

# 第6章

## 固液分離法および懸濁態放射性Cs測定法

- 6. 1 吸引・加圧ろ過法
- 6. 2 カートリッジフィルター法
- 6. 3 積層型フィルター法

# 第6.1節

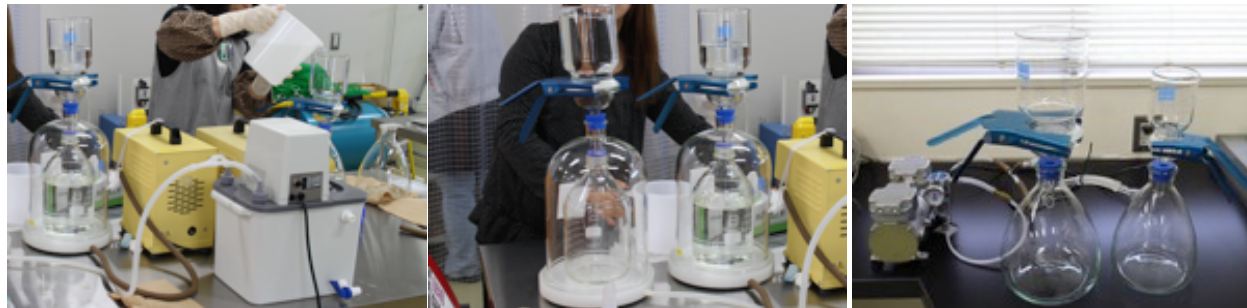
## 吸引・加圧ろ過法

技術資料「環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法」では、「4.2ろ過法」に説明されている。

- 吸引・加圧ろ過法は、水中の懸濁態放射性Csの回収・モニタリング手法である。
- 試料をろ過することでフィルター上に水中の懸濁物質を回収し、フィルターの放射性Cs濃度を測定できる。
- 吸引式または加圧式ろ過器を用いれば、ろ過時間を短縮することができる。
- ろ過装置によっては、調査地点でのろ過作業も可能であり、ろ過時のフィルター類はメンブレンフィルター、ガラスフィルター、カートリッジフィルターなど様々である。



- 共通資機材：フィルター、手袋、ろ紙用ピンセット、純水など



- 吸引式：吸引式ろ過器、ろ過鐘、ろ過瓶、吸引ポンプ、真空ポンプ等



- 加圧式：加圧式ろ過器，コンプレッサー、回転子等

# 操作手順（吸引式の概要）

1. 吸引式ろ過器のロート部分をろ過瓶（またはろ過鐘）に接続する。
2. 懸濁態回収用のフィルターをろ過器に装着しホルダーで固定する。吸引式ろ過器の種類によってガラス繊維濾紙とメンブレンフィルターを重ねてろ過することも可能である。
3. ろ過瓶と吸引ポンプ（または真空ポンプ）をチューブで接続する。
4. フィルターが損傷しないように注意しながら、試料をろ過器の上段に入れる。
5. フィルターの通りが悪くなったら、吸引ポンプを用いてろ過瓶の中を減圧させる。
6. フィルターを通過する流量を均等にすることは難しいので毎回圧力を固定してろ過する。
7. ろ過瓶の中に試料が多くなれば、吸引ポンプの電源を切り瓶の中の圧力を大気圧に戻し、ろ液を取り出す。
8. ろ過器上段の受け皿の試料量が半分以下になったら、試料を追加する。
9. ろ過が完了したらピンセットでフィルターを取り出す。

# 操作手順（加圧式の概要）

1. 懸濁態回収用のフィルターをインラインホルダーに装着し3つの蓋を閉め、インラインホルダーの空気抜き口と空気抜き用チューブで接続する。
2. 回転子をタンクに入れスターラーの上に乗せ、コンプレッサーをタンクに接続する。
3. 気体の出口を超えないように注意しながら試料をタンク入れて蓋を閉める。
4. スターラーの電源を入れて回転子を回しタンク内の試料を攪拌させる。
5. タンクの圧力計レギュレーターを回しタンク内の圧力を少し高くしてからタンクのバルブを少し開けて試料をインラインホルダー側に送る。
6. 空気抜き用チューブに試料または蒸留水を少量入れてからインラインホルダーの空気抜き用のバルブを少し開けてチューブ内の空気を抜く。
7. タンクのバルブを全開にして、圧力計レギュレーターを回し設定圧力に調整する。試料をろ過する際に流量を一定にすることは難しいので毎回同じ圧力に設定する。
8. 1次側チューブに試料がないことを確認できれば加圧タンク内には試料がないので、加圧タンクの圧力を下げ、すべてのバルブを閉める。
9. 試料をさらにろ過する場合はタンクに試料を追加し、手順通りにろ過する。
10. ろ過が完了したらピンセットでフィルターを取り出す。

# 操作手順（吸引式の画像付）



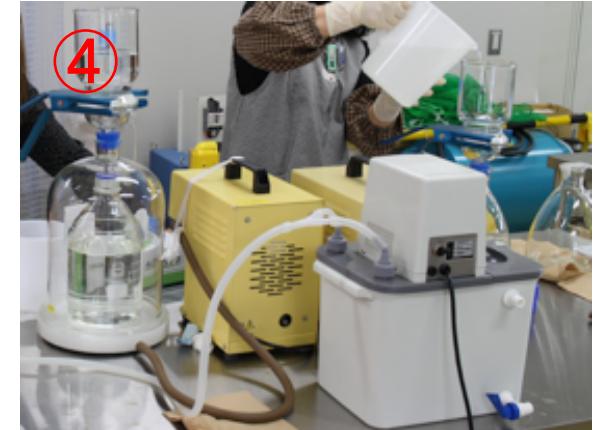
① ロートをろ過瓶に装着する



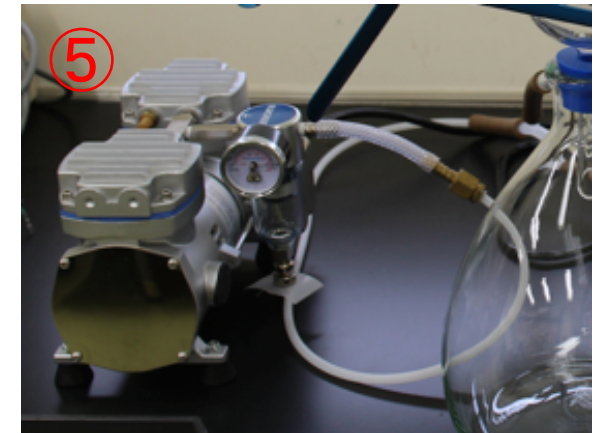
② フィルターを装着し固定する



③ ろ過瓶と吸引ポンプをチューブで接続する



④ 試料をろ過器の上段に入れる



⑤ ろ過瓶の中を減圧させる

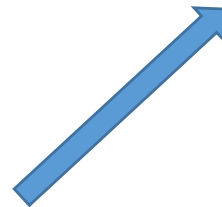
# 操作手順（吸引式の画像付）



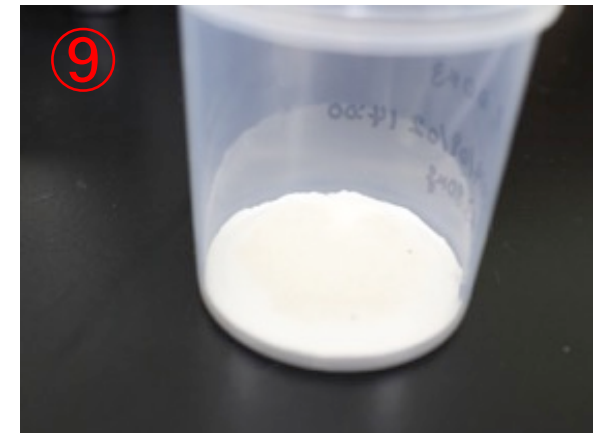
⑥ 試料を追加する



⑦ ろ過瓶のろ液を取り出す



⑧ ピンセットでフィルターを取り出す



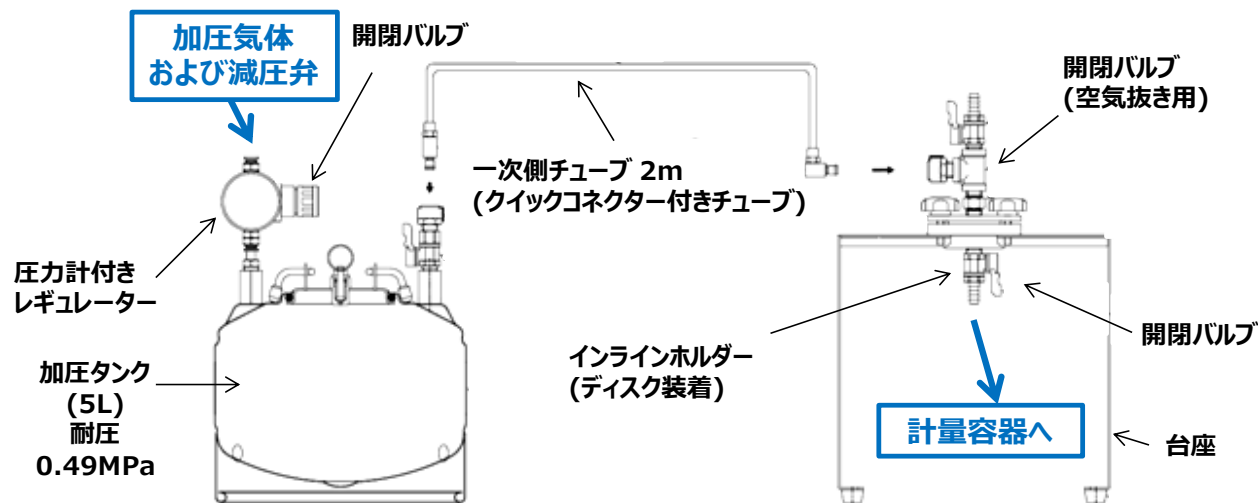
⑨ U8容器に入れて測定試料とする



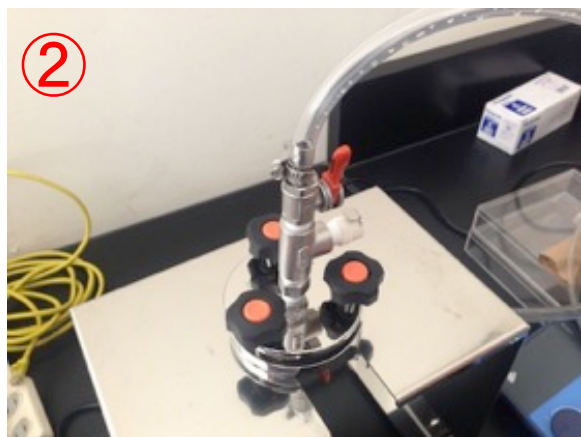
# 操作手順(加圧式の画像付)



①フィルターの装着



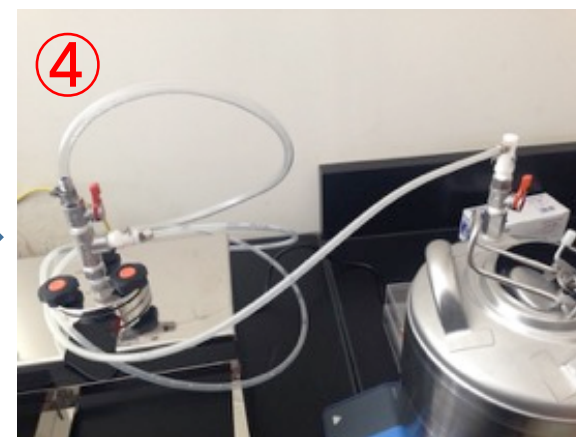
加圧式ろ過器の例(3M製, 900DSA-P1)



②空気抜きチューブを接続する



③加圧タンクを  
スターラーに乗せる

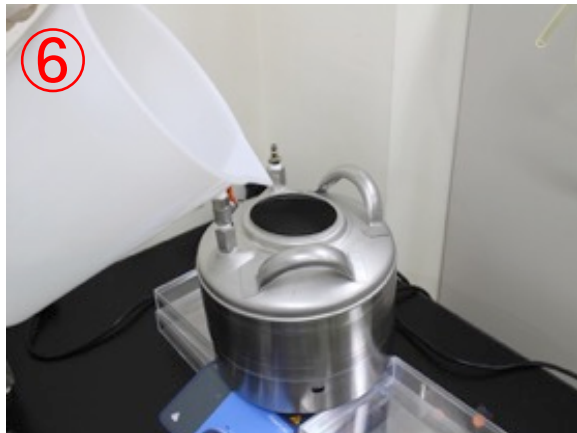


④加圧タンクとインライン  
ホルダーを接続する

# 操作手順（加圧式の画像付）



⑤コンプレッサーと  
加圧タンクを接続する



⑥加圧タンクに試料を入れて  
蓋を閉める



⑦加圧タンクの圧力を  
少し高め試料を送る



⑧ インラインホルダー内の  
空気を抜く



⑨ 設定圧力に調整する

# 操作手順（加圧式の画像付）



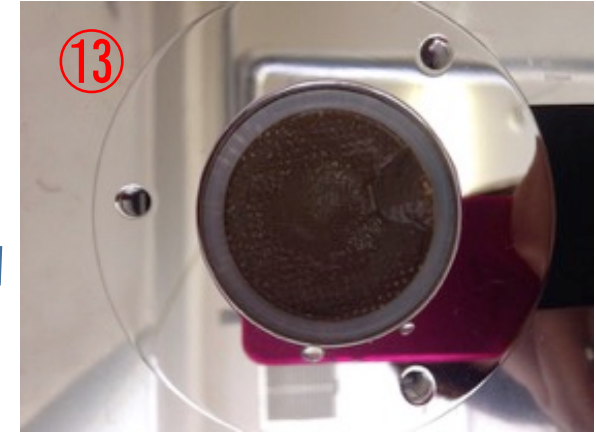
⑩ バルブを全開しろ過を開始する



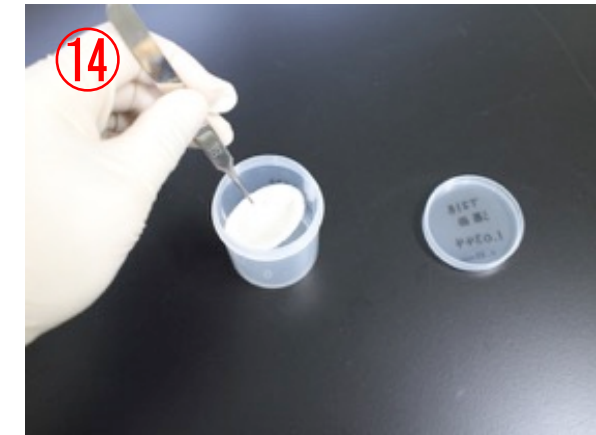
⑪ チューブに試料がないことを確認する



⑫ 圧力を下げ、すべてのバルブを閉じる



⑬ インラインホルダーの蓋を開ける



⑭ ピンセットでU8容器に入れて測定試料とする



47mm以外のサイズを用いた場合、均一に切断して、測定試料とする。

## 懸濁態放射性セシウム濃度

$$= \frac{\text{分析結果 ( Bq/kg )} \times \text{分析時の重量 ( kg )}{\text{ろ過前の水量 ( kg )}$$

1. 固液分離の基準となるフィルターの孔径を例えば0.45  $\mu\text{m}$ とした場合、試料の濁りによっては、すぐにろ過ができなくなることがある。この場合、より孔径の大きいフィルターでろ過してから孔径0.45  $\mu\text{m}$ でろ過すると良い。
2. 直径47 mm以外のフィルターでろ過し、はさみで切断する際には、細断されたフィルター片の塊を均質な一つの試料として取り扱うことが可能となるように、注意しながら切断する必要がある。
3. ろ過器によっては、ガラス繊維ろ紙とメンブレンフィルターを重ねてろ過することができる。
4. Advantec社製のフィルターホルダー(KGS-90)は、3つの部品から成るが、購入時の3つのセットを維持して使用すること。他のセットと部品を交換すると、ろ過時の水漏れの原因となりうる。
5. 3M社の加圧式ろ過器は、5 L以下の試料を用いることが推奨されている。また、濁りによっては1次側のチューブが懸濁物質で詰まることもあるので、濁度が高い試料は減圧式が効率的である。
6. 吸引式ろ過器の目皿がガラス製の場合、環境水は影響が少ないが、放射性Cs単体に近い場合は、目皿に吸着する可能性がある。
7. 懸濁物質の捕捉重量を精度良く求めるためには、ろ過処理前とろ過処理後の乾燥温度・時間をなるべく揃えた方が良い。

Momo Kurihara, 他26名, Repeatability and reproducibility of measurements of low dissolved radiocesium concentrations in freshwater using different pre-concentration methods, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 2019  
<http://dx.doi.org/10.1007/s10967-019-06696-2>

Moono Shin, 他6名, Behavior of radiocesium in decontaminated paddy fields in Fukushima Prefecture, Japan, Paddy and Water Environment, 2019  
<http://dx.doi.org/10.1007/s10333-019-00694-6>

保高徹生, 他24名 (2017) 陸水中における微量溶存態放射性セシウムの濃縮法の比較, 分析化学, 66(4), 299-307.

水中の放射性セシウムのモニタリング手法に関する技術資料検討委員会 (2015) 環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法  
[http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep\\_Cs\\_Monitoring\\_Water.pdf](http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep_Cs_Monitoring_Water.pdf)

藤村恵人, 他3名 (2013) 固相抽出ディスクを用いた農業用水の放射性セシウム濃度測定, RADIOISOTOPES, 62-11, 841-845

# 第6.2節

## カートリッジフィルター法

技術資料「環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法」では、「**4.3カートリッジフィルター法**」に説明されている。

- カートリッジフィルター法は、比較的容量の大きいカートリッジ型フィルターをろ過装置に取り付けることでろ過処理を行うものである。
- デプス型やプリーツ型など、ろ過精度や処理効率に合わせて多種の製品が市販されている。
- カートリッジフィルターを設置するためのフィルターハウジング装置、および送水装置(ポンプ等)を別途用意する必要がある。
- 懸濁態Csの分析を行う場合、前処理としてカートリッジフィルターの破碎および分解物の規定容器(U-8等)への充填、あるいは非破壊測定におけるジオメトリ補正係数の同定が必要である。

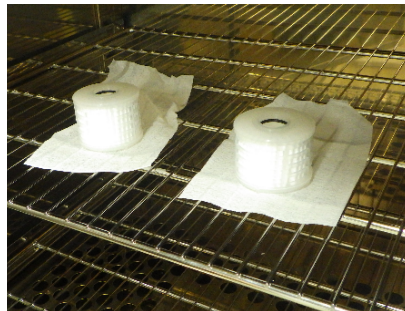
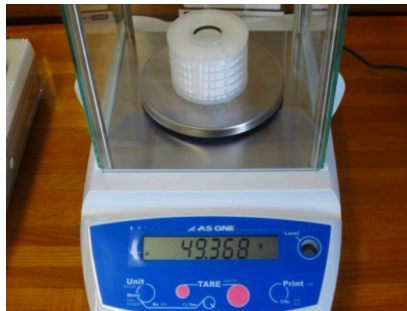
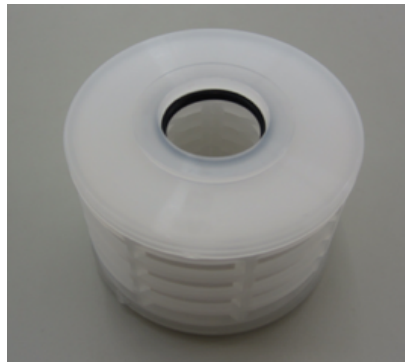


## 現場

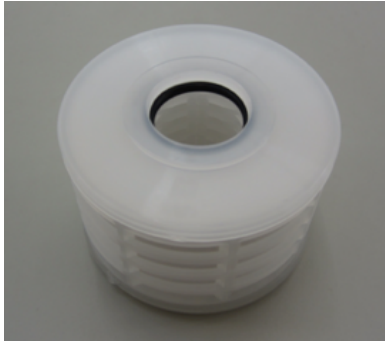
- フィルターハウジング
- 送液チューブ
- ストレーナ(粗大な夾雑物が混入している場合)
- ポンプ(ペリスタルティック式等の送液ポンプが望ましい)
- 電源

## 実験室

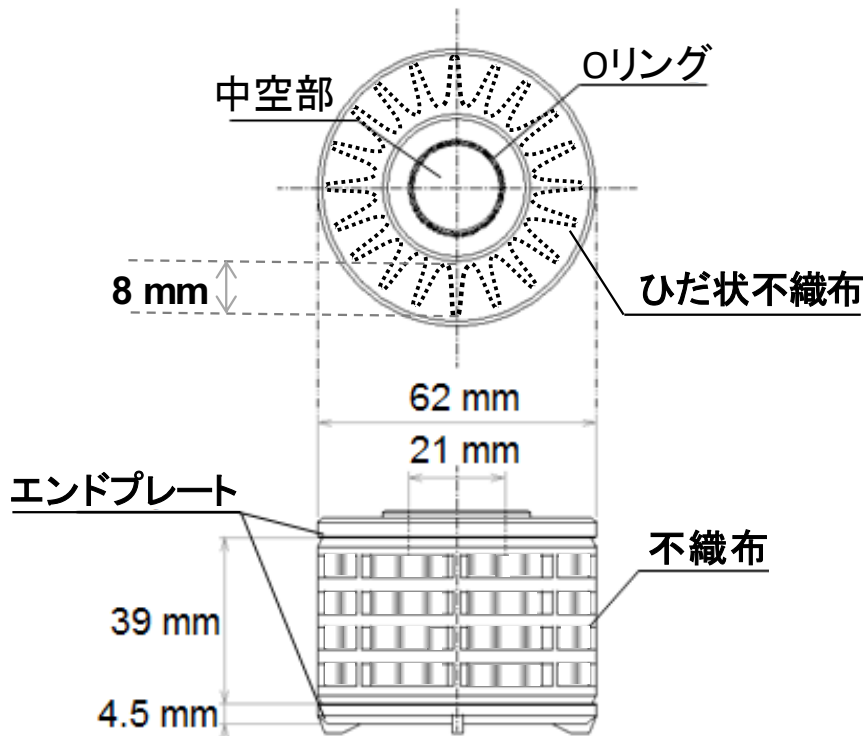
- 重量計
- 乾燥炉



# RP13-011の構造

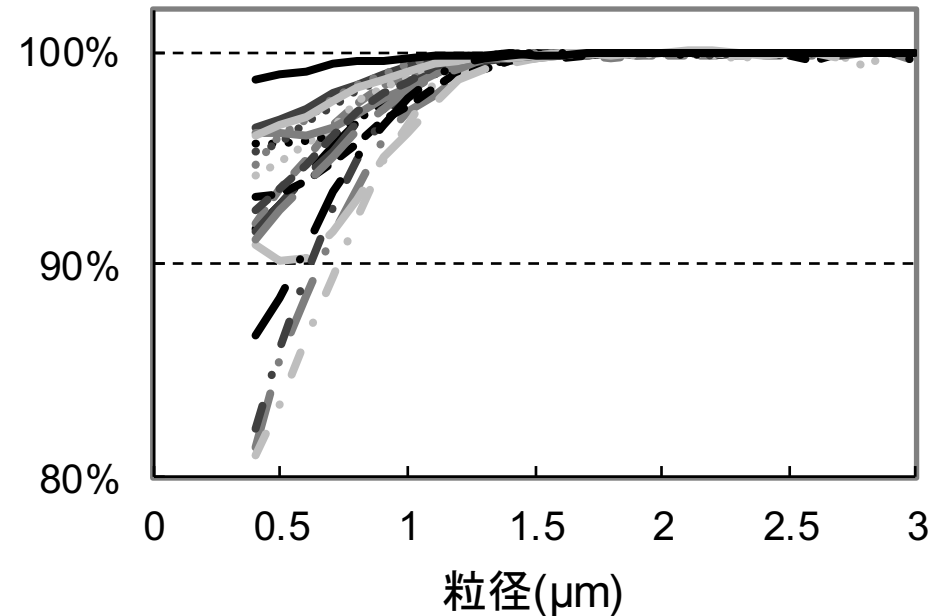


Tsuji et al.(2015)より引用



カートリッジフィルターの構造

カートリッジフィルタ  
による回収率

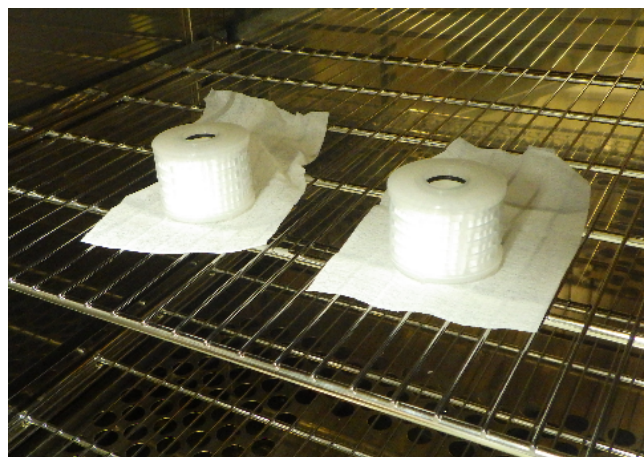


懸濁物質の粒径とカートリッジ  
フィルターによる回収率の関係

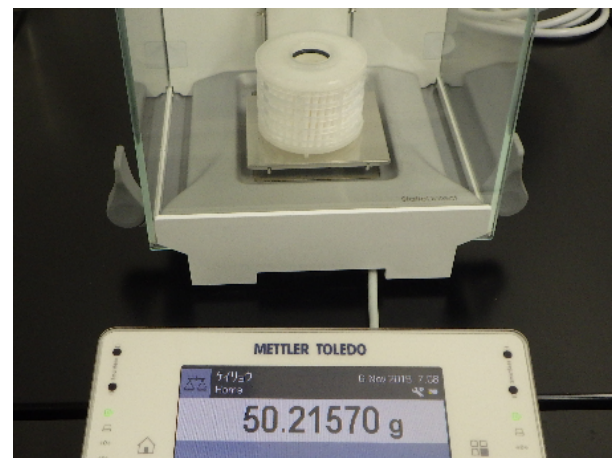
# 操作手順(概要)

1. 未使用のカートリッジフィルターを約95°C<sup>(注1)</sup>で48時間程度乾燥し、重量測定<sup>(注2)</sup>を行う。
2. カートリッジフィルターをフィルターハウジングに装着する<sup>(注3)</sup>。ハウジングを含め、通水部分に水漏れが生じないかを確認する。
3. 試料水の重量を測定する。
4. 給水側のチューブを試料水が入った容器に挿入してポンプを稼動し、フィルターハウジングに通水する。
5. 容器をよく攪拌し、容器の底に沈殿した懸濁物がチューブに流れるようにする。水がなくなったら蒸留水等を加え<sup>(注4)</sup>、壁面に付着した懸濁物質を洗い流し、なるべく通水するようにする。
6. 通水前後の容器重量の差、または流量計による通過流体量から通水量を算定する。
7. ハウジングからカートリッジフィルターを取り出し、回収した懸濁物質がこぼれないように、中央部の穴をキャップ等で塞ぐ。

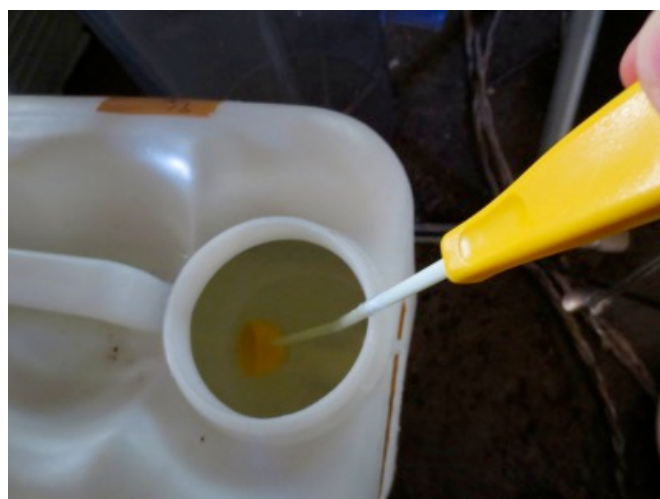
# 操作手順(画像付)



① カートリッジフィルターをオーブンで乾燥する。



② 乾燥重量を測定する。

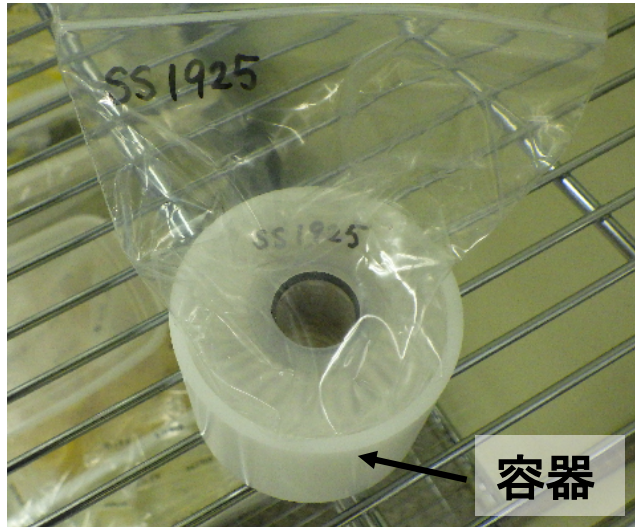


④ タンクの水を攪拌し、懸濁物質が容器底に溜まらないように注意する。

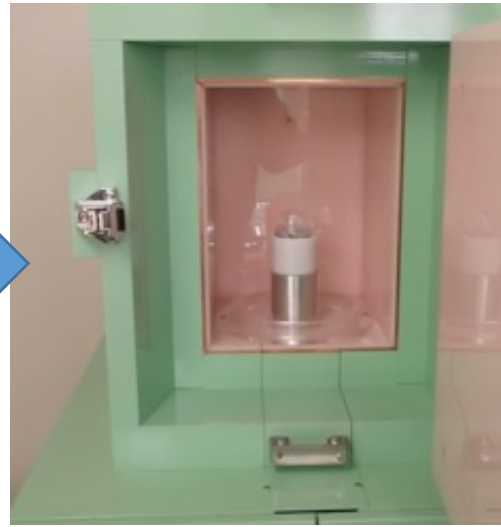


③ カートリッジフィルターをハウジングに装着し、通水を開始する。

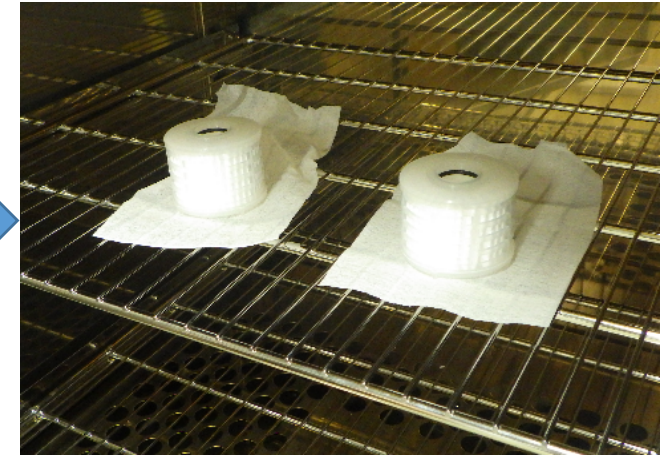
# 解析方法(非破壊検出)



検体を容器に封入



検出器で放射性核種の測定



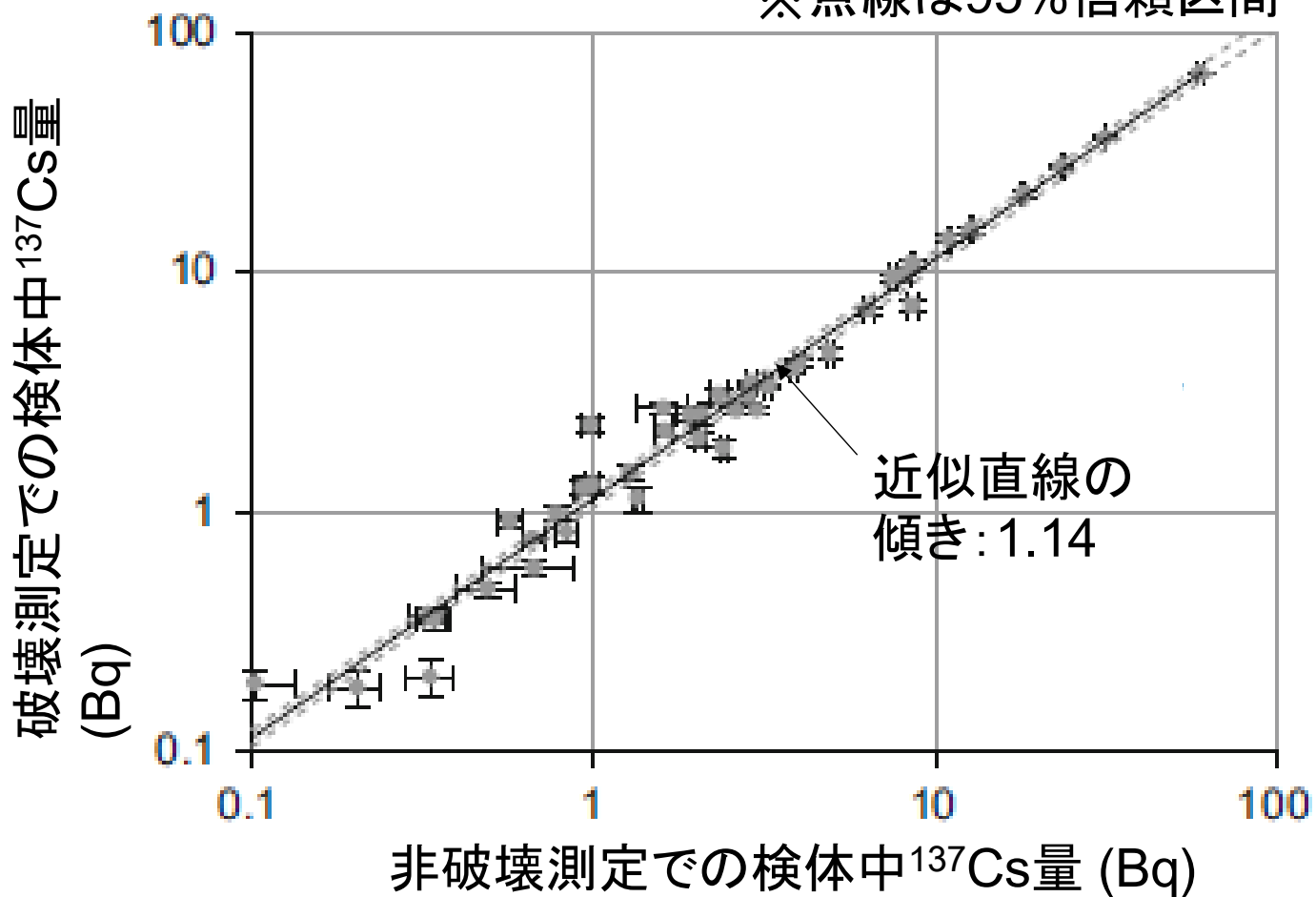
乾燥重量を測定し、  
捕捉懸濁物質の重量を  
算定する

水中懸濁態放射性Cs濃度 (Bq/kg) = 測定結果 (Bq/kg) × 検体重量 (kg)  
× [ジオメトリ補正係数: 1.14] / 水試料重量 (kg)

懸濁物質単位重量あたりの放射性Cs濃度 (Bq/kg)  
= 測定結果 (Bq/kg) × 分析検体の重量 (kg)  
× [ジオメトリ補正係数: 1.14] / カートリッジフィルターの乾燥重量増加 (kg)

Tsuji et al.(2015)より引用

※点線は95%信頼区間



1. カートリッジフィルターの放射能分析時までにはフィルタカバー部のプラスチックが破損し重量が変化してしまうと懸濁物質の重量測定が困難になるため、十分に気をつける。
2. 通水処理後、カートリッジフィルター中央部の穴に多くの懸濁物質が残存した状態で放射性Csを測定すると、ジオメトリ補正係数が推奨値の1.14から乖離してしまう可能性があるため、これらの残存懸濁物質は別途容器に封入するなどして放射性Cs濃度を測ることを推奨する。

Tsuji H., Kondo Y., Suzuki Y., Yasutaka T. (2014) Development of a method for rapid and simultaneous monitoring of particulate and dissolved radiocesium in water with nonwoven fabric cartridge filters. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 299(1), 139-147. <http://dx.doi.org/10.1007/s10967-013-2735-0>

Tsuji H., Kondo Y., Kawashima S., Yasutaka T. (2015) Non-destructive detection of particulate radiocesium using a non-woven fabric cartridge filter for rapid preprocessing. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 303(3), 1803-1810. <http://dx.doi.org/10.1007/s10967-014-3800-z>

水中の放射性セシウムのモニタリング手法に関する技術資料検討委員会(2015)環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法  
[http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep\\_Cs\\_Monitoring\\_Water.pdf](http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep_Cs_Monitoring_Water.pdf)

産業技術総合研究所, 水中の放射性セシウム回収システム「迅速くん」操作マニュアル  
<https://staff.aist.go.jp/t.yasutaka/CsPBwater/images/ZnC-MoniM.ver3.5.pdf>

産業技術総合研究所, 水中の放射性セシウム回収システム「迅速くん」操作マニュアル～カートリッジ分析編～  
<https://staff.aist.go.jp/t.yasutaka/CsPBwater/images/ZnC-AnalM.ver3.5.pdf>



# 第6.3節

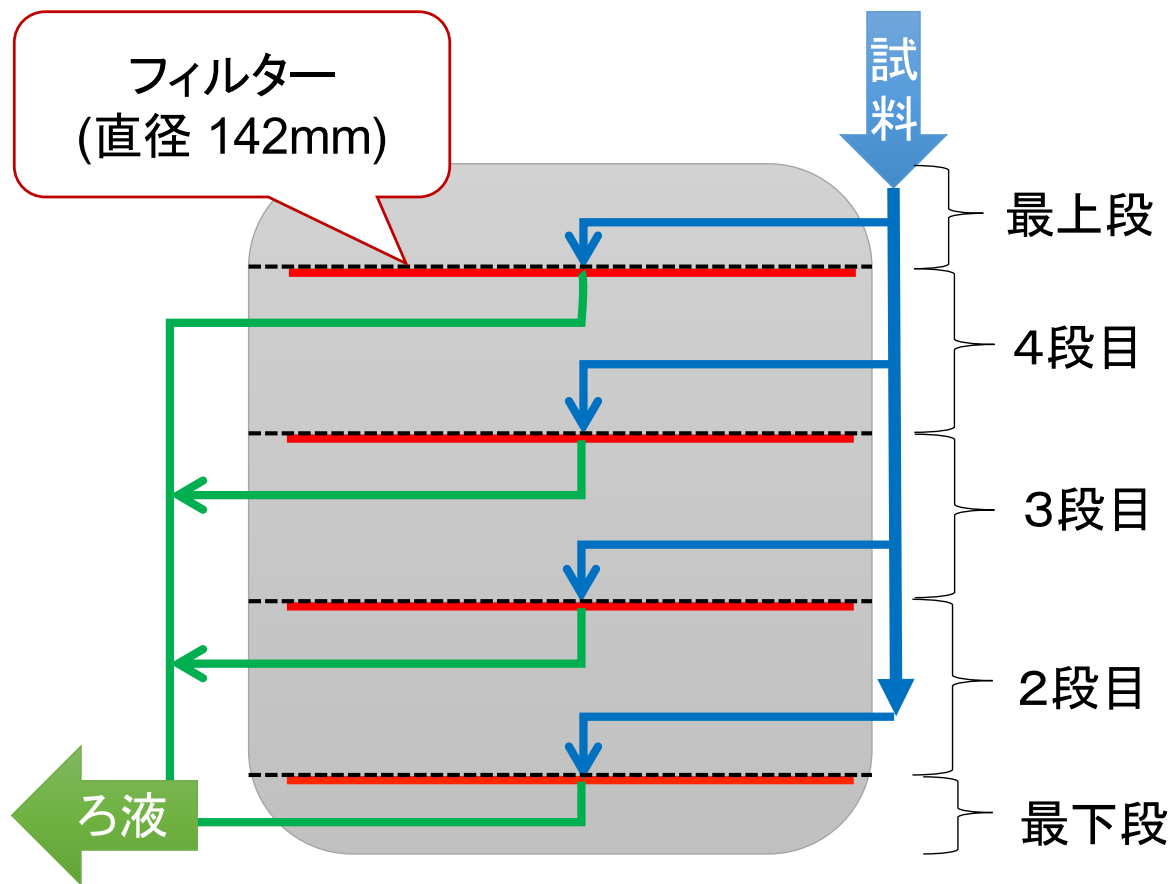
## 積層型フィルター法

技術資料「環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法」では、「**4.5多段式フィルター法**」に説明されている。

- ❑ ウクライナ水文気象研究所(UHMI)とロシアの研究機関(SPA, Typhoon)が、大量の河川水の放射性セシウム濃度を形態別に測定するために開発した手法。
- ❑ 福島大学環境放射能研究所が改良型を開発し、特許を取得している。以下、この改良型の特徴について記載する。
- ❑ 直径142mmのフィルターを並列に接続できる。試料の懸濁物質量に応じてフィルターの枚数を調整可能。
- ❑ 積層型ろ過装置へのフィルターの装着時のミスによる水漏れに注意が必要だが、習熟が必要な作業は少ない。
- ❑ フィルターに付着した懸濁態試料の重量測定方法を慎重に検討すること。懸濁態Cs濃度(Bq/kg-ss-dry)を算出する際に大きな誤差の原因となりうる。

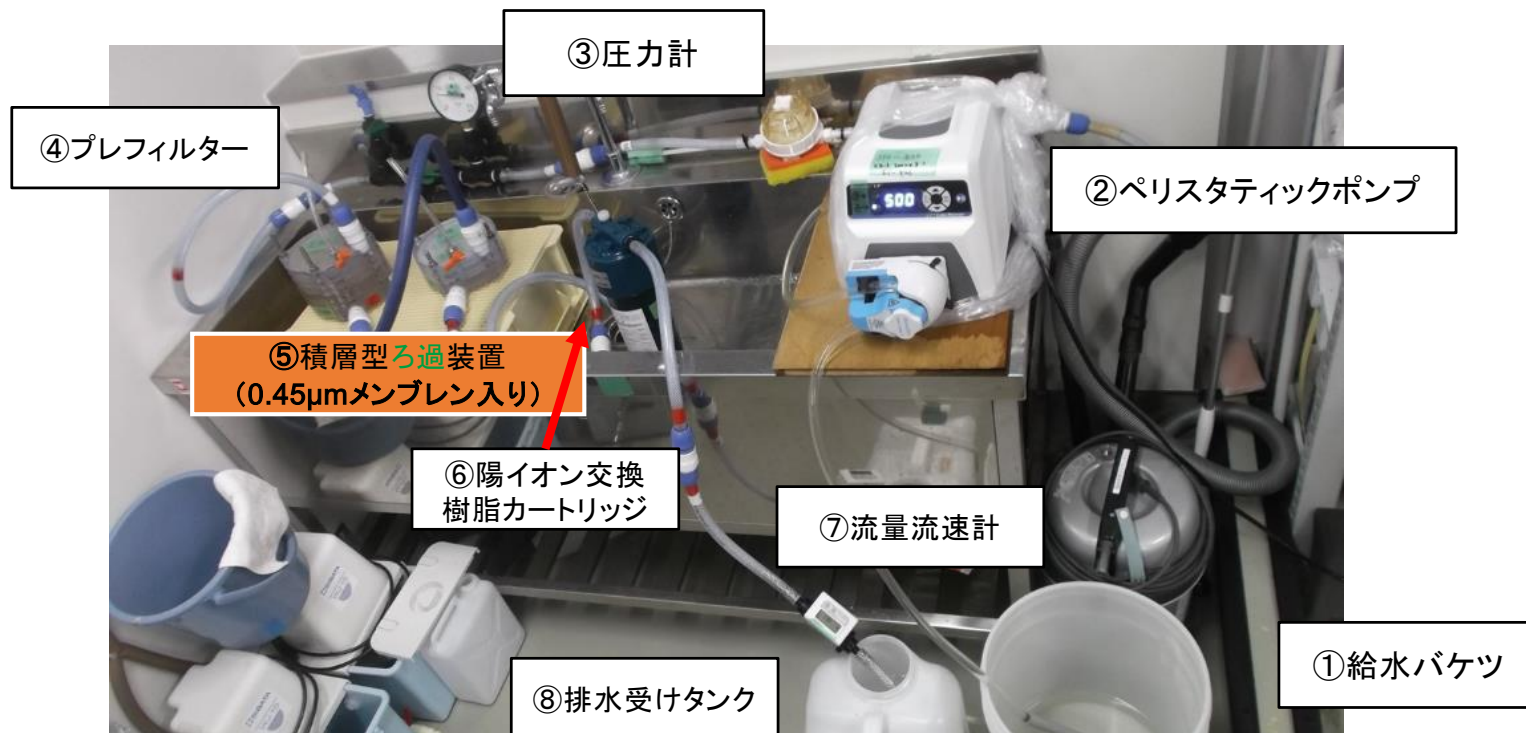
- はかり
- (必要に応じて)プレフィルター
  - 定量ろ紙5Bまたはカートリッジフィルター
- メンブレンフィルター(直径142mm, 孔径0.45 $\mu$ m)
- 積層型ろ過装置(多段式フィルターブロック)
- 圧力計
- 流量流速計
- ホース類
- 乾燥機(送風型でないもの)・デシケーター
- (必要に応じて)プレス機

- 積層型ろ過装置の模式図



多段式フィルターのブロック内部で流路が分岐し、水試料はいずれか1枚のフィルターのみ通過する。模式図中の2～4段目のパーツは共通になっており、このパーツの増減で使用するフィルターの枚数を変えることができる。

- ❑ システム構成の例として、福島県環境創造センターが実施している機材レイアウトを紹介する。
- ❑ プレフィルターの後ろに、 $0.45\mu\text{m}$ のメンブレンフィルターを2枚セットした積層型ろ過装置、さらに後ろには溶存態Csの捕集のため陽イオン交換樹脂カートリッジをセットする。



## 操作手順(概要)

本手順は、「環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法(2015年)」を参考に、福島県環境創造センターが実施している濃縮方法をもとに作成している。

1. デシケータで保管していたメンブレンフィルターを秤量してから、積層型ろ過装置の各段にセットする。
2. ペリスタティックポンプ等を用いて、環境水試料を積層型ろ過装置に通水する。
3. 通水後のメンブレンフィルターを乾燥し、再び秤量する。(乾燥方法については、注意点1(73ページ)を参照。)
4. 秤量済みのメンブレンフィルターを裁断し、プレス機を用いて円盤状に整形し、U8容器に封入する。(プレス機がない場合は、裁断後のフィルターを直接U8容器に封入してもよい。)
5. ゲルマニウム半導体検出器で放射性セシウム濃度を測定する。

# 操作手順(画像付)



①秤量後のメンブレンフィルターを、一枚ずつ多段ろ過フィルターブロックにセットし、Oリングをはめる。



②所定の枚数をセットし終わったら、ボルト4本を片締めにならないよう気をつけてきつく固定する。



③用いる機材を正しく接続したら、通水を開始する。

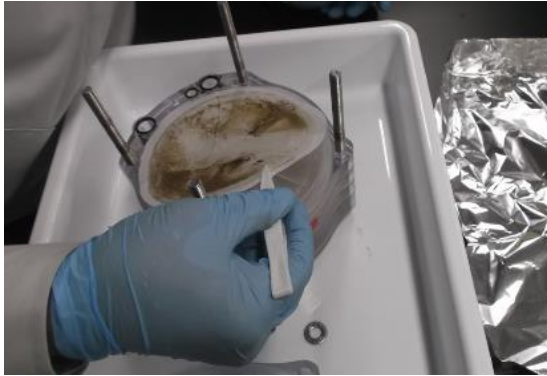
④通水開始直後には、多段ろ過フィルターブロック上部の弁を開き、空気を抜く。

⑤安定して通水できるようになったら、圧力計・流量流速計の値を見ながらポンプの回転数を調整する。

⑥通水量は、流量流速計の値を用いるか、排水受けタンク内の水の重量を測定して得た値を用いる。

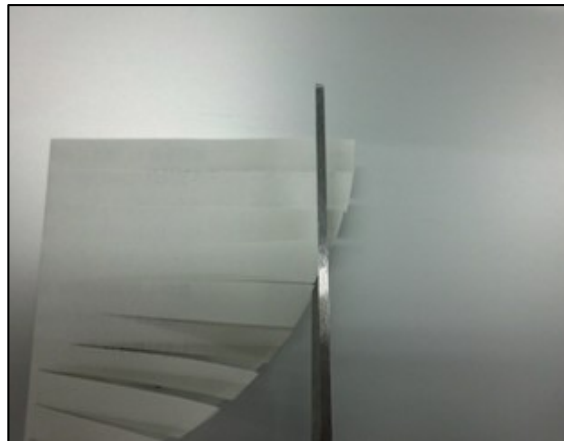
# 積層型 フィルター法

## 操作手順(画像付)



⑥メンブレンフィルターを取り外し、アルミホイルの台紙上で3日間以上風乾する。

⑦風乾後のメンブレンフィルターを乾燥機に入れる。



⑧乾燥後のメンブレンフィルターを秤量する

⑨秤量後のメンブレンフィルターを裁断する

⑩裁断後のフィルターをプレス成型し、U8容器に封入する。



懸濁態放射性セシウム濃度 (Bq/L)

$$= \frac{\text{分析結果 ( Bq/kg )} \times \text{検体重量 ( kg )}}{\text{通水量 (L)}}$$

または

懸濁態放射性セシウム濃度 (Bq/kg-ss-dry)

$$= \frac{\text{分析結果 ( Bq/kg )} \times \text{検体重量 ( kg )}}{\text{捕集した懸濁物質の重量 (kg)}}$$

1. フィルターに付着した懸濁態試料がごく微量である場合は、重量測定を厳密に行わなければ測定精度に著しく影響する。これを防ぐためには、
  - ①吸湿による重量変化の少ないメンブレンフィルターを選択する
  - ②予備実験により適切な乾燥方法を決定する
  - ③なるべく多くの懸濁物質が捕集できるよう、通水量を増やすなどの対策が必要となる。
2. 通水時のフィルター破れ等の事故を防ぐには、予備実験によって上限となる圧力を設定しておくといよい。
3. ペリスタティックポンプとブルドン管式の圧力計を併用すると、水圧の脈動により圧力計の故障を引き起こすので注意。

水中の放射性セシウムのモニタリング手法に関する技術資料検討委員会(2015)環境放射能モニタリングのための水中の放射性セシウムの前処理法・分析法  
[http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep\\_Cs\\_Monitoring\\_Water.pdf](http://unit.aist.go.jp/georesenv/information/20150917/TechRep_Cs_Monitoring_Water.pdf)

高橋隆行・難波謙二, 積層型濾過装置, 特開2017-113695, 2017.06.