

# 放射性ヨウ素分析法

平成8年改訂

文 部 科 学 省

## 放射線審議会測定部会の委員及び専門委員

委員(部会長)	岩 島	清	株式会社 環境管理センター
	池 田	正 道	社団法人 日本アイソトープ協会
	岩 崎	民 子	財団法人 放射線影響協会
	田 村	浩 一 郎	電子技術総合研究所
	寺 尾	允 男	国立衛生試験所
	中 田	啓 義	動力炉・核燃料開発事業団
	備 後	一 義	日本原子力研究所
専 門 委 員	阿 部	史 朗	放射線医学総合研究所
	岡 野	真 治	財団法人 放射線影響協会
	阪 上	正 信	金沢大学 名誉教授
	戸 田	誠 誠	海上保安庁水路部
	廣 瀬	勝 己	気象庁気象研究所
	深 津	弘 子	財団法人 日本分析センター
	丸 山	隆 司	財団法人 放射線影響協会
	大 和	愛 司	動力炉・核燃料開発事業団
	吉 田	勝 彦	水産庁中央水産研究所
			(敬称略・五十音順)

本分析法の作成にあたっては、上記委員のほか下記の方々との協力を得た(1訂)。

鎌 田	博	放射線医学総合研究所
北 川	貞 治	福井県衛生研究所
壇 原	宏	東北農業試験所
田 中	義 一 郎	放射線医学総合研究所
大 和	愛 司	動力炉・核燃料開発事業団
吉 田	勝 彦	東海区水産研究所
高 木	伸 司	財団法人 電力中央研究所
亀 谷	勝 昭	国立衛生試験所
西 村	耕 一	財団法人 日本分析センター
木 村	敏 正	財団法人 日本分析センター

特定物質の規制等によるオゾン層の保護に関する告示により、試薬等の一部を改訂(2訂)した。本分析法の一部改訂にあたっては、下記委員の方々に協力を得た。

池 田	長 生	社団法人 日本アイソトープ協会
白 石	文 夫	立教大学
杉 山	広 和	岡山県環境保健センター
関 根	敬 一	日本原子力研究所
山 崎	慎 一	農林水産省農業科学技術研究所
山 本	政 儀	金沢大学
渡 辺	均	動力炉・核燃料開発事業団
		(敬称略・五十音順)

# 目 次

第1章 序 論 .....	1
第2章 計測基準 .....	2
2.1 $\beta$ 線計測の手順 .....	2
2.2 $\beta$ 線計測における計数効率の決定 .....	2
2.3 $\beta$ 線計測によるヨウ素-131の定量 .....	5
2.4 $\gamma$ 線スペクトル分析における計測の手順 .....	5
2.5 $\gamma$ 線スペクトル分析における計数効率の決定 .....	5
2.6 $\gamma$ 線スペクトル分析によるヨウ素-131の定量 .....	7
第3章 空気中じん埃 .....	11
3.1 試料採取法 .....	11
3.2 $\gamma$ 線スペクトル分析による定量 .....	12
3.3 化学分析による定量 .....	12
3.4 空気中濃度の計算 .....	13
第4章 降 水 .....	15
4.1 試料採取法 .....	15
4.2 試 薬 .....	15
4.3 分析操作 .....	16
第5章 海 水 .....	17
5.1 試 薬 .....	17
5.2 分析操作 .....	17
第6章 野 菜 .....	18
6.1 試料調製法 .....	18
6.2 試料の測定 .....	18
第7章 牛 乳 .....	20
7.1 直接測定法 .....	20
7.2 イオン交換樹脂 $\gamma$ 線計測法 .....	20
7.3 イオン交換樹脂濃縮分離 $\beta$ 線計測法 .....	22
第8章 海 藻 .....	26
8.1 試料採取法 .....	26
8.2 試料の調製法 .....	26
8.3 試料の測定 .....	27

# 第 1 章 序 論

核分裂によって生成するヨウ素の放射性同位体には、 $^{129}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 1.7 \times 10^7$  年)、 $^{131}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 8.07$  日)、 $^{132}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 2.3$  時間)、 $^{134}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 5.3$  分)、 $^{135}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 6.7$  時間)、 $^{136}\text{I}$  ( $T_{1/2} = 8.6$  秒) などがある。

この中で  $^{129}\text{I}$  は非常に長い半減期をもち、被ばくをもたらす過程も他の放射性ヨウ素と異なるため、別に考えるべきである。したがって  $^{129}\text{I}$  以外の放射性ヨウ素が対象となる。その中で、公衆に対する被ばく線量として最も問題となるのが  $^{131}\text{I}$  である。そこで、本分析法では  $^{131}\text{I}$  を主体として考えている。

放射性ヨウ素の従来分析法は、核爆発実験による初期のフォールアウトの調査を対象として作られてきた。ところが近年、原子力施設の運転に関連して、放射性ヨウ素についての分析も必要となってきた。しかし平常運転時の放射性ヨウ素の放出量は少ないため、 $^{131}\text{I}$  の環境試料中のレベルは非常に低い。このための在来の方法の改訂(昭和52年)を行った。

また、本分析法では放射能調査の目的によって、異なった  $^{131}\text{I}$  レベルの分析が選択できるように方法を分けて示してある。

本分析法による検出可能なレベルは、およそ次のような値以上である。

空 気	0.5 pCi / m <sup>3</sup>
葉 菜	10 pCi / kg
牛 乳	0.2 pCi / l ~ 50 pCi / l

ここで海藻の分析は野菜に準じた方法を用いており、直接線量に結びつかない海水については採取量5 lを対象とする方法とした。

とくに牛乳については、3段階の検出可能なレベルに対応する方法を示してある。これらの方法のどれを用いるかは、それぞれの調査目的によって、最も適した方法を選択すべきである。

---

※ 放射能対策本部対策及び調査グループ中間報告について

昭和42年6月21日 放射能対策本部

※※ 発電用軽水型原子炉施設周辺の線量目標値に関する指針について

昭和50年5月13日 原子力委員会

## 第 2 章 計 測 基 準

放射性ヨウ素の定量には、大別して、試料から化学的手法によりヨウ素を完全に分離してβ線計測を行う方法と、試料をそのまま、または物理的あるいは化学的に処理したのち、γ線スペクトル分析を行う方法とがあり、本分析法においても、それぞれの試料に応じて適当と思われる方法がえらばれている。

### 2.1 β線計測の手順

計測には原則として低バックグラウンドβ線計数装置を使用し、その指定の使用法にしたがい、以下の順序を追って測定をおこなう。 (備考1)

- (1) 使用機器の型式、名称、計測スタンドの型式、試料の形を記録する。
- (2) 適当なチェック用線源を用いて、計数装置の動作が正常か否かを確認する。
- (3) バックグラウンド計数ならびに試料を計測する。この場合、計測時間は試料の放射能、バックグラウンド計数率、希望する誤差、ならびに測定装置の動作の安定性などを考慮して決定する。
- (4) 得られた結果から、次式によって試料の正味の計数率(cpm)を算出し、かつ標準偏差を付記する。 (備考2)

$$\left( \frac{n_s}{t_s} - \frac{n_b}{t_b} \right) \pm \left( \frac{n_s}{t_s^2} + \frac{n_b}{t_b^2} \right)^{\frac{1}{2}}$$

$n_s$  : 試料の全計数

$t_s$  : 試料の計測時間(分)

$n_b$  : バックグラウンド計数

$t_b$  : バックグラウンド計数の計測時間(分)

備考1. バックグラウンド計数率1cpm程度の装置が市販されている。このような計測装置を用いた場合、測定時間を30分、計数効率を50%とすると、 $3\sigma$ 以上を有意として、検出限界はおよそ1pCi / 試料である。

備考2. バックグラウンド計数率の毎回の計測値がその標準偏差以上にばらつくときは、バックグラウンド計数率の平均値を採用することが望ましい。

### 2.2 β線計測における計数効率の決定

$2\pi$ β線計数装置を用いたときのβ線計測における計数効率は、主として計測試料の厚さに大きく依存するので、予測される試料厚さ範囲をカバーするような種々の厚さの標準試料を作って計測

し、計数効率と試料重量との関係をグラフに描いて利用する。

### 2.2.1 試 薬

#### 放射能標準体

$^{131}\text{I}$  標準溶液 ( $10^5$  dps /g ぐらいで正確な放射能濃度のわかっているもの)<sup>1)</sup>

#### 担 体 溶 液

ヨウ化ナトリウム溶液又はヨウ化カリウム溶液 ( $5\text{ mg I}^-/\text{ml}$ )

ヨウ化カリウム溶液 (標準体希釈用) (ヨウ化カリウム  $0.005\text{ w/v } \%$ , 亜硫酸ナトリウム  $0.002\text{ w/v } \%$ , 水酸化ナトリウム  $0.002\text{ w/v } \%$ )

#### 酸

硝 酸 (1 + 6), (1 + 140)

#### 塩類溶液

硝酸銀溶液 ( $1\text{ w/v } \%$ )

塩化パラジウム溶液 ( $2\text{ w/v } \%$ )

### 2.2.2 校正用 $^{131}\text{I}$ 溶液の調製

- (1)  $^{131}\text{I}$  標準溶液の入った容器を開封し、内容全部を  $500\text{ ml}$  のメスフラスコにあげ、さらに標準体希釈用ヨウ化カリウム溶液  $10\text{ ml}$  ずつを用いて数回洗浄し、内容および洗液を合せて全量を  $500\text{ ml}$  とする。 (備考3)
- (2) この溶液の放射能濃度  $a$  ( $\text{dpm/ml}$ ) を次式で算出する。

$$a = C \times V \times 2.22 \times 10^6 / 500$$

C:  $^{131}\text{I}$  標準体の放射能濃度 ( $\mu\text{Ci/g}$ )

V: 容器に入っているその全量 (g)

- (3) (1)で得られた希釈標準溶液を、必要ならば、同様な操作を用いてさらに希釈し、 $10^2 \sim 10^3\text{ dpm/ml}$  の校正用  $^{131}\text{I}$  溶液を作る。

備考3. 容器に入った液量が正確にわかっていない場合には、ピペットを用いて容器から一定量を取り、秤量して、上と同様にして希釈する。

### 2.2.3 試料の自己吸収を含めた $^{131}\text{I}$ の計数効率の決定

- (1) 適当な容量のビーカ数個に、それぞれヨウ化ナトリウム溶液 ( $5\text{ mg I}^-/\text{ml}$ )  $1, 2, 3, 5, 7\text{ ml}$  などを取り、これに校正用  $^{131}\text{I}$  溶液の一定量ずつを加える。 (備考4)
- (2) 塩化パラジウム溶液 ( $2\text{ w/v } \%$ )  $5\text{ ml}$  を加え、 $1 \sim 2$  分間攪拌し、ヨウ化パラジウムの

---

1) 標準試料が日本アイソトープ協会 (〒113 東京都文京区本駒込2丁目28番45号) より頒布されている。

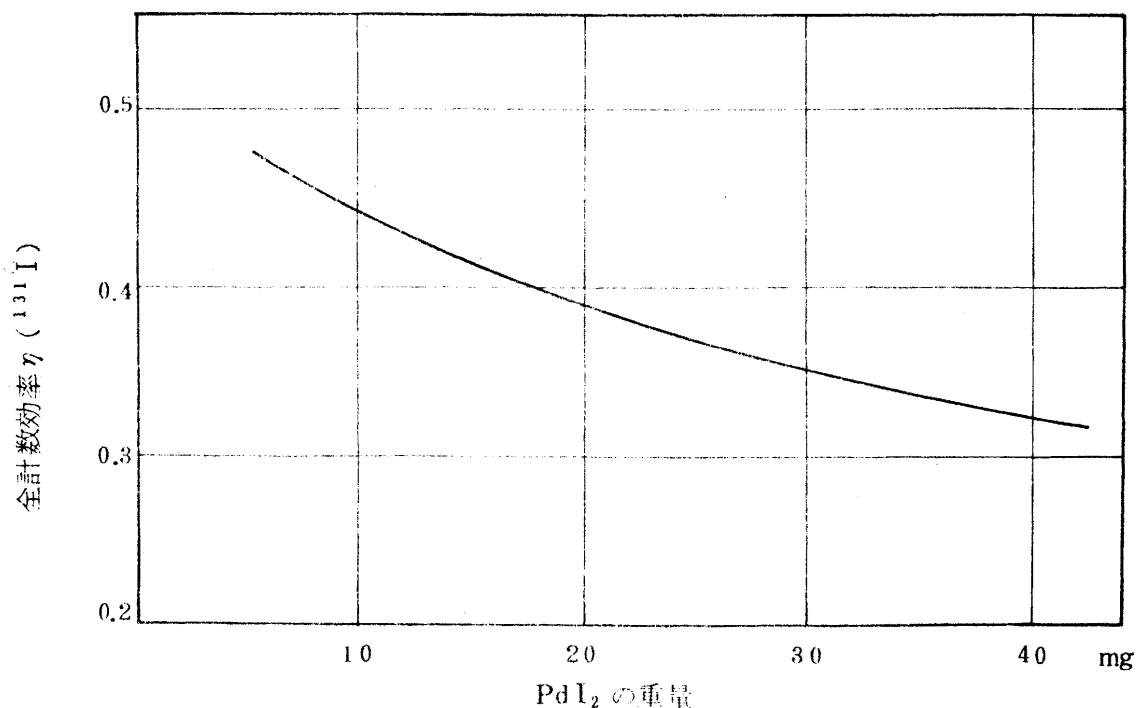
沈殿を作る。

(備考5)

- (3) 実際の試料のろ過に用いるのと同様のろ過装置(分離型フィルタ)を用いてろ別する。
- (4) 沈殿およびろ紙は水で洗い、沈殿のついたろ紙を放射能測定用試料台に(または他の方法によって)固定し、110℃で乾燥したのち重量をはかる。
- (5) 作った数個の試料ならびにバックグラウンド計数を2.1計測の手順にしたがい、未知試料と同じ条件で計測する。
- (6) (5)の計測結果  $n$  (cpm) と沈殿の重量  $m$  (mg) および計算から求めたその放射能濃度  $b$  (dpm/mg) とから、試料の重量と全計数効率  $\eta$  ( $=\frac{n}{b \times m}$ ) との関係を示す曲線(第1図)を作る。

備考4. ヨウ化ナトリウム溶液の量は、未知試料を処理する場合の担体の重量に合わせて加減し測定試料の重量範囲を4ないし5点でカバーするようにする。また校正用  $^{131}\text{I}$  溶液の量は、使用する測定器の効率、計測精度、器具その他の放射性汚染などを考慮して決定する。

備考5. ヨウ化銀の標準試料を調製する場合には、(1)の各ピーカに硝酸(1+6)10mlを加え、2~3分間煮沸したのち、硝酸銀溶液(1w/v%)5mlを加え、2~3分間煮沸してヨウ化銀を沈殿させる。ヨウ化銀の沈殿量が多いとろ紙上で塊状になり、(25mg以上だとくにその傾向が大きい)結果がばらつくことがある。



第1図 PdI<sub>2</sub> 試料の重量と全計数効率との関係を示す一例 (注)

注) この図は低バックグラウンド計数装置(2 $\pi$ ガスフロー式)を用いて測定したときの一例である。

## 2.3 $\beta$ 線計測による $^{131}\text{I}$ の定量

- (1) ろ紙上に集められたヨウ化パラジウムまたはヨウ化銀の重量をはかる。
- (2) これを2.1計測の手順にしたがって計測し、その正味の計数率を $n \pm \Delta n$  cpmとする。
- (3)  $^{131}\text{I}$ の量は

$$N' \pm \Delta N' = (n \pm \Delta n) / \eta \text{ dpm}$$

によって求められる。

ここで $\eta$ は2.2.3で作った効率曲線から求めた試料の重量に対する計数効率である。

- (4)  $N'$ を2.2.2で除して、ピコキュリーに換算する。
- (5) 得られた結果に対し、半減期の補正を次式あるいは巻末の減衰表を用いて行う。

$$N \pm \Delta N = (N' \pm \Delta N') \times 2^{t/8.07}$$

t: 試料採取時刻から計測時刻までの経過時間(日)

## 2.4 $\gamma$ 線スペクトル分析における計測の手順

$\gamma$ 線スペクトル分析はNaI(Tl)シンチレーション検出器またはGe(Li)半導体検出器を用いて行われ、それぞれ、「NaI(Tl)シンチレーションスペクトロメータ機器分析法(科学技術庁、昭和49年)」および「Ge(Li)半導体検出器を用いた機器分析法(科学技術庁、昭和51年)」(以下、NaI(Tl)マニュアルおよびGe(Li)マニュアルと略す)に使用法などが詳細に述べられているので、それに従う。なお $^{131}\text{I}$ の同定および定量は、364.5 keVの $\gamma$ 線(放出割合82.4%)を利用して行う。(備考6)

## 2.5 $\gamma$ 線スペクトル分析における計数効率の決定

使用計測器および試料—検出器関係位置が定まっているならば、計数効率は計測試料の形状および組成(比重 原子番号)に依存する。一般の環境試料の場合、なかんづく前者への依存性が大きい。したがって、規格寸法の容器を準備し、それに一定容積になるように試料を満たして計測する必要がある。<sup>2)</sup> 計数効率は、使用する規格容器の種類ごとに、また同一規格容器であっても試料の占める容積が異なる場合にはそれぞれの容積ごとに、決定しなければならない。後者の場合、いろいろの試料容積の標準試料を作って計測し、試料容積(または、容器への充填高さ)と計数効率との関係を示すグラフを描いて利用するとよい。

シンチレーション検出器または半導体検出器の計数効率(光電ピーク効率)を光子エネルギーの関数として求める方法については、NaI(Tl)マニュアルの第7章およびGe(Li)マニュアル

---

2) NaI(Tl)マニュアル 4.1参照



第7章に述べられている。使用する検出器の計数効率がこれらの方法によってすでにわかっているときには、364.5 keVの光子エネルギーに対する計数効率値を用いることができる。そうでない場合、および化学収率を求めたい場合には、つぎに述べるところに従って標準試料を作り、それを計測することによって計数効率を求める。

### 2.5.1 標準試料の作製

#### 1. 標準試料作製上の一般的注意

- (1) 標準試料の放射能は一般の環境試料にくらべてはるかに高いから、その作製に際しては、他の試料を汚染しないよう、使用器具などは全く別のものを用い、できれば施設も別にするのが望ましい。また、測定器を汚染しないよう細心の注意を払うことが必要である。
- (2) ろ紙をポリエチレン袋に封じた場合、あるいは測定器の汚染を防ぐため試料容器をポリエチレンシートで包んだ場合には、ろ紙または容器が検出器入射窓から浮き上がらないよう、適当な方法で軽くおさえるとよい。

#### 2. 校正用<sup>131</sup>I溶液の調製

2.2.2に述べたと同様の操作により、 $10^4$  dpm/ml程度の校正用<sup>131</sup>I溶液を作る。

#### 3. 空気集塵ろ紙

試料採取用と同一規格の活性炭ろ紙を、シャーレの底に敷いたポリエチレンシート上に平らに置き、校正用<sup>131</sup>I溶液0.5 mlを少しづつ均一に拡がるように滴下したのち乾燥する。<sup>3)</sup>乾燥後実際の試料の取扱い方にならって、ポリエチレン袋にヒートシールするか、測定容器の底に平らに置いて密封する。

#### 4. 活性炭カートリッジ

カートリッジ中の活性炭を測定容器にあけて、見掛けの容積(充填高さ)を測る。同規格の容器に校正用<sup>131</sup>I溶液1 mlを入れ、活性炭とおなじ高さになるまで水を加えて密封する。

#### 5. 降水

<sup>131</sup>Iを含まない降水およそ1 lに校正用<sup>131</sup>I溶液0.5 mlを加え、4.3の操作に従ってろ紙上にヨウ化銀沈殿を集め、ポリエチレン袋にヒートシールするか、測定容器の底に平らに置いて密封する。

#### 6. 海水

<sup>131</sup>Iを含まない海水およそ1 lに校正用<sup>131</sup>I溶液0.5 mlを加え、5.2の操作に従ってろ紙上に沈殿を集め、ポリエチレン袋にヒートシールするか、測定容器の底に平らに置いて密封する。

---

3) あまり乾燥しすぎると反りかえるので、かえって具合が悪い。

## 7. 野 菜

生試料をホモジナイズした場合および乾燥粉碎した場合，ともにそれぞれの測定容器に規定の容積まで校正用  $^{131}\text{I}$  溶液（前者では 2 ml ，後者では 1 ml ）と水を満たして密封する。

## 8. 牛乳試料（直接法）

7.野菜に準じて作製する。

## 9. 牛乳試料（イオン交換樹脂法）

$^{131}\text{I}$  を含まない牛乳およそ 1 l に校正用  $^{131}\text{I}$  溶液 2 ml を加え，7.2.2 の操作に従って測定容器に樹脂を移し，密封する。

## 10. 海 藻

7.の野菜に準じて作製する。

## 11. 計数効率の決定

$^{131}\text{I}$  の  $n_0$  (dps) を含む標準試料を  $t$  (sec) のあいだ測定し，NaI(Tl) マニュアル第 6 章または Ge(Li) マニュアル第 7 章の記述にしたがって 364.5 keV の光電ピークの面積を求め，そのカウント数を  $N_p$  とする。次式により，364.5 keV 光子に対する光電ピーク効率  $\epsilon_p$  を計算する。

$$\epsilon_p = \frac{N_p}{n_0 \times a_i \times t}$$

$a_i$  は 364.5 keV 光子の放出割合であって， $a_i = 0.824$  とする。なお， $N_p$  の標準偏差が 1% 以下となるよう， $n_0$  および  $t$  の値をえらぶことが望ましい。

このようにして得られた光電ピーク効率の例を以下に示す。（表 1 および図 2）

なお，活性炭カートリッジ，野菜，牛乳などの標準試料は水でおきかえているが，その場合厳密には密度のちがいによる計数効率の差が多少ある。しかし本法では便宜上その差は小さいので考慮しないことにする。

## 2.6 $\gamma$ 線スペクトル分析による $^{131}\text{I}$ の定量

NaI(Tl) マニュアル第 8 章または Ge(Li) マニュアル第 8 章に述べられたところから従って 364.5 keV の光電ピーク面積を求め，該当する光電ピーク効率を用いて  $^{131}\text{I}$  の量を計算し，ピコキュリーで表わす。必要ならば半減期の補正を行う。

表1 NaI(Tl) シンチレーション検出器およびGe(Li) 半導体検出器光電ピーク効率の測定例

(なお, NaI(Tl) マニュアル, Ge(Li) マニュアルを参照)

	3" $\phi$ $\times$ 3" NaI(Tl)	50 cc Ge(Li)
ろ紙	0.16 (70 $\phi$ )	0.03 (50 $\phi$ )
U-8容器(48 i.d) <sup>4)</sup>	0.16 (20 mlの樹脂)	0.023 (20 mlの樹脂) 0.01 (100 mlの水溶液)
基準ピーカー	0.076 (100 mlの水溶液)	
基準マリネリピーカ	0.042 (1700 mlの水溶液)	

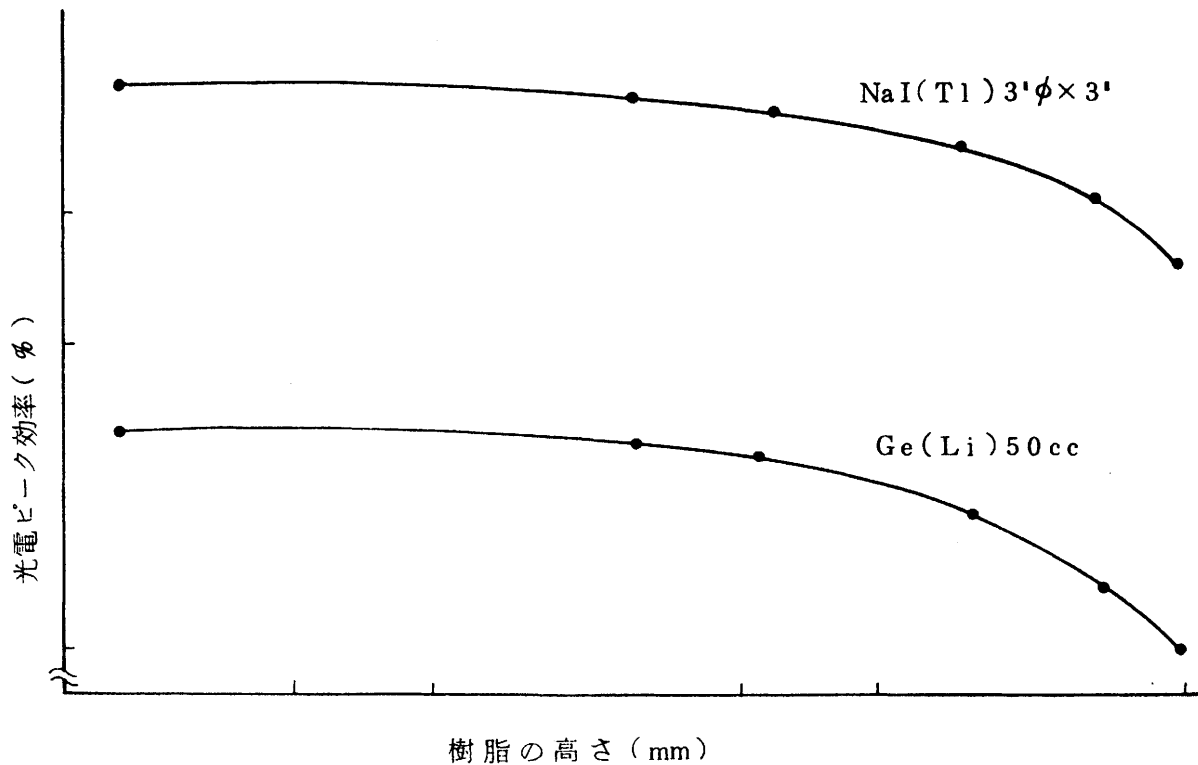


図2 イオン交換樹脂の充填高さ と光電ピーク効率との関係を示す測定例

備考6. NaI(Tl) シンチレーション検出器は, 計数効率は高いがエネルギー分解能が悪く, 一方 Ge(Li) 半導体検出器はその反対の性質を持っている。混合核種の分離および検出限界の面で一般に後者のほうがすぐれている。しかし, 測定試料に含まれる核種が事実上  $^{131}\text{I}$  に限られているとき, および大容積の試料をマリネリピーカで測定するときなど, 測定時間

4) 内径48mm, 容積100ml, スチロール樹脂製, 密閉できるもの。

が短縮される意味でNaI(Tl)検出器が有利と考えられる。

両検出器とも、その検出限界は計数効率(これは検出器の寸法、試料の位置、形状などに依存する)、エネルギー分解能、バックグラウンド計数、試料に含まれる他の混在核種からの $\gamma$ 線の寄与、計数時間などに関連するので、これを一概に示すことはできないが、参考までに、3"  $\phi$   $\times$  3" NaI(Tl)シンチレーション検出器とGe(Li)半導体検出器の特性と検出限界の例をあげておく。

なお、各環境試料の分析・測定条件における検出限界は、それぞれの個所に例示されている。

3"  $\phi$   $\times$  3" NaI(Tl) 鉛遮蔽： $\sim$ 10 cm  $\sim$ 5 keV/チャンネル

FWHM :	1 3 3.5 keV	8.7 5 %
	3 5 1.9	7.9 9
	6 6 1.6	6.5 8 (平均よりもかなり良い)
	1 3 3 2.5	4.8 7

$^{131}\text{I}$  の 3 6 4.5 keV 光子に対し、3 FWHMのバックグラウンドの計数率：0.354 cps 光電ピーク効率(NaI(Tl)マニュアル参照)：

ろ 紙 (70  $\phi$ ) : 1 6 %  
基準ピーカ (10 cm i.d) に 1 0 0 ml : 7.6 %  
基準マリネリピーカ に 1 7 0 0 ml : 4.2 %  
U-8 容器に 1 0 mm 樹脂 : 1 6 %

検出限界 (4.6 5  $\sigma_B$  , 9 5 %信頼度)

測定時間 6 0 0 0 s , 他の  $\gamma$  線の妨害がないとして

ろ 紙 : 8 pCi / 試料  
U-8 に 1 0 mm 樹脂 ( $\sim$ 2 0 ml) : 8  
基準ピーカに 1 0 0 ml : 1 5  
基準マリネリピーカに 1 7 0 0 ml : 3 0

5 0 cc Ge(Li) 鉛遮蔽： $\sim$ 10 cm

FWHM :	3 5 1.9 keV	1.3 5 keV
	1, 3 3 2.5	1.9 5 (ほぼ平均的)

$^{131}\text{I}$  の 3 6 4.5 keV 光子に対し

3 FWHMのバックグラウンド計数率： $1.6 0 4 \times 1 0^{-3}$  cps

光電ピーク効率：

ろ紙 (U-8 容器内, 4.8 i.d) : ~3%

U-8 に 100 ml : ~1%

20 ml : ~2.4%

検出限界 (  $4.65 \sigma_B$  95%信頼度 )

測定時間 60000 s, 他の  $\gamma$  線の妨害がないとして

ろ紙 : ~0.8 pCi / 試料

U-8 に 100 ml : 2.3

" 20 ml : 1.0

## 第 3 章 空気中じん埃

本法は大気中の放射性ヨウ素濃度  $0.5 \text{ pCi} / \text{m}^3$  を検出することを目標としている。(備考 1)

試料採取は活性炭ろ紙か活性炭カートリッジを用いる。分析法としては、検出可能なものは試料非破壊で Ge(Li) 半導体検出器か NaI(Tl) シンチレーション検出器による  $\gamma$  線スペクトル分析を行い、さらに低いレベルまで必要な場合は化学分析を行うことを前提とする。

空気中じん埃の採取時間は、用いる集じん器の吸引率と測定器の検出限界とから決める。その一例を次にあげる。

今、集じん器の空気吸引量  $0.1 \text{ m}^3 / \text{分}$ 、測定器の検出限界  $10 \text{ pCi}$  の装置を用いて、 $0.5 \text{ pCi} / \text{m}^3$  の濃度を検出する場合の集じん時間は次のようになる。

$$\frac{10 (\text{pCi})}{0.1 (\text{m}^3 / \text{分}) \times 0.5 (\text{pCi} / \text{m}^3)} = 200 (\text{分})$$

つまり最低 200 分集じんする必要がある。このように、用いる装置によって集じん時間が異なるので、あらかじめこれらのことを決めておく必要がある。

また連続した集じん時間は、集じん効率の点から活性炭ろ紙では 1 時間以内、活性炭カートリッジでは 24 時間以内にとどめておくのがよい。

### 3.1 試料採取法

#### 3.1.1 活性炭ろ紙による方法

- (1) ろ紙式集じん器の一番外側に空気じん埃用集じんろ紙を 1 枚<sup>1)</sup> おき、次に活性炭ろ紙 (TEDA 添着) を着装する。
- (2) 集じん開始時刻を記録する。集じん開始直後に集じん器の流量計の値 ( $V_0$ ,  $\text{cm}^3 / \text{分}$ ) を読みとり記録する。
- (3) 集じん終了直前に流量計の値 ( $V_1$ ,  $\text{cm}^3 / \text{分}$ ) を読みとり記録する。集じん終了時刻を記録する。

流量計の値  $V_0$ ,  $V_1$  および集じん時刻  $t$  (分) から次式によって全吸引量  $V_T$  をもとめる。

$$V_T = \frac{(V_0 + V_1) \times t}{2}$$

もし、30 分間以上吸引する場合、または空気じん埃の多い時には 15～30 分間隔で流量計

---

1) 空気じん埃用集じんろ紙は空気中のラドン、トロンの娘核種を除くために用いる。したがって、集じん終了後は不要なので捨てる。

の値を読みとり全吸引量  $V_T$  は次式によって求める。

$$V_T = V_1 T_1 + V_2 T_2 + \dots + V_n T_n \quad (2)$$

ここで  $V_1 \sim V_n$  : 流量計の値 ( $\text{cm}^3/\text{分}$ )

$T_1 \sim T_n$  : 読みとった流量計の値に対応する時間(分)

備考1 大気中の  $^{131}\text{I}$  を直接呼吸によって甲状腺線量  $15\text{mrem}/\text{年}$  を与える大気中濃度は、成人  $1.4 \text{ pCi}/\text{m}^3$  , 幼児  $0.69 \text{ pCi}/\text{m}^3$  , 乳児  $0.92 \text{ pCi}/\text{m}^3$  である。したがって検出レベルとしては一応  $0.5 \text{ pCi}/\text{m}^3$  を目標におく。

### 3.1.2 活性炭カートリッジによる方法

- (1) 活性炭カートリッジ(直径5cm, 厚さ3cm前後、TEDA添着50~100メッシュ)を吸引装置に装着する。
- (2) 活性炭ろ紙と同様に集じんし、吸引量を求める。

## 3.2 $\gamma$ 線スペクトル分析による定量

- (1) 集じんしたろ紙または活性炭カートリッジは、そのままポリエチレン袋に包み、第2章計測基準に従ってGe(Li)半導体検出器かNaI(Tl)シンチレーション検出器で $\gamma$ 線スペクトル分析を行う。
- (2) 定量した値と空気的全吸引量から空气中濃度をもとめる。

## 3.3 化学分析による定量

### 3.3.1 試薬

担体溶液	ヨウ化ナトリウム溶液 ( $10 \text{ mgI}^-/\text{ml}$ )
酸	硝酸, 硝酸(1+13), (1+140)
アルカリ	水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%)
塩類	亜硝酸ナトリウム, 硝酸銀溶液 (1 w/v%)
その他	キシレン <sup>2)</sup> , 亜硫酸水(飽和)

### 3.3.2 試料調製法

- (1) 集じんした活性炭ろ紙を三角フラスコに入れる。カートリッジは中の活性炭をとり出して三角フラスコに入れる。水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v%)  $100 \text{ ml}$  およびヨウ化ナトリウム溶液 ( $10 \text{ mgI}^-/\text{ml}$ )  $1 \text{ ml}$  を加える。
- (2) 三角フラスコに約40cmのガラス管をつけ、水浴上で時々振り混ぜながら約1時間加熱する。
- (3) 冷却後ろ紙(5種A)でろ過し、少量の水酸化ナトリウムを入れた水で洗浄する。洗液はできるだけ少量を用いる。ろ液および洗液は合わせる。

---

2)キシレンの他、トルエン、ベンゼンも使用できる。

- (4) 活性炭をもとの三角フラスコに移し、水酸化ナトリウム溶液（4 w/v%）100 mlを加えたたび加熱する。（3）と同様にろ過し、ろ液および洗液は前のろ液に合わせる。

### 3.3.3 分析操作

- (1) 3.3.2 (4) のろ液は500 mlの分液漏斗に入れる。これにキシレン100 ml，亜硝酸ナトリウム2 gおよび硝酸15 mlを注意しながら加え、はげしく振り混ぜる。<sup>3)</sup> キシレン層が赤紫色にならないときは、さらに硝酸を2～3 ml加える。
- (2) 振り混ぜた後、キシレン層と水層が完全に分離するまで静置する。水層は別の分液漏斗に移す。
- (3) 水層にキシレン100 mlを加え、再び振り混ぜる。水層は捨て、キシレン層を先のキシレン層と合わせる。
- (4) キシレン層に水100 mlを加え、激しく振り混ぜて洗浄し、水層は捨てる。
- (5) 洗浄したキシレン層に水50 mlと亜硫酸水（飽和）20 mlを加え激しく混ぜてヨウ素を水層に逆抽出する。この時、キシレン層の赤紫色は消える。水層を300 mlビーカーに入れる。
- (6) キシレン層に水50 mlを加えて激しく振り混ぜる。
- (7) 水層を先の水層に合わせる。約5分間煮沸して亜硫酸ガスを完全に追い出す。冷却後、硝酸（1+13）10 mlと硝酸銀溶液（1 w/v%）2 mlを加える。2～3分間加熱してヨウ化銀の沈殿を作る。
- (8) (7)を分離型フィルタでろ過する。硝酸（1+140）で沈殿を洗浄し、次いで少量のエチルアルコールで洗浄する。沈殿は赤外線電球下で乾燥する。ヨウ化銀の重量より、ヨウ素担体の回収率を求める。
- (9) 沈殿はろ紙ごと、ろ紙ばさみにはさむか、あるいは試料ザラに入れ、第2章計測基準にしたがって放射能を測定する。

## 3.4 空气中濃度の計算

3.3 で求めた放射性ヨウ素の測定値から、次式によって空气中濃度を求める。

$$a = \frac{(n \pm \Delta n) \times f}{2.22 \times E \times Y} \times \frac{1}{V_T} \quad (\text{pCi/m}^3)$$

---

3) ガスが発生し、分液漏斗のせんをとばすことがあるので振り混ぜながら時々ガスを抜く。



$a$  : 空気中濃度 ( pCi/m<sup>3</sup> )

$n \pm \Delta n$  : 放射性ヨウ素の正味計数率 ( cpm )

$f$  : 集じん終了時から測定時までの減衰補正係数

$E$  : 計数効率

$Y$  : 化学収率 ( キャリアの収率 )

$V_T$  : 空気の吸引量 ( m<sup>3</sup> )

## 第 4 章 降 水

本法は降水中の放射性ヨウ素をヨウ化銀として捕集したのち、 $\gamma$ 線スペクトル測定により放射性ヨウ素を定量する方法である。

本法は降水 1 l のとき、NaI(Tl)シンチレーション検出器を用いた場合、約 100 pCi/l、Ge(Li)半導体検出器の場合約 10 pCi/l のオーダーで検出可能である。

### 4.1 試料採取法

降水試料を採取するには、受水漏斗と貯水びんとを組み合わせた採取器あるいはステンレス、ガラス、ホーロ引き金属、アクリル樹脂製などの材質の水槽（断面積は、あらかじめ測っておく。深さは数 10 cm 以上必要である。）を用いて採取する。

これらの採取装置を設置するときには、地面からの飛まつが受水漏斗に入らないような場所を選ぶ。

貯水びんは毎日一定の時刻に交換するが、大雨などで採取時刻以前に貯水びんからあふれそうになった場合は随時交換する。24 時間中の降水を合わせて 1 日の採取量とする。

自動融雪機能のない採取器で雪を採取する場合には、雪の積った採取器を暖かい室内に持ち込むなどして、なるべく自然に溶かす。

採取した降水はよくかき混ぜたのち、メスシリンダで採取した降水全量を測る。

採取量が 1 l 以下の場合には、その全量をビーカーに移すとともに、このような降水の量が少ない時には、貯水びんの内壁にちりが残りやすいので、さらに貯水びんに少量の水を入れて振り動かし、のち、ビーカーに加える。加えた水の量は採取量には算入しない。採取量が 1 l 以上の場合には、よくかき混ぜたのち、そのうち 1 l をとる。放射性ヨウ素濃度が低い 10 pCi/l 程度以下と予想される場合には採取量全量を用いてもよい。これを放射能測定用試料とする。

採取が終った貯水びんはよく洗浄した後、水でゆすぎ、次の試料採取に備えておく。

### 4.2 試 薬

担 体 溶 液	ヨウ化カリウム溶液 (1 mg I <sup>-</sup> /ml)
	硝酸 (1 + 6), 硫酸 (1 + 9)
	アンモニア水 (10 + 13)
	塩化ナトリウム, 硝酸銀溶液 (1 w/v %)
	亜硫酸ナトリウム溶液 (1 w/v %)

### 4.3 分析操作

(1) 試水にヨウ化カリウム溶液(1 mg I<sup>-</sup>/ml) 10 ml を加え, つづいて硫酸(1+9)で注意深く pH を3~4にする。

亜硫酸ナトリウム溶液(1 w/v%) 5 ml を加え2~3時間放置する。

(2) マグネチックスターラでかきまぜながら硝酸銀溶液(1 w/v%) 15 ml を滴加する。加え終わったのち約30分かきまぜ, その後2~3分間加熱ふつとうさせ, 2~3時間放置する。沈殿はろ紙(5種C)をつけた分離型ガラスフィルタで吸引ろ過する。(備考1)

(3) 沈殿をろ紙ごと形をくずさないようにポリエチレンフィルムに包み, 第2章の計測基準(2.4)に従って Ge(Li) 半導体検出器か NaI(Tl) シンチレーション検出器で計測し, 放射性ヨウ素の濃度を求める。

備考1 降水中の塩化物イオン濃度は通常0.1~2.0 mg/l 程度であるが, 台風にもなう降水, あるいは海岸付近の降水中の塩化物イオン濃度は200 mg Cl<sup>-</sup>/l に達することもある。

硝酸銀がハロゲン元素に比べて小過剰に存在する場合は, 沈殿の生成は比較的容易である。しかし, 試水中のハロゲン元素の濃度が高く, ハロゲン元素が過剰の状態では沈殿させた場合沈殿は細かく沈降し難い。また採取後かなりの時間を経過した試料は, 生成されたヨウ化銀粒子が細かく, 沈降し難いことが多い。

これらの場合には, 硝酸銀溶液を加えたのちマグネチックスターラでかきまぜながら, 塩化ナトリウム20~30 g を加えかきまぜたのち暗所で一夜放置する。

## 第 5 章 海 水

本法は、海水 5 l を用いてヨウ素をヨウ化銀として捕集したのち、 $\gamma$ 線スペクトル分析によって放射性ヨウ素を定量する方法である。

本法では、NaI(Tl)シンチレーション検出器を用いた場合は約 10 pCi/l、Ge(Li)半導体検出器の場合は約 1 pCi/l のオーダーが検出可能である。

### 5.1 試 薬

硫酸 (1 + 5)

クエン酸銀 (180メッシュ以下の微粉末)

硫酸ヒドラジン溶液 (飽和)

### 5.2 分析操作

- (1) 海水 5 l を大型黒色ピーカ<sup>1)</sup>にはかりとる。
- (2) 硫酸 (1 + 5) 20 ml および硫酸ヒドラジン溶液 (飽和) 40 ml を加え 1 時間放置する。
- (3) クエン酸銀 1.6 g<sup>2)</sup> を加え黒色時計ザラでフタをし、マグネチックスターラで 3 時間以上激しく (沈殿が舞い上がる程度) かき混ぜる。
- (4) 静置し沈殿を沈降させたのち、分離型ガラスフィルタにセットしたメンブランフィルタ (孔型 0.8 ~ 3  $\mu$ , 直径 47 mm) を用いてろ過する。沈殿を少量の水で洗浄する。
- (5) 沈殿は乾燥後メンブランフィルタごと形をくずさないようにポリエチレンフィルムに包み、第 2 章計測基準に従って、 $\gamma$ 線スペクトル分析を行い、放射性ヨウ素濃度を求める。

---

1) ピーカ, 時計ザラ, 試薬びんは外面を黒色ラッカなどで塗りしゅ光する。

2) この量は海水中の塩素 (19 %) の約 0.35 % を沈殿させる量で, この時ヨウ素の 99 % 以上が共沈する。

## 第 6 章 野 菜

本法は、葉菜類をGe(Li)半導体検出器による $\gamma$ 線スペクトル分析によって放射性ヨウ素約10 pCi/kg以上が検出できる方法である。

前処理としては、新鮮野菜を直接流動液にする方法と乾燥後粉砕する方法を示す。一般にほうれん草、こまつな、キャベツなどの多汁質野菜は前者を用い、稻科、牧草など流動液になりにくいものは後者が良い。

また、多汁質野菜でも、試料が少ない場合とか、保存を要する場合には乾燥粉砕法を用いた方がよい。

### 6.1 試料調製法

#### 6.1.1 直接法

- (1) 新鮮野菜は水洗し充分水を切っておく、牧草の場合は水洗しない。 (備考1)
- (2) 約2.5 kgをホモジナイザでオクチールアルコール数滴を加え、十分にかき混ぜて出来るだけ均質な流動液を作る。 (備考2)  
数日間の保存を要する場合にはホルマリン液を2 ml加える。
- (3) マリネリピーカにあらかじめ2 lの標線をつけて置き、空重量を記録する。 (備考3)
- (4) マリネリピーカに野菜の流動液を標線まで入れ、重量を測定し、記録し、測定試料とする。

#### 6.1.2 乾燥粉砕法

- (1) 新鮮野菜1 kgを水洗し充分水を切った後、秤量し、熱風乾燥器により80℃～105℃で乾燥し、直ちに粉砕し粉末とする。 (備考4, 備考5)
- (2) 粉末を測定容器に固く充填し、測定試料とする。 (備考6)

### 6.2 試料の測定

- (1) 直接法および乾燥法の測定試料は、第2章計測基準に従ってGe(Li)半導体検出器で $\gamma$ 線スペクトル分析を行ない、放射性ヨウ素の濃度を求める。

備考1 気体状ヨウ素またはメチルヨウ素は葉面から吸収された場合は、水洗により脱落することはないが、表面に付着したもので水洗で除去できるものは洗い落とす。

備考2 通常家庭用ミキサーで容易にホモジナイズができるが、かき混ぜにより頑固な泡を作ることがあるので消泡剤として加える。

備考3 野菜は、通常半流動液にしても付着残留するため、メスシリンダでは液量を計るのは困難

である。なおマリネリピーカは透明なものが便利である。

備考4 乾燥には1昼夜程度を要する。またこの間、乾燥による放射性ヨウ素の損失は無視できる。

また、雨水、じん埃などと共に付着したものについては、飛散するが無視するものとする。

備考5 ウィレー式粉碎器等で容易に粉碎できるが、長く放置すると吸湿により粉碎が困難となる。

備考6 新鮮野菜1 kg は乾燥により80～90 gとなり、細かく粉碎すれば100 ml の容積に充填することができる。

## 第 7 章 牛 乳

本章には、牛乳中の放射性ヨウ素の分析法として、分析目的により選択できるように、3つの方法を示してある。

7.1の直接測定法は、牛乳をそのまま未処理で直接測定する方法である。簡便な方法であるが検出感度はかなり低い。

7.2と7.3に示してある方法は4lの牛乳をイオン交換樹脂に通し、牛乳中に存在する遊離形ヨウ素を濃縮分離した後、測定する方法で検出感度は高い。牛乳中の遊離形ヨウ素の存在量は95%前後である。

本法において試料として用いる牛乳は、なるべく新鮮なものを採取するものとする。

次表に、これら分析法と、およその検出可能レベルの比較を示す。

分析法と検出可能レベルの比較

分 析 法	検 出 器	試料量	検出可能レベル
7.1 直 接 測 定 法	Ge(Li) 半導体検出器	2 l	5 pCi/l
	NaI(Tl)シンチレーション検出器	2 l	30 "
7.2 イオン交換樹脂計測法	Ge(Li) 半導体検出器	4 l	1 pCi/l
	NaI(Tl)シンチレーション検出器	4 l	2 "
7.3 イオン交換樹脂濃縮分離 - $\beta$ 線計測	低バックグラウンド $\times 2\pi$ ガスフロー計数管	4 l	0.2 pCi/l

### 7.1 直接測定法

- (1) 牛乳2lをマリネリビーカーに入れ、第2章計測基準に従って、NaI(Tl)シンチレーション検出器又は、Ge(Li)半導体検出器で $\gamma$ 線スペクトル分析を行い、牛乳中の放射性ヨウ素濃度を求める。

### 7.2 イオン交換樹脂 $\gamma$ 線計測法

本法は、牛乳中の放射性ヨウ素を陰イオン交換樹脂に吸着させた後、樹脂を $\gamma$ 線スペクトル分析する方法である。イオン交換樹脂への吸着にはバッチ法とカラム法とがある。

本法に用いる牛乳は、新鮮なものは問題ないが、採取後数日以上経過した牛乳については、イオン交換樹脂への吸着率がときとして低下することがある。

### 7.2.1 試薬および器具

担 体 ヨウ化ナトリウム溶液(50 mg I<sup>-</sup>/ml)

イオン交換樹脂

バッチ法 Dowex 1×8 50～100メッシュC1形

カラム法 Dowex 1×8 20～50メッシュC1形

塩類溶液 亜硫酸水素ナトリウム溶液(10 w/v% 使用時調製)

その他 ホルマリン(ホルムアルデヒド37%)

測定容器 バッチ法200ml, カラム法100ml, 径45～50mmの円筒状の密せんがで  
きるプラスチック製の容器

### 7.2.2 イオン交換樹脂への吸着

#### A バッチ法

- (1) 牛乳試料は採取直後に, 4 lにつきホルマリン80 mlと担体ヨウ素500 mg及び亜硫酸水素ナトリウム溶液(10 w/v%) 2～3滴を加えよくかきまぜる。
- (2) 試料4 lをピーカにとり, スラリー状陰イオン交換樹脂(50～100メッシュ) 50 mlを加え, 激しく20分間かき混ぜ20分間静置する。 (備考1, 備考2)
- (3) イオン交換樹脂が流出しないように注意してデカンテーションを行い, 別のピーカにできるだけ牛乳を移し入れる。イオン交換樹脂は保存する。 (備考3)
- (4) 牛乳に再びスラリー状陰イオン交換樹脂50 mlを加え, (2)(3)の操作を繰り返す。牛乳は捨てる。
- (5) (3), (4)の陰イオン交換樹脂は, 測定容器(200 ml)に水で移し入れ, ガラス棒でよくかき混ぜる。静置後, ピペット又はスポイトなどで水層を取り取り除く。 (備考4)
- (6) 測定容器は密閉した後, 第2章計測基準に従って, NaI(Tl)シンチレーション検出器又はGe(Li)半導体検出器でγ線スペクトル分析を行い, 牛乳中の放射性ヨウ素濃度を求める。

備考1 陰イオン交換樹脂のC1形に水を加えてスラリー状にしたもの。

備考2 陰イオン交換樹脂は試料中にできるだけ均一に分散するようにかき混ぜる。

備考3 長時間静置しても液面に浮いた微小の陰イオン交換樹脂粒は沈降しにくい, 微量の樹脂は無視できるから適当な時間で後の操作に入る。

備考4 陰イオン交換樹脂の上に微量の水層部が残ることは, 測定に影響しない。



## B カラム法

- (1) 7.2.2A バッチ法(1) と同じ操作を行う。
- (2) 陰イオン交換樹脂カラムに(1) の処理をした試料を毎分 30 ml の流速で流し、ヨウ素を吸着させる。 (備考1・備考2)
- (3) 陰イオン交換樹脂を取り出し、測定容器に水で移し入れ、管に付着した樹脂は少量の水で洗い出し容器に移し入れる。以下 A バッチ法(5)以下の操作に従う。

備考1 径 20 mm、長さ 150 mm のイオン交換用ガラス管に Dowex 1×8 20～50 メッシュの陰イオン交換樹脂 C1 形を水でスラリー状にしたものを 100 mm の高さに入れる。

備考2 試料が二相に分離しているときは、まず、下相をカラムに流す。その後、残った上相に等量の温水(約 80℃)を加え、よく混合した後に流す。

## 7.3 イオン交換樹脂濃縮分離 - β線計測法

本法は、イオン交換樹脂に吸着させた放射性ヨウ素を溶離し溶媒抽出後、最後はヨウ化パラジウム沈殿とし、それを低バックグラウンドβ線計数装置で計測する方法である。

本法の検出限界(計数値を  $N \pm \Delta N$  とした場合  $3 \Delta N < N$  である濃度)は、試料 4 l, バックグラウンド 0.8cpm の 2π型低バックグラウンドβ線計数装置を用いると約 0.2pCi/l である。

### 7.3.1 試薬, 器具

担体溶液	ヨウ化ナトリウム溶液 (1 mg I <sup>-</sup> /ml)
イオン交換樹脂	Dowex 1×8 (50～100メッシュ, C1形)
酸	塩酸, 硝酸
塩類溶液	次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素 5～6%) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (10 w/v% 使用時調製) 塩化パラジウム溶液 (10 mg Pd/ml)
その他	塩酸ヒドロキシルアミン キシレン ホルマリン (ホルムアルデヒド 3.7%) 塩化ナトリウム溶液 (12 w/v%)
イオン交換樹脂管	径 20 mm × 150 mm

### 7.3.2 分析操作

#### A バッチ法

- (1) 7.2.2 イオン交換樹脂への吸着、Aバッチ法の手順(1)~(4)に従い、ヨウ素を樹脂に吸着させる。ただし、最初に牛乳に加えるヨウ素担体量は20 mgとする。
- (2) 樹脂を別のビーカ500 mlに水で洗い移し合併する。
- (3) イオン交換樹脂に熱水(60~70℃)300 mlを加えて数秒間かき混ぜ静置し、樹脂が沈降後デカンテーションを行い洗液を捨てる。この操作をさらに3回繰り返す。(備考1)
- (4) 洗浄の終わったイオン交換樹脂に次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5~6%)100 mlを加え、5分間かき混ぜる。ヨウ素を遊離する。
- (5) グラスフィルタ3Gでろ過する。
- (6) ろ液は保存し、イオン交換樹脂は元のビーカにもどし、残った樹脂は少量の水で洗い入れ次亜塩素酸ナトリウム溶液100 mlを加えて(4)の操作と(5)の操作を繰り返す。ろ液は前のろ液に合わす。イオン交換樹脂は捨てる。(備考2)
- (7) 合わせたろ液をかき混ぜながら硝酸40 mlを少量ずつ発泡が終わるごとに加え、最後に溶液が無色になり発泡がなくなるまでかき混ぜる。(備考3)
- (8) 分液漏斗に移す。ビーカは少量の水で洗う。キシレン100 ml, 塩酸ヒドロキシルアミン2 gを加え、約2分間振り混ぜ静置する。水層は別の分液漏斗に移し入れる。(備考4)
- (9) 水層にキシレン100 mlと塩酸ヒドロキシルアミン1 gを加え振り混ぜ抽出を繰り返す。水層は捨て、キシレンを先のキシレン層に合わせ移し入れる。
- (10) キシレン層に水50 ml, 亜硫酸水素ナトリウム溶液(10 w/v%)数滴を加え、約2分間激しく振り混ぜ静置する。
- (11) 水層はビーカ100 mlに移し入れ、キシレン層は捨てる。塩酸1 ml, 塩化パラジウム溶液(10 mgPd/ml)10 mlを加え数分間かき混ぜ沈殿が沈降するまで静置する。
- (12) 沈殿が沈降した後、重さのわかった5種Cろ紙(径25 mm)を取り付けた分離形ガラスフィルタでろ過し、少量の水で洗浄する。(備考5, 備考6)
- (13) 沈殿はろ紙とともに110℃に調節した乾燥器に入れ、2時間乾燥する。デシケータ中で放冷し、その重さをはかった後、測定ざらに固定する。
- (14) 測定試料は、第2章計測基準 2.1~2.3 に従って計測し、牛乳中の放射性ヨウ素濃度を求める。

備考1 3回目の洗液はほとんど透明になる。もし透明にならなければ、透明になるまで洗浄を繰り返す。

備考2 ヨウ素が溶離したときイオン交換樹脂は淡黄色となる。ヨウ素が残ったときは、次亜塩素酸ナトリウム溶液による溶離を繰り返す。

備考3 硝酸の添加は少量ずつ加え、その都度よくかき混ぜ発泡による損失のないようにする。  
なお発生する気体は、後の操作のキシレンの抽出に障害となるため、十分にかき混ぜて追い出しておく。

備考4 キシレン層が赤紫色にならないときは、塩酸ヒドロキシルアミン量が不足であるから、更に添加する。

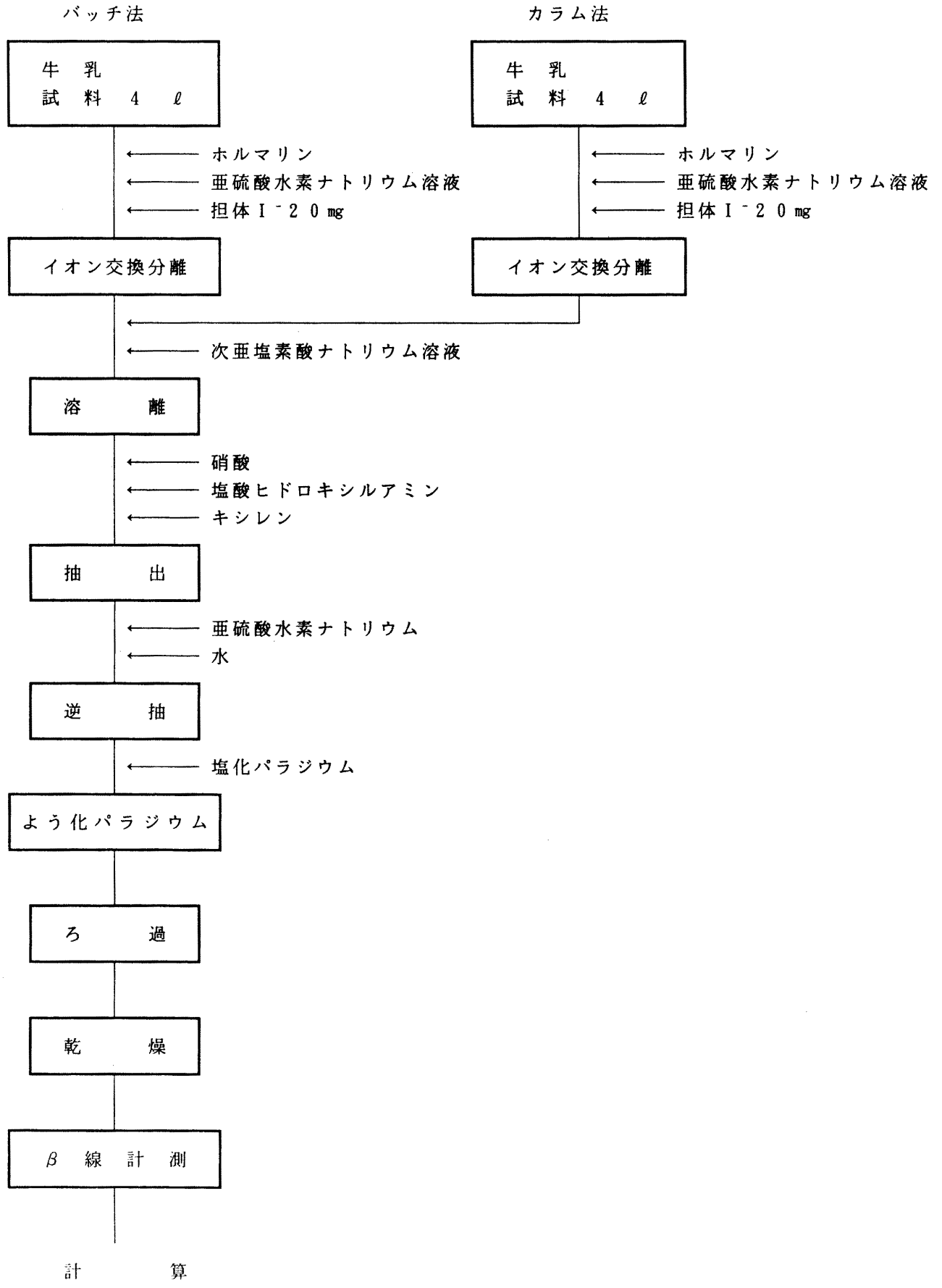
備考5 5種Cろ紙を水洗いし、110℃で30分間乾燥しデシケータ中で放冷した後、0.1mgまで重さをはかる。重さをはかるときは、吸湿する恐れがあり手早く行う。

備考6 放射性ヨウ素の濃度が10 pCi/l以上のときは、ガラス繊維ろ紙を用いてもよい。

## B カラム法

- (1) 7.2.2 イオン交換樹脂への吸着、Bカラム法の手順(1)~(2)に従い、ヨウ素を樹脂に吸着させる。ただし、最初に牛乳に加えるヨウ素担体量は20 mgとする。
- (2) 樹脂を500 ml ビーカに取り出す。樹脂管に付着した樹脂は水でビーカ中に流し入れる。
- (3) 以下、7.3.2 分析操作(2)以降の手順に従って操作を進める。

# イオン交換分離法流れ図



## 第 8 章 海 藻

海産生物には多くの種類が存在するが、ヨウ素を蓄積しやすく、比較的簡単に採取出来る海藻類を指標生物として選定し、海産生物を代表させる。

分析方法は、採取試料を直接又は乾燥後粉碎して、NaI(Tl)シンチレーション検出器かGe(Li)半導体検出器による $\gamma$ 線スペクトル分析法による。

検出限界は、使用する機器の種類、測定容器の形状、測定時間等によってことなるが、10～100 pCi/kg 生 位まで検出可能である。

### 8.1 試料採取法

植物体そのものが大形で密集した群落を作り、ほぼ周年にわたって生育し、ヨウ素を多量に蓄積することが知られているホンダワラ属、アラメ、カジメなどが海藻類の中で最も適当な種類である。食用海藻という点を考慮すれば、ワカメ、ヒジキが適当であるが、地域によって採取時期が定められている場合が多く、また、周年生育しているわけではない。

採取量は付着物を除き採取後充分水切りした状態で、一般には、1～3 kg 採取すれば充分である。また、海藻類を基質として他の海産生物（貝類、甲殻類、海綿類等）が、時によっては多量に付着している場合がある。採取後ただちにこれらを出来るだけ取りのぞくことも大切なことである。

### 8.2 試料の調製法

#### 8.2.1 直接法

- (1) 採取試料を、淡水で手早く洗った後に、測定に供する全量を、大形ろ紙またはバスタオル等でくるみ、表面についている水を充分とりのぞいて重量を測定し、生重量とする。
- (2) 生重量を測定した試料は、そのまま出来るだけ細分しながらミキサに入れ、さらに充分細かく粉碎し、均質な流動液を作り、測定容器に入れて試料とする。
- (3) 海藻類からは、(1)の操作により充分表面水をとりのぞいても、(2)の操作を行うまで、一般にはビニール袋に入れておくが、かなりの水分が出てくる。これらも共にミキサに入れる。
- (4) 試料採取後、測定まで一昼夜以内に行なうことがのぞましい。特に夏期は1日位で試料は腐敗しはじめ、かなりの悪臭をはなつし、一部はドロドロにとけだし、操作をスムーズに行なう障害になる。
- (5) やむを得ずすぐ測定出来ない場合は、生重量測定後、ビニール袋に入れて、ディープフリーザに入れて、凍結保存することがのぞましい。

### 8.2.2 乾燥粉砕法

- (1) 採取試料を淡水で洗った後、水切りをして風乾する。これを放射能測定用風乾試料として実験室に運ぶ。
- (2) 採取試料の一部(数100g)は、淡水で洗った後、大形ろ紙にくるみ、表面についている水を十分とりのぞき生重量を測定する。この操作は必ず現場で行なう。
- (3) 生重量を測定した試料は、放射能測定用試料と同様に風乾して、別に保存し実験室に持ちかえる。
- (4) 放射能測定用風乾試料は、70～80℃で乾燥し、ワイレー粉砕機等で、出来るだけ細粉した後、一定量をはかりとり、(乾燥重量を求める。)測定容器に圧縮してきっちり充填する。測定試料とする。
- (5) (4)の操作と同様にして、(3)の試料の乾燥重量を求め、(2)で求めた生重量に対する乾燥重量の比を計算する。
- (6) (4)で求めた放射能測定用試料の乾燥重量と(5)で求めた生重量に対する乾燥重量の比とから、放射能測定用試料の生重量を計算する。
- (7) 海藻類にとり込まれているヨウ素は、70～80℃で乾燥しても消失する量は無視出来るほど小さいと考えられる。

### 8.3 試料の測定

- (1) 調製された測定試料は、第2章計測基準に従って、NaI(Tl)シンチレーション検出器か、Ge(Li)半導体検出器でγ線スペクトル分析を行い、海藻中の放射性ヨウ素濃度を求める。

ヨウ素  $^{131}\text{I}$  減衰表 (  $T_{1/2} = 8.07 \text{ d}$  )

hours days	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22
0		0.9929	0.9858	0.9788	0.9718	0.9649	0.9580	0.9512	0.9444	0.9377	0.9310	0.9244
1	0.9178	0.9112	0.9047	0.8982	0.8918	0.8854	0.8791	0.8729	0.8667	0.8605	0.8544	0.8483
2	0.8422	0.8362	0.8302	0.8243	0.8184	0.8126	0.8068	0.8010	0.7953	0.7896	0.7840	0.7784
3	0.7729	0.7674	0.7619	0.7565	0.7511	0.7457	0.7404	0.7351	0.7299	0.7247	0.7195	0.7144
4	0.7093	0.7042	0.6992	0.6942	0.6893	0.6844	0.6795	0.6746	0.6698	0.6650	0.6603	0.6556
5	0.6509	0.6463	0.6417	0.6371	0.6326	0.6280	0.6236	0.6191	0.6147	0.6103	0.6060	0.6017
6	0.5974	0.5931	0.5889	0.5847	0.5805	0.5764	0.5723	0.5682	0.5641	0.5601	0.5561	0.5521
7	0.5482	0.5443	0.5404	0.5365	0.5327	0.5289	0.5251	0.5214	0.5177	0.5140	0.5103	0.5067
8	0.5031	0.4995	0.4960	0.4924	0.4889	0.4854	0.4819	0.4785	0.4751	0.4717	0.4683	0.4650
9	0.4617	0.4584	0.4551	0.4519	0.4487	0.4455	0.4423	0.4391	0.4360	0.4329	0.4298	0.4267
10	0.4237	0.4207	0.4177	0.4147	0.4117	0.4088	0.4059	0.4030	0.4001	0.3972	0.3944	0.3916
11	0.3888	0.3860	0.3833	0.3806	0.3779	0.3752	0.3725	0.3698	0.3672	0.3646	0.3620	0.3594
12	0.3568	0.3542	0.3517	0.3492	0.3467	0.3442	0.3418	0.3394	0.3370	0.3346	0.3322	0.3298
13	0.3274	0.3251	0.3228	0.3205	0.3182	0.3159	0.3137	0.3115	0.3093	0.3071	0.3049	0.3027
14	0.3005	0.2984	0.2963	0.2942	0.2921	0.2900	0.2879	0.2858	0.2838	0.2818	0.2798	0.2778
15	0.2758	0.2738	0.2718	0.2699	0.2680	0.2661	0.2642	0.2623	0.2604	0.2585	0.2567	0.2549
16	0.2531	0.2513	0.2495	0.2477	0.2459	0.2441	0.2424	0.2407	0.2390	0.2373	0.2356	0.2339
17	0.2323			0.2274			0.2225			0.2178		
18	0.2132			0.2086			0.2042			0.1999		
19	0.1956			0.1915			0.1874			0.1834		
20	0.1795			0.1757			0.1720			0.1683		
21	0.1648			0.1613			0.1578			0.1545		
22	0.1512			0.1480			0.1448			0.1418		
23	0.1388			0.1358			0.1329			0.1301		
24	0.1273			0.1246			0.1220			0.1194		
25	0.1169			0.1144			0.1120			0.1096		
26	0.1072			0.1049			0.1027			0.1005		
27	0.0984			0.0963			0.0943			0.0923		

## 文部科学省放射能測定法シリーズ

1. 全ベータ放射能測定法 昭和 51 年 9 月(2 訂)
2. 放射性ストロンチウム分析法 昭和 58 年 12 月(3 訂)
3. 放射性セシウム分析法 昭和 51 年 9 月(1 訂)
4. 放射性ヨウ素分析法 平成 8 年 3 月(2 訂)
5. 放射性コバルト分析法 平成 2 年 2 月(1 訂)
6. NaI(Tl) シンチレーションスペクトロメータ機器分析法 昭和 49 年 1 月
7. ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー 平成 4 年 8 月(3 訂)
8. 放射性ジルコニウム分析法 昭和 51 年 9 月
9. トリチウム分析法 平成 8 年 3 月(1 訂)
10. 放射性ルテニウム分析法 平成 8 年 3 月(1 訂)
11. 放射性セリウム分析法 昭和 52 年 10 月
12. プルトニウム分析法 平成 2 年 11 月(1 訂)
13. ゲルマニウム半導体検出器等を用いる機器分析のための試料の前処理法 昭和 57 年 7 月
14. ウラン分析法 平成 8 年 3 月(1 訂)
15. 緊急時における放射性ヨウ素測定法 昭和 52 年 10 月
16. 環境試料採取法 昭和 58 年 12 月
17. 連続モニタによる環境  $\gamma$  線測定法 平成 8 年 3 月(1 訂)
18. 熱ルミネセンス線量計を用いた環境  $\gamma$  線量測定法 平成 2 年 2 月(1 訂)
19. ラジウム分析法 平成 2 年 2 月
20. 空間  $\gamma$  線スペクトル測定法 平成 2 年 2 月
21. アメリシウム分析法 平成 2 年 11 月
22. プルトニウム・アメリシウム逐次分析法 平成 2 年 11 月
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 平成 8 年 3 月(1 訂)
24. 緊急時におけるガンマ線スペクトロメトリーのための試料前処理法 平成 4 年 8 月
25. 放射性炭素分析法 平成 5 年 9 月
26. ヨウ素-129 分析法 平成 8 年 3 月



**放射性ヨウ素分析法(2訂)**

平成9年1月31日 第1刷 発行

発 行 所

**財 団 法 人 日 本 分 析 セ ン タ ー**

〒263-0002 千葉県千葉市稲毛区山王町 295-3

電 話 (043) 423-5325 (代表)

(043) 424-8663 (直通)

F A X (043) 423-4071