

粉末合成法による CsFeO₂ の合成

Synthesis of CsFeO₂ by powder synthesis method

*井元 純平¹, 中島 邦久¹, 逢坂 正彦¹

¹原子力機構

軽水炉シビアアクシデント時、ステンレス鋼への Cs の化学吸着により CsFeO₂ が生成することが示唆されている。化学吸着挙動の解明のためには、CsFeO₂ の熱力学特性や化学特性等を評価する必要がある。そのためには、CsFeO₂ の単相の標準試料が必要となる。本研究では、CsFeO₂ の合成条件を検討し、水酸化セシウム一水和物と α -オキシ水酸化鉄の混合粉末を 190°C~1020°C で加熱することにより、単相の試料を得た。

キーワード：セシウム，化学吸着，鉄，合成

1. 緒言

軽水炉シビアアクシデント時に放出される核分裂生成物の Cs は、圧力容器上部構造材に使用されているステンレス鋼と化学的に反応して固着する化学吸着を起こすことが知られている [1]。最近の研究で、CsOH の蒸気を 600°C に加熱したステンレス鋼に反応させると、ステンレス鋼に化学吸着することで CsFeO₂ が生成することが示されている [2]。この化学吸着挙動の解明のためには、CsFeO₂ の熱力学特性や化学特性等を測定・評価する必要がある。CsFeO₂ 単相の標準試料を合成することが不可欠である。そこで本研究では、単相 CsFeO₂ 試料の簡易的な合成手法を確立するため、高温で粉末を固相化学反応させる手法（粉末合成法）による CsFeO₂ の合成試験を行った。

2. 実験方法

水酸化セシウム一水和物 (CsOH · H₂O) 粉末（シグマ アルドリッチ ジャパン製、純度 99.95 %）と α -オキシ水酸化鉄 (α -FeOOH) 粉末（高純度化学研究所製、純度 99 %以上）を出発物質として合成試験を行った。Cs と Fe のモル比が 1 : 1 となるように出発物質を秤量後、メノウ乳鉢を用いて混合粉末を作製した。次に、この混合粉末を白金パンに充填し、熱重量示差熱分析装置 (TG-DTA) を用いて最大 1020 °C まで大気中で加熱することにより、高温化学反応を生じさせた。なお、加熱中の保持時間は 1020 °C では 4 h、それ以外の温度は全て 2 h で行った。加熱後試料は、酸素及び水分濃度が数 ppm 程度の窒素雰囲気グローブボックス (GB) 中で気密性の高い X 線回折 (XRD) 分析用試料フォルダ (リガク製ドーム型雰囲気セパレータ) に充填した。この窒素封入を行った試料を、XRD 分析 (Cu 線源) に供した。また合成粉末の吸湿性の有無を調べるため、窒素封入していた試料を大気中で開放した状態での XRD 分析も行った。

3. 結果及び考察

図 1 に加熱後試料の XRD パターンを示す。図 1 より、190 °C ~ 1020 °C の加熱後試料から CsFeO₂ に起因するピークのみを同定できたため、単相の CsFeO₂ が得られることが分かった。また、630 °C で合成した CsFeO₂ 粉末を大気中にて XRD 分析を行うと、図 1 に示すように最強線 (約 30 °) のピークが分裂するなど XRD パターンが変化し、試料も変色していた。これらのことから CsFeO₂ は大気中では変質することが示唆された。よって、CsFeO₂ の合成は不活性雰囲気における管理が必要であることがわかった。

以上の結果から、CsOH · H₂O と α -FeOOH の混合粉末の加熱により単相の CsFeO₂ を合成することに成功した。

今後は合成した CsFeO₂ 試料を用いて化学特性を調べ、化学吸着挙動の解明に役立てていく予定である。

参考文献

[1] F.G. Di Lemma et al., Nucl. Eng. Des., 305, 411-420 (2016). [2] E. Suzuki et al., Proceedings of FDR2019, FDR2019-1068.

*Jumpei Imoto¹, Kunihisa Nakajima¹ and Masahiko Osaka¹

¹JAEA

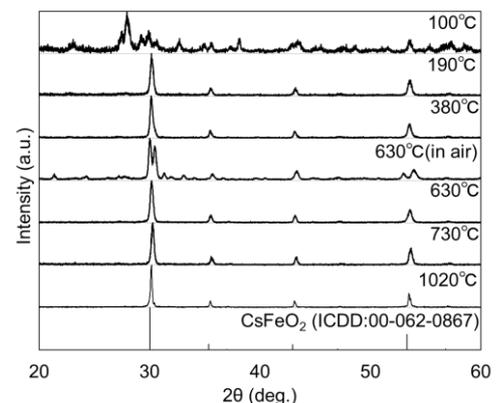


図 1 加熱後試料の XRD パターン