

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

文 部 科 学 省

科学技術・学術政策局
原子力安全課防災環境対策室

放射線審議会測定部会の委員及び専門委員

委員(部会長)	浜 田 達 二	社団法人 日本アイソトープ協会
	市 川 平 三 郎	国立がんセンター
	阪 上 正 信	金沢大学低レベル放射能実験施設
	下 村 孟	国立衛生試験所
	敦 賀 花 人	財団法人 海洋生物環境研究所
	等々力 達	電子技術総合研究所
	浜 口 博	財団法人 日本分析センター
専 門 委 員	山 県 登	国立公衆衛生院
	阿 部 史 朗	放射線医学総合研究所
	石 川 友 清	財団法人 セコム科学技術振興財団
	岡 野 眞 治	理化学研究所
	葛 城 幸 雄	気象研究所
	小 林 宏 信	農業環境技術研究所
	塩 崎 愈	海上保安庁水路部
団 野 皓 文	鹿児島大学農学部	

本マニュアル作成にあたっては、上記委員のほか下記の方々の協力を得た。

荒 木 匡	財団法人 日本分析センター
岩 島 清	国立公衆衛生院
大 橋 直 之	財団法人 日本分析センター
笠 井 篤	日本原子力研究所
北 川 貞 治	福井県衛生研究所
塩 崎 愈	海上保安庁水路部
高 木 伸 司	財団法人 電力中央研究所
中 山 一 成	財団法人 日本分析センター
野 村 保	動力炉・核燃料開発事業団
大 和 愛 司	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	浮 遊 じ ん	2
第 3 章	降下物（雨水・ちり）	5
第 4 章	淡 水	6
第 5 章	海 水	7
第 6 章	土 壤 ・ 海 底 土	10
第 7 章	植 物	13
第 8 章	牛 乳	16
第 9 章	海 産 生 物	18

第 1 章 序 論

本マニュアルは、主としてゲルマニウム半導体検出器等を用いて環境試料中の γ 線放出核種を分析する際の測定試料調製のため、採取された試料または実験室に到着した試料から出発して、測定容器に入れるまでの処理方法について述べてある。

処理の目的は、原試料の容積を減らすことであり、原試料に含まれる放射性核種を失うことなく、いかにして均質に濃縮や縮分を行うかにある。そのため、液体試料では分取、蒸発濃縮、または吸着捕集により、固体試料では乾燥、粉碎、混合、ふるい分け、縮分、灰化などの単独または適当な組合せにより測定試料を調製する。

対象試料は、浮遊じん、降下物（雨水・ちり）、淡水、海水、土壌・海底土および生物試料などで、通常モニタリングの目的で、日常に取扱うのにそう困難でない試料の量を考えている。これらの量を用いて前処理を行い測定した際の分析レベルは、使用する機器によって若干異なるが、その一例を参考に示す。

参考：ゲルマニウム半導体検出器による分析レベルの一例

試 料	供試量	単 位	^{54}Mn	^{59}Fe	^{60}Co	^{65}Zn	^{137}Cs	^{144}Ce
浮 遊 じ ん	10^4 m^3	pCi/ m^3	2×10^{-3}	3×10^{-3}	2×10^{-3}	3×10^{-3}	2×10^{-3}	7×10^{-3}
淡 水	20 l	pCi/l	0.2	0.4	0.2	0.4	0.2	1.0
海 水	20 l	pCi/l	0.2	0.4	0.2	0.4	0.2	1.0
土壌・海底土	100 g 乾	pCi/kg乾	60	120	50	90	70	200
植 物	1 kg 生	pCi/kg生	10	20	10	20	10	40
海 産 生 物	1 kg 生	pCi/kg生	10	20	10	20	10	40

第 2 章 浮 遊 じ ん

大気中の浮遊じんを濾紙を用いて吸引し、捕集する方法としては、固定式濾紙を用いる方法と移動式濾紙を用いる方法とがある。

ここでは、現在一般に多く利用される固定式濾紙を用いた場合の測定試料の調製方法について示した。

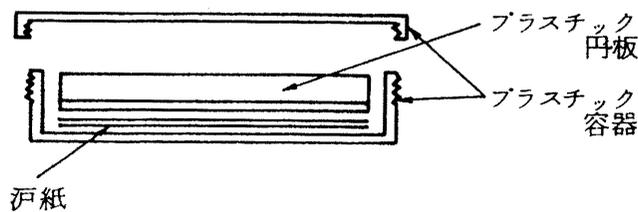
現在、浮遊じんの捕集法には、毎分 50～100 l の流量で円形の小型濾紙に捕集する方法とハイボリューム・エアサンプラーを用い、毎分 100～1,000 l の流量で円形(105 mmφ) または長方形(254 mm×203 mm)の大型濾紙に捕集する方法がある。^{注(1)}

ここでは標準線源の作成が容易で、できるだけ高い計数効率を得られることと、さらに再現性が良いことなどを考慮して、濾紙の形により円形小型、長方形大型及び円形大型の 3 種類に分類して、それぞれの場合について述べる。吸引量は、濾紙の全面積と利用面積の比で補正する。

操 作

(A) 円形小型濾紙の場合

所定量の大気を吸引した濾紙は、その上に付着した浮遊じんを落さないように注意して、濾紙より少し大きい直径のプラスチック容器に入れて、プラスチックの円板などで押し込んで一定体積になるようにして蓋をする。これをポリエチレンフィルムで包み測定試料とする(第 2.1 図)。



第 2.1 図 プラスチック容器への濾紙試料の収納例

注(1) 試料の捕集に当たって必要な大気量は、例えばフォールアウト中の¹³⁷Csの測定には、約 10^4 m³で、円形小型濾紙を使用すると、10～30枚を交換して用いることになる。

注(2) プラスチック容器の代わりに直径 50 mm の放射能測定皿(深さ 6 mm)を用いてもよい。この場合約 15 枚の濾紙を詰めることができる。

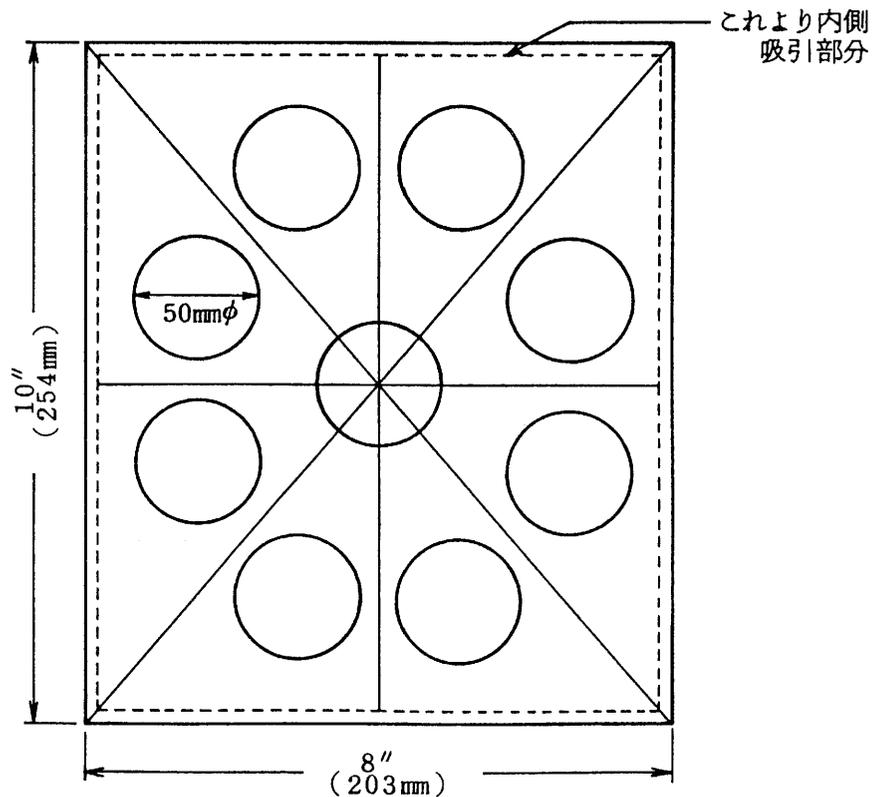
(B) 長方形大型汚紙の場合

(1) 長方形の折りたたむ方法

浮遊じんを捕集した汚紙は吸引部分に変色しているので、浮遊じんが落ちないように注意してこの変色部分をはさみで切り取る。浮遊じんの付着面を内側にして、一定寸法になるように折りたたみポリエチレンフィルムで包みシールして測定試料とする。

(2) 円形部分に打ち抜く方法

汚紙上の浮遊じんの付着面にマジックインクなどで線を引き（第 2.2 図参照）、円形部分を打ち抜く。打ち抜いた汚紙は(A)の場合と同様にプラスチック容器に詰めて測定試料とする。



第 2.2 図 測定用汚紙の打ち抜き例

注(3) 使用したはさみを別の試料の切断に使う場合には十分除染を行う。

注(4) 標準線源は長方形のものを用意する。

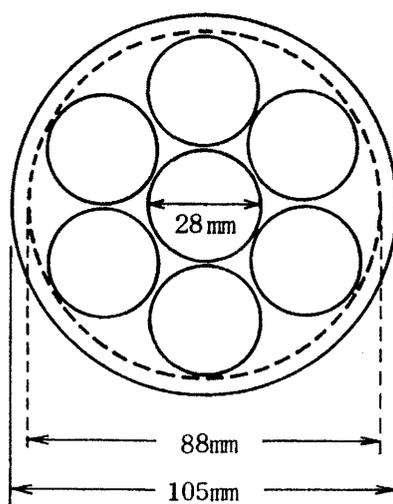
注(5) 木または鉛の台上で、コルクローラーあるいはステンレス鋼製放射能測定皿を用いて打ち抜くとよい。打ち抜いた汚紙を取りはずす時には、試料がこぼれ落ちないように注意する。このため、あらかじめプラスチック製薄膜で汚紙の表面をおおい、薄膜ごと打ち抜くと試料の飛散がなくて都合がよい。

線の引き方および打ち抜く円の径は、プラスチック容器の大きさと標準線源の大きさを考慮して決める。

(C) 円形大型濾紙の場合

濾紙の吸引部分が明瞭に区別できるようにサンプラーに濾紙をつけたまま鉛筆で枠を書いた後で、濾紙を外す。

吸引部分の濾紙から直径5 cm以下の円形のもの1枚または、第2.3図に示すように小円型のもの数枚を打ち抜き、プラスチック容器に重ねて入れるか、ポリエチレンフィルムで包みシールして測定試料とする。



第2.3図 円形濾紙の打ち抜きの例

注(6) 活性炭濾紙の場合は、打ち抜きが難しいので、円定規で円を書いたあと、はさみで切り抜けばよい。

第 3 章 降下物（雨水・ちり）

降下物（雨水・ちり）中に存在する放射性核種は、性状や化学形が不明のことが多い。大気圏内核爆発実験による放射性核種を例にあげれば、多くはミクロン程度の粒子に付着している。

通常、降下物中の放射能の γ 線スペクトロメトリーには試料の濃縮を必要とする。濃縮操作として、上述の理由で沈殿操作やイオン交換樹脂による濃縮などは行わずに、蒸発濃縮法を採用することとした。^{注(1)}

操 作

- (1) 採取した試料を磁製蒸発皿またはビーカーに移す。^{注(2)}
- (2) ガスパナーまたは電熱器を用い、突沸しないように注意しながら加熱濃縮する。液量が約半分になったら残っている試料を加えて、濃縮を続ける。^{注(3)}
- (3) 液量が少なくなったならば、これを小さい磁製蒸発皿などに移し替えさらに濃縮する。濃縮に使用した容器は少量の水あるいは試料の一部で洗浄して濃縮液に加える。懸濁物その他のものが付着している時には、ポリスマンなどで器壁をよくこすり、洗浄して加える。
- (4) 濃縮した液を測定容器に移し、(3)と同じ方法で濃縮に使用した容器を洗浄する。
- (5) 測定容器に移した後、さらに濃縮の必要があれば赤外線ランプを使用して加熱する。プラスチック製の容器は強熱すると変形するものがあるので、ランプを近づけ過ぎないように注意する。あるいは約60℃の熱風乾燥器中で濃縮してもよい。懸濁物や析出物などがある場合には沈降して水相と固相に分離して不均一になるので、水相がほとんどなくなるまで濃縮する。
- (6) 放冷後、測定容器の蓋を締めて密封し（必要ならば接着剤を使用する）測定試料とする。

注(1) 放射性ヨウ素など核種または化合形態によっては、蒸発中に揮散損失することがあるから注意する必要がある。

注(2) (3)で用いる容器を洗浄するため、少量の試料を残しておくともよい。

注(3) 容器内の液量が少なくなっている時に、急に冷たい試料を加えると容器が破損する恐れがあり、特に磁製蒸発皿を使用した時には十分注意する必要がある。

第 5 章 淡 水

河川水、飲料水などの淡水試料の調製法としては蒸発濃縮法、イオン交換法、沈殿分離法など^{注(1)}が行われているが、ここでは比較的容易で正確な方法として蒸発濃縮法を採用した。この方法は河口付近で海水が混入して塩類濃度が高くなっているような河川水では、多量を濃縮することができない。このような場合は海水に準じた操作を行う。

操 作

- (1) 試料(20l)^{注(2)}の一部を磁製蒸発皿またはビーカーに移す。
- (2) ガスバーナーまたは電熱器を用い、突沸しないように注意しながら加熱濃縮する。液量が約^{注(3)}半分になったら残っている試料を加えて、濃縮を続ける。
- (3) 液量が少なくなったならば、これを小さい磁製蒸発皿に移し替えてさらに濃縮する。濃縮に使用した容器は少量の水あるいは試料の一部で洗浄して濃縮液に加える。塩類が析出している時には、ポリスマンを用いて器壁をよくこすり、洗浄して加える。
- (4) 濃縮した液を測定容器に移す。(3)と同じ方法で濃縮に使用した容器を洗浄する。
- (5) 測定容器に移した後、さらに濃縮の必要があれば、赤外線ランプを使用して加熱する。プラスチック製の容器は強熱すると変形するものがあるのでランプを近づけ過ぎないように注意する。あるいは約60℃の熱風乾燥器中で濃縮してもよい。
塩類やケイ酸が多い場合は水相と固相が分離して不均一になるので、水相がほとんどなくなるまで濃縮する。
- (6) 放冷後測定容器の蓋を締めて密封し(必要なら接着剤を使用する)測定試料とする。

注(1) 放射性ヨウ素など核種または化合形態によっては、蒸発中に揮散損失することがあるから注意する必要がある。

注(2) (3)で用いる容器を洗浄するため少量の試料を残しておくともよい。

注(3) 容器内の液量が少なくなっている時に、急に冷たい試料を加えると容器が破損する恐れがあり、特に磁製蒸発皿を使用した時には十分注意する。

第 5 章 海 水

一般に行われている海水の測定試料の調製法には、沈殿分離法（例えばリンモリブデン酸塩、水酸化物、硫化物など）やヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸を含む錯体に吸着させる方法などもあるが、ここでは海水 20 l 程度を用いて、比較的操作が容易なリンモリブデン酸アンモニウム-二酸化マンガン^{注(1)}吸着捕集法を採用した。酸性にした試料にリンモリブデン酸アンモニウムを加え、かきまぜてセシウムを捕集し、その滲液を塩基性とした後、二酸化マンガン粉末を加え、かきまぜてマンガン、鉄、コバルト、亜鉛、ジルコニウム、ニオブ、ルテニウム、セリウムの放射性核種を捕集して、測定試料とする方法である。

試薬および器具

塩 酸

アンモニア水

リンモリブデン酸アンモニウム

二酸化マンガン粉末（50 μm 程度）

かきまぜ装置

分離型フィルター（測定容器と直径がほぼ同じもの）あるいはブフナー漏斗

アスピレーター

pHメーターあるいは pH試験紙

操 作

- (1) 採取時に 1 l につき濃塩酸 1 ml を加えて酸性にした試料を用いる。
- (2) ホウロウ引きまたはポリエチレン製などの容器あるいはビーカー数個に移す。試料の入っていた容器は塩酸（1 + 3）^{注(2)}で洗い、洗液は試料中に加える。

注(1) 本法で操作を行う際には、担体を加える必要はない。

注(2) 試料 1 l につき 20 ml 程度が適当である。

- (3) リンモリブデン酸アンモニウム粉末を試料1 lにつき^{注(3)}0.5 gの割合で加えて30分間かきませ、一夜放置する。
- (4) 上澄み液をサイフォンあるいはデカンテーションによって別の容器に移し、沈殿は濾紙(5種B)をのせた分離型フィルターまたはブフナー漏斗で濾過分離し、塩酸(1+100)で洗う。アスピレーターで吸引して沈殿中の水分をできるだけ除き、濾液、洗液は溶液に加える。
- (5) セシウムを分離した上澄み液にアンモニア水を加えてpHを8.0~8.5に調節する。^{注(4)}
- (6) 液量1 lにつき二酸化マンガン粉末を2 gの割合で加えて2時間かきませ、一夜放置する。^{注(5) 注(6)}
- (7) 上澄み液はサイフォンあるいはデカンテーションによって棄て、沈殿は濾紙(5種B)をのせた分離型フィルターまたはブフナー漏斗で濾過し、少量の水で洗う。アスピレーターで吸引

注(3) リンモリブデン酸アンモニウムの量は、海水1 lにつき0.2 g以上あればセシウムの捕集率はほとんど一定である。本法では捕集を確実にを行うことを考慮して0.5 g/lとした。リンモリブデン酸アンモニウムの量が多くなると自己吸収が増大するので、添加量は常に一定にする。

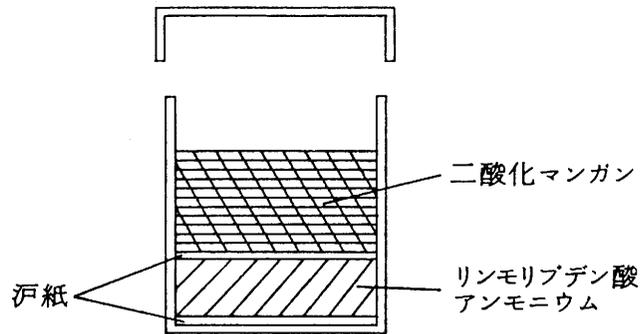
注(4) 二酸化マンガンを添加する際、溶液のpHは6.0~9.0でマンガン、鉄、コバルト、セリウムは95%以上捕集される。しかし亜鉛、ルテニウムはpHが9近くになると捕集率が低下する。このための溶液のpHは8.0~8.5としたが、亜鉛、ルテニウムを対象としない場合には、pH範囲を7~9程度までひろげても大きな差はない。なお、この操作は全過程を通じて、所定のpH範囲を維持する必要がある(注(5)参照)。

注(5) 市販の二酸化マンガ人には電解精製したものや化学用などがあるが、いずれを使用しても結果に大きな差はない。ただし化学用二酸化マンガ人には不純物が混入しているために、溶液に濁りを生じて沈殿の分離が困難な時がある。また製品によっては二酸化マンガンの添加後の溶液のpH変動(特に低下)が著しいものがある。このためできるだけ電解品を使用することが望ましい。化学用二酸化マンガンを使用した場合には、操作中、時々pHをチェックする必要がある。また、これらの二酸化マンガンは天然放射性核種を含んでいる場合があるので、あらかじめ空試験を行っておくことが望ましい。

注(6) 二酸化マンガンの添加量は、海水1 lにつき0.5 g以上ならば、亜鉛を除いて各核種の捕集率に大きな差はない。しかし亜鉛の捕集率は1 g程度でも十分でなく、捕集を向上するために2 g/lとした。

して沈殿中の水分をできるだけ除いた後、^{注(7)} 濾紙ごと(4)の測定容器中のリンモリブデン酸アンモニウムの上にのせる(第5.1図参照)。

(8) 測定容器の蓋を締めて密封し、測定試料とする。



第5.1図 海水測定試料のマウント法

注(7) 測定試料はリンモリブデン酸アンモニウムと二酸化マンガンを二層に積み重ねたままとした。この積み重ね試料は校正方法にやや難があるが、簡単である。二つの層を別の容器にとり、それぞれについて測定を行えば理想的である。

第 6 章 土 壤 ・ 海 底 土

土壌および海底土は、乾燥、粉砕、ふるい分けによって試料を調製する。

操 作

- (1) 採取した土壌または海底土は全量を合わせて、ステンレス鋼製あるいはほうろり引きバット^{注(1)}などにひろげる。^{注(2)}
- (2) 指またはステンレス鋼製さじで塊を砕くとともに、石礫、貝がら、植物根などを取り除き、105℃に調節した熱風乾燥器で乾燥し、放冷する。
- (3) 乾燥した土壌または海底土は乾燥中に塊になった部分を砕き、2mmのふるいを用いて(2)で除去できなかった2mm以上の石礫や植物根などを除去する。^{注(3)}
- (4) ふるい下の土壌または海底土は重さをはかり、清浄なシート上にひろげてよく混合するか、あるいはV字型混合機などを用いて十分に混合する。これを乾燥細土と呼ぶ。^{注(4)}
- (5) 次のいずれかの方法を単独または併用して縮分する。
 - (a) インクリメント縮分法

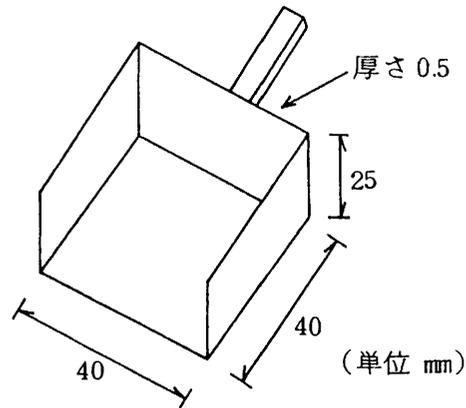
乾燥細土を清浄な板またはシートなどの上に正方形あるいは長方形、厚さ15～25mmにひろげ9等分する。各区分から1回ずつインクリメント用スコップ(約40ml、第6.1図に例を示す)を用いて採取し、必要量になるまでこの操作を繰り返す。各区分からの採取は試料層の底部まで差し込み表面からのみ採取してはならない。また採取は各区分から同量で回

注(1) 必要に応じて採取全量の重さをはかる。土壌では単位面積あたりの放射能に換算するとき必要となる。

注(2) 海底土と共に採取された海水は、大型のブフナー漏斗を用いて吸引濾過して除去する。

注(3) 堅くて砕きにくいときは乳鉢などを用いて砕く。海底土で乾燥するとレンガ状になるものは、完全に乾燥する前に時々砕いてやるとよい。

注(4) 2mm以下のものを土壌または海底土試料としているが、放射性核種の偏在により、同一試料をいくつか縮分して測定すると測定値にかなりのばらつきが見られることがある。必要なら乾燥細土をさらに乳鉢あるいは粉砕機などで微粉砕し、混合するとよい。



第 6.1 図 インクリメント用スコップ

数は同じでなければならない。

(b) 二分器による方法

JIS M8100-1973-6号、みぞ幅6mmの二分器を用いて必要量まで縮分する。

(c) 縮分機による方法

例えばカスケード型、スクリー付漏斗型縮分機などを用いて、必要量まで縮分する。

- (6) 縮分した試料は清浄なビニールシートにのせており返しを繰り返す、あるいは混合機を用いて十分に混合した後、あらかじめ風袋をはかった測定容器に充填密閉して重量をはかり測定試料とする。

解 説

放射性核種が偏在することがあるので、比較的多量の試料から均質で計測に必要なとする量を縮分するには十分な注意が必要である。これに対する対策の一つの方法であるインクリメント縮分法について記述する（必要ならばJIS M8100-1973 粉塊混合物のサンプリング方法通則を参照されたい）。

インクリメント縮分法は縮分比（縮分前の重量を縮分後の重量で割った値）が大きいにもかかわらず精度が良い。粉碎した試料を、ひろげた時の厚さ15～25mm、量が多い場合には20区分以上、少ない場合には10区分以上に分け、多区分から1インクリメント約40mlを採取する。縮分精度をよくしたい場合には区分数を多くするが、ここでは試料量も比較的小量なので9区分

とした。1区分からの採取量を約40 mlとしたが、縮分後の試料量は約0.6 kg程度が精度上必要で十分な量と考えられる。粒径が1 mmの場合は厚さ10～15 mm、1インクリメント量は約15 ml必要である。

インクリメント縮分はすべて手動によるため操作が粗雑になり勝ちであるが機械的に行えるものが市販されており、試料の種類、粒度、縮分すべき試料量などにより適当なものが入手できる。

第 7 章 植 物

植物としては、野菜、米などの農作物と、松葉、ヨモギなどの指標植物および牧草を対象にした。

測定試料の形態としては、目的核種、試料の保存性、処理の迅速性、測定効率、他の核種分析への再利用などを考慮して生試料、乾燥試料、灰試料のいずれかを必要に応じて選択しなければならないので、それぞれの前処理法を示した。生試料調製法は、迅速簡易に行えるので、特に放射性ヨウ素を対象とする場合を考慮したものである。おもな植物のおよその乾物および灰の百分率を参考に示す。

参考：おもな植物のおよその乾物および灰の生試料に対する百分率

種 類	乾 物	灰
ほ り れ ん 草	1 0	1.6
大 根	7	0.6
玄 米	8 5	1.3
精 白 米	8 5	0.6
松 葉	4 5	1.4
ヨ モ ギ	2 0	2.2

操 作

1. 水洗、生重量の測定

葉菜、根菜、果実などは食用に供さない部分を取り除き、生重量をはかった後、土砂を取り

注(1) 葉菜は水洗したとき水分が10～20%付着して、生重量をはかるとき障害になるので、甚しく土砂の付着がない限り、水洗前に食用に供さない根や土砂の付着の多い下葉、枯葉などを取り除いておく。土砂の付着の多い葉菜や根菜は水洗後ざるに入れて水を切り、さらに新聞紙、大型汙紙、タオルなどで巻いて付着した水を除いてから重量をはかる。

除く程度の水洗をする。穀物、指標植物、牧草は水洗しない。

2. 生試料調製法

1の操作の後、次の操作を行う。

- (1) 試料にn-オクチルアルコール数滴を加えホモジナイザーで十分かき混ぜて、できるだけ均質な液状とする。^{注(2)}数日間の保存を要する場合には、さらにホルマリン(ホルムアルデヒド37%溶液)2mlを加える。
- (2) 風袋のわかっている測定容器に上記の液を入れ、蓋を締めて密封し重量をはかった後、測定試料とする。

3. 乾燥試料調製法

1の操作の後、次の操作を行う。

(1) 風 乾

多汁質の試料は一時に高温の乾燥器に入れると煮返された状態になるので、あらかじめ1～2日風乾する。葉菜はひもにつるすか、葉が重ならないように広げて風乾する。根菜、果実は2～5mm程度の輪切りにして風乾する。

(2) 乾 燥

全量をほうろく引きバットなどに入れて、105℃に調節した熱風乾燥器中に手で容易に碎けるようになるまで乾燥する。

(3) 粉 砕

吸湿すると粉碎が困難になるので、乾燥後冷え切らないうちに手早く大型乳鉢の中で粗く砕き、さらにワイヤー粉碎器などを用いてできるだけ微粉碎した後、乳鉢中で十分混合して乾物重量をはかる。

(4) 充 填

風袋のわかっている測定容器に圧縮しながらきっちり充填し、密封して重量をはかった後、測定試料とする。

注(2) 通常の実家用ミキサーで容易にホモジナイズできるが、かき混ぜにより泡を生ずることがあるので、消泡剤としてn-オクチルアルコールを加える。

4. 灰試料調製法

3. (1)、(2)の操作を行った後、次の操作を行う。

(1) 炭化

乾燥した試料を磁製皿に入れて、^{注(3)}電熱器またはガスバーナーで温度を上げ過ぎ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。

(2) 灰化

炭化物は電気炉に移し500℃を越えない温度で灰化する。灰化は充分でなくても磨砕混合ができる程度でよい。

(3) 混合・充填

得られた灰試料は乳鉢で充分磨砕混合して、^{注(4)}重量をはかる。風袋のわかっている測定容器に圧縮しながら充填し、密閉して重量をはかり、測定試料とする。

また、真ちゅうやステンレス鋼で作った型を使い、油圧機などで加圧成型すれば試料の体積を小さくし、検出効率を高めることができる（この方法は灰試料の場合特に有効である）。

注(3) 磁製皿は電気炉の大きさに制限されるが、試料が炭化時に膨張する場合があるのでできるだけ大きなものを用いる。また炭化するのに磁製皿でなく、ステンレス鋼製（良質のものを用いる）あるいはテフロン引きのフライパンを用いて炭化し、その後磁製皿に移して灰化してもよい。この場合にはフライパンなどの一部がはく離して試料に混入しないよう十分に注意する。

注(4) 砂などを含む恐れのある試料については、灰を0.5 mm以下のふるいを通して異物を取り除く。

第 8 章 牛 乳

通常対象となる核種は、ヨウ素、セシウムなどの放射性核種である。測定試料の形態としては、目的核種、試料の保存性、処理の迅速性、測定効率などを考慮して、生試料あるいは灰試料のいずれかを選択できるようにした。生試料の直接測定は簡便であり、特に放射性ヨウ素を対象核種とする場合に最適であるが、反面、計数効率がやや低く、また保存中や計測中に二層に分離し、不均一になりやすいことに注意する必要がある。

参 考

- (1) 牛乳の灰分はおよそ0.7%である。
- (2) ゲルマニウム半導体検出器による牛乳中の ^{131}I の分析レベルは、供試量が2lの生試料のときおよそ5 pCi/lであり、 ^{137}Cs の分析レベルは、供試量2lの灰試料のとき2 pCi/l程度である。

操 作

1. 生試料調製法

- (1) 原乳は腐敗による乳精の分離を防ぐために、試料1lにつきホルマリン（ホルムアルデヒド37%溶液）10 mlを加えておく。市販乳（加工乳）の場合でも長時間放置するか、長時間の計測を行うときには、同様の処理を行った方がよい。
- (2) 試料を測定容器に移し、こぼれないように密封して測定試料とする。

2. 灰試料調製法

- (1) 試料を大型磁製皿に移す。採取後直ちに処理を行わない時は、1.(1)に準じて試料1lにつきホルマリン10 mlを添加しておく方がよい。
注(1)
- (2) 弱火にしたガスバーナーあるいは電熱器を用い、吹きこぼれないように注意しながら加熱

注(1) ホルマリンを加えると、牛乳の腐敗を防止できるほかに、炭化のとき牛乳の表面に強い皮膜ができて飛び散りにくくなる。

注(2)
濃縮する。

- (3) 試料が少なくなったならば、温度が上りすぎないように注意し、絶えずガラス棒でかき混ぜながらさらに加熱して炭化する。
- (4) 炭化物を電気炉に移し、500℃を越えない温度で灰化する。
- (5) 灰の重量をはかり、測定容器に圧縮しながら充填し、密封して測定試料とする。

また、真ちゅうやステンレス鋼で作った型を使い、油圧機などで加圧成型すれば試料の体積を小さくし、検出効率を高めることができる(この方法は灰試料の場合に特に有効である)。

注(2) 熱風乾燥器で加熱、濃縮を行うと、所要時間は長くなるが、吹きこぼれを防ぐことができる。

第 9 章 海 産 生 物

海産生物としては、食品の他に通常は食用に供さないが、指標生物として使用される生物も対象とした。

試料の放射能を効率よく計測するために、乾燥、灰化はどの前処理により試料容積を小さくすることが必要であるが、試料の性質によって操作の難易に違いがある。このために海藻類と魚貝類に区別して記載した。

海藻類は乾燥物の粉砕、混合が容易であり、必要な検出下限を得ることが容易であるので乾燥試料としたが、魚貝類に準じて灰試料として測定しても良い。海産生物のおよその乾物および灰の生試料に対する百分率を参考に示す。

参考：海産生物のおよその乾物および灰の生試料に対する百分率

種 類		乾 物	灰
海 藻 類		20 ~ 30	3 ~ 5
魚 類	可 食 部	20 ~ 25	1.2 ~ 1.5
	全 体	20 ~ 30	3 ~ 5
貝 類		20 ~ 25	1.5 ~ 2.5

操 作

1. 海 藻 類

(1) 水 洗

食用の海藻は淡水で手早く洗い砂、貝殻など異物を除去し、ざるに入れて水を切り、さらに新聞紙、大型汚紙、タオルなどで巻いて表面についている水分を取り除き、生重量を測定する。指標生物として使用する場合には目的によって水洗しないで供試する。

(2) 乾 燥

注(1)
全量をほうろり引きバットなどに入れて、105℃に調節した熱風乾燥器を用い、手で容易に砕けるようになるまで乾燥する。

(3) 粉 砕

吸湿すると粉碎が困難になるので、乾燥後冷え切らないうちに手早く大型乳鉢で粗く砕きさらに Wiley 粉砕機などを用いてできるだけ微粉碎した後、十分に混合し、乾燥重量をはかる。

(4) 充 填

風袋のわかっている測定容器に圧縮しながらきっちり充填し、密閉して重量をはかったのち測定試料とする。

2. 魚 貝 類

(1) 水 洗

注(2)
通常食用に供さない部分を取り除き、必要があれば部位に分け、あらかじめ風袋のわかっている磁製皿に入れて生重量をはかる。
注(3)

注(1) 乾燥器に入れる前にビニールシートなどの上に重ならないように広げ、天日で1日乾燥した方がよい。なおビニールシートに固着した場合は、室内に放置すれば吸湿して容易にはがすことができる。

注(2) 魚類は原則として可食部を供試し、丸ごと食用とする小魚などは全魚体を試料とする。

貝類は殻を取り除き、むき身にして水洗しないで磁製皿に入れ、水分がにじみ出してもそのまま生重量としてはかる。砂を多く含む二枚貝はあらかじめ砂をはかせておく。

甲殻類は殻を取り除き、むき身にして水洗しないで供試する。殻ごと食用とする小エビは水洗後よく水を切り供試する。ナマコは海水中で泥をはかせたのち、供試する。

注(3) 磁製皿は電気炉の大きさに制限されるが、試料が炭化時に膨張する場合があるのでできるだけ大きなものを用いる。また炭化するのに磁製皿でなく、ステンレス鋼製(良質のものを用いる)あるいはテフロン引きのフライパンなどを用いて炭化し、その後磁製皿に移して灰化してもよい。この場合には、フライパンなどの一部がはく離して試料に混入しないよう十分に注意する。

(2) 乾燥・炭化

熱風乾燥器中で乾燥した後、電熱器またはガスバーナーで温度を上げすぎないように注意して可燃性ガスがほとんど出なくなるまで炭化する。

(3) 灰化

炭化物は電気炉に移し500℃を越えない温度で灰化する。灰化は充分でなくても磨砕混合ができる程度で充分である。

(4) 混合・充填

灰試料は重量をはかった後、乳鉢で磨砕混合し、測定容器に圧縮しながら充填し、密閉して重さをはかった後、測定試料とする。

また、真ちゅうやステンレス鋼で作った型を使い、油圧機などで加圧成型すれば試料の体積を小さくし、検出効率を高めることができる(この方法は灰試料の場合特に有効である)。

注(4) 砂、貝殻などの異物を含む恐れのある試料については、灰を0.5 mm以下のふるいを通して異物を取り除く。

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 14 年 7 月(2 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 14 年 7 月(2 訂)
15. 緊急時における放射性ヨウ素測定法 平成 14 年 7 月(1 訂)
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
27. 蛍光ガラス線量計を用いた環境 γ 線量測定法 平成 14 年 7 月
28. 環境試料中プルトニウム迅速分析法 平成 14 年 7 月

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 制定
昭和 57 年 12 月 1 日 第 1 刷 発行
平成 15 年 8 月 29 日 第 5 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