

(慶大院理工¹、原子力機構²、東理大理³、京大複合研⁴) ○黒澤景一¹、岩田歩¹、佐藤志彦²、阿部善也³、五十嵐康人⁴、奥田知明¹

【緒言】 福島第一原発事故によって大気中に飛散した放射性物質のうち、放射性 Cs 微粒子 (CsMP: radio caesium-bearing microparticles) と呼ばれる不溶性の粒子が存在することが知られている[1]。この粒子は生体内に沈着した際に溶出せずに放射線を発し続けるため、健康へのより甚大な悪影響が懸念されている。また大気中のエアロゾル粒子はその帶電によりヒト気道内部での沈着が大幅に促進される[2]。放射性のエアロゾル粒子はその β 崩壊に起因する電子線放射によって自家帶電することが指摘されている[3]ため、CsMP の健康影響を正確に評価するためにはその帶電状態についても明らかにする必要がある。しかしながら、実環境中から採取された粒子個々の詳細な電気的特性を測定する手法は未だ確立されておらず、とりわけ実際の福島第一原発事故由来の粒子について測定した例はない。そこで本研究では、KPFM (Kelvin Probe Force Microscopy) 法を用いて粒子の表面電位を測定する手法を確立し、CsMP の詳細な電気的特性を明らかにすることを目的とした。

【実験】 KPFM は SPM (Scanning Probe Microscopy) の測定モードの 1 種であり、プローブを振動させながら走査し、試料の静電気力による振動周期の変化を検出することで、試料の高さ像と表面電位差像を同時取得することができる測定法である[4]。本研究では島津製作所製 SPM-9700 の KPFM モードを使用し、カンチレバーには n 型ドープシリコン (Nanoworld、EFM) を使用した。採取した CsMP はガラス基板に貼付されたカーボンテープ上に固定した。

【結果・考察】 KPFM 測定結果を図 1 に示す。粒子の基板に対する表面電位の値は +0.3 V ~ -0.3 V の範囲であった。粒子中央付近では負に、粒子外縁付近では正の表面電位を示すというように、同一粒子内での表面電位の偏りが確認された。この様な粒子内での表面電位分布の偏りは放射性 Cs の分布に起因する可能性が高いと考えられる。

[1] Adachi, K. et al. (2013) *Sci. Rep.*, **3**, 2554

[2] Cohen, B.S. et al. (1998) *Health Phys.*, **74**, 554-560

[3] Gensdarmes, F. et al. (2001) *J. Aerosol Sci.*, **32**, 1437-1458

[4] Nonnenmacher, M. et al. (1991) *Appl. Phys. Lett.*, **58**, 2921-2923

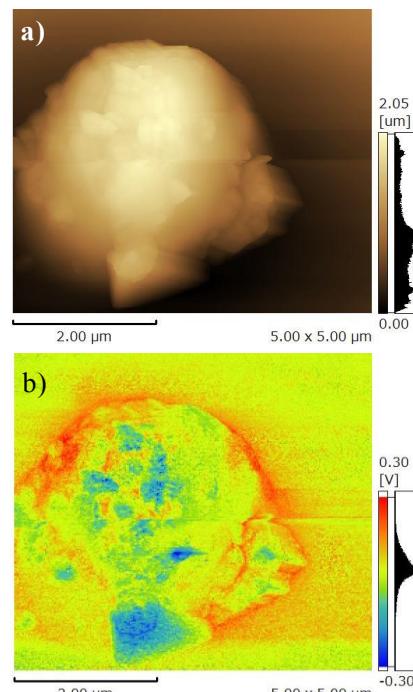


図 1 CsMP の KPFM 測定結果
(a:高さ像, b:電位像)

Measuring of surface potential of radio caesium-bearing microparticles by Kelvin Probe Force Microscopy

KUROSAWA, K., IWATA, A., SATOU, Y., ABE, Y., IGARASHI, Y., OKUDA, T.

【はじめに】日本海沿岸域では、冬季雷雲から数10秒～数分間に及ぶ「ロングバースト」と呼ばれる制動放射線が観測されてきた。演者らは「強い季節風により雷雲が傾斜し、それにより制動放射を引き起こす」という仮説で「傾斜サーチライトモデル」を2011年に発表¹⁾し、また同モデルを使い、弱い南風でも低山地地形により雷雲から制動放射が観測された例を昨年報告²⁾した。

この度、標高100m未満の海岸丘陵で雷雲からの制動放射を10地点で同時に観測し、そのデータから雷雲高度や放射の面的広がりなどを調べたので報告する。

【測定】(1)検出器：NaI(Tl)シンチレーション(2×2インチ、エネルギー補償、温度補償、日立製)

(2)MCA:50kV～5MeV(1,000ch、日立製)、電子記録計：20秒値モード(横河DX2030)

(3)スペクトル解析：スペクトルエクスプローラ(ミオンテクノロジーズ・キャンペラ製)

(4)東京電力ホールディングス(株)の測定データ(MP-1～MP-9)は報告書³⁾から引用した。

【結果】2018年4月8日に新潟県柏崎市と刈羽村に跨る海岸丘陵周辺で、雷雲が上陸直後に制動放射を開始した。平坦部の雷雲高度は平均73mで、進行方向の丘陵高さ71mとほぼ同じであった。一連の制動放射は、全長4360m、観測時間5分30秒、幅は平坦部540m、傾斜部970mであった。放射の伝播速度は丘陵前が14.7m/s、丘陵通過後が10.0m/sであり、風速(雷雲移動速度)1.1～3.5m/sより早い事がわかった。

また、3地点での計数率を「傾斜サーチライトモデル」で解析したところ、モデルの計数率と空間放射線量率の変動は実測と良く一致したが、いずれも空間放射線量率のピークから66～100秒(距離で120～185m)後に、21～22nGy/hの放射口からの距離に無関係な未知ピークが現れた。

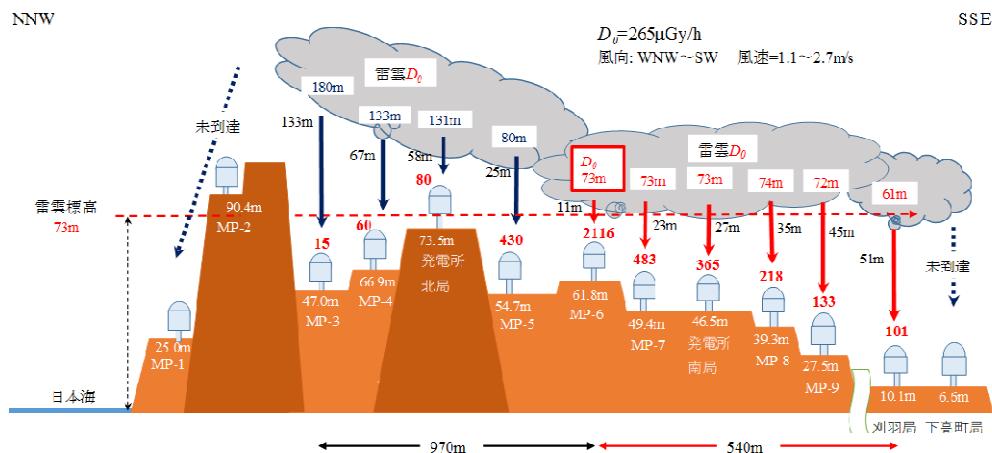


Fig. 2018年4月8日に観測された雷雲からの制動放射の状況(模式図) MPの添え赤字は、空間放射線量率(20又は30秒値)
の正味の上昇値(nGy/h) モニタリングポスト標高は、検出器(地上1.5m)を含む高さ(m) 国土地理院ウェブサイトによる

- 1) 黒崎裕人他、KEK Proc.2011-7, Proc.12th Workshop on Environ.Radio.Act.36-43(2011).
- 2) 黒崎裕人、第62回放射化学討論会、2B02(2018)。黒崎裕人、放射化学,39,1-11(2019)。
- 3) 東京電力ホールディングス(株)、平成30年度柏崎刈羽原子力発電所周辺環境放射線監視調査結果速報・第1四半期(4月～6月)、p23～27(平成30年8月)。

Simulation of bremsstrahlung gamma ray from winter thunderclouds which were tilted along the slope of coast hills
KUROSAKI,H.

(京大複合研)○高宮幸一、西澤佑介、関本俊、沖雄一、大槻勤

【緒言】 東京電力福島第一原子力発電所の事故において、原子炉建屋内で核燃料物質から放出された核分裂生成物が溶液エアロゾル粒子に付着して放射性エアロゾルが生成する過程に注目し、この生成過程を実験的に解明することを試みている。これまでの研究において、核分裂生成物が溶液エアロゾル粒子に付着する過程には、両者の幾何学的な衝突による付着過程と静電相互作用による付着過程が存在することが示された。しかし、静電相互作用による付着過程を定量的に考察することはできない。本研究では、濃度の異なる3種類のハロゲン化ナトリウム溶液を原料として生成した溶液エアロゾルを用い、核分裂生成物が溶液エアロゾル粒子に付着して放射性エアロゾルが生成する効率（付着率）を測定し、付着過程における溶液エアロゾルの性状の影響について調べた。

【実験】 アトマイザー、過熱管および拡散ドライヤー、DMA からなる単分散の溶液エアロゾルを生成する装置と ^{252}Cf 線源を設置したチェンバーを組み合わせた放射性エアロゾル生成装置を用いて、溶液エアロゾル粒子への核分裂生成物の付着率を測定した。溶液エアロゾルの原料には、0.005、0.01、0.02 M に調製した塩化ナトリウム、臭化ナトリウム、ヨウ化ナトリウム溶液を用いた。生成した放射性エアロゾルはポリカーボネート製フィルターで 30 分間捕集した後に、Ge 半導体検出器にて 1 時間のガンマ線スペクトル測定し、スペクトル解析を行い ^{104}Tc の付着率を得た。溶液エアロゾル粒子に含まれる溶質の種類の違いが ^{104}Tc の付着挙動に与える影響を考察するために、0.01 M に調製した NaCl、

NaBr、NaI から生成した溶液エアロゾルに対する付着率と全表面積の相関を Fig.1 に示す。それぞれの溶液エアロゾルに対する付着率と全表面積の相関を、吸着平衡を仮定してフィッティング（図中の線）することで吸着平衡定数が得られた。発表では、各濃度、種類の溶液エアロゾルに対して得られた吸着平衡定数に着目し、核分裂生成物が溶液エアロゾル粒子に付着する過程におけるエアロゾルの化学的性状の影響について考察を行う。

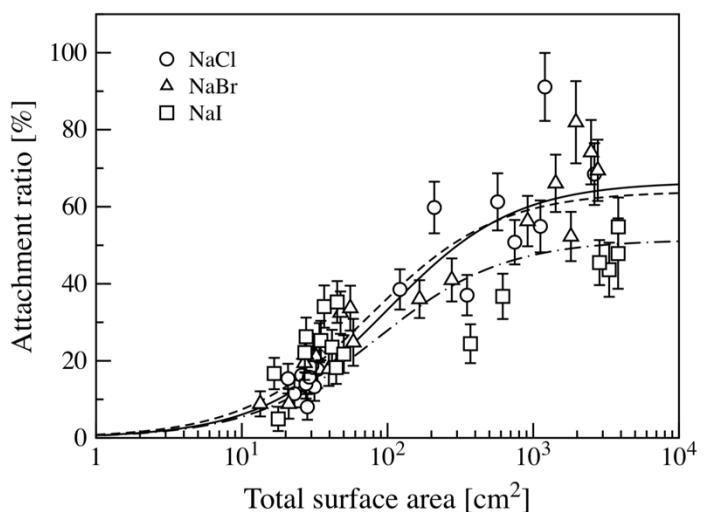


Fig. 1 NaCl, NaBr, NaI (0.01M) 溶液エアロゾル粒子への ^{104}Tc の付着率とエアロゾルの全表面積との相関

2A04

Sr 吸着剤を用いた海水中の放射性 Sr と他の放射性核種の分離

(日立製作所¹、名大・RIC分館²、慈恵医大・アイソトープ³、愛知医大⁴)

○加藤結花¹、緒方良至²、箕輪はるか³、小島貞男⁴

【緒言】 放射性ストロンチウム(⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr)は、東電福島原発事故で環境中に大量に放出された。地表への降下量は放射性セシウム(¹³⁴Cs, ¹³⁷Cs)の 1/400~1/5000 であったが、海洋中への放出割合は、それより高い。現在でも地下水を介して多少漏洩しているとの報告もある。⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr は、純 β 線放出核種であり、 γ 線放出核種のようにエネルギースペクトロメトリによる非破壊多核種同時分析を行うことはできない。測定前に他の元素から化学分離する必要がある。我々は、Sr を短時間で安全な方法での分離・測定方法の開発を目指して研究している。今回、Sr 吸着剤(ピュアセラム MAq、荏原製作所・日本化学工業)の海水中 Sr の吸着特性を実験的に検証し、放射性ストロンチウム濃度測定への応用可能性を探った。

【実験】 (1) Sr 吸着剤の必要量確認のため、⁹⁰Sr をスペイクした人工海水(ダイゴ人工海水 SP、日本製薬)100 mL に本吸着剤 20, 60, 100 mg を加え、60 分攪拌後にフィルタ(孔径 0.45 μm)でろ過し、ろ液の ⁹⁰Sr を通常の液体シンチレーションカウンタ(LSC-7400、日立製作所)で、ろ紙上の ⁹⁰Sr をプラスチックシンチレータボトルを用いた方法で、低バックグラウンド液体シンチレーションシステム(LSC-LB7、日立製作所)で測定した。(2) ⁸⁵Sr をスペイクした人工海水 100 mL に 100 mg の Sr 吸着剤を加え、攪拌しながら、5, 15, 30, 60, 90, 120 分経過後にフィルタでろ過し、ろ液中の ⁸⁵Sr 濃度をオートウェル γ カウンタ(ARC-7001、日立製作所)で、吸着剤に吸着した ⁸⁵Sr を HPGe(GEM-35190、Ortec)で測定した。(3) 人工海水 100 mL(非放射性)に本吸着剤 100 mg を加え、攪拌しながら経時的にサンプリングし、フィルタでろ過し、ろ液中の Na, K, Mg, Ca 濃度を ICP-AES(Thermo Jarrel Ash, IRIS/AP)で測定した。(4) 人工海水 100 mL に ¹³⁴Cs を加え、攪拌しながら経時的にサンプリングし、ろ液および吸着剤に吸着した ¹³⁴Cs を HPGe で測定した。

【結果と考察】 (1) 海水 100 mL に対し、20, 60, 100 mg の Sr 吸着剤で 60 分攪拌後の海水試料中の Sr 濃度は、それぞれ初期濃度の 52%、34%、2.5% となった。この結果、海水 100 mL に 100 mg の吸着剤を投入する必要があることが分かった。(2) 採取したろ液中の Sr 濃度は、経時的に指数関数的に減少していた。120 分間の攪拌で、液相の Sr 濃度は、初期濃度の 1.6% にまで減少し、吸着剤に 98.4% 吸着していた。(3) Na, K, Mg, Ca のろ液中の濃度は、攪拌時間にかかわらず、一定であった。この結果、本吸着剤が、Sr のみを選択性的に吸着することが分かった。(4) Cs の吸着剤への吸着率は、1/10000 以下であり、本吸着剤は放射性 Cs を多量に含む海水試料にも適用できることが示された。(5) ⁹⁰Sr の β 線測定に当たっては本吸着剤による自己吸収が無視できず、モニタリングに用いるためには、自己吸収率の補正を行なう必要がある。また、吸着剤から Sr を抽出して測定するなどの方法を試行している。これらの詳細は発表で報告する。

【結言】 本吸着剤(ピュアセラム MAq)が、海水試料中の Sr を選択性的に吸着することが分かった。海水中放射性 Sr モニタリングへの応用の可能性が示された。

【謝辞】 ICP-AES を用いた測定では、名大生命農学研究科の竹中千里教授のご援助をいただいた。

Separation of radiostrontium from other radionuclides in seawater with Sr adsorbent
KATO, Y., OGATA, Y., MINOWA, H., KOJIMA, S.

2B01 APDC/MIBK 抽出によるヒジキ中の無機 As(III) および As(V) の中性子放射化分析

(石巻専修大理工¹、Thailand Institute of Nuclear Technology², Dalhousie Univ.) ○ 福島美智子¹、CHANNUIE, J.², BUSAMONGKOL, A.², LAOHAROJANAPHAND, S.², CHATT, A.³

【序】日本の食生活の特徴の一つに、多種の海草を摂取することが挙げられる。その食用海草の中の一つがヒジキであるが、カルシウム、マグネシウム、鉄などに加えて、ヒ素を高濃度で含むことが知られている。ヒ素の毒性は化学種によって異なるので、ヒジキに含まれるヒ素のうち、毒性が高いとされる無機 As(III)および As(V)の分析を行った。ヒ素の分析には中性子放射化分析法を用いた。

【実験】(1) 試料：宮城県産、神奈川県産、長崎県産市販乾燥ヒジキ 4 種。宮城県竹浦漁港で採取した生ヒジキ。市販の乾燥状態の試料はそのまま粉末にして使用。生ヒジキは凍結乾燥して使用。試料の一部は水道水に浸して戻したのち、醤油、日本酒、ミリンを加えて調理。その後、可食部および煮汁を凍結乾燥。(2)無機 As(III)および As(V)の抽出：R.Zwicker ら¹⁾の方法に従った。すなわち、1 g の試料に 10 mL の蒸留水を加えて 40°C で 1 時間音波分解、4000 rpm で 20 分間遠心分離した。この水抽出を 3 回繰り返し、集めた水相に 10% APDC 10 mL と 10 mL MIBK を加えて 10 分間振とうして水相に As(V)を、有機相に As(III)を分離した。有機相の As(III)を 4 M HNO₃ 10 mL で逆抽出した。As(III)および As(V)を含む画分 1 mL をポリエチレンバイアルに分取して乾燥、照射試料にした。(3)比較標準物質：NMIJ 7405a Hijiki, NIES No.9 Sargasso, NMIJ CRM 7402a Cod Meat, および NMIJ 7403a Swordfish の 4 種類を使用。(4)中性子放射化分析：照射試料を Thailand Institute of Nuclear Technology(TINT)において $10^{12} \text{ cm}^{-2}\text{S}^{-1}$ 中性子束で 2 時間か、京都大学複合原子力科学研究所 (KUR) において $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}\text{S}^{-1}$ で 5 分間照射した。適切な冷却時間後に、Ge 検出器でガンマ線スペクトルを計測して、生成した ⁷⁶As ($T_{1/2} = 1.09 \text{ d}$) の 559 keV のピーク面積から As の定量を行なった。

【結果】市販乾燥ヒジキの全ヒ素は 17 – 143 mg/kg, DW であった。宮城県産および長崎県産の乾燥ヒジキ中の As(III)および As(V)は、全ヒ素濃度の 1 – 3% および 11 – 23% であった。次に調理した市販ヒジキ（宮城県産、神奈川県産、長崎県産）に関しては、調理前に水戻しをすると、水戻し前のヒジキから 54 – 60% のヒ素が水に溶出し、さらに調理後の可食部に残存したヒ素は当初の 6 – 11% (6 – 15 mg/kg, DW) であった。また、As(III)および As(V)は、調理前の全ヒ素に対して ND – 0.1%, 0.8-3.0%、濃度にして ND – 0.1 mg/kg, DW, 1.1 – 3.1 mg/kg, DW と、非常に低濃度であることが明らかになった。

【参考文献】1) R.Zwicker, et.al, J. Radioanal. Nucl. Chem., (2011) 287:211-216.

【緒言】2011年東京電力福島第一発電所の事故の影響で群馬県赤城大沼周辺に放射性物質による汚染が確認され、8月に漁獲されたワカサギから 640Bq/kg の放射性セシウム（放射性Cs）が検出された。その後、定期的にモニタリングを行い、2015年9月には食品基準値を下回り、ワカサギは解禁となった。しかし、湖水及びワカサギの放射性Cs濃度の緩慢な減衰が続いている。その原因を探るため、放射性Csの化学形態や底質との吸着実験など多方面からのアプローチを行っているが、特定に至っていない。本研究は赤城大沼底質を中性子放射化分析法で元素分析を行い、解明の一助とする。

【実験】2014年6月12日に群馬県赤城大沼底質でダイバーによって、直径100mmのアクリル管で深さ420mmのコアを採取し、10mmごとに切断した。その後、 105°C 24時間で乾燥し乳鉢を用いて粉碎処理を行いU8容器に詰め、重量測定を行った。

福島由来放射能測定： U8容器の試料は放射性Csの定量を目的にサンプルチェンジャー付HPGe半導体検出器及び多重波高分析(SEIKO EG&G社 MCA7600)を用いて3日以上の測定を行った。注目核種は ^{137}Cs 661.6keV及び ^{134}Cs 604.7keV、795.8keVとした。

中性子放射化分析：深さ10mm、160mm、390mmの各底質から約50mgをそれぞれ3試料秤量し、洗浄したポリエチレン袋に二重封入し分析試料とした。京都大学複合原子力研究所の研究用原子炉KURにて照射した。短寿命核種分析にはPn-3(1MW:熱中性子束 $3.93 \times 10^{12} \text{n/cm}^2/\text{s}$)で30秒照射、中長寿命核種分析にはPn-2(1MW:熱中性子束 $4.66 \times 10^{12} \text{n/cm}^2/\text{s}$)で1時間照射を実施した。定量には岩石標準試料JLk-1を用いた比較法で行った。中長寿命核種分析用の試料は照射カプセル内に二段で入れたため、上下にFluxモニターとしてFeと0.12%Sb含有Alワイヤーを入れた。短寿命核種分析では照射後、ポリエチレン袋の外側一重を交換し、5分から10分の冷却時間を取り、HPGe検出器で400秒間測定を行った。中長寿命核種分析では照射後1週間冷却して取り出し、ポリエチレン袋の外側を交換し、1時間測定を行った。その後、都市大原研へ試料を輸送し、サンプルチェンジャー付HPGe検出器で冷却期間20日20000秒測定、冷却期間30日50000秒測定をHPGe半導体検出器にて行った。 γ 線スペクトル解析は、ガンマスタジオ(SEIKO EG&G社製)を用いた。

【結果】Fig.1に中長寿命核種分析で検出された深さごとの底質に含まれている19元素の値をグラフで示す。

Determination of trace elements in the sediment of Lake Onuma on Mt. Akagi by neutron activation analysis

OKADA, Y., Hagura N.

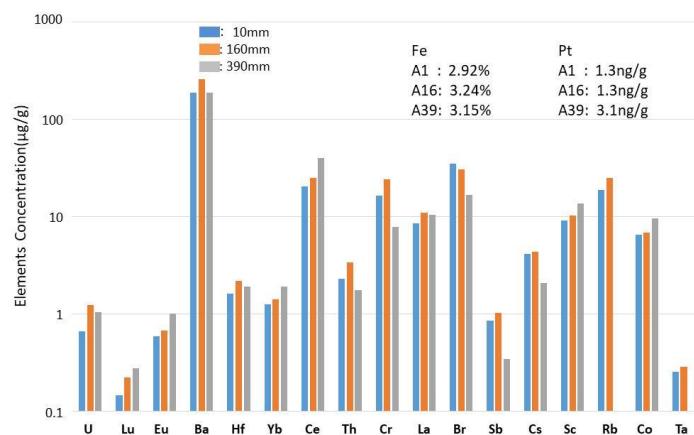


Fig.1 Trace element concentration in the sediment of Lake Onuma on Mt. Akagi

2B03

光量子放射化法による家庭ごみ焼却スラグの組成分析

(首都大院理¹, 首都大理工², 東北大 ELPH³) ○秋山和彦¹, 高野和希², 杉山陽菜², 斎藤涼太², 諏訪智也², Ali Ahmed¹, 菊永英寿³, 久富木志郎¹

【はじめに】 東京都では、年間約 300 万トンのごみが家庭から排出されており、これらのごみをいかに処理するかは現代社会が抱える都市問題の一つである[1]。この問題の解決策の一つとして焼却灰を減容するためスラグ化を行い、路盤材などに再利用する試みがなされている。家庭ごみ焼却スラグ(以下スラグと呼ぶ)は一般家庭から可燃ごみとして排出された廃棄物の焼却灰を高温溶融して得られる人工砂である。家庭ごみとして排出される成分中には多くの有用な元素が含まれると予想されることからスラグの組成を明らかにすることは、これらの回収・再利用による環境負荷の軽減などにつながるなど非常に有益である。本研究では、このスラグ中の有価金属元素回収を目指し、光量子放射化分析法などを用いて組成分析を行い、1 年間の組成変動を追跡したので報告する。

【実験】 今回分析に用いたスラグは東京都清掃局多摩川清掃工場より 2017 年 9 月から 2018 年 12 月にかけて製造されたものを用いた。これらを粉碎し、約 0.1 g を直径 9 mm のペレット状に加工したのち、高純度アルミホイルで包裝したものを石英管に減圧封入して照射試料とした。照射試料は東北大学電子光物理学研究センターにて 20 MeV の制動放射線を 4.5~6 時間照射し、比較標準試料として JB-1a を用いた。照射後、試料から放出される γ 線を高純度 Ge 半導体検出器にて測定した。また、放射化分析法では定量の困難なケイ素等については蛍光 X 線分光装置によって分析した。

【結果及び考察】 今回実験に用いた一連のスラグ試料について平均的な主成分元素組成を求めたところ、 SiO_2 ($32.5 \pm 4.0\%$)、 CaO ($29.88 \pm 0.89\%$)、 Al_2O_3 ($14.05 \pm 0.99\%$)、 Fe_2O_3 ($13.8 \pm 4.3\%$)、 Na_2O ($2.43 \pm 0.31\%$)、 MgO ($2.67 \pm 0.66\%$)、 TiO_2 ($2.27 \pm 0.15\%$)となり、Si 及び Fe の組成に比較的大きな変化が確認できたものの比較的安定にアルミニノケイ酸塩系の鉱物と類似した組成をとることが明らかとなった(図 1)。これらスラグ試料はいずれも粉末 X 線回折測定の結果、ハローパターンを示したことからガラス質であることが分かった。一方、組成 1%以下の微量元素に注目すると図 2 に示す通り、Cu ($0.32 \pm 0.28\%$)、Mn ($0.233 \pm 0.068\%$)、Cr ($0.120 \pm 0.085\%$) 等の遷移金属元素や Mo、Au などの有価金属が確認できた。構造情報等含めた詳細については当日報告する。

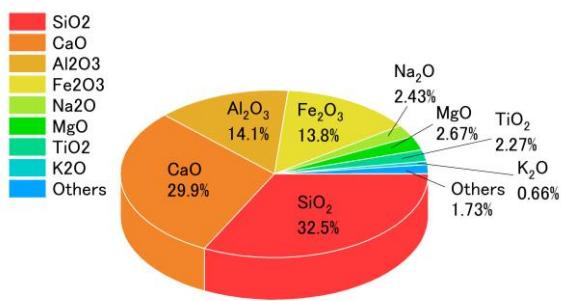


図 1. スラグの主成分元素の平均組成

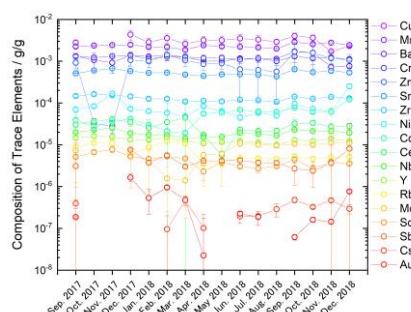


図 2. 微量成分元素の組成変動

[1] Waste Report 23, Edited by Clean Authority of Tokyo (2017).

Elemental Composition of Slag Produced from Household Combustible Waste by Photon Activation Analysis

AKIYAMA, K., TAKANO, K., SUGIYAMA, H., SAITO, R., SUWA, A. ALI, T. KIKUNAGA, H., KUBUKI, S.

2B04

高純度酸化イットリウムの不純物分析-中性子放射化分析法と ICP 質量分析法の比較-

(産総研物質計測¹⁾)○三浦勉¹、和田彩佳¹、鈴木俊宏¹

【緒言】国家標準としてのイットリウム標準液の開発を目的として、原料物質として選択した高純度酸化イットリウム (Y_2O_3) の純度を評価した。 Y_2O_3 の純度評価には、高精度な主成分分析が可能な EDTA 滴定法と重量分析法の応用が考えられる。しかし、EDTA 滴定法と重量分析法では高純度 Y_2O_3 中に不純物として含まれる Y 以外の希土類元素 (Sc, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu) との分別定量は難しい。そこで、不純物希土類元素を微量分析法で精確に定量し、主成分分析法の結果を補正することが必要となる。そこで、高純度 Y_2O_3 中の不純物希土類元素を中性子放射化分析法 (NAA) と ICP 質量分析法 (ICP-MS) の 2 つの微量分析法で定量し、2 法の結果を比較した上で不純物量を見積もった。得られた不純物量と主成分分析結果から、高純度 Y_2O_3 の純度値を求めた。ここでは、主に NAA と ICP-MS によって得られた分析値、2 法の適用性について報告する。

【実験】標準液:NAA における比較標準と ICP-MS の検量線の作成には各元素の NIST SRM 単元素標準液を適宜希釀して用いた。

NAA-1 : Y_2O_3 を 800°C で強熱後、約 200 mg の Y_2O_3 を分取し、清浄なポリエチレン袋に二重封入した。NIST SRM から調製した比較標準と同時に京都大学複合原子力科学研究所研究炉 KUR 気送照射設備 Pn2 で 2 時間照射した。1 晩冷却後、外側のポリエチレン袋を交換した後、Ge 半導体検出器 (距離 5cm) で複数回測定し、Sc, Ce, Eu, Gd, Tb, Tm, Yb, Lu を測定した。

NAA-2 : また、別途 Y_2O_3 を 800°C で強熱後、約 10 mg を分取した。清浄なポリエチレン袋に二重封入し、NIST SRM から調製した比較標準と同時 KUR 気送照射設備 Pn3 で 1 分間照射した。冷却後、1cm 厚のアクリル板上に試料を固定し、5cm の距離で Ge 半導体検出器により測定した。Pn3 照射で、La, Pr, Nd, Sm, Dy, Ho, Er を測定した。

ICP-MS : Y_2O_3 を 800°C で強熱後、約 1g の Y_2O_3 を秤量した。硝酸で加熱分解後、硝酸酸性溶液とし、Thermo Fisher Scientific iCAP TQ ICP-MS で測定、定量した。なお Sc は ICP-MS における ^{89}Y の 2 価イオン等の干渉により溶液直接測定では定量できなかった。そこで 1g の Y_2O_3 を酸分解し、抽出クロマトグラフ樹脂 eichrom TRU resin (2mL 充填カラム) を用いて化学分離した。最終的に Sc は Thermo Fisher Scientific 高分解能 ICP 質量分析計 ELEMENT XR で測定した。

【結果】NAA、ICP-MS の二法に基づく高純度 Y_2O_3 中の不純物希土類元素濃度の分析結果から、1 $\mu\text{g/g}$ を超える濃度で検出された不純物元素はなく、非常に高純度な原料物質であることが確認できた。特に Sc 濃度は低く、NAA による検出限界値 0.36 ng/g に対して、化学分離/ICP-HRMS では(14±11) pg/g が得られた。結果として、主成分分析法による結果への寄与は考慮する必要がないことがわかった。また、EDTA 滴定法による純度値 (99.591%±0.030%) と重量分析法による純度値 (99.667%±0.094%) も不確かさの範囲内で一致し、信頼性の高い純度分析が達成できた。

The impurities analysis of high purity yttrium oxide- comparison of neutron activation analysis and inductively coupled plasma mass spectrometry
MIURA, T., WADA, A., SUZUKI, T.