については、分析操作手順フローシート図中のイオン交換分離の操作を省略し、直接試料採取して測定する。
- (3) 本法の原理は、トリチウムから放出される低エネルギー β 線が、液体シンチレータと相互作用して発光する。この光を光電子増倍管で検出し、これによる出力パルスが同時計数回路等を経て、波高分析器に入り計数測定される。このデータと計数効率等よりトリチウム濃度を決定することができる。
- (4) 測定結果の出力例を図 3.3.1-1 に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.3.2-2 ~ 4 に示す。

MY	No 1		CYCLE 1										
M	SN	CN	RATIO	Q	TIME	H-GROSS	RI	H-CPM	H-DPM	C-GROSS	2%	C-CPM	C-DPM
1	B	115	8.070	N	5.000	70	26.99	14.0		55	26.93	11.0	
1	B	115	8.017	N	5.000	77	27.59	15.6		55	28.96	11.0	
BKG AVERAGE								14.8				11.0	
1	1	116	7.027	N	2.000	4060	3.16	2015.1	5376.1	111	18.98	40.5	81.2
1	1	116	7.759	N	2.000	3978	3.17	1974.1	5307.3				
1	2	117	7.737	N	2.000	4463	2.48	3216.6	8715.0	32	35.35	1.0	9.1
1	2	117	7.708	N	2.000	4396	2.59	3183.1	8657.7				
(測定時間)								H-CPM 測定値	H-DPM 測定値	C-CPM 測定値			

図 3.3.1 - 1 測定結果の出力例

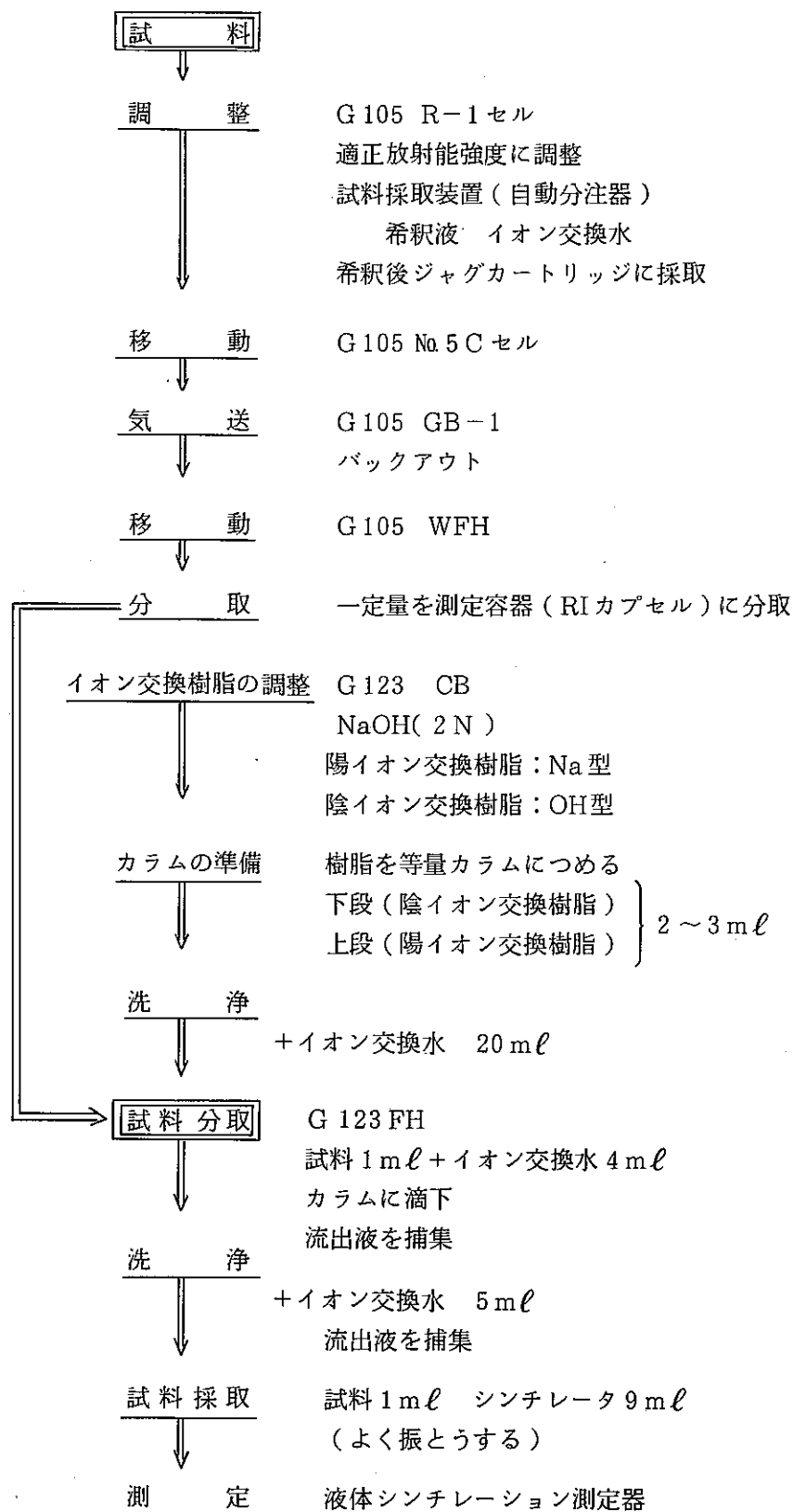


図 3.3.1-2 分析操作手順フローシート図 (HA, MA)
トリチウムの分析
(イオン交換分離-液体シンチレーション測定法)

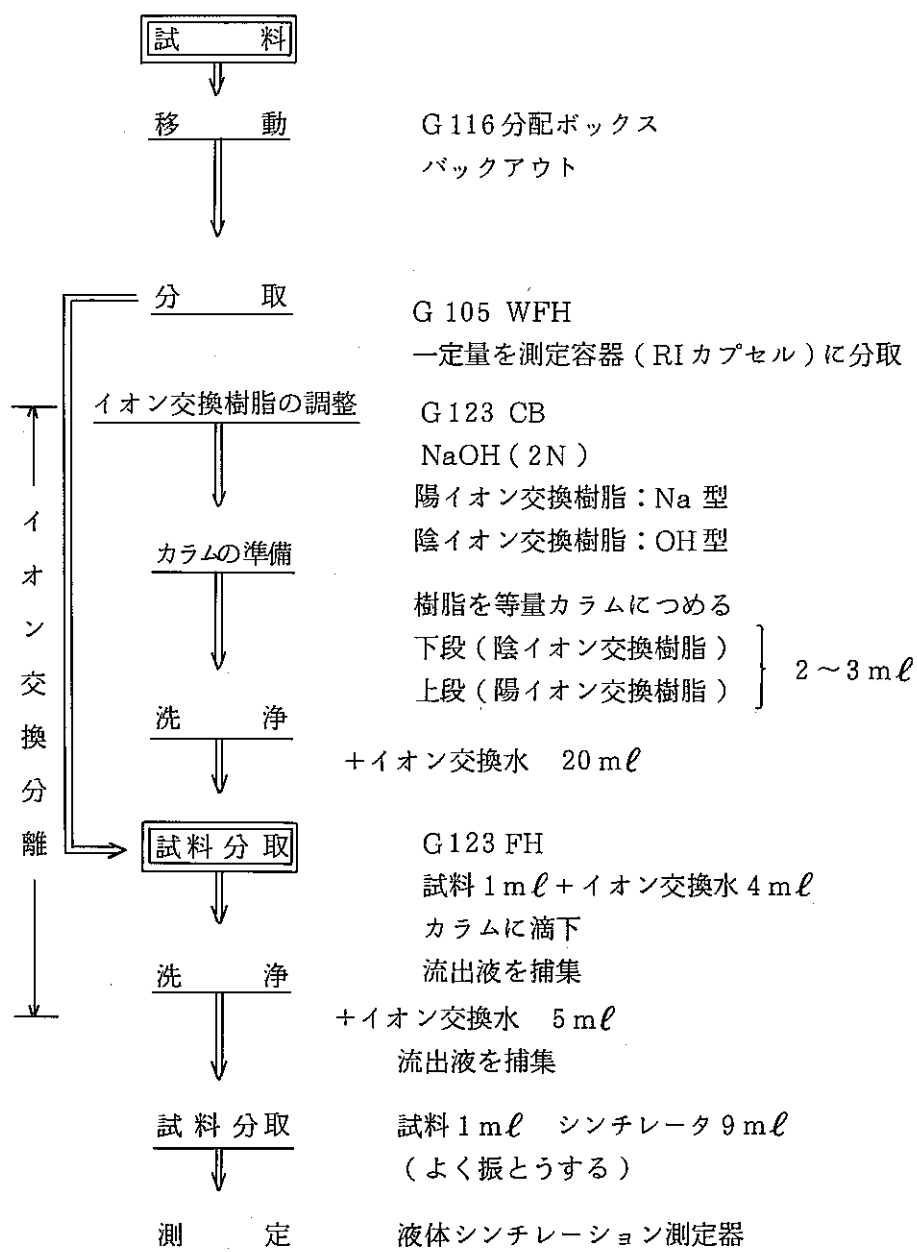


図 3.3.1-3 分析操作手順フローシート図 (LA)

トリチウムの分析

(イオン交換分離-液体シンチレーション測定法)

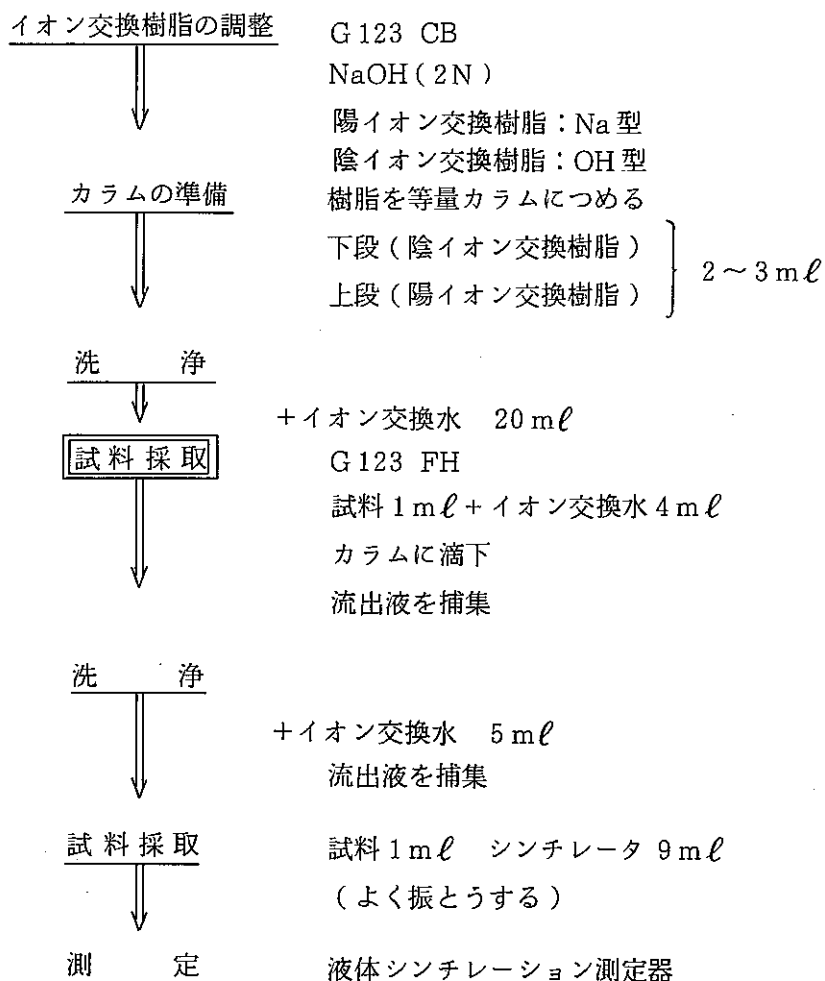


図 3.3.1 - 4 分析操作手順フローシート図 (CB)

トリチウムの分析

(イオン交換分離-液体シンチレーション測定法)

3.3.2 Sr-90の分析方法

(イオン交換分離-β線計測法)

1. 要 旨

試料中に含まれる放射性核種から、Sr-90を陽イオン交換樹脂により分離し、SUS製試料皿に採取しGM管で測定、定量を行なう。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程中の水相試料に適用する。適用範囲は、イオン交換溶離液中のSr-90量として $1 \times 10^{-3} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--|---------------------|
| (1) 塩化アンモニウム溶液 (5%) | : 一般試薬の調製法 2.1.3 参照 |
| (2) 塩酸溶液 (0.25 N) | : 一般試薬の調製法 2.1.6 参照 |
| (3) 塩酸溶液 (1 N) | : 一般試薬の調製法 2.1.7 参照 |
| (4) 塩酸溶液 (1 + 1) | : 一般試薬の調製法 2.1.8 参照 |
| (5) シュウ酸溶液 (0.5%) | : 一般試薬の調製法 2.1.9 参照 |
| (6) 陽イオン交換樹脂 (Dowex 50 W-X4, H型, 100~200メッシュ) | |
| (7) イオン交換カラム (内径 5 mm, 長さ 15 cm, ガラス製) | |
| (8) 試料皿 (直径 25 mm, 厚さ 0.3 mm, SUS 製) | |
| (9) 測定器 (アロカ製 GM-5004 型 GM管 アロカ製 TDC-501 型 ユニバーサルスケータ) | |

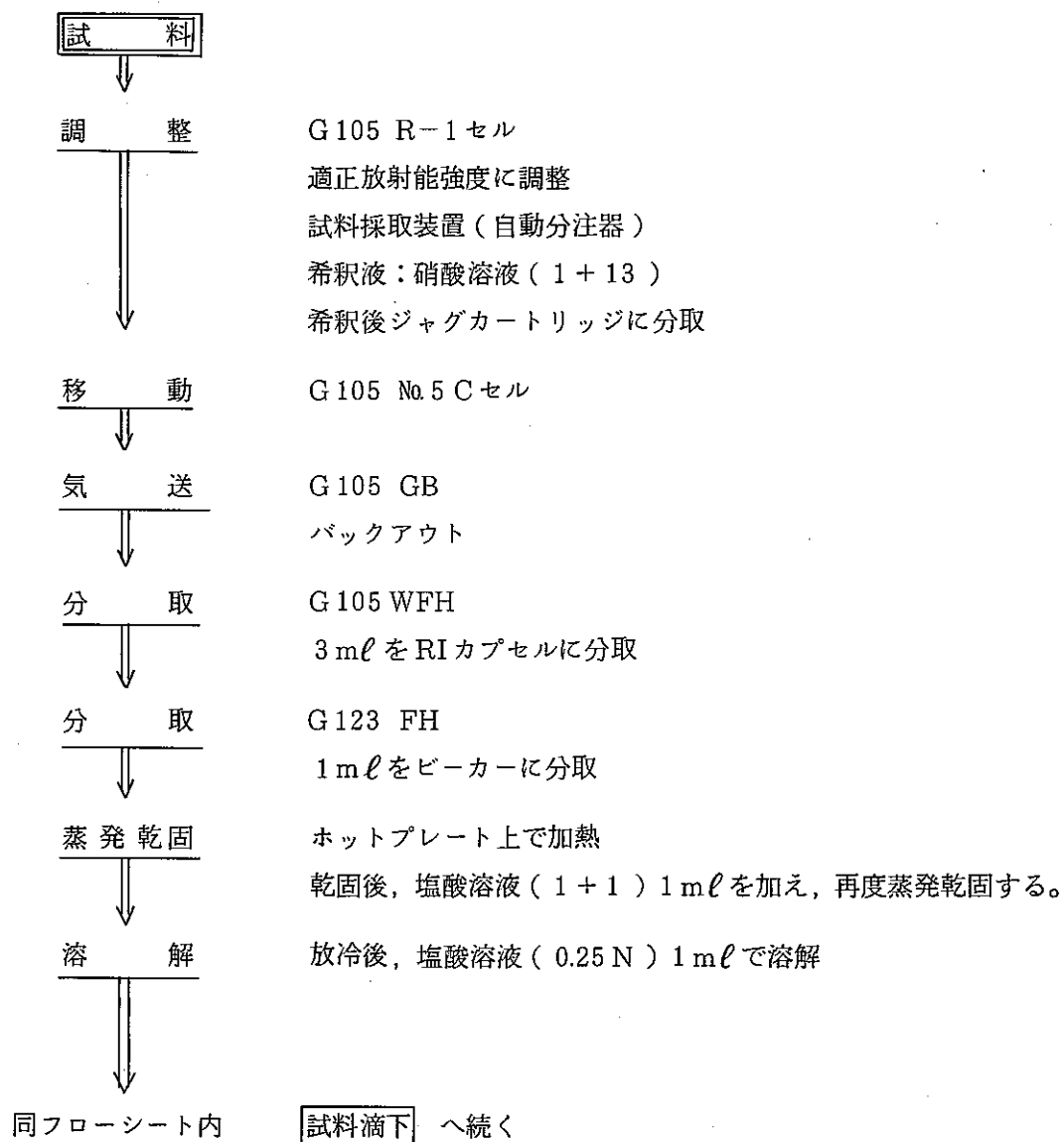
4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔カラムの調整〕	
(1) カラムの内壁をイオン交換水で洗浄する。	
(2) 陽イオン交換樹脂約 2.5 mℓ をイオン交換水と混ぜながら静かに流し込む。	(2) 樹脂層に気泡を生じないように注意する。
(3) 塩酸溶液 (1 N) 20 mℓ を樹脂層に流下する。	(3) 流下速度は、0.1~0.3 mℓ/min とする。 以下の流下操作は、すべて前操作による流下が完了後に開始する。
(4) イオン交換水約 20 mℓ で樹脂層を洗浄する。	

操 作 手 順	備 考
(5) 試料の放射能強度により、必要に応じ希釈等を行う。	(5) イオン交換分離操作をFH内で行うため、FH内で取扱える程度に調整する。
(6) 試料 1 mℓ をビーカーに採取し、ホットプレート上で蒸発乾固後、塩酸溶液 (1+1) 1 mℓ を加え、再度蒸発乾固する。	(6) 試料を塩酸系にする。
〔イオン交換分離〕	
(7) 放冷後、塩酸溶液 (0.25 N) 1 mℓ で溶解し、樹脂上に滴下する。	
(8) 塩酸溶液 (0.25 N) 1 mℓ ビーカー内壁を洗浄し、樹脂上に滴下する。	(8) 試料液が流下後、洗浄液を滴下する。
(9) 塩酸溶液 (0.25 N) 22 mℓ を流下する。	(9) Ru の溶離
(10) イオン交換水約 20 mℓ で樹脂層を洗浄する。	(10) Zr (Nb) の溶離
(11) シュウ酸溶液 (0.5 %) 22 mℓ を流下する。	
(12) イオン交換水約 20 mℓ で樹脂層を洗浄する。	
(13) 塩化アンモニウム溶液 (5 %) 10 mℓ を流下する。	(13) Cs の溶離
(14) 塩化アンモニウム溶液 (5 %) 30 mℓ を流下する。溶離液をポリ容器に受ける。	(14) Sr の溶離
(15) (11) の溶離液 0.2 mℓ をエッペンドルフピペットを使って SUS 皿に採取し、蒸発乾固した後、GM 管で測定する。	(15) 溶離した ⁹⁰ Sr から ⁹⁰ Y が生成するので、溶離後試料乾固測定までを 1 時間内に行なうこと。時間内に測定までできないときは、 ⁹⁰ Sr - ⁹⁰ Y の放射平衡時 (溶離後 14 日を経過した時点) に測定を行なう。
(16) 次式から濃度を計算する。	(16) ⁹⁰ Sr - ⁹⁰ Y の放射平衡時の試料の場合は (A-B) の半分は ⁹⁰ Y によるもので、計算結果の 1/2 が ⁹⁰ Sr の濃度となる。
$\text{Sr-90}(\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{(A-B) \times 100}{C \cdot D \cdot \epsilon \cdot F \times 2.22 \times 10^6}$	
A : 試料の計数率 (cpm) B : バックグラウンドの計数率 (cpm) C : 試料の採取量 (0.2 mℓ) D : 収 率 E : 試料の希釈倍率 ε : 計数効率 (%)	
D : 時々標準試料で収率の確認を行なうこと。	

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-24を参考にして作成した。
- (2) 本法の原理として、Sr-90は β 線最大エネルギー 0.546 Mevをもつ純 β 核種であり、F. P (核分裂生成物) 中の Sr-90の分析を行なうにあたって、イオン交換の特性を利用し、陽イオン交換樹脂を用いたイオン交換分離法により、他核種と Sr-90を分離後、GM管で測定し定量を行なう。
- (3) 分析操作手順フローシート図を図 3.3.2-1～3に示す。



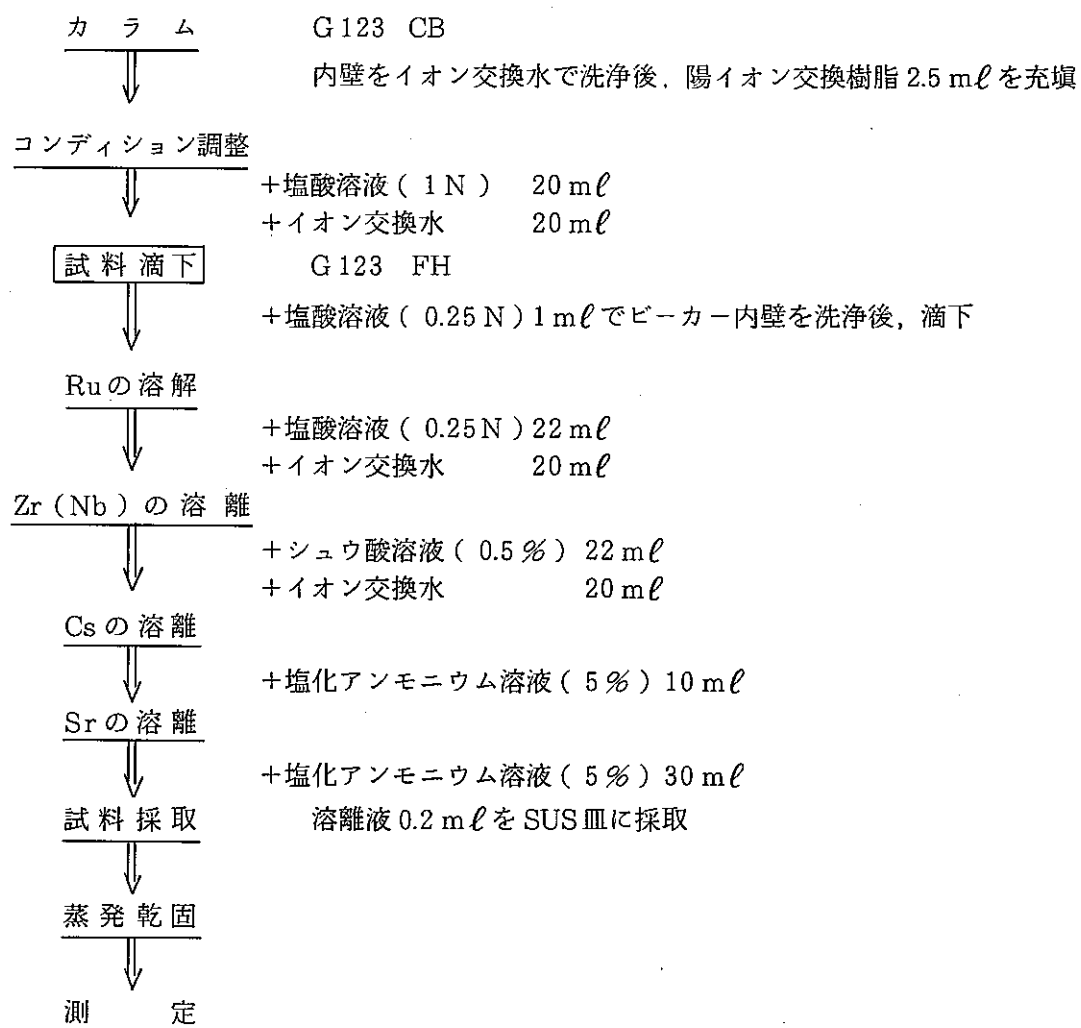
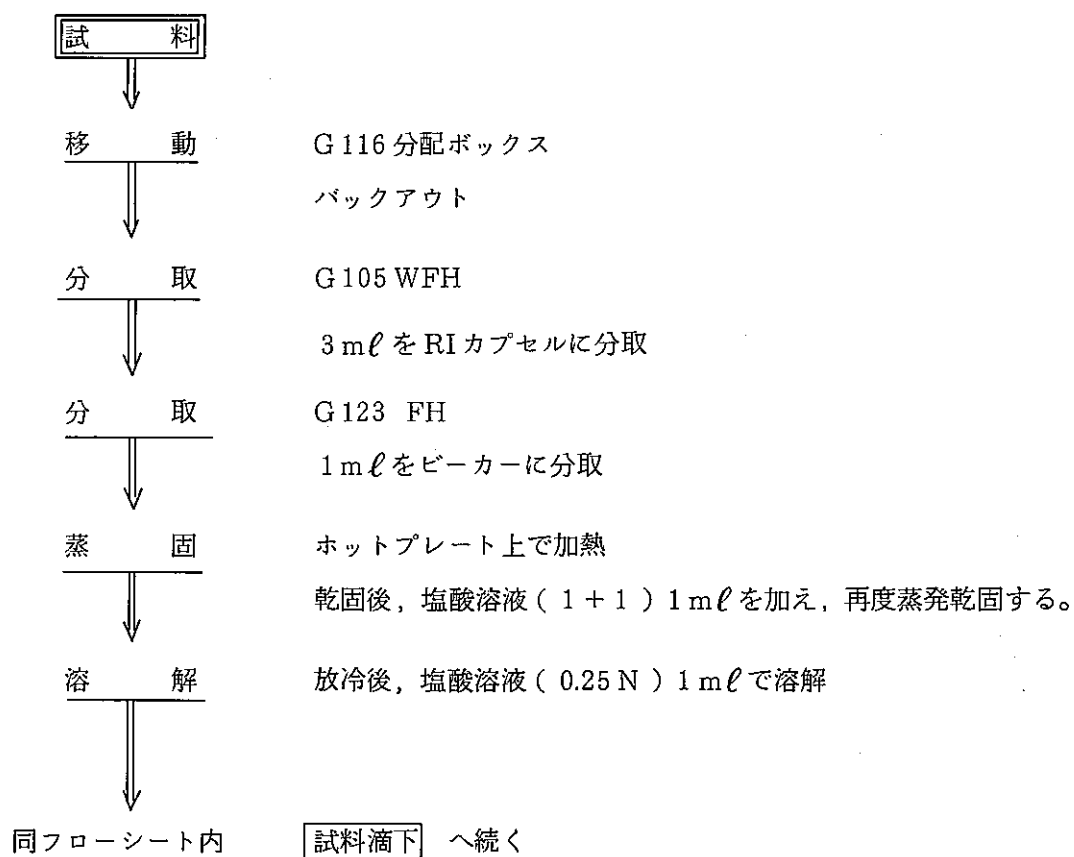


図 3.3.2 - 1 分析操作手順フローシート図 (HA, MA)

Sr-90 の分析方法

(イオン交換分離-β線計測法)



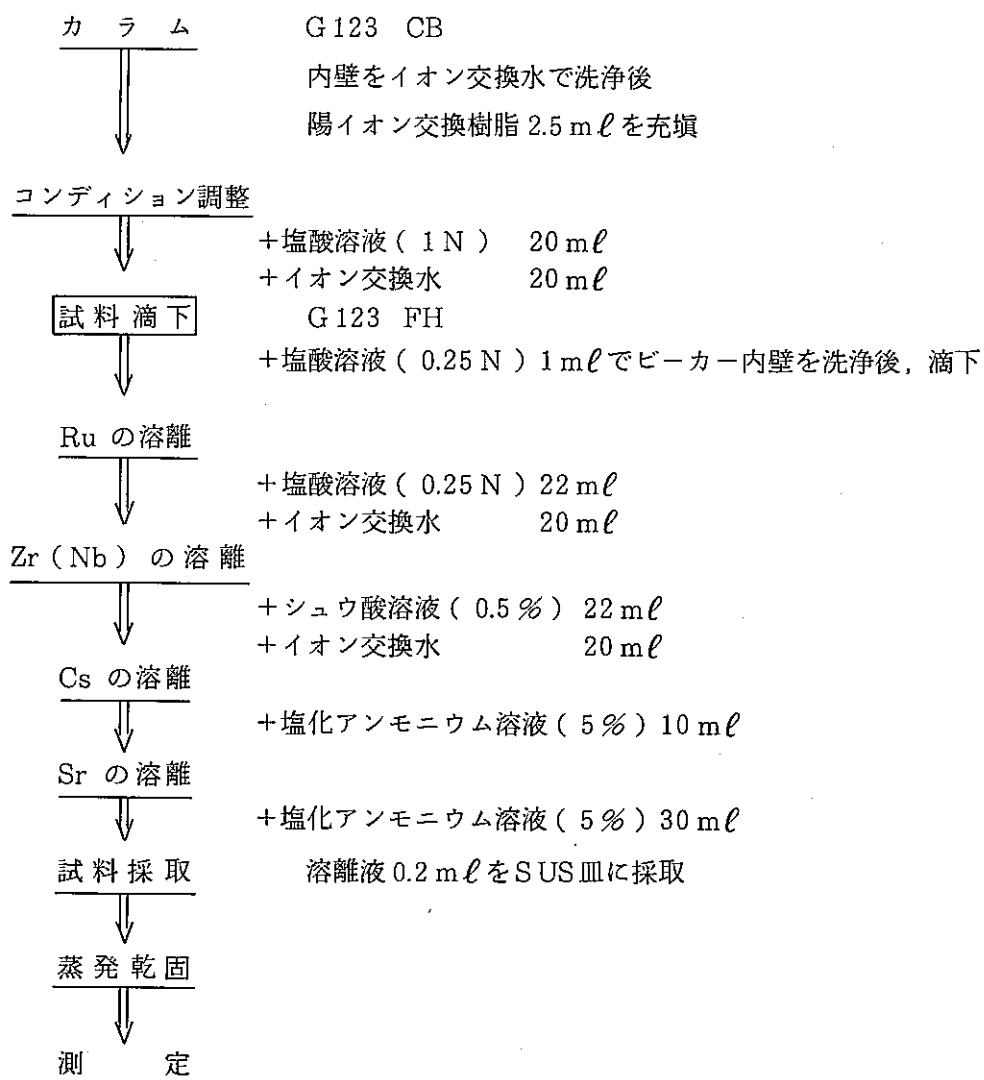
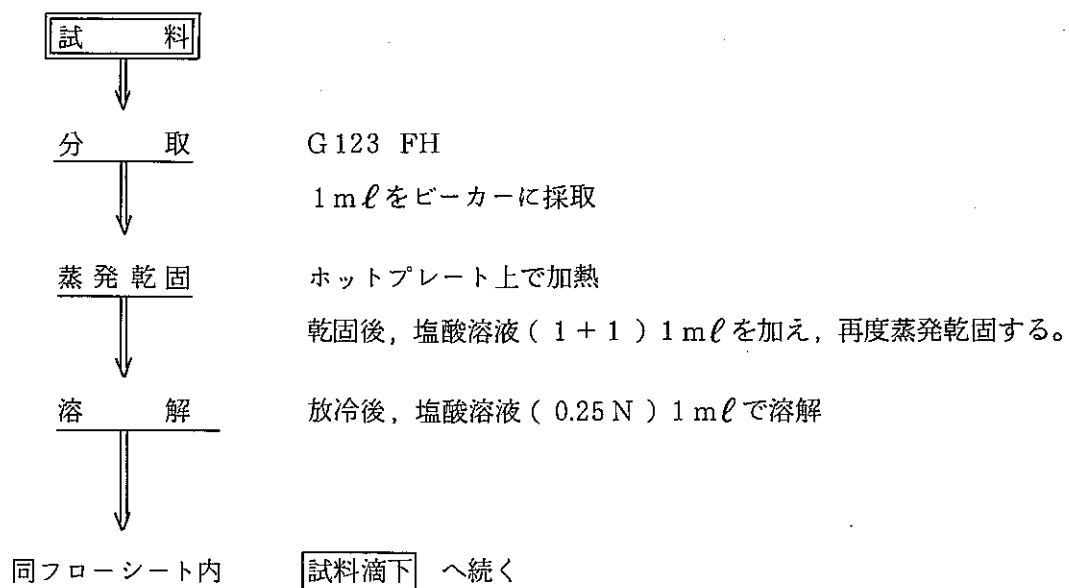


図 3.3.2-2 分析操作手順フローシート図 (LA)

Sr-90 の分析方法

(イオン交換分離-β線計測法)



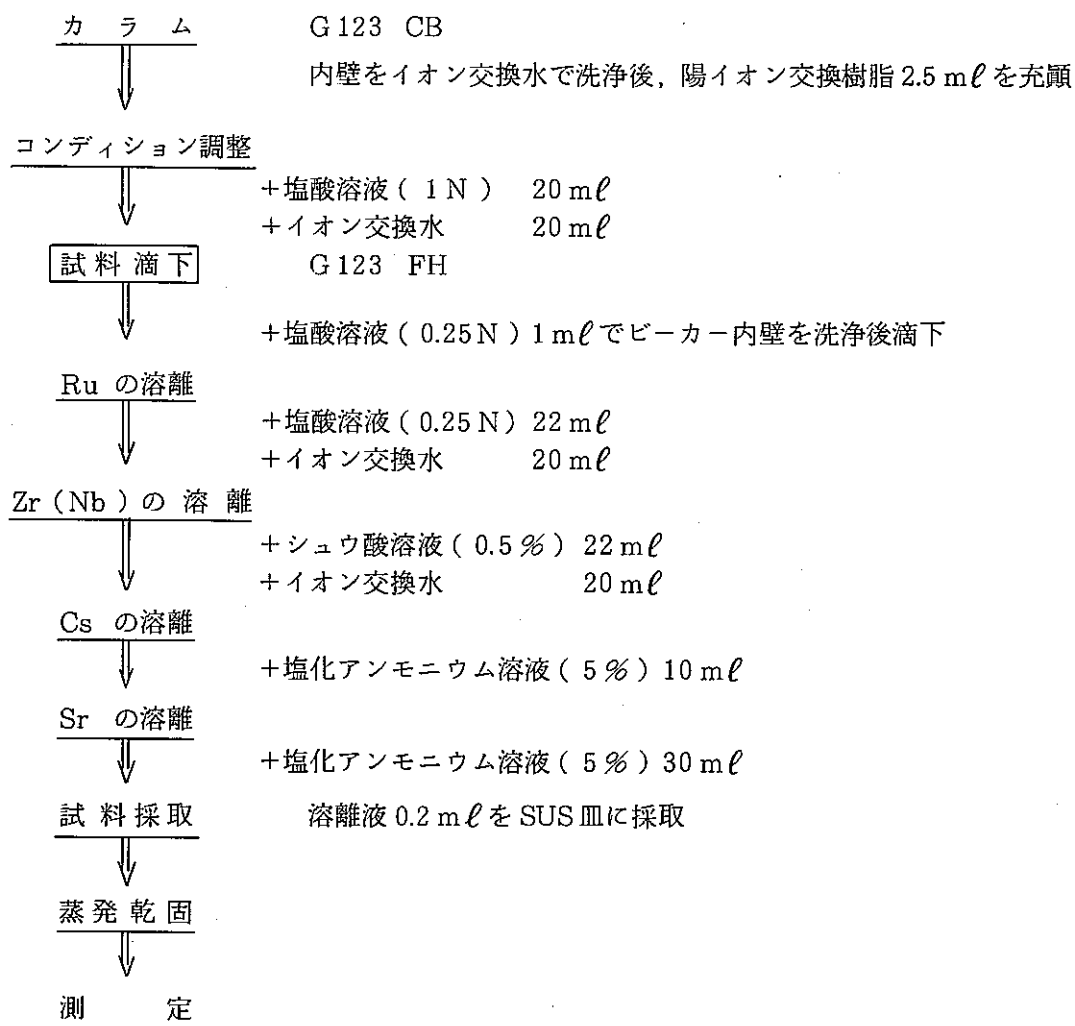


図 3.3.2-3 分析操作手順フローシート図 (CB)

Sr-90 の分析方法

(イオン交換分離-β線計測法)

3.4 環境レベル試料の分析方法

3.4.1 環境レベル試料中の核分裂生成物の分析方法

(γ線スペクトル測定法)

1. 要 旨

試料から放出されるγ線をGe検出器を用いたγ線スペクトル分析装置により測定し、核分裂生成物を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料中の核分裂生成物の分析に適用する。適用範囲は、Am-241, Eu-155, Eu-154, Ce-144, Ce-141, Cs-137, Cs-134, Sb-125, Ru-106, Ru-103, Zr-95, Nb-95, Co-60, Mn-54に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 測定容器 (RI カプセル)

: 表 3.4.1 - 2 参照

(2) γ線スペクトル分析装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試 薬 調 整〕	
(1) 測定試料液を測定容器 (20mℓ用) に20mℓ採取する。	(1) 定量下限を低くとりたい場合等は、測定試料液量、放射能強度により表 3.4.1 - 2 を参照し調整する。
〔 測 定 〕	
(2) 測定容器を遮へい体内の測定位置にセットする。	
(3) CLEAR DATA を同時に押す。	(3) CRT 上のスペクトルデータが消去される。
(4) COLLECT YES と押す。通常は6,000 秒間測定を行う。	(4) COLLECT ランプが点灯する。
(5) 測定終了。	(5) COLLECT ランプが消灯する。
(6) FILE OUT を押す。	(6) FILE OUT ランプが点灯する。
(7) CRT 上に ENTER SAMPLE NUMBER と表示されたら、 1 ENTER と押す。	

操 作 手 順	備 考
(8) CRT上にENTER DETECTOR NUMBER と表示されたら, [1] [ENTER] と押す。 (9) CRT上にENTER GEOMETRY NUMBERと表示されたら, [3] [ENTER] と押す。 (10) CRT上にENTER DECAY TIMEと表示されたら, [0] [ENTER] と押す。 (11) CRT上にSPECTRUM INDEX NUMBERと表示されたら, [1] [ENTER] と押す。 (12) CRT上にFILE INDEX CONTAINS SPECTRUM OK? と表示されたら [YES] と押す。	(9) 表 3.4.1-2 参照 (11) 1~10までのインデックス ナンバー (12) 約1分間でデータ転送が終了し, 同時に [FILE OUT] ランプが消灯する。
〔 デ ー タ 解 析 〕 (13) コンソールタイプライタ (以下, TTY) で RUN (スペースキー) ANALIZ [RETURN] (以下, [RET]) と打つ。 (14) 各パラメータを入力する。 下線部を入力する。(以下は入力例) ① INDEX NO.: 1 [RET] ② LIBRARY NO.: 1 [RET] ③ SAMPLE NUMBER: A123456 [RET] ④ SAMPLE DESCRIPTION: AQ 20 ML [RET] ⑤ SAMPLING POINT: DS-A-1207 [RET] ⑥ DATE SAMPLED (29-JAN-86): [RET]	(14) 各パラメータ入力後, データ処理が開始される。 ① 1~10までのインデックスナンバー ② 1~5までのライブラリーナンバー ③ 分析伝票番号 ④ コメント等 ⑤ サンプリングポイント ⑥ カッコ内の日付があてない場合は, 例. 30-JAN-86 [RET] 入力例は図 3.4.1-1 参照
(15) データ転送が終了し, TTYに*(アスタリスク)が打たれるまで待つ。 (16) TTYでRUN GAMMAS [RET] と打つ。 ① INDEX NO.: 1 [RET] ② LOWER LIMIT (CHAN): 50 [RET] ③ UPPER LIMIT (CHAN): 4000 [RET] (17) データ解析が終了すると, 分析結果及び*がTTYに出力される。 (18) Am-241, Zr-95, Nb-95の3核種については, 他核種の妨害を除くため以下の式により補正する。	(15) 約2分間でコンピュータへデータ転送が終了する。 ① 1~10までのインデックスナンバー ③ 入力例を図 3.4.1-2 参照。 (17) 7~10分間でデータ解析が終了する。 (18) Am-241にはU-237, Zr-95にはEU-154, そして, Nb-95にはPa-234m

操 作 手 順	備 考								
$CA (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{C_a \cdot Y_a - C_b \cdot Y_b}{E_a}$ CA:測定核種の放射能濃度補正值 ($\mu\text{Ci}/\text{m}\ell$) C_a:測定核種の放射能濃度測定値 ($\mu\text{Ci}/\text{m}\ell$) C_b:妨害核種の放射能濃度測定値 ($\mu\text{Ci}/\text{m}\ell$) Y_a:測定核種の放出率 Y_b:妨害核種の放出率	が妨害核種となる。								
表 3.4.1 - 1									
<table border="1"> <thead> <tr> <th>測 定 核 種 (放 出 率)</th><th>妨 害 核 種 (放 出 率)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Am-241 (0.359)</td><td>U -237 (0.360)</td></tr> <tr> <td>Zr -95 (0.546)</td><td>Eu -154 (0.0433)</td></tr> <tr> <td>Nb -95 (0.9982)</td><td>Pa -234m(0.0036)</td></tr> </tbody> </table>	測 定 核 種 (放 出 率)	妨 害 核 種 (放 出 率)	Am-241 (0.359)	U -237 (0.360)	Zr -95 (0.546)	Eu -154 (0.0433)	Nb -95 (0.9982)	Pa -234m(0.0036)	
測 定 核 種 (放 出 率)	妨 害 核 種 (放 出 率)								
Am-241 (0.359)	U -237 (0.360)								
Zr -95 (0.546)	Eu -154 (0.0433)								
Nb -95 (0.9982)	Pa -234m(0.0036)								

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-24を参考にして作成した。
- (2) 本法の定量下限値は、測定試料液量及び形状により、表3.4.1-2に示す値を目安とする。
ただし、定量下限値は、測定試料液の放射能強度により影響をうけるため変動することもある。
- (3) 試料形状、定量下限と検出器及びジオメントリーとの対応を表3.4.1-2に示す。
- (4) 核種の半減期、 γ 線エネルギー及び放出率を表3.4.1-3に示す。
- (5) 解析結果の出力例を図3.4.1-1～2に示す。
- (6) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.4.1-3に示す。

表 3.4.1-2 試料形状、定量下限と検出器及びジオメトリーとの対応

検出器 No.	ジオメトリ No.	試 料 形 状		定量下限 $\mu\text{Ci}/\text{ml}$
		測定容器	試料液量	
1	1	5ml用 RI カプセル	1ml	$<1 \times 10^{-6}$
	2	"	5ml	"
	3	20ml用 RI カプセル	20ml	"
	4	1000ml用 ポリビン	1000ml	"

表 3.4.1-3 核種の半減期, γ 線エネルギー及び放出率

Nuclide	Half-life	γ - energy (kev)	Emission Probability
Am-241	432y	59.5	0.359
Ce-144	284.5d	133.5	0.111
Cs-137	30.17y	661.6	0.850
Ru-106	366.58y	616.3 622.2	0.106
Zr-95	63.98d	756.7	0.546
Nb-95	34.97d	765.8	0.9982
Pu-239	2.413 $\times 10^4$ y	129.3 203.5	6.26 $\times 10^{-5}$ 5.60 $\times 10^{-6}$
U-237	6.752d	59.5 208.0	0.345 0.217
U-235	7.038 $\times 10^8$ y	185.7 205.3	0.540 0.047
Pa-234m	1.175m	766.6 1001.0	0.0036 0.0059
Pa-233	26.95d	312.0	0.372
Th-234	24.101d	63.0	0.0577
Eu-155	4.96y	105.3	0.232
Eu-154	8.55y	756.8 1274.4	0.0433 0.355
Ce-141	32.551d	145.4	0.484
Ba-140	12.789d	537.3	0.236
La-140	40.27h	1596.2	0.955
Cs-134	2.063y	795.8 801.8	0.9417
I-129	1.57 $\times 10^7$ y	39.6	0.0752
Sb-125	2.712y	427.9	0.301
Ru-103	39.35d	497.1	0.864
Co-60	5.2719y	1332.5	1.000
Mn-54	312.5d	834.8	1.000

RUN ANALIZ

SPECTRUM INDEX (1-10): 1
LIBRARY (1-5): 1DETECTOR: 1
GEOMETRY:
DATE COLLECTED: 86.01.29
COLLECT TIME (SEC): 6000
DECAY TIME (MIN): 0.0000000SAMPLE NUMBER: 123456
SAMPLE DESCRIPTION: AQ 20 ML
SAMPLING POINT: DS-A-1207
DATE SAMPLED: 29-JAN-86

ISOTOPE	ACTIVITY (UC/ML)	MDA (UC/ML)
AM-241	5.89672E-03 (+- 3.15660E-05)	
CE-144	*	1.47373E-05
CS-137	2.97739E-03 (+- 1.04444E-05)	
CS-134	*	3.06280E-06
SB-125	*	8.97051E-06
RU-106	*	2.45829E-05
RU-103	*	2.89061E-06
ZR-95	*	4.64863E-06
NS-95	*	2.60385E-06
CO-60	1.13342E-03 (+- 8.04077E-06)	
U-237	*	7.03024E-06
PA234M	*	5.55560E-04
EU-154	*	4.27619E-06

参考データ

図 3.4.1 - 1 分析結果出力例

RUN GAMMAS

SPECTRUM INDEX (1-10): 1
 LOWER LIMIT (CHAN): 50
 UPPER LIMIT (CHAN): 4000

SAMPLE NUMBER: 123456
 SAMPLE DESCRIPTION: AQ 20 ML
 SAMPLING POINT: DS-A-1207
 DATE SAMPLED: 29-JAN-86

DETECTOR: 1
 GEOMETRY: 4
 DATE COLLECTED: 86.01.29
 COLLECT TIME (SEC): 6000
 DECAY TIME (MIN): 0.0000000

GAMMA SPECTROGRAPHIC ANALYSIS

CHANNEL	AREA	ENERGY	ISOTOPES
131.60	15. +- 47.67%	27.18	
146.71	11535. +- 2.72%	33.74	
206.03	90459. +- 0.54%	59.52	AM-241, U-237
1591.46	118739. +- 0.35%	661.55	CS-137
1624.17	221. +- 50.33%	675.77	
2738.68	173. +- 51.96%	1160.22	
2768.30	32828. +- 0.71%	1173.10	CO-60
3134.71	29599. +- 0.70%	1332.40	CO-60
3387.39	40. +- 42.26%	1442.26	
3494.16	39. +- 41.55%	1488.69	
3734.39	33. +- 36.53%	1593.14	
3974.06	27. +- 31.45%	1697.37	
4021.05	32. +- 23.19%	1717.80	

RADIONUCLIDE ANALYSIS

ISOTOPE	ACTIVITY	
AM-241	5.90220E-03 UC/ML +- 3.15915E-05	} 解析結果
CS-137	2.97698E-03 UC/ML +- 1.04407E-05	
CO-60	1.11297E-03 UC/ML +- 7.80006E-06	

ISOTOPE	EXPECTED	MEASURED	DIFFERENCE
AM-241	59.54	59.52	-0.02
CS-137	661.64	661.55	-0.09
CO-60	1332.50	1332.40	-0.10

STANDARD DEVIATION= 0.08

図3.4.1-2 分析結果出力例

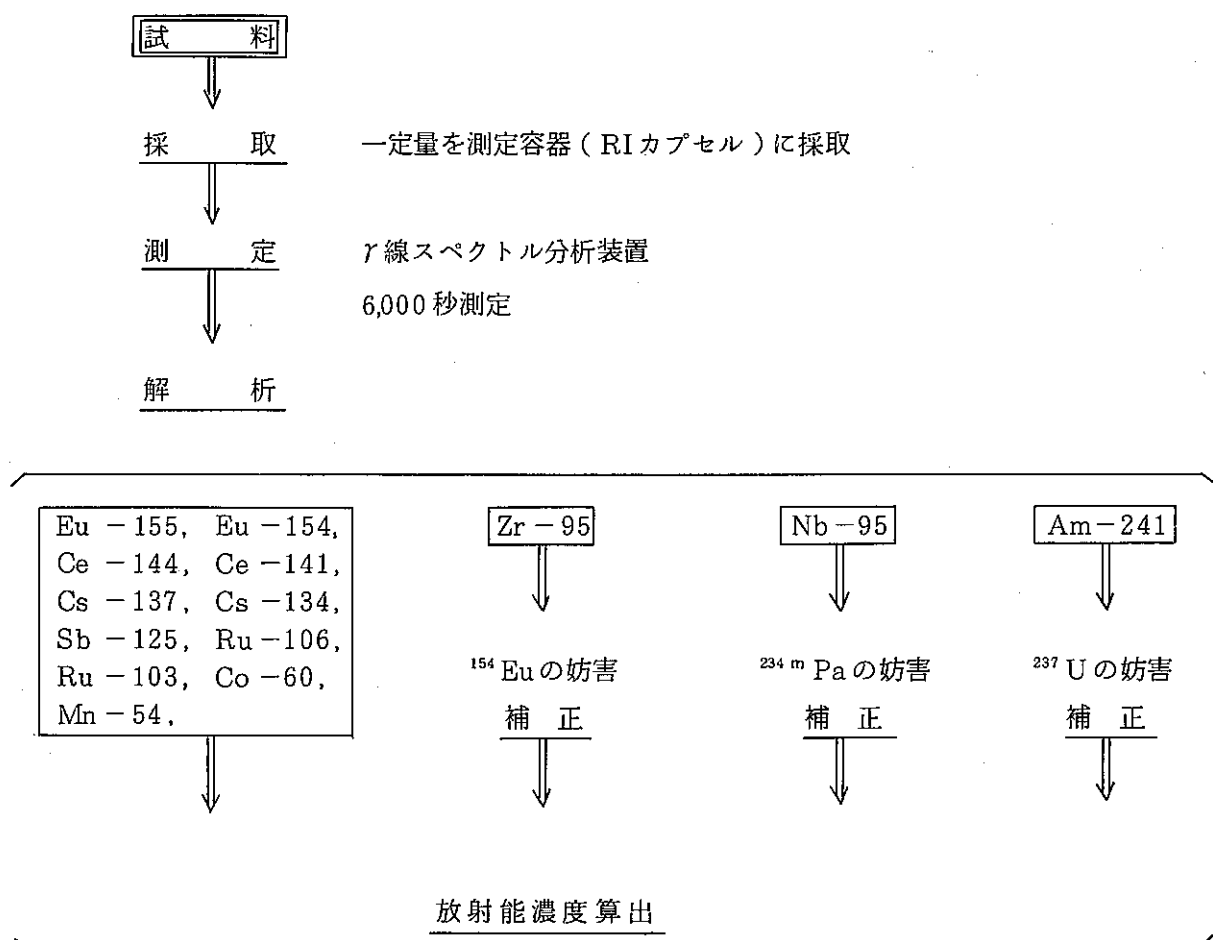


図 3.4.1-3 分析手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の核分裂生成物の分析方法

(γ線スペクトル測定法)

3.4.2 環境レベル試料中の全 α 及び全 β の分析方法

(α 線, β 線同時計数法)

1. 要 旨

試料を試料皿に焼付けた後, 自動 α - β 測定装置にて試料中より放出される α 線量, β 線量を同時に測定し, 全 α 量及び全 β 量を定量する。

2. 適用範囲

本法は, 再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水, 建家冷却水等の環境レベル試料中の全 α 線, 全 β 線の測定に適用する。適用範囲は, 全 α 量で $1 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上, 全 β 量で $1 \times 10^{-6} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料に適用できる。

3. 装 置

- (1) 試料皿: SUS製 直径2in ϕ
- (2) α/β 同時測定装置
- (3) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) ホットプレート上に試料皿を置き, 試料を正しく採取する。(n=2)	(1) 試料採取量は10m ℓ 以下とする。
(2) 温度100℃で蒸発乾固する。	(2) 試料が突沸しない様注意する。
(3) ガスバーナーを用いて赤熱状態で加熱する。	
(4) 試料皿を放冷する。	

操 作 手 順	備 考
〔条件設定〕 (5) 試料皿アダプター（マガジン）にセットする。 8 7 6 5 4 3 2 1段 B, G用試料皿 3 試料 (6枚) B, G用試料皿 マガジン (6) コントローラサンプル リージョンのスタート（試料の測定開始の段数）を01に設定する。 (7) コントローラサンプル リージョンのストップ（試料の測定終了の段数）を08に設定する。 〔測定〕 (8) コントロールサンプル アナライズの スタート ボタンを押し、60分間測定する。 (9) 測定が終了すると、印字した回数、アダプターの段数、測定時間、αカウント数、βカウント数がプリンターに印字される。 〔データ処理〕 (10) あらかじめ求めてある計数効率から次式により全α量、全β量を求める。	(7) 試料数により、設定を変更する。注1. (8) スタート ボタン点灯 (10) 校正は、Am-241, Sr-90, 標準試料を使用

操	作	備	考
印字例			
	3	—	印字した回数
1	1	—	アダプターの段数
2	6 0 0	—	測定時間 (60.0 min)
3	4	—	α カウント数
4	5 2	—	β カウント数

$$\text{全}\alpha \text{ or 全}\beta = \frac{C-B}{t \cdot \epsilon \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell)$$

全 α が検出されている時の全 β の計算は次式による。

$$\beta (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{C_\beta - B_\beta - K_\alpha (C_\alpha - B_\alpha)}{t \cdot \epsilon_\beta \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6}$$

全 β が検出されている時の全 α の計算は次式による。

$$\alpha (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{C_\alpha - B_\alpha - K_\beta (C_\beta - B_\beta)}{t \cdot \epsilon_\alpha \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6}$$

C	— 計数値	B	— 自然計数値
C_α	— α 計数値	B_α	— α 自然計数値
C_β	— β 計数値	B_β	— β 自然計数値
K_α	— α クロストーク計数	t	— 測定時間
ϵ	— 計数効率	ϵ_β	— β 計数効率
K_β	— β クロストーク計数	ϵ_α	— α 計数効率
S	— 試料採取量		

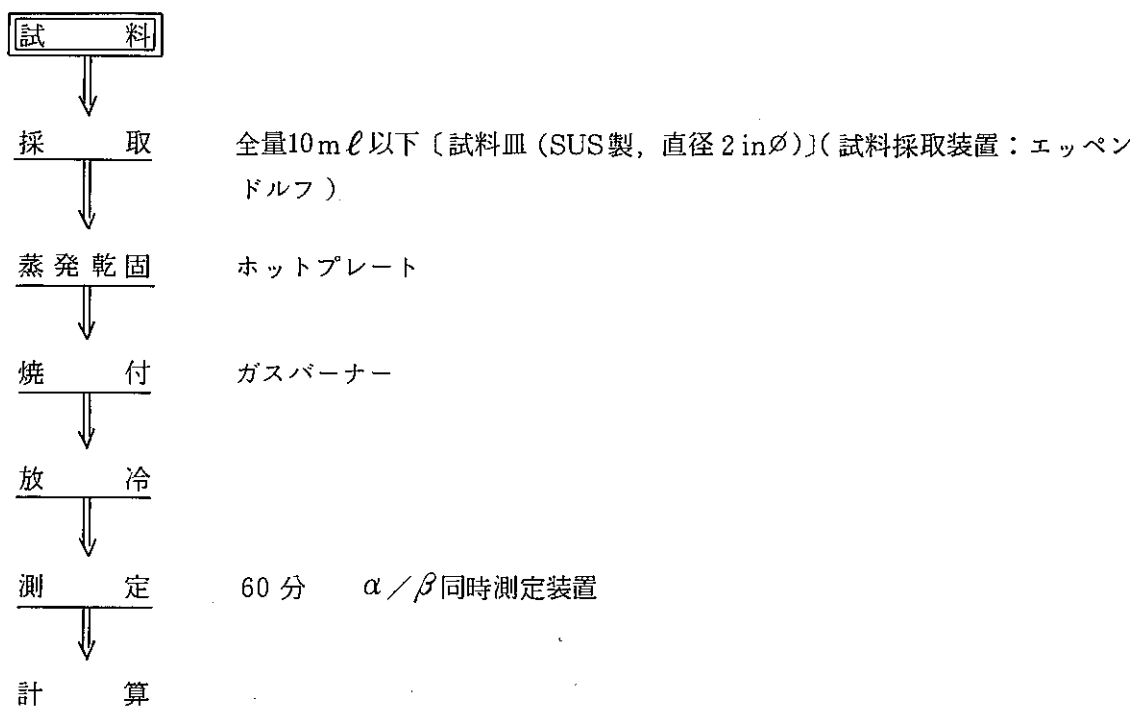
注1 通常、装置を安定させる為、PRガスを流し高圧電源を入れて連続運転をしている。

この場合、自然計数値は低く安定しているので自然計数値用皿をアダプターの1, 2段目にセットし、3段目から試料をセットする。

装置スタート時及びスタート時 (PRガスを止めたり、ガスポンベを交換し再度ガスを流通した時) は、自然計数値が安定するのに5~6時間を要する。このためアダプターの1~4段目までに自然計数値用皿をセットし、5段目から試料をセットし、装置スタートから5~6時間後に測定を行なうこと。

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-24 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 3.4.2-1 に示す。



計算式

$$\text{全}\alpha \text{ or 全}\beta = \frac{C - B}{t \cdot \epsilon \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell)$$

全αが検出されている時の全βの計算

$$\text{全}\beta = \frac{C_\beta - B_\beta - K_\alpha(C_\alpha - B_\alpha)}{t \cdot \epsilon_\beta \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell)$$

全βが検出されている時の全αの計算

$$\text{全}\alpha = \frac{C_\alpha - B_\alpha - K_\beta(C_\beta - B_\beta)}{t \cdot \epsilon_\alpha \cdot S \cdot 2.22 \times 10^6} \quad (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell)$$

図 3.4.2 - 1 分析操作手順フローシート図 (C 施設)

環境レベル試料中の全α及び全βの分析方法

(α線, β線同時計数法)

3.4.3 環境レベル試料中の全 α の分析方法

(α 線計測法)

1. 要 旨

試料を試料皿に焼き付け α 線計測装置で試料中より放出される α 線を測定し、全 α 量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。適用範囲は、全 α 量で $1 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) 試料皿：SUS製，直径2 in ϕ
- (2) α 線計測装置
- (3) 試料採取装置

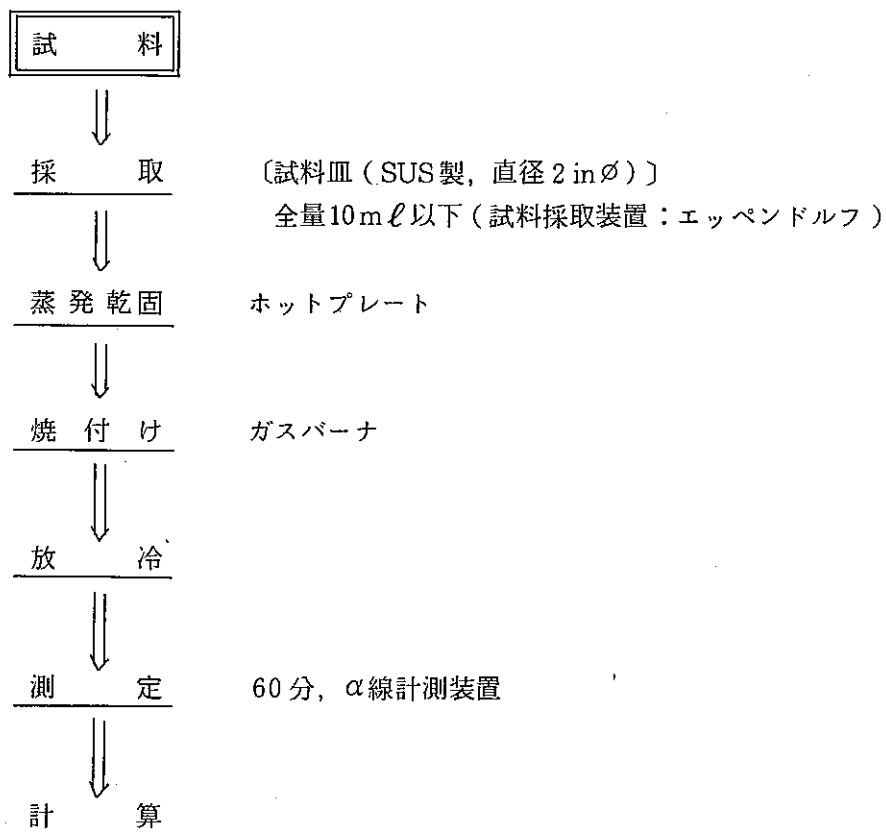
4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) ホットプレート上に試料皿を置き、試料を正しく採取する。(n = 2) (2) 温度100℃で蒸発乾固する。 (3) ガスバーナを用いて赤熱状態で加熱する。 (4) 試料皿を放冷する。 〔測定〕 (5) 試料を検出器部にセットする。 (6) PRESET COUNT ボタンを押し、60分間測定する。 (7) 測定が終了すると、計数計時表示管にカウント数が表示される。	(1) 試料採取量は、10 mℓ以下とする。 (2) 試料が突沸しない様に注意する。 (6) 測定は2回行う。

操 作 手 順	備 考
〔データ処理〕 (8) あらかじめ求めている計数効率から次式により全α量を求める。 $\text{全}\alpha\ (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{Y} \times 10^{-6}$ N_s : 試料の全計数 N_b : 自然計数 W : 試料採取量 (ml) t_s : 試料の計測時間 (min) t_b : 自然計数の計測時間 (min) Y : 計数効率 (%)	(8) 校正は, Am-241 標準試料を使用

5. 解 説

- (1) 本法は, PNC SN852-81-17 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 3.4.3-1 に示す。



計算式

$$\text{全 } \alpha \text{ (}\mu\text{Ci/m}\ell\text{)} = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{Y} \times 10^{-6}$$

図 3.4.3-1 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の全 α 線の分析方法(α 線計測法)

3.4.4 環境レベル試料中の全 β の分析方法(β 線計測法)

1. 要 旨

試料を試料皿に焼き付け β 線計測装置で試料中より放出される β 線を測定し、全 β 量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。適用範囲は、全 β 量で $1 \times 10^{-6} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) 試料皿：SUS 製，直径 2 in ϕ
- (2) β 線計測装置
- (3) 試料採取装置

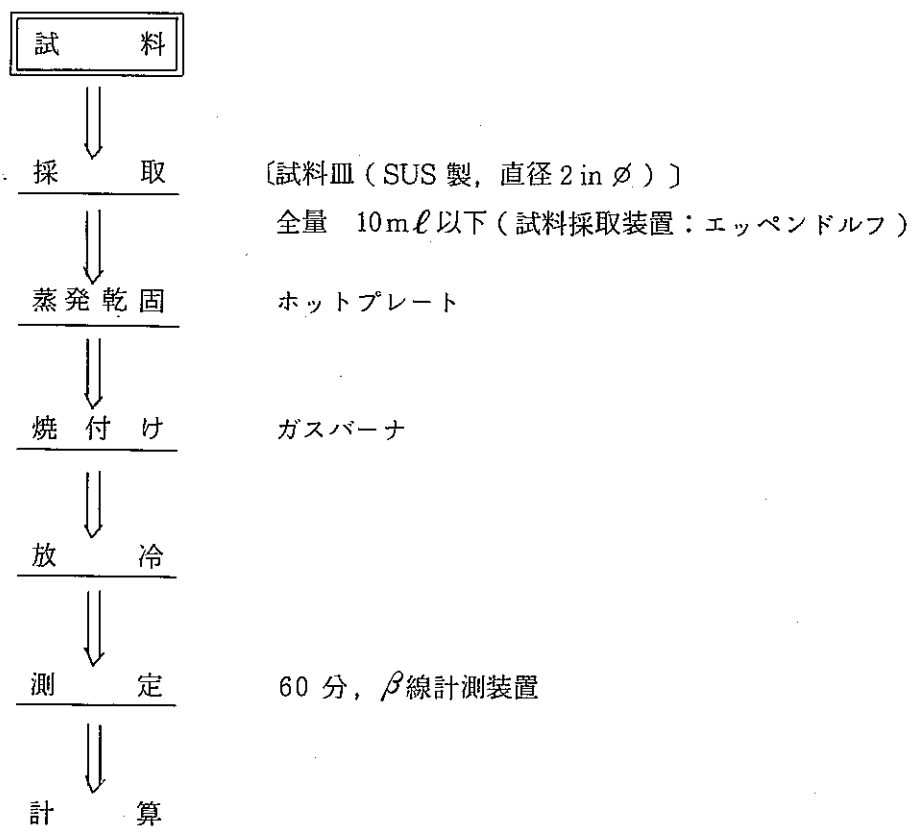
4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試 料 調 整〕 (1) ホットプレート上に試料皿を置き，試料を正しく採取する。($n = 2$) (2) 温度 100 $^{\circ}\text{C}$ で蒸発乾固する。 (3) ガスバーナを用いて赤熱状態で加熱する。 (4) 試料皿を放冷する。 〔測 定〕 (5) 試料を検出器部にセットする。 (6) PRESET COUNT ボタンを押し 60 分間測定する。 (7) 測定が終了すると，計数計時表示管にカウント数が表示される。	(1) 試料採取量は，10 $\text{m}\ell$ 以下とする。 (2) 試料が突沸しない様に注意する。 (6) 測定は 2 回行う。 (7) COUNT STOP ランプ点灯

操 作 手 順	備 考
〔データ処理〕 (8) あらかじめ求めてある計数効率から次式により全β量を求める。 $\text{全}\beta (\mu\text{Ci}/\text{ml}) = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{Y} \times 10^{-6}$ N_s : 試料の全計数 t_s : 計数の計測時間 (min) N_b : 自然計数 t_b : 自然計数の計測時間 (min) W : 試料採取量 (ml) Y : 計数効率 (%)	(8) 校正は, Sr-90 標準試料を使用

5. 解 説

- (1) 本法は, PNC SN852-81-17 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 3.4.4-1 に示す。



計算式

$$\text{全}\beta \text{ (}\mu\text{Ci/m}\ell\text{)} = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{Y} \times 10^{-6}$$

図 3.4.4-1 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の全βの分析方法

(β線計測法)

3.4.5 環境レベル試料中のPHの分析方法

(pH 電 極 法)

1. 要 旨

試料溶液に pH 電極を浸し、溶液中の pH を測定する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) pH 測定器

電極：ガラス・カロメル複合電極

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試 料 調 整〕 (1) 試料をビーカー（容量 100 mℓ）に採取する。	(1) 約 50 mℓ 採取する。
〔測 定〕 (2) 電極を試料液に浸せきさせ、pH 値を読み取る。	

5. 解 説

(1) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.4.5 - 1 に示す。

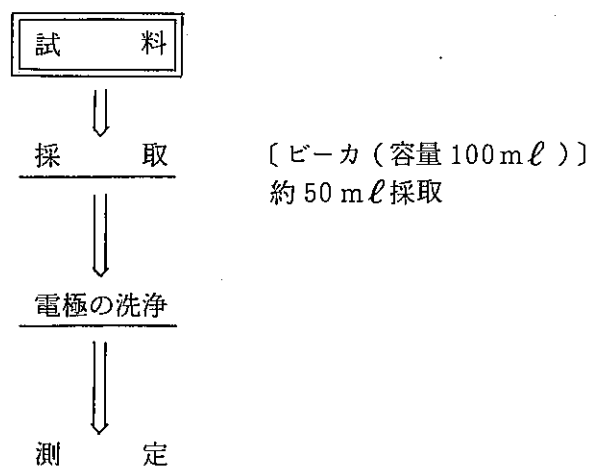


図 3.4.5 - 1 分析操作手順フローシート図（C施設）

環境レベル試料中の pH の分析方法
（ pH 電極法 ）

3.4.6 環境レベル試料中の導電率の分析方法

(導電率電極法)

1. 要 旨

試料溶液に導電率電極を浸し、溶液中の導電率を測定する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 塩化カリウム標準溶液

: 標準溶液の調製法 2.2.2 参照

(2) 導電率測定器

電極: ガラス・カロメル複合電極

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料をビーカー(容量100mℓ)に採取する。	(1) 約50mℓ採取する。
〔測定〕 (2) 電極を試料に浸せきさせ、導電率値を読み取る。 (3) あらかじめ作成してある検量線から導電率を求める。 導電率($\mu\text{S}/\text{cm}$)=導電率(導電率計の読み)×F	

5. 検量線の作成

塩化カリウム標準溶液の2倍、4倍、8倍希釈試料を調整する。操作手順に従い導電率を測定し、検量線を作成する。

6. 解 説

(1) 検量線の一例を図3.4.6-1に示す。

(2) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.4.6-2に示す。

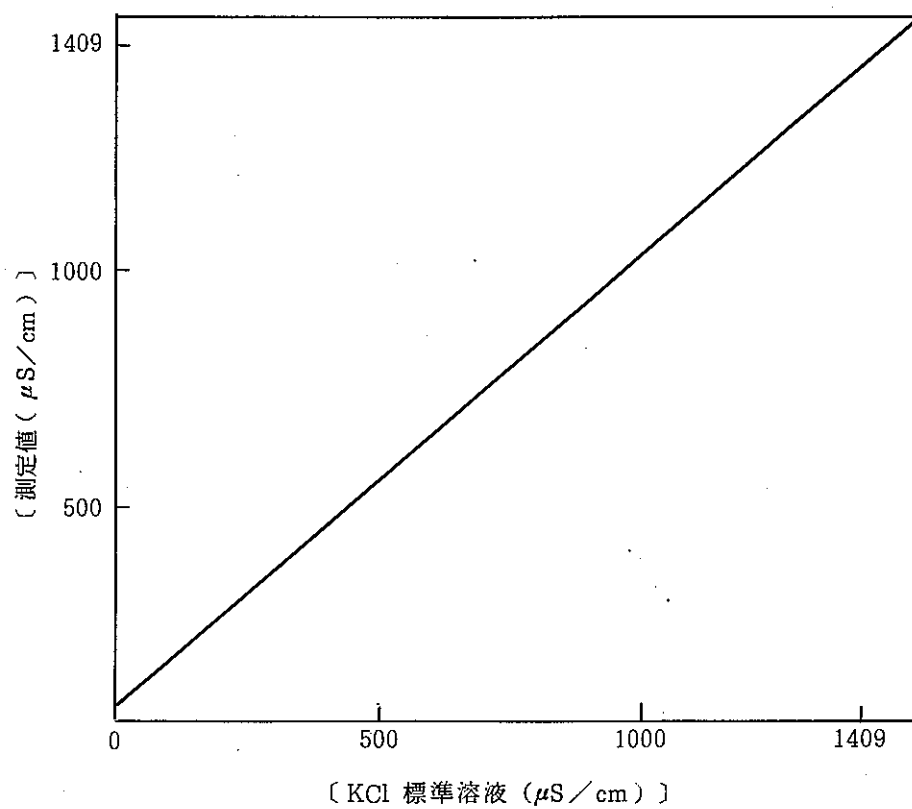


図3.4.6-1 検量線

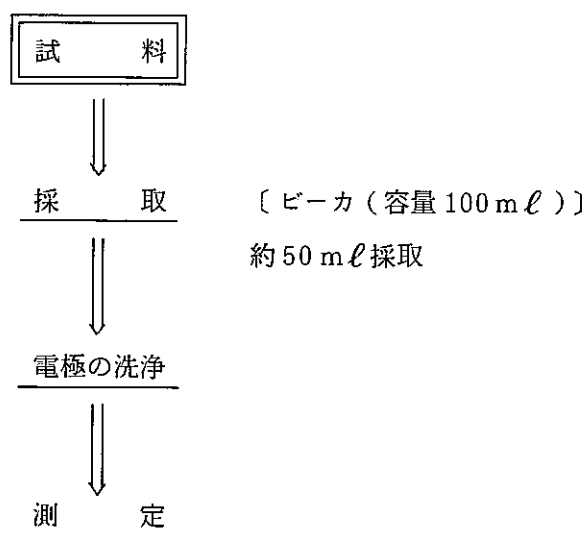


図 3.4.6 - 2 分析操作手順フローシート図（C施設）

環境レベル試料中の導電率の分析方法
（導電率電極法）

3.4.7 環境レベル試料中の遊離酸の分析方法

(アルカリ中和滴定法〔電位差自動滴定法〕)

1. 要 旨

試料に水を加え、水酸化ナトリウム標準溶液で滴定して遊離酸を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。適用範囲は、遊離酸が 0.01 N 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 水酸化ナトリウム標準溶液 (0.2 N)

: 標準溶液の調製法 2.2.5 参照

(2) 電位差自動滴定装置

電極: ガラス・カロメル複合電極

(3) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料をビーカ (容量 100 ml) に正しく採取する。	(1) 0.2 ~ 1 ml 採取する。
(2) 水で全量を約 50 ml にする。	
(3) 試料中に電極と滴定装置のテフロンライン先端を浸す。	
〔条件設定〕	
(4) READ ボタンを押し、DATA 入力キーより「1」を入力する。再び READ ボタンを押し。	(4) プリンターに OPTION 1 と印字される。
(5) SIZE ボタンを押し、試料採取量 (ml) を DATA 入力キーより入力した後、 ENTER を押し。	(5) プリンターに試料採取量が印字される。
(6) BUZZUER スイッチを ON にする。	
〔測定〕	
(7) TIT ボタンを押し。	(7) 滴定が開始される。

操 作 手 順	備 考
(8) 滴定が終了するとブザーが吹鳴し滴定曲線及び遊離酸の滴定消費量、濃度、その他の事項がプリンターに印字される。	
(9) BUZZUER スイッチを OFF にする。	

5. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-17 を参考にして作成した。
- (2) 自動滴定装置は、当分析課と平沼産業(株)との共同開発製品であり、マイクロコンピュータのソフトウェアは、PNC独自の分析方法に対応できるよう開発したものである。
- (3) キーボードを図 3.4.7-1 に示す。
- (4) プリンターの印字の一例を図 3.4.7-2 に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.4.7-3 に示す。

LIST ☐

PURGE ☐

HOLD ☐

TIT ☐

CONDITION

AUTO ☐ PH ☐ mV ☐ BLANK ☐

OPTION

READ ☐ WRITE ☐ IP ☐ mℓ ☐ PTRN ☐

CONT POINT	F	PRE INT
END POINT	K	SAMPL NO
MODE	SIZE	DATE
PH CALIB	BLANK	UNIT

7	8	9
4	5	6
1	2	3
0	.	-

CE

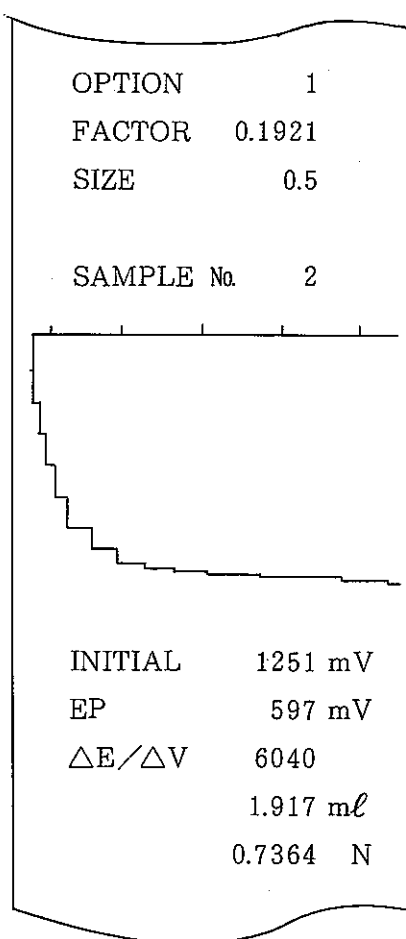
ENTER

BUZZER

ON ☐

OFF ☐

図 3.4.7 - 1 キーボード



←……アルカリ中和滴定法プログラムが起動したことを示す。

←……水酸化ナトリウムのファクター(N)

←……試料採取量(ml)

←……滴定開始時の電位値

←……終点検出時の電位値

←……終点検出時の微分値

←……滴定消費量(ml)

←……分析値(N)

図 3.4.7 - 2 プリンター印字例

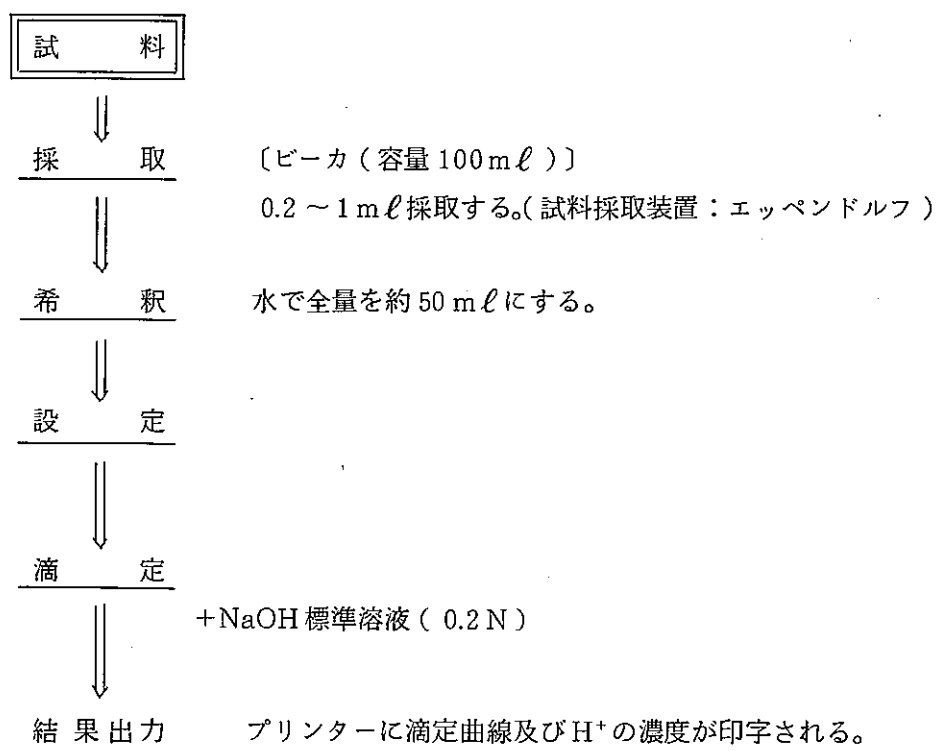


図 3.4.7-3 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の遊離酸の分析方法

〔アルカリ中和滴定法 (電位差自動滴定法)〕

3.4.8 環境レベル試料中のアルカリの分析方法

(酸中和滴定法〔 電位差自動滴定法 〕)

1. 要 旨

試料に水を加え、硝酸標準溶液で滴定してアルカリを定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。

適用範囲は、アルカリが 0.01 N 以上を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 硝酸標準溶液 (0.2 N)

: 標準溶液の調製法 2.2.4 参照

(2) 電位差自動滴定装置

電極: ガラス・カロメル複合電極

(3) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔 試 料 調 整 〕	
(1) 試料をビーカ (容量 100 mℓ) に正しく採取する。	(1) 0.2 ~ 1 mℓ 採取する。
(2) 水で全量を約 50 mℓ にする。	
(3) 試料中に電極と滴定装置のテフロンライン先端を浸す。	
(4) READ ボタンを押し、DATA 入力キーより「1」を入力する。再び READ ボタンを押す。	(4) プリンターに OPTION 1 と印字される。
(5) SIZE ボタンを押し、試料採取量 (mℓ) を DATA 入力キーより入力した後、 ENTER を押す。	(5) プリンターに試料採取量が印字される。
(6) BUZZUER スイッチを ON にする。	
〔 測 定 〕	
(7) TIT ボタンを押す。	(7) 滴定が開始される。
(8) 滴定が終了するとブザーが吹鳴し、滴定曲線及び	

操 作 手 順	備 考
アルカリの滴定消費量，濃度，その他の事項がプリンターに印字される。 (9) BUZZUER スイッチを OFF にする。	

5. 解 説

- (1) 本法は，PNC SN852-81-17 を参考にして作成した。
- (2) 自動滴定装置は，当分析課と平沼産業（株）との共同開発製品であり，マイクロコンピュータのソフトウェアは，PNC独自の分析方法に対応できるよう開発したものである。
- (3) キーボードを図 3.4.8-1 に示す。
- (4) プリンターの印字の一例を図 3.4.8-2 に示す。
- (5) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.4.8-3 に示す。

LIST
☐

PURGE
☐

HOLD
☐

TIT
☐

CONDITION

AUTO
☐

PH
☐

mV
☐

BLANK
☐

OPTION

READ
☐

WRITE
☐

IP
☐

mℓ
☐

PTRN
☐

FUNCTION

CONT POINT	F	PRE INT
END POINT	K	SAMPL NO
MODE	SIZE	DATE
PH CALIB	BLANK	UNIT

DATA

7	8	9
4	5	6
1	2	3
0	.	-

CE

ENTER

BUZZER

ON

OFF

図 3.4.8 - 1 キーボード

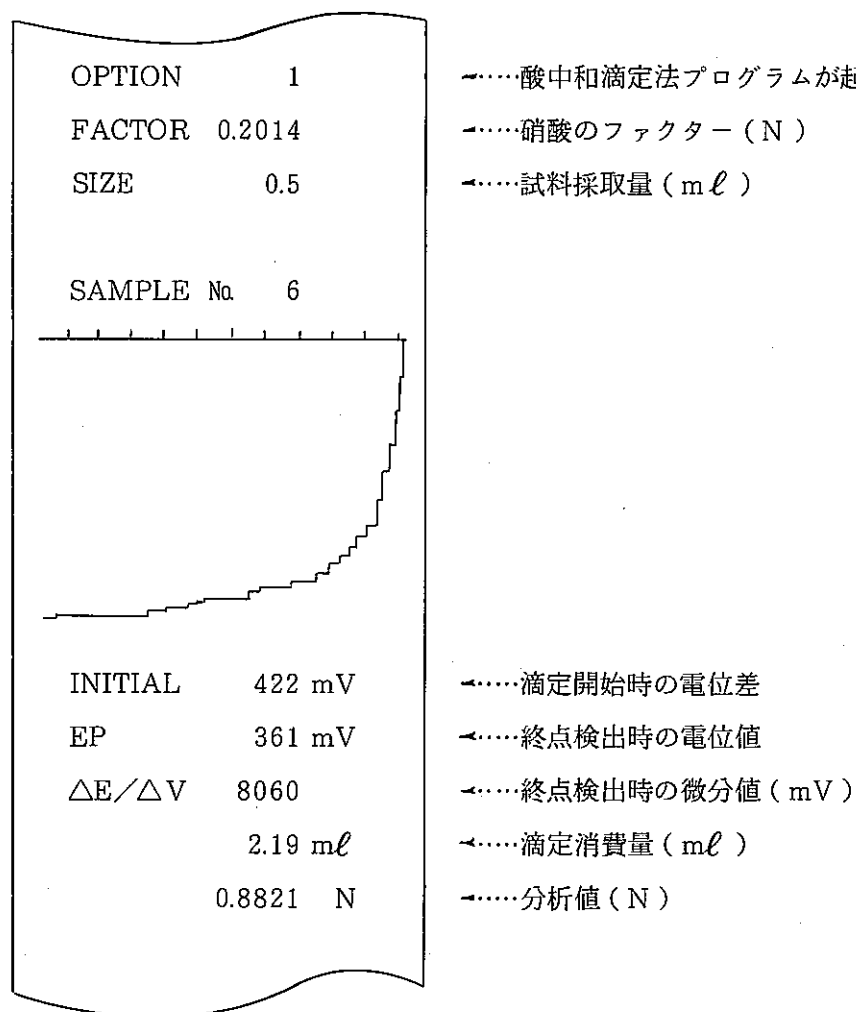


図 3.4.8 - 2 プリンター印字例

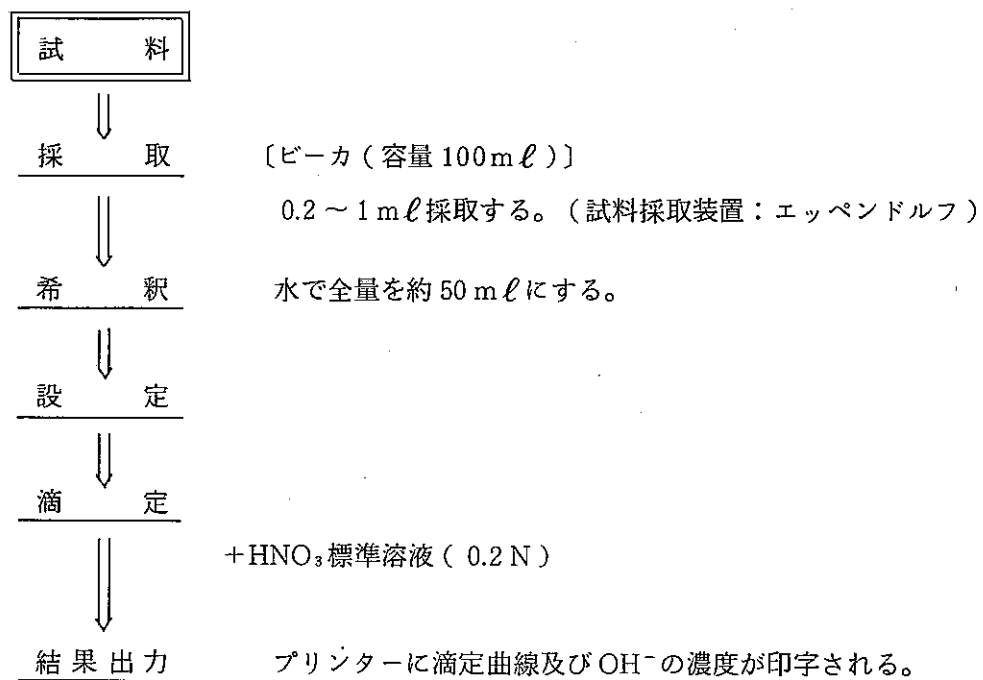


図 3.4.8 - 3 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中のアルカリの分析方法
(酸中和滴定法 (電位差自動滴定法))

3.4.9 環境レベル試料中の油分の分析方法

(n-ヘキサン抽出-重量法)

1. 要 旨

試料に n-ヘキサンを加え油分を抽出したのち、n-ヘキサン相を蒸留し、残存の油分を電気定温乾燥器中で30分間乾燥し、恒量としたのち、重量から油分を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- (1) n-ヘキサン : 試薬特級
- (2) 無水硫酸ナトリウム (粉末) : 試薬特級
- (3) 塩酸溶液 (1 + 1) : 一般試薬の調製方法 2.1.8 参照
- (4) メチルレッド指示薬 (0.05%) ; メチルレッド 0.05 g をエチルアルコール (95%) 100 ml に溶解したのち濾過して用いる。
- (5) 試料採取装置

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
(1) 試料 1 ℓ を分液ロート (容量 2 ℓ) に採取し、メチルレッド指示薬を 2 ~ 3 滴加え、黄色から赤色に変色するまで塩酸溶液 (1 + 1) を加える。	(1) 試料溶液が pH 4 以下になるようにする。メチルレッド指示薬 (0.05%) を加えすぎないこと。
(2) n-ヘキサン 40 ml を加え抽出器で 2 分間激しく振り混ぜ、10 分間静置する。	(2) ガス抜きをしたのち振り混ぜる。
(3) 水相はビーカ (容量 1 ℓ) に移し、有機相は分液ロート (容量 250 ml) に移す。	
(4) 水相を前の分液ロート (容量 2 ℓ) に移し、n-ヘキサン 40 ml 加え抽出器で 2 分間激しく振り混ぜ、10 分間静置する。	(4) ガス抜きをしたのち振り混ぜる。
(5) 水相はビーカ (容量 1 ℓ) に移し、有機相は前の有機相を入れてある分液ロート (容量 250 ml) に移し入れる。	

操 作 手 順	備 考
(6) (4), (5)の操作を3回繰り返した後、水相は捨てる。	(6) 3回目のn-ヘキサンは20mℓとする。
(7) n-ヘキサン相に無水硫酸ナトリウム3～5g加え、水分を除去したのち、ろ紙(Na5c)を用いて蒸留フラスコへろ過する。	
(8) 分液ロートとろ紙はn-ヘキサン5mℓで数回洗浄し、n-ヘキサンは蒸留フラスコへ入れる。	
(9) 蒸留フラスコ中のn-ヘキサンを蒸留装置にセットし、80℃±5℃で10mℓぐらいまで蒸留する。	
(10) n-ヘキサン相を白金皿に移し、ホットプレート上で徐々に蒸発する。	(10) 白金皿(容量100mℓ)あらかじめ乾燥放冷したのち、重量0.0001gまで秤量したものを使用する。
(11) 白金皿を電気定温乾燥器に入れ80℃±5℃で30分間乾燥したのち、デシケータ中で30分間放冷後、天秤で秤量する。	(11) 0.0001gまで秤量する。
(12) 次式から油分を求める。	
$\text{油分 (mg/ℓ)} = \frac{\text{秤量 (g)} - \text{白金皿風袋 (g)}}{\text{試料採取量 (ℓ)}}$	

5. 解 説

(1) 本法は、PNC SN852-81-17を参考にして作成した。

(2) n-ヘキサン相に抽出される物質は炭化水素、動植物油脂などの油状物、グリースのみでなく、炭化水素誘動体、脂肪酸及びその誘動体、エステル、エーテル、アルコール、アミン、農薬、染料、フェノール類、ハロゲン化炭化水素など多岐にわたり、とくにコロイド状イオウも抽出される。

本法は不揮発性油分を試験対象とし、100℃付近で揮散する油分は別の試験方法によらなければならない。

(3) 本法の分析操作手順フローシート図を図3.4.9-1に示す。

試 料	
採 取	1 ℓ採取(分液ロート(容量2 ℓ))
↓	+メチルレッド指示薬2~3滴
振 と う	+HCl(1+1)で酸性に
↓	+n-ヘキサン 40 ml
静 置	約2分間
↓	約10分間
分 離	水相はビーカ(容量2 ℓ)へ移し、n-ヘキサン相は分液ロート(容量250ml)へ
↓	前の分液ロート(容量2 ℓ)へ水相を移す。
振 と う	+n-ヘキサン 40 ml
↓	約2分間
静 置	約10分間
↓	約10分間
分 離	水相はビーカ(容量2 ℓ)へ移し、n-ヘキサン相は分液ロート(容量250ml)へ
↓	前の分液ロート(容量2 ℓ)へ水相を移す。
振 と う	+n-ヘキサン 20 ml
↓	約2分間
静 置	約10分間
↓	約10分間
分 離	水相は捨てる。n-ヘキサン相は分液ロート(容量250ml)へ
↓	
脱 水	
↓	+無水硫酸ナトリウム3~5g
ろ 過	ろ紙(No.5c)で蒸留フラスコへ
↓	
洗 浄	分液ロート、ろ紙をn-ヘキサン5mlで数回
↓	
蒸 留	約10mlになるまで(80℃±5℃)
↓	
乾 固	白金皿(容量100ml)に移し、ホットプレート上で
↓	
乾 燥	電気定温乾燥器中で30分間乾燥、設定温度80℃±5℃
↓	
放 冷	デシケータ中で30分間放冷
↓	
秤 量	直示天秤で0.0001gまで測定

計算式

$$\text{油分 (mg/ℓ)} = \frac{\text{秤量した白金皿} - \text{白金皿風袋}}{\text{試料採取量 (ℓ)}}$$

図 3.4.9-1 分析操作手順フロシート図(C施設)

環境レベル試料中の油分の分析方法

(n-ヘキサン抽出-重量法)

3.4.10 環境レベル試料中の塩素の分析方法

(塩化銀比濁法)

1. 要 旨

試料を硝酸で溶解し、溶解液の一定量に硝酸銀溶液を加え、波長 500 nm での吸光度を測定し、塩素含有量を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。適用範囲は、10 ～ 100 ppm を含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--|----------------------|
| (1) 硝酸溶液 | : 試薬特級 |
| (2) 硝酸銀溶液 (10%) | : 一般試薬の調製法 2.1.10 参照 |
| (3) 硝酸溶液 (1 + 1) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (4) 塩素標準溶液 (100 $\mu\text{g}/\text{m}\ell$) | : 標準溶液の調製法 2.2. 3 参照 |
| (5) 分光光度計 | |
| (6) 試料採取装置 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料を良く振り混ぜ試料溶液の濁りを均一化する。	
(2) メスフラスコ (容量 25 mℓ) にホールピペット (容量 10 mℓ) を用いて試料 10 mℓ 正しく採取する。	
(3) 硝酸溶液 (CONC) 約 2 mℓ, 硝酸銀溶液 (10%) 2 ～ 3 滴添加し搅拌する。	(3) 30 分間放置する。
(4) 水 (DWA) を加えて正しく標線に合せ搅拌する。	
(5) メスフラスコ (容量 25 mℓ) にホールピペット (容量 10 mℓ) を用いて試料 10 mℓ 正しく採取する。	
(6) 硝酸溶液 (CONC) 約 2 mℓ 添加し, 搅拌する。	(6) 30 分間放置する。
(7) 水 (DWA) を加えて標線に合せ搅拌したものを対照液とする。	
(8) 試料, 対照液を吸収セルに採取する。	

操 作 手 順	備 考
(9) 試料, 対照液を採取したセルをセルホルダーにセットする。 〔条 件 設 定〕 (10) 波長ダイヤル (WAVELENGTH) で 50 nm に合せる。 (11) フィルター選択レバーを 500 nm へに合せる。 (12) ABS 0-2 を押す。 〔測 定〕 (13) セルホルダーを試料室にセットする。 (14) 100 % ABS 0, COARSE ADJ ダイヤルで 0.100 近くに合わせる。 (15) 100 % ABS 0, FINE ADJ ダイヤルで 0.100 に合せる。 (16) セル設定つまみを 1 段引く。 〔データ処理〕 (17) あらかじめ作成してある検量線から塩素含有量を求める。 塩素 (ppm) = ABS × F ABS : 吸光度 F : ファクター	(13) 測定値が表示パネルにデジタル表示される。

5. 検量線の作成

塩素標準溶液 (100 ppm) 0, 50, 100, 200, 500, 700, 1000 μl をそれぞれメスフラスコ (容量 25 ml) にとり, 硝酸溶液 (CONC 13.4 N) 2 ml, 硝酸銀溶液 (10%) 2 ~ 3 滴を添加し操作手順に従って吸光度を測定し, 塩素量と濁度の関係線を作成し検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN 852-81-17 を参考にして作成した。
- (2) 溶解のさい硝酸濃度が 8 N をこえると塩素の逸失が認められた。
- (3) 検量線の一例を図 3.4.10-1 に示す。
- (4) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.4.10-2 に示す。

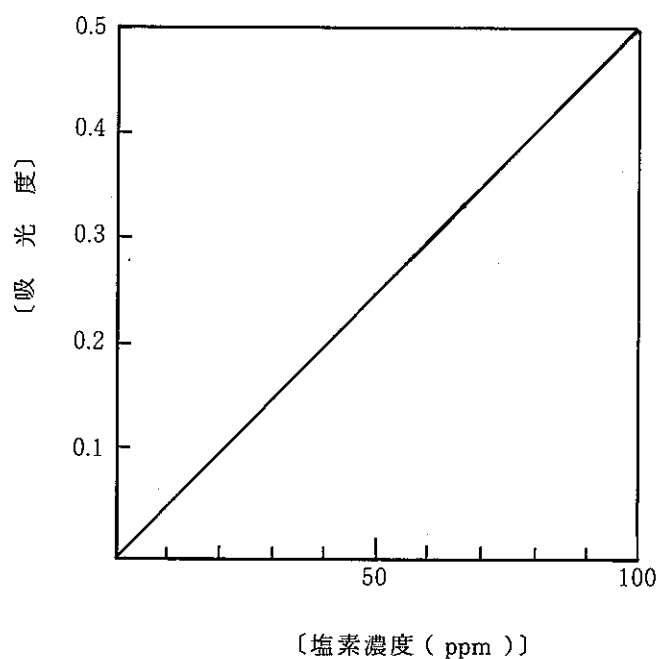
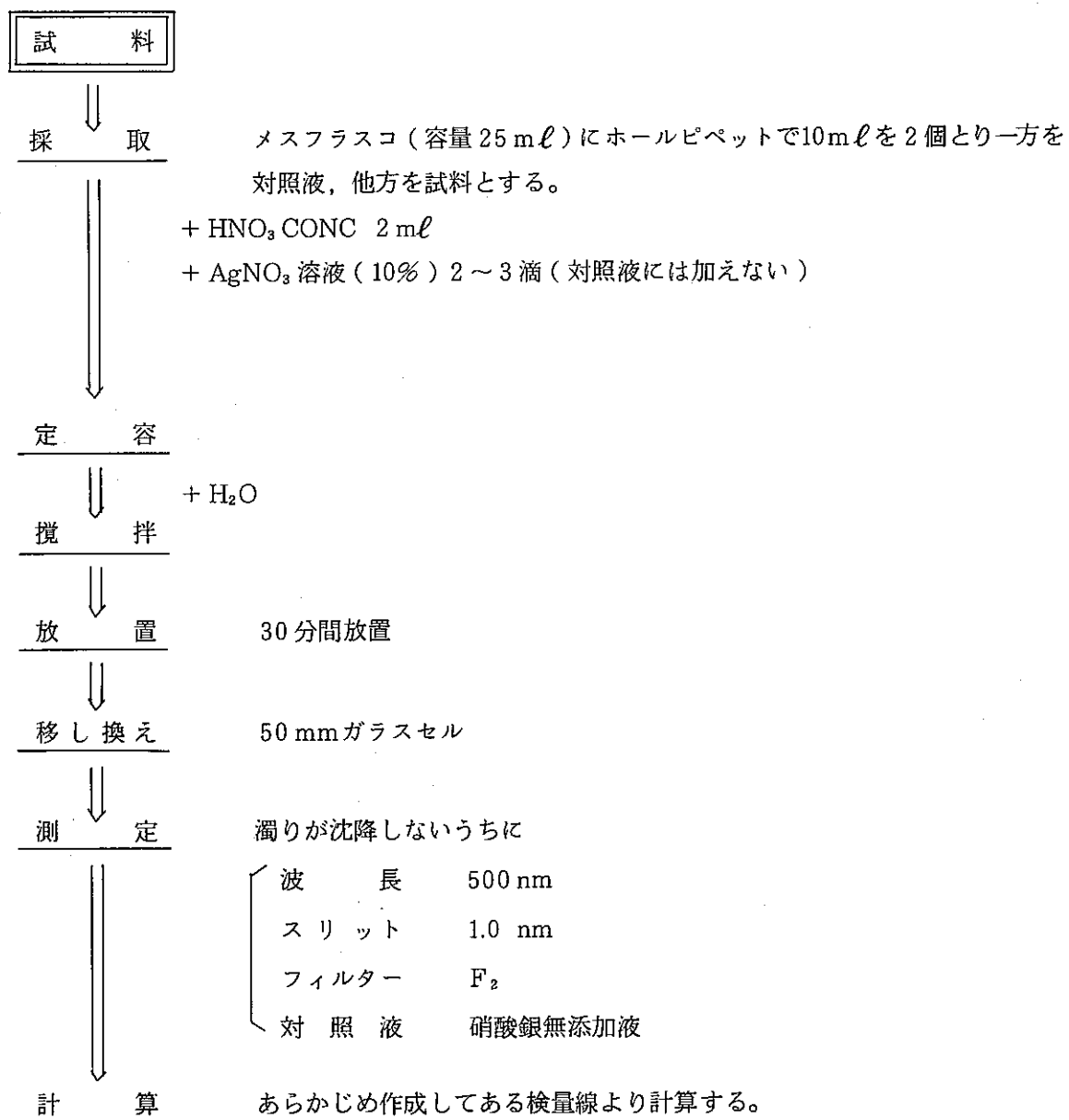


図 3.4.10-1 検 量 線

波 長	500 nm
吸収セル	50 mm
対 照 液	硝酸銀無添加液



計算式

$$\text{塩素 (ppm)} = \text{ABS} \times F$$

図 3.4.10-2 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の塩素の分析方法

(塩化銀比濁法)

3.4.11 環境レベル試料中の濁度 (S, S) の分析方法

1. 要 旨

試料に含まれる濁りの原因である各種浮遊物を良く攪拌した後、波長 660 nm での吸光度を測定し濁度を定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工程より放出される廃液及び機器冷却水、建家冷却水等の環境レベル試料の分析に適用する。

適用範囲は濁度として 10～200 ppmを含む試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 濁度標準溶液 (1000 ppm)

: 標準溶液の調製法 2.2.6 参照

(2) 分光光度計

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕 (1) 試料を良く振り混ぜ試料溶液の濁りを均一化する。 (2) 試料を吸収セルに採取する。 (3) 対照液として、水(DWA)を吸収セルに採取する。 (4) 試料、対照液を採取したセルをセルホルダーにセットする。 〔条件設定〕 (5) 波長ダイヤル(WAVELENGTH)で660nmに合わせる。 (6) フィルター選択レバーを600nm～に合わせる。 (7) ABS 0-2を押す。 〔測定〕 (8) セルホルダーを試料室にセットする。	(8) 測定値が表示パネルにデジタル表示される。

操 作	備 考
(9) 100% ABS 0, COARSE ADJ ダイアルで 0.100 近くに合わせる。 (10) 100% ABS 0, FINE ADJ ダイアルで 0.100 に合わせる。 (11) セル設定つまみを 1 段引く。 〔データ処理〕 (12) あらかじめ作成してある検量線から濁度を求める。 濁度 (ppm) = ABS × F ABS : 吸光度 F : ファクター	

5. 検量線の作成

濁度標準溶液 (1000 ppm) より, 0, 10, 25, 50, 75, 100, 200 ppm の試料を調整する。以下操作手順に従い吸光度を測定し濁度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 SN 852-81-24 を参考にして作成した。
- (2) 検量線の一例を図 3.4.11-1 に示す。
- (3) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.4.11-2 に示す。

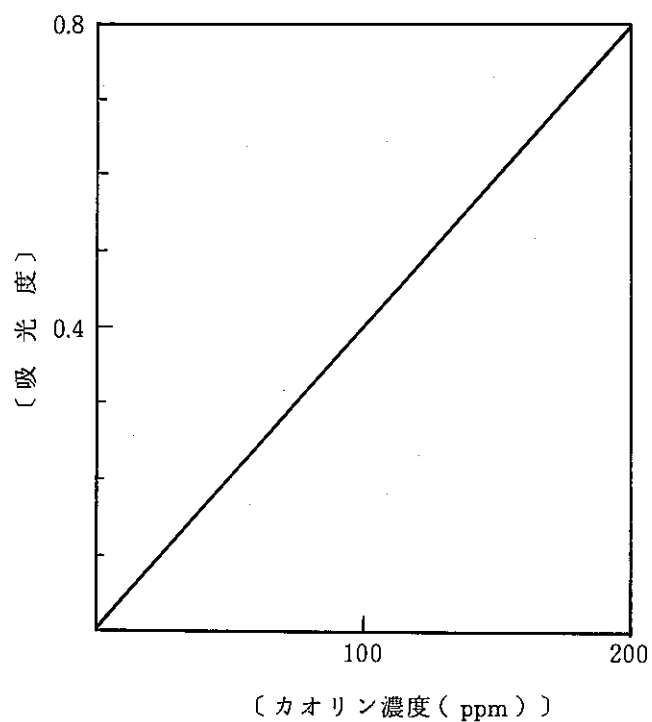
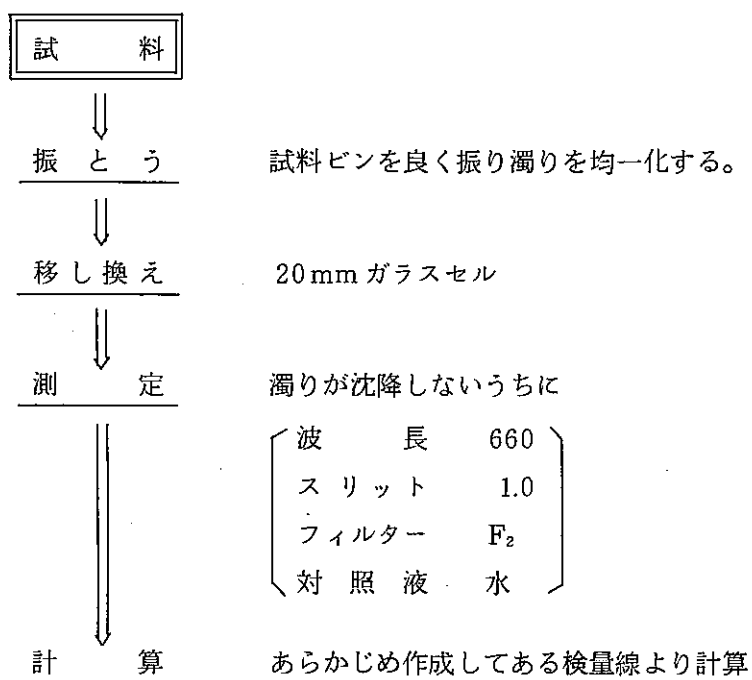


図 3.4.11-1 検 量 線

波 長	660 nm
スリット巾	1 nm
吸収セル	20 mm
対 照 液	水



計算式

$$\text{濁度 (ppm)} = \text{ABS} \times F$$

図 3.4.11 - 2 分析操作手順フローシート図 (C施設)

環境レベル試料中の濁度の分析方法
(直接吸光光度法)

3.5 その他の分析方法

3.5.1 焼却灰中のウランの分析方法

(アルカリ過酸化水素吸光光度法)

1. 要 旨

試料を電気炉で灰化したのち、硝酸を加え溶解する。ウランをTBPで抽出したのち、このウランを炭酸ナトリウムで逆抽出する。この溶液に過酸化水素水を加え発色したのち、波長 420 nm での吸光度を測定してウランを定量する。

2. 適用範囲

本法は、再処理工場廃棄物処理工程から発生する焼却灰中の分析に適用する。適用範囲はウランとして 5 % 以内の試料の分析に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|-------------------------------|----------------------|
| (1) 過酸化水素水 (30 %) | |
| (2) 硝酸-硝酸ナトリウム溶液 (52 %) | : 一般試薬の調製法 2.1.11 参照 |
| (3) 硝酸溶液 (1 + 3) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (4) 水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム混合溶液 | : 一般試薬の調製法 2.1.14 参照 |
| (5) 炭酸ナトリウム溶液 (10 %) | : 一般試薬の調製法 2.1.17 参照 |
| (6) TBP - n・ドデカン溶液 (TBP 30 %) | : 一般試薬の調製法 2.1.19 参照 |
| (7) ウラン第二標準溶液 (5 mg/ml) | : 標準溶液の調製法 2.2.1 参照 |
| (8) 電 気 炉 | |
| (9) ホットプレート | |
| (10) シェーカー | |
| (11) 分光光度計 | |

4. 操 作

操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料 2 ~ 5 g をあらかじめ秤量した磁性ルツボ (容量 30 ml) に秤り取る。	
(2) 直示天秤により、0.01 g まで秤量する。	(2) 試料採取量 (g) = (試料 + ルツボ) - (ルツボ)
(3) 試料を電気炉に入れ 800 °C で約 2 時間灰化する。	(3) 試料中に炭化物の黒片が混入していな

操 作 手 順	備 考
(4) 放冷後、コニカルビーカー(300mℓ)試料を移し硝酸溶液(1+3)20mℓを加え、ホットプレート上で沸騰するまで加温溶解する。 (5) 放冷後、試料溶液をろ紙(No.5c, 直径12.5cm)を用いてメスフラスコ(容量100mℓ)にろ過する。 (6) ろ紙上を水で3~4回洗浄し放冷後、水で100mℓにする。 (7) 試料溶液10mℓをホールピペットを用いて分液ロート(容量100mℓ)へ採取する。 (8) 硝酸-硝酸ナトリウム溶液を約15mℓ加えて容量25mℓに調整する。 (9) TBP-n・ドデカン溶液(30%)を25mℓ加え、シェーカーで約5分間振とうする。 (10) 静置後、水相を捨てる。 (11) 硝酸-硝酸ナトリウム溶液10mℓを加え約1分間振とうし、有機相を洗浄する。水相は捨てる。この操作を2回繰り返す。 (12) 水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム混合溶液20mℓを加え軽く振り混ぜガス抜きしたのち、約2分間振とうする。 (13) 水相をメスフラスコ(容量100mℓ)へ移し入れる。 (14) 水酸化ナトリウム-炭酸ナトリウム混合溶液5mℓを分液ロート(容量100mℓ)に加えて約1分間振とうし、放置後、メスフラスコ(容量100mℓ)へ水相を移し入れる。この操作は水相が無色になまで繰り返す。 (15) メスフラスコ(容量100mℓ)に過酸化水素水(30%)を3mℓ加え発色させ水で定容する。 (16) 溶液の一部をろ紙(No.5c, 直径12.5cm)を用いてろ過する。	い場合は灰化操作を省いてもよい。 (4) 試料の移し換えは、ヒュームフード内で行う。 (6) 温硝酸溶液(1+100)を使用してもよい。 (8) 硝酸-硝酸ナトリウム溶液は塩析剤として用いる。 (12) ウランをアルカリ性として水相側へ逆抽出する。ガス抜き操作は注意深く行い完全にガスを抜く。 (14) ウランが残っていないことを確認する。
〔 測 定 〕 (17) 波長が405nmである事を確認した後、溶液の一部を吸収セルに移す。	

操 作 手 順	備 考
(18) 吸光度が安定したことを確認した後「ソクテイカイシ」をライトペンにより入力する。 〔データ処理〕 (19) 測定終了後、吸光度を読み取り、あらかじめ作成してある検量線からウラン量を求める。 $\text{ウラン (\%)} = \frac{F \times \text{吸光度} \times 10}{\text{採取量 (g)} \times \frac{1000}{1} \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}} \right)} \times 100$ 10: 希釈倍率	

5. 検量線の作成

ウラン第二標準溶液 (10 mg/ml) 0.5, 1.0, 2.0, 4.0 ml をそれぞれメスフラスコ (容量 100 ml) にとり、炭酸ナトリウム溶液 (10%) で中和したのち、さらに過剰に 5 ml 加える。水酸化ナトリウム溶液 (10%) を 5 ml 加え以下操作手順(16)以降に従い吸光度を測定し、ウラン量と吸光度との関係線を作成し検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は、PNC SN852-81-17 を参考にして作成した。
- (2) 検量線の一例を図 3.5.1-1 に示す。
- (3) 本法の分析操作手順フローシート図を図 3.5.1-2 に示す。

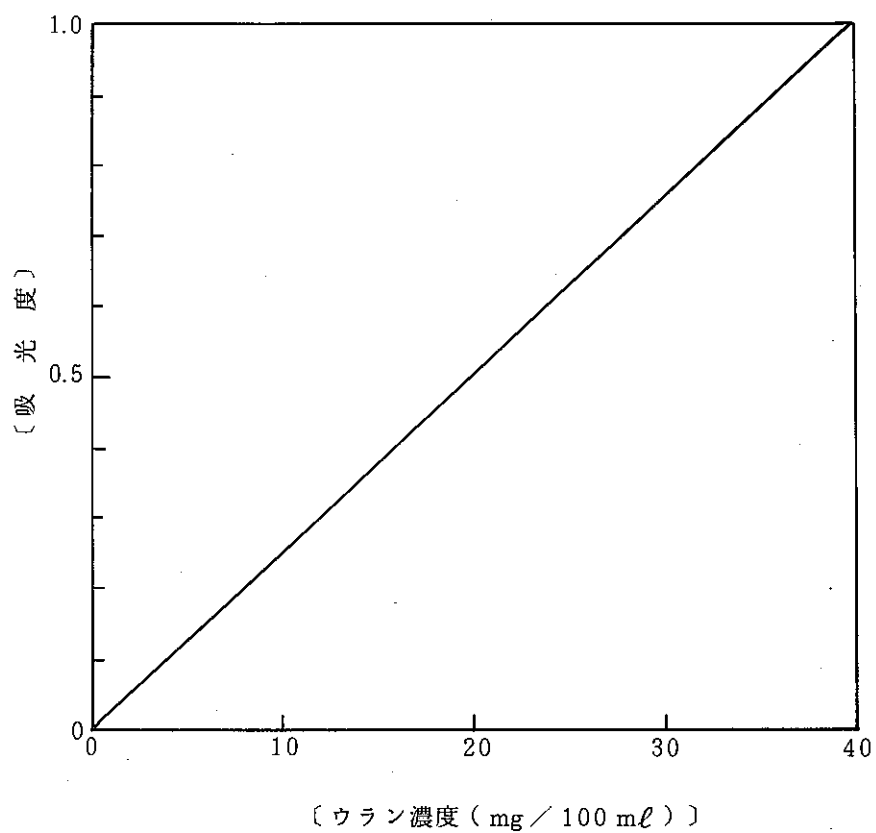
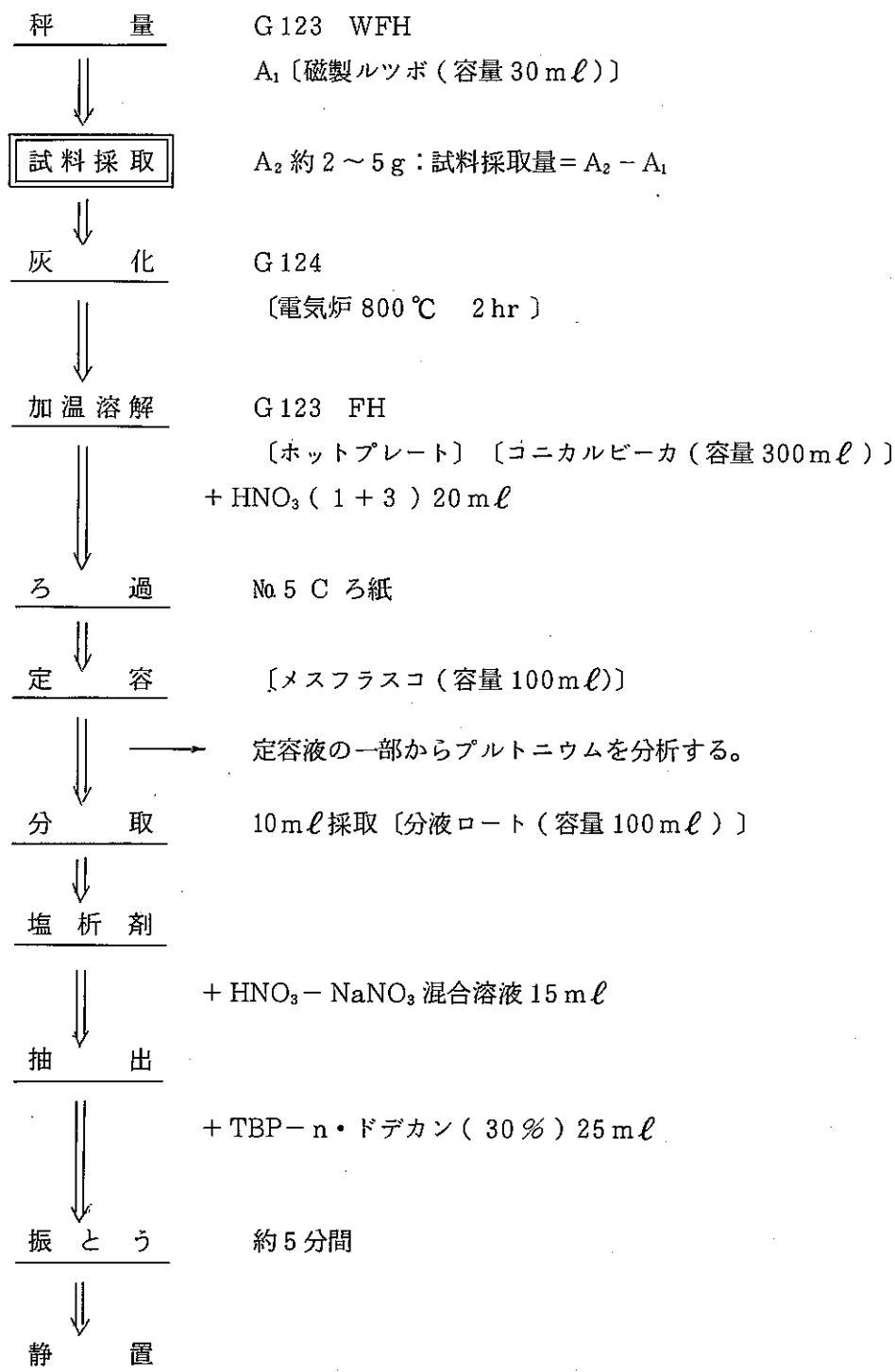
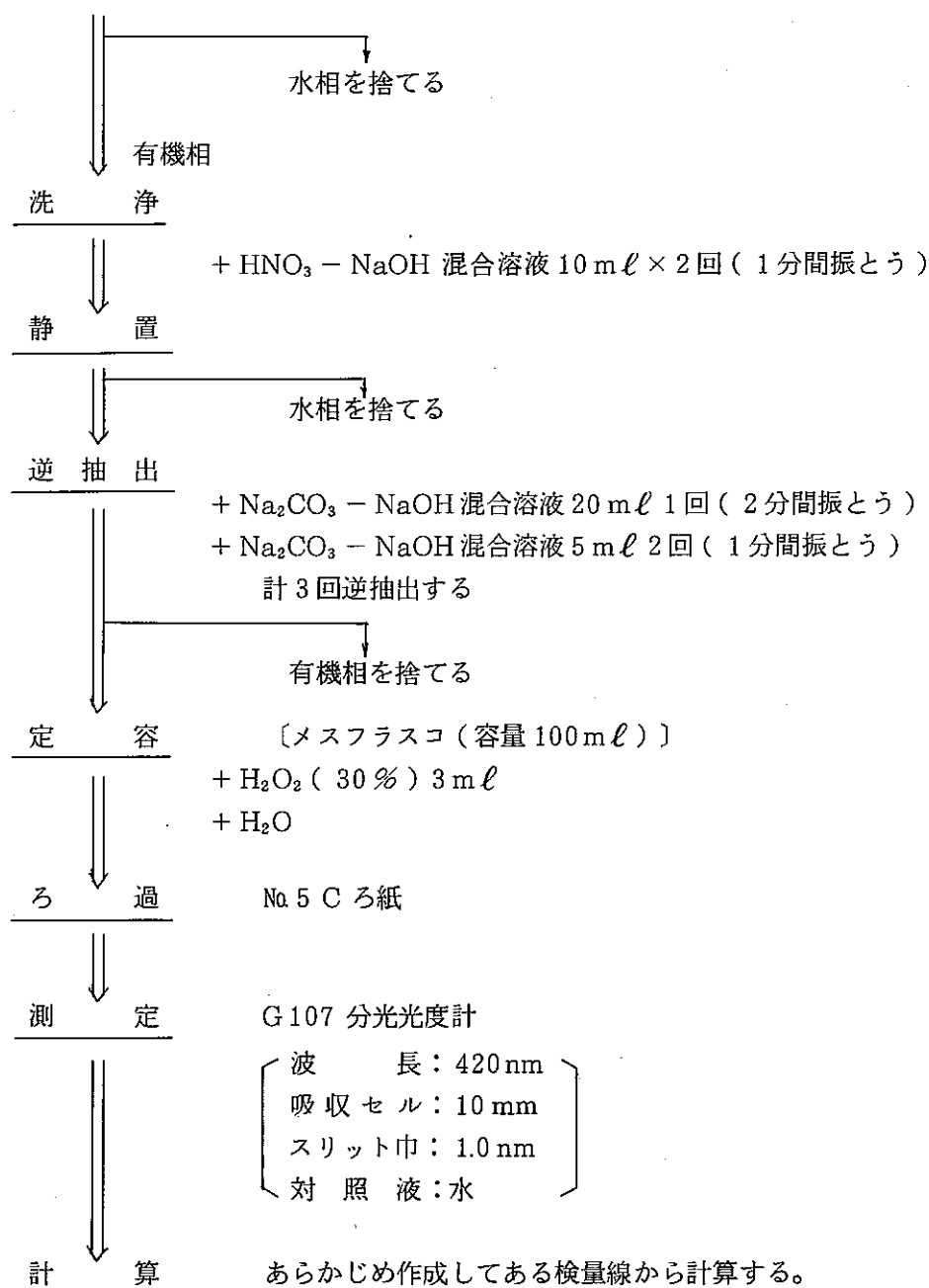


図3.5.1-1 検量線

波 長	420 nm
吸収セル	10 mm
スリット巾	1 nm
対 照 液	水





計算式

$$\text{ウラン}(\%) = \frac{F \times \text{吸光度} \times 10}{\text{採取量} \times \frac{1000}{1}} \times 100$$

図 3.5.1-2 分析手順フローシート図

焼却灰中のウランの分析方法

(アルカリ過酸化水素吸光光度法)

3.5.2 水溶液中の鉄，ニッケル，クロムの分析方法

(フレームレス原子吸光法)

1. 要 旨

試料を希釈した後，フレームレス原子吸光々度計により鉄，ニッケル，クロムの濃度を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程の水溶液中の鉄，ニッケル，クロムの濃度の定量に適用できる。

3. 試薬及び装置

(1) 硝酸溶液 (1 + 27) : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照

(2) 鉄，ニッケル，クロム混合標準溶液 (Fe:400ppb, Ni:200ppb, Cr:100ppb)

: 標準溶液の調製法 2.2. 7 参照

(3) フレームレス原子吸光々度計

(4) 試料採取装置

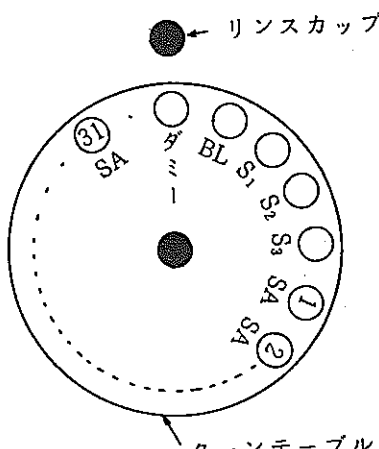
4. 操 作

操 作 手 順	備 考								
〔試料調整〕 (1) 試料瓶に各希釈倍率に応じて硝酸溶液 (1 + 27) を添加する。添加例を下記に示す。 <table border="1"> <tr> <th>希釈倍率</th><th>添 加 量</th></tr> <tr> <td>10 倍</td><td>9 ml</td></tr> <tr> <td>100 倍</td><td>9.9 ml</td></tr> <tr> <td>1,000 倍</td><td>希釈倍率10倍 + 100 倍使用</td></tr> </table> (2) 操作手順(1)で準備した試料瓶 + 硝酸溶液 (1 + 27) 及び分析試料を，目的のグローブボックスに搬入する。 (3) 操作手順(1)で準備した試料瓶に，希釈倍率に応じて分析試料を採取する。採取例を下記に示す。	希釈倍率	添 加 量	10 倍	9 ml	100 倍	9.9 ml	1,000 倍	希釈倍率10倍 + 100 倍使用	(1) 試料瓶は硝酸溶液 (1 + 27) 及び蒸留水を用いて洗浄したものを使用する。
希釈倍率	添 加 量								
10 倍	9 ml								
100 倍	9.9 ml								
1,000 倍	希釈倍率10倍 + 100 倍使用								

操 作 手 順		備 考																																																		
<table border="1"><tr><th>希釈倍率</th><th>採 取 量</th></tr><tr><td>10 倍</td><td>1 mℓ</td></tr><tr><td>100 倍</td><td>0.1 mℓ</td></tr></table>		希釈倍率	採 取 量	10 倍	1 mℓ	100 倍	0.1 mℓ																																													
希釈倍率	採 取 量																																																			
10 倍	1 mℓ																																																			
100 倍	0.1 mℓ																																																			
(4) 分析試料採取後、ポリキャップ及びカートリッジで試料瓶を密閉する。		(4) ポリキャップを汚さないよう注意する。																																																		
(5) 気送管にてフレームレス原子吸光用グローブボックス（G-107 グローブボックスNo.3）に気送する。																																																				
(6) 同時に検量線用標準溶液（鉄＝ 400ppb，ニッケル＝ 200ppb，クロム＝ 100ppb）及びブランク溶液（硝酸溶液（1＋27））を搬入する。																																																				
〔 条 件 設 定 〕																																																				
(7) ここでは、ニッケルについての選択例を示す。																																																				
(8) ニッケル測定時は、元素リスト画面(ELEMENTS)を確認し、 <table border="1"><tr><td>2</td><td>4</td><td>.</td><td>2</td></tr></table> <table border="1"><tr><td>ENTER</td></tr></table> キーを押す。		2	4	.	2	ENTER	(8) ここでの数値は次の様に示す。 <table border="1"><tr><td>2</td><td>4</td></tr></table> 元素配列番号 <table border="1"><tr><td>.</td><td>2</td></tr></table> グラファイトアトマイザー	2	4	.	2																																									
2	4	.	2																																																	
ENTER																																																				
2	4																																																			
.	2																																																			
*** ELEMENTS *** <table><tr><td>1 Ag</td><td>11 Co</td><td>21 Mn</td><td>31 Si</td></tr><tr><td>2 Al</td><td>12 Cr</td><td>22 Mo</td><td>32 Sn</td></tr><tr><td>3 As</td><td>13 Cu</td><td>23 Na</td><td>33 Sr</td></tr><tr><td>4 Au</td><td>14 Fe</td><td>24 Ni</td><td>34 Ti</td></tr><tr><td>5 B *</td><td>15 Ge</td><td>25 Pb</td><td>35 V</td></tr><tr><td>6 Ba</td><td>16 Hg **</td><td>26 Pd</td><td>36 W *</td></tr><tr><td>7 Be</td><td>17 In</td><td>27 Pt</td><td>37 Zn</td></tr><tr><td>8 Bi</td><td>18 K</td><td>28 Rh</td><td>38</td></tr><tr><td>9 Ca</td><td>19 Li</td><td>29 Sb</td><td></td></tr><tr><td>10 Cd</td><td>20 Mg</td><td>30 Se</td><td></td></tr></table> *:BURNER ONLY ATOMIZER **:Hg CELL • 1 BURNER (CELL) • 2 CRAPHITE ATOMIZER		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 Ge	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		(鉄の場合) <table border="1"><tr><td>1</td><td>4</td><td>.</td><td>2</td></tr></table> <table border="1"><tr><td>ENTER</td></tr></table> と押す。 (クロムの場合) <table border="1"><tr><td>1</td><td>2</td><td>.</td><td>2</td></tr></table> <table border="1"><tr><td>ENTER</td></tr></table> と押す。	1	4	.	2	ENTER	1	2	.	2	ENTER
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 Ge	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																																																		
1	4	.	2																																																	
ENTER																																																				
1	2	.	2																																																	
ENTER																																																				
元素リスト画面																																																				

操 作 手 順	備 考
(9) 操作手順(8)を行なうと次の分析条件 (ANALYSIS) が表示される。 *** ANALYTICAL CONDITIONS *** ELEMENT Ni * LAMP CURRENT : 15mA WAVELENGTH : 232.0nm 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 - 20.0 mA 分析条件画面 (10) SHIFT キーで LAMP CURRENT (ランプ電流) を選び 1 5 ENTER キーを押し入力する。 (11) SHIFT キーで SAMPLE VOLUME (サンプリング量) を選び 2 0 ENTER キーを押し入力する。 (12) スリットを測光部のスリット調整ツマミで分析条件画面の値に合せる。 (13) 波長を測光部の波長調整ツマミで分析条件画面の値に合せる。 (14) 測光部の波長調整ツマミで分析条件画面の H・C・LAMP の値が最大値になるように再度調整する。 (15) 測光部の GAIN 調整ツマミで分析条件画面の H・C・LAMP の値が 95.0 ~ 100 になるように調整する。 (16) PRINT キーを押し、分析条件をプリントアウトする。 (17) MEASURE キーを押し、測定条件画面を表示させる。	(10) ランプ電流値を 15mA にする。 (11) サンプリング量を 20 μl にする。

操 作 手 順	備 考
*** MEASUREMENT CONDITIONS *** * ANALYTICAL MODE : AAS (CONC) MEASUREMENT MODE : PEAK HEIGHT EQUATION TYPE : LINEAR FIT ZEEMAN A. A. MODE : OFF RECORDER OUTPUT : DIRECT (0.5 SEC) SCALE EXPANSION : 1.0 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	
測定条件画面 (18) SHIFT キーで ANALYTICAL MODE (測定条件) を選び 2 ENTER キーを押し入力する。 (19) SHIFT キーで REPEAT TIMES (測定繰返し回数) を選び 3 ENTER キーを押し入力する。 (20) SHIFT キーで CONCENTRATION (測定単位) を選び 2 ENTER キーを押し入力する。 (21) 検量線用標準溶液の濃度値を下記のように入力する。 S₁ 5 0 ENTER キーを押す。 S₂ 1 0 0 ENTER キーを押す。 S₃ 2 0 0 ENTER キーを押す。 (22) PRINT キーを押し測定条件をプリントアウトする。	(21) 標準溶液の鉄、クロムの濃度値を下記のように入力する。 (鉄の場合) S₁ 1 0 0 ENTER キーを押す。 S₂ 2 0 0 ENTER キーを押す。 S₃ 4 0 0 ENTER キーを押す。 (クロムの場合) S₁ 2 5 ENTER キーを押す。 S₂ 5 0 ENTER キーを押す。 S₃ 1 0 0 ENTER キーを押す。

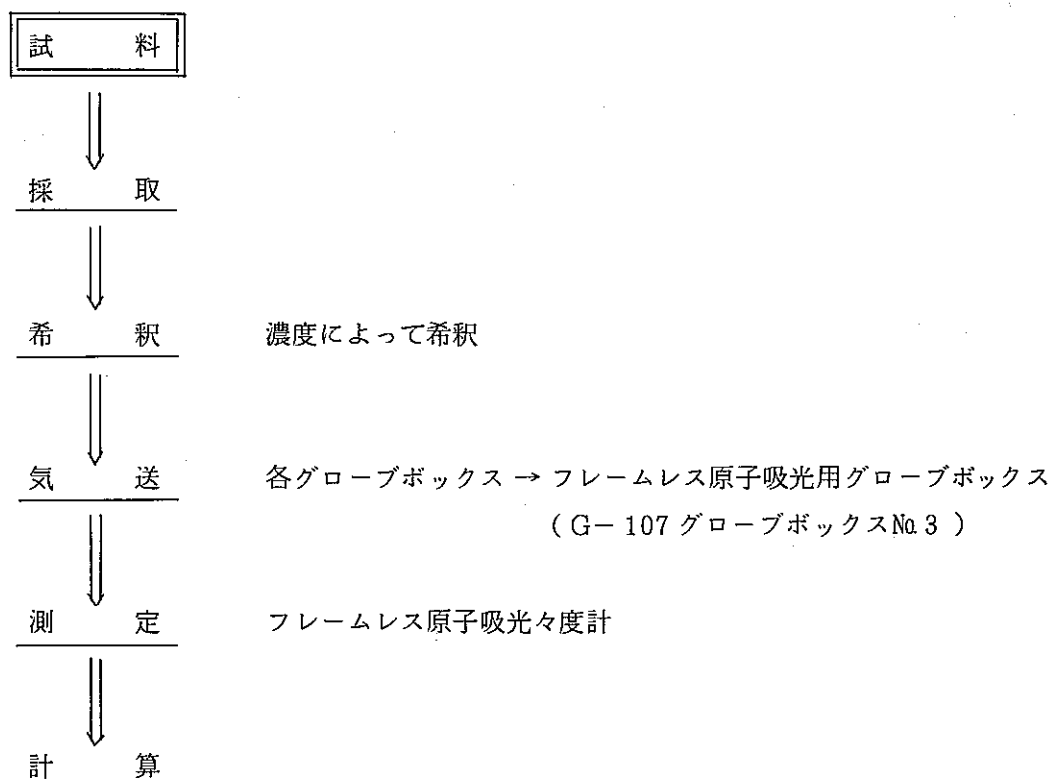
操 作 手 順	備 考
〔 測 定 〕 (27) 測定試料をカップに分取する。 (28) ダミー, ブランク, 検量線用標準溶液 $S_1 \sim S_3$, 試料の順に, ターンテーブルにのせ測定架台にセットする。 (29) ターンテーブルの上に蓋を置く。 (30) ターンテーブルを時計方向に廻しながら, 最初の試料をリンスカップ前に合せる。 (31) データ処理装置キーボードの BOOST キーを押し発光部内 (グラフィットアトマイザー), カーボン電極 (キューベット) の空焼きを行なう。 (32) ZERO キーを押しディスプレイの表示値を "0" にする。 (33) RESET キーを押したのち, START/STOP キーを押し, 測定を開始する。 (34) データ処理装置の分析結果画面に, CORRELATION COEFFICIENT (相関係数) の値が 0.998 ~ 1.000 の範囲に表示する。 (35) START/STOP キーを押し, 測定を再スタートする。 〔 データ 整 理 〕 (36) データ処理装置の分析結果画面に, 測定データが表示される。 (計算式) 濃度 (ppb) = 分析値 (ppb) × 希釈倍率	(28) 下記に試料セット例を示す。 

5. 検量線の作成

鉄，ニッケル，クロム混合標準溶液を硝酸溶液（1 + 27）にて調整し，測定したものを検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は，PNC SN 852-81-17 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 3.5.2 - 1 に示す。



計算式

$$\text{濃度 (ppm)} = \text{分析値 (ppb)} \times \text{希釈倍率}$$

図 3.5.2 - 1 分析操作手順フロシート図

水溶液中の鉄，ニッケル，クロムの分析方法

(フレームレス原子吸光法)

3.5.3 プール水中の鉄，ニッケル，クロムの分析方法

1. 要 旨

試料を濃縮した後，フレイムレス原子吸光々度計にて鉄，ニッケル，クロムの濃度を定量する。

2. 適用範囲

本法は再処理工程のプール水中の鉄，ニッケル，クロムの濃度の定量に適用できる。

3. 試薬及び装置

- | | |
|--|----------------------|
| (1) 塩酸溶液 | : 試薬特級 |
| (2) 硝酸溶液 (1+27) | : 一般試薬の調製法 2.1.13 参照 |
| (3) 鉄，ニッケル，クロム混合標準溶液 (Fe: 400 ppb, Ni: 200 ppb, Cr: 100 ppb) | : 標準溶液の調製法 2.2.7 参照 |
| (4) フレイムレス原子吸光々度計 | |
| (5) 試料採取装置 | |

4. 操 作

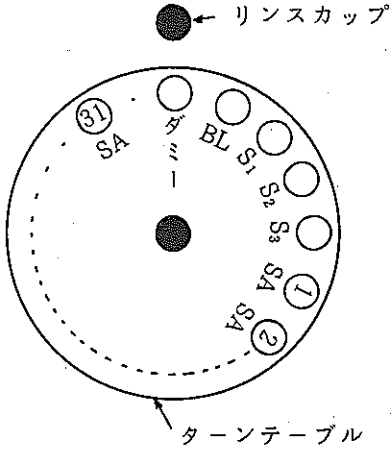
操 作 手 順	備 考
〔試料調整〕	
(1) 試料を石英ビーカー（容量500mℓ）に500mℓ採取する。	(1) 石英ビーカーは，硝酸溶液（1+27）及び蒸留水で洗浄しておく。
(2) 操作手順(1)の方法と同様に，ブランク及びスタンダードについても採取する。	(2) ブランクは，蒸留水を使用し，スタンダードは，鉄=2 ppb，ニッケル=0.4 ppb，クロム=0.4 ppb 混合溶液を使用する。
(3) 試料採取後，塩酸溶液（14N）を5mℓ添加し，ヒュームフード内ホットプレートで濃縮，乾固する。	(3) 各試料は，すべてN=2で行なう。
(4) 乾固後，石英時計皿を石英ビーカー（容量500mℓ）にかぶせ放冷する。	(4) 放冷時間は，約30分とする。
(5) 硝酸溶液（1+27）を5mℓ添加，攪拌する。	(5) 石英ビーカーの内壁を洗い流す様に添加する。
(6) 硝酸溶液（1+27）及び蒸留水にて洗浄した試料びん（気送用）に，各々分取する。	

操 作 手 順	備 考																																								
(7) 分取したブランク溶液、スタンダード溶液及び試料をフレイムレス原子吸光用グローブボックス (G-107 グローブボックスNo.3) に搬入する。																																									
(8) 同時に検量線用標準溶液 (鉄= 400ppb, ニッケル= 200ppb, クロム= 100ppb) 及びブランク溶液 (硝酸溶液 (1 + 27)) を搬入する。																																									
〔 条 件 設 定 〕																																									
(9) ここでは、ニッケルについての選択例を示す。																																									
(10) ニッケル測定時は、元素リスト画面 (ELEMENTS) を確認し、 2 4 . 2 ENTER キーを押す。	(10) ここでの数値は次の様に示す。 2 4 元素配列番号 . 2 グラファイトアトマイザー (鉄の場合) 1 4 . 2 ENTER を押す。 (クロムの場合) 1 2 . 2 ENTER を押す。																																								
*** ELEMENTS ***																																									
<table><tbody><tr><td>1 Ag</td><td>11 Co</td><td>21 Mn</td><td>31 Si</td></tr><tr><td>2 Al</td><td>12 Cr</td><td>22 Mo</td><td>32 Sn</td></tr><tr><td>3 As</td><td>13 Cu</td><td>23 Na</td><td>33 Sr</td></tr><tr><td>4 Au</td><td>14 Fe</td><td>24 Ni</td><td>34 Ti</td></tr><tr><td>5 B *</td><td>15 Ge</td><td>25 Fb</td><td>35 V</td></tr><tr><td>6 Ba</td><td>16 Hg **</td><td>26 Pd</td><td>36 W *</td></tr><tr><td>7 Be</td><td>17 In</td><td>27 Pt</td><td>37 Zn</td></tr><tr><td>8 Bi</td><td>18 K</td><td>28 Rh</td><td>38</td></tr><tr><td>9 Ca</td><td>19 Li</td><td>29 Sb</td><td></td></tr><tr><td>10 Cd</td><td>20 Mg</td><td>30 Se</td><td></td></tr></tbody></table>		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 Ge	25 Fb	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	
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 Ge	25 Fb	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																																									
元素リスト画面																																									

操 作 手 順	備 考
(11) 操作手順(10)を行なうと次の分析条件 (ANALYSIS) が表示される。 *** ANALYTICAL CONDITIONS *** ELEMENT Ni *LAMP CURRENT : 15 mA WAVELENGTH : 232.0 nm SLIT : 1.3 nm CUVETTE : TUBE CARRIER GAS : 200 ml/min SAMPLE VOLUME : 20 μl H.C. LAMP = 0.0 *LAMP CURRENT * RANGE 0.0 - 20.0 mA 分析条件画面	
(12) SHIFT キーで LAMP CURRENT (ランプ電流) を選び 1 5 ENTER キーと押し入力する。 (13) SHIFT キーで SAMPLE VOLUME (サンプリング量) を選び 2 0 ENTER キーと押し入力する。 (14) スリットを測光部のスリット調整ツマミで分析条件画面の値に合せる。 (15) 波長を測光部の波長調整ツマミで分析条件画面の値に合せる。 (16) 測光部の波長調整ツマミで分析条件画面の H・C・LAMP の値が最大値になるように再度調整する。 (17) 測光部の GAIN 調整ツマミで分析条件画面の H・C・LAMP の値が 95.0 ~ 100 になるように調整する。 (18) PRINT キーを押し、分析条件をプリントアウトする。	(12) ランプ電流値を 15 mA にする。 (13) サンプリング量を 20 μl にする。

操 作 手 順	備 考
(19) MEASURE キーを押し、測定条件画面を表示させる。 ***MEASUREMENT CONDITIONS *** * ANALYTICAL NODE : AAS (CONC) MEASUREVENT MODE: PEAK HEIGHT EQUATION TYPE : LINEAR FIT ZEEMAN A. A. MODE : OEE RECORDER OUTPUT : DIRECT (0.5 SEC) SCALE EXPANSION : 1.0 X REPEAT TIMES : 3 CONCENTRATION : PPB : 0 ... S₁ : 0 ... S₂ : 0 ... S₃ H.C. LAMP ===== 91.0 * ANALITICAL MODE * 1 AAS (ABS) 2 AAS (CONC) * 3 EMISSION	
測定条件画面 (20) SHIFT キーで ANALYTICAL MODE (測定条件) を選び 2 ENTER キーを押し入力する。 (21) SHIFT キーで REPEAT TIMES (測定繰返し回数) を選び 3 ENTER キーを押し入力する。 (22) SHIFT キーで CONCENTRATION (測定単位) を選び 2 ENTER キーを押し入力する。 (23) 検量線標準溶液の濃度値を下記のように入力する。 S₁ 5 0 ENTER キーを押す。 S₂ 1 0 0 ENTER キーを押す。 S₃ 2 0 0 ENTER キーを押す。	(23) 標準溶液の鉄、クロムの濃度値を下記のように入力する。 (鉄の場合) S₁ 1 0 0 ENTER キーを押す。 S₂ 2 0 0 ENTER キーを押す。 S₃ 4 0 0 ENTER キーを押す。 (クロムの場合) S₁ 2 5 ENTER キーを押す。 S₂ 5 0 ENTER キーを押す。 S₃ 1 0 0 ENTER キーを押す。

操 作 手 順	備 考															
(24) PRINT キーを押し測定条件をプリントアウトする。																
(25) 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。																
*** GRAPHITE ATOMIZER PROGRAM *** <table><thead><tr><th>STAGE</th><th>TEMP<C></th><th>TIME<SEC></th></tr></thead><tbody><tr><td>* 1 DRY</td><td>80 120</td><td>30.0</td></tr><tr><td>2 ASH</td><td>400 400</td><td>30.0</td></tr><tr><td>3 ATOM</td><td>2000 2000</td><td>7.0</td></tr><tr><td>4 CLEAN</td><td>2400 2400</td><td>3.0</td></tr></tbody></table> COOLING RECORDER START 3 CARRIER GAS OFF * DRY TEMP < 0 - 3000 > * TIME < 0 - 99.0 > * 0.0		STAGE	TEMP<C>	TIME<SEC>	* 1 DRY	80 120	30.0	2 ASH	400 400	30.0	3 ATOM	2000 2000	7.0	4 CLEAN	2400 2400	3.0
STAGE	TEMP<C>	TIME<SEC>														
* 1 DRY	80 120	30.0														
2 ASH	400 400	30.0														
3 ATOM	2000 2000	7.0														
4 CLEAN	2400 2400	3.0														
グラファイトアトマイザープログラム画面																
(26) SHIFT キーで RECORDER START (レコーダースタート値) を選び 3 ENTER キーを押し入力する。																
(27) PRINT キーを押し、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。																
(28) RESULT キーを押し、分析結果画面を表示させる。																
*** ANALYTICAL RESULTS *** <table><thead><tr><th>SAMPLE</th><th>CONC</th><th>BACKGROUND</th><th>REMARKS</th></tr><tr><th>No.</th><th>($\mu\text{g}/\ell$)</th><th>(ABS)</th><th>(ABS)</th></tr></thead><tbody><tr><td>* SAMPLE No. (1 - 999)</td><td></td><td></td><td>0.0</td></tr></tbody></table>		SAMPLE	CONC	BACKGROUND	REMARKS	No.	($\mu\text{g}/\ell$)	(ABS)	(ABS)	* SAMPLE No. (1 - 999)			0.0			
SAMPLE	CONC	BACKGROUND	REMARKS													
No.	($\mu\text{g}/\ell$)	(ABS)	(ABS)													
* SAMPLE No. (1 - 999)			0.0													
分析結果画面																

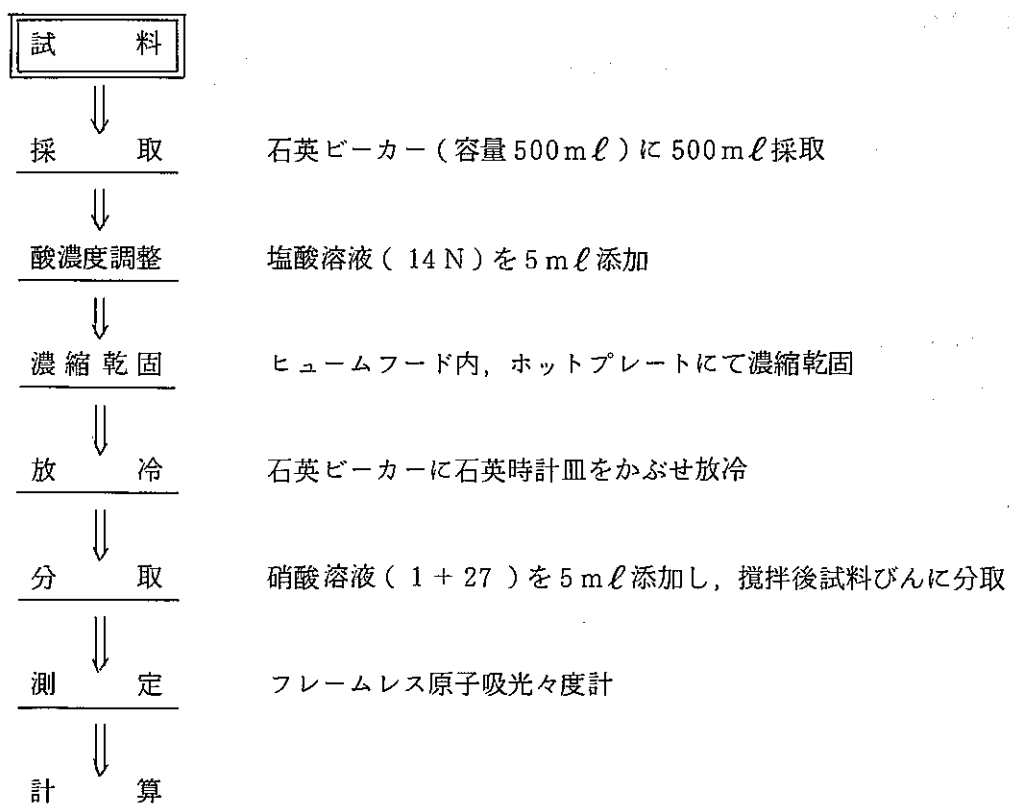
操 作 手 順	備 考
〔測 定〕 (29) 測定試料をカップに分取する。 (30) ダミー、ブランク、検量線用標準溶液$S_1 \sim S_3$、試料の順に、ターンテーブルにのせ測定架台にセットする。 (31) ターンテーブルの上に蓋を置く。 (32) ターンテーブルを時計方向に廻しながら、最初の試料をリンスカップ前に合せる。 (33) データ処理装置キーボードの BOOST キーを押し発光部内（グラファイトアトマイザー）、カーボン電極（キューベット）の空焼きを行なう。 (34) ZERO キーを押しディスプレイの表示値を“0”にする。 (35) RESET キーを押したのち、START/STOP キーを押し、測定を開始する。 (36) データ処理装置の分析結果画面に、CORRELATION COEFICIENT（相関係数）の値が0.998～1.000の範囲に表示する。 (37) START/STOP キーを押し、測定を再スタートする。 〔データ処理〕 (38) データ処理装置の分析結果画面に、測定データが表示される。 （計算式） $\text{濃度 (ppb)} = \text{分析値 (ppb)} / \text{濃縮倍率}$ $\text{分析報告値} = (\text{濃度 (ppb)} - \text{ブランク (ppb)}) \times \frac{\text{スタンダード調整値 (ppb)}}{\text{スタンダード分析値 (ppb)}}$	(30) 下記に試料セット例を示す。 

5. 検量線の作成

鉄，ニッケル，クロム混合標準溶液を硝酸溶液（1 + 27）にて調整し，測定したものを検量線とする。

6. 解 説

- (1) 本法は，PNC SN 852-81-17 を参考にして作成した。
- (2) 本法の分析操作手順フロシート図を図 3.5.3 - 1 に示す。



計算式

$$\text{濃度 (ppb)} = \text{分析値 (ppb)} / \text{濃縮倍率}$$

$$\text{分析報告値 (ppb)} = (\text{濃度 (ppb)} - \text{ブランク (ppb)}) \times \frac{\text{STD 調整値 (ppb)}}{\text{STD 分析値 (ppb)}}$$

図 3.5.3 - 1 分析操作手順フローシート図

プール水中の鉄、ニッケル、クロムの分析方法

（フレイムレス原子吸光法）

分 析 法 改 訂 の 履 歴

分析法改訂の履歴

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	35・005・55・FP・01	核分裂生成物の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 分析コード及び 名称変更 35・222・55・FP・01
2	35・271・55・FP・01	三酸化ウラン製品中の核分裂生成物の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 名称変更
3	35・282・55・FP・01	硝酸プルトニウム製品中の核分裂生成物の分析 方法 (γ 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 名称変更
4	35・282・55・Am・01	硝酸プルトニウム製品中の Am-241 の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 名称変更
5	35・002・51・ ¹²⁹ I・01	I-129 の分析方法 (四塩化炭素抽出- γ 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 分析コード及び 名称変更 35・222・51・ ¹²⁹ I・01
6	35・431・55・FP・01	焼却灰中の核分裂生成物の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1986 (新規)				
7	35・192・55・FP・01	プール水中の ⁶⁰ Co, ¹³⁷ Cs の分析法 (オートウエル γ システム測定法)	1980				SN 852-81-24 放射能分析編
8	35・002・54・Pu・Am・Cm ・01	超ウラン元素の分析方法 (α 線スペクトル測定法)	1986 (新規)				
9	35・002・54・NP・01	ネプツニウムの分析方法 (スルファミ酸第一鉄還元-TTA キシレン抽出 - α 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 分析コード及び 名称変更 35・222・54・NP・237・01
10	35・271・54・Pu・Np・Am ・Cm・01	三酸化ウラン中の非ウラン α 放射能の分析方法 (溶媒抽出- α 線スペクトル測定法)	1980	1986 手順書化			1986 名称変更

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	
11	35・892・54・Pu・01	プルトニウム同位体比の分析方法 (α 線スペクトル測定法)	1986 (新規)				
12	35・271・51・Pu・01	三酸化ウラン中の微量プルトニウムの分析法 (TTA抽出/Si検出器による α 線スペクトロメ トリー)	1980				SN 852-81-24 放射能分析編
13	35・892・54・Pu・238・01	プルトニウム中の ^{238}Pu の分析法 (Si検出器による α 線スペクトロメトリー)	1980				SN 852-81-24 放射能分析編
14	35・222・54・Cm・01	キュリウムの分析法 (Si検出器による α 線スペクトロメトリー)	1980				SN 852-81-24 放射能分析編
15	35・002・57・ ^3H ・01	トリチウムの分析方法 (イオン交換分離-液体シンチレーション測定 法)	1980	1986 手順書化			1986分析コード及び 名称変更 35・222・57・H-3・01
16	35・002・58・ ^{90}Sr ・01	Sr-90の分析方法 (イオン交換分離- β 線計測法)	1980	1986 手順書化			1986分析コード及び 名称変更 35・442・58・Sr-90・01
17	35・002・55・FP・01	環境レベル試料中の核分裂生成物の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1986 (新規)				
18	35・002・58・ALPHA・ BETA・01	環境レベル試料中の全 α 及び全 β の分析方法 (α 線, β 線同時計数法)	1980	1986 手順書化			1986分析コード変更 35・452・58・ALPHA・ BETA・01
19	35・002・58・ALPHA・01	環境レベル試料中の全 α の分析方法 (α 線計測法)	1986 (新規)				
20	35・002・58・BETA・01	環境レベル試料中の全 β の分析方法 (β 線計測法)	1986 (新規)				

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	31・002・24・PH ・01	環境レベル試料中のPHの分析方法 (PH電極法)	1986 (新規)				
22	31・002・29・EC ・01	環境レベル試料中の導電率の分析方法 (導電率電極法)	1986 (新規)				
23	31・002・21・H ・01	環境レベル試料中の遊離酸の分析方法 (アルカリ中和滴定法〔電位差自動滴定法〕)	1986 (新規)				
24	31・002・21・OH ・01	環境レベル試料中のアルカリの分析方法 (酸中和滴定法〔電位差自動滴定法〕)	1986 (新規)				
25	31・002・11・OIL ・01	環境レベル試料中の油分の分析方法 (n・ヘキサン抽出-重量法)	1986 (新規)				
26	31・002・35・CL ・01	環境レベル試料中の塩素の分析方法 (塩化銀比濁法)	1986 (新規)				
27	31・002・31・SS ・01	環境レベル試料中の濁度(S・S)の分析方法 (直接吸光光度法)	1986 (新規)				
28	35・001・55・ ¹²⁹ I ・01	ヨウ素フィルター中のI-129の分析方法 (γ 線計測法)	1986 (新規)				
29	35・001・55・ ¹²⁹ I ・02	ヨウ素フィルター中のI-129の分析方法 (γ 線スペクトル測定法)	1986 (新規)				
30	35・431・58・Pu ・01	焼却灰中のプルトニウムの分析方法 (TTA・キシレン抽出- α 線計測法)	1986 (新規)				

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	
31	31・431・31・U・01	焼却灰中のウランの分析方法 (アルカリ過酸化水素吸光光度法)	1986 (新規)				
32	35・452・58・GAMMA・01	工程試料中の全 γ の分析方法 (γ 線計測法)	1980				SN852-81-24 放射能分析編
33	31・002・32・Fe・Ni・Cr・01	水溶液中の鉄, ニッケル, クロムの分析方法	1986 (新規)				
34	31・122・32・Fe・Ni・Cr・01	プール水中の鉄, ニッケル, クロムの分析方法	1986 (新規)				