PNC TN8520 93-003

[公開資料]

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法
放出管理編

Manual of Standard Procedures for Sampling and Analysis of Radioactive Wastes and Gases Discharged into Environment

動力炉・核燃料開発事業団
東海事業所

PNC TN8520 93-003

社内資料

本資料は　年　月　日をもって登録区分、
変更する。　2001.6.20
技術情報室

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

放出管理編

1994年1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

社内資料
PNC TN8520 93-003
1994年1月

登録区分
2004. 6. 20
変更不可

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所標準分析作業法

放出管理編

Manual of Standard Procedures for Sampling and Analysis of Radioactive Effluents and Gases Discharged into Environment

実施責任者　桜井直行
報告者　飛田和則、吉崎裕一、宮河直人
山下朋之、柏崎渉、植頭康裕

要旨

東海事業所から環境へ放出される排水及び排気中に含まれる放射性物質、並びに排水中の公害規制物質の分析法及び測定法について、東海事業所標準分析作業法－放出管理編としてとりまとめたマニュアルである。

本マニュアル（第4版）は、1984年4月に改訂作成（ＰＮＣＴ－Ｎ８５２－８４－０６）されたものを全面的に見直し改訂したものである。

今後、さらに改訂する必要が生じた場合は適宜改訂し、本資料に追加あるいは差替えをするものとする。

安全管理部環境安全課

OFFICIAL USE ONLY
PNC TN8520 93-003
January 1994

登録区分
2001. 6. 20
変更表示

Manual of Standard Procedures for Analysis of Radioactive Effluents and Gases Discharged into Environment

N. SAKURAI
K. TOBITA, Y. YOSHIZAKI, N. MIYAGAWA
T. YAMASHITA, W. KASHIWAZAKI, Y. UEZU

Abstract

This manual includes the standard procedures for analysis of radioactive materials and chemical polluants in liquid and gaseous waste elluent discharged into the environment from the nuclear facilities of Tokai Works of PNC.

The third edition, PNCN852-84-06 was published in 1984. Almost all analytical procedures have been modified and new technique has been used for nine years, so the forth edition revised entirely was to be published this time.

And most of analytical procedures will be revised with the point of improving of reliabiliy.

Environmental Protection Section, Health and Safety Division.

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所 標準分析作業法（放出管理編）改訂の履歴

改訂Ｎｏ,	改訂年月	改訂の理由等
制　　定 (PNCT　852-75-07)	１９７５年３月	――――――――
改　訂　1 (PNCT　852-79-10)	１９７９年４月	これまでの分析法の見直しを行うとともに重金属の測定法を追加した。 また、分析作業を安全に行うための意識付け及び試薬等の危険性を記載する等、安全について内容を充実させた。
	１９８０年４月	分析法の確立に伴い、排水中の全α放射能測定法（迅速電着法）、排水中のアメリシウム分析法を追加した。 また、γ線核種分析装置及び液体シンチレーションカウンタの更新に伴う見直しをした。
改　訂　2 (PNCT N852-84-06)	１９８４年４月	分析法全体の見直しを行うとともに、試料の前処理作業及び薬品の安全な取扱方法に関する注意事項を充実させた。
	１９８５年４月	分析法の確立に伴い、排水中の^{89}Sr,^{90}Sr 分析法（迅速測定法）を追加した。 また、ＩＣＰ発光分析装置の導入に伴い、排水中の重金属測定及び機器分析への項目を追加した。
改　訂　3 (PNC PN8520 93-003)	１９９４年１月	分析法全体の見直し及び測定機器更新による見直しを行うとともに、表記単位をＳＩ単位系で統一した。 また、安全に関して内容を充実させ、記載方法についても見直しをした。

総 目 次

第Ⅰ編　— 分析試料の前処理 —

第Ⅱ編　— 排水放出管理分析 —

第Ⅲ編　— 排気放出管理分析 —

第Ⅳ編　— 機器分析 —

第Ⅴ編　— 安全 —

第Ⅰ編　分析試料の前処理

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

第Ⅰ編　分析試料の前処理

目次

分析試料の前処理法　40・102・　・01(1993)　前－1

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・102・　・01 (1993)

分析試料の前処理法

1．要　旨

排水等の分析試料には，共存物質の妨害を除くための前処理を必要とする場合がある。試料の形態や分析方法の種類により適切な方法を選択し，それぞれの分析項目に従い分析する。

2．適　用

1）排水試料の前処理
2）スラッジの前処理
3）フィルタの前処理
4）スミヤ紙の前処理
5）廃油の処理

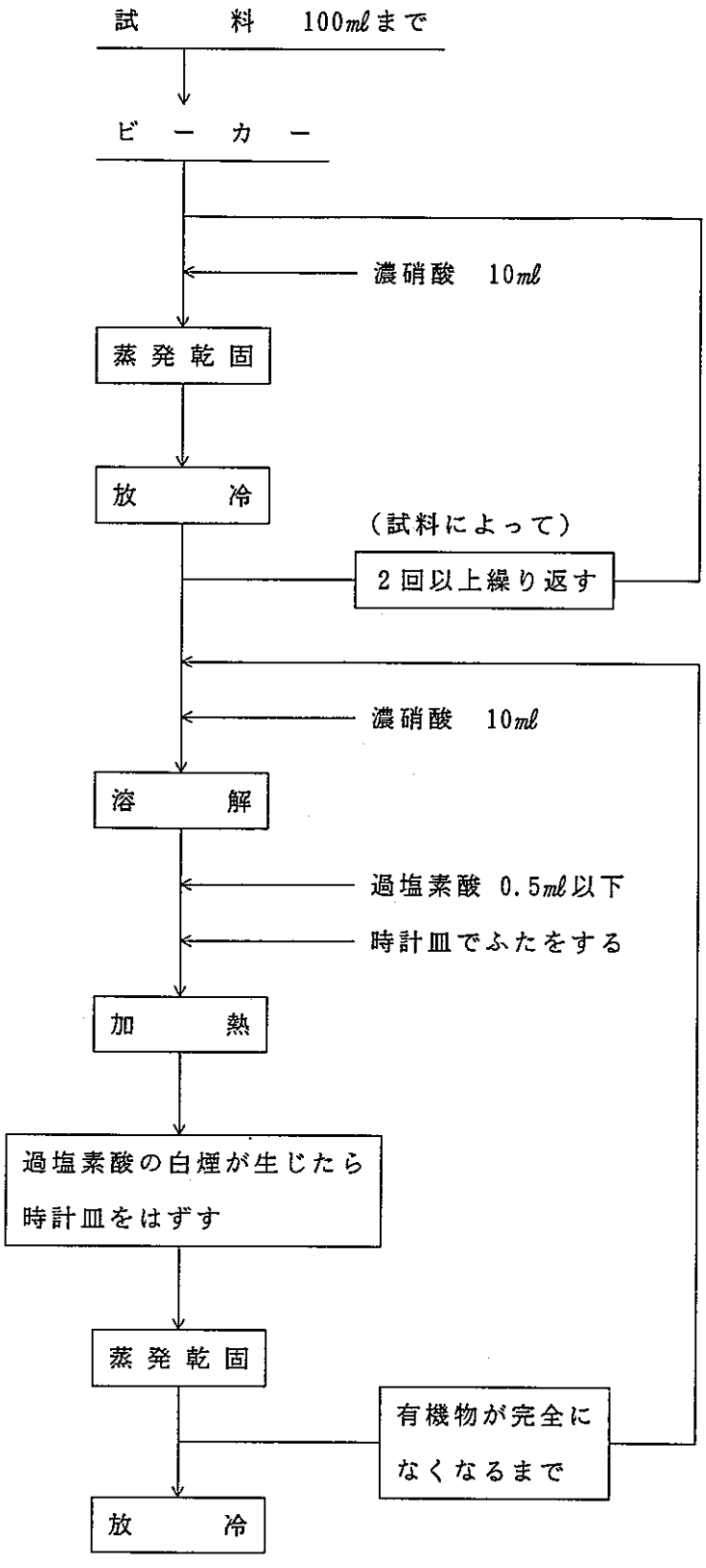
1）排水試料の前処理

操　　作	備　　考
1）試料適量をビーカーにとり，濃硝酸10mlを加え蒸発乾固する。	1）～5）の操作は保護メガネ等を着用すること。またフードの開口面は10cmとすること。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後再度濃硝酸10mlを加え蒸発乾固する。	2）洗濯排水等，特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後必要に応じて濃硝酸10mlを加え再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5ml以下）加え，ビーカーに時計皿をして加熱する。	3）　3），4），5）の操作は，硝酸による有機物を分解処理できなかった試料について行う。 過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴下すること。また，0.5ml以上加えないこと。
4）過塩素酸白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
5）有機物が残っている場合は，3），4）の操作を繰り返し有機物を完全に分解する。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・102・　・01（1993）

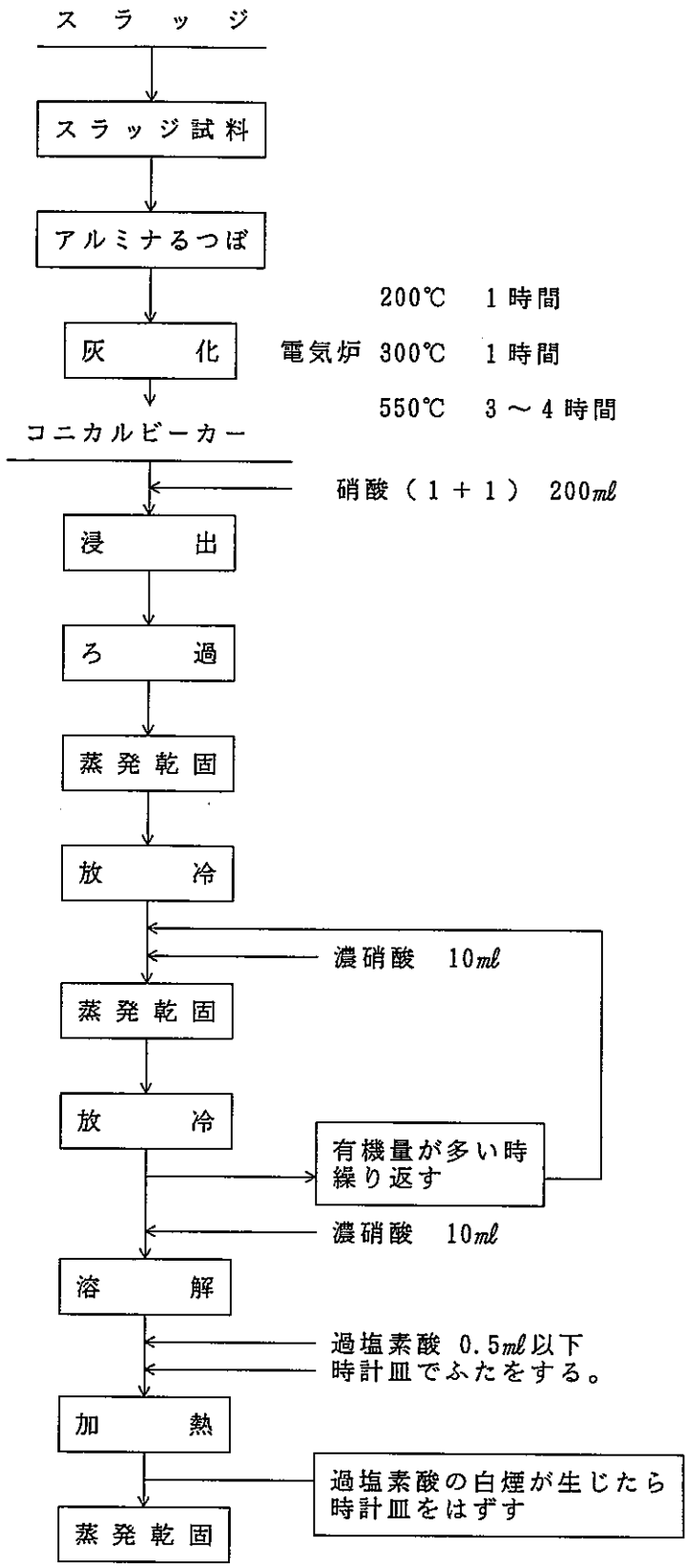


2）スラッジの前処理

操　　作	備　　考
1）スラッジ試料の適量をアルミナるつぼにとり，電気炉で灰化する。	1）　200℃ 1時間，　300℃ 1時間，　550℃ 3～4時間，このときほとんどの有機物は分解する。
2）灰化した試料を硝酸（1＋1）200mlで浸出する。	2）～7）の操作は，保護メガネを着用する。また，フードの開口面は，10cmとすること。
3）放冷後，ろ過して加熱濃縮する。	
4）残留有機物の多い試料は，濃硝酸10mlを加え蒸発乾固する。	
5）放冷後必要に応じて濃硝酸10mlを加え再溶解した後過塩素酸を数滴(0.5ml以下）加え，ビーカーに時計皿をして加熱する。	5）　5），6），7）の操作は，硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。 過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴下すること。また 0.5ml以上加えないこと。
6）過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を直ちにはずして蒸発乾固する。	
7）有機物が残っている場合は，5），6）の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

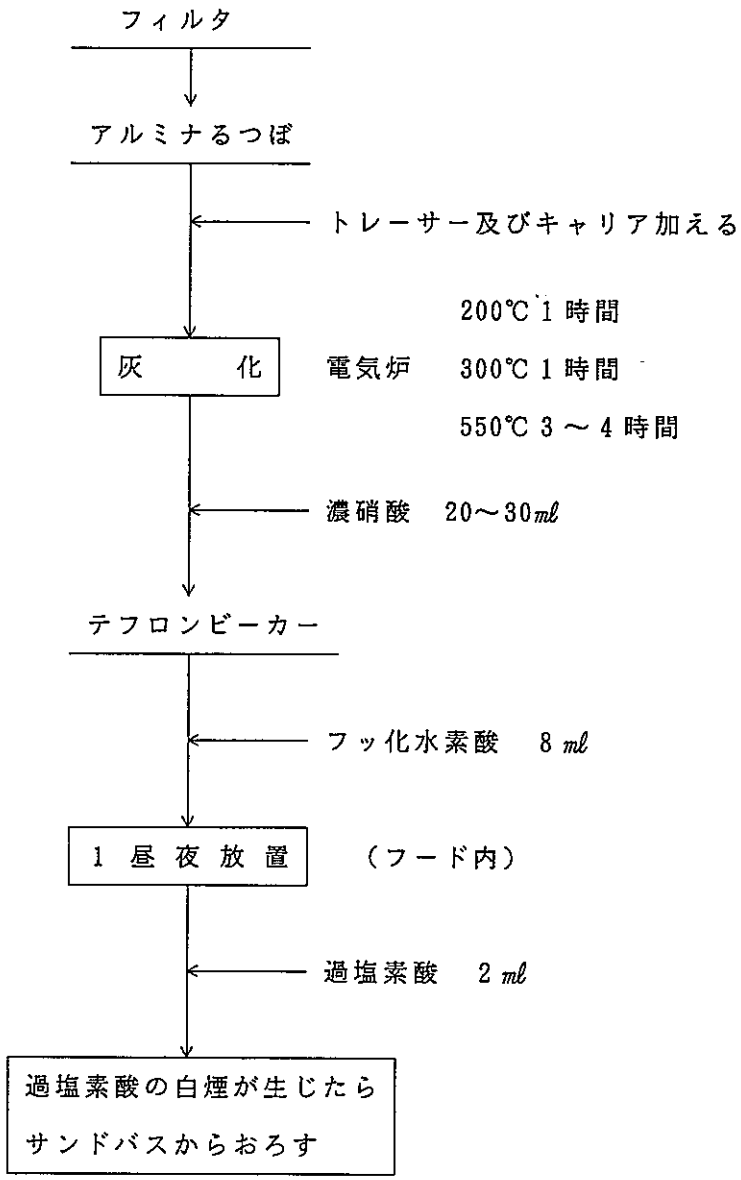


3）フィルタの前処理

操　　作	備　　考
1）ダストを捕集したろ紙の20枚以下をアルミナるつぼにとり，トレーサー及びキャリアを加え電気炉で灰化する。	1）200℃1時間，300℃1時間，550℃3～4時間，この時ほとんどの有機物は分解する。
2）灰化したろ紙を濃硝酸20～30mlと水でテフロンビーカーに移す。	2）～5）の操作は，保護メガネ等を着用すること。またフードの開口面は10cmとすること。
3）フッ化水素酸8mlを加え，フード内で1昼夜放置する。	3）フッ化水素酸によりＳｉを溶出させる。
4）過塩素酸2mlを加えサンドバス上で加熱する。	
5）過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろす。	

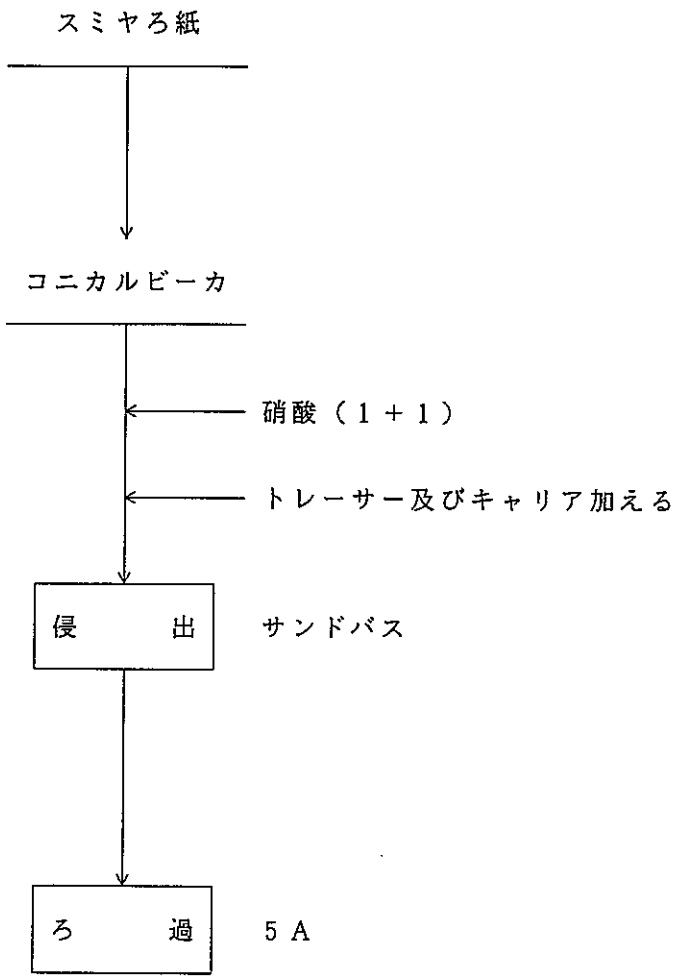
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・102・　・01 (1993)



4）スミヤろ紙の前処理

操　　作	備　　考
1）スミヤろ紙をコニカルビーカに入れ、硝酸(1+1)適量及びトレーサー、担体を加える。	
2）サンドバス上で侵出する。	2）時間:30 分～1 時間。
3）ろ紙5A又はミリポア0.45μm でろ過する。	


スミヤろ紙
コニカルビーカ
硝酸（１＋１）
トレーサー及びキャリア加える
侵　出
サンドバス
ろ　過
５Ａ

5）廃油の前処理

1．目　　的

廃油（真空油，潤滑油，機械油）を濃硫酸を用いて炭化し，さらに電気炉で炭化することにより，Ｐｕ，Ｕ分析等の前処理を行う。

2．使用器具及び薬品

1）石英ビーカー　200*ml*
2）濃硫酸
3）防爆型ホットプレート
4）サンドバス
5）電気炉

3．安　　全

1）作業はフード内で行う。
2）炭化が終った状態で加熱を続けると発火の恐れがあるので注意する。
3）作業中は，必要に応じて保護具（保護メガネ，手袋等）を着用する。

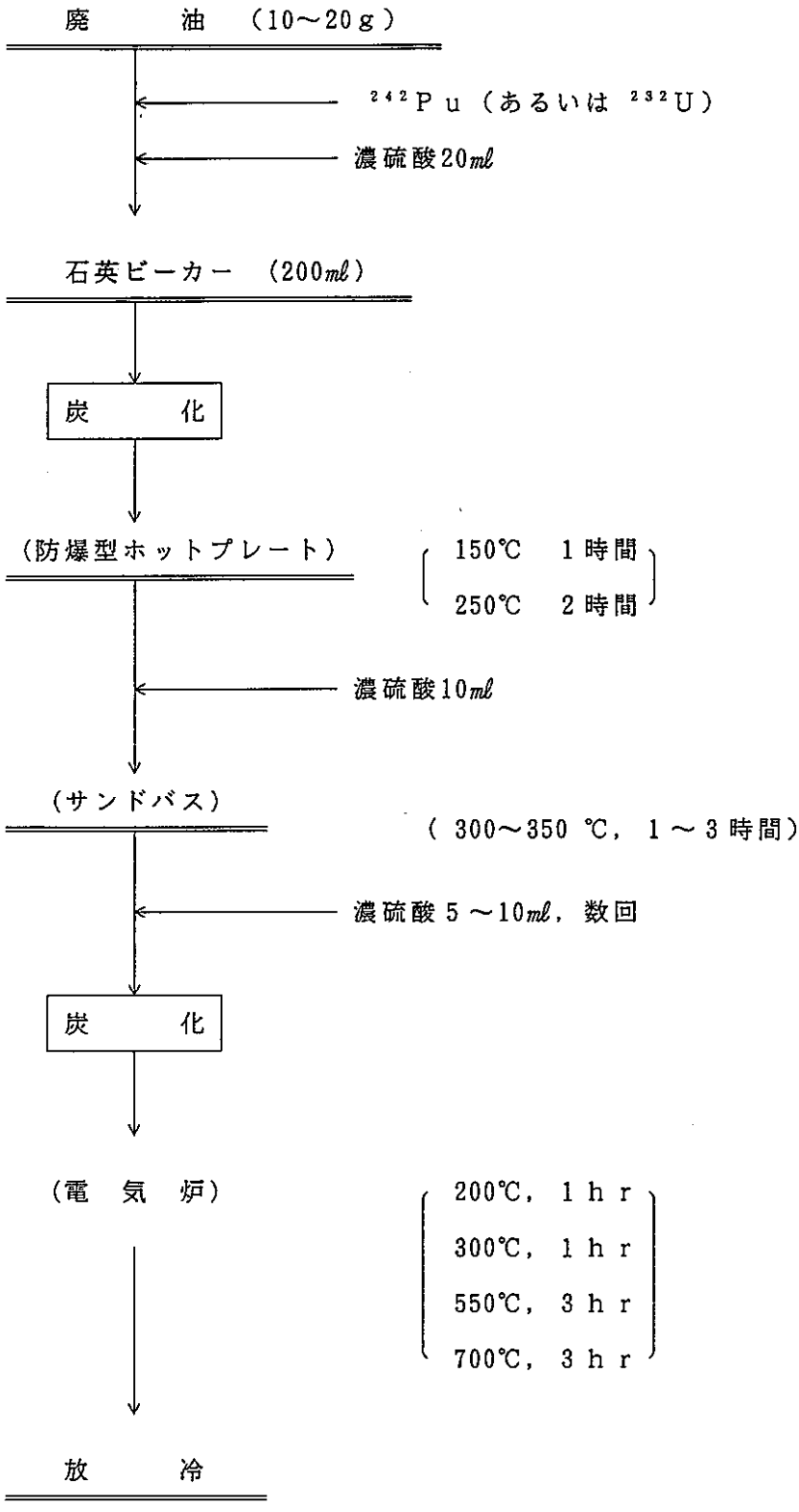
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

4．分析操作

操　　作	備　　考
1）廃油適量を 200㎖石英ビーカーに採取する。	1）廃油量は20ｇまでとする。 廃油量が多くなるにつれて処理の時間が長くなる。 （10ｇで約6時間，20ｇで約8時間）
2）目的核種に応じたトレーサーを添加する。	2）^{242}Ｐｕ，^{232}Ｕ等
3）硫酸20㎖を加え，防爆型ホットプレート上で加温する。ガラス棒で撹はんしながら約1時間加温し，250℃にあげてさらに約2時間位加温する。	3）常温で試料が固まる状態となるまで加温する。
4）次に，濃硫酸5～10㎖を加えガラス棒でかきまぜながら，サンドバス上で加熱する。これを数回繰り返すと湿った炭の状態から乾いた炭の状態に変化する。 時間は1～3時間かかる。	4）サンドバス上で硫酸を加えて加熱すると，少し粘度のある試料が発砲して盛り上がる。 これをガラス棒でかき混ぜると白煙が生じ全体が乾いた炭の状態になる。
5）硫酸を完全に追い出す。	
6）電気炉で灰化する。	6）電気炉の温度　200℃ 1時間 300℃ 1時間 550℃ 3時間 700℃ 3時間

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法



第Ⅱ編　排水放出管理分析

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

第Ⅱ編　排水放出管理分析

目次

〔放射能分析〕

排水中の全α放射能測定法（蒸発乾固法）	45・271・58・ALPHA ・01(1993)	排水－1
排水中の全α放射能測定法（迅速電着法）	45・271・58・ALPHA ・02(1993)	排水－2
排水中の全α放射能測定法（共沈・マウント法）	45・271・58・ALPHA ・03(1993)	排水－3
排水中の全β放射能測定法	45・271・58・BETA・01(1993)	排水－4
排水中のγ線放出核種分析法	45・271・55・GE・01(1993)	排水－5
排水中の^{89}Sr，^{90}Sr分析法（イオン交換法）	45・271・51・SR・01(1993)	排水－6
排水中の^{89}Sr，^{90}Sr分析法（迅速測定法）	45・271・51・SR・02(1993)	排水－7
排水中の ^{129}I分析法	45・271・51・ I129・01(1993)	排水－8
排水中のトリチウム分析法	45・271・57・H3・01(1993)	排水－9
排水中のウラン分析法（ＴＢＰ－トルエン抽出法）	45・271・54・U ・01(1993)	排水－10
排水中のウラン分析法（陰イオン交換法）	45・271・54・U ・02(1993)	排水－11
排水中のプルトニウム分析法（ＴＯＡ－キシレン抽出法）	45・271・54・Pu・01(1993)	排水－12
排水中のプルトニウム分析法（陰イオン交換法）	45・271・54・Pu・02(1993)	排水－13
排水中のプルトニウム分析法（陰イオン交換法によるＰｕ（α）及び^{241}Ｐｕの分析）	45・271・54・Pu・03(1993)	排水－14

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

〔一般公害物質分析〕

排水中のｐＨ測定法	45･271･24･pH･01(1993)	排水－１５
排水中の懸濁物質（ＳＳ）分析法	45･271･11･SS･01(1993)	排水－１６
排水中の化学的酸素消費量（ＣＯＤ）分析法	45･271･14･COD ･01(1993)	排水－１７
排水中の生物化学的酸素消費量（ＢＯＤ）分析法（ウインクラーアジ化ナトリウム変法）	45･271･14･BOD ･01(1993)	排水－１８
排水中の生物化学的酸素消費量（ＢＯＤ）分析法（隔膜式ポーラロ電極法）	45･271･24･BOD ･02(1993)	排水－１９
排水中の油分（ヘキサン抽出物質）分析法	45･271･11･OIL ･01(1993)	排水－２０
排水中のフッ素分析法（イオン電極法）	45･271･24･F ･01(1993)	排水－２１
排水中の導電率測定法	45･271･21･CONDU ･01(1993)	排水－２２
排水中の水銀分析法	45･271･38･HG･01(1993)	排水－２３
排水中のヒ素分析法（原子吸光フレーム法）	45･271･38･AS･01(1993)	排水－２４
排水中の全クロム分析法	45･271･32･CR･01(1993)	排水－２５
排水中のクロム酸〔Ｃｒ（ＶＩ）として〕分析法	45･271･32･CR(6)･01(1993)	排水－２６
排水中のシアン分析法（イオン電極法）	45･271･24･CN･01(1993)	排水－２７
排水中の鉛分析法（原子吸光フレームレス法）	45･271･38･Pb･01(1993)	排水－２８
排水中の重金属測定（ＩＣＰ発光分析法）	45･271･34･HMSOL ･01(1993)	排水－２９

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・01 (1993)

排水中の全α放射能測定法

〔蒸発乾固法〕

1．要　旨

全α放射能測定法は試料からのα線をＺｎＳ（Ａｇ）検出器を用いて，エネルギー区分なしに測定し，ウランの校正線源と比較する事によって，試料中の放射能を測定する方法である。

2．適用範囲および精度

供試量（mℓ）	測定時間（分）	検出限界値　Ｂｑ／cm²
１０	９０	1.1×10^{-3}
２０	９０	5.6×10^{-4}

3．試薬および器具

試　薬

１）硝酸　HNO_3：濃硝酸

器　具

１）赤外線ランプ乾燥器

２）電熱器

３）ＺｎＳ（Ａｇ）シンチレーション放射能測定装置

４）導電率計

５）試料皿（ドライウェルコーティング）

4．安　全

１）必要に応じて保護メガネを着用する。

２）分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

３）硝酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

5．分析操作

操　作	備　考
１）あらかじめよく攪拌した試料10mℓを正確に試料皿（50㎜φステンレス製）に分取し硝酸１滴を加える。	１）再処理排水の場合，分取前に吸収補正のため導電率を測定する。

操　　作	備　　考
	測定は導電率測定法を参照のこと 試料皿は試料が一様になるようにあらかじめ試料皿を焼き付けし，ドライウェル(1+19)コーティングを行っておく。
2）赤外線乾燥下で乾燥する。	
3）乾燥後，試料皿を電熱器で焼付ける。	
4）焼付けの終った試料はデシケータ中で放令する。	
5）ＺｎＳ（Ａｇ）シンチレーション放射能測定装置により測定する。	5）測定は装置の「取扱い説明書」に従う。

6．計　　算

$$C = \left(\frac{Ns}{ts} - \frac{Nb}{tb} \right) \times f \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{E}$$

ここで

Ｃ　　：　全α放射能（Ｂｑ／㎠）
Ｎｓ　：　試料の全計数値（counts）
ｔｓ　：　試料の計数時間（ｓ）
Ｎｂ　：　自然計数値（counts）
ｔｂ　：　自然計数の計測時間（ｓ）
Ｗ　　：　試料量（㎠）
Ｅ　　：　計数効率（％）
ｆ　　：　吸収補正計数（排水中に含まれる塩が硝酸ナトリウムの場合に適用する。）

7．解説と文献

この方法によるα放射能は必ずしも全α核種濃度を与えるとは言えないが，蒸発残渣の少ない試料に対しては有効である。また主な核種であるプルトニウム，ウランなどは加熱により揮発しないので残渣中の有機物等揮発性物質や塩類は電熱器で赤熱して燃焼または揮発させたのち測定する。

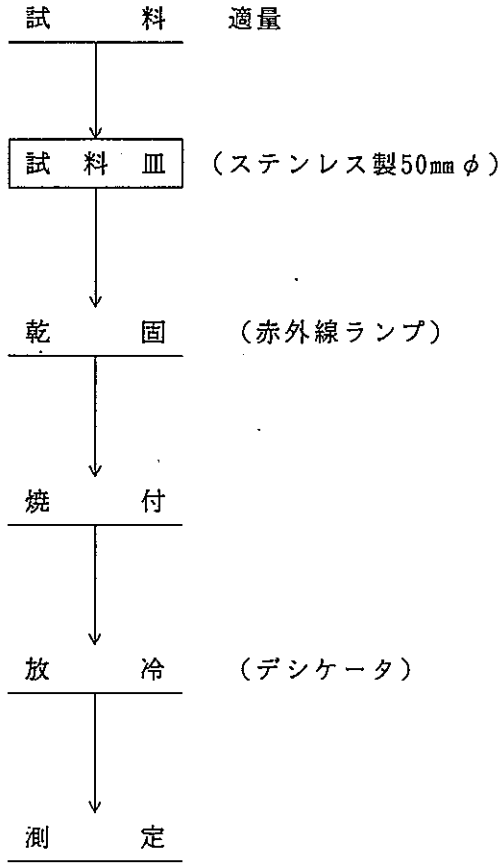
図１に硝酸ナトリウムのα線吸収曲線，図２に硝酸ナトリウムの導電率のグラフを示す。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・01 (1993)

8．工程図



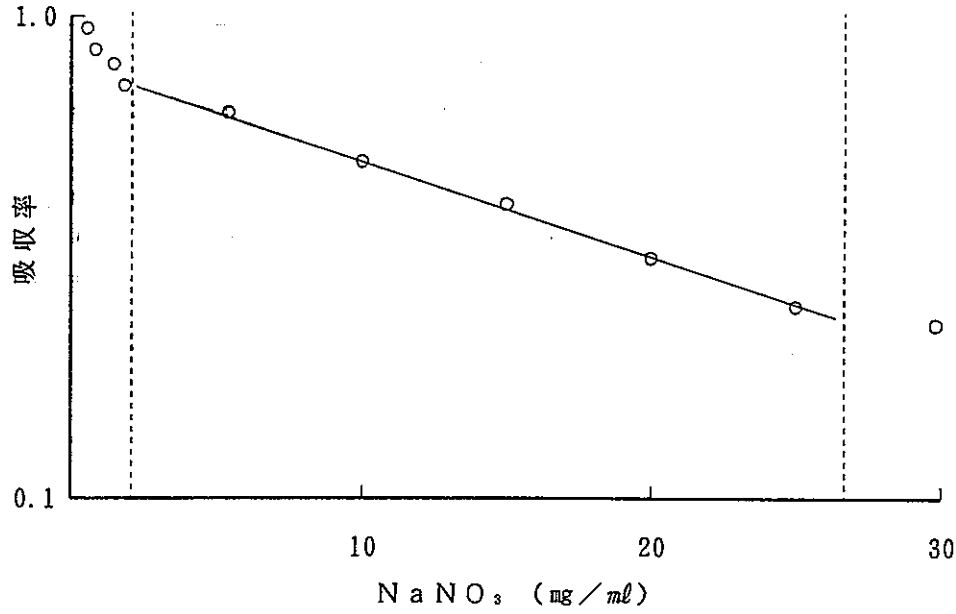


図1　硝酸ナトリウムのα線吸収曲線

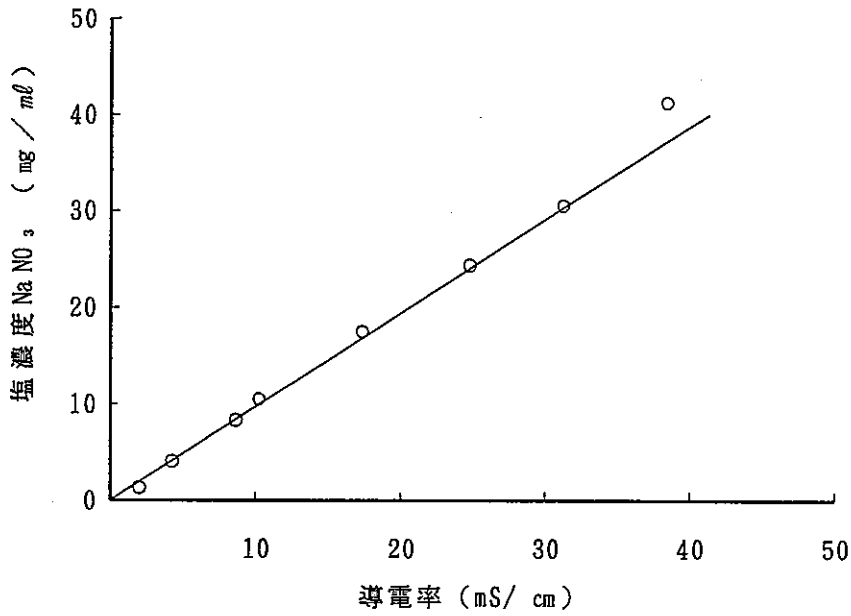


図2　硝酸ナトリウムの導電率

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・02 (1993)

排水中の全α放射能測定法

〔迅速電着法〕

1．要　旨

試料を電着セルに一定量分取し電解質溶液を加えて，ステンレス板上に電着する。これをシリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で，測定して定量する。

2．適用範囲および精度

本法は全α放射能濃度が，3.7×10^{-4} Bq／cm³以上で，妨害物質を含まない試料に適用する。この場合の計測時間は5000秒，信頼度99.73％である。

3．試薬および器具

試　薬

1）^{236}Pu標準溶液；0.2 Bq／cm³程度のものを用いる。

2）硝酸 HNO_3 ：濃硝酸

3）アンモニア水 NH_4OH：アンモニア水

4）電解質溶液($HCOONH_4$-$NaNO_3$) ：ギ酸アンモニウム 283.8ｇ，硝酸ナトリウム25.5ｇを温湯で溶解し，硝酸でpH２に調整後，水で１ℓにする。

器　具

1）電着セル：図１，図２

2）電着板：厚さ１㎜，直径24.5㎜のステンレス板(SUS-316)

3）シリコン半導体検出器（有効面積：450 ㎟）

4）α線自動解析装置

5）電熱器

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入などのないように注意する。

2）必要に応じて，保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なう。

4）電着装置を通電運転中は，みだりに電極部分等に触れてはならない。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料をよく撹拌しながら正確に 100mℓをビーカーに分取し硝酸 1 mℓを加え静かに加温して，浮遊物質を溶解する。	1）浮遊物を含まない試料は，この操作をはぶいてもよい。
2）浮遊物質が溶解したらビーカーを室温に放冷し，水で正確に100mℓとする。	
3）電着板をセットした電着セルに試料を20mℓ正確に分取する。	
4）電解質溶液を10mℓ加える。	4）この時，pHは2.0～2.3になる。
5）既知量の^{236}Pu標準溶液を加える。	5）電着率を補正するために添加する。0.1Bq程度でよい。
6）電着装置の水槽内に電着セルをセットする。	6）冷却水の温度は，あらかじめ30～35℃に調整しておく。
7）DC6.3Aで，90分間通電する。	7）電解中は沸騰がおこらない様に冷却水の温度を38℃以下に恒温装置でコントロールする。
8）電着が完了したら，アンモニア水を 2 mℓ加えて，引き続き 1 分間通電する。	
9）電着装置から電着セルをはずし，電解液を捨てて，セル内を水で十分洗浄する。	9）この操作は手早く行なう。
10）電着板を取りはずして蒸留水でよく洗浄した後，ドライヤーで乾燥して電気ヒーターの上で10分間加熱焼付けを行なう。	10）電着面に指等が触れない様，十分注意して行なう。
11）電着試料は，シリコン半導体検出器で測定する。	11）α線スペクトル自動解析装置の取扱い説明書に従う。

6．計　　算

$$C = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \times K \times \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{E}{100} \times K} \cdot 100$$

C　：全α放射能濃度（Ｂｑ／㎤）

σＣ：全α放射能濃度誤差（Ｂｑ／㎤）

Ｋ　：スパイクしたＰｕ－236 量（Ｂｑ）

σＫ：スパイクしたＰｕ－236 量誤差（Ｂｑ）

ｔ　：試料測定時間（ｓ）

t_b ：Ｂ・Ｇ測定時間（ｓ）

S_1 ：試料測定における全αチャンネル計数値（counts）

S_2 ：試料測定におけるＰｕ－236 チャンネル計数値（counts）

B_1 ：Ｂ・Ｇ測定におけるαチャンネル計数値（counts）

B_2 ：Ｂ・Ｇ測定におけるＰｕ－236 チャンネル計数値（counts）

Ｒ　：回収率（％）

Ｅ　：計数効率（％）

Ｗ　：試料量（㎤）

7．解説および文献

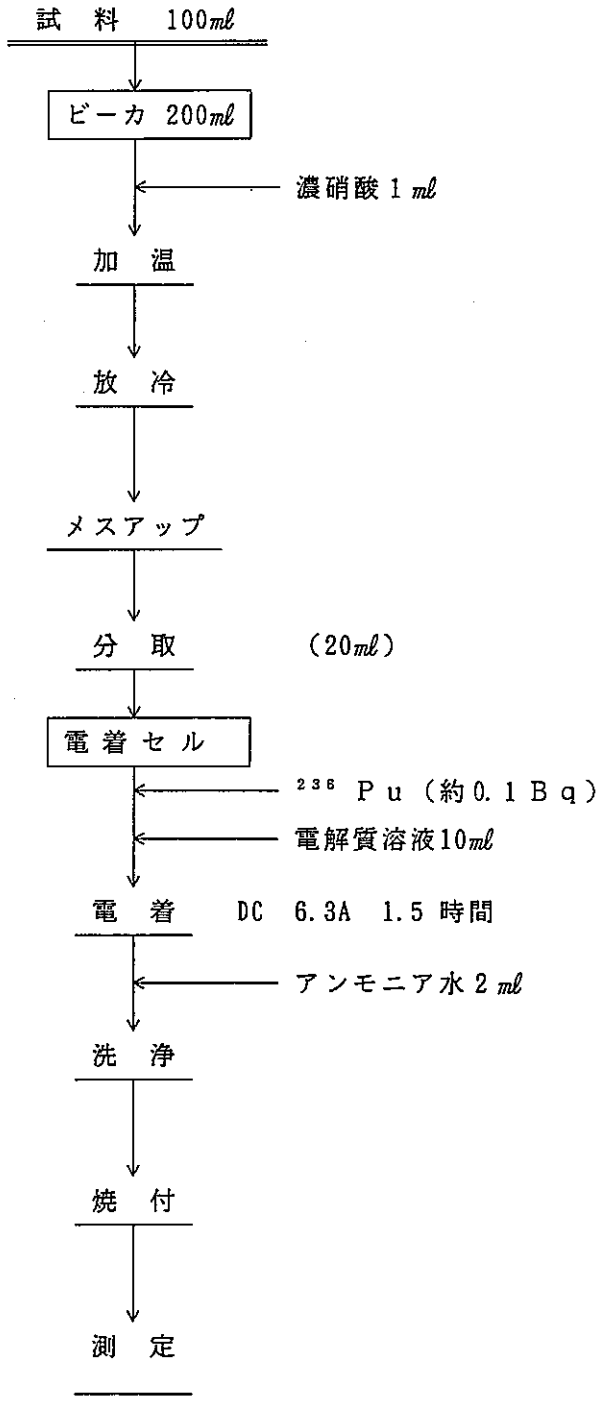
1. A.Ramaswami.et al.Radimica Octa 19,(1) 46-47 (1973)
2. M Y. Donnan & E.K.Dukes, Analytical chemistry 36, 392-394 (1964)
3. D.Tomlin & G.W.Barnett.Health Physics 11, 783 (1965)
4. F.L.Moore & G.W.Smith.Nucleonics 13(4)66 (1955)
5. F.J.Sandall & A.Morgan.AERE-R 4391 (1964)
6. USAEC Report HASL-300(1972)E-U-02-01,03
7. 片岡芳一，井上武一郎，保健物理，４，38-41 (1969)
8. 無機化学全書XV-11-2,プルトニウム，中井敏夫，斎藤信房，石森富太郎，編，丸善 (1967)PP46

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・02 (1993)

8．工程図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・02 (1993)

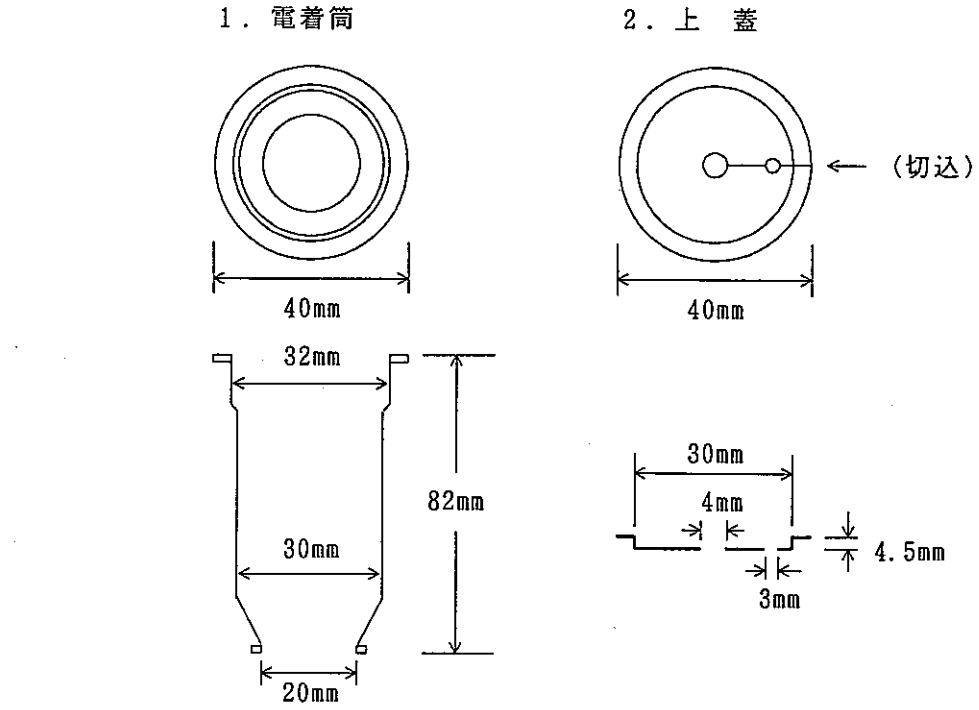


図1　電着セル

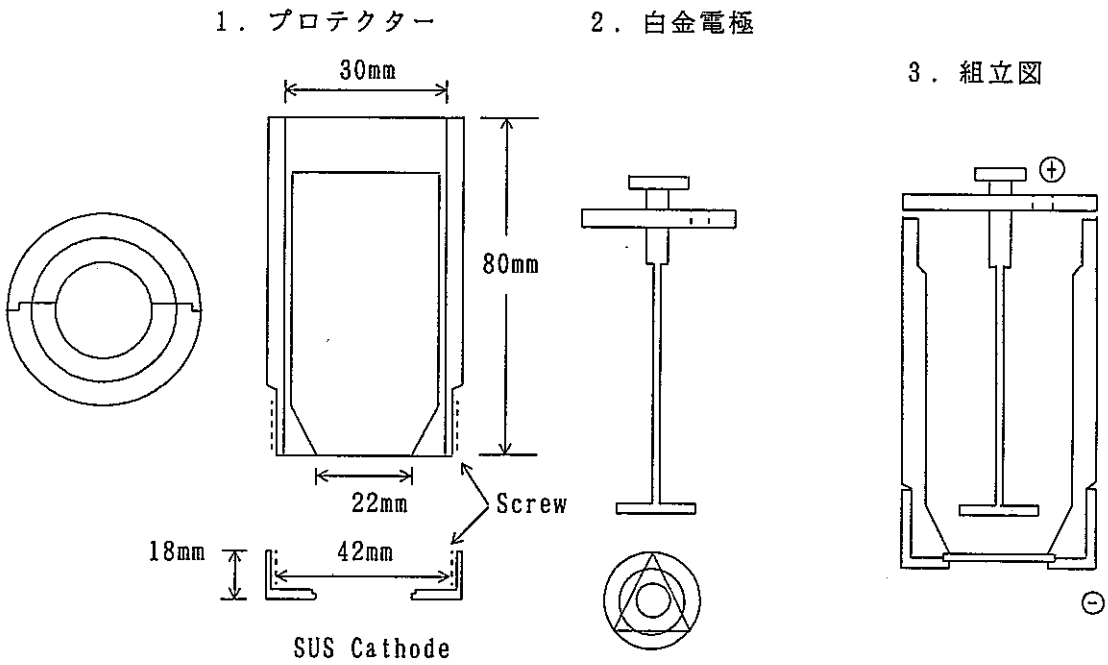


図2　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・03 (1993)

排水中の全α放射能測定法

〔共沈・マウント法〕

1．要　旨

試料に鉄担体を加えてα核種を共沈させ，沈澱を塩酸（２＋１）で溶解後，ジイソブチルケトンで鉄を抽出除去する。抽出残液を試料皿にマウントし，蒸発乾固する。このα線をＺｎＳ（Ａｇ）シンチレーションカウンタを用いて，エネルギー区分なしに測定，定量する。

2．適用範囲および精度

本法は，再処理工場を除く各施設の排水等に適用する。この場合，供試量 200mℓ，測定時間60分及び回収率 85 %で，検出限界値 1.0×10^{-4} Bq/cm³である。

3．試薬および装置

1）濃硝酸，硝酸ＨＮＯ₃（１＋１３）
2）過酸化水素水H_2O_2（３０%）
3）Ｆｅ担体溶液（10mg/mℓ）：特級$FeC\ell_3\cdot6H_2O$ 4.84gを塩酸（１＋１１）50mℓで溶解し，水で 100mℓにする。
4）アンモニア水ＮＨ₄ＯＨ：未開封のものを使用
5）塩酸ＨＣℓ（２＋１）
6）ジイソブチルケトン（2,6-ジメチル-4-ヘプタノン）
7）過塩素酸$HC\ell O_4$
8）分液ロート
9）ろ過器
10）アスピレータ
11）試料皿：２インチステンレス皿（ドライウエルコーティング）
12）赤外線ランプ乾燥器
13）電熱器
14）ＺｎＳシンチレーション放射能測定器

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮膚，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2）必要に応じて保護メガネを着用する。
3）分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なうこと。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・03（1993）

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 200mℓを 500mℓコニカルビーカに分取する。	1）試料は予め良く撹拌する。
2）濃硝酸 20 mℓ，過酸化水素水 2mℓ，Ｆｅ担体 20 mgを加え，サンドバス上で加熱，煮沸する。	2）煮沸したらサンドバスから降ろし，過酸化水素水を1滴づつ数滴加え，発泡反応がおさまった後，再びサンドバス上で煮沸する。
3）十分に炭酸ガスを追い出した後，水酸化第二鉄の沈澱が生じるまでアンモニア水を加える。	3）激しい中和反応なのでアンモニア水は少量ずつ加えること。
4）沈澱が生じたらさらにアンモニア水を 20 mℓ加える。	4）ｐＨを9以上にする。
5）ホットプレート上で加温熟成する。	5）８０°Ｃで３０分以上
6）吸引ろ過器を用い，0.45μm メンブランフィルターでろ過する。	6）ビーカ及び沈澱は温アンモニア水(1+100) で洗浄する。
7）沈澱を塩酸（２＋１）5 mℓ程度で数回に分けて溶解する。	
8）この溶液を分液ロートに入れ，予め塩酸（２＋１）と予備平衡したジイソブチルケトン 20 mℓを加え，２分間振とうする。	
9）静置した後，水相を 100mℓビーカに受け，蒸発乾固する。有機相は定められた容器へ貯留する。	9）鉄はジイソブチルケトンに抽出される。
10）濃硝酸 10 mℓを加え再溶解した後，過塩素酸を数滴（ 0.5mℓ以下）加え，ビーカに時計皿をして加熱する。	10）過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴加する。また， 0.5mℓ以上加えないこと。
11）過塩素酸の白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	11）過塩素酸の白煙を吸入しないよう，フードの扉は，エプロンから高さ 10 cmの位置まで閉める。
12）硝酸（１＋13）で溶解し，試料皿にマウントする。	12）小量の不溶解残渣が生じることがあるが，このときは，ゴム付ガラス棒でこすり，不溶解残渣も試料皿へ移す。
13）赤外線ランプ下で乾固させる。	
14）試料皿を電熱器で焼きつける。	
15）放冷後，ＺｎＳシンチレーションカウンタで測定	15）測定は装置の取扱い説明書を参照する。

6．計　　算

$$C = \left(\frac{Ns}{ts} - \frac{Nb}{tb} \right) \times \frac{1}{E} \times \frac{1}{Y} \times \frac{1}{W}$$

ここで

C　：全α放射能（Bq／㎤）
Ｎｓ：試料の全計数値（counts）
ｔｓ：試料の計数時間（s）
Ｎｂ：自然計数値（counts）
ｔｂ：自然計数の計測時間（s）
E　：計数効率（％）／ 100
Y　：回収率（85％）／ 100
W　：試料量（㎤）

7．解説と文献

1）本法の回収率補正は，^{241}Ａｍを用いて試料に添加し，試料分析と平行して行い回収率を求めた。その結果，分析件数 96 件で平均回収率 89.5 ％変動係数 7.83 ％が得られている。（ 1989 年 4月～ 6月に実施）

2）本法の実施開始は 1989 年 4月から行っている。

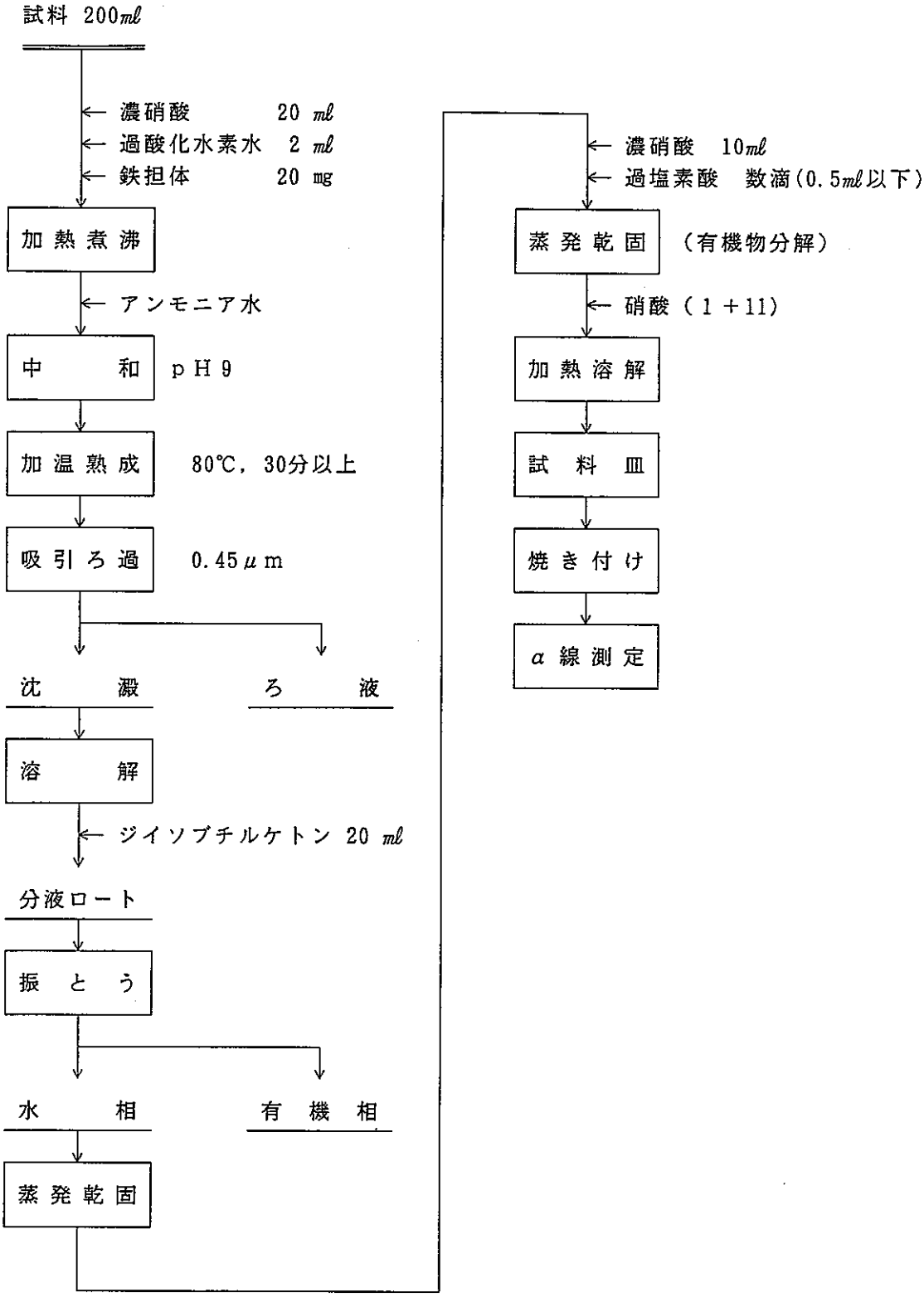
3）α線スペクトル分析の必要な試料については，^{241}Ａｍをトレーサとして加え，本分析操作の後，２インチ試料皿用のＳｉ半導体検出器を用いるか，１インチステンレス板上に電着して，１インチＳｉ半導体検出器によりαスペクトロメトリを行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・ALPHA・03 (1993)

8．工程図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・BETA・01(1993)

排水中の全β放射能測定法

1．要　旨

全β放射能測定は試料からのβ線をエネルギー区分なしに測定し，校正線源の放射能との比較により，試料中の放射能を測定する方法である。

試料適量を分取し，蒸発乾固後有機物分解を行なう。希硝酸で溶解し，ステンレス製試料皿に移し，赤外線ランプで乾燥する。ＧＭ計数装置によりβ線を測定する。

2．適用範囲および精度

供試料（mℓ）	測定時間（分）	検出限界値　Ｂｑ／cm²
10	30	2.2×10^{-2}
100	30	2.2×10^{-3}
1000	40	1.8×10^{-4}

3．試薬および器具

試薬

１）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸（１＋13）

２）過塩素酸

器具

３）赤外線ランプ乾燥器

４）ＧＭ管式放射能測定装置

５）試料皿（ドライウェルコーティング）

4．安　全

１）酸類の皮ふ，眼への飛散及び濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

２）必要に応じて保護メガネを着用する。

３）分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は、慎重に行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・BETA・01(1993)

5．分析操作

操　　作	備　　考
イ．再処理海洋放出排水の場合 1）よく振りまぜて均一にした試料10mlを正確に分取する。 2）試料皿（50mmφステンレス製）に静かに注ぐ。 3）赤外線ランプ乾燥器で完全に乾燥する。 4）デシケータ内で放冷し，測定試料とする。 5）GM管式放射能測定装置で測定する。	5）測定は装置の「取扱い説明書」に従う。
ロ．その他の施設および一般排水の場合 1）よく振りまぜて均一にした試料 100mlを正確にビーカにとり，濃硝酸10mlを加え，蒸発乾固する	1）～5）の操作は保護メガネ等を着用すること。またフードの開口面は10cmとすること。
2）残留有機物が多い試料は放冷後再度濃硝酸10mlを加え蒸発乾固する。	2）洗濯排水等特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後必要に応じて濃硝酸10mlを加え再溶解したのち過塩素酸を数滴（ 0.5ml以下）加え，ビーカに時計皿をして加熱する。 4）過塩素酸白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。 5）有機物が残っている場合は，3），4）の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。 6）ビーカを1M硝酸で洗い測定皿に少量ずつ移し赤外線ランプ下で完全に乾燥する。 7）デシケータ内で放冷し，測定試料とする。	3）3），4），5）の操作は，硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。

6．計　算

$$C = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{E}$$

ここで

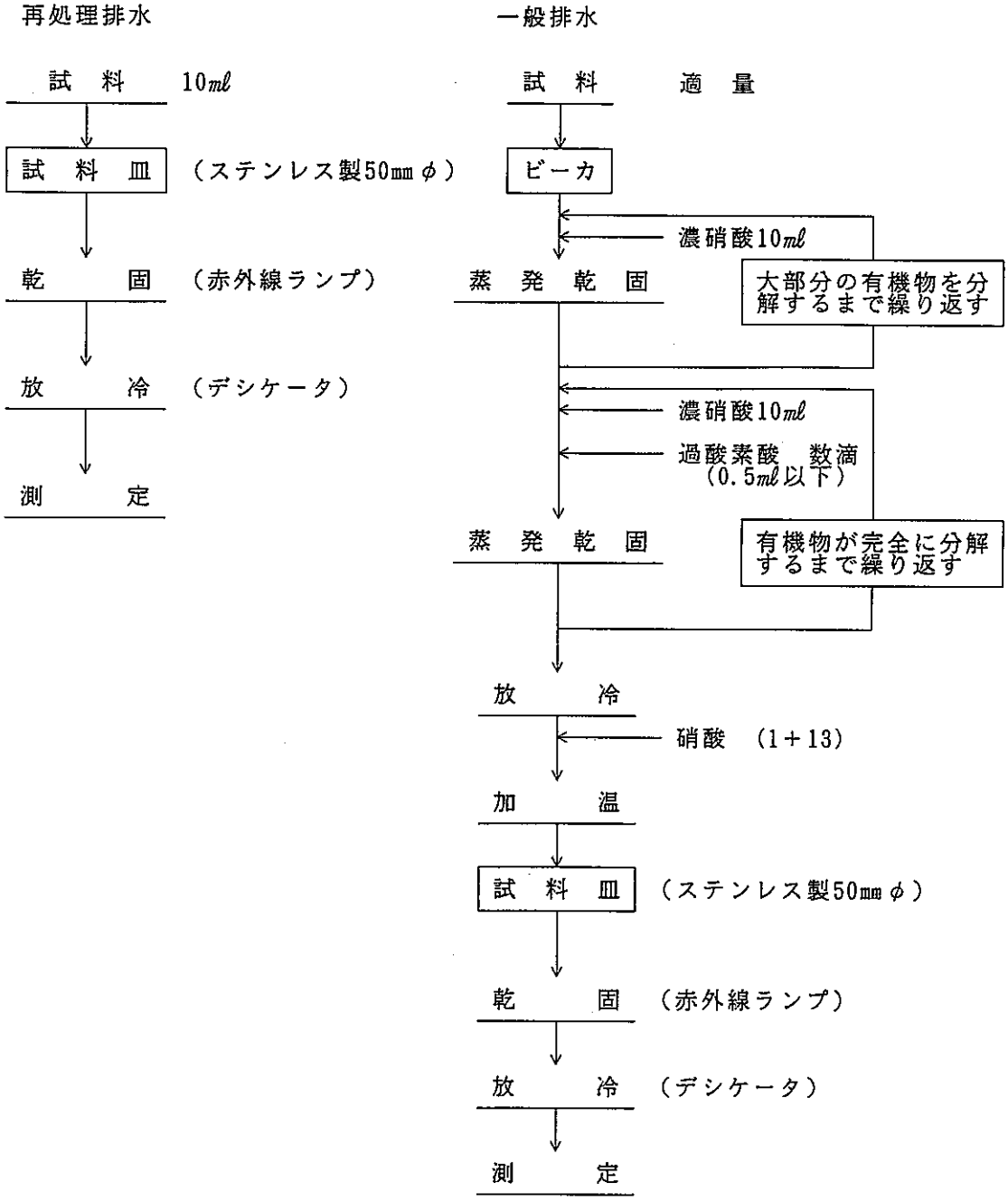
C	:	全β放射能（Bq／cm³）	
N_s	:	試料の全計数値	(counts)
t_s	:	試料の計数時間	（s）
Nb	:	自然計数値	(counts)
tb	:	自然計数の計測時間	（s）
W	:	試料量	(cm³)
E	:	計数効率	（%）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・58・BETA・01(1993)

7. 工程図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・55・GE・01 (1993)

排水中のγ線放出核種分析法

〔Ge半導体検出器によるγ線スペクトロメトリー〕

1．要　旨

本法は排水試料中のγ線放出核種をGe半導体検出器で測定し，光電ピーク面積法によって定量する方法である。

2．適用範囲のおよび精度

本法は2000cm³マリネリ容器および50cm³プラスチック容器を使って測定した排水試料中に含まれる^{95}Zr，^{95}Nb，^{103}Ru，^{106}Ru－^{106}Rh，^{131}I，^{134}Cs，^{137}Cs，^{141}Ce，^{144}Ce－^{144}Pr，^{125}Sb，および^{60}Co核種分析に適用し，この精度は5000秒測定で信頼度は，99.73%である。

核　種	検出限界値（Bq／cm³）		核　種	検出限界値（Bq／cm³）	
	2000cm³ マリネリ容器	50cm³ プラスチック容器		2000cm³ マリネリ容器	50cm³ プラスチック容器
^{95}Zr	2.5×10^{-3}	2.2×10^{-2}	^{137}Cs	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}
^{95}Nb	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}	^{141}Ce	2.2×10^{-3}	7.4×10^{-3}
^{103}Ru	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}	^{144}Ce- ^{144}Pr	2.2×10^{-2}	2.8×10^{-2}
^{106}Ru- ^{106}Rh	3.2×10^{-2}	2.2×10^{-1}	^{60}Co	1.1×10^{-3}	1.8×10^{-2}
^{131}I	1.8×10^{-3}	7.4×10^{-3}	^{125}Sb	5.5×10^{-3}	2.5×10^{-2}
^{134}Cs	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}			

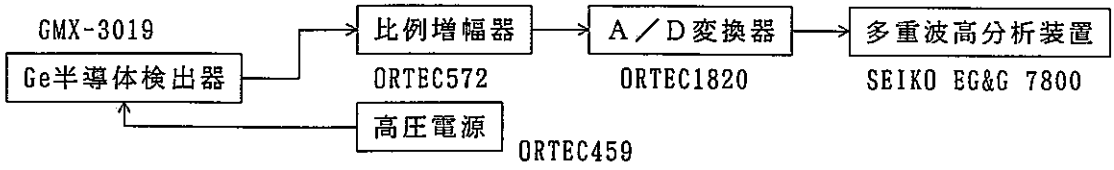
^{106}Ru－^{106}Rh，^{144}Ce－^{144}Prの検出限界値は^{106}Rh，^{144}Ceを測定しその2倍の値を検出限界値とした。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・55・GE・01 (1993)

3．装　　置



Ｇｅ半導体検出器

型　　式　：ORTEC GMX-3019-P

検出器寸法　：44.5㎜φ×20㎜（Be入射窓）

分　解　能　：1.9keV（at 1332keVで）

相 対 効 率　：30％

4．安　　全

1）汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

2）電源電圧のコード接続には十分注意する。

3）液体チッ素の取り扱いは皮手袋を着用し換気，凍傷に注意する。

5．分析操作

5.1　マリネリ法

操　　作	備　　考
1．試料調製	
1）排水試料は十分撹拌しながら正確に2000㎖をマリネリ容器にとる。	1）飛散しないように注意する。
2）濃硝酸10㎖を入れる。	2）懸濁物質の少ない排水には濃硝酸を入れなくてもよい。
3）マリネリ容器にフタをしてビニール袋に入れ密封する。	
4）マリネリ容器をGe検出器(GMX) にセットする。	
2．測定・解析	測定・解析はＧｅ半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリの測定と解析５－４を参照する。
1）解析装置のパーソナルコンピュータにより、エミュレーションプログラムを起動し、[1] キー（START ｷｰ）を押して測定開始する。	1）測定時間（LIVE TIME:5000SEC）
2）解析は定量分析プログラムにより行う。	

5.2　寒天法

操　　作	備　　考
1．試料調製 1）排水試料を十分撹拌しながら正確にビーカーに50mlとる。 2）0.5gの寒天粉末を加える。 3）寒天粉末が溶解するまでガラス棒で撹拌しながらヒーターで加熱する。 4）試料をスチロール製容器に移しアイスバスを用いて急冷しゲル状にする。 5）容器にフタをしてビニール袋に入れる。 6）容器をGe検出器(GMX) にセット。	1）飛散しないように注意する。
2．測定・解析	2．測定・解析，測定時間の設定・測定およびデータ解析は 5.1のマリネリ法を参照する。

6．計　　算

光電ピーク法による核種定量

手計算による方法

1）核種の定量の際，それぞれの核種について放出ガンマ線が数多くある場合には定量に用いるピークはガンマ線放出率が大きく，他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。

2）核種濃度C（Bq／㎤又はBq／サンプル）は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{\varepsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \qquad (1)$$

ここで，

NP　：正味のピーク部分の計数率（cps）

ε_{peak}：ピーク計数効率

η　：着目したガンマ線の放出割合

M　：試料の体積（㎤又は試料）

なお，正味のピーク部分の計数率NPは(2)式を用いるが，そのピーク境界チャンネルは低エネルギー側については計数値が上がり始める1つ手前のチャンネルを，高エネルギー側については計数値①が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には，半値幅の約 1.5倍に相当するチャンネル数をピークチャンネルより差し引いた（高エネルギー側境界の場合は「加えた」）整数チャンネルをピーク境界とする。

よって，正味のピーク部分の計数率NPは以下のように求めるものとする。

$$NP = \left\{ \sum_{i=a}^{b} Ni - \frac{1}{2}(N_a + N_b) - \frac{1}{2}(N_a + N_b) \cdot (b - a) \right\} / T \qquad (2)$$

ここで，

Ni：iチャンスルの計数値

a　：低エネルギー側のピーク境界チャンネル

b　：高エネルギー側のピーク境界チャンネル

T　：測定時間（s）

N_a：aチャンネルの計数値

N_b：bチャンネルの計数値

3）ＮＰの標準偏差σＮＰは次のように表わされる。

$$\sigma NP = \sqrt{\frac{\sum_{i=a}^{b} Ni \left(\frac{1}{2}\right)^2 \cdot (N_a + N_b) + \left(\frac{b-a}{2}\right)^2 (N_a + N_b)}{T^2}} \qquad (3)$$

従って核種濃度Ｃの標準偏差σＣは.

$$\sigma C = \frac{\sigma NP}{\varepsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \qquad (4)$$

もしバックグランドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギ範囲にピークがある場合には，この寄与分を差し引かなければならない。バックグランドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率をＮＰ（Ｂ．Ｇ．）とすると，核種濃度Ｃは，

$$C = \frac{NP - NP(B.G.)}{\varepsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \qquad (5)$$

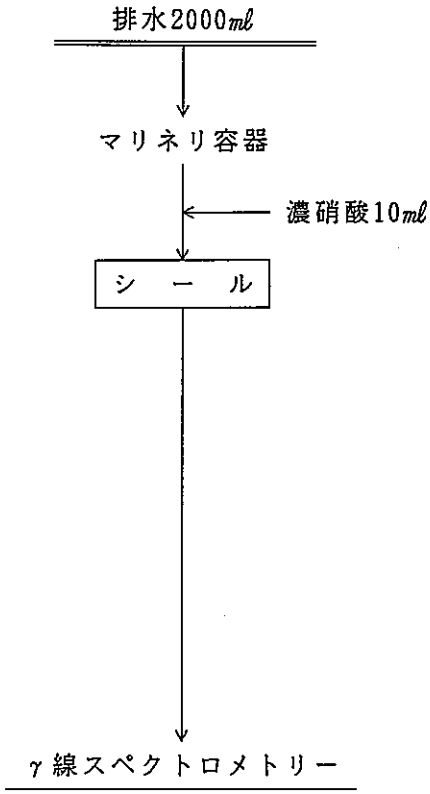
その標準偏差σＣは，

$$\sigma C = \frac{1}{\varepsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \cdot \sqrt{\sigma^2 NP + \sigma^2 NP(B.G.)}$$

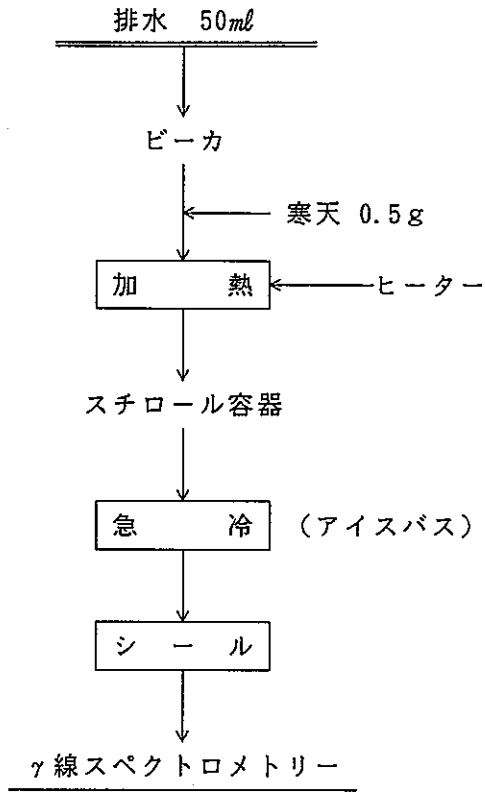
ここでσＮＰ（Ｂ．Ｇ．）はバックグランドスペクトルにおけるσＮＰに対応するものとする。

7．工　程　図

7.1　マリネリ法



7.2　寒　天　法

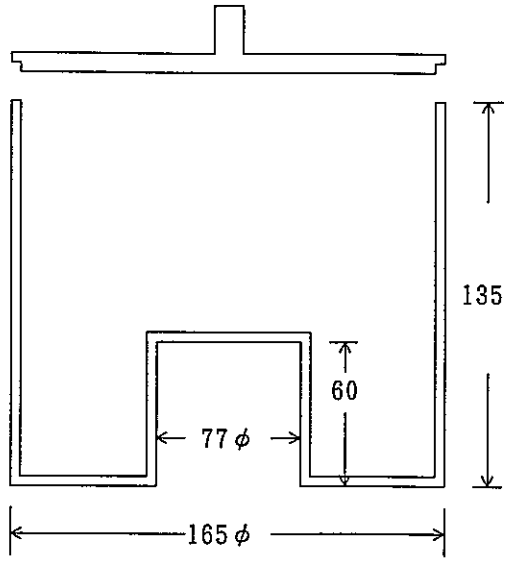


動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

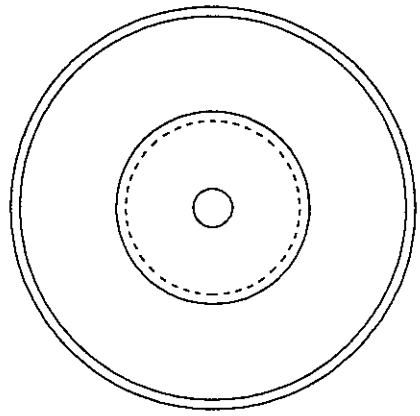
標準分析作業法

45・271・55・GE・01 (1993)

8．測定容器形状

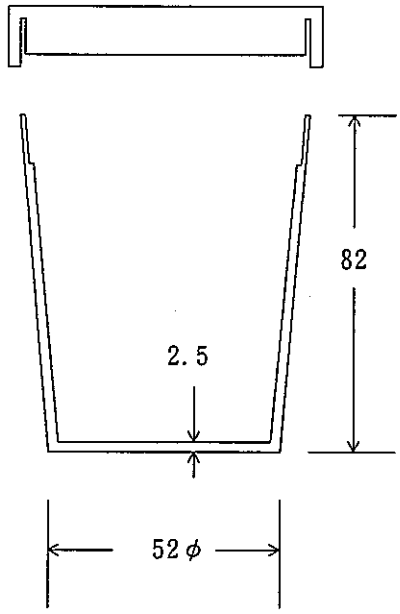


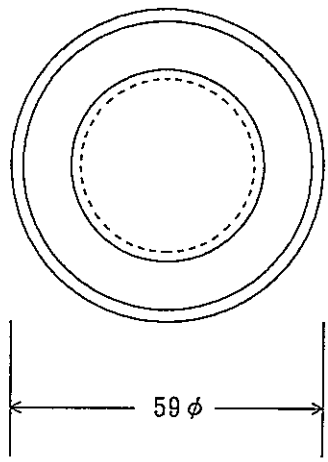
断　面　図



平　面　図

マリネリ容器（2000㎤）





単位 mm

プラスチック容器（50㎤容器）

PNC PN8520 93-003

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・01(1993)

排水中の^{89}Sr，^{90}Sr分析法
〔イオン交換法〕

1．要　旨

試料を蒸発乾固し，有機物分解を行い塩酸-フッ化水素酸混合液に溶解して陽イオン交換分離を行ない乾固後，希塩酸にてバイアルビンに移し，液体シンチレータを加えよく振り混ぜたのち液体シンチレーションカウンターにて^{89}Sr，^{90}Sr，^{90}Yのβ線を測定し，^{89}Sr，^{90}Srを定量する。

2．適用範囲および精度

本法は^{89}Sr濃度が2.2×10^{-3}Bq／cm³，^{90}Sr濃度が1.1×10^{-3}Bq／cm³以上の排水試料に適用でき，この場合分離後7日間放置で計測時間1800秒で信頼度99.73%である。

3．試薬および器具

試薬

1）^{85}Sr標準溶液：（収率の測定に用いγ線スペクトロメトリーで計測する。）
2）硝酸　HNO_3：濃硝酸，0.5M硝酸，1.3M硝酸
3）過塩素酸　$HClO_4$（60%）
4）塩酸　HCℓ：塩酸(1+2)，塩酸(1+11)
5）過酸化水素水　H_2O_2（30%）
6）塩酸-フッ化水素酸混合溶液(0.5MHCℓ-0.02MHF)：塩酸43mℓとフッ化水素酸0.75mℓを水で1000mℓとする。
7）陽イオン交換樹脂　Dowex 50W-x8 100～200mesh,Na型：樹脂のコンディショニングは樹脂5mℓをイオン交換カラムにつめ，水約100mℓをマイクロチューブポンプを使用し流す。その後3～4M塩酸約100mℓを同じく流し，再び水を流しpHを中性にしておく。
8）液体シンチレーター：アクアゾルⅡまたは同等の性質を有するもの。

器具

1）イオン交換カラム：図1
2）マイクロチューブポンプ：ＭＰ－1001（東京理化器機）
3）シンチレーションバイアル：容量20mℓ低カリガラス。
4）液体シンチレーションカウンター：LKB1219 または同等の性能を有するもの。
5）γ線スペクトロメトリー

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・01(1993)

4．安　　全

1）酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10cm）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

6）ガラスバイアルは使用前に偏肉，傷，亀裂がないことを目視確認した後使用する。また蓋を締める時はゴム製グリップ（図2）またはケブラー製手袋を使用し，慎重に行う。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 200mlをビーカにとり，濃硝酸10mlを加え蒸発乾固する。	1）試料をよく振り混ぜてから採取する。 1)~5)の操作は保護メガネ等を着用すること。又フードの開口面は10cmとする。 収率測定用として別に試料200mlに^{85}Srをスパイクする。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後，濃硝酸10mlを加え，蒸発乾固する。	2）洗濯排水等特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後，必要に応じて濃硝酸10mlを加え，再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5ml以下)加え，ビーカに時計皿をして加熱する。	3）　3),4),5)の操作は硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。 過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴下すること。また 0.5ml以上加えないこと。
4）過塩素酸白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
5）有機物が残っている場合は3),4)の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。	
6）0.5 M塩酸-0.02Mフッ化水素酸混合液10mlで加温溶解する。	6）過酸化水素水1～2滴加えると溶解する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・01(1993)

操　　作	備　　考
7）放冷後，予め調整してあるイオン交換カラムに6)の溶液をマイクロチューブポンプを用いて流量約1㎖/minにてフィードする。	7）イオン交換カラムに樹脂を5㎖つめて，水数十㎖をながし，その後塩酸(1+2)を50㎖流し，再び水を流出液が中性になるまで流す。
8）ビーカを0.5M塩酸-0.02Mフッ化水素酸混合液5㎖3回で洗浄し，カラムにフィードする。	
9）0.5M塩酸-0.02Mフッ化水素酸混合液で5㎖10回で洗浄する。	
10）0.5M硝酸溶液100㎖を流し洗浄する。	10）Ｃｓ，Ｒｕを除去する。
11）1.3 M硝酸溶液 130㎖を流し溶離液は 200㎖ビーカに受ける。	11）この操作にて，Ｓｒが溶離する溶離開始時刻と終了時刻を控えておく。開始時刻と終了時刻の中間をＹ分離時刻とする。
12）蒸発乾固し，濃硝酸10㎖を加え再溶解したのち，過塩素酸を数滴(0.5㎖以下)加え，蒸発乾固する。	12）過塩素酸は，必ず硝酸存在下で滴下すること。また0.5㎖以上加えないこと。 収率用試料は50㎖位まで濃縮しγ線スペクトロメトリーで測定し，スタンダードの計数と比較し収率を確認。
13）１M塩酸10㎖にて溶解し20㎖バイアルに移す。	
14）バイアルに液体シンチレータ(アクアゾルⅡ)10㎖を加える。	14）同様にＢ．Ｇとして0.1M硝酸10㎖と液体シンチレータ10㎖をバイアルに入れる。 ふたは湯浴に入れても湯が入らない程度に締める。
15）バイアルを湯浴にて加温し，良く撹拌する。	15）加温後，バイアルの蓋を絞める時は専用のゴム製グリップまたはケプラー製手袋を使用する。また強く締め過ぎるとバイアルが割れる恐れがあるので注意すること。
16）静置後，液体シンチレーションカウンタにてβ線測定する。	
17）７日間放置後，再び測定する。	

6．計　算

$$\begin{cases} \Sigma_1 = \dfrac{1}{T_s}\ (C_1 - B_1)\ \mathrm{cps} \\ \Sigma_2 = \dfrac{1}{T_s}\ (C_1 - B_2)\ \mathrm{cps} \end{cases}$$

$$^{89}Sr = \exp(-\lambda_1 T_1) \equiv a$$
$$^{90}Y = 1 - \exp(-\lambda_2 T_1) \equiv b$$
$$^{89}Sr = \exp(-\lambda_1 T_2) \equiv c$$
$$^{90}Y = 1 - \exp(-\lambda_2 T_2) \equiv d$$
$$\Sigma_1 = {}^{90}Sr\ (\varepsilon_2 + b\varepsilon_3) + {}^{89}Sr\ a\varepsilon_1$$
$$\Sigma_2 = {}^{90}Sr\ (\varepsilon_2 + d\varepsilon_3) + {}^{89}Sr\ c\varepsilon_1$$

1）^{90}Sr 濃度（Bq／cm³）

$$^{90}Sr = \frac{\Sigma_1 c - \Sigma_2 a}{(\varepsilon_2 + b\varepsilon_3)\ c - (\varepsilon_2 + d\varepsilon_3)\ a} \times \frac{1}{W}$$

2）^{89}Sr 濃度（Bq／cm³）

$$^{89}Sr = \frac{\Sigma_1 - {}^{90}Sr\ (\varepsilon_2 + b\varepsilon_3)}{a\varepsilon_1} \times \frac{1}{W}$$

ここで，

C_1 ：1回目測定における試料の計数値
C_2 ：2回目測定における試料の計数値
B_1 ：1回目測定におけるB．Gの計数値
B_2 ：2回目測定におけるB．Gの計数値
ε_1 ：^{89}Sr の計数効率
ε_2 ：^{90}Sr の計数効率
ε_3 ：^{90}Y の計数効率
T_1 ：分離時刻から1回目測定までの経過時間
T_2 ：分離時刻から2回目測定までの経過時間
λ_1 ：^{89}Sr の壊変定数
λ_2 ：^{90}Y の壊変定数
T_s ：測定時間（sec）
W　：供試料（cm³）

3）誤　　差

$$\sigma^{90}\mathrm{Sr}\ (\mathrm{Bq}) = \frac{\sqrt{\left[\frac{c}{T_s}\right]^2 \times (C_1 + B_1) + (C_2 + B_2) \times \left[\frac{a}{T_s}\right]^2}}{(\varepsilon_2 + b \times \varepsilon_3) \times c - (\varepsilon_2 + d \times \varepsilon_3) \times a} \equiv \sigma_1$$

$$\sigma^{89}\mathrm{Sr}\ (\mathrm{Bq}) = \frac{\sqrt{\frac{(C_2 + B_2)}{T_s^2} + (\sigma_1)^2 \times (\varepsilon_2 + b \times \varepsilon_3)^2}}{a \times \varepsilon_1}$$

よって

$$\sigma^{90}\mathrm{Sr}\ (\mathrm{Bq/cm^3}) = \frac{\sqrt{\left[\frac{c}{T_s}\right]^2 \times (C_1 + B_1) + (C_2 + B_2) \times \left[\frac{a}{T_s}\right]^2}}{1\ (\varepsilon_2 + b \times \varepsilon_3) \times c - (\varepsilon_2 + d \times \varepsilon_3) \times a} \times \frac{1}{W}$$

$$\sigma^{89}\mathrm{Sr}\ (\mathrm{Bq/cm^3}) = \frac{\sqrt{\frac{(C_2 + B_2)}{T_s^2} + (\sigma_1)^2 \times (\varepsilon_2 + b \times \varepsilon_3)^2}}{a \times \varepsilon_1} \times \frac{1}{W}$$

7．解説および文献

(1)　イオン交換樹脂のコンディショニング

樹脂はあらかじめ3倍量の水につけ，よく撹拌したのち静置し樹脂が沈降したら上澄みを捨てる。この操作を2回行う。次に塩酸（1＋11）で2回，水で2回，水酸化ナトリウム溶液（4w／v％）で2回，水で2回，塩酸（1＋11）で2回先と同じ操作を行い，最後に水を用いてpHが2～3になるまで，樹脂を洗浄する。

(2)　本法の収率は安定し 100％近く得られるので計算式での収率補正は行わない。

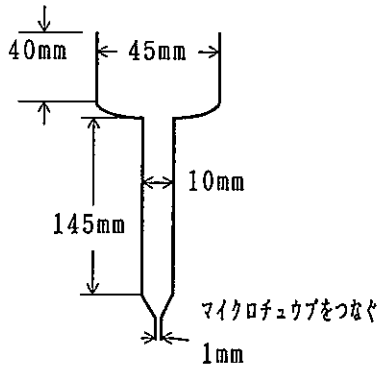


図1　イオン交換カラム

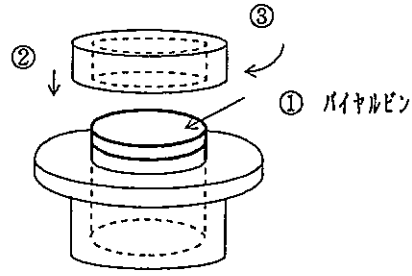


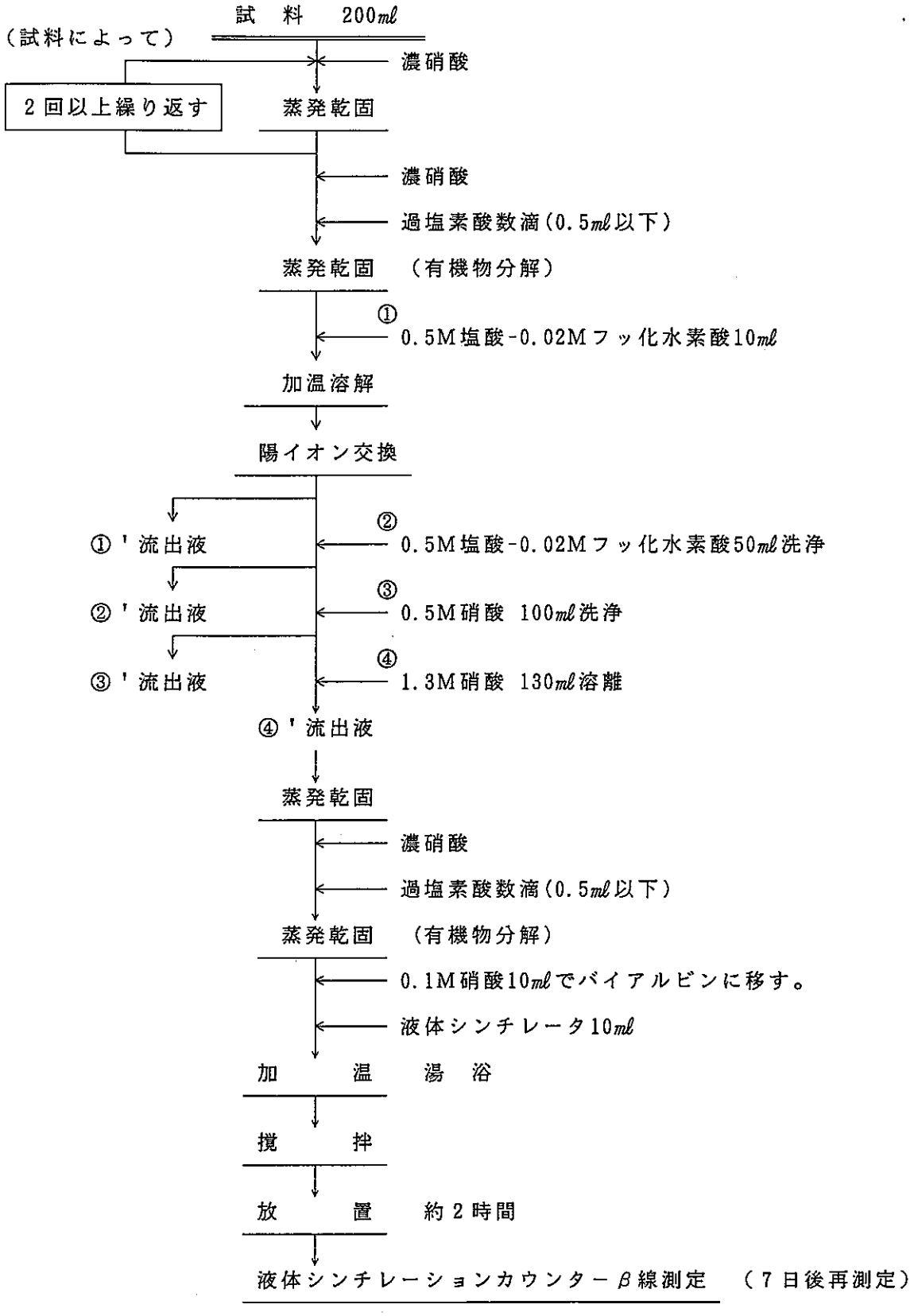
図2　ゴム製グリップ

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・01(1993)

8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・51・SR・02(1993)

排水中の^{89}Sr，^{90}Sr分析法
〔迅速測定法〕

1．要　旨

試料を蒸発乾固し，塩酸系の陰イオン交換分離及び陽イオン交換分離でSrを精製し，液体シンチレーションカウンタで^{89}Sr，^{90}Sr，^{90}Srから成長した^{90}Yのβ線を測定し，^{89}Sr，^{90}Srを定量する。

2．適用範囲および精度

本法は^{89}Sr濃度が2.2×10^{-3}Bq／cm³，^{90}Sr濃度が1.1×10^{-3}Bq／cm³以上の排水試料に適用でき，計測時間1800秒で信頼度 99.73%である。

3．試薬および器具

試薬

1）Sr担体溶液（10mg／mℓ）：$Sr(NO_3)_2$ 2.415gを水で溶解し，正確に100mℓとする。
2）Y担体溶液（10mg／mℓ）：$YCℓ_3\cdot6H_2O$ 3.447gを水で溶解し，100mℓとする。
3）Cs担体溶液（10mg／mℓ）：CsCℓ 1.268gを水で溶解し，100mℓとする。
4）硝酸 HNO_3 ：濃硝酸，0.7M（硝酸52.4mℓを水で1000mℓとする。）
1.2M（硝酸89.9mℓを水で1000mℓとする。）
5）過塩素酸 $HCℓO_4$（60%）
6）塩酸 HCℓ ：塩酸(2+1)，塩酸(1+1)
7）塩酸・フッ化水素酸混合液(0.5MHCℓ・0.02MHF)：HCℓ 43mℓとHF0.75mℓを水で1000mℓとする。
8）過酸化水素水 H_2O_2（30%）
9）陰イオン交換樹脂：ダイヤイオンSA# 100（100～200mesh Cℓ形）あるいはDowex 1-×8（100～200mesh Cℓ形）またはBIO-RAD AG・1-×8(100～200mesh Cℓ形）を次のようにコンディショニングする。
(1) 樹脂 500mℓを3ℓのビーカーに入れ，2ℓの水を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションで除く。
(2) 水酸化ナトリウム溶液(120g NaOH／ℓ）を1ℓ加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションで除く。
(3) 1ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションで除く。
(4) 塩酸(1+1) 2ℓを加え，よく撹はんする。上澄みをデカンテーションで除く。
(5) (1)の要領で上澄みが中性になるまで樹脂を水洗する。
(6) 水に浸したまま保存する。

10）陽イオン交換樹脂：Dowex 50W-×８（100～200mesh H形）を次のようにコンディショニングする。樹脂はあらかじめ３倍量の水につけ，よく撹拌したのち静置し，樹脂が沈降したら上澄みを捨てる。この操作を２回行う。次に塩酸(1+11)で２回，水で２回，水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)で２回，水で２回，塩酸(1+11)で２回先と同じ操作を行い，最後に水を用いてｐＨが２～３になるまで，樹脂を洗浄する。

11）液体シンチレーター：アクアゾルⅡまたは同等の性質を有するもの。

器　具

１）陰イオン交換カラム：図１

２）陽イオン交換カラム：図２

３）マイクロチューブポンプ：ＭＰ－1001（東京理化機器）

４）液体シンチレーションカウンタ：ＬＫＢ－１２１９

５）ＩＣＰ発光分光分析装置
（効率キャリブレーション用）

６）遠心分離器：ＣＤ－90Ｒ(TOMY SEIKO)，遠沈管 100mℓ用

試　薬

１）^{90}Ｓｒ－^{90}Ｙ標準溶液：約10^{3}Bq／試料程度

２）^{89}Ｓｒ標準溶液：約10^{3}Bq／試料程度

３）HDEHP・ﾄﾙｴﾝ(2+1)　：HDEHP(Di-2-Ethylhexyl-phosphoric acid)２容量に対しトルエン１容量を加える。

４）四塩化炭素　$CC\ell_4$

4．安　全

１）酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意すること。

２）必要に応じて保護メガネを着用のこと。

３）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

４）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10cm）とする。

５）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

６）遠心分離器を使用する場合は，事前に空運転を行って異常音，振動等のないことを確かめる。試料と対照遠沈管とのバランスは，遠沈管バランサーにて正確に行うこと。回転を上げる時は，徐々に上げること。

７）ガラスバイアルは使用前に偏肉，傷，亀裂，がないことを目視確認した後，使用する。また蓋を締めるときはゴム製グリップ（図１）またはケブラー製手袋を使用し，慎重に行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・02(1993)

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 500mℓをビーカにとり，濃硝酸10mℓとＳｒ担体，Ｙ担体，Ｃｓ担体各々0.5mℓを加え，蒸発乾固する。	1）試料をよく振り混ぜてから採取する。1)~5)の操作は保護メガネ等を着用すること。またフードの開口面は10cmとする。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後，濃硝酸10mℓを加え，蒸発乾固する。	2）特に有機物の多い試料については，この操作を２回以上行って，大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後，必要に応じて濃硝酸10mℓを加え，再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5mℓ以下）加え，ビーカに時計皿をして加熱する。	3）　3),4),5)の操作は硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。 過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴下すること。また0.5mℓ以上加えないこと。
4）過塩素酸白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして，蒸発乾固する。 5）有機物が残っている場合は3),4)の操作を繰り返し行って，有機物を完全に分解する。 6）塩酸(2+1)20mℓに過酸化水素水0.5mℓを加え加熱溶解する。	
7）放冷後，あらかじめ調整してある陰イオン交換カラムに通し，流出液を200mℓビーカに受ける。	7）イオン交換カラムに樹脂を5mℓつめて，塩酸(2+1)50mℓ位で調整する。
8）さらに塩酸(2+1)10mℓ流し，流出液を７）のビーカに受ける。	8）樹脂に吸着するのは，Fe,Co,Zn Zr,Nd,Sb,U,Pu 等である。
9）蒸発乾固し，濃硝酸10mℓを加え，再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5mℓ以下)加え，蒸発乾固する。	9）過塩素酸は，必ず硝酸存在下で滴下すること。また0.5mℓ以上加えないこと。
10）　0.5M塩酸・0.02Mフッ化水素酸混合液10mℓと過酸化水素１～２滴加え，加温溶解する。	

操　　作	備　　考
11）放冷後，あらかじめ調整してある陽イオン交換カラムに10）の溶液をフィードする。流量はマイクロチューブポンプを用いて約1㎖／min に調整する。ビーカを 0.5M塩酸・0.02Mフッ化水素酸混合液5㎖3回で洗浄し，カラムにフィードする。	11）調整は，イオン交換カラムに樹脂を5 ㎖つめて，水を約50㎖流すその後塩酸(1+3) 約50㎖を同じく流し，再び水を流しｐＨを中性にしておく。 樹脂にSr,Y,Ce が吸着する。
12）0.5M塩酸・0.02Mフッ化水素酸混合液50㎖を流し洗浄する。	12）Csの一部が流出する。
13）0.7M硝酸50㎖を流し洗浄する。	13）Csが流出する。
14）1.2M硝酸10㎖を流し洗浄する。	14）Csが完全に流出する。10㎖ではSrは流出しない。
15）1.2M硝酸90㎖を流し，溶離液は100㎖ビーカに受ける。	15）Y,Ceは樹脂に吸着している。この操作にてSrが溶離するので，操作開始時刻と終了時刻の中間をSrの分離時刻とする。
16）蒸発乾固し，濃硝酸10㎖を加え，再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5㎖以下）加え，蒸発乾固する。	16）過塩素酸は，必ず硝酸存在下で滴下すること。また0.5㎖以上加えないこと。
17）空の液シン用バイアルビンの重量W_1を秤量する	
18）塩酸(1+11)5㎖にて加熱溶解し，バイアルに移し2.5㎖2回でビーカを洗浄しバイアルに移す。このバイアルの重量W_2を秤量する。	
19）バイアルから100μℓマイクロピペットで分取し100㎖メスフラスコでメスアップする。このバイアルの重量W_3を秤量する。	19）この溶液をＳｒ収率補正用に使用する。
20）バイアルに液体シンチレータ（アクアゾルⅡ）10㎖を加える。	20）同様にＢ．Ｇとして塩酸(1+11)10㎖と液体シンチレータ10㎖をバイアルに入れる。
21）バイアルを湯浴にて加温し，良く撹拌する。	21）40℃～50℃
22）液体シンチレーションカウンタで1時間冷却静置後，β線測定する。	22）測定開始時刻と終了時刻を記録しておき中間を測定時刻とする。
23）ＩＣＰ発光分光分析装置を用い，19）溶液でＳｒ担体の含有量Ｂを求め，希釈倍率を補正し，初めに加えた量と比較し収率を求める。	23）ＩＣＰ発光分光分析装置取扱マニアル参照。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

操　　作	備　　考
（効率キャリブレーション）	
24) ^{89}Ｓｒ標準液を液シン用バイアル７本に正確に分取する。	24) 10^3Bq 程度になるように個々に分取する。
25) 塩酸(1+11)にて合計10mlになるように加える。	
26) 四塩化炭素を各々0,25,50,75,100,125,150μlと段階的にマイクロシリンジで分取し加える。	
27) アクアゾルⅡを各々10mlずつ加える。	
28) バイアルを湯浴にて加温し，良く撹拌する。	28) 40℃～50℃
29) 液体シンチレーションカウンタで１時間冷却静置後β線測定する。	29) 測定時刻と終了時刻を記録しておき，中間を測定時刻とする。
30) ^{90}Ｓｒ－^{90}Ｙ標準液を操作24)～29)と同様にして作成する。	30) 10^4Bq 程度になるように分取する。
31) ^{90}Ｓｒ－^{90}Ｙ標準液を正確に100mlビーカーに分取する。	
32) Ｓｒ担体，Ｙ担体各10mgをビーカーに分取する。	
33) 塩酸(1+11)10mlを加え加温溶解する。	
34) 放冷後塩酸(1+11)にて50ml分液ロートに移す。	
35) HDEHP-ﾄﾙｴﾝ(2+1)を20mlを加え２分間振とうする	35) HDEHP-ﾄﾙｴﾝ(2+1)溶液は，あらかじめ予備平衡しておくこと。Ｙは有機相に抽出される。振とうの時刻を分離時刻とする。
36) 100ml用遠沈管に移し，遠心分離を行なう。	36) 遠心分離にかける時は，対照遠沈管と必ずバランスをとること。 遠心分離は2500rpm 3分間で行なう。
37) 全量を分液ロートに移し，水相を有機相と分離後水相をすてる。	37) 水相には，^{90}Srがあるので定められた容器に入れる。
38) 塩酸(1+11)20mlを加え，２分間振とうする。	
39) 操作36)，37)を繰り返す。	
40) 塩酸(2+1)20mlを加え２分間振とうする。	
41) 100ml用遠沈管に移し，遠心分離を行う。	
42) 全量を分液ロートに移し，水相を100mlビーカに移す。	

操　　作	備　　考
43）操作40),41),42）を再度行って，水相を42）のビーカに移し，蒸発乾固する。有機相は，定められた容器へ貯留する。	43）有機相は，水で十分洗浄（酸を除く）後，定められた容器に入れる。燃焼処理や蒸発処理を行ったり，水と共に排出してはならない
44）濃硝酸10mℓを加え，再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5mℓ以下）加え，ビーカに時計皿をして加熱する。	
45）過塩素酸の白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
46）塩酸(1+11)20mℓを加え，加温溶解する。	
47）放冷後，100mℓメスフラスコに移し，塩酸(1+11)を加え，100mℓとする。	
48）液シン用バイアルに正確に10mℓずつ７本に分取する。	
49）四塩化炭素を各々，０，25，50，75，100，125，150 μℓと段階的に分取し加える。	
50）アクアゾルⅡを各々10mℓずつ加える。	
51）バイアルを湯浴にて加温して良く撹拌する。	51）40℃～50℃
52）液体シンチレーションカウンタで１時間冷却静置後β線測定する。	52）液体シンチレーションカウンタの操作方法は，別途定める機器分析「液体シンチレーションカウンタ」を参照すること。
53）約２週間放置後，操作47）の残液を100mℓメスフラスコに１mℓ正確に分取し，塩酸(1+11)を加え100mℓとする。	
54）ＩＣＰ発光分光分析装置を用いて，Ｙ測定を行い化学的収率を求める。	54）安定Ｙ標準液１mg／ℓを作成しておく。 ＩＣＰ発光分光分分析装置取扱いマニアル参照。

6．計　　算

チャンネル1は，^{90}Srのエネルギーをすべて測定できる領域（LL=200 UL=590)に設定し，チャンネル2，チャンネル3は，残りの領域を^{89}Srと^{90}Yがそれぞれ含むように2分割する(CH2 LL=591 UL=676 CH3 LL=677 UL=800)したがって次式が成立する。

$N_1 = C_1 / T_s - B_1 / T_B$

$N_2 = C_2 / T_s - B_2 / T_B$

$N_3 = C_3 / T_s - B_3 / T_B$

Ch 1 : $N_1 = (^{89}Sr)\,E_1^{89} + (^{90}Sr)\,E_1^{90} + (^{90}Y)\,E_1^{90Y}$

Ch 2 : $N_2 = (^{89}Sr)\,E_2^{89} + (^{90}Y)\,E_2^{90Y}$

Ch 3 : $N_3 = (^{89}Sr)\,E_3^{89} + (^{90}Y)\,E_3^{90Y}$

$$(^{90}Y)\ (Bq) = \frac{N_2 E_3^{89} - N_3 E_2^{89}}{E_2^{90Y} E_3^{89} - E_3^{90Y} E_2^{89}}$$

$$(^{89}Sr)\ (Bq) = \frac{N_2 E_3^{90Y} - N_3 E_2^{90Y}}{E_2^{89} E_3^{90Y} - E_3^{89} E_2^{90Y}}$$

$$^{89}Sr\ (Bq/cm^3) = (^{89}Sr) \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{e^{-\lambda T}} \times \frac{100}{R}$$

$$^{90}Sr\ (Bq/cm^3) = \frac{N_1 - \{(^{89}Sr)\,E_1^{89} + (^{90}Y)\,E_1^{90Y}\}}{E_1^{90}} \times \frac{1}{W} \times \frac{100}{R}$$

（誤差計算）

$$\sigma(^{90}Y)\ (Bq) = \frac{\sqrt{\left(\frac{C_2}{t_s^2} + \frac{B_2}{t_b^2}\right) \times (E_3^{89})^2 + \left(\frac{C_3}{t_s^2} + \frac{B_3}{t_b^2}\right) \times (E_2^{89})^2}}{|E_2^{90Y} \times E_3^{89} - E_3^{90Y} \times E_2^{89}|}$$

$$\sigma(^{89}Sr)\ (Bq) = \frac{\sqrt{\left(\frac{C_2}{t_s^2} + \frac{B_2}{t_b^2}\right) \times (E_3^{90Y})^2 + \left(\frac{C_3}{t_s^2} + \frac{B_3}{t_b^2}\right) \times (E_2^{90Y})^2}}{|E_2^{89} \times E_3^{90Y} - E_2^{89} \times E_2^{90Y}|}$$

$$\sigma^{89}Sr = \sigma(^{89}Sr) \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{e^{-\lambda T}} \times \frac{100}{R}\ (Bq/cm^3)$$

$$\sigma^{90}Sr\ (Bq/cm^3) = \frac{\sqrt{\left(\frac{C_1}{t_s^2} + \frac{B_1}{t_b^2}\right) + \{\sigma(^{89}Sr) \times E_1^{89}\}^2 + \{\sigma(^{90}Y) \times E_1^{90Y}\}^2}}{E_1^{90}} \times \frac{1}{W} \times \frac{100}{R}$$

（Ｓｒの化学的収率）

$$R(\%) = \frac{\dfrac{W_2 - W_1}{W_2 - W_3} \times B}{A} \times 100$$

N_1，N_2，N_3：各チャンネルの正味計数率（cps）
C_1，C_2，C_3：各チャンネルのカウント数
B_1，B_2，B_3：各チャンネルのバックグランドカウント数
t_S：試料測定時間（ｓ）
t_B：バックグランド測定時間（ｓ）
（^{89}Sr）・（^{90}Y）：測定時刻の各々の放射能（Bq）
$^{89}Sr \cdot ^{90}Sr$：分離時刻の各々の放射能濃度（Bq／cm³）
E_1^{90}：チャンネル１の^{90}Ｓｒの計数効率
E_1^{89}，E_2^{89}，E_3^{89}：^{89}Ｓｒの各チャンネルの計数効率（添字はチャンネルを示す）
E_1^{90Y}，E_2^{90Y}，E_3^{90Y}：^{90}Ｙの各チャンネルの計数効率（添字はチャンネルを示す）
$e^{-\lambda T}$：^{89}Ｓｒの壊変定数
Ｔ：分離時刻から測定時刻までの経過時間
Ｗ：試料採取量（cm³）
σ（^{89}Ｓｒ），σ（^{90}Ｙ）：測定時刻の各々の誤差（Bq）
$\sigma^{89}Sr$，$\sigma^{90}Sr$：分離時刻の各々の放射能濃度誤差（Bq／cm³）
Ｒ：Ｓｒ化学的収率（％）
W_1：空のバイアル重さ（mg）
W_2：W_1 に約10mlの塩酸（１＋11）を加えた重さ（mg）
W_3：W_2 から 0.1ml分取した後の重さ（mg）
Ａ：始めに加えたＳｒ担体の重さ（mg）
Ｂ：収率用に求めたＳｒ担体の重さ（mg）

（効率キャリブレーションと測定試料計数効率計算）

(1) 計数器に付属する外部γ標準線源を用い，各クエンチング標準線源（^{89}Sr，^{90}Y，^{90}Sr-^{90}Y）に照射してクエンチング強度(SQP(E)i)を求める。

(2) 各クエンチング標準線源を用いて測定試料と同一の条件測定し，各クエンチング標準線源の計数効率（E_i）を求める。各標準線源の放射能は，減衰補正をする。

ａ）^{89}Ｓｒ計数効率

$$E_{ij}^{89} = \frac{N_{ij}^{89}}{(^{89}Sr)} \times 100$$

E_{ij}^{89}：^{89}Ｓｒクエンチング標準線源の各チャンネル・各クエンチングポイントの計数効率（％）

N_{ij}^{89}：^{89}Srクエンチング標準線源の各チャンネル・各クエンチングポイントの正味計数率（cps）

（^{89}Sr）：測定時の^{89}Srの放射能（Bq）

i　：添字は，クエンチング標準線源の各クエンチングポイント（1～7）を示す。

j　：添字は，各チャンネル（1～3）を示す。

各々のクエンチング標準線源計数効率（E_{ij}^{89}）と標準線源クエンチング強度(SQP(E)i)との関係をグラフに画き，後に測定試料のクエンチング強度(SQP(E)s)より各チャンネルの^{89}Srの計数効率を求める。グラフより読み取る変りに，E_{ij}^{89}とSQP(E)iとの関係式を最小二乗法三次式にて計算してもよい。試料のSQP(E)sと試料の各チャンネルの計数効率の計算式を以下に示す。

$$E_{sj}^{89} = A_j^{89} + B_j^{89}(SQP(E)s) + C_j^{89}(SQP(E)s)^2 + D_j^{89}(SQP(E)s)^3$$

E_{sj}^{89}　：試料の各チャンネルにおける^{89}Sr計数効率（%）

A_j^{89}～D_j^{89}：各チャンネルにおける^{89}Sr三次式係数

b）^{90}Y計数効率

$$E_{ij}^{90Y} = \frac{N_{ij}^{90Y}}{(^{90}Y)} \times 100$$

$$(^{90}Y) = (^{90}Y e^{-\lambda T}) \frac{100}{Y_s}$$

E_{ij}^{90Y}：^{90}Yクエンチング標準線源の各チャンネル・各クエンチングポイントの計数効率（%）

N_{ij}^{90Y}：^{90}Yクエンチング標準線源の各チャンネル・各クエンチングポイントの正味計数率（cps）

^{90}Y　：^{90}Sr－^{90}Y平衡溶液化学分離時の^{90}Y放射能（Bq）

（^{90}Y）：^{90}Sr－^{90}Y平衡溶液化学分離時間から，測定時間Tまでの減衰補正した^{90}Y放射能（Bq）に化学収率補正した放射能（Bq）

Y_s　：Y（イットリウム）化学的収率（%）

i　：添字は，クエンチング標準線源の各クエンチングポイント（1～7）を示す。

j　：添字は、各チャンネル（1～3）を示す。

各々のクエンチング標準線源計数効率（E_{ij}^{90Y}）と標準線源クエンチング強度(SQP(E)i)との関係をグラフに画き，後に測定試料のクエンチング強度(SQP(E)s)より各チャンネルの^{90}Yの計数効率を求める。グラフより読み取る変りに，E_{ij}^{90Y}とSQP(E)iの関係式を最小二乗法三次式にて計算してもよい。

試料のSQP(E)sと試料の各チャンネルの計数効率の計算式を以下に示す。

$$E_{s,1}{}^{90Y} = A_{,1}{}^{90Y} + B_{,1}{}^{90Y}(SQP(E)s) + C_{,1}{}^{90Y}(SQP(E)s)^2 + D_{,1}{}^{90Y}(SQP(E)s)^3$$

$E_{s,1}{}^{90Y}$ ：試料の各チャンネルにおける^{90}Y計数効率（%）

$A_{,1}{}^{90Y}$ ～$D_{,1}{}^{90Y}$ ：各チャンネルにおける^{90}Y三次式計数

c）^{90}Sr計数効率

$$E_1{}^{90} = \frac{N_1{}^{90}}{(^{90}Sr)} \times 100$$

E_i ：^{90}Sr－^{90}Y平衡クエンチング標準線源の各クエンチングポイントのチャンネル1の^{90}Sr換算計数効率（%）

N_i ：^{90}Sr－^{90}Y平衡クエンチング標準線源の各クエンチングポイントのチャンネル1の正味計数率（cps）

（^{90}Sr）：測定時の^{90}Srの放射能（Bq）

i ：添字は，クエンチング標準線源の各クエンチングポイント（1～7）を示す。

各々のクエンチング標準線源計数効率（$E_1{}^{90}$）と標準線源クエンチング強度(SQP(E)j)との関係をグラフに画く。同一のグラフに^{90}Yのチャンネル1の各クエンチング標準線源（$E_{i,1}{}^{90Y}$）と標準線源クエンチング強度(SQP(E)i)との関係をグラフに画き，^{90}Sr－^{90}Y平衡クエンチング標準線源の各ポイントより，同じSQP(E)i の^{90}Yの計数効率の寄与分を差引いた値を^{90}Sr計数効率（$E_{i,1}{}^{89}$）とする。

$$E_{i,1}{}^{90} = E_1{}^{90} - \{A_1{}^{90Y} + B_1{}^{90Y}(SQP(E)i) + C_1{}^{90Y}(SQP(E)i)^2 + D_1{}^{90Y}(SQP(E)i)^3$$

$E_{i,1}{}^{89}$とSQP(E)i との関係をグラフに画き，後に測定試料のクエンチング強度(SQP(E)s)よりチャンネル1の^{90}Srの計数効率を求める。グラフより読み取る変わりに，$E_{i,1}{}^{90}$とSQP(E)i の関係式を最小二乗法三次式にて計算してもよい。試料のSQP(E)s と試料のチャンネル1の計数効率の計算式を以下に示す。

$$E_{s,1}{}^{90} = A_1{}^{90} + B_1{}^{90}(SQP(E)s) + C_1{}^{90}(SQP(E)s)^2 + D_1{}^{90}(SQP(E)s)^3$$

$E_{s,1}{}^{90}$：試料のチャンネル1における^{90}Sr計数効率（%）

$A_1{}^{90}$～$D_1{}^{90}$：チャンネル1における^{90}Sr三次式係数

7．解説および文献

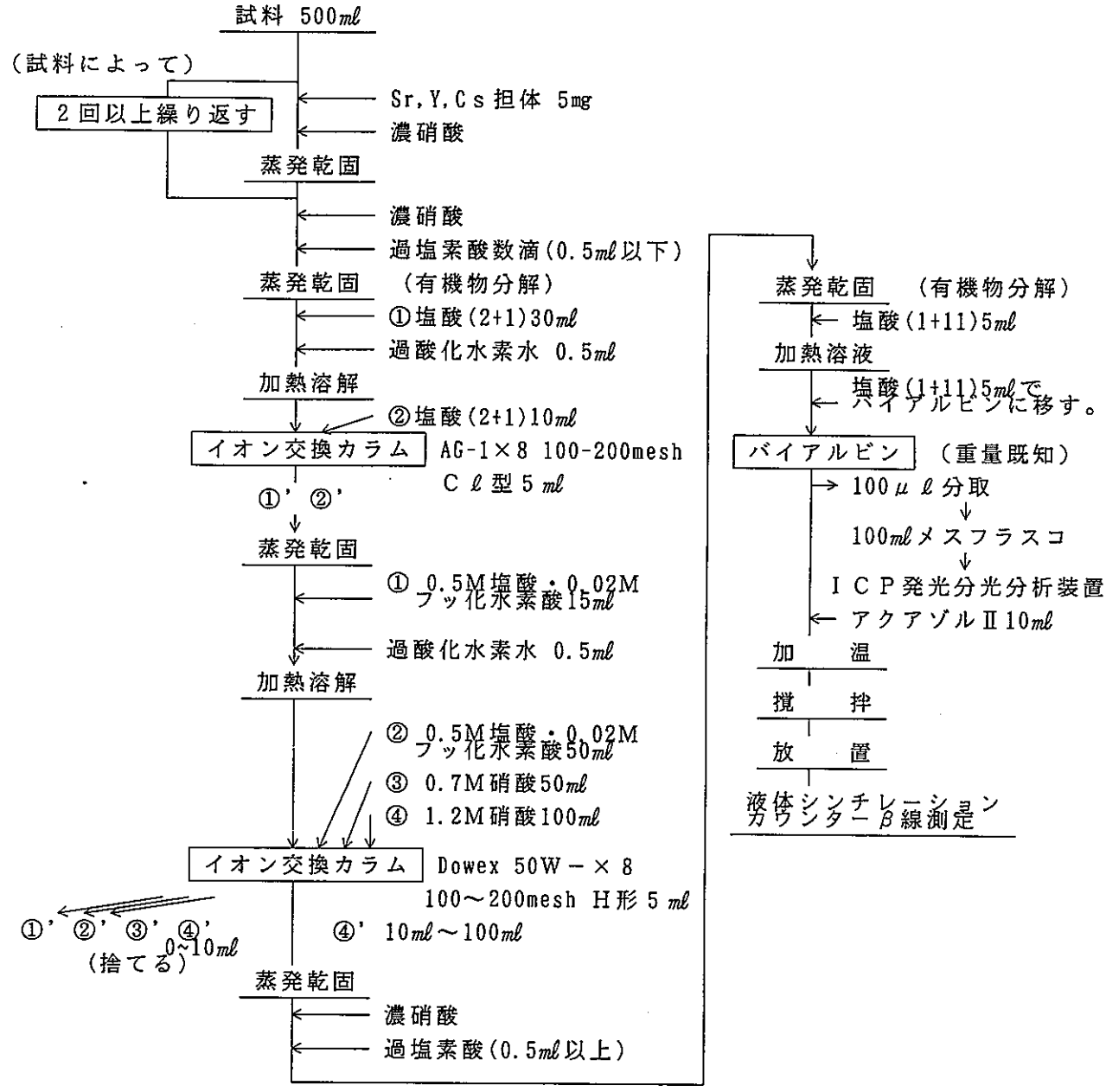
1）チェレンコフ光測定と液体シンチレーション測定による^{89}Srと^{90}Srの迅速測定法の検討　保健物理，20，139～143（1985）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・SR・02(1993)

8．工　程　図



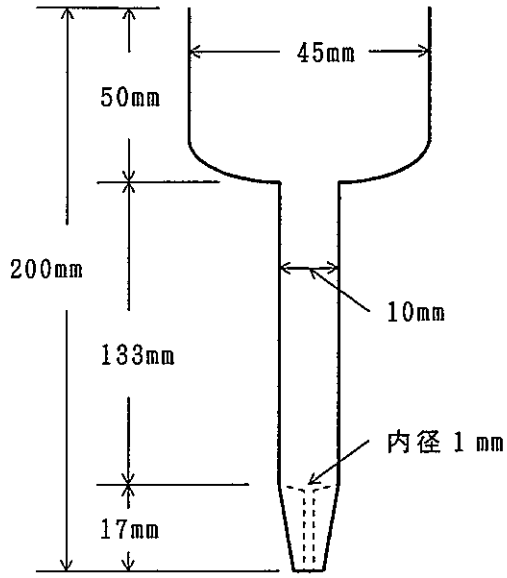


図 1　イオン交換カラム

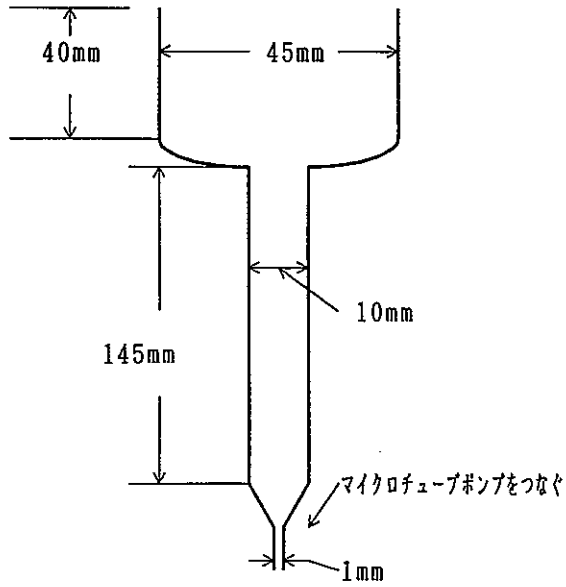


図 2　イオン交換カラム

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・51・I129.01(1993)

排水中の ^{129}I 分析法

1．要　旨

本法はＦｅ，Ｌａ－共沈にてＲｕ，Ｃｅなどをスカベンジしたあと，ヨウ化パラジウム（PdI_2）の沈殿を生成させ，^{129}Iのγ線をＧｅ半導体検出器（ＧＭＸ）を接続した自動解析装置で定量する。

2．適用範囲および精度

本法は，^{129}I濃度が1.4×10^{-3}Ｂｑ／㎤以上の排水試料に適用できる。50,000秒測定で信頼度99.73 %である。

3．試薬および器具

試薬

1）Ｆｅ担体溶液（10mg/ mℓ）：$FeCl_3\cdot6H_2O$ 4.84gをHCℓ(1+11)50mℓで溶解する。
2）Ｌａ担体溶液（10mg／mℓ）：$LaCl\cdot7H_2O$ 5.35gを水で溶解し正確に200mℓにする。
3）Ｉ担体溶液（20mg／mℓ）：特級KI 2.616gを水に溶解して正確に100mℓにする。
4）Ｃｅ担体溶液（10mg／mℓ）：$Ce(NO_3)_3\cdot6H_2O$ 3.10gを水に溶解して正確に100mℓにする。
5）Ｒｕ担体溶液（10mg／mℓ）：$RuCl_3\cdot nH_2O$ 2.0gを水に溶解して100mℓにする。
6）Ｃｓ担体溶液（10mg／mℓ）：CsCℓ 3.17gを水に溶解して正確に250mℓにする。
7）硫酸水素ナトリウム溶液（１０％）　$NaHSO_3$
8）水酸化ナトリウム溶液（２～３％）　NaOH
9）硫酸　H_2SO_4
10）$PdCl_2$ 溶液（2.5mg／mℓ）：PdCℓ 4.16gを水に溶解して100mℓにする。

器具

1）マグネチックスターラ
2）メンブランフィルター　０．４５μｍ，０．３０μｍ
3）フィルターホルダー（ろ過器）：直径４７mmφ
4）Ｇｅ半導体検出器（ＧＭＸ）
5）γ線自動解析装置

4．安　全

1）酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2）必要に応じて保護メガネを着用する。
3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・I129.01(1993)

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 200mℓをビーカにとる。	
2）Fe，La，I，Cs，Ce，Ruの担体溶液を各1mℓ加えよく攪拌する。	
3）10%亜硫酸水素ナトリウム溶液を5 mℓ加える。	3）ヨウ素の化学形をI^-に調整する。
4）マグネチックスターラにて撹拌しながら2～3%水酸化ナトリウム溶液を加えてpHを9以上にし，水酸化物の沈澱をつくる。	4）沈殿がビーカーの底に沈むまで静置する。
5）メンブランフィルター0.45μmで吸引ろ過しろ液は 500mℓコニカルビーカに受け沈殿はすてる。	
6）コニカルビーカを砂浴上で加熱煮沸する。	6）過剰の亜硫酸を追い出す。
7）放冷後，良く撹拌しながら硫酸でpHを下げ塩化パラジウム溶液5 mℓを加え，ヨウ化パラジウムの沈澱を生成させ加温熟成する。	7）pH7以下
8）放冷後，メンブランフィルター3μmで吸引ろ過しフィルターをプラスチック容器に移しシールする	
9）^{129}Iのγ線をGe半導体検出器で測定し光電ピーク法によって定量する。	9）測定はγ線自動解析装置の取扱い説明書に従う。

6．計　　算

光電ピーク法による核種の定量

1）核種の定量の際，それぞれの核種について放出ガンマ線が数多くある場合には定量に用いるピークはガンマ線放出率が大きく，他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。^{129}Iはピークエネルギー39.58keV，放出割合7.52% を用いる。

2）波高分析装置を用い手計算で行うとき核種濃度C（ Bq ／cm³）は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{E_{peak} \cdot \eta \cdot W} \quad (1)$$

ここで，

NP　：正味のピーク部分の計数率(cps)

E_{peak}：ピーク計数効率

η　：着目したガンマ線の放出割合

W　：試料の重量又は体積（cm³）

なお，正味のピーク部分の計数率ＮＰは(2)式を用いるが，そのピーク境界チャンネルは，低エネルギー側については計数値が上がり始める１つ手前のチャンネルを，高エネルギー側については計数値が次のチャンネルの計数値とほぼ等しくなるチャンネルを採用するものとする。計数値が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には，１／10幅に相当するチャンネル数をピークチャンネルにより差し引いた（高エネルギー側境界の場合は「加えた」）整数チャンネルをピーク境界とする。

正味のピーク部分の計数率ＮＰは，以下のように求めるものとする。

$$NP=\left\{\sum_{i=a}^{b}Ni-\frac{1}{2}(Na+Nb)-\frac{1}{2}(Na+Nb)\cdot(b-a)\right\}/T \qquad (2)$$

ここで，

Ｎｉ：ｉチャンネルの計数値
ａ　：低エネルギー側のピーク境界チャンネル
ｂ　：高エネルギー側のピーク境界チャンネル
Ｎａ：ａチャンネルの計数値
Ｎｂ：ｂチャンネルの計数値
Ｔ　：測定時間（ｓ）

３）ＮＰの標準偏差σ_{NP}は次のように表わされる。

$$\sigma_{NP}=\sqrt{\sum_{i=a}^{b}Ni+\frac{1}{2}(Na+Nb)+\left(\frac{b-a}{2}\right)^{2}\cdot(Na+Nb)}\Big/T^{2} \qquad (3)$$

従って核種濃度Ｃの標準偏差σ_cは，

$$\sigma_c=\frac{\sigma_{NP}}{E_{peak}\cdot\eta\cdot W} \qquad (4)$$

もしバックグランドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギー範囲にピークがある場合には，この寄与分を差し引かなければならない。バックグランドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率を$NP_{B.G.}$とすると，核種濃度Ｃは，

$$C=\frac{NP-NP_{B.G.}}{E_{peak}\cdot\eta\cdot W} \qquad (5)$$

その標準偏差σ_cは，

$$\sigma_c=\frac{1}{E_{peak}\cdot\eta\cdot W}\cdot\sqrt{\sigma_{NP}^{2}+\sigma_{NP(B.G.)}^{2}} \qquad (6)$$

ここで標準偏差$\sigma_{NP(B.G.)}$はバックグランドスペクトルにおけるσ_{NP}に対応するものとする。

４）ピーク計数効率は^{129}Ｉの線源を用い，ヨウ化パラジウム(PdI_2)の沈殿を生成し，同じジオメトリーで求めておく。

7．解説および文献

本法の回収率はほぼ安定して９０％以上得られ，計算式で特に補正はしていない。

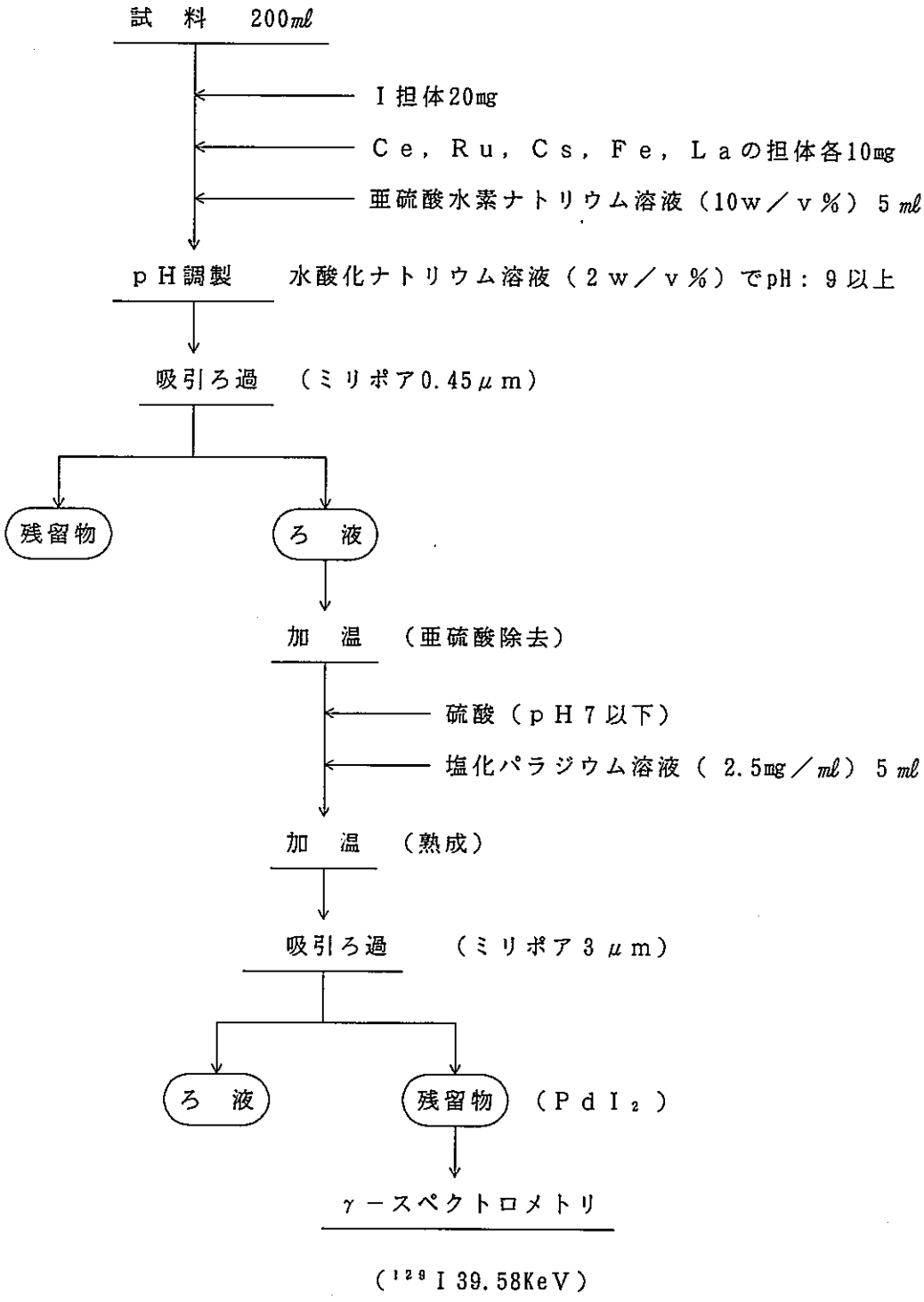
回収率の求め方は，Ｉ担体を正確に加えヨウ化パラジウムの沈殿をろ過する際，重量既知のメンブランフィルターを用い，測定終了後，乾燥放冷し沈殿の重さを測定する。Ｉ担体２０㎎でPdI_2 24.38㎎で回収率100％である。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・51・I129.01(1993)

8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・57・H3・01（1993）

排水中のトリチウム分析法

1．要　旨

試料を測定用バイアルビンにとり，液体シンチレータを加え，よく振り混ぜたのち，液体シンチレーションカウンターにより，トリチウムのβ線（βmax，18keV）を測定する。

2．適用範囲および精度

本法はトリチウムの濃度が3.7 Bq／㎤以上の排水試料に適用する。この場合の計測時間は10分，信頼度99.73 %である。

3．試薬および器具

試薬

1）液体シンチレータ：アクアゾルⅡまたは同等の性質を有するもの。

器具

1）シンチレーションバイアル：容量20㎖低カリガラス。又は，容量6㎖低カリガラス（ミニバイアル）

2）液体シンチレーションカウンター：ＬＫＢ１２１９型または同等の性能を有するもの。

4．安　全

1）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

2）ガラスバイアルは使用前に偏肉，傷，亀裂がないことを目視確認した後，使用する。また蓋を締める時はゴム製グリップ（図１）またはケブラー製手袋を使用し，慎重に行う。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料1㎖を正確にバイアルに取り，シンチレータ15㎖を加える。	1）ふたは湯浴に入れても湯が入らない程度に締める。ミニバイアルを使用する時は，試料0.5㎖にシンチレータ4.5㎖を加える。
2）温水で暖ためながらよく振り混ぜ，冷暗所に1時間以上放置する。	2）調整後，バイアルの蓋を締める時は専用のゴム製グリップまたはケプラー製手袋を使用する。また

操　　作	備　　考
3）バイアルの外壁をよく拭いてから液体シンチレーションカウンターによりトリチウムのβ線を測定する。	強く締め過ぎるとバイアルが割れる恐れがあるので注意すること。 3）測定器の使用については機器分析法液体シンチレーション計数装置のマニアル参照。

6．計　　算

$$C = \left(\frac{S}{t_s} - \frac{B}{t_b} \right) \times \frac{100}{E} \times \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = \sqrt{\frac{S}{t_s^2} + \frac{B}{t_b^2}} \times \frac{100}{E} \times \frac{1}{W}$$

ただし，C　：トリチウム濃度（Bq／cm³）

S　：試料の計数値（counts）

B　：ブランク試料の計数値（counts）

E　：試料の計数効率（%）

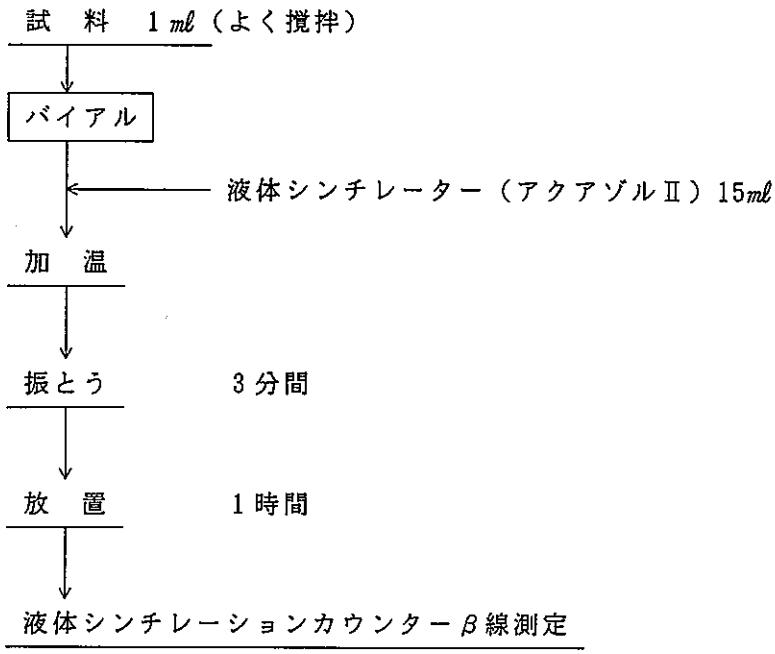
t_s ：試料の測定時間（s）

t_B ：ブランク試料の測定時間（s）

W　：試料量（cm³）

σC：トリチウム濃度誤差（Bq／cm³）

7．工程図



注）ミニバイアル使用時は，試料量
0.5mℓシンチレータ 4.5mℓ

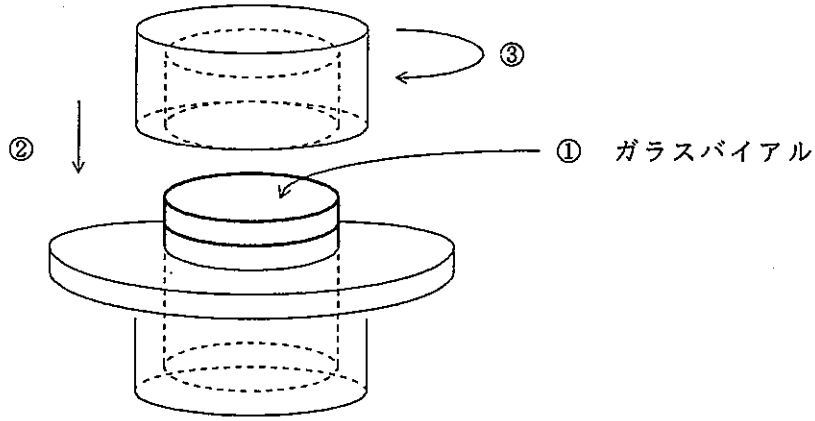


図1　ゴム製グリップ

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・U・01(1993)

排水中のウラン分析法

〔ＴＢＰ－トルエン抽出法〕

１．要　旨

試料を蒸発乾固し，硝酸，過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸系陰イオン交換法により，プルトニウム，トリウムを除去し，ＴＢＰ抽出法でウランを分離してステンレス板に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で測定し定量する。

２．適用範囲および精度

本法はウランの濃度が1.0×10^{-4}Ｂｑ／㎠以上の試料に適用する。この場合の計測時間は 60,000 秒，信頼度 99.73％である。

３．試薬および器具

試　薬

１）^{232}Ｕ標準溶液：0.2 Bq/mℓ程度のものを用いる。

２）硝酸　HNO_3　：濃硝酸，硝酸（３＋10），硝酸（３＋２）

３）過塩素酸　$HClO_4$（６０％）

４）硫酸　H_2SO_4：硫酸（１＋19）

５）アンモニア水　NH_4OH：アンモニア水，アンモニア水（１＋１）

６）過酸化水素水　H_2O_2（３０％）

７）ＴＢＰ－トルエン溶液　$(C_4H_9)_3PO_4$-$C_6H_5CH_3$（１＋３）：ＴＢＰ－キシレン（１＋１）を使用してもよい。

８）逆抽出液　炭酸アンモニウム溶液（$(NH_4)_2CO_3$）：炭酸アンモニウム50ｇを水 500mℓに溶解しアンモニア水 165mℓを加え，水で１ℓにする。

９）チモールブルー指示薬　$C_{10}H_{14}O$：チモールブルー 100mgをエタノール20mℓに溶解し，水で 100mℓにする。

10）陰イオン交換樹脂；Dowex1－Ｘ8(100~200mesh)または BIO・RAD1－Ｘ8(100~200mesh)を次のようにコンディショニングする。

①　樹脂 500mℓを３ℓのビーカーに入れ，２ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。この操作を３回繰返す。

②　4%水酸化ナトリウム溶液（水酸化ナトリウム(NaOH)40g を１ℓの水に加えて溶解）を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

③　１ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

④　塩酸(1+11)２ℓを加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

⑤ ①の要領で上澄みが中性になるまで樹脂を水洗する。

⑥ 水に浸したまま保存する。

器　具

1）イオン交換カラム；図1

2）分液ロート；50mℓ

3）電着セル；図2，図3

4）電着板；厚さ1㎜，直径24.5㎜のステンレス板（SUS-316）

5）電着装置

6）シリコン半導体検出器（有効面積：450㎟）

7）α線自動解析装置

8）電熱器

4．安　全

1）酸類・アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10㎝）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

6）ＴＢＰ－トルエン溶液（ＴＢＰ－キシレン溶液）を使用するときには火気に充分注意し，引火源のないフード前で使用するとともに，使用後のＴＢＰ－トルエン溶液（ＴＢＰ－キシレン）は水で十分振りまぜ酸を取り除いた後，定められた容器に貯留すること。

5．分析操作

操　作	備　考
1）試料 100mℓを正確に 100mℓのビーカにとり，濃硝酸10mℓと既知量の^{232}U（0.02 Bq）を加えて蒸発乾固する。 2）放冷後濃硝酸10mℓを加え再度蒸発乾固する。	1）試料はよく振りまぜてから採取する。 2）残留有機物の多い試料（特に洗濯排水等）については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
3）放冷後濃硝酸10mlと過塩素酸を数滴（ 0.5ml以下）加えてビーカに時計皿をし加熱する。	3）3）～4）の操作は2）の操作で硝酸による有機物分解処理できなかった試料について行う。過塩素酸は0.5ml以上は加えないこと
4）過塩素酸の白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	4）有機物が残っている場合は3）～4）の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。
5）硝酸（3＋2）10mlと過酸化水素水1滴を加えて加熱溶解する。	
6）放冷後，予め調整してあるイオン交換カラムに試料を通す。流出液は 100mlビーカに受ける。	6）イオン交換カラムに樹脂を5mlをつめて，硝酸（3＋2）50ml程度で硝酸系に調整しておく。
7）硝酸（3＋2）5mlで10回カラムを洗浄する。流出液は6）のビーカに受ける。	7）ほとんどのPu,Th,Npは樹脂へ吸着しウランは吸着しない。
8）流出液を蒸発乾固する。	
9）放冷後，濃硝酸5mlと過塩素酸数滴を加えてビーカに時計皿をし加熱する。	
10）過塩素酸の白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
11）硝酸（3＋10）5ml，過酸化水素水1滴を加え加温溶解する。	
12）放冷後，硝酸（3＋10）10mlで予めＴＢＰ－トルエン溶液15mlを入れた50ml分液ロートに移し，2分間振とうする。	12）ＴＢＰ－トルエン溶液はあらかじめ硝酸（3＋10）で予備平衡を行っておくこと。ウランは有機相へ抽出される。
13）2分間放置後，水相を別の分液ロート（予め予備平衡を行ったＴＢＰ－トルエン溶液15mlを入れておく）に移し，	

操　　作	備　　考
2分間振とうする。	
14) 2分間放置後，水相は捨て有機相を最初の分液ロートに合せる。硝酸（3＋10）20mlを加え，2分間振とうする。	
15) 2分間放置後，水相を捨て，逆抽出液20mlを加え，2分間振とうする。	15) ウランは水相へ逆抽出される。炭酸アンモニウムで逆抽出するときは軽く手で振ってガス抜きをした後，2分間振とうする。
16) 2分間放置後，水相を 100mlビーカにとり有機相に逆抽出液20mlを加え2分間振とうする。	
17) 2分間放置後，水相を16) のビーカに合せ蒸発乾固する。この際，炭酸アンモニウム塩は完全に昇華させる。有機相は定められた容器へ貯留する。	17) 有機相を貯留する場合は水で十分洗浄（酸を除く）後定められた容器に入れる燃焼処理や蒸発処理を行ったり水と共に排出してはならない。
18) 放冷後濃硝酸10mlと過塩素酸を数滴（ 0.5ml以下）加えてビーカに時計皿をし加熱する。	
19) 過塩素酸の白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
20) 硫酸（1＋19）5 mlを加え加熱溶解する。	
21) 放冷後，チモールブルー指示薬を1滴滴加する。	
22) チモールブルーのピンク色が黄色に変色するまでよく撹拌しながらアンモニア水（1＋1）を滴加する。	
23) 溶液が黄色からピンク色に変色するまでよく撹拌しながら硫酸（1＋19）を滴加する。ピンク色を呈したのち，さらに硫酸（1＋19）を3滴過剰に滴加する。	23) この操作によって溶液のpHが約2となる。
24) 電着板をセットした電着用セルに電解液を移す。ビーカの内壁を少量の水で洗い，洗液も合わせる。	24) 電着板をセットした電着用セルは予め水を入れて漏れのないことを確認しておく。

操　　作	備　　考
25）電着装置に電着セルをセットし，直流0.8Aで2時間通電する。 26）電着装置から電着セルを取り外す前にアンモニア水を0.5mℓ滴加し，さらに1分間通電する。 27）電着装置から電着セルを取りはずし，電解液を捨てる。セル内側を水でよく洗浄したのち，電着板を取り外す。 28）電着板を水でよく洗いドライヤー等で乾燥したのち電熱器上で焼き付けする。 29）電着試料は，シリコン半導体検出器を接続したα線自動解析装置で測定し，解析する。	29）測定・解析はα線自動解析装置マニュアルを参照。

6．計　　算

$$C = \frac{\frac{S_1}{t_s} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}} \times K \times \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t_s^2}{(S_1 t_b - B_1 t_s^2)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t_s^2}{(S_2 t_b - B_2 t_s^2)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{E}{100} \times K} \times 100$$

C　：ウラン放射能濃度（Bq／cm³）
σC：ウラン放射能濃度の誤差（Bq／cm³）
K　：スパイクしたU－232量（Bq）

σK：スパイクしたU－232量誤差（Bq）
t_s：試料測定時間（s）
t_b：B・G測定時間（s）
S_1：試料測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
S_2：試料測定におけるU－232チャンネル計数値（counts）
B_1：B・G測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
B_2：B・G測定におけるU－232チャンネル計数値（counts）
R　：回収率（%）
E　：計数効率（%）
W　：試料量（cm^3）

7．解説および文献

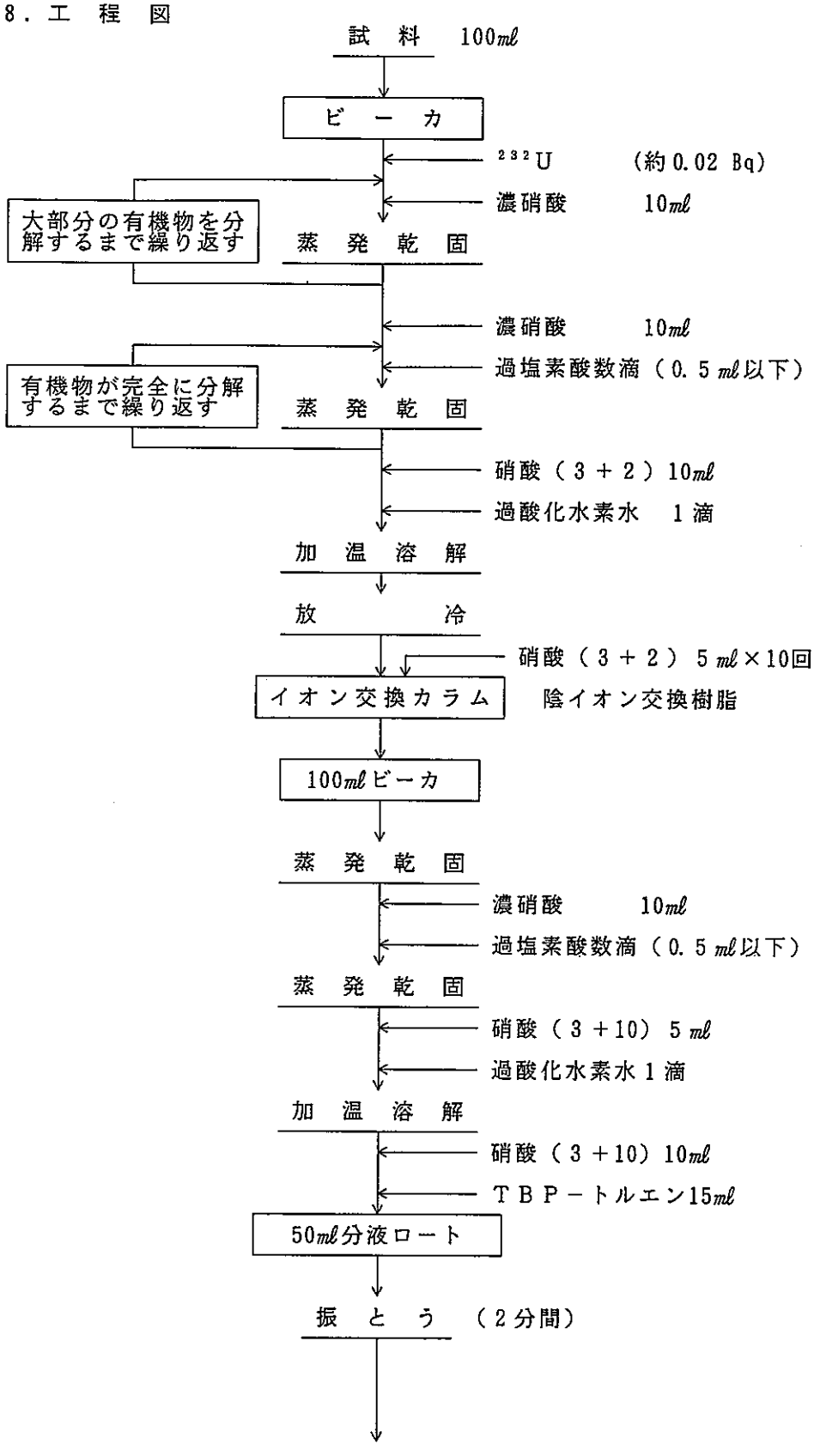
(1) 井上義和，坂上正信；Journal of Radiation Research 11-2, 98～106 (1970)
(2) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・54・U・01(1993)

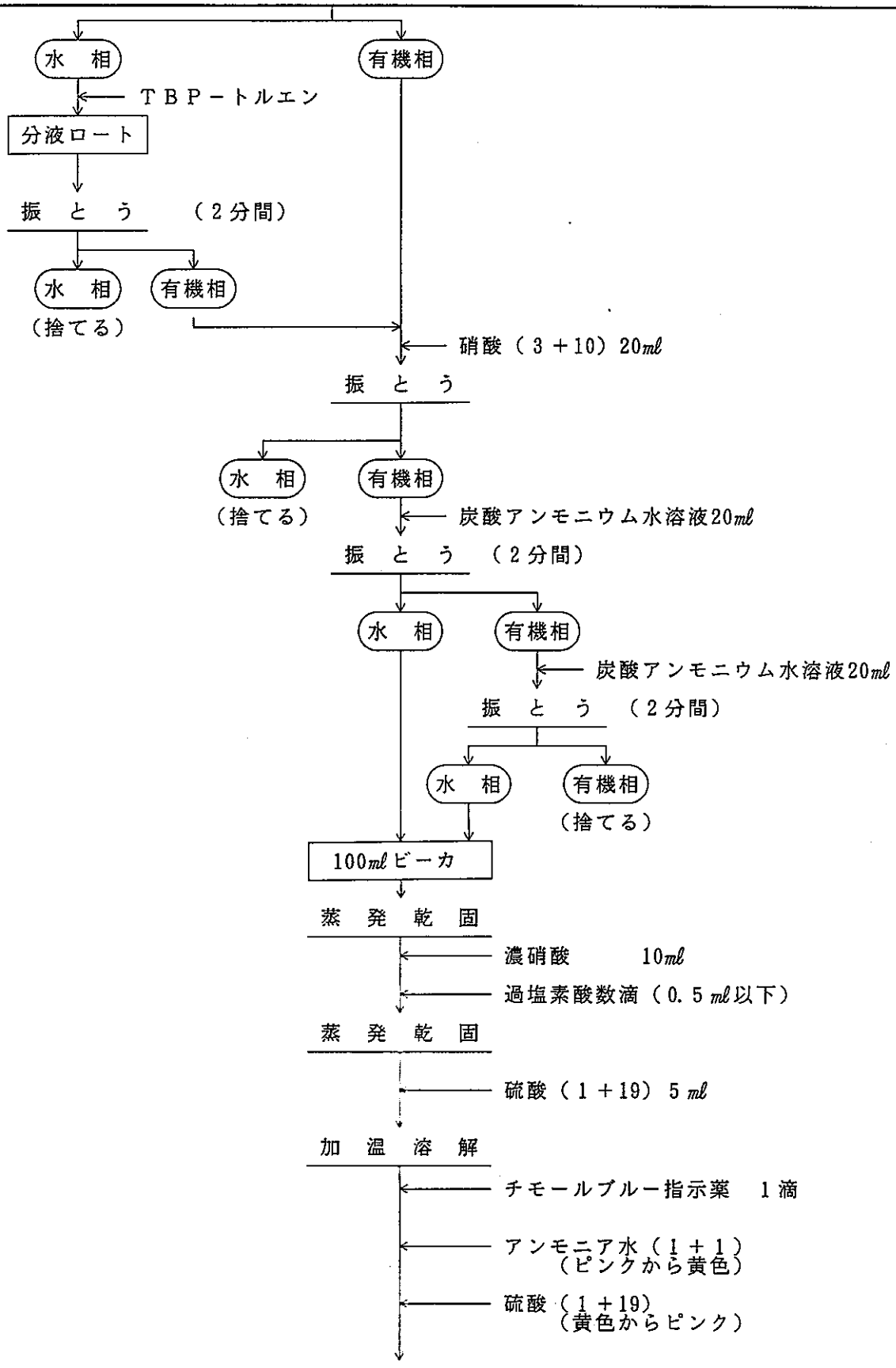
8．工　程　図

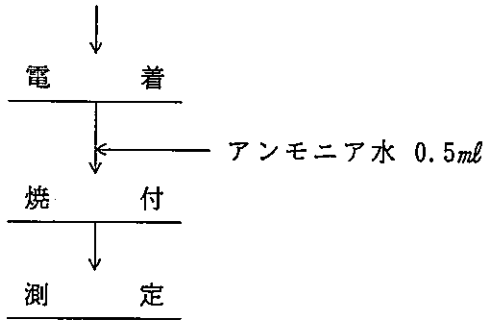


動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・54・U・01(1993)




電　着
アンモニア水 0.5mℓ
焼　付
測　定

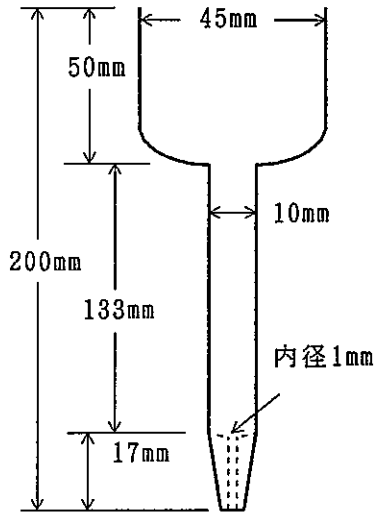


図1　イオン交換カラム

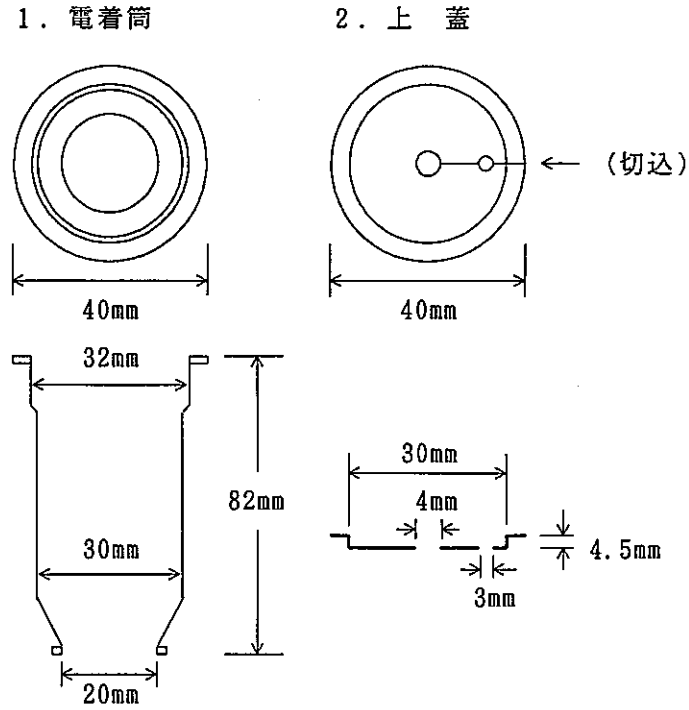


図2　電着セル

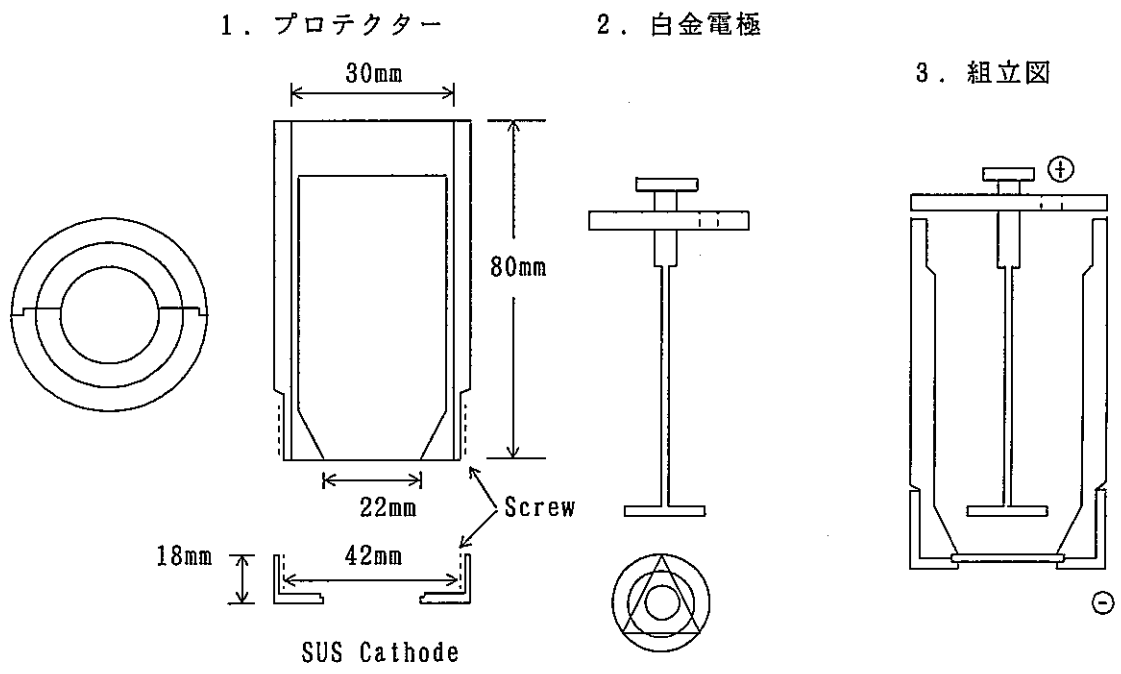


図3　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・U・02(1993)

排水中のウラン分析法

〔陰イオン交換法〕

1．要　旨

試料を蒸発乾固し，硝酸，過塩素酸で有機物分解を行い塩酸系イオン交換法により，吸着させ，ヨウ化アンモニウムでプルトニウムを除去したのち稀硝酸でウランを溶離して，ステンレス板に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で測定し定量する。

2．適用範囲および精度

本法はウランの濃度が1.0×10^{-4} Bq／cm²以上の試料に適用する。この場合の計測時間は 60,000 秒，信頼度 99.73％である。

3．試薬および器具

試　薬

1）^{232}U標準溶液：0.2 Bq／mℓ程度のものを用いる。

2）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸(1+26)

3）塩酸　HCℓ：塩酸(2+1)

4）ヨウ化アンモニウム・塩酸混合溶液(0.1M NH_4I・8M HCℓ)：ヨウ化アンモニウム14.5ｇを水313.4mℓに溶かしHCℓで１ℓにする。使用当日調製する。

5）過酸化水素水　H_2O_2(30%)

6）過塩素酸　$HClO_4$(60%)

7）アンモニア水　NH_4OH：アンモニア水，アンモニア水(1+1)

8）硫酸　H_2SO_4：硫酸(1+19)

9）チモールブルー指示薬　$C_{10}H_{14}O$：チモールブルー100mgをエチルアルコール20mℓに溶解し水で100mℓにする。

10）陰イオン交換樹脂

硝酸系，塩酸系イオン交換；Dowex 1－X 8 (100～200mesh) または BIO・RAD 1－X 8 (100～200mesh) を次のようにコンディショニングする。

① 樹脂 500ｇを３ℓのビーカーに入れ，２ℓの水を加えよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

② 水酸化ナトリウム溶液(40ｇNaOH／ℓ)を１ℓ加えよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

③ １ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

④ 塩酸 (1+11) ２ℓを加え，よく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

⑤ ①の要領で上澄液が中性になるまで樹脂を水洗する。

⑥ 水に浸したまま保存する。

器 具

1）イオン交換カラム：図1

2）電着セル：図2，図2

3）電着板：厚さ1㎜，直径24.5㎜のステンレス板(SUS-316)

4）電着装置

5）シリコン半導体検出器（有効面積：450 ㎟）

6）α線自動解析装置

7）電熱器

4．安 全

1）酸・アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意すること。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10㎝）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

5．分析操作

操 作	備 考
1）試料 100㎖を正確にビーカにとり，濃硝酸10㎖と既知量の^{232}U(0.02 Bq)を加え蒸発乾固する。 2）残留有機物が多い試料は，放冷後濃硝酸10㎖を加え蒸発乾固する。	1）試料をよく振り混ぜてから採取する。 2）残留有機物の多い試料（特に洗濯排水等）については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解する。

操　　作	備　　考
3）放冷後，濃硝酸10mlと過塩素酸を数滴（ 0.5ml以下）加え，ビーカに時計皿をして加熱する。	3）3）～4）の操作は2）の操作で硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。過塩素酸は 0.5ml以上加えないこと
4）過塩素酸白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	4）有機物が残っている場合は3）～4）の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。
5）塩酸（2＋1）10mlと過酸化水素水1滴を加えて加温溶解する。	
6）放冷後，予め調製してあるイオン交換カラムに試料を通す。	6）イオン交換カラムに樹脂5mlをつめて，塩酸(2+1) 50ml程度で塩酸系に調整しておく。
7）塩酸(2+1)5mlで10回洗浄する。洗浄液は捨てる。	7）樹脂にU，Puが吸着する。
8）ヨウ化アンモニウム，塩酸混合液5mlで10回洗浄する。洗浄液は捨てる。	8）Puが溶離する。
9）溶離液（硝酸(1+26)）を50ml通しウランを溶離する。溶出液を100mlビーカーに受ける。	9）Uが溶離する。
10）溶出液を蒸発乾固する。	
11）放冷後，濃硝酸 5mlと過塩素酸数滴を加えてビーカーに時計皿をし加熱する。	
12）過塩素酸の白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
13）硫酸(1+19) 5 ml加え加熱溶解する。	
14）放冷後，チモールブルー指示薬を1滴滴加する。	
15）チモールブルーのピンク色が黄色に変色するまでよく撹拌しながらアンモニア水(1+1) を滴加する。	
16）溶液が黄色からピンク色に変色するまでよく撹拌しなが	16）この操作によって溶液の

操　　作	備　　考
硫酸(1+19)を滴下する。ピンク色を呈したのち，さらに硫酸(1+19)を3滴過剰に滴加する。	pHが約2となる。
17) 電着板をセットした電着用セルに電解液を移す。ビーカの内壁を少量の水で洗い洗液も合わせる。	17) 電着板をセットした電着用セルは予め水を入れて漏れのないことを確認しておく。
18) 電着装置に電着セルをセットし，直流0.8Aで2時間通電する。	
19) 電着装置から電着セルを取りはずす前にアンモニア水を0.5 *ml*滴加し，さらに1分間通電する。	
20) 電着装置から電着セルを取りはずし，電解液を捨てる。電着セルの内側を水でよく洗浄したのち電着板を取り外す	
21) 電着板を水でよく洗いドライヤー等で乾燥したのち電熱器上で焼き付けする。	
22) 電着試料はシリコン半導体検出器を接続したα線自動解析装置で測定し解析する。	20) 測定・解析はα線自動解析装置マニアル参照のこと

6．計　　算

$$C = \frac{\frac{S_1}{t_s} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t_s^2}{(S_1 t_b - B_1 t_s)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t_s^2}{(S_2 t_b - B_2 t_s)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{E}{100} \cdot K} \cdot 100$$

C　：ウラン放射能濃度（Ｂｑ／㎤）
σＣ：ウラン放射能濃度の誤差（Ｂｑ／㎤）
Ｋ　：スパイクしたＵ－232量（Ｂｑ）
σＫ：スパイクしたＵ－232量誤差（Ｂｑ）
t_s ：試料測定時間（ｓ）
t_b ：Ｂ・Ｇ測定時間（ｓ）
S_1 ：試料測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
S_2 ：試料測定におけるＵ－232チャンネル計数値（counts）
B_1 ：Ｂ・Ｇ測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
B_2 ：Ｂ・Ｇ測定におけるＵ－232チャンネル計数値（counts）
Ｒ　：回収率（％）
Ｅ　：計数効率（％）
Ｗ　：試料量（㎤）

7．解説および文献

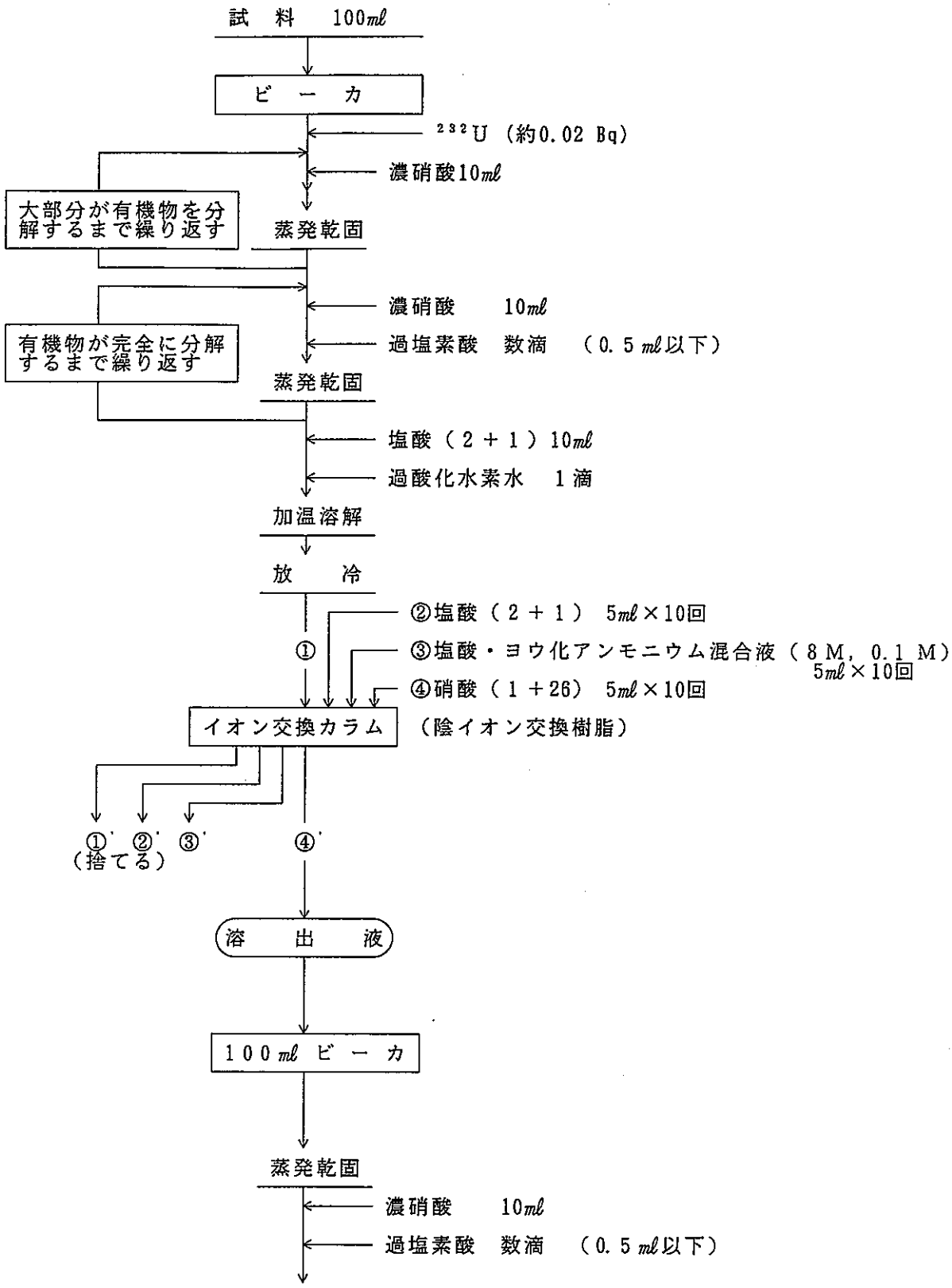
(1) 井上義和，坂上正信；Journal of Radiation Research 11-2, 98～106 (1970)
(2) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)

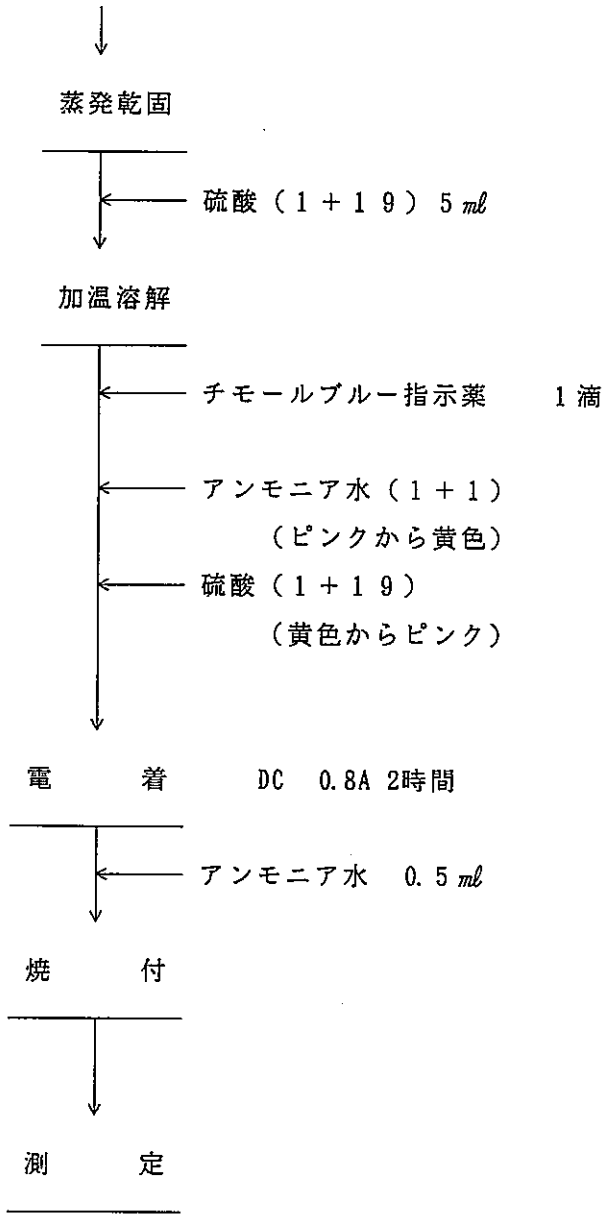
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・54・U・02(1993)

8．工　程　図




蒸発乾固
硫酸（１＋１９）５㎖
加温溶解
チモールブルー指示薬　１滴
アンモニア水（１＋１）
（ピンクから黄色）
硫酸（１＋１９）
（黄色からピンク）
電　着　DC　0.8A　2時間
アンモニア水　0.５㎖
焼　付
測　定

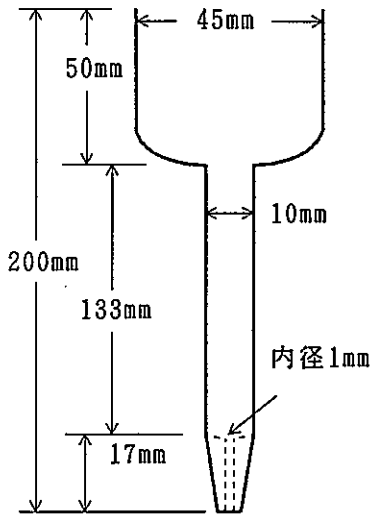


図1　イオン交換カラム

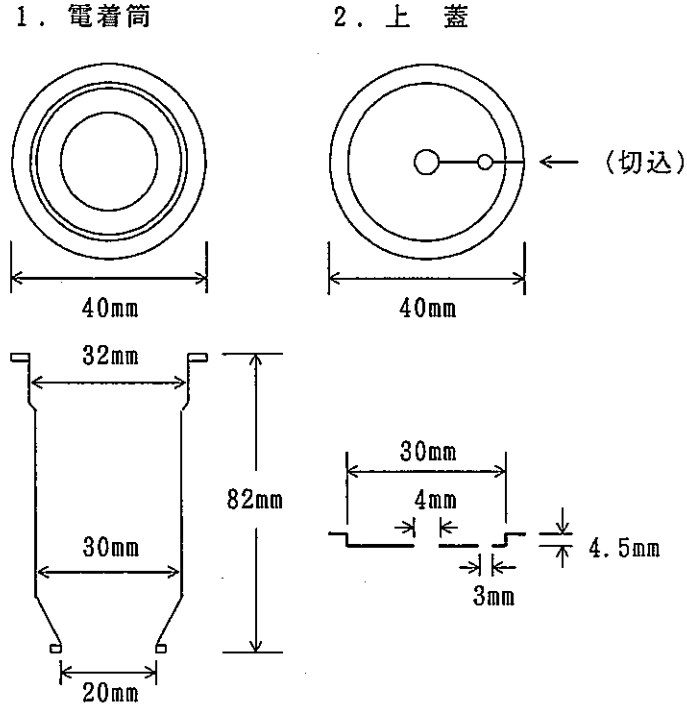


図2　電着セル

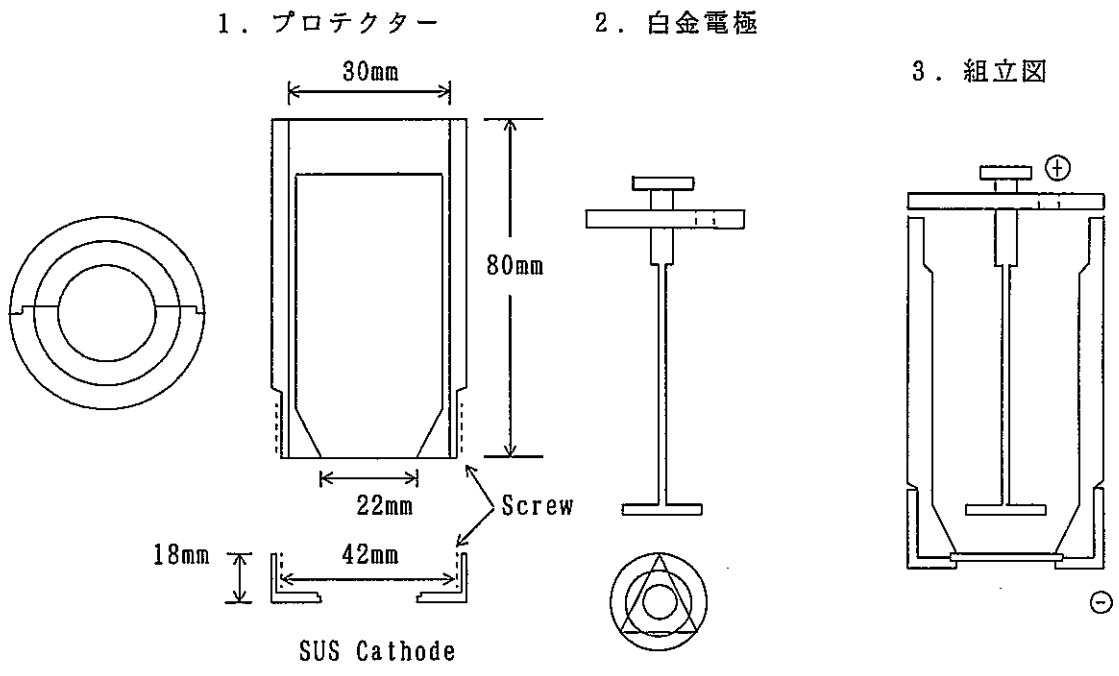


図3　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・PU・01(1993)

排水中のプルトニウム分析法

〔ＴＯＡ－キシレン抽出法〕

1．要　旨

試料を蒸発乾固し，硝酸，過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸で溶解しＴＯＡ抽出法でプルトニウムを分離したのちステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で測定し定量する。

2．適用範囲および精度

本法はプルトニウムの濃度が3.7×10^{-5}Bq／cm³以上の試料に適用する。この場合の計測時間は60,000秒，信頼度 99.73％である。

3．試薬および器具

試　薬

1）^{236}Ｐｕ標準溶液：0.2 Bq/mℓ程度のものを用いる。

2）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸（３＋２）

3）塩酸　HCℓ：塩酸（７＋３）

4）硫酸　H_2SO_4：硫酸（１＋19）

5）アンモニア水　NH_4OH：アンモニア水，アンモニア水（１＋１）

6）過酸化水素水　H_2O_2（30％）

7）過塩素酸　$HClO_4$

8）逆抽出液　ヨウ化アンモニウム－塩酸混合溶液（0.1M NH_4I-8M HCℓ）：ヨウ化アンモニウム14.5ｇを水313.4mℓに溶かし塩酸で正確に１ℓにする。

9）チモールブルー指示薬　$C_{10}H_{14}O$：チモールブルー 100mgをエタノール20mℓに溶解し，水で 100mℓにする。

10）10％ＴＯＡ－キシレン溶液（10% $C_{24}H_{51}N$-C_8H_{10}）：ＴＯＡ（Tri-n-octylamine)100mℓにキシレンを加え１ℓにする。

器　具

1）分液ロート；50mℓ

2）電着セル；図１，図２

3）電着板；厚さ１㎜，直径24.5㎜のステンレス板。（SUS-316）

4）電着装置

5）シリコン半導体検出器（有効面積：450㎟）

6）α線自動解析装置

7）電熱器

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なう。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10cm）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

6）ＴＯＡ－キシレン溶液の使用に際しては火気に十分注意し，引火源のないフード前で使用する。使用後のＴＯＡ－キシレンは水で十分洗い酸を取り除いた後，定められた容器に貯留すること。

5．分析操作

操　作	備　考
1）試料１００ｍｌを正確にビーカにとり，濃硝酸10mlと既知量の ^{236}Pu（0.02 Bq）を加えて蒸発乾固する。	1）試料をよく振りまぜてから採取する。
2）放冷後濃硝酸１０mlを加えて再度蒸発乾固する。	2）残留有機物の多い試料（特に洗濯排水等）については，この操作を２回以上行って大部分の有機物を分解する。
3）放冷後濃硝酸10mlと過塩素酸を数滴(0.5ml以下）加えてビーカに時計皿をして加熱する。	3）３）～４）の操作は２）で硝酸による有機物分解処理ができなかった試料について行う。過塩素酸は 0.5ml以上加えないこと。
4）過塩素酸の白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	4）有機物が残っている場合は，３）～４）の操作を繰り返し行って有機物を完全に分解する。
5）硝酸（３＋２）10mlと過酸化水素水１滴を加えて加温溶解する。 6）放冷後，分液ロートに移す。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
7）次に，10％ＴＯＡ－キシレン溶液15mℓを加え，２分間振とうする。	7）ＴＯＡ－キシレン溶液は，あらかじめ硝酸（３＋２）で予備平衡を行っておく。 Ｐｕ，Ｔｈ，Ｕ等が有機相に抽出される。
8）２分間放置後，水相を別の分液ロート（あらかじめ予備平衡を行った10％ＴＯＡ－キシレン溶液15mℓを入れておく）に移し，２分間振とうする。	
9）２分間放置後，水相は捨て有機相を最初の分液ロートに合せる。硝酸（３＋２）20mℓを加え，２分間振とうする。	
10）２分間放置後，水相を捨て有機相に塩酸（７＋３）20mℓを加え，２分間振とうする。	11）　11）～12）の操作を２度繰り返し，Ｔｈを完全に除去する
11）２分間放置後，水相は捨てる。	
12）次に，有機相に逆抽出液20mℓを加え，２分間振とうする。	13）　13）～14）の操作を３度繰り返す。Ｐｕは水相へ逆抽出される。
13）２分間放置後，水相を 100mℓビーカに移す。	
14）水相を蒸発乾固する。有機相は定められた容器へ貯留する。	14）有機相を貯留する場合は水で十分洗浄（酸を除く）後，定められた容器に入れる。燃焼処理や蒸発処理を行ったり水と共に排出してはならない。
15）放冷後濃硝酸5mℓと過塩素酸を数滴(0.5mℓ以下）加えてビーカに時計皿をして加熱する。	
16）過塩素酸の白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
17）硫酸（１＋19）５mℓを加え，加熱溶解する。	
18）放冷後，チモールブルー指示薬を１滴加える。	
19）チモールブルーのピンク色が黄色に変色するまでよく撹拌しながらアンモニア水（１＋１）を滴加する。	

操　　作	備　　考
20）溶液が黄色からピンク色に変色するまでよく撹拌しながら硫酸（1＋19）を滴加する。さらに硫酸（1＋19）を3滴過剰に滴加する。	20）この操作によって溶液のpHが約2となる。
21）電着板をセットした電着セルに電解液を移す。ビーカの内壁を少量の水で洗い，洗液も合わせる。	21）電着板をセットした電着セルは予め水を入れて漏れのないことを確認しておく。
22）電着装置に電着セルをセットし，直流 0.8Aで2時間通電する。	
23）電着セルを取りはずす前にアンモニア水を0.5 *ml*滴加し，さらに1分間通電する。	
24）電着装置から電着板を取り外し，電解液を捨てる。電着セルの内側を水でよく洗浄したのち，電着板を取り外す。	
25）電着板を水でよく洗いドライヤー等で乾燥したのち電熱器上で焼き付けする。	
26）電着試料は，シリコン半導体検出器を接続したα線自動解析装置で測定し，解析する。	26）測定・解析はα線自動解析装置マニュアルを参照。

6．計　　算

$$^{238,239,240}\mathrm{Pu}\ (\mathrm{Bq/cm^2}) \quad C = \frac{\frac{S_1}{t_s} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}} \times K \times \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 - B_1 t_s^2}{(S_1 t_b - B_1 t_s)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t_s}{(S_2 t_b - B_2 t_s)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 - B_1 t_s^2}{(S_1 t_b - B_1 t_s)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t_s}{(S_2 t_b - B_2 t_s)^2} + \left[\frac{\sigma K}{K}\right]^2}$$

$$R = \frac{\dfrac{S_2}{t_s} - \dfrac{B_2}{t_b}}{\dfrac{E}{100} \times K} \times 100$$

C　：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度　(Bq/㎤)

σＣ：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度誤差　(Bq/㎤)

Ｋ　：スパイクしたＰｕ－236 放射能強度　(Bq)

σＫ：スパイクしたＰｕ－236 放射能強度誤差　(Bq)

t_s ：試料測定時間　(S)

t_b ：B.G測定時間　(S)

S_1 ：試料測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値 (counts)

S_2 ：試料測定におけるＰｕ－236 チャンネル計数値 (counts)

B_1 ：B.G測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値 (counts)

B_2 ：B.G測定におけるＰｕ－236 チャンネル計数値 (counts)

Ｒ　：回収率（％）

Ｅ　：計数効率（％）

Ｗ　：試料量（㎤）

7．解説および文献

(1) 井上義和，阪上正信；Journal of Radiation Research 11-2，98～106 (1970)

(2) Narton Y. Chu; Anal. Chem, 43(3), 449(1971)

(3) 長沢，坏；原燃公社東海事業所資料，No.9 極微量プルトニウムの分析法の研究（昭和42年６月５日）

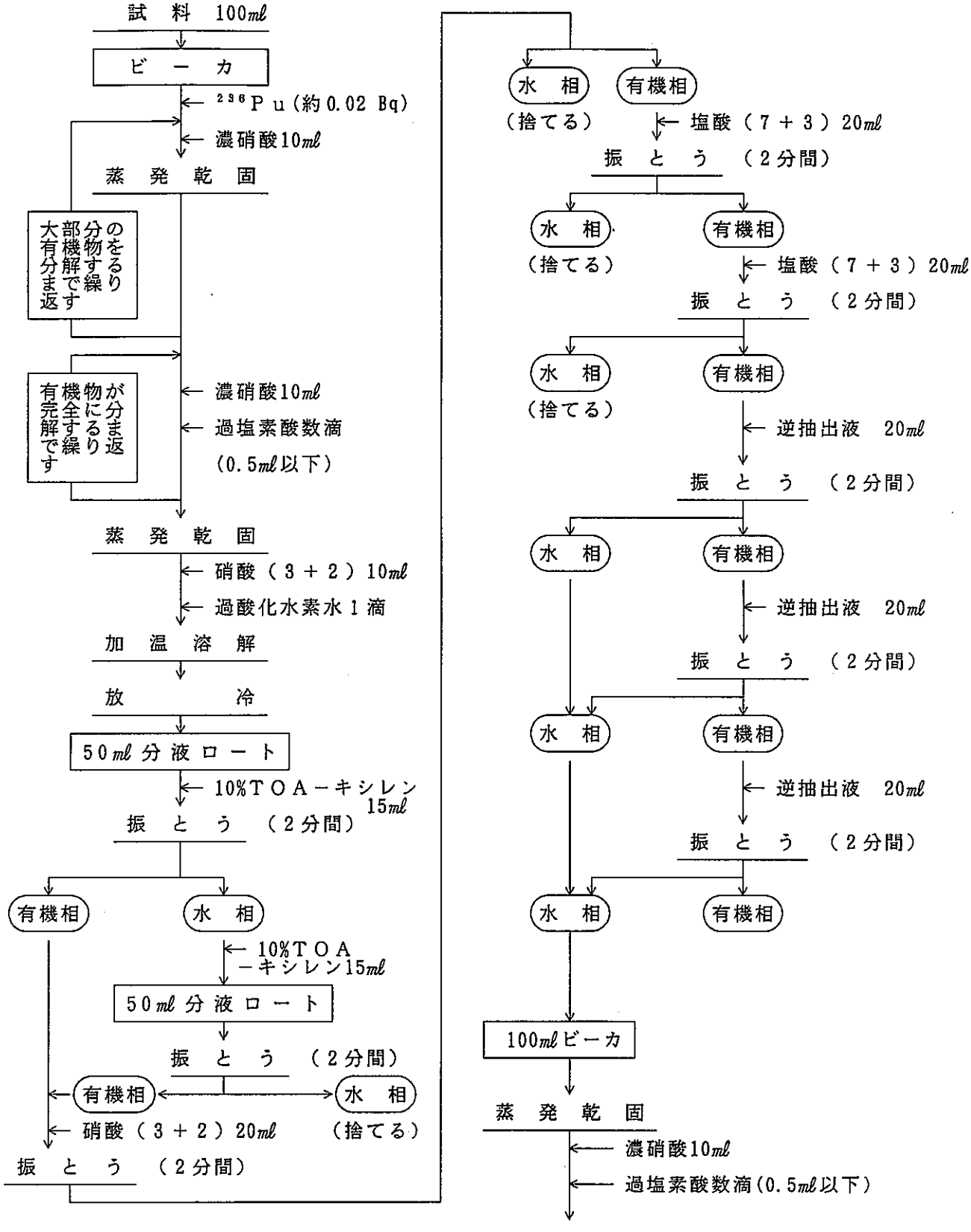
(4) 阪上正信，今井利夫，第15回日本放射線影響学会 (1972，ＩＡ－21)

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・54・PU・01(1993)

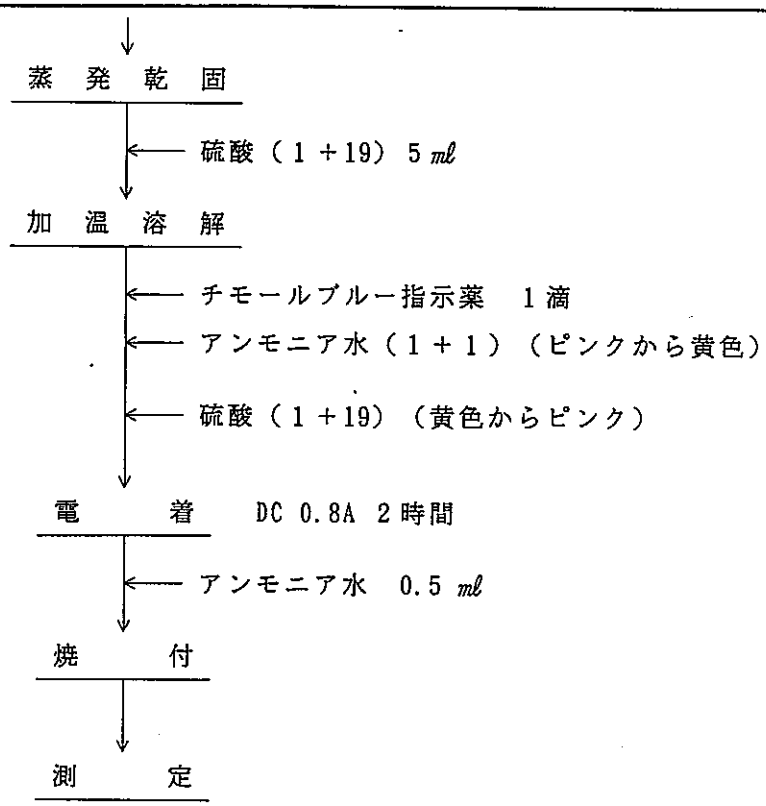
8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・54・PU・01(1993)



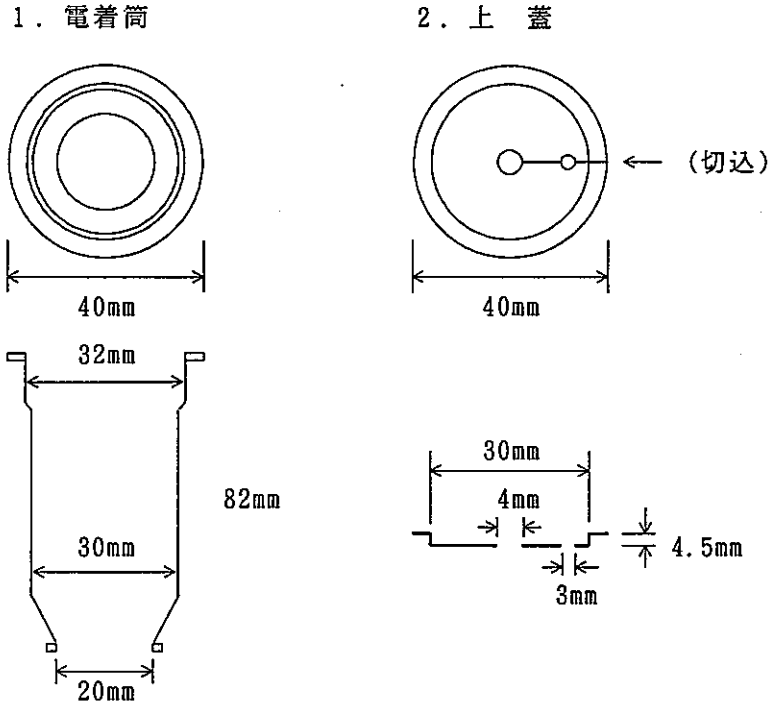


図1　電着セル

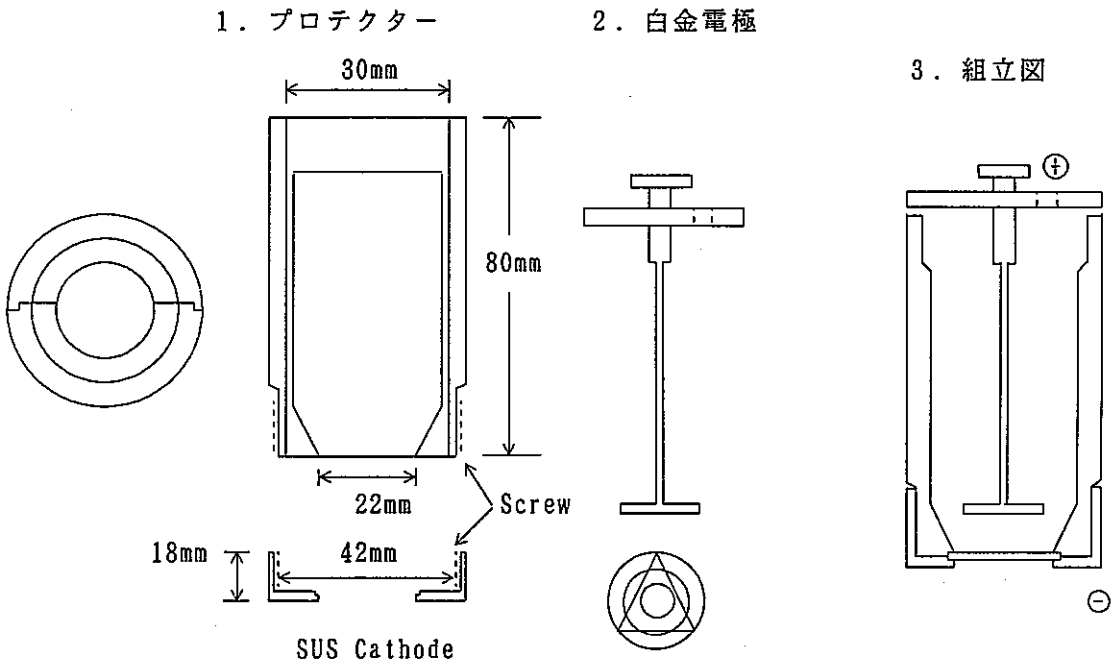


図2　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・Pu・02(1993)

排水中のプルトニウム分析法

〔陰イオン交換法〕

1．要　旨

試料を蒸発乾固し，硝酸，過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸で溶解し陰イオン交換樹脂に吸着させ，ヨウ化アンモニウムでプルトニウムを還元し溶離してステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で測定し定量する。

2．適用範囲および精度

本法はプルトニウムの濃度が3.7×10^{-5}Bq／㎠以上の試料に適用する。この場合の計測時間は60,000秒，信頼度 99.73％である。

3．試薬および器具

1）Pu－236 標準溶液：0.2 Bq／㎖程度のものを用いる。

2）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸(3+2)

3）塩酸　HCℓ：塩酸(2+1)

4）ヨウ化アンモニウム・塩酸混合溶液（0.1M・NH_4I－8M・HCℓ):ヨウ化アンモニウム14.5gを水313.4㎖に溶かしHCℓで1ℓにする。使用当日調整する。

5）過酸化水素水　H_2O_2（30％）

6）過塩素酸　$HClO_4$（60％）

7）アンモニア水　NH_4OH：アンモニア水，(1+1)

8）硫酸　H_2SO_4：硫酸(1+19)

9）チモールブルー指示薬　$C_{10}H_{14}O$：チモールブルー100mgをエチルアルコール20㎖に溶解し，水で 100㎖にする。

10）陰イオン交換樹脂

硝酸系，塩酸系イオン交換：Dowex 1－X 8(100～200mesh ）または BIO・RAD 1－X 8(100～200mesh ）を次のようにコンディショニングする。

① 樹脂 500gを3ℓのビーカーに入れ，2ℓの水を加えよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

② 水酸化ナトリウム溶液(40gNaOH/ℓ)を1ℓ加えよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

③ 1ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

④ 塩酸(1+11)2ℓを加え，よく撹拌する。上澄液をデカンテーションにより除く。

⑤ ①の要領で上澄液が中性になるまで樹脂を水洗する。

⑥ 水に浸したまま保存する。

器　具

1）イオン交換カラム：図1

2）電着セル：図2，図3

3）電着板：厚さ1㎜，直径24.5㎜ステンレス板(SUS-316)

4）電着装置

5）シリコン半導体検出器（有効面積： 450㎟）

6）α線自動解析装置

7）電熱器

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（10cm）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い，過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 100㎖を正確にビーカーにとり，濃硝酸10㎖と既知量のＰｕ－236(0.02 Bq)を加え蒸発乾固する。	1）試料をよく振り混ぜてから採取する1）～6）の操作は保護メガネ等を着用すること。又フードの開口面は10cmとする。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後濃硝酸10㎖を加え蒸発乾固する。	2）洗濯排水等特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後必要に応じて濃硝酸10㎖を加え，再溶解したのち，過塩素酸を数滴(0.5㎖以下）加えビーカーに時計皿をして加熱する。	3）　3），4），5）の操作は硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴加すること。また 0.5㎖以上加えないこと。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

操　　作	備　　考
4）過塩素酸白煙が生じたら直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
5）有機物が残っている場合は3），4）の操作を繰り返して行って有機物を完全に分解する。	
6）硝酸（3＋2）10mlと過酸化水素水1滴を加え加熱溶解する。	
7）放冷後，あらかじめ調整してあるイオン交換カラムに通す。	7）樹脂は硝酸（3＋2）50ml位で調整。
8）硝酸(3+2)5mlで10回洗浄する。洗浄液は捨てる。	8）ほとんどのＰｕは樹脂に吸着するが硝酸を多量に流すと徐々に溶離してしまう。
9）塩酸(2+1) 5mlで10回洗浄する。洗浄液は捨てる。	
10）塩酸・ヨウ化アンモニウム混合液を50ml流し溶離液を 100mlビーカーに受ける。	10）Ｐｕは還元され，溶離する。
11）蒸発乾固し，濃硝酸と過塩素酸数滴を加え白煙が生じなくなるまで乾固する。	
12）硫酸（1＋19）5 mlを加え加熱溶解する。	
13）チモールブルー1滴を加え，溶液が黄色に変色するまでアンモニア水（1＋1）を滴加する。	
14）硫酸（1＋19）3滴を加える。	14）pH2に調整する。
15）電着板をセットした電着セルに少量の水を用いて移す。	
16）電着装置に電着セルをセットしＤＣ 0.8Aで2時間通電する。	
17）電着セルを取りはずす前にアンモニア水を0.5 ml加え1分間通電する。	
18）電着装置から電着セルを取りはずし，電解液を捨て，セル内を水で洗浄したのち電着板を取りはずす。	
19）電着板を水でよく洗いドライヤーで乾燥したのちヒーター上で焼き付ける。	
20）α線自動解析装置によって測定する。	20）測定はα線自動解析装置マニアル参照のこと。

6．計　　算

$$C = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{tb}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{tb}} \cdot K \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma C = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_1 t)^2}} \left(\frac{\sigma K}{K} \right)^2$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{tb}}{\frac{E}{100} \cdot K} \cdot 100$$

C　：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度（Ｂｑ／㎤）

σＣ：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度誤差（Ｂｑ／㎤）

Ｋ　：スパイクしたＰｕ－236量（Bq）

σＫ：スパイクしたＰｕ－236量誤差（Bq）

ｔ　：試料測定時間（ｓ）

ｔｂ：Ｂ・Ｇ測定時間（ｓ）

S_1：試料測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値（counts）

S_2：試料測定におけるＰｕ－242 チャンネル計数値（counts）

B_1：Ｂ・Ｇ測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値（counts）

B_2：Ｂ・Ｇ測定におけるＰｕ－236 チャンネル計数値（counts）

Ｒ　：回収率（％）

Ｅ　：計数効率（％）

Ｗ　：試料量（㎤）

7．解説および文献

(1) 井上義和，阪上正信；Journal of Radiation Research 11-2，98～106（1970）

(2) Norton Y.　Chu; Anal. Chem, 43(3), 449(1971)

(3) 長沢，坏；原燃公社東海事業所資料，№9 極微量プルトニウムの分析法の研究（昭和42年６月５日）

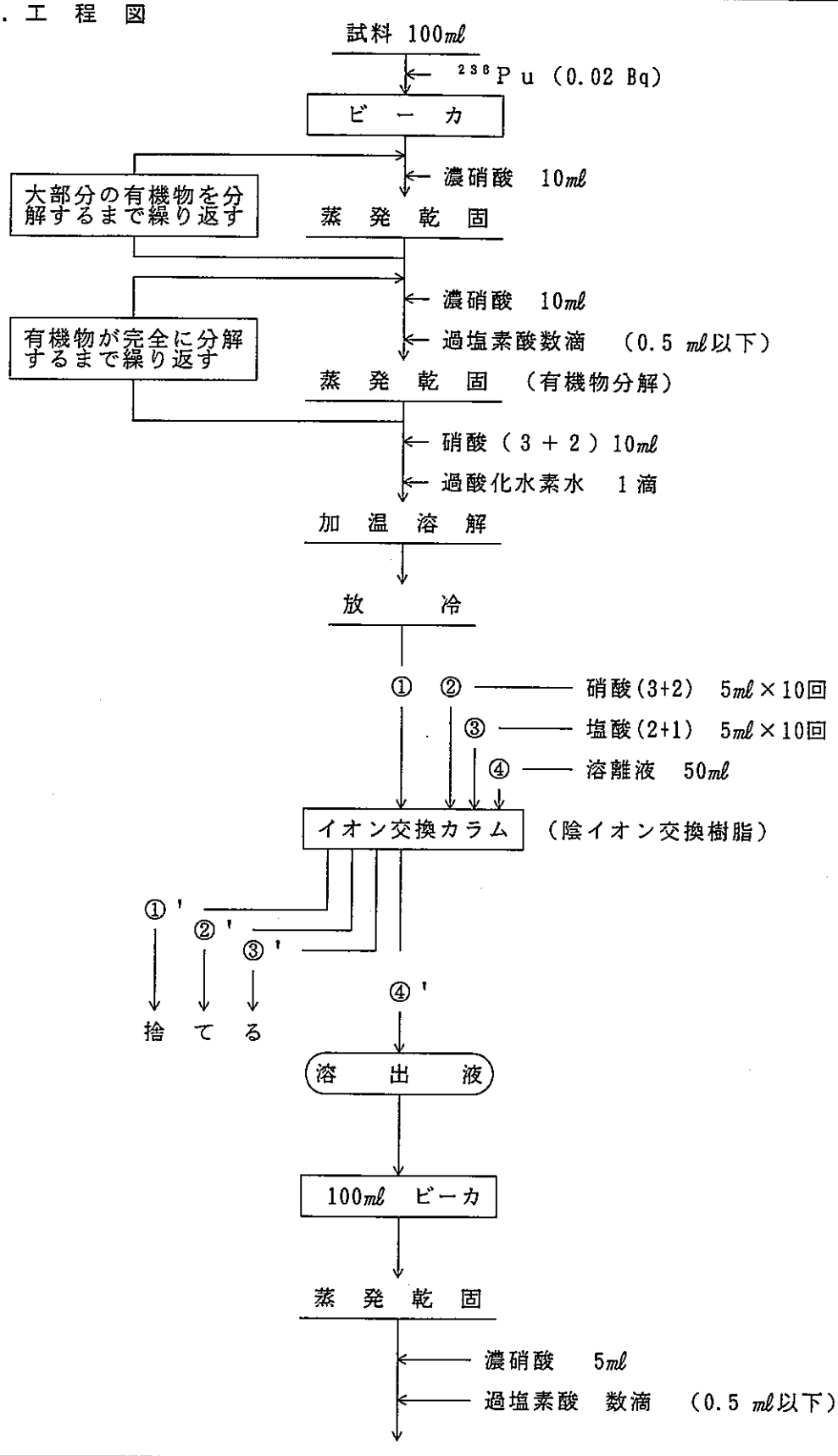
(4) 阪上正信，今井利夫，第15回日本放射線影響学会（1972，ＩＡ－21）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

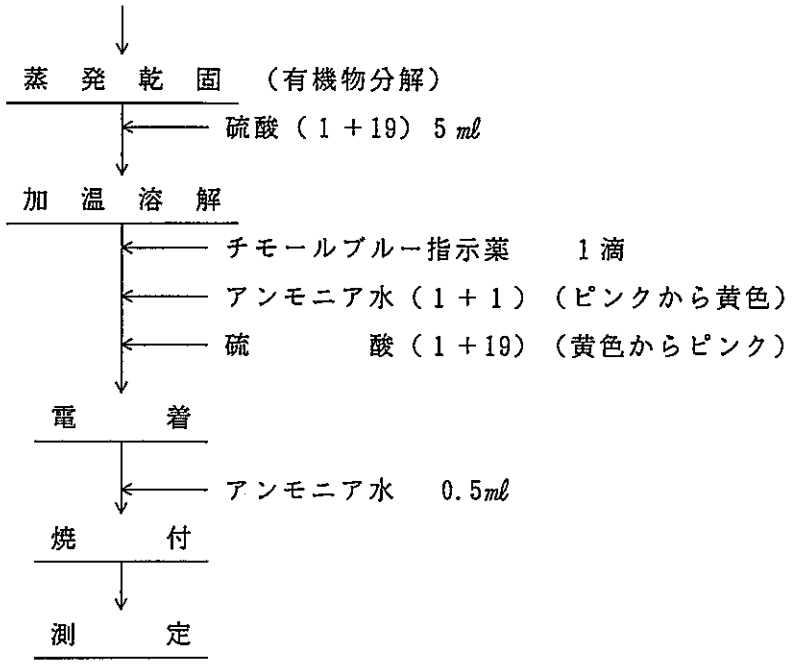
45・271・54・Pu・02(1993)

8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・Pu・02(1993)



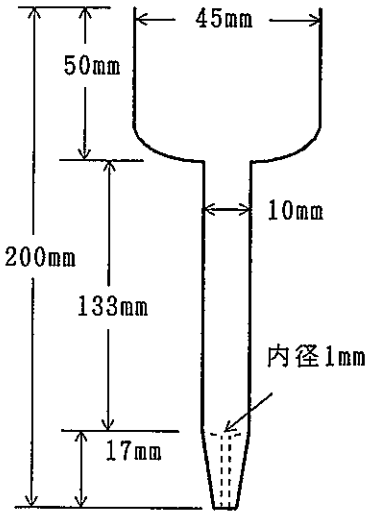


図1　イオン交換カラム

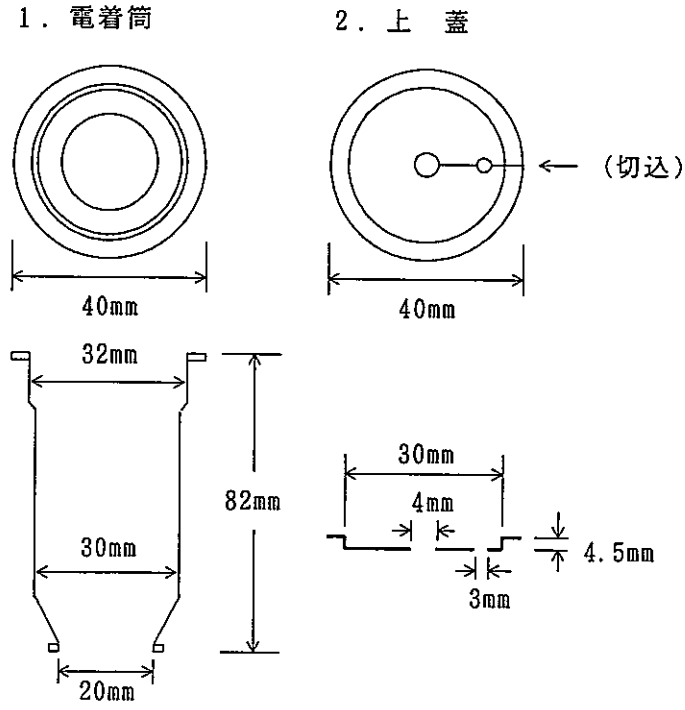


図2　電着セル

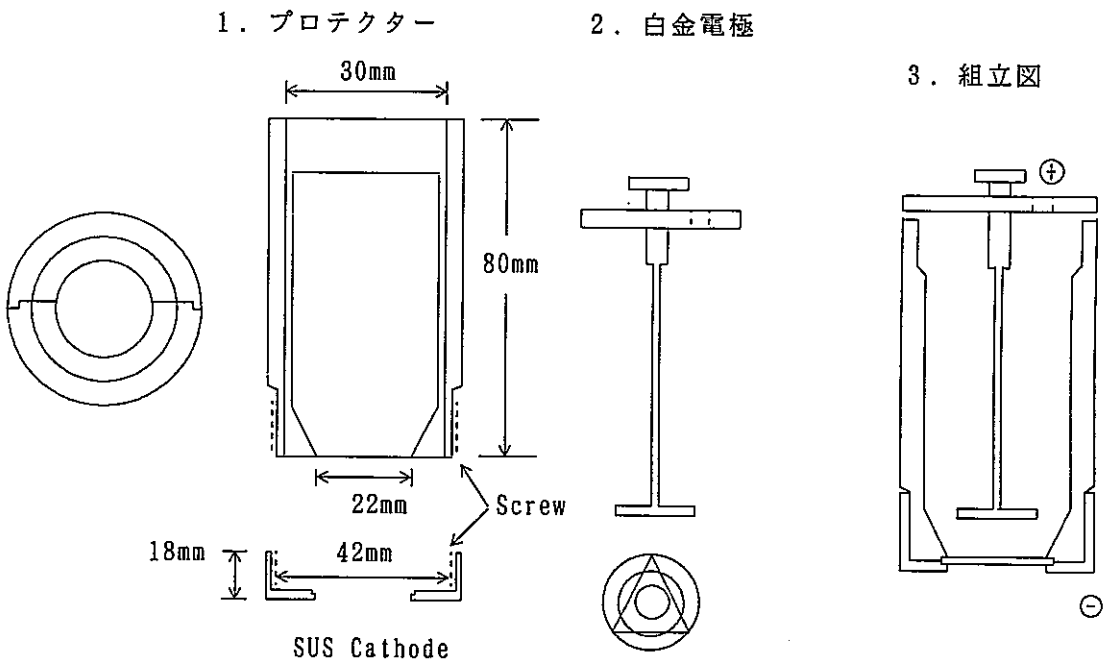


図3　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・54・Pu・03(1993)

排水中のプルトニウム分析法

〔陰イオン交換法によるＰｕ（α）及び ^{241}Ｐｕの分析〕

１．要　旨

試料を蒸発乾固し，硝酸及び過塩素酸で有機物分解を行う。次に硝酸で溶解し，陰イオン交換樹脂に吸着させ，ヨウ化アンモニウム－塩酸混合溶液でプルトニウムを還元，溶離する。溶離液を２つに分け，一方の試料をステンレス板上に電着し，シリコン半導体検出器（ＳＳＤ）を接続したα線波高分析装置でＰｕを定量する。もう一方の試料は液体シンチレーションカウンタで ^{241}Ｐｕのβ線を測定し，定量する。

２．適用範囲および精度

本法はＰｕ（α）の濃度が 3.7×10^{-5} Ｂｑ／cm^3 以上，^{241}Ｐｕの濃度が 5.0×10^{-4} Bq／cm^3 以上の試料に適用し，計測時間はＰｕ（α）がα線波高分析装置で60,000秒，^{241}Ｐｕが液体シンチレーションカウンタで30000秒である。なお信頼度は共に 99.73％である。

３．試薬および装置

１）^{236}Ｐｕ標準溶液：0.2 Bq／mℓ程度のものを用いる。

２）^{242}Ｐｕ標準溶液：0.2 Bq／mℓ程度のものを用いる。

３）硝酸 HNO_3:濃硝酸、硝酸（３＋２）

４）塩酸 HCl :塩酸（２＋１）、塩酸（１＋11）

５）ヨウ化アンモニウム－塩酸混合溶液（ 0.1M NH_4I，８M ＨＣℓ）：ヨウ化アンモニウム 14.5 ｇ　を水 313.4mℓに溶かし濃塩酸で１ℓとする。使用当日に調製すること。

６）過酸化水素水 H_2O_2 （30％）

７）過塩素酸 $HClO_2$（60％）

８）硫酸 H_2SO_4 :硫酸（１＋19）

９）水酸化ナトリウム溶液（4 w/v ％）：ＮａＯＨ40ｇを水に溶かし１ℓとする。

10）アンモニア水（１＋１）

11）陰イオン交換樹脂

硝酸系，塩酸系陰イオン交換樹脂：Ｄｏｗｅｘ１－Ｘ８(100～200mesh Ｃℓ形），またはＢＩＯ・ＲＡＤ１－Ｘ８(100～　200 mesh　Ｃℓ形）を次のようにコンディショニングする。

（ｉ）樹脂 500mℓを３ℓのビーカーに入れ，２ℓの水を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

（ii）塩酸（１＋11）２ℓを加え，よく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

（iii）水を加えてよく撹拌する。上澄みが中性になるまで水洗を繰り返す。

（iv）水酸化ナトリウム溶液を１ℓ加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

（ｖ）（ⅲ）の要領で水洗する。

（ⅵ）（ⅱ），（ⅲ）の操作を繰り返す。

（ⅶ）水に浸したまま保存する。

12）イオン交換カラム：図１

13）チモールブルー指示薬：チモールブルー 100㎎をエタノール20㎖に溶解し，水で 100㎖とする。

14）液体シンチレータ：アクアゾルⅡまたは同等の性能を有するもの。

器具

1）電着セル：図２

2）電着板：ＳＵＳ304 ステンレス板（厚さ１㎜，直径24.5㎜）

3）電着装置：１Ａ程度の電流が流せるもの

4）α線波高分析装置

5）シリコン半導体検出器(有効面積:450㎟)

6）電熱器

7）液体シンチレーションカウンタ：２２５０ＣＡ（ＰＡＣＫＡＲＤ）相当品

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え、フード扉を所定の高さ（開口面10㎝）とする。

5）有機物分解を行う場合は硝酸と過塩素酸の混合液で行い、過塩素酸の白煙が生じたら時計皿を外して乾固する。

6）ガラスバイアルは使用前に偏肉，傷，亀裂のないことを目視確認後に使用する。また，蓋を締める時はゴム製グリップ（ ^{3}H分析法参照）またはケブラー製手袋で，慎重に行う。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料 400㎖を正確にビーカにとり，濃硝酸10㎖と既知量の ^{236}Ｐｕ(0.4 Bq)を加え蒸発乾固する。	1）試料をよく振り混ぜたのち分取する。1）～6）の操作は保護メガネ等を着用する。又フードの開口面は10㎝とする。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後再び濃硝酸10㎖を加え蒸発乾固する。	2）洗濯排水等，特に有機物の多い試料については，この操作を２回以上行って大部分の有機物

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

操　　作	備　　考
	を分解すること。
3）放冷後，濃硝酸10mlを加え，再溶解する。溶解後，過塩素酸を数滴(0.5ml以下）加えて時計皿でふたをし加熱する。	3）　3），4），5）の操作は硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴加すること。また 0.5ml以上加えないこと。
4）過塩素酸の白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。	
5）有機物が残っている場合は3），4）の操作を繰り返し有機物を完全に分解する。	
6）硝酸（3＋2）10mlと過酸化水素水1滴を加え加熱溶解する。	
7）樹脂をつめたイオン交換カラムに硝酸（3＋2）50mlを通し硝酸型にした後，放冷した6）の溶液を通す。	
8）硝酸（3＋2）50mlで洗浄する。洗浄液は捨てる。	8）Puは樹脂に吸着するが硝酸を多量に流しすぎると徐々に溶離してしまう。
9）塩酸（2＋1）50mlで洗浄する。洗浄液は捨てる。	
10）ヨウ化アンモニウム－塩酸混合溶液を50ml流し，溶離液を 100mlビーカに受ける。	10）Puは還元され，溶離する。 Pu（Ⅳ）→Pu（Ⅲ）
11）蒸発乾固し，濃硝酸と過塩素酸数滴を加え白煙が生じなくなるまで乾固する。	
12）塩酸（1＋11）10mlを加え，加熱溶解する。	
13）放冷後，20mlメスフラスコに移し，水で20mlとする	
14）10mlをホールピペットで20mlガラスバイアルに分取し，残りのサンプルは100 mlビーカに移し，蒸発乾固する。	14）メスフラスコの転倒防止策を施してから分取する。
15）分取したガラスバイアルにアクアゾルⅡ10mlを加え，かるくふたをする。	15）ふたは，湯浴に入れても湯が入らない程度に締める。
16）ガラスバイアルを湯浴で加温し，良く撹拌して均一になったらふたの本締めをする。	16）本締めは，専用のゴム製グリップまたはケブラー製手袋を着

操　　作	備　　考
	用して行うこと。また強く締め過ぎるとガラスバイアルが割れる恐れがあるので注意すること。
17) 液体シンチレーションカウンタで ^{241}Puのβ線を測定する。またB.G.試料を同様に調製し測定する。	17) B.G.試料は3か月に一度調製する。測定は機器分析項の「液体シンチレーション計数装置」を参照。
18) 14) で蒸発乾固した試料に硫酸(1+19) 5 mlを加え加熱溶解する。	
19) チモールブルー1滴を加え，溶液が黄色に変色するまでアンモニア水（1＋1）を滴加する。	
20) 硫酸（1＋19）3滴を加える。	20) pH2に調整する。（淡桃色）
21) 電着板をセットした電着セルに少量の水を用いて移し，既知量の ^{242}Pu（0.02 Bq)を加える。	21) ^{242}Puは，ダブルトレーサとして電着効率をモニタするために添加する。
22) 電着装置に電着セルをセットし直流電流 0.8Aで2時間通電する。	
23) 電着セルを取りはずす前にアンモニア水を0.5 ml加え，1分間通電する。	
24) 電着装置から電着セルを取りはずし，電解液を捨てセル内を水で洗浄したのち電着板を取りはずす。	
25) 電着板を水でよく洗い，ドライヤーで乾燥したのちヒータ上で焼き付ける。	
26) α線自動解析装置によってα線スペクトル分析を行う。	26) 測定は機器分析項「α線スペクトル自動解析装置」参照。
27) 電着試料から ^{236}Pu（分析工程の回収率）および ^{242}Pu（電着効率）の放射能濃度を求め，双方の値から全工程の回収率を算出し ^{241}Puの値を求める。	27) 全工程回収率は，^{236}Pu／ ^{242}Puで算出する。

6．計　算

$$C = \left(\frac{S_1}{t_1} - \frac{B_1}{tb_1} \right) \cdot \frac{100}{f_1} \cdot \frac{100}{Y} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma_A = \sqrt{\left(\frac{S_1}{t_1^2} - \frac{B_1}{tb_1^2} \right)} \cdot \frac{100}{f_1} \cdot \frac{100}{Y} \cdot \frac{1}{W}$$

$$Y = \frac{Y_1}{Y_2}$$

$$Y_1 = \left(\frac{S_2}{t_2} - \frac{B_2}{tb_2} \right) \cdot \frac{100}{f_1} \cdot \frac{1}{K_1}$$

$$Y_2 = \left(\frac{S_3}{t_2} - \frac{B_3}{tb_2} \right) \cdot \frac{100}{f_2} \cdot \frac{1}{K_2}$$

C ： ^{241}Pu放射能濃度（Bq／cm³）

σ_A ： ^{241}Pu放射能濃度誤差（Bq／cm³）

K_1 ：スパイクした ^{236}Pu量（Bq）

K_2 ：スパイクした ^{242}Pu量（Bq）

t_1 ：液シン試料測定時間（s）

t_2 ：電着試料測定時間（s）

tb_1 ：液シン試料 B.G. 測定時間（s）

tb_2 ：電着試料 B.G. 測定時間（s）

S_1 ：液シン試料測定における ^{241}Pu計数値（counts）

S_2 ：電着試料測定における ^{236}Puチャンネル計数値（counts）

S_3 ：電着試料測定における ^{242}Puチャンネル計数値（counts）

B_1 ：液シン試料 B.G. 測定における ^{241}Pu計数値（counts）

B_2 ：電着試料 B.G. 測定における ^{236}Puチャンネル計数値（counts）

B_3 ：電着試料 B.G. 測定における ^{242}Puチャンネル計数値（counts）

Y ：全工程の回収率（%）

Y_1 ： ^{236}Pu回収率（分析工程の回収率）（%）

Y_2 ： ^{242}Pu回収率（電着効率）（%）

f_1 ：液シンの計数効率（%）

f_2 ：ＳＳＤの計数効率（%）

W ：試料量（cm³）

7．解説および文献

(1) 井上義和，阪上正信；Journal of Radiation Research 11-2, 98～106 (1970)

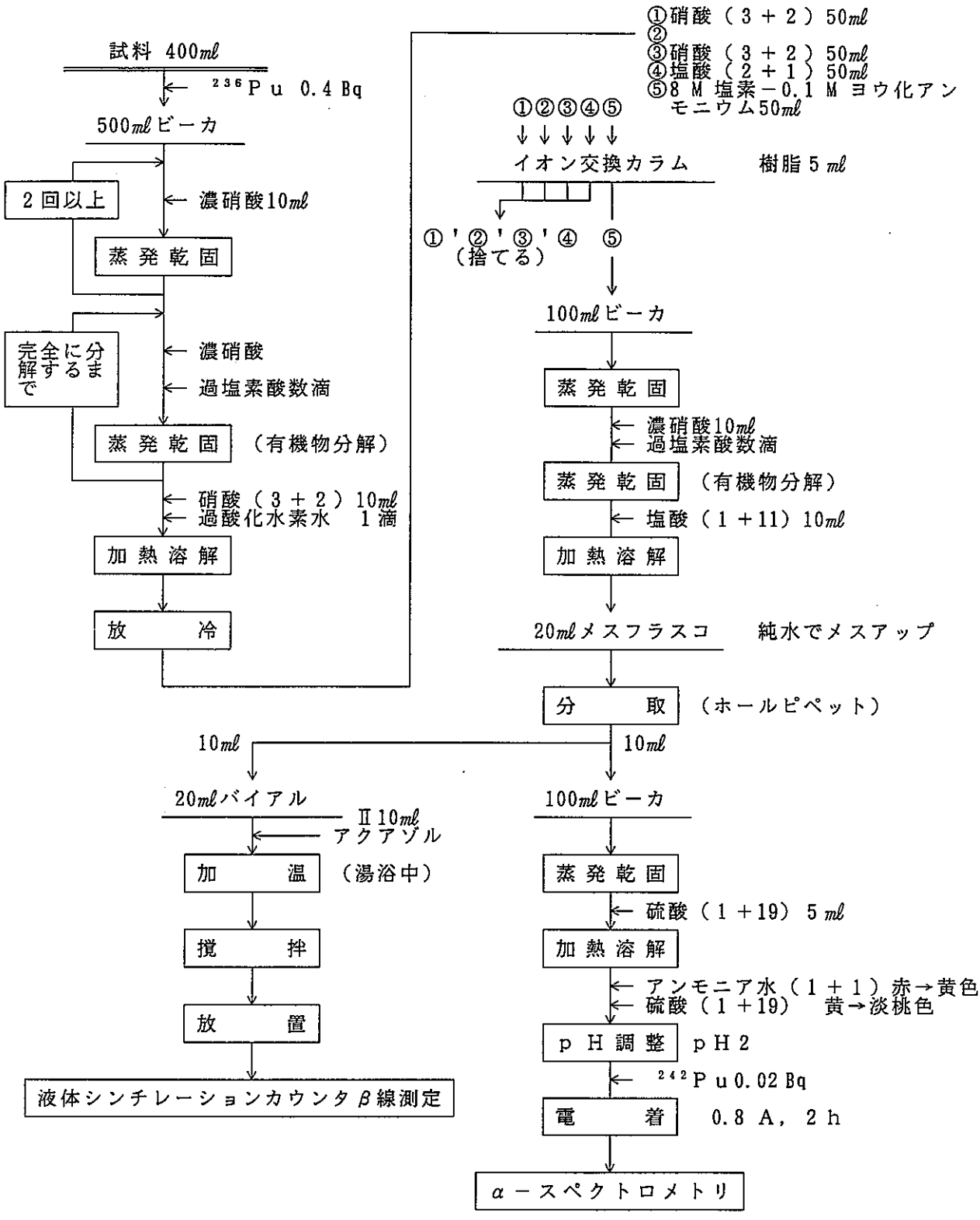
(2) Norton Y. Chu; Anal. Chem, 43(3), 449(1971)

(3) 長沢，圻；原燃公社東海事業所資料，No.9 極微量プルトニウムの分析法の研究
（昭和42年6月5日）

(4) 阪上正信，今井利夫，第15回日本放射線影響学会（1972，ＩＡ－21）

(5) 住谷，他；動燃技報　Ｎｏ６６　資料番号：６６－９（１９８８）

8．工　程　図


試料 400mℓ
236Pu 0.4 Bq
500mℓビーカ
2回以上
濃硝酸10mℓ
蒸発乾固
完全に分解するまで
濃硝酸
過塩素酸数滴
蒸発乾固 (有機物分解)
硝酸(3+2) 10mℓ
過酸化水素水 1滴
加熱溶解
放冷
①硝酸(3+2) 50mℓ
②
③硝酸(3+2) 50mℓ
④塩酸(2+1) 50mℓ
⑤8M塩素－0.1M ヨウ化アンモニウム50mℓ
①②③④⑤
イオン交換カラム
樹脂5mℓ
①'②'③'④ (捨てる)
⑤
100mℓビーカ
蒸発乾固
濃硝酸10mℓ
過塩素酸数滴
蒸発乾固 (有機物分解)
塩酸(1+11) 10mℓ
加熱溶解
20mℓメスフラスコ
純水でメスアップ
分取 (ホールピペット)
10mℓ
10mℓ
20mℓバイアル
Ⅱ 10mℓ
アクアゾル
加温 (湯浴中)
撹拌
放置
液体シンチレーションカウンタβ線測定
100mℓビーカ
蒸発乾固
硫酸(1+19) 5mℓ
加熱溶解
アンモニア水(1+1) 赤→黄色
硫酸(1+19) 黄→淡桃色
pH調整 pH2
242Pu 0.02 Bq
電着 0.8 A, 2 h
α－スペクトロメトリ

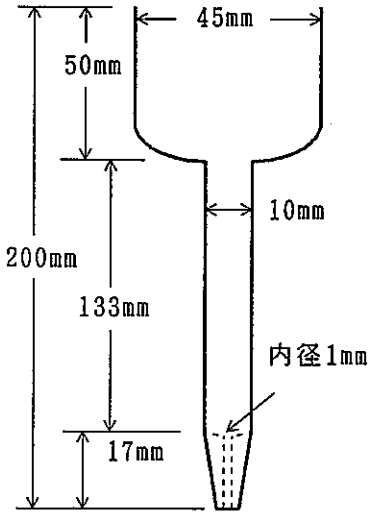


図1　イオン交換カラム

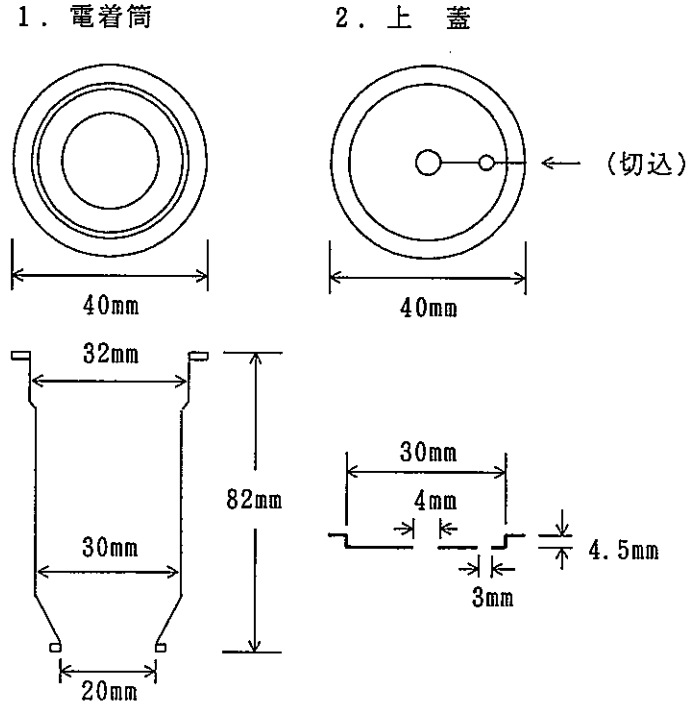


図2　電着セル

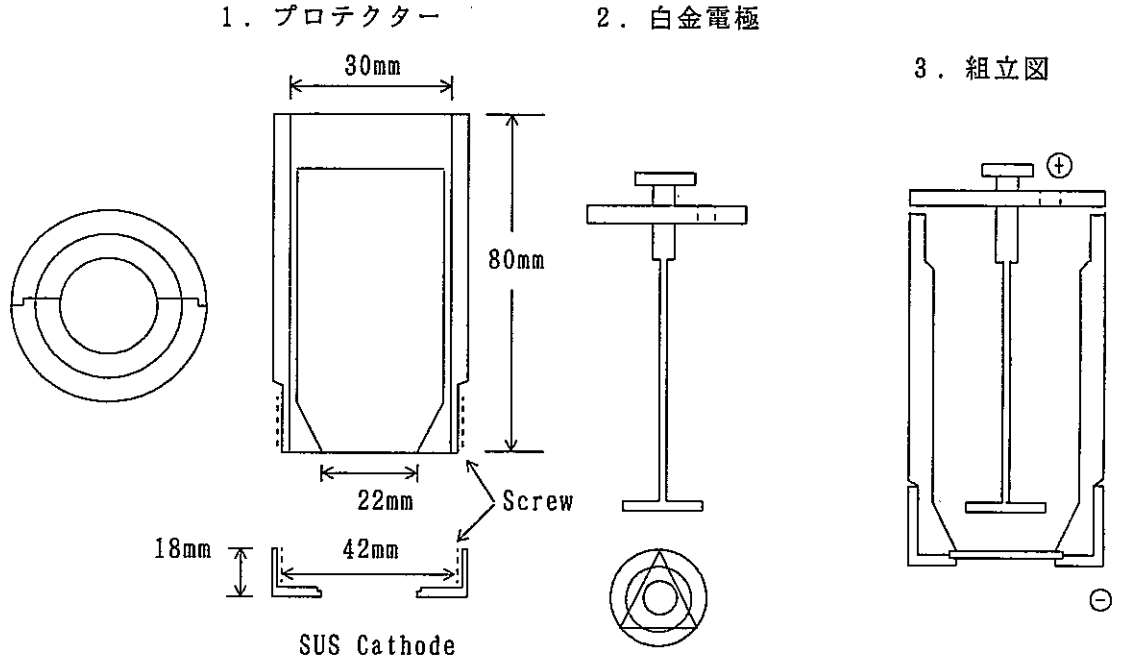


図3　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・24・PH・01 (1993)

排水中のｐＨ測定法

1．要　旨

水溶液中の水素イオン濃度〔H^+〕の逆数の対数をその溶液のpHという。

$$pH = \log \frac{1}{[H^+]} = -\log [H^+]$$

ここでは，ガラス電極pHメーターによる測定法について記載する。

2．適用範囲

0℃～95℃の水溶液に適用する。

3．器　具

1）pHメーター

2）ろ紙

3）温度計

4．安　全

分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は慎重に行うこと。

5．分析操作

操　作	備　考
1）電源スイッチを入れ数分待つ。	
2）中性リン酸塩標準液に電極を入れＣＡＬボタンを押して 6.86(25℃) に合わせたのち，次に水洗後フタル酸塩標準液に電極を入れＣＡＬボタンを押して 4.01(25℃) に合わせる。 以上の操作を合うまで繰り返し行う。	2）酸性試料にはフタル酸塩標準液 4.01(25℃)、アルカリ性試料にはホウ酸塩標準液 9.18(25℃) を用いる。
3）ガラス電極（複合電極）は水で洗い，ろ紙で静かにふきとる。	3）電極の汚れがひどい場合には、ガラス電極を塩酸（1+20）に2時間以上浸したのち水で洗浄する。
4）電極の先端を試料水中に浸しpH値を読みとる。	4）測定後は電極の先端を水で浸しておく。

6．解説および文献

標準液　ガラス電極による測定では，実用上の便宜のため表1に示す標準液を用いる。

表1　　標準液の名称と組成

名　　称	組　　成
シュウ塩素標準液	0.05 mol／ℓ四シュウ酸カリウム $KH_3(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$ 水溶液
フタル酸塩標準液	0.05 mol／ℓフタル酸水素カリウム $C_6H_4(COOK)(COOH)$水溶液
中性リン酸塩標準液	0.025mol／ℓリン酸一カリウムKH_2PO_4 0.025mol／ℓリン酸二ナトリウムNa_2HPO_4水溶液
ホウ酸塩標準液	0.01 mol／ℓホウ酸ナトリウム（ホウ酸） $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$水溶液
炭酸塩標準液	0.025mol／ℓ炭酸水素ナトリウム$NaHCO_3$ 0.025mol／ℓ炭酸水素ナトリウムNa_2CO_3水溶液

これらの水溶液の各温度におけるpHの実用上の値を表2に示す。表2に記載されていない温度におけるpHは，なだらかに補正した値を用いることができる。

表2　標準液の各温度におけるpH

温度℃	標準液				
	シュウ酸塩	フタル酸塩	中性リン酸塩	ホウ酸塩	炭酸塩（注）
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32
5	1.67	4.01	6.95	9.39	(10.25)
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18
15	1.67	4.00	6.90	9.27	(10.12)
20	1.68	4.00	6.88	9.22	(10.07)
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02
30	1.69	4.01	6.85	9.14	(9.97)
35	1.69	4.02	6.84	9.10	(9.93)
38	—	—	—	—	9.91
40	1.70	4.03	6.84	9.07	—
45	1.70	4.04	6.83	9.04	—
50	1.71	4.06	6.83	9.01	—
55	1.72	4.08	6.84	8.99	—
60	1.73	4.10	6.84	8.96	—
70	1.74	4.12	6.85	8.93	—
80	1.77	4.16	6.86	8.89	—
90	1.80	4.20	6.88	8.86	—
95	1.81	4.23	6.89	8.83	—

（注）かっこ内値は，2次補間値を示す。

備　考　特殊なpH測定の場合には，この表の値を用いなくてもよい。

7．文　献

1）工業用水試験方法ＪＩＳ　Ｋ　0101

2）pH測定方法　ＪＩＳ　Ｚ　8802

3）水の分析，日本化学会北海道支部

4）工場排水試験方法　ＪＩＳ　0102

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・11・SS・01 (1993)

排水中の懸濁物質（ＳＳ）分析法

1．要　旨

ろ過又は遠心分離によって分離される物質を懸濁物質といい，重量既知のグラスファイバーフィルターペーパー（Ｇ．Ｆ．Ｐ）でろ過した後，105～110 ℃で２時間乾燥し放冷後重量を測定して，前後の差から懸濁物質の量を求める。

2．適用範囲および精度

一般の排水で２㎜目のふるいを通過した材料を用い定量下限は５㎎である。

3．試薬および器具

器具

(1) 東洋ろ紙ＧＳ－25相当品のＧ．Ｆ．Ｐ
(2) ろ過器
(3) 吸引ポンプ
(4) 天秤
(5) 乾燥器
(6) デシケータ

4．安　全

１）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

5．分析操作

操　作	備　考
１）ＧＳ－25のＧ．Ｆ．Ｐをろ過器の支持板上に固定する。	１）あらかじめ水洗後 105～110 ℃で，２時間乾燥して重量を測定したもの。
２）吸引ポンプのスイッチを入れる。	
３）適量の試料を注ぎ入れて吸引ろ過する。	３）乾燥後の懸濁物質量が５㎎以上になるよう試料をとる。普通 200 ㎖で十分である。

操　　作	備　　考
4）吸引しながら容器およびろ過器の壁に付着した懸濁物質を適量の蒸留水でG．F．P上に洗い落す。 5）G．F．Pをろ過器から取りはずして試料皿の上に移し乾燥器で 105～110 ℃で2時間乾燥する。 6）乾燥後デシケータ中で1時間放冷して重さを測り，ろ過前後の差から懸濁物質の量を求める。	4）水分はできるだけ吸引する。 5）G．F．Pを取りはずす時G．F．Pの懸濁物質が飛散しない様に注意する。

6．計　　算

次式によって懸濁物質の濃度（mg／ℓ）を求める。

$$S = (a - b) \times \frac{1000}{V} \quad (mg/\ell)$$

S：懸濁物質の濃度（mg／ℓ）
a：ろ過乾燥後のろ紙及び懸濁物質の重さ（mg）
b：ろ過前のろ紙の重さ（mg）
V：試料量（mℓ）

7．解説と文献

油脂，グリース，ワックスなどを多量に含む試料水では，これらの物質の一部が懸濁物質として定量される。油脂類を除いた懸濁物質を定量したい場合は，ろ過，乾燥後重さを測り終えたろ紙にヘキサン10mℓずつ数回注ぎ入れて油脂類を洗い出したのち乾燥し，再び重さを測る。

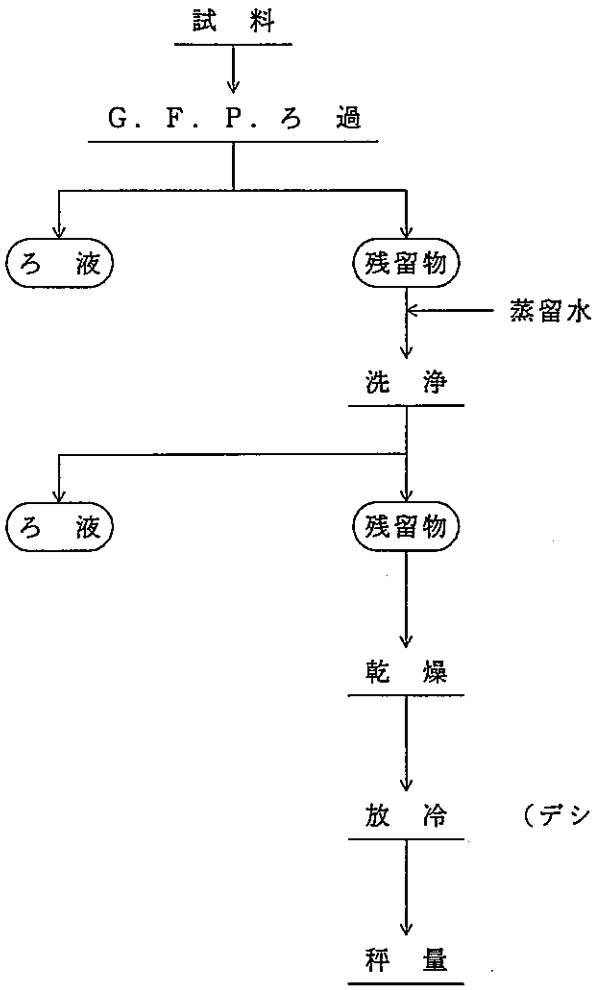
1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・11・SS・01 (1993)

8．工程図



※G．F．Pはあらかじめ
恒量を求めておく

乾燥器温度　105～110 ℃
乾燥時間　　2時間

（デシケータ中1時間）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・14・COD・01 (1993)

排水中の化学的酸素消費量分析法（ＣＯＤ－Ｍｎ）

〔１００℃における過マンガン酸カリウム消費適定法〕

１．要　旨

酸素消費量は，排水中の被酸化物質，主として有機物によって消費される酸素の量である。

試料に過マンガン酸カリウムの一定過剰量を加え，一定時間加熱反応させたのちに消費された過マンガン酸カリウムの量から酸素量を求める方法である。

２．適用範囲および精度

本法は一般の排水に適用し，下限のＣＯＤ値は10mg／ℓである。

３．試薬および装置

１）硫酸H_2SO_4（１＋２）：水２容に硫酸１容をかき混ぜながら徐々に加えたのちうすい紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム溶液（0.5w／v%）を加える。

２）硫酸銀Ag_2SO_4：めのう乳ばちでよくすりつぶす。

３）Ｎ／40しゅう酸ナトリウム溶液$Na_2C_2O_4$（標定用）：しゅう酸ナトリウム（標準試薬）をあらかじめ 150～200 ℃で40～60分間加熱し硫酸デシケータ中で放冷したのち，しゅう酸ナトリウム100 %に対し，1.675 ｇを正しくはかりとり，水に溶かしてメスフラスコ１ℓに入れ，水を標線まで加える。この溶液１mℓは 0.2mgＯに相当する。

４）Ｎ／40過マンガン酸カリウム溶液$KMnO_4$：過マンガン酸カリウム 0.8ｇをフラスコにとり水約

1100mℓに溶かし，１～２時間静かに煮沸し，一夜暗所に放置したのち，上澄み液をガラスろ過器（ブフナー漏斗形）３Ｇ４でろ過する（前後に水洗しない）。これを30分間蒸気洗浄した着色びんに入れ，暗所に保存する。

標定：水 100mℓを三角フラスコ 300mℓにとり，硫酸（１＋２）10mℓを加え，これにＮ／40しゅう酸ナトリウム溶液（標定用）10mℓを正しく加え，60～80℃に保ちながらこのＮ／40過マンガン酸カリウム溶液で適定する。

別に水 100mℓに硫酸（１＋２）10mℓを加えたものについて空試験を行なって補正する。補正したmℓ数（χ）から次式によってＮ／40過マンガン酸カリウム溶液のファクター（ｆ）を算出する。

$$f = \frac{10}{\chi}$$

５）ウォーターバス

６）自動ビュレッド：白色・褐色のもの各１台

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・14・COD・01 (1993)

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散及び濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）汚染の恐れのある作業については，ゴム手袋を着用し，慎重に行うこと。

4）過マンガン酸カリウムの粉体は爆発，発熱，発火の可能性があるので，みだりに強く刺激を与えてはならない。また，有機物，還元剤の混入に注意する。

5．分析操作

操　作	備　考
1）試料適量を 200mℓコニカルビーカーに分取し，蒸留水を加えて 100mℓとする。	1）試料量は，沸騰水浴中で30分間反応後の残留N／40過マンガン酸カリウム溶液が添加量の½以上残るよう採取すれば良い。
2）硫酸（1＋2）10mℓと硫酸銀の粉末1ｇを加え激しく振り混ぜて数分間放置する。	2）普通の排水では1ｇの硫酸銀を加えておけば充分であるが，とくに塩素イオンが多量に共存する場合には硫酸銀の添加量を増す必要がある。
3）N／40過マンガン酸カリウム溶液10mℓを正しく加えて沸騰水浴中にフラスコを入れ30分間加熱する。	3）沸騰水浴の水面は，つねに試料水面よりも上部にあるようにする。
4）しゅう酸ナトリウム溶液（N／40）10mℓを正しく加える。	4）しゅう酸ナトリウムを加えてから明らかに上澄液が透明になるまで数分かかるものもある。
5）60～80℃に保ちながらN／40過マンガン酸カリウム溶液で逆滴定して液の色がうすい紅色を呈する点を終点とする。	5）沸騰水浴にもどし温度を保つ。
6）別に同一条件で空試験を行なう。	6）空試験は蒸留水 100mℓに硫酸，硫酸銀を加えて行なう。

6．計　　算

次式によって過マンガン酸カリウムによる酸素消費量の濃度（mgO／ℓ）を算出する。

$$COD_{Mn} = (a - b) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.2$$

ここに，

COD_{Mn}：過マンガン酸カリウムによる酸素消費量の濃度（mgO／ℓ）

a　：滴定に要した全N／40過マンガン酸カリウム溶液（mℓ）

b　：空試験の滴定に要したN／40過マンガン酸カリウム溶液（mℓ）

f　：N／40過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V　：検水量（mℓ）

0.2　：N／40過マンガン酸カリウム溶液１mℓの酸素相当量(mg)

7．解説および文献

1）200 mgの塩素イオンに対する硫酸銀の当量は0.9 gである。塩素イオンが多く硫酸銀添加量を増した場合には，硫酸銀の表面が生成する塩化銀によって被覆されるため，塩化イオンと反応しにくいので，十分に振り混ぜる必要がある。

2）一般に塩化イオンと当量以上の硫酸銀が存在しても，酸素消費量の値には影響を与えない。塩素イオンに対応して添加する硫酸銀量を増した場合には，おのおの硫酸銀量に対する空試験値を求めて補正しなければならない。

3）排水中の有機物，とくに炭素質の有機物は酸化されやすいが，窒素質の有機物は酸化されにくい。また亜硫酸塩，硫化物なども酸化される。したがって分析は，試料採取後ただちに行なわなければならない。

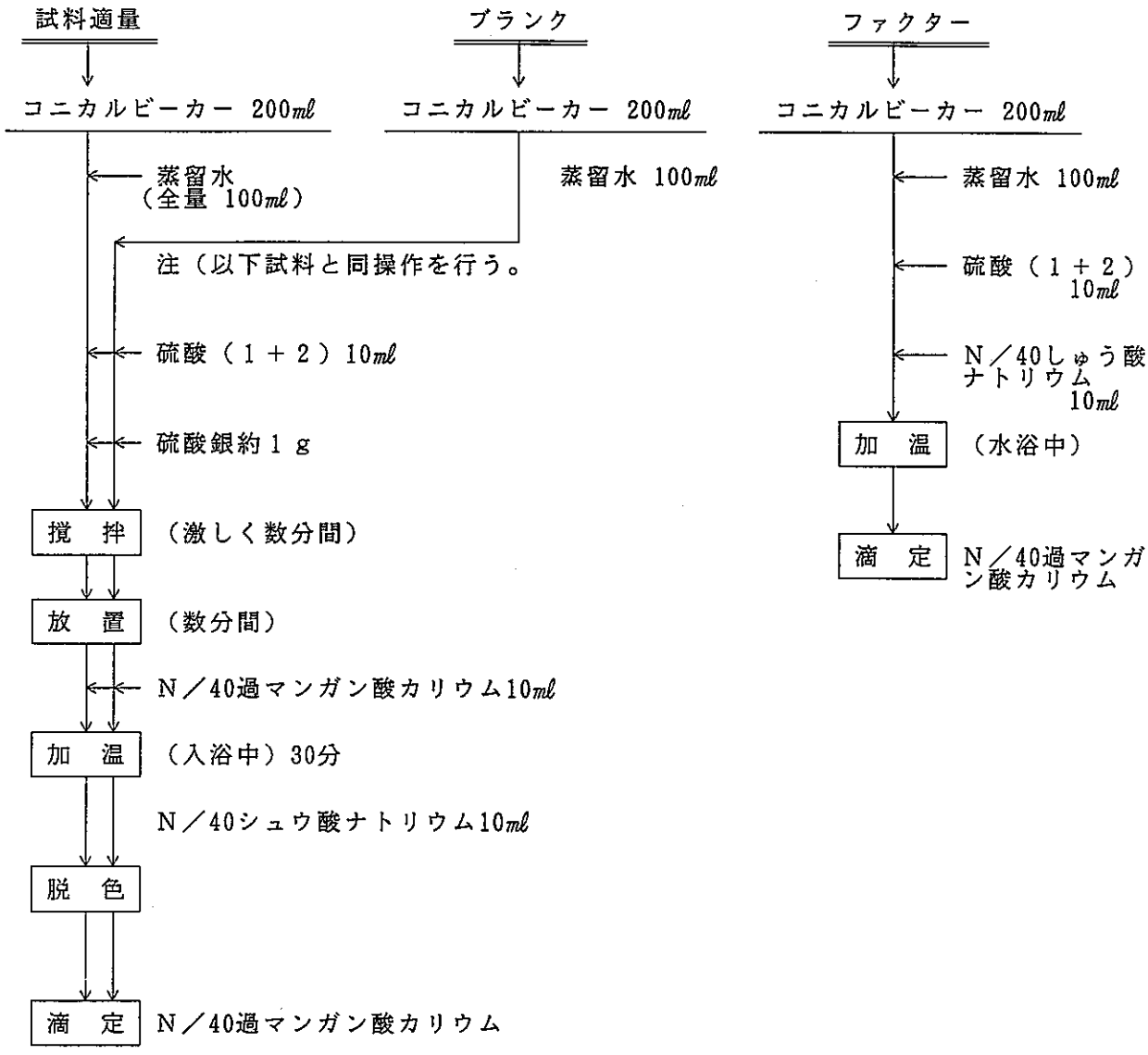
4）COD_{Mn}値が10mg／ℓ以下の場合は検水 100mℓを用いて試験操作を行い，得られた結果をそのまま表示する。ＪＩＳ規格に基づくCOD_{Mn}測定の本質的定量下限は10mg／ℓと考えられており，これ以下では酸化率が通常より若干高くなることが予想されるが，補正は難しいのでそのまま表示する慣例になっている。行政上のCOD_{Mn}定量下限は 0.1mg／ℓとされていることも注目に値する。

5）ＣＯＤは酸化剤の濃度を変えないで試料を薄めた場合と試料水を薄めないで酸化剤の濃度を上げた場合とでは，値が同じようにならないのが普通である。

6）新版水の分析　日本分析学会北海道支部

7）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102

8．工程図


試料適量
ブランク
ファクター
コニカルビーカー 200mℓ
コニカルビーカー 200mℓ
コニカルビーカー 200mℓ
蒸留水（全量 100mℓ）
蒸留水 100mℓ
蒸留水 100mℓ
注（以下試料と同操作を行う。
硫酸（1＋2）10mℓ
硫酸（1＋2）10mℓ
N／40しゅう酸ナトリウム 10mℓ
硫酸銀約1 g
加 温
（水浴中）
撹 拌
（激しく数分間）
滴 定
N／40過マンガン酸カリウム
放 置
（数分間）
N／40過マンガン酸カリウム10mℓ
加 温
（入浴中）30分
N／40シュウ酸ナトリウム10mℓ
脱 色
滴 定
N／40過マンガン酸カリウム

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・14・BOD・01 (1993)

排水中の生物化学的酸素消費量（ＢＯＤ）分析法

〔ウインクラーアジ化ナトリウム変法〕

1．要　旨

試料水中に存在する有機物が生物化学的に分解される間に消費する酸素の量を求める。これは５日間試料水を一定温度20℃で密閉容器中に保った場合の溶存酸素の減少量で表わし，試料水中の溶存酸素量以上に酸素を消費する場合には試料水を補強希釈水で適度に希釈して酸素消費量を求める。

溶存酸素の測定はウインクラーアジ化ナトリウム変法で行なう。硫酸マンガン溶液およびアルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液（アジ化ナトリウムを添加して亜硫酸イオンの妨害を防ぐ）を加えて生ずる水酸化第一マンガンが溶存酸素によって酸化され水酸化第二マンガンとなり，これに硫酸を加えて酸性にすると，溶存酸素量に対応するよう素を遊離する。これをチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し，溶存酸素を定量する方法である。

2．適用範囲および分析精度

1）有害金属，毒物が極端に多く，有機物の少ない排水にはむかない。多くのふ卵びんを用いかつ多くの希釈段階で試験を行なえば精度を高められるが，その場合でも信頼しうる値は有効数字２ケタ程度である。

2）この方法は，河川水，一般排水および下水中の溶存酸素の定量に適用し，亜硫酸イオン（NO_2^-として）0.3 ㎎／ℓ以上でも影響はなく，第一鉄イオン（Fe^{2+}）１㎎／ℓ以下は妨害しない。

妨害物質は，硫化物，亜硝酸イオン，酸化されやすい有機物などの還元性物質，残留塩素，第二鉄イオンなどの酸化性物質である。第二鉄イオンは試験操作中硫酸で酸性にする前にふっ化カリウム溶液（30w／ｖ％）１㎖を加えれば，100～200 ㎎／ℓあっても妨害を防ぐことができる。

3．試薬および器具

1）緩衝液（Ａ液）：りん酸二カリウム 21.75ｇ，りん酸一カリウム 8.5ｇ，りん酸二ナトリウム（12水塩）44.6ｇおよび塩化アンモニウム 1.7ｇを水に溶かして１ℓとする。この緩衝液のpHは7.2 である。

2）硫酸マグネシウム溶液（Ｂ液）：硫酸マグネシウム（７水塩）22.5ｇを水に溶かして１ℓとする。

3）塩化カルシウム溶液（Ｃ液）：塩化カルシウム（無水）27.5ｇを水に溶かし１ℓとする。

4）塩化第二鉄溶液（D液）：塩化第二鉄（6水塩）0.25gを水に溶かして1ℓとする。

5）塩酸（1＋11）

6）水酸化ナトリウム溶液（4w／v%）：水酸化ナトリウム4gを水に溶かして 100mlとする。

7）亜硫酸ナトリウム溶液(N/40)：亜硫酸ナトリウム（無水）1.6 gを溶かして1ℓとする．この溶液は不安定であるから，使用のつど作る。

8）よう化カリウム

9）でんぷん溶液：でんぷん1gを水約10mlと混ぜて熱水 100ml中に移す。約1分間煮沸したのち冷却静置し上澄を用いる。トルエン数滴を加えておく。

10）硫酸マンガン溶液：硫酸マンガン（4水塩） 480gを水に溶かし，不溶解分があればろ過したのち，水1ℓとする（この溶液の比重は20℃で1.270 になるから結晶が不明の場合は，溶液の比重をはかるとよい）。この溶液は，酸性にしてよう化カリウム溶液を加えたとき，よう素を遊離してはならない。

11）アルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム 500g（または水酸化カリウム 700g），よう化カリウム 150g（またはよう化ナトリウム 135g）およびアジ化ナトリウム10gをそれぞれ水に溶かして1ℓとし，かっ色びんに入れて暗所に保存する。この溶液は，酸性にしたときよう素を遊離してはならない。

12）ふっ化カリウム溶液（30w／v%）：ふっ化カリウム（無水）30gを水に溶かして 100mlとする。

13）よう素酸カリウム溶液（標定用）(N/40)：よう素酸カリウム（標準試薬）を 120～140 ℃で2時間乾燥し，硫酸デシケーター中で放冷したのち，$KIO_3$100%に対し0.2229gを正しくはかりとり，水に溶かしてメスフラスコ 250mlに入れ，水を標線まで加える。

14）N／40チオ硫酸ナトリウム溶液：チオ硫酸ナトリウム（5水塩） 6.5gおよび炭酸ナトリウム（無水） 0.2gをとり，炭酸を含まない水に溶かし，メスフラスコ1ℓに入れ，水を標線まで加え，イソアミルアルコール2mlを加え，よく振り混ぜて2日間放置する。

標定N／40よう素酸カリウム溶液（標定用）25mlをピペットを用いて共栓付三角フラスコ300 mlにとり，よう素カリウム2gおよび硫酸（1＋5）5mlを加え，ただちに栓をして静かに振り混ぜ，暗所に5分間放置したのち水 100mlを加え，遊離したよう素をこの溶液で滴定し，溶液の黄色がうすくなってからでんぷん溶液3mlを加え，よう素でんぷんの青が消えるまで滴定を続ける。別に同一条件で空試験を行なって補正する。補正したml数（χ）から次式によってファクター（f）を算出する。

$$f = \frac{25}{\chi}$$

15）希釈水：水温をできるだけ20℃近くに調節し，ばっ気して溶存酸素を飽和させておく。つぎにこれを適当なびんにとり，上記A液，B液，C液，D液のおのおのを水1ℓ当り1mlず

つ加えて希釈水とする（このときpHは 7.2である。7.2 を示さないときはアルカリまたは酸を加えてpH 7.2に調節する）。これをふ卵びんに詰めて希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し，5日後の希釈水の溶存酸素をはかる。通常恒温そうに入れる前の希釈水と，5日後の希釈水に対するN／40チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定値が，希釈水 200mℓにつき 0.2mℓ未満の差であればよい。

滴定値の差が 0.2mℓをこえても，希釈検水に対する滴定値から差し引いてはならない。試料が希釈されすぎているときと，てきどの希釈では，その中で進行している生物化学反応の速度が異なるためである。

16) 植種希釈水(1)：植種を行なう場合(2)は，希釈水1 ℓに対し，室温に24～36時間放置した沈殿下水の上澄み液(3)の場合は5～10mℓ，河川水(4)の場合は10～50mℓ，土壌抽出液(5)の場合は20～30mℓを加えるのが適当(6)である。また，植種希釈水は使用当日調製する。

注(1) 検水に生物（好気性細菌，微生物）が存在しない場合，あるいはじゅうぶんに生存していない場合には，希釈水に生物を添加したものを用いる。これを植種希釈水という。

注(2) 植種物質には家庭生下水がよく用いられる。新鮮な生下水を20℃（または室温）に24～36時間放置したのち，その上澄み液を用いる。汚水中に硝化生物（アンモニウムイオンおよび亜硝酸イオンを酸化する生物）の多いものや，じゅうぶんな生物化学的平衡を有していない新鮮な汚水は好ましくない。

希釈水に植種したときは植種補正を行なわねばならない。この場合，恒温そうに入れる前の植種希釈水の溶存酸素と5日後の植種希釈水の溶存酸素をはかって，植種希釈水の5日間の溶存酸素消費量を求めて，この値を補正に用いることはできない。植種物質が非常に希薄な状態になっていると，正常な生物化学反応が進行しない。このような場合にはつぎのように操作する。

植種に用いた植種物質を希釈水で適当に希釈して，数個の希釈植種液を調製する。ついで恒温そうに入れる前の希釈植種液の溶存酸素量（B_1)を測定する。希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し，希釈植種液の溶存酸素量（B_2)を測定する。

$\frac{B_1 - B_2}{B_1} \times 100$ が40～70%の範囲内になるものを選び，植種補正値として

（$B_1 - B_2$）× f を用いる。

注(3) 下水を植種に用いた場合正常なＢＯＤを示さない検水には土壌抽出液あるいは試験室においてとくにこの検水に適する生物の培養液などを用いる。

注(4) 常時排水（この検水）の放流を受けている河川の放流地点から相当下流の河川水を植種に用いると良好な結果を得ることができる。たとえば排水中に一般的には有害と考えられている物質が多量に共存していても，この排水の放流を受けている河川，湖沼などには，その排水を浄化する特殊な生物相が発達していることが多いので，このような排水の試験に一般下水を用いることは不適当である。

注(5) 土壌（植物の生育している土壌）約 200ｇを水２ℓ中に加えてかき混ぜたのち，その上澄み液を用いる。

注(6) 植種物質の量は，植種された希釈水中において，植種物質が示す５日間のＢＯＤが 0.6 ㎎／ℓ以上であることが必要である。

器具

1）ふ卵びん；正確に容量のわかっている細口共栓付ガラスびん 100～300 ㎖。（栓を約45°に切り落としたもの）をあらかじめクロム酸・硫酸混液に浸し，水でじゅうぶんに洗い乾燥しておく。

2）水　槽；20±１℃に調整されているもの。希釈検水中のそう（藻）類による炭素同化作用を防ぐために，日光をしゃ断しておく。

3）サイホン

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し、慎重に行う。

4）アジ化ナトリウムの取扱いに当ってはみだりに刺激を与えてはならない。爆発の可能性がある。アジ化ナトリウムは冷暗所に保管する。

5．分析操作

操　　作	備　　考
（試料の前処理） 試料が酸性あるいはアルカリ性の場合，残留塩素など酸化性物質を含む場合，溶存酸素あるいは溶存気体が過飽和である場合には，つぎの処理を行なう。 1）アルカリまたは酸を含有する試料；塩素（１＋１）または水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）により試料のpHを約7.0 に中和する。 2）残留塩素を含有する試料；あらかじめ検水 100 ㎖～１ℓにヨウ化カリウム１ｇを加え，残留塩素により遊離したよう素をでんぷん溶液を指示薬としてＮ／40亜硫酸ナトリウム溶液で終点まで滴定する。この試験によってわかったＮ／40亜硫酸ナトリウム溶液の滴定量を検水に加えて残留塩素を	1）植種希釈検水を調製してからそのpHが変化してはならない。

操　　作	備　　考
還元したのち，植種希釈水を用いて通常の希釈操作を行なう。 3）溶存酸素および溶存気体が過飽和である試料；標準温度を20℃（溶存酵素の飽和量8.84㎖／ℓ）とする場合には，冬季に採取した処理水，河川水などの溶存酸素及び溶存気体が過飽和になっていることがしばしばある。また緑そう（藻）類の多い河川水や湖沼水では，同化作用の結果発生した酸素を含有するので過飽和になりやすい。これらの試料をふ卵びんに入れておくと，酸素がびん外に逸散しやすいから，あらかじめかき混ぜ，ばっ気その他に他より溶存酸素および溶存気体を飽和量以下に減量させておく必要がある。	
（ＢＯＤの測定） 1）前処理を行なった検水を2ℓメスシリンダーに取り稀釈水を加え2ℓにし，静かに撹拌する。	1）この希釈法を一般希釈という。大体予想されるＢＯＤを含むように段階的に希釈倍率を変えた数種類の希釈検水を調整する。
2）あらかじめ用意した4本のふ卵びんにサイホンを用いて静かに分取する。 3）それぞれ密栓したのち，その1本を残して恒温水槽に入れる。 4）残された1本は15分後に溶存酸素を測定する。 5）恒温水槽の3本は5日間放置後溶存酸素を測定する。	2）ふ卵びんへの分取はばっ気しないよう十分注意する。 3）残されたふ卵びんの1本は室温に保存する。
（溶存酸素の測定） 1）ふ卵びんのふたを静かにあけてこれを硫酸マンガン溶液1㎖とアルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液1㎖を検水中にピペットの先端をそう入して手早く加え，ただちに測定びん中に空気が残らないように密栓する。	1）試料に第二鉄イオンが存在すればふっ化カリウム溶液（30w／v％）1㎖を加える。
2）ついで数回連続反転して，生成した水酸化第一	

操　　作	備　　考
マンガンの沈澱が，びん全体に及ぶようにじゅうぶんに混合する。	
3）しばらく静置し，沈殿が沈降してきたら再び連続反転して混合し静置する。 次に，沈殿が沈降し，検水の上澄み液が全体の1/3 程度になったら測定びんを静かに開栓し，びんの首に沿って硫酸 1 mℓを加えて再び密栓し，数回連続反転して，溶存酸素量に対応するよう素を遊離させる。	3）すぐ測定できない場合には，この操作まで行ない，暗所に保存する。
4）測定びんから検水の適量を三角フラスコ又はコニカルビーカに分取する。	4）滴定に都合よい量又は全検水量をそのままでもよい。
5）N／40チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し，液の黄色がうすくなったら指示薬としてでんぷん溶液を 3 mℓ加え液の青色が消えるまで滴定する。	5）滴定終点の青色がきえる変化が早いので終点近くでは注意する。

6．計　　算

（ＢＯＤ）

20℃における５日間のＢＯＤ（㎎／ℓ）および15分間の酸素消費量㎎／ℓを算出する。

1）植種を行なわないとき

$$\text{BOD（mg／ℓ）} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

2）植種希釈水を用いたとき

$$\text{BOD（mg／ℓ）} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f}{P}$$

3）瞬時（15分）の酸素消費量

$$\text{IDOD（mg／ℓ）} = \frac{D_c - D_1}{P}$$

ここに，

ＩＤＯＤ：15分間の酸素消費量（㎎／ℓ）

D_1 ：希釈検水を調整して15分後の溶存酸素量（㎎／ℓ）

D_2 ：ふ卵後の希釈検水の溶存酸素量（㎎／ℓ）

D_c ：ふ卵前の希釈検水の溶存酸素量（㎎／ℓ）＝（$D_o \times P$）＋（$S \times P$）

D_o ：ふ卵前の希釈水の溶存酸素量（mg／ℓ）

P　：希釈検水中の希釈水の占める割合（$\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}$）

S　：もとの検水の溶存酸素量（mg／ℓ）

P　：希釈検水中の検水の占める割合（$\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}$）

B_1 ：植種物質のＢＯＤ測定におけるふ卵前の希釈植種液の溶存酸素量（mg／ℓ）

B_2 ：ふ卵後の希釈植種液の溶存酸素量（mg／ℓ）

f　：希釈植種液中の植種液の含有率（％）に対する希釈検水中の植種液の含有率（％）の比（ｘ／ｙ）

x　：希釈検水中の植種液の含有率（％）

y　：植種液のＢＯＤ測定における希釈率（％）

（溶存酸素）

次の式により溶存酸素のmg／ℓを算出する。

$$O = a \times f \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1000}{V_1 - R} \times 0.2$$

ここに，

O　：溶存酸素（O）（mg／ℓ）

a　：滴定に要したＮ／40チオ硫酸ナトリウム溶液（mℓ）

f　：Ｎ／40チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V_1 ：共せんを施したときの溶存酸素測定びんの容量（全検水量）（mℓ）

V_2 ：測定のために溶存酸素測定びんから分取した検水量（mℓ）

R　：検水に添加した試薬（mℓ）。通常，硫酸マンガン溶液１mℓとアルカリ性よう化カリウムを加えれば，合計３mℓとなる。（最後に添加した硫酸の１mℓは加算しない）。

0.2 ：Ｎ／40チオ硫酸ナトリウム溶液１ｍℓの酸素相当量(mg)

7．解説および文献

（ＢＯＤ）

１）15分間の酸素消費量をはかるには，次のように操作する。

あらかじめ検水と希釈水の溶存酸素量を測定したのち，一定の割合で検水を希釈検水でうすめ，15分間放置したのち溶存酸素量（D_1）を測定する。

初めにはかった検水と希釈水の溶存酸素量（mg／ℓ）から希釈検水の溶存酸素量（D_c）を算出する。

２）試料の正常なＢＯＤを得るための希釈検水の溶存酸素の消費量（20℃，５日間）は，3.5～６mg／ℓ以内である。希釈不足のため残留する溶存酸素が１mg／ℓ以下であったり，逆に希釈しすぎて溶存酸素の消費量が２mg／ℓ以下であるような場合には誤差を生じやすい。

3）メスシリンダー中に残っている希釈検水をもとにして，順次希釈倍率の高い希釈検水を調整し続けると，労力と時間を少なくすることができる。

4）100 倍以上に希釈しなければならない場合には，あらかじめいったん他のメスフラスコ中に入れて適当に希釈したのち，通常の操作に移らなければならない。

5）同一試料に対して希釈倍率の異なる希釈検水を多数調製したとき，試料中に還元物質が存在しない場合には，試験操作に要する労力や時間などを節約するために調製した希釈検水の15分後の溶存酸素の測定を省略してもよい。この場合，検水と希釈水または植種希釈水の溶存酸素だけを測定し，それぞれの希釈検水のD_1を算出する。それぞれの希釈検水をふ卵びんに詰めて恒温槽に5日間放置し，希釈検水の溶存酸素を測定しD_2を求める。

6）一般希釈法：あらかじめメスシリンダー2 ℓに約半分までサイホンで，泡がはいらないように静かに希釈水をとり，次に，よく混ぜた検水を加え，希釈水または植種希釈水で全量を2 ℓとする。均一な希釈検水とするために先端が円板状になっているガラス棒で，泡のはいらないよう静かに上下して混ぜるとよい。

7）5日間の溶存酸素の消費量が 3.5～6 ㎎／ℓ以内にある希釈検水を取り出してＢＯＤの算出に用いる。

8）硫化物，亜硫酸塩，第一鉄塩などの還元性物質が共存する場合には15分間の酸素消費量とＢＯＤとを区別しなければ，誤差の原因となるので注意を要する。

9）植種物質の調製方法　排水に適応する生物の培養および排水が生物化学的作用をたやすく受けるかどうかを試験するには，つぎの方法を行なうとよい。

ガラス水槽（約6 ℓ）に排水5 ℓを入れ，塩酸（1＋11）または水酸化ナトリウム溶液（4ｗ／ｖ％）を用いて排水のpHを約7に調製しておく。下水，河川水など生物が豊富に存在する植種液 100～300 ㎖および緩衝液（Ａ液）10～50㎖を加える。よくかき混ぜたのち，この一部をとり，100 ℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムによる酸素消費量を測定しておく。つぎに排水24～48時間連続ばっ気したのち，再びその一部をとり，100 ℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムによる酸素消費量を測定する。その測定値に顕著な変化がある場合には排水中に生物化学的反応が進行しているものと判定し，さらにばっ気を続けて排水に適応する生物を繁殖させる。もし，このような顕著な変化が生じない場合には，はじめに排水を希釈水で適当に希釈し，植種下水を加えたのち24～48時間ばっ気を行ない，前と同じ方法で前後の重クロム酸カリウムによる酸素消費量の変化，浮遊物量の変化などを検査する。その結果，酸素消費量の減少，浮遊物量の増加などの顕著な変化がある場合には，生物化学反応が活発になっていることのあらわれである。排水中の有機物の組成によっては，このような操作を1週間以上試みる必要がある。また，はじめにとる排水量を10％以下にして重クロム酸カリウムによる酸素消費量に顕著な変化が生じたら，徐々に希釈水に対する排水量の比率を増加してみることも必要である。このように水そう中で排水に適応する生物を培養したものを植種液とし

て排水のＢＯＤ試験に用いる。

10）希釈水あるいは植種希釈水中に毒物を含有するかどうかを試験し，またはＢＯＤ試験操作を確かめる方法。

ＢＯＤ試験は生物化学反応に基づいているから，毒物の存在あるいは不活性の植種物質によって非常に影響を受ける。希釈水に使用する蒸留水には銅，鉛，すず，亜鉛などの金属イオンが含まれていてはならない。また，ある種の植種物質は植種に使用できないことがある。これらの使用適否，あるいは試験操作の誤りを調べるために，つぎの方法が推奨される。

グルコール 150mg／ℓおよびグルタミン酸 150mg／ℓを含有する標準液を調製し，これらの標準液の５～10mℓを容量の正確にわかったふ卵びんにとり，植種希釈水を満たして密栓し，20℃５日間のＢＯＤを測定する。

その結果，グルコース標準液とグルタミン酸標準液との等量混合液のＢＯＤは 220±10 mg／ℓである。もし，この値からの偏差が著しい場合には，希釈水の水質あるいは植種物質の活性度などに疑問がある。また，試験回数の５％以上の回数において，20mg／ℓ以上の偏差がある場合には，試験操作の全般について検討を行ない改善する。

（溶存酸素）

１）試料が強酸性か強アルカリ性の場合は，それをほぼ中和することのできる量のアルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液〔水酸化ナトリウム溶液（50w／ｖ％）に相当〕または硫酸を過剰に加える。アルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液１mℓは，アルカリ消費量（pH 5.0）12.5mg／ℓに，硫酸１mℓは，酸消費量（pH 9.0）36mg／ℓに相当する。

この中和処理で加えた試薬量は，試算式中の試薬添加量に加算する。

２）かなりの量の妨害物質が含まれている場合には，正確な値を得ることは困難であるが，つぎの操作によって測定するとよい。

(1) 硫化物や亜硫酸イオンなど，酸性でたやすくよう素で参加される物質が含まれている場合には，あらかじめ試料のよう素を消費する量を測定しておき，採取した試料中の亜硫酸イオンに相当するよう素溶液を初めに加え，以下本文と同様に操作する。Ｎ／100 よう素溶液１mℓは，亜硫酸イオン（SO_3^{2-}）0.4mgに相当する。

(2) 高濃度のアルカリ溶液中で容易に酸化される有機物を含む排水，都市下水，食品工場排水などの場合（ショート変法）は本文と同様に操作するが，試薬添加量を増し，硫酸マンガン溶液２mℓ，アルカリ性よう化カリウムーアジ化ナトリウム溶液２mℓを加えて密栓し，20秒間連続反転してただちに開栓し，硫酸２mℓを加え，ただちに以下，本文と同様に滴定して溶存酸素を測定する。この場合，試算式中の試薬添加量（Ｒ）は４mℓになる。

(3)亜硫酸イオン，チオ硫酸イオンなどの還元性物質を多量に含む排水，たとえばパルプ工

場排水などの場合には，試料を２本とり，１本を予備試験用として下記のように処理する。

酸化処理；予備試験用試料にアルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素７ｗ／ｖ％）約 0.2mℓを加えて密栓し，20～30秒間連続反転し，還元性物質を酸化する。

還元処理；開栓してよう化カリウム 0.2ｇ，硫酸（１＋９）１mℓを加えて酸性（試料が強アルカリ性なら酸濃度を濃くして酸性にする）にし，密栓し20～30秒間連続反転して，よう素を遊離させ（よう素が遊離しなければ，アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液の不足である）指示薬としてでんぷん溶液 0.2mℓを加え，わずかに液の色に青が残る程度になるまで，Ｎ／10亜硫酸ナトリウム溶液を加える。

以上の操作で各試薬の最適添加量を求め，他の１本の溶存酸素測定びんの容量に換算し，アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液を加え，20～30秒間連続反転し，以下，本文と同様に操作する。

試算中の試薬添加量には，上記各試薬の添加量を加算する。

アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液は次の様に調整する。

有効塩素の定量方法；次亜塩素酸ナトリウム溶液10mℓをメスフラスコ 200mℓにとり水を標線まで加える。この10mℓを正しく共栓付三角フラスコ 300mℓにとり，水を加えて約 100 mℓとする。よう化カリウム１～２ｇおよび酢酸（１＋１）６mℓを加えて密栓し，よく振り混ぜて暗所に約５分間放置後，Ｎ／20チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し，溶液の黄色が薄くなったらでんぷん溶液３mℓを加え，生じた青が消えるまで滴定する。

別に同一条件で空試験を行ない結果を補正する。

$$\text{有効塩素量ｗ／ｖ％} = \frac{a \times f \times \frac{200}{10}}{V} \times 0.001773 \times 100$$

ここに，ａ：Ｎ／20チオ硫酸ナトリウム溶液（mℓ）

ｆ：Ｎ／20チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

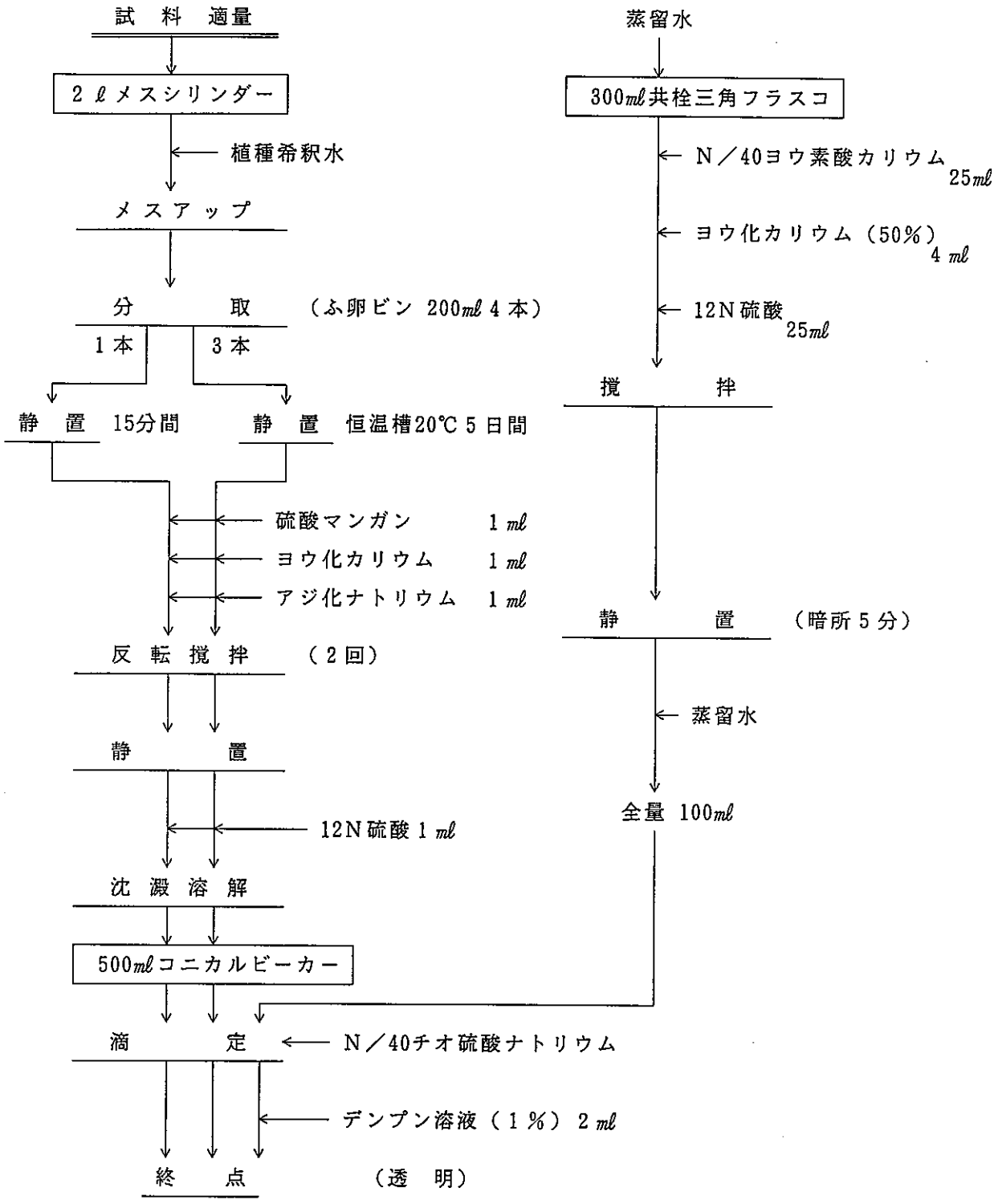
Ｖ：次亜塩素酸ナトリウム溶液（mℓ）

（文　献）

１）工場排水試験方法ＪＩＳ　Ｋ0102

２）新版　水の分析　日本分析化学会北海道支部

8．工程図


試料 適量
2ℓメスシリンダー
植種希釈水
メスアップ
分取
(ふ卵ビン 200mℓ 4本)
1本
3本
静置 15分間
静置 恒温槽20℃ 5日間
硫酸マンガン 1mℓ
ヨウ化カリウム 1mℓ
アジ化ナトリウム 1mℓ
反転撹拌 (2回)
静置
12N硫酸 1mℓ
沈澱溶解
500mℓコニカルビーカー
滴定
N／40チオ硫酸ナトリウム
デンプン溶液 (1%) 2mℓ
終点
(透明)
蒸留水
300mℓ共栓三角フラスコ
N／40ヨウ素酸カリウム 25mℓ
ヨウ化カリウム (50%) 4mℓ
12N硫酸 25mℓ
撹拌
静置 (暗所5分)
蒸留水
全量 100mℓ

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・24・BOD・02 (1993)

排水中の生物化学的酸素消費量（ＢＯＤ）分析法

〔隔膜式ポーラロ電極法〕

1．要　旨

試料水中に存在する有機物が生物化学的に分解される間に消費する酸素の量を求める。これは５日間試料水を一定温度20℃で密閉容器中に保った場合の溶存酸素の減少量で表わし，試料水中の溶存酸素量以上に酸素を消費する場合には試料水を補強希釈水で適度に希釈して酸素消費量を求める。溶存酸素の測定は隔膜式ポーラロ電極法で行なう。

2．試薬および器具

試薬

１）亜硫酸ナトリウム溶液：亜硫酸ナトリウム（無水）約20ｇを水に溶かし，水を加えて300mℓとする。使用時に調整する。

２）溶存酸素飽和水：蒸留水を20～30分間通気して，溶存酸素を飽和させる。スパン調節操作を行う直前に調整する。

３）緩衝液（Ａ液）：りん酸二カリウム 21.75ｇ，りん酸一カリウム 8.5ｇ，りん酸二ナトリウム（12水塩）44.6ｇおよび塩化アンモニウム 1.7ｇを水に溶かして１ℓとする。この緩衝液のpHは 7.2である。

４）硫酸マグネシウム（Ｂ液）：硫酸マグネシウム（７水塩)22.5ｇを水に溶かして１ℓとする。

５）塩化カルシウム溶液（Ｃ液）：塩化カルシウム（無水）27.5ｇを水に溶かして１ℓとする。

６）塩化第二鉄溶液（Ｄ液）：塩化第二鉄（６水塩）0.25ｇを水に溶かして１ℓとする。

７）塩酸（１＋11）

８）水酸化ナトリウム溶液（４ｗ／ｖ％）：水酸化ナトリウム４ｇを水に溶かして100mℓとする。

９）希釈水：蒸留水の水温をできるだけ20℃近くに調節しばっ気して溶存酸素を飽和させておく。つぎに，Ａ液，Ｂ液，Ｃ液，Ｄ液を水１ℓ当り１mℓずつ加える。（このときpH 7.2である。7.2 を示さないときはアルカリまたは酸を加えてpH 7.2に調整する。）

10）植種希釈水(1)：植種を行なう場合(2)は，希釈水１ℓに対し，室温に24～36時間放置した沈殿下水の上澄み液(3)の場合は５～10mℓ，河川水(4)の場合は10～50mℓ，土壌抽出液(5)の場合は20～30mℓを加えるのが適当(6)である。また，植種希釈水は使用当日調整する。

注(1)　検水に生物（好気性細菌，微生物）が存在しない場合，あるいはじゅうぶんに生存していない場合には希釈水に生物を添加したものを用いる。これを植種希釈水という。

注(2)　植種物質には家庭生下水がよく用いられる。新鮮な生下水を20℃（または室温）に

24～36時間放置したのち，その上澄み液を用いる。汚染中に硝化生物（アンモニウムイオンおよび亜硝酸イオンを酸化する生物）の多いものや，じゅうぶんな生物化学的平衡を有していない新鮮な汚水は好ましくない。

希釈水に植種したときは植種補正を行なわねばならない。この場合，恒温そうに入れる前の植種希釈水の溶存酸素と5日後の植種希釈水の溶存酸素をはかって，植種希釈水の5日間の溶存酸素消費量を求めて，この値を補正に用いることはできない。植種物質が非常に希薄な状態になっていると，正常な生物化学反応が進行しない。このような場合にはつぎのように操作する。

植種に用いた植種物質を希釈水で適当に希釈して，数個の希釈植種液を調製する。ついで恒温そうに入れる前の希釈植種液の溶存酸素量（B_1)を測定する。希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し，希釈植種液の溶存酸素量（B_2)を測定する。

$\frac{B_1 - B_2}{B_1} \times 100$ が40～70％の範囲内にあるものを選び，植種補正値として

$(B_1 - B_2) \times f$ を用いる。

注(3)　下水を植種に用いた場合正常なＢＯＤを示さない検水には土壌抽出液あるいは試験室においてとくにこの検水に適する生物の培養液などを用いる。

注(4)　常時排水（この検水）の放流を受けている河川の放流地点から相当下流の河川水を植種に用いると良好な結果を得ることができる。たとえ排水中に一般的には有害と考えられている物質が多量に共存しても，この排水の放流を受けている河川，湖沼などには，その排水を浄化する特殊な生物相が発達していることが多いので，このような排水の試験に一般下水を用いることは不適当である。

注(5)　土壌（植物の生育している土壌約 200ｇを水２ℓ中に加えてかき混ぜたのち，その上澄み液を用いる。

注(6)　植種物質の量は，植種された希釈水中において，植種物質が示す5日間のＢＯＤが0.6 ㎎／ℓ以上であることが必要である。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

器具

1）ふ卵びん：正確に容量のわかっている細口共栓付ガラスびん 100～300 mℓ。（栓を約45°に切り落としたもの）をあらかじめクロム酸・硫酸混液に浸し，水でじゅうぶんに洗い乾燥しておく。

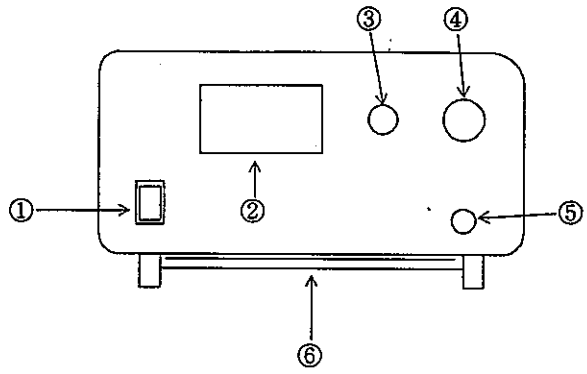
2）水　槽：20±1℃に調節されているもの。希釈検水中のそう（藻）類による炭素同化作用を防ぐために，日光をしゃ断しておく。

3）1ℓメスシリンダー及びサンホン

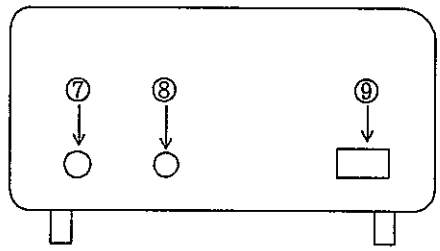
4）隔膜式ＤＯメーター（飯島精密工業Ｂ－100）：図－1

原　　理	隔膜式ポーラロ電極
測定範囲	0 － 20.00mg／ℓ
表　　示	4桁デジタル表示
測定精度	± 0.5%
分 解 能	0.01mg／ℓ
応答速度	90%応答15秒以内（20℃）
温度補償	5～35℃自動温度補償
出力信号	アナログ出力　1ｍＶ／0.01（mg／ℓ）
	デジタル出力　3½桁パラレルＢＣＤ出力
電　　源	ＡＣ 100Ｖ
外形寸法	Ｗ265 × Ｄ250 × Ｈ110
重　　量	4 kg

（本　体）



前面



後面

① 電源スイッチ
② ＤＯ値表示部
③ 零点調整
④ スパン調整
⑤ 入力コネクター
⑥ チルトスタンド
⑦ 電源コネクター
⑧ ヒューズボックス
⑨ 伝送信号端子

図－１：隔膜式ＤＯメーター（飯島精密工業Ｂ－100）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

3．安　　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）分析作業時はゴム手袋を着用し、慎重に行う。

4．分析操作

操　　作	備　　考
（試料の前処理） 試料が酸性あるいはアルカリ性の場合，残留塩素など酸化性物質を含む場合，溶存酸素あるいは溶存気体が過飽和である場合は，次の前処理を行なう。 1）アルカリまたは酸を含有する試料；塩酸（1＋1）または水酸化ナトリウム溶液（4 w／v %）により試料のpHを約7.0 に中和する。 2）残留塩素を含有する試料；あらかじめ検水 100 mℓ～1 ℓにヨウ化カリウム1 gを加え，残留塩素により遊離したよう素をでんぷん溶液を指示薬としてN／40亜硫酸ナトリウム溶液で終点まで滴定する。この試験によってわかったN／40亜硫酸ナトリウム溶液の滴定量を検水に加えて残留塩素を還元したのち，植種希釈水を用いて通常の希釈操作を行う。 3）溶存酸素および溶存気体が過飽和である試料；標準温度を20℃（溶存酸素の飽和量8.84㎎／ℓ）とする場合には冬季に採取した処理水，河川水などの溶存酸素および溶存気体が過飽和になっていることがしばしばある。また緑そう（藻）類の多い河川水や湖沼水では，同化作用の結果発生した酸素を含有するので過飽和になりやすい。これらの試料をふ卵びんに入れておくと，酸素がびん外に逸散しやすいから，あらかじめかき混ぜ，ばっ気その他により溶存酸素および溶存気体を飽和量如何に減量させておく必要がある。	1）植種希釈検水を調整してからそのpHが変化してはならない。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

操　　作	備　　考
（ＢＯＤの測定） 1）前処理を行なった検水を1ℓメスシリンダーに取り希釈水を加え1ℓにし，静かに撹拌する。 2）あらかじめ用意した3本のふ卵びんにサイホンを用いて静かに分取する。 3）それぞれ密栓したのち，その1本を残して恒温水槽に入れる。 4）残された1本は15分後に溶存酸素を測定する。 5）恒温水槽の2本は5日間放置後溶存酸素を測定する。	1）この希釈法を一般希釈法という。大体予想されるＢＯＤを含むように段階的に希釈倍率を変えた数種類の希釈検水を調製する。 2）ふ卵びんへの分取はばっ気しないよう十分注意する。 3）残されたふ卵びんの1本は室温に保存する。
（溶存酸素の測定） 1）零点調製 a）電極を計器の入力コネクターに差し込み電源スイッチをＯＮにする。 b）ふ卵びんに亜硫酸ナトリウム溶液を入れ，電極を挿入し，安定するまで約15分間浸しておく。零点調整ツマミを回して指示値を0.00に合わせる。 2）スパン調整 別のふ卵びんに，あらかじめ温度の測定してある飽和溶存酸素水をとり電極を挿入して5～7分間後指示値が安定したら，飽和水の温度に対する飽飽和溶存酸素量を飽和表[1]より求め，スパン調整ツマミを回して指示値を合せる。 3）試料水の入ったふ卵びんに電極を挿入し，指示値が安定したら指示値を読みとる。	1）電極挿入の際は，電極表面に気泡がつかないようにする。 調整後は電極をよく水で洗浄する。 2）電極表面や周辺に気泡がついていないことを確認する。 [1]飽和表　別表－1

5．計　　算

（ＢＯＤ）

20℃における５日間のＢＯＤ（㎎／ℓ）および15分間の酸素消費量（㎎／ℓ）を算出する。

1）植種を行なわないとき

$$\text{BOD}\ (\text{mg}/\ell) = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

2）植種希釈水を用いたとき

$$\text{BOD}\ (\text{mg}/\ell) = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f}{P}$$

3）瞬時（15分間）の酸素消費量

$$\text{IDOD}\ (\text{mg}/\ell) = \frac{D_c - D_1}{P}$$

ここに，

ＩＤＯＤ：15分間の酸素消費量（㎎／ℓ）

D_1　：希釈検水を調整して15分後の溶存酸素量（㎎／ℓ）

D_2　：ふ卵後の希釈検水の溶存酸素量（㎎／ℓ）

D_c　：ふ卵前の希釈検水の溶存酸素量（㎎／ℓ）＝（$D_o \times P$）＋（$S \times P$）

D_o：ふ卵前の希釈水の溶存酸素量（㎎／ℓ）

P　：希釈検水中の希釈水の占める割合（$\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}$）

S　：もとの検水の溶存酸素量（㎎／ℓ）

P　：希釈検水中の占める割合（$\frac{\text{希釈水}}{\text{希釈検水}}$）

B_1　：植種物質のＢＯＤ測定におけるふ卵前の希釈植種液の溶存酸素量（㎎／ℓ）

B_2　：ふ卵後の希釈植種液の溶存酸素量（㎎／ℓ）

f　：希釈植種液中の植種液の含有率（％）に対する希釈検水中の植種液の含有率（％）の比（χ / y）

χ　：希釈検水中の植種液の含有率（％）

y　：植種液のＢＯＤ測定における希釈率（％）

6．解説および文献

6.1　溶存酸素電極の保守

電極は定期的に隔膜，電解液の交換を行なう。また，下記のような症状があらわれたら，ただちに隔膜，電解液の交換を行なう。

1）スパン調整の際，ツマミをいっぱいに回しても指示値が飽和値まで達しない時。

2）応答速度が遅くなったり，復帰性が悪い時。

3）指示値が大きくふらつく時。

4）電極表面にピンホールがあったり，膜が破れた時。

6.2　隔膜，液交換方法

1）Oリング，隔膜をはずして電極内の液を出す。

2）電極を固定する。

3）注射に電解液をとり，針先を電極内に挿入して，気泡が入らないよう注意しながらゆっくり入れる。（図－1）

4）電解液が電極からあふれ出す手前で液を入れるのをやめ，電極を指で軽くはじいてできるだけ電極内の気泡を出す。

5）気泡が出たら，液を少しあふれるまで入れ隔膜をかぶせて付属の治具でOリングを取りつける。

6）1本目のOリングをはめたところで電極を軽くゆすって，液が完全に入っているかを確認してから2本目のOリングをはめる。（図－2）

7）はみ出た隔膜をつまんでしっかり張る。（図－3）

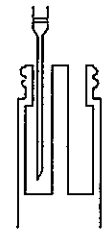
8）電極を計器にとりつけ，スパン調整がとれることを確認し，亜硫酸ナトリウム溶液に入れて，零に下がることを確認する。隔膜がしっかり張れていないと，下がらない。

9）余分な隔膜をカッターできれいに切る。（図－4）

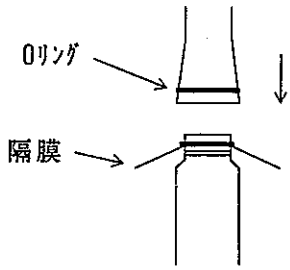
6.3　文　　献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0102

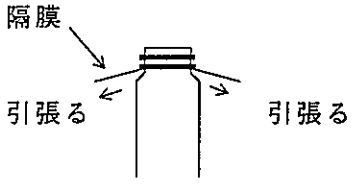
2）新版　水の分析　日本分析化学会北海道支部



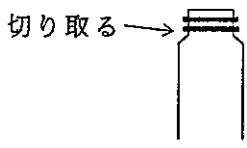
図－1



図－2

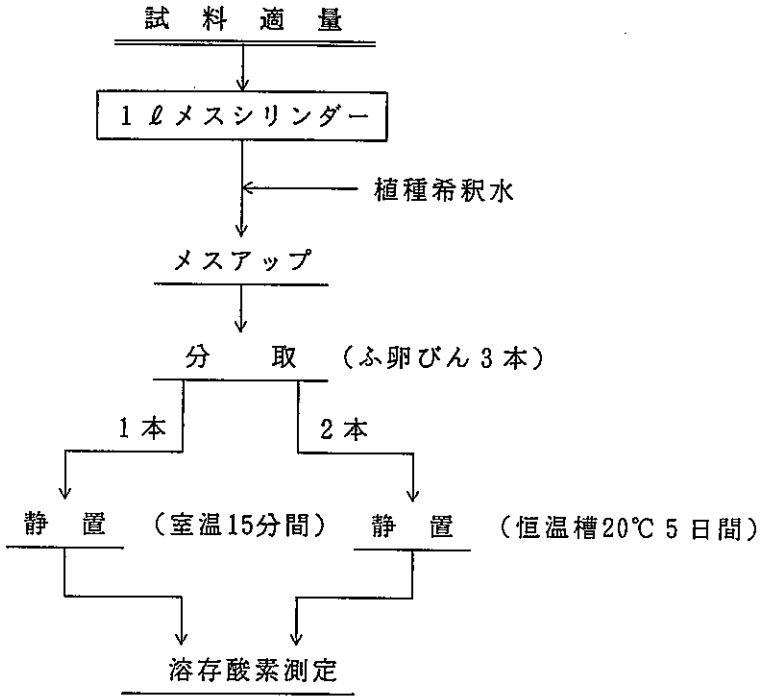


図－3



図－4

7．工程図


試 料 適 量
1 ℓメスシリンダー
植種希釈水
メスアップ
分 取 (ふ卵びん3本)
1本
2本
静 置 (室温15分間)
静 置 (恒温槽20℃ 5日間)
溶存酸素測定

TEMP (℃)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	14.16	14.12	14.08	14.04	14.00	13.97	13.93	13.89	13.85	13.81
1	13.77	13.74	13.70	13.66	13.63	13.59	13.55	13.51	13.48	13.44
2	13.40	13.37	13.33	13.30	13.26	13.22	13.19	13.15	13.12	13.08
3	13.05	13.01	12.98	12.94	12.91	12.87	12.84	12.81	12.77	12.74
4	12.70	12.67	12.64	12.60	12.57	12.54	12.51	12.47	12.44	12.41
5	12.37	12.34	12.31	12.28	12.25	12.22	12.18	12.15	12.12	12.09
6	12.06	12.03	12.00	11.97	11.94	11.91	11.88	11.85	11.82	11.79
7	11.76	11.73	11.70	11.67	11.64	11.61	11.58	11.55	11.52	11.50
8	11.47	11.44	11.41	11.38	11.36	11.33	11.30	11.27	11.25	11.22
9	11.19	11.16	11.14	11.11	11.08	11.06	11.03	11.00	10.98	10.95
10	10.92	10.90	10.87	10.85	10.82	10.80	10.77	10.75	10.72	10.70
11	10.67	10.65	10.62	10.60	10.57	10.55	10.53	10.50	10.48	10.45
12	10.43	10.40	10.38	10.36	10.34	10.31	10.29	10.27	10.24	10.22
13	10.20	10.17	10.15	10.13	10.11	10.09	10.06	10.04	10.02	10.00
14	9.98	9.95	9.93	9.91	9.89	9.87	9.85	9.83	9.81	9.78
15	9.76	9.74	9.72	9.70	9.68	9.66	9.64	9.62	9.60	9.58
16	9.56	9.54	9.52	9.50	9.48	9.46	9.45	9.43	9.41	9.39
17	9.37	9.35	9.33	9.31	9.30	9.28	9.26	9.24	9.22	9.20
18	9.18	9.17	9.15	9.13	9.12	9.10	9.08	9.06	9.04	9.03
19	9.01	8.99	8.98	8.96	8.94	8.93	8.91	8.89	8.88	8.86
20	8.84	8.83	8.81	8.79	8.78	8.76	8.75	8.73	8.71	8.70
21	8.68	8.67	8.65	8.64	8.62	8.61	8.59	8.58	8.56	8.55
22	8.53	8.52	8.50	8.49	8.47	8.46	8.44	8.43	8.41	8.40
23	8.38	8.37	8.36	8.34	8.33	8.32	8.30	8.29	8.27	8.26
24	8.25	8.23	8.22	8.21	8.19	8.18	8.17	8.15	8.14	8.13
25	8.11	8.10	8.09	8.07	8.06	8.05	8.04	8.02	8.01	8.00
26	7.99	7.79	7.96	7.95	7.94	7.92	7.91	7.90	7.89	7.88
27	7.86	7.85	7.84	7.83	7.82	7.81	7.79	7.78	7.77	7.76
28	7.75	7.74	7.72	7.71	7.70	7.69	7.68	7.67	7.66	7.65
29	7.64	7.62	7.61	7.60	7.59	7.58	7.57	7.56	7.55	7.54
30	7.53	7.52	7.51	7.50	7.48	7.47	7.46	7.45	7.44	7.43

単位：mg／ℓ

表－1　水中飽和溶存酸素量

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・11・OIL・01 (1993)

排水中の油分（ヘキサン抽出物質）分析法

1．要　旨

ここでいうヘキサン抽出物質とは，主として排水中に含まれる比較的揮発しにくい炭化水素，炭化水素誘導体，グリース，油状物質などである。試料から直接ヘキサン層に分配される物質を抽出し，ヘキサンを蒸発させたのちの残留物の重さを測定してヘキサン抽出物質を定量する方法である。

2．適用範囲および精度

この方法では通常，油分と呼ばれる物質を選択的に定量することは困難であって，油状物質以外のフェノール形化合物，コロイド状いおうなども定量値に含まれる。ただし，80℃付近の温度で一部または大部分が揮発する軽質炭化水素など，あるいは測定中に著しく酸化される油状物質を含む試料には適用できない。試料のpHを4以下の酸性にしたのち，水層からヘキサン層に分配される物質を抽出し，ヘキサン蒸発後の残留物の重さを測ってヘキサン抽出物質量を求める方法で，汚濁のはなはだしくない排水に適用する。

0.5 ㎎／ℓ以上の試料に適用し，この場合の分析精度は，繰り返し標準偏差パーセントで10～20％である。

3．試薬および器具

試薬

1）塩酸　HCℓ：塩酸（1＋1）

2）硫酸ナトリウム（無水）Na_2SO_4

3）メチルオレンジ溶液 $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$（0.1 w／v％）メチルオレンジ 0.1gを熱水 100mℓに溶かし，冷却後使用する。

4）ヘキサン C_6H_{14}：蒸留済みのもの

器具

1）分液ロート

2）乾燥器　80±5℃に温度が調節できるもの

3）ホットプレートまたはマントルヒータ　80±5℃に温度が調節できる防爆型のもの

4）冷却器　リービッヒ冷却器 300㎜共通すり合わせのもの

5）ヘキサン蒸発容器　アルミ製蒸発皿

6）シェーカー

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・11・OIL・01 (1993)

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）ヘキサンは引火点－26℃と極めて低いため，引火する危険性が高いので，火気に十分注意する。

5．分析操作

操　作	備　考
1）分液ロート(a,b,c) を用意し，採取した試料を分液ロート(a) に移し，メチルオレンジ溶液2～3滴を加え，次に液が赤色に変わるまで塩酸（1＋1）を加え，pH 4 以下に調整する。	1）分液ロートは使用前にヘキサンでよく洗っておく。 試料の濁度等により分取量は異なる。
2）試料容器をヘキサン10mlずつ2回洗い洗液を分液ロート(a)に加え2分間激しく振り混ぜ5分間放置する。	
3）水相を分液ロート(b)に移し，分液ロート(a)のヘキサン相を少量の蒸留水で洗い洗液を分液ロート(b)に合わせる。	3）ヘキサン層が濁っていることがある。これは水分が含まれているか，水溶性でかつヘキサンに不溶性の物質が含まれているためである。
4）分液ロート(b)にヘキサン20mlを加えて2分間激しく振り混ぜ5分間放置する。	通常水洗によってヘキサン相は透明になり懸濁物質は除かれるが，水相がもち込まれて透明なヘキサン相が分離しにくい場合には水相をできるだけ分離したのち，塩化ナトリウムまたは硫酸ナトリウム（無水）を加えると透明なヘキサン層が分離することがある。試料によってはアンモニウム塩が有効なことがあるが，ヘキサン可溶の試薬を加えてはならない。いずれの方法でも透明にならないときは24時間放置するとよい。
5）水相を分液ロート(c)に移し，分液ロート(b)のヘキサン相を少量の蒸留水で洗い，洗液を分液ロート(c)に合わせる。	
6）分液ロート(c)にヘキサン20mlを加え5分間激しく振り混ぜ10分間放置する。	
7）水相は捨て，ヘキサン相は少量の蒸留水で洗い洗液は捨てる。	
8）分液ロート(b)と分液ロート(c)のヘキサン相を分液ロート(a)に移し，分液ロート(b)(c)を20mlずつのヘキサンで洗い分液ロート(a)に合わせる。	
9）ヘキサン相を蒸留水で洗浄し，洗液を捨てる。	

操　　作	備　　考
10）ヘキサン相を 200mℓビーカに移し分液ロートをヘキサン20mℓで洗浄し，洗液を合わせる。	10） 200mℓビーカはあらかじめ少量のヘキサンで洗浄する。
11）ヘキサン相に硫酸ナトリウム（無水）を適量加え脱水する。	
12）あらかじめヘキサン10mℓで洗浄したNo.5Aろ紙でろ過し，蒸留フラスコに移す。ろ過後のろ紙をヘキサン10mℓで洗浄し，洗液を蒸留フラスコに合わせる。	12）フラスコ内に沸石を入れる。
13）残液が約10mℓになるまで蒸留する。	13）蒸留開始の突沸および残液まで蒸留しない様，蒸留作業は注意を怠らない。
14）残液をあらかじめ秤量した蒸発皿に移し，少量のヘキサンで蒸留フラスコを洗浄し，洗液を蒸発皿に合わせる。	
15）80±5℃に調節したホットプレート上でヘキサンを蒸発させる。	15）引火の恐れがないように十分注意し，通風をよくする。
16）蒸発皿を80±5℃に調節した乾燥器中に移し正確に30分間乾燥したのち，乾燥剤を入れないデシケータ中に移し正確に30分間放冷して重さを測定する。	
17）蒸発皿の使用の前後の重さの差と試料分取量より，試料中の油分の濃度を算出する。	

6．計　　算

試料中のヘキサン抽出物質のmg／ℓを次式によって算出する。

$$P = (a - b) \times \frac{1000}{V}$$

P：ヘキサン抽出物質（mg／ℓ）

a：ヘキサン蒸発後の蒸発皿の重さ（mg）

b：試験前の蒸発皿の重さ（mg）

V：試料量（mℓ）

7．解説および文献

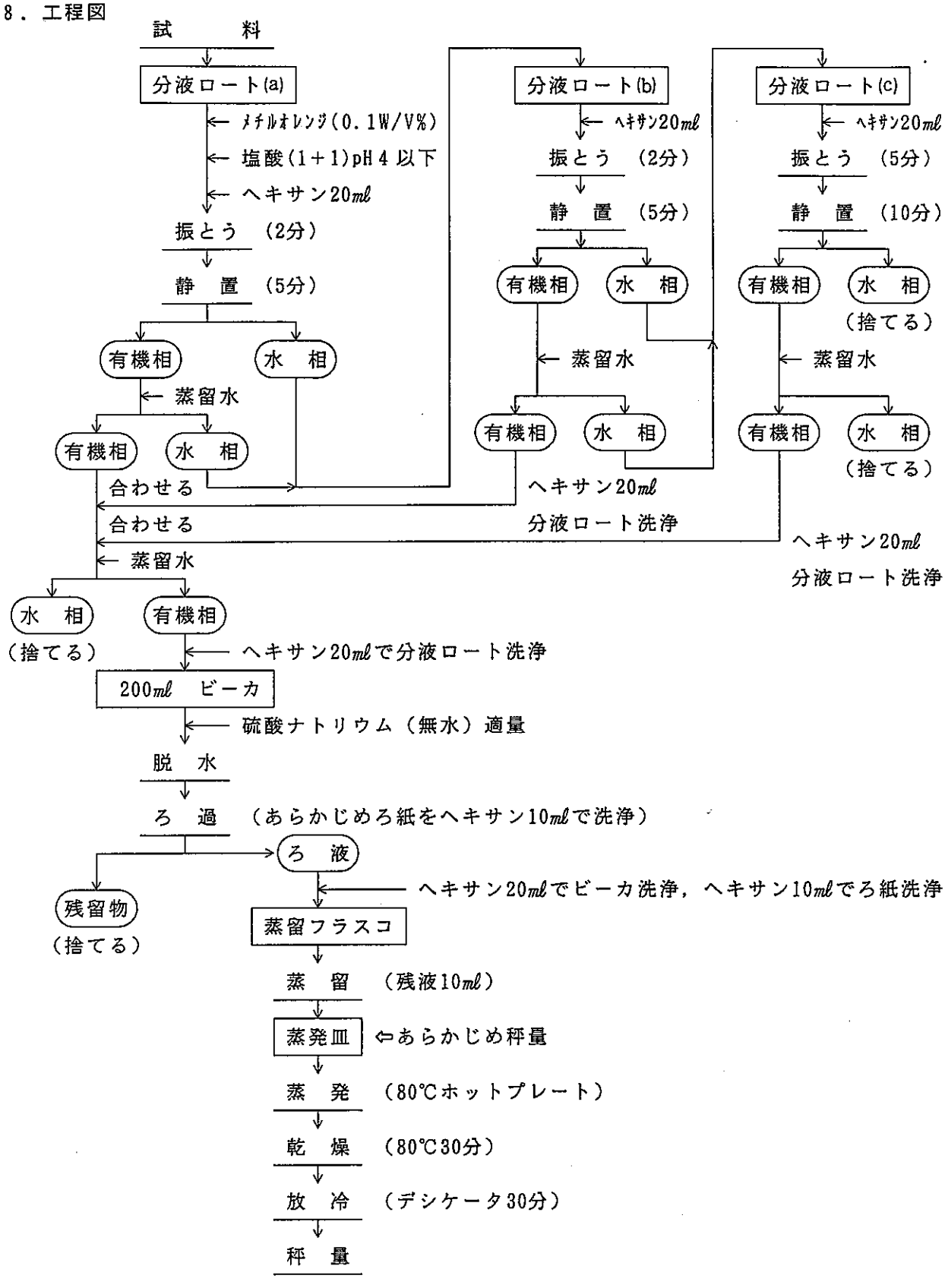
1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・11・OIL・01 (1993)

8．工程図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・24・F・01 (1993)

排水中のフッ素分析法
〔イオン電極法〕

1．要　旨

フッ素イオンを含む排水と緩衝液を容積比１：１で混合し，フッ素イオン選択性電極で電位を測定し，フッ素を定量する。

2．適用範囲および精度

本法は，0.05mg／ℓ以上の試料に適用でき，繰り返し分析精度は，標準偏差パーセントで５～20％である。

3．試薬および器具

１）試　薬

(1) 緩衝液

クエン酸ナトリウム($Na_3C_6H_5O_7+2H_2O$) 294ｇに水を加えて溶かし，酢酸にてpH６に調整した後，水を加えて１ℓとする。

(2) 酢酸　CH_3COOH

(3) フッ素イオン標準液（１mgF^-／mℓ）

フッ化ナトリウム（標準試薬）(NaF) を白金皿に取り，500～550℃で１時間程加熱しデシケータ中で放冷した後，NaF100％に対しその2.21ｇをとり水に溶かし，１ℓメスフラスコに入れ，水を標線まで加える。この液を原液としてポリエチレンびんに入れて保存する。

(4) フッ素イオン標準液（10mgF^-／ℓ）

フッ素イオン標準液（１mgF^-／mℓ）１mℓを100mℓメスフラスコにとり，水を標線まで加える。使用時に調整する。

(5) フッ素イオン標準液（1mgF^-／ℓ）

フッ素イオン標準液（10mgF^-／ℓ）10mℓを100mℓメスフラスコにとり，水を標線まで加える。使用時に調整する。

２）器　具

(1) 電位測定メータ　：　電気化学計器　ＩＯＬ－５０型
(2) フッ素イオン選択性電極　：　電気化学計器　7200-0.65W型
(3) 比較電極　：　電気化学計器　4400-0.65C型（内部液無補給型）
　　4083-0.65C型（ダブル ジャンクション型）
(4) 液温度プローブ　：　電気化学計器　3051-0.65S型

4．安　　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2）必要に応じて保護メガネを着用する。
3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

5．文献および解説

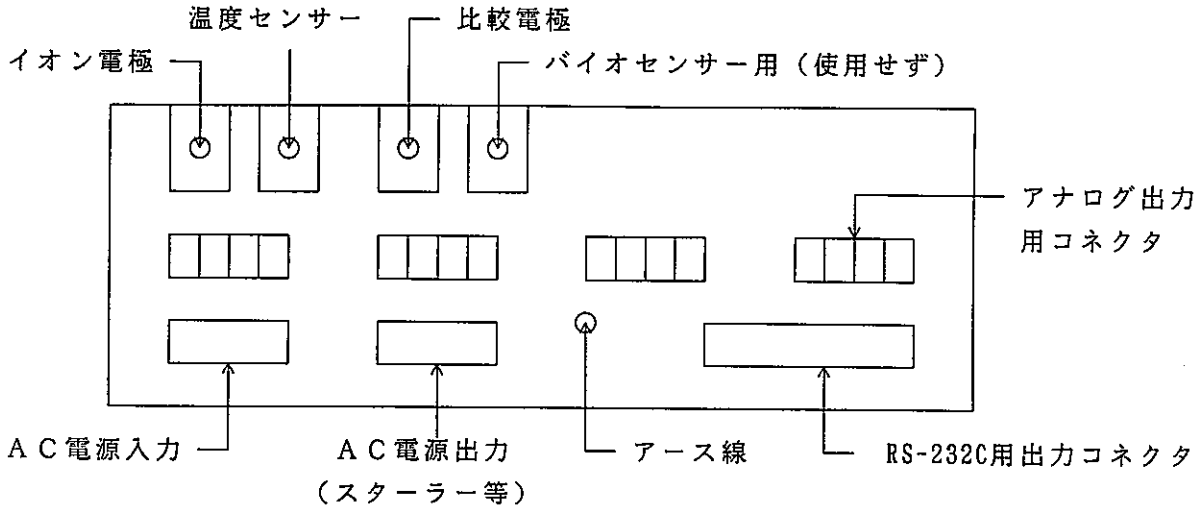
1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102
2）イオン電極方法通則　ＪＩＳ　Ｋ　0122
3）白石直典，村田行生，中川元吉，小玉数信：分析化学　23，176 ～ 181（1974）
4）堤　建一，本山茂二，落合健一，寺門　茂：日本分析化学会第23会予稿集２Ｂ　08
5）吉村征二，大和愛司，野村　保，木村　均，木下　睦：日本保健物理学会10回研究発表会予稿集 45（984）
6）イオンメータＩＬＯ－５０アプリケーションブック

6．分析操作

1）　電極の準備及び保守

	フッ素電極（非結晶固体膜）	比較電極（内部液無補給型）
使用開始前	素子面を拭いてからフッ素標準溶液に１０分程浸しておく。	電極先端部に付着している塩化カリウムを水で洗い流せば使用できる。
１週間以内保　存	純水で洗い，薄い標準液に浸しておく。	純水中に浸しておく。
１週間以上保　存	純水で洗った後，良く拭いてから乾燥させ，空気中で保管する。	ビニールキャップに水を含ませた脱脂綿を入れ，先端部にかぶせておく。
再　生	目の細かいサンドペーパーを水で湿らし軽く均一に研磨する。その後，純水で洗い乾燥させる。	中性洗剤や１Ｍ程度の塩酸等で洗浄した後，飽和の塩化カリウム溶液につけておく。（乾燥させないこと。）

2）電位測定メータへの接続（下図に従い電源及び電極を接続する。）



7．分析操作

操　　作	備　　考
（試料調製）	
1）試料 100mℓを５Ａろ紙でろ過する。これを25mℓと50mℓとをとり，２つの 100mℓビーカに移す。	1）ロート，ビーカはポリエチレン製のものを使用する。
2）試料25mℓの方に25mℓの蒸留水を加える。	2）試料はあらかじめpH２～10に調整しておく。
3）標準液（10mgF⁻／ℓ，１mgF⁻／ℓ）とＢ・Ｇ水（蒸留水）を50mℓとりビーカに移す。	
4）標準液，Ｂ・Ｇ水，試料に緩衝液（クエン酸ナトリウム溶液）50mℓを加える。	
5）それぞれの溶液をマグネチックスターラで１～２分間撹拌したのち電位を測定し濃度を求める。	5）Ａℓ，Ｃａイオンが多量に含まれている試料については，試料を２～10倍に希釈して測定し定量値が一致することを確認する。
6）試料の測定値からＢ・Ｇ水の測定値を減算し，ネットの測定値を求める。	

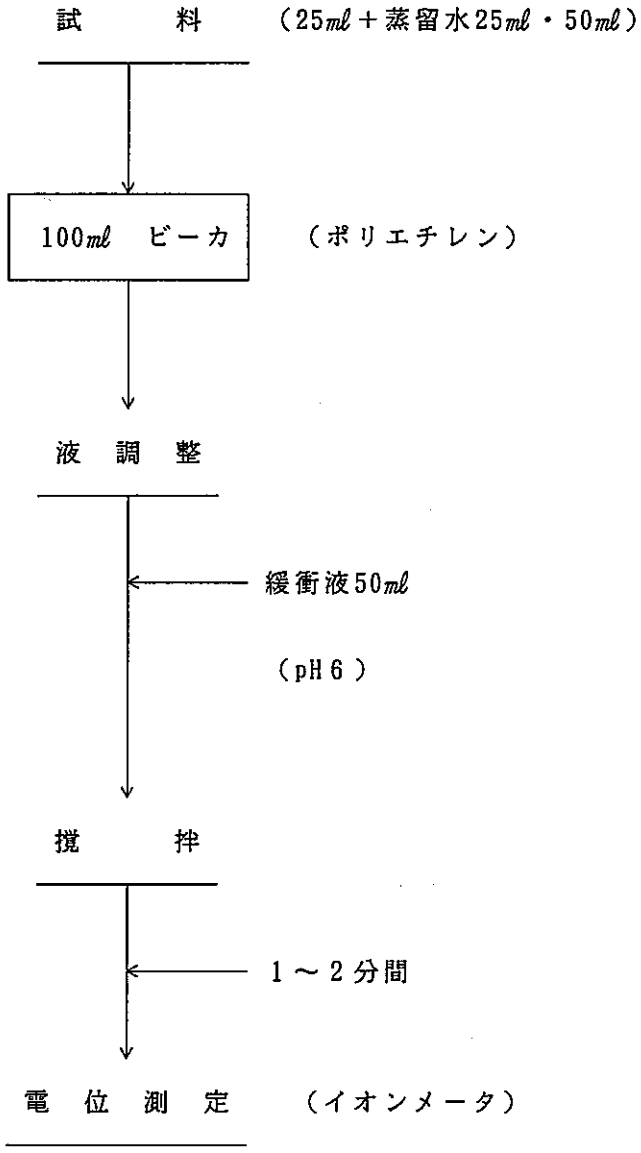
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・24・F・01（1993）

操　　作	備　　考
（電位測定操作） 〔初期設定〕	画面表示
1）　ION モードのスタンバイ状態にする。 （MODE, MEAS/ST-BY キーを操作）	2 : [ION]　　＊ 3AN ＊
2）　標準液の単位をmg／ℓに設定する。 単位が違っている場合は，UNITキーで切替えてENT キーで決定する。 （MANU CAL, UNIT, ENT キーを操作）	DATA　　UNIT PUSH UNIT　　mg／ℓ
3）　初期設定値を入力する。 （アプリケーションブック表２－６参照）	
①　基準点の濃度をテンキーで１と入力しENT キーで決定する。	① DATA　　CAL. 1 KEY IN　　1.00 mg／ℓ
②　基準点の電位差をテンキーで 120と入力しENT キーで決定する。	② DATA　　CAL. 1 KEY IN　　120.0 mV
③　実用電位勾配をテンキーで－58と入力しENT キーで決定する。	③ DATA　　SLOPE 1 KEY IN　　－ 58.000 mV
4）　ROCKキーを押すことにより，イオンメータの電源を切っても初期設定がメモリされる。	注）ROCKキーを押さずに電源を切ると，初期設定値がクリアされてしまう。
〔標準液による校正〕	
1）　ION モードの測定状態にする。 （MODE, MEAS/ST-BY キーを操作）	2 : [ION]　　＊ 3AN ＊
2）　一点目（低濃度）の校正 ①　（1mgF^-／ℓ）標準溶液に電極を浸し，AUTO CAL キーを押す。	① MODE : ION　　CAL. 1 KEY IN　　1.00 mg／ℓ

操　　作	備　　考
② 一点目の濃度をテンキーで1と入力しENTキーで決定する。	② MODE : ION　CAL. 1 KEY IN　1.00 mg／ℓ
③ 画面上にWAITと1 POINT が点滅し，自動校正が開始される。	③ MODE : ION　CAL. 1 STABILITY　0.1 mV ／10 sec
④ ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯し1 POINT が点灯すれば，一点目の校正終了。	④ 2 : [ION]　＊ 3AN ＊ CAL : 1 P
3） 二点目（高濃度）の校正	
① （10mgF^-／ℓ）標準溶液に電極を浸し，続けて2回AUTO CALキーを押す。	① MODE : ION　CAL. 2 KEY IN　10.0 mg／ℓ
② 二点目の濃度をテンキーで10と入力しENTキーで決定する。	② MODE : ION　CAL. 2 KEY IN　10.0 mg／ℓ
③ 画面上にWAITと2 POINT が点滅し，自動校正が開始される。	③ MODE : ION　CAL. 2 STABILITY　0.1 mV ／10 sec
④ ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯し 1,2 POINT が点灯すれば，二点目の校正終了。	④ 2 : [ION]　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P
〔自動読み取り測定〕	
1） ION モードの測定状態を確認する。 （MODE, MEAS/ST-BY キーを操作）	2 : [ION]　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P
2） 試料へ電極を浸し，AUTO READ キーを押すと，WAITが点滅し自動安定判別が開始される。	2 : [ION]　＊ 3AN ＊ STABILITY　0.1 mV ／10 sec
3） ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯して ST-BY が点灯し，測定値が表示及び出力される。	2 : [ION]　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P　- 00.000 mV
4） 測定値からB,G,を差し引き，標定値を得る。	

8．工程図


試　　料　（25mℓ＋蒸留水25mℓ・50mℓ）
100mℓ　ビーカ　（ポリエチレン）
液　調　整
緩衝液50mℓ
（pH６）
撹　　拌
１～２分間
電　位　測　定　（イオンメータ）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・21・CONDU・01 (1993)

排水中の導電率（２５℃）測定法

１．要　　旨

溶液の断面１㎠，長さ１㎝の液体が25℃でもつ電気抵抗をその溶液の比抵抗Ω㎝といいその逆数を導電率と呼びＳ／㎝で表わす。試料水の導電率を測定することによりイオンに解離している塩類のおよその量を知ることができる。

２．適用範囲および精度

導電率（μＳ／㎝）	セ　ル　定　数
100 以下	0.1
100 ～ 2000	1
2000 以上	10

３．器　　具

１）導電率計

２）温度計

４．安　　全

分析作業時は，ゴム手袋を着用し操作は，慎重に行う。

５．分析操作

操　　作	備　　考
１）あらかじめ導電率計の電源を入れて数分まつ。 ２）セルは水で２～３回洗ったのち，試料水で満たす。 ３）このセルを試料水で２～３回洗ったのち，試料水で満たす。 ４）試料水の温度を測定し，温度補償回路（導電率計に組み入れられたもの）を用い，補正し導電率を読みとる。測定値が±３％以内に一致するまで試料水を数回とりかえて測定を繰り返し，その導電率を求めμＳ／㎝（25℃）で表わす。 ５）測定用スイッチ。電源用スイッチを切る。セルは水中に保存する。	４）導電率は温度により変化し，１℃の上昇で約２％大になる。

6．解説および文献

セル定数の測定およびセルの検定

セル定数の測定またはセルの検定は，試料水を試験するたびに行う必要はないが，定期的にはかって，その数値を確かめなければならない。

(a) 塩化カリウム標準液：粉末にした塩化カリウムを 105℃で 2 時間乾燥して25℃で 3 μS／cmより小さい導電率の水を用いN／10溶液は，この塩化カリウム7.4365ｇを，N／100 溶液は0.7440ｇを水に溶かし，20±1℃で1 ℓとする。またN／1000溶液は，N／100溶液100mℓを水でうすめて1 ℓとする。これらの溶液は，ポリエチレンまたは硬質ガラスびんに密栓して保存する。

表1　塩化カリウム標準液の導電率

N	℃	μS／cm
1／10	0	7130
	18	11170
	25	12860
1／100	0	774
	18	1220
	25	1409
1／1000	25	147

(b) 試料方法；セル定数を測定またはセルを検定しようとする場合はセルを水で2～3回よく洗い，塩化カリウム標準液で2～3回洗ったのち塩化カリウム標準液を満たす。このセルを25±0.5 ℃に保ち，その導電率が±3％以内で一致するまで塩化カリウム標準液を数回とりかえてはかり，その値を表1の標準液と比較する。±3％以内で一致しないときは白金極面の白金黒を溶かして再び白金黒メッキをする必要がある。またセル定数を求めるときは次式により算出する。

$$J = \frac{L_{KCL} + L_{H2O}}{L_{XO}}$$

ここに，

J　：セル定数

L_{XO}　：測定したセル導電率（μS／cm）

L_{KCL}　：この温度における使用した塩化カリウム標準液の導電率（μS／cm）

L_{H2O}　：同じ温度における塩化カリウム標準液の調製に用いた水の導電率（μS／cm）

（文　献）

工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0102

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・38・HG・01 (1993)

排水中の水銀分析法

〔原子吸光法〕

1．要　旨

本法は，試料水に硫酸と過マンガン酸カリウムを加えて加熱し，有機水銀化合物を分解する。さらに過剰の過マンガン酸カリウムを塩酸ヒドロキシルアミンで還元し，つづいて還元剤（塩化第一すず）を加え，この溶液に通気して発生する水銀蒸気による原子吸光を波長253.7nm で測定し水銀を定量する。

2．適用範囲および精度

本法は，排水中にある 0.1μｇ／ℓ以上のHgを定量することができる。この場合の繰り返し分析精度は標準偏差パーセントで４～20％である。

3．試薬および器具

試薬

１）硫酸 H_2SO_4：硫酸（有害金属測定用）（１＋１）

２）過マンガン酸カリウム溶液 $KMnO_4$（５ｗ／ｖ％）：過マンガン酸カリウム（有害金属測定用）５ｇを水に溶かして 100mℓとする。

３）ペルオキソ二硫酸カリウム溶液　$K_2S_2O_8$（５ｗ／ｖ％）：ペルオキソ二硫酸カリウム（有害金属用）５ｇを水に溶かして 100mℓとする。

４）塩酸ヒドロキシルアミン溶液 $NH_2OH \cdot HC\ell$（20ｗ／ｖ％）：塩酸ヒドロキシルアミン（有害金属用）20ｇを水に溶かして 100mℓとする。

５）塩化第一すず溶液 $SnC\ell_2$（10ｗ／ｖ％）：塩化第一すず（二水塩）（有害金属測定用）10ｇに硫酸（有害金属測定用）３mℓを加え，淡白色になったら静かに水を加えて溶解させ全量を100 mℓとする。

６）水銀標準液（0.5 mgHg／mℓ）：塩化第二水銀 0.677ｇを水に溶かした後，１ℓのメスフラスコに入れ，水を標線まで加える。

７）水銀標準液（５μｇHg／mℓ）：水銀標準液（0.5 mgHg／mℓ）10mℓを１ℓのメスフラスコにとり，水を標線まで加える。

器具

１）平沼水銀濃度計（ＭＯＤＥＬ　ＨＧ－１）

①　測定方法　還元気化原子吸光法

②　光　　源　低圧水銀灯

③　受 光 器　光電管

④　検出感度　0.005 μｇ

4．安　全

１）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

２）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。
4）水銀濃度計による測定はフード内で行う。
5）過マンガン酸カリウム粉末は，みだりに強い刺激を与えたり，有機物や還元剤の混入に注意する。爆発，発熱の恐れがある。
6）吸収用の過マンガン酸カリウム溶液は使用のつど調製する。

5．分析操作

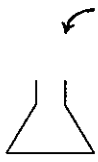
操　　作	備　　考
1）試料 100mlをコニカルビーカに分取し，硫酸（1＋1）20mlを加えて軽く撹拌する。	1）試料量は，定量範囲（0.05～1μg）に入るように分取する。
2）過マンガン酸カリウム溶液（5w／v％）を20ml加えた後，加温する。	2）煮沸しない様に静かに加温する。
3）液の紫色が消えた時，加熱を止め60℃以下に冷却後，過マンガン酸カリウム溶液（5w／v％）2mlを加え再び加熱し，過マンガン酸カリウムの色が約10分間残るようになるまで，これを繰り返す。	
4）ペルオキソ二硫酸カリウム溶液（5w／v％）10mlを加え，約95℃の水浴中に浸して2時間加熱する。	
5）液温を40℃以下に冷却後，過剰の過マンガン酸カリウムを塩酸ヒドロキシルアミン溶液（20w／v％を滴下しながら還元して室温に冷却する。	4）還元が完了すると液は透明になる。
6）250 mlメスフラスコに移しビーカを水でよく洗ってこれに加え水でメスアップする。この溶液を正確に 100ml分取し，硫酸（1＋1）5mlと塩化第一すず溶液（10w／v％）10mlを加え平沼水銀濃度計で測定する。	5）誤差を避けるために、硫酸と塩化第一すず溶液を加えた後、直ちに測定を行う。
7）あらかじめ作成した検量線から水銀量を求め，水銀の濃度を算出する。	
（平沼水銀濃度計の操作）	
ＰＯＷＥＲをＯＮにして，ＲＥＳＥＴボタンをＬＯＣＫし，安定するまで待つ。（安定するまでに普通30分以上，気温15℃以下の時は45分以上必要である。）	
安定したら次表に従って測定を行う。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・38・HG・01 (1993)

操作手順表

(A) ブランク合わせ			(B) 標準液目盛合わせ			(C) 試料測定		
		水 100mℓ ＋ 硫酸(1＋1) 5 mℓ			水 100mℓ ＋ 硫酸(1＋1) 5 mℓ ＋ 1 μg相当の水銀			水 100mℓ ＋ 硫酸(1＋1) 5 mℓ
操作手順番号	コックの位置	RESETボタンをLOCKする。	操作手順番号	コックの位置	ZERO ADJにて③のときの目盛に合わせる。	操作手順番号	コックの位置	ZERO ADJにて③のときの目盛に合わせる。
		×1レンジにする			還元剤（10mℓ）を加え，ただちにフィルタ付ゴム栓をする。			還元剤（10mℓ）を加え，ただちにフィルタ付ゴム栓をする。
①	P	還元剤（10mℓ）を加え，ただちにフィルタ付ゴム栓をする。	⑤	P		⑧	P	
					RESETボタンのLOCKをはずす。			RESETボタンのLOCKをはずす。
②	Cにする	約1分後，メーターの指針が安定したらZERO ADJにてメーターを0に合わせる。	⑥	Cにする	約1分後，メーターの指針が安定するのを待つ。	⑨	Cにする	約1分後，メーターの指針が安定するのをまつ。
					CALIBRATEにてメーターをフルスケール（1 μg）に合わせる。			メーターの指示値を読み，測定値を記録する。
③	Pにする	メーターが0以下になるのを確認する。このマイナス目盛を記録しておく。（注1） （B)(C）の0合わせはこの目盛に合わせる。	⑦	Eにする	RESETボタンをLOCKする。	⑩	Eにする	RESETボタンをLOCKする。
					メーターが0以下になるのを確認する。（注2）			メーターが0以下になるのを確認する。（注2）
④	Eにする	メーターが0以下になるのを確認する。			以下 CALIBRATEのツマミは動かさないように注意する。			以下⑧～⑨～⑩と同じような操作をして試料の測定をする。（注3）

◎ 希釈する水，及び試料の温度は20℃以上の一定条件で測定する。

注１……ブランクでメーターの０に合わせたのち，コック位置をＰにしたとき，メーターの指示が－５目以上の場合には次のことがらを調べる。
前試料の排出不足及び三角フラスコやフィルター付ゴム栓の汚れがないか。（もう一度ブランク合わせをする。）
水，硫酸，還元剤に水銀が含まれていないか。（使用する試薬は全て有害金属測定用を用いる。）

注２……ある程度排出したら，空の三角フラスコに取り変えると，早く排出することができる。

注３……再現性がとれない場合には，次のことがらを調べる。

・前試料の排出が不完全ではないか。
よく洗浄し乾燥した三角フラスコにフィルター付ゴム栓を装着し，コックをＥにした時のメーター指示とコックをＰにした時のメーター指示が一致しない時（コックをＥ　Ｐ　Ｃと各々10～20秒ぐらいおく。特に高濃度の試料を入れた場合には，この操作を繰り返す。）

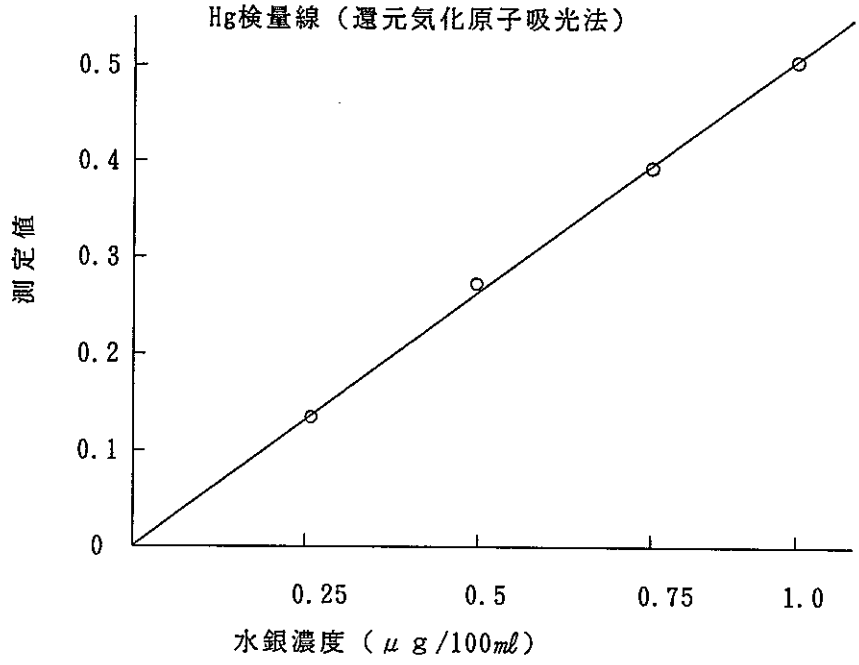
・試料が三角フラスコの壁に付いていて，水銀が還元されない状態ではないか。
還元剤を注入するときは，三角フラスコの内壁を洗うようにする。

・水蒸気が漏れていないか。
（フィルター付ゴム栓の装着が完全でない時。）
三角フラスコの首付近に傷があったり径の小さいもの，径のゆがんだものは使用しない。

6．計　　算

検量線の作成

水銀標準液（5 μgHg／mℓ）0～200 μℓを段階的にとり，分析操作1)～6)に従って操作し，水銀量と吸光度との関係線を作成する。

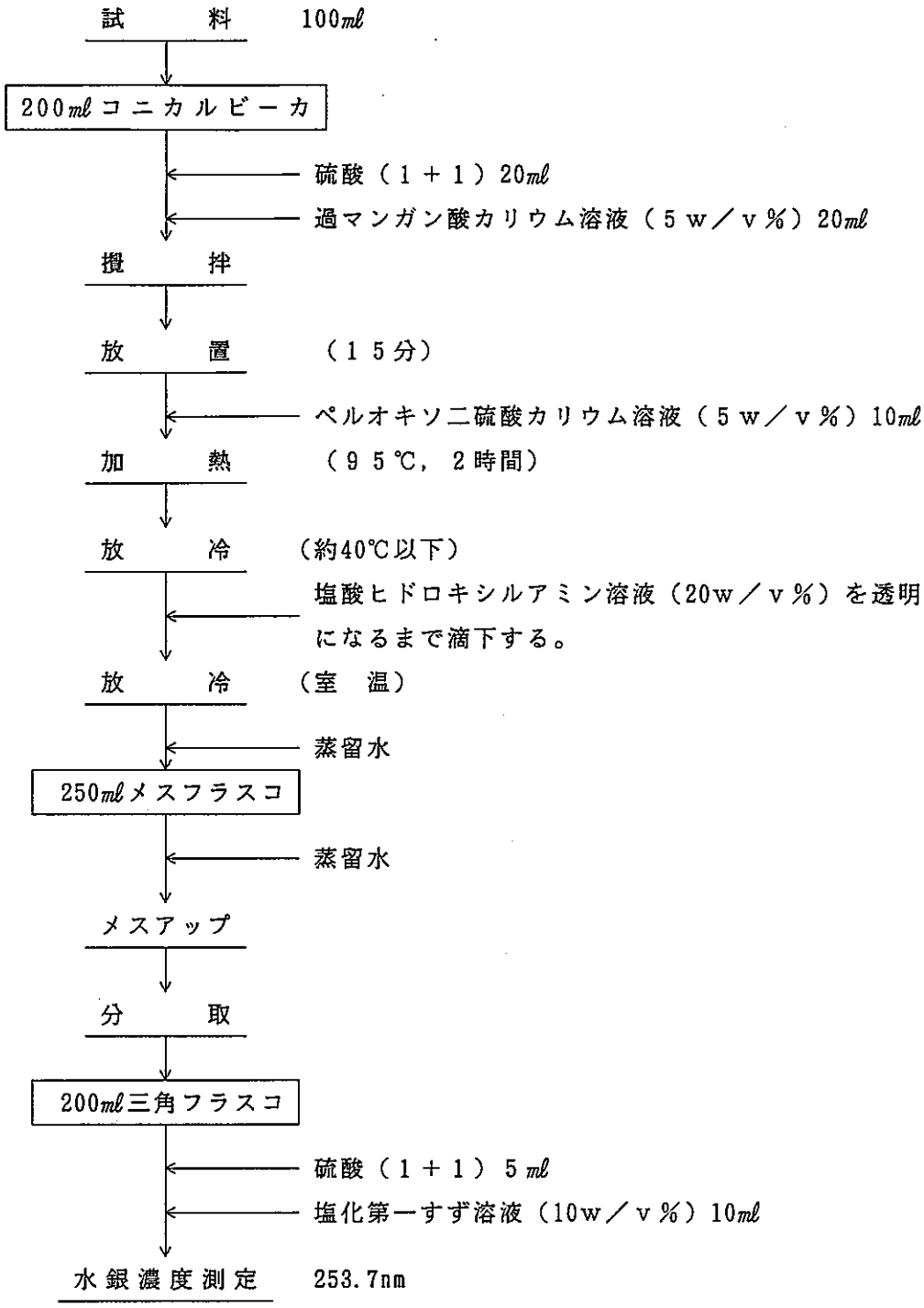


7．解説および文献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102

2）梅崎芳美，岩本和子：分析化学20，173（1971）

8．工程図


試　料　100mℓ
200mℓコニカルビーカ
硫酸（1＋1）20mℓ
過マンガン酸カリウム溶液（5w／v%）20mℓ
撹　拌
放　置　（15分）
ペルオキソ二硫酸カリウム溶液（5w／v%）10mℓ
加　熱　（95℃，2時間）
放　冷　（約40℃以下）
塩酸ヒドロキシルアミン溶液（20w／v%）を透明になるまで滴下する。
放　冷　（室　温）
蒸留水
250mℓメスフラスコ
蒸留水
メスアップ
分　取
200mℓ三角フラスコ
硫酸（1＋1）5mℓ
塩化第一すず溶液（10w／v%）10mℓ
水銀濃度測定　253.7nm

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・38・AS・01 (1993)

排水中のヒ素分析法

〔原子吸光フレーム法〕

1．要　旨

本法は，塩酸酸性の排水中のヒ素イオンを，塩化第一すずとヨウ化カリウムで3価に統一し，亜鉛粉末懸濁液を添加する。この時発生する水素化ヒ素を原子吸光光度計で定量する。

2．適用範囲および精度

本法のＡｓの定量範囲は 0.005～0.05mgで，繰り返し分析精度は，標準偏差パーセントで3～10％である。

3．試薬および器具

試薬

1）硝酸　HNO_3：濃硝酸

2）硫酸　H_2SO_4 ：硫酸（１＋１）

3）過マンガン酸カリウム溶液 $KMnO_4$ （0.3w／ｖ％）：過マンガン酸カリウム0.3ｇを水に溶かして 100mℓとする。

4）塩酸　HCℓ：塩酸（１＋１）

5）ヨウ化カリウム溶液 KI（20w／ｖ％）：ヨウ化カリウム20ｇを水に溶かして100mℓとする。

6）塩化第一すず溶液 $SnCℓ_2$（20w／ｖ％）：塩化第一すず20ｇを塩酸に溶かして100mℓとする。

7）亜鉛粉末 Zn ：亜鉛粉末約 100ｇに水約15mℓを加えて練る。硬さは，棒でかきまぜたとき棒のあとがなかなか消えず，しかもペースト表面が水による光沢が生じる程度。

8）塩化第二鉄溶液 $FeCℓ_3$（5w／ｖ％）：塩化第二鉄（六水塩）５ｇを塩酸５mℓに溶かし，水で100 mℓとする。

9）酢酸鉛飽和溶液 $Pb(CH_3CO_2)_2$：酢酸鉛10ｇに水25mℓを加える。

10）ヒ素標準液（0.1 mgAs／mℓ）：三酸化二ヒ素0.132 ｇを水酸化ナトリウム溶液(4w／ｖ％)２mℓに溶かした後，水を加えて約 500mℓとし，次に硫酸（１＋10）を加えて微酸性とする。これを１ℓメスフラスコに移し，水を標線まで加える。

器具

1）原子吸光光度計（日立 170－50形）

2）ヒ素測定付属装置（日立 508－0045形）

4．安　　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）フレームの点火および消火等の取扱いには十分注意する。

5）水素ガス使用後は必ずボンベの元栓を閉じ配管内の水素ガスは大気圧まで下げておく。

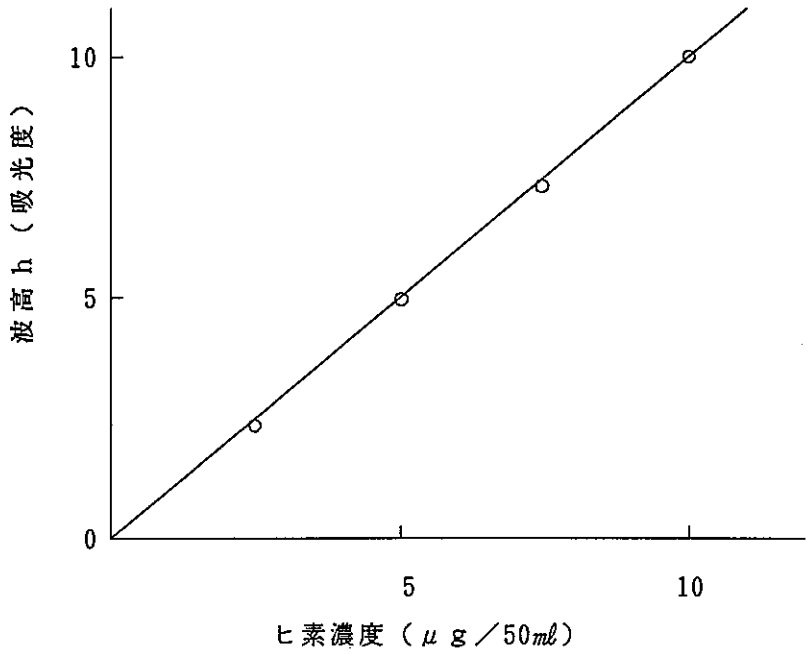
5．分析操作

操　　作	備　　考
（試料の前処理）	
1）試料の50mlを 100mlビーカにとり，硫酸(1＋1)1 ml，濃硝酸２mlを加え，更に過マンガン酸カリウム溶液(0.3w／ｖ％）を溶液が着色するまで滴下する。	1）試料量は定量範囲(0.005～0.05 mg／ℓ）に入るように分取すればよい。
2）サンドバス上で加熱し，硫酸の白煙が発生したら加熱をやめる。	2）硝酸が存在すると，水酸化ヒ素の発生が阻害されるので，十分に硫酸の白煙を発生させて硝酸を除去する。
3）放冷後，塩酸（１＋１）４mlを加え反応容器に移し，水を加え約20mlとする。	
4）ヨウ化カリウム溶液（20w／ｖ％）２ml，塩化第一すず溶液（20w／ｖ％）２ml，塩化第二鉄溶液（５w／ｖ％）１mlを加え，よく振り混ぜて約15分間放置する。	
（測定準備）	
5）U字管に幅30cm長さ10cmのガーゼをつめ酢酸鉛飽和溶液を約５mlしみ込ませる。	5）薄茶色に変色したら新しい酢酸鉛飽和溶液を湿す。
6）ガラス部品およびホルダーの各連絡部，摺動部にグリスを薄く塗る。	
7）前面中央部の支柱に導入管を，前面左側にU字管を取り付け，チューブを所定の長さに切り配管する。	7）図１，２を参照
8）水素化ヒ素発生装置と原子吸光分析装置を連結し，系内の空気をアルゴンで置換する。	
9）原子吸光光度計をセットアップする。	9）原子吸光光度計のマニュアル参照Ar-H_2 フレーム

操　　作	備　　考
	波長　193.7nm
10）パワースイッチをＯＮにし，反応容器に水28㎖及び回転子を入れ導入管を連結する。	
11）ホルダーを連結し，ホルダー先端の突起が水面に接する位置に調節する。	
12）スターラチェックボタンを押し，スターラつまみを調節し，反応容器内壁近辺で液面が十分盛り上がる様にする。	
13）浄化段階の時間を20～30秒，反応段階の時間を60～90秒に設定する。	
（測　定）	
14）前処理での反応容器を導入管に接続する。	
15）ホールダに亜鉛粉末ペーストを付ける。	15）亜鉛粉末中には，微量のヒ素が含まれているので，亜鉛粉末の添加量を一定にする。
16）亜鉛粉末ペーストを付けた部分が共栓部に隠れるようにホルダーのつまみを引き上げ，反応容器に装着する。	
17）ホルダーのつまみを押し下げ，ホルダー先端の突起先が液面にわずかに触れる位置で止める。	
18）スタートスイッチを上側に倒すと測定が進行する。	
19）空試験として，試料と同量の水をとり，1)～4)，10）～18）の操作を行い補正する。	
20）ヒ素標準液 0.5～10μｇAs当量を段階的にとり3)，4)，10)～18）の操作を行い検量線を作成する。	

6．計　　算

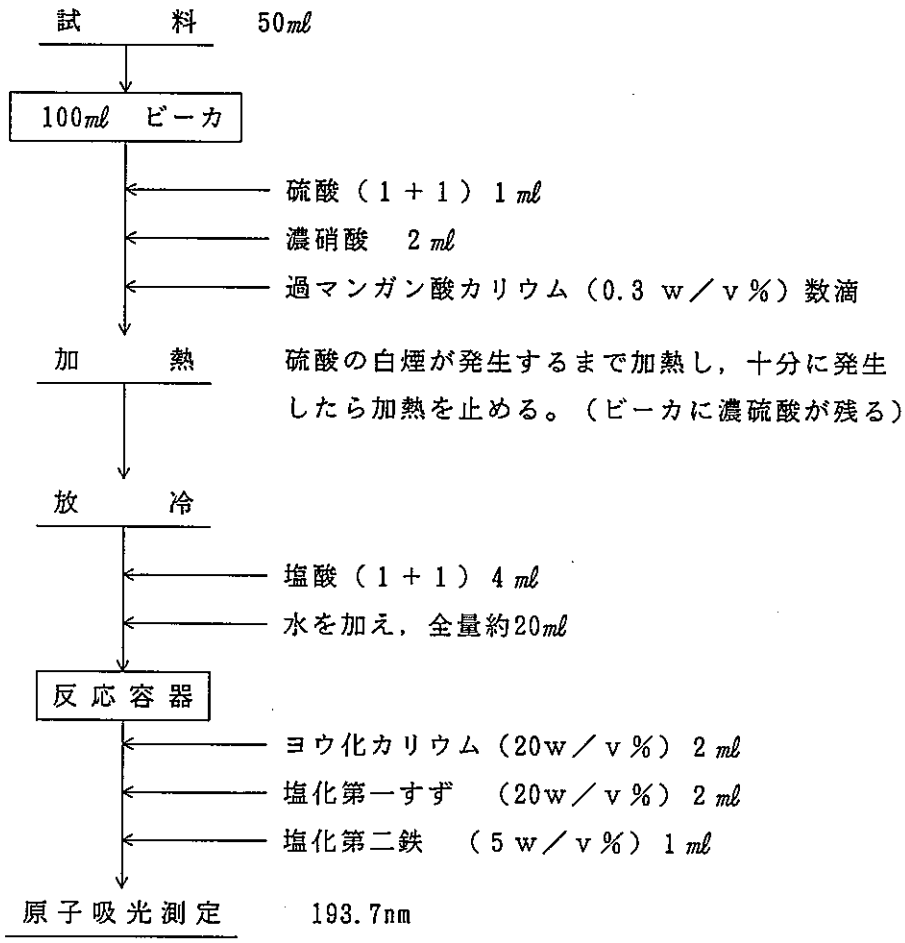
検出量の直線領域によって，ヒ素濃度を求める。



7．解説および文献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0102

8．工程図


試　料　50mℓ
100mℓ　ビーカ
硫酸（1＋1）1 mℓ
濃硝酸　2 mℓ
過マンガン酸カリウム（0.3 w／v％）数滴
加　熱
硫酸の白煙が発生するまで加熱し，十分に発生したら加熱を止める。（ビーカに濃硫酸が残る）
放　冷
塩酸（1＋1）4 mℓ
水を加え，全量約20mℓ
反応容器
ヨウ化カリウム（20w／v％）2 mℓ
塩化第一すず　（20w／v％）2 mℓ
塩化第二鉄　（5 w／v％）1 mℓ
原子吸光測定　193.7nm

9．その他

ヒ素測定付属装置

① タイマ（ＴＭ１）　：浄化時間の設定
② タイマ（ＴＭ２）　：反応時間の設定
③ パワースイッチ　：電源のＯＮ，ＯＦＦ
④ スタートスイッチ　：上側に倒すと測定開始　測定が終了したら下側にする。
⑤ プログラムランプ　：進行状態の表示　１が浄化，２が反応，３が掃引
⑥ スターラチェックボタン：押すとスターラが回転する。
⑦ スターラつまみ　：スターラの回転速度調節

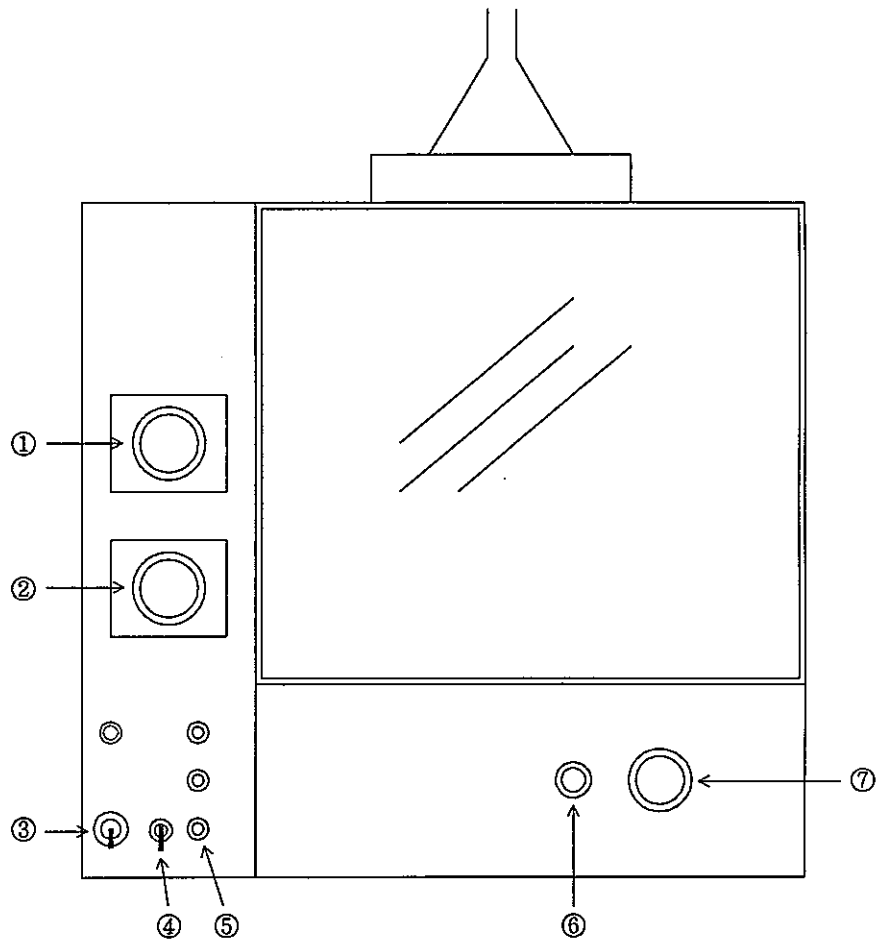


図　1　操作部

配　管

(1)　チューブを所定の長さに切り，図２に従って配管する。

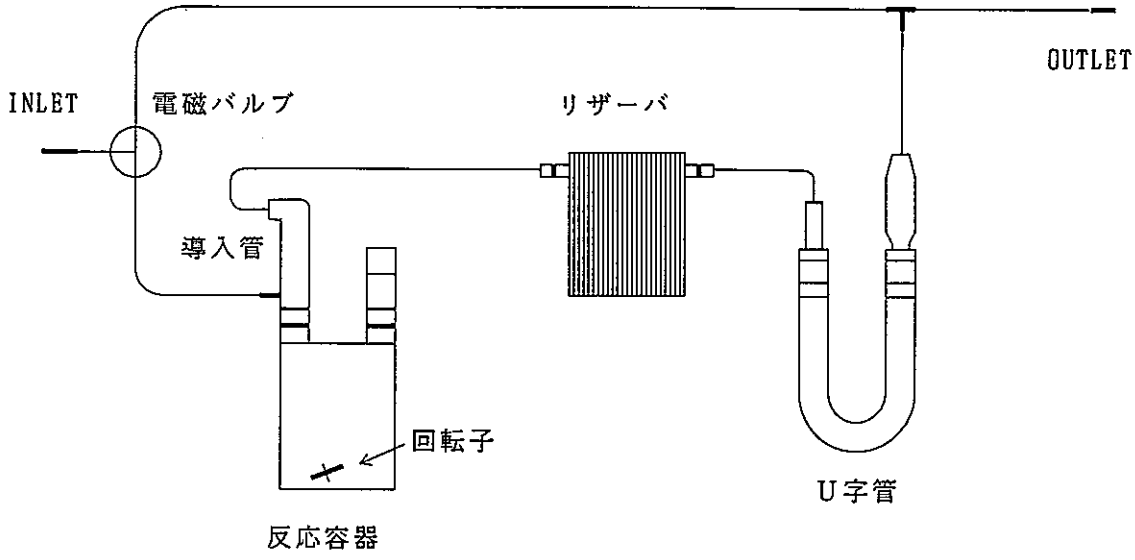


図２　内　部　配　管

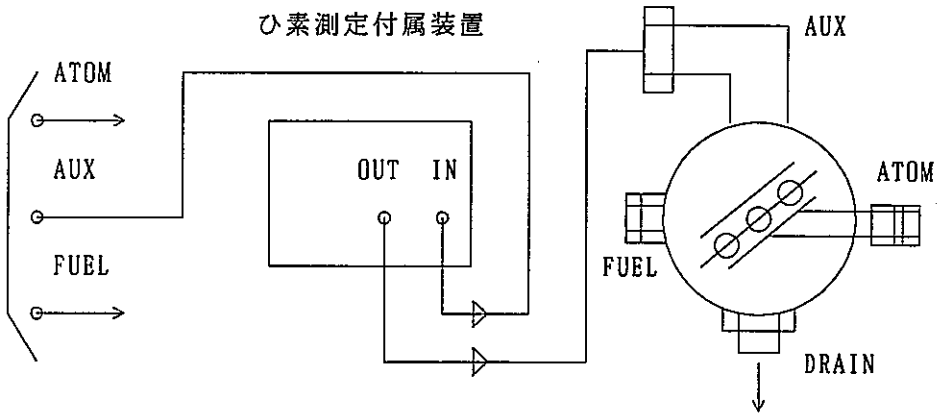


図３　外　部　配　管

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・32・CR・01（1993）

排水中の全クロム分析法

〔ジフェニルカルバジド法〕

1．要　旨

本法は，クロムイオンを過マンガン酸カリウムでクロム酸イオンに酸化したのち，ジフェニルカルバジドを作用させ，生成する赤紫の水溶液の吸光度を測定し定量する方法である。

2．適用範囲および分析精度

本法の全Ｃｒの定量範囲は 0.004～0.1 ㎎で，この場合の分析精度は繰り返し標準偏差パーセントで３～10％である。

3．試薬および装置

１）硫酸（１＋１）
２）濃硝酸
３）過塩素酸(60%)
４）過マンガン酸カリウム溶液（0.3 ｗ／ｖ％）：過マンガン酸カリウム（有害金属測定用）0.3ｇを水に溶かし100 ㎖とする。
５）亜硝酸ナトリウム溶液（２ｗ／ｖ％）：亜硝酸ナトリウム２ｇを水に溶かして 100㎖とする。この溶液は，使用のつど調製する。
６）尿素溶液（20ｗ／ｖ％）：尿素20ｇを水に溶かして 100㎖とする。
７）エタノール（95ｖ／ｖ％）
８）ジフェニルカルバジド溶液（１ｗ／ｖ％）：ジフェニルカルバジド 0.5ｇをアセトン25㎖に溶かし，水25㎖加える。この溶液の保存期間は，約１週間である。
９）クロム標準液（0.005 ㎎Cr／㎖）；重クロム酸カリウム1.42ｇを水に溶かしメスフラスコ１ℓに入れ，水を標線まで加える。この溶液10㎖をメスフラスコ１ℓに正しくとり，水を標線まで加える。
10）光電分光光度計

4．安　全

１）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意する。
２）必要に応じて保護メガネを着用する。
３）汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
４）エタノール（引火点13℃），アセトン（引火点－18℃）は引火する危険性が高いのでみだりに火気に近づけてはならない。

5）過マンガン酸カリウム，重クロム酸カリウムの取扱いにあたっては，みだりに有機物および還元剤と混合をしてはならない。爆発，発熱の可能性がある。

5．分析操作

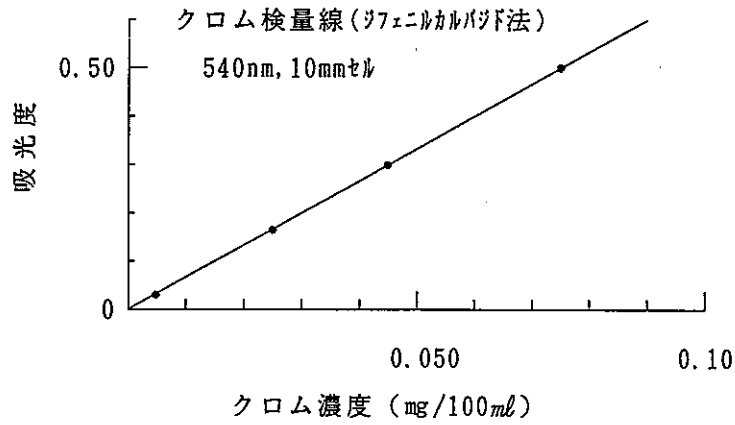
操　　作	備　　考
1）試料 500mℓをコニカルビーカーに分取し，濃硝酸10mℓを加え蒸発乾固する。	1）試料は定量範囲に入るように分取する。1)～5)の操作は保護メガネ等を着用し，フードの開口面は10cm以内とすること。
2）残留有機物が多い試料は，放冷後再び濃硝酸10mℓを加え蒸発乾固する。	2）洗濯廃水等特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行って大部分の有機物を分解すること。
3）放冷後，必要に応じて濃硝酸を加え再溶解したのち過塩素酸を数滴(0.5mℓ以下）を加え，ビーカーに時計皿をして加熱する。 4）過塩素酸白煙が生じたら，直ちに時計皿をはずして蒸発乾固する。 5）有機物が残っている場合は，3)，4)の操作を繰り返し行い有機物を完全に分解する。	3）3)，4)，5)の操作は，硝酸による有機物分解で処理できなかった試料について行う。過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴下すること。また 0.5mℓ以上加えないこと。
6）放冷後，硫酸(1＋1) 1.5mℓを加え加温溶解する。 7）放冷後，コニカルビーカー 200mℓに水で洗浄し，全量が約50mℓになるように移す。	6）硫酸白煙の発生にあたっては強熱をしてはならない。
8）エタノールを数滴加え，加熱し数分間煮沸し，全量が30～40mℓになるまで濃縮し，放冷する。 9）過マンガン酸カリウム溶液を数滴加え，加熱して過マンガン酸の微紅色が消えたならば，更に滴下し，5分間煮沸し，微紅色が残るまでこの操作をくり返す。 10）放冷後，尿素溶液（20w／v％）20mℓを加え，激しく撹拌しながら亜硝酸ナトリウム溶液(2w／v％)を滴下して過剰の過マンガン酸を分解する。	8）クロム酸を還元してクロムイオンとするためで，クロム酸量に合せ用いるエタノール量を加減する。

操　　作	備　　考
11) メスフラスコ 100mℓに移し，少量の水で数回洗浄し，洗液もメスフラスコに移す。	
12) 液温を15℃にし，ジェフェニルカルバジド溶液（1w／v%）2mℓを加え直ちに振り混ぜ，さらに水を標線まで加えて振り混ぜ，5分間放置後，吸収セル（10mm）に移す。	12) 液温は発色に非常に影響する。約15℃が最適である。
13) 直ちに波長 540nmで吸光度測定し，あらかじめ作成した検量線からクロム量を求め濃度（mg／ℓ）を算出する。	13) 吸光度は2～3分後で最高となり徐々に減少するが，5～15分間はあまり変化しない。また，発色後は光線からしゃ断すれば安定である。

6．計　　算

検量線の作成

クロム標準液（0.005 mgCr／mℓ）0～20mℓを段階的にとり，以下分析操作9）～13）に従って操作しクロム量と吸光度との関係線を作成する。



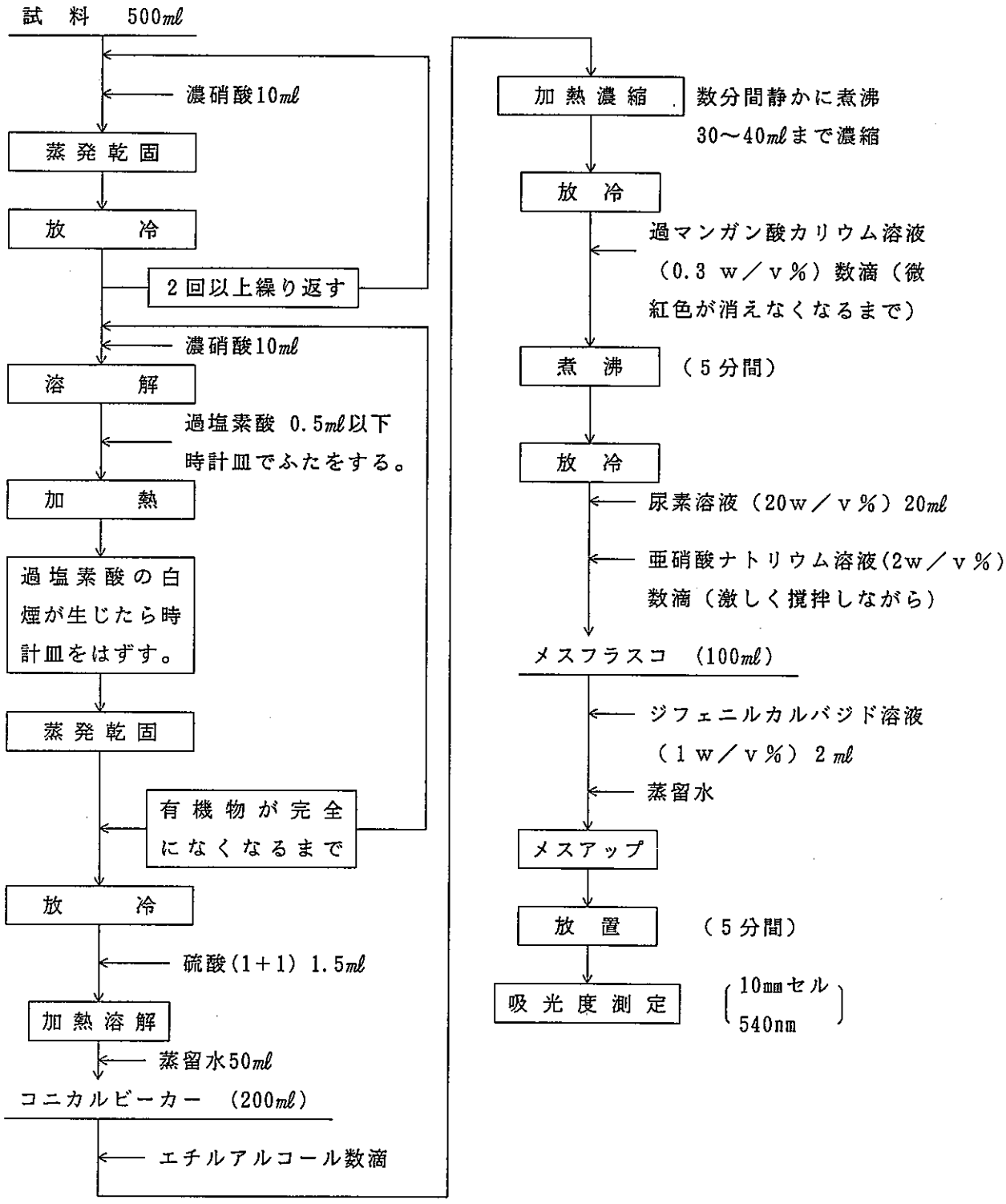
7．解説および文献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0102

2）工業用水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0101

3）E.B.Sandell. "Colorimetric Determination of Traces of Metals." 3rd. ed., p. 392, Interscience Publ. (1959)

8．工程図


試　料　500mℓ
濃硝酸10mℓ
蒸発乾固
放　冷
2回以上繰り返す
濃硝酸10mℓ
溶　解
過塩素酸 0.5mℓ以下
時計皿でふたをする。
加　熱
過塩素酸の白煙が生じたら時計皿をはずす。
蒸発乾固
有機物が完全になくなるまで
放　冷
硫酸(1＋1) 1.5mℓ
加熱溶解
蒸留水50mℓ
コニカルビーカー　(200mℓ)
エチルアルコール数滴
加熱濃縮
数分間静かに煮沸
30～40mℓまで濃縮
放　冷
過マンガン酸カリウム溶液
(0.3 w／v％) 数滴（微紅色が消えなくなるまで）
煮　沸
(5分間)
放　冷
尿素溶液（20w／v％）20mℓ
亜硝酸ナトリウム溶液(2w／v％)
数滴（激しく撹拌しながら）
メスフラスコ　(100mℓ)
ジフェニルカルバジド溶液
(1w／v％) 2mℓ
蒸留水
メスアップ
放　置
(5分間)
吸光度測定
10mmセル
540nm

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・32・CR(6)・01 (1993)

排水中のクロム酸〔Ｃｒ（Ⅵ）〕分析法

〔ジフェニルカルバジド法〕

1．要　旨

本法は，クロム酸イオンにジフェニルカルバジドを作用させて生成する赤紫の水溶液の吸光度を測定して定量する方法である。

2．適用範囲および分析精度

本法のＣｒ（Ⅵ）の定量範囲は 0.004～0.1 ㎎で，この場合の繰り返しの分析精度は標準偏差パーセントで３～10％である。

3．試薬および装置

１）硫酸（１＋１）

２）エタノール（95ｖ／ｖ％）

３）ジフェニルカルバジド溶液（１ｗ／ｖ％）；ジフェニルカルバジド 0.5ｇをアセトン25㎖に溶かし，水25㎖を加える。この溶液の保存期間は，約１週間である。

４）クロム標準液（0.005 ㎎Cr／㎖）；重クロム酸カリウム1.42ｇを水に溶かし，メスフラスコ１ℓに入れ，水を標線まで加える。この溶液10㎖をメスフラスコ１ℓに正しくとり，水を標線まで加える。この溶液１㎖は，クロム（ＣｒⅥ） 0.005㎖を含む。

５）光度計；光電分光光度計

4．安　全

１）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。

２）必要に応じて保護メガネを着用する。

３）汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

４）エタノールは，引火点が13℃で引火する危険性が高いのでみだりに火気を近づけるようなことを行ってはならない。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・32・CR(6)・01（1993）

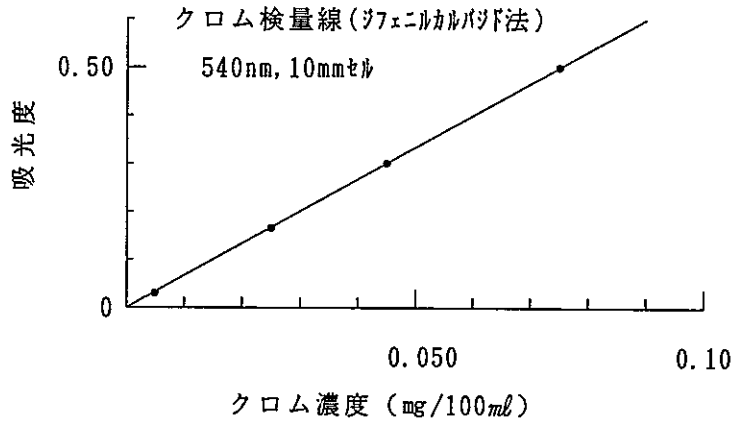
5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料50mℓをメスフラスコにとり，硫酸（1＋1）1.5 mℓを加えてまぜ，液温を15℃にする。	1）試料が着色していたり，酸性にしたとき還元作用する物質が含まれているものは定量できない。 また試料量は定量範囲(0.004～0.1 mg）に入るよう分取すれば良い。
2）これにジェフェニルカルバジド溶液(1w／v％) 2 mℓを加え直ちに振りまぜ，水を標線まで加えて混ぜ，5分間後にその一部を吸収セル（10mm）に移す。	
3）別のビーカー 200mℓに操作 1）で分取した試料の同量をとり，硫酸(1＋1) 1.5mℓを加え，エタノール（95v／v％）少量を加え，煮沸してクロム酸を還元する。	
4）液温を15℃に冷却し，メスフラスコ 100mℓに移し入れ，これにジフェニルカルバジド溶液(1w／v％) 2 mℓと水を標線まで加えてよく振り混ぜ，5分後にその一部を吸収セル（10mm）に移す。	
5）この溶液を対照液として先に発色させた溶液の吸光度を波長 540nm付近で測定し，あらかじめ作成した検量線からクロム酸量を求め，クロム酸のmg／ℓを算出する。	5）吸光度は発色後2～3分後で最高となり徐々に減少するが，5～15分ぐらいはあまり変化しない。また発色後は光線からしゃ断すれば安定である。

6．計　　算

検量線の作成

クロム標準液（0.005 mgCr／mℓ）0～10mℓを段階的にとり，以下の分析操作1）～5）に従って操作し，クロム量と吸光度との関係線を作成する。



7．文　　献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ 0102

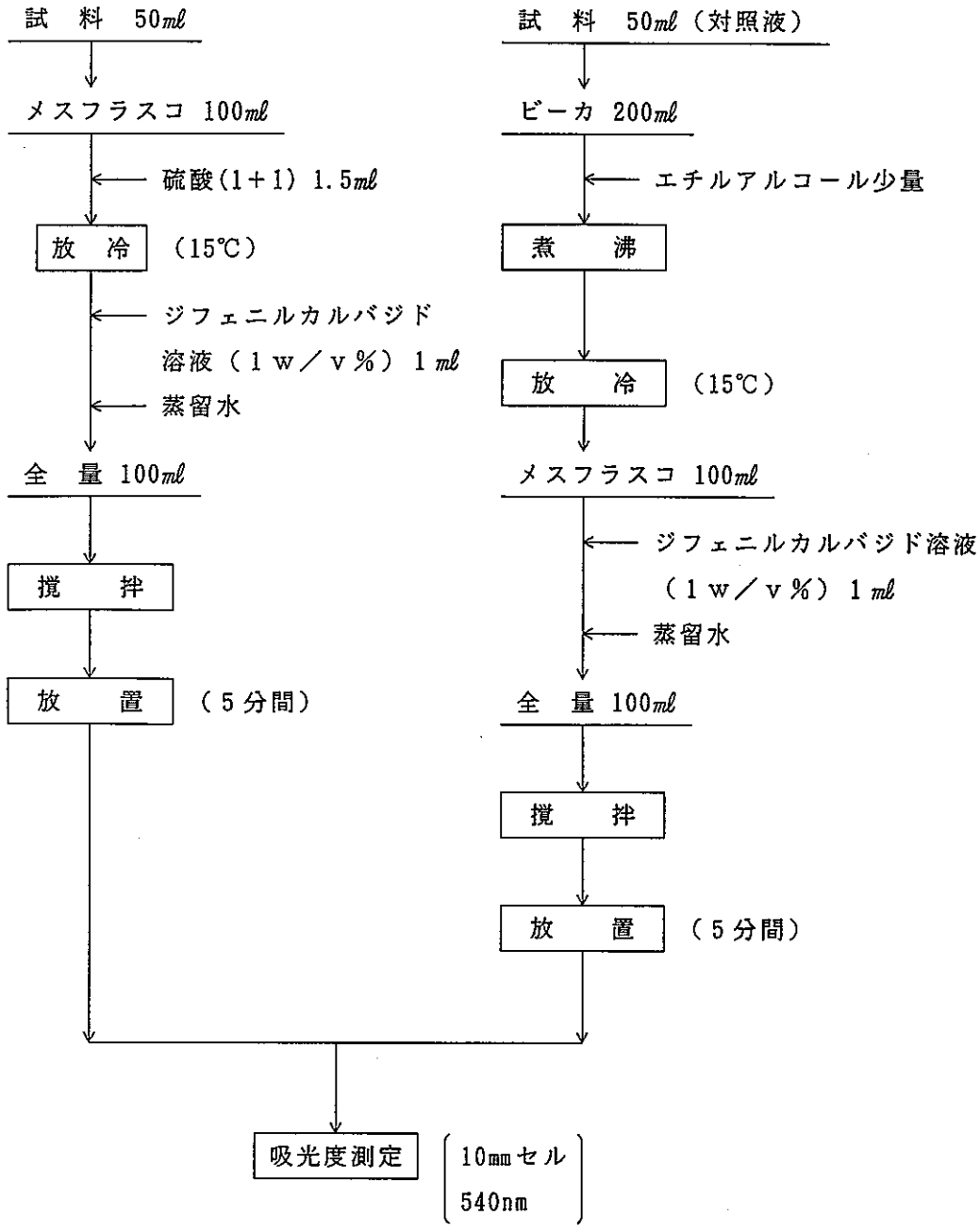
2）水の分析　日本分析学会北海道支部

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・32・CR(6)・01 (1993)

8．工程図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・24・CN・01 (1993)

排水中のシアン分析法
〔イオン電極法〕

1．要　旨

本法は，試料水中のシアンイオンを酸性蒸留によって，シアン化水素を留出させ，アルカリ溶液に補集する。

これをシアンイオン選択性電極で電位を測定し，シアン濃度を定量する。

2．適用範囲および精度

本法のCN^-の定量範囲は，0.01～ 100mg／ℓで，この場合の繰り返し分析精度は標準偏差パーセントで５～20％である。

3．試薬および器具

１）試　薬

(1) フェノールフタレイン溶液　$C_{20}H_{16}O_4$（０．１w／ｖ％）：
フェノールフタレイン0.05ｇをエタノール（95 w/v%）50 mℓに溶かす。

(2) 水酸化ナトリウム溶液　ＮａＯＨ　（２w／ｖ％）：
水酸化ナトリウム２ｇを水に溶かし100mℓとする。

(3) ＥＤＴＡ溶液　$C_{10}H_{14}N_2O_8 2Na \cdot 2H_2O$　（１０w／ｖ％）：
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（二水塩）10ｇを水に溶かし，水酸化ナトリウム溶液(2 w/v%)で微アルカリ性とした後，水で100mℓとする。

(4) リン酸　H_3PO_4

(5) アミド硫酸アンモニウム溶液　$NH_4OSO_2NH_2$（１０w／ｖ％）：
アミド硫酸硫酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ10ｇを水に溶かして100mℓとする。（別名ｽﾙﾌｧﾐﾝ酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ）

(6) 0.１Ｍ硝酸銀溶液　$AgNO_3$：
硝酸銀17ｇを水に溶かし，かっ色の１ℓメスフラスコに取り，水を標線まで加える。

なお，この溶液は次のようにして標定し，ファクターを決める。

塩化ナトリウム（標準試薬）を500～650℃で40～50分間加熱し，デシケータ中で放冷した後，1.461ｇを取り，水に溶かして250mℓメスフラスコに入れ，水を標線まで加える。この溶液25mℓをピペットを用いてビーカに取り，約25mℓの水及び5mℓのデキストリン溶液(2w/v%)を加え，フルオレセインナトリウム溶液(0.2 w/v%)を３滴指示薬として加え，0.１Ｎ硝酸銀溶液で滴定する。（黄緑色→赤色）

滴定に要した0.１Ｎ硝酸銀溶液のmℓ数（Ｘ）から，次式によってファクター（Ｆ）を算出する。

$$F = 25 / X$$

(7) シアンイオン標準液（1mgCN⁻／mℓ）：
シアン化カリウム 504mgを少量の水に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（2w/v%）2.0mℓを加え，水で 200mℓとする。この溶液は，使用時に調整する。

なお，この溶液は次のようにして標定し，ファクターを決める。
この溶液100mℓを三角フラスコに分取し，Ｐ－ジメチルアミノベンジリデンロダニンのアセトン溶液(0.02w/v%)を指示薬として0.5 mℓを加え，（試薬６）で標定した硝酸銀標準溶液で滴定（黄色→赤色）する。

滴定に要した 0.1N硝酸銀溶液のmℓ数（ａ）から次式により，シアン化物イオン標準液の濃度（mg CN⁻/mℓ）を算出する。

$$CN^-\ (mg/m\ell) = a \times F \times 5.204 \times 1 / 100$$

F ： 0.１N硝酸銀溶液のファクター
5.204 ： 0.1mol／ℓ硝酸銀溶液１mℓのシアン化物イオン相当量（mg）

(8) シアンイオン標準溶液（１mgCN⁻／ℓ）：
シアンイオン標準液（１mgCN⁻／mℓ） 0.1mℓを100mℓメスフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液(2w/v%) を標線まで加える。使用時に調整する。

(9) シアンイオン標準溶液（0.1 mgCN⁻／ℓ）：
シアンイオン標準液（１mgCN⁻／ℓ）10mℓを100mℓメスフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液(2w/v%) を標線まで加える。使用時に調整する。

２）器具

(1)	蒸留装置	：	図１参照
(2)	電位測定メータ	：	電気化学計器 ＩＯＬ－５０型
(3)	シアンイオン選択性電極	：	電気化学計器 7000-0.65W型（非結晶固体膜）
(4)	比較電極	：	電気化学計器 4400-0.65C型（内部液無補給型）
			4083-0.65C型（ ﾀﾞﾌﾞﾙ ｼﾞｬﾝｸｼｮﾝ型）
(5)	液温度プローブ	：	電気化学計器 3051-0.65S型

４．安　全

１）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
２）必要に応じて保護メガネを着用する。
３）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。
４）蒸留中，シアン化ガスの吸入等のないよう，ドラフト内で行う。

5．解説および文献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102
2）イオン電極方法通則　ＪＩＳ　Ｋ　0122
3）イオンメータＩＬＯ－５０アプリケーションブック

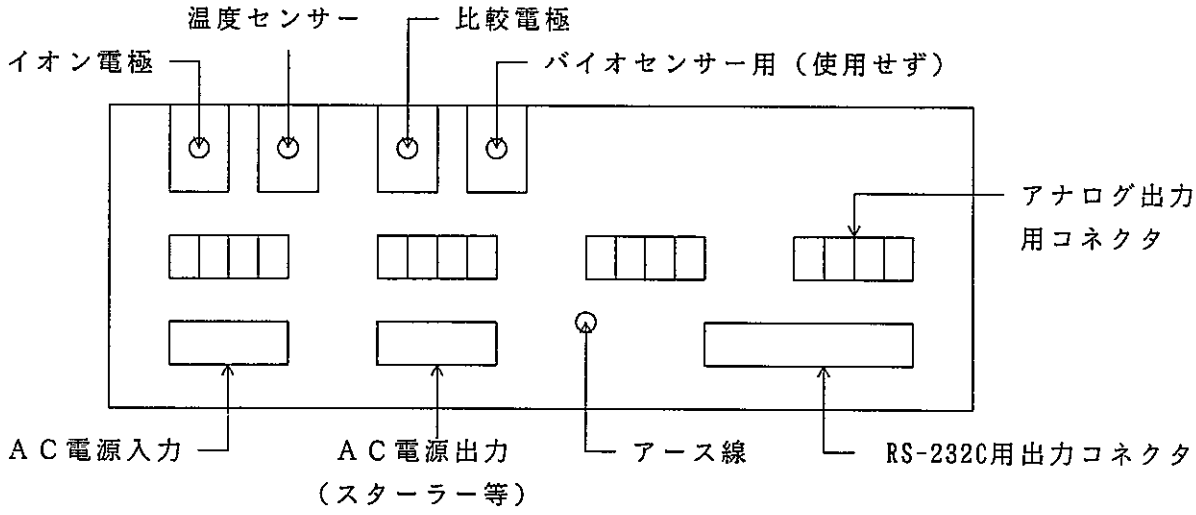
6．分析操作

1）　電極の準備及び保守

	シアン電極（非結晶固体膜）	比較電極（内部液無補給型）
使用開始前	素子面を拭いてからシアン標準溶液に１０分程浸しておく。	電極先端部に付着している塩化カリウムを水で洗い流せば使用できる。
１週間以内保　存	純水で洗い，薄い標準液に浸しておく。	純水中に浸しておく。
１週間以上保　存	純水で洗った後，良く拭いてから乾燥させ，空気中で保管する。	ビニールキャップに水を含ませた脱脂綿を入れ，先端部にかぶせておく。
再　生	目の細かいサンドペーパーを水で湿らし軽く均一に研磨する。その後，純水で洗い乾燥させる。	中性洗剤や１Ｍ程度の塩酸等で洗浄した後，飽和の塩化カリウム溶液につけておく。（乾燥させないこと。）

2）電位測定メータへの接続

下図に従い電源及び電極を接続する。



6．分析操作

操　　作	備　　考
（蒸留操作） 1）　試料 500mℓをコニカルビーカに分取し，指示薬としてフェノールフタレイン溶液（0.1 w/v%）を数滴加える。	1）　定量範囲（10^{-2}～10^{2}mg/ℓ）に入るように分取する。
2）　リン酸又は水酸化ナトリウム溶液（2w/v%）で中和した後，沸騰石と共に蒸留フラスコへ移す。	2）　約ｐＨ７程度とする。
═══（蒸留装置のセッティング）═══	
3）　アミド酸アンモニウム溶液（ 10 w/v%）１mℓを注入ロートから加える。 （ NO_2^-イオン 35 mgに相当する。）	3）　亜硝酸イオンを含有する恐れがある場合に添加する。 （別名ｽﾙﾌｧﾐﾝ酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ）
4）　メスカップへ水酸化ナトリウム溶液（2w/v%）20mℓを入れる。	
5）　注入ロートからリン酸を10mℓ入れた後，ＥＤＴＡ溶液（10ｗ／ｖ％）10mℓを加え，注入ロートを水で洗浄する。	5）　重金属類を含まない排水の場合には，ＥＤＴＡ溶液の添加を省略してもよい。
6）　撹拌し数分間放置後，蒸留フラスコを加熱し，毎分２～３mℓの留出速度で蒸留する。	6）　逆流止めの先端は常に液面下約15㎜に保つ。
7）　メスカップの液量が，約80mℓとなったら蒸留をやめ，冷却管をはずし，管の内側を少量の水で洗い，洗液は受器中に加える。	
8）　この液を 100mℓメスフラスコに移し水を標線まで加える。次にこの液を 100mℓビーカに移しイオンメータで電位を測定し濃度を求める。	
Ｂ．Ｇ試料も同様の操作を行う。	

操　　作	備　　考
(電位測定操作) イオンメータの電源を入れ1時間程ウォーミングアップをする。	
〔初期設定〕 1) ION モードのスタンバイ状態にする。 (MODE, MEAS/ST-BY キーを操作)	画面表示 2 : [ION] * 3AN *
2) 標準液の単位をmg／ℓに設定する。 単位が違っている場合は, UNITキーで切替えてENT キーで決定する。 (MANU CAL, UNIT, ENT キーを操作)	DATA UNIT PUSH UNIT mg／ℓ
3) 初期設定値を入力する。 ① 基準点の濃度をテンキーで1と入力しENTキーで決定する。	① DATA CAL. 1 KEY IN 1.00 mg／ℓ
② 基準点の電位差をテンキーで-100と入力しENT キーで決定する。	② DATA CAL. 1 KEY IN − 100.0 mV
③ 実用電位勾配をテンキーで -59と入力しENT キーで決定する。	③ DATA SLOPE 1 KEY IN − 59.000 mV
〔標準液による校正〕	
1) ION モードの測定状態にする。 (MODE, MEAS/ST-BY キーを操作)	2 : [ION] * 3AN *
2) 一点目（低濃度）の校正 ① 0.1 mgCN⁻／ℓ標準溶液に電極を浸し, AUTO CALキーを押す。	① MODE : ION CAL. 1 KEY IN 0.10 mg／ℓ
② 一点目の濃度をテンキーで 0.1と入力しENTキーで決定する。	② MODE : ION CAL. 1 KEY IN 0.10 mg／ℓ

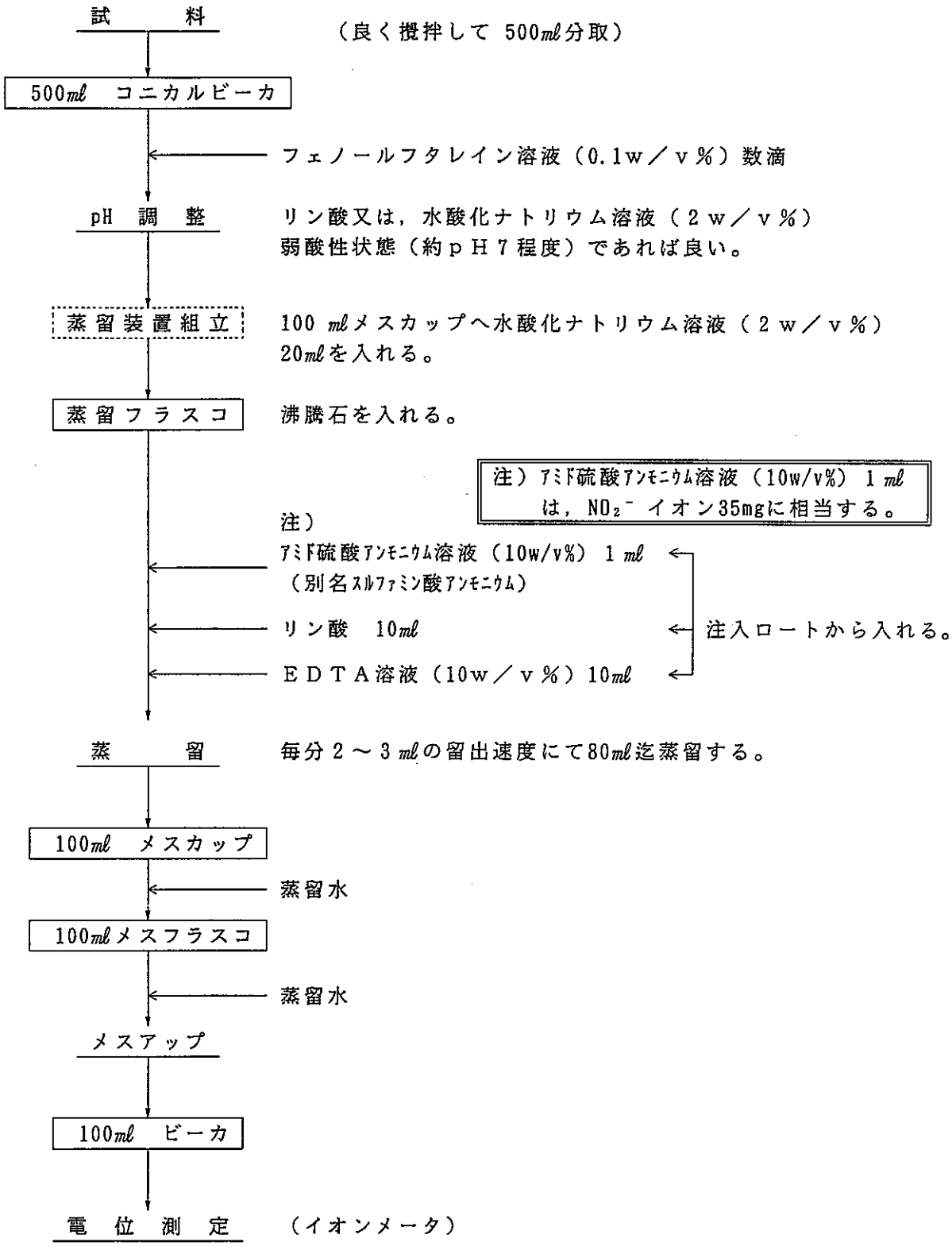
操　　作	備　　考
③　画面上にWAITと1 POINT が点滅し，自動校正が開始される。	③ MODE : ION　　CAL. 1 STABILITY　　0.1 mV ／10 sec
④　ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯し1 POINT が点灯すれば，一点目の校正終了。	④ 2 : [ION]　　＊ 3AN ＊ CAL : 1 P
3）　二点目（高濃度）の校正	
①　1 mgCN⁻／ℓ標準溶液に電極を浸し，続けて2回AUTO CALキーを押す。	① MODE : ION　　CAL. 2 KEY IN　　1.00 mg／ℓ
②　二点目の濃度をテンキーで1と入力しENTキーで決定する。	② MODE : ION　　CAL. 2 KEY IN　　1.00 mg／ℓ
③　画面上にWAITと2 POINT が点滅し，自動校正が開始される。	③ MODE : ION　　CAL. 2 STABILITY　　0.1 mV ／10 sec
④　ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯し 1,2 POINT が点灯すれば，二点目の校正終了。	④ 2 : [ION]　　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P
〔自動読み取り測定〕	画面表示
1）　ION モードの測定状態を確認する。 （MODE，MEAS/ST-BY キーを操作）	2 : [ION]　　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P
2）　試料へ電極を浸し，AUTO READ キーを押すと，WAITが点滅し自動安定判別が開始される。	2 : [ION]　　＊ 3AN ＊ STABILITY　　0.1 mV ／10 sec
3）　ブザーが3回鳴った後，WAITが消灯して ST-BY が点灯し，測定値が表示及び出力される。	2 : [ION]　　＊ 3AN ＊ CAL : 2 P　　- 00.000 mV
4）　500 mℓの試料を蒸留した場合は，測定値の1/5が標定値となる。	標定値＝（測定値－ B.G値）／5

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・24・CN・01 (1993)

7．工　程　図



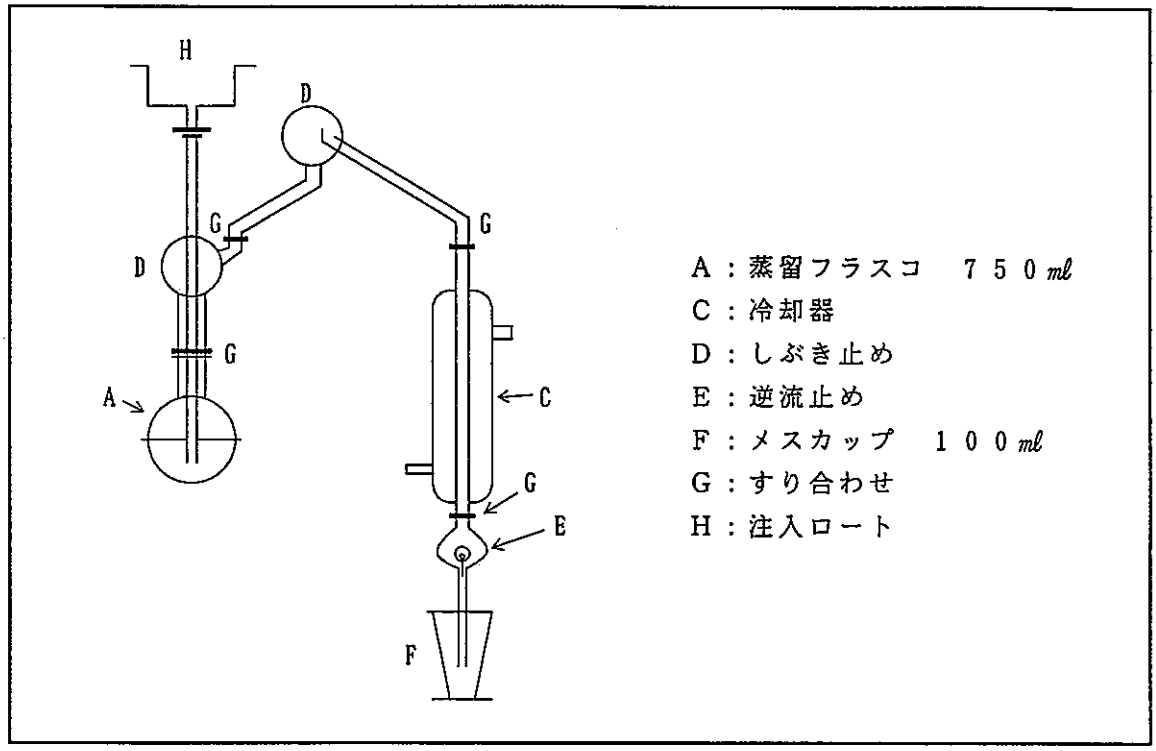

H
D
G
G
D
G
A
C
G
E
F
A：蒸留フラスコ　７５０ml
C：冷却器
D：しぶき止め
E：逆流止め
F：メスカップ　１００ml
G：すり合わせ
H：注入ロート

図1　蒸　留　装　置

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・38・Pb・01（1993）

排水中の鉛分析法

〔原子吸光フレームレス法〕

1．要　旨

本法は，排水試料をアルゴン雰囲気中のカーボングラファイトキューベット中に直接注入し，ジュール熱を利用して原子化を行い原子吸光分析装置を用いて鉛を定量する。

2．適用範囲および精度

本法のPbの定量範囲は1～20mg／ℓで，この場合の繰り返し分析精度は標準偏差パーセントで2～10％である。

3．試薬および器具

試薬

1）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸（1＋13）

2）鉛標準液（0.1mgPb／mℓ）：鉛（99.9％以上）0.100gをとり，硝酸（1＋10）50mℓを加えて溶かし，煮沸して窒素酸化物を除去し，放冷後，1ℓメスフラスコに入れて硝酸（1＋1）5mℓを加え，水を標線まで加える。

3）鉛標準液（0.01mgPb／mℓ）：鉛標準液（0.1mgPb／mℓ）10mℓを 100mℓメスフラスコにとり，硝酸（1＋1）5mℓを加え，水を標線まで加える。

器具

1）原子吸光光度計（日立 170-50 形）

2）フレームレスアトマイザー（日立 GA-2 形）

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意する。

2）必要に応じて保護メガネを着用する。

3）分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10cm）とする。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・38・Pb・01（1993）

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）試料をかきまぜ 100mℓビーカに分取する。	1）懸濁物質がある場合，マグネチックスターラでかきまぜ均一にする。試料量は定量範囲に入るように分取する。1)～3)の操作は保護メガネを着用しフードの開口面は10cm以内とする。
2）分取した試料に濃硝酸10mℓを加え蒸発乾固する。	
3）残留有機物が多い試料は，放冷後再び濃硝酸を加え蒸発乾固する。	3）洗濯廃水等特に有機物の多い試料については，この操作を2回以上行い，大部分の有機物を分解する。
4）放冷後，硝酸（1＋13）10mℓを加え，加温溶解する。	
5）放冷後，100mℓメスフラスコに水で洗浄し，全量が 100mℓとなるように移す。	6）① 測定はピーク測定なので，RESPONSEつまみは最小にする
6）検量線法若しくは，標準添加法により原子吸光フレームレス法で測定する。	② 測定条件
7）全操作について空試験を行い，結果を補正する。	③ 原子吸光光度計，フレームレスアトマイザー取り扱いを参照する。

波長:283.3(nm)	スリット:2		
Ar Gas Flow : 2.0 ℓ/min			
	DRY	ASH	ATOM
電流(A)	22	70	240
時間(SEC)	30	30	7.5

6．計　算

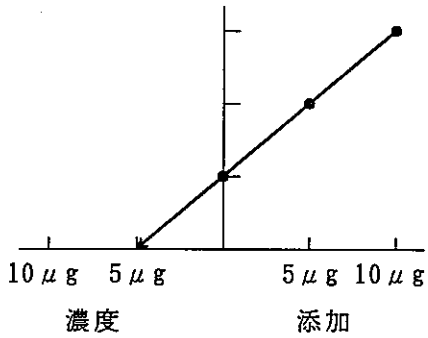
6－1　検量線作成

鉛標準液（0.01mgPb／mℓ）　0.5～2.0 mℓを段階的にとり4)～6)の操作を行い，濃度を横軸に吸光度を縦軸にとってグラフ上にプロットして作成する。

6－2　標準添加法

測定試料3サンプル中2サンプルに，鉛標準液（例えば，5μg，10μg等）を添加し，それぞれの吸光度を測定し，グラフ上にプロットし外挿で濃度を求める。ただし，添加量についてはそのつど試料状態によって決定する。

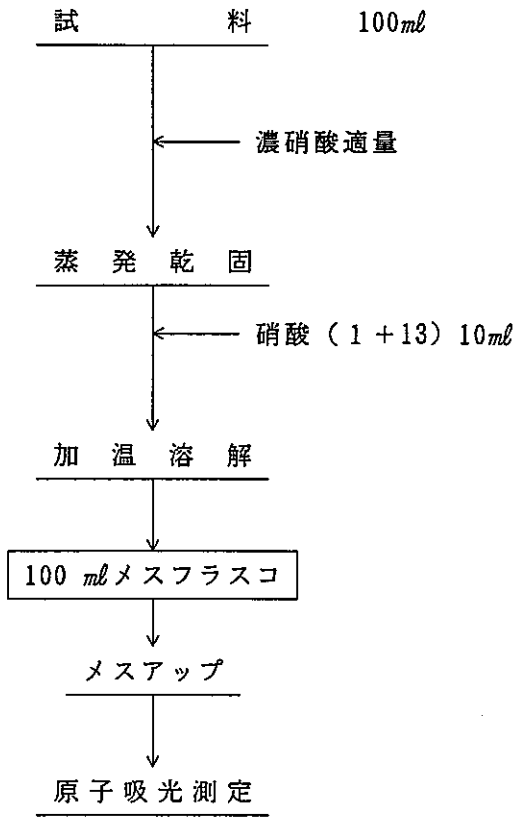
例



7．解説および文献

1）工場排水試験方法　ＪＩＳ　Ｋ　0102
2）水の分析　日本分析化学会北海道支部

8．工程図



波　　長　：　283.3nm
スリット　：　2 (1.1nm)

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

45・271・34・HMSOL・01 (1993)

排水中の重金属測定

〔ＩＣＰ発光分析法〕

1．要　旨

本法は排水中の鉄，マンガン，亜鉛，クロム，カドミウム，鉛，銅，ヒ素をＩＣＰ発光分析装置を用いて定量する。

2．適用範囲及び精度

本法による各元素の定量下限値において繰り返し標準偏差パーセントは10％以下である。

元　素　名	Ｆｅ	Ｍｎ	Ｚｎ	Ｃｒ	Ｃｄ	Ｐｂ	Ｃｕ	Ａｓ
定量下限値（㎎／ℓ）	0.01	0.001	0.04	0.007	0.01	0.07	0.007	0.001

3．試薬及び器具

試薬

１）硝酸　HNO_3：硝酸（１＋13）

２）塩酸　HCℓ：塩酸（１＋11）

３）水素化ホウ素ナトリウム溶液 $NaBH_4$（１ｗ／ｖ％）：10ｇの水素化ホウ素ナトリウムと水酸化ナトリウム５ｇを水に溶かし，水で１ℓにメスアップする。この水溶液は，測定のつど調製する。

４）混合標準液（１㎎／ℓ）：原子吸光分析用標準原液（鉄，マンガン，亜鉛，クロム，カドミウム，鉛，銅）をそれぞれ１㎖とり，１ℓメスフラスコに入れ，水を標線まで加える。

５）ヒ素標準液（0.1㎖As／ℓ）：原子吸光分析用ヒ素標準原液を 0.1㎖とり，１ℓメスフラスコに入れ，水を標線まで加える。

器具

１）水素化物発生装置　（セイコー THG－1100型）

２）ＩＣＰ発光分析装置　（セイコー SPS－1100型）

4．安　全

１）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないよう注意する。

２）分析作業時は，ゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

３）プラズマ炎を長時間見つめない。

４）蒸発乾固中は不測の事態に備え、フード扉を所定の高さ（開口面10cm）とする。

5．分析操作

5－1　（Fe，Mn，Zn，Cr，Cd，Pb，Cu）

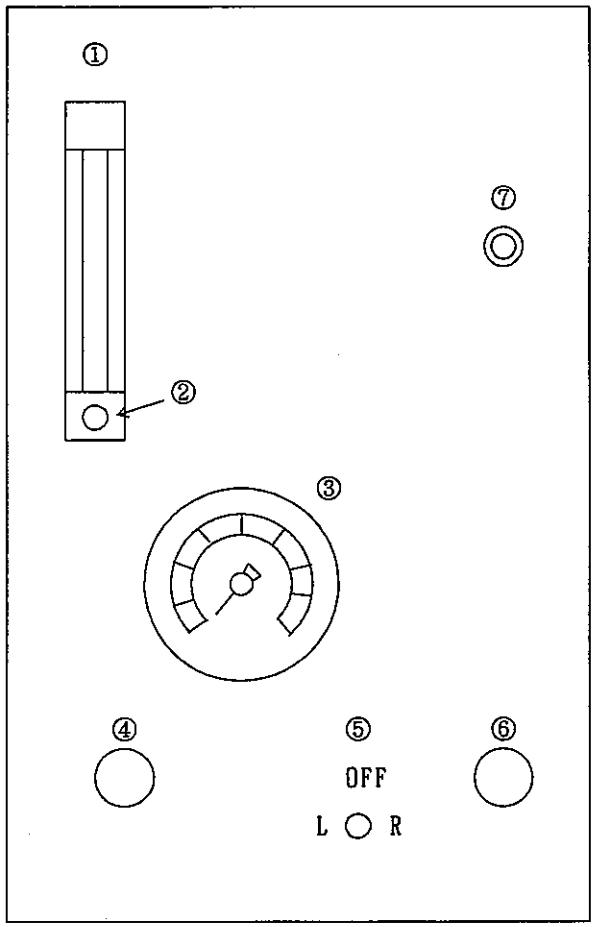
操　　作	備　　考
1）試料をかきまぜ 100mℓビーカに分取する。	1）懸濁物質がある場合，マグネチックスターラーでかきまぜ均一にする。 溶解性鉄，溶解性マンガンを測定する場合は，5Aろ紙でろ過する。 有機物の多い試料については，濃硝酸を加え，有機物分解を行う。
2）分取した試料に硝酸（1＋13）を10mℓ加え加温する。	
3）放冷後 100mℓメスフラスコに移し全量が 100mℓとなるようメスアップする。	
4）ＩＣＰ発光分析装置で測定する。	4）ＩＣＰ発光分析装置マニュアルを参照する。

5－2　（As）

操　　作	備　　考
1）試料をろ過して100mℓ分取する。	
2）水素化物発生装置を組み立てＩＣＰ発光分析装置に接続する。	2）詳しくは，水素化物発生装置取扱説明書を参照する。
①　キャリアガス用のテフロンホースをＩＣＰに接続する。	
②　ＩＣＰプラズマスタンド内のスプレーチェンバーネブライザーを取り除いて水素化物導入管の先端にジョイントをつなぎクオーツトーチに接続しクリップをはさみ込む。	
③　気液分離管を軽くネジ止めした反応管と導入管及びドレインホースをはずれない様に差し込む。	③　気液分離管は，壊れやすいので慎重に取り扱う。

操　　作	備　　考
④ ペリスタポンプに送液チューブ（シリコンゴム）を取り付ける。	
⑤ 全ての接続が終わったらペリスタポンプを作動させて蒸留水を吸引させる。 送液チューブ内の水が逆流しない程度にポンプ後方のネジで調整する。調整が終了したら一時止める。	⑤ 前面パネルのスイッチをRの方へ倒し，回転速度調整ダイアルを右回りに回す。
3）水素化ホウ素ナトリウム溶液（1w／v%）と塩酸（1＋11）及び蒸留水を準備しセットする。	3）試料と塩酸が先に混合し後から水素化ホウ素ナトリウム溶液が反応する様に接続する。
4）ガス圧力調整ダイアルを回し圧力計が3kg／cm²になるように設定する。	4）調整ダイアルは押して回す。引っ張るとロックがかかる。
5）流量計ダイアルで 0.7ℓ／min に合わせ，ガス圧調整ダイアルで微調整を行う。	5）安定するまでしばらく流しておく。
6）キャリアガスを流したままＩＣＰフレームを点灯する。	6）ＩＣＰ発光分析装置マニュアルを参照する。
7）ＩＣＰが安定したら，ペリスタポンプを作動させる。ペリスタポンプの回転速度はダイアル目盛5～6で行う。	7）反射波が大きくなるので反射波調整ダイアルを回し，反射波が最小になるようにする。
8）標準液を流し、観測高さ，キャリアガス流量ペリスタポンプ回転速度を調整し，最適感度を与える条件を設定する。	8）試料を吸引させない場合は蒸留水を吸引させておく。
9）試料を吸引させ測定を開始する。	9）水素が発生している状態ではプラズマが点灯しないので，水素の発生が止まるのを待って点灯する。
10）測定が終了したら試薬吸引を止め，蒸留水をしばらく吸引させておく。	
11）操作終了後プラズマを止めて，全て取り外し蒸留水で洗浄しておく。	

6．そ　の　他



① ガス流量計

② ガス流量調整ダイヤル

③ ガス圧力計

④ ガス圧力調整ダイヤル

⑤ ペリスタポンプスイッチ
　L：左回り回転
　R：右回り回転
　OFF:電源OFF

⑥ ペリスタポンプ回転速度
　調整ダイヤル

⑦ パワーランプ

図1　操作部

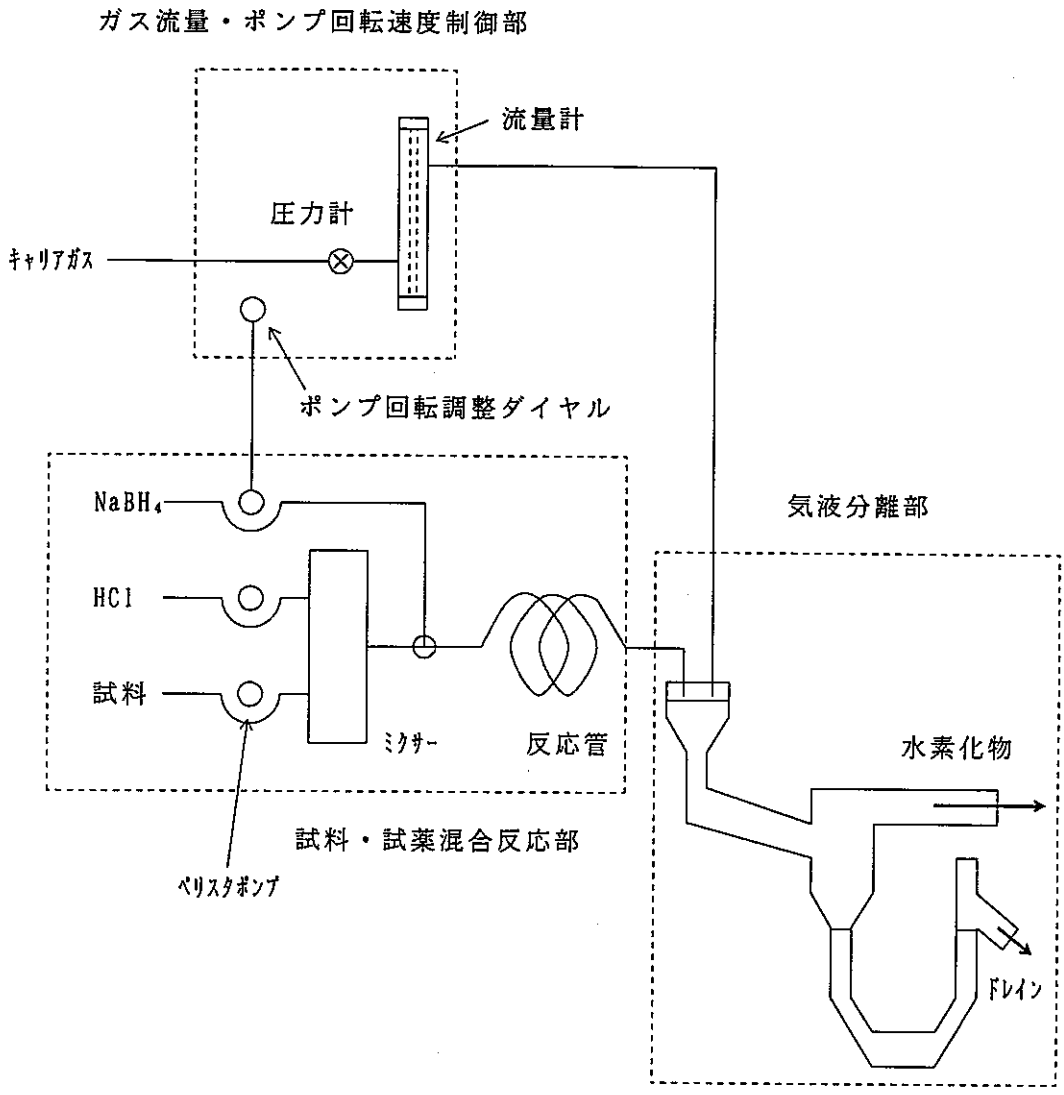

ガス流量・ポンプ回転速度制御部
流量計
圧力計
キャリアガス
ポンプ回転調整ダイヤル
NaBH4
HCl
試料
ミクサー
反応管
気液分離部
水素化物
ドレイン
試料・試薬混合反応部
ペリスタポンプ

図2　ブロック図

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

45・271・34・HMSOL・01（1993）

分析条件表

① 多元素分析　分析テーブル　ＰＮＣ　1

元　　素	測定波長(nm)	RF・POWER	O.B.HEIGHT	PHV	プラズマガス	キャリアガス
鉄	259.94	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
マンガン	257.61	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
亜　　鉛	213.86	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
ク ロ ム	267.73	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
カドミニウム	214.44	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
鉛	220.37	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm
銅	324.76	1.3	12.0	H	18.0ℓ	2.5 kg／cm

② 単元素分析

元　　素	測定波長(nm)	RF・POWER	O.B.HEIGHT	PHV	プラズマガス	キャリアガス
ヒ　　素	193.71	1.3	10.0	H	18.0ℓ	0.7ℓ

水素化物発生装置

ペリスタポンプ回転速度目盛　5.0

第Ⅲ編　排気放出管理分析

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

第Ⅲ編　排気放出管理分析

目次

排気中の^{90}Ｓｒ分析法	44･261･51･SR90･01(1993)	排気－1
排気中の ^{129}Ｉ，^{131}Ｉ分析法	44･261･55･I ･01(1993)	排気－2
排気中のウラン分析法	44･261･54･U ･01(1993)	排気－3
排気中のプルトニウム分析法	44･261･54･Pu･01(1993)	排気－4
排気中のＰｕ，Ｕ，^{90}Ｓｒ系統分析法	44･261･54･PuUSR ･01(1993)	排気－5

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

44・261・51・SR90・01 (1993)

排気中の^{90}Ｓｒ分析法

1．要　旨

排気中のダストを補集したＨＥ－40Ｔろ紙を電気炉で灰化後，フッ化水素酸処理により完全に分解する。硝酸で溶解し，鉄共沈により妨害元素を除いたのち，ストロンチウムを炭酸塩として集める。クロム酸バリウム沈澱および鉄，ランタンスカベンジによる精製後２週間放置し，イットリウム－90を生成させ，これをイットリウム担体により，ミルキングし，低バックグランド放射能測定器により測定してストロンチウム－90量を求める。

2．適用範囲および精度

本法は^{90}Ｓｒの濃度が2.0×10^{-2}Ｂｑ／試料以上の排気中のダストろ紙試料に適用する。60分測定で信頼度99.73 %である。

3．試薬および器具

試　薬

1）Ｓｒ担体溶液(0.1gSr/mℓ) $Sr(NO_3)_2$：硝酸ｽﾄﾛﾝﾁｳﾑ121gを水に溶解して500mℓにする。

2）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸(1+1)

3）フッ化水素酸　HF

4）過塩素酸　$HClO_4$ (60%)

5）塩化第二鉄溶液 (10mgFe/mℓ) $FeCl_3\cdot6H_2O$：塩化第二鉄 12.1gを塩酸(1+11)100ml で溶解し、水で250ml とする。

6）アンモニア水　NH_4OH：アンモニア水，アンモニア水(1+100)

7）水酸化ナトリウム　NaOH

8）炭酸ナトリウム　Na_2CO_3

9）炭酸アンモニウム溶液 $(NH_4)_2CO_3$：１％炭酸アンモニウム溶液

10）塩化バリウム溶液 (10mgBa/mℓ) $BaCl_2\cdot2H_2O$：塩化バリウム 17.8gを塩酸(1+119)に溶解し１ℓとする。

11）６Ｍ酢酸アンモニウム溶液 CH_3COONH_4 ：酢酸アンモニウム116gを水で溶解して250mℓとする。

12）６Ｍ酢酸溶液　CH_3COOH：氷酢酸(35+36)を作る。

13）1.5 Ｍクロム酸カリウム　K_2CrO_4 ：クロム酸カリウム72.8gを水に溶解し，250mℓとする。

14）Ｙ担体溶液 (10mgＹ／mℓ) $YCl_3\cdot6H_2O$：塩化イットリウム 3.447gを塩酸(1+119)に溶解し正確に100 mℓにする。不純物による自然放射能を示す場合がある。放射能をチェックし認められたときは解説および文献を参照する。

15）塩化ランタン溶液(10mgLa/mℓ)$LaCl_3\cdot7H_2O$：塩化ランタン5.35gを水で溶解し200mℓとする。

16) 塩酸　HCℓ：塩酸(1+1)
17) シュウ酸　無水 $H_2C_2O_4$

器　具

1) アルミナるつぼ
2) 電気炉
3) テフロンビーカ
4) ガラスフィルター(25G-4)
5) ｐＨメータ
6) 低バックグランド放射能測定装置
7) ＩＣＰ発光分光分析装置

4．安　全

1) 酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2) 必要に応じて保護メガネを着用する。
3) 分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なう。

5．分析操作

操　作	備　考
1) ダストを補集したろ紙をアルミナるつぼにとり，Ｓｒ担体溶液(100mg／mℓ)を5 mℓ加え乾燥させる。	
2) 電気炉で灰化する。	2) 電気炉の温度は徐々に上げる。200℃ 1時間，300℃ 1時間，550℃ 3～4時間，この時ほとんどの有機物は分解する。
3) 灰化したろ紙をテフロンビーカに移し，濃硝酸フッ化水素酸5～10mℓ，過塩素酸数mℓを加えサンドバス上で加熱する。	3) ~4)の操作は保護めがね等を着用すること。又フードの開口面は10cmとする。
4) 過塩素酸の白煙が生じたら，サンドバスよりおろし，500mℓコニカルビーカーに移し，水300mℓとする。	4) フッ化水素酸を完全に飛ばすこと。テフロンビーカは硝酸で加温洗浄し 500mℓコニカルに合せる。
5) Ｆｅ担体(10mg／mℓ)を1 mℓ加え，サンドバス上で煮沸する。	5) 炭酸ガスを完全に追い出す。
6) 水酸化第二鉄の沈澱が生ずるまでアンモニア水を加え加温熟成する。	6) よく撹拌しながら加え，沈澱が生じたらさらに10～20mℓ過剰に加える。

操　　作	備　　考
7）ろ紙(5A)で沈澱をろ過し，ろ液は 500mlビーカに受ける。	
8）ビーカー及びろ紙をアンモニア水(1+100)で洗浄し，洗液は7)のビーカーに合せる。	8）アンモニア水(1+100)は炭酸ガスを追い出した水に新しいアンモニア水を加えて作る。
9）ろ液に水酸化ナトリウム5gと炭酸ナトリウム15gを加えよく撹拌し，炭酸塩の沈澱を作り，加温して熟成しガラスフィルター(25G-4)でろ過する。	
10）1%炭酸アンモニウム溶液で30mlづつ3回沈澱を洗浄し，ろ液をすてる。	
11）フィルタ上の沈澱を硝酸(1+1)30mlで溶解しフィルタは水で20mlづつ2回洗浄し，溶液に合せる。	11）硝酸を加えたとき飛散しないように時計皿で蓋をする。
12）ろ液を100ml以下に濃縮し，Ba担体溶液（10mg／ml）1～2ml，酢酸アンモニウム溶液(6M)2mlを加え，アンモニア水と6M酢酸でpH5に調整する。	
13）1.5 Mクロム酸カリウム溶液1～2mlを加え，ガラス棒でビーカの内壁をこすり，沈澱を生成させる。	
14）ミリポアフィルタ0.45μmで吸引ろ過し，沈澱は捨てろ液は500mlのコニカルビーカに受ける。	
15）水300ml，水酸化ナトリウム約5g，炭酸ナトリウム約15gを加え，撹拌し，加温熟成する。	
16）数時間放置後ガラスフィルタ(25G-4)でろ過し1%炭酸アンモニウム溶液で10mlづつ3回洗浄したのち，沈澱を硝酸で溶解し別のビーカに受ける。	16）硝酸を加えたとき飛散しないように時計皿で蓋をする。
17）濃縮後，水250mlを加え，La,Y,Fe各担体溶液(10mg／ml)を1ml加え，煮沸する。	
18）アンモニア水で中和し，熟成後ろ紙(5C)でろ過し，アンモニア水(1+100)で20mlづつ3回洗浄し沈澱をすてる。	
19）ろ液を濃縮し，濃硝酸5～10mlとY担体溶液（10mg／ml）を正しく1ml加え5日～2週間保存する。	
20）試料は加熱し煮沸させ炭酸ガスを追い出しアンモニア水で中和して加温熟成する。	

操　　作	備　　考
21）沈澱をろ紙（５Ｃ）でろ過し，アンモニア水(1+100)で洗浄する。	21）この時刻を記録しておく。^{90}Yの減衰の開始時刻である。ろ液はメスフラスコ（250mℓ）を用い定容し，ここから100μℓを分取しこれを100mℓに正しく希釈し，ICP発光分光分析装置でＳｒの回収率を求める。
22）沈澱を温塩酸(1+1)数mℓで溶解し，ろ紙を水で洗浄する。	
23）シュウ酸２ｇを加え，アンモニアと塩酸でpHを約１～ 1.5に調整し、よく撹拌し加温熟成する。	
24）沈澱を重量既知のミリポアろ紙（0.45μｍ，24φ）でろ過し，水で洗浄し，赤外線ランプで乾燥する。	
25）試料を低バックグランド放射能測定装置で測定する。	25）バックグランドも測定する。測定の時刻を記録する。
26）重量を測定し，Ｙ担体の回収率を求める。	
27）６．計算に従って^{90}Ｓｒ量を求める。	

６．計　　算

$$^{90}\mathrm{Sr}\ (\mathrm{Bq}/\text{試料}) = \left(\left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_B}{t_B} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_B}{t_B^2}} \right) \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{R_Y} \times \frac{100}{R_S} \times F$$

ここで，

N_s ：試料の計数値（counts）
N_B ：バックグランドの計数値（counts）
t_s ：試料の計数時間（ｓ）
t_B ：バックグランドの計数時間（ｓ）
Ｅ　：測定器の計数効率（％）
R_Y ：Ｙの回収率（％）
R_S ：Ｓｒの回収率（％）
Ｆ　：Ｙ分離後から測定までの経過時間による減衰補正

7．解説および文献

放射性ストロンチウム解析法　科学技術庁1963年

Yの精製法　硝酸イットリウム$Y(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$を用いて正確に調整する。時に不純物による自然放射能を示す場合があるので，次に示すb．により放射能をチェックし，放射能を認めたときはa．により精製する。

1）イットリウムの精製法

(1) 硝酸イットリウム$Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ 86.2gを80mlの水に溶解する。2～3滴の硝酸を加え20mlずつの水を2回使用して1ℓの分液ロートに移す。

(2) 分液ロートに120mlの飽和硝酸アンモニウム溶液を加える。240mlのリン酸トリブチル(ＴＢＰ)を加えて5分間振る。10分間放置して2相を分離する。

(3) 下部の水層を別の分液ロートにとる。240mlのＴＢＰをあらたに加えて5分間振る。2相を分離させてから下部の水層を捨てる。

(4) ＴＢＰの層を合わせて分液ロートにとり，200mlの水を加えて5分間振る。2相を分離させてから下部の水層を清潔な分液ロートにとる。

(5) ＴＢＰの水洗を繰り返して水層を集め，ＴＢＰ層は捨てる。

(6) 水溶液に50mlの四塩化炭素を加え，1分間振ってから2相を分離させ四塩化炭素層を捨てる。

(7) 水で1ℓに希釈し，ポリエチレンびんに保存する。

2）放射能のチェック

(1) 3本の40ml遠心分離管にそれぞれ1mlのイットリウム担体溶液をピペットでとり，水を加えて20mlに希釈する。

(2) 水浴上で約80℃に加熱する。かき混ぜながらアンモニア水(1+1)を加えてpHを8とする。10分間あたため，冷水浴中で冷却する。

(3) 5分間遠心分離し，上澄みを捨てる。

(4) 2～3mlの水を加えて沈澱をつぶし，水を加えて20mlに希釈する。沈澱がちょうど溶解するまで2～3滴の塩酸を加える。溶液を水浴で約80℃に加熱し，1mlの飽和シュウ酸溶液をかき混ぜながら加える。

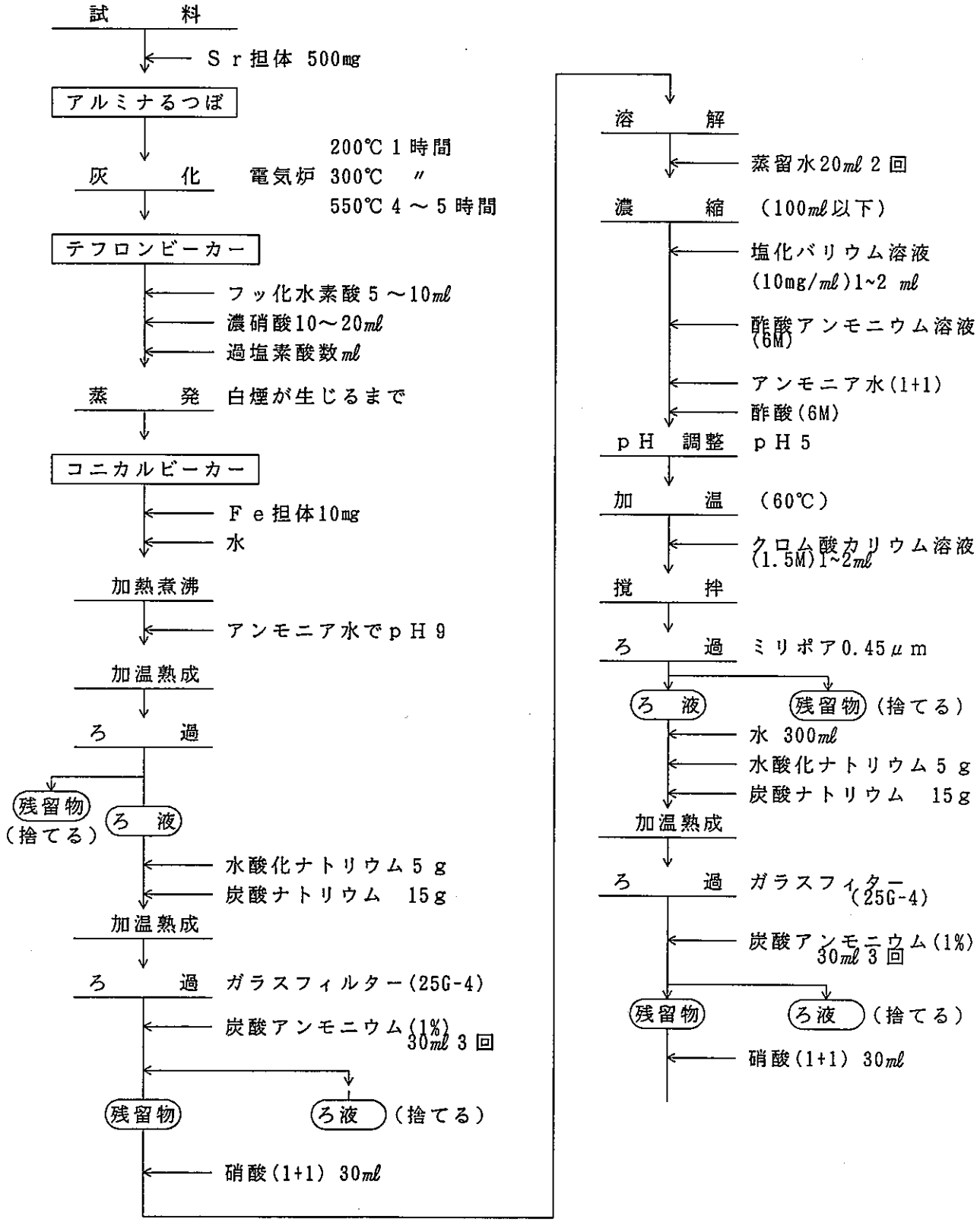
(5) 冷えてから径 2.8cmのろ紙5Ｃでろ過し，ろ液を捨てる。

(6) ろ紙と沈澱をホットプレート上で乾燥し，マウントしてβ線を計測する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

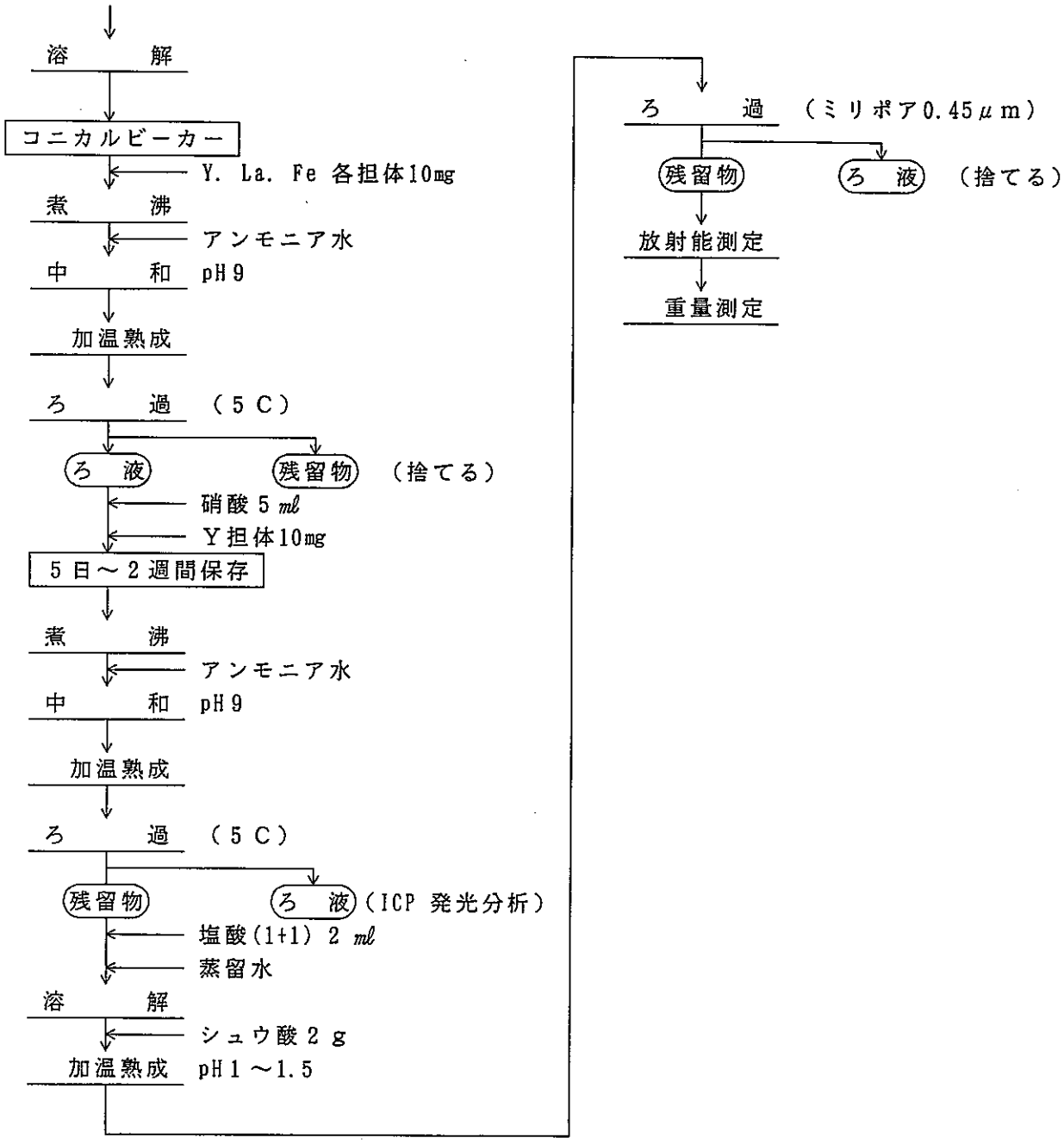
8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・51・SR90・01 (1993)



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・55・I・01 (1993)

排気中の ^{129}I，^{131}I 分析法

1．要　旨

本法は排気試料中の ^{129}I，^{131}I を Pure Ge検出器で測定し，光電ピーク面積法によって定量する方法である。

2．適用範囲および精度

本法は排気試料中に含まれる核種 ^{129}I，^{131}I の分析に適用し、この精度は1試料あたり5000秒測定で信頼度 99.73％である。

核種名	形状	検出限界値（Bq／Sample）
^{129}I	チャコールフィルター　（CP－20）	5
	チャコールカートリッジ（CHC－50）	
^{131}I	チャコールフィルター　（CP－20）	4
	チャコールカートリッジ（CHC－50）	

3．装置及び構成

検出器	MODEL FWHM 相対効率 分解能	ORTEC 23200 HP－Ge 1.95keV 23％
高圧電源	MODEL BAISE VOLTAGE	ORTEC 459 NEG 2500V
比例増幅器	MODEL COASE GAIN FINE GAIN INPUT MODE SHAPING TIME OUTPUT MODE	ORTEC 572 50 0.775 NEG 6.0μS UNIPOLAR
ｱﾅﾛｸﾞﾃﾞｼﾞﾀﾙ変換器	MODEL GAIN OVERFLLOW DEGITALOFFSET ULD LLD	ORTEC 1820 4096ch 4096ch 0 9999 0

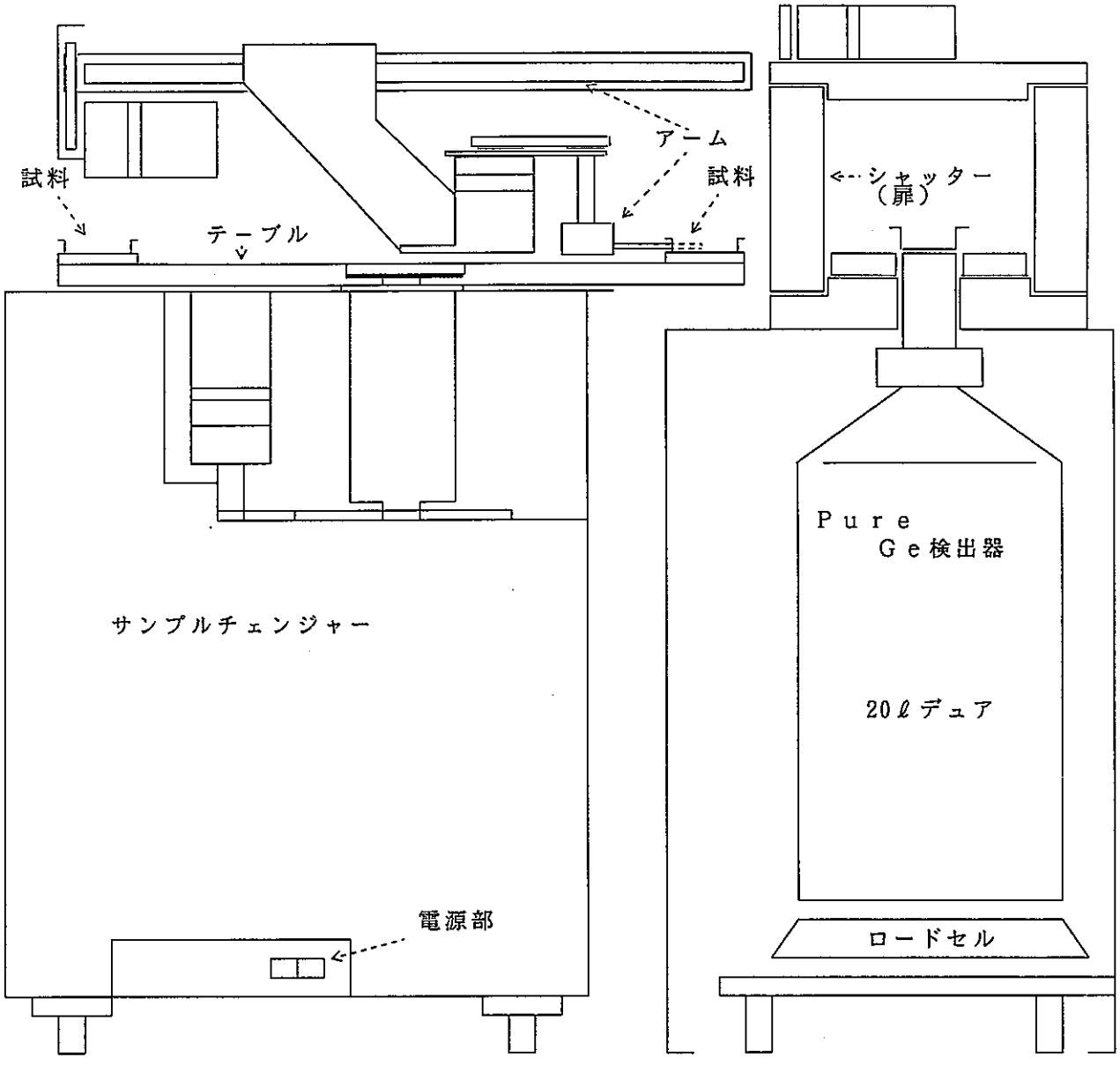


図1　サンプルチェンジャ，Pure　Ge検出器遮蔽体構造図

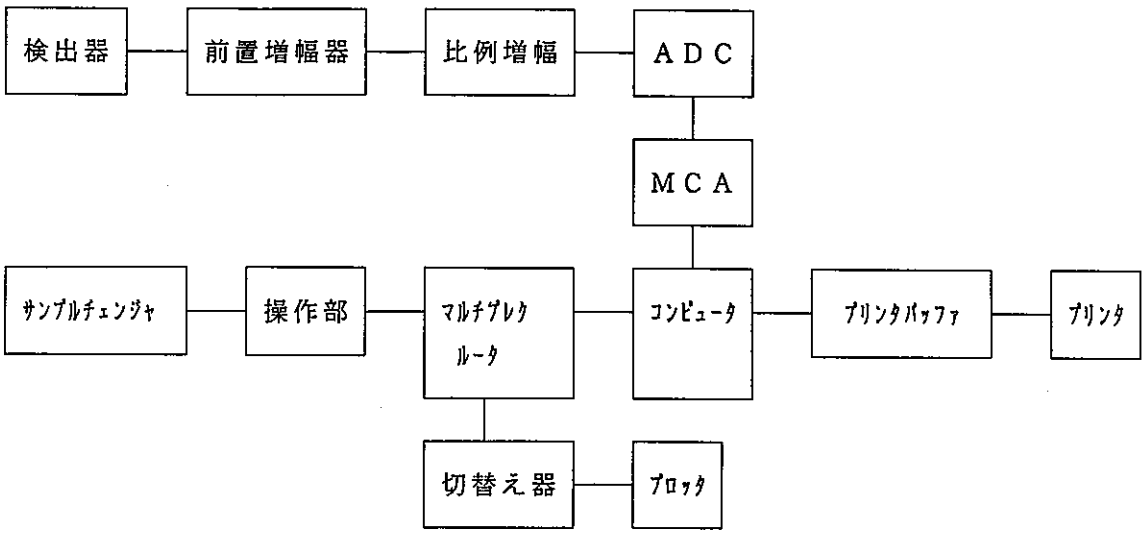


図２　　サンプルチェンジャ自動測定・解析装置構成図

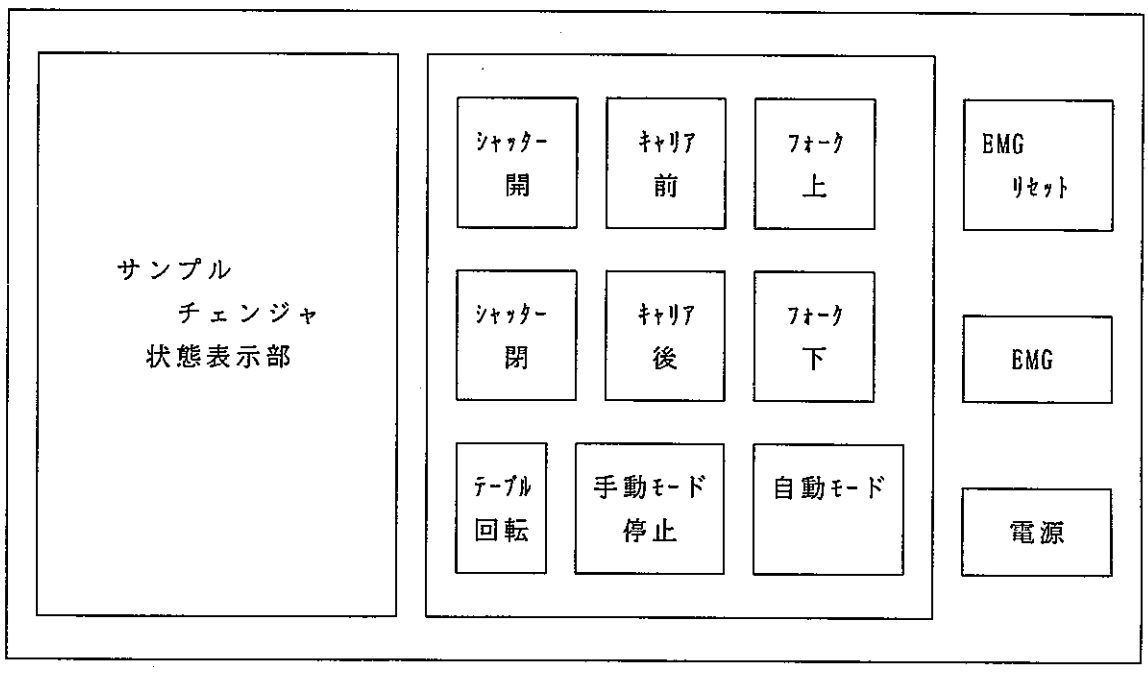


図３　　サンプルチェンジャ手動操作部

4．安　　全

1）汚染の恐れのある作業についてゴム手袋を着用し慎重に作業を行う。

2）電源電圧のコード接続には十分注意する。

3）液体窒素の取扱いは革手袋を着用し，換気，凍傷に十分注意する。

5．操　　作

本γ線スペクトロメトリの操作についてはGe半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリ（自動解析法）を参照頂きたい。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

44・261・54・U・01(1993)

排気中のウラン分析法

1．要　旨

排気中のダストを補集したＨＥ－40Ｔろ紙を電気炉で灰化後，フッ過水素酸処理により完全に分解したのち，硝酸系陰イオン交換法によりプルトニウムを除去し，ＴＢＰ抽出法でウランを分離してステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で定し定量する。

2．適用範囲および精度

本法はウランの濃度が2×10^{-3}Ｂｑ／試料以上の排気中のダストろ紙に適用できる。15時間測定で信頼度 99.73％である。

3．試薬および装置

1）試薬

(1) Ｕ－232 標準溶液：0.2 Bq/ml 程度のものを用いる。

(2) 硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸(3+2)，硝酸(3+10)

(3) フッ化水素酸　HF

(4) 過塩素酸　$HClO_4$（60%）

(5) 過酸化水素水　H_2O_2（30%）

(6) 陰イオン交換樹脂：Dowex1-×８(100～200mesh Ｃℓ形），またはBIO・RAD1×8(100~200 meshＣℓ形）を次のようにコンディショニングする。

① 樹脂500mlを３ℓのビーカに入れ，２ℓの水を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

② 水酸化ナトリウム溶液(120ｇNaOH/ℓ)を１ℓ加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

③ １ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

④ 塩酸(1+1)2ℓを加え，よく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

⑤ ①の要領で上澄みが中性になるまで樹脂を水洗する。

⑥ 水に浸したまま保存する。

(7) ＴＢＰ－トルエン混合液：TBP $(C_4H_9)_3PO_4$ 1 に対しトルエン $C_6H_5CH_3$ 3 の割合。

(8) 炭酸アンモニウム・アンモニア混合液：炭酸アンモニウム$(NH_4)_2CO_3$ 50g にアンモニア水150 mlを加えて水で１ℓとする。

(9) 硫酸　H_2SO_4：硫酸(1+19)

(10) チモールブルー指示薬 $C_{10}H_{14}O$：チモールブルー 100mgをエチルアルコール20mlに溶解し水で１ℓとする。

(11) アンモニア水　NH_4OH

2）器具

(1) アルミナルツボ
(2) 電気炉
(3) テフロンビーカ
(4) イオン交換カラム：図1
(5) 分液ロート
(6) 電着セル：図2
(7) 電着板：直径24.5㎜厚さ1㎜SUS-304ステンレス，希硝酸で煮沸洗浄しておく。
(8) 電着装置：1A程度の電流が流せるもの。
(9) 電熱器
(10) シリコン半導体検出器（有効面積：450 ㎟）
(11) α線自動解析装置

4．安　全

1）酸・アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2）必要に応じて保護メガネを着用する。
3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なうこと。
4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10㎝）とする。

5．分析操作

操　作	備　考
1）ダストを捕集したろ紙をアルミナルツボにとり，^{232}U標準溶液を正確に加え，乾燥させる。	1）^{232}Uは0.02Bq加える。
2）電気炉で灰化する。	2）200℃1時間，300℃1時間，550℃3～4時間，この時ほとんどの有機物は分解する。
3）灰化したろ紙をテフロンビーカーに移し，硝酸10～20㎖，フッ化水素酸5～10㎖，過塩素酸数㎖を加え，サンドバスで加熱する。	3）~4)の操作は保護メガネを着用のこと。又フードの開口面は10㎝とする。
4）過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし，再び硝酸10㎖，過塩素酸数㎖を加えサンドバス上で加熱する。	4）フッ化水素酸は完全に飛ばすこと。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
5）過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし，水で200mℓビーカに移し，サンドバス上で蒸発乾固する。	
6）硝酸(3+2)10mℓ過酸化水素水数滴を加え，加熱溶解する	
7）この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換カラムに流す。	7）イオン交換カラムに樹脂を5mℓつめて硝酸(3+2)50mℓ程度で硝酸系に調整する。
8）硝酸(3+2)を5mℓで14回流し，流出液をビーカに受け蒸発乾固する。	8）軽く乾固する程度にする。
9）硝酸(3+10)15mℓに加温溶解し放冷する。	
10）あらかじめ予備平衡を行なったTBP-ﾄﾙｴﾝ溶液(1+3)15mℓの入った分液ロートに移し，ビーカは硝酸(3+10)5mℓ×3回で洗浄し，分液ロートに合わせる。	
11）2分間振とう後，水層を別の分液ロートに受け，10）と同様に抽出し，水層はすてる。	
12）有機層を合わせ硝酸(3+10)20mℓを加え，2分間振とうする	
13）水層を捨て，有機層に炭酸アンモニウム- アンモニア混合液20mℓを加え，2分間振とうしウランを逆抽出する。	13）中和反応によってガスが出るので注意する。
14）水層はビーカに受ける。この操作を3回繰り返し，水層はすべてビーカに合わせる。	
15）ビーカをサンドバス上で蒸発乾固する。	15）塩の結晶が生ずるので昇華するまで加熱する。
16）濃硝酸で再溶解し過塩素酸数滴を加え蒸発乾固する。	16）過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴加すること。また、0.5mℓ以上は加えない事。
17）硫酸(1+19)5mℓ加え，加熱溶解する。	
18）チモールブルー指示薬を1滴滴加する。	
19）チモールブルーのピンク色が黄色に変色するまで，よく撹拌しながらアンモニア水(1+1)を滴加する。	
20）溶液が黄色からピンクに変色するまでよく撹拌しながら硫酸(1+19)を滴下する。ピンク色を呈したのち，さらに硫酸(1+19)を3滴過剰に滴下する。	20）この操作によって溶液のpHが約2となる。
21）電着板をセットした電着用セルに電解液を移す。ビーカの内壁を少量の水で洗い，洗液を合わせる。	21）電着板をセットした電着用セルは予め水を入れて漏れのないことを確認しておく。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・54・U・01(1993)

操　　作	備　　考
22）電着装置に電着セルをセットし，直流0.8Aで2 時間通電する。 23）電着装置から電着板を取り外す前にアンモニア水を0.5 mℓ滴加し，さらに1分間通電する。 24）電着装置から電着板を取り外し，電解液を捨てる。電着セルの内側を水でよく洗浄したのち，電着板を取り外す。 25）電着板を水でよく洗いドライヤー等で乾燥したのち電熱器上で焼き付けする。 26）電着試料はシリコン半導体検出器を接続したα線自動解析装置で測定し，解析する。	26）測定・解析はα線自動解析装置マニュアルを参照。

7．計　　算

$$\text{ウラン濃度（Bq／試料）}\ C = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K$$

$$\sigma_A = C \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_1 t)^2} + \left(\frac{\sigma_K}{K}\right)^2}$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{E}{100} \cdot K} \cdot 100$$

C　：ウラン放射能濃度（Bq／試料）
σ_A ：ウラン放射能濃度の誤差（Bq／試料）
K　：スパイクしたU－232量（Bq）
σ_K ：スパイクしたU－232量誤差（Bq）
t　：試料測定時間（s）
t_b ：B・G測定時間（s）
S_1 ：試料測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
S_2 ：試料測定におけるU－232チャンネル計数値（counts）
B_1 ：B・G測定におけるウランチャンネル計数値（counts）
B_2 ：B・G測定におけるU－232チャンネル計数値（counts）
R　：回収率（%）
E　：計数効率（%）

7．解説および文献

(1) 井上義和，坂上正信；Journal of Radiation Research 11-2, 98～106 (1970)
(2) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)

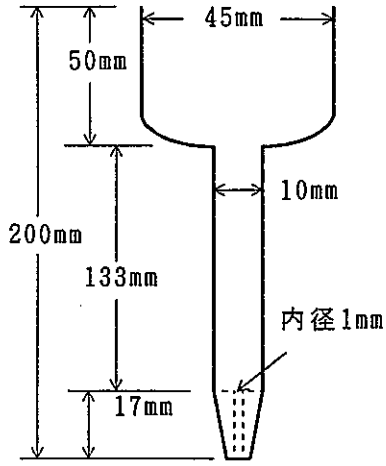


図１　イオン交換カラム

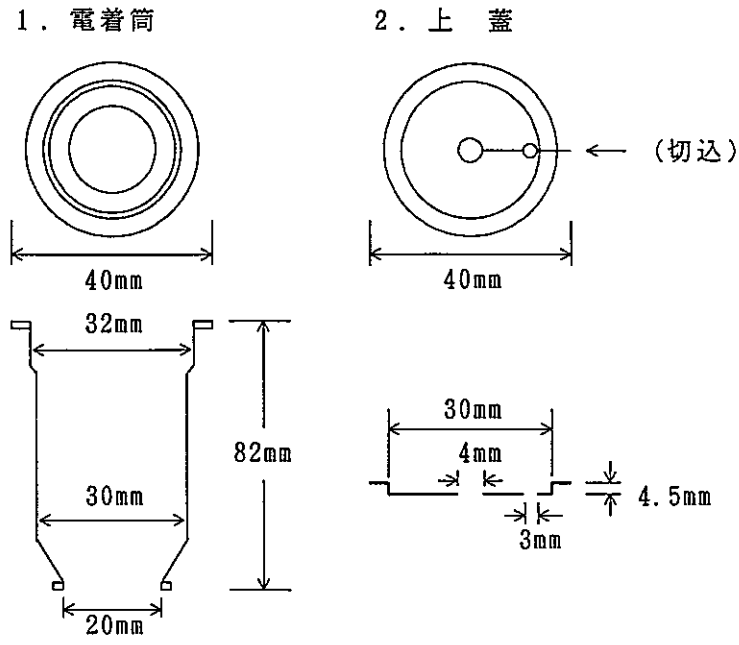


図２　電着セル

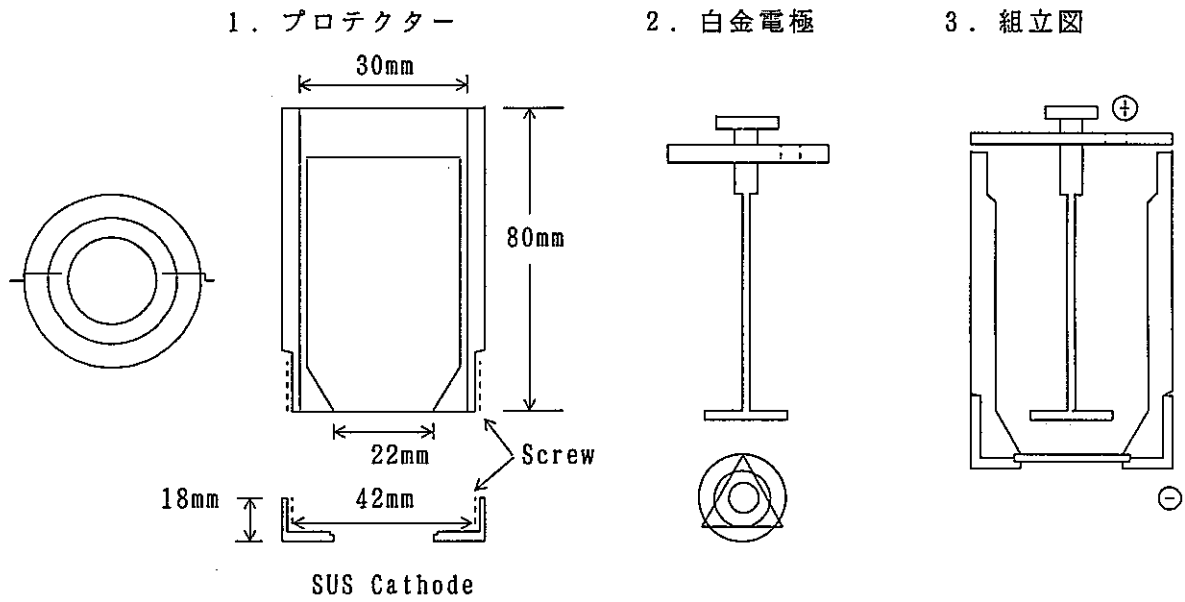
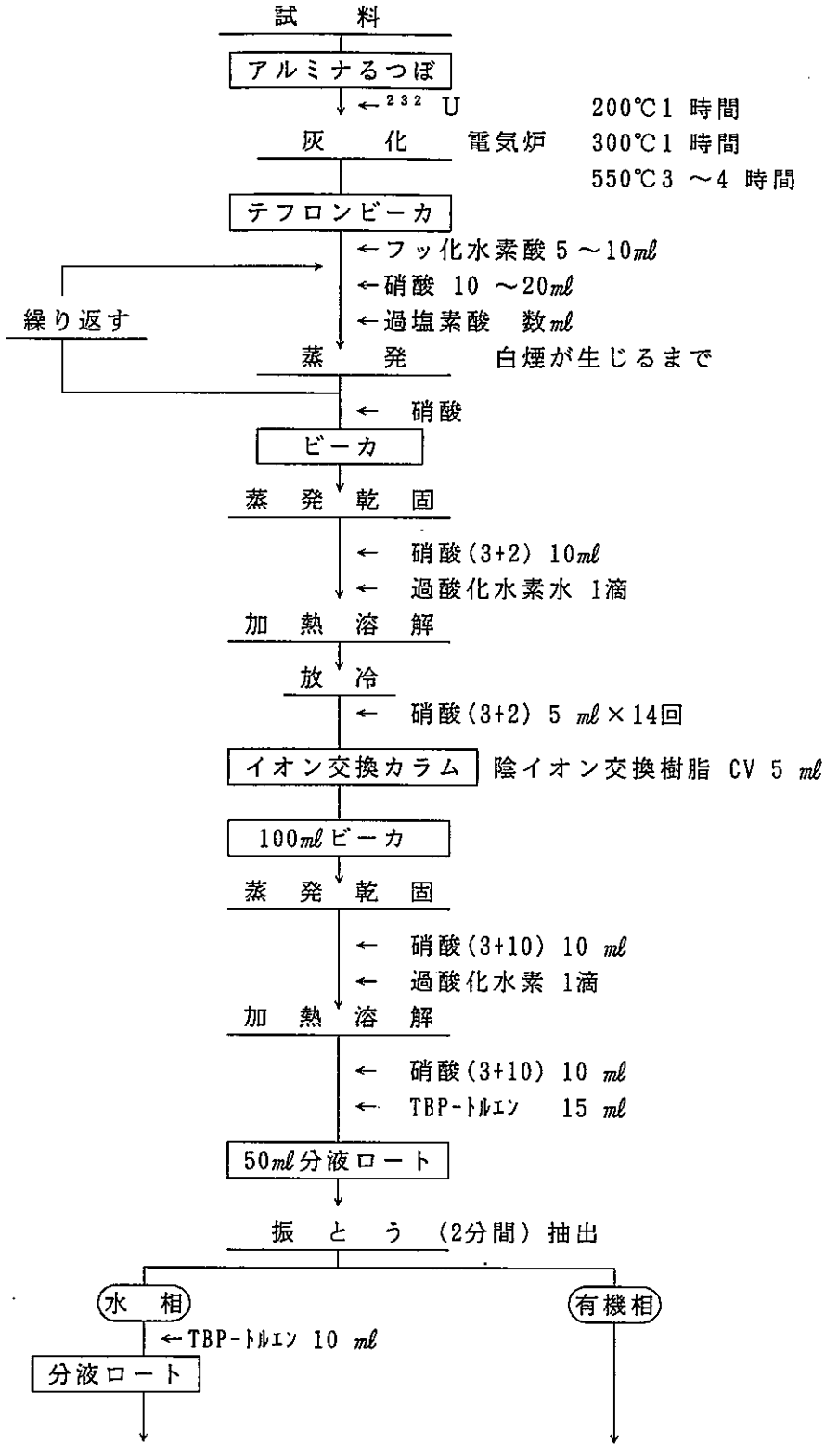


図３　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

44・261・54・U・01(1993)

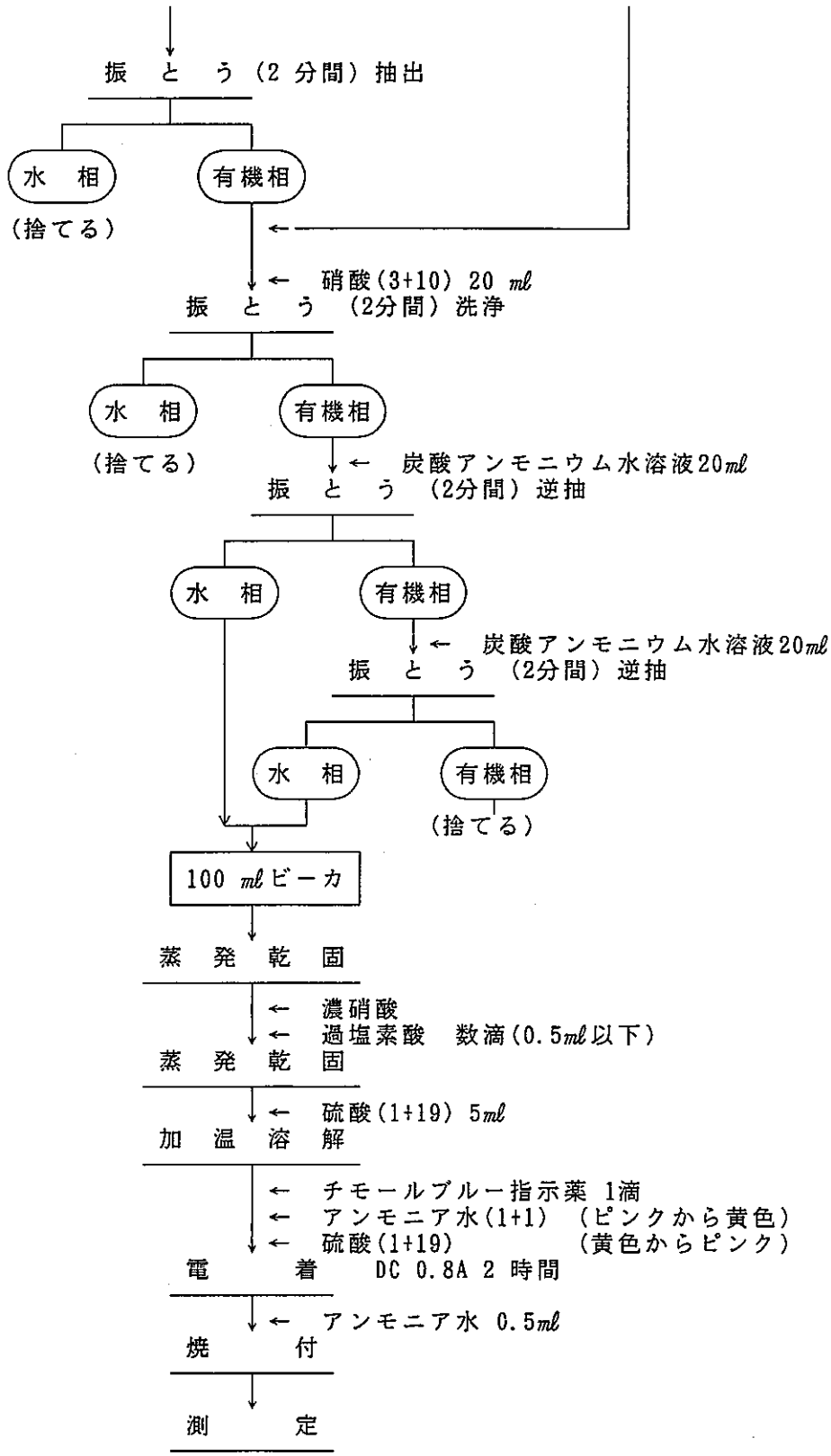
8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・54・U・01(1993)



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

44・261・54・Pu・01 (1993)

排気中のプルトニウム分析法

1．要　旨

排気中のダストを補集したＨＥ－40Ｔろ紙を電気炉で灰化後フッ化水素酸処理により，完全に分解したのち，硝酸系陰イオン交換法によりウランを除去し，プルトニウムを分離してステンレス板上に電着する。シリコン半導体検出器を接続したα線波高分析装置で測定し，定量する。

2．適用範囲および精度

本法はプルトニウムの濃度が2×10^{-3}Ｂｑ／試料以上の排気中のダストろ紙に適用できる。15時間測定で信頼度 99.73％である。

3．試薬および装置

1）試薬

(1) ^{242}Ｐｕ標準溶液：0.2 Ｂｑ／mℓ程度のものを用いる。

(2) 硝酸　HNO_3　：濃硝酸，硝酸(3+2)

(3) 塩酸　HCℓ　：塩酸(2+1)

(4) 過酸化水素水　H_2O_2　(30%)

(5) 過塩素酸　$HClO_4$　(60%)

(6) フッ化水素酸　HF

(7) 陰イオン交換樹脂：Dowex 1 -× 100～200mesh Ｃℓ形)，またはBIO・RAD1× 8 (100～200mesh Ｃℓ形)を次のようにコンディショニングする。

① 樹脂500mℓを３ℓのビーカーに入れ，２ℓの水を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

② 水酸化ナトリウム溶液(120ｇNaOH／ℓ）を１ℓ加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

③ １ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

④ 塩酸(1+1)２ℓを加え，よく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

⑤ ①の要領で上澄みが中性になるまで樹脂を水洗する。

⑥ 水に浸したまま保存する。

(8) 溶離液　ヨウ化アンモニウム-塩酸混合液(0.1M NH_4I-8M HCℓ）：ヨウ化アンモニウム14.5ｇを水313.4mℓに溶かし塩酸で１ℓとする。

(9) 硫酸　H_2SO_4：硫酸(1+19)

(10) チモールブルー指示薬　$C_{10}H_{14}O$ ：チモールブルー 100mgをエチルアルコール20mℓに溶解し水で100 mℓにする。

(11) アンモニア水　NH_4OH

3) 器具

(1) アルミナルツボ
(2) 電気炉
(3) テフロンビーカ
(4) イオン交換カラム　：図1
(5) 電着セル　：図2
(6) 電着板：直径24.5㎜，厚さ1㎜ＳＵＳ304 ステンレス，希硝酸で煮沸洗浄しておく。
(7) 電着装置：１Ａ程度の電流が流せるもの
(8) 電熱器
(9) シリコン半導体検出器（有効面積：450 ㎟ ）
(10) α線波高分析装置

4．安　全

1）酸類，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2）必要に応じて保護メガネを着用する。
3）分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行なうこと。
4）蒸発乾固中は不測の事態に備え，フード扉を所定の高さ（開口面10㎝）とする。

5．分析操作

操　　作	備　　考
1）ダストを補集したろ紙をアルミアナルツボにとり，^{242}Ｐｕ標準溶液を正確に加え，乾燥させる。	1）^{242}Ｐｕは0.02Bq程度加える。
2）電気炉で灰化する。	2） 200℃，1時間，300℃，1時間，550℃ 3 ～ 4 時間，この時ほとんどの有機物は分解する。
3）灰化したろ紙をテフロンビーカーに移し硝酸10～20㎖，フッ化水素酸 5 ～10㎖，過塩素酸数㎖を加え，サンドバス上で加熱する。	3）3),4)の操作は保護メガネ等を着用すること。又フードの開口面は10㎝とする。
4）過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし，再び硝酸10㎖，過塩素酸数㎖を加え，サンドバス上でンドバス上で加熱する。	4）フッ化水素酸は完全に飛ばすこと。
5）過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスからおろし水で200㎖ビーカに移し，サンドバスで蒸発乾固する。	
6）硝酸(3+2)10㎖，過酸化水素１滴を加え加熱溶解する。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
7）この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換カラムに流す。	7）イオン交換カラムに樹脂5mlをつめて硝酸(3+2)50ml程度で硝酸系にしておく。
8）硝酸(3+2)5mlで10回，塩酸(2+1)5mlで10回順次カラムを洗浄する。試料および洗浄液は捨てる。	8）Uは硝酸(3+2)で徐々に溶離する。
9）溶離液を50ml通しプルトニウムを溶離する。	
10）溶出液を100mlビーカに受け，蒸発乾固する。	
11）濃硝酸で再溶解させ過塩素酸数滴(0.5ml以下)を加えて蒸発乾固する。	11）過塩素酸は必ず硝酸存在下で滴加すること。また0.5ml以上加えないこと。
12）硫酸(1+19) 5 mlを加え加熱溶解する。	
13）チモールブルー指示薬を1滴滴加する。	
14）チモールブルーのピンク色が黄色に変色するまで，よく撹拌しながらアンモニア水(1+1)を滴加する。	
15）溶液が黄色からピンクに変色するまで硫酸(1+19)を滴下する。さらに硫酸(1+19)を3滴過剰に滴下する。	15）この操作によって溶液のｐＨが約2となる。
16）電着板をセットした電着セルに電解液を移す。ビーカの内壁を少量の水で洗い，洗液も合わせる。	16）電着板をセットした電着用セルは予め水を入れて漏れのないことを確認しておく。
17）電着装置に電着セルをセットし，直流0.8Aで2時間通電する。	
18）電着装置から電着板を取り外す前にアンモニア水を0.5ml滴加し，さらに1分間通電する。	
19）電着装置から電着セルを取り外し，電解液を捨てる電着セルの内側を水でよく洗浄したのち，電着板を取り外す。	
20）電着板を水でよく洗いドライヤー等で乾燥したのち電熱器上で焼き付けする。	
21）電着試料は，シリコン半導体検出器を接続したα線自動解析装置で測定し解析する。	21）測定・解析はα線自動解析装置マニュアルを参照。

6．計　　算

$$^{238,239,240}\mathrm{Pu}\ (\mathrm{Bq/試料})\ C = \frac{\frac{S_1}{t_s} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}} \times K$$

$$\sigma_c = C \times \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t_s^2}{(S_1 t_b - B_2 t_s)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t_s^2}{(S_2 t_b - B_2 t_s)^2} + \left(\frac{\sigma_K}{K}\right)^2}$$

$$R = \frac{\frac{S_2}{t_s} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{E}{100} \cdot K} \times 100$$

C　：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度（Ｂｑ／試料）
σ_c ：Ｐｕ－238，239，240 放射能濃度の誤差（Ｂｑ／試料）
K　：スパイクしたＰｕ－242量（Ｂｑ）
σ_K ：スパイクしたＰｕ－242量誤差（Ｂｑ）
t　：試料測定時間（ｓ）
t_b ：Ｂ．Ｇ測定時間（ｓ）
S_1 ：試料測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値（counts）
S_2 ：試料測定におけるＰｕ－242 チャンネル計数値（counts）
B_1 ：Ｂ．Ｇ測定におけるＰｕ－238，239，240 チャンネル計数値（counts）
B_2 ：Ｂ．Ｇ測定におけるＰｕ－242 チャンネル計数値（counts）
R　：回収率（％）
E　：計数効率（％）

7．解説および文献

(1) 井上義和，阪上正信；Journal of Radiation Research 11-2, 98～106 (1970)
(2) Norton Y. Chu; Anal. Chem, 43(3), 449(1971)
(3) 長沢，圷；原燃公社東海事業所資料，No.9 極微量プルトニウムの分析法の研究
（昭和42年6月5日）
(4) 阪上正信，今井利夫，第15回日本放射線影響学会 (1972. 1A－21)

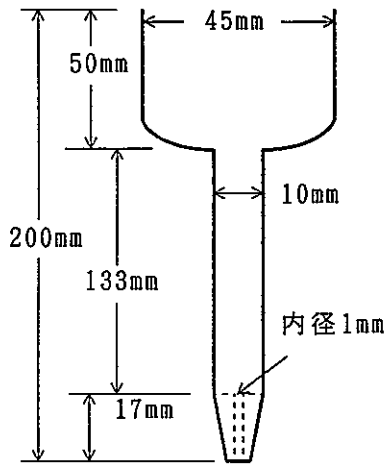


図1　イオン交換カラム

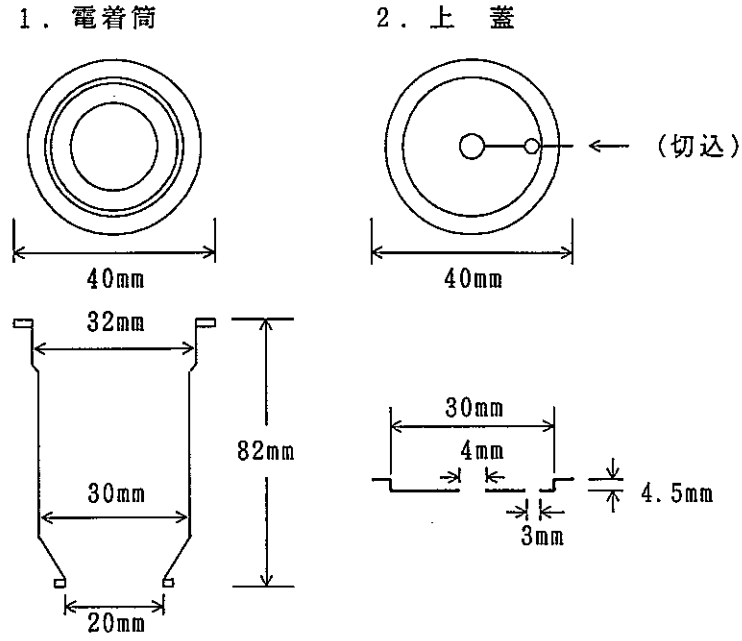


図2　電着セル

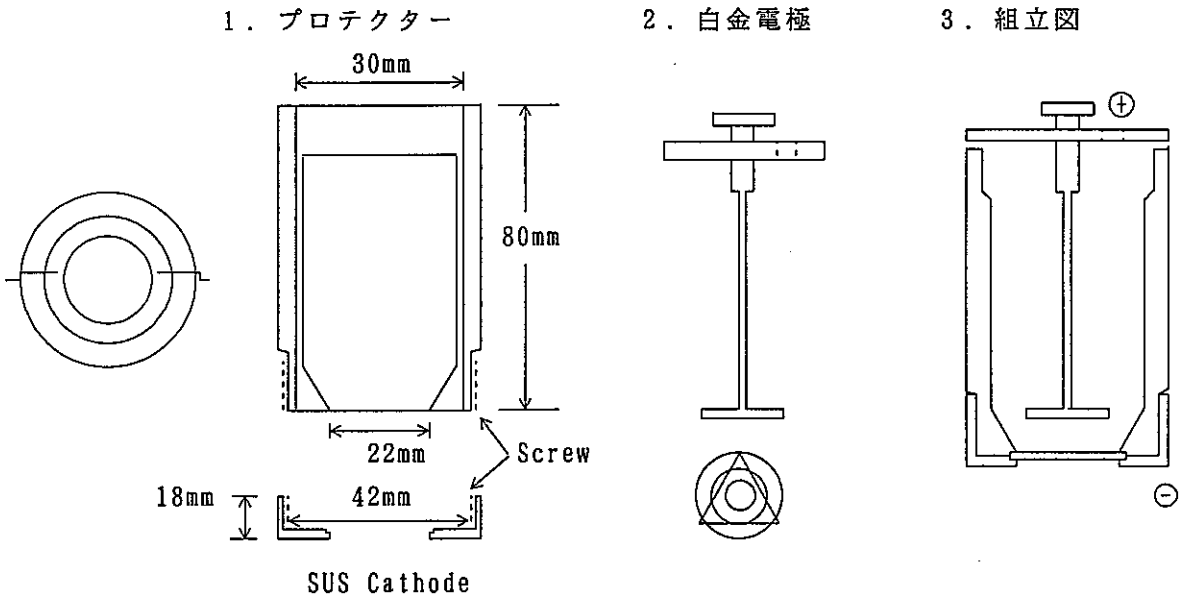


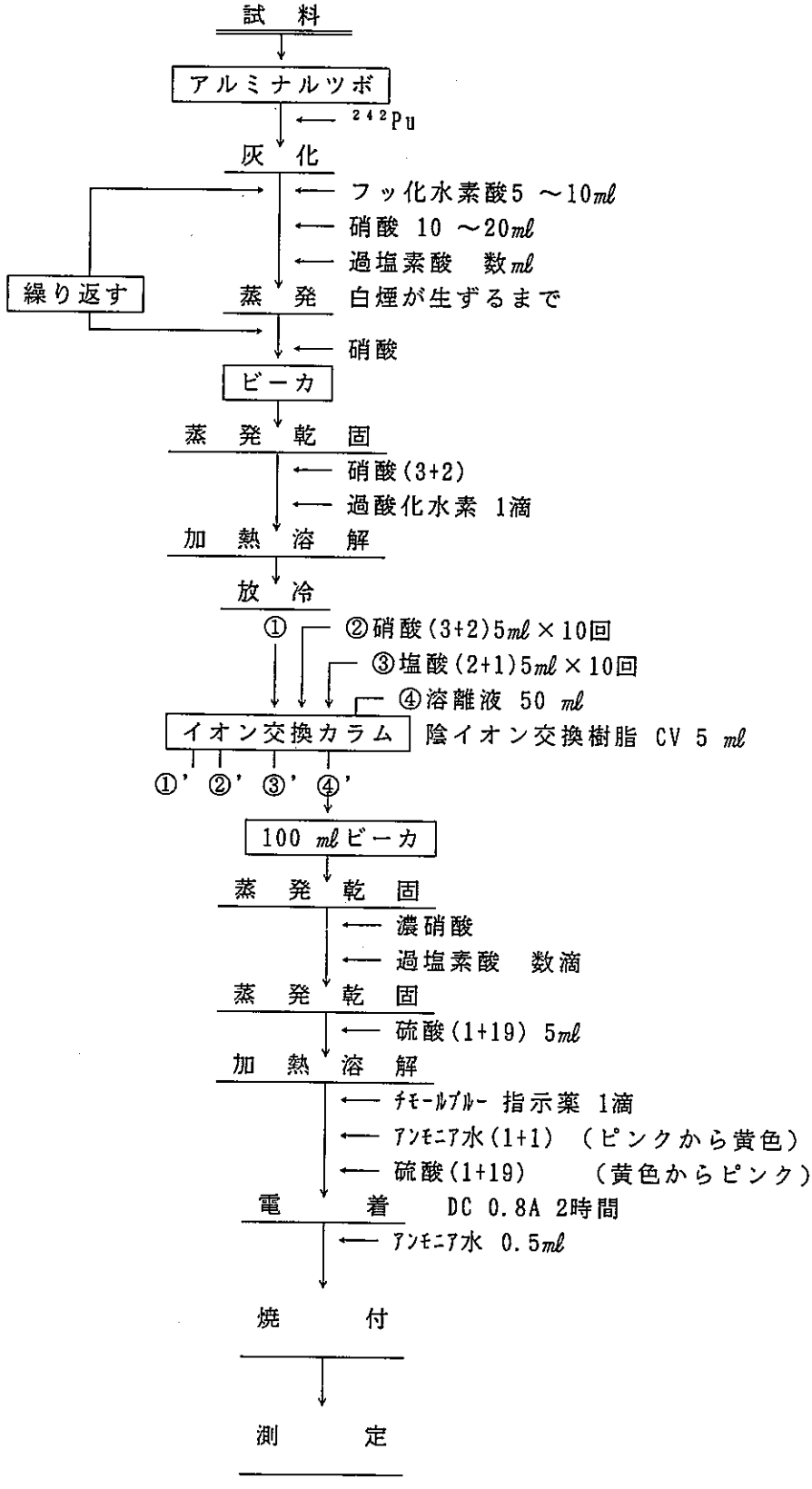
図3　電着セルプロテクターと白金電極

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・54・Pu・01 (1993)

8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

44・261・54・PuUSR・01 (1993)

排気中のＰｕ，Ｕ，^{90}Ｓｒ系統分析法

1．要　旨

排気中のダストを補集したＨＥ－40Ｔろ紙を電気炉で灰化後，フッ化水素酸処理により完全に分解する。鉄共沈しＰｕ，Ｕと^{90}Ｓｒを分ける。次に硝酸系陰イオン交換によりＵとＰｕを分離する。

2．適用範囲

核　種	適用範囲　Ｂｑ／試料 以上
Ｐｕ	2×10^{-3}
Ｕ	2×10^{-3}
^{90}Ｓｒ	2×10^{-2}

3．試薬および装置

試薬

1）Ｓｒ担体溶液(0.1ｇSr/㎖) $Sr(NO_3)_2$：硝酸ストロンチウム 121ｇを水に溶解して500㎖にする。

2）^{242}Ｐｕ標準溶液：0.2 Ｂｑ／㎖程度のものを用いる。

3）^{232}Ｕ標準溶液：0.2 Ｂｑ／㎖程度のものを用いる。

4）硝酸　HNO_3：濃硝酸，硝酸(3+2)

5）フッ化水素酸　HF

6）過塩素酸　$HClO_4$　(60%)

7）Ｆｅ担体（10㎎／㎖）$FeCl_3\cdot6H_2O$：塩化第二鉄12.1gを塩酸(1+11) 100㎖に溶解し、水で250 mlとする。

8）アンモニア水　NH_4OH

9）過酸化水素水　H_2O_2 (30%)

10）陰イオン交換樹脂：Dowex 1-×８(100~200mesh Cℓ形），またはBIO・RAD 1-×8(100~200 mesh C ℓ形）を次のようにコンディショニングする。

(1)　樹脂 500㎖を３ℓのビーカーに入れ，２ℓの水を加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

(2)　水酸化ナトリウム溶液(120gNaOH/ℓ)を１ℓ加えよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

(3)　１ℓの水を加えてよく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。

(4) 塩酸(1+1) 2 ℓ を加え，よく撹拌する。上澄みをデカンテーションにより除く。
(5) (1)の要領で上澄みが中性になるまで樹脂を水洗する。
(6) 水に浸したまま保存する。

11) 塩酸 HCℓ ：塩酸(2+1)
12) 塩酸・ヨウ化アンモニウム混合液 8MHCℓ-0.1MNH$_4$I ：ヨウ化アンモニウム14.5g を水313.4 mℓに溶かし塩酸で1 ℓとする。使用当日調整する。

器具
1) アルミナるつぼ
2) テフロンビーカ
3) 電気炉

4．安　全

1) 酸，アルカリ類の皮ふ，眼への飛散および濃厚ガスの吸入等のないように注意する。
2) 必要に応じて保護メガネを着用する。
3) 分析作業時はゴム手袋を着用し，操作は慎重に行う。

5．分析操作

操　作	備　考
1) ダストを補集したろ紙をアルミナルツボにとりSr担体溶液，^{242}Pu標準溶液，^{232}U標準溶液を加え乾燥させる。	1) ^{242}Pu，^{232}U共に0.02 Bq加える。
2) 電気炉で灰化する。	2) 200℃1時間，300℃1時間，500 ℃3～4時間，この時ほとんどの有機物は分解する。
3) 灰化したろ紙をテフロンビーカーに移し，硝酸10～20mℓ，フッ化水素酸5～10mℓ，過塩素酸数mℓを加え，サンドバス上で加熱する。	3) ～4) の操作は保護メガネ等を着用すること。又フードの開口面は10cmとする。
4) 過塩素酸の白煙が生じたらサンドバスよりおろし，硝酸で加熱溶解し500mℓのコニカルビーカに移し，水で液量を300mℓとする。	4) フッ化水素酸は完全に飛ばすこと。
5) Fe担体(10mg／mℓ)を1 mℓ加え，サンドバス上で煮沸する。	5) 炭酸ガスを完全に追い出す。
6) 水酸化物の沈殿が生ずるまでアンモニア水を加え，加温熟成する。	6) よく撹拌しながら加える。沈殿が生じたらさらに10～20mℓ過剰に加える。

操　　作	備　　考
7）ろ紙（5A）で沈殿をろ過し，ろ液はコニカルビーカ500mlに受ける。ろ液はSr分析に使用する。	7）沈殿及びコニカルビーカは微アンモニア水（炭酸ガスを追い出したもの）で洗浄し，ろ液に合せる。 Sr分析は排気中のSr分析マニュアル参照のこと。
8）沈澱を温硝酸(3+2)で溶かし，500mlのコニカルビーカに受け水で200mlにしてサンドバス上で煮沸する。	
9）操作 6）7）8）を行い，溶かした沈澱は100mlビーカに受け蒸発乾固する。	9）軽く乾固する。
10）硝酸(3+2)10mlと過酸化水素1滴を加え加熱溶解する。	
11）この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換カラムに通す。	11）イオン交換カラムに樹脂を5mlつめて，硝酸(3+2)50ml程度で硝酸系にする。
12）硝酸(3+2)5mlで10回流し流出液はU分析に使用する。	12）U分析は排気中のU分析法マニュアル参照のこと。
16）塩酸(2+1)50mlを流す。	
17）塩酸・ヨウ化アンモニウム混合液5mlで10回流す。流出液はPu分析に使用する。	17）Pu分析は排気中のPu分析法マニュアル参照のこと。

6．計　　算

Pu，U，Srの各分析マニアルの計算式に従う。

7．解説および文献

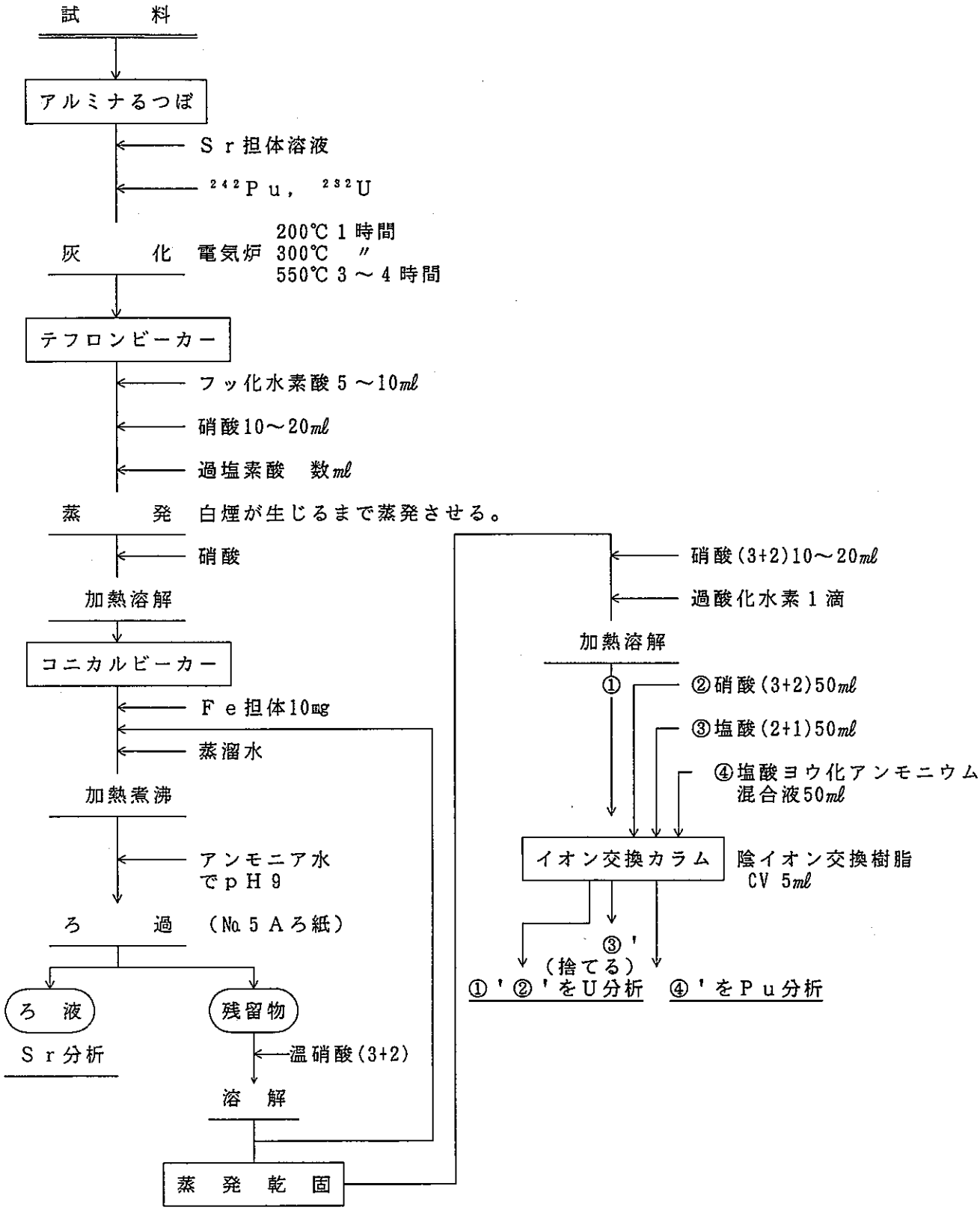
(1) 放射性Sr分析法，科学技術庁1963年
(2) 井上義和，阪上正信；Journal of Radiation Research 11－2，98～106 (1970)
(3) Norton Y. Chu ; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

44・261・54・PuUSR・01 (1993)

8．工　程　図



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

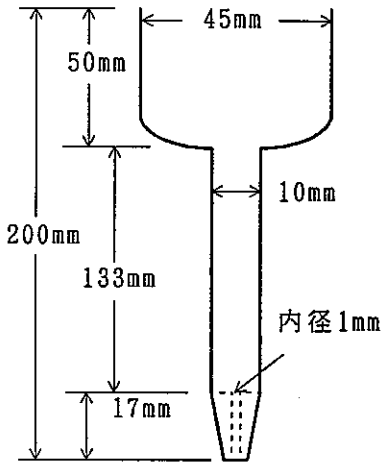


図1　イオン交換カラム

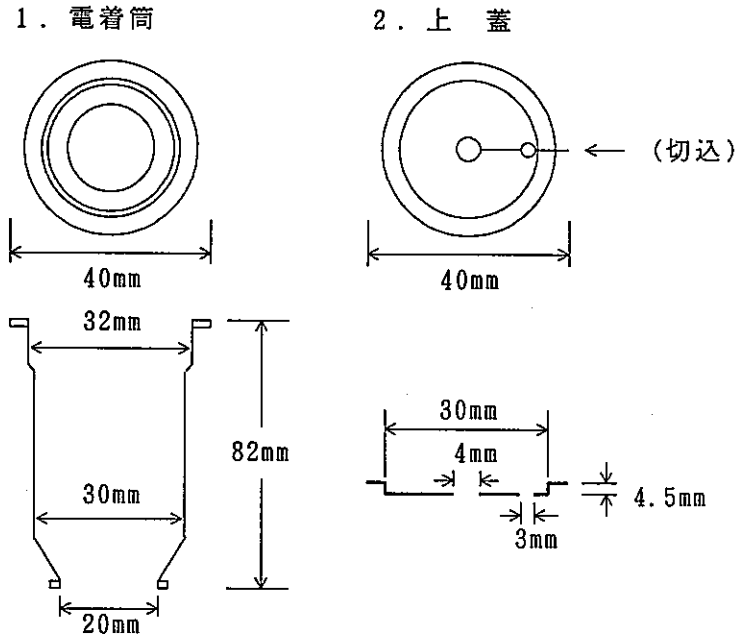


図2　電着セル

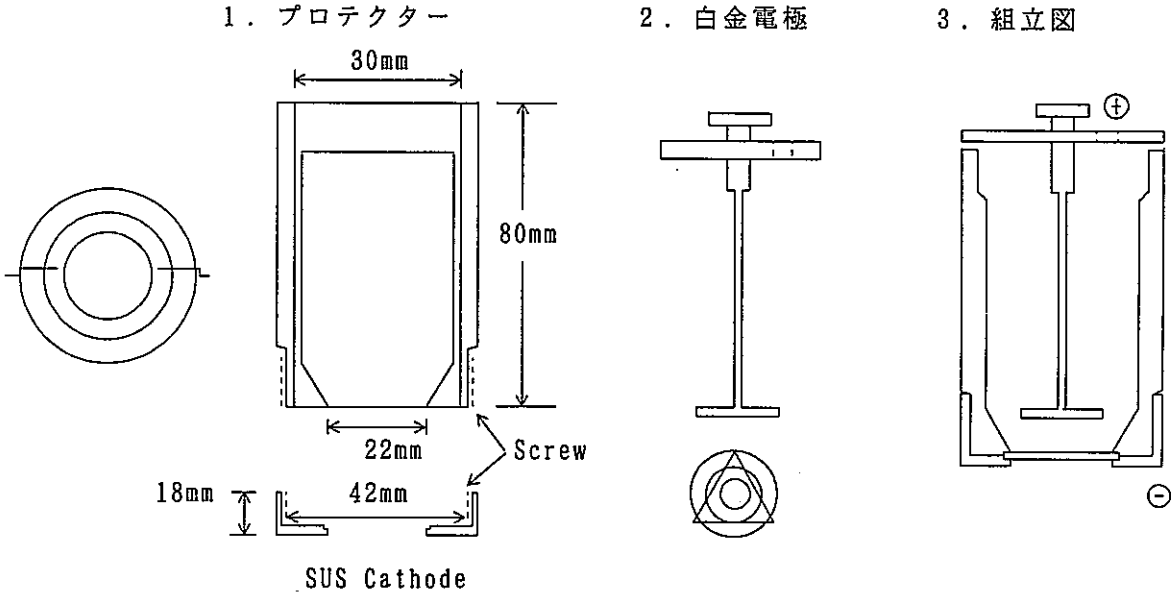


図3　電着セルプロテクターと白金電極

第Ⅳ編　機　器　分　析

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

第Ⅳ編　機器分析

目次

α線放射能測定装置	40・271・58・ALPHA ・01(1993)	機器－1
α線サンプルチェンジャー放射能測定装置	40・271・58・ALPHA ・02(1993)	機器－2
β線サンプルチェンジャー放射能測定装置	40・271・58・BETA ・01(1993)	機器－3
γ線サンプルチェンジャー放射能測定装置	40・271・58・GANMA ・01(1993)	機器－4
低バックグランドα・β放射能測定装置	40・271・58・LDUAL ・01(1993)	機器－5
α線スペクトル自動解析装置	40・271・54・ALPHA ・01(1993)	機器－6
Ｇｅ半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリ（自動解析法）	40・271・55・GE ・01(1993)	機器－7
Ｇｅ半導体検出器（検出器：Ｎｏ．４）を用いたγ線スペクトロメトリ（自動解析法）	40・271・55・GE ・02(1993)	機器－8
液体シンチレーションカウンタ（ＬＫＢワラック社１２１９）	40・271・57・LSS ・01(1993)	機器－9
液体シンチレーションカウンタ（パッカード社２５５０ＴＲ／ＡＢ）	40・271・57・LSS ・02(1993)	機器－１０
誘導結合プラズマ発光分析装置（ＩＣＰ）	40・271・34・ICP ・01(1993)	機器－１１
原子吸光光度計	40・271・32・ATOM・01(1984)	機器－１２
フレームレスアトマイザー取扱い法	40・271・32・ATOM・02(1993)	機器－１３

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・58・ALPHA・01 (1993)

α 線 放 射 能 測 定 装 置

1．適用範囲

このマニュアルは，排水等の全α放射能を測定するために用いるα線放射能測定装置の取扱い方法について適用する。

2．機器構成および仕様

1）検出器

(1) ＺｎＳ（Ａｇ）シンチレーション検出器（Aloka ＺＤＳ－４５３Ｂ）

① シンチレータ ： ５０φｍｍ， ＺｎＳ（Ａｇ）

② 使用電圧 ： ＋６００Ｖ ～ １５００Ｖ

③ 寸法，重量 ： ７６φｍｍ×３２９ｍｍ（高），約３ｋｇ

(2) 測定台

① 最大試料寸法 ： ６０φｍｍ

② 試料面－検出器間距離 ： 約２．３㎜（測定時）

③ 試料皿位置切換え ： ＵＰ－ＤＯＷＮ切換え

④ 寸法 ： １２４（巾）×３２９（高）×１９５（奥）㎜

2）計測装置（Aloka ＴＤＣ－５１３）

(1) 接続可能検出器 ： αシンチ，ＧＭプローブ

(2) 入力切換 ： ＴＥＳＴ－ＧＭ－ＳＣＩＮＴ

(3) 表示内容

① 計数値 ： 最大９９９９９９（６桁）

② 測定時間 ： ０．１～９９９．９ｍｉｎ（４桁）

③ 高圧電源 ： Ｖ（４桁）

(4) 高圧設定範囲 ： ３００Ｖ～１５００Ｖ

(5) プリアンプ用低圧 ： ±１２Ｖ（最大５０ｍＡ）

(6) 外形寸法 ： ２８０（巾）×１１０（高）×３５０（奥）㎜

(7) 重量 ： 約４ｋｇ

3）付属品

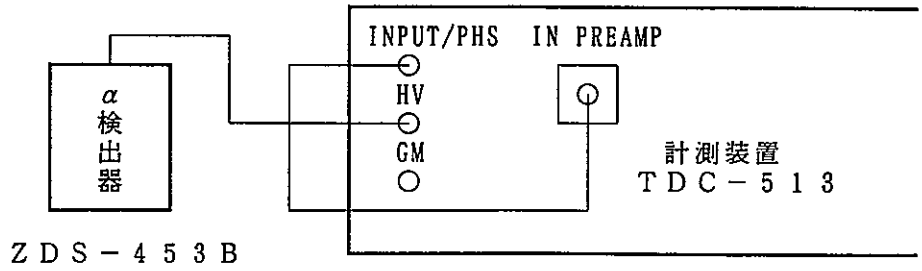
(1) 電源コード ： ＣＰ－１００

(2) アース線 ： ＮＣＣ－０８５０

3．操作方法

1）測定準備

(1) 検出器と計測装置が正しく接続されていることを確認する。



(2) 電源を入れ，POWER ランプが点灯する事を確認する。

(3) 測定条件の設定（測定条件が同じならば必要なし。）

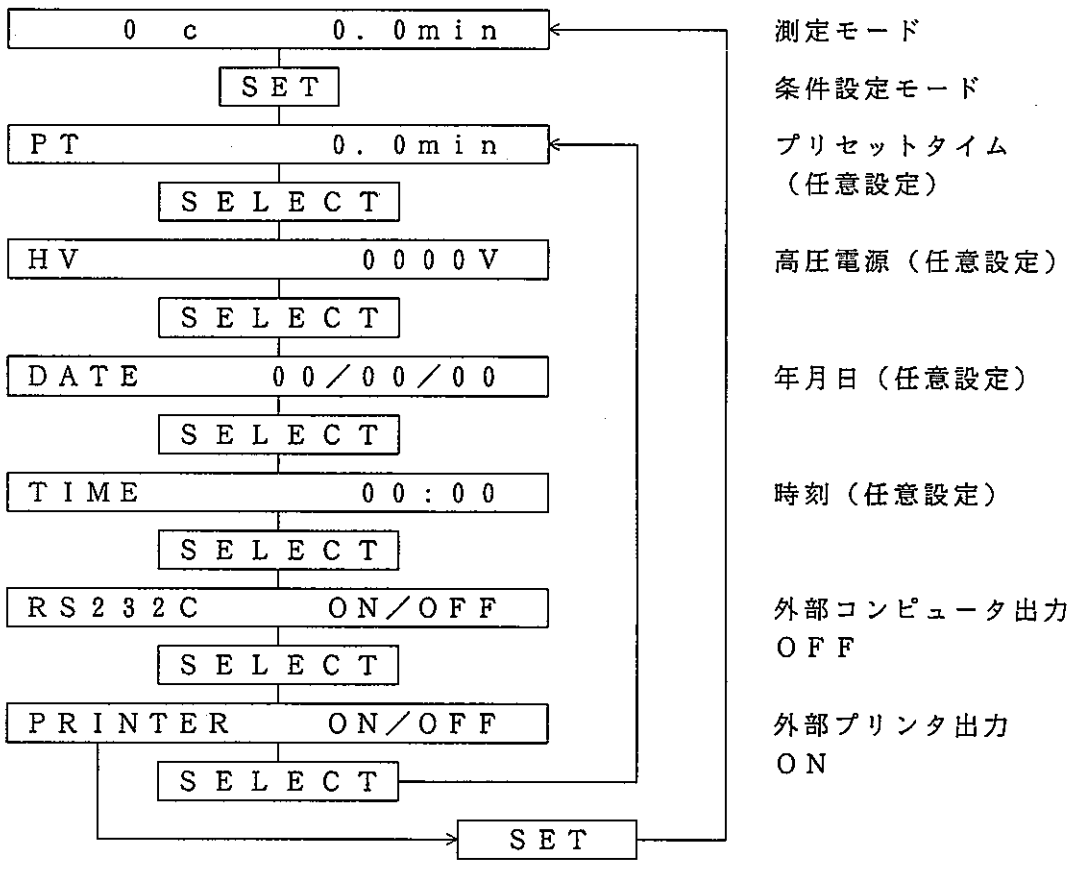
① パネル右側の扉内のＳＥＴスイッチを押し，測定条件設定モードにする。

② 矢印キーで数値を変更し，ＳＥＴスイッチで決定する。

③ ＳＥＬＥＣＴスイッチで次の条件を表示させ，(2)と同様に決定する。

④ 最後の条件が設定終了したら，ＳＥＴスイッチで測定モードへ切り換える。

以下に測定条件設定フローを示す。



(4) ＴＥＳＴモードでの計数確認試験（内部テスト信号による確認）

① プリセットタイムを１．０分とし，ＴＥＳＴスイッチを押す。

② ＳＴＡＲＴ　ＳＴＯＰスイッチを押し，計数を開始する。

③ １分間の計数値が１０００カウントであれば正常である。

(5) α線シンチを使用するため，ＳＣＩＮＴスイッチを押す。

(6) ＨＶ　ＯＮ／ＯＦＦスイッチを押して，高圧電源をいれる。

以上で測定準備は終了。

２）測定

(1) 測定台のＵＰ－ＤＯＷＮ切換をＤＯＷＮの位置にして，試料入れを引き出す。

(2) 試料を測定台へセットし，ＵＰ－ＤＯＷＮ切換をＵＰの位置にする。

(3) ＳＴＡＲＴ　ＳＴＯＰスイッチを押す。

(4) 設定時間で計数が停止し，測定値がプリントされる。

４．点　　検

１）日常点検

(1) バックグランド測定　　１回／日

(b) 計数効率測定　　１回／週

(c) プラトー特性（表１）　バックグランド，計数効率に変化があった時など，必要に応じて行う。

２）定期点検・校正

原則として１回／６ヵ月の頻度で，検出器および前置増幅器の精度，プラトー特性試験等を行なう。点検・校正は放射線管理第１課が行なう。

３）その他の点検・修理

検出部破損，ＨＶ異常等の故障については，その都度，修理・校正依頼書により放射線管理第１課に依頼し点検・修理する。

表 1　α 線放射能測定装置

課長	係長	担当者

点検日：　年　月　日

測定器NO：

H V	cpm

cpm

HV

Vプラトー傾斜：　%／V

プラトー長　：

使用電圧　：

標準線源　：

	計数値／分	B・G計数／分	正味計数率 cps	計数効率 %
U	／	／ cps		

備考

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・58・ALPHA・02 (1993)

α線サンプルチェンジャー放射能測定装置

1．適用範囲

このマニュアルは，排水等の全α放射能を測定するために用いるα線サンプルチェンジャー放射能測定装置の取扱方法について適用する。

2．機器構成および仕様

1）構成

(1) ＺｎＳ検出器 ： Aloka ＺＤ－４５１Ｆ
(2) 自動試料交換装置 ： Aloka ＳＣ－７５６Ｃ
(3) 計測装置 ： Aloka ＴＤＣ－５１１
(4) デジタルプリンタ ： Aloka ＥＤＰ－１１１

2）仕様

(1) ＺｎＳ検出器
① シンチレータ ： ５０mmφ ＺｎＳ（Ａｇ）
② 使用電圧 ： ＋６００Ｖ ～ ＋１２００Ｖ
③ 寸法，重量 ： 約７６φ×（高）３１０mm ，約２ｋｇ

(2) 自動試料交換装置
① 試料積載数 ： ３０個
② 遮蔽 ： 鉛遮蔽（上部 約３ｃｍ，下部 約５ｃｍ）
③ サイクル設定 ： １～９回及び連続繰り返し測定
④ 自動停止 ： 全試料測定終了後自動停止
⑤ 寸法，重量 ： 約（巾）280mm×（高）550mm×（奥行）540mm ，約65ｋｇ

(3) 計測装置
① 高圧電源（出力） ： ０Ｖ ～ ＋３０００Ｖ
② カウント設定 ： 6桁（最大 999999 カウント）
③ 計測時間設定 ： ０．１～９９９．９（分または秒）
④ 演算機能 ： B,G,減算，係数効率，放射能，相対標準偏差，検出限界値等
⑤ 寸法，重量 ： 約（巾）430mm×（高）130mm×（奥行）450mm ，約10ｋｇ

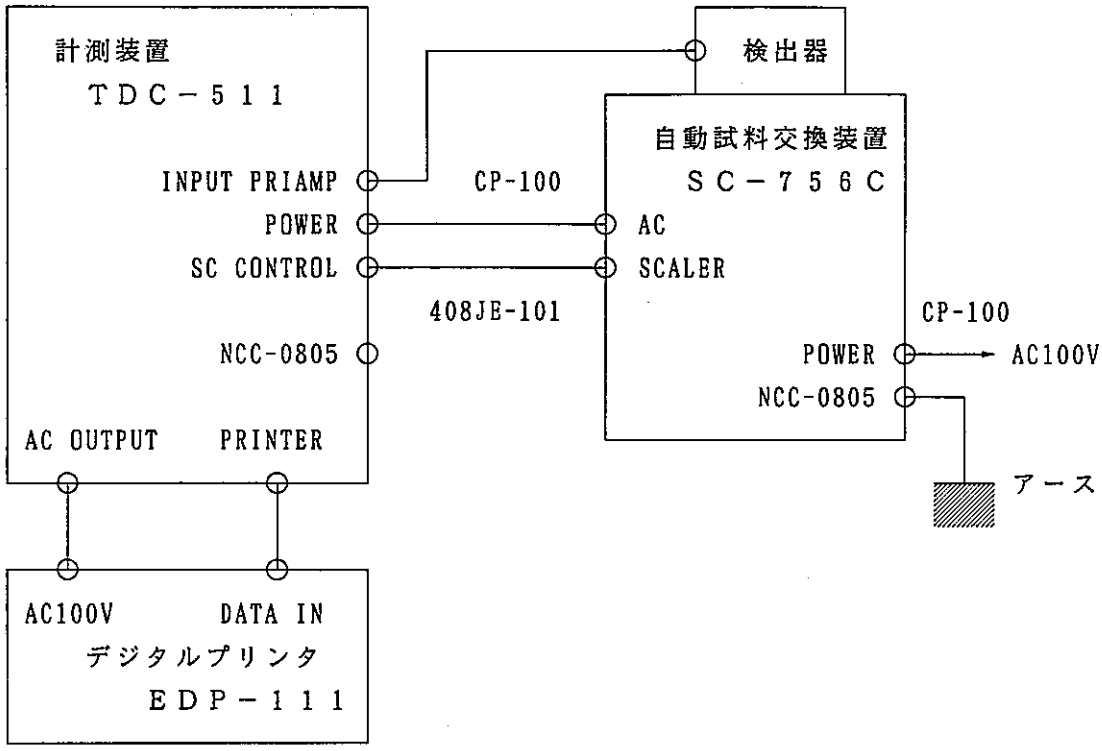
(4) デジタルプリンタ
① 印字方式 ： ５×７ドットマトリクス，最大４０桁
② 印字寸法 ： 巾１．２mm，高さ２．７５mm
③ 記録紙 ： 巾６９mm×外径６０φ ロール紙
④ 接続コネクタ ： データ入力用，３６Ｐコネクタ（ 57-303600）
⑤ 寸法 重量 ： 約（巾）197mm×（高）75mm×（奥行）240mm ，約３ｋｇ

3．操作方法

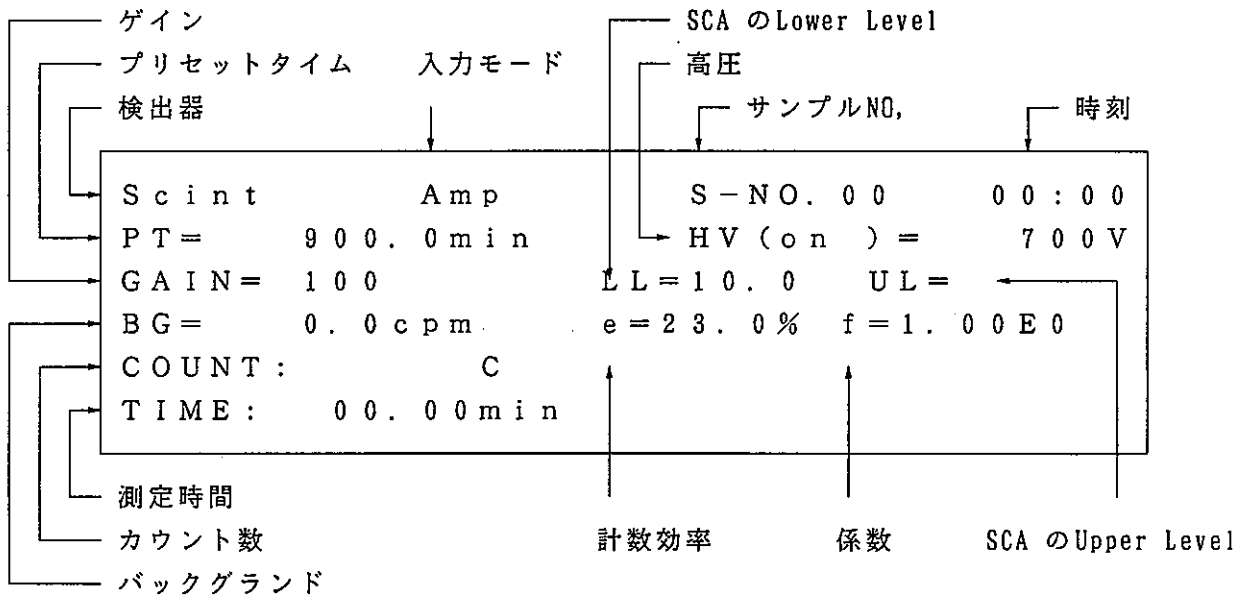
1）測定準備

(1) 自動試料交換装置，計測装置，デジタルプリンタを接続し，電源を入れる。

注）自動試料交換装置のPOWERスイッチをONしてから計測装置のPOWERスイッチをONする。



(2) 電源ON後，計測装置のPOWER ランプが点灯し，前回使用した初期画面が表示される。



(3) 測定条件の設定（測定条件が初期画面と同じならば変更の必要はない。）

① Menuスイッチを押し，Setup Menuの表示画面とする。

```
Setup Menu
 1 Date          6 PT／PC        11 I／O
 2 Pre／Amp      7 BG SUB        12 LIST
 3 SCA／COIN     8 FACTOR        13 TEST
 4 HV            9 Changer       14 EXIT
 5 Protect      10 Printer
```

② Setup Menuでは以下に示す項目の条件設定ができる。

1	Date	:	月日時刻
2	Pre／Amp	:	検出器，入力モード，増幅度，アンプ入出力特性 波形整形
3	SCA／COIN	:	SCA モード，レベル，コインシデンス
4	HV	:	高圧電源電圧，設定上限値
5	Protect	:	測定表示画面での切り換え，設定をできなくする。
6	PT／PC	:	プリセットタイム，プリセットカウント，繰返し測定
7	BG SUB	:	バックグランドの設定（測定）
8	FACTOR	:	単位，係数，演算条件の設定
9	Changer	:	チェンジャーコントロール，B.G.自動減算
10	Printer	:	プリント出力の有無，フォーマット
11	I／O	:	RS－232C，伝送速度，ビットフォーマット
12	LIST	:	測定データの表示
13	TEST	:	プリアンプ，リニアアンプ，SCA，メモリーの自己診断
14	EXIT	:	Setup Menuから測定画面への移行

③ αシンチを接続して測定する場合の条件設定

(a) Pre／Amp

DETECTOR	:	Scint	Gain	:	100
Input	:	Amp	Polarity	:	Neg IN
Shaping	:	Gauss	Polarity	:	Neg OUT

(b) SCA／COIN

SCA mode	:	INT	UL	:	—— %
LL	:	10.0%	COIN mode	:	OFF
dE	:	—— %			

(c) HV

HV mode	:	Coutinue	LIMIT	:	任意 V
HV	:	任意 V			

(d) Ｐｒｏｔｅｃｔ（任意に設定）

HV on/off	:	ＹＥＳ or ＮＯ	GAIN	:	ＹＥＳ or ＮＯ
HV	:	ＹＥＳ or ＮＯ	LL,UL	:	ＹＥＳ or ＮＯ

(e) ＰＴ／ＰＣ

Preset	:	ＰＴ	PC COUNT	:	——
PT min	:	任意	REPEAT	:	1

(f) ＢＧ　ＳＵＢ

BG mode	:	Ｍｅａｓｕｒｅ	PT min	:	９００．０
BG cpm	:	自動表示	DATE	:	自動表示

(g) ＦＡＣＴＯＲ

EFF. %	:	任意	FACTER	:	１．００Ｅ０
UNIT	:	Ｂｑ（任意）			

(h) Ｃｈａｎｇｅｒ

Control	:	ＹＥＳ	AUTO BG	:	ＮＯ

(i) Ｐｒｉｎｔｅｒ

PRINT	:	ＹＥＳ	LIM CHECK	:	ｏｆｆ
FORMAT	:	ＡＵＴＯ			

(j) Ｉ／Ｏ

Control	:	ＮＯ	Code	:	——
bit/sec	:	——			

2）自動測定

(1) 測定試料を INLET側にセットする。

(2) 自動試料交換装置のCYCLE スイッチを１にセットする。

(3) 測定終了後に電源を自動遮断する時は，AUTO BREAKスイッチをＯＮにする。

(4) 自動試料交換装置のAUTOスイッチを押し，AUTO ﾗﾝﾌﾟとREADY ﾗﾝﾌﾟ の点灯を確認する。

(5) 計測装置のSTART STOPスイッチを押すと，測定が開始される。
なお，AUTO BG が YESになっている場合は，バックグランドの測定から開始する。

(6) 測定終了後，結果がプリントされる。

3）手動測定

(1) 測定試料を INLET側にセットする。

(2) 自動試料交換装置のSAMPLE SETスイッチを押すことにより，試料を送り込む。

(3) 測定可能状態になると，Measure ランプが点灯するので 計測装置のSTART STOPスイッチを押し，測定を開始する。

(4) 測定終了後，結果がプリントされる。

4．点検等

1）日常点検

(1) バックグランド測定 ： 1回／日

(2) 計数効率測定 ： 1回／週

(3) プラトー特性 ： 計数効率，バックグランドが大きく変化した場合に実施する。（±10％以上）

点検記録用紙の書式は，α放射能測定装置の表1に従う。

2）定期点検・校正

原則として1回／6ヵ月の頻度で，検出器および前置増幅器の精度，プラトー特性試験等を行なう。点検・校正は放射線管理第1課が行なう。

3）その他の点検・修理

検出部破損，HV異常等の故障については，その都度，修理・校正依頼書により放射線管理第1課に依頼し点検・修理する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40･271･58･BETA･01 (1993)

β線サンプルチェンジャー放射能測定装置

1．適用範囲

このマニュアルは，排水等のグロスβ放射能を測定するために用いるβ線サンプルチェンジャー放射能測定装置の取扱方法について適用する。

2．機器構成および仕様

1）検出装置

(1) ＧＭ管検出器：Aloka ＧＰ－１４Ｖ
(2) ＧＭ管：端窓型（窓厚 約2.5㎎／㎠），５０㎜φ
(3) 寸法，重量：７６φ×２３０㎜，約3.7ｋｇ

2）自動試料交換装置（Aloka ＳＣ－７０２型）

(1) 遮蔽方法：鉛３０㎜厚
(2) 試料積載数：１５個
(3) 制御方式：手動（ＭＡＮ）－自動（ＡＵＴＯ）
(4) サイクル設定：1，2，3，4，5回および無限の6段階
(5) 空送り機構：試料有無の検出（サンプル積載していない個所は飛ばし，積載してあるサンプルのみ自動的に測定）
(6) 自動停止：全測定終了後自動停止
(7) 警報発信：自動停止後約30秒間継続アラーム音発振
(8) 寸法，重量：約（幅)610㎜ ×（高)390㎜ ×（奥行)440㎜，約６６kg

3）計測装置（Aloka ＪＤＣ－５０１Ｘ型）

(1) 入力信号切換：ＧＭ－ＴＥＳＴ－ＳＣＩＮＴ
(2) プリセットカウント：１ｋ，２ｋ，４ｋ，10k，20k，40k，100k，200k，400k，800k
(3) 計数容量：6桁数字表示管 （ＡＵＴＯ）
(4) プリセットタイム：0.1～９９９.９秒または分，4桁デジスイッチにて任意設定
(5) 高圧出力：＋５００Ｖ～１５００Ｖ（３回転マルチダイアル）
(6) 寸法，重量：約（巾)476㎜ ×（高)249㎜ ×（奥行)450㎜，約２０kg

4）デジタルプリンタ（Aloka ＥＤＰ－１０１型）

(1) 印字速度：２行／秒 以上
(2) 印字桁数：最大２１桁
(3) 印字方法：幅 1.8㎜×高 2.9㎜，赤・黒２色
(4) 寸法，重量：約（幅)466㎜ ×（高)250㎜ ×（奥行)450㎜，約２０kg

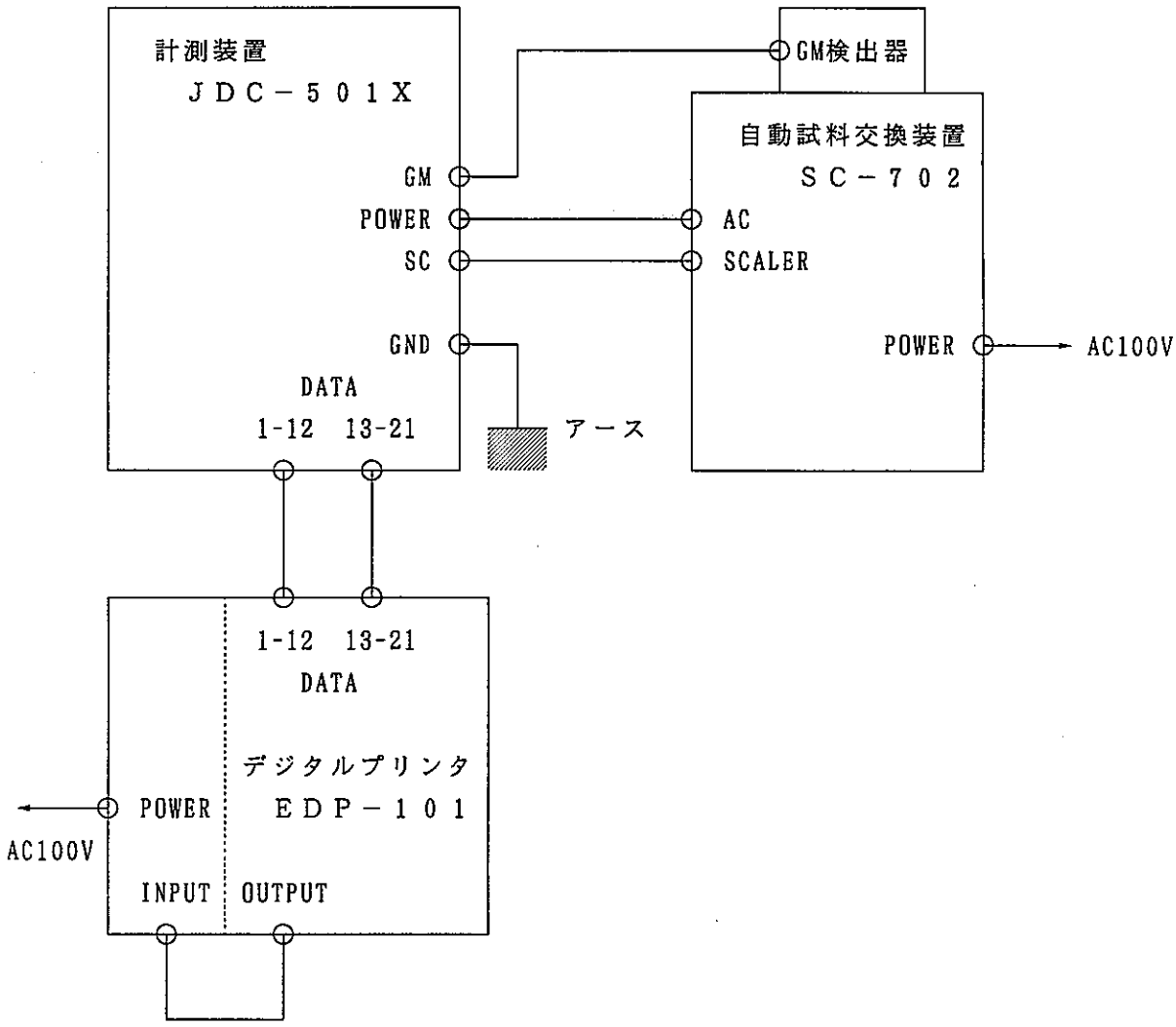
3．操作方法

1）測定準備

(1) プローブからのケーブルが計測部に正しく接続されていることを確認する。

(2) 自動試料交換装置，計測装置，デジタルプリンタの接続を確認し，電源を入れる。

注）自動試料交換装置のPOWERスイッチをONしてから計測装置のPOWERスイッチをONする。



(3) HV調節ダイヤルが0，入力選択スイッチがTEST，HV POWERスイッチがOFF となっていることを確認する。

(4) POWER スイッチをONにする。

(5) 計測部の入力選択スイッチをGMに合わせる。

(6) HV POWERスイッチONにし，事前に求めておいた印加電圧をHVメータの目盛りを見ながらHV調節ダイヤルにより設定する。

(7) プリセットを時間で行なう場合は，OPERATE をPTに合わせる。またプリセットをカウント数で行なう場合はPCに合わせる。PTC に合わせると，時間またはカウント数のどちらかがプリセットに達した場合，計数が停止する。
(8) CONTROL は，AUTO（自動測定）に合わせる。
(9) 時間で測定を停止させる場合は，プリセット・タイムを設定する。
① プリセット・タイムは，×××．×と設定し，単位は，SECまたはMINをスイッチで選択する。
(10) カウント数で測定を停止させる場合は，プリセット・カウントを設定する。
① プリセットは，1k，2k，4k，10k，20k，40k，100k，200k，400k，800kカウントが選択できる。

2）自動測定
(1) 試料ホルダーに試料を入れターンテーブルに置く。
(2) 交換部をAUTOにしたのち，サイクルを任意に設定する。
(3) 測定条件を任意に設定する。
(4) 各機器の制御器類が確実に所定の位置に設定されていることを確認した後，自動試料交換装置のSTARTボタンを押し，測定を開始させる。

3）自動動作の説明
制御器その他の設定
制御方式切換器：AUTO
サイクル設定器：任意（例1）
試　料　積　載：No.1～No.15
要 測 定 試 料：No.1～No.15

(1) START ボタンを押す。アームはターンテーブル上から測定台へ移動を始め赤灯が点灯する。
(2) アームが移動し試料が測定台内に挿入されると赤灯は消灯し，緑灯が点灯してスケーラは計数を開始する。
(3) 測定がPT，PC，STOPの信号にてスケーラの計数が停止する。緑灯は消灯し赤灯が点灯してアームは測定台からターンテーブルへと移動を開始し，プリンタへ計数値，測定時間，試料番号をプリントする。スケーラ計数表示がRESETされる。
(4) 試料がターンテーブル上の元の位置に戻りターンテーブルは時計方向に回転を始め，自動的に試料が交換され測定される。
(5) サイクルで指定した回数を測定終了すると停止したのち，しゃ断回路が作動し約30秒後にサンプルチェンジャーがしゃ断される。
（注）電源がしゃ断される前，動作停止ボタン（STOP）を押すとアラーム音を停止し，電源しゃ断は行なわれない。

4）手動動作の説明

制御器その他の設定

制御方式切換器：MAN

サイクル設定器：任意

要 測 定 試 料：No.1～No.5とする。

スケーラの設定は自動測定と同様

(1) 試料ホルダーに試料を入れターンテーブルに置き，START スイッチを押す。

(2) 試料はアームにより測定台へ挿入され赤灯は消灯し緑灯が点灯したのち測定を開始する。

(3) PT，PC，STOPにて測定が終了するとアームは試料を測定台よりターンテーブルへ引き出す。

(4) 測定終了後プリンターにより計数値，測定時間，試料番号を打ち出す。
その後計数表示がRESETされる。

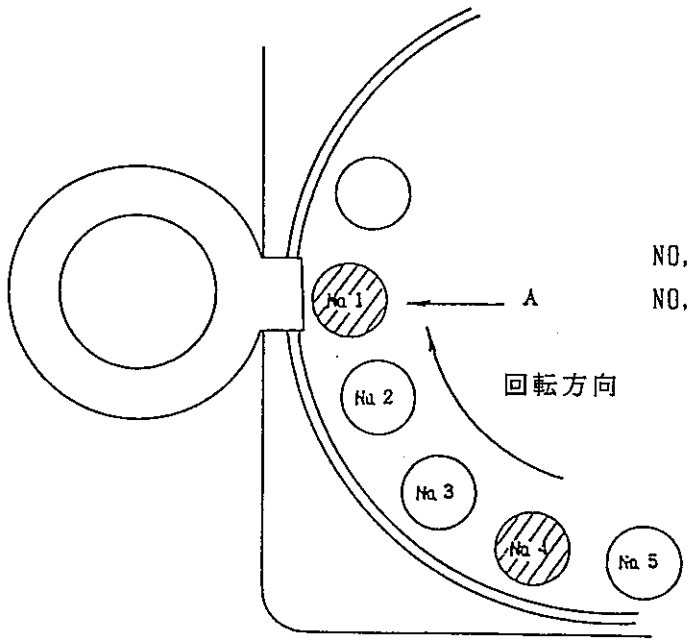
(5) 試料がターンテーブルに戻り停止する。ターンテーブルは時計方向に回転を始めアラーム音を発し，次の試料がアームの下に移動し回転停止する。アラーム音を解除する為STOPを押す。

(6) 次の試料の測定を行う場合には再度スタートボタンを押して，上記操作を繰り返す。

5）空送り機構動作の説明

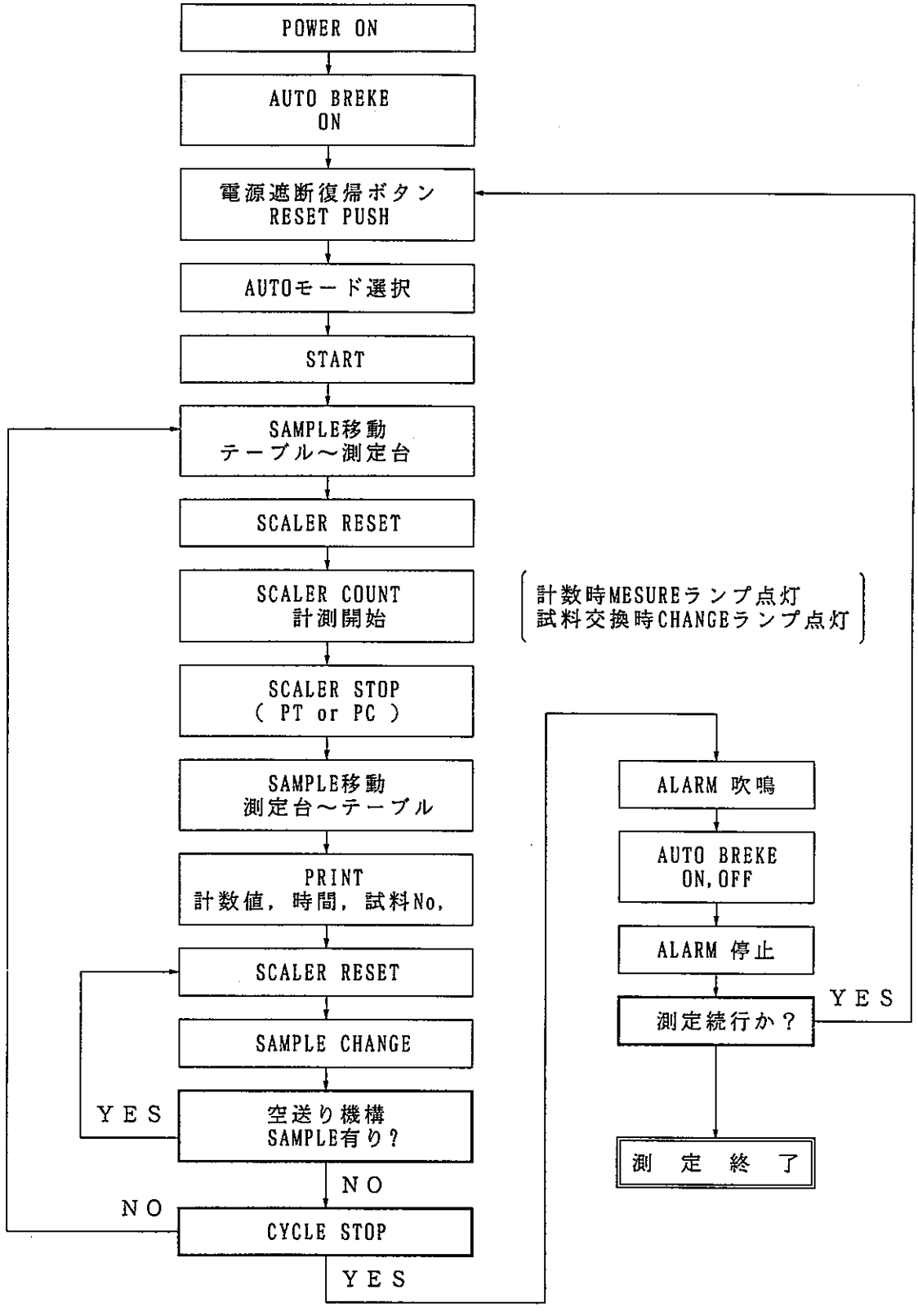
下図状態にて動作説明を行う。

STARTボタンを押すとNo.1試料皿は測定台へ送り込まれ計数を開始し，測定終了にてNo.1試料はターンテーブル上へ戻されターンテーブルは回転を始め試料交換を行う。No.2，No.3には，試料皿が積載されてない為，No.4積載皿がA点に達するまで回転をつづける。試料皿が積載されない個所は飛ばして測定する。

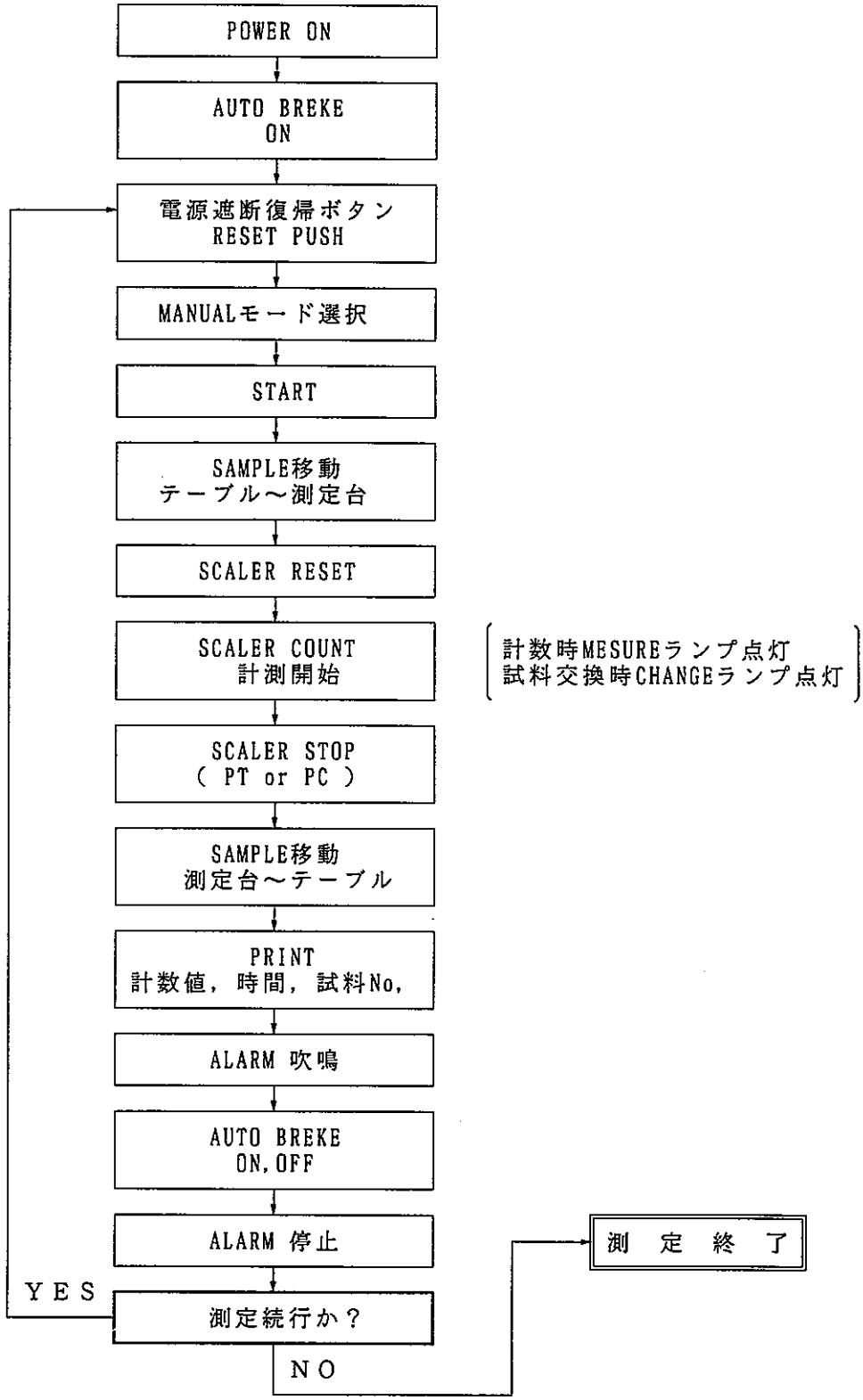


NO,1とNO,4に試料皿がある。
NO,1,3,5には試料皿が無い。

4．ＡＵＴＯ動作フロシート



5．ＭＡＮＵＡＬ動作フロシート



6．点　　検

1）日常点検

(1) バックグランド測定　：　1回／日

(2) 計数効率測定　：　1回／週

(3) プラトー特性　：　バックグラウンド，計数効率に変化があった時など，必要に応じて行う。
点検記録用紙の書式はα線放射能測定装置（表1）に従う。

2）定期点検・校正

原則として1回／6ヵ月の頻度で，検出器および前置増幅器の精度，プラトー特性試験等を行なう。点検・校正は放射線管理第1課が行なう。

3）その他に点検・修理

検出部破損，ＨＶ異常の故障については，その都度，修理・校正依頼書により放射線管理第1課に依頼し点検・修理する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・58・GANMA・01 (1993)

γ線サンプルチェンジャー放射能測定装置

1．適用範囲

このマニュアルは，排気等の放射性ヨウ素等のγ線放出核種を分析するために用いるγ線核種分析用サンプルチェンジャー（検出器:No.3)の取扱方法について適用する。

2．機器構成および仕様

図1にγ線サンプルチェンジャーの構成図を示す。

1）計測装置

(1)	Ｇｅ検出器(No,3)	：	ORTEC　ＧＭＸ－３０１９０，相対効率≧３０％
(2)	クライオスタット	：	ORTEC　CFG-XLB-GMX-SV　低B.G.クライオスタット
(3)	分解能	：	≦1.90keV(FWHM at 1.33MeV)，≦715 eV(FWHM at 5.9 keV)
(4)	ピークシェイプ	：	FWTM／FWHM　≦1.95(at 1.33MeV)
			FWFM／FWHM　≦2.80(at 1.33MeV)
(5)	ﾋﾟｰｸ 対ｺﾝﾌﾟﾄﾝ 比	：	≧５２／１
(6)	高圧電源	：	ORTEC ４５９
(7)	比例増幅器	：	ORTEC ６７２
(8)	ＡＤＣ	：	ORTEC １８２１

2）遮へい体

(1)	遮へい体材質	：	鉄材（ＳＳ４１）70 mm，無酸素銅 1 mm，カドミウム 1 mm
			内面ウレタンクリア仕上げ
(2)	外形寸法，重量	：	縦横高さ共に340 mm，重量約500 kg

3）自動試料交換装置

(1)	試料形態	：	チャコールフィルタ（ＣＰ－２０）
			チャコールカートリッジ（ＣＨＣ－５０）
(2)	試料積載数	：	３０個
(3)	制御方式	：	自動（ＡＵＴＯ），１～９回サイクル設定
(4)	自動停止	：	全試料測定終了後自動停止
(5)	外形寸法	：	約（巾）1000㎜×（高）1000㎜×（奥行）1000㎜

4）解析装置等

(1)	多重波高分析装置	：	セイコーＥＧ＆Ｇ　7800-4A2（8192チャンネル）
(2)	パソコン	：	ＰＣ－９８０１　ＦＡ
(3)	プリンタ	：	ＰＣ－ＰＲ２０１
(4)	ＣＲＴ	：	１４インチ　カラーＣＲＴ

3．操作方法

1）測定準備

(1) ハードウェアシステムが構成図の様に正しく接続されている事を確認する。

(2) ＨＶ調節ダイヤルが０に，HV POWERスイッチがＯＦＦになっていることを確認する。

(3) ビン電源，パソコン電源，チェンジャー電源スイッチをＯＮにする。

(4) チェンジャーコントローラのスイッチを、自動モードへ切り換える。

(5) リニアアンプを表１の値に設定する。

(6) HV POWERスイッチをＯＮとし，事前に求めておいた印加電圧をＨＶメータの目盛を見ながらＨＶ調節ダイヤルにより設定する。

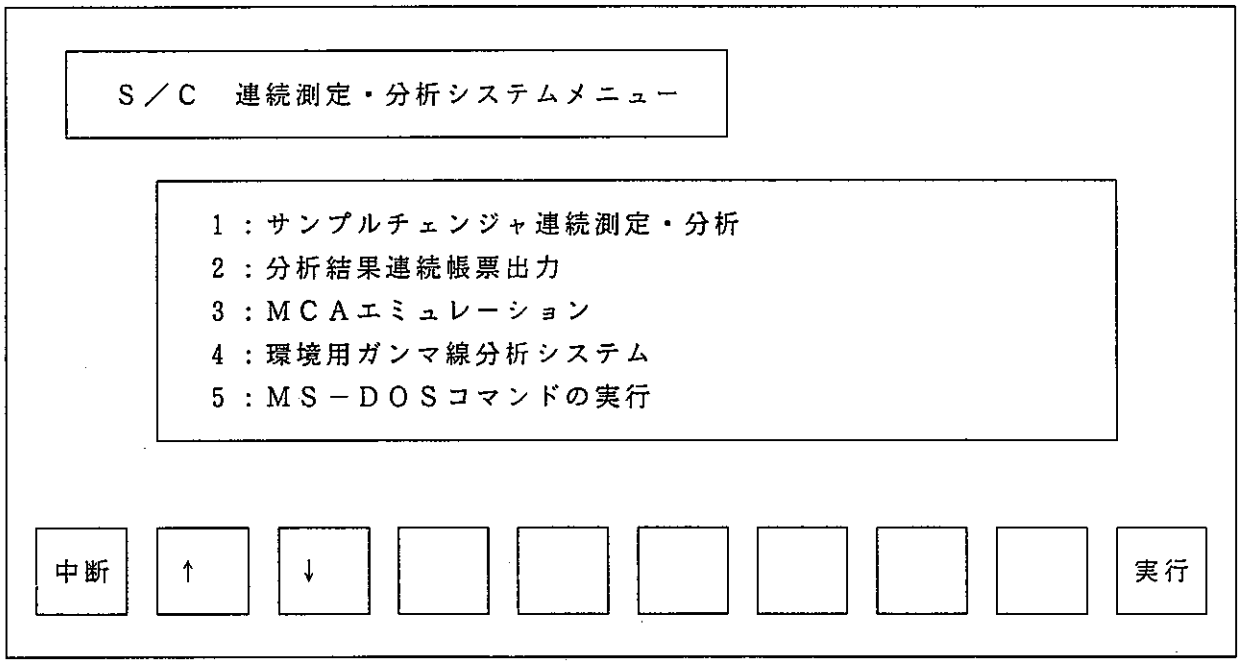
表１　リニアアンプの設定値

設定項目	設定値
ＧＡＩＮ	７．５６
ＳＨＡＰＩＮＧ　ＴＩＭＥ	６μ sec
ＩＮＰＵＴ	ＮＥＧ

2）試料測定

(1) 試料ホルダーに試料をセットする。

(2) 下図のメインメニューにおいて「１：サンプルチェンジャ連続測定・分析」を選定。



(3) 次のサンプルチェンジャ連続測定・分析（１）画面において、デフォルト・データ・グループ名などの各測定・分析条件を入力する。

```
サンプルチェンジャ連続測定・分析（１）

  ①  デフォルト・データ・グループ名          Ａ：
  ②  スペクトルファイル名称                  ＤＡＴＡ
  ③  スペクトルファイル登録ディレクトリ      Ａ：¥
  ④  繰り返し回数                            1
  ⑤  分析毎のプリンタ出力の有無              ＹＥＳ　ＮＯ
  ⑥  プリンタ出力のデータ                    システム同様
  ⑦  予想ピーク数                            ―
  ⑧  予約ドライブ                            Ａ
```

(4) 各条件入力後、Ｆ・１０（終了）キーを押し、確認後、Ｙキーを押す。中断する場合はＦ・１（中断）キーを押して、次図の中断処理を選択する。

```
中断処理の選択

      測定を中断しました。
      どちらの処理を実行しますか？
          Ａ：割り込み作業
          Ｂ：測定・分析条件変更
      選択　：
```

(5) 続いて下図のサンプルチェンジャ連続測定・分析（２）メニューにおいて効率、エネルギー校正などの各パラメータを入力する。

```
サンプルチェンジャ連続測定・分析（２）

      効率校正（Ａ）
      効率校正（Ｂ）
      効率校正（Ｃ）
      効率校正（Ｄ）
      エネルギ校正
      核種ライブラリファイル名
      核種属性
          サーチドピーク分析用
          定量分析用
          定量帳票用
```

(6) 条件入力後、Ｆ・１０（終了）キーを押し、確認後、Ｙキーを押す。

(7) 更に下図のサンプルチェンジャ連続測定・分析（３）メニューにおいて効率、エネルギー校正などの各パラメータを入力する。

サンプルチェンジャ連続測定・分析（３）

グループ名　　：〔　〕　　効率校正
保存ファイル名：〔　〕　　A：〔　　〕
保存ディレクトリ　　B：〔　　〕
　：〔C:¥DATA 〕　　C：〔　　〕
繰り返し回数　：〔　〕　　D：〔　　〕
予想ピーク数　：〔　〕　予約ﾄﾞﾗｲﾌﾞ：〔　〕　プリセットモード（秒）：ライブタイム

No	試料名	測定時間	試料量	単位	効率
1	〔　　〕	〔　　〕	〔　　〕	〔　〕	〔　〕
⟆					
10	〔　　〕	〔　　〕	〔　　〕	〔　〕	〔　〕

[中断] [前頁] [次頁] [　] [　] [前項] [次項] [←] [→] [終了]

(8) 各条件入力後、Ｆ・１０（終了）キーを押し、確認後、Ｙキーを押す。
(9) 入力した各パラメータの値を、Ｆ・８（登録）キーを押して登録する。
(10) Ｆ・１０（開始）キーを押して測定を開始する。
(11) 下図のメッセージに従い測定準備を確認し，Ｙキーを押すと自動測定が開始される。

スペクトルデータ連続測定・分析開始の確認

サンプルチェンジャの準備はよろしいですか？
処理を開始します〔Ｙ：開始〕
中断は，ＥＳＣキーを押してください。

3）データ解析

データ解析及び出力などについてはＧｅ半導体検出器の取扱説明書に準ずる。

4．点　　検

1）自主点検

(1)	バックグランド測定	1回／3カ月
(2)	計数効率測定	1回／3カ月
(3)	ＦＷＨＭ	1回／3カ月
(4)	エネルギー校正	1回／3カ月

2）定期点検・校正

原則として1回／年の頻度で、分解能、相対効率及び前置増幅器などについて業者に依頼する。

3）その他の点検・修理

検出部破損，ＨＶ異常等の故障については，その都度，業者に依頼し点検・修理する。

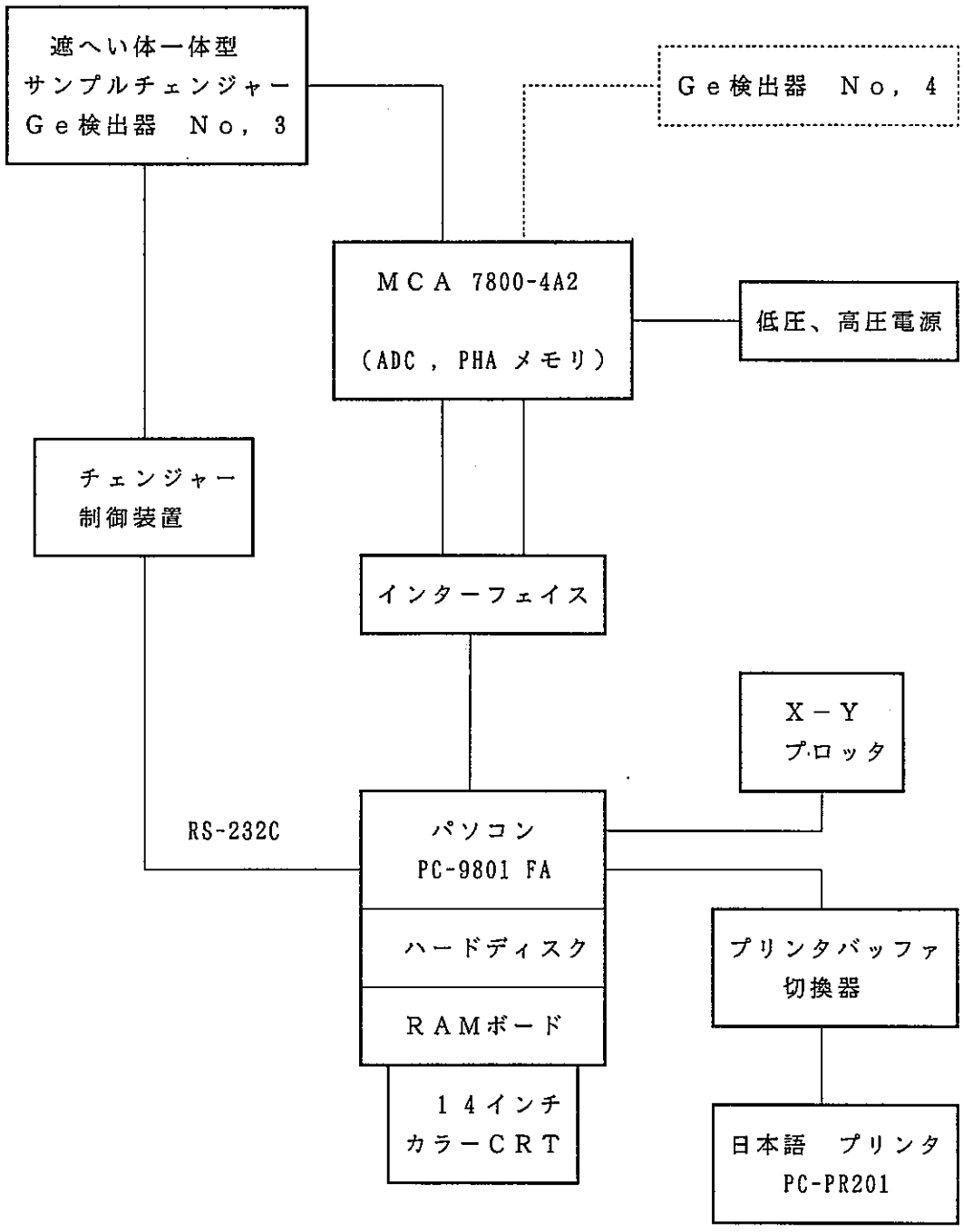


図１　γ線サンプルチェンジャー構成図

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・58・LDUAL・01 (1993)

低バックグラウンドα・β放射能自動測定装置
〔CANBERRA 2404〕

1．要　旨

本装置は，ガスフロー型比例計数管検出器によりα線およびβ線の同時測定を行い，また宇宙線等によるバックグラウンドの除去機能を持った，最大100個までの試料を自動的に測定する，低バックグラウンドα・β放射能自動測定装置である。

2．仕　様

1）製造メーカ，型式　：　キャンベラ社（CANBERRA）2404型

2）試料用検出器　：　薄窓付ガスフロー型比例計数管
- (1) 検出器窓厚　：　100 μg／cm²
- (2) 検出有効径　：　50 mmφ
- (3) 計測ガス　：　PRガス（Ar：90％，CH_4：10％）
- (4) ガス流量　：　0.15 SCFH（約70 mℓ／min）
- (5) 検出感度　：　α線 — ^{241}Amで30％以上
　：　β線 — ^{90}Yで40％以上
- (6) H・V　：　α線 — 950V　　α，β線 — 1500V
- (7) B・G　：　α線 — 約0.2 cpm以下，　β線 — 1 cpm以下

3）宇宙線検出器　：　シールド型比例計数管
- (1) 検出有効径　：　127 mm×162 mm
- (2) 計測ガス　：　PRガス
- (3) 検出感度　：　検出器を通過する宇宙線の90％以上

4）プリンター　：　MODEL 8510

3．安　全

1）β線検出器用PRガス等の高圧ガスボンベの交換作業は，取扱いに十分注意する。

2）測定用アダプターに試料をセットするときはクロスコンタミの防止から試料の取扱いに十分注意し，マガジンの取扱いも極丁寧にする。

3）マガジン挿入口からサンプルチェンジャ部には，ケガの原因となるため絶対に手等を入れない。

4．測定原理等

1）測定法

本装置は，α，β，γ線の放射能濃度の低い場合の計測用に設計されたものである。

システムの系統図を図2に示す。試料からのα，β線は比例計数管によるサンプル検出器で検知され，宇宙線やサンプルからのX線やγ線等の外部からの放射線はガード検出器で検知され，サンプル検出器とガード検出器との反同時計測方式によるバックグラウンドの低減策が取られている。

2）α，β線の同時測定

α，β線同時測定での弁別方法は，サンプル検出器を比例計数領域で作動させているため取り出されるパルス信号が，入射放射線の電離能に比例した波高値を持っている。
従って，シングルチャンネル（ＴＳＣＡ）のチャンネル幅（ΔＥ）を最適な位置に設定することにより，α線によるパルスとβ線によるパルスとに分離することが出来る。
ＴＳＣＡにおいてＬＬＤとＵＬＤ（ΔＥ）を設定し，図1のようにＬＬＤを越えＵＬＤを越えないパルス（ｂ）をβ線とし，ＵＬＤを越えたパルス（ａ）をα線としている。

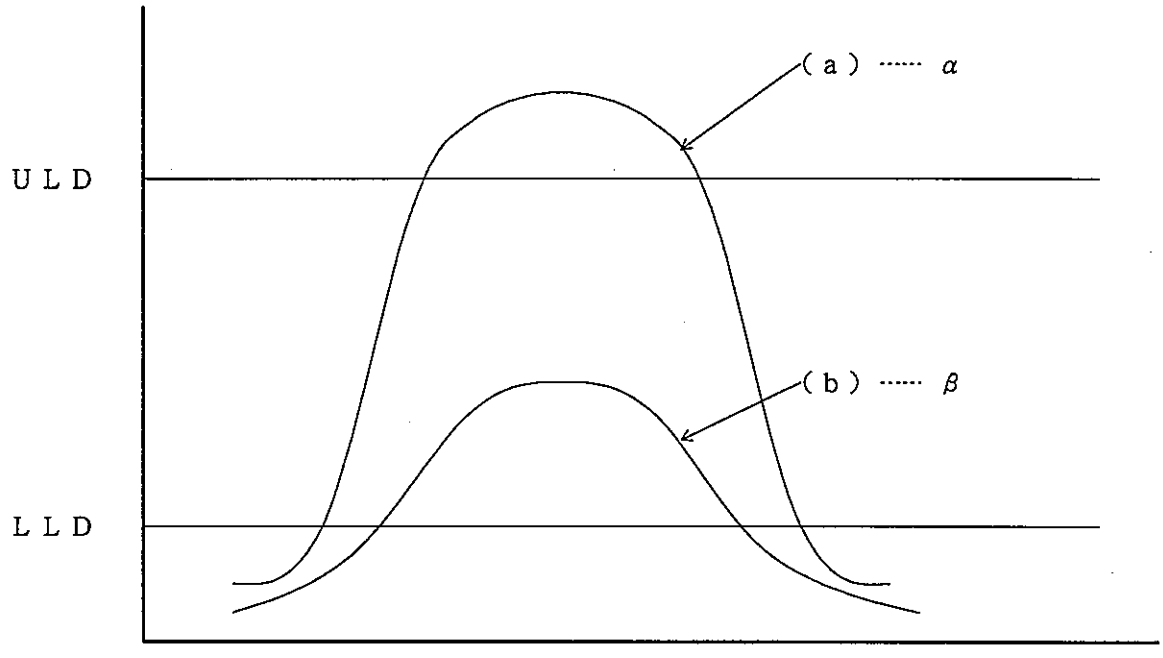


図　　1

4－2　システム系統図

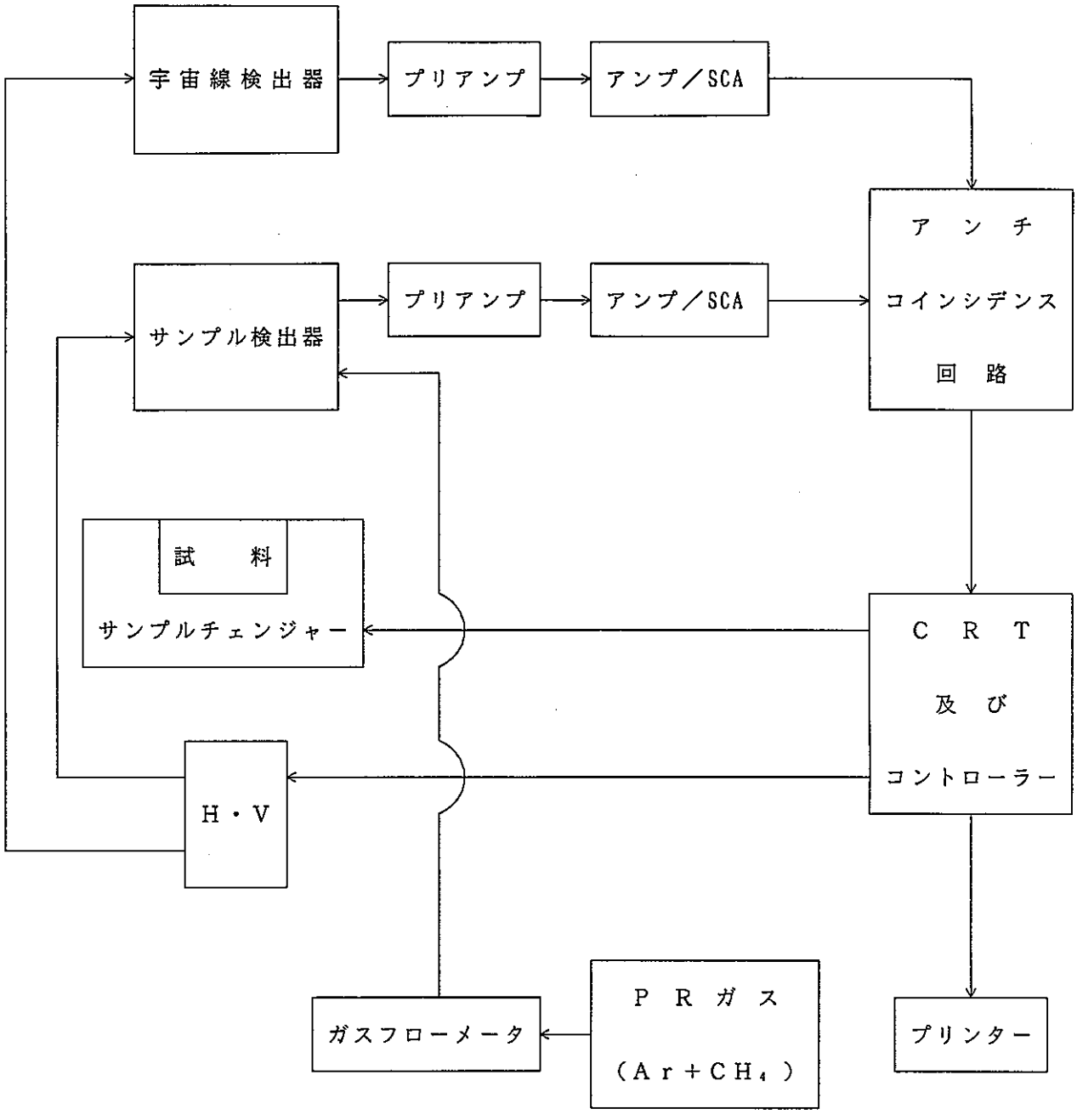


図2　システム系統図

5．各部の名称と説明

5－1　操作スイッチ位置等

1）前面パネル

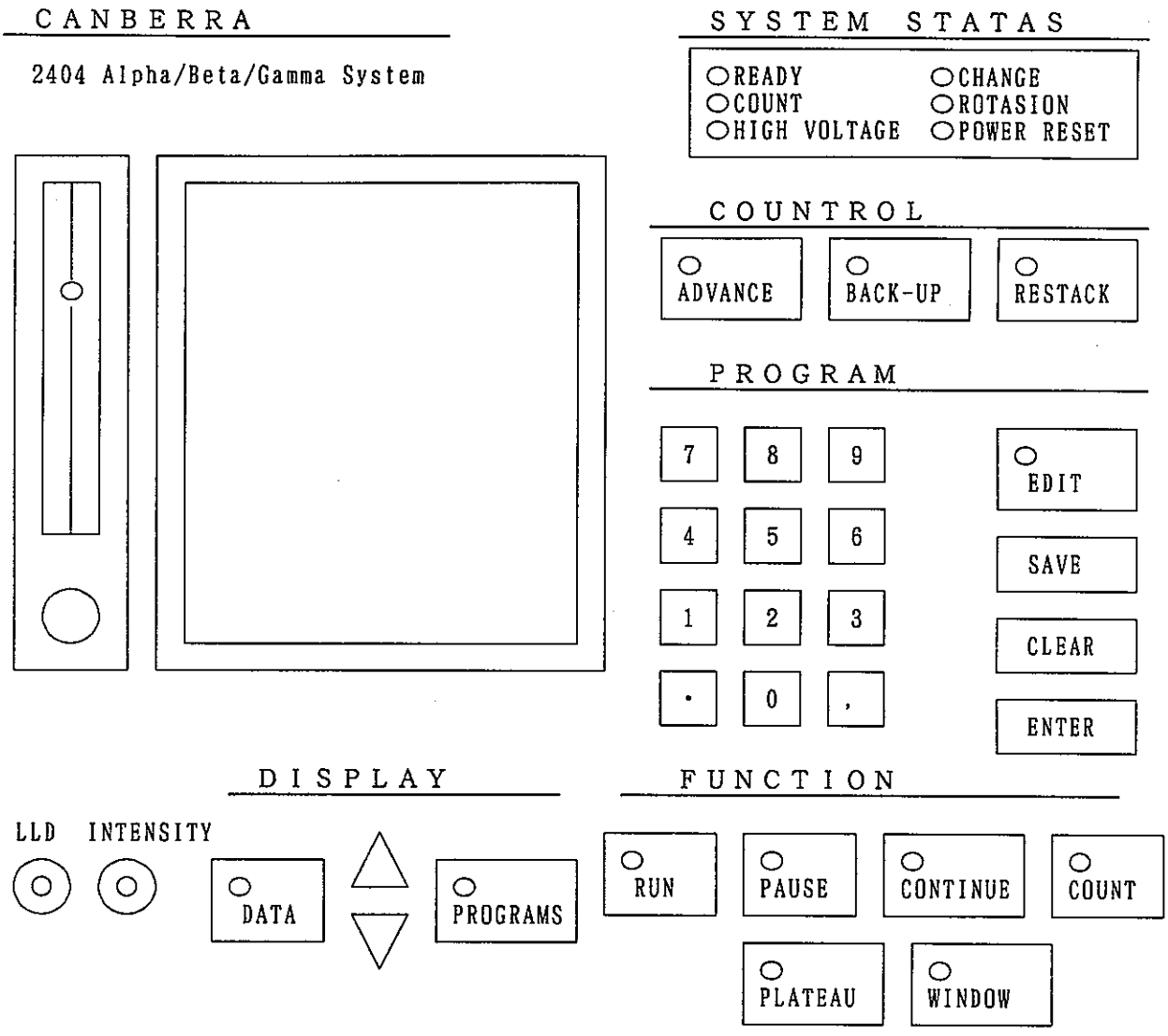


図3　全面パネル

2）後面パネル

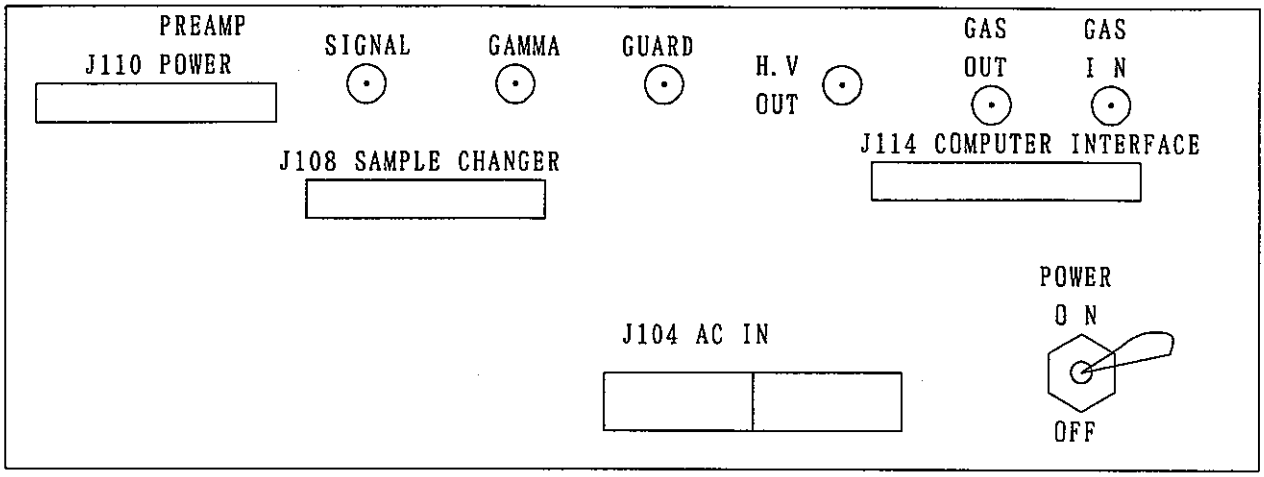


図4　後面パネル

5－2　操作スイッチの説明

1）電源

(1) 電源スイッチ

スイッチのＯＮ，ＯＦＦはスイッチを少しひっぱるようにする。

2）ファンクション・キー

(1) ＲＵＮ

① 測定プログラムを開始するのに使用する。

② ＲＵＮを押すとＣＲＴに”ＰＲＯＧＲＡＭ＃”と表示され，これに対し使用するプログラムNoをキーパッドで入力し，ＥＮＴＥＲキーで登録する。

③ 複数のプログラムを使用する場合は”ＰＲＯＧＲＡＭ＃”に続けてプログラムNoを入力する。プログラムは入力された順に実行される。

(2) ＣＯＵＮＴ

① ＰＲＯＧＲＡＭ＃No.0が実行している（手動操作状態）時に使用する。

② ＣＯＵＮＴを押すとカウント動作を開始し，またカウント動作中に押すと，カウントをリセットし再度カウント動作を開始する。

(3) ＰＡＵＳＥ

① 一時的にカウント動作やサンプルチェンジャを停止させる時に使用する。

② 停止状態を解除する時は，ＣＯＮＴＩＮＵＥを押す。

(4) ＣＯＮＴＩＮＵＥ

ＰＡＵＳＥで一時的にカウント動作やサンプルチェンジャを停止させた状態を解除する時に使用する。

(5) ＰＬＡＴＥＡＵ

① オートマチック．プラトー．カーブ．プログラムを開始するときに使用する。

② ＰＬＡＴＥＡＵを押すと，ＣＲＴに”ＤＩＳＣ　ＷＩＮＤＯＷ”を表示する。ここで０～１０００の値を入力する（デフォルト値は０）。次に測定時間（分）を入力し実行させると５００Ｖから５０Ｖ毎に１６００Ｖまで自動的に測定し，その電圧－カウント特性をＣＲＴ上に表示する。

(6) ＷＩＮＤＯＷ

① α／βスペクトルの「パルス波高分析プログラム」を開始させるために使用する。

② ＷＩＮＤＯＷを押すとＣＲＴに”ＨＩＧＨ　ＶＯＬＴＡＧＥ”を表示するため，所定の値を入力する。

3）プログラム

プログラムをエディットしたりセーブするのに使用する。

(1) ＥＤＩＴ

① プログラムを編集するのに使用する。

② ＥＤＩＴキーを押すとＣＲＴに”ＰＲＯＧＲＡＭ＃”表示される。ここで０～５のプログラムNo.を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押すと入力したNo.のプログラムの内容が表示される。

③ プログラムの内容を変更する時は，ＣＬＥＡＲを押してから数字キーを押して入力しＥＮＴＥＲで登録する。変更しない時は，ＥＮＴＥＲを押す。

(2) ＳＡＶＥ

任意のプログラムをバッテリープロテクト機能をもつメモリーに保存する。

(3) ＣＬＥＡＲ

間違って入力した数値をクリアして正しい値に直すのに使用する。

(4) ＥＮＴＥＲ

表示されている値等の決定・登録に使用する。

(5) テンキー

プログラムの設定値を入力する。

4）コントロール

サンプルチェンジャーを操作するためのキーで，手動操作時のみ使用する。

(1) ＡＤＶＡＮＣＥ

サンプルを１つ前に進ませる場合に使用する。

(2) ＢＡＣＫ　ＵＰ

サンプルを１つ後ろへ戻す場合に使用する。

(3) ＲＥＳＴＡＣＫ

サンプルチェンジャが動作し，全てのサンプルがテイク・アップ・マガジンからロード・マガジンに戻る。

(4) システム・ステイタスランプ

システムの状態を確認する表示ランプ。

メカニズムファンクション，Ready status，Sample counting ，Power reset

5） ディスプレイ

(1) ＣＲＴディスプレイ

プログラムの内容を表示する。

(2) ＤＡＴＡ

① データを表示するのに使用する。

② データ・モードでＣＬＥＡＲを押すと，データがクリアされる。

(3) ＰＲＯＧＲＡＭＳ

プログラム中の設定値を表示するのに使用する。

(4) △

ＰＲＯＧＲＡＭＳキーが押されている時に△キーを押すと，現在表示されているプログラム＃の前のプログラム＃の設定値が表示される。

(5) ▽

① ＰＲＯＧＲＡＭＳキーが押されている時に▽キーを押すと，現在表示されているプログラム＃の次のプログラム＃の設定値が表示される。

② ＤＡＴＡキーが押されている時に▽キーを押すと，１０サンプル崎のデータを表示する。

(6) ＩＮＴＥＮＳＩＴＹ

このツマミによりＣＲＴディスプレイ画面の光輝を調整する。

(7) ＬＬＤ（ローレベル・ディスクリミネータ）

ＬＬＤは，サンプル検出器とガード検出器の信号に対するスレシュホルド電圧レベルをセットするためのもので，電気的なノイズのカウントを防止するためのものである。通常は0.０６に設定しておく。

(8) 測定ガス流量計

測定ガス（ＰＲガス）のガス流量を調節する。

6．操作方法

6－1　システムの立ち上げ

操　　作	備　　考
1）後面パネルの電源スイッチをＯＮにする。	
2）ＩＮＴＥＮＳＩＴＹツマミを回し，ＣＲＴディスプレイの輝度を調整する。	
3）ＣＲＴに”ＥＮＴＥＲ　ＤＡＴＥ”（ＭＭＤＤＹＹ）と表示される。これに対し，現在の日付を月，日，年の順にテンキーで入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	3）例：９３年１０月０１日の場合 １００１９３と入力する。
4）”ＥＮＴＥＲ　ＴＩＭＥ”（ＨＨＭＭＳＳ）と表示される。これに対し，現在の時刻を時，分，秒の順にテンキーで入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	4）例：１２時３４分５６秒の場合 １２３４５６と入力する。
5）”ＢＡＲＣＯＤＥ”（０＝ＹＥＳ，１＝ＮＯ）と表示される。これに対し，バーコードリーダを使用するかどうか選択し，使用する場合は”０”を，使用しない場合は”１”を入力しＥＮＴＥＲキーを押す。	5）通常は，”１”で使用する。
6）”ＡＬＬ　ＬＯＣＡＴＩＯＮ”（０＝ＹＥＳ，１＝ＮＯ）と表示される。これに対し，試料の放射能が強い時など試料の測定を１つおきにするかどうか選択し，しない場合は”０”を，する場合は”１”を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	6）ＲＥＡＤＹランプ（前面パネル右上）の点灯を確認する。
7）ＰＲガスの２次圧を0.５kg／㎠に設定した後，ガス流量調節ツマミを回して流量0.１５ＳＣＦＨ（約７０㎖／ｍｉｎ）に設定し，測定ガスを検出器に流す。	7）ガス流量が0.１ＳＣＦＨ以下では，検出器保護のため高圧を落として測定を中止する。
8）プリンタの電源スイッチをＯＮにした後，ＳＥＬボタンを押し，ＰＯＷＥＲ，ＳＥＬランプが点灯したことを確認する。	

6－2　試料のセット

操　　作	備　　考
1）空のマガジンにエンド・オブ・キャリア（アルミ板）をセットした後，本体上面後部のマガジン取り付け部にセットする。取り付けは，マガジンの▽印と本体の▲印をよく合わせてから挿入し，ロック方向にカチッと音がするまでマガジンを回して固定する。 2）ブランチェット・キャリア（アダプタ）に測定試料を入れ，もう1つの空のマガジンに下から順にセットする。測定試料のセットは，線源，B．G，試料，・・・・，B．Gの順にする。 3）測定試料のセットが終わったら最後にアルミ板をセットし，マガジンを1）と同様にして，本体上面前部のマガジン取り付け部にセットする。 4）測定が終了し試料を取り出す時は，測定試料が全て前面部のマガジンに戻っていることを確認する。また，測定を中止して試料を取り出す時は，ＲＵＮキーを押して，ＲＥＡＤＹランプが点灯したのを確認したのち，ＲＥＳＴＡＣＫキーを押して測定試料を全て前面部のマガジンに戻す。 5）マガジンに付いているロッキン・ロッドを引き上げたまま，時計方向にマガジンを回し，本体から取り外す。	1）アルミ板は，測定試料の最後を検知するためのものであり，以後は，特に取り外す必要はない。 3）マガジンは変形しやすいので，取り扱いは丁寧に，また無理な力を掛けないように注意する。

6－3　自動測定

操　　作	備　　考
1）測定試料をマガジンに入れ，本体にセットする。 2）ＥＤＩＴキーを押す。 ”ＰＲＯＧＲＡＭ#”と表示される。 3）プログラムNo.（0～5）を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押しプログラム内容の確認をする。	3）プログラムNo.0は，手動操作である。

操　　作	備　　考
4）ＣＲＴに以下のプログラム（例）が表示される。	4）
(1) ＰＲＥＳＥＴ　ＣＯＵＮＴ　：　９９９９９	(1)αカウントのみ有効
(2) ＰＲＥＳＥＴ　ＴＩＭＥ　：　５０．００	(2)任意設定
(3) ＨＩＧＨ　ＶＯＬＴＡＧＥ　：　１５００	(3)α線：950V　α，β線：1500V
(4) ＤＩＳＣ　ＷＩＮＤＯＷ　：　１０００	(4)α，β線：900　　β線：1000
(5) ＳＴＡＲＴ　ＳＡＭＰＬＥ　：	(5) 最初の試料のアダプタのバーコードNo.を，バーコードを使用しない時は0を入力する。
(6) ＳＴＯＰ　ＳＡＭＰＬＥ　：	(6) 最後の試料のアダプタのバーコードNo.を，バーコードを使用しない時は試料数を入力する。
(7) ＥＲＲＯＲ（ＳＩＧＭＡ）　：　1.0	
(8) ＲＥＰＥＡＴ　：　2	(8) 任意設定
(9) Ａ　ＥＦＦＩＣ（％）　：　1.0	
(10) Ａ　ＣＲＯＳＴＬＫ（％）　：　1.0	
(11) Ａ　ＢＫＧＮＤ（ｃｐｍ）　：　0	
(12) Ｂ　ＥＦＦＩＣ（％）　：　1.0	(12) 演算をする時は適当な数値を入力する。通常は演算処理しない。
(13) Ｂ　ＢＫＧＮＤ（ｃｐｍ）　：　0	
(14) ＢＫＧＤ　ＴＩＭＥ（Ｍ）　：　１０．０	
(15) ＶＯＬ　（ＥＡ）　：　1.0	
(16) ＡＬＡＲＭ　（ｐＣｉ／Ｖ）：１０００００００	(16) 大きめの値を入力しておく。
(17) 上記の設定値を変更する必要が無い場合は，ＥＮＴＥＲキーを１回ずつ押して次の項に進め，変更する場合は，ＣＬＥＡＲキーを押した後設定値を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	(17) 6－5プログラムの編集を参照
5）ＲＵＮキーを押す。 "ＰＲＯＧＲＡＭ＃："と表示される。これに対し3）で指定したプログラムNo.を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。 ― 自動測定が開始される。 ―	
6）プリンターに，設定したプログラムの内容が出力されるので，設定値を確認する。	

6 － 4　手動測定

操　　作	備　　考
1）測定試料をマガジンに入れ，本体にセットする。	
2）ＥＤＩＴキーを押す。 ”ＰＲＯＧＲＡＭ＃”と表示される。ここでプログラムNo.0を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	
3）ＣＲＴに以下のプログラム（例）が表示される。	3）
(1) ＰＲＥＳＥＴ　ＣＯＵＮＴ　：　９９９９９	(1)αカウントのみ有効
(2) ＰＲＥＳＥＴ　ＴＩＭＥ　：　５０.００	(2)任意設定
(3) ＨＩＧＨ　ＶＯＬＴＡＧＥ　：　１５００	(3)α線：950V　α，β線：1500V
(4) ＤＩＳＣ　ＷＩＮＤＯＷ　：　１０００	(4)α，β線：900　　β線：1000
(5) ＥＲＲＯＲ（ＳＩＧＭＡ）　：　1.0	
(6) ＲＥＰＥＡＴ　：　2	(6)　任意設定
(7) Ａ　ＥＦＦＩＣ（％）　：　1.0	
(8) Ａ　ＣＲＯＳＴＬＫ（％）　：　1.0	
(9) Ａ　ＢＫＧＮＤ（ｃｐｍ）　：　0	
(10) Ｂ　ＥＦＦＩＣ（％）　：　1.0	(10)　演算をする時は適当な数値を入力する。通常は演算処理しない。
(11) Ｂ　ＢＫＧＮＤ（ｃｐｍ）　：　0	
(12) ＢＫＧＤ　ＴＩＭＥ（Ｍ）　：　１０.０	
(13) ＶＯＬ　（ＥＡ）　：　1.0	
(14) ＡＬＡＲＭ　（ｐＣｉ／Ｖ）：１０００００００	(14)　大きめの値を入力しておく。
(15)　上記の設定値を変更する必要が無い場合は，ＥＮＴＥＲキーを１回ずつ押して次の項に進め，変更する場合は，ＣＬＥＡＲキーを押した後設定値を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	(15)　６－５プログラムの編集を参照
4）ＲＵＮキーを押す。 ”ＰＲＯＧＲＡＭ＃：”と表示される。ここでプログラムNo.0を入力し，ＥＮＴＥＲキーを押す。	
5）プリンターに，設定した内容が出力されるので，設定値を確認する。	
6）ＡＤＶＡＮＣＥキーを押す。 サンプルチェンジャが動作し，試料が検出器の中に送られる。ＣＲＴに，ＰＲＯＧＲＡＭ＃：０とＳＡＭＰＬＥ．Ｎｏ.が表示される。	

操　　作	備　　考
7）ＣＯＵＮＴキーを押す。 — 手動測定が開始される。 — 8）次の試料の測定を開始する時は，前の試料の測定が終了しているのを確認した後，２），３）の操作を繰り返す。 9）全ての試料の測定が終了したら，ＲＥＳＴＡＣＫキーを押して試料をマガジンに戻す。	7）途中で測定を停止させる時は，ＰＡＵＳＥキー，再開する時はＣＯＵＴＩＮＵＥキーを押す。 また，測定中に再度初期状態から測定を始める時は，ＣＯＵＮＴキーを押す。

6－5　プログラムの編集

プログラムの設定または変更をする時は，ＥＤＩＴキーを押して～プログラムNo.を入力すると，ＣＲＴにプログラムの内容が表示される。

表示された各項目の値を変更する時は，ＣＬＥＡＲキーを押した後，所定の値を入力する。また，変更する必要がない場合には，ＥＮＴＥＲキーを押して次の項目に移る。

操　　作	備　　考
1）ＰＲＥＳＥＴ　ＣＯＵＮＴを設定する。 2）ＰＲＥＳＥＴ　ＴＩＭＥ（計測時間）を設定する。 3）ＨＩＧＨ　ＶＯＬＴＡＧＥ（検出器の印加電圧）を設定する。 検出器の印加電圧は α線の測定：　950Ｖ　　α，β線の測定：1500Ｖ β線の測定：1500Ｖである。	1）α線の測定にのみ有効 カウント数が設定した数値になると，設定した計測時間を待たずに計測を終了し，次のサンプルの測定に移る。 2）設定した計測時間になると，次のサンプルの測定に移る。

操　　作	備　　考
4）ＤＩＳＣ　ＷＩＮＤＯＷを設定する。	4）α，β線の同時測定をする時のα，β線の波高を分離するためのディスクリミネータ・ウィンドウを設定する。通常測定（β線の測定）での設定は，1000である。
5）START SAMPLE-STOP SAMPLEの設定をする。	5）６－３項４）参照

6－6　出力フォーマット

```
PROGRAM #:4
PRESET COUNT:99999.
PSET TIME (M):500.00
HIGH VOLTAGE:1500.
DISC WINDOW:1000.
START SAMPLE:0
STOP SAMPLE:3
ERROR(SIGMA):1.00
REPEAT #:2.
A EFFIC (%):30.00
A CROSTLK (%):1.00
A BKGND (CPM):.50
B EFFIC (%):30.00
B BKGND (CPM):1.00
BKGD TIME (M):500.00
VOL (EA):1.0
ALARM (PCI/V):99999.00
```

プログラム
（測定条件）

②　③　④

```
① → SAMPLE #:0      TIME (M):500.00   TIME:04:58:25  DATE:JUN 30,1988
⑤ ——→ ALPHA GROSS: 21.     NET: 0        +/-0.03     CONC: 0        +/-0.04
⑧ ——→ BETA  GROSS: 430.    NET: 0        +/-0.04     CONC: 0        +/-0.06
⑪ ——→ GAMMA GROSS: 0
                    ⑥  ⑨              ⑦  ⑩
```

```
SAMPLE #:0      TIME (M):500.00   TIME:13:19:16  DATE:JUN 30,1988
  ALPHA GROSS: 40.     NET: 0        +/-0.03     CONC: 0        +/-0.04
  BETA  GROSS: 446.    NET: 0        +/-0.04     CONC: 0        +/-0.06
  GAMMA GROSS: 0
```

①サンプルNo.
②測定時間（分）
③測定終了時刻
④測定終了年月日
⑤全α線のカウント数
⑥全α線の正味計数率と標準偏差
⑦全α線の濃度と誤差
⑧全β線のカウント数
⑨全β線の正味計数率と標準偏差
⑩全β線の濃度と誤差
⑪全γ線の濃度と誤差

7．取扱い上の注意

1）測定ガス（ＰＲガス）の残圧を常に確認しておき，残圧が１０kg／cm²以下になったら新しいガスボンベに交換する。

2）測定ガス流量が0.１ＳＣＦＨ以下では，検出器保護のため測定しない。

3）マガジンは変形しやすいので取り扱いには注意し，無理な力を掛けない。マガジンが変形すると，試料がひっかかり，故障の原因となる。

4）β線測定条件ではα線も計数するため，試料中にα核種が含まれる場合はクロストークに注意する必要がある。

5）検出器に高圧を印加した状態での高圧ケーブルの着脱は，装置を傷めるほか危険なので行わない。

8．保　　守

1）標準線源を用いて２回／年の測定器の校正をする。

2）試料を測定する時は，チェック用線源の測定を合わせて行い検出器の感度に大きな変動のないことを確認する。大きな変動が見られた場合は，調査を行い必要に応じて修理等をする。

3）通常の測定におけるＢ．Ｇ用試料の測定結果から測定器のＢ．Ｇに大きな変動がないことを確認する。大きな変動が見られた場合は，調査を行い必要に応じて修理等をする。

4）測定器および測定器の周囲を常に清潔な状態にしておく。

5）アダプターはクロスコンタミの防止のため，紙または柔らかい布にアルコールをしみらせたものでよく拭いた物を使用する。

6）プリンタの印字状態を見てインクが薄いようであればインクリボンカートリッジを適宜交換する。

7）チャート紙の残量をチェックしチャート切れのないようにする。

8）測定器の電源ラインでは電気ノイズを発生するような器具の使用は避ける。

9）測定器が故障した場合は，ただちにメーカに修理を依頼する。

9．故　　障

システムとメカニズムについての主な故障を以下に示す。以下の項目の故障の措置については，メーカ取り扱いマニュアルを参照する。なお，故障の原因が不明または故障の処置をしても回復しない時は，メーカーサービスに修理を依頼する。

1）システム上の問題

(1) 計数値が表示されない。
(2) バックグラウンドが高い。
(3) プラトー曲線が適性でない。
(4) 効率が低い。
(5) コントローラが動かない。
(6) 電源投入後の初期画面が正しく表示されない。
(7) 電源投入後，初期画面にＰＲＯＭやＭＥＭＯＲＹの不良が表示される。
(8) システム・クロックが速すぎる，または遅すぎる。
(9) 計測を始めた途端システムがハングアップする。
(10) 計測中にシステム・クロックとコレクト・タイムが進まない。
(11) プリンターが動かない。

2）メカニズム上の問題

(1) バーコード・リーダが正常に動かない。
(2) システムがマガジンの始めと終わりを認識していない。
(3) 検出器がターンテーブルと接触する。
(4) メカニズムがタイム・アウトしてしまう。
(5) タイムアウト・メッセージ：１，Ｘ，Ｘ
(6) タイムアウト・メッセージ：０，Ｘ，Ｘ
(7) タイムアウト・メッセージ：Ｘ，１，ＸまたはＸ，Ｘ，１

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・54・ALPHA・01 (1993)

α線スペクトル自動解析装置

1．要　旨

本法はα線放出核種を1インチステンレス板に電着した試料を表面障壁型Ｓｉ半導体検出器で検出定量するα線スペクトル自動解析装置の取扱法である。

2．適用範囲および精度

本法は標準分析作業法によるウラン・プルトニウム分析試料の測定に適用する。正味計数率に対する計数誤差（σ）の3倍を検出限界値とした場合を下表に示す。

核　種	試料量（cm^3）	B.G.値（cpm）	B.G.時間（秒）	効率（%）	測定時間（秒）	回収率（%）	検出限界値（Bq/cm^3）
Ｐｕ（α）	100	5×10^{-3}	10万	25	6万	65	3.7×10^{-5}
Ｕ	100	5×10^{-3}	10万	25	6万	65	1.0×10^{-4}

3．装置の仕様

構成図及び配線図を図1，2に示す。設定条件を表1に示す。

1）α線スペクトロメータ

ＯＲＴＥＣ社　576Ａ　半導体検出器2個付

Silicon Surface Barrire Detector（ＳＳＤ）

ＯＲＴＥＣ社　ＢＲ－25－450－100，ＢＡ－21－450－100

有効面積 450mm^2，分解能ＦＷＨＭ21keＶ以下

2）マルチプレクサ／ルータ

ＯＲＴＥＣ社　Multiplexer/Router　４７６－８

8入力，0～10Ｖ立上り0.25μsec，ライブタイム補正

3）Analog－Digital－Converter（ＡＤＣ）

ＯＲＴＥＣ社　１８２０　温度安定度　0.01%以下

200MHz 8192ch，積分非直線性±0.05 %，微分非直線性±0.75%

4）Multichannel Analyzer（ＭＣＡ）

セイコーＥＧ&Ｇ社　７８００　８Ａ－２

メモリー　８ｋメモリーＭＯＳ　$2^{20}-1$カウント，ＣＲＴ　12インチ

コンピュータインターフェイス　ＧＰ－ＩＢ

5）データ処理系

(1) パーソナルコンピュータ　：　ＮＥＣ　ＰＣ９８０１ＲＸ
(2) ＣＲＴ　：　ＮＥＣ　ＰＣ－ＫＤ８５３ｎ
(3) 増設ＲＡＭ（３Ｍbyte以上）：　メルコ　ＨＣＥ－４０００　４Ｍbyte
(4) プリンタ　：　ＮＥＣ　ＰＣ－ＲＰ２０１Ｈ

6）解析ソフトウェア

(1) ＭＳ－ＤＯＳ　オペレーティングシステムVer3.1
(2) ＳＥＩＫＯ　α線スペクトル解析装置「自動解析プログラム」VoL1.00

7）真空ポンプ

日立工機社　160 ＶＰ－Ｄ
使用可能範囲　１～10^{-4}Torr，使用油ＭＲ－100（0.9ℓ）

4．安　全

1）汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し，慎重に行うこと。
2）電源電圧のコード接続には充分注意する。
3）真空ポンプの運転には，フィルターと油を点検し異常音の有無を確認すること。

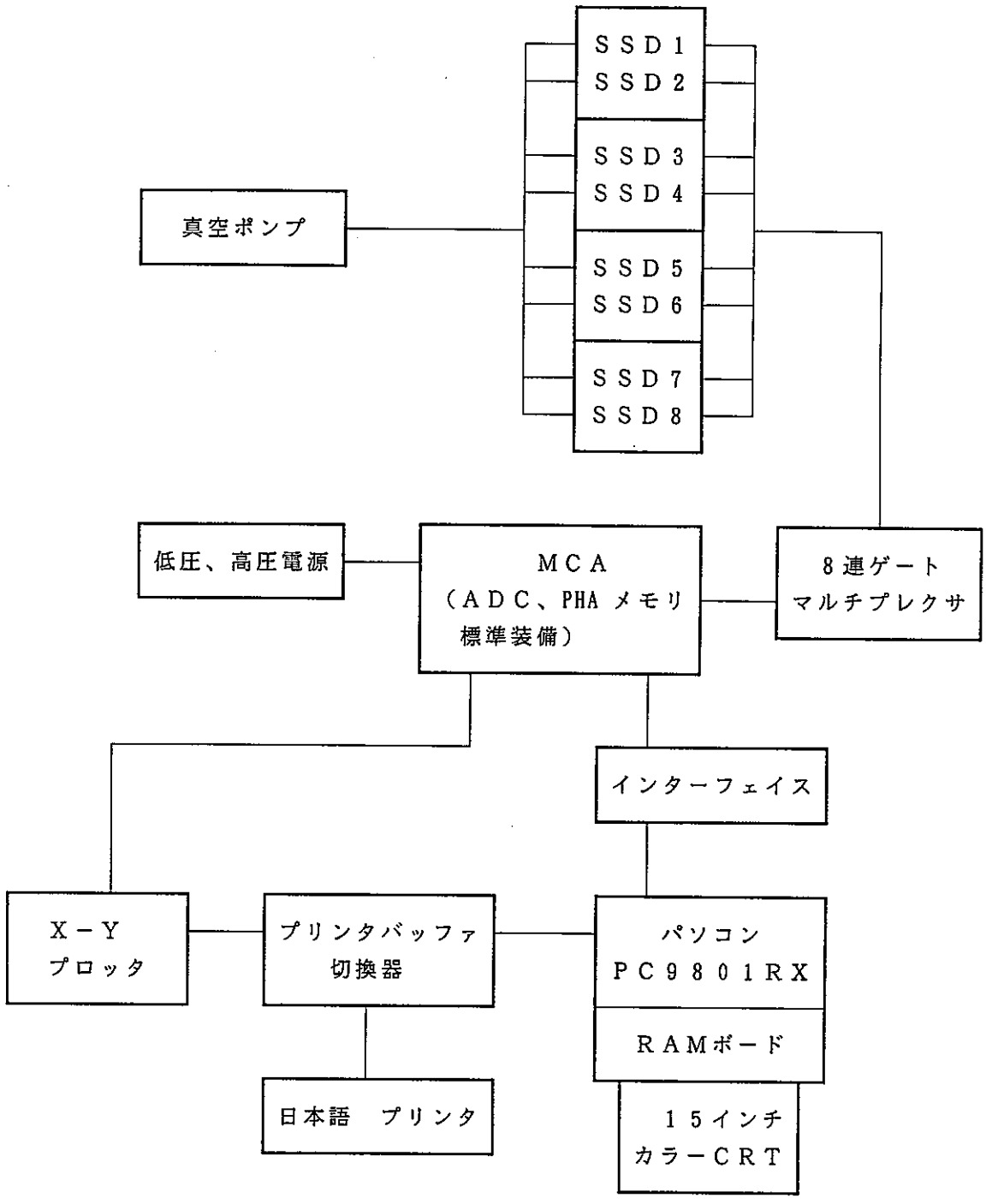


図１　α線スペクトル自動解析装置　構成図（１系統分）

表１　主な設定条件

ＤＥＴＥＣＴＯＲ　　４ＭｅＶ～６ＭｅＶ

ＡＤＣ

Gaine	: 512	overflow	:512	digital offset	: 0
ULD	: 9999	LLD	: 50	Gate	: off

ＭＣＡ

SYSTEM CONFIGURATION

FE ND	PHA1	PHA2	PHA3	PHA4
MEMORY SIZE	4096	4096	4096	4096
SEGMENT SIZE	512	512	512	512
MODE	ADD	ADD	ADD	ADD
ROUTER	ON	ON	ON	ON

COMPUTER (V20)		PRINTER(V11)	
BAUD RATE	2400	BAUD RATE	9600
DATA BITS	8	DATA BITS	8
STOP BITS	2	STOP BITS	2
PARITY	dis	PARITY	dis
BUSY CTRL	NONE	BUSY CTRL	XON/OFF

PLOTER

BAUD RATE	9600	HPIB	16
DATA BITS	8		
STOP BITS	2		
PARITY	dis		
BUSY CTRL	XON/OFF		

HARD COPY　　OFF　　CALENDER　90-12-01　12:00:00

5．操　　作

1）システムの起動

操　　作	備　　考
(1)MCA.NIM及びコンピュータ本体間の配線をする。 (2)NIMモジュールプリンタ及びコンピュータ本体の順で電源を入れる。 (3)解析ソフトの入ったメディアをコンピュータ本体のディスクにセットする。 (4)メニュー（画面№1）が表示され，↓↑キー，数字キーにより実行する動作機能を選択する。	(3)MS-DOSオペレーティングシステムがメディアよりロードされ，本プログラムが実行される。 (4)画面1を参照

2）システムの停止

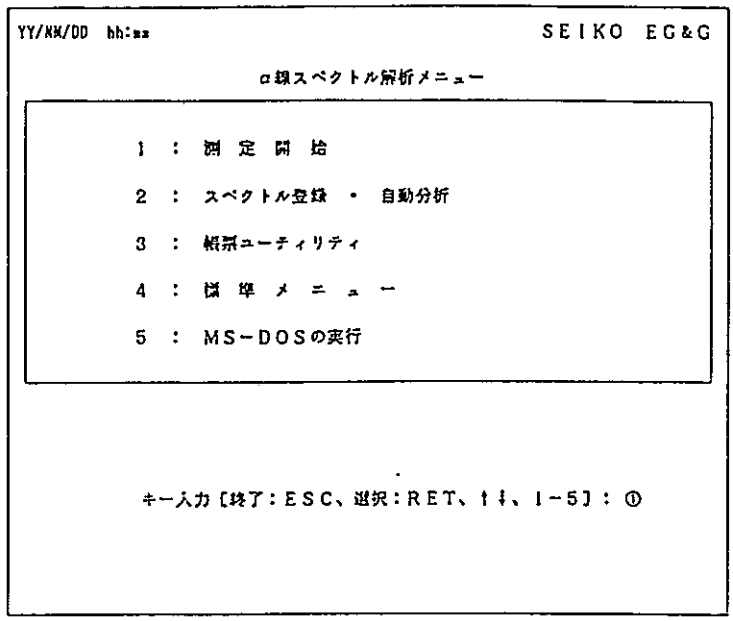
操　　作	備　　考
(1)メニュー（画面№1）よりESCキーを2回続けて押す。 (2)増設RAM上のカレントディレクトリの内容をバックアップした後，本プログラムを終了しMS-DOSコマンド入力状態となる。 (3)NIMモジュールプリンタ及びコンピュータ本体の順で電源を切る。	(1)画面1を参照

3）プログラムの実行

(1)プログラムメニューの操作

操　　作	備　　考
(1)プログラムメニューが表示される。 (2)↓↑キー，数字キーにより機能を選択し，RETキーによりプログラムが作動する。 (3)ESCキーを2回押すと，本プログラムを終了しMS-DOSコマンドの入力状態となる。	(1)画面1を参照

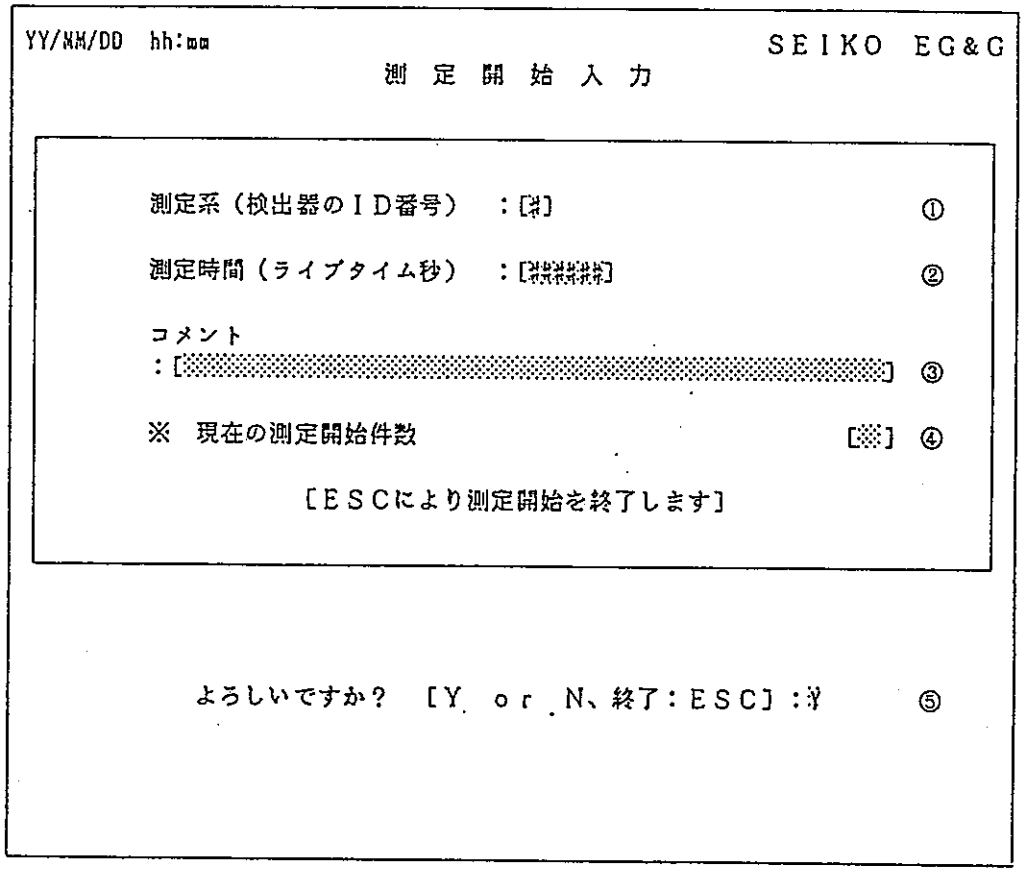
画　面　1



(2)測定開始

操　　作	備　　考
(1)メインメニュー（画面№１）より「１：測定開始」を選択し，RETキーを押す。	
(2)測定開始入力（画面№２）より入力する。 ①測定系 ・使用する検出器の番号を入力する。	①数値入力 （整数値　最小１～最大16）
②測定時間 ・測定時間を「秒単位」で入力する。	②数値入力 （整数値　最小１～最大999999秒）
③コメント ・スペクトルデータファイルに登録するコメントを入力する。	③コメント内のスペースはアンダーバーに置き換える。 文字入力（最大60カラム）
④現在の測定開始件数 ・現在入力パラメータをしているＩＤで，通算何件であるかを示している。	・表示のみなので変更できない。

操　　作	備　　考
⑤入力パラメータの再確認をする。 ・よろしいですか。 Ｙキー　：指定したＭＣＡを測定させる。 （測定開始後再び①からの入力） Ｎキー　：入力①より入力をやり直す。 ESCキー：測定開始状態を中断しメニュー画面 （画面№１）に戻る。 (3)「測定開始」を終了させるには，測定させたいＩＤがすべてスタートした後，「ESC」を２回押す。	

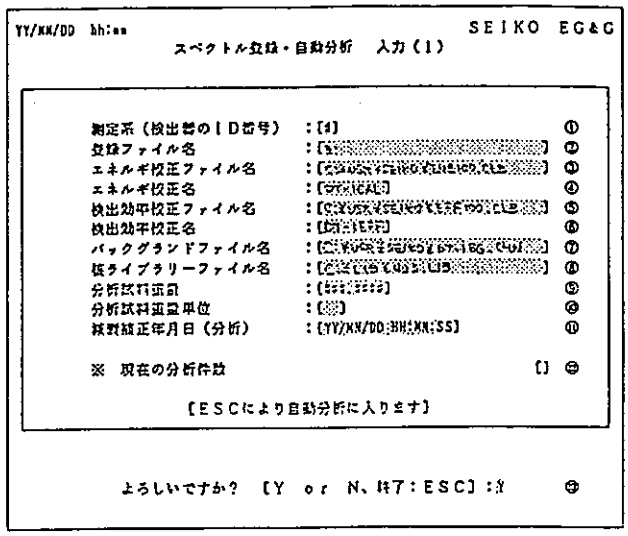


図面№２　測定開始パラメータ入力

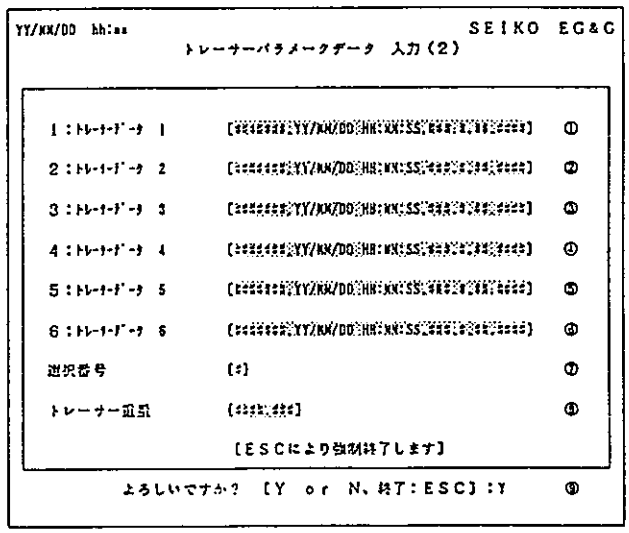
(3)スペクトル登録・自動分析の操作

操　　作	備　　考
(1)メインメニュー（画面№１）より「２：スペクトル登録・自動分析」を選択し，RETキーを押す。	
(2)「分析のみ実行ですか？」の質問があり， Ｙキー：いきなり分析ルーチンに入る。 Ｎキー：はじめに前回のデータを初期化した後パラメータ入力状態になる。	(2)通常はＮキー
(3)スペクトル登録・自動解析入力(1)（画面№３）より入力	
①測定系 ・分析をしたい検出器の番号を入力する。	①数値入力 （整数値　最小値１～最大値16）
②登録ファイル名 ・登録するファイル名を入力する。	②文字入力 （ドライブ名：パス名こみで30カラム）
③エネルギー校正ファイル名 ・エネルギー校正データが登録されているファイル名を入力する。	③文字入力 （ドライブ名：パス名こみで30カラム） （＊.＊）とすれば，全ての校正ファイル名が表示される。
④エネルギー校正名 ・上で校正した校正ファイルの中で，分析で使用する校正名を指定する。	④文字入力（最大８カラム） （＊.＊）とすれば，全ての校正名が表示される。
⑤検出効率校正ファイル名 ・検出効率校正データが登録されているファイル名を入力する。	⑤文字入力 （ドライブ名：パス名こみで30カラム） （＊.＊）とすれば，全ての検出効率ファイル名が表示される。
⑥検出効率校正名 ・上で指定した校正ファイルの中で，分析で使用する校正名を指定する。	⑥文字入力（最大８カラム） （＊.＊）とすれば，全ての検出効率名が表示される。
⑦バックグランドファイル名 ・バックグランドスペクトルが登録してあるB.G.ファイル名を指定する	⑦文字入力（ドライブ名：パス名こみで30カラム） （＊.＊）とすれば，全てのB.G.ファイル名が表示される。

操　　作	備　　考
⑧核種ライブラリファイル名 ・分析で対象としている核種ライブラリ名を指定	⑧文字入力 （ドライブ名：パス名こみで30カラム） （＊.＊）とすれば，全ての核種ライブラリ名が表示される。 ・自動解析では解析手段として「MCA・ROI」を用いている。 ・⑧で指定された核種ライブラリに相当するROI情報ファイルを自動的に検索し解析する。
⑨分析試料重量 ・分析試料の重量を入力する。	⑨数値入力 （数値　最小0.0001～ 最大999.9999）
⑩分析試料重量単位 ・⑨で入力した重量に対する重量単位を入力する。	⑩ボックス選択 （矢印キー↑↓により選択）
⑪減衰補正年月日 ・ここで指定された年月日に基づき，減衰補正が行われる。	⑪「YY/MM/DD　HH:MM:SS」のフォーマット
⑫現在の分析件数 ・現在分析パラメータを入力しているＩＤは	
⑬よろしいですか。 ・Ｙキー　：トレーサパラメータ設定画面へと移行する。 Ｎキー　：①測定系へと戻る。 ＥＳＣキー：入力を中断する。	



画面No. 3　スペクトル登録・自動分析パラメータ入力



画面No. 4　トレーサパラメータデータ入力(2)

操　　作	備　　考
(3)トレーサパラメータデータ入力(2)（画面No.４）より入力する。 ①～⑥トレーサデータ： トレーサデータ　[[illegible]1[illegible],[illegible]2[illegible],[illegible]3[illegible],[illegible]4[illegible]] [illegible]1[illegible]　：トレーサー名（最大８カラム） [illegible]2[illegible]　：核種校正年月日（YY/MM/DD HH:MM:SS） [illegible]3[illegible]　：濃度（ｄｐｍ） [illegible]4[illegible]　：濃度誤差（ｄｐｍ） (4)分析させたいＩＤの条件を全て設定した後，次の入力画面３で「ESC」を２回押す。	

(4)標準メニューの操作

操　　作	備　　考
(1)メインメニュー（画面No.１）より「４：標準メニュー」を選択しRETキーを押す。 (2)標準メニュー（画面No.６）の詳細については，α線スペクトル解析装置　環境用アルファ線分析プログラム取扱説明書を参照のこと。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・55・GE・01 (1993)

Ｇｅ半導体検出器を用いた γ線スペクトロメトリ（自動解析法）

1．要　旨

Ge半導体検出器およびγ線自動解析装置を用いたγ線放出核種の検出定量法について述べる。

2．適用範囲

本法は，排水排気中のγ線放出核種を測定するために用いる自動解析装置のプログラム“DS-P201/MS”の取り扱い方法について適用する。

本法は検出器No.1,2の半導体検出器の操作に適用する。

表１　検出目標値一覧

核種	排水試料（Bq／cm³）		排気試料（Bq／sample）	
	2000cm³ マリネリ容器	50cm³ プラスチック容器	2インチ ダストフィルタ用 プラスチック容器	フィルター
^{95}Zr	2.5×10^{-3}	2.2×10^{-2}	2.2×10^{-1}	——
^{95}Nb	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}	1.4×10^{-1}	——
^{103}Ru	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}	1.1×10^{-1}	——
^{106}Ru- ^{106}Rh	3.2×10^{-2}	2.2×10^{-1}	2.2	——
^{131}I	1.8×10^{-3}	7.4×10^{-3}	1.4×10^{-1}	4
^{134}Cs	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}	1.4×10^{-1}	——
^{137}Cs	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}	1.4×10^{-1}	——
^{141}Ce	2.2×10^{-3}	7.4×10^{-3}	2.2×10^{-1}	——
^{144}Ce- ^{144}Pr	2.2×10^{-2}	2.9×10^{-2}	2.2	——
^{60}Co	1.1×10^{-3}	1.8×10^{-2}	1.8×10^{-1}	——
^{125}Sb	5.5×10^{-3}	2.5×10^{-2}	3.3×10^{-2}	——
^{129}I	——	——	1.4×10^{-3}	5
^{125}I	——	——	1.4×10^{-3}	5

注1)排水試料は5000秒測定の検出限界値。排気試料の2インチプラスチック容器は 20000秒測定の検出限界値。^{129}I 、^{125}I については、試料200ml 、50,000秒測定の検出限界値であり、単位はBq／cm³。

注2) ^{106}Ru- ^{106}Rh, ^{144}Ce- ^{144}Pr の検出限界値は^{106}Ru, ^{144}Ce を測定しその２倍の値を検出限界値とした。

注3)上記以外の核種の検出限界値が必要な場合はそのつど測定し検出限界値を算出する。

3．装置および構成

項目 ＼ 検出器		Ge No, 1	Ge No, 2
遮へい体	低B．G．鉛	70 mm	Pb 70 mm
	内部遮へい用鉄	20 mm	陸奥鉄 20 mm
	外部遮へい用鉄		SS41 10 mm
	カドミウム	Cd 1 mm	Cd 1 mm
	無酸素銅	OF Cu 1 mm	OF Cu 1 mm
	透明アクリル	5 mm	5 mm
	総重量	約 600 kg	約 1,000 kg
検出部	MODEL	ORTEC 30190-P-S HP Ge (GMX)	ORTEC 25200 HP Ge (GMX)
	FWHM	1.79 keV	1.93 keV
	相対効率	30 %	25 %
高圧電源	MODEL	ORTEC 459	ORTEC 459
	OUTPUT VOLTAGE	3.0	3.0
	BIASE VOLTAGE	NEG 3000V	NEG 3000V
比例増幅器	MODEL	ORTEC 672	ORTEC 572
	COARSE GAIN	20	50
	FINE GAIN	1.144	0.620
	INPUT MODE	NEG	NEG
	SHAPING TIME	6.0μsec	6.0μsec
	OUTPUT MODE	Unipolar	Unipolar
アナログ・デジタル変換器	MODEL	SEIKO EG&G 1820	SEIKO EG&G 1821
	GAIN	4096ch	4096ch
	OVERFLLOW	4096ch	4096ch
	DEGITALOFFSET	0	0
	ULD	9999	10200
	LLD	50	50
	GATE	OFF	OFF

6）多重波高分析装置

・MODEL : セイコー EG&G 7800-4A2（8192チャンネル）
・MEMORY : 8k MOSメモリ，1～$2^{20}-1$ count/ch
・CRT : 12インチ ラスタスキャン・カラーモニタ
・CRT 表示 : ログ，リニア，オートスケール
全体スペクトル，拡大スペクトル，測定時間，カウント
カーソル位置，プリセット値，LIVE，TRUE TIME
指定チャンネルのカウント数，指定領域のカウント数
任意チャンネルのオーバフロ
メモリ領域，軸スケール，カウントレート
ADC のDEAD TIME，年・月・日

7）X-Y インターフェース

・MODEL : セイコー EG&G 7800-20

8）シリアルコンピュータインターフェース

・MODEL : セイコー EG&G 7800-30

9）パーソナルコンピュータ

・MODEL : PC-9801VX0
・メモリ ROM : N88-BASIC 及びモニタ96k バイト
漢字 ROM（JIS 第1，第2水準）
RAM : ユーザーズメモリ 384kバイト
最大ユーザーズメモリ 640kバイト
・CPU : μPD70116 約8/10kMHz切替え可

10）8インチフロッピーディスク

・MODEL : PC-9881N
・実行記憶容量 : 2Mバイト（1Mバイト/1系統）
・トラック数 : 154トラック
・セクタ数 : 26セクタ／トラック
・データ転送方式 : DMA方式
・データ転送時間 : 625kバイト／秒

11）20Mbディスク

・MODEL : PC-98H51N
・記憶容量 : 約20Mb
・トラック数 : 2460トラック
・セクタ数 : 33セクタ／トラック（256バイト／セクタ）

12）ディスプレ（CRT）

・MODEL : PC-KD854 14インチカラーディスプレ

13）プリンタ

・MODEL : PC-PR201V
・印字速度 : 日本語 : 80cps
英字カナ：320cps

4．安　　全

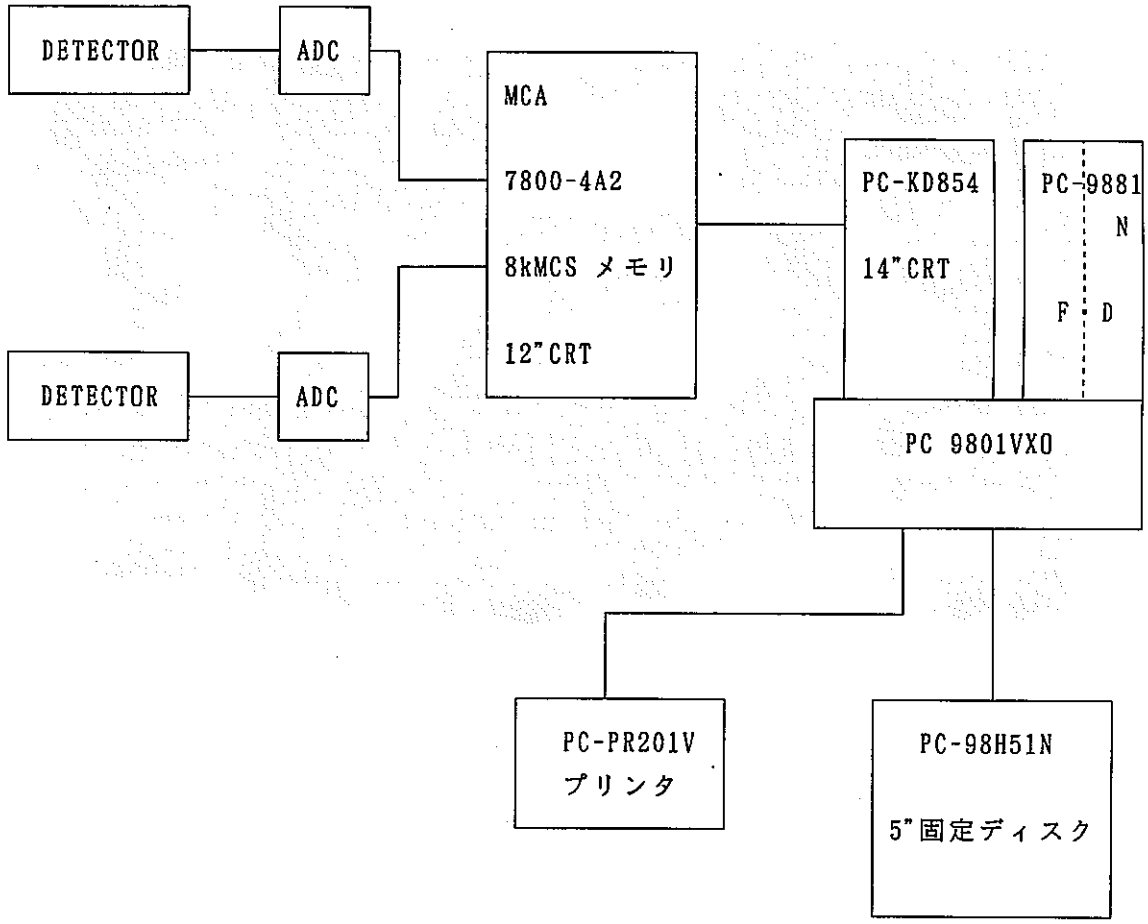
1）汚染の恐れのある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。

2）電源電圧のコード接続には充分注意する。

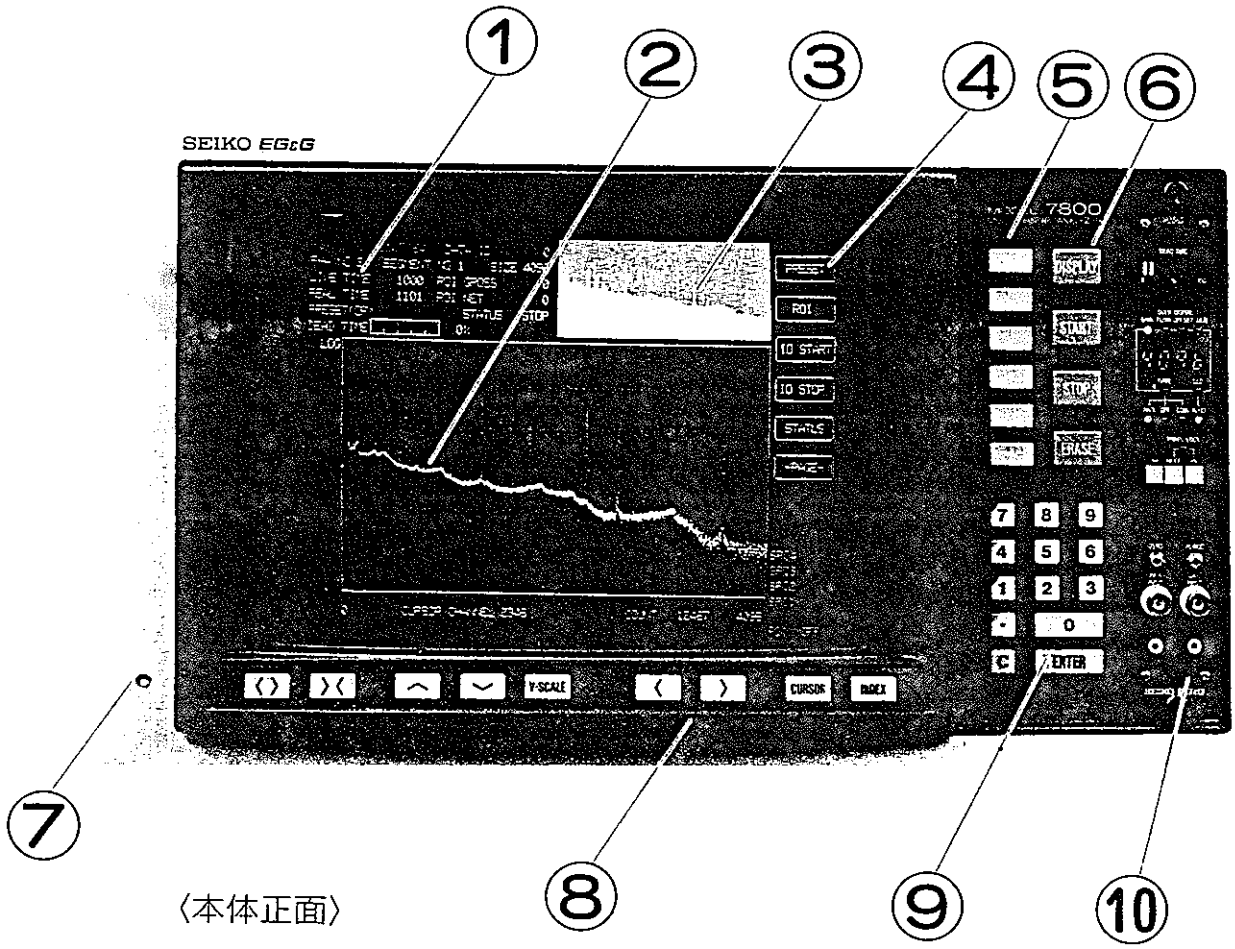
3）液体窒素の取り扱いは換気、凍傷等に注意し皮手袋を着用すること。

4）高圧電源を上げる際はゆっくりダイヤルを回す。

5）停電時には，メインスイッチおよび各機器のスイッチを offにする。復帰後，5－1の手順でシステムを立上げる。



図－1　γ線自動解析装置概念図



〈本体正面〉

1 ――――スペクトル情報

2 ――――部分拡大・スペクトル

3 ――――全チャネル・スペクトル

4 ――――ソフトキー機能表示

5 ――――ソフトキー

6 ――――フィックスキー

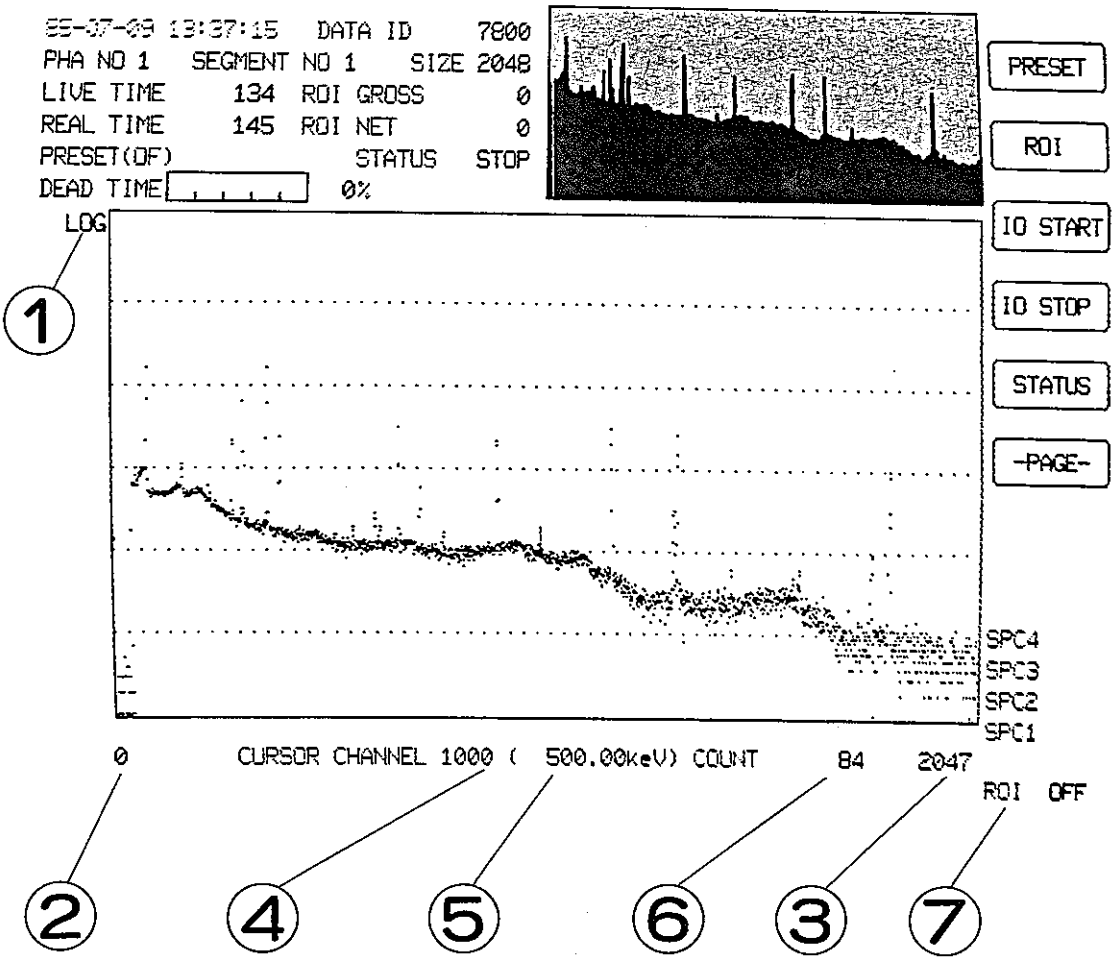
7 ――――電源ランプ

8 ――――グラフキー

9 ――――テンキー

10 ――――ADコンバーター

図－2　ＭＣＡフロントパネル



1————カウントフルスケール

2————拡大表示開始チャネル

3————拡大表示終了チャネル

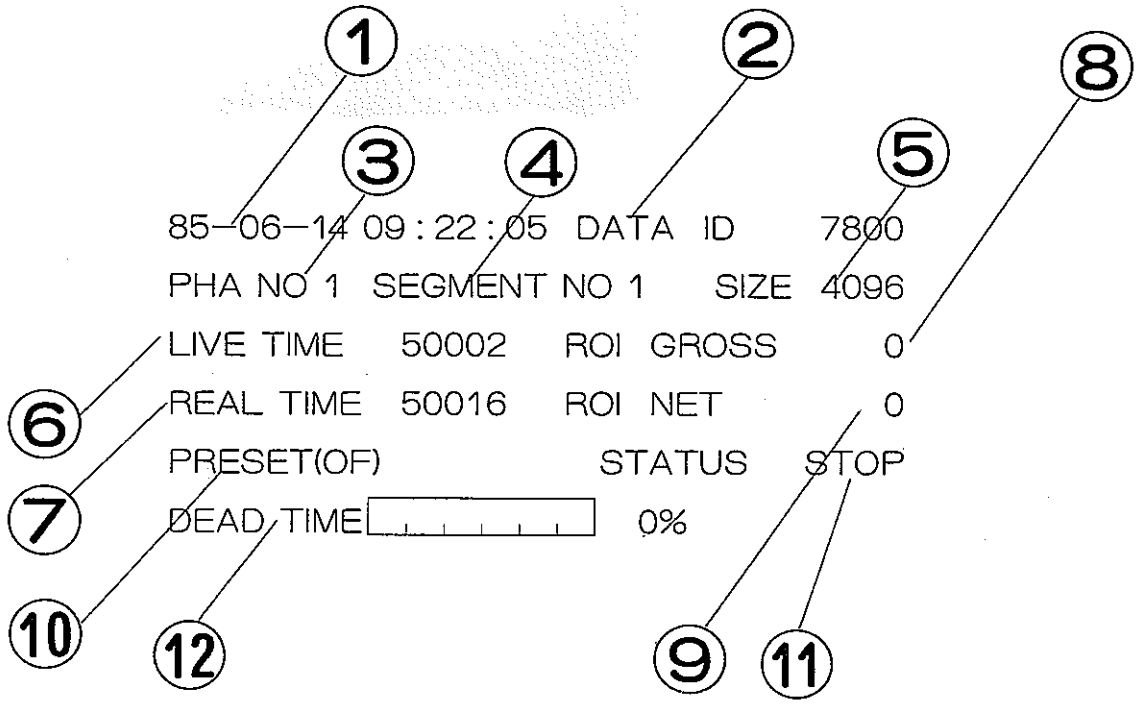
4————カーソルチャネル

5————カーソルチャネルエネルギー

6————カーソルカウント

7————ROI表示状態

図－3 ＭＣＡスペクトル表示



1————現在時刻

2————データＩＤ

3————ＰＨＡ №

4————セグメント№

5————収集メモリサイズ

6————収集時間(ライブタイム)

7————収集時間(リアルタイム)

8————ＲＯＩ領域 グロス 積算カウント

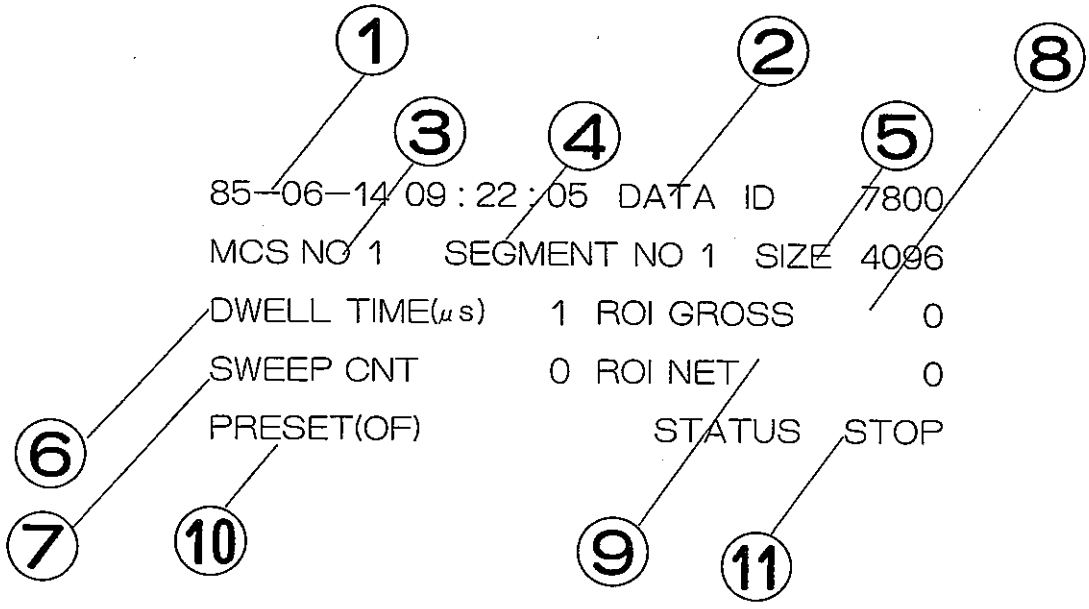
9————ＲＯＩ領域 ネット 積算カウント

10————プリセット

11————動作状態

12————不感時間パーセント表示

図－４　ＰＨＡモード表示中のスペクトル情報



1————現在時刻

2————データＩＤ

3————MCS No.

4————セグメント No.

5————収集メモリサイズ

6————デュエルタイム

7————スイープ回数

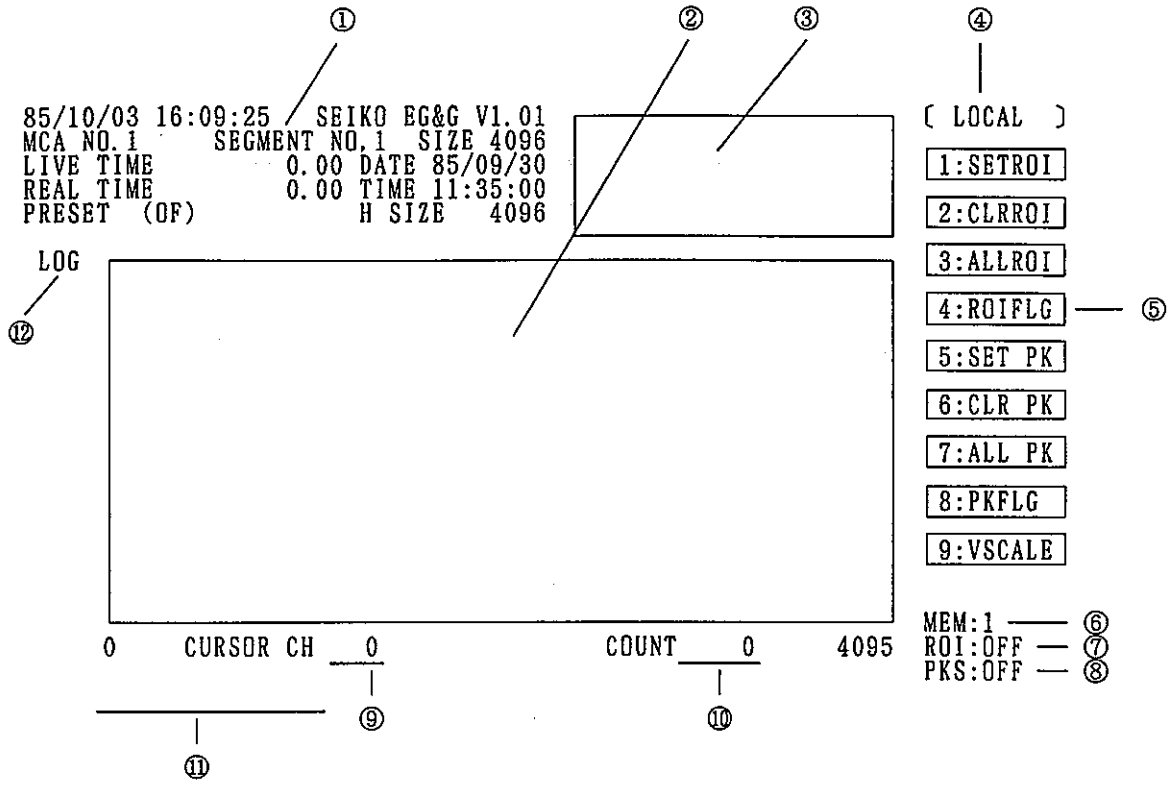
8————ＲＯＩ領域 グロス 積算カウント

9————ＲＯＩ領域 ネット 積算カウント

10————プリセット

11————動作状態

図－５　ＭＣＳモード表示中のスペクトラム情報

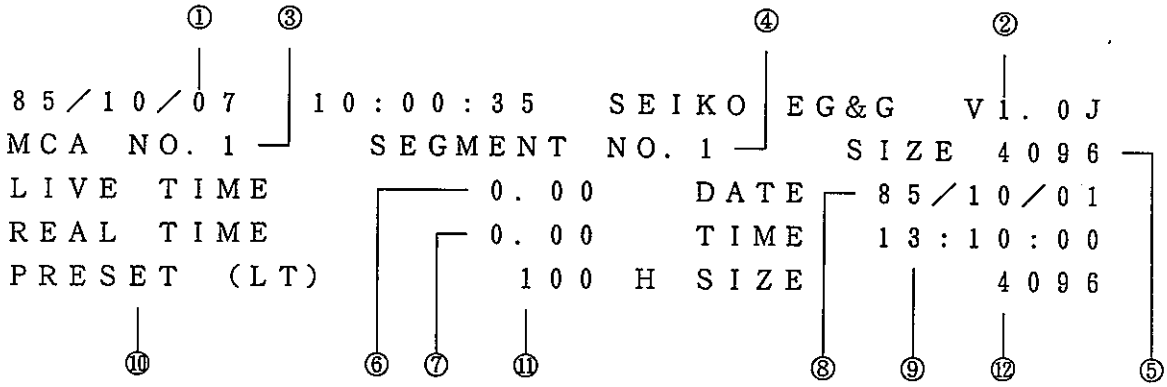


〔エミュレーション画面〕

① スペクトル情報
② 拡大スペクトル
③ 全チャンネルスペクトル
④ モード表示エリア
⑤ ジョブ表示エリア
⑥ 表示メモリＮＯ，
⑦ ＲＯＩ（関心領域）表示の有無
⑧ ＰＫＳ（ピークマーカ）表示の有無
⑨ カーソルチャンネル
⑩ カーソルカウント
⑪ コメント及びエラー表示ライン
⑫ カウントスケール

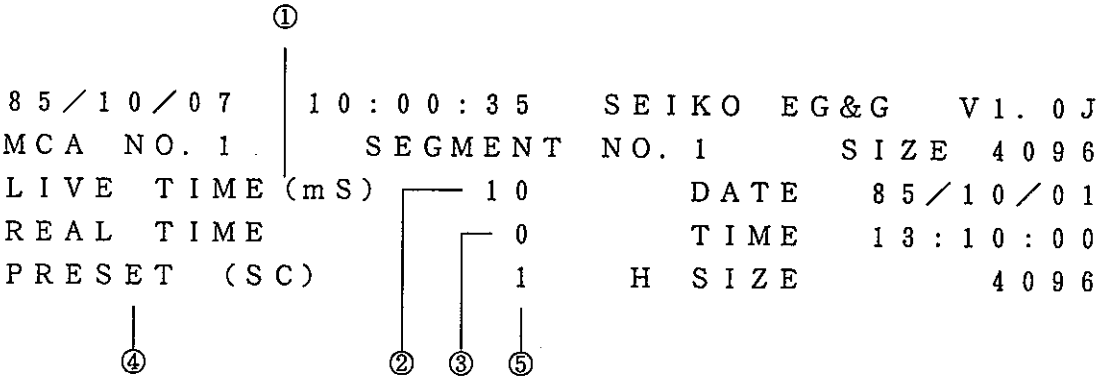
図－6 エミュレーション画面

（ＰＨＡモード時）



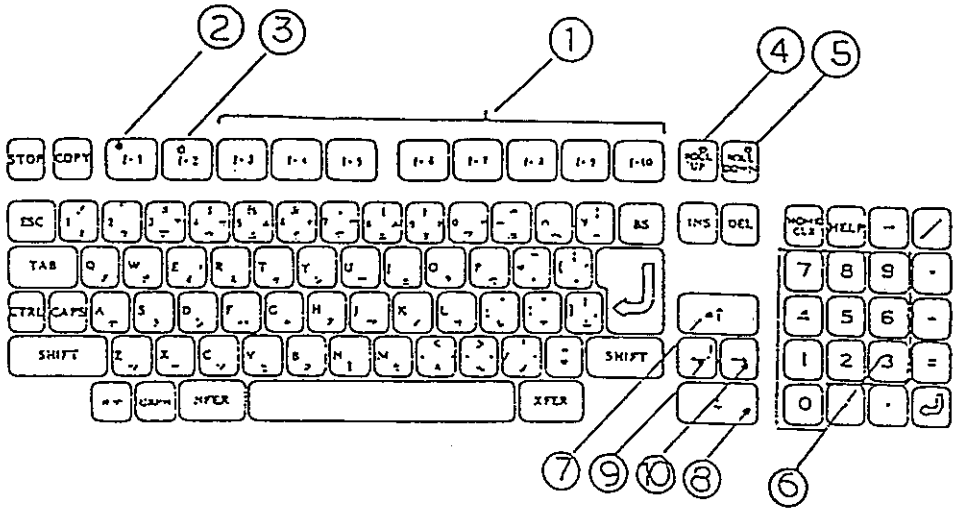
① 現在時刻
② プログラムバージョンＮＯ．
③ ＭＣＡ 番号
④ ＭＣＡ セグメント番号
⑤ ＭＣＡ メモリサイズ
⑥ ライブタイム（秒）
⑦ リアルタイム（秒）
⑧ データ収集「年月日」
⑨ データ収集「時分秒」
⑩ プリセットモード
⑪ プリセット秒またはカウント
⑫ 表示チャンネルサイズ

（ＭＣＡモード時）



① デュアルタイム単位
② デュアルタイム
③ 総引回数
④ プリセットモード
⑤ プリセットカウント

図－７ スペクトル情報



〔キー配列〕

① モード選択キー
② カーソルジャンプキー
③ カーソルインデックスキー
④ チャンネル軸コントラクト
⑤ チャンネル軸エキスパンド
⑥ ジョブ選択キー
⑦ カウント軸エキスパンド
⑧ カウント軸コントラクト
⑨ カーソル　レフト
⑩ カーソル　ライト

図－8　キ　ー　ボ　ー　ド

5．操　　作

5－1　システムの起動

操　　作	備　　考
1）図-1に従いシステムが結線されていることを確認したのち，MCA (7800-4A2)を組み込んでいるラックに内蔵した安定化電源をONにする。	1）通常システムは，常に通電しておく。
2）メインスイッチをONにする。	2）ラックに主電源として各システムは，全てこれから接続されている。
3）MCA (7800-4A2)の電源をONにする。	3）MCA (7800-4A2)の電源は，背面にある。
4）図-1のパーソナルコンピュータの電源をONにする。	4）システムは，全てパーソナルコンピュータによって制御されているためONにすることによって全ての電源がONとなる。
5）ビン電源のスイッチをONにし，高圧電源をONの状態にして定格電圧まで上げる。	5）ビン電源をONにする際は，高圧電源のスイッチが OFFの状態であることを確認し，電圧はゆっくり上る。

5－2　プログラムの起動

MCA エミュレーションプログラムを実行するために，次の操作を行う。

操　　作	備　　考
1）図-1のパーソナルコンピュータの電源をONにする。	
2）「MCA エミュレーションプログラム」の入ったディスクを図-2，③のフロッピーディスクのドライブ1に入れる。	2）ディスクは必ずドライブ1に入れる。

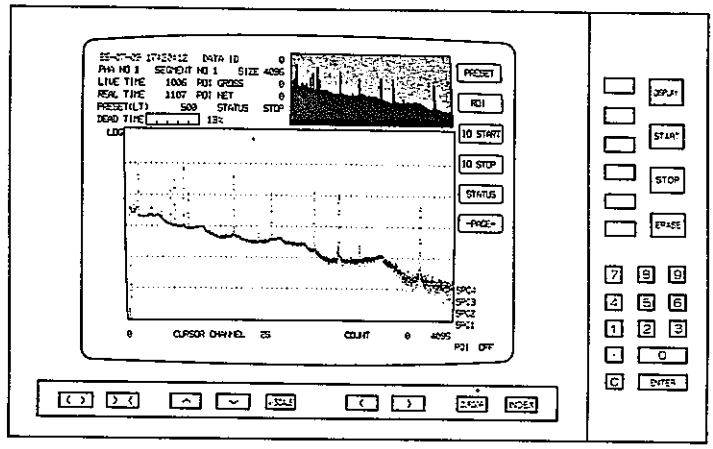
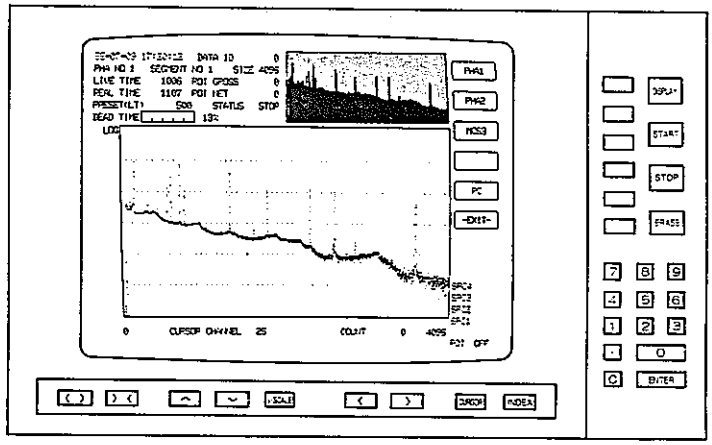
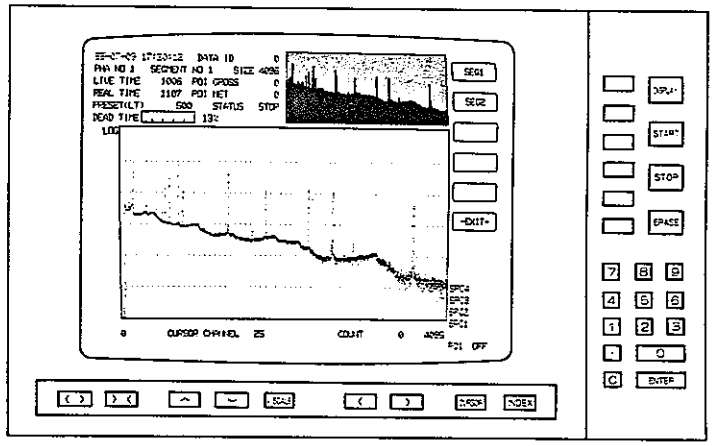
操　　作	備　　考
3）「MCA エミュレーションプログラム」のロードが終了した後，次に「SYSTEM #2」，「GAMMA #1」，「 GAMMA #2，漢字辞書ファイルAToK5 」の順にロードする。 4）全てのプログラムのロードが終了した後，ＭＣＡのタッチパネルコンソールの f ・10 〔END〕キーを押す。	

以上の操作を行ったことにより，「MCA エミュレーションプログラム」の実行が可能となる。ただし，通常は固定ディスクにこれらのプログラムがすでにロードされており，本操作は，２ヶ月以上コンピュータシステムを使用せず電源を落としていた場合，あるいはまちがってプログラムを消却した場合に限り行うこととし，それ以外は行わない。

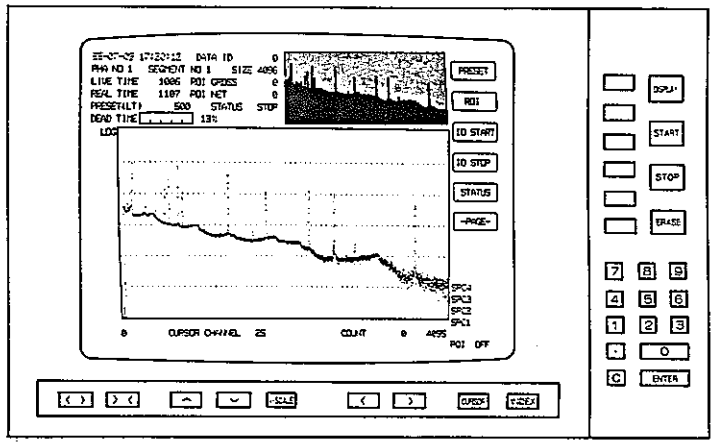
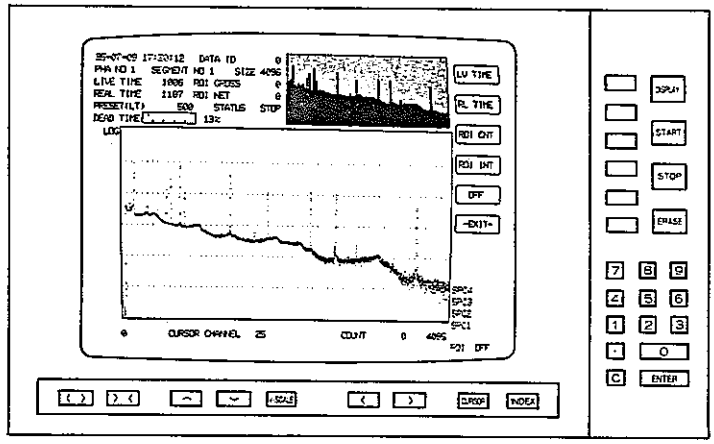
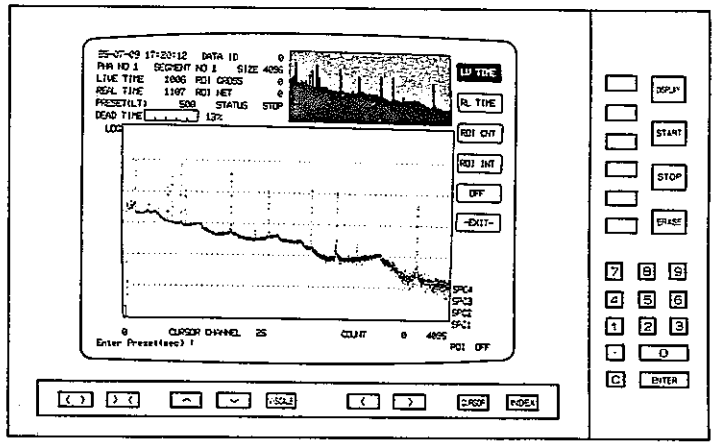
５－３　ＭＣＡの操作

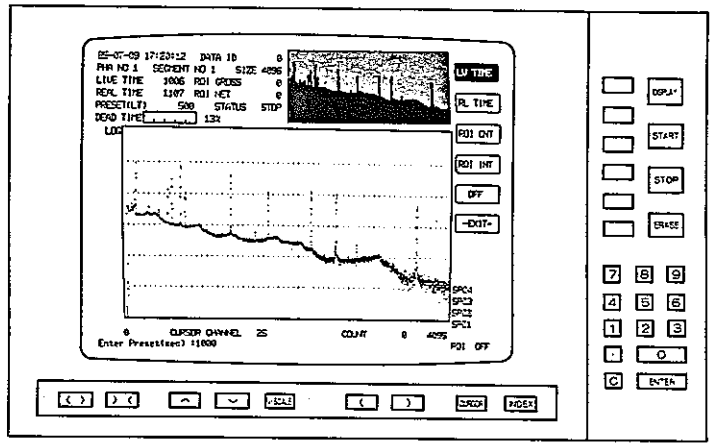
ここでは，MCA (7800-4A2)の基本的な操作方法について述べる。本MCA は，メモリー容量が 8k(8192ch) であり，Ge半導体検出器を 4k(4096ch) で使用することにより，２台の接続が可能である。

5－3－1　スペクトラムのDISPLAY

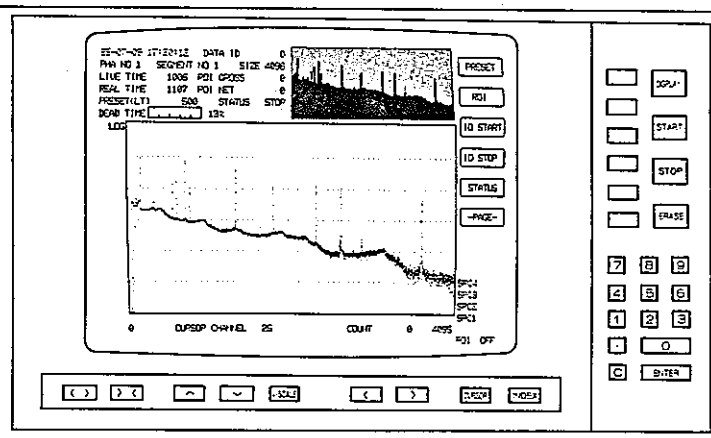
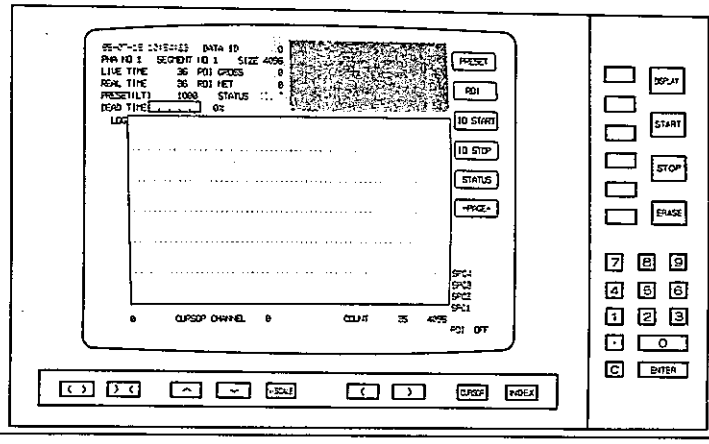
操　　作	備　　考
1）［DISPLAY］キーを押すと，ソフトキーが右記のようにディスプレイ用に変わる。	1） 
2）［PHA1］ソフトキーを押す。	2） 
3）［SEG1］ソフトキーを押すとSEGMENT 1，［SEG2］ソフトキーを押すとSEGMENT2が表示される。	3） 

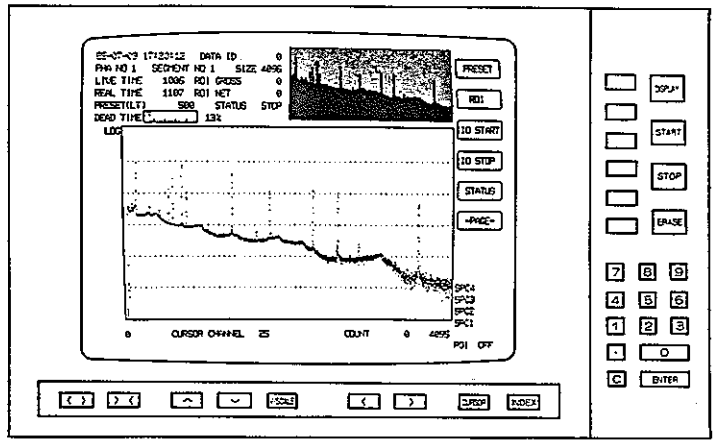
5 － 3 － 2　PRESETの仕方

操　　作	備　　考
1） PRESET ソフトキーを押す。	1） 
2）ソフトキーが右記のようにプリセット用に変わる。プリセットタイプをソフトキーの中から選択する。ここでは LV TIME ソフトキーを押す。	2） 
3）測定に必要な時間をテンキーを使って入力する。 誤入力をした場合は，C キーを押して再入力する。	3） 

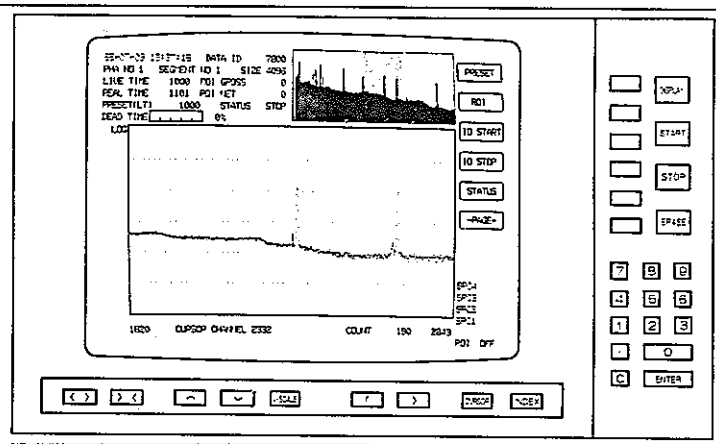
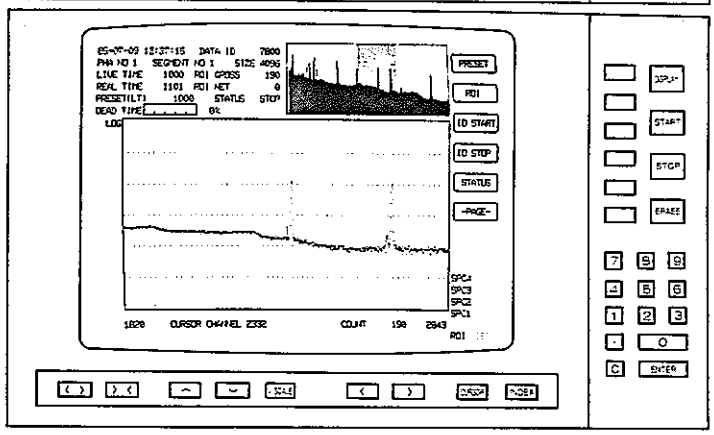
操　　作	備　　考
4） ENTER キーを押すと測定時間がセットされ終了となる。	4） 

5－3－3　ＰＨＡの基本操作

操　　作	備　　考
1）データ収集は START キーを押す。	1） 
2）測定を停止したい場合は STOP キーを押す。	2） 

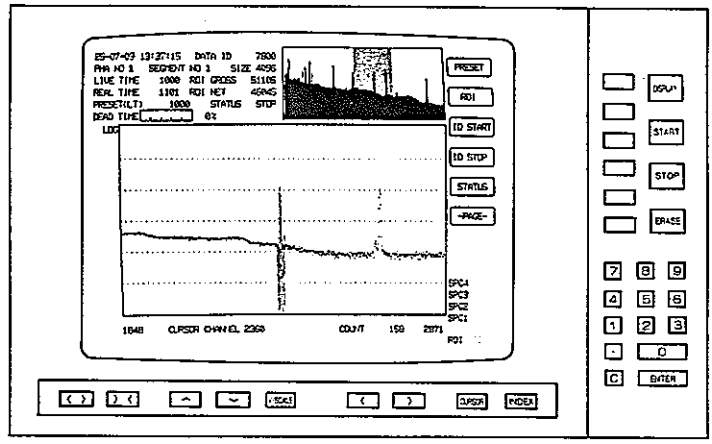
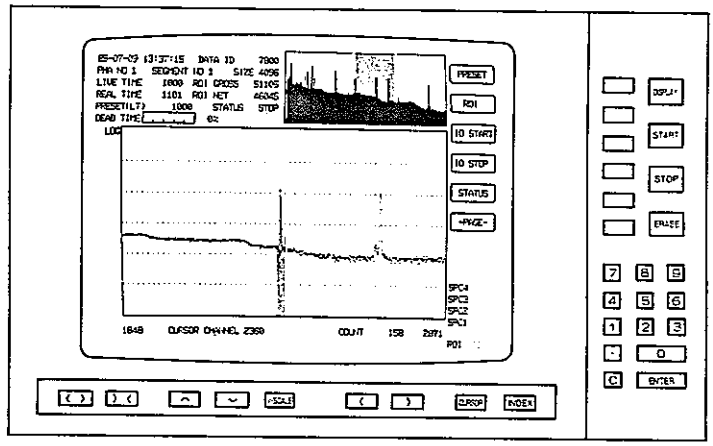
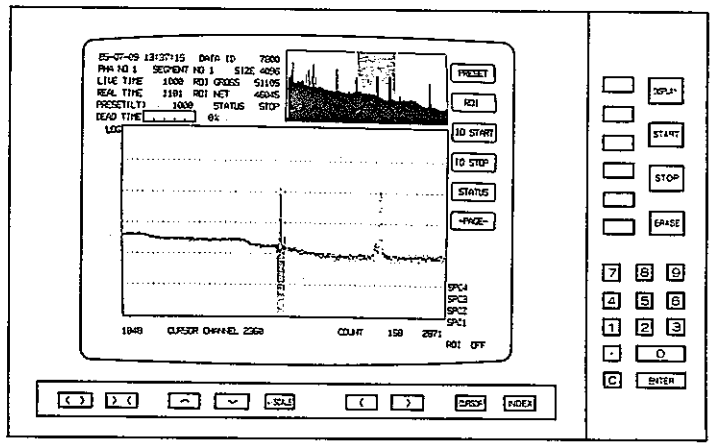
操　　作	備　　考
3）CRT 上のスペクトルを消去したい場合は [ERASE] キーを押し，次に [DATA] キーを押す。これによりCRT 上のスペクトルは消去される。	3） 

5－3－4　ＲＯＩの設定

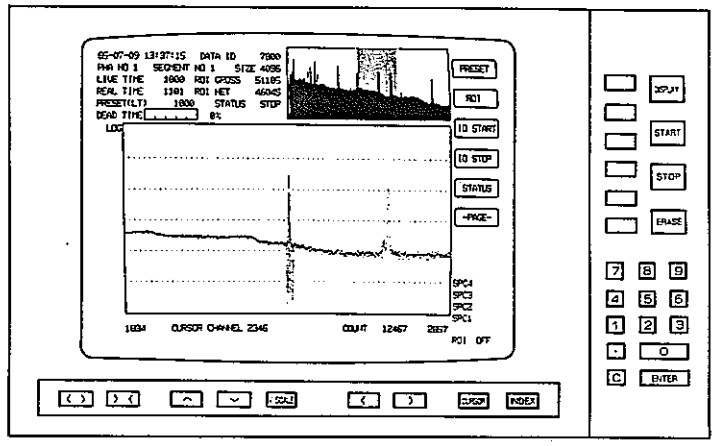
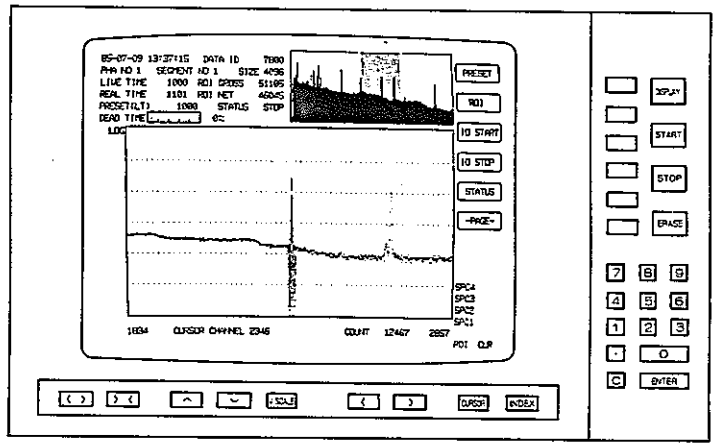
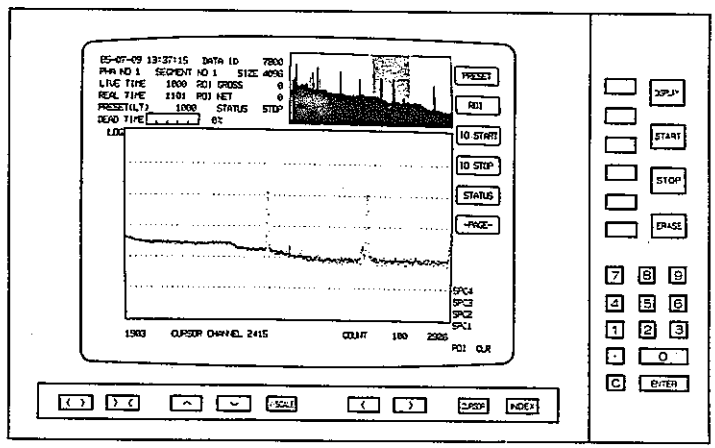
操　　作	備　　考
1）カーソルキー [<] または [>] を押して，ROI 設定をしたいスタートチャンネルに移動する。	1） 
2） [ROI] ソフトキーを押すとセットのモードになる。	2） 

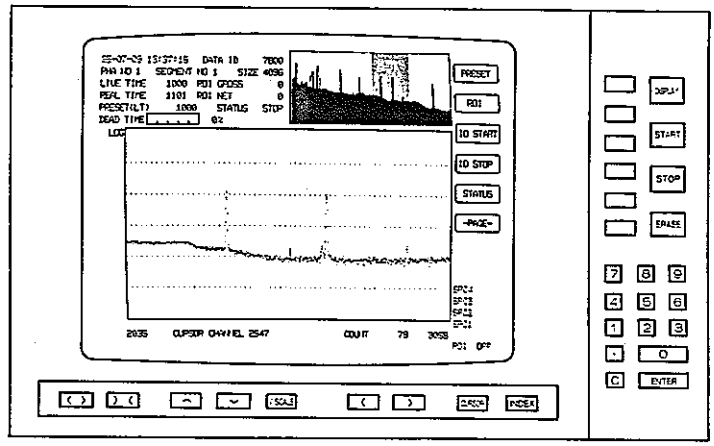
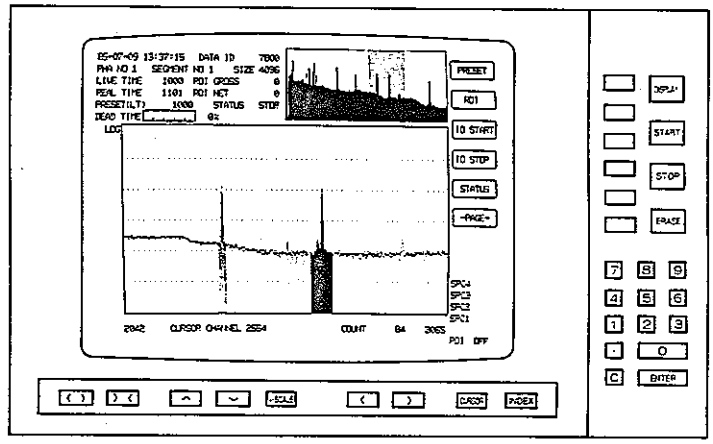
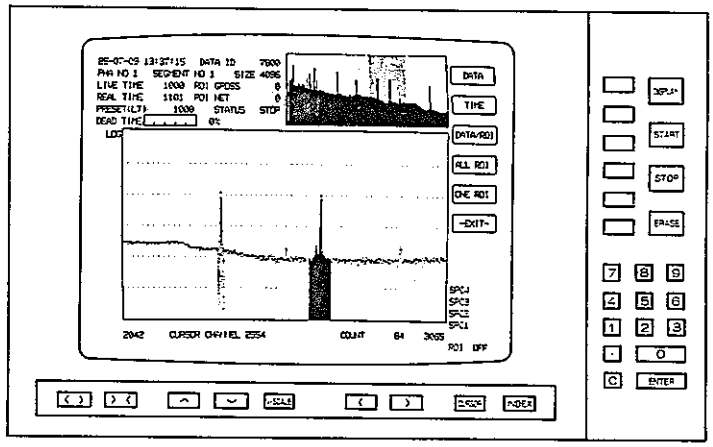
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

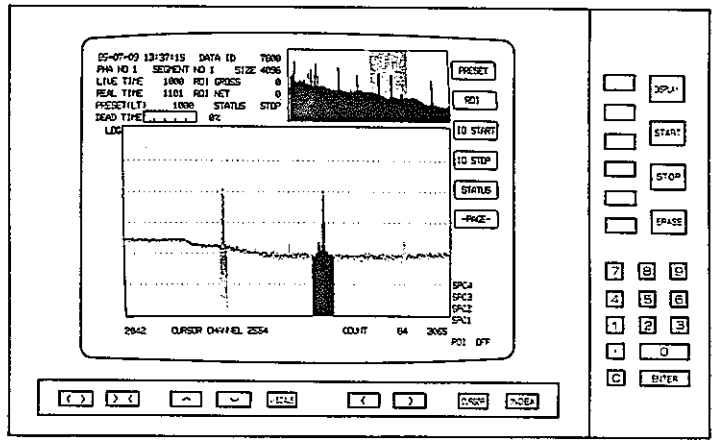
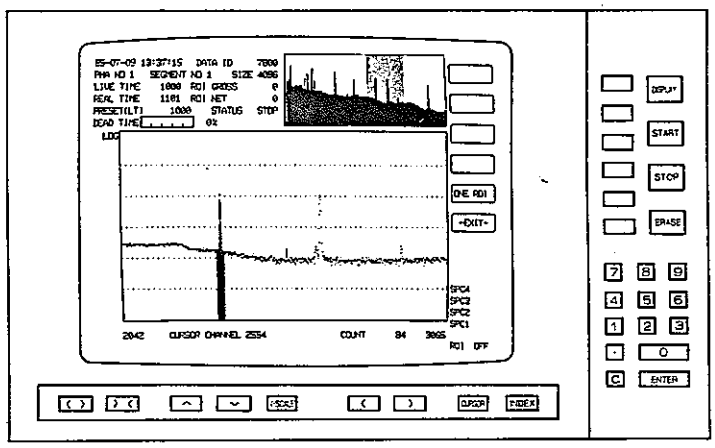
標準分析作業法

操　　作	備　　考
3）ROI 領域の色の選択は， [・]，[1]，[4]， [7] の4つのテンキーの 左肩の色から選択する。	
4）ROI 設定をしたい領域を [<] または [>] キーを 押して ROIをセットする。	4） 
5）セットが終わったら [ROI] ソフトキーを二度 押して OFFにする。	5） 

5－3－5　ＲＯＩ領域のクリア

操　　作	備　　考
1）カーソルキー［＜］または［＞］でROI領域内にカーソルをもって行く。	1） 
2）［ROI］ソフトキーを2回押してMODEをCLRにする。	2） 
3）カーソルキー［＜］または［＞］でカーソルを動かして ROIを消去する。	

操　　作	備　　考
4） ROI ソフトキーを押してMODEを OFFにする。	
5）全ての ROIを1度に消去したい場合は， ERASE キーを押し， ALL ROI ソフトキーを押すと全ての ROIを消去することができる。	 

操　　作	備　　考
ROI をかけたスペクトルの内，１本のスペクトルの ROIの部分だけを消去したい場合を，以下に示す。	
6）カーソルキー [<] または [>] で消去したい ROI の左側にカーソルを移動する。	6） 
7） [ERASE] キーを押し，[ONE ROI] ソフトキーを押すと，カーソルの右の ROI が１つ消去する。 [-EXIT-] ソフトキーを押して終了。	7） 

5－4　試料の測定と解析

ここでは，PC（パーソナルコンピューター）を用いた測定からデータの転送及び解析について述べる。

5－4－1　測　　定

```
〔 PRESET 〕   MCA NO : 1 MCA SEG : 1  SIZE : 4096  MODE : PHA  ADD

COMMENT        〔 test of program                              〕
               :
ACQUIRE DATE   〔 85/02/16 00:00:00 〕  ( YY/MM/DD  HH:MM:SS  )
               :
PRESET         〔 RT 〕   ( OF:OFF  RT:REAL  LT:LIVE  RC:ROI CNT  RI:ROI INT
               :           EX:EXT  )
TIME or COUNT  〔    1000  〕
               :

          Sure ?    〔 Y or N 〕 :
```

＜操　作＞

1）［f・4］キーを押すと上図のように〔PRESET〕モード画面が表示される。

2）［N］キーを押して，COMMENT，ACQUIRE DATE，PRESET，TIME or COUNTの各プリセットモードを入力する。

3）各プリセットモードの入力後，誤入力が無ければ，［Sure ?〔Y or N〕:］の後に［Y］キーを押す。もし誤入力がある場合は，［N］キーを押して再度入力し直す。

4）以上の操作により，測定の際のプリセットモード設定が終了となる。

5）［f・3］キーを押すと〔REMOTE〕モードになり，画面の右側に1. START，2. STOP，3. ERASE，4. STATUS が表示される。

6）MCA の CRT上に前のスペクトルデータが残っている場合は，［3］キー（ERASE キーに相当）を押す。

7）［MCA ERASE.　Sure ?〔Y or N〕］と表示してくるので［Y］キーを押しスペクトルデータを消去する。

8）［1］キー（START キーに相当）を押して試料の測定を開始する。MCAがスタートするとスペクトル情報覧のSTATUSに赤くCOUNT と表示され，また先に入力した各プリセットモードも表示される。

9）以上で測定操作が終了となる。

注）プリセットモードを入力する際のCOMMENT は60文字以内であり，TIME or DATEは秒で入力する。

5－4－2　データ転送及び解析

＜操　作＞

1）測定終了後，[f・7]キーを押すと画面に[1. MCA,　2. DISK]と表示される。

2）[1]キーを押すとデータがMCAから，[2]キーを押すとDISKからデータが転送される。ここでは，MCAからのデータ転送について述べるので[1]キーを押す。

3）MCAからのデータが転送されたことを確認後，スペクトルデータの登録を行う。[f・6]キーを押す。

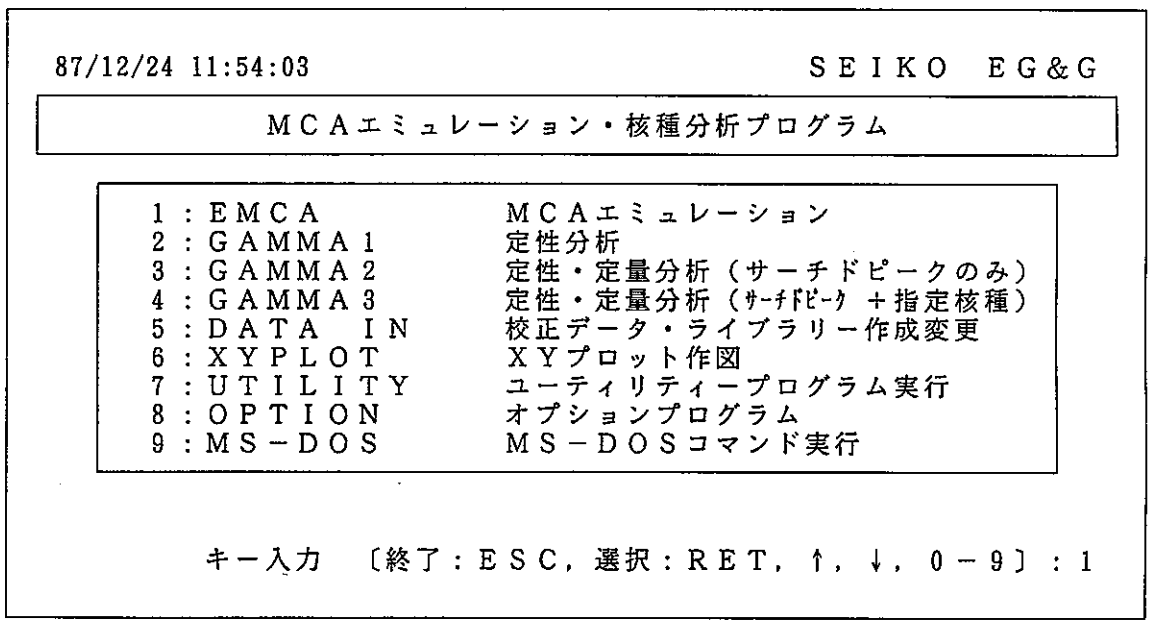
4）画面に[1. MCA,　2. DISK]と表示される。ここでは，DISKへのデータ登録について述べるので[2]キーを押す。

5）[ENTRE SAVE FILE NAME〔A(name).CHN〕:]と表示されるので〔 〕内にFILE NAMEを入力する。入力する際のファイル名の文字数は6文字以内の英数文字で指定する。またAはドライブ名であり，固定ディスクへ登録する場合はAとし，フロッピーディスクへ登録する場合はBとする。

〔例〕　A : TEST1.CHN

6）以上の操作によってスペクトルデータが固定ディスクへ登録される。次にデータ解析について述べる。

7）[f・10]キーを押し，下図のようなメインメニューにする。



8） 4 キーを押し，「GAMMA 3 定性・定量分析（サーチドピーク＋指定核種）を選択する。

```
88/01/15 13:41                                    SEIKO  EG&G
                 スペクトル・パラメータ入力              入力  1

    スペクトルファイル名〔CHECK4.CHN〕

    挿入モード

 中断                    次頁     前項    次項    ←    →    終了
```

9）画面に上図が表示されるので，解析するスペクトルファイル名を入力する。画面には前に解析に用いたファイル名が残っているので消去し，新にファイル名を入力し RETURN キーを押す。

10） よろしいですか？ Y or N, 中断 : ESC と表示してくるので，よければ Y キーを押し，誤入力がある場合は N キーを押して再度入力し直す。

```
88/01/15 13:45                                    SEIKO  EG&G
                 試料パラメータ入力                    入力  2

  試    料    名        〔SAMPLE〕
  試料  コメント
          〔TEST OF DATA (COMMENT)〕
  試料  採取方法
          〔TEST OF DATA〕
  試料採取開始日          〔85/08/29 11:29:00〕
          終了日          〔85/08/29 11:29:00〕

  試    料    量        〔1.0〕
  試料量単位        〔無単位〕
  試料高さ   (mm)〔   1.000〕   :
  試料  採取効率  ( %)〔100.0〕

  検出器番号        〔   1〕

 中断                                 前項    次項    ←    →    終了
```

よろしいですか？ Y or N, 中断:ESC:

11) 画面に上図が表示される。画面には前の解析試料に用いたパラメータが残っているので，新たにパラメータを入力し直すため [N] キーを押して，パラメータを入力する。

注）
① 試　料　名：14文字以内
② 試料　コメント：60文字以内
③ 試料　採取方法：60文字以内
④ 試料採取開始日：年月日，時分秒を入力
　　終了日
⑤ 試　料　量：数値入力
⑥ 試料量単位：ボックス選択入力
⑦ 試料高さ：数値入力（単位mm）
⑧ 試料　採取効率：数値入力（百分率で入力）
⑨ 検出器番号：数値入力

12) [よろしいですか？　Y or N, 中断:ESC:] と表示してくるので，それぞれ入力したパラメータがよければ [Y] キーを押し，誤入力があれば [N] キーを押して，最初から入力し直す。

```
88/01/15 13:45                                    SEIKO  EG&G
              定性・定量分析パラメータ入力(1)      入力  3

  分析開始  チャンネル          〔  50〕
  分析終了  チャンネル          〔4000〕

  放射能    単位                〔Bq  〕

  試料採取中の   崩壊補正       〔N〕
  測定開始までの崩壊補正       〔N〕
  測定中の       崩壊補正       〔Y〕
  逐次崩壊核種補正             〔N〕
  ピークバックグラウンド補正   〔N〕

     よろしいですか？　〔Y or N, 中断：ESC〕：

 中断                              前項   次項   ←   →   終了
```

13) 画面に上図が表示される。表示されているパラメータに変更がなければ [Y] キーを押し，変更がある場合は [N] キーを押して各パラメータを設定する。

注）
① 分析開始ﾁｬﾝﾈﾙ，終了ﾁｬﾝﾈﾙ：分析に必要な開始から終了までのチャンネル数を入力する。
② 放射能単位：ボックス入力
③ 試料採取中の崩壊補正：Y or N 選択
④ 測定開始までの崩壊補正：Y or N 選択
⑤ 測定中の崩壊補正：Y or N 選択
⑥ 逐次崩壊核種補正：Y or N 選択
⑦ ピークバックグラウンド補正：Y or N 選択

③から⑦までの Y or N 選択は，[←] [→] キーを用いて移動する。

```
88/01/15 13:46                                    SEIKO  EG&G
                 定性・定量分析パラメータ入力(2)      入力  4

  エネルギー校正ファイル名        〔ENE100.CLB〕
  エネルギー校正名                〔ENE003〕

  キャリブレーションID            〔標　準〕

  検出効率校正ファイル名          〔EFF100.CLB〕
  検出効率校正名                  〔EFF003〕

  バックグラウンドファイル名      〔 〕

  核種ライブラリーファイル名      〔MASTER.LIB〕

  核種属性
      サーチドピーク分析用        〔 〕
      定量分析用                  〔 〕
      定量帳票用                  〔 〕

     よろしいですか？  〔Y or N, 中断：ESC〕：

中断                                 前項   次項   ←   →   終了
```

14）画面に上図が表示される。表示されているパラメータに変更がなければ $\boxed{\text{Y}}$ キーを押し，変更がある場合は $\boxed{\text{N}}$ キーを押して各パラメータを設定する。

注）① エネルギー校正ファイル名
　　校正式が登録されているファイル名を入力する。
② エネルギー校正名
　　エネルギー校正ファイル名で入力されたファイルに登録されているエネルギー校正名を入力する。
③ キャリブレーションＩＤ：ボックス入力
　　標　準：検出効率校正ファイル名，検出効率校正名で指定された校正式を使って行う。
　　内挿法：内挿法による効率の高さ補正を行う。（高さは試料高さが使用される。）
④ 検出効率校正ファイル名
　　校正式が登録されているファイル名を入力する。
⑤ 検出効率校正名
　　検出効率校正ファイルに登録されている校正名を入力する。
⑥ バックグラウンドファイル名
　　ピークバックグラウンド校正でＹを選択した場合は，ＧＡＭＭＡ３により解析したバックグラウンドファイル名を入力する。

⑦ 核種ライブラリーファイル名
ライブラリーファイル名を入力する。

⑧ 核種属性
サーチドピー分析用，定量分析用，定量帳票用に属性として指定した核種のみ行う場合は属性名を入力する。

15）以上の操作によってデータの転送及び解析は終了する。

5－5 エネルギー校正，効率補正，核種ライブラリー作成

5－5－1 エネルギー校正

＜操 作＞

1）メインメニューより，5番（DATA IN)を選択し RETURN キーを押すと下図が表示される。

```
校正データ・ライブラリー作成変更プログラム

  1：ＥＮＥＣＡＬ        エネルギ校正
  2：ＥＦＦＣＡＬ        効率補正
  3：ＧＭＬＩＢ          核種ライブラリー作成
  4：ＰＡＲＡ＿ＳＥＴ     詳細分析パラメータ設定値変更
  5：ＭＳ－ＤＯＳ        ＭＳ－ＤＯＳコマンド実行

      キー入力〔終了：ESC，選択：RET，↑，↓，0-5〕：1
```

2） 1 キーを押し RETURN キーを押すと下図が表示される。

```
〔 ＥＮＥＣＡＬ 〕 エネルギー校正パラメータ入力

      スペクトルファイル名を入力して下さい。
      〔 終了 ： ＥＳＣ 〕：CHECK4
```

3）エネルギー校正を行うスペクトルファイル名を入力し RETURN キーを押す。画面に下図が表示される。

例：CHECK4|

```
〔 ＥＮＥＣＡＬ 〕 エネルギー校正パラメータ入力

スペクトル ファイル名：CHECK4.CHN

データ収集 年月日          リアル タイム      ライブ タイム
85/08/29 11:27:00              5243              5127
STANDARD SPECTRUM ( 8Kch )

        1 ：チャネルとエネルギを入力する。
        2 ：前回，使用したチャネルとエネルギを使用する。
        3 ：ピーク情報ファイルを使用する。
        4 ：前の画面へ

      パラメータ入力方法を選択して下さい。

    〔 1-4 , ↑↓, 選択：ＲＥＴ, 終了：ＥＳＣ 〕：1
```

4）エネルギ校正で計算されるピークチャンネルとエネルギの入力方法を1から4の中から選択する。

1：新規にチャンネルとエネルギーを入力する。
2：前回エネルギー校正を行った結果（チャンネルとエネルギの入力，追加，変更，削除，計算を行った値）を使用する。
3：ピーク情報ファイル名に登録されているデータを使用する。
4：スペクトルファイル名の入力に戻る。

5）ここでは，3 キーを押してピーク情報ファイルを使用してエネルギー校正を行う場合について述べる。ただし 1 又は 2 を選択した場合は，操作7)からとなる。

6）画面には下図が表示される。ピーク情報ファイル名を入力し，RETURN キーを押す。

例：MCA|

```
〔 ＥＮＥＣＡＬ 〕 ピーク情報ファイル名の入力




      ピーク情報ファイル名を入力して下さい。

      〔 終了 ： ＥＳＣ 〕：
```

7）チャンネルとエネルギーの入力，追加，変更，削除をキー操作により登録する。ただし，チャンネルとエネルギーは2組以上の入力が必要となる。

入力例を下図に示す。

〔 ＥＮＥＣＡＬ 〕 ピークチャネルとエネルギの入力

No.	チャネル	エネルギ	No.	チャネル	エネルギ
1	322.000	81.000	16		
2	487.000	122.060	17		
3	1103.000	276.400	18		
4	1209.000	302.850	19		
5	1422.000	356.000	20		
6	1533.000	383.850	21		
7	2645.000	661.650	22		
8	3339.000	834.830	23		
9	4693.000	1173.210	24		
10	5330.000	1332.460	25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

〔登録：Ｆ・１，前の画面へ：Ｆ・２，終了：ＥＳＣ〕
〔カーソル移動：↑↓←→，挿入：ＩＮＳ，削除：ＤＥＬ〕

8）全てのチャンネルとエネルギの入力が終了し誤入力がなければ ｆ・1 キーを押して登録する。もし誤入力があれば矢印キーを使用して再入力し直す。

9）画面には下図が表示される。登録するエネルギー校正ファイル名を入力して RETURN キーを押す。

例：ENE100.CLB

〔 ＥＮＥＣＡＬ 〕 エネルギ校正ファイル名の入力

登録するエネルギ校正ファイル名を入力して下さい。

〔 終了 ： ＥＳＣ 〕：ENE100.CLB

10) 次にエネルギー校正コメントを入力し [RETURN] キーを押す。ただし，すでに10個のエネルギー校正ファイルが登録されている場合は，どれか１つを削除しなければならない。この場合は，上下の矢印キーを使用して削除する位置まで移動する。その実行例について述べる。

```
校正番号10を消去します。
よろしいですか？〔 Y or N 〕：
```

校正番号10を削除する場合の実行例

[Y] キーを押す。

⇩

```
エネルギー校正ファイル
エネルギー校正名〔終了：ＥＳＣ〕：ENE006
エネルギー校正コメント          ：test of program.check4
```

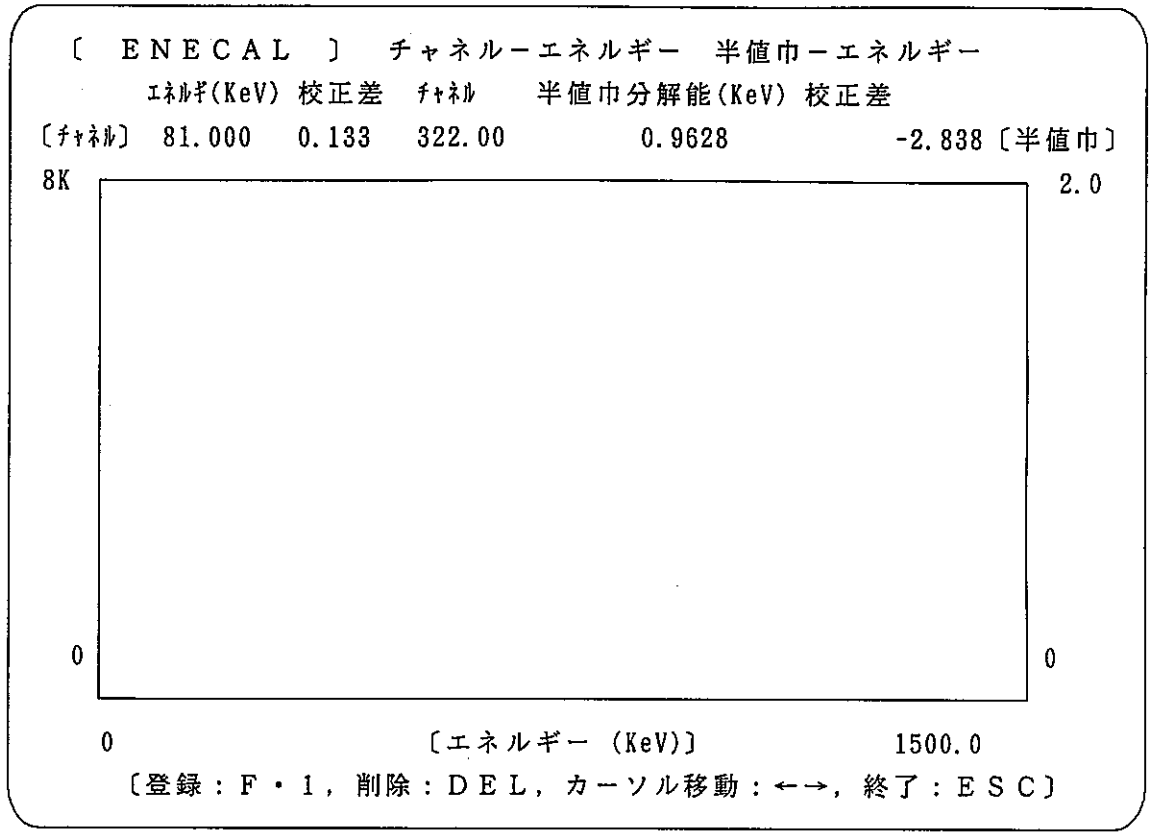
エネルギー校正ファイル名及びエネルギー校正コメントを入力する

⇩

```
エネルギー校正名〔終了：ＥＳＣ〕：ENE006
エネルギー校正コメント          ：test of program.check4
        よろしいですか？〔 Y or N 〕：
```

エネルギー校正ファイル名及びコメントの入力終了後，入力確認を行い，誤入力がなければ [Y] キーを押し，誤入力があれば [N] キーを押して再度入力し直す。

11) 画面には下図のようなエネルギー校正結果のグラフとエディットが表示される。



12) 任意のデータでよければ [f ・ 1] キーを押して登録する。もし曲線からはずれるポイントがあり削除したい場合は左右のカーソルで削除したい位置まで移動し，[DEL] キーを押して再度計算を行いグラフを出力する。

13) [よろしいですか？〔登録:Y，再校正:N，コピー:G，終了:ESC〕] に対し，[G] キーを押して上図のエネルギー校正結果のグラフを出力する。

14) [Y] キーを押して登録すると，次ページに示すエネルギー校正結果を出力する。

以上の操作によりエネルギー校正は終了する。

< ENECAL > エ ネ ル ギ 校 正　　87/02/01 17:58:04

エネルギ校正ファイル名
　　ENE100.CLB
エネルギ校正名　　校正年月日
　　ENE006　　87/02/01 17:55:33
エネルギ校正コメント
　　test of program. CHECK4

スペクトルファイル名　　データ収集年月日
　　CHECK4.CHN　　85/08/29 11:27:00
スペクトル　ファイル　コメント
　　STANDARD SPECTRUM (8Kch)

********** エ ネ ル ギ 校 正 結 果 **********

No.	核種ピーク エネルギ (KeV)	校正 エネルギ (KeV)	校正差 (%)	測定 半値巾 (KeV)	校正 半値巾 (KeV)	校正差 (%)
1	81.000	81.108	0.133	0.963	0.936	-2.838
2	122.060	122.071	0.009	0.965	0.979	1.427
3	276.400	276.327	-0.026	1.100	1.117	1.549
4	302.850	302.795	-0.018	1.128	1.138	0.953
5	356.000	355.975	-0.007	1.174	1.180	0.545
6	383.850	383.778	-0.019	1.194	1.201	0.609
7	661.650	661.687	0.006	1.412	1.401	-0.805
8	834.830	834.942	0.013	1.544	1.517	-1.727
9	1173.210	1173.199	-0.001	1.757	1.733	-1.359
10	1332.460	1332.429	-0.002	1.798	1.832	1.891

校 正 関 数

エネルギ (KeV) = A＋B＊CH＋C＊CH||2
FWHM (KeV) = D＋E＊SQR（エネルギ）＋F＊（エネルギ）

A =	0.4564147	D =	0.7876170
B =	2.4995795E-001	E =	1.2449643E-002
C =	-1.5621264E-008	F =	4.4276352E-004

< ENECAL > エ ネ ル ギ 校 正　　87/02/01 17:58:11

No.	校正名	コ メ ン ト
1	ENE001	TEST OF CALIBRATION.
2	ENE002	TEST OF CALIBRATION. CHECK3.
3	ENE003	TEST OF CALIBRATION. CHECK4
4	ENE004	TEST OF CALIBRATION.8kcH
5	ENE005	TEST OF CALIBRATION.8KcH 2
6	DEMO01	DEMO 1985/09/02
7	DEMO02	DEMO 1985/10/22
8	DEMO03	test 1985/11/01
9	TEST01	TEST OF CALIBRATION. CHECK4
10	ENE006	test of program. CHECK4

5－5－2　効率補正

＜操　作＞

1）メインメニューより，5番（DATA IN)を選択し，[RETURN]キーを押すと下図が表示される。

```
校正データ・ライブラリー作成変更プログラム

  1：ＥＮＥＣＡＬ        エネルギ校正
  2：ＥＦＦＣＡＬ        効率補正
  3：ＧＭＬＩＢ          核種ライブラリー作成
  4：ＰＡＲＡ＿ＳＥＴ     詳細分析パラメータ設定値変更
  5：ＭＳ－ＤＯＳ         ＭＳ－ＤＯＳコマンド実行

  キー入力〔終了：ＥＳＣ，選択：ＲＥＴ，↑，↓，０－５〕：１
```

2）[2]キーを押し[RETURN]キーを押すと下図が表示される。

```
87/02/01 17:12:57                          ＳＥＩＫＯ　ＥＧ＆Ｇ
〔ＥＦＦＣＡＬ〕      効 率 補 正 プ ロ グ ラ ム

  1：エネルギと効率の入力による補正
  2：キャリブレーション　スペクトルによる補正
  3：終了

  キー入力〔終了：ＥＳＣ，選択：ＲＥＴ，↑↓，１－３〕：
```

[1]：各ピークのエネルギーと効率を入力し，効率補正を行う。

[2]：ピーク分析を行い，ピークサーチで見つかったピークのピーク統計率を求め，効率を計算して効率補正を行う。

[3]：プログラムを中断し，MENU画面に戻る。

3）以下 [1] , [2] おのおのを選択した場合について述べる。

4） [1] キーを押し，エネルギーと効率の入力による補正を選択すると下図が表示される。

```
〔ＥＦＦＣＡＬ〕　効率補正

　　ＭＣＡ番号を入力して下さい。

　　ＭＣＡ番号　〔１－４〕　：
```

5） [1] キーを押すと下図が表示される。

```
ＭＣＡ番号　〔１－４〕　　：１

よろしいですか？〔Ｙ or Ｎ，終了：ＥＳＣ〕：
```

6） [Y] キーを押すと下図が表示される。

〔ＥＦＦＣＡＬ〕　エネルギと効率の入力

No.	エネルギ	効率	No.	エネルギ	効率
1	53.160	3.7464000E-003	16		
2	81.000	2.2464300E-002	17		
3	122.060	3.7481000E-002	18		
4	136.470	3.3573800E-002	19		
5	276.400	2.6785500E-002	20		
6	302.852	2.5474400E-002	21		
7	383.500	2.1918800E-002	22		
8	661.650	1.2053900E-002	23		
9	834.830	1.0238500E-002	24		
10			25		
11			26		
12			27		
13			28		
14			29		
15			30		

〔登録：Ｆ・１，前の画面へ：Ｆ・２，終了：ＥＳＣ〕
〔カーソル移動：↑↓←→，挿入：ＩＮＳ，削除：ＤＥＬ〕

7）上図に示されるエネルギーと効率に変更がなければ［ｆ・１］キーを押して登録する。もしエネルギーまたは効率に変更がある場合は，移動キーを用いて変更の位置まで移動し変更し，終了後［ｆ・１］キーを押して登録する。

8）次に操作 2）に戻り，［２］キーを押して“キャリブレーションによる補正”を選択した場合について述べる。

9）［２］キーを押すと下図が表示される。

〔ＥＦＦＣＡＬ〕　核種強度と校正年月日の入力

ライブラリ名を入力して下さい。〔終　了：ＥＳＣ〕：EFF.LIB

核種属性を入力して下さい。　〔ＡＬＬ：ＲＥＴ〕：ALL

10) ライブラリ名及び核種属性を入力する。

(例) ライブラリ名：EFF.LIB
核種属性　　：ALL

11) 画面に下図が表示される。

〔ＥＦＦＣＡＬ〕　核種強度と校正年月日の入力

核種強度と校正年月日を　このまま登録します。

よろしいですか？〔 Ｙ or Ｎ，終了：ＥＳＣ〕：

12) ライブラリ中の核種強度と校正年月日の変更を行うか否かの選択をする。変更を行わない場合は [Y] キーを押し，変更をする場合は [N] キーを押す。

13) [N] キーを押すと下図が表示される。

〔ＥＦＦＣＡＬ〕　核種強度と校正年月日の入力

ライブラリ上すべての核種について，入力を行います。

よろしいですか？〔 Ｙ or Ｎ，終了：ＥＳＣ〕：

14) ライブラリ中の全核種を用いるか否かの選択を行う。

15) Y キーを押すと下図が表示される。

```
〔ＥＦＦＣＡＬ〕    核種強度と校正年月日の入力

  核種   核種強度    校正年月日          核種   核種強度    校正年月日
* Ba-133   0.0590  82/08/20 12:00:00
* Co- 57   0.0611  82/08/20 12:00:00
* Co- 60   0.0641  82/08/20 12:00:00
* Cs-137   0.0612  82/08/20 12:00:00


        よろしいですか？〔 Ｙ or Ｎ , 削除：ＤＥＬ〕：

                核　　種     / Mn- 54
                核種強度     〔     0.0625 〕 :
                校正年月日   〔 82/08/20 〕   :
```

16) 表示されてくる核種に対し核種強度と校正年月日に変更がなければ Y キーを押し，変更があれば N キーを押して，新たに核種強度と校正年月日を入力する。ライブラリ中の全核種について同様の操作を行う。

17) 操作 15)で N キーを押すと下図が表示される。

```
〔ＥＦＦＣＡＬ〕    核種強度と校正年月日の入力

核種   核種強度    校正年月日          核種   核種強度    校正年月日
.....  .........  ....................  .....  .........  ....................
.....  .........  ....................  .....  .........  ....................
.....  .........  ....................  .....  .........  ....................
                〔登録：ＲＥＴ，中断：ＥＳＣ〕

                核　　種     / BA-133
                核種強度
                校正年月日
                時間
```

18) ライブラリ中の核種の中で変更したい核種のみについて核種強度と校正年月日の変更を行う。

19) 核種強度と校正年月日の変更終了後，画面に下図が表示される。

```
〔 ＧＭＳＥＴ１ 〕 スペクトルファイル入力

        スペクトルファイル名を入力して下さい。

〔終了：ＥＳＣ，（ファイル名）.CHN 〕：CHECK4
```

20) 効率補正を行うスペクトルファイル名を入力する。

（例） CHECK4

21) 画面には下図が表示される。

```
〔 ＧＭＳＥＴ１ 〕 分析パラメータ入力

スペクトルファイル名                        〔 CHECK4.CHN 〕

            85/08/29 11:27:00
            STANDARD SPECTRUM ( 8Kch )

ピークサーチ  実行の有無                        〔 Y 〕：
     サーチ  方法（１：１次微分法，２：２次微分法，３：オプション）
                                               〔 1 〕：
     サーチ  感度                              〔 7 〕：
     サーチ  開始チャネル                      〔 50 〕：
     サーチ  終了チャネル                     〔 8000 〕：

分析結果印字の指定                           〔 PRN 〕：
分析結果ファイル名                          〔 ANALY 〕：

          よろしいですか？〔 Y or N，終了：ＥＳＣ〕：
```

22) パラメータの値がディフォルト値（〔 〕間の数字，文字）でよければ Y キーを押し，再入力するならば N キーを押して，各パラメータの値を変更する。

(a) ピークサーチ実行の有無

二通りのピークに対する指定の方法があり，次の入力をすると，それに従いプログラムはピークを判別する。

Y	…… プログラムによりピークサーチが実行される。

N	…… ピーク情報ファイルに登録されているデータをピークとする。

N	を指定した時点で画面の一部が変わり，ピーク情報ファイルの入力になる。

ここでディレクトリを指定すると“ＦＩＬＥＳ”によって入力することが出来る。

○

(b) サーチ方法

各方法に対応する番号を入力する。

○

(c) サーチ感度

ピークサーチ計算時に使われるパラメータである。

分析概要説明書「ピーク分析方法」を参照。

○　　ディフォルト値　7

(d) サーチ開始チャンネル

(e) サーチ終了チャンネル

ピークサーチ計算を行うチャンネル範囲を入力する。

プログラムでは終了チャンネル入力後，開始チャネルと終了チャンネルを比べ，下記条件を見ている。

開始チャンネル　≦　終了チャンネル

条件を満たさない場合は，警告音と共に開始チャンネルと終了チャンネルを取り換えている。

○○○○　　ディフォルト値　開始チャネル50

(f) 分析結果印字の指定

次の文字を入力する。

ＰＲＮ……分析結果をプリンタに出力する。

ＣＯＮ……分析結果をモニタに出力する。

他　……英数文字列を入力すると，分析結果がプリンタに出力されるフォーマットで入力された文字列のファイル名に出力される。

○○○　　ディフォルト値　ＰＲＮ

(g) 分析結果ファイル名
分析結果を登録しておくファイル名を入力する。
ドライブ名，ディレクトリ名を含めて27文字以内
○○○○○○○○　　ディフォルト値　ＡＮＡＬＹ

23) 分析パラメータ入力後，[Y] キーを押すと下図が表示される。

```
〔 ＧＭＳＥＴ１ 〕 エネルギ校正入力

エネルギ校正ファイル名          〔 ENE100.CLB 〕 :

エネルギ校正名                  〔 ENE003 〕 :


          よろしいですか？〔 Ｙ or Ｎ，終了：ＥＳＣ〕 :
```

24) エネルギー校正ファイル名及びエネルギー校正名を入力する。パラメータの値がディフォルト値でよければ [Y] キーを押し，再入力するならば [N] キーを押して再入力し直す。

25) 入力後，下図が表示される。

```
検索ファイル名：ENE100.CLB
                          〔↑↓，入力：ＲＥＴ，終了：ＥＳＣ〕

   校正名          コメント
ENE001      TEST OF CALIBRATION.
ENE002      TEST OF CALIBRATION. CHECK3.
ENE003      TEST OF CALIBRATION. CHECK4
ENE004      TEST OF CALIBRATION.8kcH
ENE005      TEST OF CALIBRATION.8Kch 2
DEM001      DEMO 1985/09/02
DEM002      DEMO 1985/10/22
DEM003      test 1985/11/01
TEST01      TEST OF CALIBRATION. CHECK4
```

26) コメントを入力する。以下にピーク分析の出力例を示す。

< PTANL > ピーク分析 Ver 1.0

スペクトル名 データ収集 年月日 ﾘｱﾙ ﾀｲﾑ ﾗｲﾌﾞ ﾀｲﾑ
CHECK4.CHN 85/08/29 11:27:00 5243.00 5126.00

スペクトル コメント
CHECK4

エネルギ校正名 効率補正名
ENE003 EFF003

分析結果ファイル名
ANALY.RST

ピークサーチ：平滑化一次微分法 サーチ感度：7 サーチ領域： 50 - 8000
検出限界定数：3

********** 試 料 中 の ピ ー ク **********

ﾋﾟｰｸ NO.	ﾋﾟｰｸﾁｬﾈﾙ CH	ｴﾈﾙｷﾞ KeV	バック 面積	検出限界 ｶｳﾝﾄ	ピーク 面積	計数率 ｶｳﾝﾄ/秒	誤差 %	ｽﾃｰﾀｽ
1	211.56	53.43	14005.6	498	748.4	1.4599E-001	22.3	
2	322.67	81.19	19337.5	584	74775.5	1.4587E+001	0.4	
3	486.56	122.14	16683.6	543	22026.4	4.2970E+000	1.1	
4	544.24	136.56	17611.3	557	2600.7	5.0736E-001	7.4	
5	891.00	223.20	15998.4	533	1215.6	2.3714E-001	14.8	
6	1103.74	276.36	9850.3	419	17481.7	3.4104E+000	1.1	
7	1209.65	302.82	8608.1	392	43147.9	8.4175E+000	0.6	
8	1422.44	355.99	8825.8	398	126871.2	2.4751E+001	0.3	
9	1533.69	383.79	6688.6	347	17977.4	3.5071E+000	1.0	
10	1746.47	436.95	6829.3	350	1668.7	3.2554E-001	7.3	
11	2645.81	661.66	4106.9	273	110907.1	2.1636E+001	0.3	
12	3339.20	834.91	3356.2	248	10462.8	2.0411E+000	1.2	
13	4693.14	1173.19	2116.0	198	60002.0	1.1705E+001	0.4	
14	4930.33	1232.45	622.0	109	35.0	6.8361E-003	< D.L.	
15	5330.56	1332.45	904.7	131	53848.3	1.0505E+001	0.4	

< EFF1 > エネルギと効率 87/02/01 20:22:50 Ver 1.0

ﾋﾟｰｸ NO.	ｴﾈﾙｷﾞ KeV	核 種	ガンマ放出数 ガンマ／秒	ピーク計数率 ガンマ／秒	計測効率
1	53.16	Ba-133	3.89637E+001	1.45992E-001	0.0037469
2	81.00	Ba-133	6.49276E+002	1.45875E+001	0.0224673
3	122.06	Co- 57	1.14629E+002	4.29699E+000	0.0374860
4	136.47	Co- 57	1.41947E+001	5.07358E-001	0.0357427
5	223.20				
6	276.40	Ba-133	1.27306E+002	3.41040E+000	0.0267891
7	302.85	Ba-133	3.30384E+002	8.41745E+000	0.0254778
8	356.00	Ba-133	1.11505E+003	2.47505E+001	0.0221969
9	383.85	Ba-133	1.59985E+002	3.50711E+000	0.0219215
10	436.95				
11	661.65	Cs-137	1.79471E+003	2.16362E+001	0.0120555
12	834.83	Mn- 54	1.99331E+002	2.04113E+000	0.0102399
13	1173.24	Co- 60	1.59123E+003	1.17054E+001	0.0073562
14	1232.45				
15	1332.46	Co- 60	1.59250E+003	1.05049E+001	0.0065965

27) 画面に下図が表示される。

```
〔 ＥＦＦＣＡＬ 〕 効率補正ファイル名の入力

          登録する効率補正ファイル名を入力して下さい。

          〔 終了：ＥＳＣ 〕：
```

28) 効率補正された結果を登録するファイル名を入力する。

29) コメントを入力する。

30) 画面に下図が表示される。もしも指定された効率補正ファイルがすでに10番までデータが入っている場合は，効率補正情報のいづれかを削除しなければならない。以下にその操作について述べる。

```
〔 ＥＦＦＣＡＬ 〕 効率補正名とコメントの入力

-------------------------------------------------------
No. 効率補正名        コメント
-------------------------------------------------------
 1  EFF001        TEST OF EFFICIENCY
 2  EFF002        TEST OF EFFICIENCY. CHECK4
 3  EFF003        TEST OF EFFICIENCY.CHECK4 2
 4  EFF004        TEST OF EFFICIENCY.
 5  EFF005
 6  EFF006        test of calibration
 7  EFF007        test of calibration
 8  EFF008        test of program. CHECK4
 9  EFF009        test of program. check4
10  EFF010        TEST OF PROGRAM. CHECK4

          削除する効率補正名を選択して下さい。

          〔 ↑↓，選択：ＲＥＴ，終了：ＥＳＣ 〕
```

10番の効率補正情報の削除を例にとる。選択キーを10番まで移動し RETURN キーを押す。

```
補正番号10を消去します。

よろしいですか？〔 Y or N , 終了：ＥＳＣ〕：
```

⇩

Y キーを押す。

```
効率補正校正ファイル

効率補正名          〔終了：ＥＳＣ〕：ENE010

効率補正コメント                    ：TEST OF PROGRAM. CHECK4
```

⇩

効率補正ファイル名及びコメントを入力する。

（例）効率補正名　　：EFF010
　　効率補正コメント：TEST OF PROGRAM. CHECK4

⇩

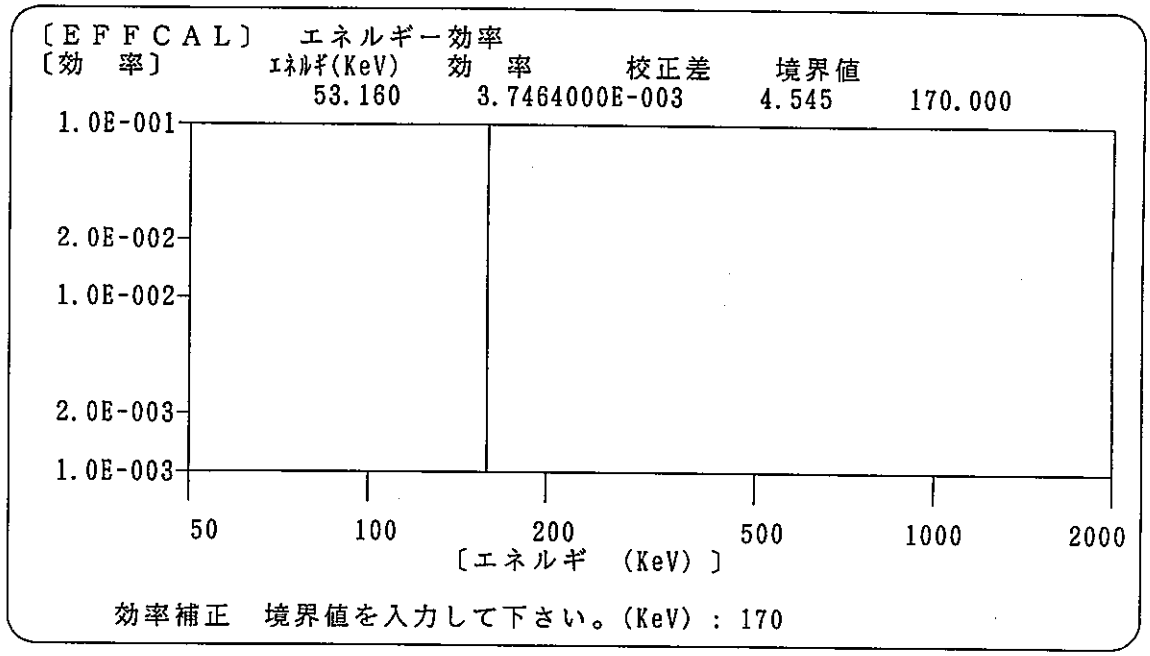
```
効率補正名          ：EFF010

効率補正コメント    ：TEST OF PROGRAM. CHECK4

      よろしいですか？〔 Y or N , 終了：ＥＳＣ〕：
```

Y キーを押す。以上の操作により効率補正名及びコメントが登録される。

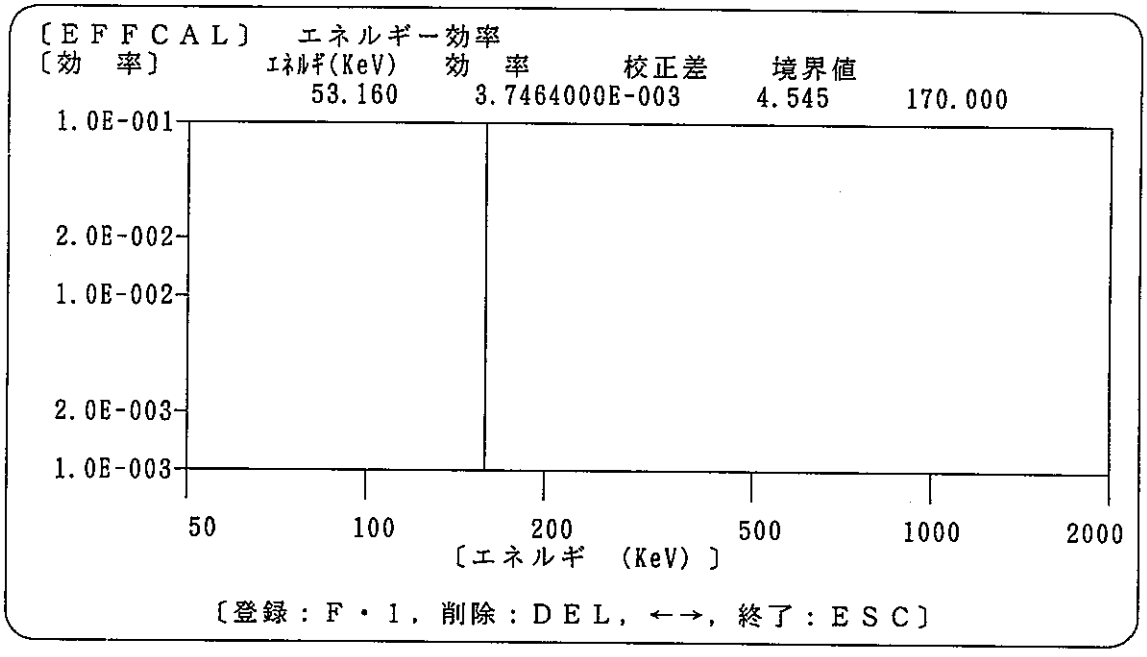
31) 画面には下図が表示される。



32) 効率補正境界値を入力する。

33) 効率補正境界値　よろしいですか？〔 Y or N , 終了：ＥＳＣ 〕： に対し，よければ Y キーを押し，効率補正境界値を再入力する場合は N キーを押して再入力し直す。

34) 画面に下図が表示される。



35) ここで，エネルギー効率曲線に対し曲線からはずれており削除したい場合は移動キーを用いて削除する位置まで移動し [DEL] キーを押し，[f・1] キーを押す。

36) [よろしいですか？〔登録：Y，再補正：N，コピー：G，終了：ESC〕：] に対し，[G] キーを押して効率補正グラフィックを出力する。同時に以下の効率補正結果及び効率補正ファイルが出力される。

```
< EFFCAL >  効　率　補　正   87/02/01 20:25:31

効率補正ファイル名
      EFF100.CLB
効率補正名                  補正年月日
      EFF010                    87/02/01 20:24:18
効率補正コメント
      TEST OF PROGRAM. CHECK4

境界値    170.000 ( keV )

*****************  効 率 補 正    結 果  *****************
-------------------------------------------------------------
ﾋﾟｰｸ    ｴﾈﾙｷﾞｰ          測定効率          校正効率        校正率
NO.     ( keV )                                          ( % )
-------------------------------------------------------------
 1       53.160       0.0037469         0.0039329        4.966
 2       81.000       0.0224673         0.0194877      -13.262
 3      122.060       0.0374860         0.0394735        5.302
 4      136.470       0.0357427         0.0413523       15.694
 5      276.400       0.0267891         0.0269809        0.716
 6      302.850       0.0254778         0.0251257       -1.382
 7      356.000       0.0221969         0.0220704       -0.570
 8      383.850       0.0219215         0.0207442       -5.371
 9      661.650       0.0120555         0.0128650        6.715
10      834.830       0.0102399         0.0103251        0.833
11     1173.240       0.0073562         0.0073557       -0.007
12     1332.460       0.0065965         0.0064457       -2.286


  校正関数

効　率＝ＥＸＰ（Ａ＋Ｂ＊ＬＮ（エネルギ）＋Ｃ＊ＬＮ（エネルギ）||２）

境界値　（　 170.000 KeV ）以下

  A  = -64.3054841
  B  = 2.4727572E+001
  C  = -2.5009626E+000

境界値　（　 170.000 KeV ）以上

  A  = -2.0636723
  B  = 2.2041680E-001
  C  = -8.8216606E-002
```

< E F F C A L > 年 月 日

No.	効率補正名	コメント
1	EFF001	TEST OF EFFICIENCY
2	EFF002	TEST OF EFFICIENCY. CHECK4
3	EFF003	TEST OF EFFICIENCY.CHECK4 2
4	EFF004	TEST OF EFFICIENCY.
5	EFF005	
6	EFF006	test of calibration
7	EFF007	test of calibration
8	EFF008	test of program. CHECK4
9	EFF009	test of program. check4
10	EFF010	TEST OF PROGRAM. CHECK4

以上の操作により効率補正は終了する。

5－5－3　核種ライブラリ作成

＜操　作＞

1）メインメニューより，5番（DATA IN)を選択し，RETURN キーを押すと下図が表示される。

```
校正データ・ライブラリー作成変更プログラム

  1：ＥＮＥＣＡＬ        エネルギ校正
  2：ＥＦＦＣＡＬ        効率補正
  3：ＧＭＬＩＢ          核種ライブラリー作成
  4：ＰＲＡ＿ＳＥＴ       詳細分析パラメータ設定値変更
  5：ＭＳ－ＤＯＳ         ＭＳ－ＤＯＳコマンド実行例

キー入力〔終了：ＥＳＣ，選択：ＲＥＴ，↑↓，０－５〕：1
```

2）3 キーを押し RETURN キーを押すと下図が表示される。

```
87/02/01 21:24:18                          ＳＥＩＫＯ　ＥＧ＆Ｇ
〔ＧＭＬＩＢ〕        核種ライブラリ作成プログラム

  1：ライブラリの作成，変更
  2：ライブラリのプリンタ出力
  3：ライブラリの登録
  4：ライブラリの読み込み
  5：終了

キー入力〔終了：ＥＳＣ，選択：ＲＥＴ，↑↓，１－５〕：1
```

3） 1 キーを押し，RETURN キーを押すと下図が表示される。

```
87/02/01 21:28:16                                SEIKO  EG&G
〔GMLIB〕          ライブラリの作成，変更

   1：核種とピーク情報の挿入
   2：核種とピーク情報の変更
   3：核種属性の変更
   4：核種の削除
   5：メインメニューへ

              キー入力〔選択：RET，↑↓，1－5〕：1
```

1：核種とピーク情報の挿入
核種とピーク情報（質量，半減期，半減期の単位，等）を入力する際に用いる。
2：核種とピーク情報の変更
前に作成したライブラリ中の核種及びピーク情報を変更する際に用いる。
3：核種属性の変更
前に作成したライブラリ中の核種に対する属性を変更する際に用いる。
4：核種の削除
前に作成したライブラリ中の核種を削除する際に用いる。
5：メインメニューへ
操作2)の画面に戻る。

4）ここでは新しいライブラリの作成について述べるので 1 キーを押し RETURN キーを押す。画面には下図が表示される。

```
〔 GMLIB 〕  ライブラリの作成

     元素：          質量：          半減期：          単位：
     属性：

     〔登録：F・1，前の画面へ：F・2，カーソル移動：↑↓←→〕
```

5）元素，質量，半減期，半減期の単位及び属性について入力する。

注）1．最大文字数まで入力が行われると，カーソルは自動的に次の項目へ移動する。
2．半減期の単位入力は，

年	→ Y	分	→ M
日	→ D	秒	→ S
時	→ H		

3．核種属性については，英字1文字とし最大12文字まで入力が可能である。

6）操作5)の入力後 [f・1] キーを押すと下図が表示される。

〔 GMLIB 〕 ライブラリの作成

元素：Co　　質量：57　　半減期：2.71e+2　　単位：D
属性：

エネルギ	放出比(%)	エネルギ	放出比(%)	エネルギ	放出比(%)
1		11		21	
2		12		22	
3		13		23	
4		14		24	
5		15		25	
6		16		26	
7		17		27	
8		18		28	
9		19		29	
10		20		30	

〔登録：F・1，前の画面へ：F・2，挿入：INS，削除：DEL，↑↓←→〕

7）元素に対するエネルギーと放出率について入力する。
定量に使用する1ST，2NDピークはNo.1，2に入力する。

8）入力後 [f・1] キーを押し登録する。

9）画面は操作4)に戻るので再び次に入力を必要とする核種とピーク情報を入力する。（操作4から8を繰り返す）。

10）全ての入力に必要な核種とピーク情報の挿入後（画面は操作4)の状態になっている），[f・2] キーを押す。

11）画面は操作3)の画面を表示するので，[5] キーを押しメインメニューへ戻す。

12）[2] キーを押し入力した核種とピーク情報を出力し，誤入力の有無を確認する。誤入力があれば再入力し直す。

13）画面には下図が表示される。

```
87/02/01 21:28:59                                    SEIKO  EG&G
〔  GMLIB  〕     ライブラリのプリンタ出力

   1 : ピークエネルギ順出力
   2 : 核種別出力
   3 : 核種別出力（ある核種について）
   4 : 核種  及び  核種属性についての出力
   5 : メインメニューへ

                キー入力  〔選択：RET, ↑↓, 1－5〕: 1
```

14) 1 キーを押すと下図が表示される。

〔 GMLIB 〕 ピークエネルギ順出力

核種属性を指定してください。
〔ALL：RET，前の画面へ：ESC〕：

15) 属性で指定した核種のみを出力したい場合は，その属性を入力，ライブラリの全ての核種を出力したい場合は，そのまま RETRUN キーを押す。出力例を以下に示す。

< GMLIB > ピークエネルギ順出力　　87/02/01 21:30:07
核種属性 ： ALL

No.	エネルギ	核種名	半減期	放出比	1ST	2ND	核種属性
1	53.160	Ba-133	1.074E+001Y	2.1700	356.000	302.850	
2	81.000	Ba-133	1.074E+001Y	36.1600	356.000	302.850	
3	121.782	Eu-152	1.333E+001Y	28.3800	344.275	121.782	
4	122.060	Co- 57	2.710E+002D	85.6000	122.060	136.470	
5	136.470	Co- 57	2.710E+002D	10.6000	122.060	136.470	
6	244.699	Eu-152	1.333E+001Y	7.5100	344.275	121.782	
7	276.400	Ba-133	1.074E+001Y	7.0900	356.000	302.850	
8	302.850	Ba-133	1.074E+001Y	18.4000	356.000	302.850	
9	344.275	Eu-152	1.333E+001Y	26.5800	344.275	121.782	
10	356.000	Ba-133	1.074E+001Y	62.1000	356.000	302.850	
11	383.850	Ba-133	1.074E+001Y	8.9100	356.000	302.850	
12	411.115	Eu-152	1.333E+001Y	2.2330	344.275	121.782	
13	444.000	Eu-152	1.333E+001Y	3.1200	344.275	121.782	
14	661.650	Cs-137	3.000E+001Y	85.0000	661.650		
15	778.910	Eu-152	1.333E+001Y	12.9600	344.275	121.782	
16	834.830	Mn- 54	3.125E+002D	99.9800	834.830		
17	898.020	Y - 88	1.066E+002D	94.0000	898.020	1836.010	
18	964.131	Eu-152	1.333E+001Y	14.4900	344.275	121.782	
19	1085.914	Eu-152	1.333E+001Y	10.1600	344.275	121.782	
20	1112.116	Eu-152	1.333E+001Y	13.5600	344.275	121.782	
21	1173.240	Co- 60	5.271E+001Y	99.9000	1173.240	1332.460	
22	1332.460	Co- 60	5.271E+001Y	99.9800	1173.240	1332.460	
23	1408.011	Eu-152	1.333E+001Y	20.8500	344.275	121.782	
24	1836.010	Y - 88	1.066E+002D	99.3700	898.020	1836.010	

16) 操作 13)において [2] キーを選択した場合についての出力例を以下に示す。

```
< GMLIB >  核種別出力                                    87/02/01 21:31:55
 核種属性  :  ALL

Ba-133      半減期      1.0740E-001  Y   核種属性
   1        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                  53.160        2.1700
                  81.000       36.1600
                 276.400        7.0900
                 302.850       18.4000     2ND
                 356.000       62.1000     1ST
                 383.850        8.9100

Co- 57      半減期      2.7100E+002  D   核種属性
   2        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                 122.060       85.6000     1ST
                 136.470       10.6000     2ND

Co- 60      半減期      5.2710E+000  Y   核種属性
   3        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                1173.240       99.9000     1ST
                1332.460       99.9800     2ND

Cs-137      半減期      3.0000E+001  Y   核種属性
   4        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                 661.650       85.0000     1ST

Eu-152      半減期      1.3330E+001  Y   核種属性
   5        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                 121.782       28.3800     2ND
                 244.699        7.5100
                 344.275       26.5800     1ST
                 411.115        2.2330
                 444.000        3.1200
                 778.910       12.9600
                 964.131       14.4900
                1085.914       10.1600
                1112.116       13.5600
                1408.011       20.8500

Mn- 54      半減期      3.1250E+002  D   核種属性
   6        FACTOR(0)    0.0000E+000      FACTOR(1)    0.0000E+000
            FACTOR(2)                     FACTOR(3)
            エネルギ (KeV)    放出比 (%)
                 834.830       99.9800     1ST
```

17) 操作 13)において [3] キーを選択すると下図が表示される。

```
〔 ＧＭＬＩＢ 〕 核種別出力（ある核種について）



                核種名を入力してください。（Xx-XXXm）
                〔 終了：ＥＳＣ 〕：
```

18) 出力したい核種名を入力し [RETURN] キーを押す。この時の出力例を以下に示す。

```
< GMLIB >  核種別出力（ある核種について）          87/02/01 21:29:34

   核種名：Co- 57

          半減期      2.7100E+002  D   核種属性
          FACTOR(0)   0.0000E+000      FACTOR(1)   0.0000E+000
          FACTOR(2)                    FACTOR(3)

          エネルギ（KeV）    放出比（%）
               122.060        85.6000     1ST
               136.470        10.6000     2ND
```

19) 操作 13)において $\boxed{4}$ キーを選択した場合についての出力例を以下に示す。

< GMLIB >　核種及び核種属性についての出力　　87/02/01 21:33:21

No.	核種名	半減期	核種属性	FACTOR(1)	FACROT(2)
1	Ba-133	1.0740E+001	Y	0.0000E+000	
2	Co- 57	2.7100E+002	D	0.0000E+000	
3	Co- 60	5.2710E+000	Y	0.0000E+000	
4	Cs-137	3.0000E+001	Y	0.0000E+000	
5	Eu-152	1.3330E+001	Y	0.0000E+000	
6	Mn- 54	3.1250E+002	D	0.0000E+000	
7	Y - 88	1.0660E+002	D	0.0000E+000	

20) 画面には操作3)の画面を表示している。

$\boxed{5}$ キーのメインメニューに戻す（画面には操作2)の画面が表示される）。

21) $\boxed{3}$ キーを押すと下図が表示される。

〔　ＧＭＬＩＢ　〕　ライブラリの登録

ライブラリ　ファイル名を
入力してください。〔　終了：ＥＳＣ　〕：

22) 入力した核種とピーク情報のライブラリファイル名を入力し，登録する。

以上の操作によりライブラリ作成については終了する。これ以外のライブラリ変更等については，セイコーＥＧ＆Ｇで作成した取り扱いマニュアルを参照する。

5－5－4　ＢＧ測定

＜操　作＞

ＢＧ測定については，操作5－4の“環境試料の測定と解析”に準じて行う。

最終的に解析されたＢＧスペクトルデータは，同月に測定・解析される試料のＢＧ差し引きに用いられるため，スペクトルファイル名は必ずおぼえておくこと。

6．計　　算

γスペクトロメトリの計算方法及び計算式については，“Ge半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリ①”を参照。

7．点　　検

“Ge半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリ①”を参照。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・55・GE・02 (1993)

Ｇｅ半導体検出器（検出器:No.4)を用いたγ線スペクトロメトリ（自動解析法）

1．要　旨

Ge半導体検出器およびγ線自動解析装置を用いたγ線放出核種の検出定量法について述べる。

2．適用範囲

本法は，排水排気中のγ線放出核種を測定するために用いる自動解析装置のプログラム“DS-P201/MS”の取り扱い方法について適用する。

本法は検出器No.4のGe半導体検出器の操作に適用する。

表１　検出目標値一覧

核種	排水試料（Bq／cm³）		排気試料（Bq／sample）	
	2000cm³ マリネリ容器	50cm³ プラスチック容器	2インチ ダストフィルタ用 プラスチック容器	フィルター
^{95}Zr	2.5×10^{-3}	2.2×10^{-2}	2.2×10^{-1}	
^{95}Nb	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}	1.4×10^{-1}	
^{103}Ru	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}	1.1×10^{-1}	
^{106}Ru- ^{106}Rh	3.2×10^{-2}	2.2×10^{-1}	2.2	
^{131}I	1.8×10^{-3}	7.4×10^{-3}	1.4×10^{-1}	4
^{134}Cs	1.1×10^{-3}	1.1×10^{-2}	1.4×10^{-1}	
^{137}Cs	1.8×10^{-3}	1.4×10^{-2}	1.4×10^{-1}	
^{141}Ce	2.2×10^{-3}	7.4×10^{-3}	2.2×10^{-1}	
^{144}Ce- ^{144}Pr	2.2×10^{-2}	2.9×10^{-2}	2.2	
^{60}Co	1.1×10^{-3}	1.8×10^{-2}	1.8×10^{-1}	
^{125}Sb	5.5×10^{-3}	2.5×10^{-2}	3.3×10^{-2}	
^{129}I			1.4×10^{-3}	5
^{125}I			1.4×10^{-3}	5

注１）排水試料は5000秒測定の検出限界値。排気試料の2インチプラスチック容器は 20000秒測定の検出限界値である。また，^{129}I, ^{125}I については試料200ml, 50,000秒測定の検出限界値である。

注２）^{106}Ru－^{106}Rh, ^{144}Ce－^{144}Pr の検出限界値は^{106}Ru, ^{144}Ce を測定し，その２倍の値を検出限値とした。

注３）上記以外の核種の検出限界値が必要な場合は，その都度測定し検出限界値を算出する。

3．装置および構成

項目 ＼ 検出器		No. 4
遮へい体	鉛	70 mm
	鉄	20 mm
	カドミウム	1 mm
	無酸素銅	1 mm
	透明アクリル	5 mm
検出部	MODEL	ORTEC 23200 HP Ge (GMX)
	FWHM	1.95 keV
	相対効率	25%
高圧電源	MODEL	ORTEC 459
	OUTPUT VOLTAGE	2.5
	BIASE VOLTAGE	NEG 2500V
比例増幅器	MODEL	ORTEC 572
	COARSE GAIN	50
	FINE GAIN	0.756
	INPUT MODE	NEG
	SHAPING TIME	6.0 μ sec
	OUTPUT MODE	Unipolar
ｱﾅﾛｸﾞﾃﾞｼﾞﾀﾙ変換器	MODEL	ORTEC 1820
	GAIN	4096ch
	OVERFLLOW	4096ch
	DEGITALOFFSET	0
	ULD	9999
	LLD	50
	GATE	OFF

6）多重波高分析装置

・MODEL : セイコー EG&G 7800-4A2（8192チャンネル）
・MEMORY : 8k MOSメモリ，1～2^{20}－1 count/ch
・CRT : 12インチ ラスタスキャン・カラーモニタ
・CRT 表示 : ログ，リニア，オートスケール
全体スペクトル，拡大スペクトル，測定時間，カウント
カーソル位置，プリセット値，LIVE，TRUE TIME
指定チャンネルのカウント数，指定領域のカウント数
任意チャンネルのオーバフロ
メモリ領域，軸スケール，カウントレート
ADC のDEAD TIME，年・月・日

7）X-Y インターフェース

・MODEL : セイコー EG&G 7800-20

8）シリアルコンピュータインターフェース

・MODEL : セイコー EG&G 7800-30

9）パーソナルコンピュータ

・MODEL : PC-9801FA
・メモリ ROM : N88-BASIC 及びモニタ96k バイト
漢字 ROM（JIS 第1，第2水準）
RAM : ユーザーズメモリ 640kバイト
プロテクトメモリ 1000kバイト
・CPU : i486TM SX 16 MHz

10）ディスプレー（CRT）

・MODEL : PC-KD1521 14インチカラーディスプレ

11）プリンタ

・MODEL : PC-PR201H
・印字速度 : 日本語 : 80cps
英字カナ：320cps

4．安　全

1）汚染の恐れある作業についてはゴム手袋を着用し慎重に行うこと。
2）電源電圧のコード接続には充分注意する。
3）液体窒素の取り扱いは換気、凍傷等に注意し皮手袋を着用すること。
4）高圧電源を上げる際はゆっくりダイヤルを回す。
5）停電時には，メインスイッチおよび各機器のスイッチを offにする。復帰後，5－1の手順でシステムを立上げる。

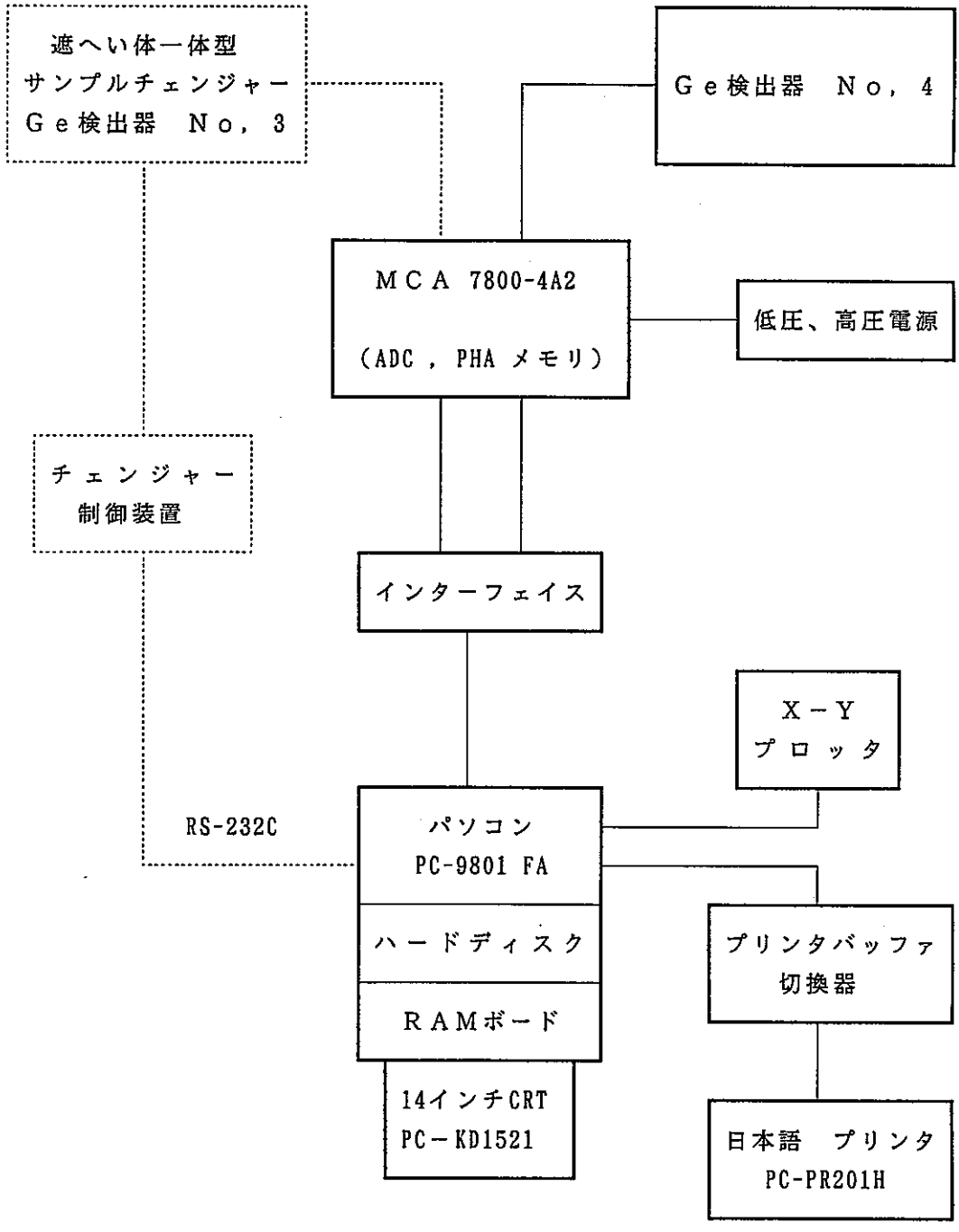


図１　γ線核種分析装置（Ｎｏ，４）構成図

5．操　　作

5－1　システムの起動

操　　作	備　　考
1）図-1，図-2に従いシステムが結線されていることを確認したのち，MCA (7800-4A2)を組み込んでいるラックに内蔵した安定化電源をONにする。	1）通常システムは，常に通電しておく。
2）メインスイッチをONにする。	2）ラックに主電源として各システムは，全てこれから接続されている。
3）MCA (7800-4A2)の電源をONにする。	3）MCA (7800-4A2)の電源は，背面にある。
4）図-2，④のパーソナルコンピュータの電源をONにする。	4）システム①～⑥は，全て④のパーソナルコンピュータによって制御されているため④をONにすることによって①～⑥の電源がONとなる。
5）ビン電源のスイッチをONにし，高圧電源をONの状態にして定格電圧まで上げる。	5）ビン電源をONにする際は，高圧電源のスイッチが OFFの状態であることを確認し，電圧はゆっくり上る。

5－2　プログラムの起動

MCA エミュレーションプログラムを実行するために，次の操作を行う。

操　　作	備　　考
1）図-2，④のパーソナルコンピュータの電源をONにする。プリンターの電源ONも確認する。	1）④をONにすることによって，①～⑥の全てのシステムの電源がONとなる。
2）固定ディスクメニューより①GAMMA SYSTEMを選択すると自動的に固定ディスク内のプログラムが起動する。	

5－3　ＭＣＡの操作

本MCA は，メモリー容量が 8k(8192ch) であり，Ge半導体検出器を 4k(4096ch) で使用することにより，２台の接続が可能である。

本MCA の操作についてはGe半導体検出器を用いたγ線スペクトロメトリ（自動解析法）を参照頂きたい。

5－4　試料の測定と解析

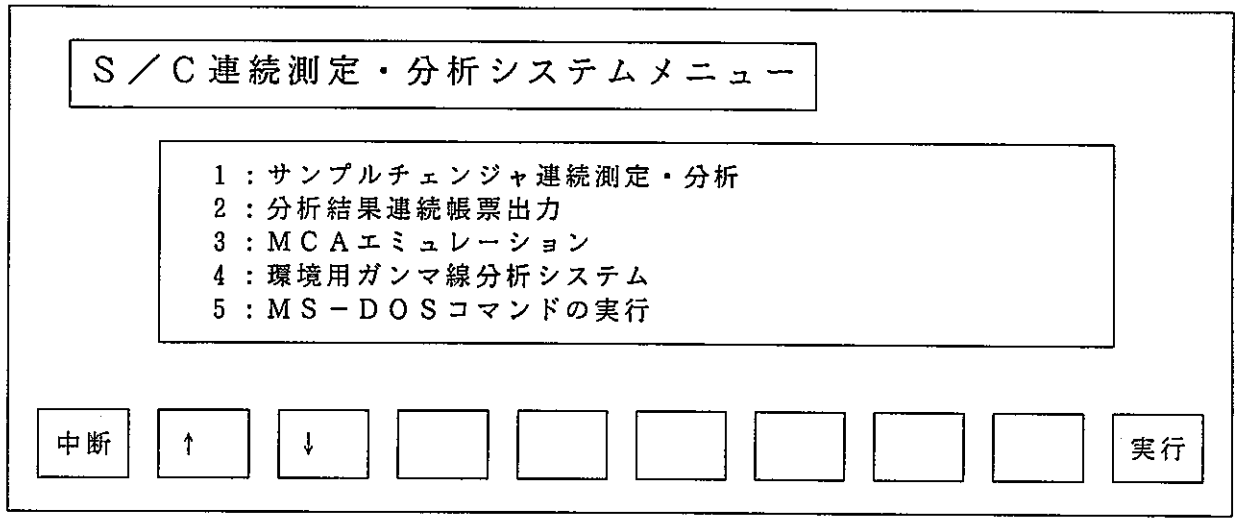
ここでは，PC（パーソナルコンピューター）を用いた測定からデータの転送及び解析について述べる。

5－4－1　測　　定

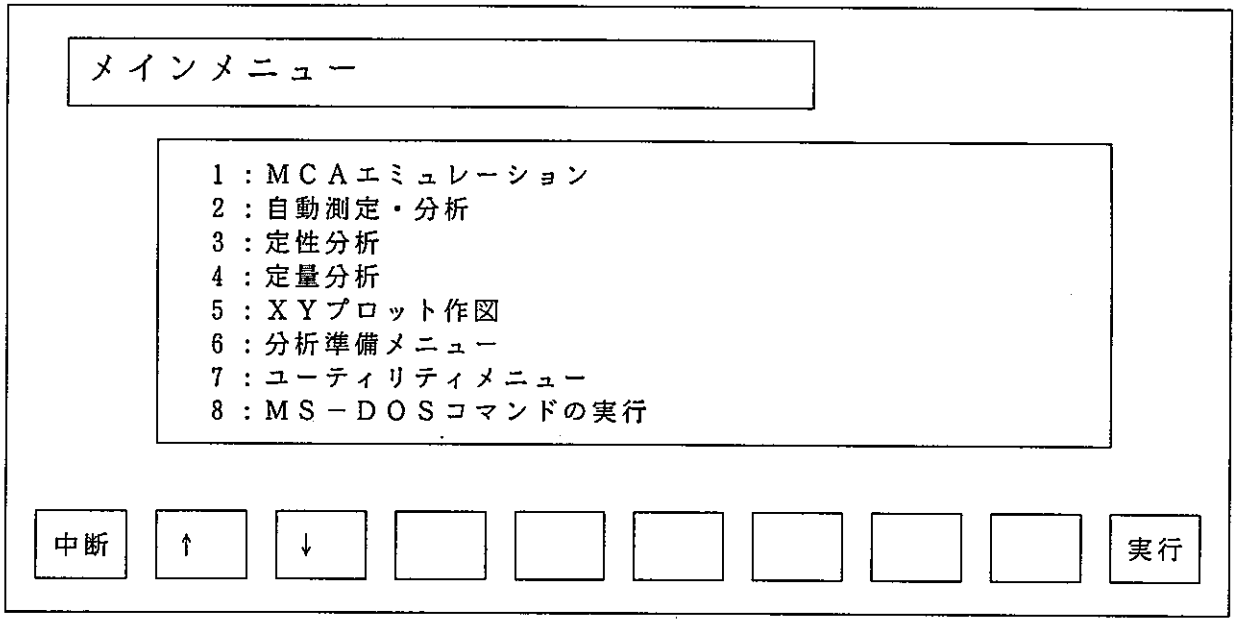
＜操　作＞

1）　検出器に測定試料をセットする。

2）　固定ディスクからの自動起動により、下図のようなS／C連続測定・分析メニューが表示される。ここで、4：環境用ガンマ線分析システムを選択する。



3）　下図のメインメニューより1：MCAエミュレーションを選択する。



4）ＭＣＡエミュレーション画面においてＦ・２（スペクトル）キーを押して６：画面レイアウト変更を選択する。
5）“画面レイアウト読み込みファイル名を入力してください。”のメッセージに対してリターンキーを押すと、ファイルが表示されるのでＰＨＡ２－１．ＰＮＬを選択。
6）続いて“よろしいですか”に対してＹキーを選択すると、ＭＣＡ画面がパソコン側のＤＩＳＰＬＡＹに表示される。
7）Ｆ・１（ＭＣＡ）キーを押してから、４：ＰＲＥＳＥＴ，３：ＬＴを順に選択してLIVE TIME を設定する。
8）続いて“よろしいですか”に対してＹキーを選択し、次のメッセージ、“測定系：ＰＨＡ２（１）のコメントを入力してください。”に対してコメントを入力する。
9）Ｆ・１（ＭＣＡ）キーを押し、３：ＥＲＡＳＥを選択して前データを消去する。
10）Ｆ・１（ＭＣＡ）キーを押し、１：ＳＴＡＲＴを選択すると測定が開始される。

５－４－２　データ転送

＜操　作＞

1）測定終了後，Ｆ・１０（メインメニュー）キーを押してメインメニューに戻る。
2）Ｆ・４（登録）キーを押し、１：スペクトル登録を選択する。
3）フロッピーディスクをドライブＤ：にセットする。
4）“スペクトル登録ファイル名を入力してください。”のメッセージに対して、以下の書式に従ってファイル名を入力する。
　　Ｄ：プログラム名．ＣＨＮ
5）データ転送後、Ｆ・１０（終了）キーを押す。
6）“エミュレーションプログラムを終了します。よろしいですか”のメッセージに対してＹキーを選択すると、メインメニューに戻る。

5－4－3　データ解析

＜操　作＞

1）メインメニューより、4：定量分析を選択する。

2）2：定量分析（サーチドピーク＋指定核種）を選択する。

3）〔定量分析〕　試料パラメータ入力において、下図に示された各パラメータを入力する。

〔定量分析〕　試料パラメータ入力

スペクトルファイル名　：
試料コメント　：
試料採取方法　：
試料採取開始日　：
終了日　：

試料量　：
試料単位　：
試料高さ　(mm)　：
試料採取効率　(%)　：

検出器番号　：

4）　パラメータ設定後、F・10（終了）キーを押して、Yキーを選択して分析条件を登録する。

5）　〔定量分析〕　分析パラメータ入力（1）において、下図に示された各パラメータを入力する。

〔定量分析〕　分析パラメータ入力（1）

分析開始チャンネル　：　50
分析終了チャンネル　：　4095

放射能単位　：　Bq

試料採取中の　崩壊補正　：　YES　NO
測定開始までの崩壊補正　：　YES　NO
測定中の　崩壊補正　：　YES　NO
逐次崩壊核種補正　：　YES　NO
ピークバックグランド補正　：　YES　NO

6） パラメータ設定後、Ｆ・１０（終了）キーを押して、Ｙキーを選択して分析条件を登録する。

7） 〔定量分析〕 分析パラメータ入力（２）において、下図に示された各パラメータを入力する。

〔定量分析〕 分析パラメータ入力（２）

エネルギ校正ファイル名 :
検出効率校正ファイル名 : 標準 内挿法

バックグラウンドファイル名 :
核種ライブラリファイル名 :
核種属性
サーチドピーク分析用 :
定量分析用 :
定量帳票用 :

8） パラメータ設定後、Ｆ・１０（終了）キーを押して、Ｙキーを選択して分析条件を登録する。
この後、自動的に解析が行われて、解析結果がプリントアウトされる。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・57・LSS・01 (1993)

液体シンチレーションカウンタ
（ＬＫＢワラック社１２１９）

１．要　旨

本法は再処理海洋放出排水中のトリチウム、ストロンチウム－８９・９０、及び排気中のトリチウムを定量するために使用する液体シンチレーションカウンタの操作方法である。

２．適用範囲及び精度

本法は排気、排水中のトリチウム及び排水中のストロンチウム分析に適用する。

下記の測定条件における検出限界値を記す。なお，正味計数率に対する計数誤差（σ）の３倍を検出限界値とした。

核　種	供試量（cm³）	B.G.値（cpm）	B.G.時間（分）	効率（％）	測定時間（分）	回収率（％）	検出限界値（Bq／cm³）
排気 ^{3}H	サンプル	30	30	60	10×３回	100	3.7（Bq/ｻﾝﾌﾟﾙ）
排水 ^{3}H	1	30	30	60	10×３回	100	3.7
^{89}Sr	５００	60	30	55	３０	70	2.2×10^{-3}
^{90}Sr	５００	60	30	80	３０	70	1.1×10^{-3}

３．装置の仕様

１）仕様

(1)　全自動マイクロプロセッサー制御方式

(2)　サンプルチェンジャー（１０サンプル×３０ラック）

(3)　計数効率

^{3}Hに対して６３．５％以上，^{14}Cに対して９６％以上

(4)　寸法及び重量

巾：830mm，奥行：780mm，高さ：1110mm、重量：220 kg

(5)　消費電力

２００ＶＡ

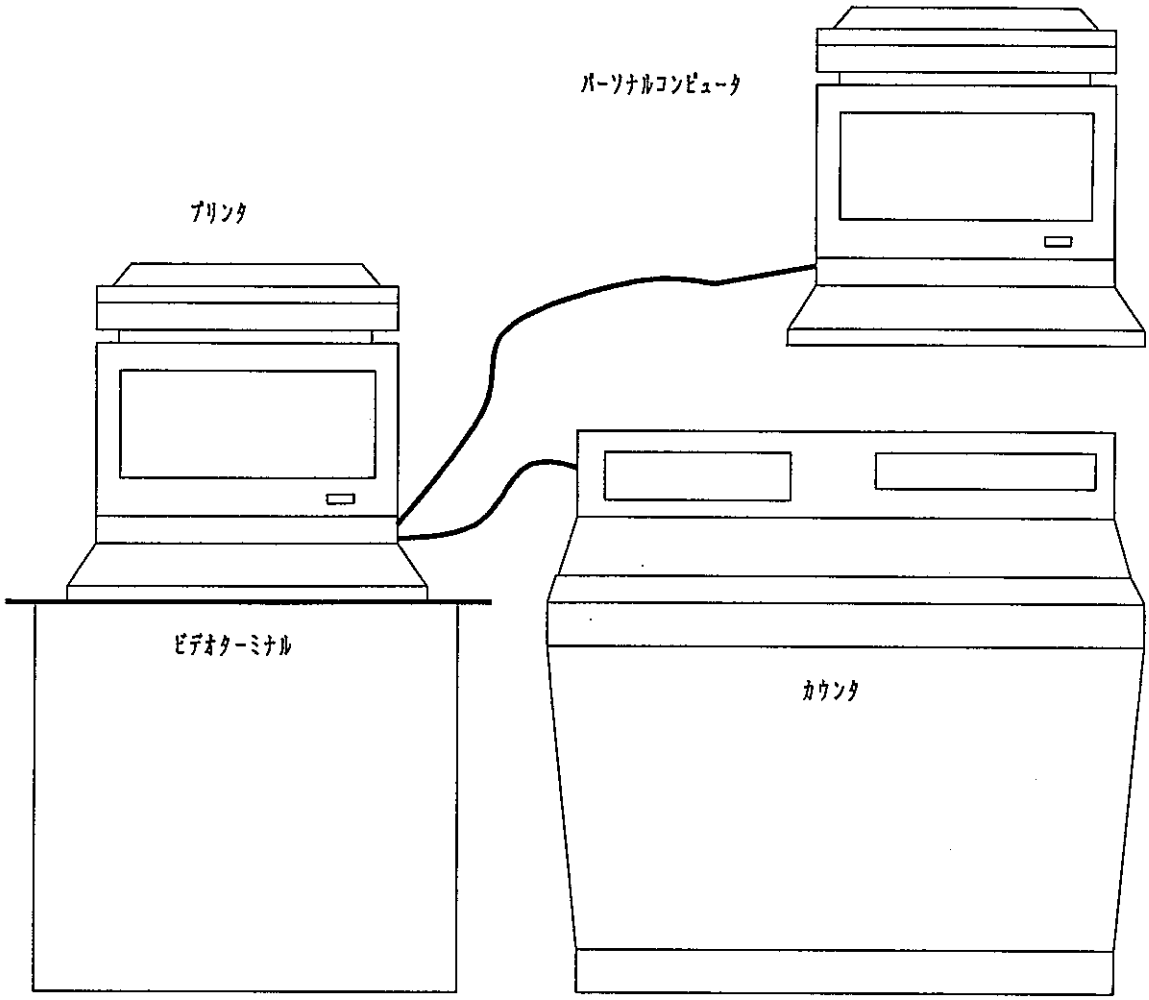
２）構成

(1)　カウンター

(2)　ビデオターミナル

(3)　プリンター

(4)　パーソナルコンピュータ



図－1　液体シンチレーションカウンタ構成図

4．パラメータグループの説明

パラメータグループは測定するチャンネル、時間、回数等を決めておくものである。グループは，９項目設定してあり表１に示す。パーソナルコンピュータで行う。

表１　パラメータグループ

```
  ＜＜＜＜液体シンチレーションシステム＞＞＞＞
＊（１）　３Ｈ効率キャリブレーション（ＢＫＧ）
＊（２）　再処理海洋排水３Ｈ
＊（３）　排水中３Ｈ
＊（４）　再処理排気３Ｈ
＊（５）　ＣＰＦ排気３Ｈ
  （６）　８９Ｓｒ，９０Ｓｒ（Ｌ．Ｓ）
  （７）　８９Ｓｒ，９０Ｓｒ（チェレンコフ）
  （８）　ダブルラベル
  （９）　トリプルラベル
  （Ａ）自動測定　　（Ｍ）手動測定　　（Ｅ）終了
  －－－－－－－－－－－－－－－－－－－－－－－－
  処理番号：
```

＊）トリチウム効率及びバックグランドのデータは、(1)の「３Ｈ効率キャリブレーション（ＢＫＧ）」で測定することにより、測定結果がパラメータグループ(2)、(3)、(4)、(5)へ自動的にメモリされるため、個別に測定する必要はない。

5．操　作

1）本体の起動

操　　作	備　　考
1．カウンターの電源オン。	
2．プリンターの電源オン。	
3．ビデオターミナルの電源オン。	ＣＡＰＳＬＯＣＫキーが押してあることを確認。ＲＥＡＤＹ状態となる。
4．時刻の設定 READY-> C　を入力。 画面に従い日時を入力。 TYPE Y RETURN TO START CALENDAR CLOCK -> Y	この時点でクロックが開始する。

2）パーソナルコンピュータの起動

操　　作	備　　考
1．コンピュータ本体とプリンターの電源を入れる。	
2．フロッピーディスク〔ＬＫＢ－1219〕をドライブ１に入れる。	
3．コンピュータのＰＲＳＥＴを押してコンピュータを起動する。	

3）トリチウム効率測定手順

操　　作	備　　考
Ⅰ．本体の設定	
1．ビデオターミナル画面にREADY>が表示されていることを確認。	
2．パラメータの起動。	
READY>P	
PARAMETER GROUP-> 1	
ID:H-3 CALIB & BKG	設定されているＩＤが表示される。
LINE->	
3．測定モードの設定	
01A PROGRAM MODE-> 1	1＝CPM/DPM のプログラムを選択
01B COUNT MODE SELECTION	ウインドウの選択
FIXED WINDOW(1)	
AUTO WINDOW (2) 1->1	固定ウインドウとする。
SQP(I) SINGLE LABEL(1)	クエンチングパラメータの選択
SQP(E) SINGLE LABEL(2)	
SQP(E) DUAL LABEL (3) 2-> 2	外部標準線源を選択する。
H-3 (1), I-125(2)	核種の選択
C-14 (3), S-35 (4)	
Ca-45(5), P-32 (6) 1->1	H-3 を選択する。
4．カラークエンチングの補正	
01C COLOUR CORRECTION N->N	
5．測定結果のリスト	
02 LISTING Y->Y	
6．測定時間の設定	
03 TIME 600->	単位は秒。

操　　作	備　　考
7．プリセットカウントの設定 04 COUNTS 1 999999->	
8．ウィンドの数を設定 07 NUMBER OF WINDOWS 2->	
9．ウィンドのチャンネル設定 08 WINDOW1 5-320-> 09 WINDOW2 321-1000->	チャンネル数は 1～1024チャンネル トリチウム領域は 5～320 チャンネル
10．外部線源測定時間の設定 11 EXTERNAL STD TIME 15->	単位は秒。
11．外部線源プリセットカウント設定 12 EXTERNAL STD COUNTS 999999->	
12．チェック機構の設定 13A SAMP QUALITY MONITOR N-> 13B STATISTICS MONITOR N->	計数効率のチェック 異常計数のチェック
13．リストする項目の選択 14 PRINT 1,2,11,12,21,22,36->	
14．拡張パラメタの編集 EXTENDED PARAMETER LIST N->	
以下の項目は使用しないためリターンキーを押し21の項目まで進める。	
18．リピート回数の設定。 21 REPEAT 3->	パソコンと同じ回数を指定。
19．自動的にREADY 状態にもどる。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
Ⅱ．パーソナルコンピュータの設定 1．初期メニュー画面で1の3H効率キャリブレーション（ＢＫＧ）を選択すする。	
2．ｆ・2キーを押しバックグランド測定条件を設定する。 (1)ガラスバイアル測定個数 :1 (2)ポリバイアル測定個数 :1 (3)繰り返し測定回数 :3	
3．ｆ・10キーを押し初期メニュー画面に戻る。	ｆ・10キーによりデータの変更する。
4．再度初期メニュー画面で1を選択	
5．ｆ・1キーを押し効率キャリブレーション条件を設定する。 (1) 標準試料の個数 :6 (2) 標準試料の標定年月日 :90/12/ (3) 標準試料の標定ＤＰＭ :9500 (4) 繰り返し測定回数 :3	
6．ｆ・10キーを押し初期メニュー画面にする。	
7．再度、初期メニュー画面で1を選択	
8．ｆ・2キーを押す。	バックグランドを先に測定する。
9．ｆ・10キーを押し初期メニュー画面にし、Ａを入力する。	本体とオンラインの状態になり、測定中の表示がでる。

操　　作	備　　考
Ⅲ．標準線源の測定 1．パーソナルコンピュータと本体がオンラインしていることを確認。 2．プリンタのＳＥＬランプの確認。 3．バックグランド試料をラックナンバー１に、ガラス、ポリビンの順にセットする。 4．^{3}Hクエンチング標準試料６本を別のラックナンバー１にセット。 5．ストップのラックをセットする。 6．ビデオターミナルで測定開始。 READY ->Ａ１ 7．測定が終了するとパソコンにより結果が出力される。	パーソナルコンピュータの画面は測定中の表示、ビデオターミナルは READYの状態である。 点灯していないと測定を中断する。 A:自動測定　1:ﾊﾟﾗﾒｰﾀｸﾞﾙｰﾌﾟﾅﾝﾊﾞｰ の意味 効率曲線のデータは、測定終了後、パソコンによりＢｑ換算され出力される。

4）再処理排水のトリチウム測定手順

操　　作	備　　考
Ⅰ．本体の設定 1．ビデオターミナル画面にREADY>が表示されていることを確認。 2．パラメータの起動。 READY-> P PARAMETER GROUP-> 2 ID: H-3 SAISHORI LINE-> 3．トリチウム効率測定の3．～14．の項目と同じに指定する。 4．リピート回数の設定。 21 REPEAT　　3->1 5．自動的にREADY 状態にもどる。	 設定されているＩＤが表示される。 パソコンと同じ回数を指定。
Ⅱ．パーソナルコンピュータの設定 1．初期メニュー画面で2の再処理海洋排水3Hを選択する。 2．測定条件を設定する。 (1) ガラスバイアル測定個数　：3 (2) ポリバイアル測定個数　：1 (3) 繰り返し測定回数　：1 3．f・10キーを押し初期メニュー画面に戻る。	

操　　作	備　　考
Ⅲ．測定 1．オンラインの確認及びプリンタのＳＥＬランプの確認。 2．試料をラック２にセットする。 3．ビデターミナルで測定開始する。 READY ->Ａ２	

5）排水中のトリチウム測定手順

操　　作	備　　考
Ⅰ．本体の設定 1．ビデオターミナル画面にREADY> が表示されていることを確認。 2．パラメータの起動。 READY ->P PARAMETER GROUP ->3 ID: H-3 GENERAL SAM LINE -> 3．トリチウム効率測定の３．～５．及び７．～14．の項目と同様に指定。 03 TIME 1800 -> 4．リピート回数の設定。 21 REPEAT 3 ->1 5．自動的にREADY 状態にもどる。	 設定されているＩＤが表示される。 ６．の測定時間は1800秒とする。 パソコンと同じ回数を指定。

操　　作	備　　考
Ⅱ．パーソナルコンピュータの設定 1．初期メニュー画面で2の再処理海洋排水3Hを選択する。 2．f・2キーを押しバックグランドの測定条件を設定する。 (1) ガラスバイアル測定個数：1 (2) ポリバイアル測定個数　：1 (3) 繰り返し測定回数　　：1 3．f・10キーを押し初期メニュー画面に戻る。 Ⅲ．測定 1．オンラインの確認及びプリンタのＳＥＬランプの確認。 2．試料をラック3にセットする。 3．ビデターミナルで測定開始する。 READY -> A 3	

6）再処理排気のトリチウム測定手順

操　　作	備　　考
Ⅰ．本体の設定 1．ビデオターミナル画面にREADY>が表示されていることを確認。 2．パラメータの起動。 READY-> P PARAMETER GROUP-> 4 ID: H－3 LINE-> 3．カーボン効率測定の3．～14．の項目と同じに指定する。 4．リピート回数の設定。 21 REPEAT　　3 -> 3 5．自動的にREADY 状態にもどる。	設定されているＩＤが表示される。 パソコンと同じ回数を指定。
Ⅱ．パーソナルコンピュータの設定 1．初期メニュー画面で8のダブルラベルを選択する。 2．測定条件を設定する。 (1)　ガラスバイアル測定個数：1 (2)　繰り返し測定回数　　：3 3．ｆ・10キーを押し初期メニュー画面に戻る。	

操　　作	備　　考
Ⅲ．測定 1．オンラインの確認及びプリンタのＳＥＬランプの確認。 2．試料をラック４にセットする。 3．ビデターミナルで測定開始する。 READY ->A 4 ―― 自動測定が開始される。 ――	

7) ^{89}Sr, ^{90}Sr測定手順

操　　作	備　　考
Ⅰ．本体の設定 1．ビデオターミナル画面にREADY> が表示されていることを確認。 2．パラメータの起動。 READY-> P PARAMETER GROUP-> 6 ID: 35023 2ND LINE-> 3．リピート回数の設定。 21 REPEAT　　3 -> 3 4．自動的にREADY 状態にもどる。 5．オンラインの確認及びプリンタの ＳＥＬランプの確認。 6．試料をラックNO，6にセットする。 7．ビデターミナルで測定開始する。 READY ->A 6 ―― 自動測定が開始される。 ―― 8．出力データをパソコンに入力し、結 果を得る。	設定されているＩＤが表示される。

6．停電時の注意

1）瞬時の停電

停電後ＰＯＷＥＲ　ＦＡＩＬＵＲＥがビデオターミナルに表示され，ＲＥＴＵＲＮキーを押すとＲＥＡＤＹ状態になり，通常に使用できる。

2）長時間の停電

ＭＡＳＴＥＲ　ＣＬＥＡＲがビデオターミナルに表示された時は，メモリーのデータが全て消去されるため，パラメータグループの入力及び効率の測定を行う。

7．点　検

1）日常点検（点検記録様式を次頁に示す。）

トリチウム、カーボン１４、ストロンチウムについて月１回の頻度で行う。

(1) キャリブレーション
(2) 計数効率測定
(3) バックグランド測定

2）定期点検

原則として３ヵ月に１回の頻度で，検出器及び装置等の性能試験を行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・57・LSS・01 (1993)

液体シンチレーションカウンタ (LKB-1219) 点検記録

(トリチウム用)

環境安全課	
係　長	担当者

装　置　名　：　LKB－1219
設　定　条　件　：　シングルウインド　LL＝5ch　，UL＝320ch
測　定　時　間　：　600秒×3回
外部標準線源　：　^{226}Ra
使用標準線源　：トリチウム放射能強度　1583Bq (1986年 5月28日検定)

点検年月日　平成　　年　　月　　日

点検者	B・G値		計数効率			効率校正式
	GLASS VIAL (cps)	POLY VIAL (cps)	STD-A SQP(E) Eff(%)	STD-C SQP(E) Eff(%)	STD-D SQP(E) Eff(%)	$Eff(\%)=A(SQP(E))^3+B(SQP(E))^2+C(SQP(E))+D$
						A= B= C= D=
	良・否		良・否			良・否
基準値						
備考	トリチウム放射能強度　1583Bq (1986年 5月28日検定)					

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・57・LSS・01 (1993)

液体シンチレーションカウンタ (LKB-1219) 点検記録

(ストロンチウム用)

環境安全課	
係　長	担当者

装　置　名　：　LKB－1219

設　定　条　件　：　WINDOW－1　200－590Ch

WINDOW－2　591－676Ch

WINDOW－3　677－800Ch

測　定　時　間　：　1800秒

外部標準線源　：　^{226}Ra

使用標準線源　：^{90}Sr－^{90}Y 放射能強度　436．3Bq（1991年1月23検定）

点検年月日　平成　　年　　月　　日

点検者	B・G値			計数効率*			備考
	WINDOW-1 (cps)	WINDOW-2 (cps)	WINDOW-3 (cps)	STD-A SQP(E) Eff(%)	STD-C SQP(E) Eff(%)	STD-D SQP(E) Eff(%)	
	良・否			良・否			
基準値							

＊：計数効率は，ウインドー1，2，3の合計値を記入する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・57・LSS・02 (1993)

液体シンチレーションカウンタ
（パッカード社２５５０ＴＲ／ＡＢ）

1．要　旨

本法は排気中の^{14}Cを定量するために使用する液体シンチレーションカウンタの操作方法である。

2．適用範囲及び精度

本法は排気中の^{14}C分析に適用し、正味計数率に対する計数誤差（σ）の３倍を検出限界値とした場合を下記に示す。

核　種	供試量（㎤）	B．G．（cpm）	効　率（％）	測定時間（分）	回収率（％）	検出限界値（Bq／㎤）
排気中^{14}C	—	6	３５	３０	—	3.7×10^{-1}（Bq／ｻﾝﾌﾟﾙ）

3．装置の仕様

１）仕様

(1)　減衰時間差によるα／β線の弁別が可能

(2)　低レベルサンプル対応

２）寸法及び重量

(1)　幅　：１０００ｍｍ

(2)　高さ：　４６０ｍｍ

(3)　奥行：　８００ｍｍ

(4)　重量：　２３４ｋｇ

３）消費電力

２０００Ｗ

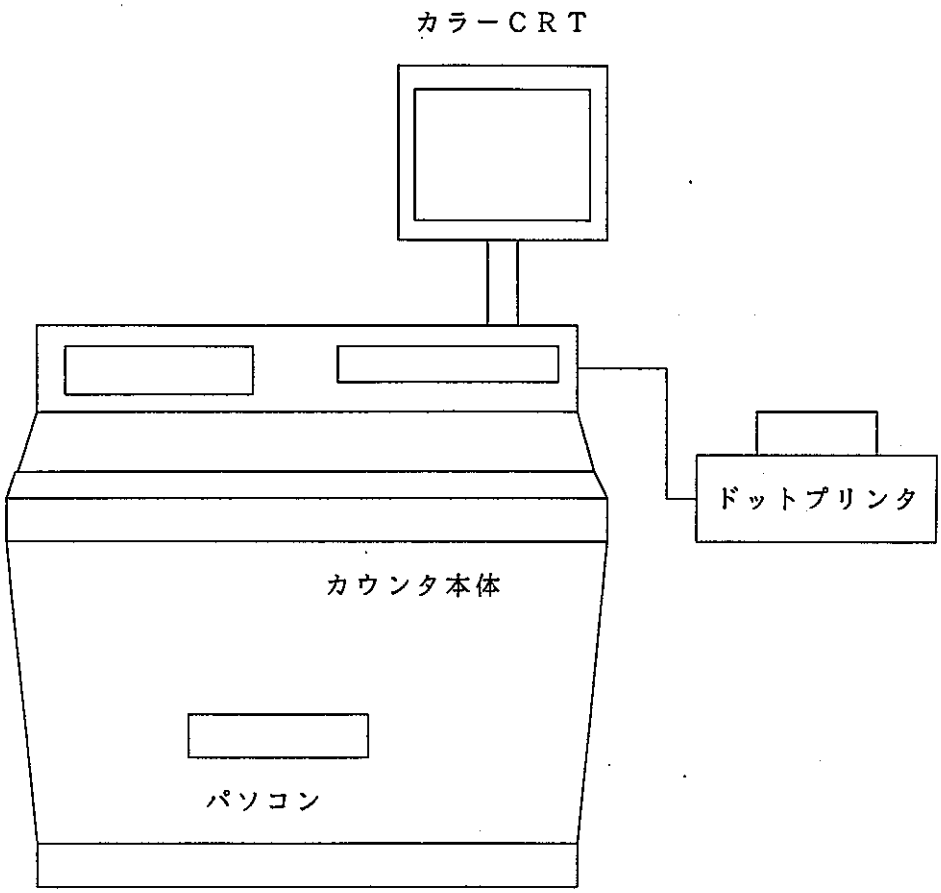
４）構成

(1)　カウンタ本体

(2)　ドットプリンタ

(3)　カラーＣＲＴ

(4)　パソコン



図－１　液体シンチレーションカウンタ構成

4．プロトコールグループの説明

プロトコールグループは，目的核種に適したクエンチシリーズ、測定時間、バックグラウンド測定時間等の測定条件を予め決定し入力したものである。測定の際に任意のプロトコールグループを呼出し、その条件に従って測定を行う。

表1　プロトコールグループ

1	排水中 ^{3}Hスタンダード測定
2	排水中 ^{3}Hサンプル（供試量20ml）測定
3	排水中低レベル^{14}C測定（検討用）
4	バックグラウンド測定
5	排水中低レベル ^{241}Ｐｕ測定
7	効率トレーサー法
8	排気中低レベル^{14}C測定（試料測定用）
9	^{89}Ｓｒ，^{90}Ｓｒ測定
１０	排気中^{14}C測定（ノーマルモード）
１２	排水中 ^{241}Ｐｕクエンチ試料測定

5．操　作

1）本体の起動

操　　作	備　　考
(1)　ドットプリンタの電源ＯＮ	
(2)　ＣＲＴの電源ＯＮ	
(3)　パソコンの電源ＯＮ	ハードディスクが正常に立ち上がることを確認する
(4)　カウンタ本体の電源ＯＮ	

2）再処理排気中低レベル^{14}C測定法

操　　作	備　　考
(1) 本体の設定 ① 本体のキーボードの任意のキーを押し，ＣＲＴ上部にＩＤＬＥが表示されていることを確認する。	
(2) 試料の準備 ① カセットにB.G.試料、測定試料の順に挿入し，任意のプロトコールナンバー（排気中低レベル^{14}Cの場合＃８）のフラッグを立てる。	① 他のプロトコールのフラッグが立ってないことを確認する。
(3) 測定 ① ｆ．１を押し、プロトコールを呼出し，任意のプロトコールナンバー（＃８）を押す。	① プリンタのリモートランプが点灯していることを確認する。
② Ａｌｔ＋ｆ．２ を押して、サンプルチェンジャーコントロール(SC)モードにする。	
③ ｆ．４を押して測定を開始する。	
④ 測定終了後，測定結果がプリントされる。	

3）再処理排気中低レベル^{14}C計数効率測定法

操　　作	備　　考
(1) 本体の設定 ① 本体のキーボードの任意のキーを押し，ＣＲＴ上部にＩＤＬＥが表示されていることを確認する。 (2) 試料の準備 ① パッカード社製ＬＬモード専用のB.G.試料と^{14}Ｃ標準線源をプロトコールNo,8のラックへ入れる。 (3) 測定 ① ｆ．１を押し、プロトコールを呼出し，任意のプロトコールナンバー（＃８）を押す。 ② Ａｌｔ＋ｆ．２ を押して、サンプルチェンジャーコントロール(SC)モードにする。 ③ ｆ．４を押して測定を開始する。 ④ 測定終了後，測定結果がプリントされる。 ⑤ 測定結果を点検用紙へ記入し，基準値と比較、評価する。	⑤ 点検記録の様式を参照のこと。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・57・LSS・02 (1993)

液体シンチレーションカウンタ点検記録（パッカード２５５０ＴＲ／ＡＢ）

環境安全課	
係　長	担当者

外部標準線源：

排気中^{14}C　Ｌｏｗ　Ｌｅｖｅｌ　モード（プロトコールＮｏ，８）

リージョン　：　ＬＬ＝　　ｋｅｖ，ＵＬ＝　　ｋｅｖ

点検月日	点検者	B.G.値(cpm)	計数効率（％）
		ＴＳＩＥ	ＴＳＩＥ
		cpm	％
		良　・　否	良　・　否
基　準　値		＜　　cpm	≧　　％
備　　考		^{14}C放射能強度	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01 (1993)

誘導結合プラズマ発光分析装置

〔Inductively Cupled Plasma Atomic emission Spectrometer ICP-AES〕

1．要　旨

本装置は，アルゴンプラズマ炎を励起源として用いた原子発光分析装置である。

水溶液試料中の金属元素は，プラズマ炎中でエネルギーを吸収し励起され基底状態に戻る時原子固有のエネルギーを光として発する。その発光波長と強度から定性，定量分析を行う。

装置構成は，誘導結合高周波プラズマ発生装置，分光部，データ処理部及びアルゴンガス加湿器である。

2．仕　様

1）誘導結合高周波プラズマ発生装置

(1)	発振方式	：	水晶制御方式
(2)	周波数	：	27.12MHz
(3)	最大出力	：	2.5kW
(4)	自動マッチング回路	：	π型自動同調機構
(5)	ガスコントロール部	：	プラズマガス，ネブライザーガス，補助ガス，ラミナーガス（デマンダブルトーチ使用時）
(6)	トーチアッセンブリ	：	クォーツトーチ

2）分　光　器

(1)	マウンティング	：	ツェルニターナ
(2)	集点距離	：	1m
(3)	回折格子	：	ホログラフィック平面回折格子（2400本／mm）
(4)	波長範囲	：	175～750nm（175～190nmは，ガスパージを行う。）
(5)	逆線分散	：	0.33nm／mm（270mm）
(6)	最小送り量	：	0.00015nm／step
(7)	入射スリット	：	幅0～3mm　高さ0～15mm
(8)	出射スリット	：	幅0～3mm　高さ　20mm
(9)	検出器	：	サイドオン型光電子増倍管

3）温調システム

(1)　主分光器温度コントロールシステム（24時間通電）

4）データ処理装置

(1) エレクトロニクスコンソール

①	測定方式	： デジタル積分方式
②	光電子増倍管接続個数	： 1本（2本まで可）
③	光電子増倍管電圧	： アッテーネータ2段（H.L）CPU切換
④	アナログ出力	： 記録計接続端子
⑤	波長駆動方式	： CPUによるステッピングモータ駆動

(2) パーソナルコンピュータ

①	CPU	： 8ビットマイクロプロセッサ
②	主記憶容量	： 128Kバイト
③	外部記憶容量	： 2Mバイト
④	CRTグラフィックディスプレイ	
⑤	プリンタ	

5）安全装置

(1) 水流スイッチによる断水時安全機構

(2) アルゴンガス圧低下時安全機構

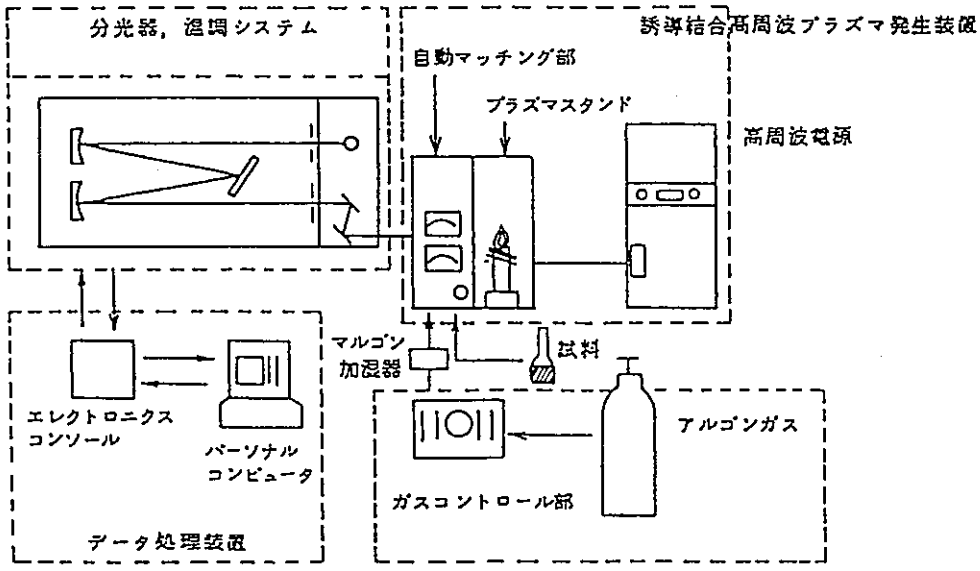
(3) ドア・スイッチによる感電防止機構

(4) 風圧スイッチによる冷却風停止時安全機構

(5) 高周波電源内部のオーバーロード遮断機構

3．装置構成

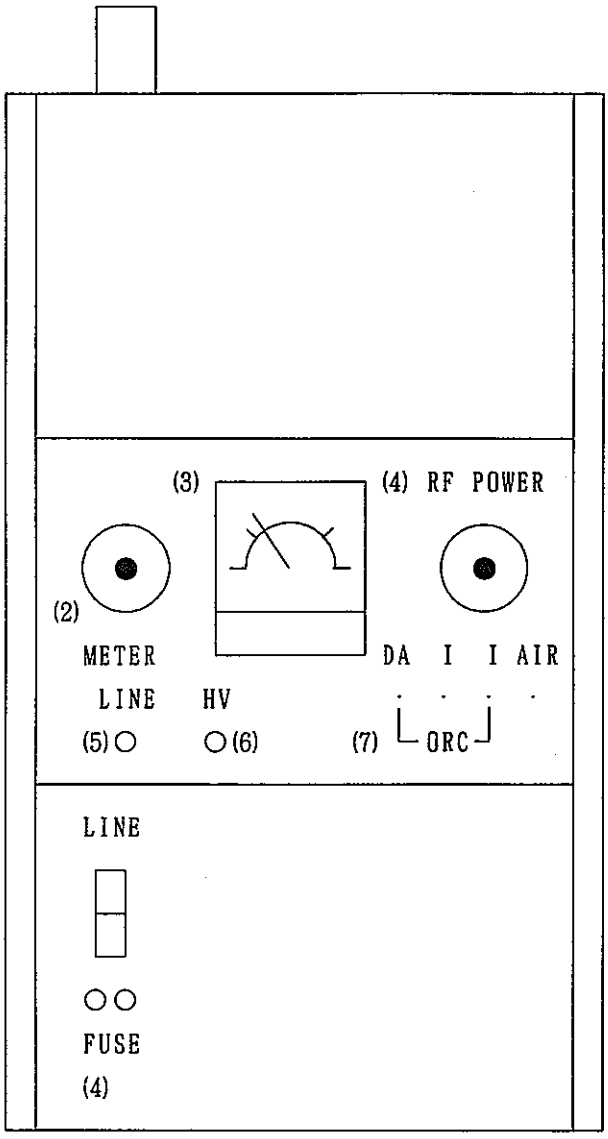
1）装置構成図を以下に示す。



2）誘導結合高周波プラズマ発生装置

(1) 高周波電源

27.12MHzの高周波電力を供給するための電源である。



a）メインブレーカ（ＬＩＮＥ）

b）メータ切換ダイアル（メンテナンス用）

- ＯＳＣ　ＬＫ　(300mA)
- ＢＵＦＦ　ＬＫ (300mA)
- ＰＡ　ＥＣ　(300V)
- ＰＡ　ＬＧ　(60mA)
- ＰＡ　ＬＳＧ　(150mA)
- ＬＶ　ＳＵＰＰ (600V)
- ＰＡ　ＥＰ　(6kV)
- ＰＡ　ＬＰ　(1.5A)

c）メータ（メンテナンス用）

d）パワーダイヤル

e）ライン表示ランプ

f）ＨＶ表示ランプ

g）オーバーロード表示ランプ

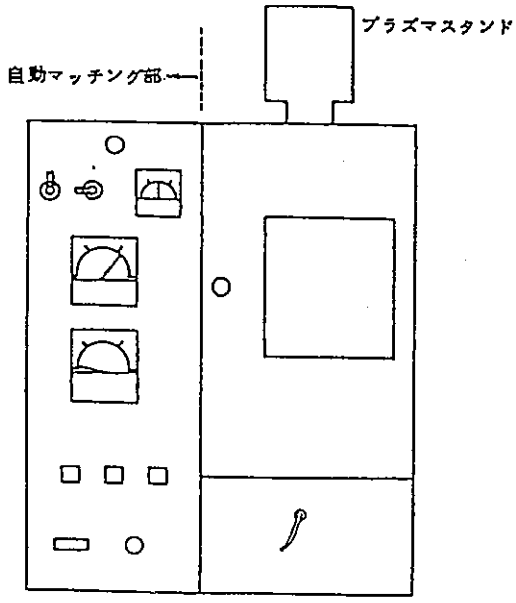
- ＤＡ
- Ｉ
- Ｉ
- ＡＩＲ

h）ヒューズ

(2) 自動マッチング部

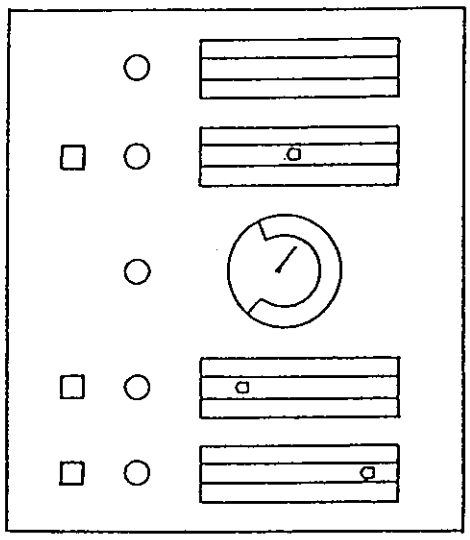
高周波電源の電力をプラズマに効率よく供給するためのインピーダンス整合回路である。

水溶液試料から有機溶媒試料への移行時や，プラズマ点灯時のインピーダンス変化を自動的に整合し，プラズマが消えることはない。



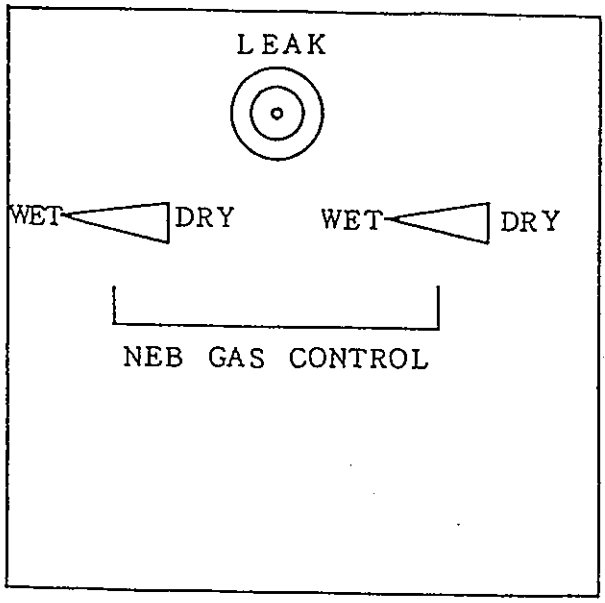
a）Ｒ．Ｆ．ＯＦＦスイッチ・表示ランプ（緑）
b）Ｒ．Ｆ．ＯＮスイッチ・表示ランプ（赤）
c）オーバーロードリセットスイッチ・表示ランプ（黄）
d）イグニッションスイッチ
e）高周波パワーコントロールダイヤル
f）チューニングダイヤル
g）オート／マニュアルチューニング切換スイッチ（通常はＡＵＴＯ）
h）マニュアルチューニングスイッチ（ＣＣＷ：反時計回り　ＣＷ：時計回り）
i）チューニングメータ
j）入射波パワーメータ
k）反射波パワーメータ
l）サンプル導入孔吸入チューブ

(3) ガスコントロール部



a）プラズマガスフローメータ
b）プラズマガス流量調整ダイヤル
c）プラズマガスＯＮ／ＯＦＦスイッチ
d）補助ガスフローメータ
e）補助ガス流量調整ダイヤル
f）補助ガスＯＮ／ＯＦＦスイッチ
g）ネブライザーガスフローメータ
h）ネブライザーガス流量調整ダイヤル
i）ネブライザーガスＯＮ／ＯＦＦスイッチ
j）ネブライザーガス圧力計
k）ネブライザーガス圧力調整ダイヤル
l）ラミナーガスフローメータ
m）ラミナーガス流量調整ダイヤル

(4) アルゴンガス加湿度器



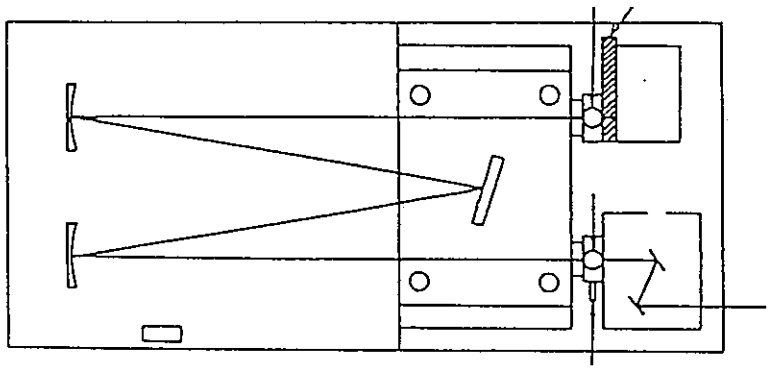
a) ガス加湿器ＩＮバルブ
b) ガス加湿器ＯＵＴバルブ
c) ガスリークバルブ

3) 分　光　部

(1) 分光器

プラズマ内で発光した種々の元素の光を分光し，目的元素の光のみを選択的に取り出すための部分である。

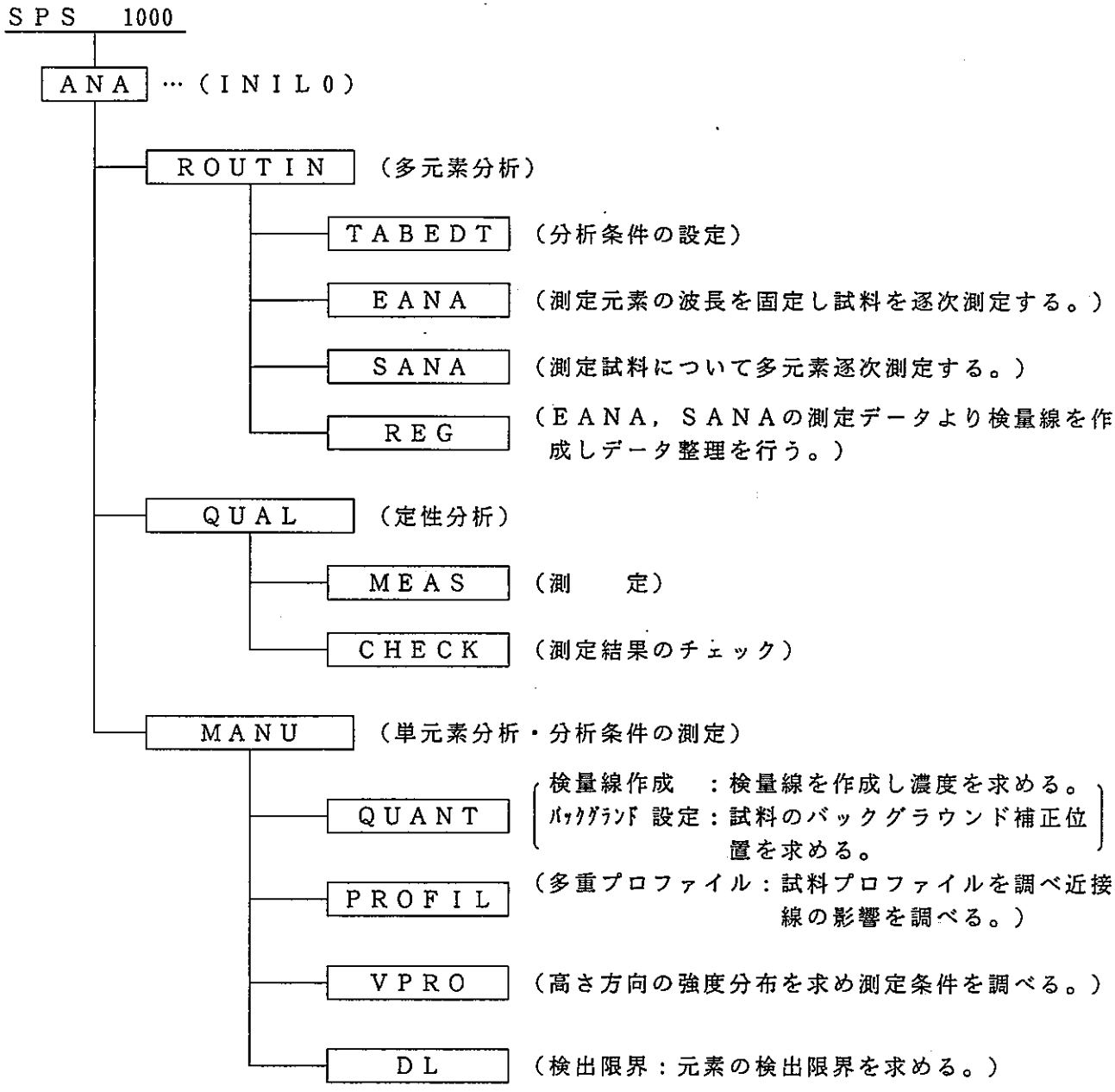
回折格子，凹面鏡，入・出射スリット，回折格子を駆動するためのステッピングモータ，光電子増倍管等から構成されており，温調ケース内に収納されている。



a) 入射光学系
b) 入射スリット調整ダイヤル
c) スリット高さ調整ノブ
d) コリメータミラー
e) 回折格子
f) カメラミラー
g) 出射スリット調整ダイヤル
h) 出射スリット駆動機構
i) 光電子増倍管収納ケース
j) 波長カウンタ

4．分析プログラム系統図

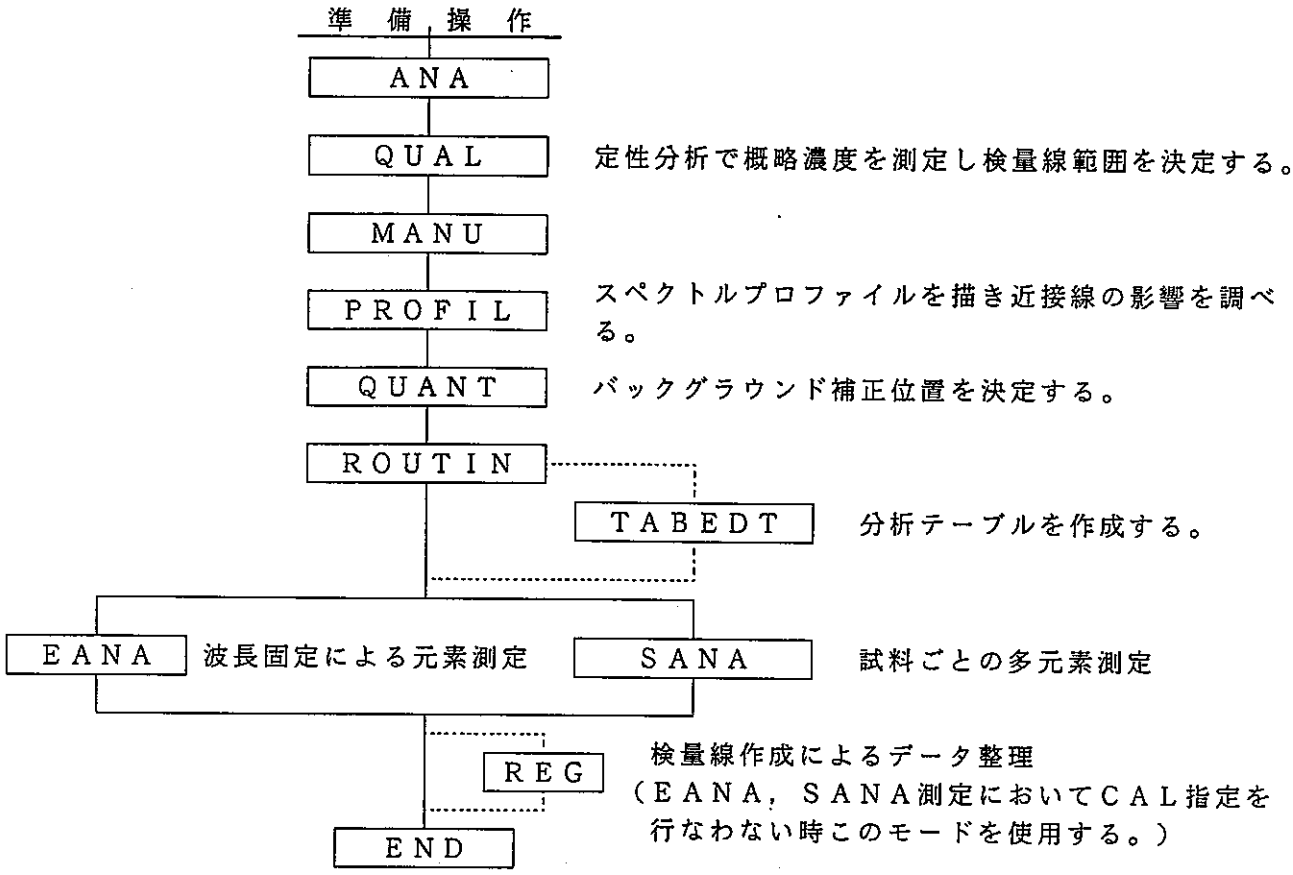
1）分析プログラムモードの説明



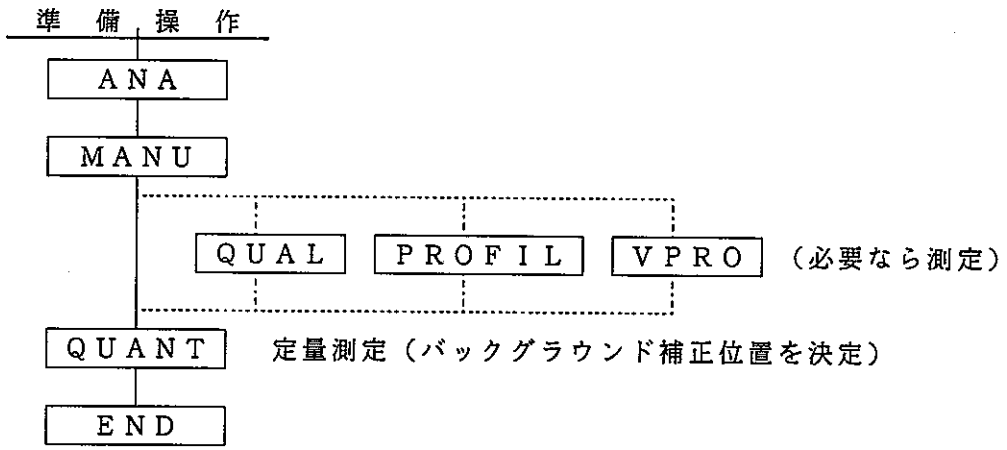
2）操作手順

(1) 多元素分析・単元素分析の選定

① 多元素分析



② 単元素測定



5．操　作

5－1　プラズマ点灯

操　作	備　考
1）トーチアッセンブリーを取付ける。	1）通常は取付けられているが詳細は，取扱説明書参照
2）プラズマ点灯準備	2）
①　排気ダクトのダンパーを開く。	①　0.5m／sec以上
②　高周波電源スイッチをＯＮにする。	②　30分程度ウォーミングアップを行う。
③　冷却水，アルゴンガス元栓を開ける。	③　水道圧　2.0kg／cm² (0.5ℓ／min) ガス圧　3.5kg／cm²
④　アルゴンガス加湿器のＩＮ，ＯＵＴバルブがＷＥＴ側を向いているか確認する。	④　加湿器内に蒸留水が半分以上入っているか確認する。
⑤　排水トラップ用ポリビンを設置する。	
⑥　プラズマスタンド前面扉を閉める。	
3）プラズマ点灯	3）
①　アルゴンガス流量を調整する。 プラズマガス　16　ℓ／min ネブライザーガス　2.5kg／cm² 補助ガス　0.3ℓ／min	①ａ）ガスコントロール部のスイッチを押しバルブで調整する。 ｂ）ネブライザーガスにサンプル吸入チューブで吸引させプラズマ内に噴霧する。 （プラズマ点灯中は常時蒸留水を噴霧しておく。）
②　ＲＦ　ＯＦＦスイッチ（緑ランプ）の点灯を確認する。	②　点灯しない場合は，下記をチェックする。 ａ）冷却水が流れているか。 ｂ）プラズマガスが流れているか。 ｃ）プラズマスタンドの前扉，横扉，上扉が閉じられているか。 ｄ）高周波電源の横扉，後扉が閉じられているか。

操　　作	備　　考
③　高周波パワーコントロールダイヤルが0か確認をする。	
④　ネブライザーガスを止め，アルゴンガス加湿器のリークバルブを開け，ネブライザーガスをリークさせてからバルブを閉める。	④　アルゴンガス加湿器はＷＥＴ状態で使用する。 ネブライザーガスはガスコントロール部スイッチを押す。
⑤　ＲＥ　ＯＮスイッチ（赤ランプ）を押す。	
⑥　高周波パワーコントロールダイヤルを時計回りに回しながら入射波メータの指針が0.3kW以上になった時，イグニッションスイッチを断続的に押しプラズマを点灯させる。	⑥　点灯しない時は，前扉を開けイグニッション用リード線がトーチに良く巻きついているか確認する。
⑦　ネブライザーガスを流す。	⑦　ガスコントロール部スイッチ
⑧　高周波パワーコントロールダイヤルを回し，入射波を 1.2～1.3kWに調整する。	
⑨　チューニングダイヤルを回し反射波が最小になる様に調整する。	⑨　通常は５Ｗ以下 ＯＬＲランプスイッチ（黄）が点灯した場合， ａ）ＯＬＲランプスイッチを押す。 ｂ）黄ランプが消え緑ランプが点灯する。 ｃ）原因を調査し復帰させる。 ｄ）3)－②より再度繰り返す。
⑩　プラズマ炎が点灯したなら安定するまで待つ。	⑩　30分以上
4）プラズマ消灯	4）
①　高周波パワーコントロールダイヤルを反時計方向に回しながら入射波が１ｋＷ以下になったところでＲＦ　ＯＦＦスイッチを押す。	①　プラズマ消灯を行う前にプラズマ内に蒸留水を10分程度噴霧させておく。
②　高周波パワーコントロールダイヤルを０に戻す。	
③　アルゴンガスを全て停止する。	
④　冷却水・アルゴンガスの元栓を閉める。	
⑤　高周波電源メインブレーカーをＯＦＦにする。	⑤　プラズマ消灯後，約20分間待ってからＯＦＦにする。

5－2　コンピュータ起動

操　　作	備　　考
1）エレクトロニクスコンソールＯＮ／ＯＦＦスイッチをＯＮにする。	
2）ディスクドライブの左側にシステムフロッピィディスク，右側にデータフロッピィディスクを入れ扉を閉じる。	2）フロッピィディスクは電源をＯＮにする前に入れない。
3）キーボードの〔ＬＯＣＫ〕キーが押されていることを確認する。	3）〔ＬＯＣＫ〕キーに赤いランプ点灯する。
4）コンピュータ側面のＩＰＬスイッチを押す。 ＣＲＴに次の画面表示が出る。 Created　　: 20－Feb－82 Copyright(c), 1981 Digital research A＞	
5）キーボードよりＳＰＳ　1000〔ＲＥＴＵＲＮ〕キーを押す。 A＞ＳＰＳ　1000	5）ＩＣＰプログラムが実行する。
6）ＩＣＰプログラムＩＮＩＬジョブを実行する。	

5－3　コンピュータ停止

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＥＮＤ〕を押す。 A＞	1）ファンクションキー〔ＲＥＴ〕の繰り返しでも戻る。
2）A＞が表示されたらディスクドライブの扉を開けフロッピィディスクを取り出す。	2）フロッピィディスクは紙ケースに入れ保存用箱に入れる。
3）エレクトロニクスコンソールＯＮ／ＯＦＦスイッチをＯＦＦにする。	3）フロッピィディスクを取り出さないまま電源をＯＦＦにしない。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

5－4　波長較性（ＩＮＩＬジョブ）

操　　作	備　　考
1）キーボードよりＳＰＳ1000〔ＲＥＴＵＲＮ〕キーを押す。 Ａ＞ＳＰＳ　1000	1）ネブライザーガスに蒸留水を吸引させ，プラズマ内に噴霧させておく。
2）ＣＲＴファンクションキー〔ＡＮＡ〕を押す。	
3）ＣＲＴ上にCurrent wavelength？と表示される。分光器の波長カウンターより波長を入力する。同じであればリターンを押す。 ＤＡＴＥ：84－ＯＣＴ－11 ＴＩＭＥ：13／34／31 ……ＳＡＭＰＬＥ…… ＮＡＭＥ： ……ＣＯＮＤＩＴＩＯＮ…… ＷＡＶＥＬＥＮＧＴＨ：238.196nm　←コンピュータ認識波長 ＥＬＥＮＥＮＴ　： ＡＣＣ．＃　：1 times ＳＣＡＮＳＰＥＥＤ　：.10nm／min ＰＭ　：Ｂｌｕｅ ＰＭ－ＨＶ　：Ｈ ＧＡＩＮ　：　3 ＩＮＴ．ＴＩＭＥ　：　.1 sec ＲＥＰＥＴＩＴＩＯＮ：10 times ＲＦＰＯＷＥＲ　：1.27 KW ＯＢ．ＨＥＩＧＨＴ　：12.4 mm	3）分光器波長をコンピュータに入力する。

操　　作	備　　考
4）アルゴンの355.430nm で波長較正が行われる。 5）波長較正終了後，次のステップに移る。	4）表示が出ない時，または，ピーク形状が悪い時は〔ＲＥＴ〕を押し，再び〔ＡＮＡ〕を繰り返す。 ピークは左右対象の形が良い。

5－5　多元素分析（ＲＯＵＴＩＯＮジョブ）

5－5－1　分析条件設定（ＴＡＢＥＤＴモード）

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＴＡＢＥＤＴ〕を押す。	
2）ＣＲＴ画面にEdit group name ？と表示される。 ＰＮＣ１と入力〔ＲＥＴＵＲＮ〕キーを押す。 Edit group name ？　PNC1	2）グループ名を８文字以内で入力する。 フロッピィディスクの書き込み呼び出しは，すべてgroup nameで行われる。
3）ＣＲＴに次の画面が出る。カーソルが点滅する場所へ入力する。 ①ＥｘＩＮＴ．ＴＩＭＥ　3 ②　＃ＯＦ　ＲＥＰ．　10 ③　ＲＦ－ＰＯＷＥＲ　1.3 ④　ＯＢ．ＨＥＩＧＨＴ　12.0 ⑤　ＯＵＴＤＥＶ　FP ⑥　ＴＰＭ－ＩＮＴ．ＴＩＭＥ　0	3） ①　ピーク位置での積分時間（秒） 0.1～25.5まで任意に入力 ②　ピーク位置での測定回数 127回まで任意に入力 ③　測定時の高周波出力（kW） ④　測定光高さ（mm） ⑤　Ｆ：フロッピィディスクへの分析データの書き込み Ｐ：プリンターへの出力 ⑥　スルーピークモードの各点積分時間

操　　作	備　　考
4）次に各元素の測定条件を入力する。	

```
***** TABLE EDIT MODE *****

  GROUP-NAME  INT.TIME  # OF RFP.  RF-POWER  OB.HEIGHT  OUTDEV  TPM-INT.TIME
  PNC1          3.0        5         1.30       12.0      PP        0.0

 # STD MD IS ELE. WAVE.        D-WL   L-BG   R-BG   CAL-0   CAL-1   ACC#  PM
```

5）ＳＴＤ number ?
6）Edit number ?
① ＳＴＤ
② ＭＤ
③ ＩＳ
Ｅｘ
④ ＥＬＥ.　ＦＥ

5）標準液番号（ＳＴＤ１～３）
6）入力する番号
① 標準液番号（ＳＴＤ１～３）
② 測定モード（リターンのみ）
③ 内標準モード（リターンのみ）

④ 元素名を入力する。元素と波長が表示されＣＲＴ画面下にはＳＢ比が表示される。
他の分析波長を使用する時は〔＋〕キーを押し変更する。前の波長に戻る時は〔－〕キーを押す。

```
***** TABLE EDIT MODE *****

  GROUP-NAME  INT.TIME  # OF REP  RF-POWER  OB.HEIGHT  OUTDEV  TPM-INT.TIME
  PNC1          3.0        5         1.30       12.0      PP        0.0

 # STD MD IS ELE. WAVE.        D-WL   L-BG   R-BG   CAL-0   CAL-1   ACC#  PM
 1           FE. 39.940    0.000

 SB=4.80000
```

操　　作	備　　考
分析波長が決定したら〔リターン〕を押す。 ⑤　D－WL ⑥　L－BG ⑦　R－BG ⑧　CAL－0 ⑨　CAL－1 ⑩　ACC# ⑪　PM 7）入力が終了すると下記の様になる。	⑤　EANAでピークファインドを自動的にテーブルに書き込まれる。 ⑥　ピーク左側でのバックグラウンド補正位置（補正法は操作5－6－1　13）～21））で行う ⑦　ピーク右側でのバックグラウンド補正位置（同上） ⑧　ブランク溶液の濃度を入力，リターンで0が入る。 ⑨　標準液の濃度を入力する。リターンで入力すると1㎎／ℓで入る。 ⑩　スペクトルプロファイルをとる積算回数，リターンで1が入力する。 ⑪　フォルトマル印加電圧HighとLowを指定する。リターンを入力するとHが入る。

***** TABLE EDIT MODE *****

GROUP-NAME	INT. TIME	# OF REP	RF-POWER	OB. HEIGHT	OUTDEV	TPM-INT. TIME
PNC1	3.0	5	1.30	12.0	PP	0.0

#	STD	MD	IS	ELE.	WAVE.	D-WL	L-BG	R-BG	CAL-0	CAL-1	ACC#	PM
1	1	P	N	Fe	259.94A	0.000	0.000	0.000	0.000	1.0	1	HB

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01 (1993)

操　　作	備　　考
8）元素を変えて6）①～⑪を繰り返す。 **** TABLE EDIT MODE **** GROUP-NAME INT. TIME # OF REP RF-POWER OB. HEIGHT OUTDEV TPM-INT. TIME PNC1 3.0 5 1.30 12.0 FP 0.0 # STD NO IS ELE. WAVE. D-WL L-BG R-BG CAL-0 CAL-1 ACC# PM 1 1 P N Fe 259.940 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 2 1 P N Mn 257.610 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 3 1 P N Cr 267.716 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 4 1 P N Cu 324.754 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 5 1 P N Zn 213.856 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 6 1 P N Pb 220.353 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 7 1 P N Cd 226.502 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB	
9）Edit numer ? ・	9）変更する項目が無かったらピリオド・リターンする。
10）ＣＲＴファンクションキー〔ＳＴＤ〕を押す。	10）標準溶液を2種類以上作成する場合に行う。必要がなければ操作14）に行く。
11）ＳＴＤ number ? 2 12）6）①～⑪を繰り返す. 13）Edit number ? ・	13）ピリオド・リターンで終了する。
14）Edit group name ・	14）違うグループ名で作成する場合は，グループ名を入力し，終了する場合はピリオド・リターンを押す。
15）ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＴ〕キーを押す。	15）全て終了する。 作成した分析テーブルはＰＮＣ1というファイル名でフロッピィディスクに書き込まれる。

5－5－2　分析条件の変更（ＴＡＢＬＥ　ＥＤＩＴモード）

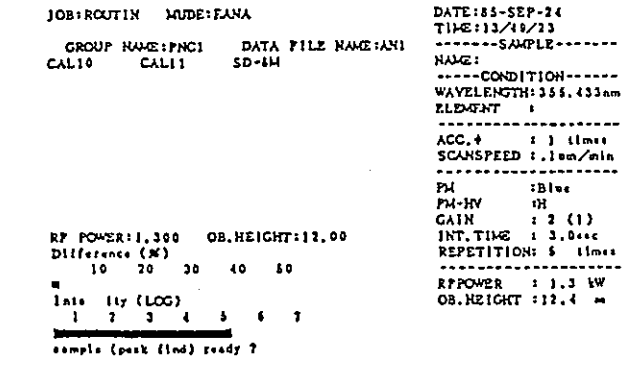
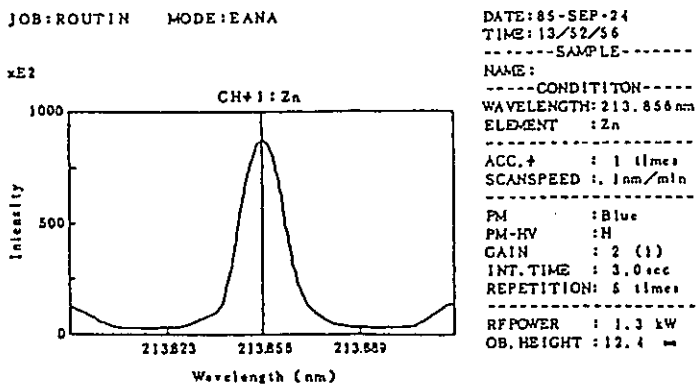
操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＴＡＢＥＤＴ〕を押す。 Ｅｘ 2）Edit group name　　ＰＮＣ１ 3）リターンキーで変更したい所に移動し値を入力する。 ***** TABLE EDIT MODE ***** GROUP-NAME INT.TIME # OF REP. RF-POWER OB.HEIGHT OUTDEV TPM-INT.TIME PNC1 3.0 5 1.30 12.0 PP 0.0 4）条件表は低波長順に並びかえられ表示される。 ***** TABLE EDIT MODE ***** GROUP-NAME INT.TIME # OF REP. RF-POWER OB.HEIGHT OUTDEV TPM-INT.TIME PNC1 3.0 5 1.30 12.0 PP 0.0 # STD MD IS ELE. WAVE. D-WL L-BG R-BG CAL-0 CAL-1 ACC# PM 1 1 P N Zn 213.856 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 2 1 P N Pb 220.353 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 3 1 P N Cd 226.502 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 4 1 P N Mn 257.610 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 5 1 P N Fe 259.940 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 6 1 P N Cr 267.716 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 7 1 P N Cu 324.754 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB Ｅｘ ①　Edit number ?　　1 5）変更したい部分に〔リターン〕キーでカーソルを移動し変更する。 ***** TABLE EDIT MODE ***** GROUP-NAME INT.TIME # OF REP. RF-POWER OB.HEIGHT OUTDEV TPM-INT.TIME PNC1 3.0 5 1.30 12.0 PP 0.0 # STD MD IS ELE. WAVE. D-WL L-BG R-BG CAL-0 CAL-1 ACC# PM 1 1 P N Zn 213.856 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 2 1 P N Pb 220.353 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 3 1 P N Cd 226.502 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 4 1 P N Mn 257.610 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 5 1 P N Fe 259.940 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 6 1 P N Cr 267.716 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 7 1 P N Cu 324.754 0.000 0.000 0.000 0.000 1.0 1 HB 6）Edit number ?　・	2）作成した分析テーブルをフロッピィディスクより呼び出す。 ①　変更したい番号を入力する。 〔－〕キーを入力しリターンキーを押すとその行全部が消える。 6）操作が終了したらピリオド・リターンを押す。

5－5－3　波長固定分析（ＥＡＮＡモード）

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＥＡＮＡ〕を押す。	
2）Group name ?　ＰＮＣ１	2）分析を実行するグループ名を入力する。
3）Data file name ?　ＡＮ１	3）分析結果をデータフロッピーディスクにファイルする場合名前をつける。（最大８文字）
4）Sample name ?　ＣＡＬ10	4）ブランク名ＣＡＬ10
5）Sample name ?　ＣＡＬ11	5）標準溶液ＣＡＬ11を入力する。（ＴＡＢＥＤＴでＣＡＬ１に入力した濃度溶液）
6）Sample name ?　ＣＡＬ20	6）ＳＴＤ２グループがある場合入力する。無ければ入力しなくても良い。
7）Sample name ?　ＣＡＬ21	
8）Sample name ?　ＳＤ－５Ｍ	8）測定する試料名を全て入力する。
9）Sample name ?　・	9）入力が終了したらピリオド・リターンを入力する。 入力変更がある場合は，〔－〕キーを押し入力し直す。
10）Adjust　ＲＦ　ＰＯＷＥＲ　！ Adjust　ＯＢ　ＨＥＩＧＨＴ！	10）警告がでたら，分析テーブルに入力したＲＦ出力，測定光高さに合わせる。 ＲＦ出力は，高周波パワーコントロールダイヤルを回す。 測定光高さは，プラズマスタンド下のハンドルを回す。
11）Element name ?	11）リターンキーを押す。最短波長の元素より開始，又は，測定したい元素名を入力する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
12) Sample (peak find)ready ? ピーク検索用標準溶液を噴霧しプラズマ内に導入されたことをIntensity 及び Difference のバーグラフで確認後リターンを入力する。  	12) 検索用溶液は通常ＣＡＬ－１を使用する。 Difference（％）：信号強度の微分値。小さいほど信号が安定 Intensity(ＬＯＧ）：信号強度の対数カウント
13) 最初の測定元素より測定を開始する。  	13) 元素のプロファイルをとらえ，ピーク位置にカーソルがきている時は，ピリオドを入力する。ピーク位置をとらえていない場合は，〔←〕又は〔→〕キーでピーク位置にカーソルを合せスペースキーでストップさせ，ピリオド・リターンを入力する。

操　　作	備　　考
14) Sample ready ? ＣＡＬ10（ブランク溶液）を噴霧する。	14) 導入されたことをバーグラフで確認する。
15) Measurement ok（Ｎ＝＊）？	15) 測定結果に問題が無ければリターンを入力。〔＊〕を入力すると再測定となる。
16) Sample ready ? ＣＡＬ11（標準溶液）を噴霧する。	16) 導入されたことをバーグラフで確認する。
17) Measurement ok（Ｎ＝＊）	17) 測定結果に問題があればリターンを入力。 検量線一次式がプリントされる
18) Sample ready（＊＝Profile）? 測定試料を噴霧しリターンを入力する。	18) 導入されたことをバーグラフで確認する。 〔＊〕を入力するとプロファイルを描く。
19) Measurement ok（Ｎ＝＊）	19) 問題が無ければリターンを入力する。
20) Sample ready（＊＝Profile）?	20) 測定試料数だけ操作8)～9)を繰り返す。 順次結果が打ち出される。
21) Element name ?	21) 次の元素の測定を行う。 操作11）～20）を繰り返し行う
22) Element name ? ・	22) 終了時はピリオドリターンで終了する。結果はフロッピーディスクに書き込まれる。

5－5－4　波長移動分析（ＳＡＮＡモード）

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＳＡＮＡ〕を押す。	
2）Group name ? ＰＮＣ１	2）分析するグループ名を入力する。
3）Data file name ? ＡＮ２	3）分析結果をファイルする場合名前を付ける。（最大８文字）

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01（1993）

操　　作	備　　考
4）Sample name ? ＣＡＬ11	4）必ずＣＡＬ11（標準液）より始める。
5）Sample name ? ＣＡＬ10	5）ＣＡＬ10（ブランク溶液）を入力する。
6）Sample name ? ＳＤ５Ｍ	6）測定試料名を全て入力する。 ＣＡＬ０，ＣＡＬ１を含め最大40試料まで入力できる。
7）Sample name ? ・	7）入力終了
8）Group name ? ・	
9）Adjust　ＲＦ　ＰＯＷＥＲ　！ Adjust　ＯＦ　ＨＥＩＧＨＴ　！	9）警告がでたら分析テーブルに入力したＲＦ出力，測定光高さに合わせる。 ＲＦ出力は，高周波パワーコントロールダイヤルを回し，測定光高さはプラズマスタンド下のハンドルを回す。
10）Sample ready ?	10）ＣＡＬ11（標準液）を噴霧する。
11）Sample ready ? ＊	11）＊を入力するとＤ－ＷＬ値が分析テーブルに書き込まれる。
12）Sample ready ?	12）ＣＡＬ10（ブランク液）を噴霧する。
13）Sample ready ?	13）測定する試料数だけ繰り返す。
14）Sample ready ? ・	14）終了したらピリオド・リターンを入力する。
15）Available（Ｎ＝＊）？ 検量線式より強度を求めた値がプリントアウトされる。	15）求めた検量線式はファイルに書き込まれる。

***** REGRESSION CURV2 *****

Element name = Fe
A3=0.0000000E+00 A2=0.0000000E+00 A1=5.9249066E-7 A0=-5.8518341E-02
Coef. of sample correlation=9.9998862E-01

Sample name	Intensity	Concentration	Cal. conc.
STD1	130011.2	0.0000	.0085
STD2	292637.4	.1000	.1049
STD3	1775574.9	1.0000	.9835
STD4	8559876.0	5.0000	5.0031
SAMPL1	246745.4	*****	.0777

5－5－5　多点検量線作成（ＲＥＧモード）

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＧ〕を押す。	1）ＥＡＮＡ，ＳＡＮＡで測定したデータをもとに検量線を作成する。 ＣＡＬモードでは使用できないので標準液はＳＴＤ番号で使用し，２～10点検量線作成が可能である。 標準添加法を使用する場合ＲＥＧモードを用いる。
2）Group name ?　ＰＮＣ１	
3）Data file name ?　ＡＮ３	3）ＡＮ３というファイルに測定結果が入力されており，そこから出力し結果を打ち出す。
4）画面上に元素名のリストが表示され処理番号を入力する。 Measurement ＤＡＴＥ：84－ＯＣＴ－12 ＪＯＢ：ＲＯＵＴＩＮ　　ＭＩＤＥ：ＲＥＧ …… ＥＬＥＭＥＮＴ　ＮＡＭＥ …… １：Ｚｎ　２：Ｃｄ　３：Ｐｂ　４：Ｆｅ ５：Ｍｎ　６：Ｃｒ　７：Ｃｕ	
Ｅｘ 5）Element number ?　　4 6）Sample number ?　1 ⋮ Sample number ?　5 7）Sample number ?　・	5）分析する元素の番号を入力する。 6）標準液から試料の必要数だけの番号を入力する。 7）入力が終了したらピリオド・リターンを押す。

操　　作	備　　考
8）画面上に発光強度が表示され必要なＳＴＤ番号に濃度を入力する。	

JOB:ROUTIN　MODE:REG

	Intensity	Concentration
STD 1	130011.2	0.00000
STD 2	292637.4	.10000
STD 3	1775574.9	1.00000
STD 4	8559876.0	5.00000
STD 5	246745.4	
STD 6		
STD 7		
STD 8		
STD 9		
STD10		

DATE:84-OCT-24
TIME:14/34/5
-------SAMPLE-------
NAME:
-----CONDITION------
WAVELENGTH: nm
ELEMENT :

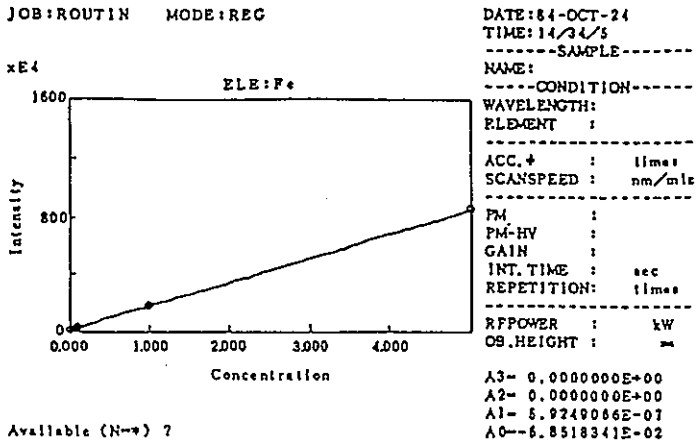
ACC.+ : times
SCANSPEED : nm/min

PM :
PM-HV :
GAIN :
INT.TIME : sec
REPETITION: times

RFPOWER : kW
OB.HEIGHT : mm

Concentration ?

9）Conecentration ? ・	9）入力終了はピリオド・リターン
10）Regression degree （1－3）? 1	10）通常1を入力する。 （1：一次式）
11）Weight by 1／int ＊ int（Y＝＊）? ＊	11）高濃度域に比べて低濃度域の偏差％が大きくなるとき　＊　を入力する。

操　　作	備　　考
12）検量線グラフと検量線係数が画面に表示される。  Available （N＝＊）？	ＯＫならリターンを入力 アスタリスク（＊）を入力すると濃度入力画面８）に戻る。

5－6　単元素分析（ＭＡＮＵジョブ）

5－6－1　定量分析（ＱＵＡＮＴモード）

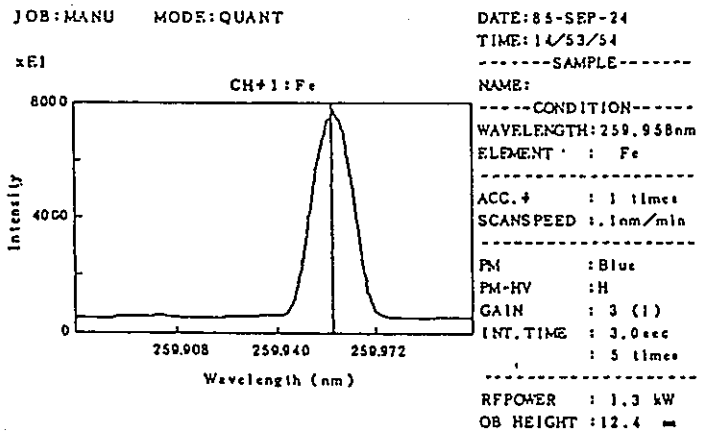
操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー　ＱＵＡＮＴ　を押す。 2）　ＣＲＴファンクションキー　ＣＯＮＤＩＴ　を押す。 3）　ＣＲＴファンクショクキー　ＥＬＥ　を押す。 Ｅｘ 4）　Element name ?　ＦＥ Element　：Ｆｅ　ＷＬ：259.940(nm)x ＳＢ：4.800 5）分析波長が決定したら〔リターン〕を入力する。	4）　測定する元素名を入力し分析波長を選ぶ。 Ｘ＝高次光を選択する時は２，３などの次数を入力する。 5）　分光器が 259.940nmにセットされる。違う波長を選ぶ時は，〔＋〕キーで変更する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01 (1993)

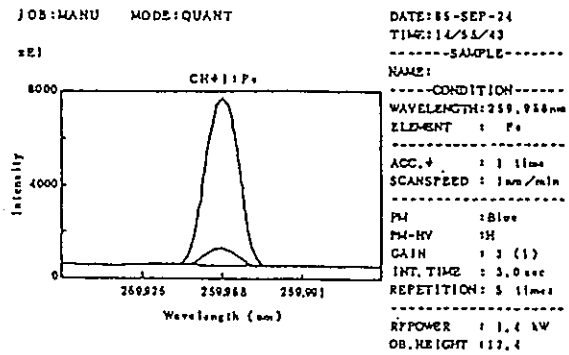
操　　作	備　　考
6）　ＣＲＴファンクションキー〔ＰＭＨＶ〕を押す。 photmultiplier（Ｈ．Ｌ）？H	6）　フォトマル印加電圧を決定する。 Ｈ：高　，Ｌ：低
7）　ＣＲＴファンクションキー〔ＰＬＡＳＭＡ〕を押す。	7）　ＲＦ，ＰＯＷＥＲ，ＯＢ，ＨＥＩＧＨＴを変更する時に押す。変更し直したら再度〔ＰＬＡＳＭＡ〕を押す。
8）　ＣＲＴファンクションキー〔ＩＮＴＴＩＭ〕を押す。 Integration time (0.1－600sec) ？1	8）　測定時間を決定する。 0.1秒から 600秒まで任意に入力する。
9）　ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＰＥＴ〕を押す。 Number of repetition (１～127)？5	9）　測定回数を入力する。 １回から127回まで任意に入力
10）　ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＴ〕を押す。	
11）　Ｆｅの標準液を噴霧する。	
12）　ＣＲＴファンクションキー〔ＰＳＥＴ〕を押す。	12）　ピーク位置にカーソルが表示されていれば良い。 ピーク位置がずれている時は〔←〕又は〔→〕キーでピーク位置を合わせ，スペースキーで止める。



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

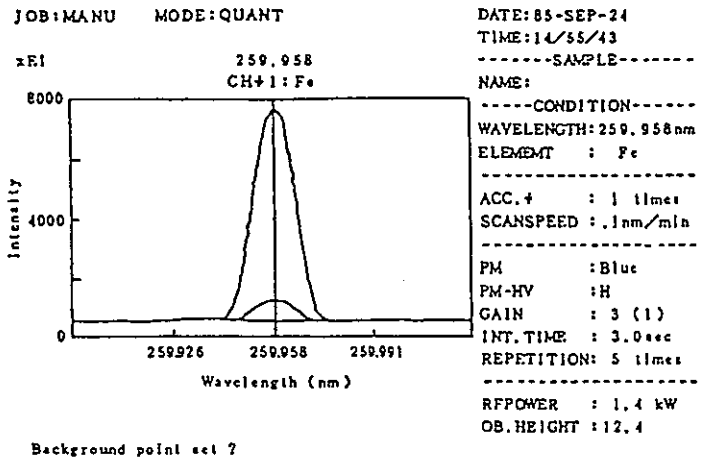
操　　作	備　　考
13)　・（ピリオド）を押す。	13)　分光器が測定波長にセットされる。
14)　ＣＲＴファンクションキー〔ＢＧＳＥＴ〕を押す。	14)　バックグラウンド補正位置を設定する。
15)　ＣＲＴファンクションキー〔ＳＣＡＮ１〕を押す。	
16)　測定が終了し，プロファイル表示が画面に出力されたら，ブランク溶液を流す。 ＣＲＴファンクションキー〔ＳＣＡＮ２〕を押す。	
17)　次に試料溶液を噴霧する。 ＣＲＴファンクションキー〔ＳＣＡＮ３〕を押す。	17)　スペクトル表示よりバックグラウンド補正位置を決定する。



動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01 (1993)

操　　作	備　　考
18)　ＣＲＴファンクションキー〔ＷＬＲＥＡＤ〕を押す。  	18)　カーソルがＣＲＴ画面中心にピーク中心と重なる。ずれていたらカーソルを〔←〕又は〔→〕キーで中心に合わせ，スペースキーで止める。
19)　・	19)　ピリオドを入力するとＣＲＴ画面に波長とＤ－ＷＬを表示する。
20)　Background point set ?	20)　バックグランド補正を行う時はリターンを押す。 左側の補正位置を〔←〕キーでカーソル線を移動するバックグラウンド補正位置に合わせ，ピリオドを入力する。 バックグランド補正を行わないときはピリオド・リターンを入力する。
21)　Background point set ? 1点補正：単純引き算 2点補正：間隔の重みづけ　を行い平均を引算。	21)　リターンを押し〔→〕キーで右側の補正位置を求める。 バックグラウンド補正は一点で良い場合はピリオド・リターンを入力する。

操　　作	備　　考
22)　Background point set ? ・ ＥＬＥＭＥＮＴ　ＷＡＶＥＬＥＮＧＴＨ Ｆｅ　259.958 Ｄ－ＷＬ　Ｌ－ＢＧ－ＷＬ　Ｒ－ＢＧ－ＷＬ 0.000　.025　.025	22)　終了は，ピリオド・リターンを押す。
23)　ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＧ〕を押す。 24)　画面上に下表が表示され，カーソルがＳＴＤ１のConcentration の欄に表示される。	23)　検量線を作成する。 24)　標準溶液の濃度を順次入力していく。 誤入力は－１を入力し訂正し直して再入力する。

	Intensity	Concentration
ＳＴＤ１		0.00000
ＳＴＤ２		.50000
ＳＴＤ３		1.00000
ＳＴＤ４		5.00000
ＳＴＤ５		
ＳＴＤ６		
ＳＴＤ７		
ＳＴＤ８		
ＳＴＤ９		
ＳＴＤ10		

Concentration （－１＝Erase）?	
25)　Concentration （－１＝Erase）? ・	25)　入力終了はピリオド・リターンを押す。
26)　Ready ? と表示がされ，標準溶液がプラズマ内に導入されたことをIntensity 及びDifferenceのバーグラフで確認後リターンを入力する。	26)　ＳＴＤ１に対応する標準溶液を噴霧する。
27)　〔リターン〕を押す。	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・34・ICP・01 (1993)

操　　作	備　　考
28)　測定が終了すると発光強度とＲＳＤ％が表示され　Measurement ok（Ｎ＝＊）？と聞いてくる。	28)　ＲＳＤ表示が1.0以下であればリターンを押す。 再測定の場合は，＊リターンを入力する。
29)　Ready ？と表示される。	29)　ＳＴＤ２からＳＴＤ４まで順次測定する。
30)　設定した数だけ測定が終了すると下表が表示される。	

ＪＯＢ：ＭＡＮＵ　　ＭＯＤＥ：ＱＵＡＮＴ

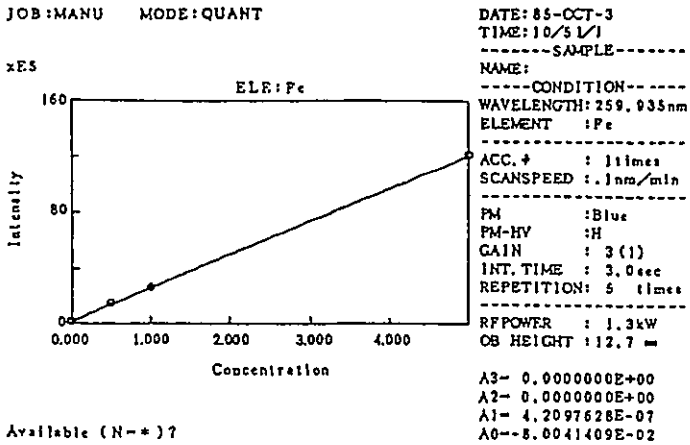
	Intensity	Concentration
ＳＴＤ１	189971.0	0.00000
ＳＴＤ２	1399820.4	.50000
ＳＴＤ３	2521371.7	1.00000
ＳＴＤ４	12099742.0	5.00000
ＳＴＤ５		
ＳＴＤ６		
ＳＴＤ７		
ＳＴＤ８		
ＳＴＤ９		
ＳＴＤ10		

ＲＳＤ＝.38935

31)　Regression degree （１～３）？1	31)　３次式まで作成可能だが，通常は１を入力し１次式で検量線を作成する。
32)　Weight by 1／int ＊ int（Ｙ＝＊）？＊	32)　低濃度領域に重みづけする場合＊リターンを入力する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
33)　検量線グラフが画面上に表示される。  	33)　必要ならハードコピーをとる。
34)　Available （N＝＊）？ プリンターに検量線式が打ち出される。 ＊＊＊REGRESSION　CURVE＊＊＊ ***** REGRESSION CURVE ***** Element name = Fe A3=0.0000000E+00 A2=0.0000000E+00 A1=4.2097628E-07 A0=-8.0041409E-02 Coef. of sample correlation =9.9998510E-01 Intensity　Concentration　Cal. conc. 189971.0　0.0000　-.0001 1399620.4　.6000　.6092 2521371.7　1.0000　.9814 12099742.0　5.0000　5.0137	34)　ＯＫならリターンを，＊を入力した場合は，濃度値の変更などができる。

操　　作	備　　考
35)　ＣＲＴファンクションキー〔ＡＮＡ〕を押す。 ***** MEASUREMENT CONDITION ***** DATE:85-OCT-3　TIME:41/4/31 Element name　:Fe Wevelength　:259.935(nm) Photomul.HV　:High Integration time　:　3.0 (sec) Number of repetition　:　5 RF power　:　1.27 Observing height　:　12.7	35)　試料の測定を行う。 プリンターに測定条件がプリントされる。
36)　Sample name ? ＳＤ５Ｍ	36)　プラズマ内へ導入されたことをバーグラフで確認後リターンを入力する。
37)　結果が打ち出される。	37)　同じ試料の場合はリターンを押す。
38)　測定終了は，・　を入力する。 39)　ＣＲＴファンクションキー〔ＲＥＴ〕を押す。	

5－7　定性分析（ＱＵＡＬジョブ）

操　　作	備　　考
1）ＣＲＴファンクションキー〔ＱＵＡＬ〕を押す。 2）ＣＲＴファンクションキー〔ＭＥＡＳ〕を押す。 3）Sample ?　ＳＤ５Ｍ	3）サンプル名（英数字８文字以内）を入力する。
4）Element ? ＦＥ，ＭＮ，ＣＵ，ＣＤ，ＣＲ，ＺＮ	4）定性を行う元素名を入力する。 〔↑〕 入力変更は〔←〕　〔→〕キー 〔↓〕 で行う。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

操　　作	備　　考
5）入力終了は　を入力する。 6）Ready ?	5）試料を吸引しておく。 6）リターンを入力すると測定が開始される。ピリオドリターンは3)に戻る。
7）全元素の測定が終了したら定性分析結果と概略濃度をプリントアウトする。 Sample name : SD5M　　Date:85-OCT-3　　Time:13/27/37 Element　Wavelength　Ratio　Concentration *** Fe 259.9 238.2 239.6 3.4412 1.9696 2.0839 .63 *** Mn 257.6 259.4 260.6 3.8535 2.9052 3.4786 .90 *** Cu 324.8 224.7 327.4 3.3385 1.1031 2.8478 .75 *** Cd 226.5 214.4 228.8 1.3598 1.4968 1.6240 .41 *** Cr 267.7 205.6 206.1 2.8326 2.2419 2.7364 .69 *** Zn 213.9 202.5 206.2 1.7193 1.9580 2.3680 .69	7）再測定は，操作2）へ戻る。 空白：存在判断できず。 ＊：存在するかもしれない。 ＊＊：存在する可能性が大きい。 ＊＊＊：存在する。
8）プロファイルの確認を行う時は，ＣＲＴＶファンクションキー〔ＣＨＥＣＫ〕を押す。 9）Sample name ? ＳＤ５Ｍ 10）Element name（Ｆｅ）？ 11）必要なら画面のハードコピーをとる。 12）Element name（Ｚｎ）？	8）各元素のプロファイルを表示する。 9）確認したいサンプル名を入力する。 10）表示したい元素を入力し，リターンを押す。 （　）内の元素より始める場合は，そのままリターンする。 12）終了はピリオドリターンを押す。

5－8　フロッピーディスクの取扱い

1）フロッピーディスクのフォーマッティング

① 新しいフロッピーディスクを用意する。

② システムフロッピーディスクを左側に新しいディスクを右側に入れる。

③ ＩＰＬスイッチ，もしくはファンクションキーの〔ＥＮＤ〕を押しＣＲＴにＡ＞を表示する。

④ ファンクションキー〔Ｆ９〕を押す。又は，fddutyとタイプする。

⑤ A＞Fdduty

```
＊＊＊  if 800 model 30 ＣＰ／Ｍ                    ＊＊＊
＊＊＊  ＦＤＤ  ＵＴＩＬＩＴＹ  ＰＲＯＧＲＡＭ  Rev 2.0  ＊＊＊

《Program select》
1.  Address format write
2.  Volume copy
3.  Volume copy (with verify option)
4.  Volume copy (to all "Ｅ５" on track)
5.  Volume copy (to all "Ｅ５" on track with verify option)
9.  Program end

＊＊＊Select function 1
Input drive No. B
Mount a disk on drive B :
Fromat  B : (Ｙ／Ｎ) ?Y
Formatting ···· type (２Ｓ－２Ｄ)
Teack－76
＊＊＊  Normal end  ＊＊＊

《Program select》
1.  Address format write
2.  Volume copy
3.  Volume copy (with verify option)
4.  Volume copy (to all "Ｅ５" on track)
5.  Volume copy (to all "Ｅ５" on track with verify option)
9.  Program end
＊＊＊Select function 9
Mount system disk on drive A :
A＞
```

以上でフォーマッティング終了

2）フロッピーディスク中のファイル名を見る場合

A＞ＤＩＲ　　ドライブ１側にセットされているディスク内容を見る時

A＞ＤＩＲ　Ｂ：　　ドライブ２側にセットされているディスク内容を見る時

3）フロッピーディスク内の指定したファイルを消去する場合
A＞ERA　B：TEST1．DAT　　TEST1というファイル消去
この場合ディスクドライブ1にシステムディスク，ドライブ2にはデータディスクを入れる。

4）コピー方法
① A＞PIP
② ＊A：＝B：TEST2．DAT
ドライブ2にセットされているフロッピーディスク中のTEST2．DATというファイルがドライブ1のディスクにコピーされる。
③ 終　了
＊ C　（CTRLキーを押し下げた状態でCキーを押す。）
A＞　（CP／Mモニタレベルに戻る。）

6．その他

6－1 保　守

1）トーチアッセンブリの保守
① グラスコンセントリックネブライザ
試料中の浮遊物質により，ネブライザ先端がつまると分析精度や感度に大きく影響する。簡単なつまりは水を吸わせネブライザ先端を指で軽く押さえてこの操作を繰り返す。つまりのひどい時は，ネブライザを王水中に1日浸しておく。
② クオーツトーチ
高濃度の試料を長時間使用していると，ミドルチューブ，インナーチューブの先端に塩や金属が析出してくる。この場合も王水中に1日浸しておく。洗浄したトーチを取り付ける時は乾燥した状態で取り付ける。
③ スプレーチャンバ
高濃度の試料を長時間使用した時は，王水中に1日浸す。

6－2 特殊分析

1）有機溶媒による分析
有機溶媒を使用し測定する場合は，水溶液に比べて吸い込み量が多いためネブライザーガス流量を下げ，補助ガス流量を上げる。高周波出力も上げる。最適条件はプラズマ炎とスペクトルのS／B比を見ながら行う。詳しくは，ICP取扱説明書を参照する。

2）ガスパージシステムを使用する場合
① 175 ～190nmの分析波長を測定する場合は，アルゴンガスでパージを行う。
② 分光器内をアルゴンガスで置換した場合は，5時間程度で信号は安定する。
③ 詳しくはICP取扱説明書を参照する。

6－3　語句補足

1）ＤＬ　：検出限界値
　　ブランク溶液を設定された条件で測定し標準溶液を同一条件で5回測定し，その結果よりブランク溶液の測定値の標準偏差の3倍値を濃度に換算する。

2）ＲＳＤ：相対標準偏差
　　測定値の標準偏差を平均値で除した百分率。

3）ＣＶ％：変動係数率
　　測定値を濃度換算し標準偏差を平均値で除した百分率。

4）ＢＥＣ：バックグランド相当濃度
　　バックグランド強度を濃度に換算した値。

5）Ｓ／Ｂ：信号強度（Ｓ）に対するバックグランドの大きさ（Ｂ）の比
　　Ｓ／Ｂは検出感度や測定精度に影響を与えるので最大値を用いるのが良い。

主な元素の波長の検出限界値を表1に，分析波長を表2に示す。

ELEMENT	WAVELENGTH(nm)	DL(μg/ℓ)	RF POWER	OB HEIGHT	PHV	備　考
Ｆｅ	259.940	2.16	1.3	12.1	H	
Ｍｎ	257.610	0.29	1.3	12.1	H	
Ｃｕ	324.757	1.30	1.3	12.4	H	
Ｚｎ	213.856	8.40	1.3	12.1	H	
Ｃｄ	214.437	3.20	1.3	12.1	H	
Ｐｂ	220.373	0.14	1.3	10.0	H	
Ｃｒ	267.725	1.47	1.3	12.1	H	
Ａｓ	193.709	0.4	1.3	12.1	H	水素化物発生装置
Ｂ	249.790	0.63	1.3	12.1	H	
Ｋ	766.509	13.0	0.7	2.6	H	
Ｓｒ	407.756	0.11	1.3	12.1	H	
Ｃａ	393.366	15.1	1.3	12.1	H	
Ａｌ	396.152	19.5	1.3	12.1	H	
Ｎａ	588.995	10.6	1.3	12.1	H	
Ｍｇ	279.553	0.22	1.3	12.1	H	
Ｓ	180.768	15.0	1.3	12.9	H	ガスパージ

表1　主な元素の検出限界値

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

ELEMENT	WAVELENGTH (nm)	S/B	ELEMENT	WAVELENGTH (nm)	S/B	ELEMENT	WAVELENGTH (nm)	S/B	ELEMENT	WAVELENGTH (nm)	S/B
Ag	328.068	3.800000	Cu	324.754	5.600000	Nd	401.225	.589900	Sn	189.980	1.200000
	338.289	2.300000		224.700	3.900000		430.353	.400000		235.484	.310000
	243.779	.250000		327.396	3.100000		406.109	.310000		242.949	.310000
	224.641	.230000		219.958	3.100000		415.608	.280000		233.999	.270000
	241.381	.150000		213.598	2.500000		410.946	.260000		226.891	.250000
Al	396.152	1.040000	Fe	259.940	4.800000	Ni	231.604	1.900000	Sr	407.771	72.000000
	237.335	1.000000		238.204	6.500000		221.647	2.900000		421.552	39.000000
	308.215	.660000		239.562	5.900000		232.003	2.000000		216.596	3.600000
	309.271	1.300000		234.349	2.900000		216.556	1.700000		215.284	2.900000
	237.321	1.000000		240.488	2.700000		217.467	1.300000		346.446	1.300000
As	193.696	.560000	Gd	342.247	2.080000	P	213.618	.390000	Ta	226.230	1.200000
	197.197	.390000		336.223	1.500000		214.914	.380000		240.063	1.040000
	228.812	.360000		335.047	1.400000		253.565	.110000		268.517	1.000000
	200.334	.250000		335.862	1.400000		177.499	0.000000		233.198	.960000
	189.042	.220000		310.050	1.300000		178.287	0.000000		228.916	.950000
Au	242.795	1.700000	Ge	209.426	.750000	Pb	220.353	.700000	Tb	350.917	1.30000
	267.595	.950000		265.118	.620000		216.999	.330000		384.873	.540000
	197.819	.770000		206.866	.500000		261.418	.230000		367.635	.500000
	208.209	.700000		219.871	.470000		283.306	.210000		387.417	.480000
	201.200	.540000		265.158	.350000		280.199	.190000		356.174	.470000
B	249.678	5.300000	Hg	194.227	1.200000	Pd	340.458	.680000	Te	214.281	.730000
	249.778	6.300000		253.652	.490000		363.470	.550000		225.902	.170000
	208.959	3.000000		296.723	.010000		229.651	.440000		238.578	.170000
	208.893	2.500000		435.835	.010000		342.270	.390000		214.725	.140000
	182.587	0.000000		265.204	0.000000		360.955	.350000		200.202	.120000
Ba	455.403	23.000000	K	766.490	.100000	Pr	390.844	.810000	Th	283.730	.460000
	493.409	13.000000		769.896	.002000		414.311	.800000		283.231	.420000
	233.527	7.500000		404.721	.000760		417.939	.720000		274.716	.360000
	230.424	7.300000		404.414	0.000000		422.535	.700000		401.913	.360000
	413.066	.910000					422.203	.630000		318.020	.340000
Be	313.042	110.000000	La	379.478	3.000000	Pt	214.423	1.000000	Ti	334.941	7.900000
	234.861	96.000000		333.749	3.000000		203.646	.540000		336.121	5.700000
	313.107	41.000000		408.672	3.000000		204.937	.420000		323.452	5.600000
	249.473	8.000000		394.910	7.500000		265.945	.370000		337.280	4.500000
	265.045	6.400000		412.323	2.900000		224.552	.360000		334.904	4.000000
Bi	223.061	.870000	Li	670.784	8.000000	Rh	233.477	.370000	U	385.958	.120000
	206.170	.350000		460.286	.035000		249.077	.520000		367.007	.100000
	222.825	.360000		323.263	.028000		343.489	.500000		263.553	.090000
	306.772	.400000		274.118	.019000		252.053	.390000		409.014	.080000
	195.389	.140000		497.170	.014000		269.236	.350000		393.203	.080000
C	193.091	.670000	Lu	261.542	30.000000	Ru	240.272	1.000000	V	292.402	4.000000
	247.856	.170000		291.139	4.800000		245.657	1.000000		309.311	6.000000
	199.362	.003400		219.554	3.600000		267.876	.830000		310.230	4.600000
				307.760	3.400000		269.206	.330000		290.882	3.400000
				289.484	3.000000		266.161	.310000		311.071	3.000000
Ca	393.366	178.000000	Mg	279.553	195.000000	S	180.734	5.000000	Y	371.030	8.600000
	396.847	60.000000		280.270	100.000000		182.036	3.000000		324.228	6.700000
	317.933	3.000000		285.213	19.000000		182.626	1.000000		360.073	6.300000
	422.673	3.000000		279.806	2.000000					377.433	5.700000
				202.582	1.300000					437.494	4.600000
Cd	226.502	3.900000	Mn	257.610	22.000000	Sb	206.833	.910000	Yb	328.937	17.000000
	214.438	12.000000		259.373	19.000000		217.581	.680000		369.419	10.000000
	228.802	11.000000		260.569	14.500000		231.147	.490000		289.138	3.500000
	361.051	.130000		294.920	3.900000		252.852	.280000		222.446	3.400000
	326.106	.090000		293.930	2.900000		259.805	.280000		211.667	3.200000
Ce	413.765	.620000	Mo	202.030	3.800000	Sc	361.384	20.000000	Zn	213.856	17.000000
	413.330	.600000		203.844	2.400000		357.253	15.000000		202.548	7.500000
	418.660	.570000		204.598	2.400000		363.075	14.000000		206.200	5.100000
	393.109	.570000		281.615	2.090000		364.279	11.000000		334.502	.220000
	446.021	.480000		201.511	1.600000		424.683	11.000000		330.259	.130000
Co	228.616	4.300000	Na	588.995	1.010000	Se	196.026	.400000	Zr	343.823	4.190000
	238.892	5.000000		589.592	.430000		203.985	.260000		339.198	3.900000
	237.862	3.100000		330.237	.016000		206.279	.100000		257.139	3.100000
	230.786	3.100000		330.298	.007000		207.479	.019000		349.621	3.000000
	236.379	2.700000		285.301	.001100		199.511	.006000		357.247	3.000000
Cr	267.716	4.190000	Nb	309.418	.830000	Si	251.611	2.500000			
	205.552	4.900000		316.340	.750000		212.412	1.800000			
	206.149	4.190000		313.079	.600000		288.158	1.100000			
	283.563	4.190000		269.706	.430000		250.690	1.000000			
	284.325	3.500000		322.548	.420000		252.851	.950000			

波長については，日本分析化学会編分析化学データブックより

SBについては，プログラムファイルより

表２　主な元素の分析波長

7．解説および文献

1）ＳＰＳ1100　ＩＣＰ発光分光分析装置　取扱説明書

2）ＳＰＳ1100　ＩＣＰ発光分光分析装置用ソフトウェア・取扱説明書

3）不破敬一郎・原口紘　：ＩＣＰ発光分析

4）高橋　努・村山精一：液体試料の発光分光分析

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・271・32・ATOM・01（1994）

原子吸光光度計

1．要　旨

金属塩溶液をフレーム中に導入し，熱解離することにより原子状にする。このようにしてできた原子は基底状態にあり，ある特定波長の放射からエネルギーを吸収し，高いエネルギー準位（励起状態）にあがる。この吸収の強さは特定元素の濃度に比例するので，これを利用して定量分析を行う。

本装置には，原子が吸収するエネルギーレベルに相当する波長の光を出す光源（ホローカソードランプ），原子蒸気をつくり出す原子化部（フレーム），必要な波長を選び出す分光器と検知器およびその他のフレームを制御するガス制御部，信号を処理する電気処理部からなっている。

2．仕　様

1）波長範囲	：	190～900nm
2）波長範囲	：	カウンタ（3桁）
3）バンドパス	：	0.4，1.1，2.2nm 3段切替
4）ランプ点灯方式	：	ツーフェーズパルス点灯
5）ランプ点灯数	：	3本（ホローカソードランプ2本，重水素ランプ1本）
6）ランプ電流	：	ホローカソードランプ　0～20mA連続可変 重水素ランプ　20mA固定
7）バーナ	：	水冷式ワンスロット形プレミックスバーナ （内壁：テフロンコーテング）
8）フレーム点火	：	自動点火
9）ガスセンター	：	Ptホットワイヤーブリッジ方式
10）N_2O／AIR切替	：	シンクロバルブ方式 （アセチレンガス流量切替連動式，ワンタッチ切替）
11）ガス配管の接続	：	クィックジョイント方式
12）検知器	：	光電子増倍管
13）表示計	：	メータ／ディジタル（オプション）
14）測定モード	：	原子吸光：ワンラップ測光／バックグラウンド自動補正
15）表示モード	：	濃度リニア（値示値，平均値）
16）スケール拡大	：	×1／10～×10　連続可変
17）応答速度切替	：	ズーム方式（連続可変）
18）ゼロ合せ方式	：	オートゼロ方式，つまみ調節
19）検量線曲り補正	：	補正範囲20％まで連続可変
20）ベースラインドリフト補正	：	10段プリセット補正方式

21）安　全　機　構　：　バーナ誤使用防止キー
　　：　空気アセチレンフレーム優先着火
　　：　生ガス検知
22）外部出力端子　：　卓上記録計用（10ｍＶ，１Ｖ，ＢＫＧ専用10ｍＶ）
　　：　ディジタルメータ用，アクセサリー用
23）大　き　さ　：　幅85㎝×奥行43㎝×高さ48㎝
24）重　さ　：　６５ｋｇ
25）消　費　電　力　：　100ＶＡ
26）重水素ランプによる
　補正可能波長範囲　：　190～360nm

3．操　作

操　作	備　考
1）運転前の確認事項 (1) 通電時 各調節部が表１のようになっていることを確認してからＰＯＷＥＲスイッチをＯＮにする。	

表１　通電前の確認事項

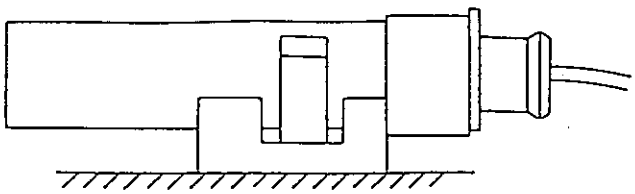
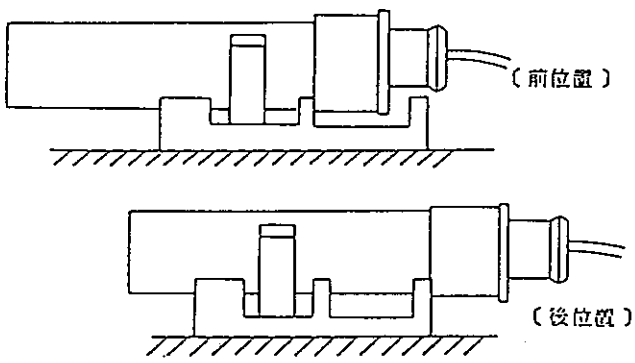
調節部	状態
GAINつまみ	10(時計方向いっぱい)
RESPONSEつまみ	2
EXPANSIONつまみ	1（反時計方向いっぱい）
RANGEつまみ	1
BASELINE CORRECTつまみ	0
CURVE CORRECTつまみ	0
LAMP CURRENTつまみ	0（反時計方向いっぱい）
SLIT MASKつまみ	0（反時計方向いっぱい）

操　　作	備　　考
(2) ガス供給時 各調節部が表２の状態であることを確認してから燃料ガス（アセチレン・水素）ボンベの元栓を開ける。	

表２　ガス供給前の確認事項

調　節　部	状　　態
COMBUSTIVE GAS切替バルブ	AIR
FUELスイッチ	CLOSE(FUELパイロットランプが消灯。)
FUELコック	STOP
FUEL FLOWつまみ	反時計方向いっぱい。
ドレイン　トラップ	水が満たされている。

(3) 制御部ガス漏れチェック	
① アセチレンボンベの元栓を開ける。	
② ２次圧を 0.8kg／㎠に調整しアセチレンを供給する。	② ２次圧は１kg／㎠を超えない様にする。
③ FUELスイッチをＯＰＥＮにする。	
④ FUEL FLOW つまみを時計方向に回し圧力メータのふれを飽和させる。	④ 0.75kg／㎠
⑤ 原子吸光光度計に最も近いバルブを CLOSE５にし，FUEL FLOW メータの圧力を読む。	
⑥ ３分後の圧力を再度，読みとり，圧力低下が 0.02kg／㎠（半目盛）以下を確認する。	⑥「２）準備操作」に移る。
⑦ ３分後の圧力低下が0.025 kg／㎠（半目盛）以上の場合はガス洩れがあるので原子吸光光度計のガス洩れを確認する。	⑦「5.ガス洩れ対処法」を参照し，対処する。

操　　作	備　　考
2）準備操作 (1)　ランプを装着する。手順は次のとおりに行なう。 ①　ランプハウスのふたを開く。 ②　分析しようとする元素のランプをNo.1のソケットに差し込み，中央のランプホルダーに接着する。	(1)　ランプホルダーの後端にランプのベースの前端が接するようにする。
 図1　ホローカソードランプの装置	
③　予備点灯しておきたいランプをNo.2のソケットに差し込み，一番奥のランプホルダーに装着する。 ④　バックグラウンド吸収の補正を行なう場合はD_2ソケットに重水素ランプを差し込み，手前側のランプホルダーに装置する。	
 図2　重水素ランプの装置	

操　　作	備　　考
(2)　表１確認後，ＰＯＷＥＲスイッチをＯＮにする。 (3)　ランプ電流を設定する。 「４．測定条件の表３（原子吸光測定条件）を参照。」	(3)　ランプは安定時間が必要である。 電流を設定したら表３の“安定に要する時間”だけ，そのまま待ち，その後，次の操作を行う。 表示メータの針が全く振れない場合には，GAINつまみを反時計方向（数字の小さくなる方向）に回し，(4)の⑤の操作を繰り返す。 また，表示メータの針が０側に振り切れた場合には，GAINつまみを時計方向（数字の大きくなる方向）に回し(4)の⑤の操作を繰り返す。 バーナヘッド部が光軸をさえぎっているとGAINつまみを反時計方向いっぱいに回しても表示メータの針が全く振れない時は，バーナ高さ目盛を確認する。
(4)　波長合せの手順は次のとおりに行なう。 ①　スリット幅を選ぶ。 「４．測定条件の表３（原子吸光測定条件）を参照。」 ②　ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押す。 ③　ビームアジャスターレバーの位置を０°にする。 ④　ＷＡＶＥＬＥＮＧＴＨつまみにより波長カウンターの表示を分析しようとする元素の分析線の波長（表３）に合わせる。	このようにして合わせた波長カウンターの表示と，表３に記載されている波長とは最大 0.5nmの差異がある。 (4)　表示メータの針が０側に振り切ってしまった場合は，GAINつまみを時計方向（数字の大きくなる方向）に回す。 ランプは点灯しておくと，発光部が熱くなる。発光部からはなれた場所を待ち回転するよう注意する。

操　　作	備　　考
⑤ ＷＡＶＥＬＥＮＧＴＨつまみ（ＦＩＮＥ）を調節して，表示メータの針が最も０側に向って振れる位置にする。	
(5) ランプ位置を合わせる。操作方法は次のとおりにする。ランプをランプホルダーに装着したままで回転させ，表示メータの針が最も０側に向って振れる位置にする。	(5) ランプの個々の差を調節する。
(6) バーナの位置合せの方法は次のとおり行なう。 ① バーナ位置調整用衝立をバーナヘッドのほぼ中央部に載せる。 ② 表示メータの針が最も０側に向って振れる位置にＨＯＲＩＺＯＮＴＡＬつまみを調節する。	
(7) 圧縮空気（４～５kg／㎠）を供給する。 コンプレッサを始動させ，一定圧になるまで待つ。	
(8) アセチレンガスボンベの元栓を開け，２次圧を0.8 kg／㎠に設定する。	
(9) ガス警報器をセットする。（ＳＥＴボタンを押すとセットされ，パイロットランプが点灯してセット状態であることが表示される。）	(9) ガス警報器に通電させていなかった場合は通電開始後，約30秒間，ブザーが鳴る。鳴り終ってからＳＥＴボタンを押す。
(10) バーナ冷却水を通水する。	(10) 冷却水の流量は 0.2ℓ／min 前後が適しており，多すぎるとバーナ火口に水滴が凝縮してフレームの一部が欠けて，感度が低下したりノイズが大きくなる。 フレームを点火する直前に通水を開始する。
(11) フレーム点火の手順は次のとおり行なう。 ① ＩＧＮＩＴＥボタンを押してパイロットフレームを点火し，ただちにＦＵＥＬスイッチをＯＮにする。 ② メインフレームが点火したらＩＧＮＩＴＥボ ③ メインフレームが点火したらＩＧＮＩＴＥボタンを離す。	(11) 空気の圧力が 1.6kg／㎠になり空気が流れているのを確かめてから点火する。 (11)の操作をしてもフレームが点火しないときは，１～２秒で止めFUELスイッチをCLOSE に戻す。その後，しばらくしてから，(11)の操作をもう一度行なう。

操　　作	備　　考
⑿ フレームを点火したままで約10分間待ってバーナヘッドの温度が一定になまで待つ。この間，蒸留水を噴霧させておくと，バーナ内部の洗浄になる。	
3）基本的な測定 バックグラウンド補正を行なわない通常の測定操作について述べる。	
⑴ 重水素ランプは必要ないので装着されていないことを確かめる。また，各調節部は表１の状態にしておき，ランプモードスイッチをＳＩＮＧＬＥ側にする。	
⑵ ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押し，表示メータの指示値が50～80目盛になるようにＧＡＩＮつまみを調節する。（エネルギー合せ）	
⑶ 〔ＡＡ〕ボタンを押したのち，ブランク液を噴霧燃焼させておき，ＺＥＲＯボタンを押す。（ゼロ合せ）	
⑷ 吸収値が50目盛程度になる試料を噴霧燃焼させておき，バーナ高さ，および燃料の流量をいろいろと変えて最適の測定条件をさがす。（測定条件の決定）	
⑸ ＲＥＳＰＯＮＳＥつまみは２の位置を標準としノイズが大きい場合はさらに大きな数値にする。（応答速度の決定）	
⑹ 濃度の異なる標準液３～５種類について測定し検量線を作成する。（検量線の作成）	
⑺ 試料を噴霧燃焼させ，吸収を読み取って検量線，から濃度を読み取る。（試料の測定）	⑺ 前に測定した試料によるコンタミネーションを防ぐため，試料と試料の間にブランク液を噴霧燃焼させる。

操　　作	備　　考
	(7) ブランク液を噴霧燃焼させたときの指示値がゼロから大きくずれた場合はＺＥＲＯボタンを押してゼロに戻す。 10～20試料測定する毎に標準液の１つを測定して感度をモニタする。 感度が大きく変った場合は再度測定条件を調べる。また波長がずれていることもある。
4）バックグラウンド吸収の補正 バーナを使用して測定する場合を記した。 グラファイトアトマイザの場合については3.6を参照する。なお，補正測定ができるのは分析線が 360nm以下の元素に限る。また，Ｂ．Ｇ．吸収の大きさは吸光度で1.0相当以下である。	
(1) 分析目的元素のホローカソードランプのほか重水素ランプが必要である。所定の場所にこれらが装着されていることを確かめる。また，各調節部は表１の状態にしておき，ランプモードスイッチをＢ.Ｋ.Ｇ.側にする。 (2) ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押したときの表示値とＣＨＥＣＫ〔D_2〕ボタンを押したときの表示値が０～100 目盛内に入るようにＧＡＩＮつまみを調節する。入らない場合はホローカソードランプの電流を調節する。（エネルギー合せ） (3) 以下の測定条件について設定する。 ① ゼロ合せを行なう。 ② 測定条件を決める。 ③ 応答速度を決める。 ④ 検量線を作成する。 ⑤ 試料を測定する。	(3) 設定条件については，「３）基本的な測定」を参照のこと。

操　　作	備　　考
5）終了操作 (1) 蒸留水（測定に用いた溶媒）を約5分間噴霧燃焼させ，バーナ内部を洗浄する。 (2) フレームを点火したまま，まずアセチレンボンベの元栓を閉める。こうしてホースおよびガス制御部内に残っているアセチレンを燃焼させる。 (3) フレームが消えたら，ＦＵＥＬスイッチをＣＬＯＳＥにし，ＦＵＥＬ　ＦＬＯＷつまみを反時計方向いっぱいに回す。 (4) 各調節部を表1の状態に戻したのち，ＰＯＷ－ＥＲスイッチをＯＦＦにする。 (5) バーナ冷却水を止める。 (6) コンプレッサーを止める。 (7) エアフィルタのドレンコックを開け，ホースの中などに残った空気といっしょにドレンを排出する。 (8) 有機溶媒試料を測定した場合は，このようにしてバーナ内部を洗浄しておかないとドレンホースが著しく早く劣化する。	(8) ドレンホースを強くつまみ，バーナボディに蒸留水を満たし，ドレンホースから指を離して蒸留水を流し出す。

操　　作	備　　考
6）グラファイトアトマイザを使用する場合の操作方法は次のとおりに行なう。 (1) バックグラウンド補正を行なう場合 ① 測定しようとする元素のホローカソードランプおよび重水素ランプを所定のランプソケットに差込む。 ② ホローカソードランプの放電流を設定する。 ③ スリットを選ぶ。 ④ ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押しておき，波長合わせを行なう。 ⑤ ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押しておき，ホローカソードランプを回転させ，表示メータの針が最も０側に向って振れる位置をさがす。 ⑥ ＣＨＥＣＫ〔D_2〕ボタンを押しておき，重水素ランプを回転してみて，表示メータの針が最も０側に向って振れる位置をさがす。 ⑦ 原子化部をバーナボディの首部に取付ける。 ⑧ ＣＨＥＣＫ〔D_2〕ボタンを押しておき，表示メータの針が最も０側に向って振れる位置に原子化部を設定する。 ⑨ 表示メータの針が最も０側に向って振れる位置にＳＬＩＴ　ＭＡＳＫを調節する。 (a) つまみ位置０でマスクは除かれた状態。 (b) つまみ位置５から９で動作状態にする。 (c) つまみ位置７でほぼ光軸位置になるので，この前後でつまみを調節する。 ⑩ ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押しておき，表示メータの針が最も０側に向って振れるようにビームアジャスタレバーを調整する。 ⑪ ＣＨＥＣＫ〔１，２〕ボタンを押した時の表示メータの指示値，およびＣＨＥＣＫ〔D_2〕ボタンを押したときの表示メータの指示値が両方とも０～100 目盛の間に入っていることを確かめるもし，入っていない場合はホローカソードランプの放電々流を調節する。	6）フレームレスアトマイザー取扱法を参照

操　　作	備　　考
⑫ 両方の表示メータの指示値のうち，0に近い方の表示メータの指示値が0～50になるようにＧＡＩＮつまみを調整する。 ⑬ グラファイトアトマイザの取扱説明書に従って測定を行なう。 (2) バックグラウンド補正を行なわない場合 ① 測定しようとする元素のホローカソードランプを点灯し，スリットを設定し，波長合わせ，ランプ位置合せを行なう。 ② 原子化部を装置し，位置合せを行なう。 ③ スリットマスクの位置を調整する。 ④ ＣＨＥＣＫ〔1，2〕ボタンを押したときの表示メータの指示値が50～80目盛になるようにＧＡＩＮつまみを調節する。 ⑤ グラファイトアトマイザの取扱説明書に従って測定を行う。	

4．測定条件

表3　原子吸光測定条件

ランプ名	元素名	波長〔nm〕	スリット	放電電流〔mA〕 通常使用	放電電流〔mA〕 最大許容	安定するまでに要する時間〔min〕	フレームの状態	×1の状態で10目ふれるに要する濃度〔ppm〕	備考
Cd	カドミウム	228.8	2	8	20	15	BLUE	0.1	(b)
Cr	クロム	357.9	3	8	20	15	YELLOW	0.4	(a)(c)
Cu	銅	324.8	3	8	20	15	BLUE	0.2	(c)
Fe	鉄	248.3	1	10	20	15	BLUE	0.2	
Mn	マンガン	279.5	2	8	20	15	BLUE	0.15	
Pb	鉛	283.3	2	8	20	15	BLUE	1.8	
Zn	亜鉛	213.8	2	10	20	15	BLUE	0.08	
D_2	重水素			20	30	5			
解説				Ⅱ			Ⅲ		Ⅳ

解　説

Ⅰ．ホローカソードランプの放電電流値及びウォーミングアップ時間は，使用するランプに表示された値を参照すること。

Ⅱ．通常使用電流を一応の目安とし，なるべく低い電流で使用する。低い電流で使用するほどランプの寿命は長くなる。

Ⅲ．空気流量（圧力）を一定にしておいてアセチレン流量（圧力）を加減して，最適条件を決める。

Ⅳ．備考欄の記号は次のような意味を持つ。

(a)　アセチレン流量によって検出感度が著しく変わる。

(b)　ランプの放電電流によって検出感度が著しく変わる。

(c)　バックグラウンドは補正測定の場合，重水素ランプは後位置（図2参照）に設定する。他の元素の場合は前位置でする。

5．ガス洩れ対処方

ガス洩れが認められた場合，次の2つの部分のうち，どちらから洩れているか確認する。

① 原子吸光光度計内部

② 原子吸光光度計に到る配管

1）原子吸光光度計に接続しているアセチレン用ワンタッチジョイントを抜き取る。

2）ワンタッチジョイントに最も近い圧力メータが 0.8kg／㎠になる様に調圧する。

3）圧力メータに最も近いストップバルブを閉じ（ボンベ側），ワンタッチジョイントとストップバルブで閉じられた空間内の時間変化を読みとる。

4）3分後の圧力低下が 0.025kg／㎠以下の場合，原子吸光光度計に到る配管は異常なし，従ってガス洩れは原子吸光光度計内部である。

5）3分後の圧力低下が 0.025kg／㎠以上の場合，配管中のガス洩れがある。

6）ガス洩れを発見した場合は，ゴムホース部であればゴムホースを交換する。その他修復できない個所は，原子吸光測定（フレーム法）を中止する。

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・271・32・ATOM・02 (1993)

フレームレスアトマイザー取扱い法
〔日立ＧＡ－２形〕

1．要　旨

本装置は，原子吸光光度法の一つであるフレームレス分析法を行う場合の付属装置で発熱部とそれを取り囲む水冷ケーシング，電極，温度センサーからなる原子化部，ならびにパワートランス，電流，ガス制御部等からなる，電源部で構成されている。
フレームレス法は，カーボングラファイト製のキューベットに金属塩液を注入し，高電流を通し発生したジュール熱で原子化を行い，各元素の吸光度を高感度に測定し定量する方法である。

2．仕　様

1）電源制御部　：定電流制御方式
2）電子化部　：均一加熱グラファイト炉方式
（密閉ケーシング）
3）シースガス　：アルゴンガス
4）シースガス流量　：２ℓ／min （調整範囲０～５ℓ／min ）

5）プログラム　：

ステージ ＼ 項目	時間（秒）	温度（℃）	モード
乾燥	～ 60	～ 300	STEP／RAMP
灰化	～120	～2800	STEP／RAMP
原子化	～ 30	～2800	STEP／RAMP

6）自動クリーニング　：３秒固定
7）記録モード　：４モード選択式
8）信号モード　：直示／ピークホールド
9）安全機構　：温度監視，ガス圧監視，冷却水水圧監視，電源異常監視
10）冷却水　：３ℓ／min 以上
11）消費電力　：100Ｖ，30Ａ（50／60Hz共通）
12）概寸　：原子化部 7.5cm（幅）×10cm（高さ）×16cm（奥行）
約１ｋｇ
電源部　52cm（幅）×33cm（高さ）×35cm（奥行）
約５５ｋｇ

3．安　　全

分析中は，高電流が流れるので取扱いに注意する。フレームアトマイザ部及び電源接続部に直接手を触れない様に注意をする。

4．操作方法

操　　作	備　　考
1）準備操作	
(1)　原子吸光光度を測定元素の最適条件に設定する。	(1)　応答速度はピーク測定なので最小にする。また，記録は，フルスケール ABS 0.5を標準とする。
(2)　アトマイザー原子化部内にキューベットを取り付ける。	(2)　キューベットは，カップ型とチューブ型があるので測定に合わせて，どちらかを専用治具で取り付ける。
(3)　原子化部内の光軸を合わせる。	
(4)　配管配線を調べ次の確認を行なった後パワースイッチをＯＮにする。 ①　プログラムの各設定は，反時計方向にいっぱいになっていること。 ②　冷却水を通水する。 ③　シースガス（アルゴン）を２ℓ／min で供給する。	(4)　②　アラームが鳴らない様に通水する。 ③　ガス圧が 2.0kg／cm²以下だとアラームが鳴る。鳴った場合は元圧 2.0kg／cm²以上にする。
(5)　ブースタボタンを10秒間隔で約５秒間押して，キューベットの不純物を除去する。 アラームランプ点灯時は，ブースタボタンを押さないこと。 （新しいキューベットの場合は最低３回，通常の測定開始時は最低２回繰り返す。）	(5)　ブースタボタンは10秒以上連続して押さないこと。 アラームランプが点灯する場合は，冷却水の流量をチェックする。 ブースタボタンを押した後，約30秒間「 START／STOP」ランプが点灯しているが，これはキューベットの冷却待時間を示しているので，消えてから試料を注入する。

操　　作	備　　考
(6) 乾燥，灰化，原子化のプログラム（温度と時間ステップモード又はランプモード）を設定する。	(6) ＧＡ－２形は電流表示のため電流と原子化温度を図１より求め，原子化温度を設定する。 乾燥，灰化，原子化の順に温度が高くなる様に設定する。
(7) 記録モード，信号モードを設定する。	
２）測定操作	
(1) 測定試料をマイクロピペットに取り，原子化部のカバーをはずしキューベットに注入する。	(1) 注入量の目安は，カップ型は20μℓ，チューブ型は10μℓとする。 注入時，ピペットの先端部を他に触れない様に行う。 注入の仕方によって再現性が変化するので慎重に行う。
(2) 原子化部のカバーをする。	(2) キューベットの劣化を防ぐため必ず行う。
(3) ＳＴＡＲＴ／ＳＴＯＰボタンを押す。乾燥，灰化，原子化が順に行われる。	(3) プログラム終了後，冷却時間がＳＴＡＲＴ／ＳＴＯＰランプにより表示される。この時間は原子化温度によって変化する。
(4) ＳＴＡＲＴ／ＳＴＯＰランプが消えたら次の試料をマイクロピペットで注入する。以下スタンダード及び測定試料を上記操作で測定する。	
３）停止操作	
(1) プログラムの各設定つまみを反時計方向いっぱいに回す。	
(2) パワースイッチをＯＦＦにする。	
(3) 冷却水を止めシースガス（アルゴンガス）の元栓を閉じる。	
(4) 原子吸光光度計の電源をＯＦＦにする。	

操　　作	備　　考
4）その他 (1) 元素の最適条件は，まえもって確認しておく。 (2) 必要以上に時間をかけると元素によっては，気化損失による分析誤差を招く。 (3) グラファイトキューベット及びロッドを原子化部にセットする場合は接触不良を起こさない様注意する。 (4) キューベットは消耗品で再現性がなくなったら交換する。 (5) 原子化部の内部が汚れた場合は，アルコールをガーゼに浸し汚れをふきとる。	(4) 交換したキューベットは標準試料を使用し，ピーク高さを確認する。

エレメント	波　長（nm）	温　度（℃）	電　流（A）	検出限界絶対量（g×10^{-12}）	検出限界濃度（μg／ℓ）
Ag	328.1	2600	260	0.4	0.04
Aℓ	309.2	2800	310	1.0	1
As	193.7	2800	310	50	5
Au	242.8	2700	280	10	1
Ba	553.6	2800	310	70	7
Be	234.6	2600	260	5	0.5
Bi	306.7	2600	260	10	1
Ca	422.7	2800	310	20	2
Cd	228.8	2000	170	0.2	0.02
Co	240.7	2700	280	20	2
Cr	357.9	2800	310	1.5	1.5
Cu	324.7	2700	280	5	0.5
Fe	248.3	2800	310	5	0.5
In	304.0	2600	260	50	5
K	766.5	2400	220	2	0.2
Li	670.8	2400	220	10	1
Mg	285.2	2400	220	1	0.1
Mn	279.5	2600	260	2	0.2
Mo	313.3	2800	310	200	20
Na	589.0	2400	220	5	0.5
Ni	232.0	2800	310	20	2
Pb	283.3	2400	220	5	0.5
Sb	217.6	2600	260	50	5
Se	196.0	2500	240	100	10
Si	251.6	2800	310	300	30
Sn	224.6	2800	310	200	20
Sr	460.7	2600	260	10	1
Ti	365.4	2800	310	2000	200
V	318.4	2800	310	200	20
Zn	213.8	2200	200	0.5	0.05

表1　各元素の原子化温度

試料量　10μℓ，原子吸光光度計（170－10型）にて測定した。

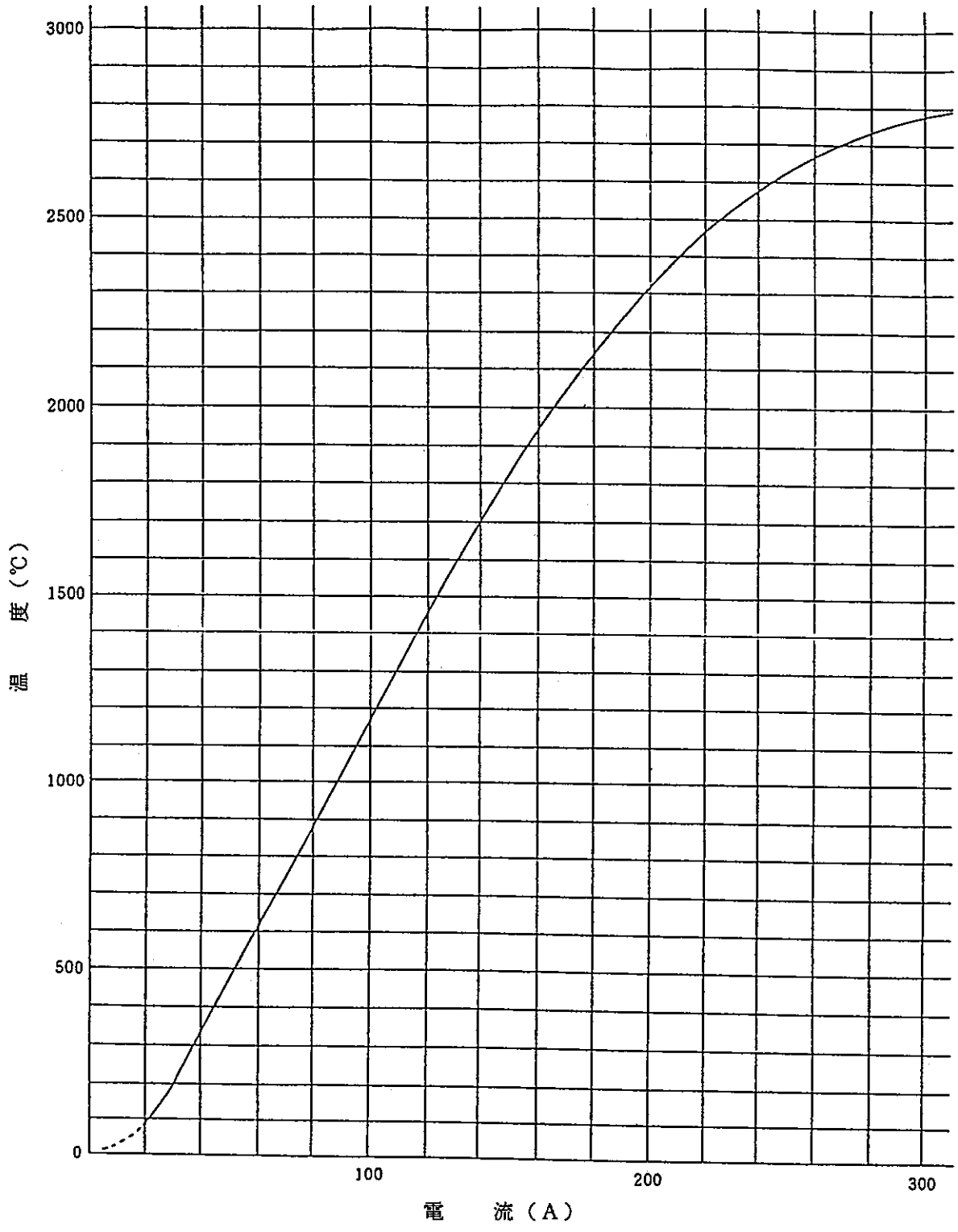


図１　原子化電流と炉温度との関係（チューブ型キューベット）

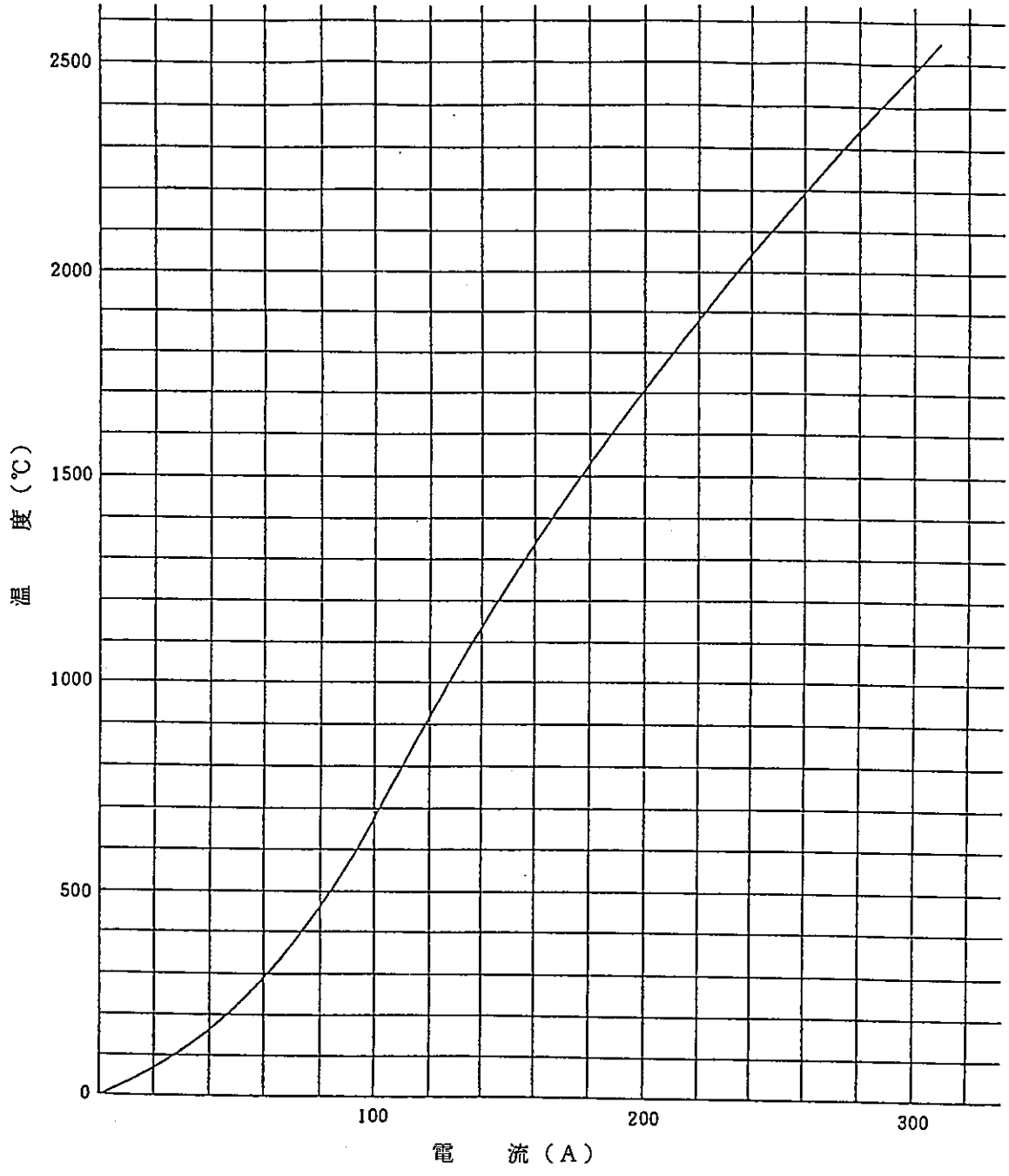


図２　原子化電流と炉温度との関係（カップ型キューベット）

注１）カップ型キューベットで測定可能な元素は次の通りである。
Be, Bi, Cd, Co, Cu, K, Li, Mg, Mn, Na, Pb, Sb, Se, Sr, Zn

注２）各元素の原子化温度は，表１を参考にする。
原子化温度が2,500℃以上の元素については，最大電流値にセットする。

第V編　安　　全

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

第Ⅴ編　安全

目次

分析作業の一般安全　40･102･　･　　･01(1993)　安－1

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

40・・・・01 (1993)

分析作業の一般安全

目　次

頁

1．化学薬品とその取扱い …… (1/43)
1．1　化学薬品を取扱う前に …… (1/43)
1．2　清潔，整頓，分類 …… (1/43)
1．3　準備，器材，身仕度 …… (1/43)
1．4　指導者の注意を守れ，無理は事故のもと …… (1/43)
1．5　作業は複数で行い危険の性質と程度を知れ …… (2/43)
1．6　分析に使用する主な薬品の性質および取扱法 …… (2/43)
1．6.1　分析に使用する主な酸及びアルカリの性質及び取扱い …… (2/43)
1．6.2　分析に使用する主な酸、アルカリの性質 …… (3/43)
表－1　分析に使用する主な薬品の性質及び取扱い …… (13/43)
1．7　主な消火剤 …… (19/43)
1．8　応急手当 …… (20/43)
表－2　応急手当の方法 …… (20/43)

2．危険物質 …… (21/43)
2．1　危険物質の分類 …… (21/43)
表－3　消防法に基づく危険物の分類とその性質 …… (22/43)
表－4　薬品の危険性区分 …… (23/43)
2．2　発火性物質 …… (23/43)
2．3　引火性物質 …… (24/43)
2．4　可燃性物質 …… (24/43)
2．5　爆発性物質 …… (25/43)
2．6　酸化性物質 …… (25/43)
2．7　禁水性物質 …… (26/43)
2．8　強酸性物質 …… (26/43)
2．9　腐食性物質 …… (26/43)
2．10　有毒性物質 …… (26/43)
2．11　有害性物質 …… (27/43)
2．12　放射性物質 …… (27/43)

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・・・・01 (1993)

3．有害物質の作用 …… (28/43)
表－5　空気中の有害物質の性状 …… (28/43)
3．1　有害物質による人体への影響 …… (29/43)
3．2　無機物のガス，蒸気による中毒 …… (30/43)
3．3　有機溶剤中毒 …… (31/43)
表－6　有機溶媒とその毒性 …… (31/43)
3．4　皮膚障害 …… (35/43)
3．5　その他の障害 …… (35/43)
表－7　有害ガス・蒸気の気中濃度と症状との関係 …… (35/43)

4．高圧ガス …… (36/43)
4．1　高圧ガス容器に充てんされた高圧ガス …… (36/43)
4．2　高圧ガス容器の取扱い …… (36/43)
表－8　高圧ガスボンベの塗色 …… (37/43)
4．3　各　論 …… (39/43)

5．参考文献 …… (43/43)

6．その他（表）
表－9　有機溶剤の発火，爆発，危険性
表－10　可燃性，引火性物質の危険性
表－11　爆発性物質と混合危険
表－12　事故例からみた代表的な混合発火の組合せ
表－13　混触危険性物質
表－14　高圧ガスの諸性質

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・・・・01 (1993)

1．化学薬品とその取扱い

1.1 化学薬品を取扱う前に

化学薬品を取扱う仕事にはいくつかの異なる性質の仕事がある。1つは分析などのように通常の業務が「化学実験」に近いもので，これはめったに大量の化学薬品は使わないが，きわめて多種類の薬品を使うことが多い。これらの使用方法の差により，注意すべき点も異なってくるが，一般的に見て，薬品を取扱う共通の態度，方法などを記する。

1.2 清潔，整頓，分類

先に述べた分析業務のような化学実験に近い仕事の場合はもちろんのこと，その仕事の行われる場所，特に実験台上，ドラフト内，を清潔かつ整頓された状態に保つことが重要である。使用する機器，器具，薬品など扱う物をきちんと分類し整理しておくことである。「整理・整頓」という言い古されたこのことこそ，よい実験結果（あるいは成果）と思考を生むことになり，いざというときに危険を最小に留める最大の防衛となるのである。

清潔な整頓された実験台上であれば，種々の工程から生まれた大切なサンプルを万一こぼしても楽に回収できるのである。一般に，可燃性の有機溶媒類や爆発性発火性物質などは必要な量以外は実験台（仕事場）においてはならない。

1.3 準備，器材，身仕度

これから行おうとする仕事の意味（目的および方法）をよく理解し，必要な資材をすべて注意深く点検しながら整えておくことがすべての化学薬品を扱う仕事において必要である。さらに，その仕事に適した身仕度（管理区域，ピット内，高所，足場などに対して最適なように）をしてかからねばならない。使う化学薬品については特に注意せよ。化学薬品の容器にはってあるレッテルを無条件に信用して確かめもせずにいきなり使うことは危険である。勘違いしたり，ぼんやりして，違う薬品をうっかり使ったら，ときには大事故となる。使用量を間違えないようにする。これはすべて化学薬品を扱う仕事の成功と安全のための常識である。万一の場合に備えて，保護眼鏡や保護手袋をつけたりすることも場合により必要なことである。

1.4 指導者の注意を守れ，無理は事故のもと

新人職員はもちろんのことその仕事になれない人は，たとえ昔からの職員でも初心者である。初心者は指導者の示す注意を絶対に守る必要がある。そこには，それとわからぬ場合にも危険に対する配慮がなされていることが多い。自分勝手な判断で余計なことやいたずらをすると思わぬ失敗をすることがある。指導者は安全を守る保護者でもある。また，実験者（実施者）は，自分の実験（行動）に対する責任があることをはっきり自覚しなければならない。

化学薬品を扱う仕事では，十分慣れないうちは思考力，注意力，体力を思わぬほど消耗する。疲れていたり，心が動揺していたりすると，平常な場合なら難なくできることを，ついぼんやりと失敗し事故となるケースが多い。さわやかな状態で仕事にのぞみたい。それには

自らの健康を自分で管理することである。そして，あせらず，遅れず，確実に行うことが，化学薬品を扱う仕事に要求される重要な点である。

1.5　作業は複数で行い危険の性質と程度を知れ

すくなくとも初歩のうちは一人で化学実験や薬品を扱う仕事は危険である。ことに夜間，居残って1人でやるのは最も危険である。とかく，事故のおこったときは，おこした本人はたいていぼかんとしていて，周囲の人たちが応急処置をする場合が多い。小さい事故でもあわててより大きい事故をまねくこともある。

化学薬品による中毒や，けがや火に包まれてしまったら，そのまま1人で天国行きとなってしまう。

また，その実験や仕事に伴う危険性や使う薬品の危険度などもあらかじめ知っておくことが必要である。これは，化学の常識なのである。そして，自分の現在の環境で事故をおこさないために，万一おこってしまったらどの程度のことができるかを心得ておき，工夫しておくことが大事である。

事故がおこってもあわてないこと，他人の協力を頼むこと，自分も協力することが最も大切である。

1.6　分析に使用する主な薬品の性質及び取扱い

1.6.1 分析に使用する主な酸，アルカリの性質及び取扱い

分析に使用する薬品の危険性や取扱い方法などについて表－1に示す。

1.6.2 分析に使用する主な酸，アルカリの性質

1）硝　　酸

〔英 nitric acid　独 Salpetersäure〕HNO_3 の化学式で表わされる純物質またはその水溶液，普通は後者をさす。〔1〕HNO_3 ＝63.0

(1)構　造：　平面構造で分子内に水素結合を有する。

(2)性　質：　無色の液体，吸湿性強く，発煙性が激しい。光に当たると一部分解する。

融点 -42 ℃，沸点86℃（一部水と五酸化二窒素とに分解する。），比重（室温）1.50 〔2〕硝酸水溶液　工業薬品としては次表の規格がある。融点 -0.9222℃，(0.266M)，-8.659 ℃(2.209M)．69.8%硝酸（比重＝1.42）は共沸混合物で最高沸騰 123℃，強酸，酸としての強さは4Mで塩酸，臭化水素酸，過塩素酸よりも

名　　称	比重（d_4^{15}）	硝　酸　分	亜硝酸分	強熱残分
98%硝酸	1.50　以上	98.0 %以上	0.70 %以上	0.02 %以上
62%硝酸	1.38　以上	62.0 %以上	0.30 %以上	0.02 %以上
50%硝酸	1.31　以上	50.0 %以上	0.30 %以上	0.02 %以上

弱い（糖転化作用に関して），$mHNO_3 \cdot H_2O$（m＝1，3，8），$HNO_3 \cdot 2H_2O$などの水化物が存在するとされている。濃厚溶液は加熱により分解して一酸化窒素，酸素などを生ずる。希薄溶液は日光によってもほとんど分解しない。70～90%水溶液は0℃，暗所では分解しない。濃厚溶液は酸化力が強い。標準酸化電位 $NO + 2H_2O = NO_3^- + 4H^+ + 4e - 0.96V$．イオウ，リンを酸化して硫酸，リン酸を生ずる。多くの金属を溶かして硝酸塩溶液をつくるが，ある主の金属（FeCr，Aℓ，Ca）は濃硝酸と不働態をつくって侵されず希硝酸に溶ける。ヒ素，スズ，アンチモン，モリブデン，バナジウムは不溶性酸化物をつくる。金，白金，イリジウムとは反応しない。有機物をニトロ化する。

(3)用　途：　分析試薬　①試料の溶解，有機物の湿式灰化処理などにおもに用いられる。
②ストロンチウムの分離用試薬：80%硝酸によって硝酸ストロンチウムを沈殿させ，カルシウムから分離する。

(4)危険性：　皮膚，口，食道，胃などを侵す。吸入すると気管を侵し，肺炎症状を呈する。大気中の許容限界10ppm.

(5)取扱い及び応急処置：

金属と接触している場合は，可燃性ガス（水素）の発生が考えられるので火気は厳禁。硝酸から発生する窒素酸化物は、有毒なため場合によっては呼吸保護具を使用する。

吸入した場合，新鮮な場所へ移し，保温と安静に努める。飲み下した場合，牛乳等を飲ませ吐かせる。眼，皮膚に付着した場合は，水で十分に洗い流す。また，医師の診断を受ける。

2）塩　酸

塩化水素酸〔英 hydrochloric acid　独 Salzsäure, Chlorwasserstoffsäure〕塩化水素の水溶液をいう。濃塩酸は35%以上でその規格（ＪＩＳ　Ｋ　1310－$_{1951}$）を下表に示す。

	1　号	2　号	3　号
ＨＣℓ	＞37%	＞36%	＞35%
Ｆｅ	＜0.0005%	＜0.002 %	
強熱残分	＜0.005 %	＜0.01　%	

(1)性　質：　濃厚なものは湿った空気中で著しく発煙する刺激臭のある無色の溶液，一塩基強酸工業用塩酸は塩化鉄（Ⅲ）などを含有するため黄色を呈す。市販品は37.2%の塩化水素を含む。比重1.19，定沸点 108.584℃で共沸混合物（20.222wt%ＨＣℓ）を与える。濃度Ｃ（%）と比重ｄとの関係は，Ｃ＝200(ｄ－１）で表わされる。

電離度１Ｎ－ＨＣℓ79.0%（18℃）；0.1Ｎ－ＨＣℓ92.6%（18℃）非金属とはあまり作用せず多くの金属を常温で溶解して水素を発生する。銅，鉄，ニッケル，コバルトなどとは加熱すれば反応し，ニオブ，タンタル，バナジウム，金，銀，白金族金属などはほとんど反応しない。金属の酸化物は一般に塩酸により塩化物となる。塩酸は過酸化物，重クロム酸塩，ペルオクソ二硫酸塩，過マンガ酸塩によって酸化されて塩素を発生し，炭化物，ホウ化物，ケイ化物などは塩酸によって塩化物となる。

(2)用　途：　試　　薬

(3)危険性：　濃塩酸は劇薬，腐食生が強いので濃厚な塩酸を長く皮膚にふれさせると炎症をおこす。

4)取扱い及び応急処置

：　容器は丁寧に取り扱い，衝撃による損傷を防ぐ，酸化性物質から放し，冷所，換気のよい場所に保管する。使用の時は，ゴム手袋を着用する。

皮膚，眼に付着した場合は，大量の水で洗い流す。飲み込んだ時は，5%炭酸ソーダ水で胃を洗浄する。医師の診断を受ける。

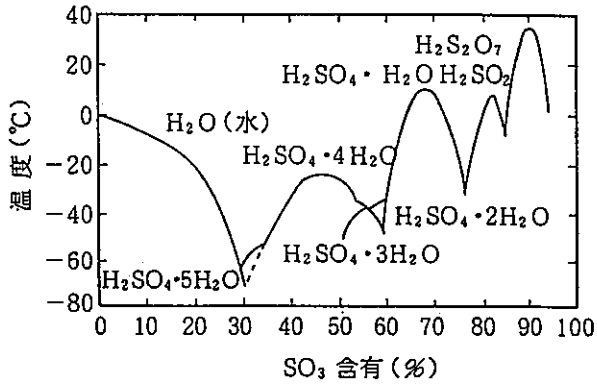
消火には，水を用いる。

3） 硫　　酸

〔英 sulfuric acid 独 Schwefelsäure〕 H_2SO_4なる化学式で表わされる純物質またはその水溶液をいう。通常は後者をさす。前者にさらに三酸化イオウを溶かし込んだものは発煙硫酸と呼ぶ。また通常水溶液において，厳密な区分ではないが約90％以上の濃度のものを濃硫酸と呼び，これに対してずっと低い濃度のものをおおざっぱに希硫酸と呼んでいる。市販の濃硫酸は，濃度96％，比重1.84，35.9Nのものが最も普通である。また工業用硫酸と区別するため普通の試薬特級，一級程度の硫酸を純硫酸ということもある。

(1)性　質： 100 ％硫酸は無色粘ちょうな油状液体，融点10.49°．d_4^{18}1.834.熱とすると290°で三酸化イオウを発生して分解しはじめ，317℃で共沸混合物となり，組成98.54％の水溶液となる。 100％硫酸に三酸化イオウを溶かしてつくったいわゆる発煙硫酸を冷却するとピロ硫酸$H_2S_2O_7$ の結晶が得られるが，同様に少量の水の存在で冷却すると一水化物$H_2SO_4 \cdot H_2O$（融点8.62℃，沸点 290℃，d_4^{15}1.842），二水化物$H_2SO_4 \cdot 2H_2O$（融点－38.9℃，沸点167℃，d_4^{0}1.650），四水化物（融点－25℃）などが得られる（図参照），水に溶けて多量の熱を発生し，硫酸水溶液いわゆる硫酸となるが，これは強い二塩基酸であり，解離度は１Ｎで約51％， 0.1Nで約59％を示す。フッ素とは一部反応してペルオクソ二硫酸$H_2S_2O_8$ となり，フッ化水素酸と濃硫酸からはフルオロ硫酸HSO_3Fを生ずる。金属との反応は濃度，温度などによって異なるが，一般に希硫酸ではイオン化傾向の水素より大きいものと反応して水素を発生する。イオン化傾向の水素より低い銅，水銀などに対しても熱濃硫酸では反応して溶かし硫酸塩とする。一般に金属酸化物とは反応して硫酸塩となる。多くの有機化合物に対して付加，スルホン化，脱水，酸化などの反応を行なう。

d_4^{15}	Be	H_2SO_4 (%)
1.8385		99.31
1.8415		97.35
1.820	65.0 °	90.05
1.735	61.1 °	80.24
1.615	55.0 °	70.00
1.505	48.4 °	60.18
1.400	41.2 °	50.11
1.310	34.2 °	40.35
1.225	26.4 °	30.48
1.145	18.3 °	20.26
1.070	9.4 °	10.19



(2)用　途　分析用試薬（ＪＩＳ　Ｋ　8951－1981）。

(3)危険性：　強い酸化作用があり，有毒である。水との接触は激しく発熱する。燃焼により，硫化水素，二酸化イオウ等の有害ガスを発生する。可燃物との接すると発火する場合がある。過塩素酸との接すると火災や爆発の原因となる。

(4)取扱い及び応急処置

：　濃硫酸はきわめて強い脱水作用（強い発熱を伴う）およびそれに伴う腐食作用があるので皮膚その他に付着しないよう特に気をつける必要がある。皮膚についたときは大量の水で洗うか，大量の希アンモニア水で洗うとよい。希硫酸でも衣類についたまま放置しておくとぼろぼろになる。

濃厚な蒸気を多量に吸入すると肺組織が損傷を受け，意識を失うことがある。消火は，泡，粉末消火器，器具を用いて窒息消火する。

4）過塩素酸

〔英 perchloric acid　独 Überchloarsäure, Perchlorsäure〕 $HClO_4 = 100.5$

試薬　ＪＩＳ　Ｋ　8223

(1)性　質：　無水物：無色発煙性の流動しやすい液体，沸点 130℃／1atm（推定），不安定で放置すれば分解し，熱すれば爆発する。水化物：一水加物のほか５種の水化物が知られている。水溶液：無色無臭で酸性を呈し，塩素の酸素酸の中では最も強い酸である。65％溶液の d_4^{52} 1.59628.　定沸点 203℃（$HClO_4$ 72.4％）．50℃における粘度は $HClO_4 \cdot H_2O$ の組成にほぼ相当する濃度で極大を示す。$[ClO_4]^-$ は正四面体構造をもつ，希水溶液は安定で，光により分解せず，また冷時には還元剤も作用しない。濃厚水溶液は吸湿性で空気中で発煙する。

臭素とは反応せず，ヨウ素は酸化されてヨウ素酸となる。イオウとリンは濃酸と沸騰すれば反応する。セレンは冷時溶けて亜セレン酸となる。ひ素とアンチモンとは三酸化物となり，これは60～70％の熱い酸に溶け，過塩素酸塩として存在するが，溶液を沸騰するといずれも五酸化物となる。20％ぐらいの酸は冷時，たいていの金

属に作用して水素を発生する。クロムは60～70%の濃酸と熱しても侵されない。五酸化二リンは脱水作用を示し，ともに蒸留すれば無水物を生ずる。二酸化イオウ，硫化水素，塩化水素，ヨウ過水素によって還元されない。多くの金属酸化物は溶けて過塩素酸塩を生ずる。亜硝酸とは沸騰しても作用しないが，発煙硝酸により分解される。バナジウムとモリブデンの低級酸化物および酸性でチタン（Ⅲ）により還元される。硫酸鉄（Ⅱ）には還元されないが，次亜硫酸塩により還元される。70%以下の酸は有機化合物に作用しない。

(2)用　途：　①分析用試薬．ｉ）酸化剤：熱時強い酸化力を示すので，鉄鋼や合金鋼，合金鉄などの溶解処理，有機物の湿式灰化に用いられる。後者ではバナジウムが触媒として作用する。多くの場合，硝酸，硫酸などと組合わせて用いられ，特に有機物処理の場合には，有機物の大部分をあらかじめ硝酸で酸化しておくことがきわめてたいせつである。ii）カリウムの沈でん試薬：過塩素酸カリウムの溶解度は水中でも比，較的小さいが，ブチルアルコール一酢酸エチル中でさらに小さくなることを利用しナトリウム，アルカリ土類金属からカリウムを分離する。iii）ほとんどの溶媒中で最も強い酸として作用するので，塩素の非水滴定の際に酸の滴定剤としても最も広く用いられている。②タンパク質の分別沈でん剤。

(3)危険性：　吸入した場合は，鼻，のどなどの粘膜を侵す。皮膚に触れた場合は，激しい火傷を起こす。眼に混入した場合は，失明の危険がある。不純なものは特に分解しやすく爆発の危険があり，純水なものも長期の保存はむずかしい。紙，木，木炭などに触れたり，アルコール，エーテル，ベンゼンなどと熱すると爆発する。過塩素酸は決して熱源に近い場所に貯えてはならない。火災のときには，過塩素酸の爆発をひき起こす事が大である。

(4)取扱い及び応急処置

：　取扱いは，ゴム手袋，防護メガネ等を着用する。飲み下した場合は，直にぬる湯を飲ませ吐き出させる。ガスを吸入した場合は，新鮮な空気を当てる。
皮膚に付着した場合は，大量の水で十分に洗い流し，眼は直ちに大量の水で15分以上洗い流す。

5）ふっ化水素酸

ＨＦの化学式で表わし水溶液はふっ化水素酸，ふっ酸という。

(1)性　質：　ふっ化水素は無色の気体でその水溶液は無色の液体で刺激臭および発煙性がある。比重は0.99，蒸気密度は0.7，沸点は19.4℃である。通常50～55%水溶液として特殊ドラムかんやタンクローリーで運ばれている。なお，55%水溶液は，比重 1.2，沸点 106℃である。

(2)用　途：　冷媒（フロンガス）の製造，ガラスの彫刻，電球のつや消し，殺菌剤，めっき，ふっ化物の製造原料，金属の洗浄（酸洗い），発酵の抑制，黒鉛の灰分除去，鋳造物や溶接面の洗浄などに用いられる。

(3)危険性： 目，鼻，のどを強く刺激する。ガスを吸入すると，肺水腫，気管支肺炎をおこす。液が接触すると，目・皮膚に障害を与える。（痛みが激しく薬傷を伴う。）

なお，薄い水溶液（１／２％）が接触した場合，直ちに痛まないが，数時間後に障害が現れる。抑制濃度２mg／m³または３ppm 容器は密栓し，なるべく通風のよい冷暗所に保管する。反応装置は，減圧密閉式とし，排気は吸収装置（水，アルカリ液など）で洗浄する。

(4)取扱い及び応急処置

： タンク・配管などを修理する場合は，完全にガスを排出したのちに行う。
ガスを発散する作業場所には，局所排気装置を設ける。
作業場所のなるべく近くに，シャワーおよび洗浄用水道線を設けておく。作業衣は，たびたび洗たくする。漏えいした場合は，保護具を着用し，ソーダ灰または石灰で中和したのち水洗いする。皮膚に付いた場合は，シャワーまたは大量の流水で洗い医師の処置を受ける。目に入った場合は，流水で15分間以上洗い，眼科医の処置を受ける。

蒸気を吸入した場合は，安静を保ち，医師の診察を受ける。

６）過酸化水素

〔英 hydrogen peroxide 独 Wasserstoffperoxyd〕通常水溶液（過酸化水素水）の形で７局Ｉ収載名オキシドールとして市販される。普通３％水溶液，30～35％のものは強力オキシドールといわれる。H_2O_2＝34.0

(1)性 質： 無水物は無色，不安定の油状の液体，融点0.89℃，沸点69.7℃（28mmHg).電離定数1.5 $\times 10^{-12}$（20°）で水溶液中ごく微弱な二塩基性酸として解離し，Na_2O_2 と$NaHO_2$ との２種の塩が存在する。溶解度 水と自由に混合する：エーテルに易容：エタノールに可溶ベンゼン，石油エーテルに不溶，不安定で$2H_2O_2 = 2H_2O + O_2 + 46.2kcal$のように分解しやすい。白金，パラジウム，金銀のような金属のコロイド，酸化マンガン（iv）や酸化コバルト（Ⅲ）のような金属酸化物のほかアルカリ，粗雑な固体表面，じんあいなどが触媒となり激しく爆発する。水溶液もまた不安定で，上記触媒のほか，重金属塩（特にアルカリ性において）により接触的に分解される。他方酸性ではかなり安定化され，リン酸，尿酸，馬尿酸，バルピタール，アセトアニリドなどは負触媒となる。市販のオキシドールにはこれら物質を安定剤として含ませてある。希薄溶液はカタラーゼによりすみやかに分解される。過酸化水素は強力な酸化剤として働く一方，還元剤としても働く，特に酸素を失いやすい重金属酸化物を金属に還元する。

$H_2O_2 + 2H^+ + 2e \rightarrow 2H_2O \quad E_0 1.77V$

（プロトン受容体となる場合）

$H_2O_2 \rightarrow O_2 + 2H^+ + 2e \quad E_0 - 0.68V$

（プロトン供与体となる場合）

たとえば酸性でフェロシアン化カリウムはフェリシアン化カリウムに酸化されるが，アルカリ性ではフェリシアン化カリウムがフェロシアン化カリウムに還元される。また弱アルカリ性でヘミンの存在下ルミノールの酸化発光が見られる。尿素と結晶性付加化合物$CO(NH_2)_2 \cdot H_2O_2$をつくる。これは約35%の過酸化水素を含み，固形過酸化水素（商品名，Perhydrit またはHyperol)として利用される。

⑵用　途：　過酸化水素水が分析用試薬として用いられる。：酸性で鉄（Ⅱ），スズ（Ⅱ）などの酸化剤，アルカリ性マンガン（Ⅱ）のⅡ酸化マンガンへの酸化剤として，また酸性で二酸化マンガン，二酸化鉛などの還元剤として用いられる。余剰を煮沸によって容易に除ける利点がある。

⑶危険性：　有機物との接触をさけ，温度の上昇，動揺をさける。特に濃度の高いものは爆発をするから注意を要する。皮膚，眼に付着した場合，激しい痛みを伴い薬傷を起こす。眼は，視力の低下，失明の恐れがある。

⑷取扱い及び応急処置

：　皮膚，眼への付着は，水で十分に洗い流す。医師の診断を受ける。火災時は，水だけを使用し，他の消火器は，使用しない。

7）アンモニア水

〔aqueous ammonia, ammonia water　独 Ammoniakwasser〕アンモニアの水溶液，本邦の市販濃アンモニア水は28%，局方品は10%のアンモニアを含む。

⑴製　法：　アンモニアを水に溶かす，10℃で約 670容のアンモニアが水に溶け（重量で水の約半量）この際著しい発熱を伴うから，冷却しつつ行う必要がある。

⑵性　質：　アンモニア臭と刺激性の味をもつ無色透明の液体，アルカリ性を呈する。強アルカリが共存するとアンモニア気体の水に対する溶解度は著しく減少する。密度は重水より小さく，濃度の増大とともに減少する。d_{15}^{15}0.960($NH_3$9.91%），0.926（19.87%），0.898（30.37%）。

⑶用　途：　① 試薬（沈でん剤，pH緩衝剤など）として重要。② 医薬品：7局Ⅰ 外用薬として局所刺激剤，興奮剤，制酸剤，中和剤。

⑷危険性：　アンモニアが揮散し，また空気中から二酸化炭素そのほかの酸性蒸気を吸収するからゴム，プラスチック，ガラスなどのせんで密せん保存する。温度上昇とともにアンモニアの分圧が著しく増大して爆発することがあるから，冷所（30° 以下）におくこと。また強アルカリ性であるので，皮膚粘膜をはげしく腐食する。アンモニアガスは 5,000～10,000ppm で数分間で致命的となる。

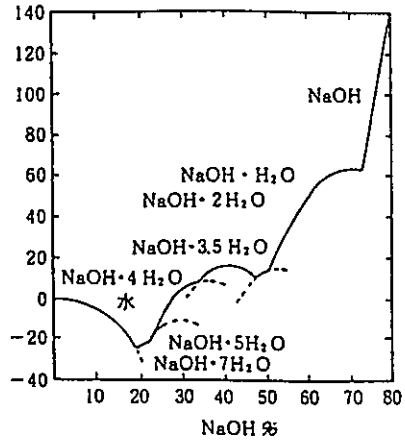
5)取扱い及び応急処置

火気厳禁とする。付着した衣類や靴を脱がせ，付着部分を水で十分に洗い流す。吸入した場合は，新鮮な場所へ移し衣服をゆるめ，毛布等でくるみ保温する。

8）水酸化ナトリウム

〔英 sodium hydroxide 独 Natriumhydroxyd〕ＮａＯＨ＝40.0 苛性ソーダ（英 castic soda）ともいう。

(1)性　質：　白色の固体で常温では斜方晶系，高温の等軸晶系β型との転移温度は 299.6℃，完全に無水のものは融点 328℃であるが，実際は水と炭酸塩を含むから融点 318.4℃，沸点1390℃，比重 2.130，融解熱1.70kcal／mol，潮解性で水に溶けやすく，その際に多量の熱を出す。溶解熱は水200 mol に対し10.10kcal/mol（18 ℃）水溶液は強アルカリ性，溶解度水０℃，42ｇ／ 100ｇ：10０℃， 347ｇ／ 100ｇ：エタノール，グリセリンに易溶：エーテル，アセトン，液体アンモニアに不溶，空気中で水分および二酸化物に分解できない。融解塩は金および白金を侵し，ケイ酸塩を溶解するので，溶解水酸化ナトリウムの処理には銀またはニッケル性のるつぼを用いる。濃厚水溶液はケイ素と反応してケイ酸ナトリウムおよび水素を生ずる。水溶液は強アルカリ性で，１，２，３，3.5，４，５および７水塩が存在し，それらの溶解度曲線は図に示すとおりである。水溶液はアンモニウム塩に作用してアンモニアを遊離させ，また多くの金属塩の水溶液から水酸物を沈でんさせる。しかしＰｂ，Ｓｂ，Ｓｎ，Ａℓ，ＣｒおよびＺｎの水酸化物は両性なので，水酸化ナトリウムをさらに過剰に加えるとふたたび溶解する。ケイ酸塩，リン酸塩，硫酸塩とともに溶解すると水溶液性のナトリウム塩を生ずるので，分析上アルカリ溶解* として不溶性の塩の溶解にしばしば用いられる。一酸化炭素と反応してギ酸ナトリウムを生じ，油脂をけん化* して脂肪酸ナトリウムおよびグリセリンを生ずる。タンパク質，セルロートスなどの有機物を分解する作用が強い。



(2)用　途：　分析試薬，乾燥剤，二酸化炭素吸収剤として用いられる。

(3)危険性：　劇薬，中毒の場合は多量の水または酢を服用，植物油，生卵の飲用もよい。蛋白を溶解する性質がきわめて強いので，皮膚にふれるとはげしく腐食し，粘膜に対してはその作用がきわめてはげしい。皮膚にふれると水で洗っても容易にとれないので，この場合５～10％の硫酸マグネシウム溶液で洗浄すればよい。目にはいった場合は多量のホウ酸水で洗う。

(4)取扱い及び応急処置

一時に多量を溶かすと溶解熱のため沸騰し，液が飛散することもあるので，少量づつ溶かす。

皮膚にふれると水で洗っても容易にとれないので，この場合５～10％の硫酸マグネシウム溶液で洗浄すればよい。目にはいった場合は多量のホウ酸水で洗う。

9）炭酸ナトリウム

〔英 sodium carbonate 独 Natriumcarbonat〕Na_2CO_3＝106.0 炭酸ソーダまたはソーダと俗に呼ばれ無水塩はソーダ灰*，十水塩は洗たくソーダ，結晶ソーダとも呼ばれる。化学工業上最も重要な製品の一つである。

(1)精　製：　一般に工業塩には微量のＣｌ，Ｆｅ，SiO_2 が含まれるので，水溶液を加温して二酸化炭素を通じ，純水な炭酸水素ナトリウムをつくってから，これを白金ざらまたは上質磁性ざらの中で加熱分解して無水塩とする。

(2)性　質：　無水塩は白色の粉末で吸湿性があり，融点 851℃，比重 2.533，溶解度水 0 ℃，7.1 ｇ／ 100ｇ；104℃，48.5ｇ／ 100ｇ，エタノール，エーテルに不溶，十，七および一水塩がある。水溶液より 32.08℃以下で結晶させると十水塩を，32.08 ～ 35.27 ℃では七水塩を，35.27℃以上では一水塩を析出する。一水塩は白色，斜方晶系結晶，潮解性，比重1.55，100℃以上で結晶水を失う。溶解度水40℃，48.9ｇ／ 100ｇ；グリセリン25℃，14ｇ／ 100℃，エタノール，エーテルに不溶，七水塩は無色，斜方晶系結晶，比重1.51，十水塩は単斜晶系結晶，風解性，比重1.46，溶解度水 0 ℃，21.5ｇ／ 100ｇ；30℃，238ｇ／ 100ｇ：エタノールに不溶，水溶液は加水分解して強いアルカリ性を示す。

$$Na_2CO_3 + H_2O \rightarrow NaOH + NaHCO_3$$

また二酸化炭素を吸収して炭酸水素ナトリウムを生成する。

(3)用　途：　①容量分析用標準試薬ＪＩＳＫ　8005－1984：　500～ 650℃に40～50分間，保って乾燥した後硫酸デシケーター中で放冷する。塩基の標準物質として酸標準液の標定に広く用いられている。このとき，指示薬にはメチルオレンジまたはブロムクレゾールグリーンを用いる。

10）過酸化ナトリウム

〔英sodium peroxide 独 Natriumperoxyd〕Na_2O_2＝78.2二酸化ナトリウムともいわれる。超酸化ナトリウムNaO_2 も報告されている。

(1)構　造：　無水物は，塩化水素（Ｉ）型構造に似ているといわれ，$Na^+[O-O]^{2-}Na^+$ が連なるらしい。

(2)性　質：　正方晶系，淡黄色の粉末，加熱すると黄色になり冷却するともとにもどる。融点 460 ℃，比重 2.805，常温で水と激しく反応して酸素を発生し水酸化ナトリウムを生ずる。冷水または酸性溶液では過酸化水素を生ずる。

$$Na_2O_2 + 2H_2O \rightarrow 2NaOH + H_2O_2$$

エタノールと反応して過酸化水素ナトリウムを生ずる。強い酸化剤で二酸化炭素と反応して炭酸ナトリウムと酸素を，一酸化炭素とでは炭酸ナトリウムを生ずる。有機物と混合すると発火または爆発する。また湿った空気中で粉末アルミニウムと混合すると爆発する。

(3)用　途：　①分析試薬：ケイ酸塩や天然物とともに融解するとこれらを分解するので，分析の前処理にしばしば用いられる。この際融解した過酸化ナトリウムは白金を侵すのでニッケル（金または銀）のるつぼを用いる。また，強アルカリ性溶液中で，クロム（Ⅲ）をクロムⅢイオンにまで酸化させるのに用いられる。②二酸化炭素吸収剤③融解して小立方体に固めたものはオキソン（英Oxone)という商品名で酸素発生剤。

4)危険性：　水によって激しい反応をおこし，水酸化ナトリウムと酸素になる。酸化性が強いから可燃性物質にふれると発火することがある。

5)取扱い及び応急処置

：　注水注意，特に湿気により発火することもあり，従って密せんして保存する。火気厳禁である。皮膚，眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。吸入した場合，新鮮な場所へ移し，安静・保温に努める。また，大量に吸入した場合は，死亡することもある。

消火は，乾燥した砂を用いるが，少量の場合は，大量の水で消火することも可能である。

11）その他

表－1参照

表－1　分析に使用するその他の薬品の性質

薬　品　名	性　　質	有　害　性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
アセトン [CH_3COCH_3]	液体，無色，芳香，水に易溶 引火点 -20.0 ℃ 発火点 465 ℃ 爆発範囲 2.1～13%	皮膚・粘膜を刺激する。吸入すると頭痛，めまい，嘔吐等を起こす。 吸収すると麻酔作用があり意識を喪失する。	換気に注意し，必要に応じ保護具を着用する。日光や空気にさらしておくと過酸化物を生成し爆発性となる。 貯蔵は，火気厳禁。電気設備は防爆構造が望ましい。容器は密栓し，冷所に保管する。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。吸入，眼は医師の診断を受ける。 消火は，耐アルコール泡，二酸化炭素，粉末を用いる。 小規模の場合は，注水消火ができる。
エタノールアミン [$HCOH_2NH_2$]	無色，アンモニア臭の粘稠な液体，水に混溶，アルコール，クロロホルム，四塩化炭素に可溶 融　点　10.3 ℃ 沸　点　170.8 ℃ 引火点　90.5 ℃	希薄液は，極めて弱い刺激があるだけで，無毒とみられている。高濃度は，皮膚，眼，肺を刺激する。	容器は丁寧に扱う。可燃物のない換気の良い場所に保管する。	皮膚，眼に付着した場合は，水で洗う。 消火は，散水，炭酸ガス，アルコール泡粉末を使用する。
エチルエーテル [$(C_2H_5)_2O$]	無色透明の液体，甘い刺激性の臭いがする。 融　点 -116.3 ℃ 沸　点　34.6 ℃ 引火点 -45 ℃ 爆発範囲 1.9～41% 蒸気は空気と混合し，引火爆発の危険がある。 過塩素酸ナトリウム，過酸化水素酸，硝酸など酸化物質と激しく反応し，発火の危険がある。	有害である。 吸入すると，麻酔作用があり，眠気，麻痺，意識不明の結果になる。 高濃度の蒸気の吸入は死亡する。	火気厳禁である。空容器はエーテル蒸気が充満しているので，取扱いは十分に注意をする。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。 消火は，耐アルコール泡，二酸化炭素，粉末を用いる。
塩酸ヒドロキシルアミン [$NH_2OH \cdot HC\ell$]	液体，潮解性，水，メタノールに易溶。	血液に対し毒作用が強く皮膚の発泡作用がある。	塩酸，アンモニアを参照	

薬品名	性質	有害性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA) [$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$]	無色，結晶性粉末， 溶解度 21 ℃ 11g/100g エタノール，エーテルに不溶，24 ℃で分解，多くの金属と極めて安定な水溶性キレートを作る。	皮膚・眼を刺激，皮膚から吸収される。 気管道への刺激，頭痛，めまい。	換気に注意，皮膚疾患のある人は，作業をしない。	眼に付着した場合は，水で洗う。身体は石鹸水と水で洗い流す。 消火は，アルコール泡，注水する。
過マンガン酸カリウム [$KMnO_4$]	液体，無色，芳香，水に易溶 引火点　-20.0 ℃ 発火点　465 ℃ 爆発範囲　2.1～13% 塩酸と接触すると有害ガス（塩素）を発生，アルカリと接すると酸素を発生。	吸入すると軽い悪心，精神障害を起こす。眼に入った場合は粘膜を刺激する。	加熱に注意する。容器の運搬は衝撃を与えない。 過酸化水素または濃硫酸とは爆発する。 可燃物，有機物との混合したものは衝撃，摩擦により爆発する。	飲み込んだ場合，多量の水を与え吐かせる。眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。医師の診断を受ける。 消火は，水，泡，粉末を用いる。大量の水で消火する。注水は安全な距離を確保する。
キシレン [$C_8H_4(CH_3)_2$]	液体，無色，刺激臭，水に不溶 沸　点　144 ℃ 引火点　32.0 ℃ 発火点　463 ℃ 爆発範囲　1～6 %	皮膚に繰り返し接触すると皮膚炎を起こす。眼，鼻，のどを刺激する。高濃度の蒸気を吸収すると興奮状態となり，麻酔状態となる。	換気に注意し，必要に応じ保護具を着用する。特に、経皮侵入を防止するため，ゴム手袋などを着用する。 貯蔵は，火気厳禁。容器は密栓し，冷所に保管する。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。医師の診断を受ける。 消火は，泡，粉末，二酸化炭素で一挙に消火する。小規模の場合は，噴霧注水で消火ができる。注水は，周囲の延焼防止か冷却用とする。
クロム酸カリウム [K_2CrO_4]	黄色の結晶，水に易溶，エタノールに不溶。 融　点　975 ℃ 加熱により，有害なガス（クロム化合物）を発生する。 還元剤との接触は，激しい反応を起こし，有機物と接触すると，発熱，発火する。	吸入すると激しく痛み，粘膜を強く侵す。皮膚を強く侵し，眼では，粘膜を刺激し，炎症を起こす。	有機物及び還元剤との接触をさける。	吸入した場合，新鮮な空気の場所に移し，鼻をかみ，うがいをさせる。皮膚，眼の付着は直ちに多量の水で15分以上洗いながす。医師の診断を受ける。 容器を安全な場所へ移動させる。容器が炎にさらされている場合は，完全に消火できるまで容器を側面から冷却する。

薬品名	性質	有害性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
ジイソプチルケトン [$(CH_3)_2CHCH_2COCH_2$- $CH(CH_3)_2$]	ハッカ様の芳香を有する無色油状の液体。 水に不溶。大部分の有機溶剤と混溶。 沸　点　168.1 ℃ 引火点　49　℃ 爆発範囲 0.8～6.2%	緩和な毒性。中枢神経系機能低下作用と刺激作用とあり。 麻酔作用。吸入，摂取により眼・鼻・のどなどを刺激，頭痛めまい，嘔吐などを起こす。麻酔性がある。	火気，可燃物，日光直射を避けて貯蔵する。	眼を水で洗う。身体の汚染部を石鹸と水で洗浄する。 飲み込んだ場合は，胃洗浄の後，含塩下剤をかける。
炭酸ナトリウム [Na_2CO_3] .	無水塩 融点 851℃，400℃で分解し始め，炭酸ガスを発生。 徐々に空気中の水分を吸収する。水に可溶。 一水塩 無臭の結晶状の粉末，50℃で結晶水を失いはじめ，100 ℃で完全に無水塩となる。 水，グリセリンに可溶，アルコールに不溶 ＋水塩 透明な結晶，融点34℃，水，グリセリン，アルコールに不溶	眼，呼吸器を刺激，鼻中隔穿孔，手にはソーダ潰瘍，悪心，腹痛，下痢を引き起こす。	密栓して貯蔵する。	皮膚，眼に付着した場合は，水でよく洗う。 飲み込んだ場合は，胃洗浄後含塩下剤をかける。

薬品名	性質	有害性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
チオ硫酸ナトリウム [$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$]	白色の結晶または粉末 水，テルペン油に溶けるアルコールには不溶 沸　点　48　℃	人間に対する毒性は少ない。大量に経口摂取すると，下痢をする。	衝撃による容器の損傷を防ぐ。ゴム手袋等を着用する。	皮膚，眼に付着した場合は，直ぐ水で洗う。
トリオクチルアミン （ TOA ） [$C_{24}H_{51}N$]	融　点 -34　℃ エーテル，ベンゼンに易溶メタノール，95%エタノールに難溶			
トルエン [$C_6H_5CH_3$]	液体，無色，芳香，水に不溶 引火点　　4.4 ℃ 発火点　　480　℃ 爆発範囲 1.2～7.0 %	液体または蒸気は皮膚，眼，喉を刺激する。皮膚に触れると脱脂作用がある。 頭痛，めまい，貧血，造血機能障害，抹消神経障害を起こす高濃度では，麻酔作用がある。	換気に注意する。経皮侵入防止のため，ゴム手袋を使用する。 貯蔵は，火気厳禁。容器は密栓し冷所に保管する。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。医師の診断を受ける。 消火は，泡，二酸化炭素，粉末を用いる。
ノルマルヘキサン [$CH_3C(CH_2)_4CH_3$]	液体，無色，石油臭，水に不溶 沸　点　　68.6　℃ 引火点　　-21.7　℃ 発火点　　223　　℃ 爆発範囲 1.1～7.5 % 燃焼により有毒ガスを発生。	皮膚・粘膜を刺激する。吸入すると頭痛，めまい，高濃度の吸入は麻酔作用がある。	換気に注意し，必要に応じ保護具を着用する。 蒸気は低所，風下に広がり引火性の混合気体をつくる。 火気厳禁	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。吸入，眼は医師の診断を受ける。 消火は泡消火器で一挙に消火する。注水は，火面を拡大するので，周囲の延焼防止か冷却用とする。

薬品名	性質	有害性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
メタノール [CH_3OH]	液体，無色，芳香，水に易溶 引火点　11.1 ℃ 発火点　385 ℃ 爆発範囲 6.0～36%	皮膚・粘膜を刺激する。吸入すると頭痛，めまい，悪心を起こす。吸入，眼に付着した場合は視神経が侵され失明する。 加熱により引火または発火することがある。	換気に注意する。経皮侵入防止のため，ゴム手袋を使用する。 爆発性となる。 貯蔵は，火気厳禁，容器は密栓し冷所の保管する。	吸入した場合，安静，保管に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。医師の診断を受ける。 消火は，耐アルコール泡，二酸化炭素，粉末を用いる。
メチルイソブチルケトン (MIBK) [$CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$]	液体，無色，快臭，水に難溶。 引火点　18.0 ℃ 発火点　448 ℃ 爆発範囲 1.2～8.0 %	高濃度は麻酔作用があり，皮膚，眼，喉を刺激する。	換気に注意する。経皮侵入防止のため，ゴム手袋を使用する。 貯蔵は，火気厳禁。容器は，密栓し，漏えいのないように保管する。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚に付着した場合は石鹸水で洗う。付着した衣類，くつを脱がせる。眼の場合は，多量の水で洗い流す。 医師の診断を受ける。 消火は，耐アルコール泡，二酸化炭素，粉末を用いる。
メチルエチルケトン (MEK) [$CH_3COC_2H_3$]	液体，無色または淡黄色芳香，水に可溶。 引火点　-9.0 ℃ 発火点　405 ℃ 爆発範囲 1.7～11.4%	吸入すると，器官を刺激し，頭痛，めまい，吐気を起こす。高濃度は麻痺作用があり、意識不明となる。皮膚，眼に付着した場合，炎症を起こす。	換気に注意し，必要に応じ保護具を着用する。 貯蔵は，火気厳禁。容器は密栓し冷所に保管する。酸化剤と同一場所に置かない。	吸入した場合，安静，保温に努める。皮膚及び眼に付着した場合は，水で十分に洗い流す。付着した衣類，靴は脱がせる。医師の診断を受ける。 消火は，耐アルコール泡，二酸化炭素，粉末を用いる。小規模の場合は，噴霧注水で消火ができる。
ヨウ化アンモニウム [NH_4I]	白色の結晶性粉末で，水極めて溶けやすい。エタノールに可溶。 空気中で潮解して分解しよう素を遊離して黄色を呈する。熱すると揮散。			

薬品名	性質	有害性	取扱法及び貯蔵方法	応急処置及び消火方法
硫酸ナトリウム [$(NH_4)_2SO_4$]	無色の結晶 大気中では120 ℃から分解し，357 ℃で融解せてアンモニアを放って硫化水素アンモニウムと硫酸アンモニユムの混合物を生じる。 水に易溶 溶解度 0 ℃ 70.6 g/100g 100 ℃103.3 g/100g エタノール，アセトン，二酸化炭素に不溶 水溶液は，常温では加水分解が極めて小さいが、沸点では大きくなり溶液は酸性となる。			
りん酸 [H_3PO_4]	無色透明の液体，250 ℃付近で一部を失いピロりん酸となり，300 ℃ではメタりん酸となる。 水，アルコールと相溶する。 不燃性，有害である。	吸入すると，のど等に激しい痛みを感じる。皮膚，粘膜を刺激し，眼に付着した場合，激しい痛みがあり，失明することもある。	酸化剤，酸とは危険がないが，アルカリ類，アミン類，三塩化リンとは危険な反応の可能性がある。	吸入した場合，安静保温に努め，酸素吸入を行う。皮膚，眼は，大量の水で洗い流す。医師の診断を受ける。
りん酸トルプチル (TBP) [$(CH_3CH_2CH_2CH_2O)_3PO$]	水に可溶，エタノール，エーテルに易溶。 金属と配位し，錯塩を作る。	酸化剤との混合は発火，爆発の危険がある。		

1.7　主な消火剤の分類

(1) 泡剤 － 気体の小粒を液体の膜でつつんだものを泡といい，消火剤としては空気，炭酸ガス，液体では水がある。

(2) ハロゲン化物消火剤 － ハロゲン化炭素水素類を用いたもので，可燃性液体の消火や電気火災の消火に効果がある。

① 四塩化炭素 （$CC\ell_4$）

② 一塩化一臭化メタン（$CH_2C\ell Br$）

③ 二臭化四弗化エタン（$F_2BrC \cdot CBrF_2$）

(3) 二酸化炭素 － 比重 1．52，融点－56．7℃の不燃性ガスである。消火用のものは，液化してボンベに充塡してある。安定性に優れている。

(4) 消火粉末 － 固体の化学消火剤を粉末状にしたもの。炭酸水素ナトリウムなどを成分とするものと，りん酸塩等を成分とするものに分けられる。

① 炭酸水素ナトリウムなどを成分にするもの
ドライケミカルと呼ばれ，油火災，電気火災の消火に効果がある。

② りん酸などを成分とするもの
ＡＢＣ消火剤と呼ばれ，油火災，電気火災その他一般の火災消火にも効果がある。

(5) 強化液 － 水に炭酸カリウムなどを溶かした水溶液で，水の消火効果を大きくするためにつくられた消火剤である。
（濃厚な液で不凍性が高く，寒冷地での消火に効果的である。）

1.8　応急手当

化学実験における災害は大小さまざまに起こりやすいものであるから，時間外や休日にただ一人で実験をしてはならない。

専門の技術者が事故を起こし，犠牲者を出した場合，どのような言い訳も通用しないことを知っておくべきである。誰もが事故を起こさないように実験を行っているが，万一生命や人体に関わる事故に出会った場合は応急の手当について知識があれば，救命や治療期間を短くすることができる。応急手当は医師に見せる前の手段である。傷などに勝手に薬をつけたりしてはならない。特殊な薬品または初めて使う薬品など取り扱う前に十分な対策を検討することが重要である。

救急処置の基本手順は，

(1) 同室作業者に知らせ，健康管理室に通報し，医師の援助を求める。

(2) 同時に被災者を災害の場所から隔離するため，できるだけそのままの状態で静かに移送する。

(3) 患部局部がどこであれ組織がこわれない程度に大量の水で洗い，また出血の場合は止血処置をとり，局部を清潔に保つこと。

(4) 衣服をゆるめて，安静と保温にきをつけて医師や急救車の到着を待つ。
(5) 呼吸が止まっていたら人口呼吸の作業を行い，心臓が止まっていたら心臓マッサージを行う。この種の仮死状態における救急処置は被災者が蘇生するまで力強くリズミカルに続ける必要がある。

表－2 応急手当の方法

項　　目	応　　急　　手　　当
大　出　血	止血帯をする。腕にする場合は，2回ほど腕に巻いて半結びとし，その結び目の上に棒のようなものを置く。 次に，こま結びで結び，棒を回して止血帯をねじ，必要以上にねじらないようにする。出血している部分を高く持ち上げ寝かして病院へ運ぶ。
骨折・捻挫	傷があるときは傷口を包帯し，あて木で固定して専門医へ運ぶ
打　撲 （頭部の打撲）	安静が一番。意識の障害があれば横向きに寝かせ，頭は後ろにそらす。口の中の固まった血や異物は指を入れて取り除く。これを行うと同時に救急車を呼ぶ。意識の変化を観察し，医者に知らせる。
火　傷	小さい火傷なら，直ちに水で冷やす。衣服がついていてもそのままにしておく。薬品による火傷は衣服を除き大量の水で皮膚についた薬品を洗い流す。体は動かさないで保温に努める。薬はつけずに静かに病院へ運ぶ。衣服全体が燃えだした場合は大声で叫び，床を転げ回って火を消すこと。決してあわてて走り回らないこと。
皮膚，眼	汚染物質を水道水で十分に洗い，専門医へ運ぶ。金属等の破片が入った場合は直ちに専門医に運ぶ。
ガス中毒	患者を新鮮な空気のある場所に移し，安静にする。昏睡状態のときは頭を後ろにそらせて気道の流通をよくし，口の粘液を拭き取り救急車を待つ。
薬品を飲み込む	牛乳（またはぬるま湯）を1～2本飲ませ，指を口にいれ吐かせ，できるだけ早く，医師の手に渡す。この時，毒物名と飲み込んだ量を知らせる。

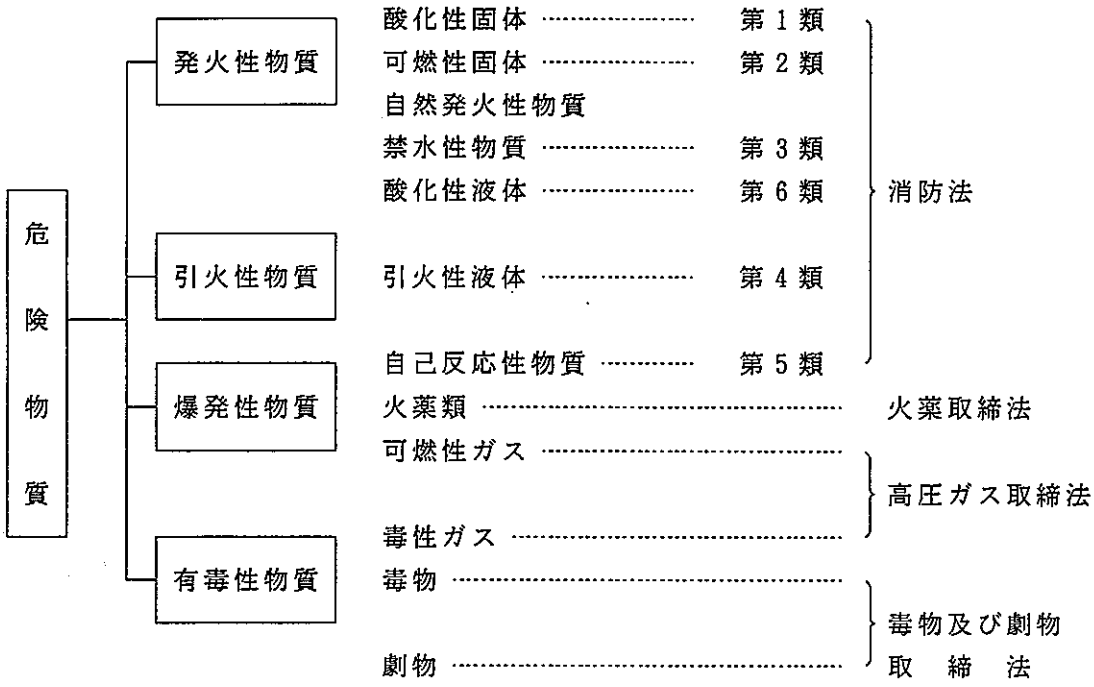
2．危険物質

2.1 危険物質の分類

化学薬品のなかには，容易に発火または引火をして爆発事故や火災の原因となったり，皮ふにつけば腐食し，吸入すれば中毒をおこすような種々の危険な性質を持っている物質が多くある。これらの事故の原因となるような危険性を有する物質を総称して危険物質という。

危険物質は，それらの持っている危険性の種類と程度に応じて，これを図－1に示すような区分に分類することができる。

危険物質の分類区分は，たとえば消防法における危険物第一類から第六類までの類別，高圧ガス取締法における可燃性ガスおよび有毒ガス，毒物および劇物取締法における医薬用外劇物，医薬用外毒物および特定毒物などの区分である。また，日本化学会の防災化学委員会によって防災指針「危険薬品の防災ラベル」が編集されており，この防災指針に定められた薬品の危険性区分を表－4に示す。



図－1　危険な物質と法令との関係

表－3 消防法に基づく危険物の分類とその性質

類別	性　質	形　状	性　質　の　概　要	品　名
第一類	酸化性固体	固　体	そのもの自体は燃焼ないが，他の物質を強く酸化させる性質を有する固体であり，可燃物と混合したとき，熱，衝撃，摩擦によって分解し，極めて激しい燃焼を起こす。	1)塩素酸塩類 2)過塩素酸塩類 3)無機過酸化物 4)亜塩素酸塩類 5)臭素酸塩類 6)硝酸塩類 7)過マンガン酸塩類 8)重クロム酸塩類 9)その他政令で定める もの（過よう素酸塩類， 亜硝酸塩類など）
第二類	可燃性固体	固　体	火炎によって着火し易い固体又は比較的低温(40 ℃未満）で引火し易い固体であり，出火しやすく，かつ燃焼が速い。	1)硫化りん 2)赤りん 3)硫黄 4)鉄粉 5)金属粉 6)マグネシウム 7)引火性固体
第三類	自発発火物質及び禁水性物質	液体又は固体	空気にさらされることにより自然に発火し，又は水と接触して発火し若しくは可燃性ガスを発生する。	1)カリウム 2)ナトリウム 3)アルキルアルミニウム 4)アルキルリチウム 5)黄りん 6)アルカリ金属及びアルカリ土類金属 7)アルカリ金属及びアルカリ土類金属 8)有機金属化合物 9)水素化物 10)金属のりん化物 11)カルシウム及びアルミニウムの炭化物 12)その他政令で定める もの（塩素化けい素化合物）
第四類	引火性液体	液　体 （第三石油類，第四石油類，動植物油類は1気圧20℃で液体であるものに限る。）	液体であって引火性を有する。	1)特殊引火物 2)第一石油類 3)アルコール類 4)第二石油類 5)第三石油類 6)第四石油類 7)動植物油類
第五類	自己反応物質	液体又は固体	固体又は液体であって，加熱分解などにより，比較的低い温度で多量の熱を発生し，又は爆発的に反応が進行する。	1)有機過酸化物 2)硝酸エステル類 3)ニトロ化合物 4)ニトロソ化合物 5)アゾ化合物 6)ジアゾ化合物 7)ヒドラジン誘導体 8)その他政令で定める もの（金属のアジ化物 など）
第六類	酸化性液体	液　体	そのもの自体は燃焼しない液体する性質を有する。	1)過塩素酸 2)過酸化水素 3)硝酸 4)ハロゲン間化合物

注）1. 液体とは，1気圧において温度20℃で液状であるものまたは温度20℃を超え40℃以下の間において液状になるものをいう。

2. 固体とは，液体または気体1気圧において，温度20℃で気体状であるもの）以外をいう。

表－4　薬品の危険性区分

No.	危険性区分	危険の種類および程度
1	発火性	水との接触によって発火するもの，または空気中における発火点40℃未満のもの
2	引火性	可燃性ガス，または引火点30℃未満のもの
3	可燃性	引火点30℃以上，100℃未満のもの，ただし引火点 100℃以上でも発火点の比較的低いもの
4	爆発性	重量5kgの落槌を用い，落高1m未満にて分解爆発するもの，または加熱により分解爆発するもの
5	酸化性	加熱，圧縮または強酸，アルカリなどの添加によって強い酸化性を表わすもの
6	禁水性	吸湿または水との接触によって発熱または発火するもの，または有毒ガスを発生するもの
7	強酸性	無機または有機の強酸類
8	腐食性	人体に接触したとき皮ふ，粘膜を強く刺激し，または損傷するもの
9	有毒性	許容濃度（吸人）50ppm 未満または50mg／m³未満のもの，または経口致死量30mg未満のもの
10	有害性	許容濃度（吸人）50ppm 以上200ppm未満または，50mg／m³以上 200mg／m³未満のもの，または経口致死量30mg以上 300mg未満のもの
11	放射性	原子核壊変によって電離放射線を放出する核種をふくむもの，ただしその比放射能が天然カリウムの比放射能以下のものを除く

2.2 発火性物質

一般に可燃性の物質は，空気中でその物質の発火点以上の温度に一定時間加熱をすれば発火するものであるがもしこの発火点が常温に近いものであると，その物質を容器から空気中に取出した瞬間に発火する危険を持っている。黄リンがその例であって，黄リンの発火点は約30℃であるから，室温で発火する。したがって黄リンは常に水中に浸して貯え，直接空気と接触させないことが必要である。

水に非常に反応しやすい物質の中には，水に接触したときに反応熱を出し可燃性ガスを発生するものがある。たとえば金属ナトリウムは，水と反応して水素を生じると同時に著しく発熱するので，水と接触した瞬間に発火して，ナトリウム自身が燃焼を始める。2.7 禁水性物質参照。

金属ナトリウムは空気または水との接触を避けるために，石油中に浸して貯える。

ナトリウムのほかに水と接触して発火するものには，カリウム，リチウム，ナトリウムア

マルガム，ナトリウムアミド，ホウ水素化ナトリウム，ホウ水素化リチウムなどがある。

発火性物質は，一般に空気に直接触れさせないように密封し，ほかの危険薬品と隔離して貯蔵しなければならない。取扱いには器具を用いて直接皮ふに触れないようにすることが必要である。

2.3 引火性物質

メタン，アセチレン，プロパン，硫化水素，水素，水性ガス，石炭ガスなどの可燃性ガスは，もちろん火炎などの着火源に接触すれば，容易に引火してガス火災またはガス爆発がおきるので，これらの可燃性ガスはすべてこの分類にはいるものである。

実験室内では燃料としてプロパンなどを用いる，これらの可燃性ガスは実験的に発生させる場合もあり，また高圧ガス容器（俗にボンベ）から取る場合もある。いずれの場合にも着火源の管理を厳重にするとともに，爆発性混合ガスを生成させないように十分の注意が必要である。

引火性液体の中には，二硫化炭素，ベンゼン，トルエン，キシレン，エチルアミン，ピリジン，酢酸エチル，酢酸アミル，アセトン，メタノール，エタノール，イソプロピルアルコールブタノール，ｎ－ヘキサン，石油エーテル，ガソリンなど，その他多数の炭化水素類，アルコール類，エーテル類，アルデヒド類，ケトン類，エステル類，アミン類，ニトロ化合物などの有機化合物が含まれている。

2.4 可燃性物質

一般に可燃性物質といえば，すべての燃焼する性質を持つ物質をいうので，上述の発火性および引火性物質はもちろん，木材，紙，布，石炭，塗料，パラフィン，重油などまでがこれにはいる。しかし，ここでは主として実験室で用いる化学薬品の中で，比較的燃焼の危険性の大きいものという意味で，発火性および引火性物質を除き，引火点30℃以上，100℃未満の可燃性物質に限定して考える。

この中には，引火性液体の項で述べたと同様の分子構造を持つ非常に多数の有機化合物が含まれ，それらのほとんど大部分が液体である。これらの可燃性液体は，常温では引火しにくいが，少し温度が上ってそれらの引火点以上になると，それは引火性液体と同様の引火危険性を持つもので，その取扱いは細心の注意が必要である。ことに可燃性液体を用いる蒸留，反応，溶解などのさいに，加熱する必要がある場合は，その危険性は前述の引火性液体とすこしも変わりはない。

可燃性液体は常温では引火しないとはいうが，これが多孔質の材料，たとえば，紙，布，ロープなどにしみこめば，常温でも容易に着火して燃え始める。多量の廃液を排水溝に流し出すことは危険が伴うので禁止しなければならない。

多量の引火性液体および可燃性液体の貯蔵は，消防法による危険物第四類に準じた取扱いをしなければならない。

2.5 爆発性物質

実験室で取扱う爆発性物質の中には硝酸マンニット，トリニトロトルエン，ニトロエタン，ニトロメタン，ピクリン酸，ピクリン酸アンモニウム，ヘキサニトロジフェニルアミン，ヘキサニトロジフェニルアミンカルシウム，硝酸グアニジン，硝酸尿素，硝酸アンモニウム，過塩素酸アンモニウム，などがある。これらの物質は，強い衝撃を与えたり，加熱したりすることによって爆発するおそれがあるので，できるだけ少量を取扱い，また必要以上に実験室内に貯蔵しないことが必要である。これらの爆発性物質は，消防法の危険物第五類に属するものである。

2.6 酸化性物質

酸化性物質には気体，液体または固体のものがある。気体の酸化性物質は，酸素，塩素，亜酸化窒素などのいわゆる支燃性ガスがこれに当る。圧縮酸素のほかに液体酸素，液化塩素などは非常に強い酸化性を持っている。

たとえば，圧縮酸素の容器の減圧弁などに潤滑油を施すと，酸素のために発火をして鉄製の部分が燃焼し，高圧の酸素ガスを噴出することがある。酸素の高圧ガス容器付属の圧力計，弁配管などに注油することは絶対に避けなければならない。

液化酸素は木材のようなほかの可燃性の多孔質材料にしみこんでいると，衝撃などで大爆発をおこすことがあり，また液化塩素は有機物に触れると発火ないし爆発をおこす。そのほか，臭素，過酸化水素なども液状で酸化性を有するものである。

固体の酸化性物質には強酸化性酸の塩類がこれに属する。たとえば塩素酸カリウム，過塩素酸アンモニウム，過酸化バリウム，過マンガン酸カリウム，ヨウ素酸ナトリウム，過ヨウ素酸ナトリウム，クロム酸アンモニウム，重クロム酸アンモニウム，硝酸銀，亜塩素酸ナトリウム，亜硝酸カリウム，などの塩類が多数にある。

これらの塩類のほかに，遊離の強酸化性酸がある。例えば，過塩素酸，酸化クロム（Ⅵ），硝酸，発煙硝酸，発煙硫酸などである。

もちろん上述の塩類も，硫酸などの強酸と混合すれば，遊離の強酸化性酸を生ずるが，これらの遊離酸はきわめて不安定であるから，それらの接触は危険が伴う。したがって遊離の強酸化性酸と塩類とは区別して考える必要がある（2・8参照）。過マンガン酸カリウムと濃硫酸との混合物は，これに接触した紙片を燃え上らせるに十分な酸化力を持っているがこれの実験中に紙の炭化によって生成した炭素が混入して，ふたたび紙片を接触させたときに爆発をおこし，ガラス容器が破損して，作業者に失明をおこさせた実例がある。

酸化性物質は一般に還元性物質との混合によって危険を生じるので，このような危険を混合危険と呼ぶことがある。消防法の危険物第一類の物質がこの分類に当る。

2.7 禁水性物質

空気中の湿気を吸収したり，水と接触したときに，発熱，または発火するものをこの分類に入れる。したかって発火性物質のあるものは，同時に禁水性物質でもある。

たとえばナトリウム，カリウム，リチウムなどは発火性および禁水性物質の両方の分類にはいる。そのほかに禁水性と考えられるものには，塩化イオウ，無水塩化スズ，塩化リン，

過酸化ナトリウム，クロルスルホン酸，五酸化リン，水素化リチウム，炭化カルシウム，発煙硫酸，マグネシウム粉末などがある。

湿気を吸収したり，水と接触するときに有害ガスを発生するものもこの分類の中にはいる。たとえばリン化カルシウム，リン化アルミニウム，リン化亜鉛などである。

これらの物質は水と混合したときに混合危険を表わすもので，金属性またはガラス製容器の中に密せんして貯えなければならない。消防法の危険物第三類がこれに当る。

2.8 強酸性物質

硝酸，硫酸，塩酸，過塩素酸，フッ化水素酸，オルトリン酸などの無機酸のほかにクロル酢酸，ジクロル酢酸，トリクロル酢酸などの有機酸がある。

これらは酸性があるために金属材料を腐食し，また金属と作用して可燃性の水素ガスを発生することがある。人体に触れると，皮ふや粘膜を腐食する作用がはなはだしい。水に触れると多くの場合発熱し，また前述のように，酸化性の塩類と触れると強酸化性の酸を遊離して爆発の危険を生じる。

消防法では危険物第六類に分類されている。

2.9 腐食性物質

水酸化ナトリウム，アンモニア水などで代表されるように，眼にはいると激痛を伴い，処置がわるいと失明することもあるので，これらの物質を取扱うときは，必ず保護めがねをかけることが非常に大切である。実験中にこのために失明した例は非常に多い。もし眼にはいったときは，すぐに多量の流水中で15分間洗い，医師の治療を受けることが必要である。また皮ふにも直接触れないようにする。多量に取扱うときにはゴム手袋をはめ，衣服についたときにはすぐに着がえる。

これに属する物質は多数にある。無機化合物では大部分の酸，アルカリ，重金属の塩類，ハロゲンなど，有機化合物では大部分のアミン，アルデヒド，アルコール，有機酸エステル類，その他の物質がこれにはいる。

2.10 有毒性物質

ここでいう有毒性物質とは表4に示したように，ガス，蒸気または粉じんの状態で呼吸器官を通じて吸入した場合の労働衛生上の許容濃度が小さいもの，または消火器官を通じて飲み込んだ場合の経口致死量が小さいものを指している。

これら有毒性物質は，非常に毒性が強いので，少量を摂取しても急性の中毒をおこすことが多い。その毒性には種々あって身体の接触した場合に作用するものと全身中毒をおこすものとがある。また発がん性を持っているものも含まれている。

有毒性物質は取扱いに最も注意しなければならないもので，ガスまたは蒸気を吸入しないようにするとともに，実験室内で比較的多量を取扱うときはドラフトなどの局所換気装置を用いて換気をはかることが必要である。皮ふから吸収して中毒することもあるので，皮ふに直接触れないようにする。手はよく洗って薬品が口中にはいらないようにしなければならない。

塩素，臭素，フッ化水素，シアン化水酸，酸化窒素，四塩化炭素，硫化水素，二硫化炭素，臭化メチル，ベンゼン，酸化ウラン，亜ヒ酸鉛，酸化ベリリウム，シアン化ナトリウム，シアン化カリウム，重クロム酸カリウム，硝酸水銀，水銀，ヒ酸カルシウム，リン，アニリン，ニトロベンゼン，パラチオンなど，その他多くの物質がこれにはいる。毒物および劇物取締法では，医薬用外毒物が大体これに該当する。

2.11 有害物質

前述の有毒性物質もひろい意味ではすべて有害性物質の中に含まれるわけであるが，ここでは許容濃度ならびに経口致死量が表3のように有毒性物質にくらべて比較的大きいものに限定して，これを有害性物質と呼ぶ。

有害性物質の取扱いにおいても，前述の諸注意と同時に，吸入や皮ふ接触をできるだけ避けるようにし，また口中に入れてはならない。溶剤で手を洗うことも避けねばならない。

ここに属するものにはつぎのものがある。アジ化バリウム，亜硝酸ナトリウム，塩化アンチモン，塩化カドミウム，塩化鉛，塩化マンガン，クロム酸鉛，酸化タリウム，臭化亜鉛，硝酸トリウム，硝酸ブリリウム，硫酸バナジウム，酢酸鉛，シュウ酸アンモニウム，ピクリン酸，エチルエーテル，アチルメチルケトン，塩化メチル，クロル酢酸，ジクロルベンゼンテレビン油などがこれにはいる。

これらの有毒性物質は，一時に多量に体内に摂取しない限り急性中毒をおこすことはないが，長期間にわたって摂取している間に慢性的の中毒症状をおこすおそれがある。毒物および劇物取締法では医薬用外劇物に準ずる。

2.12 放射性物質

実験室で取扱う放射性物質には，ウランまたはプルトニウムの塩類が多いが，これらの物質は放射線危険性からも中毒性の重金属塩類としても有毒性が大きいので，定められた基準に従って，その取扱いには当然細心の注意が必要である。

人工放射性元素または化合物を取扱う場合にも，直接吸入や接触を避けることはもちろんのこと，放出される放射線のしゃへいにも気をつけなければならない。放射性物質による空気または排水の汚染については法律上の基準があるので，廃棄物を排水溝にみだりに流さないよう注意する。

放射線による障害防止については，放射性同位元素等による放射線障害の防止に関する法律があるので参照せられたい。

3．有害物質の作用

有毒性物質，有害性物質を含めた有害性物質が人体にどのような影響を及ぼすかを知ることは安全取扱い上，また万一の事故のさい有利である。これらの物質は，空気中に揮散したものを吸い込んだり，あるいは，皮ふに付着させた場合に問題となる。表－5にこれらの空気中における性状を示す。

表－5　空気中の有害物の性状

分類		性状	状態	粒子の直径（μ）	例
ガス蒸気		25℃，1気圧で気体（臨界温度以上）のもの 25℃1気圧で液体または固体（臨界温度以下の物質）が気体を呈しているもの。	気体	分子状（0.001～0.01）	アンモニア，塩素，オゾン，二酸化イオウ，アセトン，エチルアルコール二硫化炭素，酢酸エチル
エアロゾル	ミスト	液体の微細な粒子が空気中に浮遊するものをいい，ミストよりさらに細い粒子（気体が空気中で凝縮して生じ，5～50μ程度のもの）を霧（Fog）と称している。	液体	5～100	硫酸(0.8～5.5μ),クロム酸，カセイソーダ，シアン化物，塩酸酸霧（50μ）
	ダスト ヒューム	固体の物質が微粒子となって浮遊するもの 気体が空気中で化学変化を起こし，微粒の化合物となって浮遊するもの（金属蒸気または酸化物となる）	固体	1～150 0.1～1	タルク（10μ),セメントミル（キルン排気10μ),雲母，石綿，酸化亜鉛（0.05μ），塩化アンモン(0.1μ)
	煙	普通石炭，油，あるいはその他の炭素質燃料からの煙のごとく元来は有機物である粒子を意味し，ある程度の黒さを前提としている。煙の粒子はブラウン運動をする。	混	0.01～1	タバコ煙（0.25μ）

3.1 有害物質による人体への影響

有害化学物質をその主な作用の型によって分類すれば次のようになる。

① 単純窒息性物質－これらの物質が空気中に多量に存在すると，空気が希釈されて酸素不足を生じ，そのため窒息する。

例 窒素，炭酸ガス，メタン，エタン，プロパン，ブタンなど。

② 化学的窒息性物質－その化学作用によって窒息を起こす。

例 一酸化炭素，シアン化合物，硫化水素など。

③ 上気道刺激性物質－鼻，咽喉を刺激して炎症を起こす。

例 アンモニア，亜硫酸ガス，ホルムアルデヒド，酢酸メチル，セレン化合物，スチレンなど。

④ 肺組織刺激性物質－肺を強く刺激し，肺炎，肺浮腫などを起こす。

例 塩素，ホスゲン，二酸化窒素，無水硫酸，オゾン，臭素，ふっ素，硫酸ジメチルなど。

⑤ ぜんそくを起こす化学物質－体質によってぜんそくを起こす。

例 ジクロルエチルエーテル，トリレンジイソシアネートなど。

⑥ 中枢神経系毒物－中枢神経系に作用して，麻酔麻痺，その他の中枢神経障害を起こす。

例 アルコール類，石油系炭化水素類，トルエン，キシレン，ハロゲン化炭化水素類，（塩化メチル，塩化メチレン，クロロホルム，四塩化炭素，臭化メチル，フレオン，クロロブロムメタン，塩化エチル，二塩化エチレン，四塩化エタン，六塩化エタン，塩化ビニル，エチレンクロルヒドリン，三塩化エチレン，過塩化エチレン，塩化ナフタリン，ＤＤＴなど）二硫化炭素，硫化水素など。

⑦ 発熱性物質－吸入されて，金属熱とよばれる一過性の発熱症状を起こす。

例 亜鉛，マンガンのヒューム

⑧ アレルギー性物質

例 イソシアネート類

⑨ 発がん性物質－吸入または皮膚に付着して癌を起こす。

例 ベンジジン，ベーターナフチルアミン，タール，ヒ素など

⑩ 腎臓および肝臓の毒物－腎・肝に作用して腎症状，肝症状を起こす。

例 ハロゲン化炭化水素（クロロホルム，四塩化炭素，四塩化エタンなど），トリニトロトルエン（ＴＮＴ），二酸化ジエチレン，塩化ナフタリンなど。

⑪ 血液の毒物－造血器官，血液に有害作用を及ぼす物質

例 砒化水素，ベンゼン，テトラヒドロフラン，鉛など。

⑫ 全身の変化を起こす毒物－種々な組織，器官に作用して全身性の中毒を起こす。

例 鉛，水銀，ふっ素，ヒ素，カドミウム，マンガンなど。

⑬ 歯牙酸食症物質－酸の蒸気の吸入によって，歯質の脱灰を起こす。

例 塩素，塩酸，硫酸，硝酸

これらの分類は，いずれも明確に分けられているものではなく，たとえば，肺組織を刺激する酸化窒素は，同時に上気道をも刺激したり，また，短時間大量ばく露の場合と，長時間ばく露の場合とで異なる有害作用を示すこともある。

空気中におけるガス，蒸気の濃度は，通常ppm（100 万分の１の容量）または空気中１立方メートル中のミリグラム数で表される。

3.2 無機物のガス・蒸気による中毒

(1) ふっ素中毒，ふっ化水素酸中毒

ふっ素は刺激性のある淡黄色の重い気体である。ふっ化水素酸は，ふっ化水素（刺激性のある無色の気体）が水に溶けたもので，さかんにふっ化水素のガスを出している。

気体や蒸気の吸入，また直接接触による粘膜や皮膚のかいよう，爪や歯の障害，胃腸症状や神経症状の訴えがある。

(2) 塩素中毒

黄緑色で刺激性の重い気体で，皮膚や粘膜に直接作用して刺激を与え，吸入されると肺を腐食して肺水腫を起こして死亡することがある。そのほか，顔面そう白，頭痛，けん怠，胃腸障害などを訴える。

(3) 亜硫酸ガス中毒

無色で特異臭のある刺激性の強い気体で，硫黄の燃焼生成物で，硫黄を含む重油の燃焼ガスに含まれる。

ガスまたは水溶液の蒸気の吸入あるいは直接接触により，組織を腐食したり血液系統を侵す。顔面そう白，胃腸障害，気管支炎，肺気腫，血液の変化などを訴える。

(4) 硫化水素中毒

無色で腐卵臭のある重い気体である。脂肪抽出など有機物の処理のときに発生する。

蒸気の吸入または皮膚からの吸収により，細胞の酸化作用を妨げ，内窒息を起こす。頭痛，けん怠，貧血，知覚異常などがある。

(5) 硝気中毒

過酸化窒素を主成分にし，それに亜酸化窒素（笑気），酸化窒素などが加わってできた赤褐色の重い気体で，水によく溶ける。硝酸が有機物または金属と接触するときや，多くはガス吸入により災害的に肺水腫を起こすが，慢性的には，気道や粘膜の症状，新陳代謝障害，心臓衰弱，肺出血，神経症状を起こす。

(6) 塩酸，硫酸，硝酸などによる腐食

これらのものを取り扱う作業で発生する。直接接触により局所の腐食，蒸気吸入により気道や肺の炎症を起こす。また，前歯，犬歯などが腐食されて起こる歯牙酸食症もある。

(7) 一酸化炭素中毒

一酸化炭素は無色，無味，無臭，無刺激性の軽い気体で，物が燃焼しているときには，必ず発生するとみてよい。ガソリンエンジンの排気や一部の都市ガスにも含まれている。

この作用は，一酸化炭素ヘモグロビンの形成が特異的である。急性中毒によって失神することが多い。慢性中毒の存在は最近しだいに認められてきたが，その症状は種々雑多で軽度の精神神経症状が多い。

(8) 青酸中毒，青酸ソーダ中毒

青酸（シアン化水素）は無色の軽い液体で，蒸気は特異な臭がある。

青酸は，皮膚からも吸収される。吸収されると呼吸中枢を侵し，細胞の内窒息をきたす。慢性中毒の存在は不明であるが，症状としては食欲不振や神経症状を訴えるものが多く，点状角膜炎などがある。青酸ソーダは経口摂取により急性中毒を起こす。

3.3 有機溶剤中毒

産業では有機溶剤の利用範囲は広く，種類もはなはだ多く，いくつかの有機溶剤の混合物として使用されることが多い。その一般的な特性は

① 常温では液状で揮発しやすい

② 脂肪溶性である。

このため吸入される危険性が大きく，皮膚に触れるとその部分の脂肪を溶かして障害を起こし，吸収されると，体内の脂肪に富んだ臓器（中枢神経系や副腎皮膚など）と結びつきやすくその機能を障害する。

主な有機溶剤とその毒性を表－6に示す。

表－6 有機溶剤とその毒性

有機溶剤名		毒性						
		肝	腎	血液	神経系		皮膚粘膜	備考
					麻痺	その他		
芳香族炭化水素	● ベンゼン	△	△	◎ *	○ *	○**	○	* 白血球・赤血球・血小板減少 **嗜癖を生じることあり * 混在するベンゼンによるという
	● トルエン	△	△	○ *	○	○**	○	**嗜癖を生じることあり * 混在するベンゼンによるという
	● キシレン	△	△	○ *	△		△	
塩炭化水素芳香族	クロルベンゼン	△	△	△	○		△	
	オルトジクロルベンゼン	△	△	△	○		◎	

表－6　有機溶剤とその毒性（続き）

有機溶剤名		毒性						
		肝	腎	血液	神経系		皮膚	備考
					麻痺	その他	粘膜	
塩素化炭化水素	ジクロルメタン	△			◎		○	
	クロロホルム	◎	○		◎		△	
	●(皮)四塩化炭素	◎	○		◎		△	塩素数が多いほど毒性が強くなる
	1.2-ジクロルエタン	△	△		◎		◎	
	1,1,1,-トリクロルエタン	△	△		○		△	
	●1,1,2-トリクロルエタン (1,1,2)	△	△		○		△	
塩素化炭化水素	トリクロルエチレン	△	△		◎	○ *	△	* 末梢神経炎，外因性精神病 **嗜癖を生じることあり
	テトラクロルエチレン	△	△		◎	○ *	○	* 外因性精神病の症例あり
アルコール類	●メチルアルコール	△	△		◎	○ *	△	* 視神経障害・失明
	エチルアルコール	△	△		○		△	比較のための列記した脂肪族アルコールの毒性は分子量大なるほど大（メチルアルコールは例外）
	●イソプロピル アルコール	△	△		○		△	
	●1－ブタノール	△	△		○		△	
	2－ ブタノール	△	△		○		△	
	イソプチル 〃	△	△		○		△	
	イソペンチル〃	△	△		◎		△	

表－6　有機溶剤とその毒性（続き）

有機溶剤名		毒性						
		肝	腎	血液	神経系		皮膚	備考
					麻痺	その他	粘膜	
エステル類	酢酸メチル				○	○ *	△	* 視神経障害・失明　体内でメチルアルコールを生じるためという
	〃エチル				○		△	酢酸エステルの局所刺激作用
	〃プロピル	△			○		△	麻酔作用は分子量大なるほど大
	〃イソプロピル	△			○		△	
	〃ブチル	△			○		△	
	〃イソブチル	△			○		△	
	〃ペンチル	△			○		△	
	〃イソペンチル	△			○		△	
エーテル類	エチルエーテル	△	△		◎	○ *	△	* 嗜癖を生じることあり
	●ジオキサン	○	○		△		○	
	テトラヒドロフラン	△	△		○		◎	
ケトン類	アセトン				○		△	
	メチルエチルケトン				○		○	
	メチルブチルケトン				◎		◎	
	●メチル・イソブチルケトン	△			◎		◎	
グリコールエーテル（セロソルブ）誘導体	●エチレングリコールモノメチルエーテル	△	○	△ *	○	○ **	△	* 白血球核形左方推移 ** エンセンファロパチーの症状あり
	●エチレングリコールモノエチルエーテル		○		○		△	
	●エチレングリコールモノブチルエーテル		○	△ *	○		△	* 白血球核形左方推移
	●エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート			△ *	○		△	* 貧血

表－6　有機溶剤とその毒性（続き）

有機溶剤名		毒性						
		肝	腎	血液	神経系		皮膚	備考
					麻痺	その他	粘膜	
脂環式炭化水素	シクロヘキサン			○ *	○		○	* 混在するベンゼンによるという
	シクロヘキサノン	△	△		△		○	
	●メチルシクロヘキサノン	△	△		△		○	
	シクロヘキサノール	△	△		○		△	
	メチルシクロヘキサノール	△	△		○		△	
その他	●クレゾール	○	○		△		◎ *	* フェノール様皮膚障害
	●(皮)二硫化炭素	○	○		◎	◎ *	△	* 精神分裂症様症状・多発性神経炎
	ノルマルヘキサン				△	○ *	△	* 多発性神経炎
	●(皮)ジメチルフォルムアミド	◎	△				◎	
	ピリジン	○	○		○	○ *	△	* 中枢神経性の運動障害
	●フルフラール	△	△		△		○	

（注）1．◎＞○＞△の順で毒性の強いことを示す。
2．有機溶剤名の左に●印を付した有機溶剤はＡＣＧＩＨ許容濃度（1975）の表で，また（皮）を付した有機溶剤は日本産業衛生学会「許容濃度等の勧告（1975）」の表で「経皮的に侵入し，全身的影響を起こしうる物質」とされているのも

3.4 皮膚障害

作業場で取り扱われる種々の有害な固形物，粉末，液体などが皮膚に接触することによって皮膚障害を起こすことがある。

その原因となる有害物の種類はきわめて多種類にのぼり，そのうちで圧倒的多数にのぼるものは酸およびアルカリ類である。

酸は蛋白質を凝固する性質があって，皮膚組織の壊死を起こし，火傷と同じような変化をみる。うすい酸による反復刺激，たとえば金属の酸洗い作業などでは湿しんのような症状を起こす。

アルカリは皮膚組織を融解し，病変部は深部に達しやすい。症状は酸と同じような腐食を起こす。うすいアルカリ液は皮膚の角化，亀裂を起こす。

クローム酸，ニッケル酸などの金属の塩類とか，砒素，いおう，切削油，セメントなども皮膚障害を起こす。

種々の有機化合物，たとえばジニトロベンゼン，ニトロフェノール，フェニレンジアミンなども特有な湿しん様皮膚炎，痤瘡などを起こすのでよく知られている。最近はエポキシ樹脂系の接着剤等による皮膚障害が注目されている。

これらの予防は，障害の原因となる有害物を皮膚に付着させないように，分析工程や分析方式を改良すべきことはいうまでもないが作業後は手洗，洗面などによる洗浄を励行すべきである。さらに人体側の防御として，保護衣，保護手袋，保護クリームなどを使用することも望ましい。保護クリームは作業後はただちに洗いおとすことが肝要である。

3.5 その他の障害

地下ピットの清掃やタンク内の除染など，新鮮な空気の入りにくい所での作業には酸欠に注意しなければならない。

新鮮な空気中には酸素は約21%あるが18%以下に減少すると人体に危険である（表－7参照）

表－7　有害ガス・蒸気の気中濃度と症状等との関係表（Patty ）

有害ガス・蒸気	気中濃度等（容量）		症　　状　　等
酸素欠乏	酸素	16%以上	通常の状態であればとくに症状はない。
		16%～12%	脈はく数・呼吸数の増加，精神集中に努力が必要細かい作業の鈍化，頭痛
		14%～10%	判断力の低下，体温の上昇，チアノーゼ
		10%～6%	けいれん，チアノーゼ，中枢神経障害，意識不明
		6%以下	速やかな昏睡状態，呼吸緩除，呼吸停止，数分後心臓停止

4．高圧ガス

4.1 高圧ガスとは

ガス状のもの：常温及び温度35℃において圧力が10kg／㎠以上である圧縮ガス
液状のもの　：常温で圧力が２kg／㎠以上となる液化ガス。
圧力が２kg／㎠以上となる温度が25℃以下の液化ガス

である。例外として，圧縮ガスでも２kg／㎠以上のアセチレンガス。また，シアン化水素，臭化メチル，酸化エチレンなどは大気圧以上であれば，これを高圧ガスと呼ぶことになっている。

高圧ガスは通称「ボンベ」と呼ばれる鋼製またはほかの金属製の高圧ガス容器に充てんされている。「高圧ガス容器に充てんされた高圧ガス」による災害事故を防止するために，高圧ガスを取扱う上にどうしても知っていなければならないところの高圧ガス容器の取扱いに関する説明をつけ加えて記述する。

4.2 高圧ガス容器の取扱い

高圧ガス容器（これからは単に容器ということにする）は年々数個，多いときは20個も中の高圧ガスの圧力に耐えきれず破裂して多数の死傷者を出しているので，これを取扱うときには慎重の上にも慎重を期していなければならない。つぎに容器を取扱うものが必ず知っていなければならないことを列挙する。これは決して重要さの程度の順に並べたものではなく，どれ一つでも忘れてはならぬものである。

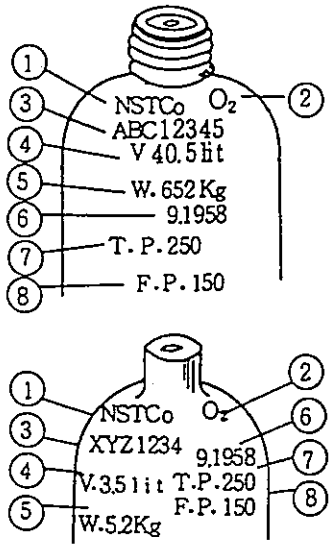
1） 容器証明書

容器には１個につき１枚の容器証明書がついており，容器の所有者が保管しなければならないことになっている。これには検査，再検査に合格したときの成績が記入してある。容器について何か疑問の点があればまずこれを確かめること。

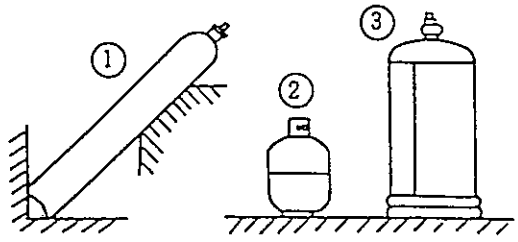
2） 刻　印

容器にはその肩部のみやすいところに刻印が打ってある（第１図参照，ただしごく肉厚の薄い容器で刻印を打つことが危険のものには，ネームプレート式のものもある）。この刻印は①容器の製造所名かその記号，②充てんガス名，③容器の記号と番号，④内容積，⑤重量，⑥検査年月および再検査年月，⑦耐圧試験圧力，⑧充てん圧力がなければならぬことになっているから，容器を受取ったら容器および内容ガスが希望どおりのものであるかどうかをこの刻印で必ず確かめること。なお，再検査期間は第２図のとおりであるから前回の再検査が非常に古いときのものであるときは警戒しなければならない。また，内容ガスに従って容器の表面に特別の塗色やガス名を書いて，とっさの間に発生する災害事故を防ぐようにしてあるが，これは第５表を参照されたい。

容器の表示は次に掲げる塗色をその容器の外面の肩部に容器表面積の10分の１以上について行ってある。



図－1　容器の刻印



① 継目なし，容器は内容積，圧力および古さに関係なく3年

② 内容積25ℓ以下，耐圧試験圧力30Kg／cm²以下の容積器は6年（多少の例外がある）

③ 内容積500ℓ以下の溶接容器は製造後
15年未満のものは3年
20年未満のものは2年
20年以上のものは1年

図－2　高圧ガス容器の再検査期間

表－8　ボンベの塗色

高圧ガスの種類	酸　素	水　素	炭酸ガス	アンモニア	塩　素	アセチレン	その他のガス
塗色の区分	黒	赤	緑	白	黄	かっ色	ねづみ色

3)　ガス量

容器に充てんすることのできるガスの量には一定の制限がある。万一にも間違いはないと思われるが自衛手段としては常に配達された容器について調べてみることである。圧縮ガスならば刻印T．Pの3／5（E．Pに同じ）以下の圧力であることとされているから圧力計で調べる。また液化ガスであれば容器の内容積をガスごとの定数（たとえば塩素は0.80，アンモニアは1.86，フロパンは2.35とういような数字）で割って得られた答の数字以下のkg数だけしか充てんしてはならないことになっているから，はかりで計ってみて正味のガスがそのとおりであるかどうか調べるのである。

4)　運　搬

容器は若干の安全率をみてあるが内部の圧力に耐えるのに精一杯であってそのほかの力が加われればそのために破裂するかも知れない。であるから落したり，倒したり，ぶつけたりする機会のある運搬時に最も注意を要するわけである。運搬時に注意すべきこととしては，

(1) たとえごく近距離に運ぶ場合でも容器専用の手押車を用いることが望ましい。もしそれがないときは容器をひきずるようなことはせず，容器をわずかに傾けその底の縁でころがすようにすること。

(2) 車に積込んだり降したりするとき，または2階へ持上げるというときに専用の器具がないときは必ず2人で両方から持つこと。投げ上げたり，ころげ落したり，1人でかつぎ上げたりしてはならない。クレーンなどで吊り上げる必要があるときにはなるべく専用の器具を用いることが望ましいが，それがない場合でもキャップやバルブにロープをかけるようなことはしないこと。キャップやバルブのところを吊るとそれが折れるから決してしてはならない。

(3) 車に積込んだ容器は運搬中にころげ落ちたり，たがいにぶつかり合うことのないようしっかりと固定しておくこと。

(4) バルブ保護用のキャップをつけるようにキャップねじの切ってある容器には必ずキャップをつけて運搬しなければならないが，車の外側へキッャプ，バルブが出ないようにして積むこと，車のすれ違がいなどのときにバルブを折られないように進行方向に向って左側にバルブがあるように積むこと。（バルブが折れると噴出ガスのため容器がロケット状になり 100m近くも飛ぶことがある）。

(5) 容器の温度は40℃以下に保つことが望ましいから気温によっては直射日光を避ける工夫をしなければならない。容器の設計に当っては日本のような温帯地区は45℃が基準である。しかしもし直射日光に当てると数時間で60℃に達する。

5) 貯　蔵

容器の貯蔵中に積み方が悪いためにくずれたり，倒れたりするなどの衝撃を与えてはならないこと。温度が上がらないようにすることなどは容器の運搬時の注意と同様であるが，貯蔵のさいは相当長時間になることが普通で，かつ，人目にあまり触れない場所にあることが多いから，あらかじめ下記のようなことを考えておく必要がある。

(1) 容器はすべて35℃以下に保つことと，もろくなるのを防ぐため－15℃以下にならないようにすること。

(2) 雨雪にさらしたり，地下室などの湿気の多いところにおくとさびて容器の耐圧力が減るから避けること。

(3) 油ぼろのように自然発火しやすいもの，ガソリンのように引火性が強くて火災の危険の多いものとは常に分離させておくこと。

(4) ほかから重量物が飛んできたり，移動するものが突き当ったり，上から何か落ちそうな所には貯蔵してはならない。

(5) 電気の通っている電線，またはアース線の近くに容器を貯蔵しないこと。電気抵抗熱で容器に穴が開くことがある。

(6) 容器の貯蔵室はもれたガスが火気や静電気などにって発火し，爆発や火災になることがあるので，これを防ぐため通風をよくし，また禁煙，火気厳禁とすること。

6)　容器使用中の注意

容器使用中は前述の運搬，貯蔵中と同じく衝撃，温度，火気，電気について警戒しなければならないことは同様であるが，特に容器使用中におかしやすいあやまちを挙げると，

(1)　容器を作業台や支持物のかわりに使ったり，はなはだしいのはローラーのかわりに使うというような，本来の目的である高圧ガスの入れ物という用途以外に使わぬこと。

(2)　細長い容器を使用している間は容器が移動したり倒れたりすることのないように，チェーンなどを用いて，柱，壁，実験台などに固定しておくこと。容器バルブ付近からガスが噴出しても容器がロケット状になって飛びまわることを防ぐためには容器をたてて固定しておく方がよい。

(3)　ほかの作業に使用されている重量物が容器に当たることのない場所を選んで容器を固定すること。

(4)　高圧ガスの放出を早くする必要がどうしてもおこり，容器を加温する必要が発生しても決して直接火災で容器をあぶるようなことをしてはならない。必ず40℃以下温湯か熱湿布を用いること。

7)　その他

以上容器の取扱いに当って注意すべき事項を列挙したが，このほかめったに例のないことであるが，決してやろうと思ってはならぬことがある。それは「容器から容器へガスを移しかえてみよう」ということである。これは爆鳴気を作ったり，その他いろいろな危険が考えられるのでやってはならない。また容器が空になったと思ってバルブを取り外したり，容器に穴をあけたり，一部切ってみたりということも悲惨な災害事故の原因になっているから決してやってはならない。この他疑問の点があったり，また何か危険と思われることがあればすぐ高圧ガスを供給した販売業者に照会または申出て相談することがよい。

4.3 各　論

1)　酸　素（液化酸素を除く）

(1)　酸素と油脂類は接触させておくだけで酸化，発熱し，ついには燃焼，爆発にいたるので容器，バルブ，調整器，その他いずれの部分にも油を付着させたり，ほかから油が飛んでくるようなところにおいたりしてはならない。圧力計のブルドン管の中や，高圧継手のねじ部分などに無意識のうちに油を入れることがあるし，また酸素用でない容器，圧力計調整器，配管などの中には油が入っているが普通であるので注意しなければならない。

(2)　酸素が噴出したりすると思わぬところに影響があることがある。わずかの火花で人の着物が急に燃えだしたり，油ぼろが発火したり，炉内の鋼材がとけたりする。酸素を貯蔵したり，取扱ったりする場所をよく考えてしなければならない。

(3) 酸素を空気と同じように考えてはならない。ゴム管やガス管のなか，機械や器具のなか，その他たいていの所に油があって，空気ではなんら危険がないものでも酸素であるため災害事故を発生する。

2) 水　素

(1) 水素はバルブのガス出口，安全弁などから急に噴出すると火源がなくても着火することが多い。最初火が付かないで相当量噴出して空気中に爆鳴気を作ってから着火するようなことになると特に被害が大きい。そのようなことを念頭において貯蔵，取扱い場所を選定しなければならない。

(2) 水素と酸素を同時に貯蔵しなければならないときは隔離してする方が望ましく，もれ試験をするのには必ずせっけん水のようなものを用い，火炎などは近づけてはならない

3) 塩　素

(1) 塩素は多少のもれでも相当鼻，眼，のどを刺激するからドラフトの中か，屋根や壁のない開放された場所で取扱うこと，一度に多量のガスを吸入すると即死することがある。

(2) 多少離れたところに必ず塩素専用のマスクを用意しておき，塩素容器の近くにいる者には万一の場合の避難，処置の方法をあらかじめよく教えておくこと。

(3) アンモニア水をひたした布でも検査ができるからときどき行ってみること。

(4) 使用のつどバルブにたまった水分などをよくふき取っておくこと。それでも腐食がどうしても進むからガスを入れたまま1年以上はおかぬこと。

4) アンモニア

(1) アンモニアはよく水に吸収されるので万一の場合でも注意すればそれほど被害を大きくしなくてすむ。必ず注水ができるようなところで貯蔵，取扱いを行うこと。

(2) アンモニア専用の防毒マスクを少し離れたところに常備し，万一の場合の措置方法をあらかじめよく教えておくこと。

(3) ガスもれを点検するには塩酸を浸した布を近づけてみればわかる。

5) アセチレン

(1) アセチレンは非常に燃焼しやすく，燃焼温度は高く，また場合によっては分解爆発もするという非常に危険なガスであるから，調整器出口が1 kg／cm²以上にならないように使用すること。

(2) アセトンの流出を避けるため，使用中も容器は直立させておき，ガスを使い終ったら必ずバルブを閉じること。

(3) ガスの使用を一時中止するときでも調整ネジだけでなく，バルブを完全に閉めること。また，バルブは最大1回転半くらい開くだけにとどめること。

(4) 容器の温度が手でさわってみてわかるほど熱くなったことを発見したら付近のものを避難させ専門家の指示をうけること。

6) ＬＰガス，プロパン，ブタン，その他を含んでいるものなどすべて燃料用に供給されているものは「プロパン」と呼ばれているが，正しく液化石油ガス（Liquefied Petroleum Gas，略してＬＰガス）というべきである。

ＬＰガスは最近工業用，家庭用，その他一般に燃料としてひろく使用されるようになってきたが，その使用法を知らないままで普及したため現在若干の災害事故がおきていることは事実である。しかし正しい使用方法を心得ていれば決して特に危険なガスというほどのものではないと考えられる。

ＬＰガスは工業用のものを除いて，空気中に容量で１／200 混入すれば，感知できる程度に着臭しなければならぬことになっているから，もれたときには気がつかぬことはないしかし，このガスが空気より重いために床面にあっても感知できなかったり，溝や，低い通路を通って遠くまでいき，思わぬ場所の着火源から火を引いて爆発をおこすことがよくある。ＬＰガスが可燃性ガスであることと，低い所へ，低い所へと流れてゆくガスであることを常に念頭におかなければならない。その取扱いについてはつぎの事項に注意しなければならない。

(1) 容器，減圧弁を必ず屋外におき，燃焼器具の近く（２ｍ以内）までは金属管で配管しその先端にバルブを取付け，コックは使わぬこと，その後はゴムホースでよい。
こうすれば極端な言い方であるが，普通の都市ガスとなんら違いがないわけである。

(2) 屋外の容器，減圧弁を風雨から守るため箱の中に入れるときは箱の下部にも通風孔を設け，もしもれがあってもガスがすぐ外へ出るようにすること。容器はつねに直立させて使うこと。

(3) 容器からわずかのもれ，安全弁作動のような大量のもれなどがあっても，そのガスが流れおちるような位置に建物の出入口，窓，床下通気孔などがないようにすること。

(4) 容器の取付け，取りはずしは付近に火気のないことを確かめた後でなければやってはならない（ガス販売業者にやらせることが望ましい）。

(5) 容器，減圧弁，その他の高圧部分はいたずらされないようにしておくこと。

(6) 燃焼器具をおいてある室の最も低い部分に通風孔を設けること。

(7) 減圧弁後の金属配管は耐圧８kg／㎠以上，バルブの後のゴムホースは耐圧，耐油性で外部にホースバンドを掛けたものであること。

(8) 配管工事終了後はもれ検査をすること。

(9) 燃焼器具を使用するため点火するときはその前にガスもれがなかったことを確かめる。もしもれていたようであればどこか低い所にガスが滞留していないかどうか確かめること。

(10) ガスが配管，減圧弁，容器などからもれていることを発見したら容器弁を閉め，付近の火を消し，窓，扉を開放すること。

(11) 安全弁からガスもれ，噴出があったときは上記の処置をしたらすぐガス供給者に連絡のこと。

⑿ 付近に火災があったときはバルブを閉め容器をほかの安全な場所に運ぶこと。すでに火炎を受けつつあれば遠方から多量の水をかける。容器からガスが噴出してそれに火がついているときは火を消さないようにしないと空気中で激しい爆発をおこすことがある。

7) 低温液化ガス

(1) 分析を行う際には、実験にドライアイス寒剤や液体窒素などを用いる場合がある。ドライアイス寒剤は－80℃付近，液体窒素は－196 ℃付近の低温である。直接人体に触れると大変危険で凍傷になりかねない。汗がにじんでいるような手で低温の器具を不用意ににぎったりしたとき，器具の表面に皮膚が瞬間的にくっついてしまうが，あわてないで少し間をおくと，乾燥状態になって離れやすくなる。しかし，このようなことは慎まなければならない。そのため，取扱いは、乾燥した保護手袋などを用いることが大事である。

(2) また，ドライアイス寒剤でも液体窒素による低温源でもつねにガスが発生してくるので実験室の換気には十分に心がける。もしも密閉に近い室であれば液体窒素は酸素欠乏の原因にもなる。過剰な熱が与えられると爆発的な気化をするが除々に蒸発があるので容器を密栓することは危険である。極低温の液体に室温であった器具を浸すと部分的に急激ん収縮が起こり，器具を破壊してしまうことがある。

5．参考文献

化学実験の安全指針　日本化学会編
化学防災指針1　日本化学会編
危険物データブック　東京消防庁編
化学薬品の混触危険ハンドブック　東京消防庁編
化学実験の基礎と心得　頼実　正弘　著
基礎の化学実験法〔I〕　西山　隆造　著
理化学辞典　第3版　岩波書店
作業環境の有害物質測定法　コロナ社　小林義隆著
有機溶剤作業主任者テキスト　労働省労働衛生課編
特定化学物質作業主任者テキスト　労働省労働衛生課編
危険物・毒物処理取扱いマニュアル　海外技術資料研究所
危険物関係早見法令集　消防庁危険物規制課編
動燃事業団・東海事業所　標準分析作業法　周辺環境管理編
動燃事業団・東海事業所　標準分析作業法　A棟・B棟編

6．その他（表）

表－9　有機溶剤の発火，爆発，危険性

溶剤	発火点（密閉）℃	各種温度（℃）における発火(爆発)下限(容量%)					
		室温	100	200	225	250	300
アセトン	−16	2.67	2.40	2.00	—	—	—
イソアミルアセテート	25	—	1.00	0.82	—	0.76*	—
ベンゼン	−20	1.32	1.10	0.93	—	—	0.80*
n−プチルアルコール	38	—	1.56	1.27	1.22*	—	—
クレゾール	94	—	1.06**	0.93	—	0.88*	—
シクロヘキサン	−20	1.12	1.01	0.83*	—	—	—
シクロヘキサノン	44	—	1.11	0.96	0.94	0.91*	—
エチルアルコール	12	3.48	3.01	2.64	—	2.47	2.29*
エチルラクテート	55	—	1.55	1.29	—	1.22*	—
ガソリン	−43	1.07	0.94	0.77*	—	—	—
n−ヘキサン	−26	1.08	0.90	0.72*	—	—	—
強溶解性石油ナフサ	2	1.00	0.89	0.74	0.72	0.69*	—
メチルアルコール	11	6.70	5.80	4.81	—	4.62	4.44*
メチルエチルケトン	− 6	1.83	1.70	1.33*	—	—	—
メチルラクテート	49	—	2.21	1.86	1.80	1.75*	—
鉱油，No.10	40	—	0.77	0.63*	—	—	—
トルエン	9	1.17	0.99	0.82	—	—	0.72*
テルペン	35	—	0.69	0.54*	—	—	—
V．M．Pナフサ	− 2	0.92	0.76	0.67*	—	—	—

注　*　急激な分解，爆発反応が起こる。

**　150℃で測定。

表－１０　可燃性，引火性物質の危険性

物質名	引火点 (℃)	発火点 (℃)	爆発限界 (vol %) 下限	爆発限界 (vol %) 上限	蒸気密度 (空気＝１)	沸点 (℃)	比重 (水＝１)	水溶性	消火上の注意
アクロレイン	<-26	220	2.8	31	1.9	52	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アクリル酸エチル	10*	372	1.4	14	3.5	99	0.9	難	水無効，アルコール泡
アクリル酸メチル	-3*	468	28	25	3.0	80	1.0-	不	水無効
アクリロニトリル	0*	481.1	3.0	17	1.8	77	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アジピン酸	163	422				373	1.4	難	水無効，アルコール泡
亜硝酸エチル	-35	90 (分解)	4.0	50	2.6	17	0.9	不	(水，泡消火による流出)
アセタール	-21	230	1.6	10.4	4.1	102	0.8	難	水無効（被覆による消火は可）
アセチレン	-18	299.1	2.5	81	0.9	-83		溶	元せんを止める
アセトアニリド	169*	530		7	4.7	306	1.21	不	
アセトアルデヒド	-39	175	4.0	60	1.5	21	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アセトニトリル	6*	524	3.0	16.0	1.4	82	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アセトフェノン	77	570			4.1	202	1.0+	不	
アセトン	-20	465	2.15	13	2.0	56	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アニリン	70	615	1.3	11	3.2	184	1.0+	難	アルコール泡
アニリン塩酸塩	193*				4.5	245	1.22	不	
2-アミノエタノール	85	410.1			2.1	172	1.0+	溶	アルコール泡
アリルアミン	-29	374	2.2	22	2.0	53	0.8	溶	水無効，アルコール泡
アリルアルコール	21	378	2.5	18.0	2.0	97	0.9	溶	水無効，アルコール泡
アルドール	66*	250			3.0	79～80	1.1	溶	アルコール泡
安息香酸	121	570			4.2	250	1.27	難	
安息香酸メチル	83				4.7	150	1.1	不	被覆による消火には水使用不可
アントラキノン	185				7.2	380	1.44	不	
アントラセン	121	540	0.6		6.2	340	1.24	不	
アンモニア	ガス	651	16	25	0.6	-33		溶	元せんを止める
イソブタン	ガス	462	1.8	8.4	2.0	-12		難	元せんを止める
イソブチルアルコール	28	415	1.7	10.6	2.6	107	0.8	溶	水無効，アルコール泡
イソプレン	-54	395	1.3	8.9	2.4	34	0.7	不	水無効
イソペンタン	<-51	420	1.4	7.6		28	0.6	不	水無効
イソペンチルアルコール	43	350	1.2	9.0	3.0	132	0.8	難	アルコール泡
イソホロン	84	460	0.8	3.8		215	0.9	難	
一酸化炭素	ガス	609		74	1.0	-192		不	元せんを止める
エタノール	13	363	3.3	19	1.6	78	0.8	溶	水無効，アルコール泡
エタン	ガス	515	3.0	12.5	1.0	-89		不	元せんを止める
エチルアニリン	85*				4.2	205	1.0-	不	
エチルアミン	<-18	384	3.5	14.0	1.6	17	0.8	溶	水無効，アルコール泡
エチルビニルエーテル	<-46	202	1.7	28	2.5	36	0.8	不	水無効，アルコール泡
エチルベンゼン	15	432	1.0	6.7	3.7	136	0.9	不	水無効
エチルメチルエーテル	-37	190	2.0	10.1	2.1	11	0.7	溶	水無効，アルコール泡
エチルメチルケトン	-9	404	1.7	11.4	2.5	80	0.8	溶	水無効，アルコール泡
エチレン	ガス	450	3.1	32	1.0	-104		溶	元せんを止める
エチレンオキシド	<-18	429	3.0	100	1.5	11	0.9	溶	水無効，アルコール泡（蒸気爆発性）
エチレングリコール	111	398	3.2			197	1.1	溶	アルコール泡（水，泡消火による流出）
塩化アセチル	4	390			2.7	51	1.1	分解	水，泡の使用を禁止
塩化イソプロピル	-32	593	2.8	10.7	2.7	35	0.9	不	水無効
塩化エチル	-50	519	3.8	15.4	2.2	12	0.9	不	水無効
塩化ビニル	ガス	472	4	22	2.2	-14		不	元せんを止める

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

物質名	引火点 〔℃〕	発火点 〔℃〕	爆発限界 〔vol %〕 下限	爆発限界 〔vol %〕 上限	蒸気密度 (空気＝1)	沸点 〔℃〕	比重 (水＝1)	水溶性	消火上の注意
塩化ブチル	-9	240	1.8	10.1	3.2	77	0.9	不	水無効
塩化プロピル	<-18	520	2.6	11.1	2.7	46	0.9	不	水無効
塩化ベンジル	67	585	1.1		4.4	179	1.1	不	被覆による消火に水使用可
塩化ベンゾイル	72				4.9	197	1.2	分解	水と反応し分解
塩化ペンチル	13°	260	1.6	8.6	3.7	106	0.9	不	水無効
塩化メチル	ガス	632	10.7	17.4	1.8	-24		難	元せんを止める
1-オクタノール	81				4.5	194	0.8	不	
オクタン	13	206	1.0	6.5	3.9	126	0.7	不	水無効
オレイン酸	189	363				286	0.9	不	水，泡消火による流出
過酸化ジアセチル	(45°)				4.1		1.2	難	熱すれば爆発
ギ酸	69	534			1.6	101	1.2	溶	アルコール泡
ギ酸イソプロピル	-6				3.0	67	0.9	難	水無効，アルコール泡
ギ酸エチル	-20	455	2.8	16.0	2.6	54	0.9	不	水無効，アルコール泡
ギ酸プロピル	-3	455			3.0	81	0.9	難	水無効，アルコール泡
ギ酸メチル	-19	449	4.5	23	2.1	32	1.0-	溶	水無効，アルコール泡
o-キシレン	32	463	1.0	6.0	3.7	144	0.9	不	水無効
m-キシレン	27	527	1.1	7.0	3.7	139	0.9	不	水無効
p-キシレン	27	528	1.1	7.0	3.7	138	0.9	不	水無効
クメン	36	424	0.9	6.5	4.1	152	0.9	不	
グリセリン	160	370				290	1.3	溶	アルコール泡（水，泡消火による流出）
o-クレゾール	81	599	1.4		3.7	191	1.1	不	被覆による消火に水使用可
m，p-クレゾール	86	558	1.1			201	1.0	不	
クロトンアルデヒド	13	232	2.1	15.5	2.4	102	0.9	難	水無効，アルコール泡
2-クロロエタノール	60	425	4.9	15.9	2.8	129～130	1.2	溶	アルコール泡
クロロベンゼン	29	593	1.3	9.6	3.9	132	1.1	不	水無効（被覆による消火は可）
酢酸（氷酢酸）	39	463	4.0	19.9	2.1	118	1.0+	溶	アルコール泡
酢酸イソブチル	18	421	1.3	10.5	4.0	118	0.9	不	水無効，アルコール泡
酢酸イソプロピル	2	460	1.8	8	3.5	90	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸イソペンタン	32				4.5	121	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸エチル	-4	426	2.0	11.5	3.0	77	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸ビニル	-8	402	2.0	13.4	3.0	72	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸ブチル	22	425	1.7	7.6	4.0	127	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸プロピル	13	450	1.7	8	3.5	102	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸ベンジル	90	461.1				214	1.1	難	アルコール泡（水，泡消火による流出）
酢酸ペンチル	16	360	1.1	7.5	4.5	149	0.9	難	水無効，アルコール泡
酢酸メチル	-10	454	3.1	16	2.6	60	0.9	溶	水無効，アルコール泡
酸化硫化炭素（硫化カルボニル）	ガス		12	29	2.1	-50			元せんを止める
シアンアミド	141				1.5	260 (分解)	1.7	溶	
シアン化水素(96%)	-18	537	6	41	0.9	26		溶	蒸気極めて有毒性
ジイソプロピルエーテル	-28	443.9	1.4	7.9	3.5	69	0.7	不	水無効，アルコール泡
ジエチルアミン	-23	312	1.8	10.1	2.5	57	0.7	溶	水無効，アルコール泡
ジエチルエーテル	-45	160	1.9	36.0	2.6	35	0.7	難	水無効，アルコール泡
1.4-ジオキサン	12	180	2.0	22	3.0	101	1.0+	不	水無効，アルコール泡
シクロブタン	ガス				1.9	13		不	元せんを止める
シクロプロパン	ガス	498	2.4	10.4	1.5	-34		不	元せんを止める
シクロヘキサノール	68	300			3.5	161	1.0-	難	アルコール泡

物質名	引火点 (℃)	発火点 (℃)	爆発限界 (vol %) 下限	爆発限界 (vol %) 上限	蒸気密度 (空気=1)	沸点 (℃)	比重 (水=1)	水溶性	消火上の注意
シクロヘキサノン	44	420	1.1	9.4	3.4	156	0.9	難	アルコール泡
シクロヘキサン	-20	243	1.3	8	2.9	82	0.8	不	水無効
シクロヘキシルアミン	31	293			3.4	134	0.9	溶	水無効，アルコール泡
1,2-ジクロロエタン	13	440	6.2	16	3.4	84	1.5	不	
1,2-ジクロロエチレン	6	460	9.7	12.8	3.4	61	1.3	不	水無効(被覆による消火は可)
1,2-ジクロロプロパン	16	557	3.4	14.5	3.9	96	1.2	不	水無効(被覆による消火は可)
o-ジクロロベンゼン	66	648	2.2	9.2	5.1	180	1.3	不	被覆による消火には水使用可
p-ジクロロベンゼン	66				5.1	174	1.5	不	被覆による消火には水使用可
ジビニルエーテル	<-30	360	1.7	27	2.4	39	0.8	不	水無効
ジメチルアミン	ガス		2.8	14.4	1.6	7		溶	元せんを止める
ジメチルエーテル	ガス	350	3.4	27.0	1.6	-24		溶	元せんを止める
p-シメン	47	436	0.7	5.6	4.6	176	0.9	不	
臭化エチル		511	6.8	8.0	3.8	38	1.4	不	水無効
臭化ブチル	18	265	2.6	6.6	4.7	102	1.3	不	水無効（被覆による消火は可）
臭化メチル		537	13.5	14.5	3.3	4	1.7	不	
シュウ酸ジエチル	76				5.0	186	1.1	徐々に分解	水と反応し分解
酒石酸	210°	425			5.2		1.76	溶	アルコール泡（水，泡消火による流出）
硝酸エチル	10		4.0		3.1	88	1.1	不	水無効（被覆による消火は可）
しょうのう	66	466	6.0	3.5	5.2	204	1.0-	不	
水素	ガス	585	4.0	75	0.1	-252		難	元せんを止める
スチレン	32	490	1.1	6.1	3.6	146	0.9	不	水無効
ステアリン酸	196	395				386	0.8	不	水，泡消火による流出
炭酸ジエチル	25				4.1	126	1.0-	不	水無効
デカン	46	210	0.8	5.4	4.9	174	0.7	不	
テトラヒドロナフタリン（テトラリン）	71	385	0.8	5.0	4.6	207	1.0-	不	
テトラヒドロフラン	-14	321	2	11.8	2.5	66	0.9	溶	水無効，アルコール泡
テトラメチル鉛	38				6.5	100以上で分解	1.6	不	
ドデカン	74	203	0.6		5.9	216	0.8	不	
トリエチルアミン	-7°		1.2	8.0	3.5	89	0.7	不	水無効，アルコール泡
トリエチレングリコール	167°	357	0.9	9.2		288	1.1	溶	アルコール泡（水，泡消火による流出）
1,3,5-トリオキサン	45°	414	3.6	29		115で昇華		難	アルコール泡
トリメチルアミン	ガス		2.0	11.6	2.0	3		溶	元せんを止める
o-トルイジン	85	482			3.7	200	1.0-	不	
p-トルイジン	87	482			3.9	200	1.0-	不	
トルエン	4	480	1.2	7.1	3.1	111	0.9	不	水無効
ナフタリン	79	526	0.9	5.9	4.4	218	1.1	不	
1-ナフチルアミン	157					300	1.2	不	水，泡消火による流出
2-ナフトール	153					285	1.22	不	水，泡消火による流出
二塩化エチリデン	-6		5.6		5.0	57～59	1.2	難	水無効（被覆による消火は可） アルコール泡
二塩化二硫黄	118	234				138	1.7	分解	水と反応し分解
二塩化ビニリデン	-18	570	7.3	16.0	3.4	37	1.3	不	水無効（被覆による消火は可）
ニコチン		244	0.7	4.0	5.6	246	1.0	溶	アルコール泡（水，泡消火による流出）
ニトロエタン	28	414.4	3.4		2.6	114	1.1	難	水無効（被覆による消火は可） アルコール泡，加熱すると爆発

物質名	引火点 (℃)	発火点 (℃)	爆発限界 (vol %) 下限	爆発限界 (vol %) 上限	蒸気密度 (空気=1)	沸点 (℃)	比重 (水=1)	水溶性	消火上の注意
ニトログリセリン	爆発	270				261 (爆発)	1.6	不	加熱すれば爆発
p-ニトロトルエン	106					238	1.3	不	水，泡消火による流出
α-ニトロナフタレン	164					304	1.3	不	水，泡消火による流出
1-ニトロプロパン	36	421	2.2		3.1	131	1.0	難	アルコール泡，加熱すると爆発
2-ニトロプロパン	24	428	2.6		3.1	120	1.0-	難	アルコール泡，加熱すると爆発
ニトロベンゼン	88	482	1.8		4.3	211	1.2	不	被覆による消火には水使用可
ニトロメタン	35	418	7.3		2.1	101	1.1	難	水無効，アルコール泡
二硫化炭素	-30	90	1.3	50	2.6	46	1.3	不	水無効（被覆による消火は可）
ノナン	31	205	0.8	2.9	4.4	151	0.7	不	水無効
パラアルデヒド	36*	238	1.3		4.5	124	1.0-	難	水無効，アルコール泡
パラキシルムアルデヒド	70	300	7.0	73				難	アルコール泡
ピクリン酸	爆発	<300				255	1.8	不	加熱すれば爆発
ヒドラジン	38		2.9	98	1.1	113	1.0+	溶	蒸気爆発性
ヒドロキシルアミン	129 (爆発)						1.2	溶	加熱すれば爆発
ヒドロキノン	165	516				286	1.3	不	アルコール泡（水，泡消火による流出）
ビニルエチルエーテル	<-45.6	201.7	1.7	28	2.5	35.6	0.8	不	水無効，アルコール泡
ビニルエーテル	<-30	360	1.7	27	2.4	38.9	0.8	不	水無効
ピリジン	20	482	1.8	12.4	2.7	115	1.0-	溶	水無効，アルコール泡
ピロカテキン (カテコール)	127				3.8	245	1.3	溶	
フェノール	79	715	1.8		3.2	181	1.1	溶	アルコール泡
1，3-ブタジエン	ガス	429	2.0	11.5	1.9	-4		不	元せんを止める
1-ブタノール	29	343	1.4	11.2	2.6	117	0.8	溶	水無効，アルコール泡
フタル酸オクチル	218.3*					386		不	水，泡消火による流出
ブタン	ガス	405	1.9	8.5	2.0	-1		難	元せんを止める
sec-ブチルアルコール	24	405	1.7	9.8	2.6	94	0.8	溶	水無効，アルコール泡
tert-ブチルアルコール	11	478	2.4	8.0	2.6	83	0.8	溶	水無効，アルコール泡
1-ブテン	ガス	384	1.6	9.3	1.9	-6		不	元せんを止める
2-ブテン (cis)	ガス	324.5	1.7	9.0	1.9	4	0.6		元せんを止める
2-ブテン (trans)	ガス	324	1.8	9.7	1.9	1		不	元せんを止める
フラン	<0		2.3	14.3	2.3	31	0.9	不	水無効
フルフラール	60	316	2.1	19.3	3.3	161	1.2	難	アルコール泡
フルフリルアルコール	75*	491	1.8	16.3	3.4	171	1.1	溶	アルコール泡
プロパン	ガス	466	2.2	9.5	1.6	-42		不	元せんを止める
プロピオン酸エチル	12	440	1.9	11	3.5	99	0.9	不	水無効
プロピオン酸メチル	-2	469	2.5	13	3.0	80	0.9	不	水無効
プロピルアルコール	23	412		13.7	2.1	97	0.8	溶	水無効，アルコール泡
プロピルベンゼン	30	450	0.8	6.0	4.1	159	0.9	不	水無効
プロピレン	ガス	410	2.4	10.3	1.5	-47		溶	元せんを止める
1，2-プロパンジオール	99	371	2.6	12.5		188	1.0+	溶	アルコール泡
ヘキサクロルベンゼン	242.2					322.2	1.5	不	水，泡消火による流出
ヘキサン	-22	223	1.1	7.5	3.0	69	0.7	不	水無効
1-ヘキサノール	63				3.5	155	0.8	難	アルコール泡
ヘプタン	-4	204	1.0	6.7	3.5	98.3	0.7	不	水無効
ベンジルアルコール	93	436				206.1	1.0	難	アルコール泡 (水，泡消火による流出)
ベンズアルデヒド	63	192			3.7	179	1.1	不	被覆による消火に水使用可

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

物質名	引火点〔℃〕	発火点〔℃〕	爆発限界〔vol %〕		蒸気密度(空気＝1)	沸点〔℃〕	比重(水＝1)	水溶性	消火上の注意
			下限	上限					
ベンゼン	-11	498	1.3	7.1	2.8	80	0.9	不	水無効
ペンタン	<-40	260	1.5	7.8	2.5	36	0.6	不	水無効
1-ペンテン	-18*	75	1.5	8.7	2.4	30	0.7	不	水無効
ホルムアルデヒド	ガス	424	7.0	73	1.0	-19		溶	元せんを止める
無水酢酸	49	316		10.3	3.5	140	1.1	溶	アルコール泡
無水フタル酸	152	570	1.7	10.5		284	1.5	不	水，泡消火による流出
無水マレイン酸	102	477	1.4	7.1		202	0.9	難	アルコール泡（水，泡消火による流出）
メタン	ガス	537	5.3	14.0		-162	0.6	不	元せんを止める
ホルムアルデヒドジメチルアセタール	-18*	237			2.6	42.6	0.9	溶	水無効，アルコール泡
メチルアミン	ガス	430	4.9	20.7	1.1	-6		溶	元せんを止める
メタノール	11	385	6.0	36	1.1	64	0.8	溶	水無効，アルコール泡
メチルエーテル	ガス	350	3.4	18	1.6	-23.9		溶	元せんを止める
メチルシクロヘキサン	-4	250	1.2	6.7	3.4	101	0.8	不	水無効
酢酸エチル	24	463			4.0	120	0.9	不	水無効，アルコール泡
酢酸メチル	14				3.5	101	0.9	難	水無効，アルコール泡
硫化カルボニル	ガス		12	29	2.1	-50		分解	元せんを止める
硫化ジメチル	<-18	436	2.2	19.7	2.1	37	0.8	不	水無効
硫化水素	ガス	260	4.3	45	1.2	-60		溶	元せんを止める
硫酸ジエチル	104	436				分解してエチルエーテルを生ずる	1.2	わずかに分解	アルコール泡（水，泡消火による流出）
硫酸ジメチル	83*	188			4.4	188	1.3	不	被覆による消火は水使用可
リン（赤）		260			4.3	281	2.3	不	被覆による消火は水使用可
リン酸n-トリル	225	385				410（分解）	1.2	不	水，泡消火による流出
レゾルシン	127	608	1.4		3.8	277	1.28	溶	

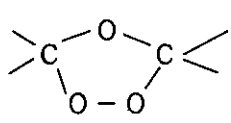
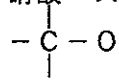
引火点：数字は原則として，密閉式引火点測定装置による値であり，＊印を付したものは開放式引火点測定装置によったものである。

蒸気密度：空気がまったくないときのガスまたは蒸気の密度を，それと同じ圧力の空気の密度を1として比較した値である。すなわち，蒸気密度が1より小さければ，ガスまた蒸気は空気より軽く，1より大きければ空気より重い（実際には，沸点以下の液体の蒸気は，その温度における蒸気圧に応じて，蒸気と空気との混合ガスとなっていることに注意する）。

水溶性：水に対する溶解度は，適切な消火方法を選定するにのに使用される。水に対する溶解度が"不"は10g/100 mℓ以下のもの，"難"は10～24g/100 mℓのもの，"溶"は25g/100 mℓ以上のものをいう。"分解"は水と反応して，分解を起こすものをいう。

消火上の注意：泡消火（化学泡または空気泡による），アルコール泡（耐アルコールの空気泡による消火），水，泡消火による流出（沸点が高いので，火災のさい液温が水の沸点より高くなり，水または泡に接すると，水が急激に沸騰して可燃性液体を流出，飛散させ，火災を拡大して消火困難となる）。

表－１１　爆発性物質と混合危険

結　合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
O－O	酸素O_2	可燃物			
	空気	可燃物			
	過酸化水素 H_2O_2	可燃物	濃厚過酸化水素		H_2O_2＋ヒドラジンNH_2・NH_2
	無機過酸化物 $M_2^IO_2$	可燃物			
			有機過酸化物 R－O－O－R'	←アルコール＋H_2O_2 ←ハロゲン化物＋H_2O_2 ←アルデヒド＋H_2O_2 ←ケトン＋H_2O_2 ←カルボン酸＋H_2O_2 ←エーテル＋O_2	
	オゾンO_3	可燃物			
			オゾニド 	←不飽和炭化水素＋O_3	
N－O	硝酸HNO_3（WFNA）	可燃物			HNO_3＋NH_3，アミン類 CS_2，H_2S など
	五酸化二窒素 N_2O_5	可燃物			
	金属硝酸塩 M^INO_3	可燃物			
			硝酸エステル 	←アルコール＋HNO_3 ←炭水化物＋HNO_3	
	二酸化窒素 $2NO_2$ ⇅ 四酸化二窒素 N_2O_4	可燃物			N_2O_4＋NH_3， N_2O_4＋アミン類

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

結合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
N－O	発煙硝酸 （RFNA）	可燃物			RFNA＋ｱﾐﾝ類
	亜硝酸金属塩 $M^{I}NO_2$	可燃物			$M^{I}NO_2 + NH_4X$ （ｱﾝﾓﾆｳﾑ塩）
			亜硝酸エステル $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-ONO$	←アルコール $+HNO_2$	
			ニトロ化合物 $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-NO_2$	←ﾊﾛｹﾞﾝ化物 $+M^{I}NO_2$	
	ﾃﾄﾗﾆﾄﾛﾒﾀﾝ $C(NO_2)_4$	可燃物	←	←炭化水素 $C_2H_2 + HNO_3$	
			アミン硝酸塩 $-\overset{|}{\underset{|}{N}}\cdot HNO_3$	←アミン類 $+HNO_3$	
	硝酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ	可燃物	硝酸ｱﾝﾓﾆｳﾑ NH_4NO_3	←NH_3 $+HNO_3$	融解硝安ｱﾝﾓﾆｳﾑ ＋金属粉末 （Zn, Al, Cuなど）
			ニトラミン $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-N-NO_2$	←アミン硝酸塩 の脱水 ←ｱﾐﾝ類＋HNO_3	
			ニトロソ化合物 $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-NO$ キノンオキシム $O=\overset{|}{C}-\cdots$ $\cdots-\overset{|}{C}=NOH$	←フェノール類 $+HNO_2$	
			ﾋﾄﾞﾛｷｼﾙｱﾐﾝ とその誘導体 $R_1 \diagdown N-OH$ $R_2 \diagup$		

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・・・・01 (1993)

結合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
N－O			雷酸塩 $M^{I}-O-N=C$	←金属硝酸塩 ＋硝酸＋アルコール	$M^{I}ONC+H_2SO_2$
X－O	過塩素酸 $HC\ell O_4$	可燃物			
			七酸化二塩素 $C\ell_2O_7$		
	過塩素酸金属塩 $M^{I}C\ell O_4$	可燃物			
			アミン過塩素酸塩 $-\overset{|}{\underset{|}{N}}\cdot HC\ell O_4$		
	過塩素酸アンモニウム $NH_4C\ell$	可燃物			
			過塩素酸エステル $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-OC\ell O_3$	←アルコール $+HC\ell O_4$	
			ベルクロリル化合物 $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-C\ell O_3$	$\leftarrow-\overset{|}{\underset{|}{C}}-H$ $+FC\ell O_3$	
			塩素酸 $HC\ell O_3$ 二酸化塩素 $C\ell O_2$	↙ $M^{I}C\ell O$ ＋酸	濃厚なとき
	塩素酸金属塩 $M^{I}C\ell O_3$	可燃物	塩素酸重金属塩 (Hg, Ag, Pbなど)	←$KC\ell O_3$ ＋重金属塩	
			塩素酸アンモニウム $NH_4C\ell O_3$	←$M^{I}C\ell O_3$ $+NH_3$ または アンモニウム塩	濃厚なとき

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・・・・01 (1993)

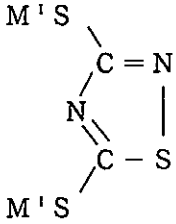
結合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
X－O			アミン塩素酸塩 $-\overset{\vert}{\underset{\vert}{N}}\cdot NCl O_3$	←$M^{I}ClO_3$ ＋アミン酸	
			塩素酸エステル $-\overset{\vert}{\underset{\vert}{C}}-OClO_2$		
			亜塩素酸塩 $M^{I}ClO_2$		$M^{I}ClO_2$＋強酸 $M^{I}ClO_2$＋ $Na_2S_2O_3$
			次亜塩素酸 HClO		
			一酸化塩素Cl_2O		
	次亜塩素酸塩 $M^{I}ClO$	アンモニウム塩 NH_4X	 $M^{I}ClO$		
			次亜塩素酸エステル $-\overset{\vert}{\underset{\vert}{C}}-OCl$		
	臭素酸塩 $M^{I}BrO_3$	可燃物			
			アミン臭素酸塩 $-\overset{\vert}{\underset{\vert}{N}}\cdot HBrO_3$		
			臭素酸アンモニウム NH_4BrO_3		
	ヨウ素酸塩 $M^{I}IO_3$	可燃物			
			アミンヨウ素酸塩 $-\overset{\vert}{\underset{\vert}{N}}\cdot HIO_3$		
			ヨウ素酸アンモニウム NH_4IO_3		

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

40・ ・ ・ ・01 (1993)

結合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
X－O			過マンガン酸 $HMnO_4$	⇔ $M'MnO_4$ $+H_2SO_4$	
			七酸化二マンガン Mn_2O_7		
	過マンガン酸塩 $M'MnO_4$	可燃物	過マンガン酸アンモニウム NH_4MnO_4	←$M'MnO_4$ +アンモニウム塩	
			アミン過マンガン酸塩		
	二クロム酸塩（重クロム酸塩） $M_2'Cr_2O_7$	可燃物			
			重クロム酸アンモニウム $(NH_4)_2Cr_2O_7$	$M_1'Cr_2O_7$+ アンモニウム塩	
			アミン重クロム酸塩		
	酸化クロム（VI） CrO_3	可燃物			可燃物の種類によってはすぐ発火する。
	金属酸化物	可燃物			
N－N			アミン亜硝酸塩 $-\overset{|}{\underset{|}{N}}\cdot HNO_2$	←アミン類＋ HNO_2	
			亜硝酸アンモニウム NH_4NO_2	←$M'NO_2$+ NH_4X	
			ニトロソアミン $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-\overset{|}{N}-NO$	←$-\overset{|}{\underset{|}{C}}-\overset{|}{\underset{H}{N}}+HNO_2$	
			ジアゾ化合物 ジアゾニウム塩 $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-\overset{+}{\underset{X}{N}}\equiv N:$	←アミン類＋ HNO_2+HX	
			ジアゾオキシド $N_2=\overset{|}{C}-\cdots-\overset{|}{C}=O$	←$H_2N-\overset{|}{\underset{|}{C}}\cdots-\overset{|}{\underset{|}{C}}-OH$ $+HNO_2+HX$	

結　合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
N－N			ヒドラジンとその誘導体 $-\overset{|}{N}-\overset{|}{N}-$		$N_2H_4+H_2O_2$ N_2H_4＋金属酸化物
			アジ化水素酸 HN_3	←金属アジド＋酸	
			重金属アジド M^IN_3	$NaNH_2$ ＋ N_2O　N_2H_4 ＋ $NaNO_2$ ＋ RONO ←NaN_3＋重金属塩	
			ハロゲン化アジド XN_3	←NaN_3 ＋ ハロゲンまたは 次亜ハロゲン酸塩	
			有機アジド $-\overset{|}{\underset{|}{C}}-N_3$	←ハロゲン化物 ＋NaN_3	
			イソテトラセン誘導体，その他窒素の長い鎖状化合物		
N－M^I			ニトリド $M_3{}^IN$ イミド $M_2{}^INH$ アミド M^INH_2		
			アミン金属錯塩	←$MX+xNH_3$	
N－C	酸化剤	シアン化物 M^ICN			
	酸化剤	シアン酸塩 M^IOCN			
	酸化剤	チオシアン 酸塩 M^ISCN			
	酸化剤	ペルチオシアン酸塩 			

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

結合	爆発性混合物		爆発性化合物	←生成反応	混合発火反応
	酸化成分	還元成分			
N－X			ハロゲン化窒素 NX_3 硫化窒素 N_4S_4	←X_2または M'XO ＋NH_3または アンモニウム塩 ← $SC\ell_2$または $S_2C\ell_2+NH_3$ $S_2C\ell_2+NH_3$	
C－C	酸素，空気	アセチレン $HC\equiv CH$	アセチレン $HC\equiv CH$	←CaC_2＋ N_2O	
			重金属アセチリド $M'C\equiv CM'$	←重金属塩＋ C_2H_2	
	ハロゲン	アセチレン	アセチレンハロゲン誘導体 $X-C\equiv C-X$		
			ポリアセチレン，アセチレン誘導体などとそれらのハロゲンまたは重金属誘導体		
			シュウ酸重金属塩 $\begin{matrix}COOM'\\COOM'\end{matrix}$	←$\begin{matrix}COOH\\COOH\end{matrix}$ ＋ 重金属塩	
			エチレンオキシド $\begin{matrix}CH_2\\CH_2\end{matrix}$ O		
その他	空　気	水　素 ←			アルカリ金属＋H_2O
					アルカリ金属＋塩素化炭化水素 例 $Na+CHC\ell_3$
					アルカリ金属＋重金属塩
					水素化物＋空気

表－１２　事故例からみた代表的な混合発火の組合せ

混合危険物質		現象
酸化性	還元性	
無水クロム酸	アニリン	発火
	シンナー	〃
	アセトン	〃
	無水酢酸	爆発
	アルコール	発火
	グリース	〃
液体空気	水素	爆発
	メタン	〃
	アセチレン	〃
	ナトリウム	〃
	金属粉	〃
液体酸素	ジメチルケトン	爆発
液体空気	テレピン油	爆発
	りん	〃
	活性炭	〃
	木炭粉	〃
	エーテル	〃
塩素	黄りん	発火
	アセチレン	〃
	アンモニア	〃
	アンチモン粉末	〃 爆発
臭素	金属粉	発火
ブロム酸カリ	チオグリコール酸アンモン	発火
	過硫酸アンモン	〃
塩化窒素	りん	爆発
	脂肪油	〃
	ゴム	〃
	ヒ素	〃
	テレピン油	〃
高度さらし粉	アセチレン	発火
	塩化アンモニウム	爆発

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

混合危険物質		現象
酸化性	還元性	
クロム酸鉛	魚油	発火
アジ化バリウム	四塩化炭素	摩擦，発火
ナフテン酸コバルト	メチルエチルケトンパーオキサイド	発火，爆発
ピクリン酸	生石炭	発火
酸化鉄	溶解アルミニウム	爆発
無水マレイン酸	苛性ソーダ	爆発
塩素酸カリウム	イオウ	爆発
	りん	〃
	硫化アンチモン	〃
	金属粉	〃
	木炭	〃
亜塩素酸カリウム	二硫化炭素	発火
過塩素酸カリウム	ヒドラジン	発火，爆発
	木炭可燃物等	発火，爆発
	エーテル	
	金属粉	発火，爆発
亜塩素酸ナトリウム	しゅう酸	発火
	チオ硫酸ナトリウム	〃
硝酸アンモニウム	イオン	発火，爆発
	リン	〃 〃
	木炭	〃 〃
	金属粉	〃 〃
	硫化アンチモン	〃 〃
	亜鉛	
亜硝酸ナトリウム	塩化アンモニウム	加熱爆発
	カーボン	発火
亜硝酸	シアン	発火
	アルコール	加熱衝撃，爆発
	マロン酸	
重クロム酸カリ	硫酸	発火，爆発
	ヒドラジン	〃 〃
	ヒドロキシルアミン	〃 〃

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所

標準分析作業法

混合危険物質		現象
酸化性	還元性	
過マンガン酸カリウム	グリセリン	発火
	トルオールスルフォンアミド	〃
	イオウ	〃
	木炭	〃
	金属粉	〃
	リン	〃
	硫化アンチモン	〃
	硫酸＋砂糖	〃　爆発
過酸化水素	アルコール	爆発
	水化ヒドラジン	発火
	木炭，木毛	〃
	イオウ	〃　摩擦発火
	金属粉	〃　〃
過酸化カリウム	アルミニウム粉末＋水	発火
	イオウ	加熱発火，摩擦爆発
	スズ	〃　〃
	ケイ素	〃　〃
	マグネシウム	〃　〃
発煙硝酸 濃硝酸	キシロール	発火，爆発
	塩化水素	〃　〃
	硫化水素	〃　〃
	テレピン油	〃　〃
	アニリン	〃　〃

表－１３　混触危険性物質

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
酸素	酸素	ジメチルケトン	空気中	爆発	
		フエニルジクロラミン	〃	〃	
		粘性油，テレピン油	〃	〃	
		酸化鉄を含んだ活性炭	〃	〃	酸化鉄は触媒作用
		微粒のリンを含んだ活性炭	〃	〃	リンが酸素を吸着するときの吸着熱
		エーテル	酸素と反応した不安定な過酸化物を生ずる	〃	
		水酸，メタン，アセチレン，イオウ，金属粉	点火，摩擦		
		木炭粉（鉄，亜鉛を含んだもの）	空気中	〃	
		カルシウム	加熱		カルシウム中に含まれる微量の炭化カルシウム（カーバイト）が空気の湿気と反応，アセチレンガスを生じ爆発
		亜鉛箔	〃	〃	
	圧縮酸素	アセトアルデヒド	接触	発火爆発	
		アルコール	〃		
		有機物	〃		
		鉄粉	流動摩擦	発火	
		鉄さび	〃	〃	
	液体酸素	活性炭	空気中常温	爆発	
		木炭粉	〃　〃	〃	
		エーテル	〃　〃	〃	
	オゾン	不飽和炭化水素	オゾニドの生成，衝撃，加熱で	〃	
		アルコール	接触	発火	
		エーテル	〃	〃	
		イオウ華（昇華イオウ）	〃	〃	
		有機物，とくに油類樹脂類	〃	〃	
		気体リン化水素	〃	〃	
		リン	接触分解	爆発	
		ヨウ化窒素	〃	〃	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
酸素	オゾン	塩化窒素	接触分解	爆発	
	過硫酸塩 (オゾン供給体) 例：過硫酸アンモニウム 〃 ナトリウム 〃 カリウム	塩素酸塩	常温，湿気存在下で	〃	過硫酸塩は常温で湿気にあうとオゾンを生じ，硫酸を副性する。密閉器内で爆発
		過塩素酸塩	〃 〃	〃	
		アルミニウムなどの金属粉	湿気の存在	燃焼	
		イオウ	湿気の存在，衝撃		
		有機物	加熱などで		
	過硫酸	過硫化銀	加熱（110℃）	爆発	
液体空気	液体空気	水素，メタン，アセチレン，イオウ，リン，活性炭	接触	発火，爆発	衝撃，摩擦，流動，急激な気化に特に敏感
		金属粉，テレピン油有機物	〃		
		二硫化炭素，エーテル，アルコール	〃	発火，爆発	
		石油，潤滑油	〃	〃	
		ナフタリン	〃	〃	
		樟脳			
無機過酸化物	過酸化水素	ヒトラジン	常温接触	爆発	軟マンガン鉱があると発火しやすい
		グリセリン	〃	〃	
		アルコール	〃	〃	
		重金属粉	〃	〃	
		酸化物	〃	〃	
		殻粉，綿，羊毛，海綿	〃	燃焼	
		油，樹脂	〃	〃	
		可燃物	〃	〃	
		有機酸	過酸化物の生成衝撃，加熱で	爆発	
		ケトン類		〃	
		アルデヒド類		〃	
	アルカリ金属の過酸化物 例：過酸化ナトリウム 過酸化カリウム	水	常温	発火	硫化物と湿気
		アルミニウムなどの金属粉	微量水分	自然発火	
		無水酢酸	接触	〃	
		水酸化ナトリウム	振動	〃	有機物存在下
		〃 カリウム	〃	〃	
		ｷｼ草，樹皮，綿花，ｲﾈｶﾜ	衝撃	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
無機過酸化物	アルカリ土類金属の過酸化物 例：過酸化バリウム 〃 カルシウム 〃 マグネシウム 〃 ストロンチウム	有機物，金属粉などの還元性物質（アミン類，アニリン，アルコール，有機酸，油脂，リン，木炭，硫化ヒ素，アンチモン，金属粉，その他有機物）	摩擦か少量水分	発火	
	過酸化水銀 過酸化鉛 過酸化銀	硫酸，乾燥硫化水素	接触		容易に燃焼 乾燥したイオウ
		イオウまたはイオウ華	摩擦		
		酒石酸，酢酸，クエン酸	〃		
		イオウ＋発煙硫酸	接触	発火→爆発	
	過酸化鉛	動植物油などの有機物	加熱	発火	油，ワニスの如き酸化されやすい有機物は危険
		鉛丹（四三酸化鉛） 無水酢酸			
	四酸化ルテニウム	ゴム，木片，有機物，イオウ	接触 混合	爆発 〃	
	オスミウム酸塩	有機物	加熱，衝撃	〃	オスミウム化合物は強力な発火合金で微光を発して分解する。
有機過酸化物	ルテニウム酸塩	有機物	加熱，衝撃	〃	
	ベンゾイルパーオキサイド ベンゼンスルフォーオキサイド ピクリン酸のジアゾ化オキサイド 一部パーオキサイドになったキノン メチルエチルケトンパーオキサイド エチレンパーオキサイド 無水酢酸パーオキサイド エチルパーオキサイド メチルパーオキサイド モノアルデヒドパーオキサイド	金属石けん（ナフテン酸コバルトなど） 有機物（油，樹脂） 稀土類金属 鉄さび 金属粉 活性炭	常温，接触や光 衝撃	爆発 発火	純度の高いものは危険なためジメチルフタレートなどの安定剤が入っている ベンザルデヒドからベンゾイルパーオキサイドが生成して，有機物とふれ爆発する エチレンパーオキサイドはエーテルを長時間空気注で保存すると生ずる すべての過酸化物は乾燥状態では多かれ少なかれ強力な爆発物である
	グメンヒドロパーオキサイド	可燃物	混合（摩擦）	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
次亜塩素酸塩	無水次亜塩素酸	イオウ，リン 有機物	わずかな加熱	発火，爆発	
	高度さらし粉 （次亜塩素酸カルシウム）	塩化アンニモウム	衝撃	爆発	塩化石灰を長期保存しておくと爆発することがある 高度さらし粉＋ジチオカーバメート
		木炭同量で密閉容器内	加温	〃	
		アセチレン	接触	発火	
	次亜塩素酸ナトリウム 〃 カリウム	石けん	混合		農薬→発火 混合
亜塩素酸塩	亜塩素酸塩 例：亜塩素酸ナトリウム 〃 カリウム 〃 鉛	強酸（濃硫酸，濃硝酸）	接触または混合	発火または爆発	
		イオウ，亜二チオン酸ソーダ	〃 〃	〃	
		有機物，油脂	〃 〃	〃	
		チオ硫酸ソーダ（ハイポ），ロダン，アンモン	〃 〃	〃	
		修酸その他有機酸 硫化物，二硫化炭素	〃 〃	〃	
塩素酸塩	塩素酸塩 例：塩素酸ナトリウム 〃 カリウムなど	アンモニア	アンモンクロレートが発生	爆発	アンモンクロレートは爆発危険がある
		アンモニウム塩	混合	〃	不安定な塩素酸の生成
		濃硫酸，濃塩酸	二酸化塩素が発生	〃	
		硫化アンチモン	混合（密閉空間に放置）	〃	
		アルミニウム粉，マグネシウム粉，鉄粉（な瓦など粉の末金）	点火，摩擦，衝撃	発火	白色炎ーせん光剤
	塩素酸カリウム（ナトリウム）	イオウ	摩擦，衝撃，加温	爆発	塩素酸亜鉛，塩素酸銀なども危険である（塩素酸銀とイオウの混合物は加圧で爆発する）
		二硫化炭素			
		有機イオウ，硫化物			
		赤リン			自然発火することがある
		ロダンアンモン	衝撃	発火	割合安定である
過塩素酸塩	塩素酸カリウム（ナトリウム）	ロダンアンモンと銅にアルコールを注ぐ	摩擦，衝撃	爆発	銅アンモニアロダネイト（爆発性物質の生成） o塩素酸ナトリウムとイオウの二重結合をもつ化合物

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
過塩素酸塩	塩素酸カリウム（ナトリウム）	ヒドラジン，ヒドロキシルアミン	接触	爆発		（農薬など）の混合物は 100℃以下の加熱で爆発する
		塩化亜鉛	常温で湿気下	加熱	過塩素酸カリウムを生成	
		砂糖と赤血塩	衝撃	爆発	発射薬として用いる	
		次亜硫酸ソーダ	衝撃，摩擦	〃		
		可燃物の粉末	〃 〃	〃		
		アミン酸（無機アミン，有機アミン）	〃 〃	〃	アミン塩とアミン塩素酸塩	
	塩素酸ストロンチウム	アミン，マグネシウム，鉄粉などとステアリン塩酸	〃 〃	〃	赤色炎，せん光剤	
		シアニド	〃 〃	〃		
		可燃物の粉末，活性炭	〃 〃	〃		
	塩素酸バリウム	ステアリン酸塩	点火，衝撃	発火	緑色炎ーせん光剤	○これはカリ塩より危険である
	塩素酸塩 例：塩素酸ナトリウム 〃 カリウム	ヒ素，アンチモン，木炭，亜鉛粉，鉄粉	摩擦，衝撃	発火		
		イオウ	摩擦，加温	爆発		
		硫化銅	衝撃	〃		
		鶏冠石（硫化ヒ素）	〃	〃		
		沃化窒素	〃	〃	乾燥したときに強い爆発性をもつ	
		雷銀	摩擦	〃	濃厚な酸化銀のアンモニア溶液にアルコールを加えて作る（雷銀生成）	
		リンの二硫化炭素溶液	二硫化炭素蒸発後	爆発		
		砂糖＋木片＋硫酸	接触	発火		
		硫酸塩＋結晶水のある硝酸ソウ鉛	〃	〃		
		硫化アンチモン 五硫化アンチモン	打撃，電気火花	爆発		
		沃化リン	接触	発火		
	塩素酸銀	イオウ	加圧		イオウの用途：二酸化イオウ，硫酸，二硫化炭素の製造。火薬，マッチ，色素，ゴムの加硫，医薬，殺菌，パルプ製造	

類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
過塩素酸塩	過塩素酸塩 例：過塩素酸カリウム	ヒドラジンとその水和物ヒドロキシルアミンとその塩類	接触	爆発		
		木炭などの可燃物	常温で湿気，日光	発火	放置すると二酸化塩素と酸素に分離一部と酸化塩素ができこの吸熱により発火する。	
		紙 〃	〃	〃		
		エーテル 〃	〃	〃		
		有機物	常温で摩擦，衝撃	発火または爆発		
		金属粉	〃	〃		
		強酸化剤	〃	〃		
		酸化物	〃	〃		
		可燃物	〃	〃		
	無水化塩素酸カリウム	ヒ素	接触	〃		
		アンチモン	〃	〃		
		木炭	〃	〃		
		亜鉛，鉄などの金属粉	〃	〃		
	過塩素酸エーテル		自爆性物質	〃		
	ニトロシルパークロレート	エーテル	接触		ニトロシルパークロレートは過塩素酸と酸化窒素（亜硝酸ソーダと硝酸より作る）より生成した無水過塩素酸より危険性大 エチレンジアミンパークロレートは発火剤として実用される。	
		アセトン	〃	〃		
		アルコール	〃	〃		
		ヨウ素	〃	〃		
		テルピン油	〃	〃		
		芳香族系アミン（アニリン，トルイジンなど）	〃	〃		
		氷冷したアニリン	〃	爆発	ジアゾニウムパークロレートができる	
過マンガン酸塩	過マンガン酸塩の無水塩		30～40℃以上に昇温	〃	自爆性物質	
	過マンガン酸塩 例：過マンガン酸カリウム 〃 ナトリウム など	イオウ，スズ	177℃に加温	〃		
		グリセリン	接触	発火，爆発	発生した水素ガスが爆発	
		エタノール＋硫酸	〃	せん光発火	発生エチレンが反応	一般的に塩素酸塩ほど危険ではない
		ピクリン酸＋濃硫酸	〃	発火		
		濃硫酸	〃	爆発	過マンガン酸が発生	
		過酸化水素	〃	〃		

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
過マンガン酸塩	過マンガン酸塩	鉄粉	衝撃	燃焼	
	例：過マンガン酸カリウム	硝酸アンモニウム＋有機物	加温，摩擦	爆発	過マンガンアンモニウムが生成（120℃で発火）
	〃 ナトリウム	ピリジン	衝撃，加温	〃	
	など	エーテル アルコール ろ紙 ターペン油 (テレピン油) と硫酸	接触	発火	
					松の精油
		可燃物	衝撃，加温	発火	
クロム酸とクロム化合物	無水クロム酸	酢酸	接触	〃	
		アニリン	〃	〃	
		ピリジン	〃	〃	
		キノリン	〃	〃	
		アルコール，アセトン シンナー	〃	〃	
		グリース	〃	〃	
	クロム酸カリウム	シアン化水銀	加温	〃	
	クロム酸鉛	カルシウムカーバイト	摩擦	〃	
		無水酢酸，氷酢酸	接触	〃	
		その他有機溶剤	〃	〃	
		可燃物	加温	〃	
	四酸化クロム	青酸カリウム	〃	爆発	
	酸化第二クロム	エーテル，アルコール	接触	燃焼	
重クロム酸塩	重クロム酸鉛	カーバイト（炭化カルシウム）	摩擦	〃	
	〃 カリウム	シアン化水銀	〃	発熱	
	〃 アンモニウム		急分解		
	重クロム酸塩	可燃物	加熱	発火	
		ヒドラジンとその水和物	接触	発火，爆発	
		ヒドロスキシルアミンとその塩類	〃	〃	
	重クロム酸	アニリン，ピリジン キノリン	加熱，放置	爆発	
	重クロム酸カリウム	消石灰	混合	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
次亜・亜硝酸	次亜硝酸	二硫化炭素	接触	発火		
	亜硝酸	マロン酸	衝撃，加熱	〃	雷酸生成	
		シアン	常温（自爆性物質）	爆発	ニトリルシアニド生成	
		アルコール	衝撃，加熱	爆発	亜硝酸エステル生成	
		アミン類	〃 〃	〃	ジアゾニウム塩生成	
硝酸	硝酸	アルコール	常温，接触	発火	硝酸エステル生成	○セレンをセレン酸に酸化するとき硝酸は危険，乾燥中に爆発性の凝固物を生ずる
		可燃物	〃	〃		
		β－ジケトンの銅塩	〃	分解爆発		
	濃硝酸	アセチレン	〃	発火または爆発	テトラニトロメタン生成	
		有機物	〃	〃		○赤リンを濃硝酸で酸化してリン酸を作るとき，リンが完全に溶けていないと加熱で爆発
		濃アンニモア水	〃	〃	硝酸アンモニウム	
		アミン類（濃厚なもの）	〃	〃	アミン硝酸塩	
		二酸化窒素	〃	〃		
		炭水化物	〃	〃	ニトロセルローズ，ニトロスターチ生成	
		有機酸	〃	〃	硝酸アセチル生成	
		強酸化剤	〃	〃		
	発煙（濃）硝酸	テレビン油，紙，木，布などの有機物	〃	発火		
	発煙硝酸	チオフエン	〃	爆発		
		ヨウ化水素ガス	〃	発火	ニッケルカルボニルは一酸化炭素より猛毒	
		セレン化水素	〃	〃		
		リン化水素	〃	〃		
		硫化水素	〃	〃		
硝酸エステル	亜硝酸アミル		〃	〃	亜硝酸エステルも血管拡大用	
	硝酸エステル 例：硝酸メチル 〃 エチル 〃 プロピル	自身	空気中加熱	爆発	硝酸エステルは一般に沸点以上に加熱すると爆発する。	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
硝酸エステル	ニトログリセリン		衝撃	爆発		
	亜硝酸アミルエステル	蒸気体	250 ℃以上	〃		
	ニトロヒドロキシラミンのナトリウム塩	赤リン，イオウ，炭素	衝撃	〃		
亜硝酸塩	亜硝酸，亜硝酸塩 亜硝酸塩 例：亜硝酸ナトリウム 〃 カリウム	ヒドラジン及びその水和物	加熱，衝撃	〃	窒化水素酸	亜硝酸塩は硝酸塩より危険
		ハロゲン化アンモニウム，アンモニウム塩	加熱	〃		
		チオシアン酸塩	〃	〃		
		青酸カリウム	〃	〃		
		赤血塩（フェリシアン化物	〃	〃		
		可燃物	〃	〃		
	亜硝酸塩銀	シアン化銀	〃	〃	シアンの生成	
	亜硝酸塩	次亜リン酸ソーダ	〃	〃		
		塩化アンモニウム	〃	〃		
硝酸塩	硝酸アンモニウム（硝安）	可燃物	〃	燃焼		
		亜鉛粉＋水	常温，水分	〃		
		硫酸アンモニウム（硫安）	衝撃	爆発		
	溶融硝安	金属粉（亜鉛，アルミ，銅など）	接触	〃		
	硝酸カリウム	酢酸ソーダ＋酒石酸塩	加熱	〃		
		蓚酸塩＋クエン酸塩	〃	〃		
		亜リン酸ソーダ	〃	〃	酸化窒素，亜硝酸ガスを発生	
	硝酸ナトリウム	ハイポ（チオ硫酸ナトリウム）	溶解するとき	〃		
		スズ，ハンダ，ブリキ，スズ塩	長期の反応	〃	酸化第一スズの生成（点火剤として用いられる。）	
	硝酸鉛	亜リン酸鉛	衝撃，摩擦	爆発		
		亜硝酸鉛	〃 〃	〃	複塩の生成	
	硝酸マグネシウム	可燃物	〃 〃	発火		
	硝酸銀	ヨードエチル，シアン化銀	加熱	〃	爆発性物質の生成	
	硝酸トリウム 〃 ウラニウム	還元性物質	混合	発火または燃焼		

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
硝酸塩	硝酸ジルコニウム	アンチピリン	加熱	突燃		
	硝酸ウラニル	水分	水分か衝撃	爆発		
硫酸	硫酸	硫酸塩＋チオ硫酸塩	減圧下	〃	保存中に爆発	
		ニトログアジン	接触	〃		
		アルコール＋無水酢酸	混合	沸騰	酢酸エステルが生成	
		濃硝酸，過マンガン酸塩とアセチレン化銅		突燃		
		ニッケルテトラカルボニル(ニッケルカルボニル)	接触	爆発	ニッケルカルボニルは一酸化炭素より猛毒	
	濃硫酸	テレピン油	混合，衝撃	発火または爆発		
		有機物	〃	〃		
		金属粉	〃	〃		
	発煙硫酸	ピクリン酸	〃	〃		
		雷酸塩（雷コウなど）	〃	〃		
		塩素酸塩	〃	〃		
		過マンガン酸塩	〃	〃		
		四塩化鉛	加熱	爆発		
	発煙（濃）硫酸	リン化水素，硫化水素	接触	発火		
シアンとシアン化合物	シアンカリ	アンモニア性銀	衝撃	爆発	雷銀の生成	○アンモニア性銀は写真関係の廃液
	シアナミド	硝酸銀	〃	〃	銀シアナミド	
	シアン	亜硝酸	〃	〃	ニトロルシアニド	
	シアニド（強力な還元剤）	硝酸塩，塩素酸塩，亜硝酸塩	加温	〃	強酸化酸との反応	
	青酸	アルカリ	自爆性より180℃加熱	〃	アミドロマン酸ニトリル	(長期反応)
	エチレンシアニド	塩素酸塩	加熱	〃		
	フェリシアンカリウム	塩素酸カリ＋砂糖＋硫酸	常温	燃焼		
	フェロシアン化鉛	塩素酸塩，化塩素酸塩	加熱，衝撃	〃	発火剤に使われている	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
シアンとシアン化合物	シアン化カリウム	亜硝酸カリウム（ナトリウム）	加熱	爆発	ジシアン生成（自爆性）
	〃	アンモニア性の銀残サ	加熱，衝撃，放置	〃	雷銀生成（自爆性）
	シアン化物 シアン酸塩 チオシアン酸塩（ロダン化物）	酸化剤	加熱，衝撃	〃	
	シアン化水銀	酸化水銀	摩擦	〃	オキシシアン水銀生成
	シアン化カリ（青酸カリ）	四酸化クロム	加熱	〃	
アジド	アジ化水素酸塩（トリアゾ水素酸塩）	水分（湿気）	自爆性	爆発	アジト生成
	アジ化銅	褐石	衝撃，振動	〃	
	アジ化バリウム	四塩化炭素	摩擦，衝撃	〃	
		クロロホルム※1	〃	〃	※1 摩酔剤，溶剤
		トリクレン ※2（トリクロルエチレン）	〃	〃	※2 有機溶剤，ゴム，油脂，樹脂，塗料の良い溶剤，ドライクリーニングの溶剤
		その他ハロゲン化炭化水素	〃	〃	
	金属アジド	酸	摩擦，衝撃	〃	アジ化水素酸
	ナトリウムアジド	亜硝酸ガス＋アンモニア	自爆性	爆発	アジ化水素酸生成
		二酸化炭素	〃	〃	アジドチオ硫酸ナトリウム生成
		重金属塩	衝撃，摩擦	爆発	重金属アジド生成（例：鉛アジなど）
	アルカリアジド	ハロゲンまたは次亜ハロゲン酸塩	衝撃，摩擦	爆発	ハロゲンアジド（例：塩素化アジド，臭素化アジド，ヨウ化アジド）
	ナトリウムアジド	塩素化炭化水素	〃	〃	有機アジド
		塩化アセチレン	〃	〃	有機酸アジド
	ジアゾベンゾイルイミド	アルコール性カリウム	〃	〃	カリウムアミド生成

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
アミド化合物	ニトラミド	酸化ケイ素（ガラス粉末），カルカリ（濃）	混合	爆発	
	カルシウムアミド	水	〃	〃	
	カリウムアミド	真空	加熱	〃	窒化カルシウム生成
	金属アミド	クロロホルム	接触（湿気下）	〃	
	ニトラアミド	亜硝酸かイソニトラミン	摩擦	突然	この混合物に水酸化カリウムを加えると発火する
ジアゾ化合物	芳香族アミン	亜硝酸	乾燥，加温	爆発	ジアゾ化合物生成
	ｼﾞｱｿﾞﾍﾞﾝｿﾞｰﾙﾅｲﾄﾚｰﾄ		加熱90 〃	〃	
	ジアゾメタン		常温乾燥	〃	自身は不燃焼
	ジアゾベンゾール銀	硫化水素	接触	〃	
	ジアゾベンゾールスルホン酸		摩擦	発火→爆発	
ハロゲン及びその化合物	塩酸 臭素	水素，メタン，エチレン，イオウ，アンチモン，ヒ素，リン，ナトリウム，カリウム，金属粉末，テレピン油とその浸潤物	混合して日光にあたるだけでも	発火，爆発	
	塩素	アンモニアまたはアンモニウム塩	接触	〃	塩化窒素生成
		塩化アンモウム（塩安）と金属塩	〃	〃	〃
		塩安と濃亜塩素酸	〃	〃	
		水素と５％混合	明るい光	発火	たとえばﾏｸﾞﾈｼｳﾑﾌﾗｯｼｭで発火
	塩素	松脂 樹脂 エーテル 化油 などの浸みた繊維類	接触 〃 〃	〃 〃 〃	
	臭素	可燃物	〃	〃	
		金属粉		〃	
	沃素	可燃物	接触，加温	〃	
		濃アンモニア	〃	〃	沃化窒素生成

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
ハロゲン及びその化合物	塩化窒素	リン	接触	爆発		
		脂肪油	〃	〃		
		ゴム	〃	〃		
		オゾン	接触	〃		
		ヒ素	〃	〃		
		テルペン油などの不飽和有機化合物	〃	〃		
	沃加アセチレン	単体	85℃に加熱	〃		
	ハロゲン化合物	アルカリ金属	打撃	〃	発火剤のアジ化鉛や雷コウよりもはるかに打撃に敏感である。	
		二硫化炭素のような中性硫化物	〃	〃		
		二硫化炭素のような酸素を含む物質	〃	〃		
	ケイ化ブロモフオルム		空気中	発火		
	テトラブロマイド	カリウム	接触	〃		
	ケイ素の臭化された硫黄化合物	水	爆発的に反応	発火		
	塩素	アセチモン粉，ヒ素粉	混合		フラスコ内収容中	
		エーテル	接触	〃		
		クロルエチル	日光，急激反応	発火，爆発		
	塩化水素	エチレン	接触	発火		
	トリクロルエチレン	アルコール＋水酸化ナトリウム	加熱	〃		
	ジクロルエチレン	アルコール＋水酸化ナトリウム	自然発火性物質の生成	発火	モノクロルアセチレンの生成（自然発火性物質）と塩酸を生ずる	
	フッ素	水素，無定形に酸化ケイ素	接触	爆発	アセチレンの生成，反応熱で発火することがある	
	無水フッ化水素	単体	空気中で	〃		
	ヨードフォルム ブロモフォルム	ぬれた銀粉，亜鉛粉 鉄粉	加熱	発火		
	塩素や臭素の溶液またはガス	アセチレン化銅	接触	突燃		

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
ハロゲンとその化合物	塩化イオウ	単体	自爆生物質	自然爆発	
	臭化ラジウム	〃	湿気下	〃	
	臭化カリ	酢酸鉛	摩擦	爆発	
	亜臭素酸ソーダ	アセチレン+リン化水素	接触	〃	
	臭素酸塩	チオグリコール酸アンモニウム 過硫酸アンモニウム	加熱，衝撃，接触	爆発	臭素酸アンモン生成
		過硫酸アンモニウム チオグリコール酸アンモニウム	〃 〃 〃	発火	沃素酸アンモン生成
	沃素酸	ナトリウム	接触	爆発	
酸化窒素	二酸化窒素 四酸化窒素	可燃物（カリウム，リン，イオウ，炭素など） 炭化水素などの有機物（トリオール）	加熱，衝撃	発火 爆発	
	四酸化窒素	ヒドラジンとその誘導体	混合	〃	たとえばジメチルヒドラジン
		アンモニア	〃	〃	
		アミン類	〃	〃	
		塩化炭化水素	〃	〃	
	三酸化窒素(100℃で発火)	可燃物	加熱	〃	
ヒドラジン誘導体	ヒドロキシラミン	塩化水素+チリ硝石(塩酸)(硝酸カリウム)	混合	爆発	
		カルシウム	衝撃，加温	〃	
		亜塩粉	〃 〃	〃	
	ヒドラジンとその誘導体	金属酸化物	混合	〃	
	ヒドラジンヒドラジット	酸化水銀	衝撃	〃	
		亜リン酸	〃	〃	
		イオウ	〃	〃	
	ヒドラジン	塩化第一銀	混合，衝撃	〃	
	フェニルヒドラジン	ヨードメチル	接触	〃	
	アルデヒドロドラジン	炭素ヒドラジンの塩	〃	〃	
	炭酸ベンゾヒドラジン	単体	自爆性	〃	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
ヒドラジンとその誘導体	油性の炭酸ヒドラジット	〃	〃	〃	
	ヒドラジン	過酸化水素	接触	〃	
	ジメチルヒドラジン	四酸化窒素	〃	〃	
	フェニルヒドラジン	硝酸エチル	加熱，加圧	爆発	オートクレーブ（加圧釜）内で120℃で爆発
	塩素酸ヒドラジン	単体	衝撃	〃	雷コウの約3倍の危険性
	ヒドラジンおよびその水和物	塩素，臭素，ヨウ素，酸化水銀	混合	発火，爆発	
	ヒドロキシルアミンおよびその塩類	重クロム酸塩，塩素酸塩，過塩素酸塩，過マンガン酸塩，酸化物などの酸化剤	混合	〃	
ニトロ化合物	ニトロメタン	アミン類，強酸，強アルカリ	摩擦，衝撃	発火	
	ニトロエタン	〃	〃	〃	
	ニトロプロパン	〃	〃	〃	
	ニトロメタンの水銀塩	自爆性	〃	爆発	
	（ニトロ・ジテトロ）メタン	〃	日光，加熱，衝撃	〃	
	（ニトロ・ジニトロ・クロルジニトロ・ブロムニトロ）メタン	〃	〃	〃	
	テトラニトロエタンのカリウム塩	〃	〃	〃	ブロムピクリン＋シアンカリのアルコール溶液で生ずる
	クロルピクリン酸	単体	急加熱	〃	
	フェニルニトロメタン	自己分解	乾燥，加温	〃	
		硫酸	混合	〃	
	テトラニトロメタン	有機物（ﾄﾘｵｰﾙなど）	混合で点火	爆発	
	ヘキサニトロジフェニルアミン	〃	〃	〃	
	ピクリン酸塩		加熱，衝撃	〃	
	ピクリン酸	生石灰 有機物	混合	燃焼	
	2,4 ジニトロレゾルシン		加熱	爆発	
	ジニトロソペンタンメチレンテトラミン	有機物，強酸	接触	発火	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
ニトロ化合物	ニトロソアセトフノンまたはナトリウム塩	硫酸	混合	爆発	
		硝酸	〃	〃	
		臭素	〃	〃	
	ニトロソアセトフノン		120～130℃で	発火→爆発	
	窒化セレン		加熱	〃	
	窒化銅		〃	〃	
	テトラゾールの水銀塩		〃	〃	
	ヘキサメチレンテトラミン（ウロトロピン）	ヨードホルム化合物	混合178℃	〃	
	ニトロソグアジニン	濃硫酸	接触	〃	
リンとその化合物	黄リン		常温乾燥	発火	
		発煙硝酸（濃硝酸）	混合	爆発か発火	
		亜硝酸塩	〃	〃	
		塩素酸塩	〃	〃	
		アルカリ	加熱	発火	発火性リン化水素発生
	赤リン	二硫化炭素	長期保存で水垢生成	爆発	
		沃素	接触	〃	
		二硫化炭素＋アンモニア	常温	発火	
		硝酸鉛，亜硝酸塩，塩素酸塩	混合，衝撃，加熱	爆発	
リンとその化合物	リン	イオウ	真空加熱	〃	
	リン化銅	シアンカリ	混合	発火	
		塩素酸塩	〃	〃	
	次亜リン酸塩	塩素酸塩	混合	発火	
	リン化水素	水分	空気中接触	〃	
	五塩化リン	〃	〃	〃	
	三塩化リン	〃	〃	〃	自然発火性
	オキシ塩化リン	〃	〃	〃	
	塩化アルミニウム	〃	〃	〃	
	有機酸塩化物	〃	〃	〃	
金属化物	酸化銀	マグネシウム，セリウム，イオウ，硫化物	摩擦，衝撃，加熱	発火，爆発	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
金属酸化物	酸化銅，酸化金，酸化バリウム，酸化水銀，酸化銀，酸化マグネシウム，酸化亜鉛酸化カドミニウム	イオウ華，マグネシウム，アルミニウム粉	加熱	発火，爆発		
	酸化塩，酸化マンガン	アマニ油	混合	沸騰		
	シアン化水銀	酸化水銀	摩擦	爆発		
	酸化銀，酸化金，酸化白金	硫化アンチモン＋赤リン	混合	〃		
	四塩化鉛	ケイ素	加熱，衝撃	〃		
	二酸化鉛	ケイ素	〃	〃		
		イオウ	〃	〃		
	酸化鉄	マグネシウム	〃	〃		
	酸化水銀	リン	〃	〃		
アルキル金属	トリメチルアルミニウム トリエチルアルミニウム トリプロピルアルミニウム メチルナトリウム ベンゾイルナトリウム	空気	接触	発火		
	亜鉛メチル，亜鉛エチル	〃	〃	〃		
水素化物	水素化リチウム 水素化ホウ素	〃	〃	〃		
金属	マグネシウム粉	水，酸，ハロゲン（塩素，臭素，よう素） 酸化剤	常温接触	発火		
	銀・水銀塩	疊酸	摩擦，衝撃	爆発	疊酸重金属塩生成	
	金属塩　銀塩 銅塩 水銀塩	アセチレン	衝撃	〃	重金属アセチリド生成	

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考	
金属	アルカリ金属（ナトリウム，カリウム，リチウム，セシウムなど）とアルカリ土類金属（カルシウム，ストロンチウム，バリウム，ベリウム，マグネシウムなど）	重金属塩（酸化銀，塩化銀，酸化水銀など）	接触	爆発		
	マグネシウム	ジシアン（ｹｲ化水素）	〃	〃		
	マグネシウムまたはアルミニウム	塩素酸，硝酸塩，硫酸塩，リン酸塩，炭酸塩	加温	発火 爆発		
	水銀	硝酸塩，塩素酸塩	加熱	閃光 発火		
	アルミニウム粉 亜鉛粉 マグネシウム粉 ジルコニウム粉 ｝などの金属粉	硝酸塩，塩素酸塩	摩擦，衝撃	爆発		
	ナトリウム カリウム セシウム リチウム ベリウム カルシウム ｝などのアルカリ金属とアルカリ土類金属	四塩化炭素，クロロホルム，その他塩化炭化水素，水，酸，アルカリ，二酸化炭素	接触	発火		
	リン化カルシウム	石油，エーテル，ベンゾール，二流化炭素	湿気下で接触	〃		
	ナトリウム，カリウム	石油，エーテル，ベンゾール，二流化炭素		〃		
	カリウム	一酸化炭素	湿気下で接触	爆発	炭化オキシカルシウム生成	
	多孔性亜鉛	単体	空気中または酸素中	発火	酸素の吸着熱で発火	
	しゃく熱亜鉛	セレン蒸気	接触	爆発		
	セレン	硝酸	衝撃	〃	爆発性凝固物	
	溶触アルミニウム	鉄	接触	〃		
	マグネシウム，亜鉛，カルシウム，チタン	水か蒸気	〃	発火		

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
金属	ナトリウム	セレン	摩擦	発火・爆発	
		塩化第一ウラン	混合	爆発	白金さじ上
		四塩化バナジウム	〃	〃	
		コッホ酸（ナフチルアミンスルホン酸）	〃	発火	
		アニリン＋硝酸エチル	衝撃	爆発	爆発性物質の生成
		アニリン＋ニトロベンゾール	摩擦	発火	発火性物質の生成
		塩酸	接触	〃	
	溶触カリウム	アセチレン，ヨード酸化第一水銀	〃	爆発	
	カリウムアマルガム	単体	空気中	発火	アルカリ金属のアマルガムは，発火性物質である。
	カリウム	ブリモフォルム，ハロゲン類	接触	爆発	
	ナトリウム－カリウム合金	オキザルクロライド オキザルブロマイド	〃	〃	
		五塩化エタン，四塩化エタン	混合	〃	アセチレンのハロゲン誘導体の生成，カリウム単体でもおこる
	カルシウム粉	単体	湿気下	自然発火	バリウム粉はカルシウム粉より危険である
		金属酸化物	〃	〃	
	亜鉛粉	硫酸バリウム，セレン	加熱	突然爆発	
	アルミニウム	金属酸化物	加熱（ﾃﾙﾐｯﾄ反応）	爆発	
	アルミニウム粉	過酸化ナトリウム	加熱	〃	
	鉄粉	イオウ	うすいかゆ状	突然爆発	発熱して硫化鉄となる
	水銀	イオウ，リン	加熱	爆発	
	セシウム，トリウム，イットリウム	ニオブ酸（五酸化ニオブの水化物	混合	爆燃	セシウム，トリウム，イットリウムなどの卑金属は130℃あたりで発火する
	フェロシリコン（鉄，ケイ素炭素の合金）	単体	保存中	爆発	
	硫化鉄，硫化マンガン	炭素	160～170℃で	発火	

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
標準分析作業法

分類	混触危険性物質	危険対象物	条件	現象	備考
金属	ケイ化マグネシウム	単体	湿気下水分の反応	発火	ｹｲ化水素の生成
	ケイ化ブロモフォルム	〃	空気中	〃	
	セシウム，ランタン，プラセオジム，ネオジムの酸化物	〃	加熱	〃	
その他	炭化カルシウム	水	接触	発火	
	アセチレン，ジアセチレン，その他のアセチレン系炭化水素	金属塩（銀塩，銅，塩）	加熱，衝撃	爆発	重金属ｱｾﾁﾘﾄﾞ
	アクリルアルデヒド（アクロレイン），アリルアルデヒド	水酸化ナトリウム，アンモニア，アミン類	加熱，混合	発火	
	クロルスルホン酸	有機物	接触	〃	
	クロロ酸化プロピレン	アミン化合物	加熱，衝撃	〃	
	活性炭	過酸化物 塩素油	混合，加熱	〃	
	スチレン	空気	加熱，衝撃	爆発	過酸化物生成
	ゴム	二硫化炭素または塩化イオウ	衝撃	〃	
	ポリアセチルカルボン酸	単体	光	発火	
	修酸水銀，修酸銀	〃	打撃，衝撃	爆発	
	石墨	アマニ油	混合さらに鋸屑が混入	発火	
	ヒ素	銀	摩擦	〃	
	アンチモン化水素	40%水素	接触	爆発的分解	（アンチモン化水素は加熱すると発火する）
	アンチピリン	硝酸ジルコニウム	加熱	突燃	
	焦性ブドウ酸	単体密閉容器に収容	長期保存	爆発	（炭酸ガスとホルムアルデヒドに分解し高圧になっている）
	100%ぎ酸	〃	〃	〃	（一般化炭素，炭酸ガス，水に分解し高圧になっている）
	鉱物油	パラフィン	蒸留中	発火	

表－１４　高圧ガスの諸性質

種類	名称 ( )内は容器の色*	分子式	臨界温度 〔℃〕	臨界圧力 〔at m〕	沸点 〔℃〕	融点 〔℃〕	蒸気密度 〔空気＝１〕	爆発限界 〔vol %〕	発火点 〔℃〕	許容濃度 〔ppm〕	腐食性	充てん定数**	容器試験圧力 〔kg／cm²〕
圧縮ガス	アルゴン	Ar	-122.4	48.0	-185.7	-189.2	1.4			50	無		温度35℃における最高充てん圧力の5/3倍
	一酸化炭素	CO	-139	34.5	-192.2	-205.0	1.0	12.5～74	609		無		
	一酸化窒素	NO	- 93	64	-151	-163.7	1.3				無		
	キセノン	Xe		58.0	-108.1	-112					無		
	空気		-140.7	37.2	-191.5	-213～-225	1.0				無		
	クリプトン	Kr	- 63.8	54.3	-152.9	-157.2					無		
	酸素（黒）	O_2	-118.4	50.1	-182.9	-218	1.1				無		
	水素（赤）	H_2	-239.9	12.8	-252	-259	0.1	4.0～75	500		無		
	窒素	N_2	-147	33.5	-195.8	-210.0	1.0				無		
	ネオン	Ne	-228.7	26.9	-245.9	-248.6					無		
	ヘリウム	He	-267.9	2.2	-268.9	-272.1	0.1				無		
	メタン	CH_4	- 82.1	45.8	-161.4	-182.7	0.6	5.0～15.0	537		無		
液化ガス	アセチレン（褐）	C_2H_2	35.5	61.6		- 81.8	0.90	2.5～100	305		無		
	アンモニア（白）	NH_3	132.3	111.3	- 33.4	- 77.7	0.6	16～25	651	25	有	1.86	37
	一酸化二窒素	N_2O	36.5	71.7	- 88.5	- 90.9	1.5				無	1.34	200
	亜硫酸ガス	SO_2	157.5	77.8	- 10.0	- 15.5	2.3			2	有	0.80	15
	イソブタン	$(CH_3)_3CH$	134.9	36.0	- 11.7	-145	2.0	1.8～8.4	460		無		
	エタン	C_2H_6	32.3	48.2	- 88.6	-172	1.0	3.0～12.5	472		無	2.80	
	エチルアミン	$C_2H_5NH_2$	183	55.5	16.7	- 83.3	1.6	3.5～14.0	385	10	有		
	エチレン	C_2H_4	9.2	50.0	-103.8	-169.5	1.0	2.7～36	450		無	3.50	225
	塩化エチル	C_2H_5Cl	187.2	52	13.1	-138.5	2.2	3.8～15.4	519	1,000	有	1.25	12
	塩化水素	HCl	51.4	81.5	- 85	-112				5	有		
	三塩化ホウ素	BCl_3	178.8	38.2	12.5	-107	1.4			1	有		
	塩化ビニル	C_2H_3Cl	156.5	55.2	- 18.9	-159.7	2.2	3.6～33.0	472	5	有	1.22	13
	塩化メチル	CH_3Cl	143.1	65.9	- 23.9	- 97.4	1.8	8.1～17.4	632	20	有	1.25	20
	塩素（黄）	Cl_2	144.0	76.1	- 34.1	-100.9	1.6			100	有	0.80	26
	酸化エチレン	C_2H_4O	195.8	7.2	10.7	-111.3	1.5	3.6～100	429	50	無	1.30	
	シアン化水素	HCN	183.5	53	25.0	- 13.4	0.9	5.6～40	538	10	無	1.57	6
	シクロプロパン	$(CH_2)_3$	124.6	54.9	34.4	-126.6	1.5	2.4～10.4	498		有		
	ジメチルアミン	$(CH_3)_2NH$	164.5	52.4	7.4	- 96	1.6	2.8～14.4	400		有		
	ジメチルエーテル	CH_3OCH_3	126.9	53	- 24.9	-140	1.6	3.4～27.0	350		無	1.67	23
	臭化水素	HBr	90.0	84.0	- 67.0	- 88.5	2.7			3	有		
	臭化メチル	CH_3Br	194.0	51.6	4.4	- 93	3.3	10 ～ 5.0	537	15		0.70	
	臭化ビニル	C_2H_3Br			15.8	-137.8				5	有	1.22	
	炭酸ガス（緑）	CO_2	31.0	72.8		- 78	1.2			5,000	無	1.34	200
	トリメチルアミン	$N(CH_3)_3$	161.1	40.2	2.8	-124	2.0	2.0～11.6	190		有	1.76	8
	二酸化窒素	NO_2	158	100	21.3	- 9.3				5	有		
	ニッケルカルボニル	$Ni(CO_4)$	200	31.6	43	- 25	5.9	2.0～		0.05	無		
	1,3-ブタジエン	C_4H_6	152	42.7	- 4.4	-113	1.9	2.0～12.0	420	1,000	無	1.85	
	ブタン	C_4H_{10}	152.0	37.5	0.56	-135	2.0	1.6～8.5	287		無	2.05	11
	フッ化水素	HF	230.2		19.4	-92.3	1.0			3	有		
	フッ素	F_2	155	25.0	-188	-223				1	有		
	1－ブテン	C_4H_8	146.4	39.7	- 6.3	-130	1.9	1.6～10.0	385		無		
	ジクロロジフルオロメタン	CCl_2F_2	112.0	40.6	- 29.8	-158	4.2						
	クロロトリフルオロメタン	$CClF_3$	28.8	38.2	- 81.4	-181							
	四フッ化炭素	CF_4	- 45.5	36.9	-128	-184							
	クロロジフルオロメタン	$CHClF_2$	96.4	48.5	- 40.8	-160	1.4				無	0.98	35
	プロパン	C_3H_8	96.8	42.0	- 42.8	-189.9	1.6	2.1～9.5	432		無	2.35	30
	プロピレン	C_3H_6	91.8	45.6	- 47.7	-185.2	1.5	2.0～11.1	455		無		
	ホスゲン	$COCl_2$	182	56	8.3	-104	1.4			0.1	有	0.80	
	硫化水素	H_2S	100.4	88.9	- 60	- 82.9	1.2	4.0～44.0	260		有	1.47	65
	六フッ化イオウ	SF_6	45.5	37.1	昇	- 50.7				1,000	無	0.91	200

＊　色を示したもの以外は容器の外面全部をねずみ色に塗り，白文字でガスの名称を記す。

＊＊充てん定数とは，これをCで表わし，Gを液化ガスの質量〔kg〕，Vを容器の内容積〔ℓ〕としたとき，つぎの式で定められる数値で，容器に安全に充てんできる液化ガスの量を与えるものである。

$$G=V/C$$