

技術報告

環境試料中の微量成分分析における問題点

——貝，魚，底質の前処理と貝試料中の微量元素濃度——

田口 正*^①，高城裕之**，戸田昭三***，岩島 清，山県 登*

(1980 年 9 月 10 日受理)

ムラサキガイ (*Mytilus edulis*)，サメ筋肉標準試料 (RS-0011)，2 種類の底質を用いて，試料の保存，乾燥，灰化及び解凍-水洗などの前処理の金属定量値に及ぼす影響について検討した。又，ムラサキガイの肉粉末試料中の 9 種 (水銀，セレン，亜鉛，コバルト，鉄，銀，臭素，ナトリウム，ヒ素) の元素含量を中性子非破壊放射化分析法，原子吸光分析法，及び蛍光分析法により定量した。ポリエチレン袋で包んだムラサキガイの冷凍保存中 (-20°C ，80 日間) での重量の変化は，認められなかった。乾燥，灰化方法によって，試料中の乾燥重量，灰分に差を生じた。凍結保存したムラサキガイを解凍及び水洗することによって，重量が 30 % 以上も減少し，又凍結試料中の全金属量に対するドリップ中の金属量の割合は，金属によって異なることが明らかになった。ムラサキガイの肉粉末試料の金属組成は，米国標準局 (NBS) の Oyster tissue (SRM 1566) 及び International Atomic Energy Agency (IAEA) の Oyster homogenate (MA-M-1) と類似のものであることが分かった。

1 結 言

環境試料中の微量金属の分析は，分析機器の発達により，高感度に精度よく行われるようになった。機器分析がより自動化へと指向している状況において，環境試料を分析する際には，前処理^{1)~3)}，特に試料の保存，乾燥⁴⁾⁵⁾，灰化⁶⁾などの基本的な事項が重要視されるようになってきた。一般にこれら前処理については，細かく規定されていない場合が多い。そこで研究の目的や，試料の種類によって各人がそれぞれの方法で行っている。生物試料中の金属の分析において，例えば植物試料 (ササ，カンボク) では，灰化方法によって灰分が異なること⁷⁾，又動物試料 (サメ筋肉，魚肉ペレット) 中の水銀の分析において，凍結試料と解凍後の試料を分析した場合とでは，濃度が異なる⁸⁾⁹⁾ ことなど幾つかの問題点が指摘されている。そこで今回，沿岸水域での汚染の

指標生物として注目されているムラサキガイ⁹⁾，サメ筋肉標準試料¹⁰⁾，底質試料¹¹⁾¹²⁾を用いて試料の前処理における幾つかの問題点を検討するとともに，ムラサキガイの肉粉末試料中の元素 (水銀，セレン，亜鉛，コバルト，鉄，銀，臭素，ナトリウム，ヒ素) を定量した。

2 装置及び試薬

2.1 装 置

水銀分析には，既報⁹⁾ 同様日立 207 型原子吸光装置に 100cm の長光路吸光管を組み合わせたものを用いた。その他の金属分析には，第二精工舎製 SAS-725 型原子吸光装置及び日立 FPF-2 型蛍光光度計を用いた。放射化分析における γ 線の測定には，Ortec 社製ゲルマニウム (リチウム) 半導体検出器を Camberra (8100 型) 社製 4096 チャンネル波高分析器に接続して用いた。低温灰化装置は，IPC 社 PM 401 型，真空凍結乾燥機は，Virtis 社製 Model No. 10-145 MR-BA 型，恒温乾燥器は，カヤガキ製電気定温乾燥器をそれぞれ用いた。水分測定は，京都電子製カールフィッシャー法水分測定器を用いた。

2.2 試 薬

水銀標準溶液は，関東化学原子吸光用 (100 ppm)，他の金属の標準溶液は，和光純薬製原子吸光用 (1000 ppm)

* 国立公衆衛生院放射線衛生学部：東京都港区白金台 4-6-1

** 神奈川県衛生研究所生活環境部：神奈川県横浜市旭区中尾町 52-2

*** 東京大学農学部農芸化学科：東京都文京区弥生 1-1-1

を用いた。酸は、有害金属測定用（和光純薬製）を用い、その他の試薬は、精密分析用あるいは特級を用いた。

3 試 料

3.1 貝試料

1977 年 6 月と 1978 年 8 月に東京湾内で採集したムラサキガイ {かく長: (54~76)mm} を用いた。試料は、採取後、直ちに研究室に持ち帰り -20°C で凍結保存した。

3.2 魚肉試料

サメ（ナヌカザメ）筋肉標準試料 (RS-0011)¹⁰⁾ を用いた。試料は、真空凍結乾燥後、粉末にしたもので ^{60}Co 照射をしてある。粒度は 50 メッシュ以下である。

3.3 底質試料

Pond Sediment¹¹⁾¹²⁾ (NIES No. 2, 国立公害研究所調製): 1977 年 5 月東京大学の三四郎池で採取した底質を風乾し、200 メッシュ以下にしたものである。

River Sediment¹³⁾ (EA S-54, 環境庁統一精度管理調査共通試料): 1979 年 4 月横浜市の河川で採取した底質を $85^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ で約 2 昼夜乾燥し粉碎後、100 メッシュのふるいを通したものである。

3.4 貝試料（ムラサキガイ）の調製

試料の解凍及び水洗方法についての概略を Fig. 1 に

示した。

試料 A: ムラサキガイのかく高, かく長, 重量を測定した後, 軟質部を取り出し重量を測定し, サランの網 (9 メッシュ) の上に置く。室温で 50 分間解凍する。網上に解凍軟質部, ビーカー中にドリップ (凍結試料を解凍したときに生ずる液じゅう) が得られる。解凍軟質部の重量を測定し, これを試料 A-1 とする。ドリップを試料 A-2 とする。試料 B: 試料 A と同様の操作後, 解凍軟質部を 30 ml の蒸留水に 30 秒間浸し, 緩く振り混ぜる。この洗液とドリップを合わせ試料 B-2 とする。水洗した軟質部は, 重量を測定し試料 B-1 とする。試料 C: 凍結したムラサキガイ (50 個体) を解凍せずに軟質部を取り出し, スピードカッターでホモジナイズし, プラスチック容器に入れ -20°C で凍結保存し分析に供した。試料 D: 試料 C の一部について真空凍結乾燥を行いめのう乳ばちで粉碎し均一にしたものを試料 D-1 とした。又, この試料を 50 メッシュのサラン網を通し, これを試料 D-2 とした。

4 実験操作

4.1 原子吸光分析法, 蛍光光度法による元素の定量

水銀分析に関しては, 試料(底質, サメ筋肉標準試料, 貝試料各 0.3 g) を既報³⁾ 同様首長フラスコに入れ, 濃硝酸, 濃硫酸, 過塩素酸 (60%) を用い加熱分解を行い還元気化冷原子吸光法により測定した。

水銀以外の金属に関しては, 試料 (A-1, 2, B-1, 2) を

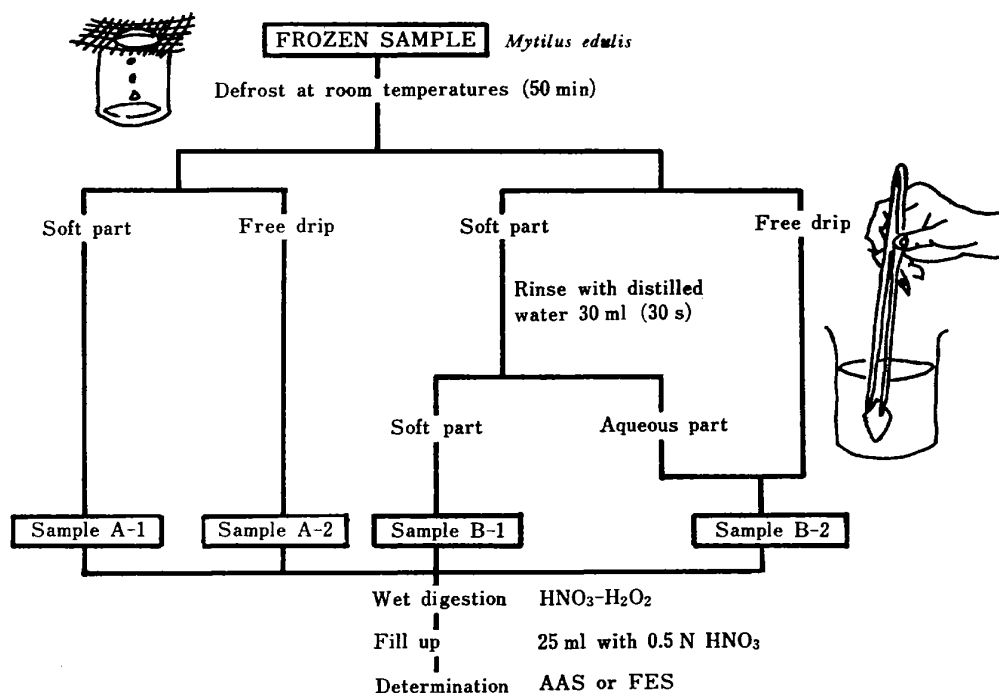


Fig. 1 Procedure for sample preparation and determination of metals

既報¹⁰⁾¹⁴⁾ 同様, 濃硝酸, 過酸化水素水 (30%) を用いて湿式分解を行いマンガン, 鉄, 銅, 亜鉛は原子吸光法で, ナトリウム, カリウムは炎光光度法で定量した。

4.2 非破壊中性子放射化分析法による元素の定量

試料 (D-1, 2 各 0.3 g) をポリエチレン袋に二重に密封し立教大学原子力研究所の TRIGA MK II の回転試料だな (熱中性子束 $5 \times 10^{11} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) で 6 時間照射した。ヒ素, ナトリウム, 臭素については, (3~4) 日, 他の元素 (セレン, 亜鉛, コバルト, 鉄, 銀) は, 3 週間冷却した後 γ 線を測定し定量した。

5 結果と考察

5.1 試料の保存

生物試料の金属分析において, 試料保存中の水分の変化は重要な問題の一つである。一般に生物試料は, 採取後分析するまでの間凍結保存することが多い。そこで, 凍結保存中におけるムラサキガイの重量変化を調べた。結果を Fig. 2 に示した。新鮮なムラサキガイ及び軟質部のみをそれぞれシャーレーに入れ, ふたをしないで冷凍庫 (-20°C , 70 l) に保存したところ, 60 日後に前者の重量は, 新鮮時の 90%, 後者では, 40 日後に 13% になった。しかし, ムラサキガイを小型のポリエチレン袋で二重に包み冷凍庫に保存したところ, 少なくとも 80 日間は, 重量の変化はなかった。

5.2 試料の乾燥と灰化

一般に試料中の金属濃度を表す場合, 目的により乾燥重量当たり, 灰分当たり, 湿重量当たりという濃度表示が用いられている。そこで乾燥方法として広く用いられている恒温乾燥 (60°C , 90°C , 110°C , 135°C ; 24 時間), 真空凍結乾燥 (24 時間) 及びデシケーター (シリカゲル; 10 日) による乾燥を用いてムラサキガイ (試料 C), サメ筋肉標準試料 (RS 0011), 底質試料の乾燥減量について調べた。結果を Table 1 に示す。ムラサキ

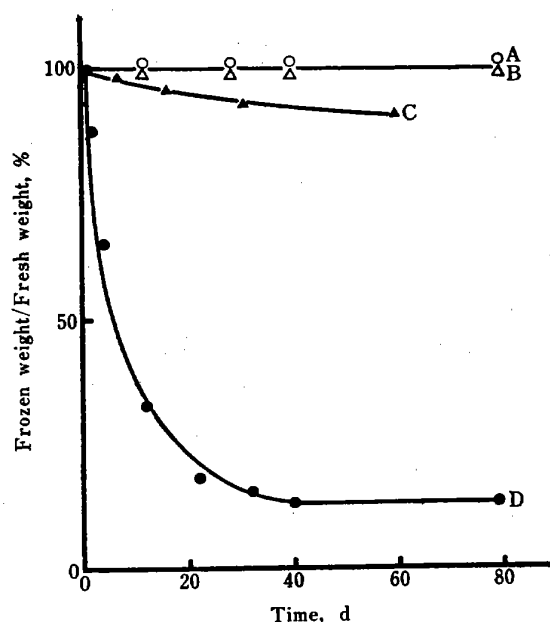


Fig. 2 Change of weight of mussel during frozen storage (-20°C)

A: Soft part of a mussel in polyethylene bag; B: Whole body of a mussel in polyethylene bag; C: Whole body of a mussel on a glass dish; D: Soft part of a mussel on a glass dish

イガイでは, 真空凍結乾燥法は恒温乾燥法に比べ乾燥減量が小さい。このような傾向は, フトツノザメ筋肉²⁾ (湿試料) においてもみられる。サメ筋肉標準試料 (RS 0011) は, 恒温乾燥した場合 110°C 以上になると減量が大きくなる。そこでカールフィッシャー法で RS 0011 の水分を求めたところ, $(3.84 \pm 0.24)\%$ ($n=5$) になった。この結果から, 110°C をこえると水以外の低沸点化合物がかなり大きく減量に寄与していると思われる。一方底質試料は, 生物試料と異なり, 乾燥減量は 135°C まで大きく変わらない。NIES No. 2 の水分についても同様にカールフィッシャー法で求めたところ, $(11.1 \pm 0.5)\%$ ($n=5$) となり恒温乾燥法による減量と一致した。以上の結果から, 対象とする試料の種類と乾燥

Table 1 Loss of weight of mussel, shark powder and sediment samples under different drying conditions (%)

	Mussel†	Shark powder†† (RS 0011)	Pond sediment†† (NIES No. 2)	River sediment†† (EA S. 54)
Lyophilization (24 h)	82.8±0.4	2.6±0.1	8.6±0.1	5.1±0.02
Desiccator (silica gel) (10 d)	—	2.3±0.01	9.8±0.2	5.5±0.06
Dry oven (24 h)				
60°C	—	2.8±0.2	8.2±0.1	4.5±0.1
90°C	84.1±0.4	4.4±0.1	11.0±0.2	6.5±0.1
110°C	84.7±0.9	9.3±0.3	11.2±0.1	6.7±0.4
135°C	85.2±0.6	14.6±0.2	11.9±0.1	7.8±0.2

Mean±s. d.; † Wet sample $n=10$; †† Dry sample $n=5$

条件によって乾燥減量が異なることが明らかになった。又、サメ筋肉 (RS 0011), 底質試料の乾燥減量を求める場合、水以外の揮発性物質が損失しないこと、恒量を得るのに長時間を要しないこと、及び測定の手返し再現性が良い点などを考慮すると、真空凍結乾燥法、90 °C 以下での恒温乾燥法が適当と考えられる。現在、生物、底質の標準試料¹⁵⁾の乾燥方法に関して NBS では、Table 2 に示した方法を採用している。二つの方法が示されているものは、いずれかの方法を選んで用いることができる。なお、Orchard Leaves における 105 °C 恒温乾燥及び 75 °C Vacuum oven 法は、水以外の揮発性物質も損失するため使用が禁止されている。このように、環境標準試料に関して NBS では、種類によって異なっ

Table 2 Drying methods recommended by NBS for the Standard Reference Material¹⁵⁾

Material	Drying method
Bovine Liver (SRM 1577)	Lyophilization ^{a)}
Orchard Leaves (SRM 1571)	Dry oven (85 °C, 24 h)
	Lyophilization ^{a)}
Oyster tissue (SRM 1566)	Reduced-pressure drying ^{b)} [room temp., 48 h, Mg(ClO ₄) ₂]
	Vacuum drying ^{c)}
	Freeze drying {3 Pa (0.02 mmHg), 20 h}
Pine Needles (SRM 1575)	Dry oven (85 °C, 2 h)
	Lyophilization ^{a)}
Spinach (SRM 1570)	Dry oven (85 °C, 2 h)
	Lyophilization ^{a)}
Tomato Leaves (SRM 1573)	Dry oven (85 °C, 2 h)
	Lyophilization ^{a)}
River sediment (SRM 1645)	Desiccator {P ₂ O ₅ or Mg(ClO ₄) ₂ }
	Lyophilization ^{a)}

a) Lyophilization using a cold trap at or below -50 °C at a pressure not greater than 30 Pa (0.2 mmHg) for 24 h; b) A vacuum desiccator at approximately 1.3×10⁵ Pa (100 mmHg); c) Vacuum drying at room temperature for 24 h at a pressure of approximately 30 Pa (0.2 mmHg) using a cold trap

た乾燥方法を用いている。

次に試料 C (10 g) を用いて灰化方法による灰分の違いについて調べた。結果を Table 3 に示した。低温灰化法は、電気炉法に比べ灰化に時間がかかり、灰分 2.90 % までに 100 時間を要した。この低温灰化した試料を電気炉に移し、450 °C で 20 時間加熱したがほとんど変化はなかった。そこで温度を 600 °C まで上げ 26 時間加熱したが、灰分は (2.30±0.03) % で電気炉法 (48 時間, 450 °C) の 2.1 % と一致しなかった。これらの結果から、ムラサキイガイの灰化には低温灰化法は適当ではないと考えられる。

5.3 試料の解凍と水洗による影響

一般に凍結保存してある試料は、凍結状態のまま、あるいは一度解凍してから試料を採取する。しかし、このような試料処理による測定値への影響についての知見は少ない。既報²⁾ においてフトツノザメ筋肉を解凍した場合、ドリップへの水銀の溶出は無視できる程度であった。そこで今回、ムラサキイガイを用いて、Fig. 1 に示した方法により解凍及び解凍-水洗した場合の重量の変化を調べた。凍結試料の重量に対するドリップ重量 (試料 A-2) 及び解凍-水洗によって得られた溶液部分の重量 (試料 B-2) の割合は、前者が (29.2±5.3) % (n=20), 後者が (36.4±11.4) % (n=10) となった。このようにムラサキイガイの場合、試料を解凍あるいは水洗することにより、軟質部の重量が大きく減少することが明らかになった。

次に軟質部及びドリップ中の金属量を測定した。Table 4 は、軟質部 (凍結) の全金属量に対して、ドリップ中の金属量を百分率で示した。ドリップへの移行の割合は、金属によって異なり測定した 6 金属とも水洗した試料のほうがドリップへの移行の割合が高い結果が得ら

Table 3 Effect of ashing condition on ash content of *Mytilus edulis*

	n	Ashing time (h)			
		24	48	78	100
Electric oven (450 °C)	8	2.20±0.17	2.10±0.04	—	—
Low temperature plasma asher†	10	8.71±1.59	3.68±0.48	3.20±0.18	2.90±0.11

Mean±s. d. (%); † 350 W, O₂=200 ml min⁻¹

Table 4 Distribution pattern between the soft part and drip of *Mytilus edulis*

Treatment	n	The ratio of metals in drip : frozen sample (%)					
		Na†	K†	Cu††	Zn††	Mn††	Fe††
Defrosting (Sample A)	10	36.2±7.9	31.1±6.3	15.5±9.5	10.3±3.6	13.3±3.7	10.5±1.9
Defrosting and rinsing (Sample B)	10	49.2±11.5	46.3±13.8	25.4±11.1	16.2±7.4	26.8±8.9	24.8±7.7

Mean±s. d.; † Flame emission spectrometry; †† Atomic absorption spectrometry

Table 5 Trace element contents of the mussel and oyster samples ($\mu\text{g/g dry}$)

	Mussel powder ^{a)}				Oyster homogenate ^{c)} Monaco IAEA MA-M-1	Oyster tissue NBS SRM 1566 Certified value
	n	Sample D-1	n	Sample D-2		
Hg	—	—	8	0.016 $\pm$ 0.0014 ^{b)}	0.27 $\pm$ 0.04	0.057 $\pm$ 0.015
Se	5	0.72 $\pm$ 0.08	5	0.75 $\pm$ 0.07	2.0 $\pm$ 0.2	2.1 $\pm$ 0.5
Zn	5	136 $\pm$ 9	5	157 $\pm$ 21	2700 $\pm$ 100	852 $\pm$ 14
Co	5	0.39 $\pm$ 0.05	5	0.44 $\pm$ 0.03	1.0 $\pm$ 0.3	(0.4) ^{d)}
Fe	5	238 $\pm$ 43	5	244 $\pm$ 34	360 $\pm$ 50	195 $\pm$ 34
Ag	5	0.77 $\pm$ 0.23	5	0.85 $\pm$ 0.23	6.1 $\pm$ 0.6	0.89 $\pm$ 0.09
Br	5	132 $\pm$ 3	5	136 $\pm$ 5	—	(55) ^{d)}
Na	5	1.8 $\pm$ 0.025 %	5	1.9 $\pm$ 0.048 %	—	0.51 $\pm$ 0.03 %
As	5	8.0 $\pm$ 0.59	5	9.2 $\pm$ 2.1	17.7 $\pm$ 7	13.4 $\pm$ 1.9

a) Determined by neutron activation analysis. Mean $\pm$ s.d. Analytical values are based on the dry-weight by lyophilization of material. Sample D-2 was sieved on a synthetic fiber (50 mesh). Sample D-1 was not sieved. Mussel were collected from Tokyo Bay in Jun 1977. b) Reduction-cold vapor flameless atomic absorption spectrometry; c) Reported by R. Fukai et al. (17, 18); d) Non-certified value

れた。以上のことから凍結保存した試料を分析に供する場合、解凍したときに生ずるドリップを含むか否かが定量値に影響を及ぼすことが分かった。

5.4 貝肉粉末試料中の微量元素濃度

これまでに検討してきた試料の処理条件を基に、海洋環境モニタリングのための指標生物の代表であるムラサキイガイの肉粉末試料(試料D)中の微量元素を定量した。又、2種のOyster試料と微量成分の比較を行った。結果をTable 5に示す。なお、濃度表示は真空凍結乾燥重量当たりで示した。ムラサキイガイ中の亜鉛、コバルト、鉄、銀、臭素、ヒ素濃度は、Goldberg⁹⁾、Karbe¹⁶⁾らによって報告されている値とほぼ同じレベルのものであった。又、粉末試料を50メッシュのふるいでふるったものとふるわないものでは濃度の違いがなかった。現在、貝類の標準試料は、NBSのOyster tissue¹⁶⁾(SRM 1566)と研究室間分析用に作製したMonaco IAEAのOyster homogenate¹⁷⁾¹⁸⁾(MA-M-1)がある。Table 5にみられるように、ムラサキイガイ肉粉末試料(試料D)の微量元素濃度は2種のOysterとほぼ同様であった。

6 結 語

ムラサキイガイ、サメ筋肉標準試料(RS-0011)、底質粉末試料を用いて、元素分析のための前処理方法の検討を行った。試料中の濃度を求めるに当たって、濃度表示のベースを決定しなければならない。しかし、乾燥及び灰化方法によって試料の乾燥重量、灰分が異なる。又、凍結試料(ムラサキイガイ)を解凍することによってドリップが生じ、軟質部の重量が変化する。ドリップへの金属の移行は金属の種類によって異なる。これらの結果から相互に比較可能な測定値を得るためには、試料の処

理方法について詳細に記述する必要がある。

ムラサキイガイ肉粉末試料中の微量元素(9種:水銀、セレン、亜鉛、コバルト、鉄、銀、臭素、ナトリウム、ヒ素)の含量はOyster tissue(NBS SRM 1566)とOyster homogenate(MA-M-1)と類似している。又ムラサキイガイは、均質化しやすく、各国の沿岸で大量にたやすく採集可能なことから、今後、標準試料化の検討も行いたいと考えている。

終わりに、本研究を進めるに当たり御協力いただいた三菱油化メディカルサイエンス、芦原義久氏、又有益な御助言をいただいた東京大学農学部水産学科清水誠助教授に厚く感謝します。

本研究の一部は、文部省科学研究費、環境化学特別研究「環境分析データの記載法の標準化の研究(53・54年度)」(代表:木羽敏泰教授)の交付金による。

(1979年6月, 第40回分析化学討論会及び1980年5月, 第41回分析化学討論会において一部発表)

文 献

- 1) 安部美津子, 新倉信子: 分化, **29**, T5 (1980).
- 2) 田口 正, 保田健二, 土器屋由紀子, 清水 誠, 戸田昭三: 分化, **26**, 438 (1977).
- 3) 田口 正, 保田健二, 橋本征利, 戸田昭三: 分化, **28**, T33 (1979).
- 4) 高橋 茂, 志田惇一, 松尾 力: 分化, **29**, T44 (1980).
- 5) H. O. Fourie, M. Peisach: *Analyst* (London), **102**, 193 (1977).
- 6) S. R. Koirtyohann, C. A. Hopkins: *Analyst* (London), **101**, 870 (1976).
- 7) 木羽敏泰: 昭和52年度文部省特定研究報告書(I), p. 103 (1977).
- 8) 安部美津子, 新倉信子: 第40回分析化学討論会講演要旨集, p.19 (1979).
- 9) E. D. Goldberg, V. T. Bowen, J. W. Farrington, G. Harvey, J. H. Martin, P. L. Parker, R. W. Risebrough, W. Robertson, E. Schneider, E. Gamble: *Environmental Conservation*, **5**, 101 (1978).

- 10) M. Taguchi, H. Takagi, K. Iwashima, N. Yamagata : *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **65**, No. 1 (1981).
- 11) 岡本研作, 不破敬一郎 : 環境と測定技術, **6**, 1 (1979).
- 12) Y. Iwata, K. Okamoto, K. Matsumoto, H. Haraguchi, K. Fuwa : Japan-US Symposium on Standard Reference Materials, Abstract, p. 8 (1979).
- 13) 日本環境衛生センター : 環境測定分析統一精度管理調査報告書 (昭和 54 年度環境庁委託調査), p. 45 (1980).
- 14) M. Taguchi, K. Yasuda, S. Toda, M. Shimizu : *Marine Environ. Res.*, **2**, 239 (1979).
- 15) National Bureau of Standards : Certificate of Analysis, SRM 1577, 1570, 1575, 1573, 1571, 1645, 1566 (1972~1979).
- 16) L. Karbe, C. H. Schnier, H. O. Siewers : *J. Radioanal. Chem.*, **37**, 927 (1977).
- 17) R. Fukai, B. Oregioni, D. Vas : *Oceanologica Acta*, **1**, 391 (1978).
- 18) R. Fukai : *Progress Report*, No. 13, IAEA-Monaco (1976).



Problems in the analyses of trace elements in environmental samples; Pretreatment of fish, shellfish and sediment samples and concentration in shellfish. Masashi TAGUCHI, Hiroyuki TAKAGI, Shozo TODA, Kiyoshi IWASHIMA and Noboru YAMAGATA (*Department of Radiological Health, The Institute of Public Health, 4-6-1, Shirokanedai, Minato-ku, Tokyo; **Department of Environmental Health, Kanagawa Prefectural Public Health Laboratory, 52, Nakao-cho, Asahi-ku, Yokohama-shi, Kanagawa; ***Department of Agricultural Chemistry, Faculty of Agriculture, The University of Tokyo, 1-1-1, Yayoi, Bunkyo-ku, Tokyo)

The effects of conditions in sample preparation including storage, drying, ashing and defrosting-washing on the trace element concentrations were examined for mussel (*Mytilus edulis*), shark muscle powder (RS 0011), pond sediment (NIES No.2), and river sediment. Nine elements (Hg, Se, Zn, Co, Fe, Br, Na, As) in mussel powder were analyzed by non-destructive neutron activation technique, atomic absorption spectrometry and flame emission spectrometry. The weight of mussel sample which was wrapped with polyethylene bags did not change during 80 days' storage at -20°C . Loss of weight in samples varied by drying methods, that is, lyophilization (-50°C , 24 h), desiccator (silica gel, 10 d) and electric oven (60°C , 90°C , 110°C , 135°C , 24 h). The former two methods showed smaller losses than the latter. The ash content of the soft part of mussel differed by ashing methods. Larger ash contents were obtained by the low-temperature plasma ashing than those by electric furnace ashing (450°C , 24 h). Furthermore, the low temperature plasma ashing needed about 100 h to reach a constant weight. The weight of mussel (soft part) changed during defrosting. Distribution pattern of metals between soft part and drip differed from metal to metal. The analytical results of mussel powder for trace elements were similar to those reported for two reference standards of oyster tissue NBS SRM 1566 and oyster homogenate Monaco IAEA MA-M-1.

(Received Sept. 10, 1980)

Keyword phrases

sample preparation in biological and environmental samples; determination of metals in shellfish sample by atomic absorption spectrometry and neutron activation analysis; standard reference material for trace metal analysis.