

日本海洋学会震災対応ワーキンググループ/分析・サンプリングサブグループ 放射能測定用海洋試料採取・計測の基本推奨方法

放射能測定用海水のCTD試料採取の基本

コンタミを避けるため、CTD 採水時、特に降雨時はデッキ回収後清水をかけてニスキン採水器の外側を洗う。

番号を振ったボトルを使用し、共洗いし、一試料につき 2 リットルボトル 2 本採取する。

採取後、採水記録のコピー（最低通し番号を書いた紙）をいれて、直ちにビニール袋でシールする。ボトルに余裕があれば 100m 以浅の 5 層は 2 リットル 3 本とする。

試料を実験室へ持ち帰り、緊急計測後、2 リットル海水試料に硝酸 4ml を加え、保存する。

鉛直採水層については、10、20、30、50、75、100、125、150、200、250、300、400m の 12 層を採水が好ましい。

表面海水中の懸濁粒子の採取

表面海水の採取は多量の海水(100-500L)を採取するために、研究船による航海においては、研究用海水採取システムを用いて行う。研究用海水の取水口に直接ホースを繋ぎ、カートリッジ式フィルターで濾過する(図 1)。



カートリッジ式フィルターでは、ポリサルフォン製(Polyethersulfone)のハウジング(図 2, PSF-500P, Advantec Corp.,

http://www.advantec.co.jp/japanese/hinran/tanpin/ppc_psf.html)を使用する。ハウジングに装着する取り替え式のカートリッジフィルター(図 3, 孔径 0.45 μ m, MCS-045-C10S, Advantec, 4950 円/個,



http://www.advantec.co.jp/japanese/hinran/tanpin/mcs_ccs.html)はポリサルフォン製メンブレンフィルターであり、異孔径の2層構造(0.65 μ m/0.45 μ m)となっている。濾紙の有効濾過面積は450 cm²であり、流速約 1.5 -4.5 L/min での濾過が可能である。流量については、排水口に流量計を取り付け濾過した海水の容積を記録しておく。例えばデジタル式流量計(Eggs Delta,

Oval, Japan)を用いて流量を計測する。ただし、流量計の計測値の信頼性を調べるため、現場において事前にキャリブレーションを行っておくこと。

計測のためのカートリッジフィルターの前処理は、現在、検討中である。

・注意点

1. 高濃度の放射性核種を含む海水を系に流すとそれ以降の試料が汚染される可能性がある。試料を採取後には、十分海水を流して交換するとともに、ハウジングも MQW で良く洗浄しておく。
2. 高濃度の放射性核種が付着している可能性があるため、フィルターカートリッジの取り替えにはサニメント手袋をはめて行うこと。
3. カートリッジフィルターは水を良く切った後、ユニパックに入れて、冷凍保存で持ち帰る。

海洋プランクトン試料の採取方法

震災前、海水中の Cs-137 濃度は、数 mBq/L であったが、現在は 100 倍程高いことが予想される。湿重量で 500g を集めれば、検出されると考えられる。放射線医学総合研究所での震災前の方法を紹介する。

- 1) 使用した動物プランクトン用ネット：口径 1600 mm, メッシュ 500 μ m、水深 50m 付近で採取した。
- 2) 青森県沖合 6 月で水深 0-500 m 水中積算バイオマスは、湿重量 (WW) で、15-46g WW/m², 乾燥重量 (DW) で 1-3 g DW/m²であった。
- 3) プランクトン試料は、凍結乾燥後に、灰にして、30-100g をゲルマニウム半導体検出器で計測する。

詳細は、放射線科学 2009 年 3 月号を参照されたい。

<http://www.nirs.go.jp/publication/rs-sci/index.shtml>

放射線医学総合研究所で用いたネットはORI ネットと同等のサイズである。大気海洋研究所では、目合 300-1000 μm を保有しているので、使用希望がある場合は、同研究所観測研究推進室からの借用が可能である。また、より大型の生物（数 cm までのマイクロネクトン）を対象とする場合はIKMT ネット、MOHT ネットが推奨される。生物量が多い海域ではボンゴネットが使える。サンプル量を稼ぐためには、傾斜曳、または、深度を設定した水平曳が効率的である。プランクトン試料については、軽くDW で水洗し、試料の湿重量を測定し、冷凍保存する。その一部は、井戸型用容器か同軸型検出器用のU8 容器に分取し、冷凍保存し、陸上で計測する。その後、全試料を真空乾燥して、保存する。

海底堆積物の採取と処理方法

試料採取法

マルチプルコアラー、ボックスコアラー、スミス・マッキンタイヤ型採泥器など、採取時の表面の攪拌が少ない(採取面積が 400 cm^2 以上の)採泥器を用いて少なくとも 5 cm 以上の堆積物を採取することが望ましい。ボックスコアラー およびスミス・マッキンタイヤ型採泥器を用いた場合は、 ϕ 70 cm 以上のサブコアラーによってサブサンプリングを行なう。採取面積を正確に計測する必要がある。

試料の処理法

採取後できるだけ早くチューブから押し出し、0.5~2 cm の層厚にスライスする。堆積コア表面の状態によっては、0~2 cm 層を表面試料とする。

試料の一部は、あらかじめ重量を測定した定容量の容器に詰め、乾燥後の重量を測定し、含水率および乾燥密度を計算する。残りの試料も乾燥させる(真空凍結乾燥が望ましい)。この際、含水率の算出のため乾燥前後の重量は測定しておく方が良い。

乾燥した試料は、メノウ乳鉢で軽く粉砕しながら、2 mm のメッシュで礫、貝殻片や植物片などを篩い分ける。篩い分けられた礫、貝殻片や植物片などは重量を測定しておく。乾燥粉砕後の試料は、ポリエチレン製の袋に入れ充分混合し均一にして測定まで保管する。

測定線源の調整

乾燥粉碎後の試料は再度乾燥機で 60 °Cで一晩乾燥放冷後、あらかじめ風袋を測定した測定容器に乾燥試料を最密充填する。密封後の測定容器重量を測定し測定試料とする。

測定容器としては、井戸型検出器の場合は PET（ポリエチレンテレフタレート）チューブ、プラーナー型あるいは同軸型検出器の場合は ねじ式のスチロール（U-9）容器などがある。いずれの場合も試料間で試料高さを一定にしておくことが望ましく、前者では 30～50 mm（井戸の深さよりも低くしておく）、後者では 20～30 mm 程度が良い。

緊急時におけるガンマ線スペクトロメトリーのための試料前処理方法（#24）

http://www.kankyo-hoshano.go.jp/series/pdf_series_index.html

海水

採取した海水を測定試料に調製する前処理方法および保存方法を示す。混入している海藻等の異物は沈降法等によって除くが、ろ過等の処理は行わない。測定容器としてマリネリ容器または小型容器を用いるときの方法を示す。

必要な機器、用具等

- ① ガンマ線用シンチレーションサーベイメータ
- ② マリネリ容器（容積 2l 程度）または小型容器（容積 100ml 程度）
- ③ マリネリ容器用内袋
- ④ 測定容器を封入するポリエチレン袋
- ⑤ メスシリンダー（2l、100ml）
- ⑥ 駒込ピペット

試料搬入時の注意点

- ① 試料の採取地および採取日を確認する。
- ② マリネリ容器を用いて測定するときは 2l 以上、小型容器の時は 100ml 以上の海水試料を用意する。
- ③ 採取した試料については、サーベイメータで放射能レベルを確認し、その結果を基に、分析者の被ばく防止、前処理を行う際の汚染防止および供試量に決定等について適切措置をする。

試料の前処理方法

マリネリ容器を用いるとき

- ① 試料を 2l メスシリンダーに移し入れ、正確に 2l とする。2l に調製する時は駒込ピペットを利用するとよい。
- ② マリネリ容器に専用の内袋を入れ、メスシリンダー中の試料を移し、測定試料とする。

小型容器を用いるとき

①試料を 100ml メスシリンダーに移し入れ正確に 100ml とする。100ml に調製する時は駒込ピペットを利用するとよい。

②小型容器に試料を移し、測定試料とする。

試料の保存方法

① マリネリ容器の測定試料は、内袋のまま他のポリエチレン袋に入れて保存する。

②小型容器の測定試料は、測定容器のまま他のポリエチレン袋に入れて保存する。

③いずれの測定試料でも、保存する場所は冷暗所がよい。

海藻類

海藻類を測定資料に調製する前処理方法および保存方法について示す。測定容器としてマリネリ容器または小型容器を用いるときの方法を示す。本法はコンブ、ワカメ、ヒジキ、テングサ等の食用海藻のほか、海洋の指標植物であるホンダワラ、カジメ等の非食用海藻にも適用できる。

必要な機器、用具等

①ガンマ線用シンチレーションサーベイメータ

②マリネリ容器（容積 2 l 程度）または小型容器（容積 100ml 程度）

③ハサミ、カッター、包丁

④マリネリ容器用内袋

⑤測定容器を封入するポリエチレン袋

試料搬入時の注意点

①試料の購入場所と購入日または生産地と採取日を確認する。

②マリネリ容器を用いて測定するときは 1 kg 以上（体積が 2 l 以上になる）、小型容器のときは 50 g 以上（体積が 100ml 以上になる）の海藻類を用意する。

③前処理操作を行う前に、サーベイメータで放射線レベルを確認し、その結果を基に、分析者の被ばく防止、前処理を行う際の汚染防止および供試料の決

定について適切な措置をする。

試料の前処理方法

以下のようにして不用の部分を除く。

- ①動植物、岩石の細片等の付着物を取り除くが、水洗いはしない。
- ②摂食する海藻については食用としない部分を取り除く。また、食用でない試料は平常時のモニタリングの場合と同様に処理する。

マリネリ容器を用いるとき

細切する必要に応じて、以下のようにして処理する。

1) 細切の必要のないとき（試料が1～2 cm以下のとき）

- ①マリネリ容器に専用の内袋を入れ、風袋重量をはかる。
- ②試料を内袋に空隙を作らないように標線まで入れ、測定試料とする。
- ③重量をはかり、先の風袋重量を差引き、測定試料重量を求める。

2) 細切が必要なき（試料が1～2 cm以上のとき）

- ①マリネリ容器に専用の内袋を入れ、風袋重量をはかる。
- ②試料にハサミ、カッター、包丁等で2 cm程度に細切する。
- ③これを内袋に空隙を作らないように標線まで入れ、測定試料とする。
- ④重量をはかり、先の風袋重量を差引き、測定試料重量を求める。

小型容器を用いるとき

- ①小型容器の風袋重量をはかる。
- ②試料をハサミ、カッター、包丁で1～2 cm程度に細切する。
- ③これをこの小型容器に空隙を作らないように入れ、測定試料とする。
- ④蓋をして、試料の厚さをはかり、測定試料とする。

試料の保存方法

①マリネリ容器の測定試料は、内袋のまま他のポリエチレン袋あるいは容器に入れて保存する。

②小型容器の測定試料は、測定容器のまま他のポリエチレン袋あるいは容器に入れて保存する。

③いずれの測定試料でも、凍結して保存するのが望ましいので、保存する場合は冷凍庫がよい。

Cs-137 を抽出するときの改良された方法

1、文部科学省マニュアルとの違い

マニュアルでは収率が安定せず、悪い場合りんモリブデン酸アンモニウムの重量収率は50-60%となる。放射化学収率も不明。

2、塩化セシウムをりんモリブデン酸アンモニウムとモル数で1:1となるように加えること、pHを1.6とすることで収率を安定させあげている。

3、硝酸を使用している。

4、りんモリブデン酸アンモニウムを4gで固定することにより、井戸型ゲルまでの測定の利便性を向上させている。

5、地下測定室へ持ち込むときのK-40除去まで見越した方法である。

詳細は下記論文参照

Aoyama M., K. Hirose (2008), Radiometric determination of anthropogenic radionuclides in seawater, In: *Analysis of Environmental Radionuclides, Radioactivity in the Environment, Vol. 2*, edited by Pavel P. Povinec., pp137-162, ISBN: 978-0-08-044988-3, Elsevier, Amsterdam, London.

2.2.3. Recommended procedure

We propose an improved AMP procedure with the ground-level γ -spectrometer as follows:

- 1) Measure the seawater volume (5-100 liters) and put into a tank with appropriate size.
- 2) pH should be adjusted to be 1.6-2.0 by adding concentrated HNO_3 (addition of 40 ml conc. HNO_3 for 20 litre seawater sample makes pH of sample seawater about 1.6).
- 3) Add CsCl of 0.26g to form an insoluble compound and stir at a rate of 25 litre per minute for several minutes.
- 4) Weigh AMP of 4g and pour it into a tank to disperse the AMP with seawater.
- 5) 1 hour stirring at the rate of 25 litre air per minute.
- 6) Settle until the supernate becomes clear. A settling time is usually 6 hours to

overnight, but no longer than 24 hours.

- 7) Take an aliquot of 50 ml supernate to calculate the amount of the residual caesium in the supernate.
- 8) Loosen the AMP/Cs compound from the bottom of the tank and transfer into a 1-2 litre of beaker, if it is necessary do additional step of decantation.
- 9) Collect the AMP/Cs compound onto 5B filter by filtration and wash the compound with 1M HNO₃
- 10) Dry up the AMP/Cs compound for several days in room temperature
- 11) Weigh the AMP/Cs compound and determine weight yield
- 12) Transfer the AMP/Cs compound into a Teflon tube of 4ml volume and subject to γ -ray spectrometry

2.2.4. *Underground γ -spectrometry*

- 1) the same procedure from step 1) to step 12)
- 2) Dissolve AMP/Cs compound by adding alkali solution
- 3) pH should be adjusted to be ca. 8.1 by adding 2M HCl and adjust the volume of solution ca. 70-100ml.
- 4) Perform precipitation of Cs₂Pt(Cl)₄ to add chloroplatinic acid (1g/5ml D.W) at pH = 8.1 and keep in refrigerator during a half-day.
- 5) Collect the Cs₂Pt(Cl)₄ precipitate onto filter by filtration and wash the compound with solution (pH = 8.1)
- 6) Dry up the Cs₂Pt(Cl)₄ precipitate for several days in room temperature
- 7) Weigh the Cs₂Pt(Cl)₄ precipitate and determine weight yield
- 8) Transfer the Cs₂Pt(Cl)₄ precipitate into a Teflon tube of 4ml volume and subject to underground γ -spectrometry

以上