

放射性ストロンチウム分析法

平成 15 年改訂

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

「放射性ストロンチウム分析法」の改訂にあたって

放射性降下物及び原子力施設周辺の環境放射線モニタリングにおける放射能・放射線の分析・測定は、データ評価の観点から、斉一化された方法により実施されることが望ましい。放射能測定法シリーズ（以下、マニュアルと記す）は、関係各機関からの要請を受け、旧科学技術庁が昭和32年に「放射能測定法（現：全ベータ放射能測定法）」を制定して以来、環境放射線モニタリングのマニュアルとして自治体等で用いられている。

本マニュアルについては、「放射能測定法マニュアル等専門家会合」において当該分野の専門家による審議を経て、今般策定したものである。

今後も、専門家会合をとおして逐次マニュアルの見直しを行い、時代のニーズに応える最新の内容を保持すべく努力する所存であり、マニュアルが関係各機関において信頼できるデータを提供するために役立てられ、環境放射能分析技術の維持・向上に貢献されることを期待する。

平成15年7月

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

目 次

第1章 序 論	1
第2章 試薬の調製	3
2.1 標準溶液	3
2.2 担体溶液	3
2.3 酸 類	4
2.4 アルカリ類	5
2.5 塩 類	5
2.6 その他の試薬類	6
第3章 降下物	7
3.1 イオン交換法	7
3.2 発煙硝酸法	12
3.3 シュウ酸塩法	16
第4章 大気浮遊じん	21
4.1 イオン交換法	21
4.2 発煙硝酸法	24
4.3 シュウ酸塩法	26
第5章 陸 水	28
5.1 イオン交換法	28
5.2 発煙硝酸法	33
5.3 シュウ酸塩法	35
第6章 海 水	37
6.1 イオン交換法	37
6.2 発煙硝酸法	42
6.3 シュウ酸塩法	45
第7章 土壌・海底土	49
7.1 イオン交換法	49
7.2 発煙硝酸法	55
7.3 シュウ酸塩法	57

第 8 章 灰試料	61
8.1 イオン交換法	61
8.2 発煙硝酸法	69
8.3 シュウ酸塩法	71
8.4 溶媒抽出法	74
第 9 章 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の測定	77
9.1 試薬・器具・装置	77
9.2 放射能測定の手順	77
9.3 放射能測定試料のマウント法	78
9.4 ストロンチウム 90 の定量法	81
9.5 ストロンチウム 89 の定量法	83
解 説	
解説 A イオン交換法の検討ーカルシウムが 5g まで含まれる試料に適用できる方法ー	89
解説 B イオン交換法におけるカルシウム分離除去の簡易チェック法	92
解説 C 海水試料の予備濃縮	93
付 録	
付録 1 ストロンチウム 90 等の核データと壊変図	97
付録 2 クロスチェック分析結果等	98
付録 3 環境試料中のストロンチウム 90 濃度	102
付録 4 分析流れ図	103
付録 5 参考文献	159

第 1 章 序 論

我が国の環境放射能調査は、大気圏内核実験による放射性降下物を主体として始められたが、近年では原子力発電所など原子力施設からの影響を把握する目的としても行われている。

本マニュアルは、核分裂収率の高い放射性ストロンチウムのうち、環境影響評価上重要であるストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量法について定めたものである。

今回の改訂においては、発煙硝酸が取扱い上注意を要する試薬であり、また水質汚濁防止法（環境省）において硝酸化合物等の排水基準が設定されたことなどを考慮し、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。

改訂に際し、種々の検討を行った。それらのうち主要な項目を以下に記す。

- (1) 3 訂に記載されたイオン交換法について、分析試料中のカルシウムが 1g までの試料に適用可能であったが、カルシウム 5g までの試料に適用範囲を拡大した。
- (2) 3 訂に記載されたイオン交換法は海水 2L に適用可能であったが、前処理濃縮を行い、海水 40L まで可能とした。
- (3) 発煙硝酸法について、海水試料の炭酸塩沈殿生成時の pH を 9.7 とし、沈殿容量を少なくして後の操作性を高めた。
- (4) イオン交換法及び発煙硝酸法について、土壌試料のストロンチウム回収率を高めるために、シュウ酸塩沈殿操作を繰り返す方法を取り入れた。
- (5) 安定ストロンチウム及びカルシウムの定量法として、誘導結合プラズマ発光分光分析法（以下、ICP 発光分光分析法という）を追加した。
- (6) 今回の改訂に際して行った検討実験結果、分析流れ図、参考文献リストを解説あるいは付録として記載した。
- (7) 分析結果を評価する上で参考となるように、環境試料中のストロンチウム 90 濃度を付録に示した。

なお、それぞれの分析法の特徴を以下に示す。

- ①イオン交換法、発煙硝酸法：カルシウム等の分析測定における妨害元素を分離除去する。ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の両方を定量できる。
- ②シュウ酸塩法：カルシウムを分離除去しない方法である。ストロンチウム 90 は定量できるが、ストロンチウム 89 は定量できない。
- ③溶媒抽出法：牛乳を対象としている。シュウ酸塩法と同様にストロンチウム 89 を定量できない。

分析供試量及びストロンチウム 90 の分析目標レベルを下表に示す。

試料名	分析供試量	分析目標レベル	単位
降下物	0.5m ²	0.04	MBq/km ²
大気浮遊じん	10000m ³	0.002	mBq/m ³
陸水	100L	0.2	mBq/L
海水	40L	0.6	mBq/L
土壌・海底土	100g 乾土	0.2	Bq/kg 乾土
灰試料	1kg 生相当	0.02	Bq/kg 生

注) 分析目標レベルは、次の条件で計算した。計数効率 27%、バックグラウンド 0.3cpm、60 分測定、ストロンチウム回収率 90%。

第 2 章 試薬の調製

本マニュアルに記載された方法に従って分析を行う場合に必要な試薬とその調製方法を示す。

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。試薬は日本工業標準規格(JIS) 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。

2.1 標準溶液

2.1.1 放射能標準溶液*1

ストロンチウム 90 標準溶液：正確な放射能濃度のわかっているもの。

ストロンチウム 89 標準溶液：正確な放射能濃度のわかっているもの。

2.1.2 ICP 発光分光分析及び原子吸光分析用標準溶液

ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L)

カルシウム標準溶液(1000mgCa/L)

イットリウム標準溶液(1000mgY/L)

使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。

2.1.3 滴定用標準溶液

塩化物イオン標準溶液(10mgCl/ml)：塩化ナトリウム(標準試薬 NaCl) を 500～650℃で 40～50 分間乾燥し、デシケーター中で放冷後、正確に 16.485g を取り 1 L メスフラスコに移し、水を標線まで加える。

0.5mol/L硝酸銀標準溶液：硝酸銀(AgNO₃) 85.0gを水 1000mlに溶解し、かつ色瓶に入れて暗所に保存する。

シュウ酸ナトリウム(固体)：シュウ酸ナトリウム(標準試薬Na₂C₂O₄) を 100℃で 45～60 分間乾燥し、デシケーター中で放冷後使用する。

0.02mol/L過マンガン酸カリウム標準溶液：過マンガン酸カリウム(KMnO₄) 6.32gを 3L ビーカーに取り、水 2000mlを加え、時計皿でおおい、1～2 時間静かに煮沸する。一夜暗所で放冷した後の上澄み液をガラスフィルター(151G4) で吸引ろ過し、かつ色瓶に入れて保存する。

2.2 担体溶液

ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml)：硝酸ストロンチウム(Sr(NO₃)₂) を 300℃で 2～3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、正確に 24.15g を取り 1Lメスフラスコ

*1日本アイソトープ協会 (<http://www.jrias.or.jp/>, 〒113-8941 東京都文京区本駒込 2-28-45) から頒布されている。

に移し、水を標線まで加える。

ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml)：硝酸ストロンチウム($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) を 300°Cで 2～3時間乾燥し、デシケーター中で放冷後、正確に 241.5gを取り 1Lメスフラスコに移し、水を標線まで加える。

塩化鉄(Ⅲ)-イットリウム混合担体溶液((1mgFe+10 μ gY)/ml)：電解鉄を正確に 1.000g取り、王水に溶解し、放冷後、1Lメスフラスコに移す。イットリウム担体溶液(10mgY/ml) を正確に 1ml 加え、水を標線まで加える。

塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml)：塩化鉄(Ⅲ)六水和物($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 6.0gを塩酸(1+1) 5ml及び水に溶解して 250mlとする。

イットリウム担体溶液(1mgY/ml)：酸化イットリウム(Y_2O_3) を正確に 1.270g取り、硝酸(1+1) 50mlに注意しながら加熱して溶解し、放冷後 1Lメスフラスコに移し、水を標線まで加える。

イットリウム担体溶液(10mgY/ml)：酸化イットリウム(Y_2O_3) を正確に 1.270g取り、硝酸(1+1) 50mlに注意しながら加熱して溶解し、放冷後 100mlメスフラスコに移し、水を標線まで加える。

カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)：炭酸カルシウム(CaCO_3) 125gを 1Lビーカーに取り、水 500mlを加え、塩酸を少しずつ加えて完全に溶解し、水を加えて 1Lとする。

バリウム担体溶液(10mgBa/ml)：水酸化バリウム八水和物($\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) *5.7gを 300mlビーカーに取り、水 200ml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、水を加えて 250mlとする。

ランタン担体溶液(10mgLa/ml)：酸化ランタン(La_2O_3) を正確に 11.728g取り、塩酸(1+1) 10mlに溶解し、1Lメスフラスコに移し、水を標線まで加える。

2.3 酸類

塩酸

塩酸(2+1)：水 1 容に塩酸 2 容を加えて混合する。

塩酸(1+1)：水 1 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

塩酸(1+2)：水 2 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

塩酸(1+3)：水 3 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

塩酸(1+5)：水 5 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

塩酸(1+11)：水 11 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

塩酸(1+23)：水 23 容に塩酸 1 容を加えて混合する。

硝酸

硝酸(1+1)：水 1 容に硝酸 1 容を加えて混合する。

発煙硝酸(比重 1.52)

*2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認する必要がある。

発煙硝酸(比重 1.45)：水 1 容に発煙硝酸(比重 1.52) 3 容を流水中で冷却しながら少しずつ加える。^{*3}流水中で十分冷却後、水を少しずつ加え、比重計を用いて比重 1.45 とする。

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。

硫酸(1+3)：水 3 容に硫酸 1 容を十分冷却し混合しながら少しずつ加える。^{*3}

シュウ酸：シュウ酸二水和物($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) の固体結晶

酢酸(7+13)：水 13 容に酢酸 7 容を加えて混合する。

2.4 アルカリ類

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 容を加えて混合する。

アンモニア水(1+100)：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)：水 500 容にアンモニア水 1 容を加えて混合する。

水酸化ナトリウム：固体 NaOH

水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)：水酸化ナトリウム(NaOH) 240g を水に溶解して 1L とする。

2.5 塩類

塩化アンモニウム：固体 NH_4Cl

酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)：酢酸アンモニウム($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 46g を水に溶解して 100ml とする。

酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%)：酢酸アンモニウム($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 154g を水に溶解して 1L とする。

酢酸アンモニウム溶液(0.6W/V%)：酢酸アンモニウム($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) 6g を水に溶解して 1L とする。

炭酸アンモニウム：固体

炭酸アンモニウム溶液(飽和)：炭酸アンモニウム 200g と水 250ml をガラス瓶に入れ、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。使用後水を補充して振り混ぜておけば、瓶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。

炭酸アンモニウム溶液(1W/V%)：炭酸アンモニウム 1g を水に溶解して 100ml とする。

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($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 30g と水 250ml をガラス瓶に入れ、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。使用後水を補充して振り混ぜておけば、瓶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。

^{*3}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。

シュウ酸アンモニウム溶液(0.2W/V%)：シュウ酸アンモニウム一水和物 ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 2gを水に溶解して1Lとする。

炭酸ナトリウム：固体 Na_2CO_3

炭酸ナトリウム溶液(飽和)：炭酸ナトリウム(Na_2CO_3) 110gと水 250mlをガラス瓶に入れ、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。使用後水を補充して振り混ぜておけば、瓶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。

クロム酸カリウム溶液(30W/V%)：クロム酸カリウム(K_2CrO_4) 30gを水に溶解して100mlとする。

硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)：硝酸ランタン六水和物($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 2.66gを水に溶解して1Lとする。

2.6 その他の試薬類

過酸化水素水

メタノール

エタノール

トルエン

HDEHP-トルエン溶液(容積比 2:1)：HDEHP(Bis(2-ethylhexyl) Hydrogenphosphate) 2容にトルエン1容を加えて混合する。

コロジオン-エタノール溶液(容積比 1:20)：コロジオン1容にエタノール20容を加えて混合する。

フルオレセインナトリウム溶液(0.8W/V%)：フルオレセインナトリウム(ウラニン) 0.8gを水に溶解して100mlとする。

デキストリン溶液(8W/V%)：デキストリン8gを水に溶解して100mlとする。

pH試験紙：pH1~11(ユニバーサル・タイプ)

BCG溶液：市販のブロム・クレゾール・グリーン溶液

フェノールフタレイン溶液：フェノールフタレイン 0.5g をエタノール 250ml に溶解し、水を加えて500mlとする。

第 3 章 降下物

降下物中の放射性ストロンチウムは、1 ヶ月分の試料を蒸発法などにより濃縮後、イオン交換法、発煙硝酸法またはシュウ酸塩法により定量する。

3.1 イオン交換法

3.1.1 試薬・器具・装置

試薬

担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)
酸 類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+11)、(1+23) 硝酸 王水 シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩 類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
そ の 他	メタノール エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200 メッシュ) Dowex 50W-X8(50~100 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器

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) 樹脂は強酸性陽イオン交換樹脂Dowex 50W-X8(または、これ以外の強酸性陽イオン交換樹脂、例えばAmberlite CG120) 100~200 メッシュを用いる。樹脂をビーカー

に取り、水を加えて膨潤させ、よくかき混ぜた後静置する。傾斜法により、細かい樹脂、可溶性不純物等を除く。上澄み液が透明になるまで、この操作を繰り返す。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。上澄み液を除き、樹脂を水で洗浄する。^{*1}次に水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)、水^{*1}、塩酸(1+1)、水^{*1}の順で同様に操作し、樹脂を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直径3cmのクロマト管に長さ 26 ± 0.2 cmになるように詰めて樹脂カラムを作り、これに試料溶液を通す。なお、分離操作が終わった樹脂カラムに、水100ml、塩酸(1+1)1500ml、水1000mlを順に通すと、樹脂は再生され、繰り返し使用できる。

3.1.3 分析操作^{*2}

試料は蒸発法(γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる)またはイオン交換樹脂吸着法(放射性ストロンチウム分析のみを行う場合に用いる)により前処理した後、化学分離操作を行う。

蒸発法

- (a) 1ヵ月間の降下物の全量にストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml)を正確に5ml加え、^{*3}よくかき混ぜる。5Lビーカーまたは蒸発皿(磁製、直径約30cm)を用いて水分を蒸発乾固する。
- (b) 塩酸(1+3)を用いて乾固物を1Lビーカーに完全に移し、王水100mlを加え時計皿でおおい、ホットプレート上で注意しながら試料を加熱分解する。試料中に有機物が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。
- (c) 乾固物に塩酸(1+1)200mlを加え、2~3時間加熱した後放冷する。ブフナー漏斗とろ紙(No.5C)を用いて吸引ろ過し、水で洗浄する。ろ液と洗液を1Lビーカーに移し、カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)5mlを加え、さらに水を加えて約700mlとし、分析試料とする。

イオン交換樹脂吸着法

- (a) 1ヵ月間の降下物の全量にストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml)を正確に5ml加

^{*1}上澄み液がpH7になるまで、水洗を繰り返す。

^{*2}本法の溶離条件はDowex 50W-X8を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8以外の樹脂(例えばAmberlite CG120)またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので(解説A参照)、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。また、本法はカルシウム5gまでの試料に適用可能であるが、試料中に含まれるカルシウム量に応じたカラムサイズに変更してもよい。ただし、必ず溶離条件を確認すること。

^{*3}セシウム137を同時に分析する場合はセシウムの担体も加える。

- え、*³よくかき混ぜた後ブフナー漏斗と大型ろ紙(No. 2) を用いて吸引ろ過する。
- (b) 操作(a) のろ液をあらかじめ調製したNa型強酸性陽イオン交換樹脂カラム(Dowex 50W-X8, 50~100 メッシュ, 直径5~6cm, 樹脂容量500ml) *⁴に流速約80ml/分を通し、陽イオンを吸着させる。流出液は捨てる。
- (c) 塩酸(1+3) 2Lを流速約20ml/分を通し、ストロンチウムなどを溶出する。溶出液は3L ビーカーに受ける。
- (d) 操作(a) のろ紙を500℃で約5時間灰化する。灰を200ml ビーカーに移し、王水20mlを加え時計皿でおおい、ホットプレート上で蒸発乾固する。
- (e) 乾固物に塩酸(1+1) 40mlを加え、約30分間ホットプレート上で加熱する。ろ紙(No. 5B)を用いてろ過し、塩酸(1+11)と温水で残留物を十分洗浄する。ろ液と洗液を操作(c)の溶出液に合わせ、カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5mlを加えて、分析試料とする。

以下に、蒸発法またはイオン交換樹脂吸着法で得られた分析試料の化学分離操作を示す。

- (1) かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えてpH10以上とする。*⁵炭酸ナトリウム20gを加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿でおおい加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。*⁶
- (2) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。*⁷
- (3) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、1Lビーカーに移し、水を加えて約700mlとする。加熱した後、シュウ酸10gを加え、アンモニア水でpH4.0~4.2(BCG溶液、黄色→青緑色)に調整する。*⁸再度加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。*⁹
- (4) 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)を用いて沈殿を吸引ろ別し、シュウ酸アンモニウム溶液(0.2W/V%) 50mlを3回に分けて洗浄する。ろ紙ごと沈殿を蒸発皿(磁製、直径約10cm)に移し、乾燥した後600℃で3時間加熱

*⁴樹脂のコンディショニング等は3.1.2にならうが、Na型とするために最後に水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)、水の順で処理する。また、ストロンチウム溶出後、同じ順序で処理するとNa型に再生され繰り返し使用できる。

*⁵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。

*⁶上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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。

*⁷上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

*⁸pHが高いと鉄が水酸化物として沈殿するので、注意する。

*⁹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色の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。

する。

- (5) 試料を塩酸(1+3)に溶解し1Lビーカーに移す。ホットプレート上で蒸発乾固した後、塩酸(1+23) 200mlを加えて乾固物を溶解する。ろ紙(No. 5C)を用いてろ過し、塩酸(1+23)で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、さらに塩酸(1+23)を加えて約500mlとする。
- (6) 試料溶液をイオン交換樹脂カラムに流速4~6ml/分を通し、次に水30mlを通す。流出液は捨てる。
- (7) 溶離液A[酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) -メタノール(容積比1:1)] 1100mlを流速4~6ml/分を通し、*¹⁰流出液は捨てる。
- (8) 溶離液B[酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%)] 600mlを流速4~6ml/分を通し、ストロンチウムを溶出する。
- (9) 溶出液を加熱し、蒸発乾固する。水10ml及び硝酸10mlを加えて乾固物を溶解した後、再度蒸発乾固する。水20mlを用い、乾固物を溶解して100mlビーカーに移す。
- (10) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) 1ml、塩化アンモニウム1g及びフェノールフタレイン溶液0.5mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。溶液の色が赤色を呈するまで、アンモニア水*¹¹を少しずつ加え、水酸化鉄(Ⅲ)を沈殿させる。さらにアンモニア水*¹¹1mlを加え、沈殿を加熱熟成する。
- (11) 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。ろ液と洗液を100mlビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (12) 炭酸アンモニウム溶液(飽和)5mlを加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。
- (13) 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し、アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。110℃で1時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後沈殿の質量をはかり、計算の項に示した方法に従ってストロンチウムの回収率を求める。沈殿を2週間以上放置する。

ストロンチウム89も同時に定量する場合には、分離型フィルター(図9.1参照)と既知質量のろ紙(No. 5C)を用いて沈殿を吸引ろ別し、アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。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した後沈殿の質量をはかり、計算の項に示した方法に従ってストロンチウムの回収率を求める。ろ紙ごと沈殿をろ紙ばさみ(図9.3参照)で固定し、2週間以上放置する。

*¹⁰カルシウム、ビスマス、鉛等が流出する。

*¹¹二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。

3.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*12}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*13}

3.1.5 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = (W_2/W_1) \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量(mg) ^{*14}

- (2) 1km²当たりの降下物中のストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (10^6/b) \times (1/10^6)$$

a : 1km²当たりのストロンチウム 90 (MBq/km²)

b : 受水面積(m²)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (3) 1km²当たりの降下物中のストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (10^6/b) \times (1/10^6)$$

a : 1km²当たりのストロンチウム 89 (MBq/km²)

b : 受水面積(m²)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

^{*12}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*13}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*14}ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594。

3.2 発煙硝酸法

3.2.1 試薬・器具・装置

試薬

担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+11) 硝酸 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) 王水 シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(50~100 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、クロマト管、共栓付き三角フラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器

3.2.2 分析操作

試料は蒸発法(γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる)またはイオン交換樹脂吸着法(放射性ストロンチウム分析のみを行う場合に用いる)により前処理した後、化学分離操作を行う。

蒸発法

3.1.3の蒸発法(a)～(c)に同じ。

イオン交換樹脂吸着法

3.1.3のイオン交換樹脂吸着法(a)～(e)に同じ。

以下に、蒸発法またはイオン交換樹脂吸着法で得られた分析試料の化学分離操作を示す。

- (1) かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えてpH10以上とする。^{*1}炭酸ナトリウム 20gを加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿でおおい加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*2}
- (2) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。^{*3}
- (3) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、1Lビーカーに移し、水を加えて約700mlとする。加熱した後、シュウ酸10gを加え、アンモニア水でpH4.0～4.2(BCG溶液、黄色→青緑色)に調整する。^{*4}再度加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*5}
- (4) 傾斜法により、上澄み液をできるだけ除く。上澄み液は捨てる。
- (5) 沈殿を含む溶液に、約3倍容の発煙硝酸(比重1.52)を流水で冷却しながら少しずつ加え、さらに2、3分間かき混ぜた後、時計皿でおおい水槽中に一夜静置し沈殿を沈降させる。
- (6) 傾斜法により上澄み液を除き、残りをガラスフィルター(1G4)を用いて吸引ろ過する。上澄み液とろ液は捨てる。
- (7) 硝酸ストロンチウムの沈殿を少量の発煙硝酸(比重1.45)で洗浄し、洗液は捨てる。共栓付き100ml三角フラスコを置いたろ過鐘にガラスフィルターを移した後、ビーカー内壁を水20ml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。さらに沈殿を水20mlに溶解し、吸引ろ過する。ガラスフィルターを水20mlで洗浄し、同じく吸引ろ過する。ろ液と洗液をホットプレート上で静かに蒸発乾固し放冷する。
- (8) 水10mlを正確に加えて乾固物を溶解し、次に、氷冷しながら発煙硝酸(比重1.52)26mlを少しずつ加えた後、氷水中で4、5時間冷却する。ガラスフィルター(1G4)を

^{*1}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。

^{*2}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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。

^{*3}上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

^{*4}pHが高いと鉄が水酸化物として沈殿するので、注意する。

^{*5}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色の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。

用いて沈殿を吸引ろ別する。

- (9) 操作(7)、(8)、(7)を繰り返して、カルシウムを完全に除く。^{*6}
- (10) 三角フラスコ内の乾固物を水 10ml に溶解し、100ml ビーカーに移す。三角フラスコを水 30ml で洗浄し、洗液を溶液に合わせる。
- (11) 酢酸(7+13) 1ml、酢酸アンモニウム溶液(46W/V%) 2ml及びバリウム担体溶液(10mgBa/ml) 1mlを加える。^{*7}加熱した後、クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 1mlを加え、さらに加熱を続けて沈殿を熟成した後、室温で放置する。
- (12) ろ紙(No. 5C) を用いて黄色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(0.6W/V%) で洗浄する。ろ液と洗液を 100ml ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (13) アンモニア水 1mlを加え、pH約 9 とし、^{*8}次に炭酸アンモニウム溶液(飽和) 5mlを加えてホットプレート上で加熱し、沈殿を加熱熟成する。
- (14) 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。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。ろ液と洗液を合わせ、液量を約 40ml とする。
- (15) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) 1ml、塩化アンモニウム 1g及びフェノールフタレイン溶液 0.5mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。溶液の色が赤色を呈するまで、アンモニア水^{*9}を少しずつ加え、水酸化鉄(Ⅲ)を沈殿させる。さらにアンモニア水^{*9}1mlを加え、沈殿を加熱熟成する。
- (16) 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。ろ液と洗液を 100ml ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (17) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) 5ml を加え、ホットプレート上で炭酸塩沈殿を加熱熟成する。
- (18) 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し、アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。110℃で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後沈殿の質量をはかり、計算の項に示した方法に従ってストロンチウムの回収率を求める。沈殿を 2 週間以上放置する。

ストロンチウム 89 も同時に定量する場合には、分離型フィルター(図 9.1 参照)と既知質量のろ紙(No. 5C) を用いて沈殿を吸引ろ別し、アンモニア水(1+100)及びエタノールで洗浄する。ろ紙上の沈殿を 110℃で 1 時間乾燥し、デシケーター中で

^{*6}カルシウム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であると、カルシウムが混入していることを示す。カルシウムを完全に除去するには、通常 3、4 回の操作が必要である。

^{*7}溶液のpHは 5.0~5.5 となる。

^{*8}溶液の色が橙色から黄色に変化すればよい。

^{*9}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。

放冷した後沈殿の質量をはかり、計算の項に示した方法に従ってストロンチウムの回収率を求める。ろ紙ごと沈殿をろ紙ばさみ（図 9.3 参照）で固定し、2 週間以上放置する。

3.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*10}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*11}

3.2.4 計算

3.1.5 に同じ。

^{*10}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*11}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

3.3 シュウ酸塩法

3.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+11) 硝酸、硝酸(1+1) 王水 シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 pH試験紙 BCG溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(50~100メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、クロマト管、メスフラスコ
装置	遠心分離機、電気炉、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

3.3.2 分析操作

試料は蒸発法(γ線スペクトロメトリー等も行う場合に用いる)またはイオン交換樹脂吸着法(放射性ストロンチウム分析のみを行う場合に用いる)により前処理した後、

化学分離操作を行う。

蒸発法

- (a) 1 ヶ月間の降下物の全量にストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml 加え、*¹よくかき混ぜる。5Lビーカーまたは蒸発皿(磁製、直径約 30cm) を用いて水分を蒸発乾固する。
- (b) 塩酸(1+3) を用いて乾固物を 1L ビーカーに完全に移し、王水 100ml 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。試料中に有機物が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。
- (c) 乾固物に塩酸(1+1) 200ml を加え、2~3 時間加熱した後放冷する。ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C) を用いて吸引ろ過し、水で洗浄する。ろ液と洗液を 1L ビーカーに移し、カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5ml を加え、さらに水を加えて約 700ml とし、分析試料とする。

イオン交換樹脂吸着法

- (a) 1 ヶ月間の降下物の全量にストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml 加え、*¹よくかき混ぜた後ブフナー漏斗と大型ろ紙(No. 2) を用いて吸引ろ過する。
- (b) 操作(a) のろ液をあらかじめ調製したNa型強酸性陽イオン交換樹脂カラム(Dowex 50W-X8, 50~100 メッシュ, 直径 5~6cm, 樹脂容量 500ml) *²に流速約 80ml/分を通し、陽イオンを吸着させる。流出液は捨てる。
- (c) 塩酸(1+3) 2L を流速約 20ml/分を通し、ストロンチウムなどを溶出する。溶出液は 3L ビーカーに受ける。
- (d) 操作(a) のろ紙を 500℃で約 5 時間灰化する。灰を 200ml ビーカーに移し、王水 20ml を加え時計皿でおおい、ホットプレート上で蒸発乾固する。
- (e) 乾固物に塩酸(1+1) 40ml を加え、約 30 分間ホットプレート上で加熱する。ろ紙(No. 5B) を用いてろ過し、塩酸(1+11) と温水で残留物を十分洗浄する。ろ液と洗液を操作(c) の溶出液に合わせ、カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5ml を加えて、分析試料とする。

以下に、蒸発法またはイオン交換樹脂吸着法で得られた分析試料の化学分離操作を示す。

- (1) かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えてpH10 以上とする。*³炭酸ナトリウム 20gを加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿でおおい加熱

*¹セシウム 137 を同時に分析する場合はセシウムの担体も加える。

*²樹脂のコンディショニング等は 3.1.2 にならうが、Na型とするために最後に水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)、水の順で処理する。また、ストロンチウム溶出後、同じ順序で処理するとNa型に再生され繰り返し使用できる。

*³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。

- 沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*4}
- (2) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。^{*5}
 - (3) 沈殿を塩酸(1+1)に溶解し、1Lビーカーに移し、水を加えて約700mlとする。約80℃に加熱しシュウ酸10gを加え、アンモニア水(1+1)でpH4.0~4.2(BCG溶液、黄色→青緑色)に調整する。^{*6}数時間加熱して沈殿を熟成し、放冷し沈殿が完全に沈降するまで静置する。^{*7}
 - (4) 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)を用いて沈殿を吸引ろ別し、シュウ酸アンモニウム溶液(0.2W/V%) 50mlを3回に分けて洗浄する。ろ紙ごと沈殿を蒸発皿(磁製、直径約10cm)に移し、乾燥した後600℃で3時間加熱する。
 - (5) 試料を500mlビーカーに移し、硝酸に溶解し、水を加えて約200mlとする。
 - (6) 塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) 2mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水^{*8}を少しずつ加え、pH約8として水酸化鉄(III)を沈殿させる。さらに、約5分間加熱し、沈殿を熟成する。
 - (7) 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。ろ液と洗液を300mlビーカーに受け、沈殿は捨てる。
 - (8) 溶液を加熱し、約100mlに蒸発濃縮する。バリウム担体溶液(10mgBa/ml) 2ml及び酢酸アンモニウム溶液(46W/V%) 2mlを加え、次にアンモニア水(1+1)及び酢酸(7+13)を用いてpH5.0~5.5に調整する。
 - (9) 約60℃に加熱しクロム酸カリウム溶液(30W/V%) 1mlを加え、^{*9}さらに加熱を続けて沈殿を熟成した後、約1時間室温で放置する。
 - (10) ろ紙(No. 5C)を用いて黄色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(0.6W/V%)で洗浄する。ろ液と洗液を1Lビーカーに受け、沈殿は捨てる。
 - (11) 水酸化ナトリウム4gを加えてpH約10とし、^{*10}次に炭酸アンモニウム40gを加えてから30分間加熱し、白色の炭酸塩を沈殿させる。

^{*4}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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ため、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

^{*5}上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

^{*6}pHが高いと鉄が水酸化物として沈殿するので、注意する。

^{*7}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色の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ため、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

^{*8}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。

^{*9}沈殿が生じないときは、ポリスマン(ガラス棒)でビーカー内壁をこするとよい。

^{*10}溶液の色が橙色から黄色に変化すればよい。

- (12) 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(1W/V%)で洗浄する。沈殿を硝酸(1+1)に溶解し、ガラスフィルターを水で3回洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、加熱濃縮して液量を約100mlとする。^{*11}
- (13) 塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) 2ml、ランタン担体溶液(10mgLa/ml) 0.5ml及びイットリウム担体溶液(10mgY/ml) 0.5mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水^{*8}を少しずつ加え、pH約8として水酸化鉄(III)を沈殿させる。さらに、約10分間加熱し、沈殿を熟成する。
- (14) 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。ろ液と洗液を500mlビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (15) 加熱してアンモニアを追い出す。硝酸7mlを加え、250mlメスフラスコに移し、水を標線まで加える。2週間以上放置する。
- なお、このメスフラスコから正確に0.5mlを分取し、次項に従ってストロンチウムを定量し、計算の項に従ってストロンチウムの回収率を求める。

3.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3.1 ICP発光分光分析法

- (1) ストロンチウム回収率測定用に分取した0.5mlの試料溶液を100mlメスフラスコに入れ、水を標線まで加える。この溶液を50mlメスフラスコに正確に5ml分取する。水を標線まで加えて、測定試料用溶液とする。
- (2) 50mlメスフラスコ4個にストロンチウム標準溶液(50mgSr/L)をそれぞれ正確に0、1、2、5mlずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、1、2、5mgSr/L)とする。
- (3) ICP発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長; 407.771nm)を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度P(mgSr/L)を求め、希釈倍率より回収されたストロンチウム量 W_2 (mg)を求める。^{*12}

3.3.3.2 原子吸光分析法

- (1) ストロンチウム回収率測定用に分取した0.5mlの試料溶液を100mlメスフラスコに入れ、さらに硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)を正確に0.5ml加える。水を標線まで加えて、測定試料用溶液とする。
- (2) 100mlメスフラスコ3個にストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L)をそれぞれ正確に1.5、2.0、2.5mlずつ加え、さらに、硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)を正確に0.5ml

^{*11}溶解した溶液の色が黄色を呈している場合は、過酸化水素水2滴を加えクロム酸を還元する。

^{*12}例えば、ここの希釈倍率では、 $W_2 = P \times 50 \times (100/5) \times (250/0.5) \times (1/10^3)$ (mg) となる。

それぞれのメスフラスコに加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(15、20、25mgSr/L)とする。

- (3) 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；460.7nm)を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度P(mgSr/L)を求め、希釈倍率より回収されたストロンチウム量 W_2 (mg)を求める。^{*13}

3.3.4 ストロンチウム 90 の定量

9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

3.3.5 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = (W_2/W_1) \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量(mg)

- (2) 1km²当たりの降下物中のストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (10^6/b) \times (1/10^6)$$

a : 1km²当たりのストロンチウム 90 (MBq/km²)

b : 受水面積(m²)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

^{*13}例えば、この希釈倍率では、 $W_2 = P \times 100 \times (250/0.5) \times (1/10^3)$ (mg) となる。

第 4 章 大気浮遊じん

大気浮遊じん中の放射性ストロンチウムは、試料を塩酸抽出し、イオン交換法、発煙硝酸法また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 試薬・器具・装置

試薬

担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+11)、(1+23) 硝酸 シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
その他	メタノール エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器

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

3.1.2 に同じ。

4.1.3 分析操作^{*1}

- (1) 大気浮遊じん試料を 500℃^{*2}で約 1 日間灰化する。灰をビーカーに移し、ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) を正確に 5ml 加える。^{*3}
- (2) 塩酸(1+11)^{*4}を加え、約 2 時間ホットプレート上で加熱する。ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C) を用いて吸引ろ過し、残留物を温水で十分洗浄する。
ろ液と洗液を合わせる。
- (3) 残留物をもとのビーカーに戻し、塩酸(1+11)^{*4}を加えて、操作(2) を繰り返す。
- (4) 操作(2) 及び(3) の 2 回の抽出液を合わせ、加熱して約 1.5L まで加熱濃縮する。
カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5ml を加える。
- (5) 以下の操作は 3.1.3(1) ～(13) に同じ。

4.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*5}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*6}

4.1.5 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = (W_2/W_1) \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W₁ : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W₂ : 回収されたストロンチウムの量(mg) ^{*7}

- (2) 大気 1m³当たりの大気浮遊じん中のストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/b) \times 10^3$$

a : 1m³当たりのストロンチウム 90 (mBq/m³)

^{*1}本法の溶離条件はDowex 50W-X8 を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8 以外の樹脂 (例えばAmberlite CG120) またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので (解説A参照)、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。また、本法はカルシウム 5gまでの試料に適用可能であるが、試料中に含まれるカルシウム量に応じたカラムサイズに変更してもよい。ただし、必ず溶離条件を確認すること。

^{*2}セシウム 137 を同時に分析する場合には、450℃で約 1 日間灰化する。

^{*3}セシウム 137 を同時に分析する場合にはセシウムの担体も加える。

^{*4}灰化物が浸る程度加える。

^{*5}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*6}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*7}ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594

b : 吸引量(m³)

A₉₀±ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

(3) 大気 1m³当たりの大気浮遊じん中のストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (1/b) \times 10^3$$

a : 1m³当たりのストロンチウム 89 (mBq/m³)

b : 吸引量(m³)

A₈₉±ΔA₈₉ : 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

4.2 発煙硝酸法

4.2.1 試薬・器具・装置

試薬

担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+11) 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、共栓付き三角フラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器

4.2.2 分析操作

- (1) 4.1.3(1)～(4)で得た分析試料溶液について、以下の操作を行なう。
- (2) 以下の操作は3.2.2(1)～(18)に同じ。

4.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*1}

^{*1}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

(2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*2}

4.2.4 計算

4.1.5 に同じ。

^{*2}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

4.3 シュウ酸塩法

4.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+11) 硝酸、硝酸(1+1) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 pH試験紙 BCG溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、メスフラスコ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

4.3.2 分析操作

- (1) 大気浮遊じん試料を500℃*1で約1日間灰化する。灰をビーカーに移し、ストロン

*1セシウム137を同時に分析する場合には、450℃で約1日間灰化する。

チウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml加える。*2

- (2) 塩酸(1+11) *3を加え、約 2 時間ホットプレート上で加熱する。ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C) を用いて吸引ろ過し、残留物を温水で十分洗浄する。
ろ液と洗液を合わせる。
- (3) 残留物をもとのビーカーに戻し、塩酸(1+11) *3を加えて、操作(2) を繰り返す。
- (4) 操作(2) 及び(3) の 2 回の抽出液を合わせ、加熱して約 1.5L まで加熱濃縮する。
カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5ml を加える。
- (5) 以下の操作は 3.3.2(1) ～(15) に同じ。

4.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3 に同じ。

4.3.4 ストロンチウム 90 の定量

9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

4.3.5 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = (W_2/W_1) \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量(mg)

- (2) 大気 1m³当たりの大気浮遊じん中のストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/b) \times 10^3$$

a : 1m³当たりのストロンチウム 90 (mBq/m³)

b : 吸引量(m³)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

*2セシウム 137 を同時に分析する場合にはセシウムの担体も加える。

*3灰化物が浸る程度加える。

第 5 章 陸 水

陸水中の放射性ストロンチウムは、試料水を蒸発乾固後、イオン交換法、発煙硝酸法また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。

5.1 イオン交換法

5.1.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+23) 硝酸 王水濃度 シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
その他	メタノール エタノール pH試験紙 BCG溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、注射器、メンブランフィルター(0.45μm)、メスフラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ

装置 遠心分離機、電気炉、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光
分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

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

3.1.2 に同じ

5.1.3 分析操作^{*1}

- (1) 試料水 100L にストロンチウム担体溶液 (10mgSr/ml) を正確に 5ml 加え、^{*2}よくかき混ぜる。5L ビーカーまたは蒸発皿 (磁製、直径約 30cm) を用いて蒸発乾固する。
- (2) 塩酸 (1+3) を用いて乾固物を 1L ビーカーに完全に移し、王水 100ml 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。試料中に有機物が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。
- (3) 乾固物に塩酸 (1+1) 200ml を加え、2~3 時間加熱した後放冷する。ブフナー漏斗とろ紙 (No. 5C) を用いて吸引ろ過し、水で洗浄する。ろ液と洗液を 1L ビーカーに移し、水を加えて約 700ml とする。
- (4) 以下の操作は 3.1.3(1) ~ (13) に同じ。

5.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*3}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*4}

5.1.5 安定ストロンチウムの定量^{*5}

5.1.5.1 ICP 発光分光分析法

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

^{*1}本法は、分析試料中のカルシウム含量が 5g 以下のものを対象としている。5g を超える試料の分析では、5g 以下になるように試料を分割し、分割数に応じて使用する樹脂カラムの本数を増やして対応する必要がある。なお、試料中に含まれるカルシウム量に応じたカラムサイズに変更してもよい。ただし、必ず溶離条件を確認すること。また、本法の溶離条件は Dowex 50W-X8 を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8 以外の樹脂 (例えば Amberlite CG120) またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので (解説A参照)、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。

^{*2}セシウム 137 を同時に分析する場合にはセシウムの担体も加える。

^{*3}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*4}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*5}通常、陸水 100L 当たりには、数mg の安定ストロンチウムが含まれている。

内標準法

- (1) ろ液を 50ml メスフラスコに正確に 40ml 分取する。イットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml を加え、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にイットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml 加え、次にストロンチウム標準溶液 (5mg/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液 (0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液のストロンチウム発光強度 (測定波長 ; 407.771nm) とイットリウム発光強度 (測定波長 ; 371.029nm) の比 (ストロンチウム発光強度/イットリウム発光強度) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より試料水中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*6}

検量線法

- (1) ろ液を 50ml メスフラスコに正確に 40ml 分取する。水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にストロンチウム標準溶液 (5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液 (0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度 (測定波長 ; 407.771nm) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より試料水中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*6}

5.1.5.2 原子吸光分析法 (標準添加法)

- (1) 試料水 2L にカルシウム担体溶液 (50mgCa/ml) 1ml^{*7} を加える。
- (2) 炭酸ナトリウム 10g を加え、加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が完全に沈降するまで静置する。
- (3) ガラスフィルター (1G4) を用いて沈殿を吸引ろ別し、少量の水で洗浄する。
- (4) 50ml 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。ガラスフィルターを水で洗浄後、水を標線まで加える。
- (5) この溶液を 10ml メスフラスコ 4 個に正確に 5ml ずつ分取し、^{*8}次に標準ストロンチウム溶液 (10mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、1、2、3ml ずつ加え、水を標線まで加

^{*6}例えば、ここの希釈倍率では、 $W_3 = P \times (50/40)$ (mg/L) となる。

^{*7}試薬に不純物としてストロンチウム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、または、試薬を精製した方がよい。

^{*8}ストロンチウム濃度が約 1.5mg/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。

える。

- (6) 原子吸光分析装置を用い、吸光度を測定してストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め (図 5.1 参照)、希釈倍率より試料水中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*9}

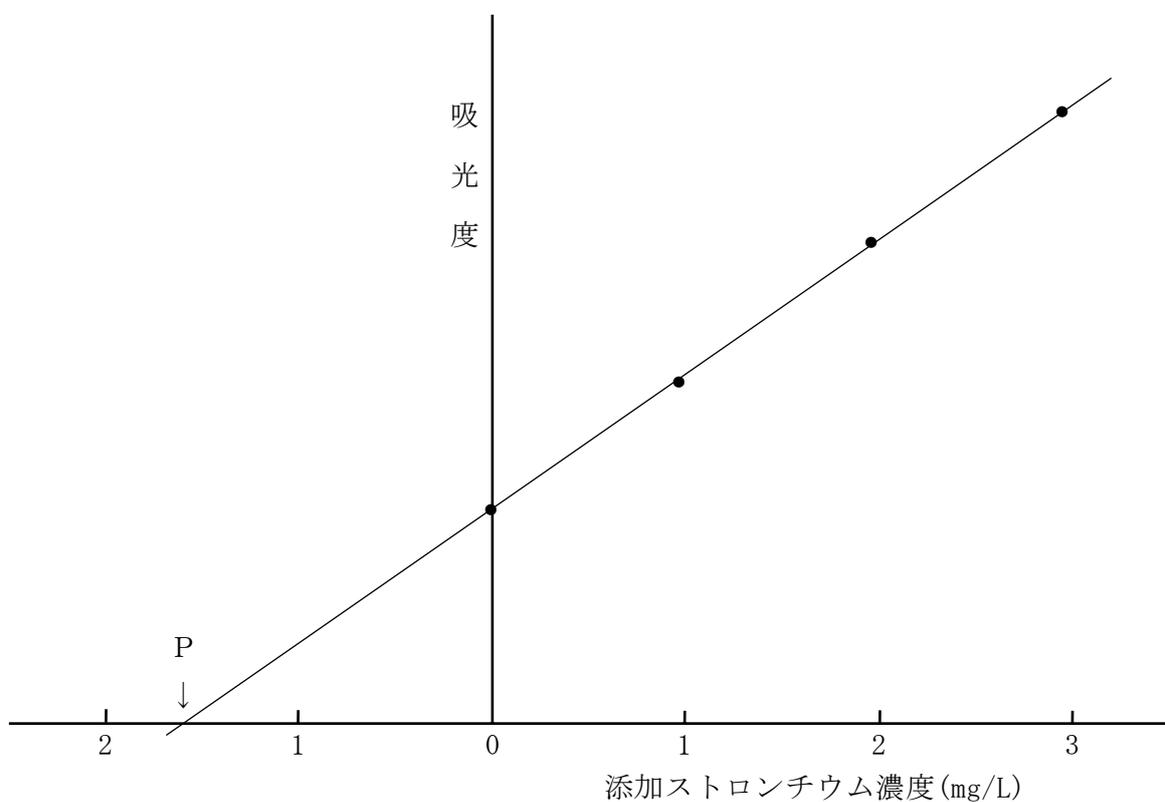


図 5.1 標準添加法によるストロンチウム濃度の求め方

5.1.6 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times V)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率 (%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量 (mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量 (mg)^{*10}

W_3 : 試料水中のストロンチウムの量 (mg/L)

V : 供試量 (L)

^{*9}例えば、この希釈倍率では、 $W_3 = P \times 10 \times (50/5) \times (1/2) \times (1/10^3)$ (mg/L) となる。

^{*10}ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594

(2) 試料水 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (mBq/L)

V : 供試量(L)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

(3) 試料水 1L 当たりのストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 89 (mBq/L)

V : 供試量(L)

5.2 発煙硝酸法

5.2.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3) 硝酸 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) 王水 シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、共栓付き三角フラスコ、注射器、メンブランフィルター(0.45 μm)、メスフラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

5.2.2 分析操作

- (1) 5.1.3(1)～(3) で得た分析試料溶液について、以下の操作を行なう。
- (2) 以下の操作は 3.2.2(1)～(18) に同じ。

5.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) **9.4** に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*1}
- (2) **9.5** に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*2}

5.2.4 安定ストロンチウムの定量

5.1.5 に同じ。

5.2.5 計算

5.1.6 に同じ。

^{*1}ストロンチウム 89 も定量するときには、**9.5** に従う。

^{*2}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

5.3 シュウ酸塩法

5.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3) 硝酸、硝酸(1+1) 王水 シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 pH試験紙 BCG溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、注射器、メンブランフィルター(0.45 μ m)、メスフラスコ
装置	遠心分離機、電気炉、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

5.3.2 分析操作

- (1) 試料水 100Lにストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml加え、*1よくかき混ぜる。5Lビーカーまたは蒸発皿(磁製、直径約 30cm) を用いて蒸発乾固する。
- (2) 塩酸(1+3) を用いて乾固物を 1L ビーカーに完全に移し、王水 100ml 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。試料中に有機物が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。
- (3) 乾固物に塩酸(1+1) 200ml を加え、2~3 時間加熱した後放冷する。ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C) を用いて吸引ろ過し、水で洗浄する。ろ液と洗液を 1L ビーカーに移し、水を加えて約 700ml とする。
- (4) 以下の操作は 3.3.2(1) ~ (15) に同じ。

5.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3 に同じ。

5.3.4 ストロンチウム 90 の定量

9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

5.3.5 安定ストロンチウムの定量

5.1.5 に同じ。

5.3.6 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times V)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量(mg)

W_3 : 試料水中のストロンチウムの量(mg/L)

V : 供試量(L)

- (2) 試料水 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (mBq/L)

V : 供試量(L)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

*1セシウム 137 を同時に分析する場合にはセシウムの担体も加える。

第 6 章 海 水

海水中の放射性ストロンチウムは、イオン交換法、発煙硝酸法また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 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 塩化物イオン標準溶液(10mgCl/ml) 0.5mol/L 硝酸銀標準溶液
担体溶液	塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml)
酸類	塩酸、塩酸(1+1)、(1+2)、(1+23) 硝酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
その他	メタノール エタノール フルオレセインナトリウム溶液(0.8W/V%) デキストリン溶液(8W/V%) pH 試験紙 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、注射器、メンブランフィルター(0.45 μ m)、メスフラスコ、ビュレット、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

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

3.1.2に同じ。

なお、6.1.3(2)～(4)の予備濃縮^{*1}においては、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直径9cmのクロマト管に長さ26±0.2cmになるように詰めて樹脂カラム（以下、大型カラムという）を作り、これに海水試料40Lを通す。また、予備濃縮操作が終わった大型カラムに、塩酸(1+1)10Lを通した後、中性になるまで水を通すと、樹脂は再生され、繰り返し使用できる。

6.1.3 分析操作^{*2}

- (1) 海水試料^{*3}40L^{*4}を容器にはかり取る。
- (2) 試料溶液を大型カラムに流速約30ml/分を通し、流出液は捨てる。
- (3) 溶離液A[酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) -メタノール(容積比1:1)]2.50Lを流速約30ml/分を通し、流出液は捨てる。
- (4) 塩酸(1+2)6.00Lを流速約30ml/分を通し、ストロンチウム等を溶出する。
- (5) 溶出液を5L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。かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えてpH8以上^{*5}とする。炭酸ナトリウム50gを加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿でおおい加熱沸騰させ、

^{*1}解説C参照。

^{*2}本法は、分析試料中のカルシウム含量が5g以下のものを対象としている。5gを超える試料の分析では、5g以下になるように試料を分割し、分割数に応じて使用する樹脂カラムの本数を増やして対応する必要がある。また、本法の溶離条件はDowex 50W-X8を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8以外の樹脂（例えばAmberlite CG120）またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので（解説A参照）、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。

^{*3}文部科学省放射能測定法シリーズ16「環境試料採取法」（昭和58年）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1ml/海水1L）は、塩酸(1+1000)酸性となる。また、セシウム137を同時に分析する場合は、この海水試料にセシウム担体を加え、リンモリブデン酸アンモニウムを用いて放射性セシウムを吸着捕集する。リンモリブデン酸アンモニウムを放射性セシウム分析に、上澄み液を放射性ストロンチウム分析に供する。上澄み液はブフナー漏斗とろ紙(No. 5C)を用いて吸引ろ過し、大型カラムに通す。

^{*4}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20L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 $[9\text{cm}\phi \times (20\text{L}/40\text{L})^{1/2} = 6.36\text{cm}\phi]$ して6cmと決め、次に長さを計算 $[(9\text{cm}\phi)^2 \times 26\text{cm} \times (20\text{L}/40\text{L}) \div (6\text{cm}\phi)^2 = 29.25\text{cm}]$ して29.3±0.2cmと決める。また、溶離液の容量は1/2(=20L/40L)とすれば良い。

^{*5}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。

沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*6}

- (6) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。
- (7) 沈殿を合わせ塩酸 50ml に溶解して 1L ビーカーに移し、蒸発乾固する。乾固物を塩酸(1+23) 500ml に溶解する。
- (8) 以下の操作は 3.1.3(6)～(13) に同じ。

6.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*7}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*8}

6.1.5 安定ストロンチウムの定量

6.1.5.1 ICP 発光分光分析法

メンブランフィルター(0.45 μm) を用い、試料水^{*9}中の懸濁物等をろ別する。

内標準法

- (1) ろ液を 50ml メスフラスコに正確に 0.5ml 分取する。イットリウム標準溶液(50mgY/L) を正確に 1ml 加え、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にイットリウム標準溶液(50mgY/L) を正確に 1ml 加え、次にストロンチウム標準溶液(5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液のストロンチウム発光強度(測定波長; 407.771nm) とイットリウム発光強度(測定波長; 371.029nm) の比(ストロンチウム発光強度/イットリウム発光強度) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度P(mgSr/L) を求め、希釈倍率より試料水中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*10}

検量線法

- (1) ろ液を 50ml メスフラスコに正確に 0.5ml 分取する。水を標線まで加えて、測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にストロンチウム標準溶液(5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、

^{*6}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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。

^{*7}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*8}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*9}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。

^{*10}例えば、この希釈倍率では、 $W_3 = P \times (50/0.5)$ (mg/L) となる。

0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。

- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長；407.771nm) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度P(mgSr/L) を求め、希釈倍率より試料水中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*10}

6.1.5.2 原子吸光分析法 (標準添加法)

- (1) 海水試料^{*9}を 50mlメスフラスコ 4 個に正確に 10mlずつ分取し、^{*11}次にストロンチウム標準溶液(50mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、1、2、3mlずつ加え、水を標線まで加える。
- (2) 5.1.5.2 と同様に原子吸光分析装置を用いて吸光度を測定してストロンチウム濃度P(mgSr/L) を求め、希釈倍率より海水試料中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を求める。^{*12}

6.1.5.3 塩素量による方法^{*13}

- (1) 塩化物イオン標準溶液(10mgCl/ml) を正確に 20ml 取り、フルオレセインナトリウム溶液(0.8W/V%) 2 滴及びデキストリン溶液(8W/V%) 5ml を加え、静かにかき混ぜながら 0.5mol/L 硝酸銀標準溶液で滴定する。黄緑色のけい光が消失して、わずかに赤みを呈する点を終点とする。要した 0.5mol/L 硝酸銀標準溶液の量 a(ml) から、0.5mol/L 硝酸銀標準溶液のファクターF を次式により計算する。

$$F = 11.28/a$$

- (2) 100mlビーカーに海水試料^{*9}を正確に 15ml取り、水を加えて約 30mlとし、操作(1)と同様に滴定する。要した 0.5mol/L硝酸銀標準溶液の量X(ml) から、海水試料の

^{*11}ストロンチウム濃度が約 1.5mg/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。

^{*12}例えば、この希釈倍率では、 $W_3 = P \times (50/10)$ (mg/L) となる。

^{*13}本法は、「ストロンチウムが海洋中の保存性成分(元素組成が海域・深度を問わず一定)である」という仮定が成立するものとして、塩素量からストロンチウム量を推定するものである。すなわち、塩素量Cl(‰) 19.00g/kg(≒19g/L) の海水中のストロンチウム濃度は 8mg/Lであり、塩素量が変化してもその比は変わらないとして、ストロンチウム濃度を計算する。

$$Sr(\text{mg}) = \text{Cl}(\text{‰}) \times (8/19)$$

しかしながら、Sr/Cl 比に対する陸水の影響等の変動要因は無視できず、さらに、外洋域においても海域による変動があるという報告があり、他に方法がない場合を除いて、ストロンチウムを直接測定する前記 ICP 発光分光分析法または原子吸光分析法のいずれかを選ぶことが望ましい。

塩素量 $C1$ ($^{\circ}/_{00}$)^{*14} を次式により計算する。

$$C1 = 17.73 \times X \times F \times (1/15)$$

(3) 海水試料中のストロンチウム量 W_3 (mg/L) を次式により計算する。

$$W_3 = C1 \times (8/19)$$

8 : 塩素量 19.00 ($^{\circ}/_{00}$) の海水中のストロンチウムの量 (mg/L)

19 : 塩素量 19.00 ($^{\circ}/_{00}$)

C1 : 海水試料中の塩素量 ($^{\circ}/_{00}$)

6.1.6 計算

(1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_3 \times V)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率 (%)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量 (mg)^{*15}

W_3 : 海水中のストロンチウムの量 (mg/L)

V : 供試量 (L)

(2) 海水 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (mBq/L)

V : 供試量 (L)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

(3) 海水 1L 当たりのストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 89 (mBq/L)

V : 供試量 (L)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

*14ここで求めるものは厳密には塩素度(海水 1L中のハロゲンの量;g/L)であって、これを20℃の海水の密度で除したものが塩素量(g/kg= $^{\circ}/_{00}$)である。

*15ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594。

6.2 発煙硝酸法

6.2.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 塩化物イオン標準溶液(10mgCl/ml) 0.5mol/L 硝酸銀標準溶液
担体溶液	塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸(1+1) 硝酸 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール フルオレセインナトリウム溶液(0.8W/V%) デキストリン溶液(8W/V%) フェノールフタレイン溶液
器具	ホットプレート、大型ガスバーナー、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、pH計、比重計、テフロン被覆ステンレス製タンク、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、共栓付き三角フラスコ、注射器、メンブランフィルター(0.45μm)、メスフラスコ、ビュレット、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、かくはん機、電気乾燥器、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

6.2.2 分析操作

- (1) 海水試料 40L をテフロン被覆ステンレス製タンクにはかり取る。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 400g を加える。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pH9.7±0.1^{*1}に調整する。そのまま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。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*2}

- (2) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。^{*3}
- (3) 沈殿を硝酸に溶解し、5L ビーカーに移す。試料溶液の液量を約 1L まで加熱濃縮する。放冷後、ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C)を用いて吸引ろ過し、水で洗浄する。ろ液と洗液を元の 5L ビーカーに戻す。
- (4) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52) 約 3.3L を少しずつ加える。時計皿でおおい流水中に 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。
- (5) 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。水 370ml を用いて沈殿を溶解し、2L ビーカーに移す。
- (6) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52) 約 990ml を少しずつ加える。時計皿でおおい流水中に 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。
- (7) 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。水 240ml を用いて沈殿を溶解し、1L ビーカーに移す。
- (8) 流水で冷却しながら発煙硝酸(比重 1.52) 約 660ml を少しずつ加える。時計皿でおおい流水中に 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。
- (9) 以下の操作は 3.2.2(6)～(18)に同じ。

6.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) **9.4** に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*4}
- (2) **9.5** に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*5}

6.2.4 安定ストロンチウムの定量

6.1.5 に同じ。

^{*1}pHが 10 以上になると炭酸塩沈殿の容積が増加するため、pH計により調整する。

^{*2}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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。

^{*3}上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

^{*4}ストロンチウム 89 も定量するときには、**9.5** に従う。

^{*5}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

6.2.5 計算

6.1.6 に同じ。

6.3 シュウ酸塩法

6.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 塩化物イオン標準溶液(10mgCl/ml) 0.5mol/L 硝酸銀標準溶液
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸 硝酸、硝酸(1+1) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 フルオレセインナトリウム溶液(0.8W/V%) デキストリン溶液(8W/V%)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、pH計、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ガラスフィルター、注射器、メンブランフィルター(0.45μm)、メスフラスコ、ビュレット
装置	遠心分離機、電気炉、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

6.3.2 分析操作

- (1) 海水試料 20Lを 10Lビーカー2個に分け取り、これにストロンチウム担体溶液

(100mgSr/ml) を正確に 5ml ずつ加える。かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えて pH10 以上とする。炭酸ナトリウム 100 g ずつを加え、かき混ぜながら約 80°C で 1 時間加熱する。沈殿が沈降するまで一晩静置する。^{*1}

- (2) 上澄み液の大部分を傾斜法で除き、残りを遠心分離する。^{*2}
- (3) それぞれの沈殿を塩酸に溶解して合わせ、5L ビーカーに移し、水を加えて約 4.5L とする。約 80°C に加熱しシュウ酸 100 g を加え、pH 計で測定しながらアンモニア水で pH4.0~4.2 に調整する。ホットプレート 100°C で数時間加熱して沈殿を熟成し、放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*3}
- (4) ブフナー漏斗とろ紙 (No. 5C) を用いて沈殿を吸引ろ別し、シュウ酸アンモニウム溶液 (0.2W/V%) 50ml を 3 回に分けて洗浄する。ろ紙ごと沈殿を蒸発皿 (磁製、直径約 10cm) に移し、乾燥した後 600°C で 3 時間加熱する。
- (5) 試料を硝酸に溶解し、水を加えて液量を約 500ml とする。
- (6) 塩化鉄 (III) 溶液 (5mgFe/ml) 8ml を加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水^{*4}を少しずつ加え、pH 約 8 とし水酸化鉄 (III) を沈殿させる。さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。
- (7) 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。ろ液と洗液を 1L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (8) 溶液を加熱し、約 300ml まで濃縮し水 500ml を加える。バリウム担体溶液 (10mgBa/ml) 4ml 及び酢酸アンモニウム溶液 (46W/V%) 4ml を加え、次にアンモニア水 (1+1) 及び酢酸 (7+13) を用いて pH5.0~5.5 に調整する。
- (9) 約 60°C に加熱しクロム酸カリウム溶液 (30W/V%) 2ml を加え、^{*5}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た後、さらに加熱を続けて沈殿を熟成し、約 1 時間室温で放置する。
- (10) ろ紙 (No. 5C) を用いて黄色のクロム酸バリウムの沈殿 (ラジウムを含む) をろ別し、沈殿を酢酸アンモニウム溶液 (0.6W/V%) で 3 回洗浄する。ろ液と洗液を 3L ビーカーに受け、沈殿は捨てる。水を加えて、液量を約 2.5L とする。
- (11) 水酸化ナトリウム 8g を加え、pH 約 10 とし、^{*6}次に炭酸アンモニウム 100g を加え

^{*1}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液 (飽和) を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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ため、炭酸ナトリウムを追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

^{*2}上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

^{*3}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色の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ため、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

^{*4}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。

^{*5}沈殿が生じないときは、クロム酸カリウム溶液 (30W/V%) を追加するとよい。

^{*6}溶液の色が橙色から黄色に変化すればよい。

て1時間程度加熱し、白色の炭酸塩を沈殿させる。

(12) ガラスフィルター(26G4)を用いて沈殿を吸引ろ別し、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) 200mlを3回に分けて洗浄する。沈殿を硝酸(1+1)に溶解し、ガラスフィルターを水で3回洗浄する。1Lビーカーにろ液と洗液を合わせ、加熱濃縮して液量を約300mlにし、過酸化水素水2滴を加えクロム酸を還元する。

(13) 水を加えて液量を500mlにする。塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) 8ml、ランタン担体溶液(10mgLa/ml) 1ml及びイットリウム担体溶液(10mgY/ml) 1mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水⁴を少しずつ加え、pH約8として水酸化鉄(III)を沈殿させる。さらに、約10分間加熱し、沈殿を熟成する。

(14) ろ紙(No. 5A)を用いてすみやかにろ過し(このとき日時を「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。ろ液と洗液を1Lビーカーに受け、沈殿は捨てる。

(15) 加熱して、アンモニアを追い出す。硝酸14mlを加え、500mlメスフラスコに移し、2週間以上放置する。

なお、このメスフラスコから正確に1mlを分取し、次項に従ってストロンチウムを定量し、計算の項に示した方法に従ってストロンチウムの回収率を求める。

6.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3に同じ。ただし、分取量が異なっているので注意すること。

6.3.4 ストロンチウム90の定量

9.4に従って試料中に含まれるストロンチウム90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

6.3.5 安定ストロンチウムの定量

6.1.5に同じ。

6.3.6 計算

(1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2/W_1 + (W_3 \times V)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W₁ : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W₂ : 回収されたストロンチウムの量(mg)

W₃ : 海水試料中のストロンチウムの量(mg/L)

V : 供試量(L)

(2) 海水1L当たりのストロンチウム90を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (1/V) \times 10^3$$

a : 1L当たりのストロンチウム90(mBq/L)

V : 供試量(L)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

第 7 章 土壌・海底土

土壌・海底土中の放射性ストロンチウムは、試料を 500℃で加熱した後、塩酸または硝酸抽出を行い、イオン交換法、発煙硝酸法また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。

7.1 イオン交換法

7.1.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml)
酸類	塩酸、塩酸(1+1)、(1+3)、(1+23) 硝酸 シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
その他	メタノール エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、ガラス繊維ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、メスフラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

7.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム充填

3.1.2 に同じ。

7.1.3 分析操作^{*1}

- (1) 乾燥細土 100g^{*2}を蒸発皿(磁製、直径約 15cm) にはかり取り、500℃^{*3}で 5 時間加熱する。
- (2) 放冷後、2Lビーカーに移し、ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) を正確に 5ml 加え、^{*4}よくかき混ぜる。塩酸または硝酸 1Lを発泡に注意しながら少しずつ加え、^{*5}時計皿でおおい、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。
- (3) ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C)の上ガラス繊維ろ紙(GA200)を重ねて吸引ろ過し、残留物は温水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、水を加えて液量を約 2.5L とする。
- (4) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5mlを加え、かき混ぜながら水酸化ナトリウムを少しずつ加えてpH10 以上とする。^{*6}炭酸ナトリウム 50gを加え、かき混ぜて炭酸ナトリウムを溶解した後、時計皿でおおい加熱沸騰させ、沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*7}
- (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。^{*8}

^{*1}本法は、分析試料中のカルシウム含量が 5g以下のものを対象としている。5gを超える試料の分析では、5g以下になるように試料を分割し、分割数に応じて使用する樹脂カラムの本数を増やして対応する必要がある。なお、試料中に含まれるカルシウム量に応じたカラムサイズに変更してもよい。ただし、必ず溶離条件を確認すること。また、本法の溶離条件はDowex 50W-X8 を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8 以外の樹脂（例えば Amberlite CG120）またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので（解説A参照）、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。

^{*2}硫酸塩、硫化物など硫黄化合物を多く含む試料については、分析過程でSrSO₄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(30W/V%) 200mlを加えて 4 時間かくはんし、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。

^{*3}セシウム 137 を同時に分析する場合は、450℃で 3 時間加熱する。

^{*4}セシウム 137 を同時に分析する場合はセシウムの担体も加える。

^{*5}カルシウム含量の多い試料では発泡が激しいので飛散等に注意する。

^{*6}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。

^{*7}上澄み液に炭酸ナトリウム溶液(飽和)を滴下し、炭酸塩沈殿の白色の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。

^{*8}上澄み液は放射性セシウムの分析に使用できる。

- (6) 沈殿を少過剰の塩酸に溶解し、2Lビーカーに移し、水を加えて約 1.5Lとする。沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 50gを加え、アンモニア水でpH4.0～4.2 (BCG溶液、黄色→青緑色) に調整する。^{*9}再度加熱して沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。^{*10}
- (7) 傾斜法で上澄み液をできるだけ 3L ビーカーに移す。沈殿を含む残りは塩酸(1+3)を用いて 1L ビーカーに移す。
- (8) 上澄み液にカルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5mlを加える。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。そのまま沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 10 g を加え、アンモニア水でpH4.0～4.2 (BCG溶液、黄色→青緑色) に調整する。^{*9}再度加熱して沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。
- (9) 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) を用いて操作(7)の 1L ビーカーに合わせる。加熱しながら塩酸を少しずつ加え、沈殿を完全に溶解し、水を加えて約 600ml とする。
- (10) 沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 5gを加え、アンモニア水でpH4.0～4.2 (BCG溶液、黄色→青緑色) に調整する。^{*9}再度加熱して沈殿を熟成する。放冷し沈殿が沈降するまで静置する。
- (11) 以下の操作は 3.1.3(4)～(13) に同じ。

7.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) **9.4** に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*11}
- (2) **9.5** に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*12}

7.1.5 安定ストロンチウムの定量

7.1.5.1 ICP 発光分光分析法

- (1) 乾燥細土 10g を蒸発皿(磁製、直径約 5cm) にはかり取り、500℃で 5 時間加熱する。
- (2) 放冷後、500ml ビーカーに移し、塩酸または硝酸 50ml を少しずつ加える。時計皿でおおい、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。
- (3) ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C)の上にガラス繊維ろ紙(GA200)を重ねて吸引ろ過し、残留物は温水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、500ml メスフラスコに移し、水を

^{*9}pHが高いと鉄が水酸化物として沈殿するので、注意する。

^{*10}上澄み液にシュウ酸アンモニア溶液(飽和)を滴下し、シュウ酸塩沈殿の白色の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。

^{*11}ストロンチウム 89 も定量するときには、**9.5** に従う。

^{*12}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

標線まで加える（試料溶液）。

内標準法

- (1) 試料溶液を 50ml メスフラスコに正確に 5ml 分取し、イットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml 加え、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にイットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml 加え、次にストロンチウム標準溶液 (5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液 (0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液のストロンチウム発光強度 (測定波長 ; 407.771nm) とイットリウム発光強度 (測定波長 ; 371.029nm) の比 (ストロンチウム発光強度/イットリウム発光強度) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より乾燥細土中のストロンチウム量 W_3 (mg/g) を求める。*13

検量線法

- (1) 試料溶液を 50ml メスフラスコに正確に 5ml 分取し、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にストロンチウム標準溶液 (5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ分取する。水を標線まで加えて検量線用溶液 (0、0.01、0.05、0.1、0.5mg/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度 (測定波長 ; 407.771nm) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より乾燥細土中のストロンチウム量 W_3 (mg/g) を求める。*13

7.1.5.2 原子吸光分析法 (標準添加法)

- (1) 乾燥細土 10g を蒸発皿 (磁製、直径約 5cm) にはかり取り、500°C で 5 時間加熱する。
- (2) 放冷後、500ml ビーカーに移し、塩酸または硝酸 50ml を少しずつ加える。時計皿でおおい、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。
- (3) ブフナー漏斗とろ紙 (No. 5C) の上にガラス繊維ろ紙 (GA200) を重ねて吸引ろ過し、残留物は温水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、水を加えて約 600ml とする。
- (4) カルシウム担体溶液 (50mgCa/ml) 1~2ml を加え、*14 沸騰するまで加熱した後、シュウ酸 10g を加え、アンモニア水で pH4.0~4.2 (BCG 溶液、黄色→青緑色) に調整

*13 例えば、この希釈倍率では、 $W_3 = P \times 50 \times (500/5) \times (1/10) \times (1/10^3)$ (mg/g) となる。

*14 試薬に不純物としてストロンチウム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、または、試薬を精製した方がよい。なお、カルシウム含量の多い試料には加える必要はない。

する。再度加熱して沈殿を熟成し、放冷する。

- (5) 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(0.2W/V%)で洗浄する。
- (6) 50ml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。ガラスフィルターを水で洗浄後、水を標線まで加える。
- (7) この溶液を25mlメスフラスコ4個に正確に5mlずつ分取し、*¹⁵次にストロンチウム標準溶液(25mgSr/ml)をそれぞれ正確に0、1、2、3mlずつ加え、水を標線まで加える。
- (8) 5.1.5.2と同様に原子吸光分析装置を用いて、吸光度を測定してストロンチウム濃度P(mgSr/L)を求め、希釈倍率より乾燥細土中のストロンチウム量 W_3 (mg/g)を求める。^{*16}

7.1.6 計算

- (1) ストロンチウム回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times M)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W_1 : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W_2 : 回収されたストロンチウムの量(mg)^{*17}

W_3 : 乾燥細土中のストロンチウムの量(mg/g)

M : 供試量(g)

- (2) 乾燥細土1kg当たりのストロンチウム90を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (10^3 / M)$$

a : 乾燥細土1kg当たりのストロンチウム90(Bq/kg)

M : 供試量(g)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム90(Bq)

- (3) 1km²当たりの土壌中のストロンチウム90^{*18}を次式により計算する。

$$a' = a \times (D/100) \times Mf \times (10^{10}/S) \times (1/10^6)$$

a' : 1km²当たりのストロンチウム90(MBq/km²)

a : 乾燥細土1kg当たりのストロンチウム90(Bq/kg)

*¹⁵ストロンチウム濃度が約1.5mg/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。

*¹⁶例えば、この希釈倍率では、 $W_3 = P \times 25 \times (50/5) \times (1/10) \times (1/10^3)$ (mg/g)となる。

*¹⁷ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594。

*¹⁸採取した深さの土壌1km²当たりのストロンチウム90またはストロンチウム89を求め、土壌1km²当たりの蓄積量とする。海底土などには適用しない。

D : 乾燥率 (%)^{*19}

Mf : 採取土壌全質量 (kg)

S : 採取面積 (cm²)

(4) 乾燥細土 1kg 当たりのストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (10^3 / M)$$

a : 1kg 当たりのストロンチウム 89 (Bq/kg)

M : 供試量 (g)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

(5) 1km² 当たりの土壌中のストロンチウム 89^{*18} を次式により計算する。

$$a' = a \times (D/100) \times Mf \times (10^{10}/S) \times (1/10^6)$$

a' : 1km² 当たりのストロンチウム 89 (MBq/km²)

a : 乾燥細土 1 kg 当たりのストロンチウム 89 (Bq/kg)

D : 乾燥率 (%)^{*19}

Mf : 採取土壌全質量 (kg)

S : 採取面積 (cm²)

^{*19}採取土壌を 105～110℃で乾燥して求めた乾燥質量から得る。

$$D = (\text{乾燥質量 (g)} / \text{採取土壌質量 (g)}) \times 100$$

7.2 発煙硝酸法

7.2.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸、塩酸(1+1)、(1+3) 硝酸 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、ガラス繊維ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、共栓付き三角フラスコ、メスフラスコ、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気炉、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

7.2.2 分析操作

- (1) 7.1.3(1)～(10)に同じ。

(2) 3.2.2(4) ～(18) に同じ。^{*1}

7.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

(1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*2}

(2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*3}

7.2.4 安定ストロンチウムの定量

7.1.5 に同じ。

7.2.5 計算

7.1.6 に同じ。

^{*1}ウラン、トリウムを多量に含む土壌試料等については、イットリウム 90 の放射能測定において半減期 64.0 時間に従わない可能性がある。その場合は、バリウム除去操作(3.2.2(11)～(14))を繰り返すと有効である。

^{*2}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*3}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

7.3 シュウ酸塩法

7.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸、塩酸(1+1) 硝酸 シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 BCG溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、pH計、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、ガラス繊維ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、メスフラスコ
装置	遠心分離機、電気炉、ICP発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ

7.3.2 分析操作

- (1) 乾燥細土 100g^{*1}を蒸発皿(磁製、直径約 15cm)にはかり取り、500℃で 5 時間加熱する。
- (2) 放冷後、2Lビーカーに移し、ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml 加え、よくかき混ぜる。塩酸または硝酸 1Lを発泡に注意しながら少しずつ加え、^{*2} 時計皿でおおい、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。
- (3) ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C)の上にガラス繊維ろ紙(GA200)を重ねて吸引ろ過し、残留物は温水で 3 回洗浄する。ろ液と洗液を 3L ビーカーに合わせ、液量が 100ml になるまで加熱濃縮する。
- (4) 水 1L を加え、ホットプレート上で加熱煮沸する。これに、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。さらに、煮沸した水を加え全量を 2L とし、一晩静置して沈殿を沈降させる。
- (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。上澄み液は、5L ビーカーに移す。
- (6) 操作(5) の沈殿を塩酸 30ml に加温溶解し、もとの 3L ビーカーに入れた後、操作(4)～(6)を 2 回繰り返す。
- (7) 上澄み液を合わせ、約 80℃に加熱しシュウ酸 40gを加え、pH計で測定しながらアンモニア水でpH4.0～4.2に調整する。数時間加熱して沈殿を熟成し、放冷して沈殿が完全に沈降するまで静置する。^{*3}カルシウムの多い試料には、シュウ酸を多めに加える。
- (8) 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)を用いて沈殿を吸引ろ別し、シュウ酸アンモニウム溶液(0.2W/V%) 50ml を 3 回に分けて洗浄する。ろ紙ごと沈殿を蒸発皿(磁製、直径約 10cm)に移し、乾燥した後 600℃で 3 時間加熱する。
- (9) 試料を 500ml ビーカーに移し、硝酸に溶解し、水を加えて約 200ml とする。
- (10) 塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) 4mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水^{*4}を少しずつ加え、pH約 8 として水酸化鉄(III) を沈殿させる。さらに、約 10 分間加熱し、沈殿を熟成する。

^{*1}硫酸塩、硫化物など硫黄化合物を多く含む試料については、分析過程でSrSO₄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(30W/V%) 200ml を加えて 4 時間かくはんし、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。

^{*2}カルシウム含量の多い試料では発泡が激しいので飛散等に注意する。

^{*3}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色の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ため、シュウ酸を追加して沈殿生成の操作を繰り返す。

^{*4}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。

- (11) 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。ろ液と洗液を300ml ビーカーに受け、沈殿は捨てる。
- (12) 溶液を加熱し、約200ml まで蒸発濃縮する。バリウム担体溶液(10mgBa/ml) 2ml 及び酢酸アンモニウム溶液(46W/V%) 2ml を加え、次にアンモニア水(1+1) 及び酢酸(7+13) を用いて pH5.0~5.5 に調整する。
- (13) 約60°Cに加熱しクロム酸カリウム溶液(30W/V%) 1ml を加えポリスマン(ガラス棒) でビーカー内壁をこすり沈殿を生成した後、さらに加熱を続けて沈殿を熟成し、約1時間室温で放置する。
- (14) 黄色のクロム酸バリウムの沈殿をろ紙(No. 5C) を用いてろ別し、沈殿は酢酸アンモニウム溶液(0.6W/V%) で3回洗浄する。ろ液と洗液を1L ビーカーに受け、沈殿を捨てる。
- (15) 水酸化ナトリウム4gを加えてpH約10とし、*⁵次に炭酸ナトリウム40gを加え沈殿が出始めたら30分間加熱し、その後放置して白色の炭酸塩を沈殿させる。
- (16) 沈殿をガラスフィルター(25G4) を用いて吸引ろ別し、炭酸アンモニウム(1W/V%) で3回洗浄する。沈殿を硝酸*⁶に溶解し、ガラスフィルターを水で3回洗浄する。500ml ビーカーにろ液と洗液を合わせ、加熱濃縮して液量を約200mlにし、過酸化水素水2滴を加えクロム酸を還元する。
- (17) 塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) 4ml、ランタン担体溶液(10mgLa/ml) 0.5ml及びイットリウム担体溶液(10mgY/ml) 0.5mlを加え、加熱して二酸化炭素を追い出す。アンモニア水*⁴を少しずつ加え、pH約8として水酸化鉄(III) を沈殿させる。さらに、約10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(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。ろ液と洗液を500ml ビーカーに受け、沈殿を捨てる。
- (19) 加熱して、アンモニアを追い出す。硝酸7mlを加え、250ml メスフラスコに移し、2週間以上放置する。
- なお、このメスフラスコから正確に0.5mlを分取し、次項に従ってストロンチウムを定量し、計算の項に従ってストロンチウムの回収率を求める。

7.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3に同じ。

7.3.4 ストロンチウム90の定量

9.4に従って試料中に含まれるストロンチウム90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

*⁵溶液の色が橙色から黄色に変化すればよい。

*⁶沈殿の量に応じて硝酸の量を調節する。硝酸は、時計皿でおおい、少量ずつ加える。

7.3.5 安定ストロンチウムの定量

7.1.5と同じ。

7.3.6 計算

- (1) ストロンチウム回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times M)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W₁ : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W₂ : 回収されたストロンチウムの量(mg)

W₃ : 乾燥細土中のストロンチウムの量(mg/g)

M : 供試量(g)

- (2) 乾燥細土 1kg 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (10^3 / M)$$

a : 乾燥細土 1kg 当たりのストロンチウム 90 (Bq/kg)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (3) 1km² 当たりの土壌中のストロンチウム 90^{*7} を次式により計算する。

$$a' = a \times (D/100) \times M_f \times (10^{10}/S) \times (1/10^6)$$

a' : 1km² 当たりのストロンチウム 90 (MBq/km²)

a : 乾燥細土 1kg 当たりのストロンチウム 90 (Bq/kg)

D : 乾燥率(%)^{*8}

M_f : 採取土壌全質量(kg)

S : 採取面積(cm²)

^{*7}採取した深さの土壌 1km² 当たりのストロンチウム 90 を求め、土壌 1km² 当たりの蓄積量とする。海底土などには適用しない。

^{*8}採取土壌を 105～110℃ で乾燥して求めた乾燥質量から得る。

$$D = (\text{乾燥質量(g)} / \text{採取土壌質量(g)}) \times 100$$

第 8 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ストロンチウムは、灰試料を酸に溶解し、イオン交換法、発煙硝酸法またはシュウ酸塩法により定量する。ただし、牛乳、ドライミルクなどの灰はHDEHPを用いる溶媒抽出法も適用できる。

8.1 イオン交換法

8.1.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) カルシウム標準溶液(1000mgCa/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 シュウ酸ナトリウム(標準試薬) 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+3)、(1+23) 硝酸 王水 硫酸(1+3) シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム、水酸化ナトリウム溶液(24W/V%)
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(15.4W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和)
その他	メタノール エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
イオン交換樹脂	Dowex 50W-X8(100~200 メッシュ)
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、

装置

ガラスフィルター、クロマト管、分液漏斗、メスフラスコ、ビュレット、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
遠心分離機、電気炉、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ、カルシウム用中空陰極ランプ

8.1.2 イオン交換樹脂のコンディショニング及びカラム作製

3.1.2 に同じ。

8.1.3 分析操作^{*1}

- (1) 生質量 1 kg に相当する灰試料をビーカー^{*2}に取り、水で湿した後、ストロンチウム担体溶液 (10mgSr/ml) を正確に 5ml 加える。^{*3}
- (2) 王水を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。さらに硝酸を加え、再度蒸発乾固する。^{*4}塩酸 (1+1) 100~300ml を加えてホットプレート上で 1 時間加熱する。ブフナー漏斗とろ紙 (No. 5C) を用いて吸引ろ過し、残留物は温水で洗浄する。
- (3) 操作 (2) のろ液と洗液を合わせ、ビーカー^{*5}に移し、ビーカー容量のほぼ 7 割まで水を加える。^{*6}

^{*1}本法は、分析試料中のカルシウム含量が 5g 以下のものを対象としている。5g を超える試料の分析では、5g 以下になるように試料を分割し、分割数に応じて使用する樹脂カラムの本数を増やして対応する必要がある。なお、試料中に含まれるカルシウム量に応じたカラムサイズに変更してもよい。ただし、必ず溶離条件を確認すること。また、本法の溶離条件は Dowex 50W-X8 を用いた検討実験により得られたものである。Dowex 50W-X8 以外の樹脂（例えば Amberlite CG120）またはロットの異なる樹脂を用いる場合には、溶離条件が異なることがあるので（解説A参照）、ストロンチウムとカルシウムについて使用する樹脂ごとに溶離曲線を作成することが必要である。なお、溶離曲線を作成することができない場合は、解説Bを参照のこと。

^{*2}使用するビーカーサイズの目安は、灰 10~20g で 1L ビーカー、灰 30g で 2L ビーカー、灰 40~50g で 3L ビーカーである。

^{*3}セシウム 137 を同時に分析する場合はセシウムの担体も加える。

^{*4}試料中に有機物（黒色または黒かつ色）が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。

^{*5}使用するビーカーサイズの目安は灰 10g で 1L ビーカー、灰 20g で 2L ビーカー、灰 30g 以上で 3L ビーカーである。

^{*6}精米、茶葉などのカルシウム含量が少ない試料には、カルシウム担体溶液 (50mgCa/ml) 5ml を加えた方がよい。

(4) 以下の操作は 3.1.3(1)～(13) に同じ。^{*7}

8.1.4 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*8}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*9}

8.1.5 安定ストロンチウムの定量^{*10}

8.1.5.1 ICP 発光分光分析法

- (1) 灰試料 1g をはかり取り、200ml ビーカーに入れ、水で湿した後、硝酸 15ml を加えてホットプレート上で蒸発乾固する。硝酸 10ml を加え、再度蒸発乾固する。
- (2) 塩酸(1+1) 20ml を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。
- (3) 塩酸(1+1) 30ml を加え、ホットプレート上で加熱し、放冷後、ろ紙(No. 5C) を用いてろ過し、ろ液は 100ml メスフラスコに受ける。水を標線まで加える(試料溶液)。

内標準法

- (1) 試料溶液を 50ml メスフラスコに正確に 5ml 分取する。イットリウム標準溶液(50mgY/L) を正確に 1ml 加え、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にイットリウム標準溶液(50mgY/L) を正確に 1ml 加え、次にストロンチウム標準溶液(5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液のストロンチウム発光強度(測定波長; 407.771nm) とイットリウム発光強度(測定波長; 371.029nm) の比(ストロンチウム発光強度/イットリウム発光強度) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度P(mgSr/L) を求め、希釈倍率より灰試料中のストロンチウム量 W_3 (灰中%) を求める。^{*11}

検量線法

- (1) 試料溶液を 50ml メスフラスコに正確に 5ml 分取する。水を標線まで加えて、測定試料用溶液とする。

^{*7}加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10gあたり 10gであり、最大 30g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 10～20g で 1L ビーカー、灰 30～40g で 2L ビーカー、灰 50g 以上で 3L 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 30g、海藻、ドライミルクが 20g、その他が 10g である。

^{*8}ストロンチウム 89 も定量するときには 9.5 に従う。

^{*9}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*10}精米、牛乳などは安定ストロンチウム含量が非常に少なく、定量する必要はない。

^{*11}例えば、ここの希釈倍率では、 $W_3 = P \times 50 \times (100/5) \times (1/10^3) \times (1/1) \times (1/10)$ (灰中%) となる。

- (2) 50ml メスフラスコ 5 個にストロンチウム標準溶液 (5mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、0.1、0.5、1、5ml ずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液 (0、0.01、0.05、0.1、0.5mgSr/L) とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度 (測定波長 ; 407.771nm) を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より灰試料中のストロンチウム量 W_3 (灰中%) を求める。*11

8.1.5.2 原子吸光分析法 (標準添加法)

8.1.5.1 (1) ~ (3) で得られる試料溶液について、以下の操作を行う。

- (1) 200ml ビーカーに試料溶液を正確に 50ml 分取し、水を加えて約 100ml とする。約 80°C に加熱してシュウ酸 5g を加え、アンモニア水で pH4.0~4.2 (BCG 溶液、黄色→青緑色) に調整する。再度加熱して沈殿を熟成する。
- (2) 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 (0.2W/V%) で洗浄する。
- (3) 50ml 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。ガラスフィルターを水で洗浄後、水を標線まで加える。
- (4) この溶液を 25ml メスフラスコ 4 個に正確に 5ml ずつ分取し、*12 次に標準ストロンチウム溶液 (25mgSr/L) をそれぞれ正確に 0、1、2、3ml ずつ加え、水を標線まで加える。
- (5) 5.1.5.2 と同様に原子吸光分析装置を用いて、吸光度を測定してストロンチウム濃度 P (mgSr/L) を求め、希釈倍率より灰試料中のストロンチウム量 W_3 (灰中%) を求める。*13

8.1.6 カルシウムの定量

8.1.6.1 ICP 発光分光分析法

8.1.5.1 (1) ~ (3) で得られる試料溶液について、以下の操作を行う。

内標準法

- (1) 50ml メスフラスコ中のカルシウム量が 50 μ g 程度になるように水で希釈を繰り返した後、イットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml 加え、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ 6 個にイットリウム標準溶液 (50mgY/L) を正確に 1ml 加え、次

*12 ストロンチウム濃度が約 1.5mg/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。

*13 例えば、ここの希釈倍率では、 $W_3 = P \times 25 \times (50/5) \times (100/50) \times (1/10^3) \times (1/1) \times (1/10)$ (灰試料中%) となる。

にカルシウム標準溶液(5mgCa/L)をそれぞれ正確に0、0.5、1、5、10、30mlずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、0.05、0.1、0.5、1、3mgCa/L)とする。

- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液のカルシウム発光強度(測定波長 ; 393.366nm)とイットリウム発光強度(測定波長 ; 371.029nm)の比(カルシウム発光強度/イットリウム発光強度)を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のカルシウム濃度P(mgCa/L)を求め、希釈倍率より灰試料中のカルシウム量 m_2 (mg)を求める。
- (5) 灰中のカルシウム量は次式により計算する。

$$C = (m_2/m_1) \times (1/10^3) \times 100$$

C : 灰中のカルシウム量(灰中%)

m_1 : はかり取った灰試料の量(g)

m_2 : はかり取った灰試料中のカルシウム量(mg)

検量線法

- (1) 50ml メスフラスコ中のカルシウム量が50 μ g程度になるように水で希釈を繰り返した後、水を標線まで加えて測定試料用溶液とする。
- (2) 50ml メスフラスコ6個にカルシウム標準溶液(5mgCa/L)をそれぞれ正確に0、0.5、1、5、10、30mlずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、0.05、0.1、0.5、1、3mgCa/L)とする。
- (3) ICP 発光分光分析装置を用い、検量線用溶液及び測定試料用溶液の発光強度(測定波長 ; 393.366nm)を測定する。
- (4) 検量線から測定試料用溶液のカルシウム濃度P(mgCa/L)を求め、希釈倍率より灰試料中のカルシウム量 m_2 (mg)を求める。
- (5) 灰中のカルシウム量は次式により計算する。

$$C = (m_2/m_1) \times (1/10^3) \times 100$$

C : 灰中のカルシウム量(灰中%)

m_1 : はかり取った灰試料の量(g)

m_2 : はかり取った灰試料中のカルシウム量(mg)

8.1.6.2 原子吸光分析法

- (1) 8.1.5.1(1)～(3)で得られる試料溶液について、以下の操作を行う。
- (2) 50ml メスフラスコ中のカルシウム量が0.05～0.1mg程度になるように水で希釈を繰り返した後、ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml)を正確に5ml加える。水を標線まで加えて測定試料用溶液(1～2mgCa/ml)とする。
- (3) 50ml メスフラスコ4個にストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml)を正確に5mlずつ取り、次にカルシウム標準溶液(50mgCa/L)をそれぞれ正確に0、1、2、3mlずつ加える。水を標線まで加えて検量線用溶液(0、1、2、3mgCa/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 ; 422.7nm)を測定する。

(5) 検量線から測定試料用溶液のカルシウム濃度P(mgCa/L) を求め、希釈倍率より試料中のカルシウム量 m_2 (mg) を求める。

(6) 灰中のカルシウム量を次式により計算する。

$$C = (m_2/m_1) \times (1/10^3) \times 100$$

C : 灰中のカルシウム量(灰中%)

m_1 : はかり取った灰試料の量(g)

m_2 : はかり取った灰試料中のカルシウム量(mg)

8.1.6.3 過マンガン酸カリウム滴定法

(1) 8.1.5.1(1)～(3) で得られる試料溶液について、以下の操作を行う。

(2) 試料溶液から、カルシウム量 20～40mg 程度を 300ml ビーカーに分取し、水を加えて約 200ml とする。

(3) 約 80℃に熱してシュウ酸 5g を加え、アンモニア水で pH4.0～4.2 (BCG 溶液、黄色→青緑色) に調整する。再度加熱して沈殿を熟成する。

(4) 放冷後、ろ紙(No. 5C) を用いて沈殿をろ別し、ろ紙及び沈殿は温水で十分に(10 回程度) 洗浄する。

(5) ろ紙ごと沈殿を 300ml ビーカーに移し、温水 200ml 及び硫酸(1+3) 30ml を加えて沈殿を溶解する。

(6) 液温を 70℃付近に保ちながら 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する。かき混ぜても 15 秒くらい淡紅色が残る点を終点とする。終点までに要した 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量 V(ml) から、灰中のカルシウム量 C(灰中%) を次式により計算する。

$$C = \{(V - V_1 - V_2) \times F \times 0.002004/m_1\} \times (100/d) \times 100$$

C : 灰中のカルシウム量(灰中%)

m_1 : はかり取った灰試料の量(g)

V : 分取試料に要した 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量 (ml)

V_1 : ブランクに要した 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量 (ml)

V_2 : 灰試料中に共存するストロンチウムから生成したシュウ酸塩沈殿により消費された 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量 (ml)^{*14}

*14 8.1.5 の結果(灰試料中のストロンチウム量 W_3 (灰中%)) を用いて次式により計算される。

$$V_2 = (m_1 \times W_3 / 0.4381 \times F) \times (d/100)$$

F : 0.02mol/L過マンガン酸カリウム標準溶液のファクター^{*15}

d : 操作(2) の分取量(ml)

8.1.7 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times M \times 10)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W₁ : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W₂ : 回収されたストロンチウムの量(mg)^{*16}

W₃ : 灰中のストロンチウム量(灰中%)

M : 供試量(g)

- (2) 生質量 1kg 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。^{*17}

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{(K \times 10) / M\}$$

a : 生 1kg 当たりのストロンチウム 90 (Bq/kg 生)

K : 灰分(%)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (3) 牛乳 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (K / M)$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (Bq/L)

K : 灰分(g/L)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (4) 日常食 1 人 1 日当たりのストロンチウム 90 の摂取量を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (K / M)$$

a : 1 人 1 日当たりのストロンチウム 90 の摂取量(Bq/人・日)

K : 日常食 1 人 1 日当たりの灰の量(g/人・日)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (5) ストロンチウム単位を次式により計算する。

$$SU = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{100 / (M \times C)\}$$

^{*15}100~200mgのシュウ酸ナトリウムを正確にはかり取り(m₃mg)、0.02mol/L過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定し、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(V₄ml)、次式により計算する。

$$F = m_3 / (6.701 \times V_4)$$

^{*16}ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594。

^{*17}牛乳、日常食については、それぞれ(3)、(4)に従う。

SU : ストロンチウム単位

M : 供試量 (g)

C : 灰中のカルシウム量 (灰中%)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (6) 生質量 1kg 当たりのストロンチウム 89 を次式により計算する。*18

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times \{(K \times 10) / M\}$$

a : 1kg 当たりのストロンチウム 89 (Bq/kg)

K : 灰分 (%)

M : 供試量 (g)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

- (7) 牛乳 1L 当たりのストロンチウム 89 を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (K / M)$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 89 (Bq/L)

K : 1L 当たりの灰の量 (g/L)

M : 供試量 (g)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

- (8) 日常食 1 人 1 日当たりのストロンチウム 89 の摂取量を次式により計算する。

$$a = (A_{89} \pm \Delta A_{89}) \times (K / M)$$

a : 1 人 1 日当たりのストロンチウム 89 の摂取量 (Bq/人・日)

K : 日常食 1 人 1 日当たりの灰の量 (g/人・日)

M : 供試量 (g)

$A_{89} \pm \Delta A_{89}$: 試料中に含まれるストロンチウム 89 (Bq)

*18 牛乳、日常食については、それぞれ (7)、(8) に従う。

8.2 発煙硝酸法

8.2.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) カルシウム標準溶液(1000mgCa/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 シュウ酸ナトリウム(標準試薬) 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 塩化鉄(Ⅲ)溶液(5mgFe/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml)
酸類	塩酸(1+1) 硝酸 発煙硝酸(比重 1.52)、(比重 1.45) 王水 硫酸(1+3) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+100)、(1+500) 水酸化ナトリウム
塩類	塩化アンモニウム 酢酸アンモニウム溶液(46W/V%)、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム溶液(飽和) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和)、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%)
その他	エタノール pH 試験紙 BCG 溶液 フェノールフタレイン溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット)、メスシリンダー(または分注器)、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、共栓付き三角フラスコ、メスフラスコ、ビュレット、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	遠心分離機、電気乾燥器、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、

8.2.2 分析操作

- (1) 8.1.3(1)～(3)に同じ。
- (2) 3.2.2(1)～(18)に同じ。^{*1}

8.2.3 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の定量

- (1) 9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。^{*2}
- (2) 9.5 に従って試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を求める。^{*3}

8.2.4 安定ストロンチウムの定量^{*4}

8.1.5 に同じ。

8.2.5 カルシウムの定量

8.1.6 に同じ。

8.2.6 計算

8.1.7 に同じ。

^{*1}加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10gあたり 10gであり、最大 30g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 10～20gで 1Lビーカー、灰 30～40gで 2Lビーカー、灰 50g以上で 3L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 30g、海藻、ドライミルクが 20g、その他が 10gである。

^{*2}ストロンチウム 89 も定量するときは、9.5 に従う。

^{*3}ストロンチウム 90 とストロンチウム 89 を定量する方法である。

^{*4}精米、牛乳などは安定ストロンチウム含量が非常に少なく、定量する必要はない。

8.3 シュウ酸塩法

8.3.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	ストロンチウム標準溶液(1000mgSr/L) カルシウム標準溶液(1000mgCa/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 シュウ酸ナトリウム(標準試薬) 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 、(100mgSr/ml) 塩化鉄(III)溶液(5mgFe/ml) イットリウム担体溶液(10mgY/ml) バリウム担体溶液(10mgBa/ml) ランタン担体溶液(10mgLa/ml)
酸類	塩酸(1+1) 硝酸、硝酸(1+1) 王水 硫酸(1+3) シュウ酸 酢酸(7+13)
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1) 、(1+100) 水酸化ナトリウム
塩類	酢酸アンモニウム溶液(46W/V%) 、(0.6W/V%) 炭酸アンモニウム、炭酸アンモニウム溶液(1W/V%) シュウ酸アンモニウム溶液(飽和) 、(0.2W/V%) 炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム溶液(飽和) クロム酸カリウム溶液(30W/V%) 硝酸ランタン溶液(0.2W/V%)
その他	過酸化水素水 pH 試験紙 BCG 溶液
器具	ホットプレート、全量ピペット(またはマイクロピペット) 、蒸発皿、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、ブフナー漏斗、吸引瓶、ろ過鐘、ガラスフィルター、メスフラスコ、ビュレット
装置	遠心分離機、電気炉、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、ストロンチウム用中空陰極ランプ、カルシウム用中空陰極ランプ

8.3.2 分析操作

- (1) 生質量 1 kg に相当する灰試料をビーカー^{*1}に取り、水で湿した後、ストロンチウム担体溶液(100mgSr/ml) を正確に 10ml 加える。^{*2}
- (2) 王水を加え、ホットプレート上で蒸発乾固する。さらに硝酸を加え、再度蒸発乾固する。^{*3}塩酸(1+1) 100~300mlを加えてホットプレート上で 1 時間加熱する。ブフナー漏斗とろ紙(No. 5C) を用いて吸引ろ過し、残留物は温水で洗浄する。
- (3) 操作(2) のろ液と洗液を合わせ、ビーカー^{*4}に移し、ビーカー容量のほぼ 7 割まで水を加える。^{*5}
- (4) 以下の操作は 3.3.2(1) ~ (15) に同じ。^{*6}

8.3.3 回収されたストロンチウムの定量

3.3.3 に同じ。

8.3.4 ストロンチウム 90 の定量

9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

8.3.5 安定ストロンチウムの定量^{*7}

8.1.5 に同じ。

8.3.6 カルシウムの定量

8.1.6 に同じ。

^{*1}使用するビーカーサイズの目安は、灰 10~20g で 1L ビーカー、灰 30g で 2L ビーカー、灰 40~50g で 3L ビーカーである。

^{*2}セシウム 137 を同時に分析する場合はセシウムの担体も加える。

^{*3}試料中に有機物(黒色または黒かっ色)が残っている場合は、さらに硝酸を加え加熱分解する。

^{*4}使用するビーカーサイズの目安は灰 10g で 1L ビーカー、灰 20g で 2L ビーカー、灰 30g 以上で 3L ビーカーである。

^{*5}精米、茶葉などのカルシウム含量が少ない試料には、カルシウム担体溶液(50mgCa/ml) 5ml を加えた方がよい。

^{*6}加える炭酸ナトリウム量の目安は灰 10g あたり 10g であり、最大 30g 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 10~20g で 1L ビーカー、灰 30~40g で 2L ビーカー、灰 50g 以上で 3L 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 30g、海藻、ドライミルクが 20g、その他が 10g である。なお、カルシウム含量の多い試料(約 3g 以上)は、6.3.2(2) ~ (15) を適用するとよい。

^{*7}精米、牛乳などは安定ストロンチウム含量が非常に少なく、定量する必要はない。

8.3.7 計算

- (1) ストロンチウムの回収率を次式により計算する。

$$Y = \{W_2 / (W_1 + W_3 \times M \times 10)\} \times 100$$

Y : ストロンチウムの回収率(%)

W₁ : 加えた担体ストロンチウムの量(mg)

W₂ : 回収されたストロンチウムの量(mg)

W₃ : 灰中のストロンチウム量(灰中%)

M : 供試量(g)

- (2) 生質量 1kg 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。^{*8}

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{(K \times 10) / M\}$$

a : 生 1kg 当たりのストロンチウム 90 (Bq/kg 生)

K : 灰分(%)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (3) 牛乳 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (K / M)$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (Bq/L)

K : 灰分(g/L)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (4) 日常食 1 人 1 日当たりのストロンチウム 90 の摂取量を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (K / M)$$

a : 1 人 1 日当たりのストロンチウム 90 の摂取量(Bq/人・日)

K : 日常食 1 人 1 日当たりの灰の量(g/人・日)

M : 供試量(g)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (5) ストロンチウム単位を次式により計算する。

$$SU = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{100 / (M \times C)\}$$

SU : ストロンチウム単位

M : 供試量(g)

C : 灰中のカルシウム量(灰中%)

A₉₀ ± ΔA₉₀ : 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

^{*8}牛乳、日常食については、それぞれ(3)、(4)に従う。

8.4 溶媒抽出法^{*1}

8.4.1 試薬・器具・装置

試薬

標準溶液	カルシウム標準溶液(1000mgCa/L) イットリウム標準溶液(1000mgY/L) 使用に際しては、必要とする濃度に上記市販品を水で正確に希釈する。 シュウ酸ナトリウム(標準試薬) 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液
担体溶液	ストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) イットリウム担体溶液(1mgY/ml)
酸類	塩酸(2+1)、(1+1)、(1+11) 硝酸、硝酸(1+1) 王水 硫酸(1+3) シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100)
その他	エタノール トルエン HDEHP-トルエン溶液(容積比 2:1) BCG 溶液
器具	ホットプレート、ウォーターバス、全量ピペット(またはマイクロピペット)、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、分液漏斗、メスフラスコ、ビュレット、分離型フィルター、試料皿、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	振とう機、電気炉、ICP 発光分光分析装置、原子吸光分析装置、カルシウム用中空陰極ランプ

8.4.2 分析操作

- (1) 牛乳 1Lに相当する灰試料^{*2}を 1Lビーカーに取り、水で湿した後イットリウム担体溶液(1mgY/ml)を正確に 10ml及びストロンチウム担体溶液(10mgSr/ml) 1mlを加える。^{*3}王水 40mlを加え、時計皿でおおい、ホットプレート上で蒸発乾固する。塩酸(1+1) 25mlを加え、短時間加熱して溶解する。ろ紙(No. 5B)を用いてろ過し、残留物を塩酸(1+1) 10mlと水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、水を加えて 200mlと

^{*1}牛乳、ドライミルクなどに適用できる。参考文献(21) 参照。

^{*2}灰の量にして 10 g までとする。

^{*3}セシウム 137 を同時に分析する場合は、セシウムの担体も加える。

する。

- (2) 300ml分液漏斗に移し、HDEHP-トルエン溶液(容積比 2:1) 40mlを加えて 1 分間振とうする。10 分間静置した後、水層^{*4}を除く。^{*5}(このときの日時を「ミルキング日時」として記録する)
- (3) 新たに塩酸(1+11) 20ml(保持担体 Sr5mg を含む)を加えて 1 分間振とうする。10 分間静置した後、水層を除く。
- (4) 塩酸(2+1) 20mlを加えて 1 分間振とうし、静置する。
- (5) 水層を 100ml 分液漏斗に移す。
- (6) 残った有機層を用いて、操作(4)を繰り返す。
- (7) 水層を操作(5)の水層に合わせ、トルエン 20mlを加えて 1 分間振とうし、静置する。
- (8) 水層を 100ml ビーカーに移し、ホットプレート上で蒸発乾固する。
- (9) 硝酸(1+1) 数 mlを加えて乾固物を加熱溶解し、ろ紙(No. 5B)を用いてろ過する。ろ紙は温水 50ml で洗浄する。
- (10) ろ液と洗液を加温し、アンモニア水(1+1)で pH 約 8 として水酸化イットリウムを沈殿させる。ろ紙(No. 5A)を用いてろ過し、沈殿をアンモニア水(1+100)で洗浄する。
- (11) 沈殿を少量の硝酸(1+1)に溶解し、ろ紙を温水 50ml で洗浄する。
- (12) ろ液と洗液を合わせ、ウォーターバス上で加温しシュウ酸 2gを加える。アンモニア水(1+1)を加え、pH1.0~1.5に調整してシュウ酸イットリウムを沈殿させ、さらにウォーターバス上で約 10 分間加温した後、室温で約 20 分間放置する。
- (13) 分離型フィルターとろ紙(No. 5C)を用いて沈殿を吸引ろ別する。沈殿を水とエタノールで洗浄する。
- (14) ろ紙上の沈殿を 110℃で 30 分間乾燥した後、ろ紙ばさみを用い、ろ紙ごと沈殿を固定し、放射能を測定する。
- (15) 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 分間強熱し、酸化イットリウム(Y_2O_3)として秤量し、^{*6}イットリウム担体の回収率を求める。

8.4.3 ストロンチウム 90(イットリウム 90)の定量

9.4 に従って試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を求める。

8.4.4 カルシウムの定量

8.1.6 に同じ。

^{*4}水層は放射性セシウムの分析に使用できる。

^{*5}これより後の操作(3)～(14)は、すみやかに行なわなければならない。

^{*6}イットリウムの質量/酸化イットリウムの質量=0.787。

8.4.5 計算

- (1) 牛乳 1L 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する。

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times (K/M)$$

a : 1L 当たりのストロンチウム 90 (Bq/L)

K : 灰分 (g/L)

M : 供試量 (g)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (2) 粉乳 1kg 当たりのストロンチウム 90 を次式により計算する

$$a = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{(K \times 10) / M\}$$

a : 生 1kg 当たりのストロンチウム 90 (Bq/kg 粉乳)

K : 灰分 (%)

M : 供試量 (g)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

- (3) ストロンチウム単位を次式により計算する。

$$SU = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times \{100 / (M \times C)\}$$

SU : ストロンチウム単位

M : 供試量 (g)

C : 灰中のカルシウム量 (灰中%)

$A_{90} \pm \Delta A_{90}$: 試料中に含まれるストロンチウム 90 (Bq)

第 9 章 ストロンチウム 90 及びストロンチウム 89 の測定

ストロンチウム 90 は、これと放射平衡にある娘核種のイットリウム 90 を分離して測定することによって、定量する。ストロンチウム 89 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イットリウム 90 を分離して測定し、炭酸ストロンチウムの放射能から(ストロンチウム 90+イットリウム 90) の放射能を差し引くことにより定量する。

9.1 試薬・器具・装置

試薬

放射能標準溶液	ストロンチウム 90 標準溶液 ストロンチウム 89 標準溶液
担体溶液	塩化鉄(Ⅲ)-イットリウム混合担体溶液((1 mg Fe+10 μg Y)/ml) イットリウム担体溶液(1 mg Y/ml)
酸類	塩酸(1+1)、(1+5) シュウ酸
アルカリ類	アンモニア水、アンモニア水(1+1)、(1+100)、(1+500)
塩類	塩化アンモニウム 炭酸アンモニウム溶液(飽和)
その他	エタノール コロジオン-エタノール溶液(1:20 容積比) フェノールフタレイン溶液(0.1W/V%)
器具	ホットプレート、ウォーターバス、全量ピペット(またはマイクロピペット)、pH 計、ビーカー、時計皿、ろ紙、漏斗、吸引瓶、分離型フィルター、試料皿、赤外線ランプ、でんぷん糊、デシケーター、ろ紙ばさみ
装置	電気炉、電気乾燥器、低バックグラウンド 2π ガスフロー計数装置

9.2 放射能測定の手順

測定には、原則として低バックグラウンド 2π ガスフロー計数装置を用い、以下の順序で測定する。

- (1) 使用装置の形式、名称、測定試料の形などを記録する。
- (2) 適当なチェック用線源(セシウム 137 等の密封線源)を用い、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 60 分間測定する。
- (4) 測定試料を 60 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 60 分間測定する。本操作の計数値と操

作(3) の計数値との和をバックグラウンドの計数値(Nb) 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 $n(\text{cpm})$ 及び標準偏差 Δn を次式により求める。

$$n \pm \Delta n = \{(Ns/Ts) - (Nb/Tb)\} \pm \{(Ns/Ts^2) + (Nb/Tb^2)\}^{1/2}$$

Ns : 測定試料の計数値

Ts : 測定試料の測定時間(分)

Nb : バックグラウンドの計数値

Tb : バックグラウンドの測定時間(分)

9.3 放射能測定試料のマウント法

本マニュアル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9.1に示すような分離型フィルターを用いる。

- (1) ろ過板の上ろ紙(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)またはエタノールで洗い落とす。
- (3) 水酸化鉄(III)の場合は、試料皿(ステンレス鋼製など)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9.2参照)。

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°C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9.3参照)。

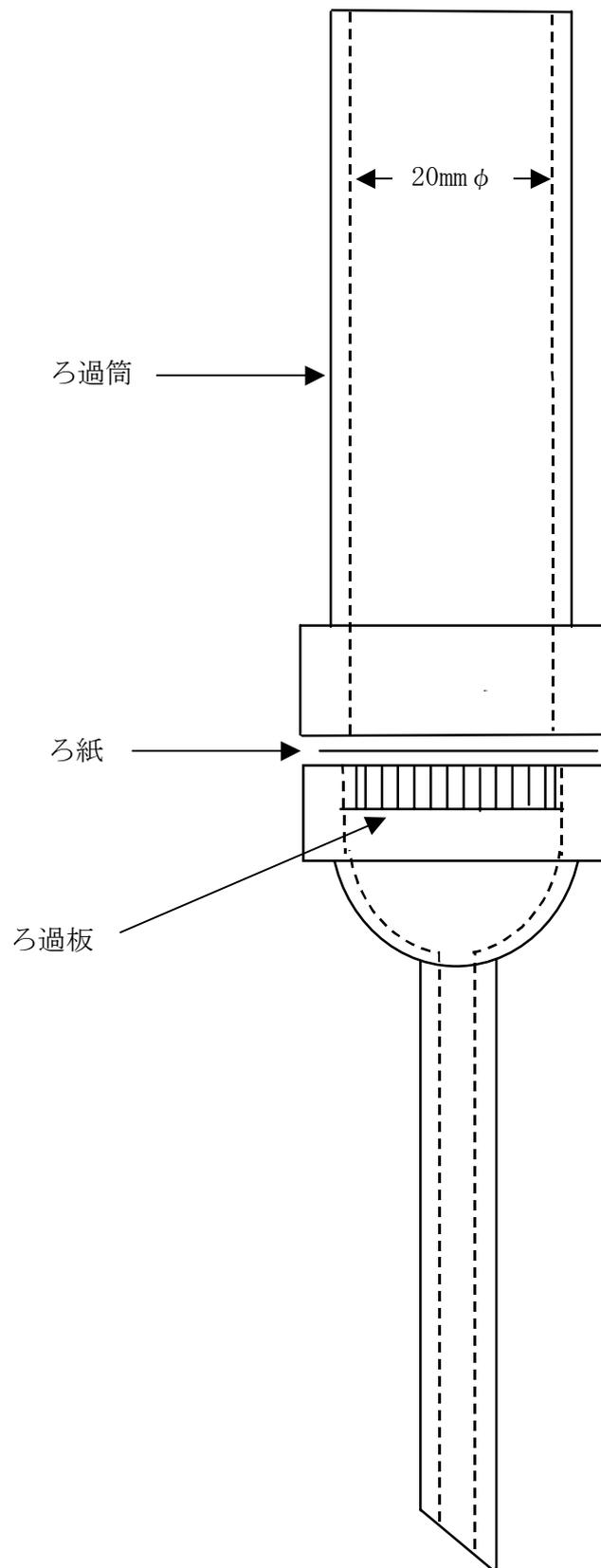


図 9.1 分離型フィルター(例)

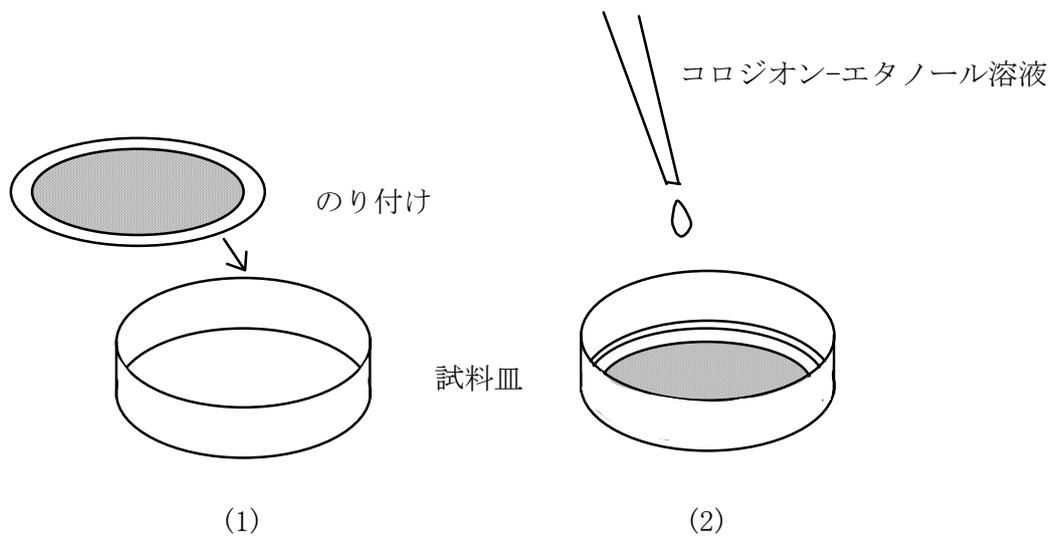


図 9.2 試料皿による方法

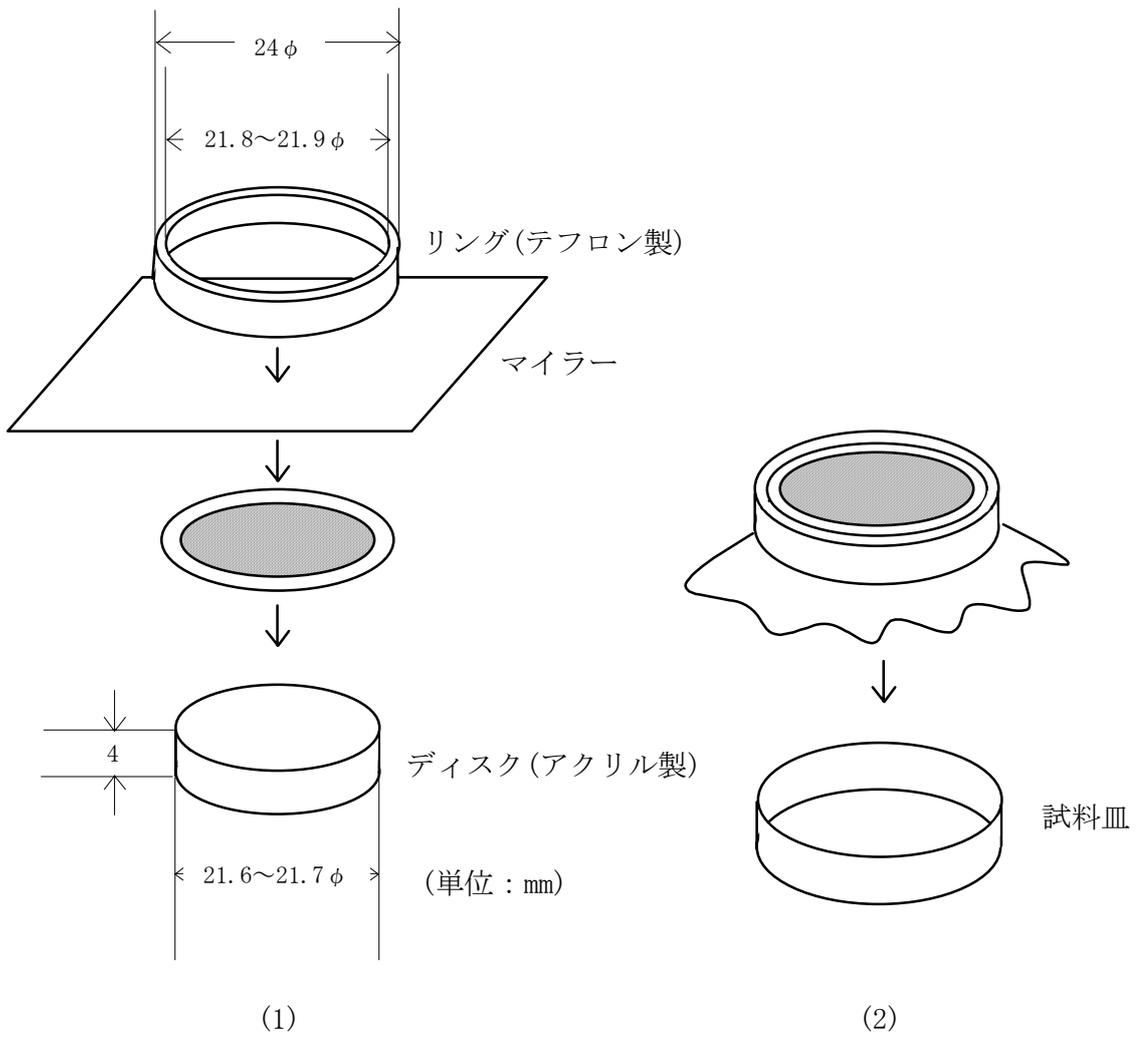


図 9.3 ろ紙ばさみによる方法(例)

9.4 ストロンチウム 90 の定量法

9.4.1 イットリウム 90 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 (イオン交換法、発煙硝酸法) またはストロンチウムを含む溶液 (シュウ酸塩法) から、それぞれ水酸化鉄(III)共沈法またはシュウ酸イットリウム沈殿法によりイットリウム 90 を分離する。

炭酸ストロンチウムの沈殿^{*1}は塩酸(1+1)に溶解し、100mlビーカーに移し、水を加えて液量を約 50mlとする。

9.4.1.1 水酸化鉄(III)共沈法

- (1) 試料溶液に塩化鉄(III)-イットリウム混合担体溶液((1mgFe+10 μ gY)/ml) 5ml を正確に加える。
- (2) 塩化アンモニウム 1g及びフェノールフタレイン溶液 0.5mlを加える。加熱して二酸化炭素を追い出し、溶液の色が赤色を呈するまでアンモニア水^{*2}を少しずつ加え、水酸化鉄(III)を沈殿させる。さらに、アンモニア水^{*2}1mlを加え、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。ろ液と洗液を合わせ塩酸で酸性にして保存する。^{*3}
- (4) 操作(3)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、ろ紙上に黄色の鉄(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。さらに温水 40ml で洗浄する。
- (5) 再び操作(2)～(4)を繰り返し、さらに、操作(2)を行なう。
- (6) 分離型フィルターとろ紙(No. 5C)を用いて沈殿を吸引ろ別する、沈殿はアンモニア水(1+100)で洗浄する。
- (7) ろ紙ごと試料皿にのり付けし、赤外線ランプで乾燥した後、コロジオン-エタノール溶液(容積比 1:20)を 2、3 滴加え、再び乾燥し、放射能を測定する。

9.4.1.2 シュウ酸イットリウム沈殿法

- (1) 試料溶液にイットリウム担体溶液(1 mg Y/ml) 10ml を正確に加え、塩化アンモニウム 10g 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^{*2}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。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。ろ液と洗液を合わせ

^{*1}ストロンチウム 89 も定量するときには、9.5 に従う。

^{*2}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。

^{*3}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。

塩酸で酸性にして保存する。^{*3}

- (4) 操作(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、ろ紙を温水 50ml で洗浄する。
- (5) 操作(4)の試料溶液に、塩化アンモニウム 1g を加え、再び操作(2)～(4)を繰り返す。
- (6) 試料溶液をウォーターバス上で加温し、シュウ酸 2g を加える。アンモニア水(1+1)を加え pH 計を用いて pH1.5 に調整し、シュウ酸イットリウムを沈殿させ、さらに、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。
- (7) 分離型フィルターとろ紙(No. 5C)を用いて沈殿を吸引ろ別する。沈殿を水とエタノールで洗浄する。
- (8) ろ紙上の沈殿を 110℃で 30 分間乾燥した後、ろ紙ばさみを用い、ろ紙ごと沈殿を固定し、放射能を測定する。
- (9) 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 分間強熱し、酸化イットリウム(Y₂O₃)として秤量し、^{*4}イットリウム担体の回収率を求める。

9.4.2 イットリウム 90 の測定

- (1) 9.4.1.1 水酸化鉄(III)共沈法または9.4.1.2 シュウ酸イットリウム沈殿法で得られる測定試料のイットリウム 90 を、9.2 に従って測定し、その計数率を $n_1 \pm \Delta n_1$ (cpm) とする。
- (2) イットリウム 90 の分離操作を行った日時(ミルク日時)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、ミルク日時におけるイットリウム 90 の計数率 $n_0 \pm \Delta n_0$ (cpm) を次式により計算する。^{*5}

$$n_0 \pm \Delta n_0 = (n_1 \pm \Delta n_1) \times \exp\{0.693 \times (t_1/64.10)\} \times (100/y) \times [1/\{1 - \exp(-0.693 \times (t_2/64.10))\}]$$

y : イットリウム担体の回収率(%)^{*6}

t_1 : ミルク日時から測定開始日時までの時間(時間)

t_2 : スカベンジ日時からミルク日時までまでの時間(時間)

9.4.3 イットリウム 90 の計数効率の決定

ストロンチウム 90 標準溶液の一定量を 100ml ビーカー数個に取り、9.4.1.1 水酸化鉄

^{*4}イットリウムの質量/酸化イットリウムの質量=0.787。

^{*5}測定試料の放射能がイットリウム 90 の半減期 64.10 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。ストロンチウム 90 の除去が不完全で、半減期 64.10 時間に従わない場合は、ミルクをやり直す。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。

^{*6}9.4.1.1 水酸化鉄(III)共沈法ではイットリウム 90 の回収率を 100 として計算する。

(Ⅲ)共沈法または 9.4.1.2 シュウ酸イットリウム沈殿法によりイットリウム 90 を分離し、放射能を測定する。分取したストロンチウム 90 の量(Bq) でイットリウム 90 の計数率(cps) を除して計数効率E(%) を求める。このときの値は、数個の平均値をとる。^{*7}

9.4.4 試料中のストロンチウム 90 の計算

試料中に含まれるストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を次式により計算する。

$$A_{90} \pm \Delta A_{90} = (n_0 \pm \Delta n_0) \times (100/E) \times (1/60) \times (100/Y)$$

$n_0 \pm \Delta n_0$: ミルキング時におけるイットリウム 90 の計数率(cpm)

E : イットリウム 90 の計数効率(%)

Y : ストロンチウムの回収率(%)

さらに、ストロンチウム単位^{*8}に換算する場合には、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ を試料中に含まれるカルシウムの質量(g) で除す。

9.5 ストロンチウム 89 の定量法

9.5.1 (ストロンチウム 90+イットリウム 90) の計数効率の決定

- (1) 100ml ビーカー8 個にストロンチウム 90 標準溶液の一定量を取り、ストロンチウム担体溶液(5mgSr/ml) をそれぞれ正確に 3、5、7、9、11、13、16、20ml ずつ加える。
- (2) 水を加えて液量を約 50ml とした後、アンモニア水(1+1) を加え pH 約 9 とする。炭酸アンモニウム溶液(飽和) 5ml を加え、炭酸ストロンチウムを沈殿させる。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。
- (3) 実際の試料に用いるものと同径の分離型フィルター(図 9.1 参照) と既知質量のろ紙(No. 5C) を用いて、沈殿を吸引ろ別する。沈殿をアンモニア水(1+100) 及びエタノールで洗浄する。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した後沈殿の質量をはかり、ストロンチウム担体の回収率を求める。^{*9}
- (4) ろ紙ごと沈殿をろ紙ばさみ(図 9.3 参照) で固定し、2 週間以上放置した後、9.2 に従って放射能を測定する。
- (5) 操作(1) で分取したストロンチウム 90 の量(Bq)、^{*10}操作(3) で求めたストロンチウム担体の回収率及び操作(4) で得られた(ストロンチウム 90+イットリウム 90) の計数率(cpm) から、(ストロンチウム 90+イットリウム 90) の計数効率 E_1 (%) を求め、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 9.4

^{*7}シュウ酸イットリウム沈殿法においては、イットリウム担体の量を変えて、数点(例えば 6、8、10mgY) とる。

^{*8}ストロンチウム 90 による汚染の程度を表す単位で、試料中のカルシウム 1g と共存するストロンチウム 90 の割合として示される。

^{*9}ストロンチウムの質量/炭酸ストロンチウムの質量=0.594。

^{*10}イットリウム 90 は含まないことに注意する。

参照)。

9.5.2 ストロンチウム 89 の計数効率の決定

ストロンチウム 89 標準溶液を用い、9.5.1 と同様な操作を行なう。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ストロンチウム 89 の計数効率 E_2 (%) との関係を示す計数効率曲線を作成する (図 9.5 参照)。

9.5.3 試料中のストロンチウム 89 の計算^{*11}

- (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、9.2 に従って測定し、その計数率を $N_T \pm \Delta N_T$ (cpm) とする (ストロンチウム 90+イットリウム 90+ストロンチウム 89)。
- (2) 9.4.1.1 に従って、測定試料である炭酸ストロンチウム中のストロンチウム 90、 $A_{90} \pm \Delta A_{90}$ (Bq) を定量する。
- (3) $N_T \pm \Delta N_T$ における (ストロンチウム 90+イットリウム 90) の寄与 $N_{90} \pm \Delta N_{90}$ (cpm) を次式により計算する。

$$N_{90} \pm \Delta N_{90} = (A_{90} \pm \Delta A_{90}) \times 60 \times (E_1/100) \times (Y/100)$$

E_1 : (ストロンチウム 90+イットリウム 90) の計数効率 (%)

Y : ストロンチウムの回収率 (%)

- (4) $N_T \pm \Delta N_T$ におけるストロンチウム 89 の寄与 $N_{89} \pm \Delta N_{89}$ (cpm) を次式により計算する。

$$\begin{aligned} N_{89} \pm \Delta N_{89} &= (N_T \pm \Delta N_T) - (N_{90} \pm \Delta N_{90}) \\ &= (N_T - N_{90}) \pm (\Delta N_T^2 + N_{90}^2)^{1/2} \end{aligned}$$

- (5) 試料中に含まれるストロンチウム 89、 $A_{89} \pm \Delta A_{89}$ (Bq) を次式により計算する。

$$A_{89} \pm \Delta A_{89} = (N_{89} \pm \Delta N_{89}) \times (100/E_2) \times (1/60) \times (100/Y)$$

E_2 : ストロンチウム 89 の計数効率 (%)

Y : ストロンチウムの回収率 (%)

^{*11}ストロンチウム 89 の分析目標レベルは、放射能の計算過程においてストロンチウム 90 の放射能を差し引くことから、試料中のストロンチウム 90 の量によって左右される。ストロンチウム 90 の放射能濃度を分析目標レベルと仮定すると、ストロンチウム 89 の分析目標レベルはストロンチウム 90 のおよそ 3 倍である。

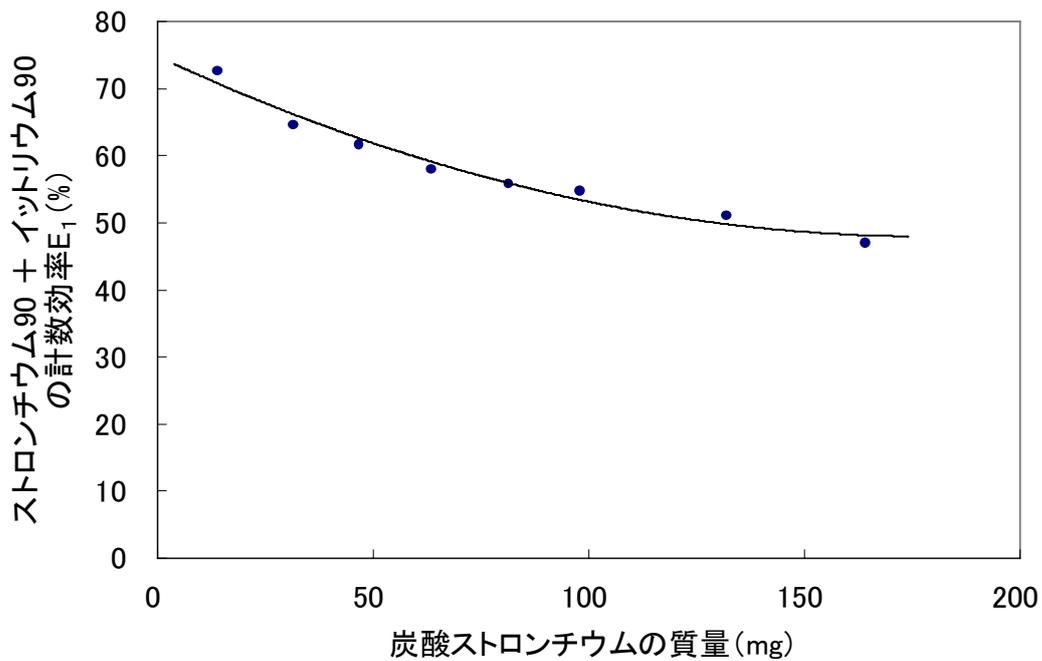


図 9.4 炭酸ストロンチウムの質量と(ストロンチウム 90+イットリウム 90) の計数効率 E_1 との関係(例)

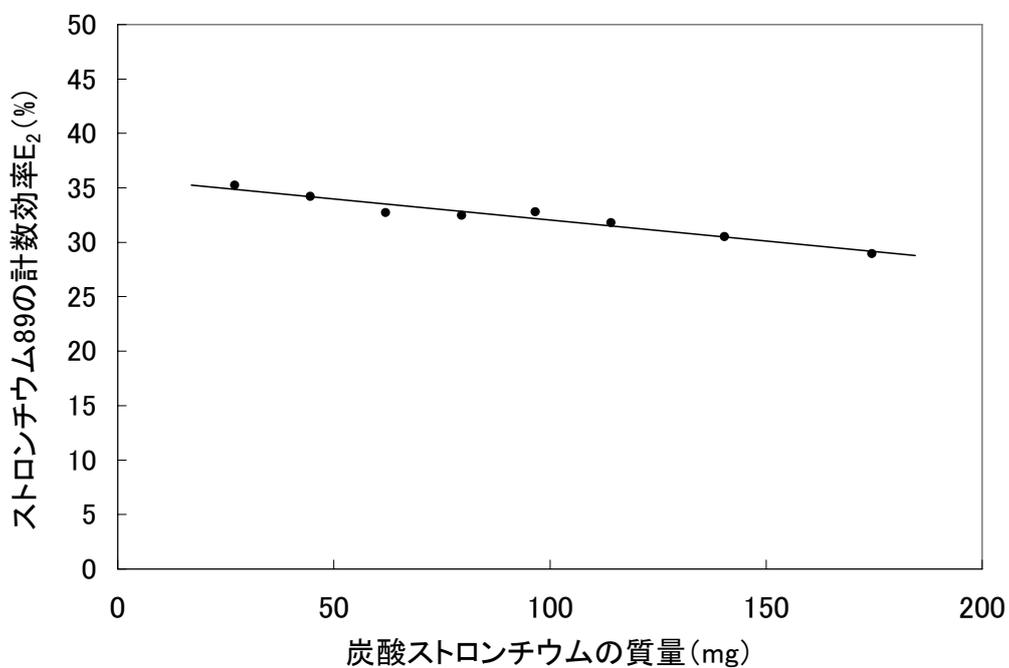


図 9.5 炭酸ストロンチウムの質量とストロンチウム 89 の計数効率 E_2 との関係(例)

解

說

解説 A イオン交換法の検討

—カルシウムが 5g まで含まれる試料に適用できる方法—

放射性ストロンチウム分析法（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 1g 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 1g を超し、5g 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 5g 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 5g 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)	1kg 生	2~19	7~100
海水	40L	17	140~330
粉乳	1kg 生	4~13	2~5
海底土	100g 乾土	(試料によっては 5g 以上)	3~400
魚類 (筋肉)	1kg 生	0.05~4	0.1~17
貝類	1kg 生	0.4~2.3	2~30
ほうれん草	1kg 生	0.2~1.7	0.4~5
海藻類	1kg 生	0.6~1.6	40~130
牛乳	1L	0.9~1.3	<0.1
日常食	1 人日	0.2~1.1	0.6~7
陸水	100L	(約 1)	1~50
土壌	100g 乾土	(0~1)	0.1~40
茶	200g 乾物	0.1~0.9	0.3~3
大根	1kg 生	0.1~0.4	0.3~2
精米	1kg 生	0.02~0.06	<0.1
降下物	一ヶ月分	—	—

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 5g 以下の試料は約 97%である。

1. カラム操作の条件設定

Ca量を 0.5, 3, 4, 5gと変化させ、Sr50mg, Ba50mg, Bi50mg, Pb50mgを含む塩酸(1+23)酸性の溶液 500ml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²²⁶Ra, ²¹⁰Bi, ²¹⁰Pb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イオン交換樹脂 : 強酸性陽イオン交換樹脂 Dowex 50W-X8, 100-200 メッシュ, H 型
- ②カラムサイズ及び流速 : 3cmφ×26cm, 約 5ml/分
- ③溶離液 : 溶離液 A[酢酸アンモニウム(15.4W/V%) -メタノール(容積比 1:1)] 1000ml, 溶離液 B[酢酸アンモニウム(15.4W/V%)] 500ml, 塩酸(1+2) 1750ml

(2) 実験結果と考察

一例として、Ca が 4g 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 0.4mg であった。この Ca 量は炭酸塩として 1mg 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する。

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²²⁶Ra, ²¹⁰Bi, ²¹⁰Pb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
0.5g	91	0.06	4×10^5 以上	2×10^2	8×10^3 以上
3g	97	0.2	5×10^4	2×10^3	8×10^3 以上
4g	95	0.4	2×10^4	2×10^3	8×10^3 以上
5g	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 1000ml としたが、本マニュアルでは Ca の除去をより確実にするために 1100ml 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 1.0mgのSrが存在した。そこで、実験では溶離液Bを 500ml としたが、本マニュアルでは回収率を高め、かつ²²⁶Raの影響を受けないように 600ml とした。

参考：Amberlite CG120 による実験

強酸性陽イオン交換樹脂 Amberlite CG120 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、Ca4g のときの溶離曲線を図 A. 2 に示す。

図 A. 1 (Dowex 50W-X8 を用いた実験) と図 A. 2 (Amberlite CG120 を用いた実験) を比較すると、図 A. 2 では溶離液 B の流出液中に Ba が混入するなど、元素の溶離状況が異なる。従って、Dowex 50W-X8 と異なる強酸性陽イオン交換樹脂 (Amberlite CG120 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。

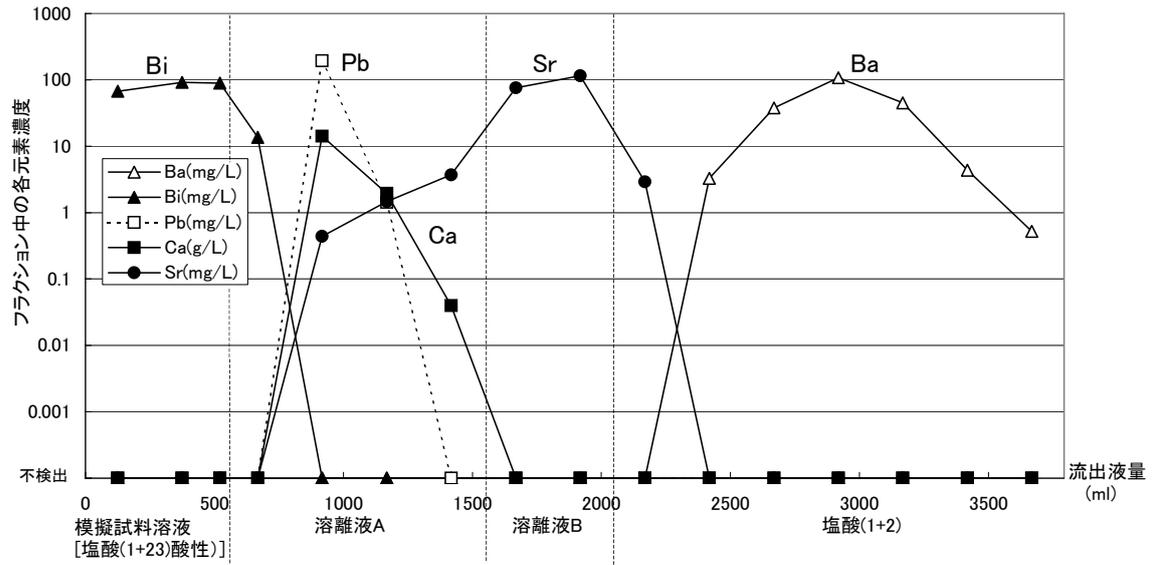


図 A.1 Dowex 50W-X8 における溶離曲線 (Ca 含有量 4g)

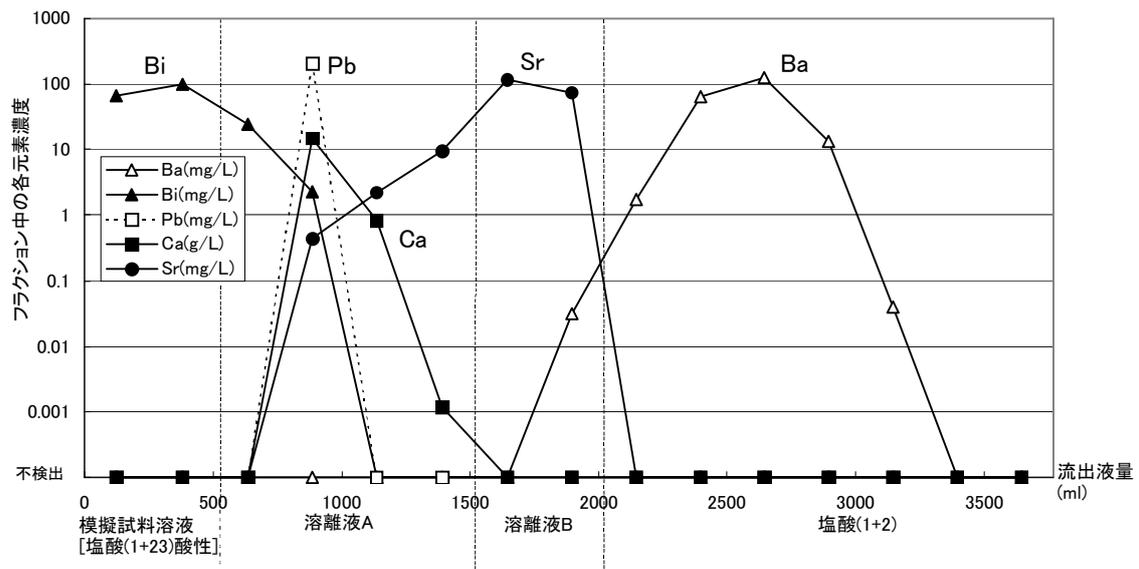


図 A.2 Amberlite CG120 における溶離曲線 (Ca 含有量 4g)

解説 B イオン交換法におけるカルシウム分離除去の簡易チェック法

本イオン交換法においては、使用する強酸性陽イオン交換樹脂 Dowex 50W-X8 のロットごとに Sr と Ca の溶離曲線を作成することが望ましい。特に、Ca を分離除去する溶離液 A[酢酸アンモニウム(15.4W/V%) - メタノール(容積比 1:1)] の液量が大切である。そこで、溶離曲線を作成することが困難であるときのために、それに代わる簡易チェック法を以下に示す。

なお、本法によるチェックを行う際には、解説 A に示した溶離曲線を参照されたい。

1. 手順

- (1) 樹脂カラムに溶離液 A を 1100ml 通す際、カラム流出液量が 1100ml となる点において、流出液を約 10ml 採取する。
- (2) その溶液を 100ml ビーカーに正確に 5ml 分取する。ホットプレート上で蒸発乾固後、硝酸(1+20) 20ml を加え、時計皿でおおって 10 分間加熱する。
- (3) 放冷後、試料溶液を 50ml メスフラスコに移して Ca 濃度を測定する。流出液中の濃度が 1mg/L 以下になっていることを確認する。

なお、Ca 濃度が 1mg/L を超えているときには、溶離曲線を作成し、分析条件を決定する。

解説 C 海水試料の予備濃縮

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 1.3g/L)、Ca(約 420mg/L) と Sr(約 8mg/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 40L 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 3cmφ×26cm 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。

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イオン交換樹脂 : 強酸性陽イオン交換樹脂 Dowex 50W-X8, 100-200 メッシュ, H 型
- ②カラムサイズ及び流速 : 3cmφ×26cm, 約 3ml/分
- ③海水試料の量 : 5L
- 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) 1000ml

(2) 実験結果と考察

表 C.1 塩酸(1+2) フラクシオン中の 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

中性あるいは塩酸(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 1L につき塩酸(1+1) あるいは硝酸(1+1) を 2ml 添加する(放射能測定法シリーズ 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。

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 40L を塩酸(1+600)酸性溶液とし、実験を行った。

(1) 実験条件

- ①イオン交換樹脂 : 強酸性陽イオン交換樹脂 Dowex 50W-X8, 100-200 メッシュ, H 型
- ②カラムサイズ及び流速 : 9cmφ×26cm, 約 30ml/分
- ③海水試料 : 塩酸(1+600)酸性, 40L

④溶離液 : 溶離液 A[酢酸アンモニウム(15.4W/V%) -メタノール(容積比 1:1)] 2.50L, 塩酸(1+2) 6.00L

(2) 実験結果と考察

Sr, Ca, Mg の溶離曲線を図 C.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 5g)、0.3%(約 0.2g) 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ストロンチウムの分離精製操作を行う。

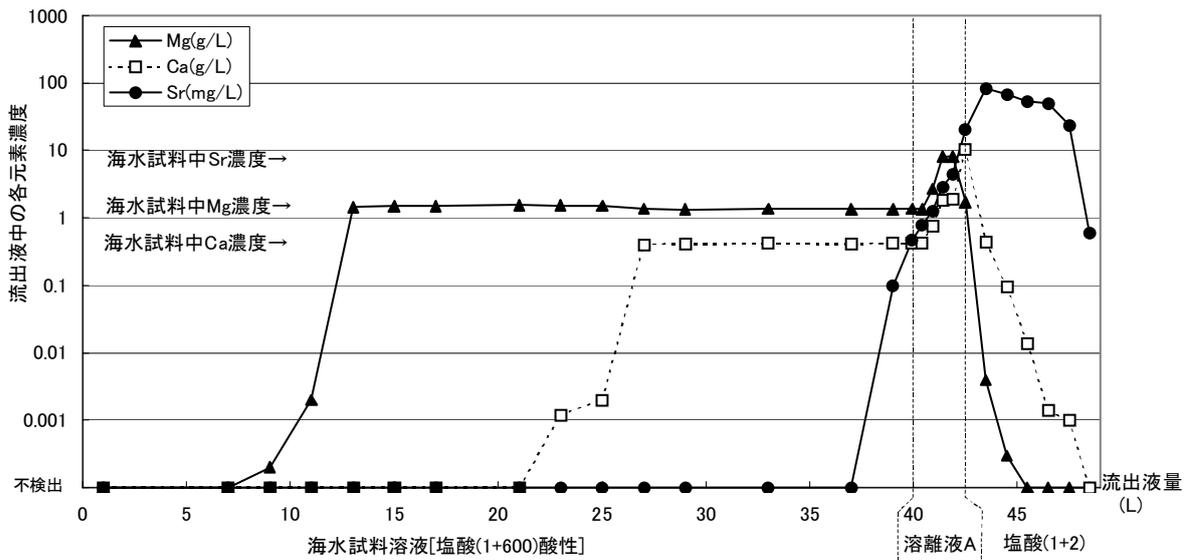


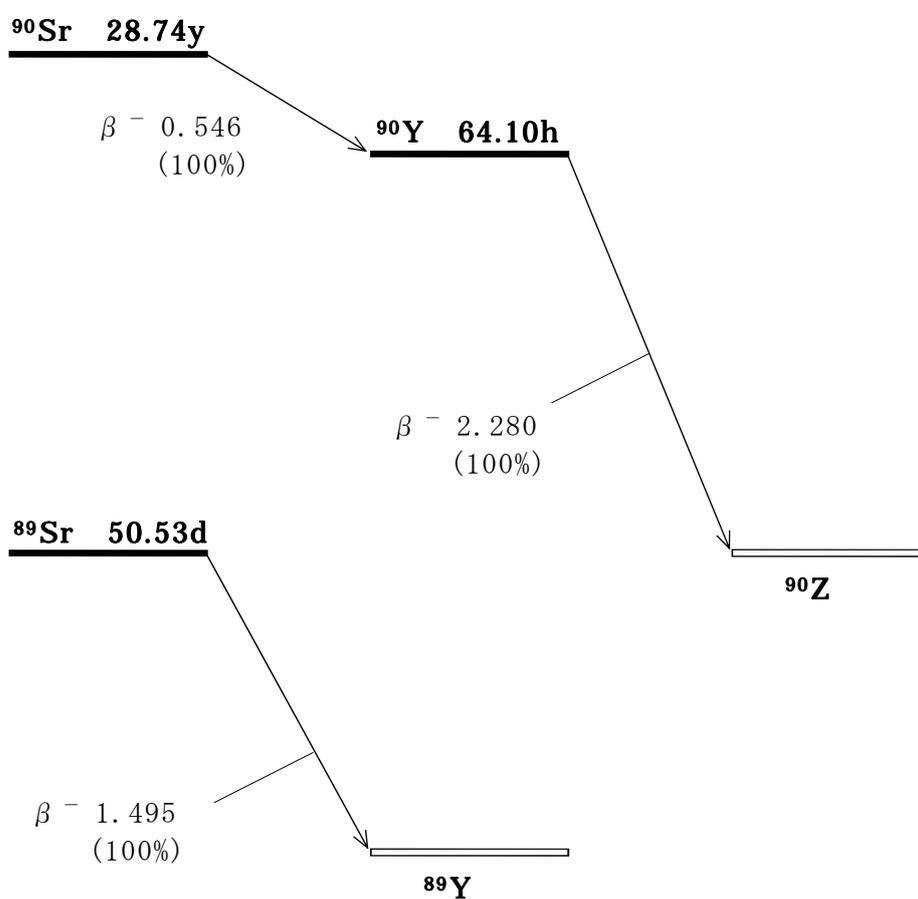
図 C.1 海水試料の予備濃縮における Sr, Ca, Mg の溶離曲線

付 録

付録1 ストロンチウム 90 等の核データと壊変図

核種	半減期	壊変形式	放射線のエネルギー(放出率)
ストロンチウム 89	50.53 d	β^- 100%	1.495 MeV (100%)
ストロンチウム 90	28.74 y	β^- 100%	0.546 MeV (100%)
イットリウム 90	64.10 h	β^- 100%	2.280 MeV (100%)

出典：「アイソトープ手帳 10 版」日本アイソトープ協会(2001)



付録2 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）並びに今回の改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115Lに、採水直後硝酸580mlを加え、分析室で20Bqのストロンチウム90を加え、プロペラ式かくはん機で約2時間かき混ぜた後、20Lずつに分けて各機関に配付した。
- (2) 土 壤：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 μ m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、100gまたは200gに分けて各機関に配付した。
- (3) スキムミルク：市販品1袋(25kg)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、50gずつに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

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(現核燃料サイクル開発機構東海事業所)

日本原子力研究所東海研究所

(財)日本分析センター

農林水産省畜産試験場(現独立行政法人農業技術研究機構畜産草地研究所)

1.3 分析結果

測定値の誤差(±)は統計誤差(標準偏差)である。

(1) 海水

分析方法	分析機関	供試量	⁹⁰ Sr分析値(Bq/L)
発煙硝酸法	g	5L	0.15±0.011, 0.17±0.011
シュウ酸塩法	b	10L	0.17±0.004, 0.17±0.004
	e	10L	0.17±0.007
	g	10L	0.15±0.004

統計誤差(標準偏差)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

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	100g	5.9±0.26	2.6±0.19	1.0 ±0.15
			5.5±0.26	2.7±0.19	1.0 ±0.15
			5.7±0.26	2.6±0.19	1.0 ±0.15
イオン交換法	a	100g	4.6±0.33	3.1±0.22	1.0 ±0.15
	b	100g			1.1 ±0.07 1.1 ±0.07
	g	100g	5.8±0.26	2.4±0.19	0.96±0.15
シュウ酸塩法	b	100g	5.9±0.19	3.0±0.15	0.96±0.07
			6.0±0.19	2.8±0.11	1.1 ±0.07
	e	100g	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、統計誤差(標準偏差)の3倍(3 σ)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次表のようになる。

	統計項目		試料 A	試料 B	試料 C
発煙硝酸法	n=3	\bar{x}	5.7	2.6	1.0
		σ	0.20	0.06	0.02
		CV(%)	3.6	2.2	2.1
イオン交換法	n=4	\bar{x}			1.0
		σ			0.06
		CV(%)			6.0
シュウ酸塩法	n=3	\bar{x}	5.8	2.8	1.0
		σ	0.25	0.13	0.09
		CV(%)	4.3	4.6	8.4

(3) スキムミルク(灰)

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	20g	0.019±0.0011	n	4				
			0.019±0.0011	\bar{x}	0.019				
			0.019±0.0011	σ	0.0007				
			0.020±0.0011	CV (%)	3.7				
イオン交換法	b	10g	0.019±0.0011	n	4	n			
			0.020±0.0015	\bar{x}	0.020		13		
			0.019±0.0011	σ	0.0006				
			0.020±0.0015	CV (%)	3.2				
	d	10g	0.020±0.0022	n	5			\bar{x}	
			0.017±0.0019	\bar{x}	0.020				0.020
			0.023±0.0022	σ	0.0021				
			0.019±0.0022	CV (%)	10.6				
	g	10g	0.019±0.0026	n	4			σ	
0.023±0.0030			\bar{x}	0.021	0.0017				
0.019±0.0019			σ	0.0021					
0.022±0.0022			CV (%)	9.3					
溶媒抽出法	d	10g	0.019±0.0033	n		6	n		
			0.020±0.0033	\bar{x}	0.022	14			
			0.022±0.0037	σ	0.0024				
			0.024±0.0037	CV (%)	11.0				
			0.020±0.0030						
	0.025±0.0037								
	i	10g	0.023±0.0033	n	6			\bar{x}	
			0.026±0.0033	\bar{x}	0.022				0.022
			0.022±0.0033	σ	0.0043				
			0.017±0.0033	CV (%)	19.3				
			0.019±0.0033						
	0.028±0.0037								
g	10g	0.022±0.0019	n	2	σ				
		0.023±0.0019	\bar{x}	0.022		0.0031			
			CV (%)	14.0					

溶媒抽出法の値はイオン交換法の値に比べ、ややバラツキが大きく、平均値も高いが、統計誤差(標準偏差)を考慮すればほぼ一致しているといえる。

2. 本マニュアルのイオン交換法による Sr-90 の実証試験結果 (今回の改訂に際して行った結果)

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Sr-90を分析した。下表にSr-90の分析結果を示し、あわせてSr回収率及びSr-90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18.5gの灰試料を分析したのは、カルシウム5g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。

試料	分析供試量 (g)	Sr 回収率 (%)	Sr-90 濃度 (mBq/g 灰または乾土)	
			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3 環境試料中のストロンチウム 90 濃度

平成 13 年度に 47 都道府県の各衛生研究所等及び日本分析センターで採取された各種環境試料について日本分析センターがストロンチウム 90 分析を行った結果を示す。

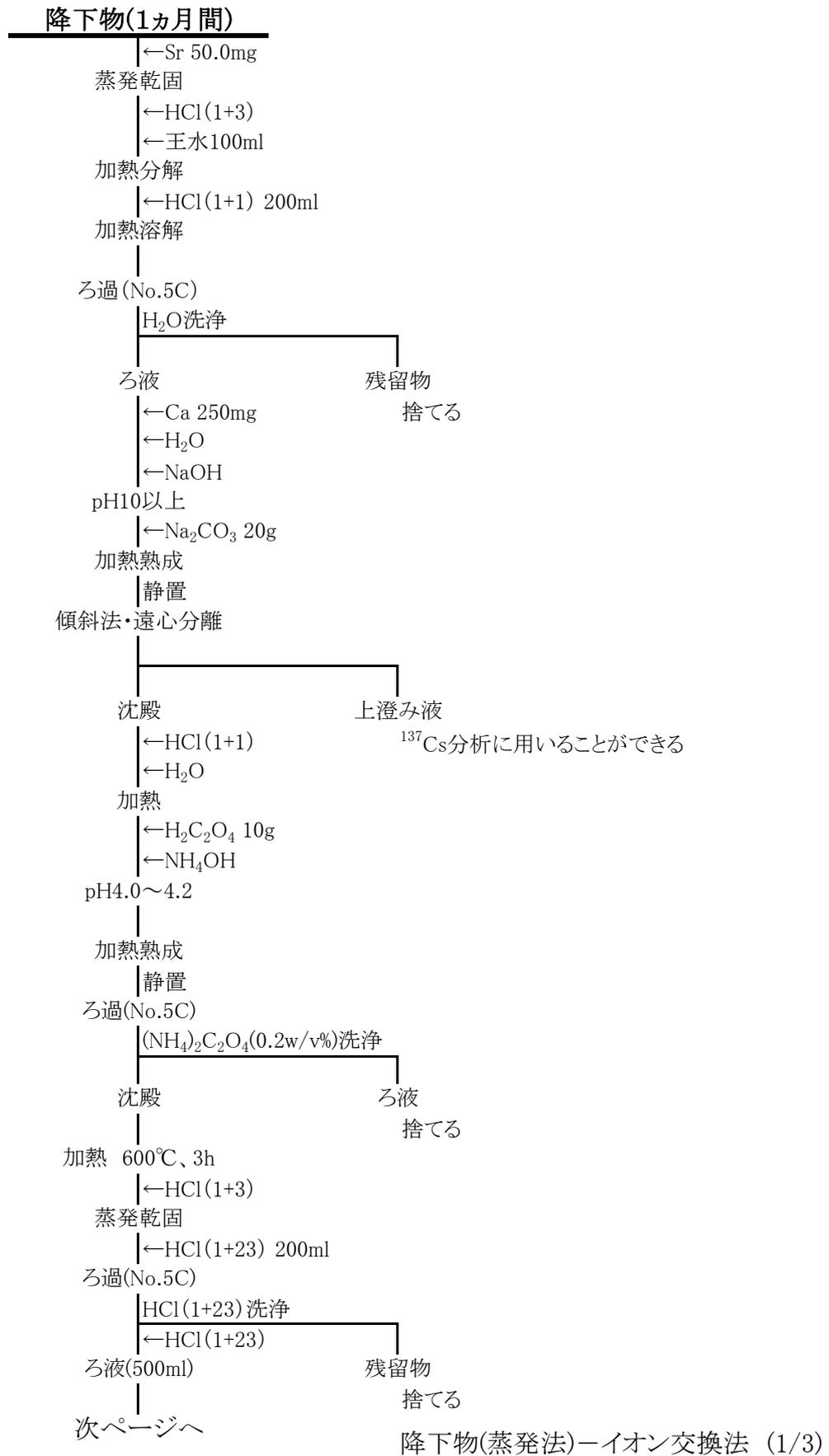
試料	単位	ストロンチウム 90 分析値			
		範囲	平均値*	試料数	
降下物	MBq/km ² (月間)	0.0000 ~ 0.16	0.019	572	
大気浮遊じん	mBq/m ³	0.00000 ~ 0.0014	0.00038	140	
上水	mBq/L	0.000 ~ 3.8	1.4	114	
淡水	mBq/L	0.050 ~ 3.4	1.7	9	
海水	mBq/L	1.3 ~ 2.1	1.6	14	
土壌	0~5cm	Bq/kg 乾土	0.020 ~ 9.2	2.1	48
	5~20cm	Bq/kg 乾土	0.019 ~ 6.7	1.7	48
海底土	Bq/kg 乾土	0.000 ~ 0.24	0.056	14	
日常食	Bq/人/日	0.0056 ~ 0.095	0.042	186	
米	Bq/kg 生	0.0000 ~ 0.016	0.0057	51	
牛乳	mBq/L	0.0000 ~ 0.060	0.021	136	
粉乳	Bq/kg 粉乳	0.019 ~ 0.42	0.15	12	
根菜類	Bq/kg 生	0.0000 ~ 0.34	0.072	49	
葉菜類	Bq/kg 生	0.0069 ~ 0.91	0.082	50	
茶	Bq/kg	0.047 ~ 1.2	0.37	19	
淡水魚	Bq/kg 生	0.0028 ~ 0.84	0.22	10	
海産魚	Bq/kg 生	0.0000 ~ 0.023	0.0062	33	
貝類	Bq/kg 生	0.0000 ~ 0.017	0.0073	10	
海藻類	Bq/kg 生	0.0099 ~ 0.056	0.024	9	

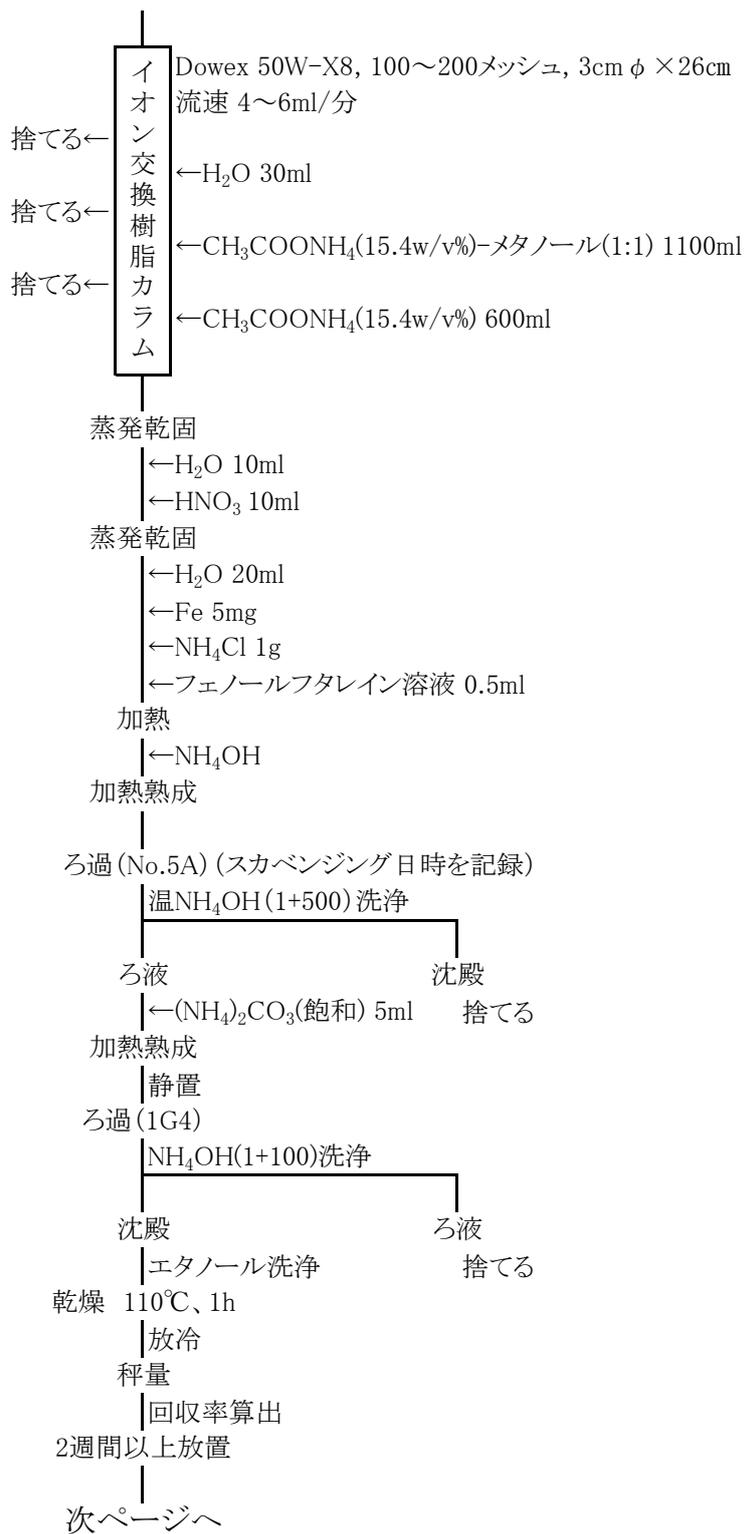
出典：「第 44 回環境放射能調査研究成果論文抄録集(平成 13 年度)」(文部科学省)

*分析値の範囲の最小値には不検出の値も含まれる。また、平均値はマイナスの値を 0 とし
て計算した。

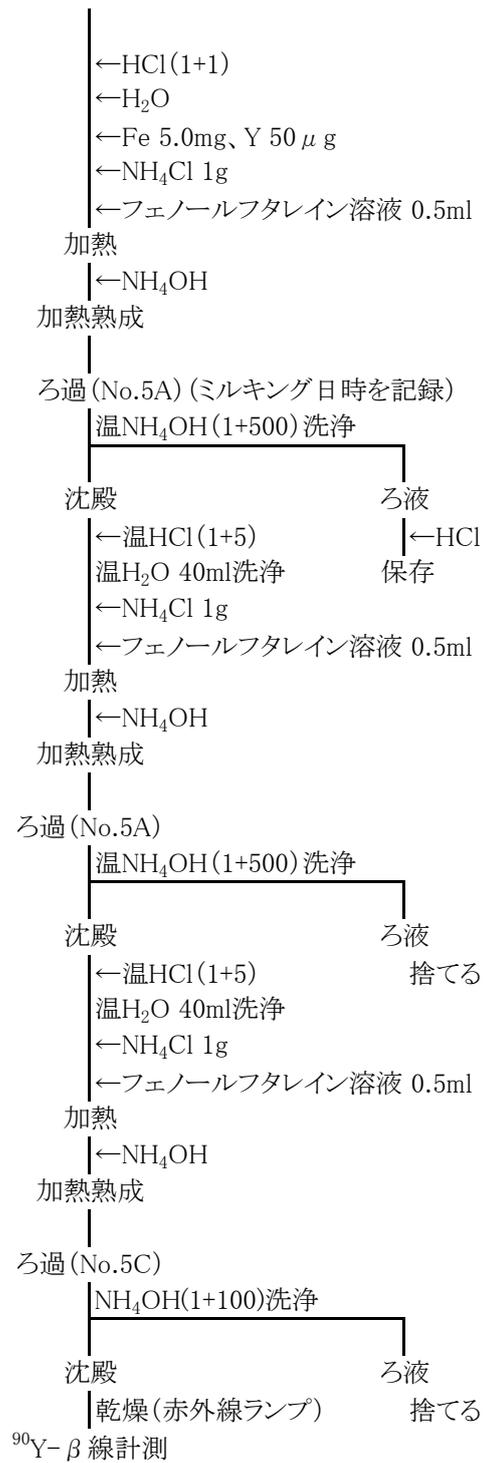
*本データは文部科学省ホームページ「日本の環境放射能と放射線(<http://www.kankyo-hoshano.go.jp/>)」の環境放射線データベースに公開されている。

付録4 分析流れ図



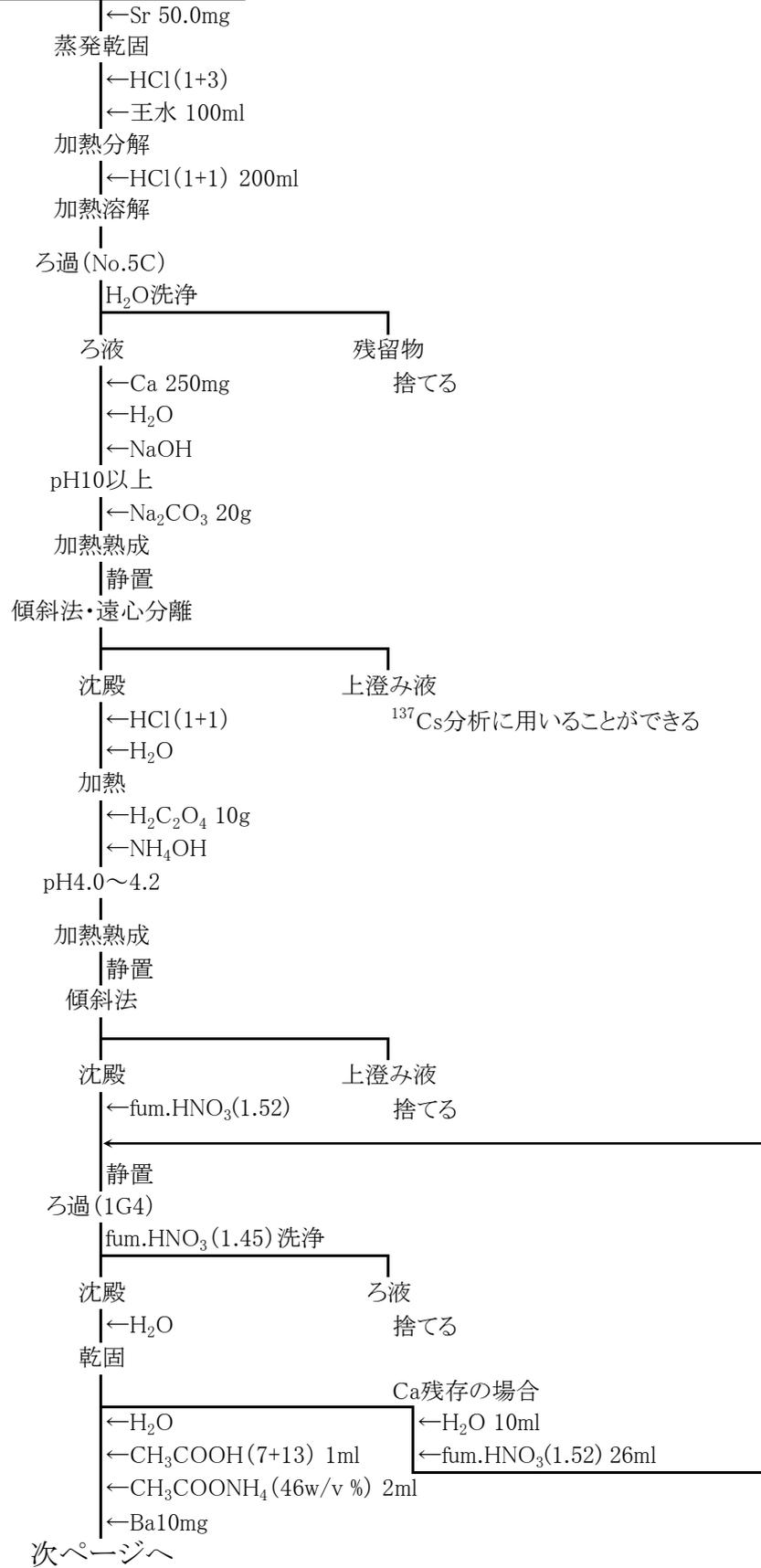


降下物(蒸発法)ーイオン交換法 (2/3)



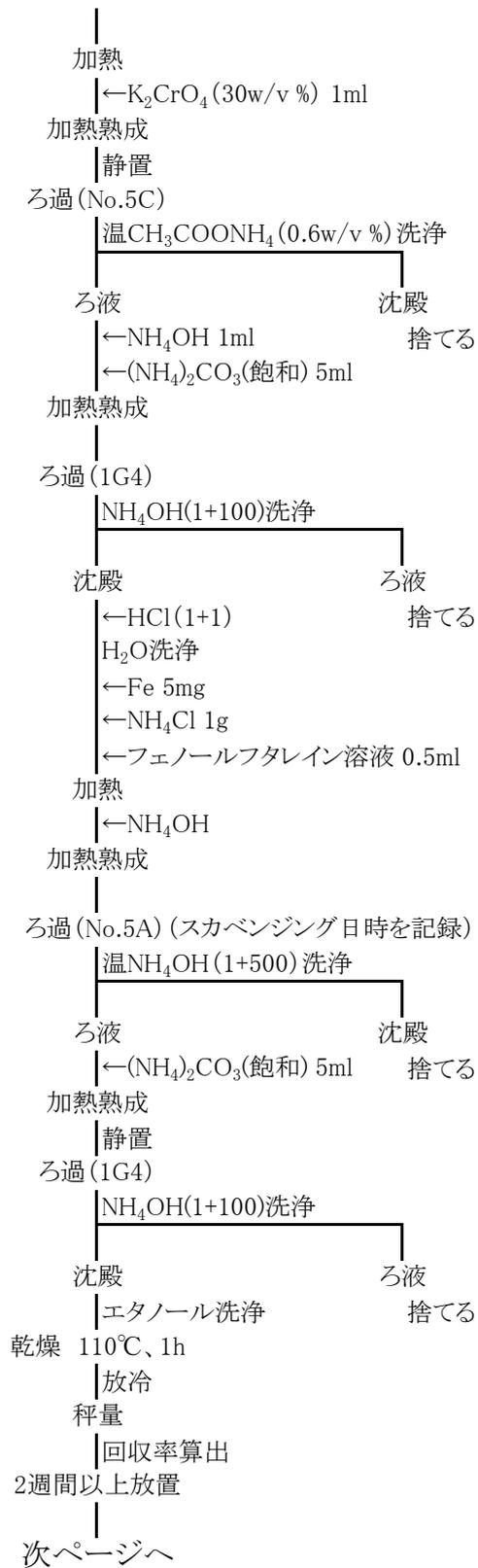
降下物(蒸発法)－イオン交換法 (3/3)

降下物(1ヵ月間)

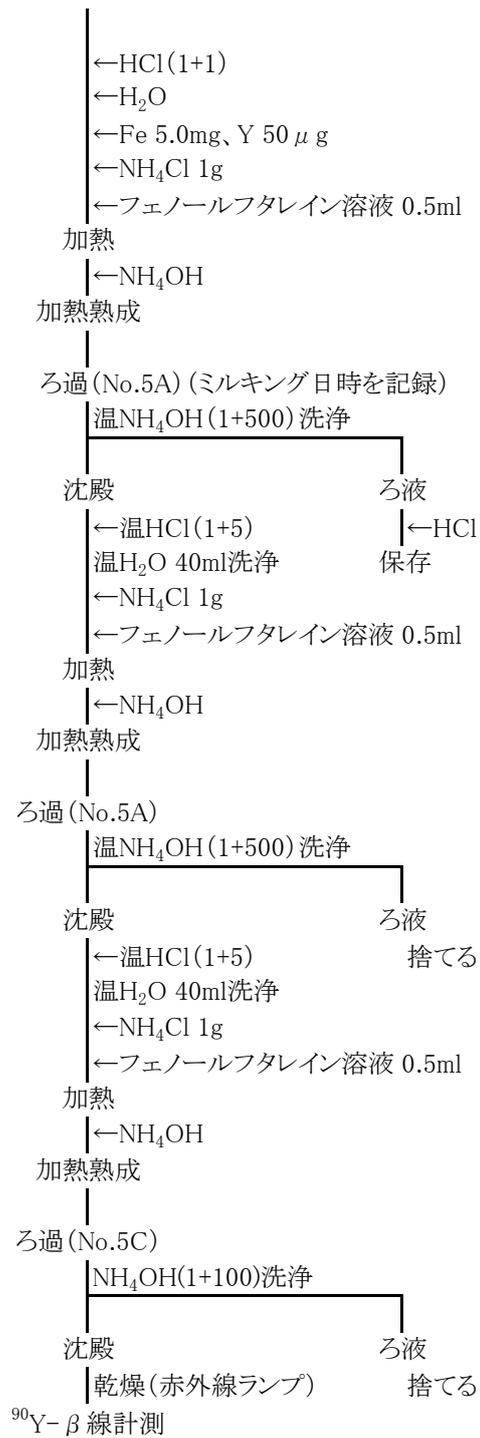


次ページへ

降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (1/3)

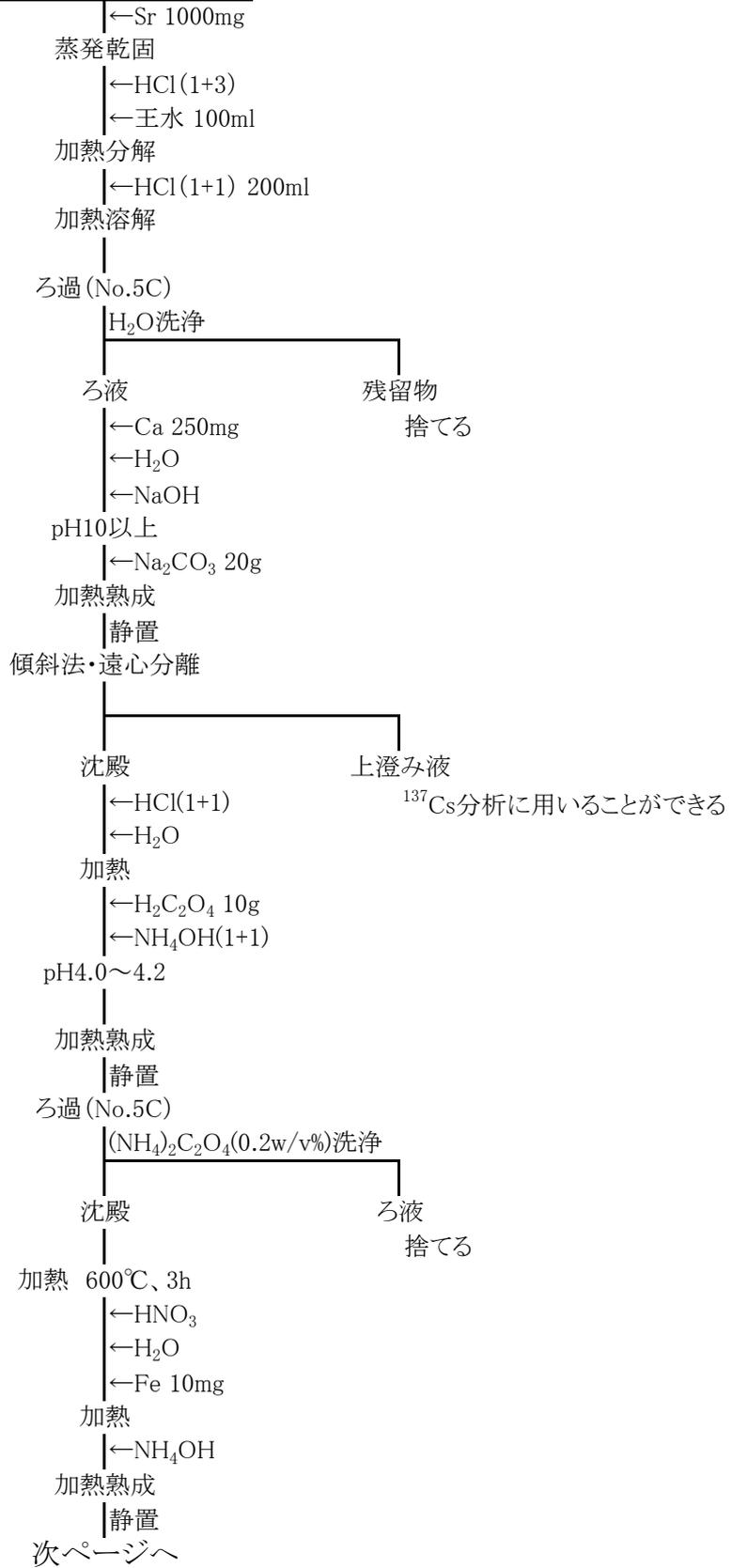


降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (2/3)

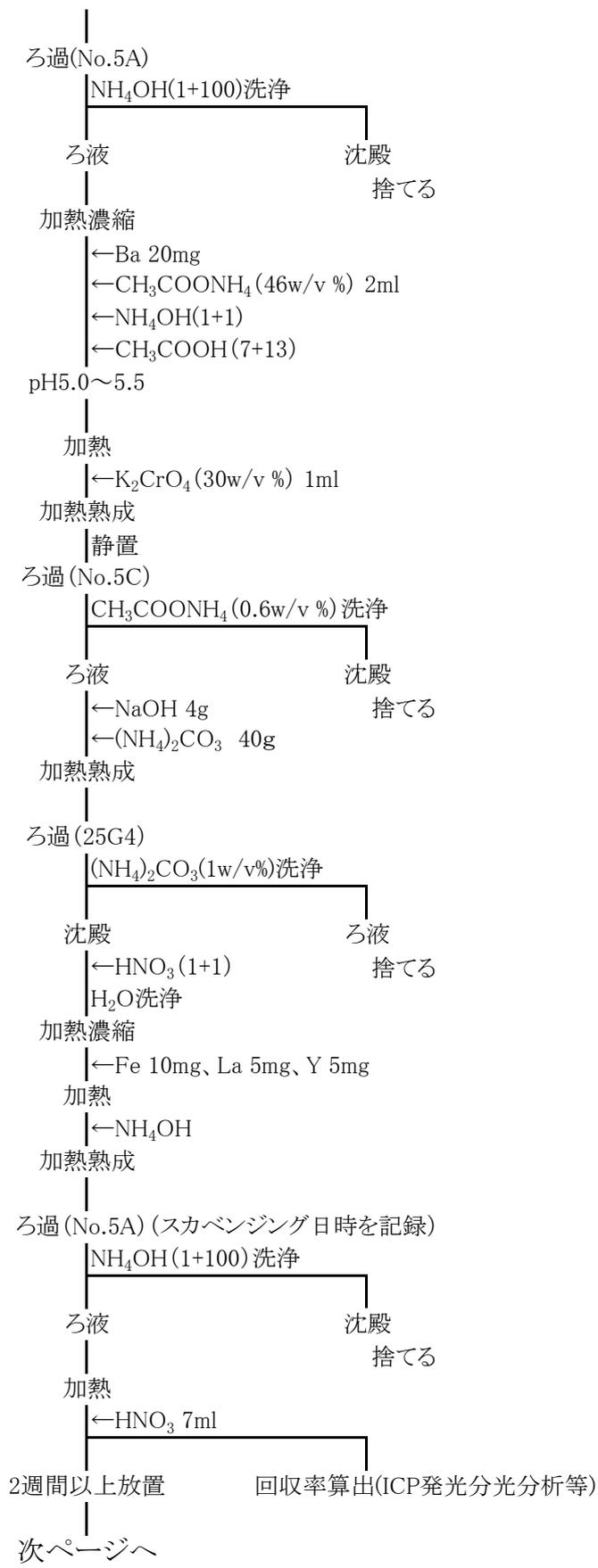


降下物(蒸発法)－発煙硝酸法 (3/3)

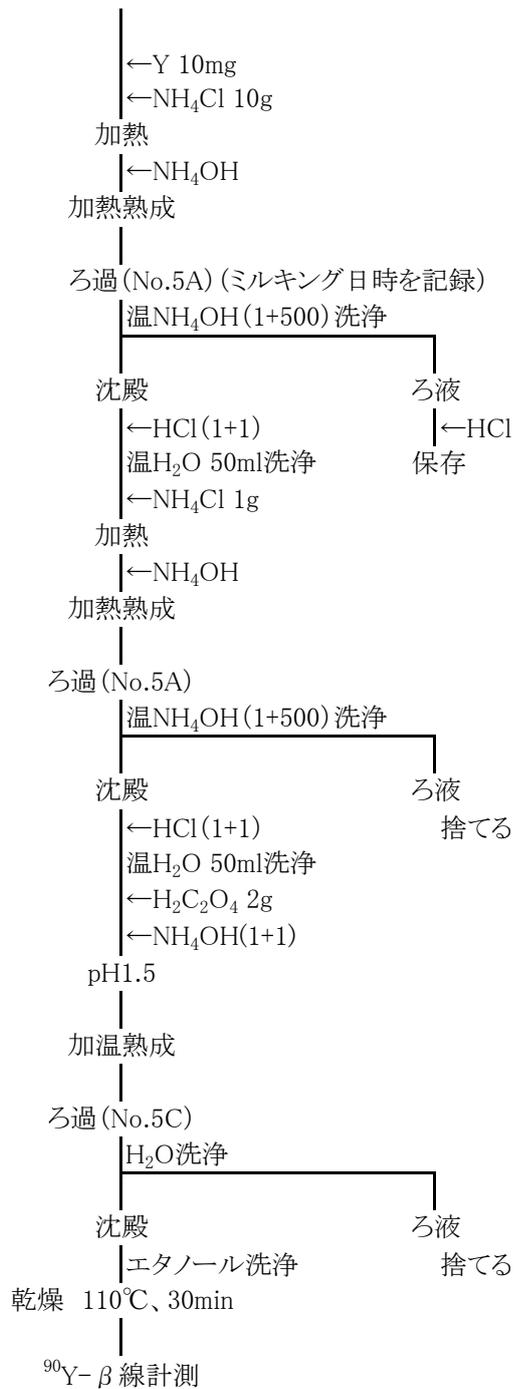
降下物(1ヵ月間)



降下物(蒸発法)ーシュウ酸塩法 (1/3)

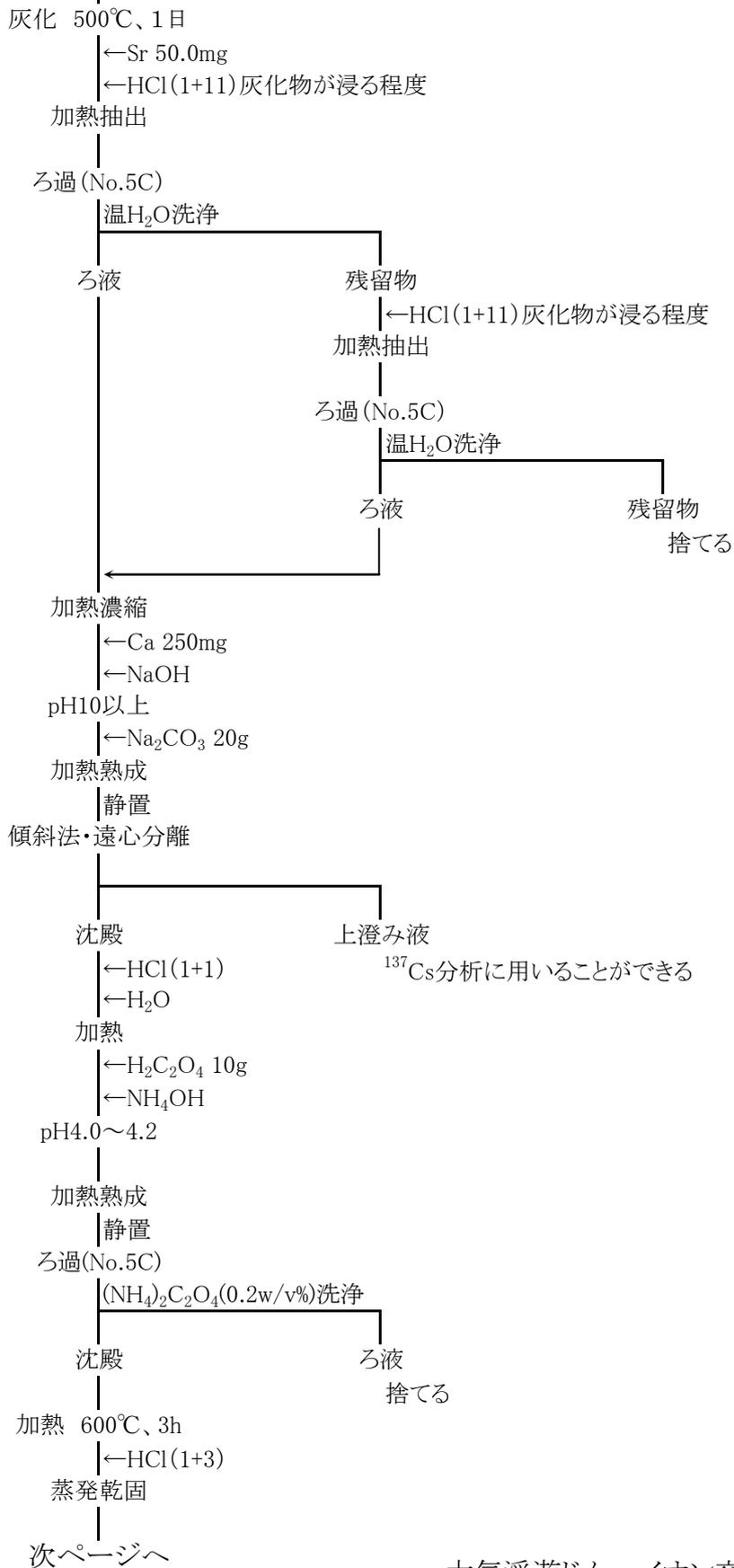


降下物(蒸発法)－シュウ酸塩法 (2/3)

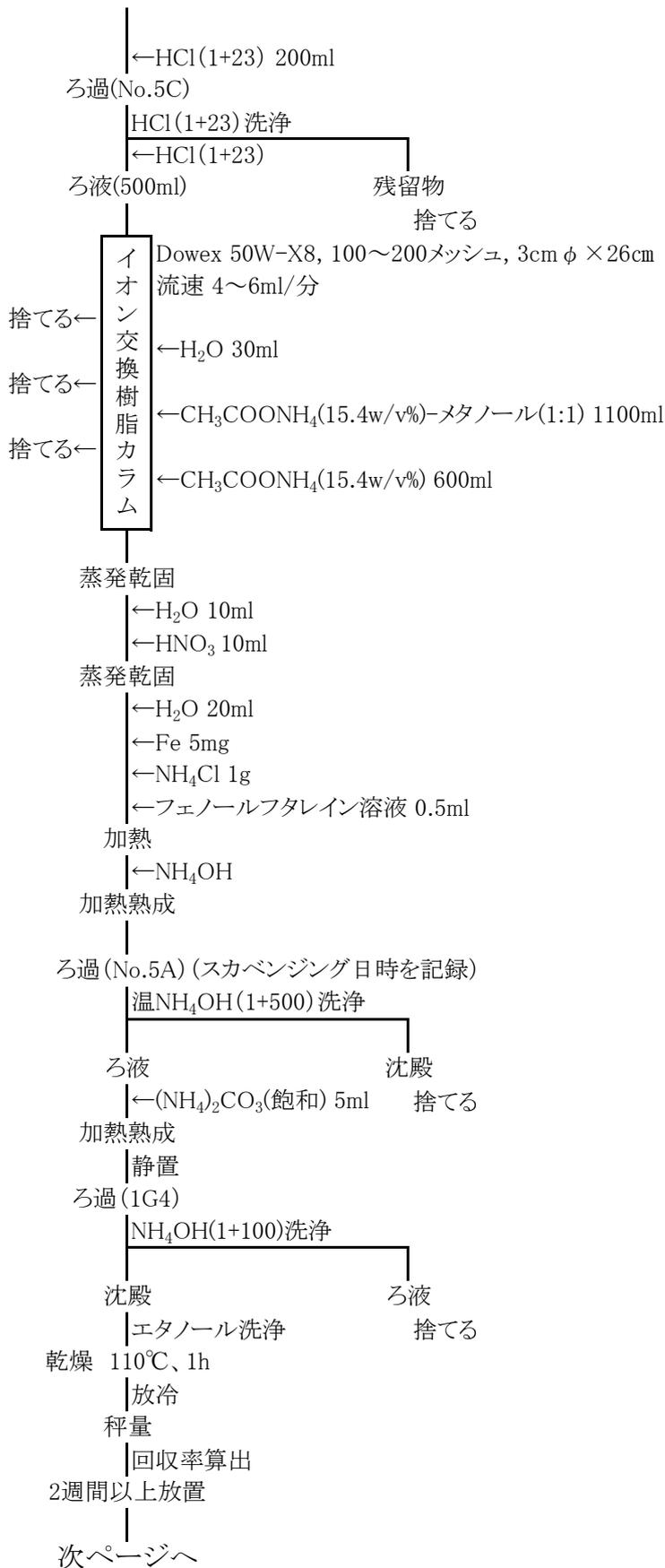


降下物(蒸発法)－シュウ酸塩法 (3/3)

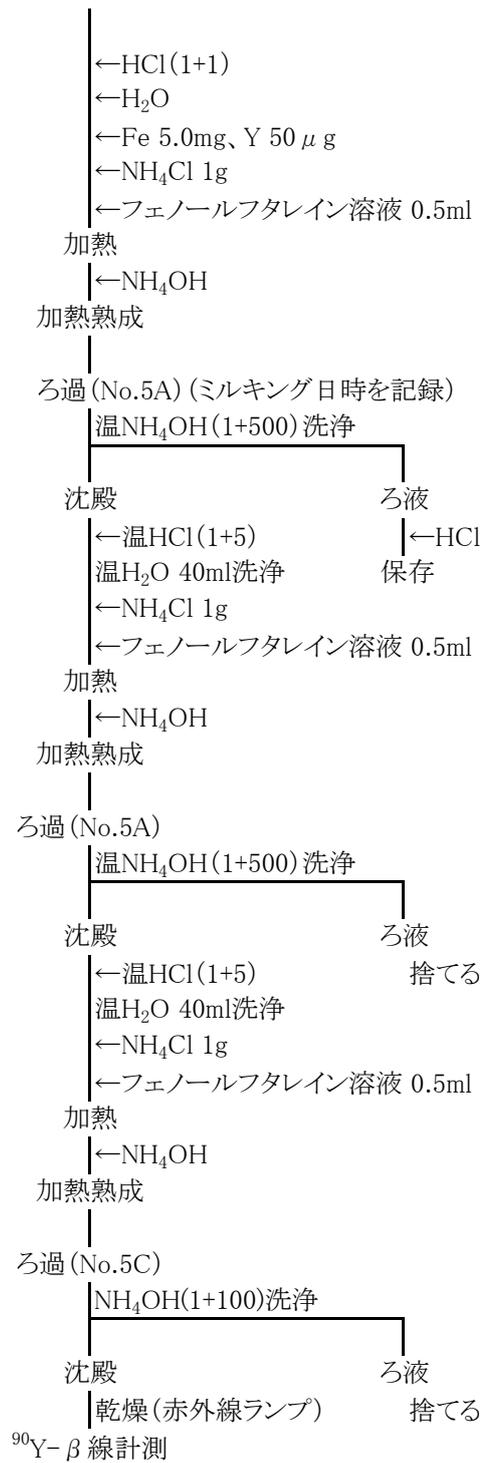
大気浮遊じん

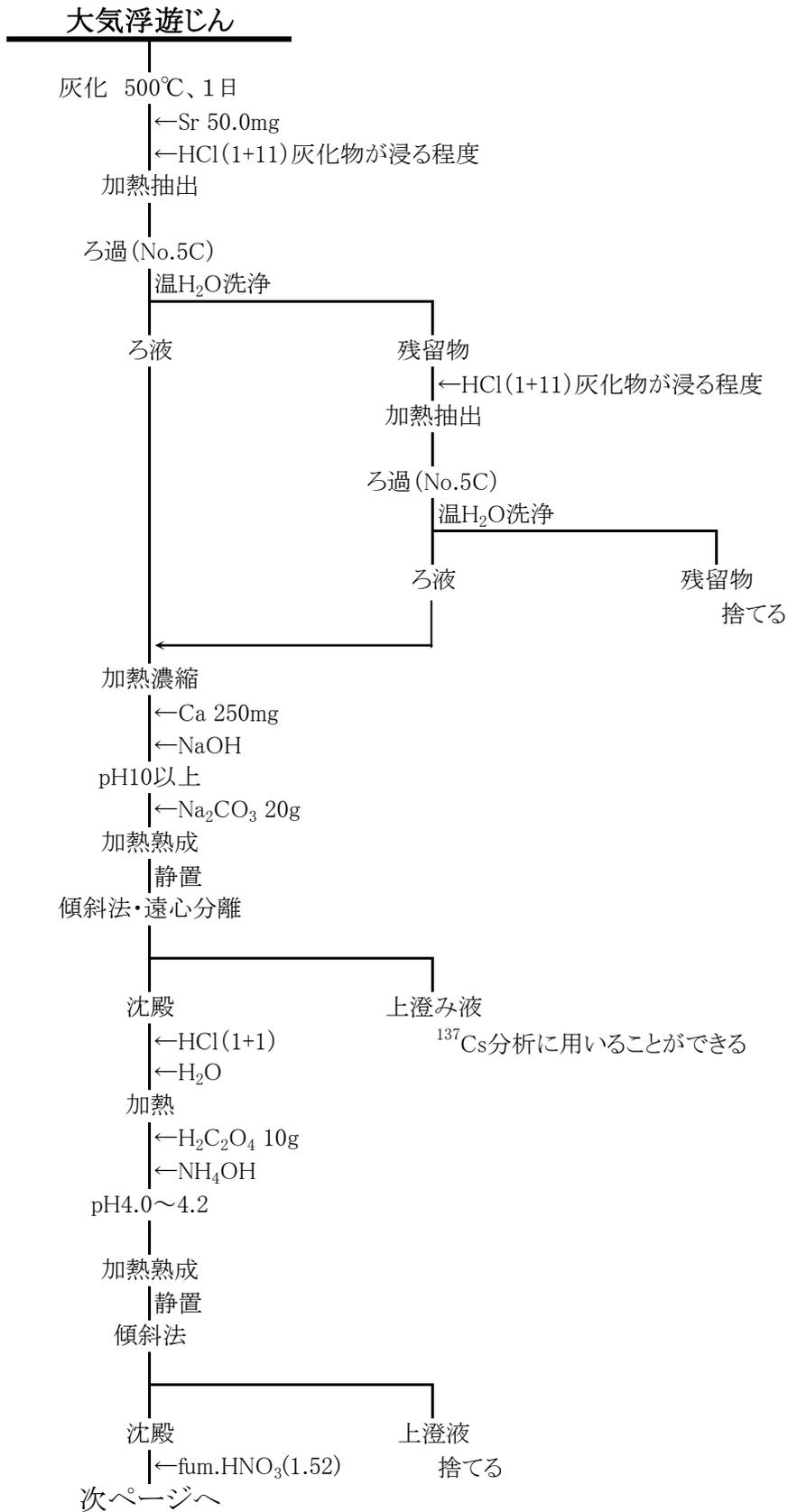


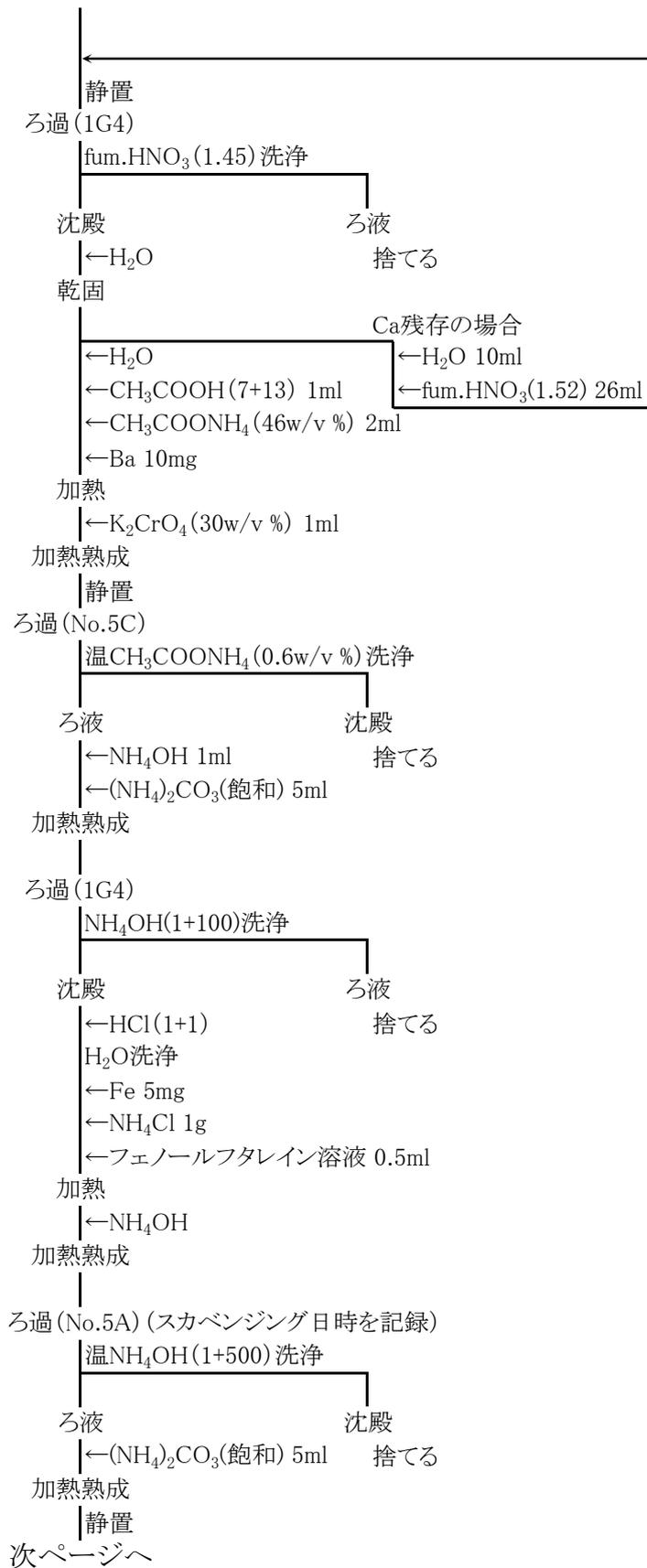
大気浮遊じんーイオン交換法 (1/3)



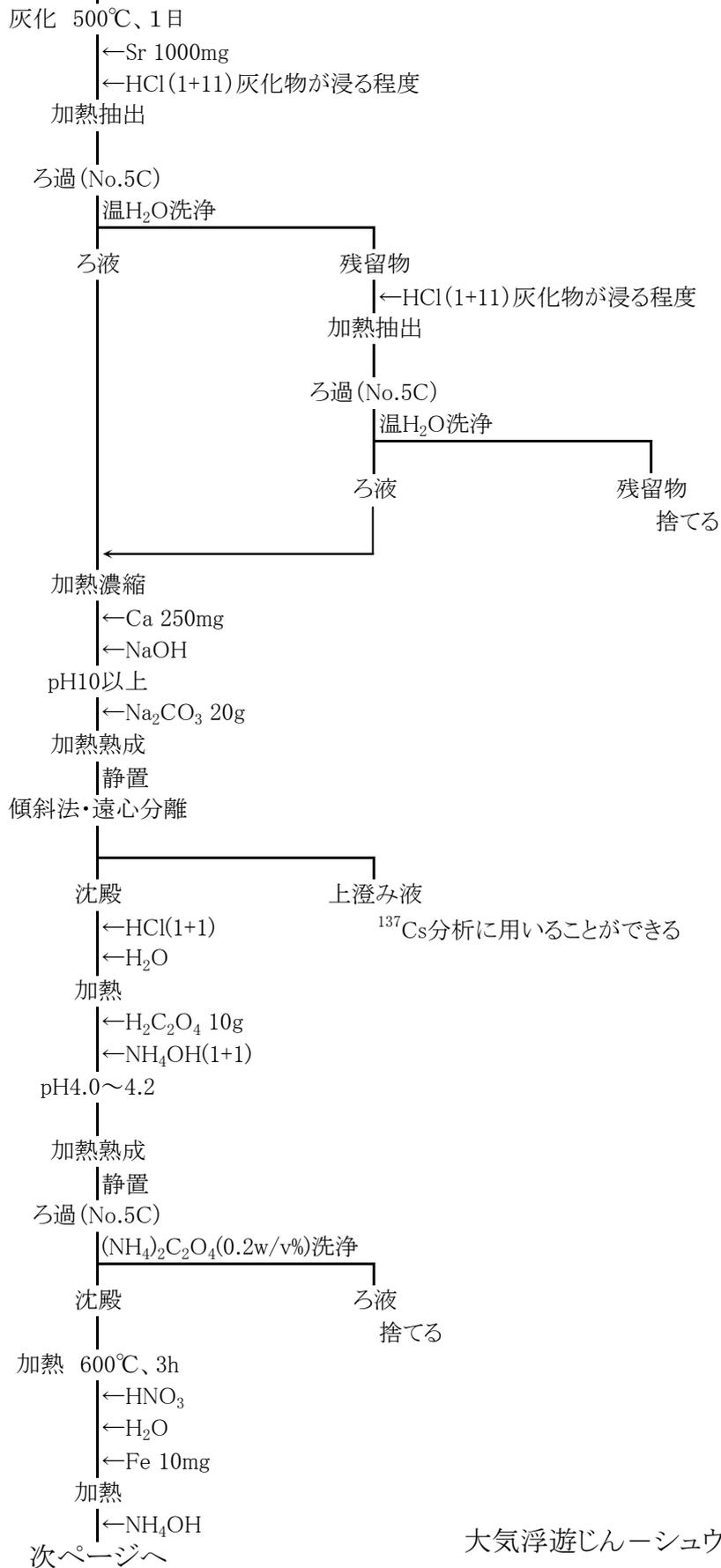
大気浮遊じんーイオン交換法 (2/3)



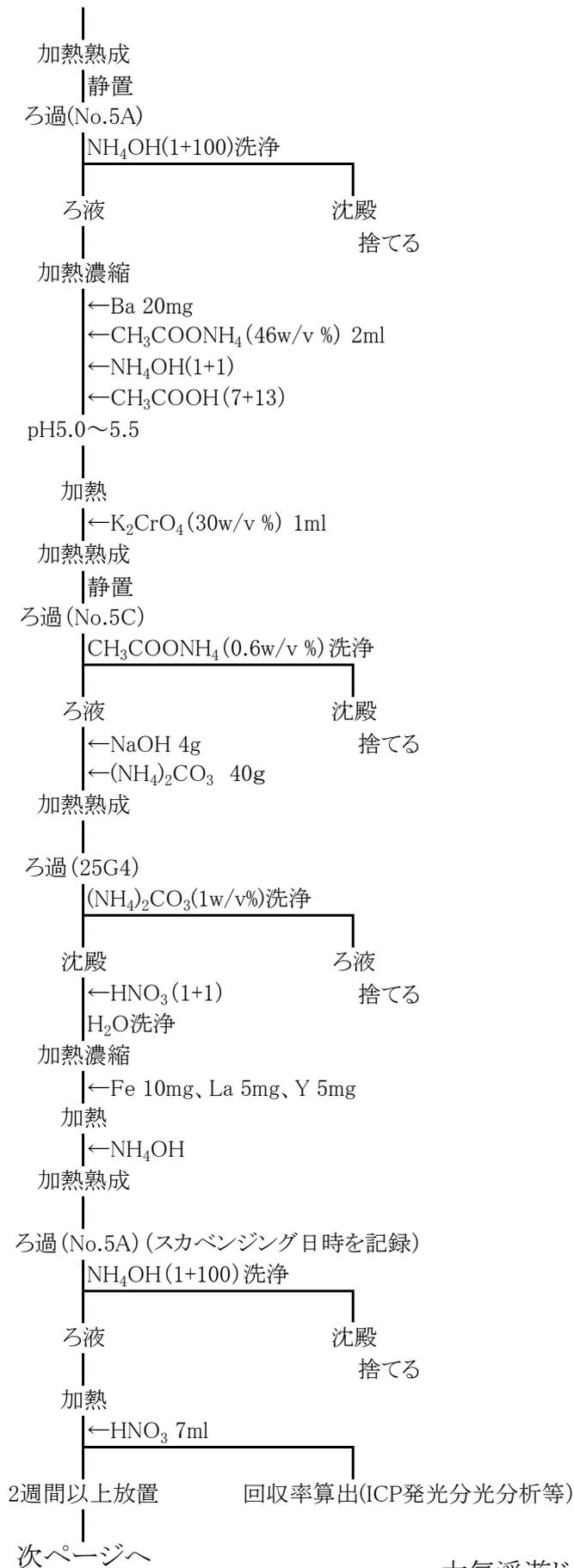




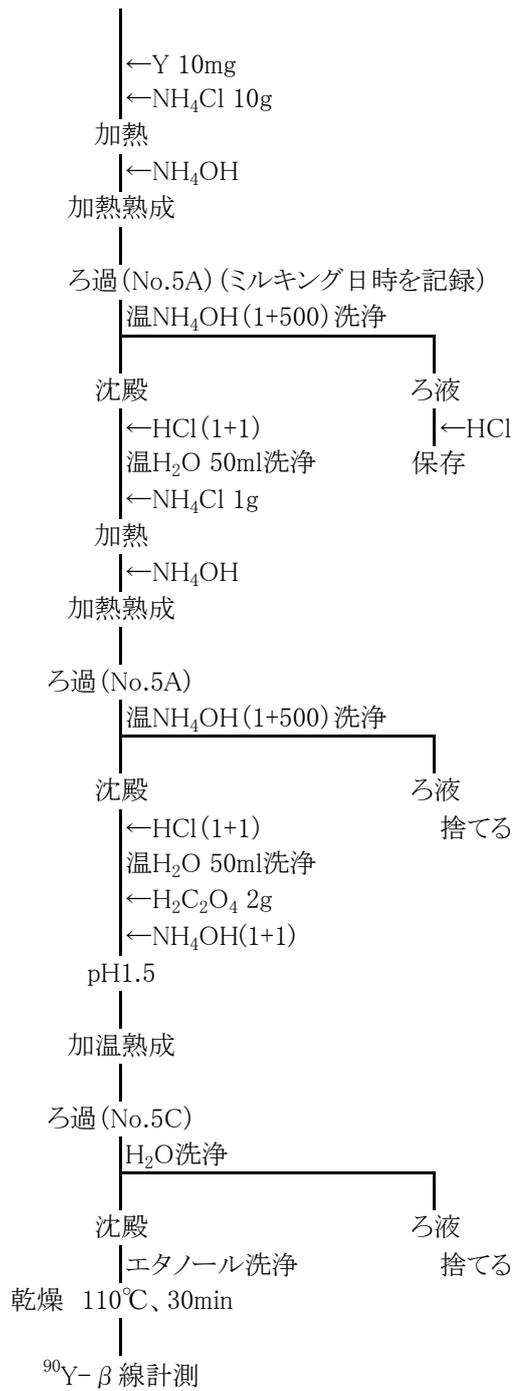
大気浮遊じん

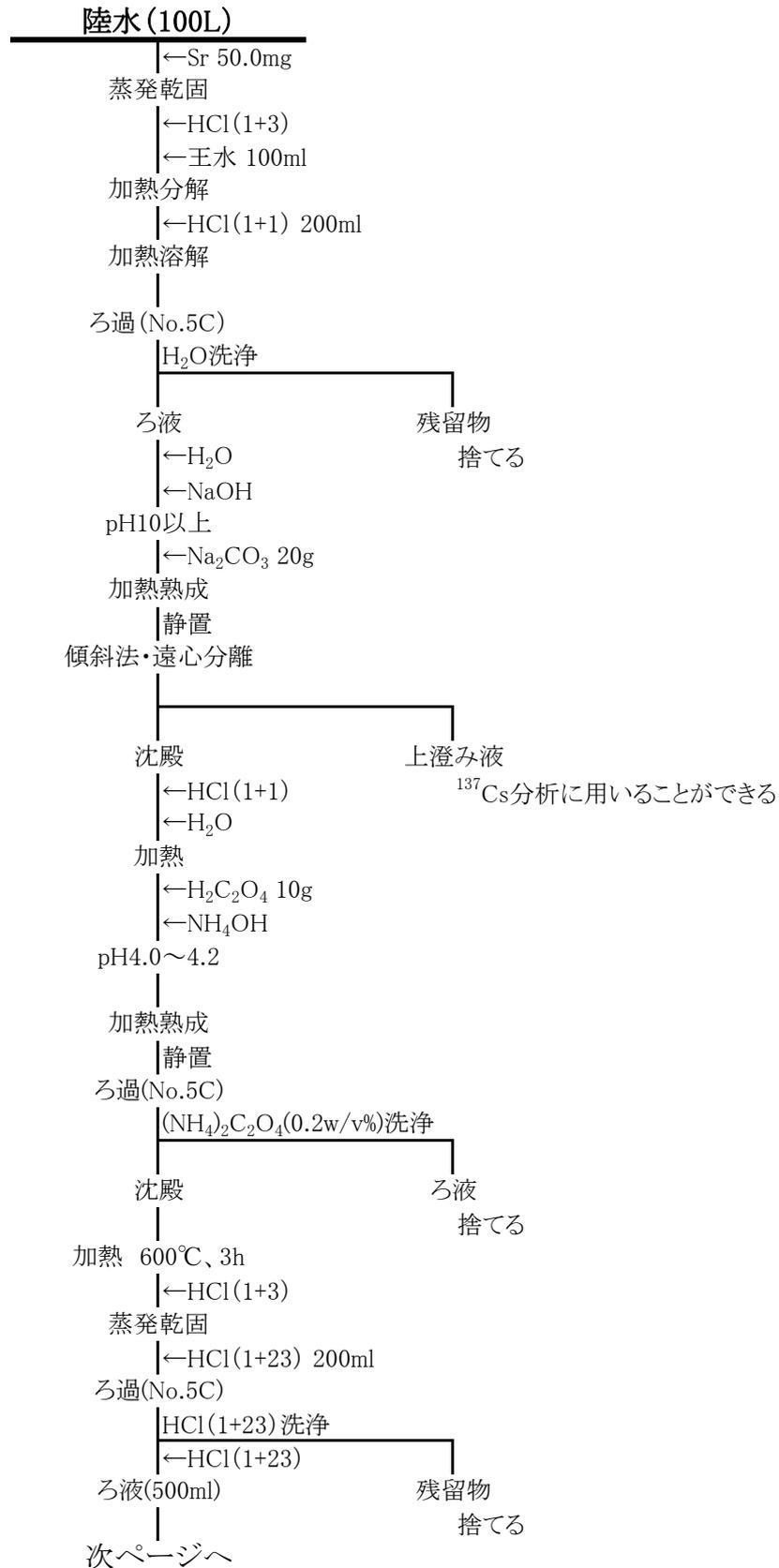


大気浮遊じん—シュウ酸塩法 (1/3)

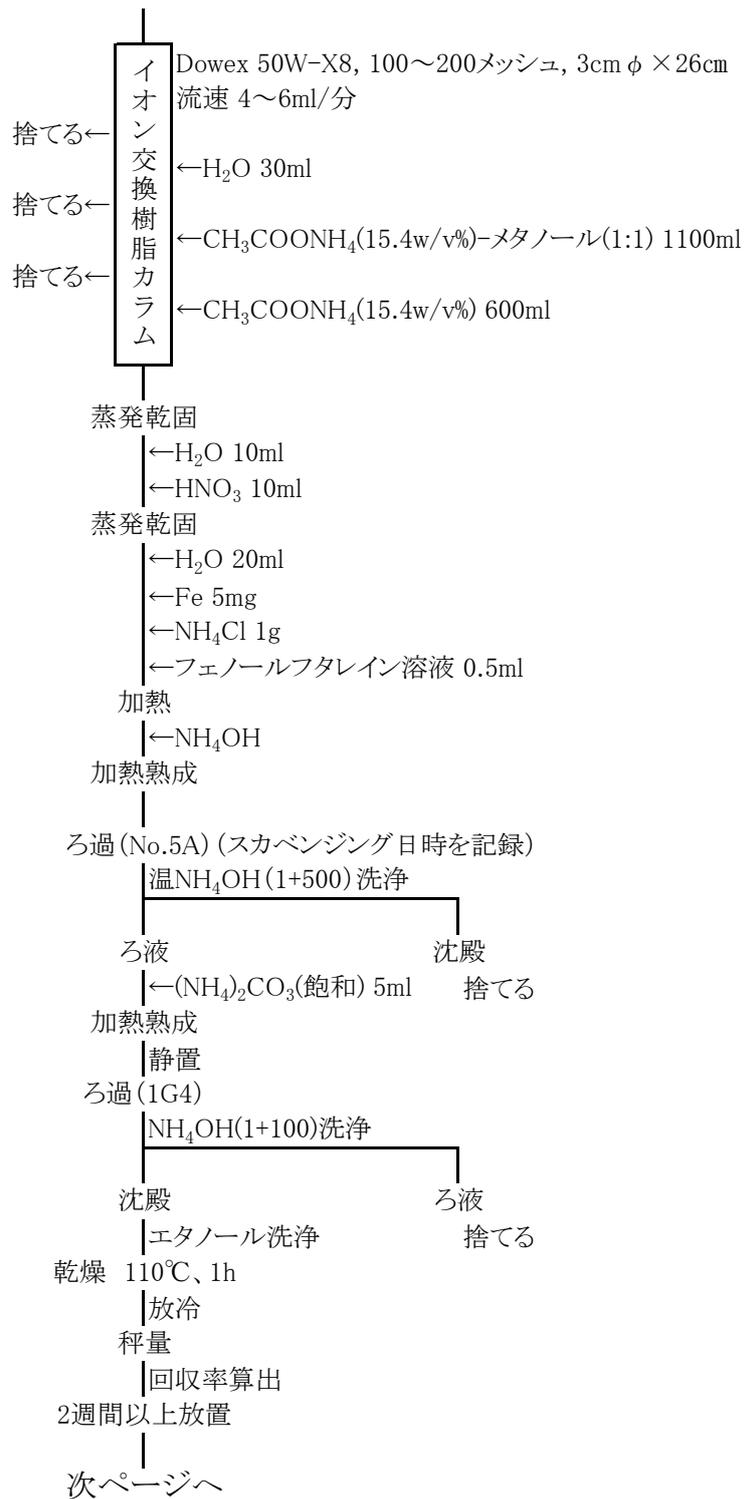


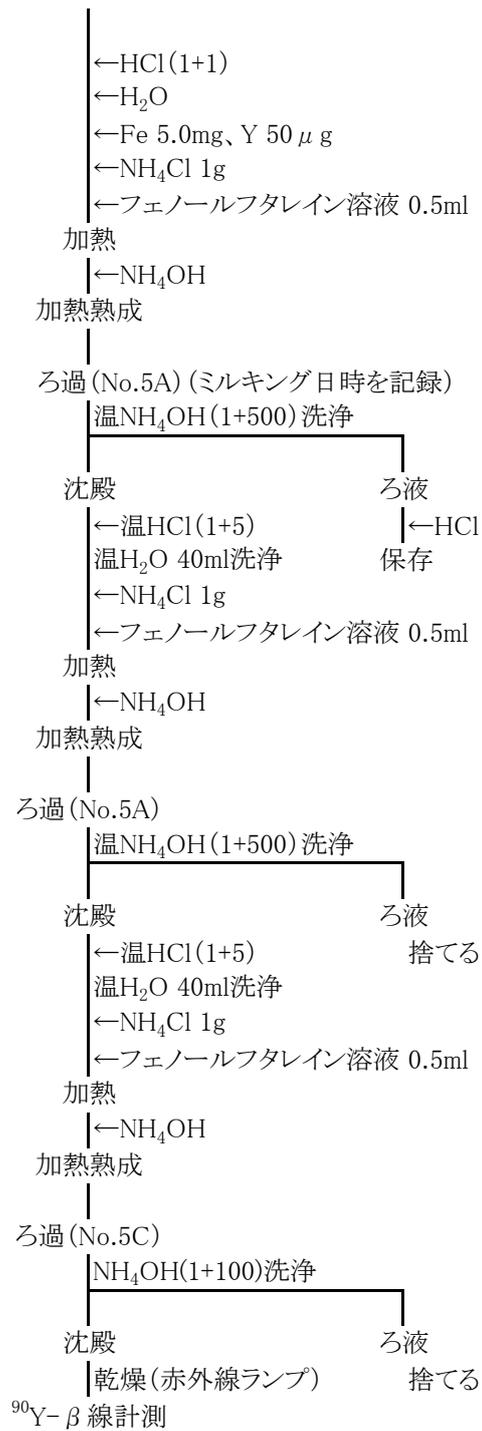
大気浮遊じん－シュウ酸塩法 (2/3)





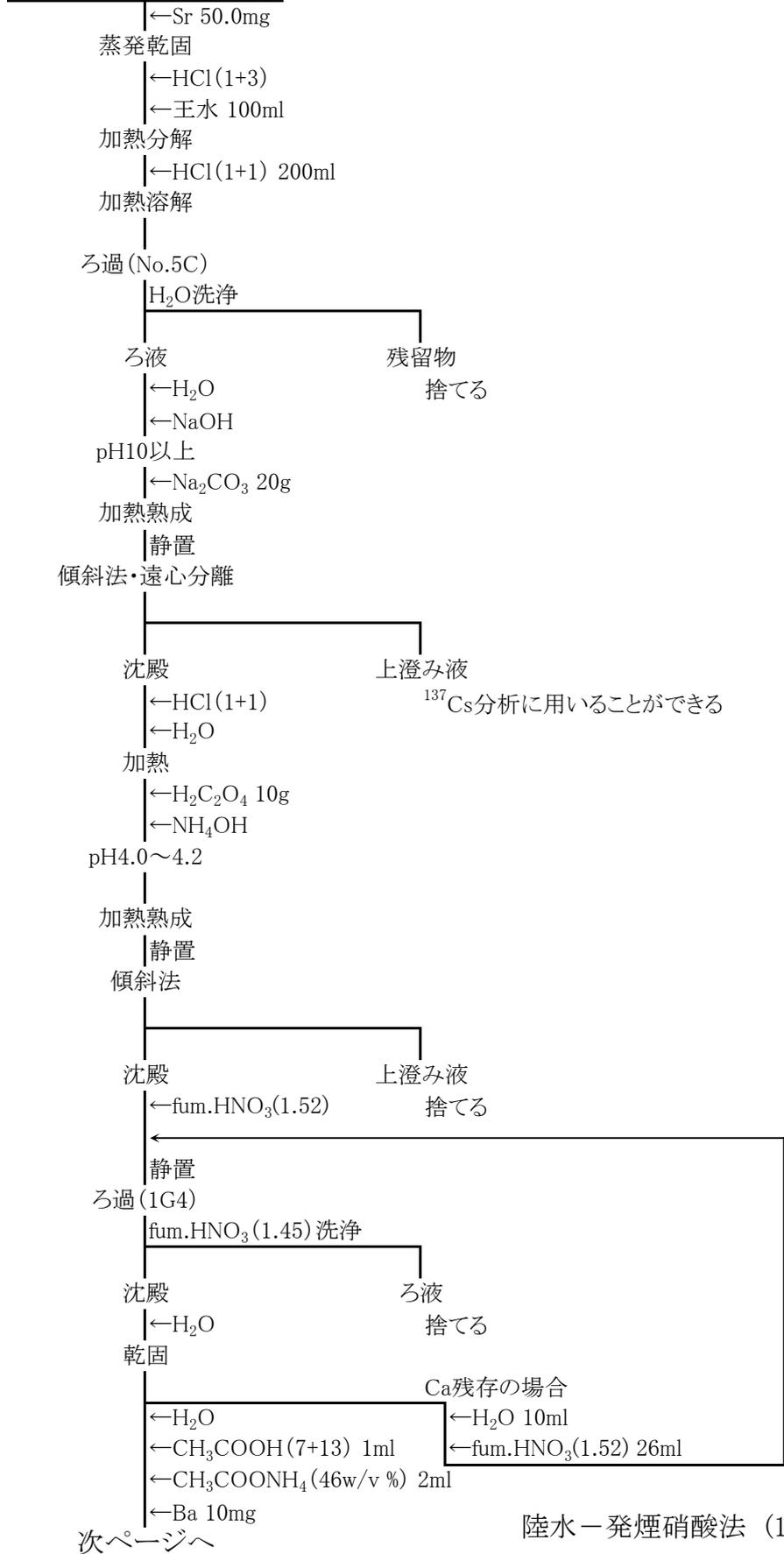
陸水ーイオン交換法 (1/3)





陸水ーイオン交換法 (3/3)

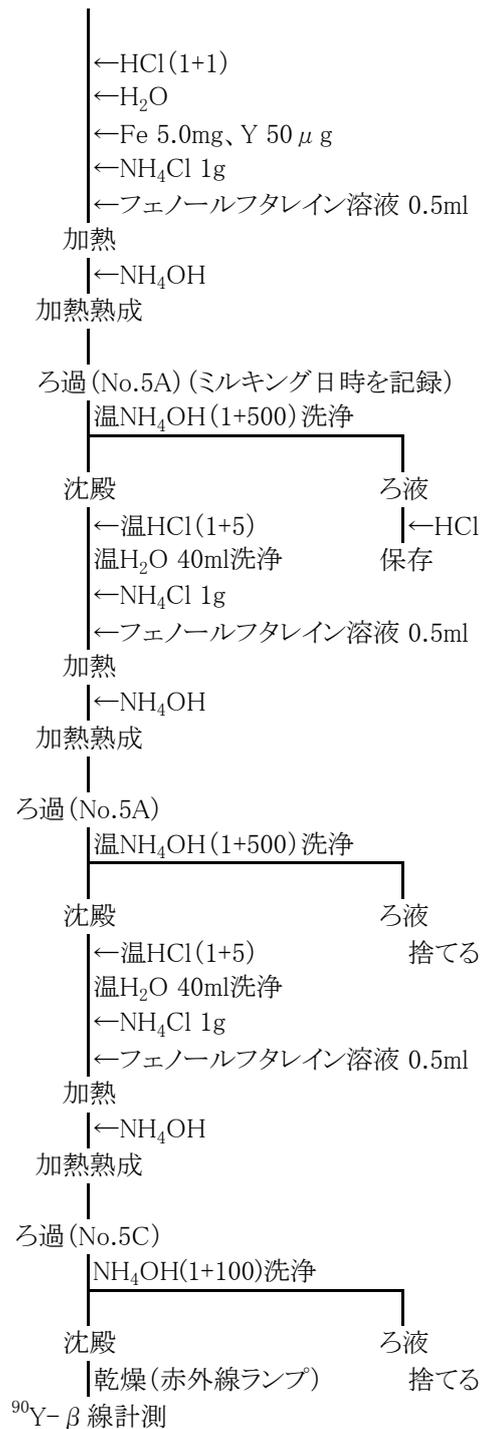
陸水(100L)



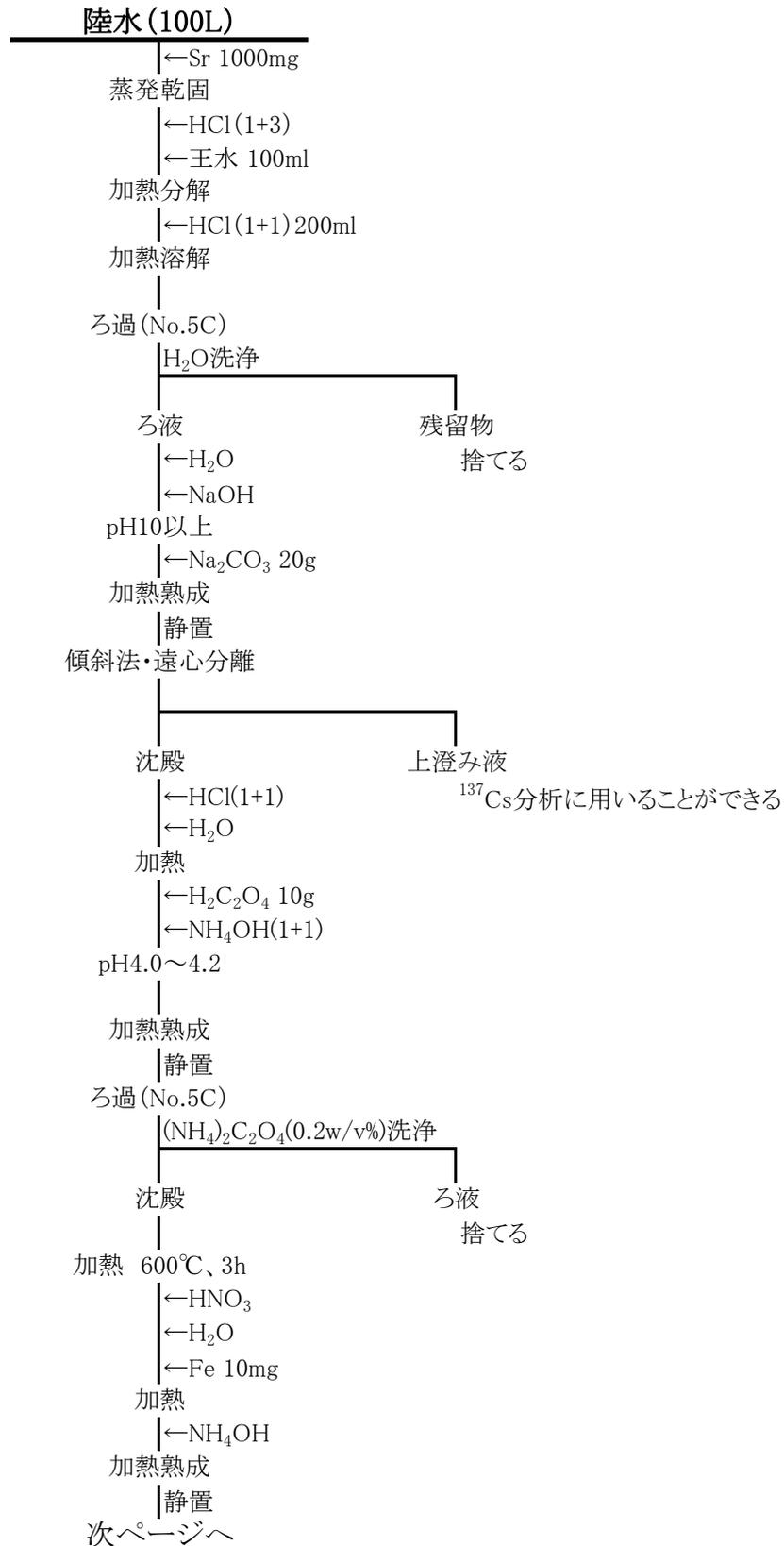
次ページへ

加熱
 |←K₂CrO₄ (30w/v %) 1ml
 加熱熟成
 |静置
 ろ過 (No.5C)
 |温CH₃COONH₄ (0.6w/v %) 洗淨
 |ろ液 沈殿
 |←NH₄OH 1ml 捨てる
 |←(NH₄)₂CO₃ (飽和) 5ml
 加熱熟成
 |ろ過 (1G4)
 |NH₄OH (1+100) 洗淨
 |ろ液 沈殿
 |←HCl (1+1) 捨てる
 |H₂O 洗淨
 |←Fe 5mg
 |←NH₄Cl 1g
 |←フェノールフタレイン溶液 0.5ml
 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) 洗淨
 |ろ液 沈殿
 |←(NH₄)₂CO₃ (飽和) 5ml 捨てる
 加熱熟成
 |静置
 ろ過 (1G4)
 |NH₄OH (1+100) 洗淨
 |ろ液 沈殿
 |エタノール 洗淨 捨てる
 乾燥 110°C、1h
 |放冷
 秤量
 |回収率算出
 2週間以上放置
 |次ページへ

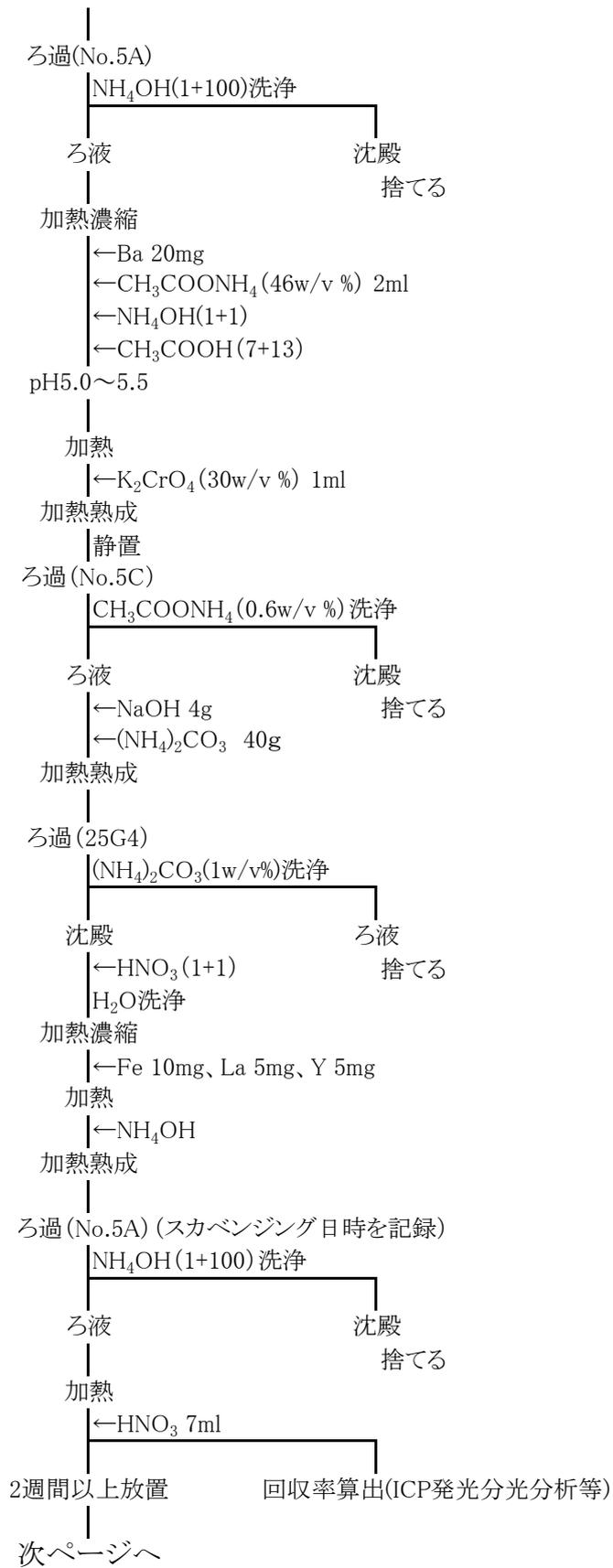
陸水一発煙硝酸法 (2/3)



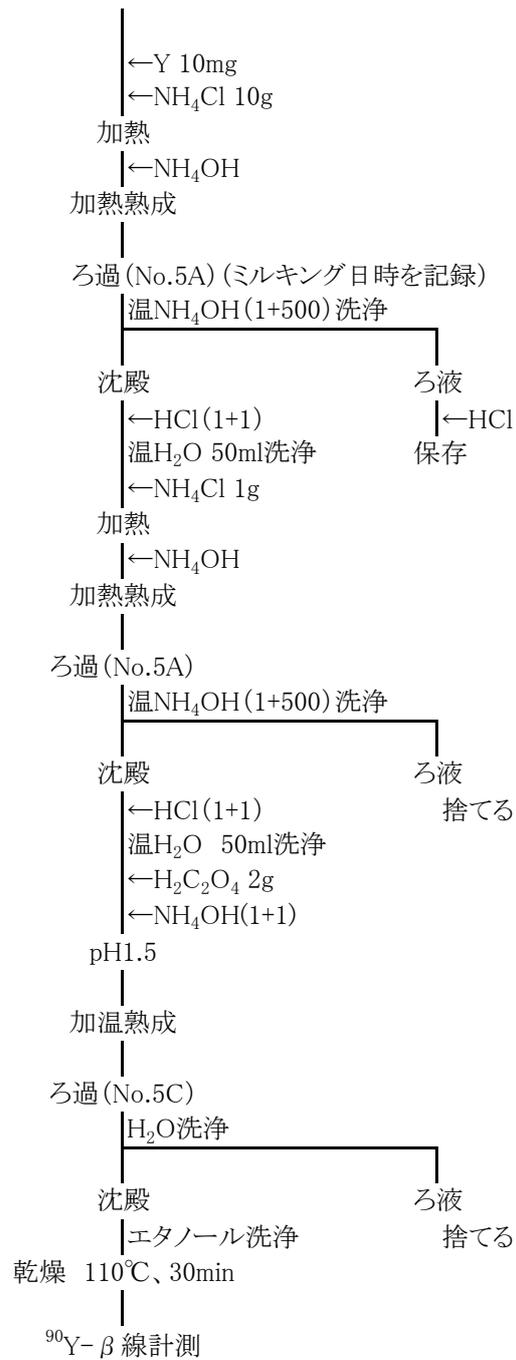
陸水－発煙硝酸法 (3/3)



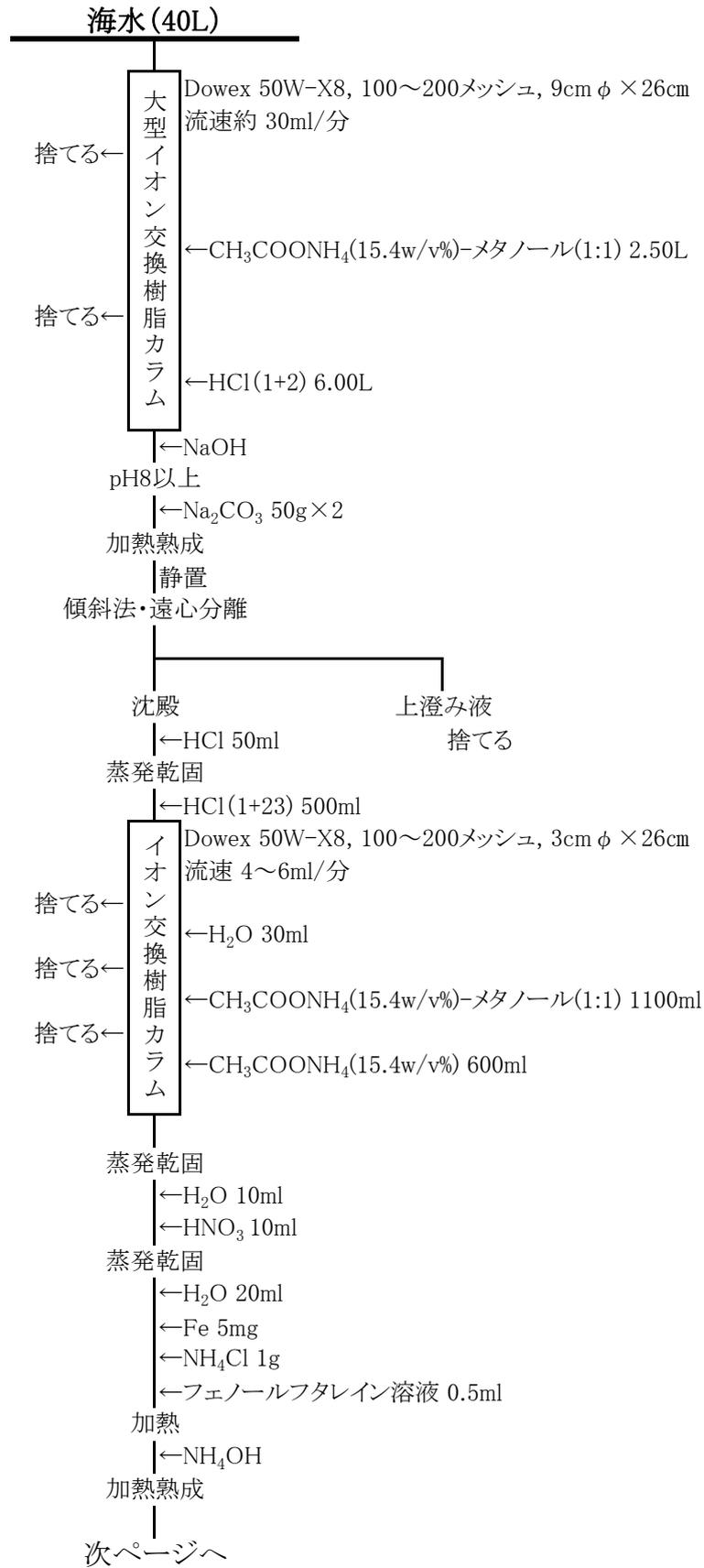
陸水－シュウ酸塩法 (1/3)

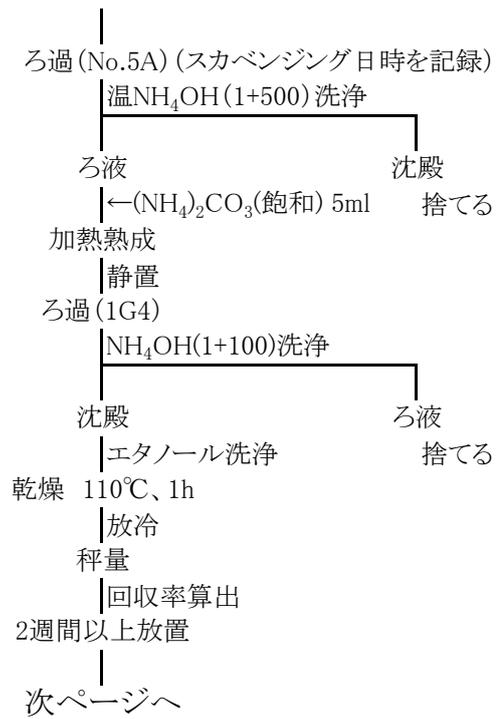


陸水—シュウ酸塩法 (2/3)

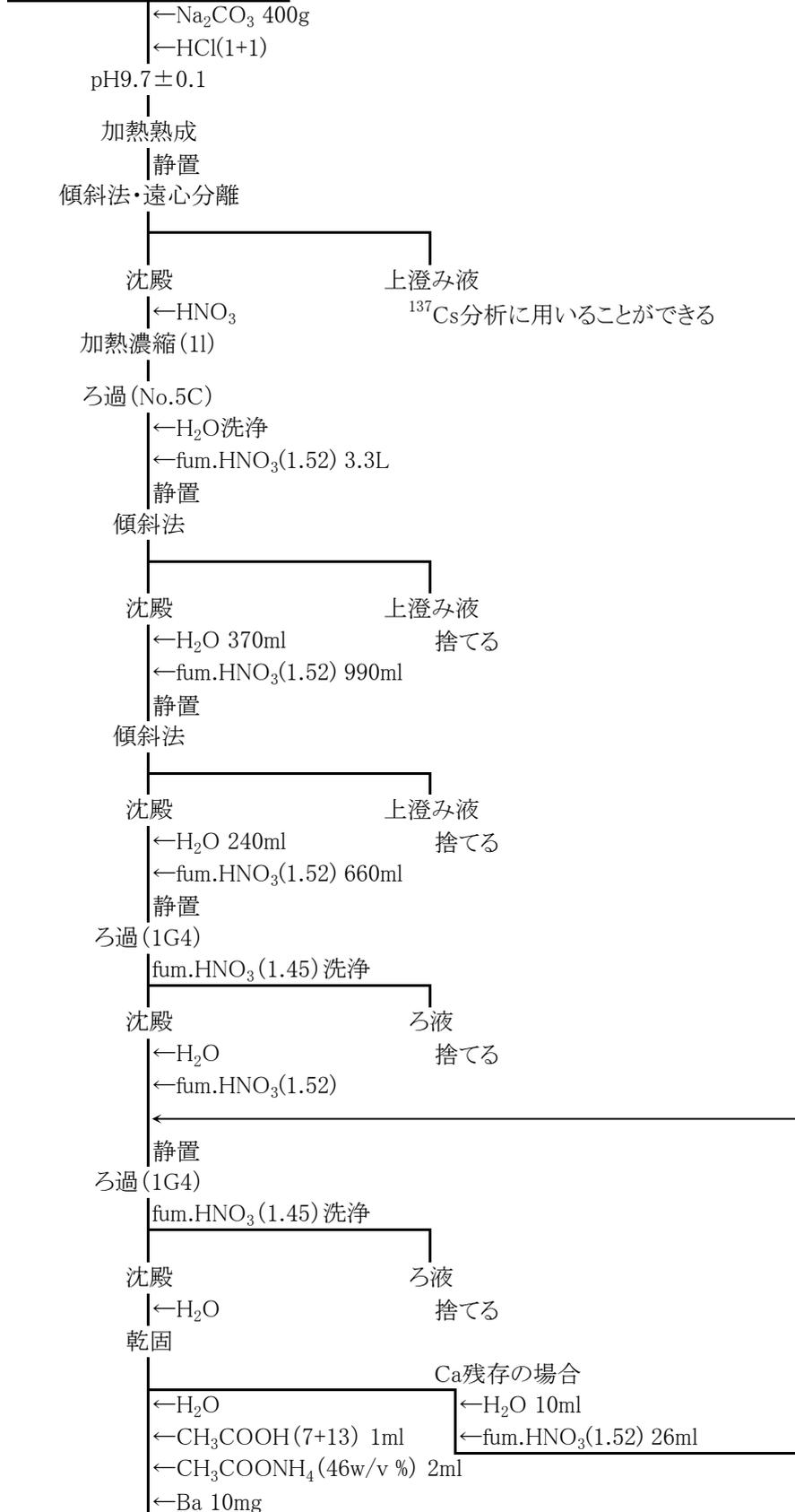


陸水—シュウ酸塩法 (3/3)



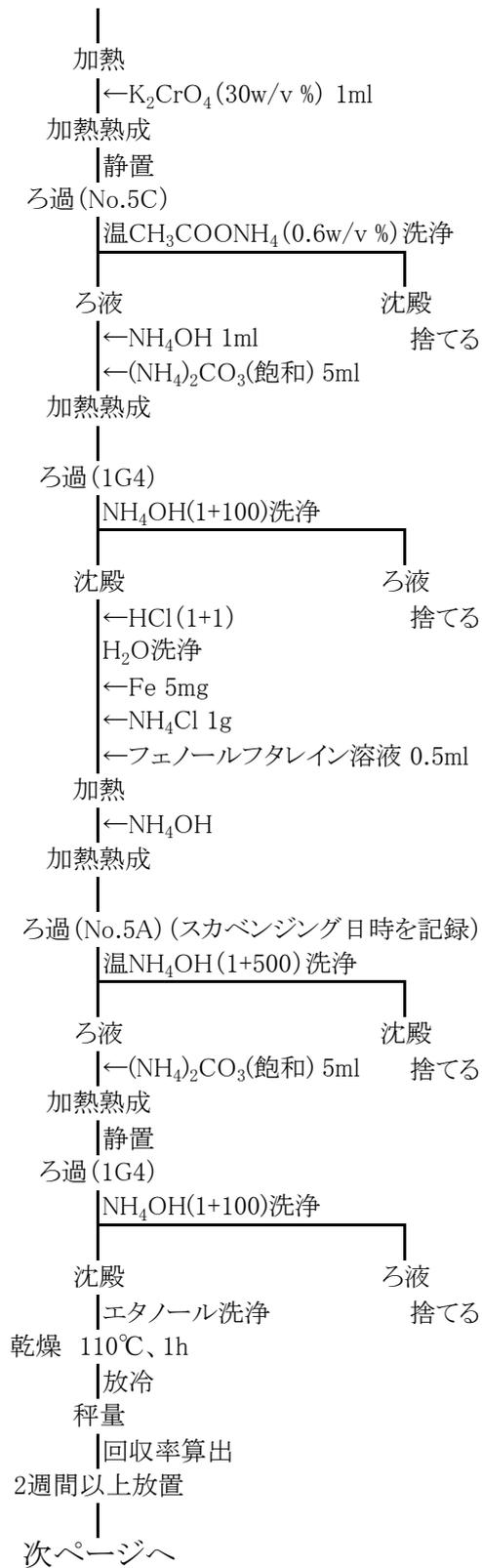


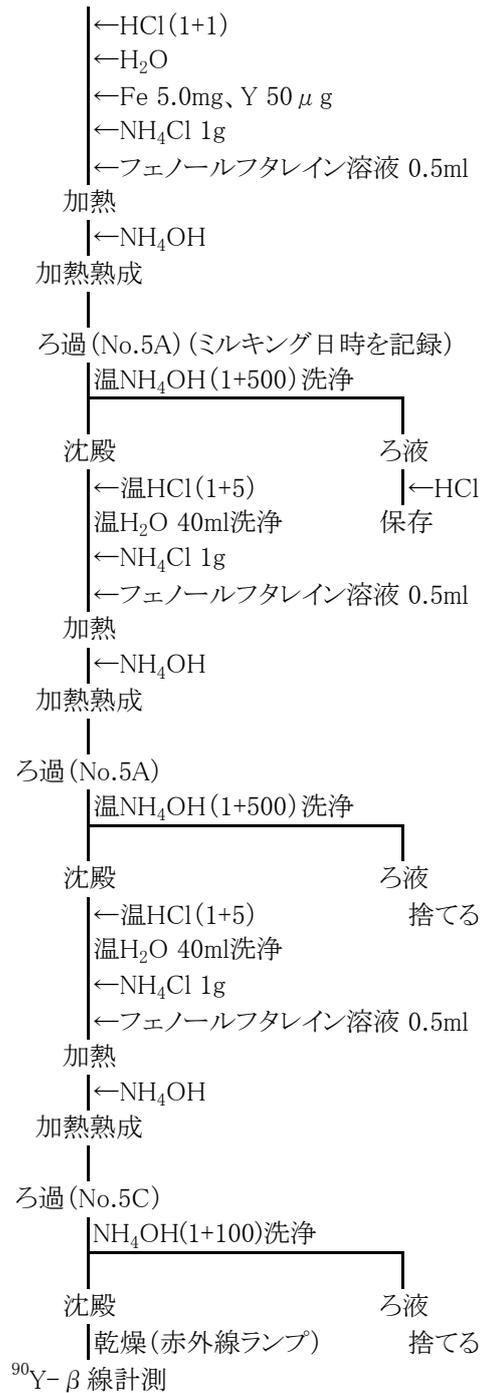
海水 (40L)



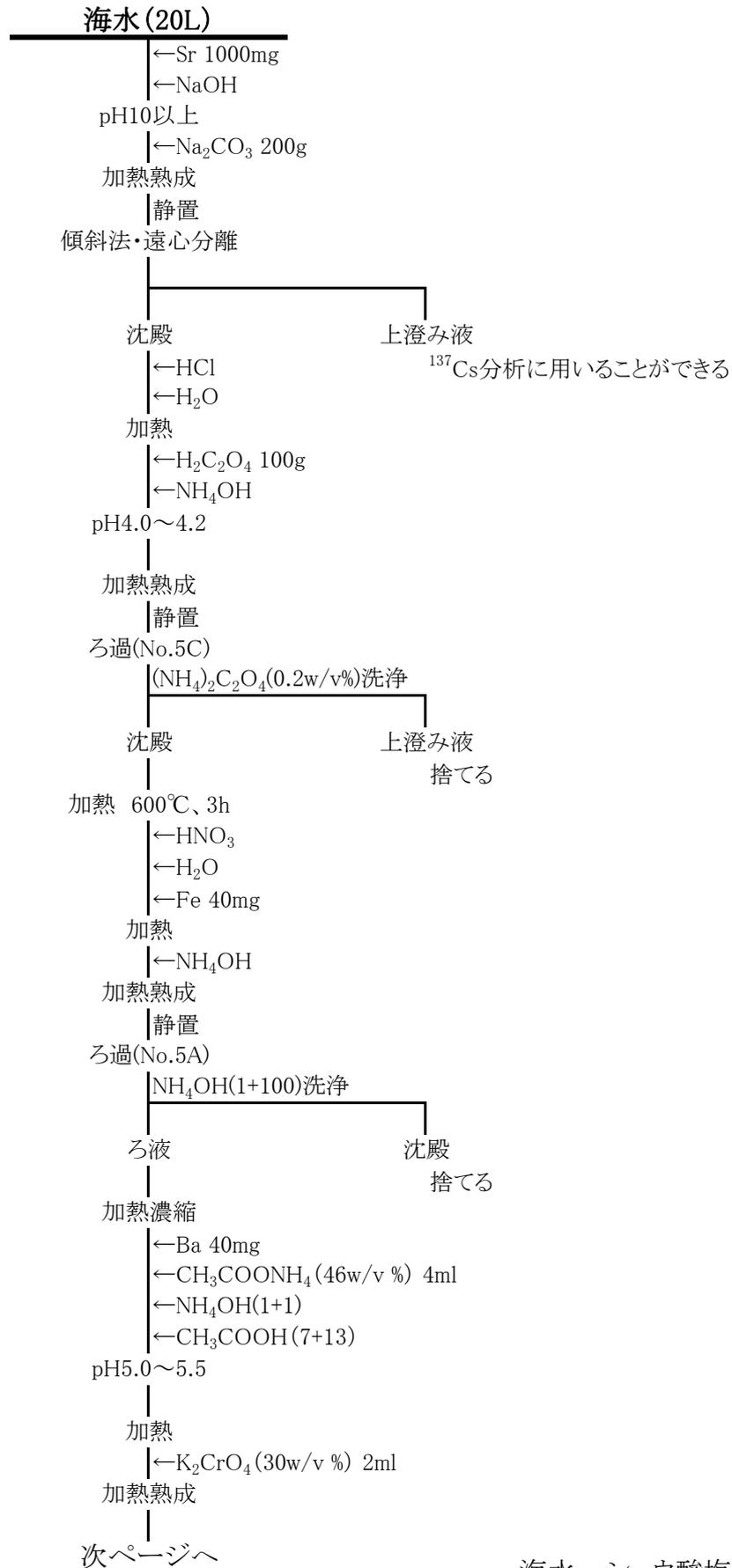
次ページへ

海水－発煙硝酸法 (1/3)

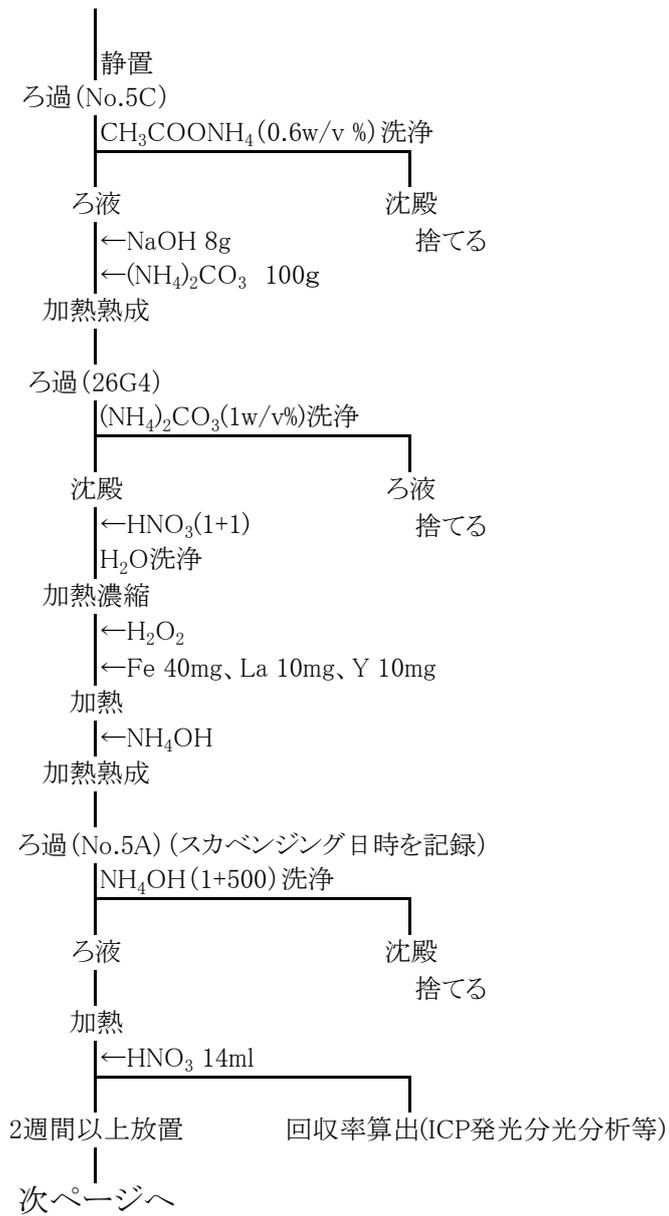


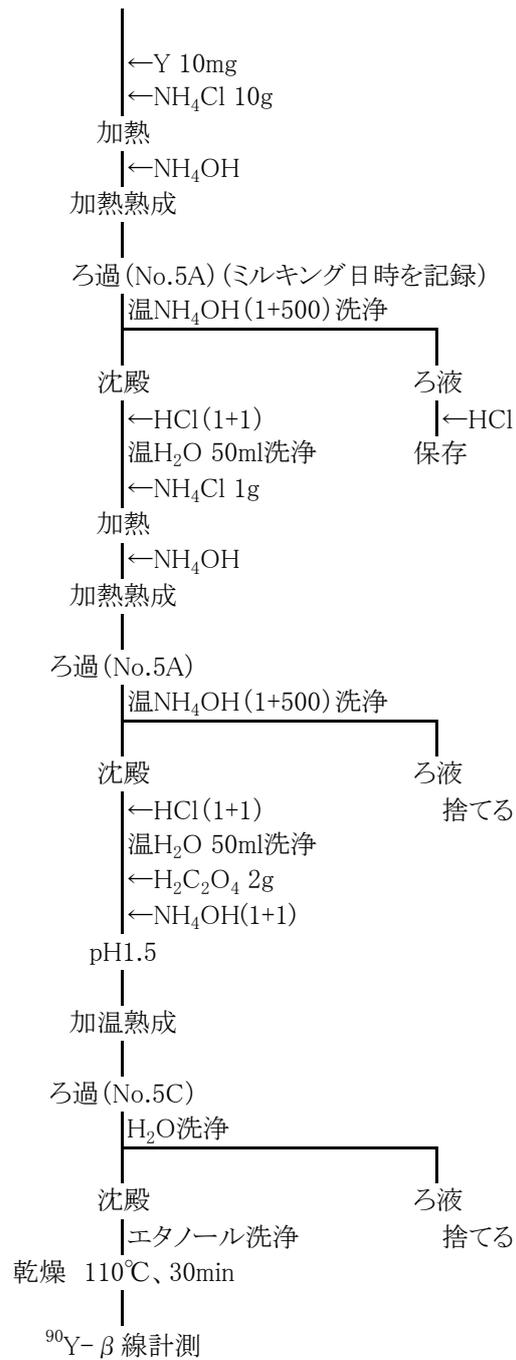


海水一発煙硝酸法 (3/3)

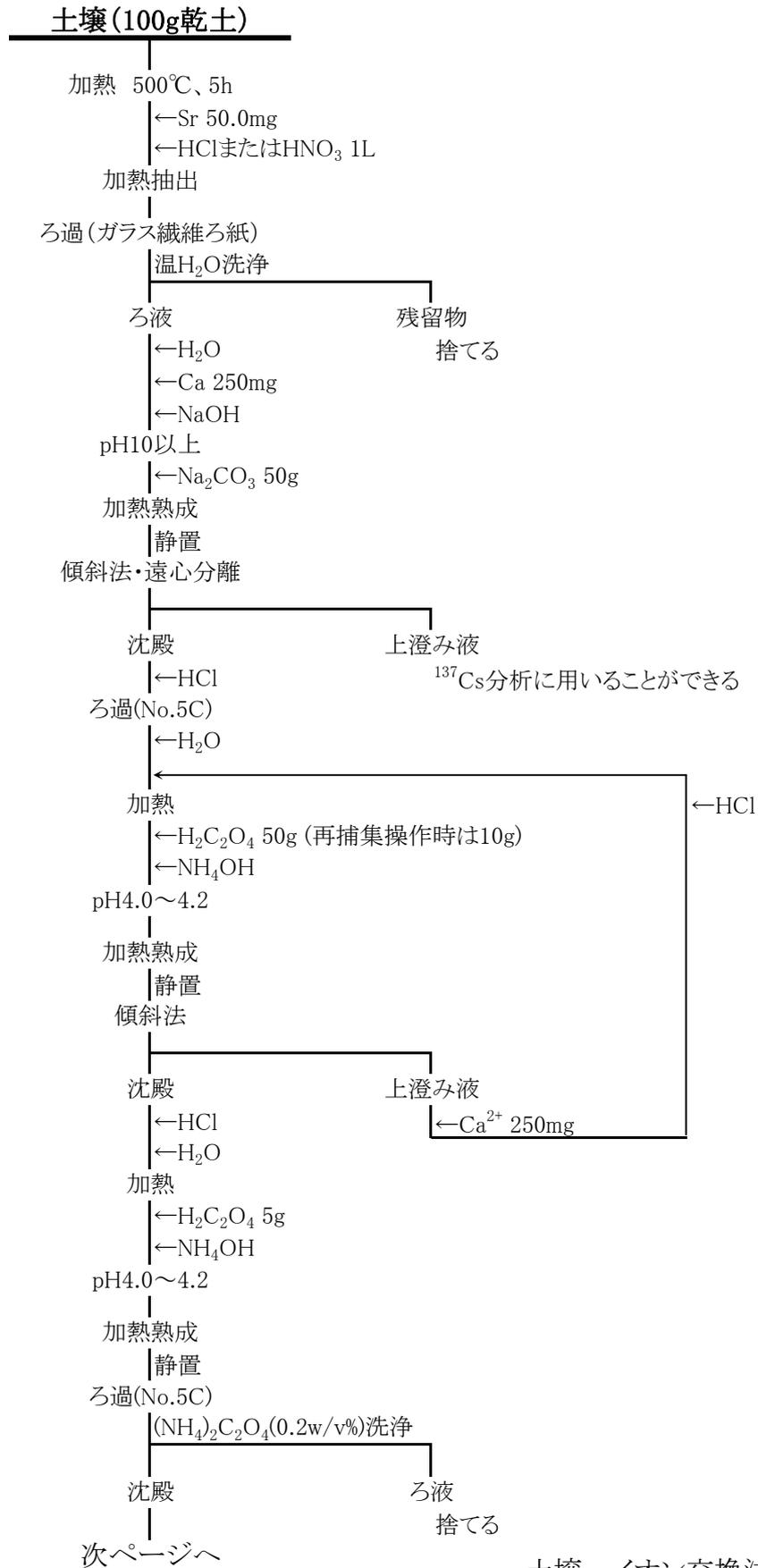


海水—シュウ酸塩法 (1/3)

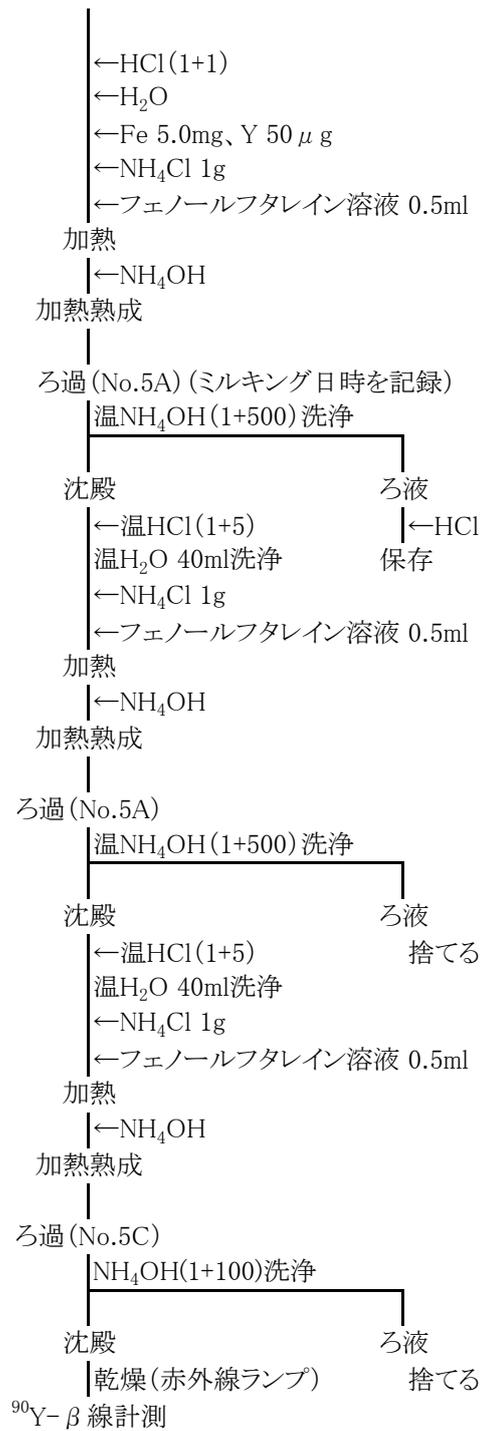




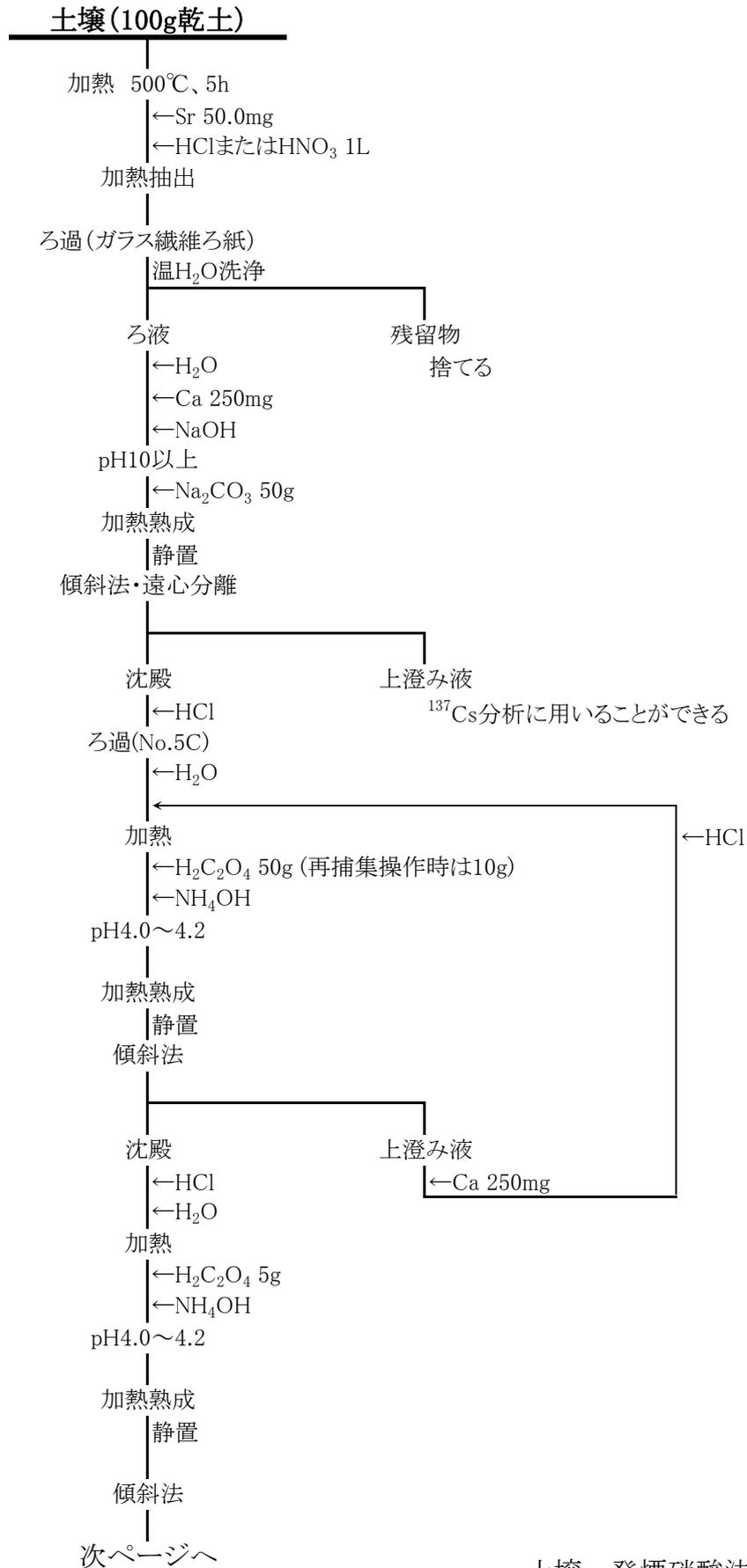
海水—シュウ酸塩法 (3/3)



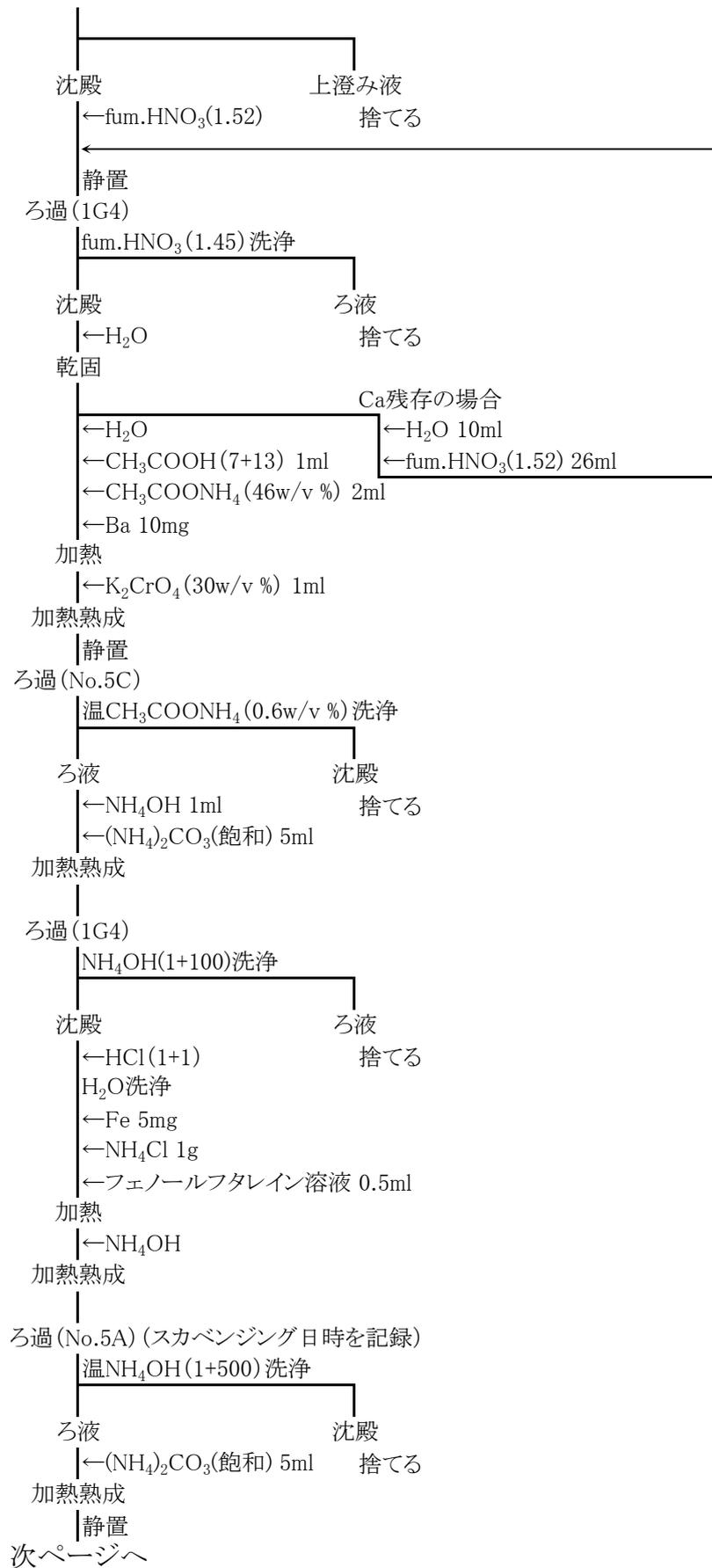
土壌イオン交換法 (1/3)



土壌－イオン交換法 (3/3)

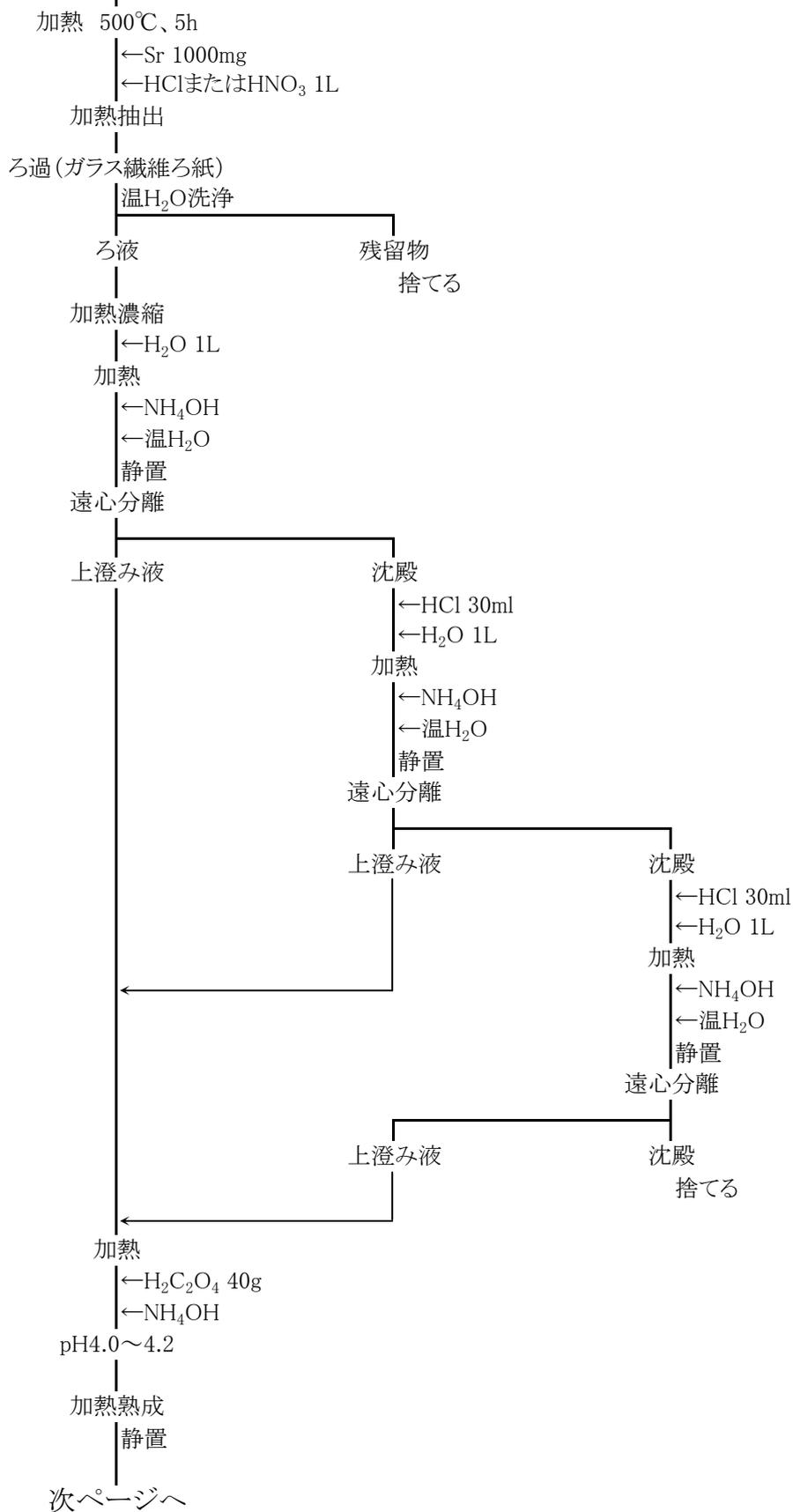


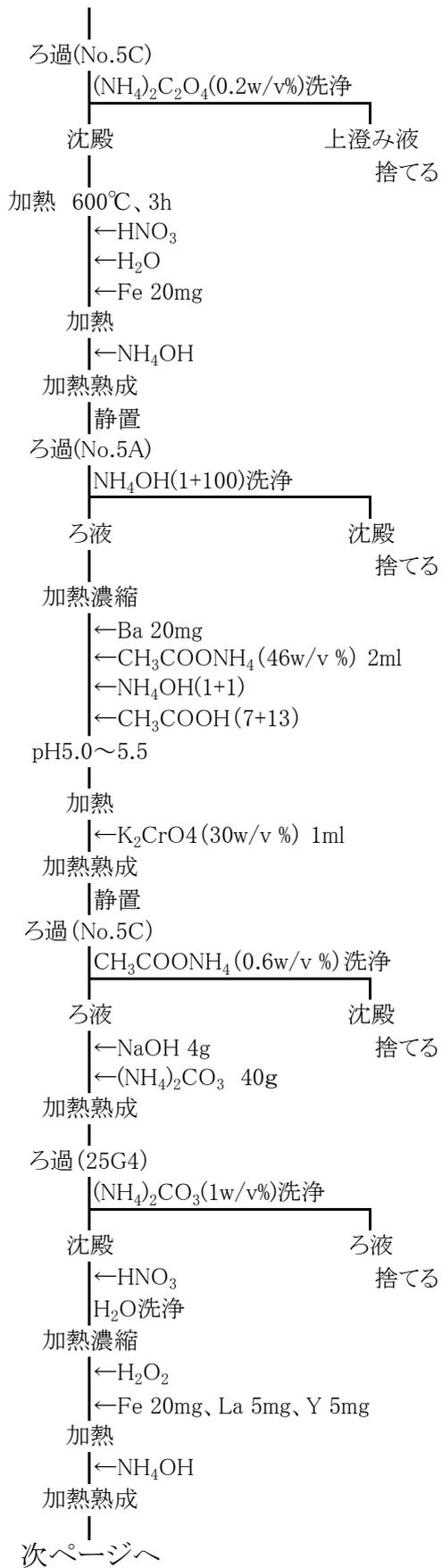
土壌－発煙硝酸法 (1/3)

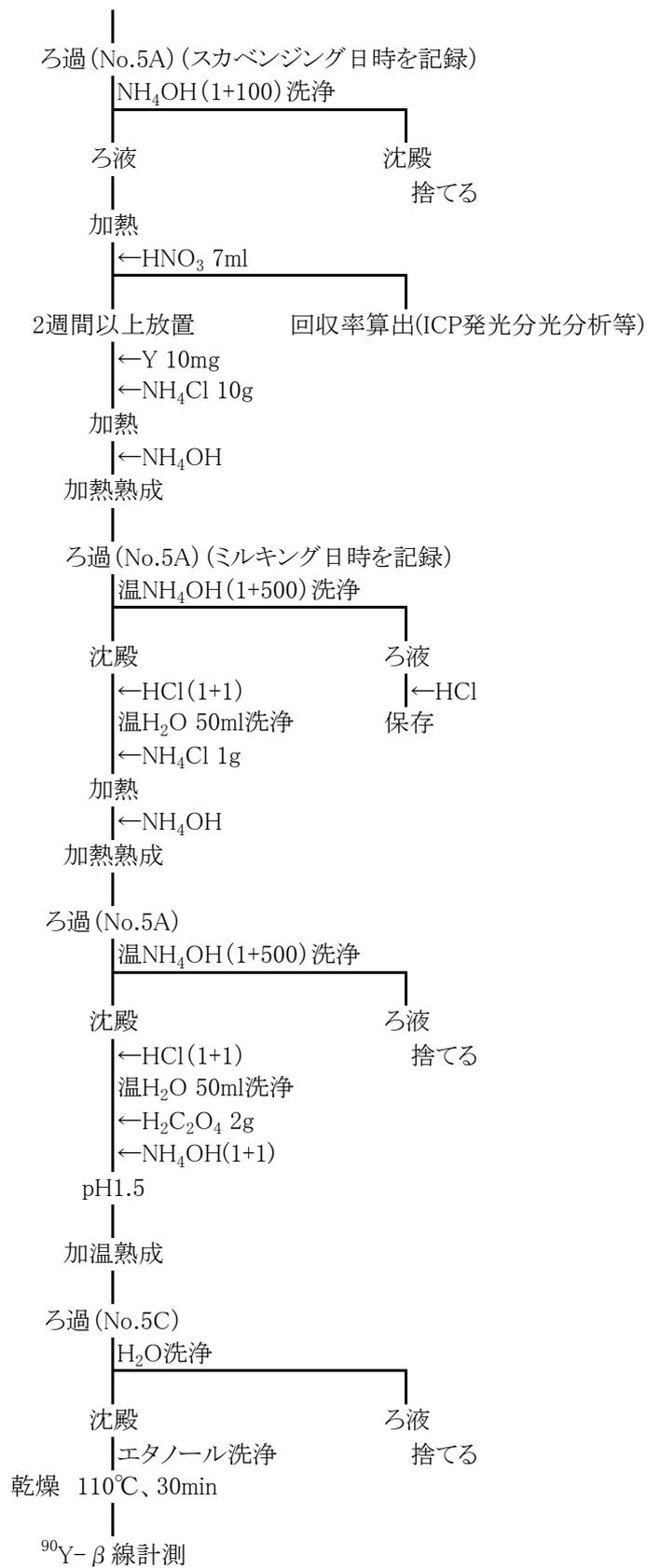


土壤—発煙硝酸法 (2/3)

土壤(100g乾土)

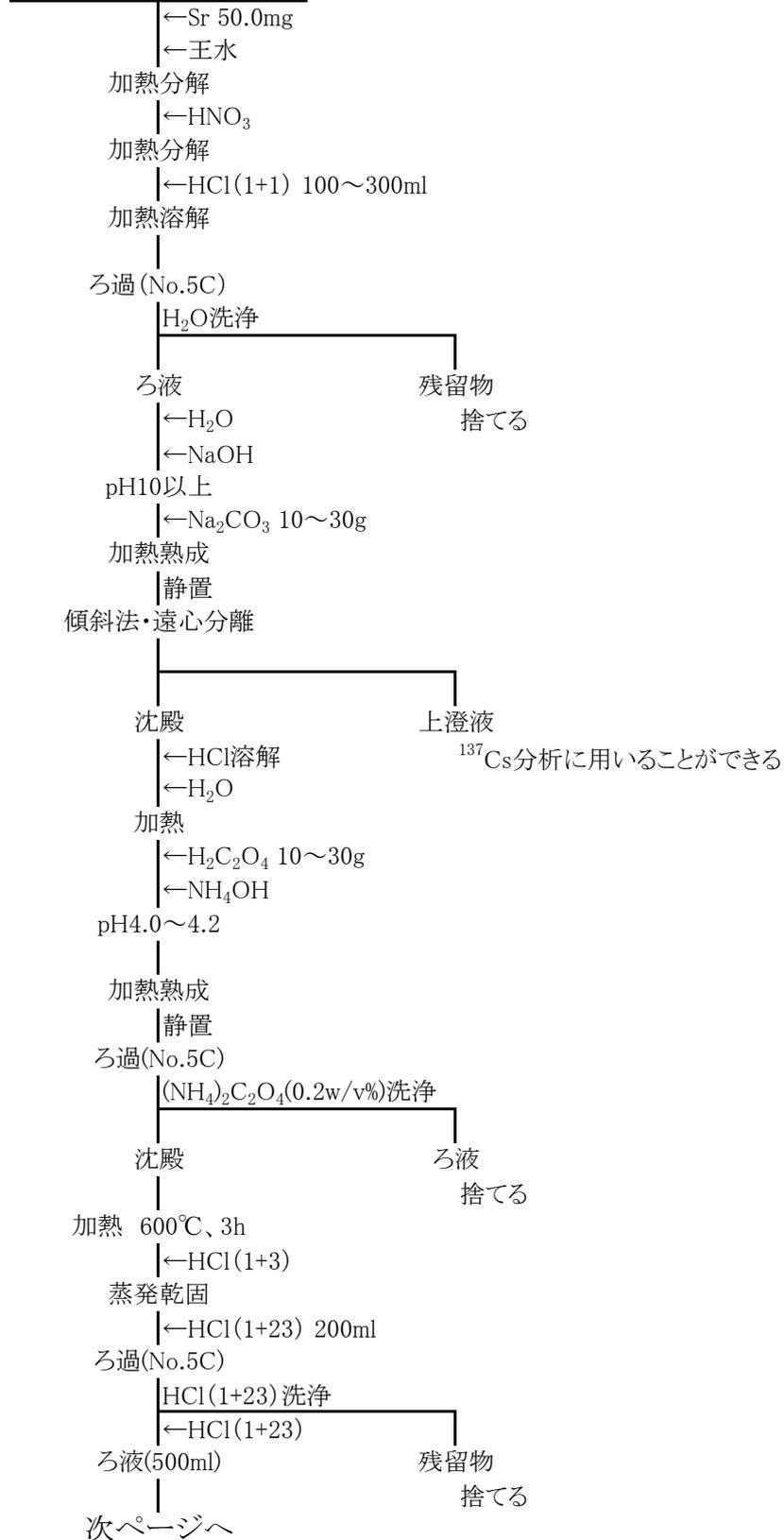




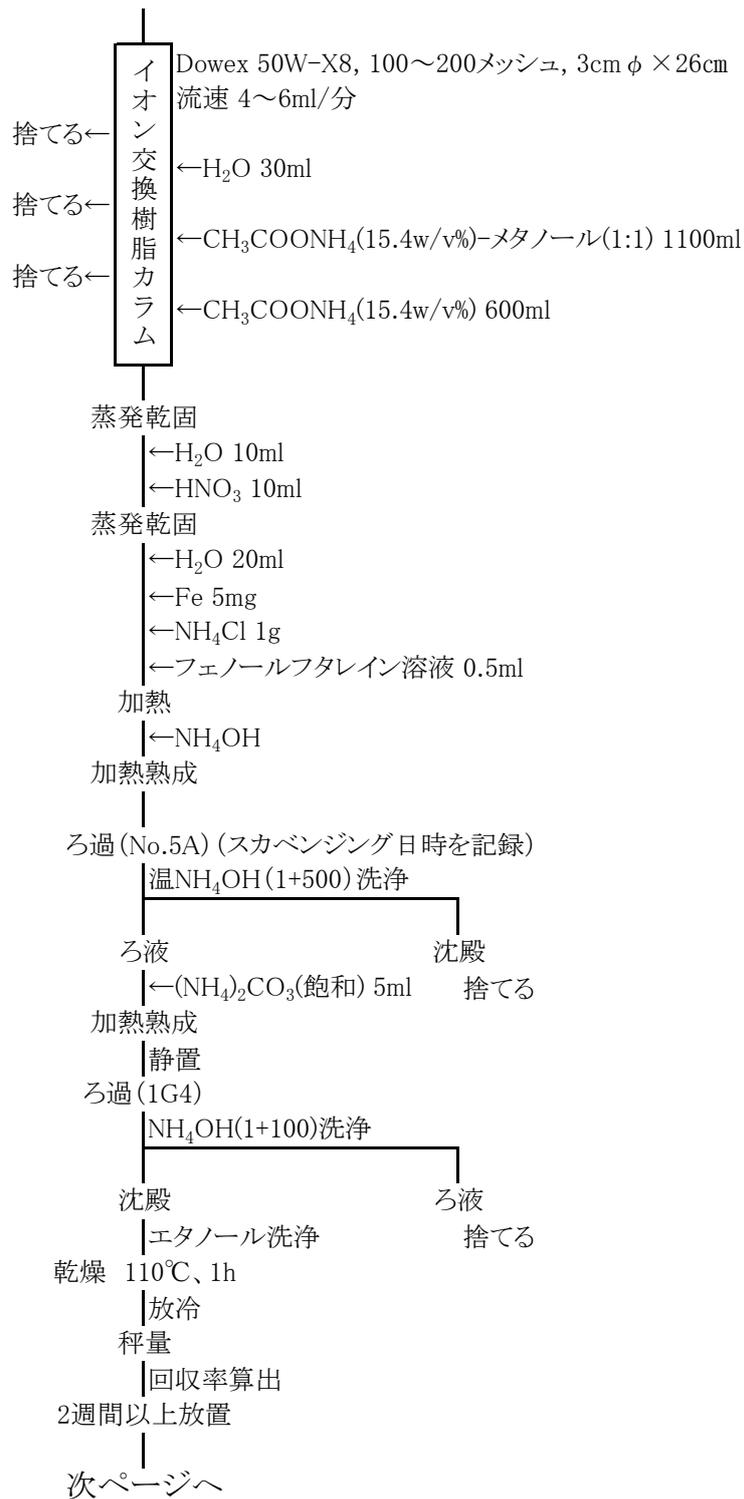


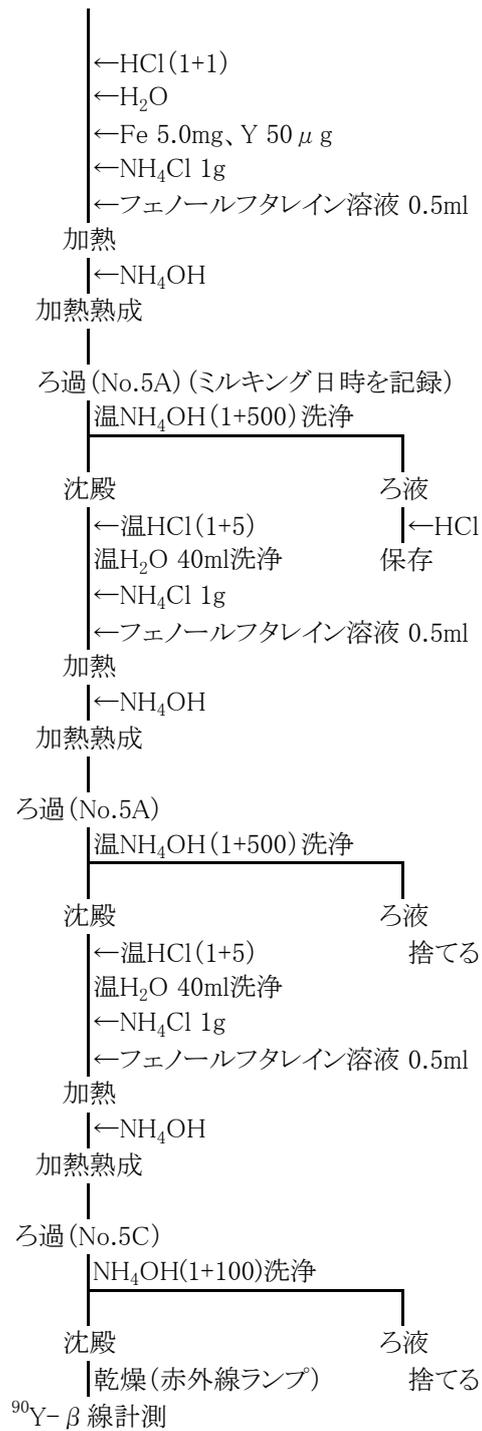
土壤—シュウ酸塩法 (3/3)

灰(生1kg相当)



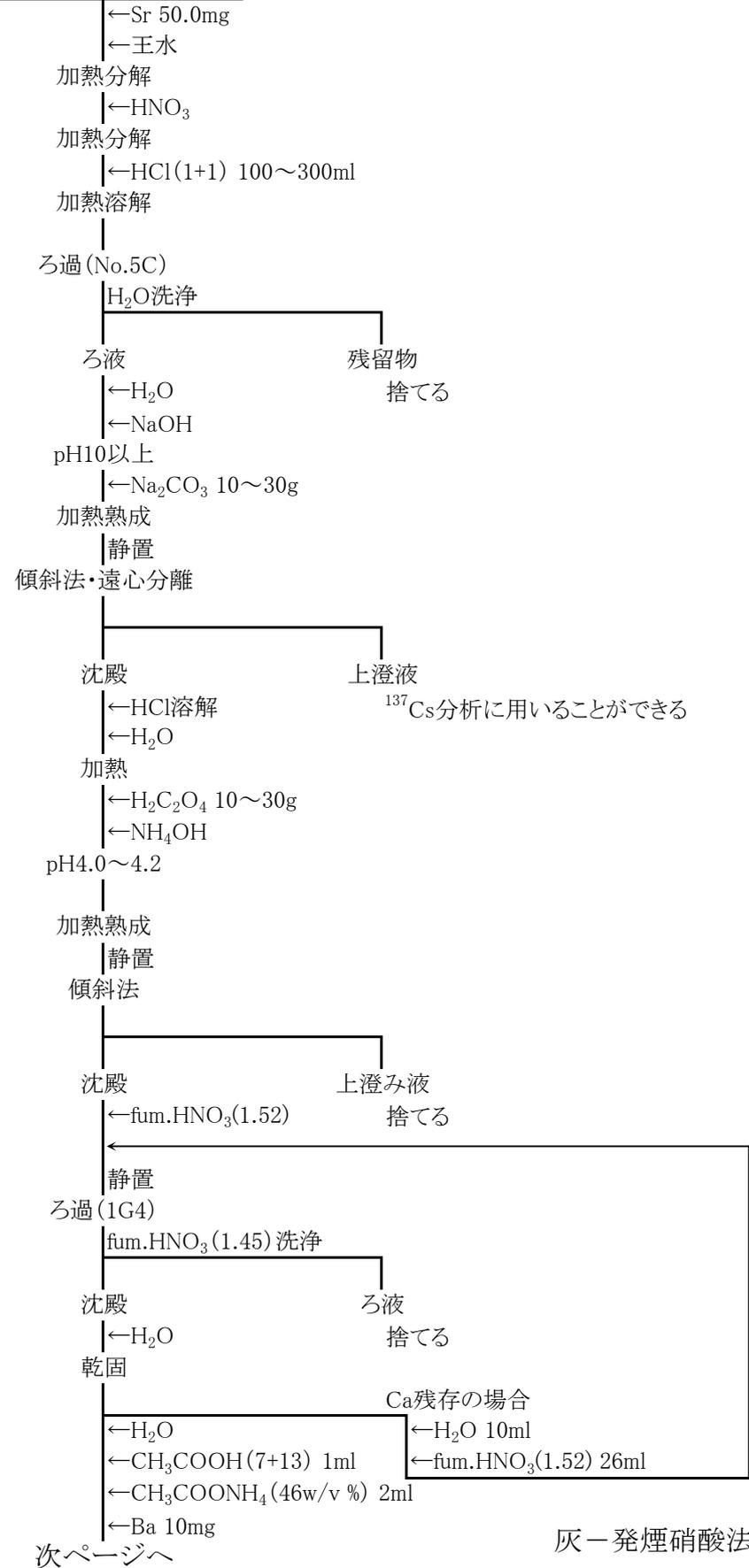
灰—イオン交換法 (1/3)





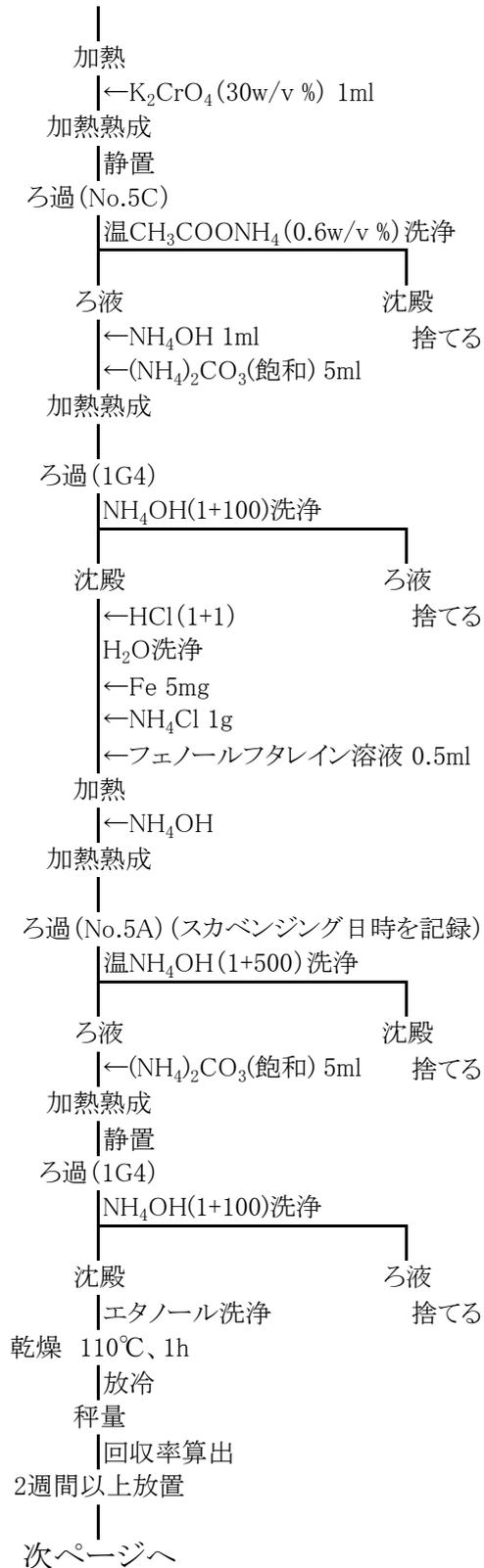
灰-イオン交換法 (3/3)

灰(生1kg相当)

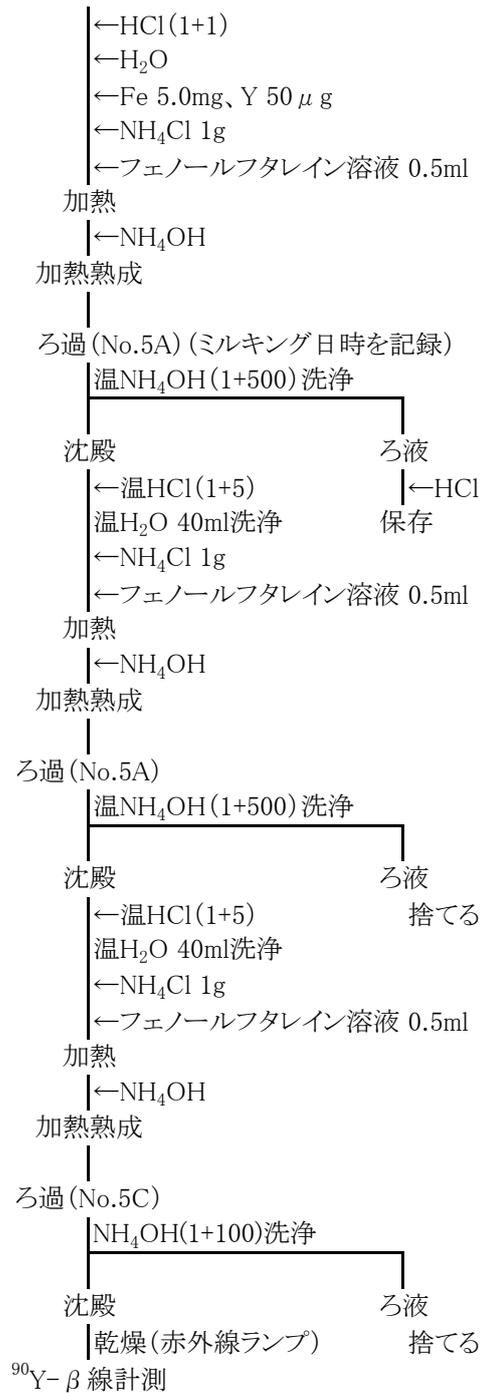


灰-発煙硝酸法 (1/3)

次ページへ

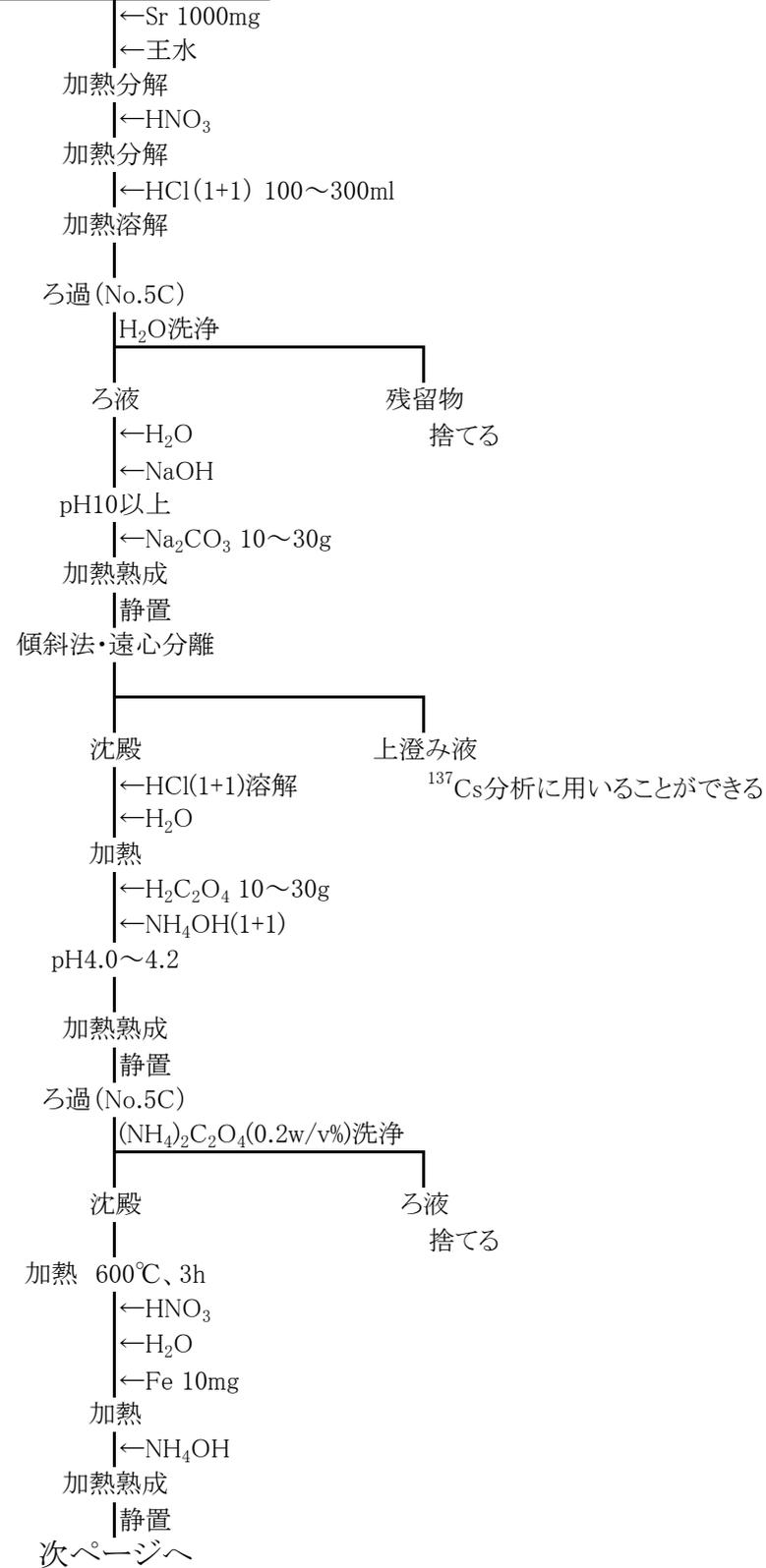


灰－発煙硝酸法 (2/3)

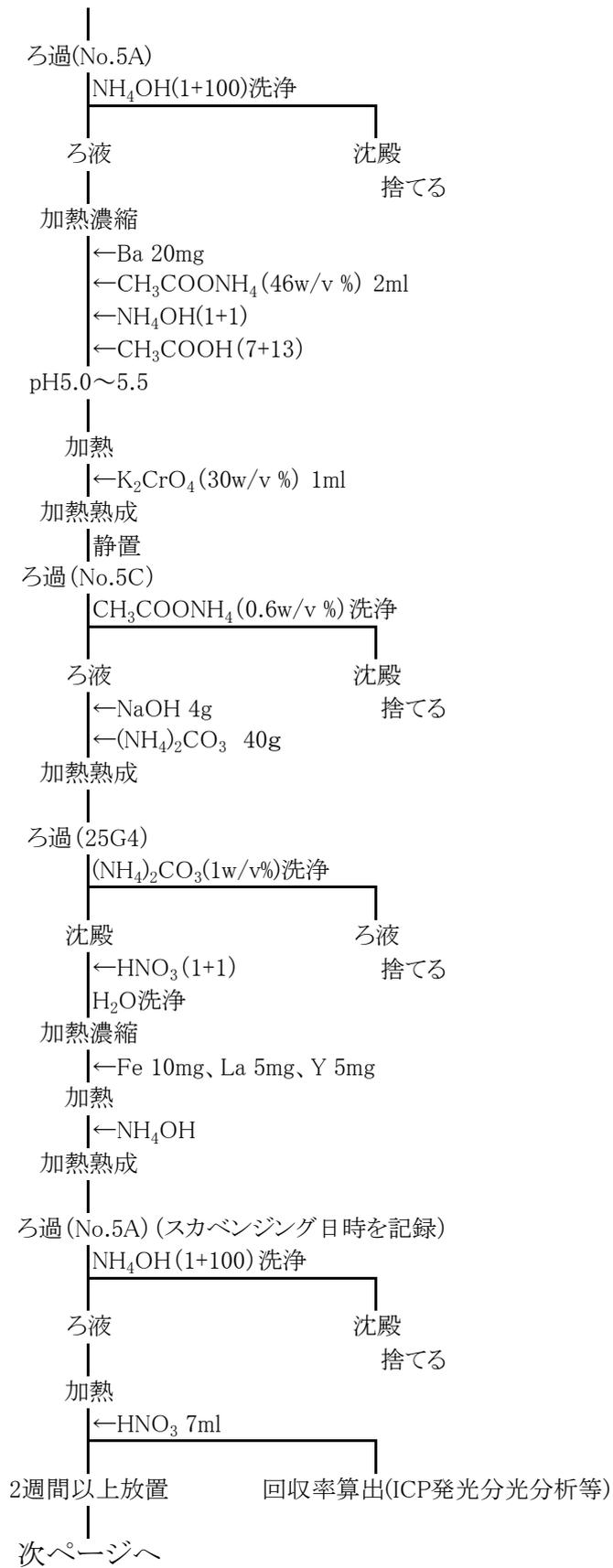


灰－発煙硝酸法 (3/3)

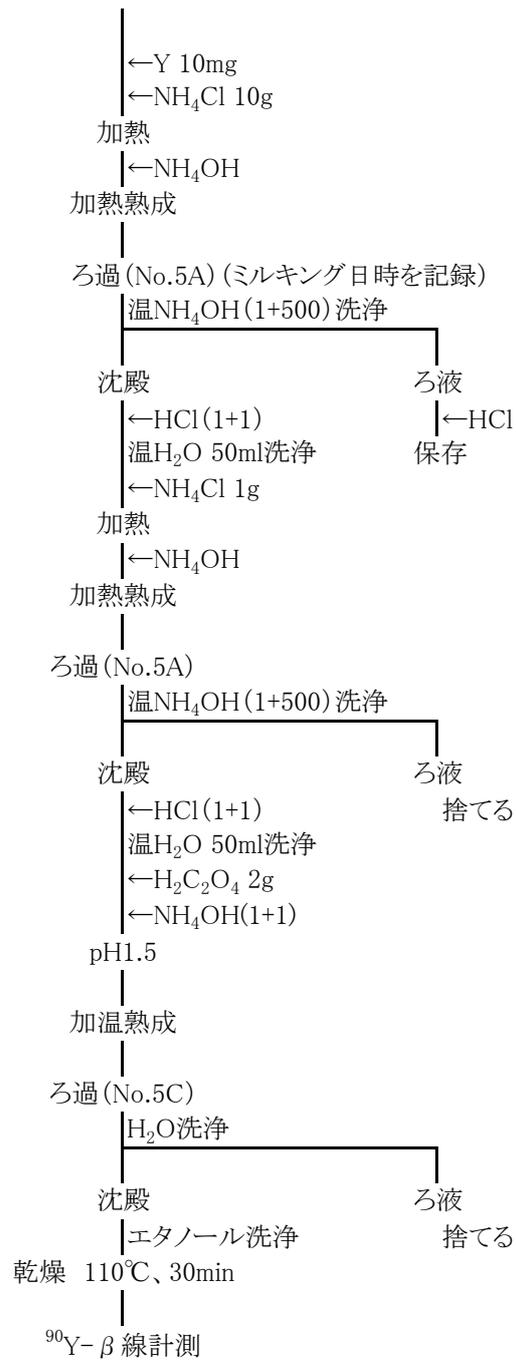
灰(生1kg相当)



灰-シュウ酸塩法 (1/3)

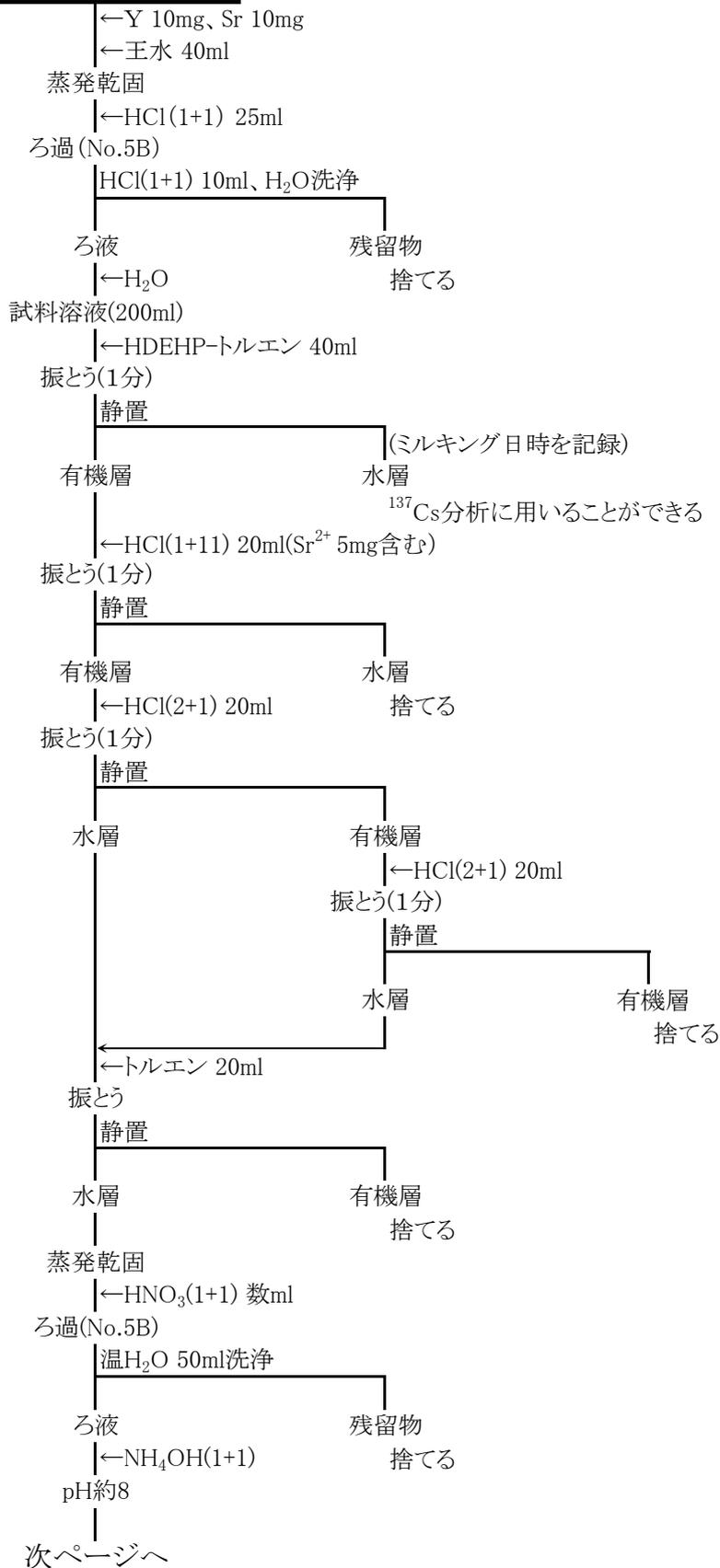


灰-シュウ酸塩法 (2/3)

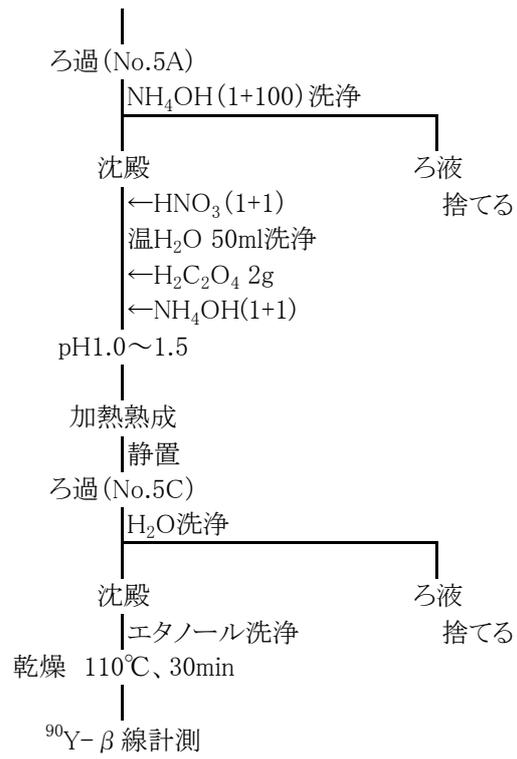


灰—シュウ酸塩法 (3/3)

灰(牛乳1L相当)



灰-溶媒抽出法 (1/2)



灰-溶媒抽出法 (2/2)

付録5 参考文献

- (1) Z. Grahek; Calcium-Strontium Separation by means of Mixed Solvent Anion Exchange; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 247(2), 297-305(2001).
- (2) Z. Grahek, I. Eskinja, K. Kosutic, S. Lulic, K. Kvastek; Isolation of Radioactive Strontium from Natural Samples: A Semi-Automatic Procedure; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 241(3), 617-626(1999).
- (3) A. Dyer, I. M. Umar; The Uptake of Radioisotopes onto Clays and Other Natural Materials III. Leaching of Cesium and Strontium from Clays; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 242(2), 329-333(1999).
- (4) S. K. Samanta; Radiotracer Studies on the Uptake of Strontium by Poly (Styrene-DVB) Resins Containing Iminodiacetic Acid Groups; Radiochimica. Acta, 86, 155-159(1999).
- (5) 茂木; 海底土中のストロンチウムの分析法について; 水路部技報第16号, 59-62 (1998).
- (6) 庄子, 石川, 高橋; イオン交換法による放射性ストロンチウム分析の検討; 宮城県原子力センター年報, 16, 27-32(1997).
- (7) Z. Grahek, S. Lulic, K. Kosutic, I. Eskinja, S. Cerjan, K. Kvastek; Separation of Radioactive Strontium from Natural Samples by means of Mixed-Solvent Anion Exchange; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 189(1), 141-146(1995).
- (8) K. M. Wong, T. A. Jokela, V. E. Noshkin; Radiochemical Procedures for Analysis of Pu, Am, Cs, and Sr in Water, Soil, Sediments and Biota Samples; Lawrence Livermore National Laboratory(1994).
- (9) Z. Grahek, I. Eskinja, S. Cerjan, K. Kvastek, S. Lulic; Separation of Strontium from Calcium by means of Anion Exchanger and Alcoholic Solution of Nitric Acid; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 182(2), 401-413 (1994).
- (10) R. Stella, M. T. G. Valentini, L. Maggi; A Novel Approach to Ca-Sr Separation in the Determination of ⁹⁰Sr using Inorganic Exchangers: An Application to Environmental Samples; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 161(2), 413-419(1992).
- (11) N. Vajda, A. Ghods-Esphahani, E. Cooper, P. R. Danesi; Determination of Radiostrontium in Soil Samples using A Crown Ether; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 162(2), 307-323(1992).
- (12) 岩崎, 吉田; 陽イオン交換樹脂カラム法による放射性ストロンチウム分析法の検討, 佐賀県所報, 69-73(1990-1991).
- (13) K. Bunzl, W. Kracke; A Simple Radiochemical Determination of ⁹⁰Sr in Environmental

- Samples; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 148(1), 115-119(1991).
- (14)L. I. Guseva; Possibilities of Ion-Exchange Methods for Isolation and Determination of Transplutonium Elements in Environmental Materials; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 143(2), 329-335(1990).
- (15)R. Bojanowski, D. Knapinska-skiba; Determination of Low-Level ^{90}Sr in Environmental Materials: A Novel Approach to the Classical Method; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 138(2), 207-218(1990).
- (16)大木, 池内, 大橋, 野中; 陽イオン交換樹脂カラム法による環境試料中の放射性ストロンチウム分析法の検討; 日本分析センター広報 No.13, 28-32(1987).
- (17)N. R. Das; Ion Exchange Separation of ^{90}Y from ^{90}Sr using Ascorbic Acid and Nitrilotriacetic Acid as Eluents; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 109(2), 413-418(1987).
- (18)L. I. Guseva, G. S. Tikhomirova, V. V. Stepushkina; Isolation of Transplutonium Elements on Ion Exchangers from Solutions of High Salt Concentration; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles, 90(1), 15-22(1985).
- (19)桐田, 高田, 吉清水; 海水の放射性ストロンチウム分析法の検討; 日本分析センター広報 No. 8, 49-54(1983).
- (20)桐田, 増田, 庄子, 虻川, 西村; 土壤中 ^{90}Sr 定量法の検討; 日本分析センター広報 No. 2, 29-31(1980).
- (21)三橋, 阪上; 牛乳中 ^{90}Sr の ^{90}Y 溶媒抽出による定量; Radioisotopes, 26(10), 673-678(1977).
- (22)R. D. Ibbett; The Determination of Strontium-90 in Environmental Materials by Ion Exchange and Preferential Chelation Techniques; Analyst, 92, 417-422 (1967).
- (23)J. Korkisch, S. S. Ahluwalia; Cation-Exchange Behaviour Of Several Elements In Hydrochloric Acid-Organic Solvent Media; Talanta, 14, 155-170(1967).
- (24)J. Korkisch, H. Gross; Selective Cation-Exchange Separation of Cobalt in Hydrochloric Acid-Acetone Solutions; Separation Science, 2(2), 169-176 (1967).
- (25)H. Tsubota; The Cation Exchange Adsorption of Calcium and Strontium from an Ammonium Formate or Ammonium Acetate Solution in Mixtures of Organic Solvents and Water; Bulletin of the Chemical Society of Japan, 38(2), 159-165(1965).
- (26)J. S. Fritz, H. Waki, B. B. Garralda; Anion Exchange Separation of Calcium and Strontium; Analytical Chemistry, 36(4), 900-903(1964).
- (27)H. Tsubota ; An Ion Exchange Method for the Determination of Cesium-137 and Strontium-90 in Fallout; Bulletin of the Chemical Society of Japan; 36(12), 1545-1548(1963).
- (28)J. S. Fritz, H. Waki; Anion Exchange Separation of Magnesium and Calcium with Alcohol-Nitric Acid; Analytical Chemistry, 35(8), 1079-1083(1963).
- (29)J. P. Faris, J. W. Warton; Anion Exchange Resin Separation of the Rare Earths,

- Yttrium, and Scandium in Nitric Acid-Methanol Mixtures; Analytical Chemistry, 34(9), 1077-1080(1962).
- (30) 坪田; イオン交換樹脂によるストロンチウムおよびセシウムの分離法-降水および落下塵中の人工放射性物質の分析法- (前編); 分析化学, 9, 783-790(1960).
- (31) 坪田; イオン交換樹脂によるストロンチウムおよびセシウムの分離法-降水および落下塵中の人工放射性物質の分析法- (後編); 分析化学, 9, 905-909(1960).
- (32) 垣花, 坪田; イオン交換樹脂使用法 (II); 分析化学, 9, 791-794(1960).
- (33) 小島; 塩酸・メタノール混合溶媒中における二, 三の金属の陰イオン交換吸着について; 分析化学, 7, 177-180(1958).
- (34) 小島; 陰イオン交換樹脂によるダイカスト用亜鉛合金の分析法: アルミニウムおよび銅の定量法; 分析化学, 6, 369-375(1957).
- (35) Y. Yoshino, Y. Kurimura; Anion Exchange Adsorption of Some Metals from Mixed Solvents; Bulletin of the Chemical Society of Japan, 30(6), 563-566(1957).

○専門家会合

本分析法の制定は、下記の専門家会合において行った。

- ・第1回 放射能測定法マニュアル等専門家会合
平成15年6月2日 文部科学省別館第1会議室
- ・第2回 放射能測定法マニュアル等専門家会合
平成15年7月7日 文部科学省別館第3会議室

(回数は会合設置からの通算回数)

(専門委員)

石黒 秀治	(財)原子力研究バックエンド推進センター
池沢 芳夫	(財)放射線計測協会
江角 周一	島根県保健環境科学研究所
木内 伸幸	日本原子力研究所
佐藤 兼章	(財)日本分析センター
高山 裕美	福井県原子力環境監視センター
武石 稔	核燃料サイクル開発機構
山本 政儀	金沢大学自然計測応用研究センター
渡辺 均	核燃料サイクル開発機構

○協力者

本分析法の制定に関する調査検討及び本マニュアルの作成は、専門委員他下記の方々のご協力を得て行いました。ご尽力に対し深く御礼申し上げます。

五十嵐康人	気象庁 気象研究所
江角 周一	島根県保健環境科学研究所
桐田 博史	(財)日本分析センター
駒村美佐子	(独)農業環境技術研究所
佐藤 兼章	(財)日本分析センター
立川 圓造	(財)日本分析センター
野中 信博	(財)日本分析センター
樋口 英雄	(財)日本分析センター
薬袋 佳孝	武蔵大学
宮本 哲司	海上保安庁
吉田 善行	日本原子力研究所
渡辺 均	核燃料サイクル開発機構

(敬称略・五十音順)

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 平成 15 年 7 月(4 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

放射性ストロンチウム分析法

昭和 35 年 制定
昭和 38 年 改訂
昭和 49 年 1 月 2 訂
昭和 58 年 12 月 3 訂
平成 15 年 7 月 4 訂
平成 15 年 11 月 10 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