

吸光光度法による標準試料JLK-1のBiogenic Silica濃度の測定

Biogenic silica content of Geochemical Reference Sample JLK-1 measured by Molybdenum-yellow absorbance method

相澤 育実 [1]; 岩本 直哉 [2]; 渡部 遼 [3]; 井内 美郎 [4]

Yasumi Aizawa[1]; Naoya Iwamoto[2]; Haruka Watanabe[3]; Yoshio Inouchi[4]

[1] 愛大・理・生地; [2] 愛大・理工・環境; [3] 愛大・理・生地; [4] 愛大・沿岸環境センター

[1] Bio. and Earth Sci., Ehime Univ.; [2] Earth Sci., Ehime Univ; [3] Biology and Earth Sci., Ehime Univ; [4] CMES, Ehime Univ.

湖沼堆積物には植物プランクトンの珪藻殻が多く含まれており、過去の湖沼域での内部生産量を示す指標として注目されている。本研究では、滋賀県琵琶湖の堆積物である標準試料JLK-1(産業技術総合研究所提供)を用いて、生物源シリカの濃度を測定する手法を確立することを目的とした。

分析に使用した標準試料JLK-1は、滋賀県琵琶湖高島町沖合い3.8km、水深63mの位置で採取され、湖底表層の0~20cmを調整されたものである。

分析方法は以下のような手順で行った。

試料作成

標準試料に含まれる有機物を過酸化水素水で分解し、過酸化水素水は蒸留水を加えて遠心機(3000rpm × 60分)にかけて除去した。更に炭酸塩を塩酸で分解し、塩酸は蒸留水を加えて遠心機(3000rpm × 60分 × 3回)にかけて除去した後、低温(40度)に設定した乾燥機に入れ、完全に乾燥させた。

検量線作成

標準試料のケイ素濃度を測定する場合と同様に炭酸ナトリウムでケイフッ化ナトリウム溶液を10ppm・20ppm・30ppm・50ppm・100ppmの5種類の濃度に希釈し、そのそれぞれにモリブデンアンモニウム溶液を入れ、黄色に変化した溶液の吸光度を測定した。濃度と吸光度の関係を測定し、検量線を作成した。

吸光度測定

と の吸光度測定時には、モリブデンアンモニウム水溶液を加えて25~30分経過してから測定した。測定する試料はモリブデンアンモニウム水溶液で黄色に変化しているため、分光光度計は試料の黄色と補色の関係にある紫色の波長385 μ mに設定した。蒸留水を対照としゼ口に合わせて、測定する溶液で同一の石英セルを共洗いしてから吸光度を測定した。

一定温度におけるケイ素の溶解度曲線作成

で作成した試料に炭酸ナトリウムを入れて、事前に装置に水を満たし一定温度(85度)・一定の振動数(60回/分)に設定した振とう恒温槽に入れた。10分毎に溶液を採取して吸光度を測定し、検量線を使ってケイ素の濃度を求め、時間経過とケイ素の濃度の移り変わりを調べた。

測定結果は以下の様になった。

10分毎のケイ素濃度の移り変わりでは、最初は指数関数的に濃度が大きくなるが、ある時間を過ぎると濃度は一定に大きくなるのが分かった。標準試料に含まれるケイ素は、鉱物起源のケイ素と生物源シリカの2種類が混ざっているが、生物源シリカの方がアルカリに溶けやすく先に溶け終わる。よって、このある時間というのは、生物源シリカが全て溶け終わり、鉱物起源のケイ素のみが溶け出す状態を表わしている。この時間は90分であることが、ケイ素の濃度の移り変わりと時間経過毎の顕微鏡写真から分かった。

また、90分のケイ素の濃度は、試料中の全ての生物源シリカと90分までに溶けた鉱物起源のケイ素の和である。どちらも未知数ではあるが、鉱物起源のケイ素のみが溶け出す状態(90分以降)では濃度が一定に大きくなる、つまり鉱物起源のケイ素が溶ける反応速度が一定であることから、90分までに溶け出した鉱物起源のケイ素を求めることが可能であり、先に溶け出す生物源シリカを算出することができる。

以上の方法によって、モリブデンアンモニウム水溶液を使った吸光光度法により、生物源シリカと鉱物起源のケイ素の2種類のケイ素が混在している状態での生物源シリカ濃度の決定が可能になった。