

3 環境理学課

(1) 陽イオン交換樹脂カラム法による 放射性ストロンチウム分析法の検討

岩崎ゆかり, 吉田 政敏

1. はじめに

^{90}Sr は、 β 線のみを放出するため、放射能測定試料の調整には、放射化学分離が必要である。その中でも、同じアルカリ土類金属である環境試料中に多量に含まれているCaとの分離が重要である。

科学技術庁放射能測定法シリーズ「放射性ストロンチウム分析法（3訂）」（1983年）では、Caの分離法として発煙硝酸法、イオン交換法、シュウ酸塩法、溶媒抽出法が記載されているが、従来から発煙硝酸法を採用していた。しかし、この方法は、多量の発煙硝酸を取り扱わなくてはならないため、分離操作に危険を伴う。そこで、比較的安全で分離所要時間も短縮できるイオン交換法の定型分析への適用を検討したので、その結果を報告する。

2. 実験及び結果

(1) 陽イオン交換樹脂カラムの選定

分析供試量を変えることなく分離できるカラムの径、高さ、溶離液量について検討した。

現在、11種類の環境試料について放射性ストロンチウムの分析を行っている。その分析供試量とその中に含まれるCa、Srの平均的な量を表1に示した。

表1 分析供試量とカルシウム、ストロンチウム量

試料名	Ca(g)/供試料	Sr(g)/供試料 (担体を含む)	供試量
陸 土	<0.1	0.1	100g乾土
陸 水	0.1	0.12	100ℓ
はんだわら類	1.0	0.15	灰10g
かわはぎ	2.3	0.07	"
精 米	0.05	0.05	"
牛 乳	1.4	0.05	"
なまこ	0.6	0.07	"
松 葉	1.8	0.08	"
ほうれん草	1.0	0.08	"
海 底 土	31	0.3	100g乾土
海 水	4.8	0.1	10ℓ

海水、海底土を除くすべての試料については、カラムに通す時点でのCaはおよそ2.5g以下である。従って、まずCa3gとSr0.1gを分離可能なカラムを選定するために実験①を行った。

実験① 模擬試料 (Ca 3 g, Sr 0.1 gを添加した HCl (1+23) 溶液) を表2の条件で分離し溶離曲線を作成した。分離操作については、科学技術庁放射能測定法シリーズ「放射性ストロンチウム分析法(3訂)」(1983年)と日本分析センターでの検討を参考に行った。

表2 イオン交換法の条件

カラム	内径 3 cm × 高さ 26 cm
陽イオン交換樹脂	Dowex 50W-X 8 100~200メッシュ (コンディショニング済み)
溶離液A	2 M酢酸アンモニウム : メタノール = 1 : 1
溶離液B	2 M酢酸アンモニウム
流速	2 ~ 3 ml/sec
測定器	原子吸光分光光度計 (SAS-7500)

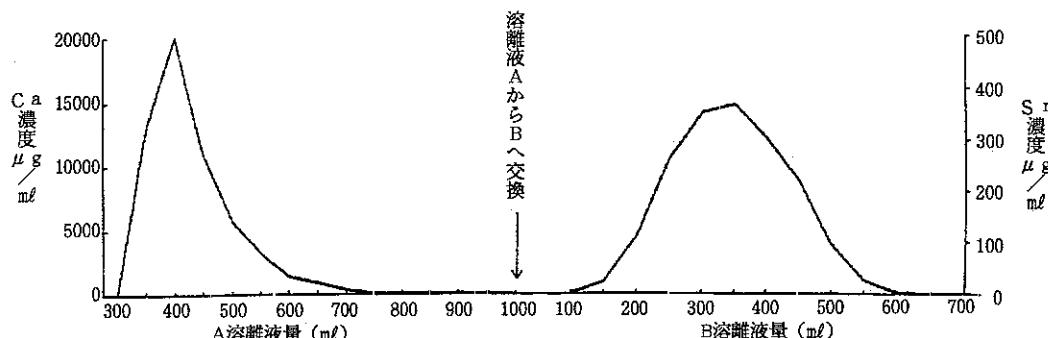


図1 溶離曲線 (Ca 3 g Sr100mg)

結果は、図1に示すとおり溶離液A, BそれぞれにSr, Caの溶出はなく、完全に分離でき溶離液Aは1000ml, 溶離液Bは700mlを要した。

次に、海水、海底土試料用のカラム選定のためにCaを5 g, 7 gと増やし、それに伴ってカラムの容量を変えて実験②を行った。

実験② 模擬試料 (Ca, Srを添加した HCl (1+23) 溶液) を表2の条件でカラムを変えて分離した。

表3の結果から、Caが5 gまでの試料については、4 cm ϕ × 30cmのカラムで分離できることが確認でき、この時、溶離液A, Bはそれぞれ2000ml, 1300mlを要した。

表3 カラムサイズの拡大による分離能力の検討結果

カラムの条件			添加量		結果
内径(cm)	高さ(cm)	樹脂量(ml)	Ca(g)	Sr(g)	
3	26	184	5	0.3	不可
3	30	212	5	0.3	不可
4	30	377	5	0.3	可
4	30	377	7	0.3	不可
4	33	414	7	0.3	不可

しかし、Caが5gより多い試料については、樹脂量が414mLでも分離できず樹脂量を増やすことによって分離可能になると予想されるが、それに比例して溶離液量も増え、分離時間が長くなるので定型分析におけるイオン交換法での分離は不適当だとおもわれる。

次に、実際に環境試料を使って実験した。

実験③ Ca 2.34g と Sr 49mgのかわはぎ試料について、表2の条件で分離し溶離曲線を作成した。

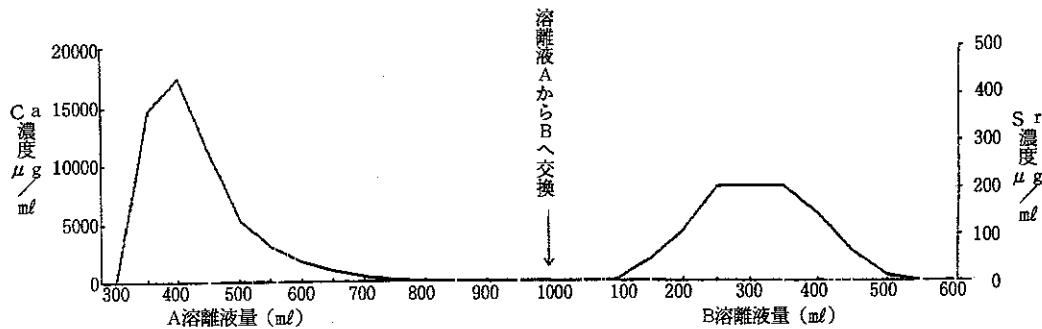


図2 溶離曲線 (かわはぎ Ca2340mg Sr49mg)

完全に分離でき溶離液Aは1000mL、溶離液Bは600mLを要した。

実験④ Caが約5gの海水試料について4cmφ×30cmのカラムで実験したが樹脂に吸着できず分離できなかった。

以上の結果から分析する環境試料については、内径3cm×高さ26cmのカラムのみを用い、Ca 3g以下の試料についてイオン交換法を適用することとした。

(2) 発煙硝酸法とイオン交換法との比較

(1)の検討結果をもとにカラム条件を、内径3cm×高さ26cm、溶離液Aは1000mL、溶離液Bは800mLとし、図3のフローシートに従って、平成2年度、3年度の環境試料の中から27試料について、発煙硝酸法とイオン交換法で分析を行いその結果の比較を行った。

なお、海水、海底土試料については、発煙硝酸法でCaを3g以下にしてからイオン交換法で分離した。

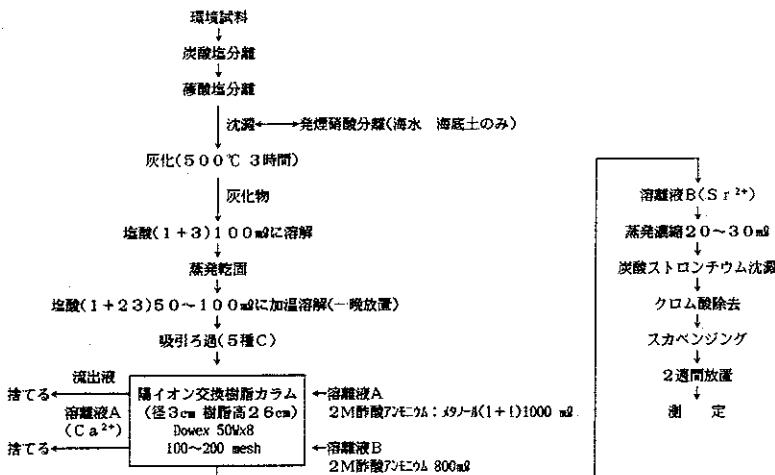


図3 陽イオン交換樹脂カラム分析方法

表4 イオン交換樹脂カラム法と発煙硝酸法による環境試料中の⁹⁰Sr分析結果

():回収率%

試料名	単位	発 煙 硝 酸 法	イ オ ン 交 換 法
ほんだわら類 ①	Bq/kg生	0.17±0.028 (99.7)	0.16±0.045 (85.9)
" ②	"	0.094±0.028 (92.3)	0.17±0.033 (88.1)
" ③	0.16	0.16±0.39 (91.9)	0.12±0.035 (98.1)
" ④	"	0.099±0.038 (100)	0.19±0.063 (59.9)
" ⑤	"	0.17±0.051 (84.8)	0.23±0.052 (91.7)
" ⑥	"	0.17±0.037 (81.9)	0.16±0.041 (72.7)
" ⑦	"	0.16±0.036 (88.7)	0.23±0.047 (64.5)
" ⑧	"	0.27±0.052 (69.2)	0.19±0.038 (95.1)
" ⑨	"	0.17±0.046 (73.1)	0.23±0.053 (63.8)
かはわき ①	"	0.039±0.025 (98.9)	0.054±0.035 (76.5)
" ②	"	0.16±0.039 (69.7)	0.11±0.032 (82.3)
なまこ	"	0.12±0.038 (68.6)	0.16±0.039 (70.5)
牛乳 ①	Bq/ℓ	0.030±0.0054 (96.2)	0.037±0.0055 (100)
" ②	"	0.030±0.0054 (84.3)	0.026±0.0054 (83.3)
" ③	"	0.030±0.0058 (76.0)	0.038±0.0053 (91.0)
精米	Bq/kg生	0.0074±0.0027 (92.5)	0.012±0.0045 (74.6)
ほうれん草	"	0.33±0.033 (61.1)	0.41±0.036 (59.3)
松葉	"	2.0±0.052 (62.6)	2.1±0.054 (64.3)
陸土 ①	Bq/kg乾土	2.7±0.16 (63.7)	3.1±0.16 (69.9)
" ②	"	1.7±0.12 (72.2)	1.7±0.15 (83.8)
" ③	"	3.8±0.15 (95.9)	4.5±0.19 (67.1)
" ④	"	1.2±0.098 (94.9)	1.3±0.12 (68.4)
水道水	mBq/ℓ	1.9±0.12 (84.9)	2.3±0.14 (69.6)
海底土 ①	Bq/kg乾土	0.37±0.061 (98.8)	0.38±0.13 (60.6)
" ②	"	0.16±0.073 (77.4)	0.22±0.063 (93.3)
海水 ①	mBq/ℓ	2.5±0.70 (84.9)	3.3±1.1 (65.1)
" ②	"	5.4±1.1 (52.4)	4.8±1.1 (64.2)

すべての試料について互いの放射能濃度値が測定値±3 σ以内であり、良く一致した。

3. ま と め

以上の結果をもとに、平成4年度より「玄海原子力発電所周辺の環境放射能調査」の⁸⁰Sr定型分析に陽イオン交換樹脂カラム法を適用している。

従来の発煙硝酸法に比べて海水、海底土試料については、1～2回の発煙硝酸分離が必要であるが、それでも分析作業の危険性が減少し、分離所要時間も短縮できた。

また、今後は、多数のカラムの同時処理に有効で、流量調節が正確にできるロータリーポンプを設置して、それに伴いカラム管立ても整備して、定常業務のより効率化を図りたいと考えている。

参考文献

- 1) 科学技術庁放射能測定法シリーズ「放射性ストロンチウム分析法（3訂）」（1983年）
- 2) 日本分析センター広報No13 1987 P. 28～32

(2) 佐賀県における放射能調査（平成2年度）

保坂 昇一, 中島 英男, 吉田 政敏,
岩崎ゆかり

1. はじめに

科学技術庁委託による「平成2年度環境放射能水準調査」の概要を報告する。

なお、上記の委託調査のほかに、原子力発電所周辺の環境放射能調査を実施しているが、その調査結果については、平成3年7月に公表した「玄海原子力発電所の運転状況及び周辺環境放射能調査結果(年報)」に記載している。

2. 調査の概要

(1) 調査対象

平成元年度と同様に、空間放射線及び環境試料中の放射能について調査を行った。

空間放射線は佐賀市の1ヶ所で、連続測定及び毎月1回のサーベイメータによる測定を行った。

環境試料中の放射能については、ゲルマニウム半導体検出器を用いた核種分析を実施した。

調査対象試料数は、降水95の全 β 放射能測定、降下物12、大気浮遊じん4、上水2、土壤2、農産物2、精米1、牛乳2、日常食4、水産生物1試料の核種分析と牛乳6試料中のヨウ素-131を測定した。

(2) 測定方法

空間放射線測定及び環境試料中の放射能測定は、科学技術庁編の各種放射能測定法シリーズ及び「放射能測定調査委託実施計画書（平成2年度）」に基づいて行った。

(3) 測定装置

全 β 放射能………A l o k a : L B C451低バックグラウンド放射能測定装置

核種分析………東 芝: P G T G e 検出器, Eシリーズ 4096 ch MCA

牛乳中の¹³¹I………B I C R O N: 3" × 4" NaI(Tl) 検出器, Eシリーズ 1024 ch MCA

空間放射線………A l o k a : 1" × 1" NaI(Tl) モニタリングポスト, T C S - 121C
サーベイメータ

(4) 調査結果

調査結果は次表のとおり。

I に定時降水試料中の全 β 放射能調査結果を示す。

II に牛乳中の¹³¹Iの分析結果を示す。

III に各種環境試料中の核種分析測定調査結果を示す。

IV に空間放射線の計数率連続測定及び線量率の測定結果を示す。

3. まとめ

平成2年度の調査では、定時降水中の全 β 放射能、環境試料中の核種分析及び空間放射線の測定結果は、前年度までの調査結果と同程度のレベルであり、異常は認められなかった。

また、環境試料中の核種分析で検出されている¹³⁷Csは、過去の核実験等の影響によるものと思われるが、その濃度は極めて低濃度であり特に問題となるものではない。