

NIESCRM No.22 耳石

NIES CRM No.22 耳石標準試料は、魚耳石、貝殻などの主成分である炭酸カルシウム中の元素分析の精度管理に利用されるべく作製された環境標準試料である。本 CRM は耳石粉末約 3 g がはいたビンで、配布される。

1. 原料および作製法

本 CRM は西オーストラリアの北西沿岸で捕れたセンネンダイ (*Lutjanus sebae*) から採取した耳石 (1.4 kg) を、原料として用いた。耳石は、蒸留水で洗浄後、乾燥させ粉碎し、105 μm のナイロンふるいを通った部分を均一化した。

2. 均一性

本 CRM の均一性はランダムに 5 ビン選び各ビンから約 100 mg をサブサンプリングして、酸分解後、誘導結合プラズマ発光法 (ICP-AES)、原子吸光法、誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS) により元素含有量を測定し、得られた。ビン内及びビン間のバラツキは、有意ではなかった。

3. 保存性

本 CRM の保存性は厳密には評価されていないが、取扱い法にあげた適切な状況では、安定であると想定される。国立環境研究所では、今後本 CRM の保存性を追跡調査していく。

4. 保証値及び参考値

国立環境研究所と他 5 試験研究機関との共同分析により、Na, Mg, K, Ca, Sr, Ba の保証値が決定された。表に示すとおりである。共同研究機関の有効値の平均を、保証値とした。保証値の範囲は各分析値の平均値の 95% 信頼限界を含む範囲として決定される。

参考値は Cu, Zn, Cd, Pb について与えられている。これらは、同位体希釈 ICP-MAS を含む 2 種の独立した分析法で測定した値を基にしている。参考値は、国立環境研究所にて得られた値を基にしたものであり、分析誤差を含む可能性がある。

保証値及び参考値は乾燥重量を基に表されている。よって、分析値は試料の水分含量を測定し補正する必要がある。乾燥の方法については、取扱い法を参照のこと。

耳石標準試料の保証値と参考値

		保証値	分析法
Na	%	0.223±0.010	ICP,AAS,FES,INAA
Mg	mg/kg	21± 1	ICP,AAS,ICP-HRMS
K	mg/kg	282± 8	ICP,AAS,FES,INAA
Ca	%	38.8± 0.5	ICP,AAS,INAA,ID-ICP-MS
Sr	%	0.236±0.005	ICP,AAS,INAA,ID-ICP-MS
Ba	mg/kg	2.89±0.08	INAA,ICP-MS,ID-ICP-MS
		参考値	
Cu	mg/kg	0.74	
Zn	mg/kg	0.47	
Cd	mg/kg	0.0028	
Pb	mg/kg	0.023	

ICP;誘導結合プラズマ発光分析法,AAS;原子吸光法,INAA;中性子放射化分析法

FES;炎光光度分析法,ICP-MS 誘導結合プラズマ質量分析法,ID-ICP-MS; 同位体希釈 ICP-MS
ICP-HRMS;高解像度 ICP-MS

5. 取扱い法

(1) 保存

ビンはきちんと栓をして清浄、乾燥状態、室温にて保管のこと。デシケーター内保存が望ましい。

(2) 使用

均一性を、確保するため計量前にビンを振ること。栓を開ける前に、細紛が落ち着くまでまつ。取扱い時には、試料を吸い込まないように気をつけること。主成分である炭酸カルシウム取扱い上の注意を守ること。

(3) 乾燥

本 CRM は保証値測定時、含水量 0.2~0.4%であった。水分は、保存状態により異なるので分析に先立ち含水量を測定すること。約 500mg の試料を重量の分かっている乾燥させたガラスあるいは金属ビンに量り入れる。試料のはいったビンを電気オーブンで 85°C、4 時間加熱する。その後、ビンをシリカゲル入りデシケーターに 30 分入れて冷やす。試料入りビンの重さをふたたび測定し、含水量を求める。

(4) サンプル分解

本 CRM の分解は加熱酸分解（濃硝酸など）あるいは室温での希釈酸（1 M）によ

る溶解による。酸溶解法によりサンプル溶液を準備したとき、元素決定にさいし、十分に分解されない有機物による干渉の補正が、必要な場合もある。両分解法ともカルシウム元素からの干渉の補正に留意しなければならない。分析に際しては最低 100mg の試料を使うことをお勧めする。

6. 共同分析機関

本 CRM の保証値決定は、下記の方々からご提供いただいた共同分析データをもとにした。厚く御礼申し上げます。

共同分析者（順不同、敬称略）

古田 直紀（中央大学 工学部）；平井 昭司、鈴木 章悟、岡田 往子（武蔵工業大学 原子力研究所）；岡井 貴司（工業技術院 地質調査所）；坂尾 昇治（神奈川県産業技術総合研究所）；内田 哲男、小島 功（名古屋工業大学 応用化学科）

2000年6月