

調整する。これを 80°C に加熱したのち硫酸アンモニウム溶液 1 ml を加えて生成した硫酸バリウムを室温になるまで放置して熟成させる。

サイフォンを用いて上清液を静かに沈殿を攪拌しないようにしてとり出す。母液は 80 ml ぐらい残す。これに水 100 ml を加えて硫酸バリウムを攪拌して再び静置させる。上清液を同じようにして静かに分離する。1 N 水酸化ナトリウム 1 ml を加えてアルカリ性とし、これにあらかじめ 85°C にあたためた EDTA・4Na 溶液 2 ml を加え攪拌して硫酸バリウムを溶解させる。

### ② 放射平衡の成立

水流ポンプをキュリーびんの短枝の側管につなぎ、水流ポンプを働かせつつ、他方の長枝側管より前記の溶液を移送する。ビーカーは 10 ml の水にて洗い、この洗液も同じようにキュリーびんに移す。この操作は 2 回繰り返す。

水流ポンプを働かせ約 10 分間空気を溶液に通ずる。まず、長枝の側管の端を溶封し、放置して冷却させる。ついで水流ポンプで減圧にしつつ短枝の側管の端を溶封する。この時の日時を正確に記録する。30 日以上放置して  $^{226}\text{Ra}$  と  $^{222}\text{Rn}$  の放射平衡の成立を待つ。

### ③ ラドンの捕集

まずキュリーびんの両方の溶封部をやすりで軽くきれ目をつける。第 6-6 図のラドン捕集装置のcock  $H_1$ ,  $H_2$ ,  $H_3$ ,  $H_4$  を閉じてあることをたしかめたのち、これにキュリーびんを厚肉ゴム管にて  $I_1$  に短枝側管,  $I_2$  に長枝側管になるようにつなぐ。まず、ラドン凝縮容器 A の上部よりシンチレータトルエン溶液 22 ml を入れ液体窒素トラップ B で十分に冷却する。

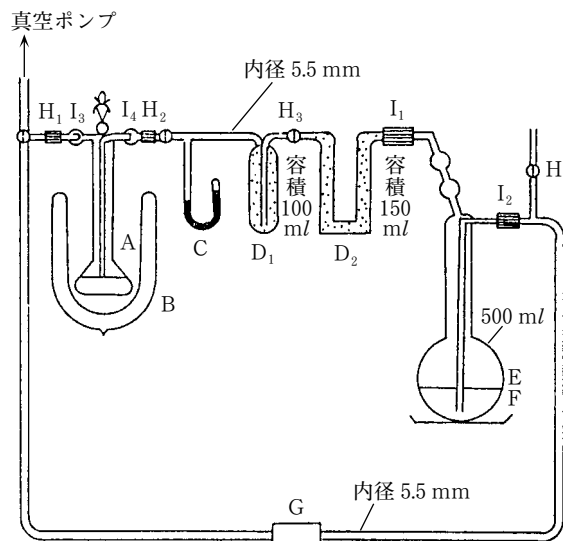
トルエンが凝固したのちcock  $H_1$  を開き真空ポンプにて排気する。このとき排気速度はマンメーターが 4~5mm 差位まで減圧にし徐々に排気する。この操作を 3 回繰り返す。

cock  $H_1$  を閉じ、cock  $H_2$ ,  $H_3$  を開いたのち、厚肉ゴム管  $I_1$  を外側より押し短枝側管を折り、ついで厚肉ゴム管を押し長枝側管を折る。この時の時刻を記録する。

つぎに、 $H_4$  を開いて空気の中に入れ、E 中で空気の泡が出なくなったならば  $H_4$  をとじる。

スライダックを調節して加熱用ヒーター (F) はあらかじめ 50°C になるようにしておき、ここでキュリーびんを 50°C に加熱しながらダイヤフラムポンプ G により (200 ml/min) ラドンを装置系内を約 1 時間循環させる。

cock  $H_1$ ,  $H_2$  を閉じラドン凝縮容器 A を系より



- A ラドン凝縮容器 (50 ml グラスフィルター (G3) 付き細管)
- B デュアー瓶 (液体窒素およびアセトン・ドライアイス)
- C マノメーター
- D<sub>1</sub> ソーダライム管
- D<sub>2</sub> シリカゲル乾燥管
- E キュリーびん
- F 加熱用フラスコヒーター
- G ダイアフラムポンプ (200 ml/min)
- H<sub>1</sub>~H<sub>4</sub> 真空cock
- I<sub>1</sub>, I<sub>2</sub> 肉厚ゴム管

第 6-6 図 ラドン捕集装置

とりはずして、アセトンドライアイストラップにひたしてトルエンを溶解させてこれにラドンを溶解させる。容器 A を動かしながら中のトルエンで内壁を十分に洗い、ラドンをよく溶かす。ただちに、このトルエン溶液を泡だてぬよう静かに注意して測定用バイアルに移して測定試料を液体シンチレーションカウンターの測定位置に入れ約 130 分間放置する。

### ④ 放射能の測定

液体シンチレーションカウンターのゲインを 90% にして独立した 3 チャンネルのウインド幅を 100~∞, 200~∞, 300~∞ にそれぞれ設定する。

測定用バイアルにシンチレータトルエン溶液 22 ml を入れてまずチャンネルつきバックグランド計数率  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$  (cpm) を求める。

つぎに測定試料について同一条件においてそれぞれの計数率,  $A'_1$ ,  $A'_2$ ,  $A'_3$  (cpm) を求め、バックグランド計数率  $B_1$ ,  $B_2$ ,  $B_3$  (cpm) を差し引き、正味の計数率  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  (cpm) を出す。

ついで各チャンネルのウインド幅の下限 100, 200, 300 を  $x$  軸にとり、 $y$  軸にこれに対応する計数率  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  (cpm) をとり積分バイアス曲線を描く、この曲線を  $x = 0$  に外挿して外挿値  $N$  (cpm) を得る。(=絶対崩壊率)

### ⑤ ラジウムのキュリー数の算出

上記で得た  $N$  (cpm) を次の式に入れて求めると  $^{222}\text{Rn}$  の崩壊数/min 即ち  $^{226}\text{Ra}$  の崩壊数/min が得られるので、これにより Ci 単位に換算する。

$$^{226}\text{Ra}(\text{崩壊数}/\text{min})N_0 = Ne^{\lambda t} \frac{\lambda d}{5(1-e^{-\lambda d})E \cdot A \cdot Y}$$

$$^{226}\text{Ra} \text{ の Ci 数}/l = \frac{N_0}{60 \times 3.7 \times 10^{10}}$$

ただし、 $t$ : キュリーびんの開封から測定開始迄の経過時間 (min)

$d$ : キュリーびんの閉封から開封迄の測定時間 (min)

$\lambda$ : ラドンの崩壊定数  $1.258 \times 10^{-4}(\text{min}^{-1})$

$E$ : 計数効率で 1 とする

$A$ : 用いた装置におけるラドンのトルエン溶液にたいする吸収の割合であらかじ

めラジウム標準溶液につき求めておく

$Y$ : 試料調製よりキュリーびんに移送までの放射化学的収率でラジウム標準溶液にてあらかじめ求めておく

### ⑥ ラジウムの全放射化学的収率の求め方

検定されたラジウム標準溶液を容器ごと重量をはかり、これより適当な大きさのガラス細管を用いておよそラジウム  $10^{-12}$  Ci になるようにとり天秤にて重量をはかり、あらかじめ塩化バリウム溶液 1 ml を加えた 1l の水に加える。ガラス細管はうすめた塩酸性の水にて十分洗い洗液も加える。

硫酸アンモニウム溶液 1 ml を加えて上記実験操作により測定し、 $N$  を求める。計算式に入れた値と検定値より算出した値とを比べるときは、 $E \cdot A \cdot Y$  同時に測定しうる。

## 7. 化 学 試 験

### 7-1 蒸発残留物の定量

蒸発残留物とは、試料の一定量を蒸発乾固したのち一定温度で乾燥したとき残る物質のことをいう。これは試料の溶存物質質量の目安となるが温泉法で規定している溶存物質質量 (ガス性のものを除く) とは異なる。

試料をそのまま蒸発乾固したとき、その蒸発残留物を一般には全蒸発残留物といい懸濁物と溶解性蒸発残留物との総和である。鉱泉は一般に懸濁物がほとんどなく、蒸発残留物は全蒸発残留物となることが多い。

試料に粘土等の懸濁物がある場合には、ろ過による前処理を行い溶解性蒸発残留物を求める。

#### 〔試 薬〕

#### ① シリカゲル

#### 〔器具および装置〕

硬質ガラス製蒸発皿または白金皿 (100~200 ml)、ろ過用器具一式、水浴、空気恒温槽、ミリポアーフィルター

#### 〔試験操作〕

#### ① 全蒸発残留物

110°C で乾燥し、シリカゲルを使用したデシケーター中で放冷して恒量を得た蒸発皿に試料を一定量そそぎ、水浴上で蒸発乾固したのち 110°C の空気恒温槽で約 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷して恒量を得る。

塩化物泉や硫酸塩泉などは 110°C の乾燥温度では恒量を得がたいので 180°C で乾燥し、分析書に乾燥温度を記入しておく。

#### ② 溶解性蒸発残留物

試料に粘土等の懸濁物が懸濁している場合には、必要な孔径を有するミリポアーフィルターで処理した試料を全蒸発残留物と同様に操作して溶解性蒸発残留物を求める。

鉄イオンや硫化水素の溶存量が多い試料は放置すると沈殿を生ずるので、この種の試料は採取後なるべく早く分析し、ミリポアーフィルターによる処理も行わない。

#### 〔試 算 式〕

蒸発残留物 (mg/l)

$$= \left\{ \left( \begin{array}{l} \text{試料を蒸発乾} \\ \text{固した蒸発皿} \\ \text{の重量 (mg)} \end{array} \right) - \left( \begin{array}{l} \text{蒸発皿の} \\ \text{重 量} \\ \text{(mg)} \end{array} \right) \right\} \times \frac{1000 \text{ ml}}{\left( \begin{array}{l} \text{試料の量} \\ \text{(ml)} \end{array} \right)}$$

### 7-2 リチウムイオンの定量

#### (1) 炎光法による定量

#### 〔原 理〕

試料を陽イオン交換樹脂を通して陽イオンを吸着さ