

本資料は2001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

1979年11月分

1979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

1979年11月分



根本清光*, 桑名宏一*, 飯島 稔*
飛田和弘*, 滑川 優*, 高荷 智*

要 旨

本作業月報は、ナトリウム分析室における11月分の作業実績をまとめたものである。

(1) 「ナトリウム機器構造試験室」

NaK蒸留残渣 20 試料の分析を行った。

(2) 「ナトリウム技術開発室」

金属試験片 100 試料の分析を行なった。

(3) 「50 MW蒸気発生器試験室」

ナトリウム 6 試料の分析を行なった。

(4) 「安全性試験室」

蒸気ドラム付着物 1 試料の分析を行なった。

(5) 「照射燃料集合体試験室」

集合体洗浄液 11 試料の分析を行なった。

(6) その他

分析装置, 機器類の保守, 点検および不具合などについて述べてある。

* : 大洗工学センターナトリウム技術部ナトリウム分析室

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
1.2 試料の処理状況	1
2. 当月の実績	3
2.1 ナトリウム機器構造試験室	3
2.2 ナトリウム技術開発室	3
2.3 50 MW 蒸気発生器試験室	3
2.4 安全性試験室	4
2.5 照射燃料集合体試験室	4
3. 保守, 点検	4
4. 不具合, 故障	5
4.1 X線マイクロ分析装置	5
4.2 純水製造装置	5
5. あとがき	7

図 表 目 次

第 1 表	11 月分依頼試料受入状況	8
第 2 表	試料処理状況	9
第 3 表	「ナトリウム機器構造試験室」 NaK 蒸留残渣中ナトリウム, カリウムの分析結果	10
第 4 表	「50 MW 蒸気発生器試験室」 ナトリウム中水素の分析結果	11
第 5 表	「安全性試験室」 蒸気ドラム付着物の分析結果	12
第 6 表	「照射燃料集合体試験室」 燃料集合体洗浄水中ナトリウムの分析結果	12
第 7 表	分析機器類の保守, 点検結果	13
第 1 図	「50 MW 蒸気発生器試験室」 サンプリング管の長さ方向における水素の濃度分布	14

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。次に依頼元別の内訳を示す。

(1) ナトリウム技術開発室

(イ) ナトリウム中浸漬金属試料片：100 試料

(2) ナトリウム機器構造試験室

(イ) NaK 蒸留残渣：10 試料

(ロ) 電解洗浄試験液：11 試料

(ハ) ナトリウム：6 試料

(3) 50 MW 蒸気発生器試験室

(イ) ナトリウム：6 試料

(4) 安全性試験室

(イ) 蒸気ドラム付着物：1 試料

(5) まとめ

当月の試料受入れは、合計 134 試料であった。なお前月よりの繰越し試料は、31 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) ナトリウム機器構造試験室

(イ) NaK 蒸留残渣

試料処理数 20 試料

分析成分数 40 成分

測定件数 152 件

翌月繰越し試料数 0 試料

(ロ) 電解液

試料処理数 0 試料

分析成分数 0 成分

測定件数 0 件

翌月繰越し試料数 17 試料

(ハ) ナトリウム

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 成分
測定件数	0 件
翌月繰越試料数	6 試料

(2) ナトリウム技術開発室

(イ) ナトリウム

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

(ロ) 金属試験片

試料処理数	100 試料
分析成分数	119 成分
測定件数	197 件
翌月繰越試料数	0 試料

(3) 50 MW 蒸気発生器試験室

(イ) ナトリウム

試料処理数	6 試料
分析成分数	10 成分
測定件数	180 件
翌月繰越試料数	0 試料

(4) ナトリウム流動伝熱試験室

(イ) 粒状物

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 成分
測定件数	0 件
翌月繰越試料数	3 試料

(5) 安全性試験室

(イ) 蒸気ドラム付着物

試料処理数	1 試料
分析成分数	8 成分
測定件数	24 件
翌月繰越試料数	0 試料

(6) 照射燃料集合体試験室

(イ) 集合体洗浄液

試料処理数	11 試料
分析成分数	11 成分
測定件数	22 件
翌月繰越試料数	0 試料

(7) 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	138 試料
分析成分数	188 成分
測定件数	575 件
翌月繰越試料数	27 試料

2. 当月の実績

2.1 ナトリウム機器構造試験室

(1) NaK 蒸留残渣

NaK(78-22%)中の酸素溶解度を求めるため、NaK流動試験装置のコールドトラップ温度90°C、120°Cおよび150°CにおけるNaKをオンライン真空蒸留装置によって蒸留を行った。その残留残渣中のナトリウム、およびカリウム量の分析を行なった。なお分析結果は前月処理分30試料と当月処理分20試料を併せて、第3表に示した。

2.2 ナトリウム技術開発室

(1) 金属試験片

表面硬化材のナトリウム中未浸漬材およびナトリウム温度600°Cで2000時間浸漬した試験片のX.M.A.による面分析および線分析を行なった。

(2) 金属試験片

Loco IR-12型炭素分析装置を用いて材料試験ループのM-1ドータループ配管材の解体試料(SUS-304)中炭素の分析を行なった。

2.3 50MW蒸気発生器試験室

(1) ナトリウム

50MW蒸気発生器試験室では冷却速度を早くし偏析のないよいナトリウムサンプルを得るた

めに、従来使用していたサンプリング管（ $16^{\phi} \times 1^t \times 880^L$ ）を $12.7^{\phi} \times 1.24^t \times 850^L$ に変更した。

本ナトリウム試料は、サンプリング管改造後に採取されたものであり、改善による効果を調べることを目的とし、ナトリウム中水素、および酸素の分析、またそれらの偏析試験を行なった。第4表に水素の分析結果を示す。第1図には試料番号54-19のサンプリング管長さ方向における水の分布状態を示した。

なお、本試料の酸素分析結果については、次月報告する予定である。

2.4 安全性試験室

(1) 蒸気ドラム付着物

ATR 安全性試験装置蒸気ドラム内壁面に付着した灰黒色粉末の分析を行なった。

通常、蒸気ドラム内付着物は黒色であるのに対し、今回の付着物は灰黒色であり異常であった。今回の試験は、模擬燃料集合体の一部に破損が生じ、部材内部の酸化マグネシウムが放出され、付着物に変化しているものと考えられた。この点を確認するために主成分の鉄のほか、マグネシウム、カルシウムなどの分析を行なった。第5表に分析結果を示した。

2.5 照射燃料集合体試験室

(1) 集合体洗浄液

「常陽」使用済燃料集合体を種々検査するために、集合体に付着しているナトリウムを窒素混入の水蒸気で洗浄を行なった後、純水で数回洗浄を行なう。その1回毎の洗浄液中ナトリウムの分析を行なった。

第6表に分析結果を示した。

3. 保守, 点検

3.1 分析機器類の保守, 点検

分析機器類の保守, 点検を実施した。第7表に, 保守, 点検結果を示した。

3.2 排気装置の性能試験

管理区域内用排気装置の性能を定期点検するため, DOP 試験を11月6日に実施した。

排気装置 - I および II とも汙過効率は 99.9 % 以上で良好であることを確認した。

3.3 放射性廃液貯槽水位計の交換

廃液貯槽 (No. 1 および No. 2) の水位の変化は, 自動記録計および貯槽上部の計器は指示, 記録

されるようになっており、そのうちのNo.1貯槽側の計器の指示が不良となったので、11月21日に代替品と交換した。

3.4 放射性廃液貯槽内部点検

廃液貯槽内部に亀裂や漏水箇所があるかどうかを点検するため検査を行なった(11月28日)。No.1槽およびNo.2槽内を交互に完全排水し、槽内壁を清掃後目視により内壁面を点検した。目視点検終了後一定水位まで水道水を注入し、24時間放置後の水位変化の有無を試験した。その結果、亀裂、漏水のないことが確認された。

3.5 廃ナトリウムの処理

分析試料の残り、および二次サンプリング後のサンプリング管に付着したナトリウムが大部たまったので、新人教育を兼ねて、これら金属ナトリウムを焼却処理した(11月5日)。

本処理方法の操作法を記録に残し、次回の新人教育に役立てるため、写真および8mm写真撮影を行なった。

4. 不具合, 故障

4.1 X線マイクロ分析装置(XMA)

- (1) 状況：停電および断水時の防護対策装置である特殊排気ユニットが作動不良となり分析不能となった。
- (2) 原因：排気ユニット内の加圧空気系統内にリークが生じた。
- (3) 対策：メーカーに修理依然中
現在は、防護対策装置を停止させて、本体装置は昼間のみ運転中である。

4.2 純水製造装置(510型)

- (1) 状況：純水製造装置の電源箱端子部および配線が発熱した(11月5日)
- (2) 原因：老朽化によるものと思われる。
- (3) 対策：電源箱を取りはずして、分電盤の200Vよりオートトランスを用いて100Vに電圧を下げた使用した。良好作動中

4.3 ガス用質量分析計(M-52型)

- (1) 状況

本年夏頃より質量分析計が時々停止することがあった。11月中旬には毎日停止する現象を

生じた。分析計が停止すると再起動、調整に時間を要し、その日の予定した測定ができないこともあった。

(2) 原因

種々調査の結果、水流動試験室の主ポンプ（6000V，3 ϕ ，1550KW）起動時の電圧降下により、先ず、高真空排気用の分子ポンプが停止し、次いで、真空度低下により質量分析計の保護回路が働き分析計の停止に至ることがわかった。

電圧降下は分子ポンプ電源（200V，3 ϕ ）において15V以上（一定せず）生じ、20V以上の電圧降下時に分子ポンプ停止に至ることがわかった。

(3) 対策

(イ) 水流動主ポンプ起動予定を調査し、起動時の分子ポンプの作動状況を監視する。停止に至ったら直ちに再起動操作を行なって質量分析計の真空度低下を防止し、保護回路作動に至らないようにした。

この処置により、質量分析計の調整は、約2時間以内で済むようになり、当面の測定には、それほど支障を来たさなくなった。

(ロ) 分子ポンプ電源の電圧降下を緩和するため、定電圧装置を付加する。このため装置の購入手配を行なった。

5. あ と が き

- (1) 「常陽」は、現在メンテナンス期間中であり、カバーガスおよびナトリウム試料のサンプリングは行なわれなかった。
- (2) 前月より「常陽」依頼分析を担当する分析担当者間でローテーションを開始した。
依頼分析等の合間を見ての作業のため、一部の分析成分については引き継ぎを終了したが、その他の分析成分については断続的に引き継ぎを実施中である。この機会を有効に利用して進めて行く予定である。
- (3) ナトリウム機器構造試験室依頼の電解洗浄試験液の分析は、11月中に全数について一通りの分析を終了したが、分析値が予想外に低いので、念のため試料の前処理法を変えて再分析を行ない、結果に有意差が生ずるかどうかを試験してみることにした。
このため本分析試料は、翌月繰越しとして処理することにした。
- (4) 10月の全国安全週間行事の安全衛生委員による職場巡視において指摘された真空ポンプ排気系の排気ダクトへの接続部の改善については、塩化ビニール管を用いて配管を行ない、全箇所対策を終了した。

第1表 11月分依頼試料受入状況

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	11/1	ナトリウム技術開発室	自己融着試験ループ	8	C, Cr, W, Co, Fe, Si, B, Ni	金属試料片
2	"	ナトリウム機器構造試験室	NaK流動試験装置	10	Na, K	NaK蒸留残渣
3	11/2	50MW蒸気発生器試験室	蒸気発生器二次系ループ	6	O, H	ナトリウム
4	11/7	安全性試験室	ATR安全性試験装置	1	Fe, Mg, C	粉末
5	11/8	ナトリウム機器構造試験室	通電洗浄試験装置	11	Fe, Ni, Cr	電解液
6	11/14	ナトリウム機器構造試験室	純化系試験装置	6	O	ナトリウム
7	11/16	ナトリウム技術開発室	材料試験ループ	72	C	金属試験片
8	11/22	ナトリウム技術開発室	材料試験ループ	20	C	金属試験片

第2表 試料処理状況

		前月繰越	当月受付	受付実績	翌月繰越
1. ナトリウム機器構造試験室					
NaK 蒸留 残渣	試料数	10	10	20	0
	成分数	/	/	40	/
	測定件数	/	/	152	/
電 解 液	試料数	6	11	0	17
	成分数	/	/	/	/
	測定件数	/	/	/	/
ナ ト リ ウ ム	試料数	0	6	0	6
	成分数	/	/	/	/
	測定件数	/	/	/	/
2. ナトリウム技術開発室					
ナ ト リ ウ ム	試料数	1	0	0	1
	成分数	/	/	/	/
	測定件数	/	/	/	/
金 試 験 属 片	試料数	0	100	100	0
	成分数	/	/	119	/
	測定件数	/	/	197	/
3. 50 MW 蒸気発生器試験室					
ナ ト リ ウ ム	試料数	0	6	6	0
	成分数	/	/	10	/
	測定件数	/	/	180	/
4. ナトリウム流動伝熱試験室					
粒 状 物	試料数	3	0	0	3
	成分数	/	/	/	/
	測定件数	/	/	/	/
5. 安全性試験室					
蒸 付 気 下 着 ラ ム	試料数	0	1	1	0
	成分数	/	/	8	/
	測定件数	/	/	24	/
6. 照射燃料集合体試験室					
集 洗 合 浄 体 液	試料数	11	0	11	0
	成分数	/	/	11	/
	測定件数	/	/	22	/
7. 合計					
/	試料数	31	134	138	27
	成分数	/	/	188	/
	測定件数	/	/	575	/

第3表 「ナトリウム機器構造試験室」

NaK 蒸留残渣中ナトリウム, カリウムの分析結果

試料 番号	C/T 温度 (℃)	ナトリウム (μg)	カリウム (μg)	備 考
II-1	150	62	0.7	
-2	"	609	14.6	
-3	"	202	3.9	
-4	"	2.78×10^3	1.8	ルツボ中にナトリウム酸化物が付着していた。
-5	"	446	10.6	
-6	120	152	7.0	
-7	"	51	10.0	
-8	"	86	8.2	
-9	"	190	1.2	
-10	"	1.33×10^3	163	ルツボ中にナトリウム酸化物が付着していた。
-11	"	111	6.3	
-12	90	518	19.5	
-13	"	197	0.2	
-14	"	35.3	0.6	
-15	"	33.4	6.4	
-16	"	38.6	2.9	
-17	"	207	1.1	
-18	"	364	1.2	ルツボ中にナトリウム酸化物が付着していた。
-19	"	36.7	1.1	
-20	"	25.6	3.6	
-21	"	18.4	2.5	
B-2	150	*1	35.0	*1 報告済
-3	"	"	2.2	"
-4	"	"	23.6	"
-5	"	"	17.0	"
-6	"	"	27.6	"
-8	"	"	25.8	"
-9	"	"	31.4	"
-11	"	"	3.0	"
-12	"	"	40.8	"
-13	"	"	2.4	"
-14	"	"	3.8	"
-17	"	"	45.5	"
-19	"	"	12.1	"
-20	"	"	10.0	"
-21	"	"	4.4	"
-22	"	"	3.1	"
-23	"	"	10.2	"
-24	"	"	15.5	"
-25	"	"	8.2	"
-26	"	"	29.2	"
-27	"	"	9.0	"
-28	"	"	5.3	"
-29	"	141	17.6	
-30	"	231	10.9	
S-1	"	80.9	1.5	
-3	"	298	1.2	ルツボ中にナトリウム酸化物が付着していた。
-4	"	114	5.3	
-5	"	169	11.5	
-6	"	734	1.2	

「50 MW 蒸気発生器試験室」

第4表 ナトリウム中水素の分析結果

試料 番号	C/T (°C)	分析値 (ppm) と二次サンリング位置 (mm)							
		A	1	2	3	4	5	6	
54-16	110	0.11	Na in →						
		0.13							
		0.12							
54-17	160	0.28	Na in →						
		0.37							
		0.33							
54-20	130	0.19	Na in →						
		0.13							
		0.16							
54-21	110	0.12	Na in →						
		0.09							
		0.11							
54-19*	195		0.81	0.83	0.89	0.81	0.74	0.80	

* : 偏析試験

: 平均値

第5表 「安全性試験室」

蒸気ドラム付着物の分析結果

Fe ₂ O ₃ (%)	CaO (%)	MgO (%)	C (%)
46.55	0.74	34.15	1.0

第6表 「照射燃料集合体試験室」

燃料集合体洗浄水中ナトリウムの分析結果

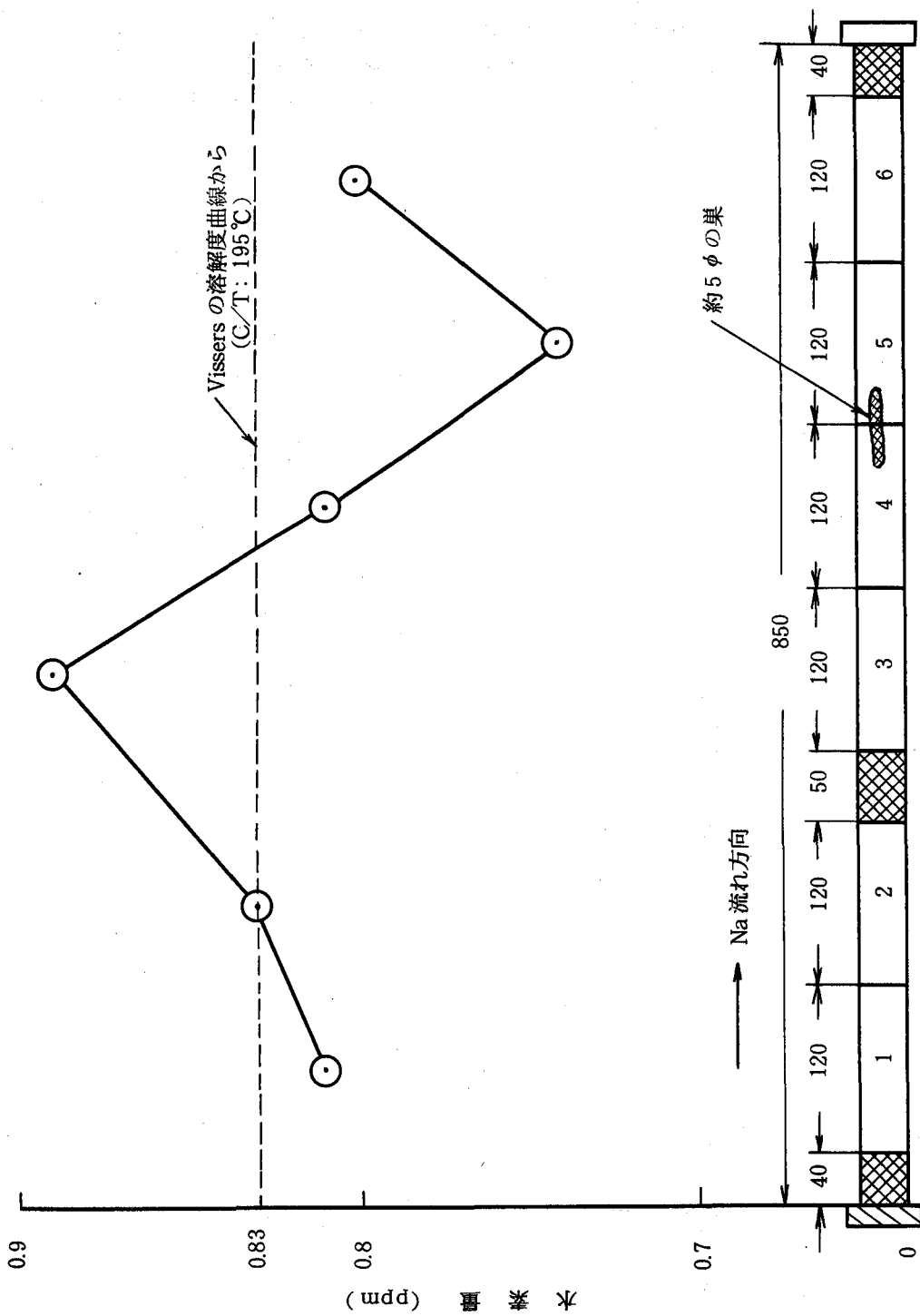
試料番号	ナトリウム濃度			備考
	mg/ml	mg/l	mg/l	
12111	0.0485	48.5	48.4	
	0.0483	48.3		
12121	0.0028	2.8	3.0	
	0.0032	3.2		
12231	0.0032	3.2	3.1	
	0.0030	3.0		
12242	0.0017	1.7	1.6	
	0.0015	1.5		
12251	0.00101	1.01	<1.5	
	0.00085	0.85		
13111	0.0706	70.6	70.6	
	0.0706	70.6		
13121	0.0030	3.0	3.1	
	0.0032	3.2		
13131	0.0025	2.5	2.3	
	0.0021	2.1		
13241	0.0013	1.3	<1.5	
	0.0015	1.5		
13251	0.0010	1.0	<1.5	
	0.0010	1.0		
12, 13	0.0032	3.2	3.1	崩壊タンク
	0.0030	3.0		

□ 内：平均値を示す。

第7表 分析機器類の保守・点検結果

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	Ⓢ Ⓜ Ⓜ Ⓜ 異常なし, 再生 ^{No.1} _{No.2} } 1回
グローブボックス VAC 2	良好	Ⓢ Ⓜ Ⓜ Ⓜ 他 異常なし, ^{No.1} _{No.2} } 各2回再生
グローブボックス NJK 1	良好	Ⓢ Ⓜ Ⓜ Ⓜ 異常なし, ^{No.1} _{No.2} } 再生1回
グローブボックス NJK 2	良好	Ⓢ Ⓜ Ⓜ Ⓜ 異常なし, 真空ポンプ交換
グローブボックス NJK 3	停止中	
ガスクロマトグラフ H ₁	良好	
ガスクロマトグラフ H ₂	良好	
ガスクロマトグラフ H ₃	調整中	11/6 真空ポンプ交換, 11/9 キャリアガス交換
ガスクロマトグラフ C ₁	良好	11/19 キャリアガス交換
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
X線マイクロアナライザ	調整中	排気ユニット故障, 現在修理依頼中
多重波高分析装置	良好	電源部修理中(予備品交換後作動中)
純水製造装置 1	良好	
純水製造装置 2	良好	
質量分析計 M 52	良好	IG管交換(電圧降下によるターボ分子ポンプの停止が)頻繁に起こる。
質量分析計 RMU-6S	良好	異常なし
一般空調装置	良好	11/22給気ダクトの点検異常なし
特殊空調装置	良好	異常なし, 加湿系統を電気加湿より暖房系統に切替
ドラフト排風機	良好	異常なし
ホット排風機	良好	ベルトの交換, 差圧が高くなってきている

- Ⓢ : 真空排気系 Ⓜ : ガス系
 Ⓜ : 電気系 Ⓢ : その他
 Ⓢ : 精製系



二次サンプリング位置 (mm) (試料番号: 54 - 19)

「50 MW 蒸気発生器試験室」

第1図 サンプリング管の長さ方向における水素の濃度分布