

六ヶ所再処理工場において想定する重大事故（臨界）への対処について (3)有機相で用いられる中性子吸収材（*m*-カルボラン）の分析手法について

Preparedness for criticality accidents postulated in Rokkasho reprocessing plant

(3)Analytical Method of *m*-carborane as the Neutron Absorber used in Organic Solvent Phase

*楠本 美紀¹, 坂本 君江¹, 山田 裕子¹, 阿部 侑馬², 佐藤 友樹², 安齋 喜代志², 堀米 達哉²

¹富士フイルム和光純薬㈱, ²日本原燃㈱

六ヶ所再処理工場では有機相での臨界事故に備え、中性子吸収材として *m*-カルボランを配備することとなった。緊急時に備え、*m*-カルボランは供給の容易な溶液状態で保管される。本稿では溶液中の *m*-カルボラン濃度を精度よく、且つ SI トレーサブルに定量した手法を報告する。

キーワード： *m*-カルボラン、中性子吸収材、定量、SI トレーサブル、定量 NMR(qNMR)

1. 緒言

六ヶ所再処理工場に配備する *m*-カルボラン溶液は「*m*-カルボランとして 40g/L 以上(10℃)、分析誤差を考慮しても当該濃度を下回らないこと」と決定されたが、これは粗原料の飽和濃度 [43g/L(10℃)] に近く、大きく上回る濃度での製造が困難なため下限に近い濃度で厳密に製造した。原料製造過程で含まれる不純物について検討し、溶液中の *m*-カルボラン濃度を精度よく、且つ SI トレーサブルに定量を行った。

2. 分析

原子力施設では、原子力発電所における安全のための品質保証規程(JEAC4111)に基づく品質保証が導入されている。本件においても測定値の妥当性を担保するために SI 単位にトレーサブルとなるよう分析方法の確立を試みた。しかしながら *m*-カルボランには標準物質がないため、目的物そのものを定量することは困難である。定量 NMR では目的物の標準物質がなくても定量可能であるが、*m*-カルボランでは複数のシグナルが重なるため定量は難しい。そこで粗原料中の *m*-カルボラン以外の物質を SI トレーサブルに定量して差し引くことで粗原料中の *m*-カルボラン含量を定量し、値付けした粗原料により検量線を立てて溶液中の *m*-カルボランを定量することとした。なお、残留溶媒の測定には定量 NMR の手法を用いることとした。

3. 結論

粗原料 *m*-カルボランをスクリーニングし、含まれる不純物は残留溶媒、無機不純物及び有機ほう素不純物であることを特定した。粗原料に含まれる残留溶媒、無機不純物は SI トレーサブルな標準品を用いてそれぞれ定量 NMR、ICP 発光分析、イオンクロマトグラフィーにより定量した。粗原料からそれらを差し引いた残りである有機ほう素化合物(*m*-カルボラン+有機ほう素不純物)はガスクロマトグラフィーにより相対比が算出され、有機ほう素化合物中の *m*-カルボランの割合が算出できる。よって、粗原料から残留溶媒、無機不純物を差し引き、*m*-カルボランの割合を乗じることで粗原料中の *m*-カルボランを値付けし、これを用いてガスクロマトグラフィーにより検量線法で溶液中の *m*-カルボランを定量することができた。



図1 定量 NMR 装置

*Miki Kusumoto¹, Kimie Sakamoto¹, Yuko Yamada¹, Yuuma Abe², Yuuki Satou², Kiyoshi Anzai² and Tatsuya Horimai²

¹FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation, ²Japan Nuclear Fuel Limited.