

国立研究開発法人国立環境研究所

環境標準物質情報シート

NIES RM No. 1002 松葉 II (Pine Needles II)

本環境標準物質は、茨城県で採取した松葉（クロマツ、*Pinus thunbergii*）を用いた標準物質（RM, Reference Material）であり、松葉や類似する植物中の総水銀分析を行う際の精度管理や分析精度向上のために使われることを目的として、国立環境研究所（NIES, National Institute for Environmental Studies）において研究開発された。また、本物質の情報として無機元素含有量および水銀同位体比を付与した（付録参照）。

参考値

元素	質量分率			分析方法*
	単位	参考値	不確かさ	
Total Mercury (THg)	ng/g	22	2	TD-CV-AAS

参考値は乾燥重量当たりの値である。

* TD-CV-AAS : 加熱酸化-金アマルガム-冷原子吸光分析法

参考値の決定法

本標準物質の参考値は、NIES にて 1 年間に 5 回分析した結果を用いて統計的に決定された。

参考値に付けた不確かさは包含係数 $k=2$ の拡張不確かさであり、95 % の信頼区間の半分の幅に相当する。

参考値は、NIES の認証値の基準を満たさなかったため認証値としては取り扱わない。

形状等

本標準物質は、透明ビンに入った緑色微粉末である。

原料および作製法

本標準物質の原料は、茨城県にて採取したクロマツ（*Pinus thunbergii*）の 2 年生葉である。採取したクロマツは汚れを拭き取り、70 °C のオーブンで 18 時間乾燥後、目開き 200 μm のふるいリング付ローターミルを用いて粉碎し、回転ブレンダーにより均質化した。透明ビン 68 本に 3 g ずつビン詰めした後、 ^{60}Co 照射（25 kGy）による滅菌処理を施した。一連の作業は ISO Guide 34 に準拠して行われた。

均質性

本標準物質全ビンより 7 本層別ランダム抽出を行い、均質性評価を行った。一元配置分散分析により算出されたビン間標準偏差は 1 % 以下であり併行標準偏差と比較して十分に小さく、標準物質として均質であることが確認された。

安定性

ビン詰め後 12 か月にわたる長期安定性試験の結果、試料中の総水銀濃度について有意な変動は認められなかった。

使用上の注意事項

1. 本物質は配布時のビンのままデシケーター内で室温（30℃以下）保存すること。開封後も同様の条件下で保存すること。
2. 本物質はビン内の試料を軽く振って混和させてから分取すること。
3. 本物質の参考値は乾燥重量あたりで決定されている。したがって定量の際には水分含量の測定を行い、補正をする必要がある。水分含量は、成分分析用試料と同じビンから分取した水分含量測定用試料を用い、85℃で4時間乾燥して求める。なお NIES において測定した水分含量は約4%であった。ただし、この値は保存期間および環境により変動するので、必ず毎分析時に水分含量を測定して分析値を補正すること。
4. 本物質の1分析あたりの最小使用量は 50 mg である。
5. 研究目的以外に使用しないこと。試料の廃棄の際は、廃棄物の処理および清掃に関する法律を遵守すること。

有効期限

本標準物質の参考値の有効期限は、上記条件が守られることを前提として、2034年6月とする。有効期限内に特性値の変化が認められた成分については、国立環境研究所ホームページにおいて公表する。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

技術情報

本標準物質に関連する技術情報と最新の研究報告についてはホームページから入手可能である。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

その他、本標準物質に関する質問は下記問い合わせ先にご連絡ください。

2024年6月3日

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域長 山本 裕史

問い合わせ先

〒305-8506 茨城県つくば市小野川 16-2

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域 基盤計測センター 環境標準物質担当

TEL: 029-850-2945 FAX: 029-850-2900 E-mail: nies.crm@nies.go.jp

作成日 2024年6月3日

付録

本標準物質の使用にあたり有益な情報を付録として提供する。なお、ここに示す値は認証値ではない。

付録1 水銀同位体比

植物中の水銀同位体比は大気中の水銀動態の推定に有用な情報である。NIES RM No. 1002 松葉 II の水銀同位体比は、NIES のマルチコレクター誘導結合プラズマ質量分析計（MC-ICP-MS; Nu Plasma II, Nu Instruments, UK）を用いて測定した。同位体分析の前処理方法として、二段階加熱炉およびマイクロウェーブ試料分解装置（speedwave 2, BERGHOF products + Instruments GmbH, Germany）を用いた酸分解を採用した。均質性評価のため、ビン内・ビン間について水銀同位体比を分析し、分析精度内で均質であることを確認した（表 A1）。

表 A1 NIES RM No. 1002 松葉 II の水銀同位体比

	$\delta^{199}\text{Hg}$	$\delta^{200}\text{Hg}$	$\delta^{201}\text{Hg}$	$\delta^{202}\text{Hg}$	$\delta^{204}\text{Hg}$	$\Delta^{199}\text{Hg}$	$\Delta^{200}\text{Hg}$	$\Delta^{201}\text{Hg}$	$\Delta^{204}\text{Hg}$
(n=12)	‰	‰	‰	‰	‰	‰	‰	‰	‰
Mean	-0.92	-0.82	-1.75	-1.64	-2.42	-0.51	0.00	-0.52	0.02
2SD	0.15	0.16	0.17	0.23	0.27	0.10	0.06	0.13	0.18

<補足説明>

水銀同位体組成を表記する際、NIST SRM 3133 と測定試料の同位体比を比較したズレを、千分率を用いた δ 値（‰）として表す：

$$\delta^{***}\text{Hg} (\text{‰}) = \left[\left(\frac{^{***}\text{Hg}/^{198}\text{Hg}}{^{***}\text{Hg}/^{198}\text{Hg}} \right)_{\text{sample}} / \left(\frac{^{***}\text{Hg}/^{198}\text{Hg}}{^{***}\text{Hg}/^{198}\text{Hg}} \right)_{\text{NIST SRM 3133}} - 1 \right] \times 1000$$

（***：水銀同位体の質量数 199、200、201、202、204）

$\delta^{***}\text{Hg}$ の測定値と理論値に差が生じる場合を質量非依存型同位体分別（Mass Independent Fractionation：MIF）と呼び、 Δ 値として表す：

$$\Delta^{***}\text{Hg} (\text{‰}) = \delta^{***}\text{Hg} - (\beta \times \delta^{202}\text{Hg}),$$

（ β ：理論上の $\delta^{202}\text{Hg}$ に対する他の同位体の割合。 $\delta^{199}\text{Hg}/\delta^{202}\text{Hg}=0.252$ 、 $\delta^{200}\text{Hg}/\delta^{202}\text{Hg}=0.502$ 、 $\delta^{201}\text{Hg}/\delta^{202}\text{Hg}=0.752$ 、 $\delta^{204}\text{Hg}/\delta^{202}\text{Hg}=1.492$ （Bergquist and Blum, 2007））。

<引用文献>

B. A. Bergquist, J. D. Blum: Science, 318, 417(2007).

付録2 無機元素含有量

NIES RM No. 1002 松葉 II の無機元素含有量は、NIES の誘導結合プラズマ質量分析計（ICP-MS; Agilent 8800, Agilent Technologies）および誘導結合プラズマ発光分光分析計（ICP-AES; ICPE-9820, Shimadzu, Japan）を用いて測定した（表 A2）。前処理方法として、マイクロウェーブ試料分解装置（speedwave 2, BERGHOF products + Instruments GmbH, Germany）を用いた酸分解を採用した。

表 A2 NIES RM No. 1002 松葉 II の無機元素含有量

元素	質量分率		分析方法*
	単位	含有量	

Aluminium (Al)	%	0.073	ICP-OES
Calcium (Ca)	%	0.79	ICP-OES
Phosphorus (P)	%	0.081	ICP-OES
Potassium (K)	%	0.56	ICP-OES
Barium (Ba)	mg/kg	16	ICP-OES
Cadmium (Cd)	mg/kg	0.080	ICP-MS
Copper (Cu)	mg/kg	2.2	ICP-MS
Iron (Fe)	mg/kg	68	ICP-OES
Rubidium (Rb)	mg/kg	4.6	ICP-MS
Zinc (Zn)	mg/kg	27	ICP-OES

値はすべて乾燥重量当たりの値である。

* ICP-MS：誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES：誘導結合プラズマ発光分光分析法

