

尿中に存在する放射性
物質の分析法，文献集

1962年6月

日本原子力研究所

Japan Atomic Energy Research Institute

尿中に存在する放射性物質の分析法

文 献 集

要 旨

この報告は 1950 年以降現在までに発表された尿中の放射性物質の分析法に関する研究の抄録集である。調査は主として、Nuclear Science Abstracts (N. S. A.), Chemical Abstracts (C. A.) および Analytical Abstracts (A. A.) を利用しておこない、このほか保健物理、および化学関係の代表的雑誌についても調査し、元素別に整理した。

抄録した文献数は約 150 編、元素数は約 20 である。

日本原子力研究所 保健物理研究室

赤 石 準

Analytical Procedures of Urine for Radionuclides A Bibliography

Abstract

Recently, a large number of papers dealing with the analytical procedure of urine for many radioactive nuclides have been published.

In this bibliography, approximately 150 papers published since 1950 are abstracted, grouped in the respective elements.

The survey of these papers was carried out using abstract journals such as *Chemical Abstracts* (1950~1960), *Nuclear Science Abstracts* (1956~1961), and *Analytical Abstracts* (1954~1961). Some representative chemical and health physical journals were also read.

JUN AKAISHI

Health Physics Laboratory

Division of Health Physics

Japan Atomic Energy Research Institute

序 文

保健物理の学問分野は、きわめて広範多岐にわたり、その目的を達成するためには、物理学、化学をはじめ、生物学、医学など数多くの学問分野の知識を必要とする。かりにその目的とするところが放射線防護、放射線衛生学、放射線安全および管理にありとしても、これらの目的を達成するためには広範な学問分野にわたっての知識を必要とするのである。さらに保健物理という学問分野は生まれてからまだ日が浅く、そのような学問分野の通幣として、またその研究のたどるべき運命として、学問体系、研究体系がととのうまでは、あらゆる角度から広範囲な知識を背景として進まねばならない。研究者の労たるや容易ならざるものあることを思わせられるのである。

当研究所の保健物理部も発足以来すでに5年、混沌とした暗中模索時代から資料収集時代もすぎ、いまや独自の分野の開発にのり出そうとしている。この時にあたり、過去の知識を整理整頓し、取捨選択して、将来における保健物理の目的達成のために備えることは、われわれ研究者のなすべきことであろう。

放射線障害の観点から、放射性物質の体内への摂取は最も重大な問題の一つである。その検出方法の一つとして体外から測定する人体放射能測定装置 (human counter) も昨年春完成したが、一方、人体からの排泄物とくに尿を分析して放射性物質の体内量を推定し、また摂取された放射性核種を判別し、よって内部被曝線量を推定したり、医学的治療への資料を提供したり、必要な個人の放射線管理をおこなうことは放射線障害防止上重要な事柄である。

当研究所の保健物理発足以来、赤石氏が調査検討を加えた国内、国外の文献は実に百数十編に及び、尿分析作業のルーチン・サービス化を機会に同氏はこれらの文献の抄録と、みづからの研究開発の成果の抄録とを合わせて、この「尿中に存在する放射性物質の分析法、文献集」を公にした。この抄録は同氏が周到に検討した文献抄録集であると同時に、この分野におけるわが国最初の文献抄録集であり、おそらく斯界に貢献するところ多いものと思われる。この抄録が斯学にとって過去5ヵ年間の知識の集成となると同時に、つぎの研究へのよきスプリング・ボードともなり、また同種の研究、業務にたづさわる方々のよき座右の書ともなることを望んでやまない次第である。

1962年3月4日

保健物理研究室長 山 岡 義 人

まえがき

近年、わが国においても原子力研究の発展につれて、内部被曝の問題が一段と重要視されるようになった。これにともない、内部被曝線量を求める手段として排泄物中の放射性物質の定量法について今までに発表された報文を整理することは、いろいろな放射性物質の定量に際して非常に便利であると考えられるので、ここにこの文献集を作製した。

収録文献の調査方法と収録範囲 文献の調査は主として Nuclear Science Abstracts, Chemical Abstracts, Analytical Abstracts, 日本化学総覧についておこない、このほか、化学、保健物理関係の代表的雑誌についても調査し、1950年以降発表されたものをとり上げた。しかし報文のなかで Annual report や Progress report などに発表されたものは、これらの報文のほとんどが別途に独立した論文として発表されているので原則として省略した。

文献の配列 文献は一般および各論に大別し、一般の部には、Bibliography, Review, Proceeding, および数多くの放射性元素の分析についての Manual などの論文をとり上げ、各論の部には主として単一の元素の分析法の論文を原子番号順に、また同一元素については発表年順に配列した。このなかで1つの論文で2つ以上の元素について取扱っているものは、主となっている方の元素の項に入れ、その他の元素については各項の終りに文献番号をカッコ内に記し、参照できるようにした。

文献の記載法 文献題目は次の順序で記載した。

題名・著者名(著者の所属機関)・
| 発表誌名, 巻数(号数), ページ~ページ(発行年)
| レポート番号, ページ数(発行年)

抄録の内容は次の方針で整理した。

- 1) 定量の最終手段
- 2) 分析方法
- 3) 収率, 検出限界および精度
- 4) 共存する他の放射性元素との分離およびその他

このなかで分析方法は比較的具体的に記載した。しかし一般的な操作、すなわち容器の洗浄、再沈殿、洗浄などごく普通におこなわれる操作は原則として省略した。

著者索引 収録した全文献の著者を全員巻末に列記し、関係ある文献番号を並記した。

パンフレット索引 レポート番号のアルファベット順、番号順に巻末に列記し、関係ある文献番号を列記した。

ここに取り上げた文献は筆者が原研、保健物理部において過去5年間に調査した、生体物質中の放射性物質の分析法に関するものうち、尿中の放射性物質の分析法に関するものを整理し、さらに抄録誌を調査してまとめたものであるが、もとより筆者の見落しや、またわが国に入っていない文献を入手する特別な努力をしなかったため、内容に精粗があり、表現の不統一もあると思われるが、これらの点については将来機会があれば改訂したいと考えている(原文を読むことのできなかつた報文は、抄録の末尾に調査した抄録誌名を記入した)。これらの点につき読者諸氏の指示、注意、批判などがいただければ幸いである。

この抄録誌の作製にあたり、保健物理研究室山岡義人室長をはじめ、東京都立大学理学部一國雅已助教授、保健物理部藤田稔副主任研究員、矢部明研究員に援助をいただいた。また原稿の整理は藤村栄子氏に負うところが大きい。ここにこれらの諸氏に対し厚く感謝の意を表す。

昭和37年2月16日

保健物理部 保健物理研究室

赤 石 準

尿中に存在する放射性物質の分析法, 文献集

目 次

ま え が き	
一 般	1
各 論	5
Gross α Activity	5
Gross β Activity	5
Fission Products	7
^3H	8
^{14}C	11
Na	11
Mg	11
P	12
S	12
K	13
Ca	13
Sr	13
I	16
Cs	18
Ba	20
Po	20
Ra	23
Ac	24
Th	25
Natural U	27
Enriched U	29
Np	32
Pu	33
Am	37
Cm	37
著 者 索 引	39
パンフレット索引	41

一 般

1. Estimating radioelements in exposed individuals-III.

Bioassay operations and procedures. J. SCHUBERT (Argonne National Lab., Chicago, Illinois, U. S. A.). *Nucleonics*, 8 (4), 59~67 (1951).

Urine および feces 中のいろいろな放射性物質の分析について、試料の灰化、放射能の測定および分析操作などにつき、一般的なことがのべられている。とりあげられている放射性物質は、Ra, Pu, Am, Cm, Po, Pa, Th, Y および希土類元素, アルカリ元素, ^3H , ^{35}S , ^{14}C などであって、分析法の概要が文献とともに示されている。

2. Selected bibliography on analysis of certain radioactive elements in biological materials.

D. REVINSON (Health and Safety Lab., New York Operations Office, AEC, U. S. A.). NYO-4702, 18 p (1956).

Nuclear Science Abstracts, July 1948~Dec. 1955 に集録されたものを中心として 1946~1955 (一部は1956年5月まで)に発表された生体物質中の放射性物質の分析法, 生体物質中における行動などについての文献集である。いずれも題名のみであるが尿についての分析法も数多く集録されており, その核種と報文数はつぎのとおりである。

I. α -emitter

Pu (27 編), Po (11 編), Ra (10 編), Rn (22 編), Th (5 編), U (enriched を含む) (25 編)

II. β, γ -emitter

F. P. (6 編), I (16 編), Sr (16 編), ^3H (23 編)。

3. Analysis of radio-isotopes in urine.

K. E. SCHULTE, G. HENKE (Institute f. Pharmazie u. Le-

bensmittelchen, Univ., Münster). *Deutsch. Apotheker Ztg.*, 100 (25), 700~706 (1960).

Urine 中のいろいろな放射性物質の分析法について記載されている。78 references.—A. A., 8, 720 (1961).

4. The determination of radioisotopes in urine.

A. SCHOENFELD (translated) (UK, AEA, AERE, England). AERE-Trans-869, 20 p.

SCHULTE, HENKE : *Deutsch. Apotheker Ztg.*, 100, 700~706 (1960) [3] の英訳。

5. The analytical procedures of the bioassay group at the Argonne National Laboratory.

J. SCHUBERT, L. S. MYERS, JR., J. A. JACKSON (Health Services Div., Argonne National Lab., Chicago, Ill., U. S. A.). ANL-4509, 23 p (1951).

Argonne National Laboratory の Bioassay Group の manual であって, urine, blood, feces 中に含まれるいろいろな放射性元素についての分析方法, および試薬, 器具, 計算方法などがのべられている。とりあげられている放射性核種および分析法の基礎となった報文を〔 〕内に記す。

Gross α activity (Ac, Th, Np, Pu, Am, Cm) (E. R. RUSSELL, J. SCHUBERT, J. A. JACKSON : MD C-HG-1217 (1946) ; E. R. RUSSELL : MDC-HG-1218 (1946)).

Po (L. B. SILVERMAN : Monsanto Project, Final Report No. 10 (1944)).

Pa (E. R. RUSSELL : ANL-4211 (1948)).

Ra (95)

^3H (K. E. WILZBACH, A. V. DYKEN : AECD-

2998 (1950); A. ENGELKEMEIR, W. H. HAMILL, M. G. INGRAM, W. F. LIBBY: *Phys. Rev.*, **75**, 1825 (1949)].

6. A report of bioassay procedures. A summary and bibliography. W. A. BROBST (Chicago Operations Office, Health and Safety Div., AEC, U.S.A.). COO-213, 9 p (1957).

Urine 中の Pu, Th, U のいろいろな分析法についての bibliography である。分析装置などについてもものべてある。—N. S. A., **13**, 5318(1959)

7. A current review of body fluid analysis, procedures, and method of reporting—January 1957. P. E. BROWN, D. M. DAVIS, L. C. HENLEY (Applied Health Physics Sections, Health Physics Div., Oak Ridge National Lab., Tenn., U. S. A.). ORNL-57-8-1, 34 p (1957).

Body fluid 中の ^3H , Po, Pu, Ra, Sr, U, gross α activity (Th, Pu, Am, Cm), gross β activity の routine 測定法について記載されている。

8. Chemical methods for routine bioassay. J. B. HURSH (ed.) (Univ., Rochester, Rochester, New York, U. S. A.). AECU-4024, 98 p (1958).

Pu, Po, Ra, Th, ^3H , U, Sr についてのいろいろな routine 分析方法をまとめたもので、放射性元素別の review 担当者, original reference の主なものはつぎのとおりである。

- Pu (M. F. MILLIGAN) [141] [135]
- Po (R. C. THOMAS) [90] [91] [93]
[UR-269] [UR-305]
- Ra (J. B. Hursh) [96] [95]
- Th (G. A. WELFORD) [103] [104]
- ^3H (J. M. NIELSON) [9] [*Radiation Research*, **4**, 278 (1956)]
- U (M. C. MASON, R. H. BURR, JR) [9] [A-1235]
[ACCO-47] [Y-12 Plant manual NYOO Rept. 4]
- Sr (J. H. HARLEY) [13] [AERE-HP/R-

-2056]

9. Analytical procedures of the Industrial Hygiene Group. M. F. MILLIGAN, E. E. CAMPBELL, B. C. EUTSLER, J. McCLELLAND, W. D. MOSS (Los Alamos Scientific Lab., New Mexico, U. S. A.) LA-1858 (2nd ed.), 261 p (1958).

Los Alamos Scientific Laboratory の Industrial Hygiene Laboratory で採用されている, urine, air sample, water, blood, oil, soil などの試料中に含まれるいろいろな化学物質の分析法の manual であって, urine 中の放射性物質の分析法も多く記載されている。Urine 中の放射性物質の分析法としてとり上げられている核種と original paper はつぎのとおりである。

- Gross β activity (A. L. BONI, personal communication, [27]参照).
- Pu [141] [135] [*Anal. Chem.*, **21**, 536(1952)]
- ^{210}Po [90] [UR-235 (1953)]
- ^{231}Pa [ANL-4211 (1948)] [*Nucleonics*, **8** (3), 66 (1951)]
- Ra [96] [95]
- ^{230}Th (Io) [135] [5]
- ^3H [34] [HW-13949 (1949)]
[HW-17257 (1950)] [HW-18038 (1950)]
- U [121] [108] [ANL-5155 (1953)]

10. Joint WHO/FAO Expert Committee on Radiochemical Methods of Analysis, Geneva, 15 to 20, September 1958. 96 p(1958).

この報告は (1) sources of radioactive contamination, (2) evaluation of environmental contamination, (3) evaluation of human contamination, (4) methods (sampling methods, analytical methods, instrumentation) の4部分から成り, 分析法の部では, air, drinking water, soil, vegetation, milk, urine, feces, breath などの試料について, ^3H , Sr, Ru, I, Cs, Po, Ra, Th, U, Pu, gross activity などの routine 測定法が記載されている。これらのなかで urine の分析法としてとりあげられている核種とその方法はつぎのとおりである。

- ^3H [38] [34]

Po [90] [144]
 Ra [96] [AERE-C/R-2385]
 Th [103] [105]
 U [110] [13]
 Pu [135] [11]

11. Analyses Radiotoxicologiques urinaires. L. JEAN-MAIRE, H. JAMMET (Commissariat à l'Énergie Atomique, Saclay, France). *Ann. Radiol.*, **2**, 703~22 (1959).

この報文は2つの部分から成り、最初の部分はいろいろな放射性物質の内部被曝による障害、体内における行動などについてのべられている。第2の部分は Saclay Nuclear Research Center の S. H. A. R. P. Radiotoxicology Laboratory における $^{89,90}\text{Sr}$ [60], ^{233}U [125], Th[105], Ra [98], Pu[143], および U[113] についての分析法が記載されている。

12. Collected laboratory procedures for the determination of radioelements in urine. R. O. R. BROOKS (comp.) (UK, AEA, Research Group, AERE Harwell, England). AERE-AM-60, 32 p (1960).

最近数年間、AERE, Harwell, Medical Division において用いられている urine (biological sample) 中の放射性物質の分析法を集めたもので、AERE, Chemistry Division の Analytical Group, および Medical Group で開発、改良された方法である。取り上げられている放射性核種および分析方法の original paper はつぎのとおり。

Am および他の α -emitter [19]
 ^{131}I [75]
 Pu [134]
 Po [86]
 Ra [AERE-C/R-2385 (1958)]
 Sr および F. P. [29]
 Sr [AERE-C/R-2294 (1957)]
 ^3H [40] [AERE-HP/M-74]
 Enriched U [110]
 Natural U [115]

13. HASL manual of standard procedures with revisions and modifications to August 1959. I. B. WHITNEY (ed.) (Analytical Div., Health and Safety Lab., New York Operations Office, New York, U. S. A.). NYO-4700. 171p (1960).

この manual は Health and Safety Laboratory の manual であって、general information, radiation measurement, chemical procedures, specification の各章より成っている。Chemical procedure の章では urine, milk, water, soil, vegetation などのいろいろな試料中の F. P., Be, F, Ca, ^{89}Sr , ^{90}Sr , ^{137}Cs , U の分析法が記載されている。

これらの中で urine 中の放射性物質の分析法としてとりあげられているものはつぎのとおりである。

(a) ^{90}Sr : 試料 5 l をとり、Sr を fuming HNO_3 法により、他の多くの元素と分離し、ついで barium chromate の沈殿を作ることにより、Ra と Pb を除去し、さらに混入してくる微量の F. P. を Y-hydroxide で除去したのち ^{90}Y の生成をまって再び Y-hydroxide の沈殿を作り、oxalate にして放射能を測定し、 ^{90}Sr 量を求める。

(b) ^{89}Sr : ^{90}Sr の分析法と同様におこない、最後の Y-hydroxide の沈殿で ^{90}Y を除いたのち、 SrCO_3 の沈殿を作り放射能の測定をおこなう。Y-hydroxide の放射能の測定から ^{90}Sr 量を求め、この値を差し引いて ^{89}Sr 量を求める。

(c) ^{137}Cs : 試料 1 l をとり、他のアルカリ元素および F. P. より ammonium aluminum sulfate の沈殿への共沈によって Cs を分離する。つぎに chloroplatinate の沈殿を作り、他の元素とさらに分離し、この沈殿の放射能を測定する。

(d) U: 試料 0.1 ml を Pt 皿にとり、蒸発乾固してから Meker バーナーで灼熱し、これに 100 mg の NaF を加えて熔融し、蛍光を測定する。

14. Analytical procedures at the U. S. Naval Radiological Defence Laboratory for the determination of certain radioelements in urine. W. H. SHIPMAN, H. V. WEISS (Naval Radiological Defence Lab., San Francisco, U. S. A.). USNRDL-TR-

451, 26 p (1960).

Naval Radiological Defence Laboratory で採用されている urine 中の ^{140}Ba , ^{90}Sr , Pu, Po, Ra, natural U, および gross β activity の定量法について記載されている。—N. S. A., **15**, 2596 (1961).

- 15. Proceeding of Bioassay and Analytical Chemistry Meeting, October 6, 7, 1955.** R. L. Hoover(ed.) (National Lead Company, Cincinnati, Ohio, U. S. A.). NLCO-595, 156 p (1956).

Bioassay および analytical chemistry の第1回会議の proceeding であって, urine および air 中の U の蛍光分析法 [109], enriched U の電着法 [122], urine および water 中の ^3H の定量 [37], urine および air の Hg の定量法など9編の報文が記載されている。

- 16. Proceedings of the Second Annual Meeting on Bioassay and Analytical Chemistry, October 11 and 12, 1956.** (Industrial Hygiene Lab., Health Div., Los Alamos Scientific Lab., Univ. of California, Los Alamos, New Mexico, U. S. A.). WASH-736, 163 p (1957).

Bioassay および analytical chemistry の第2回会合の proceeding であって, urine, blood および feces 中の Po の定量法 [93], urine 中

の ^{131}I , ^{90}Sr の定量法 [58], [74], urine 中の Sr と Ba の分析法 [84], および low-level α -counting, Pu, F. P. の諸問題, human counter などについての9編の報文が記載されている。

- 17. Proceeding of the Fourth Annual Meeting on Bioassay and Analytical Chemistry. November 3 and 4, 1958.** (Univ. of Rochester, Rochester, New York, U. S. A.). WASH-1023, 155 p (1959).

第4回会合の proceeding であって urine および soil 中の fluoride の分析, urine 中の enriched U の電着 [124], U-oxide の吸入による被曝, 生体組織中の U の分析法, 事故による Pu, Co, ^3H などによる被曝などについての12編の報文が集録されている。

- 18. Fifth Annual Meeting of the Bioassay and Analytical Chemistry Group, Tennessee, October 1-2, 1959.** TID-7591, 106 p (1960).

第5回会合の proceeding である。提出された論文は bioassay, health radiochemistry, occupational biochemistry, radiation-hygiene chemistry の各分野にわたり, environmental monitoring, γ -counting, fall-out, urine 中の Pu の分析法 [145], La の精製法, urine 中の enriched U の電着 [129], milk 中の Sr の諸問題などである。

各 論

Gross α Activity

19. The analysis of urine for traces of americium and other alpha emitters. E. N. JENKINS, G. W. SNEDDN (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-C/R-1399, 19 p (1954).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 24時間試料に conc. HNO₃ を加えて、湿式灰化する。残渣に 5 ml の conc. HNO₃ と 50 ml の H₂O を加えてあたため、不溶物を遠心分離する。溶液に 40% potassium thiocyanate 溶液 10ml を加え、100 ml の amyl alcohol-diethyl ether (500 ml alcohol-200 ml ether) を加えて振盪する。有機層は捨て、水層の pH を NH₄OH で 1.40~1.70 に調節し 2 ml の飽和 SO₂ 水を加えて Pu を還元し、85~90°C にて 1 ml の H₃PO₄ を加え、これに 1 ml の Bi 溶液 (23.2 g Bi(NO₃)₃·5H₂O/20 ml conc. HNO₃, 80 ml H₂O) を滴下し、沈殿を生成させる。1 時間放置後、遠心分離し、少量の conc. HCl にとかす。これに 1 ml の Ce 担体溶液 (0.25mg Ce) を加え、0.5 ml の 40% HF を加えて直ちに遠心分離する。HF による沈殿をくり返しておこない、少量の水で測定皿 (10 cm²) に移し、 α 放射能を測定する。
- 3) 収率は約 90%、放射能測定までに要する時間は約12時間。

20. The performance of a pulse amplitude analyzer type 1414 A for routine urine analysis. W. P. Hu-

CHINSON (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-MED/R-2455, 13 p (1957).

- 1) α -spectrometer による α -emitter の測定
- 2) 試料 500 ml を湿式灰化したのち Bi-phosphate および Ce 担体を加える方法により ([19] 参照), あるいは抽出法 ([134] 参照) により α -emitter を分離し、 α スペクトルを 100 channel analyzer type 1414 A を用いて 2~14 時間測定する。 $\mu\mu\text{C}$ 量の ²³⁹Pu, ²³⁷U, ²⁴¹Am を添加した場合についてのべてある。

Gross β Activity

21. Analysis of urine for gross radioactivity. F. P. COWAN, J. WEISS (Brookhaven National Lab., Upton, New York, U. S. A.). BNL-1000, 11 p (1951).

- 1) 試料を蒸発乾固して残渣の放射能を測定する方法である。また cobaltinitrate で K を、湿式灰化で urea を除去すれば、検出効率を著しく高くすることができる。—N. S. A., 6, 103 (1952) ([22] 参照)。

22. Analysis of urine for gross radioactivity. F. P. COWAN, J. WEISS (Brookhaven National Lab., Upton, New York, U. S. A.). *Nucleonics*, 10 (2), 33~35 (1952).

- 1) GM counter による測定
- 2) 試料 150 ml を 80°C 以下で蒸発乾固し、残渣の放射能を GM counter で測定する方法である。

- 3) ^{40}K の放射能は30箇の試料について測定した結果、残査 1 g 当り 32~192 dpm で平均値は 94 dpm であった。
- 4) 試料 100 ml について 1 ml の割合で HNO_3 を加え、2 ml の cobaltnitrite (400 mg) を加えて 2 時間放置し、生成する K の沈殿を分別する方法についても検討した。この場合 Li, Tl, NH_4 -塩は、K と行動を共にする。また試料 100 ml につき、5 ml の割合で H_2SO_4 を加え、 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 溶液を加えて BaSO_4 の沈殿を生成させ、これについて放射能を測定する方法についても検討した。この場合 Sr, Pb は Ba と行動を共にする。
- 23. 人尿の放射能について.** 友広嘉久, 樋渡良博, 玉利為彦, 樋口良田, 中村博見, 久木田堅次 (鹿児島県立医科大学, 医学部, 生化学教室). 放射性同位元素研究報告 (鹿児島県立医科大学), No. 2 27~32 (1954).
- 1) GM counter による測定.
 - 2) 試料 100 ml を加熱濃縮し, のちルツボに移し, 電気炉を用いて 500°C にて完全に灰化し GM counter で測定する.
 - 3) 天水飲用者および普通の人についての十数例の測定結果についてのべてある.
- 24. Determination of gross β -activity in urine with potassium-40 correction.** E. P. EBERSOLE, J. K. FLYGARE, JR. (US, AEC, Idaho Falls, Idaho, U. S. A.). *Proc. Health Phys.*, **1**, 72~78 (1956).
- 1, 2) 試料 50 ml を湿式灰化し, 残査を dil. HNO_3 にとかす. H_2O を加えて 10 ml とし, このうち 1 ml を測定皿にとって赤外線ランプで蒸発乾固し, 放射能を測定する. K 量を Beckman flame photometer で測定し, ^{40}K による放射能を補正する. —C. A., **52**, 12975 c (1958) ([33] を参照).
- 25. 塩基性リン酸塩沈殿への共沈を利用する尿の全放射能測定法, 第 1 報: 各種放射性核種の共沈率について** (A rapid method for the radiochemical gross assay of human urine, I: Co-precipitation factors of several radionuclides on the basic phosphate precipitate). 赤石準 (J. AKAISHI) (Div. of Health Physics, JAERI). *Radioisotopes*, **7**, 200~205 (1958).
- 1) GM counter による gross β, γ activity の測定.
 - 2, 3) 試料中に存在する放射性物質が試料に NaOH を加えることにより生成する Ca, Mg の basic phosphate へ共沈することを利用して gross activity を迅速に測定することを目的として, 共沈について検討した. 検討した核種は ^{147}Pm , ^{95}Zr - ^{95}Nb , ^{106}Ru - ^{106}Rh , ^{90}Sr - ^{90}Y , ^{60}Co , ^{239}Np , F. P., ^{131}I , ^{137}Cs - ^{137}Ba であって, 温度, リン酸添加の影響, 放置時間の影響などについて実験結果が記載されている.
- これらの核種のなかで ^{131}I , ^{137}Cs は共沈しないがほかのものはよく共沈する。
- 26. 塩基性リン酸沈殿への共沈を利用する尿の全放射能測定法, 第 2 報: ルーチンの方法としての検討** (A rapid method for the radiochemical gross assay of human urine, II: A routine assay method using the co-precipitation on the basic phosphate precipitate). 赤石準 (J. AKAISHI) (Div. of Health Physics, JAERI). *Radioisotopes*, **8**, 159~165 (1959).
- 1) GM counter による gross β, γ activity の測定.
 - 2) 試料に 6N NaOH を加え, Ca, Mg の塩基性リン酸塩沈殿を生成させる. 遠心分離し, 沈殿を放射能測定皿に移し, 赤外線ランプで乾燥したのち GM counter で測定する.
 - 3) ^{90}Sr - ^{90}Y の場合, 試料 400 ml 中に 20~30 dpm が存在するとききはきわめて短時間に検出することができる.
- 27. Rapid determination of mixed β - γ radionuclides in urine.** A. L. BONI (E. I. Du Pont de Nemours & Co., Aiken, S. C., U. S. A.). *Health Physics*, **2**, 186~188 (1959).
- 1) β および γ -counting による測定.
 - 2) 試料 750 ml に conc. HNO_3 5 ml, 85.8% H_3PO_4 2 ml と, 担体として CoCl_2 (50mg Co)

- を加え、85°C に加熱してから 25 ml の conc. NH₄OH を加えて沈殿を生成させ、85°C に 2 時間保つ。一夜放置してから沈殿を吸引濾別し電気炉を用いて 900°C に加熱して完全に灰化する。冷却後 10 ml の conc. HNO₃ にとかし、2 ml にまで濃縮してから、ステンレススチールの試料皿に移し、乾燥後放射能を測定する。
- 3) 収率は ¹⁰³Ru 40~50%, ⁶⁰Co, ⁵⁹Fe, ⁶⁵Zn, ⁵¹Cr, ⁸⁹Sr, ¹⁴⁴Ce-¹⁴⁴Pr, ⁹⁰Y, ⁹⁵Zr-⁹⁵Nb は 80~100%。検出限界は ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, ¹⁴⁴Ce-¹⁴⁴Pr が試料 750 ml につき、10⁻⁵μC、これ以外の核種は 10⁻⁴μC 程度である。天然の ⁴⁰K の存在は妨害しない。

28. 塩基性リン酸塩沈殿への共沈を利用する尿の全放射能の迅速測定法 (Rapid method for the radiochemical gross assay of human urine). 赤石準 (J. AKAISHI) (Div. of Health Physics, JAERI). 第 3 回原子力シンポジウム報文集, p 201~205 (1959).
[25], [26] を参照。

Fission Products

29. The estimation of radioactive strontium and other fission products in urine and water. C. A. MAWSON, I. FISCHER (Atomic Energy Project, Canada). CRM-455, 20 p (1950).
- 2) 試料中の放射性物質を Ca-oxalate に共沈させ、洗浄したのち測定皿にとって、放射能を測定する。
- 3) 収率は試料 750 ml の場合 ⁸⁹Sr および F. P. の場合、平均 78%。
- 4) このほかに、共沈した放射性物質と Ca の分離について検討されている。—N. S. A., 5, 50 (1951).

30. Fission product analysis of urine. R. C. THORBURN (Health Instrument Div., Hanford Works, G. E. Co., Richland, Wash., U. S. A.). HW-18320, 19 p. (1950).

- 1) GM counter による測定。
- 2) 24時間試料に conc. HNO₃ 200 ml を加えて蒸発乾固し、電気炉を用いて、500°C にて 30 分間灰化する。少量の 0.25 M HNO₃ にとかし、不溶物を遠心分離する。溶液を Dowex 50 のカラム (6.5 cm × 25 cm) に通して F. P. (⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, ¹⁰⁶Ru-¹⁰⁶Rh, ¹³⁷Cs, ¹⁴⁴Ce-¹⁴⁴Pr, etc.) を吸着させ、17 l の 0.25 M HNO₃ で洗浄する。のち 4N HNO₃ 10 l で溶離し、溶離液を蒸発乾固し、放射能を測定する。
- 4) 試料中の Pu を LaF₃ 沈殿、TTA 抽出で定量した残りの液からイオン交換法で F. P. を定量する方法についてものべてある。

31. 尿中原子核分裂生成物の測定方法。沈殿方法の検討。吉沢康雄 (Y. YOSHIKAWA) (東京大学医学部, 生化, 放射線). 生化学, 26, 562~564 (1954).
- 1) GM counter による測定。
- 2) 第 5 福龍丸の灰から F. P. を抽出し、つぎの 2 つの方法により検討した。
- (a) 試料 100 ml に conc. HCl 1.7 ml を加え、90°C にて 20 分加熱し、6N H₃PO₄ 0.4 ml を加えてから NaOH を加えて pH を 9 位にし、沈殿を生成させる。2 時間以上放置してから濾別し、乾燥後ルツボに入れて灰化し、残渣の放射能を測定する。
- (b) 試料 100 ml に conc. HNO₃ 25 ml を加え、全量が 75 ml になるまで加熱濃縮する。これに conc. NH₄OH を加えて pH を 6.0 に調節し、oxalic acid 溶液 (oxalic acid 25 g, ammonium acetate 25 g, acetic acid 50 ml を H₂O で 750 ml としたもの) を 10 ml 加え、30 分放置してから (a) と同様な方法で測定する。
- 3) 放射能は (a) 方法では約 71%, (b) 方法では約 57% が回収された。F. P. 成分の各元素別にみると希土類元素はよく共沈する。他の元素は希土類より劣るが共沈させることができる。
- 4) ⁴⁰K は両方法とも分離は良好である。

32. Rapid bioassay method for fission-product urinalysis. C. M. HASTINGS, M. R. KENNEDY (General Electric Co., Knolls Atomic Power Lab., Sche-

nectady, New York, U. S. A.). KAPL-1572, p 39 (1957).

- 1) GM counter による測定.
- 2) 試料 150 ml を conc. HNO_3 で湿式灰化したのち, dil. HNO_3 にとかし, 試料測定皿にとり放射能を測定する.
- 3) 収率は $6.5 \times 10^2 \sim 3.3 \times 10^4$ dpm の F. P. につき $50 \pm 25\%$.

- 33. Estimation of radioactive strontium and other fission products in urine and water.** C. A. MAWSON, I. FISCHER (Chalk River, Canada). Natl. Research Council Can., At. Energy Project, Research Div. N. R. C. No. 2392.
- 2) 試料に ammonium oxalate を加えて試料中に存在する Ca を oxalate として沈殿させる. この沈殿を測定皿にとり, 放射能を測定する.
 - 3) 5~40 cpm を添加した場合の収率は 70~100% (平均87%). 自己吸収は ^{89}Sr 1~14%, mixed F. P. 13~20%, 試料 750 ml に 20~60 mg の Sr を加えていった場合の ^{89}Sr の収率は変りない. なお用いた F. P. の主成分は ^{144}Ce , ^{144}Pr , ^{95}Cb , ^{147}Pm である. C. A., **46**, 10250 i (1952).

 ^3H

- 34. Determination of tritium in urine and water.** J. McCLELLAND, M. F. MILLIGAN, B. P. BAYHURST, B. C. EUTSTER, W. W. FOREMAN, B. M. HEAD, R. D. HIEBERT, R. J. WATT, W. E. WILSON (Los Alamos Scientific Lab., Univ. of California, New Mexico, U. S. A.). LA-1645, 13 p (1954).
- 1) GM counter による定量.
 - 2) 3 g の Ca-metal に 10~15 ml の試料を滴下して ^3H を含む H_2 gas を発生させる. 液体 N_2 で冷却して H_2O および凝縮性ガスを除去し, 容量 200 ml の GM 管に 15 cm Hg の圧力で入れる. これに ethylene と Ar gas をそれぞれ 2 cm Hg, 5 cm Hg の圧力で入れ, 全圧を 22 cm Hg とし, β -counting をおこなう. ^3H の標準溶液および純水について同様に

測定し, ^3H 量を求める.

- 3) この方法は ^3H 量 1~250 $\mu\text{C}/\text{l}$ の範囲で用いることができる. 測定精度は約 $\pm 5\%$.
- 35. A portable apparatus for the determination of tritium in liquid samples.** J. McCLELLAND (Los Alamos Scientific Lab. of the Univ. of California, U. S. A.). LA-1678, 19 p (1954).
- 1) Ionization chamber による定量 (portable apparatus).
 - 2) 試料に Ca-metal を加えて H_2 を発生させ, これを液体 N_2 で冷却したのち, 容積 250 ml の ionization chamber に導入し, vibrating reed electrometer で測定する. 装置は Al ケースにおさめ, portable とした.
 - 3) Background は ^3H として 1 $\mu\text{C}/\text{l}$ 以下, 測定精度は 100 $\mu\text{C}/\text{l}$ 以下の濃度の場合は $\pm 5 \sim 10\%$, 100~1500 $\mu\text{C}/\text{l}$ では $\pm 3\%$.
- 36. Assay of tritium activity in body fluids with use of a liquid scintillation system.** W. H. LANGHAM, W. J. EVERSOLE, F. N. HAYES, T. T. TRUJILLO (Los Alamos Scientific Lab., California Univ., Los Alamos, N. M., U. S. A.). *J. Lab. Clin. Med.*, **47** (5), 819~825 (1956).
- 1) Liquid scintillation counter による定量.
 - 2) 0.5 g の活性炭の層に 2 ml の試料を通して脱色し, その 1 ml をとって 24 ml の scintillation solution (PPO 7g, naphthalene 50 g, POPO 50 mg を *p*-dioxane にとかして 1 l としたもの) を加える. 2500 rpm で 10 分間遠心分離して上澄液を counting bottle に入れ, 2~3°C にて 1 時間冷却し, 2 in の Pb で遮蔽した liquid scintillation counter にて 0~4°C の温度で internal standard を用いて測定する.
 - 3) 計数効率 は 6~9%. background は 70~100 cpm. 収率は 1 ml につき 5660~566100 dpm の範囲で 98.6~95.0%.
- 37. Determination of tritium in urine and water.** M. F. MILLIGAN (Los Alamos Scientific Lab., Los

Alamos, New Mexico, U. S. A.). NLCO-595, p. 71~92 (1956).

- 1) GM counter による定量.
- 2) 試料 10~15 ml をとり, これを Ca-metal 上に滴下して H₂ を発生させる. 液体 N₂ で冷却して水分および凝縮性のガスを除去し, これを GM 管中に圧力 15 cm Hg で導入する. これに ethylene (2 cm Hg), および Ar (5 cm Hg) を入れて, 圧力を合計 22 cm Hg とし, ³H を含まない H₂ gas を同様にして封入した GM 管とともに counting して background を差引く.
- 3) 1~510 μc/ml の範囲内で効率 は 40 ± 5%.

38. Liquid scintillation counting for assay of tritium in urine. G. T. OKITA, J. SPRATT, G. V. LEROY (Argonne National Lab., Chicago, Ill., U. S. A.). *Nucleonics*, **14** (3), 76~79 (1956).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) 試料 30 ml に 1 g の活性炭を加え, 別する. この 2.0 ml をとり, 0.1 ml の dist. H₂O 20.0 ml の absolute alcohol を加え, 50 × 60 mm の容器に入れて混合したのち, toluene 28.0 ml と *p*-diphenyloxazole 100 mg を加えて混合する. 6°C にて, Tri-Carb counter model 314 scintillation counter で測定する. 試料の代りに 2.0 ml の dist. H₂O を加えたものを background とし, 既知量の ³H を含む H₂O を internal standard とする. 計数時間は計数値の標準偏差が ± 5% 以下になるように決める.
- 3) 計数効率は 3%.

39. The determination of tritium in urine. (Chemical Services Department Operation Branch, Windscale, Cumb., U. K.). IGO-AM/W-112, 6 p (1958).

- 1) Ionization chamber による定量.
- 2) CaC₂ 100 g を ice-bath で冷却しながら試料 200 ml を滴下し, 発生する C₂H₂ を乾燥してから ionization chamber (容量 5 l) に導入し, vibrating reed electrometer により測定する.

3) 測定範囲は 0.01~100 μc/ml, 検出限界は 0.01 μc/ml である.

4) この方法は AERE-HP/M-74 にのべられている方法による.

40. Tritium in urine monitoring by the acetylene flow ion chamber method. R. M. FRY (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-HP/R-2858, 11 p (1959).

- 1) Ionization chamber による定量.
- 2) フラスコ中に carbide 150 g をとり, 試料 100 ml を滴下して発生する C₂H₂ を water condenser と CaCl₂ 乾燥管 2 筒を通したのち容量 2 l, 2 in の Pb で遮蔽した chamber に入れて vibrating reed electrometer で測定する. ³H 量は既知量の ³H を含む蒸留水を同様に処理した場合と比較して求める.
- 3) 測定電流が background の 2 倍になる ³H 量は 0.001 μc/ml であり, 0.005 μc/ml の ³H 量では 25~30 分の測定で ± 10% 以内の relative accuracy で測定できる.

41. Rapid sensitive method for determining ³H-water in body fluids by liquid scintillation spectrometry. H. WERBIN, I. L. CHAIKOFF, M. R. IMADA (Dept. of Physiology, Univ. of California, Berkeley, U. S. A.). *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.*, **102**, 8~12 (1959).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) 試料を benzene と蒸留して純粋な ³H-water をつくる. この 3 ml に naphthalene 1.5 g, PPO 150 mg, POPOP 3.75 mg を含む 12 ml の dioxane を加え, Packard Tri-Carb model 314 spectrometer を用い, +3°C にて測定する.
- 3) 収率は 98~104%, counting 効率は 8~15%, 検出限界は約 5.7×10^{-5} μc である.

42. The determination of tritium water in urine by liquid scintillation counting. W. P. HUTCHINSON (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-R-3425, 9p (1960).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) 試料 10 ml に toluene 50 ml を加えて蒸留し, この 0.6 ml をとって, toluene, alcohol, *p*-terphenyl 混合溶液に加え, 直径 1 in の photomultiplier tube (9524 S/A) を使用して, 24°C にて測定する.
- 3) ^3H の計数効率 は試料水溶液 0.5%, absolute ethanol 30%, toluene 69.5%, *p*-terphenyl 0.4% (w/v) のとき 11%, 試料水溶液 4%, absolute ethanol 40%, toluene 56%, *p*-terphenyl 0.4% (w/v) のとき 6% である.
また ^3H 量 0.001 $\mu\text{C}/\text{ml}$ の試料についての測定結果は, 計数効率 4% の場合 7.2 cpm (background 210 cpm) である.

43. Analytical method for the determination of tritium in urine (liquid scintillation method). (Technical Manager, (chemistry), UK, AEA, Production Group, Operations Branch, Windscale, England). PG Report 162(W), 6 p(1960).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) 試料 500 ml に 18 M NH_4OH を pH が 8 ~ 9 になるまで加え, 80°C に加熱する. これに animal charcoal 5 g を加え, 一旦煮沸し, 濾別する. この濾液 1 ml をとり, 水道水 1 ml と 9 ml の 1,4-dioxane および 9 ml の liquid scintillant (2,5-diphenyloxazol 4 g と naphthalene 100 g を 1 l の 1,4-dioxane にとかしたものを) を加え, coincidence liquid scintillation counter により測定する. 試料中の ^3H 量は, 10 m $\mu\text{C}/\text{ml}$ の ^3H を含む水を標準とし, 水道水を background として求める.

44. Determination of tritium in water and urine. Liquid scintillation counting and rate-of-drift determination. F. E. BUTLER (E. I. Du Pont de Nemours and Co., Inc., Aiken, S. C., U. S. A.) *Anal. Chem.*, **33**, 409~414 (1961).

- (a) 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) ポリエチレン容器に試料 1 ml と 15 ml の scintillation mixture (PPO 4.00 g, POPOP 0.05 g, naphthalene 120 g を *p*-dioxane で

1 l としたもの)を加え, 4°C にて 1 分間, Tri-Carb liquid scintillation spectrometer を用いて放射能を測定する. のち 0.01 μC の ^3H を internal standard として加え, 0.5 分間測定をおこなう. 試料の自己吸収を補正して ^3H 量を求める.

- 3) 検出限界は 1 分間測定の場合 1 $\mu\text{C}/\text{l}$ H_2O , 30 分測定の場合は 0.005 $\mu\text{C}/\text{l}$ H_2O である. ^3H 量 0.05 $\mu\text{C}/\text{l}$ の場合は $\pm 10\%$ 以下の標準偏差で測定できる.
- 4) Scintillation mixture の組成, 量, 添加する ^3H 量, 他の放射性物質が共存する場合などについて検討してある.
- (b) 1) Rate-of-drift 法による定量.
- 2) 試料に Ca-metal を加え, 発生する H_2 を Pb で遮蔽した容量 1 l の ion chamber に導入し, vibrating reed electrometer を用いて測定する.
- 3) 検出限界は発生ガス 1 l につき 0.01 μC .

45. Liquid scintillation counting of tritium in urine. J. A. B. GIBSON (Health Physics Div., AERE Harwell, Berks., England). *Phys. in Med. Biol.*, **6**, 55~64 (1961).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) (a) 処理しない試料, (b) 活性炭と H_2O_2 で処理したもの, (c) 蒸留したもの, おのおの 1 ml をとり, scintillator として, xylene, 1,4-dioxane, ethanol, PPO, POPOP, naphthalene の混合溶液を用いて $-1^\circ \pm 0.5^\circ\text{C}$ にて 950 V にて測定する.
- 3) 計数効率および検出限界は 950 V で測定した場合, 未処理の試料について, それぞれ $3.9 \pm 0.3\%$, 0.46 $\mu\text{C}/\text{ml}$, 活性炭処理の試料について, $4.9 \pm 0.4\%$, 0.29 $\mu\text{C}/\text{ml}$, 蒸留をおこなった試料については $4.9 \pm 0.4\%$, 0.28 $\mu\text{C}/\text{ml}$ である.

46. Determination of tritium in urine using a coincidence liquid scintillation counter. J. SANDALLS (UK, AEA., Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-R-3716, 15 p (1961).

- 1) Liquid scintillation counting による定量.

2) 試料を toluene と蒸留して純水としてとり出し、直径 1 in の E. M. I. type 9524 S/A photomultiplier 2 筒を用いて室温にて測定する。

3) 計数効率は 7%, $1 \times 10^{-3} \mu\text{C/ml}$ の ³H を含む試料についての計数値は background を差引いて 160 cpm, 検出限界は $\pm 2\sigma$ の誤差で $1.6 \times 10^{-4} \mu\text{C/ml}$ である。—N.S.A., 15, 29114 (1961)

47. Determination of tritium in human urine. 上野馨

(K. UENO), 矢部明 (A. YABE), 弦巻一郎 (I. TSURUMAKI), 張昭鼎 (CHAN-TING CHANG) (Div., of Health Physics, JAERI). 日本原子力学会誌 (*J. Atomic Energy Soc. Japan*), 3, 688~690 (1961).

1) Liquid scintillation counter による定量。

2) 試料を 5 g の陰陽混合イオン交換樹脂のカラム (Diaion, anion 2:1 cation, 1cm×10cm) に 1 分間当り 3~4 ml の速さで通し、通過液の 5 ml~10 ml をとり、この 1 ml に 60 ml の scintillator solution (PPO 4 g, POPOP 15 mg, ethanol 230 ml, toluene 770 ml) を加え、常温において測定する。

3) 検出限界は $0.01 \mu\text{C/ml}$, 精度は $\pm 10\%$ 。

4) ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, F.P., ⁵⁵+⁵⁹Fe, ⁴⁸Sc はイオン交換操作の際、除くことができる。

48. Rapid assay procedures for tritium-labelled water in body fluids. B. E. VAUGHAN, E. A. BOLING (U. S. Naval Radiological Defence Lab., San Francisco, U. S. A.). *J. Lab. Clin. Med.*, 57, 159~164 (1961).

1) Liquid scintillation counter による定量。

2) 試料 1.5~2.0 ml をガラス容器にとり、一端を液体 N₂ 中に浸して蒸発する試料中の H₂O を凝縮させる。この (a) 1 ml, あるいは (b) 0.25 ml に 17 ml の scintillant を加え、9°C にて liquid scintillation counter で測定する。scintillant の組成はつぎのとおりである。(a) diphenyl oxazole 7 g, naphthalene 50 g, 1,4-di[2-(5-phenyloxazolyl)] benzene 0.050 g, dioxane 100 ml, (b) diphenyl oxazole 4 g, 1,4-di[2-(5-phenyloxazole)] 0.015 g, abso-

lute ethanol 230 ml, toluene 770 ml.

¹⁴C

49. Determination of carbon-14 in aqueous bicarbonate solutions by liquid scintillation counting techniques.

Application to biological fluids. G. A. BRUNO, J. E. CHRISTION (Purdue Univ., Lafayette, Ind., U. S. A.) *Anal. Chem.*, 33, 1216~1218 (1961).

1) Liquid scintillation counter による測定。

2) 試料 5.3 ml につき 30% H₂O₂ 0.2 ml を加え、密封容器に入れて 80°C にて 6 時間加熱する。冷却後 14.5 ml の dioxane-cellosolve scintillator (dioxane 5 に 1 の割合で 1.0% PPO, 0.05% POPOP, 5% naphthalene を含む cellosolve を加えたもの) を加え、5°C にて Tri-Carb liquid scintillation spectrometer にて測定する。

3) 検出効率は scintillation solution が 20 ml, aqueous material の濃度が 27.5% の場合、約 25%。

Na

50. An apparatus for the rapid estimation of tracer quantities of radioactive isotopes in excreta.

N. VEALL, H. HETTER. *Brit. J. Radiol.*, 25, 85~88 (1950).

1) γ -counting による測定。

2) 試料 (2 l 以下) を密封容器に入れたまま、6 筒の γ -ray counter で測定する。この装置は実験動物自体の放射能の測定にも用いることができる。

3) ³²P は bremsstrahlung により μC 程度、¹³¹I, ²⁴Na は $0.01 \mu\text{C}$ 程度が測定できる。

Mg

51. Magnesium-28 studies of the molybdovanadate method for magnesium. J. K. AIKAWA, E. L. RHOA-

Das (Dept. of Med., Univ. of Colorado, Sch. of Med., Denver, U. S. A.). *Amer. J. Clin. Path.*, **31**, 314~315 (1959).

^{28}Mg をトレーサーに用いて, MgNH_4PO_4 沈殿の収率, Ca との分離について検討した. 方法は SIMONSON *et al.*: *J. Biol. Chem.*, **169**, 39 (1947) の方法である. この結果によれば Ca と Mg の分離は良好であり, $\text{Ca} \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4$ は 5 分間, $\text{Mg} \rightarrow \text{MgNH}_4\text{PO}_4$ は 30 分で完了する.

P

[50] 参照.

S

52. A method of counting radiosulfur in liquid samples, and its application to the determination of sulfur-35 excretion following injection of ^{35}S -sulfate.

M. WALSER, A. F. REID, D. W. SELDIN (Southwestern Med. Sch., Dallas, Texas, U. S. A.). *Arch. Biochem. Biophys.*, **45**, 91~96 (1953).

- 1) Gas flow counter による測定.
- 2) 100 μC の $^{35}\text{S}(\text{Na}_2\text{SO}_4)$ を注射した人の urine 中の ^{35}S の簡単な測定方法であって, うすい Al のふたをしたステンレススチール製の容器 (容積 1 ml) に試料を入れて gas flow counter で測定する.
- 3) 1 μC ^{35}S labelled Na_2SO_4 1 ml の計数値は 6500 cpm.

53. Biochemical studies of toxic agents V. The fate of sulfur-35-labelled arylsulfuric acids following their administration to the rat. J. B. HAWKINS, L. YOUNG (St. Thomas's Hosp. Med. School, London, England). *Biochem. J. (London)*, **56**, 166~170 (1954).

- 1) GM counter による inorganic ^{35}S sulphate および total ^{35}S sulphate の測定.
- 2) 試料 (6 ml 以下) 中の inorganic sulphate-

S 含量が 2~3 mg になるように試料をとり (試料を希釈あるいは non radioactive Na_2SO_4 を加える), 全量を H_2O で 6.0 ml とする. 95 vol. % ethanol 4.0 ml を加え, これに 2.0 ml の benzidine hydrochloride 試薬 [L. YOUNG *et al.*: *Biochem. J.*, **44**, 179 (1949)] を加えて 10 分間放置してから, 生成した benzidine sulphate を遠心分離する. 上澄液を除き, 5 ml の 95% ethanol を加えて再び遠心分離し, 沈殿を 1.0 ml の 0.2 N NaOH にとかす. 液量を H_2O を加えて 5.9 ml とし, これに 95% ethanol 4.0 ml, 0.2 N HCl 0.1 ml を加え, さらに benzidine 試薬 2.0 ml を加えて再び沈殿を生成させて, arylsulphate の混入を防ぐ. 沈殿は sintered glass plate を用い, 濾紙で濾し, 5 ml の ethanol で洗浄してから CaCl_2 のデシケーター中に入れて乾燥し, GM counter で放射能を測定する. のち 5.0 ml の熱水にとかし, phenol red を指示薬として 0.02 N NaOH で滴定して sulphate-S 量を求め, 自己吸収を補正する.

54. 放射性硫黄 ^{35}S による尿中硫黄成分とくに Thio-sulfate の研究. 山近茂松 (S. YAMACHIKA) (九州大学医学部内科). 福岡医, **47**, 1897~1907 (1956)

- 2) (a) ^{35}S -thiosulfate—試料に飽和 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ を加えて生成した沈殿を濾別し, 濾液に ammoniacal $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ を加えて過剰の Ba を濾別する. 溶液に AgNO_3 を加えて加熱し, 冷却後濾過する. 濾液に HCl, NaCl を加えて Ag を除去し, さらに $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液を加えて, 沈殿を濾別する. 沈殿を水洗し, 乾燥してから, 放射能と重量を測定する.

(b) Etherical ^{35}S -sulfate—(a) のときの最後の過程の濾液に HCl を加えて加熱すると, etherical ^{35}S -sulfate は Ba_2SO_4 として沈殿する. 水洗してから乾燥し, 放射能と重量を測定する.

- 4) Urine 中に存在する thiosulfate, etherical sulfate が無機化合物に由来することを明かにした. また普通人の urine 中の thiosulfate 量などについて検討してある. —日本化学総覧, **32**, 1014-g (1958).

K

55. ⁴⁰K measurement in body fluids. W. M. HURST (Oak Ridge National Laboratory, Tenn., U. S. A.). ORNL-1165, 5 p (1952).

- 1) Geiger counter による測定.
- 2) 試料 80 ml をとり, liquid monitor (Geiger counter) にて 30 分間測定する. この測定装置は ORNL-1155, Monitoring of liquid for radioactivity, W. H. HURST, 34 p (1952) にのべられている.
- 3) $1.53 \times 10^{-6} \mu\text{C/ml}$ の ⁴⁰K を含む水 80 ml をとった場合の測定値は 16.4 ± 0.7 cpm, background として同容積の蒸留水につき測定した場合は 11.0 cpm である.

Ca

56. A method of assaying calcium-47. E. JONES (Hammersmith Hosp., London, England). *Brit. J. Radiol.*, **33**, 721 (1960).

- 1) γ -scintillation counter による測定.
- 2) 試料 3 ml を well type の scintillation counter で測定する. ⁴⁷Ca の核種の ⁴⁷Sc の放射能は, 試料を厚さ 2.35 cm の Rb で遮蔽することにより除く.
- 3) 検出感度は $1 \mu\text{C}$ の ⁴⁷Ca に対し, 9×10^5 cpm, background 計数値は約 300 cpm.

Sr

57. Estimation of radioactive strontium in the excreta. G. E. HARRISON, W. H. RAYMOND, A. SUTTON (UK, AEA, AERE, Harwell, England). *Clin. Sci.*, **13**, 61~67 (1954).

- 1) GM counter による定量.
- 2) 24時間試料に数 ml の conc. HCl と ammonium oxalate 5 g を加え pH を 5~6 に調節

して温め, 沈殿を coaguration させる. 24 時間ののち遠心分離し, 6N HNO₃ の少量にとかす. 水を加えて 25 ml にうすめ, alc.-filled GM counter で測定する.

- 4) Ca との分離, feces についての分析法もすべてある.—C. A., **49**, 7032 h (1955).

58. The determination of iodine-131 and strontium-90 in urine. A. G. SCHRODT (Walter Reed Army Institute of Research, Washington, D. C., U. S. A.). WASH-736, p. 112~130 (1957).

- 1) β -counting による定量.
- 2) 多量の試料 (week sample) を HCl で pH 0.5 位にし, Sr-nitrate 2 g, Ca-nitrate 30 g を担体として加える. oxalic acid 25 g を加え 80~90°C に加熱してから conc. NH₄OH を加えて pH を約 8 にし, 1 夜放置して沈殿を分離し, 乾燥したのち電気炉を用いて 900°C にて 1 夜加熱して灰化する. 残渣を秤量し, 1 g について 3 ml の conc. HCl を加えてとかし, 不溶物を汙別する. 溶液に 85% H₃PO₄ 1 ml と 307 mg の Y₂O₃ を加え, 80~90°C に加熱してから NH₄OH を溶液が蛋白光を発するまで攪拌しながら加えて Y を沈殿させる. 汙別し, 沈殿は熱 2N HCl 20 ml にとかし, 400 ml にうすめてから 80~90°C にて, 5 ml の 85% H₃PO₄ と conc. NH₄OH で Y の沈殿を作る. この Y-phosphate の沈殿は乾燥後灼熱し放射能を測定する. 一方このときの汙液は conc. NH₄OH で pH 8 とし, 生成する沈殿を除去し, 数 ml の 6N HCl にとかし, 最初の Y-phosphate 分離のときの溶液 と合せ, ⁹⁰Y の生成を待って上と同様な方法で分離し, 放射能測定をおこなって, ⁹⁰Sr 量を求める.

59. Simple procedure for the determination of strontium-89 and strontium-90 in urine and sea water.

J. KOOI (Reactor Centrum Nederland, The Hague.). Second U. N. International Conferences on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva, 1958, Report A/CONF. 15/P/549, 7 p

- 1) GM counter による測定.
- 2) 24時間試料に HCl を加えて, 0.1N 溶液と

する。Sr 30 mg, Ba 15 mg を担体として加え、ついで 1M Na₂CO₃ 10 ml を加えて生成する沈殿を遠心分離する。以下の操作はつぎのとおりである [J. Koor: *Anal. Chem.*, **30**, 532 (1958)]. この沈殿を少量の HNO₃ にとかし、fuming HNO₃ を加えて Sr および Ba の nitrate を分離する。これを少量の H₂O にとかし、25 ml の HCl(5) : (1) C₂H₅OH を加えて Sr をとく。溶液を蒸発乾固し、少量の水と HNO₃ にとかしてから Fe(III) を 5 mg 加え、ついで 30% H₂O₂ をガスが発生しなくなるまで加える。この熱溶液に NH₄OH を加えて hydroxide の沈殿を生成させ、分離する。1 M Na₂CO₃ を加えて Sr を沈殿させ、⁸⁹Sr と ⁹⁰Sr の β エネルギーの差を利用して GM counter で測定し、⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr 量を求める。正確な ⁹⁰Sr 量は SrCO₃ をさらに処理して ⁹⁰Y の growth および decay から求める。

- 3) 収率は約70%, ⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr 量は4~5時間で求めることができる。

60. Recherche du strontium mineral radioactif ⁹⁰Sr dans les urine. L. JEANMAIRE, H. JAMMET, S. BERTRAND (Service d'Hygiène Atomique et de Radiopathologie, Commissariat à l'Énergie Atomique, France). CEA-1225, 10p (1959).

- 1) β-counting による定量。
- 2) 試料 500 ml に oxalic acid 溶液 (oxalic acid 30 g, ammonium oxalate 60 g, acetic acid 60 ml を 1 l としたもの) を加えて、Ca-oxalate の沈殿を作る。500°C にて2時間加熱し、残渣の CaCO₃ (普通 300 mg 位) に 4N HCl を 1.5 ml 位加えてとかし、さらに 4 ml の HCl を加えてから H₂O で 40 ml にする。これに 50 mg の Sr を担体として加え、Permutite 50 のカラム (80~120メッシュ, 直径1cm 以下, 乾燥樹脂量 10 g, H 型) に通して Sr を吸着させる。pH 3.5 の citric acid 溶液 180 ml で Y および希土類を、ついで pH 4.6 の溶液 70 ml で Ca を溶離する。Sr は pH 5.0 の溶液 60 ml で溶離する。Ba, Ra はさらに pH 6.0 の溶液 200 ml で溶離することができる。pH 5.0 の Sr を含む溶離液を HCl で pH 3.5 に調節し、3 g の Permutite 50 樹脂の小さい

カラムを通して Sr を吸着させ、水で洗浄して Y を除いてから、4N HCl 約 50 ml で溶離する。NaOH で中和し、5 ml の Na₂CO₃ を加えて沈殿を生成させ、分離、乾燥してから直ちに β 放射能を測定する。⁹⁰Sr からの ⁹⁰Y の生成状態、および最初の放射能計数値より ⁸⁹Sr と ⁹⁰Sr 量を求める。

61. Sonderausschuss Radioaktivität. Radiochemische Methoden zur Bestimmung von Radionuklidn. (Arbeitsanleitungen). Strontium 89 and 90. G. HERRMANN, G. ERDELEN (eds. and comps.) No. 10 of "Schriftenreihe des Bundesministers für Atomkernenergie und Wasserwirtschaft Strahlenschutz". Brunswick Ger., Gersbach & Sohn Verlag GmbH, 1959, 77 p, DM 4.

放射性物質の測定法、測定器など一般的なことについて記載されている。⁸⁹Sr および ⁹⁰Sr については、いろいろな試料 (urine, soil, plant, bone, etc.) についての分析法がのべられている。—N. S. A., **14**, 3527 (1960).

62. Analytical method for the determination of strontium-89 and strontium-90 in urine. (Chief Chemist, UK, AEA, Production Group, Operations Branch, Windscale, England). PG Report 99(W), 14 p (1960).

- 1) GM counter による定量。
- 2) 試料に 16M HNO₃ 50 ml と SrCl₂ 溶液 50 ml (50 mg Sr) を加えて蒸発乾固したのち、電気炉にて 15 分間 500°C に加熱する。残渣を少量の 16M HNO₃ にとかし、蒸留水 20 ml を加えて濾紙で濾す。濾液を 250~300 ml にうすめ、5 ml の conc. H₃PO₄ を加え、5M NaOH で沈殿を生成させる。遠心分離し、20 ml の fuming HNO₃ にとかし、不溶残渣は 40 ml の水にとかしてから 90 ml の fuming HNO₃ で再沈殿させる。これを少量の水にとかし、過剰の 18M NH₄OH と 1 g の (NH₄)₂CO₃ を加えて遠心分離し、沈殿に 10 ml の H₂O を加え、さらに 22.5 ml の fuming HNO₃ を加えて再び沈殿を生成させる。10~15 ml の H₂O にとかし、BaCl₂ 溶液 (10 mg Ba) を加え、NH₄OH

で中和してから 1 ml の acetic acid と 2 ml の 3M ammonium acetate を加え、正確に 30 ml にうすめてから、1.5 M sodium chromate を加えて沈殿を生成させ、遠心分離する。残液を NH_4OH でアルカリ性とし、1 g の $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ を加えて carbonate を生成させる。遠心分離し、沈殿を 1N HNO_3 の少量にとかし、1 滴の H_2O_2 と FeCl_3 (5 mg Fe) を加え、煮沸して CO_2 を追出し、15~20 ml にうすめてから carbonate free の 6N NH_4OH で $\text{Fe}(\text{OH})_3$ を沈殿させ、遠心分離する。滲液について直ちに ^{90}Sr の分析をおこなう。滲液に 1 g の $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ を加え、煮沸したのち遠心分離してから沈殿をステンレス試料皿にとり、秤量してから 13 mg/cm² の Al 吸収板を用いて GM counter で ^{90}Sr 放射能を測定する。

測定後、沈殿を HNO_3 にとかして 6N 溶液とし、Y(NO_3) (10 mg Y) を加えて 10 日以上放置して ^{90}Y の生成を待ち、のち 6N NH_4OH を加えて沈殿を遠心分離する。これを少量の 6N HNO_3 にとかし、8% oxalic acid を加えて煮沸し、oxalate の形で ^{90}Y 放射能を測定する。測定後 800~900°C に灼熱して Y 量を秤量する。Sr, Y の収率を秤量により求め、 ^{90}Sr , ^{89}Sr の放射能計数値を補正する。

63. 人尿中の放射性ストロンチウムの分析. (科学技術庁, 放射線審議会, 放射能測定部会). 放射性ストロンチウムの分析法, p. 48~50 (1960).

- 1) GM counter による定量.
- 2) 試料 750 ml に conc. HCl を加えて約 0.2N 溶液とする。85~90°C に加熱し、 SrCl_2 (20 mg Sr) と 6N NaOH を pH が 8~10 になるまで加えて生成する沈殿を分離する。沈殿をルツボに移し、500°C にて 5 時間以上加熱して灰化し、残渣を少量の HNO_3 にとかす。この溶液を沈殿が析出するまで静かに加熱し、のち H_2O を加えて全量を 10 ml とする。これに fuming HNO_3 (Sp. Gr. 1.52) 38ml を加え、1 時間攪拌して生成する沈殿をガラスフィルターで滲す。沈殿を 10 ml の H_2O にとかし、沈殿操作をくり返し、 H_2O にとかす。 FeCl_3 (10 mg Fe) を加え、90°C にて (1:1) NH_4OH を加えて pH を 8 とし、遠心分離する。溶液に

BaCl_2 (20 mg Ba) と、6N acetic acid 1 ml および 6M ammonium oxalate 2 ml を加え、90°C にて 0.3M sodium chromate 1 ml を加え、生成する沈殿を分離する。溶液を煮沸近くまで加熱し、1% Na_2CO_3 , 10~20 ml を加えて carbonate の沈殿を生成させ、滲別して放射能を測定する。また重量を測定し、回収率を求める。

Carbonate の沈殿を 2 週間以上放置してから、生成した ^{90}Y を分離、測定することにより、 ^{90}Sr と ^{89}Sr 量を求めることができる。

64. Determination of radioactive strontium in urine.

Z. Joworowski (Polish Academy of Science, Inst. of Nuclear Research, Warsaw, Poland). Report No. 139/X, 8 p (1960).

- 1, 2) Urine 中の放射性 Sr の定量法について記載されている。
- 3) 収率 64.3%, 検出限界は試料 1 l につき、 ^{90}Sr の場合 10 μC . —N. S. A., 15, 4996 (1961)

65. Determination of the quantity of the radioactive strontium in the organism based on its elimination in the urine. T. TRNOVEC, K. ĎURČEK, E. FAITHOVÁ, V. ZBOŘIL (Inst. of Industrial Hygiene, Bratislava, Czechoslovakia). *Pracovní lékařství*, 12, 297~299 (1960).

生体物質中の放射性 Sr についての分析法、24 時間の排泄量より体内の残存量、および、被曝線量の計算などについてのべてある。—N. S. A., 14, 22975 (1960).

66. Determination of radioactive strontium in urine.

V. ZBOŘIL, I. ŠEBESTIAN, T. TRNOVEC, K. ĎURČEK (Inst. Hyg. and Ind. Diseases, Bratislava, Czechoslovakia). *Chem. Zvesti.*, 14(2), 91~94 (1960).

- 1) β -counting による定量.
- 2) 試料 1.5 l に担体として Ba 20 mg, Sr 30 mg を加え、これに Na_2CO_3 飽和溶液と conc. NH_4OH 10 ml を加えて沈殿を生成させる。12 時間放置したのち遠心分離し、少量の 65% HNO_3 にとかし、水を加えて全量を 4 ml とす

る。conc. HNO₃ 6 ml を加え、冷却して、生成した Ba および Sr の沈澱を遠心分離する。これを 10 ml の H₂O にとかし、2% FeCl₃ 1 ml を加え、NH₄OH を加えて hydroxide の沈澱を生成させる。遠心分離し溶液を conc. HCl で中和してから 6N oxalic acid 1 ml と 6M ammonium oxalate 2 ml, 5% Na₂CrO₄ 1 ml を加える。30 分のち BaCrO₄ を遠心分離する。溶液に 20% NaOH 3 ml, Na₂CO₃ 飽和溶液 2 ml を加え、SrCO₃ を遠心分離し、これを数滴の conc. HCl にとかし、水洗したのち測定皿にとり、蒸発乾固してから重量と放射能を測定する。—A. A., 7, 4399 (1960).

このほか [29], [33], [83~85] を参照。

I

67. A new simple method for accurate measurement of urinary ¹³¹I after tracer and therapeutic doses.

A. S. FREEDBERG, A. L. URELES, M. V. DILLA, M. J. McMANUS. *J. Clin. Endocrinol.*, **10**, 437~446 (1950).

- 1) GM counter による定量.
- 2, 4) 24時間をとり、周囲に parallel に接続した GM 管を並べて counting する方法であって、医学的目的のために ¹³¹I を多量に撮取した者の urine についての方法である。γ-counting 法、本方法の利点などについてのべられている。—N. S. A., 4, 3923 (1950).

68. A method for the determination of small doses of I-131 in the urine. W. E. GOODWIN, W. D. HARRIS, (Radioisotope Lab., Veterans Administration Center, Los Angeles, Calif., U. S. A.). *J. Lab. Clin. Med.*, **38**, 470~473 (1951).

- 1) γ-scintillation counter による定量.
- 2) 試料 250 ml を cardboard 容器にとり、これを γ-scintillation counter で測定する.
- 4) この方法は化学的処理をしないので迅速におこなうことができ、比較的含量の多い場合 (μc

程度) に有利である。

69. Rapid determination of ¹³¹I excretion curves for human beings. F. H. HOECKER, H. L. HIEBERT

(Dept. Phys. Univ. of Kansas, Lawrence, Kansas, U. S. A.). *Nucleonics*, **10**(9), 56~57 (1952).

- 1) GM counter による測定.
- 2) Thin-walled jacketed GM tube (Radiation Counter Laboratories, Chicago, Illinois, Mark I, Model 70) を用い、ジャケット中に 3 ml の試料を入れ、放射能を測定する.
- 3) Background 計数値は約 40 cpm.

70. Recovery of radioactive iodine from urine. H. D. PURVES (Endocrinology Research Lab., New Zealand Med. Research Council, Med. Sch., Dunedin, New Zealand). *Nature*, **169**, 111~112 (1952).

- 1) AgCl による urine 中の ¹³¹I の回収.
- 2) Gooch asbestos 1 g を水の中に分散させ、Ag NO₃ 0.1 g を加え、H₂SO₄ で酸性とした溶液 100 ml を作る。攪拌しながら AgCl となるまで Cl⁻ を加え、glass filter で濾す。この上に acid washed sand をおき、さらに上に小さい濾紙をおき、これに pH 5 に調節し、加熱してガスを追出し (必要あれば濾過する)、H₂SO₄ の溶液とした試料を 100 ml/min の速さで通す。filter 層にとどまった ¹³¹I は 50 ml の chlorine water-0.1N H₂SO₄ の iodic acid 溶液で洗いだす.
- 3) 収率は 11.46 mc の ¹³¹I を含む 1 l の urine について 90% 以上.

71. A rapid method for the extraction of radioiodine from urine. D. G. ARNOTT, J. WELLS-COLE (Post-graduate Med. Sch. of London, England). *Nature*, **171**, 269~270 (1953).

- 2) PURVES [70] の方法の改良である。
AgCl-bed を改良して濾過がし易いようにした。AgNO₃ により AgCl を沈澱させ、水洗したのち silica dish 中で 465°C にて溶融する。のち皿を割って AgCl をとり出し、整形する。

これに HNO_3 で pH 2.8 に調節した試料を通す。

- 3) ^{131}I の収率は 1500~3000 ml の試料につき 75~95%。

72. Experiences with an ^{131}I excretion test, using small radioactive doses. K. F. STÖA (Biochem. Lab., Univ. Clinic, Bergen, Norway). *Rec. Trav. Chim. Pays-Bas*, **74**(5), 326~333 (1955).

^{131}I 径口摂取者の urine 中の ^{131}I (8 μC 程度) の測定法がのべられている。—A. A., **3**, 2183 (1956).

73. The fractionation of urinary iodine. I. Method of analysis. K. FLETCHER (Med. Res. Council, Dept. of Clin. Res., Univ. Coll. Hosp. Med. Sch., London). *Biochim. J.*, **67**(1), 136~140 (1957).

- 1) Iodide, [^{131}I] thyroxine, [^{131}I] di-iodotyrosine の分離。
- 2) 担体として 1 N の NaI を 1% (v/v) になるように加え、pH を 8.5 にする。等量の ethanol を加えて phosphate の沈殿を汙別する。汙液を AgCl のカラム (AgNO_3 に HNO_3 の存在下で NaCl を加えて AgCl を作り、よく水洗したもの、試料数百 ml の場合は 2.5×22 cm) に通して iodide を吸着させる。このとき thyroxine, di-iodotyrosin の損失は 10~20% である。5% ethanol で洗う。通過液、洗液は 10 N HCl で pH を 4 に調節し、ice bath で 0~4°C に冷却しながら Zeo-Karb 215 (Na 型) 樹脂を加え、3 時間吸着させる。thyroxine と di-iodotyroxine は樹脂を常温にて 500 ml の ethanol-2N NH_4OH 混合溶液に入れ、2 時間攪拌してして溶離する。樹脂を除き、溶液を 15 ml まで濃縮し、pH 2 において等量の n-butanol で 4 回抽出する。butanol 溶液を conc. NH_4OH で中和してから蒸発乾固し、残渣中の thyroxine と di-iodothyroxine を paper chromatography で分離する。
- 3) Iodide は AgCl カラムに定量的に吸着される。Zeo-Karb 樹脂による操作の際の損失は、thyroxine 約 50%, di-iodothyroxine は約 30% である。

74. The determination of iodine-131 and strontium-90 in urine. A. G. SCHRODT (Walter Reed Army Institute of Research, Washington, D. C., U. S. A.). WASH-736, p. 112~130 (1957).

- 1) β -counting による定量。
- 2) 24 時間試料に 5 g の benzoic acid を加えて変質を防ぐ。試料 1 l につき、3 ml の conc. H_2SO_4 を加えて pH を約 1.0 とし、1 夜放置して沈降物を汙別する、この溶液を AgCl-asbestos mat (H_2O 1465 ml, conc. H_2SO_4 5 ml, 1.25 N HCl 25 ml, Gooch asbestos 30 g の混合溶液に AgNO_3 3.75 g/5 ml H_2O の液溶を攪拌しながら加え、この溶液 100 ml を sinter glass filter funnel で汙して mat を作り、25 ml の 0.1 N H_2SO_4 で洗浄したもの) に通して I_2 を吸着させる。0.1 N H_2SO_4 25 ml を通して洗浄し、吸引して乾燥してから low background の GM counter (tube の大きさ、6 in × (1 1/2) in) で測定する。
- 3) $\text{AgCl} \rightarrow \text{AgI}$ 反応の効率 は 90 ± 10%, 検出限界は 24 時間試料につき 10 dpm 程度。
- 4) Tea-Pot Series における Camp Mercury など多くの試料についての分析値が記載されている。

75. Determination of iodine-131 in urine. J. E. MARRIOTT (Anal. Dept., Medical Div., AERE, Harwell, Berks., England). *Analyst*, **84**, 33~37 (1959).

- 1) β -counting による定量。
- 2) 試料 900 ml に 20 mg の KI を加え、conc. H_2SO_4 125 ml と 25 g の potassium permanganate を除々に加える。1 時間放置後、reflux condenser をつけて 4 時間加熱蒸留する。冷却後蒸留液に溶液が無色になるまで oxalic acid を加え、30 ml の CCl_4 を加えて iodine を抽出する。のち SO_2 を含む H_2O で逆抽出し、加熱して SO_2 を追出し、冷却後 1 N HNO_3 を加えて酸性にする。1 N AgNO_3 を加えて沈殿を生成させ、沈殿を H_2O と acetone で洗浄し、Al 皿にとって β -放射能を測定する。試料中の ^{131}I 量は標準の AgI^* の放射能と比較して求める。
- 3) 収率は約 80%。誤差は 1 μC の ^{131}I が存在

する場合、 $\pm 10\sim 15\%$ である。検出限界は、background 3cpm の counter で2時間測定した場合、約 0.2cpm である。

76. An improved method for determination of radioactive iodine in rain water and urine. Z. JAWOROWSKI (Dept. of Health Protection, Inst. of Nuclear Research, Polish Academy of Sci., Warsaw, Poland). *Nukleonika*, **5**, 81~86 (1960).

- 1) GM counter による定量。
- 2) 1500 ml の H_2O に 5 ml の conc. H_2SO_4 と 25 ml の 1N H_2SO_4 に 1.86 g の $NaI \cdot 2H_2O$ をとかけた溶液および 30 g の Gooch asbestos を加え、よくかきまぜながら 5 ml の H_2O に 3.75 g の $AgNO_3$ をとかけた溶液を滴下する。この 100 ml を sinter glass filter funnel (No. 25G2) 上に直径 90 mm の Watman 濾紙を置いたものに通す。この asbestos 層の上にさらに濾紙をおき、25 ml の HNO_3 で2回洗浄する。このようにして作ったカラムに、1000 ml に 3 ml の割合で conc. HCl を加えた試料を 100 ml/min の速さで通す。0.1N H_2SO_4 25 ml を通して洗浄し、真空乾燥する。上部の濾紙を取り除いてから cylindrical glass GM tube にまきつけ、放射能を測定する。
- 3) 収率は約97%，検出限界は $5 \mu C/l$ 。

このほか [50] を参照。

Cs

77. Separation of cesium from urine. J. SEDLET (Ind. Hyg. and Safety Div., Argonne National Lab., Chicago, Ill., U. S. A.). ANL-5596, 41 p (1956).

- 1) β -counting による定量。
- 2) 試料に担体として安定 Cs を加え、灰化してから HCl にとかし、Cs は silicowolframate の沈殿により分離する。この沈殿操作を2回おこない、のち Cs-perchlorate の沈殿を作り、これを counting する。

- 3) 収率は 50~60%，この方法の background は 4 dpm 位である。

78. 人尿中のセシウム-137の迅速定量法 (Rapid determination of Cs-137 in human urine). 半谷高久 (T. HANYA), 柳原栄一 (E. YANAGIHARA) (Faculty of Sci., Tokyo Metropolitan Univ.). 放射化学討論会講演要旨集, p. 31~32 (1958).

- 1) γ -scintillation counter による定量。
- 2) 試料 1800 ml に conc. HNO_3 400 ml を加え、担体として $CsCl$ 80 mg を加えたのち、これに 10% H_3PO_4 15 ml と 10% ammonium molybdate 120 ml を加える。生成する ammonium phosphomolybdate の沈殿中の Cs を γ -scintillation counter で測定する。
- 3) 収率は ^{137}Cs をトレーサーとして測定した結果、定量的であった。この方法は fall-out level の ^{137}Cs の分析に適する。

79. 食品および尿などのなかのセシウム 137 の定量法について. (Radiochemical determination of caesium-137 in foodstuffs, human urine and other biological samples). 山県登 (N. YAMAGATA), 山県穎子 (T. YAMAGATA), 松田俊治 (S. MATSUDA), 田島栄作 (E. TAJIMA), 渡辺定方 (S. WATANABE) (Gunma Univ.). *Japan Analyst*, **7**, 433~438 (1958).

- 1) GM counter による定量。
- 2) 試料 2~3 l に約 1/10 量の conc. HNO_3 を加えて蒸発乾固近くまで加熱し、(1:1) HCl を加えて蒸発乾固する。この操作を数回くり返し、最後に NH_4Cl を加熱除去する。残渣を濃湯にとかして濾別し、濾液を 500 ml とする。このうち 450 ml をとり (残りは非放射性 Cs 含量の測定用とする) 20 mg の Cs を担体として加え、煮沸しながら熱 $BaCl_2$ 10% 溶液を加えて一夜放置する。濾液を 500 ml まで濃縮し、温溶液から conc. NH_4OH 10 ml と $(NH_4)_2CO_3$ 10% 溶液を沈殿が生成しなくなるまで加える。濾別し、濾液を蒸発乾固して NH_4Cl を除去し、熱湯にとかし、ammonium oxalate 飽和溶液 20 ml と NH_4OH 10 ml を加えて沈殿を生成させる。濾液を再び蒸発乾固してから

(1:1) HCl 少量を加えて再び蒸発乾固して NH₄Cl を除去する。残渣を熱湯でとり出し、NaCl が析出するまで濃縮し、水で冷却しながら HCl gas を通じ、析出する chloride を分別する。母液を蒸発乾固し 100 ml の水にとかす。10% chloroplatinic acid 0.5 ml を加えて沈殿を生成させ、放射能測定用ガラスフィルターで分別し、乾燥してから秤量し、GM counter で測定する。自己吸収を補正して ¹³⁷Cs 量を求める。

- 3) 収率は98.2%, 100 μ C以上の Cs が存在する場合の精度は \pm 10%以上である。
- 4) ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, 希土類元素, Ra は除去される。混入する ⁴⁰K, ⁸⁷Rb は事実上無視できる程度である。

80. Analytical method for the determination of caesium-137 in urine. Chief Chemist, Operations Branch, Windscale (UK, AEA, Production Group, Headquarters, Risley, Warrington, Lanc., England). PG Report 98(W), 9 p (1960).

- 1) GM counter による定量。
- 2) 試料に 50 ml の conc.HNO₃ と CsCl (20 mg Cs) を加え、石英容器中で蒸発乾固してから電気炉にて 500°C で 15 分間加熱灰化する。残渣を 1N HCl にとかし、不溶物を分別し、等量の 10N HCl を加えてから 0.1M silico-tungstic acid を加え、ice bath で冷却する。この一部分をとり、沈殿を遠心分離し、5N NaOH の少量を加え、あたためてとくす。この溶液を陰イオン交換樹脂のカラム (De-Acidite FF, 0.5×12 in) に通し、80 ml の H₂O で洗浄する。通過液および洗浄液を集め、陽イオン交換樹脂のカラム (Zeo-Karb 315, 0.5×12 in) に通して Cs を吸着させる。0.5N HCl をカラムより流れ出す液が pH 2 になるまで通してカラムを洗浄してから 5N HCl 80 ml で溶離する。溶離液は 20 ml まで濃縮し、60% perchloric acid 7 ml を加え、注意して蒸発する。ice bath で冷却してから 50 ml の absolute ethanol を加え、この一部分をとり沈殿を遠心分離する。乾燥後、ステンレスチール皿に入れ、重量と放射能を測定する。Cs の沈殿の自己吸収

による補正をおこなって ¹³⁷Cs 量を求める。

81. The determination of caesium-137 in urine. G. M. ARKELL, A. MORGAN (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-R-3675, 14 p (1961).

- 1) GM counter による測定。
- 2) 試料 1 l に Cs-担体溶液 2 ml (20 mg Cs) と conc.HNO₃ 25 ml を加え、AMP のカラム (ammonium phosphomolybdate と Gooch crucible quality asbestos のおのおの 2 g の混合物のカラム) に 8 ml/min 以下の速さを通して Cs を吸着させ、のち 50 ml の 0.01M NH₄NO₃ 溶液で洗う。AMP を 10 ml の 25% NaOH にとかし、50 ml に希釈してから asbestos を分別する。母液を煮沸近くに加熱し、10 分間保つ。冷却後 acetic acid で酸性とし、2 g の NaNO₃ を加えて ice bath で冷却し、20% sodium cobaltinitrite 溶液 10 ml を加え、20 分間冷却をつづける。生成した沈殿を遠心分離し、10 ml の 10% acetic acid で洗浄する。沈殿を 2~3 ml の 4N HNO₃ にとかし、25 ml に希釈してからなるべく少量の NaOH を加えて Co-hydroxide の沈殿を生成させ、遠心分離する。溶液を acetic acid で酸性とし、5 ml まで加熱して濃縮する。Ice bath で冷却しながら glacial acetic acid 0.5 ml を加え、のち 2 ml の bismuth iodide 試薬 (Bi-triiodide 20 g, NaI 20 g を H₂O 50 ml と glacial acetic acid 2 ml にとかしたものを) を加えて 10 分間冷却をつづけ、のち遠心分離する。10 ml の ethanol で洗浄してから 2~3 ml の 4N HNO₃ にとかし、煮沸して iodine を除去してから 4N HNO₃ で液量を 12 ml とする。Ice bath で冷却し、15 ml の ethanol と 1 ml の 10% platinum chloride 溶液を加えて Cs を沈殿させる。15 分間冷却してから遠心分離する。沈殿に 10 ml の ethanol を加え、filter stick を用いて分別し、沈殿の重量を測定して収率を求める。のち low background の GM counter (0.01 cpm 程度) で放射能を測定する。
- 3) 収率は定量的であり、fall-out level の ¹³⁷Cs の分析に適す。

- 4) 酸性溶液にて AMP のカラムに吸着されるものは NH_4 , K, Rb, Cs, Tl, Ag, Hg(I) である。

AMP カラムの作り方, ^{137}Cs と K 含量について十数例の分析結果が記載されている。

82. Determination of caesium-137/potassium ratio in diet and in the human body by urine analysis.

A. MORGAN, G. M. ARKELL (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). *Nature*, **191**, 1100 (1961).

- 1) β -counting による定量.
- 2) 試料に担体として, Cs を加え酸性にしてから ammonium phosphomolybdate と asbest の等量混合物(重量)のカラムに通し Cs を吸着させる. 溶離してから Cs を cobaltinitrite で沈殿させる. さらに bismuth iodide complex と phosphomolybdate の沈殿をおこなわせて混入する微量の K および Rb を除去し, chloroplatinate の沈殿を汙別し, 乾燥後 β -counting をおこなう.
- 3) 収率は80%以上, この方法は fall-out level の ^{137}Cs の分析法として用いることができる.
- 4) Na, K, アルカリ元素, Sr は最初のイオン交換の際除去される.

Ba

83. Procedure for the radiochemical analysis of strontium and barium in human urine.

L. B. FARABEE (Oak Ridge National Lab., Tenn., U. S. A.). ORNL-1932, 19 p (1955).

[85] を参照.

84. Procedure for the radiochemical analysis of strontium and barium in human urine.

L. B. FARABEE (Oak Ridge National Lab., Tenn., U. S. A.). WASH-736, p. 131~142 (1957).

[85] を参照.

85. Radiochemical analysis of strontium and barium in human urine. L. B. FARABEE (Oak Ridge National Laboratory, Tenn., U. S. A.). *A. M. A. Arch. Ind. Health*, **17**, 200~203 (1958).

- 1) GM counter による Sr, Ba の定量.
- 2) 試料 1.5 l を 0.1N HCl 酸性とし, 85~90°C に加熱してから 6M H_3PO_4 を加え, 6M NaOH で pH を 9 にして沈殿を生成させる. 遠心分離し, HNO_3 にとかし, HNO_3 および H_2O_2 を加えて加熱灰化する. 残渣を少量の HNO_3 にとかし, 水で 800 ml にうすめ再び 1N NaOH で沈殿操作をくり返す. Erichrome Black T を加え, これに 7.5% Versene を指示薬が wine red になるまで加えて Ca, Mg のキレート化合物を作る. HCl で pH を 5.5 に調節し, Dowex 50, X 12 のカラム (50~100メッシュ, 1.8 cm×18.5 cm) に通し, ついで 800 ml の 1% citric acid—0.75% EDTA (tetra Na-salt) で洗浄し, さらに 0.5N HCl 800 ml で洗う. つぎに Sr および Ba を 200 ml の 6N HNO_3 で溶離し, 溶離液を蒸発乾固してから普通の GM counter で β 放射能を測定する.
- 4) 共存する Sr, Ba 以外の F.P. との分離は良好であり (separation factor 3×10^4), また試料中の ^{40}K の放射能は 17 試料についての結果平均 2.8 dpm が測定されたに過ぎなかった.

Po

86. The analysis of biological samples for polonium.

J. RUNDO (UK, AEA, Research Group, AERE, Harwell, Berks., England). AERE-HP/R-627, 11 p (1950) [Decl. 1957].

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 1 l に conc. HNO_3 200 ml, (1:1) H_2SO_4 50 ml の割合で加え, さらに HNO_3 と HClO_4 を必要あれば加えて湿式灰化する. 残渣に H_2O 150 ml と conc. HCl 25 ml を加えて不溶物を汙別する. 汙液に Te 溶液 (Te-powder 0.25 g を Br を飽和させた conc. HCl 20 ml にとかし, 蒸発乾固近くまで加熱濃縮してから H_2O 50 ml を加え, 2% KOH(w/v) 100 ml

を加え 250 ml としたもの, 1 mg/ml 溶液) 10 ml と, sodium hypophosphite 3 g を加え, おだやかに 5 分間煮沸し, 濾紙で濾す. 沈殿を 5~10 ml の Br-HCl 溶液にとかし $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 1 g を加えて 5 分間煮沸して Te を沈殿させることにより Po と分離する. 0.5N HCl で沈殿を洗浄し, 洗液と濾液を合せて NaOH で中和し, 直ちに 4.5 ml の HCl を加えて plating bath に移し, 100 ml にうすめたのち 80°C にて, 1.5 時間, ガラス攪拌器でかきまぜながら直径 2.3/8 in, 厚さ 0.004 in の Ag 板上に deposit させる. このとき Ag 板は一方の面の全面と他の一方の面の周囲に vacuum wax をぬり, この部分に Po が沈着しないようにする. 水洗し, 乾燥してから α 放射能を測定する.

- 3) 収率は約 85%, background activity は 2~4 c/hr である. (Ag の background activity は Al, Au, Pt よりも 1 桁小さい).

87. Urine assay procedure at the Mound Laboratory.

E. S. SPOERL (Mound Lab., Monsanto Chemical Co., Ohio, U. S. A.). AECD-3811, 32 p (1950, Decl. 1955).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料は少量の sulfamic acid を含む Sealright paper carton の容器にとり, 採取より数時間内にこのうちの 50 ml を paper cup にとり, 6N HCl 10 ml を加える. この中に直径 1 in の Cu 板をつるして 2 時間ガラス攪拌器で攪拌し, Po を Cu 板上に捕集する. Cu 板の両面の放射能を α -counter で測定する.
- 3) 収率は Po の含有量が少ない場合の方がよく, 25~50 cpm/50 ml のとき 85%, 100~200 cpm/50 ml のとき 82%, 500~1000 cpm/50 ml の場合 55~60% である.
- 4) 容器への付着による Po の損失, Cu 板の洗浄法, sulfamic acid の効果, Po 捕集時に添加する酸の種類, 濃度および捕集板の種類, 捕集時間などについて検討されている.

88. Polonium in the urine of miners exposed to radon.

M. SULTZER, J. B. HURSH (Univ. of Rochester,

Rochester, New York, U. S. A.). UR-266, 28 p (1953).

[89] 参照.

89. Polonium in urine of miners exposed to radon.

M. SULTZER, J. B. HURSH (Univ. of Rochester, Rochester, New York, U. S. A.). *A. M. A. Arch. Ind. Hyg. and Occupat. Med.*, 9, 89~100 (1954).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 1 void をガラス容器にとり, HCl を加えて 0.5N 溶液とする. 試料を 2 分し, 一方には既知量の Po を加える. 試料溶液を蒸発乾固し, conc. HNO_3 と HClO_4 を加えて加熱し, 有機物を分解する. この溶液に少量の H_2O を加え, NaOH (固体) で中和する. のち HCl とを加えて 100 ml の 0.5N HCl 溶液とする. この中に厚さ 0.017 cm の Ag 板をつるし, ガラス攪拌器で攪拌しながら 90 分間 90~100°C に保って Po を Ag 板上に析出させる. 溶液の蒸発による損失は 0.5N HCl で補う. Ag 板は水洗, 乾燥してから low background の α -proportional counter で測定する.
- 3) 収率は約 95±8%.
- 4) ウラン鉱山の鉱夫の urine 中の Po 含量についてのべられている.

90. The determination of polonium in urine. M. C. ROBBINS (Los Alamos Scientific Lab., Univ. of California, N. M., U. S. A.). LA-1904, 18 p (1955).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料を Sealright wax の容器にとる. 試料採取から分析に着手するまでに 1 時間以上を要する場合には sulfamic acid を試料 1 ml に 1 mg の割合で加え, 3°C にて保存する.
7/8 in の Ni 板を trichloroethylene, HNO_3 , H_2O , conc. HCl, H_2O の順で洗って表面が光輝を持つようにする. これを 50~100 ml の試料中につるし, ガラス攪拌器で 1 時間攪拌する. のち Ni を流水で洗い, 風乾し, 両面を low background proportional α -counter で測定する.
- 3) 収率は試料量 50~100 ml, Po 量 10~1000

dpm/l の範囲で $98 \pm 10\%$.

- 4) Po の捕集板の材質 (Pt, Ag, Ni, Cu, Ta, Monel metal, stainless steel), 保存時間 (6~168 時間), 試料量 (50~1000 ml), plating temperature (22~65°C), plate の大きさ, などについて検討してある. また Hg, Pu, Am, Cm の存在は事実上 Po の沈着を妨害しない.

91. Low level polonium determination of tissue and urine. S. C. BLACK (Univ., Rochester, New York, U. S. A.). UR-463, 124 p (1956).

- 1) α -counting による定量.
- 2) conc. HCl を試料 1 l につき 50 ml の割合で加える. Ni-powder を同様に 1 l 当たり 2 g の割合で加え, ascorbic acid 100 mg を加えてから, 90~100°C にて 2 時間よくかきまぜる. Ni-powder を汙別し, これに aqua regia を 2 g の Ni に対し 30 ml の割合で加え, 2~3 時間煮沸してとくす. これに 50 ml の 70% HClO_4 -conc. HNO_3 の (2:1, v/v) 混合物を加え, 発煙するまで加熱濃縮する. conc. NaOH で中和してから溶液量の 5% の conc. HCl を加える. これを Ag-foil をはめ込んだ plating bottle に移し, 100 mg の ascorbic acid を加え, 90~100°C にて 2 時間攪拌し, Po を Ag-foil に沈着させる. Ag-foil を洗浄し, α 放射能を測定する.
- 3) 収率は約 90%. 1 dpm 程度の Po が検出できる.
- 4) いろいろな条件について検討した結果がのべられている.

92. Polonium urinalysis. C. A. KREBS, G. H. WHIPPLE (Univ. of Rochester, New York, U. S. A.). UR-501, 14 p (1957).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 200 ml をとり 2 分する. 一方には既知量の Po (10~20 dpm) を加える. 直径 1 in, 厚さ 0.01 in の Cu 板を試料中につるし, 室温にて 24 時間, ガラス propeller で攪拌して試料中の Po を Cu 板上に捕集する. 水洗したのち Cu 板の両面の放射能を α -scintillation counter で測定する. この際使用する α -counting

ter は background activity が 0.4 cpm 以下のものを用いる.

- 3) 収率は Cu 板の場合約 65%.

93. Polonium determination in urine, feces, and blood. H. E. MEGER (Mound Lab., Miamisburg, Ohio, U. S. A.). WASH-736, p. 7~12 (1957).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料を Sealrite food container (waxed) にとり, このうち 50 ml を wax-paper cup にとる. 6N HCl を加えて 1N 溶液とし, 直径 1 in の Cu 板を浸す. 溶液を攪拌しながら, 2 時間 Po を self-deposition させる. のち Cu 板を水洗し, 乾燥してから両面の放射能を low background の α -proportional counter で測定する.
- 3) 収率は $86 \pm 12\%$.

94. The determination of polonium-210 in urine and other biological materials. Chem. Services Dept., UK, AEA (UK, AEA, Risley, Warrington, England). IGO-AM/W-167, 7 p (1958).

- 1) α -scintillation counter による測定.
- 2) 試料を 25 ml の 16M HNO_3 の入っている容器にとり, 25 ml の 18M H_2SO_4 を加え, さらにかきまぜながら試料量の約 1/5 の fuming HNO_3 を注意して加える. 全量が 100 ml 位になるまで加熱濃縮し, 蒸発皿に移して sand bath で温度が 250°C をこえない程度で HNO_3 を追出す. 冷却したのち 10 ml の fuming HNO_3 を加えてこの操作をくり返し, 冷却したのち, 50% HClO_4 10 ml を加え, 同様に処理する. (H_2SO_4 液が淡黄色になるまで fuming HNO_3 処理をくり返す). 冷却後, 200 ml の水を加え, 10 ml の potassium tellurate 溶液 (10 mg Te) を加え, 煮沸近くまで加熱する. Sodium hypophosphate (固体) を 1~2 g 過剰に加えて Te を沈殿させ, 煮沸する. 沈殿を汙別し, これを 5 ml の bromine hydrochloric acid (11N HCl に Br を飽和させた溶液) にとかし, 加熱して Br を追出す. この沈殿操作のときの汙液について Te を加え, 沈殿操作を同様におこない, 沈殿を Br-HCl 溶液にとかし

し, Br を追出す. 両溶液を合せ, 40 ml にうすめ, 2 g の $\text{NH}_4\text{OH}\cdot\text{HCl}$ を加え, 煮沸して, Te の沈殿を汙別する. 汙液を 3% NaOH で中和し, 直ちに 11M HCl を加え, さらに H_2O を加えて 100 ml にする. この溶液中に Ag 板を浸し, 80°C にて 90 分間, 攪拌しながら Po を Ag 板の直径 1.5 in の部分に沈着させてから α 放射能を測定する.

3) 検出限界は 5 dpm.

Ra

95. Determining radium in exposed human beings. E.

R. RUSSELL, R. C. LESKO, J. SCHUBERT (Argonne National Lab., Chicago, Ill., U. S. A.). *Nucleonics*, 7(1), 60~64 (1950).

1) α -counting による定量.

2) 24時間試料に 100 ml の conc. HNO_3 を加え, 加熱して湿式灰化する. 残査に 0.1M HNO_3 , 150 ml を加えて, 5 分間あたため, 不溶残査を汙別する. 溶液に 0.5 ml の Pb 担体溶液 (100 mg Pb) を加え, ついで 3 ml の conc. H_2SO_4 を滴下して PbSO_4 の沈殿を生成させ, 遠心分離する. 沈殿を 15 ml の HCl-ether 溶液 (conc. HCl 6 vol. + $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ 1 vol.) を加えて徐々にあたためてとかし, のち ice-bath で冷却しながら 0.4 ml の Ba 担体溶液 (4 mg Ba) を加え, Ra を含む BaCl_2 の沈殿を分離する. これに 1 ml の 0.1~1M HNO_3 を加えて Pt 皿に移し, 赤外線ランプで乾燥してから 0.5M H_2SO_4 を数滴おとし, 蒸発乾固してから flaming し, 2π α -counter で測定する.

3) 収率は ^{226}Ra 量 3~3500 dpm の範囲に $98 \pm 1.0\%$.

96. Determination of microgram quantities of radium.

J. H. HARLEY, S. FOTI (Health and Safety Div., U. S. AEC, New York Operations Office, New York, U. S. A.). *Nucleonics*, 10 (2), 45~47 (1952).

1) α -counting による定量.

2) 試料 200 ml に NH_4OH を加えて, pH7 と

し, 生成する沈殿を分離したのち, acetic acid にとかし, 200 ml の水でうすめる. NH_4OH で pH を 5 に調節し, これに 3~4 g の $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ と 2 mg の Ba^{++} を加える. 一夜放置してから汙別する. 沈殿を Pt 皿にとり $800\sim 900^\circ\text{C}$ で灼熱し, $\text{H}_2\text{SO}_4(1:1)$ と 5 mg の 48% HF を加え, SO_3 の fume が発生するまで加熱する. 40 ml の H_2O を加えて残査を汙し, これを直径 2.8 cm の Ni 板上に移し, 赤外線ランプで乾燥し, low background α -counter で測定する.

3) 検出限界は $0.1 \mu\text{g Ra}$. 精度は $1 \mu\text{g Ra}$ の場合 $\pm 20\%$.

97. Determination of radium-226, actinium-227 and thorium-228 in human urine. H. W. KIRBY, R. M. BRODBECK (Mound Lab., Miamisburg, Ohio, U. S. A.). MLM-1003, 21 p(1954; issued 1956)

1) α -counting による定量.

2) 24 時試料に 85% H_3PO_4 1 ml を加え, conc. NH_4OH 25 ml を加えて沈殿を生成させる. 遠心分離し, 沈殿を conc. HNO_3 5 ml にとかし, H_2O で 100 ml とする. 再び NH_4OH により沈殿をくり返し, 25 ml の HNO_3 にとかし. これに $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 10 mg と $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10 mg を加え, 溶液を 3 ml になるまで加熱濃縮し, 3 ml の fuming HNO_3 を加えて ice bath で冷却してから沈殿を分離する. 沈殿については Ra を溶液については Ac と Th を定量する. Ba および Pb の nitrate をとかし, H_3PO_4 1 滴を加えてこれに cerous nitrate を加え, conc. NH_4OH を加えて pH 4~5 とし沈殿を遠心分離し, 上澄液に 0.1 ml の conc. H_2SO_4 を加えて沈殿を遠心分離する. 1N HNO_3 にとかし, 測定皿に移して蒸発乾固し灼熱してから α 放射能を測定する.

Ac および Th の定量は Ra を分離したときの上澄液に H_2O を加えて 100~125 ml とし, 10 mg の Ba および 1 mg の Ce を担体として加え, conc. NH_4OH を加えて pH を 4~5 とし生成する沈殿を汙別し, これを 1N HCl にとかし. conc. NH_4OH を加えて pH を 4~5 とし, 生成する Ce-phosphate の沈殿を測定皿にとり, 灼熱してから α 放射能を測定する.

3, 4) Ra, Ac, Th の共沈は定量的であり, Ra と Ac および Th の分離も良好である. しかし ^{210}Pb , ^{210}Bi , ^{210}Po が存在する場合には Ac, Th とこれらの核種との分離が必要である.

98. **Dosage du radium dans l'urine.** MME FOURNIGUERT, L. JEANMAIRE, H. JAMMET (Service d'Hygiène Atomique et de Radiopathologie, Commissariat à l'Énergie Atomique). CEA-1228, 7 p (1959).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料に H_2SO_4 を加えて10%溶液とし, 煮沸する. 5 ml の BaCl_2 (2.1 g/100 ml) を滴下し, 3時間放置する. 分別後 Pt 皿にとって灼熱, 灰化する. (このときの残査は普通 100mg 程度である) 残査を乳鉢で CaCO_3 と混合し, 混合物の重量が 0.3 g となるようにする. さらに 1.2 g の ZnS を加え, 注意深く混合する. これについて α 放射能を測定する.
- 3) α 放射能測定するときの background は CaCO_3 - ZnS の混合物の場合, 約 0.2 cpm. Ra の計数効率 は $85 \pm 5\%$. 検出限界は 0.4 cpm (1.6 dpm) Ra である.
- 4) 残査量と ZnS 量, 測定試料の厚さなどについて検討してある.

99. **Radiochemical determination of radium in urine.**

H. V. WEISS, M. G. LAI (Chem Technol. Div., U.S. Navy Radiol. Def. Lab., San Francisco, Calif., U. S. A.). *Anal. Chem.*, **33**, 39~41 (1961).

- 1) α -counting による定量.
- 2) pH を 5~7 に調節した 24 時間試料に固体 potassium rhodizonate を 1% になるように加え, さらに試料 100 ml に 15 ml の割合で NH_4Cl (0.2 g/ml) 溶液を加える. 生成する沈殿を分別し, 4N HNO_3 20 ml にとかして 200 ml に希釈してから陽イオン交換樹脂のカラム (AG 50, X8, 0.6×10 cm, H 型) に通して吸着させる. H_2O 50 ml, EDTA-citric acid 混合溶液 (100 ml の 7.5% EDTA に 10.93 g の citric acid monohydrate を加え, 1 l に希釈し, 6N NaOH で pH を 5.1 に調節した溶液) 100 ml で洗浄する. さらに 0.2 N HNO_3

100 ml で洗ってから Ra を 4N HNO_3 100 ml で溶離する. 溶離液は蒸発乾固し, 5 ml の conc. HNO_3 にとかし, Pt 皿に 30 秒間 flaming し, 4 時間以上へてから counting する. 娘核種の放射能を補正して Ra 量を求める.

- 3) 収率は試料 200 ml 中に $6 \times 10^{-12} \sim 1.5 \times 10^{-9}$ c の Ra が存在する場合, $95 \pm 3.3\%$. U, Pu は混入しないが, Th および Pa は約 20% 混入する.
- 4) 共沈, イオン交換などについて検討してある.

Ac

100. **The radiochemical separation of actinium and its daughters by means of lead sulfate.** N. E. ROGERS, R. M. WATROUS (Mound Lab., Monsanto Chemical Co., Ohio, U. S. A.). MLM-967, 9 p (1954).

Lead sulfate による Ac およびその娘核種の分離法であって, rat urine の場合, これらの放射能の約 90% は PbS に共沈する. この方法は約 8 時間でおこなうことができる. また他の biological material に適用することもできる. —N. S. A., **9**, 2671 (1955).

101. **Radiochemical separation of actinium and its daughters by means of lead sulfate.** N. E. ROGERS, R. M. WATROUS (Monsanto Chem. Co., Miamisburg, Ohio, U. S. A.). *Anal. Chem.*, **27**, 2009~2012 (1955).

- 1) α -counting による方法.
- 2) 試料 120 ml を conc. HNO_3 で湿式灰化する. 残査を 0.1N HNO_3 に溶かして 100 ml とする. 3 ml の conc. H_2SO_4 を除々に加え, 75°C にて lead nitrate 溶液 (100 mg) を滴下し, 1 夜 (あるいは 4 時間以上) 放置してから lead sulfate を遠心分離する. これに 15 ml の conc. HCl を加え, あたためるとかし, 蒸発乾固してから dil. HCl の少量にとかし. 水を加えて約 50 ml にし, NH_4OH で pH を 3.0~3.5 に調節する. 煮沸近くまで加熱してから H_2S ガス

を飽和させ、生成する沈殿を遠心分離する。沈殿は熱 conc. HCl にとかして再沈殿をおこないこの2回の沈殿操作の上澄液を合せて蒸発乾固してから、conc. HNO₃ でとりだし、10 ml の定容フラスコに秤取する。この適当量を試料皿にとり、蒸発乾固してから flaming をおこない、3~4時間放置し、短寿命の娘核種が平衡に達してから α 放射能を測定する。

- 3) 収率は娘核種と平衡状態の Ac について約90%。

Th

102. Method for the determination of thorium in the urine. M. R. KENNEDY (Knolls Atomic Power Lab., Schenectady, New York, U. S. A.).

KAPL-1615, p. 31 (1956).

- 1) α -counting による定量。
- 2) 試料 1l を蒸発乾固し、電気炉で灰化する。残査を pH 2.5 の HNO₃ にとかし、10 ml の 0.25M TTA で20分間抽出する。この操作を2回おこなう。15 ml の 2N HNO₃ を加えて20分間振盪して Th を逆抽出する。2回おこない、HNO₃ 層をステンレススチール測定皿により、蒸発乾固してから α の放射能を測定する。
- 3) 収率は85±10%、検出限界は24時間試料につき、0.7 dpm。
- 4) この方法は Pu との分離は良好であるが、U は40%位混入する。

103. Determination of thorium in urine. R. W. PERKINS, D. R. KALKWARF (General Electric Co., Richland, Wash., U. S. A.). *Anal. Chem.*, **28**, 1989~1993 (1956).

- 1) Morin による比色定量。
- 2) (a) 試料 500 ml に La(NO₃)₃ (10mg La) を加え、conc. HNO₃ を加えて湿式灰化する。残査を 2N HNO₃ 60 ml にとかし、さらに 10 mg の La を担体として加える。(b) 試料 500 ml に La(NO₃)₃ (20 mg La) と 100 ml の conc. HNO₃ を加え、25~30 ml まで加熱濃縮

する。これに 10~15 ml の 2N HNO₃ を加える。

これらの溶液に 5 ml の conc. HF を加え、生成した LaF₃ の沈殿を遠心分離する。2N HNO₃ にとかし、HClO₄ を加えて蒸発乾固する。残査を 3 ml の 1N HNO₃ にとかし、10 ml の 0.45M TTA-benzene 溶液で Th を抽出する。H₂O および 0.2N HNO₃ で洗浄したのち 2N HNO₃ で逆抽出し、3 ml の conc. HClO₄ を加えて蒸発乾固したのち、残査を pH 2.0 の HClO₄ にとかし、morin により発色させ、412 m μ にて分光々度計で測定する。

- 3) 収率は試料 500 ml の場合、(a) 約70%、(b) 約85%。検出限界は probability level 95% にて (a) 0.94 γ Th, (b) 0.24 γ Th である。

104. Determination of thorium in urine. G. A. WELFORD D. C. SUTTON, R. S. MORSE, S. TARRAS (Health and Safety Lab., US, AEC, New York Operations Office, U. S. A.). *Ind. Hyg. J. Dec.*, **1958**, p. 464~468.

- 1) Thorin, morin および chrome azurol S による定量。
- 2) 試料に NH₄OH を加えて pH を約8とし、生成する沈殿を遠心分離する。沈殿に conc. HNO₃ を加えて加熱して有機物を分解し、残査を 1N HCl 100 ml にとかし、pH 4 にして 95°C にて、10% oxalic acid を加えて oxalate の沈殿を生成させる。これをルツボに移し、450~500°C に加熱する。のち少量の 0.5N HCl にとかし、陽イオン交換樹脂のカラム (Dowex 50, X8, 1.4 cm×10 cm) に通し、Th を吸着させる。H₂O と 3N HCl で洗浄したのち、4M H₂SO₄ 50 ml で溶離する。溶離液を Pt 皿中で蒸発乾固し、conc. HNO₃ を加えて再び蒸発乾固し、2 mg の La を担体として加え、H₂O で希釈する。これに飽和 NaOH 溶液を加えて pH を12以上とし、95°C に加熱してから沈殿を遠心分離する。沈殿を微量の HClO₄ にとかし、chrome azurol S (610 m μ), thorin (545 m μ) あるいは morin (410 m μ) を加えて発色させ、Model DU. Beckman Spectrophotometer で測定する。

- 3) 収率は Th 量 1~10 μg の場合 95~100%.
- 4) Ca, Ba, Fe, U および Ca-oxalate に共沈するイオンは Ca-oxalate 沈殿とイオン交換の際除くことができる.

105. Dosage du thorium naturel dans les urines. L. JEANMAIRE, H. JAMMET (Service d'Hygiene Atomique et de Radiopathologie, Commissariat à l'Énergie Atomique, France). CEA-1227, 6 p (1959).

- 1) Thorin による定量.
- 2) 試料 200 ml に conc. NH_4OH を加え, 沈殿を遠心分離する. これを conc. HCl 10 ml にとかし, 50 ml の conc. HNO_3 と 1 ml の conc. HClO_4 を加え, 蒸発乾固する. 残渣を 2N HCl 50 ml にとかし, acetate buffer (ammonium acetate 230 g, acetic acid 270 ml, H_2O 1000 ml の溶液) を加えて pH を 4~4.2 に調節し, これに 0.120 g の cupferron を加え, 3ml の chloroform で 4 回抽出する. さらにこの溶液に 0.120 g の cupferron を加え, 同様に抽出する. chloroform 層を蒸発乾固し, 残渣を 3 ml の conc. HNO_3 と 1 ml の conc. HClO_4 を加えて蒸発乾固してから, 1/12N HCl 6 ml にとかし, 2 ml の 10% $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ と thorin (0.1%) を加え, H_2O で 10 ml にしてから Algerie 型 spectrophotometer (Jobin Yvon 製) を用いて 545 $m\mu$ で測定する.
- 3) 収率は Th 量 50 r にて, $96 \pm 10\%$. 検出限界は 5r Th. 比色のときの容積を 10 ml より少なくすれば 2r Th まで感度を上げることができる.

106. The determination of thorium in urine. A. H. HELMAN (UK, AEA, Production Group, Springfield, Lancs., England). PG-Report-178 (S), 10 p (1961).

- 1) Morine による定量.
- 2) 試料 500 ml に担体として 20 mg の Lanthanate と HNO_3 100 ml を加えて全容が約 30 ml になるまで加熱濃縮する. 40% HF 7ml を加えて LaF_3 を生成させ, これを遠心分離する. 沈殿を HNO_3 にとかし, HF による沈殿

操作をくり返し, HNO_3 とかし, HClO_4 を加えて蒸発乾固する. 1N HNO_3 にとかし, 0.5 M TTA-benzene で抽出し, のち 2N HNO_3 で逆抽出をおこなう ([103] 参照). HNO_3 溶液を蒸発乾固し, conc. HNO_3 2 ml を加えて煮沸し, のち water bath を用いて蒸発乾固する. 残渣を pH 2 の $\text{HCl}\text{-NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 溶液 (NH_2OH 1%) にとかし, morin を用いて波長 410 $m\mu$ で吸光度を測定する.

- 3) 収率は約 94%. 誤差は Th 量 4 μg のとき, $\pm 30\%$, 20 μg のとき, $\pm 10\%$ 程度. 検出限界は試料 1 l につき, 1.3 μg .
- 4) 共存する Al^{3+} , Fe^{3+} , Zr^{4+} の影響についても検討してある.

107. Determination of thorium in various aqueous samples by anion exchange. J. AKAIISHI (赤石準) (Div., of Health Physics, JAERI). 日本原子力学会誌 (*J. Atomic Energy Soc. Japan*), 4, (in the press) (1962).

- 1) Neo-thorin による定量.
- 2) 試料 5~600 ml に 6N NaOH を加えて pH 9~10 とし, 生成する Ca, Mg の phosphate の沈殿を遠心分離する. conc. HNO_3 少量にとかし, 蒸発乾固して有機物を除去し, これに 1N HNO_3 にとかし ethanol および HNO_3 を加え, 10 ml の 1N HNO_3 40%-ethanol 60% (v/v) 溶液とする. これを陰イオン交換樹脂のカラム (Dowex 1, X8, 0.7 $\text{cm}^2 \times 2.8$ cm) に通して Th を吸着させる. 1N HNO_3 20%-ethanol 80% (v/v) 混合溶液と H_2O でカラムを洗い, のち 8N HCl で溶離する. 溶離液を water bath を用いて蒸発乾固してから dil. HCl で定容フラスコに移し, pH 1.0~1.5 にて neo-thorin で発色させ, 580 $m\mu$ にて吸光度を測定する.
- 3) 収率は定量的であり, 検出限界は 1 cm セルを用いて吸光度を測定した場合約 1 μg Th.
- 4) Zr は混入するが, Fe(III) は約 95% の効率で除去される.

このほか [97] を参照.

Natural U

108. A simple d. c. fluoriphotometer for detecting uranium. M. F. MILLIGAN, R. J. WATTS (Los Alamos Scientific Lab., New Mexico, U. S. A.). *Nucleonics*, **13** (6), 83~86 (1955).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) この方法は NEUMAN *et al.*, [*J. Biochem.*, **173**, 41 (1948)] の方法と大体同じである. Pt 皿を用い, NaF 溶融剤を加えてバーナーで1分間溶融する. これを G. H. 4 ultraviolet lamp を用い, corning filter 5874 を通した光を溶融体に照射し, corning filter 9780 (blue) および 3484 (yellow) を通してから photocell に入射し, 蛍光を測定する.
- 4) Ultra-violet light source の aging, NaF 溶融体の製法などについて検討してある.

109. Fluorophotometric determination of uranium in urine and air. M. F. MILLIGAN (Los Alamos Scientific Lab., Los Alamos, New Mexico, U. S. A.). NLCO-595, p. 15~34 (1956).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料 100 ml に対し, 1 ml の割合で conc. HCl を加えて, U の損失を防ぐ. 0.10 ml を Pt 皿にとり, 赤外線ランプで乾燥し, Fisher blast burner で溶融物が透明かつガス発生がなくなるまで加熱する. 冷却後 0.25 g の NaF を加え, 1分間溶融する. 5分間で冷却し, 蛍光光度計で測定する.
- 3) 検出限界は NaF 0.25 g で溶融したとき 5×10^{-10} g U. この場合 $\pm 10\%$ で測定できる.
- 4) Routine 測定法として蛍光光度計およびいろいろな条件につき検討してある.

110. The determination of α -activity due to uranium in human urine. W. FLETCHER (Gt. Brit. Capenhurst works, Capenhurst, Ches., England). IGO-AM/CA-79, 6 p (1957).

- 1) α -scintillation counter による測定.

- 2) 試料 100 ml を conc. HNO₃ で湿式灰化する. これに 40 ml の塩析剤 (ammonium nitrate 720 g, ferric nitrate (9·H₂O) 36 g, 16 M HCl 62.5 ml を水で 1 l とした溶液) を加え, 20 ml の H₂O と 40 ml の ethyl ether を加えて 1 時間抽出する. ether 層を water bath で蒸発乾固し, Pt 測定皿上で乾固し, flaming してから α -scintillation counter で測定する.
- 3) 検出限界は資料 100 ml を採ったとき, 20 分の測定を background 10 dpm の counter でおこなった場合 2.3 dpm である.

111. Improvement in natural uranium urinalysis. L. J. CHERUBIN, J. J. FITZGERALD (G. E. Co., Knolls Atomic Power Lab., Schenectady, New York, U. S. A.). KAPL-1887, 47 p (1958).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 3時間試料(100 ml)を蒸発乾固し, U を Al (NO₃)₃ を塩析剤として ethyl ether で抽出する. H₂O で逆抽出し, この溶液を 5.0 ml の定容フラスコに秤取し, 100 λ をとって, 普通の方法で NaF と溶融し, 蛍光を測定する.
- 3) 検出限界は 24 時間試料に換算して 0.3 ± 0.03 μ gU.

112. Analytical methods for the determination of uranium in urine. Chemical Services Department (UK, AEA, Production Group, Operations Branch, Windscale, England). PG Report 68(W), 5 p (1959).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料 1 ml を Pt 皿にとり, 乾燥後灼熱して有機物を分解する. 溶融剤 (NaHCO₃ 9:1w/w NaF) 0.6 g を加え, 電気炉を用いて 1000° \pm 10°C にて 70 秒間溶融する. 蛍光の強さは一つの Pt 皿を 120°C づつ回転させ, 合計 3 方向について測定し, U 量は既知量の U を同様に処理したものの蛍光の強さと比較して求める.

113. Dosage de l'uranium naturel dans les urines. L. JEANMAIRE, H. JAMMET (Service d'Hygiene Atomique et du Radiopathologie, Commissa-

riat a l'Energie Atomique, Saclay, France).
Ann. Radiol., **2**, 703~722 (1959).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料 0.1 ml を直径 10 mm の Pt 皿にとり赤外線ランプで乾燥してから、バーナーで加熱して有機物を分解する。200mg の溶融剤(NaF (1:9)Na₂CO₃)を加え、バーナーで5分間加熱して溶融する。15分後に蛍光光度計で測定する。既知量のUを加えたもの、溶融剤のみものについて同様に蛍光を測定し、U量を求める。
- 3) 検出限界は、試料 0.1 ml をとった場合 1 l に換算して 5 rU.

114. The fluorophotometric determination of uranium in human urine. J. AKAIISHI (Div. of Health Physics, JAERI). *J. Atomic Energy Soc. Japan*, **2**, 379~388 (1960).

- 1) 固体蛍光法による定量.
- 2) 試料 1.0 ml を直径 2.5 cm の Pt 皿にとり赤外線ランプで乾燥したのち NaF と NaKCO₃ の等量 (重量) 混合物 0.8 g を加えて、バーナーを用いて 850~900°C にて2分間溶融し、冷却後、専用の蛍光光度計にて蛍光を測定する。蛍光の測定は溶融体の任意の1方向と、180度回転した位置との方向についておこない、平均値をとる。
- 3) 試料 1.0 ml を採った場合検出限界は約0.001 μgU, 精度は±数%である。
- 4) 溶融時間, 温度, 溶融剤の組成および量, 同一溶融体のなかでの蛍光の強さのかたより, 試料中の Ca, Mg の影響などについて検討してある。

115. Rapid estimation of uranium in urine using the type 1080 A fluorimeter. (UK, AEA, Production Group, Chemical Services Dept., Springfield, Lancs., England). PG 57(S), 9 p (1960).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料 1 ml を Pt 皿にとり, 赤外線ランプで蒸発乾固する。灼熱して有機物を分解してから 600 mg の溶融剤 (90% w/w NaHCO₃-10% NaF) を加え, 1000°C にて60秒間, 電気炉を

用いて溶融し, 冷却後ただちに 1080 A 型蛍光光度計で測定する。蛍光の測定は1つの皿について120度づつ位置を回転させ, 計3回の測定値の平均をとる。

- 3) 検出限界は 5 μg/l, 精度は 20 μg/l U の場合, ±45% (3σ) である。

116. Dosage fluorimétrique de l'uranium urinaire. C. RONTEIX, G. HUGOT (Service Médical et Social, Commissariat a l'Energie Atomique, France). CEA-1706, 19 p (1960).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料 0.1 ml を白金皿にとり, 乾燥したのちバーナーで 800~1000°C に加熱して有機物を分解する。NaF(1:9)Na₂CO₃ 混合物を溶融剤として加え, butane gas を使用し, マノメーターで焰を調節し, 900~925°C にて5分間加熱溶融する。(このときの温度はパイロメーターで測定する)。15分間放置して冷却し, 蛍光光度計で蛍光の強さを測定する。既知量のUを加えたもの、溶融剤のみものについて同様に蛍光を測定しU量を求める。
- 3) 検出限界は 2 μg U, 測定精度は ±15% 位である。ただし1箇の試料について, 多数回測定をおこなうことにより精度を良くすることができる。

117. Urinary uranium levels in non-exposed individuals. G. A. WEFORD, R. S. MORSE, J. S. ALERCIO (U. S. AEC, New York). *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **21**, 68~70 (1960).

Uを取扱っていない者26名について urine 中のU量を測定した。定量は蛍光法でおこない。分析方法がのべられている。-N. S. A., **14**, 9494 (1960).

118. Fluorimetric determination of uranium in urine. L. WÓDKIEWICZ (Dept. of Anal. Chem., Inst. of Nucl. Res., Warsaw, Poland). *Chem. Anal. Warsaw*, **5**, 985~992 (1960).

- 1) 蛍光法による定量.
- 2) 試料を蒸発し, 濃縮してから conc. HNO₃ で

湿式灰化し、5% HNO₃ にとかす。この溶液を (a) 蒸発乾固し NaF(9%)-Na₂CO₃(45.5%)-K₂CO₃(45.5%) の混合物と溶解し、蛍光を測定する。(b) ethyl acetate で抽出し、抽出液を蒸発乾固して残渣を上記溶融剤で溶解し、蛍光を測定する。

U含量が試料 1 l につき、10 μg の場合の測定精度は (a) の灰化試料を直接に測定する方法では5%以下、(b) の抽出法では12%以下である。—A. A., 8, 3401 (1961).

このほか [123], [128] を参照。

Enriched U

119. A method for the detection of enriched uranium in human urine. R. Z. BOUTON (Knolls Atomic Power Lab., Schenectady, New York, U. S. A.). KAPL-667 (Rev.), 7 p (1953).

- 1) α-counting による定量。
- 2) 24時間試料を HNO₃ で湿式灰化する。残渣に Al(NO₃)₃ 溶液(2M solution in 0.5N HNO₃) 60 ml を加えて一夜放置し、さらに 30 ml の Al(NO₃)₃ を加えて攪拌し、残渣を溶かす。分液ロートに移し、50 ml の diethyl ether を加え、20分間振盪する。のち ether 層を分離し、5 ml の H₂O を加えてから ether を蒸発除去し、残りの水溶液を測定皿中で蒸発乾固する。flaming をおこない、α-counter で測定する。
- 3) 収率は 11~124 dpm/sample の範囲で 88~86%、測定誤差は ±10% 程度、blank urine についての background は 0.2±0.3 dpm であった。

120. An electrodeposition method for the determination of uranium alpha activity in urine. T. C. WHITSON, T. KWASNOSKI (Carbide and Carbon Chemicals Co., K-25 Plant, Oake Ridge, U. S. A.). K-1101, 8 p (1954).

- 1) α-counting による定量。

2) 試料 100 ml に conc. HNO₃ 50 ml を加えて蒸発乾固し、のち open flame で加熱して灰化する。conc. HNO₃ 10 ml を加えて蒸発乾固する操作を Cl⁻ が存在しなくなるまでおこなう。のち 10 ml の H₂O に溶かし、0.4M (NH₄)₂C₂O₄ 5 ml を加え、NH₄OH で pH を 9.6 にして Ca-oxalate の沈殿を作る。再沈殿をおこない、上澄液を合せて電着セルに移す。溶液を 80°C にあたため、Fe₂(SO₄)₃ (0.5 mg Fe) の存在下で anode を 500 rpm で回転させながら 3.0 A にて 40分電着する。0.4M (NH₄)₂C₂O₄ 10 ml を加えてさらに 20分間電着をおこない、電着板は 425°C にて 10分間灼熱し、α-counting をおこなう。

3) 収率は試料 100 ml 中に 1 μg の濃縮ウランが存在するとき約 85%、精度は 1 回測定の場合 ±16%。

121. An extraction method for the determination of uranium alpha activity in urine. E. E. CAMPBELL, B. M. HEAD, M. F. MILLIGEN (Oak Ridge National Lab., Tenn., U. S. A.). LA-1920, 24 p (1955).

- 1) α-counting による定量。
- 2) 試料 100 ml を conc. HNO₃ で湿式灰化する。残渣を 5~10 ml の 20% HNO₃ にとかし 30 ml の H₂O で遠心管に移す。1 ml の DBP 溶液(DBP 中に存在する mono-*n*-butyl orthophosphoric acid を CCl₄ を用いて除去したもの。CCl₄ との等量混合物) を加え、10 分間抽出をおこなう。この際 CCl₄ 層と HNO₃ 層が混合しないようにする。抽出後 CCl₄ 層 Pt-plate を上で蒸発乾固し、さらに flaming して α 放射能を測定する。
- 3) 収率および精度は 1.0~10 dpm の ²³⁵U に対し 84±14%。
- 4) 他の元素の混入率はつぎのとおりである。Th (31%), Pu (68%), Ra (0.0%), Am (0.6%), Ac (2.3%), Cm (<16%), F.P. (0%)。

このほか抽出、flaming 操作などについて検討してある。

122. Electrodeposition of enriched uranium in urine.

F. WILLIAMS (Health Physics Dept., Union Carbide Nuclear Co., Oak Ridge, Tenn., U. S. A.). NLCO-595, p.35~44 (1956).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 20 ml に conc. HNO₃ 15 ml を加え, water bath 上で加熱して灰化する. 10 ml の H₂O を加え, これに 20 ml の ferric ammonium oxalate 溶液 (454.4 g ammonium oxalate を 3.44 g の ferric ammonium sulfate を H₂O 16 l にとかしたものを) を加え, pH を NH₄OH で 5.0 に調節する. この溶液を電着セルに入れ, 電流 2.5A で溶液の温度が 95°C になるか, あるいは発泡し始めるまで電着する. のち電流を 1.5A に落して50分間電着し, α 放射能を測定する.
- 3) 収率は67~75%.
- 4) Routine 測定の場合, blank urine の background α 放射能は $5 \times 10^{-9} \mu\text{C/ml}$ 以下になるように分析操作中の contamination をおさえる.

123. Determination of uranium-235 in industrial water solutions. [TID-7541 (Pt. 1) : AEC and contractor source and special materials management representations meeting, June 17~19, 1957].

R. L. STUART (AEC, Washington D. C., U. S. A.). TID-7541 (pt. 1), p. 128~35(1957).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 (urine, waste solution, coolant, soil, etc.) 中の U 量を蛍光法によりあらかじめ測定しておき, U 量が 25 μg 位になるように試料量をきめる. 蒸発乾固したのち 800°C にて有機物を除去し, HNO₃ にとかす. H₂SO₄ を加えて加熱して HNO₃ を除去, 陰極に Hg を用いて電気分解をおこなう. この操作で共存する Cr, Ni, Fe, Cd, Cu, Sn などは除くことができる. のち ammonium oxalate で処理し, NH₄OH を加えてアルカリ性とする. この溶液から U を Ni 板に電着させ, Ni 板の両面を α -proportional counter で測定する.
- 3) 収率は定量的, 精度は約 $\pm 25\%$.

124. Electrodeposition of enriched uranium in urine.

T. P. HAMRICK (Union Carbide Nuclear Co., Oak Ridge, Tenn., U. S. A.). WASH-1023, p. 29~44 (1959).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 20 ml を電着セルにとり, 蒸留水 20 ml ferric ammonium oxalate 溶液 (ammonium oxalate 453.6 g, ferric ammonium sulfate 3.4 g を H₂O にとかして 16 l としたものを) 20 ml を加え. 電流 2A で溶液温度が 95°C になるまで Ag 板 (直径 1.3/4 in, 厚さ 0.002 in) に電着をおこない, のち 1.5A に下げてさらに 50 分間おこなう. 電着板を乾燥してから α 放射能を測定する.
- 3) 収率は約40%.
- 4) 35箇の試料, 3箇の blank, 2箇の試料に既知量の U を加えたもの, 合計40箇を自動的におこなえる自動装置についてのべてある.

125. Dosage de l'uranium dans l'urine ²³³(U). L. JEAN-MAIRE, H. JAMMET (Service d'Hygiene Atomique et de Radiopathologie, Commissariat a l'Energy Atomique, Saclay, France). CEA-1226, 4 p (1959).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 100 ml に 25 ml の conc. HNO₃ を加え, 蒸発乾固してからバーナーで加熱して有機物を分解する. 4N HCl 10 ml にとかし, 90 ml のイオン交換水を加える. この溶液を Permutite 50 のカラム (80~120 メッシュ, 直径 1 cm, 樹脂量 5 g) に通して U を吸着させる. 0.4N HCl で洗浄してから 50 ml の 0.2M oxalic acid で溶解し, conc. NH₄OH で pH を 4 にしてから電着する. 電着は 75°C にて 10~12 V, 最大 2A で 2.5 時間おこない, pH を 6N HNO₃ で調節する. 終了後電極の Ni 板を洗浄し, α 放射能を測定する.
- 3) 収率は 85 \pm 10%.

126. The determination of alpha activity associated with sub-microgram quantities of enriched uranium in urine. T. C. WHITSON, T. KWASWSKI (Oak Ridge Gaseous Diffusion Plant, Tenn., U. S. A.). *Am.*

Ind. Hyg. Assoc. J., **20**, 169~74 (1959).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料を湿式灰化し, Ca を除去してから U を 2 時間, 電着し, α 放射能を測定する方法.
- 3) 収率は sub- μg 量の enriched U について 80% 以上. —N. S. A., **13**, 16681 (1959).

127. Urinalysis method for enriched uranium. A. L. BOMI (Savannah River Plant, E. I. Du Pont de Nemours and Co., Aiken, S. C., U. S. A.). *Health Physics*, **2**, 288~290 (1960).

- 1) α -counting および radioautography による定量.
- 2) 試料 150 ml に conc. HNO_3 5 ml, 85.8% ortho- H_3PO_4 2 ml を加え, 水で 500 ml にうすめる. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 溶液 ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 111 g/100 ml) 1 ml を担体として加え, 85°C にて conc. NH_4OH を徐々に加えて沈殿を生成させる. 一夜放置したのち, 濾別し, 沈殿を電気炉を用いて 900°C にて灰化する. 残渣を 8N HCl 10 ml にとかし, Dowex 1, X10 (100~200 メッシュ) のカラム (6 mm \times 10 cm) に通して U を吸着させ, のち 1N HCl で溶離する. 溶離液を蒸発乾固し, これを 0.5 ml の conc. HNO_3 と 3 ml の飽和-ammonium-oxalate にとかし. 電着セル (Lucite 製) に移し. 85~90°C にて 2 時間, 300 mA の電流を通して 1/2 in の stainless steel の中央 6 mm の部分に電着する. 6N の NH_4OH を加えて更に 3 時間または 3 時間以上電着をおこない, 10 分間 α -counting をおこなう. この場合 α 放射能が弱い場合には, Kodak NTA 原子核乾板を使用し, 一週間露出してから α 線の飛跡を数える.
- 3) 収率は 1 dpm の enriched U を加えた場合 $94 \pm 16\%$ で, また試料量 150 ml の場合の検出限界は試料量 1.5 l に換算して 0.15 ± 0.07 dpm である.

128. Separation of uranium from urine by a tri-n-octylphosphine oxide column and an automation of the procedure. W. C. DIETRICH, J. D. CAYLOR, E. E. JOHNSON (Union Carbide Nuclear Co., Y-12 Plant, Oak Ridge, Tenn., U. S. A.). Y-1322,

37 p (1960).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 100 ml に conc. HNO_3 25 ml を加え, 100~110 ml になるまで加熱濃縮し, 40°C の water bath で 10 分間保つ. のち TOPO カラム (40 メッシュの glass bead を蒸発皿にとり, 0.2M TOPO ((tri-n-octylphosphine oxide in 250 ml of benzene)) を glass bead が浸るまで加え, のち濾紙で濾したものを, 長さ 160 mm) に 2.5 ml/min 以下の速さを通して U を吸着させる. 1N HNO_3 で洗浄してから ethanol で溶離し, 蒸発乾固してからさらに加熱して有機物を分解除去し, low background の 2π α -proportional counter で 30 分位 α 放射能を測定する.
- 3) 収率約 73%.
- 4) Routine 測定用の自動装置についてのべてある.

129. The electrodeposition method for the determination of enriched uranium in urine. R. L. HANCOCK, G. S. GOLDEN (Combustion Eng., Inc. Nuclear Div., Windson, Conn., U. S. A.). TID-7591, p. 81~85 (1960).

- 1) Gas proportional counter による定量.
- 2) 試料 20 ml に NaHCO_3 0.4 g を加え, NH_4OH で pH を 9 にする. 2 時間のち, 生成した Ca と Mg および蛋白質の沈殿を遠心分離する. このとき U は可溶性錯塩として溶液に残っている. 溶液に HCl 5 ml, HNO_3 20 ml, 30% H_2O_2 10 ml を加えて蒸発乾固し, さらに HNO_3 を加えて加熱し灰化する. 残渣を 0.1N HNO_3 10 ml にとかし, 電着セルに入れる. 20 ml の buffer 溶液 [(NH_4) $_2$ C_2O_4 29 g, Na_3PO_4 25 g, $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2$ 0.218 g, bromocresol green 0.5 g を 1 l の H_2O にとかしたもの] を加え, pH を 5 に調節する. 電流 1A で溶液が 95°C になるまで Pt 板上に電着をおこない, さらに 95°C \pm 1°C にて 1 時間つづけておこなう, Pt 板の α 放射能を gas proportional counter で測定して U 量を求める.
- 3) 収率は試料 1 l 中に 0.25 μg の U が存在する場合 $110 \pm 43\%$, 0.5 μg の場合 $90 \pm 12\%$.
- 4) 試料保存中の U の損失については, ポリエチ

レン容器にとり、HCl で pH を 2.5 にしたものと、HCl を加えないものについて 8 週間にわたり、損失量について調べた結果、HCl の添加の有無にかかわらず有意な差は認められなかった。

130. The analysis of urine specimens for uranium and plutonium. J. L. HOWARTH, R. O. MILLS (Lovelace Foundation for Medical Education and Research, Albuquerque, New Mexico, U. S. A.). AFSWC-TN-61-8, 27 p (1960).

- 2) Pu を Bi-phosphate および LaF_3 への共沈、U を di-*n*-butyl orthophosphoric acid 抽出、または陰イオン交換法により分析する方法についてのべてある。
- 3) 検出限界は ^{235}U , Pu は試料 1 l につき 10 dpm, natural-U は 10 μg 程度.-N. S. A., 15, 12833 (1961).

131. Electrodeposition of uranium from urine. G. W. ROYSTER, JR. (Oak Ridge National Lab., Tenn., U. S. A.). *Health Physics*, 2, 291~294 (1960).

- 1) α -counting による定量。
- 2) 試料 25 ml を HNO_3 で湿式灰化する。残渣を 10~15 ml の 0.1N HNO_3 にとかし、遠心分離管に移し、5 ml の 10% Na_2CO_3 と 20% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 1 ml を加え、steam bath で 1 時間加熱する。遠心分離したのち溶液を電着セルに移し、 HNO_3 を pH が 3 になるまで滴下する。これに 20 ml の緩衝液 (29 g ammonium oxalate + 25 g sodium phosphate (tribasic) + 0.218 g ferric ammonium sulfate/1 l) を加え、pH を 0.1N HNO_3 で 4~4.5 に調節する。セルを電着装置にセットし、溶液の温度が 95~97°C になるまで 2A, それ以後は同温度、1A で 1 時間電着する。電着セルは 4 オンスのガラス容器で下部に Ag 板がはめ込んであり、陽極は Pt 線である。Ag 板は乾燥してから α -counting する。
- 3) U の収率は 33 試料について測定した結果 89.5 \pm 4 % であった。
- 4) 電着セル、電着条件についてのべてある。

132. A radiochemical determination of alpha exposure from enriched uranium in urine. J. S. ALERCIO, G. A. WELFORD, R. S. MORSE (Analytical Div., Health and Safety Lab., U. S. AEC, New York, U. S. A.). *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, 6, 443~447 (1961).

- 1) α -counting による定量。
- 2) 試料 1 l に 10% H_3PO_4 20 ml, conc. HNO_3 150 ml を加え、1 時間煮沸する。冷却後、40% NaOH を加えて pH を約 9 とし、phosphate の沈殿を生成させる。Steam bath で 1 時間加熱したのち分別し、沈殿を (1:1) HNO_3 にとかし、加熱して有機物を除去してから HCl で chloride にする。残渣を 7N HCl 約 100 ml にとかし、Dowex 1 (4% DVB) のカラム (10 ml, wet state) に通して吸着させる。9N HCl 400 ml でカラムを洗浄し、のち 1N HCl 200 ml で U を溶離する。溶離液を蒸発乾固し、残渣を 0.3M H_2SO_4 50 ml にとかし。この溶液を陰極に Hg を用いて 1A で 1 時間電気分解して Fe を除去する。溶液を濾過し、蒸発乾固して、残渣を少量の HNO_3 にとかし。10 ml の定容フラスコに秤取し、一部につき蛍光法で U 量を測定する。

残りの溶液に担体として U (通常同位体組成のもの) 5 μg を加え、蒸発乾固する。残渣を 0.016M ammonium oxalate 溶液でとり出し、電着セル (陰極は 24 mm の Ni 板、陽極は Pt, 極間距離 50 mm) に入れ、陽極を 200 rpm で回転させながら 40 mA にて 17~20 時間電着する。のち Ni 板を水洗し、flaming して α -scintillation counter で 30~60 分間測定する。

- 3) 収率は試料 1 l につき、蛍光法による場合、95 \pm 10%, α -counting による操作をおこなったものは 92 \pm 10%。

このほか [20] を参照。

samples. J. AKAISHI (Div. of Health Physics, JAERI), *J. Atomic Energy Soc. Japan*, **2**, 591~597 (1960).

1) GM counter による定量.

2) 試料 300 ml に 6N NaOH を加えて Ca, Mg の basic phosphate の沈殿を生成させる. 沈殿を遠心分離し, HNO₃ にとかして蒸発乾固する. 残渣を 7.5N HNO₃-0.1M semicarbazide-0.01M ferrous sulfamate 混合溶液 12 ml にとかして Np を IV 価に還元し, Dowex 1, X8 のカラム (6.7 mm×6.3 cm) に通して吸着させる. 洗浄したのち, 0.2N HNO₃-0.005M ceric sulfate 混合溶液 6.0 ml で溶離し, 蒸発乾固後 GM counter で測定する.

3) 収率は 97±3%,

4) 最初の共沈のとき Np(IV), (V), (VI) ともに定量的に共沈する. イオン交換操作では U, ⁹⁰Sr-⁹⁰Y, ¹⁴⁷Pm, ¹⁰⁶Ru-¹⁰⁶Rh などは分離される.

Pu

134. The determination of plutonium in urine. A. A. SMALES, L. AIREY, G. N. WALTON, R. O. R. BROOKS (Gt. Brit. Atomic Energy Research Establishment, Harwell, Berks., England). *AERE-C/R-533*, 13 p (1950) (Decl. 1954).

1) α -counting による定量.

2) 24時間試料を 10 ml の conc. HCl を含む容器にとり, 蒸発乾固してから電気炉を用いて 500~600°C にて1時間, 加熱して灰化する. 残渣を 4N HCl にとかし, FeCl₃(0.5mg Fe) と 10 ml の NH₂OH·HCl(0.5 g) を加えて Pu (III) にする. 2N NH₄OH で pH を 1.0 とし, これに 2 ml の cupferron 溶液 (5%水溶液) を加えて 3/4 時間放置する. のち 30 ml の chloroform を加えて振盪し, chloroform 層を分離, 蒸発乾固する. 残渣に conc. HNO₃ 3 ml と conc. H₂SO₄ 1 ml を加えて, 残渣が無色になるまで加熱して灰化する. これを 3 ml の conc. HCl にとかし, 15 cm² の Pt 皿に移し, 蒸発乾固してから 6 時間, α 放射能を測定

する.

3) 収率は80%以上, Th, U は妨害しない.

135. The application of nuclear track emulsions to the analysis of urine for very low level plutonium.

L. C. SCHWENDIMAN, J. W. HEALY, D. L. REID (Radiol. Science Dept., Biophysics Div., G. E. Co., Richland, U. S. A.). *HW-22680*, 47 p (1951).

1) Radioautography による定量.

2) 試料 1500 ml に HNO₃ 濃度を 2~4N になるように加え, さらに octyl alcohol 5 ml を加えて蒸発乾固し, 残渣を 600°C にて1時間電気炉で灰化する. 50 ml の 2N HNO₃ に残渣をとかし, 一夜放置する. NH₂OH·HCl 0.5 g, La-nitrate (20 mg La) を加えて全量を 2N HNO₃ で 75 ml にする. これに 0.27N HF 5.0 ml を加えて生成する LaF₃ を分離し, 沈殿を 40 ml の Al(NO₃)₃ 溶液にとかし. 分液ロートに移して TTA-benzene で抽出し, 8N HCl で逆抽出する. この溶液を 1~2 ml まで濃縮し, 12N KOH で中和する. NaClO 2ml, 2N KOH 5 ml を加えて半量になるまで濃縮し, 電着容器に移す. 12 V, 80 mA で5時間電着する. Kodak NTA 乾板を使用し, α 飛跡を測定することにより, Pu 量を求める.

3) 収率は95%以上. 検出限界は24時間試料につき99%信頼度で 0.1 dpm.

4) 電着, 露出, 精度などにつき検討してある.

136. Determination of systemically deposited plutonium in laboratory personal and a simple qualitative test for exposure to airborne radioactive material. L. H. HEMPELMANN, W. H. LANGHAN (Los Alamos Scientific Lab., Los Alamos, New Mexico, U. S. A.). *AECU-2633*, 14 p (1953).

1) α -counting による定量.

2) 24時間試料を蒸発乾固近くまで加熱濃縮してから conc. HNO₃ を加えて湿式灰化する. 残渣を dil. HCl にとかし, chloroform-cupferron で抽出する. chloroform 層を蒸発し, 残渣に perchloric acid を加えてとかし, 少量の La の担体として加え, LaF₃ の沈殿を作って Pu

を共沈させる。LaF₃を測定皿にとり、 α -proportional counter で1時間以上測定する。

- 4) Los Alamos Scientific Lab.におけるPu取扱者のurineについての分析結果がのべられている。

137. Determination of plutonium in urine. S. M. SANDERS, JR. (Health Physics Section, Savannah River Plant, U.S.A.). DP-146, 12 p (1956).

- 1) Radioautographyによる定量。
- 2) 試料にHNO₃を加えて0.2N HNO₃溶液とする。65°Cにあたためてからphosphoric acidを0.1M溶液になるまで加え、Bi-nitrate(232 g Bi(NO₃)₂·5H₂O/l 10N of HNO₃) 10 mlを15分間で滴下して沈殿を生成させ、一夜放置後分離し conc. HNO₃に溶かす。30% H₂O₂を加えて有機物を分解し、のち6% sulfurous acid 2 mlを加えてPu(IV)とする。1500 mlをH₂Oを加え、これにLa(III)担体(1 mg La)を加へHFの2N溶液としてLaF₃を生成させる。遠心分離し、60% HClO₄ 0.2 mlを加えて加熱し、有機物を完全に除去する。のち conc. HCl 0.5 mlを加えて残渣を溶かし、水で全量を5 mlにする。6M NH₂OH·HCl 0.5 mlを加えてPu(III)とする。LaF₃沈殿をくり返しておこない、沈殿を40 mlの2M Al(NO₃)₃溶液(pH 0.45)にとかし、新しく作ったNaNO₂ 0.25 mlを加えてPu(IV)に酸化し、50 mgのTTAを含む10 mlの solvent solution (toluene)を加え、20分間振盪してを抽出する。8N HClで逆抽出し、HCl層を1~2 mlまで濃縮する。12N KOHで中和してからPuをNaClO(5% Cl₂) 2 mlでPu(VI)に酸化し、この溶液を2N KOH 5 ml溶液としたのち、ステンレススチール板上(直径7 mm)に3Vで5時間電着する。

Kodak NTA 乾板に一週間露出し、飛跡数を測定する。

- 3, 4) 27箇のblank sampleのbackgroundは平均0.016 dpm, 混入するPa, Acなどの娘核種は電着時に除かれる。

urine. L. C. SCHWENDIMAN, J. W. HEALY (Hanford Atomic Products Operation, Richland, Wash., U.S.A.). *Proc. Health Phys. Soc.*, **1**, 53~60 (1956).

[141] 参照。

139. The determination of the plutonium content of urine (phosphate method). G. P. COOK, O. JONES (Gt. Brit. Windscale Works, Sellafield, Cumb., England). IGO-AM/W-68, 6 p (1952, 2nd ed. 1957).

- 1) α -countingによる定量。
- 2) 試料を採取後ただちに16N HNO₃ 50 mlを加える。これに5% NH₂OH·HCl 5 mlと試料100 mlにつき1 mlの割合でCaHPO₄溶液(CaHPO₄·2H₂O 60 gを1 lの2N HNO₃にとかしたものを)を加え、18N NH₄OHでアルカリ性にして沈殿を生成させる。分離し、電気炉を用いて600~650°Cにて灰化する。残渣に11M HClを2 ml加えてあたため、さらに2 mlのH₂Oを加えてとくす。これにH₂O 5 ml FeCl₃(1 mg FeCl₃) 5 ml, NH₂OH·HCl 5 mlを加えてかきまぜながら18M NH₄OHを加え、pH 0.5~1.1に調節する。これに5% cupferron溶液2 mlを加えて振盪し、数十分放置したのち、5 mlのchloroformを加えて5分間振盪し、有機層を分離する。蒸発乾固し、conc. H₂SO₄ 2 mlを加えて蒸発乾固したのち、18M H₂O₄-16M HNO₃(1:1)混合溶液2 mlを加えて再び蒸発乾固する。残渣を11N HCl 2 mlにとかし、Pt皿に移し、蒸発乾固してから α countingする。
- 3) 検出限界は2 μ g Pu。

140. Estimation of plutonium lung burden by urine analysis. J. W. HEALY (GE Co., Richland, Wash., U.S.A.). *Am. Ind. Hyg. Assoc. Quart.*, **18**, 261~266 (1957).
-N. S. A., **11**, 12659 (1957).

141. Nuclear track technique for low-level plutonium in urine. L. C. SCHWENDIMAN, J. W. HEALY (Hanford

138. Nuclear track technique for low level plutonium in

Atomic Products Operation, GE Co., Richland, U. S. A.). *Nucleonics*, **16** (6), 78~82 (1958).

- 1) Radioautography による定量.
- 2) 試料を蒸発乾固し, 電気炉で灰化したのち酸にとかし, LaF_3 に共沈させる. TTA で抽出し, $8N$ HCl で逆抽出する. Lucite 製のセルにとり, sodium hypochlorite を含む $1\sim 2N$ KOH 溶液から直径 $1/2$ in のステンレススチール板の中央, 直径 7 mm の部分に電着させる. Kodak NTA 乾板を用い 168 時間露出して α 飛跡を測定する.
- 3) Background の飛跡数は $0.002\sim 0.004$ dpm/cm² に相当する程度であって, Pu の収率は 87% , 0.57 dpm の Pu を加えた 553 試料についての測定精度は, 標準偏差で $\pm 12\%$.

- 142. A sensitive analytical method for the determination of very low level plutonium in humans.** L. C. SCHWENDIMAN, J. W. HEALY (Hanford Atomic Products Operation, GE. Co., Richland, U. S. A.). Second U. N. International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva, 1958, Report A/CONF. 15/P/729, 9 p (1958).

[141] 参照.

- 143. Recherche du plutonium dans les urines.** L. JEANMAIRE, H. JAMMET (Service d'Hygiène Atomique et de Radiopathologie, Commissariat à l'Énergie Atomique, Saclay, France). *Ann. Radiol.*, **2**, 703~722 (1959).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 1500 ml に conc. HNO_3 250 ml を加え, 乾固近くまで蒸発してからバーナーで加熱灰化する. 残査を $2N$ HCl 50 ml にとかし, NH_4OH を加えて沈殿を生成させる. 遠心分離し, これを $4N$ HCl 40 ml にとかす. 0.1 ml の FeCl_3 (1 mg Fe) を担体して加え, conc. NH_4OH で沈殿ができない程度に中和する. もし沈殿が生成したならば $4N$ HCl を加えてとく. この溶液に 2 ml の 6% cupferron 溶液と, $3\sim 4$ ml の chloroform を加えて振盪し, 抽出する. 約 4 回抽出をおこない, 再び 2 ml

の cupferron 溶液を加えて同様に抽出する. Chloroform を合せ, 蒸発乾固し, これに 3 ml の conc. HNO_3 と 1 ml の conc. HClO_4 を加え, 200°C 位まで加熱して有機物を除去する. のち 2 ml の SO_2 -飽和溶液と, $0.1N$ HNO_3 1 ml を加えて water bath で 30 分, 加熱して SO_2 を追出し, 残査に $0.05N$ HNO_3 少量と約 4 ml の H_2O を加えてとかし, $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 2 ml (2.1 mg La_2O_3) を加える. conc. HF 1 ml を加えることにより LaF_3 の沈殿を作り, 2 時間以上放置後遠心分離し, α 放射能を測定する.

- 3) 収率は 90% 以上, 検出限界は $0.3 \times 10^{-6} \mu\text{C}$.

- 144. A new procedure for plutonium urinalysis.** S. C. LEIDT, S. M. SANDERS, JR. (Du Pont de Nemours (E. I.) & Co., Savannah River Plant, Aiken, S. C., U. S. A.). AECU-4414, 35 p (1959).

- 1) Radioautography による定量.
- 2) 試料 25 ml をとり, HNO_3 と H_2O_2 で湿式灰化する. 残査を $8N$ HNO_3 10 ml にとかし, さらに 15 ml の $18N$ HNO_3 を加える. これを 0.5 ml の陰イオン交換樹脂柱 (Amberlite CG-400, type 2, カラムの長さ 2 cm) に 1.25 ml/min/cm² 以下の速さで通し, $8N$ HNO_3 約 10 ml で, ついで $4N$ HNO_3 でカラムを洗浄する. 5 ml の conc. sulfurous acid で Pu (III) とし, 30 分以内で溶離する. SO_2 を追出したのち, Lucite 製の電着セルに入れて直径 $1/2$ in のステンレススチール板に $15V$ にて 3 時間, $2N$ HNO_3 で 150 mA に調節して電着する. のち 1 ml の $12N$ KOH を加えて電流を約 360 mA にし, さらに 1 分間おこなう. 電着板を洗浄し, Kodak 原子核乾板 type NTA を用い 1 週間露出し, 飛跡数を測定する.
- 3) 収率は試料 1.5 l に 0.88 dpm の Pu を加えたものにつき, $74 \pm 23\%$, 検出限界は, 試料 1.5 l の場合, 0.05 dpm.
- 4) イオン交換の際の Th と U の除去係数は 60 以上である.

145. A new procedure for plutonium urinalysis. S. C. LEIDT, S. M. SANDERS, JR. (Central Research Dept., Experimental Station, E. I. Du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, Delaware, U. S. A.), TID-7591. p. 64~77 (1960).

[144] 参照.

146. The analysis of plutonium-241 in urine. J. J. D. LUDWICK (GE Co., Hanford Atomic Products Operation, Richland, Wash., U. S. A.). HW-64170, 9 p (1960).

- 1) Liquid scintillation counter による定量.
- 2) 電着法および 1N HCl 溶液から dibutyl phosphate を含む liquid scintillator への抽出により, Pu を分離し, liquid scintillation spectrometer で測定する.
- 3) 収率は $85 \pm 9\%$, $2.2 \times 10^{-6} \mu\text{C}$ の ^{241}Pu が検出できる.—A. A., 8, 2069 (1961).

147. A new procedure for plutonium urinalysis. S. M. SANDERS, JR., S. C. LEIDT (Univ. of California, Berkeley, California, U. S. A.). *Health Physis*, 6, 189~197 (1961).

- 1) Radioautography による定量.
- 2) 試料 250 ml をとり, conc. HNO_3 と 30% H_2O_2 を加えて加熱し湿式灰化する. 残渣を少量の HNO_3 にとかし, H_2O と HNO_3 を加えて 7~8N HNO_3 溶液とする. この溶液を陰イオン交換樹脂 Amberlite CG-400, type 2 のカラム (0.5 ml, 20 mm² × 2 cm, NO_3 型) に 1.25 ml/min/cm² 以下の速さで通して Pu を吸着させる. 10 ml の 8N HNO_3 2 ml でカラムを洗浄し, ついで 4N HNO_3 2 ml で洗う. conc. sulfurous acid 5 ml で Pu を溶解する. 溶解液を Lucite 製の電着セル (Hanford Operation drawings SK-4-592 and SK-4-593) に入れ H_2O を加えて 10 ml とする. 2N HNO_3 を加えて 15V, 150 mA 以上で 3 時間, ステンレススチール板の直径 7 mm の部分に電着する. のち 12N KOH 1 ml を加えて 15 V, 360 mA にしてから, さらに 1 分間つづける. ステンレススチール板を水洗し, 赤外線ランプで乾燥してから Kodak 原子核乾板 NTA

に 1 週間露出し, α 線の飛跡数を測定する.

- 3) 収率は試料 250 ml 中に 0.0073~0.146 dpm の Pu が存在する場合, $45.4 \pm 36.4\%$ ~ $63.2 \pm 15.3\%$. 検出限界は試料量 1.5 l に換算して 0.042 dpm である.

148. Radiochemical determination of plutonium in urine.

H. V. WEISS, W. H. SHIPMAN (Chem. Technol. Div., U. S. Navy Radiol. Def. Lab., San Francisco, Calif., U. S. A.). *Anal. Chem.*, 33, 37~39 (1961).

- 1) α -counting による定量.
- 2) 試料 500 ml に 1 g の potassium rhodizionate を加え, 5N NaOH で pH を 9 にし, 500 ml の absolute alcohol を加えて 5 分後に沈殿を遠心分離する. 50 ml の 2N HNO_3 にとかし, La-担体 (5 mg La) を加えたのち, 30 ml の HF で LaF_3 の沈殿を生成させ, 遠心分離する. 沈殿は H_3BO_4 飽和溶液 5 ml と conc. HCl 5 ml にとかし, 10 ml の H_2O を加えたのち NH_4OH でアルカリ性とし, 沈殿を作る. 少量の conc. HNO_3 にとかし, 再沈殿をおこなったのち再び conc. HNO_3 にとかし, 3 ml の conc. H_2SO_4 を加えて蒸発乾固する. 残渣を 6N HCl 10~15 ml にとかし, 4N NaNO_2 0.5 ml を加え, 全体を 9N HCl 溶液としてから陰イオン交換樹脂 AG-1, X8 のカラム (0.62 × 4 cm, Cl 型) に通して吸着させる. 9N HCl で洗浄してから 6N HCl-0.2N HF で溶解し, これに 3 ml の HClO_4 と 2 ml の H_2SO_4 を加えて蒸発乾固する. 残渣を 1 ml の H_2O にとかし. 少量の HCl を含む 6M NH_4Cl 4 ml を加えてから電着セルに移し, Ta 板上に 2.5~3.0A にて 20 分間電着する. Ta 板を水洗, 乾燥後 α -counting する.
- 3) 収率は 500 ml の試料中 62~2500 dpm の Pu が存在する場合, $91.5 \pm 6\%$ で Th, U, Pa および Np それぞれ 0.5, 2.3, 24.1 および 85.2% 混入する.
- 3) 共沈, イオン交換, 電着などについて検討してある.

このほか [20], [130] を参照.

Am

[19], [20] を参照.

Cm

149. Urinalysis for curium by electrodeposition.

I. DUPZYK, M. W. BIGGS (Lawrence Radiation Lab., Livermore, California, U. S. A.). UCRL-6168, 18 p (1960).

- 1) Radioautography による定量.
- 2) 24 時間試料に conc. HNO₃ を加えて湿式灰化する. 残渣に conc. HNO₃ 5 ml と H₂O 30 ml を加えてとかし, 遠心分離して不溶物を分離する. 溶液に 6% sulfurous acid 2 ml を加えて 5 分間放置し, 80°C にて 15 分攪拌しながら保ち, 1 ml の H₃PO₄ と Bi(NO₃)₂ 溶液 1 ml (100 mg Bi) を加える. 1 時間放置してから bismuth phosphate を遠心分離する.

沈殿に conc. HCl 2 ml と少量の H₂O を加えてとかし, 0.3 ml の La(NO₃)₃ (0.3 mg La) を加え, これに 48% HF 1 ml を加えて LaF₃ を沈殿させる. 5 分間放置してから遠心分離する. 沈殿を飽和 boric acid-6M HCl 3 ml にとかし, 80°C にて 10 ml の NH₄OH を加えて La(OH)₃ を生成させる. 沈殿に HCl gas を通してこれをとかし, 約 3 滴の溶液とする. これを 13M HCl 3 滴で定量的に Dowex 50, X12 (3 mm×6 cm) と Dowex 1, X10 (3 mm×1 cm) のカラムに通す. 1 ml の 13M HCl をカラムを通し, 通過液の 12~32 滴を集める. これを蒸発乾固してから 0.3 ml の conc. H₂SO₄ にとかし, HW-22680 [135] にのべてある電着セルに移し, 28% NH₄OH で中和してから 1.5 M H₂SO₄ を加えて酸性とし, 300 mA で 2 時間電着する. 電着終了後, 電着板を acetone で洗浄してから flaming をおこない, α-counting をおこなう. のち, Ilford E 1, 25 または 50 mμ の原子核乾板を使用し, 1 週間の露出をおこない, α 線の飛跡数を測定する.

3) 収率は 45%, blank 試料の background は 20 箇の試料について測定した結果 0.030 ± 0.018 dpm であった.

著 者 索 引

(数字は文献番号をしめす)

A

AIKAWA, J. K., 51
 AIREY, L., 134
 AKAISHI, J., (赤石準) 25, 26, 28, 107
 114, 133
 ALERCIO, J. S., 117, 132
 ARKELL, G. M., 81, 82
 ARNOTT, D. G., 71

B

BAYHURST, B. P., 34
 BERTRAND, S., 60
 BIGGS, M. W., 149
 BLACK, S. C., 91
 BOLING, E. A., 48
 BONI, A. L., 27, 127
 BOUTON, R. Z., 119
 BROBST, W. A., 6
 BRODBECK, R. M., 97
 BROOKS, R. O. R., 12, 134
 BROWN, P. E., 7
 BRUNO, G. A., 49
 BUTLER, F. E., 44

C

CAMPBELL, E. E., 9, 121
 CAYLOR, J. D., 128
 CHAIKOFF, I. L., 41
 CHAU-TING CHANG, 47
 CHERUBIN, L. J., 111
 CHRISTIAN, J. E., 49
 COOK, G. P., 139
 COWAN, F. P., 21, 22

D

DAVIS, D. M., 7
 DIETRICH, W. C., 128
 DILLA, M. V., 67
 DUPZYK, I., 149

ĎURČEK, K., 65, 66

E

EDERSOLE, E. R., 24
 ERDELEN, G., 61
 EUTSLER, B. C., 9, 34
 EVERSOLE, W. J., 36

F

FAITHOVÁ, E., 65
 FARABEE, L. B., 83, 84, 85
 FISCHER, I., 29, 33
 FITZGERALD, J. J., 111
 FLETCHER, K., 73
 FLETCHER, W., 110
 FLYGARE, J. K., JR., 24
 FOREMANN, W. W., 34
 FOTI, S., 96
 FOURNIGUERT, M., 98
 FREEDBERG, A. S., 67
 FRY, R. M., 40

G

GIBSON, J. A. B., 45
 GOLDEN, G. S., 129
 GOODWIN, W. E., 68

H

HAMRICK, T. P., 124
 HANCOCK, R. L., 129
 HANYA, T. (半谷高久), 78
 HARLEY, J. H., 96
 HARRIS, W. D., 68
 HARRISON, G. E., 57
 HASTINGS, C. M., 32
 HAWKINS, J. B., 53
 HAYES, F. N., 36
 HEAD, B. M., 34, 121
 HEALY, J. W., 135, 138, 140, 141,
 142

HELMAN, A. H., 106

HEMPelman, L. H., 136
 HENKE, G., 3
 HENLEY, L. C., 7
 HERRMANN, G., 61
 HETTER, H., 50
 HIEBERT, H. L., 69
 HIEBERT, R. D., 34
 HIGUCHI, Y. (樋口良田), 23
 HIWATA, Y. (樋渡良博), 23
 HOECKER, F. H., 69
 HOGOT, G., 116
 HOOVER, R. L., 15
 HOWARTH, J. L., 130
 HURSH, J. B., 8, 88, 89
 HURST, W. H., 55
 HUTCHINSON, W. P., 20, 42

I

IMADA, M. R., 41

J

JACKSON, J. A., 5
 JAMMET, H., 11, 60, 98, 105, 113,
 125, 143
 JAWOROWSKI, Z., 64, 76
 JEANMAIRE, L., 11, 60, 98, 105, 113,
 125, 143
 JENKINS, E. N., 19
 JOHNSON, E. E., 128
 JONES, E., 56
 JONES, O., 139

K

KALKWARF, D. R., 103
 KENNEDY, M. R., 32, 102
 KIRBY, H. W., 97
 KOOL, J., 59
 KREBS, C. A., 92
 KUKITA, K. (久木田堅次), 23

KWASNOSKI, T., 120, 126

L

LAI, M. G., 99
 LANGHAM, W. H., 36, 136
 LEIDT, S. C., 144, 145, 147
 LEROY, G. V., 38
 LESKO, R. C., 95
 LUDWICK, J. J. D., 146

M

MARRIOTT, J. E., 75
 MATUSDA, S. (松田俊治), 79
 MAWSON, C. A., 29, 33
 McCLELAND, J., 9, 34, 35
 McMANUS, M. J., 67
 MEYER, H. E., 93
 MILLIGAN, M. F., 9, 34, 37, 108, 109
 121
 MILLS, R. O., 130
 MORGAN, A., 81, 82
 MORSE, R. S., 104, 117, 132
 MOSS, W. D., 9
 MYERS, L. S., JR., 5

N

NAKAMURA, H., (中村博見) 23

O

OKITA, G. T., 38

P

PERKINS, R. W., 103
 PURVES, H. D., 70

R

RAYMOND, W. H., 57
 REID, A. F., 52
 REID, D. L., 135
 REVINSON, D., 2

RHOADES, E. L., 51
 ROBBINS, M. C., 90
 ROGERS, N. E., 100, 101
 RONTEIX, C., 116
 ROYSTER, G. W., JR., 131
 RUNDO, J., 86
 RUSSELL, E. R., 95

S

SANDALLS, J., 46
 SANDERS, S. M., JR., 137, 144, 145,
 147
 SCHOENFELD, A., 4
 SCHRODT, A. G., 58, 74
 SCHUBERT, J., 1, 5, 95
 SCHULTE, K. E., 3
 SCHWENDIMAN, L. C., 135, 138, 141,
 142
 ŠEBESTIAN, I., 66
 SEDLET, J., 77
 SELDIN, D. W., 52
 SHIPMAN, W. H., 14, 148
 SMALES, A. A., 134
 SNEDDON, G. W., 19
 SPOERL, E. S., 87
 SPRATT, J., 38
 STÖA, K. F., 72
 STUART, R. L., 123
 SULTZER, M., 88, 89
 SUTTON, A., 57
 SUTTON, D. C., 104

T

TAJIMA, E. (田島栄作), 79
 TAMARI, T. (玉利為彦), 23
 TARRAS, S., 104
 THORBURN, R. C., 30
 TOMOHIRO, Y. (友広嘉久), 23
 TRNOVEC, T., 65, 66
 TRUJILLO, T. T., 63

TSURUMAKI, I. (弦巻一郎), 47

U

UENO, K. (上野馨), 47
 URELES, A. L., 67

V

VAUGHAN, B. E., 48
 VEALL, N., 50

W

WALSER, M., 52
 WALTON, G. N., 134
 WATANABE, S. (渡辺定方), 79
 WATROUS, R. M., 100, 101
 WATT, R. J., 34, 108
 WEISS, H. V., 14, 99, 148
 WEISS, J., 21, 22
 WELFORD, G. A., 104, 117, 132
 WELLS-COLE, J., 71
 WERBIN, H., 41
 WHIPPLE, G. H., 92
 WHITNEY, I. B., 13
 WHITSON, T. C., 120, 126
 WILLIAMS, F., 122
 WILSON, W. E., 34
 WÓDKIEWICZ, L., 118

Y

YABE, A. (矢部明), 47
 YAMACHIKA, S. (山近茂松), 54
 YAMAGATA, N. (山県登), 79
 YAMAGATA, T. (山県颯子), 79
 YANAGIHARA, E. (柳原栄一), 78
 YOSHIZAWA, Y. (吉沢康雄), 31
 YOUNG, L., 53

Z

ZBOŘIL, V., 65, 66

パンフレット索引

(数字は文献番号をしめす)

AECD-3811,	87	KAPL-667 (Rev.),	119
AECU-2633,	136	KAPL-1572,	32
AECU-4042,	8	KAPL-1615,	102
AECU-4414,	144	KAPL-1887,	111
AERE-AM-60,	12	LA-1645,	34
AERE-C/R-533,	134	LA-1678,	35
AERE-C/R-1399,	19	LA-1858,	9
AERE-HP/R-627,	86	LA-1904,	90
AERE-HP/R-2858,	40	LA-1920,	121
AERE-MED/R-2455,	20	MLM-967,	100
AERE-R-3425,	42	MLM-1003,	97
AERE-R-3675,	81	NLCO-595,	15, 37, 109, 122
AERE-R-3716,	46	NRC-2392,	33
AERE-Trans-869,	4	NYO-4700,	13
AFSWC-TN-61-8,	130	NYO-4702,	2
ANL-4509,	5	ORNL-1165,	55
ANL-5596,	77	ORNL-1932,	83
BNL-1000,	21	ORNL-57-8-1,	7
CEA-1225,	60	PG-57(S),	115
CEA-1226,	125	PG-68(W),	112
CEA-1227,	105	PG-98(W),	80
CEA-1228,	98	PG-99(W),	62
CEA-1706,	116	PG-162(W),	43
COO-213,	6	PG-178(S),	106
CRM-455,	29	TID-7541(pt. 1),	123
DP-146,	137	TID-7591,	18, 128, 145
HW-18320,	30	UCRL-6164,	149
HW-22680,	135	UR-266,	88
HW-64170,	146	UR-463,	91
IGO-AM/CA-79,	110	UR-501,	92
IGO-AM/W-68,	139	URNRDL-TR-451,	14
IGO-AM/W-112,	39	WASH-736,	16, 58, 74, 84, 93
IGO-AM/W-167,	94	WASH-1023,	17, 124
K-1101,	120	Y-1322,	128

JAERI 4020 尿中に存在する放射性
物質の分析法, 文献集

正 誤 表

ページ	行	誤	正
英 文 Abstract	下 から 7	(1956~	(1950~
5	左上 から 4	SNEDDN	SNEDDON
6	左下 から 14	E. P. EBERSOLE	E. R. EBERSOLE
11	左上 から 11	CHAN-TING CHANG	CHAU-TING CHANG
"	左下 から 15	B. E. VAUGHAM	B. E. VAUGHAN
"	右上 から 6	E. CHRISTION	E. CHRISTIAN
22	右上 から 5	H. E. MEGER	H. E. MEYER
28	右上 から 8	G. HUGOT	G. HOGOT
39	中上 から 3	EDERSOLE, E. R.	EBERSOLE, E. R.
"	中上 から 15	FOREMANN, W. W.	FOREMAN, W. W.
"	右上 から 2	HEMPELMAN, L. H.	HEMPELMANN, L. H.
"	右上 から 16	HURST, W. H.	HURST, W. M.
40	左上 から 13	Mc CLELAND, J.	Mc CLELLAND, J.
"	中下 から 1	TRUJILLO, T. T., 63	TRUJILLO, T. T., 36
41	左上 から 3	AECU-4042	AECU-4024
"	右下 から 9	18, 128, 145	18, 129, 145
"	右下 から 8	UCRL-6164	UCRL-6168