

エネルギー

原子炉冷却水中のホウ素

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸塩基滴定

規格

## 1.概要

原子炉冷却水中のホウ素定量は、試料に純水を加え0.05mol/L 塩酸溶液でpH5.6に調整し、マンニットを加えて溶解した後、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液でpH8.5まで滴定します。水酸化ナトリウム溶液の滴定量から、ホウ素濃度を算出します。

## 2.参考文献

- 1) JIS K 8863-2007 ほう酸(試薬)
- 2) 「定量分析の実験と計算2 容量分析法」 高木誠司著 共立出版発行

## 3.測定上の注意点

- 1) 薬品の取扱いには十分注意してください。

## 4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、電極の先端が乾燥しないように純水につけて保管してください。

## 5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイア STD-)  
電極 :  オプション ガラス電極  
 オプション セラミック形比較電極

## 6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (f=1.003)  
溶媒 : 純水  
添加試薬 : 0.05mol/L 塩酸溶液, マンニット

## 7.分析手順

—測定—

- 1) 試料5.0mLを100mLビーカーに採取し、純水50mLを加えます。
- 2) 0.05mol/L 塩酸溶液にて、pH5.6に調整します。
- 3) マンニット8gを加えて溶解させます。
- 4) 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いてpH8.5まで滴定を行い、ホウ素濃度を求めます。

## 8.計算式

ホウ素濃度(ppm) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)  
BL1 : ブランク値(0.00mL)  
FA1 : 滴定液のファクター(1.003)  
C1 : 濃度換算係数(1.082mg/mL)  
K1 : 単位換算係数(1000)  
SIZE : 試料採取量(mL)

## 9.測定例

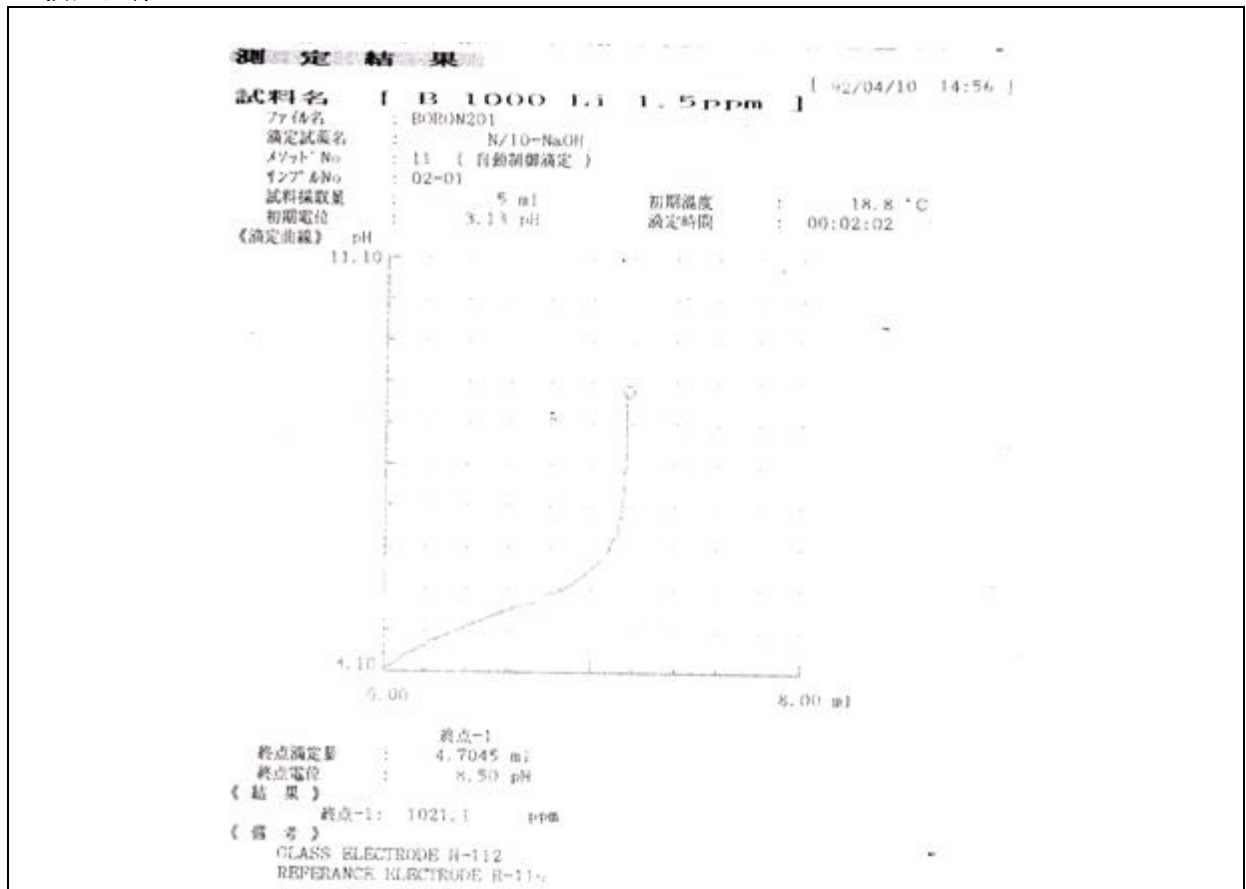
### -測定環境-

|            |           |         |
|------------|-----------|---------|
| 室温 : 25 °C | 湿度 : 50 % | 天気 : 晴れ |
|------------|-----------|---------|

### -測定パラメータ-

|           |          |               |          |
|-----------|----------|---------------|----------|
| [滴定パラメータ] |          |               |          |
| 滴定モード     | : 自動制御滴定 | 滴定プリアンプの単位    | : pH     |
| 滴定様式      | : 終点電位停止 | 滴定ビュレットの最大滴定量 | : 20.0mL |
| 滴定ビュレット   | : 01     | 自動スターラ制御      | : しない    |
| 滴定試薬名     | : NaOH   | 滴定前の待ち時間      | : 0s     |
| 滴定検出器番号   | : 1      | 滴定方向          | : Auto   |
| [制御パラメータ] |          |               |          |
| 第一終点電位    | : 8.5 pH | 制御速度          | : 4.0    |
| 第二終点電位    | : 8.5 pH | データ採取する電位     | : 4.0mV  |
| 滴定過剰量     | : 0.0mL  | データ採取する滴定量    | : 0.5mL  |
| ゲイン       | : 1      |               |          |

### -滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-410 の場合です)

—測定結果—

| n | 採取量<br>(mL) | 滴定量<br>(mL) | ホウ素濃度<br>(ppm) |
|---|-------------|-------------|----------------|
| 1 | 5.0         | 4.7045      | 1021.1         |

\* 上記結果はサンプルを1回測定した結果です。

## 10.まとめ

ホウ素の同位体のうち、 $^{10}\text{B}$ は非常に大きな中性子吸収断面積をもつため、原子炉内において中性子の吸収のため制御棒に、その化合物であるホウ酸は一次冷却水に溶かし込んで加圧水型原子炉の余剰反応度制御に使われています。

今回の試料においても、測定結果は明瞭な滴定曲線が得られています。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。