# 開発成果報告書

# 放射能分析用

# 大豆認証標準物質(粉末状,低濃度)

JSAC 0761 JSAC 0762 JSAC 0763

# 2013年5月22日

公益社団法人 日本分析化学会

				22
1.	はじ	め	2	1
2.	開発	の約	圣緯 4月11日11日11日11日11日11日11日11日11日11日11日11日11日	1
3.	計量	k ŀ ∣	レーサビリティ	2
4.	候補	標	準物質の調製	3
5.	均質	〔性の	の評価	7
6.	共同	]実	険の報告結果及び特性値の決定	9
7.	不確	かる	さの算出	11
8.	標準	物	質の利用	15
9.	保管	上心	の注意及び認証値の安定性	16
10.	認証	書		16
11.	結語	i. J		16
添付資	資料	1	: 共同実験参加試験所が使用した参照標準の概略図	19
添付資	資料	2	: 大豆標準物質 試料調製の予備実験について	20
添付資	資料	3	: 共同実験参加試験所の測定条件と結果	26
添付資	資料	4	: 共同実験参加試験所のその他測定条件	33
添付資	資料	5	: 共同実験参加試験所からのその他の情報	36
添付資	資料	6	: Cs-134とCs-137測定値の関係	58
添付資	資料	7	:報告されたγ線スペクトル例	60
添付資	資料	8	:認証書	73

頁

# 開発成果報告書

# 放射能分析用 大豆認証標準物質 JSAC 0761,0762,0763

# 1. はじめに

東日本大震災に伴う福島第一原子力発電所事故により発生した放射性物質による環境汚 染の広がりは、国民生活の様々な側面に大きな影響を与えている.土壌表面に降下した放 射性物質は、表流水の移動などに伴って分布状態を変え、住環境における外部被ばく線量 に影響している.また、農地やその周辺に降下した放射性物質は、農作物などに取り込ま れて国民の内部被ばく線量の上昇を招く可能性が指摘されている.土壌などの環境試料や 食品中の放射性物質の量を正確に、かつ、迅速に測定する技術の開発は、放射能計測分野 に求められている火急の使命である.特に食品分析については、より微弱な放射能を定量 することが社会的なニーズとなっている.

分析値の信頼性を確保するには、測定対象物質の分析値を、類似の組成を持ち計量トレーサビリティが取れた標準物質の分析値と比較することが必要である.このため日本分析 化学会では、2011年度から標準物質委員会での議論や震災対応WGの方針等を踏まえ、原 発事故対応支援を考慮した放射能分析用標準物質の作製を開始し、すでに2012年6月1日 に土壌標準物質の供給を行っている.

危急の対応が必要の中,2012 年 6 月に放射能測定用標準物質開発が独立行政法人科学技 術振興機構(以下 JST と呼ぶ)の研究成果展開事業(先端計測分析技術・機器開発プログ ラム)の一つに採択され,武蔵大学 藥袋佳孝教授をチームリーダとして関連の標準物質開 発を継続・促進することとなった.昨年度(2012 年度)は、9 月の生産時期に間に合うよう に前期には玄米標準物質,後期には牛肉認証標準物質を開発した.今年度は,大豆,シイタ ケ等の標準物質の開発を予定している.本報告は,大豆認証標準物質(低濃度)の開発につ いて成果をまとめたもので,放射能濃度の認証値は次のとおりである.特性値は関連分野の 熟練試験所による共同実験方式で決定された.

Cs-134	$(37.1 \pm 2.6)$ Bq/kg $(k=2)$
Cs-137	$(68.2 \pm 4.6)$ Bq/kg $(k=2)$
K-40	$(619 \pm 60)$ Bq/kg (k=2)

#### 2. 開発の経緯

(公社)日本分析化学会 標準物質委員会では渋川委員より震災対応 WG の方針を踏まえ, 原発事故対応支援を考慮した放射能分析用標準物質の作製の提案がなされた.平井委員が 候補標準物質の調達を行うとともに,「放射能標準物質作製委員会」が平井委員長を中心に 発足し土壌認証標準物質が開発された.その後,JST の研究成果展開事業(先端計測分析技 術・機器開発プログラム)「放射線計測領域」の平成 24 及び 25 年度の開発課題「放射能 環境標準物質の開発」として採択され,武蔵大学 薬袋教授をリーダーとし,環境テクノス (株) 岩本氏をサブリーダーとする産学協同の体制が構築された. 土壌標準物質の開発を行 った放射能標準物質作製委員会も継続し、両者は連絡を密にして、これらの標準物質開発 に携わった.これまで、玄米認証標準物質及び牛肉認証標準物質の開発を終了した.今回 の大豆認証標準物質開発では、環境テクノス株式会社にて候補標準物質の調製が、東京都 市大学原子力研究所にて放射能測定による均質性試験が実施された.認証値は熟練試験 所による共同実験方式で決定された.

測定方法としては、我が国における放射能分析の代表的な指針である"平成4年改訂文 部科学省 放射能測定シリーズ 7「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメ トリー」"によることにした.

共同実験に参加した機関のリストを表1に示す.

表1 参加試験所リスト(順不同)
東京都市大学原子力研究所
東京都市大学工学部
明治大学理工学部
東京大学アイソトープ総合センター
(公財)日本分析センター
(公社)日本アイソトープ協会
(一財)日本食品分析センター
(独)放射線医学総合研究所
(独)日本原子力研究開発機構
(独)農業環境技術研究所
エヌエス環境株式会社
株式会社環境総合テクノス
日本ハム株式会社中央研究所

### 3. 計量トレーサビリティ

表2に参加試験所が用いた標準線源とその相対標準不確かさを示す.

Lab 番号	標準線源	検出効率校正の 相対標準不確かさ(%)
1	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP	2.35
2	Cs-134 及び Cs-137 : Eu-152 で校正 K-40 : KC1 で校正	2.3 (Cs-134, Cs-137) (校正に用いたエネルギーにおけ る誤差の二乗平均の平方根) 1.1 (K-40)

表2 参加試験所が用いた標準線源と校正法に起因する相対標準不確かさ

4	日本アイソトープ協会製 混合核種点 線源(MX402 53)(U8 容器)及び日本 アイソトープ協会製 CS-0509903(U8 容 器)	標準線源と校正式フイッティング の不確かさを合成した. 1.61
5	日本アイソトープ協会製9核種混合 放射能標準ガンマ体積線源(U8 容器)	体積標準線源として該当エネルギ ー範囲で1.0以下 ピーク効率の校正値として, 1.62 (Cs-134) 1.33 (Cs-137) 1.49 (K-40)
6	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2. 35
8	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2.35
10	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2.35
11	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2.6
14	Cs-134 及び Cs-137:値付けされた溶液 を秤量し,100 mLの水に滴下して作成 K-40:容量分析用水酸化カリウム溶液 100 mL 標準及び候補標準物質共に PE 製広ロビ ンに充填,ビンの側面を Ge 検出器(横 型)の前面アクリルキャップに密着さ せて測定	2.0 (Cs-134) 2.0 (Cs-137) K-40については核データの不確か さと計数誤差を合成した. 1.1 (K-40)
15	日本アイソトープ協会製9核種混合標 準溶液(MX010-0017)を,アルミナ粉 末と混合し,U8容器に50mm高さで充 填して作成	2.7
16	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2. 35
17	Cs-134 及び Cs-137 : Eu-152 で校正 K-40 : KC1 で校正	3.0 (Cs-134, Cs-137) (校正に用いたエネルギーにおけ る誤差の二乗平均の平方根) 1.1 (K-40)
18	日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP(U8 容器)	2.5

ピーク効率の校正の標準不確かさは、特に記述がない場合は、報告された場合はそのまま、報告されていない場合は用いた標準線源の拡張不確かさを包含係数(*k*=2)で割った値を用いた.詳細は7節及び添付資料 2-4 を参照のこと.

添付資料1に,共同実験における放射能測定トレーサビリティの概念を,参考のため図示した.

# 4. 候補標準物質の調製

(1) 候補標準物質の概要

候補標準物質として,放射性物質で汚染した大豆試料8袋が用いられ,袋毎の放射能濃度は表3のようであった.検討の結果,低濃度と高濃度の標準物質の開発が計画され,候補物質を下記のよう2グループに分け,それぞれの候補物質の調製が実施されることになった.

【低濃度】	袋 No.1+2+4+5+7:15	0 kg,	平均 95 I	3q/kg
【高濃度】	袋 No.3+6+8:90 kg,	平均	508 Bq/kg	

袋 No	(Cs	s-134+Cs-13	7) Bq/kg	質	量 kg
No1	79		79		30
No2	65		65		30
No3	441	441		30	
No4	62		62		30
No5	205		205		30
No6	530	530		30	
No7	64		64		30
No8	553	553		30	
平均值	250	508	95	90	150

表3 試料濃度及び試料量

(2) 調製工程詳細

調製の手法と均質性について,市販の大豆を購入して予備実験を行った.詳細は添付資料2に示す.調製は低濃度及び高濃度の試料について同時期に実施されたが,本報告では開発対象とした低濃度試料について記述する.調製は下記の①~⑤の順に実施された.

①試料乾燥

大豆をバットに広げ、105℃ 24hの条件で定温乾燥機にて乾燥を行った.



写真1 定温乾燥機

	乾燥前試料量	乾燥後試料量	含水率		
低濃度	148.23kg	132.46kg	10.63%		

表4 乾燥前後試料量及び含水率

②粉砕・篩分け

上記乾燥後試料を後工程の一括混合容量約 130 L 分(約 90 kg)を目標回収量とし、フード ミルを用いて粉砕を行った.最大粒度は 1 mm とし、篩分けを行い、94.5 kg を回収した.



写真2 フードミル 使用条件:連続粉砕1分間 試料投入量約75g/回



写真3 電磁振動篩い分け器 使用条件:連続振動5分間 振動強度8 試料投入量約300g/回

③混合

230L型V型混合機にて1時間一括混合を行った.混合後回収試料は4袋に小分けして回収し,各々A,B,C,Dのステンレス缶(外形,高さ360 mm)に保管した. 瓶詰め前に予備の放射能測定を行い,均質性を確認した(添付資料2を参照).



写真 4 V型混合機 內容量 230 L 回転速度 31 rpm (実測値)

④瓶詰め

瓶詰めは PP 製 U8 容器, 100mL 褐色ガラス瓶, 1L 褐色ガラス瓶に行った(写真 5). 内容量は U8 容器 75 g, 100mL 瓶 80 g, 1L 瓶 800 g とした. U8 容器への瓶詰めでは, 内容積 100 mL を目標とし大豆容量 75.0 g を押し固めつつ試料を詰めていきポリスチレン 製中蓋をつけた.

瓶詰め順は図1のようにU8容器2本,100mL瓶1本,U8容器2本,100mL瓶1本, 1 L容器1本の順に行い,U8容器No.1,2・・・,100mL瓶No.1,2・・・,1 L容器No.M1,M2・・・とナンバリングをした.最終的な瓶詰め本数は表5に示す.



写真5 瓶詰め後(左:U8容器,中:100mL瓶,右:1L瓶)



図1 瓶詰め順

表	<b>5</b>	瓶詰め本数	
		, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	

	U8 容器	100mL 瓶	1L瓶
低濃度	294 本	146本	73 本

⑤均質性試験及び共同実験用試料用サンプル抽出,滅菌

U8 容器への瓶詰め後, Co-60 γ線 10kGy/h, 前面 1 時間, 後面 1 時間, 計 2 時間, トー タル 20kGy の照射条件で滅菌処理を行った. 全試料のなかからほぼ等間隔に 30 本を抽出 し, 混合後4 つのステンレス管の上部, 中部, 下部にあたる試料 (No.11 (A−上), 40 (A− 中), 70 (A−下), 79 (B−上), 109 (B−中), 138 (B−下), 157 (C−上), 187 (C−中), 216 (C− 下), 235 (D−上), 265 (D−中), 294 (D−下)) を均質性試験用試料 (計 12 本) とし, その他 試料を共同実験用とし, 該当機関に送付した.

(3) 乾燥による質量の減少について
 6 個の試料について各 2 回, 135 ℃, 2 時間の乾燥による質量の減少を測定した. 結

果を表6に示す. 平均すると0.8%程度の質量の減少が認められた.

試料番号	乾燥前質量(A)/g	乾燥後質量(B)/g	減量(A-B)/g	(A-B)/A(%)
2-1	4.089	4.057	0.032	0.78
2-2	4.319	4.283	0.036	0.83
32-1	4.338	4.300	0.038	0.88
32-2	4.069	4.034	0.035	0.86
62-1	4.250	4.218	0.032	0.75
62-2	4.372	4.340	0.032	0.73
92-1	4.580	4.551	0.029	0.63
92-2	4.539	4.507	0.032	0.71
122-1	4.200	4.174	0.026	0.62
122-2	4.049	4.021	0.028	0.69
146-1	4.176	4.133	0.043	1.03
146-2	4.246	4.202	0.044	1.04

表 6 135 ℃, 2時間の乾燥による質量減少

## 5. 均質性の評価

(1) 概要

放射能測定により均質性評価を行った. 12 試料を用いて,測定時間は 24 時間(86400 秒) とした.測定は東京都市大学原子力研究所において実施された.

(2) 放射能測定による均質性試験結果

Cs-134, Cs-137 及び K-40 の放射能は, それぞれ 604 keV, 661 keV, 1460.8 keV のピークを用いて測定された. 測定は 3 月 13 日から 3 月 26 日にかけて実施された. Cs-137 及び K-40 については, コベル法で計算された計数値をそのまま示した. Cs-134 については, 計数値を, 測定を開始した日の 0 時すなわち 2013 年 3 月 13 日 0 時 0 分を基準日として減衰補正を行った.

均質性試験の解析は充分な併行精度が確保できる場合次のように評価できる. すなわち、 $s_{bb}$ を均質性標準偏差、 $s_{b+r}$ を、複数の試料を測定したときの測定値の標準偏差、 $s_r$ を

併行精度(測定の繰返し標準偏差)とすると、*s*<sub>bb</sub>は次式で求めることができる.

 $s_{bb}^2 = s_{b+r}^2 - s_r^2$ 

 $s_{\scriptscriptstyle bb}^2$ が負になる場合は、便宜上その絶対値の平方根に負号をつけて $s_{\scriptscriptstyle bb}$ を表示した.

表7にCs-134及びCs-137の評価結果,表8にK-40の評価結果を示した.ネットカウントの平方根及びベースラインの誤差を含めた計数誤差をそれぞれ計数誤差1と計数誤差2と表示している.放射能測定の併行精度は計数誤差として測定カウント数の平方根で与えられることが分かっている.ピーク面積はコベル法によって計算されており,測定値計数

誤差を表す場合はベースラインカウント数の計数誤差を加えているが、この計数誤差をs,

に用いると均質性を過小評価することが懸念される.計数誤差1は測定対象からの信号(カウント数)の理論的な誤差に相当し,推定される最小の併行精度と考えられる.そこでここではベースラインによる計数誤差を含めないで単にネットカウントの平方根から計数誤差を計算し,それを用いて計算した*s*<sub>bb</sub>を不確かさとした.

また, K-40 については主にバックグラウンドの信号が重複するため,これを含めた解析 を行った.バックグラウンドの信号と共に表8に示した.

20. 00 10	1//0 00 10					
試料番号	Cs-134 ネットカウント	計数誤差1	計数誤差2	Cs-137 ネットカウント	計数誤差1	計数誤差2
#109	1431.6	37.84	41.52	2214	47.05	49.73
#138	1369.8	37.01	41.12	2133	46.18	48.79
#235	1422.2	37.71	41.88	2261	47.55	50.09
#265	1420.5	37.69	41.39	2120	46.04	48.82
#157	1401.7	37.44	41.51	2157	46.44	48.96
#70	1378.8	37.13	41.06	2205	46.96	49.52
#40	1371.0	37.03	41.26	2198	46.88	49.49
#216	1456.0	38.16	42.10	2144	46.30	49.08
#294	1342.3	36.64	40.48	2183	46.72	49.26
#11	1310.2	36.20	40.04	2264	47.58	49.66
#79	1386.7	37.24	40.96	2218	47.10	49.49
#187	1461.0	38.22	41.76	2136	46.22	49.08
AVERAGE	1395.98	37.36	41.26	2186.08	46.76	49.33
STDEV	45.07			48.90		
<i>s</i> <sub>b+r</sub> (%)	3.23			2.24		
s <sub>r</sub> (%)		2.68	2.96		2.14	2.26
s <sub>bb</sub> (%)		1.81	1.30		0.65	-0.30

表7 Cs-134 及び Cs-137 の放射能測定による均質性試験結果

表8 K-40の放射能測定による均質性試験結果

試料番号	N 36000 s	Nb 36000 s	N' 36000 s	Nb' 36000 s	√ (N+Nb+N'+Nb') / ((N-Nb)-(N'-Nb'))	ネッ トカ ト ト	計数 誤差1	計数 誤差2
#109	1508.0	65.0	183.8	7.7	3.3%	1266.9	35.6	42.0
#138	1481.0	73.0	183.8	7.7	3.4%	1231.9	35.1	41.8

					$\frac{\text{STDEV}}{s_{b+r}(\%)}$	61.41 <b>4.95</b>	2.84	3.36
					$\frac{\text{STDEV}}{s_{b+r}(\%)}$	61.41 <b>4.95</b>		
					STDEV	61.41		
AVERAGE	1478.0	61.8	183.8	7.7	3.4%	1240.1	35.2	41.6
#187	1402.0	51.0	183.8	7.7	3.5%	1174.9	34.3	40.6
#79	1457.0	58.0	183.8	7.7	3.4%	1222.9	35.0	41.3
#11	1391.0	57.0	183.8	7.7	3.5%	1157.9	34.0	40.5
#294	1383.0	54.0	183.8	7.7	3.5%	1152.9	34.0	40.4
#216	1549.0	57.0	183.8	7.7	3.2%	1315.9	36.3	42.4
#40	1504.0	62.0	183.8	7.7	3.3%	1265.9	35.6	41.9
#70	1572.0	66.0	183.8	7.7	3.2%	1329.9	36.5	42.8
#157	1574.0	77.0	183.8	7.7	3.2%	1320.9	36.3	42.9
#265	1451.0	57.0	183.8	7.7	3.4%	1217.9	34.9	41.2
#235	1464.0	65.0	183.8	7.7	3.4%	1222.9	35.0	41.5

表8のN,N<sub>b</sub>は,それぞれ試験試料のベースラインを含むピークのカウント数及びベー スラインのカウント数で,N',N<sub>b</sub>'は別途測定された測定環境におけるバックグラウンドに よる信号の全体及びベースラインのカウント数である(添付資料3を参照).

K-40の測定結果は、*s*<sub>bb</sub>は計数誤差1及び計数誤差2を用いて計算すると、それぞれ4.1%

及び 3.5 %とかなり近い値となる.

K-40の測定値の相対計数誤差は一般に次式で表され、計数誤差2と同等である.

K-40の相対計数誤差=√(N+Nb+N'+Nb')/((N-Nb)-(N'-Nb'))

表 8 に計算した結果を示すが、約 3.4 %程度の値が得られ  $s_{b+r}$  より小さく、これまでに開発した物質と異なり K-40 の放射能濃度が高いため、併行精度が確保されていると考えられる.

(3) 均質性試験に基づく不確かさの推定

表7から Cs-134 では計数誤差1及び計数誤差2 で計算した値が類似するが, Cs-137 で は計数誤差2 で計算した値が負になっており,併行精度は必ずしも十分ではないと思われ る. Cs-134 及び Cs-137 の均質性は同じと考えられるので, Cs-134 に対して計数誤差1を 用いて得られた最大の値1.81%を均質性の相対標準不確かさとする.

K-40 については、計数誤差1及び計数誤差2を用いて計算した結果がかなり近い値となったため、計数誤差が十分に確保されていると考え、Csの場合と同様にこれを越えない最大の値として 4.06%を均質性不確かさとした.

## 6. 報告結果及び特性値の決定

共同実験においては、候補標準物質を各試験所で袋から取り出し、乾燥後、測定容器(主にU8)に詰め替えて行った.参加試験所の測定値と測定条件をまとめて添付資料3,4,5に示す.表9に、報告値とzスコア計算結果をまとめた.zスコアは従来法(Classic)及びロバスト法(Robust)により求めた.ここで

Average: 平均値 SD : 室間再現標準偏差 RSD: 100×SD/Average Median: 中央値 NIQR : 標準化四分位範囲 (0.4713×四分位範囲で,ロバストな室間再現標準偏差) RNIQR: 100×NIQR/Median Classic z score: (x – Average) / SD x は各試験所の報告値 Robust z score: (x – Median) / NIQR

従来法及びロバスト法による z スコアで 3 を超えるデータがなかったためデータの棄却 は行わなかった(Cs-134とCs-137の報告値の分布状況は添付資料 6 のユーデン図を参照). 添付資料 3, 4, 5 に見るように測定条件で技術的に問題と思われる試験所はなく,平均値と 中央値に標準偏差を超える違いがみられないので,本共同実験の報告値の評価には従来法 による平均と標準偏差を用いる.したがって,大豆認証標準物質の特性値は平均値とした.

JIS Z 8404-1:2006 (ISO 21748:2010)「測定の不確かさ-第1部:測定の不確かさの評価 における併行精度,再現精度及び真度の推定値の利用の指針」に基づき,次項で述べる不 確かさに加え,室間再現標準偏差(表9の*SD*)も「もう一つの不確かさ」として認証書 に記載する.

注: JIS Z 8404-1 は現 ISO の旧版 ISO/TS 21748:2004 の翻訳規格.

lab	核種	z sc	ore	核種	z sc	ore	核種	z sc	ore
lau	Cs-134	classic	robust	Cs-137	classic	robust	K-40	classic	robust
1	37.9	0.46	0.15	68.0	-0.04	-0.07	557.6	-2.26	-2.46
2	33.0	-2.09	-2.70	62.0	-2.03	-1.84	593.0	-0.96	-1.15
4	35.0	-1.06	-1.55	69.0	0.28	0.22	600.0	-0.71	-0.89
5	37.7	0.32	0.00	71.6	1.12	0.97	655.5	1.34	1.18
6	35.9	-0.62	-1.05	65.1	-1.02	-0.94	623.8	0.17	0.00
8	38.1	0.53	0.23	68.3	0.03	0.00	643.4	0.89	0.73
10	37.6	0.28	-0.05	67.3	-0.28	-0.28	634.0	0.55	0.38
11	39.1	1.05	0.82	71.1	0.98	0.84	623.4	0.16	-0.01
14	39.9	1.47	1.28	69.5	0.44	0.36	633.0	0.51	0.34
15	36.0	-0.53	-0.96	65.0	-1.03	-0.94	589.2	-1.10	-1.29
16	38.2	0.59	0.30	70.6	0.80	0.69	619.0	-0.01	-0.18
17	38.4	0.67	0.39	72.6	1.45	1.26	636.2	0.63	0.46
18	35.0	-1.06	-1.55	66.0	-0.71	-0.66	641.0	0.80	0.64
データ数 p	13			13			13		
Average	37.06			68.16			619.17		
SD	1.94			3.04			27.18		

表9 報告値及び z スコア計算値

報告値の単位: Bg/kg

RSD	5.24		4.46		4.39	
$SD/\sqrt{p}$	0.54		0.84		7.54	
RSD/√p	1.45		1.24		1.22	
Median	37.68		68.26		623.79	
NIQR	1.73		3.41		26.84	
RNIQR	4.60		5.00		4.30	

表中の試験所の報告値は小数点一桁で示したが、計算では報告値をそのまま用いている. 試験所番号(Lab)について一部不連続となっているのは,既開発の放射能標準物質の共同実 験参加試験所番号を引き継いでいるためである.

試験所によっては、均質性試験とかねて複数の候補標準物質を測定していただいた.その場合は、事前に特定した試料の結果を共同実験用に採用した.

添付資料6に, Cs-134とCs-137の相関をユーデン図で示した. 添付資料7には,報告されたγ線スペクトルの一部を示した.

# 7. 不確かさの算出

共同実験のデータ解析では多くの場合に測定方法に関する室間のかたよりは無視される. しかし,JISZ8404-1A.2.2において述べられるように,共同実験で推定されるかたよりの 不確かさが無視できないときは不確かさのバジェット表に含む必要がある.したがって, ここでは,考えられる不確かさの要因を整理し,かたよりを与えると考えられる要因に対 して不確かさを推定し,これを合成することにした.

文献によると、測定用試料調製, Ge 半導体検出器のエネルギー及び検出効率校正, 測定 試料の測定, 核データなどの要因が挙げられ, 下記の(1)から(4)に示すように詳細 な成分が議論されている. 今回の共同実験において考慮が必要と考えた要因については

(○) で示し説明を加えた.不確かさ要因の詳細については、文献参照のこと(C. Dovlete,
 P. P. Povinec: "Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements",
 IAEA-TECDOC-1401, pp.103-126 (2004)).

- (1) 測定試料の調製
  - ・分析種の損失及び/又は汚染
  - ・試料質量又は容量
  - ・ 試料の均質性(○)
    - 5. 均質性評価において考察した.
  - ・前濃縮操作
- (2) エネルギー及び検出効率校正
  - ・測定時間内における機器の不安定性
  - ・エネルギー校正
  - 検出効率校正(〇)

信頼性の高い放射性核種の定量を行うためには、測定に用いる Ge 半導体検出器の 検出効率を正しく校正する必要がある. Ge 半導体検出器の検出効率校正法として、 点線源測定法、体積線源測定法、計算に基づく方法がある. 点線源測定法、体積線源 測定法ではそれぞれに対応した標準線源を用いることで国家標準との計量トレーサ ビリティが確保された校正が実現できる. K-40 の測定においては, 放射性天然同位 体の存在量が信頼できる国際的データベースとして 知られているため, それを利用 して校正することも可能である.

標準線源は複数の核種を含み、広いエネルギー範囲で関数フイッティングすること により検出効率の校正を行う.これによる不確かさは通常小さくここでは無視した. この根拠については土壌認証標準物質の開発成果報告書の添付資料9に示したので 参考にされたい(開発報告書は次のホームページからダウンロードできる. http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html).

したがって,検出効率校正における不確かさは,各参加試験所の校正法に起因する 合成標準不確かさ(表2に示した)を二乗平均し,その平方根とすることで計算した.

- (3) 測定試料の測定
  - ・試料と標準間の測定ジオメトリーの違い

すべての試験所においてピーク効率の校正や比較校正に用いる標準線源と同じタイ プの試料容器が用いられているのでジオメトリーの違いによる不確かさは無視でき るとした.

- · 偶発同時計数
- ・サム効果(真の加算同時計数)(○)

今回の対象核種では Cs-134 が該当する. 多くの試験所では, ソフトウエアに含まれる機能を用いて補正を行っている.

Lab 14の試験所では、Cs-134を標準線源に用いているので影響は小さく本来であ れば不要であるが、ここでは自己吸収による差(0.41~0.65%)を補正した. Lab 1 では補正はせずに、サム効果の影響を減らすため試料と標準線源は検出器から 5 cm の距離をとって測定された.

このようにサム効果のかたよりは適切に補正されているためばらつきは共同実験の 不確かさに含まれると考え、ここでは不確かさの要因に含めない.

- ・不感時間の影響
- ・壊変時間(サンプリングから測定までの冷却期間及び測定期間)の影響
- ・ 試料の自己吸収(○)

もし測定される試料の組成と密度が計数効率校正用標準線源と異なる場合,検出効率に対する自己吸収補正が必要となる.それらの補正は,試料のジオメトリー,組成及び密度,そして検出器パラメータに依存する.この補正は大容量,高原子量,高密度試料,そして低エネルギー光子に対して大きくなる.多くの機関では,測定対象物質として水,土壌,寒天等と異なる物質が選択されているが,自己吸収の補正量における材質による違いは大きくない.文献によると,試料マトリックスの主成分元素が既知の場合,自己吸収補正係数の相対不確かさは1%以下(エネルギー60 keV 以上の y線に対し)とされるので,ここでは1.0%とした.

- ・ピーク面積計算
- 計数の統計(○)

計数による不確かさは主要な要因の一つである.特に検出効率が小さい K-40 核種 については環境によるバックグラウンドの信号が不確かさの大きな要因となってい る.この要因による不確かさが他の要因と重複して観測されるが,ここでの共同実験 では報告値の標準偏差に含まれるものとしてかたよりとは考えないため直接に合成 する要因には含めない.

- (4) 核データ
  - ・半減期による不確かさ
  - ・γ線放出率による不確かさ
     核データは3桁~4桁の精度を持っているため不確かさの要因としては無視した。
- (5) 共同実験の不確かさ

報告値の標準偏差としては、室間再現標準偏差とNIQRによる標準偏差が候補となるが、 参加した試験所数が限られるのでここでは単純な標準偏差である室間再現標準偏差を用い、 これを参加試験所数の平方根で割り、平均値の標準偏差として不確かさに合成する.

結論として、本大豆認証標準物質質の合成標準不確かさは、共同実験の平均の標準不確 かさ、参加試験所が用いた検出効率の校正の標準不確かさの二乗平均、自己吸収補正に含 まれるかたより、均質性試験から推定された標準不確かさを合成して算出した. 拡張不確 かさを算出する包含係数として *k*=2を用いた.

不確かや亜田	Cs-134	Cs-137	K-40
小唯から安囚	(%)	(%)	(%)
共同実験	1.45	1.24	1.22
検出効率校正	2.34	2.33	2.08
自己吸収補正	1.00	1.00	1.00
均質性	1.81	1.81	4.06
合成標準不確かさ	3.44	3.35	4.83
拡張不確かさ( <i>k</i> =2)	6.89	6.71	9.65
	(Bq/kg)	(Bq/kg)	(Bq/kg)
拡張不確かさ( <i>k=</i> 2)	2.55	4.57	59.77

表10 不確かさの要因と算出値

認証書に記載する拡張不確かさは次の通り.

Cs-134	2.6 Bq/kg
Cs-137	4.6 Bq/kg
K-40	60 Bq/kg

ここで, 拡張不確かさは, 合成標準不確かさに信頼の水準約 95 %に相当する包含係数 k=2 を乗じた値である.

図2, 図3, 図4に各核種の認証値と測定値の分布を示す.一部の測定値に付されたエ ラーバーは報告された拡張不確かさである.



図2 Cs-134の認証値と測定値の分布



図3 Cs-137の認証値と測定値の分布



図 4 K-40 の認証値と測定値の分布

#### 8.標準物質の利用

8.1 標準物質の利用の目的

γ線スペクトロメトリーによる放射能分析の妥当性確認,測定器の精度管理などに用いることができる.

8.2 使用上の注意

JSAC 0761 は, 試料 75 g を U8 容器(内径 48 mm)に充てんした後, 中蓋を入れ, 上蓋で 固定されている. 容器を故意に振動・転倒させて試料を攪拌することを避ける.

U8 容器に充てんした試料の高さは 50 mm であるが, 必要に応じて高さを測定することを 推奨する.

JSAC 0762 及び JSAC 0763 は適切な放射能測定用の容器に詰めかえて用いる.採取量は 75 g 以上とする.

測定容器に詰めた標準物質の質量は精確に測定し、記録する.

本標準物質は、放射性核種を含むため取扱いに注意し、廃棄の際には関連法規を遵守する.

8.3 妥当性確認や測定器の精度管理への利用の仕方

本大豆認証標準物質には認証値の不確かさと所間(室間)再現標準偏差とが記載されて いる.そのため,認証標準物質の放射能濃度を測定し,次のような手順を利用して分析能 力の妥当性確認や測定器の精度管理に用いることができる.

・拡張不確かさを推定する場合:

本大豆認証標準物質質を測定して測定値の不確かさを求めるには、本開発成果報告書に おける7節を参照することができる. Cs-134 と Cs-137 が測定対象核種である限り、試験 所が必要とする手順での、本開発成果報告書との違いは、計数誤差と均質性の取扱いであ ろう. 試験所は生産された多数の標準物質のうちの一つを測定するので、均質性について の配慮は不要である.

その他の要因については、本開発成果報告書の取扱いに準じて、あるいは必要なら文献 値などを用いて算出することが可能であろう.

推定した拡張不確かさを用いると、次の式から測定値の信頼性を評価することが可能である. *En*数の絶対値は、1以下であることが望ましい.

$$E_n = (x - X) / (U_x^2 + U_x^2)^{0.5}$$

ここで *x* :試験所の値

X :認証値

Ux: 試験所の値の拡張不確かさ (k=2)

 $U_X$ :認証値の拡張不確かさ(k=2)

・拡張不確かさを用いない場合:

認証書の所間(室間)再現標準偏差(SD)を用いることができる.所間再現標準偏差は 認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値の平均値を基準として求めた標準 偏差である.

一般に,試験所において標準物質を分析したとき,その結果と認証値との差は所間標準 偏差の2倍(2SD)以内にあることが望ましい.これは技能試験において次の(7)式で求める z スコアの絶対値が2以下に入ることと同等である.

$$z = (x - X) / SD$$

また,スクリーニング法などにおける測定器の校正や日常管理に用いることが可能である.

#### 9. 保管上の注意及び認証値の安定性

本標準物質は、冷暗所に保管する.

日本分析化学会では定期的に安定性試験を行い,その結果から有効保存期間及び有効保 存期限を決めて,学会の会誌又はウエブサイト等に公表するので,参照すること.

## 10. 認証書

添付資料8に掲載する.

## 11. 結 語

ここに放射能分析用大豆認証標準物質 JSAC 0761,0762,0763 を開発・作製した. 原子力発電所の事故からすでに2年が経過しているが、食生活への放射能汚染を未然に 防ぐための努力は引き続き必要な状態である.放射能分析の精確さはその基本となるもの であり、特に日本人の食生活の安全のために本大豆認証標準物質が分析値の信頼性の確保 に有効な役割を果たすことが期待される. 業務計画の立案と検討,製品の試作,そして共同実験への参加,データ解析その他多くの面でこの開発事業を支えていただいた関係者各位に深く感謝する.

添付資料

添付資料1 参加試験所が使用した参照標準(標準線源)の概略図



# 大豆標準物質 試料調製の予備実験について

# <u>1. いきさつ</u>

放射能標準物質(大豆)の調製において、粉状での試料調製試験を行った。そのため、 市販品の大豆を用い、ミキサー及び竪型粉砕機を用いて粉砕テストを行った。粉砕後試料 の粒度確認を行った。

1-1. 試料比較

各テストを行うため、市販の大豆を購入した(販売 株式会社マツモトフーツ 北海道 産 大豆)。粒径等より同等と判断し、この市販品の大豆を本試料の代替品として以下のテ ストを行った。

![](_page_21_Picture_6.jpeg)

写真1:左:福島県産大豆、右:市販品

# 1-2. 乾燥

市販の大豆をバットに広げ、105℃ 24hの条件で定温乾燥機にて乾燥を行った。

![](_page_21_Picture_10.jpeg)

写真2:定温乾燥機

20 / 76

1-3. 粉砕

上記乾燥後試料をミキサー及び竪型粉砕機にて粉砕を行った。

![](_page_22_Picture_2.jpeg)

写真3:左:ミキサー、中: 竪型粉砕機(外観)、右: 竪型粉砕機(内部)

<u>1-3-1. ミキサー</u>

ミキサーに各試料を約180g投入し1分間の粉砕を行った。下記に粉砕前後の様子を示す。

![](_page_22_Picture_6.jpeg)

写真4:粉砕前

写真5:粉砕後

結果:ミキサーでの粉砕は短時間で粉砕できるようであった。

# 1-3-2. 竪型粉砕機

竪型粉砕機に試料を少しずつ投入して粉砕を行った(2mm スクリーン使用)。下記に粉砕後の様子を示す。

![](_page_23_Picture_2.jpeg)

写真6:粉砕後

結果:竪型粉砕機による粉砕は乾燥試料においては行えるようであった。しかし、スクリ ーンの目詰まりによるためか、スムーズに粉砕後試料が排出されず時間を要した。また、 粉体試料の飛散や装置への吸着等の問題も見受けられた。参考までに行った未乾燥試料で は試料投入後すぐに過負荷のため粉砕機が停止した。

1-4. 粉砕まとめ

以上のテストの結果より、竪型粉砕機では試料のロスの恐れもあるため、ミキサーでの 粉砕が適当と考えた。

# 2. 粒度確認

大豆試料においては土壌試料(JSAC0471~0473 分取粒度  $63 \mu$  m~250  $\mu$  m)のようには、詳細な分級は行わなかったが、粉砕程度を決めるため粉砕の粒度の確認を行った。ここでは粉砕後試料の状態より、暫定的に1 mm及び2 mmの区分けで行った。

粉砕後試料の各粒度の試料を写真7.8に示す。また、写真9.10に最大粒度1mm ~2mmの粒度の有無を比較した。

![](_page_24_Picture_3.jpeg)

写真7:1mm~2mm

![](_page_24_Picture_5.jpeg)

写真8:2mm以上

![](_page_24_Picture_7.jpeg)

写真9:1mm以下試料 (1mm~2mm含まず)

![](_page_24_Picture_9.jpeg)

写真10:2mm以下試料 (1mm~2mm含む)

2mm以上については目視上大粒であるため除去し再粉砕するのがよいと考えた。1mm ~ 2mmについては目視上問題ないと思われた。

また、最大粒度1mmだと篩いが容易だが、追加で行った最大粒度0.5mmの試験では、目 詰まりを起こして調製に時間を要した。

# 3. 調製まとめ

本試料の粉砕はミキサーを用いて、粉砕後試料は(1mm or 2mm 案)篩い分けを行い、篩 い分け後規定粒度以上のものは再粉砕・篩い分けを行い、最終的に1mm以下のものを製品 とした。

# 4. 試料調製量

粉砕テストを行った後の試料密度を測ると 0.50~0.70 g/ml (押し固めの有無による範囲)程度であった。密度 0.70 g/ml として、概算の量は本文中の表 3 のようにした。

		U8 本数	100 mL 瓶数	1L 瓶数	合計 本数	合計概算 質量 kg	残り概算 質量 kg	合計容量 (L:概算)
低濃度 150 kg	当初計画	200	100	50	350	56	94	80
	残分	336	168	84	588	94	0	134
	合計	536	268	134	938	150		214
	高濃度と等量(V混合 機最大)	321	161	80	563	90		129
<b>古</b> ) 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一 一	当初計画	200	100	50	350	56	34	80
局濃度 90 kg	残分	121	61	30	213	34	0	49
JU Kg	全量	321	161	80	563	90		129

表 2-1 容器別数量

当初計画本数
作製案

# 5. 均質性予備実験

低濃度の本試料を調製後、容器詰め前に均質性を確認するために、第1次予備均質性試験として東京都市大学 原子力研究所にて放射能測定を行った。測定時間は、約5時間とした。

試料は、本文4. 候補標準物質の調製(2)③で述べた容器 A, B, C, D 各々の上部、中部、 下部を 1, 2, 3 として記号を付け、ランダムに選んで下記の順序で測定を行った。

分析順序	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
瓶番号	B3	D1	A1	B2	A3	C3	C1	B1	D3	C2	A2	D2

測定結果を表 2-2 に示す。

# 表 2-2 本試料の容器詰め前 均質性予備実験結果

測定日: 12月25~27日測定

# 測定器∶Ge-2検出器

# 測定時間:18000秒

U-8容器

解析:セイコーイジ―&ジー社製ガマスタジオ 校正:RI協会U8体積線源

当中后来	测宁問始口味	==#¥1NLa	K-40 1	460keV	Cs-137	Cs-137 662keV		Cs-134 604keV、795keV			
別と順留	则だ開始口时	武小十八〇.	Bq/kg	計数誤差	Bq/kg	計数誤差	604keV Bq/kg	計数誤差	795keV Bq/kg	計数誤差	
3	12/2522:49	A1	538	0.042	68.6	0.004	43.4	0.003	30.0	0.003	
11	12/2715:10	A2	608	0.043	66.4	0.003	38.4	0.003	38.6	0.003	
5	12/2608:55	A3	516	0.041	65.5	0.003	40.3	0.003	39.1	0.003	
8	12/2700:02	B1	638	0.043	65.5	0.003	34.9	0.003	36.7	0.003	
4	12/260352	B2	561	0.042	75.5	0.004	37.3	0.003	41.2	0.003	
1	12/2512:44	В3	541	0.041	66.5	0.003	39.1	0.003	41.9	0.003	
7	12/2619:00	C1	523	0.041	64.2	0.003	33.8	0.003	35.3	0.003	
10	12/2710:07	C2	564	0.042	66.7	0.003	36.8	0.003	39.5	0.003	
6	12/2613:57	C3	619	0.043	68.3	0.005	39.8	0.003	42.5	0.003	
2	12/2517:47	D1	517	0.040	61.7	0.003	35.4	0.003	37.5	0.003	
12	12/2720:12	D2	561	0.042	68.7	0.003	39.1	0.003	41.1	0.003	
9	12/2705:05	D3	616	0.044	70.9	0.004	36.4	0.003	38.3	0.003	
		Ν	12	12	12	12	12	12	12	12	
		mean	566.8	0.042	67.4	0.004	37.9	0.003	38.5	0.003	
		SD	43.1		3.5		2.7		3.4		
		RSD %	7.6		5.2		7.1		8.9		

# 添付資料3:参加試験所の測定条件と結果

# 試料作製時での換算放射能濃度 2013-02-01 JST 00:00:00

	試料作製時での	<u> 奥算放射能濃度</u> 2	<u>2013–02–01 JST (</u>	00:00:00	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$
試験所 番号	核種	半減期 (出典を記入する)	エネルギー	放出率	ピーク効率cps/ γ	サム効果補正有無	自己吸収補正有 無
	Cs-134	2.0648y	604. 72	0. 9762	0. 35%	無	無
	Cs-134	2.0648y	795.86	0.8553	0. 27%	無	無
1	Cs-134						
	Cs-137	30. 07y	661.66	0. 8551	0. 32%	無	無
	K-40	1.28E+09	1460. 83	0. 107	0. 16%	無	無
		出典:WWW Table o	f Radioactive Isotop	oes http://ie.lbl.gov	/toi/		
	Cs-134	2.06	795.8	85.4	0.010677	有	有
4	Cs-137	30.14	661.6	85.1	0.013382	有	有
4	K-40	1277000000	1460.8	10.7	0.006905	有	有
		出典:Atomic Data	and Nuclear Data T	ables(1983年)			
	Cs-134	754.001456	604.723	97.63	0.012183668	有	有
5	Cs-137	10975.462	661.657	84.99	0.011989108	無	有
	K-40	4.56696E+11	1460.822	10.55	0.005987013	無	有
	Cs-134	2.062Y	569.32keV	15.43	0.0143215	有	有
	Cs-134	2.062Y	604.70keV	97.6	0.0142152	有	有
	Cs-134	2.062Y	795.85keV	85.4	0.010949	有	有
8	Cs-134	2.062Y	801.93keV	8.73	0.0107012	有	有
Ŭ	Cs-134		604.70keV	97.6	0.0142152	有	有
	Cs-137	30.00Y	661.66keV	85.21	0.0141231		有
	K-40	1.277 × 109Y	1460.75keV	10.67	0.00660868		有
		【出展】半減期:「ゲ	ルマニウム半導体植	食田器によるガンマ	<u>線スペクトロメトリー</u>	文部科学省•放射能測定法	<u> 長シリーズ7</u>
	<u>Cs-134</u>	/53.146D	604.66	97.56	0.6238	0.9648	0.89/4
10	Cs-134	/53.146D	/53.146	85.44	0.4842	0.9654	0.9089
	Cs-137	30.1/4Y	661.638	85.00	0. 5945	1.000	0.9012
	K-40	1460. /5Y	1460. /5	10.6/	0.291	1.000	0. 9326
	Cs-134	7.531×10 <sup>2</sup> 日	604.66	97.56	2.1963	有	有
11	Cs-137	1.102×10 <sup>4</sup> 日	661.64	85	2.3062		有
	K-40	4.664×10 <sup>11</sup> 日	1460.75	10.67	1.3234	無	有

試験所 番号	核種	半減期 (出典を記入する)	エネルギー	放出率	ピーク効率cps/ γ	サム効果補正有無	自己吸収補正有 無		
	Cs-134	2.0648(10) y	563.25	0.0835(4)	0.000961	Cs134を含む標準線源なのでキャン セルされる。ただし密度の違いによ る効率の違い分は補正	有		
	Cs-134	2.0648(11) y	569.33	0.1538(6)	0.001755	Cs135を含む標準線源なのでキャン セルされる。ただし密度の違いによ る効率の違い分は補正	有		
	Cs-134	2.0648(12) y	604.72	0.9762(3)	0.01128	Cs136を含む標準線源なのでキャン セルされる。ただし密度の違いによ る効率の違い分は補正	有		
14	Cs-134	2.0648(13) y	795.86	0.8553(4)	0.007857	Cs137を含む標準線源なのでキャン セルされる。ただし密度の違いによ る効率の違い分は補正	有		
	Cs-134								
	Cs-137	30.07(3) y	661.66	0.851(2)	0.01032	無	有		
	K-40	1.277(8)E9 y	1460.83	0.1067(13)	0.000649	無	有		
	出典 : Table of Isotopes 1998								
	Cs-134	2.0648Y	605	0.976	0.0208	有	有		
15	Cs-137	30.1671Y	662	0.851	0.0217	無	有		
	K-40	1.251 × 109Y	1461	0.107	0.0122	無	有		
		出典:Table of isoto	ope 7th. Ed.						
	Cs-134	2.062年	604.66keV	0.9756	0.0183	有	有		
	Cs-134	2.062年	795.76keV	0.8544	0.0147	有	有		
16	Cs-134	2.062年	604.66keV	0.9756	0.0183	有	有		
	<u>Cs-137</u>	30.174年	661.638kev	0.85	0.0185	無	有		
	K-40	<u>1.277×10<sup>°</sup>年</u>	1460./5kev				月		
	0 101	<u>出典:ゲルマニウム</u>	半導体検出器によ	るカンマ線スペクトロ	<u>コメトリー平成4年改</u>		<del></del>		
10	<u>Cs-134</u>	2.062	604.66	97.56	0.01588				
81	Us-13/	30.1/4	001.04	85	0.01602		月		
	K-40	1.277×109	1460.75	10.67			有		

カウント数 N, Nb, N',Nb'についてはこの表のあとの図を参照して下さい。

	$\rightarrow$		$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$
試験所 番号	ピーク面積計算方 法(関数法又はコ ベール法、その 他)	機器ソフト上で選 択した試料材質	測定時間 live time(秒)	グロスカウント 数 N	ベースラインカ ウント数 Nb	正味カウント数 N-Nb	ピーク計数率 (カウント数/秒)	試料がないときの 正味バックグラウ ンドカウント数 N'- Nb' <sup>*</sup>
	関数法		602900			7170.893	0.011894001	921.036
	関数法		602900			5460.393	0.00905688	832.44
1								
	関数法		602900			11660.387	0.019340499	1723.455
	関数法		602900			16372.774	0.027156699	6564.74
	コベール法	灰化物	76072	1977.4	214.2	1763.2	0.025993795	248.7
1	コベール法	灰化物	76072	4703	233.3	4469.7	0.06182301	276
-	コベール法	灰化物	76072	2581	61.3	2519.7	0.033928384	118
	コベル法	水	200000		841	6505	0.032525	32
5	コベル法	水	200000		699	10993	0.054965	387
	コベル法	水	200000		208	6814	0.03407	2805
	関数法	水、寒天	86400	963	447.1	515.9	0.011145833	304
	関数法	水、寒天	86400	3788	521.9	3266.1	0.043842593	329
	関数法	水、寒天	86400	2484	249.3	2234.7	0.02875	243
8	関数法		86400	473	254.8	218.2	0.005474537	281
Ŭ	関数法	·						
	関数法	<u>水、寒天</u>	86400	5747	405	5342	0.066516204	286
	関数法	水、寒天	86400	3319	78.9	3240.1	0.038414352	362
		1.14						
10			86400	1693	267.3	1425.7	0.019595	
			86400	114/	216.3	930.7	0.013275	
		工 現	86400	2445	246.7	2198.3	0.028299	
			86400	1502	49.5	1452.5	0.01/384	1570
		大 大 エー	10000	/058	1021	6037	0.07058	15/3
11	コベル法	寒天	100000	11175	747.1	10427.9	0.11175	1252
	コベル法	寒天	100000	7026	255.9	6770.1	0.07026	917

試験所 番号	ピーク面積計算方 法(関数法又はコ ベール法、その 他)	機器ソフト上で選 択した試料材質	測定時間 live time(秒)	グロスカウント 数 N	ベースラインカ ウント数 Nb	正味カウント数 N-Nb	ピーク計数率 (カウント数/秒)	試料がないときの 正味バックグラウ ンドカウント数 N'- Nb' *
	コベール法	γ線源を用いて線減 弱係数を実測	190650	2131	1496	635	0.01117755	1420
	コベール法	γ線源を用いて線減 弱係数を実測	190650	2721	1625	1096	0.014272227	1809
	コベール法	γ線源を用いて線減 弱係数を実測	190650	8237	1647	6590	0.043204826	1688
14	コベール法	γ線源を用いて線減 弱係数を実測	190650	5698	1122	4576	0.029887228	1270
	コベール法	γ線源を用いて線 減弱係数を実測	190650	12915	1614	11301	0.067741935	2119
	コベール法	γ線源を用いて線 減弱係数を実測	190650	8515	448	8067	0.044662995	2784
	コベル法	C43H/8N4O21(タ ンパク質+脂肪+ 炭水化物+水)	88382	5490	788	4702	0.062116721	2111
15	コベル法	C43H78N4O21(タ ンパク質+脂肪+ 炭水化物+水)	88382	8665	635.8	8029.2	0.098040325	1562
	コベル法	C43H78N4O21(タ ンパク質+脂肪+ 炭水化物+水)	88382	5729	253.8	5475.2	0.064820891	1754
				1	1	1	1	1
	コベル法	灰化物	86400	4561	759.3	3801.7	0.052789352	0
	コベル法	灰化物	86400	3314	530.7	2783.3	0.038356481	0
16	コベル法	灰化物						-
	コベル法	灰化物	86400	7084	630	6454	0.081990741	0
	コベル法	灰化物	86400	5847	147.6	5699.4	0.067673611	3008.5
	A	·						
	コベル法	水、寒天	86400	4209	646.9	3562.1	0.048715278	174
18	コベル法	水、寒天	86400	6583	582	6001	0.07619213	142
	コベル法	水、寒天	86400	4841	109.6	4731.4	0.056030093	477

	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	Ļ	
試験所 番号	試料がないとき のベースライン カウント数 Nb' <sup>*</sup>	試料がないとき の正味バックグ ラウンドカウント 数 N'-Nb' *	バックグラウンド 測定時間 <sup>*</sup> 秒	測定時の放射 能 Bq	供試品作製時 の 放 射能 Bq	供試品作製時 の放射能濃度 (Bq/kg)	拡張不確か さ( <i>k=</i> 2) (Bq/kg)
			326,250	2.651	2.776	37.011	
			326,250	2.784	2.915	38.867	
1						37.94	
			326,250	5.087	5.103	68.036	
			326,250	41.824	41.824	557.648	
	278.8	-30.1	146,071	2.5	2.6	35	4
4	246.5	29.5	146,071	5.2	5.2	69	7
	95.1	22.9	146,071	45	45	600	63
_	2327		930,000	2.73	2.83	37.68	1.71
5	1965		930,000	5.35	5.37	71.55	2.40
	628		930,000	49.16	49.16	655.53	29.70
	307.8	-3.8	90,700	2./14	2.835	37.8	5.043
	304.3	24./	90,700	2./35	2.857	38.09	2.346
	207.4	35.6	90,700	2./45	2.868	38.23	2.546
8	223	58	90,700	2.49	2.601	34.68	/.469
	050.0	05.0	00 700	E 104	E 10	38.09	2.346
	250.2	35.8	90,700	5.104	5.12	68.26	3.879
	62.5	299.5	90,700	48.25	48.25	643.4	41.25
		0				27.6	
		0				37.0	
10		0				55.7 67.3	
		0				62/	
	1521 5	51 5	250.000	2.82	2 93	20.10	2 66
11	1277.8	-25.8	250,000	5.32	5.33	71 10	4.62
	1277.0	20.0	250,000	0.02 16 75	0.00 16 75	/ 1.12	42.64
	497	420	200,000	40./5	40./5	623.40	43.04

試験所 番号	試料がないとき のベースライン カウント数 Nb'*	試料がないとき の正味バックグ ラウンドカウント 数 N'-Nb' *	バックグラウンド 測定時間 <sup>*</sup> 秒	測定時の放射 能 Bq	供試品作製時 の 放 射能 Bq	供試品作製時 の放射能濃度 (Bq/kg)	拡張不確か さ( <i>k=</i> 2) (Bq/kg)
	1393	27	217,388	3.23			
	1759	50	217,388	3.04			
	1368	320	217,388	2.83			
14	909	361	217,388	2.76			
			We	eighted average 2	2.99	39.9	2.2
	1310	809	217,388	5.19	5.21	69.5	3.4
	532	2252	217,388	47.5	47.5	633	27
	1852.5	258.5	276,585	2.57	2.7	36.02	1.3
15	1256.4	305.6	276,585	4.86	4.88	65.04	1.6
	537.6	1216.4	276,585	44.2	44.2	589.18	18
			-				
	0	0	129,600	2.76	2.86	38.2	2.3
	0	0	129,600	2.83	2.94	39.2	2.5
16		0	100 600	E 00	E O	38.2	2.3
	U 225.65	U 2702.05	129,000	0.28 16.4	D.3	/U.0	<u>ა.</u> გ ვი
	220.00	2702.00	129,000	40.4	40.4	019	39
	178.4	-Δ Δ	36,000	2 546	2 649	35	1.8
18	128 7	13.3	36,000	4 962	4 975	66	3.4
	35.1	441.9	36,000	48.09	48.09	641	

# 凡例:カウント数

試料がない場合(バックグラウンド) 試料がある場合 ケース1 ケース2 このような場合、N'-Nb'がマイナ カウント数 1 Ν スになることがあります。 N' N Nb Nb Nb' Nb' Nb' Nb'

N : グロスカウント数

Nb : ベースライン (バックグラウンド) カウント数 N-Nb : 正味カウント数 N': グロスカウント数 Nb': ベースライン(バックグラウンド)カウント数

N'-Nb': 正味カウント数

# 添付資料4 : その他測定条件(Ge検出器とγ線スペクトロメトリー検出効率及び試料など)

試験所 番号	測定方法名	検出器のメーカーと型番	Ge検出器の相対効率	<ul> <li>・検出効率(cps/Bq)を求めるために</li> <li>使用した標準線源の質量、密度、容器(充填高さ)、核種毎の検出効率</li> <li>(cps/Bq)、できれば自己吸収計算方法やソフト名をご記入下さい。</li> </ul>	・大豆試料測定方法:報告シート (1)以外の、質量、密度、容器(充 填高さ)などをご記入下さい。	その他のコメント
1	γ線スペクトロメトリ	セイコーEG&G Ge検出器GEM20P4-70	20%	日本アイソトープ協会製放射能標準 ガンマ体積線源Co-60,Mn-54,Cs- 137等 線源コードMX033U8PP, 線源番号0211	質量75g U8容器(内径48mm,高さ 50mm) サム効果や自己吸収の補正は行っ ていないが、サム効果を減らすため 試料と標準線源は検出器から5cm の距離をとった。効率曲線は同じ高 さの体積混合線源Co-60,Mn- 54,Cs-137の合計4ピークの効率を 両対数グラフで線形近似して求め た。	Cs-134の定量は2つの ピークの平均値 バックグラウンドカウント 数Nb,Nb'はピークフィッ ティングを行っているの で,求めていない。解析 方法の詳細は文献(鈴木 章悟,伊下信也: Radioisotopes,57,429(200 8))に記載
4	γ線スペクトロメトリー	CANBERRA社製 GC2519-7915-30	31	検出効率については別添参照 自己吸収補正方法:文部科学省測 定法シリーズに準拠 使用ソフトウェア:SEIKO EG&G社製 ガンマスタジオ	重量 : 75.0 g 密度 : 0.756 g/cm <sup>3</sup> 容器 : U-8(充填高 : 54.5mm)	
5	ゲルマニウム半導体検出器による ガンマ線スペクトロメトリー	ORTEC GEM20	23%	自己吸収計算に使用したソフト名 Gamma studio	質量:75.0g 密度:0.757g/cm3 容器:U8タイプ(プラ壷) 充填高さ:53.2mm	特になし
6	同軸型Ge半導体検出器を用いた測 定	Canberra GX2019 (S/N 03036329)		放射能標準ガンマ線体積線源(アル ミナ)、日本アイソトープ協会		
8	ゲルマニウム半導体検出器による ガンマ線スペクトロメトリー	・メーカー : CANBERRA社 ・型式 : GC2018	24.50%	別紙に記載	・質量: 75.0g ・密度: 0.846g/cm <sup>3</sup> ・充填高さ: 5.0cm	
10	Ge検出器γ線スペクトロメトリー	標準線源: アイソトープ協会U8体積線 源解析ソフト: セイコーイジー&ジー社:ガマスタジ オ	16.8	RI 協会 U8体積線源	質量:0.075kg 密度:0.829g/cm3 充填高さ:50mm 測定:検出器サンプルチャンジャ用 容器の中に入れて測定	

試験所 番号	測定方法名	検出器のメーカーと型番	Ge検出器の相対効率	<ul> <li>・検出効率(cps/Bq)を求めるために</li> <li>使用した標準線源の質量、密度、容器(充填高さ)、核種毎の検出効率</li> <li>(cps/Bq)、できれば自己吸収計算方法やソフト名をご記入下さい。</li> </ul>	・大豆試料測定方法:報告シート (1)以外の、質量、密度、容器(充 填高さ)などをご記入下さい。	その他のコメント
11	ゲルマニウム半導体検出器による ガンマ線スペクトロメトリー法	オルテック GMX-60P4-83	63.8%	標準線源:放射能標準ガンマ体積 線源(アルミナ)MX033U8PP((社)日 本アイソトープ協会) 校正:標準ガンマ体積線源高さ5段 階(5,10,20,30,50mm) 標準線源情報:別表1 校正に用いた核種:別表2 核種毎の検出効率:別表2 自己吸収計算:セイコー イージーア ンドジー(㈱製「アスタジオ」による	受領したU-8容器に充填された試 料は、高さが50mmを超えていたた め、開封し少し圧縮した後、高さをノ ギスで測定した。 試料正味重量は本共同実験の測 定手順書に記載された重量をその まま用いた。 試料の充填高さ、重量、密度の情 報を入力し、セイコー イージーアン ドジー㈱製解析プログラムの登録情 報(サム効果補正係数、自己吸収率 補正係数)により定量した。 充填高さ:49.09mm 重量:0.075kg 密度:0.843g/cm <sup>3</sup>	解析システム:セイコー E G & G ㈱ Cs134の定量値について 795.76keVのピークは同 核種の801.84keVのピー ク及び、Ac-228のピーク が重なるため、 604.66keV、795.76keV双 方の値に大差が無いこと を確認した上で 604.66keVの値を採用す ることとする。
12	標準物質(玄米)との比較法	CANBERRA GC4020-7500SL	40%	標準線源 : 玄米認証標準物質(粒 状)JSAC 0731 使用ソフト: スペクトロエクスプロー ラー		測定位置は検出器表面 から約10cmの距離で 行った。 半減期・エネルギー・放 出率の出典:「ゲルマニウ ム半導体検出器によるガ ンマ線スペクトロメトリー」
14	<i>γ</i> 線測定	ORTEC GMX25P4	28%	・Cs134とCs137の標準線源は、基 になる線源溶液から100-200 μ L正 確に秤量したものを100mLの水に滴 下してそれぞれ作製。基になる線源 溶液の放射能濃度は、その溶液で 点線源を作製し、市販の点線源と比 較測定し決定。 ・K40線源は、容量分析用水酸化力 リウム溶液を用いて作製。 ・自己吸収の補正は、大豆試料、Cs 溶液、KOH溶液それぞれのγ線吸 収係数を実測した上で、積分法によ り自己吸収割合を計算し、各試料間 での自己吸収の違い(3.4-4.0%程 度)を補正。	<ul> <li>・100mLのPE製広ロビン(内径</li> <li>47.5mm)に試料を全量移し替え</li> <li>(75.44g)、ビンの側面をGe検出器</li> <li>(横型)の前面アクリルキャップに密着させて測定。</li> <li>・標準線源も同じ100mLのPE製広ロビンで作成し、同じジオメトリで測定。</li> </ul>	Cs134を含む標準線源を 用いているため、Cs134 のサム補正は本来なら必 要ないが、自己吸収の違 いに起因する効率の違い によって僅かに大豆試料 と標準線源の間でサム補 正量が異なるので、その 違い(0.41-0.65%)を計算 し補正。
試験所 番号	測定方法名	検出器のメーカーと型番	Ge検出器の相対効率	・検出効率(cps/Bq)を求めるために 使用した標準線源の質量、密度、容 器(充填高さ)、核種毎の検出効率 (cps/Bq)、できれば自己吸収計算方 法やソフト名をご記入下さい。	・大豆試料測定方法:報告シート (1)以外の、質量、密度、容器(充 填高さ)などをご記入下さい。	その他のコメント
-----------	----------------------------------	-----------------------------------	------------	--	--	---
15	Ge半導体検出器	SEIKO EG&G社 GEM55P	53.52%	SEIKO EG&G γスタジオにより、自 己吸収計算、サム効果補正等を 行った。標準線源は(社)日本アイソ トープ協会より9核種混合標準溶液 (MX010-0017JCSS証明済み、基準 日2012年2月25日12時)を購入し、 アルミナ粉末と混合し、U8容器に 50mm高さで充填して作成した。		送付された大豆試料をポ リエチレン袋に入れた 後、Ge半導体検出器の エンドキャップ上に置き、 測定。 不確かさは、解析ソフトに よって計算された誤差の 値を2倍して求めた。標 準溶液自体の相対拡張 不確かさ及び標準線源作 成時の誤差要因は含ん でいない。
16	γ線スペクトロメータ(ゲルマニウム半導体検 出器)法	オルテック社製 GEM35-70	39.40%	標準線源 質量:97.0g 密度:1.102 g/cm <sup>3</sup> 容器(充填高さ):U-8(50mm) 検出効率(cps/Bq): 109Cd(88.032keV):0.00146 57Co(122.058keV):0.00400 57Co(136.471keV):0.00509 139Ce(165.85keV):0.0138 85Sr(514.000keV):0.0137 54Mn(834.827keV):0.0138 88Y(898.030keV):0.0114 60Co(1173.21keV):0.00989 60Co(1332.47keV):0.00895 88Y(1836.00keV):0.00687 計算)フト名:Gamma Studio	質量:75.0g 密度:0.852g/cm <sup>3</sup> 容器:U-8(充填高さ50mm)	Cs134については放出比 が一番高いエネルギーの 値を採用した。 ブランクのカウント数は Cs134及びCs137は2σ以 下のためカウント数をゼ ロとした。
18	ゲルマニウム半導体検出器による ガンマ線スペクトロメトリー	・メーカー : CANBERRA社 ・型番 : GC2518	30.345%	標準線源:放射能標準体積線源(ア ルミナ) MX033U8PP 日本アイソトープ協会製	重量:75g 密度:0.846 g/cm <sup>3</sup> 容器:U8 高さ:50.0mm	

# 添付資料5 参加試験所からのその他の情報

# Lab 2

# 大豆

(	<u>5c</u>	m	)	

100111/								
Nuclide	Energy / keV	放出割合 / %	Eff.	Sample weight / kg	測定時間 / sec	count	1σ	cps
Cs-134	604.7	0.976	8.91E-03	0.07500	179,824	3,757	61	2.09E-02
Cs-137	661.7	0.851	8.13E-03	0.07500	179,824	5,816	76	3.23E-02
Cs-134	795.9	0.855	6.73E-03	0.07500	179,824	2,464	50	1.37E-02
K-40	1460.8	0.107	3.61E-03	0.07500	179,824	3,093	56	1.72E-02

Nuclide	1σ	Activity / Bq	1σ	Activity (時間補正 後) / Bq	1σ	Activity conc. / Bq kg <sup>-1</sup>	1σ	134Cs+ <sup>137</sup> Cs / Bq kg <sup>-1</sup>
Cs-134	3.41E-04	2.40	0.04	2.49	0.04	<u>33</u>	<u>1</u>	
Cs-137	4.24E-04	4.68	0.06	4.69	0.06	<u>62</u>	<u>1</u>	<u>96</u>
Cs-134	2.76E-04	2.38	0.05	2.47	0.05	<u>33</u>	<u>1</u>	
K-40	3.09E-04	44.5	0.8	44.5	0.8	<u>593</u>	<u>11</u>	

Cs-134:サム効果補正なし

<sup>40</sup> K										
サンプル	Energy / keV	高さ (cm)	γ [%]	KCI 正味の重量	(g) Activity (Bq)	gps	cps (net)	40 eff. (1461 ke	а	b
KCL (U-8)	1460.8	5.0	10.67	104	1689	180	0.65	3.61E-03	-1.024	6.286
<sup>152</sup> Eu										
Live time	keV	cps	err (1σ)	γ [%]	Eu-152 dps	err (1σ)	err (1σ) / %	а	b	Eu-152 Eff.
39,288	444	0.1507	0.0020	3.125	4.823	0.063	1.30	-1.024	6.286	1.22E-02
39,288	779	0.3393	0.0029	12.97	2.615	0.023	0.87	-1.024	6.286	6.88E-03
39,288	867	0.1015	0.0016	4.214	2.408	0.038	1.58	-1.024	6.286	6.16E-03
39,288	964	0.3132	0.0028	14.63	2.141	0.019	0.90	-1.024	6.286	5.53E-03
39,288	1,112	0.2536	0.0025	13.54	1.873	0.019	1.00	-1.024	6.286	4.78E-03
39,288	1,213	0.0247	0.0013	1.412	1.752	0.089	5.09	-1.024	6.286	4.37E-03
39,288	1,299	0.0252	0.0008	1.626	1.550	0.049	3.18	-1.024	6.286	4.07E-03
39,288	1,408	0.3077	0.0028	20.85	1.476	0.013	0.91	-1.024	6.286	3.75E-03



標準

#### Ge検出器とγ線スペクトロメトリー検出効率に関する情報

・感度係数(cps/Bq)を求めるた	エネルギー依存性 :	日本アイソトープ協会製 MX402 53	
めに使用した標準線源名	測定試料形状依存性 : 日	ヨ本アイソトープ協会製 CS031U8PP	
・感度係数(cps/Bq)を求めるため 感度係数(cps/Bq)	っに使用した全ての核種の	検出効率(cps/ γ)	サム効果や自己吸収補正の有無など、校正・ 測定方法を付記する。
エネルギー依存性(9核種混合	合点線源)		
Cd-109	0.00161	0.0446	) 測定試料形状依存性は <sup>137</sup> Cs容積線源を、エネ リビー佐存性は混合な種占線源を、エネ
Co- 57	0.0357	0.0418	$\mu$ 中世は此日核裡に稼瘍を、てれてれ 測定して求めた。なお、 $57$ Co、 $60$ Co及 $0$ <sup>88</sup> Yの
Ce-139	0.0281	0.0352	ローク効率を不める际には、ウム効果の影響に ついて補正した。
Cr- 51	0.00191	0.0194	測定試料によるア線の自己吸収は、試料ごと に計算により補正した。また、 <sup>134</sup> Csはサム効果
Cs-137	0.00827	0.00972	の影響を補正した。
Mn- 54	0.00790	0.00790	
Y-88(898keV)	0.00702	0.00747	
Y-88(1836keV)	0.00391	0.00393	
Co-60(1173keV)	0.00583	0.00584	
Co-60(1333keV)	0.00525	0.00525	
測定試料形状依存性( <sup>137</sup> Cs才	(容積線源)		
重量: 9.5g、密度:1.044g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(充填高:5.0mm)	0.0287	0.0337	
重量:19.0g、密度:0.994g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(10.5mm)	0.0254	0.0298	
重量:38.0g、密度:0.994g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(21.0mm)	0.0206	0.0242	
重量:57.0g、密度:1.010g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(31.0mm)	0.0177	0.0207	]
重量:76.0g、密度:1.018g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(41.0mm)	0.0154	0.0181	
重量:88.0g、密度:1.029g/cm <sup>3</sup> 、 容器:U-8(47.0mm)	0.0144	0.0169	



# **Lab 5** 不確かさの算出根拠

不確かさの西田	Turne	相	対標準不確かさ(%)	
下確からの安凶	туре	Cs-134(605keV)	Cs-137(662keV)	K-40(1461keV)
計数統計	Α	1.41	1.03	1.39
ピーク効率校正	В	1.59	1.29	1.45
減衰補正	В	<0.1	<0.1	<0.1
校正位置の再現性	В	<0.1	<0.1	<0.1
ガンマ線放出割合	В	0.08	0.24	1.04
自己吸収補正	В	0.20	0.18	0.13
カスケードサム効果補正	В	0.77	0.00	0.00
相対合成標準不確かさ(k=1)		2.3	1.7	2.3
相対拡張不確かさ(k=2)		4.5	3.3	4.5

	供試品作製時での	の換算放射能濃度	2013-02-01 JS	Т 00:00:00	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$
核種	半減期 (出典を記入する)	エネルギー	放出率	ピーク効率cps/ γ	サム効果補正有無	自己吸収補正有 無	ピーク面積計算方 法(関数法又はコ ベール法、その 他)
Co-124	Y	個々のエネルギーを記入する			有	有	
08-134	2.06E+00	563.26	8.38		0.881923	0.890347	関数適合法
Co-124	Y	個々のエネルギーを記入する	個々に記入する		有	有	
08-134	2.06E+00	569.29	15. 43		0.880451	0. 890815	関数適合法
Co 124	Y	個々のエネルギーを記入する	個々に記入する		有	有	
08-134	2.06E+00	604.66	97.56		0. 924515	0.893462	関数適合法
0. 124	Y	個々のエネルギーを記入する			有	有	
08-134	2.06E+00	795.76	85.44		0. 926223	0.905362	関数適合法
0. 124	Y	個々のエネルギーを記入する	個々のエネルギーを記入する		有	有	
08-134	2.06E+00	801.84	8. 73		0. 911149	0.905686	関数適合法
0. 124	Y	個々のエネルギーを記入する			有		
08-134	2.06E+00	1365.13	3.04		1. 131799	0.927379	関数適合法
Cs-134	Y	定量値(平均値など)を記入す る。求め方の詳細は表紙のコメ ント欄へ記載する。					
	2.06E+00						
0. 127	Y						
US-13/	3. 02E+01	661.64	85. 1		1	0.897398	関数適合法
K_40	Y						
κ-40	1.28E+09	1460. 75	10. 67		1	0. 929965	関数適合法

	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$
核種	機器ソフト上で選 択した試料材質	測定時間 live time(秒)	グロスカウント 数 N	ベースラインカ ウント数 Nb	正味カウント数 N−Nb	err	ピーク計数率 (カウント数/秒)
0. 124			755	490.2	264.8		
08-134	海底土,土壤,灰化物	86400			265.5	30.2	0.008738426
0- 124			935	506.8	428.2		
03 104	海底土,土壤,灰化物	86400			454.3	33.3	0.010821759
Co_124			3575	501.5	3073.5		
03 104	海底土,土壤,灰化物	86400			3090.5	60.4	0.041377315
Cs-134			2474	255.5	2218.5		
03 104	海底土,土壤,灰化物	86400			2220.2	50.9	0.028634259
Cs-134			476	218.5	257.5		
	海底土,土壤,灰化物	86400			212.3	35.1	0.005509259
Cs-134			168	111.7	56.3		
	海底土,土壤,灰化物	86400			57.1	11.3	0.001944444
Cs-134							
Cs-137			5464	355.5	5108.5		
	海底土,土壤,灰化物	86400					0.063240741
К-40			3210	68.3	3141.7		
K-40	海底土,土壤,灰化物	86400					0.037152778

## \*事前に測定した値でよい

	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$	$\rightarrow$
核種	試料がないときの グロスバックグラウ ンドカウント数 N' *	試料がないときの ベースラインカウン ト数 Nb' *	試料がないときの 正味バックグラウン ドカウント数 N'−Nb' *	バックグラウンド測 定時間*秒	測定時の放射能 Bq	供試品作製時の 放射能 Bq
Cs-134			0			2.61E+00
Cs-134						
			0			2.46E+00
Cs-134			0			2.66E+00
Cs-134			0			2.77E+00
Cs-134						
			0			2.66E+00
Cs-134			0			2.64E+00
Cs-134						
Cs-137			0			4.88E+00
K-40						
			0			4.00E+01

	$\rightarrow$	Ļ		_
核種	err	供試品作製時 の放射能濃度 (Bq/kg)	拡張不確かさ ( <i>k=</i> 2) (Bq/kg)	拡張不確かさ (k=2)の式
0- 104			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
6s-134	2.98E-01	34.860	3.969	=err/0.075
0- 104			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
6s-134	1.80E-01	32.756	2.403	=err/0.075
0- 104			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
6s-134	5.19E-02	35.409	0.692	=err/0.075
0 104			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
68-134	6.36E-02	36.976	0.848	=err/0.075
Co-124			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
08-134	4.40E-01	35.409	5.862	=err/0.075
Co-124			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
08-134	5.21E-01	35.208	6.941	=err/0.075
Cs-134			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
		35.862	5.120	
Ce-137			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
08-107	7.16E-02	65.060	0.955	=err/0.075
K-40			求め方は報告シート(不確 かさ)に記入する。	
IX 40	8.90E-01	623.79	11.87	=err/0.075

## 標準線源の高さ、重量、密度

高さ(mm)	重量(g)	密度(g/cm <sup>3</sup> )
5.0	9.4	1.061
10	18.8	1.061
20	37.6	1.061
30	56.4	1.061
50	94.0	1.061

核種ごとの検出効率

拉话夕	エネルキ゛ー	おもて		感度	€係数(cps/	′Bq)			4	検出効率(%)	)	
修理石	(eV)		5.0mm	10mm	20mm	30mm	50mm	5.0mm	10mm	20mm	30mm	50mm
Cd-109	88.03	3.79	0.601	0.560	0.387	0.308	0.215	15.868	14.766	10.220	8.133	5.665
Co- 57	122.06	85.6	13.653	12.929	9.005	7.245	5.127	15.950	15.104	10.520	8.464	5.989
Co- 57	136.47	11.10	1.685	1.594	1.116	0.901	0.642	15.178	14.358	10.058	8.119	5.780
Ce-139	165.85	79.90	10.428	9.797	6.961	5.650	4.068	13.051	12.262	8.712	7.071	5.091
Cr- 51	320.08	10.20	0.707	0.668	0.481	0.392	0.282	6.927	6.551	4.713	3.844	2.764
Sr- 85	514	99.27	4.386	4.154	2.992	2.443	1.758	4.418	4.185	3.014	2.461	1.771
Cs-137	661.64	85.00	2.962	2.804	2.016	1.646	1.186	3.485	3.299	2.372	1.936	1.395
Mn- 54	834.83	100	2.805	2.653	1.901	1.551	1.119	2.805	2.653	1.901	1.551	1.119
Y - 88	898.02	91.29	2.121	2.020	1.498	1.241	0.911	2.323	2.213	1.641	1.359	0.998
Co- 60	1173.21	100	1.782	1.695	1.254	1.040	0.767	1.782	1.695	1.254	1.040	0.767
Co- 60	1332.47	100	1.574	1.496	1.105	0.916	0.677	1.574	1.496	1.105	0.916	0.677
Y - 88	1836.13	99.34	1.161	1.099	0.803	0.665	0.493	1.169	1.106	0.808	0.669	0.496

### 3.自己吸収計算方法

自己吸収のあるピーク効率を、 $\varepsilon$ s、自己吸収のないピーク効率を $\varepsilon$ とすると、

*ε* sと*ε* の関係式は

 $\varepsilon s = \varepsilon \times f_{abs}$ 

となる。fabsは自己吸収係数であり、以下の式により求める。

$$f_{abs} = \frac{\int Eff(x) * exp(-\mu x) dx}{\int Eff(x) dx}$$

ここに、Eff(x):試料の底面から距離xにおける微厚な円板dxの効率で、Eff=A/(D+x)<sup>2</sup>

- A : 定数(先の計算式では分母子により相殺される)
- D:検出器の実効中心から試料の底面までの距離(cm)
- μ:着目エネルギーにおける試料の線減弱係数(/cm)

線減弱係数 μ については、以下の式によって求める。

 $\mu = \rho \times \{0.6023/M(2 \times \mu_{AI} + 3 \times \mu_{O})\}$ 

μ:線減衰係数

ρ:試料密度

M:試料の原子量(アルミナ=101.96)

μ<sub>AI</sub>:アルミニウム原子の全相互作用断面積

μ<sub>0</sub>:酸素原子の全相互作用断面積

#### 4.使用ソフト名

Spectrum Explorer及びGamma Explorer(キャンベラジャパン株式会社)

不確かさの算出については、以下の1~5の不確かさの評価における要因ごとの基本的な考え方を参考に算出した。

1.天秤目盛不確かさの評価

既知の値を利用したため評価項目から除外した

#### 2.定規目盛不確かさの評価

既知の値を利用したため評価項目から除外した

#### 3.標準線源不確かさの評価

標準体積線源のJCSS校正証明書における相対拡張不確かさから、下記評価方法にしたがい相対標準不確かさを算出した。

種類	相対拡張不確かさ	討価エデル	不確かさ	相対標準
	(%)	計画モブル	(%)	不確かさ
<b>抽 淮 纳 沥</b>	٧	校正証明書	V/2	()/(2)/100
惊华称源	(包含係数: <i>k</i> =2)	(標準偏差)	(包含係数: <i>k</i> =1)	(v/2)/100

<標準線源不確かさの評価方法>

例) 相対拡張不確かさV=4.7%の場合: 相対標準不確かさ=4.7/200=0.0235

注1)<sup>134</sup>Csの不確かさ評価においては、便宜上<sup>137</sup>Csの相対拡張不確かさを採用した

注2)<sup>40</sup>Kの不確かさ評価においては、便宜上<sup>60</sup>Coの相対拡張不確かさを採用した

#### 4.効率校正不確かさの評価

標準体積線源を用いたピーク効率の確認に係る定期監視データより、下記評価方法により相対標準不確かさを算出した。

1 <b>2</b> *7	ピーク効率の確認に			
	係る定期監視データ		不確かさ	相対標準
種類	変動係数	評価モデル	(%)	不確かさ
	(%)			
劫索抗正	CV	実測データ	CV.	CV /100
劝平牧正	υv <sub>X-R</sub>	の標準偏差	<b>υ ν</b> <sub>X-R</sub>	0 V <sub>X-R</sub> / 100

<効率校正不確かさの評価方法>

例)<sup>137</sup>Csの変動係数CV<sub>X-R</sub>=2.5%の場合:相対標準不確かさ=2.5/100=0.025

注1)<sup>134</sup>Csの不確かさ評価においては、便宜上<sup>137</sup>Csの相対拡張不確かさを採用した

注2)<sup>40</sup>Kの不確かさ評価においては、便宜上<sup>60</sup>Coの相対拡張不確かさを採用した

#### 5.計数誤差の評価

測定結果における放射能濃度と不確かさから、下記評価方法により相対標準不確かさを算出した。

種類	放射能濃度 (Bq/kg)	評価モデル	不確かさ (Bq/kg)	相対標準 不確かさ
標準線源	$R \pm \sigma$	計数誤差 (標準偏差)	σ	σ/R

<計数誤差の評価方法>

例) 放射能濃度が100±5.0Bq/kgの場合:相対標準不確かさ=5.0/100=0.050

6.不確かさの合成

上記の1~5で算出した要因ごとの不確かさを下記の方法により合成し、合成相対標準不確かさおよび拡張不確かさを求めた。

<不確かさの合成方法>

要因ごとの相対標準			対標準	隼	合成相対標準不確かさ	拡張不確かさ
	不	確かる	ž		U ( <i>k</i> =1)	( <i>k</i> =2)
<b>U</b> <sub>1</sub>	U <sub>2</sub>	$U_3$	$U_4$	$U_5$	$\sqrt{(U_1^2 + U_2^2 + U_3^2 + U_4^2 + U_5^2)}$	2 × U

# 別表1 校正に用いた標準線源

高さ5mm

核種	放射能 <sup>※</sup> (Bq)	相対拡張不確かさ (%)	実測充填高さ (mm)	質量 (g)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Cd-109	$4.081 \times 10^{2}$	5.4			
Co-57	$2.740 \times 10^{1}$	4.7			
Ce-139	$2.754 \times 10^{1}$	4.7			
Cr-51	$6.79 \times 10^{2}$	5.0			
Sr-85	3.419 × 10 <sup>1</sup>	5.2	4.91	9.4	1.036
Cs-137	3.437 × 10 <sup>1</sup>	4.9			
Mn-54	3.751 × 10 <sup>1</sup>	5.0			
Y-88	$4.053 \times 10^{1}$	4.9			
Co-60	$4.431 \times 10^{1}$	5.0			

## 高さ10mm

核種	放射能 <sup>※</sup> (Bq)	相対拡張不確かさ (%)	実測充填高さ (mm)	質量 (g)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Cd-109	$8.16 \times 10^{2}$	5.3			
Co-57	$5.480 \times 10^{1}$	4.6			
Ce-139	$5.508 \times 10^{1}$	4.6			
Cr-51	$1.358 \times 10^{3}$	4.9			
Sr-85	$6.84 \times 10^{1}$	5.1	9.93	18.8	1.036
Cs-137	$6.87 \times 10^{1}$	4.7			
Mn-54	$7.50 \times 10^{1}$	4.9			
Y-88	8.11 × 10 <sup>1</sup>	4.8			
Co-60	$8.86 \times 10^{1}$	4.8			

## <u>高さ20mm</u>

核種	放射能 <sup>※</sup> (Bq)	相対拡張不確かさ (%)	実測充填高さ (mm)	質量 (g)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Cd-109	$1.633 \times 10^{3}$	5.3			
Co-57	$1.096 \times 10^{2}$	4.6			
Ce-139	$1.102 \times 10^{2}$	4.6			
Cr-51	2.715 × 10 <sup>3</sup>	4.9			
Sr-85	$1.368 \times 10^{2}$	5.0	19.95	37.6	1.036
Cs-137	$1.375 \times 10^{2}$	4.7			
Mn-54	$1.500 \times 10^{2}$	4.9			
Y-88	$1.621 \times 10^{2}$	4.7			
Co-60	$1.772 \times 10^{2}$	4.8			

## 高さ30mm

核種	放射能 <sup>※</sup> (Bq)	相対拡張不確かさ (%)	実測充填高さ (mm)	質量 (g)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Cd-109	$2.449 \times 10^{3}$	5.3			
Co-57	$1.644 \times 10^{2}$	4.6			
Ce-139	$1.653 \times 10^{2}$	4.6			
Cr-51	$4.073 \times 10^{3}$	4.9			
Sr-85	$2.051 \times 10^2$	5.0	29.97	56.4	1.036
Cs-137	$2.062 \times 10^{2}$	4.7			
Mn-54	$2.250 \times 10^{2}$	4.9			
Y-88	$2.432 \times 10^{2}$	4.7			
Co-60	$2.659 \times 10^{2}$	4.8			

### 高さ50mm

核種	放射能 <sup>※</sup> (Bq)	相対拡張不確かさ (%)	実測充填高さ (mm)	質量 (g)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Cd-109	$4.081 \times 10^{3}$	5.3			
Co-57	$2.740 \times 10^{2}$	4.6			
Ce-139	$2.754 \times 10^{2}$	4.6			
Cr-51	$6.79 \times 10^{3}$	4.9			
Sr-85	$3.419 \times 10^{2}$	5.0	50.02	94.0	1.036
Cs-137	$3.437 \times 10^{2}$	4.7			
Mn-54	3.751 × 10 <sup>2</sup>	4.9			
Y-88	$4.053 \times 10^{2}$	4.7			
Co-60	$4.431 \times 10^{2}$	4.8			

※ 放射能 基準日 : 2011年12月1日 12時00分

## 別表2 効率校正に用いた核種および検出効率

核種	ピークエネルギー			検出効率		
	(keV)	5mm	10mm	20mm	30mm	50mm
Cd-109	88.03	1.056471E-01	9.408637E-02	8.300166E-02	6.878090E-02	5.126503E-02
Co-57	122.06	1.270239E-01	1.108587E-01	9.311984E-02	7.948125E-02	6.132495E-02
Co-57	136.47	1.209023E-01	1.024335E-01	8.460334E-02	7.479574E-02	5.786609E-02
Ce-139	165.85	1.188539E-01	1.039896E-01	8.700967E-02	7.400609E-02	5.654384E-02
Cr-51	320.11	6.920803E-02	6.028753E-02	5.096324E-02	4.340891E-02	3.346495E-02
Sr-85	514.00	4.649485E-02	4.022697E-02	3.424862E-02	2.939928E-02	2.258504E-02
Cs-137	661.65	3.798368E-02	3.307009E-02	2.800509E-02	2.394375E-02	1.833308E-02
Mn-54	834.83	3.168910E-02	2.751309E-02	2.326697E-02	1.997106E-02	1.527874E-02
Y-88	898.03	3.066462E-02	2.673466E-02	2.244279E-02	1.905168E-02	1.449103E-02
Co-60	1173.21	2.420244E-02	2.091438E-02	1.739315E-02	1.502584E-02	1.141554E-02
Co-60	1332.47	2.190074E-02	1.912269E-02	1.592098E-02	1.353252E-02	1.032418E-02
Y-88	1836.00	1.670796E-02	1.453884E-02	1.212231E-02	1.041024E-02	7.924347E-03

不確かさの算出は下表による。

	て確かさの毎日		合成不確かさ	
	个唯からの安囚	Cs-134	Cs-137	K-40
前処理		0.0750%	0.0750%	0.0750%
秤		0.00066%	0.00066%	0.00066%
厚	<i>t</i> e	0.0750%	0.0750%	0.0750%
均	質性	考慮せず	考慮せず	考慮せず
校正		3.02%	3.02%	3.02%
厚	さ	0.0750%	0.0750%	0.0750%
校	正用線源	2.60%	2.60%	2.60%
幾	何条件	考慮せず	考慮せず	考慮せず
不	感時間	考慮せず	考慮せず	考慮せず
測	定系の変動	考慮せず	考慮せず	考慮せず
計	·数誤差	1.06%	1.06%	1.06%
放	出比	0.757%	0.757%	0.757%
校	正式のフィッテング	0.809%	0.809%	0.809%
サ	ム効果補正	考慮せず	考慮せず	考慮せず
自	己吸収補正	考慮せず	考慮せず	考慮せず
減	衰補正	0.0882%	0.0882%	0.0882%
試料測	定	1.53%	1.14%	1.79%
幾	何条件	考慮せず	考慮せず	考慮せず
不	感時間	考慮せず	考慮せず	考慮せず
測	定系の変動	考慮せず	考慮せず	考慮せず
計	·数誤差	1.49%	1.04%	1.31%
放	出比	0.328%	0.467%	1.218%
サ	ム効果補正	考慮せず	考慮せず	考慮せず
自	己吸収補正	考慮せず	考慮せず	考慮せず
減	衰補正	0.0134%	0.0009%	0.0051%
合成標	準不確かさ	3.38%	3.23%	3.51%
拡張:	 不確かさ(k=2)	6.8%	6.5%	7.0%

#### Lab 14 不確かさの算出根拠

个唯からの昇山依拠

・Cs134, Cs137溶液の放射能濃度決定に使用した点線源

- ①Eu152線源(JAERI Eu427 A-7):不確かさ±4%(3σ)
- ②混合核種γ線源(DKD製 GF-ML-M-7601 S/N: 1560-47):不確かさ±2.9%(2σ)
- (Am241, Cd109, Co57, Ce139, Hg203, Sn113, Sr85, Cs137, Y88, Co60を解析に使用。)
- ・Ge検出器表面から77mm位置に点線源を置いて各 γ線に対する検出効率を測定し
- それらの値を指数関数の多項式で最小自乗フィットして検出効率曲線を作成。
- 検出効率曲線の推定不確かさは、実験値のばらつき具合から±2.0%(1σ)と推定。
- ・Eu152, Co57, Ce139, Y88, Co60及びCs134の各γ線に対しては、カスケードサムによる計数損失を計算し補正。 計算に使用する全効率は、積分法で計算したエネルギー依存曲線の絶対値をCs137で測定した実験値に合うように調整したものを使用。

・K40線源の放射能強度の不確かさは±1.1%(1σ)。K40の同位体比の不確かさが主因。

・大豆試料中の放射能強度は、自作した標準線源との間でγ線計数率を直接比較することで算出。
 よって、体積線源に対する検出効率曲線を求める必要はなく、その不確かさは加算されない。
 Cs134に対するカスケードサムの補正も、同じ形状の標準線源との間でγ線計数率を直接比較しているのでキャンセルされ、不確かさは加算されない。
 ただし自己吸収の違いに起因する効率の違いによって試料間でカスケードサムの補正量が僅かに異なるため、その違いを計算し(0.41-0.65%)、補正。
 この補正の不確かさは、0.41-0.65%の15%(0.06-0.1%)と推定。

・大豆試料、Cs溶液、KOH溶液の密度は、それぞれ約0.75, 1.0, 1.16g/cm3。
 それぞれの試料に対して γ線吸収係数を実測し、自己吸収割合を積分法で計算。
 自己吸収の割合は各試料間で3.4-4.0%程度異なり、この違いを補正。
 補正の不確かさは、この3.4-4.0%の5%(約0.2%)と推定。

・これらの不確かさ(1 σ)と計数誤差(1 σ)を誤差の伝播式を用いて合成した値(1 σ)を2倍してk=2の拡張不確かさとした。

## Lab 16 不確かさの算出根拠

計算シート(1)の拡張不確かさ(k=2)は以下の(1)~③の式で求められる。

①放射能濃度及び誤差から算出した相対標準不確かさ(%)=誤差(Bq/kg)÷放射能濃度(Bq/kg)×100

②標準線源の137Csの不確かさを合成して得られた最終的な相対標準不確かさ(%)=√(①<sup>2</sup>+(標準線源の137Csの相対拡張不確かさ÷2)<sup>2</sup>)

③拡張不確かさ(k=2)(Bq/kg)=放射能濃度(Bq/kg)×2/100×2

計算例

	エネルギー	放射能濃度(Bq/kg)	誤差(Bq/kg)	放射能濃度及び誤差から算出した相対標準不確かさ(%	) 標準線源の137Csの	の相対拡張不確かさ(%)
Cs-134	604.66keV	38.19	0.7418	$0.7418 \div 38.19 \times 100 = 1.94$	4.7	

相対標準不確かさ(標準線源の不確かさを加味した値)(%) 拡張不確かさ(k=2)(Bq/kg)

 $\sqrt{(1.94^2+(4.7/2)^2)}=3.04$ 

 $38.19 \times 3.04 / 100 \times 2 = 2.32$ 

## Standards (3.5cm)

Nuclide	Energy / ke∨	Activity / Bq	放出割合 / %	測定時間 / sec	Count	1σ	cps	1σ	Eff.	1σ		
Cs-134	604.7	976	0.976	600	10,579	103	17.6	0.2	1.85E-02	5.40E-04		
Cs-137	661.6	1,006	0.851	600	6,759	82	11.3	0.1	1.32E-02	4.80E-04		
K-40 (KCL reagent)	1,460.8	1,254	0.107	4,200	3,710	61	0.883	0.015	6.58E-03	3.24E-04		
K-40 (KCL aq)	1,460.8	271	0.107	16,000	3,133	56	0.196	0.003	6.74E-03	3.61E-04		

# <sup>40</sup>K

サンプル	Energy / keV	高さ (cm)	γ [%]	KCI 正味の重量 (g	g)Activity (Bq)	gps	cps (net)	eff. (1461 keV)	а	b
KCL (スペース_0cm)	1460.8	3.5	10.7	77.12	1254	134	0.888	0.0066	-0.8546	3.351
KCL aq (スペース_0cn	1460.8	3.5	10.7	77.12	1254	134	0.066	0.0005	-0.8546	0.2497
KCL (スペース_14cm)	1460.8	3.5	10.7	77.12	1254	134	0.066	0.0005	-0.8546	0.2497

### <sup>152</sup>Eu

Live time	keV	cts	err (1σ)	cps	err (1σ)	γ [%]	dps	err (1σ)	err (1σ) / %	Eff. (D_0cm)	Eff. (D_14cm)
12,791	443.965	1,917	44	0.1499	0.0034	3.125	4.796	0.110	2.28	<u>1.83E-02</u>	<u>1.36E-03</u>
12,791	778.904	4,965	70	0.3882	0.0055	12.97	2.992	0.042	1.42	1.13E-02	8.44E-04
12,791	867.391	1,409	38	0.1102	0.0029	4.214	2.614	0.070	2.66	1.03E-02	7.70E-04
12,791	964.055	4,594	68	0.3592	0.0053	14.63	2.455	0.036	1.48	9.44E-03	7.03E-04
12,791	1112.088	3,720	61	0.2908	0.0048	13.54	2.148	0.035	1.64	8.35E-03	6.23E-04
12,791	1212.970	373	19	0.0292	0.0015	1.412	2.065	0.107	5.18	7.76E-03	5.78E-04
12,791	1299.152	391	20	0.0306	0.0015	1.626	1.880	0.095	5.06	7.32E-03	5.45E-04
12,791	1408.022	4,807	69	0.3758	0.0054	20.85	1.802	0.026	1.44	6.83E-03	<u>5.09E-04</u>



<u>大豆 (3.5cm : スペ</u>	ース_0cm)	
	Sample weight /	測定時間 /

Nuclide	Sample weight / kg	測定時間 / sec	Count	1σ	cps	1σ	Activity / Bq	1σ	Activity (corrected) / Bq	1σ	Activity conc. / Bq kg <sup>-1</sup>	1σ	<sup>134</sup> Cs+ <sup>137</sup> Cs / Bq kg <sup>-1</sup>
Cs-134 (using <sup>152</sup> Eu- <sup>40</sup> K)	0.05528	145,929	4,127	64	2.83E-02	4.40E-04	2.06	0.03	2.12	0.03	<u>38</u>	<u>1</u>	111
Cs-137 (using <sup>152</sup> Eu- <sup>40</sup> K)	0.05528	145,929	6,471	80	4.43E-02	5.51E-04	4.00	0.05	4.01	0.05	<u>73</u>	1	
K-40 (using KCL reagent)	0.05528	145,929	3,634	60	2.49E-02	4.13E-04	35.2	0.6	35.2	0.6	636	11	

添付資料 6: Cs-134 と Cs-137 測定値の関係について

Cs-134 と Cs-137 の関係を 95%信頼楕円とともに図 6-1 に表示した(楕円は ISO 13528 に述べられたユーデン図の作成方法による)。標準線源について日本アイソトープ協会の核 種混合アルミナ放射能標準ガンマ体積線源を使用した試験所を赤マークで示し、他を緑又 は青マークで示した。

比較のために、1年前に共同実験を行った土壌標準物質の認証共同実験の実績も付記した ものを図 6-2 に示した。



図 6-1 Cs-134 と Cs-137 測定値の比較(大豆)



図 6-2 Cs-134 と Cs-137 測定値の比較(大豆と土壌)

## 添付資料7:報告されたy線スペクトル例

バックグラウンドを含めた全体のスペクトルと Cs-134, Cs-137, K-40 の部分を拡大したいくつかの例を示す.







































K-40 1460 keV



Lab 14 測定時間 試料あり: 190 650 s 試料なし: 217 388 s (190 650 s に換算して表示)

Cs-134 605 keV







Cs-134 796 keV







Lab 15 測定時間 試料あり: 88 405 s 試料なし: 276 647 s (88 405s に換算表示)







Cs-137 662 keV



Cs-134 796 keV









Lab 17 測定時間 試料あり:145 942 s 試料なし:152 792 s (換算せずに表示)

Cs-134 605 keV






Cs-134 796 keV





K-40 1460 keV

2013.5

# The Japan Society for Analytical Chemistry 日本分析化学会

## 認証書

## **Certified Reference Material**

JSAC 0761	(低濃度,	U8 容器)
<b>JSAC 0762</b>	(低濃度,	100 mL 容器)
JSAC 0763	(低濃度,	1L容器)

### 大豆認証標準物質(粉末状,低濃度) 放射能分析用

本標準物質は、セシウム 134(<sup>134</sup> Cs),セシウム 137(<sup>137</sup> Cs),カリウム 40(<sup>40</sup> K)の 放射能濃度が認証された粉末状の大豆試料で、JIS Q 0035(ISO Guide 35)に規定される共同 実験方式を用いて認証値を決定したものである.

γ線スペクトロメトリーによる放射能分析の妥当性確認,測定器の精度管理などに用いることができる.

**認証値** 基準日時(日本時間) 2013年2月1日 0時0分0秒

標準物質 番号	成分	放射能濃度 <sup>注1)</sup> Bq/kg	拡張不確かさ ( <i>k</i> =2) <sup>注2)</sup> Bq/kg	室間再現 標準偏差 ( <i>SD</i> ) <sup>注3)</sup> Bq/kg
JSAC 0761 JSAC 0762 JSAC 0763	<sup>134</sup> Cs	37.1	2.6	1.9
	<sup>137</sup> Cs	68.2	4.6	3.0
	$^{40}$ K	619	60	27

<sup>注1)</sup> 放射能濃度は、水分を含んだ試料質量をもとに計算している.

<sup>注2)</sup> 拡張不確かさは、合成標準不確かさに包含係数 k=2 を乗じたもので、信頼の水準約 95 %に 相当する.

<sup>注3)</sup>室間再現標準偏差は、認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値の平均値を基 準として求めた標準偏差である.

### 使用方法と使用上の注意

1. JSAC 0761 は, 試料 75 g を U8 容器(内径 48 mm)に充てんした後, 中蓋を入れ, 上蓋で固定されている. 容器を故意に振動・転倒させて試料を攪拌することを避ける.

- 2. U8 容器に充てんした試料の高さは 50 mm であるが,必要に応じて高さを測定することを 推奨する.
- 3. JSAC 0762 及び JSAC 0763 は適切な放射能測定用の容器に詰めかえて用いる. 採取量は 75 g 以上とし、測定容器に詰めた試料の質量を精確に測定し、記録する.
- 4. 本標準物質は、放射性核種を含むため取扱いに注意し、廃棄の際には関連法規を遵守する.

#### 保管上の注意及び認証値の安定性

本標準物質は、冷暗所に保管する.

日本分析化学会では定期的に安定性試験を行い、その結果から有効保存期間及び有効保存期 限を決めて、学会の会誌又はウエブサイト等に公表するので、参照すること.

#### 標準物質の調製方法及び均質性評価

放射能汚染のある大豆試料を,105 ℃,24 時間乾燥,フードミルで粉砕,篩分け,混合の後,3種類の容器に小分けした.充てんした試料の質量は,U8容器 75 g,100 mL 容器 80 g,1 L 容器 800 g である.最後に,20 kGy の <sup>60</sup>Co γ線照射による滅菌を行い候補標準物質とした.

均質性試験は12試料の放射能濃度の測定により実施し、評価された均質性を合成標準不確か さに含めた.

135 ℃,2時間の乾燥による試料の質量の減少を測定したところ,約0.8%の質量の減少が認められた.

#### 認証値の決定方法

認証値は、Ge 半導体検出器を用いた y 線スペクトロメトリー<sup>x献1</sup>)による 13 試験所の共同実 験結果を JIS Q 0035 の手順に沿って統計的に処理して得られたものである。U8 容器に充てん した 294 個の試料から等間隔に 13 個を抜き取り、参加試験所に配付した.認証値は 13 の報告 値の平均値であり(棄却したデータはなかった),拡張不確かさは、共同実験の平均値の標準 不確かさ、検出効率校正の標準不確かさ、自己吸収補正に含まれるかたより、均質性試験から 推定された標準不確かさを合成して包含係数を乗じて算出した.また、室間再現標準偏差(*SD*, 報告値の標準偏差に等しい)を記載した.

#### 共同実験の実施期間

共同実験は 2013年3月から4月の間に行われた.

#### 計量トレーサビリティ

測定器の校正には計量トレーサビリティが確保された手順が用いられた.また、国家標準へのトレーサビリティが取れた標準線源が用いられた.なお、3試験所では <sup>40</sup>K について KCl 及び KOH の学術的データが用いられた.詳細は開発成果報告書を参照のこと.

**認証日付** 2013 年 5 月 27 日

### 認証値決定に協力した分析機関

東京都市大学原子力研究所 東京都市大学工学部 明治大学理工学部 東京大学アイソトープ総合センター (公社)日本アイソトープ協会 (公財)日本分析センター (一財)日本食品分析センター (独)放射線医学総合研究所 (独)日本原子力研究開発機構 (独)農業環境技術研究所 エヌエス環境株式会社 株式会社環境総合テクノス 日本ハム株式会社中央研究所

以上 13 機関

- 生産及び頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会
- **調製・均質性試験機関**環境テクノス株式会社 (北九州市戸畑区中原新町2-4) 東京都市大学原子力研究所 (川崎市麻生区王禅寺 971)

認証責任者 公益社団法人 日本分析化学会 標準物質委員会 委員長 上本 道久

作業委員会: 放射能標準物質作製委員会

	氏名	所 属
委員長	平井 昭司	東京都市大学
委員	薬袋 佳孝	武蔵大学
委員	岡田 往子	東京都市大学
委員	米澤 仲四郎	(公財)日本国際問題研究所
委員	三浦 勉	(独)産業技術総合研究所
委員	植松 慶生	(公財)日本適合性認定協会
委員	岡田 章	(株) テルム
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

問合せ先

	氏名	所属
リーダー	薬袋 佳孝	武蔵大学
サブリーダー	岩本 浩	環境テクノス(株)
委員	米澤 仲四郎	(公財)日本国際問題研究所
委員	三浦 勉	(独)產業技術総合研究所
委員	渋川 雅美	埼玉大学大学院
委員	荒川 史博	日本ハム株式会社
アドバイザー	千葉 光一	(独)產業技術総合研究所
アドバイザー	北村 清司	(公財)日本分析センター
アドバイザー	山田 崇裕	(公社)日本アイソトープ協会
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

受託事業 放射能環境標準物質開発委員会

文献 1) 平成 4 年改訂 放射能測定シリーズ No.7「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線 スペクトロメトリー」

公益社団法人 日本分析化学会 〒141-0031 東京都品川区西五反田1丁目26-2 五反田サンハイツ 304号 Tel. 03(3490)3351 Fax 03(3490)3572 ホームページ:http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html e-mail∶crmpt@ml.jsac.or.jp

付記:本大豆認証標準物質は,独立行政法人科学技術振興機構による 2013 年度研究成果展開事業(先端 計測分析技術・機器開発プログラム)として受託し,開発されたものである.ただし,当該委託費には, 認証した標準物質の保存・頒布等に要する費用(管理費を含む)は含まれていない.