

し、取りやすい状態にし無駄なく集めるようにする。ポリびんが固くて液面が容易にあがってこないような場合には蒸留水を少しずつ追加しつつ行う。バイアルに集めたトルエン量を物差しで計り回収量を求める。あらかじめ秤量してある蛍光剤 DPO, POPOP を加えた後 22 ml 液面高に至らない場合はそこまでトルエンを補充する。キャップをしてから蛍光剤が完全にとけるまでよくふりまぜてとかし試験室に送る。この時水が混じっていると蛍光物質もとけにくく、測定の際はクエンチングを起こす原因となるからトルエン採取は水層をとらないよう注意深く行う。もし底部に水滴をみとめたらガラス管を細く引き伸ばしたスポイトで水滴を取り除く。抽出に用いた試料は分離後にメスシリンダーで計量し記録する。

〔試験室試験・器具および装置〕

液体シンチレーションカウンター (LSC) (3 チャンネル方式)

① 放射能の測定

トルエン抽出したラドンは 3 時間 10 分後に崩壊生成物と放射平衡に達し、以後 3.825 日のラドンの半減期に従って減衰する。故に測定は、放射平衡に達するのを待って積分計数法を用いて絶対測定する。即ち液体シンチレーションカウンターのゲインを 90% にし、独立した 3 つのチャンネルのウインド幅を 100~∞, 200~∞, 300~∞ に設定する。

まず最初に測定バイアルに液体シンチレーター 22 ml を入れてまず 3 チャンネルにつきバックグラウンド計数率 B_1, B_2, B_3 (cpm) を求めておく。

前記の測定用試験溶液を 3 チャンネルにつき d 時間測定し、それぞれの計数率 A'_1, A'_2, A'_3 (cpm) を求め (測定時刻を記録し採水よりの経過時間 t を出す) これよりバックグラウンド計数率 B_1, B_2, B_3 (cpm)

を差引き、正味の計数率 A_1, A_2, A_3 (cpm) を出す。

ついで各チャンネルのウインド幅の下限 100, 200, 300 を x 軸にとり、これに対応する A_1, A_2, A_3 (cpm) をプロットし、計数率を y 軸として積分バイアス曲線を描き、この曲線を $x = 0$ に外挿して外挿値 N (cpm) を得る。

② ラドンのキュリー数の算出

上記で得られた N から次式により ^{222}Rn の崩壊率 N_0 (dpm) を求める。

$$N_0(\text{dpm}) = N \cdot e^{\lambda t} \frac{\lambda d \cdot B}{5(1 - e^{-\lambda d}) \text{Eff} \cdot A}$$

$$^{222}\text{Rn Ci/l} = \frac{N_0(\text{dpm})}{60 \times 3.7 \times 10^{10} \times C}$$

λ : ^{222}Rn の崩壊定数 $1.258 \times 10^{-4} (\text{min}^{-1})$

t : 採水から測定迄の経過時間 (min)

d : 測定時間 (min)

$\frac{\lambda d}{1 - e^{-\lambda d}}$: 測定時間 d 中におけるラドンの減衰の補正項 ≈ 1

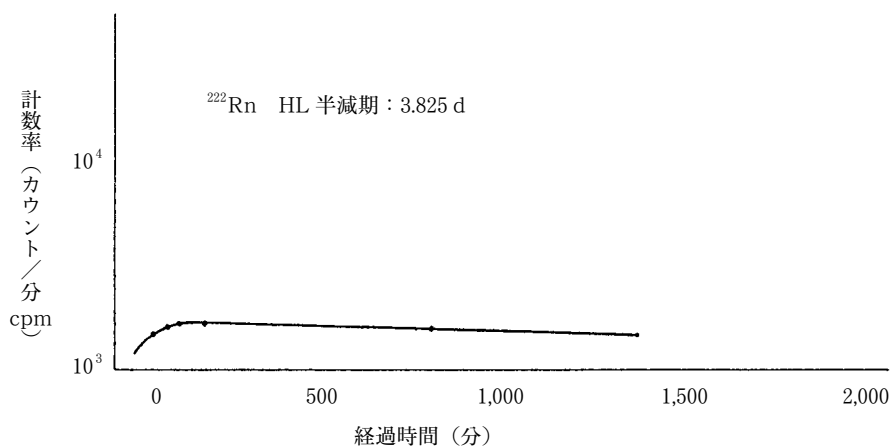
Eff: 液体シンチレーションカウンターの計数効率, 積分計数法を用いているため計数効率は 1 となる。

A: トルエンの回収率の補正項 (回収したトルエン量 ml を抽出に用いたトルエン量に換算)

B: 分離時の測定用試験溶液の温度 t における抽出容器内の水・トルエン・空気系の Rn 分配の補正項。

(測定したトルエン中のラドン濃度から測定用試験溶液中に含まれていたラドン濃度を求める係数)

C: 試料水の液量の補正項 (1 l に換算)



^{222}Rn とその娘核種の成長崩壊曲線 (●—● $1.5 \times 10^{-10}\text{Ci}$)

第 6-5 図

第 6-5 表 水・トルエン・空気系の補正項 B の算出

| Rn の水に対する溶解度 α [ml/ml]※ | | β $t^{\circ}\text{C}$ に換算 | Rn のトルエンに対する溶解度※ A | B |
|--------------------------------|----------|------------------------------------|-------------------------|--|
| $t(^{\circ}\text{C})$ | α | b | a | 水 1,000 ml(Vw) トルエン 25 ml(Vt) 空気 75 ml(Va) 系の場合 |
| 0 | 0.508 | 0.508 | 18.50 | 2.26 |
| 5 | 0.41 | 0.418 | 16.49 | 2.20 |
| 10 | 0.34 | 0.353 | 14.76 | 2.16 |
| 15 | 0.29 | 0.306 | 13.18 | 2.16 |
| 20 | 0.245 | 0.263 | 11.83 | 2.14 |
| 25 | 0.215 | 0.235 | 10.63 | 2.17 |
| 30 | 0.195 | 0.216 | 9.55 | 2.22 |
| 40 | 0.16 | 0.183 | 7.81 | 2.32 |
| 50 | 0.10 | 0.118 | 6.42 | 2.20 |
| 60 | 0.085 | 0.104 | 5.26 | 2.36 |

α : ブンゼン吸収係数 : 気体の分圧が 760 mmHg である時, $t^{\circ}\text{C}$ の溶媒 1 ml に溶解する気体の容積 (ml) を 0°C , 760 mmHg に換算した値

β : オストワルドの溶解係数 : 気体の分圧が, 760 mmHg である時, $t^{\circ}\text{C}$ の溶媒 1 ml に溶解する気体の容積 (ml) をその実験温度 ($t^{\circ}\text{C}$) 760 mmHg で計った値

$$\beta = \alpha \frac{273+t}{273}$$

※ 日本化学会編 化学便覧 : p.723, 770, 837 (1975) 丸善による。

③ 補正項 B の出し方

$t^{\circ}\text{C}$ におけるトルエンおよび水へのラドンの溶解度 (分配係数, 平衡状態における液体中のラドン濃度と空気中のラドン濃度の比) をそれぞれ a , b とする。また抽出容器内で, 測定用試験溶液, トルエン溶液, 測定用試料水空気層との間にラドンが分配し平衡になった時, それぞれの中に含まれるラドンの濃度を y , x , x' とすると次の関係が成立する。

但し, トルエンの容積 : Vt

測定用試料水 : Vw

空気層 : Va

$$\frac{x}{\frac{Vt}{x'}} = a \dots\dots(1) \quad \frac{y}{\frac{Vw}{x'}} = b \dots\dots(2)$$

(1), (2)より

$$y = \frac{Vw}{Vt} \cdot \frac{b}{a} x$$

故に抽出前に測定用試料水 Vw に存在した Rn の全量は,

$$x + y + x' = x \cdot \left(1 + \frac{Vw}{Vt} \cdot \frac{b}{a} + \frac{Va}{Vt} \cdot \frac{1}{a} \right) = Bx \dots\dots(3)$$

で表わされる。第 6-5 表には全容 1,100 ml のポリビ

んを用いトルエン 25 ml で抽出した場合の計算例を示した。用いた実際の状態に応じての Vw , Vt , Va , a , b の値を(3)式にいれ B を算出する。

各温度における B の値をプロットし, 中間の温度の値はグラフから読む。泉温が高い場合はトルエン中へのラドンの分配率が小さく, トルエンをバイアルに移す操作の時ロスが大きくなるから, 分離は試験溶液をできるだけ冷やしてから行う (50°C 以下……気温位迄)。

この場合に栓をして放置し, 冷却後栓をとりトルエンを手早くいれて抽出すれば大きな誤差にはならない。

6-4 ラジウムの定量

(1) 液体シンチレーションカウンター (LSC) による定量

【原 理】

鉱泉中のラジウムを硫酸バリウムと共沈させ分離後 30 日以上密閉系で放置するとラドンは放射平衡に達する。これをトルエンに溶解し, 蛍光剤を加えて液体シンチレーションカウンター (LSC) にて測定し, ラドンと平衡に達したラジウム (^{226}Ra) の量を算出する。

【試 薬】

① 硫酸アンモニウム溶液 : 硫酸アンモニウム (特) 30 g を水に溶かして 1,000 ml とする。

② EDTA 4 Na 溶液 : EDTA 4 Na (特) 30 g を水にとかして, 100 ml とする。

③ 塩化バリウム溶液 : 塩化バリウム ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 35.6 g を 0.1 M 塩酸に溶かし, 1,000 ml とする。

④ トルエン : 液体シンチレーションカウンター用または特級 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)

⑤ 液体シンチレータートルエン溶液 : 2,5-ジフェニルオキサゾール (DPO) 4 g および 1,4-ビス [2-(5-フェニルオキサゾリル) ペンゼン] (POPOP) 0.1 g をトルエンにとかし 1 l とする。

【器具および装置】

① キュリーびん : 内容積 300 ml (または 1 l)

② 測定定バイアル : 低カリガラス製

ラドン捕集装置 : 第 6-6 図参照

③ 液体シンチレーションカウンター (3 チャンネル方式)

【試 験 操 作】

① 試料の調製

懸濁物を含まない試料 1 l をビーカーにとり, 塩化バリウム溶液 1 ml を加えたのち, 微酸性 (pH 6) に