講座

核・放射線による分析——生物学・医学・薬学・農学・理工学への応用——

8. 機器中性子放射化分析[†]

真室哲雄

(社)日本アイソトープ協会甲賀研究所

520-34 滋賀県甲賀郡甲賀町鳥居野 121-19

Key Words: instrumental neutron activation analysis, preparation of samples for irradiation, neutron irradiation, gamma-ray spectrometry, data processing, preparation of reference samples

1. はじめに

Ge 半導体検出器による γ 線スペクトロメトリと電子計算機によるデータ処理を利用する放射化分析法は機器放射化分析法とよばれている。原子炉中性子を利用する方法の確立によって、それまで熟練した分離分析化学者の腕に頼っていた放射化分析が、一般の科学技術者にもきわめて親しみやすいものとなり、環境物質、生体物質、工業材料、地球化学的試料、考古学試料などの多元素分析に広く利用されるようになった。

元素分析法としては、蛍光X線分析法、原子吸光法、発光分析法、質量分析法、粒子誘起X線 (PIXE) 法などもあり、それぞれ特徴をもっているが、分析感度、定量性、再現性、非破壊分析および多元素分析などの諸点を総合すると、放射化分析がもっとも効果的であるといえよう。もちろん、万能の元素分析法といったものではなく、放射化分析法にも分析不可能であったり、分析感度の低い元素があり、これらについては別種の分析法で補う必要がある。

機器中性子放射化分析法の手順はつぎのとおりである。

ここで、きわめて重要なことは適切な“比較標準試料の調製”である。分析試料と比較標準試料について、同一条件で中性子照射および γ 線スペクトルの収集を行うことによって比較定量をするわけである。

多元素分析のためには、中性子照射時間を少なくとも長短2種類はとらなければならず、また適当な冷却時間をおいて γ 線スペクトルを2回以上収集しなければならないことが多い。

本稿においては、上述した分析各工程における要領や注意事項について概説する。放射化分析の原理については、数多くの成書に紹介されているので、ここではとくに触れない。放射化分析の実践的な指針書として下記のような単行本があり、かなり詳細な手引きがなされているので、これから放射化分析を始めたい方は、ぜひ参考とされたい。

- (1) 日下 譲著「放射化分析」、共立出版
- (2) 「放射化分析による環境調査——微量・多元素・同時分析の手法」、日本アイソトープ協会
- (3) 橋本芳一編「放射化分析の実際」、講談社
- (4) 橋本芳一、大歳恒彦著「放射化分析法・PIXE分析法」、機器分析シリーズ、日本分析化学会編集、共立出版

以下、引用にさいしては“単行本(1)”のように記す。

2. 照射用試料の調製

照射用試料を調製するさいになんらかの前処理を行うときは、使用する試薬や蒸留水中の不純物によって

[†] Chemical Analyses by means of Nuclear and Radiation Methods—Applications to biology, medicine, pharmaceutical sciences, agriculture, science and engineering—. 8. Instrumental Neutron Activation Analysis. Tetsuo MAMURO: Koka Laboratory, Japan Radioisotope Association, 121-19, Toriino, Koka-cho, Koka-gun, Shiga Pref. 520-34.

汚染されることがあるので、ブランクテストを行ってチェックしておく。調製中に使用する器具、実験室内の塵埃、指先からの汚染などに注意すべきはいうまでもない。

照射用試料はポリエチレンの小袋（あらかじめ放射化して不純物含有度を調べておく）に二重に封入することが多い（内袋と外袋）。照射後、外袋から内袋を取り出し、新しい外袋に封入して Ge 検出器の測定位置におく。内袋が薄過ぎると中性子照射中の昇温のため Hg などが揮散することもありうる。

放射化分析に供する試料の量はきわめてわずかであることが多いので、試料の代表性に関しては十分に配慮しなければならない。代表性が悪いと、分析がいくら精確に行われても結果は役立たない。

照射試料の質量は、数 mg - 数 g の範囲がよい。土壌や岩石の試料、生物灰化試料などでは 100 mg 程度、生物試料で数 g 程度におさえるのがよい。試料の質量をあまり大きくすると、試料内部まで一様に中性子が到達しない、いわゆる中性子自己遮蔽の現象を起こす。

試料中に熱中性子吸収断面積や、共鳴吸収断面積の大きい元素が含まれている場合にも、中性子自己遮蔽が起こったり、その試料の付近で中性子束が降下したりすることがある。たとえば、試料中の U の密度と U の含有量の積の値が $10^{-3} \text{ g}^2 \text{ cm}^{-3}$ を超えると、U の分析値は低く出てしまう。

3. 中性子照射

現在、わが国で放射化分析に利用できる原子炉としては、京大炉、立教大炉、武蔵工大炉および原研の JRR-2、JRR-3、JRR-4 の 6 基がある。これらの炉における中性子束、利用できる設備、利用手続その他については、単行本(2)および(4)に詳細に記載されている。

多元素分析を行う場合には、中性子照射時間を少なくとも 2 種類選定する必要がある。たとえば、 $10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ の程度の熱中性子束を利用する場合には、3 - 5 分と 10 時間程度の 2 種類の照射時間をとることが最低必要である。

長時間照射を行う場合には、メンブランフィルタが粉々になったり、ポリエチレン袋が互にゆ着してはがれなくなったりすることがある。粉末、液体および揮発性試料は、照射中にカプセルから漏れ出して汚染するおそれがあるので十分に注意する。

B, Li のように (n, α) 反応を起こす元素を多量に含む場合には、照射中に発熱して試料が変形することが

ある。また、吸収断面積の大きい元素 (Cd など) を多く含む試料は原子炉運転に支障をきたすことがあるのであらかじめ原子炉技術者とよく連絡をとっておく。

照射を行う原子炉の構造や、照射孔の原子炉内での位置によっては、照射カプセル内ですら中性子束がかなり不均一であることがあるので、注意を要する。中性子束の不均一性の影響を避けるためには、試料と比較標準試料をできるだけ近接させて照射する必要がある。

短時間照射の場合には、原子炉出力の変動や照射時間の誤差などを調べたいときにはフラックスモニタを用いるとよい。長時間照射の場合には、同一カプセル内に数多くの試料を詰めることになるので、カプセル内部の中性子束の差をみるためにフラックスモニタを用いる。種々の金属の針金やはくがフラックスモニタとして利用されている。

4. γ 線スペクトルの収集

多元素分析を行う場合には、中性子照射時間と冷却時間の適当な組合せに対してそれぞれ γ 線スペクトルの収集を行う必要がある。メンブランフィルタに捕集された大気浮遊塵の分析を行うために、立教大学炉（熱中性子束： $\sim 1.5 \times 10^{12} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、高速中性子束： $\sim 7 \times 10^{11} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ）で 5 分間と 12 時間の照射を行い、5 分間照射試料については、照射終了後 2 分程度および 15 分程度の冷却時間をおいて 2 回 γ 線スペクトルを収集し、12 時間照射試料については、2 - 3 日、6 - 7 日および 15 日程度の 3 種の冷却時間をおいて γ 線スペクトルを収集したときに定量することができた 37 種の元素、定量に用いた放射性核種およびその主な γ 線のエネルギーなどを表 1 に示す。図 1 は γ 線スペクトルの一例である（短時間照射試料の γ 線スペクトルは、原子炉近傍の Ge 検出器を利用して行われるが、長時間照射試料の γ 線スペクトル収集は、研究者の所属機関において行われることが多い）。

分析試料の数が多く、 γ 線スペクトル収集の回数が十分に多くとれないような場合には、5 分間照射試料については 2 分間冷却後の収集のみの 1 回とし、12 時間照射試料については 3 - 4 日および 15 日程度の冷却後の収集の 2 回にとどめてもよい。もちろん、いくつかの元素については検出感度、分析精度が若干落ちるのはやむをえない。

γ 線スペクトルを収集するさいに注意すべきいくつかの注意事項を述べる（ただし、Ge 検出器による γ 線スペクトロメトリに関する一般的注意事項については

表 1 冷却時間, スペクトル収集時間, 使用する γ 線のエネルギーなど

元 素	標的核種	存在比 (%)	生成核種		冷却時間	スペクトル 収集時間	使用する γ 線 のエネルギー (keV)
			核 種	半 減 期			
Al	²⁷ Al	100	²⁸ Al	2.24 min	3 min	400 s	1779
V	⁵¹ V	99.75	⁵² V	3.76 min	3 min	400 s	1434
Ti	⁵⁰ Ti	5.2	⁵¹ Ti	5.80 min	3 min	400 s	320
Ca	⁴⁸ Ca	0.187	⁴⁹ Ca	8.8 min	3 min	400 s	3084
Cl	³⁷ Cl	24.23	³⁸ Cl	37.3 min	15 min	800 s	1642
In	¹¹⁵ In	95.7	^{116m} In	54.1 min	15 min	800 s	1294
Mn	⁵⁵ Mn	100	⁵⁶ Mn	2.579 h	15 min	800 s	847
<hr/>							
K	⁴¹ K	6.73	⁴² K	12.36 h	3 day	4 ks	1525
Zn	⁶⁸ Zn	18.8	^{69m} Zn	14.0 h	3 day	4 ks	439
Na	²³ Na	100	²⁴ Na	15.02 h	3 day	4 ks	1369
W	¹⁸⁶ W	28.6	¹⁸⁷ W	23.9 h	3 day	4 ks	480
As	⁷⁵ As	100	⁷⁶ As	26.3 h	3 day	4 ks	657
Br	⁸¹ Br	49.31	⁸² Br	35.34 h	3 day	4 ks	776
La	¹³⁹ La	99.91	¹⁴⁰ La	40.3 h	3 day	4 ks	1596
Sm	¹⁵² Sm	26.6	¹⁵³ Sm	46.8 h	3 day	4 ks	103
Cd	¹¹⁴ Cd	28.7	¹¹⁵ Cd	53.4 h	7 day	8 ks	528
			^{115m} In	4.49 h	7 day	8 ks	336
Au	¹⁹⁷ Au	100	¹⁹⁸ Au	2.696 day	7 day	8 ks	412
Yb	¹⁷⁴ Yb	31.6	¹⁷⁵ Yb	100.6 h	7 day	8 ks	396
Lu	¹⁷⁶ Lu	2.61	¹⁷⁷ Lu	6.71 day	15 day	40 ks	208
Ba	¹³⁰ Ba	0.106	¹³¹ Ba	12.0 day	15 day	40 ks	496
Rb	⁸⁵ Rb	72.17	⁸⁶ Rb	18.8 day	15 day	40 ks	1077
Th	²³² Th	100	²³³ Pa	27.0 day	15 day	40 ks	312
Cr	⁵⁰ Cr	4.35	⁵¹ Cr	27.70 day	15 day	40 ks	320
Ce	¹⁴⁰ Ce	88.5	¹⁴¹ Ce	32.5 day	15 day	40 ks	145
Hf	¹⁸⁰ Hf	35.2	¹⁸¹ Hf	42.4 day	15 day	40 ks	482
Fe	⁵⁸ Fe	0.29	⁵⁹ Fe	44.6 day	15 day	40 ks	1099, 1292
Hg	²⁰² Hg	29.8	²⁰³ Hg	46.8 day	15 day	40 ks	279
Sb	¹²³ Sb	42.7	¹²⁴ Sb	60.20 day	15 day	40 ks	603
Ni	⁵⁸ Ni	68.3	⁵⁹ Co	70.8 day	15 day	40 ks	811
Sc	⁴⁵ Sc	100	⁴⁶ Sc	83.80 day	15 day	40 ks	889
Ta	¹⁸¹ Ta	99.988	¹⁸² Ta	115 day	15 day	40 ks	1221
Se	⁷⁴ Se	0.87	⁷⁵ Se	118.5 day	15 day	40 ks	265
Zn	⁶⁴ Zn	48.6	⁶⁵ Zn	244.1 day	15 day	40 ks	1116
Ag	¹⁰⁹ Ag	48.17	^{110m} Ag	252 day	15 day	40 ks	658
Cs	¹³³ Cs	100	¹³⁴ Cs	2.062 y	15 day	40 ks	796
Co	⁵⁹ Co	100	⁶⁰ Co	5.271 y	15 day	40 ks	1173, 1332
Eu	¹⁵¹ Eu	47.9	¹⁵² Eu	13 y	15 day	40 ks	1408

とくに述べない)。

(1) 測定位置

分析試料と比較標準試料は、それらの形状、寸法が同一でなければならないことはいうまでもないが、それぞれまったく同一の測定位置にセットしなければなら

ない。試料の放射能の大小によって、測定器からの距離を加減する必要があるので、あらかじめ測定位置を複数個定めておく。比較標準試料などを異なった測定位置で測定し、校正の係数を求めておけば、放射能の異なった試料にもある程度対応できる。

図 1 冷却時間15日のγ線スペクトル（大気浮遊塵試料）

(2) 計数率

マルチチャンネル波高分析器の不感時間の問題があるので、高計数率での測定を避け、なるべく低い計数率で測定する。不感時間の割合を～10%以下とするのがよい。

(3) 短寿命核種の測定時間

短時間照射，短時間冷却で測定を行う場合には，測定を行っている間に短寿命核種の放射能は大きく減衰する。このために生じる誤差をおさえるためには，比較標準試料と分析試料の測定時間を同一にして補正を行うのがよい。

(4) 長寿命核種の測定

長時間照射，長時間冷却で測定を行う場合には，試料の放射能がかなり減衰しているので，バックグラウンド放射線の影響をおさえるために測定器を遮蔽しなければならない。通常，20 cm厚の鉄や10 cm厚の鉛が用いられている。

なお，測定時間が長くなるので，試料数が多い場合にはサンプルチェンジャがあると便利である。

(5) LEPS の利用

100 keV 以下の低エネルギーγ線の測定には LEPS (low energy photon spectrometer)を利用するとよい。

5. データ処理

5.1 データのアウトプット

磁気テープ，フロッピーディスク，紙テープなどにマルチチャンネル波高分析器にたくわえられたデータを読み取る。場合によっては，プリンタなどでチャンネルごとのカウント数を印字することもある。これは比較的時間がかかるので電子計算機によってデータ処理するときには，磁気テープなどの記録をラインプリンタで打ち出す。X-YレコーダあるいはX-Yプロットを用いて，γ線エネルギー（チャンネル）をX軸に，カウント数をY軸にとって図1のようなスペクトル図を描く。この図は，放射性核種の同定作業を行う場合にはきわめて有用である。

表 2 分析に妨害となる近接したピークの例

分析目的核種		妨害となる核種および γ 線エネルギー		妨害除去のための対策
核種	γ 線エネルギー (keV)			
^{27}Mg	844 (72)	^{56}Mn	847 (99)	^{27}Mg 1014 (28) を使用する ^{56}Mn 1811 (27) を使用するか, ^{27}Mg (半減期9.46分) の減衰を待って測定する
^{56}Mn	847 (99)	^{27}Mg	844 (72)	
^{80}Br	617 (6.7)	^{38}Cl	620 (D.E.)	^{80}Br 666 (1.0) を使用する ^{76}As 657 (6.1) を使用する
^{76}As	559 (45)	^{122}Sb	564 (70)	
		^{82}Br	554 (71)	^{76}As (半減期 26.3 時間) の減衰を待つか, ^{124}Sb を使用する ^{124}Sb 1691 (49) を使用する
^{122}Sb	564 (70)	^{76}As	559 (45)	
^{124}Sb	603 (98)	^{134}Cs	605 (98)	^{76}Se の他のピーク (136 (61) または265 (59)) を測定し, ^{76}Se の寄与を補正する ^{48}Sc (半減期 83.80 日) の減衰を待って測定するか, $^{69\text{m}}\text{Zn}$ を使用する
^{203}Hg	279 (82)	^{75}Se	280 (25)	
^{65}Zn	1 116 (51)	^{48}Sc	1121 (100)	$^{116\text{m}}\text{In}$ 1097 (56) を使用する
$^{116\text{m}}\text{In}$	1 294 (84)	^{41}Ar	1294 (99)	

(注) 括弧内は放出率(%), D.E. はダブルエスケープピーク

5.2 放射性核種の同定

市販の標準線源などを用いて γ 線エネルギーと波高分析器のチャンネル番号の関係を校正することができるが、比較標準試料中に生成される放射性核種を利用して校正することもできる。

スペクトル中のピークがいずれの核種に帰せられるかを調べるためには、第一には、 γ 線とそれを放出する核種名をエネルギー順に配列した表を利用するとよい。核種の候補がきまると、その核種が放出する他のエネルギーの γ 線によるピークの有無を調べる。ピークが十分な高さを示し、重なり合う他のピークが存在しないときには、核種の同定は容易である。

重なり合ったピークは、できるだけ定量には用いないようにするが、これがいずれの核種によるかは明らかにしておく。冷却時間を変えて収集したスペクトルを比較検討すると、容易に判定できることが多い。

エネルギーが1022 keV以上の γ 線は、全吸収ピークのはかに、電子対の生成の作用によるシングルエスケープピークおよびダブルエスケープピークを生じる。これを他核種によるピークと判断してはならない。他方、ある核種的全吸収ピークが他の核種によるピークと重なっている場合には、エスケープピークの高さをみることによって他核種の影響の程度を推定することができる。サムピークもまた他核種によるピークと見誤らないようにしなければならない。

表 3 速中性子反応の妨害例

分析反応	妨害反応	寄与の程度†
$^{23}\text{Na}(n, \gamma)^{24}\text{Na}$	$^{24}\text{Mg}(n, p)^{24}\text{Na}$	$340 \pm 50 \mu\text{gNa/gMg}$
"	$^{27}\text{Al}(n, \alpha)^{24}\text{Na}$	$200 \pm 40 \mu\text{gNa/gAl}$
$^{27}\text{Al}(n, \gamma)^{28}\text{Al}$	$^{28}\text{Si}(n, p)^{28}\text{Al}$	$2.8 \pm 0.1 \text{ mgAl/gSi}$
$^{26}\text{Mg}(n, \gamma)^{27}\text{Mg}$	$^{27}\text{Al}(n, p)^{27}\text{Mg}$	$120 \pm 6 \text{ mgMg/gAl}$
"	$^{30}\text{Si}(n, \alpha)^{27}\text{Mg}$	
$^{37}\text{Cl}(n, \gamma)^{38}\text{Cl}$	$^{41}\text{K}(n, \alpha)^{38}\text{Cl}$	
$^{50}\text{Ti}(n, \gamma)^{51}\text{Ti}$	$^{51}\text{V}(n, p)^{51}\text{Ti}$	
"	$^{54}\text{Cr}(n, \alpha)^{51}\text{Ti}$	
$^{55}\text{Mn}(n, \gamma)^{56}\text{Mn}$	$^{56}\text{Fe}(n, p)^{56}\text{Mn}$	$8.1 \pm 0.4 \mu\text{gMn/gFe}$
"	$^{59}\text{Co}(n, \alpha)^{56}\text{Mn}$	
$^{63}\text{Cu}(n, \gamma)^{64}\text{Cu}$	$^{64}\text{Zn}(n, p)^{64}\text{Ca}$	

† 立教大学原子炉 RSR 孔 #1 での測定例 (西泉, 立教大学原子力研究所短期研究会, 1975)

分析のさいに妨害となる近接したピークの例と、その妨害除去のための対策を表2に掲げる(単行本(4)p. 93による)。

なお、表3に、速中性子によって起こる(n, p), (n, α)反応などの妨害例を示す(単行本(4) p. 94による)。たとえば、岩石、土壌試料などAlを多量に含む試料では、 $^{27}\text{Al}(n, p)^{27}\text{Mg}$ 反応によって生じる ^{27}Mg がMgの分析値に誤差を与えるので、補正が必要となる。

5.3 定量のための計算や補正

5.3.1 ピークの面積の計算

分析試料と比較標準試料との間で全吸収ピークの面積を比較することによって定量を行うときには、ピーク面積の絶対値を求める必要は必ずしもなく、一定の部分の面積の比較でもよい。この意味において、手計

算では Covell 法がよく用いられる（その手法については、単行本(2)p. 55, 単行本(4)p. 94を参照）。

ピーク面積の計算はデータ処理のうちでもっとも重要な部分であるが、これを中心とするデータ自動解析の電子計算機用プログラムが、京都大学原子炉実験所、東京大学原子核研究所、武蔵工業大学、慶応義塾大学工学部、理化学研究所、日本原子力研究所、大阪府立放射線中央研究所などで開発され、使用されている。これらのプログラムのなかには、重なり合った複数個のピークの面積をそれぞれ計算できるものもある。

5・3・2 不感時間の補正および測定中の減衰の補正

短寿命核種の測定の場合には、測定時間が目的核種の半減期と比べて同程度あるいはより長くなる場合がある（この場合には、マルチチャンネル波高分析器の不感時間の割合が10%をあまりこえないように注意しなければならない。また、比較標準試料の放射能の大きさを分析試料にできるだけ近付けた方がよい）。

不感時間の補正および測定中の減衰の補正を正確に行うためには、測定中の時々刻々の不感時間の割合を測定し、次式を用いることができる。

$$r_{s,0} = \frac{A_s \cdot \exp(\lambda_s t_w)}{\int_0^{t_m} [1 - d(t)] \exp(-\lambda_s t) dt}$$

ここに、 $r_{s,0}$: 核種Sについての照射終了直後の真の計数率

A_s : 核種Sについての全吸収ピークカウン
ト数

λ_s : 核種Sの壊変定数

t_w : 照射終了後測定開始までの時間

t_m : 真の測定時間

$d(t)$: 測定開始後時間 t が経過した時点の不感時間の割合

（詳細については、単行本(2)p. 83を参照）

5・3・3 元素量の決定

ピーク面積の計算値から、種々の補正を施したのち、照射終了直後の計数率を求める。分析試料と比較標準試料とを Ge 検出器に対して同一の幾何学的配置において収集したそれぞれの γ 線スペクトルにおける同一 γ 線のピークを比較することにより、試料中の問題とする元素の含有量を決定する。試料の計数率を $A \pm \sigma_A$ (cpm) とし、比較標準試料の 1 g についての計数率を $B \pm \sigma_B$ (cpm g⁻¹) とすれば（いずれの計数率も、減衰補正を施して照射終了直後の値に直したものの）、試料中の元素の含有量(g)は次式で計算される。

$$m \pm \sigma_m = \frac{A}{B} \pm \frac{A}{B} \sqrt{\left(\frac{\sigma_A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_B}{B}\right)^2}$$

通常、 $\frac{\sigma_B}{B}$ は $\frac{\sigma_A}{A}$ に比べて無視される程度に小さいことが多い。

元素濃度を算出する場合、%で表した相対標準偏差をつけておくと便利である。

表 4 標準溶液調製に用いる試薬と溶媒

元 素	試 薬	溶 媒
Al	Al	H ₂ SO ₄
Br	NH ₄ Br	H ₂ O
Ca	CaCO ₃	HNO ₃
Cl	NH ₄ Cl	H ₂ O
Cu	CuSO ₄ · 5H ₂ O	H ₂ O
In	In	濃 H ₂ SO ₄
Mg	Mg	H ₂ SO ₄
Mn	Mn	HNO ₃
Na	Na ₂ CO ₃	HNO ₃
Ti	Ti	H ₂ SO ₄
V	NH ₄ VO ₃	H ₂ O
Ag	AgNO ₃	H ₂ O
As	As ₂ O ₃	HCl
Au	Au	王 水
Ba	BaCl ₂	H ₂ O
Ce	CeO ₂	濃 H ₂ SO ₄
Co	CoCl ₂ · 6H ₂ O	H ₂ O
Cr	Cr	HCl
Cs	Cs ₂ SO ₄	H ₂ O
Eu	Eu ₂ O ₃	HNO ₃
Fe	Fe ₂ O ₃	HCl
Ga	Ga	濃 H ₂ SO ₄
Hf	Hf	H ₂ SO ₄
K	KCl	H ₂ O
La	La ₂ O ₃	HNO ₃
Lu	Lu ₂ O ₃	王 水
Na	Na ₂ CO ₃	HNO ₃
Ni	Ni	HNO ₃
Sb	Sb	王 水
Sc	Sc ₂ O ₃	HNO ₃
Se	H ₂ SeO ₃	H ₂ O
Sm	Sm ₂ O ₃	HNO ₃
Th	ThNO ₃	H ₂ O
W	(NH ₄) ₁₀ W ₁₂ O ₄₁ · 5H ₂ O	H ₂ O
Zn	ZnO	HCl

6. 比較標準試料の調製

6・1 標準溶液法

目的元素について 1 mg ml^{-1} の程度の保存溶液を調製し、これを適当に希釈して標準溶液をつくる。標準溶液調製に用いる試薬と溶媒の実例を表4に示す。

標準溶液をマイクロピペットなどを用いて、ろ紙片に滴下し、赤外線ランプなどで乾燥する。これを分析試料と同様な形状、寸法としてポリエチレン袋に二重に封入する。つぎのような点に注意する。

a. 同一ろ紙上には、ピークが重なり合うような元素を混ぜない（比較標準試料として、短、中、長寿命核種用として3種は最低必要であるが、ピークの重なり合いなどを考慮してそれぞれを分割する）。

b. 分析試料中の元素組成に似た含有量とするのがよい。しかし、試料中に含まれている元素が分析感度の点から少量にすぎるときには、標準試料中には十分な精度が出るだけの量を入れる。

c. 使用するろ紙はブランク値の小さなものでなければならない。ブランク値も調べておく。

d. 揮発性の元素については、赤外線ランプによる乾燥を避け、自然乾燥する。

e. 保存溶液あるいは標準溶液の保存性について注意しなければならない。

f. 数種類の元素を含む混合溶液を標準溶液とする場合には、混合によって沈殿などが生じないことを確認する。

6・2 粉末混合法

種々の元素の化合物あるいは単体を適当量ずつ電気マイクロ天秤（最高感度 $0.05 \mu\text{g}$ 程度のもの）で精密に秤量し、これらをめのうの乳鉢で粉碎混合するか、あるいは振動ミルを用いて粉碎混合する。この中から適当量を電気マイクロ天秤で秤量して取り、ポリエチレン小袋に二重に封入する。注意すべき点としては、標準溶液法のところで述べた a および b の項目のほか、つぎのようなものがある。

a. 吸湿性や潮解性のある物質は避ける。秤量中の

吸湿を極度に注意する。

b. Mnについては、二酸化マンガンをを用いず、Mn金属を用いる。

c. 作成した混合物から適当量ずついくつかの試料をとり、これらを同一条件で中性子照射し、 γ 線スペクトルを解析し、混合が十分になされていることを確かめる。

以上に、比較標準試料の調製法について述べたが、これらを使用するに先立ち、その信頼性をチェックしておく必要がある。そのためには、元素組成がよく調べられている下記のような標準試料の分析に適用してみることである。

a. 岩石・土壌関係

米国地質調査所配布の G-1 および G-2(花こう岩)、W-1(輝緑岩)、GSP-1(花こうせん緑岩)、AGV-1(安山岩)、BCR-1(玄武岩)、工業技術院地質調査所配布の JB-1(玄武岩)、JG-1(花こうせん緑岩)、NBS 配布の SRM 1645, River Sediment, 国立公害研究所配布の NIES No. 2 (川の底質) など。

b. 生体・植物関係

NBS 配布の SRM 1571 Orchard Leaves, SRM 1573 Tomato Leaves, SRM 1577 Bovine Liver, 国立公害研究所配布の NIES No.1 (リュウブの葉) など。

c. 大気浮遊塵関係

NBS 配布の SRM 1648, Urban Particulate Matter, 慶応義塾大学工学部橋本教授による As-1~5 など。

d. 燃料関係

NBS 配布の SRM 1632 a (れき青炭)、SRM 1633 a (石炭フライアッシュ) など。

7. おわりに

本稿では、機器中性子放射化分析を実施するさいの要領や注意事項について初心者向けの概説を行った。誌面の関係で十分に説明できなかった事項については、冒頭に紹介した手引書(1)~(4)その他の成書を参考とされたい。応用にあたっては、分析対象の性質によって、創意工夫が要求されるであろう。