

ICP-MS Application News No. 14

PPQLレベルのNpの分析

はじめに

環境中には天然放射性物質のU, Th, Rnなどの他に、主に大気圏内での核実験由来する「人工」の放射性物質が土壌中に存在しており、長半減期の ^{99}Tc , ^{237}Np , ^{239}Pu , ^{240}Pu といった核種は環境モニタリングの観点から測定が必要とされます。

これらアクチノイドの分析は、従来その α 線や γ 線などの放射線を測定して定性、定量するのが一般的でした。この方法は感度は良好ですが、特別な前処理が必要で、測定時間もかかります。

一方、ICP-MSは、特別な前処理も不要で、迅速に高感度な測定ができるので、トータルの分析時間を大幅に減らすことができます。また、同位体情報も同時に得ることができます。

1984年に初めてICP-MSが原子力分野に導入されて以来、ICP-MSの感度は飛躍的に向上してきました。最近では、ICP-MSでfgオーダのアクチノイドの分析をすることも可能となってきています。最近の文献ではChiappiniら¹が、既存のICP-MSを改造して超微量のアクチノイドの分析をした例を報告しています。この報告では、標準のシステムに2つの改造をして、非常に高感度($>10^9$ cps/ppm)が得られています。1つは、インタフェース部の真空度をよくしてイオンの透過率をよくするため、真空系に用いられている真空ポンプを大きいロータリポンプに変更していることで、もう1つは、プラズマへの導入量を増やすために、標準の導入系を脱溶媒システムに変更していることです。これらの改造により、感度は通常と比べて2桁ほど向上します。しかし、インタフェース部の真空度

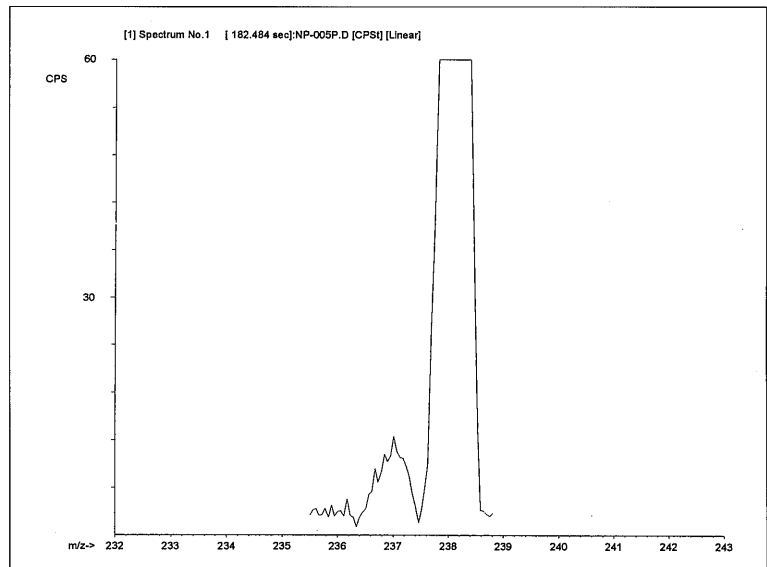


Fig. 1 50pg/L (ppq) ^{237}Np のスペクトル

が変化すると、質量による感度のバランスも変化してしまいます。また、インタフェース間の距離を変更する必要があります。さらに、脱溶媒システムを用いると、メモリが残りやすくなるため、実用上、きれいなサンプルにしか適用できません。

そこで、本資料ではHP 4500 ICP-MSを用い、特別な改造や導入系を用いずに、アクチノイドの例としてネプツニウム(^{237}Np)の測定をした結果を報告します。

試料調製

測定試料としては、0、50、100、250、1000、2500 pg/L (ppq) の ^{237}Np の標準溶液を調製しました。一連の ^{237}Np 標準溶液は10% 硝酸濃度となるように、超高純度の硝酸を添加しました。

分析条件

本測定では標準の導入系を用いました。測定条件の詳細を以下に示します。

測定条件

RFパワー: 1.3 kW
サンプリング位置: 8 mm
プラズマガス: 15 L/min
補助ガス: 1.0 L/min
キャリアガス: 1.2 L/min
ネブライザ: バービントタイプ
シールドトーチ: 使用

定性スペクトル

積分時間: 60秒/マス
測定ポイント: 20ポイント/マス

定量スペクトル(検量線)

積分時間: 60秒/マス
測定ポイント: 3ポイント/マス

HP 4500はいくつかの基本的な特長を持っています。インタフェース部分は、イオンの透過率がよくなるように考慮したうえで、そのサイズや形状が決められています。イオンレンズではイオンだけを効率よく収束し、光や中性分子が四重極質量計に入らないように設計されています。したがって、プラズマから検出器までの透過率がよいため、高感度が得られます。また、光などによるランダムなバックグラウンドも2-3cpsと低く抑えられます。その結果、サブng/L (ppt)レベルの検出限界をルーチ的に得ることができました。

分析結果

最初に、50 pg/L (ppq) ^{237}Np 溶液の測定を行いました。得られたスペクトルをFig. 1に示します。質量数237にNpのはっきりとしたピークが見えます。質量数238にはNp溶液中に含まれるUのピークが出ています。質量数236に見えるのはバックグラウンドノイズと考えられますが、この場合、3 cps程度です。HP 4500を用いれば、50 pg/L (ppq) ^{237}Np の測定が可能で、このピーク高さから考えれば、検出限界はさらに低い濃度であることが分かります。

一連の標準溶液を用いて作成した ^{237}Np の検量線をFig. 2に示します。大変よい直線性が得られています。Fig. 3は250 pg/L (ppq) までと、低濃度側だけ拡大表示したものです。非常に感度が高く、50 pg/L (ppq) でも、検量線のカーブによく一致しています。また、このような低濃度でも再現性がよいこともわかります。

^{237}Np の検出限界は、硝酸ブランク溶液測定結果の変動(σ)の3倍のカウントを与える濃度として計算すると2.4 pg/L (ppq) でした。

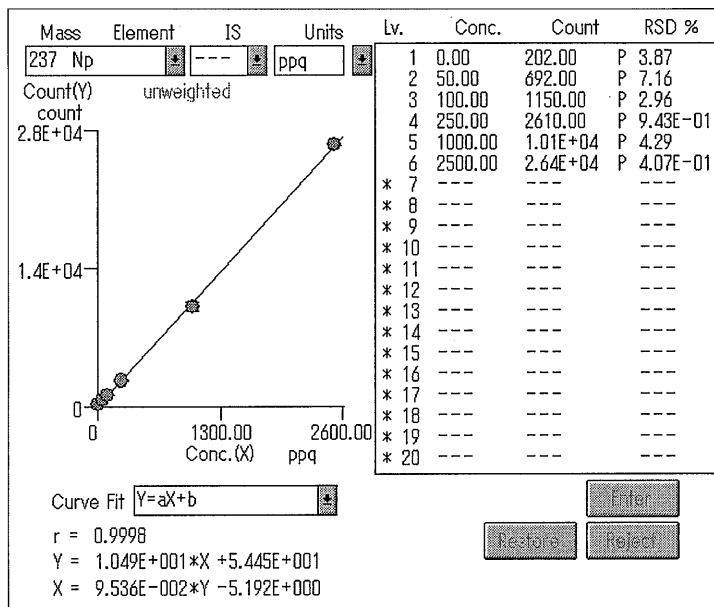


Fig. 2 ^{237}Np の検量線 — 0 ~ 2500pg/L (ppq)

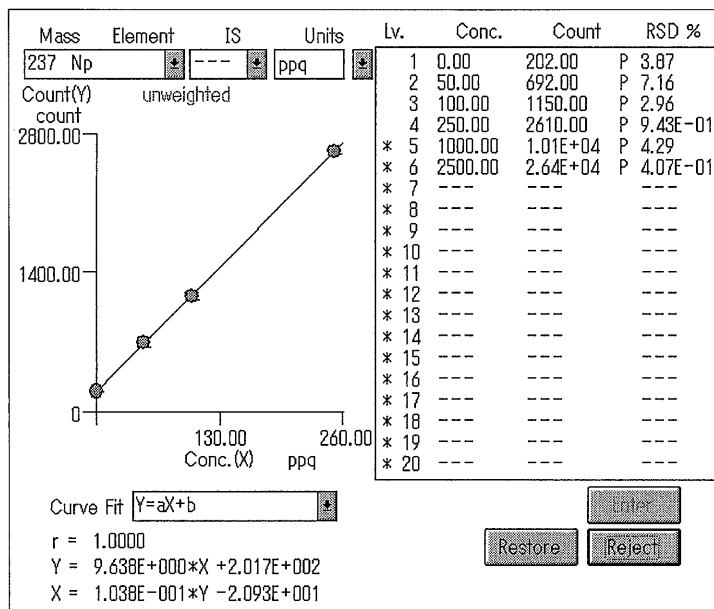


Fig. 3 ^{237}Np の検量線 — 0 ~ 250pg/L (ppq)

まとめ

HP 4500を用いれば、特別な装置の改造や、導入系を用いなくても、サブng/L (ppt)レベルの測定をルーチ的に行えます。特に、 ^{237}Np のようなアクチニドの測定は、従来用いられてきた放射線検出方法と比べて、非常に簡便で迅速に分析ができます。

参考文献

1. Chiappini, R et. al., *J. Anal. At. Spectrom.*, 1996, 11, 497.