

JAERI-M

放射性同位体製造資料-1179

6 3 9 0

精製 R I 製造用ガラス装置

1976年2月

山林尚道

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問合せは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

精製 RI 製造用ガラス装置

日本原子力研究所アイソトープ事業部製造部  
山林尚道

( 1976 年 1 月 13 日受理 )

鉛セルまたはグローブボックス内でラジオアイソトープを化学処理し、精製ラジオアイソトープを製造するために必要な機器・装置類のうち主としてガラス装置類をまとめた。過去 15 年にわたり試作または製作し使用してきた化学分離用ガラス装置は千点以上に達している。これらを溶解・沈殿生成とろ過・蒸留・濃縮・イオン交換・溶媒抽出・滴定と酸性度測定・容量測定・冷却・トラップ・製品貯蔵容器に分類、整理し、代表的な装置を取り上げ、その特徴および製作上の留意点などを实例と共に記した。

本報に掲載した装置の考案・試作・製作・使用にたずさわった人々は下記の通りである。

アイソトープ事業部・製造部

\*赤石 哲、 新井 陸正、 井口 明、 出雲三四六、  
伊藤 太郎、 \*\*海老原 寛、 岡根 章五、 小野間克行、  
加藤 崇生、 黒沢 清行、 小林 勝利、 佐藤 彰、  
四方 英治、 田中吉左右、 中村 治人、 畑 健太郎、  
\*\*\*正木 典夫、 茂木照十三、 本石 章司、 本木 良蔵、  
山口五十夫、 山林 尚道、 山本 皓晴、 (アイウエオ順)

\* 昭和 47 年 10 月 退職

\*\* 昭和 49 年 7 月 退職

\*\*\* 日本原子力研究所中性子回折研究室

JAERI-M 6390

Glass Apparatuses for Production of Processed Radioisotopes

Hisamichi YAMABAYASHI

Division of Radioisotope Production, JAERI

(Received January 13, 1976)

The glass apparatuses and components used for chemical processing of radioisotopes and production of processed radioisotopes in a lead cell and aglove box are described, with emphasis on the characteristics and the cautions in making. These apparatuses used or tested in the past 15 years are over 1,000 in number.

They are classified in dissolution, precipitation (or crystallization)-filtration, distillation (or volatilization), evaporation, ion exchange, solvent extraction, titration-measurment of acidity, volume measurement, condensation, traps and product storage bottles.

## 目 次

1. 序 論	1
2. 溶解装置	1
3. 沈殿および沪過装置	3
4. 蒸留装置	4
5. 濃縮装置	4
6. イオン交換装置	5
7. 溶媒抽出装置	6
8. 滴定・酸性度測定装置	6
9. 容量測定装置	7
10. 冷却装置	8
11. 各種トラップ	8
12. 製品貯蔵容器	10
13. まとめ	11
14. 謝 辞	11

## 1. 序 論

日本原子力研究所ではラジオアイソトープ（以下RIと略す）の本格的な国産、量産を目指して1960年5月に放射線応用部のRI製造研究室からRI製造工場準備室を分離独立させた。これらの二室は現在のアイソトープ事業部製造部の母体であるが、以来15年間引き続いて精製RIの製造および開発が続けられ、これらに必要な化学処理のために考案、試作、製作され実際に使用されてきたガラス装置類は千点以上に達している。精製RIの製造はターゲット物質を原子炉または加速器によって照射した後、溶解、分離、精製などの化学処理および製品の検定、貯蔵という流れに従って作業が行われる。これらの過程で使用される装置類は一般的な化学操作に使用されている装置類とはほぼ同じであるが、放射性物質を取り扱うという面から下記の点が特に配慮される。

(1) 放射線損傷を受け難い材料であること。(2) しゃへい体内で遠隔操作が可能であること。(3) 化学処理に要する時間が適度に短いこと。(4) 単純で安定していて操作が安全であること。(5) 分離係数や回収率も良く、装置への残存・付着損失が少ないとこと。(6) 洗浄効果が優れ、多量の廃液を出さないこと。(7) 修理・交換が楽にできること。

精製RI製造用ガラス装置は、上記の観点に立って製作されてきたが、製造マニュアル等に含まれる例を別にして諸外国においても、ガラス装置類だけをまとめて報告した例は見い出せない。これは特定の核種に応じて個々の装置が開発されてきたためである。

多くの装置もその考え方、留意すべき点を整理すれば、いくつかのグループに分けることが可能であり、特定の核種だけでなく、一般的に放射性物質の化学処理に使用することも可能である。本報では用途にしたがってこれらの装置を分類し、それらに関連した溶解槽、冷却器なども合せて記載した。

製作してきたガラス装置のうちから代表的な装置を取り上げ、縮尺し記号と共に記した。記号に従ってその装置の特徴・製作上の留意点・使用例を上げ、今後の新しい装置製作上の参考とした。図中の詳細な寸法はさけ、外観寸法（mm単位）と互換性を持っているスリ合せ部分の記号のみを記して簡素化した表現とした。なお本報では主として精製RI製造用ガラス装置に限り、有機標識化合物関係・線源RI関係および検査関係の装置についてはふれていない。

## 2. 溶解装置

溶解槽を製作するにあたって考慮すべき点は、(1)溶解槽が必要か（照射試料容器や製品貯蔵瓶で代用できないか）(2)溶解液量がどの程度か(3)気密が必要か(4)減圧溶解が必要か(5)加熱・冷却が必要か(6)攪拌・混合操作が必要か(7)照射試料粉末による汚染防止対策が必要か(8)溶解後の処理（蒸発乾固、蒸留、沈殿生成、滴定など）が考慮されているか(9)溶解後の液回収率が高いか(10)溶解時の飛散ガスおよび酸などのトラップが必要か等々である。その他どの装置にもいえることであるが価格、遠隔操作の難易、補修・交換の難易、洗浄の難易、RIと容器との吸着反応や容器成分との交換反応、容器成分の溶出などの検討がなされて

## 1. 序 論

日本原子力研究所ではラジオアイソトープ（以下RIと略す）の本格的な国産、量産を目指して1960年5月に放射線応用部のRI製造研究室からRI製造工場準備室を分離独立させた。これらの二室は現在のアイソトープ事業部製造部の母体であるが、以来15年間引き続いて精製RIの製造および開発が続けられ、これらに必要な化学処理のために考案、試作、製作され実際に使用してきたガラス装置類は千点以上に達している。精製RIの製造はターゲット物質を原子炉または加速器によって照射した後、溶解、分離、精製などの化学処理および製品の検定、貯蔵という流れに従って作業が行われる。これらの過程で使用される装置類は一般的な化学操作に使用されている装置類とはほぼ同じであるが、放射性物質を取り扱うという面から下記の点が特に配慮される。

(1) 放射線損傷を受け難い材料であること。(2) しゃへい体内で遠隔操作が可能であること。(3) 化学処理に要する時間が適度に短いこと。(4) 単純で安定していて操作が安全であること。(5) 分離係数や回収率も良く、装置への残存・付着損失が少ないとこと。(6) 洗浄効果が優れ、多量の廃液を出さないこと。(7) 修理・交換が楽にできること。

精製RI製造用ガラス装置は、上記の観点に立って製作されてきたが、製造マニュアル等に含まれる例を別にして諸外国においても、ガラス装置類だけをまとめて報告した例は見い出せない。これは特定の核種に応じて個々の装置が開発されてきたためである。

多くの装置もその考え方、留意すべき点を整理すれば、いくつかのグループに分けることが可能であり、特定の核種だけでなく、一般的に放射性物質の化学処理に使用することも可能である。本報では用途にしたがってこれらの装置を分類し、それらに関連した溶解槽、冷却器なども含せて記載した。

製作してきたガラス装置のうちから代表的な装置を取り上げ、縮尺し記号と共に記した。記号に従ってその装置の特徴・製作上の留意点・使用例を上げ、今後の新しい装置製作上の参考とした。図中の詳細な寸法はさけ、外観寸法（mm単位）と互換性を持っているスリ合せ部分の記号のみを記して簡素化した表現とした。なお本報では主として精製RI製造用ガラス装置に限り、有機標識化合物関係・線源RI関係および検査関係の装置についてはふれていない。

## 2. 溶解装置

溶解槽を製作するにあたって考慮すべき点は、(1)溶解槽が必要か（照射試料容器や製品貯蔵瓶で代用できないか）(2)溶解液量がどの程度か(3)気密が必要か(4)減圧溶解が必要か(5)加熱・冷却が必要か(6)攪拌・混合操作が必要か(7)照射試料粉末による汚染防止対策が必要か(8)溶解後の処理（蒸発乾固、蒸留、沈澱生成、滴定など）が考慮されているか(9)溶解後の液回収率が高いか(10)溶解時の飛散ガスおよび酸などのトラップが必要か等々である。その他どの装置にもいえることであるが価格、遠隔操作の難易、補修・交換の難易、洗浄の難易、RIと容器との吸着反応や容器成分との交換反応、容器成分の溶出などの検討がなされて

後はじめて試作される。

溶解槽材料は溶解完了を肉眼で確認できるため硬質ガラスおよび透明石英が主として使用される。他にテフロン、ポリエチレン、アルミニウム、ステンレス鋼なども使われる。

溶解時の攪拌・混合には、マグネットスターラー、バブリング、加熱自然対流、機械的振動などが採用される。加熱源としてはリボンヒーター（テープヒーター）、ガラスヒーター（ECガラス：ガラス表面にスズやアンチモンの金属酸化被膜を形成し、輻射加熱体としたもの）、ホットプレート、赤外線ランプ、ガラスまたは石英製マントルヒーター、石英ヒーター（ニクロム線を石英内に入れたもの）が併用される。

価格および入手・交換の難易からいえば、市販品の装置を用いる方が良く、溶解槽としてビーカー、コニカルビーカー、セパラブルフラスコなど多くの市販品が使用されている。市販品でなく前記の製作要領を考慮して作られ、実用化されている溶解装置をFig. 1, Fig. 2 に示す。各溶解槽について記号に従って実用例や特徴を記す。

- (A-1) : アルミニウム製照射試料容器をそのまま溶解槽として使用するので、移し替えの損失が無く回収率が高い。濃縮ターゲット例えは<sup>41</sup>KClの水による溶解に使用されている。
- (A-2) : 石英アンプル製照射試料容器をそのまま溶解槽として使用する。回収率が高いので数mg程度のターゲット処理に適し、またRbCO<sub>3</sub>など潮解性のある試料についてアンプル内面に付着した試料の洗浄および溶解にも使用される。
- (A-3) : 製品貯蔵瓶そのもので溶解槽を兼ねる場合で特に装置がいらず、また汚染面を最少にできる。HgOの硝酸溶解に使用されている。
- (A-4) : ビーカー型の溶解槽でスターラー攪拌を伴う溶解法に適し、トング操作に適している。K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>の塩酸溶解中和滴定に使用されている。
- (A-5) : 数100mg以下の少量ターゲットの気密溶解に適しGa<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の塩酸溶解などに使用され、加熱はガラスヒーターまたは赤外線ランプが使われる。
- (A-6) : 一般の加熱溶解・蒸発乾固などに使用される。Cuの塩酸・過酸化水素による溶解・蒸発乾固後、希塩酸による再溶解などに使用されている。加熱は下から石英ヒーターでなされ、溶解槽は上下左右に動く支持枠内に置かれる。<sup>45</sup>Ca, <sup>75</sup>Se, <sup>185</sup>W, <sup>204</sup>Tlなどの製造にも使用されている。
- (A-7) : 安価で1回ごとの交換に適すので、比較的半減期の長い<sup>60</sup>Co( $T_{1/2} = 5.24\text{y}$ ), <sup>110m</sup>Ag( $T_{1/2} = 253\text{d}$ ), <sup>65</sup>Zn( $T_{1/2} = 245\text{d}$ )に使用されている。
- (A-8) : 減圧・定温下での溶解・蒸発に適し、Auの王水溶解に使用されている。二重フラスコの外側の水を沸騰させることでその蒸気で溶解槽が加熱される。Sbの溶解にも採用され、加熱は石英ヒーターで行われる。
- (A-9) : <sup>35</sup>Sを製造するためのKCl(～10g)水溶解槽である。加熱はせずスターラーによる攪拌が行われ、溶解後液を移動する毛細管がセットされている。
- (A-10) : <sup>131</sup>Iを製造する二酸化テルルまたはテルル酸溶解槽で蒸留装置を兼ねている。気密に重点がおかれ、継手無しにアルカリ補集液まで蒸留される。窒素ガスで混合・攪拌およびキャリヤーガスを兼用し、加熱はマントルヒーターが使用される。

(A-11) : ホットアトム効果を利用して高比放射能  $^{51}\text{Cr}$  を製造する  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  ターゲット溶解槽であり、沈殿生成槽を兼ねている。 $\text{K}_2\text{CrO}_4$  微粉末を投入する際の周囲の汚染をさけるため溶解槽内の空気はトラップを通して減圧系に流れる。溶解液は 400ml で上・下 2 段のガラスヒーターで加熱され、混合・攪拌はスターラーで行われる。

(A-12) :  $^{32}\text{P}$  を製造するためのイオウ溶出装置である。原子炉照射中溶融し、照射後室温で固化したイオウは試料容器を開封して逆にして溶出装置に入れ、加熱して 114 °C で液化させ蒸留ルツボ内に落下させる。加熱はガラスヒーターと予備のリボンヒーターで行われ、加熱中のイオウガスは上部からトラップを通して吸引される。

### 3. 沈殿およびろ過装置

沈殿生成およびろ過装置を製作する場合に考慮すべき点は、(1)沈殿生成槽は溶解槽など他の装置と兼用できないか (2)沈殿量はどの程度か (3)加熱の有・無 (4)攪拌をどうするか (5)沈殿生成槽とろ過槽を同一装置とするか、ろ過は別に実施するか (6)沈殿の大きさ、状態、熱成時間 (7)ろ過板・ろ過棒の孔径 (8)沈殿の洗浄・再溶解の難易 (9)同一装置での再沈殿の有無 (10)ろ過板・ろ過棒の目詰防止策 等々である。

一般にろ液および沈殿の量が少ない (~10ml) 場合には市販の硝子ロートにろ紙をつけ製品瓶に立て、そのままろ過して一回ごとに廃棄する方法が多くとられている。例えば製造途中でわずかに混入してくる  $^{51}\text{Cr}$  製品溶液中のシリカの沈殿物などがそうである。また放射能が少い実験室規模の場合にも市販のろ過器が多く使われている。現在 RI 製造装置として組込まれている典型的な沈殿生成およびろ過装置を Fig. 3 に示す。

(B-1) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$  溶液と共に沈殿剤として使用した La の  $\text{La}(\text{OH})_3$  沈殿の分離に使用されていて、沈殿生成槽をゆっくり上昇させ上澄からろ過が行われる。

(B-2) :  $^{14}\text{C}$  の製造で使用され、沈殿生成槽と製品として受けける  $\text{Ba}^{14}\text{CO}_3$  沈殿槽が分割できる。したがってろ過板のついた沈殿槽は装置外に切りはなし重量測定、製品の貯蔵に使用される。沈殿の攪拌はガスによるバブリングによって実施される。

(B-3) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で使用され、 $^{51}\text{Cr}(\text{OH})_3$ 、 $\text{La}(\text{OH})_3$  沈殿とクロム酸カリ水溶液の分離に実用化されている。沈殿生成槽は溶解装置と兼用され、(A-11) に示した装置が使われ、真空系で液移動およびろ過を行う。ろ過板の目詰については逆に下部から加圧することで、沈殿層の剥離が行われる。

(A-11) : ホットアトム効果を利用して高比放射能<sup>51</sup>Crを製造するK<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>ターゲット溶解槽であり、沈殿生成槽を兼ねている。K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>微粉末を投入する際の周囲の汚染をさけるため溶解槽内の空気はトラップを通して減圧系に流れる。溶解液は400mlで上・下2段のガラスヒーターで加熱され、混合・攪拌はスターラーで行われる。

(A-12) : <sup>32</sup>Pを製造するためのイオウ溶出装置である。原子炉照射中溶融し、照射後室温で固化したイオウは試料容器を開封して逆にして溶出装置に入れ、加熱して114°Cで液化させ蒸留ルツボ内に落下させる。加熱はガラスヒーターと予備のリボンヒーターで行われ、加熱中のイオウガスは上部からトラップを通して吸引される。

### 3. 沈殿およびろ過装置

沈殿生成およびろ過装置を製作する場合に考慮すべき点は、(1)沈殿生成槽は溶解槽など他の装置と兼用できないか (2)沈殿量はどの程度か (3)加熱の有・無 (4)攪拌をどうするか (5)沈殿生成槽とろ過槽を同一装置とするか、ろ過は別に実施するか (6)沈殿の大きさ、状態、熱成時間 (7)ろ過板・ろ過棒の孔径 (8)沈殿の洗浄・再溶解の難易 (9)同一装置での再沈殿の有無 (10)ろ過板・ろ過棒の目詰防止策 等々である。

一般にろ液および沈殿の量が少ない(~10ml)場合には市販の硝子ロートにろ紙をつけ製品瓶に立て、そのままろ過して一回ごとに廃棄する方法が多くとられている。例えば製造途中でわずかに混入してくる<sup>51</sup>Cr製品溶液中のシリカの沈殿物などがそうである。また放射能が少い実験室規模の場合にも市販のろ過器が多く使われている。現在RI製造装置として組込まれている典型的な沈殿生成およびろ過装置をFig. 3に示す。

(B-1) : <sup>51</sup>Crの製造でNa<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>溶液と共に沈殿剤として使用したLaのLa(OH)<sub>3</sub>沈殿の分離に使用されていて、沈殿生成槽をゆっくり上昇させ上澄からろ過が行われる。

(B-2) : <sup>14</sup>Cの製造で使用され、沈殿生成槽と製品として受けるBa<sup>14</sup>CO<sub>3</sub>沈殿槽が分割できる。したがってろ過板のついた沈殿槽は装置外に切りはなし重量測定、製品の貯蔵に使用される。沈殿の攪拌はガスによるバブリングによって実施される。

(B-3) : <sup>51</sup>Crの製造で使用され、<sup>51</sup>Cr(OH)<sub>3</sub>、La(OH)<sub>3</sub>沈殿とクロム酸カリ水溶液の分離に実用化されている。沈殿生成槽は溶解装置と兼用され、(A-11)に示した装置が使われ、真空系で液移動およびろ過を行う。ろ過板の目詰については逆に下部から加圧することで、沈殿層の剥離が行われる。

## 4. 蒸留装置

蒸留装置製作上配慮すべき点は (1)蒸留温度、乾式の場合発火点などの蒸留条件 (2)蒸留時の飛沫同伴防止策 (3)キャリヤーガスの有無 (4)常圧蒸留か減圧蒸留か (5)蒸留時の気密性 (6)トラップの構造および補集効率 (7)トラップ冷却の有無 (8)加熱および制限温度 (9)蒸留時および冷却時の逆流防止 (10)蒸留中における装置破損時の対策 等々である。

乾式蒸留法を採用しイオウと  $^{32}\text{P}$  の分離を実施した蒸留装置を Fig. 4 に示す。温式蒸留法を採用し硫酸溶液に溶解したテルル酸または二酸化テルルから  $^{131}\text{I}$  を蒸留分離する装置の一例を Fig. 5 に示した。

- (C-1) : 初期に窒素雰囲気中でイオウを蒸留し、 $^{32}\text{P}$ を得た装置である。加熱はニクロム線を碍子管に通し石英布で巻いた手製ヒーターを使用した。この装置では窒素ガスの流量  $60\text{cc}/\text{min}$  で  $200\text{g}$  のイオウの蒸留を行う。窒素ガス流量が少ないとイオウが窒素ガス供給管に逆流し、多いと温度が下がり蒸留できない。
- (C-2) : (C-1)装置では平ズリ構造のため遠隔で気密を高くセットすることが困難であった。そのため発火点(空気中)以上の沸点で蒸留する窒素ガス蒸留法ではスリ部分からイオウがにじみ出て発火燃焼することがあり、この点を改良した装置である。トラップは空冷であり、固化したトラップ中のイオウはトラップ下部に巻いたリボンヒーターで液化して装置外に取り出される。
- (C-3) : イオウの発火点以下に沸点を下げ~ $3\text{mm Hg}$  下の減圧でイオウを蒸留する減圧蒸留装置である。蒸留ルツボの加熱は石英製マントルヒーターで、トラップは空冷である。この装置はフランスのサクレー研究所の装置を参考に製作した。
- (C-4) :  $^{131}\text{I}$  蒸留装置で、窒素ガスをキャリヤーとして蒸留する。硫酸根のアルカリトラップへの混入を極力下げるため飛沫同伴防止を兼ねた長い冷却筒に特徴がある。蒸留槽からトラップ液までの間に装置の継ぎ目はなく気密推持に重点がおかれており、トラップは水冷されている。加熱はマントルヒーターであり、窒素ガスの流量を調整しながら冷却しないとトラップ溶液は逆流する。

## 5. 濃縮装置

濃縮装置には一般に、蒸発によって液量を規定容量まで少くする場合と、酸・アルカリ調整やイオン交換後に混入してくる有機物の分解を考え一度蒸発乾固し少液量で再溶解する場合がある。

濃縮装置製作上の配慮すべき点は (1)濃縮槽が溶解槽など他の装置と兼用できるか (2)加熱方法 (3)温度調整 (4)トラップ冷却方法 (5)酸・アルカリトラップ (6)突沸防止 (7)減圧下での蒸発とするか (8)気密性 (9)蒸発させる液量 (10)濃縮後の液量調整 等々である。

代表的な濃縮装置の例を Fig. 6, Fig. 7 に示す。

- (D-1) : 初期に  $^{35}\text{S}$  製造用に使用された装置で、陽イオン交換樹脂を通した後の多量の溶

## 4. 蒸留装置

蒸留装置製作上配慮すべき点は (1)蒸留温度、乾式の場合発火点などの蒸留条件 (2)蒸留時の飛沫同伴防止策 (3)キャリヤーガスの有無 (4)常圧蒸留か減圧蒸留か (5)蒸留時の気密性 (6)トラップの構造および補集効率 (7)トラップ冷却の有無 (8)加熱および制限温度 (9)蒸留時および冷却時の逆流防止 (10)蒸留中における装置破損時の対策 等々である。

乾式蒸留法を採用しイオウと  $^{32}\text{P}$  の分離を実施した蒸留装置を Fig. 4 に示す。温式蒸留法を採用し硫酸溶液に溶解したテルル酸または二酸化テルルから  $^{131}\text{I}$  を蒸留分離する装置の一例を Fig. 5 に示した。

- (C-1) : 初期に窒素雰囲気中でイオウを蒸留し、 $^{32}\text{P}$ を得た装置である。加熱はニクロム線を碍子管に通し石英布で巻いた手製ヒーターを使用した。この装置では窒素ガスの流量  $60\text{cc}/\text{min}$  で  $200\text{g}$  のイオウの蒸留を行う。窒素ガス流量が少ないとイオウが窒素ガス供給管に逆流し、多いと温度が下がり蒸留できない。
- (C-2) : (C-1)装置では平ズリ構造のため遠隔で気密を高くセットすることが困難であった。そのため発火点(空気中)以上の沸点で蒸留する窒素ガス蒸留法ではスリ部分からイオウがにじみ出て発火燃焼することがあり、この点を改良した装置である。トラップは空冷であり、固化したトラップ中のイオウはトラップ下部に巻いたリボンヒーターで液化して装置外に取り出される。
- (C-3) : イオウの発火点以下に沸点を下げ~ $3\text{mm Hg}$  下の減圧でイオウを蒸留する減圧蒸留装置である。蒸留ルツボの加熱は石英製マントルヒーターで、トラップは空冷である。この装置はフランスのサクレー研究所の装置を参考に製作した。
- (C-4) :  $^{131}\text{I}$  蒸留装置で、窒素ガスをキャリヤーとして蒸留する。硫酸根のアルカリトラップへの混入を極力下げるため飛沫同伴防止を兼ねた長い冷却筒に特徴がある。蒸留槽からトラップ液までの間に装置の継ぎ目はなく気密推持に重点がおかれており、トラップは水冷されている。加熱はマントルヒーターであり、窒素ガスの流量を調整しながら冷却しないとトラップ溶液は逆流する。

## 5. 濃縮装置

濃縮装置には一般に、蒸発によって液量を規定容量まで少くする場合と、酸・アルカリ調整やイオン交換後に混入してくる有機物の分解を考え一度蒸発乾固し少液量で再溶解する場合がある。

濃縮装置製作上の配慮すべき点は (1)濃縮槽が溶解槽など他の装置と兼用できるか (2)加熱方法 (3)温度調整 (4)トラップ冷却方法 (5)酸・アルカリトラップ (6)突沸防止 (7)減圧下での蒸発とするか (8)気密性 (9)蒸発させる液量 (10)濃縮後の液量調整 等々である。

代表的な濃縮装置の例を Fig. 6, Fig. 7 に示す。

- (D-1) : 初期に  $^{35}\text{S}$  製造用に使用された装置で、陽イオン交換樹脂を通した後の多量の溶

離液を赤外線ランプまたは石英ヒーターで加熱し、濃縮および塩酸の蒸発乾固が行われた。

- (D-2) : (D-1)に同じ目的で製作されたもので溶離液流出口と濃縮後の液取出口とを兼ねている。
- (D-3) :  $^{124}\text{Sb}$  溶液濃縮などに使用された装置で加熱はガラスヒーターで行う。球面ズリで気密性が良い。
- (D-4) :  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{45}\text{Ca}$ ,  $^{204}\text{Tl}$ などの溶解液の濃縮および蒸発乾固に使用される。加熱は石英ヒーターで行われる。蒸発した酸は水流ポンプとの間に置かれたトラップで液化し補集される。
- (D-5) :  $^{198}\text{Au}$ ,  $^{124}\text{Sb}$  の製造で王水の蒸発乾固に使用される。二重フラスコの外側に入れた水は石英ヒーターで加熱される。減圧濃縮や乾固後水をぬいて急冷することも可能である。
- (D-6) :  $^{131}\text{I}$ 溶液の濃縮に使用した濃縮器でスリ合せ部分のない一体ものとし気密に重点をおき、最終溶液が調整し易いように配慮されている。ガラスヒーターで外側のテトラクロルエチレン (Bp. 121.1°C) を加熱して定温に保つ。
- (D-7) :  $^{51}\text{Cr}$  溶液中の過酸化水素除去のため減圧下 (~10 mm Hg) で使用されている蒸発乾固槽である。ガラスヒーターで加熱する部分は石英製であり、アルカリのガラス腐蝕による不純物混入を少くしている。中心部のキャピラリーから空気を取り入れ突沸が防止されている。
- (D-8) :  $^{32}\text{P}$  製造で使用されている濃縮・蒸発乾固槽で、内部の蒸発槽は  $^{32}\text{P}$  の吸着を少くするため石英製である。この型式の濃縮器が一番多く現在使用されている。石英ヒーターで加熱された不燃性テトラクロルエチレンを使用し、定温に保つため、 $\text{H}_2^{35}\text{SO}_4$  や  $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$  の蒸発を防ぎ、水・塩酸のみの蒸発が可能である。

## 6. イオン交換装置

イオン交換装置には、樹脂の放射線損傷や長期使用に対する劣化を考えて、ⅰ) セル内にそのつど小型のカラムを挿入し、使用後廃棄する方法 ⅱ) セル内装置の一部として組込み、樹脂だけ遠隔で交換する方法 ⅲ) グローブボックス内でカラムごとスリ合せ部分から交換する方法がある。

イオン交換装置製作上の配慮すべき点は (1)交換容量から要求される樹脂の体積(大きさ) (2)前記ⅰ), ⅱ), ⅲ) のどの方法とするか (3)カラムの径・長さ、流速、温度などの条件決定 (4)ろ過板の孔径選定 (5)コンディショニングの方法 (6)放射線損傷に対する考え方 (7)前記ⅰ)の場合のカラム固定方法 等々である。

使用されているイオン交換装置の代表的な例を Fig. 8 に示す。RI の製造用としてはカラム方式が使用され、バッチ方式は使用されていない。

- (E-1) :  $^{32}\text{P}$  の製造で  $\text{Al}$  などの不純物を除くカラムで ④, ⑤ を閉じて使用される。樹脂

離液を赤外線ランプまたは石英ヒーターで加熱し、濃縮および塩酸の蒸発乾固が行われた。

- (D-2) : (D-1)に同じ目的で製作されたもので溶離液流出口と濃縮後の液取出口とを兼ねている。
- (D-3) :  $^{124}\text{Sb}$  溶液濃縮などに使用された装置で加熱はガラスヒーターで行う。球面ズリで気密性が良い。
- (D-4) :  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{45}\text{Ca}$ ,  $^{204}\text{Tl}$ などの溶解液の濃縮および蒸発乾固に使用される。加熱は石英ヒーターで行われる。蒸発した酸は水流ポンプとの間に置かれたトラップで液化し補集される。
- (D-5) :  $^{198}\text{Au}$ ,  $^{124}\text{Sb}$  の製造で王水の蒸発乾固に使用される。二重フラスコの外側に入れた水は石英ヒーターで加熱される。減圧濃縮や乾固後水をぬいて急冷することも可能である。
- (D-6) :  $^{131}\text{I}$  溶液の濃縮に使用した濃縮器でスリ合せ部分のない一体ものとし気密に重点をおき、最終溶液が調整し易いように配慮されている。ガラスヒーターで外側のテトラクロルエチレン (Bp. 121.1°C) を加熱して定温に保つ。
- (D-7) :  $^{51}\text{Cr}$  溶液中の過酸化水素除去のため減圧下 (~10 mm Hg) で使用されている蒸発乾発乾槽である。ガラスヒーターで加熱する部分は石英製であり、アルカリのガラス腐蝕による不純物混入を少くしている。中心部のキャピラリーから空気を取り入れ突沸が防止されている。
- (D-8) :  $^{32}\text{P}$  製造で使用されている濃縮・蒸発乾槽で、内部の蒸発槽は  $^{32}\text{P}$  の吸着を少くするため石英製である。この型式の濃縮器が一番多く現在使用されている。石英ヒーターで加熱された不燃性テトラクロルエチレンを使用し、定温に保つため、 $\text{H}_2^{35}\text{SO}_4$  や  $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$  の蒸発を防ぎ、水・塩酸のみの蒸発が可能である。

## 6. イオン交換装置

イオン交換装置には、樹脂の放射線損傷や長期使用に対する劣化を考えて、ⅰ) セル内にそのつど小型のカラムを挿入し、使用後廃棄する方法 ⅱ) セル内装置の一部として組込み、樹脂だけ遠隔で交換する方法 ⅲ) グローブボックス内でカラムごとスリ合せ部分から交換する方法がある。

イオン交換装置製作上の配慮すべき点は (1)交換容量から要求される樹脂の体積(大きさ) (2)前記ⅰ), ⅱ), ⅲ) のどの方法とするか (3)カラムの径・長さ、流速、温度などの条件決定 (4)ろ過板の孔径選定 (5)コンディショニングの方法 (6)放射線損傷に対する考え方 (7)前記ⅰ)の場合のカラム固定方法 等々である。

使用されているイオン交換装置の代表的な例を Fig. 8 に示す。RI の製造用としてはカラム方式が使用され、バッチ方式は使用されていない。

- (E-1) :  $^{32}\text{P}$  の製造で A などの不純物を除くカラムで ①, ② を閉じて使用される。樹脂

が放射線損傷を生じると④から水を流し⑩から樹脂トラップ（J-9）を通して水流ポンプで吸引し、樹脂を廃棄した後、上部から新しい樹脂が水と共に注入される。

- (E-2) (E-3) :  $^{35}\text{S}$  製造用に使用されているKイオン除去用カラムである。劣化した樹脂はグローブボックス内でスリ部分から装置をはずし交換される。
- (E-4) : 樹脂上面の液量が調整できるカラムで  $^{35}\text{S}$  製造で  $^{32}\text{P}$  を除くため鉄型カラムとした後使用されている。
- (E-5) : 一回の処理で廃棄する型式のカラムで  $^{32}\text{P}$  製造などで使用されている。
- (E-6) : 無担体の不純物や、最終製品中の微量の不純物を除き精製するのに、液損失が少く適している。

## 7. 溶媒抽出装置

溶媒抽出は分離係数が低いこと、二層の分離が難しいこと、遠隔操作がしにくいことなどの理由からあまり最近まで使用されなかった。有機層・無機層の混合にはセル内でトング操作しかできないことから、マグネチックスターラーによる方法、窒素ガスでのバブリング方法、減圧などにより下層の液を上層に移動させる対流方法などが実用化されている。また二層の分離には、一定容量による容量分取法、肉眼操作法、電気電導性の違いを利用して電磁弁と連動させる方法などがとられている。当部で現在実用化している抽出法はいずれもバッチ式であり、連続式は液量が多くなること、装置が高価になることから採用していないが、今後の開発課題となろう。

使用例をFig. 9に示す。

- (F-1) :  $\text{UO}_2$  およびF.P.の中から  $^{99}\text{Mo}$  を抽出する装置で、ガラス製で試作した後ステンレス鋼製で再製作された装置である。攪拌はスターラー混合法である。30分放置後90%以上の抽出率を得ている。
- (F-2) : (F-1)同様  $^{99}\text{Mo}$  抽出装置であり、窒素ガス攪拌式である。(F-1)と同じ抽出率を得ているが、バブリングによる飛沫同伴に難点がある。いずれも二層は電気電導性の違いで分離される。
- (F-3) : 実用化されていないが、金属水銀混合装置として使用された。上部を減圧として混合攪拌する方法で抽出装置として使用できる。

## 8. 滴定・酸性度測定装置

精製RIの製品仕様から酸性度を規格範囲内に調整する作業があり、一般に製造工程では安価で信頼性が高く、手軽に使用できるpHメーターを多用している。

滴定・酸性度測定装置製作上の配慮すべき点は (1)液量 (2)滴定方法 (3)溶解槽など他の装

が放射線損傷を生じると④から水を流し⑤から樹脂トラップ(J-9)を通して水流ポンプで吸引し、樹脂を廃棄した後、上部から新しい樹脂が水と共に注入される。

(E-2)(E-3) :  $^{35}\text{S}$  製造用に使用されているKイオン除去用カラムである。劣化した樹脂はグローブボックス内でスリ部分から装置をはずし交換される。

(E-4) : 樹脂上面の液量が調整できるカラムで  $^{35}\text{S}$  製造で  $^{32}\text{P}$  を除くため鉄型カラムとした後使用されている。

(E-5) : 一回の処理で廃棄する型式のカラムで  $^{32}\text{P}$  製造などで使用されている。

(E-6) : 無担体の不純物や、最終製品中の微量の不純物を除き精製するのに、液損失が少く適している。

## 7. 溶媒抽出装置

溶媒抽出は分離係数が低いこと、二層の分離が難しいこと、遠隔操作がしにくいくことなどの理由からあまり最近まで使用されなかった。有機層・無機層の混合にはセル内でトング操作しかできないことから、マグネチックスターラーによる方法、窒素ガスでのバブリング方法、減圧などにより下層の液を上層に移動させる対流方法などが実用化されている。また二層の分離には、一定容量による容量分取法、肉眼操作法、電気電導性の違いを利用して電磁弁と連動させる方法などがとられている。当部で現在実用化している抽出法はいずれもバッチ式であり、連続式は液量が多くなること、装置が高価になることから採用していないが、今後の開発課題となろう。

使用例をFig. 9に示す。

(F-1) :  $\text{UO}_2$  およびF.P.の中から  $^{99}\text{Mo}$  を抽出する装置で、ガラス製で試作した後ステンレス鋼製で再製作された装置である。攪拌はスターラー混合法である。30分放置後90%以上の抽出率を得ている。

(F-2) : (F-1)同様  $^{99}\text{Mo}$  抽出装置であり、窒素ガス攪拌式である。(F-1)と同じ抽出率を得ているが、バブリングによる飛沫同伴に難点がある。いずれも二層は電気電導性の違いで分離される。

(F-3) : 実用化されていないが、金属水銀混合装置として使用された。上部を減圧として混合攪拌する方法で抽出装置として使用できる。

## 8. 滴定・酸性度測定装置

精製RIの製品仕様から酸性度を規格範囲内に調整する作業があり、一般に製造工程では安価で信頼性が高く、手軽に使用できるpHメーターを多用している。

滴定・酸性度測定装置製作上の配慮すべき点は (1)液量 (2)滴定方法 (3)溶解槽など他の装

が放射線損傷を生じると④から水を流し⑩から樹脂トラップ（J-9）を通して水流ポンプで吸引し、樹脂を廃棄した後、上部から新しい樹脂が水と共に注入される。

- (E-2) (E-3) :  $^{35}\text{S}$  製造用に使用されているKイオン除去用カラムである。劣化した樹脂はグローブボックス内でスリ部分から装置をはずし交換される。
- (E-4) : 樹脂上面の液量が調整できるカラムで  $^{35}\text{S}$  製造で  $^{32}\text{P}$  を除くため鉄型カラムとした後使用されている。
- (E-5) : 一回の処理で廃棄する型式のカラムで  $^{32}\text{P}$  製造などで使用されている。
- (E-6) : 無担体の不純物や、最終製品中の微量の不純物を除き精製するのに、液損失が少く適している。

## 7. 溶媒抽出装置

溶媒抽出は分離係数が低いこと、二層の分離が難しいこと、遠隔操作がしにくいくことなどの理由からあまり最近まで使用されなかった。有機層・無機層の混合にはセル内でトング操作しかできないことから、マグネチックスターラーによる方法、窒素ガスでのバブリング方法、減圧などにより下層の液を上層に移動させる対流方法などが実用化されている。また二層の分離には、一定容量による容量分取法、肉眼操作法、電気電導性の違いを利用して電磁弁と連動させる方法などがとられている。当部で現在実用化している抽出法はいずれもバッチ式であり、連続式は液量が多くなること、装置が高価になることから採用していないが、今後の開発課題となろう。

使用例をFig. 9に示す。

- (F-1) :  $\text{UO}_2$  およびF.P.の中から  $^{99}\text{Mo}$  を抽出する装置で、ガラス製で試作した後ステンレス鋼製で再製作された装置である。攪拌はスターラー混合法である。30分放置後90%以上の抽出率を得ている。
- (F-2) : (F-1)同様  $^{99}\text{Mo}$  抽出装置であり、窒素ガス攪拌式である。(F-1)と同じ抽出率を得ているが、バブリングによる飛沫同伴に難点がある。いずれも二層は電気電導性の違いで分離される。
- (F-3) : 実用化されていないが、金属水銀混合装置として使用された。上部を減圧として混合攪拌する方法で抽出装置として使用できる。

## 8. 滴定・酸性度測定装置

精製RIの製品仕様から酸性度を規格範囲内に調整する作業があり、一般に製造工程では安価で信頼性が高く、手軽に使用できるpHメーターを多用している。

滴定・酸性度測定装置製作上の配慮すべき点は (1)液量 (2)滴定方法 (3)溶解槽など他の装

置と兼用できないか (4)攪拌方法 などである。滴定に使用する滴下液量はセル外に置かれた自動ビューレットで操作し読み取る。攪拌はマグネチックスターーまたは減圧あるいは窒素によるバブリング方式である。

現在使用されている主な例を Fig. 10 に示す。

(G-1) :  $^{24}\text{Na}$ ,  $^{42}\text{K}$  の製造に使用している方法で,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$  を塩酸で溶解・滴定しながら pH 調整し, 中性溶液とする。攪拌はマグネチックスターーでおこなわれる。

(G-2) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造でアルカリ溶液を塩酸滴定する方法で (G-1) を小型化したものである。

(G-3) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で使用された方法で上面を減圧にし, 下方毛細管から空気を入れバブリング攪拌しながら滴定する。 $^{131}\text{I}$  の pH 調整では窒素バブリング法が採用された。

(G-4) :  $^{32}\text{P}$  製造装置として組込まれている酸性度チェック装置である。白金黒電極で製品溶液の導電率を測定し, 0.05 ~ 0.15 標準塩酸溶液となっているかどうかが確認される。

滴定法については電磁弁と連動した自動滴定法の開発が考慮されてきているが, 現状では手操作が主流をしめている。

## 9. 容量測定装置

精製 RI 製品の貯蔵量, 検査配分量, 出荷配分量の液量を正確に求める目的で容量測定装置が使用される。ピペット操作をモーター・や注射筒などをを利用して遠隔化したものである。

容量測定装置製作上の配慮すべき点は (1)扱う溶液の総量 (2)出荷配分などの小分けの際の精度 (3)価格 (4)操作の難易 (5)洗浄しやすい (6)製品瓶との取合 (製品瓶底まで先端がとどき全液量が回収できる) (7)相互汚染防止 などである。

溶液量測定装置の例を Fig. 11 に示す。

(H-1) : 最も多く使用されているビューレットで高価ではあるが精度が高く, 操作が楽ですぐれている。市販品として 5mℓ, 10mℓ, 20mℓ 容量用が入手でき, 核種によって先端部分 (ガラス製ピペットおよびテフロン弁) を交換して使用することもある。 $^{198}\text{Au}$ ,  $^{24}\text{Na}$ ,  $^{42}\text{K}$ ,  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{45}\text{Ca}$ ,  $^{32}\text{P}$ ,  $^{35}\text{S}$  などの出荷配分操作に使用している。

(H-2) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で使用され, 滴定 (G-2) 操作後の全溶液量の測定に使われる。

(H-3) :  $^{86}\text{Rb}$ ,  $^{110m}\text{Ag}$ ,  $^{65}\text{Zn}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{75}\text{Se}$  などの小分け出荷配分操作に使用される。液の上下操作は注射筒または (H-1) 先端と接続され減下・加圧法で行われる。途中に接続された三方または六方コックの切りかえで, それぞれの核種のピペットが選定される。

(H-4) :  $^{32}\text{P}$  の初期に採用された装置で, 最終製品量を読み取った後, 電磁弁操作で製品

置と兼用できないか (4)攪拌方法 などである。滴定に使用する滴下液量はセル外に置かれた自動ビューレットで操作し読み取る。攪拌はマグネチックスターラーまたは減圧あるいは窒素によるバブリング方式である。

現在使用されている主な例を Fig. 10 に示す。

(G-1) :  $^{24}\text{Na}$ ,  $^{42}\text{K}$  の製造に使用している方法で、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$  を塩酸で溶解・滴定しながら pH 調整し、中性溶液とする。攪拌はマグネチックスターラーでおこなわれる。

(G-2) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造でアルカリ溶液を塩酸滴定する方法で (G-1) を小型化したものである。

(G-3) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で使用された方法で上面を減圧にし、下方毛細管から空気を入れバブリング攪拌しながら滴定する。 $^{131}\text{I}$  の pH 調整では窒素バブリング法が採用された。

(G-4) :  $^{32}\text{P}$  製造装置として組込まれている酸性度チェック装置である。白金黒電極で製品溶液の導電率を測定し、0.05 ~ 0.15 標準塩酸溶液となっているかどうかが確認される。

滴定法については電磁弁と連動した自動滴定法の開発が考慮されてきているが、現状では手操作が主流をしめている。

## 9. 容量測定装置

精製 RI 製品の貯蔵量、検査配分量、出荷配分量の液量を正確に求める目的で容量測定装置が使用される。ピペット操作をモーターや注射筒などを利用して遠隔化したものである。

容量測定装置製作上の配慮すべき点は (1)扱う溶液の総量 (2)出荷配分などの小分けの際の精度 (3)価格 (4)操作の難易 (5)洗浄しやすい (6)製品瓶との取合 (製品瓶底まで先端がとどき全液量が回収できる) (7)相互汚染防止 などである。

溶液量測定装置の例を Fig. 11 に示す。

(H-1) : 最も多く使用されているビューレットで高価ではあるが精度が高く、操作が楽ですぐれている。市販品として 5mℓ, 10mℓ, 20mℓ 容量用が入手でき、核種によって先端部分 (ガラス製ピペットおよびテフロン弁) を交換して使用することもある。 $^{198}\text{Au}$ ,  $^{24}\text{Na}$ ,  $^{42}\text{K}$ ,  $^{64}\text{Cu}$ ,  $^{45}\text{Ca}$ ,  $^{32}\text{P}$ ,  $^{35}\text{S}$  などの出荷配分操作に使用している。

(H-2) :  $^{51}\text{Cr}$  の製造で使用され、滴定 (G-2) 操作後の全溶液量の測定に使われる。

(H-3) :  $^{86}\text{Rb}$ ,  $^{110\text{m}}\text{Ag}$ ,  $^{65}\text{Zn}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{75}\text{Se}$  などの小分け出荷配分操作に使用される。液の上下操作は注射筒または (H-1) 先端と接続され減下・加圧法で行われる。途中に接続された三方または六方コックの切りかえで、それぞれの核種のピペットが選定される。

(H-4) :  $^{32}\text{P}$  の初期に採用された装置で、最終製品量を読み取った後、電磁弁操作で製品

瓶にうつされる。

- (H-5) :  $^{35}\text{S}$  などグローブボックス操作で多用され、減圧系で液移動し、コック操作で回収される。

## 10. 冷却装置

冷却器は、蒸留液の冷却を目的としたもの、還流の際の蒸気の冷却回収を目的としたもの、蒸発乾固時の酸などの冷却を目的としたものなどがあり種類も豊富である。冷却方式には水冷却または空気冷却が採用されている。冷却装置を製作する上で配慮すべき点は (1)蒸留槽およびトラップ(回収槽)との接続部の気密性 (2)水冷却とするか空気冷却とするか (3)冷却部の構造・大きさ (4)飛沫同伴防止方法 (5)冷却器への吸着の有無 (6)トラップからの逆流防止などの他一般の熱交換機の原理が配慮される。

広義には次項で述べる各種トラップも冷却装置に含まれるが、ここでは別に述べることにした。

冷却装置の一例を Fig. 12 に示す。

- (I-1) : 初期のテルルから  $^{131}\text{I}$  を蒸留分離する際の冷却器として使用されたもので、硫酸根の混入をさけるため飛沫同伴防止用ミストトラップを内蔵している点や、冷却効果を大きくするため径路を長くし、かつ気密を良くするために蒸留槽から冷却器付トラップまで一体ものとしている点に特徴がある。
- (I-2) : 蛇管部分が外部から冷却または保温され、蛇管下部から被冷却体が流入する。冷却部の温度調整に適している。
- (I-3) : 還流用に使用される冷却器で初期の  $^{32}\text{P}$  製造に使用された。
- (I-4) : 空気冷却式冷却器で少液量の蒸発乾固用として多用されている。
- (I-5) : 市販されている冷却器のうち主として過去から現在にわたり実際に使用されているタイプで、大きさも種類も多く、冷却器として多用されている。

## 11. 各種トラップ

一時的に液またはガスを溜める容器として種々のトラップが開発使用されている。トラップはそれぞれの目的に応じ(i)蒸留液補集または洗気を目的としたもの (ii)ガス中の一部分の成分を回収または補集するためのフィルター的役目を目的としたもの (iii)イオン交換樹脂を遠隔操作で交換する際の廃棄樹脂貯蔵を目的としたもの (iv)装置系を減圧または真空にする場合、真空ポンプへの水分飛散を防止する目的のもの (v)廃液の一時貯蔵を目的としたもの (vi)真空系を集めた真空トラップ (vii)液移動の際の一時的な液溜を目的としたものなどが使用されている。

トラップを製作する上で考慮すべき点は (1)補集効率が充分高いか (2)気密・水密性が良いか (3)冷却の有無 (4)大きさ・構造 (5)交換時の互換性 (6)液溜として使用する際の液損失

瓶にうつされる。

- (H-5) :  $^{35}\text{S}$  などグローブボックス操作で多用され、減圧系で液移動し、コック操作で回収される。

## 10. 冷却装置

冷却器は、蒸留液の冷却を目的としたもの、還流の際の蒸気の冷却回収を目的としたもの、蒸発乾固時の酸などの冷却を目的としたものなどがあり種類も豊富である。冷却方式には水冷却または空気冷却が採用されている。冷却装置を製作する上で配慮すべき点は (1)蒸留槽およびトラップ(回収槽)との接続部の気密性 (2)水冷却とするか空気冷却とするか (3)冷却部の構造・大きさ (4)飛沫同伴防止方法 (5)冷却器への吸着の有無 (6)トラップからの逆流防止などの他一般の熱交換機の原理が配慮される。

広義には次項で述べる各種トラップも冷却装置に含まれるが、ここでは別に述べることにした。

冷却装置の一例を Fig. 12 に示す。

- (I-1) : 初期のテルルから  $^{131}\text{I}$  を蒸留分離する際の冷却器として使用されたもので、硫酸根の混入をさけるため飛沫同伴防止用ミストトラップを内蔵している点や、冷却効果を大きくするため径路を長くし、かつ気密を良くするために蒸留槽から冷却器付トラップまで一体ものとしている点に特徴がある。
- (I-2) : 蛇管部分が外部から冷却または保温され、蛇管下部から被冷却体が流入する。冷却部の温度調整に適している。
- (I-3) : 還流用に使用される冷却器で初期の  $^{32}\text{P}$  製造に使用された。
- (I-4) : 空気冷却式冷却器で少液量の蒸発乾固用として多用されている。
- (I-5) : 市販されている冷却器のうち主として過去から現在にわたり実際に使用されているタイプで、大きさも種類も多く、冷却器として多用されている。

## 11. 各種トラップ

一時的に液またはガスを溜める容器として種々のトラップが開発使用されている。トラップはそれぞれの目的に応じ(i)蒸留液補集または洗気を目的としたもの (ii)ガス中の一部分の成分を回収または補集するためのフィルター的役目を目的としたもの (iii)イオン交換樹脂を遠隔操作で交換する際の廃棄樹脂貯蔵を目的としたもの (iv)装置系を減圧または真空にする場合、真空ポンプへの水分飛散を防止する目的のもの (v)廃液の一時貯蔵を目的としたもの (vi)真空系を集めた真空トラップ (vii)液移動の際の一時的な液溜を目的としたものなどが使用されている。

トラップを製作する上で考慮すべき点は (1)補集効率が充分高いか (2)気密・水密性が良いか (3)冷却の有無 (4)大きさ・構造 (5)交換時の互換性 (6)液溜として使用する際の液損失

瓶にうつされる。

- (H-5) :  $^{35}\text{S}$  などグローブボックス操作で多用され、減圧系で液移動し、コック操作で回収される。

## 10. 冷却装置

冷却器は、蒸留液の冷却を目的としたもの、還流の際の蒸気の冷却回収を目的としたもの、蒸発乾固時の酸などの冷却を目的としたものなどがあり種類も豊富である。冷却方式には水冷却または空気冷却が採用されている。冷却装置を製作する上で配慮すべき点は (1)蒸留槽およびトラップ(回収槽)との接続部の気密性 (2)水冷却とするか空気冷却とするか (3)冷却部の構造・大きさ (4)飛沫同伴防止方法 (5)冷却器への吸着の有無 (6)トラップからの逆流防止などの他一般の熱交換機の原理が配慮される。

広義には次項で述べる各種トラップも冷却装置に含まれるが、ここでは別に述べることにした。

冷却装置の一例を Fig. 12 に示す。

- (I-1) : 初期のテルルから  $^{131}\text{I}$  を蒸留分離する際の冷却器として使用されたもので、硫酸根の混入をさけるため飛沫同伴防止用ミストトラップを内蔵している点や、冷却効果を大きくするため径路を長くし、かつ気密を良くするために蒸留槽から冷却器付トラップまで一体ものとしている点に特徴がある。
- (I-2) : 蛇管部分が外部から冷却または保温され、蛇管下部から被冷却体が流入する。冷却部の温度調整に適している。
- (I-3) : 還流用に使用される冷却器で初期の  $^{32}\text{P}$  製造に使用された。
- (I-4) : 空気冷却式冷却器で少液量の蒸発乾固用として多用されている。
- (I-5) : 市販されている冷却器のうち主として過去から現在にわたり実際に使用されているタイプで、大きさも種類も多く、冷却器として多用されている。

## 11. 各種トラップ

一時的に液またはガスを溜める容器として種々のトラップが開発使用されている。トラップはそれぞれの目的に応じ(I)蒸留液補集または洗気を目的としたもの (II)ガス中の一部分の成分を回収または補集するためのフィルター的役目を目的としたもの (III)イオン交換樹脂を遠隔操作で交換する際の廃棄樹脂貯蔵を目的としたもの (IV)装置系を減圧または真空にする場合、真空ポンプへの水分飛散を防止する目的のもの (V)廃液の一時貯蔵を目的としたもの (VI)真空系を集めた真空トラップ (VII)液移動の際の一時的な液溜を目的としたものなどが使用されている。

トラップを製作する上で考慮すべき点は (1)補集効率が充分高いか (2)気密・水密性が良いか (3)冷却の有無 (4)大きさ・構造 (5)交換時の互換性 (6)液溜として使用する際の液損失

などである。

各種トラップの例をFig. 13, Fig. 14, Fig. 15に示す。

- ( J - 1 ) :  $^{131}\text{I}$  製造用に使用されたアルカリ溶液中に  $^{131}\text{I}$  を捕集するトラップで外側は水冷却される。
- ( J - 2 ) : ( J - 1 )と同じ目的で使用されたトラップで、類似したトラップが  $\text{AeN}$  を原子炉照射し、 $^{14}\text{C}$  を製造する際の  $^{14}\text{CO}_2$  ガストラップとして使用されている。
- ( J - 3 ) : 一般に使用されているトラップで  $^{197}, ^{203}\text{Hg}$ ,  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{110m}\text{Ag}$ ,  $^{65}\text{Zn}$  などの製造に使用されている溶解時のガストラップである。
- ( J - 4 ) : 実験室規模でトレーサー量の  $^{131}\text{I}$  トラップとして使用された。
- ( J - 5 ) : 市販品の洗気瓶であり、酸蒸気の回収用として  $^{64}\text{Cu}$  の製造などに使用されている。
- ( J - 6 ) : 市販品のカルシウム円筒に活性炭を充填し、 $^{131}\text{I}$ ,  $^{35}\text{SO}_4$ ,  $^{197}\text{Hg}$  を含むガスの浄化に使用される。
- ( J - 7 ) :  $^{32}\text{P}$  製造に使用されている装置で、イオウを減圧蒸留する際に飛散してくるガス状イオウの捕集を目的としたトラップである。空気冷却式でイオウガス成分の重さを考慮して種々のトラップが試作され実験された中で比較的良好な結果を得た形式である。
- ( J - 8 ) :  $^{131}\text{I}$  を含む空気の浄化を目的とした活性炭トラップで他の核種についても実験室規模で使用されている。類似した装置で容器外側にガラスヒーターまたはリボンヒーターを付け内部にシリカゲルを充填し、空気中の水分除去トラップとして使用されているものもある。
- ( J - 9 ) : イオン交換樹脂を含む水は容器下部から入り、水だけが上部からアスピレーターなどで吸引される樹脂トラップ。 $^{32}\text{P}$  製造に使用されている。
- ( J - 10 ) : 主としてホットアトム効果を利用した  $^{51}\text{Cr}$ ,  $^{64}\text{Cu}$  などの製造に使用されているコールドトラップである。これらの製造には真空ポンプの使用時間が長いことから、ポンプへの水分混入をさける目的で使用される。冷却方法としてドライアイス・エタノールが使用されているが、液体窒素やクライオクール、クールニクス（いずれも商品名）などの低温冷却機などもコールドトラップに使用される。
- ( J - 11 ) :  $^{32}\text{P}$  製造に使用されている廃液トラップを示した。製造時廃液は一時トラップに保持され、次回製造時まで放射能を減衰させた後廃棄される。市販品のタヌキ瓶から始まって大きさ・形状共に種々の廃液トラップが  $^{198}\text{Au}$ ,  $^{35}\text{S}$ ,  $^{14}\text{C}$ ,  $^{51}\text{Cr}$  などの製造に使用されている。
- ( J - 12 ) : 真空または減圧系のトラップの一例であり、各真空または減圧容器に接続される。減圧ゲージと接続し、真空蒸留や液移動のため、それぞれに適した減圧度に調整される。
- ( J - 13 ) ( J - 14 ) ( J - 15 ) ( J - 16 ) ( J - 17 ) ( J - 18 ) : いずれも液を一時溜めるための容器で、液は減圧系で吸い上げられ、上部からトラップに移動し、その後トラップ下部のコックまたは電磁弁の開閉で他部に移動する形式である。球型と円筒型では組込の際の保持方式が異なる。

(J-19)(J-20) : 液移動が完了した時点で減圧系を常圧とすれば下部逆止弁が開放し、液はトラップ下部に移動する。いずれも  $^{32}\text{P}$  の製造装置として過去使用された。

(J-21) : 逆流防止用トラップまたは冷却水等の流れの確認として使用されている。

(J-22) : 廃液トラップに似ているが目的が違い、 $^{35}\text{S}$  製造の際の  $^{36}\text{Cl}$  を一時貯蔵するように、副反応生成物の一時貯蔵や装置系に支障をきたした場合の一時的製品回収に使用されている。

## 12. 製品貯蔵容器

一般にガラス製貯蔵容器は、さらにステンレス製容器や鉛コンテナー、鉄製カンズメなどにより包装されてから、貯蔵または輸送するので、破損などによりいきなり環境を汚染することはない。しかし製品貯蔵容器を製作する場合、長時間そこに放射性物質が滞留することなどを含めて多くの配慮すべき点がある。(1)製品容量の大小 (2)遠隔操作による蓋の開閉 (3)製品の瓶に対する付着・吸着の有無 (4)気密・水密性の良否 (5)放射線による着色、劣化などの耐放射性 (6)最後の一滴までピペットで製品が回収可能であること (7)転倒などし難い安定性 (8)安価で同品質のものが大量に得られる (9)貯蔵施設や鉛容器に安全にかつ容易に出し入れできること。

現在使用されている製品貯蔵容器をFig. 16 に示す。

(K-1)(K-2) : 一般にマイシン瓶またはバイエル瓶と呼ばれ、(K-1)は10mℓ、(K-2)は25mℓ容量の液が貯蔵できる市販品である。蓋はゴム栓でありアルミニウムキャップでさらに巻締めることができ、製品の出荷や検査試料の採取など一時的な貯蔵に使用される。長期間の貯蔵には、ゴム栓の腐蝕、放射線によるガラス瓶の着色・劣化から内容物の確認困難、放射線分解ガスによる内圧上昇でのゴム栓飛散などからあまり好ましくない。

(K-3) : スリ合せ栓付硬質ガラス製25mℓ容量の製品貯蔵瓶で一番多く使用されている。内容物の表示には文字を書いたビニールテープを張り、ガラス着色時でも確認可能としている。

(K-4) : ポリエチレン製貯蔵容器(100mℓ容量)で、初期の頃  $^{131}\text{I}$ ,  $^{32}\text{P}$  製品の貯蔵に使用された。気密性は良好であったが耐放射線性はあまり良くなかった。

(K-5) : 硬質ガラス製容器にポリエチレンまたはテフロン製蓋を使用した貯蔵容器(100mℓ容量)で、気密性を良くすると共に長期間保管中におけるスリ合せ部分の付着防止を考慮した瓶である。 $^{131}\text{I}$  製品の貯蔵に使用された。

(K-6) : 硬質ガラス製貯蔵容器(50mℓ容量)でスリ合せ蓋である。トングマニプレーターによる遠隔操作がし易いよう蓋が考慮され、肉厚が厚く安定性が高い。放射性金属水銀の一時貯蔵などに使用される。

(J-19)(J-20)：液移動が完了した時点で減圧系を常圧とすれば下部逆止弁が開放し、液はトラップ下部に移動する。いずれも<sup>32</sup>Pの製造装置として過去使用された。

(J-21)：逆流防止用トラップまたは冷却水等の流れの確認として使用されている。

(J-22)：廃液トラップに似ているが目的が違い、<sup>35</sup>S 製造の際の<sup>36</sup>Cl を一時貯蔵するように、副反応生成物の一時貯蔵や装置系に支障をきたした場合の一時的製品回収に使用されている。

## 12. 製品貯蔵容器

一般にガラス製貯蔵容器は、さらにステンレス製容器や鉛コンテナー、鉄製カンズメなどにより包装されてから、貯蔵または輸送するので、破損などによりいきなり環境を汚染することはない。しかし製品貯蔵容器を製作する場合、長時間そこに放射性物質が滞留することなどを含めて多くの配慮すべき点がある。(1)製品容量の大小 (2)遠隔操作による蓋の開閉 (3)製品の瓶に対する付着・吸着の有無 (4)気密・水密性の良否 (5)放射線による着色、劣化などの耐放射性 (6)最後の一滴までピペットで製品が回収可能であること (7)転倒などし難い安定性 (8)安価で同品質のものが大量に得られる (9)貯蔵施設や鉛容器に安全にかつ容易に出し入れできること。

現在使用されている製品貯蔵容器をFig. 16に示す。

(K-1)(K-2)：一般にマイシン瓶またはバイエル瓶と呼ばれ、(K-1)は10mℓ、(K-2)は25mℓ容量の液が貯蔵できる市販品である。蓋はゴム栓でありアルミニウムキャップでさらに巻締めることができ、製品の出荷や検査試料の採取など一時的な貯蔵に使用される。長期間の貯蔵には、ゴム栓の腐蝕、放射線によるガラス瓶の着色・劣化から内容物の確認困難、放射線分解ガスによる内圧上昇でのゴム栓飛散などからあまり好ましくない。

(K-3)：スリ合せ栓付硬質ガラス製25mℓ容量の製品貯蔵瓶で一番多く使用されている。内容物の表示には文字を書いたビニールテープを張り、ガラス着色時でも確認可能としている。

(K-4)：ポリエチレン製貯蔵容器(100mℓ容量)で、初期の頃<sup>131</sup>I、<sup>32</sup>P 製品の貯蔵に使用された。気密性は良好であったが耐放射線性はあまり良くなかった。

(K-5)：硬質ガラス製容器にポリエチレンまたはテフロン製蓋を使用した貯蔵容器(100mℓ容量)で、気密性を良くすると共に長期間保管中におけるスリ合せ部分の付着防止を考慮した瓶である。<sup>131</sup>I 製品の貯蔵に使用された。

(K-6)：硬質ガラス製貯蔵容器(50mℓ容量)でスリ合せ蓋である。トングマニプレーターによる遠隔操作がし易いよう蓋が考慮され、肉厚が厚く安定性が高い。放射性金属水銀の一時貯蔵などに使用される。

### 13. まとめ

過去15年にわたり製作を続けてきた精製 RI 製造用ガラス装置類は、試作に終ったもの、実際に使用されすでに廃棄物として処分したもの、改良が加えられ全く形式がかわったもの、現に使用され続けているものなど多種多様である。本報では各装置の考え方を焦点を絞り、整理した。したがって単一的な用途だけに限定されるべきものでない。遠隔操作であつかう装置類はできるだけ単純な構造、機構のものの方が故障が少く、保守も楽であり、信頼性が高い。その反面、作業の単純化・省力化のために装置の機械化が行われ、それによって複雑になるという方向もある。これらは作業の内容、作業時間、製品コスト等の面から単にガラス装置類だけでなく、装置全体として、総合的に検討されるべきものである。

### 14. 謝 辞

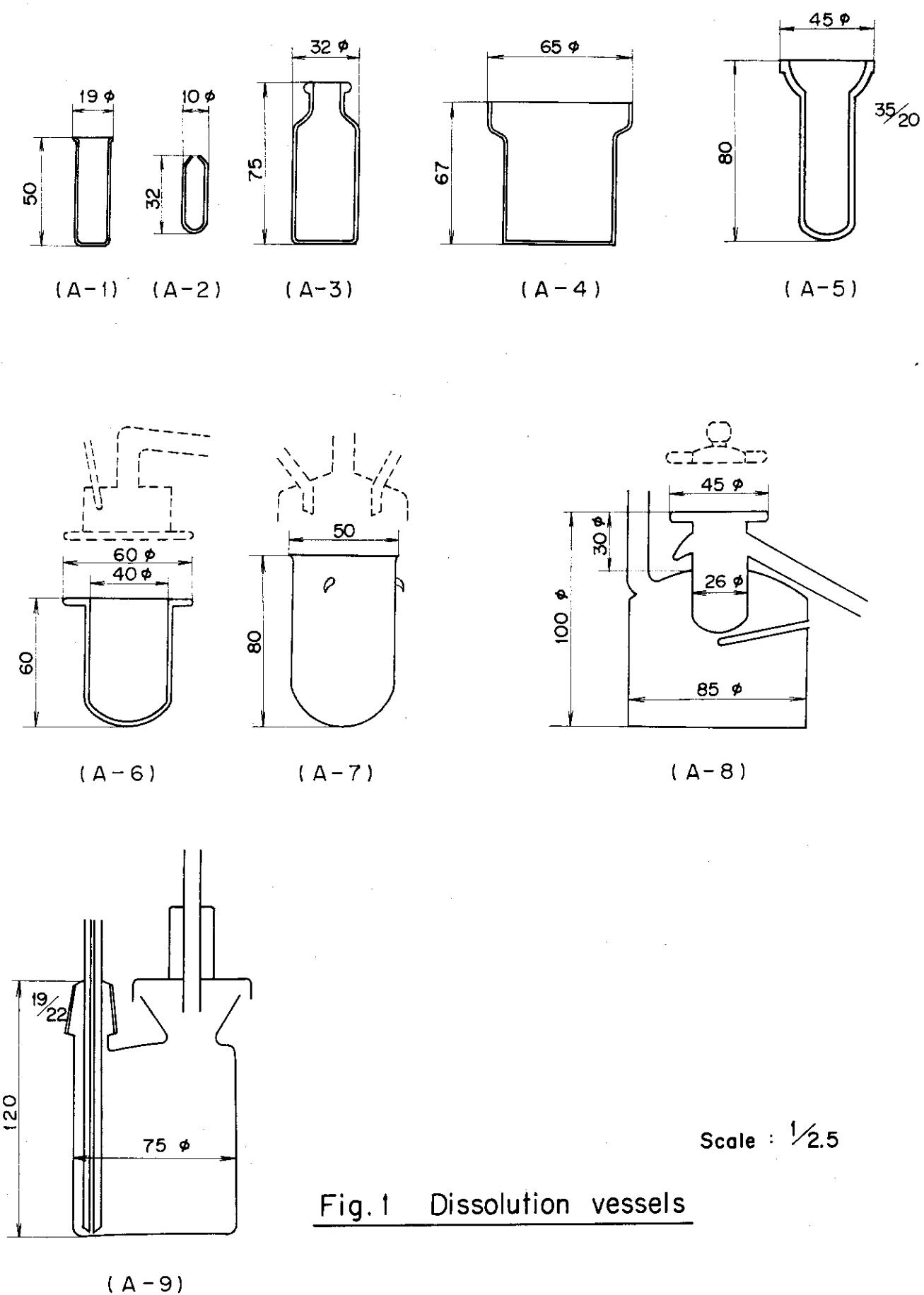
種々の精製 RI 製造用ガラス装置は筆頭に掲げた製作者により製作されたものであるが、數数の御指導・御教唆をいただいた柴田長夫（現、高崎研究所長）、望月勉（現、日本分析化研理事）、天野恕（製造部々長）の各氏に深く感謝する。

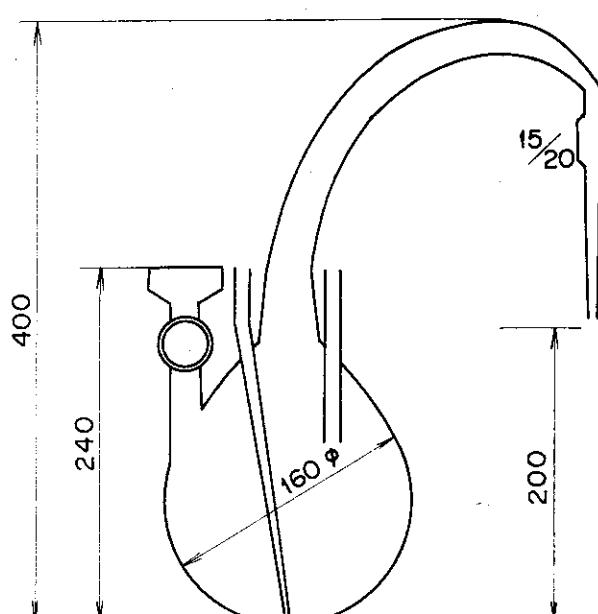
### 13. まとめ

過去15年にわたり製作を続けてきた精製RI製造用ガラス装置類は、試作に終ったもの、実際に使用されすでに廃棄物として処分したもの、改良が加えられ全く形式がかわったもの、現に使用され続けているものなど多種多様である。本報では各装置の考え方を焦点を絞り、整理した。したがって単一的な用途だけに限定されるべきものでない。遠隔操作であつかう装置類はできるだけ単純な構造、機構のものの方が故障が少く、保守も楽であり、信頼性が高い。その反面、作業の単純化・省力化のために装置の機械化が行われ、それによって複雑になるという方向もある。これらは作業の内容、作業時間、製品コスト等の面から単にガラス装置類だけでなく、装置全体として、総合的に検討されるべきものである。

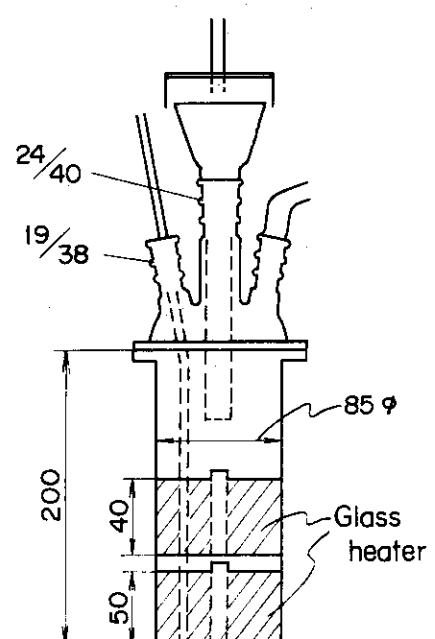
### 14. 謝 辞

種々の精製RI 製造用ガラス装置は筆頭に掲げた製作者により製作されたものであるが、數数の御指導・御教唆をいただいた柴田長夫（現、高崎研究所長）、望月勉（現、日本分析化研理事）、天野恕（製造部々長）の各氏に深く感謝する。

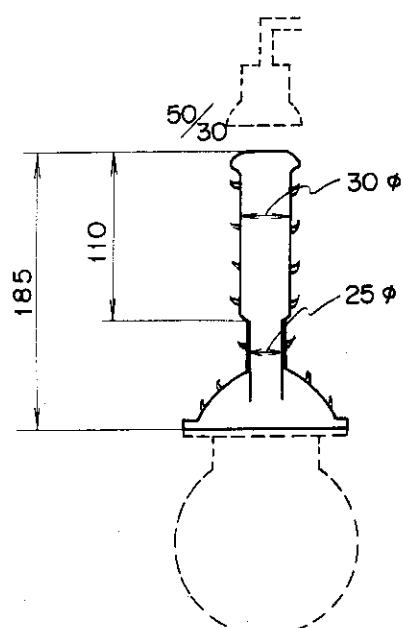




( A - 10 )



( A - 11 )



( A - 12 )

Scale : 1/5

Fig. 2 Dissolution vessels

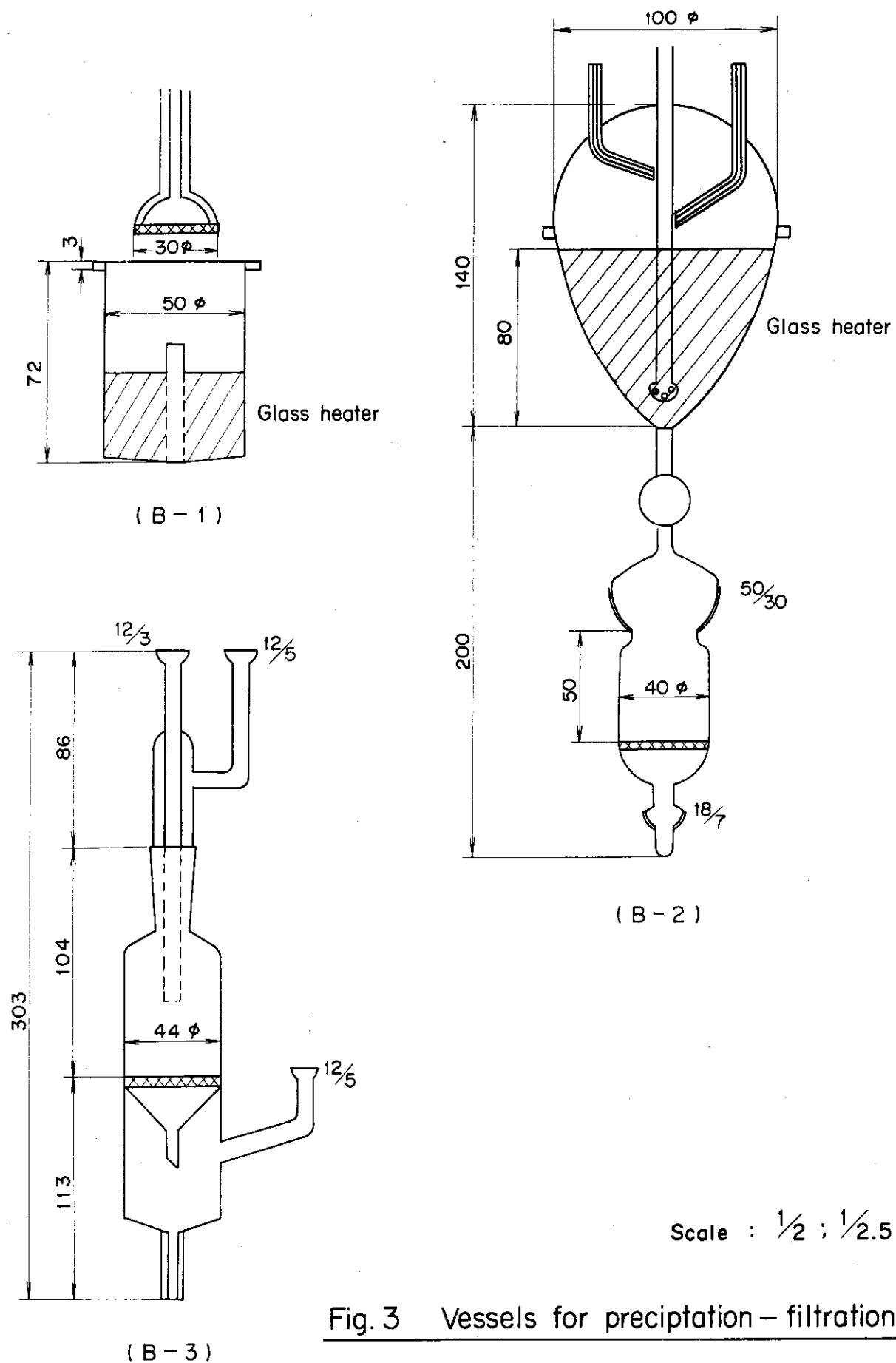


Fig. 3 Vessels for precipitation-filtration

(B-3)

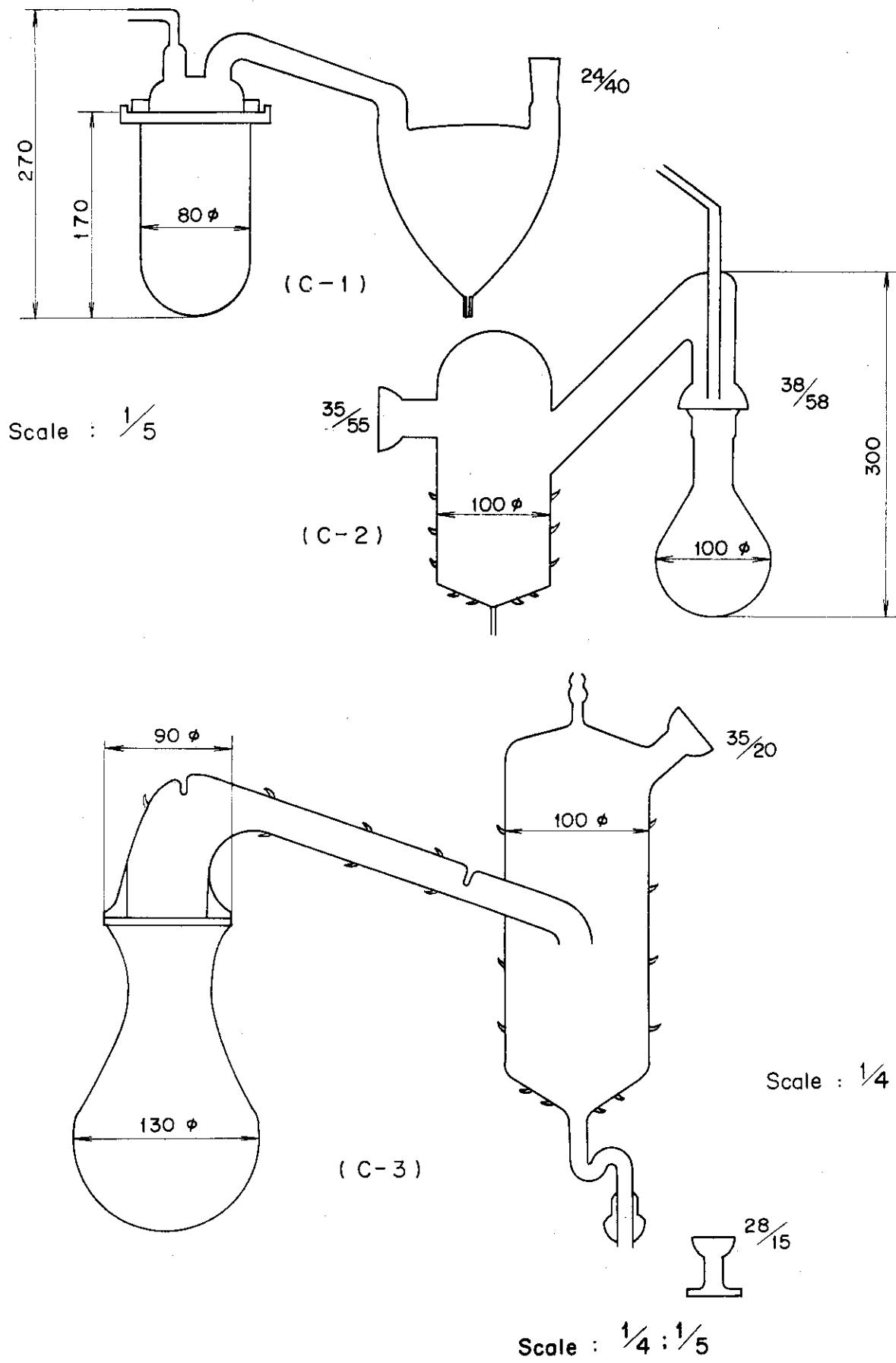
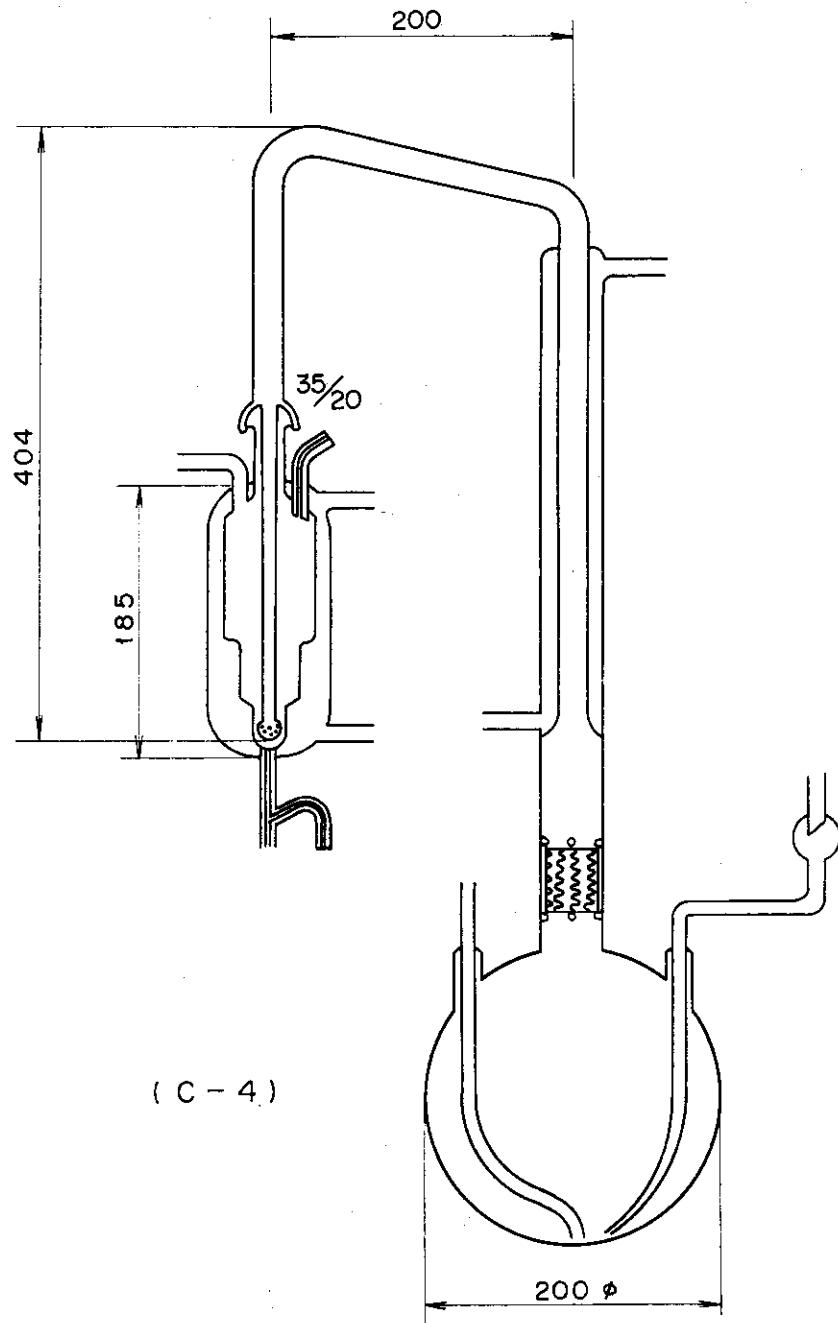
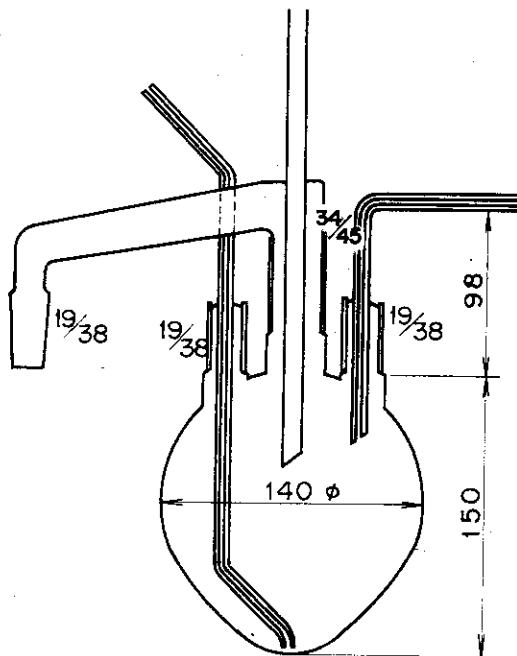


Fig. 4 Vessels for sulfur distillation

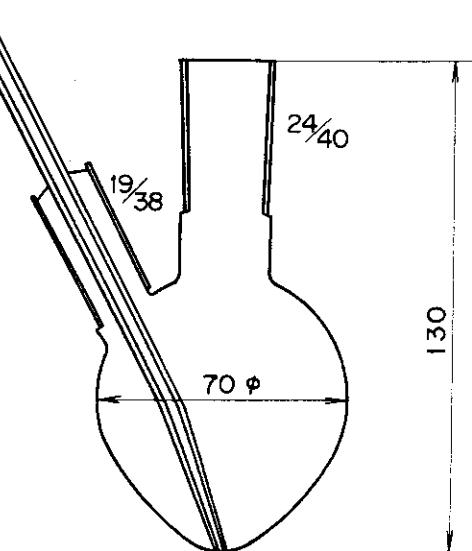


Scale : 1/5

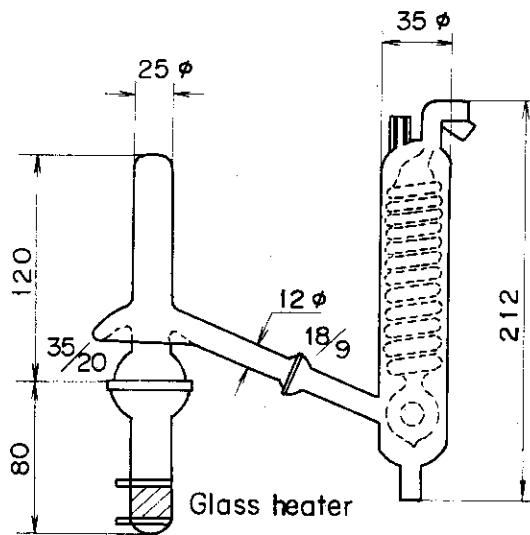
Fig. 5 Vessel for iodine distillation



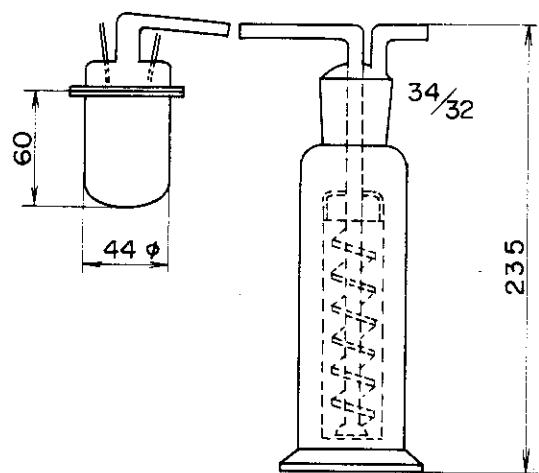
(D-1) Scale (1/4)



(D-2) Scale (1/2)



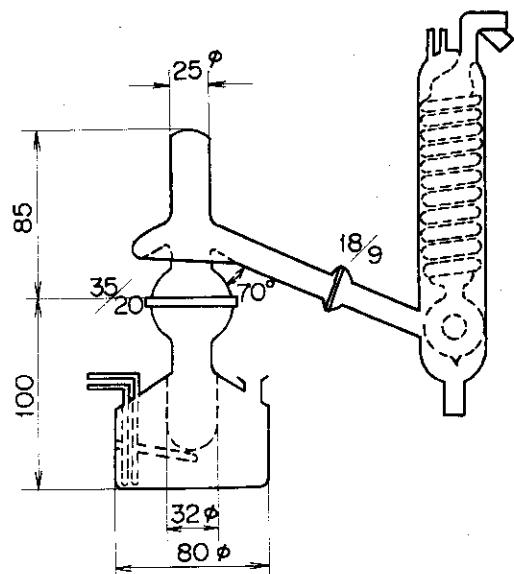
(D-3) Scale (1/4)



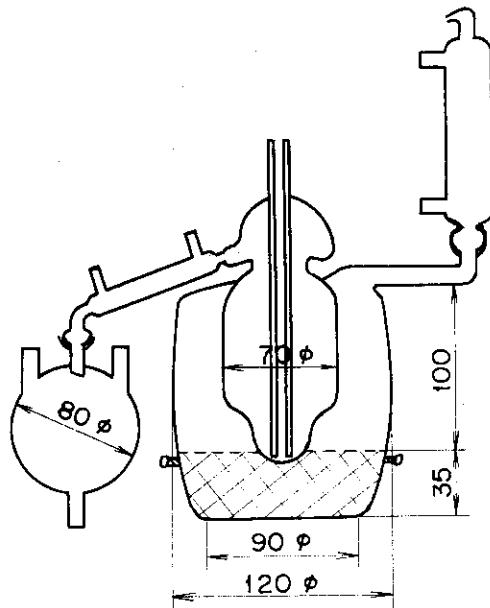
(D-4) Scale (1/4)

Scale : 1/4 ; 1/2

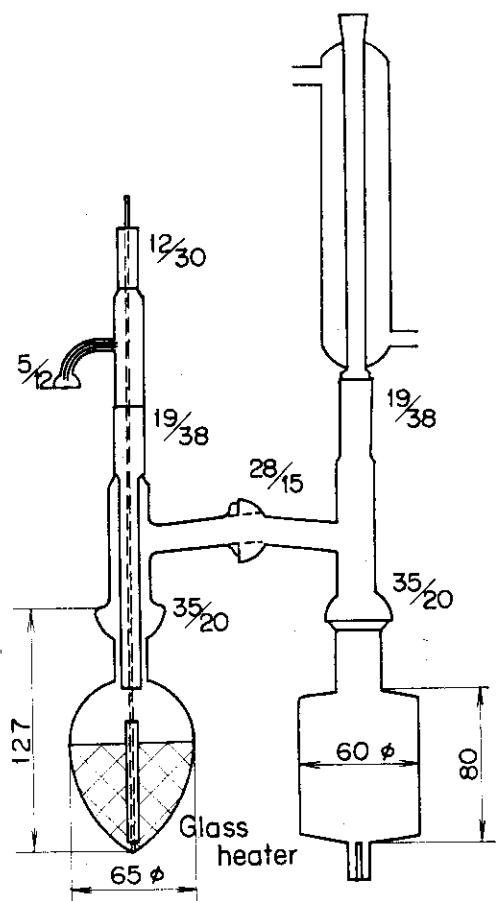
Fig. 6 Evaporators



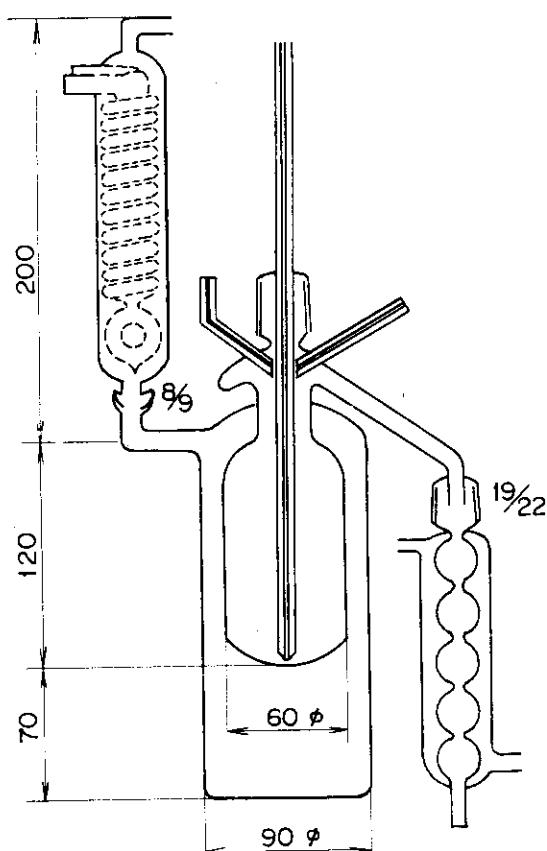
(D-5) Scale (1/4)



(D-6) Scale (1/5)



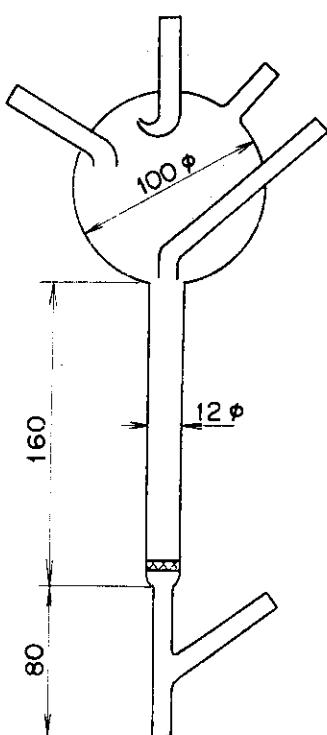
(D-7) Scale (1/4)



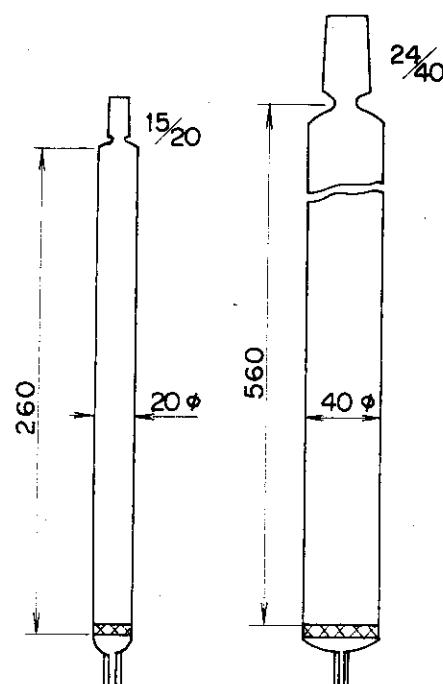
(D-8) Scale (1/4)

Scale : 1/4 ; 1/5

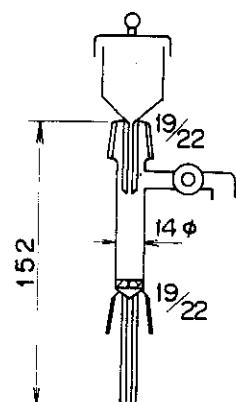
Fig. 7 Evaporators



( E - 1 )

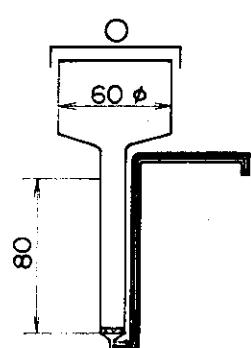


( E - 2 )

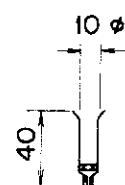


( E - 3 )

( E - 4 )



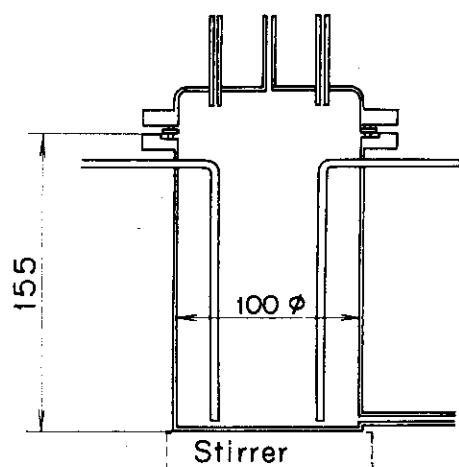
( E - 5 )



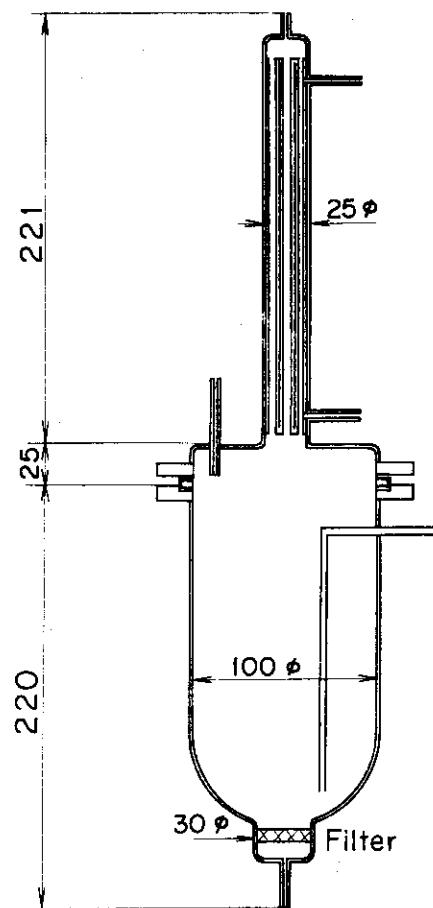
( E - 6 )

Scale : 1/4

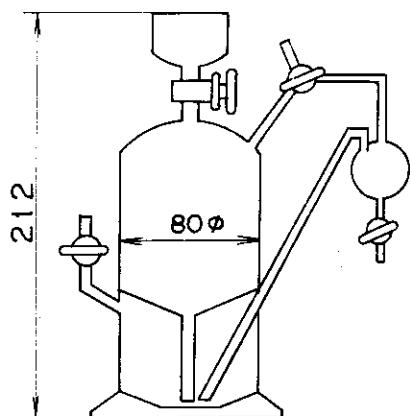
Fig. 8    Ion exchange columns



( F - 1 )



( F - 2 )



( F - 3 )

Scale : 1/4

Fig. 9 Vessels for solvent extraction

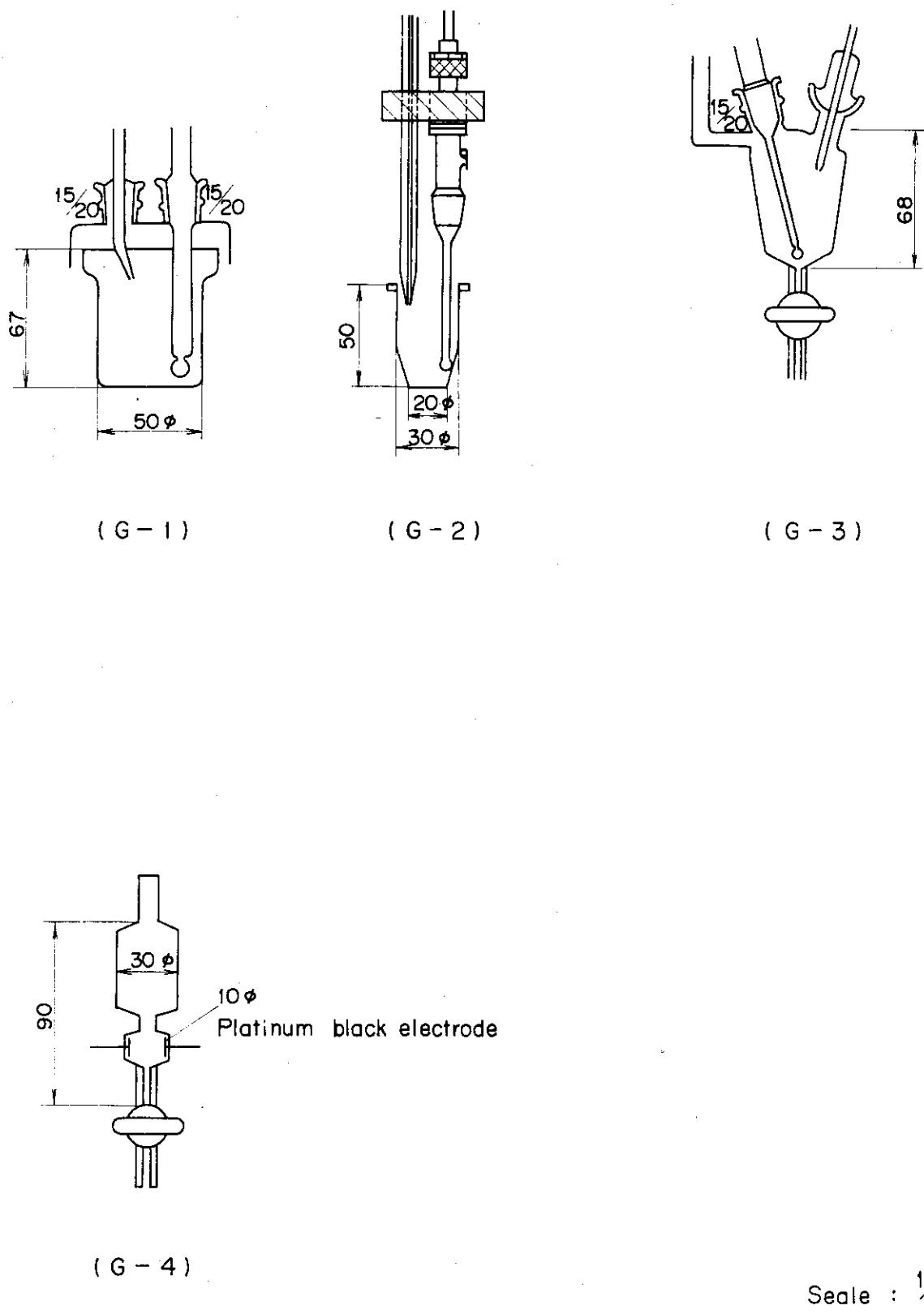
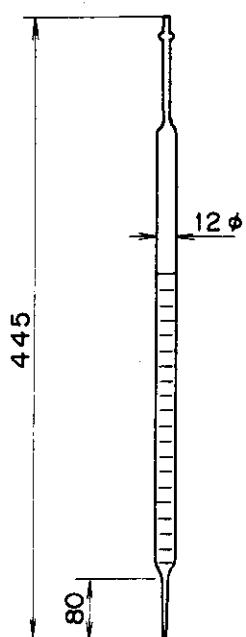
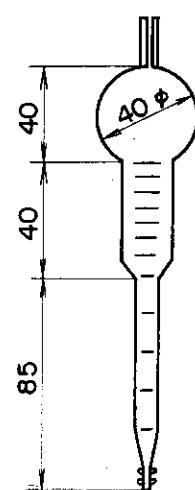
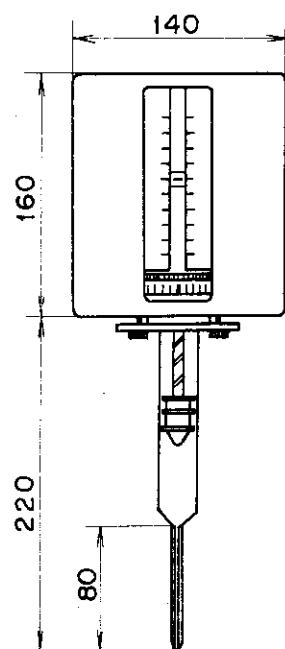


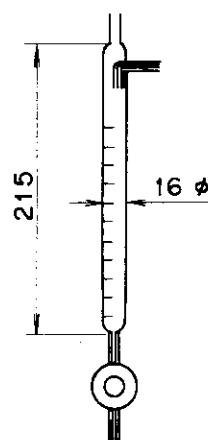
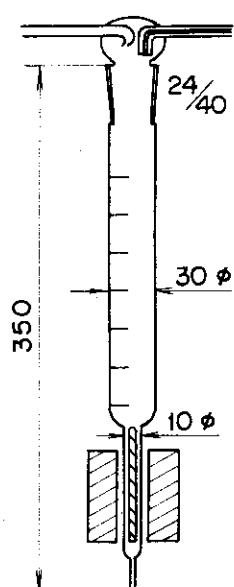
Fig. 10 Vessels for titration and measurement of acidity



(H-1) Scale (1/5)

(H-2) Scale (1/3)

(H-3) Scale (1/5)

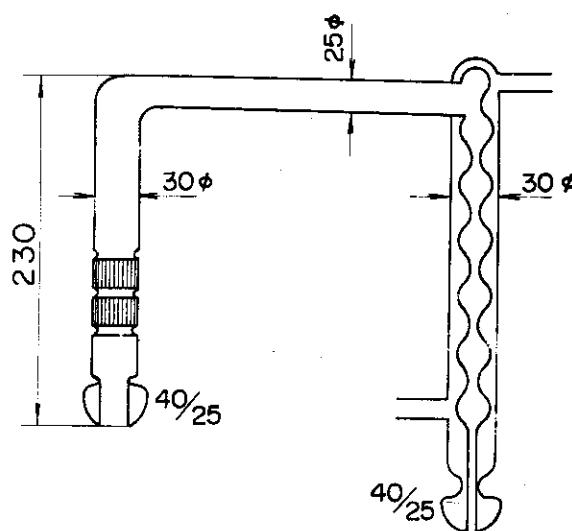


(H-5) Scale (1/5)

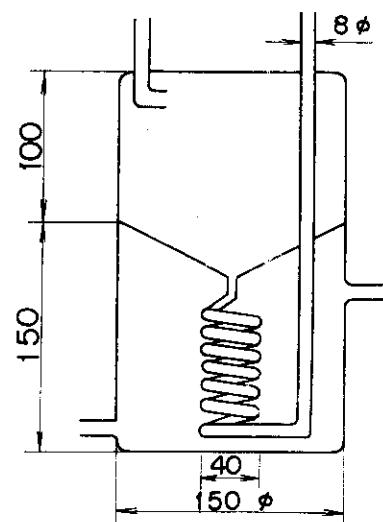
(H-4) Scale (1/5)

Scale : 1/3 ; 1/5

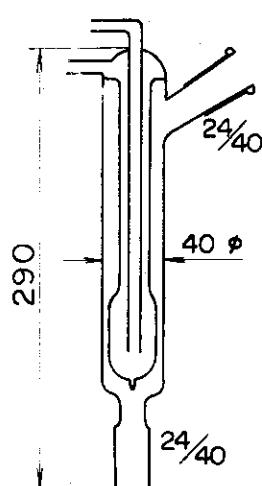
Fig. 11 Pipettes for volume measurement



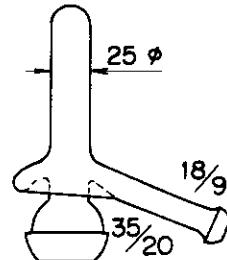
(I-1) Scale (1/5)



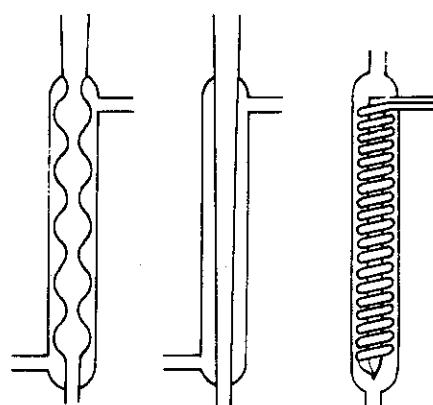
(I-2) Scale (1/5)



(I-3) Scale (1/5)



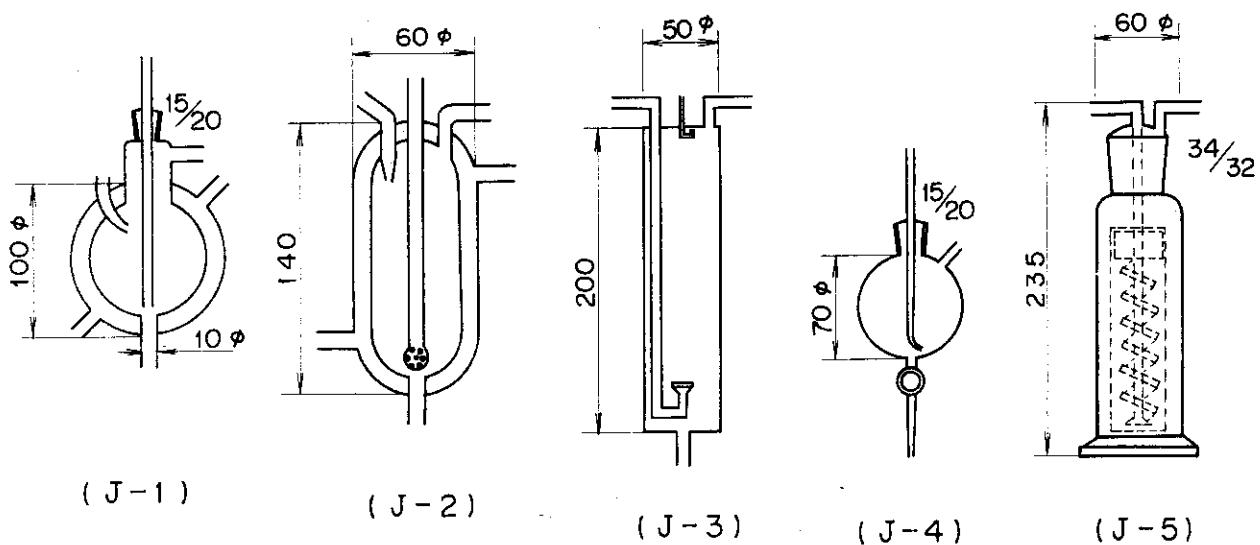
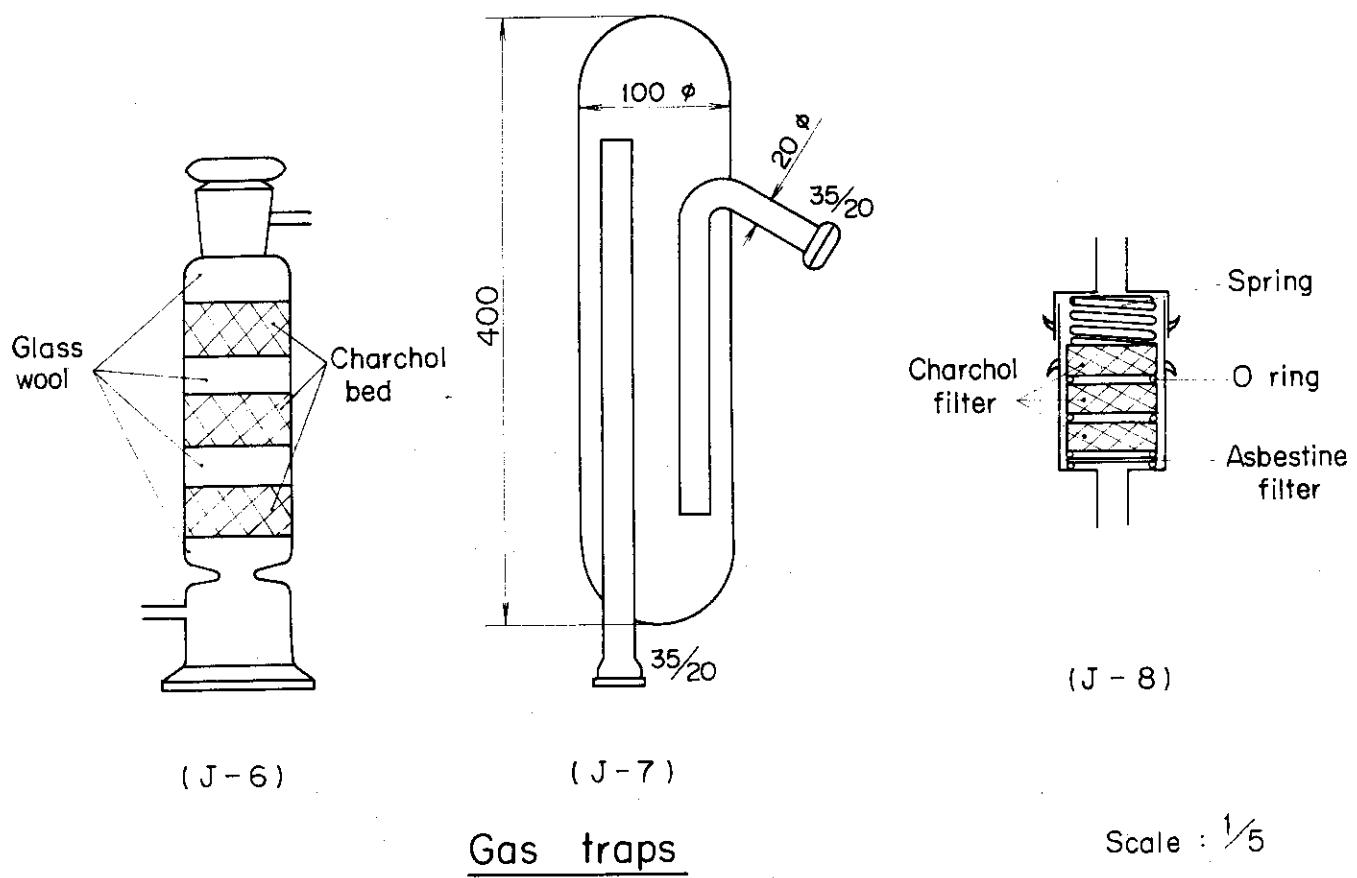
(I-4) Scale (1/4)



(I-5)

Scale : 1/4 ; 1/5

Fig.12 Condensers

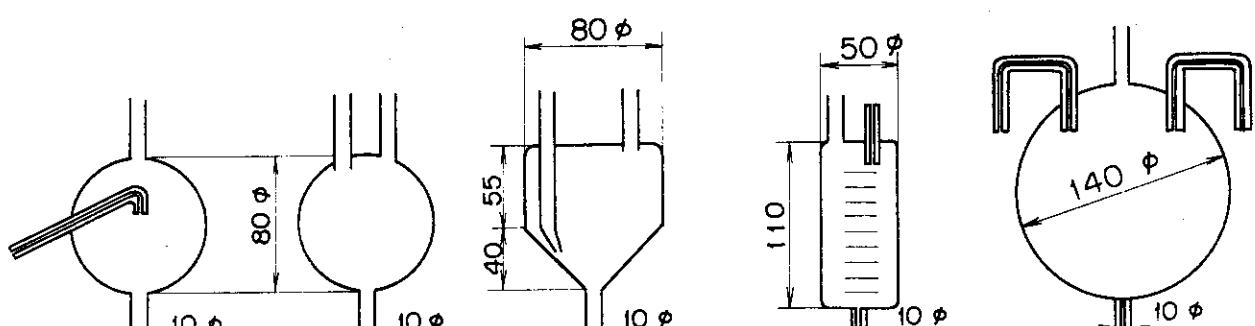
Steam and air trapsScale :  $\frac{1}{5}$ 

(J-8)

(J-6)

(J-7)

Gas trapsScale :  $\frac{1}{5}$ Fig. 13 Traps



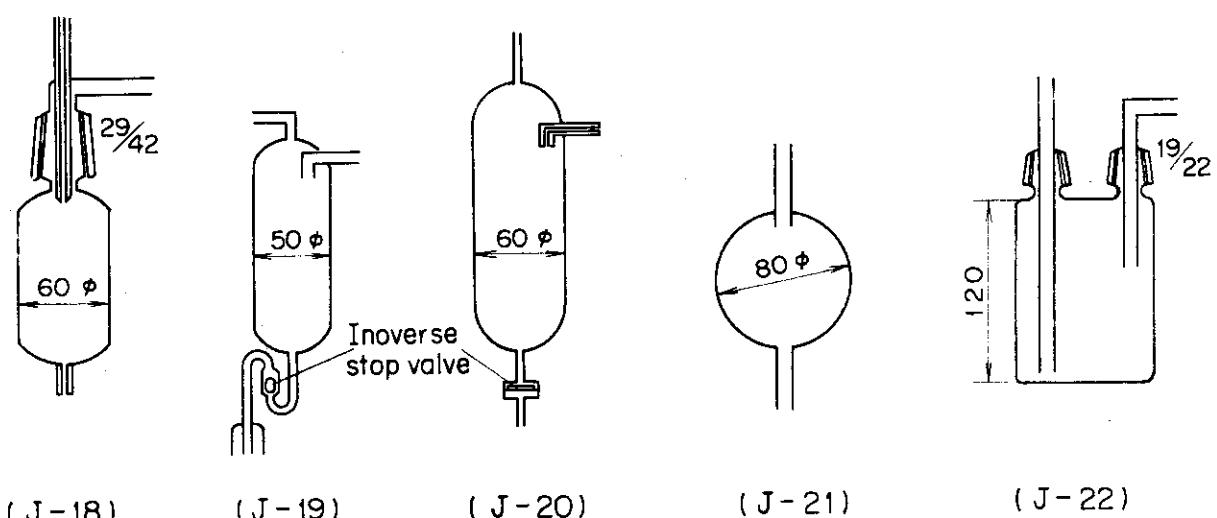
( J - 13 )

( J - 14 )

( J - 15 )

( J - 16 )

( J - 17 )



( J - 18 )

( J - 19 )

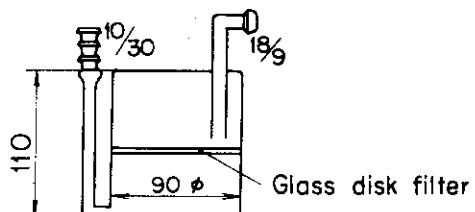
( J - 20 )

( J - 21 )

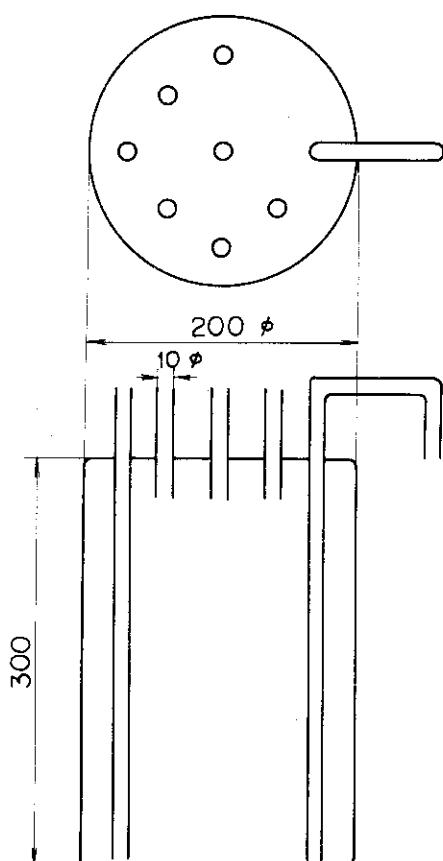
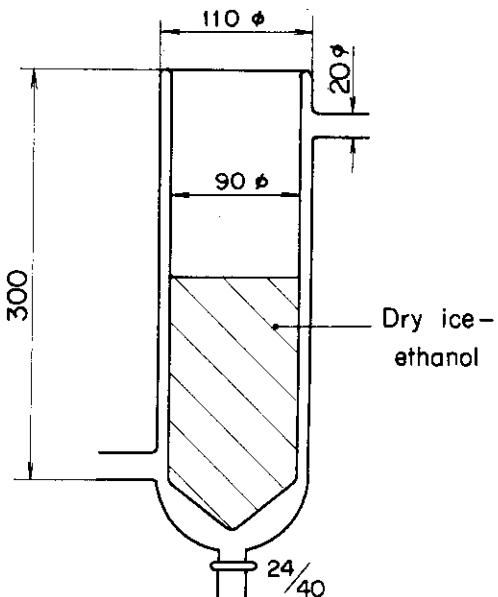
( J - 22 )

Scale : 1/5

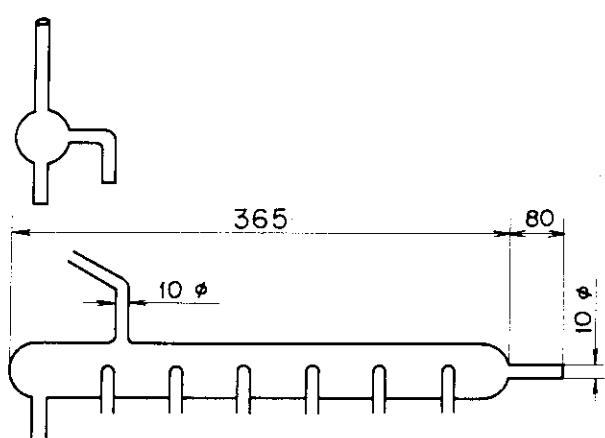
Solution trapsFig. 15 Traps



( J - 9 ) Scale : 1/5

Ion exchange trap

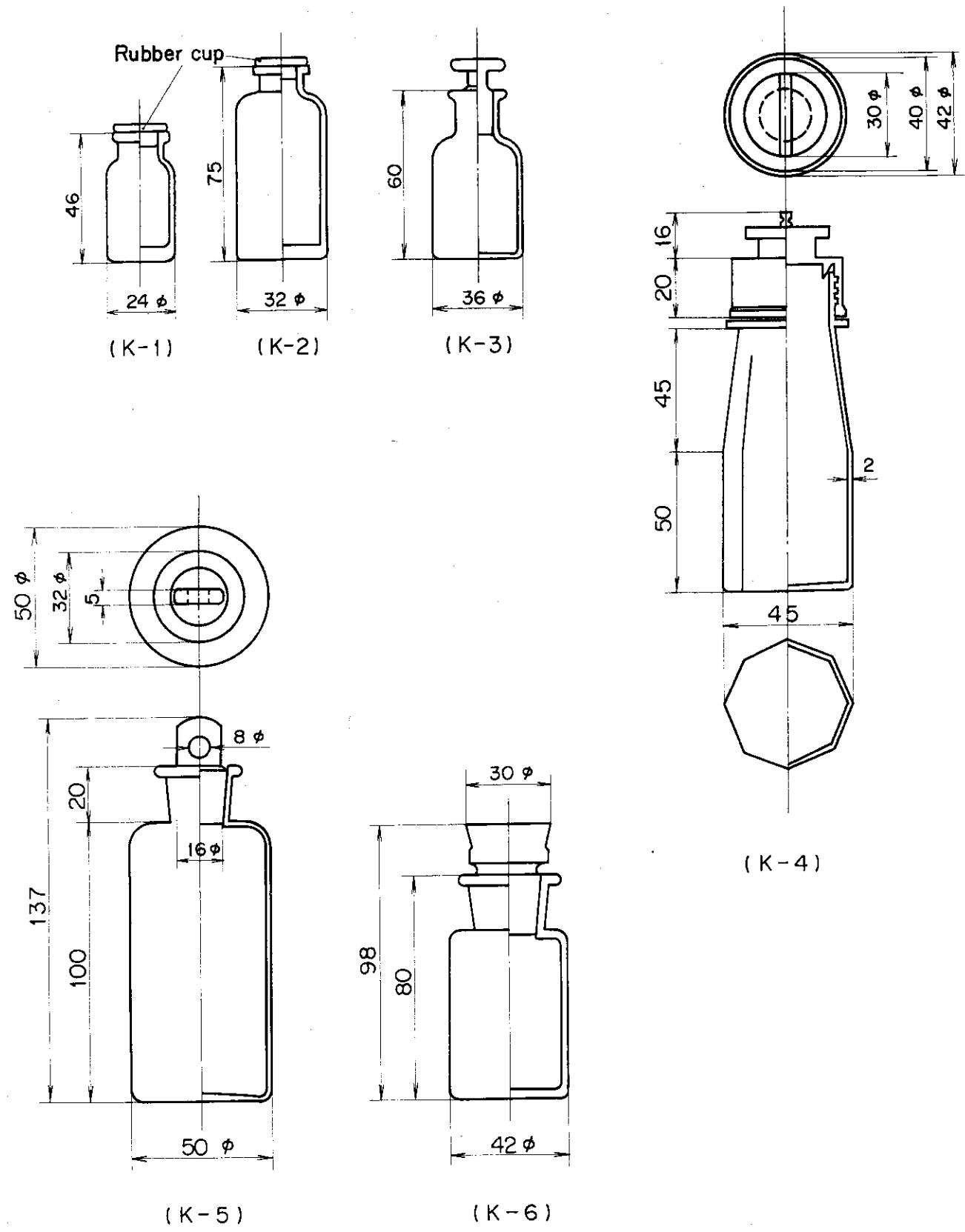
( J - 11 ) Scale : 1/5

Waste solution trap

( J - 10 )

Scale : 1/5

Vacuum trapFig. 14 Traps



Scale : 1/2

Fig. 16 Product bottles