

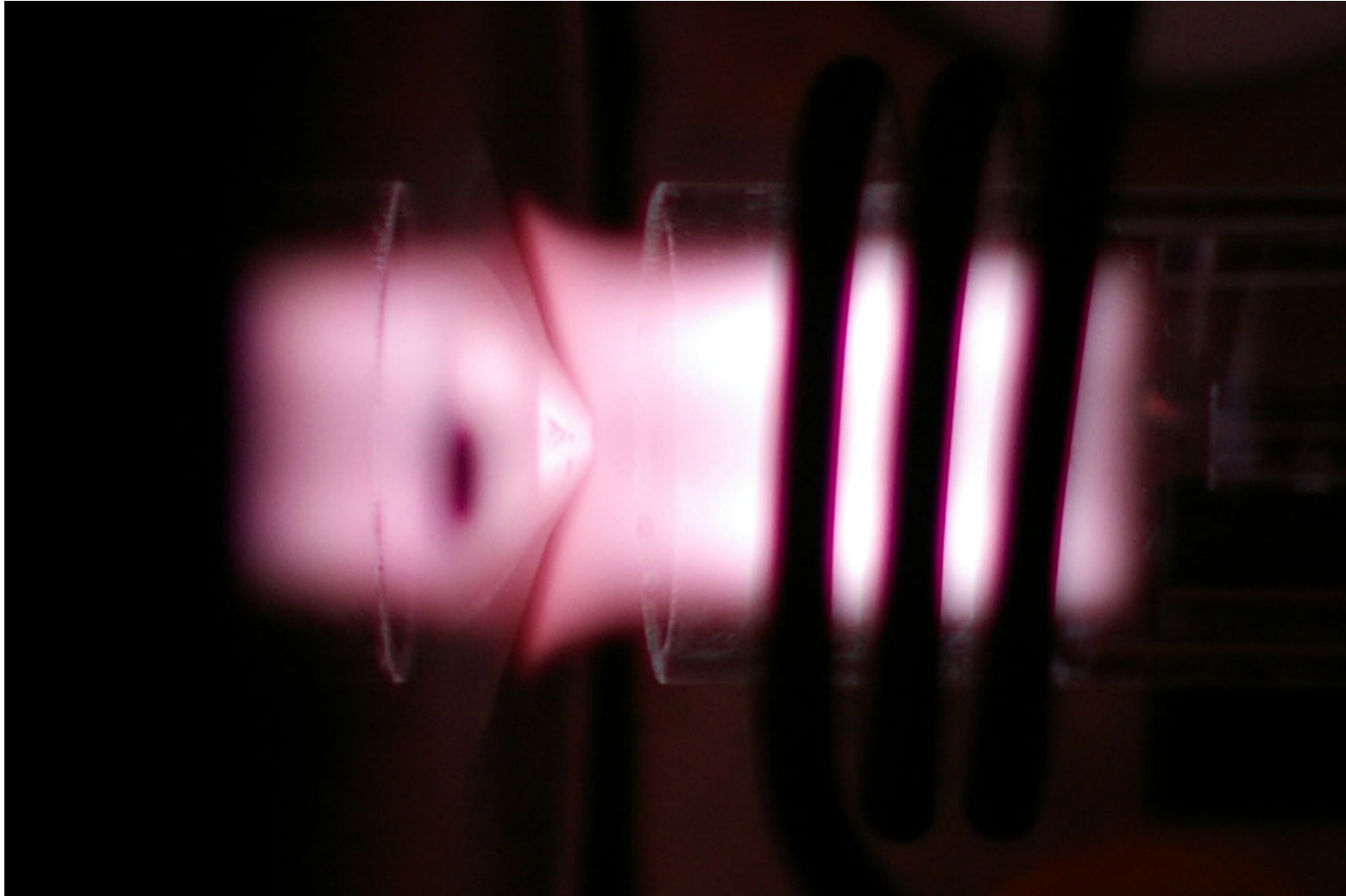
ICP-MSの高感度化と低バック グラウンド実験施設の構築

筑波大学

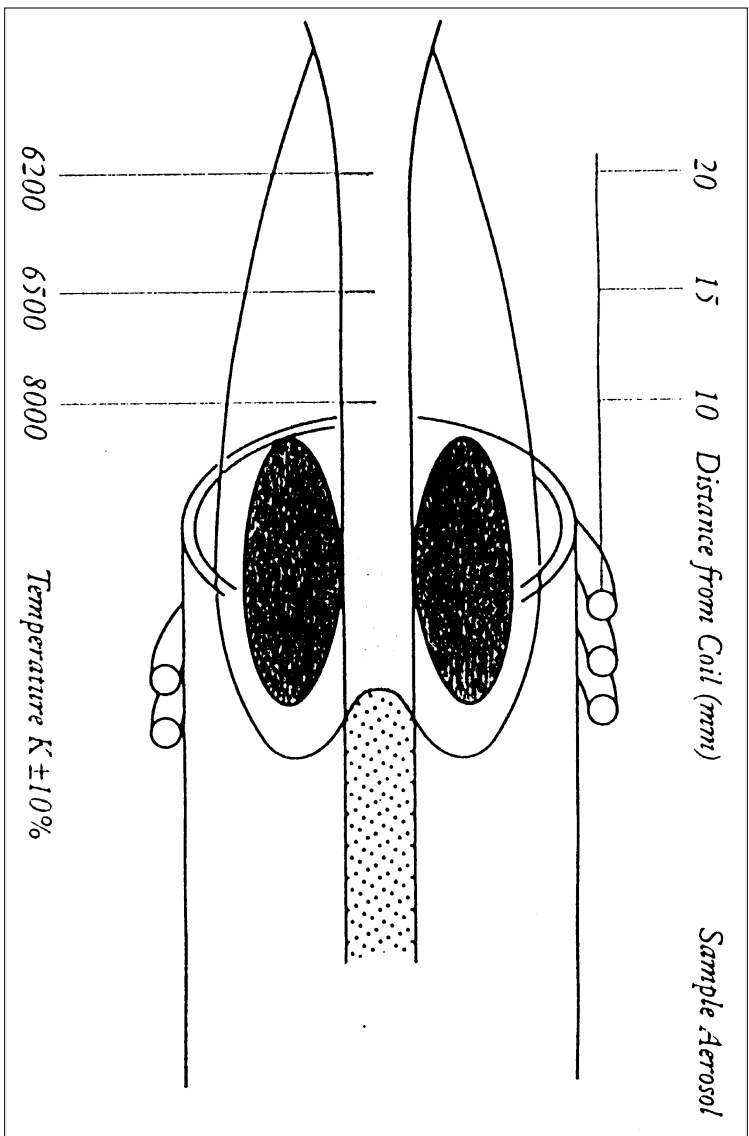
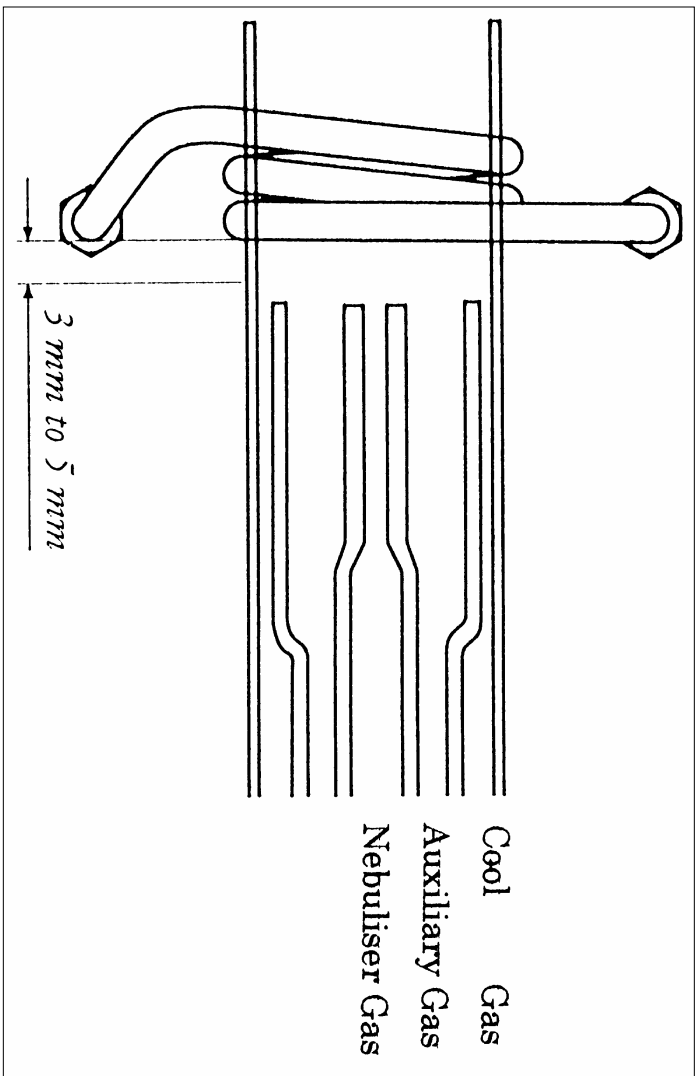
放射線・アイソトープ地球システム研究センター

高久 雄一

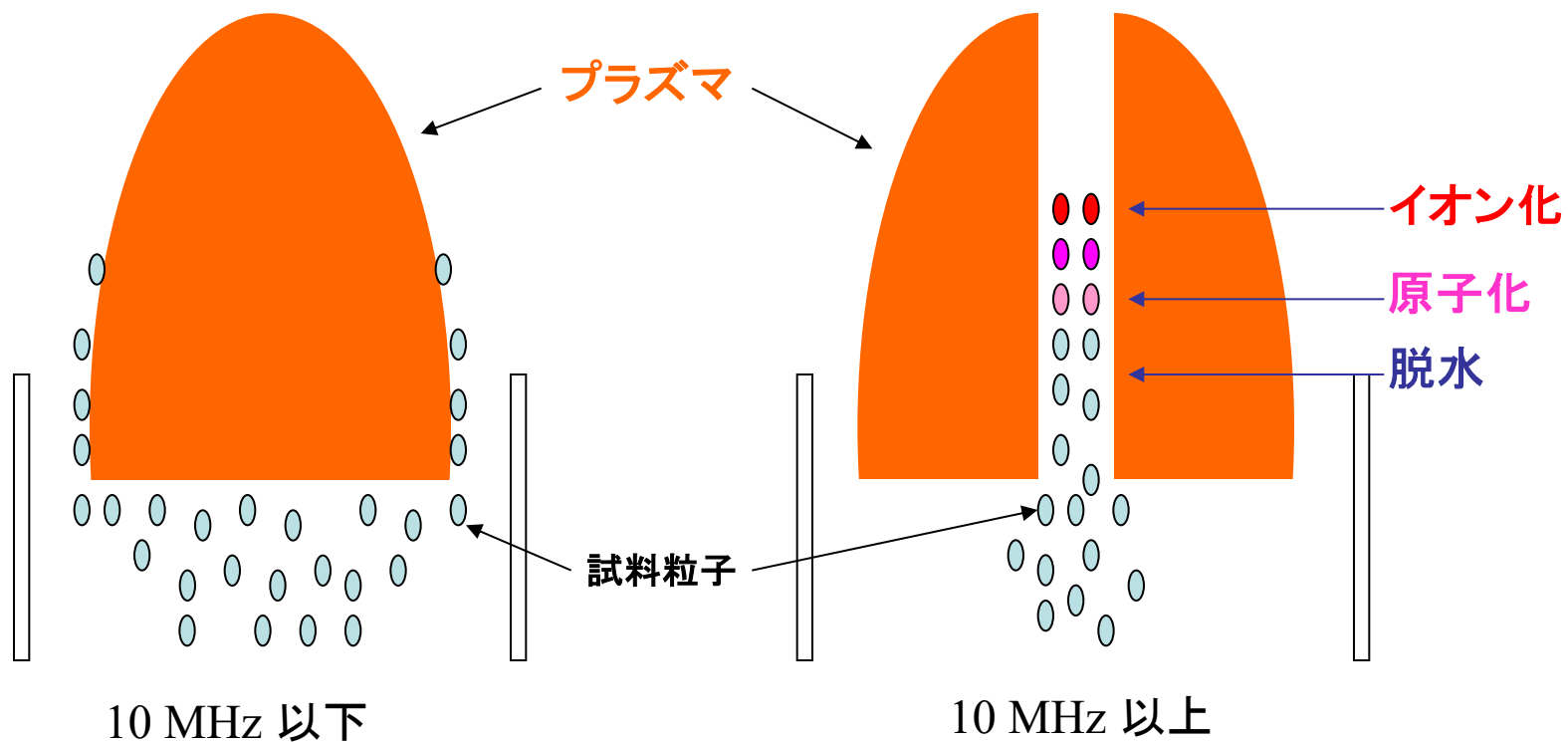
誘導結合プラズマ (ICP)



誘導結合プラズマ (ICP)



ICPの特徴



1. 穴の開いた構造(ドーナツ構造)

プラズマの中心に試料が導入可能

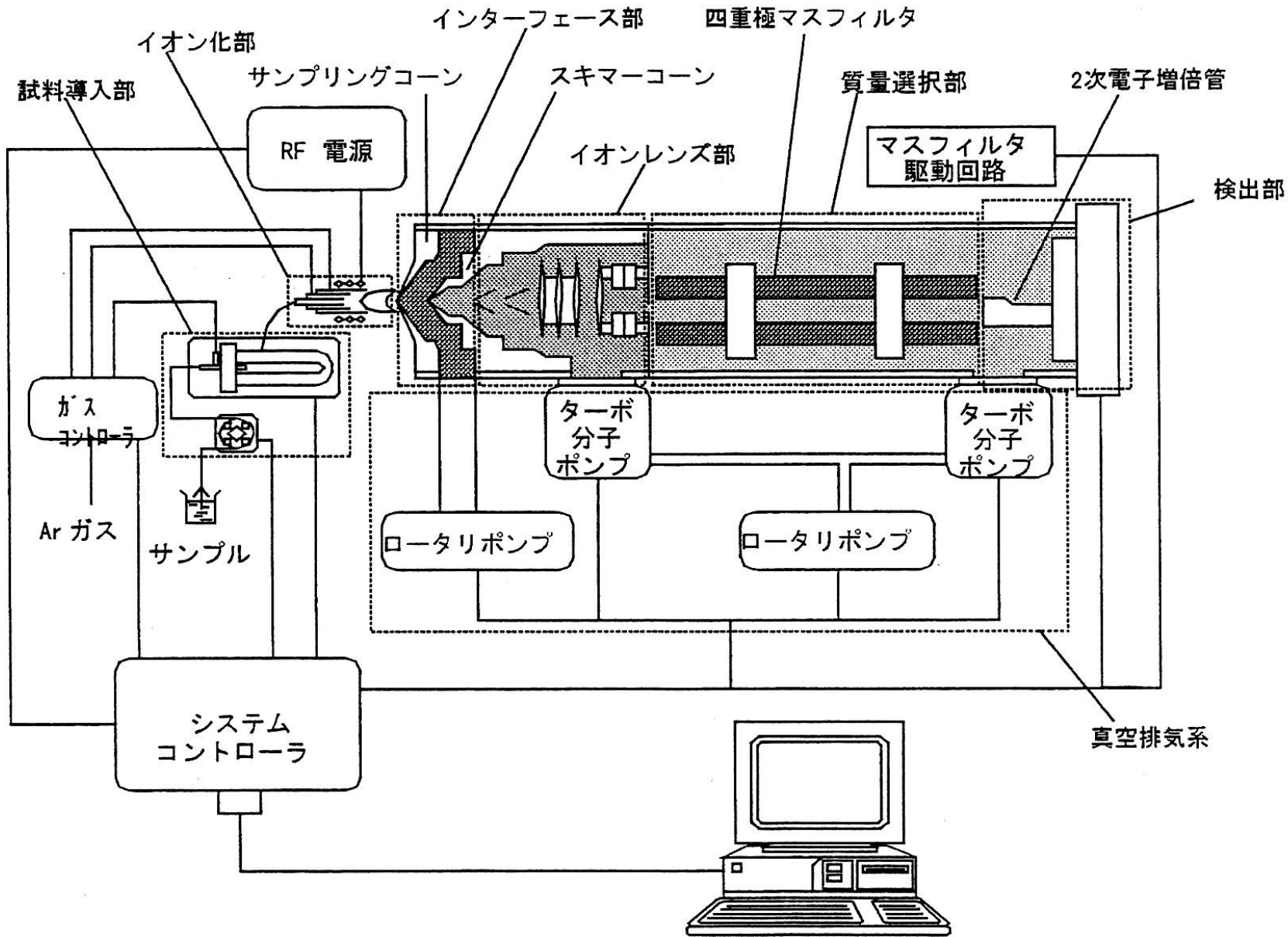
2. 高温で多元素を励起

効率の良い発光(イオン)源

3. 電氣的に中性

化学干渉が少ない

ICP質量分析

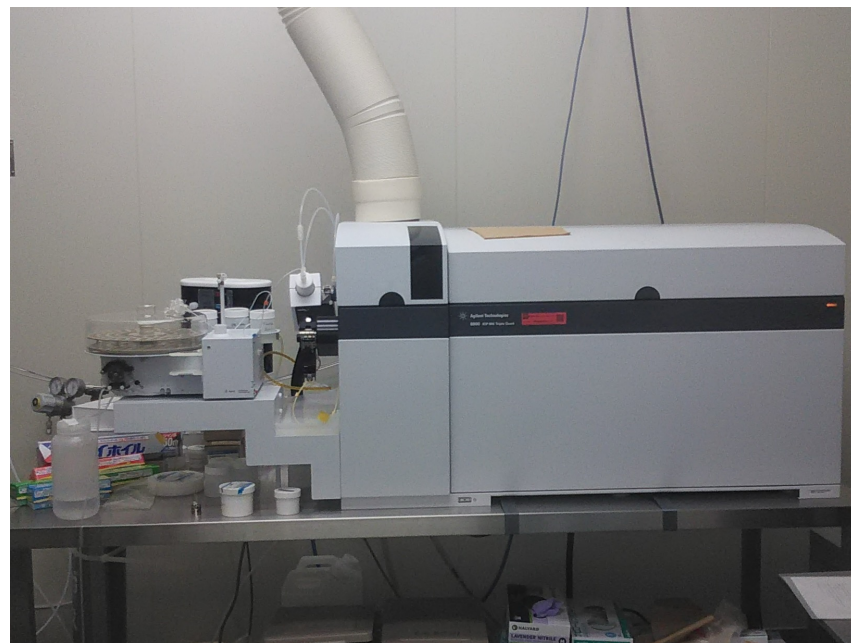


ChemStation

ICP-MS



高マトリックス試料測定用
一般実験室



高感度測定用
RI実験室

ICP-MSの検出下限

$$\text{DL} = \frac{\text{ブランクシグナルの変動の}3\sigma}{\text{単位濃度あたりのシグナル強度}}$$

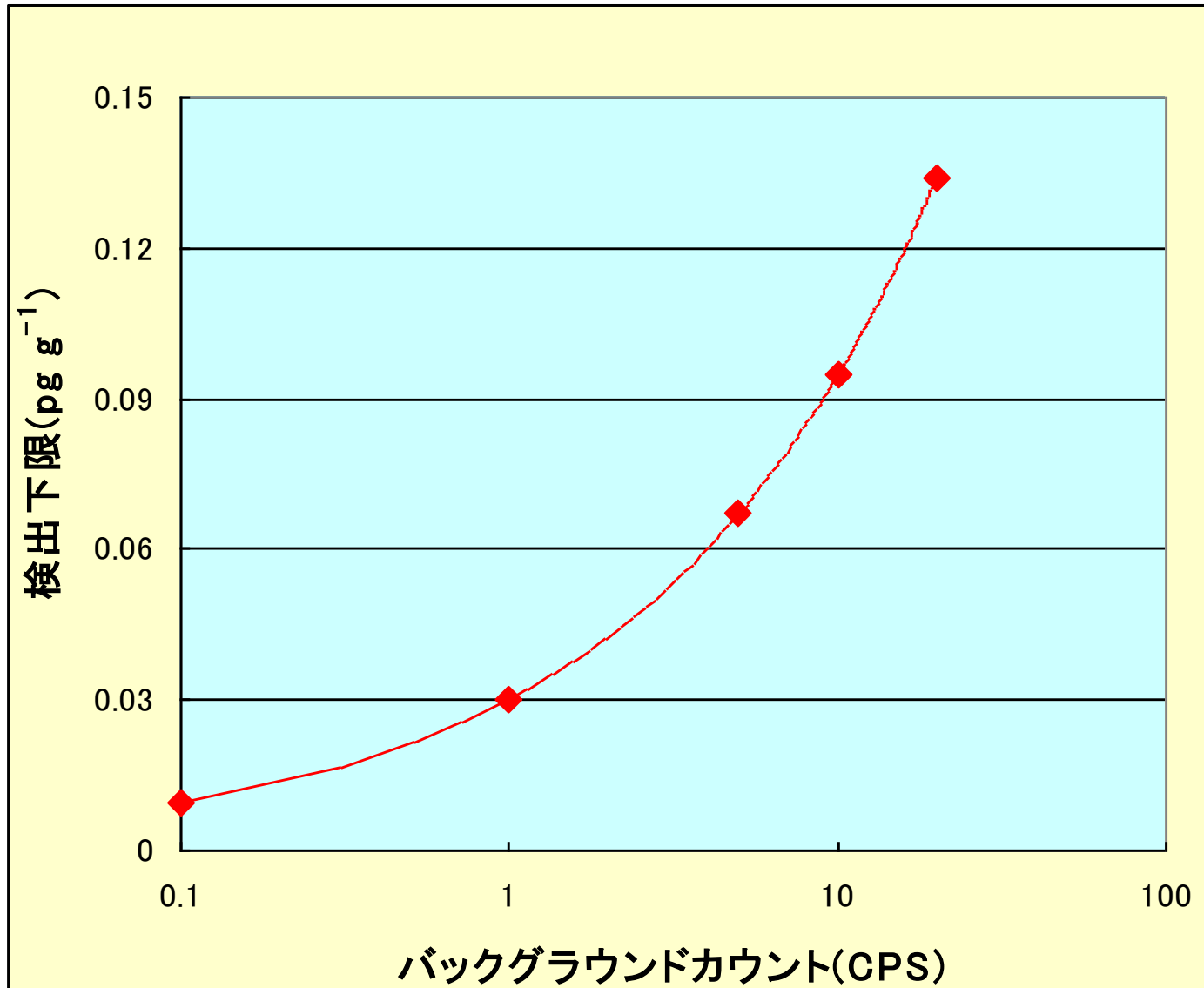
簡易計算法

$$\text{DL} = \frac{3*\sqrt{\text{(ブランクシグナル)}}}{\text{単位濃度あたりのシグナル強度}}$$

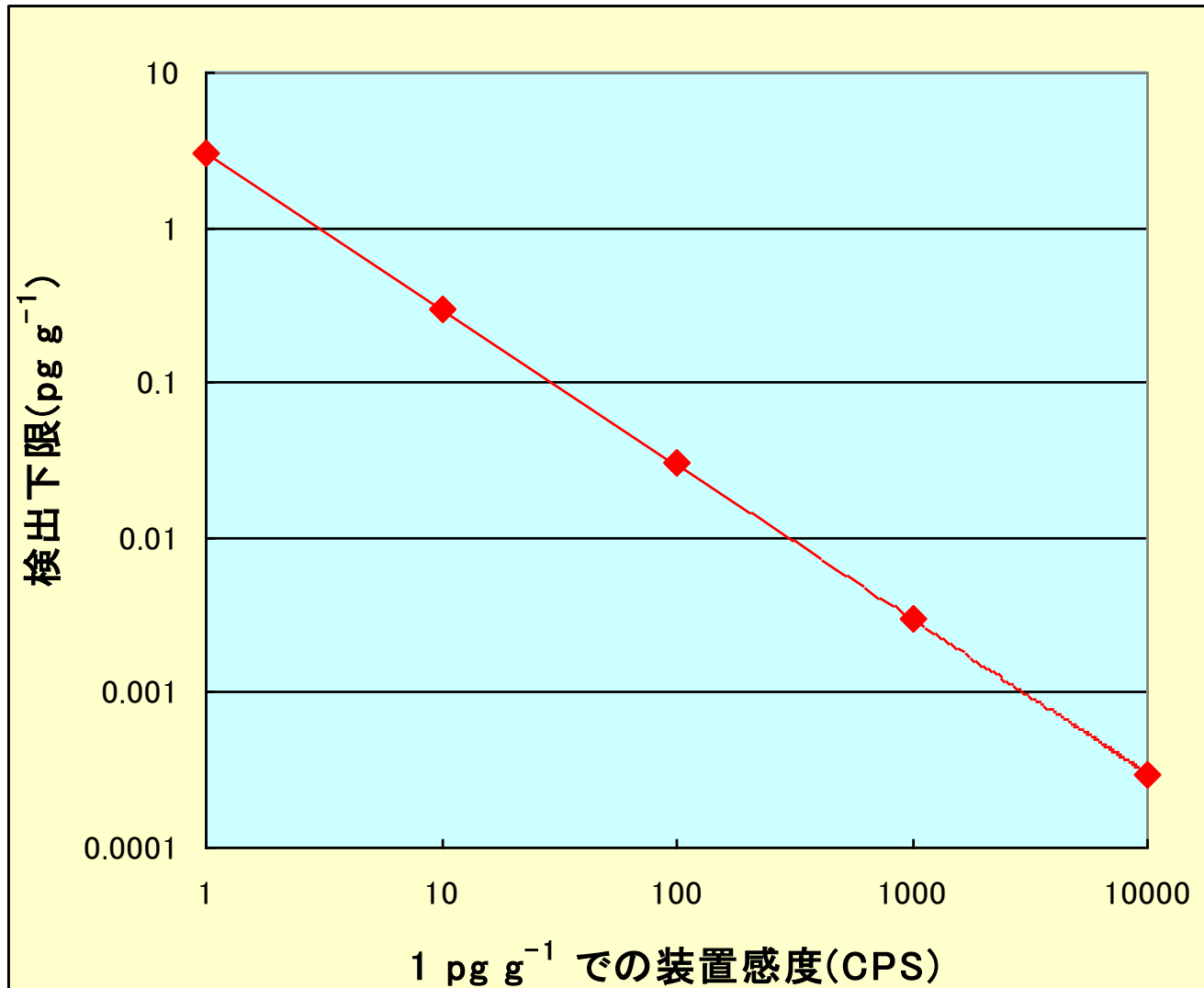
検出下限を改善する為には？

- 1.バックグラウンドを下げる。
- 2.装置の感度を向上させる。

検出下限の理論値(バックグラウンド) (感度: 10^6 cps (1 ng g^{-1})の場合)



検出下限の理論値(装置感度) (バックグラウンド:1cpsの場合)

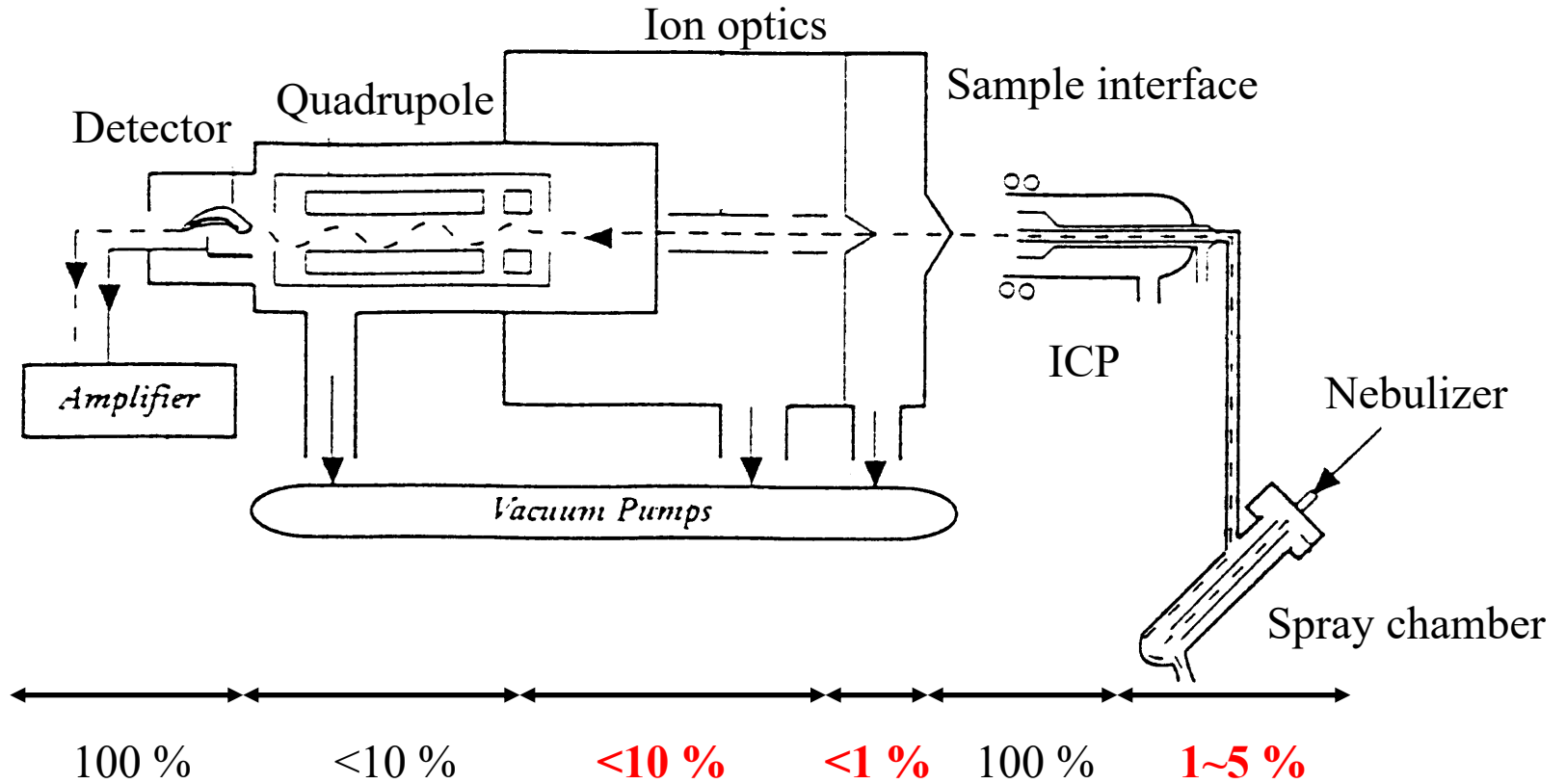


感度を向上させる方法は？



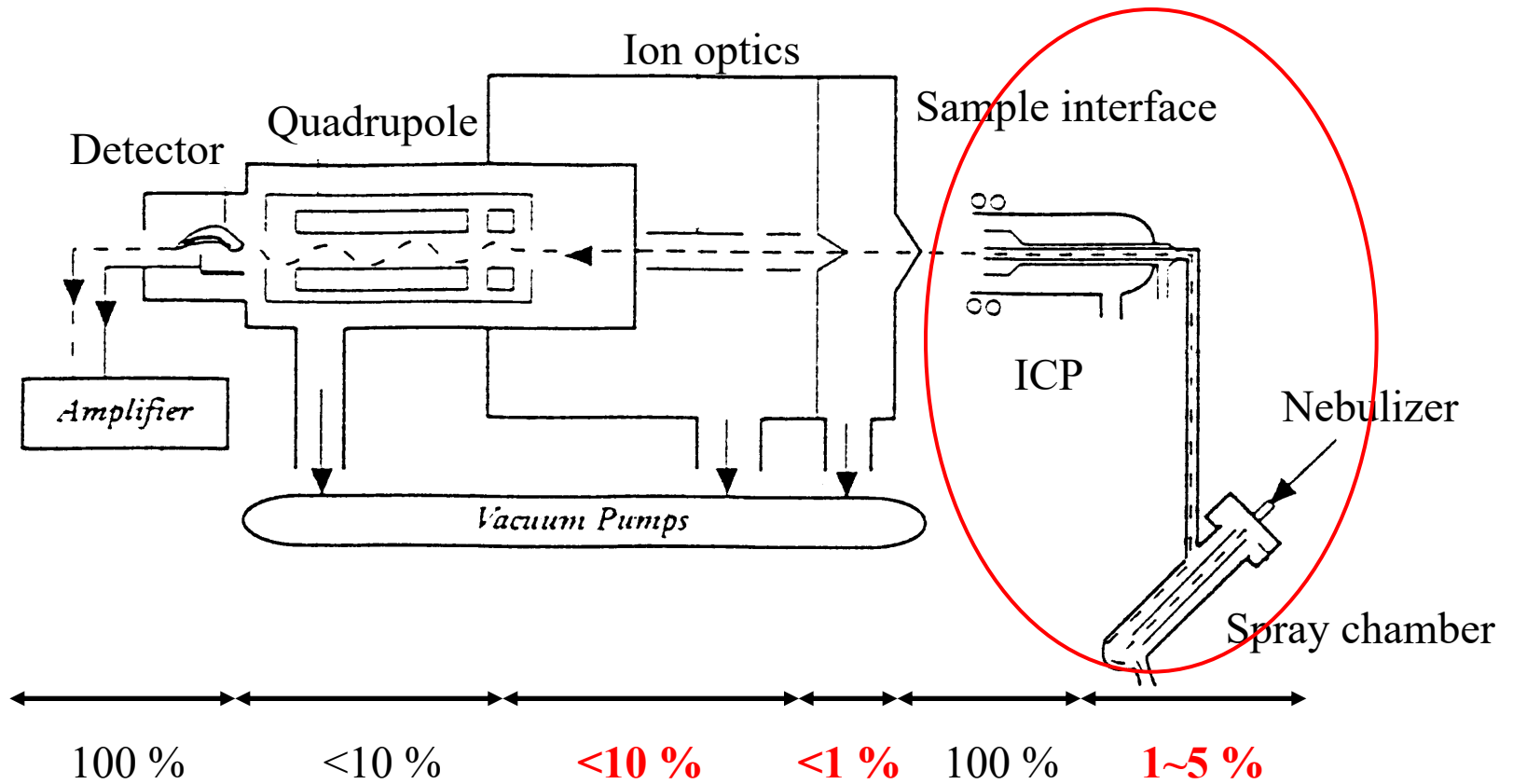
イオンの透過効率を改善させる。

装置の透過効率



赤字の部分は改善の余地あり

試料導入系の改良





脱溶媒装置 (Aridus3)

<https://www.stjapan.co.jp/products/3096>

※高温で試料を蒸発させた後
メンブレンフィルターで脱溶媒

<試料のドライエアロゾル化>

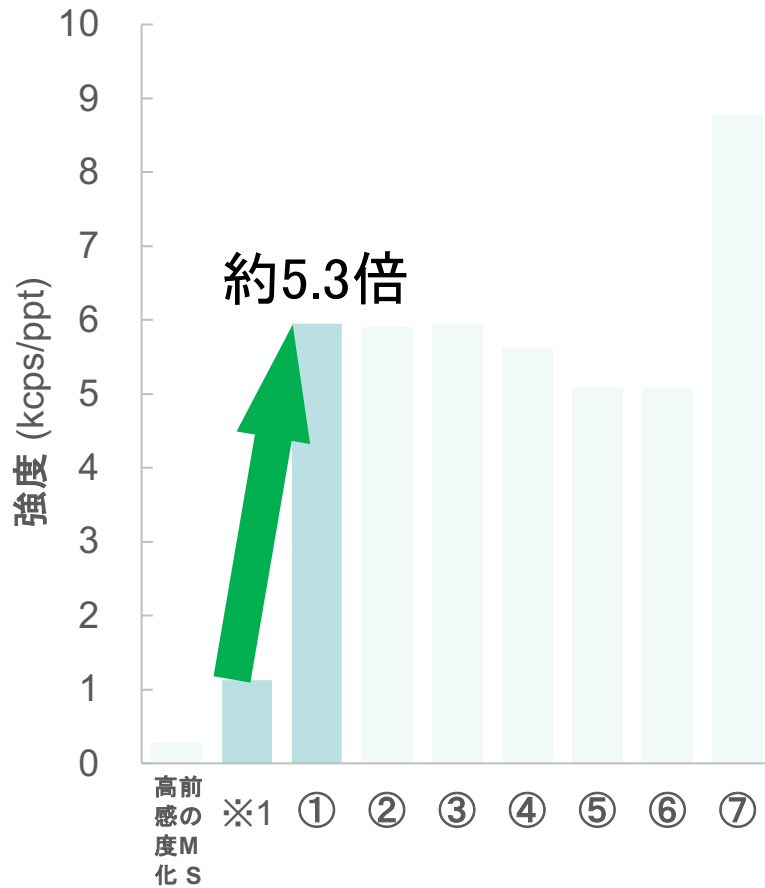
①チャンバーでの試料損失を低減

⇒試料導入効率向上

②溶媒によるプラズマの温度低下防止

⇒イオン化効率向上

ICP-MSの高感度化

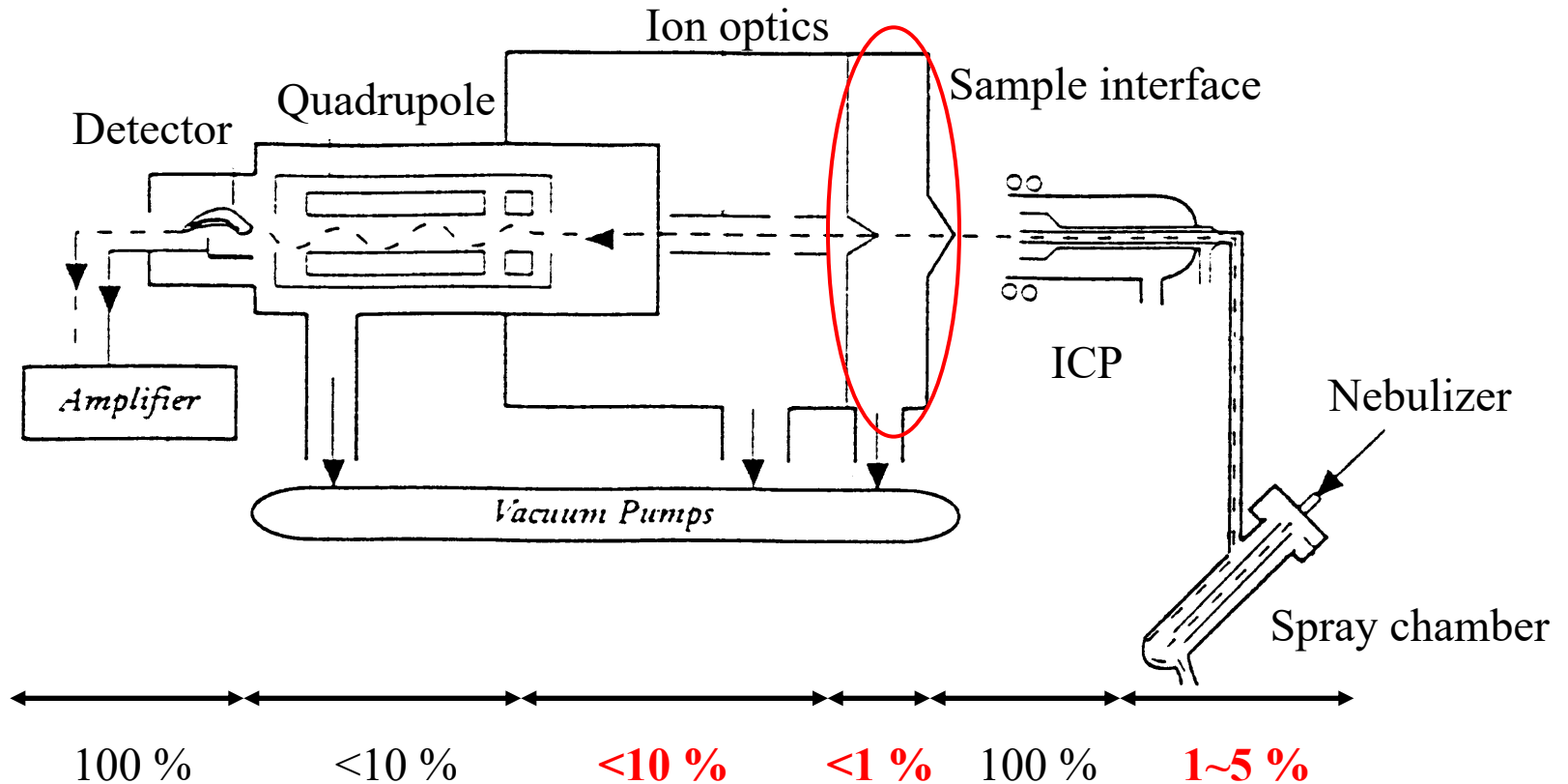


	径 (mm)	流量 (μL/min)	IF ^{※2} 部の真空度 (Pa)	IF ^{※2} 部 拡張距離 (mm)
①	2.5	200	264	0.0
②	2.0	200	264	0.0
③	2.5	100	264	0.0
④	2.5	100	142	0.0
⑤	2.5	100	142	0.2
⑥	2.5	100	142	0.4
⑦	2.5	100	238	0.0

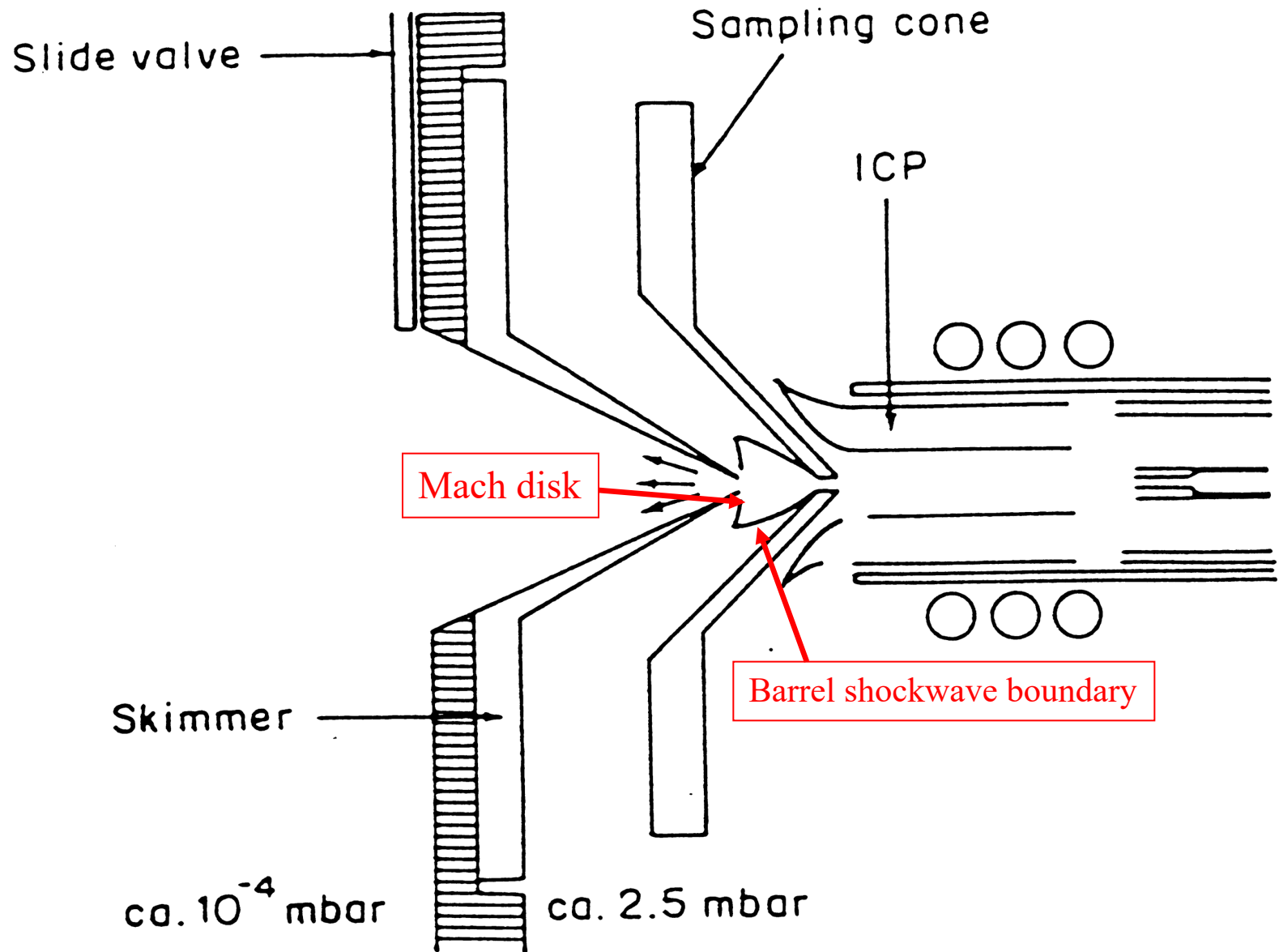
①～⑦全て脱溶媒装置を接続

ドライエアロゾル化によって**約5倍**の感度上昇

Sample interface の改良

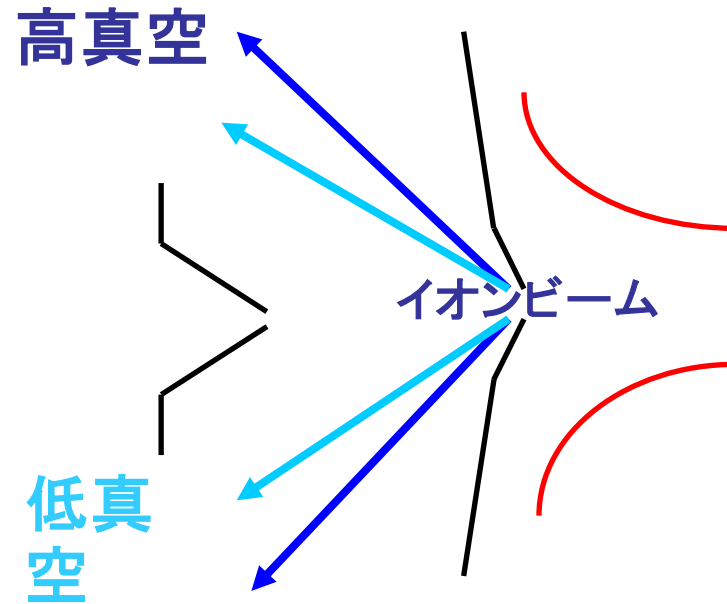


Sample Interface

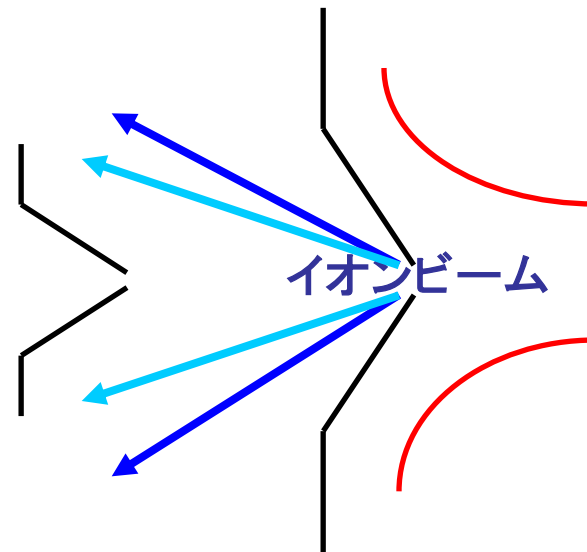


Sample Interface

低真空用
サンプリングコーン



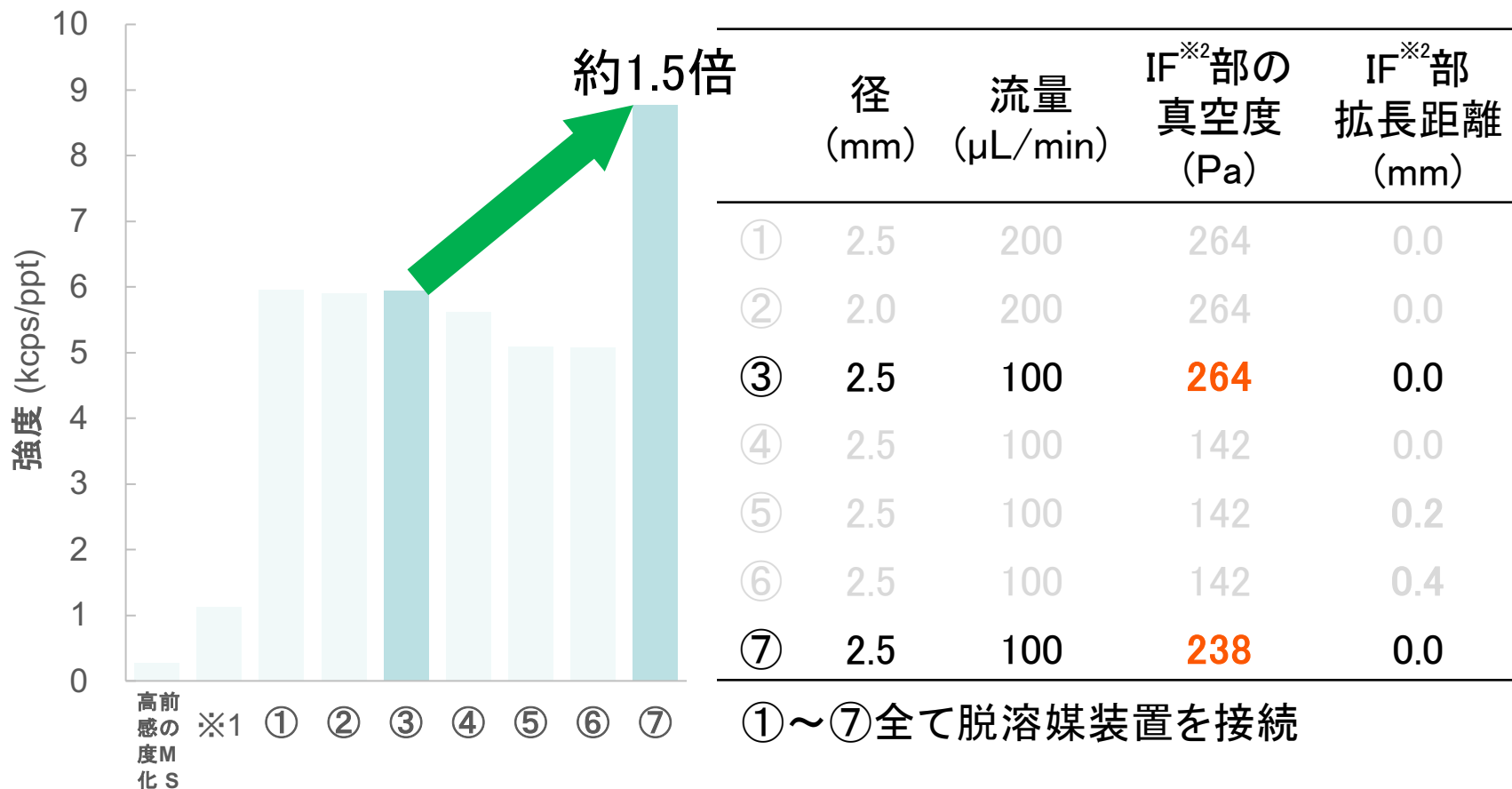
高真空用
サンプリングコーン



2nd Expansion rotary pomp

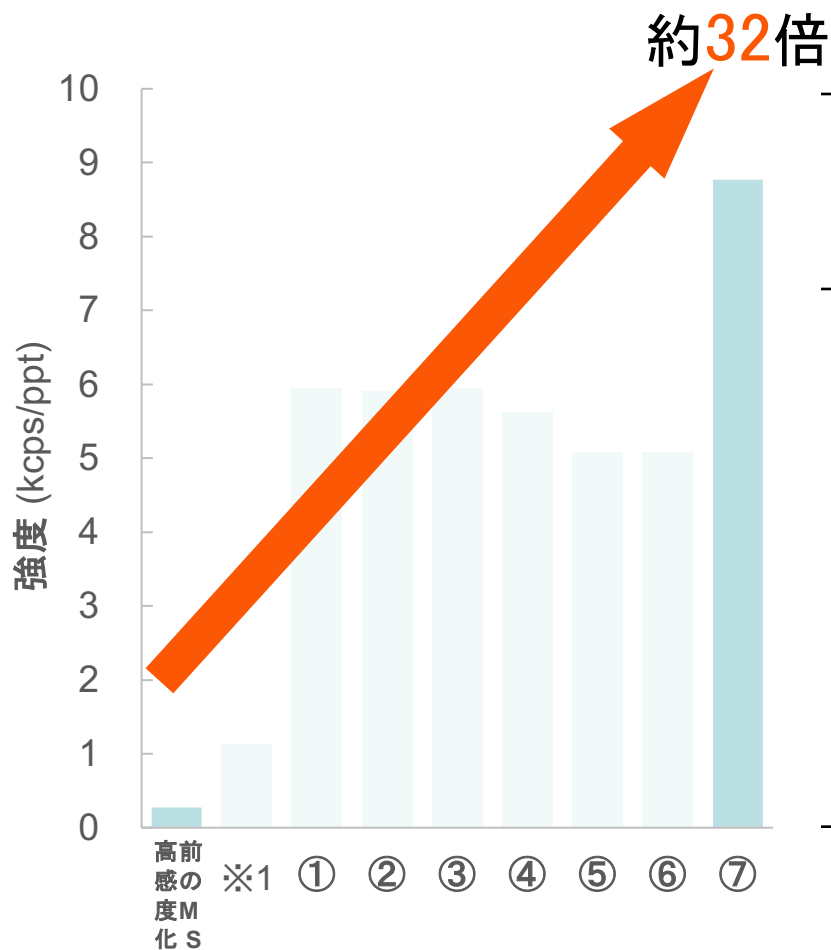


ICP-MSの高感度化



高真空化によって**約1.5倍**の感度上昇

ICP-MSの高感度化

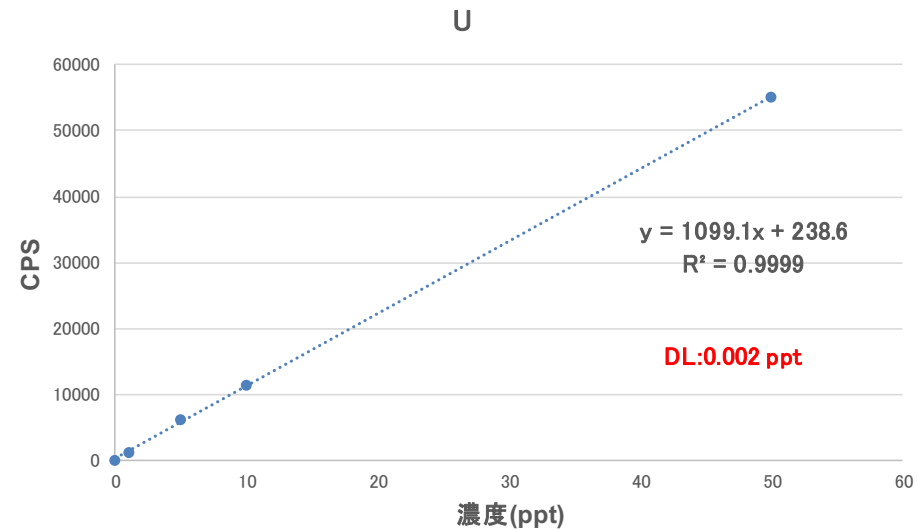
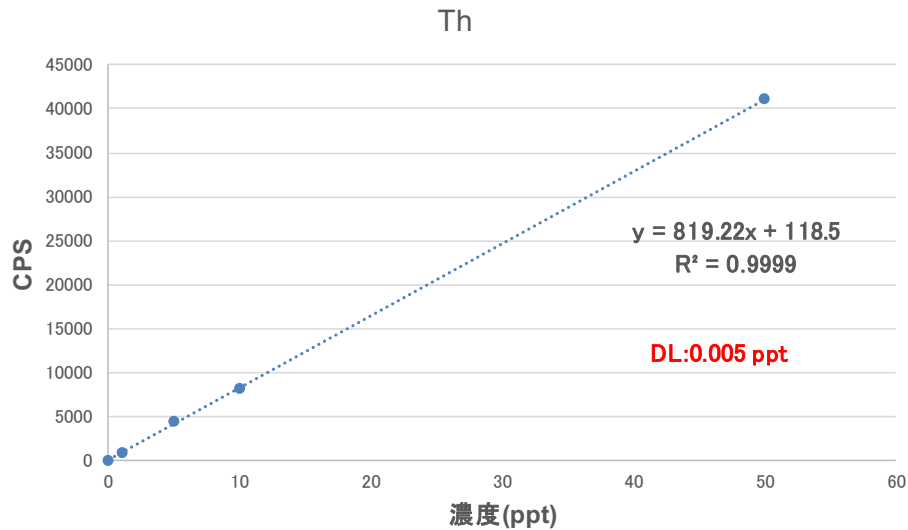


	径 (mm)	流量 (μL/min)	IF 部の真空度 (Pa)	IF 部 拡張距離 (mm)
①	2.5	200	264	0.0
②	2.0	200	264	0.0
③	2.5	100	264	0.0
④	2.5	100	142	0.0
⑤	2.5	100	142	0.2
⑥	2.5	100	142	0.4
⑦	2.5	100	238	0.0

①～⑦全て脱溶媒装置を接続

Th,Uの検量線

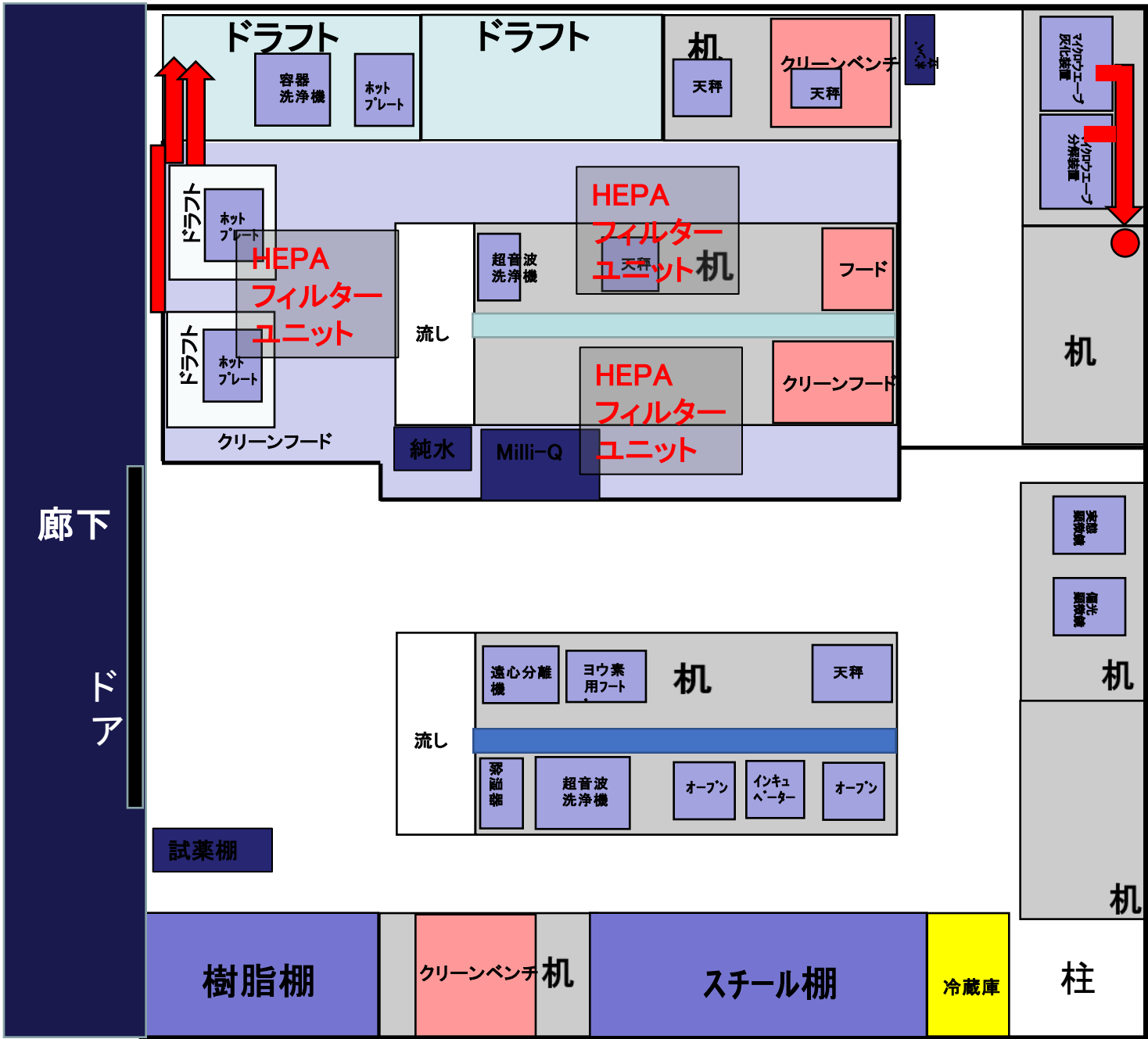
通常ネブライザーでの検量線



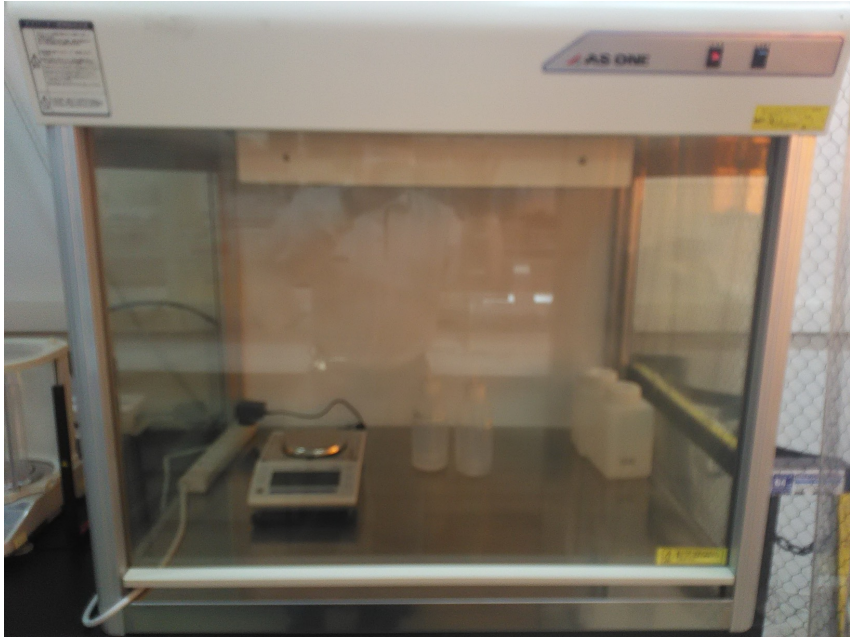
今後の課題

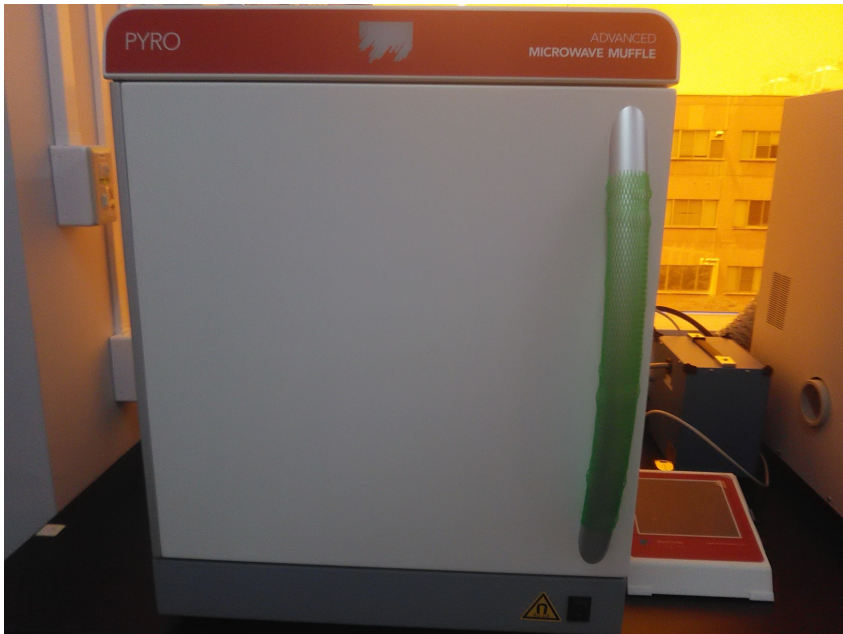
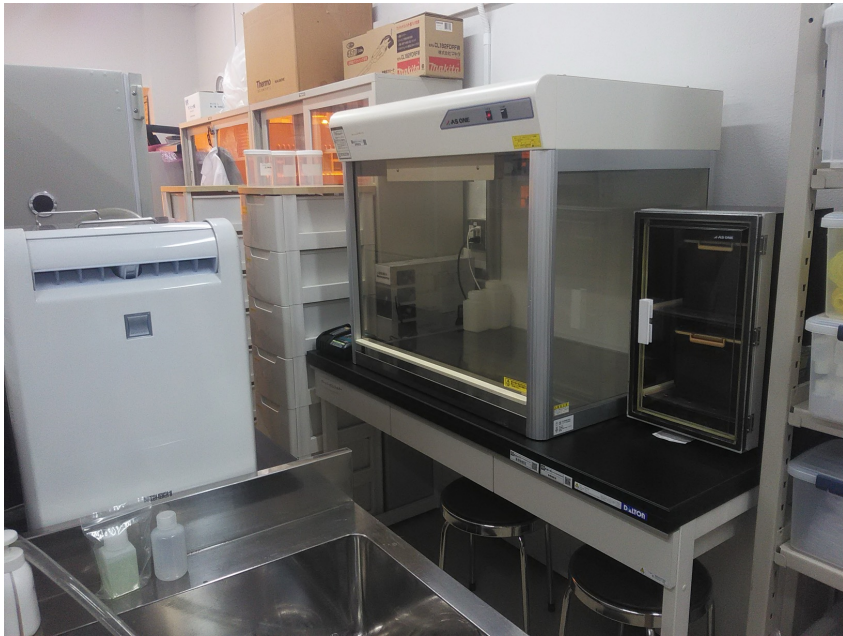


Aridusの感度向上に見合ったブランクレベルの低減化
(操作ブランクを含む)







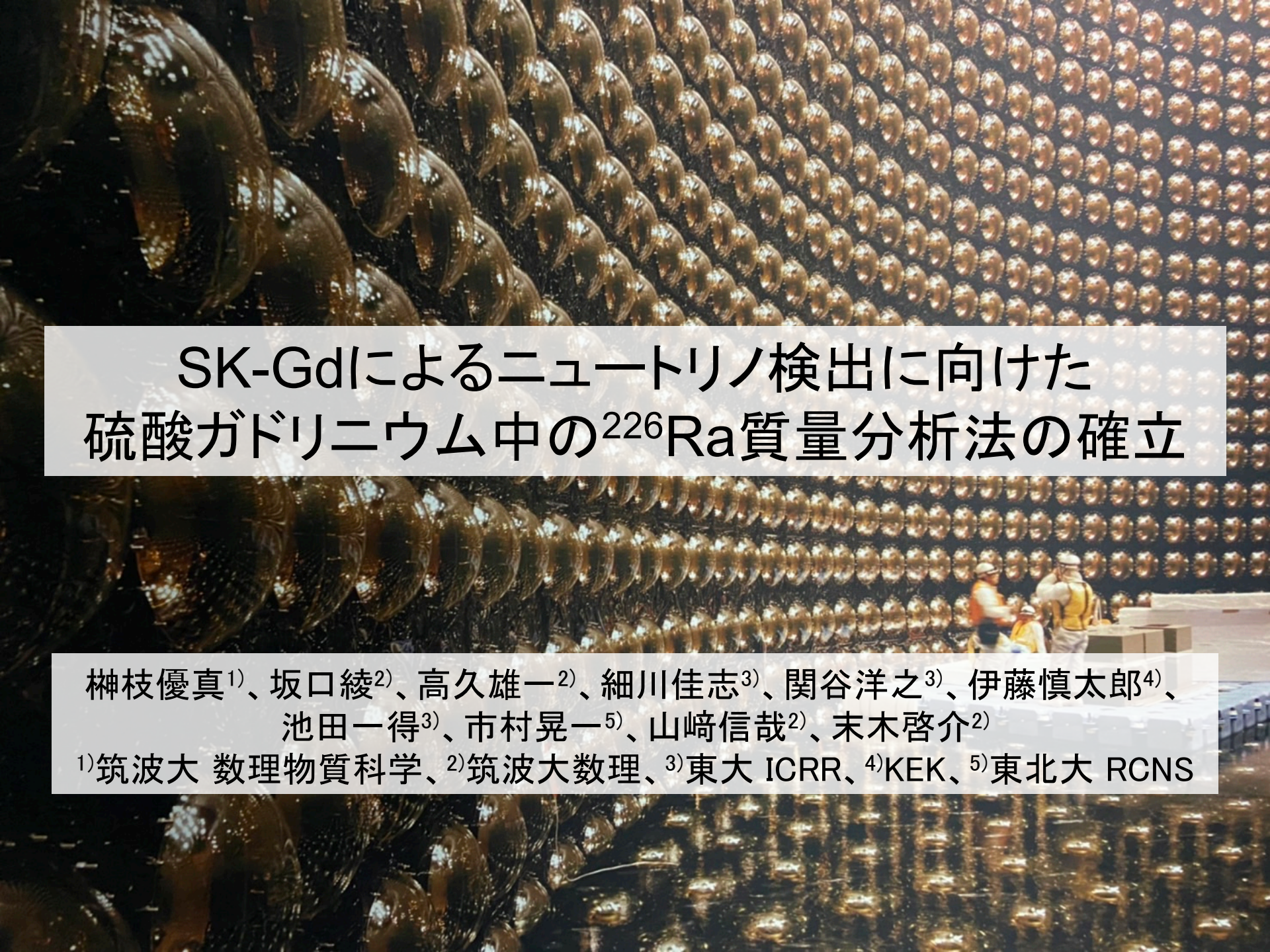


ERAN (Environmental Radioactivity Research Network Center)



研究種目 申請番号 氏名 所属機関 職名 研究題目 共同研究者 受入研究機関 受入研究者

重点	F-22-15	梅原 さおり	大阪大学	准教授	超稀崩壊実験で用いる結晶素材に含まれるウラン・トリウム不純物量の微量分析	高久 雄一 伏見 賢一 黒澤 俊介	CRIED	坂口 綾
重点	F-22-16	市村 晃一	東北大学	助教	次世代宇宙素粒子実験のための有機物材料中極微量放射性元素の高感度測定手法の確立	岸本 康宏 倉澤 真帆 高久 雄一	CRIED	坂口 綾
重点	F-22-17	南野 彰宏	横浜国立大学	准教授	地下宇宙素粒子物理学実験のための低バックグラウンド液体シンチレーター中性子検出器の開発	天内 昭吾 田中 雅士 岩澤 広大 吉田 斉	CRIED	坂口 綾



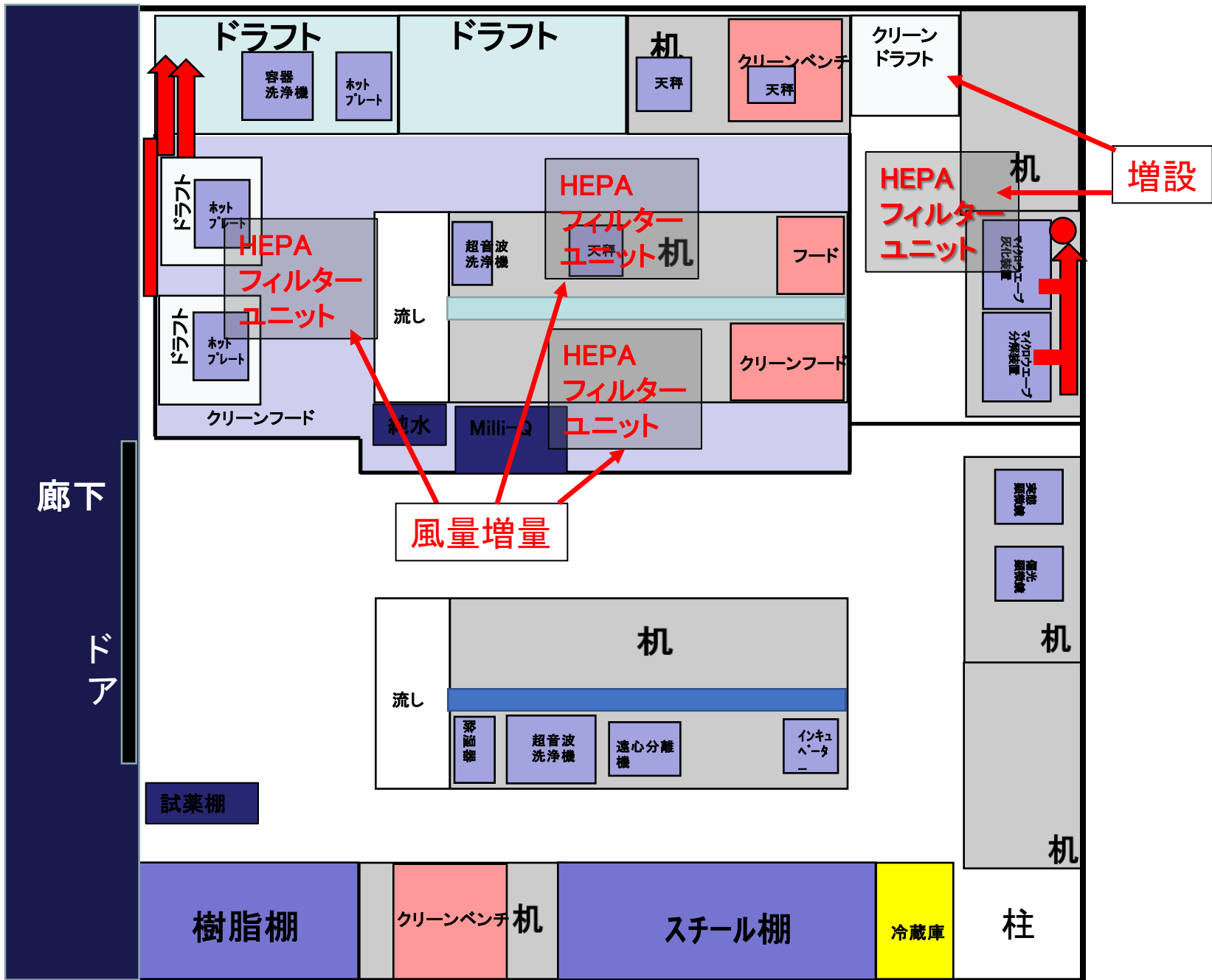
SK-Gdによるニュートリノ検出に向けた 硫酸ガドリニウム中の ^{226}Ra 質量分析法の確立

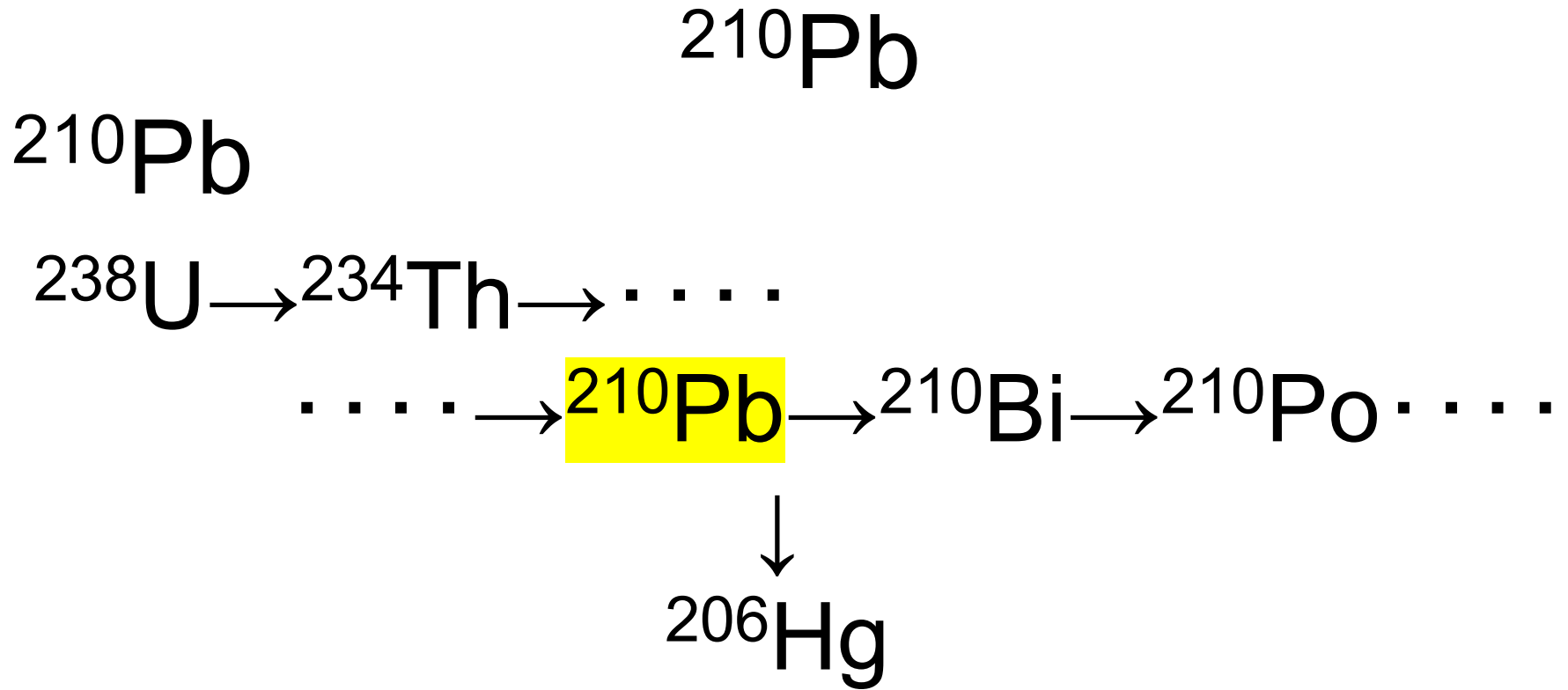
榊枝優真¹⁾、坂口綾²⁾、高久雄一²⁾、細川佳志³⁾、関谷洋之³⁾、伊藤慎太郎⁴⁾、
池田一得³⁾、市村晃一⁵⁾、山崎信哉²⁾、末木啓介²⁾

¹⁾筑波大 数理物質科学、²⁾筑波大数理、³⁾東大 ICRR、⁴⁾KEK、⁵⁾東北大 RCNS

次年度以降の主な改良

1. ICP-MSのさらなる高感度化
 - ① ロータリーポンプの増設
2. 実験環境の低ブランク化
 - ① 循環効率の向上
 - ② HEPAフィルターの追加
 - ③ クリーンドラフトの増設
3. 新たな核種の分析法の開発





ウラン系列の核種

半減期: 22.2 年

Uranium series nuclides

Half-life : 22.3 year

加速器質量分析 (AMS)



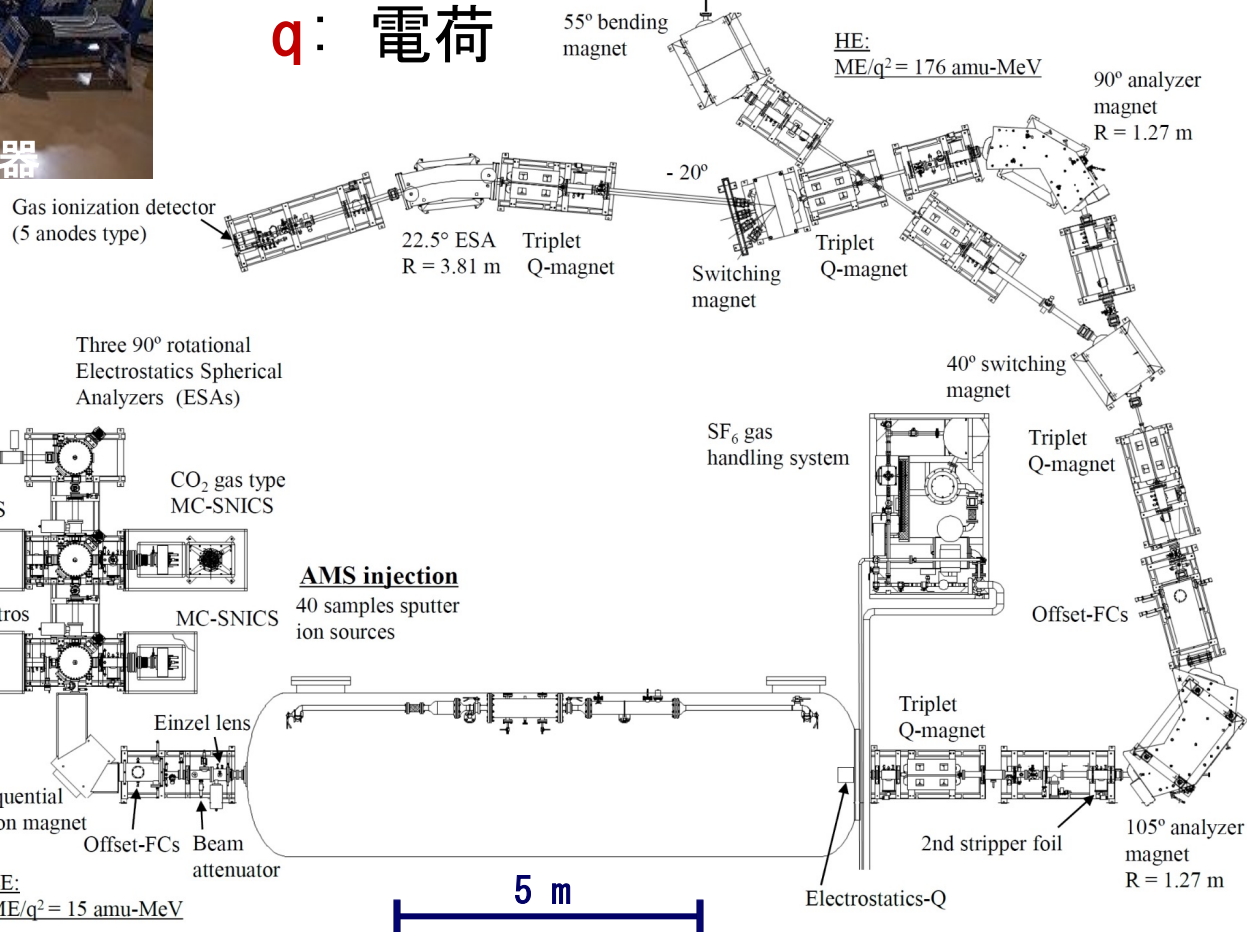
ターゲット核種 (イオン) を以下の固有パラメータで分別

M: 質量数

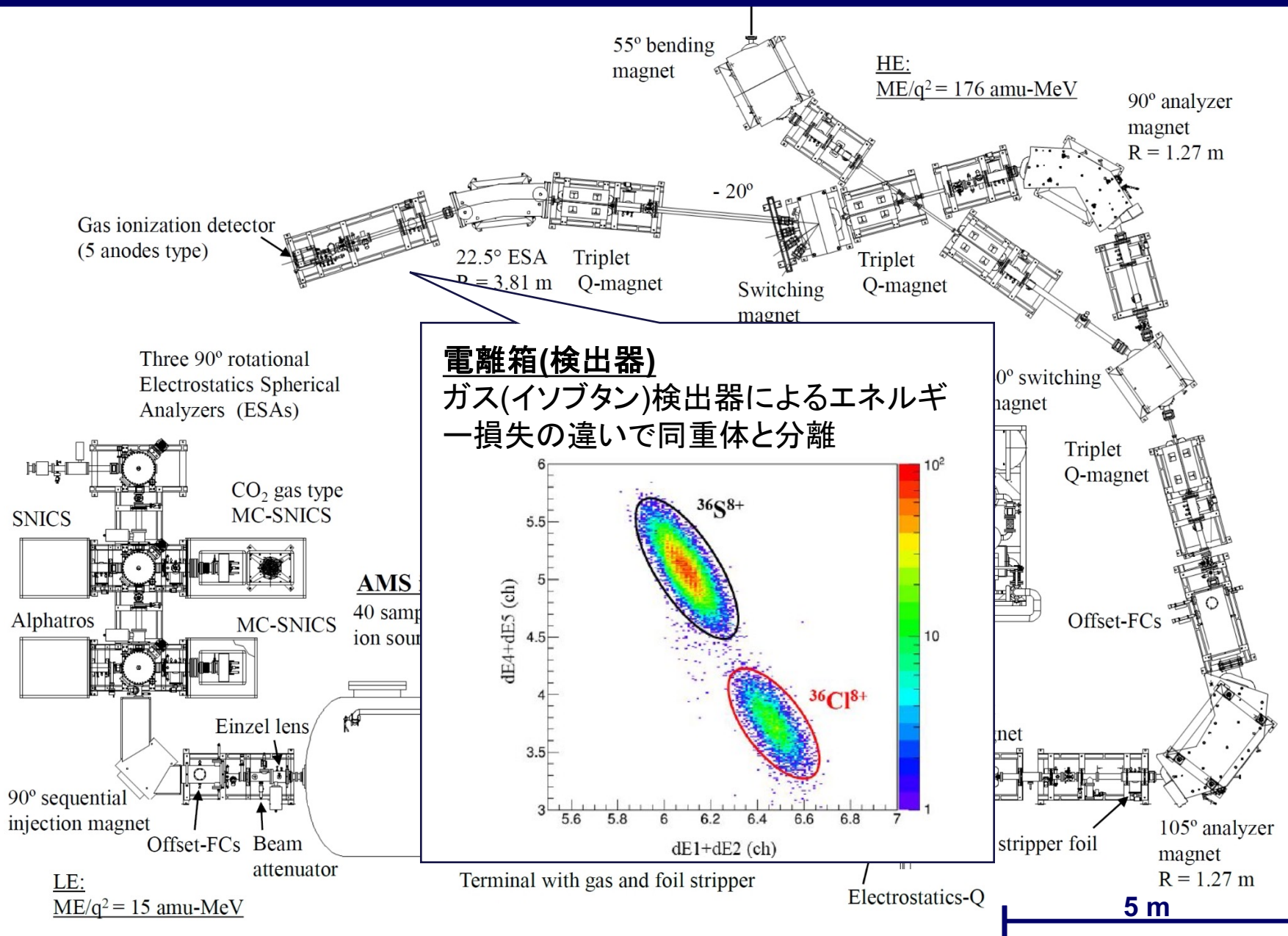
E: エネルギー

q: 電荷

分析電磁石
 静電分析器
 タンデム加速器
 電離箱とファラデーカップ

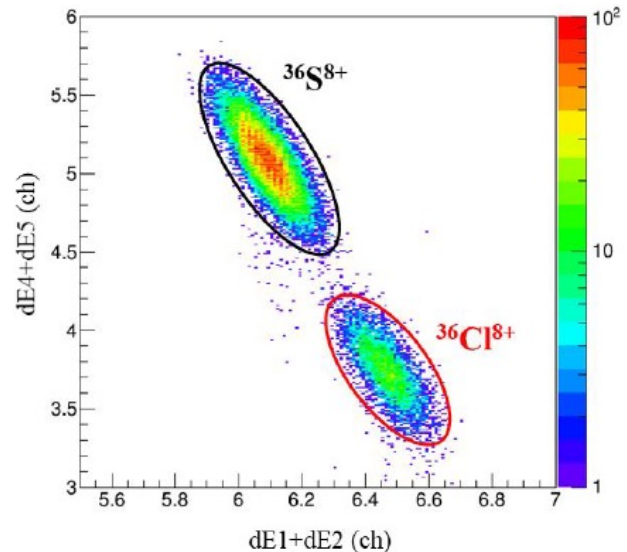


AMSによる ^{36}Cl 分析



電離箱(検出器)

ガス(イソブタン)検出器によるエネルギー損失の違いで同重体と分離



Terminal with gas and foil stripper

AMSによる ^{210}Pb の測定

