

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}Rn の崩壊数/min 即ち ^{226}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)

λ : 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

せたのち、これを塩酸・アルコール混液で溶出すれば、まずリチウムイオンが溶出する。このようにしてリチウムイオンを他の成分より単離してから蛍光分析法で定量する。

〔試 薬〕

① 塩酸・メタノール混液：1 N 塩酸 200 ml および水 300 ml を混ぜたのち、これにメタノールを加えて全量を 1,000 ml とする。

② リチウム標準原液：炭酸リチウム $[\text{Li}_2\text{CO}_3]$ (特) を 100°C で 2~3 時間乾燥し、その 53.2 mg を塩酸・メタノール混液にとかし、1,000 ml とする。

リチウム標準原液 1 ml = 0.01 mg Li^+

③ 蛍光分析用リチウム標準溶液：リチウム標準原液を塩酸・メタノール混液で希釈し、リチウム濃度が 1,000 ml 中それぞれ 0.25, 0.20, 0.15, 0.10, 0.05 mg を含むような 5 種類の蛍光分析用リチウム標準溶液系列をつくる。

④ 陽イオン交換樹脂柱：陽イオン交換樹脂（強酸性）を 100 メッシュとし、これを内径 1 cm のビュレットに高さ 10 cm になるように充填し、これを 10% 塩酸約 100 ml で洗浄し、ついで洗液がメチルオレンジ中性となるまでよく洗浄する。

〔器 具〕

陽イオン交換樹脂柱装置一式

〔試験操作〕

試料中陽イオンとしておよそ 1 mg 当量を含むように V ml をとり、これを濃縮または希釈して 50 ml とする。ついでメチルオレンジを指示薬として 10% 塩酸を加え微弱酸性で煮沸して炭酸ガスを除去し、放冷する。この溶液を 1 時間 50 ml の速度で陽イオン交換樹脂柱を通して陽イオンを吸着させる。ついで塩酸・メタノール混液を同じ速度で樹脂柱を通し、はじめの流出液 60 ml をすてる。100 ml のメスフラスコ 1 個および 25 ml のメスフラスコ 3 個を用意し、はじめは 100 ml、ついで 25 ml ずつ溶出液を採取する。これらを試験溶液として蛍光分析用リチウム標準溶液と共に波長 670.8 nm で蛍光分析に付し、検量線から各溶液のリチウム含量を求める。

〔試算式〕

$$\text{Li}^+(\text{mg}/l) = \frac{1,000 \times (W_1 + W_2 + W_3 + W_4)}{V}$$

W_1 : 100 ml メスフラスコ中の Li^+ 含量 (mg)

W_2, W_3, W_4 : 3 個の 25 ml メスフラスコ中の Li^+ 含量 (mg)

V : 試料採取量 (ml)

7-3 ナトリウムイオンの定量

(1) 蛍光法による定量

〔原 理〕

この方法は酸性の試料、鉄(Ⅱ, Ⅲ)一硫酸塩泉、アルミニウム一硫酸塩泉などに含まれるナトリウムイオンの定量には適さないことがある。

試料を塩酸で中和後 Cl 型イオン交換樹脂を通して陰イオンを塩化物イオンに置換したのち蛍光分析を行う方法である。酸性泉、鉄(Ⅱ, Ⅲ)一硫酸塩泉、アルミニウム一硫酸塩泉などナトリウムイオンの含量が少ない試料の場合については、別の方法で調製した塩化アルカリ総量を水にとかして蛍光分析法を行う。

〔試 薬〕

① 塩化ナトリウム標準原液：塩化ナトリウム（標準試薬）を 110°C で 2 時間乾燥し、その 254.2 mg を正確にはかり、水に溶かして 1,000 ml とする。本液 1,000 ml 中には Na^+ 100.0 mg を含む。

② 蛍光分析用ナトリウム溶液：塩化ナトリウム標準原液を水で正確にうすめて、それぞれ 1 l 中 Na^+ 50.0, 40.0, 30.0, 20.0, 10.0 および 5.0 mg を含む液を調整する。標準塩化ナトリウム溶液および水を保存する容器は、ポリエチレンを使用しガラス製容器を使用してはならない。

③ 10% 塩化アンモニウム溶液

④ イオン交換樹脂：強塩基性陰イオン交換樹脂 (100~150 メッシュ)

〔器 具〕

イオン交換樹脂柱装置一式

〔試験操作〕

蒸発残留物 0.1 g を含むように、試料をビュレットを用いて 300 ml の三角フラスコに正確にとり、0.1% メチルオレンジ試液 1 滴を加え、メチルオレンジ酸性の場合はそのまま、アルカリ性の場合は、1 N 塩酸を上記の指示薬中間色を呈するまで加えたのち、徐々に温度を上げて沸騰したとき、ただちに加熱を弱め、フラスコの口を時計皿でおおい、沸騰しない程度に 10 分間加熱して溶存する二酸化炭素および硫化水素をできるだけ除き、時計皿を水で洗い、洗液を試料水にあわせ、希釈または濃縮して全量を約 50 ml とし、試験溶液(Ⅰ)とする。

内径約 10 mm のガラス管に、高さ約 15 cm になるように陰イオン交換樹脂（強塩基性）をつめ、10% 塩化アンモニウム溶液約 50 ml を通したのち水洗する。つぎに 100 ml のメスフラスコを受器として、試験溶

液(I)を毎分 2 ml の速度で通過させ、さらに水 40 ml で試験溶液(I)の容器を洗い、洗液も樹脂層を通してメスフラスコに集め、水を加えてメスフラスコの標線に至らしめる。これを試験溶液(II)とする。

炎光分光光度計のゼロ点調整を行い、ついで 50.0 mg/l を含む塩化ナトリウム標準溶液を燃焼させたとき、炎光度が 100 を示すように感度調整する。つぎに 40.0 mg/l 標準溶液を燃焼させてその炎光度を読む。ゼロ点調整、100%調整、標準溶液の炎光度の読みとりの順でこの操作をくりかえし連続 5 回の標準溶液の読みとり値が、炎光度目盛で±1%の範囲になるまで操作を行う。この最後の連続 5 回の測定値を平均して 40.0 mg/l ナトリウム標準溶液の炎光度とする。同様にして、それぞれ 30.0, 20.0, 10.0 および 5.0 mg/l 各ナトリウム標準液の炎光度を求め、これを直交グラフに目盛って検量線を作製する、使用波長 589 nm。

ついでただちに検量線作製のときと全く同じ操作によって試験液(II)の炎光度を求め、検量線から試験液(II)の濃度を求め、試料中の濃度に換算する。

〔計 算 式〕

$$\text{Na}^+(\text{mg/l}) = a \times \frac{100}{V}$$

a : 検量線から求めた試験液(II)の Na⁺ 濃度 (mg/l)

V : 試料採取量 (ml)

7-4 カリウムイオンの定量

(1) 炎光法による定量

〔原 理〕

この方法は、ナトリウム—塩化物泉、ナトリウム—炭酸水素塩泉、ナトリウム—硫酸塩泉およびナトリウムイオンを主要成分とする単純温泉、単純二酸化炭素泉、放射能泉などに含まれるカリウムイオンを定量する場合に適用される。

カリウム標準溶液には塩化ナトリウムを添加したものをを用い、一方試料はイオン交換樹脂を通して陰イオンを塩化物イオンに変えたのち、標準溶液と同量になるように塩化ナトリウムを添加し炎光分析を行う。ナトリウムイオンが主要成分の温泉には適用できるが、その他の泉質については、調製した総塩化アルカリを水にとかして炎光分析を行う。

〔試 薬〕

① 塩化カリウム標準原液：塩化カリウム(特)を 110℃ で 2 時間乾燥し、その 190.66 mg を正確にはかり水にとかして 1,000 ml とする。本液 1,000 ml 中

は K⁺ 100.0 mg を含む。

② 塩化ナトリウム溶液：塩化ナトリウム(標準試薬)を 110℃ で 2 時間乾燥し、その 12.71 g を正確にはかり水に溶かして 1,000 ml とする。本液 1,000 ml 中には Na⁺ 5.00g を含む。

③ 10%塩化アンモニウム溶液

④ イオン交換樹脂：強塩基性陰イオン交換樹脂 (100~150 メッシュ)

⑤ 炎光分析用カリウム標準溶液：塩化カリウム標準原液および塩化ナトリウム溶液を用いて第 7-1 表に示す 6 種類の濃度の炎光分析用カリウム標準溶液を調製する。

⑥ 容器：ポリエチレン容器を使用する。

第 7-1 表 炎光分析用標準カリウム溶液

濃 度	mg/l
K	Na
40.0	500
32.0	〃
24.0	〃
16.0	〃
8.0	〃
0	〃

〔器 具〕

イオン交換樹脂カラム装置一式

〔試 験 操 作〕

試料中のナトリウムの濃度を定量した後ナトリウムの量が 50 mg を超えない程度に試料を正確に採取する。つぎに 0.1%メチルオレンジ試液 1 滴を加えメチルオレンジ酸性の場合はそのまま、アルカリ性の場合は塩酸で中和した後、ナトリウムの場合と同じ操作で二酸化炭素および硫化水素を除き、洗液を試料液にあわせ、希釈または濃縮して全量を約 50 ml とし、試験溶液(I)とする。

内径約 10 mm のガラス管に、高さ約 15 cm になるように陰イオン交換樹脂(強塩基性)をつめ、10%塩化アンモニウム溶液約 50 ml を通したのち水洗する。次に 100 ml のメスフラスコを受器として、試験溶液(I)を毎分 2 ml の速度で通過させ、さらに水 40 ml で試験溶液(I)の容器を洗い洗液も樹脂層を通してメスフラスコに集める。つぎに次式に示す容量の塩化ナトリウム溶液を加え、水を加えて 100 ml とし、試験溶液(II)とする。試験溶液(II)はナトリウムイオン 500 mg/l を含む。

加える塩化ナトリウム溶液の ml 数

$$= 10 - 0.2 \times \frac{A \times a}{1,000}$$