DOI:10.11484/jaea-testing-2019-002

日本原子力研究開発機構東濃地科学センターにおける 加速器質量分析による石英中のベリリウム -10 及び アルミニウム -26 測定用試料調製法

Sample Preparation Method for Measurement of in-situ Belliyum-10 and Allumium-26 in Terrestrial Quartz using Accelerator Mass Spectrometry at Tono Geoscience Center, Japan Atomic Energy Agency

國分(齋藤)陽子 松四雄騎 石坂千佳 平尾宣暁 代永佑輔 吉川清盛

Yoko SAITO-KOKUBU, Yuki MATSUSHI, Chika ISHIZAKA, Noriaki HIRAO Yusuke YONAGA and Kiyotaka YOSHIKAWA

核燃料・バックエンド研究開発部門 東濃地科学センター 地層科学研究部

Geoscientific Research Department
Tono Geoscience Center
Sector of Nuclear Fuel, Decommissioning and Waste Management Technology Development

November 2019

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

本レポートは国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。 本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。 なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ(https://www.jaea.go.jp) より発信されています。

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 研究連携成果展開部 研究成果管理課 $\overline{}$ $\overline{\phantom{a$

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency. Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to Institutional Repository Section,

Intellectual Resources Management and R&D Collaboration Department, Japan Atomic Energy Agency.

2-4 Shirakata, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

© Japan Atomic Energy Agency, 2019

日本原子力研究開発機構東濃地科学センターにおける加速器質量分析による石英中のベリリウム-10及びアルミニウム-26測定用試料調製法

日本原子力研究開発機構 核燃料・バックエンド研究開発部門 東濃地科学センター 地層科学研究部

國分(齋藤) 陽子、松四 雄騎*1、石坂 千佳*2、平尾 宣暁*3、代永 佑輔*1、吉川 清盛*2

(2019年7月8日 受理)

本書は、日本原子力研究開発機構東濃地科学センターで行う岩石あるいは堆積物に含まれる石英中に生成したベリリウム-10(10Be)及びアルミニウム-26(26Al)を加速器質量分析(Accelerator Mass Spectrometry: AMS)によって測定するための試料調製法を示したものである。本試料調製法には、当センターで行っている地質試料の年代測定や元素分析等で用いている手法や技術を組み入れている。また、試料調製の作業は役務作業員や学生実習生等、本作業を初めて行う者や化学実験の経験に乏しい者が実施する場合があることから、作業手順や注意点、器具の洗浄方法を詳しく記すとともに、抽出した石英の確認方法も記載した。さらに、作業中に記録すべき情報を記載する記録用紙のフォーマットも含めた。

東濃地科学センター: 〒509-5102 岐阜県土岐市泉町定林寺 959-31

本報告の一部は経済産業省資源エネルギー庁委託事業「平成 30 年度高レベル放射性廃棄物等の 地層処分に関する技術開発事業(地質環境長期安定性評価技術高度化開発)」及び「平成 30 年度高 レベル放射性廃棄物等の地層処分に関する技術開発事業(沿岸部処分システム高度化開発)」の成果 である。

- ※1 技術開発協力員
- *1 京都大学防災研究所
- *2 株式会社ペスコ
- *3 三菱マテリアルテクノ株式会社

Sample Preparation Method for Measurement of in-situ Belliyum-10 and Allumium-26 in Terrestrial Quartz using Accelerator Mass Spectrometry at Tono Geoscience Center, Japan Atomic Energy Agency

Yoko SAITO-KOKUBU, Yuki MATSUSHI*1, Chika ISHIZAKA*2, Noriaki HIRAO*3, Yusuke YONAGA**1 and Kiyotaka YOSHIKAWA*2

Geoscientific Research Department, Tono Geoscience Center,

Sector of Nuclear Fuel, Decommissioning and Waste Management Technology Development,

Japan Atomic Energy Agency

Izumi-cho, Toki-shi, Gigu-ken

(Received July 8, 2019)

This report provides a description of sample preparation method for measurement of in-situ belliyum-10 and allumium-26 in terrestrial quartz using accelerator mass spectrometry at Tono Geoscience Center, Japan Atomic Energy Agency. This sample preparation method contains methods and techniques of dating and elemental analysis for geological samples performed at Tono Geoscience Center. As some operators of the sample preparation are assistants and guest student researchers who are beginners or inexperienced people of chemical procedures, they need detailed information about the sample preparation method. Therefore, the report includes operation procedures containing washing procedure for tools, check procedure of isolated quartz, tricks and traps and document format of the sample preparation.

Keywords: Belliyum-10, Allumium-26, Sample Preparation Method, Quartz, Accelerator Mass Spectrometry

This project was carried out under a contract with METI as part of its R&D supporting program for developing geological disposal technology.

- ☆1 Collaborating Engineer
- * 1 Disaster Prevention Research Institute, Kyoto University
- *2 Pesco Co., Ltd.
- *3 Mitsubishi Materials Techno Co.

目 次

1.	. はじめに	1
2.	注意事項等	2
	2.1 ベリリウムの取り扱い	2
	2.2 保護具の使用	2
	2.3 試薬の情報	2
3.	試料調製	4
	3.1 試料の下準備	5
	3.1.1 岩石ブロック試料の場合	5
	3.1.2 堆積物試料の場合	8
	3.2 粉砕及び篩過	10
	3.3 磁石による磁性分離	14
	3.4 塩酸処理	16
	3.5 フッ化水素酸処理	20
	3.6 キャリアの添加及び石英溶解	24
	3.7 アルミニウム定量用溶液の分取	29
	3.8 陰イオン交換	33
	3.9 陽イオン交換	40
	3.10 沈殿生成及び洗浄	47
	3.11 酸化	51
	3.11.1 ベリリウムの酸化	51
	3.11.2 アルミニウムの酸化	55
	3.12 試料のカソードへのプレス	58
	3.12.1 ニオブ粉末、銀粉末の準備	58
	3.12.2 試料のカソードへのプレス	59
	3.13 AMS 測定の準備及び後始末	63
	3.13.1 準備	63
	3.13.2 後始末	63
4.		64
	4.1 マグネチックセパレーターを用いた磁性分離	64
	4.2 ハンドピック	65
	4.3 重液分離	66
	4.4 抽出石英の確認	66
5.	器具の洗浄方法	70
	5.1 ポリ瓶(2 L 及び 50 mL)	70
	5.2 ミクロスパーテル、薬さじ、ピンセット、ペトリ皿蓋、メスシリンダー、バット	71
	5.3 テフロンビーカー及び時計皿、テフロン瓶、ムロマックミニカラム、ミニ石英ビーカー及び蓋	72

JAEA-Testing 2019-002

5.3.1 アルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による浸漬洗浄	72
5.3.2 テフロンビーカー及び時計皿の王水による洗浄	74
5.3.3 ムロマックミニカラム目皿の親水化処理	75
5.4 イオン交換樹脂(陰イオン交換、陽イオン交換)	76
5.5 カソード	78
5.6 プレス冶具	81
謝辞	82
参考文献	82
付録 記録用紙	83

Contents

1.	Introduction		1
2.	Precautions		2
	2.1 Handling of bellyrium		2
	2.2 Use of protective equipment		2
	2.3 Information of reagents		2
3.	Sample preparation		4
	3.1 Preliminary preparation of sample		5
	3.1.1 Rock block sample		5
	3.1.2 Sediment sample		8
	3.2 Comminution and sieving	1	0
	3.3 Magnetic separation by a magnet	1	4
	3.4 Dissolution of impurity by hydrochloric acid	1	6
	3.5 Dissolution of impurity by hydrofluoric acid	2	20
	3.6 Addition of carriers and dissolution of quartz	2	24
	3.7 Dividing of sample solution for quantitative analysis of aluminum	2	29
	3.8 Anion exchange		
	3.9 Cation exchange	4	10
	3.10 Precipitation formation and washing	4	17
	3.11 Oxidation	5	51
	3.11.1 Oxidation of bellyrium	5	51
	3.11.2 Oxidation of aluminum	5	55
	3.12 Pressing a sample into a cathode	5	58
	3.12.1 Preparation of powder of niobium and silver		
	3.12.2 Pressing a sample into a cathode		
	3.13 Preparation and clean up for measurement by AMS	6	53
	3.13.1 Preparation for measurement by AMS	6	53
	3.13.2 Clean up for measurement by AMS	6	53
4.	Removal of minerals except quartz	6	54
	4.1 Magnetic separation by a magnetic separator	6	54
	4.2 Hand picking	6	55
	4.3 Heavy liquid separation	6	56
	4.4 Check of isolated quartz	6	56
5.	Cleaning of apparatuses	7	70
	5.1 Polypropylene bottle (2 L and 50 mL)		
	5.2 Microspatula, spoon, tweezers, cover of petri dish, measuring cylinder and tray		
	5.3 Teflon beaker, watch glass, bottle, Muromac mini-column, mini quartz beaker and cover		

JAEA-Testing 2019-002

5.3.1 Immersion cleaning by cleaning tanks of alkali and acid	72
5.3.2 Cleaning of Teflon beaker and watch glass by nitrohydrochloric acid	74
5.3.3 Hydrophilization treatment of perforated plate of Muromac mini-column	75
5.4 Ion exchange resin (anion and cation)	76
5.5 Cathode	78
5.6 Pressing tool	81
Acknowledgements	82
References	82
Appendix Data sheets	83

1. はじめに

本書は、日本原子力研究開発機構東濃地科学センターで行う岩石あるいは堆積物に含まれる石英中に生成したベリリウム- $10(^{10}Be)$ 及びアルミニウム- $26(^{26}Al)$ を加速器質量分析 (Accelerator Mass Spectrometry: AMS) によって測定するための試料調製法を示したものである。

石英中の 10Be 及び 26Al 測定の試料調製法は、Kohl and Nishiizumi (1992) 1)により示され、現在も国 際的にこの手法を元に行われている。近年では、その手順概要が堀内(2013)²⁾や松四(2017)³⁾により 日本語で解説されている。しかし、これまで化学実験をあまり行ったことがない地球科学専攻の大学生 等が試料調製を実施する場合があるが、上述はいずれも手順のみが書かれたものであり、実際に用い る器具や手順を行う際の注意点などは書かれていないため、これらのみに基づいて実際の作業を行うこ とは難しい。特に本試料調製では、特別化学物質のベリリウムやフッ化水素酸などの酸、そしてアルカリ、 有機溶剤などを用いるため、各作業段階で薬品の取り扱いにも注意が必要である。この点を補うものと して、東京大学タンデム加速器研究施設(MALT)で用いられている試料調製法のマニュアル 「Chemistry for in-situ ¹⁰Be and ²⁶Al measurement for terrestrial quartz by AMS at MALT」⁴⁾が公開され ている。東濃地科学センターにおいても、試料調製を行うにあたり、このマニュアルを参考に 行ってきた。しかし、作業場所が異なり、全く同じ装置や器具を用いることができないため、 手順も作業場所に合わせたものにする必要があった。また、当センターでは地質試料の年代測 定や元素分析等を行っており、独自の作業手順や技術を有している。これらを試料調製に組み 入れることにより、より効率的で安全な作業が可能となる。そこで本書は、上述のマニュアル の ver.1.3 及び ver.2.2 を元に、東濃地科学センターで実施する独自の手順等をまとめた。特に当セン ターでは、役務作業員や学生実習生等、本作業を初めて行う者や化学実験の経験に乏しい者が実施 する場合があることから、上述のマニュアルより作業手順や注意点、器具の洗浄方法を詳しく記すととも に、抽出した石英の確認方法も記載した。さらに、作業中に記録すべき情報を記載する記録用紙のフォ ーマットを加えた。

なお、ここに記載された手順は Kohl and Nishiizumi $(1992)^{1)}$ を元にしているため、学術論文等で記載する場合は、上述論文を引用すること。

2. 注意事項等

2.1 ベリリウムの取り扱い

ベリリウムは、「労働安全衛生法 特定化学物質障害予防規則」第一類物質の特別管理物質であり、規則に準じた管理を行う必要がある。取り扱いは、ドラフトチャンバーの中で行い、6ヶ月に一度、作業環境測定を行う。また、取扱者は、事前にキャリアとして用いるベリリウム標準液や酸化ベリリウムの安全データシート(SDS)を確認し、注意して取り扱うこと。また、作業日に作業記録を作成し、作業開始前及び6ヶ月に一度、特別健康診断を受ける。事業者は、作業記録、特別健康診断結果及び作業環境測定結果を30年間保管する。以上の情報は、2019年6月現在のものである。最新の法令等を確認し、遵守すること。

2.2 保護具の使用

試料調製では、特別化学物質であるベリリウムや酸、アルカリ、有機溶剤などを扱うため、保護メガネや手袋等、SDS を参考に適切な保護具を着用して作業すること。特に、フッ化水素酸を扱う場合はポリエチレン製のものなど、耐性のある手袋を用いること。

2.3 試薬の情報

本書で使用する試薬に関して Table 2.1 にまとめる。塩酸は等級にかかわらず、濃度が 35%であるため、モル濃度は 11.2M である。前述のマニュアル ⁴⁾では、12M として扱っているが、本書では上記の試薬の濃度を元に添加量を決定している。また、アンモニア水は、前述マニュアル ⁴⁾では、精密分析用としているが、現在、販売されていない。そのため、現在、同試料調製を行っている京都大学では Merck の Suprapur®を使用し、器具洗浄には富士フイルム和光純薬株式会社の特級を用いている。一方、東濃地科学センターでは、富士フイルム和光純薬株式会社の特級を用いている。等級が低いことにより ¹⁰Be の妨害核種となるホウ素-10(¹⁰B)の混入が懸念されるが、これまでのところその影響はみられていない。 Merck の Suprapur®以外に高純度のものとして、関東化学株式会社より原子吸光分析用や超高純度試薬(Ultrapur)が販売されている。ただし、超高純度試薬(Ultrapur)は、アンモニア濃度が高いので(28~30%)、使用する際は添加量に注意すること。

また、標準液は保証期限に注意して使用し、濃度はメーカーから提供された保証値を用いること。不確かさは、アルミニウム標準液は JCSS (Japan Calibration Service System: 計量法に基づく計量法トレーサビリティ制度) グレードのため、メーカーが発行する証明書に記載されているが、ベリリウム標準液は、JCSS グレードでないため、証明書の発行もなく、メーカーも値を公表していない。そのため、使用者は必要に応じて独自に値付けなどを行うこと。また、濃度単位は mg/L であるが、添加量は質量で確認を行っているため、解析では比重が必要となる。しかし、メーカーから情報は提示されていないため、硝酸(HNO3) 濃度をもとに、比重を決定するとよい。ベリリウム標準液は 0.03M HNO3 のため、水と同様とみなせる。一方、アルミニウム標準液は 0.5M HNO3 のため、米山薬品工業株式会社の硝酸の SDS にある比重表より、1.02 である。

Table 2.1 本書で使用する試薬

	等級	メーカー	濃度、密度
塩酸(HCl)	特級	関東化学	35%、1.18 g/mL
塩酸(HCl)	精密分析用	富士フイルム和光純薬	35%、1.18 g/mL
硝酸(HNO ₃)	特級	富士フイルム和光純薬	60%、1.38 g/mL
硝酸(HNO ₃)	精密分析用	富士フイルム和光純薬	60%、1.38 g/mL
硝酸(HNO ₃)	ホウ素定量用	富士フイルム和光純薬	60%、1.38 g/mL
フッ化水素酸(HF)	特級	富士フイルム和光純薬	46%、1.15 g/mL
フッ化水素酸(HF)	Ultrapur-100	関東化学	48%、1.18 g/mL
過酸化水素(H ₂ O ₂)	精密分析用	富士フイルム和光純薬	30%、1.11 g/mL
過塩素酸(HClO ₄)	精密分析用	富士フイルム和光純薬	60%、1.54 g/mL
アンモニア水(NH ₄ OH)	特級	富士フイルム和光純薬	25%、0.91 g/mL
アセトン	特級	富士フイルム和光純薬	-
エタノール	特級	富士フイルム和光純薬	-
ベリリウム標準液	原子吸光分析用	富士フイルム和光純薬	100 mg/L
アルミニウム標準液	JCSS	富士フイルム和光純薬	1000 mg/L

3. 試料調製

本書では、岩石あるいは堆積物から抽出した石英中のベリリウム及びアルミニウムを AMS で測定するための測定試料を作製する一連の手順を示し、岩石あるいは土砂試料からの石英の抽出方法、その後のキャリア添加、溶解、イオン交換法よるベリリウム及びアルミニウムの分離、酸化物生成、カソードへのプレスまでを含んでいる。Fig. 3 に、試料調製の手順フローを示す。

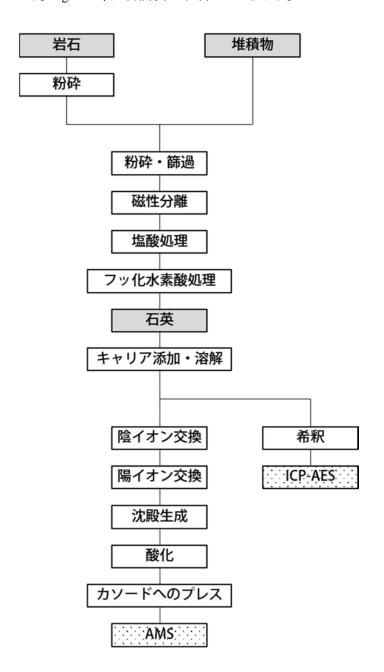


Fig. 3 試料調製の手順フロー *ICP-AES:誘導結合プラズマ発光分光分析装置

3.1 試料の下準備

岩石や堆積物等から石英を抽出する。岩石や堆積物は、試料により含まれる鉱物の種類や含有量が様々である。ここでは、石英以外の鉱物があまり含まれない試料を扱う場合の手順を示す。石英以外の鉱物が多い場合は、「4. 石英以外の鉱物の除去方法」に示す方法を「3.2 粉砕及び篩過」以降、「3.5フッ化水素酸処理」までに行い、不純物を取り除くこと。

3.1.1 岩石ブロック試料の場合

岩石ブロックを砕き、<1.5 cm の小片にする。試料は、粉砕後 400 g 程度残る量を用意する。試料中に石英が少ないと予想される場合は多めに用意すること。事前に試料岩石の薄片試料観察、または走査型 X 線顕微鏡を用いたモード測定 $^{5)}$ を行い、石英の含有量を確認するとよい。 Table 3.1.1 に用いる器具類を示す。

Table 3.1.1 岩石ブロック試料の下準備で用いる器具類

	数量	備考
油性ペン	1本	
カメラ	1台	
金ブラシ	1本	
ブラシ	1本	樹脂製
岩石ハンマー	1本	
プラスチックシート	1 枚	
ゴムマット	1 枚	
ポリ袋	2 枚以上	厚手のもの
ホーロー製バット	試料数分	240 mm×200 mm×35 mmH
メンディングテープ	適量	
乳鉢、乳棒	1 セット	ステンレス製
チャック付きポリ袋	試料数分	試料に合った大きさのもの
新聞紙	1日分	
土嚢袋	1 枚	
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i
ダイヤモンドカッター	1台	必要に応じて

	● 岩石ハンマー、乳鉢及び乳棒を水道水で洗い、乾燥させ
準備	る。
	✓ 乳鉢、乳棒は重いので、取り扱いに注意すること。
<u> </u>	
	● 記録用紙に岩石ブロックの厚み、表面状態、鉱物粒径等を
 状態の記録	記入する(付録 記録用紙「試料の下準備:試料観察」参
1/八/25マンロロ東外	照)。
	● 岩石ブロックの写真を撮る。
↓	
	● 新聞紙の上に岩石ブロックを置き、金ブラシ等でブロック表
表面の清掃	面のごみを取り除き、水道水ですすぎ、乾燥させる。
	✔ 有機物は可燃ゴミに、土砂は土嚢袋に捨てること。
\downarrow	
	 ● 野外のコンクリートの上にプラスチックシート、ポリ袋に入れ
	たゴムマットの順で敷く(Fig. 3.1.1-1)。
	● バットにメンディングテープを貼り、試料 ID を記入する。
	● 岩石ブロックをポリ袋に入れて、ゴムマットの上に置く。
	● 岩石ハンマーで<2.5 cm 角に叩き割り、バットに入れる(Fig.
	3.1.1-2)。
	✓ 保護メガネ、軍手着用のこと。
 ハンマーによる粉砕	✓ ポリ袋は、途中で破れてしまうので、必要に応じて交換す
	ること。
	✓ 岩石ハンマーで割りにくい場合は、ダイヤモンドカッター
	で<2.5 cm 角に切断すること。
	✓ 一部を参照試料としてチャック付きポリ袋に入れ、保管す
	ること。
	天秤で岩石ブロックの質量をはかり、記録用紙に記入する
	(付録 記録用紙「試料の下準備: 試料観察」参照)。
<u> </u>	
*	 ● 乳鉢に、叩き割った岩石を入れ、乳棒で<1.5 cm 角に砕く
	(Fig. 3.1.1-3)。
乳鉢での粉砕	✓ マスク、保護メガネ、軍手着用のこと。
ナロ 単十 く Vノ 作刀 作十	✓ 砕いた岩石が 400 g 程度集まるまで行うこと。
	● 砕いた岩石をバットに入れる。
	━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━━

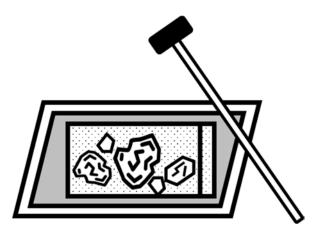


Fig. 3.1.1-1 ハンマーによる粉砕



Fig. 3.1.1-2 ハンマーによる粉砕の様子



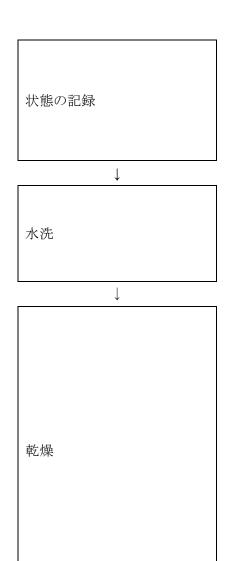
Fig. 3.1.1-3 ステンレス製乳鉢及び乳棒

3.1.2 堆積物試料の場合

堆積物を水洗し、乾燥する。試料は、500 g 程度用意する。試料中に石英が少ないと予想される場合は多めに用意すること。Table 3.1.2 に用いる器具類を示す。

Table 3.1.2 堆積物試料の下準備で用いる器具類

	数量	備考
油性ペン	1本	
カメラ	1台	
5 L 手付ビーカー	1 個以上	
ホーロー製バット	試料数分	240 mm×200 mm×35 mmH
チャック付きポリ袋	試料数分	ユニパック F
メンディングテープ	適量	
土嚢袋	1 枚	
耐熱手袋	1 双	
乾燥機	1台	ADVANTEC 製 STN620DA
天秤	1 台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i



- 記録用紙に鉱物種や粒径等を記入する(付録 記録用紙 「試料の下準備: 試料観察」参照)。
- 堆積物の写真を撮る。
 - ✓ 一部を参照試料としてチャック付きポリ袋に入れ、保管する。
- 手付ビーカーに試料を入れる。
- 水道水で洗い、粘土や有機物を取り除く(Fig. 3.1.2)。
 - ✓ 上澄みが濁らなくなるまで行うこと。
 - ✓ 有機物は可燃ゴミに、土砂は土嚢袋に捨てること。
- バットにメンディングテープを貼り、試料 ID を記入する。
- 天秤でバットの質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「試料の下準備: 試料観察」参照)。
- バットに試料を移し、110℃の乾燥機で乾燥させる。
 - ✓ できるだけ水を切ってからバットに入れること。
 - ✓ 乾燥機からバットを出すときは、耐熱手袋を用い、火傷しないようにすること。
- ・ 放冷後、天秤で試料入りのバットの質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「試料の下準備:試料観察」参照)。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙 「試料の下準備:試料観察」参照)。

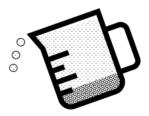


Fig. 3.1.2 手付ビーカーを用いた堆積物試料の水洗

3.2 粉砕及び篩過

鉱物粒径(1 mm)以下に粉砕し、篩い分けし、0.25-1 mm 粒子を得る。ここでは、粉砕にスタンプミルを用いているが、ステンレス製乳鉢及び乳棒を使ってもよい。その際は「3.1.1 岩石ブロック試料の場合」を参照する。Table 3.2 に用いる器具類を示す。

Table 3.2 粉砕及び篩過で用いる器具類

Table 5.2 初件及OIII. II. OIII. II. II. II. II. II. II.		
	数量	備考
ふるい受器	2 個	飯田製作所製標準試験用ふるい実新型、
		ステンレス製 IDφ200 mm×45 mmH
目開き 1.00 mm ふるい	1個	飯田製作所製標準試験用ふるい実新型、
		ステンレス製 IDφ200 mm×45 mmH
シーブフレーム	1個	ニチカ製ステンレスフレーム 200S
メッシュクロース	1枚	ニチカ製 # 80 (250 μm)
はさみ	1本	
ホーロー製バット	2枚	155 mm×125 mm×25 mmH
チェック付きポリ袋	試料数×3枚	ユニパック F
油性ペン	1本	
エアダスター	1本	
ふるい目詰まり除去ブラシ	1本	飯田製作所製棒型 No.1-No.2
千枚通し	1本	必要に応じて
スタンプミル	1台	日陶科学製 ANS-143 型、
		ウス及び乳棒:ステンレス製
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i
超音波洗浄機	1台	エスエヌディ製 US-4
乾燥機	1台	As ONE 製 DOV-300;必要に応じて

準備

スタンプミルによる粉砕及び篩

渦

- スタンプミルのウス、乳棒、蓋及びふるい受器、目開き 1.00 mm ふるい、シーブフレームを水道水で洗い、乾燥させる。
- ふるい目開き 1.00 mm はエアダスターで埃を取り除く。
 - ✓ 目開き 1.00 mm ふるいに前の試料が残っていたら、ふるい目詰まり除去ブラシや千枚通しで取り除くこと。千枚通しを用いる場合は、ふるいの目を広げないように慎重に行うこと
- シーブフレームにメッシュクロースを挟み、余分な部分を切り落とす。
 - ✓ メッシュクロースにたるみがないように張ること。
- チェック付きポリ袋に試料 ID と粒径(<0.25 mm、0.25−1 mm、>1 mm)を記入する。
- 0.25-1 mm の試料用のチャック付きポリ袋の質量をはかり、 記録用紙に記入する(付録 記録用紙「篩過及び磁性分離 等」参照)。
- 試料の岩石片(120 g 程度)をスタンプミルのウスに入れ、7 ~10 分粉砕する(Fig. 3.2-1)。
 - ✓ 粉砕時間は、試料の様子を見ながら決定すること。粉砕回数は増えるが、1回の粉砕時間が短いほど0.25-1 mm 試料の収率が上がる。
 - ✓ 堆積物は、粒度が大きいもの(極粗粒砂~礫)が多い場合に行うこと。
- 粉砕した試料を目開き 1.00 mm ふるいに入れて振とうし、ふるいに残った>1 mm 試料をバットに入れる(Fig. 3.2-2)。
 - ✓ バットに入れた試料のうち、大きいサイズの岩石片を集めて、再度スタンプミルで粉砕すること。残った試料が<5 mm 程度になったら、スタンプミルでの粉砕時間を 5 分以下にすること(粉砕時間を長くすると、<1 mm 試料が増えてしまうため)。
- <1 mm 試料をメッシュクロースを装着したふるいに入れて振 とうし、ふるいに残った試料をバットを使って 0.25-1 mm 用 チャック付きポリ袋に、受器に集まった試料を<0.25 mm 用 チャック付きポリ袋に入れる(Fig. 3.2-2)。
 - ✓ 0.25-1 mm 試料が 200 g 程度集まるまで、上記 3 作業 を繰り返す。石英が少ない試料は 2 倍、または 3 倍程度 多めに集めること。

スタンプミルによる粉砕及び 篩過(続)

- 残った>1 mm 試料を>1 mm 用チャック付きポリ袋に入れる。
- 天秤で 0.25-1 mm 試料入りチャック付きポリ袋の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「篩過及び磁性分離等」参照)。
- 集まった 0.25-1 mm 試料の質量を求め、記録用紙及び試料の入ったチェック付きポリ袋に記入する(付録 記録用紙「篩過及び磁性分離等」参照)。

- 目開き1.00 mm のふるいは水道水で5分間超音波洗浄し、 残った試料はふるい目詰まり除去ブラシ等で取り除く。
- シーブフレームからメッシュクロースを取り外す。
 - ✓ メッシュクロースは可燃物として廃棄すること。
- スタンプミル用具、ふるい、バットを水道水で洗浄し、乾燥する。
 - ✓ すぐに使いたい場合は、乾燥機で乾燥する(およそ 90℃ ×2 時間)。
- ◆ >1 mm 及び<0.25 mm 試料は、AMS 測定が完了するまで 保管する。

スタンプミル、ふるい等の清掃



Fig. 3.2-1 スタンプミル

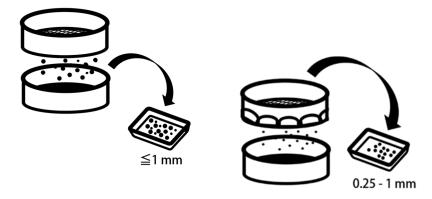


Fig. 3.2-2 篩過

3.3 磁石による磁性分離

磁石を用いて磁性鉱物を除去する。Table 3.3 に用いる器具類を示す。

Table 3.3 磁石を用いた磁性分離で用いる器具類

	数量	備考
ネオジウム磁石	1 個	チャック付きポリ袋に入れたもの
チャック付きポリ袋	試料数×3枚	ユニパック F
油性ペン	1本	
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i

準備

● 磁石が入っているチャック付きポリ袋に傷や破れがないか確認する。

✔ 傷等があれば、交換すること。

- チェック付きポリ袋に試料 ID 及び用途(作業用、試料保管 用、磁性鉱物保管用)を記載する。
- 天秤でチャック付きポリ袋(試料保管用)の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「篩過及び磁性分離等」参照)。

<u>↓</u>

- 試料をチャック付きポリ袋(作業用)に袋の 1/5 程度入れる。
 ✓ 試料量は少ない方が扱いやすいが、処理回数が増える。
- チェック付きポリ袋下側 1/2 以下に試料を広げる。
- 試料を広げた部分に磁石を当て、磁性鉱物を着磁してチャック側に移動させる(Fig. 3.3)。
 - ✓ 何度か繰り返すこと。
- 磁性鉱物はチャック付きポリ袋(磁性鉱物保管用)に、残った試料はチャック付きポリ袋(試料保管用)に入れる。
 - ✓ ここまでの作業を繰り返し、すべての試料を処理すること。
 - ✓ 磁性鉱物は、AMS 測定が終わるまで保管すること。
- 試料の入ったチャック付きポリ袋(試料保管用)の質量をは かり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「篩過及び磁性 分離等」参照)。

磁石を用いた磁性分離



Fig. 3.3 磁石による磁性分離

3.4 塩酸処理

試料中に含まれる炭酸塩、鉄、有機物を 6M HCl-0.03% H_2O_2 で溶解または分解し、除去する。2~L ポリ瓶 1 本で処理できる試料量は 100~g/L のため、180~g までとする。 Table 3.4 に用いる器具類を示す。

試薬等:HCl(特級)、H2O2(特級)、超純水

Table 3.4 塩酸処理で用いる器具類

	数量	備考
2 L ポリ瓶	必要本数	PP 製
500 mL 液量計	1 個	PP 製
養生テープ	1 個	
油性ペン	1本	
厚手耐熱ゴム手袋	1 双	
ホーロー製バット(大)	必要数	450 mm×350 mm×60 mmH
ホーロー製バット(小)	必要数	155 mm×125 mm×25 mmH
5 mL マイクロピペット	1本	
チャック付きポリ袋	試料数分	ユニパック F
紙ウエス	適量	
かご、試験管立て	必要数	ステンレス製;必要に応じて
大型超音波水槽	1台	東京超音波技研製 PUC-1164
乾燥機	1台	ADVANTEC 製 STN620DA
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101;必要に応じて

2 L ポリ瓶の準備 \downarrow 質量測定 試薬等の添加

2 L ポリ瓶を用意し、ヒビ、破損がないか確認する。✓ ヒビ等あれば、使用せず、廃棄すること。

● 2 L ポリ瓶の蓋と瓶に養生テープを貼り、試料 ID を記入する。

● 天秤で2Lポリ瓶の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「塩酸処理」参照)。

- 2 L ポリ瓶に試料を≦180 g 入れる。
 - ✓ 炭酸塩や鉄等が多く、この処理後の残量が 100 g 以下と 予想される試料は、2 セット処理すること。
- 天秤で質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用 紙「塩酸処理」参照)。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙 「塩酸処理」参照)。

● 2 L ポリ瓶に 500 mL 液量計で超純水 850 mL を加える (Fig. 3.4-1)。

- 2 L ポリ瓶に 500 mL 液量計で HCl 950 mL を加える(Fig. 3.4-1)。
 - ✓ 発熱、発泡等の恐れがあるため、試薬を入れる順番は変 更しないこと。
 - ✓ 炭酸塩を含む可能性がある試料の場合は、発泡の有無 を確認しながら、少量ずつ加えること。
- 2 L ポリ瓶に 5 mL マイクロピペットで H₂O₂ 1.8 mL を加える (Fig. 3.4-1)。
- 蓋を閉めた後、水平方向に周回させ、よく攪拌する。
 - ✓ 蓋は、きつく閉めすぎないこと(液はもれないが、発生した 気体が逃げる程度とする)。

 ◆ 2 L ポリ瓶を大型超音波水槽に入れ、水道水をポリ瓶内の 液面と同じ高さまで入れる(Fig. 3.4-2)。

- ✓ 水槽内に空いている空間がある場合は、ポリ瓶をかごに入れたり、空間に試験管立てを入れたりするなどして、ポリ瓶が水流で倒れないようにすること。
- 超音波水槽の温度、超音波サイクルを設定し、超音波加熱 を開始する(Fig. 3.4-1)。開始時間を記録用紙に記入する (付録 記録用紙「塩酸処理」参照)。

大型超音波水槽での超音波加 熱 大型超音波水槽での超音波 加熱(続)

- ✓ 80°C×(超音波 50 分→停止 10 分)×12 サイクル以上
- ✓ 夕方開始し、終夜運転する。その場合、終夜運転の掲示、連絡を忘れずに行うこと。
- 2Lポリ瓶をバット(大)の上に取り出し、ドラフトチャンバー内で触っても火傷しない程度に冷ます。
 - ✓ 水槽を開ける際、高温及び酸性の蒸気が出るため、顔等 を近づけないで行うこと。また、水槽回りについた水滴 は、紙ウエスで拭き、その後水拭きしておくこと。
 - ✓ 2 L ポリ瓶を取り出す際は、厚手耐熱ゴム手袋を用い、火 傷しないようにすること。
- ドラフトチャンバー内で、上澄みを酸廃液タンクに廃棄する。
 - ✓ 液の入ったポリ瓶は重いので、注意して扱うこと。
- 超純水約 200 mL で 5 回以上振とう洗浄する。
 - ✓ はじめの3回は、上澄みを酸廃液タンクに廃棄すること。4回目以降は、水を流しながら、流しに捨てること。

乾燥及び質量測定

- 試料 ID を記入したチェック付きポリ袋の質量をはかり、記録 用紙に記入する(付録 記録用紙「塩酸処理」参照)。
- 試料をバット(小)に出し、80℃乾燥機で乾燥する。
 - ✓ 3時間程度かかる。
- 放冷後、チェック付きポリ袋に移し、質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「塩酸処理」参照)。
 - ✓ 適宜、静電気除去装置を用いること。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙 「塩酸処理」参照)。
 - ✓ 100g以上ない場合は、追加試料を処理すること。2 セット 処理した試料は、合計量で判断すること。

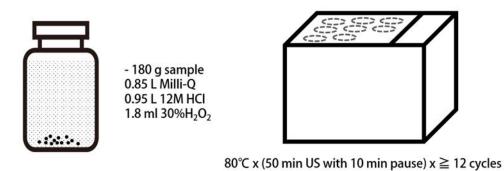


Fig. 3.4-1 塩酸処理



Fig. 3.4-2 大型超音波水槽に入れたポリ瓶

3.5 フッ化水素酸処理

1% HF-1%HNO3 で石英を抽出する。2L ポリ瓶 1 本で処理できる試料量は $7.5\sim9$ g/L のため、 $15\sim18$ g までとする。 花崗岩や火山岩 (溶結凝灰岩など)を含む試料の場合は、 $\lceil4.3$ 重液分離」を先に行うこと。 Table 3.5 に用いる器具類を示す。

試薬等:HF(特級)、HNO3(特級)、超純水

Table 3.5 フッ化水素酸処理で用いる器具類

	数量	備考
2 L ポリ瓶	7本程度/試料	PP 製
養生テープ	1個	
油性ペン	1本	
2 L メスシリンダー	1本	
100 mL メスシリンダー	1本	PP製
厚手耐熱ゴム手袋	1 双	
ホーロー製バット	必要数	450 mm×350 mm×60 mmH
チャック付きポリ袋	試料数分	ユニパック F
ペトリ皿蓋	試料数分	φ100×10mm ペトリ皿のもの
ミクロスパーテル	試料数分	
紙ウエス	適量	
かご、試験管立て	必要数	ステンレス製;必要に応じて
大型超音波水槽	1台	東京超音波技研製 PUC-1164
乾燥機	1台	ADVANTEC 製 STN620DA
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
双眼実体顕微鏡	1台	Nikon 製 SMZ800N、倍率 10 倍
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101;必要に応じて

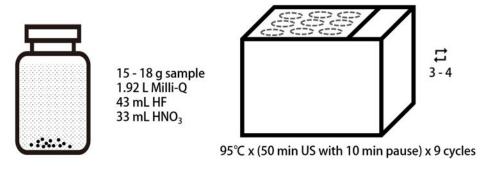


Fig. 3.5 フッ化水素酸処理

試薬等の添加

● 2 L ポリ瓶を用意し、ヒビ、破損がないか確認する。

- ✓ ヒビ等あれば、使用せず、廃棄すること。
- 2 L ポリ瓶の蓋と瓶に養生テープを貼り、試料 ID-通し番号を記入する。
 - ✓ 通し番号は、(試料量(g)/15~18 g)+1 まで作ること。
- 天秤で2Lポリ瓶の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理1回目」参照)。
- 2Lポリ瓶に試料を15~18g入れる(Fig. 3.5)。
- 天秤で質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理1回目」参照)。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理1回目」参照)。
- 2 L ポリ瓶に 2 L メスシリンダーで超純水 1920 mL を加える (Fig. 3.5)。
- 2 L ポリ瓶に 100 mL メスシリンダーで HF 43 mL 及び HNO₃ 33 mL を加える(Fig. 3.5)。
- 蓋を閉めた後、水平方向に周回させ、よく攪拌する。
 - ✓ 蓋は、きつく閉めすぎないこと(液はもれないが、発生した 気体が逃げる程度とする)。
- 2 L ポリ瓶を大型超音波水槽に入れ、水道水をポリ瓶内の 液面と同じ高さまで入れる。
 - ✓ 水槽内に空いている空間がある場合は、ポリ瓶をかごに入れたり、空間に試験管立てを入れたりするなどして、ポリ瓶が水流で倒れないようにすること。
- 超音波水槽の温度、超音波サイクルを設定し、超音波加熱 を開始する(Fig. 3.5)。開始時間を記録用紙に記入する(付 録 記録用紙「フッ化水素酸処理1回目」参照)。
 - ✓ (95℃×超音波 50 分→停止 10 分)×9 サイクル以上
 - ✓ 夕方開始し、終夜運転する。その場合、終夜運転の掲示、連絡を忘れずに行うこと。
- 厚手耐熱ゴム手袋をつけて 2 L ポリ瓶をバットの上に取り出し、ドラフトチャンバー内で触っても火傷しない程度に冷ます。
 - ✔ 水槽を開ける際、高温及び酸性の蒸気が出るため、顔等

大型超音波水槽での超音波加 熱 大型超音波水槽での超音波 加熱(続) を近づけないで行うこと。また、水槽回りについた水滴は、紙ウエスで拭き、その後水拭きしておくこと。

- ✓ 2 L ポリ瓶を取り出す際は、厚手耐熱ゴム手袋を用い、火傷しないようにすること。
- ドラフトチャンバー内で、上澄みを HF 廃液タンクに廃棄する。
 - ✓ 液の入ったポリ瓶は重いので、注意して扱うこと。
- 超純水約 200 mL で 3 回振とう洗浄する。
 - ✓ 上澄みを HF 廃液タンクに廃棄すること。
- 適量の超純水を使って、同じ試料を1本の2Lポリ瓶にまとめる。
- 超純水約 200 mL で 2 回以上振とう洗浄する。
 - ✓ 上澄みは、水を流しながら、流しに捨てること。
 - ✓ 一旦保管する場合は、80℃の乾燥機で乾燥し、蓋を閉めておくこと。

大型超音波水槽での超音波加熱(繰り返し)

- 3回以上繰り返す。
 - ✓ 開始時刻を記録用紙に記入すること(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理2回目以降」参照)。
 - ✓ 複数試料をまとめて処理可能。
 - ✓ 回数は、石英の抽出状態や試料の減量具合によって決めること。
 - ✓ 石英以外のものが多い場合、必要に応じて、4.1~4.3 節を参照してそれらを取り除くこと。4.1~4.3 節いずれかの作業を行った場合は、その後に超音波加熱を行い、試料表面に付いた汚れを落とすこと。

抽出石英の確認

- ミクロスパーテル 1 杯程度の試料をペトリ皿蓋に乗せ、双眼 実体顕微鏡下で観察し、石英以外の鉱物が含まれないか 確認する(「4.4 抽出石英の確認」参照)。
 - ✓ 石英以外の鉱物が含まれる場合、必要に応じて、4.1~4.3 節を参照してそれらを取り除くか、大型超音波水槽での超音波加熱を繰り返すこと。

- 乾燥及び質量測定
- 試料 ID を記入したチェック付きポリ袋の質量をはかり、記録 用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理 2 回 目以降 | 参照)。

乾燥及び質量測定(続)

- 試料をバットに出し、80℃乾燥機で乾燥する。
 - ✓ 3時間程度かかる。
- 放冷後、チェック付きポリ袋に移し、質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理 2 回目以降」参照)。
 - ✓ 適宜、静電気除去装置を用いること。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「フッ化水素酸処理 2 回目以降」参照)。

3.6 キャリアの添加及び石英溶解

ベリリウムキャリアを添加し、石英を HF 等で溶解する。これ以降、試料に加え、ケミカルブランクとして、 試料を入れないものも同様に処理する。ケミカルブランクには、Be 及び Al キャリアを添加する。Table 3.6 に用いる器具類を示す。

試薬等:HF(Ultrapur-100)、HNO3(精密分析用)、HClO4(精密分析用)、Be 標準液、Al 標準液

Table 3.6 キャリアの添加及び石英溶解で用いる器具類

	数量	備考
200 mL テフロンビーカー	[試料+1]個	PTFE 製
7.5 cm φ テフロン時計皿	[試料+1]個	PTFE 製
薬さじ	試料数分	
100 mL メスシリンダー	2 本	PP 製
5 mL マイクロピペット	2 本	
油性ペン	1本	
メンディングテープ	適量	必要に応じて
FRP 製バット	必要数	481 mm×335 mm×87 mmH
高輝度 LED ライト	1本	
キムタオル ^{※1}	適量	
パラフィルム ^{※2}	適量	
シリンジ	必要数	PP 製、12 mL、横口;必要に応じて
フィルター	必要数	ADVANTEC 製 DISMIC-25HP045AN;
		必要に応じて
アルミホイル	適量	必要に応じて
天秤	1台	エー・アンド・デイ製 EK-6000i
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101;必要に応じて
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの

^{※1 「}キムタオル®」は、Kimberly-Clark Corporation の登録商標である。

^{※2 「}パラフィルム[®]」は、BEMIS COMPANY, INC.の登録商標である。

石英試料の質量測定

 \downarrow

- テフロンビーカー及び時計皿に試料 ID を記入する。
 - ✓ できればビーカー等に直に記入せず、メンディングテープに記載したものを貼ること(直に記載した場合、洗浄しても消えにくいため)。
- テフロンビーカー及び時計皿の質量をはかり、記録用紙に 記入する(付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。
 - ✓ 適宜、静電気除去装置を用いるか、テフロンビーカーの下部をアルミホイルで包んで行うこと。以下の質量測定も同様とする。
- テフロンビーカーに薬さじで石英試料を20~60g入れる。✓ 残った試料は保管すること。
- 試料の入ったテフロンビーカー及び時計皿の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「キャリアの添加」 参照)。
- 試料の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。

● Be 及び Al 標準液のロット番号、使用期限、濃度保証値及 びパラフィルムを取って測った質量を記録用紙に記入する (付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。

- マイクロピペット2本を、それぞれBe及びAI標準液で共洗いする。
 - ✓ ベリリウムは、Be 用廃液瓶に、Al は酸廃液タンクに廃棄すること。
- 試料を入れたテフロンビーカーに Be 標準液 3 mL を加え、 時計皿をかぶせて質量をはかり、記録用紙に記入する(Fig. 3.6-1)(付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。
 - ✓ 溶液を表面積の大きい粉状試料に染み込ませることになるので、揮発による質量変化に注意し、安定最大値を読み取ること。パラフィルムをかけてもよい。ただし、パラフィルムの質量を差し引くことを忘れないこと。
- 添加したBe標準液の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。
- ケミカルブランクに、さらに Al 標準液 2 mL を加え、時計皿 をかぶせて質量をはかり、記録用紙に記入する(Fig. 3.6-1) (付録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。
- 添加した AI 標準液の質量を求め、記録用紙に記入する(付

キャリアの添加

キャリアの添加(続)

石英の溶解

録 記録用紙「キャリアの添加」参照)。

- 標準液の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録 用紙「キャリアの添加」参照)。
 - ✓ 共有フォルダーにある標準液の使用記録(Excel®)にも 使用前の分も含めてデータを入力すること。
 - ✓ パラフィルムをして保管庫に戻すこと。
- キャリアを入れたテフロンビーカーに、100 mLメスシリンダーで HNO₃ 20 mL と HF 100 mL を加える(Fig. 3.6-1)。
- テフロンビーカーをホットプレートに乗せ、時計皿をかぶせ 蒸発乾固し、蒸発乾固後の試料状態を記録用紙に記載す る(付録 記録用紙「石英溶解」参照)。
 - ✓ はじめは液量が多いので、100℃程度から加熱し、徐々に液量が減ってきたら温度を上げること。
 - ✓ 時折、石英の溶解具合を LED ライトで溶液中を照らしながら確認するとともに、溶液をゆすって混ぜること。
 - ✓ 時計皿を開ける時は、裏面に液体やフッ化物がついているので、それらをホットプレート上に落とさないように気をつけて扱い、キムタオルを敷いたバットの上に置くこと。
 - ✓ 乾固してきたら、ビーカー底をホットプレート天板で軽くたたき、壁面の液滴を落とし、すべての液を蒸発乾固すること。
 - ✓ 石英が溶解していなかったら、溶解具合に合わせて数十mLのHNO3とHF(体積比1:5)を加え、蒸発乾固を繰り返すこと。ケミカルブランクをそろえるため、すべての試料に加えること。また、加えた量を記録用紙に記録すること(付録記録用紙「石英溶解」参照)。
 - ✓ 溶け残りが有色鉱物などであれば、必要に応じてシリンジとフィルターでろ過して取り除くこと。その場合は、ろ過後、シリンジとフィルターを超純水でよく洗い、その洗液をろ液に加え、蒸発乾固すること。この除去分は、データ解析の際、考慮すること。
- HNO₃ 10 mL 及び HF 10 mL を加え、よく混ぜて乾固物を溶解した後、時計皿をかぶせ、ホットプレート上で加熱して蒸発乾固する(Fig. 3.6-2)。
 - ✓ 乾固し始めた物が半透明の白色ないし褐色になるまで繰り返すこと。加えた量、回数を記録用紙に記入すること

石英の溶解(続)

(付録 記録用紙「石英溶解」参照)。

- HNO₃ 10 mL 及び HClO₄ 10 mL を加え、よく混ぜて乾固物 を溶解した後、時計皿をかぶせ、ホットプレート上で加熱して蒸発乾固する(Fig. 3.6-2)。
 - ✓ 白煙が出始めたら、時計皿を外し、白煙が出なくなるまで しっかり加熱すること。
- HNO₃ 1 mL 及び HF 3 mL を 加え、よく混ぜて乾固物を溶解した後、時計皿をかぶせ、ホットプレート上で加熱して蒸発乾固する。
- HNO₃ 3 mL 及び HClO₄ 3 mL を加え、よく混ぜて乾固物を 溶解した後、時計皿をかぶせ、ホットプレート上で加熱して 蒸発乾固する(Fig. 3.6-2)。
 - ✓ 白煙が出始めたら、時計皿を外し、白煙が出なくなるまで しっかり加熱すること。
 - ✓ 3回繰り返すこと。
- 乾固物が半透明の白色ないし褐色であることを確認したら、 キムタオルを敷いていないバットの上に置き、時計皿をかぶ せて放冷する。
- パラフィルムでテフロンビーカーと時計皿を固定する。

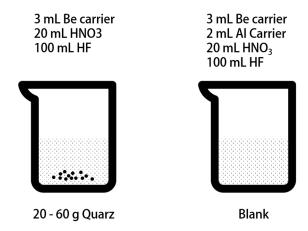


Fig. 3.6-1 キャリア添加

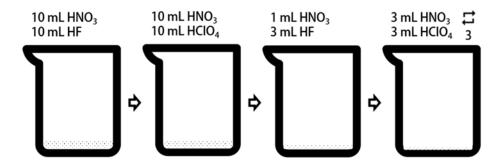


Fig. 3.6-2 キャリア添加後の溶解

3.7 アルミニウム定量用溶液の分取

石英中の Al 濃度を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)で測定するための溶液試料を分取する。Table 3.7 に用いる器具類を示す。

試薬等:HNO3(精密分析用)、超純水

Table 3.7 アルミニウム定量用溶液の分取で用いる器具類

	数量	備考
100 mL メスシリンダー	1 本	PP 製
5 mL マイクロピペット	2 本	
50 mL テフロン瓶	2 本	PFA 製
20 mL テフロンジャー	[試料+1]個	PFA 製
FRP 製バット	1枚	481 mm×335 mm×87 mmH
油性ペン	1本	
高輝度 LED ライト	1本	
キムワイプ ^{※3}	適量	
パラフィルム	適量	
メンディングテープ	適量	
シリンジ	必要数	PP 製、12 mL、横口;必要に応じて
フィルター	必要数	ADVANTEC 製 DISMIC-25HP045AN;
		必要に応じて
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
天秤	1台	ザルトリウス製 ME235S

^{※3 「}キムワイプ®」は、Kimberly-Clark Corporation の登録商標である。

- 50 mL テフロン瓶 2 本に HNO₃ 及び超純水をそれぞれ 8 mL 程度入れる。
- 5 mL マイクロピペットを 50 mL テフロン瓶に入れた HNO₃ 及 び超純水それぞれで共洗いする。また、瓶に残った液で、 瓶の中を共洗いする。
 - ✓ HNO₃ 廃液は酸廃液タンクに、超純水は流しに廃棄すること。
- - ✓ HNO₃(mL) = 4×〔試料+1〕
 - ✓ 超純水(mL)=7×〔試料+1〕
- テフロンビーカーに 5 mL マイクロピペットで 50 mL テフロン 瓶に入った HNO₃ 3.7 mL を入れ、よく混ぜ、乾固物を溶解 する(Fig. 3.7-1)。
 - ✓ 乾固物が完全に溶けたか LED ライトで溶液中を照らして 確認すること。溶け残りがあれば、さらによく混ぜるか、時 計皿をかぶせて数時間静置する。
- 5 mL マイクロピペットで 50 mL テフロン瓶に入った超純水 6.3 mL を加え、乾固物を完全に溶解させる(Fig. 3.7-1)。
 - ✓ 溶け残りが有色鉱物などであれば、必要に応じてシリンジとフィルターでろ過して取り除くこと。その場合は、ろ過後、シリンジとフィルターを超純水でよく洗い、その洗液をろ液に加えた後、ろ液を蒸発乾固して、再度 HNO₃ を加えるところから行うこと。この除去分は、データ解析の際、考慮すること。
- 100 mL メスシリンダーで超純水 90 mL を加える(Fig. 3.7-1)。
- 液を入れたテフロンビーカーに時計皿をかぶせ、質量をは かり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「アルミニウム 定量用溶液の分取」参照)。
 - ✓ テフロンビーカーと時計皿をパラフィルムで巻き、密閉して測定してもよい。ただし、パラフィルムの質量を差し引くこと。
- 入れた溶液の質量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「アルミニウム定量用溶液の分取」参照)。

乾固物の溶解

溶液の分取

● 20 mL テフロンジャーの蓋とジャーにメンディングテープを 貼り、試料 ID を記入する。

- 20 mL テフロンジャーの質量をはかり、記録用紙に記入する (付録 記録用紙「アルミニウム定量用溶液の分取」参照)。
- 5 mL マイクロピペットで試料溶液 2.5 mL を 20 mL テフロンジャーに移し、テフロンジャーとマイクロピペットを共洗いする
 - ✓ 廃液は Be 用廃液瓶へ廃棄すること。液滴が 20 mL テフロンジャー外側についたらキムワイプで拭き取ること。
- 5 mL マイクロピペットで試料溶液を 7.5 mL(2.5 mL×3 回) を 20 mL テフロンジャーに移す (Fig. 3.7-2)。
 - ✓ マイクロピペットチップは試料ごとに交換すること。
- 溶液入りの 20 mL テフロンジャーの質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「アルミニウム定量用溶液の分取 | 参照)。
- テフロンジャーの蓋のところにパラフィルムを巻く。

● 残った液の入ったテフロンビーカーに時計皿をかぶせ、質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「アルミニウム定量用溶液の分取」参照)。

- ✓ テフロンビーカーと時計皿をパラフィルムで巻き、密閉して測定してもよい。ただし、パラフィルムの質量を差し引くこと。
- 時計皿を取り、溶液を150℃程度のホットプレートで蒸発乾 固する。
- テフロンビーカーをバットの上に置き、時計皿をかぶせた 後、放冷する。
- パラフィルムでテフロンビーカーと時計皿を固定する。

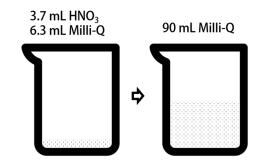


Fig. 3.7-1 アルミニウム定量用溶液の調製

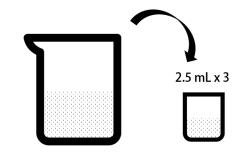


Fig. 3.7-2 アルミニウム定量用溶液の分取

3.8 陰イオン交換

鉄やマンガンを陰イオン交換樹脂に吸着させ、取り除く(Fig. 3.8-1)。カラムの設置は、最大 11 個まで可能。Table 3.8 に用いる器具類を示す。

試薬等: 陰イオン交換樹脂(DOWEX 1-X8 100-200 mesh、洗浄済み)、HCl(精密分析用)、H₂O₂(精密分析用)、超純水、エタノール(特級)

Table 3.8 陰イオン交換で用いる器具類

Table 3.8				
	数量	備考		
スタンド	[試料+1]個			
角ムッフ	〔試料+1〕×2個			
両開きクランプ	〔試料+1〕×2個			
カラム	[試料+1]本	ムロマックミニカラム L		
三方ストップコック	[試料+1]個	ムロマックミニカラム用		
50 mL 注射器	[試料+1]個	ムロマックミニカラム用		
スポイト	[試料+1]個	1 mL、15 cm 程度の長さのあるもの		
ピペット	1本	アズワン深型容器吸引用 2.5 mL(E-262)		
50 mL テフロンビーカー	[試料+1]個	PTFE 製		
FRP 製バット	1 枚	296 mm×232 mm×58 mmH		
5 mL マイクロピペット	2 本			
100 mL メスシリンダー	1本	PP 製		
500 mL テフロン瓶	2本	PFA 製		
100 mL ディスポーザブル	[試料+1]個			
カップ				
油性ペン	1本			
メンディングテープ	適量	必要に応じて		
高輝度 LED ライト	1本			
ラップ又はパラフィルム	適量	必要に応じて		
ポリ袋	[試料+1]個	必要に応じて		
シリンジ	[試料+1]個	PP 製、12 mL、横口;必要に応じて		
フィルター	〔試料+1〕個 ADVANTEC 製 DISMIC-25HP045A			
	必要に応じて			
超純水用洗瓶	1本			
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ		
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの		

カラムスタンドの組み立て

1

カラムの準備

- ドラフトチャンバー内で、スタンドに角ムッフと両開きクランプを2セット取りつけ、上のクランプに三方ストップコックを付けた50 mL 注射器を固定する(Fig. 3.8-2及び Fig. 3.8-3)。
 - ✓ スタンド等の腐食防止のため、ラップやパラフィルムを巻いたり、ポリ袋をかぶせたりしておくとよい。
- カラム、ディスポーザブルカップ、50 mL テフロンビーカーに 試料 ID を記入する。
 - ✓ できればビーカーは直に記入せず、メンディングテープ に記載したものを貼ること。
- 下のクランプにカラムを固定し、その下にディスポーザブルカップを置く。
 - ✓ カラム先端がカップに上面より少し下の位置になるように カラム高さを調整する。また、カップはカラム先端に縁が 近くなるように(くっつけないで)置くこと(Fig. 3.8-2 及び Fig. 3.8-3)。
- カラムに 20%エタノールを入れる。
 - ✓ 方法は、「5.3.3 ムロマックミニカラム目皿の親水化処理」 参照のこと。
- カラムに洗瓶で超純水を 10 mL 程度入れる。
 - ✓ カラム内部全体が濡れるように入れること。
- カラムにピペットで洗浄済み陰イオン交換樹脂を 10 mL 入れる。
 - ✓ 樹脂の量は、カラムの目印を参考にすること。
 - ✔ ピペットで水も含めて樹脂を取り、ゆっくりカラムに注ぎ、 樹脂内部に乱れた構造や気泡がないように、また樹脂上 面が水平になるように入れること。もし樹脂がうまくカラム に入らなかった場合は、超純水を加えて吸い出し、再度 注ぎ直すこと。
 - ✓ 樹脂保管容器の水が少ない場合は、超純水を足すこと。
- カラムの上に 50 mL 注射器がくるように移動する。
- 50 mL 注射器に洗瓶で超純水を30 mL 程度入れ、常に樹脂の上1 cm 以上に水がたまった状態になるように三方ストップコックを調整して水を流し、カラムから水が一定間隔で出ていること(流速)を確認する。また、チェックリストに作業をしたことをチェックし、作業日を記入する(付録 記録用紙「陰イオン交換」参照)。

カラムの準備(続)

 \downarrow

溶離液等の準備

- ✓ カラムから水が出てこない、または遅い場合は、カラムに 樹脂が正常に充填できていない(気泡の混入等)ため、 樹脂を再度入れ直すこと。
- ✓ 樹脂の量が変化してしまった場合は、追加または減らし、 再度超純水を入れて、流速を確認すること。
- ✓ 流量が確認できたら、三方ストップコックの調整は作業が終わるまで原則行わないこと。ただし、試料のローディング後、流速が極端に遅くなった場合などは調整する。
- ✓ 超純水が流し終わったら、次ページの「陰イオン交換樹脂のコンディショニング」を行い、樹脂が常に湿っている状態にしておくこと。この段階で一晩程度中断する場合は、超純水を最後まで流しきらず、さらに超純水を加えてカラムの縁近くまで水がたまった状態にし、カラムに付随していたキャップを締め、カラムの上にパラフィルムをかけるなどして、埃が入らないようにしておくこと。
- ディスポーザブルカップにたまった水を捨てる。
- 500 mL テフロン瓶にメンディングテープを貼り、入れる溶液 名(0.5M HCl または 9M HCl-0.1% H₂O₂)及び作製日を記 入する。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロピペットで超純水と HCl を入れ、0.5M(1.8%) HCl を作製する。
 - ✓ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ HCl(mL) = 0.04622×超純水(mL)
 - ✓ 20 mL×〔試料+1〕以上作製すること。11 カラム分作製する際は、超純水 220 mL、HCl 10.170 mL。
 - ✓ 前日に準備しておいてもよい。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロピペットで HCl と超純水と H₂O₂ を入れ、9M(28.7%) HCl-0.1% H₂O₂ を作製する。
 - ✔ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ 超純水量を決め、下記の連立方程式を解いて、HCl 量、 H_2O_2 量を求めること。単位は、それぞれ mL とする。
 - 0.258×HCl-1.11×H₂O₂=超純水
 - -1.18×HCl+332×H₂O₂=超純水
 - ✓ 30 mL×カラム数以上作製すること。11 カラム分作製する

溶離液等の準備(続)

 \downarrow

試料の溶解

ī

陰イオン交換樹脂のコンディショニング

際は、超純水 70 mL、HCl 276 mL、H2O2 1.195 mL。

- ✓ 超純水と HCl の添加までは前日に準備してもよいが、 H₂O₂の添加は、使用直前に行うこと。
- マイクロピペットチップを9MHCI-0.1%H₂O₂で共洗いする。
 ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- 試料の入った 200 mL テフロンビーカーに 5 mL マイクロピペットで 9M HCl-0.1% H₂O₂ 2 mL 加え、乾固物を溶解する。
 - ✓ 完全に溶けたか LED ライトで溶液中を照らして確認する こと。溶け残りがあれば、さらによく混ぜるか、ホットプレー トで少し温めて溶解させる。温めすぎて、溶液の粘度を上 げないこと。
 - ✓ 溶解した溶液中に有色鉱物が残っていた場合、陰イオン 交換樹脂に流しても詰まらない量であれば、そのまま作 業を進め、詰まりそうな量であれば、シリンジとフィルダー でろ過して除くこと。その場合は、ろ過後、シリンジとフィ ルターを 9M HCI-0.1% H₂O₂ (9M HCI) でよく洗い、その 洗液をろ液とともに蒸発乾固させ、再度溶解する。また、 この除去分は、データ解析の際、考慮すること。
 - ✓ マイクロピペットチップは後で使うため、目印を付け、その ままにしておくこと。
- マイクロピペットチップを HCl で共洗いする。
 - ✔ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- 50 mL 注射器に HCl 10 mL(1カラム分)入れ、常に樹脂の 上 1 cm 以上に液がたまった状態で、カラムから液が一定間 隔で流れていることを確認する。また、チェックリストに作業 をしたことをチェックし、作業日を記入する(付録 記録用紙 「陰イオン交換」参照)
 - ✓ 超純水の状態で中断していた場合は、超純水を流しきってから行うこと。
 - ✓ 樹脂の色は淡褐色へと変化する。
- マイクロピペットチップを 0.5M HCl で共洗いする。
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- 50 mL 注射器に 0.5M HCl 20 mL (2 カラム分) 入れ、カラムに流す。

陰イオン交換樹脂のコンディ ショニング(続) 試料のローディングと溶離 溶離液の乾固 \downarrow カラムの片付け

- ✔ 樹脂の色が淡褐色から元の乳白色になる。
- 50 mL 注射器に 9M HCl-0.1% H₂O₂ 12 mL(1.2 カラム分) 入れ、カラムに流す。
 - ✓ 樹脂の色は再度、淡褐色へと変化する。
- コンディショニングをしている間にスポイトを使用数分すべて 9M HCl-0.1% H₂O₂ で共洗いする。
 - ✓ 9M HCl でもよい。
 - ✔ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- カラム下のディスポーザブルカップを、テフロンビーカーに 替える。
- スポイトで試料溶液をよくかき混ぜてから吸い、カラムに直接ゆっくり入れる。
 - ✓ スポイトは試料ごとに替えること。
- 試料が入っていたテフロンビーカーに 9M HCl-0.1% H₂O₂ 1 mL 入れ、スポイトとともにすすいで、同様にカラムに流す。
- 上記操作を繰り返す。
- 50 mL 注射器に 9M HCl-0.1% H₂O₂ 12 mL(1.2 カラム分) 入れ、カラムに流す。
 - ✓ カラムから液が出なくなるまで待つこと。
- 溶離液の入ったテフロンビーカーをディスポーザブルカップ に替え、テフロンビーカーは150°Cホットプレートに乗せ、溶 液を蒸発乾固し、蒸発乾固後の試料状態を記録用紙に記 載する(付録 記録用紙「陰イオン交換」参照)。
 - ✓ 乾固物は、無色~薄い黄色。ブランク試料の乾固物が茶 褐色であれば、カラムから出た樹脂が焦げたものなので、 ブランク試料以外のものにも HCl と H₂O₂ をそれぞれ 1 mL 程度ずつ加えて、再度蒸発乾固し、樹脂を分解する こと。
- 50 mL 注射器に超純水 50 mL 程度入れ、カラムに流す。
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクへ廃棄すること。
- カラムに入った樹脂はドラフトチャンバー内で乾燥させてから、使用済み樹脂を集めた瓶に入れる。カラムはプラスチック廃棄物として捨てる。

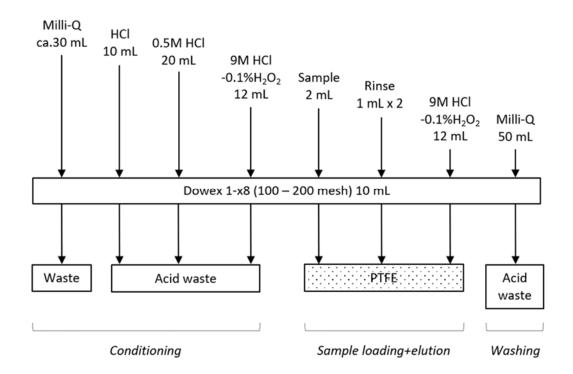


Fig. 3.8-1 陰イオン交換のフロー

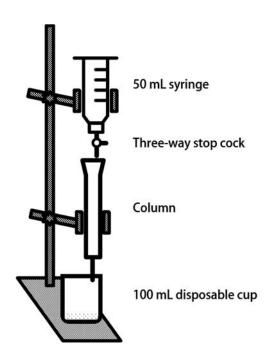


Fig. 3.8-2 イオン交換カラム等の組み立て

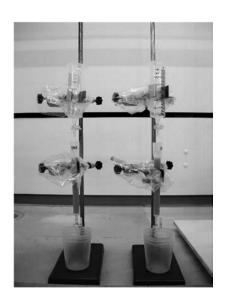


Fig. 3.8-3 ドラフトチャンバー内に設置したイオン交換カラム

3.9 陽イオン交換

陽イオン交換樹脂で Be と Al を単離する (Fig. 3.9)。カラムの設置は、最大 11 個まで可能。 Table 3.9 に用いる器具類を示す。

試薬等:陽イオン交換樹脂(DOWEX 50W-X8 100-200 mesh、洗浄済み)、HCI(精密分析用)、H₂O₂ (精密分析用)、超純水、エタノール(特級)

Table 3.9 陽イオン交換で用いる器具類

Table 3.9				
	数量	備考		
スタンド	[試料+1]個	「3.8 陰イオン交換」で使用したもの		
角ムッフ	〔試料+1〕×2個	「3.8 陰イオン交換」で使用したもの		
両開きクランプ	〔試料+1〕×2個	「3.8 陰イオン交換」で使用したもの		
カラム	[試料+1]本	ムロマックミニカラム L		
三方ストップコック	[試料+1]個	陰イオン交換で使用したもの		
50 mL 注射器	[試料+1]個	陰イオン交換で使用したもの		
スポイト	[試料+1]個	1 mL、15 cm 程度の長さのあるもの		
ピペット	1本	アズワン深型容器吸引用 2.5 mL(E-262)		
50 mL テフロンビーカー	〔試料+1〕×2個	PTFE 製		
50 mL ポリ瓶	[試料+1]×3個	PP 製		
FRP 製バット	1 枚	296 mm×232 mm×58 mmH		
5 mL マイクロピペット	1本			
100 mL メスシリンダー	1本	PP 製		
500 mL テフロン瓶	4本	PFA 製		
100 mL ディスポーザブル	[試料+1]個	陰イオン交換で使用したもの		
カップ				
油性ペン	1本			
メンディングテープ	適量	必要に応じて		
高輝度 LED ライト	1本			
パラフィルム	適量	必要に応じて		
超純水用洗瓶	1本			
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ		
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの		

カラムに試料 ID を記入する。

- 50 mL テフロンビーカー2 個に試料 ID 及びそれぞれに Be、Al、50 mL ポリ瓶 3 個に試料 ID 及びそれぞれに Be1 及び Be2、Al と記入する。
 - ✓ できればビーカーは直に記入せず、メンディングテープ に記載したものを貼ること。
- 下のクランプにカラムを固定し、その下にディスポーザブルカップを置く。
 - ✓ カラム先端がカップに上面より少し下の位置になるように カラム高さを調整する。また、カップはカラム先端に縁が 近くなるように(くっつけないで)置くこと。
- カラムに 20%エタノールを入れる。
 - ✓ 方法は、「5.3.3 ムロマックミニカラム目皿の親水化処理」 参照のこと。
- カラムに洗瓶で超純水を10 mL 程度入れる。
 - ✓ カラム内部全体が濡れるように入れること。
- ピペットでカラムに洗浄済み陽イオン交換樹脂を 10 mL 入れる。
 - ✓ 樹脂の量は、カラムの目印を参考にすること。
 - ✔ ピペット水も含めて樹脂を取り、ゆっくりカラムに注ぎ、樹脂内部に乱れた構造や気泡がないように、また樹脂上面が水平になるように入れること。もし樹脂がうまくカラムに入らなかった場合は、超純水を加えて吸い出し、再度注ぎ直すこと。
 - ✓ 樹脂保管容器の水が少ない場合は、超純水を足すこと。
- カラムの上に 50 mL 注射器がくるように移動する。
- 50 mL 注射器に洗瓶で超純水を 30 mL 入れ、常に樹脂の 上 1 cm 以上に水がたまった状態になるように三方ストップコックを調整して水を流し、カラムから水が一定間隔で流れていること(流速)を確認する。また、チェックリストに作業をしたことをチェックし、作業日を記入する(付録 記録用紙「陽イオン交換」参照)。
 - ✓ カラムから水が出てこない、または遅い場合は、カラムに 樹脂が正常に充填できていない(気泡の混入等)ため、 樹脂を再度入れ直すこと。
 - ✓ 樹脂の量が変化してしまった場合は、追加または減らし、 再度超純水を入れて、流速を確認すること。
 - ✓ 流量が確認できたら、三方ストップコックの調整は作業が

カラムの準備

カラムの準備(続)

溶離液等の準備

終わるまで原則行わないこと。ただし、試料のローディン グ後、流速が極端に遅くなった場合などは調整する。

- ✔ 超純水が流し終わったら、次ページの「陽イオン交換樹 脂のコンディショニング」を行い、樹脂が常に湿っている 状態にしておくこと。この段階で一晩程度中断する場合 は、超純水を最後まで流しきらず、さらに超純水を加えて カラムの縁近くまで水がたまった状態にし、カラムに付随 していたキャップを締め、カラムの上にパラフィルムをかけ るなどして、埃が入らないようにしておくこと。
- ディスポーザブルカップにたまった水を捨てる。
- 500 mL テフロン瓶にメンディングテープを貼り、入れる溶液 名 (6M HCl、3M HCl、1.2M HCl、0.5M HCl-0.1% H₂O₂)及 び作製日を記入する。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロ ピペットで超純水とHClを入れ、6M(19.9%) HClを作製す る。
 - ✔ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ HCl(mL) = 1.12×超純水(mL)
 - ✓ 40 mL×カラム数以上作製すること。11 カラム分作製する 際は、超純水 215 mL、HCl 241 mL。
 - ✓ 前日に準備してもよい。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロ ピペットで超純水とHCIを入れ、3M(10.4%) HCIを作製す る。
 - ✔ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ HCl(mL) = 0.358×超純水(mL)
 - ✓ 40 mL×カラム数以上作製すること。11 カラム分作製する 際は、超純水 335 mL、HCl 120 mL。
 - ✓ 前日に準備してもよい。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロ ピペットで超純水と HCI を入れ、1.2M(4.3%) HCI を作製 する。
 - ✓ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ HCl(mL) = 0.119×超純水(mL)
 - ✓ 60 mL×カラム数以上作製すること。11 カラム分作製する 際は、超純水 600 mL、HCl 71 mL。

溶離液等の準備(続) \downarrow 試料の溶解

陽イオン交換樹脂のコンディシ

ョニング

✓ 前日に準備してもよい。

- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロ ピペットで HCl と超純水と H₂O₂ を入れ、0.5M(1.8%) HCl-0.1% H₂O₂を作製する。
 - ✓ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ 超純水量を決め、下記の連立方程式を解いて、HCl 量、 H₂O₂量を決めること。単位は、それぞれ mL とする。
 - 21.64×HCl-1.11×H₂O₂=超純水
 - -1.18×HCl+332×H₂O₂=超純水
 - ✓ 40 mL×カラム数+共洗い分以上作製すること。11 カラム 分作製する際は、超純水 450 mL、HCl 20.87 mL、H2O2
 - ✓ 超純水と HCl の添加まで前日に準備してもよいが、H2O2 の添加は、使用直前に行うこと。
- マイクロピペットチップを 0.5M HCI-0.1% H₂O₂ で共洗いす
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- 試料の入ったテフロンビーカーに 5 mL マイクロピペットで 0.5M HCI-0.1% H₂O₂ 2 mL 加え、乾固物を溶解する。
 - ✓ 完全に溶けたか LED ライトで溶液中を照らして確認する こと。溶け残りがあれば、さらによく混ぜるか、ホットプレー トで少し温めて溶解させる。温めすぎて、溶液の粘度を上 げないこと。
 - ✓ マイクロピペットチップは後で使うため、目印を付け、その ままにしておくこと。
- 50 mL 注射器に 6M HCl 40 mL (4 カラム分) 入れ、常に樹 脂の上1 cm 以上に液がたまった状態で、カラムから液が一 定間隔で流れていることを確認する。また、チェックリストに 作業をしたことをチェックし、作業日を記入する(付録 記録 用紙「陽イオン交換」参照)。
 - ✓ 超純水の状態で中断していた場合は、超純水を流しきっ てから行うこと。
 - ✔ 樹脂の体積が減少する。
- 50 mL 注射器に超純水 20 mL(2 カラム分)入れ、カラムに 流す。

陽イオン交換樹脂のコンディ ショニング(続) 試料のローディング Be の溶離と溶離液の乾固

- ✓ 樹脂の体積が元に戻る。
- コンディショニングをしている間にスポイトを使用数分すべて0.5M HCl-0.1% H₂O₂ で共洗いする。
 - ✓ 0.5M HCl でもよい。
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- カラム下のディスポーザブルカップを、ポリ瓶 (Be1) に替える。
- ▼ スポイトで試料溶液をよくかき混ぜてから吸い、カラムに直接ゆっくり入れる。
 - ✓ スポイトは試料ごとに替えること。
- ● 試料が入っていたテフロンビーカーに 0.5M HCI-0.1% H₂O₂
 1 mL 入れ、スポイトとともにすすいで、同様にカラムに入れる。
- 上記操作を繰り返す。
- 50 mL 注射器に 0.5M HCl-0.1% H₂O₂ 36 mL(3.6 カラム分) 入れ、カラムに流す。
- カラム下のポリ瓶 (Be1) を、ポリ瓶 (Be2) に替え、ポリ瓶 (Be1) は蓋をして、パラフィルムを巻く。
- 50 mL 注射器に 1.2M HCl を 20 mL(2 カラム分)入れ、カラムに流す。
- カラム下のポリ瓶を、テフロンビーカー (Be) に替え、ポリ瓶 (Be2) は蓋をして、パラフィルムを巻く。
- 50 mL 注射器に 1.2M HCl を 40 mL (4 カラム分) 入れ、カラムに流す。
 - ✓ カラムから液が出なくなるまで待つこと。
- カラム下のテフロンビーカーを、ポリ瓶(AI)に替える。
- 溶離液の入ったテフロンビーカーを 150°C ホットプレートに 乗せ、溶液を蒸発乾固し、蒸発乾固後の試料状態を記録 用紙に記載する(付録 記録用紙「陽イオン交換」参照)。
 - ✓ 乾固物は、無色~薄い黄色。ブランク試料の乾固物が茶 褐色であれば、カラムから出た樹脂が焦げたものなので、 すべての乾固物に 1.2M HCl と 30% H₂O₂ をそれぞれ 1 mL 程度ずつ加えて、再度蒸発乾固し、樹脂を分解す る。

カラムの片付け

- 50 mL 注射器に 3M HCl を 10 mL (1 カラム分) 入れ、カラムに流す。
- カラム下のポリ瓶(Al)を、テフロンビーカー(Al)に替え、ポリ瓶は蓋をする。
- 50 mL 注射器に 3M HCl を 20 mL (2 カラム分) 入れ、カラムに流す。
 - ✓ カラムから液が出なくなるまで待つこと。
- カラム下のテフロンビーカー(Al)を、ポリ瓶(Al)に替える。
- 50 mL 注射器に 3M HCl を 10 mL (1 カラム分) 入れ、カラムに流す。
- カラム下のポリ瓶(Al)を、ディスポーザブルカップに替え、 ポリ瓶は蓋をして、パラフィルムを巻く。
- 溶離液の入ったテフロンビーカーを 150°C ホットプレートに 乗せ、溶液を蒸発乾固し、蒸発乾固後の試料状態を記録 用紙に記載する(付録 記録用紙「陽イオン交換」参照)。
 - ✓ 乾固物は、無色~薄い黄色。
- 50 mL 注射器に超純水を 50 mL 程度入れ、カラムに流す。✓ 廃液は酸廃液タンクへ廃棄すること。
- カラムに入った樹脂はドラフトチャンバー内で乾燥させてから、使用済みイオン交換樹脂を集めた瓶に入れる。カラムはプラスチック廃棄物として捨てる。三方ストップコック及び 50 mL 注射器は自然乾燥して、再利用する。
- - ✓ ベリリウム及びAIが溶出できていなければ、これらの溶離液に入っている可能性があるため、蒸発乾固させ、再度陽イオン交換により回収すること。

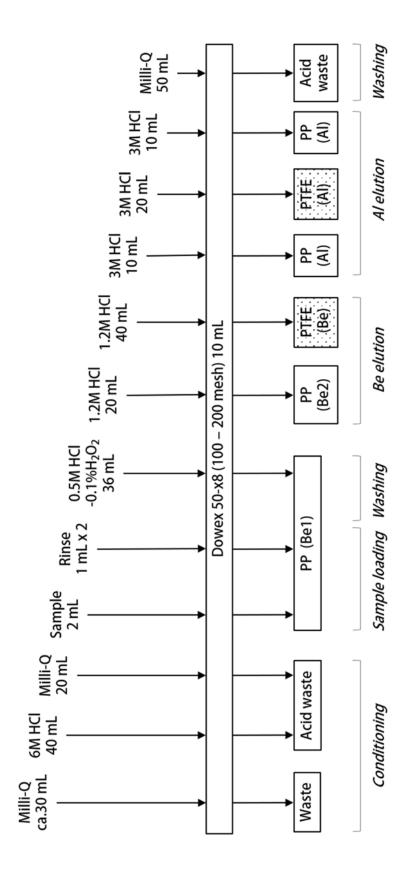


Fig. 3.9 陽イオン交換のフロー

3.10 沈殿生成及び洗浄

水酸化ベリリウムを沈殿させ、洗浄、溶解、再沈殿を繰り返すことで、 10 Be 測定の際の妨害核種となる 10 B を含むホウ素を除去する。 Table 3.10 に用いる器具類を示す。

試薬等: HNO3(ホウ素定量用)、NH4OH(特級)

Table 3.10 沈殿生成及び洗浄で用いる器具類

	数量	備考
シリンジ	〔試料+1〕個	PP 製、12 mL、横口
フィルター	[試料+1]個	ADVANTEC 製 DISMIC-25HP045AN
スポイト	[試料+1]個	1 mL、15 cm 程度の長さのあるもの
15 mL 遠沈管	[試料+1]個	PP製
遠沈管立て	1~2個	
5 mL マイクロピペット	3 本	
20 mL テフロンジャー	1個	PFA 製
500 mL テフロン瓶	2 本	PFA 製
100 mL メスシリンダー	1本	PP製
油性ペン	1本	
メンディングテープ	適量	
高輝度 LED ライト	1本	
ミキサー	1台	ASONE 製 TRIO TM-1
遠心機	1台	KUBOTA 製テーブルトップ遠心機 4000

試薬の準備と器具の洗浄 試料の溶解 \downarrow 試料のろ過

- テフロン瓶とテフロンジャーにメンディングテープを貼り、入れる溶液名(テフロン瓶:3M NH4OH または 3M HNO3、テフロンジャー:超純水)を記入する。
- マイクロピペットチップに、扱う溶液名(NH₄OH、HNO₃、超 純水)を記入する。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロピペットで超純水と NH₄OH を入れ、3M(5.2%) NH₄OH を作製する。
 - ✓ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。
 - ✓ NH₄OH(mL) = 0.29 × 超純水(mL)
 - ✓ 8 mL×〔試料+1〕以上作製すること。
- 500 mL テフロン瓶に 100 mL メスシリンダーと 5 mL マイクロ ピペットで超純水と HNO₃ を入れ、3M(17.2%) HNO₃ を作 製する(付録 記録用紙「試薬調製」参照)。
 - ✓ HNO₃(mL)=0.29×超純水(mL)
 - ✓ 7 mL×〔試料+1〕以上作製すること。「3.11.1 ベリリウムの酸化」及び「3.11.2 アルミニウムの酸化」の洗浄用にさらに数 mL×〔試料+1〕作っておくとよい。
- ▼ スポイト、シリンジ、フィルター、遠沈管に試料 ID を記入する。
 - ✓ 遠沈管は、本体と蓋と両方に記入すること。
- シリンジにフィルターを付ける。
- シリンジに 3M HNO₃ 3 mL 程度を入れ、押し出してシリンジ とフィルターを洗浄する。
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- HNO₃を分取した 5 mL マイクロピペットで乾固試料の入った テフロンビーカーに 3M HNO₃ 2 mL を入れ、溶解する(Fig. 3.10-1)。
 - ✓ 完全に溶けたか LED ライトで溶液中を照らして確認する こと。溶け残りがあれば、さらによく混ぜるか、ホットプレー トで少し温めて溶解させる。温めすぎて、溶液の粘度を上 げないこと。
- スポイトを 3M HNO3 で共洗いする。
 - ✓ 廃液は酸廃液タンクに廃棄すること。
- テフロンビーカー中の試料溶液をスポイトでシリンジに移し、

試料のろ過(続)

即座にろ過して、ろ液を遠沈管に入れる。

- ✓ スポイト、シリンジ等は試料ごとに替えること。
- 5 mL マイクロピペットでテフロンビーカーに超純水 1 mL を入れ、スポイトとともにすすいで、同様にろ過して、ろ液を遠沈管に入れる(Fig. 3.10-1)。
 - ✓ この操作を繰り返す。

- NH₄OH を分取した 5 mL マイクロピペットで遠沈管に 3M NH₄OH 4 mL 入れ、ミキサーで振とうする(Fig. 3.10-2)。
 - ✓ 白いジェル状の Be(OH)₂が沈殿する。
- 遠心分離(3000 rpm×5分)する。
- 上澄みをBe 廃液瓶に廃棄する。
 - ✓ 遠沈管を少し傾け、沈殿がしっかり遠沈管の下に固まっていることを確認してから、上澄みを直接廃液瓶に廃棄すること。くれぐれも沈殿を廃液瓶に捨てないこと。
- 5 mL マイクロピペットで遠沈管に 3M HNO₃ 2 mL を入れ、 ミキサーで振とうする。
 - ✓ Be(OH)₂が溶解する。
- 5 mL マイクロピペットで遠沈管に 3M NH₄OH 4 mL を入れ、 ミキサーで振とうする。
 - ✓ 白いジェル状の Be(OH)₂が沈殿する。
- 遠心分離(3000 rpm×5分)する。
- 上澄みをBe 廃液瓶に廃棄する。
- 洗浄後の沈殿の試料状態を記録用紙に記入する(付録 記録用紙「沈殿生成及び洗浄」参照)。

沈殿生成

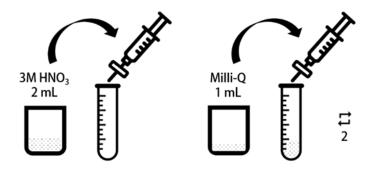


Fig. 3.10-1 試料の溶解とろ過

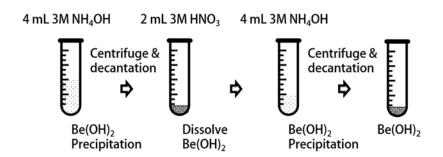


Fig. 3.10-2 沈殿生成

3.11 酸化

回収したベリリウム、AIをそれぞれ乾燥させた後、高温加熱して酸化物にする。

3.11.1 ベリリウムの酸化

回収したベリリウムをホットプレート上で乾燥させた後、電子レンジるつぼを用いて高温加熱して酸化物にする(Fig. 3.11.1-1)。Table 3.11.1 に用いる器具類を示す。

試薬等: エタノール(特級)、超純水、3M HNO3(3.10 節で作製したもの)

Table 3.11.1 ベリリウムの酸化で用いる器具類

	数量	備考
 電子レンジるつぼ	1個	
ピンセット	1本	必要に応じて
スポイト	[試料+1]個	1 mL、15 cm 程度の長さのあるもの
ミニ石英ビーカー及び蓋	各[試料+1]個	
ポリプロピレン製バット	1 個	320 mm×230 mm×52 mmH
20 mL テフロンジャー	2 個	
プラスチック容器	1個	ミニ石英ビーカーが保管できる大きさのもの
油性ペン	1本	
キムタオル	数枚	
キムワイプ	適量	必要に応じて
パラフィルム	適量	
超純水用洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの
電子レンジ	1台	500 W 設定できるもの
天秤	1台	ザルトリウス製 ME235S
デシケーター	1台	
遠心機	1台	KUBOTA 製テーブルトップ遠心機 4000;
		必要に応じて

電子レンジるつぼの空焼き

■ 電子レンジをドラフトチャンバー内に設置する。

- 電子レンジるつぼを電子レンジに入れ、500 W×5 分で空焼きする。
 - ✔ 使用する前日か当日に行うこと。

ドラフトチャンバー及びホットプレート作業面の準備

エタノールを染みこませたキムタオルでドラフトチャンバー及 びホットプレートの作業面等を拭く。

- スポイトに試料 ID を記入する。
- テフロンジャーに 3M HNO₃ 及び超純水をそれぞれ 15 mL 程度入れる。
- スポイトをテフロンジャーに入れた 3M HNO₃ で洗浄した後、 超純水でよくすすぐ。
- ミニ石英ビーカー及び蓋の質量をはかり、記録用紙に記入 する(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレ ス」参照)。
 - ✓ 必要に応じて、ピンセットで扱うこと。
 - ✓ 以後、ビーカーと蓋のセットが変わらないように扱うこと。
 - ✓ 汚染防止のため、ミニ石英ビーカー及び蓋に油性ペンで 試料 ID 等の印は書かないこと。
- ミニ石英ビーカーをホットプレート上に並べ、試料の配置予 定をノート等に記録する。

スポイト及びミニ石英ビーカー の準備

- 遠沈管中の Be(OH)₂をスポイトで石英ビーカーに移す。
 - ✓ スポイトは試料ごとに替えること。
 - ✓ 必要なら遠心分離器で遠沈管の底に集積させて移す作業を繰り返す。
 - ✓ Be(OH)₂ の入れる量は、ミニ石英ビーカーの高さ半分までとする。一度に入らない場合は、残しておく。
- 80℃ホットプレートで加熱し、乾燥させる。
 - ✓ 突沸に注意し、この段階で温度を上げ過ぎないこと。
 - ✓ Be(OH)₂ が一度に入らなかった場合は、乾燥後、残して おいた Be(OH)₂を加え、全量が乾燥するまで繰り返す。
- ホットプレートを150℃程度に上げ、十分乾燥させる。
 - ✓ 1~2時間かかる。
- ミニ石英蓋で蓋をする。
 - ✓ 違う試料用の石英蓋で閉めないように、注意すること。

ホットプレートでの乾燥

電子レンジでの焼結

- 電子レンジをドラフトチャンバー内に設置する。
- 試料入りのミニ石英ビーカーを電子レンジの回転皿上に乗 せた試料用電子レンジるつぼの上に置く(Fig. 3.11.1-2)。
- 位置目印のミニ石英蓋を置き、試料の配置をノート等に記 録する。
- 電子レンジるつぼの蓋を閉め、電子レンジに入れる。
 - ✓ 電子レンジるつぼはもろいので、ぶつけたり、こすったり せず蓋を閉めること。
 - ✔ 回転皿は、電子レンジるつぼ内のミニ石英ビーカーが動 かないように慎重に運ぶこと。
- 電子レンジで 500 W×15 分加熱する。
 - ✓ 酸化ベリリウム(BeO)生成。
 - ✔ 電子レンジるつぼを取り出して、上部ののぞき口の中がオ レンジ色になっていなければ、加熱が不十分なので、さら に数分加熱すること(電子レンジるつぼが劣化してくると、 その傾向が強くなる)。
- 電子レンジから回転皿ごと電子レンジるつぼを出し、ドラフト チャンバー内で放冷する。
 - ✔ 回転皿は、保護手袋を付け、電子レンジるつぼ内のミニ 石英ビーカーが動かないように慎重に運ぶこと。また、電 子レンジるつぼ上部ののぞき口付近は高温になっている ので、注意すること。
 - ✓ 放冷中は、「高温注意」の張り紙をしておくこと。
- 放冷後、電子レンジるつぼの蓋を開け、試料入りのミニ石英 ビーカーをバットに取り出す。
 - ✓ 電子レンジるつぼの蓋は、ゆっくり、まっすぐ上に持ち上 げ、るつぼがこすれて出た粉がミニ石英ビーカーにかか らないように開けること。ミニ石英ビーカー等に粉がつい ていたら、キムワイプで拭き取ること。
 - ✓ ミニ石英ビーカーの蓋を落とさないように取り出すこと。

酸化ベリリウムの計量及び保管

- 試料入りミニ石英ビーカー及び蓋の質量をはかり、記録用 紙に記入する(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへ のプレス|参照)。
- 生成した BeO 量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録 用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。

酸化ベリリウムの計量及び保管(続)

- ミニ石英ビーカーと蓋をパラフィルムで巻き、蓋に試料 ID を 記入する。
- ミニ石英ビーカーをプラスチック容器に入れ、プレスまでデ シケーター内で保管する。

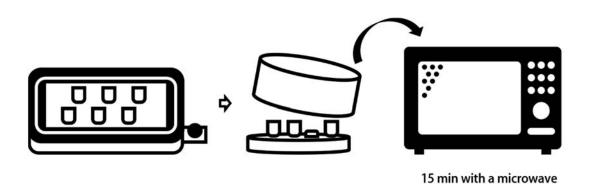


Fig. 3.11.1-1 ベリリウムの酸化

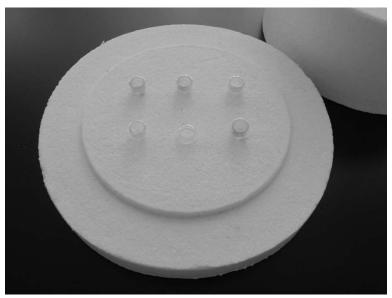


Fig. 3.11.1-2 電子レンジるつぼ状に並べたミニ石英ビーカー 手前真ん中は、位置目印用ミニ石英蓋

3.11.2 アルミニウムの酸化

回収したアルミニウムをホットプレート上で乾燥させた後、マッフル炉を用いて高温加熱して酸化物にする(Fig. 3.11.2)。Table 3.11.2-1 に用いる器具類を示す。

試薬等: エタノール(特級)、超純水、3M HNO3(3.10 節で作製したもの)

Table 3.11.2-1 アルミニウムの酸化で用いる器具類

	数量 備考	
ミニ石英ビーカー及び蓋	各[試料+1]個	
ポリプロピレン製バット	1 枚	320 mm×230 mm×52 mmH
スポイト	[試料+1]個	1 mL、15 cm 程度の長さのあるもの
1000 μL マイクロピペット	1本	
20 mL テフロンジャー	2 個	
プラスチック容器	1個	ミニ石英ビーカーが保管できる大きさのもの
油性ペン	1本	
アルミナ板	1 枚	マッフル炉用
キムタオル	数枚	
パラフィルム	適量	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
マッフル炉	1台	伊勢久製 DD-1500T
天秤	1台	ザルトリウス製 ME235S
デシケーター	1台	
ホットプレート	1台	テフロンシートを敷いたもの

レート作業面の準備 スポイト及びミニ石英ビーカー の準備 試料の溶解 \downarrow ホットプレートでの乾燥 \downarrow マッフル炉での焼結

ドラフトチャンバー及びホットプ

エタノールを染みこませたキムタオルでドラフトチャンバー及びホットプレートの作業面等を拭く。

- スポイトに試料 ID を記入する。
- スポイトを 3M HNO3 で洗浄した後、超純水で良くすすぐ。
- ミニ石英ビーカー及び蓋の質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。
 - ✔ 以後ビーカーと蓋のセットが変わらないように扱うこと。
 - ✓ 汚染防止のため、ミニ石英ビーカー及び蓋に油性ペンで 試料 ID 等の印は書かないこと。
- ミニ石英ビーカーをホットプレート上に並べ、試料の配置予 定をノート等に記録する。
- 超純水で共洗いした 1000 μL マイクロピペットで乾固試料の 入ったテフロンビーカーに超純水 500 μL を入れ、試料をよく溶かす。
- 試料を溶解した溶液をスポイトでミニ石英ビーカーに移す。
 - ✓ よく混ぜてから移すこと。
 - ✓ スポイトは試料ごとに替えること。
- 80℃ホットプレートで加熱し、乾燥させる。
 - ✓ 突沸に注意すること(段階で温度を上げ過ぎないこと)。
- ホットプレートを150℃程度に上げ、十分乾燥させる。
 - ✓ 1~2時間かかる。
- アルミナ板をキムタオルでから拭きする。
- 試料入りのミニ石英ビーカーの蓋を閉め、マッフル炉用アルミナ板の上に置く。
- 試料の配置をノート等に記録する。
- ▼ッフル炉に入れ、900℃で1時間加熱する。
 - ✓ アルミナ板上のミニ石英ビーカーが動かないように慎重に 運ぶこと。
 - ✓ マッフル炉の温度プログラムは Table 3.11.2-2 参照。
 - ✓ 酸化アルミニウム(Al₂O₃)生成。
- ▼ッフル炉内で放冷する。
- 放冷後、試料入りのミニ石英ビーカーをバットに取り出す。
 - ✓ ミニ石英ビーカーの蓋を落とさないように取り出すこと。

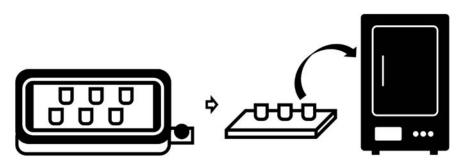
 \downarrow

酸化アルミニウムの計量及び 保管

- 試料入りミニ石英ビーカーの質量をはかり、記録用紙に記入する(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。
- 生成した Al₂O₃量を求め、記録用紙に記入する(付録 記録 用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。
- ミニ石英ビーカーと蓋をパラフィルムで巻き、蓋に試料名を 記入する。
- ミニ石英ビーカーをプラスチック容器に入れ、プレスまでデ シケーター内で保管する。

Table 3.11.2-2	マッフル炉の温度プログラム
----------------	---------------

ステップ	温度(℃)	時間(h)	備考
1	-	0	
2	600	2.00	600℃に2時間で昇温
3	900	2.00	900℃に2時間で昇温
4	900	1.00	900℃を1時間キープ
5	-		



900°C × 1 h with a muffle furnace

Fig. 3.11.2 アルミニウムの酸化

3.12 試料のカソードへのプレス

生成した BeO 及び Al₂O₃ にそれぞれニオブまたは銀粉末を混ぜた後、カソードに詰める。

3.12.1 ニオブ粉末、銀粉末の準備

試料量に合わせたニオブまたは銀粉末を測り取る。Table 3.12.1 に用いる器具類を示す。

試薬等: ニオブ粉末(高純度化学研究所製ニオブ粉末、純度 3N、M45 μm 以下)、銀粉末(富士フイルムワコーケミカル製銀粉、純度 99.0%以上)

Table 3.12.1 ー タノ 初木、鉱材木の中間 C 用 V の 品 兵 規			
	数量	備考	
アルミシート	[試料+1]枚	ニオブ粉末用、100×100	
薬包紙	[試料+1]枚	銀粉末用、90×90	
ミクロスパーテル	2 本		
チャック付きポリ袋	2 枚		
油性ペン	1本		
天秤	1台	ザルトリウス製 ME235S	
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101	
デシケーター	1台		

Table 3.12.1 ニオブ粉末、銀粉末の準備で用いる器具類

必要なニオブ粉末または銀粉 末の計算 ■ 3.11.1 項で作製した BeO 量の 4 倍の量を、また 3.11.2 項で 作製した Al₂O₃ 量の 1.3 倍の量を求める(付録 記録用紙 「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。

粉末の計量

- 計算結果に基づき、ミクロスパーテルで必要量の粉末をアルミシートまたは薬包紙にはかり取る。
 - ✓ ミクロスパーテルはニオブ粉末、銀粉末それぞれ別のものを使用し、また使用前に静電気除去装置にかけること。
 - ✔ アルミシートまたは薬包紙の風袋を引き、測り取ること。
- アルミシート及び薬包紙に、対応試料 ID、取った粉末の質量を記載し、記録用紙にも記入する(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。
- アルミシート及び薬包紙は、それぞれチャック付きポリ袋に まとめて入れ、プレスまでデシケーターで保管する。

※アルミシート及び薬包紙の折り方は、下記の薬包紙の折り方を示したホームページ等を参考にする。 http://www.gunma-ct.ac.jp/staff/nakajima/Lecture/PowderPaper.pdf(参照: 2019 年 7 月 1 日)

3.12.2 試料のカソードへのプレス

それぞれの試料は、粉末状酸化物であり、特に BeO は特定化学物質であるため、ドラフトチャンバー内で手動のプレス機を用いる。その際、静電気除去装置も使い、飛散しないように気をつけること。一方、Al₂O₃ は炭素-14 同様、自動プレス機で行う。 Table 3.12.2 に用いる器具類を示す。

試薬等:エタノール(特級)、ニオブ粉末及び銀粉末(3.12.1 で用意したもの)

Table 3.12.2 試料のカソードへのプレスで用いる器具類

	数量	備考
プレス冶具	各[試料+1]セット	ベリリウム用、アルミニウム用
ミクロスパーテル	[試料+1]×2本	
銅製カソード	〔試料+1〕×2個	
チャック付きポリ袋	〔試料+1〕×2枚	ユニパック A
チャック付きポリ袋	2 枚	上記が複数入る大きさのもの
ホーロー製バット	2 枚	295 mm×235 mm×35 mmH
アルミホイル	1本	
薬包紙	〔試料+1〕×2枚	
アルミシート	〔試料+1〕×2枚	
油性ペン	1本	
キムワイプ	適量	
キムタオル	適量	
パラフィルム	適量	
サニメント手袋	〔試料+1〕×2双	
天秤	1台	ザルトリウス製 ME235S
手動プレス機	1台 Parr Instrument 製、ベリリウム用	
自動プレス機	1台 マイクロニクス製、アルミニウム用	
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101
デシケーター	1台	

ドラフトチャンバー内作業面の 準備

1

プレス冶具等の準備

1

試料のプレス

- エタノールを染みこませたキムタオルで作業面等を拭く。
- 作業面にアルミホイルを敷き、その上にバットと静電気除去 装置を設置する。
- Be 用、Al 用それぞれの洗浄済みプレス治具を用意する。
- プレスしたカソードを入れるチャック付きポリ袋(ユニパックA)に試料名を記載する。
- 保護手袋の上に、サニメント手袋を付ける。
- アルミシートまたは薬包紙それぞれ 1 枚をバットの上に置き、その上に試料入り石英ビーカー、プレス冶具、ミクロスパーテルを、またバットの上に試料名の書いたチャック付きポリ袋(ユニパック A)、計量済みのニオブ粉末または銀粉末、各 1 個を置く。
 - ✓ BeO を扱う場合はアルミシート、Al₂O₃を扱う場合は薬包 紙を使用すること。
 - ✓ 試料入りビーカーとミクロスパーテルは静電気除去装置 にかけること。
- 試料入り石英ビーカーに試料が BeO であればニオブ粉末 を、 Al_2O_3 であれば銀粉末を加え、ミクロスパーテルを使って 良く混ぜる(Fig. 3.12.2-1)。
 - ✓ 試料に対応するニオブ粉末または銀粉末を入れること。
 - ✓ 石英ビーカーの内壁や蓋についた試料もこそぎ落としながら混ぜること。
- アルミシートまたは薬包紙を天秤で風袋処理し、その上に 混ぜた試料を乗せ、質量をはかり、記録用紙に記入する (付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参 照)。
- 試料と粉末を混ぜたものをプレス冶具に入れる。
 - ✓ プレス治具のくみ上げ方は、センター所有の「ペレトロン 年代測定炭素 14 年代測定法前処理マニュアル α VII-グ ラファイトのカソード詰め」を参照すること。
- ベリリウム試料は、手動プレス機(圧力:200 psi)で、アルミニウム試料は自動プレス機でプレスする(Fig. 3.12.2-2 及びFig. 3.12.2-3)。
 - ✔ 手などを挟まないように注意すること。
 - ✓ 薬包紙に取り出した試料量が BeO+Nb で 2.5 mg、

試料のプレス(続) ↓ Al₂O₃+Ag で 4 mg 以下の場合は、さらにニオブ粉末または銀粉末のみを入れ、プレスする。追加したニオブ粉末または銀粉末の重さを記録用紙に記入すること(付録 記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」参照)。

- ・ 自動プレス機の使用方法は、センター所有の「ペレトロン 年代測定炭素 14 年代測定法前処理マニュアル α VII-グ ラファイトのカソード詰め」を参照すること。
- プレス治具からカソードを取り出し、試料名を書いたチャック付きポリ袋(ユニパック A)に入れる。
- 石英ビーカーと蓋をパラフィルムで固定する。
- アルミシートまたは薬包紙、ミクロスパーテル、プレス冶具を 片付け用バットに入れる。
 - ✓ Be 用、Al 用、それぞれ別々に集めておくこと。
- 上記を作製カソード分繰り返す。
 - ✓ 手袋を試料ごとに交換すること。

- 作製したカソード入りチャック付きポリ袋(ユニパック A)をまとめて、チャック付きポリ袋(大きめのもので、入れたものの情報を記載したもの)に入れ、AMS 測定までデシケーター中で保管する。
- 石英ビーカーと蓋は、AMS 測定が終わるまでデシケーター 内で保管する。
- アルミシートは不燃物として、薬包紙は可燃物として廃棄する。
 - ✓ Be が付着したアルミシートは Be 廃棄物として廃棄すること。
- ミクロスパーテル、プレス治具はエタノールを染みこませたキムワイプで付着した試料を拭き取った後、洗浄する。
 - ✓ キムワイプは、Be 廃棄物として廃棄すること。
- ドラフトチャンバー内を片付ける。
 - ✓ 作業面に敷いたアルミホイルは、Be 廃棄物として廃棄すること。

片付け

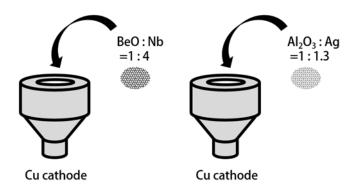


Fig. 3.12.2-1 カソードとプレスする試料



Fig. 3.12.2-2 手動プレス機



Fig. 3.12.2-3 自動プレス機

3.13 AMS 測定の準備及び後始末

手順は、他の核種の測定と同様だが、ここでは、Be 及び Al 測定に関する注意点のみを示す。

3.13.1 準備

ベリリウム測定カソードをホイールに詰め込む際は、ドラフトチャンバー内で行い、カソードからBeOが出ていないか確認してから詰める。もしカソードからBeOが出ている場合はチャック付きポリ袋を空けずに、試料調製を行う実験室にて、再度プレスし直すこと。

3.13.2 後始末

測定済みのカソードは、Be の場合は Be 廃棄物として、Al の場合は金属廃棄物として廃棄する。再測定に向け、保管しておく場合は、ホイールごとチャック付きポリ袋に入れるなど、試料、特に BeO が飛散しない状態にすること。また、保管してあった試料は、不要になった時点で処分する。陽イオン交換時のポリ瓶(Bel 及び Be2)は Be 廃液として、ポリ瓶(Al)は酸廃液として扱うこと。

4. 石英以外の鉱物の除去方法

石英以外の鉱物が多い場合、「3.2 粉砕及び篩過」以降、「3.5 フッ化水素酸処理」までに下記の手法 を適宜行い、石英以外の鉱物を除去する。

4.1 マグネチックセパレーターを用いた磁性分離

雲母類、角閃石類など磁性鉱物の除去にマグネチックセパレーター(Fig. 4.1)を用いる。「3.2 粉砕及び篩過」後に行う。詳しい手順は、装置マニュアルを参照すること。



Fig. 4.1 マグネチックセパレーター (ニチカ製電磁分離器(LB-1))

4.2 ハンドピック

目視できる有色鉱物が「3.2 粉砕及び篩過」から「3.4 塩酸処理」の作業後に少量入っている場合、または「3.5 フッ化水素酸処理」中に石英以外の鉱物が入っている場合に行う。黒雲母など濃い色の有色鉱物が含まれている場合は、乾燥試料が扱いやすいが、長石など白色の鉱物の場合は、水で濡れている試料の方が識別しやすい。必要に応じて、付録 記録用紙「石英以外の鉱物の除去」に処理後の試料質量を記入する。Table 4.2 に用いる器具類を示す。

数量 備考 先が尖ったピンセット 竹串でもよい 1本 ペトリ皿蓋 2個 φ 100×10 mm ペトリ皿のもの チャック付きポリ袋 試料数分 油性ペン 1本 Nikon 製 SMZ800N 双眼実体顕微鏡 1台 静電気除去装置 1台 ASONE 製 MYC-101

Table 4.2 ハンドピックで用いる器具類

不要鉱物の除去
↓



- 試料をペトリ皿蓋に入れる。
 - ✓ 乾燥試料の場合、静電気除去装置を適宜用いて、試料 が飛び散らないようにすること。
- 目視または双眼実体顕微鏡下でピンセット等を用いて不要 鉱物を取り出し、別のペトリ皿蓋に入れる。
- 残った鉱物は次の作業に適した方法で保管する。
- ペトリ皿蓋に取り出した有色鉱物は、試料 ID と作業名を書いたチャック付きポリ袋に入れ、AMS 測定が終わるまで保管する。

4.3 重液分離

重液 SPT (ポリタングステン酸ナトリウム)を用いて比重により石英を分離する。「3.4 塩酸処理」後に行う。必要に応じて、付録 記録用紙「石英以外の鉱物の除去」に処理後の試料質量を記入する。詳しい手順は、当センターで作成しているマニュアル「東濃地科学センターにおける電子プローブマイクロアナライザを用いた化学組成分析に基づき重鉱物組成を迅速に推定するための試料処理及び分析手順」⁶⁾を参照すること。また、前述のマニュアル ⁴⁾や壇原ら(1992) ⁷⁾も参考になる。

4.4 抽出石英の確認

以下に、双眼実体顕微鏡を用いた石英及びその他鉱物の確認方法を示す。なお、確認した結果を画像で残したい場合は、デジタルマイクロスコープを用いるとよい。Table 4.4-1 に用いる器具類を示す。

	数量	備考
先が尖ったピンセット	1本	竹串でもよい
ペトリ皿蓋	2 個	φ 100×10 mm ペトリ皿のもの
双眼実体顕微鏡	1台	Nikon 製 SMZ800N
静電気除去装置	1台	ASONE 製 MYC-101
デジタルマイクロスコープ	1台	キーエンス製 VHX6000;必要に応じて

Table 4.4-1 抽出石英の確認で用いる器具類

方法は、「4.2 ハンドピック」に従う。石英は、無色のため、有色の角閃石や輝石などは判別しやすい (Fig. 4.4-1)。ただし、石英中に入り込んでいる場合もあるので注意して観察する。特に中に入り込んだもの(Fig. 4.4-2)は、XRD や XRF では検出されない場合もあるので、顕微鏡観察が有効である。Fig. 4.4-2 のような入り込みであれば、ハンドピックやフッ化水素酸処理により除去できる。ただし、完全に石英中に入り込んだもの(Fig. 4.4-3)は、顕微鏡観察は難しく、デジタルマイクロスコープが必要となる。また、ハンドピック等による完全な除去は不可能なため、ある程度許容して、「3.6 キャリアの添加及び石

英溶解」の石英溶解の後、取り除くなどの対応が必要である。ただし、石英溶解の際、その入り込んだものも溶解している恐れがあるため、それを加味して解析すること。特に、26AI データに影響が懸念される。また、石英は無色であるが、フッ化水素酸処理等により、石英表面が腐食され、表面がガサつく、または粉が吹いたようになり、白色っぽく見える場合がある(Fig. 4.4-4)。その際、長石と判別しづらくなるが、Table 4.4-2 に示した特徴を参考に確認する。

Table 4.4-2 石英及び長石の特徴 8)

	色	外形	割れ方
石英	無色	六角錐	貝殼状
4 夹	透明	そろばん玉状	只放仏
斜巨 无	無色~白色	四角柱状	直方体
斜長石	透明~半透明	(長柱状)	旦刀件
カリ長石	白色、薄紅	四角柱状	直方体
	半透明	(長柱状)	旦万平

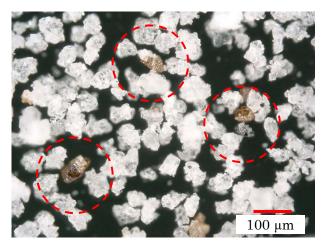


Fig. 4.4-1 有色鉱物が含まれる場合 点線で囲んだ部分の中心に有色鉱物が見られる。

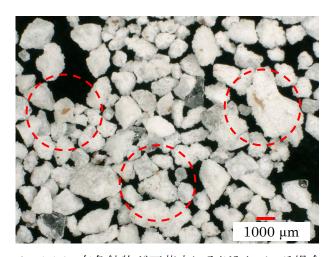


Fig. 4.4-2 有色鉱物が石英中に入り込んでいる場合 点線で囲んだ部分等に有色鉱物が見られる。

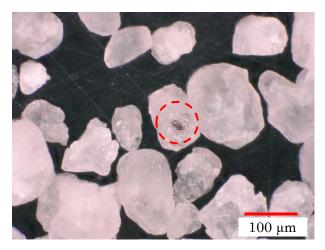


Fig. 4.4-3 有色鉱物が完全に石英中に入り込んでいる場合 点線で囲んだ部分等に有色鉱物が見られる。

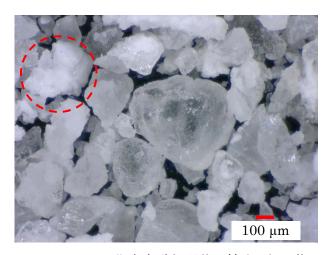


Fig. 4.4-4 フッ化水素酸処理後に抽出した石英 点線で囲んだ部分に粉が吹いたような白色っぽい石英が見られる。

5. 器具の洗浄方法

使用する器具は事前に洗浄しておく。酸・アルカリ洗浄槽や器具を乾燥する実験台は、他の作業者も使用するため、事前に使用のタイミングを調整しておくとともに、使用中は使用者がわかるように掲示すること。

5.1 ポリ瓶 (2 L 及び 50 mL)

超純水製造装置

Table 5.1 にポリ瓶の洗浄に用いる器具類を示す。

 数量
 備考

 中性洗剤
 適量

 スポンジ
 1個

 キムタオル
 適量

 ポリ袋
 1枚
 大きなもの

 超純水入り洗瓶
 1本

1台

Table 5.1 ポリ瓶の洗浄で用いる器具類

状態の確認	
	
中性洗剤による洗浄	
\downarrow	
乾燥	

- 破損等がないか確認する。
 - ✓ 2 L ポリ瓶は、使用により亀裂、変形が生じるので、よく確認すること。

Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ

- ✓ 破損や大きな変形があるものは廃棄すること。
- 埃等を水道水で流す。
- 中性洗剤をつけたスポンジで洗う。
- 水道水ですすぐ。
- 洗瓶に入った超純水ですすぐ。
- よく水を切る。
- ◆ キムタオルの上に置き、自然乾燥する。✓ 内部は乾きづらいので、途中で水を切ったりすること。
- 蓋を閉め、ポリ袋に入れて保管する。

5.2 ミクロスパーテル、薬さじ、ピンセット、ペトリ皿蓋、メスシリンダー、バット Table 5.2 にミクロスパーテル等の洗浄に用いる器具類を示す。

Table 5.2 ミクロスパーテル等の洗浄で用いる器具類

	数量	備考
中性洗剤	適量	
スポンジ	1個	メスシリンダーは、柄付きのものを使用する
		とよい
ポリプロピレン製バット	1 枚	445 mm×325 mm×70 mmH
キムタオル	適量	
プラスチックケース	適当数	
チャック付きポリ袋	適当数	
超純水入り洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ

中性洗剤による洗浄

● 埃等を水道水で流す。

- 中性洗剤をつけたスポンジで洗う。
 - ✓ メスシリンダーは、傷をつけないように、柔らかいスポンジ で洗うこと。
- 水道水ですすぐ。
- 洗瓶に入った超純水ですすぐ。

乾燥

- キムタオルを敷いたバットの上に置き、自然乾燥する。
 - ✓ 大きめのバットは、バットに入れず、キムタオルの上で乾燥すること。
- プラスチックケースまたはチャック付きポリ袋に入れて保管する。
 - ✓ ミクロスパーテル、薬さじ及びピンセットをチャック付きポリ袋に入れる場合は、先で袋を破かないように注意すること。

5.3 テフロンビーカー及び時計皿、テフロン瓶、ムロマックミニカラム、ミニ石英ビーカー及び蓋

石英の溶解やイオン交換、酸化物の調製などに用いるテフロンビーカー等は、油分や無機的成分を 取り除くため、中性洗剤による洗浄だけでなく、アルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による浸漬洗浄を行う。ま た、使用済みのテフロンビーカー及び時計皿は、汚れが内部に入り込んでいる可能性があるため、必 要に応じて事前に王水等で洗浄すること(「5.3.2 テフロンビーカー及び時計皿の王水による洗浄」参 照)。また、ムロマックミニカラムは、「中性洗剤による洗浄」を行う前に、「5.3.3 ムロマックミニカラム目皿 の親水化処理」を行う。

5.3.1 アルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による浸漬洗浄

Table 5.3.1 にアルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による浸漬洗浄に用いる器具類を示す。

Table 5.3.1 アルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による浸漬洗浄で用いる器具類

	数量	備考
中性洗剤	適量	
スポンジ	1 個	
ポリプロピレン製バット	適当数	445 mm×325 mm×70 mmH
キムタオル	適量	
プラスチックケース	適当数	
チェック付きポリ袋	適当数	
超純水入り洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ

● 破損がないか確認する。 ✓ ミニ石英ビーカー及び蓋は特に注意して確認すること。 破損状況の確認 ✓ 破損があるものは廃棄すること。 1 ● 埃等を水道水で流す。 中性洗剤による洗浄 水道水ですすぐ。 ● 洗瓶に入った超純水ですすぐ。 \downarrow ● アルカリ洗浄槽(多摩化学製 TMSC を 20 倍希釈したもの) に一晩以上浸漬させる。 アルカリ洗浄槽による洗浄 ✔ 中に気泡が入らないようにして浸けること。 ✓ ミニ石英ビーカー及び蓋は、1時間以下の浸漬でよい。 ● 洗瓶に入った超純水ですすぐ。 \downarrow ● 酸洗浄槽(1M HNO₃)に一晩以上浸漬させる。 ✓ 中に気泡が入らないようにして浸けること。 酸洗浄槽による洗浄 ● 洗瓶に入った超純水ですすぐ。 ✓ ムロマックミニカラムは目皿に液が残りやすいので、よくす すぐこと。 ● キムタオルを敷いたバットの上に置き、自然乾燥する。 ● プラスチックケースまたはチャック付きポリ袋に入れて保管 乾燥 ✔ ミニ石英ビーカー及び蓋はプラスチックケースに保管する こと。

5.3.2 テフロンビーカー及び時計皿の王水による洗浄

Table 5.3.2 にテフロンビーカー及び時計皿の王水による洗浄に用いる器具類を示す。

試薬等:HCl(特級)、HNO3(特級)、超純水

Table 5.3.2 テフロンビーカー及び時計皿の王水による洗浄で用いる器具類

	数量	備考	
中性洗剤	適量		
スポンジ	1 個		
5 mL マイクロピペット	1本	100 mL 液量計でもよい	
ポリプロピレン製バット	適当数	445 mm×325 mm×70 mmH	
超純水入り洗瓶	1本		
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ	
ホットプレート	1 台	テフロンシートを敷いたもの	

中性洗剤による洗浄

● 水道水で内部をすすぐ。

✔ 洗浄液は、適当な種類の廃液として廃棄すること。

- 中性洗剤をつけたスポンジで洗う。
- 水道水ですすぐ。
- 洗瓶に入った超純水ですすぐ。

テフロンビーカーに 5 mL マイクロピペットで HCI:HNO₃=3:1で加え、時計皿をかぶせ、200℃ホットプレートで1時間加熱する。

- ✓ 底面が溶液で完全に満たされる量加えること。
- 時計皿を外し、溶液が1滴残る程度まで蒸発乾固する。
 - ✓ 完全に蒸発乾固させないこと。
- 残った溶液を超純水 1 mL 程度で溶解し、捨てる。
 - ✓ 酸廃液として廃棄すること。
- 洗瓶に入った超純水で、テフロンビーカー及び時計皿すす ぐ。
 - ✓ これ以降は、「5.3.1 アルカリ洗浄槽及び酸洗浄槽による 浸漬洗浄」の「アルカリ洗浄槽による洗浄」より行う。

王水による洗浄

5.3.3 ムロマックミニカラム目皿の親水化処理

ムロマックミニカラムの目皿は多孔質ポリエチレンのため、親水化処理してから洗浄作業を行う。Table 5.3.3 にムロマックミニカラム目皿の親水化処理に用いる器具類を示す。

試薬等:エタノール(特級)、超純水

Table 5.3.3 ムロマックミニカラム目皿の親水化処理で用いる器具類

	数量	備考
ディスポーザブルカップ	カラムと同数	
カラムスタンド	1台	ムロマックミニカラム用
50 mL ガラスビーカー	1 個	
1000 μL マイクロピペット	1本	
ピペット	1本	アズワン深型容器吸引用 2.5 mL(E-262);
		必要に応じて
超純水入り洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ

カラムの準備及び 20%エタノー ルの調製

- カラムスタンドにキャップを取ったムロマックミニカラムを立て、その下にディスポーザブルカップを置く。
 - ✓ 下部の液止めキャップがしっかり閉まっているか確認して から行うこと。
- ガラスビーカーにエタノールと超純水を1:5の割合で入れ、 よく混ぜる。
 - ✓ カラム 1 本あたり 1 mL 程度用いるので、必要量調製すること。
 - ✓ 使用前に調製すること。

親水化処理

- 1000 µL マイクロピペットで 20%エタノールをムロマックミニカラム内の目皿が十分浸かる程度入れる。
 - ✓ マイクロピペットの代わりに、ピペットでもよい。
- 30 分程度放置した後、液止めキャップを外してエタノールを 排出する。
- 洗瓶に入った超純水でよくすすぐ。

5.4 イオン交換樹脂(陰イオン交換、陽イオン交換)

購入したイオン交換樹脂には、不純物や規定粒径より小さな粒子が含まれているため、洗浄を行うこと。樹脂を十分膨潤させるために、使用する前日までに行っておく。数回分の試料調製用にまとめて行い、保存しておいてもよい。Table 5.4 にイオン交換樹脂の洗浄に用いる器具類を示す。

- 陰イオン交換樹脂:富士フイルムワコーケミカル製 DOWEX 1-X8、100-200 mesh
- 陽イオン交換樹脂: 富士フイルムワコーケミカル製 DOWEX 50W-X8、100-200 mesh

Table 5.4 イオン交換樹脂の洗浄で用いる器具類

	数量	備考
500 mL 程度のポリ瓶	2 本	PP製
油性ペン	1本	
メンディングテープ	適量	
超純水入り洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ

超純水による洗浄

- ポリ瓶にイオン交換樹脂を入れる。
- 超純水を樹脂の倍量以上入れ、よく振って混ぜる。
- 樹脂の大部分が沈降するまで静置する。
 - ✓ 沈降しないものは、小さな樹脂や埃等なので、すべての 沈降を待つ必要はない。
- 上澄みを捨てる。
 - ✓ 上澄みの濁りがなくなるまで繰り返す。
 - ✓ 洗浄が不十分の場合、イオン交換の溶出液に樹脂が入り、不純物となるため、よく洗浄すること。
 - ✓ 濁った上澄み液には、樹脂が含まれているため、必要に 応じてろ過してから捨てること。

______ ● 超純水を樹脂の倍量程度入れる。

- ポリ瓶にメンディングテープを貼り、イオン交換樹脂の種類、 作製日を記入する。
- 室温以下の場所(可能なら冷蔵庫)で保管する。
 - ✓ 長く保管しておく場合は、数週間に一度程度、超純水を 交換すること。
 - ✓ 陽イオン交換樹脂を保存した液は、黄褐色に変色することがあるが、樹脂中に微量に存在する有機系不純物によるものであり、イオン交換樹脂の性能には影響はない。超純水で上澄み液が無色になるまで洗浄してから用いること。

5.5 カソード

塩酸、アセトンが使用できるドラフトチャンバー内で実施すること。Table 5.5 にカソードの洗浄に用いる器具類を示す。

試薬等: 塩酸(特級)、アセトン(特級)、超純水

Table 5.5 カソードの洗浄で用いる器具類

	数量	備考
100 mL テフロン瓶	1 個	
100 mL テフロンジャー	4 個	
プラスチック容器	1 個	ハイパック S-10
ポリプロピレン製バット	1枚	320 mm×230 mm×52 mmH
ポリプロピレン製バット	1枚	445 mm×325 mm×70 mmH
テフロンピンセット	1本	
10~100 μL マイクロピペット	1本	
5 mL マイクロピペット	1本	
アルミホイル	1本	
バケツ	1個	
キムタオル	適量	
チェック付きポリ袋	1枚	
油性ペン	1本	
メンディングテープ	適量	
超純水入り洗瓶	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
超音波洗浄機	1台	SHARP 製 UT-106
デシケーター	1台	

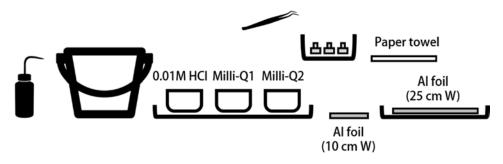


Fig. 5.5 0.01M HCl 洗浄及び超純水によるすすぎ時の器具の配置

● テフロン瓶に 5 mL 及び 10~100 µL マイクロピペ ットで超純水とHCIを入れ、0.01M(0.037%) HCI を作製する。 ✓ 付録 記録用紙「試薬調製」参照。 ✓ HCl(mL) = 0.0009×超純水(mL) 0.01M HCl の作製 ✓ 100 個のカソードを洗浄するときに必要な液量 は約 30 mL。30 mL 作製する際は、超純水 30 mL, HCl 0.027 mL $(27 \mu L)_{\circ}$ ● テフロン瓶の外側にメンディングテープをはり、作 製した試薬の名前、作製日を記入する。 ● テフロンジャーの外側にメンディングテープをは り、入れる溶液(0.01M HCl、 超純水 1 及び 2、ア セトン)の名前を記入する。 ● 0.01M HCl 用テフロンジャーに 0.01M HCl を 30 mL 程度(カソードが十分浸かる量)、超純水用テ フロンジャーに超純水をテフロンジャーの8分目ぐ らい入れ、バット(445 mm×325 mm×70 mmH)の 洗浄準備 中に置く。 ● アルミホイルを幅約 10 cm、幅約 25 cm をそれぞ れ1枚ずつ用意する。 ● Fig. 5.5 を参考に、アルミホイル、キムタオルを置 ● プラスチック容器にカソード 10 個を取り出す。 ✓ カソードの細い側を上にして置くこと。 \downarrow ● ピンセットでバット上のカソード 1 個を持ち、0.01M HCl に浸け、一旦テフロンジャーの底に置く。その 後、素早くピンセットで持ち、約 5 秒間振り洗いし た後、超純水 1 テフロンジャーで振り洗いしたら、 超純水2テフロンジャーに入れ浸けておく。 ✓ 一旦カソードをテフロンジャーの底に置くのは、 0.01MHCl による洗浄 ピンセットで持った部分も洗うためである。 ✓ 超純水 1 で振り洗いする際は、HCl に浸した部 分までピンセットを入れ、ピンセットについた HCI も落とすこと。 ✓ カソード 10 個分繰り返す。

	\neg
	✓ 超純水は 10 個洗浄したら、0.01M HCl はカソ
	ード 100 個洗浄したら交換すること。 0.01M HCI
	及び超純水1は、酸廃液として廃棄すること。
↓	_
	バケツの上で洗瓶に入った超純水ですすぐ。
	● 幅 10 cm アルミホイルに軽く打ち付けるようにカソ
	ードを振り、カソードについた水を落とす。
超純水によるすすぎ	✓ ピンセットについた水は、キムタオル上でピンセ
位所の(こみの) りつ	ットを振り、落とす。
	 ● 水滴がカソードの表面からほとんど取れたら、幅
	25 cm のアルミホイルの上に置く。
	✓ 上記をカソード 10 個分繰り返す。
_	
	▼ アセトン用テフロンジャーにアルミホイル上のカン
	ードを数十個入れた後、カソードがしっかりかぶる
	程度アセトンを入れる。
	✓ カソードの数は、カソード同士があまりぶつから
	ない程度とすること。
マルト、ルマルフルが	● 超音波洗浄機に5分かける。
アセトンによる洗浄	● アルミホイル 2 種を新しいものにする。
	● 幅 10 cm アルミホイルに軽く打ち付けるようにカン
	ードを振り、カソードについたアセトンを落とす。
	アセトンがカソードの表面からほとんど取れたら、
	幅 25 cm のアルミホイルの上に置く。
	✓ 上記2作業をすべてのカソード分繰り返す。
\downarrow	
	すべてのカソードをアルミホイルの上に置いたら、
	新たなアルミホイルを上にかけ、そのまま1日自然
乾燥	1
乾燥	乾燥する。
乾燥	乾燥する。 ● 新たなアルミホイルで包み、チャック付きポリ袋に

5.6 プレス冶具

アセトンでの洗浄は、アセトンが使用できるドラフトチャンバー内で実施すること。Table 5.6 にプレス冶具の洗浄に用いる器具類を示す。

試薬等:アセトン(特級)、超純水

Table 5.6 プレス冶具の洗浄で用いる器具類

	数量	備考
1 L ポリビーカー	1 個	
1 L テフロンビーカー	1 個	
ホーロー製バット	適当数	240 mm×200 mm×35 mmH
トング	1本	ステンレス製
アルミホイル	1本	
超純水製造装置	1台	Merck 製 Milli-Q Int.5 機器分析タイプ
超音波洗浄機	1台	SHARP 製 UT-106
乾燥機	1台	ADVANTEC 製 STN620DA
デシケーター	1台	

- 1 L ポリビーカーに治具が重ならないよう並べる。
- 冶具が浸かる程度の超純水を加える。
- 超音波洗浄機に5分かける。
- アルミホイルを敷いたホーロー製バットにトングで治具を取り出して並べ、アルミホイルで蓋をして105℃の乾燥機で乾燥する。
 - ✔ 超音波洗浄機から取り出した冶具はよく水を切ること。
- 1 L テフロンビーカーに冶具が重ならないよう並べる。
- 冶具が浸かる程度のアセトンを加える。
- 超音波洗浄機に5分かける。
- アルミホイルを敷いたホーローバットにトングで冶具を取り出して並べ、アルミホイルで蓋をして自然乾燥する。
 - ✓ 超音波洗浄機から取り出した冶具はよくアセトンを切ること。
- 乾燥した冶具は、デシケーターで保管する。

謝辞

本手法の確立にあたり、有益なご助言をいただいた三菱マテリアルテクノ株式会社新村匠氏、日本原子力研究開発機構西尾智博氏、藤田奈津子氏に深く感謝いたします。

本報告の一部は経済産業省資源エネルギー庁委託事業「平成30 年度高レベル放射性廃棄物等の地層処分に関する技術開発事業(地質環境長期安定性評価技術高度化開発)」及び「平成30 年度高レベル放射性廃棄物等の地層処分に関する技術開発事業(沿岸部処分システム高度化開発)」の成果である。

参考文献

- 1) Kohl, C.P., Nishiizumi, K.: "Chemical isolation of quartz for measurement of in-situ-produced cosmogenic nuclides", Geochim. Cosmochim. Acta, vol.56, no.9, (1992), pp.3583-3587.
- 2) 堀内一穂: "入門講座 分析における試料前処理の基礎知識 加速器質量分析における超高感度 核種分析のための試料前処理法", ぶんせき, (2013), pp.570-576.
- 3) 松四雄騎: "宇宙線生成核種を用いた岩盤の風化と土層の生成に関する速度論 手法の原理、 適用法、研究の現状と課題-", 地学雑誌, vol.126, no.4, (2017), pp.487-511.
- 4) Matsushi, Y.: Lab. Manuals: Chemistry for in-situ ¹⁰Be and ²⁶Al measurement for terrestrial quartz by AMS at MALT ver.2.0, http://www.slope.dpri.kyoto-u.ac.jp/personal/matsushi/index.files/Papers/Quartz%20Be-10%20Al-26%20Chemistry.pdf (accessed 2019-07-01).
- 5) 植木忠正, 丹羽正和: "走査型 X 線分析顕微鏡と画像処理・解析ソフトウェアを用いたモード測定", 地質学雑誌, vol.123, no.12, (2017), pp.1061-1066.
- 6) 代永佑輔, 清水麻由子, 佐野直美, 植木忠正, 吉川清盛, 丹羽正和: "東濃地科学センターにおける電子プローブマイクロアナライザを用いた化学組成分析に基づき重鉱物組成を迅速に推定するための試料処理及び分析手順", JAEA-Testing 2018-001 (2018), 29p.
- 7) 壇原徹, 岩野英樹, 糟谷正雄, 山下透, 角井朝昭: "無毒な重液 SPT(ポリタングステン酸ナトリウム) とその利用", 地質ニュース, 455, (1992), pp.31-36.
- 8) 地学団体研究会「自然をしらべる地学シリーズ」編集委員会,自然をしらべる地学シリーズ 3 土と岩石,東海大学出版会 (1982).

付録

それぞれの作業で記録すべき情報及び必要試薬量の計算等には、下記の記録用紙フォーマットを使用する。ここではフォーマットの例のみを示し、実際に用いる記録用紙は、Excel で作成したものを使用する。数値等を入力する部分は、セルを灰色で示している。一部の計算は、セルに数式が入力済みのため、灰色のセルに数値を入力すれば自動的に計算される。そのため、セルを新たに追加するときは、入力済みの数式に考慮し行う。

記録用紙「試料リスト」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X

作業者:○○○○

*適宜、必要項目を追加する

試料ID	試料名	採取地	備考

記録用紙「試料の下準備: 試料観察」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

	バット	バット+試料	試料	*
重量(g)				

* 岩石ブロックの場合、表面清掃後 土砂状試料の場合、乾燥後

作業日:20XX/X/X

試料の特徴*及び作業メモ:
*岩石ブロックの場合:厚み、表面状態、鉱物粒径等
土砂状試料の場合:鉱物種及び粒径等
m+.
写真:

記録用紙「篩過及び磁性分離等」

$^{10}\mathrm{Be}/^{26}\mathrm{Al}\text{-JAEA-AMS-TONO}$

 作業日:20XX/X/X
 作業日:20XX/X/X

 作業者:○○○○
 作業者:○○○○

(g)	0	.25-1 mm試	料		磁性分離後	
試料ID	ポリ袋	袋+試料	試料	ポリ袋	袋+試料	試料

作業日:20XX/X/X

作業者:〇〇〇〇

(g)		00	
試料ID	ポリ袋	袋+試料	試料
Toki-1	1	2	1

Memo: ○○に作業名を入力すること。例えば、「マグネチックセパレーターを用いた磁性。

離」、「ハンドピッ ク」 記録用紙「塩酸処理」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X

作業者:○○○○

超音波水槽開始日時: 20XX/X/X XX:XX サイクル数:12

(g)		処理前			処理後	
試料ID	ポリ瓶	瓶+試料	試料	ポリ袋	袋+試料	試料

超音波水槽開始日時: サイクル数:

(g)		処理前			処理後	
試料ID	ポリ瓶	瓶+試料	試料	ポリ袋	袋+試料	試料

備考	:					

記録用紙「石英以外の鉱物の除去」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X 作業日:20XX/X/X

作業者:○○○○ 作業者:○○○○

(g)	ハ	ハンドピック後				重液分離後	
試料ID	ポリ袋	袋+試料	試料		ポリ袋	袋+試料	試料

記録用紙「フッ化水素酸処理1回目」

¹⁰ Be/ ²	²⁶ AI-J	AEA.	-AMS	-TO	NO
--------------------------------	--------------------	------	------	-----	----

作業日:20XX/X/X

作業者: ○○○○

超音波水槽開始日時: 20XX/X/X XX:XX サイクル数:9

(g)	処理前					
試料ID	ポリ瓶	瓶+試料	試料			
合計	-	-				

備考:	

記録用紙「フッ化水素酸処理2回目以降」

$^{10} \mathrm{Be}/^{26} \mathrm{AI}\text{-JAEA-AMS-TONO}$

作業日:20XX/X/X

作業者:○○○

	超音波水槽開始日時	試料	超音波水槽開始日時	試料
2	20XX/X/X XX:XX			
3				
4				
5				
6				
7				

(g)	処理後				
試料ID	ポリ袋	袋+試料	試料		

備考:		
/用 ⁻ /5 ・		

処理毎重量:必要に応じて記載

2回目

2 II II						
(g)	処理前			処理後		
試料ID	ポリ瓶	瓶+試料	試料	ポリ袋	袋+試料	試料
合計	-	-		-	-	

記録用紙「キャリアの添加」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X

作業者:〇〇〇〇

(g)	テフロンビーカー+時計皿				
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	
Blank					

石英試料入り

(g)	テフロ	テフロンビーカー+時計皿+石英			
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	-

Memo: JCSS証明書の値記載

Be標準溶液

ロット番号:

使用期限:

濃度保証値: (mg/L)

[不確かさ: (%)]

比重:

AI標準溶液

比重:

ロット番号:

使用期限:

濃度保証値:

(mg/L)

[不確かさ:

(%)]

	使用前	使用後
(g)		

	使用前	使用後
(g)		

Beキャリア添加後

(g)	テフロンビーカー+時計皿+石英+Be			Ве	
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	-
Blank					

AIキャリア添加後

(g)	テフロン	テフロンビーカー+時計皿+石英+Be+Al			
試料ID	1回目	1回目 2回目 3回目 平均			
Blank					

備考:	

記録用紙「石英溶解」

作業日:20XX/X/X

 $^{10}\mathrm{Be}/^{26}\mathrm{Al\text{-}JAEA\text{-}AMS\text{-}TONO}$

Memo: 石英の溶解具合、蒸発 乾固物の色等を記載する。 Blank 作業者:0000 試料状態 HCI04 添加試薬 노 100 HN03 20 添加順 (mL) 10 $^{\circ}$ 2 9 ∞ 6 2 4 備考

記録用紙「アルミニウム定量用溶液の分取」

$^{10} \mathrm{Be}/^{26} \mathrm{AI}\text{-JAEA-AMS-TONO}$

作業日:20XX/X/X

作業者: 〇〇〇〇

溶解後

(g)	テフロ	1ンビーカ-	- + 時計皿	+ 溶液	溶液
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	100 mL
Blank					

^{*}パラフィルムの重さは、差し引いて入力すること。

分取後

(g)	テフロ	溶液			
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	90 mL
Blank					

^{*}パラフィルムの重さは、差し引いて入力すること。

.

(g)	テフロンジャー							
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均				
Blank								

分取後

(g)		テフロンジャー+溶液						
試料ID	1回目	2回目	3回目	平均	7.5 mL			
Blank								

備考:		

記録用紙「陰イオン交換」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X

作業者:○○○

チェックリスト

活料ID 添加順					作業日			
	/小7月/1点							IF X I
1	Milli-Q ca.30 mL							20XX/X/X
2	HCI 10 mL							20XX/X/X
3	0.5M HCl 20 mL							
4	9M HCI-0.1% H ₂ O ₂ 12 mL							
5	Sample 2 mL							
6	Rinse 1 mL (1st)							
7	Rinse 1 mL (2nd)							
8	9M HCI-0.1% H ₂ O ₂ 12 mL							
9	Milli-Q 50 mL							

乾固後

乾固後		
		▲ Memo:
試料ID	試料の状態	乾固物の色など
H- 01 110	F V11 - D()E(北回初の日本と
		İ
		1

備考:			
J			

記録用紙「陽イオン交換」

¹⁰Be/²⁶AI-JAEA-AMS-TONO

作業日:20XX/X/X

作業者:〇〇〇〇

チェックリスト

	試料ID 添加順					作業日			
	/小八八八人								IF X I
1	Milli-Q ca.30 mL								20XX/X/X
2	6M HCI 40 mL								20XX/X/X
3	Milli-Q 20 mL								
4	Sample 2 mL								
5	Rinse 1mL (1st)								
6	Rinse 1 mL (2nd)								
7	0.5M HCI-0.1% H ₂ O ₂ 36 mL								
8	1.2M HCl 20 mL								
9	1.2M HCl 40 mL								
10	3M HCl 10 mL								
11	3M HCl 20 mL								
12	3M HCl 10 mL								
13	Milli-Q 50 mL								

乾固後

試料ID	Be:試料の状態	AI:試料の状態

備考:		

記録用紙「沈殿生成及び洗浄」

$^{10} \mathrm{Be}/^{26} \mathrm{AI}\text{-JAEA-AMS-TONO}$

作業日: 20XX/X/X 作業者: ○○○○

洗浄後 試料ID 試料の状態	
Memo	:
沈殿の	D色、量など

備考:		

 $^{10}\mathrm{Be}/^{26}\mathrm{Al\text{-}JAEA\text{-}AMS\text{-}TONO}$

記録用紙「酸化及び試料のカソードへのプレス」 (試料計量) 20XX/X/X (Nb計量) 20XX/X/X 20XX/X/X 備考 作業者:○○○○ $(\mathcal{J} \mathcal{V} \mathcal{X})$ 作業日: 追加Nb 追加Nb (計算) 薬包紙上 試料+Nb 試料+Nb (mg) qN (計算) qN 試料 ビーカー + 試料 バーカ 試料口

Be

	_	_															
作業者:〇〇〇〇	作業日:	(試料計量) 20XX/X/X	(Ag計量) 20XX/X/X	(プレス) 20XX/X/X		備考											
						コートロンス	JE/JHA8										
						追加Ag	(計算)	-	1	-	-	-	-	-	ı	ı	1
						薬包紙上	試料+Ag										
						7 (7	₩ + + \\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\										
					(mg)	۲ <	ω (
						Ag	(計算)										
						\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\\	ナシネ										
						ビーカー	+ 試料										
						ا ا دُ											
					AI		コナラ語										

記録用紙「試薬調製」

 $^{10}\mathrm{Be}/^{26}\mathrm{Al\text{-}JAEA\text{-}AMS\text{-}TONO}$

	(mL)	超純水	HC	H ₂ O ₂	NH₄OH	HNO ₃	Total	対応試料数	作製日
は、十、小学	0.5M HCI	220	10.170	1	1	1	230	11	20XX/X/X
新10/X 次数	9M HCI-0.1%H ₂ O ₂	70	276	1.195	1	1	348	11	20XX/X/X
	6М НСІ	215	241	1	1	1	456	11	20XX/X/X
は、十、四	3M HCI	335	120	1	1	ı	455	11	20XX/X/X
系 インス 対	1.2M HCI	009	71	ı	1	1	671	11	20XX/X/X
	0.5M HCI-0.1%H ₂ O ₂	450	20.870	1.430	ı	1	472	11	20XX/X/X
沈殿生成及び 3M NH₄OH	3M NH₄OH	09	-	I	17.400	1	77	1	20XX/X/X
洗浄	3M HNO ₃	20	-	ı	1	14.500	99	ı	20XX/X/X
器具洗净 0.01M HCI	0.01M HCI	30	0.027	1	1	-	30	1	20XX/X/X

*5 mLエッペンドルフで分取するものは、0.005 mL単位で丸めた結果を表示

備考:			

This is a blank page.

国際単位系(SI)

表 1. SI 基本単位

基本量	SI 基本i	単位
巫平里	名称	記号
長 さ	メートル	m
質 量	キログラム	kg
時 間	秒	s
電 流	アンペア	A
熱力学温度	ケルビン	K
物質量	モル	mol
光 度	カンデラ	cd

表2. 基本単位を用いて表されるSI組立単位の例

組立量	SI 組立単位	
和工里	名称	記号
面	責 平方メートル	m ²
体		m^3
速 さ , 速 月	まメートル毎秒	m/s
加 速 月		m/s^2
波	毎メートル	m ⁻¹
密度,質量密度	ま キログラム毎立方メートル	kg/m ³
面積密度	ま キログラム毎平方メートル	kg/m ²
比 体 和	責 立方メートル毎キログラム	m ³ /kg
電流密度	まアンペア毎平方メートル	A/m ²
磁界の強き	アンペア毎メートル	A/m
量濃度 ^(a) ,濃厚	ま モル毎立方メートル	mol/m ³
質 量 濃 月	ま キログラム毎立方メートル	kg/m ³
輝		cd/m ²
出 切 半	b) (数字の) 1	1
比透磁率(^{b)} (数字の) 1	1

表3. 固有の名称と記号で表されるSI組立単位

	回作の名称と記り	7 (1)(0		
			SI 組立単位	
組立量	名称	記号	他のSI単位による	SI基本単位による
	10 AD ATT	記り	表し方	表し方
平 面 角	ラジアン ^(b)	rad	1 (p)	m/m
立 体 角	ステラジアン ^(b)	$sr^{(c)}$	1 (b)	m^2/m^2
周 波 数	(d)	Hz		s^{-1}
力	ニュートン	N		m kg s ⁻²
圧力,応力	パスカル	Pa	N/m ²	m ⁻¹ kg s ⁻²
エネルギー、仕事、熱量	ジュール	J	N m	m ² kg s ⁻²
仕事率, 工率, 放射束	ワット	W	J/s	m ² kg s ⁻³
電荷,電気量	クーロン	С		s A
電位差 (電圧),起電力	ボルト	V	W/A	m ² kg s ⁻³ A ⁻¹
静 電 容 量	ファラド	F	C/V	$m^{-2} kg^{-1} s^4 A^2$
	オーム	Ω	V/A	m ² kg s ⁻³ A ⁻²
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V	$m^{-2} kg^{-1} s^3 A^2$
磁束	ウエーバ	Wb	Vs	m ² kg s ⁻² A ⁻¹
磁 束 密 度	テスラ	T	Wb/m ²	kg s ⁻² A ⁻¹
インダクタンス	ヘンリー	Н	Wb/A	m ² kg s ⁻² A ⁻²
セルシウス温度	セルシウス度 ^(e)	$^{\circ}\!\mathbb{C}$		K
光	ルーメン	lm	cd sr ^(c)	cd
	ルクス	lx	lm/m^2	m ⁻² cd
放射性核種の放射能 (f)	ベクレル ^(d)	Bq		s^{-1}
吸収線量, 比エネルギー分与,	グレイ	G	T/l	$m^2 s^{-2}$
カーマ	2 24	Gy	J/kg	m s
線量当量,周辺線量当量,	. (-)	_	7.0	9 -9
方向性線量当量, 個人線量当量	シーベルト ^(g)	Sv	J/kg	m ² s ⁻²
	カタール	kat		s ⁻¹ mol
Charlest Contract and Contract			to the second second second	mm > f t = > >>f f t = >

- 酸素活性|カタール kat simple

 (a)SI接頭語は固有の名称と記号を持つ組立単位と組み合わせても使用できる。しかし接頭語を付した単位はもはやコヒーレントではない。
 (b)ラジアンとステラジアンは数字の1に対する単位の特別な名称で、患についての情報をつたえるために使われる。実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号である数字の1は明示されない。
 (c)測光学ではステラジアンという名称と記号srを単位の表し方の中に、そのまま維持している。(d)へルソは周朝現象についてのみ、ペクレルは放射性接種の統計的過程についてのみ使用される。(d)セルシウス度はケルビンの特別な名称で、セルシウス温度を表すために使用される。セルシウス度とケルビンの単位の大きさは同一である。したがって、温度差や温度開局を表す数値はどもらの単位で表しても同じである。(f)放射性核種の放射能(activity referred to a radionuclide)は、しばしば誤った用語で"radioactivity"と記される。(g)単位シーベルト(PV,2002,70,205)についてはCIPM動告2(CI-2002)を参照。

表 4 単位の中に因有の名称と記号を含むSI組立単位の例

表 4. 単位 0.)中に固有の名称と記号を含		立の例
	S.	I 組立単位	
組立量	名称	記号	SI 基本単位による 表し方
粘度	パスカル秒	Pa s	m ⁻¹ kg s ⁻¹
カのモーメント	ニュートンメートル	N m	m ² kg s ⁻²
表 面 張 力	ニュートン毎メートル	N/m	kg s ⁻²
	ラジアン毎秒	rad/s	m m ⁻¹ s ⁻¹ =s ⁻¹
角 加 速 度	ラジアン毎秒毎秒	rad/s^2	m m ⁻¹ s ⁻² =s ⁻²
熱流密度,放射照度	ワット毎平方メートル	W/m ²	kg s ⁻³
熱容量、エントロピー		J/K	$m^2 \text{ kg s}^{-2} \text{ K}^{-1}$
比熱容量, 比エントロピー	ジュール毎キログラム毎ケルビン	J/(kg K)	$m^2 s^{-2} K^{-1}$
比エネルギー	ジュール毎キログラム	J/kg	m ² s ⁻²
熱 伝 導 率	ワット毎メートル毎ケルビン	W/(m K)	m kg s ⁻³ K ⁻¹
体積エネルギー	ジュール毎立方メートル	J/m ³	m ⁻¹ kg s ⁻²
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	m kg s ⁻³ A ⁻¹
	クーロン毎立方メートル	C/m ³	m ⁻³ s A
	クーロン毎平方メートル	C/m ²	m ² s A
電 束 密 度 , 電 気 変 位	クーロン毎平方メートル	C/m ²	m ⁻² s A
誘 電 率	ファラド毎メートル	F/m	$m^{-3} kg^{-1} s^4 A^2$
透磁率	ヘンリー毎メートル	H/m	m kg s ⁻² A ⁻²
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	m ² kg s ⁻² mol ⁻¹
モルエントロピー, モル熱容量	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol K)	m ² kg s ⁻² K ⁻¹ mol ⁻¹
照射線量 (X線及びγ線)	クーロン毎キログラム	C/kg	kg⁻¹ s A
吸 収 線 量 率	グレイ毎秒	Gy/s	m ² s ⁻³
放射 強度	ワット毎ステラジアン	W/sr	m4 m-2 kg s-3=m2 kg s-3
放 射 輝 度	ワット毎平方メートル毎ステラジアン	$W/(m^2 sr)$	m ² m ⁻² kg s ⁻³ =kg s ⁻³
酵素活性濃度	カタール毎立方メートル	kat/m³	m ⁻³ s ⁻¹ mol

		表 5. S	I 接頭語		
乗数	名称	記号	乗数	名称	記号
10^{24}	ヨ タ	Y	10 ⁻¹	デ シ	d
10^{21}	ゼタ	Z	10 ⁻²	センチ	c
10^{18}	エクサ	E	10 ⁻³	₹ <i>リ</i>	m
10^{15}	ペタ	Р	10 ⁻⁶	マイクロ	μ
10^{12}	テラ	Т	10 ⁻⁹	ナーノ	n
10^{9}	ギガ	G	10 ⁻¹²	ピコ	p
10^{6}	メガ	M	10^{-15}	フェムト	f
10^{3}	丰 口	k	10 ⁻¹⁸	アト	a
0			-01	18	

10-24 ヨクト

表 6. SIに	属さない	いが、SIと併用される単位
名称	記号	SI 単位による値
分	min	1 min=60 s
時	h	1 h =60 min=3600 s
目	d	1 d=24 h=86 400 s
度	0	1°=(π/180) rad
分	,	1'=(1/60)°=(π/10 800) rad
秒	"	1"=(1/60)'=(π/648 000) rad
ヘクタール	ha	1 ha=1 hm ² =10 ⁴ m ²
リットル	L, l	1 L=1 l=1 dm ³ =10 ³ cm ³ =10 ⁻³ m ³
トン	t	1 t=10 ³ kg

da

表7. SIに属さないが、SIと併用される単位で、SI単位で 表される数値が実験的に得られるもの

- X C 4 U	の 数 他 /	ア夫衆中に守りれるもの
名称	記号	SI 単位で表される数値
電子ボルト	eV	1 eV=1.602 176 53(14)×10 ⁻¹⁹ J
ダ ル ト ン	Da	1 Da=1.660 538 86(28)×10 ⁻²⁷ kg
統一原子質量単位	u	1 u=1 Da
天 文 単 位	ua	1 ua=1.495 978 706 91(6)×10 ¹¹ m

表8. SIに属さないが、SIと併用されるその他の単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
バール	bar	1 bar=0.1MPa=100 kPa=10 ⁵ Pa
		1 mmHg≈133.322Pa
オングストローム	Å	1 Å=0.1nm=100pm=10 ⁻¹⁰ m
海里	M	1 M=1852m
バーン	b	1 b=100fm ² =(10 ⁻¹² cm) ² =10 ⁻²⁸ m ²
ノ ッ ト	kn	1 kn=(1852/3600)m/s
ネ ー パ	Np ¬	CI単位しの粉は的な関係は
ベル	В	SI単位との数値的な関係は、 対数量の定義に依存。
デ シ ベ ル	dB ~	7.7.7.4.4.1.7.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.

表 9. 固有の名称をもつCGS組立単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
エルグ	erg	1 erg=10 ⁻⁷ J
ダ イ ン	dyn	1 dyn=10 ⁻⁵ N
ポアズ	P	1 P=1 dyn s cm ⁻² =0.1Pa s
ストークス	St	1 St =1cm ² s ⁻¹ =10 ⁻⁴ m ² s ⁻¹
スチルブ	sb	1 sb =1cd cm ⁻² =10 ⁴ cd m ⁻²
フ ォ ト	ph	1 ph=1cd sr cm ⁻² =10 ⁴ lx
ガル	Gal	1 Gal =1cm s ⁻² =10 ⁻² ms ⁻²
マクスウエル	Mx	$1 \text{ Mx} = 1 \text{G cm}^2 = 10^{-8} \text{Wb}$
ガ ウ ス	G	1 G =1Mx cm ⁻² =10 ⁻⁴ T
エルステッド ^(a)	Oe	1 Oe ≙ (10 ³ /4 π)A m ⁻¹

(a) 3元系のCGS単位系とSIでは直接比較できないため、等号「 △ 」 は対応関係を示すものである。

表10. SIに属さないその他の単位の例

	3	名利	ķ		記号	SI 単位で表される数値		
+	ユ		リ	ĺ	Ci	1 Ci=3.7×10 ¹⁰ Bq		
ν	ン	卜	ゲ	ン	R	$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{C/kg}$		
ラ				k	rad	1 rad=1cGy=10 ⁻² Gy		
ν				ム	rem	1 rem=1 cSv=10 ⁻² Sv		
ガ		ン		7	γ	$1 \gamma = 1 \text{ nT} = 10^{-9} \text{T}$		
フ	æ.		ル	131		1フェルミ=1 fm=10 ⁻¹⁵ m		
メートル系カラット						1 メートル系カラット= 0.2 g = 2×10 ⁻⁴ kg		
卜				ル	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa		
標	準	大	気	圧	atm	1 atm = 101 325 Pa		
力	П		IJ	ſ	cal	1 cal=4.1858J(「15℃」カロリー),4.1868J (「IT」カロリー),4.184J(「熱化学」カロリー)		
3	ク		口	ン	μ	1 μ =1μm=10 ⁻⁶ m		