

3.2 試料調製方法

試料調製は、文部科学省放射能測定法シリーズ16「環境試料採取法」（昭和58年）に準じて行った。操作の概略を以下に示す。

(1) 大気浮遊じん

送付試料を磁製皿に移し、電気炉に入れ450°Cで灰化し、灰をよく混合して分析試料とした。

γ線スペクトロメトリー用の試料は、分析試料を700mLマリネリ容器に詰めて押し固め、ポリエチレン製の袋で二重に包み、測定試料とした。

(2) 土壌

採取試料をバットにひろげ、植物根、石れき等を取り除き、105°Cに調節した乾燥器中で乾燥した。磁製乳鉢で土塊を摩砕し、2mmのふるいに通した後、ふるい下をさらに粉砕し、よく混合して分析試料とした。

γ線スペクトロメトリー用の試料は、分析試料をスチロール製円筒型容器（高さ7cm、直径5cm）に詰めて押し固め、ポリエチレン製の袋で二重に包み、測定試料とした。

(3) 大気降下物（γ線スペクトロメトリー）

送付試料全量に担体（ Sr^{2+} 、 Cs^+ ）の一定量を添加し、加熱濃縮後、スチロール製円筒型容器（高さ7cm、直径5cm）に移し、赤外線ランプ下で蒸発乾固した。ポリエチレン製の袋で二重に包み、測定試料とした。

(4) 陸水（γ線スペクトロメトリー）

採取試料から100Lを分取後、担体（ Sr^{2+} 、 Cs^+ ）の一定量を添加し、加熱濃縮後、スチロール製円筒型容器（高さ7cm、直径5cm）に移し、赤外線ランプ下で蒸発乾固した。ポリエチレン製の袋で二重に包み、測定試料とした。

4. 分析方法

4.1 放射化学分析

(1) 放射性ストロンチウム分析

文部科学省放射能測定法シリーズ2「放射性ストロンチウム分析法」（平成15年改訂）に準じて行った。操作の概略は以下のとおりである。

1) 化学分離

① 大気浮遊じん

測定済試料（γ線スペクトロメトリー）に担体（ Sr^{2+} 、 Cs^+ ）の一定量を添加し、塩酸（1+11）を加えて加熱抽出した。残留物をろ別し、ろ液から炭酸塩沈殿としてストロンチウム等を分離した。沈殿は ^{90}Sr 分析に、上澄み液は ^{137}Cs 分析に用い

た。

沈殿に塩酸を加えて溶解し、シュウ酸塩沈殿としてストロンチウム等を分離した。

平成15年度（第3四半期及び第4四半期）に採取された試料については、シュウ酸塩沈殿を発煙硝酸で溶解し、硝酸塩沈殿及びイオン交換樹脂カラムでカルシウムを除去した。次いでクロム酸塩でバリウム、ラジウムを除去した後、炭酸ストロンチウム沈殿を生成させた。沈殿を塩酸に溶解後、 ^{90}Y を除去（スカベンジング）し、二週間放置して、新たに生成した ^{90}Y を水酸化第二鉄沈殿に共沈させ（ミルクキング）、分離型フィルターを用いてマウントし、測定試料とした。

平成16年度（第1四半期及び第2四半期）に採取された試料については、シュウ酸塩沈殿を 600°C に加熱後、塩酸で溶解し、イオン交換法でカルシウム等を除去した。溶出液を蒸発乾固し乾固物を水に溶解後、 ^{90}Y を除去（スカベンジング）し、二週間放置して、新たに生成した ^{90}Y を水酸化第二鉄沈殿に共沈させ（ミルクキング）、分離型フィルターを用いてマウントし、測定試料とした。

② 大気降下物

測定済試料（ γ 線スペクトロメトリー）に王水及び硝酸を加えて分解したのち、塩酸を加えて加熱抽出し、残留物をろ別した。その後の操作は①大気浮遊じんの炭酸塩沈殿以降と同様に行った。

③ 土壌

分析試料から100gを分取し、 450°C の電気炉で加熱処理後、担体（ Sr^{2+} 、 Cs^{+} ）の一定量を添加し、塩酸を加えて加熱抽出し、残留物をろ別した。その後の操作は①大気浮遊じんの炭酸塩沈殿以降と同様に行った。

なお、回収率補正のための安定ストロンチウムの定量は、イットリウムを内標準としたICP発光分光分析法により行った。

④ 陸水

測定済試料（ γ 線スペクトロメトリー）に王水及び硝酸を加えて分解したのち、塩酸を加えて加熱抽出し、残留物をろ別した。その後の操作は①大気浮遊じんの炭酸塩沈殿以降と同様に行った。

なお、回収率補正のための安定ストロンチウムの定量は、イットリウムを内標準としたICP発光分光分析法により行った。

2) 測定

測定試料を低バックグラウンド β 線測定装置（LBC）で3,600～7,200秒間測定した。測定試料の正味計数率を求め、計数効率、化学回収率等の補正を行い試料の放射能濃度を算出し、分析結果は試料採取日に減衰補正した。

(2) 放射性セシウム分析

文部科学省放射能測定法シリーズ3「放射性セシウム分析法」(昭和51年改訂)に準じて行った。操作の概略は以下のとおりである。

1) 化学分離

(1) 放射性ストロンチウム分析の上澄み液に塩酸を加え、5%塩酸溶液とした。これにリンモリブデン酸アンモニウム(AMP)を加え攪拌しセシウムを吸着させた。AMPを溶解し、陽イオン交換樹脂カラムでセシウムを分離・精製後、塩化白金酸セシウム沈殿として分離型フィルターを用いてマウントし、測定試料とした。

2) 測定

測定試料を低バックグラウンドβ線測定装置(LBC)で5,400~12,000秒間測定した。測定試料の正味計数率を求め、計数効率、化学回収率等の補正を行い試料の放射能濃度を算出し、分析結果は試料採取日に減衰補正した。

4.2 γ線スペクトロメトリー

文部科学省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年改訂)に準じて行った。操作の概略は以下のとおりである。

- (1) 測定試料を検出器エンドキャップに載せ、70,000秒間以上測定した。また、原則として1週間ごとに検出器に何も載せず、140,000秒間以上測定し、バックグラウンドとした。
- (2) 測定スペクトル中から適当なピーク3本以上を選択し、これらを用いてγ線エネルギーとピーク位置の関係を表すエネルギー校正曲線(2次式)を作成し、計算で分析目的核種のピーク領域を求めた。
- (3) 分析目的核種のピーク領域内の計数値を用いてピーク面積を計算し、他核種からの妨害が認められたときは補正した。
- (4) バックグラウンドの測定結果において、ピーク探査によって分析目的核種のピークが認められピーク面積が計数誤差の2倍を超えた場合は、試料のピーク面積から引算した。計算には、試料の前後に測定したバックグラウンドの平均値を用いた。
- (5) (3)及び(4)の処理を施したピーク面積を、ピーク効率と分析目的核種のγ線放出比で除し、試料採取日に減衰補正して測定試料当りの放射能を求めたのち、測定供試量で除して分析結果とした。
- (6) ピーク効率の測定試料形状依存性は¹³⁷Cs水溶液線源で作製した容積線源を、エネルギー依存性は混合核種点線源を、それぞれ測定して求めた。

マリネリ容器に関するピーク効率は、混合核種容積線源を測定して求めた。なお、 ^{57}Co 、 ^{60}Co 及び ^{88}Y のピーク効率を求める際には、サム効果の影響について補正した。

- (7) 測定試料による γ 線の自己吸収は、試料ごとに計算により補正した。また、 ^{59}Fe 、 ^{58}Co 、 ^{60}Co 及び ^{134}Cs はサム効果の影響を補正した。
- (8) 核データは原則として Atomic Data and Nuclear Data Tables (1983 年) に従った。