

[2024104302]

## 内標準比を用いた中性子放射化分析法の開発 (II) Development of neutron activation analysis using internal standard ratio (II)

三浦 勉<sup>A)</sup>  
Tsutomu Miura<sup>A)</sup>

<sup>A)</sup> National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, National Metrology Institute of Japan

### Abstract

The rapid instrumental neutron activation analysis using JRR3 PN3 was applied for total fluorine measurement in synthetic polymer resin.

**Keyword:** JRR3, neutron activation analysis, fluorine

### 1. はじめに

固体試料中のふっ素をイオン電極法やイオンクロマトグラフィーで測定するためには、固体試料の溶液化が必要である。この溶液化にはアルカリ融解後に水で抽出する方法、または酸素フラスコ燃焼法や熱加水分解法によって気化させ溶液に捕集する方法がある。これらのアルカリ融解法、燃焼・熱加水分解法では定量的にふっ素が回収できる詳細な条件設定、溶液化に使用する試薬・装置からのふっ素の汚染の評価が欠かせない。一方、ふっ素は熱中性子照射( $n, \gamma$ )反応で生成する  $^{20}\text{F}$  ( $T_{1/2}$ : 11.163 s) が放出する 1633 keV の壊変  $\gamma$  線を測定する中性子放射化分析法<sup>1,2)</sup>によって、非破壊かつ高い信頼性で測定できる可能性がある。 $^{20}\text{F}$  のような秒単位の半減期の放射性核種を対象とする放射化分析は、国内では JRR3 に整備された放射化分析設備 PN3 のみで実施できる<sup>2)</sup>。本研究では、JRR3 PN3 を利用したふっ素の非破壊迅速放射化分析を市販合成樹脂中のふっ素の測定に応用したので、その結果を報告する<sup>3)</sup>。

### 2. 実験

#### 2.1 ふっ素標準試料の作成

重量分析法で純度を決定した  $\text{NaF}^4)$  から調製したふっ化物イオン標準液 ( $\text{F}^-$ : 11.2 mg/g) を、ろ紙 (Advantec 製 No.5C) に滴下し、ポリエチレン袋 (アソー製ハイクリーンポリ袋) に熱溶封し、ふっ素標準試料を作成した。内標準として Sc 標準液 ( $\text{Sc}$ : 0.5 mg/g) を既知量添加した。

#### 2.2 試料

工業材や日用品に広く利用される汎用合成樹脂 ABS (Acrylonitrile-butadiene-styrene) 樹脂、PP (Polypropylene) 樹脂、POM (Polyoxymethylene) 樹脂、PC (Polycarbonate) 樹脂及び PE (Polyethylene) 樹脂を分析試料として選択し、それぞれの樹脂の 0.3 g をポリエチレン袋に分取し、熱溶封した。内標準として Sc 標準液 ( $\text{Sc}$ : 0.5 mg/g) を既知量添加した。

#### 2.3 中性子照射と $\gamma$ 線測定

中性子照射には高純度ポリエチレンキャプセルを使用した。JRR3 PN3 で 5 秒間中性子照射した後、Ge

半導体検出器 (ミリオンテクノロジー・キャンベラ製 Ge 半導体検出器 GC1518 及びミリオンテクノロジー・キャンベラ製マルチチャンネルアナライザー LINX II) が設置された排気フードまで搬送させ、照射終了 10 秒後に 10 秒間  $\gamma$  線を測定した。その後、5 分間生成した放射能を減衰させた後、5 秒間照射するサイクルを 5 回繰り返した。照射試料と Ge 検出器間の距離は 12 cm とした。 $\gamma$  線スペクトルから  $^{20}\text{F}$ 、 $^{46}\text{mSc}$  ( $T_{1/2}$ : 18.7 s) の計数値を求め、照射終了時に減衰補正し、単位時間当たりの計数率 (cps) を算出した。ふっ素の定量値は、1 試料あたり 5 回の  $\gamma$  線スペクトルから得た計数率を積算し、ふっ素標準試料の積算値で作成した検量線を用いてふっ素の質量分率を算出した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 分析結果とその評価

各樹脂に含まれるふっ素は不検出であったが、検出限界値として、ABS 樹脂が <2 mg/kg、PP 樹脂が <1 mg/kg、POM 樹脂が <1 mg/kg、PC 樹脂が <1 mg/kg、PE 樹脂が <1 mg/kg が得られた。本法により、市販合成樹脂中のふっ素の質量分率の検出限界値を求めることができた。この値は放射化分析法でなければならない情報である。

JRR3 PN3 を用いた迅速中性子放射化分析は、ふっ素以外の秒単位の半減期を持つ放射性核種、例えば Se ( $^{77\text{m}}\text{Se}$ ,  $T_{1/2}$ : 17.5 s)、Hf ( $^{178\text{m1}}\text{Hf}$ ,  $T_{1/2}$ : 18.7 s)、Rh ( $^{104}\text{Rh}$ ,  $T_{1/2}$ : 42.3 s) への応用も期待できる。

### 参考文献

- [1] X. Hou, "Cyclic Activation Analysis", Encyclopaedia of Analytical Chemistry, R. A. Meyers (Ed.), John Wiley & Sons Ltd., 2008
- [2] C. Yonezawa et al, JAERI-Tech 98-046, <https://jopss.jaea.go.jp/pdfdata/JAERI-Tech-98-046.pdf>
- [3] T. Miura, Talanta Open, 11, 10049, 2025.
- [4] 日置昭治、久保田正明, 分析化学, 43, 355-360, 1994