

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5888781号
(P5888781)

(45) 発行日 平成28年3月22日(2016.3.22)

(24) 登録日 平成28年2月26日(2016.2.26)

(51) Int.Cl.

G 2 1 G 4/08 (2006.01)

F 1

G 2 1 G 4/08

T

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2012-121785 (P2012-121785)
 (22) 出願日 平成24年5月29日 (2012.5.29)
 (65) 公開番号 特開2013-127446 (P2013-127446A)
 (43) 公開日 平成25年6月27日 (2013.6.27)
 審査請求日 平成27年5月11日 (2015.5.11)
 (31) 優先権主張番号 特願2011-248993 (P2011-248993)
 (32) 優先日 平成23年11月14日 (2011.11.14)
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 505374783
 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
 茨城県那珂郡東海村大字舟石川765番地
 1
 (74) 代理人 100074631
 弁理士 高田 幸彦
 (72) 発明者 西方 香緒里
 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002番
 独立行政法人日本原子力研究開発機構 大洗研究開発センター
 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】放射性モリブデンの作製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

MoO_3 粉末を準備する工程と、前記 MoO_3 粉末を加熱されたダイに充填し、大気中で焼結処理し、 MoO_3 ペレットを作製する工程と、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程と、酸化処理された前記 MoO_3 ペレットに中性子を照射し、照射済 MoO_3 ペレットを作製する工程と、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程、から成る放射性モリブデン溶液の作製方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の放射性モリブデン溶解液の製造方法において、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程が、室温以上120 未満の反応温度にて、 MoO_3 ペレットをオゾンガスに暴露、もしくは350 以上500 以下の反応温度範囲にて、 MoO_3 ペレットを大気中で仮焼させて行うことを特徴とする放射性モリブデン溶液の製造方法。 10

【請求項 3】

請求項 1 に記載の放射性モリブデン溶液の作製方法において、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程が、前記照射済 MoO_3 ペレットを6M-NaOH溶液中で超音波を用いて行うことを特徴とする放射性モリブデン溶液の作製方法。

【請求項 4】

MoO_3 粉末を用意する工程と、前記 MoO_3 粉末を加熱されたダイ中でプラズマ焼結法を用いて、大気中で500 以上540 未満の温度で焼結処理し、 MoO_3 ペレットを作製する工程と、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程と、酸化処理された前記 MoO_3 ペレットに中性子を照射 20

し、照射済 MoO_3 ペレットを生成する工程と、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程、から成る放射性モリブデン溶液の作製方法。

【請求項 5】

請求項 4 に記載の放射性モリブデン溶液の作製方法において、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程が、室温以上 120 未満の反応温度にて、 MoO_3 ペレットをオゾンガスに暴露、もしくは 350 以上 500 以下の反応温度範囲にて、 MoO_3 ペレットを大気中で仮焼させて行うことを特徴とする放射性モリブデン溶液の作製方法。

【請求項 6】

請求項 4 又は 5 に記載の放射性モリブデン溶液の作製方法において、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程が、前記照射済 MoO_3 ペレットを 6M-NaOH 溶液中で超音波を用いて行うことを特徴とする放射性モリブデン溶液の作製方法。 10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、がん、心筋梗塞、脳卒中をはじめとする疾病的画像診断において欠かせない放射性診断薬であるテクネチウム-99m (^{99m}Tc) の親核種である放射性モリブデン (^{99}Mo) を、原料の ^{98}Mo に中性子を照射することにより製造する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

^{99m}Tc はその親核種である ^{99}Mo の β^- 崩壊により生成している。そして、 ^{99}Mo の生成方法の一つとして、 ^{98}Mo を原料として、中性子照射により ^{99}Mo を生成する (n, γ) 法が知られている。 (n, γ) 法は、天然モリブデンを含む固体 (MoO_3 ペレット等) を照射容器 (以下、ラビット) に入れ、原子炉内で中性子照射し、 ^{98}Mo の中性子捕獲反応 ($^{98}\text{Mo} (n, \gamma)$ ^{99}Mo 反応) によって ^{99}Mo を製造する方法である。 20

【0003】

(n, γ) 法による放射性モリブデン (^{99}Mo) の製造では、照射後の処理がラビットから MoO_3 ペレットを取り出し、溶解する程度であり、原料として濃縮ウランを用いないことから放射性廃棄物の発生量が、放射性モリブデンの別の製造方法である (n, f) 法と比べて少ないという長所がある。また、 ^{99}Mo の製造コストは、37 GBq 当り 0.83 US\$ と安価である。しかしながら、 (n, γ) 法によって生成される ^{99}Mo は、他の質量数のモリブデンで薄められてしまうので、 (n, f) 法と比べて比放射能が低く、37 ~ 74 GBq/g-Mo という欠点がある。このため、 ^{99}Mo の生成量を増加させる必要がある。 30

【0004】

^{99}Mo 生成量を増加させるためには、様々な理由から高密度の MoO_3 ペレットを照射ターゲットとして使用することが必要である。 MoO_3 ペレットの製造方法として、一軸加圧成形法、ホットプレス法、熱間静水圧焼結法、プラズマ焼結法などが用いられてきた。例えば、本発明と類似の目的を達成する発明を開示している特許文献 1 には、プラズマ焼結法の内、放電プラズマ焼結 (SPS : Spark Plasma Sintering) 法により、高密度 MoO_3 ペレットを製造する方法が開示されている。この特許文献 1 の方法では、SPS 法により、真空中で焼結温度 540 ~ 640 の条件により高密度 MoO_3 ペレットを製作している。 40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開 2010 - 175409

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

一般的にセラミックスの製造方法として用いられる一軸加圧成形法、ホットプレス法、熱間静水圧焼結法などで製造した MoO_3 ペレットは、焼結密度が低いという欠点があった。また、 MoO_3 ペレット形成時に樟脑、ポリビニルアルコール (PVA) などのバインダーを添加

50

しなければならず、 MoO_3 ペレット中に不純物が混入する可能性があった。一方、特許文献1に開示されているように、SPS法で製造した MoO_3 ペレットは約95%と高い焼結密度を有するものであるが、この方法で製造した高密度 MoO_3 ペレットを水酸化ナトリウム(NaOH)で溶解した時、溶解に要する時間が長いこと、溶液中に不溶解性残渣が多いことなどの課題点があり、放射性診断薬である ^{99m}Tc を抽出するにはまだ必ずしも十分ではなかった。

【0007】

したがって、本発明の目的は、溶解時に不溶解性残渣が少ない、高密度 MoO_3 ペレットの製造工程を確立することにより、放射性診断薬である ^{99m}Tc の抽出に適する放射性モリブデン溶液を作製する方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

10

【0008】

本発明の一つの観点に係る放射性モリブデン溶液の作製方法は、 MoO_3 粉末を準備する工程と、前記 MoO_3 粉末を加熱されたダイ中で焼結処理し、 MoO_3 ペレットを製造する工程と、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程と、酸化処理された前記 MoO_3 ペレットに中性子を照射し、 ^{99}Mo を含んだ照射済 MoO_3 ペレットを作製する工程と、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程の5つの工程から成る。

【0009】

好適には、前記製作する工程で得られた MoO_3 ペレットを酸化処理する工程が、室温以上120未満の反応温度範囲にて、 MoO_3 ペレットをオゾンガスに暴露、もしくは350以上500以下の温度範囲にて、空気中で仮焼することにより、より多くの不溶解性残渣を低減させることができることを特徴とする放射性モリブデン溶液の作製方法である。

20

【0010】

本発明の他の観点に係る放射性モリブデン溶液の作製方法は、 MoO_3 粉末を準備する工程と、前記 MoO_3 粉末を加熱されたダイ中でプラズマ焼結法を用いて大気中にて500以上540未満の焼結処理し、 MoO_3 ペレットを作製する工程と、前記 MoO_3 ペレットを酸化処理する工程と、酸化処理された前記 MoO_3 ペレットに中性子を照射し、照射済 MoO_3 ペレットを生成する工程と、前記照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程から成る。

【0011】

本発明に用いるプラズマ焼結法は、SPS法やプラズマ活性化焼結(PAS: Plasma Activated Sintering)法のいずれかが適用でき、かつ MoO_3 ペレットを大気中で焼結する方法である。

30

【発明の効果】

【0012】

本発明においては、特に、照射済 MoO_3 ペレットを溶解し、放射性モリブデン溶液を得る工程の前工程として、 MoO_3 ペレットを製造したのち、酸化処理する工程を有することにより、溶解時の不溶解性残渣を大幅に低減でき、最終的に高品質の放射性診断薬を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

40

【図1】図1は、放射性モリブデン溶液の作製方法を示すフローチャートである。

【図2】図2はプラズマ焼結法による MoO_3 ペレット焼結装置の概略構成図である。

【図3】図3は、プラズマ焼結法による MoO_3 ペレットの焼結温度と焼結密度の依存性を示すグラフである。

【図4】図4は、 MoO_3 ペレットの酸化処理装置の概略構成図である。

【図5】図5は、オゾンガス濃度の温度依存性を示すグラフである。

【図6】図6は、中性子照射済 MoO_3 ペレットの溶解装置の概略構成図である。

【図7】図7は、オゾンガス暴露による酸化処理および MoO_3 ペレットの溶解試験結果を説明するための表である。

【図8】図8は、 MoO_3 ペレットの高温大気中酸化処理の特性試験結果を説明するための表

50

である。

【図9】図9は、大気中350 × 2時間の条件で酸化処理をしたMoO₃ペレットおよびそのペレットを6M-NaOHで溶解した溶液の写真である。

【発明を実施するための形態】

【0014】

[放射性モリブデン製造の全工程]

初めに、図1を参照し、放射性モリブデン(⁹⁹Mo)溶液の作製方法の概略について説明する。工程1として、MoO₃粉末を準備する(S101)。このようなMoO₃粉末としては、例えば、4Nの高純度MoO₃粉末、⁹⁹Moの生成量を増やすための⁹⁸Mo濃縮MoO₃粉末などのものが使用できる。工程2において、高密度のMoO₃ペレットを得るために、プラズマ焼結法(SPS法もしくはPAS法)により、大気中でMoO₃粉末を焼結処理する(S102)。次に、工程3として、最終工程での溶解時に不溶解残渣を少なくするため、MoO₃ペレットを酸化処理する(S103)。工程4において、酸化処理されたMoO₃ペレットは、例えば、原子炉内で中性子照射され、照射済MoO₃ペレットを作製する(S104)。最後に、照射済MoO₃ペレットを水酸化ナトリウム溶液(NaOH)で溶解し、放射性モリブデン溶液を得る(S105)。各工程の詳細については、後述する。

【0015】

以上の工程1から工程5までは、例えば、中性子照射施設及びそれに付随する放射性物質を取り扱える施設において実施される。その後、そこで得られた放射性モリブデン溶液は、配管を介して直接^{99m}Tc抽出工程に送られるか、Mo吸着剤に⁹⁹Moを吸着させ、Mo吸着剤をガラス製カラムに充填したのち、遮蔽機能を有する専用容器に入れられ、放射性診断薬として使用するため病院に発送される。大型の総合病院の場合には、病院内に本発明にかかる放射性モリブデンの製造方法を実施できる施設を設けることも可能である。病院では、崩壊によって生成された^{99m}Tcを抽出し、例えばがんの診断に使用することになるが、その詳細についての説明は省略する。

【0016】

[高密度MoO₃ペレットの製造工程]

次に、図2を参照し、図1の工程2(S102)のプラズマ焼結法による高密度MoO₃ペレットの製造工程について説明する。図2に示された高密度MoO₃ペレットの製造に使用する焼結装置は、試料粉体を焼結型に充填する容器、一軸加圧機構、試料加熱系、パルス電流を印加できる電極系などから構成されている。型内部の温度は、型に開けられた孔を介して挿入される熱電対によって測定される。このようなプラズマ焼結法に使用する焼結装置は、従来から周知があるので構造についての詳細説明は省略する。

【0017】

プラズマ焼結法によるMoO₃ペレットの製作においては、大気中での焼結を可能とし、焼結時における還元を極力低減させることに特徴がある。

【0018】

SPS法によるMoO₃ペレットの製作においては、これまで真空中での焼結しか行っていなかったが、空気を導入できるガスフロー部を設置することにより、大気中での焼結を行った。今回実施した 20 × 10mmのMoO₃ペレット焼結条件の一例を以下に示す。MoO₃粉末を所定の量を充填した後、加圧する。加圧後、所定の電流を印加することにより、MoO₃粉体表面にある水分や酸素などを除去しながら、所定の焼結温度まで上昇させ、これらの条件が一定になった後、5分程度保持する。その後、完成したMoO₃ペレットを取り出し、特性評価を行った。

【0019】

PAS法によるMoO₃ペレットの製作においては、従来から大気中での焼結が可能であること、かつ焼結前にパルス電流を流すことにより、粉体間の焼結性を活性化させる効果をもたらすことに特徴がある。今回実施した 20 × 10mmのMoO₃ペレット焼結条件の一例を以下に示す。MoO₃粉末を所定の量を充填した後、加圧する。加圧後、室温にて2V程度の電圧を100ms幅の矩形波パルスで約30秒間印加する。これにより、MoO₃粉体表面にある水分や酸素

などが除去できる。次に、電圧及び電流を印加しながら、所定の焼結温度まで上昇させ、これらの条件が一定になった後、5分程度保持する。その後、完成したMo₃ペレットを取り出し、各種特性評価に供した。

【0020】

プラズマ焼結法によるMo₃ペレットの製作の内、圧力、電圧及び電流を一定にし、焼結温度をパラメータにして得られたMo₃ペレットの焼結特性の結果を図3に示す。図3は、Mo₃ペレットの焼結温度と焼結密度の依存性を示している。図3のデータから、焼結する温度の上昇とともに、Mo₃ペレットの焼結密度が増加することが明らかとなった。また、このデータから、SPS法及びPAS法とも大気中で焼結温度を500以上540未満とすることにより、一軸加圧成型法で製作したMo₃ペレットに比べ、約3割⁹⁹Moを多く製造可能な焼結密度が90%T.D. (T.D. : 理論密度) 以上の高密度Mo₃ペレットを得られることが分かった。すなわち、従来の特許文献1に示された温度よりも低い温度で目標焼結密度を達成できた。10

【0021】

[Mo₃ペレットの低温オゾン酸化処理工程]

図4は、本発明に係るMo₃ペレットのオゾン酸化処理装置の概略説明図である。酸化処理装置は、Mo₃ペレットの酸化を促進させるためのオゾン発生装置を備える。Mo₃ペレットは反応温度を管理するために恒温槽中に装荷した容器に挿入され、前記オゾン発生装置からオゾンを連続的に流すことにより、容易に反応できる構造となっている。また、恒温槽中の反応容器から排出されるオゾンは、オゾン濃度計を経て、オゾン分解器を通過し、排出される。この酸化処理装置を用いて、Mo₃ペレットをオゾン酸化処理した。20

【0022】

オゾンガスは強い酸化能力を有することから、酸化反応は主として有機物の酸化に利用されるに留まっている。一方、無機酸化物として近年数多く機能性セラミックスが開発されてきたが、その酸化処理にオゾンガスを使用している例はほとんどない。セラミックスの酸化反応の検討にあたっては、反応温度によるオゾン濃度を把握することが必要であることから、本装置の性能試験を行った(図5参照)。この結果、恒温槽内の温度が120以上の時、オゾンは分解し始め、約180ではほとんどオゾンは存在せず、酸化効果がなくなるという試験結果が得られた。30

【0023】

図5のグラフに示された試験結果に基づいて、実際にプラズマ焼結法で製造した高密度Mo₃ペレットを用いて、酸化処理を行った。酸化処理の条件は、以下の通りである。

(1) Mo₃ペレット：高密度Mo₃ペレット(約95%T.D.)

(2) 反応時間：1時間、2時間、20時間

(3) 反応温度：室温、50、80、100、120、150

【0024】

プラズマ焼結法で製造した高密度Mo₃ペレットは、室温から120の暴露温度範囲では容易に酸化した。この酸化反応は、暴露温度とはほとんど関係なく、オゾンガス濃度に依存していることが分かった。暴露時間については、反応時間が長くなれば、ペレット内部まで酸化処理が可能である。40

【0025】

[Mo₃ペレットの高温大気中酸化処理工程]

Mo₃の昇華は、約650以上から始まるため、本発明に係るMo₃ペレットの空气中酸化処理条件を選定した。酸化温度を管理するために電気炉内に装荷したセラミックス皿の上にMo₃ペレットを置き、Mo₃ペレット近傍に計測用の熱電対を設置し、Mo₃ペレットを大気中で酸化処理した。

【0026】

セラミックスの酸化処理は、高温で酸素ガスもしくは大気中で行うのが一般的である。しかしながら、低い温度で昇華するセラミックスに対しては、高温での酸化処理工程は、焼結密度、結晶状態などの変化が容易に起こる。このため、前述の通り、オゾンガスによる50

低温での酸化処理条件を選定したが、高温での酸化処理条件も把握することは重要であることから、 MoO_3 ペレットの酸化性能試験を行った。酸化特性試験の温度条件は、オゾンを用いた酸化処理効果が小さくなつた180以上、 MoO_3 ペレットの昇華が始まる650以下の温度範囲とし、実際にプラズマ焼結法で製造した高密度 MoO_3 ペレットを用いて、高温大気中酸化処理を行つた。処理の条件は、以下の通りである。

- (1) MoO_3 ペレット：高密度 MoO_3 ペレット（約95%T.D.）
- (2) 反応時間：2時間
- (3) 反応温度：200、300、350、400、500、600

【0027】

プラズマ焼結法で製造した高密度 MoO_3 ペレットは、200から300の温度範囲で2時間の条件では酸化は困難であり、 MoO_3 ペレットの表面の色も酸化処理を行う前と大きな変化はなかつた。一方、400と500で2時間の条件で酸化処理を行つた MoO_3 ペレットについては、表面の色は酸化処理を行う前と比べて、白色に変化した。そこで、酸化処理温度に関し、300と400の間の境界温度を調べるために、350で2時間の条件でも酸化処理を行つたところ、 MoO_3 ペレット表面の色は白色であった。これらの MoO_3 ペレットの焼結密度及び電子顕微鏡による結晶粒の観察を行つたところ、酸化処理を行う前の MoO_3 ペレットの焼結密度と変化はなく、結晶粒の成長も見られなかつた。一方、600で2時間の条件で酸化処理を行つたところ、 MoO_3 ペレットの表面の色は白色に変化し、焼結密度の変化もなかつたが、酸化処理を行う前の MoO_3 ペレットと比べて、結晶粒の成長が観察された。

【0028】

以上の結果、高密度 MoO_3 ペレットの酸化処理温度は、低温領域においては、オゾンガスを用いた方法が有望であり、オゾンガス濃度が変化しない室温以上120以下が最適であることが分かつた。また、高温領域においては、空気中で MoO_3 が昇華せず、 MoO_3 ペレットの結晶粒の成長を起こさない350以上500以下の温度範囲で行うことが最適であることが分かつた。

【0029】

[中性子照射による照射済 MoO_3 ペレットの作製]

酸化処理された高密度 MoO_3 ペレットは、ラビットに装荷し、例えば原子炉内で中性子照射される。その結果、(n,)⁹⁹Mo、すなわち⁹⁹Moを含んだ照射済 MoO_3 ペレットが作製される。得られた⁹⁹Moの半減期は約66時間と短いため、次の溶解工程はできるだけ短時間で行うことが要求される。

【0030】

[高密度 MoO_3 ペレットからのモリブデン溶液の作製]

図6は、高密度 MoO_3 ペレットの溶解装置の概略構成図である。溶解装置には、照射済 MoO_3 ペレットの溶解を促進させるために超音波装置が設置され、超音波装置に照射済 MoO_3 ペレット溶解槽を装荷した構造となっている。照射済 MoO_3 ペレットを溶解した放射性モリブデン溶液は、ポンプにより^{99m}Tc抽出工程に容易に移送できるシステムとなっている。開発した超音波型 MoO_3 ペレット溶解装置を用いて、上記の条件で低温オゾン酸化処理した MoO_3 ペレットについて、6M-NaOHを用いて溶解試験を行つた。その結果を図7に示す。超音波の周波数は40KHzとし、溶解時における温度は、 MoO_3 ペレットがNaOHに溶解する反応熱により、約60まで徐々に上昇した。

【0031】

オゾンガスに暴露したのち、その MoO_3 ペレットを6M-NaOHに溶解した。オゾンガスに暴露していない MoO_3 ペレットを溶解して得られたモリブデン溶液の色はオリーブ色となり、残渣があることが分かつた。一方、150の温度でオゾンガスに暴露した MoO_3 ペレットを溶解して得られたモリブデン溶液の色は薄いオレンジ色であり、暴露していないものよりも少ないものの残渣は存在していることが分かつた。オゾンガスに対する暴露温度を、オゾンガス濃度が変化しない室温から120に設定して酸化処理した MoO_3 ペレットは、酸化処理時間が2時間及び20時間とも、酸化処理を行つてないものと比べてモリブデン溶液の色は透明であり、不溶解性残渣がないことが分かつた。

10

20

30

40

50

【0032】

超音波型Mo₃ペレット溶解装置を用いて、低温オゾン酸化処理したMo₃ペレットの溶解条件と同様の条件で高温大気中酸化処理したMo₃ペレットについても、6M-NaOHを用いて溶解試験を行った。その結果を図8及び図9に示す。

【0033】

高温大気中酸化処理したのち、そのMo₃ペレットを6M-NaOHに溶解した。酸化処理していないMo₃ペレットおよび200～300℃の温度範囲で2時間の酸化処理を施したMo₃ペレットを溶解して得られたモリブデン溶液の色はオリーブ色となり、残渣があることが分かった。350℃以上で2時間の酸化処理したMo₃ペレットを溶解して得られたモリブデン溶液の色は透明であり、不溶解性残渣がないことが分かった。10

なお、図8においては、平均粒子径が3μmの粒子についてのデータのみを示しているが、平均粒子径によらず同一の結果が得られた。

【符号の説明】

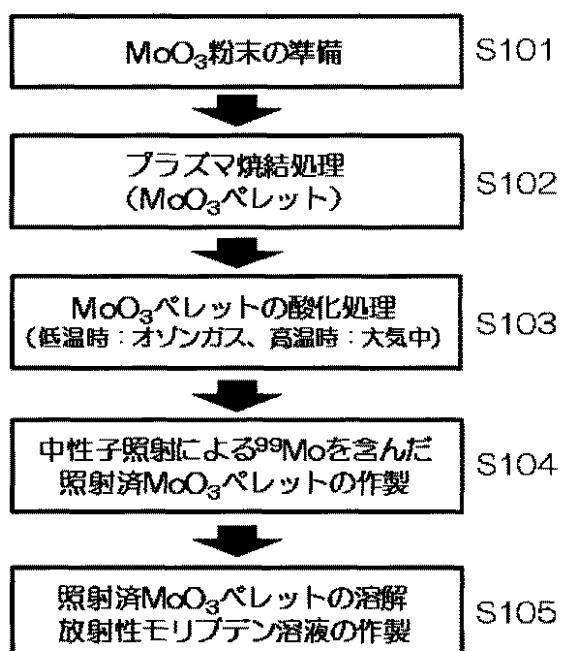
【0034】

10 酸化処理を行うための恒温槽

20 オゾン発生装置

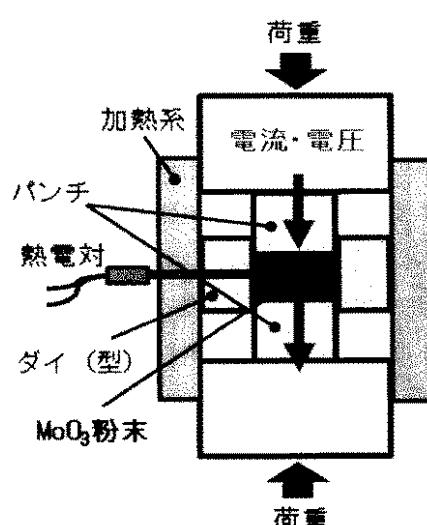
【図1】

図1



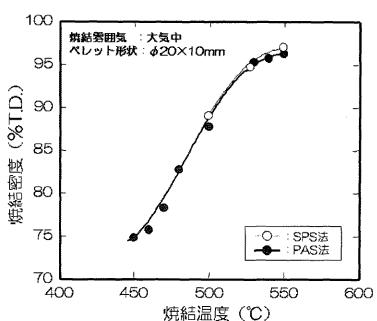
【図2】

図2



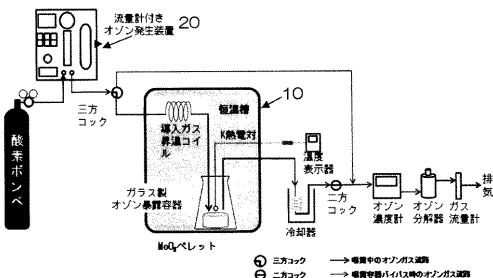
〔 四 3 〕

図3



【図4】

图 4



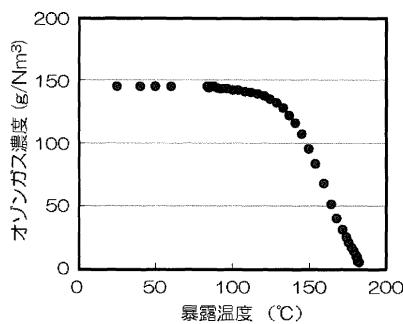
(7)

圖 7

レ ジ ト ラ ー シ ト	重量(g)	6.5596	7.0876	6.7791	6.6494	6.1951	6.9042	6.7508	7.939
	寸法(mm)	幅19.67 高さ10.01	幅19.63 高さ10.02	幅19.59 高さ10.04	幅19.55 高さ10.05	幅19.47 高さ10.03	幅19.47 高さ10.03	幅19.31 高さ10.04	幅19.95 高さ11.65
オ リ ン ジ ン 部 分 の 特 徴	電源接続及び給紙部	有	有	有	有	有	有	有	有
	外観写真								
解 説	消耗液体積(mL)	12.720	14.175	13.605	13.906	12.315	12.735	11.105	15.820
	消耗液体量(分)	30	65	70	43	40	40	45	60
解 説	溶媒瓶の口ひ	7.3	7.4	7.4	7.5	7.4	7.3	7.4	7.4
	溶媒瓶の色	オリーブ色	透明	透明	透明	透明	透明	透明	オレンジ色
解 説	溶媒瓶の様子								
	溶媒瓶の様子								

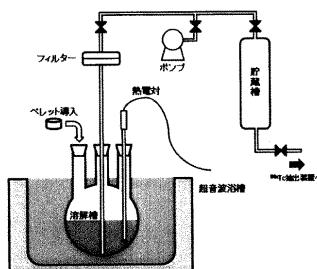
【図5】

図 5



【図6】

6



(8)

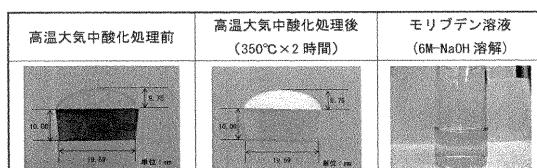
图 8

酸化処理前のMo ₃ ベレットの条件					
焼結密度 (T.D.)	95.5%	96.5%	95.5%	94.5%	95.3%
半導体晶粒径	3 μm				
ベレットの色	グレー	グレー	グレー	グレー	グレー
Mo ₃ ベレット 酸化処理条件	200°C 2時間	300°C 2時間	350°C 2時間	400°C 2時間	500°C 2時間
					600°C 2時間

酸化処理後のMo ₃ ベレットの条件					
焼結密度 (T.D.)	95.5%	96.5%	95.5%	94.5%	95.3%
半導体晶粒径	3 μm	3 μm	3 μm	3 μm	5 μm
ベレットの色	グレー	グレー	白	白	白
溶解液の色	オレンジ色	オレンジ色	透明	透明	透明
溶解特性	40分	45分	40分	40分	45分
溶解時間	7.4	7.4	7.8	7.3	7.5
溶解率 (%)	99.8	99.8	99.9	99.7	99.9

〔 図 9 〕

图 9



フロントページの続き

(72)発明者 木村 明博
茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002番
機構 大洗研究開発センター内 独立行政法人日本原子力研究開発

(72)発明者 石田 卓也
茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002番
機構 大洗研究開発センター内 独立行政法人日本原子力研究開発

(72)発明者 北岸 茂
茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002番
機構 大洗研究開発センター内 独立行政法人日本原子力研究開発

(72)発明者 土谷 邦彦
茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002番
機構 大洗研究開発センター内 独立行政法人日本原子力研究開発

(72)発明者 秋山 博明
埼玉県比企郡小川町上古寺 510-1 エコデザイン株式会社内

(72)発明者 長倉 正昭
埼玉県比企郡小川町上古寺 510-1 エコデザイン株式会社内

(72)発明者 鈴木 邦彦
埼玉県比企郡小川町上古寺 510-1 エコデザイン株式会社内

審査官 林 靖

(56)参考文献 特開2010-223937(JP,A)
特開2011-2370(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G 21 G 1 / 00 - 5 / 00