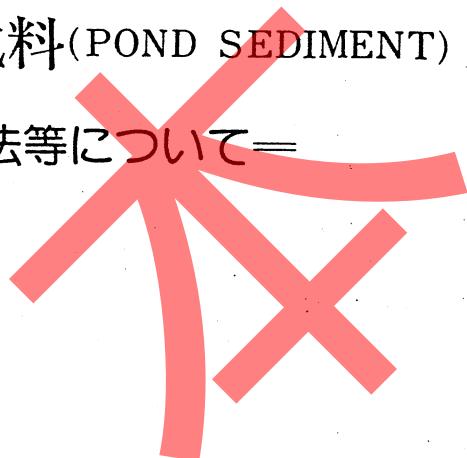


環境標準試料

NIES No.2 池底質試料(POND SEDIMENT)

=保証値、取り扱い法等について=



1981年7月

国立公害研究所

池底質標準試料は、底質試料の化学分析を行う際に、本試料を用いて分析値および分析方法の正確さが評価できることを目的として、国立公害研究所において研究開発中の環境標準試料である。本試料は東京大学三四郎池の底質から調製した天然物試料であり、元素組成からみて都域における代表的な底質試料と考えられる。池底質標準試料は元素含有量に関する標準試料であり、現時点では、13元素に対して保証値(Certified value)および12元素に対して参考値(Reference value)が定められている。

I. 池底質標準試料の保証値

元 素	含 有 量 ¹	分 析 方 法 ²
アルミニウム (A1)	1 0.6 ± 0.5 (重量パーセント)	c, f, h, i, j
鉄 (Fe)	6.53 ± 0.35	a, c, d, f, g, h, j
カルシウム (Ca)	0.81 ± 0.06	a, c, d, f, g, i, j
カリウム (K)	0.68 ± 0.06	a, b, c, d, f
ナトリウム (Na)	0.57 ± 0.04	a, b, f, g
亜 鉛 (Zn)	3.43 ± 1.7 (μ g/g)	a, c, d, f
銅 (Cu)	2.10 ± 1.2	a, c, d, e, f
鉛 (Pb)	1.05 ± 0.6	a, c, d, e, g
クロム (Cr)	7.5 ± 5	a, c, f, h
ニッケル (Ni)	4.0 ± 3	a, c, d, g
コバルト (Co)	2.7 ± 3	a, c, f, g
ヒ素 (As)	1.2 ± 2	a, f, g, h
カドミウム (Cd)	0.82 ± 0.06	a, c, e

1. 乾燥重量当り。乾燥方法については、試料取り扱い法を参照すること。

2. 用いられた分析方法

a 原子吸光分析法, b 炎光光度分析法, c プラズマ発光分析法, d ケイ光X線分析法, e 同位体希釈質量分析法, f 中性子放射化分析法, g 光量子放射化分析法, h 吸光光度法, i 重量分析法, j 容量分析法

池底質標準試料の保証値は、表に示した分析方法による6～30個の分析値に基づいて決定されており、各元素に対して少なくとも三つの独立した分析方法が用いられている。保証値の範囲は、すべての分析値の標準偏差の2倍および各分析方法ごとの平均値の95%信頼限界に基づいて決定されており、測定誤差および分析方法間のかたよりを含む。なお、池底質標準試料に関する研究は現在も進行中であり、表に示した保証値は1981年7月におけるものである。

II. 池底質標準試料の参考値

元 素	含 有 量 ¹
ケイ素 (Si)	(21) (重量パーセント)
チタン (Ti)	(0.64)
リン (P)	(0.14)
マンガン (Mn)	(770) ($\mu\text{g/g}$)
バナジウム (V)	(250)
ストロンチウム (Sr)	(110)
ルビジウム (Rb)	(42)
スカンジウム (Sc)	(28)
ランタン (La)	(17)
臭素 (Br)	(17)
アンチモン (Sb)	(2.0)
水銀 (Hg)	(1.3)

1. 乾燥重量当り。

III. 池底質標準試料の取り扱い法

1. 試料の乾燥方法

池底質標準試料の保証値と参考値は、乾燥重量を基礎として表わしてある。本試料を電気乾燥器中で、110°C、4時間乾燥させた後、シリカゲルデシケータ中で約30分間放冷後、秤量して乾燥重量とすること。

但し、乾燥過程で揮散の起こる可能性がある元素（水銀、セレンなど）を分析する際には、本試料を乾燥させることなく分析に用い、別に取った試料を上記の条件により乾燥して水分含量の補正を行うこと。

2. 試料の採取量

池底質標準試料の均一性を保つため、一回の試料採取量は少なくとも300mgをとること。分析方法によっては、少量の試料を使わざるを得ない場合があるが、試料採取量が少ないとによる不均一性の問題は現在までのところ報告されていない。

3. 試料の分解法

池底質標準試料の保証値および参考値は、試料の完全分解に基づいて表わされている。従って、試料を溶液にする際には、アルカリ溶融法またはフッ化水素酸を使った酸分解法を用いること。

4. 試料の保存法

池底質標準試料は配布されたビン中に保存し、使用後は密栓して、室温でデシケータ中に保存すること。試料の採取操作などにおいて、試料の汚染を起こさないよう注意すること。

IV. 池底質標準試料の調製法および均一性

標準試料の調製に用いた底質試料は東京大学三四郎池から採取し、2mmのふるいを通して小石、落葉を除いた後、室温で約2週間風乾した。乾燥試料をアルミナボールミル中で粉碎し、ナイロン製ふるいを通して200メッシュ($71\mu\text{m}$)以下の部分を集め、全量(約40kg)を二分器に11回通して混合した。均一化した池底質試料を約20gずつガラスビン(2,000本)に充填し、コバルト60照射(2メガラド)による殺菌を行った。

池底質標準試料の均一性を調べるために、ランダムに選んだ11本の試料ビンからそれぞれ3つの試料を取り、酸分解-原子吸光法により重金属を定量して、そのばらつきから試料の均一性を推定した。試料の均一性に起因するばらつきは、試料の分解に伴う誤差および測定誤差に比べて小さく、池底質試料は標準試料として十分に均一であると考えられる。

V. 分析協力者

池底質標準試料の保証値を決定するにあたっては、次の方々から提供していただいた分析値を使用した。

木羽敏泰(金沢工大)、赤岩英夫(群馬大・工)、安部美津子(相模中研)、一国雅己(東京工大・総合理工)、岩田志郎(京都大・原子炉実験所)、鎌田政明(鹿児島大・理)、木村幹(青山学院大・理工)、鈴木信男(東北大・理)、外林武(新潟大・理)、高島良正(九州大・理)、寺田喜久雄(金沢大・理)、長島弘三(筑波大・化学系)、永塚澄子(東京都アイソトープ総合研)、西川泰治(近畿大・理工)、橋本芳一(慶應義塾大・工)、浜口博(日本分析センター)、古川路明(名古屋大・理)、村上悠紀雄(北里大・衛生)、室住正世(室蘭工大・工)、山県登(国立公衆衛生院)、綿抜邦彦(東京大・教養)、工藤冽(電々公社茨城通研)、小山睦夫(京都大・原子炉実験所)、戸田昭三(東京大・農)、原口紘志(東京大・理)、野津憲治(筑波大・分析センター)、土屋悦輝(東京都衛生研)、高橋淑子(東京都公害研)、高城裕之(神奈川県衛生研)

VI. 分析値の送付依頼

国立公害研究所では、池底質標準試料の品質の追跡調査を行い、また保証値と参考値の質を更に向かせるため、池底質試料を分析された方から分析値の送付をお願いしている。分析値の送付先および池底質標準試料全般に関する連絡先は、下記の通りである。

〒305 茨城県筑波郡谷田部町小野川16-2 TEL 0298-51-6111
国立公害研究所 計測技術部 安部喜也、岡本研作

なお、池底質標準試料に関する詳細は、国立公害研究所研究報告書「Preparation, Analysis and Certification of POND SEDIMENT Certified Reference Material」に記載される。