

ヨウ素－129 分析法

平成 8 年

文 部 科 学 省

放射線審議会測定部会の委員及び専門委員

委員（部会長）	岩	島	清	株式会社 環境管理センター
	池	田	正道	社団法人 日本アイソトープ協会
	岩	崎	民子	財団法人 放射線影響協会
	田	村	浩一郎	電子技術総合研究所
	寺	尾	允男	国立衛生試験所
	中	田	啓	動力炉・核燃料開発事業団
	備	後	一義	日本原子力研究所

専門委員	阿	部	史朗	放射線医学総合研究所
	岡	野	眞治	財団法人 放射線影響協会
	阪	上	正信	金沢大学 名誉教授
	戸	田	誠	海上保安庁水路部
	廣	瀬	勝己	気象庁気象研究所
	深	津	弘子	財団法人 日本分析センター
	丸	山	隆司	財団法人 放射線影響協会
	大	和	愛司	動力炉・核燃料開発事業団
	吉	田	勝彦	水産庁中央水産研究所

（敬称略・五十音順）

本分析法の作成にあたっては、上記委員のほか下記の方々の協力を得た。

市	村	雄一	茨城県公害技術センター
木	村	幹	青山学院大学
清	水	武彦	動力炉・核燃料開発事業団
平	井	保夫	茨城県公害技術センター
星	三	千男	日本原子力研究所
村	松	康行	放射線医学総合研究所

（敬称略・五十音順）

目 次

序論	1
第1部 放射化学分析法	3
第1章 土試料	5
1.1 燃焼－活性炭吸着法	5
1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	10
1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量	14
第2章 水試料	17
2.1 陸水及び牛乳	17
2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法	17
2.1.1.1 活性炭吸着法	17
2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法	20
2.1.2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法	22
2.2 海水	24
第3章 生物試料	27
3.1 燃焼－活性炭吸着法	27
3.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	28
3.3 海藻試料中の安定ヨウ素の定量	29
第4章 大気浮遊じん	30
4.1 燃焼－活性炭吸着法	30
4.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	30
第5章 測定	32
5.1 計数効率曲線作成用試料の調製	32
5.1.1 調製方法	32
5.2 γ 線スペクトロメトリー	33
5.2.1 測定方法	33
5.2.2 放射能濃度の計算	33
5.3 低バックグラウンドガスフローカウンタによる β 線の測定	35
5.3.1 測定方法	36
5.3.2 放射能濃度の計算	36
第6章 試薬の調製	38
6.1 試薬	38
6.2 陰イオン交換樹脂	39
(第1部解説) ヨウ素-129の壊変に伴う γ 線及びX線	43
(第1部付録) 分析法の流れ図	47

第2部 中性子放射化分析法	59
第7章 土試料	61
7.1 燃焼－活性炭吸着法	61
7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	74
7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素－127)の定量	79
第8章 水試料	85
8.1 陸水及び牛乳	85
8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法	85
8.1.1.1 活性炭吸着法	85
8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法	89
8.1.2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法	91
8.1.2.1 石英管気化封入法	91
8.1.2.2 石英管液体封入法	94
8.2 海水	97
8.2.1 石英管気化封入法	97
8.2.2 石英管液体封入法	100
8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素－127) の定量	103
第9章 生物試料	106
9.1 燃焼－活性炭吸着法	106
9.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	108
9.3 中性子照射による生物試料中の安定ヨウ素(ヨウ素－127)の定量	108
第10章 大気浮遊じん	110
10.1 燃焼－活性炭吸着法	110
10.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法	111
第11章 測定	112
11.1 比較標準試料の作製及び中性子照射	112
11.2 γ 線スペクトロメトリー	113
11.3 ヨウ素－129の放射能濃度の計算－安定ヨウ素を定量して回収率を 補正する方法	113
11.4 ヨウ素－129の放射能濃度の計算－ヨウ素－125を用いて回収率を 補正する方法	116
第12章 試薬の調製	120
12.1 試薬	120
12.2 陰イオン交換樹脂	122
(第2部解説)	123
〔解説1〕 ベンゼン、トルエン及びキシレンを使用した時のヨウ素の回収率	125
〔解説2〕 土壌中のヨウ素－129濃度に基づく生物試料中の ヨウ素－129濃度の推定	126
〔解説3〕 ヨウ素－129とヨウ素－127との原子数比の求め方	127
〔解説4〕 中性子照射後の γ 線スペクトル図	128
(第2部付録)	131
〔付録1〕 分析法の流れ図	133
〔付録2〕 クロスチェックの結果	152

序 論

原子力発電所、核燃料再処理施設等の原子力平和利用施設の増加に伴い、施設から排出される放射性核種の環境放射能レベルの把握が、環境モニタリング及び環境影響評価上重要となっている。ヨウ素-129 は、半減期が 1.57×10^7 年と長く、また人体に取り込まれると甲状腺にも移行する核種である。このため、ヨウ素-129 の分析法^{*1}の確立が望まれている。

ヨウ素-129 の分析法には、放射化学分析法、中性子放射化分析法、質量分析法等がある。質量分析法は質量分析装置が一般に普及していないこともあり、本マニュアルでは、分析が比較的簡単に行える放射化学分析法及び、より低い分析目標レベルまで定量できる中性子放射化分析法を採用した。

放射化学分析法は、ヨウ素を分離・精製後、ヨウ素-129 の β 線あるいは γ 線を測定する方法^{*2}である。中性子放射化分析法は、ヨウ素を分離・精製後、原子炉で中性子を照射して、ヨウ素-129 から生成したヨウ素-130 の γ 線を測定する方法である。

対象試料は、土試料、水試料、生物試料及び大気浮遊じんとした。

分析供試量及び分析目標レベルを表-1 に示す。

分析試料の採取については、別に発行されている「環境試料採取法」^{*3}によるものとする。

本マニュアルは、2 部構成とし、第 1 部に放射化学分析法を、第 2 部に中性子放射化分析法を記載した。なお、第 1 部と第 2 部の各章の項目名が同じ場合が多いので、まぎらわしさを避けるため、章の番号は第 1 部と第 2 部を通して付けることとした。

^{*1} ヨウ素-131の分析法は、科学技術庁：放射能測定法シリーズ4 「放射性ヨウ素分析法」（昭和52年）として別に発行されている。

^{*2} ヨウ素-131 が混入している試料に適用した場合、 β 線を測定する方法ではヨウ素-129 とヨウ素-131を区別できない。また、低エネルギー光子スペクトロメータを用いる方法ではヨウ素-131 の γ 線のコンプトン散乱のため、ヨウ素-129 の検出可能レベルが高くなる。このような時には、ヨウ素-131 の減衰を待ってから測定する必要がある。

^{*3} 科学技術庁：放射能測定法シリーズ16「環境試料採取法」（昭和58年）

表-1 分析供試量及び分析目標レベル

試料名	分析供試量	分析目標レベル ^{*4}	
		放射化学分析法	中性子放射化分析法
土試料	100 g 乾土	5 Bq/kg 乾土	5×10^{-3} Bq/kg 乾土
水試料	5 ℓ	1×10^{-1} Bq/ℓ	1×10^{-4} Bq/ℓ
生物試料			
野菜	300 g 生(30g乾物) ^{*5}	2 Bq/kg 生	2×10^{-3} Bq/kg 生
精米	50 g	10 Bq/kg 精米	1×10^{-2} Bq/kg 精米
海藻	150 g 生(30g乾物) ^{*6}	4 Bq/kg 生	4×10^{-3} Bq/kg 生
大気浮遊じん	1,000 m ³	5×10^{-4} Bq/m ³	5×10^{-7} Bq/m ³

^{*4} 分析目標レベルは、以下の条件で計算した。

1. 放射化学分析法

①低エネルギー光子スペクトロメータによる測定

計数効率0.5%、測定時間20時間、回収率60%

②低バックグラウンドガスフローカウンタによる測定

計数効率4%、測定時間100分、回収率60%

2. 中性子放射化分析法

熱中性子束密度 $6 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ で40分間照射、照射後24時間冷却、ゲルマニウム半導体検出器の計数効率4%、測定時間5.5時間、回収率40%

また、1.放射化学分析法及び2.中性子放射化分析法のいずれの測定方法においても、正味計数率に伴う計数誤差の3倍を分析目標レベルとした。

^{*5} 生試料に対する乾物の重量比を10%とした。

^{*6} 生試料に対する乾物の重量比を20%とした。中性子放射化分析法では、分析供試量中のヨウ素量を20mg程度までとする必要がある海藻は安定ヨウ素を多く含むものがあるため分析供試量を150 g 生にできない場合がある。

第 1 部 放射化学分析法

第1部 放射化学分析法

第1章 土試料

土試料は土壌及び海底土を対象とする。

試料を燃焼し、ヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはヨウ素をアルカリ溶液に吸収させるアルカリ吸収法により、分離・精製する。

なお、土試料100gには0.1mg から4mg 程度のヨウ素が含まれるため、回収率の補正を正確に行う必要がある時は、「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」に基づき、試料中のヨウ素を定量する。

1.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・装置

三連式管状型電気炉（図1-2）、乾燥器、

天秤（秤量範囲0～200g、読み取り限度0.1mg以下）

・理化学器材

石英管（図1-1）、シリコン栓、石英ウール、50ml三角フラスコ、100ml分液漏斗、

都市ガスあるいはプロパンガス用ハンドバーナー、ホットプレート、

100mlビーカー、100mlビーカー用時計皿、

30cm程度の空気冷却管（50ml三角フラスコに取り付ける。））、

分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、1ℓ耐圧びん、

アスピレーター、デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、ピペッター、チップ、

47mmφガラス繊維ろ紙（東洋GA-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙（5種C）、

マウント用ディスク（図1-3）、マイラー（0.8mg/m²以下）（図1-3）、

リング（外径24mmφ、内径21.8mmφ）（図1-3）、ステンレス鋼製25mmφ試料皿

・試薬・ガス

硝酸、水酸化ナトリウム溶液（24w/v%）、亜硝酸ナトリウム溶液（10w/v%）、

亜硫酸ナトリウム溶液（10w/v%）、塩化パラジウム溶液（10mgPd²⁺/ml）、

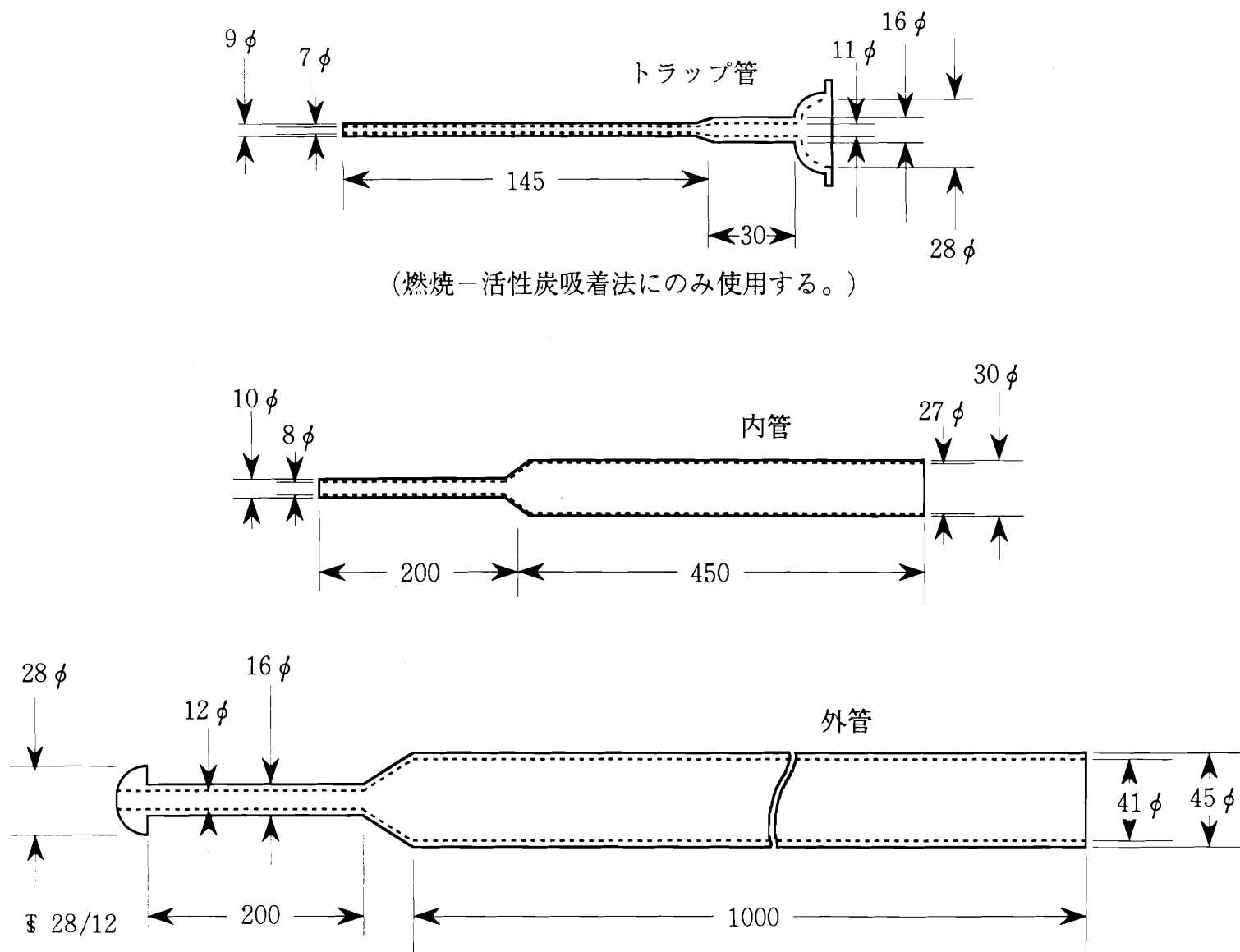
ヨウ素担体溶液 ($20\text{mgI}^-/\text{ml}$)、水 (イオン交換等により精製した水)、活性炭、キシレン、酸素ガス、窒素ガス、都市ガスあるいはプロパンガス

①前処理

- (1) 土試料を $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 程度で乾燥し重量をはかる。粉碎後、 100 g 程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管 (図1-1)の内管に入れる (以下、図1-2 を参照しながら操作を行う。)。
- (2) ヨウ素担体溶液 ($20\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1 ml を正確に加える。
- (3) 内管の端を石英ウールで止める。

②試料の燃焼

- (1) 外管の細くなっている部分に石英ウールを詰め、活性炭 3 g を入れ、端を石英ウールで止める。
- (2) 外管の中央部の電気炉 (B) に位置する部分に、石英ウールを詰める。
- (3) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (4) 活性炭保温用電気炉 (C) の温度を 150°C に、電気炉 (B) の温度を 1000°C にする。
- (5) 内管に酸素ガス及び窒素ガスを、それぞれ毎分 50 ml で流す。外管に酸素ガスを、毎分 200 ml で流す。
- (6) 電気炉 (A) を試料の右端に合わせ、温度を 250°C にする。
- (7) 電気炉 (A) を徐々に電気炉 (B) の方に移して、水分を追い出す。
- (8) 電気炉 (A) が電気炉 (B) に触れるまで移した後、電気炉 (A) を試料の右端に戻す。
- (9) 電気炉 (A) の温度を 700°C とし、徐々に電気炉 (B) の方に移して、試料を燃焼する。
- (10) 電気炉 (A) が電気炉 (B) に触れるまで移した後、電気炉 (A) を試料の中央に戻す。
- (11) 電気炉 (A) の温度を 1000°C とし、試料を 2時間程度燃焼する。
- (12) 電気炉 (B) の温度を 500°C に設定し、電気炉 (A) のスイッチを切る。
- (13) 試料の燃焼終了後、ヨウ素を吸着した活性炭の燃焼操作を行う。
- (14) トラップ管の細い部分に石英ウールを詰め、活性炭 0.5 g を入れ、端を石英ウールで止める。外管左端のボールジョイント部分にトラップ管をクランプにより接続する。外管を右にずらし、トラップ管が電気炉 (C) に、(D) の右端部分が電気炉 (B) の左



(燃焼-活性炭吸着法にのみ使用する。)

材質：透明石英
単位：mm

図 1 - 1 石英管

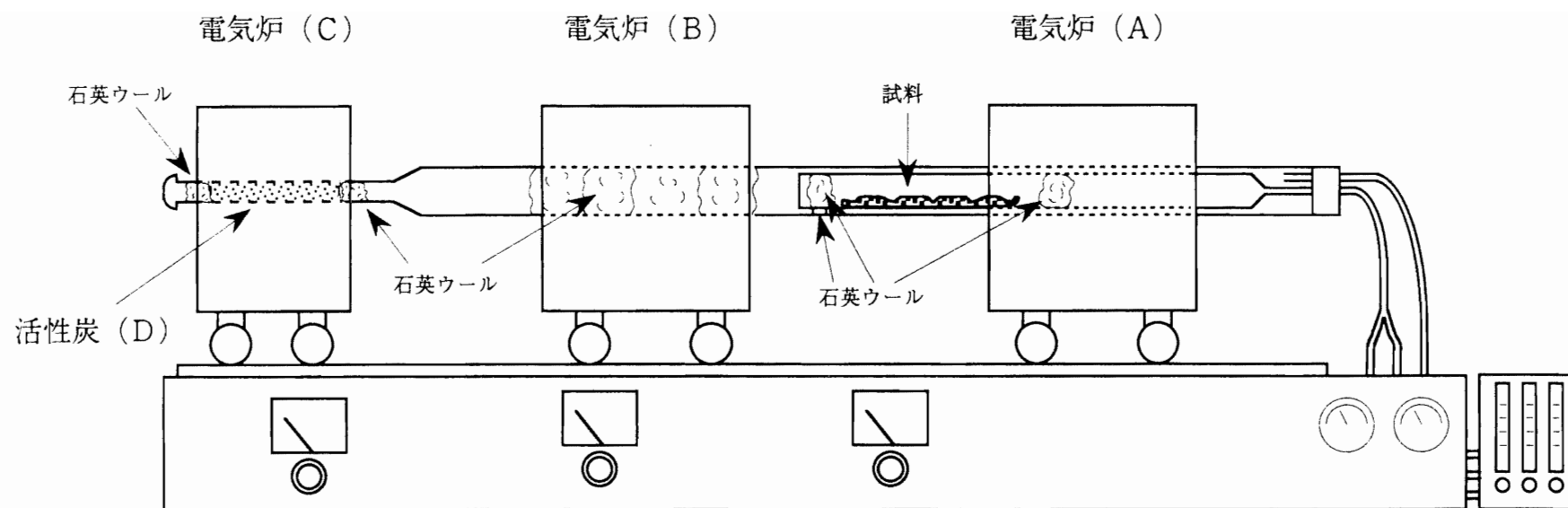


図 1 - 2 三連式管状型電気炉

端になるようにする。外管及び内管に、酸素ガスを毎分50mlで流す。

(15)活性炭（D）の着火、燃焼状態と石英管内の圧力を見ながら、内管の酸素ガスの流量を調節する。電気炉（B）を徐々に左に移し、活性炭を完全に燃焼する。

(16)活性炭の燃焼終了後、ジョイント部をハンドバーナーで加熱し、燃え残ったタール分を燃焼する。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

(1) ヨウ素を吸着させた活性炭を50ml三角フラスコに移し、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)20mlを加える。長さ30cm程度の空気冷却管を三角フラスコに付け、ホットプレート上で1時間程度おだやかに加熱して、ヨウ素を浸出する。

(2) 放冷後、空気冷却管を取り外し、吸引ろ過（ガラス繊維ろ紙 47mmφ（東洋GA-100相当品）、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用）し、残った活性炭は水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、あらかじめキシレン^{*1}20mlを入れた100ml分液漏斗に移す。

(3) 硝酸8ml程度をかきまぜながら加え、pHを1に調節する。

(4) 亜硝酸ナトリウム溶液^{*2}（10w/v%）5mlを徐々に加え、ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる^{*3}。

(5) 静置後、水相はあらかじめキシレン20mlを入れた新たな100ml分液漏斗に移す。有機相はろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら別の新たな100ml分液漏斗に移す。

(6) 水相を入れた操作(5)の分液漏斗を2分間激しくふりまぜる。静置後、水相は捨てる。有機相は操作(5)の有機相の入った分液漏斗に、ろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。

(7) 水20mlを加え、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。

(8) 水20ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*4}（10w/v%）0.5mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*5}。

*¹ キシレンの他、トルエン、ベンゼンも使える。

*² I^- を I_2 へ酸化する。

*³ 有機相は赤紫色となる。

*⁴ I_2 を I^- へ還元する。

*⁵ 有機相は無色となる。

- (9) 水相を 100ml ビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (10) 時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (11) 水相を操作(9) の 100ml ビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (12) ビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート上でキシレンがなくなるまで加熱し沸騰する。放冷後、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)3mlを加えて沸騰するまで加熱する。
- (13) 放冷後、沈殿を吸引ろ過(重量既知のろ紙(5種C)24mmφ、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用)する。ろ液は捨てる。
- (14) 沈殿をろ紙ごと乾燥器で、80℃、1時間乾燥後、デシケーター内で30分間放冷する。
沈殿の重量をはかる。
- (15) 沈殿をろ紙ごとマウント用ディスクにのせ、マイラーで覆い、リングで固定する。リングからはみでたマイラーを切り取り、試料皿に移して、測定用試料とする(図1-3)。

1.2 燃焼-アルカリ溶液吸収法

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・装置

二連式管状型電気炉(図1-4)、乾燥器、

天秤(秤量範囲0~200g、読み取り限度0.1mg以下)

・理化学器材

石英管(図1-1)、シリコンゴム、石英ウール、200ml ガス洗浄瓶、500ml ビーカー、

100ml ビーカー、100ml 分液漏斗、100ml ビーカー用時計皿、ホットプレート、

分離型フィルターホルダー(フィルターサイズ20mmφ)、1ℓ 耐圧びん、

アスピレーター、デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、90mmφ分液ろ紙、

24mmφろ紙(5種C)、マウント用ディスク(図1-3)、マイラー(0.8mg/m²以下)(図1-3)、

リング(外径24mmφ、内径21.8mmφ)(図1-3)、ピペッター、チップ、

ステンレス鋼製25mmφ試料皿、ガーゼ

・試薬・ガス

硝酸、水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液(5w/v%)、

ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)、亜硫酸カリウム、亜硝酸カリウム溶液(10w/v%)、

亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、

酸化銅(針状)、水(イオン交換等により精製した水)、活性炭、キシレン、酸素ガス

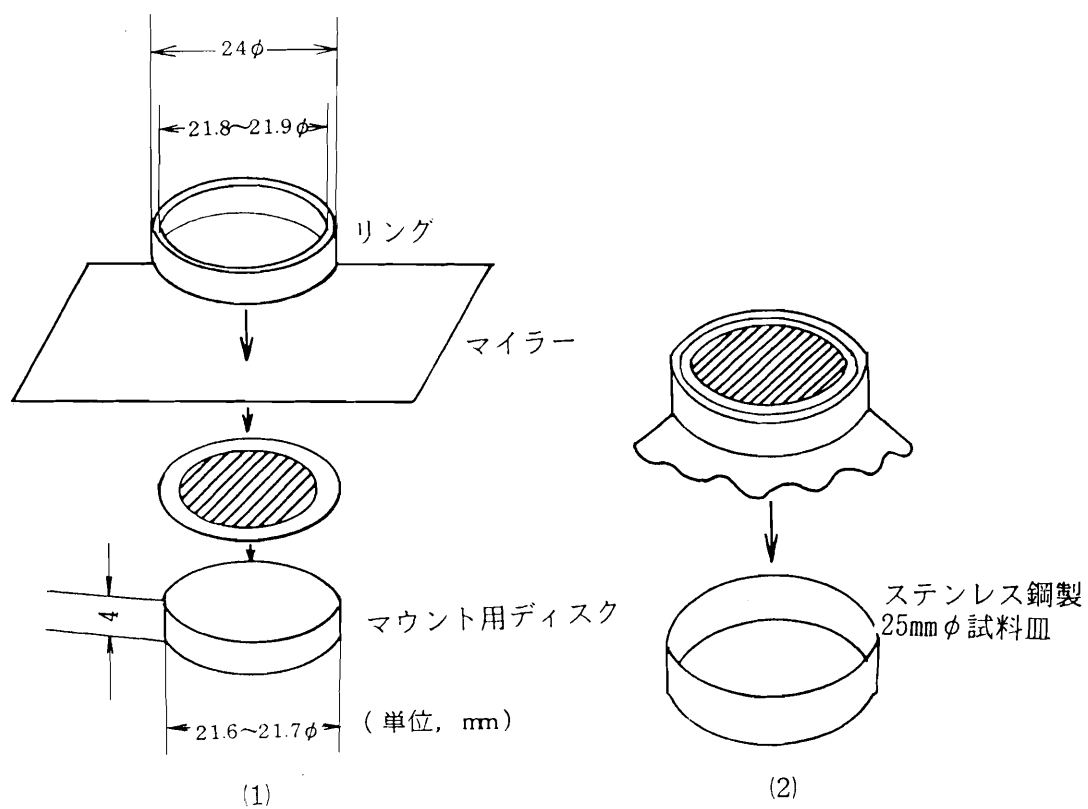


図1-3 マウント用器具

①前処理

「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

- (1) 200mlガス洗浄瓶^{*6}を 2本用意し、1本は1段目用として、水を180ml、水酸化カリウムを10g 及び亜硫酸カリウムを1g入れる。もう 1本は2段目用として、水を90ml、水酸化カリウムを5g及び亜硫酸カリウムを0.5g入れる（以下、図1-4 を参照しながら操作を行う。）。
- (2) 外管の電気炉(B) に位置する部分に石英ウールを詰める。石英ウール中には触媒として酸化銅（針状）を包む。
- (3) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (4) 酸素ガスを内管に毎分 100ml、外管に毎分 200mlで流す。
- (5) 電気炉（B）の温度を1000℃にする。
- (6) 電気炉（A）を試料の右端に合わせ温度を1000℃とし、2時間程度かけ徐々に電気炉（B）の方に移して、試料を燃焼する。
- (7) 燃焼終了後、電気炉のスイッチを切り、洗浄瓶を取りはずす。
- (8) 1段目と 2段目のヨウ素を吸収した溶液を 500mlビーカーに移す。洗浄瓶の内側を少量の水酸化カリウム溶液(5w/v%) で洗浄し、先の 500mlビーカーに移す。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

- (1) ヨウ素を吸収した溶液を、ホットプレート上で加熱、濃縮して、50ml程度とする。放冷後、あらかじめキシレン^{*7}20mlを入れた100ml分液漏斗に移す。
- (2) かきまぜながら、硝酸18ml程度を加えpHを1に調節する。
- (3) 亜硝酸カリウム溶液^{*8}（10w/v%）5mlを徐々に加え、ガス抜きを行いながら、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる^{*9}。

^{*6} 試料を加熱している間に、洗浄瓶の温度が上昇するので、ガーゼ等を巻き常に水でぬらしておく。

^{*7} キシレンの他、トルエン、ベンゼンも使える。

^{*8} I^- を I_2 へ酸化する。

^{*9} 有機相は赤紫色となる。

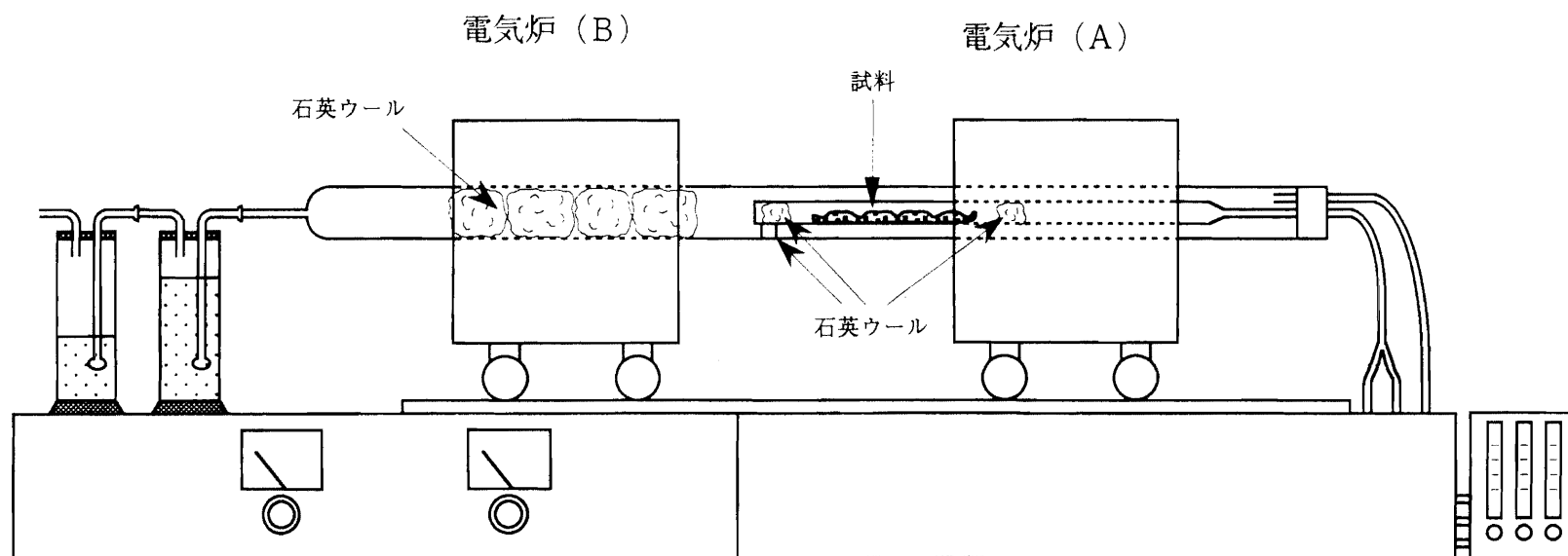


図 1 - 4 二連式管状型電気炉

- (4) 静置後、水相はあらかじめキシレン20mlを入れた新たな100ml分液漏斗に移す。
有機相はろ過（分液ろ紙 90mm φ 及びガラス漏斗使用）しながら、別の新たな100ml分液漏斗に移す。
- (5) 水相を入れた分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる。静置後、水相は捨てる。有機相は、操作(4)の有機相の入った分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mm φ 及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (6) 水20mlを加え、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (7) 水20ml及び亜硫酸カリウム溶液^{*10} (10w/v%) 0.5 mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*11}。
- (8) 水相を100mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (9) 時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (10) 水相を操作(8) の100mlビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (11) ビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート上でキシレンがなくなるまで、加熱、沸騰する。放冷後、塩化パラジウム溶液 (10mgPd²⁺/ml) 3mlを加えて沸騰するまで加熱する。
- (12) 放冷後、沈殿を吸引ろ過（重量既知のろ紙(5種C) 24mm φ、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。
- (13) 沈殿をろ紙ごと乾燥器内80℃で 1時間乾燥後、デシケーター内で30分間放冷する。沈殿の重量をはかる。
- (14) 沈殿をろ紙ごとマウント用ディスクにのせ、マイラーで覆い、リングで固定する。リングからはみでたマイラーを切り取り、試料皿に移して、測定用試料とする（図1-3）。

1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬が必要である。

・装置

蒸留装置（図1-5）、イオンメーター、

天秤（秤量範囲0～10g、読み取り限度0.01mg以下）

^{*10} I₂ を I⁻へ還元する。

^{*11} 有機相は無色となる。

・理化学器材

蒸留用300mlフラスコ、駒込ピペット、マントルヒーター、試験管、100mlビーカー、100mlメスフラスコ、回転子、マグネチックスターラー、温度計(200℃用)、ガス流量計、ホットプレート、ピペッター、チップ

・試薬・ガス

硫酸、二クロム酸カリウム、硝酸ナトリウム、ホスホン酸溶液(50w/v%)、ヨウ素標準溶液 ($5\mu\text{gI}^-/\text{ml}$)、硝酸カリウム、氷酢酸、酢酸緩衝液(硝酸カリウム100gを氷酢酸25mlに加えて溶解し、水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)を加えてpHを5に調節し、水を加え1ℓとしたもの。)、亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)、水(イオン交換等により精製した水)、窒素ガス

①安定ヨウ素の化学分離

- (1) 試料0.5g程度を正確に蒸留用300mlフラスコにはかりとる。
- (2) 二クロム酸カリウム^{*12} 5gと水20mlを加え、よくかきまぜる。
- (3) 駒込ピペットを用いて硫酸30mlを徐々に加えよくかきまぜ、ホットプレート上で加熱し分解する。
- (4) フラスコは時々ふりまぜながら、200℃程度で過剰の二クロム酸の赤色がクロムの還元により緑色となるまで加熱する。少量の硫酸でフラスコの内壁を洗う。
- (5) 水20mlと硝酸ナトリウム0.2gと亜リン酸溶液(50w/v%) 5mlを加え、蒸留装置(図1-5)に設置する。水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)10mlを入れた試験管を設置する。(図1-5中⑤)
- (6) 窒素ガスを毎分50mlで流し、マントルヒーターで加熱する。
- (7) 蒸留温度を徐々に上昇して、120℃で二酸化窒素を発生させる。この二酸化窒素の褐色がなくなるまで蒸留を行う。
- (8) 蒸留用の管をフラスコよりはずし、水で洗浄する。洗液は留出液に合わせる。
- (9) 試験管内の留出液を、100mlビーカーに洗い移す。

②イオンメーターによる測定

- (1) 酢酸緩衝液10ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*13}(10w/v%)3mlを加える。

*12 有機物を分解すると共に、ヨウ素を IO_3^- に酸化する。

*13 IO_3^- を I^- に還元する。

- (2) 氷酢酸及び水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)を用いて、pHを 5.0とし、100mlメスフラスコに洗い移し液量を 100mlとする。
- (3) この溶液を①安定ヨウ素の化学分離操作(9)の100mlビーカーに移し、回転子を入れる。
- (4) マグネチックスターラーでかきまぜながら、イオンメーターの電極電位を測定する。
- (5) 検量線を作成するため、ヨウ素標準溶液 ($5\mu\text{gI}^-/\text{ml}$) から、0, 1, 5, 10, 15, 20mlずつ分取して、100mlビーカーに入れ、水を加え50ml程度とする。操作(1) から(4)を行う。検量線は試料の測定時に、新しく作成する。
- (6) 検量線から、試料中のヨウ素量を求める。

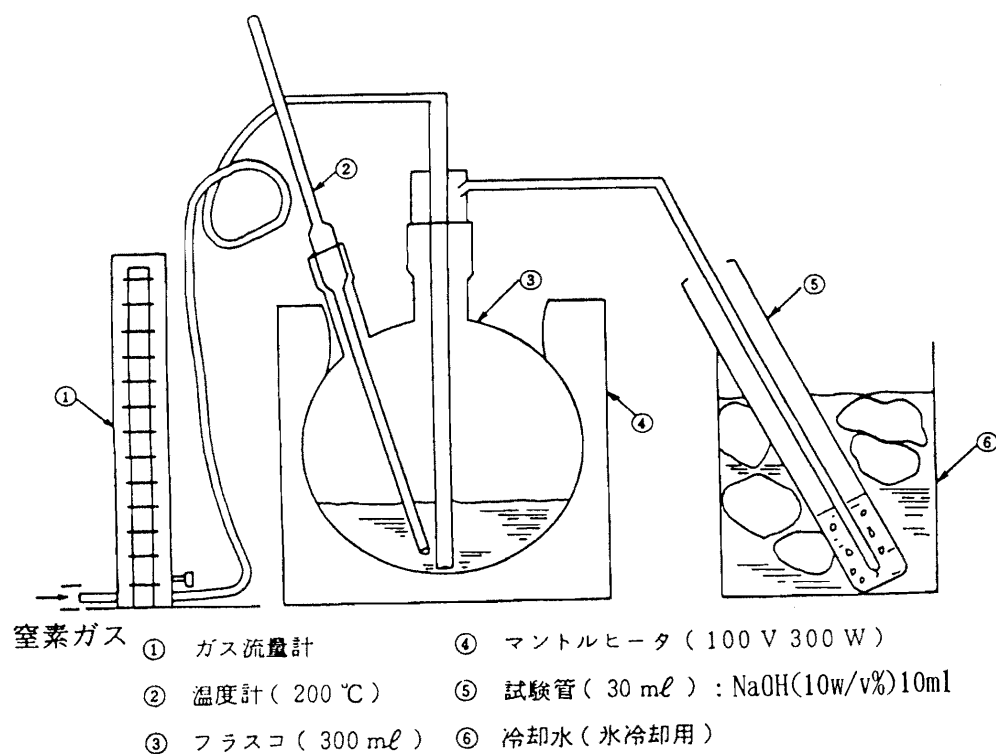


図1-5 蒸留装置

第2章 水試料

水試料は陸水、牛乳^{*1}及び海水を対象とする。

陸水及び牛乳については、試料中のヨウ素を陰イオン交換樹脂に吸着させ、燃焼法あるいは次亜塩素酸ナトリウム溶離法により分離・精製する。燃焼法には活性炭吸着法とアルカリ溶液吸収法がある。

海水については、硝酸銀を用いてヨウ素を分離・精製する。

なお、牛乳 5 l に含まれるヨウ素は多くて1mg程度、陸水 5 l には多くて0.05mg程度、海水 5 l には多くて0.3mg程度である。分析開始前にヨウ素担体を20mg添加するので、試料中のヨウ素の回収率への影響は5%程度以下となるため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。

2.1 陸水及び牛乳

2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法

2.1.1.1 活性炭吸着法

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・装置

三連式管状型電気炉（図1-2）、乾燥器、

天秤（秤量範囲0～200g、読み取り限度0.1 mg以下）

・理化学器材

5 l メスシリンダー、5 l ビーカー、500mlビーカー、100mlビーカー、

石英管（図1-1）、石英ウール、陰イオン交換樹脂、ピペッター、チップ、

都市ガスあるいはプロパンガス用ハンドバーナー、1 l 耐圧びん、アスピレーター、

50ml三角フラスコ、30cm程度の空気冷却管（50ml三角フラスコに取り付ける。）

100ml分液漏斗、100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、

分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、

^{*1} 牛乳については化学分離操作が陸水と同じであるため、本マニュアルでは水試料として、取り扱うこととした。

デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、47mmφガラス繊維ろ紙（東洋GA-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙(5種C)、ステンレス鋼製25mmφ試料皿、マウント用ディスク（図1-3）、マイラー(0.8mg/m²以下)(図1-3)、テフロン製リング(外径24mmφ、内径21.8mmφ)（図1-3）

試薬・ガス

硝酸、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)、亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、

亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)

ヨウ素担体溶液（20mgI⁻/ml）、水（イオン交換等により精製した水）、活性炭、

キシレン、酸素ガス、窒素ガス、都市ガスあるいはプロパンガス

①陰イオン交換樹脂への吸着

- (1) 陸水または牛乳5ℓをメスシリンダーではかり取り、5ℓビーカーに移す。
- (2) ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)1ml及び亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)0.5mlを加える。
- (3) 陰イオン交換樹脂*²50mlを加え、30分間かきまぜ、30分間静置する。
- (4) デカンテーションによりイオン交換樹脂が流出しないように注意して、新しい5ℓビーカーに陸水または牛乳を移す。イオン交換樹脂は500mlビーカーに移す。
- (5) 陸水または牛乳に、再び陰イオン交換樹脂*²50mlを加え、30分間かきまぜ、30分間静置する。デカンテーションによりイオン交換樹脂が流出しないように注意して、陸水または牛乳を捨てる。イオン交換樹脂は操作(4)の500mlビーカーに合わせる。
- (6) 樹脂に温水(60～70℃)300mlを加えて、数秒間かきまぜて静置し、樹脂が沈降後、デカンテーションにより上澄み液を捨てる。この操作を洗液が透明になるまで繰り返す。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

- (1) 70℃で少し湿り気のある状態まで乾燥する。乾燥したイオン交換樹脂を、あらかじめ先が細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管（図1-1）の内管内に、少量ずつ薄く広げる。端を石英ウールで止める（以下、図1-2を参照しながら操作を行う。）。
- (2) 外管の細くなっている部分に、石英ウールを詰め、活性炭3gを入れ、端を石英ウールで止める。
- (3) 外管の電気炉（B）に位置する部分に、触媒として針状の酸化銅を包んだ石英ウールを詰める。

*² 第6章 試薬の調製を参照のこと。

- (4) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (5) 活性炭保温用電気炉 (C) の温度を 150℃にする。
- (6) 内管に窒素ガスを毎分100mlで流す。外管に酸素ガスを毎分200mlで流す。
- (7) 電気炉 (B) の温度を1000℃にする。
- (8) 電気炉 (A) を試料の右端に合わせ、温度を 240℃にする。
- (9) タールの発生状況、炭化状況を見ながら電気炉 (A) を徐々に電気炉 (B) の方に移す。酸素、窒素ガスの流量を一定に保つようにする。イオン交換樹脂は燃焼時の反応が激しく、またタールの発生量が多いため、特に外管の酸素量が下がらないようにする。
- (10) 電気炉 (A) を電気炉 (B) に触れるまで移した後、電気炉 (A) の温度を 280℃まで徐々に上げ、1時間程度燃焼する。
- (11) 燃焼が安定していれば、電気炉 (A) の温度を 350℃まで段階的に上げ、可燃性の成分を試料から追い出し、電気炉 (B) の部分で完全燃焼する。この状態を 2～3時間続ける。350℃までの昇温時間は試料の状態により異なり、燃焼の状況に応じて、石英管内の圧力が上昇しないように注意しながら行なう。
- (12) 可燃成分の燃焼終了後、電気炉 (A) を試料の右端まで移す。
- (13) 電気炉 (A) の温度を 400℃にし、内管に酸素ガスを毎分50mlで流し、炭化した試料を燃焼する。
- (14) 電気炉 (A) を徐々に電気炉 (B) の方に移して、内管の窒素ガスの流量を少なくする。
- (15) さらに燃焼状態を見ながら電気炉 (A) の温度を 600℃に上げる。燃焼が激しくなるようであれば温度を下げる。
- (16) 内管の酸素ガスを毎分 100mlとし、さらに燃焼する。
- (17) 電気炉 (A) が電気炉 (B) に達した後、電気炉 (A) を試料の中央に戻す。温度を 1000℃に上げ試料を完全に燃焼する。内管の出口にタールがたまっている時は、一時的に燃焼が激しくなる恐れがあるので、時間をかけて昇温する。
- (18) 電気炉 (B) の温度を 500℃に設定し、電気炉 (A) のスイッチを切る。
- (19) 試料の燃焼終了後、ヨウ素を吸着した活性炭の燃焼操作を行う。
- (20) トラップ管の細い部分に、石英ウールを詰め、活性炭 0.5 gを入れ、端を石英ウールで止める。外管左端のボールジョイント部分にトラップ管をクランプにより接続する。外管を右にずらし、トラップ管が電気炉 (C) に、(D) の右端部分が電気炉 (B) の

左端になるようにする。酸素ガスを、外管及び内管に毎分50mlで流す。

(21)活性炭（D）の着火、燃焼状態と石英管内の圧力を見ながら、内管の酸素ガスの流量を調節する。

(22)活性炭の燃焼終了後、ジョイント部をハンドバーナーで加熱し、燃え残ったタール分を燃焼する。電気炉（B）を徐々に左に移し、活性炭を完全に燃焼する。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・装置

二連式管状型電気炉（図1-4）、乾燥器、

天秤（秤量範囲0～200g、読み取り限度0.1mg以下）

・理化学器材

5ℓメスシリンダー、陰イオン交換樹脂、5ℓビーカー、500mlビーカー、

100mlビーカー、石英管（図1-1）、石英ウール、200mlガス洗浄瓶、100ml分液漏斗、

100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、1ℓ耐圧びん、アスピレーター、

分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、デシケーター、

90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス繊維ろ紙（東洋GA-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、

24mmφろ紙（5種C）、ピペッター、チップ、ステンレス鋼製25mmφ試料皿、

マイラー（0.8mg/m²以下）（図1-3）、マウント用ディスク（図1-3）、

テフロン製リング（外径24mmφ、内径21.8mmφ）（図1-3）、ガーゼ

・試薬・ガス

硝酸、水酸化カリウム、亜硫酸カリウム、水酸化カリウム溶液（5w/v%）、

亜硝酸カリウム溶液（10w/v%）、硫酸カリウム溶液（10w/v%）、

塩化パラジウム溶液（10mgPd²⁺/ml）、ヨウ素担体溶液（20mgI⁻/ml）、

活性炭、水（イオン交換等により精製した水）、キシレン、酸化銅（針状）、酸素ガス

①陰イオン交換樹脂への吸着

「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様の操作を行う。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

- (1) 70℃で少し湿り気のある状態まで乾燥する。乾燥したイオン交換樹脂を、あらかじめ先の細くなっているほうに石英ウールを詰めた内管内に、少量ずつ薄く広げる。端を石英ウールで止める（以下、図1-4を参照しながら操作を行う。）。
- (2) 200mlガス洗浄瓶^{*3}を 2本用意し、 1本は1段目用として、水を180ml、水酸化カリウムを10g、亜硫酸カリウムを1g入れる。もう1本は2段目用として、水を90ml、水酸化カリウムを5g、亜硫酸カリウムを0.5g入れる。
- (3) 外管の中央部電気炉（B）に位置する部分に、触媒として針状の酸化銅を包んだ石英ウールを詰める。
- (4) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (5) 内管に窒素ガスを毎分 100mlで流す。外管に酸素ガスを毎分 200mlで流す。
- (6) 電気炉（B）の温度を1000℃にする。
- (7) 電気炉（A）を試料の右端に合わせ、温度を 240℃にする。
- (8) タールの発生状況、炭化状況を見ながら電気炉（A）を徐々に左へ移す。酸素ガス及び窒素ガスの流量を一定に保つようにする。イオン交換樹脂は燃焼時の反応が激しく、またタールの発生量が多いため、特に外管の酸素量が下がらないように注意する。
- (9) 電気炉（A）が電気炉（B）に触れるまで移動したら電気炉（A）の温度を 280℃まで徐々に上げ、1時間程度燃焼する。燃焼が激しければ温度を下げる。
- (10) 燃焼が安定していれば、電気炉（A）の温度を 350℃まで段階的に上げ、可燃性の成分を試料から追い出し、電気炉（B）の部分で完全燃焼する。この状態を 2～3時間続ける。 350℃までの昇温時間は試料の状態により異なり、燃焼の状況に応じて、石英管内の圧力が上昇しないように注意しながら行なう。
- (11) 可燃成分の燃焼が終了したならば、電気炉（A）を試料の右端まで移動する。
- (12) 電気炉（A）の温度を 400℃にし、内管に酸素ガスを毎分50mlで流し、炭化した試料を燃焼する。
- (13) 電気炉（A）を徐々に電気炉（B）の方に移しながら、内管の窒素ガスの流量を少なくする。

^{*3} 試料を加熱している間に、洗浄瓶の温度が上昇するので、ガーゼ等を巻き常に水でぬらしておく。

- (14)さらに燃焼状態を見ながら電気炉（A）の温度を 600℃に上げる。燃焼が激しくなるようであれば温度を下げる。
- (15)内管に酸素ガスを毎分100mlで流し、さらに燃焼する。
- (16)電気炉（A）が電気炉（B）に達した後、温度を1000℃に上げ試料を完全に燃焼する。内管の出口にタールがたまっている時は、一時的に燃焼が激しくなる恐れがあるので、時間をかけて昇温する。
- (17)燃焼終了後、電気炉のスイッチを切り、洗浄瓶を取りはずす。
- (18) 1段目と 2段目のヨウ素を吸収した溶液を 500ml ビーカーに移す。洗浄瓶の内側を水酸化カリウム溶液(5w/v%) で洗浄し、 500ml ビーカーに移す。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第 1 章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

2.1.2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬が必要である。

・設備及び装置

ドラフトチャンバー、天秤（秤量範囲0～100g、読み取り限度0.01mg以下）

・理化学器材

5 l メスシリンダー、5 l ビーカー、300ml ビーカー、100ml ビーカー、
陰イオン交換樹脂、500ml 分液漏斗、100ml 分液漏斗、100ml ビーカー用時計皿、
ガラス棒、ホットプレート、分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mm）、
1 l 耐圧びん、アスピレーター、デシケーター、90mm φろ紙用ガラス漏斗、
90mm φ分液ろ紙、24mm φろ紙(5種C)、ガラスフィルター(3G)、
マウント用ディスク(図1-3)、マイラー(0.8mg/m²以下)(図1-3)、
リング(外径24mm φ、内径21.8mm φ)(図1-3)、
ステンレス鋼製25mm φ 試料皿、ピペッター、チップ

・試薬

硝酸、硫酸(1+1)、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5%)、
塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7w/v%)、
塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)、
水（イオン交換等により精製した水）、キシレン

①陰イオン交換樹脂への吸着

「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様の操作を行う。

②陰イオン交換樹脂からの溶離

- (1) 洗浄の終わった樹脂に次亜塩素酸ナトリウム溶液^{*4}(有効塩素5%)100mlを加え、5分間かきまぜる。
- (2) 樹脂を吸引ろ過(ガラスフィルター3G、耐圧びん使用)する。
- (3) イオン交換樹脂は、新たな300mlビーカーに、ろ液は新たな500mlビーカーに移す。
- (4) 操作(3)のイオン交換樹脂に、さらに次亜塩素酸ナトリウム溶液100mlを加え、5分間かきまぜる。
- (5) 樹脂を吸引ろ過(ガラスフィルター3G、耐圧びん使用)する。ろ液は操作(3)の500mlビーカーに合わせる。樹脂は捨てる。
- (6) ガラス棒でかきまぜながら、硫酸(1+1)を加え^{*5}、溶液のpHを1とする。溶液からの発泡がなくなるまで、かきまぜる。
- (7) さらに、溶液をガラス棒でかきまぜながら硫酸(1+1)48mlを加え、ホットプレート上で加熱し、発生する塩素を十分に追い出す。

③溶離後のヨウ素の化学分離

- (1) 塩素を十分に追い出した溶液を放冷後、水を加え液量を400mlとし、500ml分液漏斗に移す。
- (2) キシレン50mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、1分間激しくふりまぜる。水相を新たな500ml分液漏斗に移し、キシレンは捨てる^{*6}。
- (3) キシレン50ml^{*7}及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液^{*8}(7w/v%)5mlを加える。栓をして、溶液を軽くふりまぜ、10分間放置する。
- (4) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる^{*9}。水相を新たな500

^{*4} I^- を IO_3^- へ酸化する。

^{*5} 多量の塩素が発生するので、ドラフトチェンバー内で行う。

^{*6} 残っている塩素を取り除くための操作である。

^{*7} キシレンの他トルエン、ベンゼンも使える。

^{*8} IO_3^- を I_2 へ還元する。

^{*9} 有機相は赤紫色となる。

ml分液漏斗に移す。

- (5) 有機相を、水100mlを入れた500ml分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mm φ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (6) 操作(4) の水相を入れた分液漏斗に、キシレン50ml及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液（7w/v%）0.2mlを加え、栓をして、溶液を軽くふりまぜ、2分間放置する。
- (7) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (8) 有機相を、操作(5) の有機相を入れた分液漏斗に、ろ過（分液ろ紙 90mm φ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (9) 分液漏斗を 2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (10) 水50ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*10}（10w/v%）0.5mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*11}。
- (11) 水相を 200mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水50mlを加える。
- (12) 時々ガス抜きを行い、2分間激しくふりまぜる。
- (13) 水相を操作(11)のビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (14) ビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート上でキシレンがなくなるまで加熱、沸騰する。放冷後、塩化パラジウム溶液（10mgPd²⁺/ml）3mlを加えて沸騰するまで加熱する。
- (15) 沈殿を吸引ろ過（重量既知のろ紙（5種C）24mm φ、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。
- (16) 沈殿をろ紙ごと乾燥器内80℃で 1時間乾燥後、デシケーター内で30分間放冷する。沈殿の重量をはかる。
- (17) 沈殿をろ紙ごとマウント用ディスクにのせ、マイラーで覆い、リングで固定する。リングからはみでたマイラーを切り取り、試料皿に移して、測定用試料とする（図1-3）。

2.2 海水

この項において、次の装置、理化学器材及び試薬が必要である。

・装置

天秤（秤量範囲0～200g、読み取り限度0.1mg以下）

^{*10} I₂をI⁻へ還元する。

^{*11} 有機相は無色となる。

・理化学器材

5 l メスシリンダー、5 l ビーカー、300mlビーカー、200mlビーカー、
100mlビーカー、300ml分液漏斗、100ml分液漏斗、100mlビーカー用時計皿、
ホットプレート、分離型フィルターホルダー(フィルターサイズ20mm)
1 l 耐圧びん、アスピレーター、デシケーター、90mm φろ紙用ガラス漏斗、
110mm φろ紙用ガラス漏斗、90mm φ分液ろ紙、24mm φろ紙(5種C)、
110mm φろ紙(5種C)、110mm φろ紙用ブフナー漏斗、マウント用ディスク(図1-3)、
マイラー(0.8mg/m²以下)(図1-3)、リング(外径24mm φ、内径21.8mm φ)(図1-3)、
ステンレス鋼製25mm φ試料皿、ピペッター、チップ

・試薬

硝酸、硫酸(1+5)、硝酸(1+6)、
硫酸ヒドラジニウム飽和溶液、硝酸銀溶液(0.3w/v%)、粉末状亜鉛、
水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)、亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、
亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、
ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)、水(イオン交換等により精製した水)、キシレン

- (1) 海水 5 l をメスシリンダーではかり取り、5 l ビーカーに移す。
- (2) ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)1ml、硫酸(1+5)20ml及び硫酸ヒドラジニウム飽和溶液*¹²40mlを加える。
- (3) よくかきまぜ、10分間放置する。
- (4) 硝酸銀溶液(0.3w/v%)100mlをかきまぜながら徐々に加え、ヨウ化銀の沈殿を生成する。
- (5) 沈殿をろ過(ろ紙(5種C)110mm φ、ブフナー漏斗及び耐圧びん使用)する。ろ液は捨てる。
- (6) ろ紙ごと300mlビーカーに移す。水50mlと粉末状亜鉛*¹³ 1gと硫酸(1+5) 0.5mlを加え、1分間加熱する。
- (7) 生じた銀の金属と過剰の亜鉛をろ過(ろ紙(5種C)110mm φ及びガラス漏斗使用)する。ろ液は200mlビーカーに受ける。残留物は捨てる。

*¹² ヨウ素をI⁻に還元する。

*¹³ 銀を還元し、ヨウ素をI⁻として遊離する。

- (8) ろ液を、あらかじめキシレン^{*14} 20mlを入れた 300ml分液漏斗に移す。
- (9) 硝酸(1+6) 1mlと亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%) 1mlを加え^{*15}、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*16}。水相を新たな 300ml分液漏斗に移す。
- (10) 有機相を、水20mlを入れた 100ml分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (11) 操作(9) の水相を入れた分液漏斗に、キシレン20mlを入れ、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (12) 有機相は、操作(10)の有機相を入れた分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (13) 分液漏斗を、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (14) 水20ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*17}(10w/v%) 0.2mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*18}。
- (15) 水相を 100mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (16) 時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (17) 水相を操作(15)のビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (18) ビーカーを時計皿で覆い、ホットプレート上でキシレンがなくなるまで加熱し沸騰する。放冷後、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)3mlを加えて沸騰するまで加熱する。
- (19) 放冷後、沈殿を吸引ろ過（重量既知のろ紙(5種C)24mmφ、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。
- (20) 沈殿をろ紙ごと乾燥器内80℃で 1時間乾燥後、デシケーター内で30分間放冷する。沈殿の重量をはかる。
- (21) 沈殿をろ紙ごとマウント用ディスクにのせ、マイラーで覆い、リングで固定する。リングからはみでたマイラーを切り取り、試料皿に移して測定用試料する（図1-3）。

*14 キシレンの他、トルエン、ベンゼンも使える。

*15 I⁻をI₂へ酸化する。

*16 有機相は赤紫色となる。

*17 I₂をI⁻へ還元する。

*18 有機相は無色となる。

第3章 生物試料

生物試料は野菜、精米及び海藻を対象とする。

あらかじめ乾燥しておいた試料を、燃焼しながらヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはヨウ素をアリカリ溶液に吸収させるアルカリ溶液吸収法により分離・精製する。

なお、野菜300g生相当に含まれるヨウ素は多くて0.1mg程度であり、精米50gに含まれるヨウ素は多くて0.005mg程度である。分析開始前にヨウ素担体を20mg添加するので、試料中のヨウ素の回収率への影響は0.5%程度以下となるため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。海藻については、アサクサノリ（アマノリ）に1～30 $\mu\text{g/g}$ 生、コンブに30～1,300 $\mu\text{g/g}$ 生、ヒジキに30～530 $\mu\text{g/g}$ 生、ワカメに10～130 $\mu\text{g/g}$ 生程度のヨウ素が含まれるため、試料中の安定ヨウ素を、「3.3 海藻試料中の安定ヨウ素の定量」に基づき定量し、回収率の補正に用いる。

3.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において、必要な装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」と同様である。

①各種試料の前処理

i) 野菜

(1) 野菜^{*1} 1kg程度を、60～70℃程度で乾燥し、重量をはかる。粉碎し30 g程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。

(2) ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)1mlを加え、端を石英ウールで止める。

^{*1} 各種野菜に含まれるおおよそのヨウ素量を示す。

種 類	ヨウ素濃度 ($\mu\text{g} / \text{g}$ 生)
キャベツ	0.002 ～ 0.03
ダイコン	0.005 ～ 0.01
タマネギ	0.003 ～ 0.04
ニンジン	0.003 ～ 0.03
ハクサイ	0.01 ～ 0.02
ハウレンソウ	0.01 ～ 0.1

ii) 精米

(1) 精米を粉状化した試料50 g程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。

(2) ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)1mlを加え、端を石英ウールで止める。

iii) 海藻

(1) 海藻^{*2} 1kg程度を、60～70℃程度で乾燥し、重量をはかり、粉砕する。あらかじめ、「3.3 海藻試料中の安定ヨウ素の定量」に基づき試料中のヨウ素を定量しておく^{*3}。あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に試料を入れる。

(2) 供試料中のヨウ素が20mg以下のものには、供試料中のヨウ素量が20mg程度になるように、ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)を正確に加える。端を石英ウールで止める。

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

3.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

この項において、必要な装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第1章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」と同様である。

^{*2} 各種海藻に含まれるおよそのヨウ素濃度及び供試量を示す。

種 類	ヨウ素濃度 (μg / g 生)	乾燥残分* (%)	乾燥供試量 (g)
アサガリ (アサリ)	1 ～ 30	5	30
コンブ	30 ～ 1,300	20	1 ～ 30
ヒジキ	30 ～ 530	20	7.5 ～ 30
ワカメ	10 ～ 130	5	7.5 ～ 30

*代表的な例

^{*3} 50mgを超える場合は、第5章の「5.1 計数効率曲線作成用試料の調製」時に、50mgを超える計数効率曲線用試料を作製する必要がある。

①各種試料の前処理

「3.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①各種試料の前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

3.3 海藻試料中の安定ヨウ素の定量

この項において、必要な装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」と同様である。

第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」と同様の操作を行う。

第4章 大気浮遊じん

大気浮遊じんを吸引したろ紙及び活性炭ろ紙あるいは活性炭カートリッジを燃焼し、ヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはアルカリ溶液に吸収させるアルカリ溶液吸収法により分離・精製する。

なお、大気 1,000m³に含まれるヨウ素量は多くて0.002mg 程度である。分析開始前にヨウ素担体を20mg添加するので、試料中のヨウ素量は回収率にほとんど影響しないため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。

4.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において必要な装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」と同様である。

①前処理

(1) 大気 1,000m³を吸引したろ紙及び活性炭ろ紙あるいは活性炭カートリッジを、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。

(2) ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)1mlを加え、端を石英ウールで止める。

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

4.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

この項において必要な装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第1章「1.1 燃焼－アルカリ溶液吸収法」と同様である。

①前処理

「4.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

第5章 測定

第1章、第2章、第3章及び第4章で作製した測定用試料中のヨウ素-129の γ 線(39.6 keV)あるいは β 線(150keV)を測定する^{*1}。

5.1 計数効率曲線作成用試料の調製

ヨウ素担体溶液とヨウ素-129標準溶液を用いて、重量の異なった数個のヨウ化パラジウム沈殿を作製し、 γ 線あるいは β 線測定時における計数効率曲線作成用試料とする。

計数効率曲線作成用試料の調製に必要な、装置、理化学器材及び試薬は以下のとおりである。

・装置

低エネルギー光子スペクトロメータ（以下LEPSという。）〔 γ 線測定用〕、

あるいは n型ゲルマニウム半導体検出器〔 γ 線測定用〕、

あるいは低バックグラウンドガスフローカウンタ（以下LBCという。）〔 β 線測定用〕、

乾燥器、天秤（秤量範囲 0～100g、読み取り限度0.1mg 以下）

・理化学器材

分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mm ϕ ）、マイラー(0.8mg/m² 以下)、

ピペッター、チップ、テフロン製リング(外径24mm ϕ 、内径21.8mm ϕ) (図1-3)、

マウント用ディスク、デシケーター、100mlビーカー

・試薬

ヨウ素担体溶液(I⁻:5mg/ml)、ヨウ素-129標準溶液(¹²⁹I:10Bq/ml)、

亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(Pd²⁺:10mg/ml)

5.1.1 調製方法

(1) ヨウ素-129標準溶液(¹²⁹I: 10Bq/ml)5mlを 100mlビーカー 5個にそれぞれ分取する。

^{*1} ヨウ素-129の壊変図等については、（第1部解説）ヨウ素-129の壊変に伴う γ 線及びX線を参照のこと。

- (2) これらのビーカーにヨウ素担体溶液(I^- :5mg/ml) を、それぞれ 2, 4, 6, 8, 10mlを加える。
- (3) 各ビーカーに水を加えて全量を20mlとし、亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)0.5mlを加えてかきまぜる。塩化パラジウム溶液(Pd^{2+} :10mg/ml)3mlを加え、ヨウ化パラジウムの沈殿を生成する。
- (4) 溶液をホットプレート上で加熱、沸騰して、放冷後沈殿を吸引ろ過（重量既知のろ紙(5種C)25mmφ、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。
- (5) 沈殿をろ紙ごと乾燥器で、80℃、1時間乾燥後、デシケーター中で30分間放冷する。
- (6) 沈殿の重量をはかり、回収率を求める。
- (7) 沈殿をろ紙ごとマウント用ディスクにのせ、マイラーで覆い、リングで固定する。
リングからはみでたマイラーを切り取り、試料皿に移して、計数効率曲線作成用試料とする(図1-3)。

5.2 γ線スペクトロメトリー

LEPSあるいは n型ゲルマニウム半導体検出器^{*2}により、ヨウ素-129のγ線（エネルギー：39.57keV）を測定し、試料中のヨウ素-129を定量する。

5.2.1 測定方法

計数効率曲線作成用試料及び測定用試料を、おおよそ0.2keV/chに設定したLEPSあるいはn型ゲルマニウム半導体検出器により、80,000秒程度測定する。試料は、沈殿を検出器面側に向けできるだけ検出器に近づける。

5.2.2 放射能濃度の計算

(1) ピーク領域及びバックグラウンド領域の設定とピーク面積の計算

計数効率曲線作成用試料を測定したスペクトルを用いて、対象とするγ線（39.57keV）のピーク領域とベースライン領域を設定し、ピーク面積を求める。試料のピーク領域とベースライン領域は、計数効率曲線作成用試料と同一のチャンネルとする。ただし、ベースライン領域に他のピークが見られる時は、そこを避けて、ベースライン領域を設定する^{*3}。

^{*2} 入射窓が薄くおおよそ10keV 以上のエネルギー領域を測定できる。

^{*3} 詳細については、科学技術庁：放射能測定法シリーズ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）を参照のこと。

(2) 計数効率曲線の作成

i) それぞれの計数効率曲線作成用試料の計数効率を次式に従って求める。

$$E = N_s \cdot t^{-1} \cdot A_0^{-1} \cdot Y^{-1}$$

$$Y = W_p \cdot R \cdot W_0^{-1}$$

E : 計数効率(cps/Bq)

N_s : ピークの正味計数値

t : 測定時間 (s)

A_0 : ^{129}I の添加量 (Bq)

Y : 回収率

W_p : ヨウ化パラジウムの沈殿重量(mg)

R : ヨウ化パラジウム中のヨウ素の重量比(0.7046)

W_0 : 最初に添加したヨウ素量(mg)

ii) 計数効率 (E) を縦軸に、測定試料中のヨウ素量(mg)を横軸にとり、計数効率曲線を作成する。図5-1にLEPSによる計数効率曲線の例を示す。

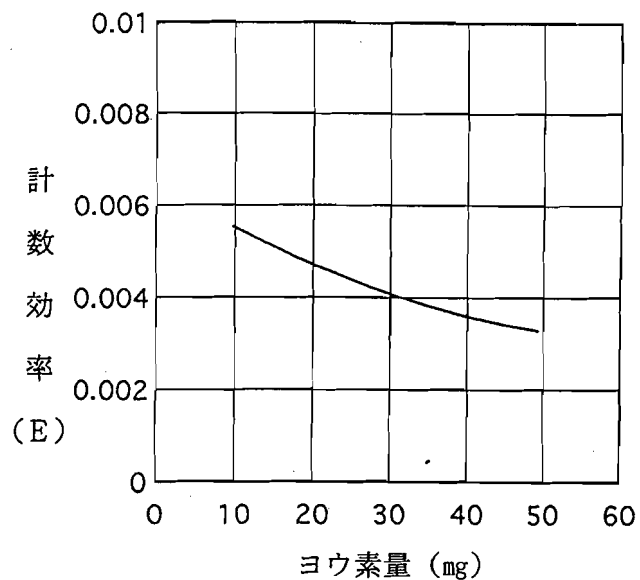


図5-1 計数効率曲線の例 (LEPS)

(3) 試料中のヨウ素-129 の放射能濃度及びその計数誤差を次式に従って求める。

$$A_x = N_x \cdot t_x^{-1} \cdot E_x^{-1} \cdot Y_x^{-1} \cdot W_x^{-1}$$

$$\sigma_{Ax} = \sigma_{Nx} \cdot t_x^{-1} \cdot E_x^{-1} \cdot Y_x^{-1} \cdot W_x^{-1}$$

$$N_x = N_p - N_b$$

$$\sigma_{Nx} = (N_p + N_b)^{1/2}$$

$$Y_x = W_p \cdot R \cdot (W_a + W_b)^{-1}$$

A_x : 試料の ^{129}I の放射能濃度(Bq/kg、 ℓ 等)

σ_{Ax} : 放射能濃度 A_x の計数誤差(Bq/kg、 ℓ 等)

N_x : 試料のピークの正味計数値

σ_{Nx} : 試料のピークの正味計数値の計数誤差

N_p : 試料のピーク領域の計数値

N_b : 試料のベースライン領域の計数値

t_x : 試料の測定時間 (s)

E_x : 試料の計数効率〔試料中のヨウ素量等に相当する計数効率。計数効率曲線から求める。〕(cps/Bq)

Y_x : 試料の回収率

W_p : ヨウ化パラジウムの沈殿重量(mg)

R : ヨウ化パラジウム中のヨウ素の重量比(0.7046)

W_a : 分析開始前に添加したヨウ素量 (mg)

W_b : 分析供試量中にあらかじめ含まれるヨウ素量 (mg)

W_x : 分析供試量(kg、 ℓ 等)

5.3 低バックグラウンドガスフローカウンタによる β 線の測定

LBC*⁴によりヨウ素-129の β 線(150keV)を測定し、試料中のヨウ素-129濃度を定量する。

*⁴ ヨウ素-129 の β 線エネルギーは150keVと低いため、窓なし型の検出器を用いたほうがよい。

5.3.1 測定方法

計数効率曲線作成用試料とバックグラウンドを交互に100分程度測定する。ヨウ化パラジウムとして、沈殿させ作製した測定用試料について、試料とバックグラウンドを交互に100分程度測定する。

5.3.2 放射能濃度の計算

(1) 正味計数率の計算

正味計数率及びその計数誤差を次式に従って求める。

$$n = N/t - N_b/t_b$$

$$\sigma_n = (N/t^2 + N_b/t_b^2)^{1/2}$$

n : 正味計数率 (cps)

σ_n : 正味計数率の計数誤差 (cps)

N : 試料の計数値

t : 試料の測定時間 (s)

N_b : バックグラウンドの計数値

t_b : バックグラウンドの測定時間 (s)

(2) 計数効率曲線の作成

計数効率曲線作成用試料の測定結果から計数効率曲線を作成する。

i) それぞれの計数効率曲線作成用試料の計数効率を次式に従って求める。

$$E = n_s \cdot A_o^{-1} \cdot Y^{-1}$$

$$Y = W_p \cdot R \cdot W_o^{-1}$$

E : 計数効率(cps/Bq)

n_s : 計数効率曲線作成用試料の正味計数率 (cps)

A_o : ^{129}I の添加量 (Bq)

Y : 回収率

W_p : ヨウ化パラジウムの沈殿重量(mg)

R : ヨウ化パラジウム中のヨウ素の重量比(0.7046)

W_o : 最初に添加したヨウ素量(mg)

ii) 計数効率 (E) を縦軸、測定試料中のヨウ素量(mg)を横軸にプロットし、計数効率曲線を作成する。図5-2にLBCによる計数効率曲線の例を示す。

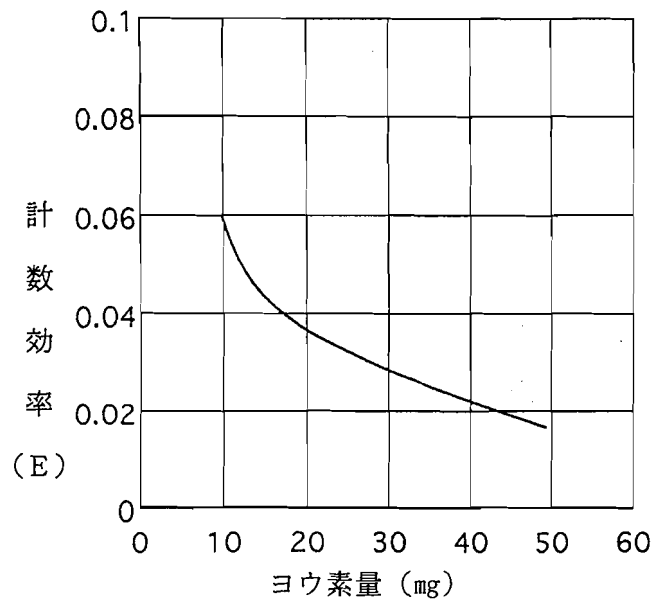


図5-2 計数効率曲線の例 (LBC)

(3) 試料中の ^{129}I の放射能濃度及びその計数誤差を次式に従って求める。

$$A_x = n_x \cdot E_x^{-1} \cdot Y_x^{-1} \cdot W_x^{-1}$$

$$\sigma_{Ax} = \sigma_{nx} \cdot E_x^{-1} \cdot Y_x^{-1} \cdot W_x^{-1}$$

$$Y_x = W_p \cdot R \cdot (W_a + W_b)^{-1}$$

A_x : ^{129}I の放射能濃度(Bq/kg、 ℓ 等)

σ_{Ax} : ^{129}I の放射能濃度の計数誤差(Bq/kg、 ℓ 等)

n_x : 測定用試料の正味計数率 (cps)

σ_{nx} : 測定用試料の正味計数率の計数誤差(cps)

E_x : 試料の計数効率 (試料中のヨウ素量等に相当する計数効率。
計数効率曲線から求める。)(cps/Bq)

Y_x : 試料の回収率

W_p : ヨウ化パラジウムの沈殿重量(mg)

R : ヨウ化パラジウム中のヨウ素の重量比(0.7046)

W_a : 最初に添加したヨウ素量(mg)

W_b : 分析供試量中にあらかじめ含まれるヨウ素量 (mg)

W_x : 分析供試量(kg、 ℓ 等)

第 6 章 試薬の調製

第 1 部放射化学分析法において、使用する試薬及び陰イオン交換樹脂の調製法を示す。
試薬は日本工業規格(JIS) 特級を用いる。

6.1 試薬

(1) 放射能標準溶液

ヨウ素-129標準溶液($^{129}\text{I}^-$:10Bq/ml) : 日本アイソトープ協会から購入できる。

(2) 酸

硝酸 : 約60%、比重約1.38

硝酸(1+6) : 硝酸1容と水6容の割合で混合する。

硫酸 : 約95%、比重約1.84

硫酸(1+1) : 硫酸1容と水1容の割合で混合する。

硫酸(1+5) : 硫酸1容と水5容の割合で混合する。

塩酸(1+1) : 塩酸1容と水1容の割合で混合する。

(3) 塩基

水酸化ナトリウム溶液(24w/v%) : 水酸化ナトリウム24gを水100mlに溶解する。

水酸化ナトリウム溶液(10w/v%) : 水酸化ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

水酸化カリウム : 市販品をそのまま使用する。

水酸化カリウム溶液(5w/v%) : 水酸化カリウム5gを水100mlに溶解する。

(4) 塩

亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%) : 亜硝酸ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硝酸カリウム溶液(10w/v%) : 亜硝酸カリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%) : 亜硫酸ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硫酸カリウム溶液(10w/v%) : 亜硫酸カリウム10gを水100mlに溶解する。

塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml) : 塩化パラジウム1.7gに水50ml及び塩酸5mlを

加え、加熱し溶解する。ろ過(ろ紙(5種C)使用)し、ろ液に水を加え、100mlとする。

ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml) : ヨウ化ナトリウム約14gを、110℃で3時間乾燥後、

デシケーター内で1時間放冷する。11.812gをはかり取り、水50mlに溶解する。あらかじめ、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)0.2ml及び亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)1mlを入れた褐色の500mlメスフラスコに移し、水で500mlに定容する。冷暗所に保存する。

ヨウ素標準溶液 ($5\mu\text{gI}^-/\text{ml}$) :ヨウ素担体溶液 ($20\text{mgI}^-/\text{ml}$)を使用直前に水で、4000倍に希釈する。

二クロム酸カリウム : 市販品をそのまま使用する。

硝酸ナトリウム : 市販品をそのまま使用する。

ホスホン酸溶液(50w/v%) : 亜リン酸溶液1容と水1容の割合で混合する。

硝酸カリウム : 市販品をそのまま使用する。

氷酢酸 : 市販品をそのまま使用する。

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5%) : 市販品をそのまま使用する。

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7w/v%) : 塩酸ヒドロキシルアミン7gを水100mlに溶解する。

硫酸ヒドラジニウム飽和溶液 : 硫酸ヒドラジニウム(2+)5gを水100mlに溶解した上澄み液

亜硫酸カリウム : 市販品をそのまま使用する。

硝酸銀溶液(0.3w/v%) : 硝酸銀0.3gを水100mlに溶解する。

(5) 有機試薬

キシレン : 市販品をそのまま使用する。

(6) その他

活性炭 : 市販品をそのまま使用する。

酸化銅(針状) : 市販品をそのまま使用する。

粉末状亜鉛 : 市販品をそのまま使用する。

6.2 陰イオン交換樹脂

Dowex® 1X8(50~100メッシュ) 相当品を使用する。使用前に次の調製を行う。

(1) 樹脂500mlを3ℓビーカーに入れ、水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作を3回繰り返す。

(2) 水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)1ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。

- (3) 水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作を上澄み液のpHが7になるまで繰り返す。
- (4) 塩酸(1+1)2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。
- (5) 水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作を上澄み液のpHが7になるまで繰り返す。
- (6) 水に浸したまま保存する。

（第 1 部解説）

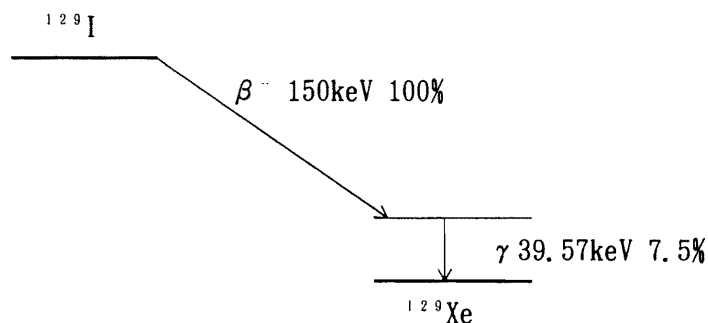
(第1部解説)

ヨウ素-129の壊変に伴う γ 線及びX線

ヨウ素-129の壊変において、7.5%は γ 線を放出して基底状態へ、92.5%は内部転換で内部転換電子を放出して基底状態となる。よって、低エネルギー光子スペクトロメータ等で、ヨウ素-129を測定するとキセノンのX線($K\alpha_1$:29.8keV、 $K\beta_1$:33.6keV等)のピークが見られる。

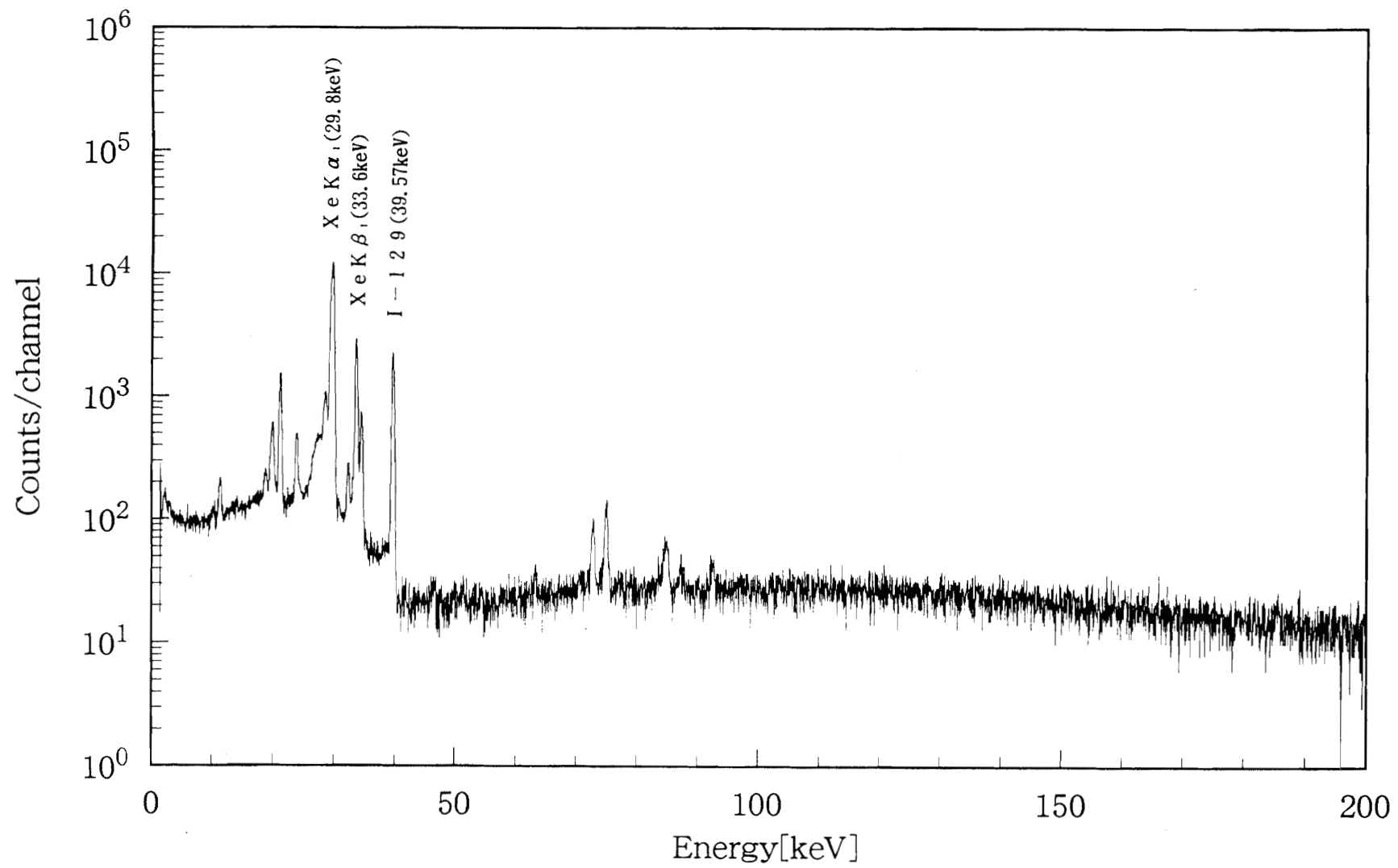
この他に、ヨウ素-129の γ 線39.57keVとゲルマニウムの相互作用により発生するゲルマニウムのX線($K\alpha_1$:9.89keV)等が検出器の外へ出た場合、X線エスケープとして、29.68keV等にピークが見られる。

ヨウ素-129の壊変図を以下に記す。



また、50Bqのヨウ素-129を、6,400 秒間、低エネルギー光子スペクトロメータにより測定したスペクトル図の例を次頁に示す。

なお、 γ 線及びX線のエネルギー等の数値は、Table of Isotopes (7th Edition) から引用した。



低エネルギー光子スペクトロメータにより測定したスペクトル図の例

（第 1 部 付 録）

(第1部付録)
分析の流れ図

第1部 放射化学分析法
第1章 土試料
1.1 燃焼－活性炭吸着法

①前処理

土試料

乾燥(60～70℃程度)

秤量

粉碎

石英管の内管に土試料100gを詰める。(両端は石英ウール)

←ヨウ素担体溶液(20mgI⁻/ml)
(試料中のヨウ素量が20mgとなるように加える。)

*1

②試料の燃焼

*1

(石英管の外管に活性炭3g、電気炉(B)に位置する部分に石英ウールを詰める。)

←電気炉(C)150℃

←電気炉(B)1000℃

←酸素ガス(内管)50ml/分

←窒素ガス(内管)50ml/分

←酸素ガス(外管)200ml/分

←電気炉(A)250℃

燃焼

←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ移動

(移動後、電気炉(A)を試料の右端へ)

←電気炉(A)700℃

←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ移動

(移動後、電気炉(A)を試料の中央へ)

←電気炉(A)1000℃、2時間

←電気炉(B)500℃に設定

←電気炉(A)の電源を切る。

試料の燃焼終了

ヨウ素吸着済み活性炭3gの燃焼

(活性炭0.5gをトラップ管に詰める。両端は石英ウール)

(石英管外管にトラップ管を付ける。)

(トラップ管を電気炉(C)に、活性炭3gを電気炉(B)の左端に設置)

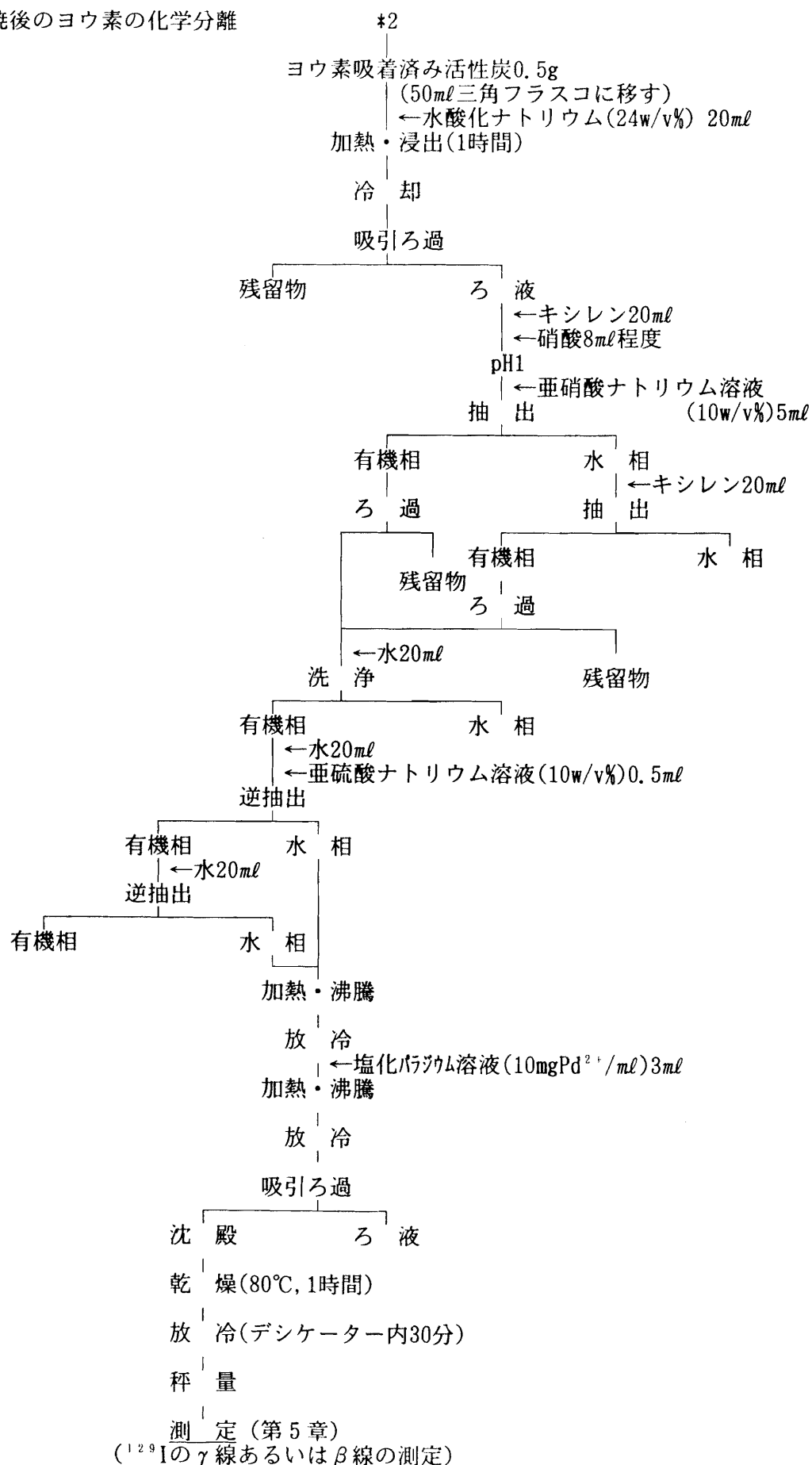
←酸素ガス(内管、外管)50ml/分

←酸素ガス(内管)50ml/分から流量を調節

活性炭3gの燃焼終了

*2

③ 燃焼後のヨウ素の化学分離



1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①前処理

「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様。

②試料の燃焼

*1

(洗浄瓶 1段目: 水180ml、水酸化カリウム10g、
亜硫酸カリウム1g)

(洗浄瓶 2段目: 水90ml、水酸化カリウム5g、
亜硫酸カリウム0.5g)

(石英管の外管の電気炉(B)に位置する部分に酸化銅を
包んだ石英ウールを詰める。)

(洗浄瓶 1段目、2段目を石英管の外管に取り付ける。)

←酸素ガス (内管)100ml/分

←酸素ガス (外管)200ml/分

燃 焼

←電気炉(B)1000℃

←電気炉(A)1000℃

←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ2時間かけて移動

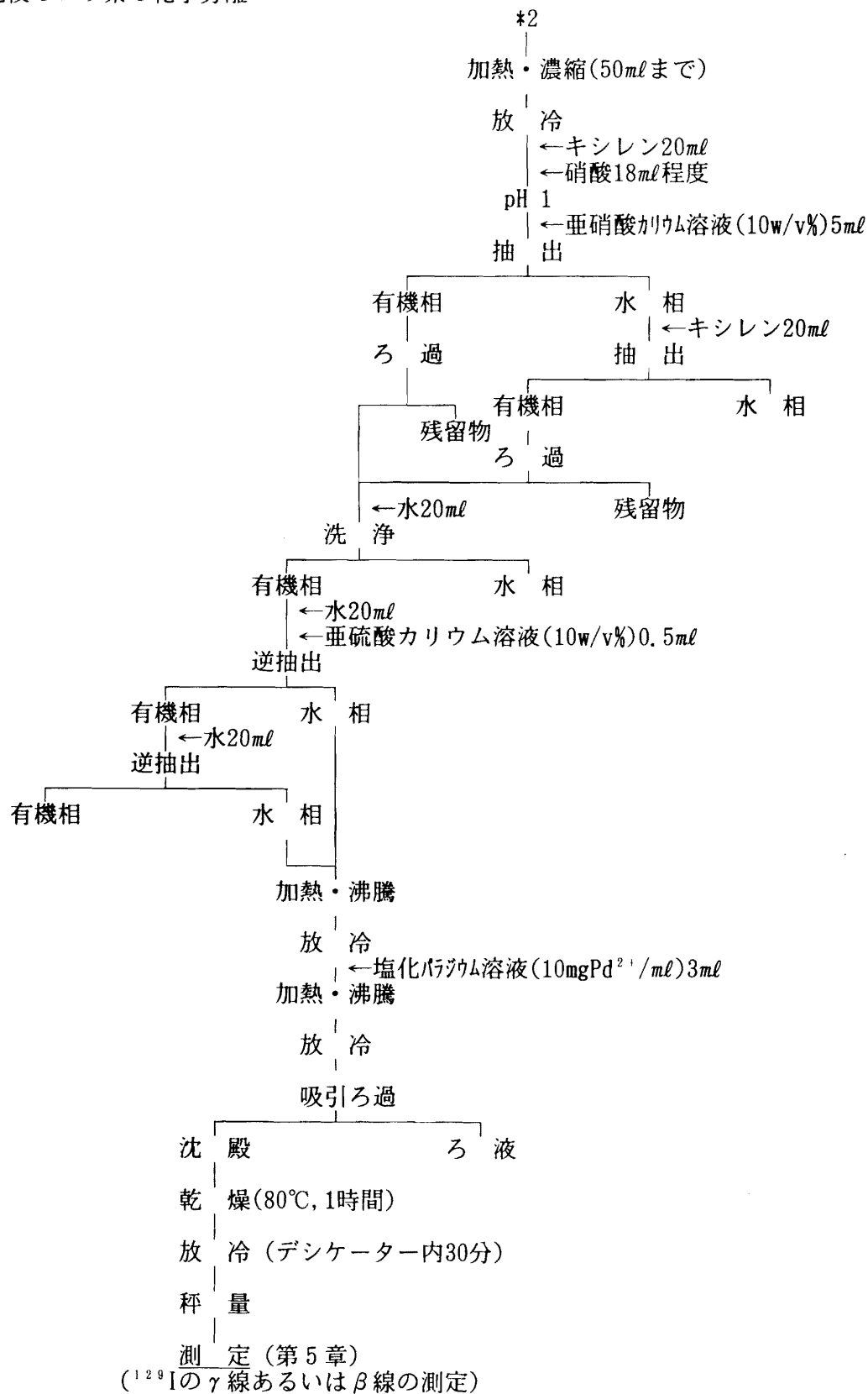
試料の燃焼終了

洗浄瓶のヨウ素吸収済み溶液

(500mlビーカーに移す。)

*2

③ 燃焼後のヨウ素の化学分離



1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量

土試料(0.5~1g)
| (蒸留用300mlフラスコに移す。)
| ←二クロム酸カリウム5g
| ←水20ml
かきまぜ
| ←硫酸30ml
かきまぜ
|
加 熱 (溶液が緑色になるまで)
|
放 冷
| ←水20ml
| ←硝酸ナトリウム0.2g
| ←亜リン酸溶液(50w/v%)5ml
蒸 留 (蒸留用300mlフラスコを蒸留装置に設置)
| ←窒素ガス50ml/分
加 熱 (二酸化窒素の褐色がなくなるまで)
|
留出液
| ←酢酸緩衝液10ml
| ←亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)3ml
| ←氷酢酸+水酸化ナトリウム(10w/v%)
pH5.0
| (100mlとする。)
かきまぜ (マグネチックスターラーを用いる。)
|
イオンメーターによる測定
(ヨウ素標準溶液を用いて作成した検量線からヨウ素量を求める。)

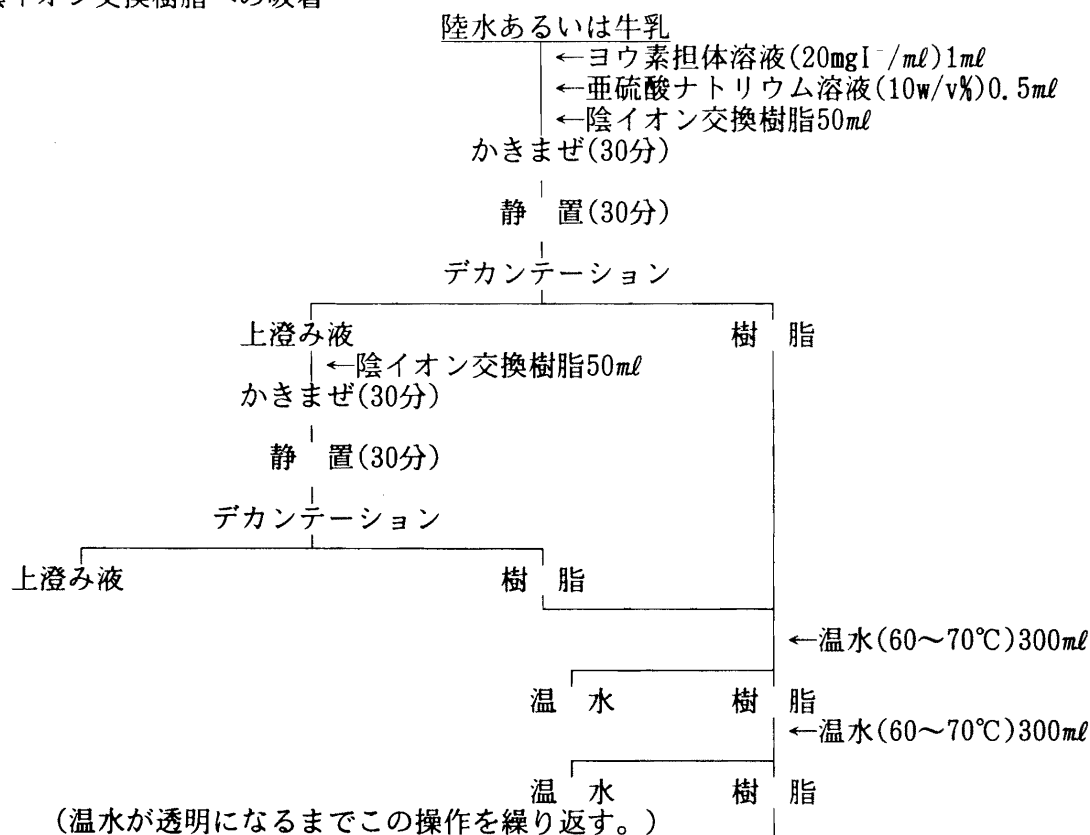
第2章 水試料

2.1 陸水及び牛乳

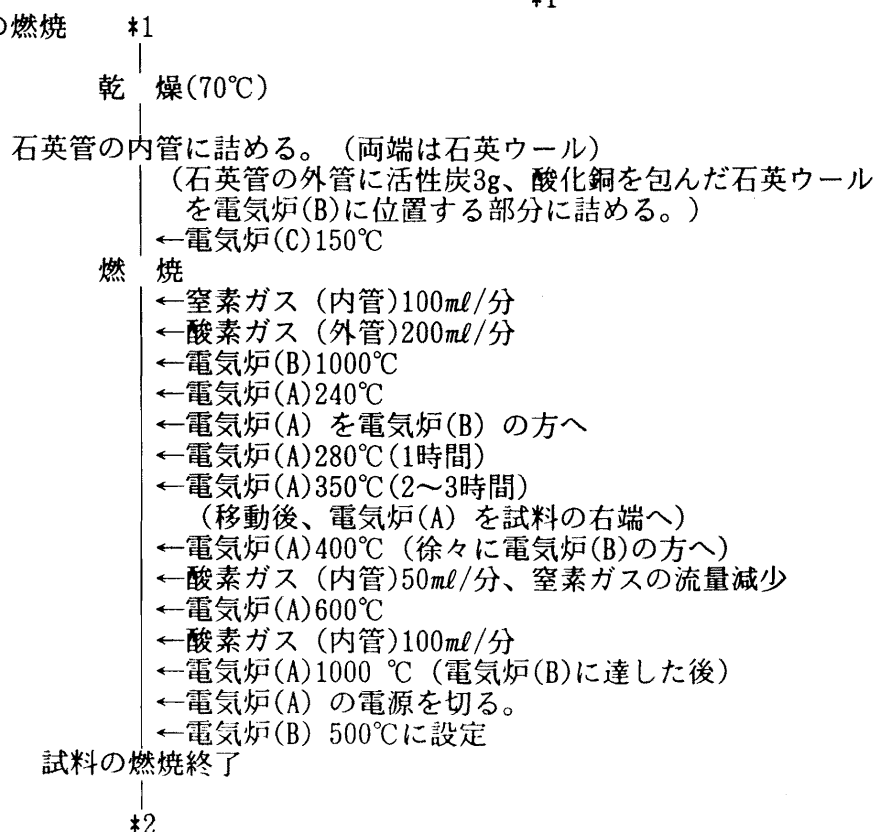
2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法

2.1.1.1 活性炭吸着法

①陰イオン交換樹脂への吸着



②陰イオン交換樹脂の燃焼



*2

ヨウ素吸着済み活性炭3gの燃焼

(活性炭0.5gをトラップ管に詰める。両端は石英ウール)
 (石英管外管にトラップ管を付ける。)
 (トラップ管を電気炉(C)に、活性炭3gを電気炉(B)の
 左端に設置)
 ←酸素ガス (内管、外管)50ml/分
 ←酸素ガス (内管)50ml/分から流量を調節

活性炭3gの燃焼終了

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法

①陰イオン交換樹脂への吸着

「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

*1

乾 燥(70℃)

石英管の内管に詰める

(洗浄瓶 1段目: 水180ml、水酸化カリウム10g、
 亜硫酸カリウム1g)
 (洗浄瓶 2段目: 水90ml、水酸化カリウム5g、
 亜硫酸カリウム0.5g)
 (石英管の外管に酸化銅を包んだ石英ウールを詰める。)
 (洗浄瓶 1段目、2段目を石英管の外管に取り付ける。)
 ←窒素ガス (内管)100ml/分
 ←酸素ガス (外管)200ml/分
 ←電気炉(B)1000℃

燃 焼

←電気炉(A)240℃
 ←電気炉(A) を電気炉(B)の方へ
 ←電気炉(A)280℃(1時間)
 ←電気炉(A)350℃(2～3時間)
 (移動後、電気炉(A) を試料の右端へ)
 ←電気炉(A)400℃ (徐々に電気炉(B)の方へ)
 ←酸素ガス (内管)50ml/分、窒素ガス流量減少
 ←電気炉(A)600℃
 ←酸素ガス (内管)100ml/分
 ←電気炉(A)1000℃ (電気炉(B)に達した後)
 ←電気炉の電源を切る。

試料の燃焼終了

洗浄瓶の溶液

(500mlビーカーに移す。)

③燃焼後のヨウ素の化学分離

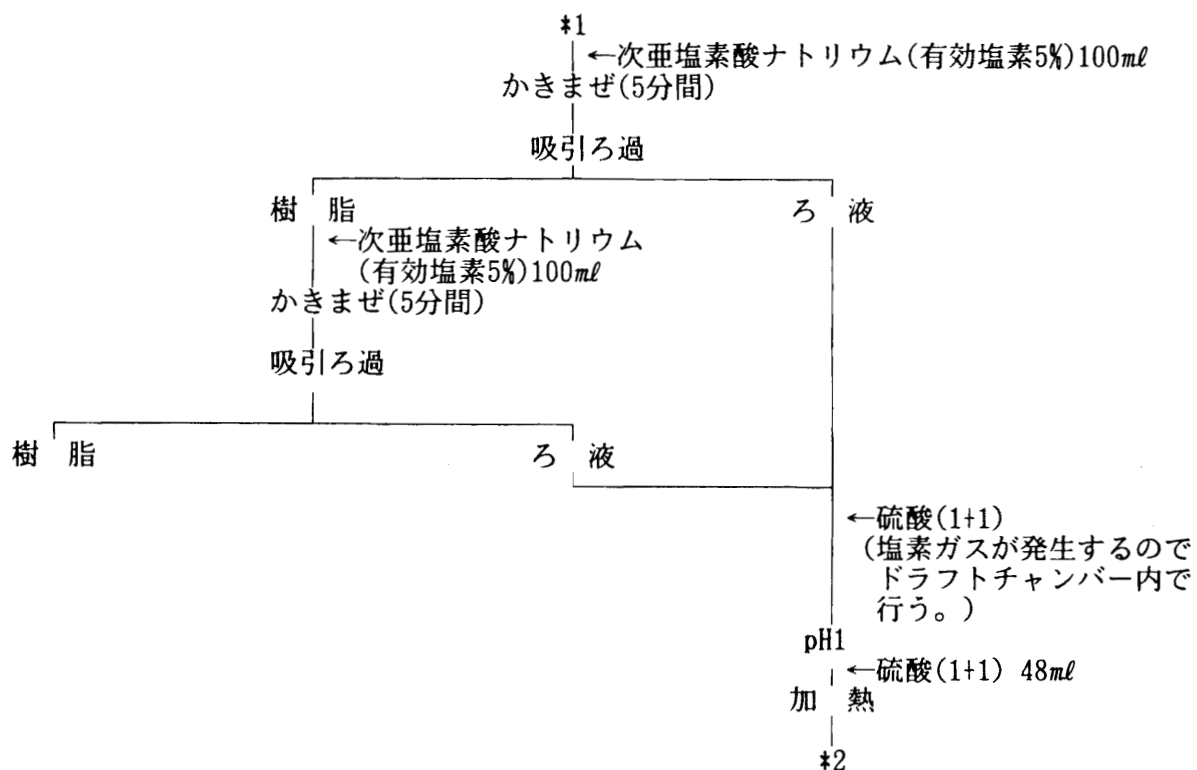
第1章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

2. 1. 2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法

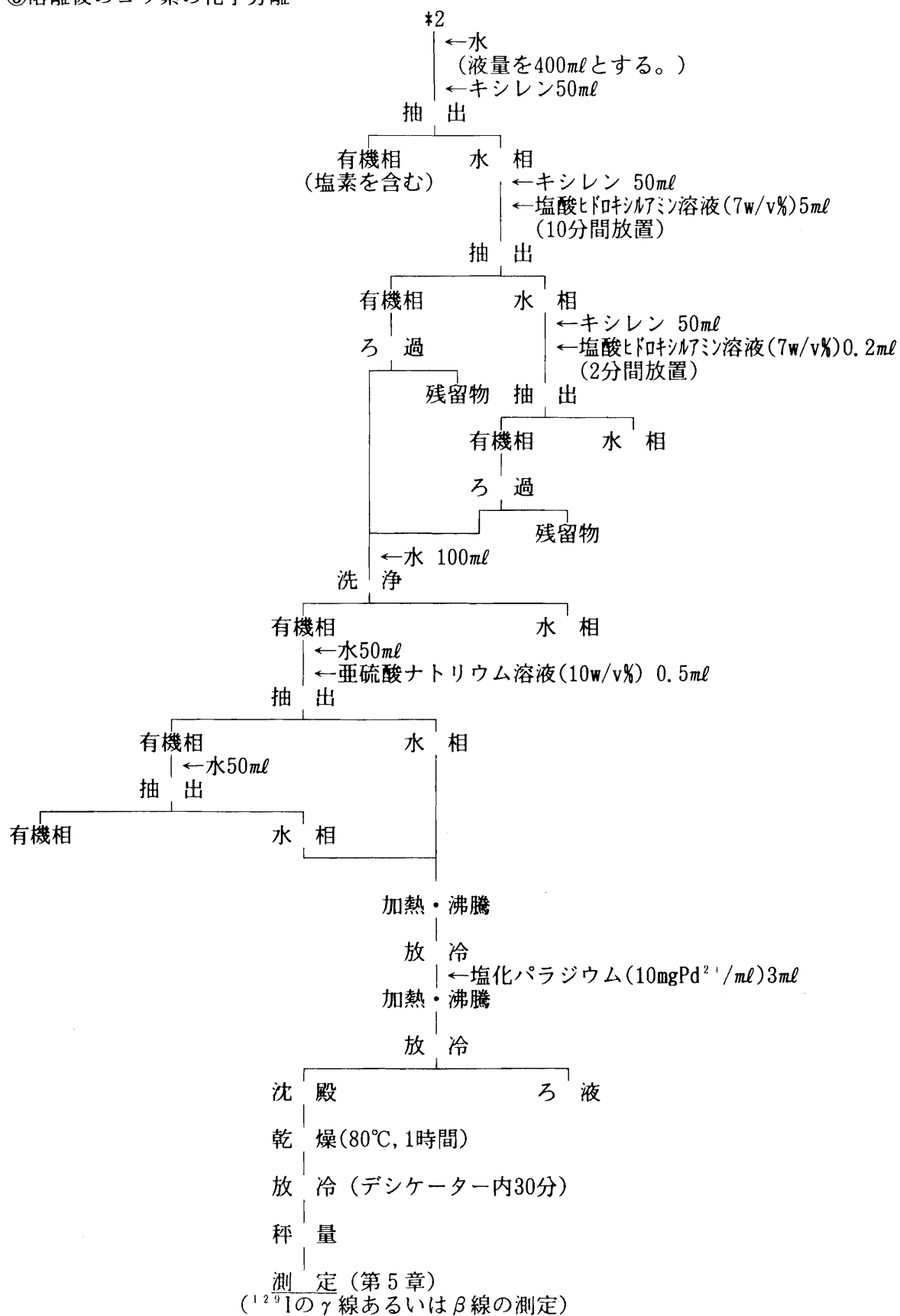
①陰イオン交換樹脂への吸着

「2. 1. 1. 1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様。

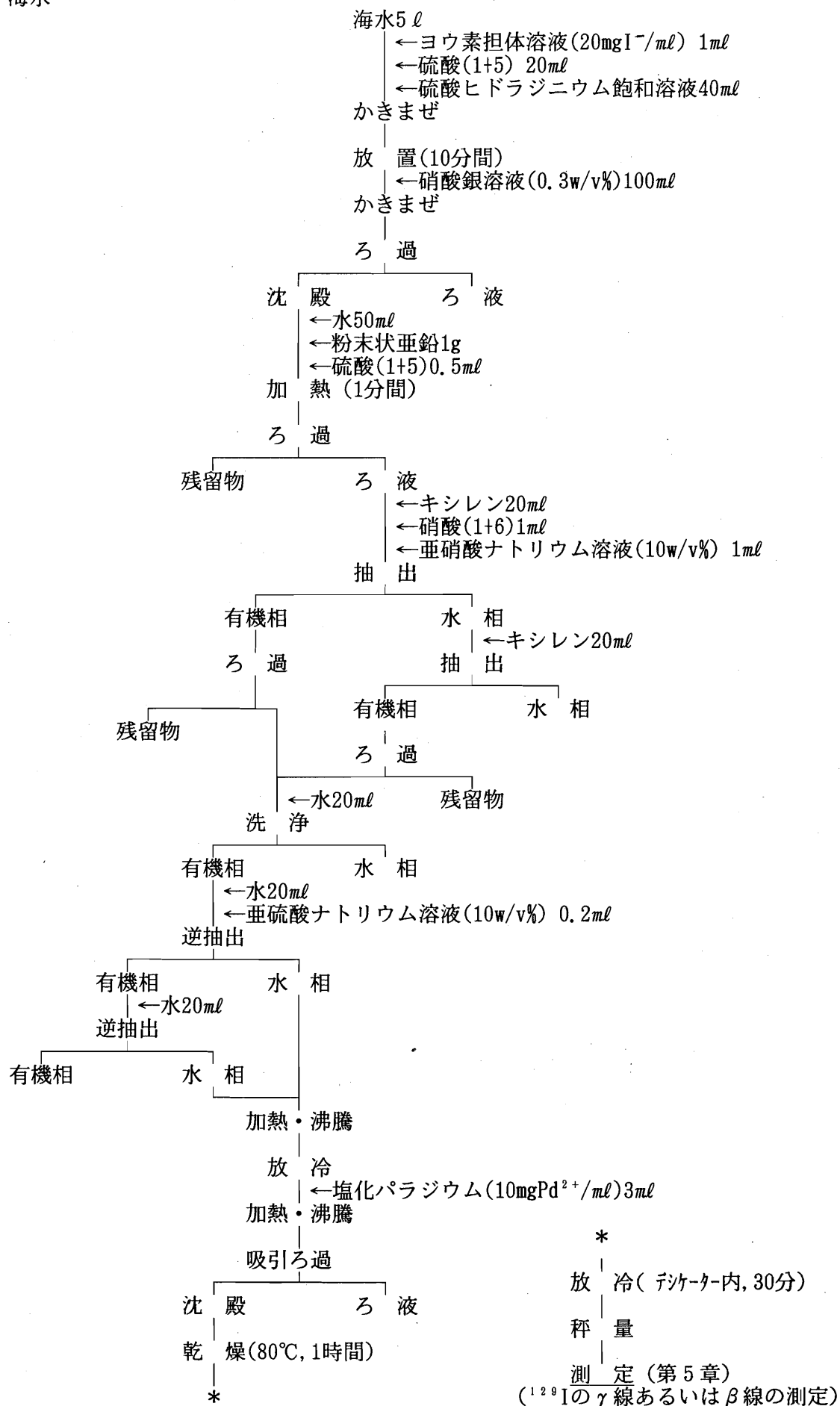
②陰イオン交換樹脂からの溶離



③溶離後のヨウ素の化学分離



2.2 海水



第3章 生物試料

3.1 燃焼－活性炭吸着法

①各種試料の前処理

野 菜	精 米	海 藻
乾 燥 (60～70℃程度)	粉 状 化	乾 燥 (60～70℃程度)
秤 量	石英管の内管に50g 程度 詰める。(両端は石英ウール)	秤 量
粉 碎		粉 碎
石英管の内管に30g 程度 詰める。(両端は石英ウール)		石英管の内管に詰める。(両端は石英ウール) (供試量はヨウ素量が 50mgを超えないよう にする。)
←ヨウ素担体溶液(20mgI ⁻ /ml) (試料中のヨウ素が20mgとなるように加える。) (試料中にあらかじめ20mg以上ある場合は加えない。)		

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

3.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①各種試料の前処理

「3.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①各種試料の前処理」と同様。

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.2 アルカリ吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.2 燃焼－アルカリ吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

3.3 海藻試料中の安定ヨウ素の定量

第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」と同様。

第4章 大気浮遊じん

4.1 燃焼－活性炭吸着法

①前処理

ろ紙及び活性炭ろ紙あるいは活性炭カートリッジ

石英管の内管に詰める

| ←ヨウ素担体溶液($20\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

4.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①前処理

「4.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様

②試料の燃焼

第2章「2.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「2.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第1章「1.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

第 2 部 中性子放射化分析法

第2部 中性子放射化分析法

第7章 土試料

土試料は土壌及び海底土を対象とする。

試料を燃焼し、ヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはヨウ素をアルカリ溶液に吸収させるアルカリ吸収法により、ヨウ素を分離・精製後、石英管に封入して中性子照射用試料を作製する。

なお、回収率の補正には、安定ヨウ素を定量する方法あるいはヨウ素-125を加える方法がある。安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」に基づき、試料中にあらかじめ含まれる安定ヨウ素を定量する^{*1}。

7.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

- 設備

原子炉^{*2}（熱中性子束密度、 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度）、ドラフトチャンバー

- 装置

三連式管状型電気炉（図7-2）、ヨウ素封入用管状電気炉（図7-3）、乾燥器、ゲルマニウム半導体検出器、天秤（秤量範囲0～200g、読み取り限度0.01mg以下）、低エネルギー光子スペクトロメータ[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]、

- 理化学器材

石英管（図7-1）、石英ウール、酸素－水素用ハンドバーナー、ジュワー瓶、真空ポンプ、ヨウ素封入用石英管（図7-4）、50ml三角フラスコ、ホットプレート、30cm程度の空気冷却管（50ml三角フラスコに取り付ける。）、100ml分液漏斗、100mlビーカー、100mlビーカー用時計皿、1ℓ耐圧びん、アスピレーター、デシケーター、分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、

^{*1} 土試料100gには0.1mg から4mg 程度のヨウ素が含まれる。

^{*2} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使用できる。

90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス棒、ピペッター、チップ、 tong、
47mmφガラス繊維ろ紙（東洋GA-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙（5種C）、
55mmφシリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）、200ml用タッパー、
ヨウ素封入用石英管立用スタンド（図7-10）、
ステンレス鋼製シェーカー（図7-11）、石英管粉碎用ステンレス鋼製ボール（図7-11）、
24mmφろ紙用ポリエチレン袋、シーラー（ポリエチレン袋を密閉できるもの）

・試薬・ガス

硝酸、硝酸(1+13)、
水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)、亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、
亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、
ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)、ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)、
臭素担体溶液(250μgBr⁻/ml)、ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)[ヨウ素-125を用いて
回収率を補正する場合に必要]、水（イオン交換等により精製した水）、活性炭、
酸化銅（針状）、ベンゼン、酸素ガス、窒素ガス、水素ガス、ヘリウムガス、液体窒素

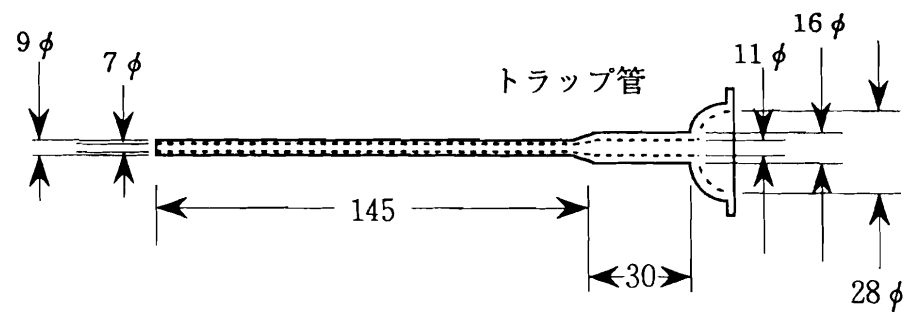
①前処理

- (1) 土試料を60～70℃程度で乾燥し重量をはかる。粉碎後、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管（図7-1）の内管に、100g程度を入れる（以下、図7-2を参照しながら操作を行う。）。
(2) 供試量中のヨウ素量^{*3}が1mg 以下のものは、ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)1mlを加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)2mlを正確に加える。
(3) 石英管の端を石英ウールで止める。

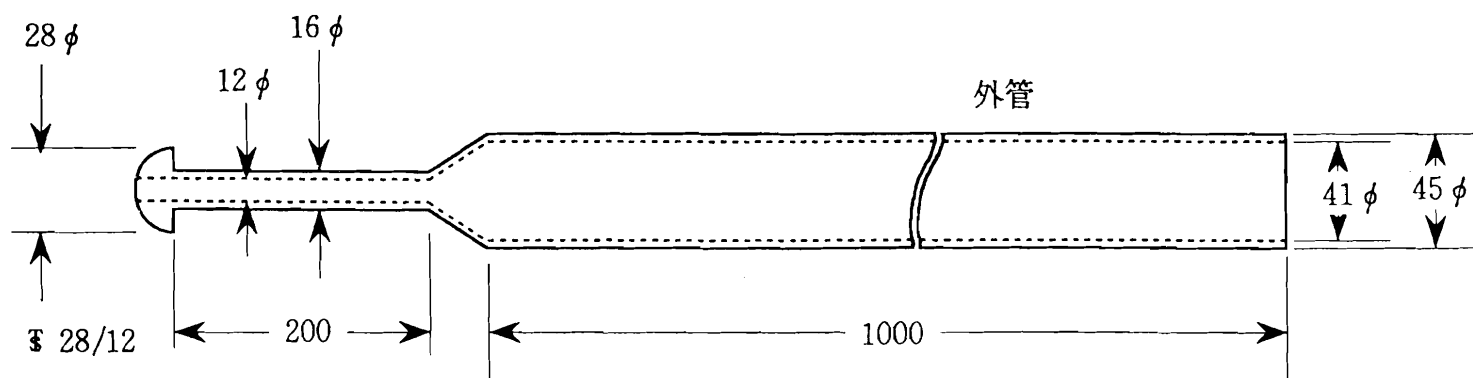
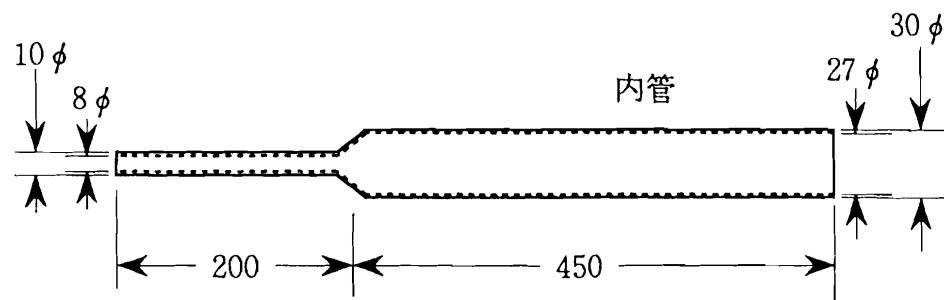
②試料の燃焼

- (1) 外管の細くなっている部分に石英ウールを詰め、活性炭3gを入れ、端を石英ウールで止める。
(2) 外管の電気炉（B）に位置する部分に、石英ウールを詰める。

^{*3} ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、供試量中のヨウ素量がわからないので、土質から推測するか、第1部放射化学分析法第1章のイオンメーターによる「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」に基づき、あらかじめ定量する。



(燃焼—活性炭吸着法にのみ使用する。)



材質：透明石英
単位：mm

図7-1 石英管

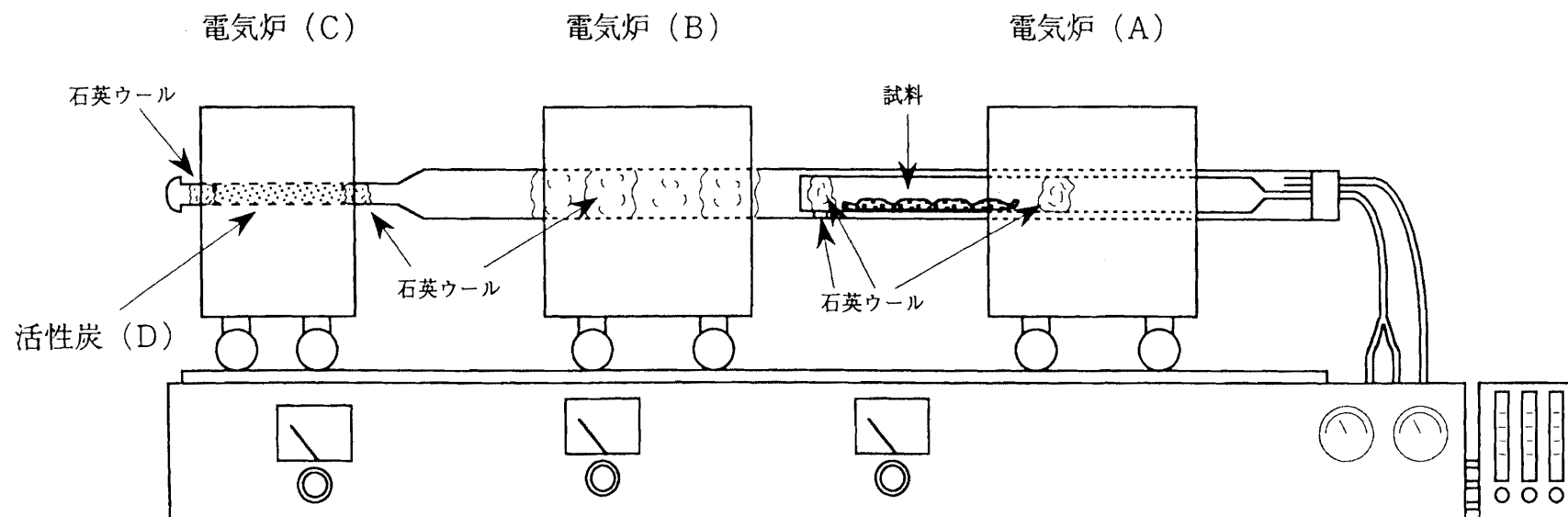


図 7 - 2 三連式管状型電気炉

- (3) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (4) 活性炭保温用電気炉 (C) の温度を 150℃に、電気炉 (B) の温度を1000℃にする。
- (5) 内管に酸素ガス及び窒素ガスを、それぞれ毎分50mlで流す。外管に酸素ガスを毎分200 mlで流す。
- (6) 電気炉 (A) を試料の右端に合わせ、温度を 250℃にする。
- (7) 電気炉 (A) を徐々に電気炉 (B) の方に移し、水分を追い出す。
- (8) 電気炉 (A) を電気炉 (B) に触れるまで移し、電気炉 (A) を試料の右端に戻す。
- (9) 電気炉 (A) の温度を700℃とし、徐々に電気炉 (B) の方に移し、試料を燃焼する。
- (10) 電気炉 (A) を電気炉 (B) に触れるまで移し、電気炉 (A) を試料の中央に戻す。
- (11) 電気炉 (A) の温度を1000℃とし、試料を2時間程度燃焼する。
- (12) 電気炉 (B) の温度を 500℃に設定し、電気炉 (A) のスイッチを切る。
- (13) 試料の燃焼終了後、ヨウ素を吸着させた活性炭の燃焼操作を行う。
- (14) トラップ管の細い部分に石英ウールを詰め、活性炭 0.5 g を入れ、端を石英ウールで止める。外管左端のボールジョイント部分にトラップ管をクランプにより接続する。外管を右にずらし、トラップ管が電気炉 (C) に、(D) の右端を電気炉 (B) の左端になるようにする。外管及び内管に、酸素ガスを毎分50mlで流す。
- (15) 活性炭 (D) の着火、燃焼状態と石英管内の圧力を見ながら、内管の酸素ガスの流量を調節する。電気炉 (B) を徐々に左に移動し活性炭を完全に燃焼する。
- (16) 活性炭の燃焼終了後、ジョイント部をハンドバーナーで加熱し、燃え残ったタール分を燃焼する。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

- (1) ヨウ素を吸着させた活性炭を50ml三角フラスコに移し、水酸化ナトリウム溶液(24w/v %)20mlを加える。長さ30cm程度の空気冷却管を三角フラスコに付け、ホットプレート上で、1時間程度おだやかに加熱してヨウ素を浸出する。

- (2) 冷却後、空気冷却管を取りはずし、吸引ろ過（ガラス繊維ろ紙47mmφ（東洋GA-100相当品）、分離型フィルターホルダー使用）し、残った活性炭は水で洗浄する。ろ液と洗液を合わせ、あらかじめベンゼン*⁴ 20mlを入れた 100ml分液漏斗に移す。
- (3) 硝酸8ml程度をかきまぜながら加え、pHを1に調節する。
- (4) 亜硝酸ナトリウム溶液*⁵ (10w/v%) 5mlを徐々に加え、ガス抜きを行いながら、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる*⁶。
- (5) 静置後、水相はあらかじめベンゼン20mlを入れた新たな100ml分液漏斗に移す。有機相はろ過（分液ろ紙 90mm φ 及びガラス漏斗使用）しながら、別の新たな100ml分液漏斗に移す。
- (6) 操作(5)の水相を入れた分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる。静置後、水相は捨てる。有機相は操作(5)の有機相を入れた分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mm φ 及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (7) 水20mlを加え、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (8) 水20ml及び亜硫酸ナトリウム溶液*⁷ (10w/v%) 0.5mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる*⁸。
- (9) 水相を 100mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (10) 時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (11) 水相を先の 100mlビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (12) 溶液をホットプレートで加熱し 5mlまで濃縮する。
- (13) 塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)1mlを加え、沸騰するまで加熱する。

*⁴：ベンゼンの他、トルエン、キシレンも使える。ヨウ素量が1mgの場合、ベンゼンを使用したほうが、トルエン、キシレンより少し高い回収率が得られる（第2部解説）[解説1]。なお、ベンゼンは、環境庁の告示（平成5年）「人の健康の保護に関する環境基準」では、全公共用水域につき、基準値として0.01mg/ℓ以下となっており、排水に関しては十分に注意する必要がある。

*⁵ I⁻をI₂へ酸化する。

*⁶ 有機相は赤紫色となる。

*⁷ I₂をI⁻へ還元する。

*⁸ 有機相は無色となる。

(14)沈殿を吸引ろ過（シリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）55mmφ、分離型フィルターホルダー42mmφの下部のみを取り付けた耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。

(15)沈殿をろ紙ごと乾燥器内80℃で 1時間乾燥し、デシケーター内で放冷して、次の石英管への封入操作を行う。

④ 石英管への封入

(1) 石英管を管状電気炉に組み込み、ヘリウムガスを毎分100mlで流しながらヨウ素封入用管状電気炉(図7-3)の温度を、300℃に昇温し30分間石英管を乾燥する。電気炉からでている部分については、ハンドバーナーで熱し乾燥する(図7-4)。

(2) 管状電気炉の電源を切り、ヘリウムガスを止める。管状電気炉を開け、石英管を放冷する。

(3) ろ紙上のヨウ化パラジウムの沈殿を、ろ紙ごとまとめて石英管内に入れる。ガラス棒を用いて石英管内の所定の位置にろ紙を移す(図7-5)。

(4) 石英管に石英ウールを詰め、石英管を管状電気炉に組み込み、ヘリウムガスを毎分100mlで流す。石英管内の空気を追い出し、ヘリウム雰囲気とする。

(5) 液体窒素を入れたジュワー瓶をU字管部に設置し、U字管を冷却する(図7-6)。液体窒素が減った場合には補充しながら行う。

(6) 電気炉の温度を 500℃に昇温する。

(7) そのままの状態30分程度加熱を続けヨウ化パラジウムを分解し、ヨウ素を気体にしてU字管部に移す。U字管の手前に付着したヨウ素を、ハンドバーナーで加熱し、U字管の底へ移す(図7-7)。

(8) 電気炉の電源を切り、ジュワー瓶に液体窒素を満杯に入れ、そのままの状態U字管を5分間冷却する。

(9) ヘリウムガスの供給を止め、液体窒素にU字管をつけた状態で石英管の先端（図7-8）を、水素と酸素を用いたハンドバーナーで加熱し溶封する。

(10) ガラス管内を真空ポンプを用いて減圧にする。電気炉を開け、熱くなっている石英管に注意しながら、U字管部をジュワー瓶から持ち上げ、すばやく一回転^{*9}し、液体空気

^{*9} 空気が冷やされて液体となっていることがあり、この操作によって気体となり、U字管部から取り除かれる。この操作を行うことにより、ヨウ素を最後に封入する石英管を常温に戻した時の破裂を防ぐことができる。

を取り除き、再びジュワー瓶に戻す。

(11) U字管の上部右側を、ハンドバーナーで加熱し溶封する(図7-9)。

(12) 石英管を電気炉及びジュワー瓶からはずし、電気炉で加熱した部分を水道水で冷却する。

(13) 操作(9) で溶封した石英管の先端を下にして、石英管をスタンドに立てる(図7-10)。

(14) 液体窒素を入れたジュワー瓶で先端部を冷却する(図7-10)。

(15) ハンドバーナーでU字管部を加熱し、ヨウ素を液体窒素に浸した先端部に移す。

(16) ヨウ素が完全に先端部に移動したことを、ヨウ素の焦げ茶色を目視により確認できたら、U字管部の加熱をやめ、U字管の下端を水素と酸素を用いたハンドバーナーで白熱し溶封する。

(17) 液体窒素につけたまま先端を tong で持ち、操作(16)で溶封したところをハンドバーナーでさらに白熱し、溶封した状態で先端部をU字管部から切り離し、先端部全体を液体窒素に入れる。液体窒素の泡がなくなった後ただちにタッパーに移しふたをする^{*10}。この石英管封入試料を照射用試料とする。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

(1) 照射用試料を第11章で作製する中性子照射用比較標準試料とともに照射用カプセルに入れ、原子炉(熱中性子束密度、 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度)で40分間照射する。その後、24時間程度冷却する。

(2) 冷却した石英管の表面を硝酸(1+13)で洗浄し風乾する。あらかじめ、ベンゼン10ml、硝酸1ml亜硝酸ナトリウム(10w/v%)1ml、ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)1ml、臭素担体溶液(250 μgBr^- /ml)0.2ml及び石英管粉碎用ステンレス鋼製ボールを入れたステンレス鋼製シェーカー(図7-11)に、風乾した石英管を移す。

(3) シェーカーを2分間ふりまぜ、石英管封入試料を粉碎する。

(4) シェーカーの内容物を、漏斗を用いて100mlの分液漏斗に移す。石英片の入っているシェーカーをベンゼン2mlずつで3回洗浄する。洗浄液を、先の100ml分液漏斗に加える。

(5) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。

(6) 分液漏斗に入った石英片を取り除くため、有機相をろ過(分液ろ紙 90mm ϕ 及びガラ

^{*10} 石英管に万一液体空気が混入していると、常温に戻る時、石英管が破裂することがあるので、危険防止のために、この操作を行う。

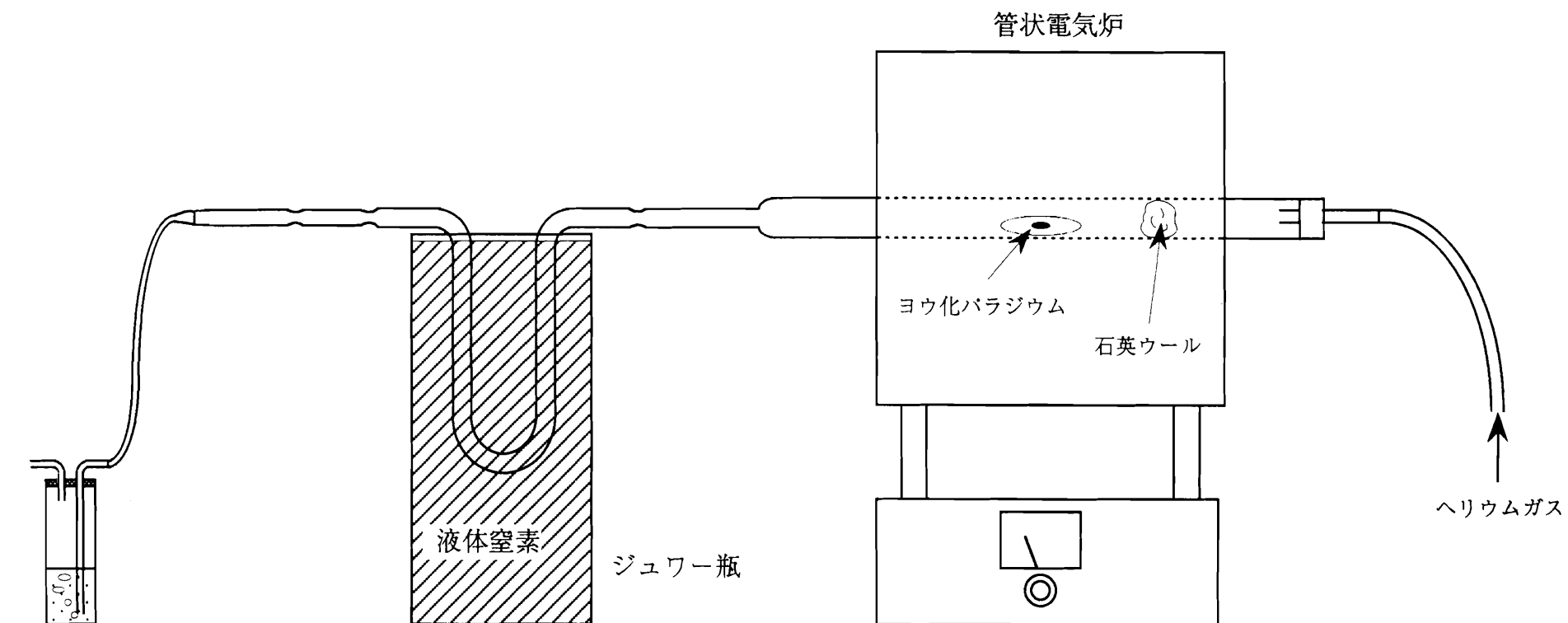


図 7-3 ヨウ素封入用管状電気炉

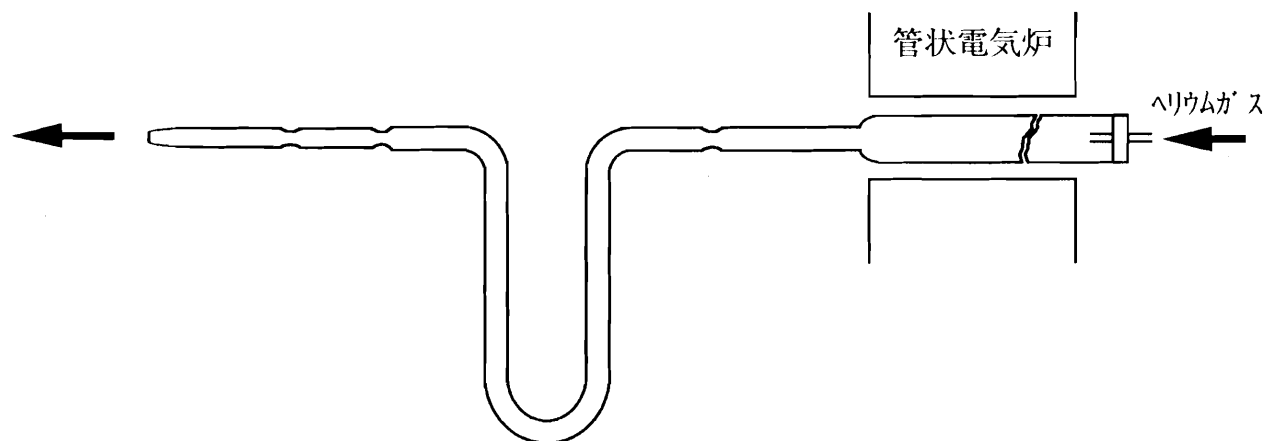
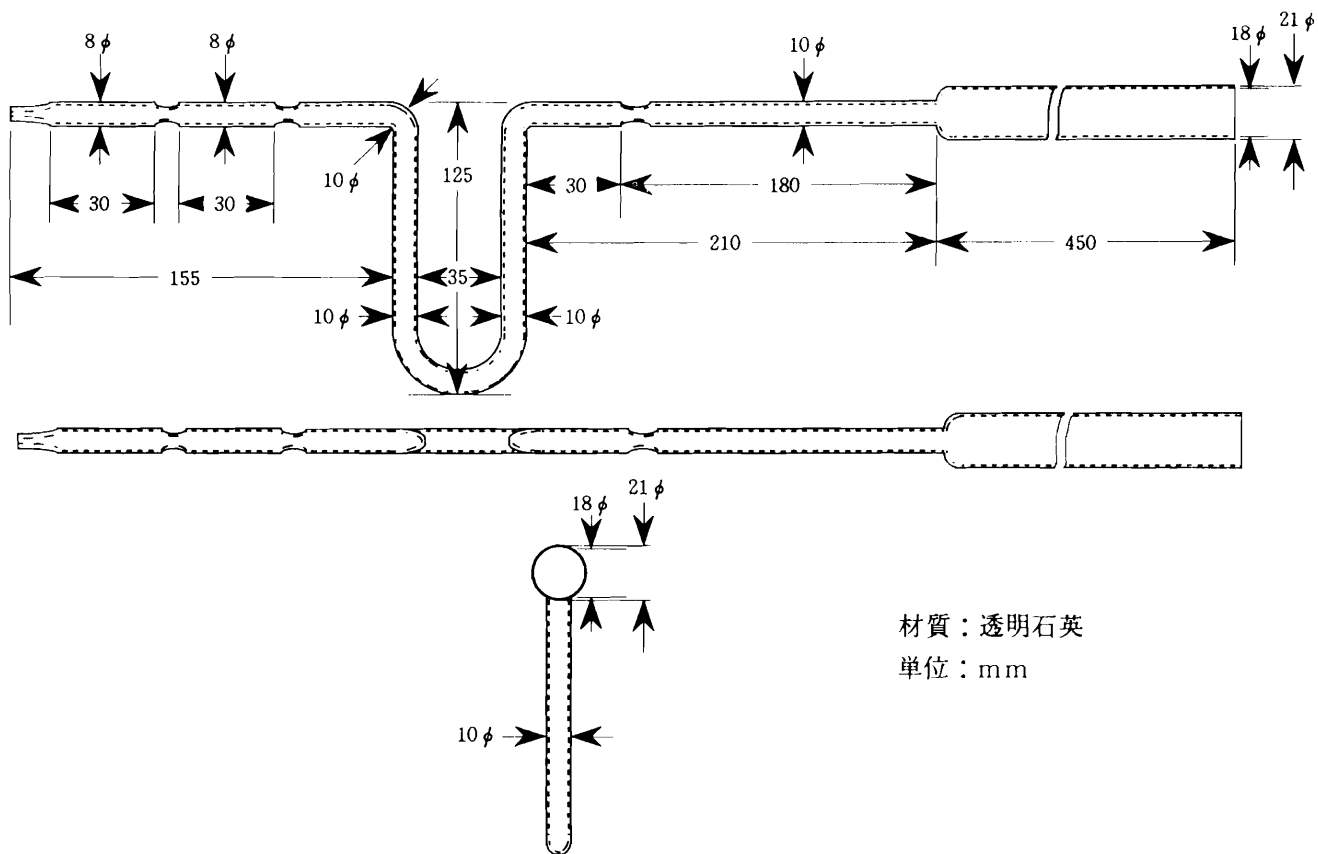


図 7 - 4 ヨウ素封入用石英管及び乾燥操作

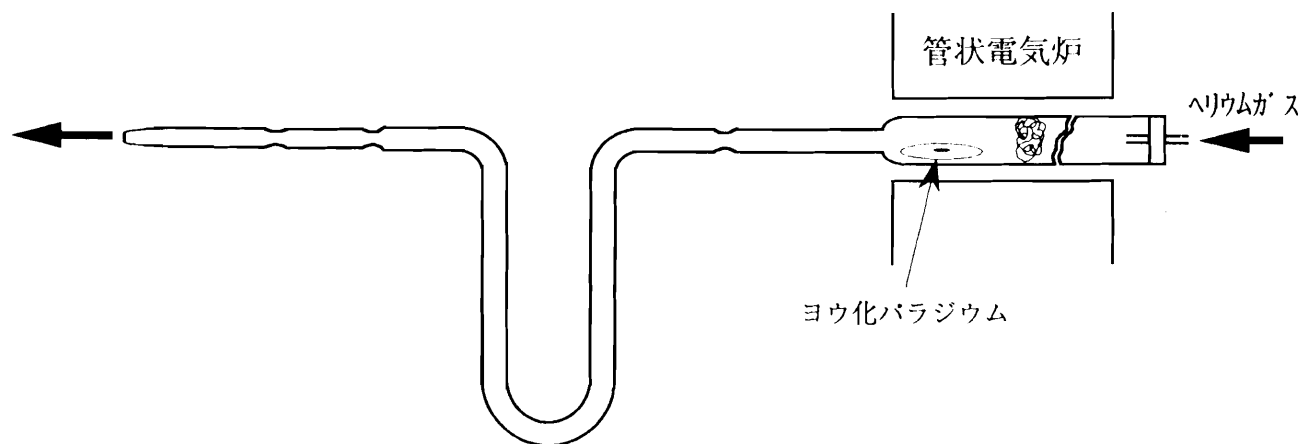


図 7 - 5 ヨウ化パラジウムの沈殿を石英管内に移す操作

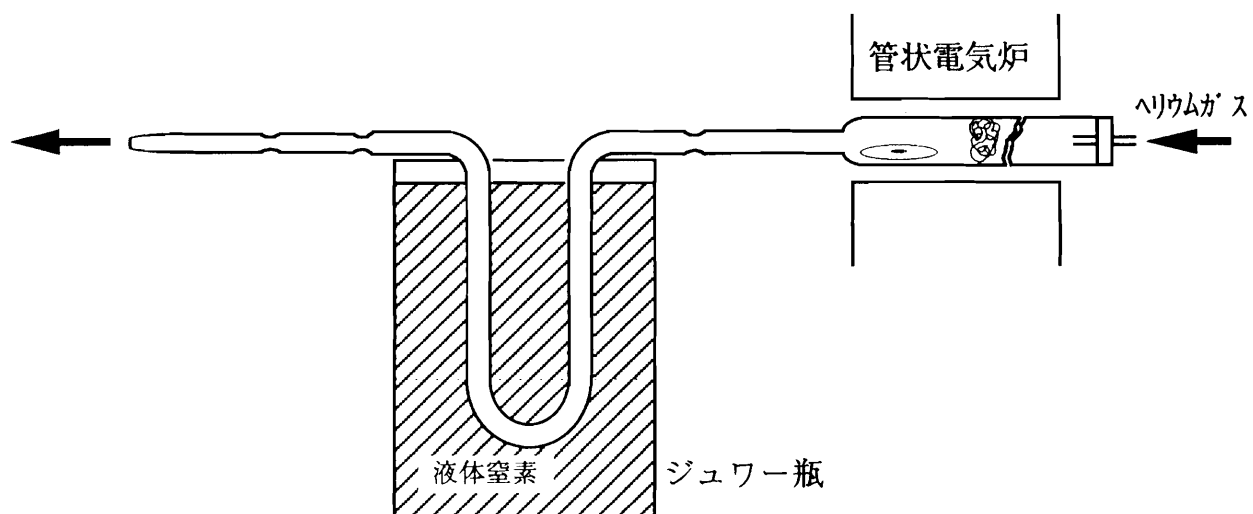


図 7 - 6 U字管の冷却操作

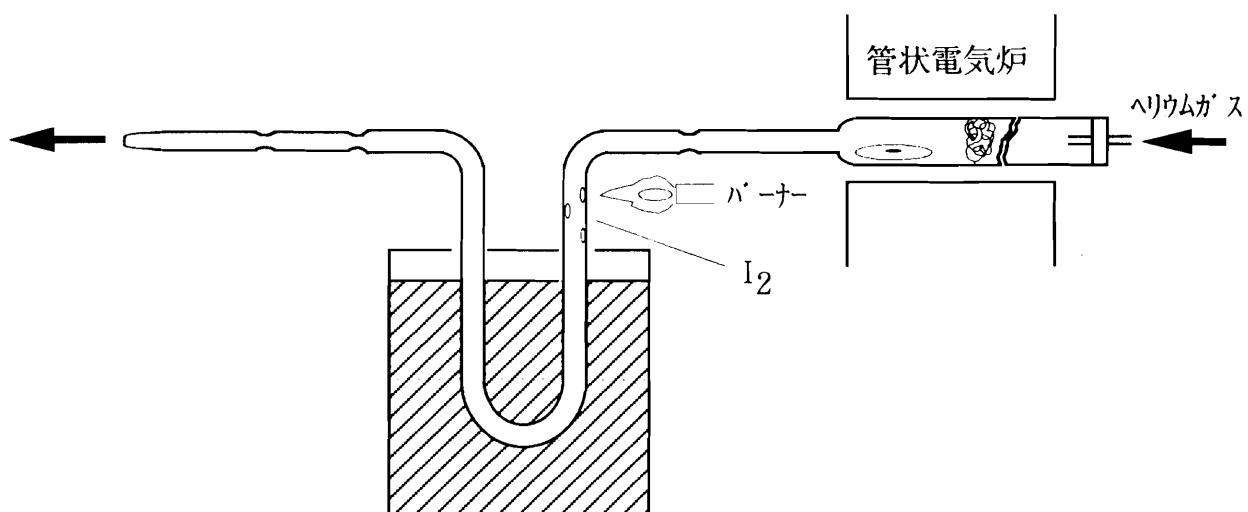


図 7 - 7 ヨウ素の移動操作

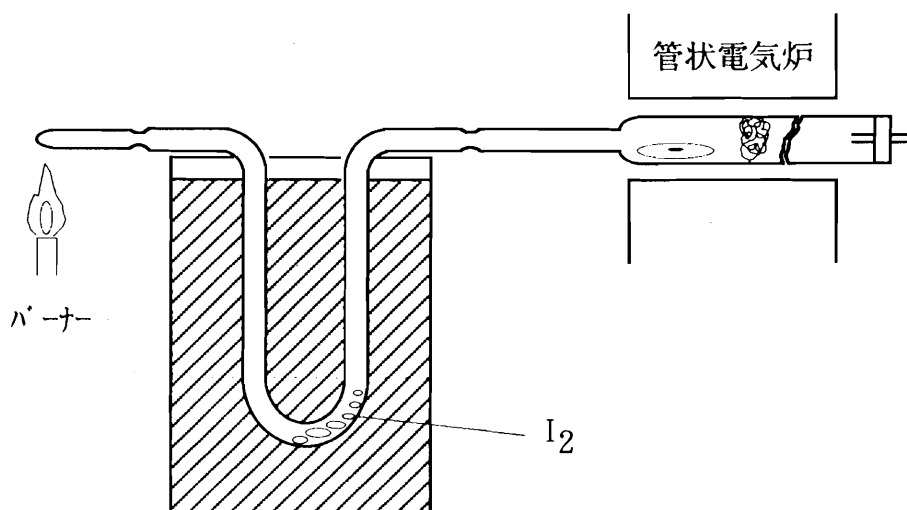


図 7 - 8 石英管の先端の溶封操作

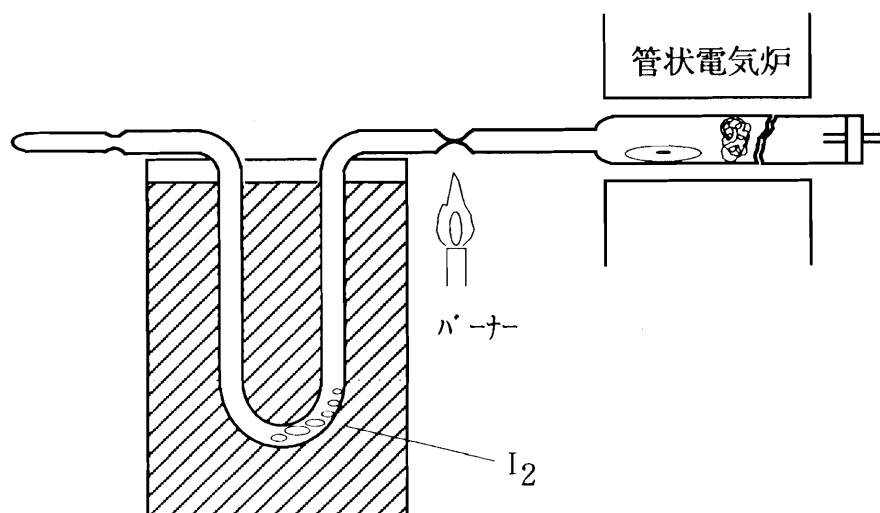


図 7 - 9 U 字管溶封操作

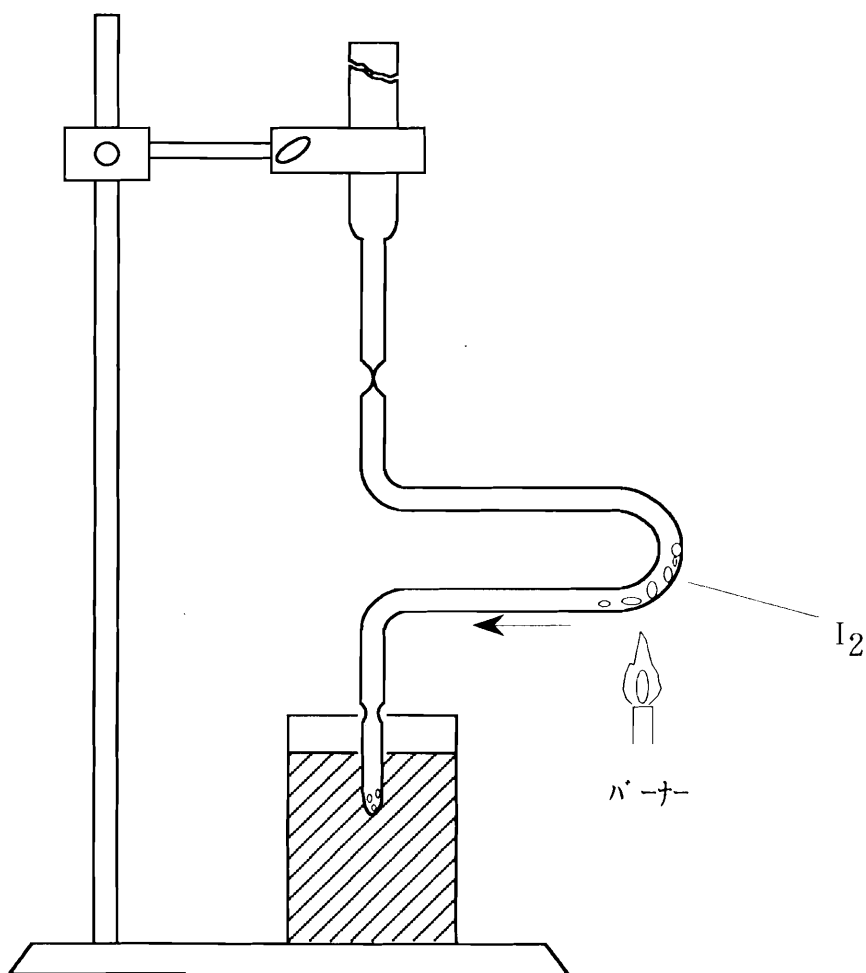


図 7 - 1 0 ヨウ素を先端部へ移動する操作

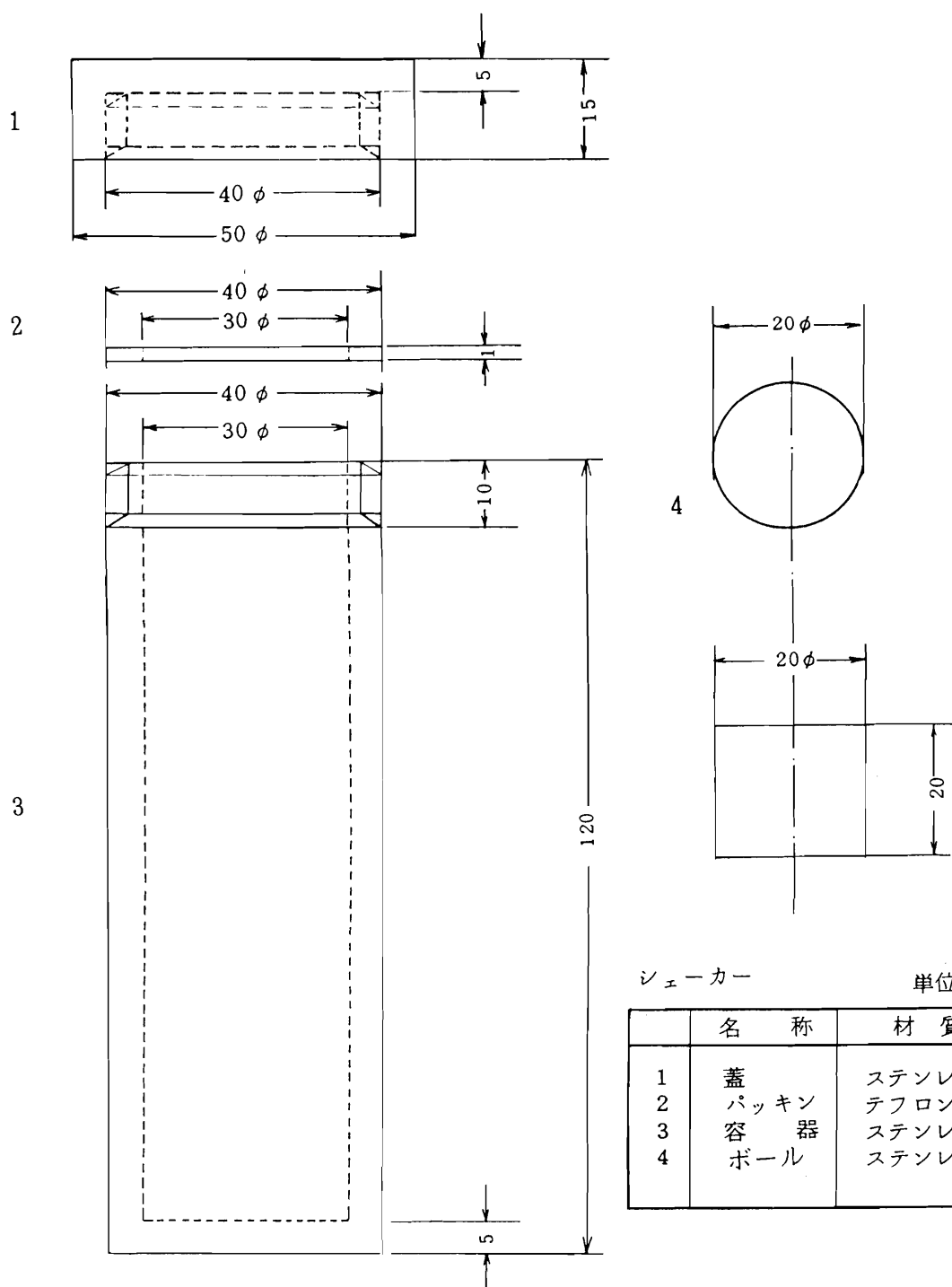


図7-11 ステンレス鋼製シェーカー

- ス漏斗使用)しながら、ろ液を新たな 100ml の分液漏斗に移す。
- (7) 水20ml及び臭素担体溶液(250 μ gBr⁻/ml)0.2mlを加えたのち、時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (8) 分液漏斗に水20mlを加え、さらに亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%) 0.2mlを加えたのち、時々ガス抜きを行い、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる。水相を 100ml ビーカーに受ける。
- (9) 分液漏斗に水20mlを加え、時々ガス抜きを行い、分液漏斗を 2分間激しくふりまぜる。
- (10) 水相を操作(8)の100mlビーカーに加える。有機相は捨てる。
- (11) ビーカーをホットプレートで加熱し沸騰する。
- (12) 塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)3mlを加え、加熱する。
- (13) 沈殿を吸引ろ過(ガラス繊維ろ紙(東洋GC-90 相当品) 24mm ϕ 、分離型フィルターホルダー及び耐圧びん使用)する。ろ液及び洗浄液は捨てる。ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、重量既知のろ紙を使用する。
- (14) ろ紙をフィルターホルダーからはずし、ポリエチレン袋に入れシーラーで密閉する。
- (15) 第 1 1 章に従い、ゲルマニウム半導体検出器による測定を行いヨウ素-126(389keV)及びヨウ素-130(536keV)の放射能測定及び放射能濃度を計算する。
- (16) ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、沈殿を乾燥器内で、80℃、1 時間乾燥し、30分間デシケーターに入れ、重量をはかる。1週間後、第 1 1 章に従い、LEPSによるヨウ素-125の γ 線の測定を行い回収率を求める。

7.2 燃焼-アルカリ溶液吸収法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉*¹¹ (熱中性子束密度、10¹³cm⁻²・s⁻¹程度)、ドラフトチャンバー

・装置

二連式管状型電気炉(図7-12)、乾燥器、冷凍庫、ゲルマニウム半導体検出器、低エネルギー光子スペクトロメータ[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]、天秤(秤量範囲0~200g、読み取り限度0.01mg以下)

*¹¹ 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使用できる。

・理化学器材

石英管（図7-1）、石英ウール、200mlガス洗浄瓶、
100ml分液漏斗、500mlビーカー、100mlビーカー、50mlビーカー、3mlビーカー、
100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、1ℓ耐圧びん、アスピレーター、
分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、
デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙（5種C）、
都市ガス（プロパンガス）-酸素用ハンドバーナー、ピペッター、チップ、
駒込ピペット用ゴムスポイト及び先を細くしたガラス管（トランスファーピペット）
あるいは測容ピペッター及びチップ、ステンレス鋼製シェーカー（図7-11）、
ステンレス鋼製ボール（図7-11）、ヨウ化物溶液封入用石英管（図7-13）、
24mmφろ紙用ポリエチレン袋、シーラー（ポリエチレン袋を密閉できるもの）、ガーゼ

・試薬

硝酸、硝酸(1+13)

水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液(5w/v%)、亜硝酸カリウム溶液(10w/v%)、
ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)、ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)、亜硫酸カリウム、
亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)、水酸化リチウム溶液(1w/v%)、
塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、
亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、臭素担体(250μgBr⁻/ml)、酸化銅(針状)、
ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)〔ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要〕、
水（イオン交換等により精製した水）、ベンゼン、酸素ガス、
都市ガスあるいはプロパンガス

①前処理

「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

- (1) 200mlガス洗浄瓶^{*12}を2本用意し、1本は1段目用として、水を180ml、水酸化カリウムを10g及び亜硫酸カリウムを1g入れる。もう1本は2段目用として、水を90ml、水酸化カリウムを5g及び亜硫酸カリウムを0.5g入れる（以下、図7-12を参照しながら行う）。

^{*12} 試料を加熱している間に、洗浄瓶の温度が上昇するので、ガーゼ等を巻き常に水でぬらしておく。

- (2) 外管の中央部の電気炉（B）に位置する部分に石英ウールを詰める。石英ウール中には触媒として酸化銅（針状）を包む。
- (3) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (4) 酸素ガスを内管に毎分100ml、外管に毎分200mlで流す。
- (5) 電気炉（B）の温度を1000℃にする。
- (6) 電気炉（A）を試料の右端に合わせ温度を1000℃とし、2時間程度かけ徐々に左側へ移動し、試料を燃焼する。
- (7) 燃焼終了後、電気炉のスイッチを切り、洗浄瓶を取りはずす。
- (8) 1段目と2段目のヨウ素を吸収した溶液を500mlビーカーに移す。洗浄瓶の内側を少量の水酸化カリウム溶液（5w/v%）で洗浄し、先の500mlビーカーに移す。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

- (1) ヨウ素を吸収した溶液を、ホットプレート上で、加熱濃縮し50ml程度とする。放冷後、あらかじめベンゼン^{*13}20mlを入れた100ml分液漏斗に移す。
- (2) かきまぜながら、硝酸を18ml程度加えpHを1に調節する。
- (3) 亜硝酸カリウム溶液^{*14}（10w/v%）5mlを徐々に加え、必要に応じてガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる^{*15}。
- (4) 静置後、水相はあらかじめベンゼン20mlを入れた新たな100ml分液漏斗に移す。有機相はろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら別の新たな100ml分液漏斗に移す。
- (5) 水相を入れた分液漏斗を2分間激しくふりまぜる。静置後、水相は捨てる。有機相は操作(4)の有機相にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (6) 水20mlを加え、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。

*13 ベンゼンの他、トルエン、キシレンも使える。ヨウ素量が1mgの場合、ベンゼンを使用したほうが、トルエン、キシレンより少し高い回収率が得られる（第2部解説）[解説1]。なお、ベンゼンは、環境庁の告示（平成5年）「人の健康の保護に関する環境基準」では、全公共用水域につき、基準値として0.01mg/l以下となっており、排水に関しては十分に注意する必要がある。

*14 I⁻をI₂へ酸化する。

*15 有機相は赤紫色となる。

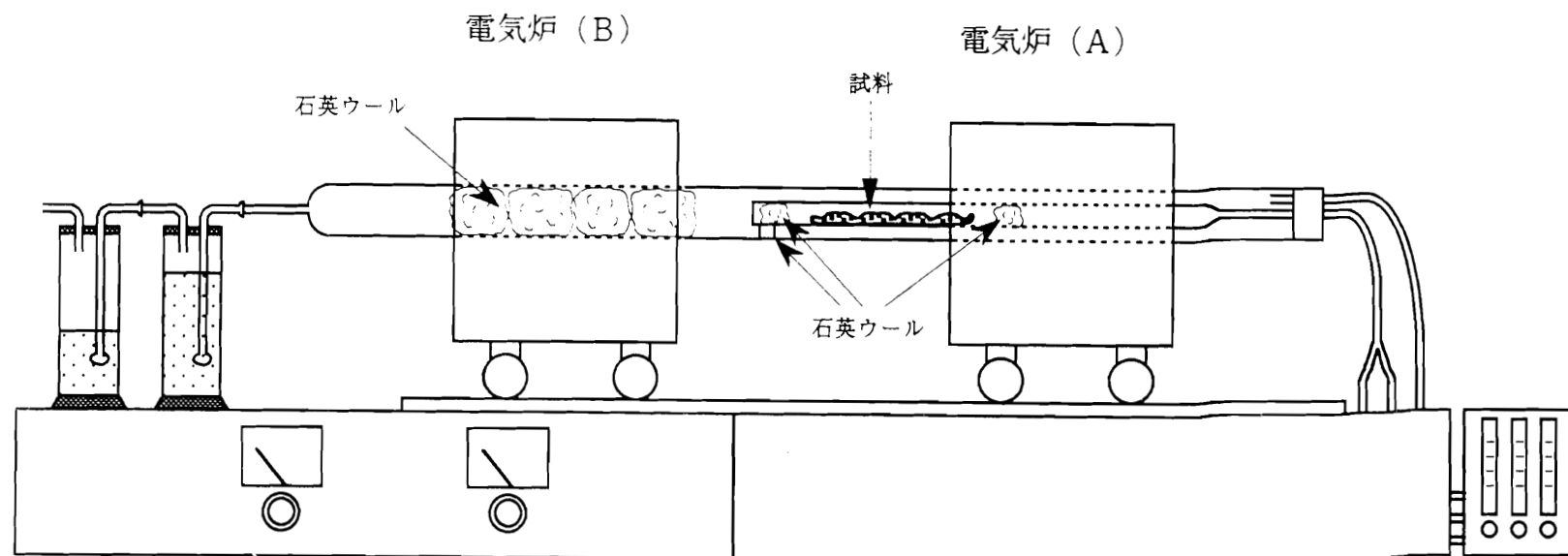


図 7 - 1 2 二連式管状型電気炉

- (7) 水20ml及び亜硫酸カリウム溶液^{*16}(10w/v%) 0.2mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*17}。
- (8) 水相を50mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (9) 時々ガス抜きを行い、2分間激しくふりまぜる。
- (10) 水相を操作(8)のビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (11) 水酸化リチウム溶液(1w/v%)0.1ml加え、ホットプレート上で加熱して、2ml程度まで濃縮し、3mlビーカーに移す。
- (12) ホットプレート上で加熱し、0.2ml程度まで濃縮し、駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管(トランスファーピペット)あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。
- (13) 3mlビーカーに、0.1mlの水を入れ、少し加熱しビーカーを洗浄する。駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管(トランスファーピペット)あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。
- (14) 石英管中の試料溶液を凍らせる。
- (15) プロパンガス及び酸素を用いたハンドバーナーで、石英管を溶封し、照射用試料とする。

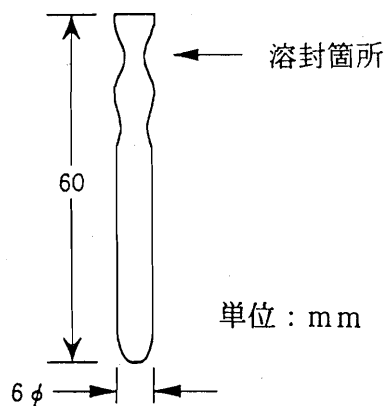


図 7 - 1 3 ヨウ化物溶液封入用石英管

④中性子照射及び照射後の化学分離

「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

^{*16} I_2 を I^- へ還元する。

^{*17} 有機相は無色となる。

7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) の定量

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬が必要である。

- 設備

原子炉^{*18}(熱中性子束密度 $10^{11} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度)、ドラフトチャンバー

- 装置

遠心分離器、ゲルマニウム半導体検出器

- 理化学器材

50ml遠沈管、24mmφろ紙用ポリエチレン袋、24mmφろ紙(5種C)、

シーラー(ポリエチレン袋を密閉できるもの)、50μl用ピペッター、チップ、

30mlニッケルるつぼ、ガスバーナー、50mlコニカルビーカー、ホットプレート、

24mmφガラス繊維ろ紙(東洋GC-90 相当品)、1ℓ 耐圧びん、アスピレーター、

分離型フィルター(フィルターサイズ20mmφ)

- 試薬

塩酸、水酸化カリウム溶液(10w/v%)、亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)、

ヨウ化カリウム溶液(0.1 mgI⁻/ml)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、

ヨウ化カリウム溶液あるいはヨウ化リチウム溶液(200mgI⁻/ml)、

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素量 5 %)、臭化カリウム溶液(1mgBr⁻/ml)、

融剤(水酸化カリウム3gと硝酸カリウム1gをよくかき混ぜたもの)、

水(イオン交換等により精製した水)

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

次の2種類の比較標準試料を作製する。

(1) 照射後化学処理した試料中の安定ヨウ素を定量するための比較標準試料(SD)

水酸化カリウム溶液(10w/v%) 1ml及び亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)0.1mlを加えたヨウ

化カリウム溶液(0.1mgI⁻/ml)100mlを作製する。この溶液50μlを、ポリエチレン袋に

入れた測定試料と同形状のろ紙(5種C 24mmφ)にしみ込ませ、ポリエチレン袋をシーラーで密閉する。

^{*18} 立教大学原子力研究所のTRIGAII型等が使える。

(2) ヨウ素の回収率を求めるため再放射化時に使用する比較標準試料(SY)

水酸化カリウム溶液(10w/v%) 1ml及び亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)0.1mlを加えたヨウ化カリウム溶液あるいはヨウ化リチウム溶液(200mgI⁻/ml)100mlを作製する。この溶液50μlを、ポリエチレン袋に入れた測定試料と同形状のろ紙(ガラス繊維ろ紙(東洋GC-90相当品)24mmφ)にしみ込ませ、ポリエチレン袋をシーラーで密閉する。

②土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の分析^{*19}

(1) 乾燥、粉碎した試料0.2g程度を正確に分取し、ポリエチレン袋に入れ、シーラーで密閉する。袋は比較標準試料(SD)と同規格のものを使用する。

(2) 試料を熱中性子束密度 $10^{11}\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度で2分間照射する。照射後、15分間程度放置する。

(3) 試料をドラフトチャンバー内で融剤(水酸化カリウム3gと硝酸カリウム1gをよくかきまぜたもの)を入れた30mlニッケルるつぼに移し、ヨウ素担体溶液(200mgI⁻/ml)50μlを加え、ホットプレート上で加熱し乾燥して、ガスバーナーにより熔融する。

(4) 冷却後、水10mlを加え、ホットプレート上で加熱しながら溶解する。50mlコニカルビーカーに移し、次亜塩素酸ナトリウム溶液^{*20}(有効塩素量5%)0.2mlと水を加え2分間ホットプレート上で加熱する。遠心分離後、上澄み液を新たな50mlコニカルビーカーに移す。

(5) 塩酸を加え、pH1とし、加熱する。

(6) 亜硫酸カリウム溶液^{*21}(10w/v%)を、溶液が褐色から無色となるまで加える。

(7) 臭化カリウム溶液(1mgBr⁻/ml)1mlと塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)3mlを加え、加熱し、生じたヨウ化パラジウムの沈殿を吸引ろ過(ガラス繊維ろ紙GC-90 24mmφ分離型フィルター及び耐圧びん使用)する。

(8) 沈殿をろ紙と共にポリエチレン袋に入れ、シーラーで密閉して測定試料とする。

^{*19} ヨウ素濃度が2.5μg/g乾土以上なら、第1部放射化学分析法第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」に記載されているイオンメーターを用いる方法でも定量できる。

^{*20} ヨウ素をIO₃⁻へ酸化する。

^{*21} IO₃⁻をI⁻へ還元する。

- (9) 直ちに測定試料のヨウ素-128の γ 線(443keV)を、ゲルマニウム半導体検出器により、測定する^{*22}。
- (10) 比較標準試料(SD)を分析試料と同じ条件で照射し、ヨウ素-128の γ 線(443keV)を測定する。
- (11) ヨウ素-128の減衰を待ため、1晩放置する。
- (12) 分離操作における回収率を求めるため、比較標準試料(SY)とともに、ヨウ素-128の γ 線の測定を終えた測定試料に再度中性子を10秒間程度照射して、ヨウ素-128の γ 線(443keV)を測定する^{*23}。

③試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)量の計算

- (1) ゲルマニウム半導体検出器による試料及び比較標準試料(SD)のヨウ素-128^{*24}の測定中の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$A_{128} \pm \sigma_{A_{128}} = (N_{xd128} \pm \sigma_{N_{xd128}}) \cdot \lambda_{128} \cdot tr_{xd} \cdot [1 - \exp(-\lambda_{128} \cdot tr_{xd})]^{-1} \cdot tl_{xd}^{-1}$$

$A_{128} \pm \sigma_{A_{128}}$: 試料の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{xd128} \pm \sigma_{N_{xd128}}$: 試料の ^{128}I の計数値とその計数誤差

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

tr_{xd} : 試料の測定時間(リアルタイム:s)

tl_{xd} : 試料の測定時間(ライブタイム:s)

^{*22} 測定試料は、沈殿を下に向けて検出器にできるだけ近づけ測定する。測定時間は、試料中のヨウ素含量にもよるが、通常1~5分間程度である。また、照射終了から計測開始まで1~2時間程度を要する。

^{*23} 照射した試料は、放射能が高いので、検出器から10cm程度離し、1分間程度測定する。

^{*24} ヨウ素-128の半減期は、24.99分である。

$$SD_{128} \pm \sigma_{SD128}$$

$$= (N_{sd128} \pm \sigma_{Nsd128}) \cdot \lambda_{128} \cdot tr_{sd} \cdot [1 - \exp(-\lambda_{128} \cdot tr_{sd})]^{-1} \cdot tl_{sd}^{-1}$$

$SD_{128} \pm \sigma_{SD128}$: 比較標準試料(SD)の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{sd128} \pm \sigma_{Nsd128}$: 比較標準試料(SD)の ^{128}I 計数値とその計数誤差

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

tr_{sd} : 比較標準試料(SD)の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_{sd} : 比較標準試料(SD)の測定時間 (ライブタイム:s)

(2) 比較標準試料(SD)の測定開始時における試料の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$B_{128} \pm \sigma_{B128} = (A_{128} \pm \sigma_{A128}) \cdot [\exp(-\lambda_{128} \cdot t_m)]$$

$B_{128} \pm \sigma_{B128}$: 試料の ^{128}I を比較標準試料(SD)の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$A_{128} \pm \sigma_{A128}$: 試料の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

t_m : 試料の測定開始時から比較標準試料(SD)の測定開始時までの時間(s)

(3) 化学分離操作における回収率の補正を行うため、放射化したヨウ化パラジウムをゲルマニウム半導体検出器により測定した結果について、試料及び比較標準試料(SY)のヨウ素-128の測定中の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$C_{128} \pm \sigma_{C128}$$

$$= (N_{xy128} \pm \sigma_{Nxy128}) \cdot \lambda_{128} \cdot tr_{xy} \cdot [1 - \exp(-\lambda_{128} \cdot tr_{xy})]^{-1} \cdot tl_{xy}^{-1}$$

$C_{128} \pm \sigma_{C128}$: 試料の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{xy128} \pm \sigma_{Nxy128}$: 試料の ^{128}I の計数値とその計数誤差

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

tr_{xy} : 試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_{xy} : 試料の測定時間 (ライブタイム:s)

$$SY_{128} \pm \sigma_{SY128}$$

$$= (N_{sy128} \pm \sigma_{Nsy128}) \cdot \lambda_{128} \cdot tr_{sy} \cdot [1 - \exp(-\lambda_{128} \cdot tr_{sy})]^{-1} \cdot tl_{sy}^{-1}$$

$SY_{128} \pm \sigma_{SY128}$: 比較標準試料(SY)の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{sy128} \pm \sigma_{Nsy128}$: 比較標準試料(SY)の ^{128}I の計数値とその計数誤差

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

tr_{sy} : 比較標準試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_{sy} : 比較標準試料の測定時間 (ライブタイム:s)

(4) 比較標準試料(SY)の測定開始時における試料の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$D_{128} \pm \sigma_{D128} = (C_{128} \pm \sigma_{C128}) \cdot [\exp(-\lambda_{128} \cdot t_n)]$$

$D_{128} \pm \sigma_{D128}$: 試料の ^{128}I を比較標準試料(SY)の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$C_{128} \pm \sigma_{C128}$: 試料の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

λ_{128} : ^{128}I の壊変定数(s^{-1})

t_n : 試料測定開始時から比較標準試料(SY)測定開始時までの時間(s)

(5) 化学分離操作における回収率を次式に従って求める。

$$Y \pm \sigma_Y = \frac{(D_{128} \pm \sigma_{D128}) \cdot (SY_{128} \pm \sigma_{SY128})^{-1}}{*25}$$

$Y \pm \sigma_Y$: 化学分離操作における回収率とその計数誤差

$D_{128} \pm \sigma_{D128}$: 試料の ^{128}I を比較標準試料(SY)の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$SY_{128} \pm \sigma_{SY128}$: 比較標準試料(SY)の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

*25 $(D_{128} \pm \sigma_{D128}) \cdot (SY_{128} \pm \sigma_{SY128})^{-1}$ の計算は、次式に従って求める。

$(D_{128} \pm \sigma_{D128}) \cdot (SY_{128} \pm \sigma_{SY128})^{-1}$ を $(A \pm B) \cdot (C \pm D)^{-1}$ と一般化すると、

$(A \pm B) \cdot (C \pm D)^{-1} = A/C \pm (A/C) \cdot [(B/A)^2 + (D/C)^2]^{1/2}$ となる。

(6) 試料中の安定ヨウ素量を次式に従って求める。

$$W_I \pm \sigma_{W_I} = (B_{128} \pm \sigma_{B_{128}}) \cdot (SD_{128} \pm \sigma_{SD_{128}})^{-1} \cdot (Y \pm \sigma_Y)^{-1} \cdot W_{127} \cdot W_X^{-1}$$

$W_I \pm \sigma_{W_I}$: 試料中の安定ヨウ素量 (mg/g、mg/ℓ 等)

$B_{128} \pm \sigma_{B_{128}}$: 試料の ^{128}I を比較標準試料(SD)の測定開始時に減衰補正した計数率
とその計数誤差(cps)

$SD_{128} \pm \sigma_{SD_{128}}$: 比較標準試料(SD)の ^{128}I の測定中の減衰補正後の計数率
とその計数誤差(cps)

$Y \pm \sigma_Y$: 化学分離操作における回収率とその計数誤差

W_{127} : 比較標準試料(SD)中のヨウ素量 (mg)

W_X : 分析供試量(g、ℓ 等)

第8章 水試料

水試料は陸水、牛乳^{*1}及び海水を対象とする。

陸水及び牛乳については、試料中のヨウ素を陰イオン交換樹脂に吸着させ、燃焼法あるいは次亜塩素酸ナトリウム溶離法によりヨウ素を分離・精製後、石英管に封入して中性子照射用試料を作製する。燃焼法には活性炭吸着法とアルカリ溶液吸収法が、次亜塩素酸ナトリウム溶離法には石英管気化封入法と石英管液体封入法がある。

海水については、硝酸銀を用いてヨウ素を分離・精製後、石英管気化封入法あるいは石英管液体封入法を用いて石英管に封入して中性子照射用試料を作製する。

なお、回収率の補正には、安定ヨウ素を定量する方法あるいはヨウ素-125を加える方法がある。安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、あらかじめ試料に含まれる安定ヨウ素を定量する必要がある。牛乳5ℓにはヨウ素が多くて1mg程度、海水5ℓにはヨウ素が多くて0.3mg程度含まれるため、「8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」に基づき試料中の安定ヨウ素を定量する。しかし、陸水5ℓには、ヨウ素が多くて0.05mg程度であり、分析開始前にヨウ素1mgを加えるので試料中の安定ヨウ素量の回収率への影響は5%程度以下となるため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。

8.1 陸水及び牛乳

8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法

8.1.1.1 活性炭吸着法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉^{*2}（熱中性子束密度、 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度）、ドラフトチャンバー

^{*1} 牛乳については化学分離操作が陸水と同じであるため、本マニュアルでは水試料として、取り扱うこととした。

^{*2} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使える。

・装置

三連式管状型電気炉（図7-2）、ヨウ素封入用管状電気炉（図7-3）、
乾燥器、ゲルマニウム半導体検出器、
低エネルギー光子スペクトロメータ〔ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合〕、
天秤（秤量範囲0～100g、読み取り限度0.01mg以下）

・理化学器材

5ℓメスシリンダー、5ℓビーカー、500mlビーカー、陰イオン交換樹脂、
石英管（図7-1）、石英ウール、酸素-水素用ハンドバーナー、液体窒素、
ジュワー瓶、真空ポンプ、ヨウ素封入用石英管（図7-4）、50ml三角フラスコ、
30cm程度の空気冷却管（50ml三角フラスコに取り付ける。）
100ml分液漏斗、100mlビーカー、100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、
分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、1ℓ耐圧びん、
アスピレーター、デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス棒、
47mmφガラス繊維ろ紙（東洋GA-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙（5種C）、
55mmφシリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）、200ml用タッパー、
ヨウ素封入用石英管立用スタンド（図7-10）、ピペッター、チップ、
ステンレス鋼製シェーカー（図7-11）、石英管粉碎用ステンレス鋼製ボール（図7-11）、
24mmφろ紙用ポリエチレン袋、シーラー（ポリエチレン袋を密閉できるもの）

・試薬・ガス

硝酸、硝酸（1+13）、水酸化ナトリウム溶液（24w/v%）、
亜硝酸ナトリウム溶液（10w/v%）、亜硫酸ナトリウム溶液（10w/v%）、
塩化パラジウム溶液（10mgPd²⁺/ml）、ヨウ素担体溶液（1mgI⁻/ml）、
ヨウ素担体溶液（10mgI⁻/ml）、臭素担体溶液（250μgBr⁻/ml）、
ヨウ素-125標準溶液（50Bq/ml）〔ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要〕、
水（イオン交換等により精製した水）、活性炭、酸化銅（針状）、ベンゼン、
酸素ガス、窒素ガス、水素ガス、ヘリウムガス

①陰イオン交換樹脂への吸着

- （1）陸水または牛乳 5ℓをメスシリンダーで、はかり取り 5ℓビーカーに移す。
- （2）ヨウ素担体溶液（1mgI⁻/ml）1ml及び亜硫酸ナトリウム（10w/v%）0.5mlを加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液（50Bq/ml）2ml

を正確に加える。

- (3) 陰イオン交換樹脂^{*3} 50mlを加え、30分間かきまぜ30分間静置する。
- (4) デカンテーションによりイオン交換樹脂が流出しないように注意して、別の新しい5ℓビーカーに陸水または牛乳を移す。イオン交換樹脂は 500mlビーカーに移す。
- (5) 陸水または牛乳に、再び陰イオン交換樹脂50mlを加え、30分間かきまぜ30分間静置する。
- (6) デカンテーションによりイオン交換樹脂が流出しないように注意して、陸水または牛乳を捨てる。イオン交換樹脂は操作(4) の500mlビーカーに合わせる。
- (7) 樹脂に温水(60～70℃)300mlを加えて、数秒間かきまぜて静置し、樹脂が沈降後、デカンテーションにより上澄み液を捨てる。この操作を洗液が透明になるまで繰り返す。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

- (1) 70℃で少し湿り気のある状態まで乾燥する。乾燥したイオン交換樹脂を、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管（図7-1）の内管に、少量ずつ薄く広げる。石英管の端を石英ウールで止める（以下、図7-2を参照しながら操作を行う。）。
- (2) 外管の細くなっている部分に石英ウールを詰め、活性炭3gを入れ、端を石英ウールで止める。
- (3) 外管に触媒として酸化銅（針状）を包んだ石英ウールを詰める。
- (4) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (5) 活性炭保温用電気炉（C）の温度を150℃にする。
- (6) 内管に窒素ガスを毎分100mlで流す。外管に酸素ガスを毎分200mlで流す。
- (7) 電気炉（B）の温度を1000℃にする。
- (8) 電気炉（A）を試料の右端に合わせ、温度を 240℃にする。
- (9) タールの発生状況、炭化状況を見ながら電気炉（A）を徐々に電気炉（B）の方に移す。酸素、窒素ガスの流量を一定に保つようにする。イオン交換樹脂は燃焼時の反応が激しく、タールの発生量が多いため、特に外管の酸素量が下がらないようにする。
- (10) 電気炉（A）を電気炉（B）に触れるまで移し、電気炉（A）の温度を280℃まで徐々に上げ、1時間程度燃焼する。
- (11) 燃焼が安定していれば、電気炉（A）の温度を 350℃まで段階的に上げ、電気炉（B）

^{*3} 第12章 「12.2 陰イオン交換樹脂」の調製を参照すること。

の部分で燃焼する。この状態を 2～3時間続ける。350℃までの昇温時間は試料の状態により異なり、燃焼の状況に応じて、石英管内の内圧が上昇しないように注意しながら行なう。

(12)可燃成分の燃焼後、電気炉（A）を試料の右端まで移す。

(13)電気炉（A）の温度を400℃にし、内管に酸素ガスを毎分50mlで流し、炭化した試料を燃焼させる。

(14)電気炉（A）を徐々に電気炉（B）の方に移し、内管の窒素ガスの流量を少なくする。

(15)さらに燃焼状態を見ながら電気炉（A）の温度を600℃に上げる。燃焼が激しくなるようであれば温度を下げる。

(16)内管の酸素ガスを毎分100mlで流し、さらに燃焼する。

(17)電気炉（A）が電気炉（B）に達した後、温度を1000℃に上げ試料を完全に燃焼する。
内管の出口にタールがたまっている時は、一時的に燃焼が激しくなる恐れがあるので、時間をかけて昇温する。

(18)電気炉（B）の温度を500℃に設定し、電気炉（A）のスイッチを切る。

(19)試料の燃焼終了後、ヨウ素を吸着させた活性炭の燃焼操作を行う。

(20)トラップ管の細い部分に、石英ウールを詰め、活性炭0.5 gを入れ、端を石英ウールで止める。外管左端のボールジョイント部分にトラップ管をクランプにより接続する。
外管を右にずらし、トラップ管が電気炉（C）に、（D）の右端部分が電気炉（B）の左端になるようにする。外管及び内管に、酸素ガスを毎分50mlで流す。

(21)活性炭（D）の着火、燃焼状態と圧力を見ながら内管の酸素ガスの流量を調節する。
電気炉（B）を徐々に左に移し、活性炭を完全に燃焼する。

(22)活性炭の燃焼終了後、ジョイント部をハンドバーナーで加熱し、燃え残ったタール分を燃焼する。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様の操作を行う。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の

操作を行う。

8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

- 設備

原子炉^{*4} (熱中性子束密度、 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度)

- 装置

二連式管状型電気炉 (図7-12)、乾燥器、冷凍庫、ゲルマニウム半導体検出器、
低エネルギー光子スペクトロメータ [ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]、
天秤 (秤量範囲0~100g、読み取り限度0.01mg以下)

- 理化学器材

5ℓメスシリンダー、5ℓビーカー、500mlビーカー、100mlビーカー、
石英管 (図7-1)、石英ウール、200mlガス洗浄瓶、100ml分液漏斗、陰イオン交換樹脂、
100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、1ℓ耐圧びん、アスピレーター、
分離型フィルターホルダー (フィルターサイズ20mmφ)、デシケーター、
90mmφろ紙用ガラス漏斗、3mlビーカー、プロパンガス-酸素用ハンドバーナー、
90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙 (5種C)、ピペッター、チップ、
駒込ピペット用ゴムスポイト及び先を細くしたガラス管 (トランスファーピペット)
あるいは測容ピペッター及びチップ、ヨウ化物溶液封入用石英管 (図7-13)、
25mmφろ紙用ポリエチレン袋、シーラー (ポリエチレン袋を密閉できるもの)、
ステンレス鋼製シェーカー (図7-11)、ステンレス鋼製ボール (図7-11)、ガーゼ

- 試薬・ガス

硝酸、硝酸 (1+13)、水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液 (5w/v%)、
亜硝酸カリウム溶液 (10w/v%)、ヨウ素担体溶液 ($1 \text{ mg I}^-/\text{ml}$)、
ヨウ素担体溶液 ($10 \text{ mg I}^-/\text{ml}$)、亜硫酸カリウム、亜硫酸カリウム溶液 (10w/v%)、
水酸化リチウム溶液 (1w/v%)、塩化パラジウム溶液 ($10 \text{ mg Pd}^{2+}/\text{ml}$)、
ヨウ素-125標準溶液 (50 Bq/ml) [ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要]、
酸化銅 (針状)、水 (イオン交換等により精製した水)、活性炭、ベンゼン、
酸素ガス、プロパンガス

^{*4} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使える。

①陰イオン交換樹脂の吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂の吸着」と同様の操作を行う。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

- (1) 70℃で少し湿り気のある状態まで乾燥する。あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に、乾燥したイオン交換樹脂を、少量ずつ内管内に薄く広げる。端を石英ウールで止める（以下図7-12を参照しながら操作を行う。）。(2) 200ml ガス洗浄瓶^{*5}を2本用意し、1本は1段目用として、水を180ml、水酸化カリウムを10g 及び亜硫酸カリウムを1g入れる。もう1本は2段目用として、水を90ml、水酸化カリウムを5g及び亜硫酸カリウムを0.5g入れる。
- (3) 外管に触媒として酸化銅（針状）を包んだ石英ウールを詰める。
- (4) 外管を燃焼装置に、内管を外管内に取り付ける。
- (5) 内管に窒素ガスを毎分100mlで流す。外管に酸素ガスを毎分100mlで流す。
- (6) 電気炉（B）の温度を1000℃にする。
- (7) 電気炉（A）を試料の右端に合わせ、温度を240℃にする。
- (8) タールの発生状況、炭化状況を見ながら電気炉（A）を徐々に左へ移動する。酸素ガス、窒素ガスの流量を一定に保つようにする。イオン交換樹脂は燃焼時の反応が激しく、またタールの発生量が多いため、特に外管の酸素量が下がらないように注意する。
- (9) 電気炉（A）を電気炉（B）に触れるまで移し、電気炉（A）の温度を280℃まで徐々に上げ、1時間程度燃焼する。燃焼が激しければ温度を下げる。
- (10) 燃焼が安定していれば、電気炉（A）の温度を350℃まで段階的に上げ、電気炉（B）の部分で燃焼する。この状態を2～3時間続ける。350℃までの昇温時間は試料の状態により異なり、燃焼の状況に応じて、石英管内の圧力が上昇しないように注意しながら行なう。
- (11) 可燃成分の燃焼終了後、電気炉（A）を試料の右端まで移動する。
- (12) 電気炉（A）の温度を400℃にし、内管に酸素ガスを毎分50mlで流し、炭化した試料を燃焼させる。
- (13) 電気炉（A）を徐々に移し、内管の窒素ガスの流量を少なくする。

^{*5} 試料を加熱している間に、洗浄瓶の温度が上昇するので、ガーゼ等を巻き常に水でぬらしておく。

- (14)さらに燃焼状態を見ながら電気炉（A）の温度を600℃に上げる。燃焼が激しくなるようであれば温度を下げる。
- (15)内管の酸素ガス流量を毎分100mlとし、さらに燃焼する。
- (16)電気炉（A）が電気炉（B）に達した後、温度を1000℃に上げ試料を完全に燃焼する。内管の出口にタールがたまっている時は、一時的に燃焼が激しくなる恐れがあるので時間をかけて昇温する。
- (17)燃焼終了後、電気炉のスイッチを切り、洗浄瓶を取りはずす。
- (18) 1段目と 2段目のヨウ素を吸収した溶液を 500ml ビーカーに移す。洗浄瓶の内側を少量の水酸化カリウム溶液(5w/v%) で洗浄し、先の 500ml ビーカーに移す。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

8.1.2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法

8.1.2.1 石英管気化封入法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬が必要である。

・設備

原子炉*⁶（熱中性子束密度、 $10^{13}\text{ cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度）、ドラフトチャンバー、

・装置

三連式管状型電気炉（図7-2）、ヨウ素封入用管状電気炉（図7-3）、

乾燥器、ゲルマニウム半導体検出器、

低エネルギー光子スペクトロメータ〔ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合〕、

天秤（秤量範囲0～100g、読み取り限度0.01mg以下）

・理化学器材

5ℓメスシリンダー、5ℓビーカー、500mlビーカー、300mlビーカー、

*⁶ 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使える。

100ml ビーカー、陰イオン交換樹脂、石英管（図7-1）、石英ウール、
 酸素-水素用ハンドバーナー、液体窒素、ジュワー瓶、真空ポンプ、
 ヨウ素封入用石英管、50ml 三角フラスコ、
 30cm程度の空気冷却管（50ml 三角フラスコに取り付ける。）
 500ml 分液漏斗、100ml 分液漏斗、100ml ビーカー用時計皿、ホットプレート、
 分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、1ℓ 耐圧びん、
 アスピレーター、デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス棒、
 55mmφシリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙（5種C）、
 200ml用タッパー、ガラスフィルター（3G、孔20～30μm）、
 ヨウ素封入用石英管立用スタンド（図7-10）、ステンレス鋼製シェーカー（図7-11）、
 石英管粉碎用ステンレス鋼製ボール（図7-11）、ピペッター、チップ、
 ポリエチレン袋、シーラー（ポリエチレン袋を密閉できるもの）

・試薬・ガス

硝酸、硝酸(1+13)、硫酸(1+1)、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)、
 亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5%)、
 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7w/v%)、亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、
 塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)、
 ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)、臭素担体溶液(250μgBr⁻/ml)、
 ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要]、
 水（イオン交換等により精製した水）、ベンゼン、酸素ガス、窒素ガス、水素ガス、
 ヘリウムガス

①陰イオン交換樹脂への吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様の操作を行う。

②陰イオン交換樹脂からの溶離

- (1) 洗浄の終わった樹脂に次亜塩素酸ナトリウム溶液^{*7}（有効塩素5%）100mlを加え、5分間かきまぜる。
- (2) 樹脂を吸引ろ過（ガラスフィルター3G、耐圧びん使用）する。
- (3) イオン交換樹脂は 300mlビーカーに移し、ろ液は新たな500mlビーカーに移す。

^{*7} I⁻をIO₃⁻へ酸化する。

- (4) 先のイオン交換樹脂に、さらに次亜塩素酸ナトリウム 100mlを加え 5分間かきまぜる。
- (5) 樹脂を吸引ろ過（ガラスフィルター3G、耐圧びん使用）する。ろ液は操作(3) の 500 mlビーカーに合わせる。樹脂は捨てる。
- (6) ガラス棒でかきまぜながら、硫酸(1+1)を加え^{*8}、溶液のpHを1とする。溶液からの発泡がなくなるまでかきまぜる。
- (7) さらに溶液をガラス棒でかきまぜながら、硫酸(1+1)48mlを加え、ホットプレート上で加熱し、発生する塩素を十分に追い出す。

③分離後のヨウ素の化学分離

- (1) 塩素を十分に追い出した溶液を放冷後、水を加え液量を400mlとし、500mlの分液漏斗へ移す。
- (2) ベンゼン50mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、1分間激しくふりまぜ、水相を新たな500ml分液漏斗に移し、ベンゼンは捨てる^{*9}。
- (3) ベンゼン50ml及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液^{*10} (7w/v%) 5mlを加える。栓をして、溶液を軽くふりまぜ、10分間放置する。
- (4) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる^{*11}。水相を新たな500ml分液漏斗に移す。
- (5) 有機相を水100mlを入れた500ml分液漏斗に、ろ過（分液ろ紙 90mm φ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (6) 操作(4) の水相を移した分液漏斗に、ベンゼン50ml及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (7w/v%)0.2mlを加える。栓をして、溶液を軽くふりまぜ、2分間放置する。
- (7) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (8) 有機相は先の有機相を入れた操作(5)の分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mm φ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (9) 分液漏斗を2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。

^{*8} 多量の塩素が発生するので、ドラフトチャンバー内で行う。

^{*9} 残っている塩素を取り除くための操作である。

^{*10} IO_3^- を I_2 へ還元する。

^{*11} 有機相は赤紫色となる。

- (10)水50ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*12}(10w/v%)0.5mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*13}。
- (11)水相を200mlビーカーに移す。有機相を分液漏斗に残し、水50mlを加える。
- (12)時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (13)水相を操作(11)の200mlのビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (14)溶液をホットプレートで加熱し5mlまで濃縮する。
- (15)塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)1mlを加え、沸騰するまで加熱する。
- (16)沈殿を吸引ろ過(シリカ繊維ろ紙(東洋QR-100相当品)55mmφ、分離型フィルターホルダー42mmφの下部のみを取り付けた耐圧びん使用)する。ろ液は捨てる。
- (17)沈殿をろ紙ごと乾燥器内で、80℃、1時間乾燥し、デシケーター内で放冷して、次の石英管への封入操作を行う。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様の操作を行う。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

8.1.2.2 石英管液体封入法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉^{*14}(熱中性子束密度、 $10^{13}\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度)

・装置

二連式管状型電気炉(図7-12)、乾燥器、冷凍庫、ゲルマニウム半導体検出器、低エネルギー光子スペクトロメータ[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]、天秤(秤量範囲0～100g、読み取り限度0.01mg以下)

*12 I₂をI⁻へ還元する。

*13 有機相は無色となる。

*14 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使える。

・理化学器材

5 l メスシリンダー、5 l ビーカー、500 ml ビーカー、300 ml ビーカー、
100 ml ビーカー、3 ml ビーカー、陰イオン交換樹脂、石英管 (図7-1)、石英ウール、
200 ml ガス洗浄瓶、500 ml 分液漏斗、100 ml 分液漏斗、100 ml ビーカー用時計皿、
ホットプレート、分離型フィルターホルダー(フィルターサイズ20 mm φ)、
1 l 耐圧びん、アスピレーター、デシケーター、90 mm φろ紙用ガラス漏斗、
プロパンガス- 酸素用ハンドバーナー、90 mm φ分液ろ紙、24 mm φろ紙(5種C)、
ステンレス鋼製シェーカー(図7-11)、ステンレス鋼製ボール(図7-11)、
24 mm φろ紙用ポリエチレン袋、駒込ピペット用ゴムスポイト及び先を細くしたガラス管
(トランスファーピペット) あるいは測容ピペッター及びチップ、ガラス棒、
ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)、ガラスフィルター(3G: 孔20~30 μm)
シーラー(ポリエチレン袋を密閉できるもの)、ピペッター、チップ、ガーゼ

・試薬・ガス

硝酸、硝酸(1+13)、硫酸(1+1)、水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液(5 w/v%)、
亜硝酸カリウム溶液(10 w/v%)、ヨウ素担体溶液(1 mg I⁻/ml)、
ヨウ素担体溶液(10 mg I⁻/ml)、亜硫酸カリウム、亜硫酸カリウム溶液(10 w/v%)、
水酸化リチウム溶液(1 w/v%)、塩化パラジウム溶液(10 mg Pd²⁺/ml)、
ヨウ素-125標準溶液(50 Bq/ml)[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要]、
酸化銅(針状)、水(イオン交換等により精製した水)、ベンゼン、酸素ガス、
プロパンガス

①陰イオン交換樹脂への吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様の操作を行う。

②陰イオン交換樹脂からの溶離

「8.1.2.1 石英管気化封入法」の「②陰イオン交換樹脂からの溶離」と同様の操作を行
う。

③溶離後のヨウ素の化学分離

(1) 塩素を十分に追い出した溶液を放冷後、水を加え液量を400 mlとし、500 mlの分液漏斗
へ移す。

- (2) ベンゼン50mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、1分間激しくふりまぜ、水相を新たな500ml分液漏斗に移し、ベンゼンは捨てる^{*15}。
- (3) ベンゼン50ml及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液^{*16}(7w/v%)5mlを加える。栓をして、溶液を軽くふりまぜ、10分間放置する。
- (4) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる^{*17}。水相は新たな500ml分液漏斗に移す。
- (5) 有機相を、あらかじめ水100mlを入れた500ml分液漏斗に、ろ過(分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用)しながら移す。
- (6) 操作(4)の水相を移した分液漏斗に、ベンゼン50ml及び塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7w/v%)0.2mlを加える。栓をして、溶液を軽くふりまぜ、2分間放置する。
- (7) 時々ガス抜きを行いながら、分液漏斗を2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (8) 有機相を、操作(5)の有機相を入れた分液漏斗にろ過(分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用)しながら移す。
- (9) 2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (10) 水50ml及び亜硫酸カリウム溶液^{*18}(10w/v%) 0.1mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*19}。
- (11) 水相を200mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水50mlを加える。
- (12) 時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (13) 水相を操作(11)の200mlビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (14) 水酸化リチウム溶液(1w/v%) 0.1mlを加え、ホットプレート上で加熱して、2mlまで濃縮し、3mlビーカーに移す。
- (15) ホットプレート上で加熱し、0.2ml程度まで濃縮し、駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管(トランスファーピペット)あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。

*15 残っている塩素を取り除くための操作である。

*16 IO_3^- を I_2 へ還元する。

*17 有機相は赤紫色となる。

*18 I_2 を I^- へ還元する。

*19 有機相は無色となる。

(16) 3ml ビーカーに、0.1ml の水を入れ、少し加熱しビーカーを洗浄する。駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管（トランスファーピペット）あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、操作(15)のヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。

(17) 石英管中の試料溶液を凍らせる。

(18) プロパンガス及び酸素ガスを用いたハンドバーナーで、石英管を封じ、照射用試料とする。

④ 中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

8.2 海水

8.2.1 石英管気化封入法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉^{*20}（熱中性子束密度、 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度）、ドラフトチャンバー

・装置

ゲルマニウム半導体検出器、ヨウ素封入用管状電気炉(図7-3)、

低エネルギー光子スペクトロメータ[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]、

天秤（秤量範囲0～100g、読み取り限度0.01mg以下）

・理化学器材

5ℓメスシリンダー、5ℓビーカー、300mlビーカー、200mlビーカー、

100mlビーカー、酸素－水素用ハンドバーナー、ジュワー瓶、真空ポンプ、

ヨウ素封入用石英管(図7-4)、300ml分液漏斗、100ml分液漏斗、

100mlビーカー用時計皿、ホットプレート、1ℓ耐圧びん、アスピレーター、

分離型フィルターホルダー（フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ）、

デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス棒、110mmφろ紙用ブフナー漏斗、

55mmφシリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙(5種C)、

110mmφろ紙(5種C)、200ml用タッパー、ヨウ素封入用石英管立用スタンド(図7-10)、

^{*20} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使用できる。

ステンレス鋼製シェーカー(図7-11)、石英管粉碎用ステンレス鋼製ボール(図7-11)、
ポリエチレン袋、シーラー(ポリエチレン袋を密閉できるもの)、ピペッター、チップ

・試薬

硝酸、硝酸(1+6)、硝酸(1+13)、硫酸(1+5)、硫酸ヒドラジニウム飽和溶液、
硝酸銀溶液(0.3w/v%)、粉末状亜鉛、亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、
亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、
臭素担体溶液(250µgBr⁻/ml)、ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)、
ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)、ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)[ヨウ素-125を用い
て回収率を補正する場合に必要]、水(イオン交換等により精製した水)、
ベンゼン、酸素ガス、水素ガス、ヘリウムガス、液体窒素

①ヨウ素の化学分離

- (1) 海水5ℓをメスシリンダーではかり取り、5ℓビーカーに移す。
- (2) ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)1ml及び硫酸(1+5)20mlと硫酸ヒドラジニウム飽和溶液
40mlを加える。ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液(50
Bq/ml)2mlを正確に加える。
- (3) よくかきまぜ、10分間放置する。
- (4) 硝酸銀溶液(0.3w/v%)100mlを、かきまぜながら徐々に加え、ハロゲン化銀の沈殿を生
成する。
- (5) ろ過(ろ紙(5種C)110mmφ、ブフナー漏斗及び耐圧びん使用)し、ろ液は捨てる。
- (6) ろ紙ごと300mlビーカーに移す。水50mlと粉末状亜鉛1gと硫酸(1+5) 0.5mlを加え、
1分間加熱する。
- (7) 生じた銀の金属と過剰の亜鉛をろ過(ろ紙(5種C)110mmφ及びガラス漏斗使用)する。
ろ液は 200mlビーカーに受ける。残留物は捨てる。
- (8) ろ液を、あらかじめベンゼン*²¹20mlを入れた 300ml分液漏斗に移す。

*²¹ ベンゼンの他、トルエン、キシレンも使える。ヨウ素量が1mgの場合、ベンゼンを使
用したほうが、トルエン、キシレンより少し高い回収率が得られる(解説第2部)[解
説1]。なお、ベンゼンは、環境庁の告示(平成5年)「人の健康の保護に関する環境基
準」では、全公共用水域につき、基準値として0.01mg/ℓ以下となっており、排水に関
しては十分に注意する必要がある。

- (9) 硝酸(1+6)1mlと亜硝酸ナトリウム溶液^{*22}(10w/v%)1mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*23}。水相は新たな300ml分液漏斗に移す。
- (10)有機相を、あらかじめ水20mlを入れた100ml分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (11)操作(9)の水相を入れた分液漏斗に、ベンゼン20mlを入れ、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (12)有機相を、操作(10)の分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (13)分液漏斗を、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (14)水20ml及び亜硫酸ナトリウム溶液^{*24}(10w/v%)0.2mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*25}。
- (15)水相を 100mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (16)時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。
- (17)水相を操作(15)の 100mlビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (18)ホットプレート上で加熱し、5mlまで濃縮する。
- (19)パラジウム担体溶液(10mgPd²⁺/ml)1mlを加え、沸騰するまで加熱する。
- (20)沈殿を吸引ろ過（シリカ繊維ろ紙（東洋QR-100相当品）55mmφ、分離型フィルターホルダー42mmφの下部のみを取り付けた耐圧びん使用）する。ろ液は捨てる。
- (21)沈殿をろ紙ごと乾燥器内80℃で1時間乾燥し、デシケーター内で放冷して、次の石英管への封入操作を行う。

②石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様の操作を行う。

③中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

^{*22} I⁻をI₂へ酸化する。

^{*23} 有機相は赤紫色となる。

^{*24} I₂をI⁻へ還元する。

^{*25} 有機相は無色となる。

8.2.2 石英管液体封入法

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉^{*26}(熱中性子束密度、 $10^{13}\text{cm}^{-2}\cdot\text{sec}^{-1}$ 程度)、ドラフトチャンバー

・装置

ゲルマニウム半導体検出器、冷凍庫、

低エネルギー光子スペクトロメータ〔ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合
に必要〕、

天秤(秤量範囲0~100g、読み取り限度 0.01mg以下)

・理化学器材

5ℓメスシリンダー、5ℓビーカー、300mlビーカー、200mlビーカー、

100mlビーカー、3mlビーカー、プロパンガス-酸素用ハンドバーナー、液体窒素、

ジュワー瓶、真空ポンプ、300ml分液漏斗、100ml分液漏斗、100mlビーカー用時計皿、

ホットプレート、分離型フィルターホルダー(フィルターサイズ20mmφ及び42mmφ)、

1ℓ耐圧びん、アスピレーター、デシケーター、90mmφろ紙用ガラス漏斗、ガラス棒、

55mmφシリカ繊維ろ紙(東洋QR-100相当品)、90mmφ分液ろ紙、24mmφろ紙(5種C)、

110mmφろ紙(5種C)、200ml用タッパー、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)、

ステンレス鋼製シェーカー(図7-11)、石英管粉碎用ステンレス鋼製ボール(図7-11)、

24mmφろ紙用ポリエチレン袋、シーラー(ポリエチレン袋を密閉できるもの)、

110mmφろ紙用ブフナー漏斗、ピペッター、チップ、

駒込ピペット用ゴムスポイト及び先を細くしたガラス管(トランスファーピペット)

あるいは測容ピペッター及びチップ

・試薬・ガス

硝酸、硝酸(1+6)、硝酸(1+13)、硫酸(1+5)、硫酸ヒドラジニウム飽和溶液、

硝酸銀溶液(0.3w/v%)、粉末状亜鉛、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)、

亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%)、亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)、

塩化パラジウム溶液($10\text{mgPd}^{2+}/\text{ml}$)、ヨウ素担体溶液($1\text{mgI}^{-}/\text{ml}$)、

ヨウ素担体溶液($10\text{mgI}^{-}/\text{ml}$)、臭素担体溶液($250\mu\text{gBr}^{-}/\text{ml}$)、

^{*26} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使用できる。

ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要]、
亜硝酸カリウム溶液(10w/v%)、亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)、
水酸化リチウム溶液(1w/v%)、水(イオン交換等により精製した水)、ベンゼン、
酸素ガス、プロパンガス

①ヨウ素の化学分離

- (1) 海水 5ℓをメスシリンダーではかり取り、5ℓビーカーに移す。
- (2) ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)1ml及び硫酸(1+5)20mlと硫酸ヒドラジニウム飽和溶液40mlを加える。ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml) 2mlを正確に加える。
- (3) よくかきまぜ、10分間放置する。
- (4) 硝酸銀溶液(0.3w/v%)100mlをかきまぜながら徐々に加え、ハロゲン化銀の沈殿を生成する。
- (5) 沈殿をろ過(ろ紙(5種C)110mmφ、ブフナー漏斗及び耐圧びん使用)する。ろ液は捨てる。
- (6) ろ紙ごと300mlビーカーに移す。水50mlと粉末状亜鉛 1gと硫酸(1+5) 0.5mlを加え、1分間加熱する。
- (7) 生じた銀の金属と過剰の亜鉛をろ過(ろ紙(5種C)110mmφ及びガラス漏斗使用)する。ろ液は200mlビーカーに受ける。残留物は捨てる。
- (8) ろ液は、あらかじめベンゼン^{*27} 20mlを入れた300ml分液漏斗に移す。
- (9) 硝酸(1+6) 1mlと亜硝酸カリウム溶液^{*28}(10w/v%) 1mlを加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*29}。水相は新たな300ml分液漏斗に移す。

^{*27} ベンゼンの他、トルエン、キシレンも使える。ヨウ素量が1mgの場合、ベンゼンを使用したほうが、トルエン、キシレンより少し高い回収率が得られる(第2部解説)[解説1]。なお、ベンゼンは、環境庁の告示(平成5年)「人の健康の保護に関する環境基準」では、全公共用水域につき、基準値として0.01mg/ℓ以下となっており、排水に関しては十分に注意する必要がある。

^{*28} I⁻をI₂へ酸化する。

^{*29} 有機相は赤紫色となる。

- (10)有機相を、あらかじめ水20mlを入れた100ml分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (11)操作(9)の水相を入れた分液漏斗に、ベンゼン20mlを入れ、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる。水相は捨てる。
- (12)有機相を、操作(10)の有機相を入れた分液漏斗にろ過（分液ろ紙 90mmφ及びガラス漏斗使用）しながら移す。
- (13)分液漏斗を、2分間激しくふりまぜ、有機相を洗浄する。水相は捨てる。
- (14)水20ml及び亜硫酸カリウム溶液^{*30}(10w/v%) 0.1mlを分液漏斗に加え、時々ガス抜きを行いながら、2分間激しくふりまぜる^{*31}。
- (15)水相を 100mlビーカーに移す。有機相は分液漏斗に残し、水20mlを加える。
- (16)時々ガス抜きを行い、2分間激しくふりまぜる。
- (17)水相を操作(15)の100mlビーカーに合わせる。有機相は捨てる。
- (18)水酸化リチウム溶液 (1w/v%)0.1mlを加え、ホットプレート上で加熱し、2mlまで濃縮して、3mlビーカーに移す。
- (19)ホットプレート上で加熱し、0.2ml程度まで濃縮し、駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管（トランスファーピペット）あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。
- (20)3mlビーカーに、水0.1mlを入れ、少し加熱しビーカーを洗浄する。駒込ピペット用ゴムスポイトを付けた先を細くしたガラス管（トランスファーピペット）あるいは先の細長いチップを付けた測容ピペッターで、ヨウ化物溶液封入用石英管(図7-13)に移す。
- (21)石英管中の試料溶液を凍らせる。
- (22)プロパンガス及び酸素ガスを用いたハンドバーナーで石英管を溶封し、照射用試料とする。

②中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

*30 I₂をI⁻へ還元する。

*31 有機相は無色となる。

8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量

この項において、必要な設備、装置、理化学器材及び試薬は次のとおりである。

- ・設備

原子炉^{*32}(熱中性子束密度 $10^{11} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度)

- ・装置

凍結乾燥器、粉碎器、ゲルマニウム半導体検出器

- ・理化学器材

24mmφろ紙用ポリエチレン袋、24mmφろ紙(5種C)、

シーラー(ポリエチレン袋を密閉できるもの)、

24mmφガラス繊維ろ紙(東洋GC-90 相当品)、

200mlコニカルビーカー、50mlコニカルビーカー、ホットプレート、

ガラス繊維ろ紙(東洋GC-90 相当品)24mmφ、1ℓろ過鐘、ピペッター、チップ、

分離型フィルター(フィルターサイズ20mmφ)、1ℓ耐圧びん、アスピレーター

- ・試薬

塩酸、水酸化カリウム溶液(10w/v%)、亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)、

ヨウ化カリウム溶液 (0.1 mgI⁻/ml)、

ヨウ化カリウム溶液あるいはヨウ化リチウム溶液(200mgI⁻/ml)、

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素量 5 %)、臭化カリウム溶液(1mgBr⁻/ml)、

塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)、水(イオン交換等により精製した水)

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量」の「①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製」と同様の操作を行う。

②牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の分析^{*33}。

^{*32} 立教大学原子力研究所のTRIGAⅡ型等が使用できる。

^{*33} ヨウ素濃度が2.5μg/g乾物以上なら、第1部放射化学分析法第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」に記載されているイオンメーターを用いる方法でも定量できる。

- (1) 牛乳及び海水試料を凍結乾燥器により乾燥し、粉碎器により粉碎する。粉碎した牛乳試料は0.5g程度を、海水試料は0.1g程度^{*34}をポリエチレン袋に正確にはかりとり、シーラーで密閉する。袋は比較標準試料(SD)と同規格のものを使用する。
- (2) 熱中性子束密度 $10^{11} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度で牛乳試料は 5分間、海水試料は 2分間照射する。照射後、10分間程度冷却する。
- (3) ヨウ素担体溶液($200 \text{ mg I}^- / \text{ml}$) $50 \mu\text{l}$ 及び次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素量5%) 20 ml を加え、加熱し試料を溶解する。
- (4) 塩酸を加えてpHを1 にして、加熱し、吸引ろ過 (ガラス繊維ろ紙 (東洋GC-90 相当品) 24 mm ϕ 分離型フィルター及びろ過鐘使用) する。ろ液は 50 ml コニカルビーカーに受ける。
- (5) ろ液に亜硫酸カリウム溶液 ($10 \text{ w/v}\%$) を、溶液がかっ色から無色となるまで加える。
- (6) 臭化カリウム溶液($1 \text{ mg Br}^- / \text{ml}$) 1 ml と塩化パラジウム溶液($10 \text{ mg Pd}^{2+} / \text{ml}$) 3 ml を加え、生じたヨウ化パラジウムの沈殿を、吸引ろ過 (ガラス繊維ろ紙 (東洋GC-90 相当品) 24 mm ϕ 分離型フィルター及び耐圧びん使用) する。
- (7) 沈殿をろ紙と共にポリエチレン袋に入れ、シーラーで密封して測定試料とする。
- (8) 直ちに測定試料中のヨウ素-128の γ 線(443 keV)を、ゲルマニウム半導体検出器により、測定する^{*35}。
- (9) 比較標準試料(SD)を分析試料と同じ条件で照射し、ヨウ素-128の γ 線(443 keV)を測定する。
- (10) ヨウ素-128の減衰を待つため、1晩放置する。
- (11) 分析操作における回収率を求めるため、比較標準試料 (SY) とともに、ヨウ素-128の γ 線の測定を終えた測定試料に再度中性子を照射し、ヨウ素-128の γ 線(443 keV)を測定する^{*36}。

^{*34} 海水試料は中性子を照射するとナトリウム等の妨害ピークが多数あるため、0.1gよりあまり多くするとヨウ素の定量が困難となる。

^{*35} 測定試料は、沈殿を下に向けて検出器にできるだけ近づけ測定する。測定時間は、試料中のヨウ素量にもよるが、通常1〜5分間程度である。また、照射終了から計測開始まで1〜2時間程度を要する。

^{*36} 照射した試料は、放射能が高いので、検出器から10cm程度離し、1分間程度測定する。

③試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）量の計算

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」の「③試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）量の計算」と同様に行う。

第9章 生物試料

生物試料は野菜、精米及び海藻を対象とする。

あらかじめ乾燥しておいた試料を、燃焼しながらヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはヨウ素をアルカリ溶液に吸収させるアルカリ溶液吸収法によりヨウ素を分離・精製して、石英管に封入して中性子照射用試料を作製する。

なお、回収率の補正には、安定ヨウ素を定量する方法あるいはヨウ素-125を加える方法がある。安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、あらかじめ試料に含まれる安定ヨウ素を定量する必要がある。海藻試料には $1 \sim 1,300 \mu\text{g/g}$ 生程度、野菜300g生相当に含まれるヨウ素は多くて 0.1mg 程度であるため、「9.3 中性子照射による生物試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」に基づき、試料中のヨウ素を定量する。しかし、精米50gに含まれるヨウ素は多くて 0.005mg 程度であり、分析開始前にヨウ素1mgを加えるので、試料中のヨウ素量の回収率への影響は0.5%程度以下となるため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。

9.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において、必要な設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」と同様である。

①各種試料の前処理

i) 野菜

(1) 野菜*¹ 1kg程度を60～70℃程度で乾燥し、重量をはかる。粉碎し、30 g程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。

*¹ 各種野菜に含まれるおおよそのヨウ素量を示す。

種 類	ヨウ素濃度 ($\mu\text{g/g}$ 生)
キャベツ	0.002 ～ 0.03
ダイコン	0.005 ～ 0.01
タマネギ	0.003 ～ 0.04
ニンジン	0.003 ～ 0.03
ハクサイ	0.01 ～ 0.02
ホウレンソウ	0.01 ～ 0.1

(2) ヨウ素担体溶液 ($1\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml を加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液 ($50\text{Bq}/\text{ml}$) 2ml を正確に加える。

(3) 石英管の端を石英ウールで止める。

ii) 精米

(1) 精米^{*2}を粉状化した試料 50g 程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。

(2) ヨウ素担体溶液 ($1\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml を加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液 ($50\text{Bq}/\text{ml}$) 2ml を正確に加える。

(3) 石英管の端を石英ウールで止める。

iii) 海藻

(1) 海藻 1kg 程度を $60\sim 70^\circ\text{C}$ 程度で乾燥し、乾燥後の重量をはかる。粉碎し、 30g 程度を正確にはかりとり、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。供試量はヨウ素量が 20mg ^{*3}をあまり超えないように、海藻の種類により適量を決める^{*4}。

(2) 供試料中のヨウ素が 1mg 以下のものには、ヨウ素担体溶液 ($1\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml を加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液 ($50\text{Bq}/\text{ml}$) 2ml を正確に加える。

(3) 石英管の端を石英ウールで止める。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

*² 精米中のヨウ素は $0.002\mu\text{g}/\text{g}$ から $0.01\mu\text{g}/\text{g}$ 程度である。

*³ 20mg をあまり超えると中性子照射後ゲルマニウム半導体検出器で測定を行う時に、ヨウ素-126のピークが大きくなり、ヨウ素-130のピークの検出可能レベルが高くなる。

*⁴ 各種海藻に含まれるおよそのヨウ素濃度及び供試量を示す。

種 類	ヨウ素濃度 ($\mu\text{g}/\text{g}$ 生)		乾燥残分* (%)	乾燥供試量 (g)	
アサガリ (アサリ)	1	～ 30	5		30
コンブ	30	～ 1,300	20	1	～ 30
ヒジキ	30	～ 530	20	7.5	～ 30
ワカメ	10	～ 130	5	7.5	～ 30

* 代表的な例

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様の操作を行う。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

9.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

この項において、必要な設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第7章「7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」と同様である。

①各種試料の前処理

「9.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①各種試料の前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

9.3 中性子照射による生物試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量

この項において、必要な設備、装置、理化学材料及び試薬は、第8章「8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」と同様である。

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」の「①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製」と同様の操作を行う。

②生物試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の分析^{*5}

第8章「8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」の「②牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の分析」と同様の操作を行う。ただし、海藻の分析供試量は0.05g 程度とする。

③試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）量の計算

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）の定量」の「③試料中の安定ヨウ素（ヨウ素-127）量の計算」と同様に行う。

^{*5} ヨウ素濃度が $2.5\mu\text{g/g}$ 乾物以上なら、第1部放射化学分析法第1章「1.3 土試料中の安定ヨウ素の定量」に、記載されているイオンメーターを用いる方法でも定量できる。

第 10 章 大気浮遊じん

大気浮遊じんを吸引したろ紙及び活性炭ろ紙または活性炭カートリッジを燃焼し、ヨウ素を活性炭に吸着させる活性炭吸着法あるいはヨウ素をアルカリ溶液に吸収させるアルカリ溶液吸収法によりヨウ素を分離・精製後、石英管に封入して中性子照射用試料を作製する。

なお、回収率の補正には、安定ヨウ素を定量する方法あるいはヨウ素-125を加える方法がある。安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、あらかじめ試料中に含まれる安定ヨウ素量を求める必要があるが、大気 $1,000\text{m}^3$ には、ヨウ素が多くて 0.002mg 程度であり、分析開始前にヨウ素 1mg を加えるので、試料中の安定ヨウ素量の回収率への影響は 0.2% 程度以下となるため、試料中の安定ヨウ素の定量は行わない。

10.1 燃焼－活性炭吸着法

この項において、必要な設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」と同様である。

①前処理

- (1) 大気 $1,000\text{m}^3$ を吸引したろ紙及び活性炭ろ紙または活性炭カートリッジを、あらかじめ先の細くなっている方に石英ウールを詰めた石英管の内管に入れる。
- (2) ヨウ素担体溶液 ($1\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml を加える。また、ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125標準溶液 ($50\text{Bq}/\text{ml}$) 2ml を正確に加える。
- (3) 石英管の端を石英ウールで止める。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様の操作を行う。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

10.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

この項において、必要な設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスは、第7章「7.1 燃焼－アルカリ溶液吸収法」と同様である。

①前処理

「10.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様の操作を行う。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様の操作を行う。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様の操作を行う。

④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様の操作を行う。

第 1 1 章 測定

第 7 章、第 8 章、第 9 章及び第 1 0 章で作製した照射用試料を本章で作製する比較標準試料と一緒に中性子を照射し、 $^{129}\text{I}(\text{n}, \gamma)^{130}\text{I}$ の核反応により生成したヨウ素-130^{*1}の γ 線を測定して、照射用試料中のヨウ素-129を定量する。また、回収率の補正に安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、 $^{127}\text{I}(\text{n}, 2\text{n})^{126}\text{I}$ の核反応により生成したヨウ素-126^{*2}の γ 線を測定して安定ヨウ素(ヨウ素-127) を定量する^{*3}。

11.1 比較標準試料の作製及び中性子照射

この項において、次の設備、装置、理化学器材及び試薬・ガスが必要である。

・設備

原子炉^{*4} (熱中性子束密度 $10^{13}\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度)、ドラフトチャンバー

・装置

ゲルマニウム半導体検出器、

低エネルギー光子スペクトロメータ[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合]

・理化学器材

石英管アンプル、酸素-水素炎用ハンドバーナー、ジュワー瓶、スタンド

・試薬

ヨウ素-129標準溶液($10\text{Bq}/\text{ml}$)、ヨウ素標準溶液($20\text{mgI}^{-}/\text{ml}$)、

ヨウ素-125標準溶液($50\text{Bq}/\text{ml}$)、水素ガス、酸素ガス、液体窒素

- (1) ヨウ素-129 標準溶液を希釈し、 $50\mu\text{l}$ の中にヨウ素-129が 0.05Bq 、また、安定ヨウ素(ヨウ素-127) が 1mg 程度含まれる比較標準試料溶液を作製する。ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合は、ヨウ素-125を 100Bq 程度加える。

^{*1} ヨウ素-130の半減期は12.36時間である。

^{*2} ヨウ素-126の半減期は13.02日である。 $^{127}\text{I}(\text{n}, \gamma)^{128}\text{I}$ の核反応により生成したヨウ素-128(半減期: 24.99分) は中性子照射後24時間冷却するため十分減衰している。

^{*3} 中性子照射後の γ 線スペクトル図については(第 2 部解説) [解説 4] 参照のこと。

^{*4} 日本原子力研究所東海研究所のJRR-4等が使用できる。

- (2) 比較標準試料溶液50 μ lを石英製アンプルに分取する。石英製アンプルを液体窒素で冷却し、さらに真空ポンプを用いて減圧しながら、水素と酸素を用いたハンドバーナーで溶封して、中性子放射化分析用比較標準試料とする。
- (3) 第7章から第10章で作製した照射用試料と共に、照射用カプセルに入れ、熱中性子束密度 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度で40分間照射し、照射用試料と同様に化学分離してヨウ化パラジウムの沈殿を生成する。

11.2 γ 線スペクトロメトリー

ゲルマニウム半導体検出器により、照射用試料及び比較標準試料のヨウ化パラジウムの沈殿中のヨウ素-130(536keV)の γ 線スペクトロメトリーを行う。また、回収率の補正に、安定ヨウ素を定量する方法を選択した時は、照射用試料及び比較標準試料のヨウ素-126(389keV)の γ 線スペクトロメトリーを行う。回収率の補正に、ヨウ素-125を加える方法を選択した時は、中性子照射から1週間後に、低エネルギー光子スペクトロメータ(LEPS)により、照射用試料及び比較標準試料のヨウ化パラジウムの沈殿中のヨウ素-125(35.49keV)の γ 線スペクトロメトリーを行う。

測定時間は、ゲルマニウム半導体検出器については熱中性子束密度 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度、照射時間40分で、5.5 時間程度、LEPSについては1日である。

11.3 ヨウ素-129の放射能濃度の計算—安定ヨウ素を定量して回収率を補正する方法

- (1) ゲルマニウム半導体検出器による試料及び比較標準試料のヨウ素-126とヨウ素-130の測定中の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$A_{126} \pm \sigma_{A_{126}} = (N_{x126} \pm \sigma_{N_{x126}}) \cdot \lambda_{126} \cdot tr_x \cdot [1 - \exp(-\lambda_{126} \cdot tr_x)]^{-1} \cdot tl_x^{-1}$$

$$A_{130} \pm \sigma_{A_{130}} = (N_{x130} \pm \sigma_{N_{x130}}) \cdot \lambda_{130} \cdot tr_x \cdot [1 - \exp(-\lambda_{130} \cdot tr_x)]^{-1} \cdot tl_x^{-1}$$

$A_{126} \pm \sigma_{A_{126}}$: 試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{x126} \pm \sigma_{N_{x126}}$: 試料の ^{126}I の計数値とその計数誤差

$A_{130} \pm \sigma_{A_{130}}$: 試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{x130} \pm \sigma_{N_{x130}}$: 試料の ^{130}I の計数値とその計数誤差

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

tr_x : 試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_x : 試料の測定時間 (ライブタイム:s)

$$S_{126} \pm \sigma_{S_{126}}$$

$$= (N_{s126} \pm \sigma_{N_{s126}}) \cdot \lambda_{126} \cdot \text{tr}_s \cdot [1 - \exp(-\lambda_{126} \cdot \text{tr}_s)]^{-1} \cdot \text{tl}_s^{-1}$$

$$S_{130} \pm \sigma_{S_{130}}$$

$$= (N_{s130} \pm \sigma_{N_{s130}}) \cdot \lambda_{130} \cdot \text{tr}_s \cdot [1 - \exp(-\lambda_{130} \cdot \text{tr}_s)]^{-1} \cdot \text{tl}_s^{-1}$$

$S_{126} \pm \sigma_{S_{126}}$: 比較標準試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率と
その計数誤差(cps)

$N_{s126} \pm \sigma_{N_{s126}}$: 比較標準試料の ^{126}I の計数値とその計数誤差

$S_{130} \pm \sigma_{S_{130}}$: 比較標準試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率と
その計数誤差(cps)

$N_{s130} \pm \sigma_{N_{s130}}$: 比較標準試料の ^{130}I の計数値とその計数誤差

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

tr_s : 比較標準試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_s : 比較標準試料の測定時間 (ライブタイム:s)

(2) 比較標準試料の測定開始時における試料の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$B_{126} \pm \sigma_{B_{126}} = (A_{126} \pm \sigma_{A_{126}}) \cdot [\exp(-\lambda_{126} \cdot t_m)]$$

$$B_{130} \pm \sigma_{B_{130}} = (A_{130} \pm \sigma_{A_{130}}) \cdot [\exp(-\lambda_{130} \cdot t_m)]$$

$B_{126} \pm \sigma_{B_{126}}$: 試料の ^{126}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率と
その計数誤差(cps)

$B_{130} \pm \sigma_{B_{130}}$: 試料の ^{130}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率と
その計数誤差(cps)

$A_{126} \pm \sigma_{A_{126}}$: 試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$A_{130} \pm \sigma_{A_{130}}$: 試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

t_m : 試料の測定開始時から比較標準試料の測定開始時までの時間(s)

(3) おおよその回収率^{*5}を次式に従って求める。

$$Y \pm \sigma_Y = (B_{126} \pm \sigma_{B_{126}}) \cdot (S_{126} \pm \sigma_{S_{126}})^{-1} \cdot W_{127} \cdot (W_a + W_b)^{-1}$$

$Y \pm \sigma_Y$: おおよその回収率とその計数誤差

$B_{126} \pm \sigma_{B_{126}}$: 試料の ^{126}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$S_{126} \pm \sigma_{S_{126}}$: 比較標準試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

W_{127} : 比較標準試料中のヨウ素量(mg)

W_a : 分析開始前に加えたヨウ素量(mg)

W_b : 分析供試量中に最初から含まれるヨウ素量(mg)

^{*5} 比較標準試料の照射後の化学分離操作における回収率が100%であれば、この値は正しい回収率となる。化学分離時にヨウ素担体10mgを添加しているため、ヨウ素の損失は通常ごくわずかであり、回収率はほぼ100%と思われる。なお、試料中のヨウ素-129の放射能濃度を求める時に、比較標準試料中のヨウ素-129の放射エネルギーを分子に、おおよその回収率を分母に乘じるため、正確な回収率を求めなくても、試料中のヨウ素-129の正しい放射能濃度を求めることができる。このことを式に表すと次のようになる。

試料のヨウ素-130のピーク面積をA、試料のヨウ素-126のピーク面積をB、比較標準試料のヨウ素-130のピーク面積をC、比較標準試料のヨウ素-126のピーク面積をD、比較標準試料のヨウ素-129をEBq、比較標準試料のヨウ素量（ヨウ素-127）をFmg、分析開始前に加えたヨウ素量と分析供試量中に最初から含まれるヨウ素量の合計をGmg、中性子照射後の化学分離操作における比較標準試料の回収率をZとすると、おおよその回収率は、 $(B/D) \cdot F/G$ となり、これから求めた試料のヨウ素-129の放射能は、 $(A/C) \cdot E \cdot [D \cdot G / (B \cdot F)]$ となる。

一方、正確な回収率は、 $(B/D) \cdot Z \cdot F/G$ となり、これから求めた試料のヨウ素-129の放射能は、 $(A/C) \cdot Z \cdot E \cdot [D \cdot G / (B \cdot Z \cdot F)] = (A/C) \cdot E \cdot [D \cdot G / (B \cdot F)]$ となる。

おおよその回収率から求めたヨウ素-129の放射能と正確な回収率から求めたヨウ素-129の放射能は等しくなる。よって、正確な回収率を求めなくても、試料中のヨウ素-129の正しい放射能濃度を求めることができる。

(4) 試料中のヨウ素-129の放射能濃度を次式に従って求める。

$$I \pm \sigma_I = (B_{130} \pm \sigma_{B_{130}}) \cdot (S_{130} \pm \sigma_{S_{130}})^{-1} \cdot (Y \pm \sigma_Y)^{-1} \cdot I_{129} \cdot W_x^{-1}$$

$I \pm \sigma_I$: 試料中の ^{129}I の放射能濃度 (Bq/kg、Bq/ℓ等)

$B_{130} \pm \sigma_{B_{130}}$: 試料の ^{130}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$S_{130} \pm \sigma_{S_{130}}$: 比較標準試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$Y \pm \sigma_Y$: おおよその回収率とその計数誤差

I_{129} : 比較標準試料中の ^{129}I の放射能量 (Bq)

W_x : 分析供試量 (kg、ℓ等)

11.4 ヨウ素-129の放射能濃度の計算—ヨウ素-125を用いて回収率を補正する方法

(1) ゲルマニウム半導体検出器による試料及び比較標準試料のヨウ素-126とヨウ素-130の測定中の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$A_{126} \pm \sigma_{A_{126}}$$

$$= (N_{x126} \pm \sigma_{N_{x126}}) \cdot \lambda_{126} \cdot tr_x \cdot [1 - \exp(-\lambda_{126} \cdot tr_x)]^{-1} \cdot tl_x^{-1}$$

$$A_{130} \pm \sigma_{A_{130}}$$

$$= (N_{x130} \pm \sigma_{N_{x130}}) \cdot \lambda_{130} \cdot tr_x \cdot [1 - \exp(-\lambda_{130} \cdot tr_x)]^{-1} \cdot tl_x^{-1}$$

$A_{126} \pm \sigma_{A_{126}}$: 試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$A_{130} \pm \sigma_{A_{130}}$: 試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{x126} \pm \sigma_{N_{x126}}$: 試料の ^{126}I の計数値とその計数誤差

$N_{x130} \pm \sigma_{N_{x130}}$: 試料の ^{130}I の計数値とその計数誤差

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

tr_x : 試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_x : 試料の測定時間 (ライブタイム:s)

$$S_{126} \pm \sigma_{S126}$$

$$= (N_{s126} \pm \sigma_{N_{s126}}) \cdot \lambda_{126} \cdot tr_s \cdot [1 - \exp(-\lambda_{126} \cdot tr_s)]^{-1} \cdot tl_s^{-1}$$

$$S_{130} \pm \sigma_{S130}$$

$$= (N_{s130} \pm \sigma_{N_{s130}}) \cdot \lambda_{130} \cdot tr_s \cdot [1 - \exp(-\lambda_{130} \cdot tr_s)]^{-1} \cdot tl_s^{-1}$$

$S_{126} \pm \sigma_{S126}$: 比較標準試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$S_{130} \pm \sigma_{S130}$: 比較標準試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$N_{s126} \pm \sigma_{N_{s126}}$: 比較標準試料の ^{126}I の計数値とその計数誤差

$N_{s130} \pm \sigma_{N_{s130}}$: 比較標準試料の ^{130}I の計数値とその計数誤差

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

tr_s : 比較標準試料の測定時間 (リアルタイム:s)

tl_s : 比較標準試料の測定時間 (ライブタイム:s)

(2) 比較標準試料の測定開始時における試料の減衰補正後の計数率を次式に従って求める。

$$B_{126} \pm \sigma_{B126} = (A_{126} \pm \sigma_{A126}) \cdot [\exp(-\lambda_{126} \cdot t_m)]$$

$$B_{130} \pm \sigma_{B130} = (A_{130} \pm \sigma_{A130}) \cdot [\exp(-\lambda_{130} \cdot t_m)]$$

$B_{126} \pm \sigma_{B126}$: 試料の ^{126}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$B_{130} \pm \sigma_{B130}$: 試料の ^{130}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$A_{126} \pm \sigma_{A126}$: 試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$A_{130} \pm \sigma_{A130}$: 試料の ^{130}I の測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

λ_{126} : ^{126}I の壊変定数(s^{-1})

λ_{130} : ^{130}I の壊変定数(s^{-1})

t_m : 試料の測定開始時から比較標準試料の測定開始時までの時間(s)

(3) 試料及び比較標準試料のヨウ素-125の γ 線をLEPSにより測定し、回収率を次式に従って求める。あらかじめ、ヨウ素担体溶液(10mgI⁻¹/ml)0.5ml、1ml、2ml、3mlにヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)2ml及び塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml)3mlを加え、ヨウ化パラジウムの沈殿を生成し重量をはかり、ヨウ素-125の γ 線をLEPSにより測定して、計数効率を求めておく。

$$Y_x \pm \sigma_{Y_x} = (C_{125} \pm \sigma_{C_{125}}) \cdot E_x^{-1} \cdot Q_x^{-1}$$

$Y_x \pm \sigma_{Y_x}$: 試料の回収率とその計数誤差

$C_{125} \pm \sigma_{C_{125}}$: 試料の計数率とその計数誤差(cps)

E_x : 試料の重量に相当する計数効率(cps/Bq)

Q_x : 分析開始前に試料に加えた¹²⁵Iの測定時における放射能(Bq)

$$Y_s \pm \sigma_{Y_s} = (S_{125} \pm \sigma_{S_{125}}) \cdot E_s^{-1} \cdot Q_s^{-1}$$

$Y_s \pm \sigma_{Y_s}$: 比較標準試料の回収率とその計数誤差

$S_{125} \pm \sigma_{S_{125}}$: 比較標準試料の計数率とその計数誤差(cps)

E_s : 比較標準試料の重量に相当する計数効率(cps/Bq)

Q_s : 比較標準試料に加えた¹²⁵Iの測定時における放射能(Bq)

(4) 試料中のヨウ素-129の放射能濃度を次式に従って求める。

$$I \pm \sigma_I$$

$$= (B_{130} \pm \sigma_{B_{130}}) \cdot (Y_x \pm \sigma_{Y_x})^{-1} \cdot (S_{130} \pm \sigma_{S_{130}})^{-1} \cdot (Y_s \pm \sigma_{Y_s}) \cdot I_{129} \cdot W_x^{-1}$$

$I \pm \sigma_I$: 試料中の¹²⁹Iの放射能濃度 (Bq/kg、Bq/l 等)

$B_{130} \pm \sigma_{B_{130}}$: 試料の¹³⁰Iを比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率とその計数誤差(cps)

$S_{130} \pm \sigma_{S_{130}}$: 比較標準試料の¹³⁰Iの測定中の減衰補正後の計数率とその計数誤差(cps)

$Y_x \pm \sigma_{Y_x}$: 試料の回収率とその計数誤差

$Y_s \pm \sigma_{Y_s}$: 比較標準試料の回収率とその計数誤差

I_{129} : 比較標準試料中の¹²⁹Iの放射能 (Bq)

W_x : 分析供試量(kg、l 等)

また、試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)量を、次式に従って求めることができる。

$$J \pm \sigma_J$$

$$= (B_{126} \pm \sigma_{B_{126}}) \cdot (Y_x \pm \sigma_{Y_x})^{-1} \cdot (S_{126} \pm \sigma_{S_{126}})^{-1} \cdot (Y_s \pm \sigma_{Y_s}) \\ \cdot W_0 \cdot W_x^{-1}$$

$J \pm \sigma_J$: 試料中の安定ヨウ素量 (mg/kg、mg/ℓ 等) *⁶

$B_{126} \pm \sigma_{B_{126}}$: 試料の ^{126}I を比較標準試料の測定開始時に減衰補正した計数率と
その計数誤差(cps)

$S_{126} \pm \sigma_{S_{126}}$: 比較標準試料の ^{126}I の測定中の減衰補正後の計数率と
その計数誤差(cps)

$Y_x \pm \sigma_{Y_x}$: 試料の回収率とその計数誤差

$Y_s \pm \sigma_{Y_s}$: 比較標準試料の回収率とその計数誤差

W_0 : 比較標準試料中の安定ヨウ素(^{127}I)量(mg)

W_x : 分析供試量(kg、ℓ 等)

*⁶ 分析開始前にヨウ素担体を加えた場合、あるいは分析開始前に加えたヨウ素-125標準溶液に安定ヨウ素(ヨウ素-127)が含まれる場合は、これらの量を差し引いた量が試料中の安定ヨウ素量である。

第 1 2 章 試薬の調製

第 2 部中性子放射化分析法において、使用する試薬及び陰イオン交換樹脂の調製法を示す。試薬は日本工業規格(JIS) 特級を用いる。

12.1 試薬

(1) 放射能標準溶液

ヨウ素-129標準溶液($^{129}\text{I}^-$:10Bq/ml) : 日本アイソトープ協会から購入できる。

ヨウ素-125標準溶液(50Bq/ml)[ヨウ素-125を用いて回収率を補正する場合に必要] :
日本アイソトープ協会から購入できる。

(2) 酸

塩酸 : 約36%、比重約1.18

塩酸(1+1) : 塩酸1容と水1容の割合で混合する。

硝酸 : 約60%、比重約1.38

硝酸(1+6) : 硝酸1容と水6容の割合で混合する。

硝酸(1+13) : 硝酸1容と水13容の割合で混合する。

硫酸 : 約95%、比重約1.84

硫酸(1+1) : 硫酸1容と水1容の割合で混合する。

硫酸(1+5) : 硫酸1容と水5容の割合で混合する。

(3) 塩基

水酸化ナトリウム溶液(24w/v%) : 水酸化ナトリウム24gを水100mlに溶解する。

水酸化ナトリウム溶液(10w/v%) : 水酸化ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

水酸化カリウム : 市販品をそのまま使用する。

水酸化カリウム溶液(5w/v%) : 水酸化カリウム5gを水100mlに溶解する。

(4) 塩

亜硫酸カリウム : 市販品をそのまま使用する。

亜硝酸ナトリウム溶液(10w/v%) : 亜硝酸ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硝酸カリウム溶液(10w/v%) : 亜硝酸カリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%) : 亜硫酸ナトリウム10gを水100mlに溶解する。

亜硫酸カリウム溶液(10w/v%) : 亜硫酸カリウム10gを水100mlに溶解する。

塩化パラジウム溶液(10mgPd²⁺/ml) : 塩化パラジウム1.7gに水50ml及び塩酸5mlを加え、加熱し溶解する。ろ過(ろ紙(5種C)使用)し、ろ液に水を加え、100mlとする。

ヨウ化カリウム溶液(200mgI⁻/ml) : ヨウ化カリウム約140gを、110℃で3時間乾燥後、デシケーター内で1時間放冷する。130.81gをはかり取り、水50mlに溶解する。あらかじめ、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)0.2ml及び亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)1mlを入れた褐色の500mlメスフラスコに移し、水で500mlに定容する。冷暗所に保存する。

ヨウ化リチウム溶液(200mgI⁻/ml) : ヨウ化リチウム約110gを、110℃で3時間乾燥後、デシケーター内で1時間放冷する。105.47gをはかり取り、水50mlに溶解する。あらかじめ、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)0.2ml及び亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)1mlを入れた褐色の500mlメスフラスコに移し、水で500mlに定容する。冷暗所に保存する。

ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml) : ヨウ化ナトリウム約14gを、110℃で3時間乾燥後、デシケーター内で1時間放冷する。5.906gをはかり取り、水50mlに溶解する。あらかじめ、水酸化ナトリウム溶液(24w/v%)0.2ml及び亜硫酸ナトリウム溶液(10w/v%)1mlを入れた褐色の500mlメスフラスコに移し、水で500mlに定容する。冷暗所に保存する。

ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml) : ヨウ素担体溶液(10mgI⁻/ml)を使用直前に水で10倍に希釈する。

臭化カリウム溶液(1mgBr⁻/ml) : 臭化カリウム300mgを、水200mlに溶解する。

臭素担体溶液(250µgBr⁻/ml) : 臭化カリウム溶液(1mgBr⁻/ml)を水で4倍に希釈する。

水酸化リチウム溶液(1w/v%) : 水酸化リチウム1gを水100mlに溶解する。

次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素5%) : 市販品をそのまま使用する。

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7w/v%) : 塩酸ヒドロキシルアミン7gを水100mlに溶解する。

硫酸ヒドラジニウム飽和溶液 : 硫酸ヒドラジニウム(2+)5gを水100mlに溶解した上澄み液

硝酸銀溶液(0.3w/v%) : 硝酸銀0.3gを水100mlに溶解する。

(5) 有機試薬

ベンゼン : 市販品をそのまま使用する。

(6) その他

活性炭 : 市販品をそのまま使用する。

酸化銅(針状) : 市販品をそのまま使用する。

粉末状亜鉛 : 市販品をそのまま使用する。

12.2 陰イオン交換樹脂

Dowex® 1×8(50~100 メッシュ) 相当品を使用する。使用前に次の調製を行う。

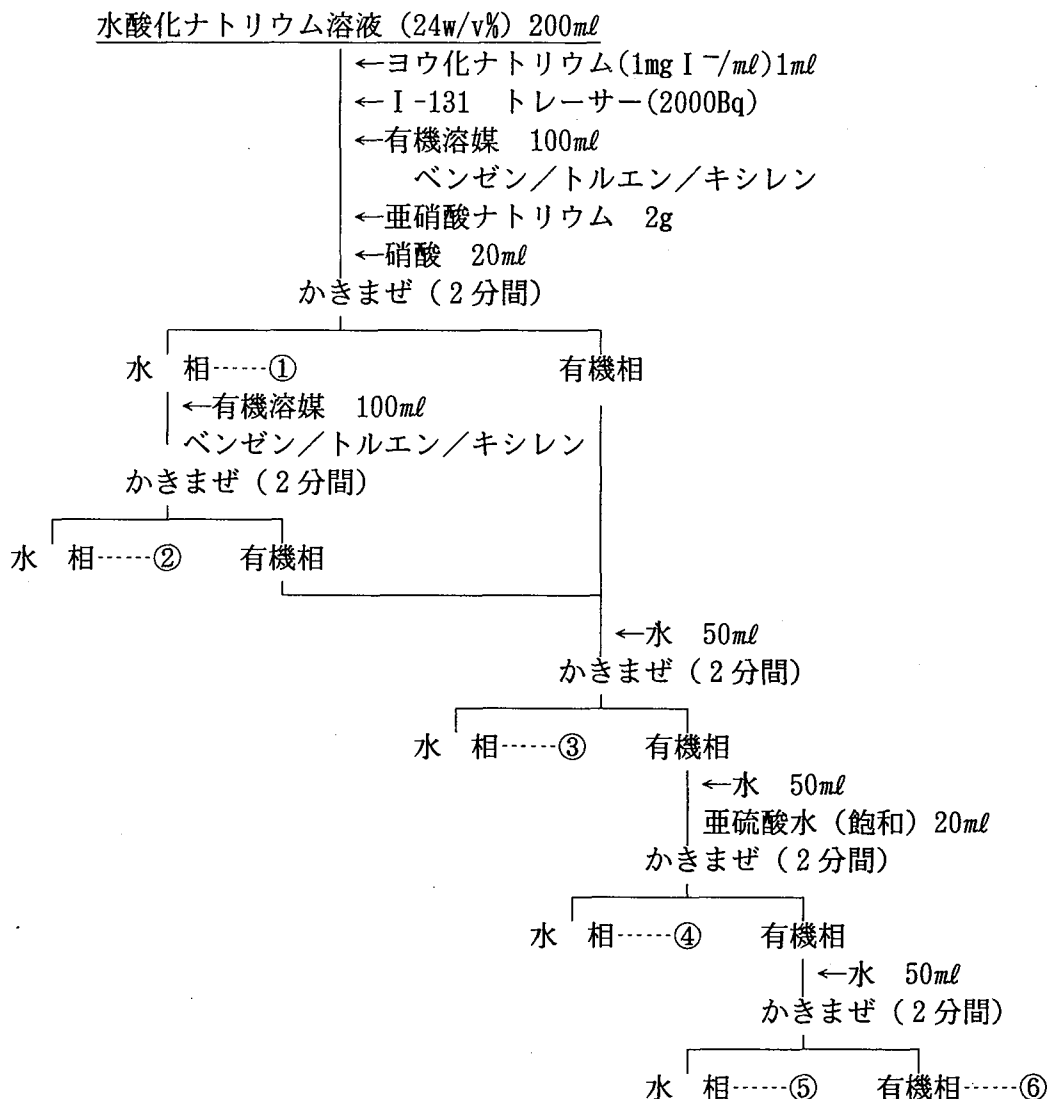
- (1) 樹脂500mlを3ℓビーカーに入れ、水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作を3回繰り返す。
- (2) 水酸化ナトリウム溶液(10w/v%)1ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。
- (3) 水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作をpHが7になるまで繰り返す。
- (4) 塩酸(1+1)2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。
- (5) 水2ℓを加えよくかきまぜ、デカンテーションにより、上澄み液を捨てる。この操作をpHが7になるまで繰り返す。
- (6) 水に浸したまま保存する。

（第 2 部解説）

(第2部解説)

〔解説1〕ベンゼン、トルエン及びキシレンを使用した時のヨウ素の回収率

下記の流れ図に基づき、有機相をベンゼン、トルエン及びキシレンと変えて、ヨウ素の回収率を求めた。



得られた結果は、下表のとおりである。

ヨウ素の回収率

溶 媒	各箇所におけるヨウ素の存在割合 (%)						
	①	②	③	④	⑤	⑥	④+⑤
ベンゼン	1.7 ±0.2	<1	<1	96 ±1	2.7 ±0.1	6.8 ±0.3	99
トルエン	2.5 ±0.2	1.3 ±0.2	<1	81 ±1	2.7 ±0.1	18 ±1	84
キシレン	1.2 ±0.2	<1	<1	89 ±1	1.8 ±0.1	15 ±1	91

④+⑤が、ヨウ素を1mg添加した時のヨウ素の回収率となる。ベンゼンは99%、トルエンは84%、キシレンは91%であった。ベンゼンを使用したほうが、トルエン、キシレンより少し高い回収率が得られた。

〔解説 2〕 土壌中のヨウ素-129濃度に基づく生物試料中のヨウ素-129濃度の推定

生物試料中のヨウ素-129濃度は低く検出されないことが多いが、生育時に使用した土壌のヨウ素-129濃度から、以下の計算により、推定することができる。

$$C_{crop} = C_{soil} \cdot TF$$

C_{crop} : 生物試料中の ^{129}I 濃度(Bq/g)

C_{soil} : 土壌試料中の ^{129}I 濃度(Bq/g)

TF : 移行係数

平常時の移行係数の目安は以下のとおりである。

精米: 0.002

(Muramatsu et al., Water, Air & Soil Pollution, 521, 157-171, 1989)

葉菜: 0.003 ~0.016

(Muramatsu et al., J. Radioanal. Nucl. Chem., Articles, 194, 303-310, 1995)

〔解説3〕ヨウ素-129とヨウ素-127との原子数比の求め方

ヨウ素-129とヨウ素-127との原子数比を次式に従って求める。

$$A = B \cdot T \cdot C \cdot D^{-1} \cdot E^{-1} \cdot F^{-1} \cdot C \cdot G^{-1}$$
$$= 1.48 \times 10^{-7} \cdot B \cdot E^{-1}$$

A : ^{129}I の原子数/ ^{127}I の原子数

B : 単位重量中の ^{129}I の放射能濃度 (Bq/kg 等)

T : ^{129}I の半減期 (4.95×10^{14} sec)

C : ^{127}I の原子質量(126.9)

D : $\ln 2$

E : 単位重量中の ^{127}I の量 (g/kg 等)

F : アボガドロ数 (6.02×10^{23})

G : ^{129}I の原子質量(129)

〔解説 4〕 中性子照射後の γ 線スペクトル図

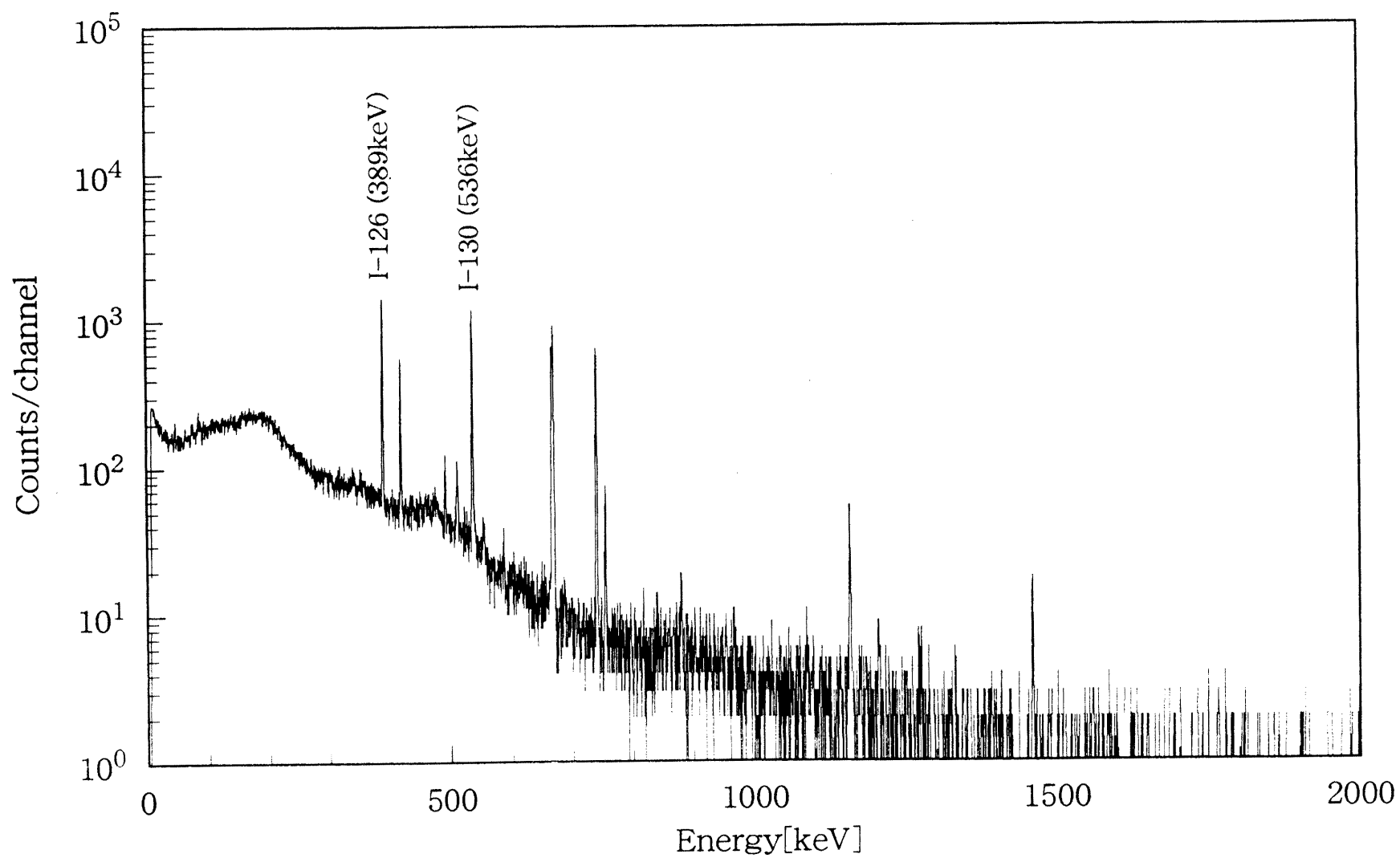
ヨウ素1mg 及び0.01Bqのヨウ素-129 に、熱中性子束密度 $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 程度を照射し、照射後24時間冷却した試料を、ゲルマニウム半導体検出器により2,000秒測定したスペクトル図の例を次頁に示す。

$^{127}\text{I}(\text{n}, 2\text{n})^{126}\text{I}$ 及び $^{129}\text{I}(\text{n}, \gamma)^{130}\text{I}$ の核反応により生成するヨウ素-126、ヨウ素-130 の主な γ 線エネルギーとその放出率を以下に記す。

	エネルギー (keV)	放出率 (%)
ヨウ素-126	389	35.3
	491	3.0
	666	34.3
	754	4.3
ヨウ素-130	418	34.2
	536	99.0
	669	96.2
	739	82.4
	1157	11.3

γ 線スペクトロメトリーは、ヨウ素-126 については389keVのピークを、ヨウ素-130 については536keVのピークを用いて行う。

なお、 γ 線のエネルギー及び放出比の数値は、Table of Isotopes (7th Edition)から引用した。



中性子照射後の γ 線スペクトル図の例

(第 2 部付録)

(第2部付録)

〔付録1〕 分析法の流れ図

第2部 中性子放射化分析法

第7章 土試料

7.1 燃焼-活性炭吸着法

①前処理

土試料

乾燥(60~70℃程度)

秤量

粉碎

石英管の内管に土試料100g詰める。(両端は石英ウール)

←ヨウ素担体溶液(1mgI⁻/ml)

(試料中のヨウ素量が1mg程度となるように加える。)

← [¹²⁵I標準溶液(50Bq/ml)2ml: ¹²⁵Iにより回収率を補正する場合]

*1

②試料の燃焼

*1

(石英管の外管に活性炭3g、石英ウールを詰める。)

←電気炉(C)150℃

←電気炉(B)1000℃

←酸素ガス(内管)50ml/分

←窒素ガス(内管)50ml/分

←酸素ガス(外管)200ml/分

←電気炉(A)250℃

燃焼

←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ移動

(移動後、電気炉(A)を試料の右端へ)

←電気炉(A)700℃

←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ移動

(移動後、電気炉(A)を試料の中央へ)

←電気炉(A)1000℃、2時間

←電気炉(B)500℃に設定

←電気炉(A)の電源を切る。

試料の燃焼終了

ヨウ素吸着済み活性炭3gの燃焼

(活性炭0.5gをトラップ管に詰める。両端は石英ウール)

(石英管外管にトラップ管を付ける。)

(トラップ管を電気炉(C)に、活性炭3gを電気炉(B)の左端に設置)

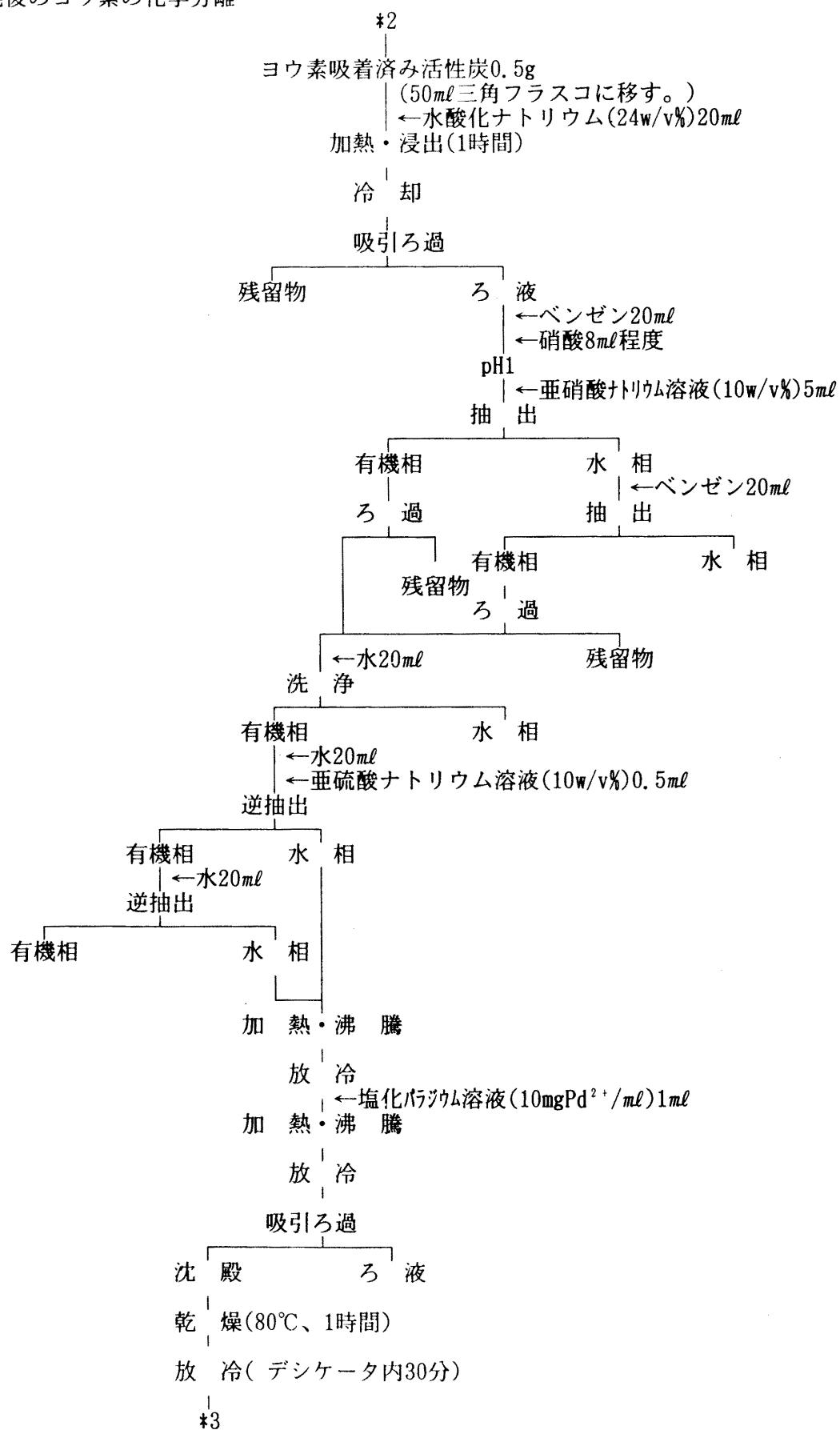
←酸素ガス(内管、外管)50ml/分

←酸素ガス(内管)の流量調節

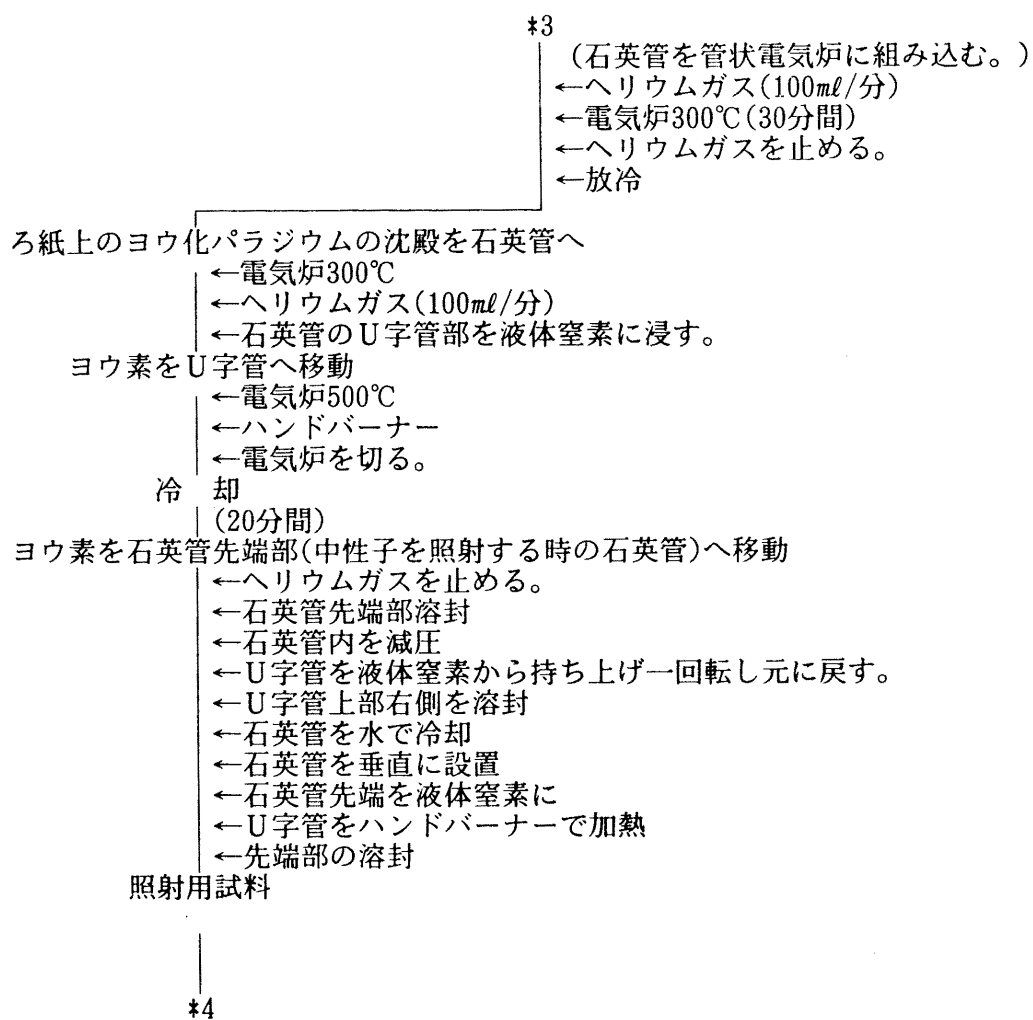
活性炭3gの燃焼終了

*2

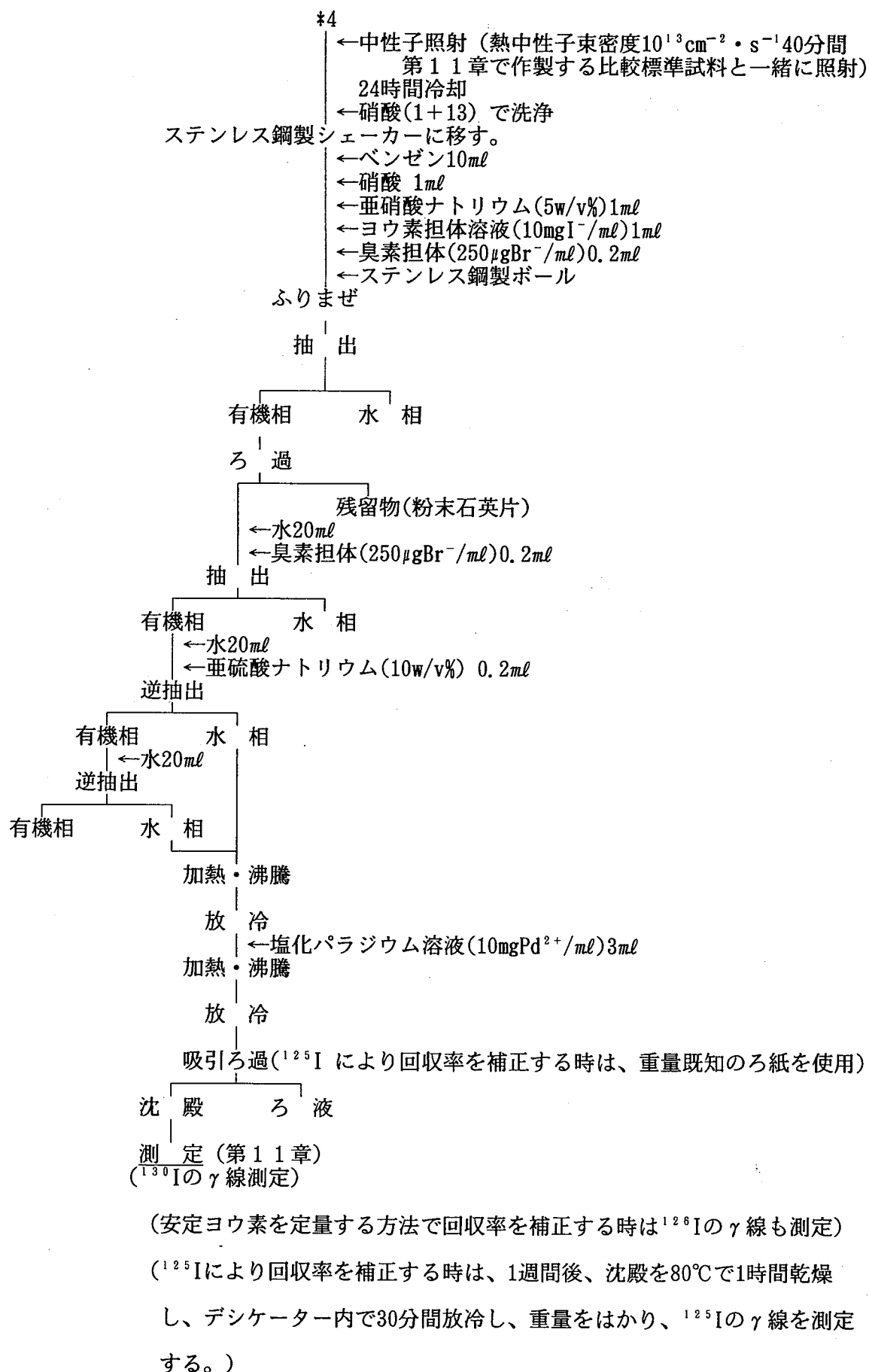
③ 燃焼後のヨウ素の化学分離



④石英管への封入



⑤中性子照射及び照射後の化学分離

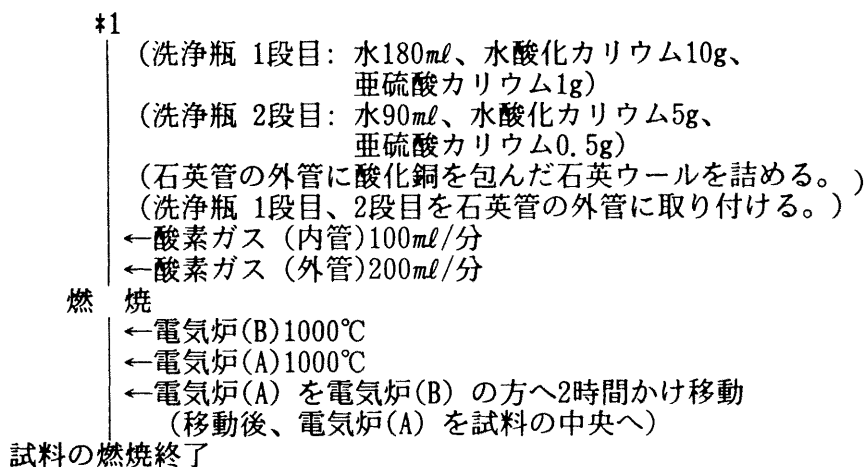


7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①前処理

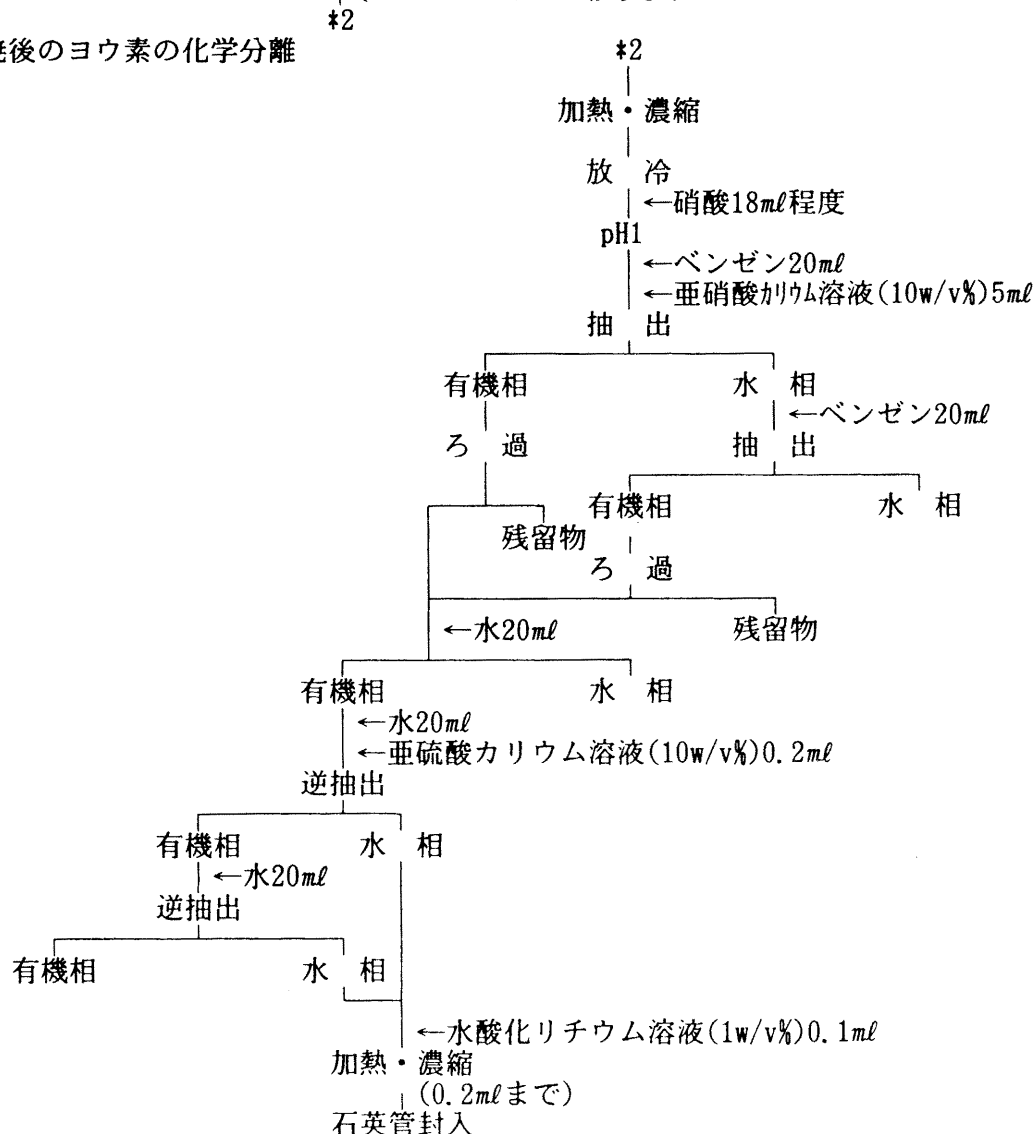
「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様。

②試料の燃焼



洗浄瓶の溶液
(500mlビーカーに移す。)

③燃焼後のヨウ素の化学分離



④中性子照射及び照射後の化学分離

「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

(1) 照射後化学処理した試料中の安定ヨウ素を定量するための比較標準試料(SD)

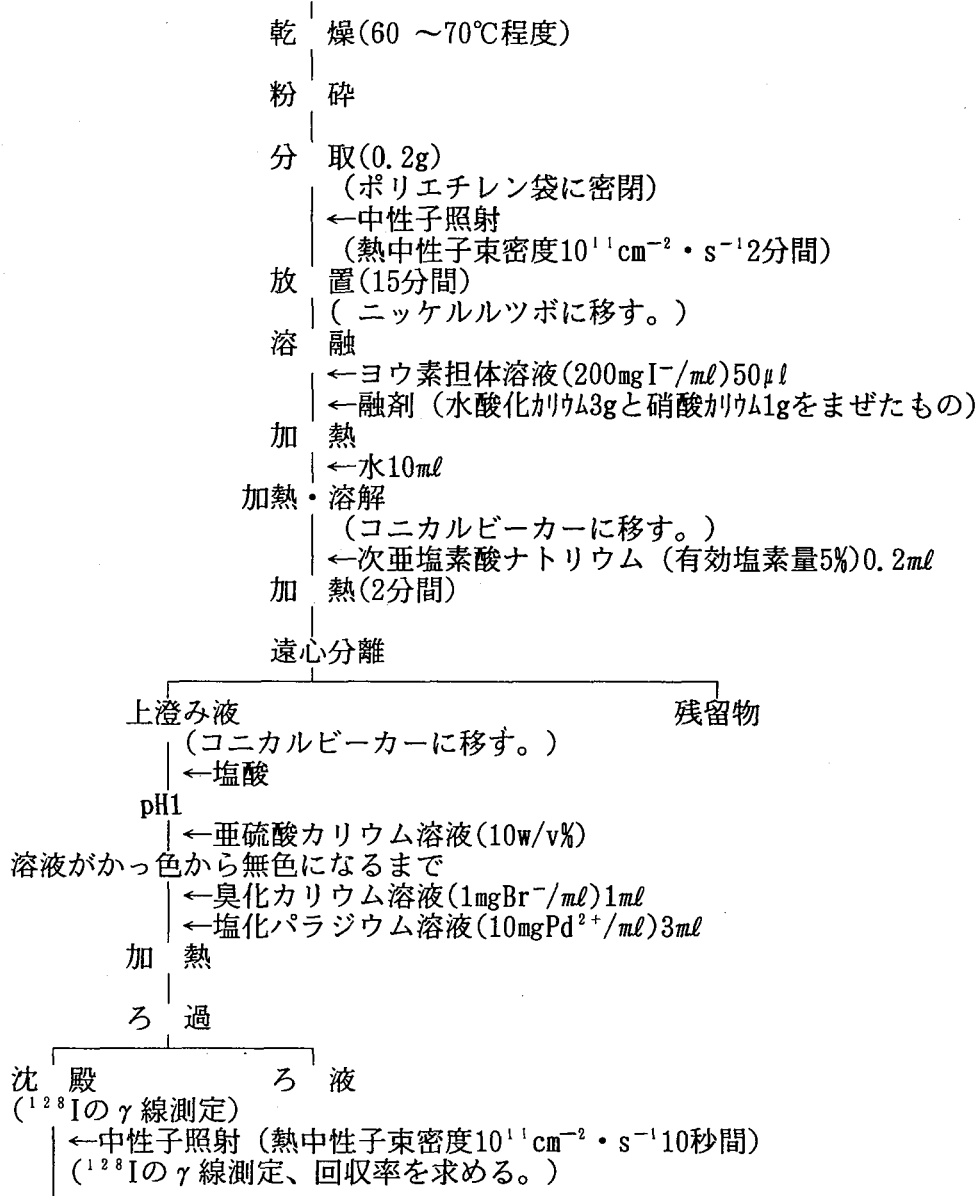
ヨウ化カリウム溶液
|
←水酸化カリウム溶液(10w/v%)1ml
←亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)0.1ml
(100mlとし、0.1 mgI⁻/mlとする。)
分 取 (50μl)
|
ろ 紙
| (ポリエチレン袋に密閉)
比較標準試料(SD)とする。

(2) ヨウ素の回収率を求めるための再放射化時に用いる比較標準試料(SY)

ヨウ化カリウム溶液あるいはヨウ化リチウム溶液
|
←水酸化カリウム溶液(10w/v%)1ml
←亜硫酸カリウム溶液(10w/v%)0.1ml
(100mlとし、200mlI⁻/mlとする。)
分 取 (50μl)
|
ろ 紙
| (ポリエチレン袋に密閉)
比較標準試料(SY)とする。

②土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の分析

土試料



試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) 量の計算

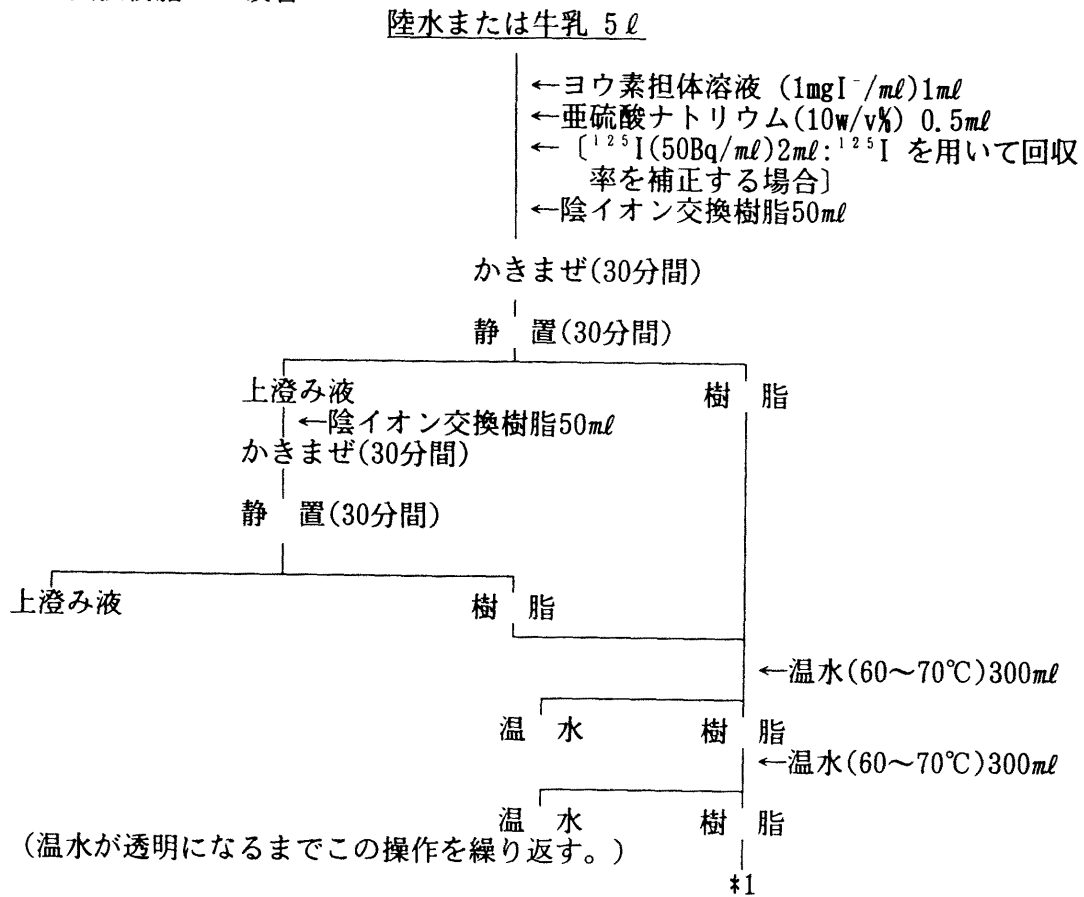
第 8 章 水試料

8.1 陸水及び牛乳

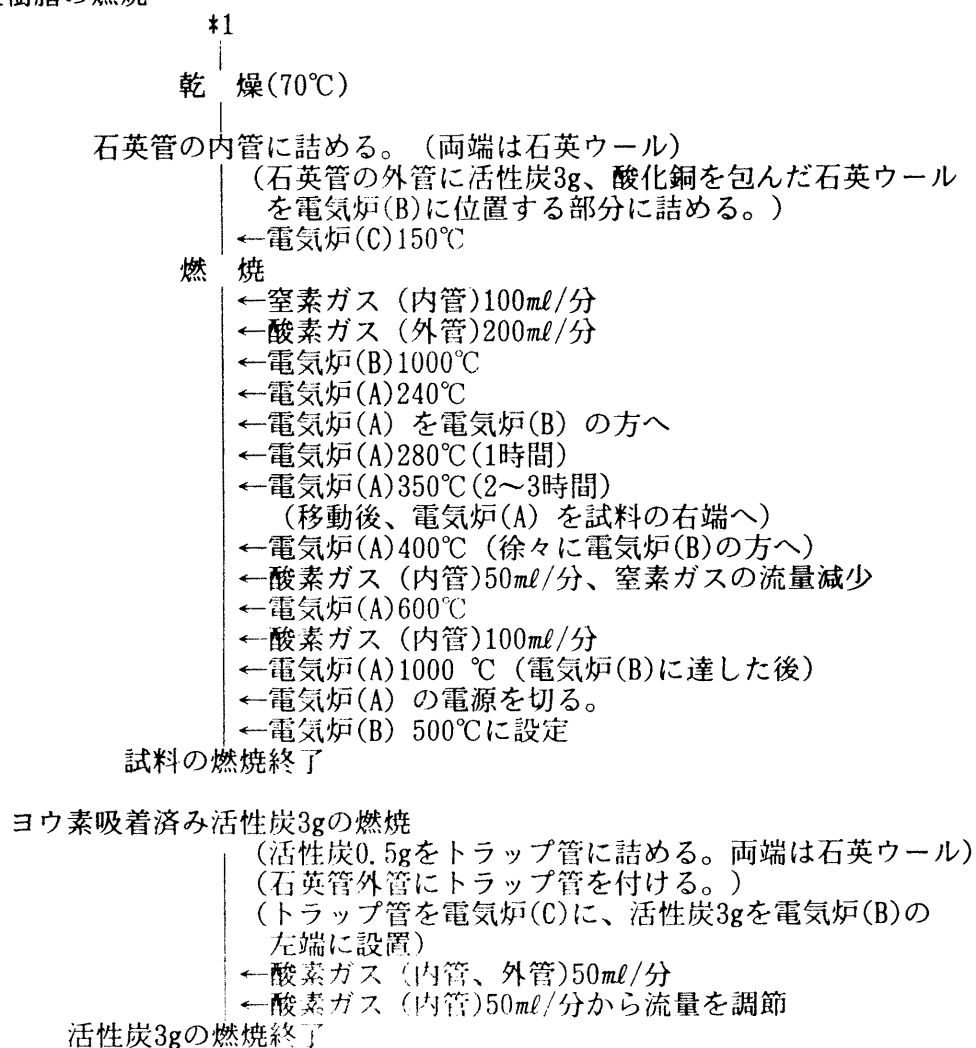
8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法

8.1.1.1 活性炭吸着法

①陰イオン交換樹脂への吸着



②陰イオン交換樹脂の燃焼



③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様。

⑤熱中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤熱中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法

①陰イオン交換樹脂への吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様。

②陰イオン交換樹脂の燃焼

#1
|
乾 燥(70℃)
|
石英管の内管に詰める。(両端は石英ウール)
(洗浄瓶 1段目: 水180ml、水酸化カリウム10g、
亜硫酸カリウム1g)
(洗浄瓶 2段目: 水90ml、水酸化カリウム5g、
亜硫酸カリウム0.5g)
(石英管の外管に酸化銅を包んだ石英ウールを詰める。)
(洗浄瓶 1段目、2段目を石英管の外管に取り付ける。)
←窒素ガス(内管)100ml/分
←酸素ガス(外管)200ml/分
←電気炉(B)1000℃
燃 焼
←電気炉(A)240℃
←電気炉(A)を電気炉(B)の方へ
←電気炉(A)280℃(1時間)
←電気炉(A)350℃(2~3時間)
(移動後、電気炉(A)を試料の右端へ)
←電気炉(A)400℃(徐々に電気炉(B)の方へ)
←酸素ガス(内管)50ml/分、窒素ガス流量減少
←電気炉(A)600℃
←酸素ガス(内管)100ml/分
←電気炉(A)1000℃(電気炉(B)に達した後)
←電気炉の電源を切る。
試料の燃焼終了
洗浄びんの溶液
|
(500mlビーカーに移す。)

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.2 燃焼-アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④中性子照射及び照射後の化学分離

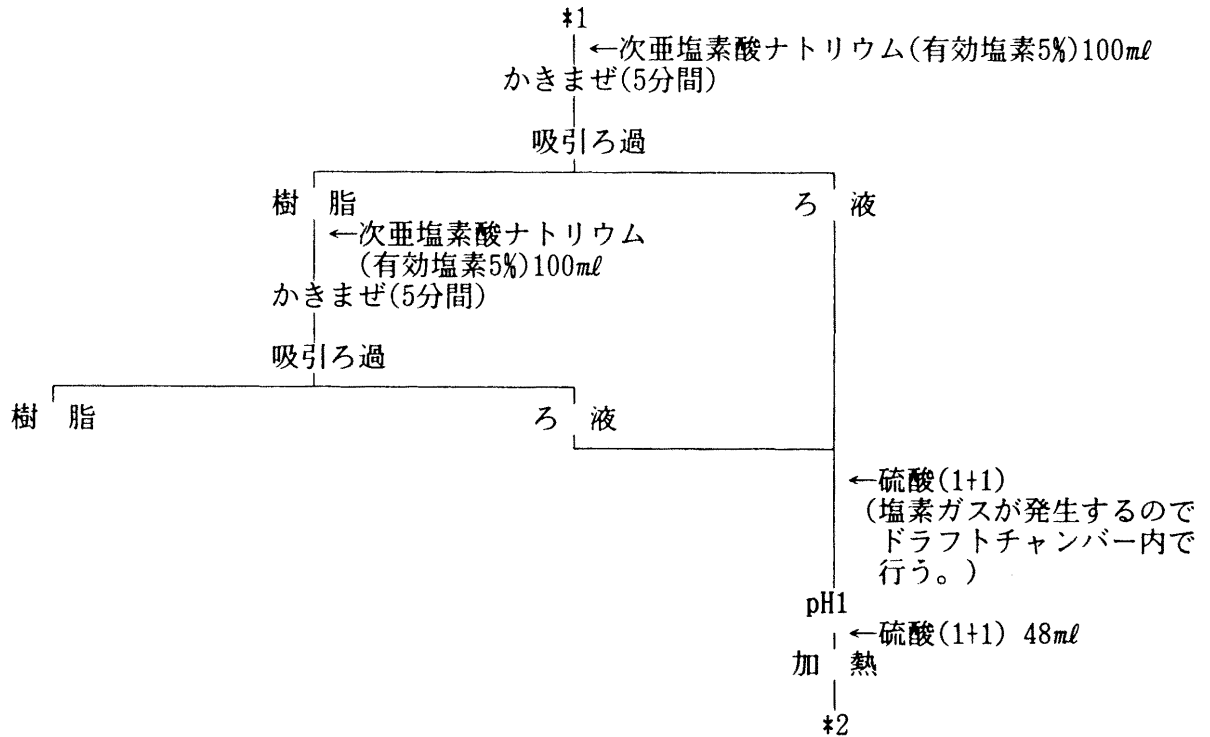
第7章「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「⑤熱中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

8.1.2 陰イオン交換吸着－次亜塩素酸ナトリウム溶離法
 8.1.2.1 石英管気化封入法

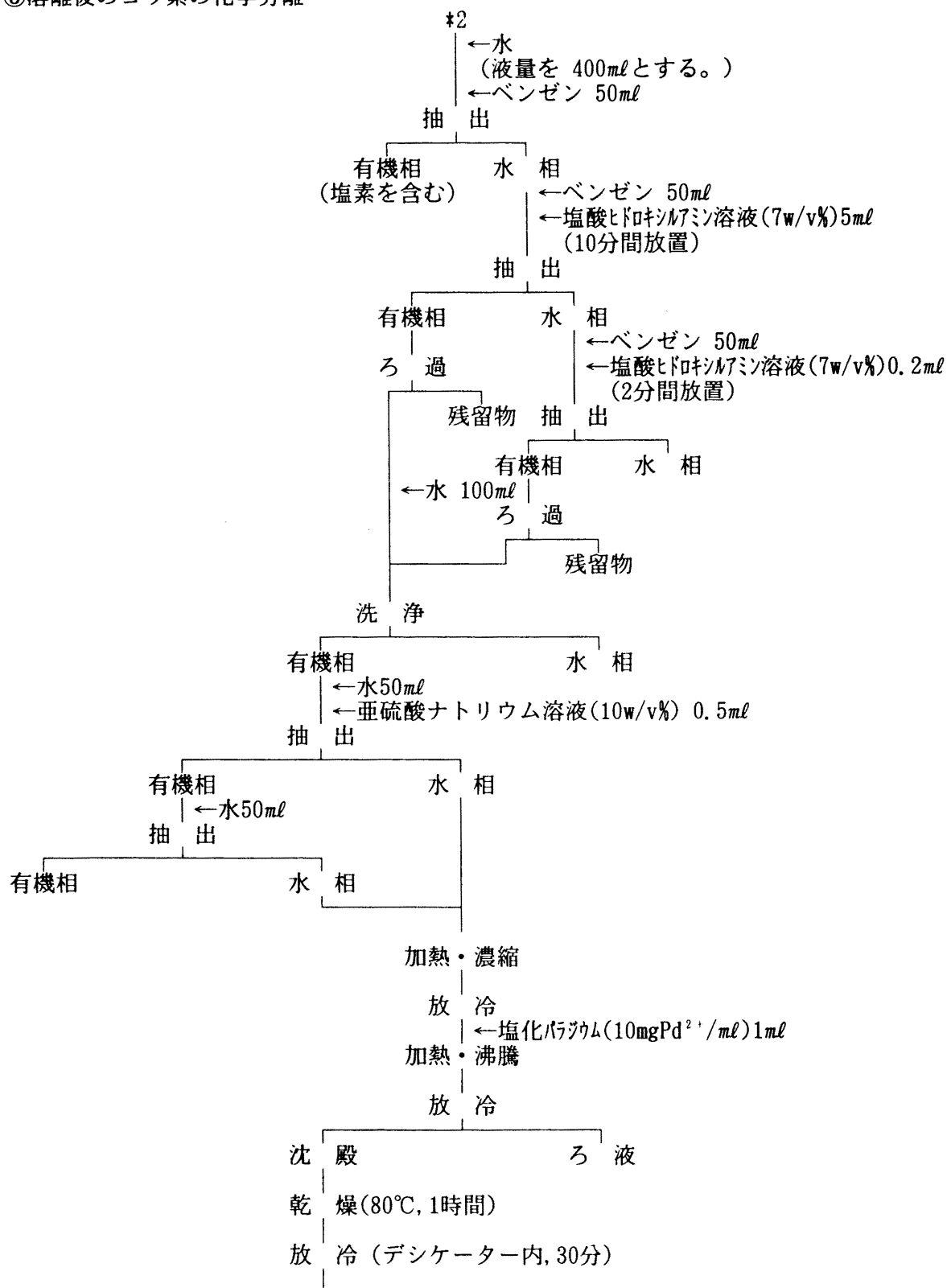
①陰イオン交換樹脂への吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様。

②陰イオン交換樹脂からの溶離



③溶離後のヨウ素の化学分離



④石英管への封入

第7章「7.1 燃烧-活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

8.1.2.2 石英管液体封入法

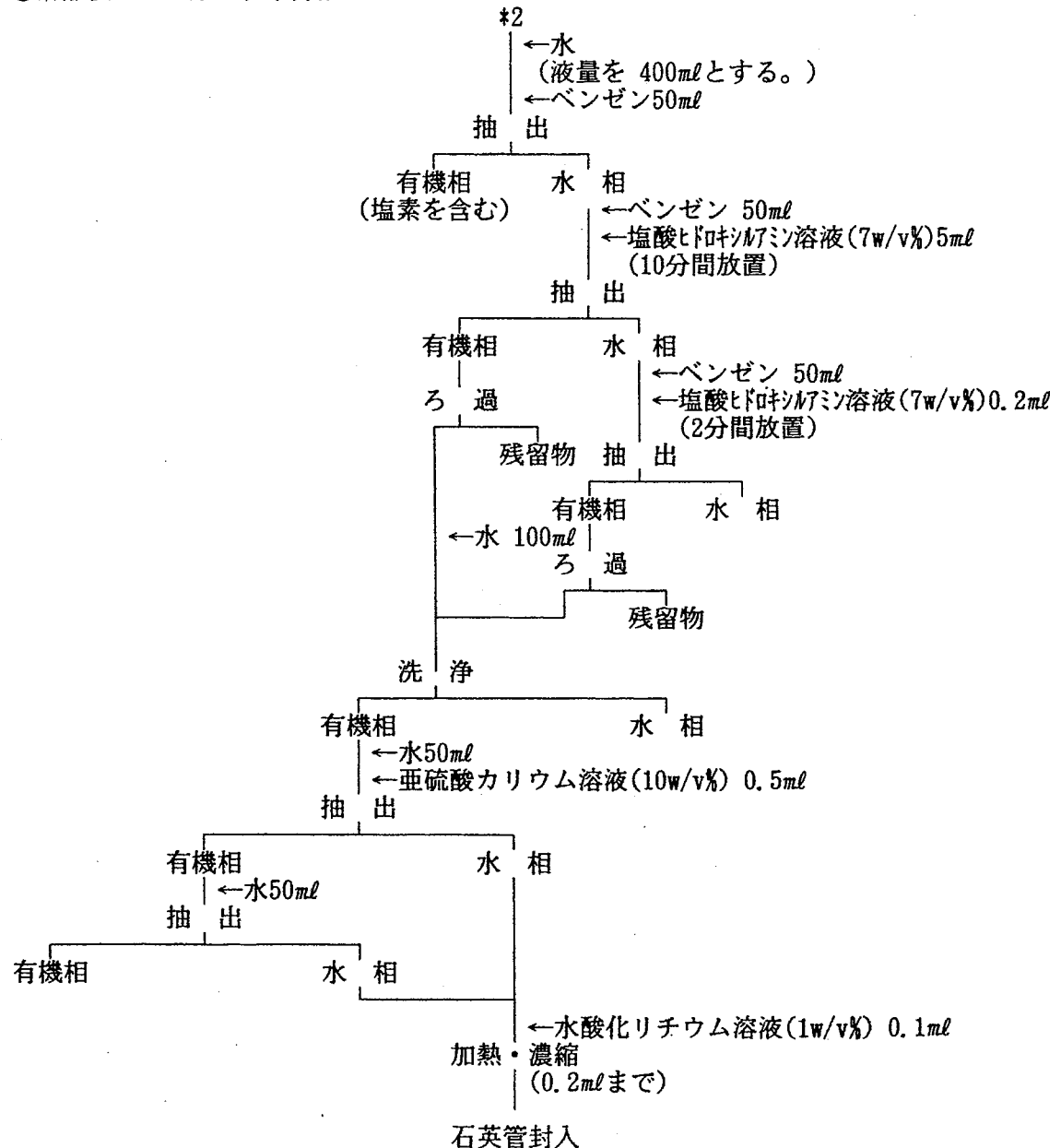
①陰イオン交換樹脂への吸着

「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「①陰イオン交換樹脂への吸着」と同様。

②陰イオン交換樹脂からの溶離

「8.1.2.1 石英管気化封入法」の「②陰イオン交換樹脂からの溶離」と同様。

③溶離後のヨウ素の化学分離



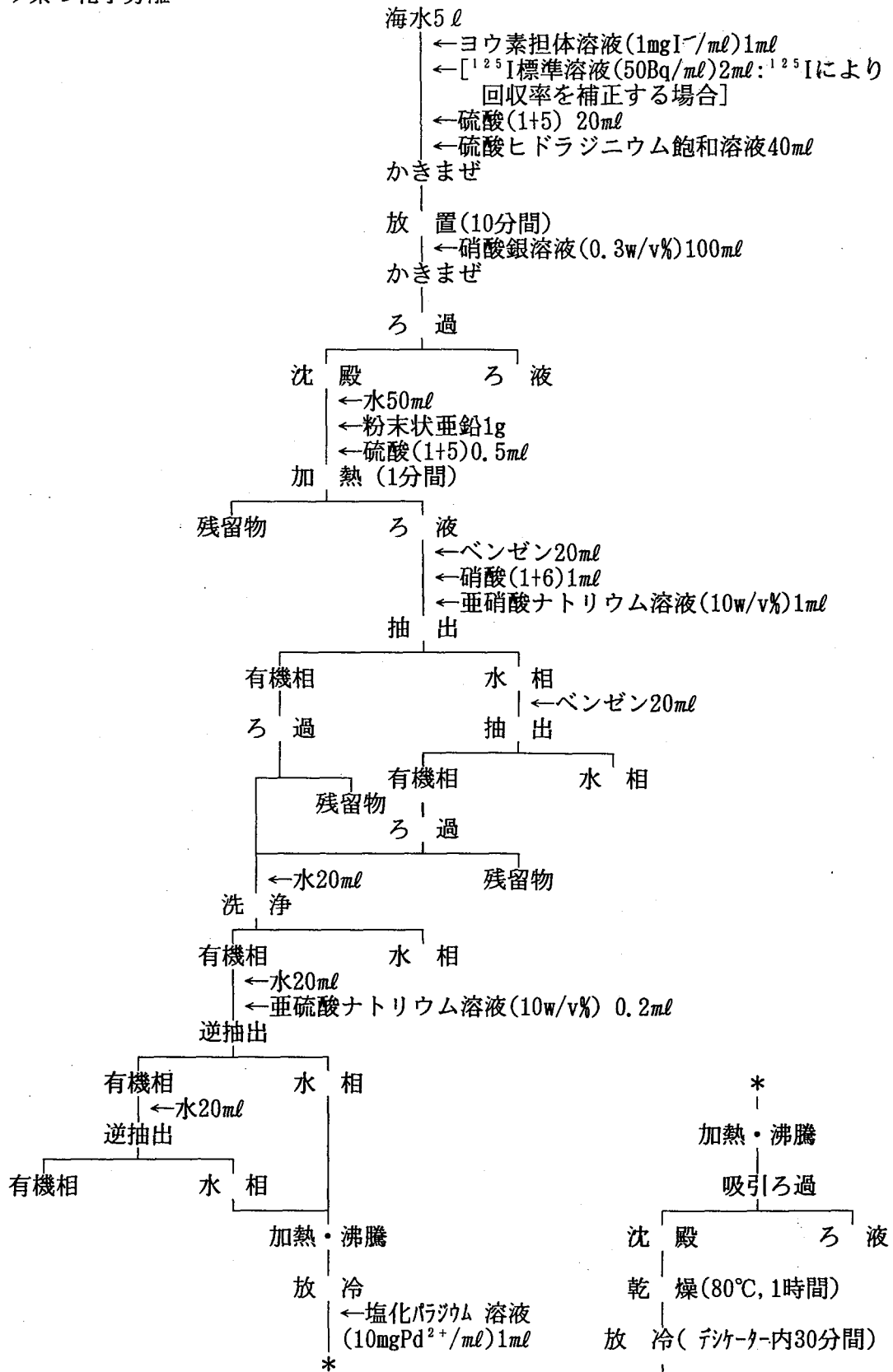
④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

8.2 海水

8.2.1 石英管気化封入法

①ヨウ素の化学分離



②石英管への封入

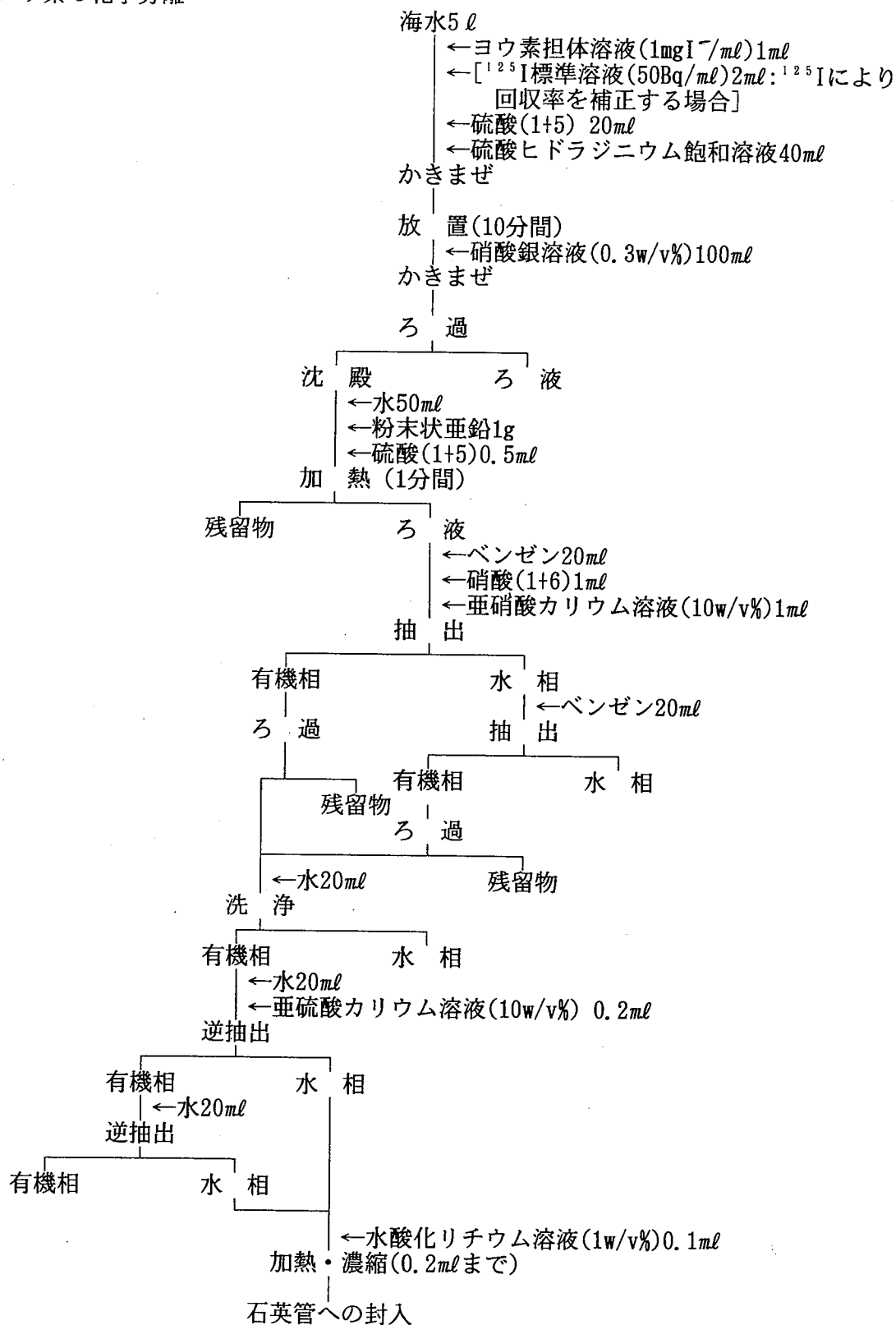
第7章「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様。

③中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

8.2.2 石英管液体封入法

①ヨウ素の化学分離



②中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼-活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

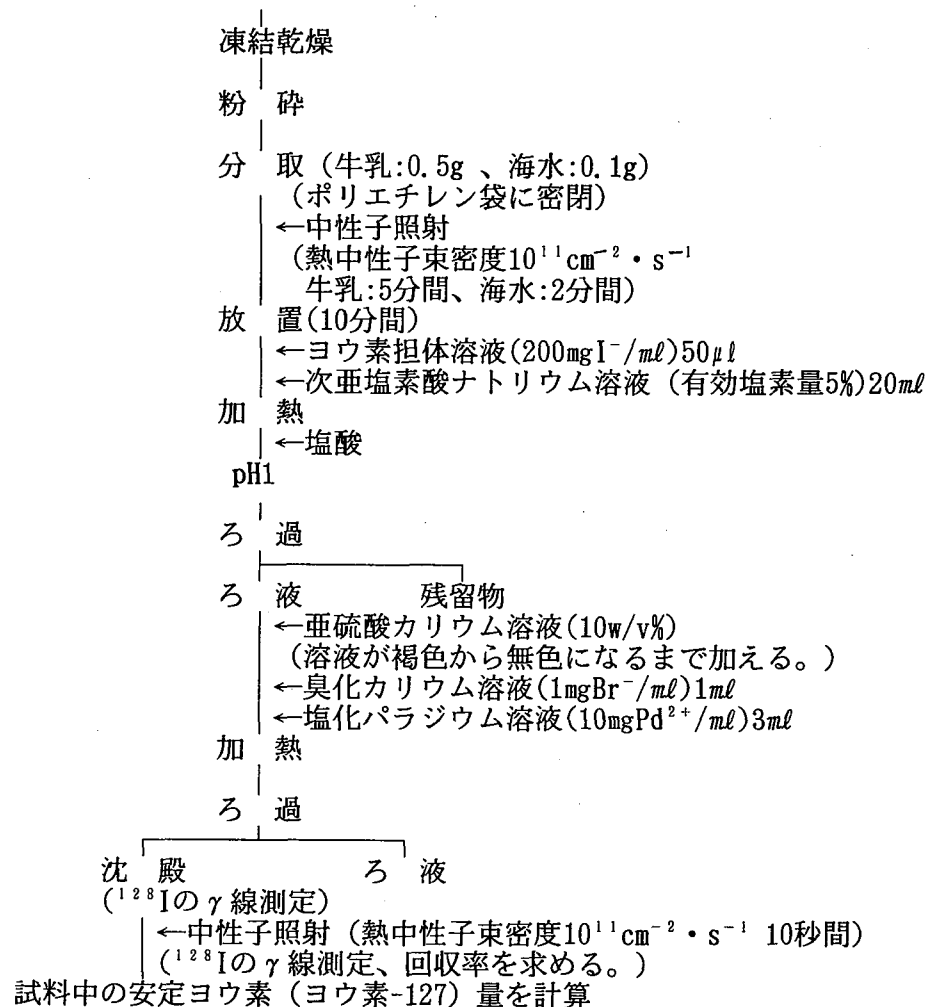
8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量」の「①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製」と同様。

②牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の分析

牛乳及び海水試料



第9章 生物試料

9.1 燃焼－活性炭吸着法

①各種試料の前処理

野 菜	精 米	海 藻
乾 燥 (60～70℃程度)	粉状化	乾 燥 (60～70℃程度)
秤 量	石英管の内管に50g 程度 詰める。(両端は石英ウール)	秤 量
粉 碎		粉 碎
石英管の内管に30g 程度 詰める。(両端は石英ウール)		石英管の内管に詰める。(両端は石英ウール) (供試量はヨウ素量が 20mgを超えないよう にする。)
←ヨウ素担体溶液(1mgI ⁻ /ml)1ml (試料中にあらかじめ1mg以上ある場合は加えない。) ←[¹²⁵ I(50Bq/ml)2ml: ¹²⁵ I により回収率を補正する 場合]		

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

9.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①各種試料の前処理

「9.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①各種試料の前処理」と同様。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.2 アルカリ吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

9.3 中性子照射による生物試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量

①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量」の「①安定ヨウ素分析用比較標準試料の作製」と同様。

②生物試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) の分析

第8章「8.3 中性子照射による牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) の定量」の「②牛乳及び海水試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) の分析」と同様。ただし、分析供試量は0.05g程度。

③試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) 量の計算

第7章「7.3 中性子照射による土試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127)の定量」の「③試料中の安定ヨウ素(ヨウ素-127) 量の計算」と同様。

第10章 大気浮遊じん
10.1 燃焼－活性炭吸着法

①前処理

ろ紙及び活性炭ろ紙あるいは活性炭カートリッジ

石英管の内管に詰める。

←ヨウ素担体溶液($1\text{mgI}^-/\text{ml}$) 1ml

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.1 活性炭吸着法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④石英管への封入

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「④石英管への封入」と同様。

⑤中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

10.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法

①前処理

「10.1 燃焼－活性炭吸着法」の「①前処理」と同様。

②試料の燃焼

第8章「8.1.1 陰イオン交換吸着－燃焼法」の「8.1.1.2 アルカリ溶液吸収法」の「②陰イオン交換樹脂の燃焼」の(2)以降と同様。

③燃焼後のヨウ素の化学分離

第7章「7.2 燃焼－アルカリ溶液吸収法」の「③燃焼後のヨウ素の化学分離」と同様。

④中性子照射及び照射後の化学分離

第7章「7.1 燃焼－活性炭吸着法」の「⑤中性子照射及び照射後の化学分離」と同様。

〔付録 2〕 クロスチェックの結果

土壌を乾燥後、粉碎混合を行い、500gずつをポリエチレン製ビンに入れてクロスチェック用試料とした。クロスチェックの結果を付表－1 に示す。

クロスチェック実施機関は、放射線医学総合研究所、動力炉・核燃料開発事業団及び（財）日本分析センターである。

付表－1 クロスチェックの結果

実施機関	土試料の ^{129}I (Bq/kg)
A	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 0 6
	0. 0 1 2 $\pm$ 0. 0 0 0 7
	0. 0 1 4 $\pm$ 0. 0 0 0 9
	0. 0 1 2 $\pm$ 0. 0 0 1 4
B	0. 0 1 3 $\pm$ 0. 0 0 0 6
	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 1 5
	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 0 8
	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 1 1
C	0. 0 1 0 $\pm$ 0. 0 0 0 7
	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 1 0
	0. 0 1 1 $\pm$ 0. 0 0 0 8
	0. 0 1 0 $\pm$ 0. 0 0 1 3

A：中性子放射化分析法：燃焼－アルカリ溶液吸収法（回収率補正方法： ^{125}I ）

B：中性子放射化分析法：燃焼－活性炭吸着法（回収率補正方法： ^{125}I ）

C：中性子放射化分析法：燃焼－活性炭吸着法（回収率補正方法：安定ヨウ素量をあらかじめ定量する方法）

文部科学省放射能測定法シリーズ

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

ヨウ素－129分析法

平成 8年3月31日 第1刷 発行
平成 11年1月31日 第2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 (0 4 3) 4 2 3 - 5 3 2 5 (代表)
(0 4 3) 4 2 4 - 8 6 6 3 (直通)
F A X (0 4 3) 4 2 3 - 4 0 7 1