

~~配布限定~~

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

1980年7月分

1980年8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

1 9 8 0 年 7 月 分

鈴木 実^{*} , 滑川 優^{*}
桑名 宏一^{*} , 秋山 孝夫^{*}
高荷 智^{*}

要 旨

本作業月報は、ナトリウム分析室における7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3試料，一次系カバーガス4試料および二次系ナトリウム2試料，二次系カバーガス4試料，計13試料の分析を行なった。

(2) 「蒸気発生器開発部，50MW蒸気発生器試験室」

蒸気発生器管束部洗浄時スラッジ，2試料の分析を行なった。

(3) 「ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室」

(イ) センウム捕集予備浸漬ポットのナトリウム2試料の分析を行なった。

(ロ) 浸漬試験ループ1のナトリウム1試料の分析を行なった。

(ハ) 材料試験ループ2のナトリウム1試料の分析を行なった。

(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	
2. 当月の実績	3
2.1 高速実験炉部	3
2.2 蒸気発生器開発部, 50 MW蒸気発生器試験室	3
2.3 ナトリウム技術部, ナトリウム技術開発室	4
3. 保守・点検	5
3.1 一般空調設備の風量調整	5
3.2 グローブボックス用ガス循環精製装置の精製筒再生	5
3.3 火災報知器の交換工事	5
4. 不具合	6
4.1 グローブボックス (VAC No.2)	6
4.2 炭素分析用ガスクロ	6
4.3 試料導入装置	6
4.4 X線マイクロ分析装置	6
5. あとがき	7

目 次

第 1 表	7 月分依頼試料受入れ状況	8
第 2 表	試料処理状況	9
第 3 表	「蒸気発生器開発部，50 MW 蒸気発生器試験室」 蒸気発生器管束部洗浄時のスラッジの分析結果	10
第 4 表	「ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室」 セシウム捕集予備浸漬ポットのナトリウム試料の分析結果	11
第 5 表	「ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室」 浸漬試験ループ 1 のナトリウム試料の分析結果	12
第 6 表	「ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室」 材料試験ループ 2 のナトリウム試料の分析結果	12
第 7 表	分析機器類の保守・点検	13

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表に示す。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	1 試料
(ロ) 一次系カバーガス	4 試料
(ハ) 二次系ナトリウム	2 試料
(ニ) 二次系カバーガス	4 試料

(2) 燃料材料試験部，^燃照射材料集合体試験室

S/A 洗浄液	6 試料
---------	------

(3) 蒸気発生器開発部，50 MW蒸気発生器試験室

スラッジ	2 試料
------	------

(4) ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室

ナトリウム	2 試料
-------	------

(5) まとめ

当月の試料受入れは、合計21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表に示す。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	3 試料
分析成分数	13 成分
測定件数	46 件
翌月繰越し試料数	1 試料

(ロ) 二次系ナトリウム

試料処理数	2 試料
分析成分数	6 成分
測定件数	120 件
翌月繰越し試料数	0 試料

(一) 一次系カバーガス

試料処理数	4 試料
分析成分数	10 成分
測定件数	144 件
翌月繰越試料数	0 試料

(二) 二次系カバーガス

試料処理数	4 試料
分析成分数	8 成分
測定件数	140 件
翌月繰越試料数	0 試料

(2) 蒸気発生器開発部，50MW蒸気発生器試験室

スラッジ

試料処理数	2 試料
分析成分数	6 成分
測定件数	114 件
翌月繰越試料数	0 試料

(3) ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室

ナトリウム

試料処理数	4 試料
分析成分数	10 成分
測定件数	77 件
翌月繰越試料数	0 試料

2. 当 月 の 実 績

2.1 高速実験炉部

(1) 一次系ナトリウム

75 MW第1サイクル運転終了後の定期検査時に炉容器内から直接採取された炉心ナトリウム (JNaR-54-03) 2 試料および75 MW第3サイクル運転中に採取された一次系ナトリウム (JNaI-55-05) 1 試料, 計3試料の分析を終了した。

(2) 二次系ナトリウム

75 MW第2, 3サイクル運転中に採取された二次系ナトリウム2試料の分析を終了した。

(3) 一次系カバーガス

75 MW第3サイクル起動前および運転中に採取された一次系カバーガス (JArI-55-06, JArI-55-07) 2 試料の分析を終了した。

(4) 二次系カバーガス

75 MW第3サイクル起動前および運転中に採取された二次系カバーガス (JArII-55-06, JArII-55-07) 4 試料の分析を終了した。

(5) トランスファーローター内アルゴンガス

75 MW第3サイクル運動起動前に採取されたトランスファーローターアルゴンガス2試料の分析を終了した。

2.2 蒸気発生器開発部, 50 MW蒸気発生器試験室

蒸気発生器管束部洗浄時に採取されたスラッジ2試料について, その成分を構成する金属元素の定性ならびに定量分析を行なう必要があった。

(1) 試料の調製

試料をミリポアフィルター (0.6 μm) 装備の口過装置に入れ, 水洗浄を行ない, ナトリウムなどの水溶性物質と非水溶性物質とに分別し, 後者を乾燥して, この一部を分取し測定試料とした。

(2) 定性分析

(1) 蛍光X線分析

試料を蛍光X線分析装置で測定した結果, スラッジ2試料については次の金属元素で構成されていることがわかった。

- 主成分元素 Fe > Cr > Mn > Ni > Mo (検出X線強度順)
- 微量成分元素 Ti, Cu, Pb, Zr

(2) X線回折分析

試料をX線回折装置で測定した結果、鉄とその化合物が検出されたが、その他の元素は濃度が低いためか、同定されなかった。

- Fe_3O_4 試料No.15 > 試料No.19 (検出X線強度)
- $\alpha\text{-Fe}$ 試料No.19 > 試料No.15 (検出X線強度)

(2) 定量分析

定性分析に使用したのと同じ試料を分取し、正確に秤量して、これをビーカー内で塩酸および硝酸で加温して溶解した。これらの酸に不溶性の物質が認められたので、この溶液をろ過分離し、ろ過残渣を正確に秤量したのち、炭素分析を行なった。ろ液については、ろ液全量を一定容として、原子吸光法により、定性分析結果に基づく主な構成元素について定量分析を行なった。

本定量分析結果を第3表に示す。

2.3 ナトリウム技術部，ナトリウム技術開発室

ナトリウム

セシウム捕集予備浸漬ポットのナトリウム2試料，ナトリウム浸漬ループから採取されたナトリウム1試料および材料試験ループ2から採取されたナトリウム1試料，計4試料の酸素・塩素・炭素および金属成分の分析を行った。

分析結果を第4表・第5表および第6表に示す。

2.4 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	19試料
分析成分数	53成分
測定件数	641件
翌月繰越試料数	7試料

3. 保守・点検

分析機器類の保守，点検を実施した。これらの機器類のうち昼夜連続運転している機器の点検結果を第6表に示す。

3.1 一般空調設備の風量調整（7月4日～8日）

前月一般空調装置の温湿度センサーを放射性物質取扱室Ⅰから，空気もどり側ダクト内に移設した。その後各実験室の温度および風量の調整などを行なった。その結果，各実験室の風量および温度制御は良好となった。

3.2 グローブボックス用ガス循環精製装置の精製筒再生

精製筒の再生を次の通り行なった。

	グローブボックス (No.)	精製筒 (No.)	再生回数 (回)	月	日
(1)	V A C - 1	1	2	7	8
		2	1	7	9
(2)	V A C - 2	1	1	7	4
		2	1	7	21
(3)	N J K - 2	1	1	7	9
(4)	N J K - 3	1	1	7	15
		2	1	7	18
(5)	N J K - 1	7/14 運転開始			

3.3 火災報知器の交換工事（7/25～30）

ナトリウム分析室の各室に設置の火災報知器は，作動時の位置確認ができない旧式のものであった。今回，これら旧式の火災報知器の代りに作動位置を確認できる残知灯型のものに交換する工事が行なわれた。

工事の内訳は次の通りである。

- (1) 火災報知器の交換工事（残知灯型）：全ヶ所
- (2) 火災報知器の新設工事（ ）：2ヶ所（工作室，機械室－2）
- (3) 火災警報用電鈴の新設：2ヶ所（機械室－1，管理区域内の廊下）

4. 不具合・故障

4.1 グローブボックス (VAC No. 2)

状況：グローブボックスのガス循環用ブロワーが金属音を発した。(7/2)

原因：調査中

処置：新品のブロワーと交換(7月3日)

結果：良好

4.2 試料導入装置

状況：カバーガス分析用ガスクロマトグラフに付属する試料導入装置のガラス製コックすり合せ部の気密性が悪くなった。

原因：ガラス製コックの摩耗(約3年間使用)

処置：装置すり合せコック全数を新品のものと交換した。(7月2～9日)

結果：良好

4.3 炭素分析用ガスクロ (K-23型 日立製)

状況：ベースラインのノイズが大きく、安定性が悪くなってきた。

原因：カラム恒温槽ファンの翼バランスが不良となり、ガスクロ本体へ振動を与えていたものと推定される。

経過：本ガスクロは、これまで何回か同様の現象が起り、その都度モーターやファンの交換を行ってきた。近年老朽化も進み、保守頻度が多くなった上、本装置の部品入手ができなくなった(45年取得)。

処置：ガスクロを更新した。(GL-4BT型 島津製)

4.4 X線マイクロアナライザー

状況：3系統あるX線分光検出器のすべてがX線を検出できなくなった。

原因：2系統のX線分光検出器は、コンデンサー不良で、他の1系統についてはX線検出器が故障していた。本装置は、45年度に取得したものであるため、老朽化による故障と思われる。

処置：2系統については、コンデンサーを交換した。他の1系統については、軽元素用の検出器を手配中である。

5. あ と が き

- (1) 高速実験炉「常陽」は、75 MW第3サイクル運転が行なわれ、起動前および運転中に採取された一、二次系のナトリウムおよびカバーガス11試料全数の分析を終了することができた。
また、前月より繰越された75 MW第1サイクル運転終了後の定期検査時に炉容器内より直接サンプリングされた試料、3試料の内2試料の分析を終了した。
- (2) 当月の各施設からの依頼分析試料は21試料で、前月よりの繰越し分も含め計26試料であったが、月の後半に搬入された試料を除き、分析を終了することができた。
- (3) 当月は、装置などの故障や不具合が数件あったが、業務上への支障はなかった。

第 1 表 7 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	7/1	ナトリウム技術部	セシウム捕集ポット	1	Na	ルツボNa
2	7/1	"	"	1	Cs, Cl, C, Ca, Mg	ナトリウム
3	7/4	高速実験炉部	二次系(54-13)	1	O, Fe, Cr, Ni, Mo, ³ H	ナトリウム
4	7/9	"	二次系(55-06)	2	O ₂ , H ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	カバ-ガス
5	7/12	"	T/R	2	O ₂ , H ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	カバ-ガス
6	7/17	"	一次系(55-05)	1	⁵¹ Cr, ⁵⁴ Mn, ⁵⁸ Co, ⁶⁰ Co, ⁵⁹ Fe	ナトリウム
7	7/17	"	二次系(55-01)	1	O, C, Cl, N, Fe, Cr, Ni Mo, ³ H, FP	ナトリウム
8	7/18	"	一次系(55-06)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H, FP	カバ-ガス
9	7/22	燃料材料試験部	-	6	Na	洗 浄 液
10	7/22	高速実験炉部	二次系(55-07)	2	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H	カバ-ガス
11	7/24	"	一次系(55-07)	1	H ₂ , O ₂ , N ₂ , CH ₄ , CO, CO ₂ , He, ³ H, FP	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	3	0	3	1	2	3	3	2	5	1	0	1
	成分数	—	—	—	—	—	—	13	6	19	—	—	—
	測定数	—	—	—	—	—	—	46	120	166	—	—	—
カバークラス	試料数	0	0	0	4	4	8	4	4	8	0	0	0
	成分数	—	—	—	—	—	—	10	8	18	—	—	—
	測定数	—	—	—	—	—	—	144	140	284	—	—	—
2. 燃料材料試験部													
	試料数	0			6			0			6		
	成分数	—			—			—			—		
	測定数	—			—			—			—		
3. 蒸気発生器開発部													
ナトリウム	試料数	0			0			0			0		
	成分数	—			—			—			—		
	測定数	—			—			—			—		
スラッジ	試料数	0			2			2			0		
	成分数	—			—			6			—		
	測定数	—			—			114			—		
4. ナトリウム技術部													
ナトリウム	試料数	2			2			4			0		
	成分数	—			—			10			—		
	測定数	—			—			77			—		
金属試験片	試料数	0			0			0			0		
	成分数	—			—			—			—		
	測定数	—			—			—			—		
5. 合計													
	試料数	5			21			19			7		
	成分数	—			—			53			—		
	測定数	—			—			641			—		

第3表 「蒸気発生器開発部・50MW蒸気発生器試験室」

蒸気発生器管束部洗浄時のスラッジの分析結果

(単位 重量%)

試料 \ 元素	Fe* (Fe ₃ O ₄)	Cr* (Cr ₂ O ₃)	Ni* (Ni ₂ O ₃)	Mo* (MoO ₃)	Mn* (MnO ₂)	C**	酸不溶*** 解物質
No. 15	49.2 (68.0)	0.7 (2.1)	0.3 (0.4)	0.02 (0.02)	0.3 (0.42)	3.8	6.1
No. 19	53.3 (73.6)	2.2 (6.3)	0.3 (0.4)	0.2 (0.26)	0.5 (0.8)	5.4	7.2

(注) 上欄の数値は試料総重量に対する各成分元素の割合を示し、下欄()内の数値は元素の安定酸化物として存在するものとして、換算して得た値を示した。但し、Fe₃O₄であることをX線回折分析で確認したが、その他の元素は濃度が低いためか、回折分析で同定されなかった。

* 原子吸光光度計(603型 PEKIN-ELMER社製)による。

** 炭素分析装置(IR-12型 LECO社製)による。

*** 塩酸、硝酸に溶解しない物質

第4表 「ナトリウム技術部ナトリウム技術開発室」

セシウム捕集予備浸漬ポットのナトリウム試料の分析結果

試料名	元 素	サンプル-1 (ppm)	サンプル-1 (ppm)	平 均
ル ツ ボ ナトリウム	カルシウム	5.7	4.7	5.2
	マグネシウム	2.1	2.1	2.1
	鉄	0.051	0.029	0.04
	クロム	0.012	0.012	0.012
	ニッケル	0.007	0.007	<0.01
	コバルト	0.006	0.003	0.005
受け入れ ナトリウム (Cs-AR -Na)	セシウム	<0.10	<0.09	<0.1
	塩 素	2.0	1.3	1.7
	炭 素	3.3	3.7	3.5
	カルシウム	4.2	4.0	4.1
	マグネシウム	1.7	1.2	1.5

第5表 「ナトリウム技術部ナトリウム技術開発室」

浸漬試験ループ1のナトリウム試料の分析結果

試料番号		S-4		
試料採取条件	サンプリング月日	S 5 5 - 6 - 6		
	7 ラッシング時間	8 hr		
	C/T 温度	1 2 0 °C		
	P/I 温度	1 0 5 °C		
二次サンプリング位置 (単位 mm)				
		サンプラー-1 (ppm)	サンプラー-2 (ppm)	平均
分析値	酸素	3.7	4.7	4.2

第6表 「ナトリウム技術部ナトリウム技術開発室」

材料試験ループ2のナトリウム試料の分析結果

元素	サンプラー-1 (ppm)	サンプラー-2 (ppm)	平均
酸素	5.9 ₅	6.4 ₆	6.2
炭素	2.9	2.4	2.6
鉄	0.07 ₇	0.59	*
クロム	0.012	0.034	*
ニッケル	< 0.02	0.023	*

* 再分析を予定

第7表 分析機器類の保守・点検

装置名	点検項目			備考
	真空	電気	精製	
グローブボックス VAC1	レ	レ	レ	No. 1: 2回再生; No. 2: 1回再生
グローブボックス VAC2	レ	レ	レ	7/13, サーキュレーターポンプ交換 No. 1 } 各1回再生 No. 2 }
グローブボックス VAC3	レ	レ	レ	グローブ交換 No. 1 2回再生 No. 2 1回再生
グローブボックス NJK1				異常なし 7/14運転開始
グローブボックス NJK2				No. 1 再生
グローブボックス NJK3	レ	レ	レ	グローブ交換 No. 1 } 各1回再生 No. 2 }
ガスクロマトグラフ	カバーガス分析用	レ	レ	試料導入装置改造 良好
	水素分析用	レ	レ	異常なし
	炭素分析用 × 2	レ	レ	7/29 コールドのガスクロ停止, 取り外し新しいガスクロ取り付, 調整は来月予定
	全炭素分析用	レ	レ	レ キャリヤガス交換
	有機物分析用			異常なし
	オンライン分析用	レ	レ	レ //
液体シン計測装置				//
X線マイクロアナライザ	レ	レ	レ	X線検出器故障 (検出器劣化のため, 検出器メーカー) 7/25メーカー修理実施 (手配中につき8月交換予定)
多重波高分析装置		レ		異常なし
純水製造装置 1		レ		//
純水製造装置 2		レ		//
質量分析計 M52	レ	レ		//
質量分析計 RMU-6S				停止中
一般空調装置		レ		給気バランス調整, 良好
特殊空調装置				異常なし
ドラフト排風機				//
ホット排風機				