

[2024104301]

精緻かつ簡便な材料中軽元素濃度定量法の開発

Development of a precise and simple method for the determination of light elements

墨田岳大^{#,A)}
Takehiro Sumita ^{#,A)}
^{A)} Kyushu University

Abstract

Boron is a useful element to change the physical/chemical properties of materials. The properties of these materials are usually evaluated based on the boron concentration acquired by conventional analytical methods (e.g. Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy (WDS)). In the quantitative analysis, the uncertainty directly determines the overall quality of analytical results. However, boron is known to be one of the difficult elements to be analyzed, and thus, uncertainty in quantitative analysis of boron has not been evaluated even to data³⁾. Given this background, the present study evaluates the uncertainty in quantitative analysis of boron with EDS and WDS by employing a neutron-induced prompt gamma-ray analysis (PGA), one of the most accurate and interference-free methods in principle for the quantitative analysis of boron. As a result, it was revealed that the analytical uncertainty in the various correction methods commonly used for EDS/WDS (i.e. ZAF correction and $f(\rho z)$ correction) is very large.

Keyword: PGA, boron, elemental analysis

1. はじめに

汎用分析機器（波長分散型分光分析、WDS など）を用いた精緻な軽元素分析は、未だ達成されていない^[1]。そのため既往研究の多くが分析値の確度評価を行わずにブラックボックス的に定量し、結果を報告している例がほとんどである。これは高確度な分析方法の不在に起因する絶対的な基準となる標準試料の不在が原因である。そこで本研究では無機材料中の軽元素の精緻かつ簡便な濃度定量法の開発を最終目標として、JRR-3 の即発 γ 線分析により材料組成を高確度で決定した標準試料を作製し、各種汎用分析手法を評価することを目的とした。

2. 実験方法

2024 年度は、申請者がこれまでに分析条件を確立してきたホウ素材料を中心に材料作製および PGA による試料標準化を進めた。

試料は、ホウ素濃度やマトリクス元素が異なる試料として、1. ホウ素含有鉄マトリクス試料、2. ホウ素含有ガラスマトリクス試料 ($\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{B}_2\text{O}_3$ 系)、3. ホウ化物試料 (Ni-B, Fe-B 系) の 3 種類を、各種特級試薬を高温溶融した後に冷却することで作製した。ホウ素含有試料に中性子線を当て照射すると、中性子捕獲反応により試料中の ^{10}B が ^7Li に壊変し、 α 線と γ 線 (478 keV) が放出される。この γ 線強度からホウ素濃度を定量することが可能である。本研究では日本原子力研究開発機構の研究用原子炉 JRR-3 に設置されている即発 γ 線測定装置を用いて各試料中ホウ素濃度を定量した（標準試料化）。次に、作製した標準試料中元素濃度を汎用分析手法（EDS、WDS）により分析することでホウ素分析不確かさを評価した。

3. 実験結果と考察

PGA により得られた各試料中ホウ素濃度は、その測定不確かさ RSD (相対標準偏差) が 1% 以下と十分小さく、また秤量組成に近い値を示したことから、精密なホウ素分析に成功したと判断した。

得られた試料を EDS および WDS で分析した結果を Figure 1. に示す (図は NiB 試料分析の結果)。エラーバーは平均値の標準誤差 (98% 信頼区間、 $n=4$) を示す。EDS でのホウ素分析値はその補正法 (ZAF, $\phi(\rho z)$) にかかわらず分析値のばらつきが大きいことがわかる。一方で WDS での分析値はその分析値の

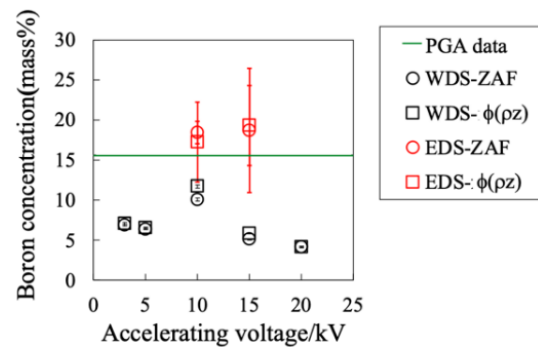


Figure 1. Boron analysis of NiB sample by EDS and WDS.

ばらつきは小さいものの、不確かさを考慮しても PGA 定量値に一致しなかった。これは、ホウ素とマトリクス元素 (Fe, Ni など) を同時かつ十分に励起することが可能な加速電圧がないことが原因である

と考えられる。

今後は研究対象とする分析手法、分析条件、マトリクス元素を広げ、定量的データの拡充を試みる。

参考文献

- [1] Sumita, T., Osawa, T., Chiu, I. H., & Ikeda-Ohno, A. (2024). *Analytica Chimica Acta*, 1329, 343256_1-10.