

出國報告（類別：實習）

赴日本分析中心(JCAC) 研習
「緊急應變樣品前處理及氚分析」 技術

服務機關：行政院原子能委員會輻射偵測中心

姓名職稱：羅會義 技士

方鈞屹 技士

派赴國家/地區：日本

出國期間：107年9月9日至9月15日

報告日期：107年12月10日

摘要

日本 311 福島核災至今已逾 7 年，由事故發生時緊急應變行動，至復原重建作業解除禁制區域等，期間各階段行動準則皆仰賴環境輻射監測結果來進行判定。因此，依循輻射偵測中心與日本公益財團法人日本分析中心長年技術交流互動之往例，此次赴日本研習，積極向日方學習緊急應變樣品前處理及氚分析計測等技術方法，以日方處理災後樣品取樣計測分析之實際經驗，據以精進本中心核災應變作業程序，可提升台灣未來面臨境內、外核災時之技術能量。

目次

壹、 目的.....	03
貳、 行程.....	03
參、 研習紀要.....	04
肆、 心得與建議.....	29
伍、 附件.....	33

赴日本分析中心(JCAC) 研習

「緊急應變樣品前處理及氚分析」技術

壹、目的

公益財團法人日本分析中心(以下簡稱日本分析中心或 JCAC)成立於 1974 年，致力於提供準確可靠信息的環境輻射數據，為日本環境輻射專責分析機構。長久以來，輻射偵測中心(以下簡稱本中心)與日本分析中心以實驗室比對試驗，簽訂技術交流合作備忘錄，維持雙方友善互訪機制。自福島核災以來，日本分析中心已累積許多緊急應變作業時樣品取樣計測等實際經驗，尤其是面臨處理疑似輻射污染樣品時，為避免樣品交叉污染、樣品污染實驗室計測儀器設備等可能情境，設定污染樣品自前處理至遞交計測室人員動線安排等，本次研習藉由實務技術操作及互相討論，學習 1. 緊急應變時生物樣品及土壤沉積物前處理方法 2. 生物及水樣品之氚前處理方法與計測等 2 大主題，課程安排共 5 天，分項課程各為 2.5 天。

貳、行程

行程概要如下：

日期	地點
2018/9/9 (星期日)	高雄機場→成田機場→千葉市
2018/9/10~9/14 (星期一~星期五)	於千葉市日本分析中心(JCAC)參加研習
2018/9/15 (星期六)	千葉市→成田機場→高雄機場



圖 1 日本分析中心千葉本部大門口(左)、千葉分析本部行政大樓(右)

參、研習紀要

研習課程共分為 2 部分：緊急應變時生物樣品及土壤沉積物前處理方法、生物與水樣品之氚前處理方法與計測，各分項中因樣品不同，對應前處理方法亦有差異，研習內容分別摘錄如下：

一、 緊急應變時生物樣品前處理技術

1. 設備儀器

- (1) 天平(最少可量測 0.01 公克)
- (2) 樣品計測容器、量尺
- (3) 料理用刀具、剪刀、刀片等切割用具(最好為可拋棄式)
- (4) 托盤(可承接污染樣品，避免潑濺)
- (5) 標籤貼紙、奇異筆、塑膠環或鋁環、實驗室標準用品(湯勺，塑膠袋)
- (6) 除污用工具(洗滌劑、擦拭用布或紙張)
- (7) 可拋棄式聚乙烯或橡膠手套及實驗衣
- (8) 手提式劑量計，表面污染偵檢器

2. 前處理室防污措施

緊急應變期間疑似高污染樣品，運送至實驗室前，需先劃分一戶外場地以手提式偵檢器針對全部樣品進行初篩，再區分實際高劑量樣品包裹，判定標準為高於 5 倍環境輻射劑量率。若判定為高劑量污染樣品，考量避免過多污染樣品進入實驗室後造成污染，將高污染樣品先行進行減量分配後才可入前處理室，再進行樣品前處理；前處理室內若有其他設備盤面，需事先以防水塑膠帆布覆蓋，地面則鋪設二層防水及吸水墊，各層(由底層至上層)功能說明如下：

- 第一層為防水帆布：鋪設於地面上，防止污染樣品滲漏水污染實驗室地面。
- 第二層為雙面白色帆布，其中一面為吸水層，另一面為防水層，鋪設方式為吸水層向上，防水層向下，目的在留置污染水於吸水層中。

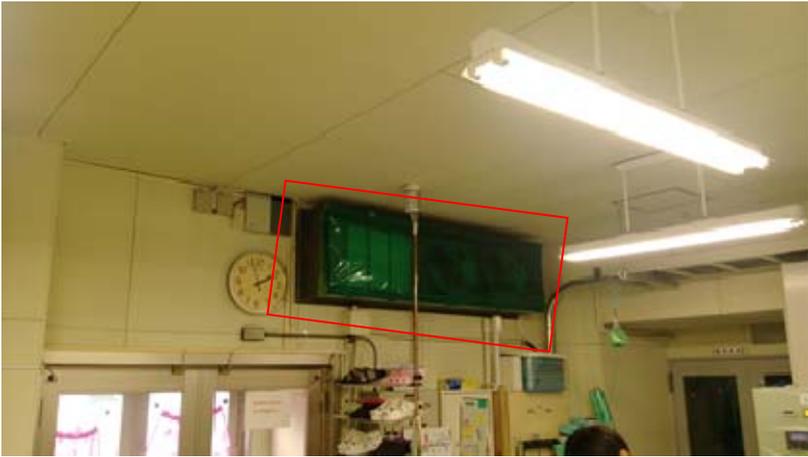
戶外樣品初篩、前處理室工作檯面防污措施佈設、室內鞋及沾黏防塵墊、室內空調作業程序與實地佈設說明如下：

	戶外樣品初篩
步驟一	污染樣品初篩工作：全部樣品進行初篩
	

	高劑量樣品復篩減量
	污染樣品復篩工作：區別高污染樣品
步驟二	
步驟三	前處理室工作檯面防污鋪設：鋪設 3 層防水帆布
	

<p>步驟四</p>	<p>前處理室防污作業</p>
	<p>前處理室工作檯面防污鋪設：鋪設雙面(吸水防水)帆布</p> 
<p>步驟五</p>	<p>前處理室地面防污鋪設：鋪設防水帆布及雙面帆布</p>
	

<p>步驟六</p>	<p>前處理室防污作業</p>
	<p>前處理室設備盤面防污：設備表面鋪設帆布</p>
	
<p>步驟七</p>	<p>前處理室出入口污染管制</p>
	<p>沾黏墊與室內拖鞋管控(防污染擴散至戶外)</p>
	

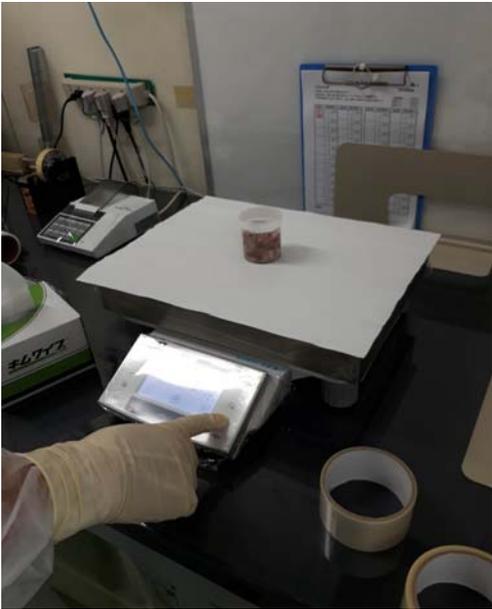
步驟八	個人工作防污工具
	個人防污圍裙、手套及頭套
	
步驟九	前處理室空調要求
	封閉未經過濾對外空調(防止污染外釋)
	

3. 魚類樣品前處理方法

	生物樣品前處理
步驟一	除去魚鱗、魚鰭、魚頭及內臟，僅留存可食用部分 (第 1 操作人員)
	
步驟二	沿魚背骨將魚肉及魚骨區隔為 3 部分 

	<p>生物樣品前處理</p>
<p>步驟三</p>	<p>將可食用部位魚肉切碎為 1 至 2 公分小方塊</p>
	
<p>步驟四</p>	<p>記錄空計測容器重量(天平鋪設可置換防污墊)</p>
	

	<p>生物樣品前處理</p>
<p>步驟五</p>	<p>將切碎後樣品裝填入計測容器中</p> 
<p>步驟六</p>	<p>初步擦拭除污 (交由第 2 操作人員)</p> 

	<p style="text-align: center;">生物樣品前處理</p>
<p style="text-align: center;">步驟七</p>	<p style="text-align: center;">樣品容器秤重 (交由第 3 操作人員)</p> <div style="text-align: center;">  </div>
<p style="text-align: center;">步驟八</p>	<p style="text-align: center;">樣品容器塑膠袋包覆及樣品高度量測 (交由第 3 操作人員)</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  </div> <div style="text-align: center;">  </div> </div>

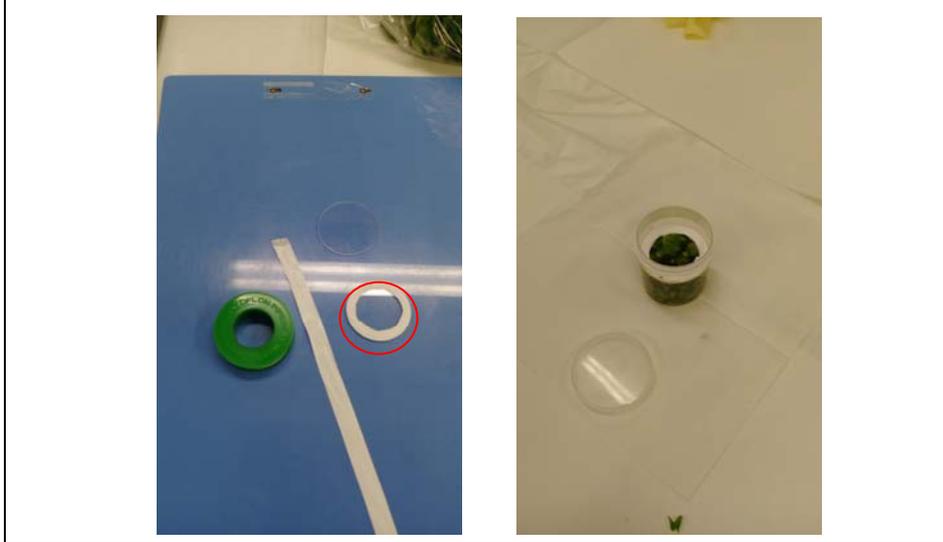
	生物樣品前處理
步驟九	前處理檯面及器皿棄置 (交由第 3 操作人員)
	

4. 蔬菜、香菇及水果前處理方法

蔬果樣品於前處理時，須避免因切碎、擠壓手法造成樣品噴濺造成污染擴散的狀況；香菇及部分蔬菜於前處理後填裝計測皿時，須考量樣品因膨脹關係，造成計測皿中樣品因高度與幾何形狀變化，造成計測誤差，此時可加入塑膠環置放於計測皿中，固定樣品的高度。



預防樣品膨脹以塑膠環固定計測皿中樣品高度



5. 緊急應變時土壤及沉積物樣品取樣及前處理技術

此次有關土壤樣品研習課程，日方安排現場取樣至後續前處理完整作業流程，而沉積物部分以海底沉積土壤為樣品，詳細研習內容分別說明如下：

(1) 現場取樣設備儀器

現場取樣工具包含橡膠鎚，土壤取樣器(可區分 5 及 20 公分深)，表土鏟子，皮尺及定位標籤，如圖 2，其他小型工具為計測容器、塑膠袋、磅秤及標籤紙與奇異筆。



圖 2 現場土壤取樣工具

此外，現場土壤取樣地點須符合下列規定：

- (1) 未經人為翻動之土壤
- (2) 取樣地點避開峽谷、窪地或因地勢低窪水匯流處(熱點可能區域)
- (3) 取樣點採空曠草地為優先，避開樹林屏障
- (4) 取樣點若鄰近建築物，避開屋簷雨水可能匯集之土壤(熱點可能區域)
- (5) 取樣地點須具備可追溯性之特性，可搭配全球定位系統，或以石頭填入土壤空洞中，方便下此取樣挖土時，作為前次取樣點之標示。
- (6) 緊急應變時執行污染區土壤取樣作業，優先考量人員暴露劑量，若空間劑量率高時，可用計測皿直接取土裝罐，減少暴露時間。

此次研習鎖定緊急應變時土壤取樣作業，相關操作步驟說明如下：

	緊急應變時土壤取樣防護設備
	個人防護裝備 (防護衣，口罩，鞋套、橡膠鞋及人員劑量計)
步驟一	

步驟二	<p data-bbox="582 246 1236 291">現場空間劑量率偵測 (避免過度人員劑量暴露)</p> 
步驟三	<p data-bbox="710 985 1109 1030">高污染區計測容器直接取樣</p> 

非高污染區 3x3 平方公尺取樣點定位標誌

步驟四



5 公分深土壤(左)及 20 公分深土壤(右)取樣

步驟五



取樣點土壤裝入塑膠袋內樣品混合

步驟六



取樣後土壤空洞復原及追蹤標誌 (置放石塊)

步驟七

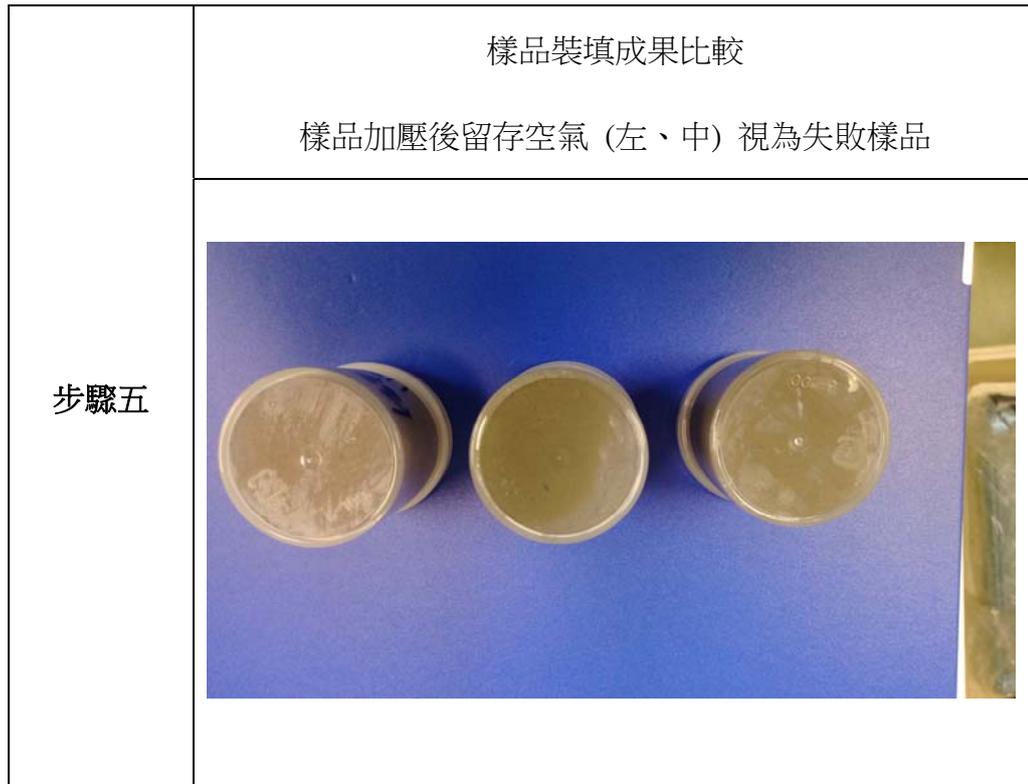


(2) 緊急應變土壤及沉積物樣品前處理設備儀器

緊急應變時土壤樣品作業程序相較於平日監測作業，最顯著的差別即是講求時間效率及剔除可能造成污染擴散的作業程序，例如在土壤前處理室中，空調抽氣需額外經過濾棉才可排放，且平日土壤樣品前處理中烘乾之步驟，在緊急應變時因烘乾長時間抽氣作業，易造成土壤中放射性核種外洩污染；另外為避免前處理相關設備污染，免除過篩及研磨等步驟，因此計測以濕重為主。研習前處理作業程序說明如下：

前處理作業設備	
步驟一	土壤及沉積物真空抽氣除水作業(加速樣品除去水份)
	
土壤前處理室 防塵帷幕(左)空調吸封口防塵棉(右)	
步驟二	

<p>步驟三</p>	<p>土壤樣品裝填計測皿及樣品加壓作業程序</p> 
	<p>緊急應變土壤前處理作業</p>
<p>步驟四</p>	<p>樣品計測容器初步擦拭除污 (第二計測人員)</p> 



二、 生物及水樣品之氚前處理方法與計測

氚 (Tritium, T) 是氫同位素具放射性，以 β 粒子進行衰變，能量為 18.6 keV，物理半衰期為 12.33 年，經攝入生物體內生物半衰期為 10 天；氚的來源為 1. 宇宙射線於大氣層中產生 2. 大氣核爆與大氣層中氮作用產生 3. 核能反應器爐心冷卻水中子活化，其中以核反應器所產生氚特別為環境輻射監測目標。

氚存在於自然界的型態十分多樣，於大氣中以液態水或水蒸氣 HTO，氣態 HT，甲烷 CH₃T 等型態存在；在生物體中，氚可存在於生物組織液基質「水」分子中或氚與碳元素結合形成有機物質，如葡萄糖或細胞膜上磷脂酸(Phosphatidic acid)，因這類有機物質於生物體內不同於細胞質液具流動及容易與外界交換特性，因此定義生物體內氚的型態則分為無組織水樣氚(Tissue Free Water Tritium, TFWT)及有機結合氚(organically bound tritium, OBT) 2 種形式，其對應萃取方法為低壓冷凍乾燥 (lyophilized) 之凍結乾燥回收法，將樣品中水(氚)回收，此項回收水樣為 TFWT，而剩餘乾燥物質中含有有機結合氚 OBT，以燃燒回流法燃燒樣品產生水蒸氣後冷凝收集，添加閃爍液後以液態閃爍計數器計測。

此次氚前處理分析研習，日本分析中心安排課程包括 1. TFWT 及 OBT 生物試樣氚萃取技術 2. 減壓及常壓蒸餾前處理法、電解分析濃縮技術及紫外線樣品有機質測定法，整合各分項技術作業流程如圖 3。

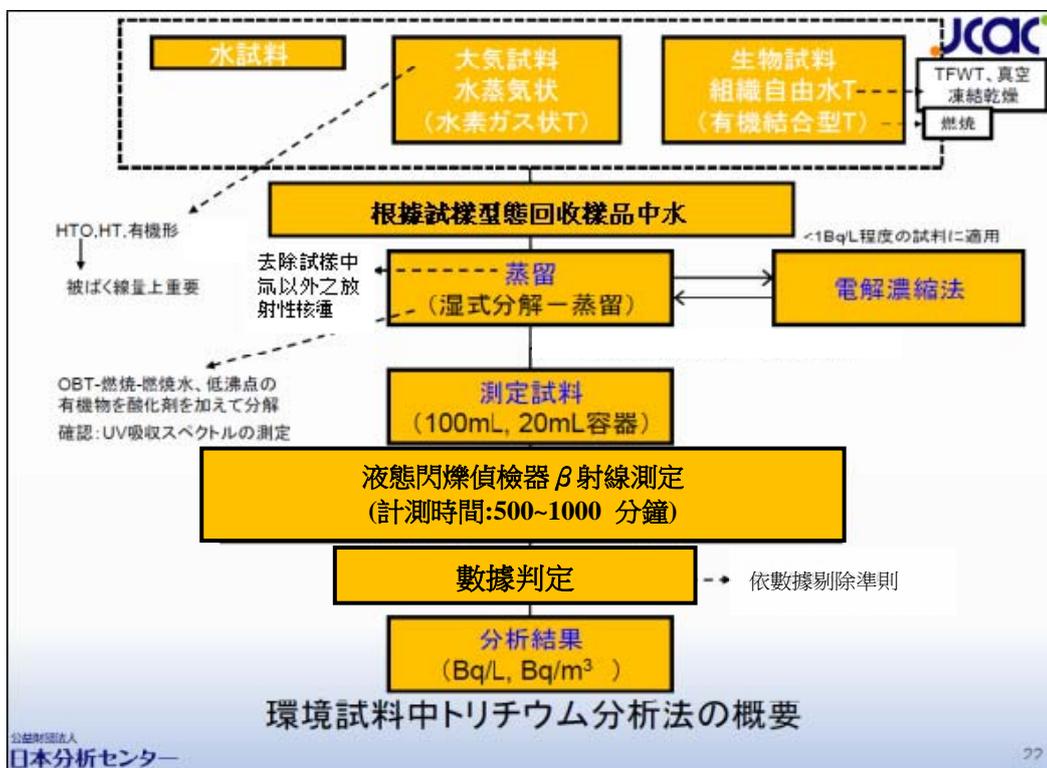


圖 3 環境試樣中氚分析計測作業流程一覽圖

1. TFWT 及 OBT 生物試樣氚萃取技術：此次研習生物樣品以牛乳為例，因冷凍乾燥作業時間約 1 星期，故 TFWT 程序由 JCAC 事先準備，其裝置如圖 4，而實際操作樣品燃燒回流法，其設備如圖 5，詳細作業程序說明如下：



圖 4 生物樣品氚低壓凍結乾燥機

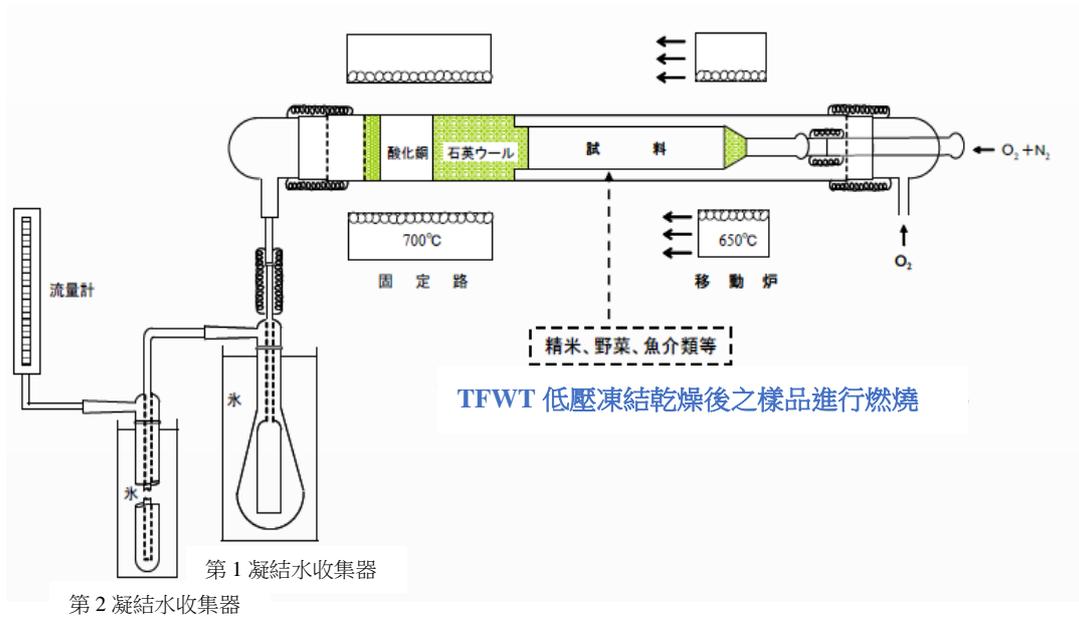


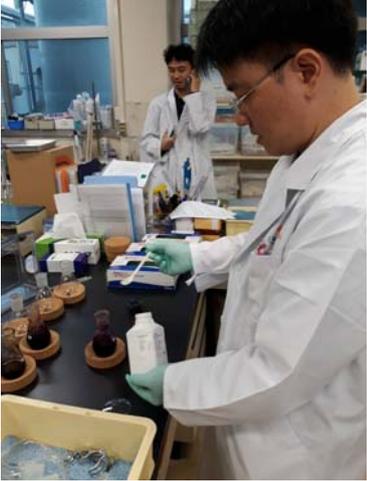
圖 5 生物樣品氣燃燒回流設備簡圖

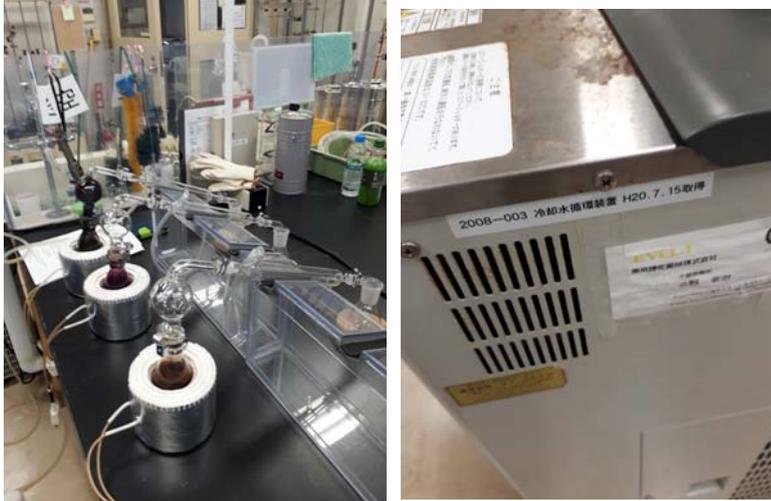
OBT 燃燒回留法	
步驟一	<p>將 OBT 樣品約 30 克填裝入內管中，外管裝填氧化銅 250 克，兩端則填充石英棉，設定固定爐溫度為攝氏 700 度、移動爐為攝氏 400 度</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div>
步驟二	<p>將第 1 及第 2 凝結水收集瓶(杜瓦瓶,Dewar bottle)浸泡於冰水中，加速冷凝效率</p>

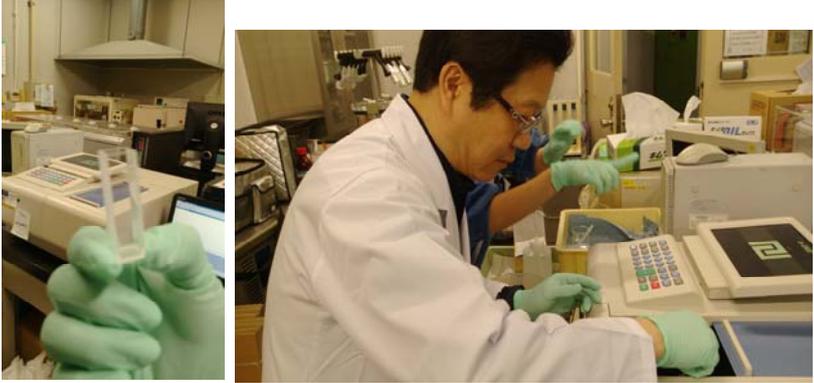
<p>步驟三</p>	<p>為避免樣品過度燃燒，內管注入氧氣與氮氣混合氣體每分鐘 50 公升，外管注入每分鐘 100 公升氧氣</p> 
<p>步驟四</p>	<p>設定移動爐溫度至攝氏 650 度，觀察樣品燃燒狀況，移動移動爐位置，使樣品燃燒狀況至完全碳化為止</p>
<p>步驟五</p>	<p>以吹風機加熱殘留於固定爐與收集瓶間玻璃管面之凝結水，使其凝結於收集瓶中</p>
<p>步驟六</p>	<p>秤取收集瓶內水重量，添加閃爍液，以液態閃爍計數器進行氬活度度量</p>

2. 常壓蒸餾 (atmospheric distillation) 與真空蒸餾 (vacuum distillation) 水樣氬前處理分析方法

常壓蒸餾又稱為大氣蒸餾，與真空蒸餾有相同目的，主要藉由加溫蒸餾過程，去除水樣樣品中雜質，蒸餾後凝結水僅留存液態氬，兩種方法優缺點比較，常壓蒸餾優點在於不須減壓設備，設備成本低；缺點在於蒸餾耗時，面臨大量樣品時，增加樣品處理難度。有關常壓蒸餾前處理作業程序如下：

	<p>常壓蒸餾作業</p>
<p>步驟一</p>	<p>茄形燒瓶內水試樣加入過錳酸鉀及過氧化鈉，將樣品中有機物質完全氧化</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div>
<p>步驟二</p>	<p>組裝 Liebig 冷凝管，L 型管和加熱器</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;">   </div>

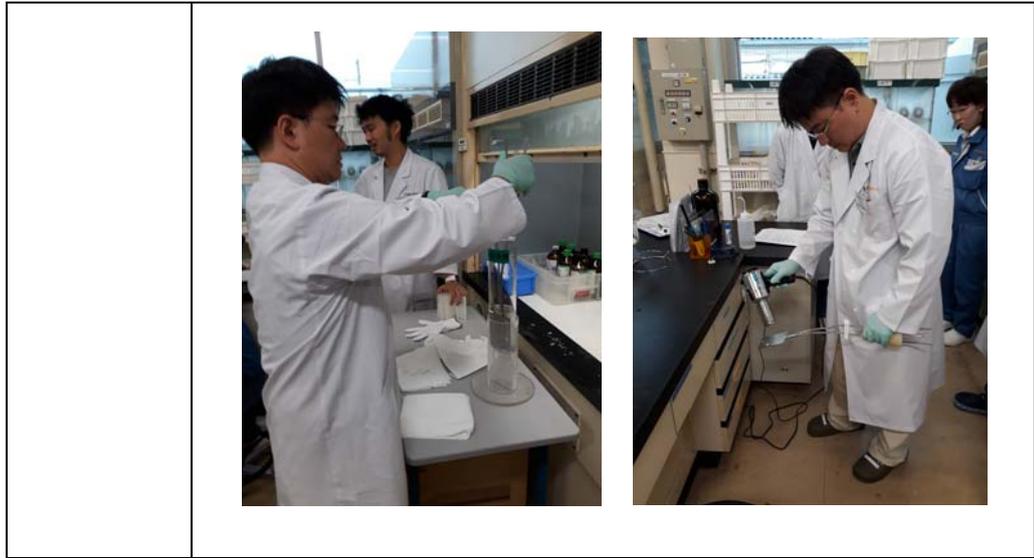
	常壓蒸餾作業
步驟三	緩慢加熱茄型燒杯內樣品後開啟冷凝器及冷凝水
	
步驟四	加熱茄形燒杯內水試樣成為乾燥固體
步驟五	觀察蒸餾冷卻後收集瓶內水溶液顏色，若溶液呈現紅色，則需要再次蒸餾（依實驗經驗，大多需經過兩次蒸餾）
步驟六	紫外光檢測（水樣有機質再確認）
	完成蒸餾後之樣品，需經過紫外光檢測，確認樣品中有機物質的含量（如果樣品中含有有機物質，將會干擾液態閃爍計數器計測）
	 <p>紫外光(UV)分光儀</p>

	<p>UV 分光儀石英量測容器以去離子水沖洗 3 次後，裝填水試樣，在 200nm 波長下照射，吸光度必須小於 0.1Abs，才可添加閃爍液以液態閃爍計數器量測</p>
<p>步驟七</p>	

3. 電解濃縮水樣氡前處理分析方法

地下水，海水或河川水等低濃度樣品需要以電解方法濃縮樣品中的氡含量，電解濃縮氡的原理在於純水中的氫相較於氡，更容易經電解後以氫氣方式釋出，因此，隨著含氡水樣品電解，液態含氡水將可達成濃縮目標。考量電解氡水樣時間需 1 個禮拜，此次研習則著重於前處理過程中，電擊板及水樣品的準備與配置。

	電解氡濃縮法
<p>步驟一</p>	<p>添加過氧化鈉於水樣品中（氧化有機物質）</p>
<p>步驟二</p>	<p>以 10M 鹽酸浸潤電擊板 1 分鐘後，以沸水清洗，並以吹風機乾燥電擊板</p>



肆、心得與建議

一、心得

此次研習成果包括學習緊急應變時污染樣品前處理程序、放射性氫水樣及生物樣品之分析技術外，最重要的是了解 JCAC 接受全國各地送檢疑似污染樣品時，自樣品收樣到實驗室計測過程中，為防止作業流程交叉污染，訂立對應前處理、樣品傳遞作業程序及接收樣品初篩時戶外空間之安排等；有關疑似污染樣品傳遞及戶外樣品接收之作業安排說明如下：

(1). 污染樣品收樣戶外空間安排

JCAC 根據福島核災經驗，為避免高污染樣品污染計測實驗室，安排樣品接收第一關於該中心樣品儲存倉庫前，距離樣品前處理實驗室間隔一棟建築物間距，距離計測加馬實驗室為二棟建築物距離，此項安排可將污染源以物理空間方式有效隔絕於實驗室外。主要污染防護邏輯設計為將較大量的污染管控空間限定在前處理室中，以成本效益來看，將各項防污措施細節及資源鎖定於前處理室，後續僅需監控自前處理後樣品經人員運送傳遞至計測室之污染。相關樣品接收動線如圖 6 所示。



圖 6 JCAC 污染樣品收樣路線及初篩作業戶外空間示意圖

(2). 樣品傳遞作業污染管控

樣品前處理防污染擴散的作業方法於本報告第 2 節「前處理室防污措施」說明，此外，完成前處理後之樣品，經人員遞送至計測實驗室之流程中，同樣的須設定防止污染擴散之作業程序。對於樣品進入計測儀器設備前的最後把關，為有效阻絕放射性污染進入計測實驗室，JCAC 藉由設定接收樣品緩衝區、樣品接收人員與計測操作人員分責及緊急應變計測室之設立等程序。接收樣品緩衝區的設立方法，規劃實驗室前特定物理空間隔絕污染(如計測室之玄關)，另增加指定樣品接收人員，在接收樣品的同時以塑膠袋包覆樣品，阻絕傳遞人員造成之污染擴散，另明定實驗室儀器操作人員與計測室樣品接收人員分工之機制，相關防止污染擴散之設定如圖 7、8 所示。



圖 7 計測實驗室前玄關(空間阻隔污染擴散)



圖 8 計測實驗室樣品接收人員樣品包覆作業(左)計測人員分工分責(右)

(3). 高污染樣品備援實驗室

以福島核災實際經驗，JCAC 說明核災當時大量湧入各地方政府待測定環境或食品樣品，約略估計為平時負擔 10 倍之多，原計測實驗室無法負荷，因此 JCAC 額外申請添購加馬純鍺偵檢器及分析系統共 9 套，鎖定偵測初篩後疑似高污染樣品，降低原標準加馬計測實驗室放射性污染之可能性，相關實驗室設置如圖 9 所示。



圖 9 JCAC 福島核災緊急應變作業增設高污染樣品偵測分析實驗室

二、 建議

此次赴日本公益財團法人日本分析中心研習心得，瞭解日方於緊急應變時環境樣品取樣、前處理至計測作業流程，最重要的是為避免計測實驗室遭受樣品放射性污染，影響分析數據準確性，其額外增設人員操作步驟及實體隔離空間等方法，確實值得偵測中心學習，建議能將相關作業方法轉換為緊急應變環境試樣標準作業程序書，作為本中心因應緊急應變之作業依據。

附件

樣品前處理研習課程表

Time schedule of Sampling and sample pretreatment program.

月日	時	10:00~												~17:00					
		9	30	10	30	11	30	12	13	30	14	30	15	30	16	30	17	30	
1	9/10 (Mon)			Opening		JCAC facility tour		Welcome Lunch		Exercise① Biota sample pretreatment (Protective covering→Fish→Vegetable)									
2	9/11 (Tue)			Exercise② Sediment pretreatment (Filtration)			Lunch		Exercise③ Sediment pretreatment (Packing to container) Soil pretreatment (Packing to container)		Exercise④ Soil sampling								
3	9/12 (Wed)			Exercise⑤ Sediment pretreatment (Calculation Ratio to drying soil content) Question-and-answer session			Lunch		Exercise(tritium analysis)										

- ◎ Have a break (about 10 to 20 minute) accordingly.
- ◎ All of programs are assumed for emergency.

氚前處理分析計測課程表

curriculum of tritium training

	9/12	9/13	9/14
10:00			
11:00		OBT 燃燒 combustion of OBT	常圧蒸留 atmospheric distillation
12:00		TFWT 還流 reflux of TFWT	
13:30	昼休み lunch	昼休み lunch	昼休み lunch
14:30	減圧蒸留 vacuum distillation	電解濃縮 electrolytic enrichment	LSCによる測定 LSC measurement
15:00	休憩 rest	休憩 rest	休憩 rest
16:00	減圧蒸留 終了 finished vacuum distillation	電解濃縮 electrolytic enrichment	不確かさ評価 evaluation of uncertainty
17:00	試料調製 preparation of counting sample	OBT 燃燒 終了 finished combustion	UV測定 UV measurement