

開発成果報告書

放射能分析用

牛肉認証標準物質(フレーク状)

JSAC 0751

JSAC 0752

2013年3月8日

公益社団法人 日本分析化学会

目 次

| | 頁 |
|---------------------------------|----|
| 1. はじめに | 1 |
| 2. 開発の経緯 | 2 |
| 3. 計量トレーサビリティ | 3 |
| 4. 候補標準物質の調製 | 4 |
| 5. 均質性の評価 | 7 |
| 6. 共同実験の報告結果及び特性値の決定 | 9 |
| 7. 不確かさの算出 | 11 |
| 8. 標準物質の利用 | 15 |
| 9. 認証書 | 16 |
| 10. 結語 | 16 |
| 添付資料 1 : 共同実験参加試験所が使用した参照標準の概略図 | 17 |
| 添付資料 2 : 共同実験参加試験所の測定条件と結果 | 18 |
| 添付資料 3 : 共同実験参加試験所のその他測定条件 | 25 |
| 添付資料 4 : 共同実験参加試験所からのその他の情報 | 29 |
| 添付資料 5 : 測定条件と測定値との関係についての考察 | 42 |
| 添付資料 6 : 報告された γ 線スペクトル例 | 50 |
| 添付資料 7 : 認証書 | 65 |

開発成果報告書

放射能分析用 牛肉認証標準物質 JSAC 0751, 0752

1. はじめに

東日本大震災に伴う福島第一原子力発電所事故により発生した放射性物質による環境汚染の広がりや、国民生活の様々な側面に大きな影響を与えている。土壌表面に降下した放射性物質は、表流水の移動などに伴って分布状態を変え、住環境における外部被ばく線量に影響している。また、農地やその周辺に降下した放射性物質は、農作物などに取り込まれて国民の内部被ばく線量の上昇を招く可能性が指摘されている。土壌などの環境試料や食品中の放射性物質の量を正確に、かつ、迅速に測定する技術の開発は、放射能計測分野に求められている火急の使命である。特に食品分析については基準値がこれまでの暫定基準値から大幅に引き下げになり、より微弱な放射能を定量することが社会的なニーズとなっている。

分析値の信頼性を確保するには、測定対象物質の分析値を、類似の組成を持ち計量トレーサビリティが取れた標準物質の分析値と比較することが必要である。このため日本分析化学会では、2011年度から標準物質委員会での議論や震災対応WGの方針等を踏まえ、原発事故対応支援を考慮した放射能分析用標準物質の作製を開始し、すでに2012年6月1日に土壌標準物質の供給を行っている。

危急の対応が必要の中、今般、放射能測定用標準物質開発が独立行政法人科学技術振興機構（以下 JST と呼ぶ）の研究成果展開事業（先端計測分析技術・機器開発プログラム）の一つに採択され、武蔵大学 薬袋佳孝教授をチームリーダーとして関連の標準物質開発を継続・促進することとなった。開発課題（放射能環境標準物質の開発）の本年度の目標として、前期には昨年9月の生産時期に間に合うように玄米標準物質の開発を実施し、後期にはここで報告する牛肉認証標準物質を開発することになった。標準物質の特性値は、関連分野の熟練試験所による共同実験方式で決定されるが、このため参加試験所の応募を募ったところ我が国のみならず世界各国からも参加希望を受け取った。実際の認証においては期限の制約のため我が国の試験所による報告値を基に決定された。本報告はこれらの成果をまとめたもので、放射能濃度の認証値は次のとおりである。

| | |
|--------|------------------------|
| Cs-134 | (174 ± 12) Bq/kg (k=2) |
| Cs-137 | (297 ± 20) Bq/kg (k=2) |
| K-40 | (276 ± 46) Bq/kg (k=2) |

2. 開発の経緯

(公社)日本分析化学会 標準物質委員会では渋川委員より震災対応WGの方針を踏まえ、原発事故対応支援を考慮した放射能分析用標準物質の作製の提案がなされ、平井委員が候補標準物質の調達を行った。この牛肉認証標準物質の開発については、既開発の玄米認証標準物質と共に、JSTの研究開発事業(先端計測分析技術・機器開発プログラム)「放射線計測領域」の平成24年度の開発課題「放射能環境標準物質の開発」として採択された。武蔵大学 葉袋教授をリーダーとし、環境テクノス(株) 岩本氏をサブリーダーとする産学協同の体制下で開発を行った。土壌標準物質の開発を行った日本分析化学会の「放射能標準物質作製委員会」も継続し、両者は連絡を密にして、これらの標準物質開発に携わった。牛肉認証標準物質開発では、日本ハム株式会社中央研究所にて候補標準物質の調製と放射能測定による均質性試験が実施された。

測定方法としては、我が国における放射能分析の代表的な指針である“平成4年改訂 文部科学省 放射能測定シリーズ7「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー」”によることにした。

共同実験に参加した機関のリストを表1に示す。

表1 参加試験所リスト(順不同)

| |
|------------------|
| 東京都市大学原子力研究所 |
| 明治大学理工学部 |
| 東京大学アイソトープ総合センター |
| (財)日本分析センター |
| (公社)日本アイソトープ協会 |
| (財)日本食品分析センター |
| (独)放射線医学総合研究所 |
| (独)日本原子力研究開発機構 |
| (独)農業環境技術研究所 |
| エヌエス環境株式会社 |
| 株式会社環境総合テクノス |
| 日本ハム株式会社中央研究所 |

3. 計量トレーサビリティ

表 2 に参加試験所が用いた標準線源とその合成標準不確かさを示す。

表 2 参加試験所が用いた標準線源と校正法に起因する合成標準不確かさ

| Lab 番号 | 標準線源 | 検出効率校正の標準不確かさ (%) |
|--------|--|--|
| 2 | Cs-134 及び Cs-137:Eu-152 で校正した. K-40 : KC1 | 3.0 (Cs-134, Cs-137) (校正に用いたエネルギーにおける誤差の二乗平均の平方根) 1.1 (K-40) |
| 4 | 日本アイソトープ協会製 混合核種点線源 (MX402 53) (U8 容器) 及び日本アイソトープ協会製 CS-0509903 (U8 容器) | 標準線源と校正式フィッティングの不確かさを合成した. 1.61 |
| 5 | 日本アイソトープ協会製 9 核種混合放射能標準ガンマ体積線源 (U8 容器) | 体積標準線源として該当エネルギー範囲で 1.0 以下 ピーク効率の校正值として, 1.62 (Cs-134) 1.33 (Cs-137) 1.49 (K-40) |
| 6 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.35 |
| 8 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.35 |
| 10 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.35 |
| 11 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.6 |
| 14 | Cs-134 及び Cs-137 : 値付けされた溶液を秤量し, 100 mL の水に滴下して作成 K-40 : 容量分析用水酸化カリウム溶液 100 mL 標準及び候補標準物質共に PE 製広口ビンに充填, ビンの側面を Ge 検出器 (横型) の前面アクリルキャップに密着させて測定. | 2.0 (Cs-134) 2.0 (Cs-137) K-40 については核データの不確かさと計数誤差を合成した. 1.1 (K-40) |
| 15 | 日本アイソトープ協会製 9 核種混合標準溶液 (MX010-0017) を, アルミナ粉末と混合し, U8 容器に 50 mm 高さで充填して作成 | 2.7 |
| 16 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.35 |

| | | |
|----|---|--|
| 17 | Cs-134 及び Cs-137:Eu-152 で校正した. K-40 : KCl | 3.0 (Cs-134, Cs-137) (校正に用いたエネルギーにおけ る誤差の二乗平均の平方根) 1.1 (K-40) |
| 18 | 日本アイソトープ協会製放射能標準ガ ンマ体積線源 MX033U8PP (U8 容器) | 2.5 |

ピーク効率の校正の標準不確かさは、特に記述がない場合は、報告された場合はそのまま、報告されていない場合は用いた標準線源の拡張不確かさを包含係数 ($k=2$) で割った値を用いた。詳細は 7 節及び添付資料 2-4 を参照のこと。

添付資料 1 に、共同実験における放射能測定トレーサビリティの概念を、参考のため図示した。

4. 候補標準物質の調製

(1) 候補標準物質の概要

放射能汚染した牛肉約 100 kg が用いられた。これらの試料をミートチョッパーを用いてミンチ状にした後、凍結乾燥、粉碎、篩分け、混合の後、小分けして候補標準物質を得た。詳細を (2) から (5) に記載した。これらは日本ハム株式会社中央研究所において実施された。

(2) 候補標準物質の均質化

牛肉約 100 kg を、ミートチョッパーを用いてミンチ状にし、4 回に分けて凍結乾燥を行った。凍結乾燥の様子を図 1 に示す。



図1 凍結乾燥 (アサヒライフサイエンス製凍結乾燥機)

4 回に分けた試料を LOT.1, LOT.2, LOT.3, LOT.4 とし、それぞれを個別に放射能測定を実施した。測定された放射能とともに比重及び収量を表 3 に示した。

表 3 凍結乾燥試料の事前放射能測定

| | LOT.1 | LOT.2 | LOT.3 | LOT.4 |
|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Cs-134 | 287.7 Bq/kg | 91.4 Bq/kg | 195.4 Bq/kg | 277.7 Bq/kg |
| Cs-137 | 455.0 Bq/kg | 146.6 Bq/kg | 361.3 Bq/kg | 451.1 Bq/kg |
| Cs-134+Cs137 | 742.7 Bq/kg | 238.0 Bq/kg | 556.7 Bq/kg | 728.8 Bq/kg |
| 比重 | 0.39 | 0.46 | 0.44 | 0.34 |
| 収量 | 16 kg | 12 kg | 17 kg | 12 kg |

この内、LOT.2、LOT.3の全量及びLOT.4の一部を縦型ミキサーで140 rpm、1時間の条件で混合し候補標準物質を得た。混合後の試料質量は32 kgであった。混合試料を粉砕した後、4メッシュの篩を用いて分級した。混合には図2の縦型ミキサー、篩分けには図3の電磁式ふるい分け振とう機を用いた。



図2 縦型ミキサーMT-90SH ((株)愛工舎製作所)



図3 電磁式ふるい分け振とう機

(3) 袋詰めと滅菌処理

篩分けした候補標準物質は、約50 g及び約500 gずつポリエチレン袋に入れた後、シールした。

50 g 候補標準物質の写真を図4に示す。



図4 梱包された候補標準物質

袋詰め後に、電子線による滅菌を行った。最終的な出来高は、50 g入りは320袋、500 g入りは29袋である。

電子線照射条件は、以下の通りである。

- ・線量：20 kGy
- ・加速電圧：4.8 MV
- ・電流：20.0 mA
- ・カート速度（外周）：13.5 m/min
- ・照射方法：片面1回

滅菌後、さらにアルミラミネートポリエチレン袋に入れ、頒布する。

(4) 乾燥による質量の減少について

表5に示す均質性試験に使用した試料の半数について135℃、2時間の乾燥による質量の減少を測定した。結果を表4に示す。

表4 135℃、2時間の乾燥による質量減少

| 試料名 | 乾燥前質量 (g) | 乾燥後質量 (g) | 差分 (g) | 相対質量減 (%) |
|------|--------------|--------------|-----------|--------------|
| 試料1 | 93.3 | 90.7 | 2.6 | 2.8 |
| 試料3 | 97.3 | 94.9 | 2.4 | 2.5 |
| 試料5 | 96.4 | 93.9 | 2.5 | 2.6 |
| 試料7 | 99.3 | 96.5 | 2.8 | 2.8 |
| 試料9 | 99.8 | 96.7 | 3.1 | 3.1 |
| 試料11 | 100.4 | 97.3 | 3.1 | 3.1 |

5. 均質性の評価

(1) 概要

放射能測定により均質性評価を行った。12 試料を用いて、測定時間は 10 時間とした。放射能測定は日本ハム株式会社中央研究所において実施された。

(2) 放射能測定による均質性試験

篩分けした試料からランダムに 12 点、各々 100 g を抜き取り、均質性評価に用いた。測定前に 135 °C で 2 時間乾燥した後、U8 容器に充填してゲルマニウム半導体検出器を用いて放射能測定を実施した。測定時間は Cs-134 及び Cs-137 に対して十分な併行精度が期待される 10 時間(36000 秒)と一定とした。Cs-134、Cs-137 及び K-40 の放射能は、それぞれ 604 keV、661 keV、1460.8 keV のピークを用いて測定された。測定は 11 月 19 日から 12 月 6 日にかけて測定された。

均質性試験の解析は十分な併行精度が確保できる場合次のように評価できる。すなわち、 s_{bb} を均質性標準偏差、 s_{b+r} を複数試料を測定したときの測定値の標準偏差、 s_r を併行精度（測定の繰返し標準偏差）とすると、 s_{bb} は次式で求めることができる。

$$s_{bb}^2 = s_{b+r}^2 - s_r^2$$

s_{bb}^2 が負になる場合は、便宜上その絶対値の平方根に負号をつけて s_{bb} を表示している。

表 5 に Cs-134 及び Cs-137 の評価結果、表 6 に K-40 の評価結果を示した。ネットカウンットの平方根及びベースラインの誤差を含めた計数誤差をそれぞれ計数誤差 1 と計数誤差 2 と表示している。放射能測定の併行精度は計数誤差として測定カウント数の平方根で与えられることが分かっている。ピークの面積はコベル法によって計算されており、測定値計数誤差を表す場合はベースラインカウント数の計数誤差を加えているが、この計数誤差を s_r に用いると均質性を過小評価することが懸念される。計数誤差 1 は測定対象からの信号（カウント数）の理論的な誤差に相当し、推定される最小の併行精度と考えられる。そこでここではベースラインによる計数誤差を含めないで単にネットカウンットの平方根から計数誤差を計算し、それを用いて計算した s_{bb} を不確かさとした。

また、K-40 については主にバックグラウンドの信号が重複するため十分な併行精度が得られていない。このためバックグラウンドの信号と共に別表（表 6）に示した。

表 5 Cs-134 及び Cs-137 の放射能測定による均質性試験結果

| 試料名 | Cs-134 ネットカ ウント | 計数誤差 1 | 計数誤差 2 | Cs-137 ネットカ ウント | 計数誤差 1 | 計数誤差 2 |
|------|-----------------------|--------|--------|-----------------------|--------|--------|
| 試料 1 | 4330.1 | 65.80 | 68.59 | 6512.9 | 80.70 | 82.23 |
| 試料 2 | 4425.6 | 66.53 | 69.63 | 6772.9 | 82.30 | 83.90 |
| 試料 3 | 4276.6 | 65.40 | 68.11 | 6560.6 | 81.00 | 82.55 |
| 試料 4 | 4309.9 | 65.65 | 68.55 | 6681.9 | 81.74 | 83.23 |

| | | | | | | |
|----------------------------------|-------------|-------------|-------|-------------|-------------|-------|
| 試料 5 | 4311.4 | 65.66 | 68.81 | 6760.5 | 82.22 | 83.77 |
| 試料 6 | 4534.6 | 67.34 | 70.16 | 6873.3 | 82.91 | 84.46 |
| 試料 7 | 4425.4 | 66.52 | 69.33 | 6660.1 | 81.61 | 83.26 |
| 試料 8 | 4255.7 | 65.24 | 68.22 | 6842.3 | 82.72 | 84.05 |
| 試料 9 | 4363.6 | 66.06 | 68.83 | 6628.0 | 81.41 | 83.00 |
| 試料 10 | 4151.0 | 64.43 | 67.36 | 6421.7 | 80.14 | 81.71 |
| 試料 11 | 4297.2 | 65.55 | 68.55 | 6617.6 | 81.35 | 83.02 |
| 試料 12 | 4231.7 | 65.05 | 67.79 | 6553.3 | 80.95 | 82.53 |
| <i>Average</i> | 4326.07 | 65.77 | 68.66 | 6657.09 | 81.59 | 83.15 |
| <i>STDEV</i> | 101.33 | | | 136.34 | | |
| <i>s_{b+r}</i>(%) | 2.34 | | | 2.05 | | |
| <i>s_r</i>(%) | | 1.52 | 1.59 | | 1.23 | 1.25 |
| <i>s_b</i>(%) | | 1.78 | 1.72 | | 1.64 | 1.62 |

表 6 K-40 の放射能測定による均質性試験結果

| 試料名 | N 36000 s | Nb 36000 s | N' 36000 s | Nb' 36000 s | $\sqrt{(N+Nb+N'+Nb') / ((N-Nb)-(N'-Nb'))}$ | ネット カウン ト | 計数 誤差 1 | 計数 誤差 2 |
|-----------------------|-----------------|------------------|------------------|-------------------|--|-----------------|-------------|-------------|
| 試料 1 | 873.0 | 39.9 | 512.8 | 26.3 | 11.0% | 346.6 | 18.6 | 38.1 |
| 試料 2 | 870.0 | 48.3 | 512.8 | 26.3 | 11.4% | 335.2 | 18.3 | 38.2 |
| 試料 3 | 864.0 | 46.3 | 512.8 | 26.3 | 11.5% | 331.2 | 18.2 | 38.1 |
| 試料 4 | 890.0 | 47.4 | 512.8 | 26.3 | 10.8% | 356.1 | 18.9 | 38.4 |
| 試料 5 | 955.0 | 30.6 | 512.8 | 26.3 | 8.9% | 437.9 | 20.9 | 39.0 |
| 試料 6 | 878.0 | 42.9 | 512.8 | 26.3 | 11.0% | 348.6 | 18.7 | 38.2 |
| 試料 7 | 853.0 | 34.3 | 512.8 | 26.3 | 11.4% | 332.2 | 18.2 | 37.8 |
| 試料 8 | 883.0 | 45.5 | 512.8 | 26.3 | 10.9% | 351.0 | 18.7 | 38.3 |
| 試料 9 | 928.0 | 46.4 | 512.8 | 26.3 | 9.8% | 395.1 | 19.9 | 38.9 |
| 試料 10 | 929.0 | 46.3 | 512.8 | 26.3 | 9.8% | 396.2 | 19.9 | 38.9 |
| 試料 11 | 874.0 | 26.6 | 512.8 | 26.3 | 10.5% | 360.9 | 19.0 | 37.9 |
| 試料 12 | 860.0 | 42.0 | 512.8 | 26.3 | 11.5% | 331.5 | 18.2 | 38.0 |
| <i>Average</i> | 888.1 | 41.4 | 512.8 | 26.3 | 10.7% | 360.2 | 19.0 | 38.3 |
| | | | | | <i>STDEV</i> | 33.1 | | |
| | | | | | <i>s_{b+r}</i>(%) | 9.2 | | |
| | | | | | <i>s_r</i>(%) | | 5.3 | 10.6 |
| | | | | | <i>s_b</i>(%) | | 7.5 | -5.4 |

表 6 の N , N_b は、それぞれ試験試料のベースラインを含むピークのカウンタ数及びベースラインのカウンタ数で、 N' , N'_b は別途測定された測定環境におけるバックグラウンドによる信号の全体及びベースラインのカウンタ数である（添付資料 2 を参照）。

K-40 の測定結果は、 s_{bb} は計数誤差 1 を用いて計算すると 7.5 % とかなり大きな値になる。逆に、計数誤差 2 を用いて計算すると負となり、均質性に対して異常な数値を与えていることが分かる。これは均質性試験ではよく見られることで、併行精度が不足しているために均質性評価が上手くできない場合に相当する。

K-40 の測定値の計数誤差は一般に次式で表される。

$$K-40 \text{ の計数誤差} = \sqrt{(N+N_b+N'+N'_b) / ((N-N_b)-(N'-N'_b))}$$

表 6 に計算した結果を示すが、約 11 % 程度の値が得られ s_{b+r} と同レベルになり、このことから K-40 については、放射能測定では正確な均質性評価が容易でないことが分かる。

(3) 均質性試験に基づく不確かさの推定

表 5 から Cs-134 及び Cs-137 の均質性の不確かさは 1.62 ~ 1.78 % と近い数値となっている。先に述べたように、計数誤差 1 は推定される最小の併行精度と考えられ、これを用いると均質性を過小評価することはない。したがって、ここでは、Cs-134 及び Cs-137 に対して計数誤差 1 を用いて計算された s_{bb} 値を考慮し、1.8 % を均質性の相対標準不確かさとした。

K-40 については、放射能測定における併行精度が充分でないため計数誤差 1 を用いると均質性不確かさを過大評価する懸念はあるが、これを越えない最大の値として 7.5 % を均質性不確かさとした。

6. 報告結果及び特性値の決定

共同実験においては、候補標準物質を各試験所で袋から取り出し、乾燥後、測定容器（主に U8）に詰め替えて行った。参加試験所の測定値と測定条件をまとめて添付資料 2, 3, 4 に示す。表 7 に、報告値と z スコア計算結果をまとめた。 z スコアは従来法（Classic）及びロバスト法（Robust）により求めた。ここで

Average : 平均値

SD : 室間再現標準偏差

RSD : $100 \times SD / Average$

Median : 中央値

NIQR : 標準化四分位範囲 ($0.4713 \times$ 四分位範囲で、ロバストな室間再現標準偏差)

RNIQR : $100 \times NIQR / Median$

Classic z score : $(x - Average) / SD$ x は各試験所の報告値

Robust z score : $(x - Median) / NIQR$

従来法及びロバスト法による z スコアのいずれでも 3 を越える報告値がなかったためデータの棄却は行わなかった（Cs-134 と Cs-137 の報告値の分布状況は添付資料 5 のユーデン図を参照）。添付資料 2, 3, 4 に見るように測定条件で技術的に問題と思われる試験所はなく、本共同実験の報告値の評価には従来法による平均と標準偏差を用いる。したがって、本牛肉認証標準物質の特性値は平均値とした。

JIS Z 8404-1:2006 (ISO 21748:2010)「測定の不確かさ—第1部：測定の不確かさの評価における併行精度，再現精度及び真度の推定値の利用の指針」に基づき，次項で述べる不確かさに加え，室間再現標準偏差（表7のSD）も「もう一つの不確かさ」として認証書に記載する。

注：JIS Z 8404-1 は現 ISO の旧版 ISO/TS 21748:2004 の翻訳規格。

表7 報告値及びzスコア計算値

報告値の単位：Bq/kg

| Lab | 核種 | z score | | 核種 | z score | | 核種 | z score | |
|----------------|--------|---------|--------|--------|---------|--------|--------|---------|--------|
| | Cs-134 | classic | robust | Cs-137 | classic | robust | K-40 | classic | robust |
| 2 | 160 | -1.66 | -1.64 | 294 | -0.29 | -0.66 | 256 | -0.78 | -0.77 |
| 4 | 160 | -1.64 | -1.62 | 270 | -2.23 | -2.86 | 250 | -1.02 | -1.11 |
| 5 | 174.3 | 0.10 | -0.09 | 300.3 | 0.23 | -0.06 | 302.2 | 1.04 | 1.77 |
| 6 | 172.5 | -0.13 | -0.29 | 299.3 | 0.15 | -0.15 | 269.2 | -0.26 | -0.05 |
| 8 | 176.0 | 0.30 | 0.09 | 301.6 | 0.34 | 0.06 | 322.1 | 1.82 | 2.86 |
| 10 | 182.69 | 1.11 | 0.80 | 307.31 | 0.80 | 0.59 | 318.87 | 1.70 | 2.69 |
| 11 | 178.6 | 0.61 | 0.36 | 309.4 | 0.97 | 0.78 | 271.0 | -0.19 | 0.05 |
| 14 | 180 | 0.78 | 0.52 | 287 | -0.85 | -1.29 | 247 | -1.14 | -1.27 |
| 15 | 167 | -0.79 | -0.87 | 281 | -1.34 | -1.85 | 273 | -0.11 | 0.16 |
| 16 | 183 | 1.15 | 0.84 | 308 | 0.86 | 0.65 | 263 | -0.51 | -0.39 |
| 17 | 168 | -0.70 | -0.79 | 305 | 0.62 | 0.39 | 278 | 0.07 | 0.42 |
| 18 | 181 | 0.88 | 0.60 | 307 | 0.74 | 0.51 | 260 | -0.61 | -0.53 |
| データ数 p | 12 | | | 12 | | | 12 | | |
| <i>Average</i> | 173.54 | | | 297.45 | | | 275.89 | | |
| <i>SD</i> | 8.24 | | | 12.31 | | | 25.33 | | |
| <i>RSD</i> | 4.75 | | | 4.14 | | | 9.18 | | |
| <i>SD/√p</i> | 2.38 | | | 3.55 | | | 7.31 | | |
| <i>RSD/√p</i> | 1.37 | | | 1.19 | | | 2.65 | | |
| <i>Median</i> | 175.18 | | | 300.96 | | | 270.09 | | |
| <i>NIQR</i> | 9.35 | | | 10.82 | | | 18.17 | | |
| <i>RNIQR</i> | 5.3 | | | 3.6 | | | 6.7 | | |

表中の測定値では報告値をそのまま記載した。試験所番号(Lab)について一部不連続となっているのは，既開発の土壌，玄米標準物質の際の共同実験参加試験所の番号を引き継いでいるためである。

試験所によっては，均質性試験とかねて複数の候補標準物質を測定していただいた。その場合は，事前に特定した試料の結果を共同実験用に採用した。

添付資料5に，Cs-134とCs-137の相関をユードン図で示した。

添付資料6には，報告された γ 線スペクトルの一部を示した。

7. 不確かさの算出

共同実験のデータ解析では多くの場合に測定方法に関する室間のかたよりは無視される。しかし、JIS Z 8404-1A.2.2 において述べられるように、共同実験で推定されるかたよりの不確かさが無視できないときは不確かさのバジェット表に含む必要がある。したがって、ここでは、考えられる不確かさの要因を整理し、かたよりを与えると考えられる要因に対して不確かさを推定し、これを合成することにした。

文献によると、測定用試料調製、Ge 半導体検出器のエネルギー及び検出効率校正、測定試料の測定、核データなどの要因が挙げられ、下記の(1)から(4)に示すように詳細な成分が議論されている。今回の共同実験において考慮が必要と考えた要因については(○)で示し説明を加えた。不確かさ要因の詳細については、文献参照のこと(C. Dovlete, P. P. Povinec: “Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements”, IAEA-TECDOC-1401, pp.103-126 (2004)).

(1) 測定試料の調製

- ・分析種の損失及び／又は汚染
- ・試料質量又は容量
- ・試料の均質性 (○)
 - 5. 均質性評価において考察した。
- ・前濃縮操作

(2) エネルギー及び検出効率校正

- ・測定時間内における機器の不安定性
- ・エネルギー校正
- ・検出効率校正 (○)

信頼性の高い放射性核種の定量を行うためには、測定に用いる Ge 半導体検出器の検出効率を正しく校正する必要がある。Ge 半導体検出器の検出効率校正法として、点線源測定法、体積線源測定法、計算に基づく方法がある。点線源測定法、体積線源測定法ではそれぞれに対応した標準線源を用いることで国家標準との計量トレーサビリティが確保された校正が実現できる。K-40 の測定においては、放射性天然同位体の存在量が信頼できる国際的データベースとして知られているため、それを利用して校正することも可能である。

標準線源は複数の核種を含み、広いエネルギー範囲で関数フィッティングすることにより検出効率の校正を行う。これによる不確かさは通常小さくここでは無視した。この根拠については土壤認証標準物質の開発成果報告書の添付資料9に示したので参考にされたい(開発報告書は次のホームページからダウンロードできる。<http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html>)。

したがって、検出効率校正における不確かさは、各参加試験所の校正法に起因する合成標準不確かさ(表2に示した)を二乗平均し、その平方根とすることで計算した。

(3) 測定試料の測定

- ・試料と標準間の測定ジオメトリーの違い
 - すべての試験所においてピーク効率の校正や比較校正に用いる標準線源と同じタイプの試料容器が用いられているのでジオメトリーの違いによる不確かさは無視できるとした。

- ・偶発同時計数
- ・サム効果（真の加算同時計数）（○）

今回の対象核種では Cs-134 が該当する．多くの試験所では，ソフトウェアに含まれる機能を用いて補正を行っている．

Lab 14 の試験所では，Cs-134 を標準線源に用いているので補正は不要であった．
このようにサム効果のかたよりは適切に補正されているためばらつきは共同実験の不確かさに含まれると考え，ここでは不確かさの要因に含めない．

- ・不感時間の影響
- ・壊変時間（サンプリングから測定までの冷却期間及び測定期間）の影響
- ・試料の自己吸収（○）

もし測定される試料の組成と密度が計数効率校正用標準線源と異なる場合，検出効率に対する自己吸収補正が必要となる．それらの補正は，試料のジオメトリー，組成及び密度，そして検出器パラメータに依存する．この補正は大容量，高原子量，高密度試料，そして低エネルギー光子に対して大きくなる．多くの試験所では日本アイソトープ協会のアルミナ媒質の標準を用いており，本候補標準物質では 39～50 g を密度 0.48～0.56 g/cm³，高さ 45～50 mm で充填している．自己吸収の補正では，充填物質として，水，土壌，寒天等異なる物質が選択されているが，材質による違いは大きくない．文献によると，試料マトリックスの主成分元素が既知の場合，自己吸収補正係数の相対不確かさは 1 % 以下（エネルギー 60 keV 以上の γ 線に対し）とされるので，ここでは 1.0 % とした．

- ・ピーク面積計算
- ・計数の統計（○）

計数による不確かさは主要な要因の一つである．特に検出効率が小さい K-40 核種については環境によるバックグラウンドの信号が不確かさの大きな要因となっている．この要因による不確かさが他の要因と重複して観測されるが，ここでの共同実験では報告値の標準偏差に含まれるものとしてかたよりとは考えないため直接に合成する要因には含めない．

（４）核データ

- ・半減期による不確かさ
- ・ γ 線放出率による不確かさ

核データは 3 桁～4 桁の精度を持っているため不確かさの要因としては無視した．

（５）共同実験の不確かさ

報告値の標準偏差としては，室間再現標準偏差と NIQR による標準偏差が候補となるが，参加した試験所数が限られるのでここでは単純な標準偏差である室間再現標準偏差を用い，これを参加試験所数の平方根で割り，平均値の標準偏差として不確かさに合成する．

結論として，本牛肉認証標準物質の合成標準不確かさは，共同実験の平均の標準不確かさ，参加試験所が用いた検出効率の校正の標準不確かさの二乗平均，自己吸収補正に含まれるかたより，均質性試験から推定された標準不確かさを合成して算出した．拡張不確かさを算出する包含係数として $k=2$ を用いた．

表 8 不確かさの要因と算出値

| 不確かさ要因 | Cs-134 (%) | Cs-137 (%) | K-40 (%) |
|-----------------|---------------|---------------|-------------|
| 共同実験 | 1.37 | 1.19 | 2.65 |
| 検出効率校正 | 2.41 | 2.39 | 2.06 |
| 自己吸収補正 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 均質性 | 1.8 | 1.8 | 7.5 |
| 合成標準不確かさ | 3.45 | 3.37 | 8.28 |
| 拡張不確かさ($k=2$) | 6.91 | 6.74 | 16.55 |
| | (Bq/kg) | (Bq/kg) | (Bq/kg) |
| 拡張不確かさ($k=2$) | 11.99 | 20.06 | 45.67 |

認証書に記載する拡張不確かさは次の通り.

Cs-134 **12 Bq/kg**
Cs-137 **20 Bq/kg**
K-40 **46 Bq/kg**

ここで、拡張不確かさは、合成標準不確かさに信頼の水準約 95 %に相当する包含係数 $k=2$ を乗じた値である。

図 5, 図 6, 図 7 に各核種の認証値と測定値の分布を示す。一部の測定値に付されたエラーバーは報告された拡張不確かさである。

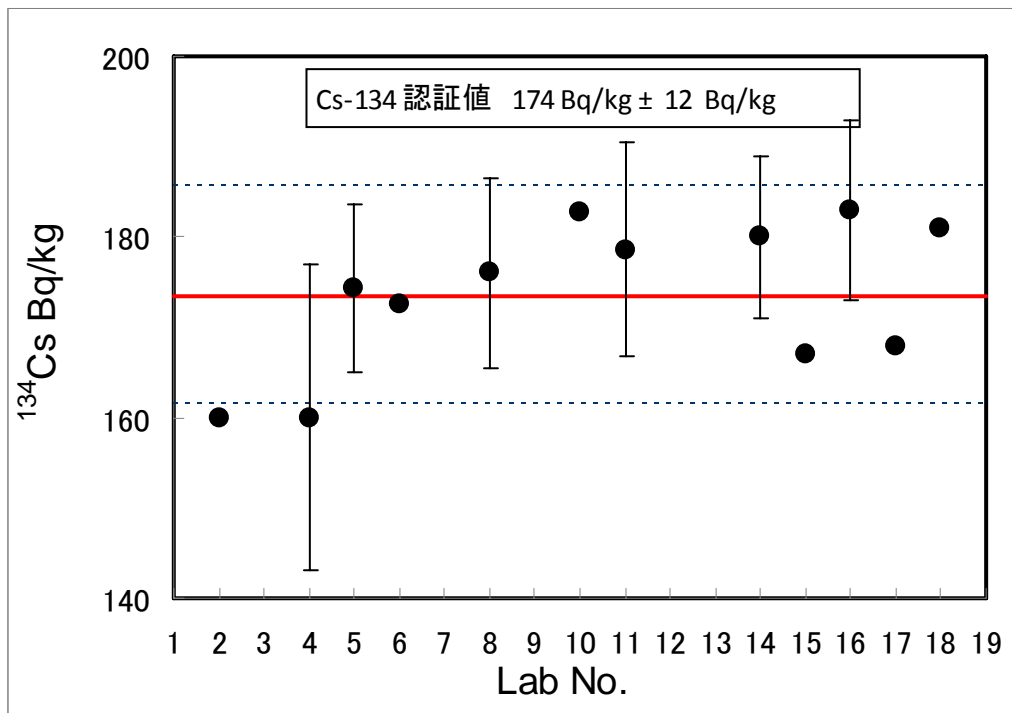


図 5 Cs-134 の認証値と測定値の分布

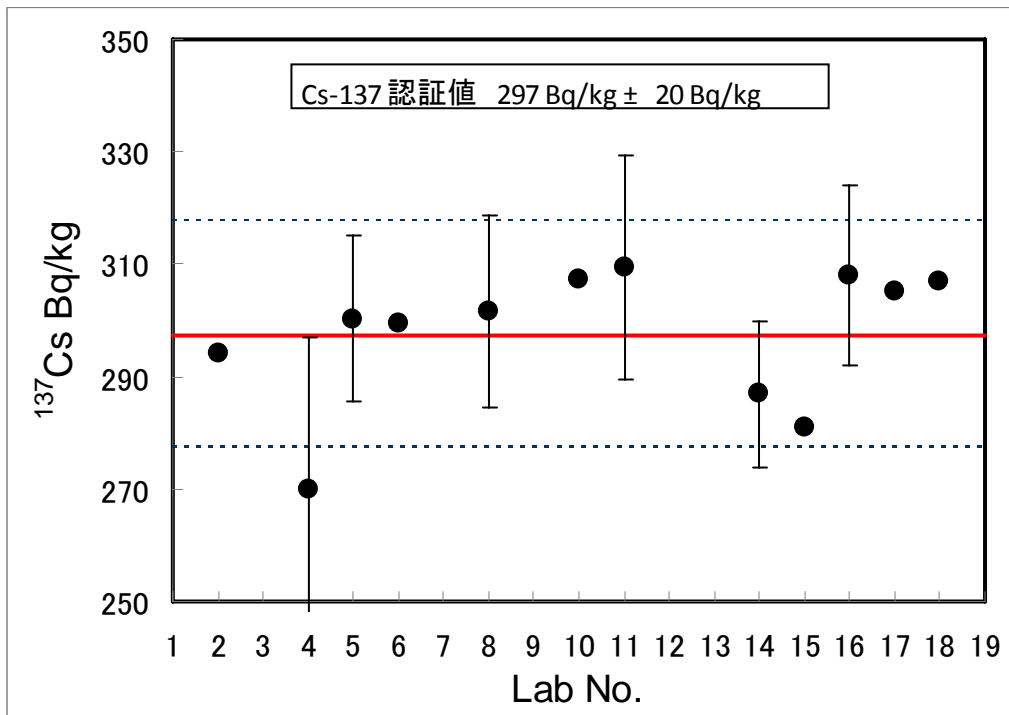


図6 Cs-137の認証値と測定値の分布

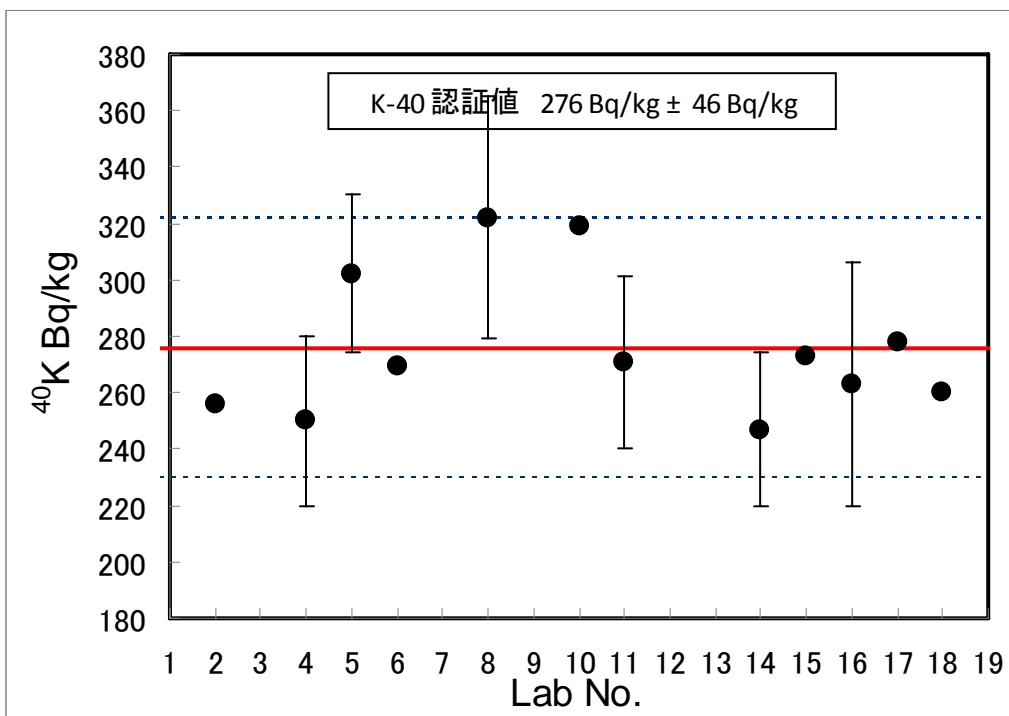


図7 K-40の認証値と測定値の分布

8. 標準物質の利用

8. 1 標準物質の利用の目的

γ 線スペクトロメトリーによる放射能分析，及び他の標準物質作製のための放射能分析の妥当性確認，測定器の精度管理などに用いることができる。

8. 2 放射能測定用容器への詰め替え

本牛肉認証標準物質は，放射能測定用の容器に詰め替えて用いる。ポリエチレン袋中の牛肉認証標準物質を適切な容器に移し，135℃で2時間乾燥する。JSAC 0751及びJSAC 0752は，原則それぞれU8容器及び1Lマリネリ容器に移し替えて測定する。また，分取や複数の牛肉認証標準物質を合わせることで，目的に合わせた容器・梱包状態で使用できる。

測定容器に詰め替える際は，あまり強く押し込まないように例えばJSAC 0751では40g～50gを均質に充填する。

測定容器に詰めた牛肉認証標準物質の質量は正確に測定し，記録する必要がある。

8. 3 妥当性確認や測定器の精度管理への利用の仕方

この牛肉認証標準物質には認証値の不確かさと所間（室間）再現標準偏差とが記載されている。そのため，本牛肉認証標準物質を測定し，次のような手順を利用して分析能力の妥当性確認や測定器の精度管理に用いることができる。

拡張不確かさを推定する場合：

本牛肉認証標準物質を測定して測定値の不確かさを求めるには，本開発成果報告書における7節を参照することができる。Cs-134とCs-137が測定対象核種である限り，試験所が必要とする手順での，本開発成果報告書との違いは，計数誤差と均質性の取扱いであろう。試験所は生産された多数の標準物質のうちの一つを測定するので，均質性についての配慮は不要である。

その他の要因については，本開発成果報告書の取扱いに準じて，あるいは必要なら文献値などを用いて算出することが可能であろう。

推定した拡張不確かさをを用いると，次の式から測定値の信頼性を評価することが可能である。 E_n 数の絶対値は，1以下であることが望ましい。

$$E_n = (x - X) / (U_x^2 + U_X^2)^{0.5}$$

ここで x : 試験所の値
 X : 認証値
 U_x : 試験所の値の拡張不確かさ ($k=2$)
 U_X : 認証値の拡張不確かさ ($k=2$)

拡張不確かさをを用いない場合：

認証書の所間（室間）再現標準偏差（ SD ）を用いることができる。所間再現標準偏差は認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値の平均値を基準として求めた標準偏差である。

一般に，試験所において標準物質を分析したとき，その結果と認証値との差は所間標準偏差の 2 倍 ($2SD$) 以内にあることが望ましい．これは技能試験において次の(7)式で求める z スコアの絶対値が 2 以下に入ることと同等である．

$$z = (x - X) / SD$$

また，スクリーニング法などにおける測定器の校正や日常管理に用いることが可能である．

9. 認証書

添付資料 7 に掲載する．

10. 結 語

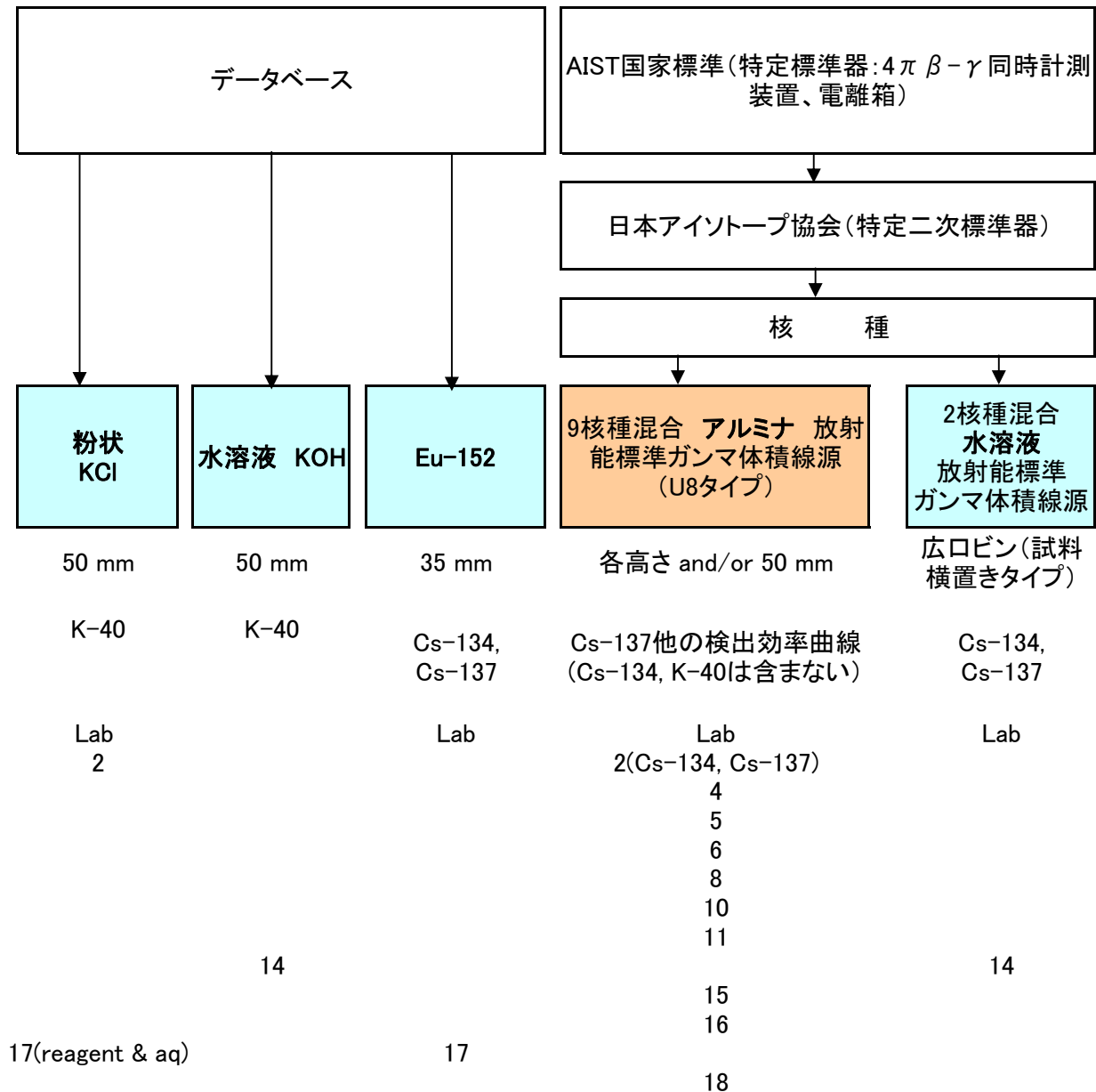
ここに放射能分析用牛肉認証標準物質 JSAC 0751, 0752 を開発・作製した．

原子力発電所の事故からすでに 2 年が経過しようとしているが，食生活への放射能汚染を未然に防ぐための努力は引き続き必要な状態である．放射能分析の精確さはその基本となるものであり，特に日本人の食生活の安全のために本牛肉認証標準物質が分析値の信頼性の確保に有効な役割を果たすことが期待される．

業務計画の立案と検討，製品の試作，そして共同実験への参加，データ解析その他多くの面でこの開発事業を支えていただいた関係者各位に深く感謝する．

添付資料

添付資料1 参加試験所が使用した参照標準(標準線源)の概略図



添付資料2: 参加試験所の測定条件と結果

カウント数 N, Nb, N',Nb'については図を参照して下さい。

供試品作製時での換算放射能濃度 2012-11-19 JST 00:00:00

| 試験所番号 | 核種 | 半減期(年) (出典を記入する) | エネルギー(keV) | 放出率(%) | ピーク効率cps/γ | サム効果補正有無 | 自己吸収補正有無 | ピーク面積計算方法(関数法又はコベール法、その他) | 機器ソフト上で選択した試料材質 | 測定時間 live time(秒) |
|-------|--|---------------------|---|------------------|------------|---------------|---------------|---------------------------|-----------------|-------------------|
| 4 | Cs-134 | 2.06 | 個々のエネルギーを記入する 795.8 | 個々に記入する 85.4 | 0.014494 | 有 | 有 | コベール法 | 灰化物 | 76041 |
| | Cs-137 | 30.14 | 661.6 | 85.1 | 0.018799 | 有 | 有 | コベール法 | 灰化物 | 76041 |
| | K-40 | 1277000000 | 1460.8 | 10.7 | 0.009527 | 有 | 有 | コベール法 | 灰化物 | 76041 |
| | 出典: Atomic Data and Nuclear Data Tables(1983年) | | | | | | | | | |
| 5 | Cs-134 | 7.54.E+02 | 個々のエネルギーを記入する 605 | 97.63 | 1.31.E-02 | 有 | 有 | コベール法 | 水 | 100000 |
| | Cs-137 | 1.10.E+04 | 662 | 84.99 | 1.29.E-02 | 無 | 有 | コベール法 | 水 | 100000 |
| | K-40 | 4.57.E+11 | 1461 | 10.55 | 6.38.E-03 | 無 | 有 | コベール法 | 水 | 100000 |
| 6 | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 563.26 | 8.38 | | 有 0.873698 | 有 0.929517 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 569.29 | 個々に記入する 15.43 | | 有 0.872206 | 有 0.92983 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 604.66 | 個々に記入する 97.56 | | 有 0.919302 | 有 0.931593 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 795.76 | 個々に記入する 85.44 | | 有 0.920822 | 有 0.934209 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 801.84 | 個々に記入する 8.73 | | 有 0.905021 | 有 0.93948 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 1167.86 | 個々に記入する 1.81 | | 有 1.083233 | 有 0.939694 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 個々のエネルギーを記入する 1365.13 | 個々に記入する 3.04 | | 有 1.143460 | 0.949911 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | Cs-134 | Y 2.06E+00 | 定量値(平均値など)を記入する。 求め方の詳細は表紙のコメントを参照して下さい。 | | | | | | | |
| | Cs-137 | Y 3.02E+01 | 661.64 | 85.1 | | 1 | 0.934209 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |
| | K-40 | Y 1.28E+09 | 1460.75 | 10.7 | | 1 | 0.955581 | 関数適合法 | 海底土, 土壌, 灰化物 | 86470 |

| 試験所 番号 | 核種 | 半減期 (年) (出典を記入する) | エネルギー (keV) | 放出率 (%) | ピーク効率cps/γ | サム効果補正有無 | 自己吸収補正有無 | ピーク面積計算方 法(関数法又はコ ペール法、その他) | 機器ソフト上で選 択した試料材質 | 測定時間 live time(秒) |
|---|--------|---|---|------------------|------------|----------|----------|-----------------------------------|---------------------|----------------------|
| 8 | Cs-134 | 2.062Y | 個々のエネルギーを記入する 569.32keV | 個々に記入する 15.43 | 1.501 | 有 | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| | Cs-134 | 2.062Y | 個々のエネルギーを記入する 604.70keV | 個々に記入する 97.60 | 1.493 | 有 | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| | Cs-134 | 2.062Y | 個々のエネルギーを記入する 795.85keV | 個々に記入する 85.40 | 1.143 | 有 | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| | Cs-134 | 2.062Y | 個々のエネルギーを記入する 801.93keV | 個々に記入する 8.73 | 1.116 | 有 | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| | Cs-134 | 2.062Y | 定置値(平均値など)を記入す る。求め方の詳細は表紙のコメ ント欄へお知らせ 604.70keV | 97.60 | 1.493 | 有 | 有 | 関数法 | | |
| | Cs-137 | 30Y | 661.66keV | 85.21 | 1.486 | - | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| | K-40 | 1.277×10^9 Y | 1460.75keV | 10.67 | 0.685 | - | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 |
| 【出展】半減期:「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー」文部科学省・放射能測定法シリーズ7 | | | | | | | | | | |
| 10 | Cs-134 | 753.1 | 個々のエネルギーを記入する 604.66 | 97.56 | 0.6065 | 有 | 有 | | 土壌 | 200000 |
| | Cs-134 | 753.1 | 個々のエネルギーを記入する 795.76 | 85.44 | 0.4725 | 有 | 有 | | 土壌 | 200000 |
| | Cs-137 | 11020 | 661.64 | 85 | 0.578 | 有 | 有 | | 土壌 | 200000 |
| | K-40 | $4.66E+11$ | 1460.75 | 10.67 | 0.2892 | 有 | 有 | | 土壌 | 200000 |
| 11 | Cs-134 | 7.531×10^2 日 | 個々のエネルギーを記入する 604.66 | 97.56 | 1.6975 | 有 | 有 | コペール法 | 寒天 | 50000 |
| | Cs-137 | 1.102×10^4 日 | 661.64 | 85.00 | 1.7284 | 無 | 有 | コペール法 | 寒天 | 50000 |
| | K-40 | 4.664×10^{11} 日 | 1460.75 | 10.67 | 0.9206 | 無 | 有 | コペール法 | 寒天 | 50000 |
| | Cs-134 | Table of Isotopes 1998 2.0648(10) y | 個々のエネルギーを記入する 563.25 | 0.835(4) | 0.001041 | | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱 係数を実測 | 180177 |
| | Cs-134 | Table of Isotopes 1999 2.0648(11) y | 個々のエネルギーを記入する 569.33 | 0.1538(6) | 0.001857 | | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱 係数を実測 | 180177 |
| | Cs-134 | Table of Isotopes 2000 2.0648(12) y | 個々のエネルギーを記入する 604.72 | 0.9762(3) | 0.01208 | | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱 係数を実測 | 180177 |

| 試験所番号 | 核種 | 半減期(年) (出典を記入する) | エネルギー(keV) | 放出率(%) | ピーク効率cps/γ | サム効果補正有無 | 自己吸収補正有無 | ピーク面積計算方法(関数法又はコペール法、その他) | 機器ソフト上で選択した試料材質 | 測定時間live time(秒) |
|-------|---------------------------------------|--|---|------------|------------|--|----------|---------------------------|---|------------------|
| 14 | Cs-134 | Table of Isotopes 2001 2.0648(13) y | 個々のエネルギーを記入する 795.86 | 0.8553(4) | 0.00843 | Cs137を含む標準線源なのでキャンセルされる ただし密度の違いによる効率の違いは補正 | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱係数を実測 | 180177 |
| | Cs-134 | | 定置値(平均値など)を記入する。求め方の詳細は表紙のコメント参照 795.86 | | | | | | | |
| | Cs-137 | Table of Isotopes 1998 30.07(3) y | 661.66 | 0.851(2) | 0.01105 | 無 | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱係数を実測 | 180177 |
| | K-40 | Table of Isotopes 1998 1.277(8)E9 y | 1460.83 | 0.1067(13) | 0.000695 | 無 | 有 | コペール法 | γ線源を用いて線減弱係数を実測 | 180177 |
| 15 | Cs-134 | 2.0648Y(Table of isotope 7th. Ed.) | 個々のエネルギーを記入する 605 | 0.976 | 0.0225 | 有 | 有 | コペール法 | C ₆₀ H ₉₄ N ₉ O ₁₃ (タンパク質+脂肪) | 79094 |
| | Cs-137 | 30.1671Y(Table of isotope 7th. Ed.) | 662 | 0.851 | 0.0211 | 無 | 有 | コペール法 | C ₆₀ H ₉₄ N ₉ O ₁₃ (タンパク質+脂肪) | 79094 |
| | K-40 | 1.251×10 ⁹ Y(Table of isotope 7th. Ed.) | 1461 | 0.107 | 0.0120 | 無 | 有 | コペール法 | C ₆₀ H ₉₄ N ₉ O ₁₃ (タンパク質+脂肪) | 79094 |
| 16 | Cs-134 | 2.062年 | 個々のエネルギーを記入する 604.66keV | 97.56% | 0.0182 | 有 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 |
| | Cs-134 | 2.062年 | 個々のエネルギーを記入する 795.76keV | 85.44% | 0.0146 | 有 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 |
| | Cs-134 | 2.062年 | 定置値(平均値など)を記入する。求め方の詳細は表紙のコメント参照 604.66keV | 97.56% | 0.0182 | 有 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 |
| | Cs-137 | 30.174年 | 661.638kev | 85.00% | 0.0185 | 無 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 |
| | K-40 | 1.277×10 ⁹ 年 | 1460.75kev | 10.67% | 0.00962 | 無 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 |
| | 出典 ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー平成4年改訂 | | | | | | | | | |
| 18 | Cs-134 | 2.062 | 個々のエネルギーを記入する 604.66 | 97.56 | 0.01588 | 有 | 有 | コペール法 | 水、寒天 | 36000 |
| | Cs-137 | 30.174 | 661.64 | 85.00 | 0.01602 | 有 | 有 | コペール法 | 水、寒天 | 36000 |
| | K-40 | 1.277×10 ⁹ | 1460.75 | 10.67 | | 有 | 有 | コペール法 | 水、寒天 | 36000 |

| 試験所 番号 | → | → | → | → | → | ↓ | *事前に測定した値でよい | | | |
|-----------|-----------------|-----------------------|---------------------|---------------|----------------------|-----------------------------|----------------------------|--|-----------------------------------|---------------------|
| | 正味カウント数 N-Nb | ベースラインカ ウント数 Nb | ピーク計数率 (カウント数/秒) | 測定時の放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能濃度 (Bq/kg) | 拡張不確かさ (k=2) (Bq/kg) | 試料がないとき の正味バックグ ラウンドカウン ト数 N'-Nb' * | 試料がないとき のベースライン カウント数 Nb' * | バックグラウンド 測定時間* 秒 |
| 4 | 6920.5 | 234.2 | 0.091010113 | 7.4 | 7.8 | 160 | 17 | -0.9 | 259.8 | 146037 |
| | 15750.2 | 358.8 | 0.207127734 | 13 | 13 | 270 | 27 | 4.5 | 247.5 | 146037 |
| | 907.9 | 76.1 | 0.011939612 | 12 | 12 | 250 | 30 | 24.6 | 118.9 | 146037 |
| | | | | | | | | | | |
| 5 | 9730 | 681 | 0.10 | 7.6 | 8.1 | 174 | 9.3 | 32 | 2327 | 930000 |
| | 15287 | 491 | 0.15 | 13.9 | 13.9 | 300 | 14.6 | 387 | 1965 | 930000 |
| | 1246 | 54 | 0.01 | 14.03 | 14.03 | 302.2 | 28.3 | 2805 | 628 | 930000 |
| 6 | 879.1 | 934.7 | 1.0167E-02 | 8.291E+00 | 4.085E-01 | 1.735E+02 | 8.548E+00 | 137.7 | 939 | 1300000 |
| | 1545.8 | 759.7 | 1.7877E-02 | 8.009E+00 | 2.576E-01 | 1.676E+02 | 5.390E+00 | 133.9 | | |
| | 10021.2 | 771.3 | 1.1589E-01 | 8.229E+00 | 8.788E-02 | 1.722E+02 | 1.839E+00 | 140.4 | 1692 | 1300000 |
| | 6912.9 | 304.4 | 7.9946E-02 | 8.291E+00 | 1.032E-01 | 1.735E+02 | 2.160E+00 | 139.7 | 559 | 1300000 |
| | 718.5 | 247.2 | 8.3092E-03 | 8.640E+00 | 4.065E-01 | 1.808E+02 | 8.506E+00 | 124 | 570 | 1300000 |
| | 119.9 | 28.1 | 1.3866E-03 | 8.162E+00 | 1.265E+00 | 1.708E+02 | 2.648E+01 | 143.9 | | |
| | 174.4 | 23.3 | 2.0169E-03 | 7.675E+00 | 7.130E-01 | 1.606E+02 | 1.492E+01 | 154.9 | | |
| | | | | | | 1.725E+02 | 1.315E+00 | | | |
| | 16023.0 | 438 | 1.8530E-01 | 1.430E+01 | 1.187E-01 | 2.993E+02 | 2.483E+00 | 209.8 | 818 | 1300000 |
| | 892.7 | 72 | 1.0324E-02 | 1.286E+01 | 5.018E-01 | 2.692E+02 | 1.050E+01 | 72.71 | 407 | 1300000 |

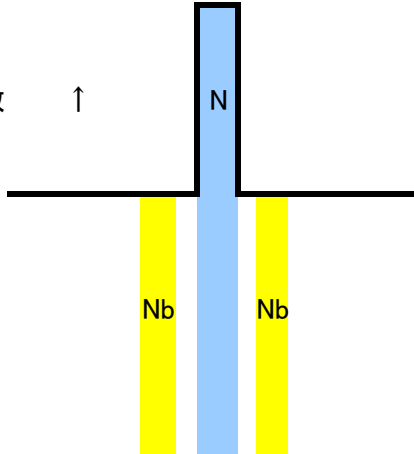
| 試験所 番号 | 正味カウント数 N-Nb | ベースラインカ ウント数 Nb | ピーク計数率 (カウント数/秒) | 測定時の放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能濃度 (Bq/kg) | 拡張不確かさ (k=2) (Bq/kg) | 試料がないとき の正味バックグ ラウンドカウン ト数 N'-Nb' * | 試料がないとき のベースライン カウント数 Nb' * | バックグラウンド 測定時間* 秒 |
|-----------|-----------------|-----------------------|---------------------|---------------|----------------------|-----------------------------|----------------------------|--|-----------------------------------|---------------------|
| 8 | 705 | 346.5 | 0.016067277 | 6.935 | 7.411 | 175.2 | 19 | 14.4 | 237.6 | 72000 |
| | 4453.3 | 399.2 | 0.101492775 | 6.967 | 7.445 | 176.0 | 10.6 | 22 | 265 | 72000 |
| | 2914.9 | 126.9 | 0.066431925 | 6.809 | 7.276 | 172.0 | 11 | 32 | 141 | 72000 |
| | 326.6 | 96.9 | 0.007443366 | 7.641 | 8.166 | 193.0 | 27.5 | 31.5 | 144.5 | 72000 |
| | | | | | | 176.0 | 10.6 | 22 | 265 | 72000 |
| | 7054.7 | 226 | 0.16077989 | 12.7 | 12.76 | 301.6 | 17.1 | 38 | 200 | 72000 |
| | 436.7 | 41.1 | 0.009952596 | 13.63 | 13.63 | 322.1 | 43.1 | 202.7 | 61.4 | 72000 |
| 10 | 10975 | 974.4 | 0.054875 | | | 182.69 | | | | |
| | 7202 | 443 | 0.03601 | | | 180.60 | | | | |
| | 15547 | 715.3 | 0.077735 | | | 307.31 | | | | |
| | 1493 | 110.8 | 0.007465 | | | 318.87 | | | | |
| 11 | 6775.6 | 606.4 | 0.135512 | 8.2 | 8.7 | 179 | 12 | 3.5 | 779.5 | 250000 |
| | 11039.3 | 302.7 | 0.220786 | 15.0 | 15.1 | 309 | 20 | 7.0 | 598.0 | 250000 |
| | 649.2 | 55.3 | 0.012984 | 13.2 | 13.2 | 271 | 31 | 492.7 | 235.3 | 250000 |
| | 1662 | 1719 | 0.009224263 | 8.72 | | | | 24 | 785 | 170598 |
| | 2847 | 1656 | 0.015801129 | 8.37 | | | | 43 | 800 | 170598 |
| | 17692 | 1526 | 0.098192333 | 7.99 | | | | 281 | 688 | 170598 |

| 試験所 番号 | 正味カウント数 N-Nb | ベースラインカ ウント数 Nb | ピーク計数率 (カウント数/秒) | 測定時の放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能 Bq | 供試品作製時の 放射能濃度 (Bq/kg) | 拡張不確かさ (k=2) (Bq/kg) | 試料がないとき の正味バックグ ラウンドカウン ト数 N'-Nb' * | 試料がないとき のベースライン カウント数 Nb' * | バックグラウンド 測定時間* 秒 | |
|-----------|-----------------|-----------------------|---------------------|--------------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------------|--|-----------------------------------|---------------------|--------|
| 14 | 12239 | 820 | 0.067927649 | 7.89 | | | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 247 | 530 | 170598 | |
| | | | | Weighted average 7.99 | 8.7 | 180 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | | | | |
| | 27949 | 1298 | 0.155119688 | 13.77 | 13.85 | 287 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 510 | 828 | 170598 | |
| | 3496 | 254 | 0.019403142 | 11.93 | 11.93 | 247 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 1895 | 195 | 170598 | |
| 15 | 2083.6 | 980.5 | 0.026343338 | 10.25715 | 158.1 | 167 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 2 | 126.3 | 1352.7 | 198003 |
| | 1195 | 655.5 | 0.015108605 | 15.2668 | 280.2 | 281 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 3 | 186.5 | 917.5 | 198003 |
| | 1666 | 167 | 0.021063545 | 4.948312 | 272.8 | 273 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 8.6 | 370 | 830 | 198003 |
| 16 | 5902.7 | 535.3 | 0.136636574 | 8.27 | 8.74 | 183 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 10 | 0.0 | 0.0 | 129600 |
| | 4080.4 | 268.6 | 0.094453704 | 8.05 | 8.51 | 178 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 10 | 0.0 | 0.0 | 129600 |
| | | | | | | 183 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 10 | 0.0 | 0.0 | 129600 |
| | 9310.5 | 367.5 | 0.215520833 | 14.7 | 14.7 | 308 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 16 | 0.0 | 0.0 | 129600 |
| | 1436.3 | 81.7 | 0.033247685 | 12.6 | 12.6 | 263 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 43 | 2703.9 | 213.1 | 129600 |
| 18 | 4330.1 | 378.1 | 0.120280556 | 6.97 | 6.97 | 181 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 10.6 | 14.3 | 99.8 | 20000 |
| | 6512.9 | 251 | 0.180913889 | 11.82 | 11.82 | 307 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 18.1 | 9.0 | 86.0 | 20000 |
| | 341.4 | 39.9 | 0.009483333 | 10.05 | 10.05 | 260 | 求め方は報告シート（不確かさ）に記入する。 | 270.3 | 14.6 | 20000 | |

凡例: カウント数

試料がある場合

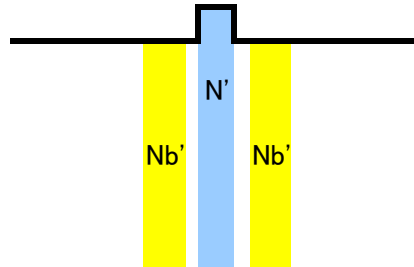
カウント数 ↑



N : グロスカウント数
Nb : ベースライン(バックグラウンド)カウント数
N-Nb : 正味カウント数

試料がない場合(バックグラウンド)

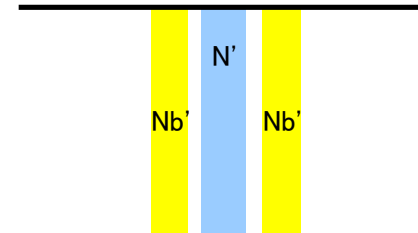
ケース1



N' : グロスカウント数
Nb' : ベースライン(バックグラウンド)カウント数
N'-Nb' : 正味カウント数

ケース2

このような場合、 $N'-Nb'$ がマイナスになることがあります。



添付資料3 : その他測定条件 (Ge検出器とγ線スペクトロメリー検出効率及び試料など)

| 試験所番号 | 測定方法名 | 検出器のメーカーと型番 | 乾燥温度と時間 | Ge検出器の相対効率(%) | 検出効率(cps/Bq)を求めるために使用した標準線源の質量、密度、容器(充填高さ)、核種毎の検出効率(cps/Bq)、できれば自己吸収計算方法やソフト名 |
|-------|------------------------------|---------------------------------|--|---------------|--|
| 4 | γ線スペクトロメリー | CANBERRA社製 GC2519-7915-30 | 135°C 2時間 | 31 | 検出効率については別添参照 自己吸収補正方法: 文部科学省測定法シリーズに準拠 使用ソフトウェア: SEIKO EG&G社製ガンマスタジオ |
| 5 | ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメリー | ORTEC GEM20 | 135°C 2時間 | 23% | 自己吸収計算に使用したソフト名 Gamma studio |
| 6 | 同軸型Ge半導体検出器を用いた測定 | Canberra GX2019 (S/N 03036329) | 直径20cmのガラスシャーレに移した試料は、恒温乾燥機の温度計が130°Cになってから、乾燥機に入れ、2時間乾燥。30分毎に葉サジでかき混ぜ、塊はできる限り、分けるように努めた。デンケーターで放冷し、秤量する。それをU8容器に移し、測定試料とした。 | | 放射能標準ガンマ線体積線源(アルミナ)、日本アイソトープ協会 |
| 8 | ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメリー | ・メーカー: CANBERRA社 ・型式: GC2018 | 135°C × 2時間 | 24.50% | 別紙に記載 |
| 10 | Ge検出器によるγ線スペクトロメリー | Ge検出器: | 乾燥器がないため、デンケーター内(湿度20%以下)で2日間保管 | 16.8 | 標準線源: アイソトープ協会U8体積線源 解析ソフト: セイコーイジー&ジー社: ガマスタジオ |
| 11 | ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメリー法 | PGT製 IGC40195S | 135°C 2時間 | 40.1 | 標準線源: 放射能標準ガンマ体積線源(アルミナ)MX033U8PP((社)日本アイソトープ協会) 校正: 標準ガンマ体積線源高さ5段階(5, 10, 20, 30, 50mm) 標準線源情報: 別表1 校正に用いた核種: 別表2 核種毎の検出効率: 別表2 自己吸収計算: セイコー イージーアンドジー(株)製「γスタジオ」による |

| 試験所番号 | 測定方法名 | 検出器のメーカーと型番 | 乾燥温度と時間 | Ge検出器の相対効率(%) | 検出効率(cps/Bq)を求めるために使用した標準線源の質量、密度、容器(充填高さ)、核種毎の検出効率(cps/Bq)、できれば自己吸収計算方法やソフト名 |
|-------|---|-------------------------------|----------------------|---------------|---|
| 14 | γ線測定 | ORTEC GMX25P4 | 135°C 2時間 | 28% | <p>・Cs134とCs137の標準線源は、基になる線源溶液から100-200 μL正確に秤量したものを100mLの水に滴下して作製。基になる線源溶液の放射能濃度は、その溶液で点線源を作製し、市販の点線源と比較測定し決定。</p> <p>・K40線源は、容量分析用水酸化カリウム溶液を用いて作製。</p> <p>・自己吸収の補正は、牛肉試料、Cs溶液、KOH溶液それぞれのγ線吸収係数を実測した上で、積分法により自己吸収割合を計算し、各試料間での自己吸収の違い(5.7-7.0%程度)を補正。</p> |
| 15 | 乾燥した牛肉フレーク試料をU8容器に50mm高さになるように充填し、ポリエチレン袋に入れた後、Ge半導体検出器のエンドキャップ上に置き、測定。 | SEIKO EG&G社 GEM55P | 135°C.2時間 | 53.52% | SEIKO EG&G γスタジオにより、自己吸収計算、サム効果補正等を行った。標準線源は(社)日本アイソトープ協会より9核種混合標準溶液(MX010-0017JCSS証明済み、基準日2012年2月25日12時)を購入し、アルミナ粉末と混合し、U8容器に50mm高さで充填して作成した。 |
| 16 | γ線スペクトロメータ(ゲルマニウム半導体検出器)法 | オルテック社製 GEM35-70 | 乾燥温度:135°C 時間:2時間 | 39.40% | <p>標準線源 質量:97.0g 密度:1.102 g/cm³ 容器(充填高さ):U-8(50mm)</p> <p>検出効率(cps/Bq):</p> <p>109Cd(88.0325keV):0.00107 57Co(122.058keV):0.0319 57Co(136.471keV):0.00405 139Ce(165.85keV):0.0305 85Sr(514.000keV):0.0155 137Cs(661.638keV):0.0121 54Mn(834.827keV):0.0121 88Y(898.030keV):0.0102 60Co(1173.21keV):0.00862 60Co(1332.47keV):0.00772 88Y(1836.00keV):0.00605</p> <p>計算ソフト名:Gamma Studio</p> |
| 18 | ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメリー | ・メーカー:CANBERRA社 ・型番:GC2518 | 135°C×2時間 | 30.345% | 標準線源:放射能標準体積線源(アルミナ) MX033U8PP 日本アイソトープ協会製 |

| 試験所 番号 | 牛肉試料測定方法:報告シート(1) 以外の、質量、密度、容器(充填高 さ)など | その他のコメント |
|-----------|--|---|
| 4 | 重量:47 g 密度:0.841 g/cm ³ 容器:U-8(充填高:31mm) | |
| 5 | 質量:46.4246g 密度:0.4984g/cm ³ 容器:U8タイプ(プラ壺) 充填高さ:50mm | 特になし |
| 6 | 測定前重量47.7868g 測定後重量 47.7934g 高さ4.751±0.121cm(n= 8)密度0.556 | 乾燥後の試料が乾燥しているか否 か判断が難しかった(恒量は確認し た)。U8 容器の詰め込み方が、自 然にたたく程度と言うことであつた が、難しいものがあった。高さの計 測が難しく、多くの点で高さを測定 し、平均とした。 |
| 8 | ・質量:42.3g ・密度:0.477g/cm ³ ・充填高さ:5.0cm | |
| 10 | 質量:49.33g、密度0.545、充 填高:50mm | |
| 11 | 牛肉試料を乾燥機で左記条件で乾 燥させ、供試料とした。U-8容器に 試料を入れた後、容器の淵を軽く叩 き試料の自重により充填した。 試料の充填高さ、重量、密度の情 報を入力し、セイコー イージーアン ドジー(株)製解析プログラムの登録情 報(サム効果補正係数、自己吸収 率補正係数)により定量した。 充填高さ:49.0mm 重量:0.048781kg 密度:0.549g/cm ³ | 解析システム:セイコー E G & G (株) Cs134の定量値について 795.76keVのピークは同核種の 801.84keVのピーク及び、Ac-228の ピークが重なるため、604.66keV、 795.76keV双方の値に大差が無いこ とを確認した上で604.66keVの値を 採用することとする。 |

| 試験所 番号 | 牛肉試料測定方法: 報告シート(1) 以外の、質量、密度、容器(充填高 さ)など | その他のコメント |
|-----------|--|---|
| 14 | <ul style="list-style-type: none"> ・100mLのPE製広口ビン(内径 47.5mm)に試料を約100mL(48.21g) 入れて、ビンの側面をGe検出器(横 型)の前面アクリルキャップに密着さ せて測定。 ・標準線源も同じ100mLのPE製広口 ビンで作成し、同じジオメトリで測 定。 | Cs134を含む標準線源を用いている ため、Cs134のサム補正は本来なら 必要ないが、自己吸収の違いに起 因する効率の違いによって僅かに 牛肉試料と標準線源の間でサム補 正量が異なるので、その違い(0.7- 1.2%)を計算し補正。 |
| 15 | 質量 0.046225 kg 密度 0.05109 kg/L 容器(充填高さ) 50mm | [不確かさ] 解析ソフトによって計算 された誤差の値を2倍して求めた。 標準溶液自体の相対拡張不確かさ 及び標準線源作成時の誤差要因は 含んでいない。 |
| 16 | 質量: 47.75g 密度: 0.543g/cm ³ 容器: U-8(充填高さ50mm) | Cs134については放出比が一番高 いエネルギーの値を採用した。 ブランクのカウント数はCs134及び Cs137は2σ以下のためカウント数 をゼロとした。 |
| 18 | 重量: 38.5854g 密度: 0.479 g/cm ³ 容器: U8 高さ: 45.43mm | |

添付資料4 : 参加試験所からのその他の情報

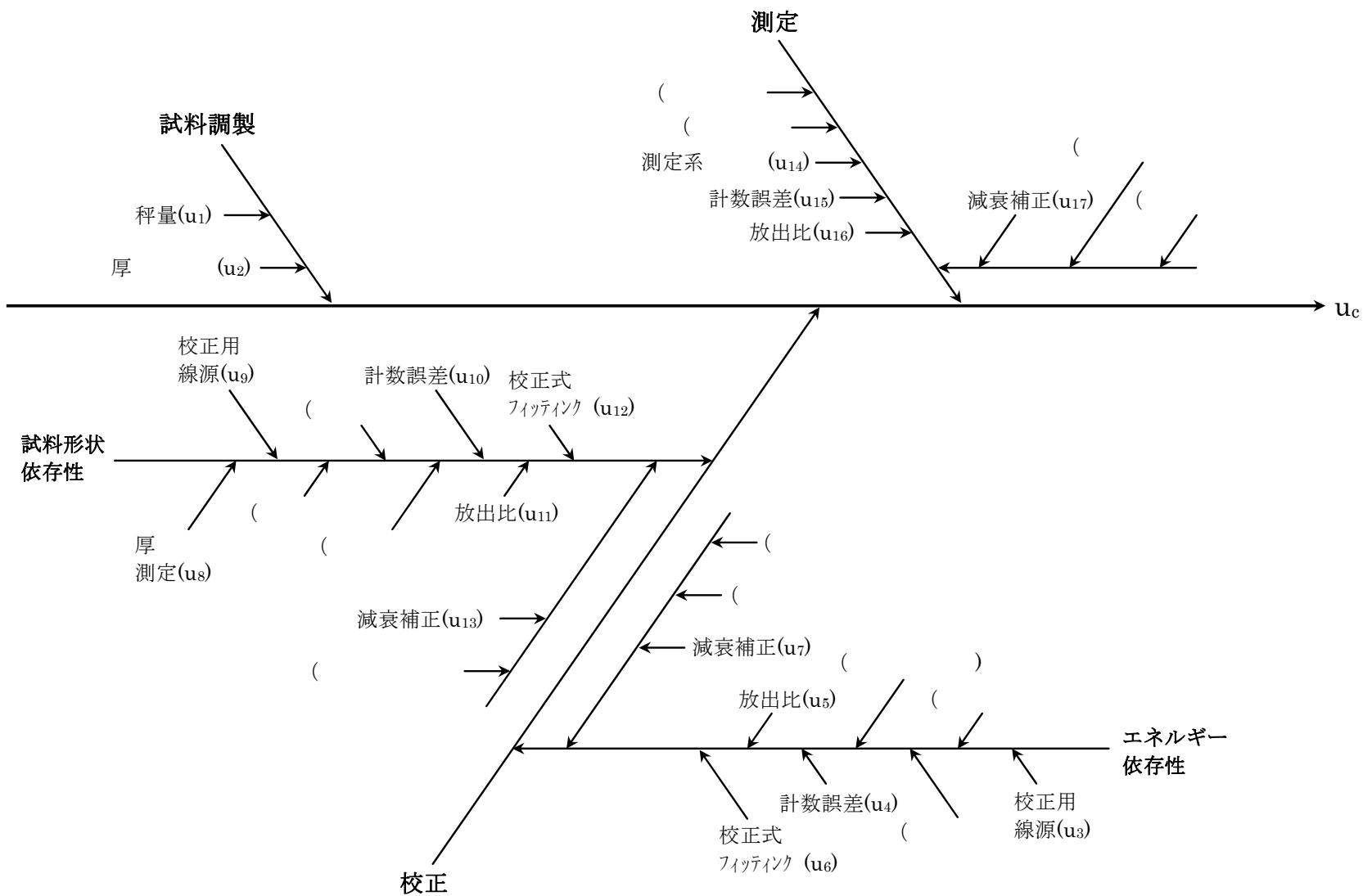
lab 2

牛肉 (5cm)

| Nuclide | Energy / keV | 放出割合 / % | Eff. | Sample weight / kg | 測定時間 / sec | cps | 1 σ |
|---------|--------------|----------|----------|--------------------|------------|----------|------------|
| Cs-134 | 604.7 | 0.976 | 8.91E-03 | 0.04786 | 236,328 | 6.22E-02 | 5.55E-04 |
| Cs-137 | 661.7 | 0.851 | 8.13E-03 | 0.04786 | 236,328 | 9.68E-02 | 6.64E-04 |
| K-40 | 1460.8 | 0.107 | 3.61E-03 | 0.04786 | 236,328 | 4.74E-03 | 1.52E-04 |

| Nuclide | Activity / Bq | 1 σ | Activity (時間補正後) / Bq | 1 σ | Activity conc. / Bq kg ⁻¹ | 1 σ | ¹³⁴ Cs+ ¹³⁷ Cs / Bq kg ⁻¹ |
|---------|---------------|------------|-----------------------|------------|--------------------------------------|------------|--|
| Cs-134 | 7.15 | 0.064 | 7.65 | 0.068 | 160 | 1.4 | 454 |
| Cs-137 | 14.00 | 0.10 | 14.06 | 0.096 | 294 | 2.0 | |
| K-40 | 12.26 | 0.39 | 12.26 | 0.393 | 256 | 8.2 | |

lab 4 :不確かさの算出根拠



lab 4

Ge検出器とγ線スペクトロメリー検出効率に関する
情報

| | | |
|--|---------|--|
| ・感度係数(cps/Bq)を求めるために 使用した標準線源名 | | エネルギー依存性 : 日本アイソトープ協会製 MX402 53 測定試料形状依存性 : 日本アイソトープ協会製 CS031U8PP |
| ・感度係数(cps/Bq)を求めるために使用した全ての 核種の感度係数(cps/Bq) | | 検出効率 (cps/γ) |
| エネルギー依存性(9核種混合点線源) | | サム効果や自己吸収補正の有無な ど、校正・測定方法を付記する。 |
| Cd-109 | 0.00161 | 0.0446 |
| Co- 57 | 0.0357 | 0.0418 |
| Ce-139 | 0.0281 | 0.0352 |
| Cr- 51 | 0.00191 | 0.0194 |
| Cs-137 | 0.00827 | 0.00972 |
| Mn- 54 | 0.00790 | 0.00790 |
| Y-88(898keV) | 0.00702 | 0.00747 |
| Y-88(1836keV) | 0.00391 | 0.00393 |
| Co-60(1173keV) | 0.00583 | 0.00584 |
| Co-60(1333keV) | 0.00525 | 0.00525 |
| 測定試料形状依存性 (¹³⁷ Cs水容積線源) | | |
| 重量: 9.5g、密度: 1.044g/cm ³ 、 容器: U-8(充填高: 5.0mm) | 0.0287 | 0.0337 |
| 重量: 19.0g、密度: 0.994g/cm ³ 、 容器: U-8(10.5mm) | 0.0254 | 0.0298 |
| 重量: 38.0g、密度: 0.994g/cm ³ 、 容器: U-8(21.0mm) | 0.0206 | 0.0242 |
| 重量: 57.0g、密度: 1.010g/cm ³ 、 容器: U-8(31.0mm) | 0.0177 | 0.0207 |
| 重量: 76.0g、密度: 1.018g/cm ³ 、 容器: U-8(41.0mm) | 0.0154 | 0.0181 |
| 重量: 88.0g、密度: 1.029g/cm ³ 、 容器: U-8(47.0mm) | 0.0144 | 0.0169 |

lab 5 不確かさの算出根拠

| 不確かさの要因 | Type | 相対標準不確かさ(%) | | |
|-----------------|------|----------------|----------------|---------------|
| | | Cs-134(605keV) | Cs-137(662keV) | K-40(1461keV) |
| 計数統計 | A | 1.08 | 0.84 | 3.96 |
| ピーク効率校正 | B | 1.62 | 1.33 | 1.49 |
| 減衰補正 | B | <0.1 | <0.1 | <0.1 |
| 校正位置の再現性 | B | <0.1 | <0.1 | <0.1 |
| 均質性 | B | 1.63 | 1.84 | 1.68 |
| ガンマ線放出割合 | B | 0.08 | 0.24 | 1.04 |
| 自己吸収補正 | B | 0.20 | 0.18 | 0.13 |
| カスケードサム効果補正 | B | 0.77 | 0.00 | 0.00 |
| 相対合成標準不確かさ(k=1) | | 2.7 | 2.4 | 4.7 |
| 相対拡張不確かさ(k=2) | | 5.3 | 4.9 | 9.3 |

lab 8

1.標準線源の高さ、重量、密度

| 高さ(mm) | 重量(g) | 密度(g/cm ³) |
|--------|-------|------------------------|
| 5.0 | 9.4 | 1.061 |
| 10 | 18.8 | 1.061 |
| 20 | 37.6 | 1.061 |
| 30 | 56.4 | 1.061 |
| 50 | 94.0 | 1.061 |

2.核種ごとの検出効率

| 核種名 | エネルギー(eV) | 放出比(%) | 感度係数(cps/Bq) | | | | | 検出効率(%) | | | | |
|--------|-----------|--------|--------------|--------|-------|-------|-------|---------|--------|--------|-------|-------|
| | | | 5.0mm | 10mm | 20mm | 30mm | 50mm | 5.0mm | 10mm | 20mm | 30mm | 50mm |
| Cd-109 | 88.03 | 3.79 | 0.601 | 0.560 | 0.387 | 0.308 | 0.215 | 15.868 | 14.766 | 10.220 | 8.133 | 5.665 |
| Co- 57 | 122.06 | 85.6 | 13.653 | 12.929 | 9.005 | 7.245 | 5.127 | 15.950 | 15.104 | 10.520 | 8.464 | 5.989 |
| Co- 57 | 136.47 | 11.10 | 1.685 | 1.594 | 1.116 | 0.901 | 0.642 | 15.178 | 14.358 | 10.058 | 8.119 | 5.780 |
| Ce-139 | 165.85 | 79.90 | 10.428 | 9.797 | 6.961 | 5.650 | 4.068 | 13.051 | 12.262 | 8.712 | 7.071 | 5.091 |
| Cr- 51 | 320.08 | 10.20 | 0.707 | 0.668 | 0.481 | 0.392 | 0.282 | 6.927 | 6.551 | 4.713 | 3.844 | 2.764 |
| Sr- 85 | 514 | 99.27 | 4.386 | 4.154 | 2.992 | 2.443 | 1.758 | 4.418 | 4.185 | 3.014 | 2.461 | 1.771 |
| Cs-137 | 661.64 | 85.00 | 2.962 | 2.804 | 2.016 | 1.646 | 1.186 | 3.485 | 3.299 | 2.372 | 1.936 | 1.395 |
| Mn- 54 | 834.83 | 100 | 2.805 | 2.653 | 1.901 | 1.551 | 1.119 | 2.805 | 2.653 | 1.901 | 1.551 | 1.119 |
| Y - 88 | 898.02 | 91.29 | 2.121 | 2.020 | 1.498 | 1.241 | 0.911 | 2.323 | 2.213 | 1.641 | 1.359 | 0.998 |
| Co- 60 | 1173.21 | 100 | 1.782 | 1.695 | 1.254 | 1.040 | 0.767 | 1.782 | 1.695 | 1.254 | 1.040 | 0.767 |
| Co- 60 | 1332.47 | 100 | 1.574 | 1.496 | 1.105 | 0.916 | 0.677 | 1.574 | 1.496 | 1.105 | 0.916 | 0.677 |
| Y - 88 | 1836.13 | 99.34 | 1.161 | 1.099 | 0.803 | 0.665 | 0.493 | 1.169 | 1.106 | 0.808 | 0.669 | 0.496 |

3.自己吸収計算方法

自己吸収のあるピーク効率を、 ε_s 、自己吸収のないピーク効率を ε とすると、 ε_s と ε の関係式は

$$\varepsilon_s = \varepsilon \times f_{\text{abs}}$$

となる。 f_{abs} は自己吸収係数であり、以下の式により求める。

$$f_{\text{abs}} = \frac{\int \text{Eff}(x) \cdot \exp(-\mu x) dx}{\int \text{Eff}(x) dx}$$

ここに、 $\text{Eff}(x)$: 試料の底面から距離 x における微厚な円板 dx の効率で、 $\text{Eff}=A/(D+x)^2$

A : 定数(先の計算式では分母により相殺される)

D : 検出器の実効中心から試料の底面までの距離(cm)

μ : 着目エネルギーにおける試料の線減弱係数(/cm)

線減弱係数 μ については、以下の式によって求める。

$$\mu = \rho \times \{0.6023/M(2 \times \mu_{\text{Al}} + 3 \times \mu_{\text{O}})\}$$

μ : 線減衰係数

ρ : 試料密度

M: 試料の原子量(アルミナ=101.96)

μ_{Al} : アルミニウム原子の全相互作用断面積

μ_{O} : 酸素原子の全相互作用断面積

4.使用ソフト名

Spectrum Explorer及びGamma Explorer(キャンベラジャパン株式会社)

lab 11 不確かさの算出根拠

不確かさの算出は下表による。

| 不確かさの要因 | 合成不確かさ | | |
|--------------|----------------|----------------|----------------|
| | Cs-134 | Cs-137 | K-40 |
| 前処理 | 0.0750% | 0.0750% | 0.0750% |
| 秤量 | 0.00066% | 0.00066% | 0.00066% |
| 厚さ | 0.0750% | 0.0750% | 0.0750% |
| 均質性 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 校正 | 3.02% | 3.02% | 3.02% |
| 厚さ | 0.0750% | 0.0750% | 0.0750% |
| 校正用線源 | 2.60% | 2.60% | 2.60% |
| 幾何条件 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 不感時間 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 測定系の変動 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 計数誤差 | 1.06% | 1.06% | 1.06% |
| 放出比 | 0.757% | 0.757% | 0.757% |
| 校正式のフィッティング | 0.809% | 0.809% | 0.809% |
| サム効果補正 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 自己吸収補正 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 減衰補正 | 0.0882% | 0.0882% | 0.0882% |
| 試料測定 | 1.36% | 1.09% | 4.77% |
| 幾何条件 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 不感時間 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 測定系の変動 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 計数誤差 | 1.32% | 0.98% | 4.61% |
| 放出比 | 0.328% | 0.467% | 1.218% |
| サム効果補正 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 自己吸収補正 | 考慮せず | 考慮せず | 考慮せず |
| 減衰補正 | 0.0130% | 0.0009% | 0.0051% |
| 合成標準不確かさ | 3.31% | 3.21% | 5.64% |
| 拡張不確かさ (k=2) | 6.6% | 6.4% | 11.3% |

lab 11 別表1 校正に用いた標準線源

高さ5mm

| 核種 | 放射能 [※] (Bq) | 相対拡張不確かさ (%) | 実測充填高さ (mm) | 質量 (g) | 密度 (g/cm ³) |
|--------|--------------------------|-----------------|----------------|-----------|----------------------------|
| Cd-109 | 4.081×10^2 | 5.4 | 4.91 | 9.4 | 1.036 |
| Co-57 | 2.740×10^1 | 4.7 | | | |
| Ce-139 | 2.754×10^1 | 4.7 | | | |
| Cr-51 | 6.79×10^2 | 5.0 | | | |
| Sr-85 | 3.419×10^1 | 5.2 | | | |
| Cs-137 | 3.437×10^1 | 4.9 | | | |
| Mn-54 | 3.751×10^1 | 5.0 | | | |
| Y-88 | 4.053×10^1 | 4.9 | | | |
| Co-60 | 4.431×10^1 | 5.0 | | | |

高さ10mm

| 核種 | 放射能 [※] (Bq) | 相対拡張不確かさ (%) | 実測充填高さ (mm) | 質量 (g) | 密度 (g/cm ³) |
|--------|--------------------------|-----------------|----------------|-----------|----------------------------|
| Cd-109 | 8.16×10^2 | 5.3 | 9.93 | 18.8 | 1.036 |
| Co-57 | 5.480×10^1 | 4.6 | | | |
| Ce-139 | 5.508×10^1 | 4.6 | | | |
| Cr-51 | 1.358×10^3 | 4.9 | | | |
| Sr-85 | 6.84×10^1 | 5.1 | | | |
| Cs-137 | 6.87×10^1 | 4.7 | | | |
| Mn-54 | 7.50×10^1 | 4.9 | | | |
| Y-88 | 8.11×10^1 | 4.8 | | | |
| Co-60 | 8.86×10^1 | 4.8 | | | |

高さ20mm

| 核種 | 放射能 [※] (Bq) | 相対拡張不確かさ (%) | 実測充填高さ (mm) | 質量 (g) | 密度 (g/cm ³) |
|--------|--------------------------|-----------------|----------------|-----------|----------------------------|
| Cd-109 | 1.633×10^3 | 5.3 | 19.95 | 37.6 | 1.036 |
| Co-57 | 1.096×10^2 | 4.6 | | | |
| Ce-139 | 1.102×10^2 | 4.6 | | | |
| Cr-51 | 2.715×10^3 | 4.9 | | | |
| Sr-85 | 1.368×10^2 | 5.0 | | | |
| Cs-137 | 1.375×10^2 | 4.7 | | | |
| Mn-54 | 1.500×10^2 | 4.9 | | | |
| Y-88 | 1.621×10^2 | 4.7 | | | |
| Co-60 | 1.772×10^2 | 4.8 | | | |

高さ30mm

| 核種 | 放射能 [※] (Bq) | 相対拡張不確かさ (%) | 実測充填高さ (mm) | 質量 (g) | 密度 (g/cm ³) |
|--------|--------------------------|-----------------|----------------|-----------|----------------------------|
| Cd-109 | 2.449×10^3 | 5.3 | 29.97 | 56.4 | 1.036 |
| Co-57 | 1.644×10^2 | 4.6 | | | |
| Ce-139 | 1.653×10^2 | 4.6 | | | |
| Cr-51 | 4.073×10^3 | 4.9 | | | |
| Sr-85 | 2.051×10^2 | 5.0 | | | |
| Cs-137 | 2.062×10^2 | 4.7 | | | |
| Mn-54 | 2.250×10^2 | 4.9 | | | |
| Y-88 | 2.432×10^2 | 4.7 | | | |
| Co-60 | 2.659×10^2 | 4.8 | | | |

高さ50mm

| 核種 | 放射能 [※] (Bq) | 相対拡張不確かさ (%) | 実測充填高さ (mm) | 質量 (g) | 密度 (g/cm ³) |
|--------|--------------------------|-----------------|----------------|-----------|----------------------------|
| Cd-109 | 4.081×10^3 | 5.3 | 50.02 | 94.0 | 1.036 |
| Co-57 | 2.740×10^2 | 4.6 | | | |
| Ce-139 | 2.754×10^2 | 4.6 | | | |
| Cr-51 | 6.79×10^3 | 4.9 | | | |
| Sr-85 | 3.419×10^2 | 5.0 | | | |
| Cs-137 | 3.437×10^2 | 4.7 | | | |
| Mn-54 | 3.751×10^2 | 4.9 | | | |
| Y-88 | 4.053×10^2 | 4.7 | | | |
| Co-60 | 4.431×10^2 | 4.8 | | | |

※ 放射能基準日 : 2011年12月1日 12時00分

lab 11]別表2 効率校正に用いた核種および検出効率

| 核種 | ピークエネルギー (keV) | 検出効率 | | | | |
|--------|-------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | | 5mm | 10mm | 20mm | 30mm | 50mm |
| Cd-109 | 88.03 | 1.056471E-01 | 9.408637E-02 | 8.300166E-02 | 6.878090E-02 | 5.126503E-02 |
| Co-57 | 122.06 | 1.270239E-01 | 1.108587E-01 | 9.311984E-02 | 7.948125E-02 | 6.132495E-02 |
| Co-57 | 136.47 | 1.209023E-01 | 1.024335E-01 | 8.460334E-02 | 7.479574E-02 | 5.786609E-02 |
| Ce-139 | 165.85 | 1.188539E-01 | 1.039896E-01 | 8.700967E-02 | 7.400609E-02 | 5.654384E-02 |
| Cr-51 | 320.11 | 6.920803E-02 | 6.028753E-02 | 5.096324E-02 | 4.340891E-02 | 3.346495E-02 |
| Sr-85 | 514.00 | 4.649485E-02 | 4.022697E-02 | 3.424862E-02 | 2.939928E-02 | 2.258504E-02 |
| Cs-137 | 661.65 | 3.798368E-02 | 3.307009E-02 | 2.800509E-02 | 2.394375E-02 | 1.833308E-02 |
| Mn-54 | 834.83 | 3.168910E-02 | 2.751309E-02 | 2.326697E-02 | 1.997106E-02 | 1.527874E-02 |
| Y-88 | 898.03 | 3.066462E-02 | 2.673466E-02 | 2.244279E-02 | 1.905168E-02 | 1.449103E-02 |
| Co-60 | 1173.21 | 2.420244E-02 | 2.091438E-02 | 1.739315E-02 | 1.502584E-02 | 1.141554E-02 |
| Co-60 | 1332.47 | 2.190074E-02 | 1.912269E-02 | 1.592098E-02 | 1.353252E-02 | 1.032418E-02 |
| Y-88 | 1836.00 | 1.670796E-02 | 1.453884E-02 | 1.212231E-02 | 1.041024E-02 | 7.924347E-03 |

Lab 14 不確かさの算出根拠

・Cs134, Cs137溶液の放射能濃度決定に使用した点線源

①Eu152線源(JAERI Eu427 A-7):不確かさ $\pm 4\%$ (3σ)

②混合核種 γ 線源(DKD製 GF-ML-M-7601 S/N: 1560-47):不確かさ $\pm 2.9\%$ (2σ)
(Am241, Cd109, Co57, Ce139, Hg203, Sn113, Sr85, Cs137, Y88, Co60を解析に使用。)

・Ge検出器表面から77mm位置に点線源を置いて各 γ 線に対する検出効率を測定し
それらの値を指数関数の多項式で最小自乗フィットして検出効率曲線を作成。

検出効率曲線の推定不確かさは、実験値のばらつき具合から $\pm 2.0\%$ (1σ)と推定。

・Eu152, Co57, Ce139, Y88, Co60及びCs134の各 γ 線に対しては、カスケードサムによる計数損失を計算し補正。

計算に使用する全効率は、積分法で計算したエネルギー依存曲線の絶対値をCs137で測定した実験値に合うように調整したものを使用。

・K40線源の放射能強度の不確かさは $\pm 1.1\%$ (1σ)。K40の同位体比の不確かさが主因。

・牛肉試料中の放射能強度は、自作した標準線源との間で γ 線計数率を直接比較することで算出。

よって、体積線源に対する検出効率曲線を求める必要はなく、その不確かさは加算されない。

Cs134に対するカスケードサムの補正も、同じ形状の標準線源との間で γ 線計数率を直接比較しているのでキャンセルされ、不確かさは加算されない。

ただし自己吸収の違いに起因する効率の違いによって試料間でカスケードサムの補正量が僅かに異なるため、その違いを計算し(0.7-1.2%)、補正。

この補正の不確かさは、0.7-1.2%の15%(0.1-0.2%)と推定。

・牛肉試料、Cs溶液、KOH溶液の密度は、それぞれ約0.5, 1.0, 1.16g/cm³。

それぞれの試料に対して γ 線吸収係数を実測し、自己吸収割合を積分法で計算。

自己吸収の割合は各試料間で5.7-7.0%程度異なり、この違いを補正。

補正の不確かさは、この5.7-7.0%の5%(0.3-0.35%)と推定。

Lab 17

Standards (3.5cm)

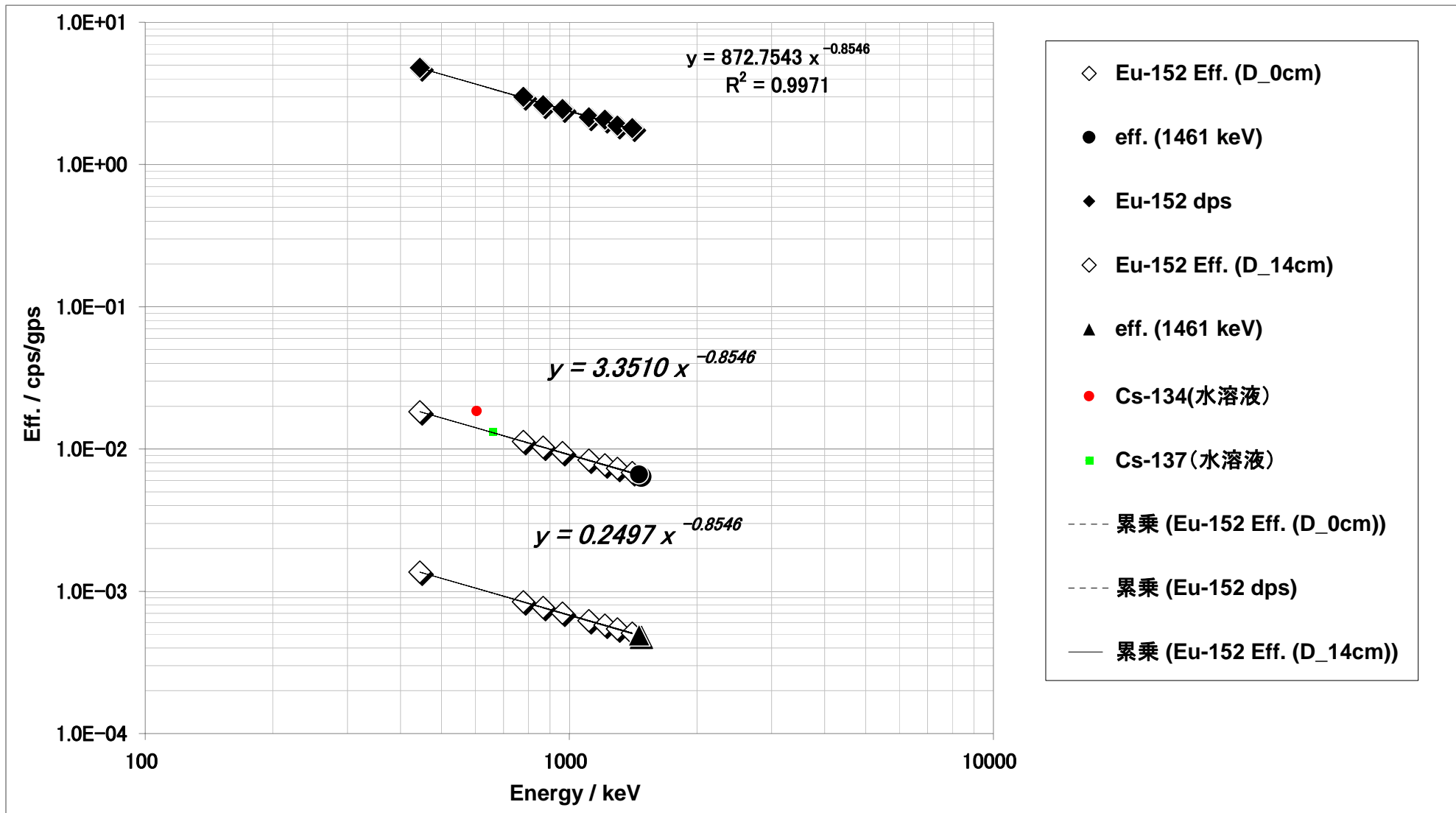
| Nuclide | Energy / keV | Activity / Bq | 放出割合 / % | 測定時間 / sec | Count | 1σ | cps | 1σ | Eff. | 1σ |
|--------------------|--------------|---------------|----------|------------|--------|-----|-------|-------|----------|----------|
| Cs-134(水溶液) | 604.7 | 976 | 0.976 | 600 | 10,579 | 103 | 17.6 | 0.2 | 1.85E-02 | 5.40E-04 |
| Cs-137(水溶液) | 661.6 | 1,006 | 0.851 | 600 | 6,759 | 82 | 11.3 | 0.1 | 1.32E-02 | 4.80E-04 |
| K-40 (KCL reagent) | 1,460.8 | 1,254 | 0.107 | 4,200 | 3,710 | 61 | 0.883 | 0.015 | 6.58E-03 | 3.24E-04 |
| K-40 (KCL aq) | 1,460.8 | 271 | 0.107 | 16,000 | 3,133 | 56 | 0.196 | 0.003 | 6.74E-03 | 3.61E-04 |

⁴⁰K

| サンプル | Energy / keV | 高さ (cm) | γ [%] | KCl 正味の重量 (g) | Activity (Bq) | gps | cps (net) | eff. (1461 keV) | a | b |
|-------------------|--------------|---------|-------|---------------|---------------|-----|-----------|-----------------|---------|--------|
| KCL (スペース_0cm) | 1460.8 | 5.0 | 10.7 | 77.12 | 1254 | 134 | 0.888 | 0.0066 | -0.8546 | 3.351 |
| KCL aq (スペース_0cm) | 1460.8 | 5.0 | 10.7 | 77.12 | 1254 | 134 | 0.066 | 0.0005 | -0.8546 | 0.2497 |
| KCL (スペース_14cm) | 1460.8 | 5.0 | 10.7 | 77.12 | 1254 | 134 | 0.066 | 0.0005 | -0.8546 | 0.2497 |

¹⁵²Eu(点線源)

| Live time | keV | cts | err (1σ) | cps | err (1σ) | γ [%] | Eu-152 dps | err (1σ) | err (1σ) / % | Eu-152 Eff. (D_0cm) | Eu-152 Eff. (D_14cm) |
|-----------|----------|-------|----------|--------|----------|-------|------------|----------|--------------|---------------------|----------------------|
| 12,791 | 443.965 | 1,917 | 44 | 0.1499 | 0.0034 | 3.125 | 4.796 | 0.110 | 2.28 | 1.83E-02 | 1.36E-03 |
| 12,791 | 778.904 | 4,965 | 70 | 0.3882 | 0.0055 | 12.97 | 2.992 | 0.042 | 1.42 | 1.13E-02 | 8.44E-04 |
| 12,791 | 867.391 | 1,409 | 38 | 0.1102 | 0.0029 | 4.214 | 2.614 | 0.070 | 2.66 | 1.03E-02 | 7.70E-04 |
| 12,791 | 964.055 | 4,594 | 68 | 0.3592 | 0.0053 | 14.63 | 2.455 | 0.036 | 1.48 | 9.44E-03 | 7.03E-04 |
| 12,791 | 1112.088 | 3,720 | 61 | 0.2908 | 0.0048 | 13.54 | 2.148 | 0.035 | 1.64 | 8.35E-03 | 6.23E-04 |
| 12,791 | 1212.970 | 373 | 19 | 0.0292 | 0.0015 | 1.412 | 2.065 | 0.107 | 5.18 | 7.76E-03 | 5.78E-04 |
| 12,791 | 1299.152 | 391 | 20 | 0.0306 | 0.0015 | 1.626 | 1.880 | 0.095 | 5.06 | 7.32E-03 | 5.45E-04 |
| 12,791 | 1408.022 | 4,807 | 69 | 0.3758 | 0.0054 | 20.85 | 1.802 | 0.026 | 1.44 | 6.83E-03 | 5.09E-04 |



添付資料 5：測定条件と測定値との関係についての考察

1. 試料量の影響

今回の均質性試験と共同実験では、U8 へ詰めた試料量が約 40 g から 50 g にわたった。試料量と測定値との関係を表 1、表 2 及び図 1 に示す。均質性試験での試料量の変化は比較的少ないため、図 1 での回帰線は、共同実験のみの測定値からもとめた。試料量が少ない領域での実績が少ないため、顕著な差異は認められず、不確かさの要因には含まなかった。

表 1 均質性試験での試料量と定量値

| 試料番号 | 試料量 g | 定量値 Bq/kg | | |
|------|-------|-----------|--------|-------|
| | | Cs-134 | Cs-137 | K-40 |
| 1 | 38.59 | 180.8 | 306.5 | 260.4 |
| 2 | 39.14 | 184.4 | 318.4 | 258.1 |
| 3 | 38.54 | 176.6 | 304.4 | 255.4 |
| 4 | 38.96 | 178.5 | 311.0 | 261.2 |
| 5 | 39.83 | 175.1 | 307.5 | 317.1 |
| 6 | 39.99 | 180.2 | 304.4 | 251.5 |
| 7 | 40.88 | 177.6 | 299.2 | 232.9 |
| 8 | 39.64 | 176.1 | 316.4 | 261.4 |
| 9 | 39.94 | 178.1 | 301.3 | 289.9 |
| 10 | 38.05 | 179.0 | 308.4 | 305.5 |
| 11 | 40.47 | 179.1 | 307.7 | 267.7 |
| 12 | 39.55 | 179.9 | 310.5 | 252.7 |

表 2 共同実験での試料量と定量値

| 試験所番号 | 試料量 g | 定量値 Bq/kg | | |
|-------|--------|-----------|--------|-------|
| | | Cs-134 | Cs-137 | K-40 |
| 2 | 47.86 | 159.9 | 293.8 | 256.2 |
| 4 | 47 | 160 | 270 | 250 |
| 5 | 46.42 | 174.4 | 300.3 | 302.2 |
| 6 | 47.78 | 172.5 | 299.3 | 269.2 |
| 8 | 42.3 | 176 | 301.6 | 322.1 |
| 10 | 49.3 | 182.7 | 307.3 | 318.9 |
| 11 | 48.781 | 178.6 | 309.4 | 271.0 |
| 14 | 48.21 | 180 | 287 | 247 |
| 15 | 51.09 | 167 | 281 | 273 |
| 16 | 47.75 | 183 | 308 | 263 |
| 17 | 47.93 | 167.8 | 305.1 | 277.7 |
| 18 | 38.58 | 180.8 | 306.5 | 260.4 |

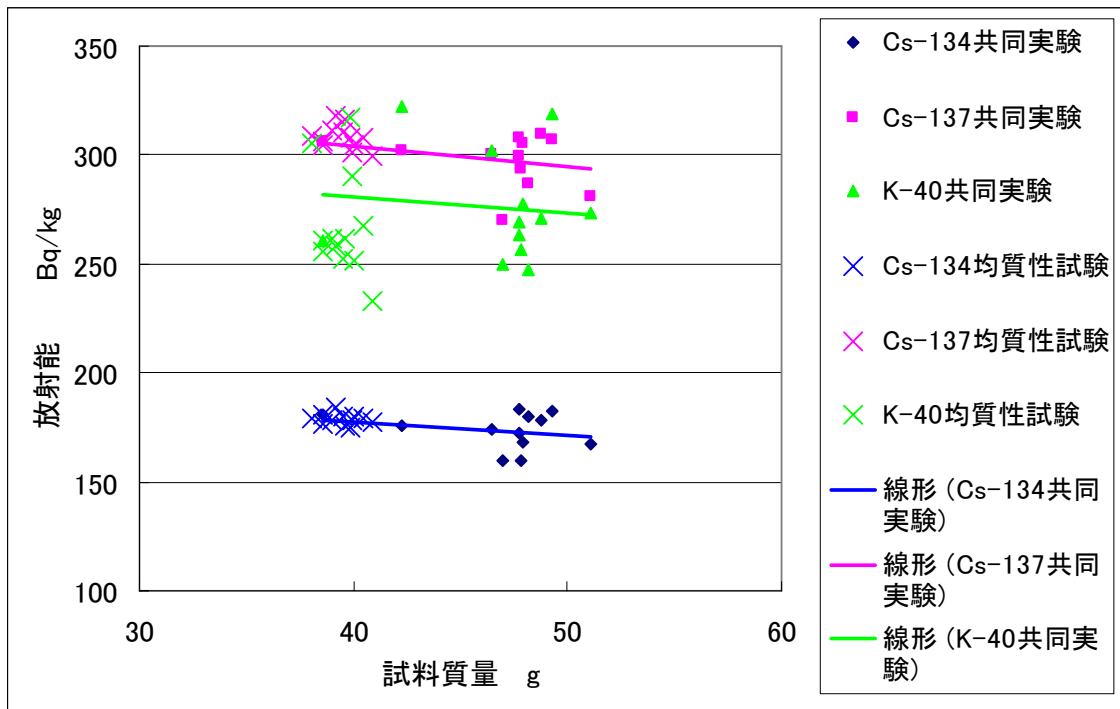


図1 試料量と定量値の関係

2. 標準線源と Cs-134, Cs-137 の定量値

図2に Cs-134 と Cs-137 の関係を 95%信頼楕円とともに表示した(楕円は ISO 13528 に述べられたユーデン図の作成方法による)。玄米標準物質の認証共同実験の実績も付記した(玄米認証標準物質の開発成果報告書の添付資料6を参照)。添付資料1において標準線源として日本アイソトープ協会の核種混合アルミナ放射能標準ガンマ体積線源を使用し、標準的な検出装置を使用した試験所を赤マークで示し、他を緑マークで示した。

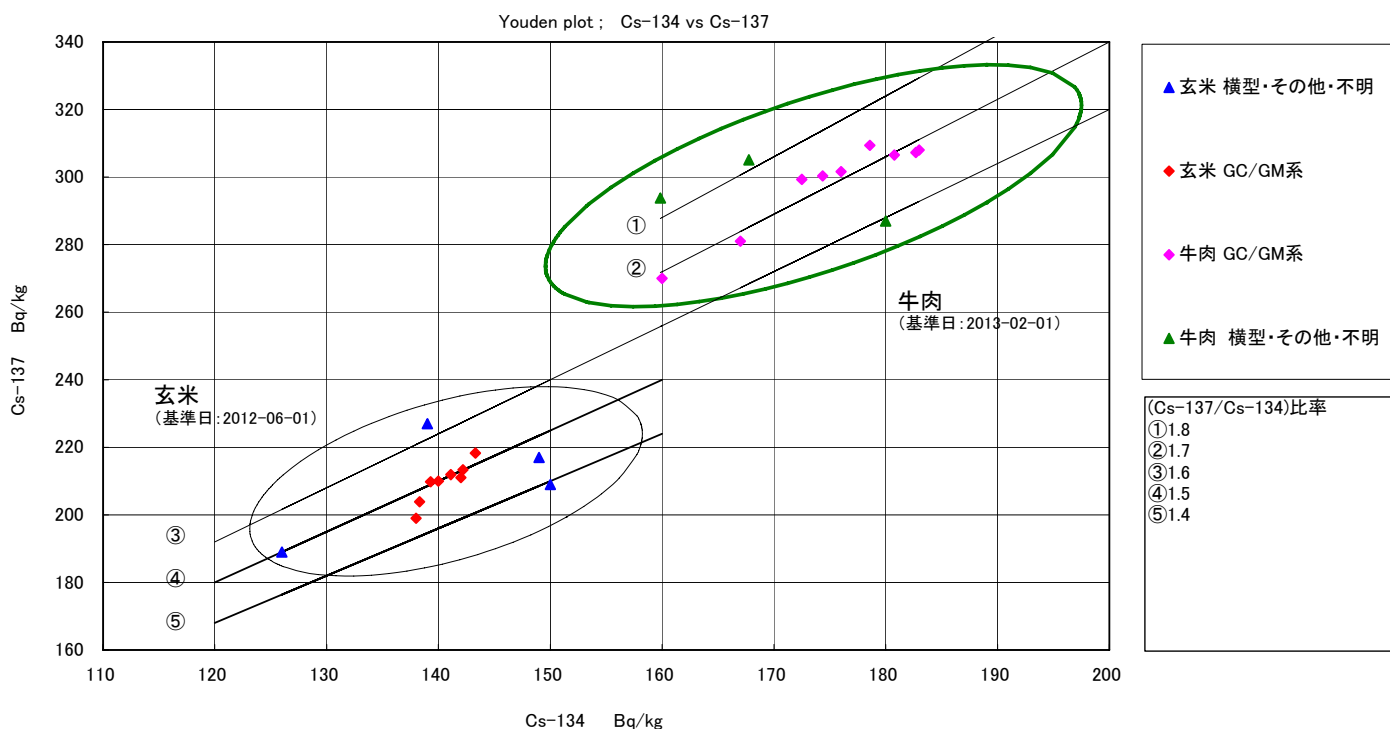


図2 Cs-134 と Cs-137 のユーデン図

3. 均質性試験の標準偏差と室間標準偏差

土壌、玄米及び牛肉の Cs-134, Cs-137, K-40 について、均質性試験の標準偏差と共同実験における室間標準偏差を表 3、図 3、表 4、図 4 に示す。

玄米と牛肉の K-40 を除いて、mean(共同実験の平均値)と均質性試験の標準偏差には一定の関係があることがわかる。K-40 は均質性試験で、Cs より大きなばらつきを示す傾向がある。また、牛肉での均質性標準偏差は次に述べる共同実験の室間標準偏差と大差がない大きさである。

表 3 均質性試験の標準偏差 (s_{b+r}) 単位: Bq/kg

| | mean | Cs-134 | Cs-137 | K-40 |
|----|------|--------|--------|------|
| 土壌 | 85 | 1.6 | | |
| 玄米 | 141 | 3.3 | | |
| 牛肉 | 174 | 2.5 | | |
| 土壌 | 115 | | 1.4 | |
| 玄米 | 210 | | 4.7 | |
| 牛肉 | 297 | | 5.6 | |
| 土壌 | 396 | | | 11.8 |
| 玄米 | 75 | | | 18.4 |
| 牛肉 | 276 | | | 24.2 |

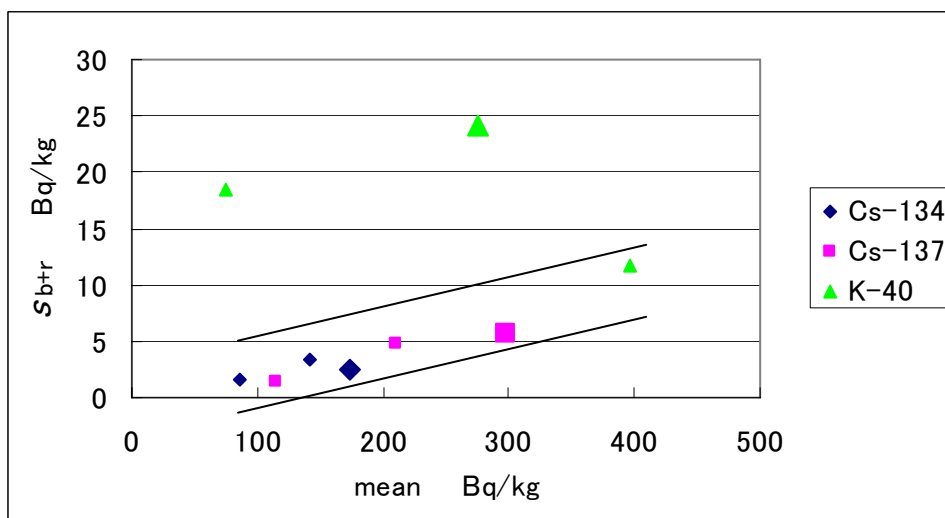


図3 均質性試験の標準偏差 (s_{b+r})

同様なまとめを共同実験について行い、表4と図4に示す。牛肉のK-40を除いて、mean(共同実験の平均値)と室間標準偏差には一定の関係があることがわかる。K-40は玄米の共同実験でもCsに比して高めではあったが、今回の共同実験で、Csより顕著に大きなばらつきを示した。

表4 共同実験の標準偏差 (s_R) 単位: Bq/kg

| | mean | Cs-134 | Cs-137 | K-40 |
|----|------|--------|--------|------|
| 土壌 | 85 | 4.8 | | |
| 玄米 | 141 | 6.0 | | |
| 牛肉 | 174 | 8.2 | | |
| 土壌 | 115 | | 5.0 | |
| 玄米 | 210 | | 10.0 | |
| 牛肉 | 297 | | 12.3 | |
| 土壌 | 396 | | | 15.0 |
| 玄米 | 75 | | | 9.0 |
| 牛肉 | 276 | | | 25.3 |

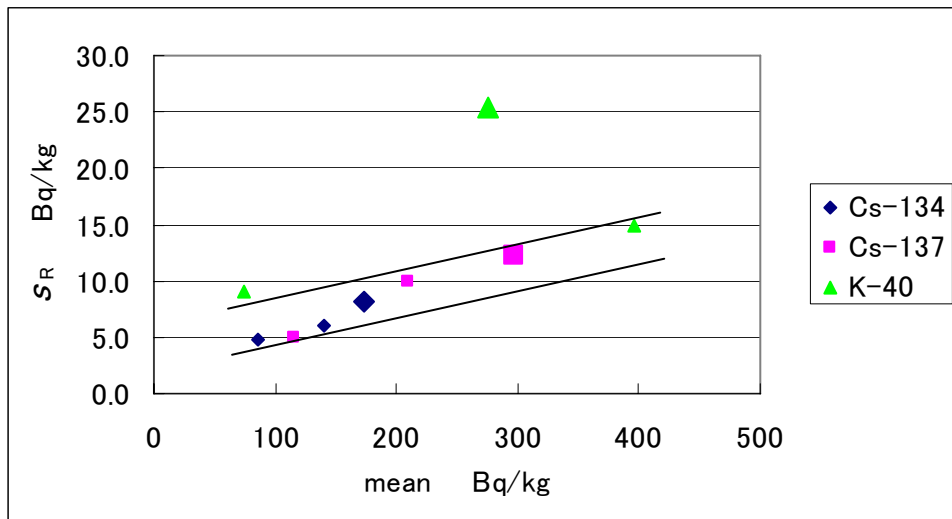


図 4 共同実験の標準偏差 (sR)

4. K-40 定量値のばらつきについて

均質性試験での 12 個の定量値の昇順バーグラフを図 5 に示す。測定順序 (sample No.) とは無関係に高めの値を出ており、これが標準偏差の値を大きくしている。

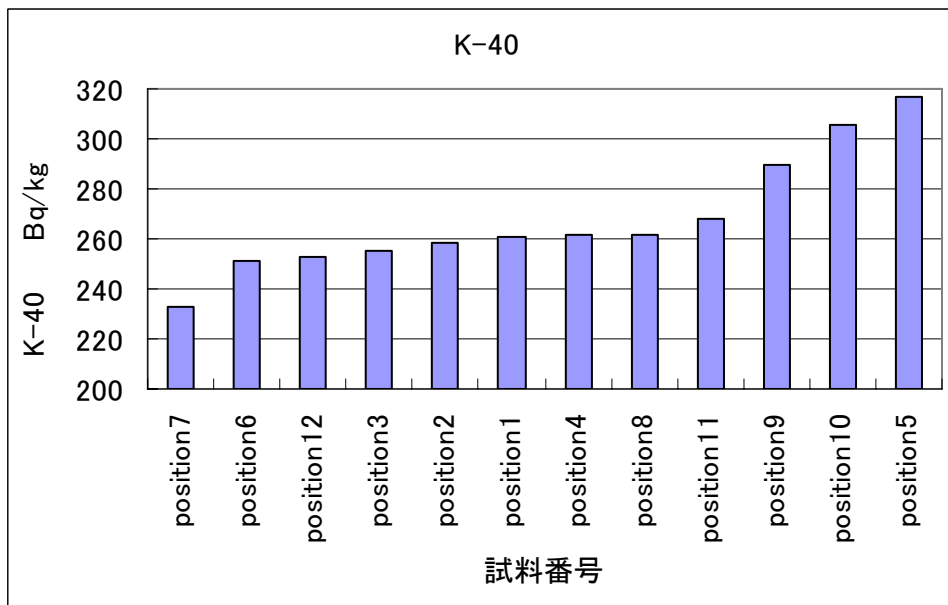


図 5 均質性試験での K-40 定量値 (昇順)

共同実験での 12 試験所の定量値の昇順バーグラフを図 6 に示す。高めの値やその頻度は均質性試験と同じ傾向で、これが標準偏差を大きくしている。

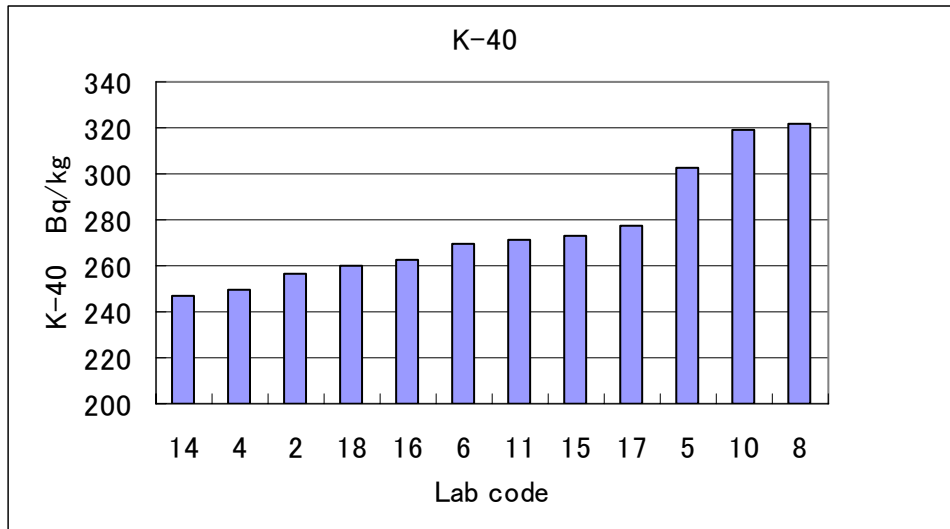


図5 共同実験での K-40 定量値 (昇順)

Cs-134 に対する Cs-137 と K-40 の関係を図 6 に示す。均質性試験での Cs-137 の変化は比較的が少ないため、図 6 での回帰線は、共同実験のみの測定値から求めた。図 2 と同様に Cs-134 と Cs-137 との相関がみられる。K-40 についても回帰線は右上がりである。しかし、相関係数は Cs-137 の $R=0.66$ に対して K-40 では $R=0.31$ で、相関があるとはいえない。ちなみに、図 2 の牛肉において日本アイソトープ協会の核種混合アルミナ放射能標準ガンマ体積線源を使った試験所での Cs-134 と Cs-137 の相関係数は $R=0.96$ である。

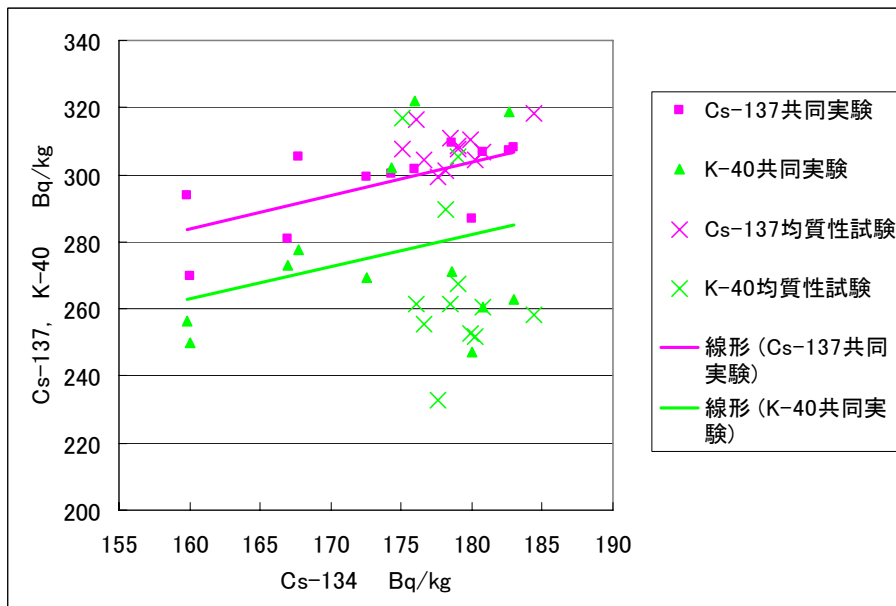


図6 Cs-134 と Cs-137, K-40 との関係

測定条件のパラメーターと K-40 の定量値との関係を表 5 及び図 7 に示す。測定条件と K-40 のばらつきの関係は見られない。

表 5 K-40 の共同実験における各試験所の測定条件と定量値

| 試験所 番号 | 核種 | エネルギー (keV) | 放出率 (%) | ピーク効率 cps/γ | サム効果 補正有無 | 自己吸収 補正有無 | ピーク面積 計算方法(関 数法又はコ ペール法、そ の他) | 機器ソフト 上で選 択した試 料材質 | 試料測定 時間 live time(秒) | 試料測定 グロスカ ウント数 N | ベースラ インカウ ント数 Nb | 正味カウ ント数 N-Nb |
|-----------|------|----------------|----------------|----------------|--------------|--------------|---|---|-------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------|
| 4 | K-40 | 1460.8 | 10.7 | 0.009527 | 有 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 76041 | 984 | 76.1 | 907.9 |
| 5 | K-40 | 1461 | 10.55 | 0.006380 | 無 | 有 | コペール法 | 水 | 100000 | 1300 | 54 | 1246 |
| 6 | K-40 | 1460.75 | 10.7 | | 1 | 0.955581 | 関数適合法 | 海底土、土 壤、灰化物 | 86470 | 964.7 | 72 | 892.7 |
| 8 | K-40 | 1460.75keV | 10.67 | 0.685 | - | 有 | 関数法 | 水、寒天 | 43878 | 477.8 | 41.1 | 436.7 |
| 10 | K-40 | 1460.75 | 10.67 | 0.2892 | 有 | 有 | | 土壌 | 200000 | 2011.4 | 110.8 | 1900.6 |
| 11 | K-40 | 1460.75 | 10.67 | 0.9206 | 無 | 有 | コペール法 | 寒天 | 50000 | 803 | 55.3 | 747.7 |
| 14 | K-40 | 1460.83 | 0.1067 (13) | 0.000695 | 無 | 有 | コペール法 | γ線源を用 いて線減弱 係数を実測 | 180177 | 3750 | 254 | 3496 |
| 15 | K-40 | 1461 | 0.107 | 0.0120 | 無 | 有 | コペール法 | C ₆₀ H ₉₄ N ₉ O ₁₃ (タンパク質 +脂肪) | 79094 | 1833 | 167 | 1666 |
| 16 | K-40 | 1460.75keV | 10.67% | 0.00962 | 無 | 有 | コペール法 | 灰化物 | 43200 | 1518 | 81.7 | 1436.3 |
| 18 | K-40 | 1460.75 | 10.67 | | 有 | 有 | コペール法 | 水、寒天 | 36000 | 873 | 39.9 | 833.1 |

| 試験所 番号 | ピーク計 数率 (カウ ント 数/秒) | バックグラ ウンド測定時間 * 秒 | 試料がな いときの グロスカ ウント数 N' | 試料がな いときのベ ースライ ンカウ ント数 Nb' | 試料がな いときの 正味バック グラウ ンドカウ ント数 N'- Nb' | 試料測定 時間換算 (N'-Nb')tB | 測定時の放 射能 Bq | 供試品作 製時の放 射能 Bq | 供試品作 製時の放 射能濃度 (Bq/kg) | 拡張不確 かさ(k=2) (Bq/kg) | 計数誤差 $\sqrt{(N+Nb'+N'+Nb')}/((N-Nb')-(N'-Nb'))$ |
|-----------|---------------------------------|-------------------------|------------------------------------|--|--|----------------------------|-------------------|--------------------------|---------------------------------|----------------------------|--|
| 4 | 0.01194 | 146037 | 143.5 | 118.9 | 24.6 | 12.8 | 12.0 | 12.0 | 250.0 | 30.0 | 0.041 |
| 5 | 0.01246 | 930000 | 3433 | 628 | 2805 | 301.6 | 14.0 | 14.0 | 302.2 | 28.3 | 0.078 |
| 6 | 0.010324 | 1300000 | 479.71 | 407 | 72.71 | 4.8 | 12.9 | 0.5 | 269.2 | 10.5 | 0.049 |
| 8 | 0.009953 | 72000 | 264.1 | 61.4 | 202.7 | 123.5 | 13.6 | 13.6 | 322.1 | 43.1 | 0.093 |
| 10 | 0.007465 | 100000 | 214.8 | 11 | 203.8 | 407.6 | | | 318.9 | | 0.032 |
| 11 | 0.012984 | 250000 | 728 | 235.3 | 492.7 | 98.5 | 13.2 | 13.2 | 271.0 | 30.6 | 0.066 |
| 14 | 0.019403 | 170598 | 2090 | 195 | 1895 | 2001.4 | 11.9 | 11.9 | 247.0 | 27.0 | 0.053 |
| 15 | 0.021064 | 198003 | 1200 | 830 | 370 | 147.8 | 4.9 | 272.8 | 273.0 | 8.6 | 0.042 |
| 16 | 0.033248 | 129600 | 2917 | 213.1 | 2703.9 | 901.3 | 12.6 | 12.6 | 263.0 | 43.0 | 0.129 |
| 18 | 0.009483 | 20000 | 284.9 | 14.6 | 270.3 | 486.5 | 10.1 | 10.1 | 260.0 | | 0.100 |

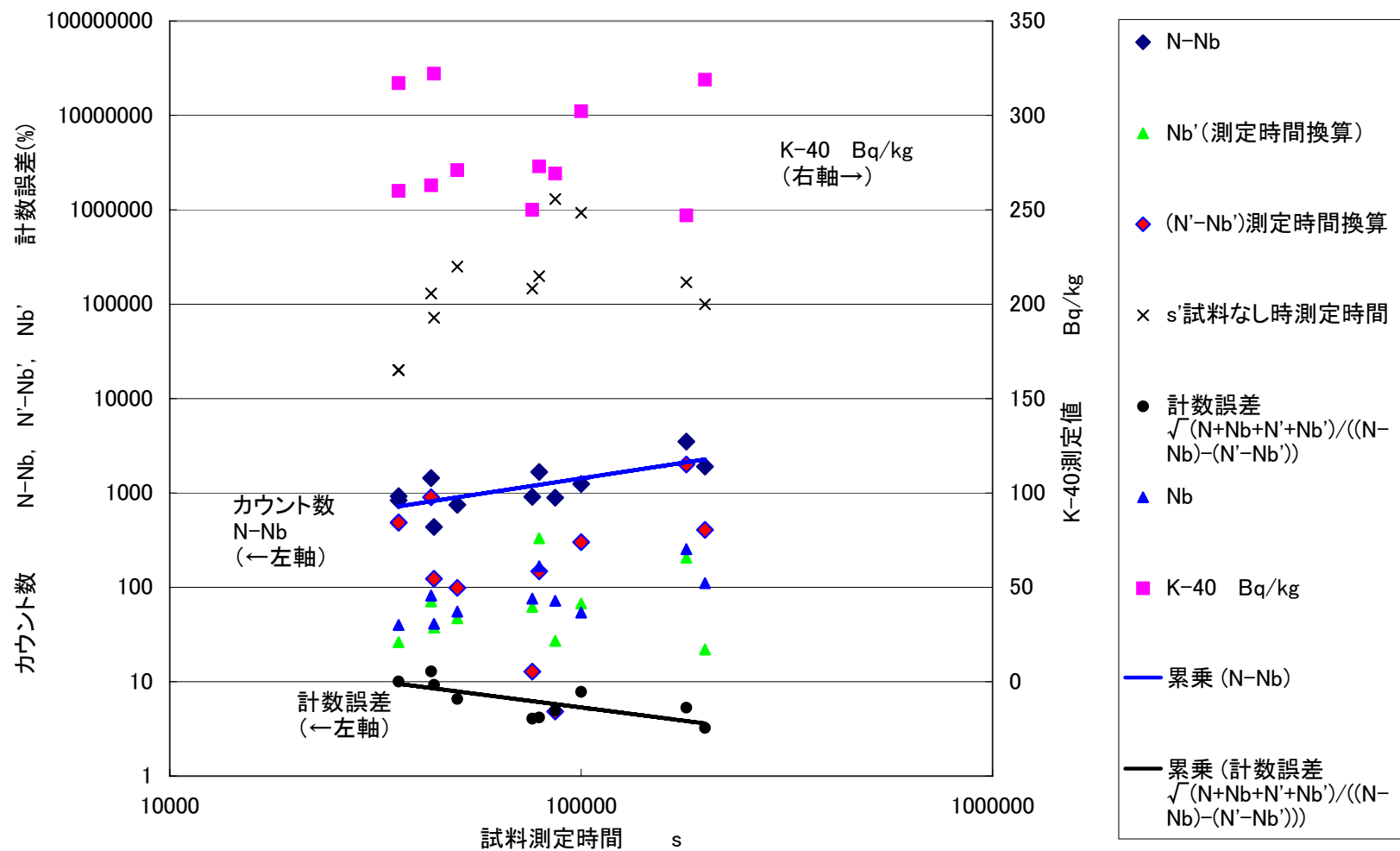
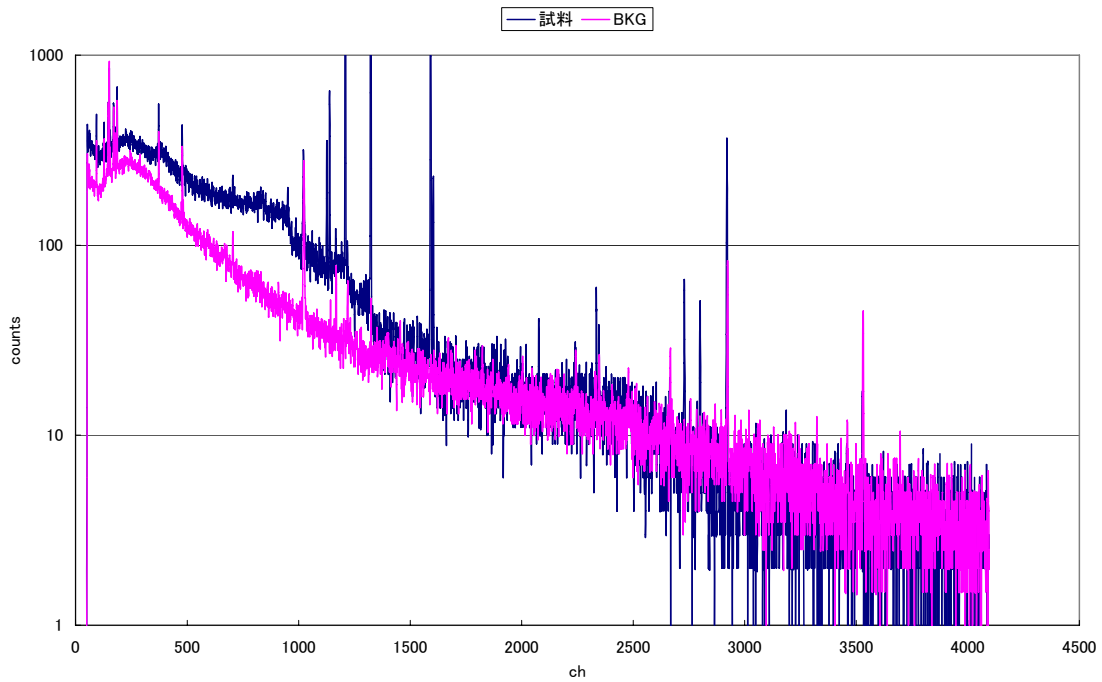


表 7 K-40 の共同実験における各試験所の試料測定時間と測定条件及び定量値

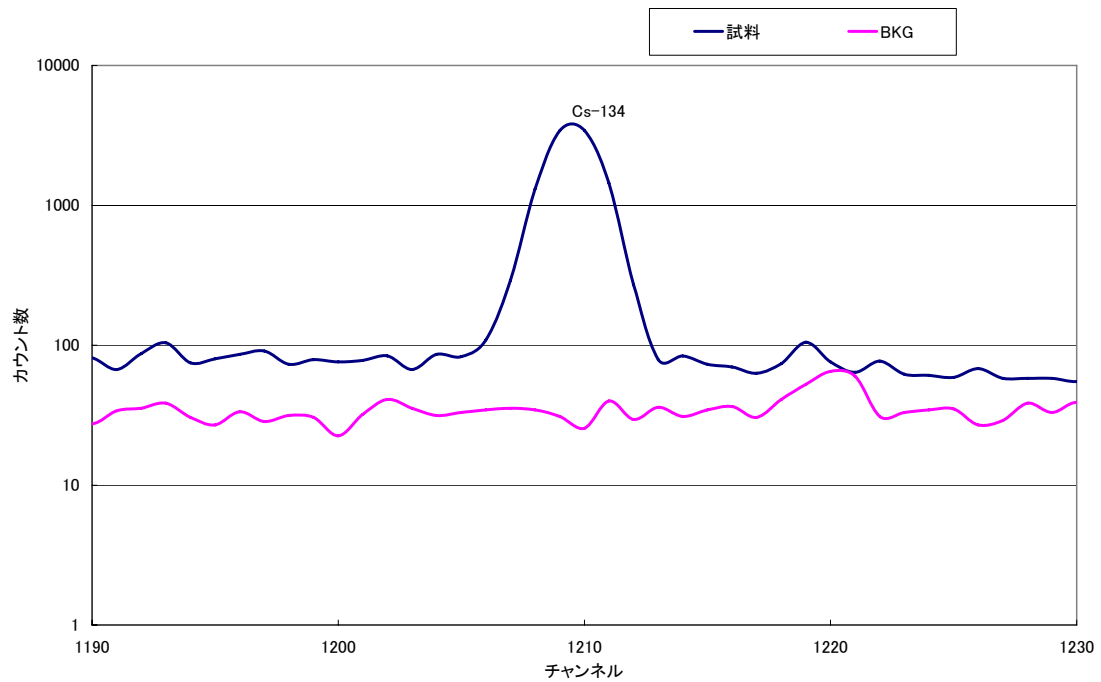
添付資料 6 : 報告された γ 線スペクトル例

スペクトルと Cs-134, Cs-137, K-40 の部分を拡大したいくつかの例を示す.

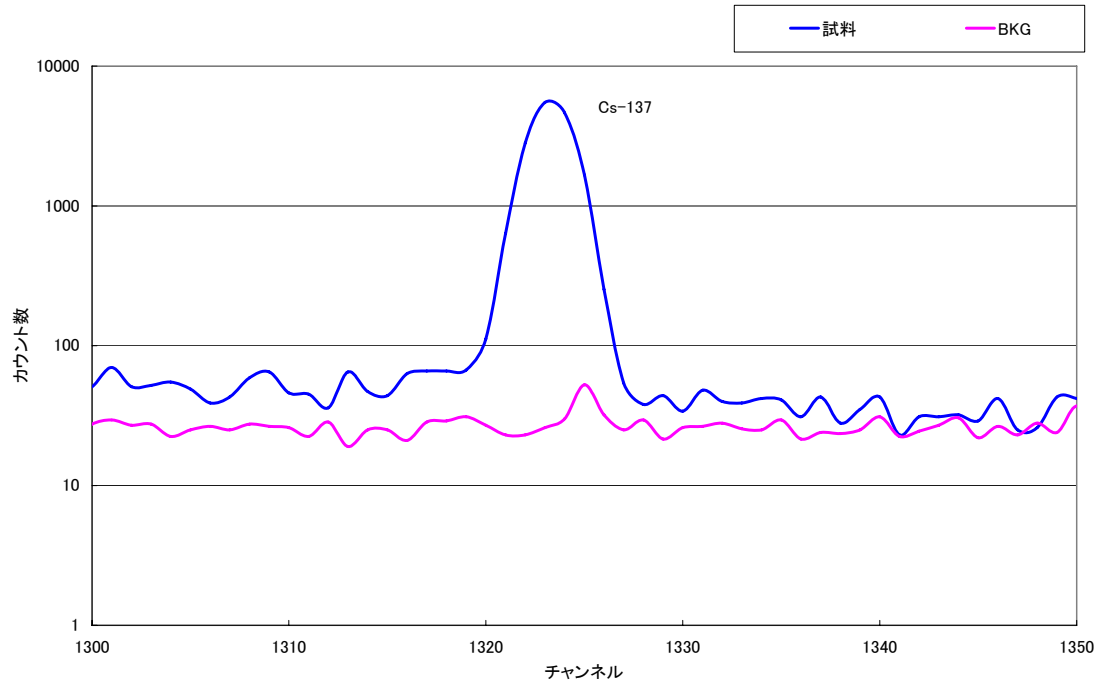
Lab 5 : 測定時間 試料あり : 100 000 s 試料なし : 200 000 s (100 000 s に換算表示)



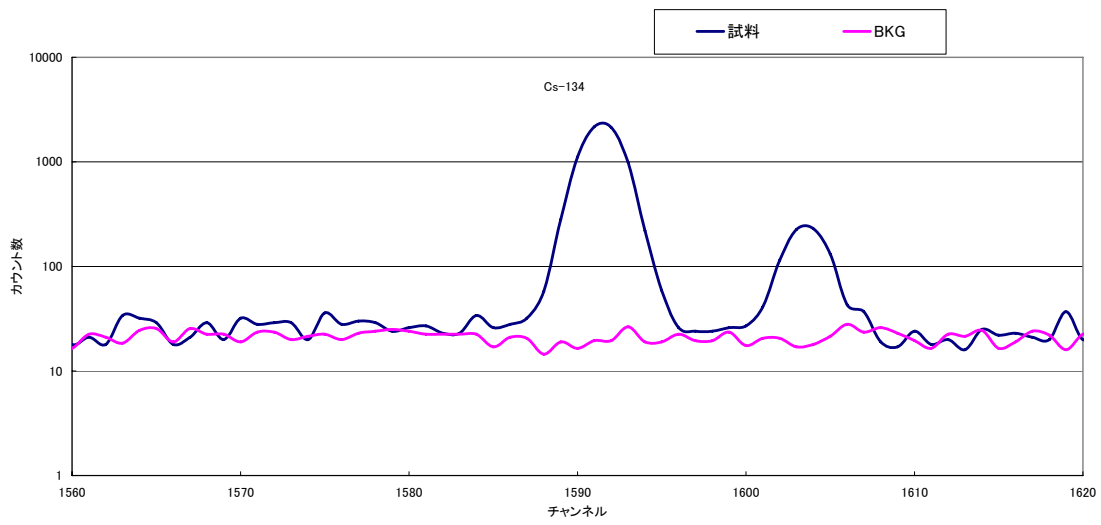
Cs-134 605 keV



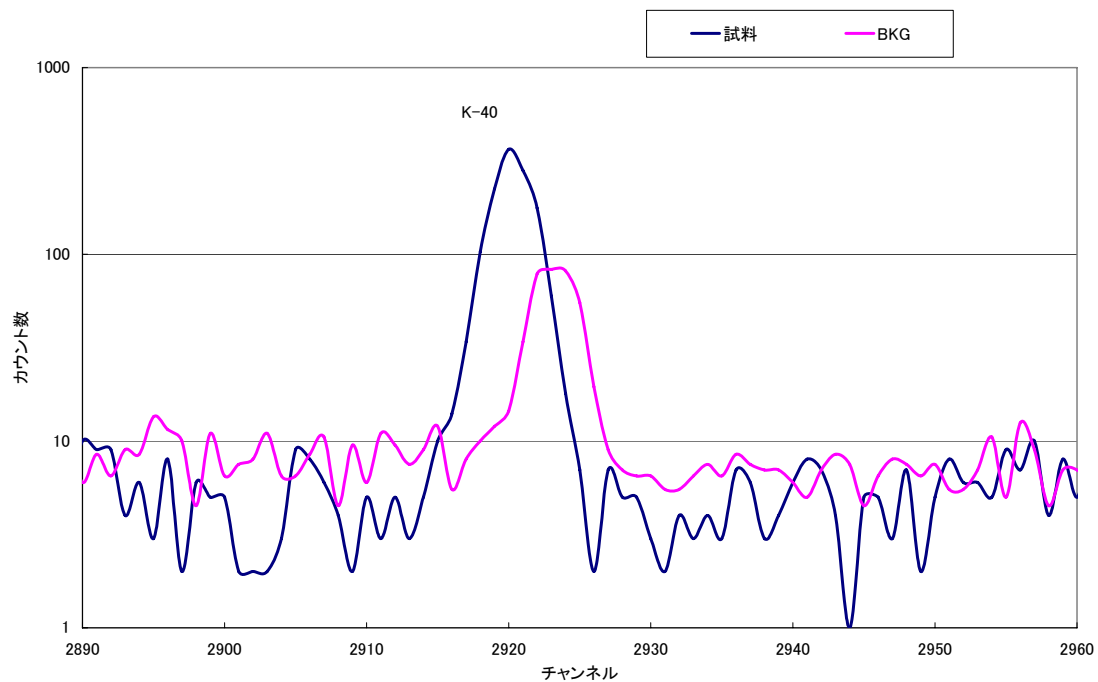
Cs-137 662 keV



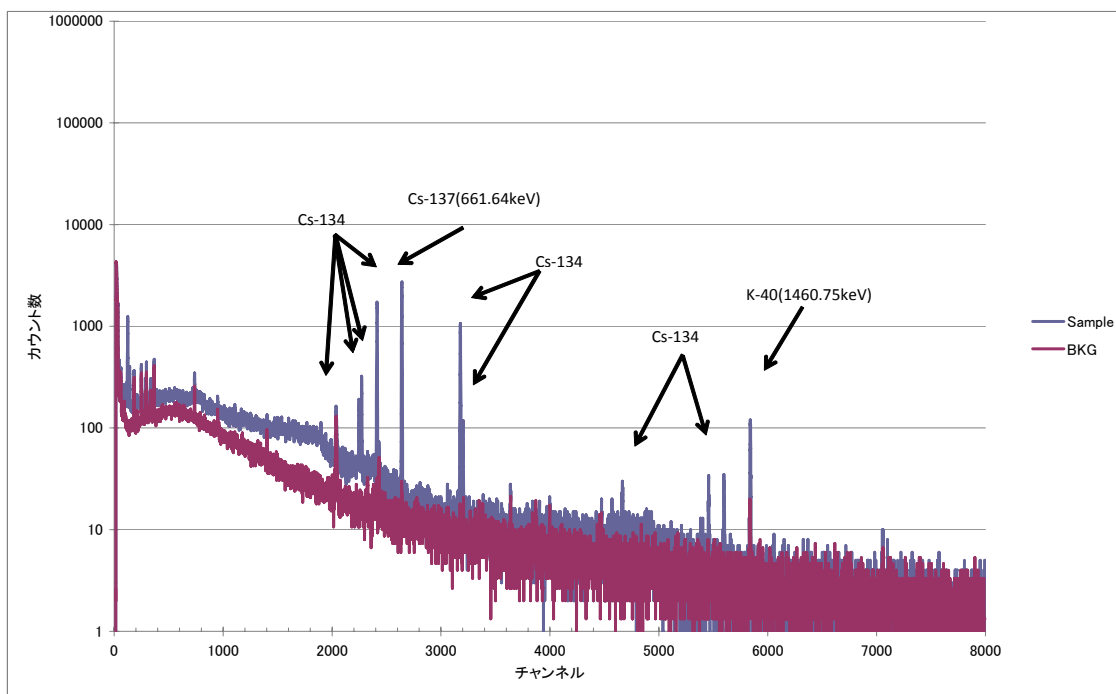
Cs-134 796 keV



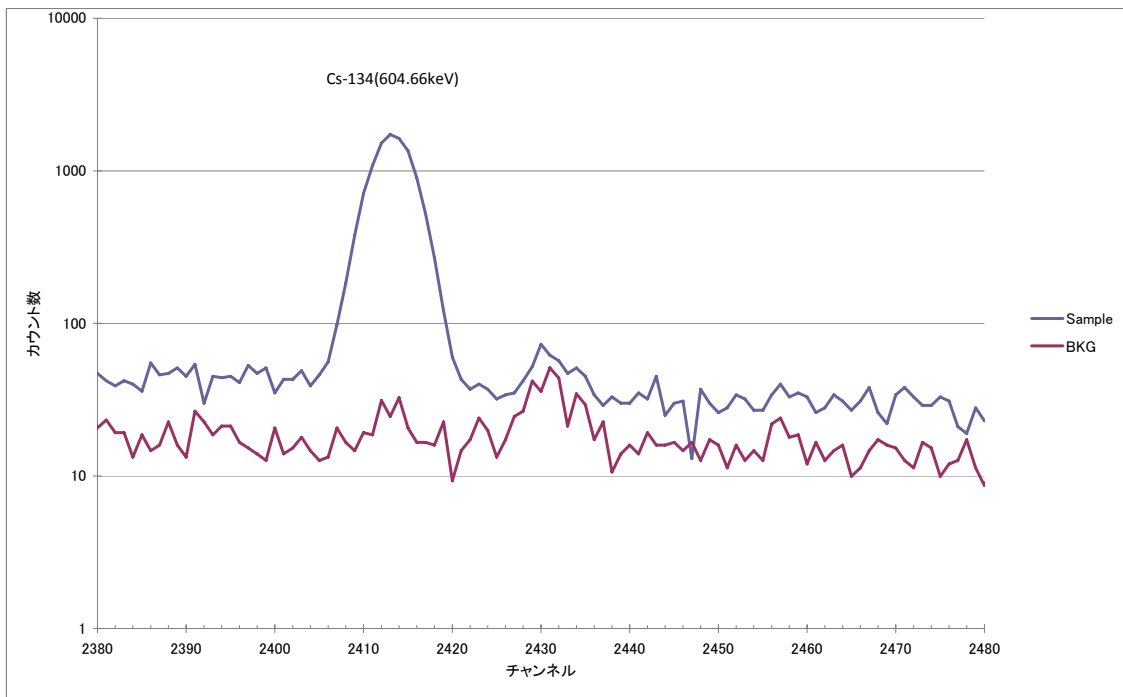
K-40 1460 keV



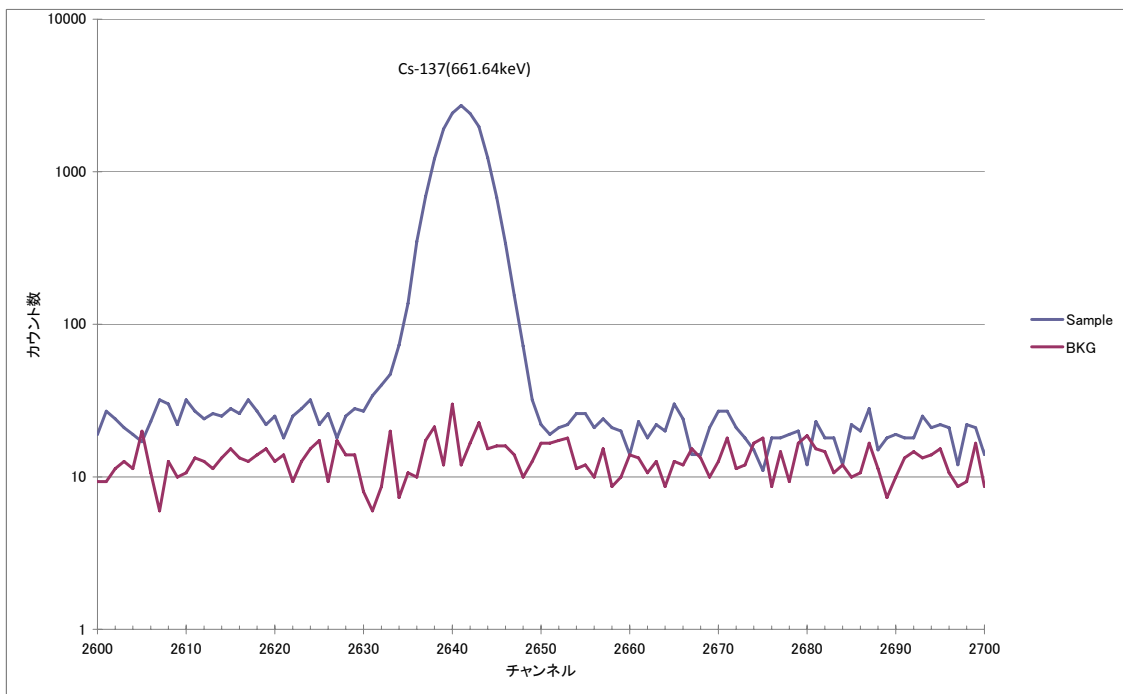
Lab 6 測定時間 試料あり : 86 400 s 試料なし : 1 300 000 s (86 400 s に換算表示)



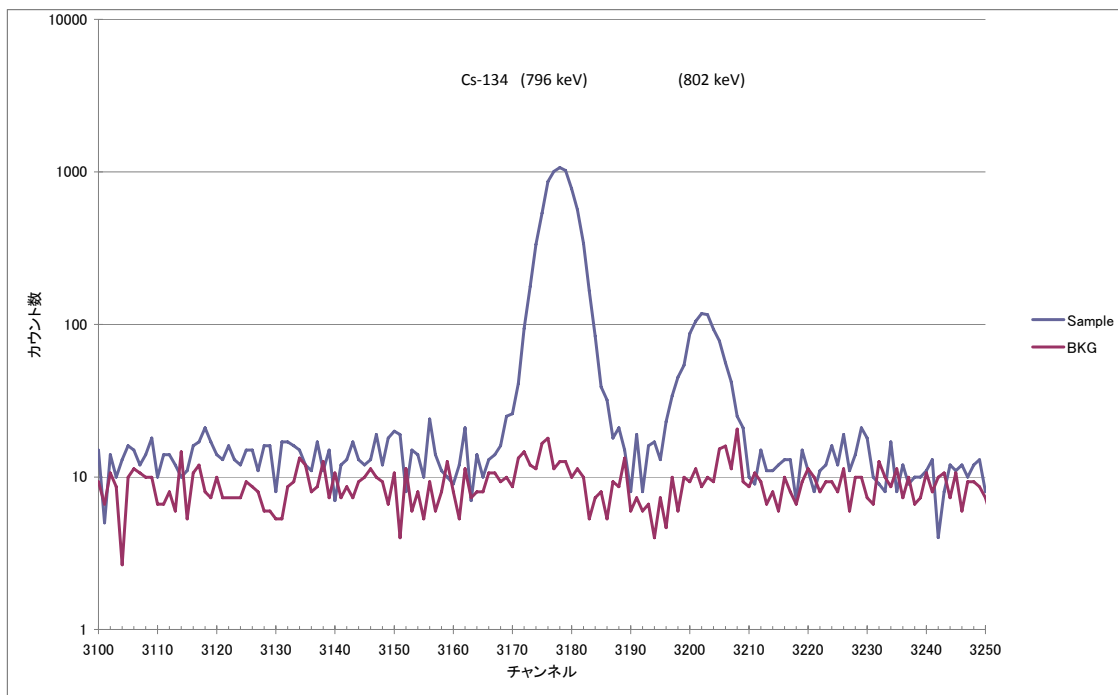
Cs-134 605 keV



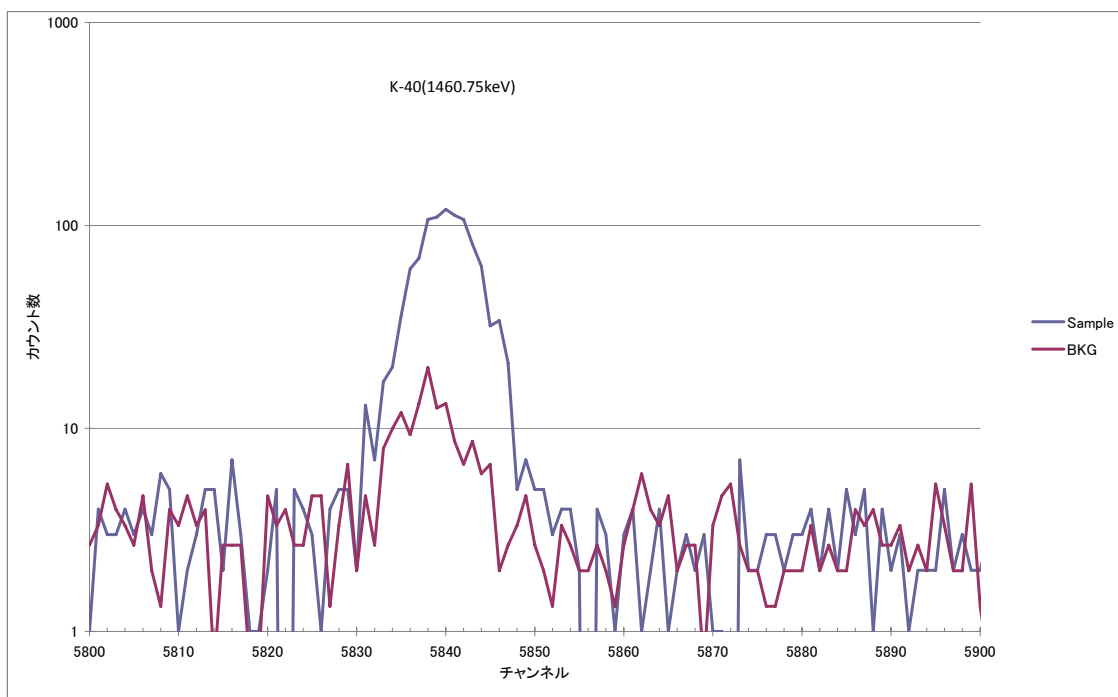
Cs-137 662 keV



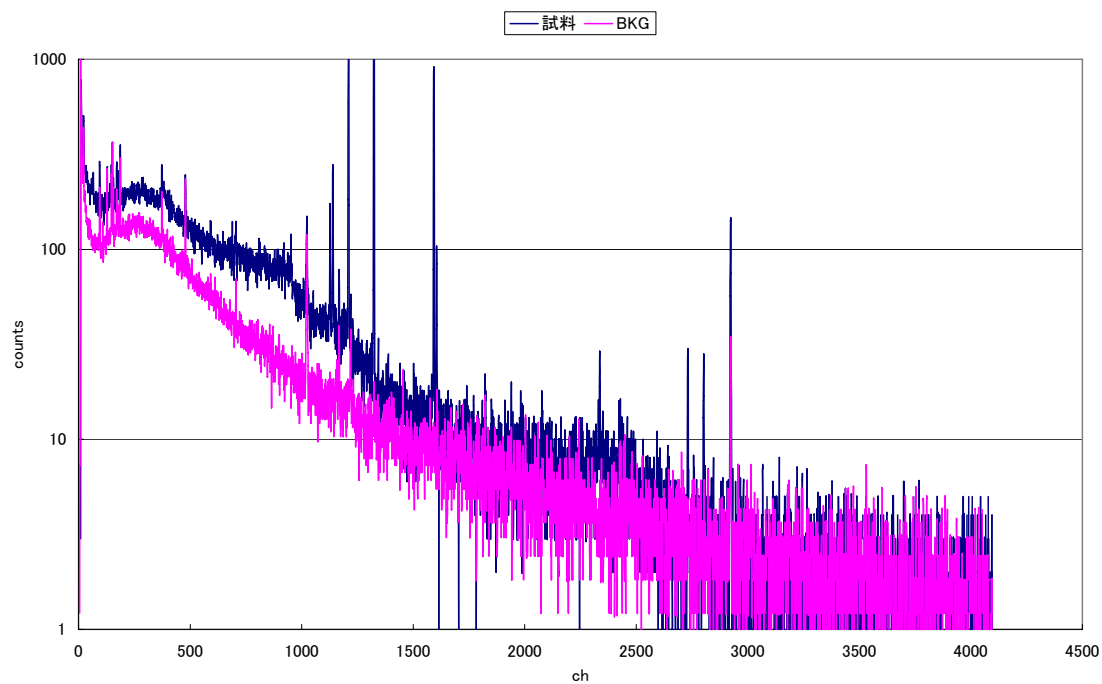
Cs-134 796 keV



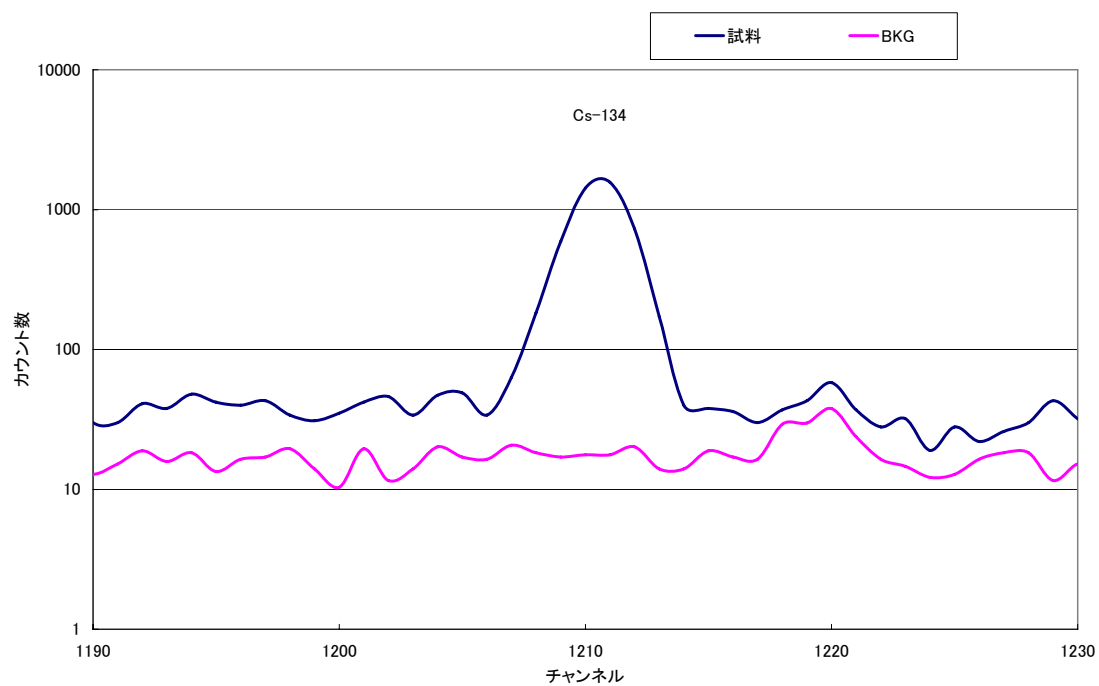
K-40 1460 keV



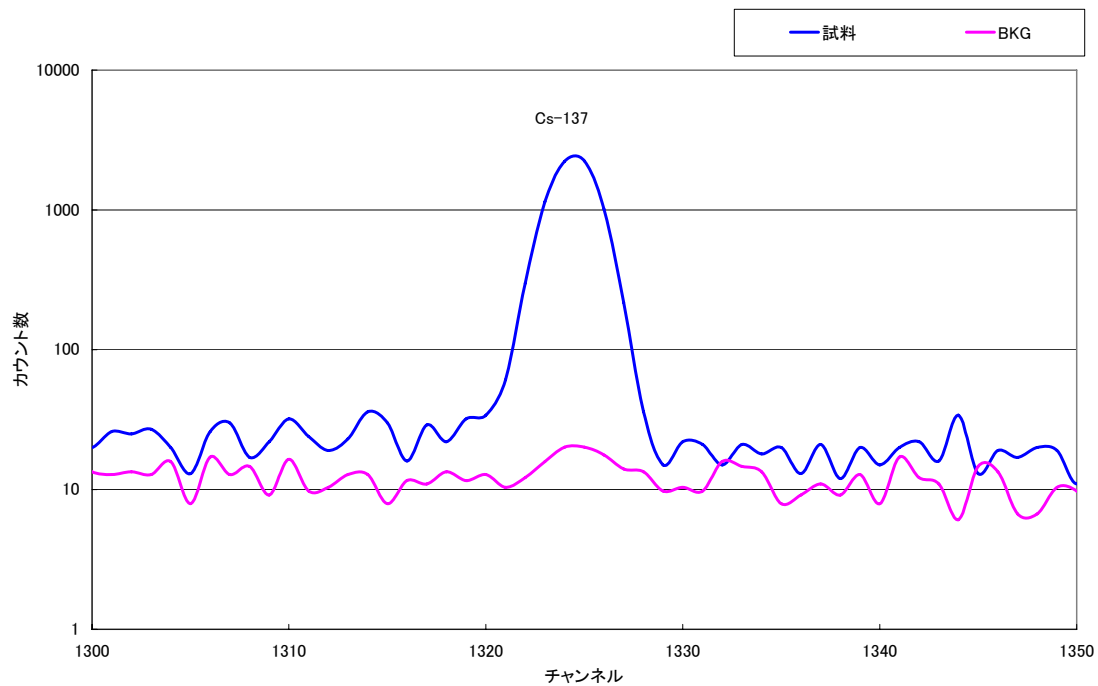
Lab 8 測定時間 試料あり : 43 878 s 試料なし : 72 000 s (43 878 s に換算表示)



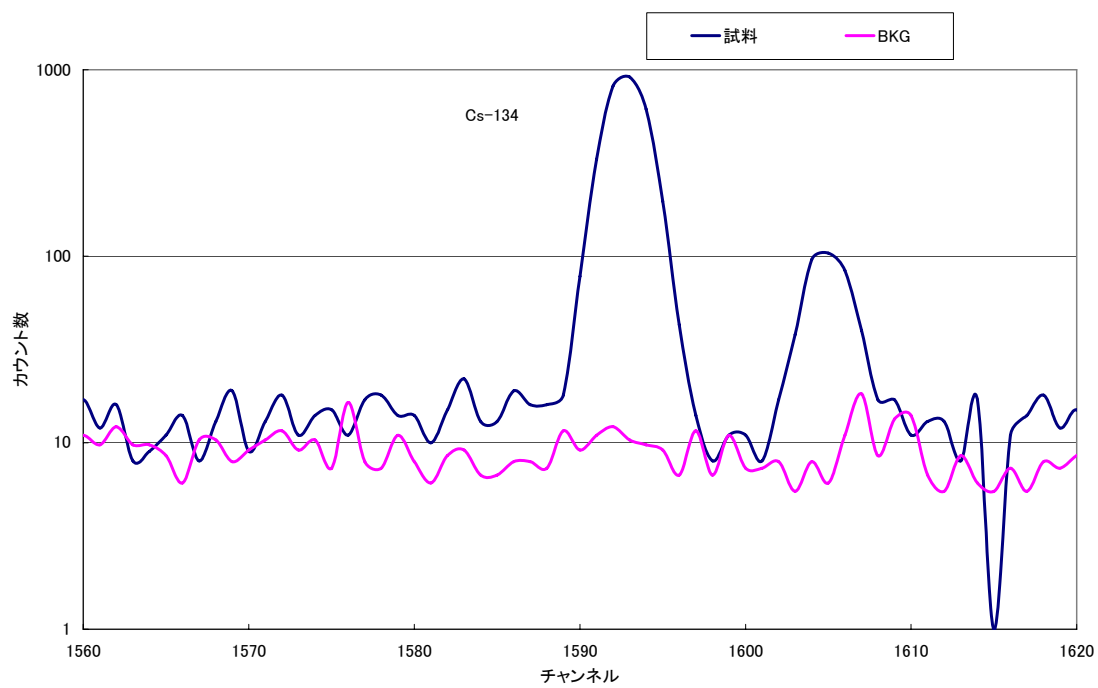
Cs-134 605 keV



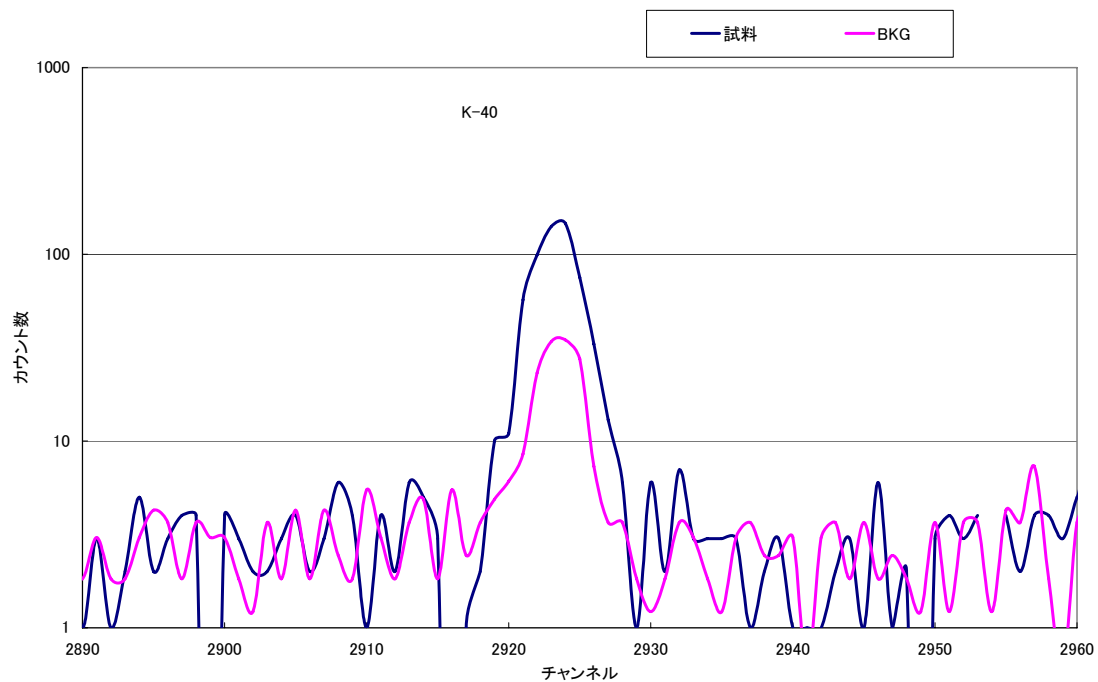
Cs-137 662 keV



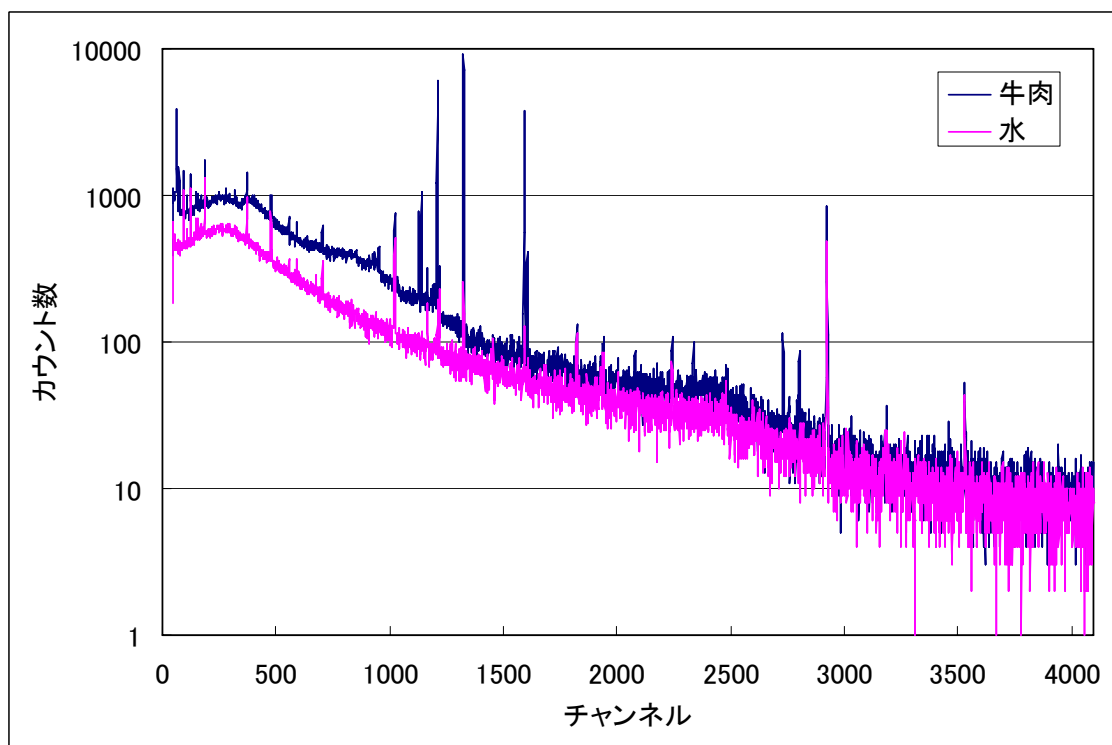
Cs-134 796 keV



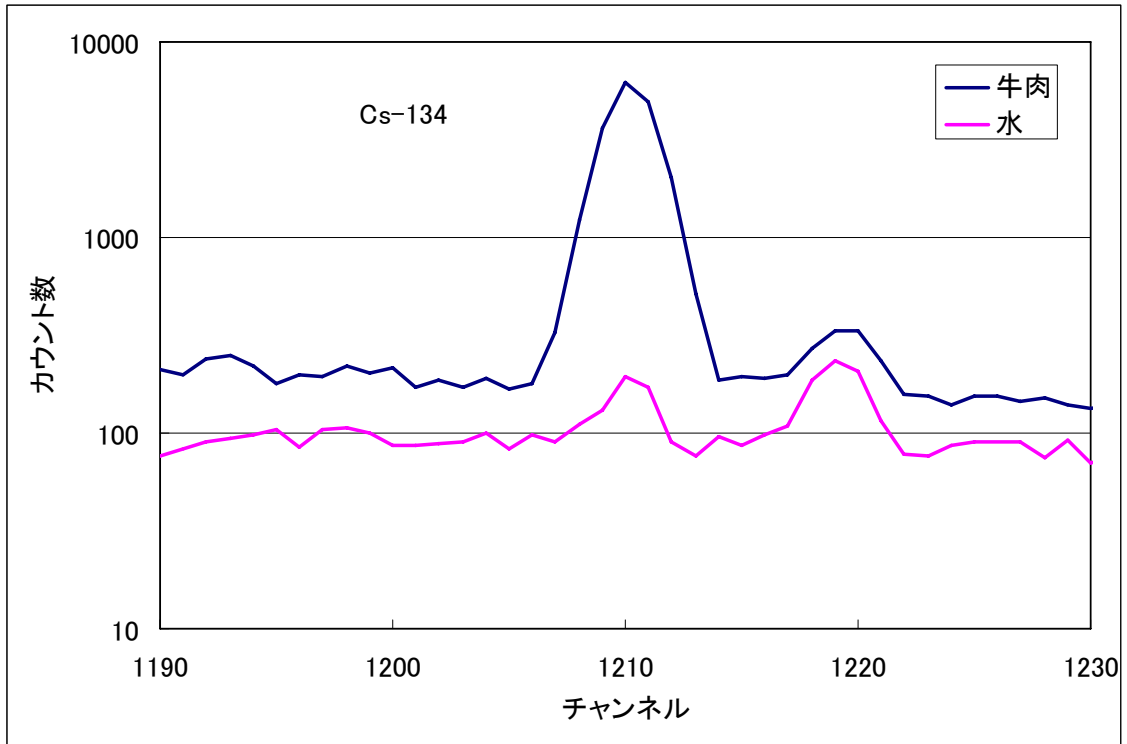
K-40 1460 keV



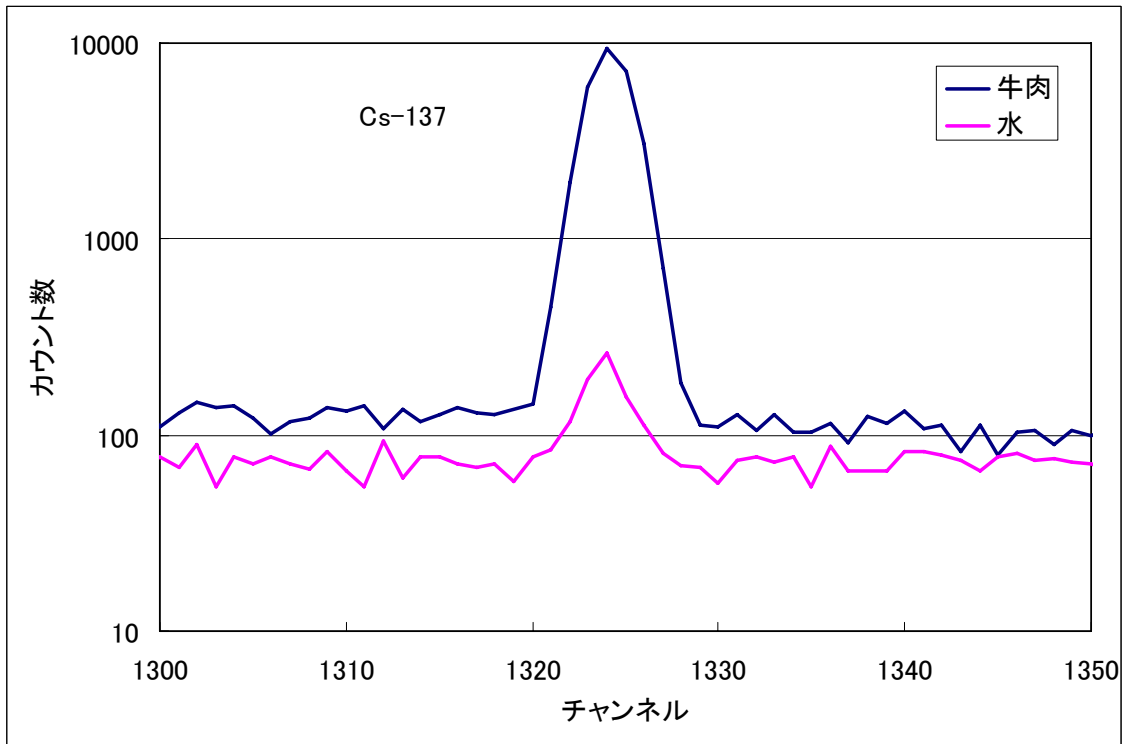
Lab 14 測定時間 試料あり : 180 177 s
試料なし : 170 598 s (換算せずに表示)



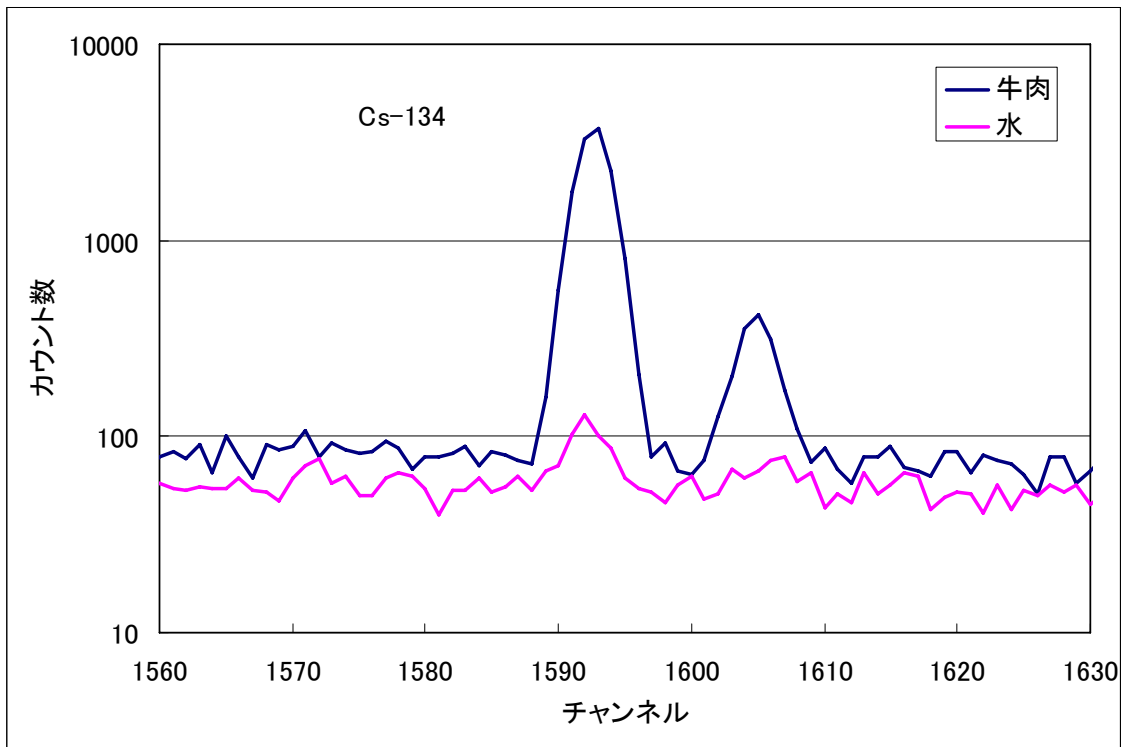
Cs-134 605 keV



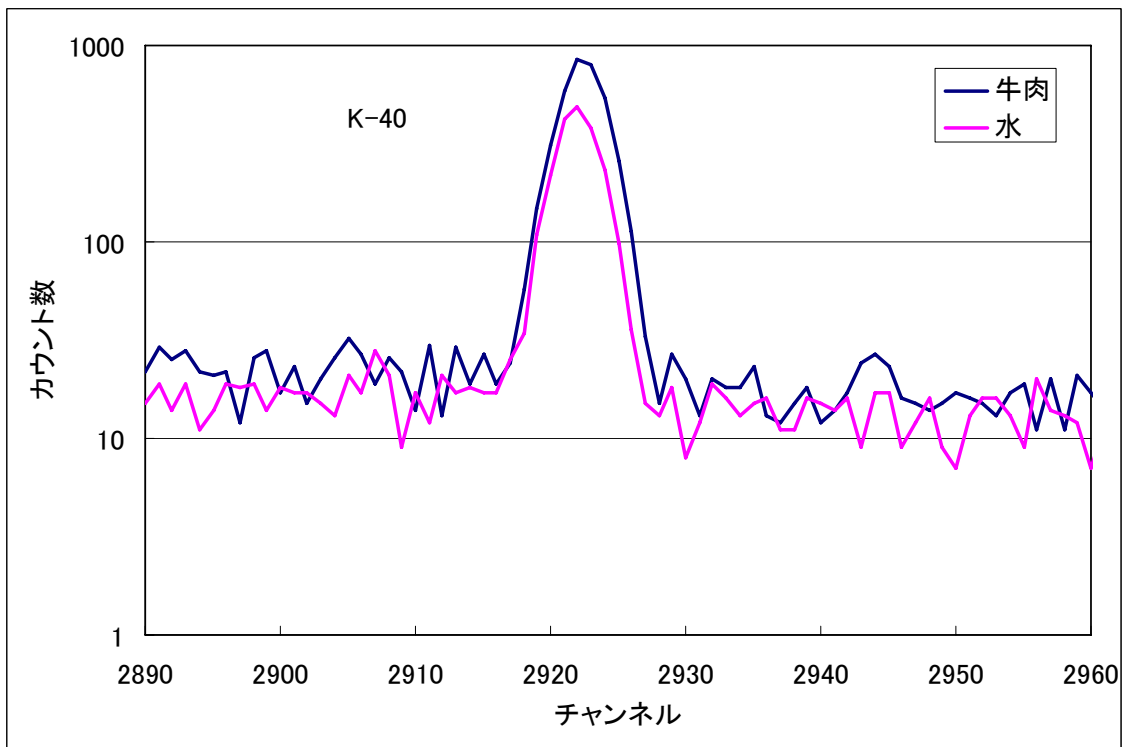
Cs-137 662 keV



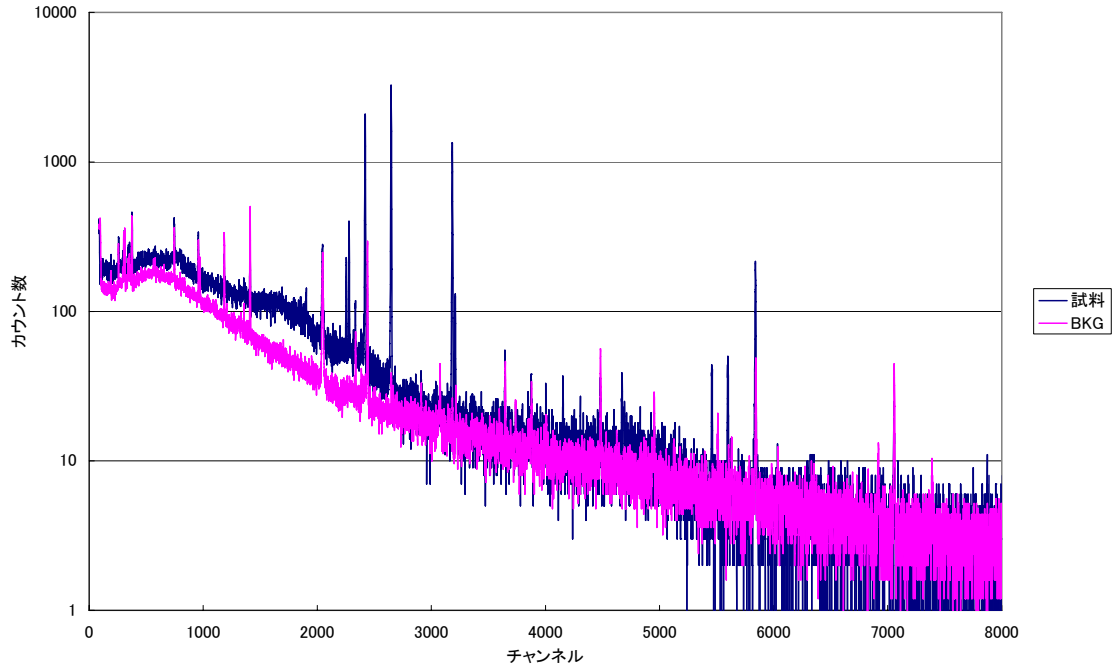
Cs-134 796 keV



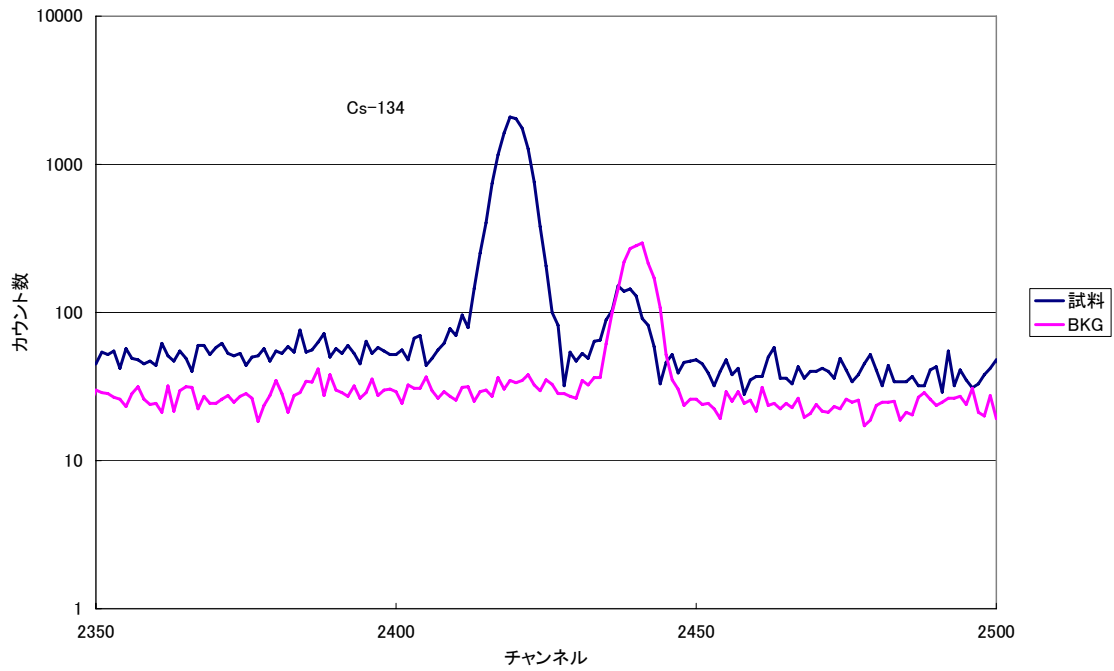
K-40 1460 keV



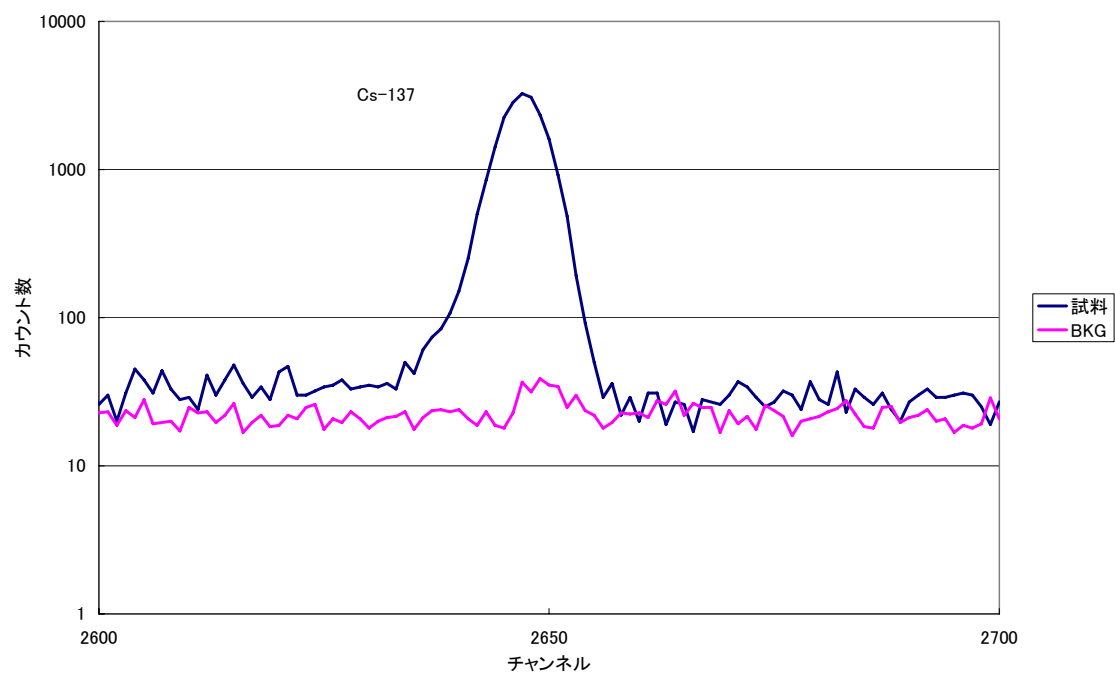
Lab 15 測定時間 試料あり : 79 117 s (2013-01-18)
試料なし : 198 047 s (79 117s に換算表示) (2013-01-27)



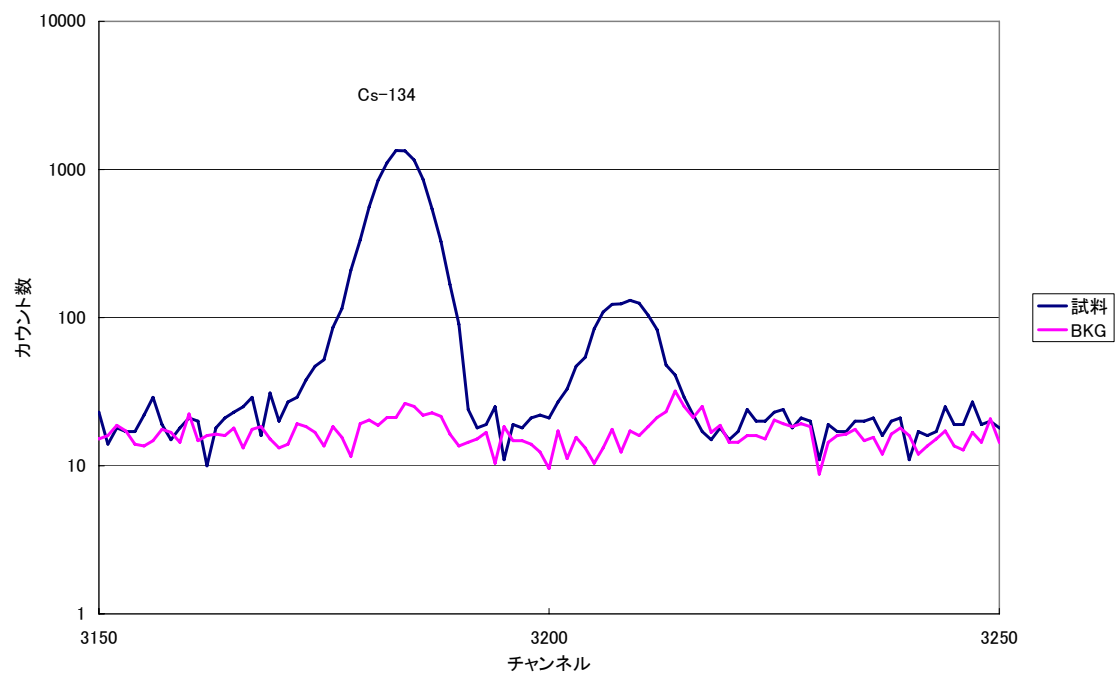
Cs-134 605 keV



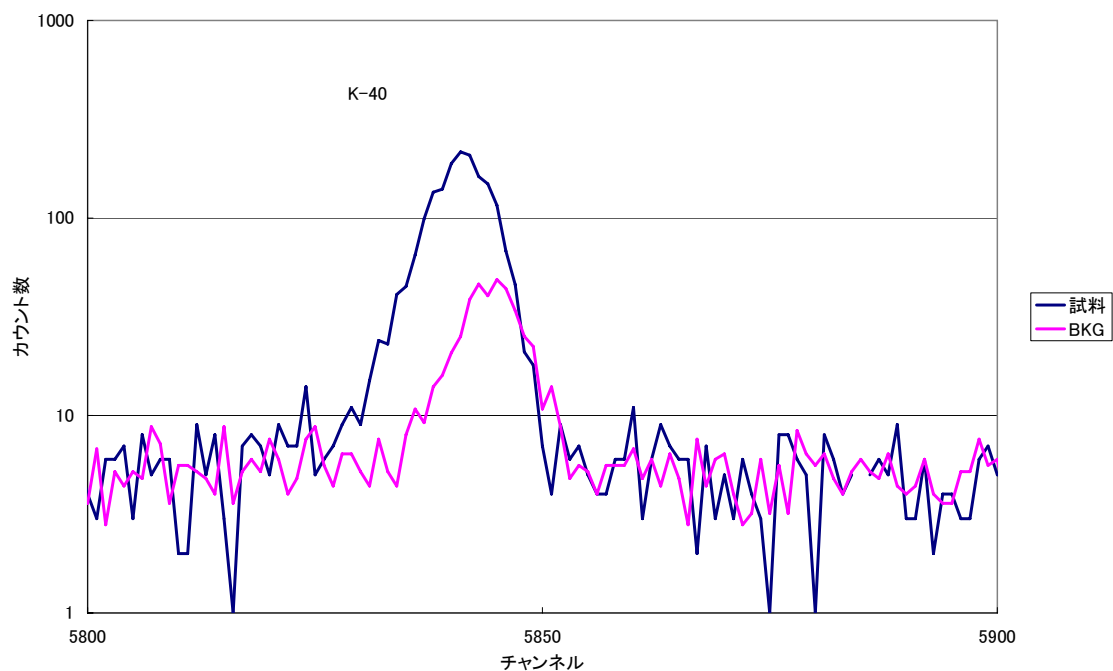
Cs-137 662 keV



Cs-134 796 keV



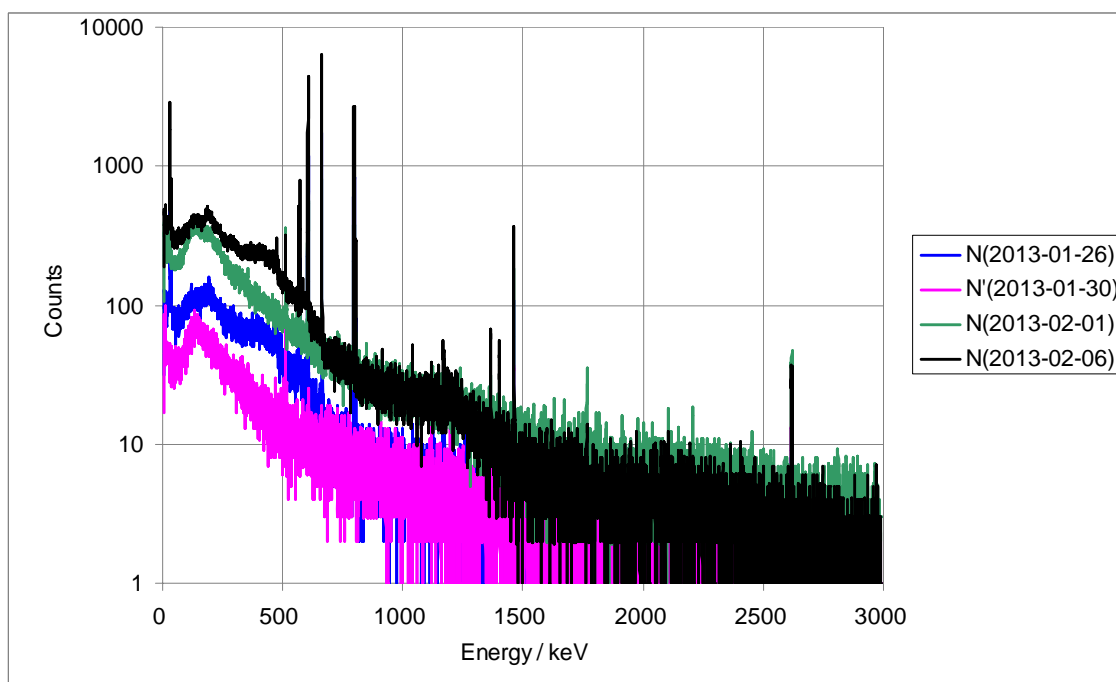
K-40 1460 keV



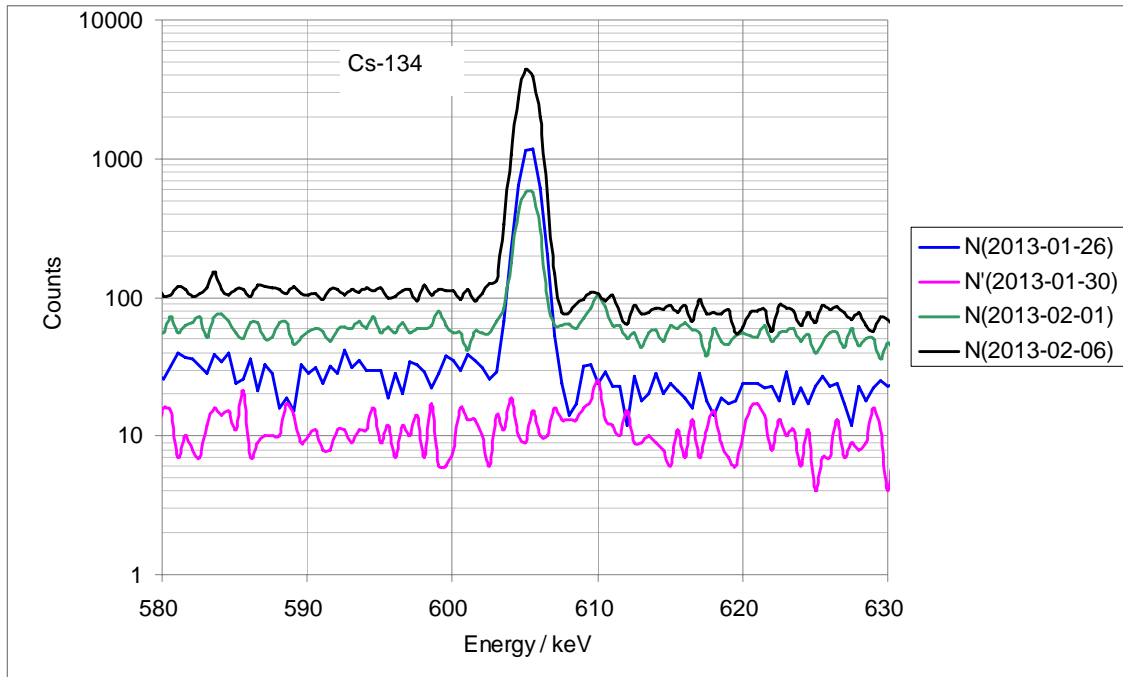
Lab 17 測定時間 N: 試料あり (3回測定分): 38 000 s, 222 881 s, 140 907 s

N': 試料なし: 49 594 s (換算せずに表示)

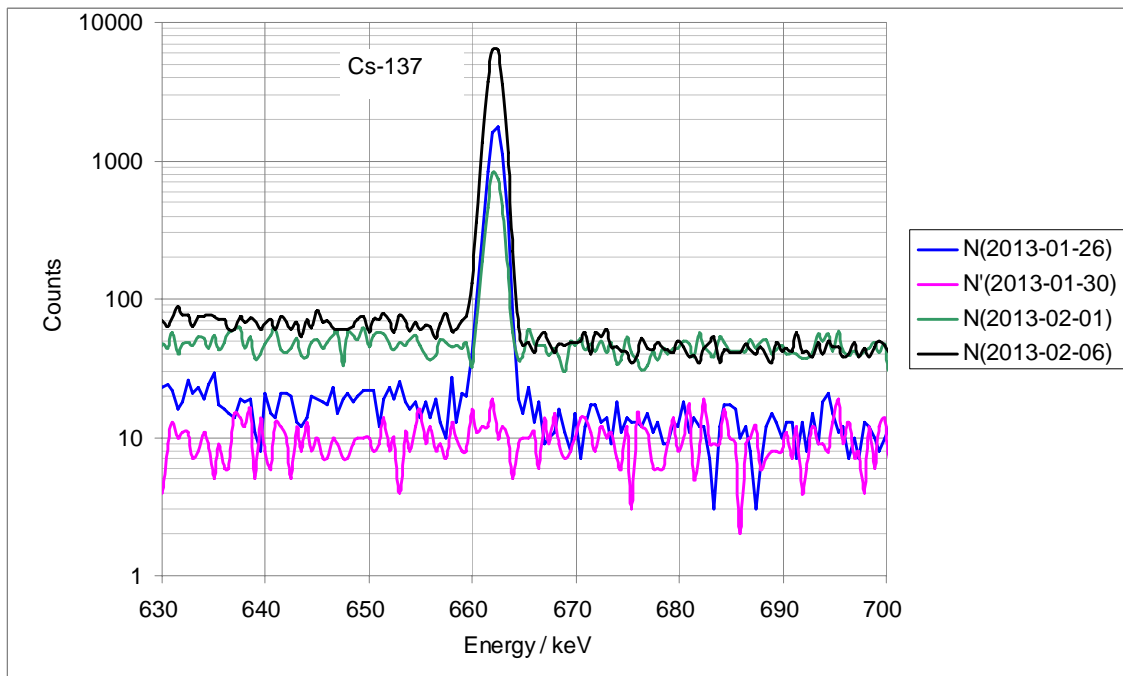
()内は測定日



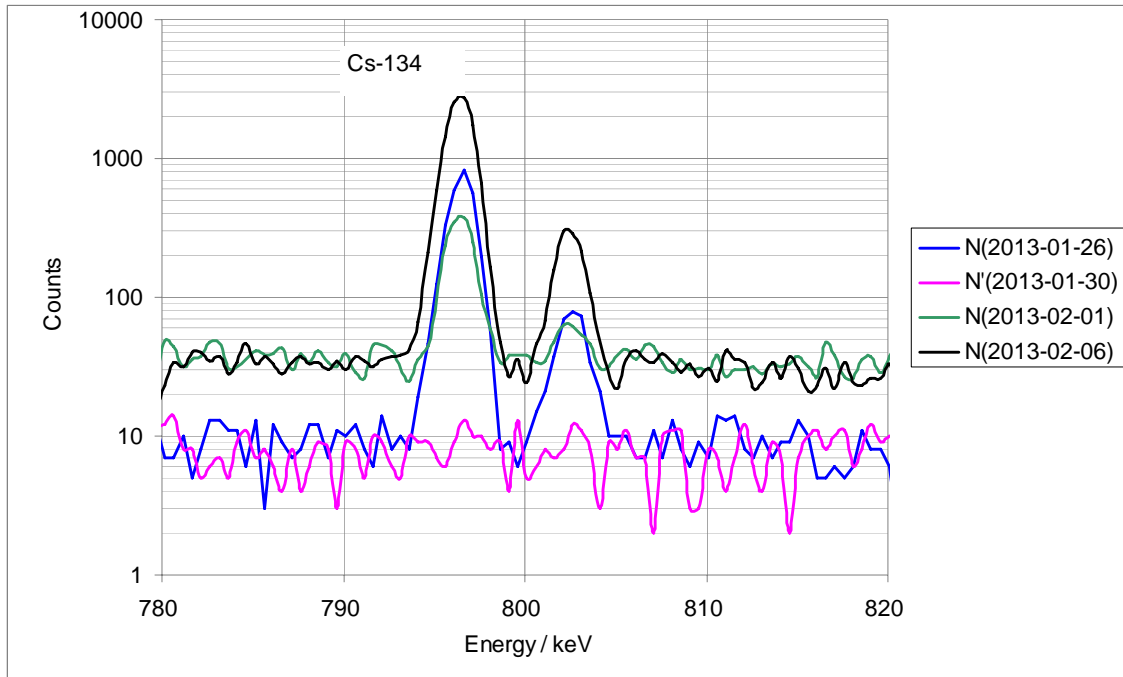
Cs-134 605 keV



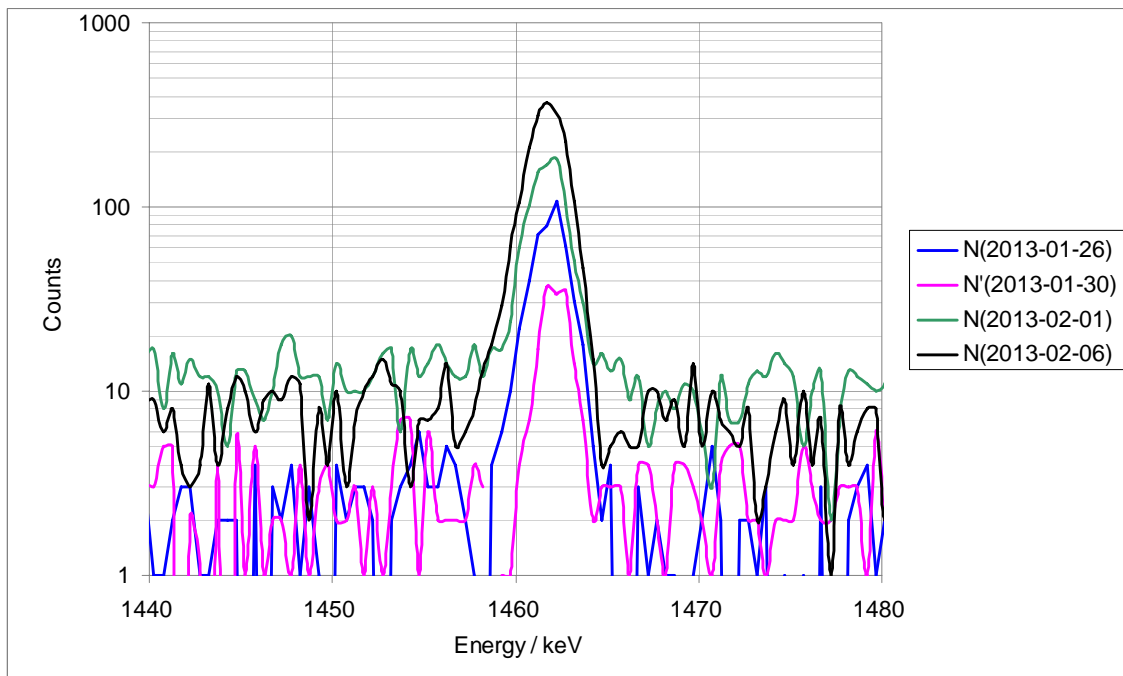
Cs-137 662 keV



Cs-134 796 keV



K-40 1460 keV



The Japan Society for Analytical Chemistry

日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material

JSAC 0751 (50 g, 100 mL 用)

JSAC 0752 (500 g, 1 L 用)

牛肉認証標準物質 (フレーク状)
放射能分析用

本標準物質は、セシウム 134 (^{134}Cs)、セシウム 137 (^{137}Cs)、カリウム 40 (^{40}K) の放射能濃度が認証されたフレーク状の牛肉試料で、JIS Q 0035 (ISO Guide 35) に規定される共同実験方式を用いて認証値を決定したものである。

γ 線スペクトロメトリーによる放射能分析、他の標準物質作製のための放射能分析の妥当性確認、測定器の精度管理などに用いることができる。

認証値 基準日時 (日本時間) 2012 年 11 月 19 日 0 時 0 分 0 秒

| 標準物質 番号 | 成分 | 放射能濃度 ^{注1)} Bq/kg | 拡張不確かさ ($k=2$) ^{注2)} Bq/kg | 室間再現 標準偏差 (SD) ^{注3)} Bq/kg |
|------------------------|-------------------|-------------------------------|---|--|
| JSAC 0751 JSAC 0752 | ^{134}Cs | 174 | 12 | 8.2 |
| | ^{137}Cs | 297 | 20 | 12 |
| | ^{40}K | 276 | 46 | 25 |

注1) 認証値は、135 °Cで2時間乾燥した後の質量をもとに計算している。

注2) 拡張不確かさは、合成標準不確かさに包含係数 $k=2$ を乗じたもので、信頼の水準約 95 %に相当する。

注3) 室間再現標準偏差は、認証値決定のために共同実験に参加した試験所の測定値の平均値を基準として求めた標準偏差である。

使用方法と使用上の注意

1. 本標準物質は放射能測定用の容器に詰めかえて用いる。ポリエチレン袋中の標準物質を適切な容器に移し、135 °Cで2時間乾燥する。JSAC 0751 及び JSAC 0752 は、原則それぞれ U8 容器及び 1L マリネリ容器に移し替えて測定する。

2. 本標準物質の調製時, 135 °C, 2時間の乾燥において約3%の質量減が認められた.
3. 測定容器に詰めかえる際は, あまり強く押し込まないように, 例えばJSAC 0751では40 g ~50 gを均質に充填する.
4. 測定容器に詰めた標準物質の質量は精確に測定し, 記録する.
5. 本標準物質は, 放射性核種を含むため取扱いに注意し, 廃棄の際には関連法規を遵守する.

保管上の注意及び認証値の安定性

本標準物質は, デシケータに入れて冷暗所に保管する.

日本分析化学会では定期的に安定性試験を行い, その結果から有効保存期間及び有効保存期限を決めて, 学会の会誌又はウェブサイト等に公表するので, 参照すること.

標準物質の調製方法及び均質性評価

放射能汚染のある牛肉試料を, ミートチョッパーを用いてミンチ状にした後, 凍結乾燥, 粉碎, 篩分け, 混合の後, 大小の二種類のポリエチレン袋に約50 g及び約500 gずつ小分けした. 最後に, 20 kGyの電子線照射による滅菌を行い候補標準物質とした.

均質性試験は12試料の放射能濃度の測定により実施された. 評価された均質性は合成標準不確かさに含めた.

認証値の決定方法

認証値は, 12試験所によるGe半導体検出器を用いた γ 線スペクトロメトリ^{文献1)}による共同実験結果をJIS Q 0035の手順に沿って統計的に処理して得られたものである. すなわち, 袋詰めした320個の試料から12個をランダムに抜き取り, 参加試験所に配付した. 認証値は12の報告値の平均値であり(棄却したデータはなかった.), 拡張不確かさは, 共同実験の平均値の標準不確かさ, 検出効率校正の標準不確かさ, 自己吸収補正に含まれるかたより, 均質性試験から推定された標準不確かさを合成して包含係数を乗じて算出した. また, 室間再現標準偏差(SD , 報告値の標準偏差に等しい.)を記載した.

共同実験の実施期間

共同実験は2013年1月から2月の間に行われた.

計量トレーサビリティ

測定器の校正には計量トレーサビリティが確保された手順が用いられた. すなわち, 国家標準へのトレーサビリティが取れた標準線源が用いられた. なお, 3試験所では ^{40}K についてKCl及びKOHの学術的データが用いられた. 詳細は開発成果報告書を参照のこと.

付記

本牛肉認証標準物質は, 独立行政法人科学技術振興機構による2012年度研究成果展開事業(先端計測分析技術・機器開発プログラム)として受託し, 開発されたものである. ただし, 当該委託費には, 認証した標準物質の保存・頒布等に要する費用(管理費を含む.)は含まれていない.

認証日付 2013年3月18日

認証値決定に協力した分析機関

東京都市大学原子力研究所
 明治大学理工学部
 東京大学アイソトープ総合センター
 (財)日本分析センター
 (公社)日本アイソトープ協会
 (独)放射線医学総合研究所
 (独)日本原子力研究開発機構
 (独)農業環境技術研究所
 (財)日本食品分析センター
 エヌエス環境株式会社
 株式会社環境総合テクノス
 日本ハム株式会社中央研究所
 以上 12 機関

生産及び頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会

調製・均質性試験機関 日本ハム株式会社 中央研究所(つくば市緑ヶ原 3-3)

認証責任者 公益社団法人 日本分析化学会
 標準物質委員会
 委員長 久保田 正明

作業委員会： 放射能標準物質作製委員会

| | 氏名 | 所属 |
|-----|--------|---------------|
| 委員長 | 平井 昭司 | 東京都市大学 |
| 委員 | 薬袋 佳孝 | 武蔵大学 |
| 委員 | 米澤 仲四郎 | (公財)日本国際問題研究所 |
| 委員 | 三浦 勉 | (独)産業技術総合研究所 |
| 委員 | 植松 慶生 | (公財)日本適合性認定協会 |
| 委員 | 岡田 章 | (株)テルム |
| 事務局 | 柿田 和俊 | (公社)日本分析化学会 |
| 事務局 | 小島 勇夫 | (公社)日本分析化学会 |

受託事業 放射能環境標準物質開発委員会

| | 氏 名 | 所 属 |
|--------|--------|----------------|
| リーダー | 薬袋 佳孝 | 武蔵大学 |
| サブリーダー | 岩本 浩 | 環境テクノス(株) |
| 委 員 | 米澤 仲四郎 | (公財)日本国際問題研究所 |
| 委 員 | 三浦 勉 | (独)産業技術総合研究所 |
| 委 員 | 渋川 雅美 | 埼玉大学大学院 |
| アドバイザー | 千葉 光一 | (独)産業技術総合研究所 |
| アドバイザー | 北村清司 | (財)日本分析センター |
| アドバイザー | 山田崇裕 | (公社)日本アイソトープ協会 |
| 事務局 | 柿田 和俊 | (公社)日本分析化学会 |
| 事務局 | 小島 勇夫 | (公社)日本分析化学会 |

文献1) 平成4年改訂 放射能測定シリーズ No.7「ゲルマニウム半導体検出器によるガンマ線スペクトロメトリー」

問合せ先

公益社団法人 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田1丁目26-2

五反田サンハイツ 304号

Tel. 03(3490)3351

Fax 03(3490)3572

ホームページ : <http://www.jsac.or.jp/srm/srm.html>

e-mail : crmpt@ml.jsac.or.jp