

電解濃縮法による河川水中の トリチウム分析結果の誤りについて

令和3年8月31日

公益財団法人 日本分析センター

○誤り発見の経緯

2021年4月の人事異動で、トリチウム分析に新たな分析担当者を配置しました。

OJT（現任訓練）を進めていく中で、新たな分析担当者が、電解濃縮法による放射能濃度計算過程において、標準試料の基準日が放射能測定法シリーズに記載されている「電解濃縮終了日」ではなく「標準試料調製日」となっていることに疑問を抱きました。この疑問を解消するため、改めて放射能測定法シリーズとマニュアルの記載を比較確認したところ、入力すべき日付は「電解濃縮終了日」であり、放射能濃度の計算に誤りがあることを指摘しました。

この指摘を受け、グループリーダー指示のもと、新たな分析担当者と過去の分析担当者が、過去の分析・測定結果を見直すこととしました。

○誤りの内容

平成29年度から令和2年度に土岐市様より受託したトリチウム分析の分析結果に誤りがありました。

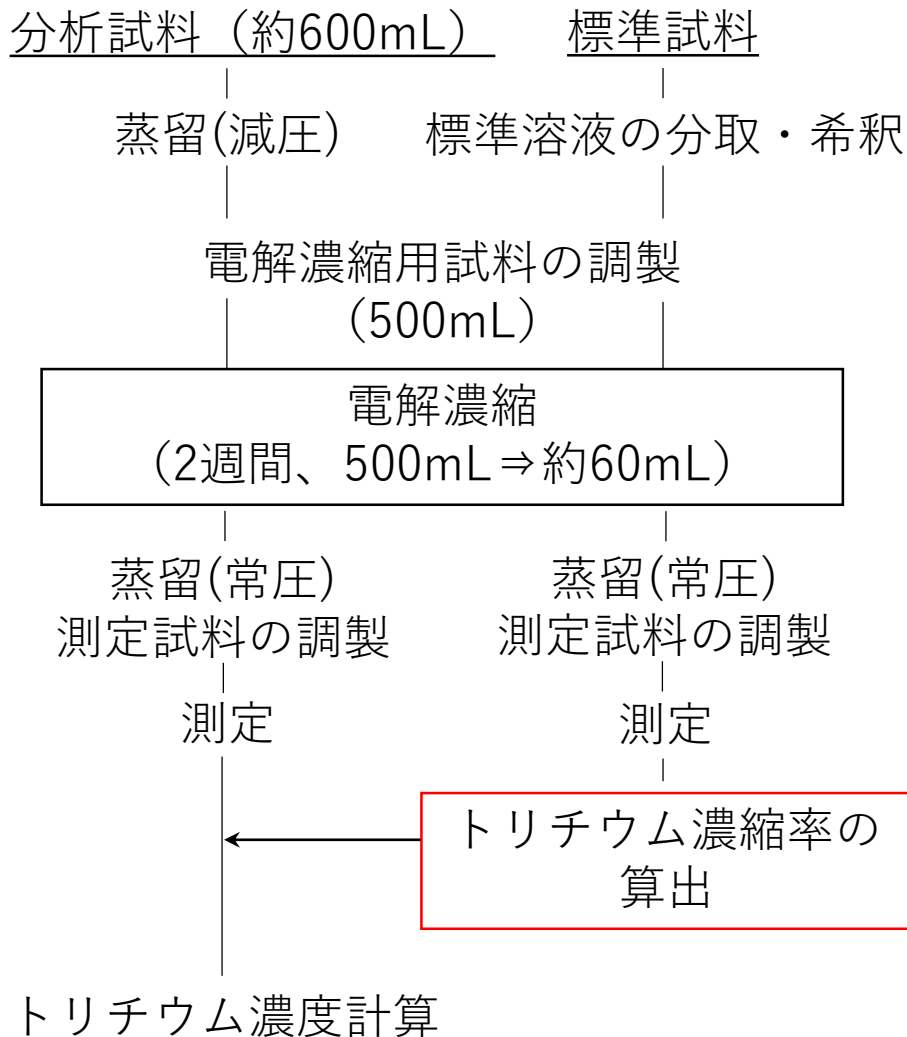
弊センターで電解濃縮法の濃度計算に使用している「トリチウム濃度計算入力シート（電解濃縮法 標準試料用）」（エクセルファイル）の入力項目名が適切ではなかったため、「電解濃縮終了日」を入力すべきところ、「標準試料調製日」を入力しておりました。そのため、トリチウム濃度の減衰補正及びトリチウム濃縮率に差を生じ、分析試料のトリチウム濃度に影響を及ぼしました。

表 トリチウム濃度計算入力シート（電解濃縮法 標準試料用）

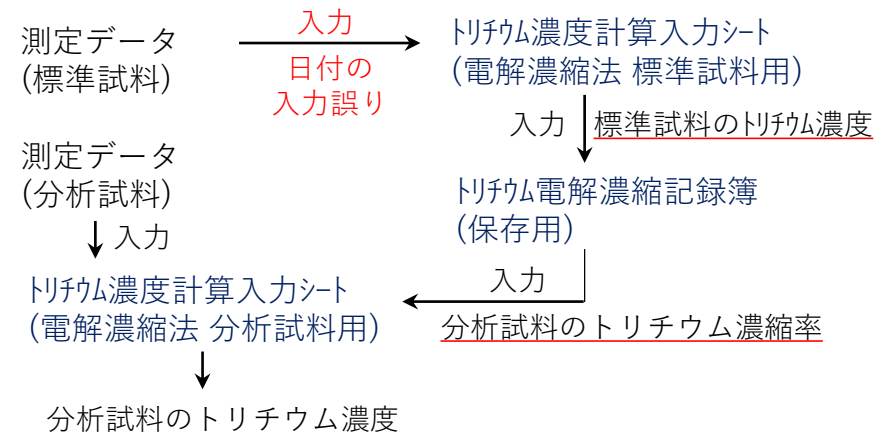
	入力セル
分析番号	std-2020-5
顧客名	
試料番号	
試料名	電解濃縮用STD
顧客試料番号	2018-STD-41
採取場所	
試料採取日 (入力例: 99/04/01)	2018/10/23
計測開始日 (入力例: 99/04/01)	2020/6/19
計測時間(1回/分)	20

× 標準試料調製日
○ 電解濃縮終了日

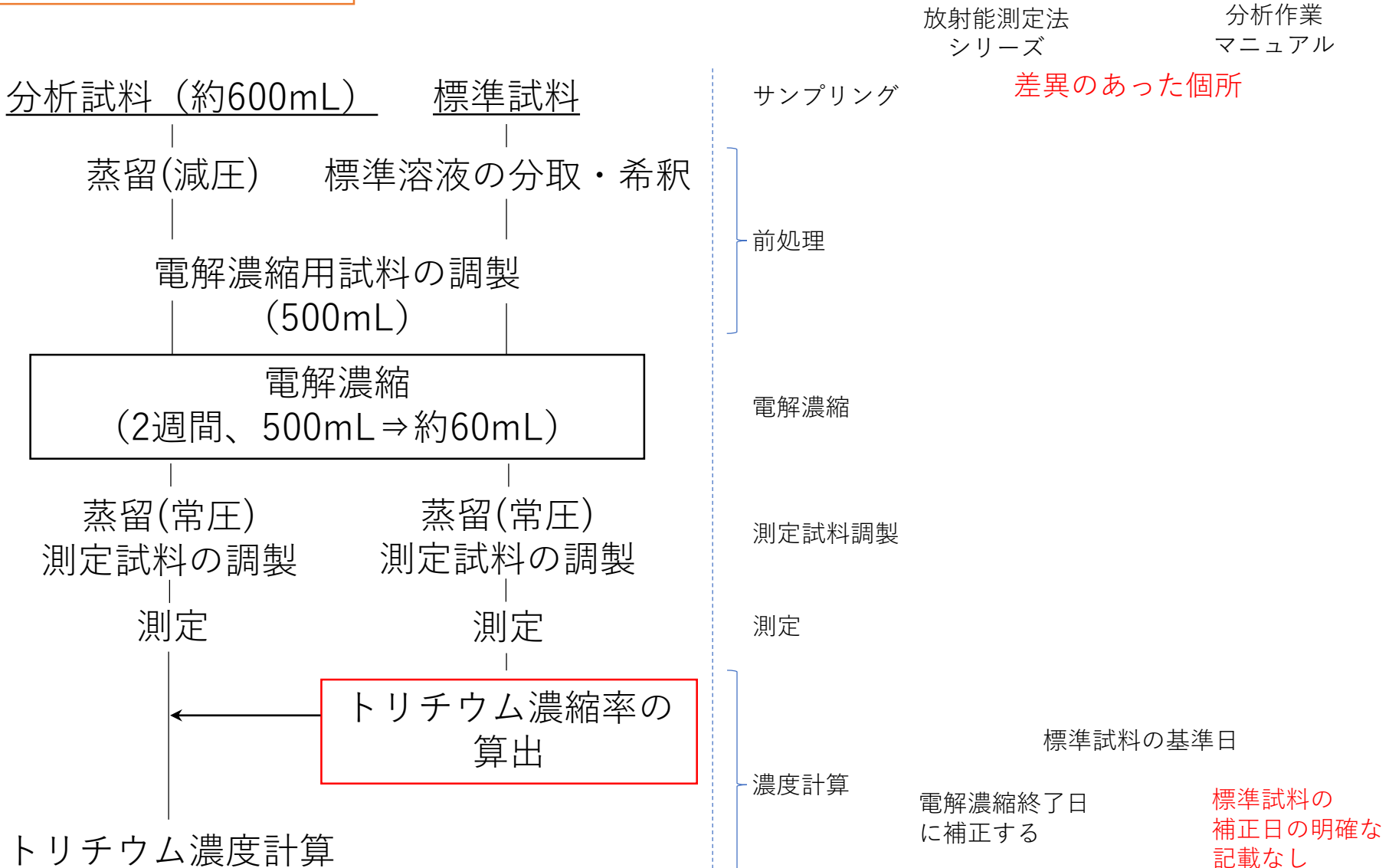
電解濃縮法の分析フロー



誤りのあった箇所



公定法との比較



日付の入力誤りについて

トリチウム濃度計算入力シート(電解濃縮法 標準試料用)

入力

入力セル	
分析番号	std-2020-5
顧客名	
試料番号	
試料名	電解濃縮用STD
顧客試料番号	2018-STD-41
採取場所	
試料採取日	2018/10/23
(入力例: 99/04/01)	
計測開始日	2020/6/19
(入力例: 99/04/01)	
計測時間(1回/分)	20

誤った日付入力
による計算結果



出力

***** トリチウム分析結果 *****			
バックグラウンドの調製日	2020/6/17		
LSCの機種	LB7-A		
LSCの効率曲線(Eff.)	-1.4766E-01	×ESCR ²	
	5.3380E+00	×ESCR	
	-1.1336E+01	a	
分析番号	std-2020-5		
顧客名			
試料番号			
試料名	電解濃縮用STD		
顧客試料番号	2018-STD-41		
採取場所			
試料採取日	2018/10/23		
計測開始日	2020/6/19		
計測時間	20	分 ×	10
		回 =	200
試料計数率(cpm)	766.04500	±	1.95710E+00
BG計数率(cpm)	3.56784	±	9.44436E-02
正味計数率(cpm)	762.47716	±	1.95937E+00
計数効率(%)	28.30549		ESCR = 10.443
経過日数(日)	605		
半減期(年)	12.33		
補正係数	0.911087		
回数		計数値	採用値(0は棄却)
1		15393	15393
2		15089	15089
3		15201	15201
4		15158	15158
5		15588	15588
6		15327	15327
7		15257	15257
8		15297	15297
9		15333	15333
10		15566	15566

供試量(mL)	50.000		
放射能濃度(Bq/L)	897.914394	±	2.307413
	985.541687	±	2.532593 (補正日: 2018/10/23)
検出しうる限界の計数率(cpm)	0.513759		
検出下限値(Bq/L)	0.664060		(補正日: 2018/10/23)

誤った日付を入力
○電解濃縮終了日
×標準試料調製日

電解濃縮後の標準試料のトリチウム濃度

○電解濃縮終了日
×標準試料調製日

日付の入力誤りについて

電解濃縮記録簿(保存用)

分析試料のトリチウム濃縮率に影響を及ぼす

トリチウム電解濃縮記録簿(保存用)																	
電解試料調製日:		2020/6/3		電極名:		C											
電解開始日:		2020/6/3		電源番号:		3											
電解終了日:		2020/6/17		積算電流値(AH):		1300.03											
測定試料調製日:		2020/6/17															
試料セル No	機関名	分析番号	Na ₂ O ₂ (2.53g)	Na ₂ O ₂ +試料 (505g)	セル (W1)	セル+電解液 (W2=W1+500)	W2+電極 (W3)	電解後 (W4)	V _i	V _f	実験値-理論値	N (V _i /V _f)	F (N+R)	バイアル (g)	バイアル+試料(g)	測定供試量 (g)	
2	土岐市	20LG095HE	2.53	505.00	741.56	1241.56	1674.72	1242.41	497.5	65.19	-3.94	7.63	5.80	35.18	85.18	50.00	
3	"	20LG096HE	2.53	505.01	679.84	1179.84	1614.59	1181.83	497.5	64.74	-3.49	7.69	5.84	35.19	85.19	50.00	
4	"	20LG097HE	2.53	505.00	683.81	1183.81	1618.64	1186.91	497.5	65.77	-4.52	7.56	5.75	35.42	85.42	50.00	
5	"	20LG098HE	2.53	505.00	716.60	1216.60	1651.12	1219.50	497.5	65.88	-4.63	7.55	5.74	35.52	85.52	50.00	
6	"	20LG099HE	2.53	505.00	681.62	1181.62	1614.36	1182.68	497.5	65.82	-4.57	7.56	5.74	35.65	85.65	50.00	
7																	
8																	
9																	
1	std	Std-2020-5	2.53	505.00	686.77	1186.77	1620.24	1189.97	497.5	67.23	-5.98	7.40	-	35.18	85.18	50.00	
10	std	Std-2020-6	2.53	505.00	681.69	1181.69	1615.53	1184.48	497.5	66.45	-5.20	7.49	-	35.36	85.36	50.00	
std番号	バイアル(g)	std+バイアル(g)	STD(g)	TiV(Bq)	Ti(Bq/L)	Ti(Bq/L)	Ti/Ti	R									
2020-5	17.0161	26.8498	9.8337	86.89	174.65	985.541687	5.64	0.7625	9.7918	Bq/g at	2018/10/23		HL(Y)	12.33			
2020-6	16.9589	26.8074	9.8485	87.02	174.91	990.718123	5.66	0.7565	8.9239	Bq/g at	2020/6/17		DAY=	603			
							5.65	0.7595						DF=	0.911368		
	Vi = (W2 - W1) * 0.995				N = Vi / Vf		体積濃縮比										
	Vf = Vi - (W3 - W4)				R = Tf Vf / Ti Vi		: 2つのスタンダードの平均値(トリチウム残留率)										転記確認印 (日付)
	実験値 - 理論値 = (Vi - Vf) - 理論値				F = N * R		: それぞれの試料の濃縮率										
	Ti Vi = 電解終了日のスタンダードの放射能濃度																

電解濃縮後の標準試料のトリチウム濃度

○電解濃縮終了日

×標準試料調製日

日付の入力誤りについて

トリチウム濃度計算入力シート(電解濃縮法 分析試料用)

***** トリチウム分析結果 *****			
バックグラウンドの調整日	2020/6/17		
LSCの機種	LB7-C		
LSCの効率曲線(Eff.)	-1.0780E-01	×ESCR ²	
	4.3239E+00	×ESCR	
	-9.6669E+00	a	
分析番号	20LG095-E		
顧客名	土岐市		
試料番号	22315800		
試料名	河川水		
顧客試料番号	Z		
採取場所			
試料採取日	2020/5/20		
計測開始日	2020/6/18		
計測時間	50	分 ×	10 回 = 500 分
試料計数率(cpm)	3.62000	±	8.50882E-02
BG計数率(cpm)	2.41085	±	4.91004E-02
正味計数率(cpm)	1.20915	±	9.82387E-02
計数効率(%)	27.42847979	ESCR =	12.433
経過日数(日)	29		
半減期(年)	12.33		
補正係数	0.995547		
回数		計数値	採用値(0は棄却)
1		162	162
2		181	181
3		207	207
4		191	191
5		158	158
6		188	188
7		180	180
8		168	168
9		174	174
10		201	201

供試量(mL)	50.000		
電解濃縮開始日	2020/6/3		
電解濃縮終了日	2020/6/17		
電解濃縮前液量(mL)	497.50		
電解濃縮後液量(mL)	65.185		
電解濃縮係数	5.797		
放射能濃度(Bq/L)	0.253502	±	0.020596
	0.254636	±	0.020688 (補正日: 2020/5/20)
検出する限界の計数率(cpm)	0.264292		
検出下限値(Bq/L)	0.055658		(補正日: 2020/5/20)

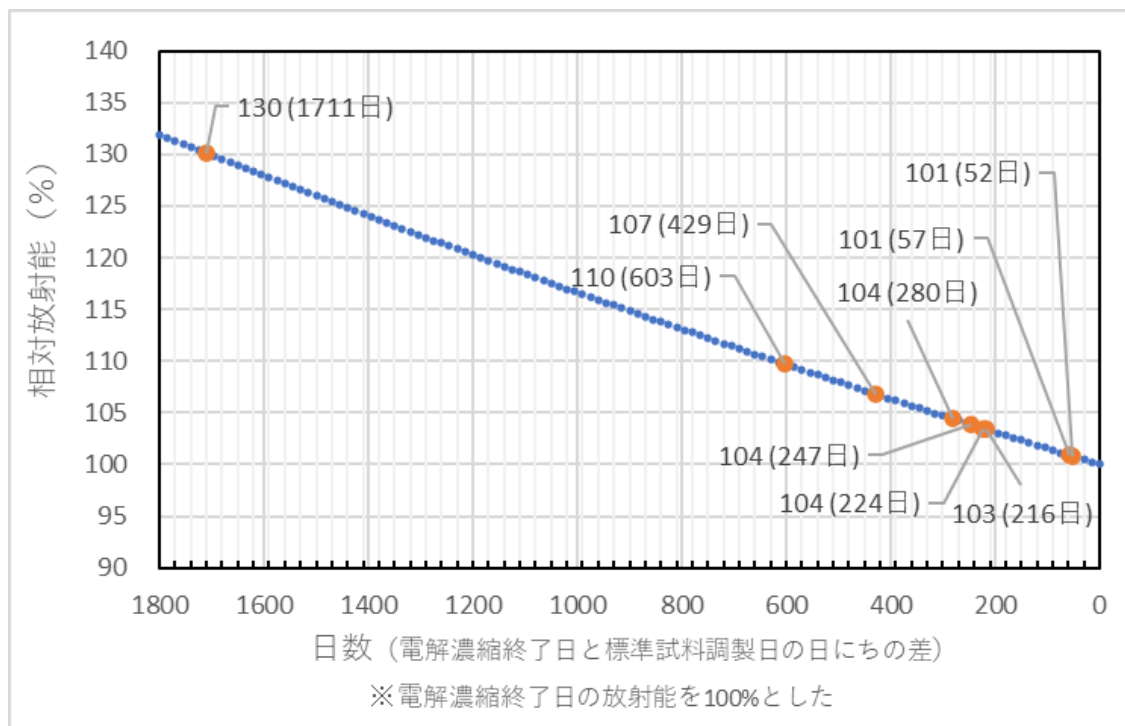
計算に誤ったトリチウム濃縮率（電解濃縮係数）を使用

分析試料のトリチウム濃度計算結果に影響を及ぼす

誤った値と正しい値との濃度差について

「標準試料調製日」と「電解濃縮終了日」の日付が離れるほど、減衰補正計算によるトリチウム相対放射能が大きくなる。結果として、トリチウム濃縮率の差も大きくなり、計算結果に及ぼす影響は大きくなる。

今回の誤り（橙のプロット）についても、「標準試料調製日」と「電解濃縮終了日」の日付が離れるほど、計算結果に及ぼす影響は大きくなる。



グラフ中の数字は、正誤の日にちの差（括弧内）と日にちの差による影響の度合いを示している。
例) 130(1711日)：正誤の日にちの差が1711日あり、それに伴い結果が30%高く変化することを示す。

誤りの原因と再発防止策

電解濃縮法における標準試料の基準日に関する引継ぎについて

	原因	再発防止策
1	マニュアルに基づくOJTを実施していたが、マニュアルに明確な記載がなく、口頭による引継ぎであった。	マニュアルに、標準試料の基準日は「電解濃縮終了日」であることを明記した。
2	トリチウム濃度計算入力シート(電解濃縮法 標準試料用)の入力項目名が適切ではなく、誤った解釈が生じてしまった。	入力項目名を「試料採取日」※1から「電解濃縮終了日」に変更し、担当者が入力する日付を間違わないように明確化した。

※1 分析試料に用いる計算シートを基に、トリチウム濃度計算入力シート(電解濃縮法 標準試料用)を作成したため「試料採取日」となっていたが、名称は変えずに口頭で「電解濃縮終了日」を入力することを引継いでいた。

工程管理内の品質管理について

	原因	再発防止策
1	①各工程において、品質を逐次確認する工程がなく、誤りに気付けなかった。 ②分析結果の品質を確認する工程※2では誤りを見抜けなかった。	①工程管理用のチェックシートを導入し、工程内で品質を確認する工程を設ける。 ②工程内で品質を判断できる指標※3の検討を行い、チェックシート内で確認できる判断基準を整備する。

※2 測定結果は、環境レベルと比較評価していたが、誤った値でも環境レベルと同等であったため、誤りを見抜けなかった。

※3 日付の誤りにより影響を受けたトリチウム濃縮率などを指標として判断基準を設けることを検討する。

再発防止策

作業マニュアルを正確な記載に修正

14.2 電解濃縮法の濃度計算

- (1) 電解濃縮用標準試料について「蒸留法の濃度計算」を行い、電解濃縮後のトリチウム濃度を計算する。



14.2 電解濃縮法の濃度計算

- (1) 電解濃縮用標準試料について、トリチウム減衰補正の基準日を「電解濃縮終了日」として電解濃縮後のトリチウム濃度をトリチウム濃度計算入力シート(電解濃縮法 標準試料用)から計算する。²¹³

※ 実施した再発防止策の有効性については、
8月26日に内部監査を行いました。

トリチウム濃度計算入力シート（電解濃縮法 標準試料用）の入力項目名を修正

	入力セル	修正前
分析番号		
顧客名		
試料番号		
試料名		
顧客試料番号		
採取場所		
試料採取日 (入力例: 99/04/01)		
計測開始日 (入力例: 99/04/01)		
計測時間(1回/分)		
計測回数		
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
ESCR		
供試量		ml

表記の誤り
↓



	入力セル	修正後
分析番号		
顧客名		
試料名		
ID(電解濃縮用標準溶液)		
採取場所		
電解濃縮終了日 (入力例: 2021/2/19)		
計測開始日 (入力例: 2021/2/21)		
計測時間(1回/分)		
計測回数		
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9		
10		
ESCR		
供試量		ml

修正
↓

トリチウム電解濃縮記録簿(保存用)の
電解濃縮終了日と一致している
事を再度確認する事

チェックシートによる工程管理の導入

工程管理用のチェックシートを使用することとします。
チェックシートの内容は以下のとおりです。

- 顧客が提示する仕様を確認する欄
- 分析測定手順と各手順の入力・確認欄
 - ・標準溶液の有効期限
 - ・電解濃縮の開始日及び終了日 など
- 計算手順と各手順の入力・確認欄
 - ・標準試料の基準日：電解濃縮終了日を入力
 - ・分析試料：試料採取日を入力 など
- 最終（報告書）
 - ・標準試料、分析試料の減衰補正日
 - ・トリチウム濃縮率の値とその許容幅 など

品質保証体制

トリチウム分析に係る文書体系

	名称	制定日	最新改訂日
基準となるマニュアル	放射能測定法シリーズ9 トリチウム分析法	1977（昭和52）年	2002（平成14）年（2訂）
	文部科学省及び原子力規制庁により制定された、環境試料等の放射能分析・測定方法の基準となるマニュアル（ 最新版の表紙：参考1 ）		
作業マニュアル	SP-020 作業マニュアル トリチウム分析法	1999（平成11）年12月	2021（令和3）年7月26日（第11版）
	担当部署が、個別の作業方法（分析・測定、管理、等）を記述した文書（ 最新版の表紙：参考2 ）		
計算シート	トリチウム濃度計算入力シート	1999（平成11）年	2021（令和3）年7月26日
	SP-020 作業マニュアル トリチウム分析法で規定されたExcel計算シート		

	名称	取得日
ISOの取得	ISO9001	2000（平成12）年6月19日に認証取得（ 最新の認定書：参考3 ）
	ISO/IEC17025	2019（平成31）年4月17日に認定取得（ 取得時の認定書：参考4 ）

文書の作成、審査、承認の権限（マネジメントシステムに係る責任及び権限）

部室所長	手順書及び作業マニュアルの承認
グループリーダー	手順書及び作業マニュアルの審査
グループ員	手順書及び作業マニュアルの作成

基準となるマニュアルと作業マニュアルの差異の確認（[確認結果集計表：参考5](#)）

（7月21日～30日実施）

差異なし	14/16
差異はあったが品質に影響なし	2/16
差異により品質に影響あり	0/16

Excelシートの確認（[確認結果集計表：参考5](#)）

（7月21日～30日実施）

入力項目と数式確認	差異なし
手計算による検算	差異なし

分析結果の品質保証（チェック）体系

担当グループリーダー	評価資料から測定結果を報告値として承認
	相互確認の実施を確認
	分析条件が委託仕様書を満たしていることを確認
↑	
担当グループ員	評価資料（濃度水準や経年変化等のグラフ）の作成
	濃度計算に用いたデータの読み合わせ（相互確認）
	分析条件が委託仕様書を満たしていることを確認

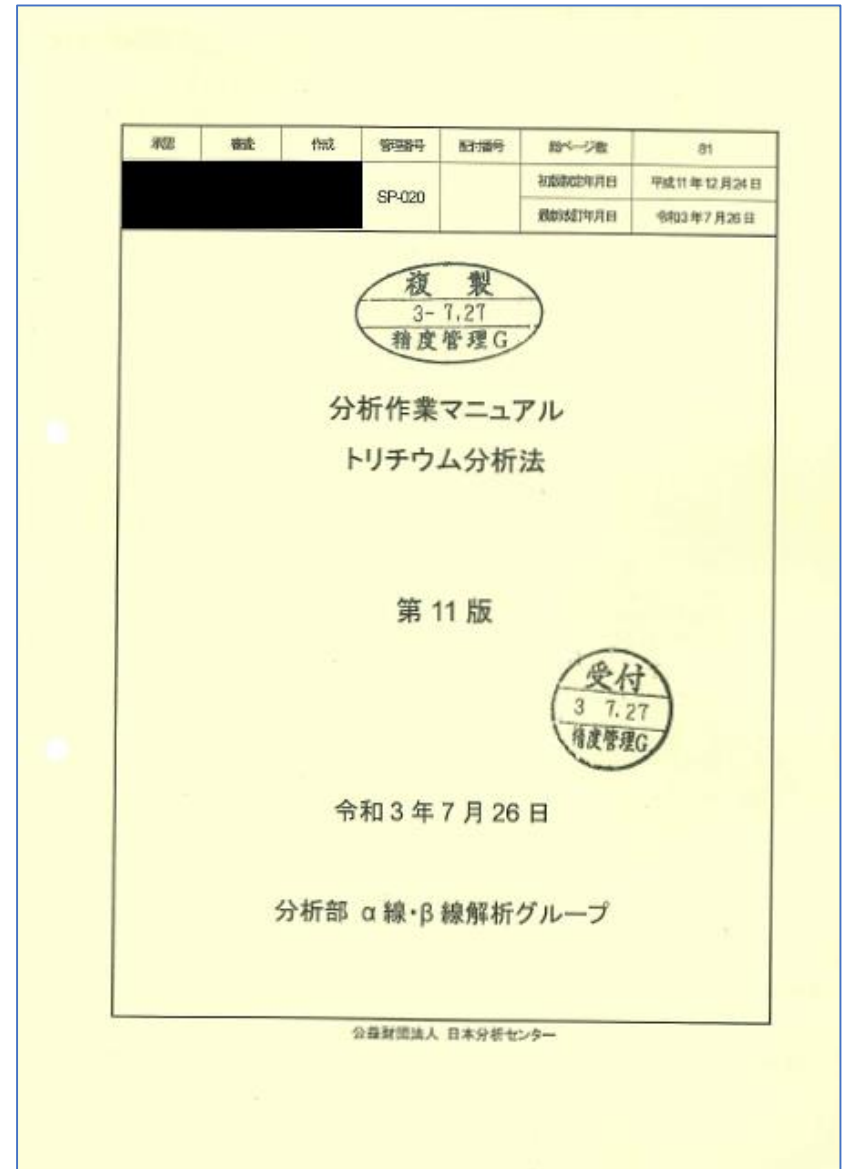
報告書の品質保証（チェック）体系

技術管理責任者	報告書の最終検査（提出の許可）
↑	
部室所長	報告書原案の承認
↑	
総括グループリーダー	報告書原案の確認・承認
↑	
総括グループ員	報告書原案の確認
	文書校正、データ確認、過去データとの比較の最終検査
↑	
担当グループリーダー	報告書原案への記載内容を承認
	相互確認の実施を確認
↑	
担当グループ員	記入内容の読み合わせ（相互確認）
	報告書原案への記入
↑	
総括グループ員	報告書原案の作成・配付

参考1



参考2





写

intertek
Total Quality Assured.

CERTIFICATE OF REGISTRATION

認証登録証明書

公益財団法人日本分析センター

本部、千葉県千葉市稲毛区山王町295番地の3
むつ分析科学研究所、青森県むつ市港町4番24号

貴組織のマネジメントシステムが以下の規格に適合していることを確認しました。

ISO 9001:2015

本マネジメントシステムは下記の認証登録範囲に適用されます。

分析・測定業務[環境放射能に関する分析・測定(放射性核種分析、線量測定、データの取集・管理)、生活環境等に関する分析(安定同位体分析、サブメント分析)]、精度管理業務[相互比較分析、技能試験、放射線測定機器の校正、標準試料の供給(ゲルマニウム半導体検出器校正用、安定同位体ワーキングスタンダード)]、研修業務[環境放射能分析・測定研修、安定同位体研修、その他(受託研修、出張研修)]

認証登録番号: 11163-A
初回登録日: 2000年6月19日
認証決定日: 2021年5月6日
認証発行日: 2021年5月6日
有効期限: 2024年6月18日



Calin Moldovean
President, Business Assurance

Intertek Certification Limited, 10A Victory Park, Victory Road, Derby DE24 8ZF, United Kingdom

Intertek Certification Limited is a UKAS accredited body under schedule of accreditation no. 914.



In the issuance of this certificate, Intertek assumes no liability to any party other than to the Client, and therefore acts in accordance with the agreed scope Certification Agreement. This certificate is valid only if subject to the organization maintaining their system in accordance with Intertek's requirements for system certification. Validity may be confirmed via email at certification.validation@intertek.com or by assessing the validity with the right with a copy of this certificate. The certificate remains the property of Intertek, to whom it must be returned upon request.

5



写

20190403 評基第 010 号
2019 年 4 月 17 日



認 定 証

公益財団法人日本分析センター 殿

独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センターは、ASNITE 認定プログラムに基づき、以下のとおり試験事業者として認定します。

認定された事業者は、ISO/IEC 17025:2005 (JIS Q 17025:2005) に適合しています。

認定番号及び付加情報: ASNITE 0081 T
事業所の名称: 公益財団法人日本分析センター
千葉本部及びむつ分析科学研究所

所在地:
千葉本部: 千葉県千葉市稲毛区山王町295番地の3
むつ分析科学研究所: 青森県むつ市港町4番24号

認定の区分: 別紙のとおり

(初回認定日) 2013年 3月13日
(最新交付日) 2019年 4月17日

独立行政法人製品評価技術基盤機構
認定センター所長 山本 健

IAJapan (独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センター) は、ILAC (国際試験所認定協力機構) 及び APAC (アジア太平洋認定協力機構) の MRA (相互承認取決め) に署名している認定機関です。

- 相互承認取決めに係る要求事項は、認定の基準 (該当する国際規格) 適合義務の他に、技術試験参加要件及び定期的な審査の受審並びに MRA 対応事業者に対するトレーサビリティ要求事項 (方針) を有します。

- この事業者は ISO/IEC 17025:2005 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項に適合しています。この認定は当該事業者が認定された範囲において一貫して技術的に有効な試験結果及び校正を提供するために必要な技術能力要求事項及びマネジメントシステム要求事項を満たしていることを証明するものです (2017 年 4 月 ISO-ILAC-IAP 共同コミニケ参照)。



参考4-2

1 / 2

(別 紙)

千葉本部

認定区分			試験項目/試験対象	試験規格番号
カテゴリ	サブ カテゴリ	試験技術		
環境	その他	液体シンチレーション計測	トリチウム/ 環境試料 ^{1,2}	トリチウム分析法2訂 平成14年改訂〔文部科学省放射能測定法シリーズ4〕 環境試料採取法 昭和58年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ16〕
		ベータ線計測	放射性ストロンチウム/ 環境試料 ^{1,2}	放射性ストロンチウム分析法4訂 〔ICP発光分光分析法〕平成15年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ2〕 環境試料採取法 昭和58年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ16〕
		ガンマ線スペクトロメトリー	ガンマ線放出核種/ 環境試料 ^{1,2}	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3訂 平成4年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ7〕 緊急時におけるゲルマニウム半導体検出器による γ 線スペクトル解析法 平成30年1月改訂 〔原子力規制庁監視情報課放射能測定法シリーズ29〕 ゲルマニウム半導体検出器等を用いる機器分析のための試料の前処理法 昭和57年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ13〕 環境試料採取法 昭和58年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ16〕
		ガンマ線放出核種/ 海水 ¹	原子力施設放射能調査実施要領 平成29年1月 〔原子力規制庁監視情報課放射線環境対策室〕	
		放射性ヨウ素/ 環境試料 ^{1,2}	放射性ヨウ素分析法2訂 平成8年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ4〕 緊急時における放射性ヨウ素測定法 平成14年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ15〕 環境試料採取法 昭和58年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ16〕	
	ICP-MS (誘導結合プラズマ質量分析法)	ウラン分析/ 環境試料 ^{1,2}	ウラン分析法2訂 平成14年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ14〕 環境試料採取法 昭和58年 〔文部科学省放射能測定法シリーズ16〕	

注¹ 「環境試料」とは、「環境試料採取法 昭和58年 文部科学省」に記載の試料
注² 試料採取を除く分析・測定工程

参考4-3

2 / 2

むつ分析科学研究所

認定区分			試験項目/試験対象	試験規格番号
カテゴリ	サブ カテゴリ	試験技術		
環境	その他	ベータ線計測	希ガス分析(大気) (クリプトン分析) /大気 ¹	クリプトン85分析(気象研究所 技術報告 第54号、2008年3月)
			放射性ストロンチウム分析(海水) /環境試料 ^{1,2}	放射性ストロンチウム分析法4訂 平成15年改訂 〔文部科学省放射能測定法シリーズ2〕

注¹ 「環境試料」とは、「環境試料採取法 昭和58年 文部科学省」に記載の試料
注² 試料採取を除く分析・測定工程

(以上)

参考5

3. トリチウム

確認項目	確認結果	備考
1.分析に使用する試薬の種類及び調製方法	差異なし	
2.分析に使用する器具・装置の種類	差異なし	
3.試料採取操作における手順（大気のみ）	差異なし	
4.蒸留操作における手順（常圧・減圧）	差異なし	
5.凍結乾燥による前処理手順（TFWT） （組織自由水(TFWT)と乾燥物の分離）	差異なし	
6.燃焼による前処理手順（OBT） （燃焼生成水の回収）	差異なし	
7.湿式分解による前処理手順（有機物分解）	差異はあったが品質に影響なし	有機物分解のより良い条件を適用 (KMnO4 添加量 ██████)
8.測定に使用する試薬及び器具の種類	差異なし	
9.測定試料の調製方法	差異なし	
10.放射能測定機器の種類	差異なし	
11.放射能測定機器の校正方法 （標準試料の作製及び測定条件の設定） （クエンチング補正曲線の作成）	差異なし	
12.電解濃縮法における手順 （電解用試料の調製(標準試料含む)） （電極の前処理及び電解操作） （電解後の測定試料の調製）	差異はあったが品質に影響なし	電極 ██████ の変更 妥当性を確認し、技術会議で承認
13.放射能測定の手順	差異なし	

3

14.蒸留法による放射能濃度の計算方法	差異なし	
15.電解濃縮法における放射能濃度の計算方法	差異なし	不適合の是正処置として、基準日＝電解濃縮終了日であることをSPと計算シートに明記
16.検出下限値の計算方法	差異なし	
17.使用しているMS-Excelシートの確認 （入力項目と数式）	差異なし	基準日＝電解濃縮終了日であること及び略語（Tf等）の日本語による説明を追加
18.MS-Excelシートによる結果と手計算による結果との照合	差異なし	

品質責 技術責 GL 担当2 担当1

4