

The Japan Society for Analytical Chemistry

日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material

JSAC 0471 (U8 容器, 50 mm 高さ)

JSAC 0472 (U8 容器, 30 mm 高さ)

JSAC 0473 (U8 容器, 10 mm 高さ)

土壤認証標準物質 放射能分析用

本標準物質は、セシウム 134 (^{134}Cs) , セシウム 137 (^{137}Cs) , カリウム 40 (^{40}K) の放射能濃度が認証された乾燥土壌試料で、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、 γ 線スペクトロメトリーによる放射能分析方法の妥当性の確認、測定器の精度管理などに用いることができる。また、参考値としてストロンチウム 90 (^{90}Sr) , プルトニウム (Pu) の放射能濃度、Pu 同位体比を示した。

認証値 **基準日時 (日本時間)** **2012 年 2 月 1 日 0 時 0 分 0 秒**

標準物質 番号	成分	放射能濃度 Bq/kg	拡張不確かさ ($k=2$) ^{注1)} Bq/kg	室間再現 標準偏差 (SD) ^{注2)} Bq/kg
JSAC 0471 JSAC 0472 JSAC 0473	^{134}Cs	85.3	5.9	4.8
	^{137}Cs	115	8	5
	^{40}K	396	25	15

注1) 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。

注2) 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。

参考値

標準物質 番号	核種	放射能濃度 ^{注3)} Bq/kg	分析方法
JSAC 0471	⁹⁰ Sr ^{注4)}	0.20 ± 0.07 0.40 ± 0.25	化学分離/低バックグラウンドガスフローカウンター
	²³⁸ Pu	ND(0±0)	陰イオン交換分離/α線スペクトロメトリー
	²³⁹⁺²⁴⁰ Pu	0.0180 ± 0.0044	
	²³⁹ Pu	0.0141 ± 0.0003	抽出クロマトグラフィ/ID-ICPMS
	²⁴⁰ Pu	0.011 ± 0.001	
²³⁹⁺²⁴⁰ Pu	0.025 ± 0.001		
JSAC 0472			
JSAC 0473	核種	同位体比 ^{注3)}	分析方法
	²⁴⁰ Pu / ²³⁹ Pu	0.1804 ± 0.0092	陰イオン交換分離/TIMS
	²³⁸ Pu / ²³⁹ Pu	< 0.05	
	²⁴¹ Pu / ²³⁹ Pu	< 0.003	
	²⁴² Pu / ²³⁹ Pu	< 0.005	

注3) 放射能濃度及び同位体比で±に続く数値は測定標準不確かさ又は実験標準偏差である。

注4) 測定は2試験所で独立に実施され、結果は並列に記述した。

使用上の注意

1. 試料はU8容器(内径 48 mm)に均質になるように充填した後、中蓋及びクッションボールを入れ、上蓋を閉めて軽く固定されているので、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高さ 50 mm, 30 mm, 10 mm は公証値であり、必要に応じて高さを測定することを推奨する。
3. 本標準物質は、放射性核種を含むため取り扱い及び廃棄には注意する。

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、学会の会誌又はウェブサイト等に公表するので、参照下さい。

標準物質の調製方法及び均質性評価

採取した土壌試料を、熱風循環式定温乾燥器にて 35 °C, 24 時間乾燥し、その後、アルミナボールミルを用いて粉碎、これを篩分けし、粒径 (63 - 250) μm のものを選別した。この後、全試料を、拡翼式混合機を用いて混合し、続いて V 型混合機で再混合し、試料の均質化を図った。

た。試料は、U8 容器(内径 48 mm)に 50 mm 高さ、135.0 g で 255 本、30 mm 高さ、80.0 g で 50 本、10 mm 高さ、30.0 g で 50 本を瓶詰めした。試料の充填前に 6 カ所から試料を採取し Mn, Cu, Zn 濃度を ICP-AES により測定したところ均質性には問題が見られなかった。また、底質調査方法(昭和 63 年 環境庁環水管 127 号)に準じて乾燥減量(水分)を測定したところ 1.5 %であった。

放射能濃度の均質性は、試料調製時に化学分析を実施した試料とほぼ同位置から 2 本ずつ計 12 本分の試料を採取して、U8 容器に 50 mm の高さで 135 g を充填した試料を用いて評価した。試料中の ^{134}Cs , ^{137}Cs , ^{40}K 測定は 2 機関で実施され、不均質性は JIS Q 0035 に記述される手順を用いて評価され、不確かさに合成された。

認証値の決定方法

認証値は、下記の 12 の試験所による Ge 半導体検出器を用いた γ 線スペクトロメトリー^{文献1)}による共同実験結果を 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。すなわち、製作した試料から無作為に 12 個を抜き取り、参加試験所に配付した。認証値は 12 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。なお、認証値は、充てん高さが異なる試料を含めて、充てん高さ 50 mm の試料を用いて決定した。詳細は開発成果報告書を参考のこと。

共同実験の実施期間

認証値決定のための共同実験は 2012 年 3 月から 4 月の間に行われた。参考値決定のための共同実験は、2012 年 3 月から 7 月の間に行われた。

計量トレーサビリティ

認証値の決定において、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。すなわち、国家標準へのトレーサビリティが取れた参照標準が用いられたほか、1 試験所では ^{40}K について KCl の学術的データ、1 試験所では妥当性が実証されている計算によって行われた。また、核データや自己吸収補正など、学術的データに基づく補正については不確かさを考慮した。詳細は開発報告書を参照のこと。

参考値について

参考値に示した核種については、分析を実施した機関数が少なく、認証値を算出することはできなかったが、本土壌標準物質の性状を理解するために有効と考え参考値として記載した。関連する情報として下記が参考になる。

- 1)[日本の環境放射能と放射線] http://www.kankyo-hoshano.go.jp/kl_db/servlet/com_s_index.
- 2) K.Hirose *et. al*: [Recent trends of plutonium fallout observed in Japan : plutonium as a proxy for desertification] , J. Environ. Monit., 5 (2003) 302-307.

認証日付 2012年5月29日

認証値決定に協力した分析機関

東京都市大学工学部
東京都市大学原子力研究所
明治大学理工学部
京都大学原子炉実験所
(大共)高エネルギー加速器研究機構放射線科学センター
(財)日本分析センター
(公社)日本アイソトープ協会
(独)放射線医学総合研究所
(独)産業技術総合研究所
(独)日本原子力研究開発機構
エヌエス環境株式会社
株式会社環境総合テクノス
以上 12 機関

参考値決定に協力した分析機関

(財)環境科学技術研究所
(国)気象研究所
(独)日本原子力研究開発機構
(財)日本分析センター
以上 4 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)
エヌエス環境株式会社 (東京都港区西新橋 3-24-9)
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 久保田 正明

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	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

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」

改定履歴

2012年10月15日 認証値及び不確かさを訂正すると共に、参考値を追加した。

問合せ先 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