

本資料は2009年7月31日付けで
登録区分変更する。 [技術展開部技術協力課]

ナトリウム分析作業月報

1978年10月分

1978年12月

動力炉・核燃料開発事業団

この資料は動燃事業団の開発業務を進めるため限られた関係者だけに配布するものです。したがってその取扱いには充分注意を払って下さい。なお、この資料の供覧、複製、転載引用等には事業団の承認が必要です。

ナトリウム分析作業月報

1978年10月分



寺沼 保*, 桑名宏一*, 飯島 稔*

飛田和弘*, 滑川 優*, 高荷 智*

要 旨

ナトリウム分析室における10月分の分析作業実績をまとめたものである。

1. 高速実験炉部

(1) ナトリウム試料は、前月繰越分も含め、一次系2試料、二次系1試料、合計3試料の分析を行なった。

(2) カバーガス試料は、一次系1試料、二次系1試料が月末に採取されたため翌月繰越となった。

2. ナトリウム技術開発室

(1) 金属タンタル試験片17試料の酸素分析を行なった。

3. ナトリウム機器構造試験室

(1) NaK蒸留残渣20試料の分析を行なった。

4. 特記事項

(1) 液体窒素取扱時における周辺酸素濃度の測定

(2) トリチウム測定用液体シンチレータの変更

(3) γ 線測定用データ処理装置のソフトウェアの変更

などについてその経緯を述べた。

5. その他

装置の保守点検および不具合などについて記述してある。

PNC 通 936 7A-10

ナトリウム分析作業月報 1978年10月分に下記の誤りがおりました。
お手数ですが訂正をお願いいたします。

正誤表

ページ	行	誤	正
8	上から 14	CPMで、 <u>軽過時間</u> -----	CPMで、 <u>経過時間</u> -----
8	下から 7	開封し、 <u>調合レカラス</u> -----	開封し、 <u>調合して</u> カラス----
9	上から 9	<u>調整済</u> の密封市販品を-----	<u>調整済</u> みの密封市販品を-----
10	上から 6	<u>タブレット</u>	<u>タブレット</u>
10	上から 7	(<u>タブレット</u>)	(<u>タブレット</u>)
11	上から 8	<u>タブレット</u>	<u>タブレット</u>
11	上から 10	"	"
11	上から 17	"	"
12	表 2	クルライン水漏れ <u>修理</u>	クルライン水漏れ <u>修理</u>
14	下から 5	10月25日、 <u>ドラムメモリー</u> 読み込み	10月25日、 <u>ドラムメモリー</u> 読み込み
14	下から 1	メーカーにて <u>調整</u> -----	メーカーに <u>依頼して</u> 調整-----
16	オ1表 ル7名欄 7	放射化材料試験 <u>No. 26</u>	放射化材料試験 (<u>No. 26</u>)
	11	タンタル浸漬 <u>試験</u>	タンタル浸漬 <u>試験</u>
	試料の種類欄		
	1.5.8	蒸留残 <u>渣</u>	蒸留残 <u>渣</u>
8	オ3表 欄外	※フラッシュ終了時 <u>一</u> :分析せず	※フラッシュ終了時 <u>一</u> :分析せず
19	オ6表 備考欄	<u>白金同時融解</u> -ガスクロマト法	<u>同時</u> も削除
21	オ9表 4	<u>タブレット</u> 処理	<u>タブレット</u> 処理

目 次

1. 当月の試料受入れと処理状況	1
1.1 試料の受入れ	1
(1) 高速実験炉部	1
(2) ナトリウム技術開発室	1
(3) ナトリウム機器構造試験室	1
(4) まとめ	1
1.2 試料処理状況	1
(1) 高速実験炉部	1
(2) ナトリウム技術開発室	2
(3) ナトリウム機器構造試験室	3
(4) まとめ	3
2. 当月の実績	4
2.1 高速実験炉部	4
(1) コールドトラップ溶出試験試料分析	4
(2) フィルターの分析	4
2.2 ナトリウム技術開発室	4
(1) タンタルの分析	4
2.3 ナトリウム機器構造試験室	5
(1) NaK蒸留残渣の分析	5
3. 特記事項	6
3.1 液体窒素取扱時における周辺酸素濃度の測定	6
3.2 トリチウム計測用液体シンチレーターについて	7
3.3 γ 線測定用データ処理装置のソフトウェアについて	9
4. 保守, 点検	12
4.1 保守点検結果	13
5. 不具合, 故障	14
(1) X線マイクロアナライザー	14
(2) データ処理機 HITAC-10 II	14
6. あとがき	15

図 表 目 次

第 1 表	10 月分依頼試料受入れ状況	16
第 2 表	試料処理状況	17
第 3 表	高速実験炉部一次系ナトリウムの分析	18
第 4 表	高速実験炉部二次系ナトリウムの分析	18
第 5 表	高速実験炉部 FFD コンプレッサー出口フィルターの分析	19
第 6 表	タンタル中の酸素分析	19
第 7 表	Na K 蒸留残渣中のナトリウム、カリウムの分析	20
第 8 表	ジオキサンベースの液体シンチレーター	21
第 9 表	γ 線データ処理装置の性能	21
第 1 図	液体窒素取扱時の周辺酸素濃度	22
第 2 図	トリチウム計測時におけるシンチレーターの安定性	23

1. 当月の試料受入れと処理状況

1.1 試料の受入れ

当月の試料受入れ状況を第1表に示した。次に依頼元別にその内訳を示す。

(1) 高速実験炉部

イ) ナトリウム

一次系ナトリウム 2 試料

ロ) カバーガス

一次系カバーガス 1 試料

二次系カバーガス 2 試料

ハ) その他

プラグ洗浄アルコール 2 試料

フィルター 1 試料

小計 8 試料

(2) ナトリウム技術開発室

イ) 放射化材料試験ループ

ナトリウム 1 試料

ロ) タンタル浸漬試験ループ

タンタル 17 試料

小計 18 試料

(3) ナトリウム機器構造試験室

イ) Na K 流動試験ループ

Na K 蒸留残渣 20 試料

小計 20 試料

(4) まとめ

当月の試料受入れは、合計46試料であった。

1.2 試料処理状況

当月の試料処理状況を第2表に示した。次に依頼元別にその内訳を示す。

(1) 高速実験炉部

イ) ナトリウム

a) 一次系ナトリウム

試料処理数	2 試料
分析成分数	15 件
測定件数	127 件
翌月繰越	0 試料

b) 二次系ナトリウム

試料処理数	1 試料
分析成分数	10 件
測定件数	99 件
翌月繰越	0 試料

ロ) カバーガス

a) 一次系カバーガス

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 件
測定件数	0 件
翌月繰越	1 試料

b) 二次系カバーガス

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 件
測定件数	0 件
翌月繰越	2 試料

c) その他

試料処理数	3 試料
分析成分数	2 件
測定件数	2 件
翌月繰越	2 試料

(2) ナトリウム技術開発室

イ) 放射化材料試験ループ

a) ナトリウム

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 件
測定件数	0 件
翌月繰越	1 試料

ロ) タンタル浸漬試験ループ

a) タンタル

試料処理数	17 試料
分析成分数	17 件
測定件数	34 件
翌月繰越	0 試料

(3) ナトリウム機器構造試験室

イ) NaK 流動試験ループ

a) 蒸留残渣

試料処理数	20 試料
分析成分数	40 件
測定件数	160 件
翌月繰越	0 試料

(4) まとめ

当月の試料処理実績をまとめると次のとおりである。

試料処理数	41 試料
分析成分数	84 件
測定件数	422 件
翌月繰越	6 試料

2. 当月の実績

2.1 高速実験炉部

(1) コールドトラップ溶出試験試料分析

コールドトラップを高温に加熱して、コールドトラップ内不純物が溶出する様子を調べるために、コールドトラップ加熱前後におけるナトリウム中の不純物濃度を測定した。

イ) 一次系ナトリウム

分析結果を第3表に示した。

試験番号53-13は、サンプラー中のナトリウム量が僅少であったため酸素、鉄、ニッケルおよびクロムのみについて分析を実施した。

試料No.53-11と分析結果を比較すると、コールドトラップを加熱することにより、酸素および鉄の濃度増加が認められた。

ロ) 二次系ナトリウム

分析結果を第4表に示した。

コールドトラップを加熱し不純物を溶出させた後、純化系をコールドトラップ温度150℃で運転し、主循環系に充填する前の試料を採取して分析を行なった。

ナトリウム中の酸素および水素濃度は、コールドトラップ制御温度より求めた値より高かったが、プラグ温度から求めた飽和濃度と比較すると比較的良い相関を示した。

(2) フィルターの分析

F F D コンプレッサー吐出側に取付けられていた中空円筒型焼結フィルターについて、付着していた油分およびナトリウムを測定した。

分析結果を第5表に示した。

前回の3ヶ月使用したフィルターの分析結果に比べ油分は約1/2に減少しているが、ナトリウムは2倍に増加していた。また、フィルターに付着していた黒色のものは、コンプレッサーのピストンリングおよびライダーリングの磨耗粉であった。

2.2 ナトリウム技術開発室

(1) タンタルの分析

タンタル浸漬試験ループでナトリウム中に2500時間浸漬したタンタル12試料および未浸漬材5試料の酸素を測定した。

分析結果を第6表に示した。

その結果は、未浸漬材に比べ酸素の増加がわずかに認められ、その傾向は高温度側より低

温度側が多い傾向が見られた。

2.3 ナトリウム機器構造試験室

(1) NaK 蒸留残渣の分析

前月に引き続き、NaK 流動試験装置のオンライン真空蒸留装置においてNaK合金の蒸留試験を行なった蒸留残渣中のナトリウムおよびカリウムの測定を行なった。

当月は、NaK 流動試験装置のコールドトラップ温度を130℃に保持して運転しているときの6試料、るつぼ中に既知量のNa₂Oを添加しNaKと共に蒸留した6試料および空試験の8試料についてナトリウムおよびカリウムの量を測定した。

分析結果を第7表に示した。

3. 特記事項

3.1 液体窒素取扱時における周辺酸素濃度の測定

ナトリウム分析室では、ナトリウム中の酸素、水素および炭素などを分析するとき、装置などの冷却に液体窒素を使用しており、その消費量は1ヶ月に約600ℓにおよんでいる。

この液体窒素は、100ℓの液化ガス容器に入れてあるため、使用するときには、それより必要量を20ℓの液化ガス容器や小型のジュワー氏びんに小分けしている。

この小分けする作業中に液体窒素が気化して、容器周辺の酸素濃度を相対的に減少させ酸素欠乏状態になることが懸念された。

このため液体窒素を小分けする作業の際の容器周辺の酸素濃度を測定した。

(1) 測定結果

第1図に測定結果を示す。

これらから次のことがわかった。

(イ) 100ℓ貯蔵容器は密閉型であり、バルブを介して液体窒素の取出管がついているので、貯蔵容器上部周辺の酸素濃度の減少はない。

(ロ) 貯蔵容器から20ℓ容器に移すときは、20ℓ容器の注入口から気化窒素が勢いよく噴出して霧状となる。

注入口直上の酸素濃度は16%、霧の上部では18%であり、この部分では酸欠が生じている。

霧の高さの1/2の位置で霧の外周部の酸素濃度は20.5%、霧の頂部より少し上では21%であった。

また、周囲1mの地点における濃度はいずれも21%であった。

(ハ) 貯蔵容器からジュワー氏びんに移すときは、気化窒素がびんの口からあふれ出るように霧状となって流れ出す。

この場合も、霧内は17%と酸欠状態を示すが、その周囲1mの地点では酸欠を生じてなかった。

(2) まとめ

液体窒素の移しかえ作業では、移しかえ容器から約1mはなれた地点で作業をして、液体窒素の気化にもとづく霧内に故意に顔を近づけなければ安全であることがわかった。

現行の作業は、これとほぼ同様に行なわれているが、測定の結果作業の安全性をより明確にすることができた。

3.2 トリチウム計測用液体シンチレーターについて

トリチウムの計測に使用する液体シンチレーターの調整方法を変更したので、その経過および実施した試験結果などを記録する。

(1) 経 過

筆者らは、高速実験炉「常陽」のナトリウム、カバーガスの純度管理分析の一環として、出力上昇試験中におけるそれら試料中のトリチウムの分析を実施してきた。

トリチウムの分析は、試料中のトリチウムをトリチウム水に変換して試料から分離し、トリチウム水を液体シンチレーターに混合したのち、液体シンチレーションカウンターで放射能を計測して行なう。

これまでの経過によれば、トリチウム水と液体シンチレーターとを混合し、計測バイアル中で約3時間放置すれば偽発光にもとづくカウントが減衰してトリチウムのみにもとづくカウントを計測することができた。

ところが、本年7月頃より、約3時間のエージングでは偽発光が減衰せず、計測値がトリチウム本来の計測値に安定するまで約24時間を必要とするようになった。

エージングに長時間を要することは、分析の作業性をいちじるしく阻害し、結果の速応性を悪くするので若干の実験を行なってこの問題に対処することにした。

(2) 試 験

一般に計測値が安定しない要素としては、① 生物組織を試料としたときのリン光によるものが多い。② 試料中の不純物によって起る偽発光によるもの。③ 使用する液体シンチレーターの変質または処方によって起ることが考えられる。

そこで、偽発光のテーリングにおよぼす要素として、生物組織によるリン光および不純物（トリチウム以外の軟 β 線）による偽発光はないものと仮定し、液体シンチレーター調整後の経時変化およびシンチレーターの調整処方の相異について検討を行なう。

イ) 液体シンチレーター調整後の経時変化

従来の処方（ANL/S T-6, 1971）にもとずきシンチレーターを調整し、調整後の経過時間と偽発光減衰時間との関係を調べる。

ロ) 液体シンチレーター調整処方の相異による比較

従来の処方で調整した液体シンチレーターと異なる処方で作ったものを用いて偽発光減衰時間との関係をしらべる。

それぞれの処方を第8表に示す。

(3) 試験結果

イ) 液体シンチレーターの経時変化

昭和53年7月19日に調製した液体シンチレーター（第8表、A）を使用して、同年7

月24日～9月11日の約2ヶ月間にわたり、一、二次系ナトリウム、カバーガス21試料を分析した。

調整日より5～23日経過した液体シンチレーターを使用して、その都度偽発光減衰時間を比較したところ、計数値の安定するまでの所要時間は全数ほぼ24時間であった。

したがって、偽発光減衰に要する時間は、液体シンチレーターの経時変化によるものでないことがわかった。

(ロ) 処方相異による比較

供試用トリチウム水溶液は、高速実験炉「常陽」二次系ナトリウム試料 (No.53-16) から分離したものをを用いた。

2ケのバイアルに供試水溶液を各々2mlずつ採取し、これに液体シンチレーターAおよびBを各々14ml入れて混合調整し、直ちに液体シンチレーションカウンタで計測した。その結果を第2図に示した。

自家製の液体シンチレーターAと混合調整した試料の計数値は、測定開始直後に約830CPMで、経過時間と共に計数値が減少し、22～24時間後に290CPMで一定となった。

市販品の液体シンチレーターを混合した試料の計数値は、測定開始から265～270CPMの一定値を示し24時間経過しても計数値に変化が認められなかった。

なお、計数値の違いは測定効率が異なるためで、補正するとほぼ同じ崩壊率が得られている。

(イ) まとめ

1), 2) の結果より、自家調製した液体シンチレーターAは安定するまでに22～24時間を要し、日常分析作業性を悪くし、適当でないことがわかった。

一方、市販の液体シンチレーターBは極めて安定性が良く、試料に混合後直ちに計測できることがわかった。

市販品と自家調製品との間に生ずる相異は、今のところ十分明確ではないが次のように考えられる。

市販品は、自家調製品に比較すると発光剤が異なるほかは、ほぼ自家調製品と似た配合割合を持つ。また原料試薬ジオキサンの酸化変質を防止するため、液体シンチレーター受注後それぞれの原料試薬を新しく開封し、調合しガラスアンプルに入れ、口を密封して出荷しているのが特徴である。

これに対して、自家調製品は、調製後の溶液に窒素ガスを通じ十分脱気を行ない、トリチウム水との混合に際してもバイアル中に不活性ガスを入れたのちかきませる操作を行なって調製のシンチレーターの酸化を防止しているが、原料試薬のジオキサンについては特に酸化防止対策をしていない。したがって調製後のジオキサンの経時変化を認めなかったものとする。

これらから、一つには発光剤の相異が安定性を左右し、もう一つシンチレーター調製前の原料試薬であるジオキサンの酸化防止対策の有無も原因の一つとして考えられる。ジオキサンは酸化されやすい性質を持っているので長期間保存しこれから試薬を小分けする作業を行なっていると、試薬ビンをその都度密栓しておいても、小分け作業時に浸入する空気によって徐々に酸化されることはまぬがれないと考えられる。

(4) 処 置

以上の結果からトリチウム分析に使用する液体シンチレーターについては次のように処置する。

(イ) 原料試薬ジオキサンの酸化防止を常時行なうのはむずかしいので調製済の密封市販品を使用する。

(ロ) 開封後の液体シンチレーターはなるべく早く消費する。

(ハ) 9月20日以降に採取された試料のトリチウム分析には、市販液体シンチレーターを使用する。

これにより10月末までにカバーガスおよびナトリウムの計8試料のトリチウム分析を実施したが、放射能の計測時間は従来のその約1/5に、全分析所要時間は約1/4に短縮することができた。

3.3 γ 線測定用データ処理装置のソフトウェアについて

「常陽」一次系ナトリウムサンプラー中の γ 線放出核種を分析していたところ、計測に使用している γ 線データ処理装置の演算が途中で停止する現象が生じた。

これについて、その経過と対策およびとられた処置などを述べる。

(1) 経 過

筆者らは、高速実験炉「常陽」の一次系ナトリウムおよびカバーガス中の放射性核種の分析を実施している。 γ 線放出核種の計測は、Ge(Li)検出器とデータ処理装置付波高分析装置(キャンベラ社製8100カウンタシステム)とを組み合わせたシステムを使用して行なう。

データ処理装置付波高分析装置は、波高分析装置(キャンベラ社製8100型)、ソフトウェア(キャンベラ社製スペクトランⅢ)および計算機(DEC社製PDP-11型)より成る。Ge(Li)検出器からの信号は、波高分析装置に入りエネルギー毎のカウントに分析される。次いで計算機を作動させスペクトランⅢなるソフトウェア(記号GAMMAK)を用いて、 γ 線核種の定性、定量分析を行い結果をテレタイプで打ち出させる。

「常陽」の40MW出力上昇試験時に採取した試料の γ 線放出核種を分析したところ、核種の定性、定量計算が途中(約800KeV)で停止し、測定を希望する全エネルギー範囲(3200KeV)までの計算ができなくなった。

一方、「常陽」の出力が増大すると生成する ^{24}Na の強度も大きくなるので、ナトリウム試

料を長時間放置して、これに基く放射能を減衰させたのち分析室へ搬入している。このため γ 線核種測定時の放射能強度をサンプリング時点の強度に逆算するとき、ソフトウェアに設定した崩壊補正数では不足し、その時点までの計算をしなくなる現象を生じた。

データ処理装置の性能は第9表に示すとおりである。

同定核種とは、定性、定量計算しうる核種の数を示す。崩壊補正数とは、測定時点における放射能強度をその半減期の何倍までさかのぼった時点まで逆算しうるかを示す。タブレット処理数は、谷を持つ光電ピーク（タブレット）を何箇所処理しうるかを示す。

実際に試料中に見出されている γ 線核種は約10核種であるので、装置の性能を越えることはないはずであった。

(2) 原因

ソフトウェアの内容を詳細にしらべたところ次のことがわかった。

イ) あるエネルギーを持った γ 線の光電ピークを同定するとき、波高分析器の安定性がよくチャンネルシフトが生じなければ、 γ 線の光電ピークが出ているチャンネルと γ 線のエネルギーは一対一で対応する。しかし、実際にはチャンネルシフトが全くないとは言えない。そこでデータ処理ではこの点を考慮してある光電ピークに対して $\pm 1.5 \text{ KeV}$ のチャンネル巾を設定して同定を行なうようにしている。他方、リファレンスライブラリーにはそのチャンネル巾内で、測定しようとしている光電ピークに接近して光電ピークを出す核種も登録されている。

したがって設定したチャンネル巾内において、実際の光電ピークは一本であっても、それに接近して光電ピークを持つ核種が登録されていれば、その数だけ核種が存在しているようにタイプで打ち出すロジックになっている。

ロ) 「常陽」の出力が25 MWまでは、検出された γ 線放出核種は ^{22}Na 、 $^{110\text{m}}\text{Ag}$ 、 ^{124}Sb などであったが、出力が40 MWに増加するとサンプリングコイル中に ^{51}Cr 、 ^{54}Mn 、 ^{58}Co 、 ^{60}Co 、 ^{65}Zn などが検出されるようになった。

$^{110\text{m}}\text{Ag}$ および ^{124}Sb はともに一核種で種々のエネルギーを持つ光電ピークを数多く（ $^{110\text{m}}\text{Ag}$ は15個、 ^{124}Sb は24個）持つ。

出力が25 MWまでは、 $^{110\text{m}}\text{Ag}$ および ^{124}Sb の主要ピークが検出されるのみであったが、出力が40 MWと大きくなると $^{110\text{m}}\text{Ag}$ 、 ^{124}Sb の強度が増加し数多くの光電ピークが検出され、それにその他の核種も加わったこと、イ)の項で説明した演算上の約束が加わって、実際には光電ピークは検出されないがそれらの光電ピークに接近して登録された核種が同定され、あらかじめ設定してある25核種が打ち出され既定の数に到達して演算が停止したものと考えられた。

(3) 対策

調査の結果、これらを解決するには、

- イ) 計算機の記憶容量を増加する。
- ロ) それに応じてソフトウェアの内容を一部変更し、第9表に示した同定核種および崩壊補正項を増加させるようにすればよい。
- ハ) しかし、イ)についてはメモリー基盤を米国からとり寄せるため入手までに約4ヶ月を要し当面の解決にはならない。
- ニ) 既設の設備で同定核種数および崩壊補正数を若干増加させるには、ソフトウェアの内容を一部変更すればよい。
- ホ) しかしその場合、計算機の記憶容量に余裕を持たせるためタブレットピーク補正はしないことにする。
- ヘ) 現在、実際の試料にタブレットピークは出現していないので、ホ)の処置をしても問題ない。
ということがわかった。
そこで
- ト) イ) 項の対策としてメモリー基盤を発注手配する。
- チ) 当面の対策としてニ)、ホ) 項の変更を行なう。
- リ) メモリー基盤入手後さらにソフトウェアを一部変更し、同定核種数、崩壊補正数を拡大させタブレットピーク処理も可能にすることにした。

(4) 結 果

(3)にもとずきソフトウェアの一部変更を行ない、データ処理装置の性能を第9表に示すように改良した。

この改良作業を9月28日に実施し、「常陽」の一次系ナトリウムについては40 MW出力上昇時の試料、一次系カバーガスについては50 MW出力上昇時の試料の分析に適用した。

その結果演算の途中停止なしで γ 線スペクトルデータを処理することができた。

なお、内容を一部変更したソフトウェアは、変更前のGAMMAKに対してGAMMALと言う記号を使用して区別することにした。

4. 保守, 点検

分析機器類の保守点検を実施した。これら機器類の内、昼夜連続運転している機器の点検結果を以下に示した。

装 置 名	運 転 状 況	保 守 点 検 項 目
グローブボックス VAC 1	良 好	精製系No 1再生, クールライン水漏修理
グローブボックス VAC 2	"	精製系No 1, 1回No 2, 2回再生
グローブボックス NJK 1	"	精製系No 1, No 2各1回再生
グローブボックス NJK 2	"	精製系No 1再生
グローブボックス NJK 3	停 止 中	10月24日設置位置変更のため
ガスクロマトグラフ H ₁	"	
ガスクロマトグラフ H ₂	"	
ガスクロマトグラフ H ₃	"	10月17日キャリアーガス交換
ガスクロマトグラフ C ₁	停 止 中	
ガスクロマトグラフ C ₂	良 好	
ガスクロマトグラフ C ₃	停 止 中	2MWループへ移設(10/13)
X線マイクロアナライザ	不 良	電気系統故障のため修理中
多重波高分析装置	良 好	
純水製造装置 1	"	
純水製造装置 2	"	イオン交換樹脂, 純水フィルター交換
質量分析計 M52	"	イオンソース分解清掃, 感度分解能調整
質量分析計RMU-6S	"	
一般空調装置	"	
特殊空調装置	"	
ドラフト排風機	"	
ホット排風機	"	

4.1 保守点検結果

保守点検を実施した結果、下記の装置について異常が認められた。

(1) グローブボックス VAC 1

異常個所 : クールライン下の床面に水滴が落ちていた。

点検処理 : クールラインの冷却水ドレン用ゴム管劣化のためひび割れが生じ、そこより冷却水が漏れていることが確認された。ゴム管を新品と交換した。

5. 不具合, 故障

(1) X線マイクロアナライザー

概況 : 10月20日, 定常測定法による分析操作中に電子走査のスキャンスピードの動作不良が生じ, 測定不能となった。

原因 : 電子走査回路のコンデンサーの劣化であると想定される。

処置 : コンデンサーを新品と交換するため部品を手配中である。

(2) データ処理機 HITAC-10II

イ)

概況 : 10月25日, タグガス分析用データ処理プログラムを設定しようとしたところ, 設定不能となっていた。

原因 : 8KWメモリー増設時にメモリー番地0096を3FFFより1FFF番地に変更しなかったため。

処置 : プログラム変更した結果設定可能となった。

ロ)

概況 : 10月25日ドラムメモリーのランダム読込をしようとしたところ, 作動が不良であった。

原因 : クロックパルスとタイミングパルスがそれぞれ2 μ secずれていたためであった。

処置 : メーカーにて調整した結果正常となった。

6. あ と が き

- (1) 高速実験炉「常陽」では、コールドトラップ内捕獲不純物の溶出試験が行なわれ、このとき採取された一，二次系ナトリウムおよび一，二次系カバーガスが採取された。
- (2) Na K 蒸留試験が10月中旬で一応終結し、依頼のあった蒸留残渣中のナトリウムおよびカリウムの分析を全数処理した。
- (3) 高速原型炉「文珠」の炉心構造材を中性子照射より保護するための遮蔽材として、金属タンタルを主体とした中性子遮蔽物が考えられている。
このためナトリウム技術開発室において金属タンタルのナトリウムとの共存試験が実施されており、2500時間ナトリウム中浸漬試験をした金属タンタル試験片の酸素分析依頼があり、これを処理した。
- (4) トリチウム測定用の液体シンチレーターの変更により計測時間が短縮され、全分析所要時間が約1/4となった。
- (5) その他、分析機器類の不具合、故障等が若干あったが、部品手配中のX線マイクロアナライザーを除き、調整などの処置により正常に作動するようになった。当月はX線マイクロアナライザーを使用する分析依頼はなく、日常業務に支障はなかった。

第1表 10月分依頼試料受入れ状況

番号	受付日 (月日)	依頼元	ループ名	試料数	分析成分	試料の種類
1	10/3	ナトリウム機器構造試験室	Na K流動試験装置	8	Na, K	蒸留残
2	10/4	高速実験炉部	一次系	1	Na	アルコール溶液
3	10/5	"	一次系	1	Na, 油分	フイリター
4	"	"	一次系 53-12 (C/T 溶出時)	1	O, H, C, N, CL, Metal, ³ H	ナトリウム
5	10/9	ナトリウム機器構造試験室	Na K流動試験装置	4	Na, K	蒸留残
6	10/12	高速実験炉部	一次系 53-13 (C/T 溶出後)	1	O, Metal	ナトリウム
7	10/14	ナトリウム技術開発室	放射化材料試験 No. 26	1	O, Si, Metal	ナトリウム
8	10/15	ナトリウム機器構造試験室	Na K流動試験装置	8	Na, K	蒸留残
9	10/24	高速実験炉部	一次系	1	Na	アルコール溶液
10	10/26	"	一次系 53-18 (出力上昇前)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, FP	カバークラス
11	10/27	ナトリウム技術開発室	タンタル浸漬	17	O	タンタル
12	"	高速実験炉部	二次系	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CQ, CO ₂ , He, ³ H	カバークラス

第2表 試験料処理状況

	前月線越			当月受付			当月実績			翌月線越		
	一次系	二次系	小計	一次系	二次系	小計	一次系	二次系	小計	一次系	二次系	小計
1. 高速実験炉部												
ナトリウム	0	1	1	2	0	2	2	1	3	0	0	0
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	15	10	25	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	127	99	226	-	-	-
カバールガス	0	0	0	1	2	3	0	0	0	1	2	3
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
その他	0	0	0	3	0	3	1	0	1	2	0	2
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	2	-	2	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	2	-	2	-	-	-
2. ナトリウム技術開発室												
ナトリウム		0			1			0			1	
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
タンタル		0			17			17			0	
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	17	-	17	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	34	-	34	-	-	-
3. ナトリウム機器構造試験室												
蒸留残液		0			20			20			0	
試験料数												
成分数	-	-	-	-	-	-	-	40	-	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	-	160	-	-	-	-
4. 合計												
試験料数		1			46			41			6	
成分数	-	-	-	-	-	-	-	84	-	-	-	-
測定数	-	-	-	-	-	-	-	422	-	-	-	-

第3表 高速実験炉部一次系ナトリウムの分析

試料番号	試料採取日※ 試料受付日	試料採取条件	測定値											運転モード
			wt. ppm											
			酸素	炭素	水素	窒素	塩素	鉄	ニッケル	クロム	μCi/grNa トリチウム			
53-12	53.9.13 53.10.5	Na: 230	3.5	6.5	0.14	0.2	1.8	0.12	0.006	0.004	3.6×10 ⁻³		CT 溶出時	
		CT: 228	2.8	6.2	0.21	0.1	3.2	0.08	0.006	0.006	3.4×10 ⁻³			
		PI: 184 FT: 49.22	3.2	6.4	0.18	0.2	2.5	0.10	<0.02	<0.01	3.5×10 ⁻³			
53-13	53.9.28 53.10.12	Na: 230	2.1	-	-	-	-	0.06	0.004	0.004	-		CT 溶出後	
		CT: 210	-	-	-	-	-	-	-	-	-			
		PI: 194 FT: 34.04	2.1	-	-	-	-	0.06	<0.02	<0.01	-			

Na: タンク温度(°C), CT: コールドトラップ温度(°C), PI: プラグ温度(°C), FT: フラッシング時間 (hr), □: 平均値

※: フラッシング終了日時 —: 分析実施せず

第4表 高速実験炉部二次系ナトリウムの分析

試料番号	試料採取日※ 試料受付日	試料採取条件	測定値											運転モード
			wt. ppm											
			酸素	炭素	水素	窒素	塩素	鉄	ニッケル	クロム	モリブデン	μCi/grNa トリチウム		
53-19	53.9.18 53.9.22	Na: 300	5.8	5.3	0.26	0.4	0.2	0.04	<0.02	<0.01	<0.02	24×10 ⁻³		Na再充填前
		CT: 150	5.3	4.3	0.28	0.2	0.4	0.03	<0.02	<0.01	<0.02	26×10 ⁻³		
		PI: 180 FT: 70.12	5.6	4.8	0.27	0.3	<1	0.04	<0.02	<0.01	<0.02	2.5×10 ⁻³		

Na: タンク温度(°C), CT: コールドトラップ温度(°C), PI: プラグ温度(°C), FT: フラッシング時間 (hr), □: 平均値 ※: フラッシング終了日時

第5表 高速実験炉部 FFDコンプレッサー出口フィルターの分析

試料採取日	フィルター	測定値		分析法	
		油分 (mg)	ナトリウム (mg)	油分	ナトリウム
53.10. 5	53. 7.18	293	39	四塩化炭	炎光々度法
53.10. 5	53.10. 3			素抽出法	

備考：フィルター付着物はコンプレッサーのピストンリングおよびライダーリングの磨耗粉（黒色）である。

第6表 タンタル中の酸素分析

試料番号	試験温度 (°C)	試験時間 (hr)	測定値 (ppm)		備考
			—	平均値	
13-2	未浸漬材	2500	73.8	74.8	分析法： 白金同時 融解—ガ スクロマト 法 分析装置： Leco TC-30 型
14-1			75.8		
14-2			—	73.2	
15-1			—	75.6	
15-2			72.6	74.1	
			75.6		
1-2-1	390	2500	84.7	83.9	
			83.1		
			75.2	85.0 $\sigma=7.0$	
			1-2-2		85.5
1-2-3	95.1				
1-2-4	84.3				
4-2-1	450	2500	78.5	78.0 $\sigma=1.4$	
			4-2-2		75.8
			4-2-3		77.9
			4-2-4		79.8
6-2-1	500	2500	67.8	76.1 $\sigma=6.7$	
			6-2-2		74.8
			6-2-3		86.4
			6-2-4		75.3

第7表 NaK蒸留残渣中のナトリウム・カリウム分析

試料番号	コールドトラップ 温度 (°C)	蒸留温度 (°C)	測定値		備考
			ナトリウム (μg)	カリウム (μg)	
I-49	130	338~370	15.0	1.3	蒸留試験
I-50	"	337~378	42.8	2.2	
I-51	"	340~375	7.8	2.8	
I-52	"	330~385	8.8	1.8	
I-53	"	340~367	8.3	1.1	
I-54	"	337~365	26.3	5.8	
X-7	-	337~375	97.8	11.2	Na ₂ O添 加 回収試験
X-8	-	340~367	80.3	9.7	
X-9	-	337~358	52.5	15.9	
X-10	-	338~372	57.3	1.8	
X-11	-	338~365	70.8	3.6	
X-12	-	335~373	91.8	3.6	
B-1	-	-	79.0	8.1	空試験
B-2	-	-	20.0	6.9	
B-3	-	-	5.3	2.9	
B-4	-	-	7.5	1.8	
B-5	-	-	32.0	19.4	
B-6	-	-	25.0	6.1	
B-7	-	-	12.5	8.3	
B-8	-	-	18.3	10.6	

第8表 ジオキサンベースの液体シンチレーター

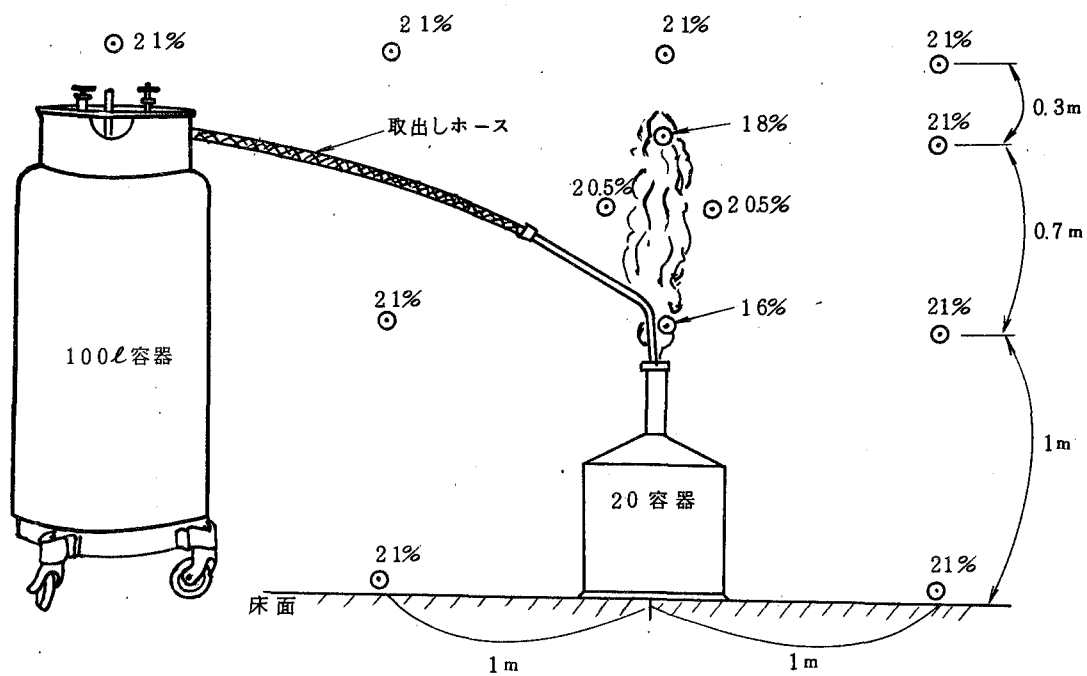
液体シンチ レーター	溶 媒 (mℓ)	溶 質 (g r)		消 光 剤 (g r)
		第 1	第 2	
A	ジオキサン (980)	DPO (6.9)	POPOP (0.5)	ナフタレン (98)
B	ジオキサン (1000)	PPO (6.0)	POPOP (0.275)	ナフタレン (112)

A: ANL/S T-6による処方

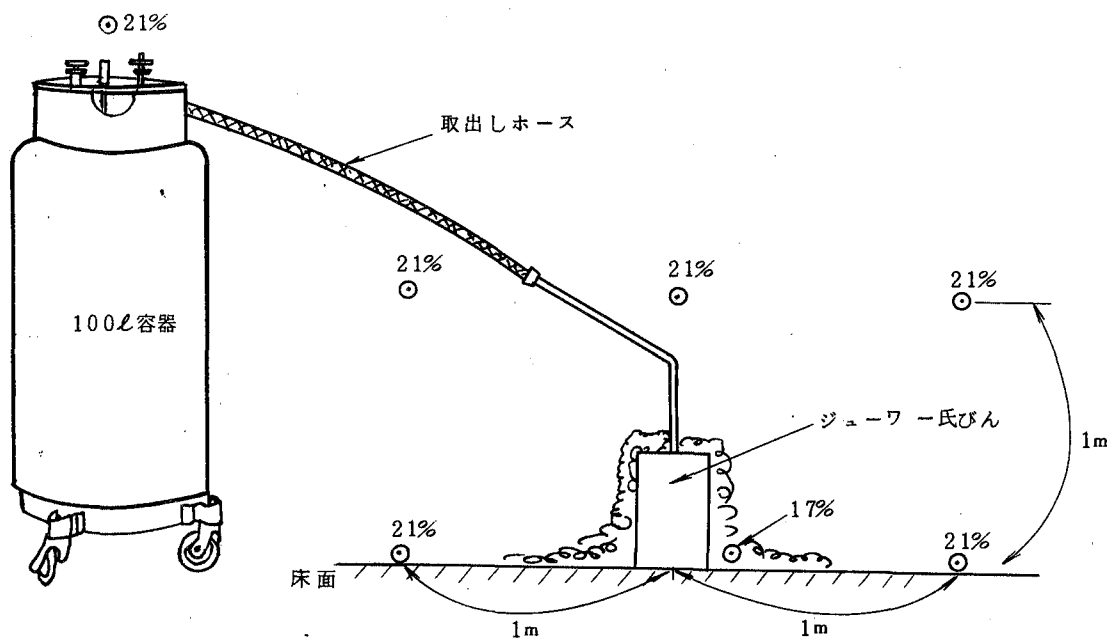
B: 市販品 (日本無線医理学研究所製) の処方

第9表 γ 線データ処理装置の性能

	既 設	改 良 後	メモリー増加後
同 定 核 種	25	50	200
崩 壊 補 正 数	10	80	87
タブレッド処理	3	—	5
使用ソフトウェア名	GAMMAK	GAMMAL	未 定



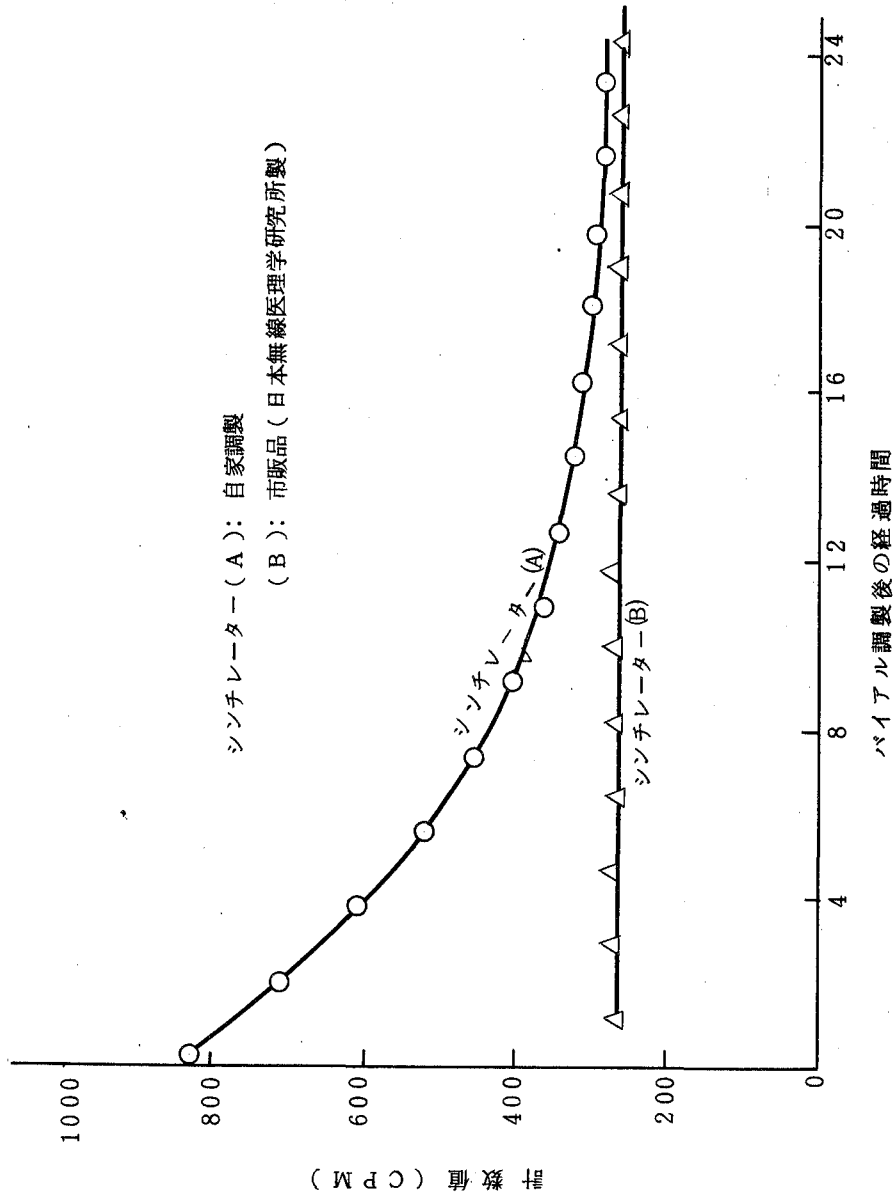
(1) 20ℓ容器の場合



(2) ジュワー氏びんの場合

第1図 液体窒素取扱時の周辺酸素濃度

◎印 測定点



第2図 トリチウム計測におけるシンチレーターの安定性