

動力炉・核燃料開発事業団東海事業所標準分析作業法

放 出 管 理 編 (II)

Manual of Standard Procedures for Sampling and Analysis of
Radioactive Effluents and Gases Discharging into Environment

1975年3月

動力炉・核燃料開発事業団
東 海 事 業 所

複製あるいは入手については、下記にお問い合わせください。

茨城県那珂郡東海村 〒 319-11

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所技術部研究管理課 ☎ 東海 (02928) 2-1111 内線 237

© Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation— 1975

Enquiries about copyright and reproduction should be addressed to ;

Tokai Works, Power Reactor and Nuclear Fuel Development
Corporation,

Tokai, Ibaraki, Post No 319-11, Japan.

実施責任者	木 下 睦	(安全管理部環境安全課)
報告者	大 和 愛 司	(" ")
	吉 村 征 二	(" ")
	野 村 保	(" ")
	今 熊 義 一	(" ")
	木 村 均	(" ")
	長 山 賢 治	(" ")
	大 峰 守	(" 放射線管理課)

期 間 1975 年 3 月 10 日

目 的 東海事業所における廃液および廃気の採取法，測定法および管理法を統一規格化する。

要 旨

東海事業所から環境へ放出される廃液および廃気中に含まれる放射性物質および公害規制物質の測定管理に必要な，採取法，分析法，測定法ならびに管理法について本事業所標準分析作業法の基準に従ってマニュアル化した。このマニュアルに規定する公害規制物質の測定法は JIS-K-0102 に準拠した。

目 次

－ 排 水 管 理 －

〔タイトル〕

1. 廃水中の全 β 放射能測定法 (AAF)	45・712・58・BETA	・01 (1975)
2. 排水中の全 β 放射能測定法	45・712・58・BETA	・02 (1975)
3. 廃水中の全 α 放射能測定法	45・712・58・ALPHA	・01 (1975)
4. 廃水中の ^{90}Sr 分析法	45・712・51・SR90	・01 (1975)
5. 廃水中の ^3H 分析法	45・712・57・H3	・01 (1975)
6. 排水のPH測定法	45・712・91・PH	・01 (1975)
7. 排水中のけん濁物質 (SS) の測定法	45・712・11・SS	・01 (1975)
8. 排水中の酸素消費量 (COD) 測定法	45・712・14・COD	・01 (1975)
9. 排水中の生物化学的酸素要求量 (BOD) 測定法	45・712・14・BOD	・01 (1975)
10. 排水中の油分測定法	45・712・11・OIL	・01 (1975)
11. 排水中のウランの分析法	45・712・51・U	・01 (1975)
12. 排水中のプルトニウムの分析法	45・712・54・PU	・01 (1975)
13. 廃水中の γ 放射性核種の定量	45・712・55・GELI	・01 (1975)
14. 排水中の全酸素要求量 (TOD) の分析法	45・712・14・TOD	・01 (1975)
15. イオン電極法による排水中のフッ素の定量	45・712・14・F	・01 (1975)

－ 排 気 管 理 －

20. 廃気中の ^3H 分析法	44・612・57・H3	・01 (1975)
21. 廃気中のヨウ素の捕集法	44・611・I	・01 (1975)
22. 廃気中の ^{131}I 分析法	44・612・55・I131	・01 (1975)
23. 廃気中ダストの捕集法	44・621・DUST	・01 (1975)
24. 廃気ダスト中の全 α 放射能測定法	44・622・58・ALPHA	・01 (1975)
25. 廃気ダスト中の全 β 放射能測定法	44・622・58・BETA	・01 (1975)
26. 廃気中の ^{129}I 分析法	44・612・57・I129	・01 (1975)

1. 廃水中の全 β 放射能測定法 (再処理AAF廃液管理測定法)

1. 要 旨

本法は、再処理工場AAFから海洋へ放出される低レベル廃液中の全 β 放射能濃度を測定するための方法である。試料廃液の10mℓを放射能測定皿に分取し赤外線ランプで乾燥後GM計数装置により β 線を測定する。

2. 適用範囲および精度

再処理工場AAFから海洋へ放出される低レベル廃液に適用する。この場合、試料中 $10^{-6}\mu\text{Ci}/\text{mℓ}$ の β 放射能を60分間測定して精度約30%で定量できる。

3. 試薬および装置

- 1) 硝 酸
- 2) 赤外線ランプ乾燥器
- 3) GM式放射能測定装置

4. 安 全

低レベル放射性廃液であるので、すべての操作は管理区域内で行ない、使用する器具類は専用のものとし、汚染をおこさないよう留意すること。またゴム手袋等防護具を着用すること。

5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料廃水100mℓ当り硝酸1mℓを加えよくふり混ぜてただちに10mℓをホールピペットを用い分取する。	1) 安全ピペッターを用いて吸引すること。
2) 直径50mm(2インチ)のステンレス製放射能測定皿に静かに注ぐ。	
3) 赤外線ランプ乾燥器で完全に乾燥する。	
4) デンケータ内で放冷し、測定試料とする。	

6. 測 定

操 作	備 考
1) GM計数装置は電源を入れてから30分以上ウォームアップする。	
2) 空の測定皿を入れて30分間自然計数を測る。	2) 計数値Nb1とする。
3) 比較線源(ウラン, 740 dpm)を20分間測る。	3) 計数値Nu, 線源の壊変率をA dpmとする。
4) 乾燥した試料を入れ, t分間測定する。	4) 計数値Nsとする。
5) 2)と同様に自然計数を測る。	5) 計数値Nb2とする。

7. 計 算

次式によって, 真の計数率および標準偏差を求める。

$$n \pm \Delta n = \left(\frac{N_s}{t} - \frac{Nb1 + Nb2}{60} \right) \pm \left(\frac{N_s}{t^2} + \frac{Nb}{60^2} \right)^{1/2}$$

比較線源の計数率 ($n_u \pm \Delta n_u$) は

$$n_u \pm \Delta n_u = \left(\frac{N_u}{20} - \frac{Nb1 + Nb2}{60} \right) \pm \left(\frac{N_u}{20^2} + \frac{Nb1 + Nb2}{60^2} \right)^{1/2}$$

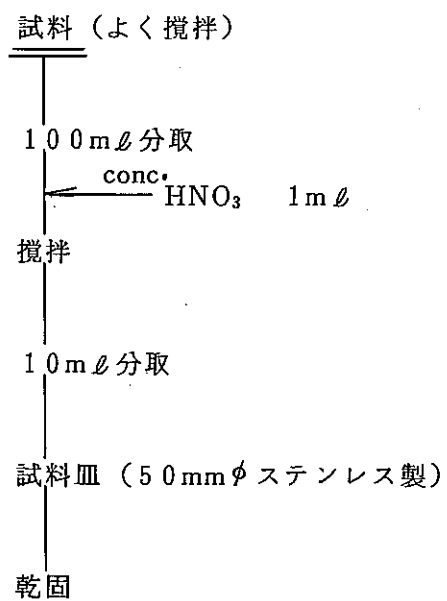
したがって試料の放射能 ($N \pm \Delta N$) は比較線源の壊変率をAとすれば

$$N \pm \Delta N = A \times \frac{n \pm \Delta n}{n_u \pm \Delta n_u} = A \frac{n}{n_u} \pm A \frac{n}{n_u} \left[\left(\frac{\Delta n}{n} \right)^2 + \left(\frac{\Delta n_u}{n_u} \right)^2 \right]^{1/2}$$

この場合 $N \geq 3 \Delta N$ のとき 測定結果を有意とし全 β 放射能を求める。 $N < 3 \Delta N$ の場合は“検出されず”とする。

$$\text{全}\beta\text{放射能 } (\mu\text{Ci/mL}) = \frac{N}{2.22} \times \frac{1}{10} \times 10^{-6}$$

8. 工程図



2. 排水中の全 β 放射能濃度測定法 (一般排水管理測定法)

1. 要 旨

全ベータ放射能測定は試料からのベータ線をエネルギー区分なしに測定し、ウランの放射能との比較により、試料中の放射能を[$\mu\text{Ci}/\text{m}\ell$]単位で示す方法である。本法は一般排水中の放射能濃度が法令等の規定する値以下であることを確かめる上で有効である。

2. 適用範囲および精度

一般排水中に $10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ 以上の β 核種を含む場合に適用できる。試料中に含まれる浮遊物や沈殿物の量の多少により分析操作を変えなければならない。

3. 試薬および装置

- 1) 硝酸, 硝酸 6 N
- 2) 電気炉: 自動制御式 1000℃用
- 3) GM計数装置(低バックグラウンドのもの)

4. 分析操作

操 作	備 考
Ⅰ. 浮遊物や沈殿物の少ない排水の場合 1) よく振りまぜて均一にした試料 1 ℓ をとる。 2) 試料を蒸発皿に移し, 沸騰を避けて濃縮し約 5 $\text{m}\ell$ にする。 3) 放射能測定用試料皿に少量ずつ移し, 水浴上または赤外線ランプの下で乾燥する。 4) 蒸発皿を少量の水で洗い, 洗液は 3) の試料皿に合せて赤外線ランプ下で完全に乾燥する。 5) 放冷後, 測定用試料として 5. 計測により測定する。	1) 酸を加えていない試料には 6N 硝酸 2 $\text{m}\ell$ を加える。 3) 沸騰を避ける。試料皿はあらかじめ重量を秤しておく。 4) 乾燥後デシケータ中で放冷する。 5) 重量を秤し残渣の重さを求めておく。
Ⅱ. 浮遊物や沈殿物の多い排水の場合 1) よく振りまぜて均一にした試料 1 ℓ をとり濾過する。 2) 濾紙上の残留物は濾紙とともにろ紙に入れる。	1) 酸を加えていない試料には 6N 硝酸 2 $\text{m}\ell$ を加える。ろ液はⅠ.によって処理する。

操 作	備 考
3) 300℃～400℃で電気炉で炭化する。	
4) 有機物が炭化したら放冷する。	
5) 放冷後硝酸を少量加えて電気炉で約550℃で強熱する。	5) よく酸化して灰分を白色にする。 白色にならないときは希硝酸を加えてガスバーナーで灰化する。
6) 冷却後硝酸1mℓ加えて水浴上で蒸発乾固する。	6) 遊離の硝酸を追い出す。
7) 残留物を備考1)で処理した放射能測定皿に移す。ろつばは少量の水で洗う。洗液は試料皿に入れる。	7) 測定皿は重量既知のものを用いる。
8) 水浴上または赤外線ランプの下で乾燥する。	
9) デシケータ中で放冷後測定用試料とする。	9) 重量を秤り残渣の重量を求めておく。

5. 計 測

- 1) 比較試料を20分間計測し、計数装置の動作が正常か否かをたしかめる。計数値は記録する。
- 2) 自然計数を30分間計測する。計数値を記録する。(Nb₁)
- 3) 試料を入れ、20分間計測する。計数値を記録する。(N_s)
- 4) 自然計数を30分間計測し、2)の値との和を求める。(Nb₂, Nb₁+Nb₂=Nb)

6. 計 算

試料の計数値から自然計数率を差引き、真の計数率(cpm)および標準偏差を次式によって求める。

$$n \pm \Delta n = \left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \pm \left(\frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2} \right)^{1/2}$$

ここで N_s: 試料の全計数

t_s: 試料の計測時間(20分)

N_b: 自然計数(Nb₁+Nb₂)

t_b: 自然計数の計測時間(60分)

Uの標準溶液を一定量とり電着して標準線源をつくる。

Uの放射能Nu(dpm)は

$$Nu = 1.48 \times W \quad (W: Uの重量 \mu g)$$

試料の全 β 放射能は次式によって求められる。

比較試料の計数率を $n_u \pm \Delta n_u$

未知試料の計数率を $n \pm \Delta n$

$$N \pm \Delta N = N_u \frac{n \pm \Delta n}{n_u \pm \Delta n_u} = N_u \frac{n}{n_u} \pm N_u \frac{n}{n_u} \left[\left(\frac{\Delta n}{n} \right)^2 + \left(\frac{\Delta n_u}{n_u} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

$N \geq 3 \Delta N$ のとき計測結果は有意とし、全 β 値を求める。

$N < 3 \Delta N$ のとき検出されずとする。

試料の放射能: $N \pm \Delta N$

$$\text{全}\beta (\mu\text{Ci}/\text{m}\ell) = \frac{N}{2.22} \times 10^{-9}$$



3. 廃水中の全 α 放射能測定法

1. 要 旨

全アルファ放射能測定法は試料からのアルファ線をZnS (Ag)検出器を用いてエネルギー区分なしに測定し、プルトニウム、ウラン等の校正線源と比較する事によって、試料中の放射能を($\mu\text{Ci}/\text{ml}$)単位で示す方法である。

本法は簡便であり、排水中のプルトニウム、ウラン等の濃度が、法令等に規定された基準内にあるか否かを判断するために有効である。

2. 適用範囲及び精度

一般の放射性排水（蒸発乾固、及び焼付により気化する核種が含まれないもの）で全 α
 $3.0 \times 10^{-8} \mu\text{Ci}/\text{m}\ell$ （試料10m ℓ 使用時）以上のものに適用する。

3. 試薬および装置

試薬

- 1) 硝 酸（6N）

装置

- 1) ZnS (Ag)シンチレーション放射能測定装置

4. 操 作

操 作	備 考
1) あらかじめよく攪拌した試料10mℓを試料皿（ステンレス製内径50mm）に分取し赤外線ランプの下で乾燥する。 2) 乾燥後・試料皿をガスバーナ上でかるく焼付ける。 3) 焼付けの終わった試料皿はデシケーター中で放冷する。 4) 校正線源を20分間計測し計数装置の動作が正常か否かをたしかめる。	4) 計数値(cpm)を記録する。 この計数値から自然計数値を差し引き、これを校正線源の崩壊率Aで割ると計数効率(Y)が求まる。

操 作	備 考
5) 自然計数を20分間計測する。(t _{b1})	5) 計数値(cpm)を記録する。
6) 試料を入れ20分間計測する。(t _s)	6) 計数値(cpm)を記録する。
7) 自然計数を20分間計測する。(t _{b2})	
8) 試料の計数値から自然計数率を差引き、真の計数率(cpm)および標準偏差を5.計算に従って求める。	

5. 計 算

$$\text{全 } \alpha = \left[\left(\frac{N_s}{t_s} - \frac{N_b}{t_b} \right) \pm \left(\frac{N_s}{t_s^2} + \frac{N_b}{t_b^2} \right)^{1/2} \right] \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{Y} \times 10^{-6}$$

(μCi/ml)

ここで

N_s ; 試料の全計数t_s ; 試料の計測時間(分)N_b ; 自然計数t_b ; 自然計数の計測時間(分)(t_{b1} + t_{b2})

W ; 試料量(10ml)

Y ; 計数効率

N ≥ 3 ΔN のときはこの計測結果を有意とみなす。

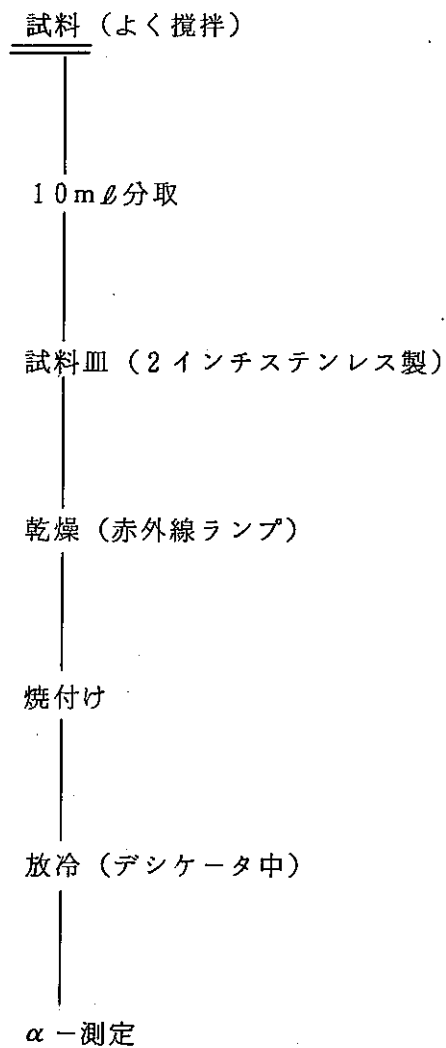
標準偏差は付記しない。

N < 3 ΔN のときは、検出されずと表示する。

6. 解 説

この方法によるα放射能は必ずしも全α核種濃度を与えるとは言えないが、蒸発残渣の少ない試料に対しては有効である。また、主な核種であるプルトニウム、ウラニウムなどは加熱により揮発しないので残渣中の有機物等揮発性の物質や塩類はバーナーで赤熱して燃焼または揮発させたのち測定するのがよい。

7. 工程図



4. 廃水中の ^{90}Sr の分析法

1. 要 旨

試料をアンモニアアルカリ性とし、金属水酸化物を除去し、次にSrを炭酸塩として集める。クロム酸バリウム沈殿および鉄、ランタンスカベンジによる精製後2週間放置し ^{90}Y を生成させ、これを無放射能Y担体によりミルキングし、低バックグランド放射能測定器により計数して ^{90}Sr 量を求める。 ^{89}Sr を分析する場合には、精製したSrを炭酸塩としてマウントし ^{90}Sr 、 ^{89}Sr および成長する ^{90}Y の β 放射能測定値から計算により ^{90}Sr 量を算出する。(7.文献と解説の項参照のこと。)

2. 適用範囲および精度

本法はストロンチウム-90の量が1 pCi/試料以上のものに適用する。この場合分析精度は±20%以内である。

3. 試薬および器具

- 1) Sr担体溶液 (10 mg Sr/mL) ; 硝酸ストロンチウム $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 12.1 g を水に溶解して 500 mL にする。
- 2) 塩化バリウム溶液 (10 mg Ba/mL) ; 結晶塩化バリウム $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 17.8 g を HCl (1 + 119) に溶解して、1 L にする
- 3) Y担体溶液 (10 mg Y/mL) ; 塩化イットリウム $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 3.447 g を HCl (1 + 11) に溶解して正確に 100 mL にする。なおこの塩化イットリウムは無放射能の試薬を用いる。(例 Merck)
- 4) 塩化ランタン溶液 (10 mg La/mL) ; 塩化ランタン $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 5.35 g を水で溶解して 200 mL とする。
- 5) 塩化第2鉄溶液 (10 mg Fe/mL) ; 結晶塩化第2鉄 $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 12.1 g を水で溶解して 250 mL にする。
- 6) アンモニア水 (1 + 100)
- 7) 水酸化ナトリウム
- 8) 炭酸ナトリウム (無水)
- 9) 塩酸, (1 + 111)
- 10) 硝酸 (1 + 1)
- 11) 6 M 酢酸アンモニウム溶液 ; 酢酸アンモニウム 16 g を水で溶解して 250 mL にする。
- 12) 6 M 酢酸溶液 ; 氷酢酸 (35 + 65) を作る。

- 13) 1%炭酸アンモニウム溶液
- 14) 0.6%酢酸アンモニウム溶液
- 15) 1.5 Mクロム酸カリウム ; クロム酸カリウム 28 g を水に溶解して 250 mL にする。
- 16) 10%塩酸ヒドロキシルアミン溶液
- 17) シュウ酸
- 18) 低バックグラウンド放射能測定装置 (Aloka LBC-3)
- 19) pHメータ
- 20) 原子吸光分析器 (日立製 508)
- 21) ガラスフィルタ (25 G-4)

4. 安 全

塩酸、硝酸、水酸化ナトリウム溶液、あるいはアンモニア水などの皮ふ、眼への飛散、または濃厚ガスの吸入などのないよう注意すること。

5. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料水 1 ℓ に硝酸 20 mL Sr 担体溶液 3 mL を加え、煮沸後アンモニア水で中和し水酸化物の沈殿を作り、アンモニア水 (1 + 100) で 3 回洗浄する。	1) pH 8 ~ 9 煮沸は炭酸ガスを完全においだす。
2) ろ液に NaOH 5 g と Na ₂ CO ₃ 15 g を加えよく攪拌し、炭酸塩の沈殿を作り加温して熟成しガラスフィルタ (25 G-4) でろ過する。	
3) 1%炭酸アンモニウム溶液で 30 mL ずつ 3 回沈殿を洗浄しろ液、洗液をすてる。	
4) フィルタ上の沈殿を HNO ₃ で溶解し、フィルタは水で 20 mL ずつ 2 回洗浄し、溶液に合せる。	4) HNO ₃ を加えたとき飛散しないように時計皿で蓋をする。
5) この溶液を砂浴上で塩が析出する直前まで濃縮する。	5) 余分な HNO ₃ を追出す。塩が析出した場合は水を加え加温して溶解する。
6) 液量を水で 200 mL とし Ba 担体 1 ~ 2 mL と 6M 酢酸アンモニウム溶液 2 mL を加える。	
7) アンモニア水と 6M 酢酸を用い pH 5.0 に調製する。	

操 作	備 考
8) この溶液を約 60℃まで加温してよく攪拌しながら 15 Mクロム酸カリウム溶液を 1～2 mlを加え沈殿ができるまでガラス棒でビーカーの内壁をこすり、数時間放置する。	
9) ガラスフィルタ (25 G-4) でろ過し、0.6%酢酸アンモニウム溶液で 10 mlずつ 3回洗浄する。	
10) ろ液に水を加え 500 mlにし NaOH 5 g と Na ₂ CO ₃ 15 g を加え攪拌し加温しながら熟成する。	
11) 数時間放置後ガラスフィルタ (25 G-4) でろ過し 1%炭酸アンモニウム溶液で 10 mlずつ 3回洗浄したのち、沈殿を別のビーカーに HCl で溶かしこむ。	11) ⁸⁹ Sr の測定には、ここで SrCO ₃ を再び沈殿させ乾燥後放射能を測定し、重量も測定する。放射能測定時刻を記録する。
12) 溶液を砂浴上で煮沸し完全に炭酸ガスを追い出し水を加え 250 ml にする。	12) 溶液がまだ黄色の時は 10% 塩酸ヒドロキシルアミンを数滴加え加熱する。
13) La, Y, Fe の各担体溶液それぞれ 1 ml を加え再び煮沸しアンモニヤ水で中和し熟成後ろ紙 (5 C) でろ過し、アンモニヤ水 (1+100) で 20 ml ずつ 3回洗浄し、沈殿をすてる。	13) pH ≒ 9
14) ろ液を砂浴上で加熱しアンモニヤを追出し HNO ₃ 5 ml を加え 5 日～2 週間保存する。	
15) Y 担体溶液 1 ml を正しく加え再び炭酸ガスを追出し、アンモニヤ水で中和して加温熟成する。	15) pH ≒ 9
16) 沈殿をろ紙 (5 A) でろ過しアンモニヤ水 (1+100) で 10 ml ずつ 3回洗浄する。	16) この時刻を記録しておく。 ⁹⁰ Y の減衰の開始時刻である。 ろ液はメスフラスコ (250 ml) を用い定容にしさらにその 1 ml を 100 ml に正しく希釈し原子吸光分析用の試料とする。
17) 沈殿を温 HCl (1+1) 2 ml で溶解し水を加え 70～100 ml にする。	
18) シュウ酸約 2 g を加えよく攪拌しながら加温熟成	

操 作	備 考
する。 19) 沈殿をろ過棒でメンブランろ紙を用いろ過し水で 10 ml ずつ 3 回洗浄し、赤外線ランプで乾燥する。 20) 試料を低バックグラウンド放射能測定装置で測定する。 21) 試料皿および試料の重量を測り Y 担体の収率を求める。 22) 備考 16) により試料を調整し原子吸光分析を行い全 Sr 収率を求める。 23) 6 計算に従って⁹⁰Sr 量を求める。	19) あらかじめメンブランろ紙および試料皿の重量を測っておく。 20) バックグラウンドも測定する。測定の終了時刻を記録する。 22) 原子吸光の条件 波 長：4607 Å スリット幅：EN2, EX3 光源電流：15 mA 燃料ガス：空気 14.0 l/min アセチレン：32.5 l/min

6. 計 算

$$^{90}\text{Sr} (\text{pCi}/\ell) = \left[\left(\frac{N_S}{t_S} - \frac{N_B}{t_B} \right) \pm \sqrt{\frac{N_S}{t_S^2} + \frac{N_B}{t_B^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{R} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{M}$$

ここで

N_S：試料の計数値N_B：バックグラウンドの計数値t_S：試料の計数時間（分）t_B：バックグラウンドの計数時間（分）

E：測定器の計数効率（％）（＝50％）

R：回収率（％）＝（原子吸光による全 Sr 収率）×（Y 担体収率）

W：試料の使用量（ℓ）

M：Y 分離後測定終了までの経過時間による減衰補正（表 1 による）

表1 イットリウム分離から測定終了までの時間による補正係数(M)

時間 (hr)	1	2	3	4	5	6	7
補正係数 (M)	0.990	0.974	0.971	0.955	0.952	0.936	0.933

7. 文献と解説

放射性ストロンチウム分析法 科学技術庁 1963年

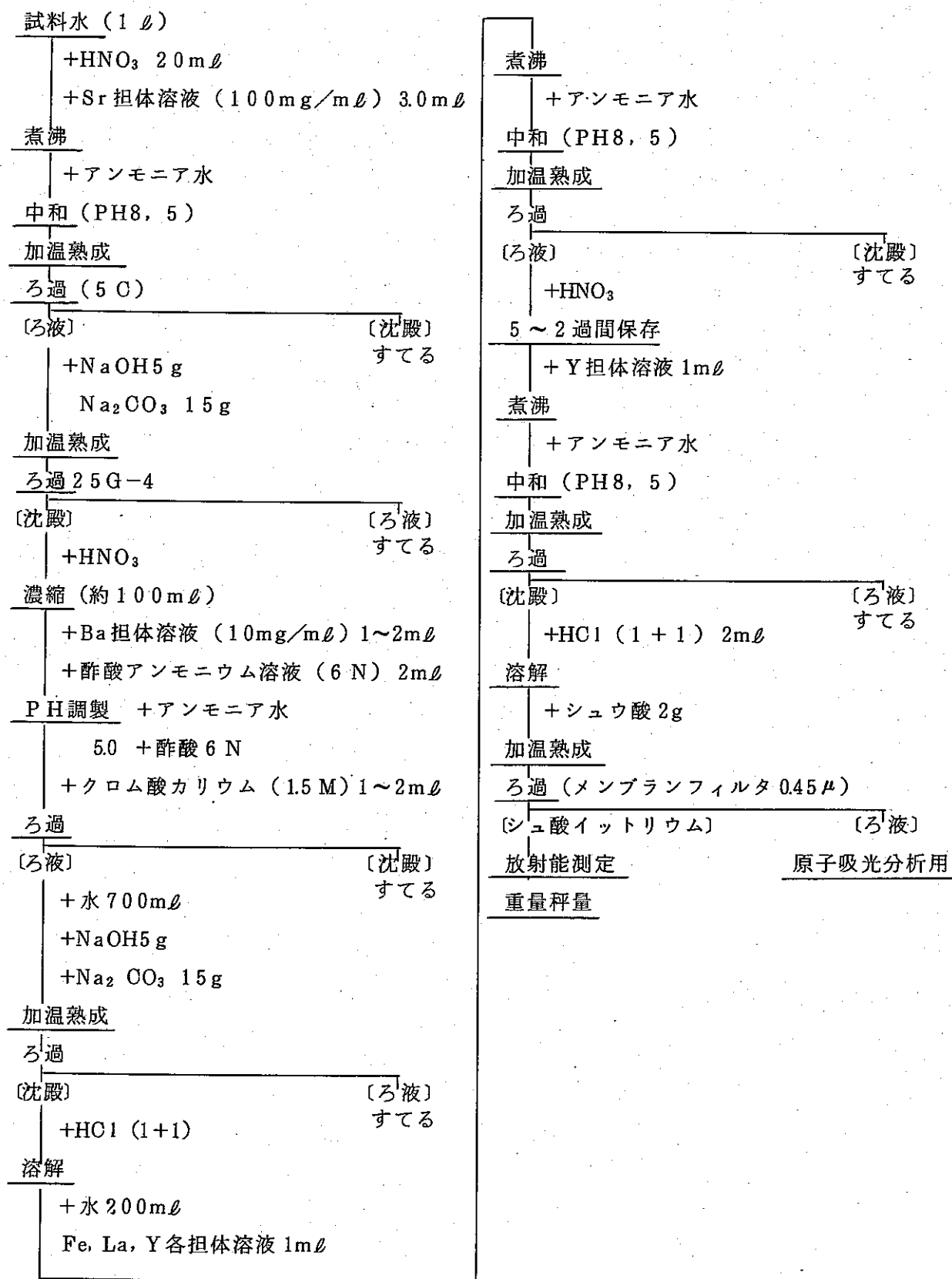
本法は、 ^{90}Y を ^{90}Sr からミルキングして測定するので ^{89}Sr の定量には用いられない。

^{89}Sr の分析は次の文献に従うものとする。

HASL-300 "Procedures manual" NYO-4700 (1972)

E-Sr-02-01~12

8. 工程図



5. 廃水中のトリチウムの分析法

1. 要 旨

試料を蒸留し、精製を行なう。留出液を測定用バイアルにとり、液体シンチレータを加え、よく振り混ぜたのち、液体シンチレーション測定器により、トリチウムの β 線($\beta_{\max} . 18$ keV)を測定する。

2. 適用範囲および分析精度

本法によると、測定用蒸留液量を1mlとし、測定時間を10分としたとき、 $10^{-5} \mu\text{Ci/ml}$ まで測定可能である。そのときの誤差は、約30%である。

3. 試薬および器具

- 1) 液体シンチレータ ; ジオキサン1ℓにPPO4.0g, POPOP0.75g, ナフタレン120gを溶解する。
- 2) トリチウム標準液 ; RCC (Radiochemical Centre, U.K.) 製標準溶液
- 3) 蒸留装置 ; 硬質ガラス製、図1参照
- 4) シンチレーションバイアル ; 容量20ml, 低カリガラスまたはポリエチレン製専用バイアルを使用する。
- 5) 液体シンチレーション測定器 ; Aloka 製 LSC-601 型または同等の性能を有するもの。

4. 化学操作

操 作	備 考
1) 試料30mlを50mlの蒸留フラスコにとり、蒸留装置にセットする。	1) 蒸留フラスコおよび蒸留に使用するガラス器具類をよく乾燥しておく。
2) 冷却水が流れていることを確かめてから、100℃で試料が完全に蒸発するまで蒸留する。蒸留液は、50mlビーカーに受ける。	2) 蒸留初期に試料が突沸しないよう注意をする。
3) 蒸留液1mlを正確にピペットでとり液シン用バイアルに入れこれにシンチレータ15mlを加え、キャップをし、よく振り混ぜる。	3) 液が浸み出さないようしっかりとキャップをすること。
4) バイアルの外壁をティッシュ等を用いよく拭いてから、液体シンチレーション測定器によりトリチ	4) 測定器の使用については、備え付けの取扱説明書によ

操 作	備 考
ウム の β 線を測定する。 5) 試料, および標準線源と同時にシンチレータのみ 15ml をバイアルにとりブランク試料として測定する。 6) 計算式を次に示す。	ること。クエンチング補正用標準線源としては, 測定器に備え付けのもの, または精度の高い分析が必要な場合には, 標準溶液と使用しているシンチレータで新たに作成する。

5. 計 算

$$\text{トリチウム濃度} (\mu\text{Ci/ml}) = \left(\frac{A_s}{T_s \cdot E_s} - \frac{A_B}{T_B \cdot E_B} \right) \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

ただし

 A_s ; 測定時間 T_s (min.) における試料の計数 A_B ; 測定時間 T_B (min.) におけるブランク試料の計数 E_s ; 試料の計数効率 (%) E_B ; ブランク試料の計数効率 (%)

$$\text{誤差 } \sigma (\mu\text{Ci/ml}) = \sqrt{\frac{A_s}{T_s^2 \cdot E_s^2} + \frac{A_B}{T_B^2 \cdot E_B^2}} \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

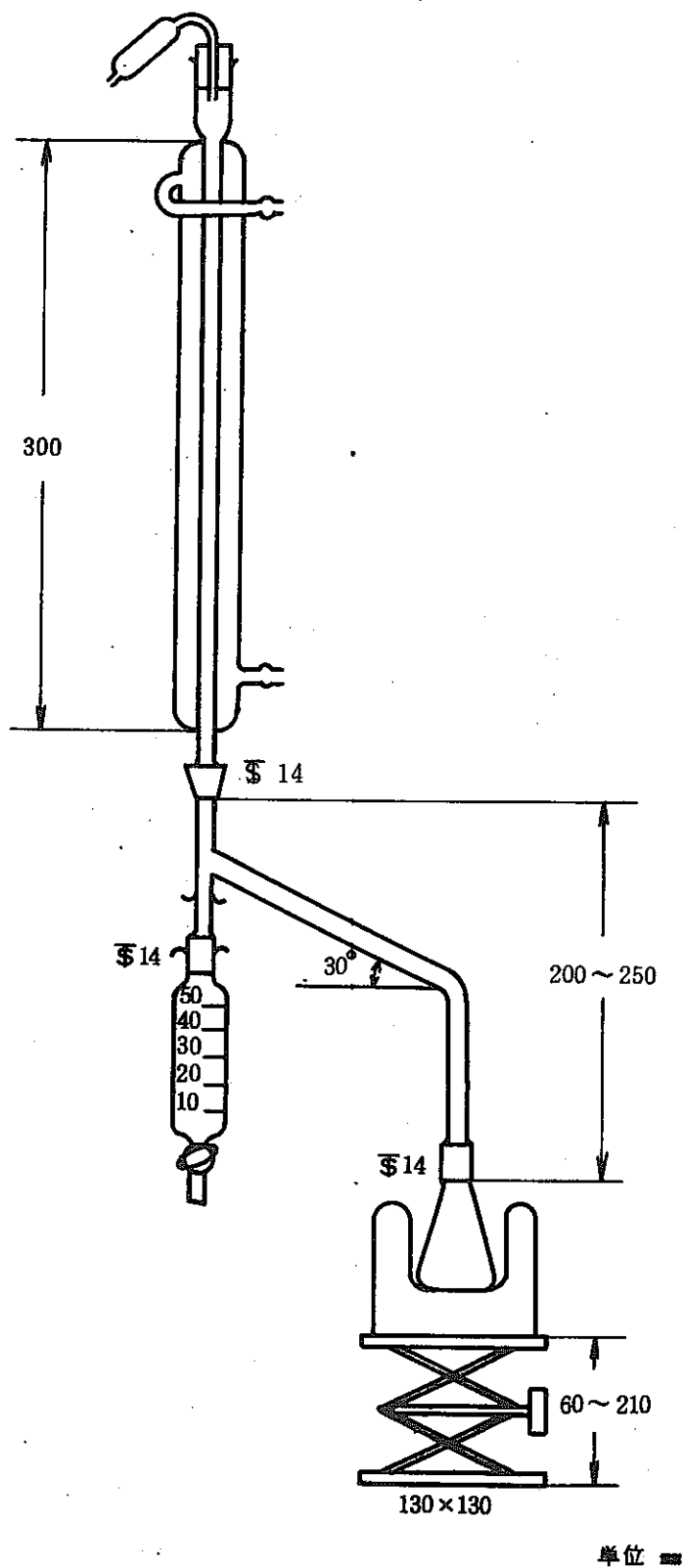


図1 蒸留装置

6. 排水のpH測定法

1. 要 旨

水溶液中の水素イオン濃度 $[H^+]$ の逆数の対数をその溶液のpHという。

$$pH = \log \frac{1}{[H^+]} = -\log[H^+]$$

ここでは、ガラス電極pHメーターによる測定方法について記載する。

2. 適用範囲

0℃～95℃の水溶液に適用する。

3. 装置と器具

pHメーター、100 ml ビーカー 3、汚紙数枚、

試薬 pHの標準緩衝溶液は5解説参照、標準溶液はポリエチレンのびん中に密閉して保存する。調整後、長期間を経たものは用いない。

4. 操 作

操 作	備 考
1) 電源スイッチを入れ数分待つ。ガラス電極および比較電極は水で3回以上洗い、汚紙で静かにふきとる。	
2) 中性リン酸塩標準液を入れたビーカーに両電極の先端を浸して約5分間待つ。	
3) 測定スイッチを入れ、メーターの針が中性リン酸塩標準液のpH値を示すように一斉電位差調整ダイヤルを調節する。	
4) 測定用スイッチを切り、電極を水でよく洗い、汚紙でふきとる。次にpH値の異なる他の標準液(試料水のpHに応じて適当に選ぶ)を用い、測定用スイッチを入れ、メーターの針がこのpH標準液の正しいpH値を示すように2点補正用ダイヤルで調節する。	
5) 電極の先端を水でよく洗い、最後に試料水で1回洗ったのち試料水中に浸しpH値を読む。	(5) 温度補償ツマミを溶液の温度に合わせる。温度計は±0.5℃の精度のものを用いる。
6) 測定用スイッチ、電源用スイッチを切る。ガラス電極は水中に、比較電極は適当な濃度の塩化カリウム溶液中に先端を浸して保存する。	

5. 解説および文献

標準液 ガラス電極による測定では、実用上の便宜のため表1に示す標準液を用いる。

表1 標準液の名称と組成

名 称	組 成
シュウ酸塩標準液	0.05mol/ℓ四シュウ酸カリウム $\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 水溶液
フタル酸塩標準液	0.05mol/ℓフタル酸水素カリウム $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOK})(\text{COOH})$ 水溶液
中性リン酸塩標準液	0.025mol/ℓリン酸一カリウム KH_2PO_4 - 0.025mol/ℓリン酸二ナトリウム Na_2HPO_4 水溶液
ホウ酸塩標準液	0.01mol/ℓホウ酸ナトリウム (ホウ砂) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 水溶液
炭酸塩標準液	0.025mol/ℓ炭酸水素ナトリウム NaHCO_3 - 0.025mol/ℓ炭酸ナトリウム Na_2CO_3 水溶液

これらの水溶液の各温度におけるpHの実用上の値を表2に示す。表2に記載されていない温度におけるpHは、なだらかに補間した値を用いることができる。

表2 標準液の各温度におけるpH

温 度 ℃	シュウ酸塩	フタル酸塩	中性リン酸塩	ホウ酸塩	炭酸塩 (注)
0	1.67	4.01	6.98	9.46	10.32
5	1.67	4.01	6.95	9.39	(10.25)
10	1.67	4.00	6.92	9.33	10.18
15	1.67	4.00	6.90	9.27	(10.12)
20	1.68	4.00	6.88	9.22	(10.07)
25	1.68	4.01	6.86	9.18	10.02
30	1.69	4.01	6.85	9.14	(9.97)
35	1.69	4.02	6.84	9.10	(9.93)
38	-	-	-	-	9.91
40	1.70	4.03	6.84	9.07	-
45	1.70	4.04	6.83	9.04	-
50	1.71	4.06	6.83	9.01	-
55	1.72	4.08	6.84	8.99	-
60	1.73	4.10	6.84	8.96	-
70	1.74	4.12	6.85	8.93	-
80	1.77	4.16	6.86	8.89	-
90	1.80	4.20	6.88	8.85	-
95	1.81	4.23	6.89	8.83	-

(注) かっこ内の値は、2次補間値を示す。

備考 特殊なpH測定の場合には、この表の値を用いなくてもよい。

文 献

- 1) 工業用水試験方法, JIS K 0101-1966, P. 9
- 2) pH測定方法, JIS Z 8802 - 1958
- 3) 新販版水の分析 日本化学会北海道支部 P.193 (1972) 化学同人
- 4) 工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 . P.17

7. 排水中の懸濁物質 (SS) の分析法

1. 要 旨

ろ過又は遠心分離によって分離される物質を懸濁物質といい重量既知のグラスファイバーフィルターペーパー (GFP) でろ過した後 105 ~ 110℃ で 2 時間乾燥し放冷後重量を測定して前後の差から懸濁物質の量を求める。

2. 適用範囲および精度

一般の排水で 2mm 目のふるいを通過した検水を用い定量下限は 5 mg である。

3. 器 具

- (1) 任意の寸法の GFP (Whatman GF/13 または同等品)
- (2) ろ過器
- (3) 真空ポンプ

4. 操 作

操 作	備 考
1) 任意の寸法の GFP をろ過器の支持板上に固定する。	1) あらかじめ水洗後 105 ~ 110℃ で 2 時間乾燥して重量を測定したもの。
2) 真空ポンプのスイッチを入れる。	
3) 適量の検水を注ぎ入れて吸引ろ過をする。	3) 乾燥後の懸濁物質量が 5 mg 以上になるように検水をとる。普通 200mℓ でじゅうぶんである。ただし、ろ過しにくい試料ではメスシリンダー 10mℓ ずつを順次に液がろ過され終わる寸前に加え、ろ過速度がきわめて遅くなったら採取を止め、そのときまでの合計量を検水量とする。
4) 吸引しながら容器およびろ過器の壁に付着した懸濁物質を 30mℓ の蒸留水で GFP 上に洗い	

操 作	備 考
落す。 5) 4)の操作を2回くりかえして水分をできるだけ吸引する。 6) GFP をろ過器から取りはずして時計皿の上に移し乾燥器に入れて乾燥する。 7) 乾燥後デシケーター中で放冷して重さをはかりろ過前後の差から懸濁物質の量を求める。	6) GFP を取りはずす時 GFP 上の懸濁物質が飛散しない様に注意する。 7) 1時間デシケーター中で放冷する。

5. 計 算

次式によって懸濁物質の ppm を求める。

$$S = a \times \frac{1000}{V} \quad (\text{ppm})$$

ここに

S ; 懸濁物質 (ppm)

a ; 検水のろ過前後の重さの差 (mg)

V ; 検 水 (mℓ)

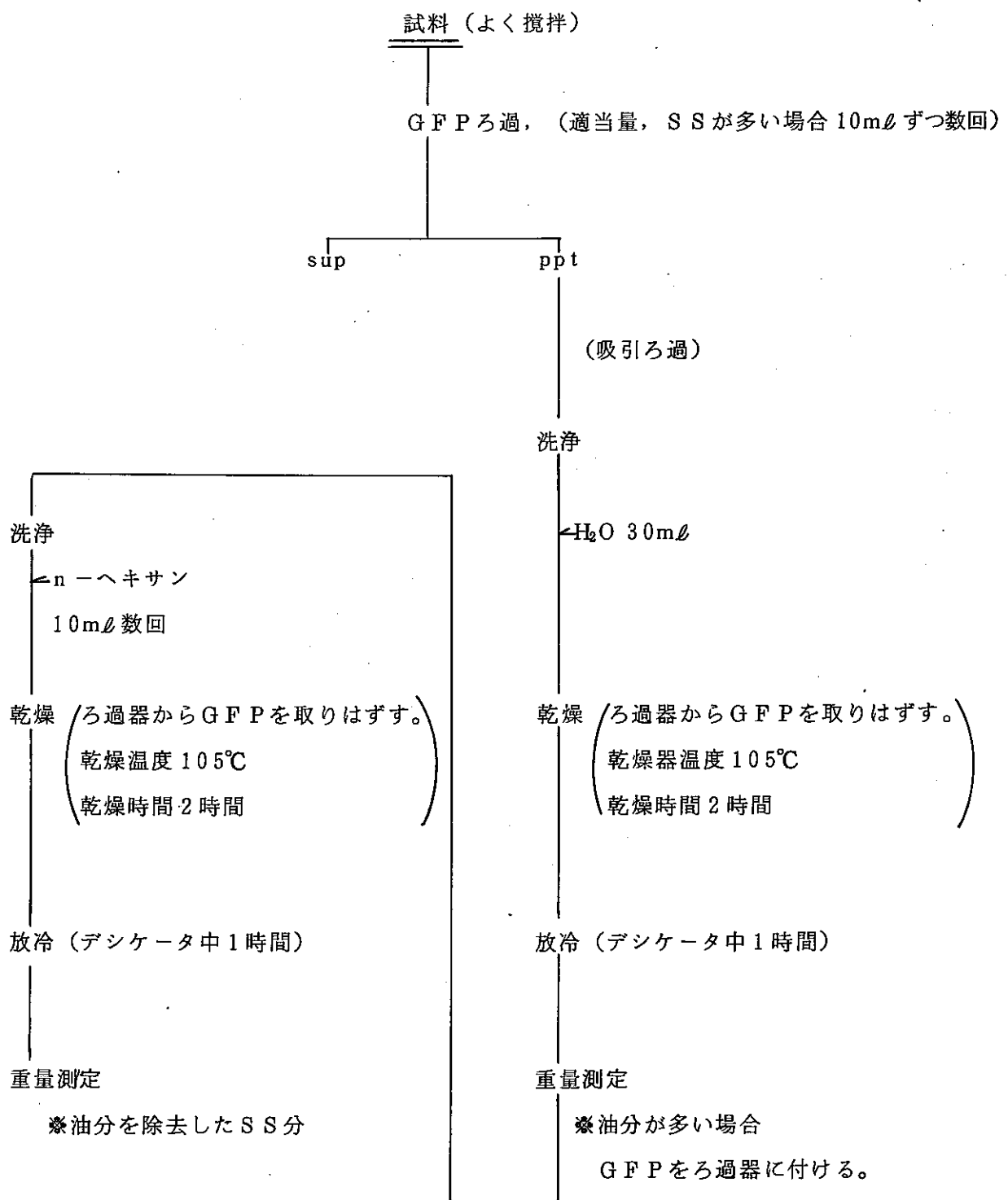
(注)

油脂、グリース、ワックスなどを多量に含む検水では、これらの物質の一部が懸濁物質として定量される。油脂類を除いた懸濁物質を定量したい場合には、ろ過、乾燥後重さをはかり終えたるろ過器に n - ヘキサン 10mℓ ずつを数回注ぎ入れて油脂類を洗い出したのち乾燥し、再び重さをはかる。

6. 文 献

工場排水試験方法 J I S K 0102 - 1971, P 47

7. 工程図



8. 排水中の酸素消費量(COD)の測定法

(100℃における過マンガン酸カリウム消費滴定法)

1. 要 旨

酸素消費量は、排水中の被酸化性物質、主として有機物によつて消費される酸素の量である。

検水に過マンガン酸カリウムの一定の過剰量を加え、一定時間加熱反応させたのちに消費された過マンガン酸カリウムの量から酸素の量を求める方法である。

2. 適用範囲及び精度

一般の排水に適用する。しかしCODは酸化剤の濃度を変えないで試料を薄めた場合と試料水をあまり薄めないで酸化剤の濃度を上げた場合とでは値が同じにならないのが普通である。本法による下限COD値は試料100mℓではほぼ0.50mg/ℓである。

3. 試薬および装置

試 薬

- 1) 蒸留水
- 2) 硫酸(1+2) 水2容に硫酸1容をかき混ぜながら徐々に加えたのち、うすい紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム溶液(0.5^{W/V}%)を加える。
- 3) 硫酸銀 めのう乳ばちでよくすりつぶす。
- 4) N/40しゅう酸ナトリウム溶液(標定用) しゅう酸ナトリウム(標準試薬)をあらかじめ150~200℃で40~60分間加熱し硫酸デシケータ中で放冷したのち、Na₂C₂O₄ 100%に対し1.675gを正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ1ℓに入れ水を標線まで加える。この溶液1mℓは、0.2mg Oに相当する。
- 5) N/40過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム0.8gをフラスコにとり水約1100mℓに溶かし、1~2時間静かに煮沸し、一夜暗所に放置したのち、上澄み液をガラスろ過器(ブフナー漏斗形)3G4でろ過する(前後に水洗しない)。これを30分間蒸気洗浄した着色びんに入れ、暗所に保存する。標定水100mℓを三角フラスコ300mℓにとり、硫酸(1+2)10mℓを加え、これにN/40しゅう酸ナトリウム溶液(標定用)10mℓを正しく加え、60~80℃に保ちながら、このN/40過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

別に水100mℓに硫酸(1+2)10mℓを加えたものについて空試験を行なつて補正する。補正したmℓ数(x)から、次式によつてN/40過マンガン酸カリウム溶液のファクター(f)を算出する。

$$f = \frac{10}{x}$$

6) しゅう酸ナトリウム溶液 (N/40) しゅう酸ナトリウム 1.7 g を水に溶かして 1ℓ とする。

装 置

- 1) ウォーターバス 300mℓ 三角フラスコが数個入れられるもの。
- 2) マグネチックスターラー
- 3) ホットプレート 60°～80°C に保てるもの。
- 4) 自動ビュレット 50mℓ 白色、茶色、のもの各 1 台

4 分析操作

作 業 手 順	備 考
1) 検水の適量を三角フラスコ 300mℓ に分取する。	1) 検水量は、沸騰水浴中で 30
2) 蒸留水を加えて 100mℓ とする。	分間反応後の残留 N/40 過マ
3) 硫酸 (1+2) 10mℓ と硫酸銀の粉末 1 g を加え激しく振り混ぜて数分間放置する。	ンガン酸カリウム溶液が添加量 $\frac{1}{2}$ 量以上残るよう採取す
4) N/40 過マンガン酸カリウム溶液 10mℓ を正しくえて沸騰水浴中にフラスコを入れ 30 分間加熱する。	3) 普通の排水では 1 g の硫酸銀を加えておけばじゅうぶんであるが、とくに塩素イオンが多量に共存する場合には硫酸銀の添加量を増す必要がある。
5) しゅう酸ナトリウム溶液 (N/40) 10mℓ を正しく加える。	4) 沸騰水浴の水面は、つねに検水面よりも上部にあるようにする。
6) 60～80°C に保ちながら N/40 過マンガン酸カリウム溶液で逆滴定して液の色がうすい紅色を呈する点を終点とする。	5) しゅう酸ナトリウムを加えてから明らかに上澄液が透明になるまで数分かかるものもある。
7) 別に同一条件で空試験を行なう。	6) ホットプレート上において温度を保つ。
	7) 空試験は蒸留水 100mℓ に硫酸・硫酸銀を加えて行なう。

5. 計 算

次式によつて過マンガン酸カリウムによる酸素消費量のppmを算出する。

$$O = (b - a) \times f \times \frac{1000}{V} \times 0.2$$

ここに O: 過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 (ppm)

b: 滴定に要した全N/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

a: 空試験の滴定に要したN/40 過マンガン酸カリウム溶液 (ml)

f: N/40 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V: 検水量 (ml)

6. 解説と文献

200mg の塩素イオンに対する硫酸銀の当量は0.9gである。塩素イオンが多く硫酸銀添加量を増した場合には硫酸銀の表面が、生成する塩化銀によつて被覆されるため、塩素イオンと反応しにくくなるので、じゅうぶんに振り混ぜる必要がある。

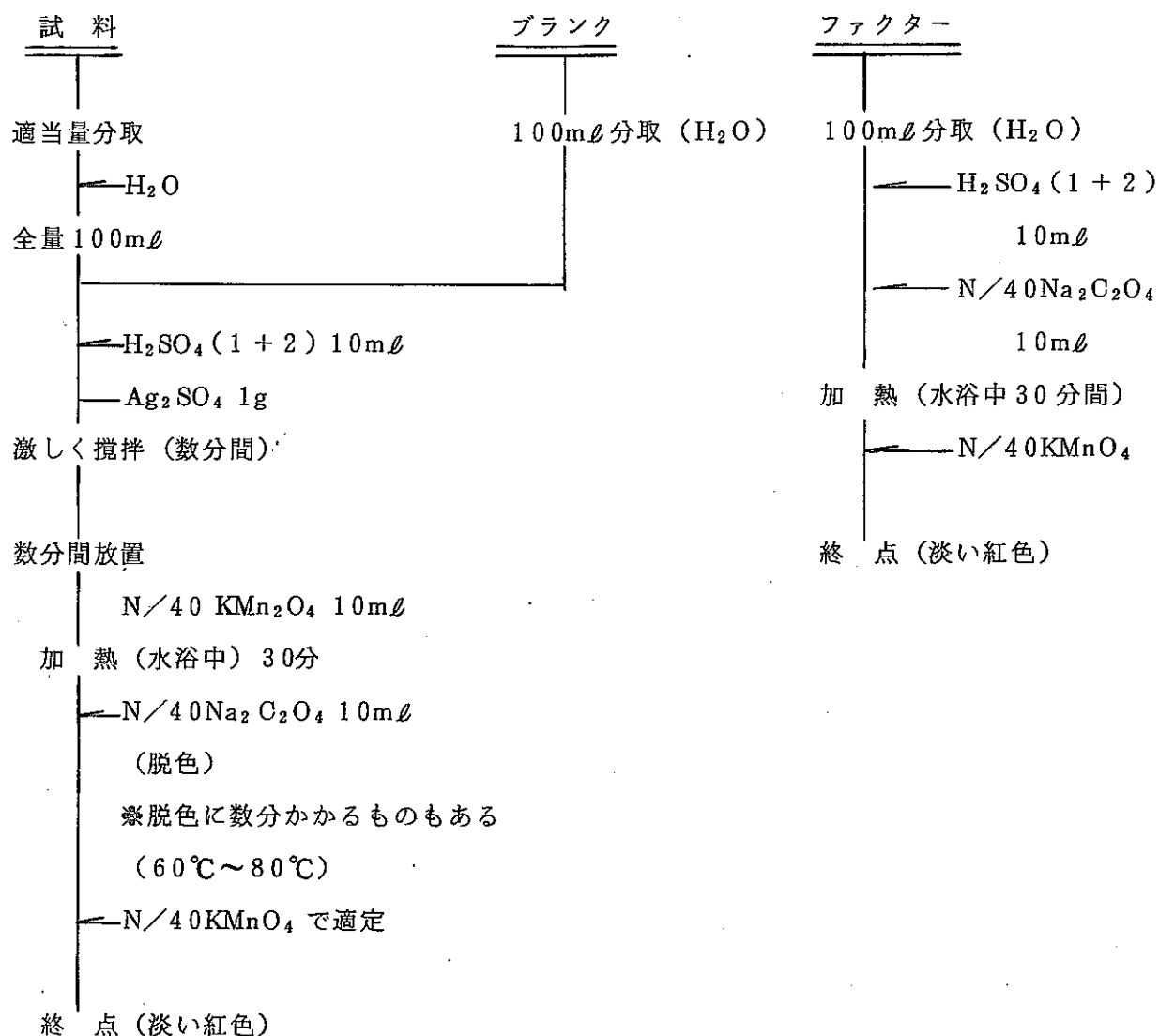
ガラス被覆した回転子を用いて20 分間電磁かくはんするとよい。

一般に塩素イオンと当量以上の硫酸銀が存在しても、酸素消費量の値には影響を与えない。塩素イオンに対応して添加する硫酸銀量を増した場合には、おのおの硫酸銀量に対する空試験値を求めて補正しなければならない。

文 献

- 1) 工場排水試験方法 JIS K 0102-1971, p 26
- 2) 新版水の分析 日本分析化学会北海道支部 1972 p 250

7. 工程図



9. 排水中の生物化学的酸素消費量 (BOD) の分析方法

1. 要 旨

- (1) 試料水中に存在する有機物が生物化学的に分解される間に消費する酸素の量を求める。
これは5日間試料水を一定温度 20℃ で密閉容器中に保った場合の溶存酸素の減少量で表わし、試料水中の溶存酸素量以上に酸素を消費する場合には試料水を補強希釈水で適度に希釈して酸素消費量を求める。
- (2) (1)の方法のうち溶存酸素の測定はウインクラージ化ナトリウム変法で行なう硫酸マンガ溶液およびアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 (アジ化ナトリウムを添加して亜硝酸イオンの妨害を防ぐ) を加えて生ずる水酸化第一マンガンが溶存酸素によって酸化された水酸化第二マンガンとなり、これに硫酸を加えて酸性にすると、溶存酸素量に対応するよう素を遊離する。これをチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶存酸素を定量する方法である。

2. 適用範囲及び精度

- (1) 有害金属、毒物が極端に多く、有機物の少ない排水にはむかない。多くのふ卵びんを用いかつ多くの希釈段階で試験を行えば精度を高められるが、その場合でも信頼しうる値は有効数字2ケタ程度である。
- (2) この方法は、河川水、一般排水および下水中の溶存酸素の定量に適用し、亜硝酸イオン (NO_2 として) 0.3 ppm 以上でも影響はなく、第一鉄イオン (Fe^{2+}) 1 ppm 以下は妨害しない。

妨害物質は、硫化物、亜硫酸イオン、酸化されやすい有機物などの還元性物質、残留塩素、第二鉄イオンなどの酸化性物質である。

第二鉄イオンは試験操作中硫酸で酸性にする前にふっ化カリウム溶液 (30 w/v %) 1 mL を加えれば、100 ~ 200 ppm あっても妨害を防ぐことができる。

3. 試薬および装置

試 薬

- 1) 緩衝液 (A液) リン酸二カリウム 21.75 g, リン酸一カリウム 8.5 g, リン酸二ナトリウム (12 水塩) 44.6 g および塩化アンモニウム 1.7 g を水に溶かして 1 L とする。この緩衝液の pH は 7.2 である。
- 2) 硫酸マグネシウム溶液 (B液) 硫酸マグネシウム (7 水塩) 22.5 g を水に溶かして 1 L とする。

- 3) 塩化カルシウム溶液 (C液) 塩化カルシウム (無水) 275 g を水に溶かして 1 ℓ とする。
- 4) 塩化第二鉄溶液 (D液) 塩化第二鉄 (6 水塩) 0.25 g を水に溶かして 1 ℓ とする。
- 5) 塩酸 (1 + 11)
- 6) 水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v %) 水酸化ナトリウム 4 g を水に溶かして 100 ml とする。
- 7) 亜硫酸ナトリウム溶液 (N/40) 亜硫酸ナトリウム (無水) 1.6 g を水に溶かして 1 ℓ とする。この溶液は不安定であるから、使用のつど作る。
- 8) よう化カリウム
- 9) でんぷん溶液 でんぷん 1 g を水約 10 ml と混ぜついで熱水 100 ml 中に入れ約 1 分間煮沸したのち冷却静置し上澄を用いるトルエン数滴を加えておく。
- 10) 硫酸マンガン溶液 硫酸マンガン (4 水塩) 480 g を水に溶かし、不溶解分があればろ過したのち、水で 1 ℓ とする (この溶液の比重は 20 ℃ で 1.270 になるから結晶水が不明の場合は、溶液の比重をはかるとよい)。この溶液は、酸性にしてよう化カリウム溶液を加えたとき、よう素を遊離してはならない。
- 11) アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム 500g (または水酸化カリウム 700g), よう化カリウム 150g (またはよう化ナトリウム 135g) およびアジ化ナトリウム 10g をそれぞれ水に溶かして 1 ℓ とし、かつ色びんに入れて暗所に保存する。この溶液は、酸性にしたときよう素を遊離してはならない。
- 12) ふっ化カリウム溶液 (30 w/v %) ふっ化カリウム (無水) 30 g を水に溶かして 100 ml とする。
- 13) N/40 よう素酸カリウム溶液 (標定用) よう素酸カリウム (標準試薬) を 120 ~ 140 ℃ で 2 時間乾燥し、硫酸デシケーター中で放冷したのち、 KIO_3 100 % に対し 0.2229 g を正しくはかりとり、水に溶かしてメスフラスコ 250 ml に入れ、水を標線まで加える。
- 14) N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液 チオ硫酸ナトリウム (5 水塩) 6.5 g および炭酸ナトリウム (無水) 0.2 g をとり、炭酸を含まない水に溶かし、メスフラスコ 1 ℓ に入れ、水を標線まで加え、イソアミルアルコール 2 ml を加え、よく振り混ぜて 2 日間放置する。

標 定 N/40 よう素酸カリウム溶液 (標定用) 25ml をピペットを用いて共せん付三角フラスコ 300 ml にとり、よう化カリウム 2 g および硫酸 (1 + 5) 5 ml を加え、ただちにせんをして静かに振り混ぜ、暗所に 5 分間放置したのち水 100 ml を加え、遊離したよう素をこの溶液で滴定し、溶液の黄色がうすくなってからでんぷん溶液 3 ml

を加え、よう素でんぶんの青が消えるまで滴定を続ける。別に同一条件で空試験を行なって補正する。補正したmℓ数(x)から、次式によってファクター(f)を算出する。

$$f = \frac{25}{x}$$

- 15) 希釈水 水温をできるだけ20℃近くに調節し、ばっ気して溶存酸素を飽和させておく。つぎにこれを適当なびんにとり、上記A液、B液、C液、D液のおのおのを水1ℓ当り1mℓずつ加えて希釈水とする(このときのpHは7.2である。7.2を示さないときはアルカリまたは酸を加えてpH 7.2に調節する)。これをふ卵びんに詰めて希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し、5日後の希釈水の溶存酸素をはかる。通常、恒温そうに入れる前の希釈水と、5日後の希釈水に対するN/40チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定値が、希釈水200mℓにつき0.2mℓ未満の差であればよい。

滴定値の差が0.2mℓをこえても、希釈検水に対する滴定値から差し引いてはならない。試料が希釈されすぎているときと、適度の希釈では、その中で進行している生物化学反応の速度が異なるためである。

- 16) 植種希釈水(1) 植種を行なう場合(2)は、希釈水1ℓに対し、室温に24～36時間放置した沈殿下水の上澄み液(3)の場合は5～10mℓ、河川水(4)の場合は10～50mℓ、土壌抽出液(5)の場合は20～30mℓを加えるのが適当(6)である。また、植種希釈水は使用当日調製する。

注(1) 検水に生物(好気性細菌、微生物)が存在しない場合、あるいはじゅうぶんに生存していない場合には、希釈水に生物を添加したものをを用いる。これを植種希釈水という。

- (2) 植種物質には家庭生下水がよく用いられる。新鮮な生下水を20℃(または室温)に24～36時間放置したのち、その上澄み液を用いる。汚水中に硝化生物(アンモニウムイオンおよび亜硝酸イオンを酸化する生物)の多いものや、じゅうぶんな生物化学的平衡を有していない新鮮な汚水は好ましくない。

希釈水に植種したときは植種補正を行なわねばならない。この場合、恒温そうに入れる前の植種希釈水の溶存酸素と5日後の植種希釈水の溶存酸素をはかって、植種希釈水の5日間の溶存酸素消費量を求めて、この値を補正に用いることはできない。植種物質が非常に希薄な状態になっていると、正常な生物化学反応が進行しない。このような場合にはつぎのように操作する。

植種に用いた植種物質を希釈水で適当に希釈して、数個の希釈植種液を調製する。ついで恒温そうに入れる前の希釈植種液の溶存酸素量(B_1)を測定する。希釈検水と共に恒温そうに5日間放置し、希釈植種液の溶存酸素量(B_2)を測定する。

$\frac{(B_1 - B_2)}{B_1} \times 100$ が 40 ～ 70 % の範囲内にあるものを選び、植種補正值として

$(B_1 - B_2) \times f$ を用いる。

(3) 下水を植種に用いた場合正常な BOD を示さない検水には土壌抽出液あるいは試験室においてとくにこの検水に適する生物の培養液などを用いる。

(4) 常時排水（この検水）の放流を受けている河川の放流地点から相当下流の河川水を植種に用いると良好な結果を得ることができる。たとえ排水中に一般的には有害と考えられている物質が多量に共存しても、この排水の放流を受けている河川、湖沼などには、その排水を浄化する特殊の生物相が発達していることが多いので、このような排水の試験に一般下水を用いることは不適當である。

(5) 土壌（植物の生育している土壌）約 200 g を水 2 ℓ 中に加えてかき混ぜたのち、その上澄み液を用いる。

(6) 植種物質の量は、植種された希釈水中において、植種物質が示す 5 日間の BOD が 0.6 ppm 以上であることが必要である。

器具および装置

- 1) ふ卵びん 正確に容量のわかっている細口共せん付ガラスびん 100 ～ 300 ml。(せんを約 45° に切り落したものをあらかじめクロム酸・硫酸混液に浸し、水でじゅうぶんに洗い乾燥しておく。
- 2) 水そう 20 ± 1 °C に調節されているもの。希釈検水中のそう（藻）類による炭素同化作用を防ぐために、日光をしゃ断しておく。
- 3) 2 ℓ メスシリンダー及びサイホン
- 4) 50 ml 自動ビューレット

4. 分析操作

操 作	備 考
(試料の前処理) 試料が酸性あるいはアルカリ性の場合、残留塩素など酸化性物質を含む場合、溶存酸素あるいは溶存気体が過飽和である場合には、つぎの前処理を行なう。 1) アルカリまたは酸を含有する試料 塩酸 (1 + 1) または水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v %) により、試料の pH を約 7.0 に中和する。	1) 植種希釈検水を調製してから、その pH が変化してはならない。

操 作	備 考
2) 残留塩素を含有する試料 あらかじめ検水 100 ml～1 l によろ化カリウム 1 g を加え、残留塩素により遊離したよう素をでんぷん溶液を指示薬として亜硫酸ナトリウム溶液 (N/40) で終点まで滴定する。この試験によってわかった亜硫酸ナトリウム溶液 (N/40) の滴定量を検水に加えて残留塩素を還元したのち、植種希釈水を用いて通常の希釈操作を行なう。 3) 溶存酸素および溶存気体が過飽和である試料 標準温度を 20℃ (溶存酸素の飽和量 8.84 ppm) とする場合には、冬季に採取した処理水、河川水などの溶存酸素および溶存気体が過飽和になっていることがしばしばある。また緑そう (藻) 類の多い河川水や湖沼水では、同化作用の結果発生した酸素を含有するので過飽和になりやすい。これらの試料をふ卵びんに入れておくと、酸素がびん外に逸散しやすいから、あらかじめかき混ぜ、ばっ気その他により溶存酸素および溶存気体を飽和量以下に減量させておく必要がある。	
(BOD の測定)	
1) 前処理を行なった検水を 2 l メスシリンダーに取り希釈水を加え 2 l にし、静かに攪拌する。 2) あらかじめ用意した 4 本のふ卵びんにサイホンを用いて静かに導入する。 3) それぞれ密せんしたのちその 1 本を残して恒温水そうに入れる。 4) 残された 1 本は 15 分後に溶存酸素を測定する。 5) 恒温水槽の 3 本は 5 日間放置後溶存酸素を測定す。	1) この希釈法を一般希釈法という。大体予想される BOD を含むように段階的に希釈倍率を変えた数種類の希釈検水を調製する。 2) ふ卵びんへの導入は曝気しないよう十分注意する。 3) 残されたふ卵びんの 1 本は室温に保存する。
(溶存酸素の測定)	

操 作	備 考
1) ふ卵びんのふたを静かにあけてこれに硫酸マンガ ン溶液 1 ml とアルカリ性よう化カリウムーア ジ化ナトリウム溶液 1 ml を検水中にピペットの 先端をそう入して手早く加え、ただちに測定びん 中に空気が残らないように密せんする。	1) 試料に第二鉄イオンが存在すれ ばふっ化カリウム溶液 (30w/v%) 1 ml を加える。
2) ついで数回連続転倒して、生成した水酸化第一 マンガンの沈殿が、びん全体に及ぶようにじゅう ぶんに混合する。	
3) しばらく静置し、沈殿が沈降してきたら再び連 続転倒して混合し、静置する。 ついで沈殿が沈降し、検水の上澄み液が全体の $\frac{1}{3}$ 程度になったら測定びんを静かに開せんし、び んの首に沿って硫酸 1 ml を加えて再び密せんし、 数回連続転倒して、溶存酸素量に対応するよう素 を遊離させる。	3) すぐ測定できない場合には、こ の操作まで行ない、暗所に保存す る。
4) よう素遊離役の測定びんから検水の適量を三角 フラスコ又はコニカルビーカに分取する。	4) 滴定に都合のよい量又は全検水 量をそのままでもよい。
5) N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、液の 黄色がうすくなったら指示薬としてでんぶん溶液 を 3 ml 加え液の青色が消えるまで滴定する。	5) 滴定終点の青色がきえる変化が 早いので終点近くでは注意する。

5. 計 算

(BOD)

20℃における5日間のBOD (ppm) および15分間の酸素消費量ppmを算出する。

1) 植種を行なわないとき

$$\text{BOD (ppm)} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

2) 植種希釈水を用いたとき

$$\text{BOD (ppm)} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f}{P}$$

3) 瞬時 (15 分間) の酸素消費量

$$IDOD \text{ (ppm)} = \frac{D_c - D_1}{P}$$

ここに IDOD: 15 分間の酸素消費量 (ppm)

 D_1 : 希釈検水を調製して 15 分後の溶存酸素量 (ppm) D_2 : ふ卵後の希釈検水の溶存酸素量 (ppm) D_c : ふ卵前の希釈検水の溶存酸素量 (ppm) = $(D_0 \times P) + (S \times P)$ D_0 : ふ卵前の希釈水の溶存酸素量 (ppm) P : 希釈検水中の希釈水の占める割合 $\left(\frac{\text{希 釈 水}}{\text{希 釈 検 水}} \right)$ S : もとの検水の溶存酸素量 (ppm) P : 希釈検水中の検水の占める割合 $\left(\frac{\text{希 釈 水}}{\text{希 釈 検 水}} \right)$ B_1 : 植種物質の BOD 測定におけるふ卵前の希釈植種液の溶存酸素量 (ppm) B_2 : ふ卵後の希釈植種液の溶存酸素量 (ppm) f : 希釈植種液中の植種液の含有率 (%) に対する希釈検水中の植種液の含有率 (%) の比 (x/y) x : 希釈検水中の植種液の含有率 (%) y : 植種液の BOD 測定における希釈率 (%)

(溶存酸素)

次の式により溶存酸素の ppm を算出する。

$$O = a \times f \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1000}{V_1 - R} \times 0.2$$

ここに O : 溶存酸素 (O) (ppm) a : 滴定に要した N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液 (ml) f : N/40 チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター V_1 : 共せんを施したときの溶存酸素測定びんの容量 (全検水量) (ml) V_2 : 滴定のために溶存酸素測定びんから分取した検水量 (ml) R : 検水に添加した試薬 (ml)。通常、硫酸マンガン溶液 1 ml とアルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 1 ml の合計 2 ml である。もし、ふっ化カリウム溶液を加えれば、合計 3 ml となる (最後に添加した硫酸の 1 ml は加算しない)。

6. 解 説

(BOD)

- 1) 硫化物、亜硫酸塩、第一鉄塩などの還元性物質が共存する場合には 15 分間の酸素消費量と BOD とを区別しなければならない。15 分間の酸素消費量をはかるには、つぎのように操作する。

あらかじめ検水と希釈水の溶存酸素量をはかったのち、一定の割合で検水を希釈検水でうすめ、15 分間放置したのち溶存酸素量 (D_1) をはかる。

初めにはかった検水と希釈水の溶存酸素量 (ppm) から希釈検水の溶存酸素量 (D_0) を算出する。

- 2) 試料の正常な BOD を得るための希釈検水の溶存酸素の消費量 (20℃, 5 日間) は、3.5 ~ 6 ppm 以内である。希釈不足のため残留する溶存酸素が 1 ppm 以下であったり、逆に希釈しすぎて溶存酸素の消費量が 2 ppm 以下であるような場合には誤差を生じやすい。
- 3) メスシリンダー中に残っている希釈検水をもとにして、順次希釈倍率の高い希釈検水を調製し続けると、労力と時間を少なくすることができる。
- 4) 100 倍以上に希釈しなければならない場合には、あらかじめいったん他のメスフラスコ中に入れて適当に希釈したのち、通常の操作に移らなければならない。
- 5) 同一試料に対して希釈倍率の異なる希釈検水を多数調製したとき、試料中に還元物質が存在しない場合には、試験操作に要する労力や時間などを節約するために調製した希釈検水の 15 分後の溶存酸素の測定を省略してもよい。この場合、検水と希釈水または植種希釈水の溶存酸素だけを測定し、それぞれの希釈検水の D_1 を算出する。それぞれの希釈検水をふ卵びんに詰めて恒温そうに 5 日間放置し、希釈検水の溶存酸素を測定し D_2 を求める。
- 6) 一般希釈法 あらかじめメスシリンダー 2 ℓ に約半分までサイホンで、あわがはいらないように静かに希釈水を取り、ついでよく混ぜた検水を加え、希釈水または植種希釈水で全量を 2 ℓ とする。均一な希釈検水とするために先端が円板状になっているガラス棒で、あわがはいらないよう静かに上下して混ぜるとよい。
- 7) 5 日間の溶存酸素の消費量が 3.5 ~ 6 ppm 以内にある希釈検水を取り出して BOD の算出に用いる。
- 8) 植種物質の調製方法 排水に適応する生物の培養および排水が生物化学的作用をたやすく受けるかどうかを試験するには、つぎの方法を行なうとよい。

ガラス水そう (約 6 ℓ) に排水 5 ℓ を入れ、塩酸 (1 + 11) または水酸化ナトリウム溶液 (4 w/v %) を用いて排水の pH を約 7 に調節しておく。下水、河川水など生物が豊富に存在する植種液 100 ~ 300 ml および緩衝液 (A 液) 10 ~ 50 ml を加える。よくかき混ぜたのちこの一部を取り、100℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムによる酸素消費量を測定しておく。つぎに排水を 24 ~ 48 時間連続ばっ気したのち、再びその一部を取り、100℃における過マンガン酸カリウムまたは重クロム酸カリウムに

よる酸素消費量を測定する。その測定値に顕著な変化がある場合には排水中に生物化学反応が進行しているものと判定し、さらにばっ気を続けて排水に適応する生物を繁殖させる。もし、このような顕著な変化が生じない場合には、はじめに排水を希釈水で適当に希釈し、植種下水を加えたのち24～28時間ばっ気を行ない、前と同じ方法で前後の重クロム酸カリウムによる酸素消費量の変化、浮遊物量の変化などを検査する。その結果、酸素消費量の減少、浮遊物量の増加などの顕著な変化がある場合には、生物化学反応が活発になっていることのあらわれである。排水中の有機物の組成によっては、このような操作を1週間以上試みる必要がある。また、はじめにとる排水量を10%以下にして重クロム酸カリウムによる酸素消費量に顕著な変化が生じたら、徐々に希釈水に対する排水量の比率を増加してみることも必要である。このように水そう中で排水に適応する生物を培養したものを植種液として排水のBOD試験に用いる。

- 9) 希釈水あるいは植種希釈水中に毒物を含有するかどうかを試験し、またはBOD試験操作を確かめる方法

BOD試験は生物化学反応に基づいているから、毒物の存在あるいは不活性の植種物質によって非常に影響を受ける。希釈水に使用する蒸留水には銅、鉛、すず、亜鉛などの金属イオンが含まれていてはならない。また、ある種の植種物質は植種に使用できないことがある。これらの使用適否、あるいは試験操作の誤りを調べるために、つぎの方法が推奨される。

グルコース 150 ppm およびグルタミン酸 150 ppm を含有する標準液を調製し、これらの標準液の5～10 mLを容量の正確にわかったふ卵びんにとり、植種希釈水を満たして密せんし、20℃5日間のBODをはかる。

その結果、グルコース標準液とグルタミン酸標準液との等量混合液のBODは 220 ± 10 ppmである。もし、この値からの偏差が著しい場合には、希釈水の水質あるいは植種物質の活性度などに疑問がある。また、試験回数5%以上の回数において、20 ppm以上の偏差がある場合には、試験操作の全般について検討を行ない改善する。

(溶存酸素)

- 1) 試料が強酸性か強アルカリ性の場合には、それをほぼ中和することのできる量のアルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液〔水酸化ナトリウム溶液(50 w/v%)に相当〕または硫酸を過剰に加える。アルカリ性よう化カリウム－アジ化ナトリウム溶液1 mLは、アルカリ消費量(pH 5.0) 12.5 epmに、硫酸1 mLは、酸消費量(pH 9.0) 36 epmに相当する。

この中和処理で加えた試薬量は、計算式中の試薬添加量に加算する。

- 2) かなりの量の妨害物質が含まれている場合には、正確な値を得ることは困難であるが、

つぎの操作によって測定するとよい。

- (a) 硫化物や亜硫酸イオンなど、酸性でたやすくよう素で酸化される物質が含まれている場合には、あらかじめ試料のよう素を消費する量を測定しておき、採取した試料中の亜硫酸イオンに相当するよう素溶液を初めに加え、以下、本文と同様に操作する。

N/100よう素溶液 1 ml は、亜硫酸イオン (SO_3^{2-}) 0.4 mg に相当する。

- (b) 高濃度のアルカリ溶液中で容易に酸化される有機物を含む排水、都市下水、食品工場排水などの場合（ショート変法）は本文と同様に操作するが、試薬添加量を増し、硫酸マンガン溶液 2 ml、アルカリ性よう化カリウム-アジ化ナトリウム溶液 2 ml を加えて密せんし、20 秒間連続転倒してただちに開せんし、硫酸 2 ml を加え、ただちに以下、本文と同様に滴定して溶存酸素を測定する。この場合、計算式中の試薬添加量 (R) は 4 ml になる。

- (c) 亜硫酸イオン、チオ硫酸イオンなどの還元性物質を多量に含む排水、たとえばパルプ工場排水などの場合には試料を 2 本とり、1 本を予備試験用として下記のように処理する。

酸化処理 予備試験用試料にアルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液（有効塩素 7 w/v %）約 0.2 ml を加えて密せんし、20 ～ 30 秒間連続転倒し、還元性物質を酸化する。

還元処理 開せんしてよう化カリウム 0.2 g、硫酸（1 + 9）1 ml を加えて酸性（試料が強アルカリ性なら酸濃度を濃くして酸性にする）にし、密せんし 20 ～ 30 秒間連続転倒して、よう素を遊離させ（よう素が遊離しなければアルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液の不足である）指示薬としてでんぶん溶液 0.2 ml を加え、わずかに液の色に青が残る程度になるまで、亜硫酸ナトリウム溶液（N/10）を加える。

以上の操作で各試薬の最適添加量を求め、他の 1 本の溶存酸素測定びんの容量に換算し、アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液を加え、20 ～ 30 秒間連続転倒し、以下、本文と同様に操作する。

計算式中の試薬添加量には、上記各試薬の添加量を加算する。

アルカリ性次亜塩素酸ナトリウム溶液は次の様に調節する。

有効塩素の定量方法 次亜塩素酸ナトリウム溶液 10 ml をメスフラスコ 200 ml にとり、水を標線まで加える。この 10 ml を正しく共せん付三角フラスコ 300 ml にとり、水を加えて約 100 ml とする。よう化カリウム 1 ～ 2 g および酢酸（1 + 1）6 ml を加えて密せんし、よく振り混ぜて暗所に約 5 分間放置後、N/20 チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、溶液の黄色が薄くなったらでんぶん溶液 3 ml を加え、生じた青が消えるまで滴定する。

別に同一条件で空試験を行ない、結果を補正する。

$$\text{有効塩素量 } w/v \% = \frac{a \times f \times \frac{200}{10}}{v} \times 0.001773 \times 100$$

ここに a : N/20 チオ硫酸ナトリウム溶液 (mℓ)

f : N/20 チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

v : 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (mℓ)

- (d) 残留塩素、クロム酸イオンなどの酸化性物質を含む排水、たとえばめっき工場排水や塩素処理排水などの場合には試料を2本とり、1本を予備試験用にし、(c)の還元処理と同様に行なって亜硫酸ナトリウム溶液 (N/10) の最適添加量を求め、他の1本にびん容量に換算して亜硫酸ナトリウム溶液 (N/10) を加え、以下、本文と同様に操作する。
- (e) 多量の第一鉄イオンを含む排水、たとえば酸洗い工場排水などの場合には試料を2本とり、1本を予備試験用にし、硫酸 1 mℓ、ふっ化カリウム溶液 (30 w/v %) 1 mℓ および過マンガン酸カリウム溶液 (0.6 w/v %) (この溶液 1 mℓ は Fe^{2+} 約 1 mg を酸化する) 1 mℓ を加え、密せんして数回転倒し、5分間放置する (5分以内に紫紅色が消えればふたたび過マンガン酸カリウム溶液を加える。5 mℓ 以上加える必要があれば濃度を濃くする)。

ついでしゅう酸ナトリウム溶液 (1.5 w/v %) 0.5 ~ 1.0 mℓ を加え密せんして数回転倒し、暗所に放置し (脱色には2 ~ 10分間を要する)、わずかに紫紅色が残るようにする。

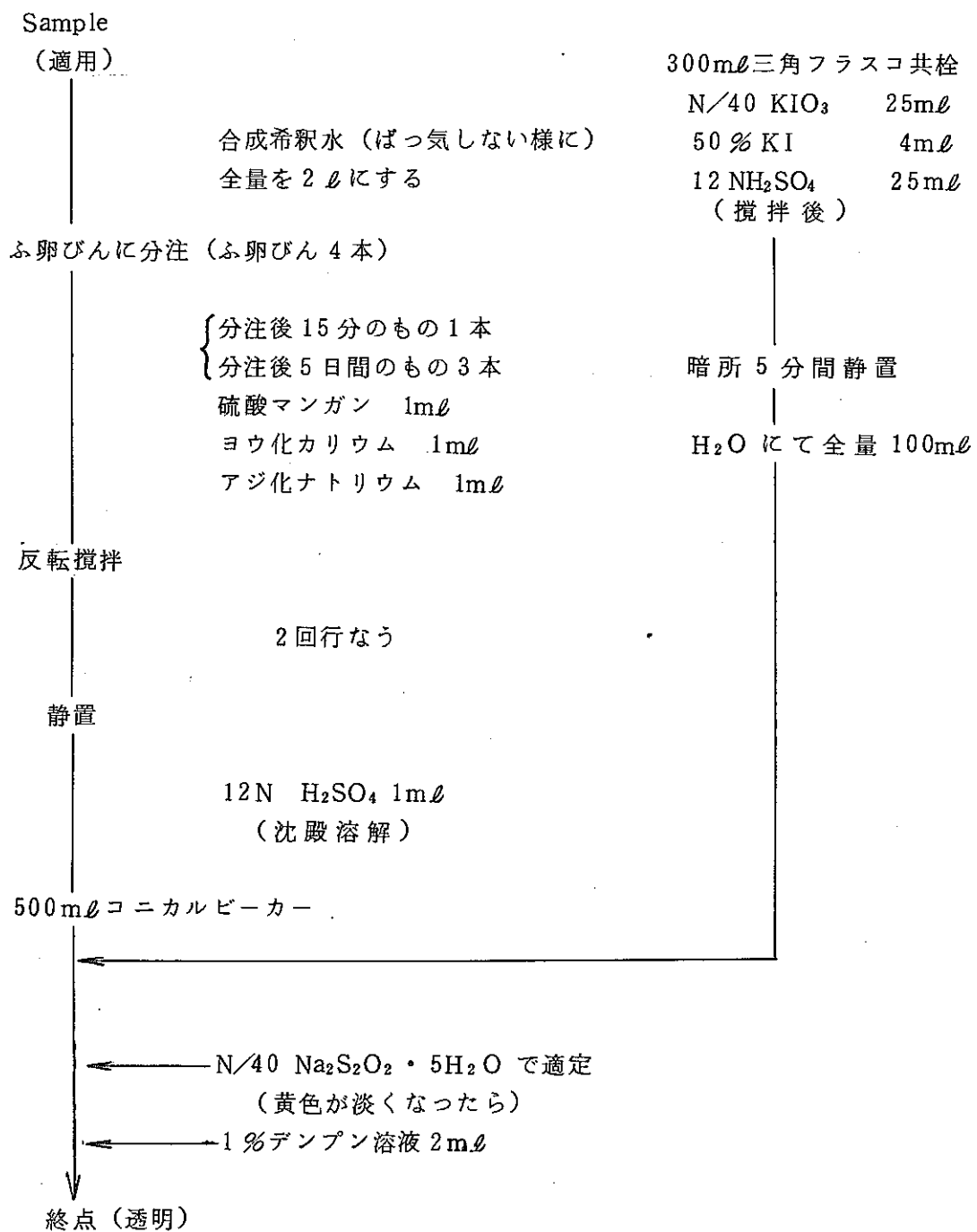
以上の操作で過マンガン酸カリウム溶液の最適添加量を求め、他の1本の容量に換算して上記の操作を行ない、以下、本文と同様に操作する。この場合、算式中の試薬添加量には、上記試薬の添加量を加算する。

7. 文 献

工場排水試験方法 JIS K 0102 - 1971 • P 33 • P 73

新版水の分析、日本分析化学会北海道支部 P 241 • P 259

8. 工程図



10. 排水中の油分測定法 (n-ヘキサン抽出物質)

1. 要 旨

ここでいうn-ヘキサン抽出物質とは、主として排水中に含まれる比較的揮発しにくい炭化水素、炭化水素誘導体、グリース、油状物質などである。試料から直接n-ヘキサン層に分配される物質を抽出し、n-ヘキサンを蒸発させたのちの残留物の重さを測定してn-ヘキサン抽出物質を定量する方法である。

2. 適用範囲及び精度

この方法では通常 油分 とよばれる物質を選択的に定量することは困難であつて、油状物質以外のフェノール形化合物、コロイド状いおうなども定量値に含まれる。ただし80°C付近の温度で一部または大部分が揮散する軽質炭化水素など、あるいは測定中に著しく酸化される油状分質を含む試料には適用できない。試料のpHを4以下の酸性にしたのち、水層からn-ヘキサン層に分配される物質を抽出し、n-ヘキサン蒸発後の残留物の重さをはかつてn-ヘキサン抽出物質量を求める方法で、汚濁のはなはだしくない一般の排水に適用する。定量範囲はn-ヘキサン抽出物質5～200mgで、繰り返しの標準偏差パーセントは20～5%である。

3. 試薬及び器具

(1) 試 薬

- (a) 蒸留水
- (b) 塩 酸 (1+1)
- (c) 硫酸ナトリウム (無水)
- (d) メチルオレンジ溶液 (0.1 W/V %) メチルオレンジ 0.1g を熱水 100mL に溶かし、冷却後使用する。
- (e) n-ヘキサン

(2) 器 具

- (a) 分液漏斗 容量 1～3 L および 250mL 共通すり合わせ。使用前にn-ヘキサンでよく洗つておく。
コックにn-ヘキサンおよび水可溶性滑剤を使用してはならない。
- (b) 乾 燥 器 80±5°C に温度が調節できるもの。
- (c) 恒温水浴 80±5°C に水温が調節できるもの。
- (d) ガラス器具; ビーカー 300mL, ガラス棒, ロート

- (e) ホットプレートまたはマントルヒーター $80 \pm 5^\circ\text{C}$ に温度が調節できるもの。
- (f) リービヒ冷却器 300mm, 共通すり合わせ。
- (g) n-ヘキサン蒸発容器; ガラス製蒸発皿 (50mℓ) および, 蒸留フラスコ (容器 50~250mℓ) 蒸留フラスコの場合は共通すり合わせ。いずれも使用前 n-ヘキサンでよく洗い, $80 \pm 5^\circ\text{C}$ で乾燥して, あらかじめ重さをはかしておく。

4. 安 全

n-ヘキサンの蒸留, 蒸発はドラフト内で行ない, 蒸気を吸入しないように注意する。

5. 操 作

操 作	備 考
1) 採取した試料(1)を分液漏斗a(2)に移し, 指示薬としてメチルオレンジ溶液 (0.1W/V%) 2~3滴を加えつぎに液の色が赤に変わるまでHCl(1+1)を加えてpH ₄ 以下に調節する (pH試験紙を用いてもよい)。	(1) 試料は通常 1ℓ でよいが, n-ヘキサン抽出物質量が 20~200mg になるように試料を採取することが好ましい。したがって, n-ヘキサン抽出物質 200ppm 以上の試料では採取量を抽出物質に応じて減少し, とくに多量の抽出物質を含む試料または汚濁のはなはだしい試料には適量の水を分液漏斗に加えて薄めるとよい。n-ヘキサン抽出物質の重さが 5mg 以下の場合には誤差が大きくなる。
2) 試料容器を 20mℓ ずつの n-ヘキサンで 2 回洗い, 洗液を分液漏斗に加える。分液漏斗のせんを締め, 2 分間激しく振り混ぜ, 静置して n-ヘキサン層と水層を分離させる(3)。	(2) 試料の量に応じて適当な大きさの分液漏斗を選ぶ。試料の量が 750~1500mℓ の場合は分液漏斗 2ℓ を使用する。
3) 水層を分液漏斗bに移し, さらに分液漏斗aを静かに振り動かして, できるだけ水層を分離して(4)分液漏斗bに移す(5)。	(3) 排水の種類によつて安定なエマルションを生成するものもある。このような試料では水層をできるだけもとの試料容器にもどし, 分液漏斗の口に冷却器を付けて約 80°C に保った水浴中
4) n-ヘキサン 40mℓ を分液漏斗bに加え, 以下同様に操作して n-ヘキサン層を分液漏斗aに集める。分液漏斗bを少量の n-ヘキサンで洗い, 洗液を分液漏斗aに合わせる。分液漏斗aに水 20mℓ ずつを加えて数回洗浄し, n-ヘキサンを損失しないように注意して混入した水分をじゅう分に分離除去する(6)。	
5) n-ヘキサン層をビーカー (300mℓ) に移し, 分液漏斗は n-ヘキサン 20mℓ で 2 回洗い合せる。	

操 作	備 考
ウム（無水）3～5gを加えて振り混ぜ、水分を除去する。 6) 分液漏斗の脚部をかわいたろ紙(7)でふきとり、脱脂綿またはろ紙(8)を用いてろ過し、n-ヘキサン層をあらかじめ重さ既知のビーカーまたは蒸留フラスコに入れ分液漏斗を少量のn-ヘキサンで洗い、洗液は同様にろ過する使用した脱脂綿またはろ紙をn-ヘキサン5mℓずつで2回洗い、洗液をビーカーまたは蒸留フラスコに合わせる 7) ビーカーの場合には表面を清浄にした約80°Cに保ったホットプレート上にビーカーを置いてn-ヘキサンを揮散させる 8) 蒸留フラスコの場合にはフラスコをマントルヒーターに入れ、共通すり合わせのト字管および冷却器を接続して、ヒーターの温度を約80°Cに調節し、n-ヘキサンを毎秒1滴の留出速度で、フラスコ内の液量が約10mℓになるまで蒸留を続ける。 9) 液量が10mℓになったらフラスコをとりはずし、室温まで冷却し、内のn-ヘキサン相を重量既知のガラス製蒸発皿に扱す。蒸発皿を80°Cの恒温水浴上にのせ、完全にn-ヘキサンを蒸発させる。(9) 10) 蒸発皿の外側をはじめ湿った清浄な布でよくふき、80±5°Cに調節した乾燥器中に移し正確に30分間乾燥したのち、乾燥剤を入れないデシケーター中に移し、正確に30分間放冷して重さを0.1mgのけたまで正しくはかる(10)蒸発皿の使用の前後の重さの差を求める。 11) 試験と同時に、この試験に使用した全n-ヘキサンと同量のn-ヘキサンを別のビーカーまたは蒸留フラスコにとり、n-ヘキサンの除去操作を同様に行ない、空試験値を求めて結果を補正する。	に分液漏斗を浸し、数分間n-ヘキサンを還流させてエマルジョンを破壊させる。分液漏斗を水浴からとり出し、室温に冷却したのち、冷却器をとりはずしつぎの操作に移る。 (4) 分離する水層が1mℓ以下になるまで続ける。エマルジョンが認められる場合には、さらにn-ヘキサン数mℓを加えるとエマルジョンがこわれることがある。試料が多量のグリース類または固体脂を含む場合には、水層を分離する前にn-ヘキサンを追加する。 (5) n-ヘキサン層が濁っていることがある。これは水分が含まれているか、水溶性でかつn-ヘキサンに不溶性の物質が含まれているためである。 (6) 通常水洗によつてn-ヘキサン層は澄明になり懸濁物質は除かれるが、水層がもち込まれて澄明なn-ヘキサン層が分離しにくい場合には水層をできるだけ

操 作	備 考
	け分離したのち、塩化ナトリウムまたは硫酸ナトリウム（無水）を加えると澄明なn-ヘキサン層が分離することがある。試料によっては、塩化ナトリウムや硫酸ナトリウム（無水）よりもアンモニウム塩が有効なことがあるが、n-ヘキサン可溶の試薬を加えてはならない。いずれの方法でも澄明にならないときは24時間放置するとよい。試薬を多量に加えた場合には水層を分離後再び水で数回n-ヘキサン層を洗浄する。n-ヘキサンの分離困難な試料にはソックスレー抽出法その他を適用する。 (7) あらかじめn-ヘキサンで洗って抽出物質を除去したもの。 (8) n-ヘキサンでじゅうぶんに洗って抽出物質を除いたものでろ過の際にはあらかじめ少量のn-ヘキサンで潤しておく。分液漏斗からn-ヘキサン層を移す際、分液漏斗の口からあけた方がよい。

操 作	備 考
	(9) 引火のおそれがないようにじゅうぶん注意し、通風をよくする。溶媒を揮散廃棄することは好ましくないから、できるだけ蒸留によつて除去する。n-ヘキサン蒸発後、蒸発皿中に水分が認められる場合にはアセトンを添加して蒸発を繰り返すとよい。 (10) 引き続き多数の重さをはかる場合には条件によつては容器に付着する水分が増減するから、重さ既知の容器を試料数個の測定ごとにはかり、その重さの増減から補正するとよい。通常恒量は得にくい、乾燥、放冷を2回繰り返して、その重さの差が0.5mg以内であることを確かめておく。

5. 計 算

試料中のn-ヘキサン抽出物質のppmを次式によつて算出する。

$$p = (a - b) \times \frac{1000}{V}$$

ここに p: n-ヘキサン抽出物質 (ppm)

a: 試験前後のガラス製蒸発皿の重さの差 (mg)

b: 空試験前後のガラス製蒸発皿の重さの差 (mg)

V: 試料 (ml) (容器の前後の重さの差から求めた体積 (注) または印のところまで満たした水の体積)

(注)

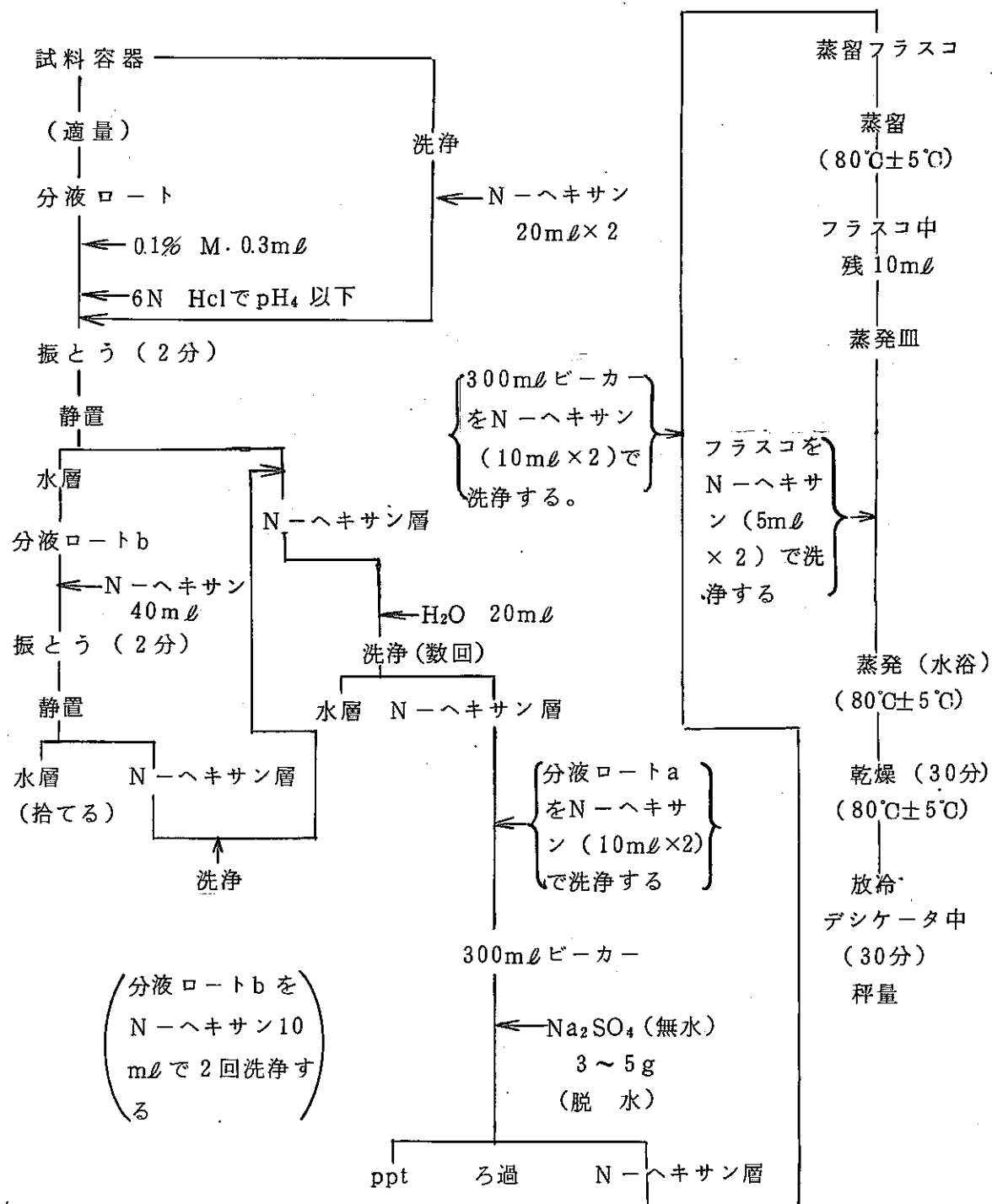
密度を1とする。

n-ヘキサン除去後乾燥するとビーカーまたはフラスコの内壁に固着した固形物が残ることがある。このような場合には少量のn-ヘキサンで数回、固形物が流れ出さないように注意して洗い出したのち、ビーカーまたはフラスコを乾燥、放冷し、再び重さをはかつて補正すれば、簡易的に油状物質量が求められる。

6. 文 献

工場排水試験方法 JIS K0102-1971. p 47

7. 工程図



11. 排水中のウランの分析法

1. 要 旨

試料を分取し蒸発乾固ののち、有機物分解を行ない塩酸に溶解し、陰イオン交換分離を行なったのち、測定用試料皿にマウントする。ウランの α 線を 2π ガスフロー測定器で測定しウランの定量を行なう。

2. 適用範囲および分析精度

本法はウランの量が 0.5 pCi ／試料以上の試料に適用する。この場合の計測時間は60分、分析精度は約30%である。

3. 試薬、器具

- 1) ウラン標準溶液；天然の同位体組成の金属ウラン 1.00 g を希塩酸 1 l に溶解する。
 α 放射能として 1480 dpm/ml となる。
- 2) 塩酸；(7+3)，(1+119)
- 3) 過塩素酸
- 4) DIBK(di-iso-butyl ketone)あるいはMIBK(methyl iso-butyl ketone)
- 5) 硝酸；(1+13)
- 6) 陰イオン交換樹脂；ダイヤイオンSA#100(100~200mesh C ℓ 形) あるいはDowex 1 $\times$ 8(100~200mesh C ℓ 形)を次のようにコンデショニングする。
コンデショニング(Conditioning)
 1. 樹脂 500 cc を3 ℓ ビーカーに入れ、2 ℓ の水を加えよく攪拌する。静置し樹脂が沈降したら上澄をデカンテーションにより除く。この操作を3回くり返す。
 2. 水酸化ナトリウム溶液(120 g NaOH/l)を1 ℓ 加えよく攪拌する。デカンテーションにより上澄を除く。
 3. 1 ℓ の水を加えよく攪拌する。デカンテーションにより上澄を除く。
 4. (1+1) HCl, 2 ℓ を加えよく攪拌する。デカンテーションにより上澄を除く。
 5. 操作1.の要領で樹脂を水洗いする(純水を使用)。純水とともに保存する。
 6. 使用直時に樹脂 5 m を図1のカラムにつめ水10CV，硝酸(3+2) 10CVを流す。
- 7) イオン交換カラム；図1
- 8) 測定用試料皿；直径 25.4 mm ，高さ 6 mm ステンレス製
- 9) 赤外線ランプ；100V 250W
- 10) 2π ガスフロー測定器；Aloka製自動試料交換機付

4. 安 全

硝酸，過塩素酸，塩酸等の皮ふ，眼への飛散または濃厚ガスの吸入などのないように注意すること。

5. 分析操作

操 作	備 考
1) 採取した試料100mℓをビーカーにとりHNO ₃ 10mℓを加え蒸発乾固する。	1) 母液をよく振り混ぜてから分取する。同じ試料を2個とり回収率補正用にウラン標準溶液を既知量正確に加える。 (100μℓ~1mℓ)以下2試料同じ操作を行なう。
2) HClO ₄ 0.5mℓを加え白煙が生じなくなるまで加熱する。	
3) HCl (7+3) 20mℓで加温溶解する。	
4) 放冷後，50mℓ分液ロートに移す。DIBK10mℓを加え2分間振とうする。	4) DIBKを用いる場合はあらかじめ塩酸(7+3)で振り予備平衡しておく。本操作によりFe ³⁺ イオンが除かれる。
5) 水相を50mℓビーカーにとり，蒸発乾固する。	
6) HClO ₄ 0.5mℓを加え，白煙が生じなくなるまで加熱する。	
7) HCl (7+3) 20mℓで加温溶解する。	
8) イオン交換カラムに陰イオン交換樹脂5mℓを詰め，水50mℓ，HCl (7+3) 50mℓで洗う。	8) 分析に入る前にあらかじめ調製しておく。
9) 7)の溶液をカラムに流速2mℓ/min. 以下で流す。	
10) HCl (7+3) 30mℓずつ3回流しカラムを洗浄する。	
11) HCl (1+119) 30mℓを流し，ウランを溶離する。流出液を50mℓビーカーに受け，蒸発乾固する。	
12) HClO ₄ 0.5mℓを加え白煙が生じなくなるまで加熱する。	12) 赤色残渣があれば3)~6)の操作を繰り返す。

操 作	備 考
13) $\text{HNO}_3(1+13)5\text{ml}$ を加え加温溶解する。 14) 測定用試料皿に移し、赤外線ランプ下で蒸発乾固する。 15) ビーカーに $\text{HNO}_3(1+13)$ を加え14)の操作を繰り返す。 16) ウランの α 線を2 π ガスフロー測定器で測定する。 17) 次式に従いウランの含有量を計算する。	14) 試料が飛び散らないようランプの高さを20cm以上とする。

6. 計 算

ウラン含有量U (pCi/ ℓ)

$$U = \left[\left(\frac{N_S}{t_S} - \frac{N_B}{t_B} \right) \pm \sqrt{\frac{N_S^2}{t_S^2} + \frac{N_B^2}{t_B^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{R} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22}$$

回収率R (%)

$$R = \left(\frac{N_K}{t_K} - \frac{N_S}{t_S} \right) \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{K}$$

ここで

 N_S : 試料の計算値 N_B : バックグラウンド計数值 N_K : ウラン標準液を加えた試料の計数值 t_S : 試料の計数時間 (分) t_B : バックグラウンド計数時間 (分) t_K : ウラン標準液を加えた試料の計数時間 (分) E : 測定器の計数効率 (%) W : 供試量 (ℓ) K : ウラン標準液添加量 (dpm)

7. 解 説

回収率の補正に際しては、排水の種類による回収率に大きな差はなく、70~80%以上であるので、あらかじめトレーサ実験等により、統計的に回収率を求めておけば、その都度添

加試料を分析する必要はないと思われる。高精度が要求される試料では、 ^{232}U を内部標準として添加し、 α 線スペクトロメトリーにより定量する方法が用いられる。

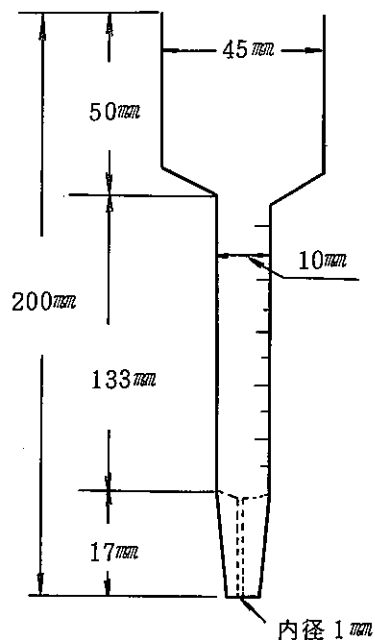
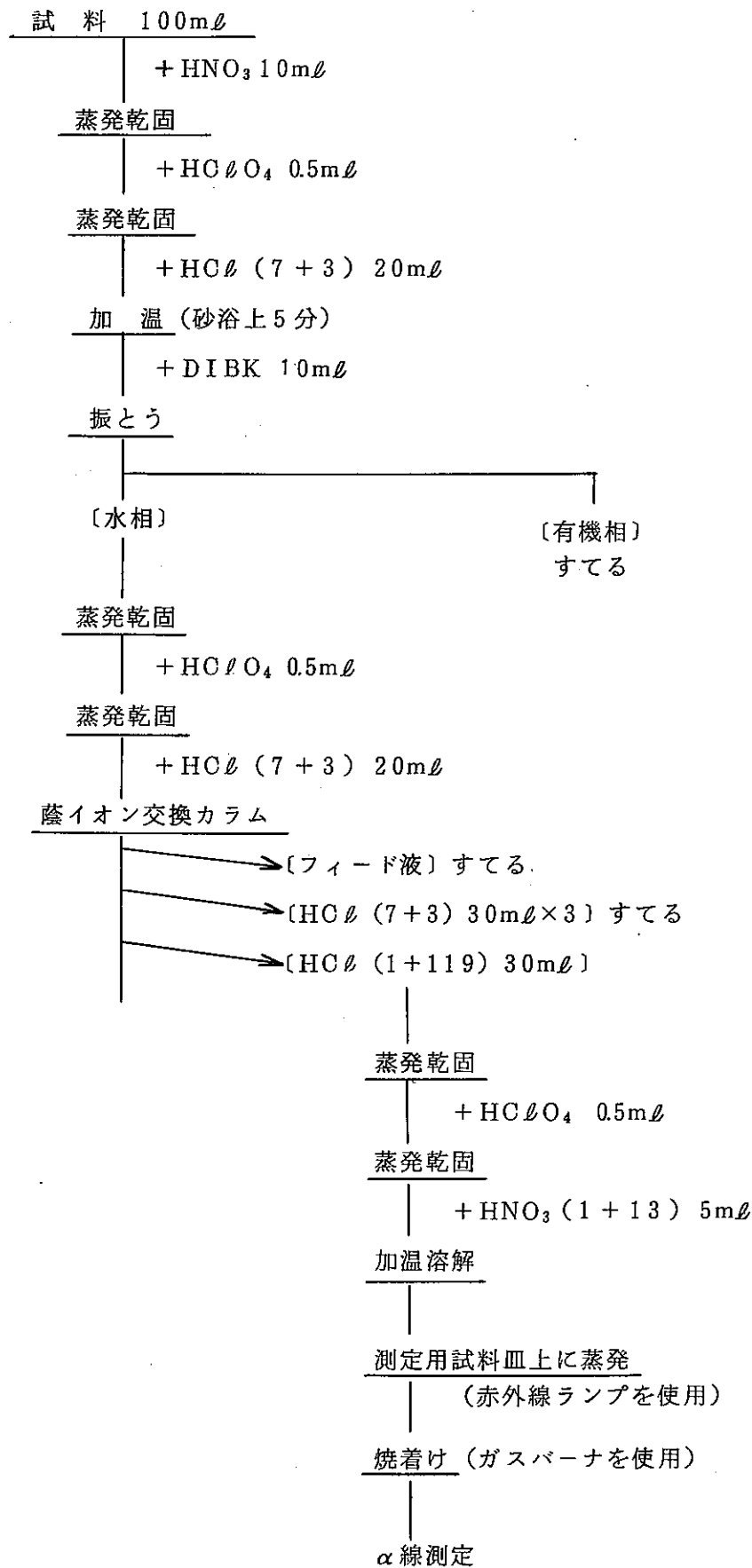


図1 イオン交換カラム

8. 工程図



12. 排水中のプルトニウムの分析法

1. 要 旨

試料を蒸発乾固後有機物分解を行ない硝酸で溶解し、陰イオン交換分離を行ったのちステンレス板上に電着し、シリコン半導体検出器を接続した α 線波高分析器で定量する。

2. 適用範囲および分析精度

本法はプルトニウムの量が0.05 pCi / 試料以上の試料に適用する。この場合の計測時間は15時間、誤差は約30%である。

3. 試薬・器具

試 薬

- (1) ^{238}Pu 標準溶液: 10 dpm/ml程度のもを用いる。
- (2) 硝酸(3+2)
- (3) 塩酸(7+3)
- (4) 硫酸(1+9)
- (5) アンモニア水
- (6) 過塩素酸
- (7) メチルレッド指示薬: メチルレッド100 mgをアルコール100 mlに溶解する。
- (8) 溶離液(i)または(ii)
 - (i) ヨウ化水素酸-塩酸混合液(HI: 0.1M, HCl: 8M)ヨウ化水素酸(57%)13.6 mlと塩酸70.8mlを混合し水で正確に1ℓにする。
 - (ii) フッ化水素酸-硝酸混合溶液(HF: 0.01M, HNO₃: 0.4M)フッ化水素酸(46%)0.5mlと硝酸60mlを混合し水で1333mlにする。
- (9) 陰イオン交換樹脂: (i)ダイヤイオンSA#100(100~200mesh) または(ii)Dowex 1×8(100~200mesh)を次のようにコンデショニング(Conditioning)する。
 1. 樹脂500mlを3ℓのビーカーに入れ、2ℓの水を加えよく攪拌する。静置し樹脂が沈降したら上澄をデカンテーションにより除く。この操作を3回繰返す。
 2. 水酸化ナトリウム溶液(120g NaOH/ℓ)を1ℓ加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
 3. 1ℓの水を加えよく攪拌する。上澄デカンテーションにより除く。
 4. 塩酸(1+1)2ℓを加えよく攪拌する。上澄をデカンテーションにより除く。
 5. 1.の要領で樹脂を水洗する。

6. 水に浸したまま保存する。

7. 使用直前に樹脂 5mℓ を図 1 のカラムにつめ、水 10CV, 硝酸 (3+2) 10CV を流す。

(10) イオン交換カラム; 図 1

(11) 電着セル; 図 2

(12) 電着板; 厚さ 1mm, 直径 13mm SUS-32 ステンレス板, 希硝酸で煮沸洗浄しておく。

(13) 電着装置

(14) α線スペクトロメータ; 図 3

4. 安 全

フッ化水素酸, 塩酸, 硝酸, あるいはアンモニア水などの皮膚, 眼への飛散または濃厚ガスの吸入などのないよう注意すること。

5. 分析操作

操 作	備 考
(1) 分取した試料 100mℓ をビーカーにとり ²³⁶ Pu 標準溶液 0.1mℓ と HNO ₃ 10mℓ を加え蒸発乾固する。	(1) 母液をよく振りまぜてから分取し ²³⁶ Pu 0.1mℓ のマイクロピペットか エッペンドルフピペットで加えるこ と
(2) HClO ₄ 0.5mℓ を加え白煙が生じなくなるま で加熱する。	(2) サンドバス上で行なう。
(3) HNO ₃ (3+2) 20mℓ で加熱溶解する。	(3) 残渣があればろ過する。(5A)
(4) この溶液をあらかじめ調整してあるイオン交換 カラムに流速 2.0mℓ/min 以下で通す。	
(5) 硝酸 (3+2) 30mℓ ずつ 2 回通しカラムを 洗浄する。	
(6) 塩酸 (7+3) 30mℓ ずつ 2 回流しカラムを 洗浄する。	
(7) 溶離液 30mℓ を通し, プルトニウムを溶離し, 流出液を 50mℓ ビーカーに受け, 蒸発乾固する。	
(8) HClO ₄ を数滴加え白煙が生じなくなるまで 加熱する。	

操 作	備 考
(9) 硫酸(1+9) 5 mlを加え加温溶解する。	
(10) メチルレッド指示薬を1滴加える。	
(11) メチルレッドの赤色が黄色に変わるまで、よく攪拌しながらアンモニア水に滴加する。	
(12) 硫酸(1+9)をよく攪拌しながら赤色に変わるまで加える。さらに3滴過剰に加える。	(13) この操作で溶液のPHは約2.0に調整される。
(13) 白金電極の先が電着液につかるようにし、通流電源供給装置にセットする。DC 300mAを4時間通電する。	
(14) 2滴の濃アンモニア水を滴加し、さらに1分間通電する。	
(15) 装置からセルを外し、電解液を捨てる。セルの内側をよく洗浄したのち、電着板を取り出す。	
(16) 電着板を水でよく洗い乾燥後、ガス炎で電着板を赤熱する。	(16) ガスバーナを使用する。
(17) あらかじめ調整してある波高分析器でシリコン半導体検出器を用い真空中で電着されたプルトニウムを測定する。測定時間は15時間以上行なう。	(17) 波高分析器は ^{236}Pu , ^{238}Pu , ^{239}Pu の標準試料で校正し、プルトニウムの測定範囲を決めておく。またバックグラウンドもあらかじめ15時間以上測定しておく。(B ₁ , B ₂)
(18) 標準プルトニウム線源と同じチャンネル範囲の計数(S ₁ , S ₂)を読みとり計算する。データの読み出しは、組込のプリンタで行う。	(18) 波高分析器のマニュアル参照。
(19) 次式に従ってプルトニウムを定量する。	

6. 計 算

$$^{239, 240}\text{Pu} (\text{pCi} / \text{ml}) A = \frac{\frac{S_1}{t} - \frac{B_1}{t_b}}{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}} \cdot K \cdot \frac{1}{2.22} \cdot \frac{1}{W}$$

$$\sigma A = A \cdot \sqrt{\frac{S_1 t_b^2 + B_1 t^2}{(S_1 t_b - B_1 t)^2} + \frac{S_2 t_b^2 + B_2 t^2}{(S_2 t_b - B_2 t)^2} + \left(\frac{\sigma K}{K}\right)^2}$$

$$Y = \frac{\frac{S_2}{t} - \frac{B_2}{t_b}}{\frac{f}{100}} \cdot 100$$

A: Pu-239, 240 放射能濃度 (pCi/ml)

σ_A : Pu-239, 240 放射能濃度の誤差 (pCi/ml)

K: スパイクした Pu-236 量 (dpm)

σ_K : スパイクした Pu-236 量誤差 (dpm)

t: 試料測定時間 (分)

t_b : B・G 測定時間 (分)

S_1 : 試料測定における Pu-239, 240 チャンネル計数値 (counts)

S_2 : 試料測定における Pu-236 チャンネル計数値 (counts)

B_1 : B・G 測定における Pu-239, 240 チャンネル計数値 (counts)

B_2 : B・G 測定における Pu-236 チャンネル計数値 (counts)

Y: 回収率(%)

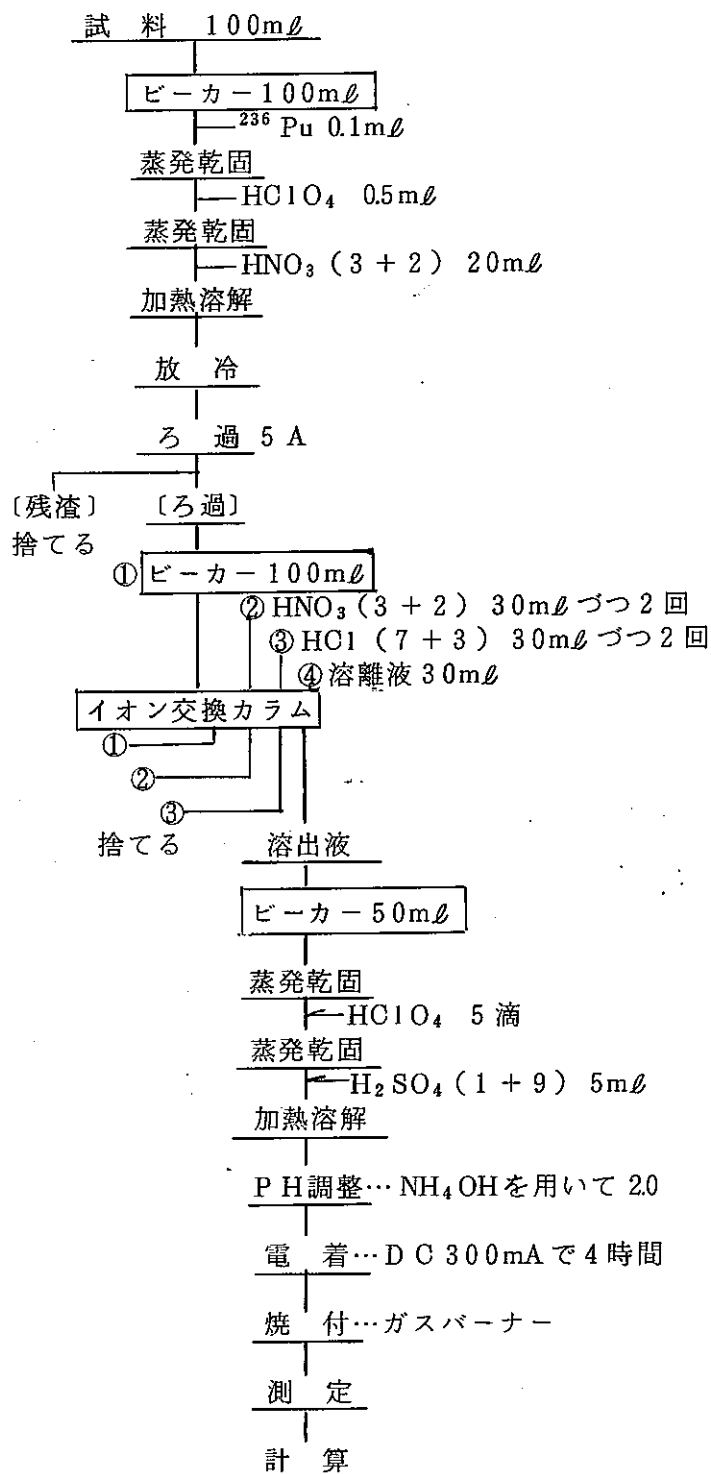
f: 計数効率(%)

W: 試料量 (ml)

7. 文 献

- (1) 井上義和, 阪上正信; Journal of Radiation Research 11-2, 98~106 (1970)
- (2) Norton Y. Chu; Anal. Chem, 43(3), 449 (1971)
- (3) 長沢, 坪; 原燃公社東海事業所資料, Na 9 極微量プルトニウムの分析法の研究 (昭和42年6月5日)
- (4) 阪上正信, 今井利夫, 第15回日本放射線影響学会 (1972, 1A-21)

8. 工程図



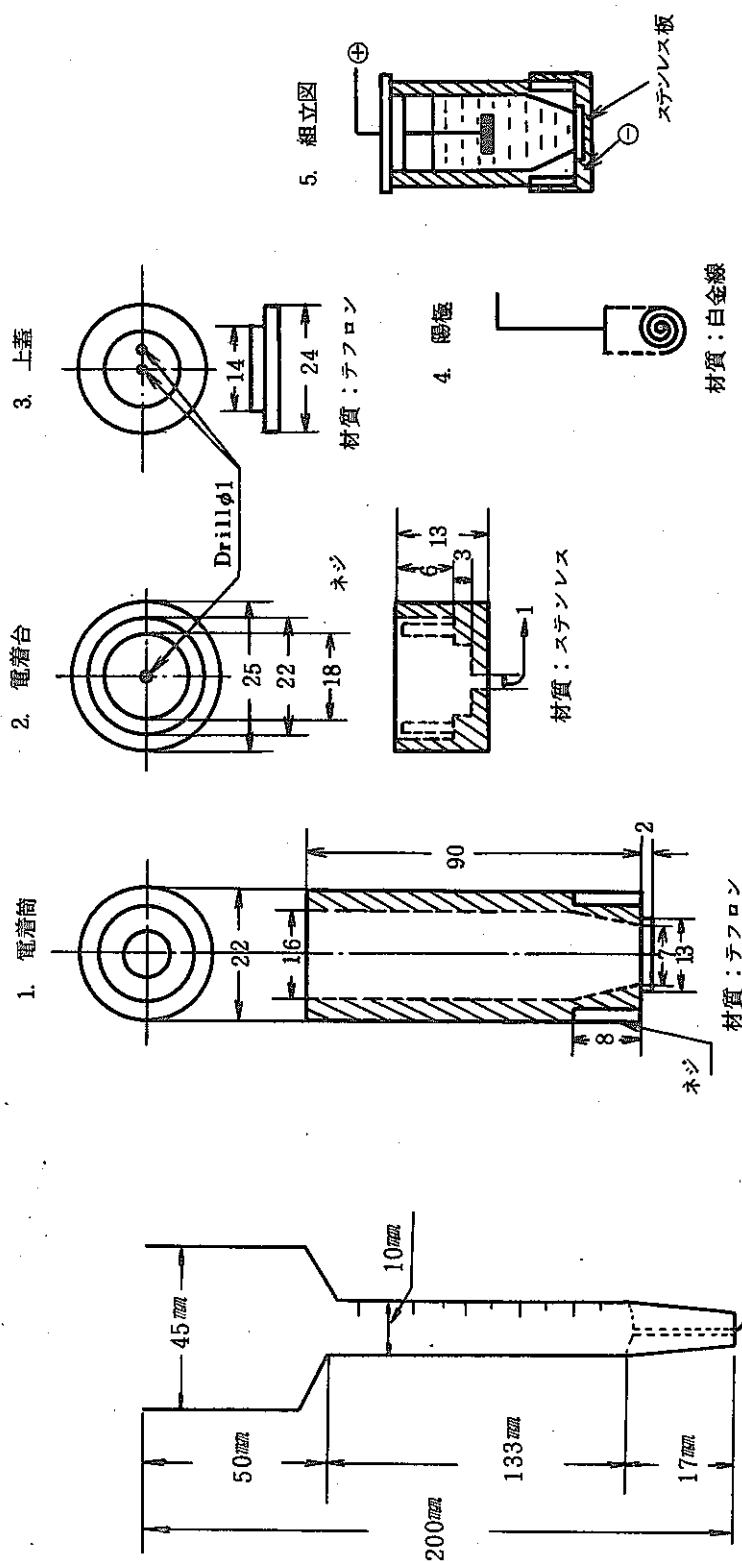


図 2 電 着 セ ル

図 1 イオン交換カラム

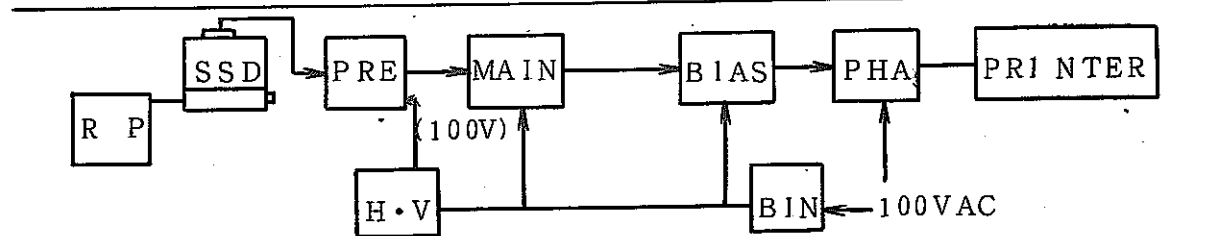


図3 α線スペクトロメータ

PHA: 多重波高分析器: TOSHIBA USC EDS-34801 800 チャンネル

RP: 真空ポンプ

PRE: PRE AMP

MAIN: MAIN AMP

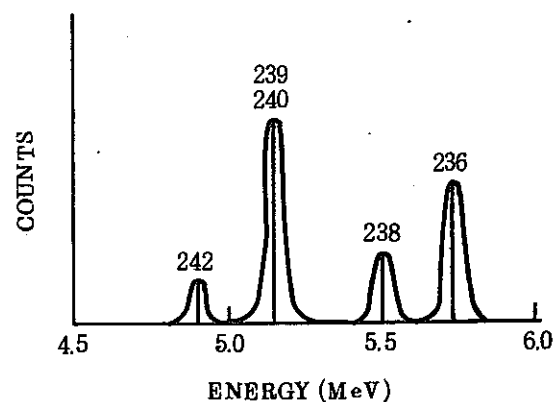
SSD: 検出器および真空容器: ORTEC BA-28-450-100

HV: 検出器用高圧電源

BIN: 低圧電源付筐体

〔プルトニウムの同位体〕

プルトニウムには16の同位体があり、このうち ^{236}Pu , ^{238}Pu , ^{239}Pu , ^{240}Pu , ^{242}Pu が主要な α 放射体である。これらの測定スペクトルは大略右図のようになる。



13. 廃水中の γ 放射性核種の定量

「Ge(Li)検出器による γ 線スペクトロメトリ」

1. 要 旨

本法は、廃水試料中の r 線放射性核種を Ge (Li) 検出器で検出し、光電ピーク法によって定量する方法である。

2. 適用範囲および精度

本法は、廃水中に ^{95}Zr , ^{95}Nb , ^{103}Ru , ^{106}Ru , ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{141}Ce および ^{144}Ce が下記の濃度以上存在する場合に適用する。それぞれ 5000 秒測定で信頼度 99.73 %の精度である。

核 種	検出限界目安値 pCi/cm ³	核 種	検出限界目安値 pCi/cm ³
⁹⁵ Zr	2	¹³⁴ Cs	1
⁹⁵ Nb	1	¹³⁷ Cs	1
¹⁰³ Ru	1	¹⁴¹ Ce	1.5
¹⁰⁶ Ru	8	¹⁴⁴ Ce	6

3. 装置および接続

装置および装置の設定条件

(1) 遮蔽体

検出部遮蔽	外側から	鉛	70 mm
		透明アクリル	5 mm

(2) Ge (Li) 検出器

これはGe (Li) 検出部、液体窒素を入れるためのクライオスタット、前置増巾器およびハイボルテージフィルター (High Voltage Filter) が一体となっている。

1) Ge (Li) 検出部

型 式 CANBERRA 7229

検出器寸法 44.5 mm ϕ $\times$ 38 mm L (59.1 cc)

適正バイアス + 3, 000 V

付様（前置増巾器を含む）：半値幅 2.1 KeV以下（1332.5 KeV⁶⁰Co 光電ピーク）

ピーク効率 10.5%以上 (3"径×3"厚NaI(Tl)検出器に対する相対効率)

ピーク対コンプトン比 29 / 1 以上

1 / 10 幅 2 × 半值幅 > 1 / 10 幅

(1332.5 KeV⁶⁰Co 光電ピーク)

ロ) クライオスタット

液体窒素容量 31 ℓ (約 42 Kg)

液体窒素保持時間 約 4 週間

液体窒素は、毎週一定曜日に満タンになるように補給 (約 7 ~ 8 Kg) している。

ハ) ハイボルテージフィルター (High Voltage Filter)

型 名 ORTEC 119

⇒ 前置増幅器 (Pre-Amplifier)

型 名 CABERRA 970

(3) 高圧電源 (High Voltage Power Supply)

型 名 ORTEC 459

出 力 0 ~ ± 5,000 V 0.1 mA

使用条件 + 2500 V

十分高い安定度と雑音の少ないものが必要である。電流容量は殆んど無視できる。出力電圧は 0V から目的の電圧までゆっくりと可変でき、また停電時にも急激な電圧降下が生じないように、ハイボルテージバッファを設けている。

(4) 比例増幅器 (Linear Amplifier)

型 名 ORTEC 450 Research Amplifier

使用条件 COARSE GAIN 20

FINE GAIN 11.56

INPUT MODE NORMAL, NEGATIVE

UNIPOLAR, POSITIVE

OUTPUT MODE 10 V RANGE

BASELINE RESTORATION OUT

INTEGRATE 2

DIFFERENTIATE 2

(5) M. C. P. H. A.

M. C. P. H. A. は A. D. C. 部、メモリー部、およびデータ入出力部に大きくわけることができる。

イ) A. D. C. 部

型 名 米国 PACKARD 社 モデル 960

主な仕様

クロック周波数 100 MHz

コンバージョン・ゲイン 最大 8,192 チャンネル

ディジタル・ゼロ・オフセット 0 ~ 8,191 チャンネルの任意に設定可

積分直線性 ± 0.05 % 以内 (フルスケールの 99 %)

微分直線性		± 0.75 % (フルスケールの 99 %)
安定度	ゼロ点	0.02 % / °C
		± 1 チャンネル / 24 時間
		± 1 チャンネル / ± 10 % 電源電圧変動
	ゲイン	0.04 % / °C
		± 1 チャンネル / 24 時間
入力波形	立上り時間	0.1 ~ 5 μ sec
	立下り時間	5 ~ 100 μ sec
使用条件		
LOWER		min.
UPPER		max.
ZERO		5.94
THRESHOLD		0.14
INPUT PULSE / DC		PULSE
INPUT		DC 入力
CONVERSION GAIN		2,048
OVERFLOW		2,048
DIGITAL OFFSET		9
ADC MODE		SINGLES
OUTPUT		PULSE EXT
BASE LINE ON / OFF		OFF

ロ) メモリー部

型 名 米国 PACKARD 社 モデル 904

主な仕様

メモリー容量	4,096 チャンネル
	16,384 チャンネルまで増設可
	$10^6 - 1$ カウント / チャンネル
メモリーサイクルタイム	2 μ sec
主なデータプロセッサ	積分 (トータル, サブトータル)
	データトランスファー
	スペクトルストリッピング (乗数として 0.001 ~
	9.999 まで 0.001 ステップ毎に設定)
自動測定	可

使用条件

MODE OF OPERATION

PULSE HEIGHT, MULTIPLEX

(2 人力同時測定の時)

AUTOMATIC PROGRAM

MANUAL

MEMORY ORGANIZATION ACCUMULATE FULL

READOUT READ IN 1 / H

ハ) データ入出力部

データ入出力装置としては以下のものを装備している。

○ X-Yディスプレイ

型 名 米国 HEWLETT PACKARD社 HP 1300 A

画 面 8" × 10"

○ デジタルプリンタ

型 名 米国 MOHAWK DATA SCIENCES社 1200

印字速度 20 チャンネル/秒

○ X-Yプロッタ

型 名 米国 HEWLETT PACKARD社 HP 7004 B

プロット速度 50 ポイント/秒

○ 紙テープパンチャー

型 名 米国 TALLY社 420

速 度 60 字/秒

○ 紙テープリーダー

型 名 米国 TALLY社 424

速 度 60 字/秒

なお、紙テープパンチャーおよび紙テープリーダーを動作させるのにPACKARD社 970 タイプテープコントローラを用いている。

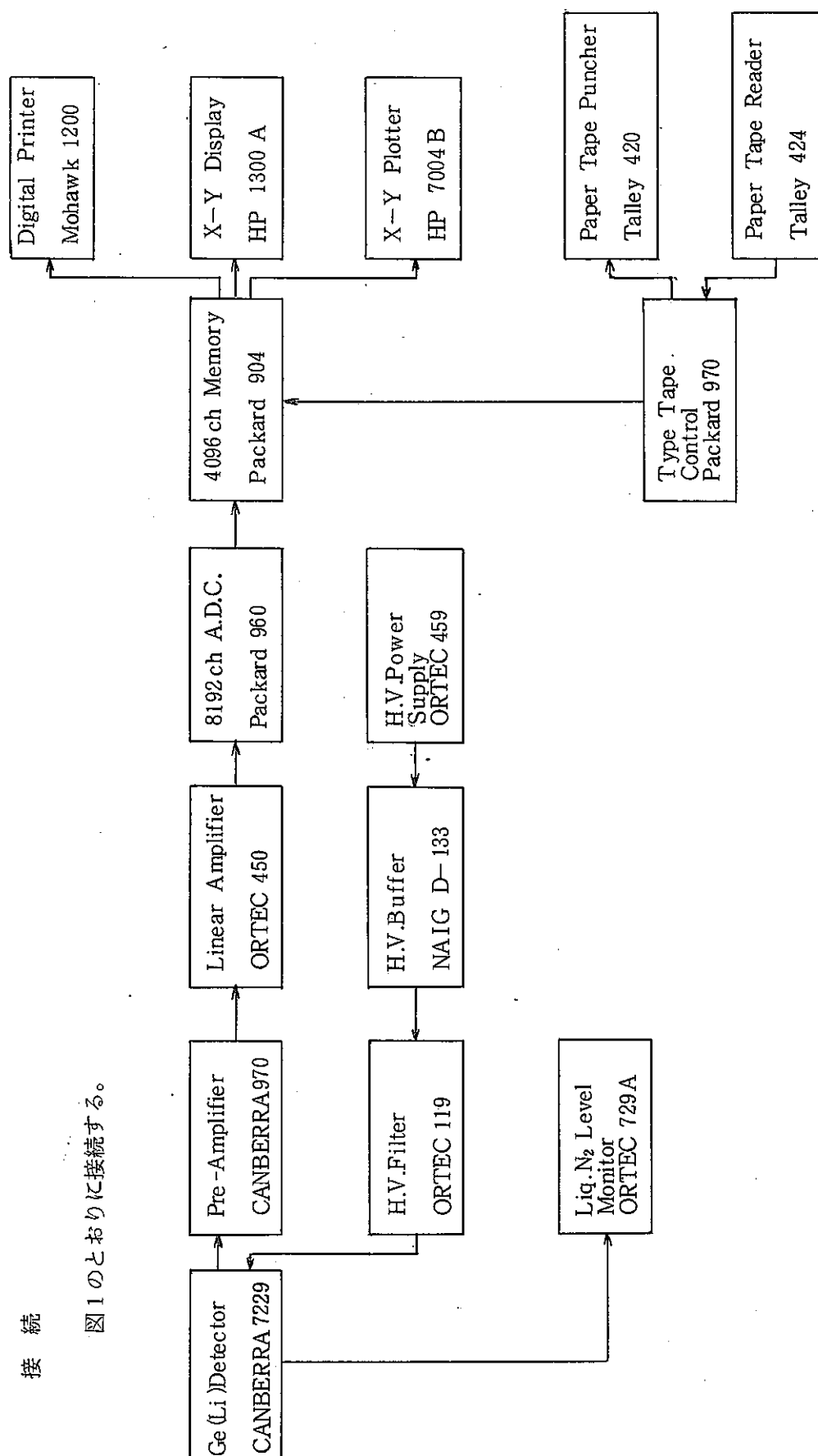


図1 Ge(Li)検出器システムの接続

4. 測定

4-1 標準線源による校正式のもとめかた。

作業手順	備考
1) 前記の接続および設定条件が正しいか確認した後M. C. P. H. A. と高圧電源・ビン電源のスイッチをONにしておく。 2) 標準線源を検出器の上部中央に置き遮蔽体の扉を閉める。 3) SYSTEM CONTROL の前面にある DISPLAYスイッチを押したあと、COM PUTER MEMORY 前面の DATA ZERO スイッチを押してデータを消去する。	1) 高圧電源は接続後、メインスイッチをON にして、徐々に設定条件に昇げていく。 3) 標準線源は 5 cm 径ステンレス皿（11 容器）にろ紙をのせ、線源を滴下、乾燥後密封したものである。 図2 ステンレス皿試料容器を使用した標準試料の例（11 容器）
4) 次にTIME (SEC) OR SWEEPS つまみで測定時間を 500 秒に設定し、ACCMスイッチを押し測定を開始する。 5) 設定した測定時間が経過すればHOLDランプがついて測定が終了する。 6) デジタルプリンタの電源スイッチを入れSYSTEM CONTROLのREADOUT MODEのPRINTERスイッチをONにする。 7) 次にREAD OUT INスイッチを押しデータをプリンタに打ち出す。 8) データよりピークチャンネルを読み取り正方眼紙にチャンネルとエネルギーの関係をプロットする。これはほぼ直線となりエネルギー校正曲線とよぶ。	

4-2 環境試料の測定

作業手順	備考
1) 試料を正確に 40 mϕ 分取し 03 容器に入れ蓋をする。蓋に試料番号を明記する。テープで容器と蓋をシールし、ビニール袋に入れ密封する。(図 3) 2) この試料を遮蔽体の扉を開けて、検出器の上部中央に置く。(前回測定した試料がある場合はそれを取り除く。) 遮蔽体の扉を完全に閉じる。 3) SYSTEM CONTROL 前面にある DISPLAY スイッチを押したあと、COMPUTER MEMORY 前面の DATA ZERO スイッチを押してデータを消去する。 4) 次に TIME (SEC.) OR SWEEPS つまみで測定時間を 5.0000 秒に設定し、ACCM スイッチ押し測定を開始する。 5) 設定した測定時間が経過すれば HOLD ランプがついて測定が終了する。 6) デジタルプリンタの電源スイッチを入れ SYSTEM CONTROL の READOUT MODE の PRINTER スイッチを ON にする。 7) 次に READ OUT IN スイッチを押してデータをプリンタに打ち出す。 8) デジタルプリンタにデータを打ち終えたら、電源のスイッチを OFF にし、X-Y プロッタの電源スイッチを ON にする。 9) プロッタに用紙をセットし CHART および SERVO スイッチを ON にする。 10) SYSTEM CONTROL 前面の READ OUT MODE の PRINTER を OFF にし、PLOTTER を ON にする。 11) COMPUTER MEMORY 前面の VER TICAL SCALE つまみを LOG にする。	図 3 03 容器図 1) 核種が器壁等に付着しないように試料水に予め酸を加え pH を 1 ~ 2 にしておく 8) プリンタ用紙はワインダーで巻き取る。

5. 計 算

光電ピーク法による核種定量

計算方法は手計算によるものと、FACOM 230/45 S コンピュータを使用したものがある。

5-1 手計算による方法

- 1) 核種の定量の際、それぞれの核種について放出ガンマ線が数多くある場合には定量に用いるピークはガンマ線放出率が大きく、他のピークの妨害の少ないものを選ぶ必要がある。
- 2) 核種濃度 C (pCi/cm^3) は次式によって求める。

$$C = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \cdot \epsilon_{\text{peak}} \cdot \eta \cdot M} \quad (1)$$

ここで、

NP : 正味のピーク部分の計数率 (cps)

 ϵ_{peak} : ピーク計数効率 (図 5 を参照のこと) η : 着目したガンマ線の放出割合M : 試料の重量又は体積 (cm^3)

なお、正味のピーク部分の計数率 NP は (2) 式を用いるが、そのピーク境界チャンネルは、低エネルギー側については計数値が上がり始める 1 つ手前のチャンネルを、高エネルギー側については計数値が次のチャンネルの計数値とほぼ等しくなるチャンネルを採用するものとする。計数値が小さくてその変動が激しくピーク境界が上記の方法で決めにくい場合には、図 6 で示した半値幅の約 1.5 倍に相当するチャンネル数をピークチャンネルより差し引いた (高エネルギー側境界の場合は「加えた」) 整数チャンネルをピーク境界とする。

NP は以下のように求めるものとする。

$$NP = \left\{ \sum_{i=a}^b Ni - \frac{1}{2} (Na + Nb) - \frac{1}{2} (Na + Nb) (b - a) \right\} / T \quad (2)$$

ここで、

Ni : i チャンネルの計数値

a : 低エネルギー側のピーク境界チャンネル

b : 高エネルギー側のピーク境界チャンネル

T : 測定時間 (秒)

- 3) NP の標準偏差 σ_{NP} は次のように表わされる。

$$\sigma_{NP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=a}^b Ni - \frac{1}{2} (Na + Nb) + \left(\frac{b-a}{2}\right)^2 (Na + Nb)}{T^2}} \quad (3)$$

作	業	手	順	備	考																																
12) 次にREAD OUT /IN スイッチを押してデータをX-Yプロッタにプロットさせる。																																					
13) X-Yプロッタにデータを出し終えたら、プロッタの電源およびCHART SERVOスイッチをOFFにする。																																					
14) READOUT MODE のPLOTTERをOFFにし、TYPE /TAPEをONにする。																																					
15) TYPE /TAPE CONTROL 前面のPAPER TAPEつまみをPUNCH に設定し、ADDRESS IDENTIFICATIONつまみをOFFに設定する。																																					
16) 次にREAD OUT /IN スイッチを押しデータを紙テープパンチャーに打ち出す。																																					
17) 紙テープが出し終わるとDISPLAY ランプが点灯し、データアウトが完全に終る。				17) 紙テープはワインダーで巻き取る。																																	
18) データの書かれたデジタルプリンタ用紙およびプロッタ用紙に測定条件を記入しておく。(図4を参照)																																					
				<table><tr><td>測定日</td><td>年 月 日</td><td>測定時間</td><td>秒</td></tr><tr><td>試料番号</td><td></td><td>試料名</td><td></td></tr><tr><td>採取日</td><td>年 月 日</td><td>測定者</td><td></td></tr><tr><td>試料形状</td><td></td><td>試料重量</td><td>WET DRY g</td></tr><tr><td>試料容積</td><td>cm³</td><td>測定容器</td><td>03</td></tr><tr><td>検出器</td><td></td><td>測定位置</td><td></td></tr><tr><td>チャンネル幅</td><td>Kev /CH</td><td>分析エネルギー</td><td>~ KeV</td></tr><tr><td>遮蔽体</td><td></td><td>データ処理法</td><td></td></tr></table>		測定日	年 月 日	測定時間	秒	試料番号		試料名		採取日	年 月 日	測定者		試料形状		試料重量	WET DRY g	試料容積	cm ³	測定容器	03	検出器		測定位置		チャンネル幅	Kev /CH	分析エネルギー	~ KeV	遮蔽体		データ処理法	
測定日	年 月 日	測定時間	秒																																		
試料番号		試料名																																			
採取日	年 月 日	測定者																																			
試料形状		試料重量	WET DRY g																																		
試料容積	cm ³	測定容器	03																																		
検出器		測定位置																																			
チャンネル幅	Kev /CH	分析エネルギー	~ KeV																																		
遮蔽体		データ処理法																																			

図4 測定条件の記載様式

図4 測定条件の記載様式

従って核種濃度Cの標準偏差 σ_c は、

$$\sigma_c = \frac{\sigma_{NP}}{3.7 \times 10^{-2} \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (4)$$

もしバックグラウンドスペクトルに定量しようとするピークと同一エネルギー範囲にピークがある場合には、この寄与分を差し引かなければならない。バックグラウンドスペクトル中の正味のピーク部分の計数率を $NP_{B.G.}$ とすると、核種濃度Cは、

$$C = \frac{NP - NP_{B.G.}}{3.7 \times 10^{-2} \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \quad (5)$$

その標準偏差 σ_c は、

$$\sigma_c = \frac{1}{3.7 \times 10^{-2} \cdot \epsilon_{peak} \cdot \eta \cdot M} \sqrt{\sigma_{NP}^2 + \sigma_{NP(B.G.)}^2} \quad (6)$$

ここで標準偏差 $\sigma_{NP(B.G.)}$ はバックグラウンドスペクトルにおける σ_{NP} に対応するものとする。

それぞれの核種の計算式は次のようになる。(03容器を使用した場合)

$$^{95}\text{Zr} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.00 \times 10^{-2} \times 0.546 \times M} = \frac{NP}{M} \times 4.95 \times 10^3$$

$$^{95}\text{Nb} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.00 \times 10^{-2} \times 0.99 \times M} = \frac{NP}{M} \times 2.73 \times 10^3$$

$$^{103}\text{Ru} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.55 \times 10^{-2} \times 0.90 \times M} = \frac{NP}{M} \times 1.94 \times 10^3$$

$$^{106}\text{Ru} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.18 \times 10^{-2} \times 0.008 \times M} = \frac{NP}{M} \times 2.34 \times 10^4$$

$$^{134}\text{Cs} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.22 \times 10^{-2} \times 0.98 \times M} = \frac{NP}{M} \times 2.26 \times 10^3$$

$$^{137}\text{Cs} (\text{pCi}/\text{cm}^3) = \frac{NP}{3.7 \times 10^{-2} \times 1.06 \times 10^{-2} \times 0.86 \times M} = \frac{NP}{M} \times 2.96 \times 10^3$$

$$^{141}\text{Ce} \text{ (pCi /cm}^3\text{)} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^{-2} \times 6.7 \times 10^{-2} \times 0.48 \times \text{M}} = \frac{\text{NP}}{\text{M}} \times 8.40 \times 10^2$$

$$^{144}\text{Ce} \text{ (pCi /cm}^3\text{)} = \frac{\text{NP}}{3.7 \times 10^{-2} \times 7.5 \times 10^{-2} \times 0.108 \times \text{M}} = \frac{\text{NP}}{\text{M}} \times 3.34 \times 10^3$$

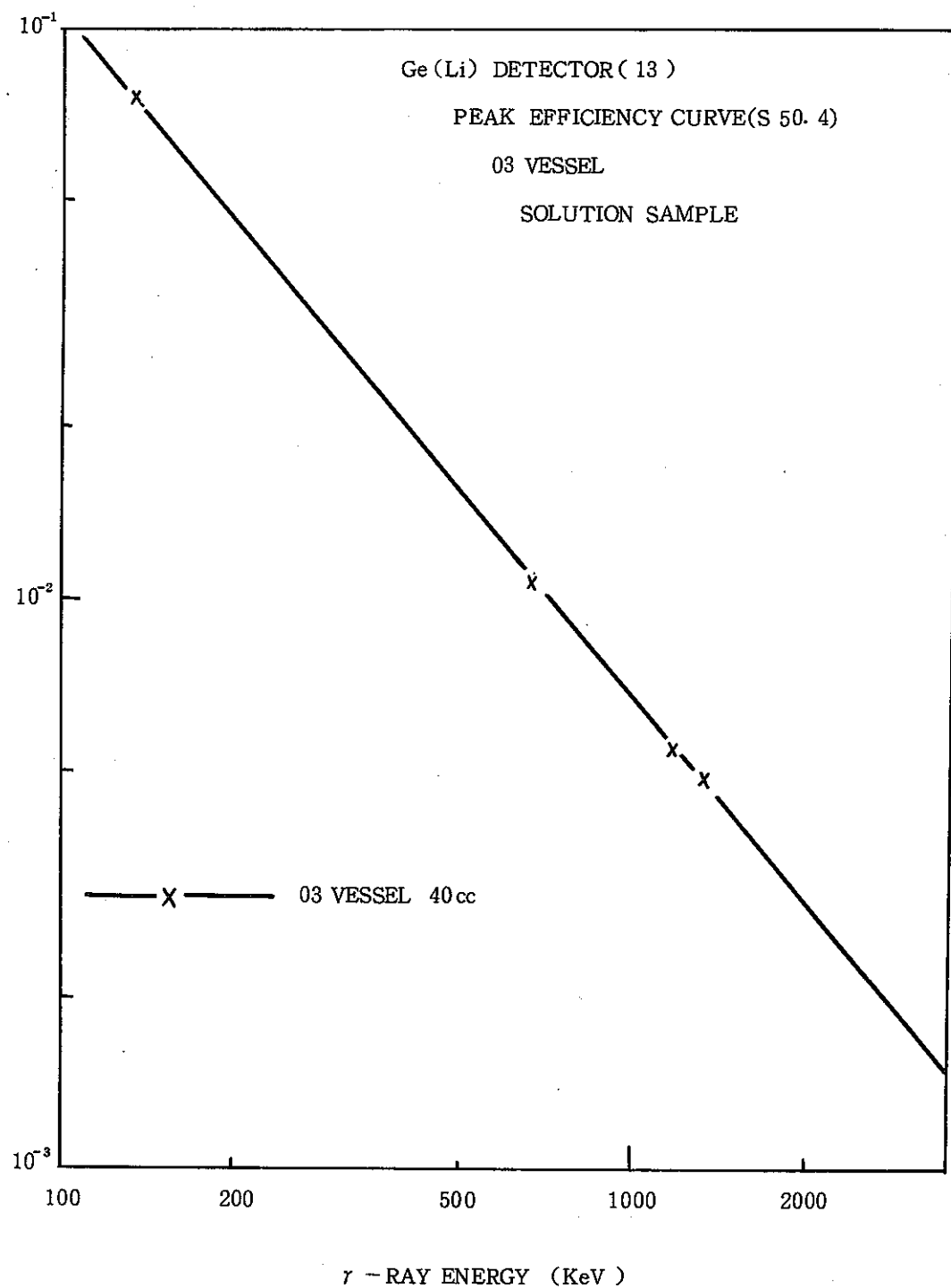


図5 ガンマ線エネルギーと計数効率

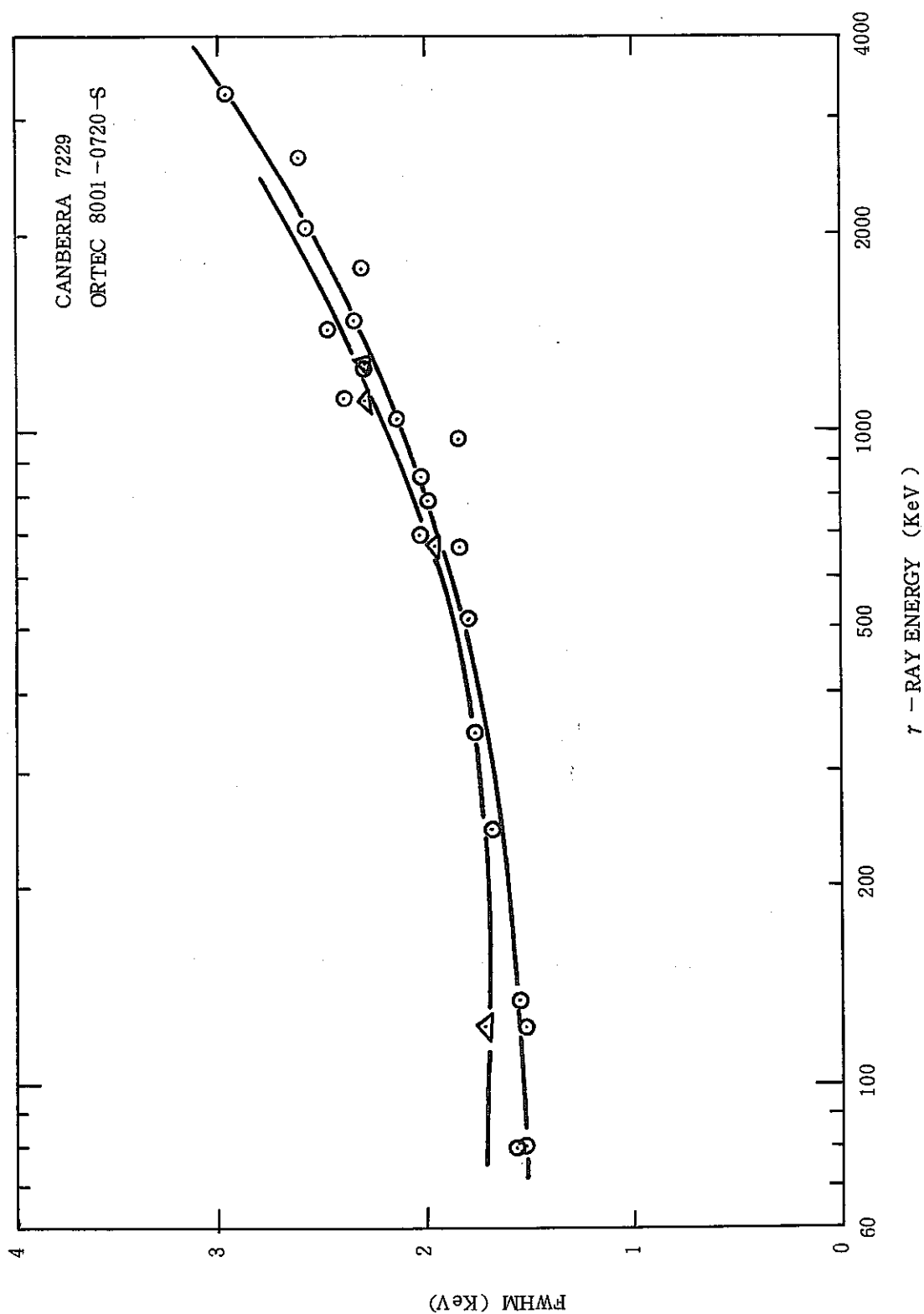


図6 ガンマ線エネルギーと半値幅との関係 (01 容器)

5-2 コンピュータによる方法

この方法は、 γ -スペクトル解析プログラムKEI-10Rによるもので、FACOM230/45S コンピュータを使用する。

4-2の測定で得られた紙テープと入力カードおよびジョブコントロールカードでFACOM 230/45Sに入力する。

1) 入力カードの仕様(図9参照)

2) 紙テープパンチャーから打ち出した紙テープは下記の操作を行なう。

- a 紙テープの始めには、スプリケットの穴をあけた50cmぐらいの紙テープをつけ加える。
- b 紙テープの終りには、紙テープに/EOFCRとスプリケットの穴をあけたものをつけ加える。
- c 紙テープの最初に測定条件を記入する。(図7参照)

3) コンピュータからの結果

コンピュータにより得られる出力の例を図8に示す。

測定日		測定時間		測定者	
試料番号		試料名			
FWHM近似CH数				CH数	
遮蔽体	検出器	容器	体積	重量	
試料形状		試料採取日			

図 7

PEAK NO.	PCH	AREA (COUNTS)	+	-	PEAK ENERGY (KEV)	+	-	ACTIVITY (PCI/G OR SAMPLE)	+	-	NUCLIDE
1	16.987	2755.	0.500	315.	15.175	0.447	0.2151E 00	0.2460E-02			
2	89.000	2626.	0.500	206.	74.099	0.416	0.3593E 00	0.2815E-01			
3	156.377	555.	0.171	65.	129.195	0.141	0.1593E 00	0.1788E-01			
4	161.613	6498.	0.024	264.	133.475	0.020	0.1790E 02	0.7308E 00			CE-144
5	176.097	460.	0.052	37.	145.315	0.043	0.3177E 00	0.2531E-01			CE-141
6	225.940	402.	0.178	83.	186.047	0.146	0.4354E 01	0.8990E 00			RA-226
7	254.349	792.	0.126	109.	209.257	0.104	0.9371E 01	0.1288E 01			AC-228
8	262.576	187.	0.468	39.	215.977	0.385	0.9874E-01	0.2054E-01			
9	290.426	6451.	0.068	546.	238.724	0.086	0.8096E 01	0.6847E 00			PB-212
10	329.192	471.	0.197	126.	270.380	0.162	0.7777E 01	0.2086E 01			AC-228
11	359.742	970.	0.061	82.	295.323	0.050	0.3803E 01	0.3221E 00			PB-214
12	365.878	445.	0.112	45.	300.333	0.092	0.1053E 02	0.1059E 01			PB-212
13	399.887	339.	0.107	32.	328.094	0.088	0.5538E 01	0.5103E 00			AC-228
14	412.486	1076.	0.041	67.	338.376	0.034	0.6181E 01	0.3861E 00			AC-228
15	429.162	1418.	0.041	88.	351.987	0.034	0.3540E 01	0.2187E 00			PB-214
16	522.031	477.	0.078	53.	427.767	0.064	0.1731E 01	0.1938E 00			SB-125
17	565.455	553.	0.100	84.	463.193	0.082	0.6196E 01	0.9436E 00			SB-125
18	583.170	2044.	0.033	90.	477.644	0.027	0.2457E 02	0.1085E 01			BE-7
19	606.761	192.	0.295	57.	496.888	0.242	0.2752E 00	0.8149E-01			RU-103
20	624.626	1573.	0.067	101.	511.461	0.034	0.2092E 01	0.1348E 00			
21	712.444	1676.	0.037	77.	583.092	0.030	0.8235E 01	0.3805E 00			TL-208
22	733.659	156.	0.142	38.	600.396	0.117	0.1357E 01	0.3328E 00			SB-125
23	744.406	1003.	0.059	70.	609.162	0.049	0.3404E 01	0.2363E 00			BI-214
24	760.083	285.	0.089	35.	621.949	0.073	0.4759E 01	0.5856E 00			RU-106
25	808.503	2330.	0.023	82.	661.446	0.019	0.5110E 01	0.1657E 00			CS-137
26	851.482	222.	0.148	36.	696.506	0.121	0.2716E 02	0.4392E 01			CE-144
27	857.934	51.	0.546	13.	701.770	0.447	0.9394E-01	0.2388E-01			
28	885.047	780.	0.043	42.	723.890	0.035	0.3459E 01	0.1861E 00			ZR-95
29	888.798	264.	0.094	21.	726.950	0.077	0.7038E 01	0.5611E 00			PB-212
30	924.907	1192.	0.046	68.	756.412	0.038	0.4362E 01	0.2504E 00			ZR-95
31	936.019	3418.	0.034	131.	765.479	0.027	0.6983E 01	0.2683E 00			
32	944.132	54.	0.598	15.	772.100	0.489	0.1099E 00	0.3046E-01			
33	955.312	79.	0.591	25.	781.222	0.484	0.1635E 00	0.5125E-01			
34	960.038	85.	0.560	26.	785.080	0.428	0.1768E 00	0.5375E-01			
35	971.742	271.	0.148	51.	794.631	0.121	0.5709E 00	0.1063E 00			
36	1020.539	645.	0.062	45.	834.458	0.050	0.1428E 01	0.9166E-01			MN-54
37	1027.871	50.	0.468	10.	840.443	0.383	0.1111E 00	0.2290E-01			
38	1051.890	192.	0.126	28.	860.051	0.103	0.9358E 01	0.1342E 01			PB-212
39	1113.892	1003.	0.041	57.	910.678	0.033	0.2435E 01	0.1376E 00			
40	1179.398	203.	0.133	19.	964.188	0.109	0.5231E 00	0.4819E-01			
41	1184.522	636.	0.057	40.	968.374	0.046	0.1649E 01	0.1032E 00			
42	1191.966	39.	0.526	9.	974.456	0.430	0.1011E 00	0.2372E-01			
43	1369.570	207.	0.124	30.	1119.683	0.101	0.6275E 00	0.9101E-01			
44	1434.182	369.	0.215	68.	1172.577	0.175	0.1174E 01	0.2148E 00			CO-60
45	1442.542	37.	1.346	12.	1179.424	1.100	0.1190E 00	0.3873E-01			
46	1448.274	45.	1.142	14.	1184.118	0.933	0.1436E 00	0.4643E-01			
47	1628.819	213.	0.126	25.	1332.150	0.103	0.7782E 00	0.9154E-01			CO-60
48	1772.913	32.	0.460	7.	1450.555	0.377	0.1289E 00	0.2907E-01			
49	1777.754	28.	0.467	7.	1454.538	0.382	0.1110E 00	0.2784E-01			

図8 コンピュータからの出力例

業務名 Ge(Li)検出器によるγ-スペクトル解析
DATA名 KEI-10Rのカード入力

FACOM DATA SHEET

50年3月13日

PAGE 1 OF

作成者

№ COL.

注)

- | | | | | | | | | | | | |
|----|---|-------|---|-------|---|------|-------------------------------------|--------|-----|-----|-----|
| 1 | { | 試料番号 | { | 試料名 | { | 試料形状 | | | | | |
| 2 | { | 測定・年月 | { | 測定時間 | { | 測定者名 | | | | | |
| 3 | { | 採取・年月 | { | | | | 測定時間は50,000秒とする。
重量はg・体積は900 cc. | | | | |
| 4 | { | 重量 | { | 体積 | { | DET | SHIは03とする。
コントロールカード | | | | |
| 5 | { | KTRLI | { | (2) | { | (3) | (4) | (5) | (6) | (7) | (8) |
| 6 | { | 始めのCH | { | 全CH数 | { | FWHM | { | B. G係数 | | | |
| 7 | { | NEC | { | MEC | | | | | | | |
| 8 | { | エネルギー | { | チャンネル | | | | | | | |
| 9 | | | | NEC枚 | | | | | | | |
| 10 | { | NEF | { | MEF | | | | | | | |
| 11 | { | エネルギー | { | | { | 効率 | | | | | |
| 12 | | | | NEF枚 | | | | | | | |
- MECはエネルギー校正式の次数
MEC ≤ 4
- ME はピーク計数効率式の次数
MEF ≤ 4 (図5.6を参照)

図9 入力カード

14. 排水中の全酸素要求量(TOD)の分析法

1. 要 旨

触媒として白金網を充てんし、900℃に加熱した燃焼炉にエア-アスピレーターを用いて検水を注入し、窒素をキャリアーガスとして一定量の酸素を送り込み、検水を燃焼させる。燃焼ガスを白金-鉛燃料電池から構成された酸素検出器に導き、ガス中の酸素の減量から全酸素消費量を求める。

検水、標準液、希釈水中に溶存酸素が含まれると全酸素消費量は低値となる。測定値に及ばず溶存酸素の影響をあらかじめ検討して、もし影響が無視できない場合には検水に窒素を通気するなどして溶存酸素を除去するか、あらかじめ溶存酸素を定量して結果を補正する。窒素酸化物は妨害する。

2. 適用範囲および精度

測定範囲は全酸素消費量2～1000ppmである。装置を作動させ、本文の操作に従ってあらかじめ作成した検量線から全酸素消費量のppmを求める。

精 度 : $\pm 2\%$ (但し低濃度で使用する場合を除く)

妨害物質

硫酸を含む試料はBODの測定はできないがTOD装置でもこの硫酸は分解され、酸素が発生し系内の酸素量を増加させて妨害するので、アルカリで中和して硫酸塩の形にすると900℃で白金を触媒とした燃焼管中でも安定になりTOD値を測定することが可能となる。

また銅や鉄の硫酸塩も分解して酸素が発生するのでTOD値に妨害を与える。このような場合はあらかじめ妨害物質を定量しておいてTOD値を補正する必要がある。

また、硫酸を含む試料はあらかじめ硫酸濃度を定量しておいてTOD値を補正する必要がある。

3. 試薬および装置

試薬

- 1) 水酸化カリウム 25%溶液
- 2) KHP (フタル酸水素カリウム) 0.8509g/gで酸素要求量1.000 (ppm)の標準液となる。この標準溶液を使用測定範囲に希釈して標準液とする。

装置

- 1) Ionics製Model 225 TOD自動検出装置
- 2) コンプレッサー
- 3) 高純度窒素ガス(99.999%以上)
- 4) 窒素ガス(脱気用)

4. 機器の運転準備

操 作	備 考
a) 燃料電池 1) 燃料電池を本体から取りはずし、電極の鉛り板と白金ネットをはずし再生する。 2) 1)の再生ができたなら運転条件にのっとりKOHを適量入れ本体にもどす。	※ TOD自動検出装置Mod 225型マニュアルの別添参照
b) 洗滌器(スクラバー) 1) キャップをはずす。 2) ロートを用いて25%KOH溶液をあらかじめししたところまで注入する。約250cc必要。 3) キャップをしっかりしめる。 4) 細い方の塩ビチューブを洗滌器につないで、恒温室に取付ける。 5) キャリヤーガス導入パイプを洗滌器に接続し、スエジロックが気密となるようしっかり接続する。 6) 黒い線は電池の外周の端子(陰極)、赤い線は電池の中央部(陽極)の端子に接続する。	

5. 運転条件の設定

操 作	備 考
1) 高濃度のサンプル: 1次窒素流量 0.12 CFH ($57\text{cm}^3/\text{min}$) 燃料電池の電解液量 25 ~ 30 cc	
2) 平均濃度のサンプル 1次窒素流量 0.25 CFH ($118\text{cm}^3/\text{min}$)	

操 作	備 考
燃料電池の電解液量 20 ～ 25cc 3) 低濃度のサンプル 0 - 40 ppm TOD 1次窒素流量 0.40CFH (189cm ³ /min) 燃料電池の電解液量 15 ～ 20cc 4) 二次窒素流量を1秒に2ケの気泡程度にする。 5) 「Furnace」と「Instrument」のスイッチをONにする。 6) 炉の温度を900℃に設定する。 7) 空気の圧力を27psig (約1.9kg/cm ²) に設定する。	

6. 運 転

操 作	備 考
1) 窒素キャリアガスを流す。(4～5kg/cm ² にポンベ圧を調節) 2) 1次窒素流量を0.3～0.4CFH流量に設定する。 3) コンプレッサーを始動して、装置のメータを27psigに設定する。コンプレッサーの元圧は3kg/cm ² 程度に設定する。 4) 機器類ON-OFFスイッチを入れる。 5) 電気炉ON-OFFスイッチを入れて900℃に温度コントローラーを設定する。以上の操作終了後約1時間経過したら、次の手順で操作を再開する。 6) 1次窒素の流量を測定範囲に合致した値に設定する。 7) 2次窒素流量を1秒に約2ケの気泡が出るように調節する。 8) プリンターのスイッチを入れる。 9) 零調節釘を調節しレコーダーのペンを目盛50の所に設定し約10分作動させ直線になることを確認する。	9) 電流の安定を確認するためである

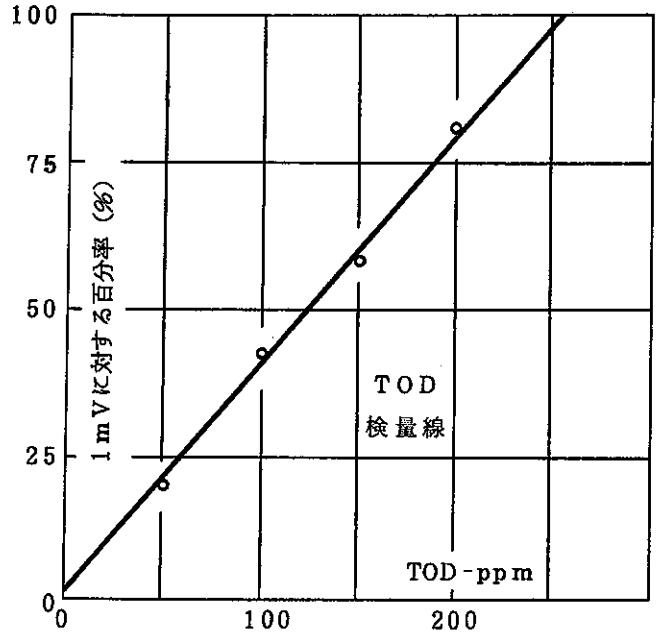
操 作	備 考
10) 零調節釘を調節しレコーダーのペンを目盛0点に調節する。	
11) 上記の操作後、自動測定スイッチを入れ測定範囲上限値の標準溶液を測定する。	
12) 11) で測定したピークの値が目盛90付近になるように校正用ポテンショメータダイヤルを調節する。	
13) 上記の操作が終了後検水を測定する。	

7. 通常の定期的保守

操 作	備 考
1) 定期的な保守は、サンプルや頻度により異なるため標準的なものを表-1に示す。 表1 保守点検の頻度	1) 保守方法は、TOD自動検出装置Model 225マニュアル参照
保 守 項 目	保 守 回 数
スクラッパーへの補水	1 回 / 週
2次窒素バブラーへの補水	1 回 / 月
窒素ポンベの取替6m ³ /本	1 回 / 月
燃焼管の交換	1 回 / 2～4月
触媒の洗滌	1 回 / 2～4月
スライダーバルブの手入れ	必要に応じて行なう。
試料注入用テフロンチューブ	必要に応じて行なう。
スクラッパー溶液の交換	1 回 / 2～4週間
ステンレス製フィルター（スクラッパー中にある。）の洗滌	1 回 / 1～3月
燃料電池の電解液の交換	1 回 / 週
燃料電池の陰極（鉛）	1 回 / 年
※注意：保守回数の算出は1週5日、1日8時間とした場合	

8. 検量線

操 作	備 考
次の要領で検量線を作成する。	

操 作	備 考
1) 0～250 ppmのレンジについては蒸留水 (イオン交換水は有機物を含んでいることあり) 100 ccをブランクとして、1000 ppm原 液を用い50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppmの標準溶液を調整して用いる。 2) 予備的に蒸留水を用いて装置の滴下状態をチェ ックする。 3) 蒸留水で2～3回サンプリングしたら、先に用 意したKHPの標準溶液でTND値を記録させる。 50 ppmから順次250 ppmまで3～4本記 録し、その平均値をとる。 4) 次の図に示すような検量線が得られる。横軸が 記録紙の100分率で示される。	
	注) 溶存酸素の影響 標準溶液 (KHP) や試料中に溶 存する酸素はその量だけTOD値が 低く測定される。試料が希釈されて いる場合は、その希釈倍率に見合う だけ誤差となる。もし溶存酸素の影 響を省きたい場合は窒素で脱気する か、または溶存酸素量をあらかじめ 測定しておいて、付加して補正する 必要がある。 注) 検量線が、横軸と交わるような場 合はいずれかの所でリークしている。
図1 検量線例 5) 検量線を用いて次のように試料のTOD値を決 定することが出来る。 設定値: Calibration 設定値 = 250 200 ppmのTOD値 = 40 200 ppmのTOD値を80にした	

操 作	備 考
いとき Calibration の設定値 = X とする $\frac{X}{250} = \frac{80}{40} \quad X = 500$ 新らしく Calibration 値を設定す るとき $\frac{\text{所望のピーク高さ}}{\text{現在のピーク高さ}} \times \frac{\text{現在の Calibration}}{\text{設定値}}$	

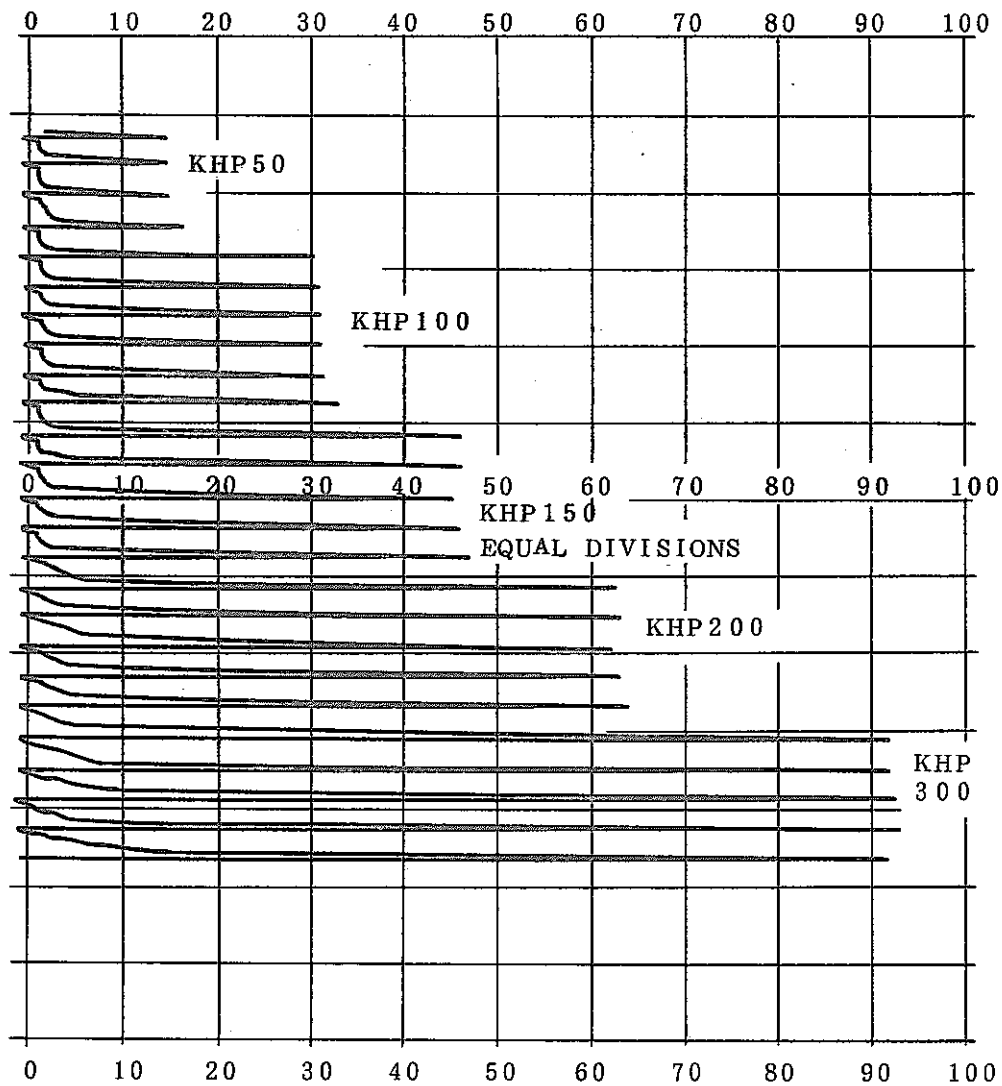


図 2 実際の測定例

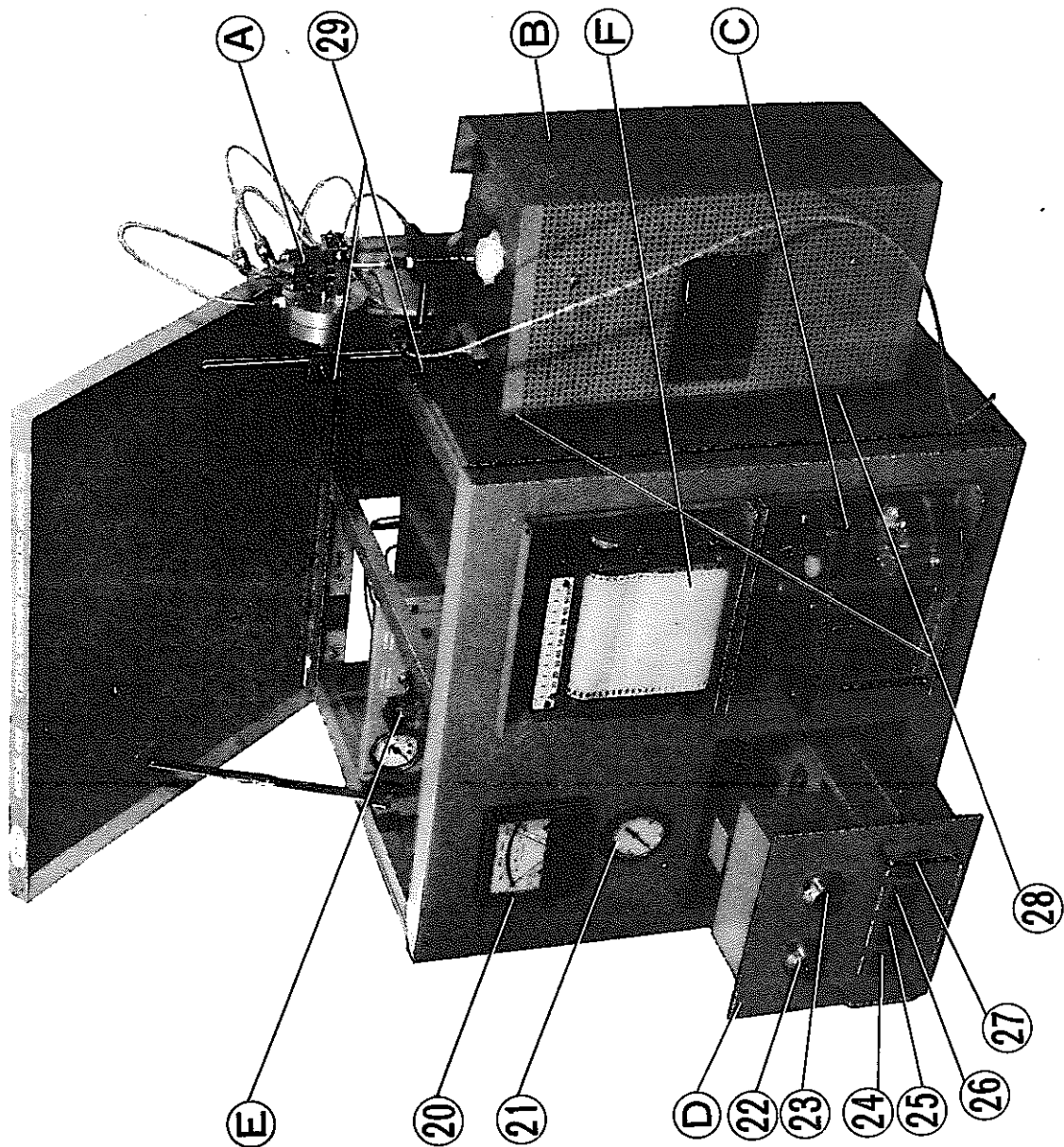
- A 試料採取装置 (図-1 参照)
- B 燃焼炉 (図-6 参照)
- C 燃料電池・スクラッパー装置
- D エレクトロニクス収納部
- E ガス制御パネル
- F レコーダー
- 20 電気炉制御盤
- 21 窒素ガス圧力ゲージ
- 22 校正用ポテンシオメータダイヤル
- 23 零点ポテンシオメータダイヤル
- 24 電気炉 ON-OFF スイッチ
- 25 機器類 ON-OFF スイッチ
- 26 自動測定スイッチ
- 27 手動試料採取スイッチ
- 28 電気炉固定用ネジ
- 29 試料採取測置固定ネジ

9. 文 献

1) 湯浅アイオニクス社

TOD 自動検出装置 Model 225 マニュアル

保守点検用マニュアル



15. イオン電極法による排水中のフッ素の定量

1. 要 旨

フッ素イオンを含む排水と緩衝溶液を容積比 1 : 1 で混合し、イオン選択性電極で電位を測定して定量する方法である。

2. 適用範囲

この方法は $0.1 \mu\text{gF}/\text{m}\ell$ 以上の試料に適用できる。

3. 試薬および装置

- (1) フッ素イオン標準液 特級フッ化ナトリウム（白金るっぽ中で $500 \sim 550^\circ\text{C}$ で 50 分間保ち、デシケーター中で放冷したもの）を 2.21g はかり取って、純水に溶解したのち 1 ℓ のメスフラスコに移し、水で標線まで希釈する。この液を原液としてポリエチレン製のびんに保存する。この液 1 $\text{m}\ell$ は F 1.0mg を含むこれを必要に応じて希釈して使用する。
- (2) 緩衝液クエン酸ナトリウム 294g を水に溶かし塩酸（1 + 1）で pH6 に調整して水でうすめて 1 ℓ とする。
- (3) 電位測定メータ：オリオン社製 801A 型
- (4) フッ素イオン選択性電極：オリオン社製 94-09 型
- (5) 比較電極 オリオン社製 90-01 型

4. 分析操作

操 作	備 考
1) フッ素イオン選択性電極および比較電極を電位測定メータに接続し、電極を水に浸したのち、スイッチ“ON”にする。	1) スイッチ“ON”ののち、装置が安定するまで約 20 分間放置してから測定を行なう。メータの調整は必要ない。
2) ポリエチレンビーカー（50 $\text{m}\ell$ ）に試料溶液 15 $\text{m}\ell$ をホールピペットで正しくはかりとる。	2) 試料溶液は、あらかじめ pH を 2 ~ 10 に調節しておく。
3) 緩衝溶液 15 $\text{m}\ell$ をホールピペットで正しくはかりとり、試料溶液に加えて回転子で約 5 分間かきまぜたのち電位を測定する。	
4) 同様の操作であらかじめ作成しておいた検量線よりフッ素イオン濃度を求める。	4) アルミニウム、カルシウムが多量に含まれている可能性のある試料に

操 作	備 考
	については、試料溶液を2～10倍に希釈して電位を測定し定量値が一致することを確認する。(希釈定量法)

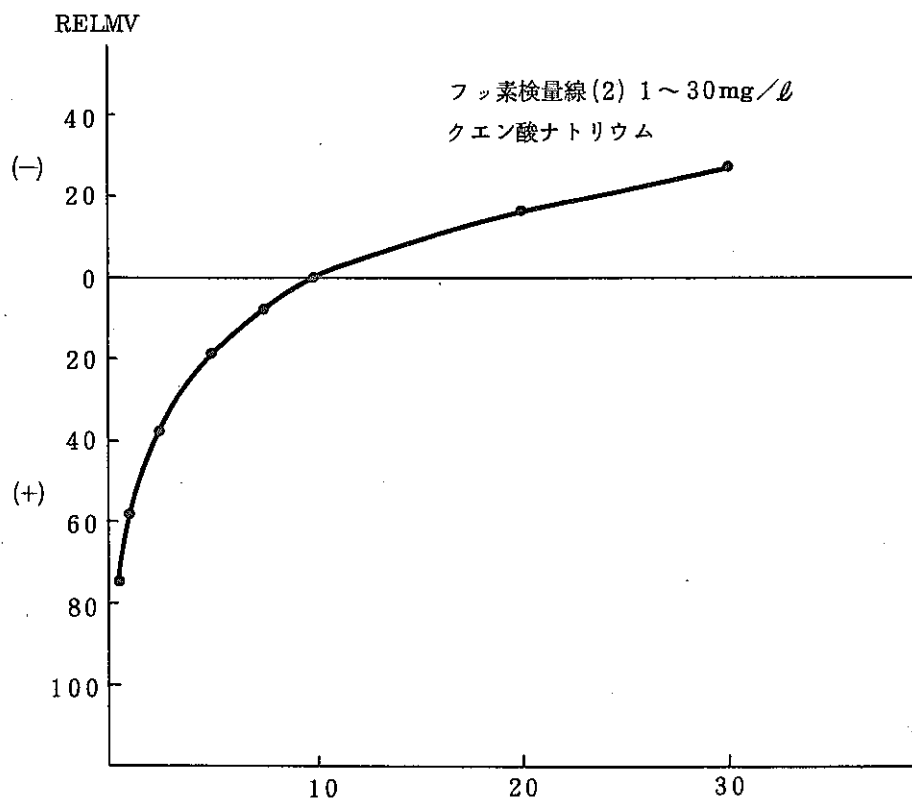
5. 解説および文献

検量線の作り方

フッ素イオン標準溶液を希釈して0.2, 0.5, 1, 2, 10, 20 $\mu\text{g}/\text{m}\ell$ の濃度を調整
 注1) し、以下4-1-4の(1)～(3)に従って溶液の電位を測定し、フッ素イオン濃度－電位の対
 注2) 応関係をプロットして検量線を作成する。

注1) フッ素イオン濃度が2 $\mu\text{g}/\text{m}\ell$ 以上では、電位は再現性があるが、2 $\mu\text{g}/\text{m}\ell$ 未満の濃度ではドリフトがあるので、この濃度範囲では分析のつど検量線を作成する。

注2) 検量線は試料溶液のフッ素イオン濃度に対して目盛っておくと直接読みとりができて便利である。



文 献

- 1) 白石直典, 村田行生, 中川元吉, 小玉数信 分析化学 23 176~181 (1974)
- 2) 提健一, 本山茂二, 落合健一, 寺門茂 日本分析化学会第23年会予稿集 2 B 08
- 3) 吉村征二, 大和考司, 野村保, 木村均, 木下睦 日本保健物理学会第10回研究発表
会予稿集 45 (984)

20. 廃気中のトリチウムの分析法

1. 要 旨

コールドトラップで集めた試料をメンブランろ紙でろ過したあと測定用バイアルにとり、液体シンチレータを加え、よく振り混ぜたのち、液体シンチレーション測定器により、トリチウムの β 線 ($\beta_{\max}$, 18 KeV) を測定する。

2. 適用範囲および分析精度

本法によると、測定用液量を 1 mℓ とし、測定時間を10分としたとき、 10^{-8} μCi / mℓ まで測定可能である。そのときの誤差は、約 30 %である。

3. 試薬および器具

- 1) 液体シンチレータ；ジオキサン 1 ℓ に PPO 40g , POPOP 0.75 g , ナフタリン 120 g を溶解する。
- 2) トリチウム標準液；RCC (Radiochemical Center, U. K.) 製標準溶液
- 3) メンブランろ紙；25 ϕ mm 0.45 μ m
- 4) シンチレーションバイアル；容量 20 mℓ 低カリガラスまたはポリエチレン製専用バイアル
- 5) シンチレーション測定器；Aloka 製 LSC- 601 型

4. 分析操作

操 作	備 考
1) 試料 30 mℓ をメンブランろ紙でろ過し、ろ液を 50 mℓ ビーカーに受ける。ろ紙はすてる。	1) 25 ϕ mm 用ろ過棒を用いる。 ^3H 以外の β エミッターが多いときは、蒸留を行なう。(図1参照)
2) ろ液 1 mℓ を正確にピペットでとり液シン用バイアルに入れこれにシンチレータ 15 mℓ を加え、キャップをし、よく振り混ぜる。	2) 液が浸み出さないようしっかりとキャップをすること。
3) バイアルの外壁をティッシュ等を用いよく拭いてから、シンチレーション測定器によりトリチウムの β 線を測定する。	3) 測定器の使用については、備え付けの取扱い説明書によること。クエンチング補正用標準線源としては、測定器に備え付けのもの、または精度の高い分析

操 作	備 考
5) 試料, および標準線源と同時にシンチレータのみ 15 mℓ をバイアルにとりブランク試料として測定する。 6) 計算式を次に示す。	が必要な場合には, 標準溶液と使用しているシンチレータとで新たに作成する。

5. 計 算

$$\text{トリチウム濃度 (}\mu\text{Ci/m}\ell\text{)} = \left(\frac{A_S}{T_S \cdot E_S} - \frac{A_B}{T_B \cdot E_B} \right) \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

ただし, A_S ; 測定時間 T_S (min) における試料の計数

A_B ; 測定時間 T_B (min) におけるブランク試料の計数

E_S ; 試料の計数効率 (%)

E_B ; ブランク試料の計数効率 (%)

$$\text{誤 差 } \sigma (\mu\text{Ci/m}\ell) = \sqrt{\frac{A_S}{T_S^2 \cdot E_S^2} + \frac{A_B}{T_B^2 \cdot E_B^2}} \times \frac{100}{2.22} \times 10^{-6}$$

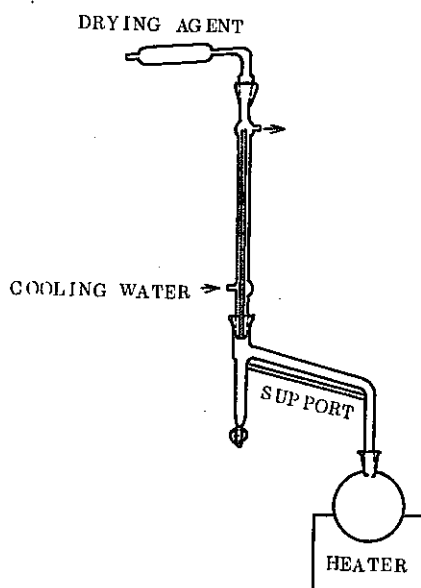


図1 蒸留装置

21. 廃気中ヨウ素の捕集法 (再処理スタックモニター)

1. 要 旨

排気中のヨウ素をスタックモニターに装着したチャコール含浸カートリッジを用いて捕集する。

2. 器 具

- 1) スタックモニターサンプリングユニット：図 1
- 2) チャコールフィルター；東洋CP-20，60φmm
- 3) チャコールカートリッジ；30～60メッシュチャコールを充填したもの。

3. 設置場所

再処理主工場A 464 スタックモニターサンプリングユニットのヨウ素モニター部に装着する。

4. 操 作

操 作	備 考
1) チャコール・フィルター，およびチャコール・カートリッジに捕集開始日を記入する。	
2) ヨウ素モニターのカートリッジホルダーにチャコール・フィルタおよびチャコール・カートリッジを装着する。	2) ろ紙がはみ出したり，すき間が出来たりしないように注意する。
3) 流量調整バルブを開き，流量を調整する。	
4) フロメータにより流量を読み取り，捕集開始時刻および流量を記録する。	4) 流量が異常に低いときは，ろ紙およびカートリッジ装着不備が考えられるので点検する。
5) 捕集は，1週間連続して行なう。	
6) 捕集終了時の時刻，流量，その他試料の形状等特記すべき事項を記録する。	6) カートリッジをはずす前に流量を読み取る。

操 作	備 考
7) 流量調整バルブを閉じ, フィルターおよびカートリッジをビニル袋に入れ, テープで密閉する。	

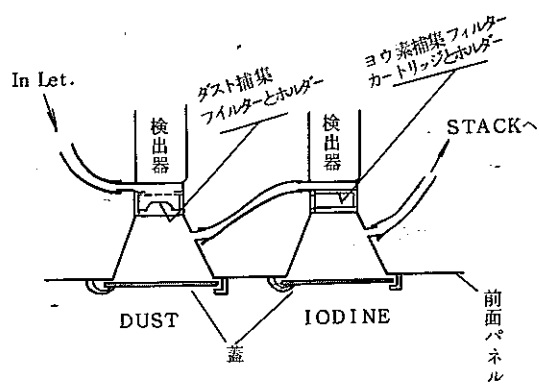
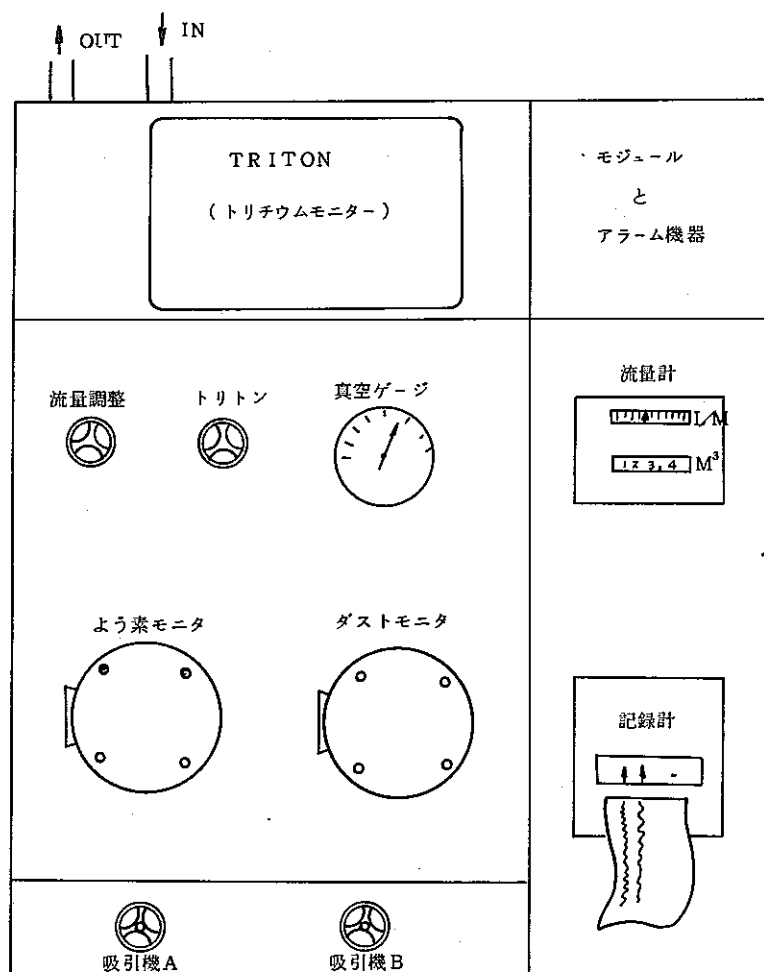


図1 スタックモニターサンプリングユニット

22. 廃気中の ^{131}I 分析法

本法は、「Ge (Li) 検出器を用いた γ 線スペクトロメトリ」(40・221・55・GELI・01 (1975)) によるものとする。

23. 廃気中ダストの捕集法

1 要 旨

排気中のダストを1週間連続して、スタックモニターサンプリングユニットにより、HE-40ろ紙に捕集する。

2 器 具

- 1) 捕集用ろ紙；東洋HE-40ろ紙
- 2) スタックモニターサンプリングユニット：図1
- 3) ろ紙ホルダー
- 4) 採集ろ紙保管棚
- 5) 放射能測定用試料皿；50φmm ステンレス製

3 設置場所

再処理主工場A-464室のスタックモニターサンプリングユニットのダストモニター部に装着する。

4 操 作

操 作	備 考
1) ろ紙に、捕集開始日を記入する。	
2) ろ紙を、スタックモニターのダストモニター内のろ紙ホルダー部分に装着する。	2) ろ紙がはみ出したり、すき間が出来たりしないように注意する。
3) 流量調整バルブを開き流量を調整し捕集開始時刻を記録する。フローメータにより流量を読み取り捕集開始時流量として記録する。	3) 流量が異常に低いときは、ろ紙の設置不備が考えられるので点検する。
4) 捕集は、1週間連続して行なう。	
5) 捕集終了時の時刻、流量、その他試料の形状等特筆すべき事項を記録する。	5) 流量調整バルブを閉じる前に流量を読み取る。
7) ろ紙を取り出し、測定用試料皿に捕集ダストが脱	

操 作	備 考
落しないように入れる。 7) 薄いプラスチックシートでつつみ、採取ろ紙保管 棚に保管する。	7) サランラップなどがよい。

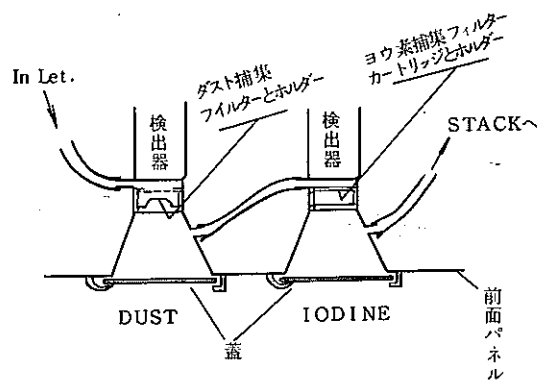
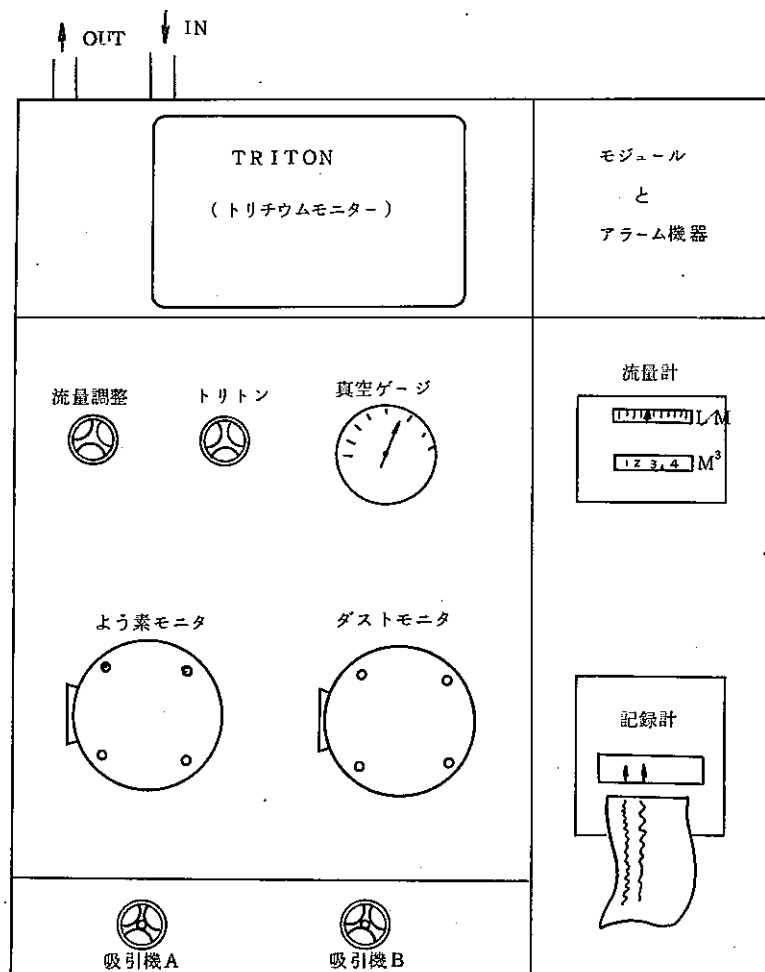


図1 スタックモニターサンプリングユニット

24. 排気ダスト中全アルファ放射能測定法

1. 要 旨

排気中のダストを捕集したろ紙からの α 線をエネルギー区分なしに測定し、 α 線標準線源との比較により排気中ダストの α 放射能を $[\mu\text{Ci}/\text{cm}^3 \cdot \text{air}]$ の単位で求める方法である。

2. 適用範囲および精度

本方法は、 $5 \text{ pCi}/\text{ろ紙}$ 以上の試料に適用できる。この場合、計測時間 20 分として、誤差は約 30 % である。

3. 機 器

- 1) α 線標準試料（およそ 500 dpm 位の U_3O_8 または PuO_2 電着線源）
- 2) ステンレス製試料皿（ $2'' \phi$ ）
- 3) $2'' \phi$ 、 $\text{ZnS}(\text{Ag})$ シンチレーション α 線計数装置
または、 Si-SSD α 線計数装置

4. 測 定

操 作	備 考
1) 排気中ダストを捕集したろ紙を測定用試料皿に入れて実験室に持ち帰り、自然に存在するラドン及びトロンの娘核種の減衰を待つため少なくとも 3 日間以上放置しておく。 2) α 用計数装置で計測する。	

次式によって放射能濃度を算出する。

$$\text{全 } \alpha = \left(\frac{n}{t_n} - \frac{n_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{\eta} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{Q} \times 10^{-6} [\mu\text{Ci}/\text{cm}^3]$$

ここで

n : 試料（ろ紙）計数 [count]

t_n : 試料計数時間 [分]

n_b : 自然計数 [counts]

t_b : 自然計数時間 [分]

η : α 線標準試料を用いて得た計数効率で、次式によって求める。

$$\eta = \left(\frac{n_u}{t_u} - \frac{b}{t_b} \right) / N_u$$

n_u : 線源計数値 [counts]

t_u : 線源計数時間 [分]

N_u : 線源壊変率 [dpm]

Q : スタックモニターサンプリングユニットにより吸引された空気の総流量 [cm^3] 。

Q は次式により求める。

$$Q = \frac{q_1 + q_2}{2} (t_2 - t_1) \times 1000 \quad [cm^3]$$

ここで

q_1 : ろ紙設置時の流量 (ℓ / 分)

q_2 : ろ紙除去時の流量 (ℓ / 分)

t_1 : ろ紙設置時刻

t_2 : ろ紙除去時刻

ただし、 $t_2 - t_1$ の単位は [分] である。

25. 排気ダスト中全ベータ放射能測定法

1. 要 旨

排気中のダストを捕集したろ紙からの β 線をエネルギー区分なしに測定し、ウランの標準線源との比較により排気中ダストの β 放射能を $[\mu\text{Ci}/\text{cm}^3 \cdot \text{air}]$ の単位で求める方法である。

2. 適用範囲および精度

本方法は、 $10 \text{ pCi}/\text{ろ紙}$ 以上の試料に適用できる。この場合、計測時間15分として、誤差は約30%である。

3. 機 器

- 1) F. P. 標準ろ紙試料（およそdpm位のもの）
- 2) ステンレス製試料皿（2"φ）
- 3) 2"φ GM計数装置

4. 測 定

操 作	備 考
1) 排気中ダストを捕集した濾紙を測定用試料皿に入れて実験室に持ち帰り、自然に存在するラドン及びトロンの娘核種の減衰を待たため少なくとも3日間以上放置しておく。 2) 2"φ GM計数装置で計測する。	

5. 計 算

次式によって放射能濃度を算出する。

$$\text{全}\beta = \left(\frac{n}{t_n} - \frac{n_b}{t_b} \right) \times \frac{1}{\eta} \times \frac{1}{2.22} \times \frac{1}{Q} \times 10^{-6} \quad [\mu\text{Ci}/\text{cm}^3]$$

ここで

n : 試料（ろ紙）計数 [counts]

t_n : 試料計数時間 [分]

n_b : 自然計数 [counts]

t_b : 自然計数時間 [分]

η : F. P. 標準ろ紙試料を用いて得た計数効率で、次式によって求める。

$$\eta = \left(\frac{n_u}{t_u} - \frac{n_b}{t_b} \right) / N_u$$

n_u : 標準線源計数 [counts]

t_u : 標準線源計数時間 [分]

N_u : 標準線源壊変率 [dpm]

Q : スタックモニターサンプリングユニットにより吸引された空気の総流量 [cm^3]。

Q は次式により求める。

$$Q = \frac{q_1 + q_2}{2} (t_2 - t_1) \times 1000 \text{ } [cm^3]$$

ここで

q_1 : ろ紙設置時の流量 (l /分)

q_2 : ろ紙除去時の流量 (l /分)

t_1 : ろ紙設置時刻

t_2 : ろ紙除去時刻

ただし、 $t_2 - t_1$ の単位は [分] である。

2.6. 廃気中の ^{129}I 分析法

1. 要 旨

廃気中のヨウ素を捕集した活性炭カートリッジ中の活性炭を粉碎し、ヨウ素をアルカリ浸出後、四塩化炭素、トルエンで抽出精製し、液体シンチレーション法またはAgI沈殿にして、低バックグラウンド β 線測定法により定量する。

2. 適用範囲および精度

本法は活性炭に吸着された放射性ヨウ素の定量に適用でき、 ^{129}I に対し、検出限界は、液体シンチレーション法の場合 3 pCi / 試料、低バックグラウンド β 線測定法の場合 1 pCi / 試料であり、その誤差は計測時間 60 分として、約 30 %である。

3. 試薬および装置

- 1) 硝 酸
- 2) 亜硫酸水 (6 %)
- 3) 亜硝酸ナトリウム粉末, 溶液 (1 M)
- 4) I 担体溶液 ; ① ヨウ化ナトリウム 2.181 g を精秤し水で溶解し 100 mℓ に希釈する。(10 mgI / mℓ)
② 結晶ヨウ素 1.269 g を精秤し、トルエンで溶解し 100 mℓ に希釈する。
(10 mgI / mℓ)
- 5) 水酸化ナトリウム溶液 ; 1 M, 1 %
- 6) 四塩化炭素
- 7) トルエン
- 8) 2-メチル1-ブテン
- 9) シンチレータ ; PPO 5 g , ジメチルPOPOP 0.1 g をトルエン 250 mℓ に溶かす。
- 10) 放射能測定装置 ; 液体シンチレーション計数装置 (Aloka LSC-60D) , または、低バックグラウンド放射能測定装置 (Aloka LBC-3)
- 11) 紫外線蛍光灯 ; 15 W
- 12) 試料粉碎器
- 13) 分光光度計 ; 波長 500 nm, 1 cm セル
- 14) 冷却管付三角フラスコ ; 冷却管の長さ 30 cm, 容量 500 mℓ
- 15) 測定用バイアル ; 容量 20 mℓ , 低カリガラス製
- 16) 硝酸銀溶液 ; 1 %

4. 安全

四塩化炭素、トルエン、2-メチル1-ブテンは揮発性なので通風に留意し蒸気を吸入しないよう注意すること。

5. 分析操作

操 作	備 考
1) チャコールカートリッジから活性炭をとり出し、粉碎器で粉末にする。	1) カートリッジ1コづつ粉碎する。
2) 冷却管をはずし、三角フラスコ(500 mℓ)に粉末にした活性炭を入れ、I担体溶液⑦(10 mg I/mℓ)1 mℓを加える。	
3) NaOH溶液(1 M) 100 mℓを加え、湯浴上で加温、振とうし、1時間後にグラスファイバーろ紙でろ過する。	3) ろ液は分液ロート(500 mℓ)に受ける。
4) 残査をもう一度、3)と同様に浸出し、ろ液は、合せる。	
5) ろ液の入った分液ロートに、HNO ₃ 20 mℓ, NaNO ₂ 2gを加え、静かに振り混ぜたのち、流水で冷却する。	
6) CCl ₄ 100 mℓを冷却した分液ロートに入れ、2分間はげしく振り混ぜてIを抽出する。	6) ヨウ素は、桃色となりCCl ₄ 相(下層)に抽出される。
7) 静置し二層に分離したのち、CCl ₄ 相(下層)を別の分液ロートに移す。残った水相に、新しいCCl ₄ を加え、2分間抽出する。同様にCCl ₄ 相は別の分液ロートに合わせる。	
8) 抽出したCCl ₄ 相に水100 mℓを加え、1分間ふり混ぜたのち水相(上層)をすてる。	8) CCl ₄ 相(下層)を別の分液ロートに移す。
9) 水20 mℓ、亜硫酸水20 mℓを加え、2分間はげしく振り混ぜて、Iを逆抽出する。	9) 桃色は消える。
10) 水相を分液ロート(100 mℓ)に移し、CCl ₄ 相に水20 mℓを加え、さらに2分間逆抽出する。	
11) 逆抽出した水相を分液ロート(100 mℓ)に合わせ、HNO ₃ 2 mℓ、1 M NaNO ₂ 溶液1 mℓを加え振り混ぜたのち、ホールピペットでトルエンを20 mℓ加えて、2分間はげしく振とうし、Iを有機相(上層)に抽出する。水相はすてる。	11) 低バックグラウンドβ計測法で行なう場合は、逆抽した水相について操作15)以下を行なう。

操 作	備 考
12) 測定用バイアルに、トルエン相からホールピペットで 15 mℓ を分取する。	12) 回収率補正用にトルエン相 250 μℓ を 10 mℓ メスフラスコにとりトルエンで希釈し、15～60 分の間に 500 nm で比色し回収率 K を求める。
13) 2-メチル1-ブテン 1 mℓ を加え、蓋をしてふりまぜ、紫外線蛍光灯で照射し脱色する。(日光でもよい)	
14) シンチレータ 5 mℓ を加え、よくふりまぜ、液体シンチレーション計数装置で ^{129}I の β 線を測定し、6.計算に従って ^{129}I 量を求める。 〔低バックグランド β 線測定法の場合〕	14) 液体シンチレーション計数装置の取扱説明書をよく読むこと。 ^{129}I は ^{14}C と同条件で測定する。
15) 操作 11) および備考に記した逆抽水相をビーカー (300 mℓ) に移し、5 分間煮沸して SO_3 ガスを追い出す。	
16) HNO_3 1 mℓ を加え、硝酸銀溶液 (1%) を 5 mℓ 加える。加温熟成後放冷する。	
17) 沈殿を分離型フィルターにセットしたメンブランろ紙 (径 24 mm, 孔径 3 μ) で吸引ろ過し、水で洗浄後、真空乾燥する。	17) ろ紙の重さは予め測定しておく。
18) 乾燥後、秤量し、低バックグランド放射能測定装置で β 線を計測する。	
19) 6 計算に従がい ^{129}I 量を求める。	

6. 計 算

〔液体シンチレーション計数法の場合〕

$$^{129}\text{I} \text{ 濃度 (pCi/試料)} = \left(\frac{A_s}{T_s \cdot E_s} - \frac{A_B}{T_B \cdot E_B} \right) \times \frac{100}{2.22} \times \frac{20}{15} \times \frac{100}{K}$$

ただし

 A_s : 測定時間 T_s (分) における試料の計数 A_B : 測定時間 T_B (分) におけるブランク試料の計数 E_s : 試料の計数効率 (%) E_B : ブランク試料の計数効率 (%)

K : 回収率 (%) (備考 12) および 7.解説を参照)

$$\text{誤差 } \sigma \text{ (pCi/試料)} = \sqrt{\frac{A_s}{T_s^2 \cdot E_s^2} + \frac{A_B}{T_B^2 \cdot E_B^2}} \times \frac{100}{2.22} \times \frac{20}{15} \times \frac{100}{K}$$

(ブランク試料の調整法)

〔担体溶液④ 1 mℓをバイアルにとり、トルエン 13 mℓ、2-メチル1-ブテン 1 mℓを加え、操作 13)と同様に紫外線を照射し脱色後、シンチレータ 5 mℓを加える。これをブランク試料として測定する。〕

〔低バックグラウンド放射能測定法の場合〕

$$^{129}\text{I} \text{濃度 (pCi / 試料)} = \left[\left(\frac{N_S}{t_S} - \frac{N_B}{t_B} \right) \pm \sqrt{\frac{N_S}{t_S^2} + \frac{N_B}{t_B^2}} \right] \times \frac{100}{E} \times \frac{100}{R} \times \frac{1}{W} \times \frac{1}{2.22}$$

ここで

N_S : 試料の計数値

N_B : バックグラウンドの計数値

t_S : 試料の計数時間 (分)

t_B : バックグラウンドの計数時間 (分)

E : 測定器の計数効率 (%) (= 50 %)

R : 回収率 (%) = 回収された AgI 沈殿重量 (mg) $\times$ 5.405

W : 試料の自己吸収 (AgI 沈殿量に対し、計数率をプロットし、O 重量の計数率外挿値との比を求める。)

7. 解説と文献

低バックグラウンド放射能測定法では同時に ^{129}I と ^{131}I を分別測定できない。

試料の冷却時間が短い場合は、 ^{129}I の他に ^{131}I が混入しているので、この場合は、予め、 ^{129}I および ^{131}I についてそれぞれ自己吸収率 (η_0 および η_1) を求めておき、2 回測定を行い、次式から ^{129}I と ^{131}I の計数値 (I_0 および I_1) を算出する。

$$\begin{cases} \eta_0 I_0 + \eta_1 I_1 = A_1 \\ \eta_0 I_0 + \left(\frac{1}{2}\right)^{t/\tau} \eta_1 I_1 = A_2 \end{cases}$$

ここで t : 第 1 回測定から第 2 回測定までの日数 (日)

τ : ^{131}I の半減期 (8.04 日)

A_1 : 第 1 回測定の計数率 (cpm)

A_2 : 第 2 回測定の計数率 (cpm)

(回収率の補正)

よう素 100 mg を正しく秤りとり、100 mℓ メスフラスコ中でトルエンで溶解する (1 mg / mℓ)。このうち、100 $\mu\ell$ を 10 mℓ メスフラスコに正しく分取し、トルエンで希釈したのち、15 ~ 60 分の間に 500 nm でトルエンを対照にして比色する。数回の測定の平均値を A_{STD} とすると回収率 K は試料の吸光度 A のとき $K = \frac{A}{A_{STD}} \times 100$ (%) となる。

(文 献)

1. 池田長生ほか, 「原子力平和利用に伴う環境放射能の影響と環境の保全に関する研究 I」文部省総合研究(A) 838024 (1973) 報告書(1974年3月) P11 ~ 13
2. R.G. Wille & M. L. Good, J. Am. Chem. Soc. 79, 1040 ~ 43 (1957)
3. J.J. Gabay, G.J. Paperiello, S. Goodyear, J.C. Daly & J.M. Matuszek, Health phys. 26 (Jan.) 89 - 96 (1974)