放射性ルテニウム分析法

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	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	眞 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	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。

岩 島	清	国立公衆衛生院
上 田	泰 司	放射線医学総合研究所
甲 田	善 生	名古屋工業技術試験所
小 柳	卓	放射線医学総合研究所
小 山	包 博	神奈川県衛生研究所
寺 田	喜 久 雄	金沢大学理学部
大 和	愛 司	動力炉・核燃料開発事業団
森 田	茂 樹	茨城県公害技術センター
西 村	耕 一	財団法人 日本分析センター
樋 口	英 雄	財団法人 日本分析センター
桐 田	博 史	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	試 薬	2
第3章	ガラス器具の洗浄法	7
第4章	海水中の放射性ルテニウムの分析法	9
4.1	第1法 (共沈-蒸留法)	9
4.2	第2法 (四塩化炭素抽出法)	14
第5章	海産生物(灰)中の放射性ルテニウムの分析法	19
5.1	第1法 (融解-蒸留法)	19
5.2	第2法 (硝酸分解-蒸留法)	22
第6章	海底堆積物中の放射性ルテニウムの分析法	25
6.1	第1法 (硝酸浸出-蒸留法)	25
6.2	第2法 (強リン酸分解-蒸留法)	27
第7章	ポリエチレンフィルムを用いる放射性ルテニウムの分析法	30
付録 I	^{103}Ru の分析法	33
付録 II	分析結果報告書例	37

第 1 章 序 論

本マニュアルは、原子力施設から排出される放射性核種のうち核分裂生成物の代表的核種である放射性ルテニウムの分析測定法について定めたものである。原子力施設から排出される放射性ルテニウムは主として排水と一緒に海域に排出されるため、本マニュアルでは海水、海産生物および海底堆積物の環境試料を対象とした。

本マニュアルでは放射性ルテニウムとして重要な ^{106}Ru の測定が主目的で、ルテニウムを分離した後、娘核種の ^{106}Rh の β 線を測定して定量する。

本マニュアルでは、必要とされる分析目標レベルと試料量に応じて適用の選択ができるように2方法を示してある。

- (1) 海水については、ルテニウムを水酸化マグネシウム共沈-蒸留または四塩化炭素抽出により分離した後、還元してルテニウムを沈殿させ、測定する。
- (2) 海産生物については、灰化後、アルカリ融解-蒸留または硝酸浸出-蒸留して分離した後、還元してルテニウムを沈殿させ、測定する。
- (3) 海底堆積物は硝酸処理、または強リン酸処理-蒸留分離した後、還元してルテニウムを沈殿させ、測定する。
- (4) 硫化コバルト共沈法によって予備濃縮した放射性ルテニウムをポリエチレンフィルムに固着し測定する簡易測定法を参考として記載した。

上記に示した分析法は、用いるガスフロー型低バックグラウンド計数装置の計数効率、バックグラウンド測定時間により検出可能レベルは多少異なるが、計数効率50% 測定時間60分、バックグラウンド1cpm とし、全計測値が計数誤差の3 σ 以上の場合はおおよそ下記のようなものである。

試料	分析法	試料量	分析目標レベル
海水	第1法(共沈-蒸留法)	20 l	0.05 pCi/l
	第2法(四塩化炭素抽出法)	1.5 l	0.6 pCi/l
海産生物 (灰分)	第1法(融解-蒸留法)	10 g	0.1 pCi/g (灰分)
	第2法(硝酸浸出-蒸留法)	10~20 g	0.1~0.05 pCi/g (灰分)
海底堆積物	第1法(硝酸浸出-蒸留法)	50 g	20 pCi/kg
	第2法(強リン酸分解-蒸留法)	1~5 g	1,000~200 pCi/kg

第2章 試薬

本マニュアルに記載された方法にしたがって分析をおこなう場合に必要な試薬と、その作り方を示す。

本文中の重量ならびに容量の数字は、単に処方割合を示すものである。したがって調製にあたっては、必要量に応じて適宜増減する。

また、試薬は J I S 試薬の最上級品位のものを、J I S に規定されていないものについてはできるだけ化学的純度の高いものを用いる。

なお、各試薬の化学名の次のカッコ内の数字は、その試薬の濃度を示す。

1. 固体試薬

水酸化カリウム

炭酸カリウム

ペルオキシ二硫酸カリウム<過硫酸カリウム>

亜硫酸水素カリウム

二クロム酸カリウム<重クロム酸カリウム>

ヨウ素酸カリウム

過ヨウ素酸カリウム

塩素酸カリウム

過マンガン酸カリウム

金属マグネシウム(粉末)

2. 担体溶液

ルテニウム溶液(5 mg Ru(Ⅲ,Ⅳ)/ml) : 三塩化ルテニウム n 水和物 1 g を 200 ml コニカルビーカにとり。塩酸(1+1) 40 ml に溶解する。水酸化ナトリウム 5 g を加え溶解した後、ペルオキシ二硫酸カリウム 3 g を加え、時計ざらでふたをし、熱板上で30分間煮沸する。放冷後、エタノール 5 ml を加え、水浴上で30分間加温して沈殿を熟成する。遠沈管に移し、3分間遠心分離する。上澄み液は捨てる。熱湯 30 ml を加え、よくかきまぜた後、遠心分離し、上澄み液を捨てる。沈殿に塩酸(1+1) 5~7 ml を加え、加熱して溶かす。水を加えて全容を約 80 ml とする。この溶液 1 ml はルテニウム約 5 mg を含む。

この溶液のルテニウム濃度はつぎの方法により決定する。正しく 2 ml を三角フラスコ(100 ml)にとり、塩酸(1+1) 50 ml を加え薄める。これを水浴上で加熱しながら金属マグネ

シウム（粉末）約1 gを少量ずつ注意して加えて金属ルテニウムに還元する。加熱中発泡によるルテニウムの損失を防ぐため、小型の時計ざらをフラスコの口にのせる。溶液の色が褐色から青を経て黒い沈殿が生成する。マグネシウムとの反応が穏かになり、過剰マグネシウムが残るようになったら、少量の塩酸（1+1）をフラスコの内壁に付着しているマグネシウムを洗い落とすように加えて完全に溶かす。このとき溶液に淡い青が残っているときは、ルテニウムが還元されずに残っているため、さらに少量のマグネシウムを加え加熱して完全にルテニウムを析出させ、残ったマグネシウムは上記と同じく処理して溶解する。

沈殿はあらかじめ重量を量ったガラスファイバろ紙（東洋ろ紙GB-100または相当品）で分離型フィルタを用いて別し、沈殿は塩酸（1+1）、水で洗浄した後、ろ紙ごと真空デシケータ中で乾燥して、その重量を量り、ルテニウム量を求める

ルテニウム溶液（1 mg Ru(III, IV)/ml）：ルテニウム溶液（5 mg Ru/ml）20 ml に塩酸（1+1 20）を加えて全容を100 ml とする。この溶液1 ml はルテニウム約1 mg を含む。

ジルコニウム溶液（10 mg Zr⁴⁺/ml）：酸化二塩化ジルコニウム(IV)八水和物3.54 g をとり塩酸（1+1 1）20 ml に溶かし、水で薄めて全容を100 ml にする。この溶液1 ml はジルコニウム約10 mg を含む。

セリウム溶液（10 mg Ce³⁺/ml）：市販の硝酸セリウムには、トリウムおよびその娘核種が含まれているので、これらを次の操作で、あらかじめ除いておく。

- (1) 硝酸セリウム n 水和物（n = 4 ~ 6）20 g に水 3.5 ml を加えて飽和溶液を作り、これを200 ml 分液漏斗（A）に移す。
- (2) 分液漏斗（A）に TBP-トルエン溶液（50 v/v%）70 ml を加えて15分間激しく振り混ぜた後、水層を200 ml 分液漏斗（B）に移す。
- (3) TBP-トルエン溶液（50 v/v%）70 ml を分液漏斗（B）に加えて15分間振り混ぜ、水層を捨てる。分液漏斗（B）の有機層を分液漏斗（A）に移し、硝酸（5+4）30 ml を加えて、2分間振り混ぜた後、水層を100 ml 分液漏斗（C）に移す。
- (4) あらかじめ硝酸（5+4）と平衡にした TBP-トルエン溶液（50 v/v%）30 ml を分液漏斗（C）に加えて2分間振り混ぜる。水層を100 ml 分液漏斗（D）にとり、ベンゼン 15 ml を加えて1分間振り混ぜ洗浄する。
- (5) 水層を200 ml ビーカーにとり、水酸化セリウムの沈殿が生成するまでアンモニア水を加え、さらに30%過酸化水素水1 ml を加えて水浴上で10分間加熱、沈殿を熟成させる。
- (6) 放冷後、上澄み液と沈殿を100 ml 遠沈管に入れ遠心分離し、上澄み液を捨てる。
- (7) 沈殿に硝酸（5+4）20 ml を加えて溶かし、水を加えて全容を約500 ml とする。この溶液1 ml はセリウム約10 mg を含む。

(この溶液中のセリウム濃度は、シュウ酸セリウムとして沈殿させた後、強熱して酸化セリウム(CeO_2)としその重量をはかり求める。)

コバルト溶液 ($10\text{ mg Co}^{2+}/\text{ml}$) : 塩化コバルト・6水和物 4.04 g を塩酸 (1+120) に溶かして全容を 100 ml にする。

ランタン溶液 ($10\text{ mg La}^{3+}/\text{ml}$) : 硝酸ランタン6水和物 7.8 g をとり硝酸 (1+140) に溶かして全容を 250 ml にする。

3. 放射能標準溶液

^{106}Ru 標準溶液 ($500\sim 1000\text{ dpm}/\text{ml}$) : 既知量の ^{106}Ru を含む溶液を薄めて作る。例えば $^{106}\text{RuCl}_3$ [$2.22\times 10^5\text{ dpm}/\text{g}$ 溶液, 塩酸 (1+11) 溶液]¹⁾ を塩酸 (1+11) で薄めて調製する。

4. 酸

塩酸

塩酸 (1+1) : 水1容に塩酸1容を加える。

塩酸 (1+3) : 水3容に塩酸1容を加える。

塩酸 (1+11) : 水2容に塩酸 (1+3) 1容を加える。

硝酸

硝酸 (5+4) : 水4容に硝酸5容を加える。

硝酸 (2+3) : 水3容に硝酸2容を加える。

硫酸 : 95.0%以上 (約18M)

硫酸 (1+2) : 水2容に硫酸1容をかき混ぜながら少しずつ加える。

硫酸 (1+35) : 水35容に硫酸1容をかき混ぜながら少しずつ加える。

リン酸

強リン酸 : リン酸約 300 ml を図1に示すように 500 ml のコニカルビーカーまたは首の短いフラスコにとり、 500 W 電熱器上で加熱し、同時にアスピレータで液面に発生してくる水蒸気を急速に吸引し除去する。フラスコの口は開放し、常圧で濃縮を行う。加熱中 $170\sim 180^\circ\text{C}$ に達すると沸騰し始め、次第に白煙を生ずるが、これも吸引し除去する。温度計は 360°C 目盛りのもので硬質ガラスの保護管 (C)²⁾ に入れて、リン酸中に浸しておく。30~50分の間に $295\sim$

1) 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。

2) 底に少量のシリコンオイルを入れておくとよい。

300℃に達したら、加熱をやめて、吸引を続けながら放冷し、そのままシリカゲルを入れたデンケータまたは有帽ビン(図2)に入れて保存する。

図1 強リン酸の製法

図2 有帽ビン

5. アルカリ溶液

水酸化ナトリウム溶液(40w/v%)：水酸化ナトリウム100gを水に溶かして250mlとする。

水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)：水酸化ナトリウム60gを水に溶かし250mlとする。

アンモニア水

アンモニア水(1+1)：水1容にアンモニア水1容を加える。

6. 塩類溶液

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素：8%)

次亜塩素酸ナトリウム溶液(2%)：水3容に次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素：8%)1容を加える。

過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム溶液：水酸化カリウム25gおよび過ヨウ素酸カリウム50gを水に溶かし、全量を500mlにする。

フッ化水素アンモニウム溶液(10w/v%)：フッ化水素アンモニウム450gを水に溶かし4.5lとする。細口ポリエチレンびんに保存する。

TBP-トルエン溶液(50v/v%)：リン酸トリブチル250mlをトルエンで薄めて500mlとする。

7. その他

エタノール

四塩化炭素：四塩化炭素 30 ml を過ヨウ素酸カリウム 2 g とペルオキシ二硫酸カリウム 4 g を含む水溶液 300 ml と振りまぜ洗浄しておく。

ベンゼン

過酸化水素水

ポリエチレンフィルム：JIS, Z1702, 1種, 密度 0.925 g/cm³ 以下

チオアセトアミド溶液 (4w/v%)：チオアセトアミド 20 g を水に溶かして 500 ml とし、ろ紙 (5C) でろ過する。

第3章 ガラス器具の洗浄法

ルテニウム化合物を取り扱うガラス器具は、あらかじめフッ化水素アンモニウム溶液(10w/v%)に浸漬して、表面に強固に付着している有機性ならびに一部の無機性の汚染物をガラス表面とともに溶解して洗浄する。

この方法によって洗浄したガラス器具は、高原子価のルテニウム化合物を数時間取り扱っても、その一部が器壁に付着して失われることはない。¹⁾

この方法は軟質のガラス器具には適用できない。

3.1 試薬および装置，器具

塩類 フッ化水素アンモニウム溶液(10w/v%)

器具 細口びん(ポリエチレン製，5 l)

ピーカ(ポリエチレン製，5 l)

水切り(プラスチック製)

3.2 洗浄操作

- (1) ガラス器具を通常の方法²⁾で洗浄する。
- (2) ポリエチレン製ピーカと水切りは中性洗剤をつけた綿布で、表面を傷つけないように注意してこすりながら洗い、ついで十分に水洗する。
- (3) 吸水性の紙を敷いた上にポリエチレン製ピーカを置き、これに(2)で洗浄したガラス器具を入れ、フッ化水素アンモニウム溶液を器具が完全に覆われるまで注ぎ、器具中に残った気泡をピーカを傾けて追い出し、10～60分間³⁾放置する。

1) 高原子価のルテニウム化合物は、ガラス壁上の、主として有機性の汚染物質により還元されて、黒色の酸化ルテニウムないし金属ルテニウムの微粒子になって沈着し、失われることが多い。

2) なるべくフッ化水素アンモニウム溶液を汚さないためであるが、鉄の酸化物などはこの溶液ではとれにくいので、あらかじめ硫酸(1+2)や塩酸(1+1)などに浸漬し、除去しておくことが望ましい。

クレンザーの使用はいけぬ。また洗浄ブラシの金属部分が直接ガラス面に触れないように注意する。

なお、すべての操作に清潔を必要とするため、操作開始時に周囲を清拭し、手指を石けんでよく洗っておく。

3) フッ化水素アンモニウム溶液はガラスを侵蝕するので、必要以上に長時間浸漬しないこと。浸漬時間はガラス器具の汚染の程度によって変える必要があるが、一般に始めて浸漬する器具は長めにし、2回目からは短時間でよい。とくにすり合せ部分の浸漬は短時間に止める。

- (4) 放置後，フッ化水素アンモニウム溶液の大部分をもとのポリエチレン製細口びんにもどし，ガラス器具を取り出して，毎回水切りをしながら純水で3回洗浄する。⁴⁾
- (5) ルテニウム化合物が直接接触れるガラス面には，洗浄後，手を触れない⁵⁾ようにする。
- (6) 洗浄後は手や顔や周囲のものをよく水洗し，清拭する。

この方法で洗ったガラス面が一様に水切れしない場合や，ルテニウム化合物によって黒色の沈着物を少しでも生じる場合には，洗浄が不十分であることを示すので，ブラシ洗いなど機械的な洗浄を充分に行い，ついで上記の洗浄操作を繰り返す。

-
- 4) ガラス表面にこん跡量残留するフッ化物イオンをさらに減らす必要がある場合や，器具をすぐ使用しない場合には，清浄な器に水を入れ，この中に洗った器具を沈めておく方法が有効である。
 - 5) やむを得ない場合には石けんでよく洗った手で最少限触れる程度なら支障は起こらない。

第4章 海水中の放射性ルテニウムの分析法

4.1 第1法（共沈一蒸留法）

海水中の放射性ルテニウムを担体とともに水酸化マグネシウムと共沈させ、沈殿物は硝酸に溶解した後、蒸留してルテニウムを分離する。分離したルテニウムはエタノールでルテニウム酸化物を沈殿させてマウントする。アルミニウム吸収板で ^{106}Ru の娘核種の ^{106}Rh の β 線を選別して計測し、 ^{106}Ru を定量する方法である。

この方法は試料20 lを用いた場合 ^{106}Ru 約0.05 pCi/lが定量できる。

4.1.1 試薬および装置、器具

担体溶液	ルテニウム溶液 (5 mg Ru/ml)
標準溶液	^{106}Ru 標準溶液 (500 dpm ^{106}Ru /ml)
酸	硝酸
アルカリ	水酸化ナトリウム溶液 (40w/v%), (24w/v%)
塩類溶液	次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素8%) 過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム混合溶液
塩類	亜硫酸水素ナトリウム, 過マンガン酸カリウム
その他	エタノール, ドライアイス
装置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置 遠心分離器 光電光度計または光電分光光度計
器具	蒸留器 (図3), マントルヒータ, 投込みヒータ, スライダック, 大型ほうろろタンクまたはポリ塩化ビニール製タンク, ビーカー アルミニウム吸収板 (40~50 mg/cm ²)

4.1.2 分析操作

- (1) 試料の採水時に海水1 lにつき硝酸10 mlを加える¹⁾。
- (2) 試料を大型ほうろろタンクまたはポリ塩化ビニール製タンクに移し入れ、ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 2 mlを加えてよくかきまぜる。
- (3) 水酸化ナトリウム溶液 (40w/v%)を加えてpH 9.0 ± 0.1に調整したのち、水酸化ナトリウム溶液 (24w/v%) 20 mlを加えながらよくかきまぜる。
- (4) 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素8%) 20 mlを加えて、かき混ぜたのち、20分間

1) ^{106}Ru が器壁に吸着するのを防ぐためである。

放置する。

- (5) 亜硫酸水素ナトリウム 4 g を加え、よくかき混ぜたのち投込みヒータを用いて約 70℃ まで加熱し、放置して沈殿を沈降させる。
- (6) サイフォンで上澄み液を除き、スラリを遠心分離して沈殿を集める。
- (7) 集めた沈殿を硝酸 10 ml で溶かし²⁾、蒸留フラスコ (図 3) に移し、遠沈管は硝酸 10 ml で洗浄し、洗液も蒸留フラスコに入れ、蒸留器は図 3 のように組み立てる。
- (8) 水酸化ナトリウム溶液 (24w/v%) 30 ml を遠沈管 (50 ml) に入れ、ドライアイスエタノール浴で -5 ~ 5℃ に冷却して吸収液とする³⁾。
- (9) 吸収液が十分冷却された後、過マンガン酸カリウム 5 g を蒸留フラスコに静かに少量ずつ加える。
- (10) 50 ~ 70 ml/min. の割合で蒸留フラスコに空気を送入する。
- (11) マントルヒータに通電し、蒸留フラスコ内の液温を 100 ~ 105℃ に保つようにスタイダック電圧を調整する。
- (12) 100 ~ 105℃ で 30 分間蒸留したのち電源を切り、そのまま、さらに 5 分間蒸留を続ける。
- (13) 蒸留後、ガス導出管を吸収液より引上げ先端を水で洗浄する。
- (14) 吸収液をメスフラスコ (50 ml) に移し、遠沈管を水で洗浄し、洗液もメスフラスコに加え、水を標線まで加える。
- (15) この溶液から、4.1.5 に従い化学収率を求めるため、正確に 5 ml を分取し、別のメスフラスコ (50 ml) に入れる。
- (16) 残った溶液は 4.1.3 に従い測定試料の調製に用いる。

4.1.3 測定試料の調製法

- (1) 4.1.2 (16) の残りの溶液をビーカ (100 ml) に移し入れ、メスフラスコは水で洗浄して洗液もビーカに加える。
- (2) エタノール 2 ~ 3 ml を加え熱板上で約 30 分間加熱して、ルテニウム酸化物を沈殿、熟成させる。さらに加熱を続け煮沸してエタノールを揮散させる。
- (3) 放冷後、分離型フィルタを用い 5 種 C のろ紙をセットし沈殿を吸引ろ過し、水 10 ml ずつで 5 回洗浄する。ついでエタノール 5 ml で洗浄する。
- (4) 沈殿はろ紙ごとシリカゲルを入れたデシケータまたは真空デシケータに入れ、乾燥させる。

2) 硝酸 10 ml で溶けない場合には、用いる硝酸の量を多くしてもよい。

3) 吸収液を蒸留中 -5℃ ~ 5℃ に保つようにドライアイスの小塊を加える。

(5) 沈殿をろ紙ごとマイラで包み，試料ざらにはりつける⁴⁾。

4.1.4 測定

4.1.3で調製した測定試料をガスフロー型低バックグラウンド計数装置を用いて¹⁰⁶Ruと放射平衡にある娘核種¹⁰⁶Rhのβ線をアルミニウム吸収板を用いて選別して以下の順序に従って測定する。

- (1) 使用機器の名称，型式，試料の形などを記録する。
- (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) バックグラウンドを約2時間測定する⁵⁾。このとき40～50 mg/cm²のアルミニウム吸収板をそう入した状態で測定する。
- (4) デシケータ中で乾燥した試料をろ紙ごと測定容器に移し入れ，40～50 mg/cm²アルミニウム吸収板をのせて，1時間測定する。
- (5) 一連の測定の最後に再びバックグラウンドを測定し，最初のバックグラウンド計数値との平均値を計算に用いる。
- (6) 試料の計数値からバックグラウンド計数値を差し引き，正味の計数値(cpm)および標準偏差を求める。

4.1.5 化学収率の求め方

- (1) 4.1.2分析操作(9)でメスフラスコ(50 ml)中の溶液から正しく5 mlを分取し，メスフラスコ(50 ml)に入れ，さらに水を加えて液量を約30 mlとする。
- (2) これに過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム混合液5 mlを加え振り混ぜた後，水を標線まで加えて再び振り混ぜる。
- (3) この溶液の一部を吸収セル(10 mm)にとり，水を対照として波長400 nmで吸光度を測定し，あらかじめ(4)で作成した検量線⁶⁾からルテニウム量(x mg)を求め，次式により化学収率を求める。

4) 沈殿をコロジオンで固定してもよい。

5) 使用するルテニウム担体が放射性不純物を含む場合があるので，4.1.3の操作を行って空試験試料とする。

6) 検量線で直線関係が認められたときは，その都度検量線を作成する必要はなく，(4)で担体溶液2 mlを50 mlに薄めた溶液中から5 mlをメスフラスコ(50 ml)に分取し，水酸化ナトリウム溶液(24 w/v%) 3 mlと水を加えて液量を約30 mlとした後，(1)(2)に従って吸光度を求め，この吸光度を化学収率100%として(3)の吸光度から化学収率を求めてもよい。

$$\text{化学収率 (\%)} = \frac{x \times 100}{10 \times 5 / 50}$$

- (4) ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 2 ml を正しくメスフラスコ (50 ml) 中に分取し、水を標線まで加え振り混ぜる。この溶液中から 1.0 ml, 2.0 ml, 4.0 ml, 8.0 ml を正しくメスフラスコ (50 ml) 中にそれぞれ分取し、水酸化ナトリウム溶液 (24 w/v%) 3 ml とした後 (2)(3) に従ってそれぞれ吸光度を求める。吸光度とルテニウム量との関係線を作成して検量線とする。検量線の作成は用いる担体、試薬など同一なものを用いるときは毎回の実験にあたり作成する必要はない。

4.1.6 計数効率の求め方

- (1) ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 1.0, 2.0, 3.0 ml をビーカー (100 ml) に正しくとり、水で約 10 ml に薄め、これに ^{106}Ru 標準溶液の一定量 (約 500 ~ 1000 dpm) を加える。
- (2) 水酸化ナトリウム溶液 (40 w/v%) を黒色沈殿が生成するまで加え、さらに 10 ml を過剰に加える。
- (3) ペルオキシ二硫酸カリウム 0.2 g を加え、振り混ぜ溶かす。時計ざらでおおい、加熱して酸化するとともに、細かい気泡が発生しなくなるまで加熱を続けてペルオキシ二硫酸を分解する。
- (4) 水 10 ~ 15 ml を加え、さらにエタノール 2 ~ 3 ml を加えて水浴上で加熱してルテニウム酸化物を沈殿させ熟成した後、放冷する。
- (5) ろ紙 (5 種 C) を分離型フィルタにセットし、沈殿を吸引ろ別し、冷水で洗浄し、ついでエタノール 5 ml で洗浄する。
沈殿はろ紙ごとシリカゲルを入れたデシケータ、または真空デシケータ中に入れ乾燥する⁷⁾。
- (6) 4.1.4 測定に従ってそれぞれの計数率 (cpm) を求め、次式によって計数効率を求める。

$$E (\%) = \frac{C}{A} \times 100$$

ここで E: 計数効率

C: 標準溶液の計数率 (cpm)

A: 標準溶液 ^{106}Ru の壊変率 (dpm)

- (7) それぞれの計数効率を縦軸に、ルテニウム担体量を横軸にとり、計数効率とルテニウム担体量との関係線を求める。

この計数効率を求める実験は数回繰り返し、それぞれの平均値を求めて採用する。

7) このさいの化学収率は 90% 以上で、計測にあたり、沈澱量の変動は無視できる。計数効率はルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 2 ml について求めておけばよい。

4.1.7 計 算

海水中の ^{106}Ru の濃度 (pCi/l) を次式に従って計算する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22} \\ \times \frac{1}{\frac{0.693}{e^{-368} t}} \times \frac{50}{45}$$

- ここで a : 海水中の ^{106}Ru 濃度 (pCi/l)
Ns : 試料の全計数值
Ts : 試料の測定時間 (分)
Nb : バックグラウンド計数值
Tb : バックグラウンドの測定時間 (分)
E : 計数効率 (%)
Y : 化学収率 (%)
W : 試料量 (l)
t : 試料採取から測定までの時間 (日)

図3 蒸留装置の一例

4.2 第2法(四塩化炭素抽出法)

海水にルテニウムの担体を加え、塩基性ルテニウムを酸化し、硝酸で微酸性にしたのち、四塩化炭素で四酸化ルテニウムを抽出分離する。抽出したルテニウムを亜硫酸を含む塩酸で逆抽出し、マグネシウム粉末により還元して金属ルテニウムとして沈殿させマウントする。沈殿の重量を量り、加えた担体の化学収率を求め、引続きアルミニウム吸収板を用い β 線を選別して計測し ^{106}Ru を定量する方法である。

この方法は試料 1.5 l を用いた場合 ^{106}Ru 約 0.6 pCi/l が定量できる。

4.2.1 試薬および装置, 器具

担体溶液 ルテニウム溶液 (5mgRu/ml)

標準溶液	^{106}Ru 標準溶液 (500 dpm/ml)
酸	硝酸 (2+3), 塩酸 (1+1), (1+11)
塩 類	過ヨウ素酸カリウム, 水酸化カリウム, ペルオキシ二硫酸カリウム, 亜硫酸水素カリウム
そ の 他	金属マグネシウム (粉末), エタノール, 四塩化炭素 ⁸⁾
装 置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置, 電気水浴
器具類	平底フラスコ (2 l, 図4), 分液漏斗 (1 l), 分離型フィルタ, 三角フラスコ (300 ml, 100 ml), 小型時計ざら, ろ紙 (5種Cφ24 mm)

4.2.2 分析操作

- (1) 採水時に海水 1 l につき硝酸 10 ml を加えた試料 1.5 l を平底フラスコ (2 l) にとり, ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) を正確に 2 ml 加える。
- (2) 水酸化カリウム 30 g, ペルオキシ二硫酸カリウム 20 g, および過ヨウ素酸カリウム 10 g を加え, よく振りまぜる。
- (3) フラスコ頸部に冷却管を差しこみ, 頸部外側に巻いたポリエチレン管を通して (図4) 冷却しながら⁹⁾, 90~100℃の水浴中で2~2.5時間加熱する。
- (4) 加熱酸化後フラスコを流水で室温まで冷却し, 硝酸 (2+3) 約 55 ml を加えて溶液の pH を 4~6 に調節する¹⁰⁾。
- (5) 溶液を2本の分液漏斗 (1 l) に半量ずつに分けて移し入れ, それぞれに四塩化炭素 100 ml ずつを加えて5分間振りまぜ, ルテニウムを抽出する。
- (6) 有機層を別の分液漏斗 (1 l) に移し, 水層の入った分液漏斗にそれぞれ 50 ml の四塩化炭素を加えて5分間抽出を繰り返す。有機層はすべて第三の分液漏斗に合せ, 水層は捨てる。
- (7) 有機層の入った分液漏斗に塩酸 (1+1) 15 ml と亜硫酸水素ナトリウム 40 mg を加え, 5分間振りまぜてルテニウムを逆抽出する。有機層を別の分液漏斗 (1 l) に移し, 水層を三角フラスコに移す。
- (8) この有機層に塩酸 (1+1) 15 ml, 亜硫酸水素ナトリウム 40 mg, およびエタノール 10 ml を加えて再び逆抽出を行う。有機層を貯蔵びんに捨てる¹¹⁾。水層を(7)の三角フラスコに加え合せ, 次の4.2.3測定試料の調製法に従ってルテニウムをマウントする。

8) あらかじめ過ヨウ素酸カリウムとペルオキシ二硫酸カリウムを含む水溶液と振っておく。

9) 加熱中に揮散するルテニウムを捕捉する。

10) 白色の水酸化マグネシウムの沈殿が少し残り, 僅かに白濁している状態まで硝酸を加えると, pH 5前後になる。

11) 使用済みの四塩化炭素は, 水洗後再度使用できる。

4.2.3 測定試料の調製法

(1) 4.2.2(8)の操作が終わった三角フラスコ中の溶液に水150 mlを加えて塩酸濃度を約1 Mにする。フラスコを水浴上で加熱しながら、金属マグネシウム粉末約1 gを、少量ずつ¹²⁾、注意深く加えてルテニウムを還元する。加熱中、発泡による溶液の損失を避けるため、フラスコの口に小型の時計ざらをのせておく。

溶液の色は褐色から青になり、次いで黒い沈殿が生成する。

(2) マグネシウムとの反応が穏やかになり、マグネシウムの過剰分が残るようになったならば、フラスコ内壁に付着しているマグネシウムを洗い落とすようにして、少量の塩酸(1+1)を加え、マグネシウムを完全に溶かす。この時溶液に淡い青が残っていれば、さらに少量のマグネシウムを加えて加熱を続ける。最後に、残っているマグネシウムを上と同様に完全溶かす。

(3) 沈殿は分離型フィルタを用いて、あらかじめ乾燥し、重量を量ってろ紙でろ過する。沈殿を塩酸(1+1)、水、エタノールの順に十分に洗浄する。ろ液および洗液は捨てる。

(4) 沈殿をろ紙ごと真空デシケータ中で、室温で1時間乾燥する。重量を量り担体の化学収率を求める¹³⁾。

(5) 沈殿をろ紙ごとマイラで包み、試料ざらにはりつける¹⁴⁾。

4.2.4 測定

4.2.3で得た測定試料を、ガスフロー型低バックグラウンド計数装置を使用して、¹⁰⁶Ruと放射平衡にある娘核種の¹⁰⁶Rhのβ線を、以下の順序に従って測定する。

(1) 使用機器の名称、型式、試料の形などを記録する。

(2) 適当なチェック用線源を用いて、計数装置の作動が正常か否かを確認する。

(3) バックグラウンドを約2時間測定する¹⁵⁾。(40~50 mg/cm² アルミニウム吸収板使用)

(4) 試料を2時間測定する。(40~50 mg/cm² アルミニウム吸収板使用)

(5) 一連の測定の最後に再びバックグラウンドを測定し、最初の値との平均値を採用する。

(6) 試料の計数値からバックグラウンド値を差し引き、正味の計数率(cpm)および標準偏差を求める。

12) 一度に耳かき一杯位が適当である。なるべくゆっくり時間をかけて還元を行う方がよい。

13) 使用する金属マグネシウムの適当量を塩酸(1+1)に溶かして、ろ過、乾燥、ひょう量の操作を行い、重量ブランクを求めて、それをひょう量値から差し引いてルテニウムの回収量とする。

14) 沈殿をコロジオンで固定してもよい。

15) 使用するルテニウム担体が放射性不純物を含む場合があるので、4.2.3の操作を行ってブランク試料とする。

4.2.5 計数効率の求め方

- (1) ルテニウム担体溶液(5 mg Ru/ml) 1.0 , 2.0 , 3.0 ml を三角フラスコに正しくとり , ついで¹⁰⁶ Ru 標準溶液の一定量(約 1000 dpm) を加える。
- (2) 塩酸 12 ml を加え , 水で液量を 150 ml に薄め以下 4.2.3 測定試料の調製(1)~(5)に従って測定試料を調製し , 4.2.4 測定に従って測定し , 以下 4.1.6 計数効率の求め方(5)以下に従い計数効率を求める。

4.2.6 計 算

海水中の ¹⁰⁶Ru 濃度 (pCi/l) を次式に従って計算する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22} \\ \times \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{368} t}}$$

ここで

- a : 海水中の ¹⁰⁶Ru 濃度 (pCi/l)
- N_s : 試料の全計数值
- T_s : 試料の測定時間 (分)
- N_b : バックグラウンドの計数值
- T_b : バックグラウンドの測定時間 (分)
- E : 計数効率 (%)
- Y : 化学収率 (%)
- W : 試料量 (l)
- t : 試料採取から測定までの時間 (日)

図 4 ルテニウム酸化装置の一例

第5章 海産生物（灰）中の放射性ルテニウム分析法

5.1 第1法（融解法）

この方法では，灰分試料をアルカリ融解し，融成物の水浸出液からルテニウム酸化物を含む区分を分離する。これを酸化蒸留してルテニウムを分離した後，その酸化物沈殿についてアルミニウム吸収板を用いて ^{106}Ru の β 線を選別して計測し， ^{106}Ru を定量する。

この方法は試料10gを用いた場合 ^{106}Ru 約0.1 pCi/g（灰分）が定量できる。

5.1.1 試薬および装置，器具

担体溶液	ルテニウム溶液（5 mgRu/ml） ジルコニウム溶液（10 mgZr ⁴⁺ /ml） セリウム溶液（10 mgCe ³⁺ /ml） ランタン溶液（10 mgLa ³⁺ /ml）
標準溶液	^{106}Ru 標準溶液（500～1000 dpm/ml）
酸	硝酸，リン酸
アルカリ	水酸化カリウム 水酸化ナトリウム溶液（24w/v%），（40w/v%）
塩類	炭酸カリウム，硝酸カリウム ペルオキシ二硫酸カリウム 過ヨウ素酸カリウム
塩類溶液	次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素8%） 次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素2%） 過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム溶液
装置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置 遠心分離器 電気炉
器具	ステンレスるつぼ（JIS G 4305-1972 SUS 304-cp）または ニッケルるつぼ（500ml） 蒸留フラスコ（図3参照） ビーカ（1l），メスフラスコ（5ml） ろ紙（5種C） アルミニウム板（40～50 mg/cm ² ） 赤外線ランプ

その他 エタノール

5.1.2 試料の調製

- (1) 海藻は葉，茎部を採取し，現場の海水で付着物，砂泥などを洗い落して陸揚し，水道水でざっと洗う。
- (2) 試料の一部，1 kg 程度を水分定量用に取り分け，タオルなどで水を吸い取って生重量を量り，次に105℃で乾燥して乾燥重量を量る。

残りの試料は腐敗しない程度に風乾して実験室に運び，熱風乾燥，最後に105℃で乾燥して重量を量る。

- (3) 魚，貝，甲殻類などは凍結あるいは冷蔵して実験室に運び，必要に応じて部位別に分けて生重量を量った後，海藻に準じて乾燥し，乾燥重量を量る。

シラスなどのように凍結すると解凍した際に魚体が崩れて取り扱い難くなる試料はエタノールなどに漬けて輸送する。ナマコ，底生魚類などの消化管，底生魚のエラなどには泥が多い場合があるので注意して除く。

- (4) 乾燥した試料を直径25 cm 程度の磁器ざらに入れ，ガスバーナで燃えないように注意しながら，可燃性ガスがほとんど出なくなるまで炭化する。
- (5) 450～500℃に調節した電気炉中で灰化し，貝殻などの夾雑物を取り除いて重量を量り，灰分重量とする。
- (6) 乳鉢ですりつぶして分析試料とする。必要に応じてふるいにかけて夾雑物を除く。

5.1.3 分析操作

- (1) 灰分試料10gを500 ml ステンレス鋼またはニッケルるつぼに入れ，融剤(KOH： K_2CO_3 ： KNO_3 = 2：1：1)150～200gを加えてよくかき混ぜる。

これにルテニウム担体溶液(5mg Ru/ml)2 ml，保持担体としてジルコニウムとセリウムの担体溶液(10mg Zr^{4+} /ml，10mg Ce^{3+} /ml)をそれぞれ1 ml (Zr，Ce 10mg)ずつ加えてかき混ぜた後，赤外ランプで乾燥する。これを約400℃の電気炉に入れて徐々に約1時間かけて600℃に温度をあげる。るつぼの内容物が十分融解していることを確かめ，その状態で約1時間保つ。

- (2) 放冷後，融成物に水を加えて加熱，浸出を繰り返し，不溶物を含めて全内容物をビーカー(1 l)に移す。浸出液の液量は800 ml程度とする。
- (3) 次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素8%)50 mlを加え，80℃前後に保ちながら30分間かき混ぜる。
- (4) 放冷後，遠心分離して上澄み液をビーカー(1 l)に移す。残留物は次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素2%)で洗浄して，その上澄みは前の上澄み液に合せる。

洗浄した残留物は捨てる。

(5) 上澄み液にランタン担体溶液(10 mg La³⁺/ml) 1 ml およびエタノール50 ml を加え、水浴上で30分間加熱してルテニウム酸化物を沈殿、熟成させる。

(6) 遠心分離して沈殿を遠沈管(50 ml)に集め、上澄み液は捨てる。

沈殿はさらに水30 ml を加え洗浄し、遠心分離して上澄み液は捨てる。遠沈管に残ったルテニウム酸化物を水30 ml ,次に硝酸数ml を用い数回にわたって蒸留フラスコ(図3参照)に洗い込み、液量を約50 ml にする。

(7) 水酸化ナトリウム溶液(24w/v%) 30 ml を遠沈管(50ml)にとり、ドライアイス-エタノール浴で-5°~5℃に冷却して吸収液とする。

(8) 蒸留フラスコにリン酸2 ml を加え、液温50℃以下で過ヨウ素酸カリウム5 g ,ペルオキシ二硫酸カリウム5 g を加え、ついで空気を50~70 ml / min. の割合で送り、加熱して蒸留フラスコの液温を100~105℃に保って30分間通気蒸留する¹⁾。

留出管の先端を吸収液の液面からはずし、加熱を止めて、さらに5分間蒸留する。

(9) 吸収液をメスフラスコ(50ml)に水で洗い移し、標線まで水を加える。

(10) メスフラスコ(50ml)中の溶液から5 ml を正しくメスフラスコ(50ml)に分取し、これを用いて化学収率を求める。

(11) メスフラスコ(50ml)の残留ルテニウム溶液45 ml を、少量の水を用いてピーカ(100 ml)に洗い移す。

5.1.4 測定試料の調製法

5.1.3 (11)の溶液を第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.1.3 測定試料の調製法に従って操作して、測定試料を調製する。

5.1.5 測 定

5.1.4で調製した測定試料を第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.1.4に従って測定する。

5.1.6 化学収率の求め方

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.1.5化学収率の求め方に従って求める。

5.1.7 計数効率の求め方

4.1.6計数効率の求め方に従って求める。

5.1.8 計 算

灰中の¹⁰⁶Ruの濃度(pCi/g)を次式に従って計算する。

1) 液温を上げ過ぎるとヨウ素が留出し、化学収率を求める操作で比色に影響することがあるので注意する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1}{W} \\ \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{365} t}} \times \frac{50}{45}$$

ここで

- a : 灰中の ^{106}Ru 濃度 (pCi/g)
 N_s : 試料の全計数值
 T_s : 試料の測定時間 (分)
 N_b : バックグラウンドの計数值
 T_b : バックグラウンドの測定時間 (分)
 E : 計数効率 (%)
 Y : 化学収率 (%)
 W : 試料量 (g)
 t : 試料採取から測定までの時間 (日)

5.2 第2法 (硝酸分解法)

海産生物灰を硝酸に溶解し、蒸留によりルテニウムを分離したのち、エタノールでルテニウム酸化物を沈殿させ、マウントする。アルミニウム吸収板で ^{106}Ru の娘核種の ^{106}Rh の β 線を選別して計数し、 ^{106}Ru を定量する。

この方法は試料 10 g を用いた場合約 0.1 pCi/g (灰分) が定量できる。

5.2.1 試薬および装置、器具

担体溶液	ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml)
標準溶液	^{106}Ru 標準溶液 (500 dpm $^{106}\text{Ru}/\text{ml}$)
酸	硝酸
アルカリ	水酸化ナトリウム溶液 (24 w/v%)
塩類溶液	過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム混合溶液
塩類	過マンガン酸カリウム
その他	エタノール
装置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置 電気炉 光電光度計または光電分光光度計

器具類 蒸留器(図3), マントルヒータ, スライダック, ビーカ, メスフラスコ(50 ml)

5.2.2 分析操作

- (1) 450~500℃で灰化した海産生物の灰10gを正確に量り, ビーカ(500ml)に入れ, ルテニウム担体溶液(5mg Ru/ml)2mlを加えよくかき混ぜる。
- (2) 硝酸50mlを徐々に加えて時計ざらでふたをして熱板上で酸化窒素ガスが発生しなくなるまで加熱して分解する²⁾。
- (3) 冷却後, 蒸留フラスコ(図3)に移し蒸留器を組み立てる。
- (4) 水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)30mlを遠沈管(50ml)に入れ, ドライアイスエタノール浴で-5~5℃に冷却して吸収液とする。
- (5) 吸収液が冷却された後, 過マンガン酸カリウム5gを蒸留フラスコに静かに徐々に加える³⁾。
- (6) 以下第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法, 4.1.2分析操作⑩以下に従って操作する。

5.2.3. 測定試料の調製

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法, 4.1.3 測定試料の調製法に従って調製する。

5.2.4 測定

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法, 4.1.4 測定に従って測定する。

5.2.5 化学収率の求め方

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.1.5 化学収率の求め方に従って求める。

5.2.6 計数効率の求め方

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.1.6 計数効率の求め方に従って求める。

5.2.7 計算

灰中の¹⁰⁶Ruの濃度(pCi/g)を次式に従って計算する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1}{W}$$
$$\times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{368} t}} \times \frac{50}{45}$$

3

2) 試料が完全に灰化されないで有機物が少量残るため加熱を行い分解をする。この加熱分解操作が不十分な場合, 操作⑤以下の蒸留で試料液が吹き出すことがあるので, 硝酸を適宜追加し加熱分解する。

3) 試料中の有機物により消費されるので, 有機物が多く含まれる場合には, さらに追加する。この場合, フラスコ内液温を60℃以下に放冷した後, 徐々に加え再び蒸留を行う。

ここで

- a : 灰中の ^{106}Ru (pCi/g)
- N_s : 試料の全計数値
- T_s : 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)
- E : 計数効率 (%)
- Y : 化学収率 (%)
- W : 試料量 (g)
- t : 試料採取から測定までの時間 (日)

第6章 海底堆積物中の放射性ルテニウムの分析

6.1 第1法（硝酸浸出—蒸留法）

海底堆積物を硝酸で浸出し、酸化蒸留してルテニウムを分離した後、分離したルテニウムはマグネシウムで還元して金属ルテニウムを沈殿させマウントする。マウントした金属ルテニウムはアルミニウム吸収板を用い ^{106}Ru の娘核種の ^{106}Rh の β 線を選別して計測を行い定量する。

この方法は試料50gを用いた場合約20pCi/kgが定量できる。

6.1.1 試薬および装置、器具

担体溶液	ルテニウム担体溶液(5mg Ru/ml)
標準溶液	^{106}Ru 標準溶液(500~1000dpm/ml)
酸	硝酸, 硝酸(2+3), 塩酸(1+1), リン酸
アルカリ	水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)
塩類	過ヨウ素酸カリウム, ペルオキソ二硫酸カリウム
その他	エタノール マグネシウム(粉末)
装置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置
器具類	蒸留フラスコ(500ml, 図3参照) 三角フラスコ, ガラスフィルタ(G1), 分離型フィルタ, マントルヒータ, スライダック, エアポンプ, 流量計

6.1.2 分析操作

- (1) 乾燥細土50gを三角フラスコ(1ℓ)にとり, ルテニウム担体溶液(5mg Ru/ml)2mlを正確に加え, 更にエタノール5mlを加え, よく混合して熱風乾燥器内(105℃)に入れ乾燥する。
- (2) 硝酸300mlを泡立ちに注意して少しずつ加え, 時計ざらで覆い, 熱板上で加熱して約30分間煮沸する。酸化窒素ガスが発生している場合は, さらに煮沸を続ける。
- (3) 溶液が熱いうちにガラスフィルタ(G1)を用いて吸引ろ過する。硝酸(2+3)を用いて数回洗浄した後, 残留物は捨てる。ろ液, 洗液は蒸留フラスコに受ける。
- (4) 蒸留フラスコを組む(図3参照)リン酸2mlを加え, 溶液が50℃以下に冷えたのち, 過ヨウ素酸カリウム5g及びペルオキソ二硫酸カリウム5gを加える。
- (5) エアポンプを用いて50ml/min.の割合でフラスコに空気を送りながら, マントルヒータに通電して徐々に加熱する。スライダックで電圧を調節し液温を100~105℃に保ちながら約20分間蒸留する。
- (6) 留出するルテニウムはドライアイス—エタノール浴 または氷浴¹⁾で冷却した水酸化ナト

リウム溶液(24w/v%)60mlに吸収する。

- (7) 吸収液は100ml ビーカーに移し, 吸収管およびガス導出管を水で洗浄しビーカーに加える。
- (8) エタノール5ml を加えてかき混ぜ, 熱板上で約30分間加熱し, 生成した沈殿を熟成させる。
- (9) 放冷した後, 3000rpm で約10分間遠心分離し, 上澄み液は捨てる。
- (10) 沈殿に塩酸(1+1)10ml を加え, 一部溶解した懸濁液を三角フラスコ(200ml)に移す。遠沈管は水50ml で洗浄しビーカーに加える。

水浴上で加熱し, 沈殿を溶解する。

6.1.3 測定試料の調製

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.2.3測定試料の調製法に従って調製する。

6.1.4 測定

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.2.4測定に従って測定する。

6.1.5 計数効率の求め方

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法4.2.5計数効率の求め方に従って求める。

6.1.6 計算

海底堆積物(乾燥細土)中の ^{106}Ru の濃度(pCi/kg)を次式に従って計算する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1000}{W} \\ \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{363} t}}$$

ここで

- a : 海底堆積物(乾燥細土)中の ^{106}Ru 濃度(pCi/kg)
- N_s : 試料の全計数值
- T_s : 試料の測定時間(分)
- N_b : バックグラウンドの計数值
- T_b : バックグラウンドの測定時間(分)
- E : 計数効率(%)

-
- 1) なるべくドライアイス-アルコール浴で冷却することが望ましい。氷浴の場合収率が数%低くなることがあるが, 吸収液温が5℃以上にならないよう注意すれば実用上支障はない。

- Y : 化学収率 (%)
 W : 試料量 (g)
 t : 試料採取から測定までの時間 (日)

6.2 第2法(強リン酸分解-蒸留法)

海底堆積物を強リン酸と加熱して分解を行った後、二クロム酸カリウムを加え四酸化ルテニウムを蒸留分離する。吸収液にマグネシウム粉末を加え、金属ルテニウムを沈殿させマウントする。重量を量り担体の回収率を求めたのち、 β 線を測定する。この方法は試料1gを用いた場合約1000 pCi/kg, 5gを用いた場合約200 pCi/kgが定量できる。

6.2.1 試薬および装置

担体溶液	ルテニウム溶液 (5 mg Ru/ml)
標準溶液	^{106}Ru 標準溶液 (500 dpm ^{106}Ru /ml)
酸	強リン酸, 塩酸 (1+1), (1+1)
塩類	二クロム酸カリウム, ヨウ素酸カリウム
その他	エタノール, 金属マグネシウム (粉末) 水酸化ナトリウム溶液 (4w/v %)
装置	ガスフロー型低バックグラウンド計数装置
器具類	強リン酸蒸留装置 (図5), 三角フラスコ (100 ml) 分離型フィルタ, 小型時計ざら ろ紙 (5種C, 24 mm ϕ)

6.2.2 分析操作

- (1) 反応フラスコ (図5) にルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) を正確に 2 ml 加え, 少量の水酸化ナトリウム溶液を加えて微アルカリ性にする。これを沸騰水浴中に入れて蒸発乾固する。
- (2) 乾燥細土 (149 μm のフルイを通ったもの) 1~5 g を反応フラスコにはかりとり, 強リン酸 40 g とヨウ素酸カリウム 1.0 g を加えてよく振りまぜる。
- (3) 反応フラスコの温度計付きキャップを図5のように装着し, 温度計挿入管に少量のシリコン油と温度計 (360 $^{\circ}\text{C}$) を入れ, ボールジョイント (J_1) からアスピレータで軽く吸引しながら, 小型電熱器 (スライダックで約 20 V に調節) 上で加熱する。30~45 分間で, フラスコ内容物の温度が 240 $^{\circ}\text{C}$ に達したら²⁾ 加熱をやめ, 吸引を続けたまま約 100 $^{\circ}\text{C}$ まで放冷

2) この操作で, 塩素, シュウ素, ヨウ素などが除去され, 有機物の大部分が分解される。急激な温度上昇は避けた方がよい。

する。

- (4) つぎに、反応フラスコに強リン酸約 20 g を追加し、フラスコのスリ合わせ部分に付着しないように注意して、二クロム酸カリウム約 2 g を加え、温度計付キャップを装着して十分に振りまぜる。
- (5) 塩酸 (1+1) + エタノール (容積比 1 : 1) 10 ml を入れた吸収管 2 本を連結し、末端から軽く吸引しながら(3)と同様に加熱する。温度が上昇すると吸収液の色が褐色に変化する。フラスコ内容物の温度が 240 ℃ まで達したら、加熱をやめて(3)と同様に放冷する³⁾。
- (6) 吸収管をはずし、吸収液および洗浄液を三角フラスコ (100 ml) に移し、塩酸濃度が約 1 M になるように水でうすめる。

6.2.3 測定試料の調製法

三角フラスコ内の溶液を第 4 章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.2.3 測定試料の調製法に従って、測定試料を調製する。

6.2.4 測定

6.2.3 で得た試料を、第 4 章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.2.4 測定に従って、 ^{106}Ru と放射平衡にある娘核種の ^{106}Rh の β 線を測定する。

6.2.5 計数効率の求め方

第 4 章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.2.5 計数効率の求め方に従って求める。

6.2.6 計算

海底堆積物 (乾燥細土) 中の ^{106}Ru の濃度 (pCi/kg) を、6.1.6 に従って計算して求める。

3) 試料が 3 ~ 5 g の時は、(5)の操作ののち、吸収液をそのままにして、反応フラスコに二クロム酸カリウムを更に 2 g 加えて(4)、(5)の操作を繰り返す。

A : 反応フラスコ

B : 吸 収 管

H : 電 熱 器

T : 温 度 計

C : 温 度 計 付 キ ャ ッ プ

J₁₋₃ : ボールジョイント

(A は $\frac{29}{32}$ の共通スリ合せを有するナス型フラスコ (100ml または 200ml) である)

図5 強リン酸蒸留装置

第7章 ポリエチレンフィルムを用いる放射性ルテニウムの分析

硫化コバルト共沈法¹⁾によって予備濃縮された試料などを三角フラスコに入れ、酸化剤を加えてフラスコの口をポリエチレンフィルムで覆い、水浴上で加熱して放射性ルテニウムを定量的にフィルムに固着させる。

フィルムの中央部分を切って試料皿に拡げて入れ、マウントシアルミニウム吸収板を用い β 線を選別して計測し ^{106}Ru を定量する方法である。

この方法は試料4 lを用いた場合 ^{106}Ru 約0.25 pCi/lが定量できる。

この方法の回収率は95%以上であるから、化学収率に対する補正の必要はない。

この方法により、同時に多数の試料を分析することができるが、ルテニウムの担体を300 μg 以上添加した場合には適用できない。

7.1 試薬および装置，器具

担 体	塩化コバルト溶液 (10 mg Co^{2+} /ml)
	塩化ルテニウム溶液 (1 mg Ru/ml)
酸	塩酸 (1+3)
	硫酸 (1+35)
アルカリ	アンモニア水 (1+1)
塩 類	チオアセトアミド溶液 (4w/v%)
	過ヨウ素酸カリウム
	ペルオキシ二硫酸カリウム<過硫酸カリウム>
	塩素酸カリウム
	硝酸銀溶液 (10w/v%)
その他	ポリエチレンフィルム ²⁾ (密度 0.925 g/cm^3 以下)

1) 全ベータ放射能測定法(2訂, 昭51)硫化コバルト共沈法を参照のこと。

2) 密度 0.925 g/cm^3 以下のポリエチレンフィルムとは、高圧法によって作られたポリエチレンを用いたもので、各種ポリエチレンの中で一番柔軟で、本法による反応性にも富んでいる。分析に100mlの三角フラスコを用いるときは、フィルムを55×55mmの大きさに切り、200mlのときは60×60mmのものが適合する。厚さ0.02mmなどなるべく薄いものがよい。フィルムの両面は絹布に洗剤溶液をつけ、力を入れて万遍なくこすって洗い、あと3回水洗し使用までの間水中に貯える。

洗浄後のフィルムは清潔なピンセットで取り扱い、手指で直接触れてはいけない。ただし、やむを得ない場合には、石けんでよく洗った手で最少限触れる程度なら支障は起らない。

装 置 ガスフロー型低バックグラウンド計数装置

遠心分離器，電気水浴³⁾

器具類 ビーカ(5 l)，かくはん棒，ガスコンロ，三角フラスコ(100mlあるいは200ml)，熱板，アルミニウム吸収板(40～50mg/cm²)

- (1) 4 lの海水試料をポリエチレンビンに採取し，塩酸40 mlを加え実験室にはこぶ。
- (2) 試料をビーカに移し，ポリエチレンビンを300mlの塩酸(1+3)で洗う。洗液は試料に合せる。
- (3) 試料にコバルト担体溶液(10mgCo²⁺/ml)4 mlを加え煮沸する。
- (4) 500mlのアンモニア水(1+1)を加えて溶液のpHを約9.7に調整し，ついでチオアセトアミド溶液(4w/v%)120mlを加え，よくかきまぜてから90～95℃で2時間加熱する。
- (5) 冷却後，沈殿を遠心分離し，一つの遠沈管に集めて，アンモニア水(1+1)を1滴含む少量の水で洗う。
- (6) 硝酸2 mlを加え，水浴で加熱して硫化コバルトを溶解させる。
- (7) 不溶物を入れないようにして，駒込ピペットで溶液を，フッ化水素アンモニウム溶液で洗った三角フラスコに移し，ルテニウムの担体溶液(1mg Ru/ml)0.05mlと硫酸(1+35)10 mlを加える。全液量はフラスコの容量の1/3を超えないようにする⁴⁾。
- (8) 硝酸銀溶液(10w/v%)2～3滴を加える。
- (9) これに過ヨウ素酸カリウム0.5 gとペルオキソ二硫酸カリウム0.5 g，塩素酸カリウム0.5 gを添加し，直ちに，フラスコの口をきれいに洗ったポリエチレンフィルムで覆い，輪ゴムで軽く固定する。
- (10) 三角フラスコを沸騰する水浴上で2時間加熱する。
- (11) 加熱を続けたままポリエチレンフィルムを外し，静かに水洗する。
- (12) フィルムに付着した水滴をろ紙で吸い取り，フィルムの黒くルテニウムが付着している部分とその周辺をはさみで切り取る。
- (13) 測定用試料ざらを熱板上に置き，板上に落した水滴がはじかれることなく，しばらくして強く

3) 横に一系列に数個の加熱部分が並んだソックレスー抽出器用の水浴が使い易い。

4) ルテニウムの担体がより多くなると，ポリエチレンフィルムの反応場所が飽和に近づき，反応しにくくなる。また，反応液の酸や塩の濃度が高くなりすぎても，液量が多くなり過ぎても，四酸化ルテニウムの揮発を妨げ，定量的収率が得にくくなる。

沸騰する温度に保ち、試料さらに切取ったフィルム片を拡げて入れ、つまようじなどの先で手早く中央から順に軽く圧して底に融着させる。

7.3 測定

7.2(13)で得た測定試料を、海水中の放射性ルテニウム分析法4.1.4測定に従って測定する。
ただし、測定試料およびバックグラウンドは2時間測定する。

7.4 計数効率の求め方

(1) 7.2(13)の方法で測定用試料さらに底にポリエチレンフィルム片を融着させ、この上に ^{106}Ru 標準溶液の一定量(100~200 μl , 500~1,000 dpm)を入れ、おだやかに蒸発乾固する。

(2) 以下、7.3に従い標準試料の計数率(cpm)を測定し、次式によって計数効率を求める。

この実験は数回繰り返し行い、その平均値を採用する。

$$E = \frac{C}{A} \times 100 (\%)$$

ここで E : 計数効率(%)

C : 標準溶液の計数率(cpm)

A : 標準溶液の ^{106}Ru の壊変率(dpm)

7.5 計算

海水中の ^{106}Ru の濃度(pCi/l)を次式に従って計算する。

$$a = \left[\left(\frac{N_s}{T_s} - \frac{N_b}{T_b} \right) \pm \sqrt{\frac{N_s}{T_s^2} + \frac{N_b}{T_b^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{368} t}}$$

ここで a : 海水中の ^{106}Ru 濃度(pCi/l) t : 試料採取から測定までの時間(日)

N_s : 試料の全計数值

T_s : 試料の測定時間(分)

N_b : バックグラウンド計数值

T_b : バックグラウンド測定時間(分)

E : 計数効率(%)

W : 試料量(l)

付録 I ^{103}Ru の分析法

^{103}Ru の分析法は、海水、海産生物、海底堆積物中の ^{106}Ru の分析法と全く同一操作により処理し、ルテニウムを分離した後マウントし、アルミニウム吸収板を用いて、娘核種の ^{103}Rh および ^{106}Rh の β 線を選別し計測して同時に定量する。

I-1 分析操作

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法, 4.1第1法, 4.2第2法, 第5章海産生物中の放射性ルテニウムの分析法, 5.1第1法, 5.2第2法, 第6章海底堆積物中の放射性ルテニウムの分析法, 6.1第1法, 6.2第2法中のそれぞれの分析操作, 測定試料の調製法に従って測定試料を調製する。

I-2 測定

第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.1.4測定に従って測定を行う。この場合、試料に 2.5 mg/cm^2 のアルミニウム吸収板を用いて1時間測定を行う。

I-3 ^{103}Ru 自己吸収補正係数と計数効率の求め方

- (1) ^{103}Ru 標準溶液を1 ml (約10,000 dpm) をルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 30 ml に加えこの放射性担体溶液の 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 7.0 および10 ml をそれぞれ蒸留フラスコ (第3図参照) にとる。各分取液に含まれる ^{103}Ru の量 (N dpm) を計算し記録しておく。
- (2) 分取した溶液に硝酸30 ml ずつをそれぞれ加えて振り混ぜたのち、過マンガン酸カリウム1gを加える。
- (3) 第4章海水中の放射性ルテニウムの分析法 4.1.2 (7)~(13)に従って蒸留する。
- (4) 留出液をビーカに移し、エタノール2 ml を加えて水浴上で加熱し、沈殿を生成、熟成する。
- (5) 重量を量ったろ紙 (5種C) で分離型フィルタを用いて吸引ろ過、水で洗浄、ついでエタノール5 ml で洗浄する。
- (6) シリカゲルを入れたデシケータまたは真空デシケータ中に入れ乾燥する¹⁾
- (7) 沈殿は放射能を測定し、ついで沈殿の重量を量る。
- (8) 正方眼紙に、沈殿の面積当り²⁾の重量 (mg/cm^2) を横軸に、その放射能を縦軸にプロットす

1) 乾燥中にろ紙が巻きあがらないように、測定容器に入れ、押えるようにして乾燥する。

2) フィルターホルダの内径を測定し、沈殿の面積を求める。

る³⁾

- (9) ルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 10 ml を加えて得られた沈澱の放射能を A_{∞} とし、³⁾ 0.2~7.0 ml の沈澱の放射能をそれぞれ A_i ($i=0.2\sim7$) とし、片対数方眼紙の縦軸に $(A_{\infty} - A_i)/A_{\infty}$ 、横軸に沈澱の面積当りの重量 (mg/cm^2) をプロットする。
- (10) 各測定点値を結ぶ直線の勾配 (μ , cm^2/mg) を計算する。
- (11) 計算した勾配 μ を用いて、沈澱の厚さ t (mg/cm^2) と次式により求まる f の関係を示すグラフを正方眼紙に作成する。

$$f = (1 - e^{-\mu t})/\mu t$$

f は実測値 A_i を真の放射能値 A_t に換算する補正係数である。(下図)

試料の厚さ (mg/cm^2)

¹⁰³Ru の自己吸収補正曲線

- (12) (7) で測定した各沈澱の厚さ (mg/cm^2) に対応する f を図から求め、この値 f_i ($i=0.2\sim7$) で同じく (7) で測定した放射能値 A_i ($i=0.2\sim7$) を除して、真の放射能値 $A_t i$ ($i=0.2\sim7$) を算出する。
- (13) 測定済みの沈澱およびルテニウム担体溶液 (5 mg Ru/ml) 1 ml をそれぞれビーカー (50 ml) に入れ、過ヨウ素酸カリウム-水酸化カリウム混液 10 ml を加えて沈澱を溶解し、メスフラスコ (50 ml) に移し入れ、水を標線まで加え振り混ぜる。
- (14) (13) の溶液の一部を吸収セルに移し入れ、波長 400 nm で測定し、⁴⁾ 担体溶液の吸光度を化

3) プロットされた点をなめらかな曲線で結ぶと、 $4.0 \text{ mg}/\text{cm}^2$ 付近からほぼ水平になる。

この値が A_{∞} に相当する。

4) 透過率が小さい (1.0%以下) ときは、この溶液をさらに正しく一定量に水で薄めて測定する。

学収率 100%として、これに対する比 $R_3 i$ をそれぞれ求める。

(15) (12)で算出した真の放射能 $A t_i$ を操作(14)で求めた比(収率)でそれぞれ除して収率を補正した真の放射能 $N t$ を求める。

$$(N t = A t_i / R_3 i)$$

(16) (15)の $N t$ を(1)でスパイクした ^{103}Ru 放射能 (N dpm)で除して、それぞれの比を求め、この平均値を ^{103}Ru の計数効率 η_{103} とする。

$$(\eta_{103} = N t / N = A t_i / R_3 i N)$$

I - 4 ^{103}Ru の外部吸収補正係数の求め方

(7)の測定後、 2.5 mg/cm^2 のアルミニウム吸収板⁵⁾を試料容器の上に乗せて放射能を測定し、この測定値を(7)の測定値で除した値を f_{ext} とする。 f_{ext} は 2.5 mg/cm^2 のアルミニウム吸収板による ^{103}Ru の吸収の割合を示すもので、この測定値をこの f_{ext} で除することによって吸収板のない場合の放射能値を算出することができる。

I - 5 計 算

試料中の ^{103}Ru 濃度 (pCi/l or pCi/g) を次式に従って計算する。

$$A = \left[\left\{ \left(\frac{C_1}{t_1} - \frac{B_1}{tB_1} \right) f_1 - \left(\frac{C_2}{t_2} - \frac{B_2}{tB_2} \right) \frac{f_1 f_2}{f_3} \right\} \pm \sqrt{\left(\frac{C_1}{t_1^2} + \frac{B_1}{tB_1^2} \right) f_1^2 + \left(\frac{C_2}{t_2^2} + \frac{B_2}{tB_2^2} \right) \left(\frac{f_1 f_2}{f_3} \right)^2} \right]$$

$$\times \frac{100}{E} \times \frac{100}{Y} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22} + \frac{1}{e^{-\frac{0.693}{30} t}}$$

ここで A : ^{103}Ru の濃度 (pCi/l or pCi/g)

C_1 : 試料の 2.5 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時の計数値

C_2 : 試料の 5.0 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時の計数値

5) アルミニウム吸収板は、実際 ^{106}Ru の β 線 (37 keV) を遮蔽するために用いるものを使用する。

- f_1 : 2.5 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時の ^{103}Ru の吸収補正係数
 f_2 : 5.0 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時の ^{106}Ru の吸収補正係数
 f_3 : 2.5 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時の ^{106}Ru の吸収補正係数
 B_1 : 2.5 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時のバックグラウンドの計数值
 B_2 : 5.0 mg/cm^2 の Al 吸収板を用いた時のバックグラウンドの計数值
 t_1 : C_1 の計数時間 (分)
 t_2 : C_2 の計数時間 (分)
 t_{B_1} : B_1 の計数時間 (分)
 t_{B_2} : B_2 の計数時間 (分)
 E : 計数効率 (%)
 Y : 化学収率 (%)
 W : 試料量
 T : 試料採取から測定までの時間 (日)

付録Ⅱ 分析結果報告書例

Ⅱ-1 海水中の放射性ルテニウムの分析結果

計数装置	Aloka LBC-451
計数効率	42.7%
自然計数率	0.76

昭和51年12月10日

担当機関名 A

主任担当者 B

分析者 C

試料番号	採取年月日	採取量(l)	採取地点	採取深度(m)	測定年月日	供試量(l)	採取時における ¹⁰⁶ Ru(pCi/l)	備考
Ru-024	51.9.1	40	東海村沖	2	51.12.6	20	<0.05	

Ⅱ-2 海産生物(灰)中の放射性ルテニウム分析結果

昭和51年12月10日

担当機関名 A

主任担任者 B

分析者 C

試料番号	採取年月日	品名	採取量(Kg)	採取地点	測定年月日	供試量灰(g)	採取時における ¹⁰⁶ Ru(pCi/l)	灰分(%)
Ru-031	51.9.1	カジメ	1.0	久慈浜	51.12.7	10	0.10 ± 0.03	4.1

Ⅱ-3 海底堆積物中の放射性ルテニウムの分析結果

計数装置	Aloka LBC-3
計数効率	50.6%
自然計数率	0.90

昭和51年12月20日

担当機関名 A

主任担当者 B

分析者 C

試料番号	採取年月日	採取量(Kg)	採取地点	採取深度(m)	測定年月日	供試量乾土(g)	採取時における ¹⁰⁶ Ru(pCi/Kg)	備考
Ru-045	51.8.25	5	浦底湾	12	51.12.16	50	20 ± 5	

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 γ 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 γ 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 γ 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

放射性ルテニウム分析法(1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