

本資料は2001年7月31日付で
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

1980年5月分

1980年6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

~~配 布 限 定~~

PNC 7 N936 80-05

1980年 6月

ナトリウム分析作業月報



寺沼 保,* 桑名宏一,* 飯島 稔*
飛田和弘,* 滑川 優,* 根本昌明*
鈴木 実,* 水谷友律,* 高荷 智*

要 旨

本作業月報は、ナトリウム分析室における5月分の作業実績をまとめたものである。

(1) 「高速実験炉部」

一次系ナトリウム2試料、一次系カバーガス4試料および二次系カバーガス8試料の分析を行なった。

(2) 「燃料材料試験部」

(イ) 技術解析室の金属片1試料の金属成分分析を行なった。

(ロ) 照射燃料集合体試験室の燃料集合体洗浄液3試料のナトリウム含有量分析を行なった。

(3) 「ナトリウム技術部」

ナトリウム技術開発室の金属試験片58試料の炭素分析を行なった。

(4) その他

分析装置、機器類の保守、点検および不具合、故障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 試料処理状況	1
2. 当月の実績	4
2.1 高速実験炉部	4
2.2 燃料材料試験部・技術解析室	4
2.3 燃料材料試験部・照射燃料集合体試験室	4
2.4 ナトリウム技術部・ナトリウム技術開発室	5
3. 保守、点検	6
3.1 質量分析計 M - 5 2	6
3.2 クリーンベンチ	6
4. 不具合、故障	8
4.1 上水道の漏水	8
4.2 質量分析計 (M - 5 2 型)	8
4.3 オンラインカバーガスモニター	8
4.4 ガスクロマトグラフ (カバーガス分析用)	8
5. あとがき	9

図 表 目 次

第1表 5月分依頼試料受入れ状況	10
第2表 試料処理状況	11
第3表 「燃料材料試験部」技術解析室 金属片の分析結果	12
第4表 「燃料材料試験部」照射燃料集合体試験室 燃料集合体洗浄液中のナトリウム分析結果	12
第5表 分析機器類の保守、点検結果	13
第1図 「ナトリウム分析棟」上水道配管の修理箇所	15

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) 一次系ナトリウム 2 試料
 - (ロ) 一次系カバーガス 4 試料
 - (ハ) 二次系カバーガス 8 試料
- (2) 燃料材料試験部・照射燃料集合体試験室
 - 洗浄液 3 試料
- (3) 蒸気発生器開発部・50 MW蒸気発生器試験室
 - 洗浄液 2 3 試料
- (4) ナトリウム技術部・ナトリウム技術開発室
 - (イ) ナトリウム 1 試料
 - (ロ) 金属試験片 5 8 試料
- (5) まとめ

当月の試料受入れは、合計99試料であった。なお、前月よりの繰越し試料は、合計5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) 一次系ナトリウム
 - 試料処理数 2 試料
 - 分析成分数 10 成分
 - 測定件数 114 件
 - 翌月繰越し試料数 0 試料
 - (ロ) 一次系カバーガス
 - 試料処理数 4 試料
 - 分析成分数 44 成分
 - 測定件数 176 件
 - 翌月繰越し試料数 0 試料

(ハ) 二次系カバールガス

試料処理数	8 試料
分析成分数	64 成分
測定件数	168 件
翌月繰越試料数	0 試料

(2) 燃料材料試験部

(イ) 金属片 (技術解析室)

試料処理数	1 試料
分析成分数	9 成分
測定件数	108 件
翌月繰越試料数	0 試料

(ロ) 洗浄液 (照射燃料集合体試験室)

試料処理数	3 試料
分析成分数	3 成分
測定件数	6 件
翌月繰越試料数	0 試料

(3) 蒸気発生器開発部・50 MW蒸気発生器試験室

洗浄液

試料処理数	0 試料
分析成分数	0 成分
測定件数	0 件
翌月繰越試料数	23 試料

(4) ナトリウム技術部・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	5 試料

(ロ) 金属試験片

試料処理数	58 試料
分析成分数	58 成分
測定件数	200 件
翌月繰越試料数	0 試料

(5) 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	76 試料
分析成分数	188 成分
測定件数	772 件
翌月繰越試料数	28 試料

2. 当月の実績

2.1 高速炉実験炉部

(1) 一次系ナトリウム

75 MW第2サイクル運転起動前に採取された一次系ナトリウム(JNa I 55-01) 1試料および75 MW第2サイクル運転起動後に採取された一次系ナトリウム(JNa I 55-02) 1試料, 計2試料の分析を終了した。

(2) 一次系カバーガス

75 MW第2サイクル運転起動前に採取された一次系カバーガス(JAr I 55-01, 02) 2試料, および75 MW第2サイクル運転起動後に採取された一次系カバーガス(JAr I-03, 04) 2試料, 計4試料の分析を終了した。

(3) 二次系カバーガス

75 MW第2サイクル運転起動前に採取された二次系カバーガス(JAr II 55-01, 02) 4試料, および75 MW第2サイクル運転起動後に採取された二次系カバーガス(JAr II 55-03, 04) 4試料, 計8試料の分析を終了した。

2.2 燃料材料試験部

(1) 技術解析室

〔金属試片〕

前月, 本試料のX線マイクロ分析を行ない, これを構成する成分データを得た。当月は本金属片を構成する金属成分(Fe, Cr, Mo, V, Mn, Co, Ni) 各々について定量分析を行なった。供試体の重量が390 μ g と微量であるので, 感度のよいフレームレス原子吸光光度計を用いて分析を行なった。

試料の調製法は, 次の通りである。金属片試料に塩酸を加えて加熱し, これに硝酸を添加して全量を溶解する。この溶液に純水を加えて一定容とし, 測定試料とした。この溶液の一部を分取し, それぞれの金属成分分析を行なった。

分析結果を第3表に示した。

2.3 照射燃料集合体試験室

(2) 照射燃料集合体試験室

〔燃料集合体洗浄液〕

「常陽」炉心燃料集合体の洗浄液3試料のナトリウムを中和滴定法を用いて, 分析した。

分析結果を第4表に示した。

2.4 ナトリウム技術部・ナトリウム技術開発室

疲労試験ループ1 および純度管理試験ループのナトリウム中に浸漬された金属試験片各々30試料、28試料の炭素分析を終了した。(装置：炭素分析装置 IR-12型・Leco社製)

3. 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第5表に表した。これらのうち、主要なものについては次に述べる。

3.1 質量分析計 (M-52型, 日立製)

本分析計は、無機ガス試料の微量成分測定用に使用している。本機は試料導入部、イオンソース、分析管、検出器等から構成されており、検出器を除く各部分は排気装置により常時高真空中に保持されている。

最近本分析計の測定感度の低下やその日間変動が大きくなってきた。

これまでの経験によると、このような場合、イオンソース内部やイオンソースのスリット部が黒紫色に変色し、いわゆるイオン焼けしていることが観察されている。従来、これらをクリーニングして、イオンソース部等を再調整することによって本来の性能に復帰してきた。

イオン焼けする原因は、主として排気装置の一つとして使用している油拡散ポンプの油分子が長時間の使用に伴って徐々にイオンソース部へ逆拡散し、イオンソースにおける高温、高電圧環境下で分解され、周辺部分に焼付くことにより生成したものと推定している。

この対策の一環として、すでに本分析計の主要部分のイオンソース部、分析管部を排気するための油拡散ポンプは撤去し、油を使用しない分子ポンプに交換済みである。

今回は、被排気部の容量が小さいことから前回の対策を実施していなかった試料導入部排気系の油拡散ポンプに着目して、これを分子ポンプに交換することとし、ほぼ抜本的な対策とすることにした。

(1) イオンソースの交換 (5月26日)

補修済みのイオンソースと交換した。分子ポンプの据付け前であったが、感度および分解能の調整を行ない、従来通りの性能に復帰させることができた。

(2) ターボ分子ポンプの据付 (5月29日)

試料導入部排気系の油拡散ポンプの代りに、ターボ分子ポンプを据付けた。分子ポンプで試料導入部を排気し、真空度を測定した結果、 10^{-6} Torr レベルに到達しうることを確認した。

(ターボ分子ポンプは回転翼を高速回転(45,000rpm)させることによって高真空をうるもので、回転軸受部にのみ潤滑油を使用しており、真空系内部では油を使用していない。)

3.2 クリーンベンチのフィルター交換 (PCV-1601型ヤマト科学製)

炭素分析の試料前処理および試薬調整時に使用するクリーンベンチ(空気浄化装置付フード)

のフィルター交換を実施した。(5月26日)

その結果、フィルター出入口空気の差圧も低くなり、定常状態に復帰させることができた。

4. 不具合・故障

4.1 上水道の漏水（5月6日）

状況：ナトリウムの分析棟建屋北側・ボンベ置場のコンクリート台と舗装路面との間から水道の漏水があった。

原因：上水道供給配管の腐食が進み、配管が破裂した。

処置：漏水箇所周辺の腐食した配管を塩化ビニル内張り配管と交換し、修復した。

また、本工事中には、分析棟南側・化学準備室床下の上水道配管についても併せて配管取替工事を実施した。

なお、今回の上水道配管補修箇所を第1図に示した。

4.2 質量分析計（M-52型・日立製）

前月、主電源冷却用ファンの作動不良によって、主電源部のIC全数が不良となっていた。当月、ファンおよびICの交換を終了した。調整運転の結果は良好であった。（5月12日）

4.3 オンラインカバーガスモニター（島津製）（5月13日）

状況：ベースラインの安定性は良好であったが、ノイズ幅が大となって（ノコギリの刃形状）、微量成分の測定が不能となった。また、カラム恒温槽から異音を発していた。

原因：カラム恒温槽のファンモーターの軸受ベアリングの損傷によって、恒温槽が振動し、この振動が検出器に伝わってノイズを発生させていた。

処置：新品のファンモーターと交換した。

結果：従来通りのノイズレベルとなり、微量成分の測定ができるようになった。

4.4 ガスクロマトグラフ（GC-5AIT製 島津製）

状況：ベースラインのドリフト変動幅が大となり、微量成分の分析ができなくなった。

原因：試料ガス導入系のガラスコックのグリース塗りかえの際に使用したリグロインが、カラム吸着剤に吸着して、これがキャリアガスで間欠的に脱着しているものと推定される。

対策：分離カラムの再生

結果：調整中

5. あ と が き

- (1) 高速実験炉「常陽」の75 MW第2サイクル運転が5月8日から開始された。運転前および運転後に採取された一次系ナトリウムおよび一、二次系カバーガスの計14試料が搬入されたが、これら試料全数の分析を終了することができた。
- (2) 各施設の分析依頼は予測していたより多くあったため、計28試料が翌月繰越しとなった。翌月は鋭意努力して、これら試料の分析を消化する予定である。
- (3) 当月は上水道の漏水など不具合・故障が目立ったが、分析業務上特に支障となることはなかった。

第1表 5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	5/1	高速実験炉部	一次系(55-01)	1	H ₂ , O ₂ , H ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H, ⁴¹ Ar, ⁸⁵ Kr, ¹³³ Xe	カバ-ガス
2	"	"	二次系(55-01)	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	"
3	"	蒸気発生器開発部	二次系	23	Na	洗浄液
4	5/6	高速実験炉部	一次系(55-02)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₂ , CO, CO ₂ , He, ³ H, ⁴¹ Ar, ⁸⁵ Kr, ¹³³ Xe	カバ-ガス
5	"	"	二次系(55-02)	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	"
6	5/7	"	一次系(55-01)	1	CP, ³ H, ²² Na	ナトリウム
7	5/12	"	"(55-02)	1	O, C, H, N, Cl, ³ H, ²² Na	"
8	5/14	"	二次系(55-03)	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	カバ-ガス
9	5/15	"	一次系(55-03)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H, ⁴¹ Ar, ⁸⁵ Kr, ¹³³ Xe	"
10	"	ナトリウム技術部	疲労試験ループ1	30	C	金属試験片
11	5/19	燃料材料試験部		3	Na	洗浄液
12	5/20	高速実験炉部	二次系(55-04)	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	カバ-ガス
13	5/21	ナトリウム技術部	純度管理試験	28	C	金属試験片
14	5/22	"	炭素移行試験	1	O, C	ナトリウム
15	5/23	高速実験炉部	一次系(55-04)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H, ⁴¹ Ar, ⁸⁵ Kr, ¹³³ Xe	カバ-ガス

第2表 試料処理状況

		前月繰越			当月受付			当月実績			翌月繰越		
		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	試料数	0	0	0	2	0	2	2	0	2	0	0	0
	成分数	-	-	-	-	-	-	10	-	10	-	-	-
	測定数	-	-	-	-	-	-	114	-	114	-	-	-
カバーガス	試料数	0	0	0	4	8	12	4	8	12	0	0	0
	成分数	-	-	-	-	-	-	44	64	108	-	-	-
	測定数	-	-	-	-	-	-	176	168	344	-	-	-
2.燃料材料試験部													
金属片	試料数	1			0			1			0		
	成分数	-			-			9			-		
	測定数	-			-			108			-		
洗浄液	試料数	0			3			3			0		
	成分数	-			-			3			-		
	測定件数	-			-			6			-		
3.蒸気発生器開発部													
洗浄液	試料数	0			23			0			23		
	成分数	-			-			-			-		
	測定件数	-			-			-			-		
4.ナトリウム技術部													
ナトリウム	試料数	4			1			0			5		
	成分数	-			-			-			-		
	測定件数	-			-			-			-		
金属試験片	試料数	0			58			58			0		
	成分数	-			-			58			-		
	測定件数	-			-			200			-		
5.合計													
	試料数	5			99			76			28		
	成分数	-			-			188			-		
	測定件数	-			-			772			-		

第3表 「燃料材料試験部」技術解析室
金属片の分析結果

成分	含有量*(μg)	含有率** (%)
Fe	350	89.7
Cr	14.4	3.7
Mo	14	3.7
V	3.3	0.8 ₅
Mn	1.4	0.3 ₆
Co	1.3	0.3 ₃
Ni	< 0.2	—

* 5回測定した値の平均値

** 金属片試料重量(390 μg)に対する割合

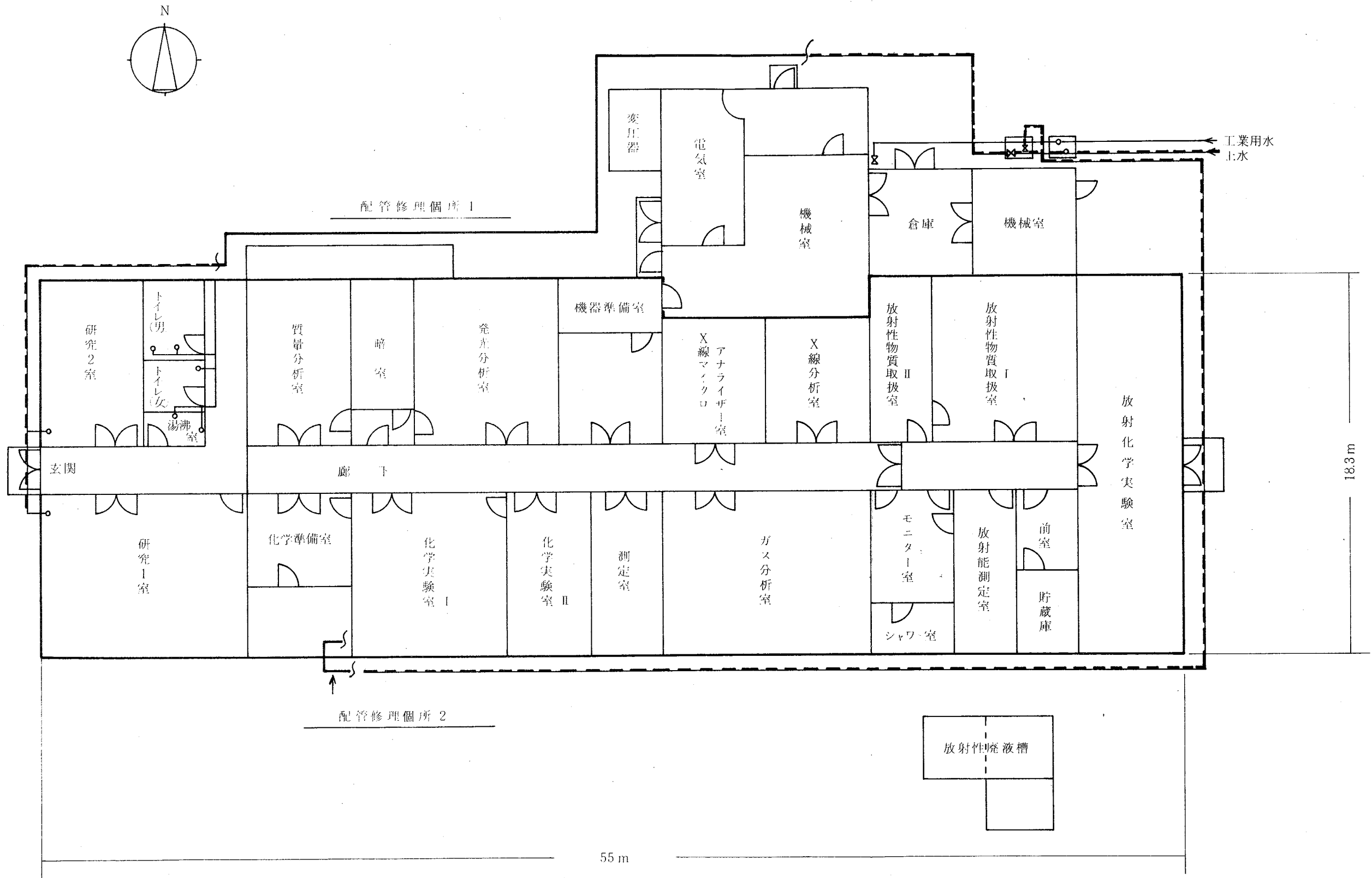
第4表 「燃料材料試験部」照射燃料集合体試験室
燃料集合体洗浄液中のナトリウム分析結果

試料番号	ナトリウム濃度 mg/ℓ
20111	139
20112	141
20121	4.8

第5表 分析機器類の保守・点検結果

装置名	点検項目			備考
	真空	電気	精製	
グローブボックス VAC1	✓	✓	✓	異常なし, カラムNo.1再生1回. クールライン交換
グローブボックス VAC2	✓	✓	✓	異常なし, カラムNo.1, No.2各1回再生. 真空ポンプ交換
グローブボックス VAC3	✓	✓	✓	異常なし, カラムA, B各1回再生
グローブボックス NJK1				停止中
グローブボックス NJK2	✓	✓	✓	異常なし
グローブボックス NJK3	✓	✓	✓	"
ガスクロマトグラフ H1	✓	✓	✓	"
ガスクロマトグラフ H2	✓	✓	✓	"
ガスクロマトグラフ H3	✓	✓	✓	5/29 ベースラインのドリフト変動巾大となった。
ガスクロマトグラフ C1	✓	✓	✓	5/23 停止配置変えのため
ガスクロマトグラフ C2	✓	✓	✓	異常なし
ガスクロマトグラフ C3	✓	✓	✓	5/13 ベースラインのノイズが大となった。 修理の結果良好
ガスクロマトグラフ C4		✓		異常なし
X線マイクロ ナライザ	✓	✓	✓	"
多重波高分析装置		✓		"
純水製造装置 1				"
純水製造装置 2				" イオン交換樹脂および原水側フィルター交換
質量分析計 M52	✓	✓	✓	5/12 電源部修理. 5/26 イオン源交換
質量分析計 RMU-6S				停止中
一般空調装置				異常なし
特殊空調装置				5/19 コンプレッサーNo.2冷媒漏れのためNo.2 コンプレッサーのみ停止. 修理依頼中
ドラフト排風機				異常なし
ホット排風機				"

This is a blank page.



第1図 「ナトリウム分析棟」上水道配管修理箇所

----- : 既設配管
 ————— : 修理箇所および範囲