

日本分析化学会関東支部編

公害分析指針



水・土壌編 3-b

放射能

山縣 登

共立出版株式会社

水・土 壌 編 の 序

水質汚濁のもっとも大きな原因は、工場排水、鉱山排水、都市排水、食品工業排水、農業排水などのように、利用された水が元の状態に戻されずに放出されたり、大気や土壌の汚染を経由してくることにある。また、土壌や河川、海域の底質の汚染は、水が運んできた汚染物質が蓄積したり、あるいは大気中の汚染物質が降下したりして起こる。

水は、生活用水や産業用水として重要なばかりでなく、底質とともにさまざまな生物の生活環境をつくっており、また土壌は農耕地や牧草地として、その上に生育する植物や家畜にとって大切なものである。いわゆる公害に関連して水や土壌を分析する目的は、人や家畜に及ぶかもしれない害作用や環境の利用価値の低下を評価すること、あるいはある地域が人の活動によって汚染されたかどうかの判断などさまざまであろう。

このような評価や判断をおこなうために、試料のサンプリングが目的に適うように正しくなされていなければ、分析がどんなに正確におこなわれようとも、得られたデータは無意味なものとなろう。このような見地から、サンプリングの方法について、できるだけ詳しく記載することにした。

また、分析の対象となる物質や現象も、すでに制定されている環境基準や排出基準にとらわれず、各種有害性物質をはじめ一般試験項目を含め、広い立場から選び、分析方法については、もっとも広く使用されている信頼のおける方法を中心とし、それぞれの分野で第一線に立って仕事をしている人びとに執筆していただいた。

本シリーズが環境汚染防止の目標を達成するのに少しでも世の中のお役に立てば幸いである。

——著者紹介——

やまがた
山縣 のぼる
登 国立公衆衛生院放射線衛生学部長・理学博士

化学物質による環境汚染の問題が深刻になるにしたがい、分析技術者の責任はますます重大になってきた。このときあたり、日本分析化学会関東支部は、大気、水・土壌、食品中のおもな汚染物質の成分別の分析法について、各種公定法はもちろん、最新の技術を盛り込んだ現場の分析技術者のための指導書の刊行を企画した。本シリーズが公害分析に携わる方々の座右の書としての役割を果たすことができれば望外のしあわせである。

編集委員

委員長	荒 木	峻	東京都立大学工学部教授・工博
	金 沢	純	農業技術研究所農薬残留研究室長・農博
	柳 沢 三 郎		慶応義塾大学工学部教授・理博
	山 縣	登	国立公衆衛生院放射線衛生学部長・理博
	山 下 太 郎		(財)日本食品分析センター常務理事・農博
	山 手	昇	国立衛生試験所環境衛生第1室長・工博

目 次

205/208

放 射 能	1
1. 概 要	1
2. 試料調製法	2
試料採取法—2 放射能測定試料のマウント法—10	
3. 放射能測定法	13
基準化の方法—13 分析結果の信頼度—16 放射線計測法—18	
4. ^{90}Sr	20
飲料水（上水）—21 海水—26 土壌および底質—30	
5. ^{106}Ru	36
海水—37 海底土—43	
6. ^{137}Cs	46
飲料水（上水）—47 海水—50 γ 線計測による ^{137}Cs の定量—52	
土壌および底質—55	
7. ^{226}Ra	57
飲料水（エマネーション）—57 飲料水（沈殿法）—62	
8. ^{60}Co	66
海水—66 海底土—69	
参考書および解説	73

索

引

2016/09/27
2k612/0707

ア 行

Atrazine	37
Ametryne	37
アルカリ熱イオン化検出器(AFTD)	
.....	6, 15, 20, 36, 37
、アルカリ分解法	45
異常ピーク	51
雨 水	4
エチレンジブロマイド (EDB)	40
N I P	38, 39
N-TFA化	22, 23, 25
N-TFA誘導体	21, 24, 25
MCP	31
炎光光度検出器 (FPD)	6, 15, 20

カ 行

海 水	5
ガスクロマトグラム (PCB)	56
ガスクロマトグラフ定量用標準溶液	47
河川水	4
活性アルミナ	36
カーバメート殺虫剤	21
紙および紙製品	50
キャブタン	27
共抽出物量	12
グデルナダニッシュ濃縮器 (KD濃縮器)	46
2-クロルエチルエステル化	31, 32
クロルピクリン	40, 41
計算方法 (PCB)	50
元素状イオウ	2, 13
湖 水	5
個別試料採取	3

サ 行

三フッ化ホウ素-2-クロルエタノール	31, 32
三フッ化ホウ素-メタノール	29, 30
ジアゾメタン・エチルエーテル溶液	33
CNP	38, 39
2, 6-ジクロル安息香酸	34
——の定量	35
1, 3-ジクロルプロベン	40, 41
2, 6-ジクロルベンゾニトリル (DNB)	34
ジフェニルエーテル系除草剤	37
Simazine	37
Simeetryne	37
試料採取法	2
水酸化	25
水質汚濁性農薬	1, 2
水田水	4
スナイダーカラム	46
製紙かす	45, 52
生 物	49
全行程ブランク	48, 51

タ 行

ダイホルタン	27
断面試料採取	3
地下水	4
抽出効率	12
2, 4, 5-T	29
2, 4-D	29
DNP アミン誘導体	24
DDE	51, 54
電子捕獲型 (ECD)	6, 20
銅粉末処理	8
土壌および底質	48
土壌くん蒸剤	40
土壌残留性農薬	1
トリアジン系除草剤	36

2 索引

トリクロルアセチル化.....24

ナ 行

内標準物質.....38, 40

内標準法.....20, 40

農薬取締法.....1

ノーカーボン紙.....45, 50, 53

ハ 行

微量電量滴定型 (MCD).....10, 36, 37

風乾ふるい分け.....52

フタルイミド系殺虫剤.....27

ブチルエステル化.....31

ブレンド法.....11

Propazine.....37

Prometryne.....37

分子状イオウによる妨害.....45

平均試料採取.....3

ヘドロ.....45, 52

ベンタクロルアニリン.....26, 27

ベンタクロルニトロベンゼン(PCNB).....26

ベンタクロルフェノール (PCP).....33

PCP メチルエーテルの調製.....33

保持時間とピーク面積感度 (カーバメート
殺虫剤).....23

保持時間とピーク面積感度 (フタルイミド
系殺虫剤).....29

母乳および牛乳.....49

ホルベット.....27

マ 行

水採取法.....4

メチルエステル化.....29~31, 34

メチルプロマイド.....40

モノクロルアセチル化.....24

ヤ 行

有機リン農薬.....15

——の相対保持時間.....17

水中の——の抽出率.....19

有機塩素殺虫剤.....8

——の保持時間と感度.....11

誘導体による同定.....14

放 射 能

1. 概 要

1954年3月のビキニ環礁における大型核実験に始まる、いわゆる原爆まぐろの放射能測定につづき、空から降ってくるフォールアウト（放射性降下物）の観測によって、わが国の環境放射能調査が全国的に開始された。

はじめ、雨の放射能はカウント数（総放射能）から始められたが、その後 ^{90}Sr や ^{137}Cs が対象核種となり、さらには短半減期の ^{131}I も核実験直後には測定されるようになった。ついで、原子力軍艦の寄港と関連して ^{60}Co が注目された。

近年になり、原子力発電所が稼動を始め、また近くわが国最初の核燃料再処理施設も運転を始めることになったので、原子力サイト周辺環境の放射能のモニタリングも注目され、そのための各種測定技術ならびにサンプリング方法についての指導書が、各方面から要望されるようになった。

核実験のフォールアウトと、平和利用のモニタリングとでは、放射線防護の考えかたがまったく違い、前者では、どんなにレベルが低くてもはかれるものははかるという考え方から出発しているのに対し、後者では、一般公害の場合と似ていて、想定される環境基準に照らして、その何分の1というところを測定下限としておさえる方法をとる。しかし、後者の目的であっても、施設が稼動する前のいわゆるバックグラウンド調査では、ある核種についてはフォールアウトレベルが対象となるであろう。

このような事情を考え合わせて、本書では、ある核種については、またある

2 試料調製法

分析対象については、フォールアウトレベルを目標とし、また別の核種、対象についてはモニタリングレベルを目標として選んだ。また、水や土壌のサンプリング方法については、それぞれの対象の専門分野でこそサンプリング技術が知られているとはいえ、これらの専門分野に属しない分析者自身がサンプリングを行なわなければならない状況がしばしば見られることを考え、その概要を紹介することにした。

取り上げた核種はまず ^{90}Sr で、水や土壌の長期汚染のことを考えて ^{90}Sr には簡単にふれるだけにとどめた。飲料水中の ^{90}Sr の分析については、WHO の基準に照らしたいいわゆるモニタリングレベルを想定している。飲料水については ^{137}Cs も同じ考えかたにもとづいているが、その他の分析対象では、フォールアウトレベルを基準とし、この場合は 1970 年度の放射能調査の結果をレベル想定基準とした。すなわち、核実験が将来行なわれなくなれば、このレベルは漸次低くなるわけのもので、そうなれば本書に示す試料量では定量できなくなることも考えられるからである。

つぎに、WHO が飲料水について基準を設けている ^{226}Ra を取り上げた。さらに、核燃料再処理施設からの低レベル放射性廃液の主成分となるはずの ^{106}Ru を取り上げ、また原子力発電に関連した環境調査で、もっとも問題になると考えられる ^{60}Co を取り上げた。

2. 試料調製法

2.1 試料採取法

A. 上水

道原水、蛇口水、井水あるいは天水などが対象となるが、思わぬ汚染を防ぐためには、試料の採取はなるべく試験者自身が行なうことが望ましい。

くみ井戸では、くみ桶で数回井戸水をくみ出したのち採取する。ポンプ井戸では、数分間ポンプを使用して、揚水管内の水を全部新しい水で入れかえたの

ち採取する。給水せんでは、数分間放水したのち採取する。

B. 陸 水

河川流路の幅がせまくて流速も大きく、みかけ上も水がよく混合していると思われる場合は、足場のよい所を選んでバケツあるいはびんを用いて採水すればよい。川底が浅い場合は、採水びんの底をつけるために泥がまいあがって混入するおそれがあるので、注意しなければならない。

川幅が広がると水の流れは一樣でなく、流心部では流れが早く縁辺部では流れが遅い。また川底近くになるほど流れが遅くなる。このような場合、河川の水質を代表する1点を選ぶとすれば、流心部の水を採るのがもっともよい。徒渉して流心部に達することができない場合は、船を利用するかまたは橋などを使う。

感潮河川すなわち海水の影響を受ける河川の採水には特別の注意を必要とする。すなわち(1)深さによって水質が著しく異なる、(2)時間によって水質が異なる、という現象があるので、意味のある採水を行なうには水の導電率や塩素量などを知るとともに、潮汐変化との関連を調べておく必要がある。

湖沼および貯水池では、水の流入、排出との関連および成層に注意して採水位置を決定する必要がある、ふつう船を利用しなければならないので詳細は専門書にゆずる。

C. 海 水

a. 表面水の採取 ポリエチレンバケツで表面水をポリエチレンびんにくみ取る。びんとバケツ、漏斗などはあらかじめ塩酸、蒸留水で洗ったものを用いる。採水は、船が止まる寸前に(ゆき足のついている状態)船の前部で行なうのが望ましく、船が完全に止まると船からの汚水が混入することがある。びんに採取年月日、時刻、位置、水温などを記入する。

別に、約200 mlの褐色びんに採水し、ゴム栓で密栓し塩分測定に用いる。

b. 表面より深い所の水の採取 ふつう採水器を用いるが、必要とする試料の容積に応じた大きさのものを使用する。ワイヤーの先端に採水器を取り付けて水面下数mにおろす。次に防圧、被圧転倒温度計を装備したナンセン採水

4 試料調製法

器を取り付ける。これに大型採水器のメッセンジャーを取り付け、巻上機でワイヤーをくり出しながら所定の深度までおろす。この際、ワイヤーのくり出し速度は毎秒 1 m くらいにする。

くり出したワイヤーの長さをワイヤーゲージから読みとり、ワイヤーの角度を傾角度板ではかる。傾角補正図からワイヤーの補正長を知り、さらにその長さだけワイヤーをくり出し巻上機を止める。2~300 m 以浅の採水の際は 5 分くらい待ったのちメッセンジャーを落とす。それ以深の場合は 3 分くらい待ってから落とす。

メッセンジャーの落下速度は毎分約 250 m であるから、所定のワイヤー長を落下するのに十分な時間待ったのち巻き上げを始める。メッセンジャーの採水器への到達は、ワイヤーを伝わってくる衝撃によってもわかる。

船上に回収された採水器から、海水をポリエチレンびんに移す。一部の水を約 200 ml の褐色びんに移し、ゴム栓で密栓して塩分測定に用いる。ナンセン採水器に取り付けた防圧、被圧温度計の示度、位置、採水年月日、ワイヤーの長さ、傾角などを記録する。

D. 土 壤*

a. 採取地の選定 土壤採取にあたっては、その地域の地形、地質および土壤などに関する資料図面を利用したの現地調査と、土壤断面の検土杖による予備調査により概況を知り、さらに微気象条件のほか、農耕地の場合には土地利用形態（地目）、作物の種類、および栽培、施肥、灌がいなどの諸条件を、また未耕地の場合には侵蝕、崩壊、人為的かく乱および植生の有無などをそれぞれ考慮して、その地域を代表すると思われる土壤を採取することが望ましい。また、経年変化をみるような場合は、当初採取地点の計画を考慮しておく必要がある。

b. 採取時期 調査研究の目的により異なるが、農耕地土壤の採取の場合には、土地条件による影響が作物の生育・収量などに特徴的に現われる生育後期から次期作物の作付けまでの期間がよい。未耕地は特に決める必要はない。

* 特にフォールアウトの ^{90}Sr と ^{137}Cs を目標として述べてある。

が、植物生育の終わった秋から冬にかけて行なうと作業がしやすい。

c. 採取用具 (1) ショベル (2) 検土杖 (3) 移植ごて (4) 庖丁 (5) ナイフ (6) 剪定ばさみ (7) ハンマー (8) かけや(木づち) (9) ポリエチレンまたはビニール袋 (10) ビニールシート (11) 物さし(100 cm) (12) 巻尺 (25 m) (13) ロープ (1 m 間隔に目じるしを付けたもの) (14) マジックインク (15) 土壌採取用鉄製円筒 (図 2.2(b)参照) (16) 容積重測定用円筒 (100 cm³) (17) 木片 (10×20×4 cm) (18) 地図 (19) ひも (20) 荷札 (21) ラベル (22) 標準土色帖 (23) 色鉛筆 (24) セロテープ (25) 割り箸

d. 土壌断面調査 予備調査で採取地を定めたのち、必要あれば土壌断面(プロファイル)調査観察のため、幅約 1 m、長さ約 2 m、深さは少なくとも 1 m の試坑を採取地の中心部に掘り、層、土色、土性、構造などの項目について調査し記録しておくことが望ましい。

e. 現地容積重 必要に応じて、土壌の現地における容積重測定を行なう。採取する土層の上面を庖丁かナイフで平滑にけずり、この面に容積重測定用円筒の刃の部分当て、上面に木片を当てて円筒を垂直に保ちながら、円筒の上面が地表面に達するまで挿しこむ。

円筒外周の土壌を少し除いて蓋をし、そのまま円筒を掘り起こし、円筒の周囲の土壌を除去し、刃の部分の土壌面を水平にけずり、蓋をして持ち帰る(少なくとも同一層位から 3 個の試料を取る)。

乾燥して恒量を求める。このとき 1 回の乾燥時間は 105～110℃ で 6 時間以上一夜とする。現地土壌 1 l 当りに含まれる乾土量を kg で表わしておく。

f. 採取方法

(1) 未耕地 ⁹⁰Sr の経口摂取が主として牛乳と乳製品を通じて行なわれる国では、牧草との関連でわが国でいえば未耕地に近いと思われる場所で土壌採取が行なわれるが、わが国では未耕地における土壌採取の目的は、降下物の土壌中全蓄積量を求めるためであって、耕地のサンプリングとは違った注意が必要である。

6 試料調製法

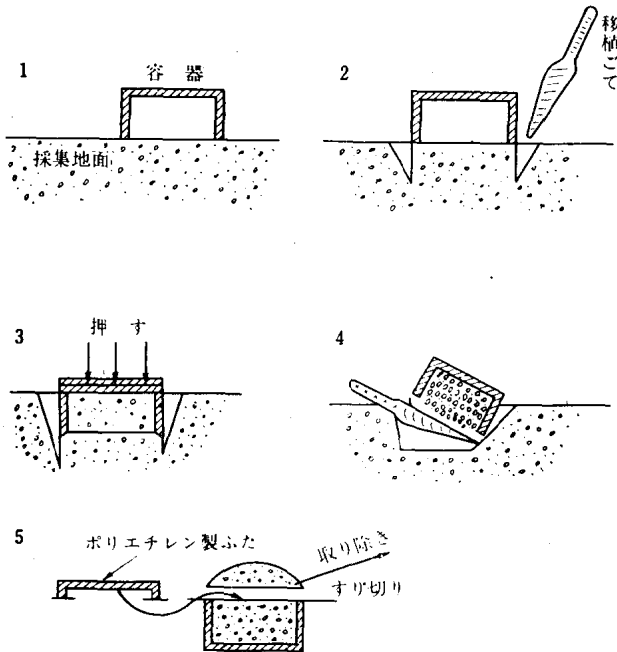


図 2.1 プラスチック容器を使って土壌を採取する方法

採取地点の選定について、次の条件を満足させるよう心掛ける必要がある。

(i) なるべく植被があること。すなわち、表面が乾燥して風により飛ばされる心配がないこと。しかし、なるべく小型の植物であること。

(ii) なるべく平坦（たん）な土地で水の流入や流出が少なく、排水は良好で降雨の表面流出は少ないが、著しい砂質ではないこと。

(iii) 採取地点の上空および近傍に樹木や建造物がないこと。すなわち、風の影響も加えて雨をさえぎるものがないこと。

(iv) ミミズやモグラなどによる土壌の混合や移動ができるだけ少ないこと。

このような条件を満たす土地を実際にさがす段階では、さらに過去十数年（核実験が始まってからの年数）の間に、客土やそのほか人為的に土を動かしていないことを聴取によって確かめることも必要になる。わが国で広い範囲に

わたりこのような土地を求めると、多くの場合神社仏閣の境内、古い農家の庭先や小、中学校の運動場の片すみなどが、最も普遍的に条件を満足する場所になる。

採取法としては鋼鉄製で直径 5~10 cm、深さ 10~20 cm の円筒状のものを打ち込む方法が適当であるが、また同じような形状のプラスチック製のものを使用する場合は、図 2.1 のようにして掘り起こす。ほぼ同様であると思われる 10 アール程度の面積の土地内の 12 点から採取した土壌をよく混合して分析試料とすれば、ほぼこの面積を代表するものと考えてよい。必要とする採取の深さは、土壌の性質や降水条件にもよるが、フォールアウトが数年あるいはそれ以上続いた場合は 20 cm 程度が必要である。

目的によっては、放射性核種の垂直分布を知るために層別試料を採取することがあるが、その場合の区分は 0~2 cm、2~5 cm、5~10 cm（あるいは 2~10 cm）、10~20 cm とする。

(2) 耕地 主として米および麦を対象として耕地土壌の採取が行なわれる。したがって、年 1 回の採取がふつうでそれぞれ収穫の後、すなわち米では 10~11 月、麦では 6~7 月に行なわれる。面積 10 アール内に水田では 5 点、畑では 8 点を取るが、麦の場合には半数をうね（畝）、半数をみぞ（溝）とする。採取の深さは、それぞれの田畑の作土層の深さ（ふつう 10~15 cm）と、それ以下 25~30 cm までを心土層として、それぞれの合成試料を未耕土の場合と同様に作成する。このような場合、図 2.2 に示すような採取器を用いると便利である。図の (b) は直径 8 cm の鋼管の上下が開いたものに、とっ手を取り付けたもので鋼管の下縁には刃をつけて鋭くしてある。とっ手をつかんであるいは靴のかかとで土壌中に押し込むか、または木づちで叩き込

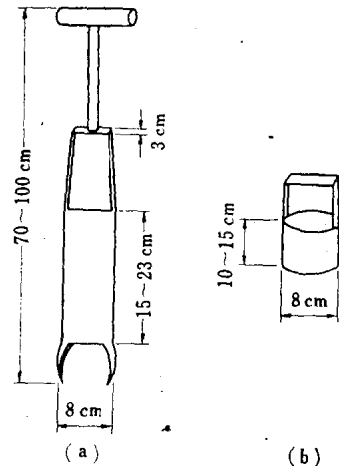


図 2.2 土壌採取器

8 試料調製法

み、そのままもち上げればよい。押し込む際に筒を回転させてはならない。図の (a) は、(b) によってできた孔の中に差し入れて回転させながら押し込むことにより、作土層以下の層を 15~23 cm 採取するための器具である。

g. 試料調製法 採取した土壌は清浄な木板、ガラス板などの上にひろげ、直射日光を避けて風乾する。その間、ときどき指で土塊をつぶしながら良く混ぜる。植物根がある場合はこれを除き、十分風乾したのち秤量し、広口びんに入れて密封保存する。

風乾土壌の一定量を取り、2 mm のふるいで石礫を除く。これを風乾細土と呼ぶ。風乾土壌の全量から 2 mm 以上の石礫の重量を減じ、細土の全土壌に対する百分率を算出する。細土は広口びんやポリエチレン製の袋に入れて保存し、分析に使う際、そのときの乾土百分率を測定する。そのためには、細土 2~5 g を秤量びんにとって 105~110°C で乾燥して恒量を求める。1 回の乾燥時間は 6 時間以上一夜までとする。

別に保存した植物根は灰化し、得た灰の分析に使用する風乾細土の量に相当する量をはかり取って加え、合わせて分析する。

E. 底質

ここでいう底質とは海底および河底の堆積物をいう。

a. 海底堆積物 試料の採取には、採取場所の状況に応じて種々のタイプの採泥器が用いられるが、ここではグラブ式およびドレッジ式採泥器を用いる場合について述べる。

スミス・マッキンタイヤ採泥器* (グラブ式) は深度 1000 m くらいまでに使われ、一定面積の泥が採取でき、深さも約 10 cm まで自由に選べる。礫の多い底質には不向きで、捲上げ機を必要とする。採泥器をワイヤーの先端に取り付け、毎秒約 1 m の速さでおろす。着底近くなったらワイヤーを引っ張り、着底していないかどうかを確かめながらゆっくりおろす。

数 100 m 以上の深さでは、ワイヤーの先端に約 10 kg のおもりをつけ、そ

* 底土の採取量が比較的少なくてよいときは、エクマン・バージ型採泥器 (図 2.5) を用いてもよい。

の下にロープ約 20 m をつけた先端に採泥器をとりつける。着底が確かめられたら直ちに捲き上げる。採取された底土は表面から一定の深さまで取り、広口ポリエチレンびんに入れ、中性ホルマリンを加えて保存する。位置、採取年月日、水深、採取した底土の厚さ、種類、特徴などを記録する。

カンナ式採泥器（ドレッジ式）は深度 0～50 m で使われ、ごく表面の泥を

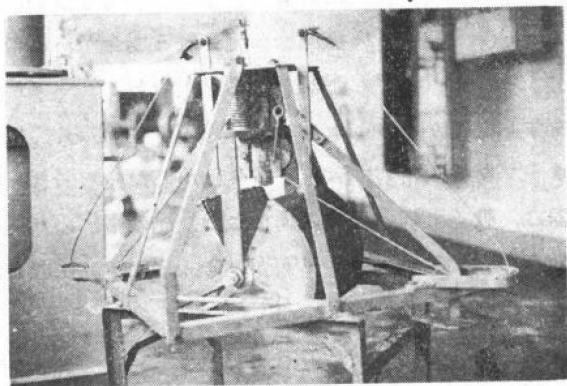


図 2.3 スミス・マッキンタイヤ採泥器

広い面積にわたって採取することができる。採取面積は計算はできるがあまり正確ではない。水深の 3～5 倍の長さのロープを採泥器に取り付け、採泥器をおろして着底させる。ロープを伸ばしながら船を移動させる。ロープを伸ばしきったら船をアンカーで固定し、ロープを手で毎秒 0.5 m の速さでたぐり寄せる。採泥

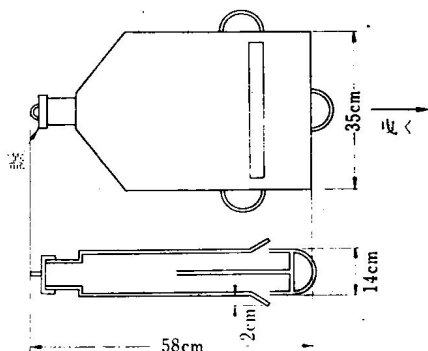


図 2.4 カンナ式採泥器

器を船上に引き上げたのち、取出し口から泥を広口ポリエチレンびんに移す。中性ホルマリンを加えて保存する。位置、採取年月日、水深、ロープの長さ、泥の種類、特徴などを記録する。

b. 河底堆積物 採泥にあたって採取面積と深度を把握できることが望ま

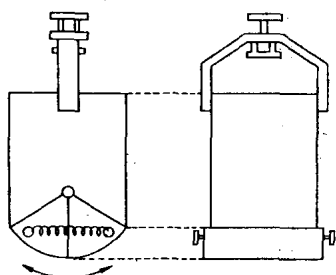


図 2.5 エクマン・バージ型採泥器

しいので、コアサンプラーの使用が理想的であるが、操作の困難と多量採取がむずかしいことから、エクマン・バージ型採泥器（図2.5）またはソリ型採泥器などが用いられる。前者は、湖沼など流れがほとんどない場所では鉛直におろすことができるが、河川などでは採泥器が流される場合があるので、船から採泥器をおろしたのち、ロープが鉛直になるよ

うに船の位置をずらしてからメッセンジャーを落とす。さらに、採泥器の刃がかみ合うようにロープを数回左右に激しくゆり動かしたのち引き上げるとよい。

ソリ型採泥器は、軟くて軽い底質の場合には、泥の中にめり込むことがあるので、一般にはエクマン・バージ型が適当と考えられる。採取された試料は広口びんなどに入れ、蓋をして実験室に運ぶ。

c. 試料調製法 底土を静置しておき、アスピレーターなどを用いてできるだけ上澄み液をとり除く。試料の全体を秤量し、その一部をはかり取ってから均一になるまでかき混ぜ、その間に石礫や貝殻などを取り除き、乾燥器に入れて105～110℃で乾燥、秤量する。

乾燥試料を鉄製乳鉢またはボールミルなどを用いて粉碎し、2 mm のふるいを用いてふるい分け、通過分を分析試料として保存する。ふるい分けの操作などの間に吸湿することがあるので、分析に際しては別試料 5～10 g を用い、105～110℃で乾燥し、水分を測定する。

2.2 放射能測定試料のマウント法

大量の共存物質および他の放射性核種から分離精製した試料は、これを放射能計測に適した形にしなければならない。これをマウント (mount) するといいい、マウント法は計測する放射線の種類とエネルギー、使用するカウンターの種類によって左右される。

A. 蒸発によるマウント法