

(様式第5号)

実施課題名 セメント母相中のホウ素の化学形と安定性に関する研究
Study on chemical form and stability of boron in cement matrix

著者氏名 出光一哉
English Kazuya Idemitsu

著者所属 九州大学
English Kyushu University

1. 概要

ホウ素は原子炉において制御棒と同様ケミカルシムとして使用されている。ホウ素を含む液体廃棄物はセメント系材料で固化される。この研究において、セメント系材料中のホウ素の化学形の測定を試みた。多くのホウ素化合物は潮解性を持つため、特別の輸送装置を準備した。この装置によって真空状態で搬送した測定試料は揮発性ガスの発生が少なく、ホウ素の K 端 XANES 測定が可能であった。真空中での前処理を行なうことで、構造中に水分を含むセメント系試料中のホウ素の K 端 XANES 測定を行なう見通しが得られた。

(English)

Boron is used as chemical shim of nuclear power plants as well as control rods. Liquid waste including boron will be solidified by cementitious material. In this study we tried to measure the chemical states of boron in cementitious materials. Because most of boron compounds are deliquescent, we prepared special transport equipment. Specimens carried by this transport equipment in vacuum had less volatile gas and were able to measure XANES spectrum of K-edge of boron. We get the prospect to measure K-edge of boron in cementitious materials that contain water in the structure by means of pretreatment in vacuum.

2. 背景と目的

ホウ素は原子炉において制御棒と同様ケミカルシムとして使用されている。放射性廃液にはホウ酸が高濃度で含まれる場合がある。この廃液がセメントに混入した場合、セメントの性能(強度等)を大きく変化させる可能性がある。そこで、セメント中のホウ素の化学系を分析することが必要とされている。本研究では、XAFS によるホウ素のセメント中のホウ素の化学系分析の可否について調査を行なう。特にその構造中に水分を含むセメントからの水分放出に伴う測定の困難が予想されるため、特別に真空搬送装置を準備してその適用性についても確認する。

3. 実験内容(試料、実験方法、解析方法の説明)

試料としては、ホウ素入りセメントに加え、ホウ酸 (H_3BO_3)、メタホウ酸ナトリウム ($NaBO_2$)、メタホウ酸カリウム (KBO_2)、四ホウ酸ナトリウム ($Na_2B_4O_7$)、四ホウ酸カリウム ($K_2B_4O_7$) 粉末を準備した。粉末約10mgをSUS鋼板(□15mm、厚さ0.3mm、写真1)にカーボン両面テープ(応研商事 #15-1095 SEM用カーボン両面テープ)で固定し、これを真空搬送装置(写真2)に入れ、ターボ分子ポンプ(アルカテル: ATP80: 80L/s、到達圧力 5×10^{-7} Pa、背圧10Pa)にて2日間真空処理を行なった。最終到達圧力は 10^{-4} Pa(搬送装置引き口部で測定)であった。真空搬送装置は、クイックカップリングを用いて簡単に組み立て・分解・洗浄ができる構造とした(用いた真空コンポーネント: SUS鋼ニップル NW25、L型バルブ V-025RV-MN)。

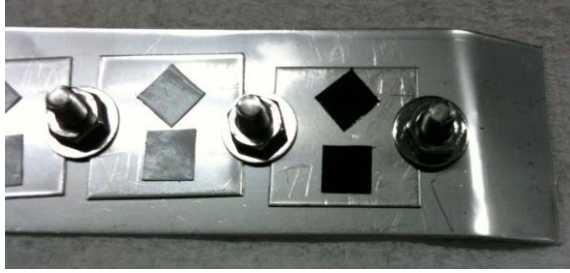


写真1 試料台 (SUS鋼板 : □15mm、厚さ0.3mm)



写真2 真空搬送装置 (左の腕部に試料)

BL12(軟X線ビームライン)を利用し、高真空中にて全電子収量法でXAFS測定した。ホウ素のK-edge (192eV) を測定するにあたって、開始エネルギーを182eVとし、初期エネルギーステップを0.5eV (190eVまで)、吸収端部分を0.05eVのステップ (195eVまで)、以下225eVまでを0.1eVステップで測定した。ビームサイズは約2mm×0.5mmである。

4. 実験結果と考察

今回、粉末試料の塗布量が少なくメタホウ酸カリウム (KBO_2) 以外の明瞭な XAFS スペクトルを得ることができなかった。得られたメタホウ酸カリウム (KBO_2) のスペクトルを図1に示す。これは、過去に得られたメタホウ酸ナトリウム (NaBO_2) のスペクトル(笹木 2008)とほぼ同じピークと形状を示している。

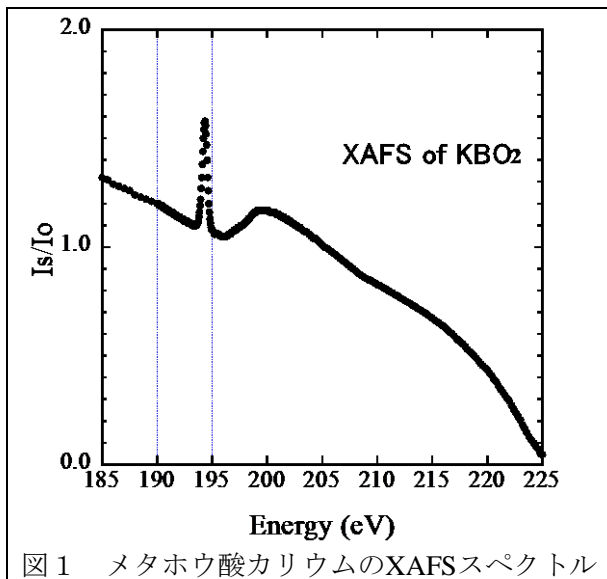


図1 メタホウ酸カリウムのXAFSスペクトル

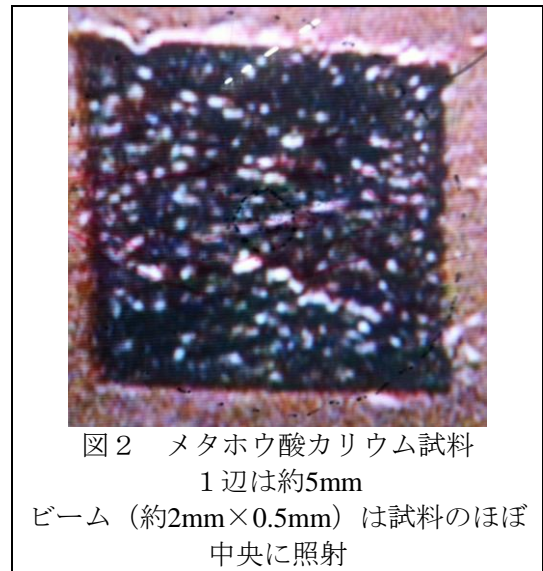


図2 メタホウ酸カリウム試料
1辺は約5mm
ビーム (約2mm×0.5mm) は試料のほぼ中央に照射

5. 今後の課題

今回サンプリング量が少なく明瞭なピークを得ることができなかった試料について、塗布量を増やした測定を実施する。また、セメント試料についても、今後製造条件をパラメータにして、試料準備を行う。

6. 参考文献

笹木圭子, 九州シンクロトロン光研究センター報告, 課題番号 080835PT, (2008)
野田直希 他, 九州シンクロトロン光研究センター報告, 課題番号 071052GT, (2007)

7. 論文発表・特許

8. キーワード

XAFS, ホウ酸, 放射性廃液処理

9. 研究成果公開について

② 研究成果公報の原稿提出

(提出時期 : 2012年10月)