

令和3年度原子力施設等防災対策等  
委託費(環境放射能水準調査(放射能分析))  
事業 (令和2年度補正繰越分)  
成果報告書

2022年3月

公益財団法人 日本分析センター

本報告書は、原子力規制委員会 原子力規制庁の令和3年度原子力施設等防災対策等委託費(環境放射能水準調査(放射能分析)) 事業 (令和2年度補正繰越分) における委託業務として、公益財団法人 日本分析センターが実施した成果を取りまとめたものです。

## 目 次

1. 件 名	-----	1
2. 目 的	-----	1
3. 実施内容	-----	1
(1) 蛍光 X 線分析装置の調達	-----	1
(2) 模擬牛乳の構成	-----	1
(3) 試験用模擬牛乳の調製	-----	2
(4) 試験対象項目及び試料	-----	2
(5) 均質性試験の手順	-----	2
(6) 技能評価のための標準偏差	-----	3
4. 評価方法	-----	3
5. 評価結果	-----	3
6. 分析・測定結果	-----	3
参考資料	-----	5



## 1. 件名

令和3年度原子力施設等防災対策等委託費(環境放射能水準調査(放射能分析)) 事業 (令和2年度補正繰越分)

## 2. 目的

原子力規制庁の実施する原子力施設等防災対策等委託費 (環境放射能水準調査 (放射能分析)) 事業 (以下、「水準調査事業」という。) では、自治体等の分析機関が実施する環境放射能分析の信頼性及び妥当性を確保する目的で、精度管理を行っている。

精度管理は ISO/IEC17043 : 2010 「適合性評価-技能試験に対する一般要求事項」 (JIS Q 17043 : 2011) に基づき実施されており、分析比較試料は均質性及び安定性が担保されている必要がある。均質性試験は、分析比較試料を参加者へ配布する前に実施する。安定性試験は、均質性試験の後、配布から結果報告までの期間経過後、均質性試験と同一の手順で行う。ただし、分析比較試料の1つである模擬牛乳はヨウ素 131 (半減期が8日と短い) を添加しているため、試験を行わず配布し、参加者の測定データを基に均質性及び安定性を確認している。

本事業では、模擬牛乳の分析比較試料としての適性を確認するため、液体測定が可能な蛍光X線分析装置を調達し、安定元素の測定により均質性を評価する。

## 3. 実施内容

### (1) 蛍光X線分析装置の調達

本事業開始前、日本分析センターが所有していた装置は固体のみを測定対象とするものであったため、固体に加え液体測定が可能である装置を調達した。メーカーからの情報収集や事前のテスト測定を行い、液体測定が可能である装置を選定し、波長分散型蛍光X線分析装置 ZSX PrimusIV (リガク社製) を調達した。

### (2) 模擬牛乳の構成

水準調査事業にて技能試験に用いる模擬牛乳には RI を添加し、参加者は Ge 半導体検出器で放射能を測定する。しかし、人工 RI の添加には設備的制約が大きいことから、今回は RI 溶液に含まれる担体元素のみを添加し、蛍光X線分析装置で測定することとした。

今回均質性試験を行った模擬牛乳 (以下、「試験用模擬牛乳」という。) へ添加した担体量は、カリウムは分析比較試料の模擬牛乳と同程度添加したが、ヨウ素

とセシウムは蛍光 X 線分析装置で検出可能な量を添加した。なお、K-40 は天然放射性核種であり、塩化カリウム試薬に含まれるため強制的に添加される。

分析比較試料の模擬牛乳及び試験用模擬牛乳へ添加した RI 及び担体元素の比較は以下の通りである。

試料名	R I	担体元素濃度概算 (ppm)		
		K	I	Cs
模擬牛乳	I-131、Cs-137、K-40	1600	0.003	0.002
試験用模擬牛乳	K-40	2000	40	40

### (3) 試験用模擬牛乳の調製

担体溶液は、RI 溶液と同様の組成となるよう調製した。カリウム溶液は、380g 程度の塩化カリウムをイオン交換水に溶解し、2L メスフラスコで定容した。ヨウ素溶液は、5g 程度のヨウ化ナトリウムをチオ硫酸ナトリウムと水酸化ナトリウムの水溶液に溶解し、全量を 100g とした。セシウム溶液は、5g 程度の塩化セシウムを 0.1M 塩酸に溶解し、全量を 100g とした。

試験用模擬牛乳は、水準調査事業にて 2021 年 6 月に調製した分析比較試料の模擬牛乳と、ほぼ同様の手順で調製した。150L ポリタンクにイオン交換水 120L 程度を加え、担体溶液を添加した。イオン交換水を加え全量を 126L とし、かくはん棒でよくかくはん後、2L ずつ 63 本のポリビンへ分取した。

### (4) 試験対象項目及び試料

均質性試験の対象とした項目、試料名及び試料数は以下のとおりである。

試料名	分析項目	分析対象元素	試料数
試験用模擬牛乳	蛍光X線分析	K、I、Cs	10

### (5) 均質性試験の手順

均質性試験は『試験所間比較による技能試験のための統計的方法 (JIS Z 8405:2008)』付属書 B にある「B.1 均質性試験の手順」に基づき実施した。試験用模擬牛乳 63 本からランダムな 10 試料を選定し、各試料から 2 つの測定試料を調製した。蛍光 X 線分析装置を用い、併行条件下にてすべての試料を測定した。測定結果から一般平均及び試料内標準偏差を算出し、試料間標準偏差  $S_s$  を計算した。

#### (6) 技能評価のための標準偏差

均質性試験の評価に用いる「技能評価のための標準偏差 $\sigma$ 」は、『試験所間比較による技能試験のための統計的方法（JIS Z 8405:2008）』のうち「6.5 精度評価実験を用いる場合」に従い算出した。蛍光 X 線分析装置を用い、1 つの測定試料を 5 回繰り返し測定し、併行精度を求めた。また、異なる実験者 3 名にて異なる日時に試料調製及び測定を行い、再現精度を求めた。併行精度と再現精度から、技能評価のための標準偏差 $\sigma$ を算出した。

#### 4. 評価方法

均質性は、『試験所間比較による技能試験のための統計的方法（JIS Z 8405:2008）』付属書 B にある「B.2 均質性試験の評価基準」を基に、下記式にて評価した。

$$S_s \leq 0.3\sigma$$

$S_s$  : 試料間標準偏差

$\sigma$  : 技能評価のための標準偏差

#### 5. 評価結果

均質性試験の結果は、ヨウ素は評価基準を満たし、良好であった。一方、カリウム及びセシウムは評価基準を超過した。ただし、評価基準  $S_s / \sigma$  0.3 に対してカリウムは 0.61、セシウムは 0.43 とオーダーは一致しており、均質性が不満足と断定されるものではない。

#### 6. 分析・測定結果

均質性試験の分析・測定結果を一覧表に示す。

均質性試験結果対照一覧表

試料名	元素	試料平均(kcps)* <sup>1</sup>	試料間標準偏差 $S_s$ (kcps)	技能評価のための標準偏差 $\sigma$ (kcps)	$S_s / \sigma$	判定* <sup>2</sup>
試験用 模擬牛乳	K	8.78 ± 0.079	0.0577	0.0952	0.61	基準 超過
	I	0.0989 ± 0.00304	0.00155	0.00757	0.20	基準内
	Cs	0.0751 ± 0.00422	0.00149	0.00350	0.43	基準 超過

\*1 試料平均は、20 試料の算術平均及び標準偏差である。

\*2 評価基準は、 $S_s / \sigma$  が 0.3 以内で合格である。



## 參考資料



測定機器と測定条件及び計算方法

測定装置（蛍光 X 線分析装置）と測定条件

項目		JCAC		
蛍光 X 線分析装置		波長分散型蛍光 X 線分析装置 リガク社製 ZSX PrimusIV		
分析		定性分析（定角分析）		
元素		K	I	Cs
スペクトル		K $\alpha$	L $\alpha$	L $\beta$ 1
X 線管		端窓型 Rh 管		
kV-mA		40-75	40-75	50-60
フィルタ		Al25		
分析径		30 mm		
アッテネータ		Out		
スリット		S4		
分光結晶		LiF (200)		
検出器		F-PC		
PHA		微分法		
分析窓用薄膜		6.0 $\mu$ m ポリエチレンフィルム		
測定時間 (s)	ピーク	10	40	120
	バックグラウンド	5	20	60
X 線通路		ヘリウム/真空		

[均質性試験結果]

No.	K kcps	I kcps	Cs kcps
均質5-1	8.87093	0.09796	0.07775
均質5-2	8.71993	0.10319	0.08143
均質9-1	8.87544	0.10584	0.07502
均質9-2	8.87667	0.09708	0.07905
均質13-1	8.81247	0.09723	0.06206
均質13-2	8.74154	0.09821	0.07578
均質19-1	8.85460	0.10080	0.07171
均質19-2	8.86977	0.10455	0.07684
均質35-1	8.83101	0.09463	0.07735
均質35-2	8.84853	0.09735	0.07528
均質38-1	8.76544	0.10302	0.07438
均質38-2	8.8688	0.09990	0.08115
均質47-1	8.75177	0.09627	0.07341
均質47-2	8.68109	0.09490	0.07732
均質50-1	8.67530	0.09869	0.07431
均質50-2	8.73552	0.09709	0.07320
均質61-1	8.74573	0.09588	0.07809
均質61-2	8.66771	0.09869	0.07550
均質63-1	8.74372	0.09868	0.06881
均質63-2	8.62468	0.09767	0.07272
Ave.	8.77803	0.09888	0.07506
SD	0.078915	0.003042	0.00422
CV(%)	0.90	3.08	5.62

測定日	3/18(火)	3/22(金)	3/22(金)
ピーク(s)	10	40	120
BG(s)	5	20	60

[試料内標準偏差]

試験部分間範囲  $w_t$   
 $w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}|$

ボトルNo.	K kcps	I kcps	Cs kcps
5	0.15100	0.00523	0.00368
9	0.00123	0.00876	0.00403
13	0.07093	0.00098	0.01372
19	0.01517	0.00375	0.00513
35	0.01752	0.00272	0.00207
38	0.10336	0.00312	0.00677
47	0.07068	0.00137	0.00391
50	0.06022	0.00160	0.00111
61	0.07802	0.00281	0.00259
63	0.11904	0.00101	0.00391

試料内標準偏差  $S_w$   
 $s_w = \sqrt{\sum w_t^2 / (2g)}$

⇒ 0.058281 0.002735 0.00408

[試料平均の標準偏差] と [試料間標準偏差]

試料平均  $x_{t,a}$

$$x_{t,a} = (x_{t,1} + x_{t,2})/2$$

均質性試験からのデータ  $x_{t,k}$

t : 試料を表す (t = 1, 2, ..., g)

k : 試験部分を表す (k = 1, 2)

ボトルNo.	K kcps	I kcps	Cs kcps
5	8.79543	0.10058	0.07959
9	8.87606	0.10146	0.07704
13	8.77701	0.09772	0.06892
19	8.86219	0.10268	0.07428
35	8.83977	0.09599	0.07632
38	8.81712	0.10146	0.07777
47	8.71643	0.09559	0.07537
50	8.70541	0.09789	0.07376
61	8.70672	0.09729	0.07680
63	8.68420	0.09818	0.07077

一般平均  $x_{a,a}$

$$\bar{x}_{a,a} = \sum \bar{x}_{t,a} / g$$

試料平均の標準偏差  $S_x$

$$s_x = \sqrt{\sum (x_{t,a} - \bar{x}_{a,a})^2 / (g - 1)}$$

試料間標準偏差  $S_s$

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_w^2 / 2)}$$

⇒ 8.778033 0.098882 0.075058

⇒ 0.07094 0.00248 0.00325

⇒ 0.057742 0.001546 0.001489

[異なる実験者の標準偏差]

2022/3/18(金)測定			
実験者T	K kcps	I kcps	Cs kcps
5-T-1	8.17265	0.10174	0.07235
5-T-2	8.19135	0.09644	0.07419
5-T-3	8.30142	0.09829	0.07287
5-T-4	8.27906	0.09907	0.07409
5-T-5	8.30371	0.09765	0.07605
Ave.	8.24964	0.09864	0.07391
SD	0.056206	0.001774	0.001281
CV(%)	0.68	1.80	1.73

2022/3/22(火)測定			
実験者H	K kcps	I kcps	Cs kcps
5-H-1	8.22120	0.09787	0.07622
5-H-2	8.46772	0.10009	0.07807
5-H-3	8.28698	0.09567	0.07700
5-H-4	8.34749	0.09259	0.07903
5-H-5	8.43887	0.10412	0.07808
Ave.	8.35245	0.09807	0.07768
SD	0.091971	0.003912	0.000972
CV(%)	1.10	3.99	1.25

2022/3/22(火)測定			
実験者K	K kcps	I kcps	Cs kcps
5-K-1	8.31645	0.09443	0.07238
5-K-2	8.22580	0.09310	0.07638
5-K-3	8.22167	0.10003	0.07433
5-K-4	8.21083	0.10248	0.07288
5-K-5	8.23991	0.09983	0.07088
Ave.	8.24293	0.09797	0.07337
SD	0.037921	0.003586	0.001866
CV(%)	0.46	3.66	2.54

	K -KA kcps	I -LA kcps	Cs-LB1 kcps
実験者3人のAve.	8.28167	0.09823	0.07499
異なる実験者の標準偏差 $\sigma_d$	0.050122	0.000293	0.001917
CV(%)	0.61	0.30	2.56

[併行標準偏差]

2022/3/22(火)測定			
No.	K kcps	I kcps	Cs kcps
均質5-1-繰り返し1	8.44188	0.10538	0.07672
均質5-1-繰り返し2	8.48971	0.10993	0.07407
均質5-1-繰り返し3	8.60310	0.11821	0.07150
均質5-1-繰り返し4	8.63629	0.12187	0.07239
均質5-1-繰り返し5	8.63872	0.12589	0.07948
Ave.	8.56194	0.11626	0.07483
併行標準偏差 $\sigma_r$	0.080931	0.007569	0.002926
CV(%)	0.95	6.51	3.91

[技能評価のための標準偏差]

	K kcps	I kcps	Cs kcps
再現標準偏差 $\sigma_R$	0.095195	0.007575	0.003498
$\sigma_R = \sqrt{\sigma_r^2 + \sigma_d^2}$			
試験所間標準偏差 $\sigma_L$	0.050122	0.000293	0.001917
$\sigma_L = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2}$			
技能評価のための標準偏差 $\sigma$	0.095195	0.007575	0.003498
$\sigma = \sqrt{\sigma_L^2 + (\sigma_r^2/n)}$			
n:各試験所が1ラウンドのスキーム に実施する反復測定の回数	1	1	1

**リサイクル適性 (A)**

この印刷物は、印刷用の紙へ  
リサイクルできます。