

標準堆積物試料 (JMS-1, JMS-2, JSO-1) 中の希土類元素組成の精密定量

Precise determination of REE in sedimentary standard samples(JMS-1, JMS-2, JSO-1)

横瀬 久芳 [1]; 佐藤 創 [2]; 西山 麻砂美 [3]

Hisayoshi Yokose[1]; Hajime Sato[2]; Masami Nishiyama[3]

[1] 熊大・理・地球環境; [2] 熊大・院・自然科学; [3] 熊大・生命資源・機器分析

[1] Dept. Earth Sci., Kumamoto Univ; [2] Grad. Sch. Sci. & Tech., Kumamoto Univ.; [3] Instrumental Analysis, IRDA, Kumamoto Univ.

<http://yrg.sci.kumamoto-u.ac.jp>

一般に、堆積物は地質学的記録物として重要な存在であるが、通常の岩石と異なり多量の有機物が含まれている。そのため、岩石試料と同様の混酸による分解過程では、多量の炭質物が溶液中に析出する。そこで堆積物試料の分析では、試料を前もって灰化する必要がある。電気炉を用いた乾式灰化法と過塩素酸と硝酸を用いた湿式灰化法を用いて、近年GSJより発行された、地質学的標準試料である海洋底堆積物(JMS - 1, JMS - 2)および表層堆積物(JSO-1)の希土類元素分析を行った。いずれの方法においても、良好な希土類元素の定量結果が得られたので報告する。また、実験を通して取り扱う試料量が40mgと微量なため、分解・溶液調整は、すべてオールフレッシュタイプのクリーンルーム内で行った。

1. 灰化法: 電気炉を用いた乾式灰化法では、約1gの測定試料を磁製のつばに秤量する。850の電気炉に2時間入れ、灼熱減量を正確に求める。灰化後の試料は、通常の岩石試料と同様に扱う。一方、過塩素酸と硝酸を用いた灰化法では、15mlのテフロンバイアル(分解容器)に約40mgの試料を秤量し、過塩素酸と硝酸をそれぞれ0.4ml加える。蓋を開けた状態で、130のホットプレート上に載せ、蒸発乾固させる。

2. 分解法: 灰化の済んだ試料は、横瀬・山本(1997)に従った混酸による分解を行う。この分析では、試料量を約40mgにしているため、分解溶液の量を10分の1以下にした。混酸を加えた分解容器を硬く閉め、150のホットプレート上に4日間放置する。その後、130でゆっくりと蒸発乾固させ、0.25mol/lの硝酸溶液で約5000~10000倍に希釈し、測定用溶液とした。

3. 測定: 熊本大学機器分析センター設置のHR-ICP-MS(Finnigan MAT ELEMENT)を使用した。プラズマ出力は、1.3kWとし、低分解能モードで測定した。測定開始時には、40分間ブランク溶液を流し、マスキャリブレーション時のメモリー効果を除去した。

4. 補正方法: 測定試料4つおきに、標準溶液を測定する。測定終了後に標準溶液の時間変動を用いて、測定試料のドリフト補正を施した。従って、本方法では内部標準を添加していない。地質学的試料中における軽希土類元素の存在度は、100倍程度変動するため、単一の標準溶液(マトリクスマッチングしていても)ではカバーしきれない。そこで、軽~中希土類元素の酸化物によるラインオーバーラップ補正を中~重希土類元素(Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu)について実施した。また、同一の分解溶液から希釈率の異なる被検液を作成し、希釈率の効果を検討した。希釈率が低い場合や試料中の希土類元素濃度が高い場合は、マトリクス補正が適応範囲外になる元素が多数表れた。逆に希釈率が高すぎる場合や試料中の希土類元素濃度が低い場合は、測定限界に伴う測定精度の低下が認められた。そこで本研究では実質希釈率を5000~10000倍になるように調整した。

以上のような手順を経て、試料中の希土類元素を定量した。乾式灰化法を用いた試料は、最後に灼熱減量による濃縮効果を補正して最終結果とした。測定結果を図に示す。乾式および湿式灰化法で、明瞭な差は認められず、両方法とも有機物の多い試料に有効であると言える。

	n	La (ppm)	Ce (ppm)	Pr (ppm)	Nd (ppm)	Sm (ppm)	Eu (ppm)	Gd (ppm)	Tb (ppm)	Dy (ppm)	Ho (ppm)	Er (ppm)	Tm (ppm)	Yb (ppm)	Lu (ppm)
JMS-1	3	18.77	40.47	4.63	19.30	4.00	1.05	4.08	0.60	3.64	0.72	2.06	0.29	1.84	0.28
(1s)		0.51	1.25	0.12	0.35	0.28	0.03	0.09	0.01	0.10	0.03	0.07	0.03	0.07	0.02
JMS-2	3	130.87	155.53	34.93	152.93	35.18	9.10	37.46	5.76	36.90	7.87	22.51	3.22	18.65	3.14
(1s)		1.05	2.46	1.17	10.16	2.70	0.49	2.47	0.32	2.19	0.59	1.52	0.25	1.68	0.34
JSO-1	3	8.91	19.90	3.04	14.44	3.67	1.22	3.91	0.62	4.01	0.82	2.34	0.33	2.07	0.32
(1s)		0.27	0.45	0.08	0.44	0.11	0.01	0.15	0.02	0.07	0.02	0.07	0.01	0.12	0.01

