

利用課題名 環境試料中のヨウ素-129 分析に係る前処理方法の検討

五十嵐飛鳥 吹越恵里子 木村芳伸 木村秀樹
Asuka IGARASHI Eriko FUKIKOSHI Yoshinobu KIMURA Hideki KIMURA
青森県原子力センター

海藻中ヨウ素-129 の AMS 測定のための前処理において、乾燥方法及びヨウ素回収方法が回収率やヨウ素-129 測定結果に与える影響について検討した。真空凍結乾燥した試料について、燃焼-活性炭吸着法と燃焼残さをアルカリ融解する方法を併用した場合 (A 法)、燃焼-活性炭吸着法のみの場合 (B 法)、70°C で加熱乾燥した試料について燃焼-活性炭吸着法のみで処理した場合 (C 法)、3 種類の試料調製を行い、結果を比較した。回収率については、A 法が他の方法の約 3 倍高かった。測定結果 ($^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 原子数比) は、A 法と B 法でほぼ一致し、C 法はこれらより高い値となった。A 法は分析専門機関、B 法は当センターが実施したが、測定結果に差はみられず、海藻試料中ヨウ素-129 に係る AMS 分析のための前処理について、当センターでも実施可能であることを確認した。

キーワード:

ヨウ素-129 海藻 前処理 燃焼-活性炭吸着 真空凍結乾燥 固相抽出ディスク

1. 目的

環境試料中のヨウ素-129 は現在のレベルを把握することを目的とした場合、その濃度レベルが極めて低いことから、加速器質量分析装置 (AMS) を用いた測定が必要となる。AMS による測定を行うためには、試料の乾燥、放射化学分離等の前処理を行い、測定試料となるヨウ化銀を調製することとなるが、取り扱う放射能レベルが極めて低いため、前処理操作に伴う汚染等の問題がある。そこで、同一の環境試料について、当センターと分析専門機関による前処理を行い、分析結果等を比較することにより、AMS による環境試料中ヨウ素-129 分析のための試料前処理における課題や問題点等を抽出し、当センターにおける前処理操作の妥当性を確認することを目的とした。

2. 方法

コンブを採取後、そのままの状態で行き当センター分と分析専門機関分に分割し、その後表 1 に示すように、それぞれ異なる前処理方法によって AMS 測定試料を調製した。

表 1 試料の前処理方法

区分	試料乾燥方法	ヨウ素燃焼分離方法	実施主体
A 法	真空凍結乾燥	燃焼-活性炭吸着+アルカリ融解	分析専門機関
B 法		燃焼-活性炭吸着	
C 法	70°C 加熱乾燥		青森県原子力センター

燃焼-活性炭吸着法は、乾燥試料を石英管に入れてヨウ素担体を添加し、酸素及び窒素気流下 750°C で燃焼し、気体状になったヨウ素を活性炭に捕集する方法¹⁾である。この活性炭からアルカリ溶液でヨウ素を加熱抽出し、固相抽出ディスクを用いてヨウ素を分離²⁾した後、ヨウ化銀を調製する。

アルカリ融解法は、この燃焼後に石英管内に残った燃焼残さを掻き出し、これをアルカリ融解することによって残さ内に残ったヨウ素を更に回収する方法で、分析専門機関では先の燃焼-活性炭吸着法と残さのアルカリ融解法の両方法を併せて調製している。

これらの前処理法によって調製したヨウ化銀は、ニオブ粉末と混合して AMS 測定試料とした。

海藻試料中の安定ヨウ素濃度は、凍結乾燥した試料を酸で分解し、ICP 質量分析法により求めた。

回収率や試料中ヨウ素-129濃度の算出には、分析専門機関が実施した安定ヨウ素の値（1.3mg/g 乾）を用いた。

3. 研究成果

燃焼－活性炭吸着からヨウ化銀調製までの工程におけるヨウ素回収率を表2に示す。ヨウ素回収率は、B法及びC法では14.4～19.6%であるのに対し、A法では48.5%であった。750℃での燃焼では、ヨウ素の80%程度は残さに残留していることがわかる。残さをアルカリ融解する場合でも、石英管に付着したものはかなり強固に固着するため、完全に回収するのは困難である。

これらの試料についての測定結果（ $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 原子数比）を表2に示す。A法とB法の測定結果はほぼ一致した。A法とB法はやや異なるヨウ素燃焼分離方法を用いており、ヨウ素の回収率も約3倍異なっていたが、これらによる測定結果への影響は小さいと考えられる。一方、C法の結果は、A法及びB法に比べ約2倍高くなった。この測定値の差は計数誤差の3倍を超えており、AMS測定以外の工程に要因があるものと考えられる。

表2 ヨウ素回収率及び環境試料の測定結果（ $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 原子数比）

区分	No.	供試量 (g 乾)	ヨウ素回収率 (%)	測定結果（ $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 原子数比）
A法	1	3.02	48.5	$5.87 \times 10^{-10} \pm 6.2 \times 10^{-12}$
B法	1	6.03	19.6	$5.70 \times 10^{-10} \pm 6.0 \times 10^{-12}$
	2	6.10	16.9	$6.48 \times 10^{-10} \pm 6.8 \times 10^{-12}$
C法	1	6.12	15.1	$1.50 \times 10^{-9} \pm 1.5 \times 10^{-11}$
	2	6.20	14.4	$1.02 \times 10^{-9} \pm 1.0 \times 10^{-11}$

4. 結論・考察

同一の海藻試料を生のまま分割し、当センターと分析専門機関で調製した試料のAMS測定結果（ $^{129}\text{I}/^{127}\text{I}$ 原子数比）は、試料の乾燥に真空凍結乾燥法を用いたA法及びB法の測定結果がほぼ一致した。A法は分析専門機関、B法は当センターが実施したが、測定結果に差はみられず、海藻試料中ヨウ素-129に係るAMS分析のための前処理について、当センターでも実施可能であることを確認した。なお、B法は簡便であるが、回収率が低いので、実施する際には適切な供試量及び担体添加量を用いなければ必要量のヨウ化銀が得られない可能性がある。今回は、アルカリ融解を実施しなかったB法及びC法では、A法の2倍量の試料及び担体添加量で実施している。

また、燃焼－活性炭吸着のみで処理した試料について、乾燥法が異なるB法とC法で測定結果に差が生じた。70℃加熱乾燥した試料が高めになった要因は不明であるが、この試料は一般の前処理用乾燥機で1～2週間乾燥したことや、乾燥物の状態が固く粉碎するのが困難であったことなどから、供した試料が真空凍結乾燥した試料に比べて不均一であったことなどが可能性として考えられる。

5. 引用(参照)文献等

- 1) 文部科学省 放射能測定法シリーズ 「ヨウ素-129分析法」
- 2) 文部科学省 放射能測定法シリーズ 「環境試料中ヨウ素129迅速分析法」