T-¹⁴C 混合試料の解析測定†

石河寛昭, 滝上 誠*

日本原子力研究所, *東京都立アイソトープ総合研究所

1970年12月5日 受理

1. 緒 言

T および ¹⁴C を同一試料中に含むものの測定法としては screening 法, simultaneous equation 法, discriminator ratio 法および外部標準法 (ES 法) などいくつか報告されている¹⁻⁵⁾。

本実験においてはこれらとはべつに, T および ¹⁴C の合成 β 線スペクトルをグラフ上で成分 β 線スペクトルに解析し, チャンネル比法を適用して T および ¹⁴C のそれぞれの放射能強度を決定した。

測定装置としては Fig. 1 に示すごとく液体シンチレーション・カウンターの sum 回路にマルチチャンネル・スペクトロメーターを接続したものを使用した。この方法ではスペクトロメーターに付属している display unit によりスペクトルを観察できるので, T および ¹⁴C の β 線スペクトルを十分に測定領域に収めるような増幅器の利得 (gain) の設定がすこぶる容易である。

Fig. 1 Block diagram for measuring T-¹⁴C mixed sample.

液体シンチレーション測定の際のクエンチング効果は測定試料の状態に大きく依存している。クエンチング効果が大きいほど出力波高は減小してスペクトルは低チャンネル側に移動し, この結果計数効率は減小する (Fig. 2)。しかし, 大きなクエンチング効果をもつような状態の T-¹⁴C 混合試料でもスペクトル観察により gain の加減を行なうとただちに最適測定条件が得られる。

Fig. 2 Pulse height shift due to quenching effect.

なお, 本装置によると T 試料中に放射性不純物が存在しているさいのスペクトル形状は純粋なものと比べて異なるゆえ不純物の有無がわかり, 混入量の測定も可能である。

2. 実験方法および結果

本実験においては Packard Instrument Co. 製の 3320 型 Tricarb に日立製の RAH-403 型 400 チャンネル・スペクトロメーターを接続したものを使用装置とした。なお, 測定試料である T-¹⁴C 混合試料およびチャンネル比法の校正曲線を作成するための quenched standard はつぎのごとく調製したものである。

T-¹⁴C 混合試料:

PPO(4 g/l) + M₂POPOP(0.2 g/l) + トルエン溶媒 (14 ml) + hexadecane-T + toluene-¹⁴C

T-quenched standard:

PPO(4 g/l) + M₂POPOP(0.2 g/l) + トルエン溶媒 + ニトロメタン + toluene-T (1.94 × 10⁵ dpm)

† Analytical Measurement for a T-¹⁴C Mixed Sample, Hiroaki ISHIKAWA, Makoto TAKIUE*: Japan Atomic Energy Research Institute, *Tokyo Metropolitan Isotope Research Center.

¹⁴C-quenched standard:

PPO(4 g/l)+M₂POPOP(0.2 g/l)+トルエン溶媒
+ニトロメタン+toluene-¹⁴C(1.0×10⁵ dpm)
トルエン溶媒の単位体積あたりそれぞれ0, 0.05, 0.10,
0.17, 0.25および0.35%のニトロメタンをクエンチャー
として含むものの6個のT- および ¹⁴C-quenched
standard を使用した。

2.1 ¹⁴C-放射能強度の測定

最初に混合試料中の ¹⁴C を測定するため 400 チャン
ネル内に T の寄与が少なく, しかもできるだけ 多く
の ¹⁴C-スペクトルが収まるように gain を設定して
Fig. 3 のごときスペクトルを得た。T($E_{\max}=0.018$
MeV) と ¹⁴C($E_{\max}=0.15$ MeV) の最大エネルギーは
大きく異なっているために, あるチャンネル番号以上
では ¹⁴C-スペクトルのみとみなすことができる。した
がって, 一定の gain およびチャンネル間における
¹⁴C-スペクトルのチャンネル比は容易に得られる。本
実験においては70-400および90-400チャンネル間(こ
れらのチャンネル間には T-スペクトルの影響は全然
ない)における計数値をそれぞれ n_1 および n_2 とし
てチャンネル比 n_2/n_1 の値を求めた。

Fig. 3 Mixed spectrum for ¹⁴C-measurement.

つぎに, チャンネル比法の校正曲線 (Fig. 4) に n_2/n_1
の値を補間して計数効率を見出し, これによって
¹⁴C の放射能強度を決定した。

Curve 1: Calibration curve for ¹⁴C
Curve 2: Calibration curve for T
Fig. 4 Calibration curves for channel
ratio method.

2.2 T-放射能強度の測定

T の定量においては ¹⁴C の測定のさいの使用 gain
では Fig. 3 に見られるごとく T-スペクトルの大部分
が測定装置の lower discrimination level 以下に存在
するため, より大きな gain を用いて T が十分に測定
されるように pulse height shift を行なう。Fig. 5 の
T-¹⁴C 合成スペクトルをグラフ上で解析して T-スペ
クトルを求めるには ¹⁴C-スペクトル部分を低チャン
ネル番号側に延長し, T-¹⁴C 合成部分から ¹⁴C-スペク
トルを差引いた値をプロットすればよい。 ¹⁴C-スペク

Fig. 5 Spectral analysis for T-measurement.

ルをFig. 5のごとく直線的に延長してもさしつかえないことは同一測定条件にて ^{14}C のみのスペクトルの形状より確認してある。

得られたT-スペクトルについて10-400および25-400チャンネル間における計数値をそれぞれ n_3 および n_4 としてチャンネル比 n_4/n_3 を算出した。 ^{14}C のばあいと同様にして、Fig. 4の校正曲線に n_4/n_3 の値を補間して得た計数効率よりTの放射能強度を決定した。

2・3 チャンネル比法の校正曲線の作成

6個の ^{14}C -quenched standardの使用により、 ^{14}C の定量のさいと同一測定条件にてチャンネル比および計数効率を求めてFig. 4のチャンネル比-計数効率の関係図を描いた。計数効率の値は70-400チャンネル間の計数値とquenched standardの放射能強度の比より求めたものである。

同様にして、T-校正曲線はTの定量のさいにおける測定条件にて求めたもので、計数効率の値は10-400チャンネル間の計数値と放射能強度の比より算出した。Fig. 4のチャンネル比の値はTと ^{14}C とは異なったチャンネルのとり方より求めたものである点に注意を要する。

2・4 測定結果

本実験による測定結果をES法による測定結果および標準試料の値と比較してみるとTable 1のようになり良い一致を示している。混合していないTおよび ^{14}C の標準試料の放射能強度はチャンネル比法によって決定し、この放射能強度との比較により誤差を求めた。

Table 1 Comparison of results obtained with values found by an ES method and standard values.

	This work		ES Method		Standard activity (dpm)
	Activity (dpm)	Error (%)	Activity (dpm)	Error (%)	
T	1.13×10^5	-0.88	1.12×10^5	-1.75	1.14×10^5
^{14}C	5.17×10^4	+0.58	5.10×10^4	-0.78	5.14×10^4

2・5 放射性不純物の測定

製造の過程において微量の ^{14}C が放射性不純物としてT試料中に混入していることがある。われわれが購入したT試料を本実験手段にて測定の結果0.5%の ^{14}C が混入していたが、混入核種の判定は純粋な ^{14}C -スペクトルとの比較によって行なった。

3 考 察

1) 以上述べてきたような解析測定はTと ^{14}C の混合試料に限らず β 線のみを放出する核種の混合試料にも有効である。

2) Tの中に ^{14}C が不純物として存在しているときには前述のように解析可能であるが、逆に ^{14}C の中に微量のTが不純物として混入しているときには解析はほとんど不可能である。

3) 微量の不純物をチャンネル比法で定量するさいには長時間の測定により十分に大きな計数値を得るようにはしないと満足すべき結果を期待できない。

4) T試料中における放射性不純物の存在の有無を検するには不純物をいっさい含まぬ純粋なT試料を標準試料とし、このものと同一のクエンチング効果をもつように被検査試料を調製する。標準試料と被検査試料のスペクトルを観察するとたとえ両者の放射能強度が異なってもただちに判定がつく⁶⁾。もし、両方の試料のクエンチング効果が異なるときにはFig. 2のpulse height shiftの関係からして不純物の有無の判定が困難になる。

文 献

- 1) Okita, G.T., Kabara, J.J., Richardson, F. and LeRoy, G.V.: *Nucleonics*, **15**, (6) 111 (1957)
- 2) Baillie, L.A.: *Int. J. Appl. Rad. Isotopes*, **8**, (1) 2 (1960)
- 3) Herberg, R.J.: *Anal. Chem.*, **33**, (10) 1308 (1961)
- 4) Aikman, D.P. and Patterson, B.D.: *Anal. Biochem.*, **18**, 185 (1967)
- 5) 樫田義彦, 岩倉哲男: *Radioisotopes*, **11**, (3) 247 (1962)
- 6) Ishikawa, H.: *J. Nucl. Sci. Technol.* (To be published)