放射能測定法シリーズ(No. 2)

AN-Sr

放射性ストロンチウム分析法

令和７年６月改訂

原子力規制庁監視情報課

原子力規制委員会
Nuclear Regulation Authority

目　次

序　論…… 1

第 1 章　降下物…… 5

1.1 イオン交換法…… 5

1.1.1 装置・器具・試薬…… 5

1.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 8

1.1.3 分析操作…… 10

1.1.4 回収された Sr の定量…… 14

1.2 発煙硝酸法…… 17

1.2.1 装置・器具・試薬…… 17

1.2.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 20

1.2.3 分析操作…… 20

1.2.4 回収された Sr の定量…… 22

1.3 シュウ酸塩法…… 23

1.3.1 装置・器具・試薬…… 23

1.3.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 26

1.3.3 分析操作…… 26

1.3.4 回収された Sr の定量…… 28

第 2 章　大気浮遊じん…… 29

2.1 イオン交換法…… 29

2.1.1 装置・器具・試薬…… 29

2.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 32

2.1.3 分析操作…… 32

2.1.4 回収された Sr の定量…… 32

2.2 発煙硝酸法…… 33

2.2.1 装置・器具・試薬…… 33

2.2.2 分析操作…… 36

2.2.3 回収された Sr の定量…… 36

2.3 シュウ酸塩法…… 37

2.3.1 装置・器具・試薬…… 37

2.3.2 分析操作…… 40

2.3.3 回収された Sr の定量…… 40

第 3 章　陸　水…… 41

3.1 イオン交換法…… 41

3.1.1 装置・器具・試薬…… 41

3.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 44

3.1.3 分析操作…… 44
3.1.4 安定 Sr の定量…… 45
3.1.5 回収された Sr の定量…… 47
3.2 発煙硝酸法…… 51
3.2.1 装置・器具・試薬…… 51
3.2.2 分析操作…… 54
3.2.3 安定 Sr の定量…… 54
3.2.4 回収された Sr の定量…… 54
3.3 シュウ酸塩法…… 55
3.3.1 装置・器具・試薬…… 55
3.3.2 分析操作…… 58
3.3.3 安定 Sr の定量…… 58
3.3.4 回収された Sr の定量…… 58
第 4 章　海　水…… 59
4.1 イオン交換法…… 59
4.1.1 装置・器具・試薬…… 59
4.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 62
4.1.3 分析操作…… 62
4.1.4 安定 Sr の定量…… 63
4.1.5 回収された Sr の定量…… 64
4.2 発煙硝酸法…… 67
4.2.1 装置・器具・試薬…… 67
4.2.2 分析操作…… 70
4.2.3 安定 Sr の定量…… 71
4.2.4 回収された Sr の定量…… 71
4.3 シュウ酸塩法…… 72
4.3.1 装置・器具・試薬…… 72
4.3.2 分析操作…… 75
4.3.3 安定 Sr の定量…… 77
4.3.4 回収された Sr の定量…… 77
第 5 章　土壌・海底土…… 78
5.1 イオン交換法…… 78
5.1.1 装置・器具・試薬…… 78
5.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製…… 81
5.1.3 分析操作…… 81
5.1.4 安定 Sr の定量…… 83
5.1.5 回収された Sr の定量…… 85
5.2 発煙硝酸法…… 86

5.2.1 装置・器具・試薬 86
5.2.2 分析操作 89
5.2.3 安定 Sr の定量 89
5.2.4 回収された Sr の定量 89
5.3 シュウ酸塩法 90
5.3.1 装置・器具・試薬 90
5.3.2 分析操作 93
5.3.3 安定 Sr の定量 95
5.3.4 回収された Sr の定量 95
第 6 章　灰試料 96
6.1 イオン交換法 96
6.1.1 装置・器具・試薬 96
6.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製 99
6.1.3 分析操作 99
6.1.4 安定 Sr の定量 100
6.1.5 Ca の定量 101
6.1.6 回収された Sr の定量 104
6.2 発煙硝酸法 105
6.2.1 装置・器具・試薬 105
6.2.2 分析操作 108
6.2.3 安定 Sr の定量 108
6.2.4 Ca の定量 108
6.2.5 回収された Sr の定量 109
6.3 シュウ酸塩法 110
6.3.1 装置・器具・試薬 110
6.3.2 分析操作 113
6.3.3 安定 Sr の定量 114
6.3.4 Ca の定量 114
6.3.5 回収された Sr の定量 114
第 7 章　測定 115
7.1 装置・器具・試薬 115
7.2 ^{90}Y の分離（ミルキング） 117
7.2.1 水酸化鉄(Ⅲ)共沈法 118
7.2.2 シュウ酸イットリウム沈殿法 118
7.3 放射能測定試料のマウント法 119
7.4 LBC を用いた放射能測定の手順 122
7.4.1 ^{90}Sr の定量法 122
7.4.2 ^{89}Sr の定量法 127

7.5 LSC を用いた放射能測定の手順 ····· 131
7.6 不確かさ ····· 131
7.7 検出下限値 ····· 132

第 8 章　品質保証 ····· 134
8.1 内部精度管理 ····· 134
8.1.1 トレーサビリティの確保 ····· 134
8.1.2 日常点検 ····· 134
8.2 外部精度管理 ····· 137
8.2.1 試験所間比較 ····· 137
8.2.2 技能試験 ····· 137

解　説 ····· 139
解説 A　イオン交換法のカラムサイズ等に関する検討（平成 15 年 4 訂より） ····· 141
解説 B　海水試料の予備濃縮（平成 15 年 4 訂より） ····· 144
解説 C　不確かさの評価例 ····· 146
解説 D　検出下限値の計算例 ····· 178

参　考 ····· 189
参考 A　固相抽出法 ····· 191
参考 B　質量分析法 ····· 194

付　録 ····· 199
付録 A　^{90}Sr 等の核データと壊変図 ····· 201
付録 B　用語の解説 ····· 202
付録 C　クロスチェック分析結果等 ····· 205
付録 D　分析フロー ····· 209

参考文献 ····· 236

序　論

ストロンチウム（Sr）は周期表で2族（アルカリ土類金属）に属しており、カルシウム（Ca）やバリウム（Ba）などの同族元素と化学的挙動が類似している。Srの放射性同位体は複数存在するが、その半減期や放出する放射線の性状により、環境放射線モニタリングにおいては^{89}Sr及び^{90}Srが対象となる[*1,*2,*3]。両核種共に、β^-壊変によりβ線を放出するがγ線を放出しない「純β放出核種」である。その半減期は^{89}Srが50.563日、^{90}Srが28.91年である（付録A参照）。

放射性Srは主にウラン235（^{235}U）等の核分裂により生成され、その核分裂収率が高いことで知られている。体内に入るとCaとともに骨組織に沈着し、骨髄被ばく等の影響を与えることとなる[*4]。そのため、大気圏内核実験や原子力発電所事故等により環境中に放出されると放射性ヨウ素（I）や放射性セシウム（Cs）とともに、被ばく線量評価上重要な核種としてモニタリングする必要がある核種である。

本測定法は、大気圏内核実験に起因する放射性降下物による環境影響評価の必要性から昭和35年に初版が制定されて以降、数回の改訂を経ている間に、一般環境中の環境放射線モニタリングのみならず、原子力発電所等の施設周辺環境放射線モニタリングにおける放射性Srの測定法としても用いられてきた。本測定法は放射性Srのうち、環境放射線モニタリング上で重要となる^{89}Sr及び^{90}Srの定量法について、環境放射能測定の一般的な方法を定めたものである。

前回の改訂は平成15年に行われ、社会情勢や分析機器等の性能向上を反映させた。主な内容としては、主たる分析方法である発煙硝酸法で用いられる発煙硝酸が取り扱い上注意を要する試薬であり、水質汚濁防止法[*5]において硝酸化合物等の排水基準が設定されたこと等を踏まえ、分析操作上安全性の高いイオン交換法を主たる分析方法とした。また、安定Sr等の定量法として誘導結合プラズマ発光分光分析装置（以下、「ICP-AES」という。）を用いた測定法が追加された。さらに、イオン交換法においては、前処理手順の追加やイオン交換樹脂量の増加により、分析試料中のCaが5 gまでの試料並びに海水試料の供試量40 Lまで適用範囲が拡大された。

今回の改訂では、主たる分析方法に大きな変更はないものの、牛乳の灰試料のみに適用されていた溶媒抽出法[*6]については、測定対象核種が^{90}Srのみであること、対象試料が限定的であるため利用する分析機関がないことから、削除することとした。また、付録として記載さ

---

*1 原子力規制委員会：原子力災害対策指針（令和6年9月11日全部改正）

*2 原子力規制庁監視情報課:平常時モニタリングについて（原子力災害対策指針補足参考資料）（令和3年12月21日改訂）

*3 原子力規制庁監視情報課:緊急時モニタリングについて（原子力災害対策指針補足参考資料）（令和6年3月21日改訂）

*4 N. Vajda, C. Kim: Determination of radiostrontium isotopes: A review of analytical methodology, Appl. Radiat. Isot., 68(12), 2306-2326(2010).

*5 工場及び事業場から公共用水域に排出される水の排出及び地下に浸透する水の浸透を規制すること等によって、公共用水域及び地下水の水質の汚濁の防止を図り、国民の健康を保護するとともに生活環境を保全すること等を目的としている法律。

*6 三橋 俊彦, 阪上 正信: 牛乳中^{90}Srの^{90}Y溶媒抽出による定量, Radioisotopes, 26(10), 673-678(1977).

れていた「環境試料中のストロンチウム 90 濃度」は、近年ではデータベース[*7]の利用が一般的であるため、削除することとした。今回の改訂で削除された方法を用いる場合は、本測定法第 4 訂のアーカイブを参考にされたい。

一方、分析及び測定技術の維持・向上のための内部及び外部精度管理についての記載を追加することとし、あわせて、近年導入が広がっている不確かさの評価方法並びにこれまで記載のなかった検出下限値の算出方法について、Kaiser 法の他に、ISO 11929 に基づく検出下限値の算出方法について新たに記載することとした。

さらに、現在放射性 Sr 分析及び測定への適用が検討されている方法のうち、固相抽出を用いた化学分離法（以下、「固相抽出法」という。）及び質量分析計を用いた放射性 Sr の定量法（以下、「質量分析法」という。）について、その一部を参考として記載した。これらは平成 23 年 3 月 11 日に発生した東日本大震災に伴う東京電力福島第一原子力発電所事故（以下、「福島第一原発事故」という。）における緊急時モニタリングにおいて、従来の方法では測定結果を得るまでに約 1 か月程度の期間が必要であったため、より短期間で測定結果が得られる方法が必要とされ開発されたものである。これらは検出可能レベルや装置のコスト面で課題があり、環境放射線モニタリングで用いられる一般的な方法ではないが、現行法よりも分析供試量が少なく、迅速に測定結果が得られる方法であることから、参考として記載することとした。なお、本測定法に記載の方法を標準とするものの、目的に応じて参考に記載した方法や新たに開発された方法を用いてもよいが、これらを用いる場合であっても第 8 章の品質保証の内容を満たす必要があることに留意する。

上記の他に、放射性 Sr の分析方法は他の核種における放射化学分析法に比べて分析工程が長く、分析機関における分析技術の継承が難しい面があることから、利用頻度の高いイオン交換法については、文章のみでは操作や試料の状態がイメージしにくい部分に写真等を追加した。また、主たる分析法であるイオン交換法、発煙硝酸法及びシュウ酸塩法については、作業の流れや全体像を把握できるように、分析フローを付録に掲載しているので参考にされたい。

以下に、本測定法における主たる分析法であるイオン交換法、発煙硝酸法及びシュウ酸塩法の概要を示す。

イオン交換法：

強酸性陽イオン交換樹脂を充填したカラムを用い、陽イオン交換樹脂に対する陽イオン金属の分配係数の差を利用して、Sr と Ca 等の他のアルカリ土類金属元素とを分離する方法。樹脂カラムの交換容量を超えるほど Ca を多量に含む試料の場合、複数の樹脂カラムを用いて対処する。

発煙硝酸法：

硝酸の比重 1.45（質量分率約 77 %）における硝酸ストロンチウムと硝酸カルシウムとの溶解度の差を利用して Sr と Ca とを分離する方法。一度の操作で Ca を完全に分離

[*7] 例えば、ウェブサイト「日本の環境放射能と放射線」内にある「環境放射線データベース」では、原子力規制庁が関係省庁や 47 都道府県等の協力を得て実施した環境放射能調査の結果が収録されており、誰でも検索することができる。（https://www.kankyo-hoshano.go.jp/data/database/）

除去することができないため、硝酸塩沈殿の生成を繰り返す必要があり、発煙硝酸の取り扱いには十分に注意する。また、Ca 以外の同族元素の分離除去操作も別途必要になる。

シュウ酸塩法：

シュウ酸塩の溶解度の差を利用して多くの陽イオン金属から Sr を分離する方法であり、Ca を分離除去しないので簡便ではある反面、イオン交換法等に比べて使用する器具の容量が大きく、煩雑な分析操作がある等のデメリットがある。また、炭酸ストロンチウム沈殿を測定試料とする場合、Ca を分離除去していないことにより測定試料に炭酸カルシウム沈殿が含まれることになり ^{89}Sr の測定ができず､分析対象核種は ^{90}Sr のみに限定される。

放射性 Sr の測定方法については、本測定法に記載されている方法の他に、放射能測定法シリーズ No.23「液体シンチレーションカウンタによる放射性核種分析法」にも海水、土壌・海底土及び灰試料の測定方法が記載されている。

本測定法は環境放射線モニタリングで用いられる一般的な方法を示しているが、日々進歩する分析技術も含めた新技術を否定するものではなく、分析の目的や精度に応じて方法を選択すればよい。方法選択の一助となるように、序表 1.1 及び序表 1.2 に低バックグラウンド 2π ガスフロー計数装置（以下、「LBC」という。）を用いた測定法及び液体シンチレーションカウンタ(以下、「LSC」という。)を用いた測定法における ^{90}Sr の検出可能レベル[*8]を試料種類ごとに示す。また、各測定法を選択するにあたっての目安を以下に示す。

LBC を用いた測定法：

対象試料は降下物、大気浮遊じん、陸水、海水、土壌・海底土及び灰試料である。シュウ酸塩法は ^{90}Sr のみ測定ができる。分析対象核種に ^{89}Sr が含まれる場合は、^{89}Sr 及び ^{90}Sr が測定できるイオン交換法及び発煙硝酸法を選択する。

LSC を用いた測定法：

対象試料は海水、土壌・海底土及び灰試料である。LBC を用いた測定法に比べて測定試料の調製が簡便な方法である。LSC で測定する場合、測定試料が液体で沈殿生成が不要であるため、シュウ酸塩法を用いても ^{89}Sr が測定可能となり、いずれの分析方法を用いても ^{89}Sr 及び ^{90}Sr が測定できる。

[*8] LSC を用いた測定法の検出可能レベルについては放射能測定法シリーズ No.23「液体シンチレーションカウンタによる放射性核種分析法」記載の値を参考とした。

序表 1.1 LBC を用いた測定法における試料種類ごとの分析供試量及び ^{90}Sr の検出可能レベル

試 料 名	分析方法	分析供試量	検出可能レベル	単位
降下物	イオン交換法 発煙硝酸法 シュウ酸塩法	0.5 m^2	0.07	MBq/km^2
大気浮遊じん	イオン交換法 発煙硝酸法 シュウ酸塩法	10000 m^3	0.004	mBq/m^3
陸水	イオン交換法 発煙硝酸法 シュウ酸塩法	100 L	0.4	mBq/L
海水	イオン交換法 発煙硝酸法	40 L	0.9	mBq/L
	シュウ酸塩法	20 L	2	mBq/L
土壌・海底土	イオン交換法 発煙硝酸法 シュウ酸塩法	100 g 乾土	0.4	Bq/kg 乾土
灰試料	イオン交換法 発煙硝酸法 シュウ酸塩法	1 kg 生相当	0.04	Bq/kg 生

※LBC の ^{90}Y に対する計数効率 25 %、測定時間 60 分、バックグラウンド計数率 0.4 cpm、Sr 回収率 80 % とする。

序表 1.2 LSC を用いた測定法における試料種類ごとの分析供試量及び ^{90}Sr の検出可能レベル

試 料 名	分析方法	分析供試量	検出可能レベル	単位
海水	イオン交換法	2 L	30	mBq/L
	シュウ酸塩法	10 L	5	mBq/L
土壌・海底土	イオン交換法 シュウ酸塩法	100 g 乾土	0.5	Bq/kg 乾土
灰試料	イオン交換法 シュウ酸塩法	10 g	0.005	Bq/g 灰

※LSC の ^{90}Y に対する計数効率 45 %、測定時間 100 分、バックグラウンド計数率 5 cpm、Sr 回収率 80 %、^{89}Sr は含まれないものとする。放射能測定法シリーズ No.23「液体シンチレーションカウンタによる放射性核種分析法」では実験室における安全性確保の立場から発煙硝酸法は除外されている。

第 1 章　降下物

降下物中の放射性 Sr は、試料を蒸発法などにより濃縮後、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。

1.1 イオン交換法

1.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット（又はマイクロピペット）：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.2 ：18.5 cmφ
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5B：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm）、25 mmφ（孔径 0.45 μm）
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ、18.5 cmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：1G4
10) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
11) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
12) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
13) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
14) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
15) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照

16）メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*9]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*10]

2）塩酸(HCl)[*11,*12,*13]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4$・$2H_2O$)[*12,*13]：試薬特級

4）硝酸(HNO_3)[*11,*12,*13]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

5）アンモニア水(NH_3)[*11,*12,*13]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

6）水酸化ナトリウム(NaOH)[*12,*13]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

7）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*11,*12]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

8）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

9）塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3$・$6H_2O$)[*12]：試薬特級

[*9] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*10] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ・cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ・cm 以上）を用いるとなおよい。

[*11] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*12] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*13] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

10) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*14]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

11) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*15]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

12) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*12]：試薬特級

13) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

14) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*13]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液（飽和）：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を水に溶解して 1 L とする。

15) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

16) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

17) エタノール(C_2H_5OH)[*12,*16]：試薬特級

[*14] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*15] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*16] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

18) メタノール(CH_3OH)[*12,*13,*16,*17]：試薬特級

19) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

20) フェノールフタレイン($C_{20}H_{14}O_4$)：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

21) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

22) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

23) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）：架橋度 8 %、50 メッシュ～100 メッシュ

1.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

(1) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）

1) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）をビーカーに取る。

2) 純水を加えて膨潤させ、よくかき混ぜた後静置する。

3) 傾斜法により、細かい樹脂、可溶性不純物等を除く。

4) 上澄み液が透明になるまで、2) ～3) の操作を繰り返す。

5) 塩酸(1+1)を樹脂容量とほぼ同量加え、よくかき混ぜた後静置する。

6) 傾斜法により、上澄み液を除く。

7) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。

8) 塩酸(1+1)の代わりに水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)で 5) ～6) の操作を行う。

9) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。

10) 塩酸(1+1)の代わりに水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)で 5) ～6) の操作を行う。

11) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。

12) コンディショニングしてナトリウムイオン（Na^+）型となった樹脂を、内径 5 cm～6 cm のクロマト管[*18]に 500 mL 程度詰めて樹脂カラムを作る[*19,*20,*21]。

(2) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）

1) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）をビーカーに取る。

2) 純水を加えて膨潤させ、よくかき混ぜた後静置する。

3) 傾斜法により、細かい樹脂、可溶性不純物等を除く。

4) 上澄み液が透明になるまで、2) ～3) の操作を繰り返す。

---

*17 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

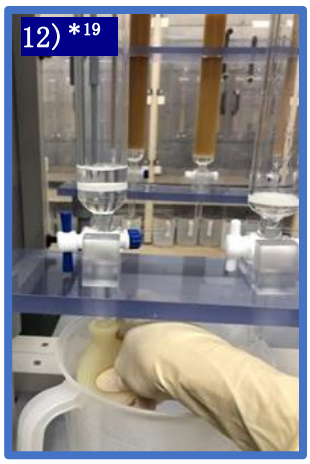
*18 新規購入したクロマト管には不純物が付着しているので、塩酸(1+10)に一晩以上浸せき洗浄した後、純水ですすいだものを使用する。

*19 スポイトを純水で満たしてカラムの下から注入し、気泡が入らないようにガラスフィルターまで純水で満たした後、駒込ピペット等を用いて樹脂を加える。樹脂の充填時も気泡が入らないように注意する。

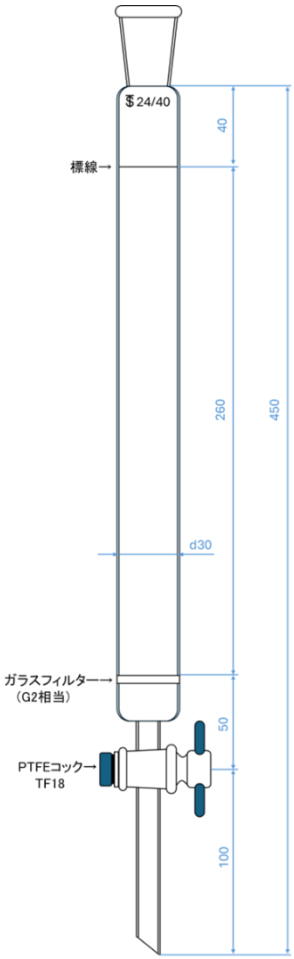
*20 樹脂が半分程度入ったらコックを開け、流しながら詰めていく。

*21 分離操作が終わった樹脂カラムに、純水 100 mL、水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)、純水 1000 mL を順に通すと、樹脂は再生され、繰り返し使用できる。

5) 塩酸(1+1)を樹脂容量とほぼ同量加え、よくかき混ぜた後静置する。
6) 傾斜法により、上澄み液を除く。
7) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。
8) 塩酸(1+1)の代わりに水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)で 5) ～6) の操作を行う。
9) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。
10) 塩酸(1+1)で 5) ～6) の操作を行う。
11) 塩酸(1+1)の代わりに純水で 5) ～6) の操作を上澄み液が pH 7 になるまで繰り返す。
12) コンディショニングして水素イオン (H^+) 型となった樹脂を、内径 3 cm のクロマト管[*18](図 1.1)に長さ 26 cm±0.2 cm になるように詰めて樹脂カラム(図 1.2)を作る[*19,*20,*22]。



[*22] 分離操作が終わった樹脂カラムに、純水 100 mL、塩酸(1+1)1500 mL、純水 1000 mL を順に通すと、樹脂は再生され、繰り返し使用できる。



単位：mm

図 1.1　クロマト管の例

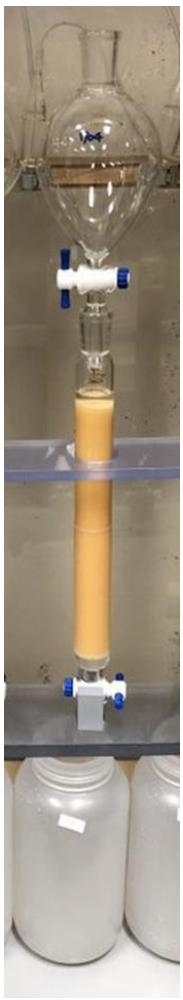


図 1.2　樹脂カラムの例

1.1.3 分析操作

試料は(a-1)蒸発法[*23]又は(a-2)強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法[*24]により前処理した後、(b)強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）を用いたイオン交換法による化学分離操作を行う。

(a-1) 蒸発法

1) 降下物全量に Sr 担体溶液[*25]（Sr^{2+}：10 mg/mL）5 mL を正確に加え、よくかき混ぜる。
2) 5 L ビーカー又は蒸発皿（磁製、直径約 30 cm）を用いてホットプレート上で蒸発乾固する。
3) 塩酸(1+3)を用いて乾固物を 1 L ビーカーに完全に移す。
4) 王水 100 mL を加え時計皿で覆い、ホットプレート上で試料を加熱分解[*26]する。

[*23] γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる。
[*24] 放射性 Sr 分析のみを行う場合に用いる。
[*25] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は Cs 担体も加える。
[*26] 温度は 200 ℃程度に設定し、蒸発乾固：気泡の発生による試料の飛散がないよう気を付けながら適宜温度を調整する。沈殿生成：沈殿の沈降を防ぐために、沸騰状態を保つ。

5) 試料中に有機物が残っている場合は、更に硝酸を加え加熱分解する[*27]。
6) 蒸発乾固し、塩酸(1+1)200 mL を加え、2 時間～3 時間加熱した後放冷する。
7) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、純水で洗浄する。
8) ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに移し、Ca 担体溶液（Ca^{2+}：50 mg/mL）5 mL を加え、更に純水を加えて約 700 mL とし、分析試料とする。

(a-2) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法[*28]
1) 降下物全量に Sr 担体溶液[*25](Sr^{2+}：10 mg/mL)5 mL を正確に加える。
2) よくかき混ぜた後ブフナー漏斗と大型ろ紙(No.2)とを用いて吸引ろ過する。
3) ろ液を Na^{+}型強酸性陽イオン交換樹脂カラム（50 メッシュ～100 メッシュ）に流速約 80 mL/分で通し、陽イオンを吸着させる。流出液は捨てる。
4) 塩酸(1+3)2 L を流速約 20 mL/分で通し、Sr 等を溶出する。溶出液は 3 L ビーカーに受ける。
5) 2)のろ紙を 500 ℃に設定した電気炉で約 5 時間加熱し灰化する。
6) 灰を 200 mL ビーカーに移し、王水 20 mL を加え時計皿で覆い、ホットプレート上で蒸発乾固する。
7) 乾固物に塩酸(1+1)40 mL を加え、約 30 分間ホットプレート上で加熱する。
8) ろ紙(No.5B)を用いてろ過し、塩酸(1+11)と温水とで残留物を十分洗浄する。
9) ろ液と洗液とを 4)の溶出液に合わせ、Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL）5 mL を加えて、分析試料とする。

(b) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）を用いたイオン交換法による化学分離[*28]
1) 分析試料をかき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 10 以上とする[*29]。
2) 炭酸ナトリウム 20 g を加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解する。
3) 時計皿で覆い加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。
4) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*30]。
5) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*31]。
6) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、1 L ビーカーに移し、純水を加えて約 700 mL とする。

[*27] 有機物が残っているかは乾固物の色味で判断できる場合もあるが、あまり色味が変わらないものもあるため、経験から実施回数を決めておいてもよい。
[*28] 本法の溶離条件は一例である。溶離条件は使用する樹脂やロットで異なることがあるので（解説 A 参照)、Sr と Ca について使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成する必要がある。
[*29] 発熱するので、十分注意する。pH の確認には pH 試験紙を用いる。
[*30] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。なお、通常では試料は白の懸濁物となるが、共存する鉄が多い試料は赤褐色の懸濁物になることがある。
[*31] Sr や Ca 等を炭酸塩として沈殿させ、Cs やカリウム（K）等を上澄みとして除去する。上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。

7) 加熱して沸騰させた後、シュウ酸 10 g と BCG 溶液 5 mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2(BCG 溶液、黄→青緑)に調整する[*32]。

8) 再度加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*33]。

9) 上澄み液の大部分を傾斜法で除く。

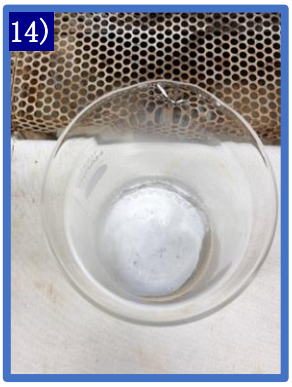
10) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて沈殿を吸引ろ別する。

11) ろ紙上の沈殿をシュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)50 mL で洗浄する。なお、シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)は 3 回に分けて加える。

12) 沈殿をろ紙ごと蒸発皿(磁製、直径約 10 cm)に移し、電気炉で乾燥した後 600 ℃に設定し、3 時間以上加熱[*34]する。

13) 試料を 1 L ビーカーに移し、塩酸(1+3)に溶解する。

14) ホットプレート上で蒸発乾固する。



15) 塩酸(1+23)200 mL を加えて乾固物を溶解する。

16) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、塩酸(1+23)で洗浄する。

17) ろ液と洗液とを合わせ、更に塩酸(1+23)を加えて約 500 mL とする。

[*32] pH が高いと分離すべき Fe が水酸化物として沈殿してしまうため注意する。なお、pH が高い場合、試料溶液が青になり、試料によっては赤茶色の鉄の沈殿が生じる。その場合、少量の塩酸を添加し pH 調整を行う。また、試料中に含まれる Sr 量や Ca 量の違いにより、沈殿量も変化するため注意する。

[*33] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

[*34] 急激な温度変化による蒸発皿の破損を避けるため、昇温時間を 3 時間程度設けるとよい。

18) 試料溶液をイオン交換樹脂カラムに流速 4 mL/分～6 mL/分で通し、次に純水 30 mL を通す。流出液は捨てる[*35]。

19) 溶離液 A[酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)-メタノール(容積比 1:1)]1100 mL を流速 4 mL/分～6 mL/分で通し、流出液は捨てる[*36]。

20) 溶離液 B[酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)]600 mL を流速 4 mL/分～6 mL/分で通し、Sr を溶出する[*37]。

21) 溶出液を加熱し、蒸発乾固する。

22) 純水 10 mL 及び硝酸 10 mL を加えて乾固物を溶解した後、再度蒸発乾固する[*38]。

23) 純水 20 mL を用い、乾固物を溶解して 100 mL ビーカーに移す。

24) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)1 mL、塩化アンモニウム 1 g 及びフェノールフタレイン溶液 0.5 mL を加え、加熱して沸騰させ、二酸化炭素を追い出す[*39]。

25) 溶液が赤を呈するまで、アンモニア水[*40]を少しずつ加え、水酸化鉄(Ⅲ)を沈殿させる。

26) アンモニア水 1 mL を加え、沈殿を加熱して熟成する。

27) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し(このときの日時を「スカベンジング日時」として記録する)、沈殿を温アンモニア水(1+500)で洗浄する。沈殿は捨てる。

28) 1.1.4(a)重量法により Sr の定量を行う場合にはろ液と洗液とを 100 mL ビーカーに受け、混合液（以下、「スカベンジング[*41]後の溶液」という。）をよくかき混ぜる。
2.1.4(b)ICP-AES 又は(c)原子吸光分析法により Sr の定量を行う場合にはろ液と洗液とを 100 mL メスフラスコに受け定容し、混合液（スカベンジング後の溶液）をよくかき混ぜる。

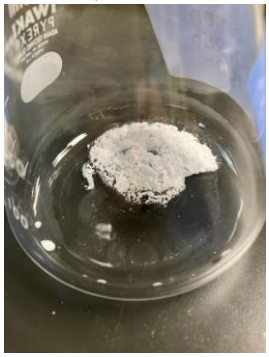
[*35] 塩酸(1+23)溶液の条件では Sr、鉄（Fe)、ラジウム（Ra)、Ba、Ca、ビスマス（Bi）及び鉛（Pb）等が樹脂に吸着し、保持される。

[*36] 溶離液 A の条件では Ca、Bi、Pb 等が流出する。

[*37] 溶離液 B の条件では Sr が溶出し、Fe、Ra、Ba 等は樹脂に保持されるが、少しずつ溶離してくるため、溶離曲線を作成し、分取する溶離液の量を調整する必要がある。

[*38] さらさらとした硝酸ストロンチウム(白い結晶)が確認できる。潮解性のあるべっとりとした白い析出物が確認された場合、Ca の分離が不十分であるため再度イオン交換カラムによる分離を行う。硝酸ストロンチウムに硝酸カルシウムが混入した場合の外観の違いは次の写真のとおりである。

Sr:100 mg Ca:0 g



Sr:100 mg Ca:0.25 g

[*39] 試料を加熱し、気泡が出始めれば加熱は十分である。

[*40] アンモニア水に二酸化炭素が含まれていると、Sr が炭酸塩として沈殿し、水酸化鉄沈殿とともにろ別されてしまうため、二酸化炭素がほとんど含まれていない未開封のアンモニア水を使用する。

[*41] 24)～28)の操作により、試料中の ^{90}Sr から生成した ^{90}Y を取り除く。この操作をスカベンジングという。

1.1.4 回収された Sr の定量

(a) 重量法

a) ^{90}Sr の放射能濃度のみを定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mL を加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱して熟成する。

2) 既知質量のガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ガラスフィルターを 110 ℃で 1 時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg)[*42]

7) 沈殿を 2 週間以上放置する。

b) ^{90}Sr 及び ^{89}Sr の放射能濃度を同時に定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和) 5 mL を加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱して熟成する。

2) 分離型フィルター(図 7.1 参照)と既知質量のろ紙(No.5C)とを用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ろ紙上の沈殿を 110 ℃で 1 時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg)[*42]

7) ろ紙ばさみを用い(図 7.3 参照)、ろ紙ごと沈殿を固定し、2 週間以上放置する。

(b) ICP-AES

a) 内標準法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

[*42] Sr の原子量/炭酸ストロンチウムの式量＝0.594。したがって、W_2＝回収された炭酸ストロンチウム沈殿質量×0.594。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L)1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L)1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長：407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{Sr}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr の量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg) [*43]

b) 検量線法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{Sr}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr の量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg) [*43]

[*43] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量)×(L 換算)。例えば、ここの希釈倍率では、$W_2 = C_{Sr} \times 50 \times (50/1) \times (100/1) \times (1/10^3)$(mg)となる。

(c) 原子吸光分析法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) 原子吸光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：460.7 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{Sr}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr の量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg)[*43]

1.2 発煙硝酸法

1.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット（又はマイクロピペット）：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー（又は分注器）
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm）、25 mmφ（孔径 0.45 μm）
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*44]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*45]

2）塩酸(HCl)[*46,*47,*48]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）酢酸(CH_3COOH)[*47,*49]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*47,*48]：試薬特級

5）硝酸(HNO_3)[*46,*47,*48]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

6）発煙硝酸(1.52)[*46,*47,*48,*50]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

7）発煙硝酸(1.45)[*46,*47,*48]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*51]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

8）アンモニア水(NH_3)[*46,*47,*48]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

9）水酸化ナトリウム(NaOH)[*47,*48]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

10）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*46,*47]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

[*44] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*45] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*46] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*47] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*48] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*49] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*50] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*51] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

11) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

12) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*47]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

13) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*52]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*47,*48,*53]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

15) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*54]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*47]：試薬特級

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*47,*48,*55]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*48]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*52] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*53] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*54] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*55] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和) ：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

21) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

22) エタノール(C_2H_5OH)[*47,*49]：試薬特級

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

25) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

26) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）：架橋度 8 %、50 メッシュ～100 メッシュ

1.2.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2(1)に同じ。

1.2.3 分析操作

試料は(a-1)蒸発法[*56]又は(a-2)強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法[*57]により前処理した後、(b)発煙硝酸法による化学分離操作を行う。

(a-1) 蒸発法

1.1.3(a-1)に同じ。

(a-2) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法

1.1.3(a-2)に同じ。

[*56] γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる。

[*57] 放射性 Sr 分析のみを行う場合に用いる。

(b) 発煙硝酸法

1) 分析試料をかき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 10 以上とする[*58]。
2) 炭酸ナトリウム 20 g を加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解する。
3) 時計皿で覆い加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。
4) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*59]。
5) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*60]。
6) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解した後、1 L ビーカーに移し、純水を加えて約 700 mL とする。
7) 加熱して沸騰させた後、シュウ酸 10 g と BCG 溶液 5 mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2 (BCG 溶液、黄→青緑)に調整する[*61]。
8) 再度加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*62]。
9) 傾斜法により、上澄み液をできるだけ除く[*63]。上澄み液は捨てる。
10) 沈殿を含む溶液に、約 3 倍容の発煙硝酸(1.52)を流水で冷却しながら少しずつ加え、更に 2、3 分間かき混ぜる。
11) 時計皿で覆い水槽中に一夜静置し懸濁物を沈降させる。
12) 傾斜法により上澄み液を除き、残りはガラスフィルター(1G4)を用いて吸引ろ過する。上澄み液及びろ液は捨てる。
13) 硝酸ストロンチウムの沈殿を少量の発煙硝酸(1.45)で洗浄し、洗液は捨てる。
14) 共栓付き 100 mL 三角フラスコを置いたろ過鐘にガラスフィルターを移す。
15) ビーカー内壁を純水 20 mL で洗浄し、洗液をガラスフィルターに移して吸引ろ過する。
16) 沈殿を純水 20 mL に溶解し、吸引ろ過する。
17) ガラスフィルターを純水 20 mL で洗浄し、吸引ろ過する。
18) ろ液と洗液とをホットプレート上で静かに蒸発乾固し放冷する。
19) 純水 10 mL を正確に加えて乾固物を溶解する。
20) 氷冷しながら発煙硝酸(1.52)26 mL を少しずつ加えた後、氷水中で 4、5 時間冷却する。
21) ガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別する。
22) 13)～18)の操作を行う。
23) Ca が残っている場合は 19)～22)の操作を繰り返して、Ca を完全に除く[*64]。
24) 三角フラスコ内の乾固物を純水 10 mL に溶解し、100 mL ビーカーに移す。
25) 三角フラスコを純水 30 mL で洗浄し、洗液を溶液に合わせる。

[*58] 発熱するので、十分注意する。pH の確認には pH 試験紙を用いる。
[*59] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。
[*60] 上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。
[*61] pH が高いと Fe が水酸化物として沈殿するので、注意する。
[*62] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。
[*63] 上澄み液が多く残っていると加える発煙硝酸の量が増えるため、できるだけ取り除く。
[*64] Ca が完全に除去できていると、乾固物は四角な結晶だけとなる。乾固物が塊状で潮解性があると、Ca が混入していることを示す。Ca を完全に除去するには、通常 3、4 回の操作が必要である。

26) 酢酸(7+13)1 mL､酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%) 2 mL 及び Ba 担体溶液(Ba^{+2}:10 mg/mL) 1 mL を加え[*65]、加熱[*66]する。

27) クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)1 mL を加え、更に加熱を続けて沈殿を熟成した後、懸濁物が沈降するまで室温で静置する。

28) ろ紙(No.5C)を用いて黄のクロム酸バリウムの沈殿をろ別し、沈殿を温酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)で洗浄する。ろ液と洗液とを 100 mL ビーカーに受け、沈殿は捨てる。

29) アンモニア水 1 mL を加え、pH 約 9 とする[*67]。

30) 炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mL を加えてホットプレート上で加熱し、沈殿を熟成する。

31) ガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し､少量のアンモニア水(1+100)で洗浄する。

32) ガラスフィルターに入った沈殿を少量の塩酸(1+1)に溶解し、ガラスフィルターを水で洗浄する。ろ液と洗液とを合わせ、液量を約 40 mL とする。

33) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)1 mL、塩化アンモニウム 1 g 及びフェノールフタレイン溶液 0.5 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。

34) 溶液が赤を呈するまで、アンモニア水[*68]を少しずつ加え、水酸化鉄(Ⅲ)を沈殿させる。

35) アンモニア水 1 mL を加えて加熱し、沈殿を熟成する。

36) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し(このときの日時を「スカベンジング日時」として記録する)、沈殿を温アンモニア水(1+500)で洗浄する。沈殿は捨てる。

37) 1.1.3(b) 28)以降に同じ。

1.2.4 回収された Sr の定量

1.1.4 に同じ。

[*65] 溶液の pH は 5.0～5.5 となる。

[*66] 軽く沸騰する程度でよい。

[*67] 溶液の色が橙色から黄に変化すればよい。

[*68] アンモニア水に二酸化炭素が含まれていると、Sr が炭酸塩として沈殿し、水酸化鉄沈殿とともにろ別されてしまうため、二酸化炭素がほとんど含まれていない未開封のアンモニア水を使用する。

1.3 シュウ酸塩法

1.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット（又はマイクロピペット）：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.2：18.5 cmφ
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5B：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm）、25 mmφ（孔径 0.45 μm）
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ、180 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：25G4
10) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
11) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
13) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
14) メスフラスコ：50 mL、100 mL、250 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*69]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*70]

2）塩酸(HCl)[*71,*72,*73]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）過酸化水素(H_2O_2)[*72,*73]：試薬特級

4）酢酸(CH_3COOH)[*72,*74]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*72,*73]：試薬特級

6）硝酸(HNO_3)[*71,*72,*73]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

7）アンモニア水(NH_3)[*71,*72,*73]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8）水酸化ナトリウム(NaOH)[*72,*73]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*71,*72]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11）塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*72]：試薬特級

[*69] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*70] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*71] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*72] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*73] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*74] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

12) 酸化イットリウム(Y_2O_3)[*72]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

13) 酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸(1+1)10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*75]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

15) 水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*72,*73,*76]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

16) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*77]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*72,*73,*78]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*73]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液（飽和）：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*75] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*76] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*77] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*78] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*75]：質量分率 95.0 %以上

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

21) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。

22) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

23) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）：架橋度 8 %、50 メッシュ～100 メッシュ

24) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

25) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

1.3.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2(1)に同じ。

1.3.3 分析操作

試料は(a-1)蒸発法[*79]又は(a-2)強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法[*80]により前処理した後、(b)シュウ酸塩法による化学分離操作を行う。ただし、添加する Sr 担体は全ての試料で Sr 担体溶液（Sr^{2+}:100 mg/mL）10 mL を正確に加えることとする。

(a-1) 蒸発法

1.1.3(a-1)に同じ。ただし、添加する Sr 担体は Sr 担体溶液（Sr^{2+}：100 mg/mL）10 mL を正確に加えることに注意する。

(a-2) 強酸性陽イオン交換樹脂（50 メッシュ～100 メッシュ）を用いたイオン交換法

1.1.3(a-2)に同じ。ただし、添加する Sr 担体は Sr 担体溶液（Sr^{2+}：100 mg/mL）10 mL を正確に加えることに注意する。

[*79] γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる。

[*80] 放射性 Sr 分析のみを行う場合に用いる。

(b) シュウ酸塩法

1) 分析試料をかき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 10 以上とする[*81]。
2) 炭酸ナトリウム 20 g を加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解する。
3) 時計皿で覆い加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。
4) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*82]。
5) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*83]。
6) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、1 L ビーカーに移し、純水を加えて約 700 mL とする。
7) 加熱して沸騰させた後、シュウ酸 10 g と BCG 溶液 5mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2 (BCG 溶液、黄→青緑)に調整する[*84]。
8) 再度加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*85]。
9) 数時間加熱して沈殿を熟成した後、放冷し懸濁物が完全に沈降するまで静置する。
10) 上澄み液の大部分を傾斜法で除く。
11) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて沈殿を吸引ろ別する。
12) ろ紙上の沈殿をシュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%) 50 mL で洗浄する。なお、シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)は 3 回に分けて加える。
13) ろ紙ごと沈殿を蒸発皿（磁製、直径約 10 cm）に移し、乾燥した後 600 ℃で 3 時間加熱する。
14) 試料を 500 mL ビーカーに移し、硝酸に溶解し、純水を加えて約 200 mL とする。
15) 塩化鉄（Ⅲ）溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL) 2 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
16) アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。
17) さらに、約 5 分間加熱し、沈殿を熟成する。
18) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し、沈殿をアンモニア水（1+100）で洗浄する。ろ液と洗液とを 300 mL ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
19) 溶液を加熱濃縮して液量を約 100 mL とする。
20) Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL) 2 mL 及び酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)2 mL を加え、アンモニア水(1+1)及び酢酸(7+13)で pH 5.0～pH 5.5 に調整する。
21) 約 60 ℃に加熱しクロム酸カリウム溶液(30 w/v%) 1 mL を加える。
22) さらに加熱を続けて沈殿を熟成する。
23) 約 1 時間室温で静置する。
24) ろ紙(No.5C)を用いて黄のクロム酸バリウムの沈殿をろ別し、沈殿を酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)で洗浄する。ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
25) 水酸化ナトリウム 4 g を加えて pH 約 10 とする。
26) 炭酸アンモニウム 40 g を加えてから 30 分間加熱し、白い炭酸塩を沈殿させる。

[*81] 発熱するので、十分注意する。pH の確認には pH 試験紙を用いる。
[*82] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。
[*83] 上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。
[*84] pH が高いと Fe が水酸化物として沈殿するので、注意する。
[*85] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

27) ガラスフィルター(25G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)で洗浄する。
28) 沈殿を硝酸(1+1)に溶解し、ガラスフィルターを純水で 3 回洗浄する。ろ液と洗液とを合わせ、加熱濃縮して液量を約 100 mL とする。
29) 塩化鉄（Ⅲ）溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL) 2 mL、La 担体溶液(La^{2+}：10 mg/mL) 0.5 mL 及び Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL) 0.5 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
30) アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。
31) さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
32) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し（このときの日時を「スカベンジング日時」として記録する)、沈殿をアンモニア水(1+100)で洗浄する。ろ液と洗液とを 500 mL ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
33) 加熱してアンモニアを追い出す。
34) 硝酸 7 mL を加え、250 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加える。

1.3.4 回収された Sr の定量

1.1.4 に同じ。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

第 2 章　大気浮遊じん

大気浮遊じん中の放射性 Sr は、試料を塩酸抽出し、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。

2.1 イオン交換法

2.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：1G4
10) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
11) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
12) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
13) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
14) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
15) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
16) メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*86]。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*87]

2) 塩酸(HCl)[*88,*89,*90]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4$・$2H_2O$)[*89,*90]：試薬特級

4) 硝酸(HNO_3)[*88,*89,*90]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

5) アンモニア水(NH_3)[*88,*89,*90]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

6) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*89,*90]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

7) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*88,*89]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

8) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

9) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3$・$6H_2O$)[*89]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}:5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1) 5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

[*86] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*87] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ・cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ・cm 以上）を用いるとなおよい。

[*88] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*89] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*90] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

10）硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*91]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

11）炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*92]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

12）塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*89]：試薬特級

13）酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

14）シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*90]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

15）炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

16）炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

17）エタノール(C_2H_5OH)[*89,*93]：試薬特級

18）メタノール(CH_3OH)[*89,*90,*93,*94]：試薬特級

19）pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

[*91] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*92] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*93] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*94] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

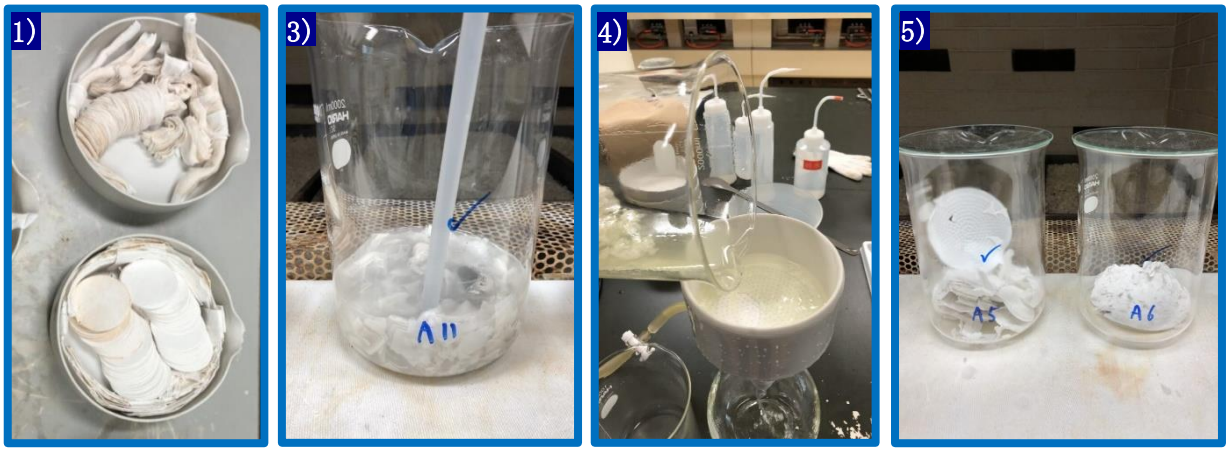
20) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0
・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。
21) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用
22) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

2.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2 (2) に同じ。

2.1.3 分析操作

1) 大気浮遊じん試料を 500 ℃で約 1 日間灰化する[*95]。
2) 灰をビーカーに移し、Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)[*96] 5 mL を正確に加える。
3) 塩酸(1+11)を灰化物が浸る程度加え、約 2 時間ホットプレート上で加熱する。
4) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、残留物を温水で十分洗浄し、ろ液と洗液とを合わせる。
5) 残留物を元のビーカーに戻し、塩酸(1+11)を灰化物が浸る程度加えて 3)～4)を繰り返す[*97]。
6) 4)及び 5)の 2 回の抽出液を合わせ、加熱して約 1.5 L まで加熱濃縮する。



7) Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加える。
8) 1.1.3(b)に同じ。

2.1.4 回収された Sr の定量

1.1.4 に同じ。

[*95] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合には、450 ℃で約 1 日間灰化する。
[*96] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合には Cs 担体も加える。
[*97] 2 回目の抽出ではガラス繊維がほぐれて分散することで、試料溶液の粘度が増加し突沸しやすくなるため、注意する。

2.2 発煙硝酸法

2.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - №5A：11 cmφ
   - №5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*98]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*99]

2）塩酸(HCl)[*100,*101,*102]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）酢酸(CH_3COOH)[*101,*103]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*101,*102]：試薬特級

5）硝酸(HNO_3)[*100,*101,*102]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

6）発煙硝酸(1.52)[*100,*101,*102,*104]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

7）発煙硝酸(1.45)[*100,*101,*102]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*105]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

8）アンモニア水(NH_3)[*100,*101,*102]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

9）水酸化ナトリウム(NaOH)[*101,*102]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

10）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*100,*101]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

[*98] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*99] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*100] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*101] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*102] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*103] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*104] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*105] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

11) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

12) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*101]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

13) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*106]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*101,*102,*107]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

15) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*108]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*101]：試薬特級

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*101,*102,*109]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*102]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*106] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*107] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*108] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*109] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

21) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

22) エタノール(C_2H_5OH)[*101,*103]：試薬特級

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

25) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

2.2.2 分析操作

2.1.3 1)～7)の操作で得た分析試料溶液について、1.2.3(b)以降の分析操作を実施する。

2.2.3 回収された Sr の定量

1.1.4 に同じ。

2.3 シュウ酸塩法

2.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：25G4
10) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
11) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
13) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
14) メスフラスコ：50 mL、100 mL、250 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*110]。

[*110] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*111]

2) 塩酸(HCl)[*112,*113,*114]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 過酸化水素(H_2O_2)[*113,*114]：試薬特級

4) 酢酸(CH_3COOH)[*113,*115]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5) 硝酸(HNO_3)[*112,*113,*114]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

6) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*113,*114]：試薬特級

7) アンモニア水(NH_3)[*112,*113,*114]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8) 水酸化ナトリウム($NaOH$)[*113,*114]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*112,*113]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*113]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

12) 酸化イットリウム(Y_2O_3)[*113]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

[*111] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*112] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*113] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*114] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*115] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

13）酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸 10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14）硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*116]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

15）水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*113,*114,*117]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

16）炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*118]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

17）クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*113,*114,*119]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18）酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19）シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*114]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液（飽和）：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20）硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*116]：質量分率 95.0 %以上

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

[*116] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*117] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*118] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*119] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

21) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。

22) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

2.3.2 分析操作

2.1.3 1)～7)の操作で得た分析試料溶液について、1.3.3(b)以降の分析操作を実施する。ただし、添加する Sr 担体は Sr 担体溶液（Sr^{2+}：100 mg/mL）10 mL を正確に加えることに注意する。

2.3.3 回収された Sr の定量

1.1.4 に同じ。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法 を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

第 3 章　陸　水

陸水中の放射性 Sr は、試料水を蒸発乾固後、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。飲料水、河川水、湖沼水等に適用できる。

3.1 イオン交換法

3.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機： 相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット（又はマイクロピペット）：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm）、25 mmφ（孔径 0.45 μm）
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：1G4
10) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
11) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
12) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
13) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
14) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
15) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
16) メスフラスコ：10 mL、50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*120]。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*121]

2) 塩酸(HCl)[*122,*123,*124]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4$・$2H_2O$)[*123,*124]：試薬特級

4) 硝酸(HNO_3)[*122,*123,*124]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

5) アンモニア水(NH_3)[*122,*123,*124]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水（アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

6) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*123,*124]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液（水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)）：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

7) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*122,*123]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

8) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

9) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3$・$6H_2O$)[*123]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)： 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

[*120] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*121] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ・cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ・cm 以上）を用いるとなおよい。

[*122] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*123] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*124] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

10）硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*125]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

11）炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*126]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

12）塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*123]：試薬特級

13）酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

14）シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*124]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

15）炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

16）炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

17）エタノール(C_2H_5OH)[*123,*127]：試薬特級

18）メタノール(CH_3OH) [*123,*124,*127,*128]：試薬特級

19）pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

[*125] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*126] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*127] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*128] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

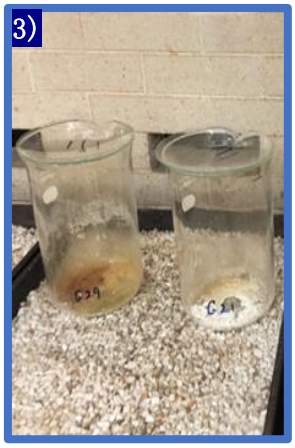
20) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0
・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。
21) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用
22) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

3.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2 (2) に同じ

3.1.3 分析操作

1) 陸水試料 100 L[*129]に Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)5 mL を正確に加え[*130]、よくかき混ぜる。
2) 5 L ビーカー又は蒸発皿(磁製、直径約 30 cm)を用いて蒸発乾固する。
3) 塩酸(1+3)を用いて乾固物を 2 L ビーカーに完全に移し、王水 100 mL を加え、ホットプレート上で注意しながら試料を加熱分解する。
4) 試料中に有機物が残っている場合は、更に硝酸を加え加熱分解する[*131]。
5) 乾固物に塩酸(1+1)200 mL を加え、2 時間～3 時間加熱した後に放冷する。
6) ブフナー漏斗とろ紙（No.5C）とを用いて吸引ろ過し、純水で洗浄する。



7) ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに移し、純水を加えて約 700 mL とする。
8) Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加える。
9) 1.1.3(b)に同じ。

[*129] 試料に不溶物の混入が見込まれる場合には、調査目的を考慮してろ過を行ってもよい。
[*130] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合には Cs の担体も加える。
[*131] 有機物が残っているかは乾固物の色味で判断できる場合もあるが、あまり色味が変わらないものもあるため、経験から実施回数を決めておいてもよい。陸水試料は試料が跳ねることが多いため、時計皿をビーカーとずれがないようかぶせる。

3.1.4 安定 Sr の定量[*132]

(a) ICP-AES

a) 内標準法

1) メンブランフィルター(0.45 μm)を用い、陸水試料中の懸濁物等をろ別する。

2) ろ液 40 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加えた後、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長：407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より陸水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*133]。

b) 検量線法

1) メンブランフィルター(0.45 μm)を用い、陸水試料中の懸濁物等をろ別する。

2) ろ液 40 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より陸水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*133]。

(b) 原子吸光分析法(標準添加法)

1) 陸水試料 2 L に Ca 担体溶液[*134] (Ca^{2+}：50 mg/mL)1 mL を加える。

2) 炭酸ナトリウム 10 g を加え、加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。

3) 放冷し懸濁物が完全に沈降するまで静置する。

4) ガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、少量の純水で洗浄する。

5) 50 mL メスフラスコを置いたろ過鐘にガラスフィルターを移し、沈殿を少量の塩酸(1+1)に溶解し、吸引ろ過する。

[*132] 通常、陸水 100 L 当たりには、数 mg の安定 Sr が含まれている。

[*133] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_{p}(mg/L)×(50/40)となる。

[*134] 試薬に不純物として Sr が含まれていることがあるので、その場合試薬ブランクをはかり差し引くか、又は、試薬を精製した方がよい。

6) ガラスフィルターを純水で洗浄後、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

7) 6)の溶液を 10 mL メスフラスコ 4 個に 5 mL ずつ正確に分取し[*135]、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：10 mg/L)をそれぞれ 0、1、2、3 mL ずつ正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

8) 原子吸光分析装置を用い、吸光度を測定して Sr 濃度C_p(mg/L)を求め(図 3.1 参照)、希釈倍率より陸水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*136]。

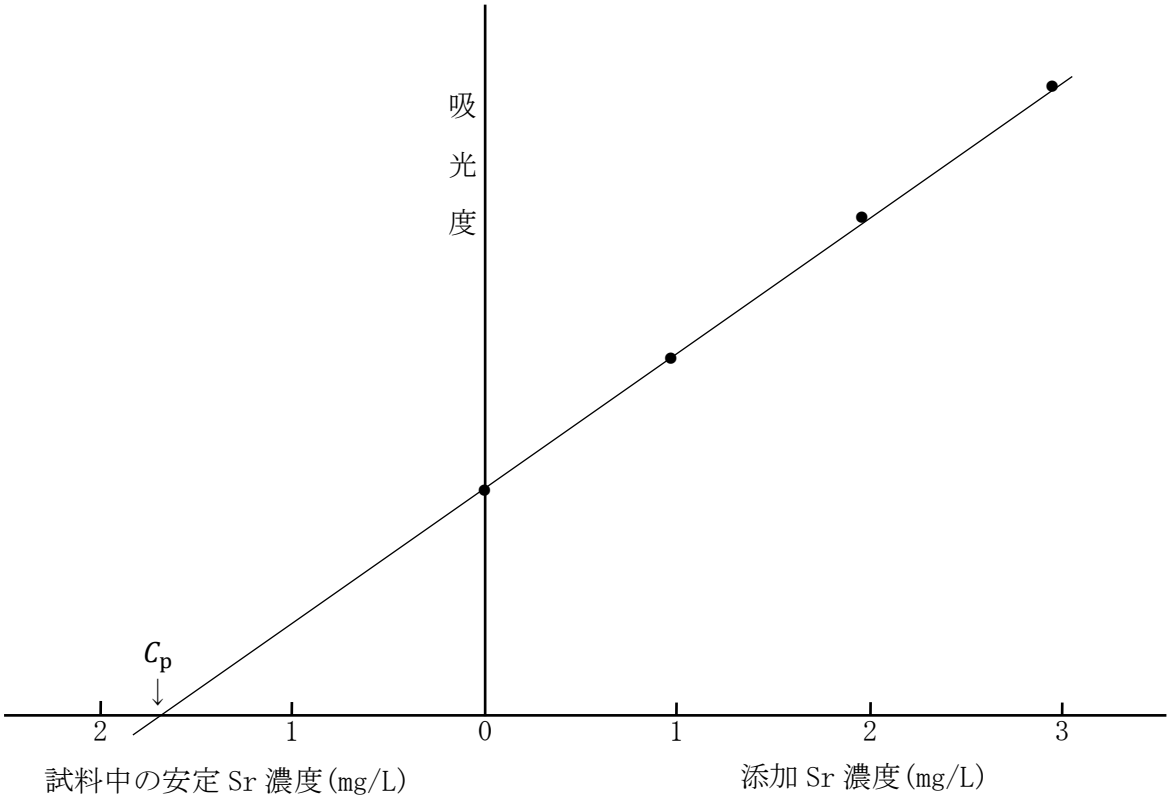


図 3.1　標準添加法による Sr 濃度の求め方

[*135] Sr 濃度が約 1.5 mg/L になるように希釈するのが望ましい。ここに示す分取量は一例である。

[*136] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(1/試料量)×(L 換算)。
例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_p(mg/L)×10×(50/5)×(1/2)×(1/10^3)となる。

3.1.5 回収されたSrの定量

(a) 重量法

a) ^{90}Srの放射能濃度のみを定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和) 5 mLを加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。

2) 既知質量のガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ガラスフィルターを110 ℃で1時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Srの回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{st} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} : Srの回収率(%)

W_1 : 加えたSr担体量(mg)

W_2 : 回収されたSr量(mg)[*137]

C_{st} : 陸水試料中のSr濃度(mg/L)[*138]

V : 供試量(L)

7) 沈殿を2週間以上放置する。

b) ^{90}Sr及び^{89}Srの放射能濃度を同時に定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mLを加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。

2) 分離型フィルター(図7.1参照)と既知質量のろ紙(No.5C)とを用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ろ紙上の沈殿を110 ℃で1時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Srの回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{st} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} : Srの回収率(%)

W_1 : 加えたSr担体量(mg)

W_2 : 回収されたSr量(mg)[*137]

[*137] Srの原子量/炭酸ストロンチウムの式量=0.594。したがって、W_2=回収された炭酸ストロンチウム沈殿質量×0.594。

[*138] 安定SrをICP-AESで定量した場合はSr濃度C_p×(メスフラスコ定容量/分取試料量)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)=C_p(mg/L)×(50/40)となる。
安定Srを原子吸光分析法で定量した場合は、
Sr濃度P×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(1/試料量)×(L換算)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)=C_p(mg/L)×10×(50/5)×(1/2)×(1/10^3)となる。

C_{st} ：陸水試料中の Sr 濃度(mg/L)[*138]

V ：供試量(L)

7)ろ紙ばさみを用い(図 7.3 参照)、ろ紙ごと沈殿を固定し、2 週間以上放置する。

(b) ICP-AES

a) 内標準法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長：407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_p(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{st} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体量(mg)

W_2 ：回収された Sr 量(mg)[*139]

C_{st} ：陸水試料中の Sr 濃度(mg/L)[*140]

V ：供試量(L)

b) 検量線法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

[*139] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量))×(L 換算)。例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)＝C_p(mg/L)×50×(50/1)×(100/1)×($1/10^3$)となる。

[*140] 安定 Sr を ICP-AES で定量した場合は Sr 濃度×(メスフラスコ定容量/分取試料量)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_p(mg/L)×(50/40)となる。
安定 Sr を原子吸光分析法で定量した場合は、
Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(1/試料量)×(L 換算)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_p(mg/L)×10×(50/5)×(1/2)×($1/10^3$)となる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_p(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{st} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)
W_1 ：加えた Sr 担体量(mg)
W_2 ：回収された Sr 量(mg)[*141]
C_{st} ：陸水試料中の Sr 濃度(mg/L)[*142]
V ：供試量(L)

(c) 原子吸光分析法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液から 1 mL を正確に分取し、50 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) 原子吸光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の吸光度(測定波長：460.7 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_p(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{st} \times V} \times 100$$

[*141] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量))×(L 換算)。例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)＝C_p(mg/L)×50×(50/1)×(100/1)×($1/10^3$)となる。

[*142] 安定 Sr を ICP-AES で定量した場合は Sr 濃度×(メスフラスコ定容量/分取試料量)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_p(mg/L)×(50/40)となる。
安定 Sr を原子吸光分析法で定量した場合は、
Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(1/試料量)×(L 換算)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_p(mg/L)×10×(50/5)×(1/2)×($1/10^3$)となる。

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_1 ：加えた Sr 担体の量(mg)

W_2 ：回収された Sr の量(mg)[*143]

C_{st} ：陸水試料中の Sr の量(mg/L)[*142]

V ：供試量(L)

[*143] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量)×(L 換算)。
例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)＝C_p(mg/L)×50×(50/1)×(100/1)×(1/10^3)となる。

3.2 発煙硝酸法

3.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - №5A：11 cmφ
   - №5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：10 mL、50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*144]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*145]

2）塩酸(HCl)[*146,*147,*148]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）酢酸(CH_3COOH)[*147,*149]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*147,*148]：試薬特級

5）硝酸(HNO_3)[*146,*147,*148]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

6）発煙硝酸(1.52)[*146,*147,*148,*150]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

7）発煙硝酸(1.45)[*146,*147,*148]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*151]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

8）アンモニア水(NH_3)[*146,*147,*148]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

9）水酸化ナトリウム(NaOH)[*147,*148]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

10）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*146,*147]：ICP 分析用(認証標準物質)

[*144] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*145] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*146] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*147] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*148] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*149] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*150] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*151] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

12) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*147]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)： 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1) 5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

13) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*152]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*147,*148,*153]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

15) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*154]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*147]：試薬特級

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*147,*148,*155]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*148]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*152] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*153] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*154] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*155] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

21) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

22) エタノール(C_2H_5OH)[*147,*149]：試薬特級

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

25) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

3.2.2 分析操作

3.1.3 1)～8)で得た分析試料溶液について、1.2.3(b)以降の分析操作を行う。

3.2.3 安定 Sr の定量

3.1.4 に同じ。

3.2.4 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ。

3.3 シュウ酸塩法

3.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：25G4
10) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
11) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
13) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
14) メスフラスコ：10 mL、50 mL、100 mL、250 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*156]。

[*156] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*157]

2) 塩酸(HCl)[*158,*159,*160]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 過酸化水素(H_2O_2)[*159,*160]：試薬特級

4) 酢酸(CH_3COOH)[*159,*161]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5) 硝酸(HNO_3)[*158,*159,*160]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

6) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*159,*160]：試薬特級

7) アンモニア水(NH_3)[*158,*159,*160]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*159,*160]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*158,*159]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) 酸化イットリウム(Y_2O_3)[*159]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

12) 酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

[*157] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*158] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*159] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*160] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*161] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸 10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

13) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*162]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 水酸化バリウム八水和物 ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*159,*160,*163]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

15) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*164]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物[*159] ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*159,*160,*165]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*160]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液（飽和）：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*162]：質量分率 95.0 %以上

[*162] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*163] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*164] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*165] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

21) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。

22) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

3.3.2 分析操作

3.1.3 1)～8)の操作で得た分析試料溶液について、1.3.3(b)以降の分析操作を実施する。ただし、添加する Sr 担体は Sr 担体溶液（Sr^{2+}：100 mg/mL）10 mL を正確に加えることに注意する。

3.3.3 安定 Sr の定量

3.1.4 に同じ。

3.3.4 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法 を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

第 4 章　海　水

海水中の放射性 Sr は、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。

4.1 イオン交換法

4.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^{3} Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - №5A：11 cmφ
   - №5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：5 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：1G4
10) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
11) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
12) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
13) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
14) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
15) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
16) メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*166]。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*167]

2) 塩酸(HCl)[*168,*169,*170]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 硝酸(HNO_3)[*168,*169,*170]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

4) アンモニア水(NH_3)[*168,*169,*170]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

5) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*169,*170]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

6) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*168,*169]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

7) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

8) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*169]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1) 5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

9) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*169]：試薬特級

10) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

[*166] JIS K 0050：019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*167] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*168] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*169] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*170] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

・酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

11) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*170]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

12) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

13) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

14) エタノール(C_2H_5OH)[*169,*171]：試薬特級

15) メタノール(CH_3OH)[*169,*170,*171,*172]：試薬特級

16) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

17) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

18) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

19) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

[*171] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*172] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

4.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

(1) 予備濃縮[*173]用カラムの作製

1) 1.1.2 1)～7)と同じ方法でコンディショニングする。

2) コンディショニングしてH^+型となった樹脂を、気泡が入らないように注意しながら内径 9 cm のクロマト管に長さ 26 cm±0.2 cm になるように詰めて樹脂カラム(以下、「大型カラム」という。)を作る[*174]。

(2) 分析用カラムの作製

1.1.2 (2) に同じ。

4.1.3 分析操作

1) 海水試料[*175]40 L[*176]を容器にはかりとる。

2) 塩酸 (1+1) 及び水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)で pH 1.9 に調整する。

3) ろ紙(No.5C)でろ過する。

4) 試料溶液を大型カラムに流速約 30 mL/分で通し、流出液は捨てる。

5) 溶離液 A[酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%) -メタノール(容積比 1:1)]2.5 L を流速約 30 mL/分で通し、流出液は捨てる。

6) 塩酸(1+2)6 L を流速約 30 mL/分で通し、Sr 等を溶出する。

7) 溶出液を 5 L ビーカー2 個に等分した後、それぞれに以下の操作を行う。

8) かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 8 以上[*177]とする。

9) 炭酸ナトリウム 50 g を加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿で覆い加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。

10) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*178]。

11) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。

12) 沈殿を合わせ塩酸 50 mL に溶解して 1 L ビーカーに移し、蒸発乾固する。

13) 乾固物を塩酸(1+23)200 mL に溶解する。

14) 1.1.3 (b) 16)～28)に同じ。

---

*173 解説 B 参照。

*174 大型カラムに海水試料 40 L を通して予備濃縮する。また、予備濃縮操作が終わった大型カラムに、塩酸(1+1) 10 L を通した後、中性になるまで純水を通すと、樹脂は再生され、繰り返し使用できる。

*175 放射能測定法シリーズ No.16「環境試料採取法」に基づき採取することにより、採取した海水の酸濃度(塩酸 1 mL/海水 1 L)は、塩酸(1+1000)酸性となる。また、放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は、この海水試料に Cs 担体を加え、リンモリブデン酸アンモニウムを用いて放射性 Cs を吸着捕集する。リンモリブデン酸アンモニウムを放射性 Cs 分析に、上澄み液を放射性 Sr 分析に供する。上澄み液はブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、大型カラムに通す。

*176 供試量を増減させたい場合は、大型カラムにおいて使用するイオン交換樹脂及び溶離液の容量を比例させて対応する。例えば、海水試料が 20 L の場合には、大型カラムのサイズについて、初めに直径を計算[9 cmφ×(20 L/40 L)$^{1/2}$=6.36 cmφ]して 6 cm と決め、次に長さを計算[(9 cmφ)^2×26 cm×(20 L/40 L)÷(6 cmφ)^2=29.25 cm]して 29.3 cm±0.2 cm と決める。また、溶離液の容量は 1/2(=20 L/40 L)とすればよい。

*177 発熱するので、十分注意する。pH の確認には pH 試験紙を用いる。

*178 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

4.1.4 安定 Sr の定量

(a) ICP-AES

a) 内標準法

1) メンブランフィルター(0.45 μm)を用い、海水試料[*179]中の懸濁物等をろ別する。

2) ろ液 1 mL を 100 mL メスフラスコに正確に分取する。Y 標準液(Y^{3+}：100 mg/L) 1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長：407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より海水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*180]。

b) 検量線法

1) メンブランフィルター(0.45 μm)を用い、海水試料[*181]中の懸濁物等をろ別する。

2) ろ液 1 mL を 100 mL メスフラスコに正確に分取する。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より海水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*180]。

(b) 原子吸光分析法(標準添加法)

1) 海水試料を 50 mL メスフラスコ 4 個に 10 mL ずつ正確に分取し 、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：50 mg/L)をそれぞれ 0、1、2、3 mL ずつ正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 原子吸光分析装置を用い、吸光度を測定して Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め(図 3.1 参照) 、希釈倍率より海水試料中の Sr 量C_{st}(mg/L)を求める[*182]。

[*179] 海水試料には通常酸が加えられているが、ここでは酸を加えていない海水試料を別途採取して使用する。

[*180] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_{p}(mg/L)×(100/1)となる。

[*181] 海水試料には通常酸が加えられているが、ここでは酸を加えていない海水試料を別途採取して使用する。

[*182] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_{p}(mg/L)×(50/10)となる。

4.1.5 回収された Sr の定量

(a) 重量法

a) ^{90}Sr の放射能濃度のみを定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mL を加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。

2) 既知質量のガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ガラスフィルターを 110 ℃で 1 時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{C_{\mathrm{st}} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_2 ：回収された Sr 量(mg)[*183]

C_{st} ：海水中の Sr 量(mg/L)[*184]

V ：供試量(L)

7) 沈殿を 2 週間以上放置する。

b) ^{90}Sr 及び ^{89}Sr の放射能濃度を同時に定量する場合

1) スカベンジング後の溶液に炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mL を加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。

2) 分離型フィルター(図 7.1 参照)と既知質量のろ紙(No.5C)とを用いて沈殿を吸引ろ別する。

3) アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。

4) ろ紙上の沈殿を 110 ℃で 1 時間乾燥する。

5) デシケーター中で放冷する。

6) 沈殿の質量をはかり、Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{C_{\mathrm{st}} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_2 ：回収された Sr 量(mg)[*183]

C_{st} ：海水中の Sr 量(mg/L)[*184]

V ：供試量(L)

[*183] Sr の原子量/炭酸ストロンチウムの式量＝0.594。したがって、W_2＝回収された炭酸ストロンチウム沈殿質量×0.594。

[*184] 安定 Sr を ICP-AES で定量した場合は Sr 濃度C_{p}×(メスフラスコ定容量/分取試料量)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_{p}(mg/L)×(100/1)となる。
安定 Sr を原子吸光分析法で定量した場合は、Sr 濃度C_{p}×(メスフラスコ定容量/分取試料量)。
例えばここの希釈倍率では、C_{st}(mg/L)＝C_{p}(mg/L)×(50/10)となる。

7) ろ紙ばさみを用い(図 7.3 参照)、ろ紙ごと沈殿を固定し、2 週間以上放置する。

(b) ICP-AES

a) 内標準法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れる。Y 標準液(Y^{3+}: 100 mg/L)1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}: 50 mg/L)1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}: 5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}: 0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長: 407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長: 371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{C_{\mathrm{st}} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} : Sr の回収率(%)

W_2 : 回収された Sr 量(mg) [*185]

C_{st} : 試料水中の Sr 濃度(mg/L)[*184]

V : 供試量(L)

b) 検量線法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}: 5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}: 0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長: 407.771 nm)を測定する。

[*185] Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量))×(L 換算)。例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)=C_{p}(mg/L)×100×(100/1)×(100/1)×(1/10^3)となる。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{C_{\mathrm{st}} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_2 ：回収された Sr 量(mg) *186

C_{st} ：試料水中の Sr 濃度(mg/L)*184

V ：供試量(L)

(c) 原子吸光分析法

1) スカベンジング後の溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

2) 1)で調製した溶液 1 mL を正確に分取し、100 mL メスフラスコに入れる。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

3) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg/L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

4) 原子吸光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の吸光度(測定波長：460.7 nm)を測定する。

5) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より回収された Sr 量W_2(mg)を求める。

6) Sr の回収率Y_{Sr}を次式により計算する。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{C_{\mathrm{st}} \times V} \times 100$$

Y_{Sr} ：Sr の回収率(%)

W_2 ：回収された Sr 量(mg) *187

C_{st} ：試料水中の Sr 濃度(mg/L)*184

V ：供試量(L)

---

*186 Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量))×(L 換算)。例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)＝C_{p}(mg/L)×100×(100/1)×(100/1)×($1/10^3$)となる。

*187 Sr 濃度×測定溶液のメスフラスコ容量×(スカベンジング後の溶液量/分取試料量)×(L 換算)。
例えば、ここの希釈倍率では、W_2(mg)＝C_{p}(mg/L)×100×(100/1)×(100/1)×($1/10^3$)となる。

4.2 発煙硝酸法

4.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) かくはん機
3) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
4) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
5) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
6) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
7) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
8) ICP-AES
9) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - №5A：11 cmφ
   - №5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45μm)
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：50 mL、100 mL、1 L
18) テフロン被覆ステンレス製タンク

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*188]。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*189]

2) 塩酸(HCl)[*190,*191,*192]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 酢酸(CH_3COOH)[*191,*193]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4) 硝酸(HNO_3)[*190,*191,*192]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

5) 発煙硝酸(1.52)[*190,*191,*192,*194]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

6) 発煙硝酸(1.45)[*190,*191,*192]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*195]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

7) アンモニア水(NH_3)[*190,*191,*192]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*191,*192]:試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*190,*191]：ICP 分析用(認証標準物質)

[*188] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*189] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*190] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*191] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*192] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*193] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*194] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*195] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*191]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)： 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

12) 水酸化バリウム八水和物 ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*191,*,192,*196]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

13) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*191]：試薬特級

14) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*191,*192,*197]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

15) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

16) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*192]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

17) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

18) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液

[*196] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*197] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

19) エタノール(C_2H_5OH)[*191,*193]：試薬特級

20) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

21) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

22) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

4.2.2 分析操作

1) 海水試料 40 L をテフロン被覆ステンレス製タンクにはかりとる。かくはん機を用いて試料をゆっくりかき混ぜながら、炭酸ナトリウム 400 g を加える。

2) 炭酸ナトリウムが溶解した後、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 9.7±pH 0.1 に調整[*198]する。

3) かき混ぜながらガスバーナーを用いて加熱し、5 時間煮沸して沈殿を熟成する。

4) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*199]。

5) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*200]。

6) 沈殿を硝酸に溶解し、5 L ビーカーに移す。試料溶液の液量を約 1 L まで加熱濃縮する。

7) 放冷後、ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、純水で洗浄する。ろ液と洗液とを元の 5 L ビーカーに戻す。

8) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52)約 3.3 L を少しずつ加える。

9) 時計皿で覆い流水中に 1 時間放置した後、ガラス棒でかき混ぜて硝酸塩沈殿を生成し、水槽中に一夜静置する。

10) 上澄み液の比重が 1.45 以上であることを比重計で確認した後、上澄み液を傾斜法で除く。

11) 純水 370 mL を用いて沈殿を溶解し、2 L ビーカーに移す。

12) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52)約 990 mL を少しずつ加える。

13) 時計皿で覆い流水中に 1 時間放置する。

14) ガラス棒でかき混ぜて硝酸塩沈殿を生成し、水槽中に一夜静置する。

15) 上澄み液の比重が 1.45 以上であることを比重計で確認した後、上澄み液を傾斜法で除く。

16) 純水 240 mL を用いて沈殿を溶解し、1 L ビーカーに移す。

17) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52)約 660 mL を少しずつ加える。

18) 時計皿で覆い流水中に 1 時間放置する。

[*198] pH が 10 以上になるとマグネシウム由来の沈殿が発生し、沈殿の容積が増加するため、pH 計により正確に調整する。

[*199] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

[*200] 上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。

19) ガラス棒でかき混ぜて硝酸塩沈殿を生成し、水槽中に一夜静置する。

20) 1.2.3 (b) 12)以降に同じ。

4.2.3 安定 Sr の定量

4.1.4 に同じ。

4.2.4 回収された Sr の定量

4.1.5 に同じ。

4.3 シュウ酸塩法

4.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：25G4
10) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
11) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
13) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
14) メスフラスコ：50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*201]。

[*201] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*202]

2) 塩酸(HCl)[*203,*204,*205]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 過酸化水素(H_2O_2)[*204,*205]：試薬特級

4) 酢酸(CH_3COOH)[*204,*206]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5) 硝酸(HNO_3)[*203,*204,*205]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

6) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*204,*205]：試薬特級

7) アンモニア水(NH_3)[*203,*204,*205]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8) 水酸化ナトリウム($NaOH$)[*204,*205]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*203,*204]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) 酸化イットリウム(Y_2O_3)[*204]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

12) 酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸 10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

[*202] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*203] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*204] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*205] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*206] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

13) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*207]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 水酸化バリウム八水和物($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*204,*205,*208]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

15) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*209]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*204]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*204,*205,*210]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*205]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液 (飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液 (0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を水に溶解して 1 L とする。

20) 硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*207]：質量分率 95.0 %以上

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

[*207] 消防法で危険物第一類 (酸化性固体) に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*208] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*209] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*210] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質 (がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの)：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

21) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級
・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。
22) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級
・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。
23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0
24) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

4.3.2 分析操作

1) 海水試料 20 L を 10 L ビーカー2 個に分け取り、これに Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)を 5 mL ずつ正確に加える。
2) 分析試料をかき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 10 以上とする[*211]。
3) 炭酸ナトリウムを 100 g ずつ加え、かき混ぜながら約 80 ℃で 1 時間加熱する。
4) 放冷し懸濁物が沈降するまで一晩静置する[*212]。
5) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*213]。
6) それぞれの沈殿を塩酸に溶解して合わせ、5 L ビーカーに移し、水を加えて約 4.5 L とする。
7) 約 80 ℃に加熱しシュウ酸 100 g と BCG 溶液 5 mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2（BCG 溶液、黄→青緑）に調整する[*214]。
8) 100 ℃で数時間加熱して沈殿を熟成し、放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*215]。
9) ブフナー漏斗とろ紙（No.5C）とを用いて沈殿を吸引ろ別する。
10) シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）50 mL を 3 回に分けて洗浄する。
11) ろ紙ごと沈殿を蒸発皿（磁製、直径約 10 cm）に移し、乾燥した後 600 ℃で 3 時間加熱する。
12) 試料を硝酸に溶解し、1 L ビーカーに移し、水を加えて約 500 mL とする。
13) 塩化鉄（Ⅲ）溶液（Fe^{3+}：5 mg/mL）8 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
14) アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。
15) さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
16) ろ紙（No.5A）を用いてすみやかにろ過し、沈殿をアンモニア水（1+100）で洗浄する。ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。

[*211] 発熱するので、十分注意する。pH の確認には pH 試験紙を用いる。
[*212] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。
[*213] 上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。
[*214] pH が高いと Fe が水酸化物として沈殿するので、注意する。
[*215] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

17）溶液を加熱し、約 300 mL まで蒸発濃縮し、水 500 mL を加える。
18）Ba 担体溶液（Ba^{2+}：10 mg/mL）4 mL 及び酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)4 mL を加え、アンモニア水（1+1）及び酢酸（7+13）で pH 5.0～pH 5.5 に調整する。
19）約 60 ℃に加熱しクロム酸カリウム溶液（30 w/v%）2 mL を加え[*216]、ポリスマン(ガラス棒）でビーカーの内壁をこすり沈殿を生成させる。
20）さらに加熱を続けて沈殿を熟成する。
21）約 1 時間室温で静置する。
22）ろ紙（No.5C）を用いて黄のクロム酸バリウム(ラジウムを含む)の沈殿をろ別し、沈殿を酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)で洗浄する。ろ液と洗液とを 3 L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。水を加えて、液量を約 2.5 L とする。
23）水酸化ナトリウム 8 g を加えて pH 約 10 とする[*217]。
24）炭酸アンモニウム 100 g を加えて約 1 時間加熱し、白い炭酸塩を沈殿させる。
25）ガラスフィルター（25G4）を用いて沈殿を吸引ろ別し、ろ紙上の沈殿を炭酸アンモニウム溶液（1 w/v%）200 mL で洗浄する。なお、炭酸アンモニウム溶液（1 w/v%）は 3 回に分けて加える。
26）沈殿を硝酸（1+1）に溶解し、ガラスフィルターを純水で 3 回洗浄する。1 L ビーカーにろ液と洗液とを合わせ、加熱濃縮して液量を約 300 mL とする。
27）過酸化水素水 2 滴を加えクロム酸を還元する。
28）純水を加えて液量を 500 mL にする。
29）塩化鉄（Ⅲ）溶液（Fe^{3+}：5 mg/mL）8 mL、La 担体溶液（La：10 mg/mL）1 mL 及び Y 担体溶液（Y^{3+}：10 mg/mL）1 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
30）アンモニア水[*218]を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。
31）さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
32）ろ紙（No.5A）を用いてすみやかにろ過し（このときの日時を「スカベンジング日時」として記録する)、沈殿をアンモニア水（1+100）で洗浄する。ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
33）加熱してアンモニアを追い出す。
34）硝酸 14 mL を加え、500 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加える。

[*216] 沈殿が生じないときは、クロム酸カリウム溶液(30 w/v%) を追加するとよい。
[*217] 溶液の色が橙色から黄に変化すればよい。
[*218] アンモニア水に二酸化炭素が含まれていると、Sr が炭酸塩として沈殿し、水酸化鉄沈殿とともにろ別されてしまうため、二酸化炭素がほとんど含まれていない未開封のアンモニア水を使用する。

4.3.3 安定 Sr の定量

4.1.4 に同じ。

4.3.4 回収された Sr の定量

4.1.5 に同じ。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法 を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

第 5 章　土壌・海底土

土壌・海底土中の放射性 Sr は、試料を 500 ℃で加熱した後、塩酸又は硝酸抽出を行い、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。河底土及び湖底土にも適用できる。

5.1 イオン交換法

5.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
   - ガラス繊維ろ紙：185 mmφ
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ、185 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L、5 L
9) ろ過鐘
10) ガラスフィルター：1G4
11) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
12) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。

16）ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照

17）メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、500 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*219]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*220]

2）塩酸(HCl)[*221,*222,*223]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4$・$2H_2O$)[*222,*223]：試薬特級

4）硝酸(HNO_3)[*221,*222,*223]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

5）アンモニア水(NH_3) [*221,*222,*223]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(アンモニア水(1+100))：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

6）水酸化ナトリウム(NaOH)[*222,*223]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

7）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*221,*222]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

8）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

[*219] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*220] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ・cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ・cm 以上）を用いるとなおよい。

[*221] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*222] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*223] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

9) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*222]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

10) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*224]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

11) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカーに取り[*225]、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

12) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*222]：試薬特級

13) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(15.4w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

14) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*223]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

15) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

16) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

17) エタノール(C_2H_5OH)[*222,*226]：試薬特級

[*224] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*225] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*226] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

18) メタノール(CH_3OH)[*222,*223,*226,*227]：試薬特級

19) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

20) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

21) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

22) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

5.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2 (2) に同じ。

5.1.3 分析操作

1) 乾燥細土 100 g[*228]を蒸発皿(磁製、直径約 15 cm)にはかりとり、500 ℃[*229]で 5 時間加熱する。

2) 放冷後、2 L ビーカーに移し、Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL) 5 mL を正確に加え[*230]、よくかき混ぜる。

3) 塩酸又は硝酸 1 L を発泡に注意しながら少しずつ加える[*231]。

4) 時計皿で覆い、ホットプレート上で静かに沸騰する程度で 3 時間加熱する。

5) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)との上にガラス繊維ろ紙を重ねて吸引ろ過し[*232]、残留物は温純水で洗浄する。

6) ろ液と洗液とを合わせ、純水を加えて液量を約 2.5 L とする。

7) Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加える。

8) かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH 10 以上とする[*233]。

9) 炭酸ナトリウム 50 g を加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿で覆い加熱して沸騰させ、沈殿を熟成する。

[*227] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*228] 硫酸塩、硫化物等硫黄化合物を多く含む試料については、分析過程で硫酸ストロンチウムを生成して回収率が大きく低下することがある。この場合は、試料に炭酸ナトリウム溶液(30 w/v%)200 mL を加えて 4 時間かき混ぜ、ろ過後に酸浸出を行うことにより、回収率の低下を防ぐことができる。

[*229] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は、450 ℃で 3 時間加熱する。

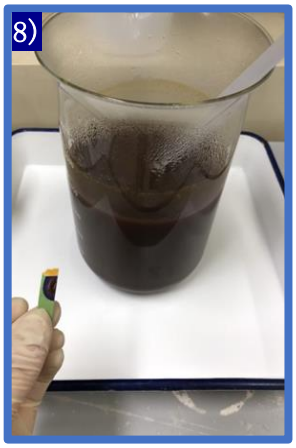
[*230] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は Cs の担体も加える。

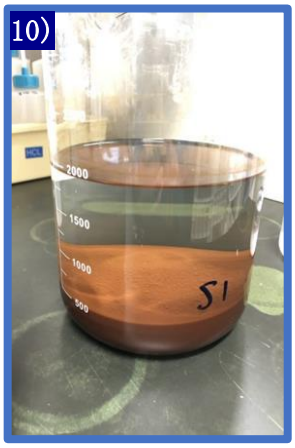
[*231] 貝殻の破片等により炭酸カルシウムを多く含む試料では発泡が激しいので飛散等に注意する。

[*232] 加熱された試料溶液からは塩酸ガスが発生しているため、十分放冷してからドラフト等の局所排気設備内でろ過操作を行う。また、放冷後においても試料溶液の塩酸濃度が 25 %以上の場合、塩酸ガスが発生するためドラフト等の局所排気設備内でろ過操作を行う。

[*233] 強酸性の試料溶液に強塩基性の試薬を添加する操作であり、大量の中和熱が発生するため、よくかき混ぜながら少量ずつ慎重に加える。また、ビーカーを氷浴してもよい。中性付近では中和反応が急激に進むため、突沸しやすくなる。そのため、試料溶液の pH を確認しながら操作を行うとよい。pH の確認には pH 試験紙を用いる。この時、試料中に含まれる鉄が水酸化鉄として析出するため、試料溶液は黄で透明な状態から赤茶色に濁った状態に変化する。

10）放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*234]。





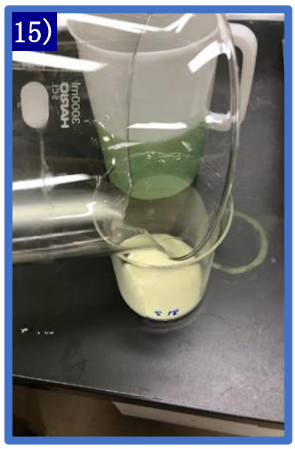
11）上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する[*235]。

12）沈殿を少過剰の塩酸に溶解し、2 L ビーカーに移し、純水を加えて約 1.5 L とする。

13）沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 50 g と BCG 溶液 5 mL[*236]とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2（BCG 溶液、黄→青緑）に調整する[*237]。

14）再度加熱して沈殿を熟成する。放冷し懸濁物が沈降するまで静置する[*238]。

15）傾斜法で上澄み液をできるだけ 3 L ビーカーに移す[*239]。沈殿を含む残りは塩酸(1+3)を用いて 1 L ビーカーに移す。



[*234] 上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、炭酸ナトリウムが不足しているので、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

[*235] 上澄み液は放射性 Cs の分析に使用できる。

[*236] 鉄を多く含む試料の場合、BCG 溶液の添加量が多いと色の変化がわかりにくくなるため、添加量を適宜調整するとよい。

[*237] 試料溶液は生成したシュウ酸鉄錯体イオンによりエメラルドグリーン色となる。そのため、BCG 溶液にて pH 4.0～ pH 4.2 を示す青緑と同系色となり pH 調整の終点の判断がつきづらい。判断に困る場合には、色味は青に近い青緑とし、pH を高めにしておいた方が、ストロンチウムの回収率は高くなる。この時、混入する水酸化鉄沈殿は再沈殿操作で除去が可能である。シュウ酸が不足している場合には、pH 4.0～pH 4.2 に調整したとしても、シュウ酸と錯体を形成できていない鉄が水酸化鉄として析出し、試料溶液は赤茶色に濁った状態となる。その場合、試料溶液がエメラルドグリーン色となるまで、10 g 程度ずつシュウ酸を追加する。その後、シュウ酸を追加したことにより液性は酸性側に傾いているため、再度アンモニア水を添加し、pH 4.0～pH 4.2 に調整する。

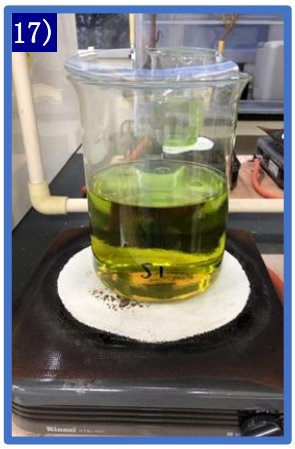
[*238] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

[*239] 上澄み液の中に Sr が一部残っていることがあるため、回収率を向上させるため、上澄み液を用いて再度シュウ酸塩沈殿操作を行う。

16) 上澄み液に Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加える。

17) 加熱し、かき混ぜながら塩酸を少しずつ加え、生成したシュウ酸カルシウムの白い沈殿を一度溶解する。

18) 沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 10 g と BCG 溶液 5 mL[*236] とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2（BCG 溶液、黄→青緑）に調整する[*237]。



19) 再度加熱して沈殿を熟成する。

20) 放冷し懸濁物が沈降するまで静置する。

21) 傾斜法で上澄み液をできるだけ捨て、沈殿を含む残りは塩酸(1+3)を用いて 15)の 1 L ビーカーに合わせる。

22) 加熱しながら塩酸を少しずつ加え、沈殿を完全に溶解し、純水を加えて約 600 mL とする。

23) 沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 5 g と BCG 溶液 5 mL[*236] とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2（BCG 溶液、黄→青緑）に調整する[*237]。

24) 再度加熱して沈殿を熟成する。放冷し懸濁物が沈降するまで静置する。

25) 1.1.3(b) 9)以降 に同じ。

5.1.4 安定 Sr の定量

(a) ICP-AES

1) 乾燥細土 10 g を蒸発皿(磁製、直径約 5 cm)にはかりとり、500 ℃で 5 時間加熱する。

2) 放冷後、500 mL ビーカーに移し、塩酸又は硝酸 100 mL 程度を少しずつ加える。
3) 時計皿で覆い、ホットプレート上で静かに沸騰する程度で 3 時間加熱する[*240]。
4) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)との上にガラス繊維ろ紙を重ねて吸引ろ過し、残留物は温純水で洗浄する。
5) ろ液と洗液とを合わせ、500 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。

a) 内標準法
1) 試料溶液 5 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L)1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。
2) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L)1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。
3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長；407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長；371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度) を測定する。
4) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より乾燥細土中の Sr 量C_{st}(mg/g)を求める。

b) 検量線法
1) 試料溶液 5 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。
2) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。
3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。
4) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より乾燥細土中の Sr 量C_{st}(mg/g)を求める。

(b) 原子吸光分析法 (標準添加法)
1) 乾燥細土 10 g を蒸発皿(磁製、直径約 5 cm)にはかりとり、500 ℃で 5 時間加熱する。
2) 放冷後、500 mL ビーカーに移し、塩酸又は硝酸 100 mL 程度を少しずつ加える。
3) 時計皿で覆い、ホットプレート上で静かに沸騰する程度で 3 時間加熱する。
4) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)との上にガラス繊維ろ紙を重ねて吸引ろ過し、残留物は温純水で洗浄する。

[*240] 安定 Sr は土壌鉱物の内部からも抽出されるため、抽出条件が異なると安定 Sr の抽出率が変わり、回収率に影響を及ぼす可能性がある。そのため、同一条件で抽出できるよう温度、時間を適切に管理する。

5) ろ液と洗液とを合わせ、純水を加えて約 600 mL とする。
6) Ca 担体溶液[*241](Ca^{2+}：50 mg/mL)1 mL～2 mL を加え、沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 10 g と BCG 溶液 5mL[*242]とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2（BCG 溶液、黄→青緑）に調整する。
7) 再度加熱して沈殿を熟成し、放冷する。
8) 放冷後、ガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、少量のシュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)で洗浄する。
9) 50 mL メスフラスコを置いたろ過鐘にガラスフィルターを移し、沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、吸引ろ過する。
10) ガラスフィルターを純水で洗浄後、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。
11) この溶液を 25 mL メスフラスコ 4 個に 5 mL ずつ正確に分取し[*243]、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：25 mg/mL)をそれぞれ 0、1、2、3 mL ずつ正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。
12) 3.1.4(b)と同様に原子吸光分析装置を用いて、吸光度を測定して Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より乾燥細土中の Sr 量C_{st}(mg/g)を求める[*244]。

5.1.5 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ[*245]。

[*241] 試薬に不純物として Sr が含まれていることがあるので、その場合試薬ブランクをはかり差し引くか、又は、試薬を精製した方がよい。なお、Ca 含量の多い試料には加える必要はない。
[*242] 鉄を多く含む試料の場合、BCG 溶液の添加量が多いと色の変化がわかりにくくなるため、添加量を適宜調整するとよい。
[*243] Sr 濃度が約 1.5 mg/L になるように希釈するのが望ましい。ここに示す分取量は一例である。
[*244] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(mg/g)＝C_{p}(mg/L)×25×(50/5)×(1/10)×(1/10^3)となる。
[*245] 土壌・海底土の場合、試料中の Sr 濃度（C_{st}）の単位は mg/g、供試量（V）の記号はW_{s}、単位は g である。

5.2 発煙硝酸法

5.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
   - ガラス繊維ろ紙：185 mmφ
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ、185 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L、5 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、500 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*246]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*247]

2）塩酸(HCl)[*248,*249,*250]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）酢酸(CH_3COOH)[*249,*251]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*249,*250]：試薬特級

5）硝酸(HNO_3)[*248,*249,*250]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

6）発煙硝酸(1.52)[*248,*249,*250,*252]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

7）発煙硝酸(1.45)[*248,*249,*250]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*253]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

8）アンモニア水(NH_3)[*248,*249,*250]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

9）水酸化ナトリウム(NaOH)[*249,*250]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

10）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*248,*249]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

[*246] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*247] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*248] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*249] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*250] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*251] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*252] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*253] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

11）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L）：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

12）硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*254] ：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

13）水酸化バリウム八水和物*($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[249,*250,*255]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}:10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

14）塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*249]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}:5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

15）炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*256]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

16）塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*249]：試薬特級

17）クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*249,*250,*257]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18）酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19）シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*250]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*254] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*255] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*256] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*257] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

20) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

21) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

22) エタノール(C_2H_5OH)[*249,*251]：試薬特級

23) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

25) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

5.2.2 分析操作

1) 5.1.3 1)～24)に同じ。

2) 1.2.3(b) 9)以降 に同じ[*258]。

5.2.3 安定 Sr の定量

5.1.4 に同じ。

5.2.4 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ[*259]。

[*258] U、トリウム(Th)を多量に含む土壌試料等については、^{90}Y の放射能測定において半減期 64.05 時間に従わない可能性がある。その場合は、Ba 除去操作(1.2.3 (b) 26)～32)) を繰り返すと有効である。

[*259] 土壌・海底土の場合、試料中の Sr 濃度（C_{st}）の単位は mg/g、供試量（V）の記号はW_s、単位は g である。

5.3 シュウ酸塩法

5.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
   - ガラス繊維ろ紙：185 mmφ
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ、185 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L、5 L
9) ろ過鐘
10) ガラスフィルター：25G4
11) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
12) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
13) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
14) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
15) メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*260]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*261]

2）塩酸(HCl)[*262,*263,*264]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）過酸化水素(H_2O_2)[*263,*264]：試薬特級

4）酢酸(CH_3COOH)[*263,*265]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5）硝酸(HNO_3)[*262,*263,*264]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

6）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*263,*264]：試薬特級

7）アンモニア水(NH_3)[*262,*263,*264]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8）水酸化ナトリウム(NaOH)[*263,*264]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*262,*263]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11）塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*263]：試薬特級

[*260] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*261] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*262] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*263] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*264] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*265] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

12) 酸化イットリウム(Y_2O_3)[*263]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

13) 酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸 10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

14) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*266]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

15) 水酸化バリウム八水和物 ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*263,*264,*267]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

16) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*268]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

17) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*263,*264,*269]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

18) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

19) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*264]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液（飽和）：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*266] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*267] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*268] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*269] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

・シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を水に溶解して 1 L とする。

20）硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*266]：質量分率 95.0 %以上

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

21）炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。

22）炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

23）pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

24）ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

5.3.2 分析操作

1）乾燥細土 100 g[*270]を蒸発皿(磁製、直径約 15 cm)にはかりとり、500 ℃で 5 時間加熱する。

2）放冷後、2 L ビーカーに移し、Sr 担体溶液(Sr：100 mg/mL)を正確に 10 mL 加え、よくかき混ぜる。

3）塩酸又は硝酸 1 L を発泡に注意しながら少しずつ加える[*271]。

4）時計皿で覆い、ホットプレート上で静かに沸騰する程度で 3 時間加熱する。

5）ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)との上にガラス繊維ろ紙を重ねて吸引ろ過[*272]し、残留物は温純水で 3 回洗浄する。

6）純水 1 L を加え、ホットプレート上で加熱し沸騰させる。

7）アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄(Ⅲ) を沈殿させる。

8）沸騰させた純水を加え全量を 2 L とし、一晩静置して懸濁物を沈降させる。

9）上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。上澄み液は、5 L ビーカーに移す。

10）沈殿を塩酸 30 mL に加温溶解し、元の 3 L ビーカーに入れる。

11）操作 6）～10）を 2 回繰り返す。

[*270] 硫酸塩、硫化物等硫黄化合物を多く含む試料については、分析過程で硫酸ストロンチウムを生成して回収率が大きく低下することがある。この場合は、試料に炭酸ナトリウム溶液(30 w/v%)200 mL を加えて 4 時間かき混ぜ、ろ過後に酸浸出を行うことにより、回収率の低下を防ぐことができる。

[*271] 貝殻の破片等により炭酸カルシウムを多く含む試料では発泡が激しいので飛散等に注意する。

[*272] 加熱された試料溶液からは塩酸ガスが発生しているため、十分放冷してからドラフト等の局所排気設備内でろ過操作を行う。また、放冷後においても試料溶液の塩酸濃度が 25 %以上の場合、塩酸ガスが発生するためドラフト等の局所排気設備内でろ過操作を行う。

12) 上澄み液を合わせ、約 80 ℃に加熱しシュウ酸 40 g を加え、pH 計で測定しながらアンモニア水で pH 4.0～pH 4.2 に調整する。カルシウムの多い試料には、シュウ酸を多めに加える。
13) 数時間加熱して沈殿を熟成し、放冷して懸濁物が完全に沈降するまで静置する[*273]。
14) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、ブフナー漏斗とろ紙（No.5C）とを用いて沈殿を吸引ろ別する。
15) ろ紙上の沈殿をシュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）50 mL で洗浄する。なお、シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）は 3 回に分けて加える。
16) ろ紙ごと沈殿を蒸発皿（磁製、直径約 10 cm）に移し、乾燥した後 600 ℃で 3 時間加熱する。
17) 試料を 500 mL ビーカーに移し、硝酸に溶解し、純水を加えて約 200 mL とする。
18) 塩化鉄（Ⅲ）溶液（Fe^{3+}：5 mg/mL）4 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
19) アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。
20) 約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
21) ろ紙（No.5A）を用いてすみやかにろ過し、沈殿をアンモニア水（1+100）で 3 回洗浄する。ろ液と洗液とを 500 mL ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
22) 溶液を加熱し、約 200 mL まで蒸発濃縮する。
23) Ba 担体溶液（Ba^{2+}：10 mg/mL）2 mL 及び酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)2 mL を加え、アンモニア水（1+1）及び酢酸（7+13）で pH 5.0～pH 5.5 に調整する。
24) 約 60 ℃に加熱しクロム酸カリウム溶液（30 w/v%）1 mL を加え[*274]、ポリスマン(ガラス棒）でビーカーの内壁をこすり沈殿を生成させる。
25) さらに加熱を続けて沈殿を熟成する。
26) 約 1 時間室温で静置する。
27) ろ紙（No.5C）を用いて黄のクロム酸バリウム(ラジウムを含む)の沈殿をろ別し、沈殿を酢酸アンモニウム溶液（0.6 w/v%）で 3 回洗浄する。ろ液と洗液とを 1 L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
28) 水酸化ナトリウム 4 g を加えて pH 約 10 とする[*275]。
29) 炭酸アンモニウム 40 g を加え沈殿が出始めたら 30 分間加熱し、その後放置して白い炭酸塩を沈殿させる。
30) ガラスフィルター(25G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)で 3 回洗浄する。
31) 沈殿を硝酸に溶解[*276]し、ガラスフィルターを純水で 3 回洗浄する。500 mL ビーカーにろ液と洗液とを合わせ、加熱濃縮して液量を約 200 mL とする。
32) 過酸化水素水 2 滴を加えクロム酸を還元する。

[*273] 上澄み液にシュウ酸アンモニウム溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白い濁りが生じないことを確認する。濁りを生じる場合は、シュウ酸が不足しているので、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。
[*274] 沈殿が生じないときは、クロム酸カリウム溶液(30 w/v%) を追加するとよい。
[*275] 溶液の色が橙色から黄に変化すればよい。
[*276] 沈殿の量に応じて硝酸の量を調節する。硝酸は時計皿で覆い、少量ずつ加える。

33）塩化鉄（Ⅲ）溶液（Fe^{3+}：5 mg/mL）4 mL、La 担体溶液（La：10 mg/mL）0.5 mL 及び Y 担体溶液（Y^{3+}：10 mg/mL）0.5 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。

34）アンモニア水[*277]を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化鉄（Ⅲ）を沈殿させる。

35）約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。

36）ろ紙（No.5A）を用いてすみやかにろ過し（このときの日時を「スカベンジング日時」として記録する）、沈殿をアンモニア水（1+100）で 3 回洗浄する。ろ液と洗液とを 500 mL ビーカーに受け、沈殿は捨てる。

37）加熱してアンモニアを追い出す。

38）硝酸 7 mL を加え、250 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加える。

5.3.3 安定 Sr の定量

5.1.4 に同じ。

5.3.4 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ[*278]。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法 を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

[*277] アンモニア水に二酸化炭素が含まれていると、Sr が炭酸塩として沈殿し、水酸化鉄沈殿とともにろ別されてしまうため、二酸化炭素がほとんど含まれていない未開封のアンモニア水を使用する。

[*278] 土壌・海底土の場合、試料中の Sr 濃度（C_{st}）の単位は mg/g、供試量（V）の記号はW_s、単位は g である。

第 6 章　灰試料

穀類、野菜類、茶葉、松葉、牛乳、海産物、日常食等の中の放射性 Sr は、灰試料[*279]を酸に溶解し、イオン交換法、発煙硝酸法又はシュウ酸塩法により定量する。

6.1 イオン交換法

6.1.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：1G4
10) クロマト管：ガラス製ジョイント付、内径 30 mmφ、カラム長 30 cm
11) 分液漏斗：500 mL 玉形上 24/40 下 24/40
12) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
13) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
14) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
15) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照

[*279] 灰化方法は、放射能測定法シリーズ No.16「環境試料採取法」を参照する。

16) メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*280]。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*281]
2) 塩酸(HCl)[*282,*283,*284]：試薬特級
   ・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。
   ・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。
   ・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。
   ・塩酸(1+23)：純水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。
3) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*283,*284]：試薬特級
4) 硝酸(HNO_3)[*282,*283,*284]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %
   ・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。
5) 硫酸(H_2SO_4)[*282,*283,*284]：試薬特級、質量分率 95 %以上
   ・硫酸(1+3)：純水 3 容に硫酸 1 容を加えて混合する。
6) アンモニア水(NH_3)[*282,*283,*284]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %
   ・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。
   ・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。
7) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*283,*284]：試薬特級
   ・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。
8) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*282,*283]：ICP 分析用(認証標準物質)
   ・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。
9) 過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)[*283]：容量分析用

[*280] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*281] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*282] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*283] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*284] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

10) カルシウム標準液(Ca^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Ca 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

11) シュウ酸ナトリウム($(COONa)_2$)[*284]：認証標準物質

・シュウ酸ナトリウムを 100℃で 45 分間～60 分間乾燥し、デシケーター中で放冷後使用する。

12) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

13) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*283]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

14) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*285]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

15) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*283]：試薬特級

16) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(15.4 w/v%)：酢酸アンモニウム 154 g を純水に溶解して 1 L とする。

17) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*284]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

18) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

19) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

[*285] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

20) エタノール(C_2H_5OH)[*283, *286]：試薬特級

21) メタノール(CH_3OH)[*283, *284, *286, *287]：試薬特級

22) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

23) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

24) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

25) 強酸性陽イオン交換樹脂（100 メッシュ～200 メッシュ）：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ

6.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

1.1.2 (2) に同じ。

6.1.3 分析操作

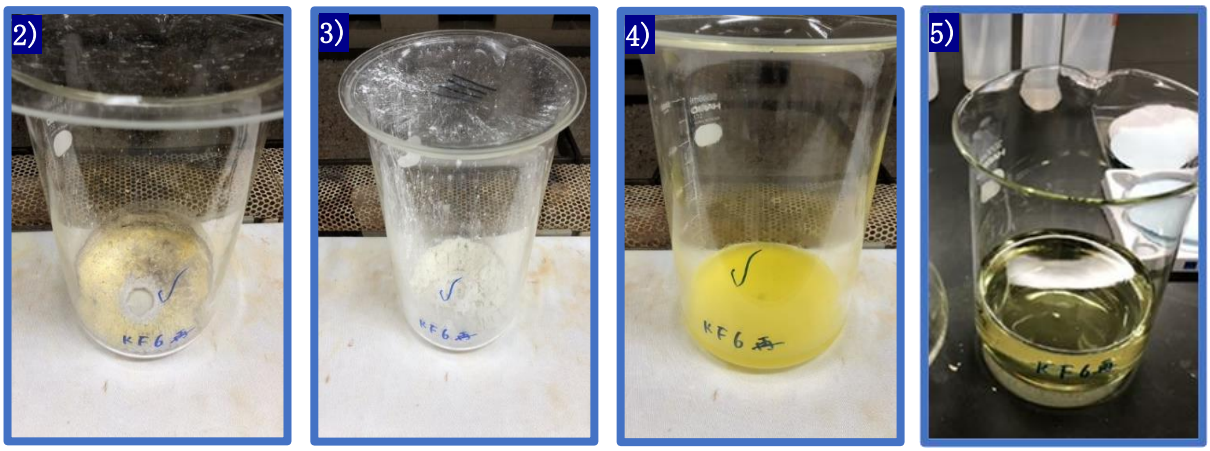
1) 生質量 1 kgに相当する灰試料をビーカー[*288]に取り、純水で湿した後、Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL) 5 mL を正確に加える[*289]。

2) 王水を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。

3) 硝酸を加え、3 回程度蒸発乾固する[*290]。

4) 塩酸(1+1)100 mL～300 mL を加えてホットプレート上で 1 時間加熱する[*291]。

5) ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、残留物は温純水で洗浄する。



[*286] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*287] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*288] 使用するビーカーサイズの目安は、灰 10 g～20 g で 1 L ビーカー、灰 30 g で 2 L ビーカー、灰 40 g～50 g で 3 L ビーカーである。

[*289] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は Cs 担体も加える。

[*290] 試料中に有機物(黒又は黒褐色) が残っている場合は、更に硝酸を加え加熱分解する。

[*291] 杉葉、牧草、ホンダワラなどの植物試料や海藻試料は不溶解残さが残る場合が多い。不溶解残さが残る試料は、未溶解の状態の試料と見分けがつきづらい。その場合は、塩酸(1+1)を 100 mL 追加し、再度加熱を行い、残さの減少具合を確認し、不溶解残さであるかを判断するとよい。

6) ろ液と洗液とを合わせ、ビーカー[*292]に移し、ビーカー容量の 7 割まで純水を加える[*293]。

7) 1.1.3(b)に同じ[*294]。

6.1.4 安定 Sr の定量[*295]

(a) ICP-AES

1) 灰試料 1 g をはかりとり、200 mL ビーカーに入れ、純水で湿した後、硝酸 15 mL を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。

2) 硝酸 10 mL を加え、再度蒸発乾固する。

3) 塩酸(1+1)20 mL を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。

4) 塩酸(1+1)30 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。

5) 放冷後、ろ紙(No.5C)を用いてろ過し、ろ液は 100 mL メスフラスコに受ける。

6) 純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。

a) 内標準法

1) 試料溶液 5 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

2) 50 mL メスフラスコ 5 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg/L) 1 mL を正確に加え、次に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Sr 発光強度(測定波長：407.771 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Sr 発光強度/Y 発光強度) を測定する。

4) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より灰試料中の Sr 量C_{st}(灰中%)を求める[*296]。

b) 検量線法

1) 試料溶液 5 mL を 50 mL メスフラスコに正確に分取する。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。

2) 50 mL メスフラスコ 5 個に Sr 標準液(Sr^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5 mL ずつ加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Sr^{2+}：0、0.01、0.05、0.1、0.5 mg/L)とする。

[*292] 使用するビーカーサイズの目安は灰 10 g で 1 L ビーカー、灰 20 g で 2 L ビーカー、灰 30 g 以上で 3 L ビーカーである。

[*293] 精米、茶葉等の Ca 含量が少ない試料には、Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加えた方がよい。

[*294] 加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10 g 当たり 10 g であり、最大 30 g までである。シュウ酸塩沈殿を生成させるときに使用するビーカーサイズの目安は灰 10 g～20 g で 1 L ビーカー、灰 30 g～40 g で 2 L ビーカー、灰 50 g 以上で 3 L ビーカーであり、また、加えるシュウ酸量の目安は魚類、スキムミルクが 30 g、海藻、ドライミルクが 20 g、その他が 10 g である。

[*295] 精米、牛乳等は安定 Sr 含量が非常に少なく、定量する必要はない。

[*296] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(灰中%)＝C_{p}(mg/mL)×50×(100/5)×(1/10^3)×(1/1)×(1/10)となる。

3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：407.771 nm)を測定する。

4) 検量線から測定試料用溶液の Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より灰試料中の Sr 量C_{st}(灰中%)を求める[*296]。

(b) 原子吸光分析法(標準添加法)

1) 灰試料 1 g をはかりとり、200 mL ビーカーに入れ、純水で湿した後、硝酸 15 mL を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。

2) 硝酸 10 mL を加え、再度蒸発乾固する。

3) 塩酸(1+1)20 mL を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。

4) 塩酸(1+1)30 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。

5) 放冷後、ろ紙(No.5C) を用いてろ過し、ろ液は 100 mL メスフラスコに受ける。

6) 純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。

7) 200 mL ビーカーに試料溶液 50 mL を正確に分取し、純水を加えて約 100 mL とする。

8) 約 80 ℃に加熱してシュウ酸 5 g と BCG 溶液 5 mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2 (BCG 溶液、黄→青緑) に調整する。

9) 再度加熱して沈殿を熟成する。

10) 放冷後、ガラスフィルター(1G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、少量のシュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)で洗浄する。

11) 50 mL メスフラスコを置いたろ過鐘にガラスフィルターを移し、沈殿をできるだけ少量の塩酸(1+1)に溶解し、吸引ろ過する。

12) ガラスフィルターを純水で洗浄後、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

13) 溶液を 25 mL メスフラスコ 4 個に 5 mL ずつ正確に分取する[*297]。

14) Sr 標準液(Sr^{2+}：25 mg/L)をそれぞれ 0、1、2、3 mL ずつ正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液(Sr^{2+}：0、1、2、3 mg/L)とする。

15) 4.1.5(b)と同様に原子吸光分析装置を用いて、吸光度を測定して Sr 濃度C_{p}(mg/L)を求め、希釈倍率より灰試料中の Sr 量C_{st}(灰中%)を求める[*298]。

6.1.5 Ca の定量

(a) ICP-AES

1) 灰試料 1 g をはかりとり、200 mL ビーカーに入れ、純水で湿した後、硝酸 15 mL を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。

2) 硝酸 10 mL を加え、再度蒸発乾固する。

3) 塩酸(1+1)20 mL を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。

4) 塩酸(1+1)30 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。

[*297] Sr 濃度が約 1.5 mg/L になるように希釈するのが望ましい。ここに示す分取量は一例である。

[*298] 例えば、ここの希釈倍率では、C_{st}(灰中%)＝C_{p}(mg/L)×25×(50/5)×(100/50)×(1/10^3)×(1/1)×(1/10)となる。

5) 放冷後、ろ紙(No.5C)を用いてろ過し、ろ液は 100 mL メスフラスコに受ける。
6) 純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。

a) 内標準法
1) 50 mL メスフラスコ中の Ca 量が 50 μg 程度になるように水で希釈を繰り返した後、Y 標準液(Y^{3+}：50 mg /L) 1 mL を正確に加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。
2) 50 mL メスフラスコ 6 個に Y 標準液(Y^{3+}：50 mg /L) 1 mL を正確に加え、次に Ca 標準液(Ca^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ 0、0.5、1、5、10、30 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Ca^{2+}：0、0.05、0.1、0.5、1、3 mg/L)とする。
3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の Ca 発光強度(測定波長：393.366 nm)と Y 発光強度(測定波長：371.029 nm)との比(Ca 発光強度/Y 発光強度)を測定する。
4) 検量線から測定試料用溶液の Ca 濃度C_p(mg/L)を求め、希釈倍率より灰試料中の Ca 量W_2(mg)を求める[*299]。
5) 灰中の Ca 量C_{Ca}は次式により計算する。

$$C_{Ca} = \frac{W_2}{W_1} \times \frac{1}{10^3} \times 100$$

C_{Ca} ：灰中の Ca 量(灰中%)
W_1 ：はかりとった灰試料の量(g)
W_2 ：はかりとった灰試料中の Ca 量(mg)[*299]

b) 検量線法
1) 50 mL メスフラスコ中の Ca 量が 50 μg 程度になるように純水で希釈を繰り返した後、純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液とする。
2) 50 mL メスフラスコ 6 個に Ca 標準液(Ca^{2+}：5 mg /L)をそれぞれ 0、0.5、1、5、10、30 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Ca^{2+}：0、0.05、0.1、0.5、1、3 mg/L) とする。
3) ICP-AES を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長：393.366 nm)を測定する。
4) 検量線から測定試料用溶液の Ca 濃度C_p(mg/L) を求め、希釈倍率より灰試料中の Ca 量W_2(mg) を求める[*299]。
5) 灰中の Ca 量C_{Ca}は次式により計算する。

$$C_{Ca} = \frac{W_2}{W_1} \times \frac{1}{10^3} \times 100$$

C_{Ca} ：灰中の Ca 量(灰中%)
W_1 ：はかりとった灰試料の量(g)

[*299] W_2(mg)＝C_p(mg/L)×測定溶液のメスフラスコ容量×(希釈メスフラスコ容量/分取量)

W_2 ：はかりとった灰試料中の Ca 量(mg)*299

(b) 原子吸光分析法

1) 灰試料 1 g をはかりとり、200 mL ビーカーに入れ、純水で湿した後、硝酸 15 mL を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。
2) 硝酸 10 mL を加え、再度蒸発乾固する。
3) 塩酸(1+1)20 mL を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。
4) 塩酸(1+1)30 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。
5) 放冷後、ろ紙(No.5C)を用いてろ過し、ろ液は 100 mL メスフラスコに受ける。
6) 純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。
7) 50 mL メスフラスコ中の Ca 量が 0.05 mg～0.1 mg 程度になるように純水で希釈を繰り返した後、Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)を正確に 5 mL 加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて測定試料用溶液(Ca^{2+}：1 mg/mL～2 mg/mL)とする。
8) 50 mL メスフラスコ 4 個に Sr 担体溶液(Sr^{2+}：10 mg/mL)を 5 mL ずつ正確に取り、次に Ca 標準液(Ca^{2+}：50 mg/L)をそれぞれ 0、1、2、3 mL ずつ正確に加える。純水を標線まで加え、よくかき混ぜて検量線用溶液(Ca^{2+}：0、1、2、3 mg/L)とする。
9) 原子吸光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の吸光度(測定波長：422.7 nm)を測定する。
10) 検量線から測定試料用溶液の Ca 濃度C_p(mg/L)を求め、希釈倍率より試料中の Ca 量W_2(mg)を求める。*299
11) 灰中の Ca 量C_{Ca}を次式により計算する。

$$C_{Ca} = \frac{W_2}{W_1} \times \frac{1}{10^3} \times 100$$

C_{Ca} ：灰中の Ca 量(灰中%)
W_1 ：はかりとった灰試料の量(g)
W_2 ：はかりとった灰試料中の Ca 量(mg)*299

(c) 過マンガン酸カリウム滴定法

1) 灰試料 1 g をはかりとり、200 mL ビーカーに入れ、純水で湿した後、硝酸 15 mL を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。
2) 硝酸 10 mL を加え、再度蒸発乾固する。
3) 塩酸(1+1)20 mL を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。
4) 塩酸(1+1)30 mL を加え、ホットプレート上で加熱する。
5) 放冷後、ろ紙(No.5C)を用いてろ過し、ろ液は 100 mL メスフラスコに受ける。
6) 純水を標線まで加え、よくかき混ぜて試料溶液とする。
7) 試料溶液から、Ca 量 20 mg～40 mg 程度に相当する量を 300 mL ビーカーに分取し、純水を加えて約 200 mL とする。

8) 約 80 ℃に熱してシュウ酸 5 g と BCG 溶液 5 mL とを加え、アンモニア水で pH 4.0～pH 4.2(BCG 溶液、黄→青緑)に調整する。

9) 再度加熱して沈殿を熟成する。

10) 放冷後、ろ紙(No.5C)を用いて沈殿をろ別し、ろ紙及び沈殿は温純水で十分に(10 回程度) 洗浄する。

11) ろ紙ごと沈殿を 300 mL ビーカーに移し、温純水 200 mL 及び硫酸(1+3)30 mL を加えて沈殿を溶解する。

12) 液温を 70 ℃付近に保ちながら過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)で滴定する。かき混ぜても 15 秒程度淡紅色が残る点を終点とする。

13) 終点までに要した過マンガン酸カリウム標準液の量V_1(mL)から、灰中の Ca 量C_{Ca}(灰中%)を次式により計算する。

$$C_{\mathrm{Ca}} = \frac{(V_1 - V_2 - V_3) \times F \times 0.002004}{W_1} \times \frac{100}{V_4} \times 100$$

C_{Ca} ：灰中の Ca 量(灰中%)

W_1 ：はかりとった灰試料の量(g)

V_1 ：分取試料に要した過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)の量(mL)

V_2 ：ブランクに要した過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)の量(mL)

V_3 ：灰試料中に共存する Sr から生成したシュウ酸塩沈殿により消費された過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)の量(mL)[*300]

F ：過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)のファクター[*301]

V_4 ： 7) の分取量(mL)

6.1.6 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ[*302]。

[*300] 6.1.4 の結果(灰試料中の Sr 量C_{st}(灰中%))を用いて次式により計算する。
$V_3 = (W_1 \times C_{\mathrm{st}}/0.4381 \times F) \times (V_4/100)$

[*301] 100 mg～200 mg のシュウ酸ナトリウムを正確にはかりとり(W_3(mg))、過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)で滴定し、これに要した量(mL)からブランクに要した量(mL)を差し引き(V_5(mL))、次式により計算する。$F = W_3/(6.701 \times V_5)$

[*302] 灰試料の場合、試料中の Sr 濃度 (C_{Sr}) の単位は mg/g 灰、供試量 (V) の記号はW_s、単位は g 灰である。

6.2 発煙硝酸法

6.2.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
5) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
6) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ (孔径 0.45 μm)、25 mmφ (孔径 0.45 μm)
7) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
8) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
9) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
10) ろ過鐘
11) ガラスフィルター：1G4
12) 共栓付き三角フラスコ
13) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
14) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
15) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
16) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
17) メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもの

で、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*303]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*304]

2）塩酸(HCl)[*305,*306,*307]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）酢酸(CH_3COOH)[*306,*308]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

4）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)：試薬特級

5）硝酸(HNO_3)[*305,*306,*307]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

6）発煙硝酸(1.52)[*305,*306,*307,*309]：試薬特級、密度 1.52 g/mL

7）発煙硝酸(1.45)[*305,*306,*307]：試薬特級、密度 1.45 g/mL

・調製する場合：純水 1 容に発煙硝酸（1.52）3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える[*310]。流水中で十分冷却後、純水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

8）アンモニア水(NH_3)[*305,*306,*307]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

9）水酸化ナトリウム(NaOH)[*306,*307]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240g を純水に溶解して 1 L とする。

10）イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*305,*306]：ICP 分析用(認証標準物質)

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

[*303] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*304] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*305] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*306] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*307] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

[*308] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*309] 消防法で危険物第六類（酸化性液体）に分類される。人体への接触を避ける、可燃物や金属を近づけない、貯蔵容器は耐酸性のものとし、水分や湿気との接触を避ける等の注意が必要である。

[*310] 発熱が非常に激しいので、冷却しながら少しずつ加え、過熱突沸に十分注意する。

11）過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)[*306]：容量分析用

12）カルシウム標準液(Ca^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Ca 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

13）シュウ酸ナトリウム($(COONa)_2$)[*307]：認証標準物質

・シュウ酸ナトリウムを 100℃で 45 分間～60 分間乾燥し、デシケーター中で放冷後使用する。

14）ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

15）塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*306]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(5 mgFe^{3+}/mL)： 塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

16）硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*311]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr：10 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、24.15 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

17）水酸化バリウム八水和物[*306,*307,*312]($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}:10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

18）炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカーに取り[*313]、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

19）塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*306]：試薬特級

20）クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*306,*307,*314]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

21）酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

[*311] 消防法で危険物第一類（酸化性固体）に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*312] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*313] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*314] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質（がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの）：蒸気又は粉じんの発散源を密閉する設備、局所排気装置を設置する等、空気中への発散の抑制措置をとる必要がある。

22) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*307]：試薬特級
- シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。
- シュウ酸アンモニウム溶液(0.2 w/v%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を純水に溶解して 1 L とする。

23) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級
- 炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

24) 炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級
- 炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

25) エタノール(C_2H_5OH)[*306,*308]：試薬特級

26) pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

27) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0
- フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

28) ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

6.2.2 分析操作

1) 6.1.3 1)～6)に同じ。

2) 1.2.3(b)に同じ[*315]。

6.2.3 安定 Sr の定量[*316]

6.1.4 に同じ。

6.2.4 Ca の定量

6.1.5 に同じ。

[*315] 加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10 g 当たり 10 g であり、最大 30 g までである。また、シュウ酸塩沈殿を生成させるときに使用するビーカーサイズの目安は灰 10 g～20 g で 1 L ビーカー、灰 30 g～40 g で 2 L ビーカー、灰 50 g 以上で 3 L ビーカーであり、加えるシュウ酸量の目安は魚類、スキムミルクが 30 g、海藻、ドライミルクが 20 g、その他が 10 g である。

[*316] 精米、牛乳等は安定 Sr 含量が非常に少なく、定量する必要はない。

6.2.5 回収されたSrの定量

3.1.5に同じ[*317]。

[*317] 灰試料の場合、試料中のSr濃度（C_{st}）の単位はmg/g灰、供試量（V）の記号はW_s、単位はg灰である。

6.3 シュウ酸塩法

6.3.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に調整可能なもの。サンドバスタイプでもよい。
3) 遠心分離機：相対遠心加速度 2000×g 以上で 10 分間使用可能なもの
4) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
5) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) ICP-AES
8) 原子吸光分析装置

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) 蒸発皿
3) ビーカー：100 mL、200 mL、500 mL、1 L、2 L、3 L、5 L
4) 時計皿：75 mmφ、105 mmφ、120 mmφ
5) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：11 cmφ、9 cmφ、18.5 cmφ、24 mmφ
   - メンブレンフィルター：11 cmφ（孔径 0.45 μm)、25 mmφ（孔径 0.45 μm)
6) 漏斗：65 mmφ×8×150 mm
7) ブフナー漏斗：90 mmφ、110 mmφ
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) ガラスフィルター：25G4
10) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
11) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。
13) ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照
14) メスフラスコ：25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*318]。

[*318] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

1) 純水：イオン交換等により精製された水[*319]

2) 塩酸(HCl)[*320,*321,*322]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+3)：純水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+11)：純水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3) 過酸化水素(H_2O_2)[*321,*322]：試薬特級

4) 酢酸(CH_3COOH)[*321,*323]：試薬特級

・酢酸(7+13)：純水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

5) シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)[*321,*322]：試薬特級

6) 硝酸(HNO_3)[*320,*321,*322]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

7) アンモニア水(NH_3)[*320,*321,*322]：試薬特級、質量分率 28.0 %～30.0 %

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

8) 水酸化ナトリウム(NaOH)[*321,*322]：試薬特級

・水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%)：水酸化ナトリウム 240 g を純水に溶解して 1 L とする。

9) イットリウム標準液(Y^{3+}：1000 mg/L)[*320,*321]：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Y 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

10) 過マンガン酸カリウム標準液(3.16 g/L)[*321]：容量分析用

11) カルシウム標準液(Ca^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Ca 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

12) シュウ酸ナトリウム($(COONa)_2$)[*322]：認証標準物質

・シュウ酸ナトリウムを 100 ℃で 45 分間～60 分間乾燥し、デシケーター中で放冷後使用する。

13) ストロンチウム標準液(Sr^{2+}：1000 mg/L)：JCSS グレード

[*319] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*320] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*321] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*322] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐための措置を講じる必要がある。

[*323] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

・使用に際しては、必要とする濃度に上記 Sr 標準液の市販品を純水で正確に希釈する。

14) 酸化イットリウム(Y_2O_3) [*321]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

15) 酸化ランタン(La_2O_3)：質量分率 99.99 %以上

・La 担体溶液(La^{3+}：10 mg/mL)：酸化ランタン 11.728 g を塩酸 10 mL に溶解し、1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

16) 硝酸ストロンチウム($Sr(NO_3)_2$)[*324]：試薬特級

・Sr 担体溶液(Sr^{2+}：100 mg/mL)：硝酸ストロンチウムを 300 ℃で 2 時間～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、241.5 g を 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

17) 水酸化バリウム八水和物 ($Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$)[*321,*322,*325]：試薬特級

・Ba 担体溶液(Ba^{2+}：10 mg/mL)：水酸化バリウム八水和物 5.7 g を 300 mL ビーカーに取り、純水 200 mL を加え、塩酸(1+1)を少しずつ加えて pH 約 4 として完全に溶解し、純水を加えて 250 mL とする。

18) 炭酸カルシウム($CaCO_3$)：試薬特級

・Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)：炭酸カルシウム 125 g を 1 L ビーカー[*326]に取り、純水 500 mL を加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、純水を加えて 1 L とする。

19) 塩化鉄(Ⅲ)六水和物($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)[*321]：試薬特級

・塩化鉄(Ⅲ)溶液(Fe^{3+}：5 mg/mL)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物 6.0 g を 500 mL ビーカーに取り、塩酸(1+1)5 mL 及び純水に溶解して 250 mL とする。

20) クロム酸カリウム(K_2CrO_4)[*321,*322,*327]：試薬特級

・クロム酸カリウム溶液(30 w/v%)：クロム酸カリウム 30 g を純水に溶解して 100 mL とする。

21) 酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)：試薬特級

・酢酸アンモニウム溶液(46 w/v%)：酢酸アンモニウム 46 g を純水に溶解して 100 mL とする。

・酢酸アンモニウム溶液(0.6 w/v%)：酢酸アンモニウム 6 g を純水に溶解して 1 L とする。

22) シュウ酸アンモニウム一水和物($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$)[*322]：試薬特級

・シュウ酸アンモニウム溶液 (飽和)：シュウ酸アンモニウム一水和物 30 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解のシュウ酸アンモニウ

[*324] 消防法で危険物第一類 (酸化性固体) に分類される。強酸とは接触させない、可燃物との貯蔵を避ける、加熱・衝撃・摩擦を避ける等の注意が必要である。

[*325] 放射性物質を含んでいることがあるので、使用する前に試薬ブランクテストをして分析に支障がある濃度か否かを確かめる必要がある。

[*326] 塩酸での溶解時に激しく発泡する。メスフラスコでは栓が吹き飛ぶ危険があるので、ビーカーでの調製が望ましい。

[*327] 特定化学物質障害予防規則の第二類物質 (がん等の慢性障害を引き起こす物質のうち、第一類物質に該当しないもの)：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

ムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体のシュウ酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

・シュウ酸アンモニウム溶液（0.2 w/v%）：シュウ酸アンモニウム一水和物 2 g を水に溶解して 1 L とする。

23）硝酸ランタン六水和物($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)[*324]：質量分率 95.0 %以上

・硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)：硝酸ランタン六水和物 2.66 g を純水に溶解して 1 L とする。

24）炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(1 w/v%)：炭酸アンモニウム 1 g を純水に溶解して 100 mL とする。

25）炭酸ナトリウム(Na_2CO_3)：試薬特級

・炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム 110 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸ナトリウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸ナトリウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

26）pH 試験紙：測定範囲 pH 1.0～pH 11.0

27）ブロモクレゾールグリーン(BCG)溶液(0.04 w/v%)：pH 試験用

6.3.2 分析操作

1）生質量 1 kgに相当する灰試料をビーカー[*328]に取り、純水で湿した後、Sr 担体溶液(Sr：100 mg/mL)を正確に 10 mL 加える[*329]。

2）王水を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。

3）硝酸を加え、再度蒸発乾固する[*330]。

4）塩酸(1+1)100 mL～300 mL を加えてホットプレート上で 1 時間加熱する。

5）ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)とを用いて吸引ろ過し、残留物は温純水で洗浄する。

6）ろ液と洗液とを合わせ、ビーカー[*331]に移し、ビーカー容量の 7 割まで純水を加える[*332]。

7）1.3.3 以降の分析操作を実施する[*333]。

[*328] 使用するビーカーサイズの目安は、灰 10 g～20 g で 1 L ビーカー、灰 30 g で 2 L ビーカー、灰 40 g～50 g で 3 L ビーカーである。

[*329] 放射性 Cs を放射化学分析によって同時に分析する場合は Cs 担体も加える。

[*330] 試料中に有機物(黒又は黒褐色）が残っている場合は、更に硝酸を加え加熱分解する。

[*331] 使用するビーカーサイズの目安は灰 10 g で 1 L ビーカー、灰 20 g で 2 L ビーカー、灰 30 g 以上で 3 L ビーカーである。

[*332] 精米、茶葉等の Ca 含量が少ない試料には、Ca 担体溶液(Ca^{2+}：50 mg/mL)5 mL を加えた方がよい。

[*333] 加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10 g 当たり 10 g であり、最大 30 g までである。また、シュウ酸塩沈殿を生成させるときに使用するビーカーサイズの目安は灰 10 g～20 g で 1 L ビーカー、灰 30 g～40 g で 2 L ビーカー、灰 50 g 以上で 3 L ビーカーであり、加えるシュウ酸量の目安は魚類、スキムミルクが 30 g、海藻、ドライミルクが 20 g、その他が 10 g である。なお、Ca 含量の多い試料（約 3 g 以上）は、海水試料の分析操作　5.3.2 2）～34）を適用するとよい。

6.3.3 安定 Sr の定量

6.1.4 に同じ。

6.3.4 Ca の定量

6.1.5 に同じ。

6.3.5 回収された Sr の定量

3.1.5 に同じ[*334]。ただし、シュウ酸塩法では Ca を除去しないため、重量法では定量できないことに注意する。また、添加する Sr 担体量が他の方法より多いため、分取量、希釈倍率、検量線溶液の濃度にも注意が必要である。さらに、(c) 原子吸光分析法 を行う場合は、硝酸ランタン溶液(0.2 w/v%)を添加する必要がある。

[*334] 灰試料の場合、試料中の Sr 濃度（C_{Sr}）の単位は mg/g 灰、供試量（V）の記号はW、単位は g 灰である。

第 7 章　測定

LBC を用いる場合、^{90}Sr はこれと放射平衡にある子孫核種の ^{90}Y とを分離して ^{90}Y の放射能を測定することによって定量する。^{89}Sr は炭酸ストロンチウムの放射能を測定した後、その炭酸ストロンチウムから ^{90}Y を分離して ^{90}Y の放射能を測定し、得られた ^{90}Sr から(^{90}Sr＋^{90}Y)の計数値を算出し、炭酸ストロンチウムの計数値から(^{90}Sr＋^{90}Y)の計数値を差し引くことにより定量する。LSC を用いる場合、^{89}Sr はスカベンジング後速やかに測定することによって定量する。^{90}Sr は ^{90}Y 成長後に測定し、得られた計数値から ^{89}Sr の計数値を差し引くことにより定量する。

7.1 装置・器具・試薬

(1) 装置

1) 純水製造装置
2) ホットプレート：80 ℃～250 ℃程度に設定可能なこと。サンドバスタイプでもよい。
3) ウォーターバス
4) pH 計
5) 赤外線ランプ
6) アスピレーター：実効排気速度 12 L/分～15 L/分程度、到達圧力 6.6×10^3 Pa 程度
7) 電気炉：450 ℃～600 ℃、昇温時間 3 時間、保持時間 3 時間～48 時間を設定可能なもの
8) 電気乾燥器：室温～120 ℃程度まで温度指定が可能なもの
9) LBC
10) LSC

(2) 器具

1) ホールピペット(又はマイクロピペット)：5 mL、10 mL
2) メスシリンダー(又は分注器)
3) 蒸発皿
4) ビーカー：100 mL
5) 時計皿：75 mmφ
6) ろ紙
   - No.5A：11 cmφ
   - No.5C：24 mmφ
7) 漏斗：65 mmφ×8 mm×150 mm
8) 吸引瓶：硬質ガラス製、1 L
9) 分離型フィルター：ガラス製、後述図 7.1 参照
10) 試料皿：1 インチ φ×6.2 mm ステンレス製
11) でんぷん糊
12) デシケーター：真空タイプが望ましい。乾燥剤を置くタイプでもよい。

13）ろ紙ばさみ：後述図 7.3 参照

14）メスフラスコ：100 mL、1 L

(3) 試薬

日本産業規格（JIS）の試薬を用い、規格に規定されていないものについては、できるだけ純度の高いものを用いる。本文中の質量及び容量の数字は、単に調製の割合を例示したもので、調製に当たっては必要に応じて適宜増減する。また、体積 a の試薬と体積 b の水とを混合した調製試薬は試薬名（a+b）と記載する[*335]。

1）純水：イオン交換等により精製された水[*336]

2）塩酸(HCl)[*337,*338,*339]：試薬特級

・塩酸(1+1)：純水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

・塩酸(1+5)：純水 5 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

3）シュウ酸二水和物($H_2C_2O_4$･$2H_2O$)[*338,*339]：試薬特級

4）硝酸(HNO_3)[*337,*338,*339]：試薬特級、質量分率 60 %～61 %

・硝酸(1+1)：純水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

・王水：塩酸 3 容に硝酸 1 容を加えて混合する。使用直前に調製する。

5）アンモニア水(NH_3)[*337,*338,*339]：試薬特級

・アンモニア水(1+1)：純水 1 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+100)：純水 100 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

・アンモニア水(1+500)：純水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

6）酸化イットリウム(Y_2O_3)[*338]：質量分率 99.99 %以上

・Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 100 mL メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

・Y 担体溶液(Y^{3+}：1 mg/mL)：酸化イットリウム 1.270 g を硝酸(1+1)50 mL に加熱しながら溶解し、放冷後 1 L メスフラスコに移し、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

[*335] JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」では、「水との混合比で表す事ができる試薬」に記載の純度、モル濃度及び密度の試薬にのみ適用できるとされている。

[*336] 分析に使用する水は全て純水とする。ICP-AES や原子吸光分析装置による元素の定量分析には JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」及び JIS K 0121：2006 「原子吸光分析通則」に記載されているとおり、JIS K 0557 に規定する A3 又は A4 の純水（比抵抗率 1 MΩ･cm 以上等）を用いる。また、より高純度の水（超純水：比抵抗率 18.2 MΩ･cm 以上）を用いるとなおよい。

[*337] 特定化学物質障害予防規則の第三類物質（大量漏えいにより急性中毒を引き起こす物質）：局所排気装置を設置する等、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*338] 労働安全衛生法の有害物表示対象物質（作業者に危険や健康障害を生ずるおそれのあるもの）：ラベル表示や安全データシート交付、リスクアセスメント（リスクの低減対策等）が義務付けられており、これらについて作業者に周知及び教育を行う必要がある。

[*339] 毒物及び劇物取締法の対象物質（急性毒性による健康被害が発生するおそれが高いもの）：貯蔵及び陳列場所には「医薬用外毒物」「医薬用外劇物」の表示をし、盗難・紛失・漏えい等を防ぐために必要な措置を講じる必要がある。

7) ^{90}Sr 標準液[*340]

8) ^{89}Sr 標準液[*340]

9) 電解鉄粉：質量分率 95.0 %以上、粒度（150 μm 通過分）95 %以上

・塩化鉄(Ⅲ)-Y 混合担体溶液((Fe^{3+}：1 mg+Y^{3+}：10 μg)/mL)：電解鉄紛を正確に 1.000 g 取り、王水に溶解し、放冷後、1 L メスフラスコに移した後、Y 担体溶液(Y^{3+}：10 mg/mL)を正確に 1 mL 加え、純水を標線まで加え、よくかき混ぜる。

10) 塩化アンモニウム(NH_4Cl)[*338]：試薬特級

11) 炭酸アンモニウム($(NH_4)_2CO_3$)：試薬特級

・炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200 g と純水 250 mL とを密閉度の高い容器に入れ、十分振り混ぜて静置する。未溶解の炭酸アンモニウムが沈降した後の上澄み液を使用する。使用後、純水を補充して振り混ぜておけば、容器の底に固体の炭酸アンモニウムが残っている限り飽和溶液として使用できる。

12) エタノール(C_2H_5OH)[*338,*341]：試薬特級

13) コロジオン[*338,*341,*342]：試薬１級、ニトロセルロース（ピロキシリン）5.0 %～5.5 %

・コロジオン-エタノール溶液：エタノール 20 容にコロジオン 1 容を加えて混合する。

14) フェノールフタレイン：試薬特級、変色範囲：pH 7.8～pH 10.0

・フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5 g を 500 mL ビーカーに取り、エタノール 250 mL に溶解し、純水を加えて 500 mL にする。

7.2 ^{90}Y の分離（ミルキング）

各章の分析操作に従って回収率を求めた炭酸ストロンチウムの沈殿又は Sr を含む溶液から、それぞれ水酸化鉄(Ⅲ)共沈法又はシュウ酸イットリウム沈殿法により ^{90}Y を分離する。

炭酸ストロンチウムの沈殿[*343]は塩酸(1+1)に溶解し、100 mL ビーカーに移し、純水を加えて液量を約 50 mL とする。

Sr を含む溶液は、100 mL ビーカーに移し、液量が約 30 mL～40 mL になるまでホットプレートで濃縮する。

[*340] 放射性同位元素等の規制に関する法律が適用される。使用の許可及び届出、販売及び賃貸の業の届出並びに廃棄の業の許可対象物質となる。令和 2 年 3 月 18 日に原子力規制委員会告示第六号により、【放射線を放出する同位元素の数量等を定める件】に、核種ごとの下限数量(告示数量)が記載されている。使用施設が核種ごとの割合(保有 Bq/告示 Bq)を、保有している全ての核種で計算し、足し合わせた総和が「1」を超えないようにする必要がある。また、平成 17 年 6 月に「放射性同位元素等の規制に関する法律施行令」で核種ごとに下限数量の考え方が導入、下限数量以下であれば、管理区域外での使用が認められる。実際に応用する際、公益社団法人日本アイソトープ協会より公表した「下限数量以下での非密封 RI の使用に関する安全取扱マニュアル」を参照すること。(https://www.jrias.or.jp/report/cat1/308.html)

[*341] 消防法で危険物第四類（引火性液体）に分類される。火気厳禁、引火点より低い温度で保管及び使用する、第一類及び第五類危険物を近づけない、静電気の発生に気を付ける、小分けする場合は容器の容量いっぱいまで入れない（熱膨張による容器破損のおそれあり）等の注意が必要である。

[*342] 有機溶剤中毒予防規則の第二種有機溶剤：作業場所に有機溶剤の蒸気の発散源を密閉する設備、局所排気装置等を設置し、ばく露される濃度の低減措置をとる必要がある。

[*343] ^{89}Sr も定量するときには、7.4.2 に従う。

7.2.1 水酸化鉄(Ⅲ)共沈法

1) 試料溶液に塩化鉄(Ⅲ)-Y 混合担体溶液((Fe^{3+}：1 mg+Y^{3+}：10 μg)/mL)5 mL を正確に加える。
2) 塩化アンモニウム 1 g 及びフェノールフタレイン溶液 0.5 mL を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。
3) 溶液が赤を呈するまでアンモニア水[*344]を少しずつ加え、水酸化鉄(Ⅲ)を沈殿させる。
4) アンモニア水 1 mL を加え、加熱し、沈殿を熟成する。
5) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し(このときの日時を「ミルキング日時」として記録する)、沈殿を温アンモニア水(1+500)で洗浄する。
6) ろ液と洗液とを合わせ塩酸で酸性にして保存する[*345]。
7) 5)でろ過の終わったビーカーを漏斗下におき、沈殿を温塩酸(1+5)に完全に溶解し、ろ紙上に黄の鉄(Ⅲ)イオンが認められなくなるまで温塩酸(1+5)で洗浄する。さらに温純水 40 mL で洗浄する。
8) 再び 2)～7)を繰り返し、更に、操作 2)～4)を行う。

7.2.2 シュウ酸イットリウム沈殿法

1) 試料溶液に Y 担体溶液(Y^{3+}：1 mg/mL)10 mL を正確に加え、塩化アンモニウム 10 g を加える。
2) 加熱して二酸化炭素を追い出し、アンモニア水を少しずつ加え、pH 約 8 として水酸化イットリウムを沈殿させる[*344]。さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
3) ろ紙(No.5A)を用いてすみやかにろ過し(このときの日時を「ミルキング日時」として記録する)、沈殿を温アンモニア水(1+500)で洗浄する。
4) ろ液と洗液とを合わせ、塩酸で酸性にして保存する[*345]。
5) 3)でろ過の終わったビーカーを漏斗下におき、沈殿を少量の塩酸(1+1)で完全に溶解し、ろ紙を温純水 50 mL で洗浄する。
6) 5)の試料溶液に、塩化アンモニウム 1 g を加え、再び操作 2)～5)を繰り返す。
7) 試料溶液をウォーターバス上で加温し、シュウ酸二水和物 2 g を加える。
8) アンモニア水(1+1)を加え pH 計を用いて pH 1.5 に調整し、シュウ酸イットリウムを沈殿させる。
9) ウォーターバス上で約 10 分加温した後、室温で約 20 分間放置する。
10) 7.3 に従って沈殿を吸引ろ別しマウントする。沈殿は純水とエタノールとで洗浄する。
11) 放射能測定の後、沈殿をろ紙ごと磁製るつぼに入れ 800 ℃で約 30 分間強熱する。
12) 酸化イットリウム(Y_2O_3)として秤量し[*346]、Y 担体の回収率を求める。

[*344] アンモニア水に二酸化炭素が含まれていると、Sr が炭酸塩として沈殿し、水酸化鉄沈殿とともにろ別されてしまうため、二酸化炭素がほとんど含まれていない未開封のアンモニア水を使用する。
[*345] 2 週間以上放置すると、再度ミルキングを行うことができる。
[*346] Y の原子量/酸化イットリウムの式量＝0.787。

7.3 放射能測定試料のマウント法

本測定法における測定試料の化学形は、水酸化鉄(Ⅲ)、シュウ酸イットリウム、炭酸ストロンチウムの 3 種類である。これらの沈殿の分離には、通常、図 7.1 に示すような分離型フィルターを用い、ろ紙上に沈殿をマウントして放射能測定試料とする。

1) ろ過板の上にろ紙(No.5C)をのせ、ろ過筒ではさみ固定した後、沈殿を吸引ろ別する。
2) ろ過筒の側壁についた沈殿をアンモニア水(1+100)又はエタノールで洗い落す。
3) 水酸化鉄(Ⅲ)の場合は、試料皿(ステンレス鋼製等)にろ紙ごとのり付けし、赤外線ランプで乾燥した後、コロジオン-エタノール溶液(1:20 容積比)を 2、3 滴加え、再び乾燥する(図 7.2 参照)
4) シュウ酸イットリウム、炭酸ストロンチウムの場合は、沈殿を 110 ℃で乾燥した後、ろ紙ばさみ(プラスチック製)を用い、ろ紙ごと沈殿を固定する(図 7.3 参照)。

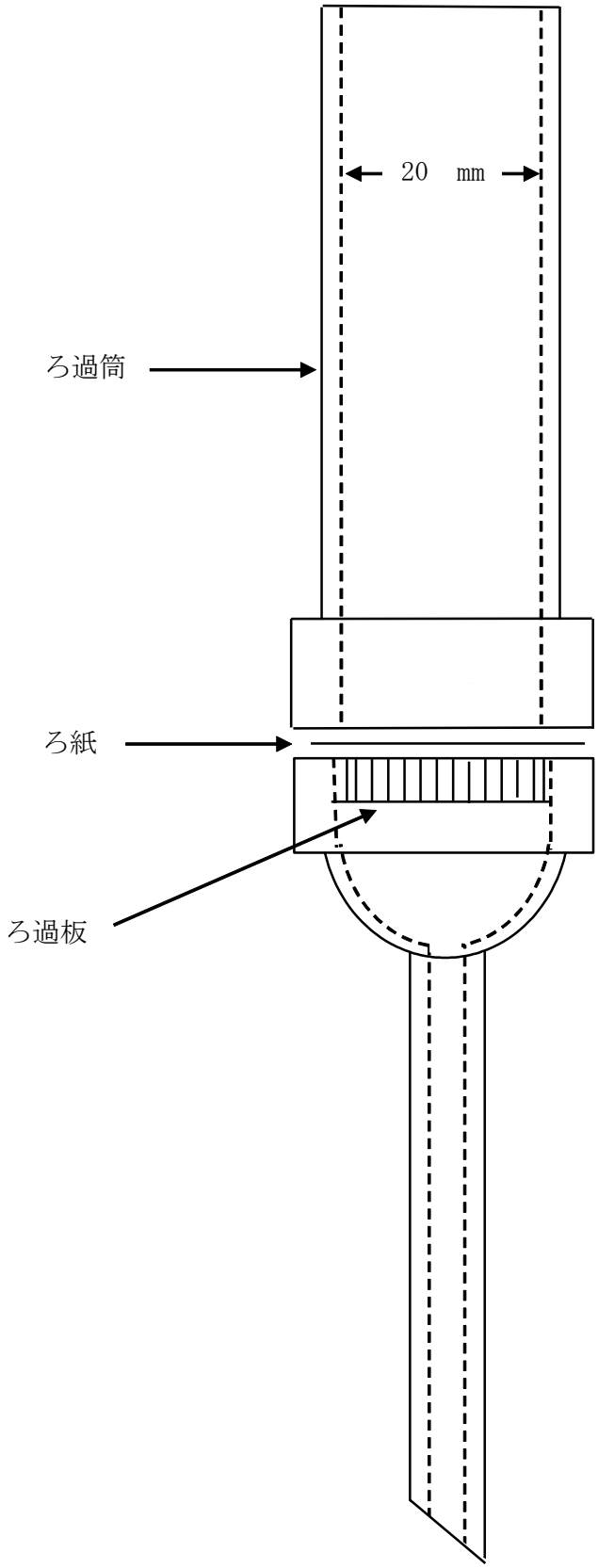


図 7.1　分離型フィルター(例)

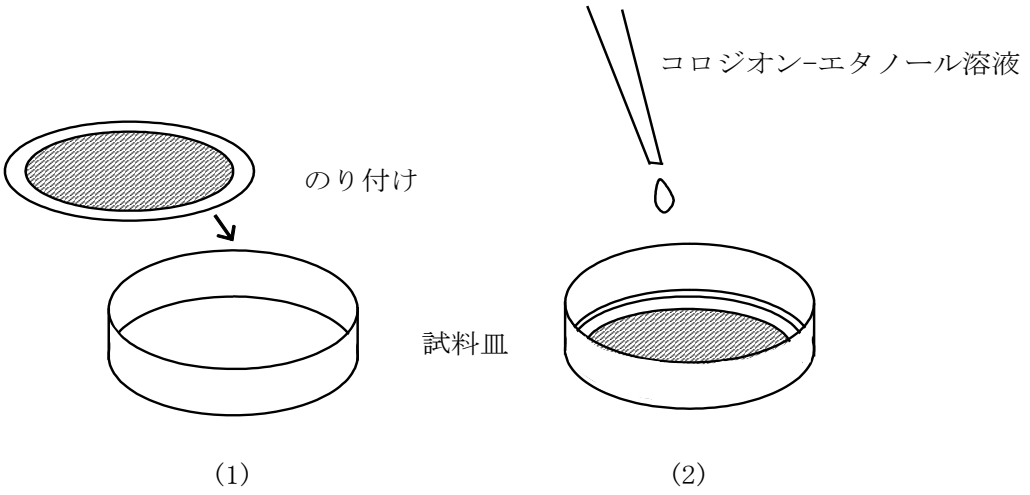


図 7.2　試料皿による方法

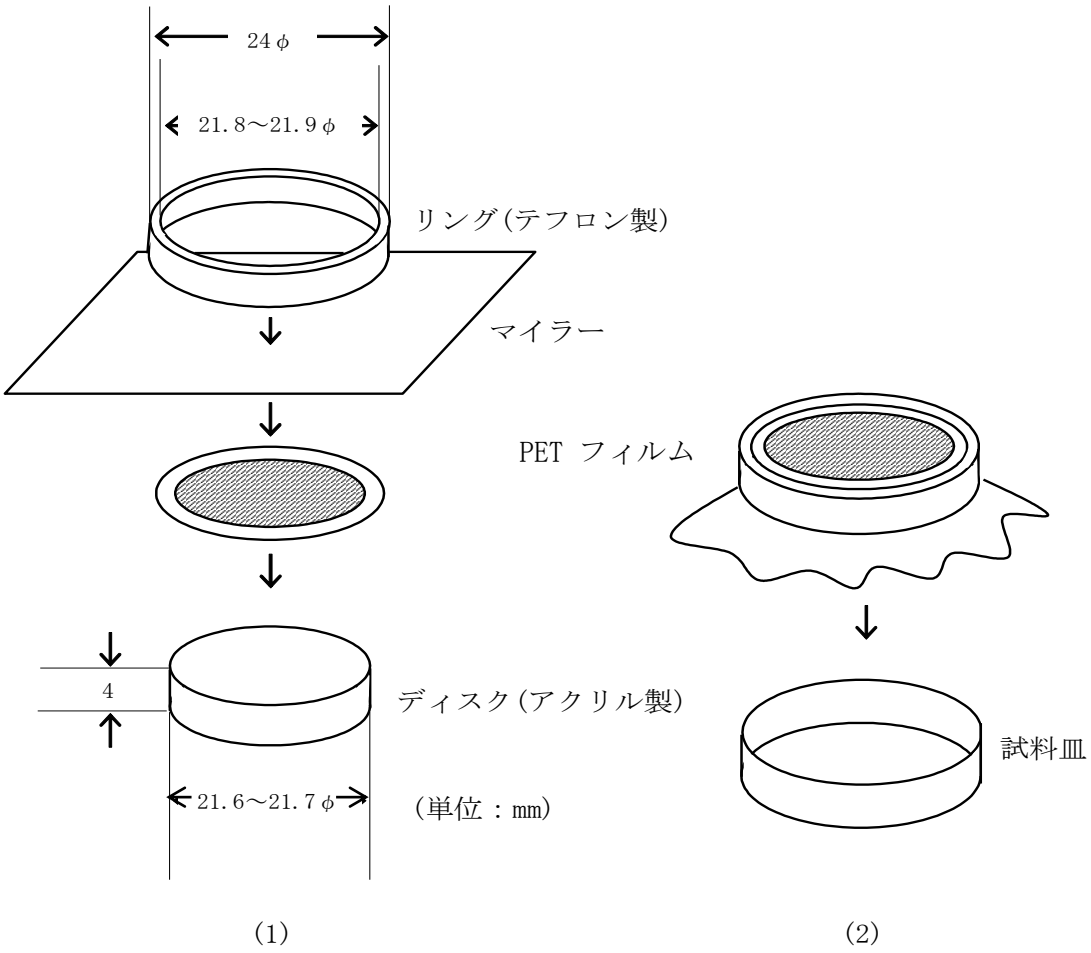


図 7.3 ろ紙ばさみによる方法

7.4 LBC を用いた放射能測定の手順

以下の順序で測定する。

1) 使用装置の形式、名称、測定試料の形等を記録する。
2) 適当なチェック用β線源(137Cs 等の密封線源)[*347]を用い、装置の動作が正常か否かを確かめる。
3) バックグラウンドをt_{b1}分間測定する。
4) 測定試料をt_s分間測定する。
5) 一連の測定の後、再びバックグラウンドをt_{b2}分間測定する。
   本操作の計数値と 3)の計数値との和をバックグラウンドの計数値(N_b)とする。また、t_{b1}とt_{b2}との和をバックグラウンドの測定時間(t_b)とする。
6) 測定試料の計数率からバックグラウンドの計数率を差し引き、正味の計数率r_1(cpm)及び計数誤差σ_{r1}を次式により求める。

$$r_1 \pm \sigma_{r1} = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b}\right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2}}$$

N_s ：測定試料の計数値
t_s ：測定試料の測定時間(分)
N_b ：バックグラウンドの計数値
t_b ：バックグラウンドの測定時間(分)

7.4.1 ^{90}Sr の定量法

7.4.1.1 ^{90}Y の計数効率の決定

^{90}Sr 標準液の一定量を 100 mL ビーカー数個に取り、7.2.1 水酸化鉄(Ⅲ)共沈法又は 7.2.2 シュウ酸イットリウム沈殿法により ^{90}Y を分離し、放射能を測定する。分取した ^{90}Sr の量(Bq)で ^{90}Y の計数率(cps)を除して計数効率ε(%)を求める（表 7.1)。このときの値は、数個の計数効率の平均値をとる[*348]。

表 7.1　水酸化鉄(Ⅲ)共沈法における ^{90}Y の計数効率ε
(検出器径 1 インチφ、薄窓付き検出器の例)

No.	計数効率ε (%)
1	27.049
2	27.237
3	26.711
平均効率	26.999

[*347] 一定のカウントを継続的に確認することが目的であり、β線源の形状や放射性核種の種類には拘らない。何を使うかではなく、同じβ線源で評価する事が重要である。
[*348] シュウ酸イットリウム沈殿法においては、Y 担体の量を変えて、数点(例えば Y^{+3}：6、8、10 mg)とる。

7.4.1.2 ^{90}Y 試料の測定

1) 7.2.1 水酸化鉄(Ⅲ)共沈法又は 7.2.2 シュウ酸イットリウム沈殿法で得られる測定試料の ^{90}Y を、7.4 に従って測定[*349] し、その計数率を$r_1 \pm \sigma_{r1}$(cpm)とする。

2) ^{90}Y の分離操作を行った日時(ミルキング日時)から、その試料の測定開始日時までの時間t_1(時間)を記録する。

3) t_1からスカベンジング時における ^{90}Y の計数率$r_n \pm \sigma_{r_n}$(cpm)を次式により計算する[*349]。

$$r_n \pm \sigma_{r_n} = \frac{r_1 \pm \sigma_{r_1}}{e^{-\lambda_2 \times t_1}} \times \frac{1}{(1 - e^{-\lambda_2 \times t_2})} \times \frac{100}{Y_Y}$$

Y_Y : Y 担体の回収率(%)[*350]

t_1 : ミルキング日時から測定開始日時までの時間(時間)

t_2 : スカベンジング日時からミルキング日時までの時間(時間)

λ_2 : ^{90}Y の壊変定数[*351]

7.4.1.3 試料中の ^{90}Sr 放射能計算

試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$(Bq)を次式により計算する。

$$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}} = (r_n \pm \sigma_{r_n}) \times \frac{100}{\varepsilon} \times \frac{1}{60} \times \frac{100}{Y_{Sr}}$$

$r_n \pm \sigma_{r_n}$: スカベンジング時における ^{90}Y の計数率(cpm)

ε : ^{90}Y の計数効率(%)

Y_{Sr} : Sr の回収率(%)

7.4.1.4 試料種別放射能濃度計算

(1) 降下物試料の場合

・1 km^2 当たりの降下物中の ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = (B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}) \times \frac{10^6}{S} \times \frac{1}{10^6}$$

A : 1 km^2 当たりの ^{90}Sr 放射能(MBq/km^2)

S : 受水面積(m^2)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$: 試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

(2) 大気浮遊じん試料の場合

・大気 1 m^3 当たりの大気浮遊じん中の ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = (B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}) \times \frac{1}{V_s} \times 10^3$$

A : 1 m^3 当たりの ^{90}Sr 放射能(mBq/m^3)

[*349] 測定試料の放射能が ^{90}Y の半減期 64.05 時間に従って減衰するかどうかを確かめるため、1 日 1 回の割合で 3、4 回測定を行う。^{90}Sr の除去が不完全で、半減期 64.05 時間に従わない場合は、ミルキングをやり直す。なお、実際の環境試料においては、計数誤差を考慮して評価する必要がある。

[*350] 7.4.1.1 水酸化鉄(Ⅲ)共沈法では ^{90}Y の回収率を 100 %として計算する。

[*351] λ_2=0.693/T_{90Y}、0.693 は 2 の自然対数 ln2 における近似値、T_{90Y}は ^{90}Y の半減期を表す。半減期の単位はt_1、t_2とそろえる。

V_s ：吸引量(m³)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

(3) 陸水試料の場合

・陸水試料 1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{1}{V_s} \times 10^3$$

A ：1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能(mBq/L)

V_s ：供試量(L)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・陸水試料 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{1}{W_s} \times 10^3$$

A ：1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能(mBq/kg)

W_s ：供試量(kg)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

(4) 海水試料の場合

・海水試料 1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{1}{V_s} \times 10^3$$

A ：1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能(mBq/L)

V_s ：供試量(L)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・海水試料 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{1}{W_s} \times 10^3$$

A ：1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能(mBq/kg)

W_s ：供試量(kg)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

(5) 土壌・海底土試料の場合

・乾燥細土 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{10^3}{W_s}$$

A ：乾燥細土 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能(Bq/kg)

W_s ：供試量(g)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・1 km^2 当たりの土壌中の ^{90}Sr 放射能[*352]を次式により計算する。

$$A' \pm \sigma_{A'} = (A \pm \sigma A) \times \frac{R}{100} \times W_f \times \frac{10^{10}}{S} \times \frac{1}{10^6}$$

A' ：1 km^2 当たりの ^{90}Sr 放射能(MBq/km^2)

A ：乾燥細土 1kg 当たりの ^{90}Sr 放射能(Bq/kg)

R ：乾燥率(%)[*353]

W_f ：採取土壌全質量(kg)

S ：採取面積(cm^2)

(6) 灰試料の場合

・生質量 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{R}{100} \times \frac{10^3}{W_s}$$

A ：生 1 kg 当たりの ^{90}Sr 放射能(Bq/kg 生)

R ：灰分(%)

W_s ：供試量(g)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・液状食品（牛乳等）の単位体積に含まれる放射性物質の濃度をモニタリングする場合は、1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{C}{W_s}$$

A ：1 L 当たりの ^{90}Sr 放射能(Bq/L)

C ：灰分(g/L)

W_s ：供試量(g)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・単一の試料ではなく、日常食に含まれる放射性物質の濃度をモニタリングする場合は、日常食 1 人 1 日当たりの ^{90}Sr 放射能の摂取量を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{C}{W_s}$$

A ：1 人 1 日当たりの ^{90}Sr 放射能の摂取量(Bq/人・日)

C ：日常食 1 人 1 日当たりの灰の量(g/人・日)

W_s ：供試量(g)

$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$ ：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

・Ca に対する放射性物質の相対含有量をモニタリングする場合は、Sr 単位を次式により計算する。

$$SU \pm \sigma_{SU} = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times \frac{100}{W_s \times R_{Ca}}$$

[*352] 採取した深さの土壌 1 km^2 当たりの ^{90}Sr 放射能を求め、土壌 1 km^2 当たりの蓄積量とする。海底土等には適用しない。

[*353] 採取土壌を 105 ℃～110 ℃で乾燥して求めた乾燥質量から得る。R＝(乾燥質量(g)/採取土壌質量(g))×100

SU　：Sr 単位

W_s　：供試量(g)

R_{Ca}　：灰中の Ca 量(灰中%)

$B_{90} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90}}$　：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)

7.4.1.5 試料採取日(減衰補正基準日)への減衰補正

試料採取日(減衰補正基準日)当たりの ^{90}Sr 放射能濃度を求める場合は、$B_{90\mathrm{ref}} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90\mathrm{ref}}}$ (Bq)を次式により計算する。

7.4.1.3 で$B_{90} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90}}$を求めた後、又は 7.4.1.4 で$A \pm \sigma_{\mathrm{A}}$又は$A' \pm \sigma_{\mathrm{A}'}$を求めた後の、どちらで行ってもよい。

$$B_{90\mathrm{ref}} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90\mathrm{ref}}} = \frac{B_{90} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90}}}{e^{-\lambda_1 \times t_3}}$$

t_3　：スカベンジング日時から試料採取日(減衰補正基準日)までの時間
(時間の単位を半減期とそろえる)

$B_{90} \pm \sigma_{\mathrm{B}_{90}}$　：試料中に含まれる ^{90}Sr 放射能(Bq)
又は$A \pm \sigma_{\mathrm{A}}$、$A' \pm \sigma_{\mathrm{A}'}$

λ_1　：^{90}Sr の壊変定数[*354]

[*354] $\lambda_1 = 0.693/T_{90\mathrm{Sr}}$、0.693 は 2 の自然対数 ln2 における近似値、$T_{90\mathrm{Sr}}$は ^{90}Sr の半減期を表す。半減期の単位はt_3とそろえる。

7.4.2 ^{89}Sr の定量法

7.4.2.1 (^{90}Sr＋^{90}Y)の計数効率の決定

1) 100 mL ビーカー8 個に ^{90}Sr 標準液の一定量を取る。
2) Sr 担体溶液(Sr^{2+}：5 mg/mL) をそれぞれ 3、5、7、9、11、13、16、20 mL ずつ正確に加える。
3) 純水を加えて液量を約 50 mL とした後、アンモニア水(1+1) を加え pH 約 9 とする。
4) 炭酸アンモニウム溶液(飽和)5 mL を加え、炭酸ストロンチウムを沈殿させる。
5) さらに、ホットプレート上で約 5 分間加熱し、沈殿を熟成した後、室温で放冷する。
6) 実際の試料に用いるものと同径の分離型フィルター(図 7.1 参照)と既知質量のろ紙(No.5C)とを用いて、沈殿を吸引ろ別する。
8) 沈殿をアンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。
9) ろ紙上の沈殿を 110 ℃で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷する。
10) 沈殿の質量をはかり、Sr 担体の回収率を求める[*355]。
11) ろ紙ばさみを用い(図 7.3 参照)、ろ紙ごと沈殿を固定する。
12) 2 週間以上放置した後、7.4 に従って放射能を測定する。
13) 1)で分取した ^{90}Sr 放射能(Bq)[*356]、10)で求めた Sr 担体の回収率及び 12)で得られた(^{90}Sr＋^{90}Y)の計数率(cpm) から、(^{90}Sr＋^{90}Y)の計数効率ε_1(%)を求める。
14) 炭酸ストロンチウムの質量との関係を示す計数効率曲線を作成する(図 7.4 参照)。

7.4.2.2 ^{89}Sr の計数効率の決定

^{89}Sr 標準液を用い、7.4.2.1 と同様な操作を行う。ただし、沈殿の放射能は直ちに測定してよく、2 週間放置する必要はない。

炭酸ストロンチウムの質量と ^{89}Sr の計数効率ε_2(%)との関係を示す計数効率曲線を作成する(図 7.5 参照)。

[*355] Sr の原子量/炭酸ストロンチウムの式量＝0.594。
[*356] ^{90}Y は含まないことに注意する。

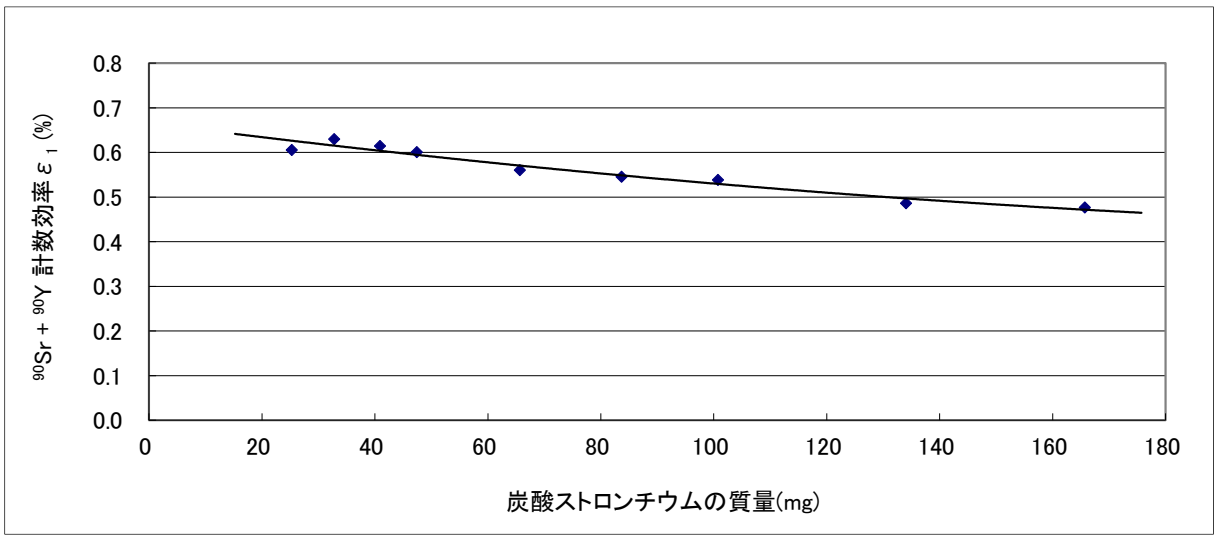


図 7.4　炭酸ストロンチウムの質量と（^{90}Sr＋^{90}Y）の計数効率ε_1との関係
（1 インチ薄窓付き検出器の例）

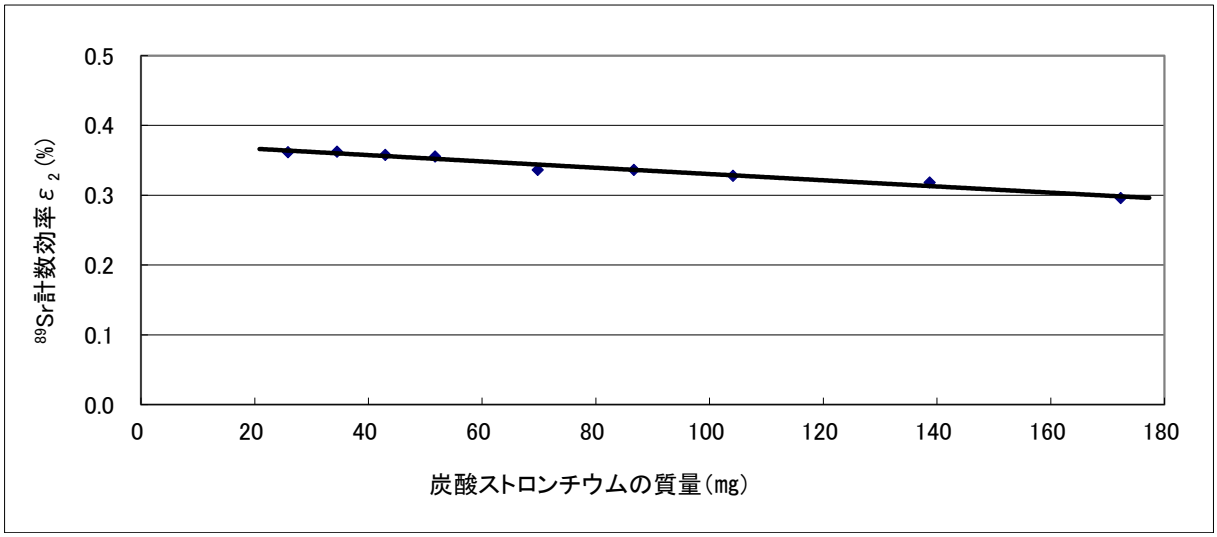


図 7.5　炭酸ストロンチウムの質量と ^{89}Sr の計数効率ε_2との関係
（1 インチ薄窓付き検出器の例）

7.4.2.3 試料中の ^{89}Sr の計算[*357]

1）2 週間以上放置した炭酸ストロンチウムの測定試料を、7.4 に従って測定し、その正味計数率を$r_T \pm \sigma_{r_T}$(cpm)とする（^{90}Sr＋^{90}Y＋^{89}Sr）。

2）7.2.1 に従って、測定試料である炭酸ストロンチウム中の ^{90}Sr 放射能$B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}$(Bq)を定量する。

3）$r_T \pm \sigma_{r_T}$における（^{90}Sr＋^{90}Y）の寄与$r_{90} \pm \sigma_{r_{90}}$(cpm)を次式により計算する。

$$r_{90} \pm \sigma_{r_{90}} = \left(B_{90} \pm \sigma_{B_{90}}\right) \times 60 \times \frac{\varepsilon_1}{100} \times \frac{Y_{Sr}}{100}$$

*357 ^{89}Sr の検出可能レベルは、放射能の計算過程において ^{90}Sr の放射能から算出した寄与分を差し引くことから、試料中の ^{90}Sr の量によって左右される。^{90}Sr の放射能濃度を ^{90}Sr の検出可能レベル付近と仮定すると、^{89}Sr の検出可能レベルは ^{90}Sr の約 3 倍である。

ε_1　：(^{90}Sr＋^{90}Y)の計数効率(%)

Y_{Sr}　：Sr の回収率(%)

4) $r_T \pm \sigma_{\mathrm{r_T}}$における ^{89}Sr の寄与$r_{89} \pm \sigma_{\mathrm{r_{89}}}$(cpm)を次式により計算する。

$$r_{89} \pm \sigma_{\mathrm{r_{89}}} = \left(r_{\mathrm{T}} \pm \sigma_{\mathrm{r_T}}\right) - \left(r_{90} \pm \sigma_{\mathrm{r_{90}}}\right) = (r_{\mathrm{T}} - r_{90}) \pm \sqrt{{\sigma_{\mathrm{r_T}}}^2 + {\sigma_{\mathrm{r_{90}}}}^2}$$

5) 試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能$B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}$(Bq)を次式により計算する。

$$B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}} = \left(r_{89} \pm \sigma_{\mathrm{r_{89}}}\right) \times \frac{100}{\varepsilon_2} \times \frac{1}{60} \times \frac{100}{Y_{\mathrm{Sr}}}$$

ε_2　：^{89}Sr の計数効率(%)

Y_{Sr}　：Sr の回収率(%)

7.4.2.4 試料種別の放射能濃度計算

(1) 降下物試料の場合

・1 km^2 当たりの降下物中の ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_{\mathrm{A}} = \left(B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}\right) \times \frac{10^6}{S} \times \frac{1}{10^6}$$

A　：1 km^2 当たりの ^{89}Sr 放射能(MBq/km^2)

S　：受水面積(m^2)

$B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

(2) 大気浮遊じん試料の場合

・大気 1 m^3 当たりの大気浮遊じん中の ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_{\mathrm{A}} = \left(B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}\right) \times \frac{1}{V} \times 10^3$$

A　：1 m^3 当たりの ^{89}Sr 放射能(mBq/m^3)

V　：吸引量(m^3)

$B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

(3) 陸水試料の場合

・陸水試料 1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_{\mathrm{A}} = \left(B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}\right) \times \frac{1}{V} \times 10^3$$

A　：1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能(mBq/L)

V　：供試量(L)

$B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

・陸水試料 1 kg当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_{\mathrm{A}} = \left(B_{89} \pm \sigma_{\mathrm{B_{89}}}\right) \times \frac{1}{W_{\mathrm{s}}} \times 10^3$$

A　：1 kg当たりの ^{89}Sr 放射能(mBq/kg)

W_{s}　：供試量(kg)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$ ：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

(4) 海水試料の場合

・海水試料 1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{1}{V} \times 10^3$$

A ：1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能(mBq/L)

V ：供試量(L)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$ ：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

・海水試料 1 kg当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{1}{W_s} \times 10^3$$

A ：1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能(mBq/kg)

W_s ：供試量(kg)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$ ：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

(5) 土壌・海底土試料の場合

・乾燥細土 1 kg 当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{10^3}{W_s}$$

A ：1 kg 当たりの ^{89}Sr 放射能(Bq/kg)

W_s ：供試量(g)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$ ：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

・1 km^2 当たりの土壌中の ^{89}Sr 放射能[*358]を次式により計算する。

$$A' = (A \pm \sigma_A) \times \frac{R}{100} \times W_f \times \frac{10^{10}}{S} \times \frac{1}{10^6}$$

A' ：1 km^2 当たりの ^{89}Sr 放射能(MBq/km^2)

A ：乾燥細土１ kg 当たりの ^{89}Sr 放射能(Bq/kg)

R ：乾燥率(%)[*359]

W_f ：採取土壌全質量(kg)

S ：採取面積(cm^2)

(6) 灰試料の場合

・生質量 1 kg 当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する 。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{R}{100} \times \frac{10^3}{W_s}$$

A ：1 kg 当たりの ^{89}Sr 放射能(Bq/kg)

[*358] 採取した深さの土壌 1 km^2 当たりの ^{89}Sr 放射能を求め、土壌 1 km^2 当たりの蓄積量とする。海底土等には適用しない。

[*359] 採取土壌を 105 ℃～110 ℃で乾燥して求めた乾燥質量から得る。R＝(乾燥質量(g)/採取土壌質量(g))×100

R　：灰分(%)

W_S　：供試量(g)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

・液状食品（牛乳等）の単位体積に含まれる放射性物質の濃度をモニタリングする場合は、牛乳 1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{C}{W_S}$$

A　：1 L 当たりの ^{89}Sr 放射能(Bq/L)

C　：1 L 当たりの灰の量(g/L)

W_S　：供試量(g)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

・単一の試料ではなく、日常食に含まれる放射性物質の濃度をモニタリングする場合は、日常食 1 人 1 日当たりの ^{89}Sr 放射能を次式により計算する。

$$A \pm \sigma_A = \left(B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}\right) \times \frac{C}{W_S}$$

A　：1 人 1 日当たりの ^{89}Sr の摂取量(Bq/人・日)

C　：日常食 1 人 1 日当たりの灰の量(g/人・日)

W_S　：供試量(g)

$B_{89} \pm \sigma_{B_{89}}$　：試料中に含まれる ^{89}Sr 放射能(Bq)

7.5 LSC を用いた放射能測定の手順

スカベンジング後の試料溶液を用いて LSC で放射能測定及び計算を行う。詳細については放射能測定法シリーズ No.23「液体シンチレーションカウンタによる放射性核種分析法」に従う。

7.6 不確かさ

測定結果がどの程度信頼のおける値であるのかを示す一つの指標として、測定に対する不確かさ(Uncertainty of Measurement)が用いられている。その定義は次のとおりである。測定の不確かさとは『測定結果に付随した、合理的に測定対象量に結び付けられ得る値のばらつきを特徴付けるパラメータ』[*360]である。注意すべき点は測定の不確かさは測定結果それぞれのばらつきではなく、一連の測定の持つ潜在的な変動を示す値であるということである。

従来の放射性 Sr 分析では、放射能測定における計数の統計による不確かさ（計数誤差）のみを求めて、報告することが一般的であった。低レベルの環境試料の Sr 分析においては、計数の不確かさが支配的ではあるものの、前処理や測定機器の校正等を含めた一連の放射性 Sr 分析においても不確かさの要因は存在しており、各工程における不確かさを評価することが求められている。不確かさを評価することで、技能試験や試験所間比較において、各分析機関の放射性 Sr 分析結果の一致/不一致を判定することができ、さらに、最も不確かさの大き

[*360] JIS Z 8404-1：測定の不確かさ−第 1 部，JIS Z 8404-1:2018(2018)

い工程を抽出し、不確かさを小さくする取り組みを行うことで、分析結果の品質の改善につなげることも可能となる。

放射性 Sr 分析における不確かさの評価方法については解説 C を参照のこと。

7.7 検出下限値

放射性核種分析における検出下限値は、分析供試量、回収率、測定時間、バックグラウンド計数率等に依存して変化するものであり、分析・測定の目的に応じて、目指すべき検出下限値を設定すべきものである。検出された、されない、の判定は、正味計数率の統計による不確かさの 3 倍を越えているか否か、で行われるのが一般的である。検出下限値を計算することで、その測定がどのレベルまで検出可能かの指標となる。環境放射能は微弱で検出されないことが多いため、分析試料を測定する際には検出下限値を得ておくのが望ましい。ここで注意すべきは、検出下限値以上の放射能より多い放射能があればほとんどの場合検出されるが、それ以下であっても必ず不検出になるわけではなく、検出される可能性があることである。

検出下限値の算出には Cooper の方法[*361]、Kaiser の方法[*362,*363]及び国際規格である ISO 11929[*364]による評価方法等がある。それぞれの検出下限値の概念において、測定値の分布を考慮しておく必要がある。ある測定対象を十分な回数だけ測定を繰り返すと、測定値は図 7.6 のように平均を頂点とした正規分布又はガウス分布といわれる数学モデルで表現される。

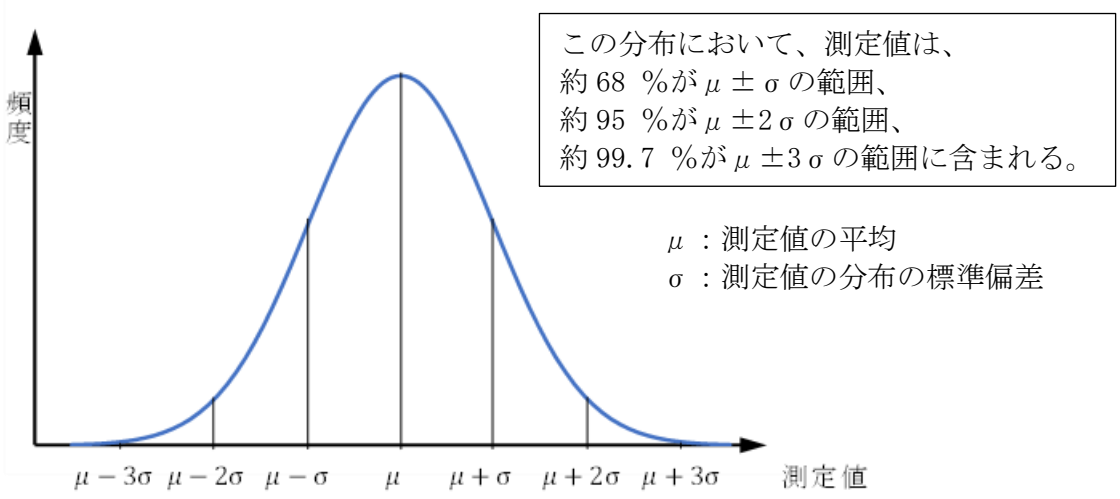


図 7.6　測定値の分布

[*361] J.A. Cooper: Factors determining the ultimate detection sensitivity of Ge (Li) gamma-ray spectrometers, Nuclear Instruments and Methods, 82, 273-277(1970)

[*362] H. Kaiser: Zum Problem der Nachweisgrenze, Z. Analyt. Chem., 209,1-18(1965)

[*363] IUPAC Analytical Chemistry Division Commission on Spectrochemical and Other Optical Procedures for Analysis: Nomenclature, Symbols, Units and their Usage in Spectrochemical Analysis - III. Analytical Flame Spectroscopy and Associated Non-Flame Procedures, Pure & Appl. Chem., 45, 105-123(1976)

[*364] ISO 11929-4:2022, Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation - Fundamentals and application - Part 4: Guidelines to applications. ISO 11929-4:2022(2022)

本測定法では、Kaiser の方法及び ISO 11929 による評価方法について記載した。これまで検出下限値の導出は試料の測定時間、バックグラウンドの測定時間、バックグラウンド計数率により比較的簡易に導出できる Kaiser の方法が使用されてきた。一方で各国の計量標準の国際比較における統一の観点から、一般的な放射線測定の不確かさとそれに関連する決定しきい値及び検出下限値は ISO 11929 によって規定され、評価に使用され始めている。各測定に対する検出下限値の計算方法については、ユーザーが選択することになるが、必要に応じてどの方法で評価したのかを明示する。具体的な算出例は解説 D に記載した。

第 8 章　品質保証

本測定法に記載の手順に沿った分析、測定を実施することと併せて、国家標準等とのトレーサビリティの確保や機器の健全性を担保する日常点検を実施することも極めて重要である。これらの行為を継続的に実施することにより、第三者に対して分析結果の質が保証されていることを証明することができる。分析結果の質の保証を担保する上で、ISO/IEC 17025 の考え方に沿って実施することが望ましく、分析・測定者自身が実施する内部精度管理と外部機関とが実施する技能試験等に参加する外部精度管理に大別される。

8.1 内部精度管理

8.1.1 トレーサビリティの確保

放射性 Sr 分析において、トレーサビリティを確保すべき項目として、放射能（Bq）と質量（kg）があげられる。前者は、標準線源を用いて校正する LBC について、後者は測定試料調製時に使用する電子天秤について、トレーサビリティを確保しておく必要がある。使用者が効率線源を調製する場合には、国家標準にトレーサブルな標準液線源を、計量法に基づく校正事業者登録制度による校正事業者が発行した校正証明書付きで入手することができる。また、電子天秤については、製造者による校正サービスを利用することができるので、校正証明書の発行を含めた保守点検を実施すればよい。機器の校正は適切な頻度で実施すべきであり、校正の有効期限を設けて管理する必要がある。有効期限内において、分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを、8.1.2 に示す日常点検で確認する。

トレーサビリティは、分析結果に付随する記録類等に対しても、同様に確保しておく必要がある。具体的には、試料採取日や採取場所を記録した採取記録票、分析試料を識別するユニーク番号（分析番号等）、分析及び測定作業で発生する各種記録類や帳票等が切れ目なく紐づけされた状態で管理されていることが重要である。

8.1.2 日常点検

放射性 Sr 分析及びβ線測定で使用する機器についての点検項目及び点検方法を以下に記載する。機器が健全であり、使用可能と判断するためには、各点検項目における許容基準を設けておく必要がある。実験的に得た初期データで暫定基準を設け、データが蓄積されたのち、統計的な処理により許容基準を再設定[*365]することが望ましい。なお、分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことが確認できればよいので、異なる方法で確認してもよい。また、日常点検を実施した日付、担当者、点検結果等は記録として残しておく。

日常点検の結果、許容基準を満たさない場合は機器の使用を一時停止し、その原因を調査し、解消する必要がある。使用者による再測定や機器の再設定等で原因が解消されない場合は、製造者による点検や修理を行う。

[*365] 平均値及び標準偏差を求めて、平均値を中心とした±kσ（k として、2 もしくは 3）の範囲を許容基準とするのが簡便である。また、機器の保守点検や修理・移設・標準線源の変更等の際には、許容基準を見直すべきか検討する。

(1) LBC

定期的に LBC を点検し、次回定期点検までの間に分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを日常点検で確認する。なお、頻度としては、測定の都度、実施することが望ましい。

・計数効率

一定量の放射能が含まれている標準線源を同一の条件で測定し、得られた計数値（もしくは計数率）が許容基準内にあることをもって、結果に影響を及ぼすほどの計数効率の変化がないと判断することができる。なお、計数効率の変化を確認する際には標準線源に含まれる放射性核種の減衰を考慮に入れておく必要がある。

・設置環境

適切な空調管理ができる場所に LBC を設置し、使用時の温湿度が適切な状態で維持されていることを確認する。設置環境の室温は 23 ℃～25 ℃程度、変動範囲として±2 ℃以内、相対湿度は 30 %～80 %の範囲内に保たれていることが望ましい。

(2) 電子天秤

定期的に電子天秤を点検し、次回定期点検までの間に分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを日常点検で確認する。なお、頻度としては、使用の都度行う使用前点検及び月ごと等に行う定期点検を実施することが望ましい。

・使用前点検

天秤使用前に実施する点検である。内蔵分銅がある天秤は、事前に内部校正を実施しておくとよい。実際に秤量する測定試料の質量に近い（もしくは使用範囲の下限）分銅[*366]を用いて、電子天秤の使用前点検を実施し、秤量結果が許容基準内[*367]であることを確認する。電子天秤の使用後にも同じ点検を実施すると更によい。

・定期点検

使用する電子天秤の最大秤量値に近い質量の分銅を用いて、電子天秤の感度を確認する。内蔵分銅がある天秤は、事前に内部校正を実施しておくとよい。使用する分銅のグレード、許容基準については、使用前点検に準じてよい。一定の間隔で実施する点検であり、1 か月程度の頻度で実施することが望ましい。

・設置環境

電子天秤は温度変化、静電気及び振動の影響を受けやすいので、適切な空調管理ができる場所に設置し、使用時の温湿度が適切な状態で維持されていることを確認する。また、安定した台の上で使用し、直射日光や風が当たる位置や人通りの多い場所での使用は避ける。使用時の温湿度は、室温は 18 ℃～22 ℃程度、相対湿度は 45 %～60 %が理想的である。

[*366] 校正証明書付きの分銅（OIML(JIS)規格 F2 以上）が望ましい。

[*367] 許容基準は、秤量の不確かさ、最小計量値、安全係数から求める必要はあるが、初期値として、0.5 %を管理幅として設定してもよい（例 10 g の分銅の場合、許容基準は 9.95 g～10.05 g となる）。

(3) ICP-AES

定期的に ICP-AES を点検し、次回定期点検までの間に分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを日常点検で確認する。なお、頻度としては、測定の都度、実施することが望ましい。

・既知濃度の溶液測定

既知濃度の溶液を同一の条件で測定し、得られた測定結果が許容基準内にあることをもって、結果に影響を及ぼすほどの濃度の変化がないと判断することができる。

(4) 原子吸光分析装置

定期的に原子吸光分析装置を点検し、次回定期点検までの間に分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを日常点検で確認する。なお、頻度としては、測定の都度、実施することが望ましい。

・既知濃度の溶液測定

既知濃度の溶液を同一の条件で測定し、得られた測定結果が許容基準内にあることをもって、結果に影響を及ぼすほどの濃度の変化がないと判断することができる。

(5) LSC

定期的に LSC を点検し、分析結果に影響を及ぼす変化が機器に生じていないことを確認する。なお、頻度としては、測定の都度、実施することが望ましい。

・計数効率

一定量の放射能が含まれている標準線源を同一の条件で測定し、得られた計数値（もしくは計数率）が許容基準内にあることをもって、結果に影響を及ぼすほどの計数効率の変化がないと判断することができる。なお、計数効率の変化を確認する際には標準線源に含まれる放射性核種の減衰を考慮に入れておく必要がある。

・冷却性能

冷却機器が装備されている LSC は、測定装置内の温度を一定温度に維持している。測定装置内の温度を低温に維持することにより、光電子増倍管で生じる暗電流（ダークノイズ）による偶発同時計数の低減及び測定試料の温度変化に伴うクエンチングの変化を抑えることができる。設定温度は 15 ℃程度（設定温度については、機器の取扱マニュアルを参照のこと）、変動範囲として±3 ℃で管理されていることを確認する。

測定装置内の温度管理には、センサー付き温度計の使用が便利である。測定装置内を開閉せずに温度確認することは、測定装置内の温度変化を抑え、蛍光灯や可視光によるフォトルミネッセンスの影響を抑えることができる。

・設置環境

適切な空調管理ができる場所に LSC を設置し、その設置環境が維持されていることを確認する。室温は 23 ℃～25 ℃程度、変動範囲として±2 ℃以内、相対湿度は 30 %～80 %の範囲内に保たれていることが望ましい。また、分析結果の質に直接影響を与える

ものではないが、鉛遮へい体により総重量が大きいLSCの設置には、床の耐荷重が機器の重量に対して十分であることが必須である。

8.2 外部精度管理

8.2.1 試験所間比較

同一の試料を用いて他の試験所（ISO/IEC 17025認定試験所が望ましい）との間で相互比較分析を実施し、両者の分析結果に有意な差が見られないことを確認することで、測定、解析のプロセスの妥当性を確認することができる。

8.2.2 技能試験

外部機関（ISO/IEC 17043認定を取得している機関が望ましい）が提供する技能試験に参加し、試験品の分析結果を添加値（付与値）と比較することにより、試験所としての技能を客観的に示すことができる。ISO/IEC 17043に基づいた技能試験の場合には、参加試験所のパフォーマンス評価方法として、zスコアやE_nスコア等がある。

解　説

解説 A　イオン交換法のカラムサイズ等に関する検討（平成 15 年 4 訂より）

放射性 Sr 分析法(昭和 58 年 3 訂)に示されているイオン交換法は、分析試料中の Ca が 1 g 以下である試料に適用できる。しかし、分析対象試料中の Ca は表 A.1 に示すように 1 g を超し、5 g 以下である場合が多い。そこで、多くの試料に適用できるように Ca が 5 g まで可能なイオン交換樹脂のカラムサイズについて検討した。なお、Ca が 5 g を超える試料については、使用するカラムの本数を増やすことにより対応することとした。

表 A.1　環境放射能水準調査対象試料中の Ca 量等

試料名	供試量	Ca(g/分析試料)	Sr(mg/分析試料)
魚類(全体)	1 kg 生	2～19	7～100
海水	40 L	17	140～330
粉乳	1 kg 生	4～13	2～5
海底土	100 g 乾土	(試料によっては 5 g 以上)	3～400
魚類(筋肉)	1 kg 生	0.05～4	0.1～17
貝類	1 kg 生	0.4～2.3	2～30
ほうれん草	1 kg 生	0.2～1.7	0.4～5
海藻類	1 kg 生	0.6～1.6	40～130
牛乳	1 L	0.9～1.3	＜0.1
日常食	1 人日	0.2～1.1	0.6～7
陸水	100 L	(約 1)	1～50
土壌	100 g 乾土	(0～1)	0.1～40
茶	200 g 乾物	0.1～0.9	0.3～3
大根	1 kg 生	0.1～0.4	0.3～2
精米	1 kg 生	0.02～0.06	＜0.1
降下物	1 か月分	——	——

※試料名は Ca 含量の多い順である。年間調査試料数約 1500 のうち、Ca が 5 g 以下の試料は約 97 %である。

A.1 カラム操作の条件設定

Ca 量を 0.5 g、3 g、4 g、5 g と変化させ、Sr を 50 mg、Ba を 50 mg、Bi を 50 mg、Pb を 50 mg を含む塩酸(1+23)酸性の溶液 500 mL を調製し、下記の実験条件における溶離曲線を得た。なお、Ba、Bi、Pb の添加は、分析試料に存在する ^{226}Ra、^{210}Bi、^{210}Pb の分析値への影響を調べるためであり、それら元素の除染係数を求めた。

(1) 実験条件

1) 強酸性陽イオン交換樹脂 A ：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ、H^+型

2) カラムサイズ及び流速　　：3 cmφ×26 cm、約 5 mL/分

3) 溶離液　　：溶離液 A[酢酸アンモニウム(15.4 w/v%)-メタノール(容積比 1:1)]1000 mL、溶離液 B[酢酸アンモニウム(15.4 w/v%)] 500 mL、塩酸(1+2)1750 mL

(2) 実験結果と考察

一例として、Ca が 4 g のときの溶離曲線を図 A.1 に示す。また、Sr の溶離液 B の流出液中の Sr 回収率、除染係数等を表 A.2 に示す。

Ca 量がいずれの場合にも Sr 回収率は 90 %以上であり、また不純物としての Ca 量は最大 0.4 mg であった。この Ca 量は炭酸塩として 1 mg に相当し、Sr 回収率に約 1 %の正の誤差を与えるが、ここでは放射能の計数誤差等を考慮して問題ないと考える。

Ba, Pb の除染係数は 8×10^3 以上であった。Bi の除染係数が一桁程度低いが、後の水酸化鉄(Ⅲ)共沈工程で除去され、全工程における除染係数は 10^3 以上の値が得られる。各元素の除染係数は、分析試料に含まれる ^{226}Ra、^{210}Bi、^{210}Pb 量を考慮するといずれも十分な値である。

表 A.2　溶離液 B の流出液中における Sr 回収率、Ca 量及び Ba、Bi、Pb の除染係数

検討用試料溶液 －試料中 Ca 量－	Sr 回収率 (%)	Ca 量 (mg)	除染係数		
			Ba	Bi	Pb
0.5 g	91	0.06	4×10^5 以上	2×10^2	8×10^3 以上
3 g	97	0.2	5×10^4	2×10^3	8×10^3 以上
4 g	95	0.4	2×10^4	2×10^3	8×10^3 以上
5 g	90	0.2	2×10^4	5×10^3	8×10^3 以上

1) 溶離液 A の液量

実験では溶離液 A を 1000 mL としたが、本測定法では Ca の除去をより確実にするために 1100 mL とした。

2) 溶離液 B の液量

塩酸(1+2)の最初のフラクションに約 1.0 mg の Sr が存在した。そこで、実験では溶離液 B を 500 mL としたが、本測定法では回収率を高め、かつ ^{226}Ra の影響を受けないように 600 mL とした。

A.2 他の強酸性陽イオン交換樹脂による実験

同様の仕様で供給元が異なる強酸性陽イオン交換樹脂 B について、上記と同じ条件で各元素が分離できるか否かを確認した。

(1) 実験結果と考察

一例として、Ca 含有量が 4 g のときの溶離曲線を図 A.2 に示す。

図 A.1 (強酸性陽イオン交換樹脂 A を用いた実験)と図 A.2 (強酸性陽イオン交換樹脂 B を用いた実験)とを比較すると、図 A.2 では溶離液 B の流出液中に Ba が混入する等、元素の溶

離状況が異なる。したがって、強酸性陽イオン交換樹脂 A と異なる強酸性陽イオン交換樹脂 B 等を用いる場合には、分析に先立って溶離曲線を求め、分析条件を決定する必要がある。

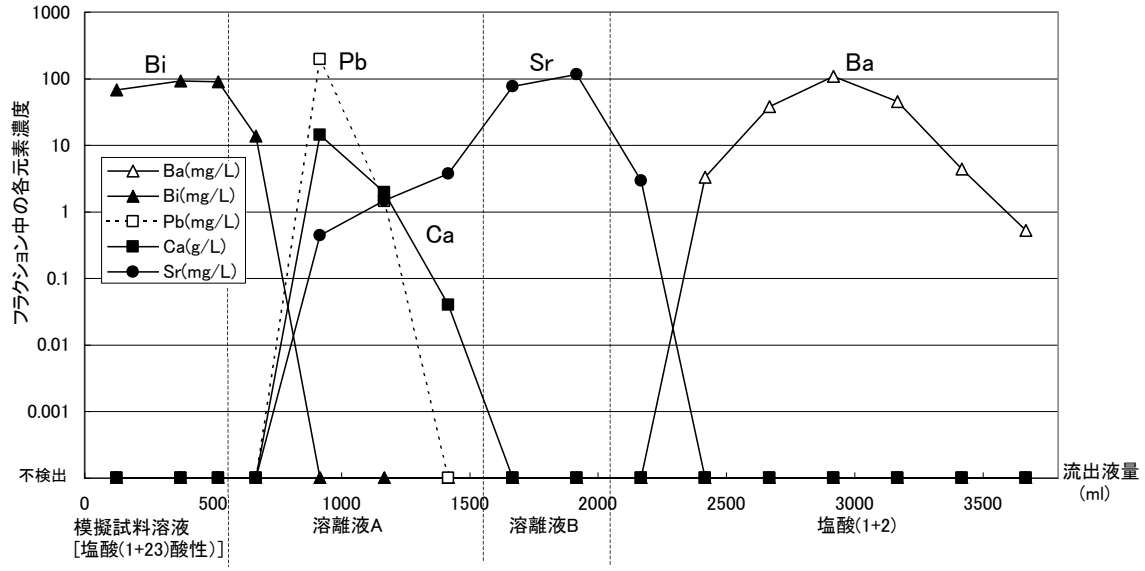


図 A.1　強酸性陽イオン交換樹脂 A における溶離曲線(Ca 含有量 4 g)

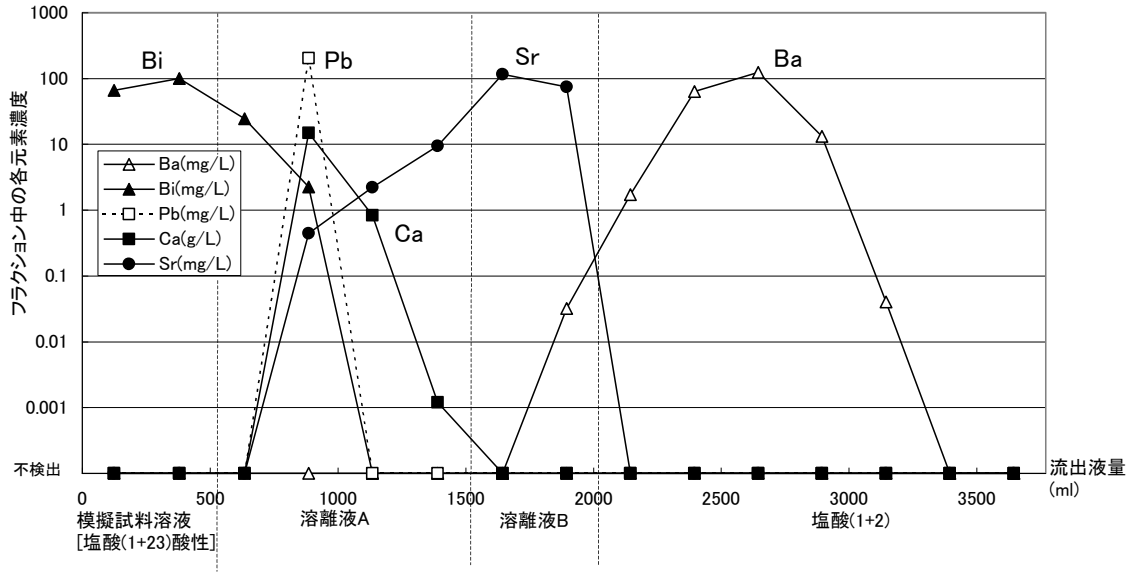


図 A.2　強酸性陽イオン交換樹脂 B における溶離曲線(Ca 含有量 4 g)

解説 B　海水試料の予備濃縮（平成 15 年 4 訂より）

多量の海水をイオン交換法により分析する場合、海水に含まれる Mg(約 1.3 g/L)、Ca(約 420 mg/L)と Sr(約 8 mg/L)とを分離するためには長い大きなカラムが必要であり、行うことは現実的に困難である。

そこで、海水 40 L を分析する方法として、1 段目のカラムで大部分の Mg を除き、続く 2 段目のカラムには他の試料に適用した 3 cmφ×26 cm のカラムを用いることとした。

ここでは、1 段目のカラムについての溶離曲線等を紹介する。

B.1 予備実験(塩酸濃度との関係)

カラムに流す海水試料の最適な酸濃度を求めるため、海水試料の塩酸濃度を変化させ、溶離曲線を得た。

(1) 実験条件

1) 強酸性陽イオン交換樹脂　：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ、H^+型
2) カラムサイズ及び流速　　：3 cmφ×26 cm、約 3 mL/分
3) 海水試料の量　　：5 L
4) 海水試料の塩酸濃度　　：塩酸(1+23)、(1+120)、(1+600)、中性
5) 溶離液　　：塩酸(1+2)1 L

(2) 実験結果と考察

表 B.1　塩酸(1+2)フラクション中の Sr 回収率等

塩酸濃度	Sr 回収率(%)	Ca 残存率(%)	Mg 残存率(%)
塩酸(1+23)酸性	57	36	15
塩酸(1+120)酸性	89	56	21
塩酸(1+600)酸性	98	60	23
中性	97	61	23

中性又は塩酸(1+600)酸性での Sr 回収率は 97 %以上であった。海水試料には通常採取時に海水 1 L につき塩酸(1+1)又は硝酸(1+1)を 2 mL 添加する(放射能測定法シリーズ No.16「環境試料採取法」)ため、およそ (1+1000)酸性の溶液となり、カラムにそのまま通すことが可能である。

B.2 1 段目のカラムの溶離曲線

先の実験結果を受け、海水試料 40 L を塩酸(1+600)酸性溶液とし、実験を行った。

(1) 実験条件

1) 強酸性陽イオン交換樹脂　：架橋度 8 %、100 メッシュ～200 メッシュ、H^+型
2) カラムサイズ及び流速　　：9 cmφ×26 cm、約 30 mL/分

3) 海水試料　　：塩酸(1+600)酸性、40 L

4) 溶離液　　：溶離液 A[酢酸アンモニウム(15.4 w/v%)-メタノール(容積比 1:1)]2.50 L、塩酸(1+2)6.00 L

(2) 実験結果と考察

Sr、Ca、Mg の溶離曲線を図 B.1 に示す。塩酸(1+2)溶離液中の Sr 回収率は 97 %、Ca、Mg 残存率(残存量) はそれぞれ 30 %(約 5 g)、0.3 %(約 0.2 g)であった。

なお、この後、解説 A に示す改訂したイオン交換法による Sr の分離精製操作を行う。

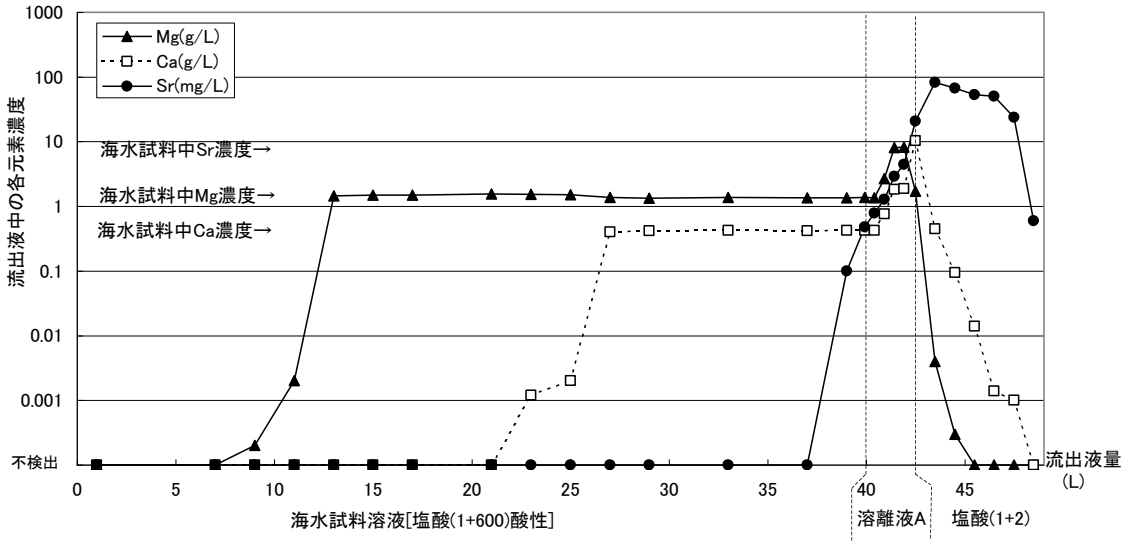


図 B.1　海水試料の予備濃縮における Sr、Ca、Mg の溶離曲線

解説 C　不確かさの評価例

測定結果の信頼性をどのように評価・表現するかについては、従来から国や技術分野によって異なる幾つかの考え方が存在し、混乱の原因となっていた。そこで、国際度量衡委員会(CIPM)は 1970 年代後半にこの問題を提起し、これを契機に、計測に関わる幾つかの国際機関が関与して、測定結果の信頼性の評価と表現の統一的な方法を定める作業が行われた。その成果が、1993 年に ISO（国際標準化機構）を含む７つの国際機関の連名で出版された「測定における不確かさの表現のガイド」(以下、「GUM」という。）である。GUM は、評価手順において「真値」や「誤差」といった原理的に知り得ない量は持ち込まない、という立場を採用した。そして、従来からの同種の概念と区別するため、測定結果の信頼性の新しい指標として測定のばらつきを表す「不確かさ」を導入した。GUM に述べられた不確かさ評価の考え方には、高い技術的合理性と一貫性が認められたため、「不確かさ」は急速に普及し、測定の信頼性の表明が重要となる様々な局面で広く利用されるようになっている。

環境放射線モニタリングでは、得られた測定結果が国内外で広く参照されるようになり、適切な計量標準にトレーサブルであることがますます求められるようになった。国際的に合意された、計量トレーサビリティの確立には、切れ目のない校正の連鎖など幾つかの必要な要素がある。測定の不確かさの評価はその要素の一つであり、合意された方法、具体的には前述の GUM に基づいて計算及び結果の表記が行われなければならない。また、国際原子力機関(以下、「IAEA」という。)の技能試験（Proficiency test）では、参加する分析機関は不確かさを含めた測定結果の報告が求められている。このように国際的に共通な測定結果に対する信頼性の指標となる「不確かさ」を用いることによって、結果の国際的な整合性、信頼性及び同等性が確保される。さらに、環境試料中の放射能濃度が基準値を超えていないことを高い信頼性をもって示すために、不確かさを考慮した上限値と基準値を比較することもある。

このように、測定の不確かさの評価は、環境放射線モニタリングの信頼性を客観的に示すための標準的手法として広く定着しており、国内の分析機関等においてもこのアプローチを導入し、自らの測定結果の信頼性を担保するのが望ましい。

本解説では、様々な不確かさの要因の評価方法を理解し、個々の分析機関で考慮すべき不確かさの要因を評価できるようにすることを目的として ^{90}Sr 分析における各要因の不確かさを評価する手順について示した。不確かさ要因は寄与の小さいものまで含めると無数にあるため、全ての要因を考慮した不確かさの推定は困難である。そのため、実際の運用では必ずしも全ての要因を評価する必要はなく、全体の不確かさに有意な寄与をする要因に絞って評価を行うのが現実的である。考慮すべき要因を検討する上での一助となるように、実際の分析及び測定工程の不確かさの評価手順と計算例を示したので参考にされたい。

C.1 不確かさ評価の基本

放射性核種分析において、最終的に目的とする測定量は放射能濃度である。しかし、どんなに精度良く測定し、あらゆる測定対象量のかたよりを補正したとしても、測定結果は推定値であり、測定対象量の真の値そのものではない。この推定値の信頼性を表現するパラメータとして、測定の不確かさを評価する。化学分析から放射線測定までの工程において、放射能濃度計算に用いられる入力量の値も全て推定値である。各推定値（入力値）の不確かさを合成して、測定対象量である放射能濃度の測定不確かさを算出する。

放射能濃度は、測定試料の供試量、回収率、測定試料中の放射性核種が放出する放射線の計数値、検出器の計数効率、測定時間及びその他の補正係数といった入力値の関数として算出する。

$$A = f(x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n) \tag{C.1}$$

A　：放射能濃度の値

$f(x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n)$：放射能濃度を導出する計算を表現する関数

求めるべき放射能濃度の値の合成標準不確かさは、放射能濃度の導出に関わる全ての入力値の不確かさを合成した値で評価される。それぞれの入力値が全て独立である（相関がない）場合、それぞれの不確かさは次式に従って合成される。

$$u(A) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \{c_i u(x_i)\}^2} \tag{C.2}$$

$u(A)$　：放射能濃度の値Aの合成標準不確かさ

$u(x_i)$：入力値x_iの標準不確かさ

c_i　：微分係数$(\partial f / \partial x_i)$で与える、入力値$x_i$に対する放射能濃度の値$A$の感度係数

式(C.2)においてc_i（感度係数）は、入力値$x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n$のそれぞれの変化に伴って放射能濃度の値$A$がどれだけ変化するかを表す。例えば、入力値$x_i$の微小変化$\Delta x_i$によって生じる放射能濃度の値$A$の変化は$(\Delta A)_i = c_i \Delta x_i$で与える。入力値$x_i$の標準不確かさを反映する放射能濃度の値$A$の変化は$|c_i| u(x_i)$となる。

また、関数量fが$m < n$として、

$$f(x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n) = \frac{x_1 \cdot x_2 \cdot x_3 \cdot \cdots \cdot x_m}{x_{m+1} \cdot x_{m+2} \cdot x_{m+3} \cdot \cdots \cdot x_n} \tag{C.3}$$

のように、$x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n$の乗除のみで表される場合、式(C.2)は次式と等価となる。

$$\frac{u(A)}{A} = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \left\{ \frac{u(x_i)}{x_i} \right\}^2} \tag{C.4}$$

$\frac{u(A)}{A}$　：放射能濃度の値Aの相対合成標準不確かさ

$\frac{u(x_i)}{x_i}$：入力値x_iの相対標準不確かさ

したがって、放射能濃度の値Aの相対標準不確かさはそれぞれの入力値の相対標準不確かさの二乗和の平方根で求めることができる。本解説では、式(C.2)及び式(C.4)を用いて測定の不確かさの評価を行う。

C.2 不確かさの評価手順

灰試料をイオン交換法で分析する場合を例に、不確かさを評価する手順について説明する。Sr 量を ICP-AES で定量し、^{90}Y の正味計数率を LBC で測定したとすると、灰試料 1kg 当たりの放射能濃度に対する不確かさは、以下のように求められる。

(1) ^{90}Sr の放射能濃度の計算式（以下「モデル式」という。）に基づき不確かさの要因を整理する。

^{90}Sr の放射能濃度の値Aは、放射平衡にある娘核種の ^{90}Y の放射能濃度と等しいものとして、次のモデル式で求められる。

$$A = \frac{r_{\mathrm{n}} \times 100}{W_{\mathrm{s}} \times Y_{\mathrm{Sr}} \times \varepsilon} \qquad \text{(C.5)}$$

A ：試料中の ^{90}Sr の放射能濃度（Bq/kg 灰）

W_{s} ：供試量（kg 灰）

Y_{Sr} ：回収率（%）

ε ：^{90}Y の計数効率（cps/Bq）

r_{n} ：^{90}Y の正味計数率（cps）

それぞれの項目には様々な不確かさの要因が考えられる。不確かさの要因を整理するために作成したバジェットシートの例を表 C.1 に示す。表 C.1 に示された要因以外にも、測定結果に影響を及ぼす要因が存在する可能性があることに注意が必要である。

(2) 個々の不確かさの要因について不確かさを評価する。

不確かさを評価する方法は、タイプ A 評価とタイプ B 評価との 2 つに分類される。

タイプ A 評価は、一連の入力値の統計的解析による不確かさの評価方法であり、それぞれの要因について、繰り返し測定から実験標準偏差を求めて標準不確かさとする。

タイプ B 評価は、一連の入力値の統計的解析以外の手段による不確かさの評価方法であり、それぞれの要因について、起こり得る変動について入手できる全ての情報に基づく科学的判断によって評価する。入手できる情報とは、以下のようなものがある。

- 製造業者の仕様
- 校正その他の証明書に記載されたデータ
- ハンドブックから引用した参考データに割り当てられた不確かさ
- 当該材料及び測定器の挙動及び特性についての一般的知識又は経験

それぞれの不確かさの要因全てが、評価すべき測定結果の不確かさに対して寄与が大きい訳ではない。それぞれの不確かさの評価を行い、不確かさを合成して全体の不確かさに対する寄与を求め、ほとんど寄与しない項目は評価しなくても差し支えない。

(3) 個々の不確かさを全て合成し、測定結果の不確かさを求める。

放射能濃度の相対合成標準不確かさをそれぞれの入力値の相対標準不確かさの二乗和の平方根で求める。放射能濃度の相対合成標準不確かさに放射能濃度を乗じることで放射能濃度の合成標準不確かさを求める。合成標準不確かさは、測定結果に結び付けられた標準偏差を表している。測定値に結び付けられ得る値の分布の大部分を含むと期待できる区間を表すこ

とが必要な場合には、包含係数kを合成標準不確かさに乗じて拡張不確かさとする。kは適用する信頼の水準とt分布とから決定され[*368]、一般に 2～3 の間で選ばれることが多い。放射能濃度測定では、測定結果の分布は正規分布とみなすことができるため、信頼の水準が約 95 % のとき$k = 2$となる。測定結果の報告に当たり、不確かさを併記する場合は、その不確かさがどのような値であるのか（合成標準不確かさであるのか拡張不確かさ（$k = 2$～3）であるのか）を明記する。

表 C.1 の相対合成標準不確かさの計算例では、全体の相対合成標準不確かさは 20 %（有効数字 2 桁）であるが、内訳は計数の統計による不確かさ（u_{11}）の寄与が大部分を占めており、他の項目の寄与はほとんどないことがわかる。

このことは、計算例と同様の分析及び測定条件、かつ、同程度以下の ^{90}Sr 放射能濃度であれば、計数の統計による不確かさ（u_{11}）のみを全体の相対合成標準不確かさとして採用しても実用上は支障がないことを示している。相対合成標準不確かさは、各要因の相対標準不確かさの二乗和の平方根で求められるが、その際、最も寄与の大きい不確かさの要因と比較して寄与が 10 分の 1 以下であるような不確かさの要因が最終的な計算結果に与える影響はわずかであり、実用上は無視しても差支えない。例えば、10 %の相対標準不確かさと 1 %の相対標準不確かさを合成した場合、$\sqrt{10^2 + 1^2}$=10.05 %となり、不確かさの有効桁数は通常 1～2 桁であるため結果にはほとんど影響しない。

不確かさの評価において重要なのは、寄与の大きい不確かさの要因を確実に評価することであり、寄与の小さい要因を含めて全ての不確かさの要因を評価しようとすることは現実的ではない。放射線計測の場合、寄与の大きい不確かさの要因は、計数の統計による不確かさ、標準線源の付与値の不確かさ等であり、多くの場合はこれらを評価すれば実用上は十分である。

また、表 C.1 の不確かさの要因の全てを測定ごとに評価する必要はないことに留意すべきである。計数の統計による不確かさのように、測定ごとに変動する項目は毎回評価する必要があるが、それ以外の項目については、機器更新、保守点検、試薬のロット変更等のタイミングで評価すればよい。この場合、測定の相対合成標準不確かさは、計数の統計による不確かさ（測定ごとに変動する）と、それ以外の不確かさ（測定ごとには変動しない）とを合成することで得られる。

[*368] 次の文献の附属書 G に詳しく記載されている（附属書 G の表 G.2 に t 分布表が示されている）ので参考にするとよい。
今井秀孝 他： 測定における不確かさの表現のガイド[GUM]ハンドブック， 一般財団法人日本規格協会出版 ISBN：9784542307056（2018）

表 C.1　不確かさバジェットシート（例）

不確かさの要因※1	相対標準不確かさ	計算例※2	備考
C.3.1 供試量（W_s）	$\frac{u(W_s)}{W_s}$	**0.045 %**	(1)の相対標準不確かさ
(1)秤量	u_1	0.045 %	
C.3.2 回収率（Y_{Sr}）	$\frac{u(Y_{Sr})}{Y_{Sr}}$	**1.5 %**	(2)～(4)の相対合成標準不確かさと(6) の相対標準不確かさとを合成
(2)担体として加えたSr量	u_2	1.2 %	u_2～u_4の合成標準不確かさ＝0.60 mg (2)～(4)の相対合成標準不確かさ ＝0.60 mg/62.06 mg＝**0.97 %**
(3)試料中の安定Sr濃度	u_3	0.71 %	
(4)供試量	u_4	0.045 %	
(6)回収率測定により求めたSr量	u_5	1.1 %	
C.3.3 ^{90}Yの計数効率（ε）	$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}$	**1.4 %**	(1)～ (5) の相対標準不確かさを合成
(1)標準線源	u_6	0.65 %	
(2)校正用線源の調製	u_7	0.19 %	
(3)計数の統計	u_8	0.54 %	(4)校正式のフィッティングの不確かさを評価する場合は、省略してもよい
(4)校正式のフィッティング	u_9	1.1 %	
(5)減衰補正	u_{10}	0.0046 %	無視できるほど小さいため、 必ずしも評価する必要はない
C.3.4 ^{90}Yの正味計数率（r_n）	$\frac{u(r_n)}{r_n}$	**20 %**	(1)～ (3) の相対標準不確かさを合成
(1)計数の統計	u_{11}	20 %	測定ごとに評価
(2)測定系の変動	u_{12}	0.35 %	
(3)減衰補正	u_{13}	0.0030 %	無視できるほど小さいため、 必ずしも評価する必要はない
相対合成標準不確かさ※3	$\frac{u(A)}{A}$	**20 %**	測定ごとに評価

※1　各不確かさの要因の前の番号はC.3 項で参照する箇所に対応している。

※2　表の計算例では、便宜上、計算途中の数値については丸めた数値で記載（表示上丸めているが実際の計算は丸めず実施）している。

※3　相対合成標準不確かさの有効数字は多くても 2 桁とする。

[考慮すべき要因の検討方法]

・本解説では様々な要因の評価手法の習得に資する目的で寄与の小さい要因についてもあえて記載しているが、実際に不確かさ評価に取り組む場合には、全体の中で寄与の大きい相対標準不確かさとして、計数の統計による不確かさを最優先して評価するとよい「C.3.4(1)」。

・寄与の大きい不確かさの要因を確実に評価するためには本表の各要因の不確かさを参考にして、不確かさが大きそうな要因を追加で評価して、計数の統計による不確かさと合成し、この不確かさの要因を考慮すべきかどうかを判断するとよい。

・計数の統計による不確かさ以外の項目については、機器更新、保守点検、試薬のロット変更等のタイミングで評価すればよい。

C.3 不確かさの計算手順の例

C.2 の例について、表 C.1 に示した各要因の計算方法を参考までに記載する。

なお、各要因の不確かさの計算途中では数値を丸めず、最後に相対合成標準不確かさを求める際に一度だけ丸める[*369]。

^{90}Sr の放射能濃度の値Aは、式(C.5)より次のモデル式で求められる。

$$A = \frac{r_{\mathrm{n}} \times 100}{W_{\mathrm{s}} \times Y_{\mathrm{Sr}} \times \varepsilon}$$

A ：試料中の ^{90}Sr 放射能濃度(Bq/kg 灰)

W_{s} ：供試量(kg 灰)

Y_{Sr} ：回収率(%)

ε ：^{90}Y の計数効率(cps/Bq)

r_{n} ：^{90}Y の正味計数率(cps)

^{90}Sr の放射能濃度の値Aの相対合成標準不確かさは、モデル式中の各パラメータ（供試量W_{s}、回収率Y_{Sr}、^{90}Y の計数効率ε、^{90}Y の正味計数率r_{n}）の相対標準不確かさを合成することで求められる。

ここで、Aの合成標準不確かさを$u(A)$、相対合成標準不確かさを$\frac{u(A)}{A}$と定義し、他のパラメータも同様に定義する。

先に示した式(C.4)中の入力量$x_1, x_2, x_3, \cdots, x_n$の相対標準不確かさ ($\frac{u(x_i)}{x_i}$) をモデル式中の各パラメータに当てはめると、次のように表すことができる。

$$\frac{u(A)}{A} = \sqrt{\left(\frac{u(W_{\mathrm{s}})}{W_{\mathrm{s}}}\right)^2 + \left(\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(r_{\mathrm{n}})}{r_{\mathrm{n}}}\right)^2} \qquad \text{(C.6)}$$

$\frac{u(A)}{A}$を求めるため、C.3.1～C.3.4 で供試量W_{s}、回収率Y_{Sr}、^{90}Y の計数効率ε、^{90}Y の正味計数率r_{n}の順で相対標準不確かさをそれぞれ求め、C.3.5 で式(C.6)よりそれらを合成する。

C.3.1 供試量W_{s}の不確かさ ($\frac{u(W_{\mathrm{s}})}{W_{\mathrm{s}}}$)

灰試料の場合、供試量W_{s}の不確かさの要因は秤量の不確かさと考えられる。ここで、秤量の相対標準不確かさをu_1と定義する。

(1) 秤量の不確かさ（u_1）

秤量の不確かさは、使用する電子天秤の校正証明書に不確かさが記載されているかどうかによって、求め方が異なる。

また、試料中での放射性核種の偏在は測定値に影響を与えるが、不確かさを見積もることは困難である。したがって、試料の均質性については評価しなくても構わないが、試料の秤量を行う際には十分に混合し、均一な状態にしてから秤量する必要がある。

[*369] 本解説の計算例では、便宜上、計算途中の数値については丸めた数値で記載（表示上丸めているが実際の計算は丸めず実施）している。

a）校正証明書に不確かさの記載がある場合

電子天秤の校正証明書に記載されている不確かさを用いる。記載されている不確かさが相対値でない場合、秤量の相対標準不確かさ（u_1）は次式で求められる。

$$u_1 = \frac{u(W)}{W} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C. 7)}$$

$u(W)$：秤量値の不確かさ（g）

W：秤量値(g)

b）校正証明書に不確かさの記載がない場合

電子天秤の校正証明書に記載がない場合、秤量の相対標準不確かさ（u_1）は、秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{1.1}$）及び秤量の繰り返し性による不確かさ（$u_{1.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。これらを合成して求まるのは秤量時の不確かさのみであるが、校正時の測定不確かさは無視できるほど小さいので考慮しなくてよい。ただし、他に重要な不確かさの要因がある場合にはそれらについても考慮する。

1）秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{1.1}$）

電子天秤の読取限界（最小目盛）をlとすると、ゼロ点及び秤量値のそれぞれにおいて、読取値は$\pm l/2$を上下限とする矩形分布となる。これら 2 つの分布を合成すると、$\pm l$を上下限とする三角分布になるため、$u_{1.1}$は次式で求められる。

$$u_{1.1} = \frac{l}{\sqrt{6} \times W} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C. 8)}$$

l　：読取限界(g)

W　：秤量値(g)

2）秤量の繰り返し性による不確かさ（$u_{1.2}$）

供試量と同程度の質量の分銅等を用いて、10 回程度繰り返し測定を行い、その平均値及び標準偏差を算出する。n回測定の平均値を供試量とする場合、$u_{1.2}$は次式で求められる。

$$u_{1.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C. 9)}$$

$\bar{W}$　：繰り返し測定の平均値(g)

W_{STD}：繰り返し測定の標準偏差(g)

n　：試料の測定回数（平均値を供試量とする場合）

3）秤量の不確かさの合成

$u_{1.1}$と$u_{1.2}$とを合成し、u_1を求める。

$$u_1 = \sqrt{(u_{1.1})^2 + (u_{1.2})^2} \qquad \text{(C. 10)}$$

【計算例】

読取限界 0.01 g の電子天秤で、秤量値が 20.10 g のときの$u_{1.1}$を式(C.8)より求める。

$$u_{1.1} = \frac{l}{\sqrt{6} \times W} \times 100 = \frac{0.01}{\sqrt{6} \times 20.10} \times 100 = 0.020\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 20.100 g、標準偏差が 0.008 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{1.2}$を式(C.9)より求める。

$$u_{1.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.008}{20.100} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.040\ \%$$

u_1を式(C.10)より求める。

$$u_1 = \frac{u(W)}{W} = \sqrt{(u_{1.1})^2 + (u_{1.2})^2} = \sqrt{0.020^2 + 0.040^2} = 0.045\%$$

C.3.2 回収率Y_{Sr}の不確かさ $\left(\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}\right)$

回収率Y_{Sr}は、次式で求められる。

$$Y_{\mathrm{Sr}} = \frac{W_2}{W_1 + C_{\mathrm{st}} \times W_{\mathrm{s}}} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C.11)}$$

W_1 ：担体として加えた Sr 量(mg)

C_{st} ：試料中の安定 Sr 濃度(mg/g)

W_{s} ：供試量(g)

W_2 ：回収率測定により求めた安定 Sr 量(mg)

ここで、W_1、C_{st}、W_{s}及びW_2の相対標準不確かさを次のように定義する。

$\frac{u(W_1)}{W_1}(= u_2)$ ：W_1の相対標準不確かさ

$\frac{u(C_{\mathrm{st}})}{C_{\mathrm{st}}}(= u_3)$ ：C_{st}の相対標準不確かさ

$\frac{u(W_{\mathrm{s}})}{W_{\mathrm{s}}}(= u_4)$ ：W_{s}の相対標準不確かさ

$\frac{u(W_2)}{W_2}(= u_5)$ ：W_2の相対標準不確かさ

$W_1 + C_{\mathrm{st}} \times W_{\mathrm{s}} = Z$とおくと、式(C.11)は次のように表すことができる。

$$Y_{Sr} = \frac{W_2}{W_1 + C_{\mathrm{st}} \times W_{\mathrm{s}}} = \frac{W_2}{Z}$$

したがって、$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}$は、$\frac{u(Z)}{Z}$と$\frac{u(W_2)}{W_2}$（=$u_5$）とを合成した次式で求められる。

$$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}} = \sqrt{\left(\frac{u(Z)}{Z}\right)^2 + \left(\frac{u(W_2)}{W_2}\right)^2} \qquad \text{(C.12)}$$

ここでは、(1)～(5)において$\frac{u(Z)}{Z}$を求めた後に(6)において$\frac{u(W_2)}{W_2}$（=u_5）を求め、(7)において $\frac{u(Z)}{Z}$と$\frac{u(W_2)}{W_2}$とを合成することで$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}$を求める。

(1) Zの不確かさ $\left(\frac{u(Z)}{Z}\right)$

Z（$= W_1 + C_{st} \times W_s$）には積（$C_{st} \times W_s$）の部分と和の部分（$W_1 + C_{st} \times W_s$）があり、積の部分の合成標準不確かさは式（C.4）に従ってC_{st}の相対標準不確かさとW_sの相対標準不確かさの二乗和の平方根で求め、和の部分の合成標準不確かさは式（C.2）に従ってW_1の標準不確かさと$C_{st} \times W_s$の標準不確かさの二乗和の平方根で求める。

まず、積の部分（$C_{st} \times W_s$）の合成標準不確かさについて、次のように求める。

$$(C_{st} \pm u(C_{st})) \times (W_s \pm u(W_s))$$

$$= (C_{st} \times W_s) \pm (C_{st} \times W_s) \times \sqrt{\left(\frac{u(C_{st})}{C_{st}}\right)^2 + \left(\frac{u(W_s)}{W_s}\right)^2}$$

$$= (C_{st} \times W_s) \pm \left(\sqrt{\left({C_{st}}^2 \times {W_s}^2 \times \left(\frac{u(C_{st})}{C_{st}}\right)^2\right) + \left({C_{st}}^2 \times {W_s}^2 \times \left(\frac{u(W_s)}{W_s}\right)^2\right)}\right)$$

$$= (C_{st} \times W_s) \pm \left(\sqrt{{W_s}^2 \times (u(C_{st}))^2 + {C_{st}}^2 \times (u(W_s))^2}\right)$$

次に、W_1の合成標準不確かさと$C_{st} \times W_s$の合成標準不確かさとを合成する。

$$(W_1 \pm (u(W_1)) + \left((C_{st} \times W_s) \pm \left(\sqrt{{W_s}^2 \times (u(C_{st}))^2 + {C_{st}}^2 \times (u(W_s))^2}\right)\right)$$

$$= \left(W_1 + (C_{st} \times W_s)\right) \pm \left(\sqrt{(u(W_1))^2 + \left(\sqrt{{W_s}^2 \times (u(C_{st}))^2 + {C_{st}}^2 \times (u(W_s))^2}\right)^2}\right)$$

$$= \left(W_1 + (C_{st} \times W_s)\right) \pm \sqrt{(u(W_1))^2 + {W_s}^2 \times (u(C_{st}))^2 + {C_{st}}^2 \times (u(W_s))^2}$$

したがって、$u(Z)$は次式で求められる。

$$u(Z) = \sqrt{(u(W_1))^2 + {W_s}^2 \times (u(C_{st}))^2 + {C_{st}}^2 \times (u(W_s))^2} \qquad \text{(C.13)}$$

次に、Zを計算し、Zで$u(Z)$を除して$\frac{u(Z)}{Z}$を求める。

この後、計算例として次の条件で分析を行った際の不確かさについて記載していく。

$W_1 = 50.00$ mg

$C_{st} = 0.60$ mg/g 灰

$W_s = 20.10$ g

また、上記の値からZを求めると次のようになる。

$$Z = W_1 + C_{st} \times W_s = 50.00 \text{ mg} + 0.60 \text{ mg/g 灰} \times 20.10 \text{ g} = 62.06 \text{ mg}$$

(2)担体として加えた Sr 量の不確かさ（u_2）

Sr 担体溶液は、硝酸ストロンチウムを純水に溶解して作製する。このことから、u_2は、硝酸ストロンチウムの純度の不確かさ（$u_{2.1}$）、硝酸ストロンチウムの秤量の不確かさ（$u_{2.2}$）、Sr 担体溶液の希釈の不確かさ（$u_{2.3}$）及び Sr 担体溶液の添加の不確かさ（$u_{2.4}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

1）硝酸ストロンチウムの純度の不確かさ（$u_{2.1}$）

硝酸ストロンチウムの純度を、試薬瓶に表記されたR %を中心値とする濃度範囲をもつと考えた場合、最大値を 1（100 %）、中心値から最小値までの範囲を、最大値から中心値までの範囲と同じであるとすると、次のように表すことができる。

最大値：1

中心値：R

最小値：$R-(1-R)=2R-1$

純度の許容誤差：$\frac{1-(2R-1)}{2}$

上記の濃度範囲内での分布が矩形分布であるとすると、$u_{2.1}$は次式で求められる。

$$u_{2.1}=\frac{1-(2R-1)}{2\sqrt{3}\times R}\times 100\ (\%) \qquad (C.14)$$

【計算例】

硝酸ストロンチウムの純度が 98 %（=0.98）のときの$u_{2.1}$を式(C.14)より求める。

$$u_{2.1}=\frac{1-(2R-1)}{2\sqrt{3}\times R}\times 100=\frac{1-(2\times 0.98-1)}{2\sqrt{3}\times 0.98}\times 100=\ 1.2\ \%$$

2）硝酸ストロンチウムの秤量の不確かさ（$u_{2.2}$）

秤量の不確かさは、前述のu_1と同様に、電子天秤の校正証明書に不確かさが記載されているかどうかによって、求め方が異なる。記載がない場合、$u_{2.2}$は、天秤の秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{2.2.1}$）及び繰り返し性による不確かさ（$u_{2.2.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

読取限界 0.01 g の電子天秤で秤量値が 24.15 g のときの$u_{2.2.1}$を式(C.8)より求める。

$$u_{2.2.1}=\frac{l}{\sqrt{6}\times W}\times 100=\frac{0.01}{\sqrt{6}\times 24.15}\times 100=\ 0.017\%$$

繰り返し測定の平均値が 24.150 g、標準偏差が 0.007 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{2.2.2}$を式(C.9)より求める。

$$u_{2.2.2}=\frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}}\times\frac{1}{\sqrt{n}}\times 100=\frac{0.007}{24.150}\times\frac{1}{\sqrt{1}}\times 100=0.029\ \%$$

式(C.10)より$u_{2.2.1}$と$u_{2.2.2}$とを合成し、$u_{2.2}$を求める。

$$u_{2.2}=\sqrt{(u_{2.2.1})^2+(u_{2.2.2})^2}=\sqrt{0.017^2+0.029^2}=0.034\%$$

3）Sr 担体溶液の希釈の不確かさ（$u_{2.3}$）

Sr 担体溶液の希釈には、メスフラスコを使用する。このことから、$u_{2.3}$は、メスフラスコの容量の不確かさ（$u_{2.3.1}$）及びメスフラスコの繰り返し性による不確かさ（$u_{2.3.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

3-1）メスフラスコの容量の不確かさ（$u_{2.3.1}$）

メスフラスコの容量の許容誤差の範囲は矩形分布となるため、$u_{2.3.1}$は次式で求められる。

$$u_{2.3.1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100\ (\%) \qquad (C.15)$$

V　：メスフラスコの容量（mL）

V_i　：メスフラスコの許容誤差

3-2）メスフラスコの繰り返し性による不確かさ（$u_{2.3.2}$）

メスフラスコで定容した純水の質量について、電子天秤で 10 回程度繰り返し測定を行い、その平均値及び標準偏差を算出する。n回測定の平均値を採用する場合、$u_{2.3.2}$は次式で求められる。

$$u_{2.3.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100\ (\%) \qquad (C.16)$$

$\overline{W}$　：繰り返して秤量を行った際の平均値（g）

W_{STD}：繰り返して秤量を行った際の標準偏差（g）

n　：繰り返し数

3-3）Sr 担体溶液の希釈の不確かさの合成

$u_{2.3.1}$と$u_{2.3.2}$とを合成し、$u_{2.3}$を求める。

$$u_{2.3} = \sqrt{(u_{2.3.1})^2 + (u_{2.3.2})^2} \qquad (C.17)$$

【計算例】

許容誤差 0.4 mL の 1 L(＝1000 mL)のメスフラスコを使用するときの$u_{2.3.1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{2.3.1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.4}{\sqrt{3} \times 1000} \times 100 = 0.023\ \%$$

繰り返し測定の平均が 1000.080 g、標準偏差が 0.170 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{2.3.2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{2.3.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.170}{1000.080} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.017\ \%$$

式(C.17)より$u_{2.3.1}$と$u_{2.3.2}$とを合成し、$u_{2.3}$を求める。

$$u_{2.3} = \sqrt{(u_{2.3.1})^2 + (u_{2.3.2})^2} = \sqrt{0.023^2 + 0.017^2} = 0.029\ \%$$

4）Sr 担体溶液の添加の不確かさ（$u_{2.4}$）

Sr 担体溶液の添加には、ホールピペットを使用する。このことから、$u_{2.4}$はホールピペットの容量の不確かさ（$u_{2.4.1}$）及びホールピペットの繰り返し性による不確かさ（$u_{2.4.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

4-1）ホールピペットの容量の不確かさ（$u_{2.4.1}$）

ホールピペットの容量の許容誤差の範囲は矩形分布となるため、$u_{2.4.1}$は次式で求められる。

$$u_{2.4.1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100\ (\%) \qquad (C.18)$$

V　：ホールピペットの容量（mL）

V_i　：ホールピペットの許容誤差

4-2）ホールピペットの繰り返し性による不確かさ（$u_{2.4.2}$）

ホールピペットで定容した純水の質量について、電子天秤で 10 回程度繰り返し測定を行い、その平均値及び標準偏差を算出する。n回測定の平均値を採用する場合、$u_{2.4.2}$は次式で求められる。

$$u_{2.4.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100\ (\%) \qquad (C.19)$$

$\bar{W}$　：繰り返して秤量を行った際の平均値（g）

W_{STD}：繰り返して秤量を行った際の標準偏差（g）

n　：繰り返し数

4-3）Sr 担体溶液の添加の不確かさの合成（$u_{2.4}$）

$u_{2.4.1}$と$u_{2.4.2}$とを合成し、$u_{2.4}$を求める。

$$u_{2.4} = \sqrt{(u_{2.4.1})^2 + (u_{2.4.2})^2} \qquad (C.20)$$

【計算例】

許容誤差 0.015 mL の 5 mL のホールピペットを使用するときの$u_{2.4.1}$を式(C.18)より求める。

$$u_{2.4.1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.015}{\sqrt{3} \times 5} \times 100 = 0.17\ \%$$

繰り返し測定の平均が 5.003 g、標準偏差が 0.004 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{2.4.2}$を式(C.19)より求める。

$$u_{2.4.2} = \frac{V_{\mathrm{STD}}}{\bar{V}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.004}{5.003} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.080\ \%$$

式(C.20)より$u_{2.4.1}$と$u_{2.4.2}$とを合成し、$u_{2.4}$を求める。

$$u_{2.4} = \sqrt{(u_{2.4.1})^2 + (u_{2.4.2})^2} = \sqrt{0.17^2 + 0.080^2} = 0.19\ \%$$

5）担体として加えた Sr 量の不確かさの合成（u_2）

$u_{2.1}$～$u_{2.4}$を合成し、u_2を求める。

$$u_2 = \frac{u(W_1)}{W_1} = \sqrt{(u_{2.1})^2 + (u_{2.2})^2 + (u_{2.3})^2 + (u_{2.4})^2} \qquad (C.21)$$

【計算例】

式(C.21)より$u_{2.1}$～$u_{2.4}$を合成し、u_2を求める。

$$u_2 = \frac{u(W_1)}{W_1} = \sqrt{(u_{2.1})^2 + (u_{2.2})^2 + (u_{2.3})^2 + (u_{2.4})^2}$$
$$= \sqrt{1.2^2 + 0.034^2 + 0.029^2 + 0.19^2} = 1.2\%$$

(3) 試料中の安定 Sr 濃度の不確かさ（u_3）

ICP-AES により試料中の安定 Sr 濃度（C_{st}）を定量した場合の不確かさの求め方について記載する。u_3は、安定 Sr 測定試料の秤量の不確かさ（$u_{3.1}$）、安定 Sr 測定試料溶液の希釈の不確かさ（$u_{3.2}$）、検量線の不確かさ（$u_{3.3}$）及び検量線溶液の不確かさ（$u_{3.4}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

1）安定 Sr 測定試料の秤量の不確かさ（$u_{3.1}$）

秤量の不確かさは、前述のu_1と同様に、電子天秤の校正証明書に不確かさが記載されているかどうかによって、求め方が異なる。記載がない場合、$u_{3.1}$は、天秤の秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{3.1.1}$）及び秤量の繰り返し性による不確かさ（$u_{3.1.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

読取限界 0.00001 g の電子天秤で、秤量値が 1.00066 g のときの$u_{3.1.1}$を式(C.8)より求める。

$$u_{3.1.1} = \frac{l}{\sqrt{6} \times W} \times 100 = \frac{0.00001}{\sqrt{6} \times 1.00066} \times 100 = 0.00041\,\%$$

繰り返し測定の平均値が 1.000660 g、標準偏差が 0.000087 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{3.1.2}$を式(C.9)より求める。

$$u_{3.1.2} = \frac{W_{STD}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.000087}{1.000660} \times 100 \times \frac{1}{\sqrt{1}} = 0.0087\,\%$$

式(C.10)より$u_{3.1.1}$と$u_{3.1.2}$とを合成し、$u_{3.1}$を求める。

$$u_{3.1} = \sqrt{(u_{3.1.1})^2 + (u_{3.1.2})^2} = \sqrt{0.00041^2 + 0.0087^2} = 0.0087\,\%$$

2）安定 Sr 測定試料溶液の希釈の不確かさ（$u_{3.2}$）

安定 Sr 測定試料溶液の希釈には、メスフラスコ及びホールピペットを使用する。このことから、$u_{3.2}$は、前述の$u_{2.3}$及び$u_{2.4}$と同様に、メスフラスコの容量の不確かさ（$u_{3.2.a1}$、$u_{3.2.b1}$）及びメスフラスコの繰り返し性による不確かさ（$u_{3.2.a2}$、$u_{3.2.b2}$）、ホールピペットの容量の不確かさ（$u_{3.2.c1}$）及びホールピペットの繰り返し性による不確かさ（$u_{3.2.c2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

100 mL メスフラスコに定容した試料溶液を、ホールピペットで 5 mL 分取し、50 mL メスフラスコに移して定容し、希釈する場合の$u_{3.2}$の求め方を考える。このとき、メスフラスコは 100 mL、50 mL の 2 種、ホールピペットは 5 mL を 1 本使用する。このことから、$u_{3.2}$は、100 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{3.2.a}$）、50 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{3.2.b}$）、5 mL のホールピペットの不確かさ（$u_{3.2.c}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

a）メスフラスコの不確かさ（$u_{3.2.a}$、$u_{3.2.b}$）

まず、$u_{3.2.a}$を求める。許容誤差 0.1 mL の 100 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{3.2.a1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{3.2.a1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.1}{\sqrt{3} \times 100} \times 100 = 0.058\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 100.002 g、標準偏差が 0.059 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{3.2.a2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{3.2.a2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.059}{100.002} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.059\ \%$$

式(C.17)より$u_{3.2.a1}$と$u_{3.2.a2}$とを合成し、$u_{3.2.a}$を求める。

$$u_{3.2.a} = \sqrt{(u_{3.2.a1})^2 + (u_{3.3.a2})^2} = \sqrt{0.058^2 + 0.059^2} = 0.083\ \%$$

次に、$u_{3.2.b}$を求める。許容誤差 0.06 mL の 50 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{3.2.b1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{3.2.b1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.06}{\sqrt{3} \times 50} \times 100 = 0.069\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 49.995 g、標準偏差が 0.034 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{3.2.b2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{3.2.b2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.034}{49.995} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.068\ \%$$

式(C.17)より$u_{3.2.b1}$と$u_{3.2.b2}$とを合成し、$u_{3.2.b}$を求める。

$$u_{3.2.b} = \sqrt{(u_{3.2.b1})^2 + (u_{3.2.b2})^2} = \sqrt{0.069^2 + 0.068^2} = 0.097\ \%$$

b）ホールピペットの不確かさ（$u_{3.2.c}$）

許容誤差 0.015 mL の 5 mL のホールピペットを使用するときの$u_{3.2.c1}$を式(C.18)より求める。

$$u_{3.2.c1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.015}{\sqrt{3} \times 5} \times 100 = 0.17\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 5.003 g、標準偏差が 0.004 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{3.2.c2}$を式(C.19)より求める。

$$u_{3.2.c2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.004}{5.003} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.080\ \%$$

式(C.20)より$u_{3.2.c1}$と$u_{3.2.c2}$とを合成し、$u_{3.2.c}$を求める。

$$u_{3.2.c} = \sqrt{(u_{3.2.c1})^2 + (u_{3.2.c2})^2} = \sqrt{0.17^2 + 0.080^2} = \ 0.19\ \%$$

c）希釈の不確かさの合成（$u_{3.2}$）

$u_{3.2.a}$、$u_{3.2.b}$、$u_{3.2.c}$を合成し、$u_{3.2}$を求める。

$$u_{3.2} = \sqrt{(u_{3.2.a})^2 + (u_{3.2.b})^2 + (u_{3.2.c})^2} = \sqrt{0.083^2 + 0.097^2 + 0.19^2} = 0.23\ \%$$

3）検量線の不確かさ（$u_{3.3}$）

n個の濃度の標準液を測定した結果から最小二乗法により検量線を引き、$y = ax + b$の一次式を得た際の不確かさを次のように求める。厳密には測定ごとに評価する必要があるが、各検量線の不確かさの差異が最終的な不確かさに与える影響は無視できるほど小さいため、機器調整や条件変更等がない限り、必ずしも測定ごとに評価する必要はない。

検量線の標準不確かさを$u(C_\mathrm{f})$と定義すると、$u(C_\mathrm{f})$は標準液を測定して実際に得られた強度y_iと、$y = ax + b$に濃度xを代入して得られた強度の推定値y_{est}との差をとり、そのうちの一番大きい値を傾きaで割った値を用いる[*370]。

$$u(C_\mathrm{f}) = \frac{|\mathrm{MAX}(y_i - y_{est})|}{a} \qquad \text{(C. 22)}$$

y_i　：標準液を測定して実際に得られた各強度

y_{est}　：$y = ax + b$に濃度xを代入して得られた強度yの推定値

したがって、$u_{3.3}$は次式で求められる。

$$u_{3.3} = \frac{u(C_\mathrm{f})}{C_\mathrm{f}} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C. 23)}$$

C_f：測定試料の濃度

【計算例】

0 mg/L～0.5 mg/L の濃度範囲の標準液 5 点で測定を行い、下表の結果を得たとし、一次式は$y = 6.4317x + 0.0128$であったとする。

表 C.2　検量線測定の結果

	標準 1	標準 2	標準 3	標準 4	標準 5
x:濃度	0	0.01	0.05	0.1	0.5
y_i:強度	0.0163	0.0778	0.337	0.648	3.23
y_{est}	0.01280	0.07712	0.3344	0.6560	3.229
$y_i - y_{est}$	0.00350	0.00068	0.0026	−0.0080	0.001

[*370] この評価方法は簡便であるが不確かさが過大に見積もられる。より適切な不確かさ評価を行いたい場合、次の資料に他の方法が記載されているので参考にするとよい。
独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センター：JCSS　校正における測定不確かさの評価　内挿校正式による不確かさの見積もり，JCG200S21－02（2022）.

式(C.22)より$u(C_f)$を求める。$y_i - y_{est}$は、検量線と実測点との差が一番大きい標準 4 の値を用いる。

$$u(C_f) = \frac{|\mathrm{MAX}(y_i - y_{est})|}{a} = \frac{|-0.0080|}{6.4317} = 0.00124$$

測定した試料の濃度が 0.25 mg/L のときの$u_{3.3}$を式(C.23)より求める。

$$u_{3.3} = \frac{u(C_f)}{C_f} \times 100 = \frac{0.00124}{0.25} \times 100 = 0.50\ \%$$

4）検量線溶液の不確かさ（$u_{3.4}$）

検量線溶液は、Sr 標準液を希釈して作製する。このことから、$u_{3.4}$は、Sr 標準液の不確かさ($u_{3.4.1}$)及び検量線溶液の希釈の不確かさ($u_{3.4.2}$)の相対標準不確かさを合成することによって求める。

4-1）Sr 標準液の不確かさ($u_{3.4.1}$)

Sr 標準液の成績書に記載されている拡張不確かさを用いる。Sr 標準液の成績書に記載されている拡張不確かさをU %、包含係数をkとすると、$u_{3.4.1}$は次式で求められる。

$$u_{3.4.1} = \frac{U}{k}\ (\%) \qquad \text{(C.24)}$$

4-2）検量線溶液の希釈の不確かさ($u_{3.4.2}$)

Sr 標準液から検量線溶液を作製する際は、メスフラスコとホールピペットとを使用する。濃度によって希釈方法が異なる場合は、不確かさが一番大きくなる時の濃度の不確かさを使用する。このことから、$u_{3.4.2}$は、前述の$u_{2.3}$及び$u_{2.4}$と同様に、メスフラスコの容量の不確かさ（$u_{3.4.2.a1}$、$u_{3.4.2.b1}$、$u_{3.4.2.c1}$）及びメスフラスコの繰り返し性による不確かさ（$u_{3.4.2.a2}$、$u_{3.4.2.b2}$、$u_{3.4.2.c2}$）、ホールピペットの容量の不確かさ($u_{3.4.2.d1}$、$u_{3.4.2.e1}$、$u_{3.4.2.f1}$)及びホールピペットの繰り返し性による不確かさ（$u_{3.4.2.d2}$、$u_{3.4.2.e2}$、$u_{3.4.2.f2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

4-3）検量線溶液の不確かさの合成（$u_{3.4}$）

$u_{3.4.1}$と$u_{3.4.2}$とを合成し、$u_{3.4}$を求める。

$$u_{3.4} = \sqrt{(u_{3.4.1})^2 + (u_{3.4.2})^2} \qquad \text{(C.25)}$$

【計算例】

Sr 標準液の成績書に記載されている拡張不確かさUが 0.3 %、包含係数kが 2 のときの$u_{3.4.1}$を式(C.24)より求める。

$$u_{3.4.1} = \frac{U}{k} = \frac{0.3}{2} = 0.15\ \%$$

1000 mg/L の Sr 標準液を用いて表 C.3 のように希釈を行い、0.01 mg/L の Sr 標準液を作製する場合の$u_{3.4.2}$の求め方を考える。

表 C.3　検量線溶液の希釈方法

	希釈前濃度	使用する ホールピペット	使用する メスフラスコ	希釈後濃度
1	1000 mg/L	5 mL	500 mL	10 mg/L
2	10 mg/L	10 mL	100 mL	1 mg/L
3	1 mg/L	2 mL	200 mL	0.01 mg/L

このとき、使用するメスフラスコは 500 mL、100 mL、200 mL の 3 種、ホールピペットは 5 mL、10 mL、2 mL の 3 本である。このことから、$u_{3.4.2}$は、500 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{3.4.2.a}$）、100mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{3.4.2.b}$）、200 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{3.4.2.c}$）、5 mL のホールピペットの不確かさ（$u_{3.4.2.d}$）、10 mL のホールピペットの不確かさ（$u_{3.4.2.e}$）、2 mL のホールピペットの不確かさ（$u_{3.4.2.f}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

a）メスフラスコの不確かさ（$u_{3.4.2.a}$、$u_{3.4.2.b}$、$u_{3.4.2.c}$）

はじめに、$u_{3.4.2.a}$を求める。許容誤差 0.25 mL の 500 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{3.4.2.a1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{3.4.2.a1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.25}{\sqrt{3} \times 500} \times 100 = 0.029\,\%$$

繰り返し測定の平均値が 500.014 g、標準偏差が 0.012 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.a2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{3.4.2.a2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.012}{500.014} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.0024\,\%$$

式(C.17)より$u_{3.4.2.a1}$と$u_{3.4.2.a2}$とを合成し、$u_{3.4.2.a}$を求める。

$$u_{3.4.2.a} = \sqrt{(u_{3.4.2.a1})^2 + (u_{3.4.2.a2})^2} = \sqrt{0.029^2 + 0.0024^2} = 0.029\,\%$$

次に、$u_{3.4.2.b}$を求める。許容誤差 0.1 mL の 100 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{3.4.2.b1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{3.4.2.b1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.1}{\sqrt{3} \times 100} \times 100 = 0.058\,\%$$

繰り返し測定の平均値が 100.002 g、標準偏差が 0.059 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.b2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{3.4.2.b2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.059}{100.002} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.059\,\%$$

式(C.17)より$u_{3.4.2.b1}$と$u_{3.4.2.b2}$とを合成し、$u_{3.4.2.b}$を求める。

$$u_{3.4.2.b} = \sqrt{(u_{3.4.2.b1})^2 + (u_{3.4.2.b2})^2} = \sqrt{0.058^2 + 0.059^2} = 0.083\,\%$$

最後に、$u_{3.4.2.c}$を求める。許容誤差 0.15 mL の 200 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{3.4.2.c1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{3.4.2.c1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.15}{\sqrt{3} \times 200} \times 100 = 0.043\,\%$$

繰り返し測定の平均値が 200.015 g、標準偏差が 0.011 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.c2}$を式(C. 16)より求める。

$$u_{3.4.2.c2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.011}{200.015} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.0055\%$$

式(C. 17)より$u_{3.4.2.c1}$と$u_{3.4.2.c2}$とを合成し、$u_{3.4.2.c}$を求める。

$$u_{3.4.2.c} = \sqrt{(u_{3.4.2.c1})^2 + (u_{3.4.2.c2})^2} = \sqrt{0.043^2 + 0.0055^2} = 0.043\ \%$$

b) ホールピペットの不確かさ（$u_{3.4.2.d}$、$u_{3.4.2.e}$、$u_{3.4.2.f}$）

はじめに、$u_{3.4.2.d}$を求める。許容誤差 0.015 mL の 5 mL のホールピペットを使用するときの$u_{3.4.2.d1}$を式(C. 18)より求める。

$$u_{3.4.2.d1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.015}{\sqrt{3} \times 5} \times 100 = 0.17\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 5.003 g、標準偏差が 0.004 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.d2}$を式(C. 19)より求める。

$$u_{3.4.2.d2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.004}{5.003} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.080\ \%$$

式(C. 20)より$u_{3.4.2.d1}$と$u_{3.4.2.d2}$とを合成し、$u_{3.4.2.d}$を求める。

$$u_{3.4.2.d} = \sqrt{(u_{3.4.2.d1})^2 + (u_{3.4.2.d2})^2} = \sqrt{0.17^2 + 0.080^2} = 0.19\ \%$$

次に、$u_{3.4.2.e}$を求める。許容誤差 0.02 mL の 10 mL のホールピペットを使用するときの$u_{3.4.2.e1}$を式(C. 18)より求める。

$$u_{3.4.2.e1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.02}{\sqrt{3} \times 10} \times 100 = 0.12\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 10.013 g、標準偏差が 0.007 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.e2}$を式(C. 19)より求める。

$$u_{3.4.2.e2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.007}{10.013} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.070\ \%$$

式(C. 20)より$u_{3.4.2.e1}$と$u_{3.4.2.e2}$とを合成し、$u_{3.4.2.e}$を求める。

$$u_{3.4.2.e} = \sqrt{(u_{3.4.2.e1})^2 + (u_{3.4.2.e2})^2} = \sqrt{0.12^2 + 0.070^2} = 0.14\ \%$$

最後に、$u_{3.4.2.f}$を求める。許容誤差 0.01 mL の 2 mL のホールピペットを使用するときの$u_{3.4.2.f1}$を式(C. 18)より求める。

$$u_{3.4.2.f1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.01}{\sqrt{3} \times 2} \times 100 = 0.29\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 2.007 g、標準偏差が 0.003 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{3.4.2.f2}$を式(C. 19)より求める。

$$u_{3.4.2.f2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.003}{2.007} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.15\ \%$$

式(C. 20)より$u_{3.4.2.f1}$と$u_{3.4.2.f2}$とを合成し、$u_{3.4.2.f}$を求める。

$$u_{3.4.2.f} = \sqrt{(u_{3.4.2.f1})^2 + (u_{3.4.2.f2})^2} = \sqrt{0.29^2 + 0.15^2} = 0.33\ \%$$

$u_{3.4.2.a}$、$u_{3.2.4.b}$、$u_{3.4.2.c}$、$u_{3.4.2.d}$、$u_{3.4.2.e}$、$u_{3.4.2.f}$を合成し、$u_{3.4.2}$を求める。

$$u_{3.4.2} = \sqrt{(u_{3.4.2.a})^2 + (u_{3.4.2.b})^2 + (u_{3.4.2.c})^2 + (u_{3.4.2.d})^2 + (u_{3.4.2.e})^2 + (u_{3.4.2.f})^2}$$
$$= \sqrt{0.029^2 + 0.083^2 + 0.043^2 + 0.19^2 + 0.14^2 + 0.33^2} = 0.42\ \%$$

c）希釈の不確かさの合成（$u_{3.4}$）

式(C. 25)より$u_{3.4}$を求める。

$$u_{3.4} = \sqrt{(u_{3.4.1})^2 + (u_{3.4.2})^2} = \sqrt{0.15^2 + 0.42^2} = 0.45\ \%$$

5）試料中の安定 Sr 量の不確かさ（u_3）の合成

$u_{3.1}$～$u_{3.4}$を合成し、u_3を求める。

$$u_3 = \sqrt{(u_{3.1})^2 + (u_{3.2})^2 + (u_{3.3})^2 + (u_{3.4})^2} \qquad \text{(C. 26)}$$

【計算例】

式(C. 26)を用いて$u_{3.1}$～$u_{3.4}$を合成し、u_3を求める。

$$u_3 = \sqrt{(u_{3.1})^2 + (u_{3.2})^2 + (u_{3.3})^2 + (u_{3.4})^2}$$
$$= \sqrt{0.0087^2 + 0.23^2 + 0.50^2 + 0.45^2} = 0.71\ \%$$

(4) 供試量の不確かさ（u_4）

秤量の不確かさは、前述のu_1と同様に、電子天秤の校正証明書に不確かさが記載されているかどうかによって、求め方が異なる。記載がない場合、u_4は、天秤の秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{4.1}$）及び繰り返し性による不確かさ（$u_{4.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

読取限界 0. 01 g の電子天秤で、秤量値が 20. 10 g のときの$u_{4.1}$を式(C. 8)より求める。

$$u_{4.1} = \frac{l}{\sqrt{6} \times W} \times 100 = \frac{0.01}{\sqrt{6} \times 20.10} \times 100 = 0.020\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 20. 100 g、標準偏差が 0. 008 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{4.2}$を式(C. 9)より求める。

$$u_{4.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.008}{20.100} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.040\ \%$$

式(C. 10)より$u_{4.1}$と$u_{4.2}$とを合成し、u_4を求める。

$$u_4 = \sqrt{(u_{4.1})^2 + (u_{4.2})^2} = \sqrt{0.020^2 + 0.040^2} = 0.045\%$$

(5) Zの相対合成標準不確かさの計算

前述のとおり、$\frac{u(Z)}{Z}$を求めるためには、$u(Z)$を計算する必要がある。このことから、まず、u_2、u_3及び u_4にそれぞれの入力値を乗じて$u(W_1)$、$u(C_{\mathrm{st}})$及び$u(W_{\mathrm{s}})$を求める。次に、式(C. 13)により$u(Z)$を計算した後、$\frac{u(Z)}{Z}$を求める。

【計算例】

(2)～(4)で求めたu_2、u_3及び u_4は次のとおりである。

$$u_2 = \frac{u(W_1)}{W_1} = 1.2\ \% = 0.012$$

$$u_3 = \frac{u(C_{\mathrm{st}})}{C_{\mathrm{st}}} = 0.71\ \% = 0.0071$$

$$u_4 = \frac{u(W_{\mathrm{s}})}{W_{\mathrm{s}}} = 0.045\ \% = 0.00045$$

まず、それぞれの相対標準不確かさから標準不確かさを求める。計算には、先に示した分析条件である$W_1 = 50.00$ mg、$C_{\mathrm{st}} = 0.60$ mg/g 灰及びW_{s}=20.10 g を用いる。

$$u(W_1) = W_1 \times u_2 = W_1 \times \frac{u(W_1)}{W_1} = 50.00\ \mathrm{mg} \times 0.012 = 0.60\ \mathrm{mg}$$

$$u(C_{\mathrm{st}}) = C_{\mathrm{st}} \times u_3 = C_{\mathrm{st}} \times \frac{u(C_{\mathrm{st}})}{C_{\mathrm{st}}} = 0.60\ \mathrm{mg/g\ 灰} \times 0.0071 = 0.0043\ \mathrm{mg/g\ 灰}$$

$$u(W_{\mathrm{s}}) = W_{\mathrm{s}} \times u_4 = W_{\mathrm{s}} \times \frac{u(W_{\mathrm{s}})}{W_{\mathrm{s}}} = 20.10\ \mathrm{g} \times 0.00045 = 0.0090\ \mathrm{g}$$

次に、式(C. 13)より$u(Z)$を求める。

$$u(Z) = \sqrt{\left(u(W_1)\right)^2 + {W_{\mathrm{s}}}^2 \times \left(u(C_{\mathrm{st}})\right)^2 + {C_{\mathrm{st}}}^2 \times \left(u(W_{\mathrm{s}})\right)^2}$$

$$= \sqrt{0.60^2 + 20.10^2 \times 0.0043^2 + 0.60^2 \times 0.0090^2} = 0.61\ \mathrm{mg}$$

最後に、$Z = 62.06$ mgを用いて、$\frac{u(Z)}{Z}$を求める。

$$\frac{u(Z)}{Z} = \frac{0.61}{62.06} \times 100 = 0.98\ \%$$

(6) 回収率測定により求めた Sr 量の不確かさ（u_5）

測定対象核種である ^{90}Sr の回収率については、安定 Sr と同一であるとし、系統的又は偶然的な効果によるずれはないものとして解析する。Sr 分析における回収率の求め方には様々な方法があるが、ここでは ICP-AES により分析試料中の安定 Sr 量を定量した場合の不確かさについて記載する。

回収率は次に示す工程で求める。放射能分析試料の前処理の際に担体として規定量の安定 Sr を加えておき、化学分離が終了した際に試料溶液を分取して回収率測定試料とする。これを希釈し ICP-AES により定量した安定 Sr 量がW_2であり、担体として加えた安定 Sr 量と試料中の安定 Sr 量の合計とを比較することで回収率を求める。

このことから、u_5は、回収率測定試料溶液の希釈の不確かさ($u_{5.1}$)、検量線の不確かさ($u_{5.2}$)及び検量線溶液の不確かさ（$u_{5.3}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

1）回収率測定試料溶液の希釈の不確かさ($u_{5.1}$)

回収率測定試料溶液の希釈には、ホールピペットとメスフラスコを使用する。このことから、$u_{5.1}$は、前述の$u_{2.3}$及び$u_{2.4}$と同様に、メスフラスコの容量の不確かさ($u_{5.1.a1}$、$u_{5.1.b1}$、$u_{5.1.c1}$)、メスフラスコの繰り返し性による不確かさ（$u_{5.1.a2}$、$u_{5.1.b2}$、$u_{5.1.c2}$)、ホールピペットの容量の不確かさ（$u_{5.1.d1}$、$u_{5.1.e1}$）及びホールピペットの繰り返し性による不確かさ（$u_{5.1.d2}$、$u_{5.1.e2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

100 mL メスフラスコに定容した試料を、2500 倍に希釈する場合の$u_{5.1}$の求め方を考える。このとき、メスフラスコは 100 mL を 1 個、50 mL を 2 個使用し、ホールピペットは、1 mL を 2 本使用する。$u_{5.1}$は、100 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{5.1.a}$)、50 mL のメスフラスコの不確かさ（$u_{5.1.b}$、$u_{5.1.c}$)、1 mL のホールピペットの不確かさ（$u_{5.1.d}$、$u_{5.1.e}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

a）メスフラスコの不確かさ（$u_{5.1.a}$、$u_{5.1.b}$、$u_{5.1.c}$）

まず、$u_{5.1.a}$を求める。許容誤差 0.1 mL の 100 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{5.1.a1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{5.1.a1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.1}{\sqrt{3} \times 100} \times 100 = 0.058\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 100.002 g、標準偏差が 0.059 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{5.1.a2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{5.1.a2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.059}{100.002} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.059\ \%$$

式(C.17)より$u_{5.1.a1}$と$u_{5.1.a2}$とを合成し、$u_{5.1.a}$を求める。

$$u_{5.1.a} = \sqrt{(u_{5.1.a1})^2 + (u_{5.1.a2})^2} = \sqrt{0.058^2 + 0.059^2} = 0.083\ \%$$

次に、$u_{5.1.b}$を求める。許容誤差 0.06 mL の 50 mL のメスフラスコを使用するときの$u_{5.1.b1}$を式(C.15)より求める。

$$u_{5.1.b1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.06}{\sqrt{3} \times 50} \times 100 = 0.069\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 49.995 g、標準偏差が 0.034 g、試料の定容回数が 1 回のときの$u_{5.1.b2}$を式(C.16)より求める。

$$u_{5.1.b2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.034}{49.995} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.068\ \%$$

式(C.17)より$u_{5.1.b1}$と$u_{5.1.b2}$とを合成し、$u_{5.1.b}$を求める。

$$u_{5.1.b} = \sqrt{(u_{5.1.b1})^2 + (u_{5.1.b2})^2} = \sqrt{0.069^2 + 0.068^2} = 0.097\ \%$$

なお、$u_{5.1.c}$は$u_{5.1.b}$と同じ値を用いる。

$$u_{5.1.c} = u_{5.1.b} = 0.097\ \%$$

b）ホールピペットの不確かさ（$u_{5.1.d}$、$u_{5.1.e}$）

はじめに、$u_{5.1.d}$を求める。許容誤差 0.008 mL の 1 mL のホールピペットを使用するときの$u_{5.1.d1}$を式(C.18)より求める。

$$u_{5.1.d1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.008}{\sqrt{3} \times 1} \times 100 = 0.46\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 1.001 g、標準偏差が 0.003 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{5.1.d2}$を式(C.19)より求める。

$$u_{5.1.d2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\bar{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.003}{1.001} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.30\ \%$$

式(C.20)より$u_{5.1.d1}$と$u_{5.1.d2}$とを合成し、$u_{5.1.d}$を求める。

$$u_{5.1.d} = \sqrt{(u_{5.1.d1})^2 + (u_{5.1.d2})^2} = \sqrt{0.46^2 + 0.30^2} = 0.55\ \%$$

なお、$u_{5.1.e}$は$u_{5.1.d}$と同じ値を用いる。

$$u_{5.1.e} = u_{5.1.d} = 0.55\ \%$$

c）希釈の不確かさの合成（$u_{5.1}$）

$u_{5.1.a}$、$u_{5.1.b}$、$u_{5.1.c}$、$u_{5.1.d}$、$u_{5.1.e}$を合成し、$u_{5.1}$を求める。

$$u_{5.1} = \sqrt{(u_{5.1.a})^2 + (u_{5.1.b})^2 + (u_{5.1.c})^2 + (u_{5.1.d})^2 + (u_{5.1.e})^2}$$
$$= \sqrt{0.083^2 + 0.097^2 + 0.097^2 + 0.55^2 + 0.55^2} = 0.79\ \%$$

2）検量線の不確かさ($u_{5.2}$)

前述の$u_{3.3}$と同様に求める。厳密には測定ごとに評価する必要があるが、各検量線の不確かさの差異が最終的な不確かさに与える影響は無視できるほど小さいため、機器調整や条件変更等がない限り、必ずしも測定ごとに評価する必要はない。

【計算例】

前述の$u_{3.3}$と同じ検量線を使用する場合、検量線の合成標準不確かさ$u(C_{\mathrm{f}}) = 0.00124$を得ている。測定値が 0.18 mg/L のときの$u_{5.2}$を式(C.23)より求める[*371]。

$$u_{5.2} = \frac{u(C_{\mathrm{f}})}{C_{\mathrm{f}}} \times 100 = \frac{0.00124}{0.18} \times 100 = 0.69\ \%$$

3）検量線溶液の不確かさ（$u_{5.3}$）

前述の$u_{3.4}$と同様に、Sr 標準液の不確かさ($u_{5.3.1}$)及び検量線溶液の希釈の不確かさ($u_{5.3.2}$)の相対標準不確かさを合成することによって求める。

【計算例】

前述の$u_{3.4}$と同じ検量線溶液を使用する場合、$u_{5.3}$は、$u_{3.4}$と同じ値を用いる。

$$u_{5.3} = \sqrt{(u_{5.3.1})^2 + (u_{5.3.2})^2}$$
$$= u_{3.4} = \sqrt{(u_{3.4.1})^2 + (u_{3.4.2})^2} = \sqrt{0.15^2 + 0.42^2} = 0.45\ \%$$

[*371] 厳密には$u_{3.3}$と同じ検量線や$u_{3.3}$で準備した Sr 標準液を用いる場合、その濃度の不確かさの間の相関を考慮するべきであるが、影響が小さいため考慮しない。

4) 回収率測定により求めた Sr 量の不確かさの合成（u_5）

$u_{5.1}$～$u_{5.3}$を合成し、u_5を求める。

$$u_5 = \sqrt{(u_{5.1})^2 + (u_{5.2})^2 + (u_{5.3})^2} \quad \text{(C. 27)}$$

【計算例】

式(C. 27)より$u_{5.1}$～$u_{5.3}$を合成し、u_5（= $\frac{u(W_2)}{W_2}$）を求める。

$$u_5 = \sqrt{(u_{5.1})^2 + (u_{5.2})^2 + (u_{5.3})^2} = \sqrt{0.79^2 + 0.69^2 + 0.45^2} = 1.1\ \%$$

(7)　回収率の値Y_{Sr}の不確かさの合成（$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}$）

(5)及び(6)において求めた$\frac{u(Z)}{Z}$及びu_5（= $\frac{u(W_2)}{W_2}$）を、式(C. 12)より合成し、$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}$を求める。

【計算例】

(5)及び(6)において求めた$\frac{u(Z)}{Z}$及び$\frac{u(W_2)}{W_2}$は次のとおりである。

$$\frac{u(Z)}{Z} = 0.98\ \%$$

$$\frac{u(W_2)}{W_2} = 1.1\ \%$$

式(C. 12)より$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}}$を求める。

$$\frac{u(Y_{\mathrm{Sr}})}{Y_{\mathrm{Sr}}} = \sqrt{\left(\frac{u(Z)}{Z}\right)^2 + \left(\frac{u(W_2)}{W_2}\right)^2} = \sqrt{0.98^2 + 1.1^2} = 1.5\ \%$$

C.3.3 ^{90}Y の計数効率εの不確かさ $(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon})$

Sr 測定においては、校正（計数効率ε）に用いる標準線源の不確かさ、校正用線源の調製に係る不確かさ及び校正用線源の測定に係る不確かさを考慮する。このことから、$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}$は、標準線源の不確かさ（$u_6$）、校正用線源の調製による不確かさ（$u_7$）、計数の統計による不確かさ（$u_8$）、校正式のフィッティングによる不確かさ（$u_9$）及び減衰補正による不確かさ（$u_{10}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

(1) 標準線源の不確かさ（u_6）

校正に用いた標準線源の成績書に記載されている不確かさを用いる。

(2) 校正用線源の調製による不確かさ（u_7）

校正用線源の調製は ^{90}Sr 標準線源の一定量をホールピペットで分取し、複数個の効率測定用試料（校正用線源）を作成する。このことから、u_7は、秤量の不確かさ（$u_{7.1}$）及びホールピペットの不確かさ（$u_{7.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

1) 秤量の不確かさ（$u_{7.1}$）

秤量の不確かさは、前述のu_1と同様に、電子天秤の校正証明書に不確かさが記載されているかどうかによって、求め方が異なる。記載がない場合、秤量値の丸めによる不確かさ（$u_{7.1.1}$）及び秤量の繰り返し性による不確かさ（$u_{7.1.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

2) ホールピペットの不確かさ（$u_{7.2}$）

ホールピペットの不確かさは、前述の$u_{2.4}$と同様に、ホールピペットの容量の不確かさ（$u_{7.2.1}$）及び繰り返し性による不確かさ（$u_{7.2.2}$）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

3) 校正用線源の調製による不確かさの合成（u_7）

$u_{7.1.1}$、$u_{7.1.2}$、$u_{7.2.1}$、$u_{7.2.2}$を合成し、u_7を求める。

$$u_7 = \sqrt{(u_{7.1.1})^2 + (u_{7.1.2})^2 + (u_{7.2.1})^2 + (u_{7.2.2})^2} \qquad \text{(C.28)}$$

【計算例】

読取限界 0.00001 g の電子天秤で、秤量値が 1.00066 g のときの$u_{7.1.1}$を式 (C.8) より求める。

$$u_{7.1.1} = \frac{l}{\sqrt{6} \times W} \times 100 = \frac{0.00001}{\sqrt{6} \times 1.00066} \times 100 = 0.00041\ \%$$

繰り返し測定の平均値が 1.000660 g、標準偏差が 0.000089 g、試料の測定回数が 1 回のときの$u_{7.1.2}$を式(C.9)より求める。

$$u_{7.1.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.000089}{1.000660} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.0089\ \%$$

許容誤差 0.015 mL の 5 mL のホールピペットを使用するときの$u_{7.2.1}$を式(C.18)より求める。

$$u_{7.2.1} = \frac{V_i}{\sqrt{3} \times V} \times 100 = \frac{0.015}{\sqrt{3} \times 5} \times 100 = 0.17\,\%$$

繰り返し測定の平均値が 5.003 g、標準偏差が 0.004 g、試料の分取回数が 1 回のときの$u_{7.2.2}$を式(C.19)より求める。

$$u_{7.2.2} = \frac{W_{\mathrm{STD}}}{\overline{W}} \times \frac{1}{\sqrt{n}} \times 100 = \frac{0.004}{5.003} \times \frac{1}{\sqrt{1}} \times 100 = 0.080\,\%$$

式(C.28)を用いて$u_{7.1.1}$、$u_{7.1.2}$、$u_{7.2.1}$、$u_{7.2.2}$を合成し、u_7を求める。

$$u_7 = \sqrt{(u_{7.1.1})^2 + (u_{7.1.2})^2 + (u_{7.2.1})^2 + (u_{7.2.2})^2}$$
$$= \sqrt{0.00041^2 + 0.0089^2 + 0.17^2 + 0.080^2} = 0.19\,\%$$

(3) 計数の統計による不確かさ（u_8）

校正用線源を測定して得られる計数とその計数の統計による不確かさから相対標準不確かさを算出する。作製した複数個の校正用線源全てについて相対標準不確かさ（u_8）を求め、そのうち最大のもの（u_{8max}）をu_8とする。ただし次項の(4) 校正式のフィッティング（u_9）において「実測に対する変動率」を求める際に、計数の統計による不確かさを含んでいることから省略することもできる。

$$u_8 = \frac{\sigma_{\mathrm{source}}}{N_{\mathrm{source}}} \times 100 = \frac{\sqrt{N_{\mathrm{source}}}}{N_{\mathrm{source}}} \times 100(\%) \qquad \text{(C.29)}$$

N_{source} ：校正用線源による計数

σ_{source} ：計数の統計による不確かさ

【計算例】

$\boldsymbol{n}$個の校正用線源の測定によって、次の結果を得たとする。

表 C.4　校正用線源の測定結果

校正用線源	校正用線源による計数(カウント)	計数の統計による不確かさ	相対標準不確かさ(u_8)(%)
1	40479	201.19	0.50
2	35167	187.53	0.53
3	35373	188.08	0.53
4	40711	201.77	0.50
5	34748	186.41	0.54
⋮	⋮	⋮	⋮
n	40448	201.12	0.50

※校正に複数の線源を用いた場合は、全ての相対標準不確かさの最大値を用いる。

例えば、校正用線源 5 について式（C.29）よりu_8を求めると次のようになる。

$$u_8 = \frac{\sigma_{\mathrm{source}}}{N_{\mathrm{source}}} \times 100 = \frac{\sqrt{N_{\mathrm{source}}}}{N_{\mathrm{source}}} \times 100 = \frac{\sqrt{34748}}{34748} \times 100 = 0.54\,(\%)$$

このようにu_8を計算すると、表 C.4 内のu_8が求められる。その中で最大のものを$u_{8\max}$とするため、次のようになる。

$$u_{8\max} = u_8 = 0.54\ \%$$

(4) 校正式のフィッティングによる不確かさ（u_9）

各標準線源の校正データより、実測に対する変動率（f）を全て算出し、そのうち最大のもの（$f_{\max}$）をu_9とする。なお、実測に対する変動率は次式で求める。

$$f = \frac{|\text{実測値} - \text{中央値}|}{\text{実測値}} \times 100(\%) \qquad \text{(C.30)}$$

$$u_9 = f_{\max}$$

$f_{\max}$ ：実測に対する変動率の最大値

【計算例】

窓あり検出器において、^{90}Y 校正用線源を用いて効率校正を行い、次の結果を得たとする。

表 C.5　校正用線源の校正データ

^{90}Y 校正用線源	中央値	実測値	実測に対する変動率(u_9)（%）
1	0.26877	0.26844	0.12
2		0.26950	0.27
3		0.27029	0.56
4		0.26852	0.093
5		0.26877	0
⋮		⋮	⋮
n		0.26579	1.1

※校正に複数の線源を用いた場合は、全ての相対標準不確かさの最大値を用いる。

例えば、^{90}Y 校正用線源 n について式（C.30）よりu_9を求めると次のようになる。

$$u_9 = \frac{|\text{実測値} - \text{中央値}|}{\text{実測値}} \times 100 = \frac{|0.26579 - 0.26877|}{0.26579} \times 100 = 1.1\ (\%)$$

このようにu_9を計算すると、表 C.5 内のu_9が求められる。その中で最大のものをu_{9max}とするため、次のようになる。

$$u_{9\max} = f_{\max} = 1.1\ \%$$

(5) 減衰補正による不確かさ（u_{10}）

解析に使用している核データを参照して、半減期、半減期+不確かさのそれぞれで基準日時からの経過時間での減衰補正係数を算出し、その差の相対値をu_{10}とする。減衰補正による不確かさは無視できるほど寄与が小さいため、実際の運用では必ずしも評価する必要はない。

$$DF_1 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}}} \quad \text{(C.31)}$$

$$DF_2 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}+\sigma}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}} \quad \text{(C.32)}$$

$$u_{10} = \frac{|DF_2 - DF_1|}{DF_1} \times 100\ (\%) \quad \text{(C.33)}$$

t_1 ：^{90}Sr 標準線源の基準日から校正用線源の調製（^{90}Y の分離）までの経過時間

t_2 ：校正用線源の調製（^{90}Y の分離）から測定開始までの経過時間

$T_{90\mathrm{Sr}}$ ：^{90}Sr の半減期

$T_{90\mathrm{Sr}} + \sigma$ ：^{90}Sr の半減期+不確かさ

$T_{90\mathrm{Y}}$ ：^{90}Y の半減期

$T_{90\mathrm{Y}} + \sigma$ ：^{90}Y の半減期+不確かさ

DF_1 ：$T_{90\mathrm{Sr}}$及び$T_{90\mathrm{Y}}$における減衰補正係数

DF_2 ：$T_{90\mathrm{Sr}} + \sigma$及び$T_{90\mathrm{Y}} + \sigma$における減衰補正係数

【計算例】

^{90}Y 及び ^{90}Sr の半減期並びにその不確かさを表 C.6 に示す。使用した核データは ENSDF（Evaluated Nuclear Structure Data File）である(2025 年 2 月時点)。

表 C.6　半減期及びその不確かさ

核種	半減期	半減期の不確かさ
^{90}Y	64.05 時間	0.05 時間
^{90}Sr	28.91 年	0.03 年

^{90}Sr 標準線源の基準日から校正用線源の調製までの経過時間を 60 日、校正用線源の調製から測定開始までの経過時間を 5 時間と仮定したときのDF_1及び DF_2を式(C.31)及び(C.32)より求める。

$$DF_1 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}}} = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{60\div 365.25}{28.91}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{5}{64.05}}$$

$$= 0.996069 \times 0.947328 = 0.943604$$

$$DF_2 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}+\sigma}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}} = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{60\div 365.25}{28.91+0.03}} \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{5}{64.05+0.05}}$$

$$= 0.996073 \times 0.947368 = 0.943648$$

式（C.33）よりu_{10}を求める。

$$u_{10} = \frac{|DF_2 - DF_1|}{DF_1} \times 100 = \frac{|0.943648 - 0.943604|}{0.943604} \times 100 = 0.0046\,\%$$

(6) ^{90}Y の計数効率εの不確かさの合成（$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}$）

u_6、u_7、u_8、u_9及びu_{10}を合成し、$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}$を求める。

$$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon} = \sqrt{(u_6)^2 + (u_7)^2 + (u_8)^2 + (u_9)^2 + (u_{10})^2} \qquad \text{(C. 34)}$$

【計算例】

(1)～(5)で求めたu_6、u_7、u_8、u_9及びu_{10}は次のとおりである。ただし、校正用に用いた標準線源の成績書に記されている相対標準不確かさは 0.65 %とする。

標準線源	: $u_6 = 0.65\,\%$
校正用線源の調製	: $u_7 = 0.19\,\%$
計数の統計	: $u_8 = 0.54\,\%$
校正式のフィッティング	: $u_9 = 1.1\,\%$
減衰補正	: $u_{10} = 0.0046\,\%$

式(C. 34)より合成し、$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}$を求める。

$$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon} = \sqrt{0.65^2 + 0.19^2 + 0.54^2 + 1.1^2 + 0.0046^2} = 1.4\,\%$$

C. 3. 4 ^{90}Y の正味計数率r_nの不確かさ $\left(\frac{u(r_n)}{r_n}\right)$

Sr 測定においては、測定試料による計数率をバックグラウンド計数率で差し引いた正味計数率r_nに検出器の計数効率及び半減期補正を行い、放射能濃度を算出する。このことから、$\frac{u(r_n)}{r_n}$は、計数の統計による不確かさ（u_{11}）、測定系の変動による不確かさ（u_{12}）、減衰補正による不確かさ（u_{13}）の相対標準不確かさを合成することによって求める。

(1) 計数の統計による不確かさ（u_{11}）

前述のu_8と同様に求める。ただし、不確かさの計算には未知試料の正味計数率を用いる。

$$u_{11} = \frac{\sigma_{r_n}}{r_n} \times 100\ (\%) \qquad \text{(C. 35)}$$

r_n ：未知試料の正味計数率

σ_{r_n} ：正味計数率の計数の統計による不確かさ

【計算例】

測定時間を 60 分、未知試料の計数値を 40 カウント、バックグラウンド計数値を 6 カウントと仮定したときの、正味計数率 0.0094 ± 0.0019 cpsの計数の統計による不確かさu_{11}を式(C. 35)から求める。

$$u_{11} = \frac{\sigma_{r_n}}{r_n} \times 100 = \frac{0.0019}{0.0094} \times 100 = 20\,\%$$

(2) 測定系の変動による不確かさ（u_{12}）

測定系の変動による不確かさは、測定器の安定性、つまり、変動幅の許容基準を求めることによって見積もることができる。

例えば、日常の精度管理として、チェック用β線源を一定の条件で測定した際、得られた計数率と成績書の値との差が一定値の範囲内であること、もしくは、得られた計数率と過去 1 年間のチェック用β線源の平均値との差が標準偏差の 3 倍以内であること等、変動幅の許

容基準±Rを設け、その値を不確かさの算出に用いることができる。u_{12}は、変動幅の許容基準を上下限とする矩形分布となるため、次式で求められる。

$$u_{12} = \frac{R}{\sqrt{3}} \times 100\ (\%) \qquad (C.36)$$

R　：変動幅の許容基準の上限

【計算例】

チェック用β線源の測定によって求めた変動幅の許容基準が±0.6 %のとき、式(C.36)よりu_{12}を求める。

$$u_{12} = \frac{R}{\sqrt{3}} \times 100 \ = \frac{0.006}{\sqrt{3}} \times 100 = 0.35\ \%$$

(3) 減衰補正による不確かさ（u_{13}）

前述のu_{10}と同様に、解析に使用している核データを参照して、半減期、半減期+不確かさのそれぞれで基準日時からの経過時間での減衰補正係数を算出し、その差の相対値をu_{13}とする。減衰補正による不確かさは無視できるほど寄与が小さいため、実際の運用では必ずしも評価する必要はない。

$$DF_1 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}}} \times \left(1 - \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_3}{T_{90\mathrm{Y}}}} \qquad (C.37)$$

$$DF_2 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}+\sigma}} \times \left(1 - \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_3}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}} \qquad (C.38)$$

$$u_{13} = \frac{|DF_2 - DF_1|}{DF_1} \times 100\ (\%) \qquad (C.39)$$

t_1　：試料採取日(減衰補正基準日)からスカベンジングまでの経過時間

t_2　：スカベンジングからミルキングまでの経過時間

t_3　：ミルキングから測定開始までの経過時間

$T_{90\mathrm{Sr}}$　：^{90}Sr の半減期

$T_{90\mathrm{Sr}} + \sigma$　：^{90}Sr の半減期+不確かさ

$T_{90\mathrm{Y}}$　：^{90}Y の半減期

$T_{90\mathrm{Y}} + \sigma$　：^{90}Y の半減期+不確かさ

DF_1　：$T_{90\mathrm{Sr}}$及び$T_{90\mathrm{Y}}$における減衰補正係数

DF_2　：$T_{90\mathrm{Sr}} + \sigma$及び$T_{90\mathrm{Y}} + \sigma$における減衰補正係数

【計算例】

基準日からスカベンジングまでの経過時間を 60 日、スカベンジングからミルキングまでの経過時間を 14 日、ミルキングから測定開始までの経過時間を 5 時間と仮定したときのDF_1及び DF_2を式(C.37)及び(C.38)より求める。

$$DF_1 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}}} \times \left(1 - \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_3}{T_{90\mathrm{Y}}}}$$

$$= \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{60\div365.25}{28.91}} \times \left(1-\left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{14\times24}{64.05}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{5}{64.05}}$$

$$= 0.996069 \times 0.973647 \times 0.947328 = 0.918737$$

$$DF_2 = \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_1}{T_{90\mathrm{Sr}}+\sigma}} \times \left(1-\left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_2}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{t_3}{T_{90\mathrm{Y}}+\sigma}}$$

$$= \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{60\div365.25}{28.91+0.03}} \times \left(1-\left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{14\times24}{64.05+0.05}}\right) \times \left(\frac{1}{2}\right)^{\frac{5}{64.05+0.05}}$$

$$= 0.996073 \times 0.973572 \times 0.947368 = 0.918709$$

式（C. 39）よりu_{13}を求める。

$$u_{13} = \frac{|DF_2 - DF_1|}{DF_1} \times 100 = \frac{|0.918709 - 0.918737|}{0.918737} \times 100 \ = 0.0030\ \%$$

(4) ^{90}Y の正味計数率r_nの不確かさの合成 $\left(\frac{u(r_\mathrm{n})}{r_\mathrm{n}}\right)$

(1)～(3)で求めたu_{11}～u_{13}を合成し、$\frac{u(r_\mathrm{n})}{r_\mathrm{n}}$を求める。

$$\frac{u(r_\mathrm{n})}{r_\mathrm{n}} = \sqrt{(u_{11})^2 + (u_{12})^2 + (u_{13})^2} \qquad \text{(C. 40)}$$

【計算例】

(1)～(3)で求めたu_{11}、u_{12}及びu_{13}は次のとおりである。

計数の統計　　：$u_{11} = 20\ \%$

測定系の変動　：$u_{12} = 0.35\ \%$

減衰補正　　：$u_{13} = 0.0030\ \%$

式(C. 40)より合成し、$\frac{u(r_\mathrm{n})}{r_\mathrm{n}}$を求める。

$$\frac{u(r_\mathrm{n})}{r_\mathrm{n}} = \sqrt{20^2 + 0.35^2 + 0.0030^2} = 20\ \%$$

C.3.5 ^{90}Sr の放射能濃度Aの不確かさ $(\frac{u(A)}{A})$

式(C.6)より C.3.1～C.3.4 で求めたそれぞれの相対標準不確かさを合成し、$\frac{u(A)}{A}$を求める。

【計算例】

C.3.1～C.3.4 で求めた相対標準不確かさは次のとおりである。

$$\frac{u(W_s)}{W_s} = 0.045\ \%$$

$$\frac{u(Y_{Sr})}{Y_{Sr}} = 1.5\ \%$$

$$\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon} = 1.4\%$$

$$\frac{u(r_n)}{r_n} = 20\ \%$$

式(C.6)より合成し、$\frac{u(A)}{A}$を求める。

$$\frac{u(A)}{A} = \sqrt{\left(\frac{u(W_s)}{W_s}\right)^2 + \left(\frac{u(Y_{Sr})}{Y_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(r_n)}{r_n}\right)^2}$$

$$= \sqrt{0.045^2 + 1.5^2 + 1.4^2 + 20^2} = 20\ \%$$

今回の計算例では不確かさの要因で寄与が大きいものは計数の統計による不確かさであった。環境試料の測定において、検出される ^{90}Sr は低濃度であることが多く、計数の統計による不確かさの寄与が最も大きくなる場合が多い。各不確かさの要因の寄与の大きさを比較し、寄与の大きい要因については、分析及び測定条件を見直すことによって不確かさを小さくすることができるか検討することが望ましい。この例の場合では、計数の統計による不確かさの寄与が最も大きいため、測定時間を長くすることによって不確かさを小さくすることができる。本測定法の計算例は様々な要因の評価手法の習得に資する目的で寄与の小さい要因についてもあえて記載しているが、実際に不確かさ評価に取り組む場合には、まずは ^{90}Y の正味計数率に係る不確かさを最優先して評価するとよい。さらに、寄与の大きい不確かさの要因を確実に評価するためには今回の計算例の各要因の不確かさを参考にして、不確かさが大きそうな要因を追加で評価して、計数の統計による不確かさと合成し、この不確かさの要因を考慮すべきかどうかを判断するとよい。

解説 D　検出下限値の計算例

D.1 ISO 11929 による検出下限値

D.1.1 概念

ISO 11929 による検出下限値はバックグラウンド値及び測定値それぞれの分布について、第一種の過誤、第二種の過誤による概念を導入し、決定しきい値及び検出下限値を定義している。

さらに、それぞれの分布の標準偏差に不確かさを取り扱えるようにしたものである。Kaiser の方法では測定値の分布の標準偏差は計数の統計による不確かさを用いるが、ISO 11929 による検出下限値では、分布の標準偏差は、ISO/IEC Guide 98-3:2008 の「測定における不確かさの表現のガイド」(GUM)に基づき測定量の合成標準不確かさを用いる[*372]。

D.1.2 決定しきい値(A^*)

物理的影響が存在すると決定する値A^*で、次のようなブランク測定の分布により定義され、次の式で表される。

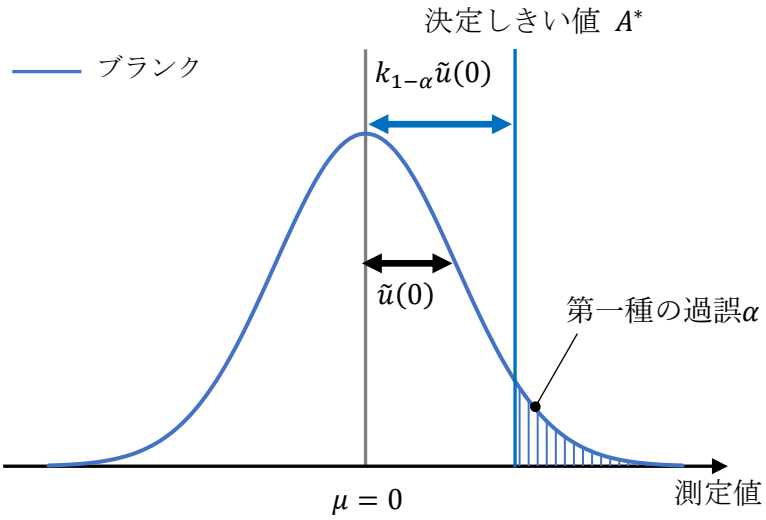
$$A^* = k_{1-\alpha} \times \tilde{u}(0) \qquad (D.1)$$

ここで、$k_{1-\alpha}$：第一種の過誤（ないものを在るとする過誤）を起こさないための係数

$\tilde{u}(0)$：一次推定値が0の場合の測定値の標準不確かさ

測定の対象となる放射性核種を全く含まないバックグラウンド測定において、測定値は図 D.1 のような分布（$\mu = 0$）となる。この分布において、信頼度$1-\alpha$（危険率α）となる区間の上限値を超える測定値を、ブランクとは有意に異なり物理的影響が存在する「第一種の過誤」の値として、決定しきい値とする。このとき、第一種の過誤となる確率はαである。

[*372] 今井秀孝 他： 測定における不確かさの表現のガイド[GUM]ハンドブック，一般財団法人日本規格協会出版 ISBN：9784542307056 (2018)



$\tilde{u}(0)$：一次推定値が0の場合の測定値の不確かさ
$k_{1-\alpha}$：第一種の過誤（ないものを在るとする過誤）を起こさないための係数

図 D.1　決定しきい値

D.1.3 検出下限値($A^{\#}$)

測定値がブランクによるものだけではなく試料に由来するものであるとする値で、次のように定義される。

$$A^{\#} = A^* + k_{1-\beta} \times \tilde{u}\left(A^{\#}\right) \qquad \text{(D.2)}$$

ここで、$k_{1-\beta}$：第二種の過誤（在るものをないとする過誤）を起こさないための係数

$\tilde{u}\left(A^{\#}\right)$：一次推定値が$A^{\#}$の場合の測定値の標準不確かさ

サンプルの測定において、測定量の一次推定値が決定しきい値より大きい値ではあるが決定しきい値に近い値であるとき、測定値は図 D.2 のような分布となり、ブランク測定の分布と重なる。

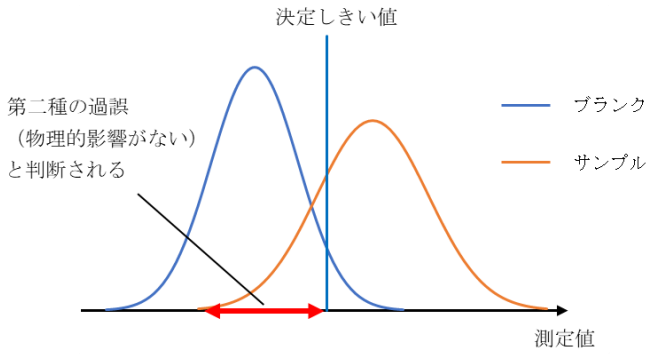
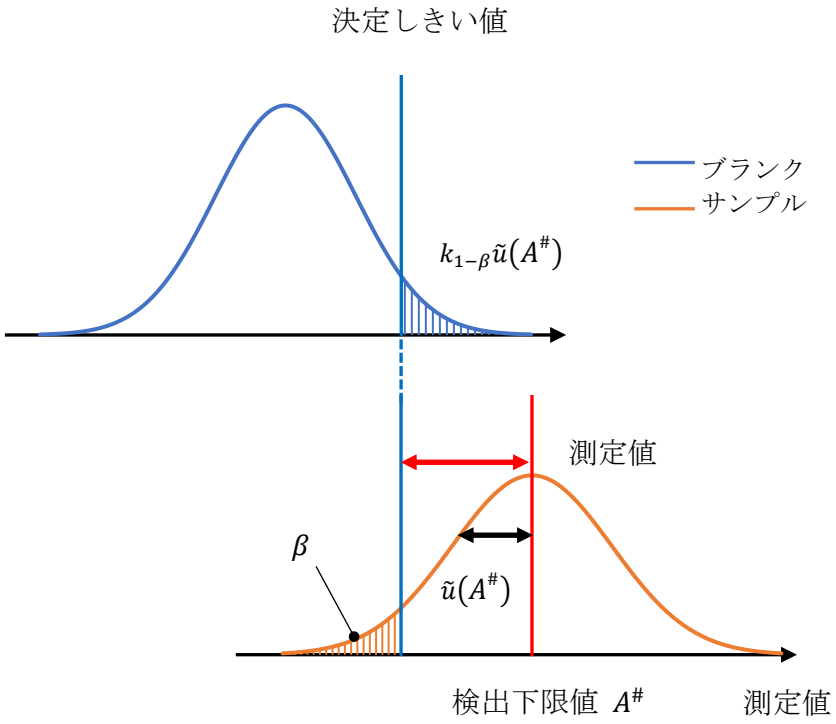


図 D.2　測定量の一次推定値が決定しきい値に近い値のときの測定値の分布

このとき、図 D.2 の赤で示された区間の測定値は決定しきい値を下回り物理的影響は存在しないと判断される。そこで、サンプル測定の分布において、検出力$1-\beta$となる区間を設け、

図 D.3 のように、その区間の下限値が決定しきい値と一致するときの測定量の一次推定値を検出下限値とする。このとき、第二種の過誤となる確率はβである。



$\tilde{u}(a^{\#})$：一次推定値が$A^{\#}$の場合の測定値の標準不確かさ

$k_{1-\beta}$ ：第二種の過誤（在るものをないとする過誤）を起こさないための係数

図 D.3　検出下限値

検出下限値は、ガイドライン値A_rとの比較により測定手順の評価に用いられる。$A^{\#} < A_r$のとき、測定手順は適切と評価される。$A^{\#} > A_r$となった場合、測定時間を長くするなど、検出下限値を減らす必要がある。ISO 11929-4:2022 では一般的な測定においてはガイドライン値A_rを 3 Bq としている。（バックグラウンドのカウントが少ない場合については 0.1 Bq と定めている。）

ここで、ISO 11929-1:2019 によるガイドライン値A_rとは検出能力に関して科学的、法的又はその他の要件に対応する値であり、更に検出下限値との比較により測定手順の評価を目的とした値のことである[*373]。図 D.4 は決定しきい値及び検出下限値の概念を 1 つの図にまとめたものである。

[*373] 例としてガイドライン値は放射能、比放射能、放射能濃度、放射能面密度又は線量率として与えられる。検出下限値とガイドライン値とを比較することにより、測定手順がガイドライン値によって定められた要件を満たしているかどうかを判断することができ、したがって、測定目的に適しているかどうかが決定される。測定手順は、検出限界がガイドライン値より小さい場合に要件を満たす。ガイドライン値は適合要求又は規制制限に規定される他の値と混合しないようにする。

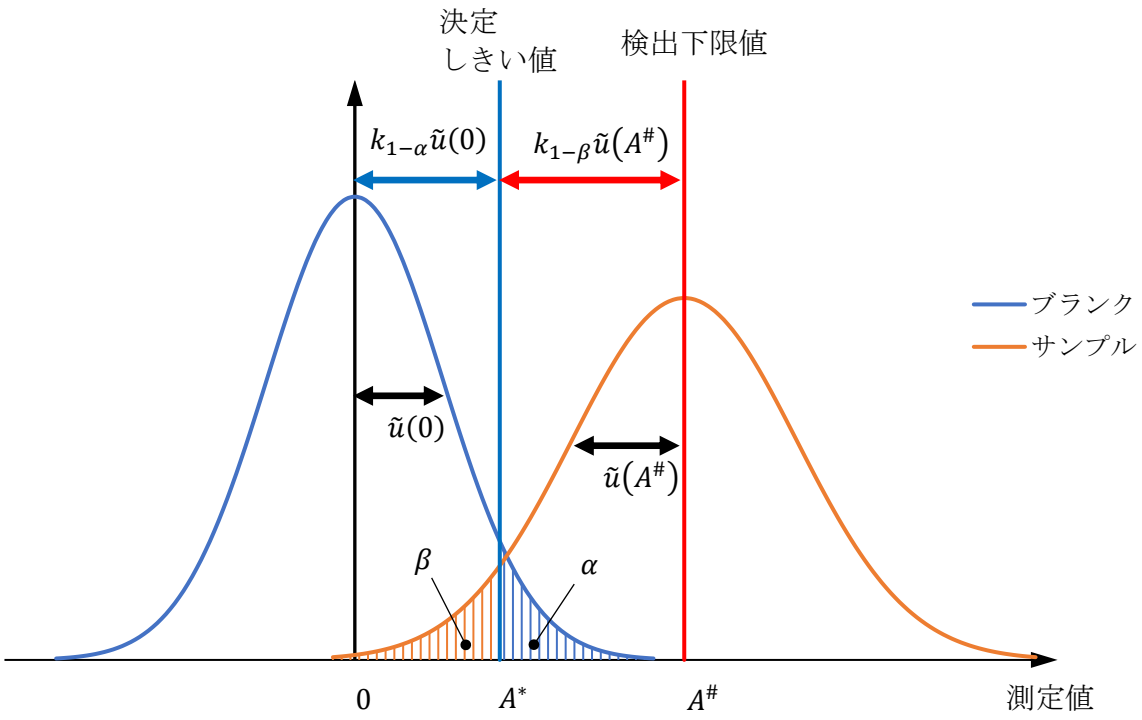


図 D.4　ISO 11929 による検出下限値の概念

D.1.4 ISO 11929 による検出下限値算出例

ISO 11929-4 [*374]に記載されているモデル式を用いて、決定しきい値及び検出下限値を導出する。

(1) 計数値から放射能を求める一般式

$$A = r_{\mathrm{n}} \times w = (r_{\mathrm{g}} - r_0) \times w \qquad \text{(D.3)}$$

A ：測定量（放射能濃度）

r_{n} ：正味計数率

w ：計数率から放射能への換算係数。検出効率をε、化学回収率をY、供試量(kg、L 等)をW_{s}、減衰補正係数をDFとしたとき、

$$w = \frac{1}{\varepsilon \times Y \times W_{\mathrm{s}} \times DF}$$

が成り立つ。

ただし、測定量Aを放射能として求める場合、W_{s}は不要である。

r_{g} ：サンプル測定の計数率。サンプル測定の計数をN_{g}、測定時間をt_{g}としたとき、$r_{\mathrm{g}} = \frac{N_{\mathrm{g}}}{t_{\mathrm{g}}}$が成り立つ。

r_0 ：バックグラウンド測定の計数率。バックグラウンド測定の計数をN_0、測定時間をt_0としたとき、$r_0 = \frac{N_0}{t_0}$が成り立つ。

このとき、r_{n}及びwの標準不確かさをそれぞれ$u(r_{\mathrm{n}})$, $u(w)$としたとき、Aの不確かさ$u(A)$は以下で表される。

$$u(A) = r_{\mathrm{n}} \times w \times \sqrt{\left(\frac{u(r_{\mathrm{n}})}{r_{\mathrm{n}}}\right)^2 + \left(\frac{u(w)}{w}\right)^2} \qquad \text{(D.4)}$$

$$= \sqrt{w^2 u^2(r_{\mathrm{n}}) + r_{\mathrm{n}}^2\, u^2(w)} \qquad \text{(D.5)}$$

さらに、(D.3)から$r_{\boldsymbol{n}} = \frac{A}{w}$ 及び$u(r_{\mathrm{n}}) = \sqrt{\frac{r_{\mathrm{g}}}{t_{\mathrm{g}}} + \frac{r_0}{t_0}}$であることから、(D.5)式に代入する。

$$u(A) = \sqrt{w^2 \left(\frac{r_{\mathrm{g}}}{t_{\mathrm{g}}} + \frac{r_0}{t_0}\right) + A^2 \frac{u^2(w)}{w^2}} \qquad \text{(D.6)}$$

$\frac{u(w)}{w}$ は測定の計数に係る不確かさを除いた相対合成標準不確かさ$u_{\mathrm{rel}}(w)$を表している。

ISO 11929 における決定しきい値及び検出下限値を算出するためには、測定量の一次推定値$\tilde{A}$を変数とした測定値の不確かさの関数 $\tilde{u}(\tilde{A})$ が必要となる。(D.3)式から、一次推定値$\tilde{A}$を用いて次式が表される。

$$r_{\mathrm{g}} = \frac{\tilde{A}}{w} + r_0 \qquad \text{(D.7)}$$

これを(D.6)式に代入して、

[*374] ISO 11929-4:2022, Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application – Part 4: Guidelines to applications. ISO 11929-4:2022(2022)

$$\tilde{u}(\tilde{A}) = \sqrt{w^2\left(\frac{\left(\frac{\tilde{A}}{w} + r_0\right)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + \tilde{A}^2\frac{u^2(w)}{w^2}} \qquad (D.8)$$

が得られる。

(2) 決定しきい値

(D.8)式に測定量の一次推定値$\tilde{A} = 0$を代入し、(D.1)式における$\tilde{u}(0)$に代入する。

$$A^* = k_{1-\alpha} \times w \times \sqrt{\frac{N_0}{t_0 t_g} + \frac{N_0}{t_0^2}} \qquad (D.9)$$

A^* ：決定しきい値(Bq 又は Bq/kg、Bq/L 等)

$k_{1-\alpha}$ ：第一種の過誤（ないものを在るとする過誤）を起こさないための係数

(3) 検出下限値

検出下限値を$A^{\#}$としたとき、(D.8)式に$A^{\#}$を代入し、(D.2)式の$\tilde{u}(A^{\#})$に代入する。

$$A^{\#} = A^* + k_{1-\beta}\sqrt{w^2\left(\frac{\left(\frac{A^{\#}}{w} + r_0\right)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + A^{\#2}\frac{u^2(w)}{w^2}}$$

$$(A^{\#} - A^*)^2 = k_{1-\beta}^2\left[w^2\left(\frac{\left(\frac{A^{\#}}{w} + r_0\right)}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + A^{\#2}\frac{u^2(w)}{w^2}\right]$$

$$\left(1 - k_{1-\beta}^2 \times u_{\mathrm{rel}}^2(w)\right)A^{\#2} - 2A^*A^{\#} + A^{*2} = k_{1-\beta}^2 w^2\left(\frac{A^{\#}}{w t_g} + \frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \qquad (D.10)$$

ここで、$k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$としたとき、(D.9) 式から

$$A^{*2} = k^2 \times w^2\left(\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right)$$

となるため、この式を(D.10)式に代入する。

$$\left(1 - k^2 \times u_{\mathrm{rel}}^2(w)\right)A^{\#2} - 2A^*A^{\#} + A^{*2} = \frac{k^2 w}{t_g}A^{\#} + A^{*2}$$

$$\left(1 - k^2 \times u_{\mathrm{rel}}^2(w)\right)A^{\#2} - \left(2A^* + \frac{k^2 w}{t_g}\right)A^{\#} = 0$$

2 次方程式を解くことにより、検出下限値が得られる。

$$A^{\#} = \frac{2 \times A^* + \frac{k^2 \times w}{t_g}}{1 - k^2 \times u_{\mathrm{rel}}^2(w)} \qquad (D.11)$$

$A^{\#}$ ：検出下限値(Bq 又は Bq/kg、Bq/L 等)

k ：包含係数、$k = k_{1-\alpha} = k_{1-\beta}$

$k_{1-\alpha}$ ：第一種の過誤（ないものを在るとする過誤）を起こさないための係数

$k_{1-\beta}$ ：第二種の過誤（在るものをないとする過誤）を起こさないための係数

一般的に、$\alpha = \beta = 0.05\ (5\ \%)$

（包含係数 $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} \fallingdotseq 1.645$）としている。

$u_{\mathrm{rel}}(w)$ ：換算係数wの相対標準不確かさ

測定の計数に係わる不確かさを除き、測定に係わる全ての不確かさを合成した相対標準不確かさ

D.2 Kaiser 法における検出下限値

サンプルの測定において、測定の対象となる放射性核種が全く含まれていないとき、バックグラウンドの計数率は図 D.5 のような分布となる。このとき、計数率をr_n、計数の統計による不確かさをσとすると、$r_{DL} = k\sigma$となる検出しうる限界の計数率として、検出下限値を定義する。

$$r_{DL} = k\sigma \tag{D.12}$$

ここで、r_{DL}　：検出しうる限界の計数率

σ　：計数の統計による不確かさ

k　：包含係数（3 とすることが多い）

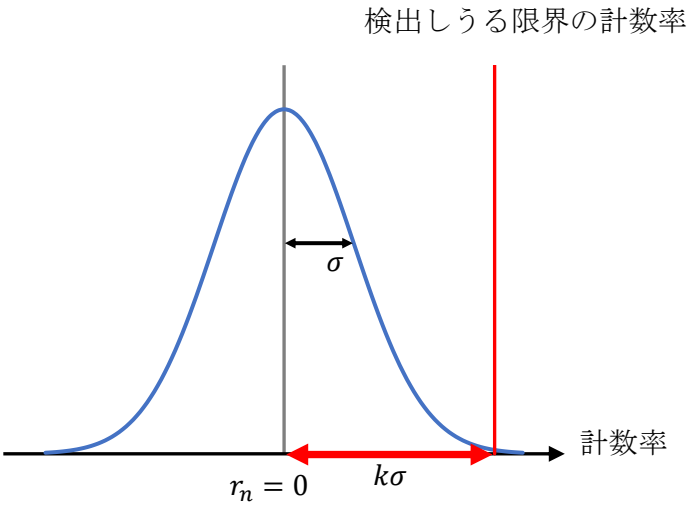


図 D.5　Kaiser の方法による検出下限値の概念図

いま、次のように定義する。

r_g　：試料の計数率(cps)

r_0　：バックグラウンド計数率(cps)

t_g　：試料の測定時間(秒)

t_0　：バックグラウンドの測定時間(秒)

このとき、r_{DL}及びσは次の式で表される。

$$r_{DL} = r_g - r_0 \tag{D.13}$$

$$\sigma^2 = \frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \tag{D.14}$$

(D.13)式を$r_g = r_{DL} + r_0$と変形して(D.14)式とともに(D.12)式に代入し、r_{DL}について二次方程式を解くことで、検出しうる限界の計数率が得られる。

$$r_{DL} = \frac{\frac{k^2}{t_g} + k\sqrt{(\frac{k}{t_g})^2 + 4r_0(\frac{1}{t_g} + \frac{1}{t_0})}}{2} \tag{D.15}$$

得られた検出し得る限界の計数率を放射能又は放射能濃度に換算し、検出下限値とする。

D.3 検出下限値の計算例

ここでは、下記の測定条件を用いて、Kaiser 法及び ISO 11929 による検出下限値を算出した例を示す。

○測定条件

分析試料	: 灰
分析方法	: イオン交換法
供試量 W_s	: 15.01 g
測定時間 t_g及びt_0	: 60 分
化学回収率 Y_{Sr}	: 81.2 %
計数効率 ε	: 27.1 %
秤量に係る不確かさ $u_{rel}(weighting)$	: 0.043 %
担体に係る不確かさ $u_{rel}(carrier)$	: 0.13 %
回収率に係る不確かさ $u_{rel}(yield)$	: 3.7 %
測定器校正に係る不確かさ $u_{rel}(calibration)$	: 3.2 %

減衰補正は行わないものとする。

サンプル及びバックグラウンドの計数値：表 D.1 参照

表 D.1　サンプル及びバックグラウンドの計数値

測定回数	BG1 カウント	サンプル カウント	BG2 カウント
1	11	437	7

バックグラウンド計数率 r_0(cpm)及びサンプルの計数率 r_g(cpm)はそれぞれ次のようになる。

$$r_0 = \frac{11+7}{60\times 2} = 0.15$$

$$r_g = \frac{437}{60} = 7.28$$

よって、正味計数率r_n(cpm)及びその不確かさ$u(r_n)$は次のようになる。

$$r_n = (r_g - r_0) = 7.28 - 0.15 = 7.13$$

$$u(r_n) = \sqrt{\frac{r_g}{t_g}+\frac{r_0}{t_0}} = \sqrt{\frac{7.28}{60}+\frac{0.15}{60\times 2}} = 0.35$$

次に、換算係数w及び不確かさ$u(w)$を求めることで、相対標準不確かさ$u_{rel}(w)$を求める。

$$w = \frac{1}{\varepsilon \times Y_{Sr} \times W_s} = \frac{1}{\frac{27.1}{100}\times\frac{81.2}{100}\times\frac{15.01}{1000}} = 303$$

$$u(w) = w\sqrt{u_{rel}^2(weighting)+u_{rel}^2(carrier)+u_{rel}^2(yield)+u_{rel}^2(calibration)}$$

$$= 303\times\sqrt{\left(\frac{0.043}{100}\right)^2+\left(\frac{0.13}{100}\right)^2+\left(\frac{3.7}{100}\right)^2+\left(\frac{3.2}{100}\right)^2} = 15$$

$$u_{\mathrm{rel}}(w) = \frac{u(w)}{w} = \frac{15}{303} = 0.050$$

次に、放射能濃度A(Bq/kg 灰)及び合成標準不確かさ$u(A)$を求める[*375]。

$$A = \frac{r_{\mathrm{n}} \times w}{60} = \frac{7.13 \times 303}{60} = 36.0$$

$$u(A) = A \times \sqrt{\left(\frac{u(r_{\mathrm{n}})}{r_{\mathrm{n}}}\right)^2 + \left(\frac{u(w)}{w}\right)^2} = 36 \times \sqrt{\left(\frac{0.35}{7.13}\right)^2 + \left(\frac{15}{303}\right)^2} = 2.5$$

次に、Kaiser 法による検出下限値を求める。求めるうえで検出しうる計数率 r_{DL}(cpm)は(D.15)式により求められる。

$$r_{DL} = \frac{\frac{k^2}{t_{\mathrm{g}}} + k\sqrt{(\frac{k}{t_{\mathrm{g}}})^2 + 4r_0(\frac{1}{t_{\mathrm{g}}} + \frac{1}{t_0})}}{2}$$

$$= \frac{\frac{3^2}{60} + 3\sqrt{(\frac{3}{60})^2 + 4 \times 0.15 \times (\frac{1}{60} + \frac{1}{60 \times 2})}}{2} = 0.273$$

最後に供試量、計数効率等を用いて放射能濃度に換算し、検出下限値$A^{\#}_{\mathrm{Kaiser}}$ [Bq/kg 灰] が求められる。

$$A^{\#}_{\mathrm{Kaiser}} = \frac{r_{DL}}{W_{\mathrm{s}} \times \varepsilon \times Y_{\mathrm{Sr}} \times 60} = \frac{0.273}{\frac{15.01}{1000} \times \frac{27.1}{100} \times \frac{81.2}{100} \times 60} = 1.378$$

一方、ISO 11929 による検出下限値$A^{\#}_{\mathrm{ISO11929}}$(Bq/kg 灰)は(D.9)式及び(D.11)式から決定しきい値とともに求められる。

$$A^{*} = k_{1-\alpha} \times w \times \sqrt{\frac{N_0}{t_0 \times 60 \times t_{\mathrm{g}} \times 60} + \frac{N_0}{t_0 \times 60 \times t_0 \times 60}}$$

$$= 1.645 \times 303 \times \sqrt{\frac{11+7}{(60 \times 2 \times 60) \times (60 \times 60)} + \frac{11+7}{(60 \times 2 \times 60) \times (60 \times 2 \times 60)}}$$

$$= 0.5083$$

$$A^{\#}_{\mathrm{ISO11929}} = \frac{2 \times A^{*} + \frac{k^2 \times w}{t_{\mathrm{g}} \times 60}}{1 - k^2 \times u^2_{\mathrm{rel}}(w)} = \frac{2 \times 0.5083 + \frac{1.645^2 \times 303}{60 \times 60}}{1 - 1.645^2 \times 0.04911^2} = 1.252$$

以上の結果を表 D.2 にまとめた。また、算出の都合上サンプル測定における半減期補正は行っていない。

[*375] 計数率を cpm で求めている場合は、放射能(Bq)への換算時に 60 で除する。

表 D.2　各パラメータ及び各算出方法における検出下限値

パラメータ	Kaiser 法	ISO 11929
放射能濃度 A (Bq/kg 灰)	36.0	
合成標準不確かさ $u(A)$ (Bq/kg 灰)	2.5	
決定しきい値 A^* (Bq/kg 灰)	1.378	0.5083
検出下限値 $A^\#$ (Bq/kg 灰)		1.252
Kaiser との比率 (%)		-10

参　考

参考 A　固相抽出法

LSC 測定法や質量分析法の前処理方法として国内外の分析機関や研究機関において使用実績のある固相抽出法を本稿で紹介する。固相抽出に使用される充填剤は 4,4’(5’)-ジ-tert-ブチルジシクロヘキサノ-18-クラウン-6(クラウンエーテル)1-オクタノールで官能化された樹脂(以下、「クラウンエーテル樹脂」という。)であり、Sr が選択的に抽出される。他のアルカリ金属及びアルカリ土類金属(特に Ca)の樹脂に対する親和性は Sr に比べかなり低いが、アルカリ金属及びアルカリ土類金属の濃度が高い試料は Sr の回収率低下を引き起こす可能性があることから[*376]、試料によっては[*377]固相抽出前にイオン交換法等でこれら元素を分離しておくとよい。また、土壌試料には Pb が多く含まれるが、樹脂に対する Pb の親和性がかなり高いため、イオン交換法等で Pb を分離してから固相抽出を行う。

本稿では、クラウンエーテル樹脂を充填したカートリッジ型[*378]カラムを用いた標準的な前処理方法について A.1 に記載した。また、イオン交換法と固相抽出法とを組み合わせた実用例として、田副[*379]らが報告した、水試料の前処理方法について A.2 に記載した。

固相抽出法で前処理した試料の測定方法については、放射能測定法シリーズ No.23「液体シンチレーションカウンタによる放射性核種分析法」や本測定法の参考 B　質量分析法を参考にするとよい。

A.1 分析操作

1) ポンプを接続した吸引マニホールドにファネルを取り付けたカラム[*380]を挿入し、カラム出口に廃液の受け容器（ビーカーや遠心管を用いる）を設置する（参図 A.1)。
2) ファネルに樹脂量の 3 倍量の 8 mol/L 硝酸を加え、ポンプで流速 1 mL/分～2 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、カラムを洗浄する。流出液は廃棄する。
3) 前処理済み[*381]の試料溶液をホットプレート上で乾固する。
4) 乾固した試料を 8 mol/L 硝酸 10 mL 程度で溶解し、分析試料とする。
5) 分析試料をファネルに加え、ポンプで流速 1 mL/分～2 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、カラムに Sr を吸着させる。流出液は廃棄する。
6) 8 mol/L 硝酸 5 mL でファネルを洗浄しながらカラムに流す。流出液は廃棄する。

---

*376 アルカリ金属及びアルカリ土類金属の濃度が回収率に与える影響は、メーカーの技術資料を参考にするとよい。あくまでも一例ではあるが、あるメーカー製のクラウンエーテル樹脂は Ca 及び Na が 0.5mol/L、K は 0.01mol/L を超えると回収率が低下する。

*377 例えば牛乳試料には Ca が多く含まれるため、回収率が低下する可能性がある。

*378 パックドカラムの操作方法を示した。購入した樹脂をカラムに充填する場合、通液は自然落下式になる。

*379 H. Tazoe et al.: Rapid Chemical Separation Protocol for Optimized ^{90}Sr Determination, Radiation Environment and Medicine, 11(1), 7-15(2022)

*380 試料によって使用するカートリッジの樹脂量を調整する。例として、陸水試料（1 L の場合）では 2 mL の樹脂を充填したカートリッジ型カラム 1 本、灰試料（動物試料（筋肉等）200 g、牛乳試料 100 mL、植物試料 5 g～10 g の場合）では 2 mL の樹脂を充填したカートリッジ型カラム 1 本と 1 mL の樹脂を充填したカートリッジ型カラム 1 本とを直列に連結し、海水試料（1 L～2 L の場合）や土試料（50 g の場合）では 2 mL の樹脂を充填したカートリッジ型カラム 2 本を直列に連結したものを分析に用いる。

*381 本測定法記載の前処理方法（蒸発法、イオン交換法）を実施する。メーカーの標準プロトコルを使用してもよい。分析供試量はメーカーの標準プロトコルを参考にする。

7) 樹脂量の 3 倍量の 8 mol/L 硝酸をファネルに加え、ポンプで流速 1 mL/分～2 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、カラムを洗浄する。流出液は廃棄する。
8) 樹脂量の 3 倍量の 3 mol/L 硝酸-0.05 mol/L シュウ酸混合溶液をファネルに加え、ポンプで流速 1 mL/分～2 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、夾雑物を洗い流す。流出液は廃棄する。
9) 樹脂量の 3 倍量の 8 mol/L 硝酸をファネルに加え、ポンプで流速 1 mL/分～2 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、夾雑物を洗い流す。流出液は廃棄する。
10) 受け容器を未使用のものに交換する。
11) ファネルに樹脂量の 5 倍量の 0.05 mol/L 硝酸を加え、ポンプで流速 1 mL/分の速度になるように調整しながら吸引し、Sr を溶出させ、回収する。

参図 A.1 固相抽出法装置概略図

A.2 イオン交換法と固相抽出法とを組み合わせた実用例

1) 陽イオン交換樹脂 5 mL をポリエチレンカラムに充填する。
2) 8 mol/L 硝酸 30 mL をチューブポンプでカラムに流す。流出液は廃棄する。
3) 0.05 mol/L 硝酸 30 mL をチューブポンプでカラムに流す。流出液は廃棄する。
4) 4 mol/L 硝酸 20 mL をチューブポンプでカラムに流す。流出液は廃棄する。
5) 1 L の水試料に 0.1 mol/L になるように硝酸を加え、ペリスターポンプで全量を流速 60 mL/分の速度でカラムに流す。流出液は廃棄する。
6) 3 mol/L 硝酸 30 mL をチューブポンプでカラムに流して Sr を溶出させ、回収する。
7) クラウンエーテル樹脂 2 mL をポリエチレンカラムに充填する。
8) カラムに 0.05 mol/L 硝酸 10 mL を流す。流出液は廃棄する。
9) カラムに 4 mol/L 硝酸 10 mL を流す。流出液は廃棄する。
10) 6)で回収した溶液全量をカラムに流す。流出液は廃棄する。
11) 8 mol/L 硝酸 10 mL をカラムに流して洗浄する。流出液は廃棄する。
12) 0.05 mol/L 硝酸 10 mL をカラムに流して Sr を溶出させ、回収する。

参考 B　質量分析法

^{90}Sr 分析においては、放射化学分析により分離を行い、LBC や LSC、低バックグラウンドβ線スペクトロメータなどの放射線検出器を用いて、^{90}Sr もしくは子孫核種の ^{90}Y のβ線を測定する方法が長く用いられてきた。その理由として、大量の試料を分析に供することで、検出下限値を環境レベルまで引き下げられる点があげられる。しかし、分析においては大量の試薬を使用するため環境負荷が高く、作業工程が長く危険な試薬を使用するため分析作業者への負荷も高い。分析期間は環境レベルの試料の分析の場合、分析工程中に ^{90}Sr 及び ^{90}Y が放射平衡状態になるまで静置する期間が必要であるため、最短でも 1 か月、通常は 2 か月程度時間を要する。

質量分析法を用いた放射性核種分析は、半減期が長い（おおむね 100 年以上）放射性核種においては、放射化学分析よりも有利とされ、U の同位体比測定等では一般的な方法として広く適用されている。このため、半減期が約 30 年の ^{90}Sr において、環境レベルの試料の定量では、質量分析法は放射化学分析に対して不利とされていた。しかしながら、福島第一原発事故を機に質量分析計を用いた ^{90}Sr 分析の研究が進展している。その結果、供試量は少なく、分析期間も短時間となり、かつ環境レベルの試料にも適応できる分析方法が開発されてきており、分析の目的に応じて選択できる状況となっている。

以下に、質量分析法による ^{90}Sr 分析について紹介する。

B.1 誘導結合プラズマ質量分析装置による ^{90}Sr の定量

誘導結合プラズマ質量分析装置（以下、「ICP-MS」という。）は誘導結合プラズマで生成したイオンを質量分析部に導入して、その質量数及びイオン強度により定性及び定量を行う装置である。ppt オーダーの低濃度域の定量が可能であり、元素分析において ICP-AES と並んで広く一般に普及している。なお、質量分析部には四重極型質量分析計（以下、「QMS」という。）が備わっているものが普及しており、^{90}Sr 分析における ICP-MS 分析でも質量分析部には QMS を使用している研究例が大部分を占めている。また、アバンダンス感度（存在量感度）の向上のため、二つの四重極マスフィルターを備えたトリプル四重極 ICP-MS を使用している研究例もある。なお、アバンダンス感度とは、一般的には質量数 m の化学種や同位体に比べて質量数が 1 だけ異なる化学種や同位体の存在度を識別する能力を表す。質量分析法による ^{90}Sr 分析においては、質量数 88 のピークが質量数 90 のピークに重なることが測定での問題となるため、次式で表すことが多い。

アバンダンス感度＝質量数 90 でのイオン強度/質量数 88 のイオン強度

すなわち、^{90}Sr/^{88}Sr 比を示し、存在量の多い ^{88}Sr と、存在量の少ない ^{90}Sr とを識別する能力を表す数値である。なお、この数値は小さいほど ^{88}Sr と ^{90}Sr とを識別する能力が高いことを表している。

Sr の同位体の存在比は ^{88}Sr が約 83 %、^{86}Sr が約 10 %、^{87}Sr が約 7 %となっている。放射性同位体である ^{90}Sr の ^{88}Sr との同位体比は、^{90}Sr の存在量、試料中の安定 Sr 量により異なる。なお、環境試料中の信頼性の高い ^{90}Sr 分析には、^{90}Sr/^{88}Sr 比が 1×10^{-8} から 1×10^{-12} の範囲のアバンダンス感度（存在量感度）が必要となる。

ICP-MS を使用した ^{90}Sr 分析法の概略を紹介する。

環境試料中の ^{90}Sr の ICP-MS 分析において、注意すべき点を 2 つ述べる。1 つ目が試料中に含まれる同重体であるジルコニウム 90（^{90}Zr）による干渉である。2 つ目が Sr の安定同位体のうち、同位体存在度が一番高い ^{88}Sr のピークテーリングによるバックグラウンドの増加である。これらは分析精度の低下及び検出下限値の増加を起こす。

試料中に含まれる同重体である ^{90}Zr による干渉に対しては、クラウンエーテル樹脂による化学分離法や、酸素を導入したコリジョン/リアクションセルにて $^{90}Zr^{+}$を酸化させ、抑制する方法が開発されてきた。

^{88}Sr のピークテーリングによるバックグラウンドの増加に対しては、アバンダンス感度の良い ICP-MS を用いることで影響を軽減できる。ICP-QMS では $^{90}Sr/^{88}Sr$ 比が 10^{-9} 未満の土壌試料中の ^{90}Sr 分析は困難であるが、トリプル四重極 ICP-MS を使用することで $^{90}Sr/^{88}Sr$ 比が 5×10^{-12} 程度の土壌試料中の超微量 ^{90}Sr 分析が可能となる[*382]。

ここで ICP-MS を用いた ^{90}Sr 分析の研究例を紹介する。

田副[*383]らにより、水試料中の ^{90}Sr の迅速かつ日常的な放射線モニタリングを確立するため、陽イオン交換樹脂とクラウンエーテル樹脂とを前処理に用いた分析方法が開発された。この方法では参考 A にて紹介したイオン交換法と固相抽出法とを組み合わせた前処理方法により得られた試料溶液を直接 ICP-MS で測定する。なお、前処理工程において、1 L 程度の試料を 10 mL まで濃縮するとともに、同重体干渉の原因となる ^{90}Zr や $^{74}Ge^{16}O^{+}$及び $^{74}Se^{16}O^{+}$による多原子干渉の原因となる元素を除去することができる。この方法は炭酸カルシウム含有量が 300 mg までの水試料に対応しており、アバンダンス感度が 1×10^{-10} 以下のトリプル四重極 ICP-MS を使用することで、検出下限値 5 Bq/kg を満たすことも可能である。また、10 試料の処理時間は 3 時間であり、迅速性も備えた分析法である。

柳澤[*384]らにより、オンライン固相抽出-ICP-QMS に同位体希釈法（以下、「ID 法」という。）を組み合わせた方法が開発された。Sr を単離する固相抽出カラムが ICP-QMS に備わっているため、水試料の場合は ^{86}Sr 濃縮溶液を試料に添加し、装置に導入するだけで ^{90}Sr の定量ができる方法である。この方法では、同位体比が既知の ^{86}Sr 濃縮溶液（^{84}Sr:^{86}Sr:^{87}Sr:^{88}Sr = 0.0008:0.9702:0.0078:0.0212)を試料に一定量添加して、^{86}Sr 濃縮溶液添加前後の試料の $^{88}Sr/^{86}Sr$ 比及び $^{90}Sr/^{88}Sr$ 比を測定し、^{90}Sr を定量する。なお、ID 法を用いることにより検量線の作製が不要となり、分析工程が短時間化できる。また、試料数が多い場合には長時間に及ぶ測定が必要となるが、^{86}Sr 濃縮溶液を添加した試料自体が内部標準物質としても機能するため、時間依存のシグナルドリフトの影響を受けにくいというメリットもある。検出下限値は供試量が 10 mL の場合、5.6 Bq/L であり、アバンダンス感度（$^{90}Sr/^{88}Sr$）は 6×10^{-9} である。

[*382] T. Ohno et al.: Determination of strontium 90 in environmental samples by triple quadrupole ICP-MS and its application to Fukushima soil samples, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 33, 1081-1085(2018)

[*383] H. Tazoe et al.: Rapid Chemical Separation Protocol for Optimized ^{90}Sr Determination, Radiation Environment and Medicine, 11(1), 7-15(2022)

[*384] K. Yanagisawa et al.: Online solid-phase extraction-inductive coupled plasma-quadrupole mass spectrometric quantification of ^{90}Sr using $^{88}Sr/^{86}Sr$ isotope dilution method, Talanta, 244, 123442(2022).

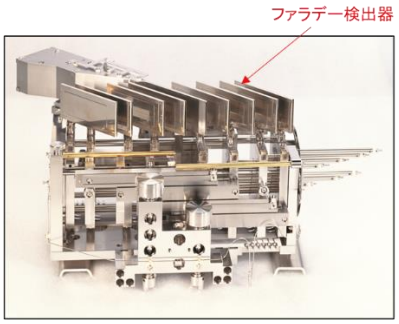
B.2 TIMS による ^{90}Sr の定量

表面電離型質量分析計（以下、「TIMS」という。）は同位体比を測定する装置であり、原子力分野においては核燃料における U 濃縮度分析（$^{235}U/^{238}U$）や、地球化学分野においては年代測定のツール等として、様々な金属元素の同位体比の測定に使用されている。なお、放射壊変起源 Sr 同位体（^{87}Sr）と安定 Sr 同位体（^{86}Sr）との同位体比の測定にも活用されている。

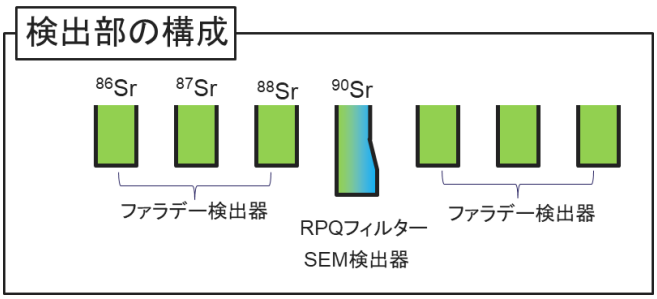
TIMS の装置構成を大きく区分すると、イオン化部、質量分離部、検出部となる。イオン化には熱イオン化法が用いられ、レニウムやタングステンなどのフィラメントを真空化で通電加熱することにより、フィラメント上に塗布した試料をイオン化する。イオン源は加速電圧 10 kV 程度に維持されており、発生したイオンビームは質量分離部に導入される。なお、フィラメントへの試料の塗布は、1 μL 程度の試料を幅数 mm のフィラメント上に滴下する操作のため、技術の習熟が必要である。

質量分離部は扇形の磁場を有し、適切な磁場強度を選択することでイオンビームを質量電荷比に応じて分離し、検出部に導入する。

検出部には複数個（6 基もしくは 8 基）の信号出力安定性の高いファラデー検出器を有している。測定対象となる質量電荷比のイオンビームをファラデー検出器[*385]が受けることにより微弱な信号が発生する。その微弱な信号をアンプにより増幅し電気信号として出力する。また、中央にファラデー検出器よりも感度の高い二次電子増倍管検出器[*386]（以下、「SEM 検出器」という。）を組み合わせることでより高感度な分析が可能になる。一方で、中央に検出器の劣化、バックグラウンドや増倍率の経時変化が少ないデイリー検出器[*386] を組み合わせることでより高精度な分析が可能になる。すなわち、複数の検出器による同時計数が可能であり、ファラデー検出器と SEM 検出器との組み合わせのように検出感度の異なる検出器を備えることにより、広いダイナミックレンジを得られる。なお、SEM 検出器の前段に四重極エネルギーマスフィルター（以下、「RPQ フィルター」という。）を組み合わせることで、^{88}Sr ピークテーリングの原因であった散乱イオンビームを除去することでアバンダンス感度が向上する。^{90}Sr 分析においては RPQ フィルター及び SEM 検出器を備えた TIMS を用いることで、更に高感度の測定が行える。



参図 B. 1　検出部外観



参図 B. 2　検出部の構成模式図

[*385] 山本 康太, 浅沼 尚: 特集：定量分析・同位体分析のためのイオン検出器. ファラデーイオン検出器, Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan, 69(6), 160-165(2021)

[*386] 山下 修司, 平田 岳史: 特集：定量分析・同位体分析のためのイオン検出器. 電子増倍管とデイリー検出器, Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan, 69(6), 166-170(2021)

環境試料中の ^{90}Sr の TIMS 分析において、注意すべき点を 2 つ述べる。ICP-MS による ^{90}Sr の定量と同様に、^{90}Zr の同重体干渉及び ^{88}Sr のピークテーリングによるバックグラウンドの増加である。

試料中に含まれる同重体である ^{90}Zr による干渉に対しては、ICP-MS での分析と同様に Zr に吸着性を持つ N,N,N',N',-tetra-n-octyldiglycolamide を使用した固相抽出樹脂や、Sr に選択的吸着性を示すクラウンエーテル樹脂による化学分離法が用いられる。また、試料を塗布したフィラメントの温度制御により Zr のイオン化を抑制し、干渉を低減する TIMS 特有の方法もある。この方法では Sr のイオン化ポテンシャル（5.7 eV）が Zr のイオン化ポテンシャル（6.6 eV）よりも低いことを利用し、Sr のみがイオン化し、フィラメント上から蒸発する温度にて加熱することにより、Zr の干渉を低減する。なお、Sr の蒸発温度は 1500 ℃～1600 ℃程度であり、Zr の蒸発温度は 1790 ℃程度である。そのため、フィラメントの加熱温度を 1650 ℃以下に調整することで、Zr の干渉を低減することが可能となる[*387]。

^{88}Sr のピークテーリングによるバックグラウンドの増加に対しては、RPQ フィルターを備えることによりアバンダンス感度を向上させた TIMS を用いることで影響を軽減できる。

ここで TIMS を用いた ^{90}Sr 分析の研究例を紹介する。

Kavasi[*388]らは IAEA 技能試験において、TIMS を用いて得られた値を報告し、良好な評価が得られており、TIMS での ^{90}Sr 分析が妥当性のある分析法であることが証明された。

青木[*389]らによって TIMS により極少量のサンプルから超微量の ^{90}Sr を計測する技術が開発された。その方法においては、ID 法とトータルエバポレーション法（以下、「TE」という。）とを組み合わせた ID-TE-TIMS が使用され、TIMS のみで ^{90}Sr の定量が行えることが大きな特徴となっており、フィラメント加熱温度の制御や RPQ フィルターの組み込みを実施した上で、SEM 検出器の暗電流補正を行うことによって、0 から 300 mg/L の安定 Sr 中 9.8×10^{-19} g（5.0 μBq）の ^{90}Sr の定量に成功した。なお、検出下限値は 1 μL 試料中の安定 Sr 濃度に依存するが、6.15×10^{-20} g～3.90×10^{-19} g（0.31 μBq～1.95 μBq）の範囲であった。なお、この方法においては添加回収試験や公定法（放射化学分析）との比較分析による妥当性確認が行われているが、双方良好な結果が得られており、信頼性の高い分析方法であることが示されている。また、供試量が少なく放射化学分析では対応できないという理由から、必要ではあるが実施されていなかった ^{90}Sr 生態蓄積調査のための試料についても分析が実施され、ネズミの歯の ^{90}Sr 分析にも成功している。

[*387] C. Ito et al.: Isotope Dilution-Total Evaporation-Thermal Ionization Mass Spectrometric Direct Determination of Radioactive Strontium-90 in Microdrop Samples. Analytical Chemistry, 92, 16058-16065(2020)

[*388] N. Kavasi et al.: Accurate and precise determination of ^{90}Sr at femtogram level in IAEA proficiency test using Thermal Ionization Mass Spectrometry, Scientific Reports, 9, 16532(2019)

[*389] J. Aoki et al.: Direct Quantification of Attogram Levels of Strontium-90 in Microscale Biosamples Using Isotope Dilution-Thermal Ionization Mass Spectrometry Assisted by Quadrupole Energy Filtering, Analytical Chemistry, 95, 4932-4939(2023)

付　録

付録 A　^{90}Sr 等の核データと壊変図

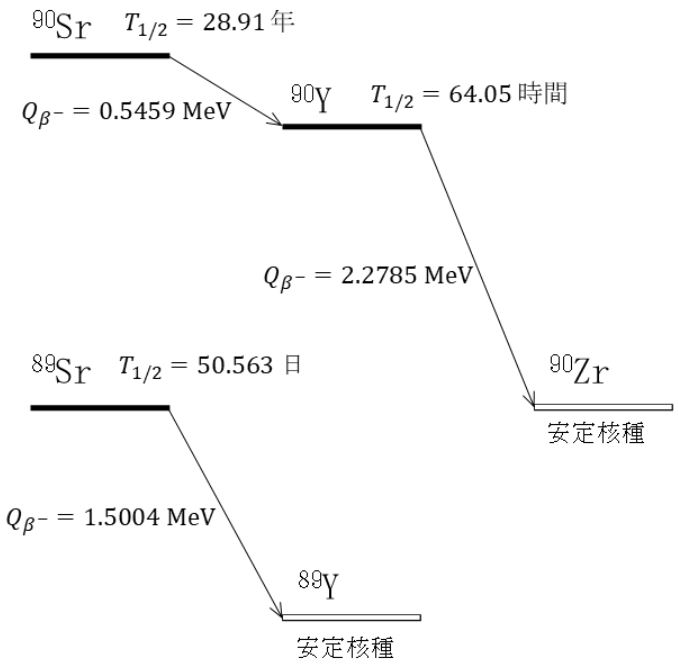
放射能計算に使用する核データは信頼ある核データ集から核データを抽出し、分析結果とともに使用した核データを付記することが望ましい。

本測定法では、米国 NNDC(National Nuclear Data Center)が管理している ENSDF(Evaluated Nuclear Structure Data File) より取得した ^{89}Sr、^{90}Sr 及び ^{90}Y の核データを付表 A.1 に示す。併せて、^{89}Sr 及び ^{90}Sr の壊変図を付図 A.1 に示す。

付表 A.1　核データ

核種	半減期	β線最大エネルギー (MeV)	壊変様式 (放出割合(%))
^{89}Sr	50.563 ± 0.025 日	1.5004 ± 0.0024	β^- (100)
^{90}Sr	28.91 ± 0.03 年	0.5459 ± 0.0014	β^- (100)
^{90}Y	64.05 ± 0.05 時間	2.2785 ± 0.0016	β^- (100)

※核データの出典は、ENSDF (2025 年 2 月時点) である。半減期及びβ線最大エネルギーは不確かさとともに記載した。



付図 A.1 ^{89}Sr 及び ^{90}Sr の壊変図

付録B　用語の解説

用語	説明
イオン交換樹脂	イオン交換基を持つ不溶性の合成樹脂で、試料溶液の化学的性質により、その溶液中の金属イオンがイオン交換樹脂に強く付いたり、離れたりする性質を利用して化学分離に用いられる。
一次推定値	統計上最も確率が高い値を数式的に算出した推定値。ISO 11929 では“primary estimate”に当たる。
^{90}Y（イットリウム 90）	^{90}Sr のβ^-壊変により生成する放射性核種で、β線のみを放出する放射性同位体である。β^-壊変により ^{90}Zr になり、その半減期は 64.05 時間、β線の最大エネルギーは 2.2785 MeV である。
液体シンチレーションカウンタ	LSC（Liquid Scintillation Counter）と略され、測定試料の発光（チェレンコフ光、放射線で励起されたシンチレータの蛍光）を光電子増倍管で計数する装置。試料から放出されたα線やβ線を全立体角（4π）方向で検出でき、試料による自己吸収がないことから、低エネルギーβ線放出核種の測定に広く用いられている。検出器の周囲に鉛の遮へい体があり、同時計数回路を用いてバックグラウンド計数率を低くしたものや外部放射線の影響を除去するためのガードカウンタを備えたものがある。
共沈	微量であるために、沈殿剤によってそれ自身は沈殿しない濃度の物質を沈殿させる場合、共通の沈殿剤によって沈殿する他の物質（担体）を加えることにより、担体とともに沈殿させる現象。放射性同位元素のような超微量の物質の化学分離に使われる。
計数率	単位時間当たりの計数値。通常は cpm（1 分当たりの計数値）又は cps（1 秒当たりの計数値）で示す。
原子吸光分析法	AAS（Atomic Absorption Spectrometry）とも略される。測定試料をフレーム中に噴霧するか、黒鉛炉内で加熱して測定対象元素を原子化し、これに測定元素特有の波長の光を透過させると基底状態の原子が光を吸収して励起状態に遷移する。この光の吸収度合（吸光度）から元素濃度を測定する方法。
コンディショニング	測定又は分析操作等に際して装置、試薬、条件等をあらかじめ最適の状態に整えること。ここでは、イオン交換樹脂中の不純物除去などの目的で、その使用前に行う一種の前処理のことをいう。
スカベンジング	化学分析においては不要な元素を分離・除去する操作を指す。分離・除去するために加えられる担体をスカベンジャーという。 本測定法においては、試料中で ^{90}Sr から生成した ^{90}Y を除去する操作をスカベンジングという。スカベンジングからミルキング時点までに生成した ^{90}Y の割合を正確に算出するために実施する。
Sr（ストロンチウム）	Sr には 4 つの安定同位体（質量数 84、86、87 及び 88）及び 20 以上の放射性同位体が存在する。 環境放射線モニタリング上で最も重要な放射性同位体は ^{89}Sr 及び ^{90}Sr である。

用語	説明
^{89}Sr（ストロンチウム 89） ^{90}Sr（ストロンチウム 90）	原子炉の運転や核実験等によるウランやプルトニウムの核分裂によって生成する。両核種ともβ^-壊変によりβ線を放出する。^{89}Sr は半減期 50.563 日、β線の最大エネルギーは 1.5004 MeV であり、β線を放出して ^{89}Y に壊変する。^{90}Sr は半減期 28.91 年、β線の最大エネルギーは 0.5459 MeV であり、β線を放出して ^{90}Y に壊変する。 ^{90}Sr と ^{90}Y との放射平衡の関係を利用して、^{90}Sr の定量には ^{90}Y のβ線計測が用いられる。
担体	原子数としてごく微量の放射性核種を沈殿法等で取り扱う場合に、それを付加させるための多量の物質。ここでは、放射性核種を分離したり抽出したりする際に加える安定同位体のこと。 なお、本測定法において添加する Sr 担体は、分析工程において損失した放射性 Sr の量を補正するための回収率を算出する目的も有する。
低バックグラウンド 2π ガスフロー計数装置	LBC（Low Background 2π gas flow Counter）と略され、α線やβ線を効率よく測定できる測定装置。検出器の周囲に鉛の遮へい体があり、センターカウンタ及びガードカウンタの 2 つの検出器で逆同時計数を行い、バックグラウンドを低減化している。 検出器は主として GM 計数管が用いられ、その場合にはカウンタガスとして Q ガスが用いられる。カウンタガスに PR ガスが用いられた比例計数管や、近年では様々な検出器を組み合わせたもの、ガスフローではないタイプの検出器も開発されている。 実際の運用においては、使用する検出器に用いられるガスの種類の選択や印加電圧等の仕様を確認すること。
発煙硝酸	二酸化窒素を含む濃硝酸溶液で褐色に着色しており、赤又は白い煙が発生することから発煙硝酸と呼ばれている。通常の硝酸よりも刺激性及び酸化力が極めて強く、危険性が大きいため、取り扱いには特に注意を要する。
放射化学分析	試料中の放射性核種を分離・精製した後、その放射能を測定して放射性核種の量を測る分析法。
放射平衡	放射性核種（親）とその核種が壊変してできた核種（子孫）との放射能の関係が、時間とともにある割合で一定となった状態をいい、両者の半減期の比によって永続平衡又は過渡平衡に分類される。 ^{90}Sr と ^{90}Y とは永続平衡の関係であり、子孫核種の ^{90}Y の半減期に対して十分な時間が経過すると両者の放射能は等しくなる。
ミルキング	放射平衡が成立している場合、長い半減期を持つ親核種から短寿命の子孫核種を繰り返し分離・抽出する操作。 親核種から子孫核種を分離しても、親核種から再び子孫核種が生成するので、ある時間を経過させることによって何回でも繰り返し子孫核種を分離・抽出することができる。乳牛からの搾乳になぞらえてミルキングと呼ばれている。
誘導結合プラズマ発光分光分析法	ICP-AES（Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy）又は ICP-OES（Inductively Coupled Plasma

用語	説明
	Optical Emission Spectroscopy）と略され、高周波誘導結合プラズマ（ICP）を光源とする発光分光分析法である。 試料溶液を霧状にしてアルゴンプラズマに導入し、励起された元素が基底状態に戻る際に放出する光を分光して、波長から元素の定性を、発光強度から定量を行う。
溶離	ここではイオン交換樹脂に吸着した成分のうち、目的とした成分を溶出する操作のことをいう。 イオン交換樹脂が充填されたカラムに試料溶液を流して各種イオンを交換吸着させ、その後、溶離液と呼ばれる溶媒を通過させることにより、溶離液中のイオンが交換基上で交換（吸着と脱着）し、目的とする成分を分離することができる。
溶離曲線	カラムによって分離された物質について、横軸に溶離液の量、縦軸に溶離された化合物（又はイオン）の濃度をプロットした曲線。2 つ以上の化合物（又はイオン）が十分に分離されているかどうかを判断する際に用いられる。
β^-壊変	ある核種が電子（e^-）を放出して異なる核種に変わる現象。原子核内の中性子 1 個が陽子に変換するため、核種の質量数は変わらないが、原子番号が 1 増える。 放出される電子のエネルギーは、ある範囲にわたって連続的に分布している。β線のエネルギーが一定とならないのは、同時に放出されるニュートリノとエネルギーが分配されるためである。
β線	放射線の一種で、β壊変の際に原子核から放出される高速の電子のこと。負の電荷を持つβ^-線と正の電荷を持つβ^+線との 2 種類がある。 エネルギー分布は、0 から核種固有の最大エネルギーまでの連続分布である。
PR ガス	β線測定で用いられる測定器(比例計数管)に用いられる混合ガスで、アルゴン（90 %）とメタン（10 %）とを混合したもの。
Q ガス	^{90}Sr 分析で用いられる測定器（GM 計数管）のカウンタガスとして用いられる混合ガスで、ヘリウム(99 %)とイソブタン(1 %)とを混合したもの。

付録C　クロスチェック分析結果等

昭和 58 年の 3 訂の際に行われたクロスチェック分析結果（放射能の単位を pCi から Bq に変換）　及び平成 15 年の 4 訂で改善したイオン交換法の実証試験結果を示す。

1. クロスチェック分析結果（昭和 58 年 3 訂より）

1.1 クロスチェック用試料

(1)海水　　：太平洋岸で採取した海水約 115 L に、採水直後硝酸 580 mL を加え、分析室で 20 Bq の ^{90}Sr を加え、プロペラ式かくはん機で約 2 時間かき混ぜた後、20 L ずつに分けて各機関に配付した。

(2)土壌　　：3 地点で採取した土壌 3 種を約 105 ℃で乾燥したのち粉砕し、297 μm のふるいでふるい分け、それぞれ V ブレンダーで十分混合し、100 g 又は 200 g に分けて各機関に配付した。

(3)スキムミルク：市販品 1 袋（25 kg）を購入し、電気炉を用いて 500 ℃で灰化し、生じた灰を粉砕後、V ブレンダーで十分混合し、50 g ずつ分けて各機関に配付した。

1.2 参加分析機関

青山学院大学理工学部
茨城県公害技術センター（現茨城県環境放射線監視センター）
運輸省海上保安庁水路部（現国土交通省 海上保安庁 海洋情報部）
静岡県環境放射線監視センター
動力炉・核燃料開発事業団東海事業所
（現国立研究開発法人 日本原子力研究開発機構 核燃料サイクル工学研究所）
日本原子力研究所東海研究所
（現国立研究開発法人 日本原子力研究開発機構 原子力科学研究所）
（財）日本分析センター（現公益財団法人 日本分析センター）
農林水産省畜産試験場
（現国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構 畜産研究部門）

1.3 分析結果

測定値の誤差（±）は放射能測定における計数の統計による不確かさ（計数誤差）である。

(1)海水

付表 C.1　海水試料の分析結果

分析方法	分析機関	供試量	^{90}Sr 分析値（Bq/L）
発煙硝酸法	g	5 L	0.15±0.011、0.17±0.011
シュウ酸塩法	b	10 L	0.17±0.004、0.17±0.004
	e	10 L	0.17±0.007
	g	10 L	0.15±0.004

※計数誤差を考慮すれば各測定値には特に棄却すべき値は含まれていない。

(2)土壌

付表 C.2　土壌試料の分析結果

分析方法	分析機関	供試量	^{90}Sr 分析値（Bq/kg）		
			試料 A	試料 B	試料 C
発煙硝酸法	g	100 g	5.9±0.26 5.5±0.26 5.7±0.26	2.6±0.19 2.7±0.19 2.6±0.19	1.0 ±0.15 1.0 ±0.15 1.0 ±0.15
イオン交換法	a	100 g	4.6±0.33	3.1±0.22	1.0 ±0.15
	b	100 g			1.1 ±0.07 1.1 ±0.07
	g	100 g	5.8±0.26	2.4±0.19	0.96±0.15
シュウ酸塩法	b	100 g	5.9±0.19 6.0±0.19	3.0±0.15 2.8±0.11	0.96±0.07 1.1 ±0.07
	e	100 g	5.5±0.52	2.7±0.33	0.96±0.26

測定値の数が少なく、繰り返し測定値も少ないが、計数誤差の 3 倍（3σ）を考慮すれば、特に棄却すべき値もないので分析方法ごとにまとめると付表 C.3 のようになる。

付表 C.3　土壌試料における各分析法の結果（まとめ）

	統計項目		試料 A	試料 B	試料 C
発煙硝酸法	n＝3	$\bar{X}$ σ CV（%）	5.7 0.20 3.6	2.6 0.06 2.2	1.0 0.02 2.1
イオン交換法	n＝4	$\bar{X}$ σ CV（%）			1.0 0.06 6.0
シュウ酸塩法	n＝3	$\bar{X}$ σ CV（%）	5.8 0.25 4.3	2.8 0.13 4.6	1.0 0.09 8.4

(3)スキムミルク（灰）

付表 C.4　スキムミルク試料の分析結果及び各分析法の結果（まとめ）

分析方法	分析機関	供試量	^{90}Sr（Bq/g 灰）	平均値等	
				分析機関別	分析法別
発煙硝酸法	g	20 g	0.019±0.0011 0.019±0.0011 0.019±0.0011 0.020±0.0011	n　：4 $\bar{X}$　：0.019 σ　：0.0007 CV（%）：3.7	
イオン交換法	b	10 g	0.019±0.0011 0.020±0.0015 0.019±0.0011 0.020±0.0015	n　：4 $\bar{X}$　：0.020 σ　：0.0006 CV（%）：3.2	n　：13 $\bar{X}$　：0.020 σ　：0.0017 CV（%）：8.4
	d	10 g	0.020±0.0022 0.017±0.0019 0.023±0.0022 0.019±0.0022 0.021±0.0022	n　：5 $\bar{X}$　：0.020 σ　：0.0021 CV（%）：10.6	
	g	10 g	0.019±0.0026 0.023±0.0030 0.019±0.0019 0.022±0.0022	n　：4 $\bar{X}$　：0.021 σ　：0.0021 CV（%）：9.3	

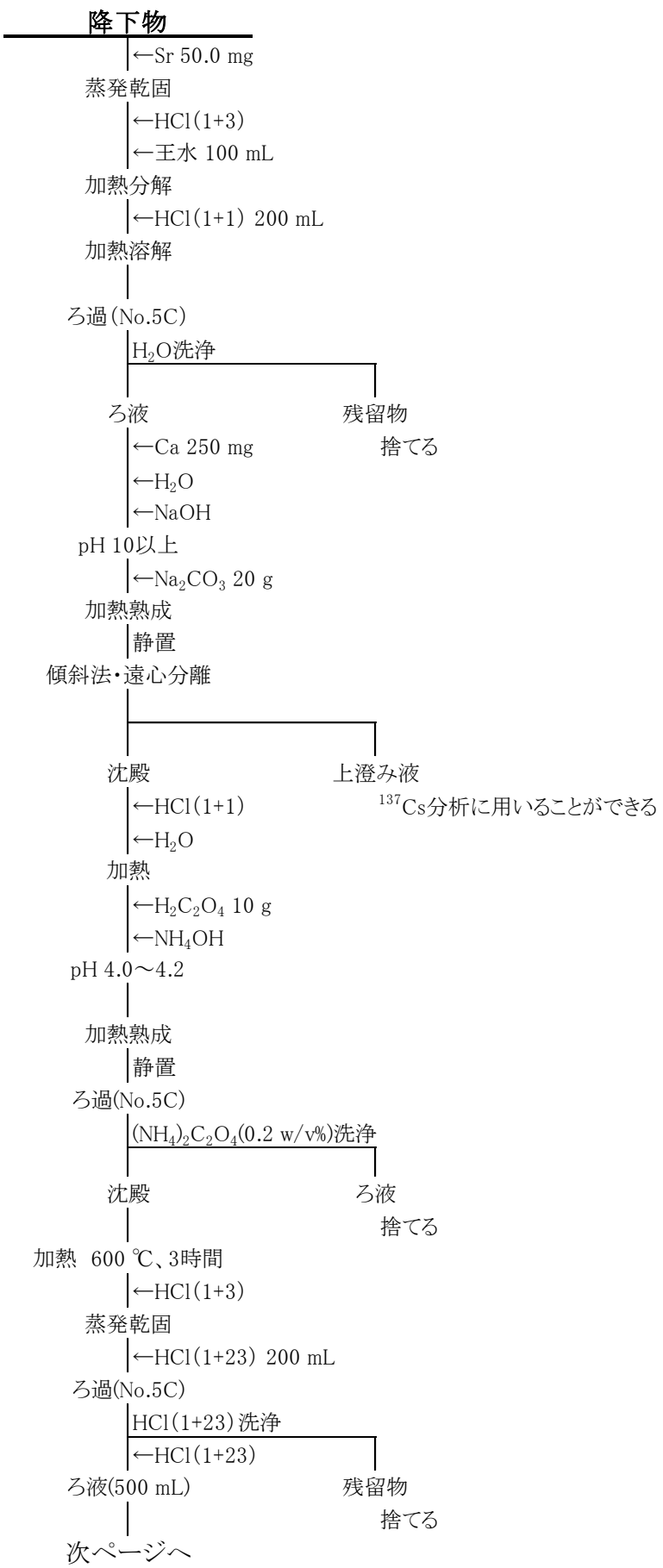
2. 本測定法のイオン交換法による ^{90}Sr の実証試験結果（平成 15 年 4 訂より）

日本分析センターの定常業務で使用されている工程管理用試料（灰試料、土壌試料の 2 種類）中の ^{90}Sr を分析した。下表に ^{90}Sr の分析結果を示し、あわせて Sr の回収率及び ^{90}Sr の分析結果を比較するための工程管理用基準値を示す。なお、これらの基準値は従来の発煙硝酸法及びイオン交換法の併用法による分析結果である。また、分析供試量 18.5 g の灰試料を分析したのは、Ca 5 g を含む分析試料について得られる Sr 回収率を確認するためである。分析結果は基準値とよく一致した。

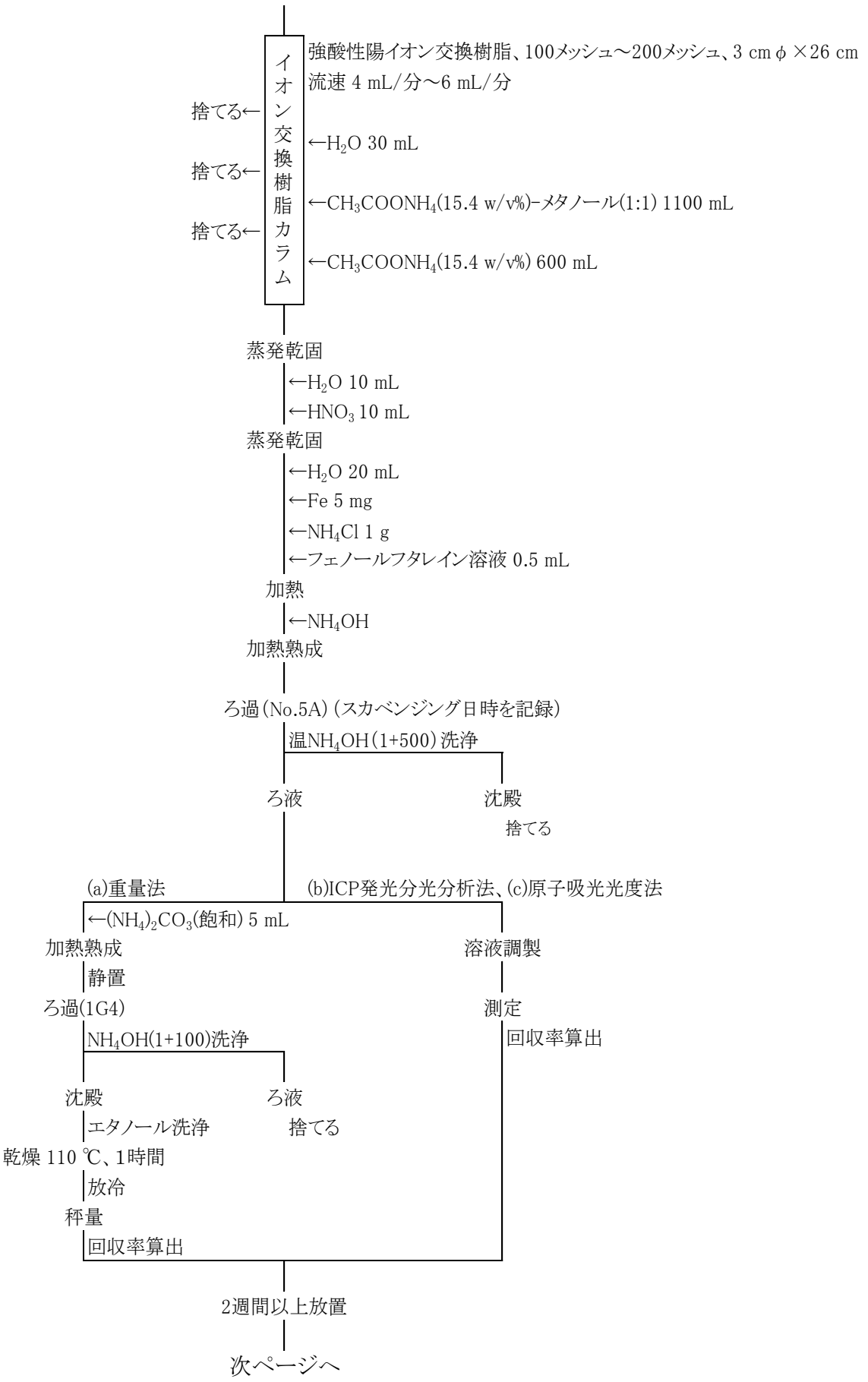
付表 C.5　工程管理用の灰試料及び土壌試料のイオン交換法による分析結果

試料	分析供試量 (g)	Sr の回収率 (%)	^{90}Sr 濃度（mBq/g 灰又は乾土）	
			分析結果	工程管理用基準値
灰	10	97	159±4.6	163±5.0
		98	157±4.6	
		97	164±4.7	
		平均	160±3.6	
	18.5	82	166±3.7	
		86	159±3.5	
		84	160±3.6	
		平均	162±3.8	
土壌	100	90	2.0±0.18	2.1±0.17
		93	2.5±0.20	
		91	2.4±0.20	
		平均	2.3±0.26	

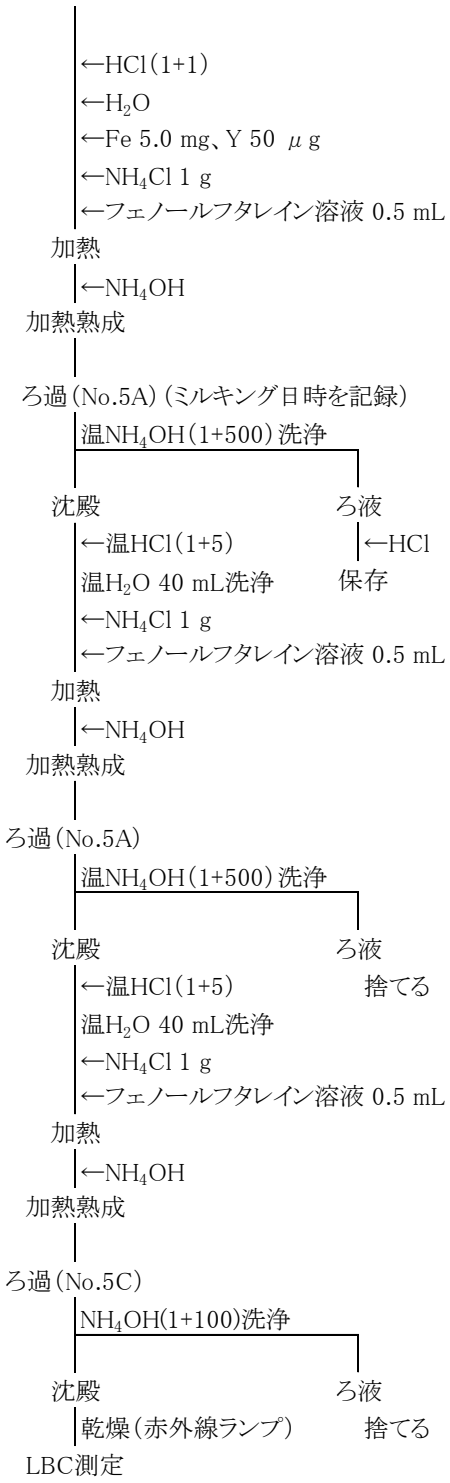
付録D　分析フロー



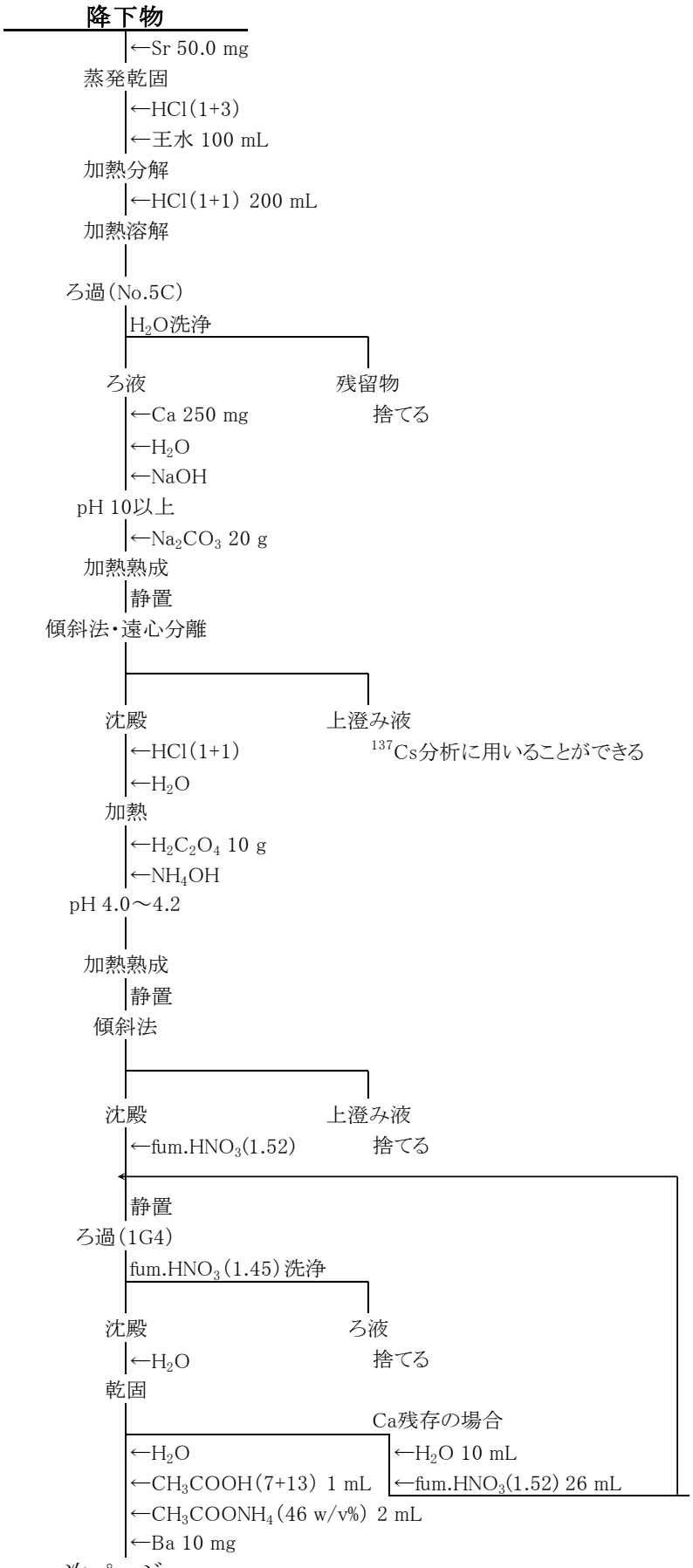
降下物(蒸発法)－イオン交換法 (1/3)



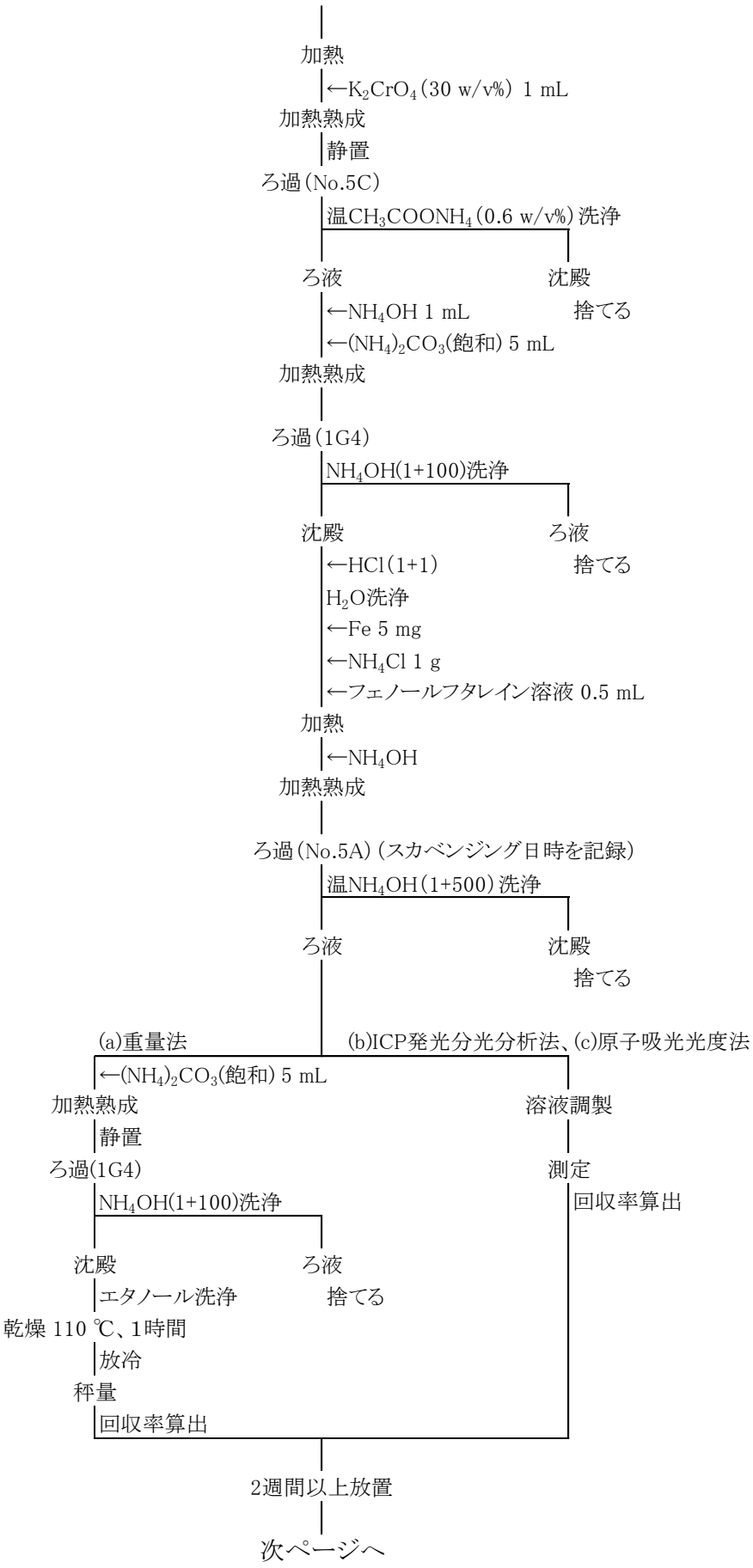
降下物(蒸発法)－イオン交換法 (2/3)



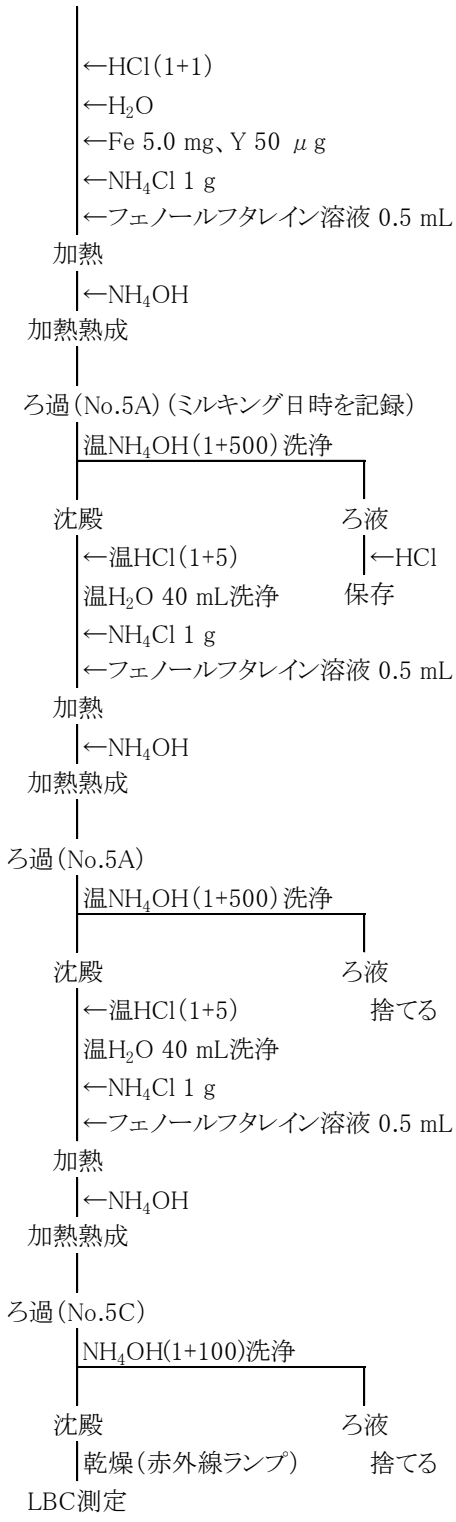
降下物(蒸発法)－イオン交換法 (3/3)



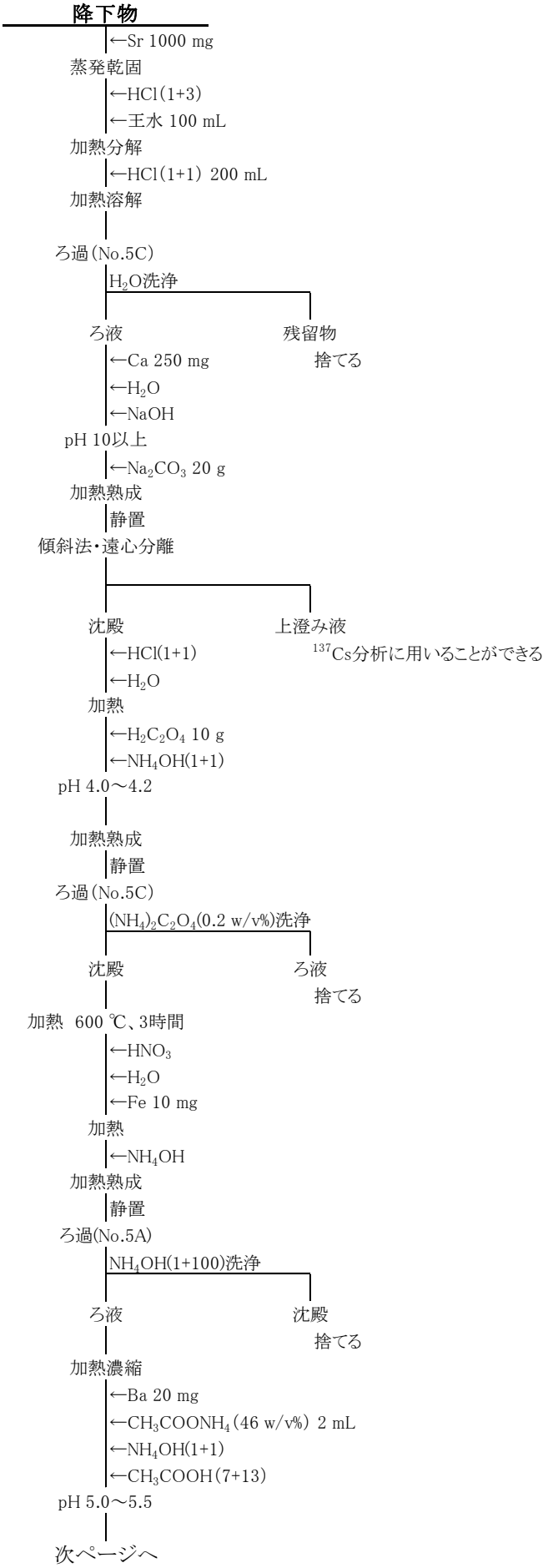
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (1/3)



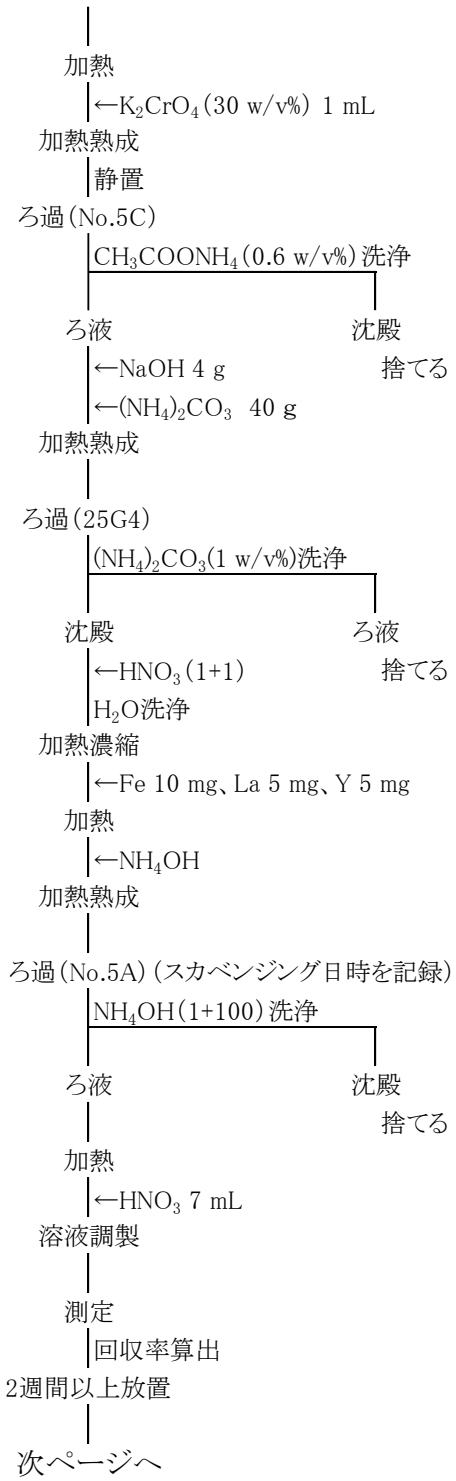
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)



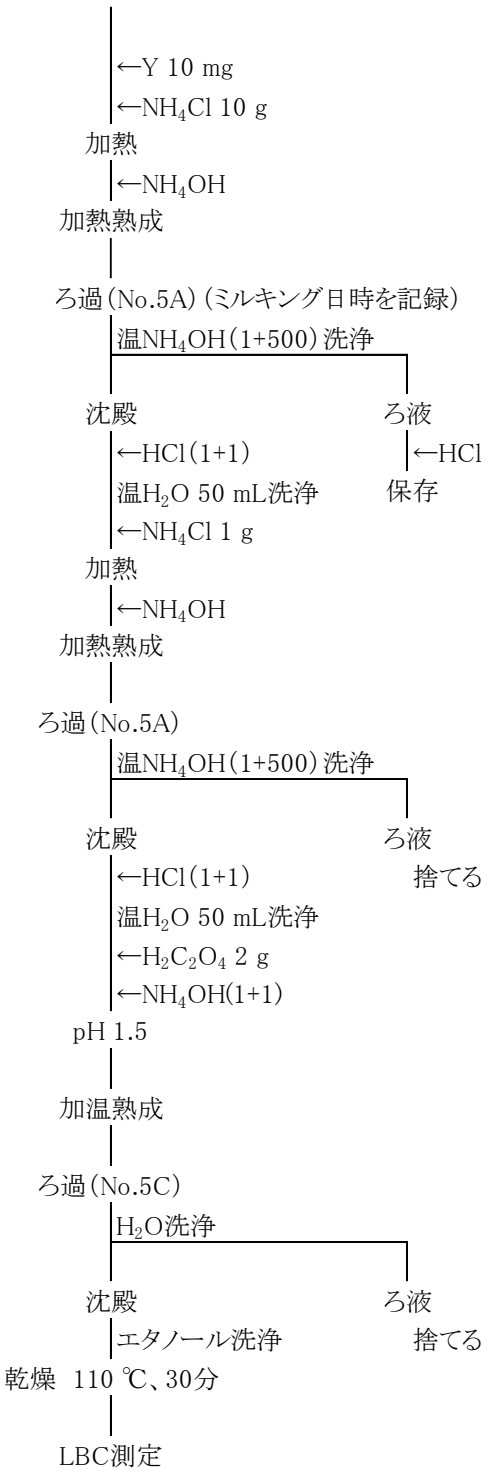
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (3/3)



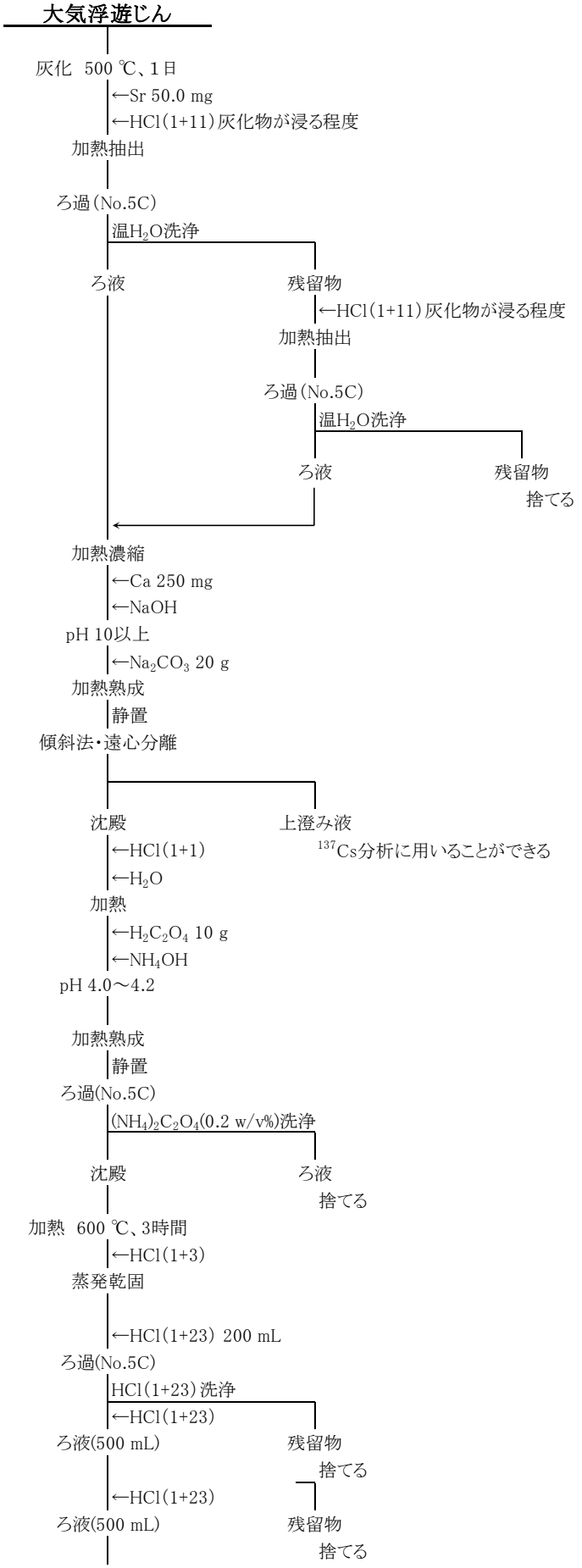
降下物(蒸発法)ーシュウ酸塩法 (1/3)



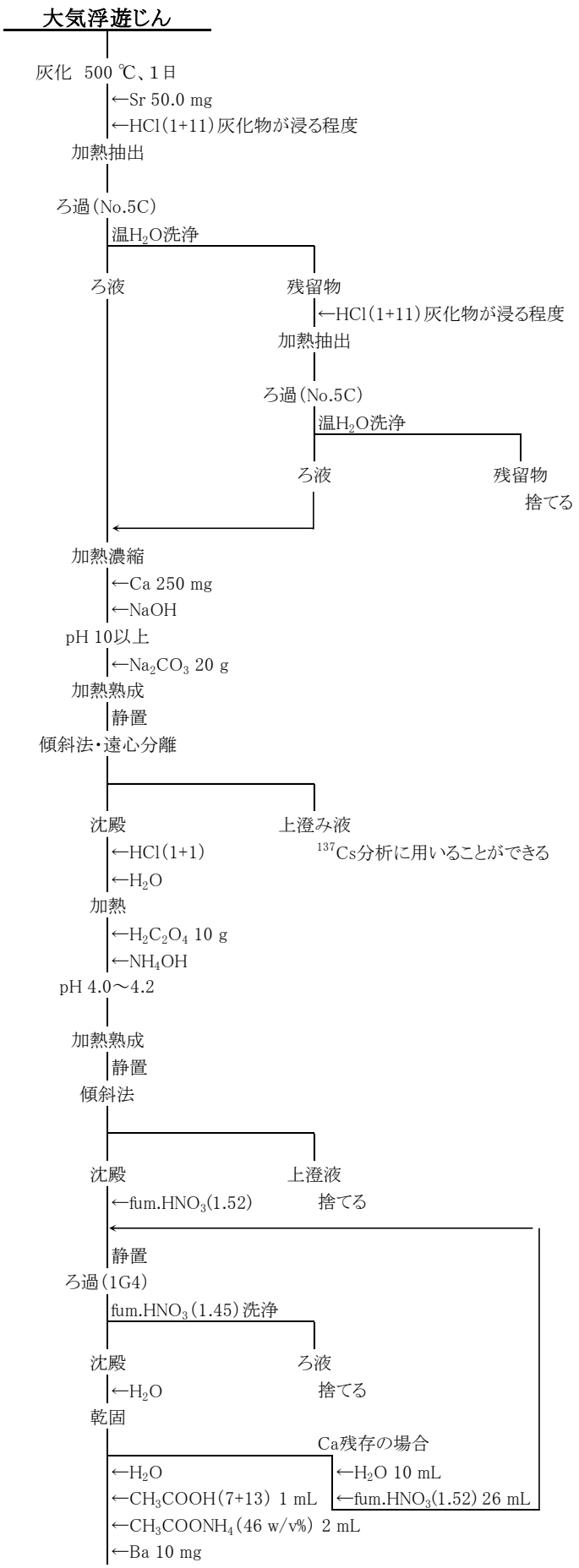
降下物(蒸発法)－シュウ酸塩法 (2/3)



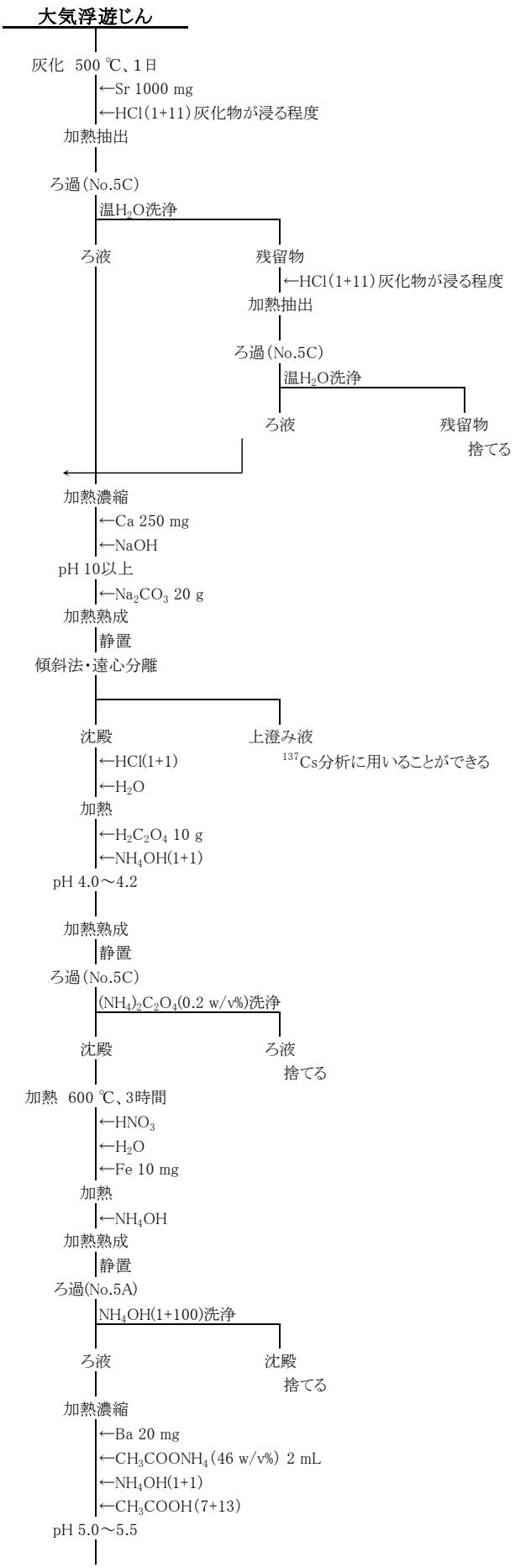
降下物(蒸発法)－シュウ酸塩法 (3/3)

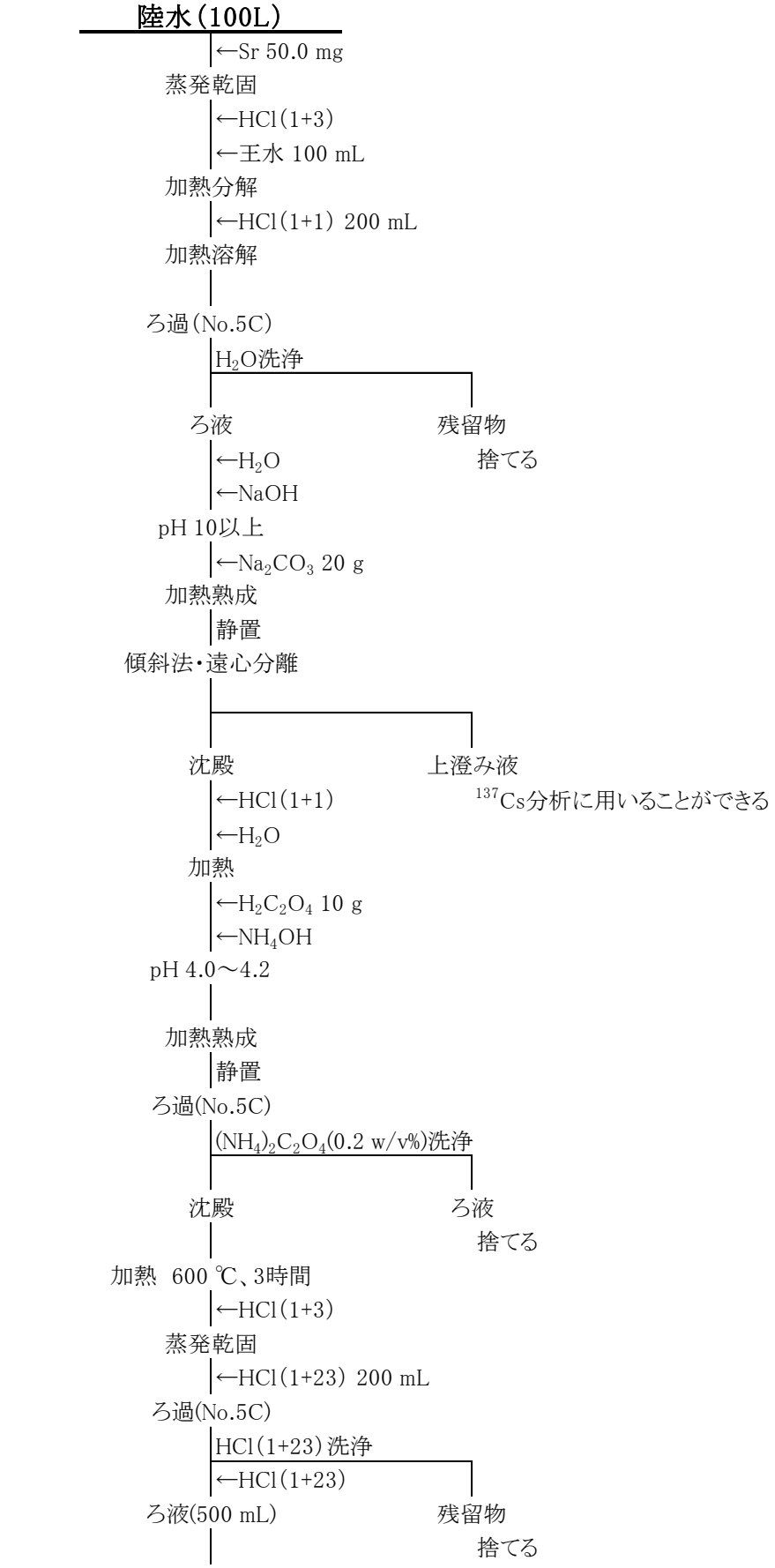


降下物(蒸発法)－イオン交換法 (2/3)へ



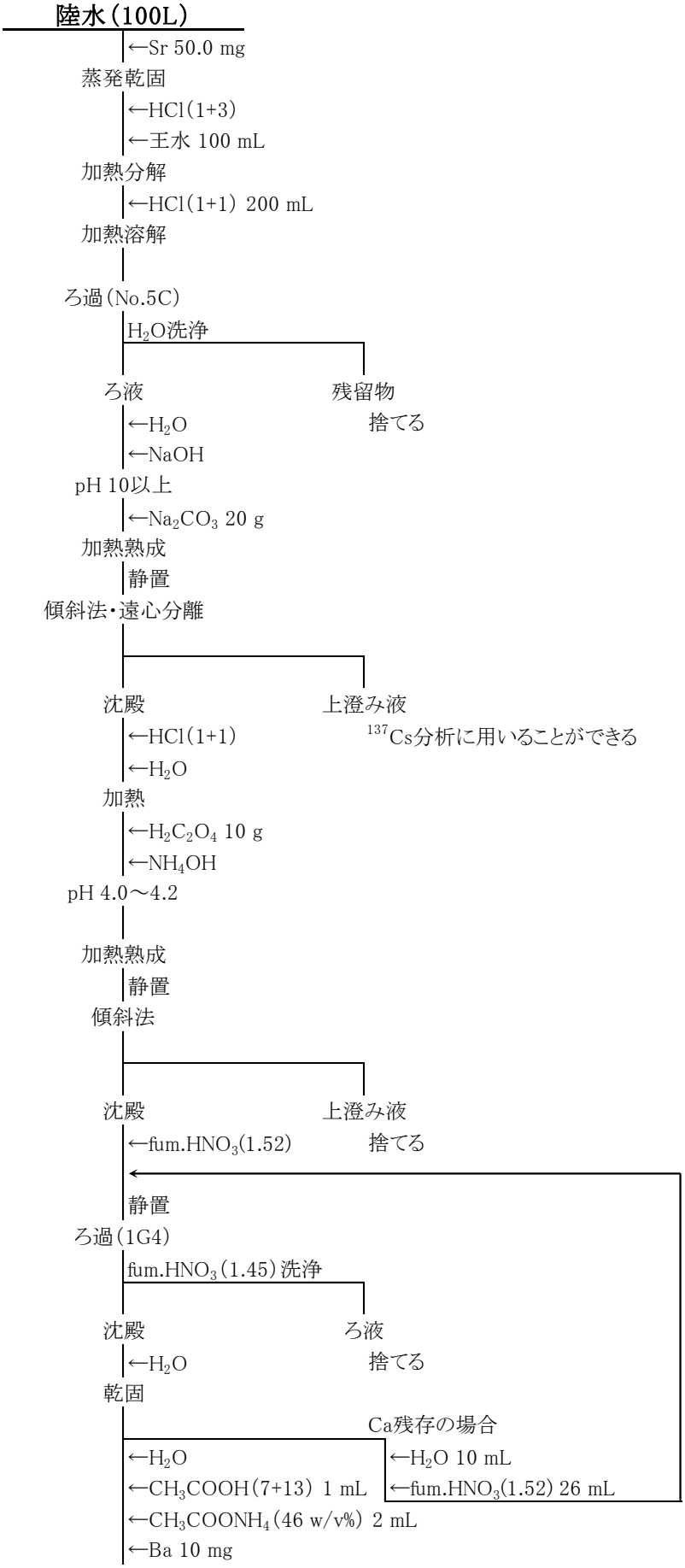
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)へ


大気浮遊じん
灰化　500 ℃、1日
←Sr 1000 mg
←HCl(1+11)灰化物が浸る程度
加熱抽出
ろ過(No.5C)
温H_2O洗浄
ろ液
残留物
←HCl(1+11)灰化物が浸る程度
加熱抽出
ろ過(No.5C)
温H_2O洗浄
ろ液
残留物
捨てる
加熱濃縮
←Ca 250 mg
←NaOH
pH 10以上
←Na_2CO_3 20 g
加熱熟成
静置
傾斜法・遠心分離
沈殿
上澄み液
^{137}Cs分析に用いることができる
←HCl(1+1)
←H_2O
加熱
←$H_2C_2O_4$ 10 g
←NH_4OH(1+1)
pH 4.0～4.2
加熱熟成
静置
ろ過(No.5C)
$(NH_4)_2C_2O_4$(0.2 w/v%)洗浄
沈殿
ろ液
捨てる
加熱　600 ℃、3時間
←HNO_3
←H_2O
←Fe 10 mg
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
静置
ろ過(No.5A)
NH_4OH(1+100)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
加熱濃縮
←Ba 20 mg
←CH_3COONH_4(46 w/v%) 2 mL
←NH_4OH(1+1)
←CH_3COOH(7+13)
pH 5.0～5.5
降下物(蒸発法)ーシュウ酸塩法 (2/3)へ

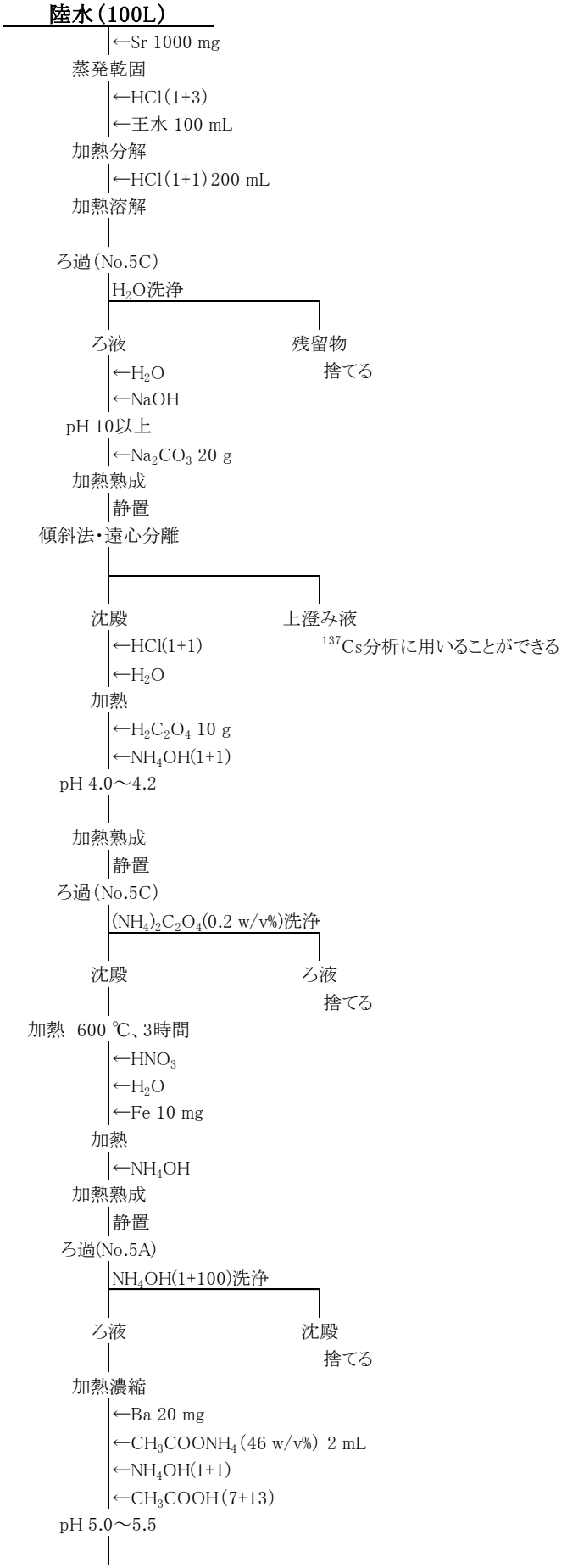


降下物(蒸発法)ーイオン交換法 (2/3)へ

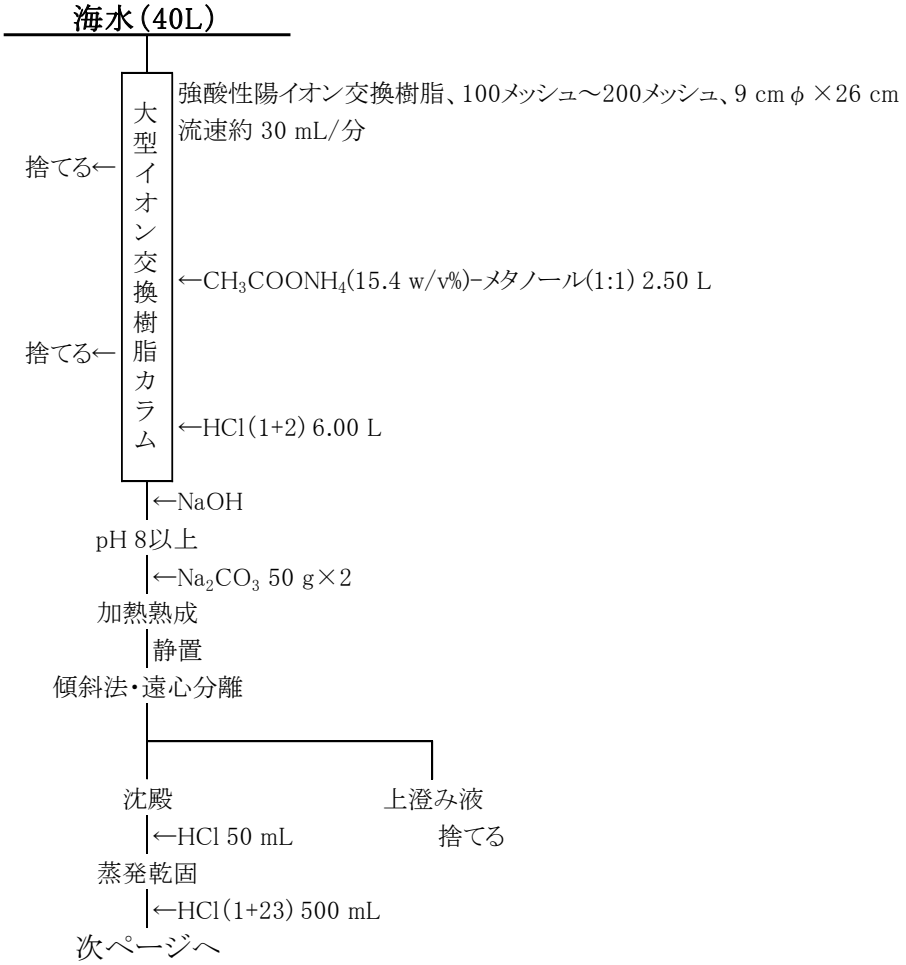
陸水ーイオン交換法



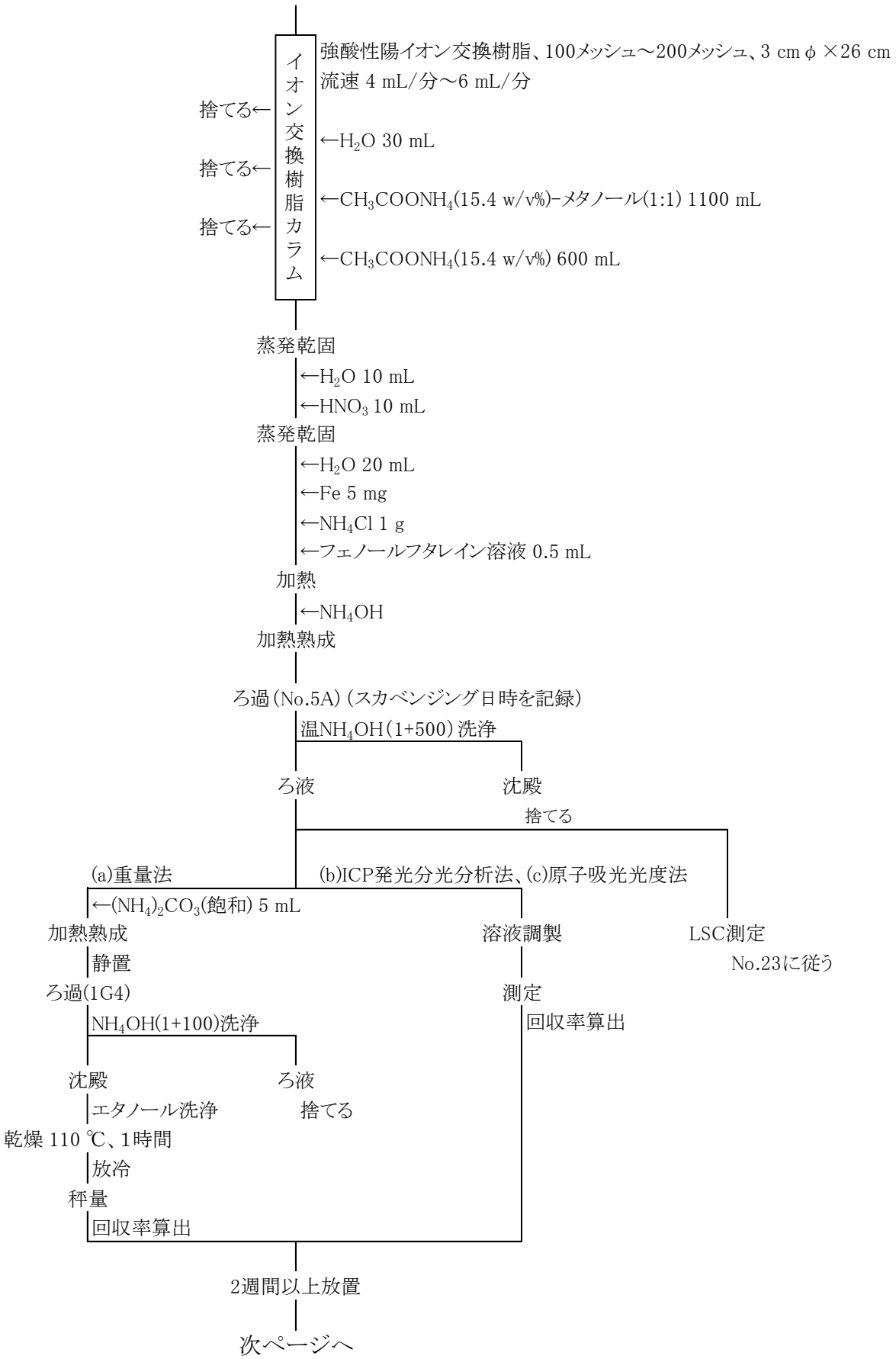
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)へ



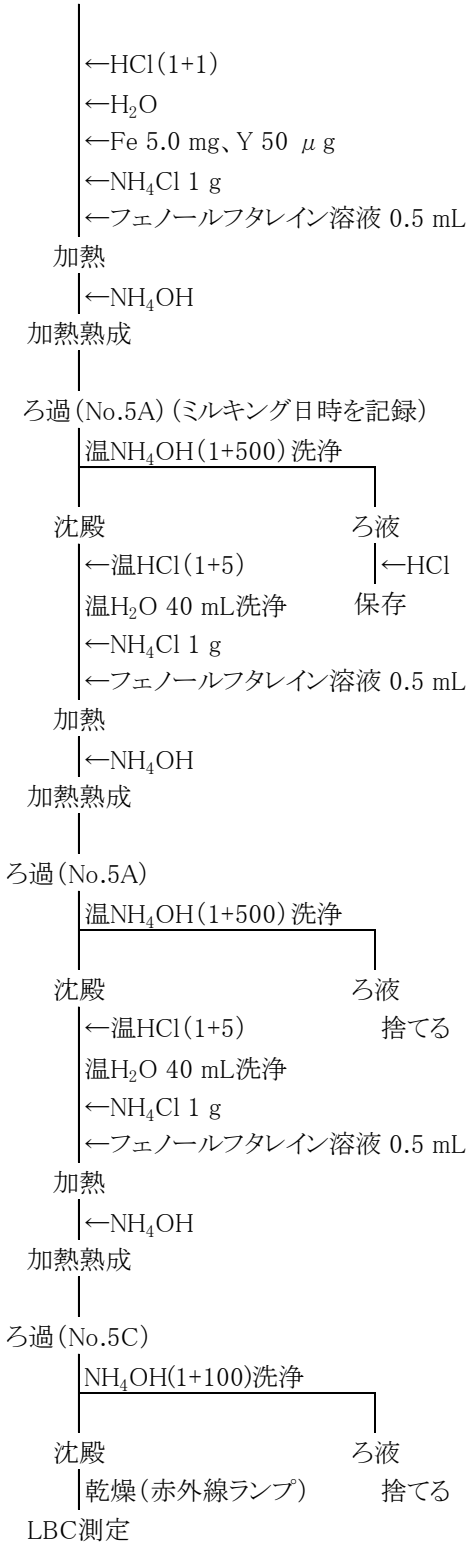
降下物(蒸発法)－シュウ酸塩法 (2/3)へ


海水（40L）
大型イオン交換樹脂カラム
強酸性陽イオン交換樹脂、100メッシュ～200メッシュ、9 cmφ×26 cm
流速約 30 mL/分
捨てる←
←CH_3COONH_4(15.4 w/v%)-メタノール(1:1) 2.50 L
捨てる←
←HCl(1+2) 6.00 L
←NaOH
pH 8以上
←Na_2CO_3 50 g×2
加熱熟成
静置
傾斜法・遠心分離
沈殿
上澄み液
捨てる
←HCl 50 mL
蒸発乾固
←HCl(1+23) 500 mL
次ページへ

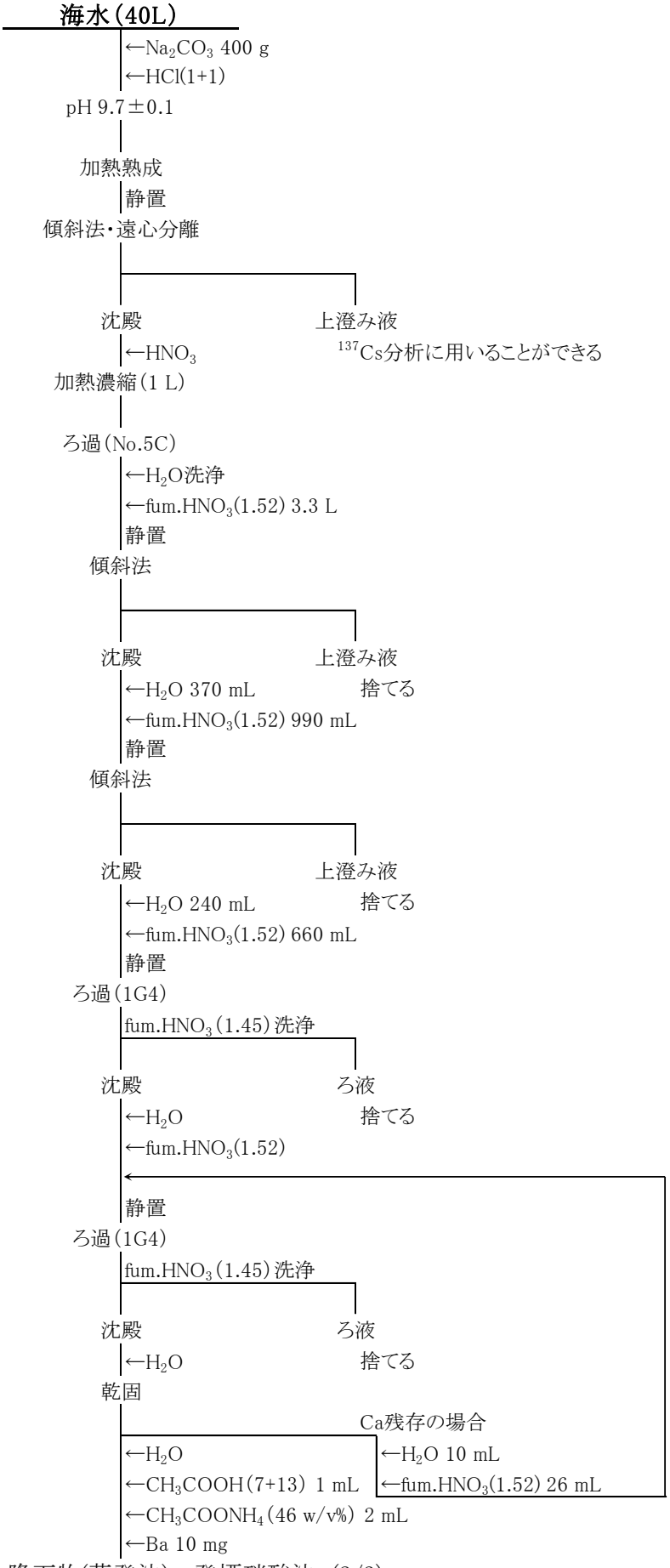
海水－イオン交換法 (1/3)


イオン交換樹脂カラム
強酸性陽イオン交換樹脂、100メッシュ～200メッシュ、3 cm φ ×26 cm
流速 4 mL/分～6 mL/分
捨てる←
←H2O 30 mL
捨てる←
←CH3COONH4(15.4 w/v%)-メタノール(1:1) 1100 mL
捨てる←
←CH3COONH4(15.4 w/v%) 600 mL
蒸発乾固
←H2O 10 mL
←HNO3 10 mL
蒸発乾固
←H2O 20 mL
←Fe 5 mg
←NH4Cl 1 g
←フェノールフタレイン溶液 0.5 mL
加熱
←NH4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)(スカベンジング日時を記録)
温NH4OH(1+500)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
(a)重量法
(b)ICP発光分光分析法、(c)原子吸光光度法
←(NH4)2CO3(飽和) 5 mL
加熱熟成
静置
ろ過(1G4)
NH4OH(1+100)洗浄
沈殿
エタノール洗浄
乾燥 110 ℃、1時間
放冷
秤量
回収率算出
ろ液
捨てる
溶液調製
測定
回収率算出
LSC測定
No.23に従う
2週間以上放置
次ページへ

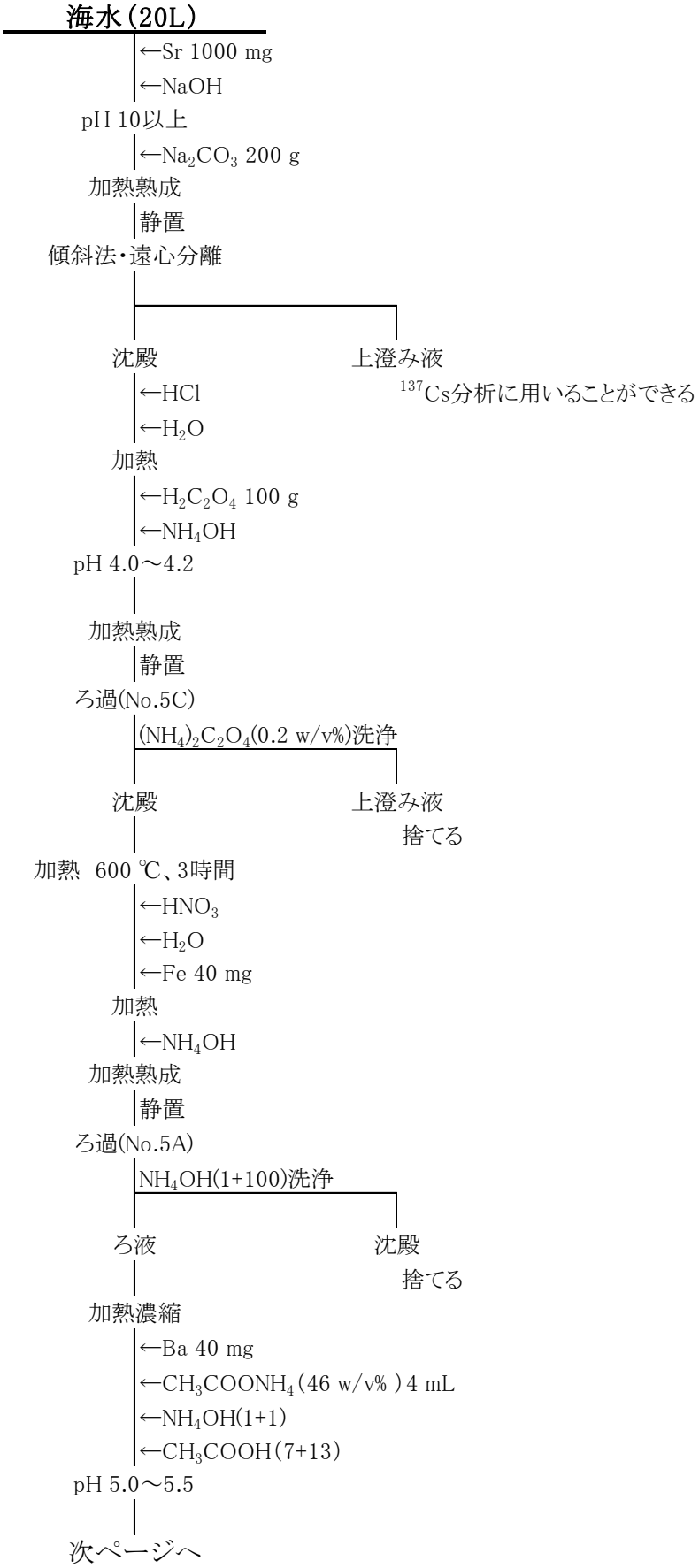
海水－イオン交換法 (2/3)


←HCl(1+1)
←H_2O
←Fe 5.0 mg、Y 50 μg
←NH_4Cl 1 g
←フェノールフタレイン溶液 0.5 mL
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)(ミルキング日時を記録)
温NH_4OH(1+500)洗浄
沈殿
ろ液
←温HCl(1+5)
温H_2O 40 mL洗浄
←HCl
保存
←NH_4Cl 1 g
←フェノールフタレイン溶液 0.5 mL
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)
温NH_4OH(1+500)洗浄
沈殿
ろ液
←温HCl(1+5)
温H_2O 40 mL洗浄
捨てる
←NH_4Cl 1 g
←フェノールフタレイン溶液 0.5 mL
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
ろ過(No.5C)
NH_4OH(1+100)洗浄
沈殿
ろ液
乾燥(赤外線ランプ)
捨てる
LBC測定

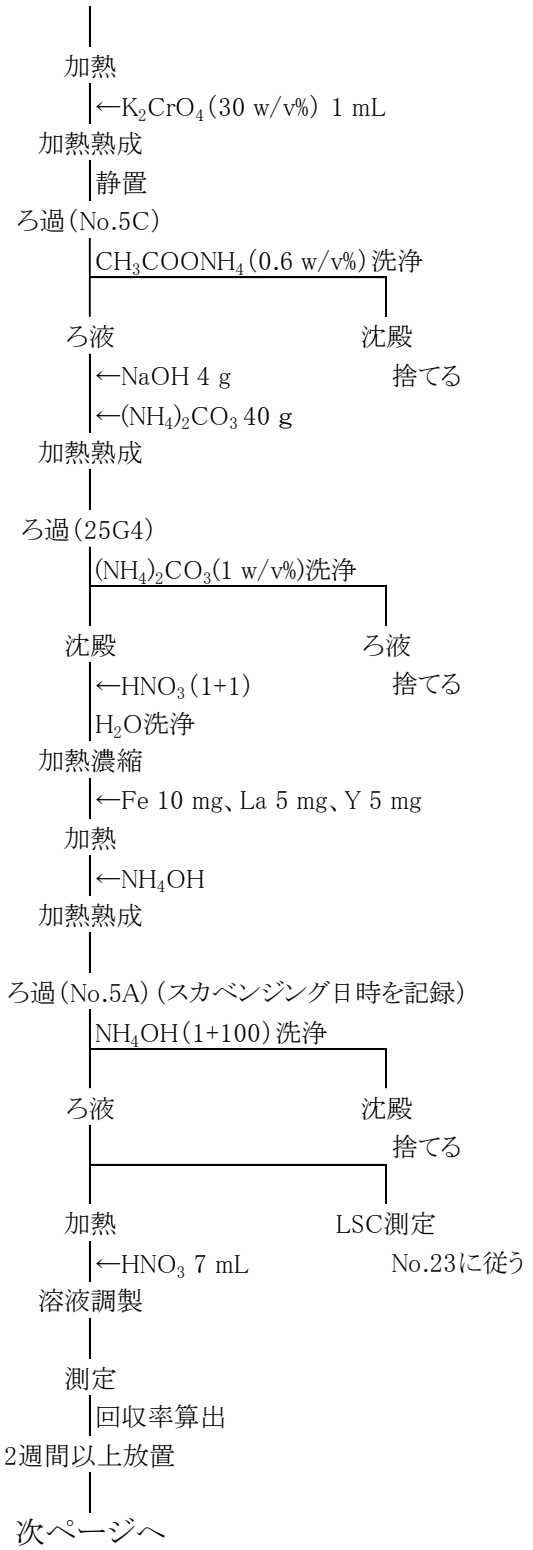
海水－イオン交換法 (3/3)



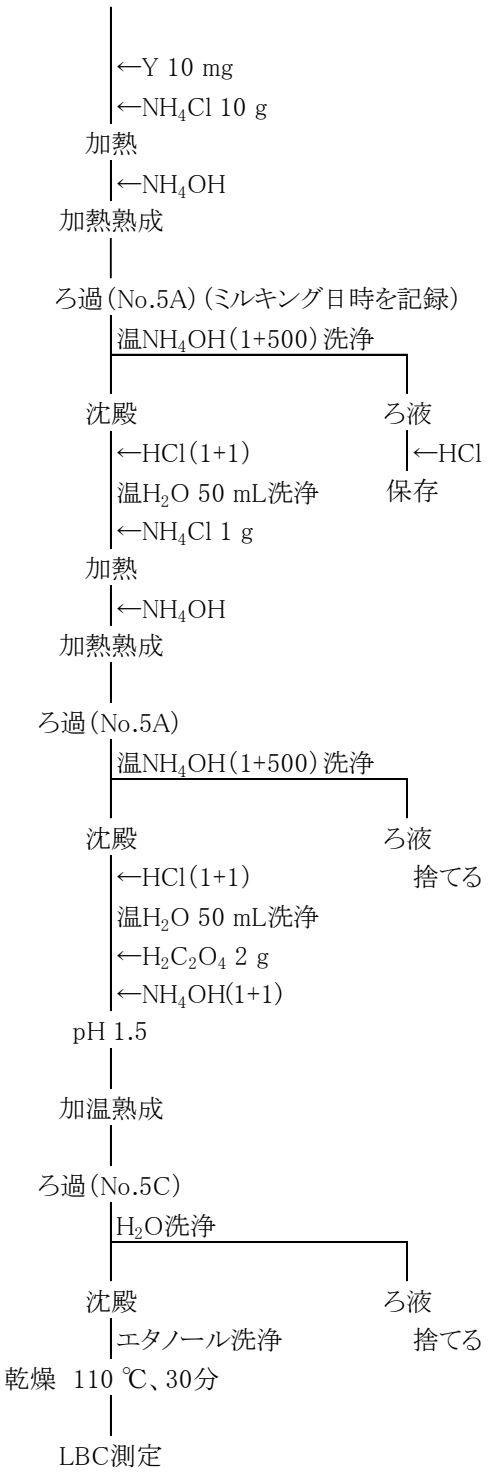
降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)へ


海水（20L）
←Sr 1000 mg
←NaOH
pH 10以上
←Na_2CO_3 200 g
加熱熟成
静置
傾斜法・遠心分離
沈殿
上澄み液
^{137}Cs分析に用いることができる
←HCl
←H_2O
加熱
←$H_2C_2O_4$ 100 g
←NH_4OH
pH 4.0～4.2
加熱熟成
静置
ろ過(No.5C)
$(NH_4)_2C_2O_4$(0.2 w/v%)洗浄
沈殿
上澄み液
捨てる
加熱　600 ℃、3時間
←HNO_3
←H_2O
←Fe 40 mg
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
静置
ろ過(No.5A)
NH_4OH(1+100)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
加熱濃縮
←Ba 40 mg
←CH_3COONH_4（46 w/v%）4 mL
←NH_4OH(1+1)
←CH_3COOH（7+13）
pH 5.0～5.5
次ページへ

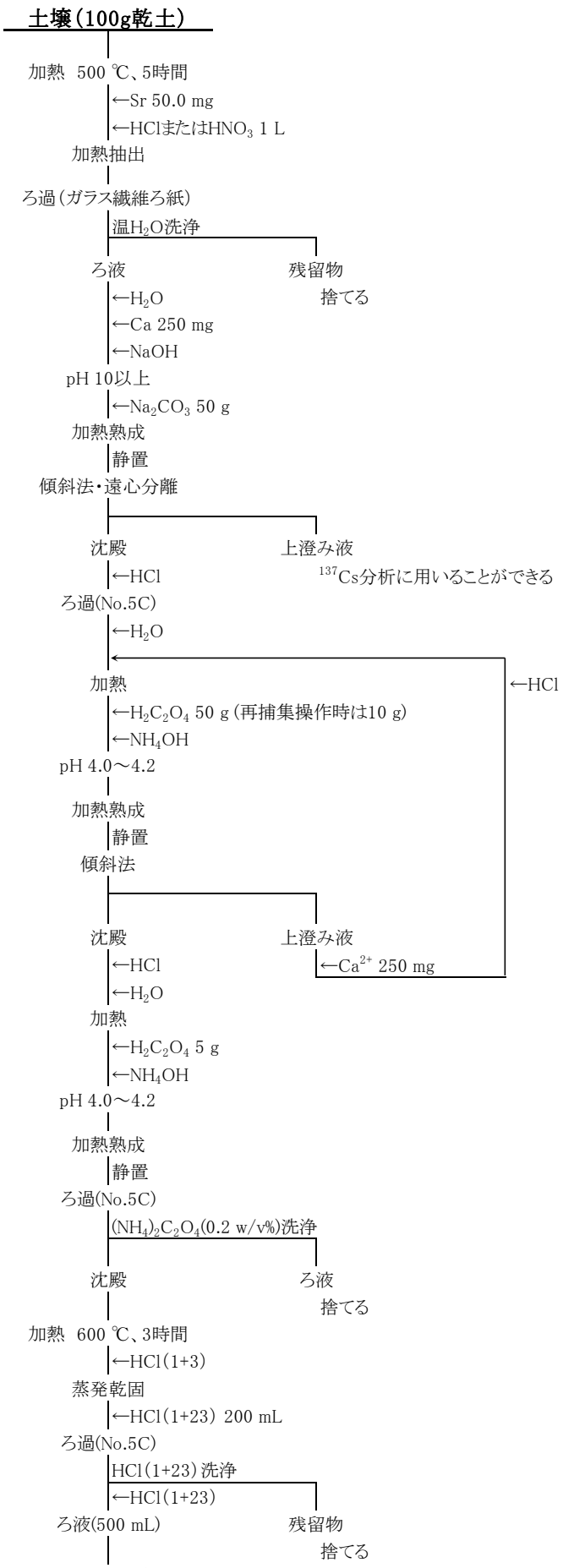
海水－シュウ酸塩法（1/3）


加熱
←K_2CrO_4(30 w/v%) 1 mL
加熱熟成
静置
ろ過(No.5C)
CH_3COONH_4(0.6 w/v%)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
←NaOH 4 g
←$(NH_4)_2CO_3$ 40 g
加熱熟成
ろ過(25G4)
$(NH_4)_2CO_3$(1 w/v%)洗浄
沈殿
ろ液
捨てる
←HNO_3(1+1)
H_2O洗浄
加熱濃縮
←Fe 10 mg、La 5 mg、Y 5 mg
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)(スカベンジング日時を記録)
NH_4OH(1+100)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
加熱
LSC測定
←HNO_3 7 mL
No.23に従う
溶液調製
測定
回収率算出
2週間以上放置
次ページへ

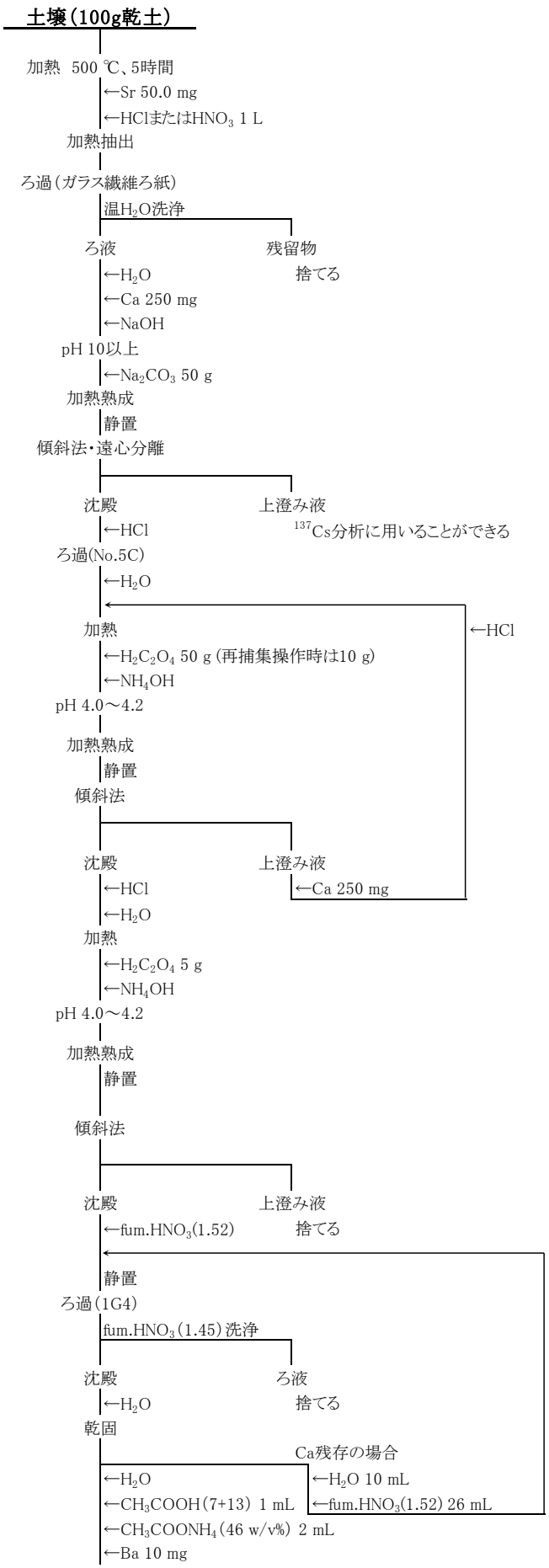
海水－シュウ酸塩法 (2/3)


←Y 10 mg
←NH4Cl 10 g
加熱
←NH4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)(ミルキング日時を記録)
温NH4OH(1+500)洗浄
沈殿
ろ液
←HCl(1+1)
←HCl
温H2O 50 mL洗浄
保存
←NH4Cl 1 g
加熱
←NH4OH
加熱熟成
ろ過(No.5A)
温NH4OH(1+500)洗浄
沈殿
ろ液
←HCl(1+1)
捨てる
温H2O 50 mL洗浄
←H2C2O4 2 g
←NH4OH(1+1)
pH 1.5
加温熟成
ろ過(No.5C)
H2O洗浄
沈殿
ろ液
エタノール洗浄
捨てる
乾燥 110 ℃、30分
LBC測定

海水－シュウ酸塩法 (3/3)

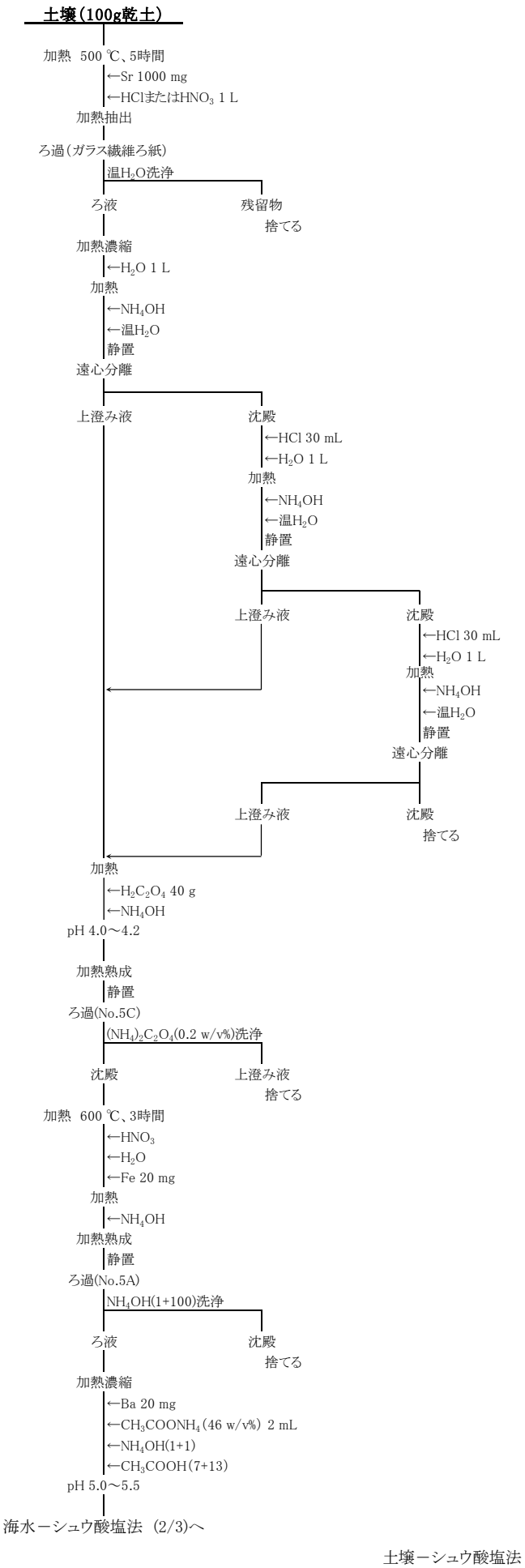


海水－イオン交換法 (2/3)へ



降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)へ

土壌－発煙硝酸法


土壌(100g乾土)
加熱 500 ℃、5時間
←Sr 1000 mg
←HClまたはHNO3 1 L
加熱抽出
ろ過(ガラス繊維ろ紙)
温H2O洗浄
ろ液
残留物
捨てる
加熱濃縮
←H2O 1 L
加熱
←NH4OH
←温H2O
静置
遠心分離
上澄み液
沈殿
←HCl 30 mL
←H2O 1 L
加熱
←NH4OH
←温H2O
静置
遠心分離
上澄み液
沈殿
←HCl 30 mL
←H2O 1 L
加熱
←NH4OH
←温H2O
静置
遠心分離
上澄み液
沈殿
捨てる
加熱
←H2C2O4 40 g
←NH4OH
pH 4.0～4.2
加熱熟成
静置
ろ過(No.5C)
(NH4)2C2O4(0.2 w/v%)洗浄
沈殿
上澄み液
捨てる
加熱 600 ℃、3時間
←HNO3
←H2O
←Fe 20 mg
加熱
←NH4OH
加熱熟成
静置
ろ過(No.5A)
NH4OH(1+100)洗浄
ろ液
沈殿
捨てる
加熱濃縮
←Ba 20 mg
←CH3COONH4(46 w/v%) 2 mL
←NH4OH(1+1)
←CH3COOH(7+13)
pH 5.0～5.5
海水－シュウ酸塩法 (2/3)へ

灰（生1kg相当）

←Sr 50.0 mg

←王水

加熱分解

←HNO_3

加熱分解

←HCl(1+1) 100 mL～300 mL

加熱溶解

ろ過(No.5C)

H_2O洗浄

ろ液 ／ 残留物 捨てる

←H_2O

←NaOH

pH 10以上

←Na_2CO_3 10 g～30 g

加熱熟成

静置

傾斜法・遠心分離

沈殿 ／ 上澄液 ^{137}Cs分析に用いることができる

←HCl溶解

←H_2O

加熱

←$H_2C_2O_4$ 10 g～30 g

←NH_4OH

pH 4.0～4.2

加熱熟成

静置

ろ過(No.5C)

$(NH_4)_2C_2O_4$(0.2 w/v%)洗浄

沈殿 ／ ろ液 捨てる

加熱 600 ℃、3時間

←HCl(1+3)

蒸発乾固

←HCl(1+23) 200 mL

ろ過(No.5C)

HCl(1+23)洗浄

←HCl(1+23)

ろ液(500 mL) ／ 残留物 捨てる

海水－イオン交換法 (2/3)へ

灰（生1kg相当）

←Sr 1000 mg
←王水
加熱分解
←HNO_3
加熱分解
←HCl（1+1） 100 mL～300 mL
加熱溶解
ろ過（No.5C）
H_2O洗浄
ろ液
←H_2O
←NaOH
pH 10以上
←Na_2CO_3 10 g～30 g
加熱熟成
静置
傾斜法・遠心分離
沈殿
←HCl(1+1)溶解
←H_2O
加熱
←$H_2C_2O_4$ 10 g～30 g
←NH_4OH(1+1)
pH 4.0～4.2
加熱熟成
静置
ろ過（No.5C）
$(NH_4)_2C_2O_4$(0.2 w/v%)洗浄
沈殿
加熱 600 ℃、3時間
←HNO_3
←H_2O
←Fe 10 mg
加熱
←NH_4OH
加熱熟成
静置
ろ過(No.5A)
NH_4OH(1+100)洗浄
ろ液
加熱濃縮
←Ba 20 mg
←CH_3COONH_4（46 w/v%） 2 mL
←NH_4OH(1+1)
←CH_3COOH（7+13）
pH 5.0～5.5

残留物
捨てる

上澄み液
^{137}Cs分析に用いることができる

ろ液
捨てる

沈殿
捨てる

海水－シュウ酸塩法 (2/3)へ

灰－シュウ酸塩法

参考文献

1) 原子力規制委員会： 原子力災害対策指針（令和 6 年 9 月 11 日全部改正）
2) 原子力規制庁監視情報課: 平常時モニタリングについて（原子力災害対策指針補足参考資料）（令和 6 年 3 月 21 日改訂）
3) 原子力規制庁監視情報課: 緊急時モニタリングについて（原子力災害対策指針補足参考資料）（令和 3 年 12 月 21 日改訂）
4) N. Vajda, C. Kim: Determination of radiostrontium isotopes: A review of analytical methodology, Appl. Radiat. Isot., 68(12), 2306-2326(2010)
5) 三橋 俊彦, 阪上 正信: 牛乳中 ^{90}Sr の ^{90}Y 溶媒抽出による定量, Radioisotopes, 26(10), 673-678(1977)
6) 環境放射線データベース、原子力規制庁
（https://www.kankyo-hoshano.go.jp/data/database/）
7) JIS K 0050：2019「化学分析方法通則」
8) JIS K 0116：2014「発光分光分析通則」
9) JIS K 0121：2006「原子吸光分析通則」
10) JIS K 0557：2018「用水・排水の試験に用いる水」
11) JIS Z 8404-1：2018「測定の不確かさ-第 1 部」
12) J.A. Cooper: Factors determining the ultimate detection sensitivity of Ge (Li) gamma-ray spectrometers, Nuclear Instruments and Methods, 82, 273-277(1970)
13) H. Kaiser: Zum Problem der Nachweisgrenze, Z. Analyt. Chem., 209, 1-18(1965)
14) IUPAC Analytical Chemistry Division Commission on Spectrochemical and Other Optical Procedures for Analysis: Nomenclature, Symbols, Units and their Usage in Spectrochemical Analysis - III, Analytical Flame Spectroscopy and Associated Non-Flame Procedures, Pure & Appl. Chem.,45, 105-123(1976)
15) L.A. Currie: Limits for qualitative detection and quantitative determination Application to Radiochemistry, Analytical Chemistry, 40, 586-593 (1968)
16) 今井秀孝 他： 測定における不確かさの表現のガイド[GUM]ハンドブック,一般財団法人日本規格協会出版, ISBN：9784542307056(2018)
17) ISO 11929-4:2022, Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application – Part 4: Guidelines to applications, ISO 11929-4:2022 (2022)
18) H. Tazoe et al.: Rapid Chemical Separation Protocol for Optimized ^{90}Sr Determination, Radiation Environment and Medicine, 11(1), 7-15(2022)
19) T. Ohno et al.: Determination of strontium 90 in environmental samples by triple quadrupole ICP-MS and its application to Fukushima soil samples, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 33, 1081-1085(2018)

20) K. Yanagisawa et al.: Online solid-phase extraction-inductive coupled plasma-quadrupole mass spectrometric quantification of ^{90}Sr using $^{88}Sr/^{86}Sr$ isotope dilution method, Talanta, 244, 123442(2022)
21) C. Ito et al.: Isotope Dilution-Total Evaporation-Thermal Ionization Mass Spectrometric Direct Determination of Radioactive Strontium-90 in Microdrop Samples, Analytical Chemistry , 92, 16058-16065(2020)
22) N. Kavasi et al.: Accurate and precise determination of ^{90}Sr at femtogram level in IAEA proficiency test using Thermal Ionization Mass Spectrometry, Scientific Reports, 9, 16532(2019)
23) J. Aoki et al.: Direct Quantification of Attogram Levels of Strontium-90 in Microscale Biosamples Using Isotope Dilution-Thermal Ionization Mass Spectrometry Assisted by Quadrupole Energy Filtering, Analytical Chemistry, 95, 4932-4939 (2023)
24) 山本 康太, 浅沼 尚: 特集：定量分析・同位体分析のためのイオン検出器. ファラデーイオン検出器, Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan, 69(6), 160-165(2021)
25) 山下 修司, 平田 岳史: 特集：定量分析・同位体分析のためのイオン検出器. 電子増倍管とデイリー検出器, Journal of the Mass Spectrometry Society of Japan, 69(6), 166-170(2021)

本書の作成経過、委員会名簿及び会議開催経過

１．本書の作成経過

本書は、令和５年度原子力施設等防災対策等委託費（放射能測定法シリーズ改訂）事業及び令和６年度原子力施設等防災対策等委託費（放射能測定法シリーズ改訂）事業において、公益財団法人日本分析センターに委託した成果を基に、原子力規制委員会が設置した環境放射線モニタリング技術検討チームにおける議論を経て作成したものである。

２．令和５年度原子力施設等防災対策等委託費（放射能測定法シリーズ改訂）事業及び令和６年度原子力施設等防災対策等委託費（放射能測定法シリーズ改訂）事業内に設置した「放射能測定法シリーズ改訂検討委員会」の委員名簿と委員会開催日

令和５年度

委員長	中村尚司	国立大学法人東北大学　名誉教授
委員	大下内伸	青森県原子力センター　分析課長
	大野　剛	学習院大学　理学部化学科　教授
	乙坂重嘉	国立大学法人東京大学　大気海洋研究所　海洋化学部門 海洋無機化学分野　准教授
	柿内秀樹	公益財団法人環境科学技術研究所　トリチウム研究センター 副主任研究員
	桑原雄宇	茨城県環境放射線監視センター　主任研究員
	眞田幸尚	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 廃炉環境国際共同研究センター　グループリーダー
	城野克広	国立研究開発法人産業技術総合研究所　工学計測標準研究部門 データサイエンス研究グループ　主任研究員
	田副博文	国立大学法人弘前大学　被ばく医療総合研究所　准教授
	永岡美佳	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 核燃料・バックエンド研究開発部門　核燃料サイクル工学研究所 放射線管理部　環境監視課　技術副主幹
	松崎浩之	国立大学法人東京大学　総合研究博物館　学際融合研究施設 教授

（敬称略・五十音順）

事務局　公益財団法人日本分析センター

第１回　令和５年　７月 18 日
第２回　令和５年 10 月 31 日
第３回　令和５年 11 月 27 日
第４回　令和６年　２月　１日

令和６年度

委員長	中村尚司	国立大学法人東北大学　名誉教授
委員	大野　剛	学習院大学　理学部化学科　教授
	桑原雄宇	茨城県環境放射線監視センター　主任研究員
	城野克広	国立研究開発法人産業技術総合研究所　工学計測標準研究部門 データサイエンス研究グループ　研究グループ長
	神　俊雄	青森県原子力センター　分析課　課長
	永岡美佳	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 福島廃炉安全工学研究所　安全管理部　安全管理課　課長
	松原昌平	公益財団法人原子力安全研究協会　技術顧問

（敬称略・五十音順）

事務局　公益財団法人日本分析センター

第１回　令和６年　８月　９日
第２回　令和６年 10 月 31 日
第３回　令和６年 12 月　９日
第４回　令和７年　２月 27 日

３．原子力規制委員会　環境放射線モニタリング技術検討チーム構成メンバーと会合開催日

令和５年度

原子力規制委員会

	伴　信彦	委員

外部専門家

飯本武志	東京大学 環境安全本部 教授
猪股弥生	金沢大学　環日本海域環境研究センター　准教授
植田真司	公益財団法人環境科学技術研究所　環境影響研究部　部長
奥野直子	青森県原子力センター 所長
島田亜佐子	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構　安全研究・防災支援部門 安全研究センター　燃料サイクル安全研究ディビジョン 廃棄物・環境安全研究グループ　研究主幹
高田兵衛	福島大学　環境放射能研究所　准教授
武石　稔	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構　安全研究・防災支援部門　原子力緊急時支援・研修センター　防災支援研修ディビジョン　専門研修グループ　テクニカルアドバイザー
山澤弘実	名古屋大学　大学院工学研究科　教授
山田崇裕	近畿大学　原子力研究所　教授

（敬称略・五十音順）

原子力規制庁

児嶋洋平　　審議官

監視情報課

今井俊博　　課長

佐々木潤　　企画官

監視情報課放射線環境対策室

久保善哉　　室長

放射線防護企画課

新田　晃　　課長

放射線・廃棄物研究部門

高橋知之　　統括技術研究調査官

（第 19 回会合参加者）

環境放射線モニタリング技術検討チーム 第 19 回会合　令和５年 12 月 21 日開催

第 20 回会合　令和６年 ３月 ７日開催

令和６年度

原子力規制委員会

伴　信彦　　委員

外部専門家

工藤俊明　　青森県原子力センター 所長

黒澤忠弘　　国立研究開発法人産業技術総合研究所
計量標準総合センター 分析計測標準研究部門　副研究部門長

佐藤玖莉　　国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
原子力科学研究所　放射線管理部　放射線計測技術課

高田兵衛　　福島大学　環境放射能研究所　准教授

武石　稔　　国立研究開発法人日本原子力研究開発機構　原子力緊急時支援・
研修センター　専門研修グループ　テクニカルアドバイザー

西沢博志　　福井工業大学 工学部原子力技術応用工学科　教授

蜂須賀暁子　国立医薬品食品衛生研究所　有機化学部　主任研究官

濱松潮香　　公益財団法人東京都農林水産振興財団
東京都農林総合研究センター 所長

山田崇裕　　近畿大学　原子力研究所　教授

（敬称略・五十音順）

原子力規制庁

児嶋洋平　　核物質・放射線 総括審議官

監視情報課

川口悦生　　課長

佐々木潤　　企画官

監視情報課放射線環境対策室

久保善哉　　室長

放射線防護企画課

黒川陽一郎　課長

放射線・廃棄物研究部門

高橋知之　　統括技術研究調査官

酒井宏隆　　上席技術研究調査官

柚木　彰　　主任技術研究調査官

（第 22 回会合参加者）

環境放射線モニタリング技術検討チーム 第 21 回会合　令和６年９月　９日開催

第 22 回会合　令和７年１月 28 日開催

改訂履歴

昭和 35 年　　制定

昭和 38 年　　改訂

昭和 49 年　１月　改訂

昭和 58 年 12 月　改訂

平成 15 年　７月　改訂

令和　７年　６月　改訂