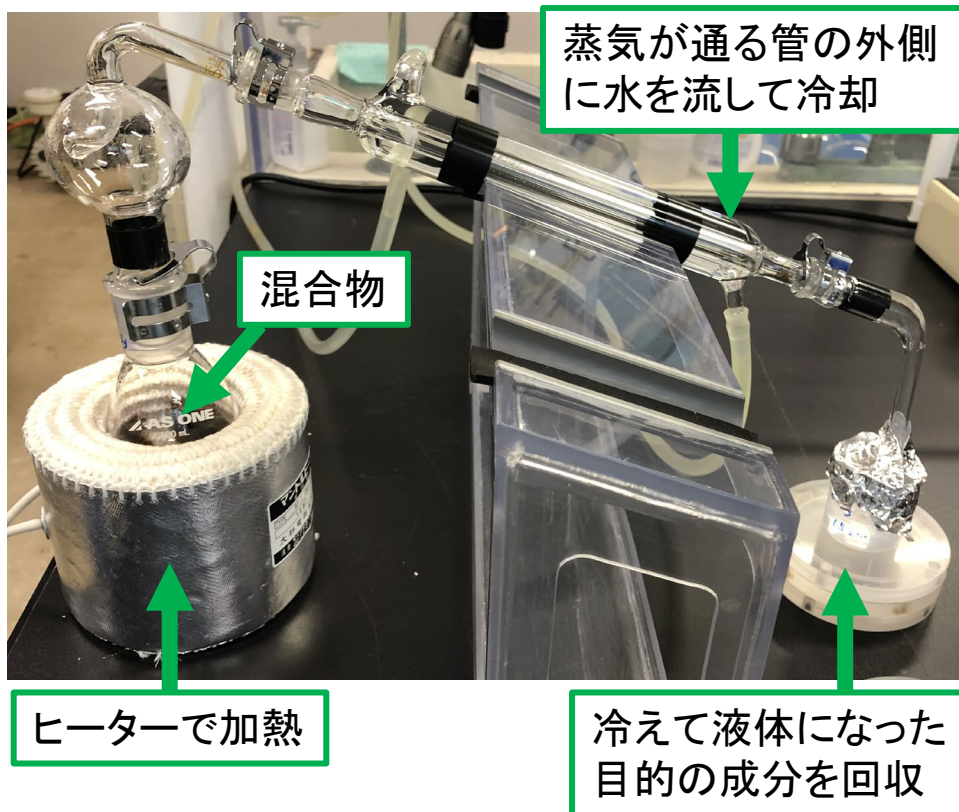


トリチウム分析法の分析時間と 検出下限値について

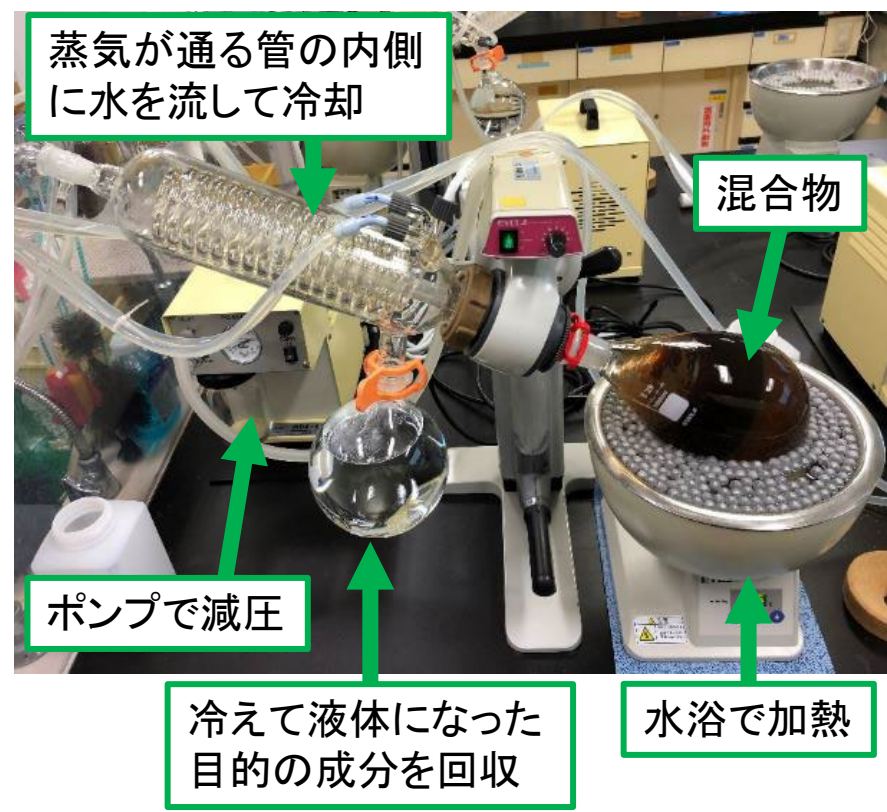
トリチウム分析の一般的な作業手順と所要時間

工程	時間	備考
①蒸留 (電解濃縮)	分析方法と測定供試量による (20mL)2-3時間程度 (80mL)6時間程度 (600mL)2-3時間程度 14日	20 mL(供試量10 mL用)と80 mL(供試量50 mL用)は常圧蒸留 ⇒減圧蒸留にすると30分程度に短縮可 600 mL(電解濃縮用試料の蒸留)は減圧蒸留 電解濃縮後にも蒸留が必要(常圧蒸留で6時間程度) ⇒検出下限目標0.1 Bq/L以下の時に使用、速報には不適
②測定試料の調製	数分/1試料	蒸留済み試料水とシンチレータをバイアルに入れて混合* * 20 mLバイアル(10 mL:10 mL)、100 mLバイアル(50 mL:50 mL) ⇒短縮の余地なし、短時間作業のため所要時間から除外
③静置	JCACルーチン 1~3日 測定法 1~7日	測定試料の調製直後から測定開始可能だが、安定した計数率を得るため* に冷暗所で1~3日程度静置してから測定開始 * 放射能測定法シリーズNo.9に「試料調製後一昼夜放置し、試料を安定させる。(できれば1週間)」といった内容の記載あり。 ⇒5時間に短縮可 (現在改訂中の放射能測定法シリーズNo.9にて検討。改めて確認試験を行う前提。)
④測定	目標下限値、試料数、 測定器の台数による 目標下限値10 Bq/Lで 1試料の場合450分	試料の他にバックグラウンド試料(BG試料)を2試料測定 【目標下限値10 Bq/L(100分測定)の場合】10分測定を15回実施し、(計数が安定している)後半の10データを採用 【1試料の場合の測定時間(測定器を1台使用)】 [1(試料)+2(BG試料)]×10(分)×15(回)=450分(約8時間) ⇒ブランク試料数を1とすれば1試料分短縮可能 測定回数を10回にすれば1試料当たり50分短縮可能 【20試料の場合の測定時間】 測定器1台:[20(試料)+2(BG試料)]×10(分)×15(回)=3,300分(約2.5日) 測定器2台:[10(試料)+2(BG試料)]×10(分)×15(回)=1,800分(約1.5日) ⇒測定器を2台使用すれば約1日短縮可能

常圧蒸留



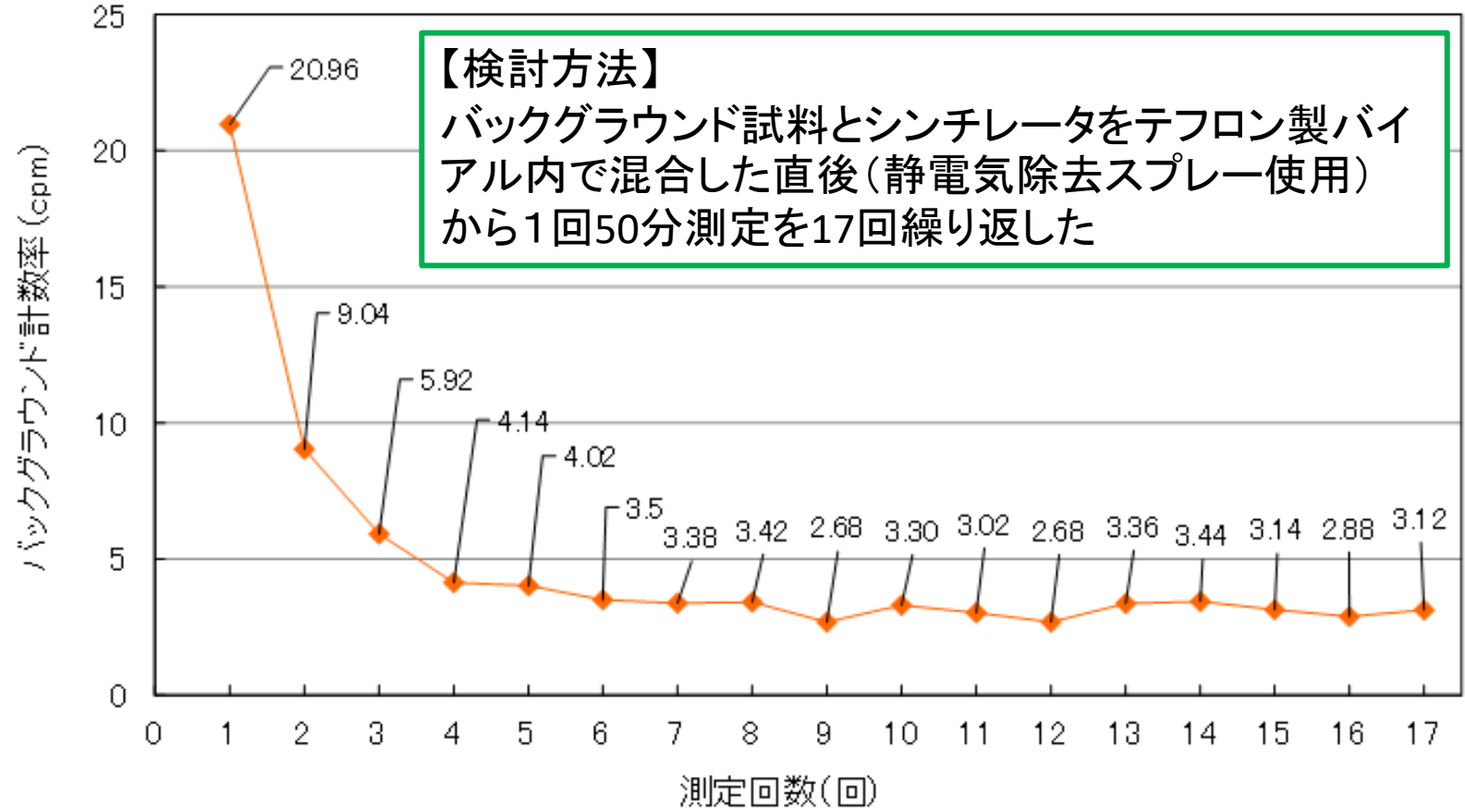
減圧蒸留



減圧蒸留の方がサイズ(ナスフラスコ、機器類)が全体的に大きく、蒸留速度が速い
⇒コスト高い、実験スペースの専有面積が広い

減圧蒸留: 4セット/実験台 常圧蒸留: 18セット/実験台程度

バックグラウンド試料の調製直後からの計数率の経時変化図



測定回数1回目(50分)~3回目(150分)までは高めの計数率が認められた。その主な原因として、化学ルミネセンス及び静電気の影響が考えられるが、それらの減衰は比較的早く、5時間程度経過(測定回数6回目以降)すれば安定した計数率が得られた
⇒速報性が求められる場合には静置時間を5時間程度とする事も有効であると考えられる

【①蒸留】「常圧蒸留」を「減圧蒸留」に変更

常圧蒸留で2～6時間かかるものが30分程度で完了。**短縮効果小～大**

《懸案事項》常圧蒸留に比べ**機器が大きくコストが高い**ため設置数が限られる

⇒現状では1回あたりの分析処理数は常圧蒸留の方が圧倒的に多い

1回あたりの試料数によっては常圧蒸留の方が早い

(減圧蒸留:4試料まで、常圧蒸留:24試料まで蒸留可能)

【③静置】「1日～1週間」を「5時間程度」に変更

最大1週間かけていたものが数時間になる。**短縮効果大**

《懸案事項》検討結果はあるが化学発光の可能性も捨てきれず、安全側(過大)の評価になる。

⇒実際の条件による事前の確認試験が必要。棄却データ発生時は再測定が必要

【④測定】BG試料を「2試料」から「1試料」に変更

1試料分短縮。**測定時間が短い程効果は小さい、試料数が多い程効果は小さい**

【④測定】測定回数を「15」から「10」に変更

時間が2/3になる。**短縮効果大だが棄却データ発生時は再測定**

《懸案事項》静電気による異常計数(特に供試量50 mL:テフロンバイアル)

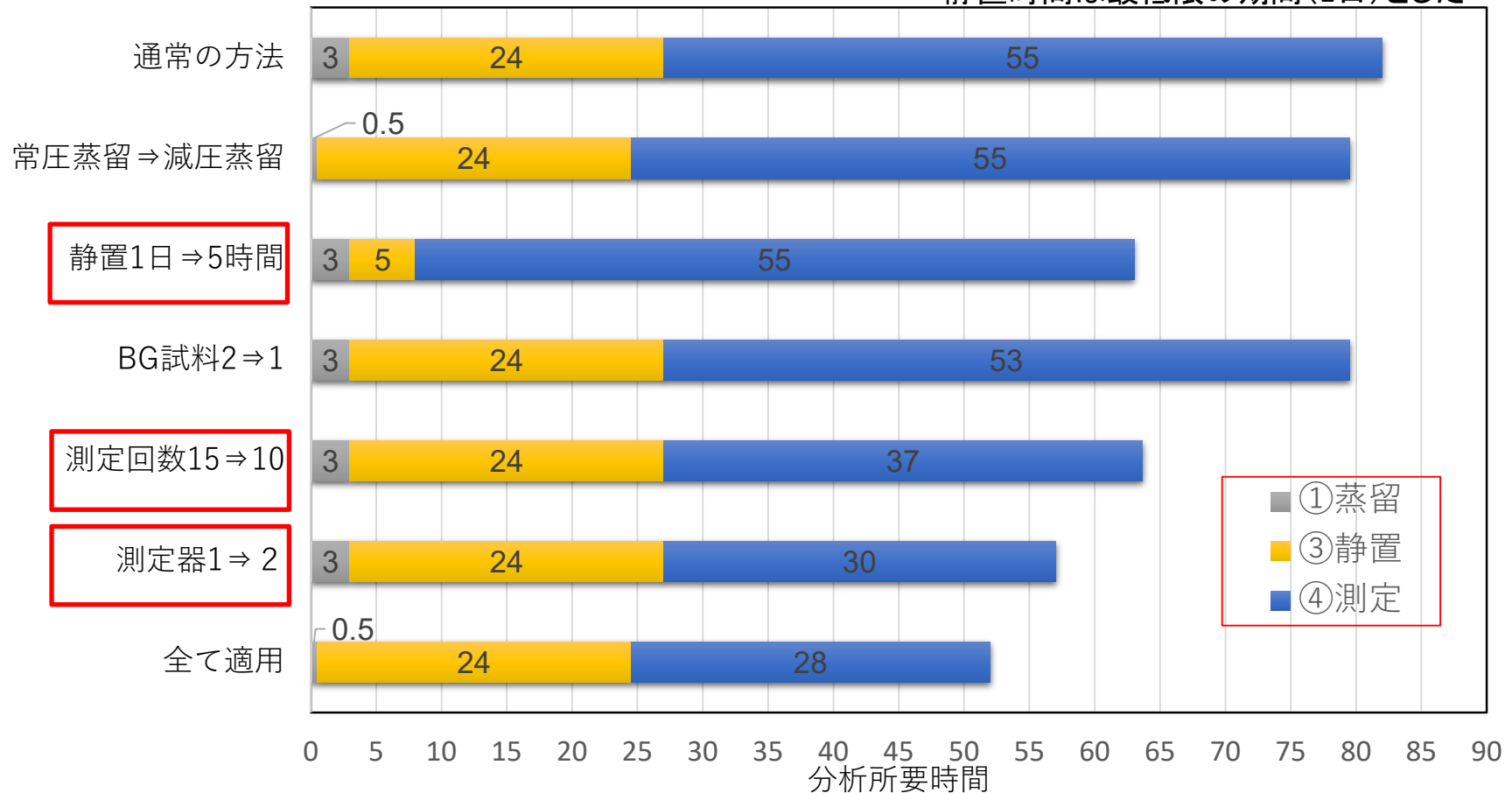
【④測定】測定器を増やす

測定時間が大幅短縮。**短縮効果大だが測定器の確保が課題(特に繁忙期)**

各工程の短縮がトリチウム分析の所要時間に与える効果

分析所要日数短縮のイメージ（供試量10 mL、検出下限目標10 Bq/L、20試料）

* 静置時間は最低限の期間(1日)とした

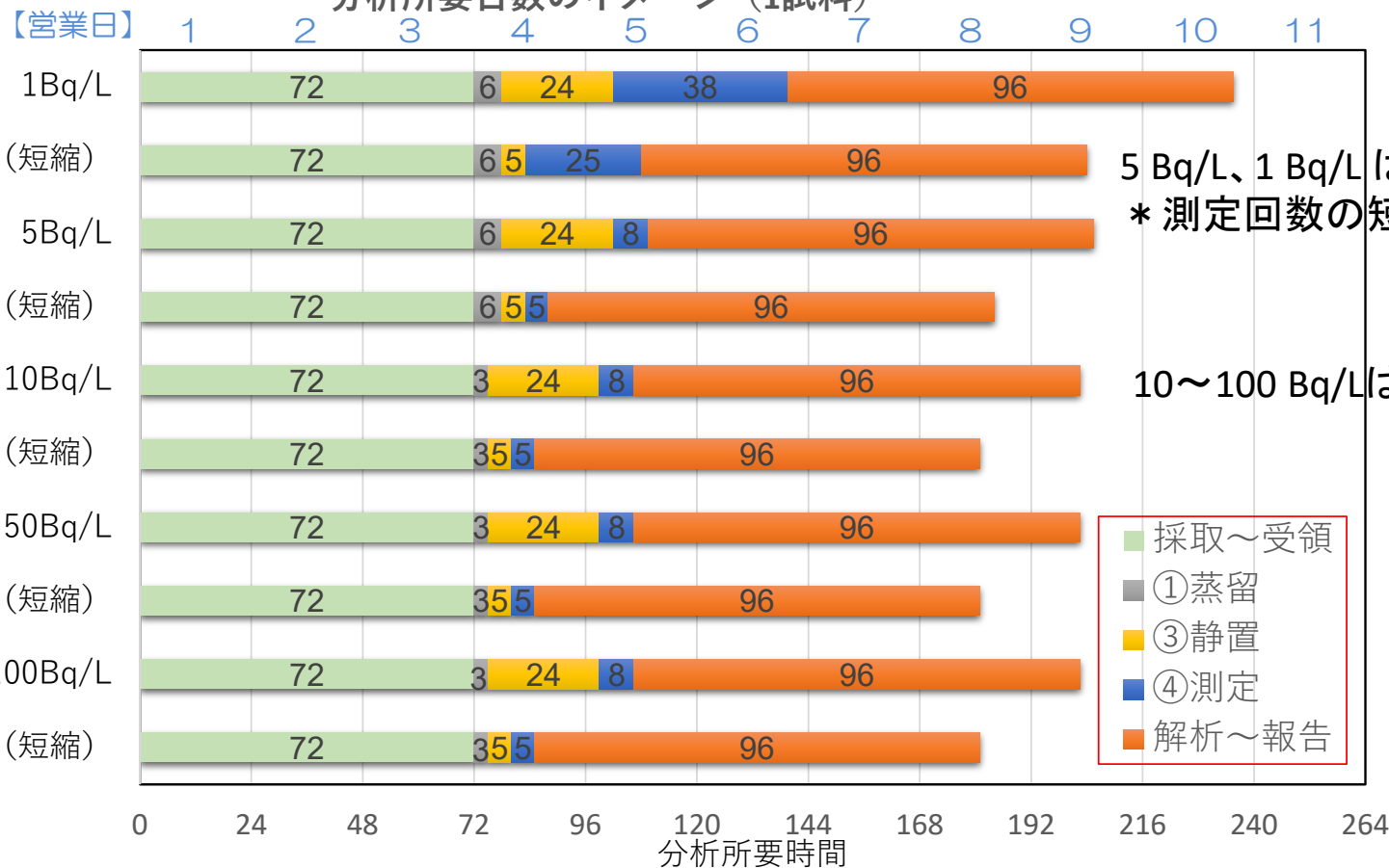


全体の所要日数で考えると③静置の時間と④測定回数および測定器数の短縮効果大

①常圧⇒減圧蒸留と④BG試料2⇒1の短縮効果小

⇒効果大の短縮効果(測定器1⇒2を除く)を採用した場合と通常の方法の試料数に対する所要時間を算出

分析所要日数のイメージ (1試料)



5 Bq/L、1 Bq/L は供試量50 mL*
* 測定回数の短縮は不適

10～100 Bq/Lは供試量10 mL

- ・試料採取～受領:3日(採取1日、輸送2日)
- ・分析～測定完了:5 Bq/L～100 Bq/Lであれば通常の方法でも2日、1 Bq/Lだと3日
- ・解析～報告:4日

通常の方法

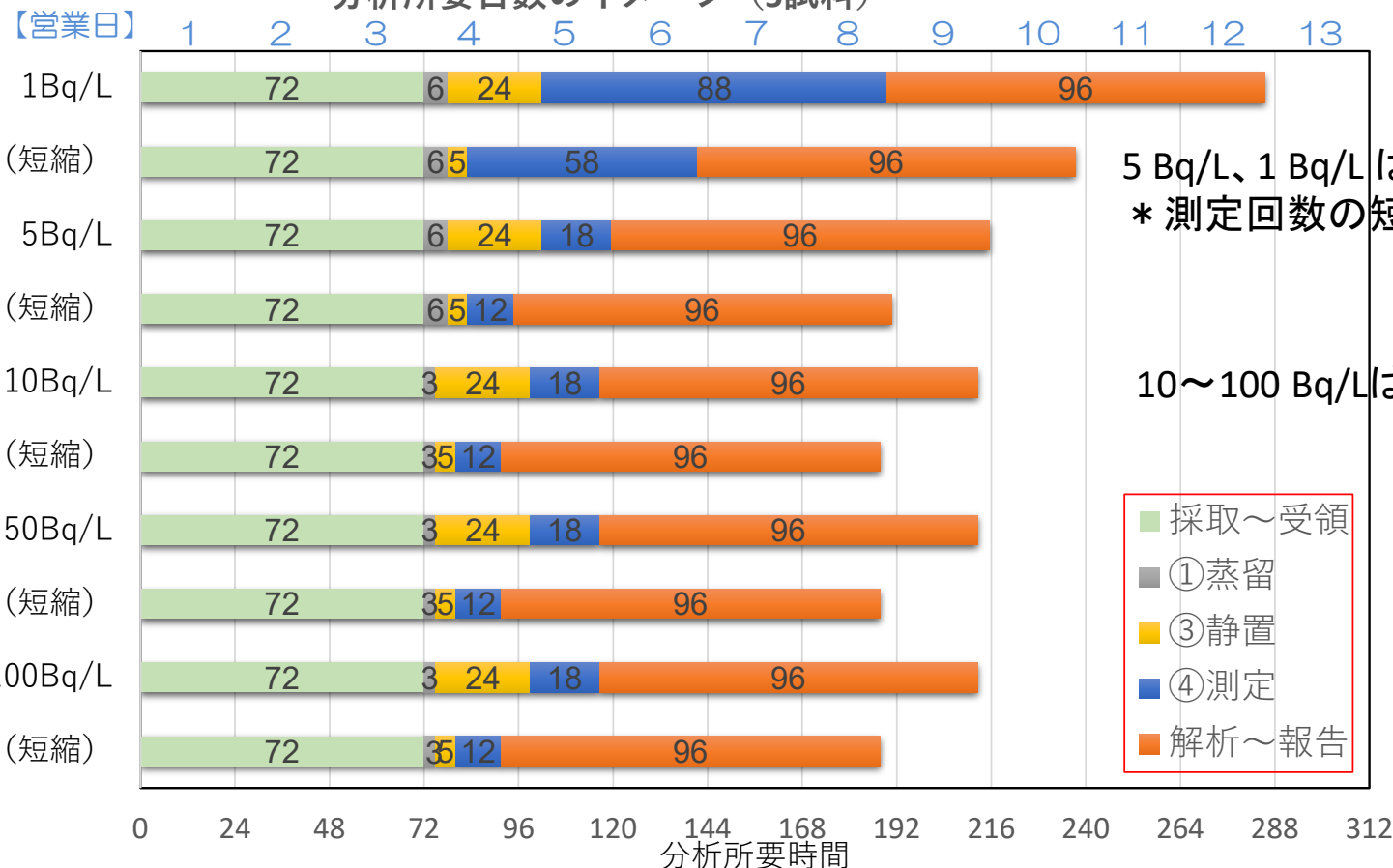
採取～報告まで:1 Bq/Lは10営業日、それ以外は9営業日

トリチウム分析の所要時間(5試料)

* 試料採取～報告まで

検出下限目標

分析所要日数のイメージ (5試料)



5 Bq/L、1 Bq/Lは供試量50 mL*
* 測定回数の短縮は不適

10～100 Bq/Lは供試量10 mL

- 採取～受領
- ①蒸留
- ③静置
- ④測定
- 解析～報告

- ・試料採取～受領:3日(採取1日、輸送2日)
- ・分析～測定完了:5 Bq/L～100 Bq/Lであれば通常の方法でも2日、1 Bq/Lだと5日
- ・解析～報告:4日

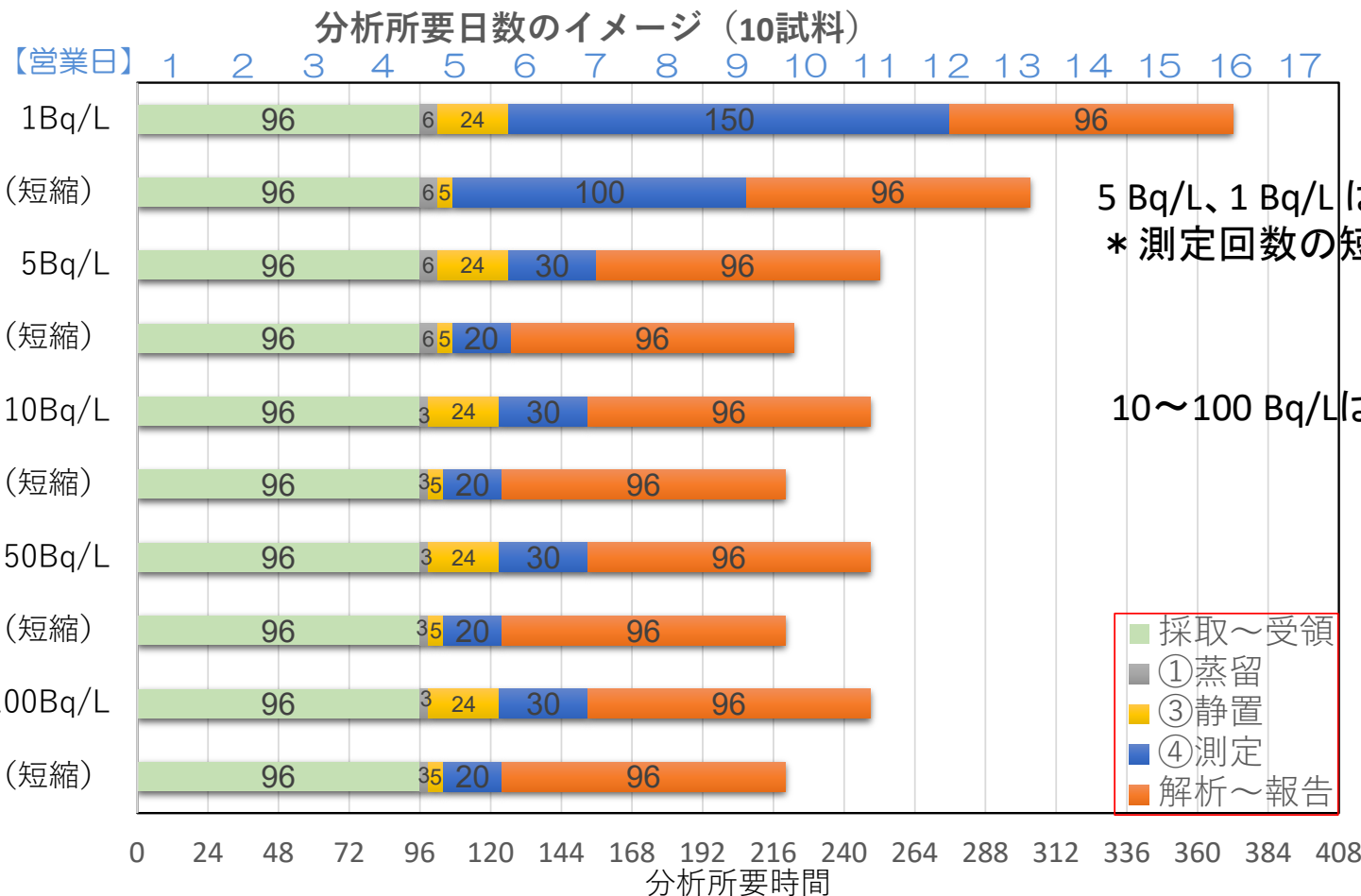
通常の方法

採取～報告まで:1 Bq/Lは12営業日、それ以外は9営業日

トリチウム分析の所要時間(10試料)

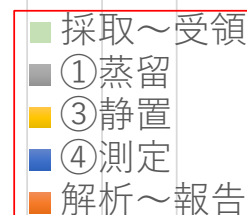
* 試料採取～報告まで

検出下限目標



5 Bq/L、1 Bq/L は供試量50 mL*
* 測定回数の短縮は不適

10～100 Bq/Lは供試量10 mL



- ・試料採取～受領:4日(採取2日、輸送2日)
- ・分析～測定完了:5 Bq/L～100 Bq/Lであれば通常の方法でも3日、1 Bq/Lだと8日
- ・解析～報告:4日

通常の方法

採取～報告まで:1 Bq/Lは16営業日、それ以外は11営業日

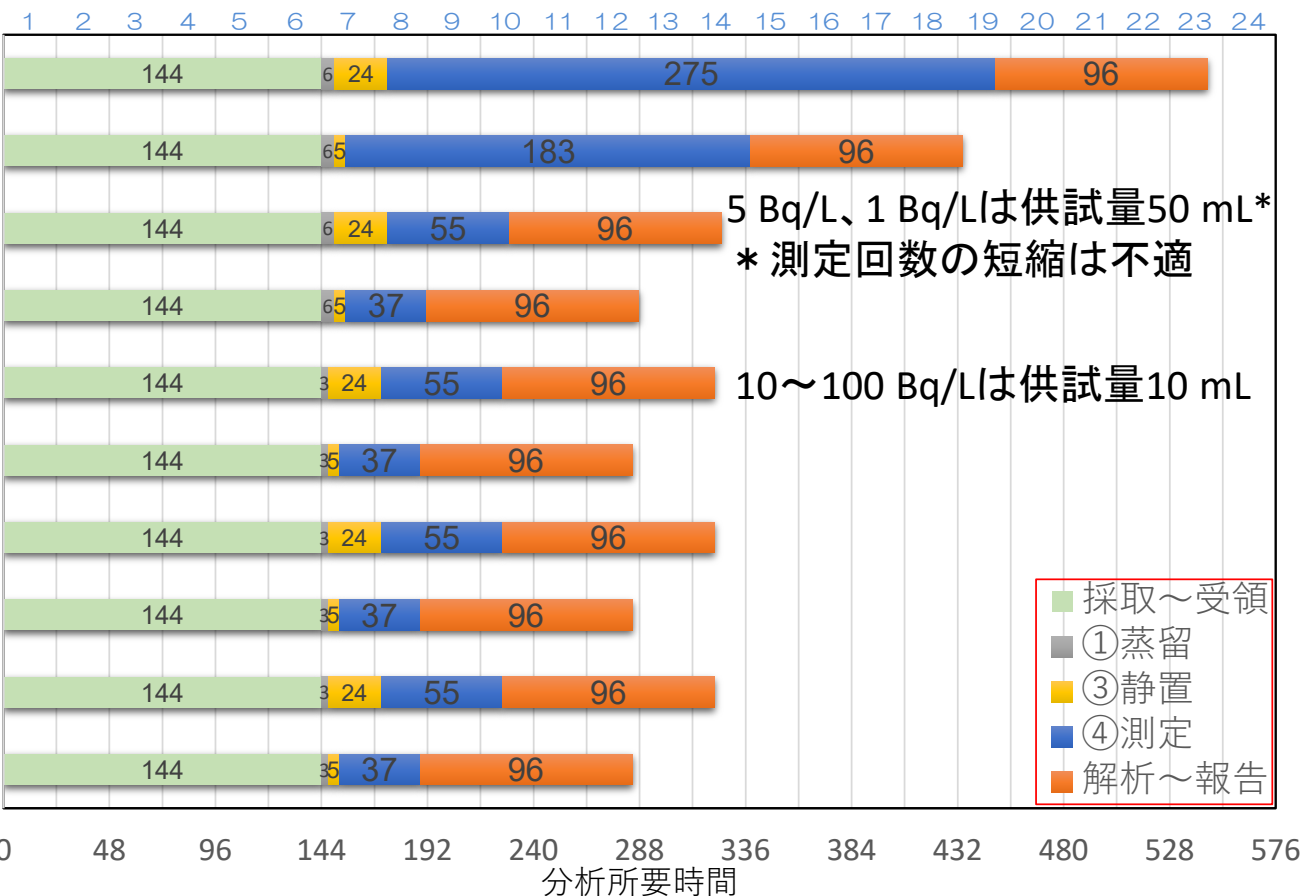
トリチウム分析の所要時間(20試料)

* 試料採取～報告まで

検出下限目標

分析所要日数のイメージ (20試料)

【営業日】



- ・試料採取～受領:6日(採取4日、輸送2日)
- ・分析～測定完了:5 Bq/L～100 Bq/Lであれば通常の方法でも4日、1 Bq/Lだと13日
- ・解析～報告:4日

通常の方法

採取～報告まで:1 Bq/Lは23営業日、それ以外は14営業日

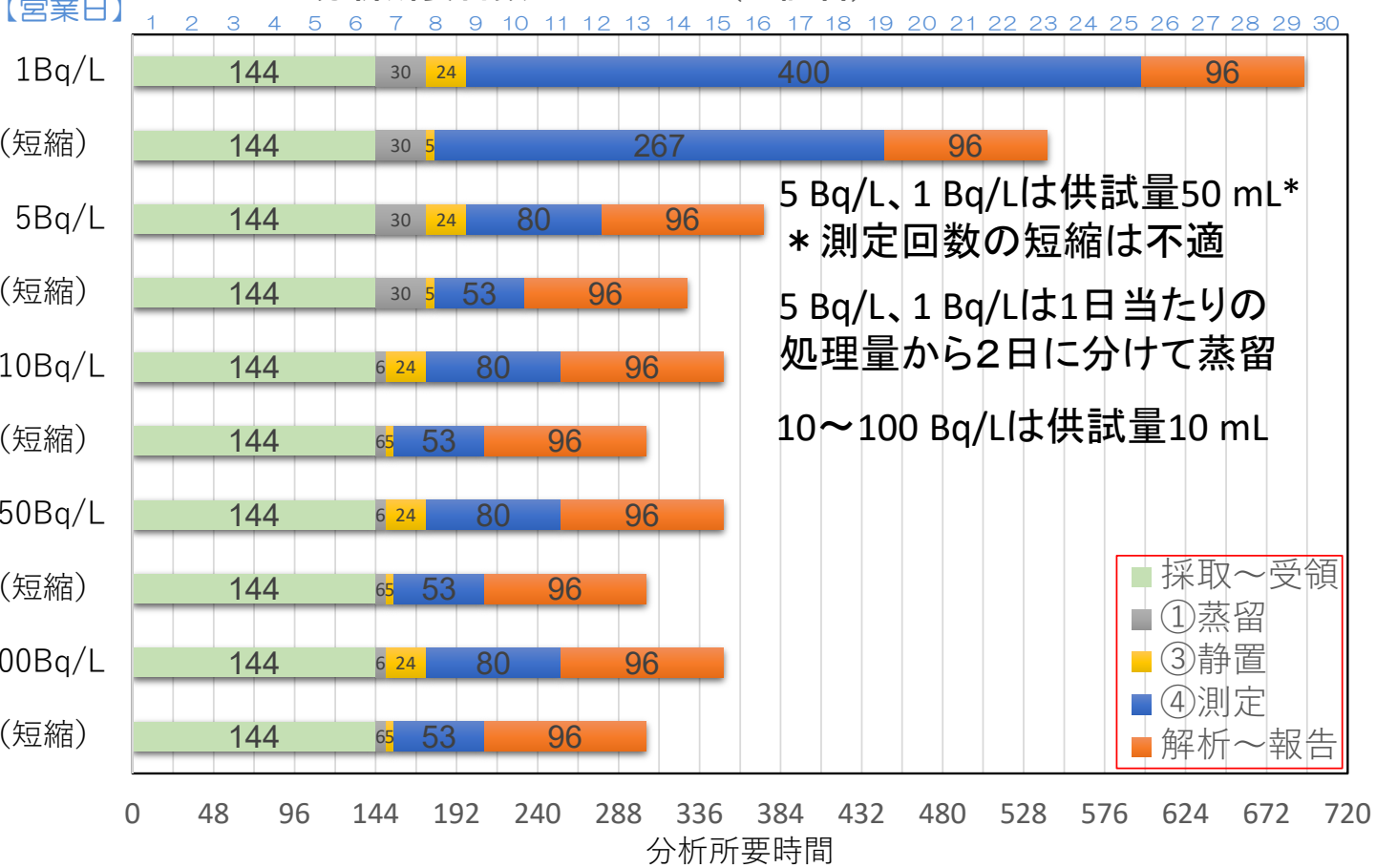
トリチウム分析の所要時間(30試料)

* 試料採取～報告まで

分析所要日数のイメージ (30試料)

【営業日】

検出下限値



5 Bq/L、1 Bq/Lは供試量50 mL*
 * 測定回数の短縮は不適
 5 Bq/L、1 Bq/Lは1日当たりの
 処理量から2日に分けて蒸留
 10～100 Bq/Lは供試量10 mL

- 採取～受領
- ①蒸留
- ③静置
- ④測定
- 解析～報告

- ・試料採取～受領: 6日 (採取4日、輸送2日)
 - ・分析～測定完了: 10 Bq/L～100 Bq/Lであれば通常の方法でも5日、5 Bq/Lだと6日、1 Bq/Lだと19日
 - ・解析～報告: 4日
- 通常の方法 → 採取～報告まで: 1 Bq/Lは29営業日、5 Bq/Lは16営業日、10～100 Bq/Lは15営業日

・トリチウム分析の所要時間* (1～30試料)

* 試料採取～報告まで

検出下限目標	通常の方法	短縮した場合
1 Bq/L	10～29営業日	9～23営業日
5 Bq/L	9～16営業日	8～14営業日
10、50、100 Bq/L	9～15営業日	8～13営業日

⇒ 1 Bq/Lは試料数が多い場合には速報には向かない

・ 1 Bq/L、5 Bq/Lは6時間程度の蒸留が必要となり、実験室を終日専有

⇒ 1 Bq/L、5 Bq/Lは多数の試料の分析は困難

・ 記載した日数は要員・実験室・器具等が十分に確保できている前提であり、他の分析業務との兼ね合いや繁忙期等の事情により所要時間の増加が予想される

検出下限目標を最低限に設定することが分析頻度・速報性向上に繋がる

- ① 分析機関の分析キャパを把握(検出下限目標に対する実施可能数)
- ② ①を踏まえた上で最低限どの程度のレベルが必要か、適切(可能)な頻度を決定
- ③ 分析体制を構築(複数機関の協力がなければ実現できない可能性もある)
- ④ 必要に応じて工程の短縮を実証(バリデーションデータの再取得等)し、適用

【実例】海水浴場(シーズン中、6試料)のトリチウム分析所要時間 (検出下限目標: 10 Bq/L)

工程	所要時間	備考
蒸留	3時間	常圧蒸留
測定試料の調製	20分程度	20 mLのガラスバイアルに試料10 mLとシンチレータ(Ultima Gold LLT)10 mLを加えて混合
静置	3日	蒸留から静置開始までを金曜日に実施 ⇒月曜日(約3日静置後)から測定開始
測定	1日	測定器は1台 [6(試料)+2(バックグラウンド試料)] × 10(分) × 15(回)=1,200分

⇒2～3営業日で分析終了

○測定試料 (試料水+シンチレータ)



○測定器 (LSC : 液体シンチレーションカウンタ)

