

炭酸塩岩標準試料 JLS-1 及び JDo-1 中のアルミニウム、鉄、ナトリウム、カリウム及びバリウム定量における試料分解の問題点

相沢 省一[®], 赤岩 英夫*

(1989 年 3 月 4 日受理)

GSJ 岩石標準試料の JLS-1 及び JDo-1 試料について、AAS 及び ICP-AES で微量成分の全含量を定量するために試料の湿式分解に関する検討を行った。その結果によれば、塩酸や硝酸、過塩素酸による試料の蒸発乾固分解では、アルミノケイ酸塩鉱物の分解が不完全なため、Al をはじめ Na, K はフッ化水素酸処理を併用しないと全含量が求められない。大部分が重晶石として含まれている Ba も、酸分解では容易に全含量を定量することができない。これに対して、Fe は硝酸-過塩素酸などによる蒸発乾固分解で容易に全含量が定量できた。又、本標準試料中の Na 及び K は、試料の分解時における実験室環境からの汚染混入や、試料溶液と類似した検量線用標準溶液の調製の困難さなどから、AAS によって再現性よく正確に定量することが難しかった。

1 緒 言

1987 年 4 月に日本地質調査所から配布された GSJ 岩石標準試料“堆積岩シリーズ”の JLS-1 (北海道義朗産石灰岩) 及び JDo-1 (栃木県葛生産ドロマイト岩) は酸不溶性残留物含量が少ない炭酸塩岩である¹⁾。そのため、主成分である Ca 及び Mg 以外では Sr や Mn など一部の元素を除くと、他の元素は主構成鉱物であるカルサイトやドロマイト以外の鉱物中により多く含まれていると考えられるために、それらの元素について正確な定量値を得るには試料の分解方法に関する検討が必要である。更に、酸分解した炭酸塩岩試料について、直接噴霧による空気-アセチレンフレーム AAS (以下単に AAS と略記) で Na 及び Kなどを定量する際、石灰岩とドロマイト岩とでは吸光度に与える共存イオンの影響が異なる可能性がある。本研究では以上の諸点に関する検討を行い、上記炭酸塩岩標準試料の化学組成を明らかにすることを目的として、Al をはじめ Fe, Na, K, Ba の 5 元素についてその全含量を定量した。

2 実 験

2.1 酸不溶性残留物の同定

JLS-1 試料 50 g を 1 M ($M = \text{mol dm}^{-3}$) 酢酸、

JDo-1 試料 50 g を 10% モノクロロ酢酸によって室温で溶解し、発泡現象が停止した時点で不溶性残留物を濾別、脱イオン水で十分洗浄後、室温で風乾した。この酸不溶性残留物中の鉱物を理学電機製ガイガーフレックス (RAD-C Cat. No. 2155) による粉末 XRD によって同定した。更にこの不溶性残留物を 6 M 塩酸 50 cm³ で 1 時間、約 95°C で加熱処理し、以下同様な操作によってその酸不溶性鉱物の同定を行った。

2.2 試 薬

標準溶液は、和光純薬工業製特級試薬 NaCl, KCl, $\text{Al}_2\text{K}_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 及び $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ から所定の方法によって調製した標準原液 ($1.00 \times 10^3 \text{ mg/l}$) を使用の都度適宜希釈して使用した。なお Ba については EDTA 滴定法による標定で正確な濃度を求めた。又、AAS で Na 及び K 含量を、ICP-AES で Ba 含量を定量する際の検量線用標準溶液の作製には英国 Johnson Matthey Chemicals 製 Specpure Calcium Carbonate (Batch No. S93726) (以下 Specpure CaCO_3 と略記) を使用し、 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ は和光純薬工業製特級試薬 (純度 99.9%, Lot No. AWM1841) を使用した。その他はすべて和光純薬工業製特級試薬を使用した。

* 群馬大学工学部応用化学科: 376 群馬県桐生市天神町 1-5-1

2・3 装置

吸光光度法及び AAS による測定には日立 181 型吸光光度計及び日立 170-30 型原子吸光光度計を用い、ICP-AES 装置にはセイコー電子工業製 SPS-1100 型 ICP 発光分光計を使用した。

2・4 定量法

Al 及び Fe は 8-キノリノール溶媒抽出/吸光光度法によって定量²⁾、Na 及び K は検量線法による AAS で定量した。又 Ba は検量線法及び標準添加法による ICP-AES で定量した。なお各定量法における 5 元素の測定には、Al : 395 nm; Fe : 470 nm; Na : 589.0 nm; K : 766.5 nm 及び Ba : 455.4 nm の波長を用いた。

3 結果と考察

3・1 酸不溶性残留物の同定

Fig. 1 の (a) 及び (b) に JLs-1 試料の 1 M 酢酸及び 6 M 塩酸不溶性残留物の粉末 X 線回折図を示した。この図から、酸不溶性残留物は大部分が石英と重晶石 (BaSO_4) から成ることが分かる。その他には $7.17 \text{ \AA}$ 及び $3.45 \text{ \AA}$ のピークから粘土鉱物の存在が認められる。これらのピークは 6 M 塩酸の加熱処理によっても完全

には消失しないこと、又クォライトの (001) 面の回折ピークが $14 \text{ \AA}$ 付近に見られないことから、カオリナイトによるものと推定される。又 $3.24 \text{ \AA}$ には長石類によるものと思われるピークが小さいながら認められる。従って、JLs-1 試料にはアルミノケイ酸塩鉱物が含まれていることから、Al をはじめ Na, K などの元素については、試料の分解方法によってその含量が異なる可能性が大きい。

一方、Fig. 1 の (c) 及び (d) には JDo-1 試料の 10%-モノクロ酢酸及び 6 M 塩酸不溶性残留物の粉末 XRD 図を示した。Fig. 1 によると、石英が主成分で、それに次いでホタル石 (CaF_2) が含まれており、JLs-1 とは異なった鉱物組成である。しかし $3.25 \text{ \AA}$ に長石と思われるピークが認められることや、 $9.9 \text{ \AA}$ 付近にイライトらしいピークが見られることから、JLs-1 試料と同様に、JDo-1 試料についても、試料の分解方法によっては Al などの元素含量に違いが出るものと考えられる。

3・2 種々の酸分解法によって得られる Al 及び Fe 含量

ケイ酸塩岩試料とは異なり、炭酸塩岩試料は通常種々の酸によって分解し、目的成分を定量する。例えば、日本地質調査所の分析法³⁾では、石灰石中の Fe や Na, K などを AAS で定量するときには、試料を塩酸で溶解し、過塩素酸を加えて蒸発乾固し、塩酸で溶解している。又 JIS の公定分析法に準拠した日本地質調査所の完全分析法⁴⁾では、最初塩酸で試料を溶解した後、硝酸と過塩素酸を加えて加熱分解し、残留物がある場合にはそれをピロ硫酸ナトリウムで溶融している。しかし、残留物含量が 0.5% 以下の場合には残留物の処理操作は省略しても実用上は差し支えないと付記している。

本試料の場合、全含量を定量することが目的であるので、元素によっては炭酸塩鉱物のみならずアルミノケイ酸塩などの随伴鉱物をも分解する必要があるが、試料の分解操作はできる限り簡便であることが望ましい。そこで最初に、2 M 塩酸、硝酸-塩酸 (王水)、塩酸-硝酸-過塩素酸の混酸による分解を試み、Al 含量を、比較のために Fe 含量と共に定量し、両元素の定量値から試料の分解の程度を明らかにして、全含量を定量するための分解法について検討した。Table 1 に示した結果から 3 種の分解方法を比較すると、2 M 塩酸による溶解法は他の二つの方法に比べて明らかに Al, Fe 含量ともに少なく、試料の分解が不完全であることを示している。しかし他の二つの方法でも、Fe 含量は同じであるのに対

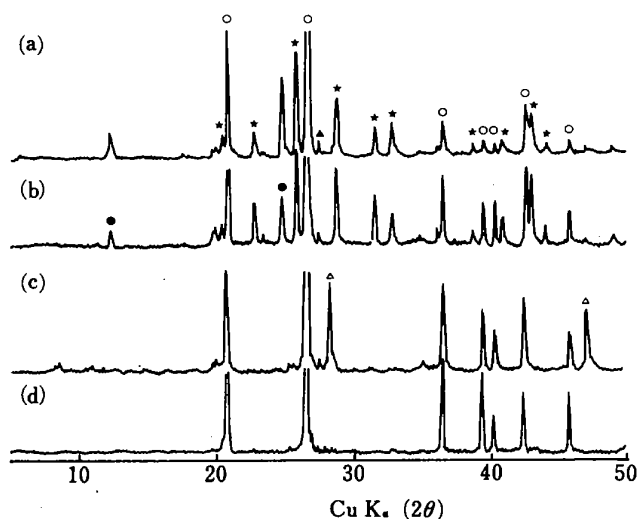


Fig. 1 X-ray diffraction patterns of the acid-insoluble residues of JLs-1 and JDo-1 samples

(a) 1 M acetic acid-insoluble residue of JLs-1; (b) 6 M hydrochloric acid-insoluble residue of JLs-1 (heated for 1 h at ca. 95°C); (c) 10% monochloroacetic acid-insoluble residue of JDo-1; (d) 6 M hydrochloric acid-insoluble residue of JDo-1 (heated for 1 h at ca. 95°C). (○) Quartz; (*) barite; (●) clay minerals (probably kaolinite); (△) fluorite; (▲) feldspars (?)

Table 1 Al and Fe contents obtained by acid-decomposition methods^{a)}

Run	Acid	Decomposition method	JLs-1 ^{b)}				JDo-1 ^{c)}			
			Fe, ppm		Al, ppm		Fe, ppm		Al, ppm	
1	2 M HCl	Dissolution	36	36	24	25	129	130	38	40
2	HCl-HNO ₃	ED	106	106	53	53	143	144	52	53
3	HCl-HNO ₃ -HClO ₄	ED	110	111	86	87	140	142	51	54
4	HNO ₃ -HClO ₄	ED	109	108	52	53	146	147	53	53
5	HNO ₃ -HClO ₄	ED×2	114	114	75	85	144	145	54	59
6	HNO ₃ -HClO ₄	ED×3	111	114	83	91	145	144	60	66
7	HNO ₃ -HClO ₄	ED	110	110	65	58	146	145	52	52
	HF-HClO ₄ ^{d)}	ED	3	4	47	53	3	5	20	21
(total)			113	114	112	111	149	150	72	73

a) duplicate determinations of each sample; b) bottle No. : sprit 5, position 13; c) bottle No. : sprit 4, position 37; d) a mixture of these acids was employed to decompose the residue of HNO₃-HClO₄ treatment. ED: evaporation to dryness

して, Al 含量は JDo-1 試料では同じ値が得られているものの, JLs-1 試料では二つの方法での値が異なり, 試料の分解, おそらくアルミノケイ酸塩鉱物の分解が一方で, あるいは双方とも不完全であることを示唆している。そのために, 硝酸-過塩素酸による蒸発乾固分解を繰り返し行い, Al 及び Fe 含量を定量した。Table 1 によれば, 3 回までの繰り返しでは, Fe が一定の値になるのに対して Al は一定の値に達せず, 試料がなお完全には分解していないことを示している。以上の結果から, 硝酸-過塩素酸による蒸発乾固分解では全 Al 含量は求められないと判断し, 硝酸-過塩素酸による蒸発乾固分解を 1 回行った後, その残留物をフッ化水素酸-過塩素酸で処理し, その中に含まれている Al 及び Fe 含量を定量した。Table 1 によれば, この残留物中には相当量の Al が含まれていることが明らかであり, その含有量と硝酸-過塩素酸分解で得られた含有量を合わせると, 二つの定量値が一致する。しかもその定量値は, 硝酸-過塩素酸分解を 3 回繰り返して得られた値よりも大きくなることから, この結果から, 本標準試料について酸分解で全 Al 含量を求めるにはフッ化水素酸処理が不可欠であると結論することができる。又このことは, 本標準試料中に含まれている微量の親石元素を湿式分解法を伴う分析法で定量する場合には試料の分解に十分な注意を払わないと全含量が定量できないおそれのあることを示唆している。

以上は Al についての検討であるが, 同時に定量を試みた Fe についてみると, Fe は Al と全く様相が異なる。Table 1 から明らかなように, 2 M 塩酸による溶解法を除くと, Fe は他のいずれの分解方法を用いても同

一の定量値が得られ, 全含量を比較的容易に求めることができる。又この検討結果から, Al と Fe は本標準試料中での存在状態が異なることが分かる。JLs-1 試料中では Al, Fe とともに大部分はカルサイト以外の鉱物中に含まれている。しかし Fe は硝酸-過塩素酸分解などで容易に壊れる鉱物中に含まれているのに対して, Al はこれらの酸では分解しにくい鉱物中に約半分ほどが含まれている。又 JDo-1 試料では, Fe は全含量の 86% が 2 M 塩酸で溶出することから, Fe はその大部分がドロマイトの結晶格子中におそらく Mg を置換して入っているものと推定される。

なお, Fe 含量は Table 2 に記載した 8-キノリノール溶媒抽出法による定量のほかに, 硝酸-過塩素酸で分解した試料について AAS でも定量している。ちなみにその値は JLs-1 試料が 107 ppm, JDo-1 試料が 145 ppm となり, 吸光光度法及び AAS で得られた定量値は良い一致を示している。

3・3 AAS で Na を定量する際の吸光度に与える共存イオンの影響

JLs-1 試料を酸に溶解すると, 多量のイオンが共存するために, バックグラウンド吸収が高くなる可能性がある。それらの影響を調べるために, 4 種の調製法によって作成した検量線を Fig. 2 (a) に示した。Fig. 2 (a) で直線 1 が Ca イオンが共存しない場合, 直線 2 が共存する場合の検量線であるが, 直線 2 は直線 1 に比べてバックグラウンドが高くなる。メーカーのカタログによれば, Specpure CaCO₃ の Na 含量は 2 ppm である。その量が与える吸収は図中の検量線の高さにして

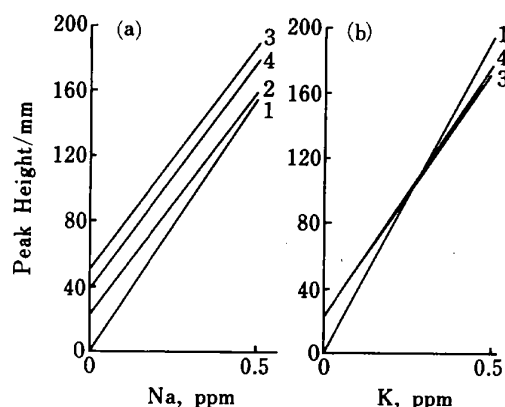


Fig. 2 Matrix effects on calibration curves for the determination of Na and K

1: 0.6 M hydrochloric acid solution; 2: Specpure CaCO_3 (1.00 g) was dissolved with 6 M hydrochloric acid (10 cm^3) and the volume was adjusted to 100 cm^3 ; 3: Specpure CaCO_3 (1.00 g) was decomposed by using the same procedure as in the case of JLs-1 and JDo-1 sample analyses; 4: Specpure CaCO_3 (0.54 g) and $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1.1 g) were also decomposed by using the same procedure described above.

5.6 mm に相当する。従って、18 mm は Ca イオンに起因する吸収と見ることができる。又検量線の傾きは Ca イオンが共存すると幾分小さくなる。なお直線 3 は、硝酸-過塩素酸による実際の試料と同一の分解操作を Specpure CaCO_3 に施して作成した検量線である。この直線を直線 2 と比べると、バックグラウンド吸収は 28 mm ほど高くなり、過塩素酸イオンの影響はかなり大きいことが分かる。Fig. 2 の (a) 中の直線 4 は、ドロマイト岩が Ca のほかに Mg を主成分として含むために、Ca : Mg がモル比で 1 : 1 となるように調製し、硝酸-過塩素酸処理して作成した検量線である。直線 3 と 4 を比較すると、直線 4 は直線 3 に比べて 12 mm ほどバックグラウンドが低くなり、Ca イオンに比べて Mg イオンのほうがバックグラウンド吸収に与える影響の少ないことが分かる。

以上の検討結果に基づいて、JLs-1 試料については直線 3 を、JDo-1 試料については直線 4 を検量線として用い、Na 含量を定量した。又 K に関する検量線を Fig. 2 の (b) に示したが、Na と同様に、JLs-1 試料については検量線 3、JDo-1 試料については検量線 4 を用いて K 含量を定量した。なお、検量線作成に使用した Specpure CaCO_3 及び $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ の K 含量はそれぞれの試薬の Na 含量及び天然の Na と K の存在比から無視し得ると見なした。

Table 2 Na and K contents obtained by AAS

	Method A ^{a)}		Method B ^{a)}	
	Mean, ppm	(R.S.D., %) ^{b)}	Mean, ppm	(R.S.D., %) ^{b)}
JLs-1 ^{c)}				
Na	12	(14)	18	(5.6)
K	22	(6.6)	30	(3.6)
JDo-1 ^{d)}				
Na	77	(1.8)	85	(1.0)
K	4.8	(14)	14	(5.7)

a) Methods A and B correspond to Nos. 4 and 7 methods listed in Table 1, respectively; b) $n=3$; c) bottle No. : sprit 5, position 13; d) bottle No. : sprit 4, position 37.

3・4 AAS による Na 及び K 含量の定量

3・3 における検討をもとに二つの酸分解法で得られた Na 及び K 含量を Table 2 に示した。方法 A は試料を硝酸-過塩素酸で分解・蒸発乾固したもの、方法 B は方法 A で分解できなかった残留物をフッ化水素酸-過塩素酸で分解し、方法 A によって処理した溶液に加えたものである。Table 2 によれば、Al と同様に、Na 及び K 含量ともフッ化水素酸分解を用いないと全含量が定量できないことが分かる。又、JDo-1 試料の Na 含量を除くと、ほかはいずれも相対標準偏差が大きく、再現性ある定量値を得ることが難しい。これは先のところで考察した検量線の妥当性の問題に加えて、実験室環境からの両元素の汚染がこの程度の微量な含量の定量に際しては無視し得ず、湿式分解法を伴う定量方法では Na と K は正確な定量値を得ることが極めて困難であることを示している。

3・5 ICP-AES による Ba 含量の定量

Ba 含量は既に幾つかの定量法によって得られた値が地質調査所に報告されている⁵⁾。その値を Table 3 にまとめたが、これらの定量値を基にした 1988 年の報告⁶⁾では、JLs-1 試料 539 ppm, JDo-1 試料 12.6 ppm であり、JLs-1 については ICP-AES による定量値は平均値の計算から除かれている。これらによると、ICP-AES と複数の定量値が報告されている INAA とでは JLs-1 試料について少なくとも約 70 ppm 程度の違いのあることが分かる。又 JDo-1 試料についても両定量法の間には大きな違いが認められる。

Fig. 1 に示した粉末 X 線回折図によって、JLs-1 試

料には Ba は重晶石として含まれていることが既に確認されていることから、重晶石の分解に有効である過塩素酸⁷⁾⁸⁾を含む混酸を用いて、Na 及び K 定量の際と同一の操作で JLS-1 試料を分解し、ICP-AES で Ba 含量を定量した。その結果を Table 4 の Run 1 及び Run 2 に示した。これによると、それぞれの分解法で極めて再現性の良い値が得られ、両分解法での値もよく一致している。しかも Table 3 中の ICP-AES の値とも良い一致を示し、ICP-AES による定量の正確さを裏付けているように見える。しかしこの方法では試料 1 g を酸で分解し、最終的に試料溶液の容量を 100 cm³ にしているが、本試料中には硫黄が SO₄ として 400 ppm 程度含まれているために、調製した試料溶液中で BaSO₄ の沈殿が生成する可能性がある。試みに JLS-1 試料中の Ba 含量を 500 ppm, SO₄ 含量を 400 ppm として、調製試料

溶液中の [Ba²⁺][SO₄²⁻] を計算すると 1.5×10⁻⁹ となり、BaSO₄ の溶解度積 (1.1×10⁻¹⁰, 20°C)⁹⁾ に比べて一けた大きい。従って Table 4 の Run 1 及び Run 2 の試料処理法では、溶液が 0.6 M 塩酸酸性であることや共存イオンが多量に含まれていることなどで BaSO₄ の溶解度は大きくなるものの、最終的に調製した試料溶液中で BaSO₄ が沈殿を生成するおそれがある。又 Run 1 及び Run 2 では再現性の良い定量値が得られたことから、試料の分解は完全であったと考えられるが、重晶石は酸では容易に分解しない鉱物でもある⁸⁾。以上のことを考慮して、最終調製溶液中で BaSO₄ の沈殿が生じないように、試料のひょう取量を 10 分の 1 に減らし、最終容積を 250 cm³ とし、更に試料の完全分解を意図して、硝酸-過塩素酸による蒸発乾固分解を 3 回まで行った。その結果を Table 4 の Run 3 から Run 5 に示した。これによると蒸発乾固の回数が増えるにつれて Ba 含量は増加の傾向が認められ、その値は Run 1 及び Run 2 の方法で得られた値よりも大きくなっている。しかし定量値の再現性がよくないことから、硝酸-過塩素酸分解では重晶石は完全には分解できないとも考えられる。そのため、重晶石を完全に分解するために、塩酸で試料を溶解後、その残留物を、1.00 g の Na₂CO₃ で 950°C, 30 分間融解し、Ba 含量を定量した。その結果は Table 4 中の Run 6 に示したが、その値は硝酸-過塩素酸分解による値よりも大きく、全 Ba 含量を ICP-AES で定量するには試料の前処理として酸分解にアルカリ融解を併用

Table 3 Comparison of Ba contents among some analytical methods[†] (ppm)

JLS-1	JDo-1	Method
445	6	ICP-AES
515	25.2	INAA
546.5	56	AAS
555	6.7	XRF
749	—	INAA

[†] The values reported to Geological Survey of Japan.

Table 4 Ba contents obtained by ICP-AES (Calibration curve method)

Run	Reagent for decomposition	Sample weighed/g	Volume ^{a)} /cm ³	Decomposition method	Ba, ppm			
								Mean
JLs-1 ^{b)}								
1	HNO ₃ -HClO ₄	1.00	100	ED	449	447	450	449
2	HNO ₃ -HClO ₄ -HF	1.00	100	ED ^{c)}	448	452	454	451
3	HNO ₃ -HClO ₄	0.100	250	ED	450	472	438	453
4	HNO ₃ -HClO ₄	0.100	250	ED×2	470	482	460	471
5	HNO ₃ -HClO ₄	0.100	250	ED×3	470	497	456	474
6	6 M HCl-Na ₂ CO ₃	0.100	250	Fusion after 6 M HCl dissolution ^{d)}	480	485	515	493
7	Na ₂ CO ₃	0.100	250	Fusion	474	462	468	468
JDo-1 ^{c)}								
8	HNO ₃ -HClO ₄	1.00	100	ED	5.8	5.7	5.7	5.7
9 ^{f)}	HNO ₃ -HClO ₄	1.00	250	ED	5.7	5.8	5.8	5.8
10	HNO ₃ -HClO ₄ -HF	1.00	100	ED ^{c)}	5.9	5.9	5.8	5.9

ED : evaporation to dryness. a) final volume of decomposed sample solutions; b) bottle No. : sprit 7, position 74; c) the residue of HNO₃-HClO₄ treatment was decomposed with HF-HClO₄; d) the residue of HCl dissolution was fused with Na₂CO₃; e) bottle No. : sprit 8, position 83; f) standard addition method

する方法が有効であると言える。しかし Table 4 から明らかなように、その再現性は必ずしも良くない。この点について、試料の分解がなお不完全であるとは考えにくいので、再現性を低下させている原因については、現在のところ不明である。又ははじめから試料を Na_2CO_3 融解した場合の定量値を Run 7 に示したが、その値は再現性は良いものの約 470 ppm であり、重晶石の分解が完全ではないことを示しているように思える。

以上幾つかの分解法について検討したが、全 Ba 含量を定量できる方法については明りような結果を得ることができなかった。しかしその後平井らが INAA で JLs-1 試料について 519 ± 40 ppm の定量値を得ている¹⁰⁾ことから、酸分解にアルカリ融解を併用する方法で得た平均値 490 ppm は INAA による値と実験誤差の範囲内で一致していると見なせる。又 JDo-1 試料については Table 4 に示したように 3 種いずれの方法でもよく一致した値が得られ、その Ba 含量は 6 ppm 程度とみることができる。

終わりに、本標準試料に関する資料を提供して下さった工業技術院日本地質調査所の安藤 厚博士に深謝する。又 ICP-AES 装置の使用に当たり、便宜を計って下さった日本重化学工業(株)中央研究所の芳賀秀夫氏及び見持洋司氏に謝意を表します。

(1988 年 10 月, 日本地球化学会)
(年会において一部発表)

文 献

- 1) 安藤 厚, 寺島 滋, 岡井貴司, 井内美郎, 五十嵐俊雄: 日本地球化学会年会講演要旨集, p. 172 (1987).
- 2) JIS K 0101, 工業用水試験法, p. 190 (1980).
- 3) 寺島 滋: “地球科学的試料の化学分析法 3 及び付録”, p. 705 (1979), (工業技術院地質調査所).
- 4) 藤貫 正: “地球科学的試料の化学分析法 2”, p. 304 (1978), (工業技術院地質調査所).
- 5) 安藤 厚: 私信 (1988).

- 6) 安藤 厚, 寺島 滋, 金井 豊, 岡井貴司, 三田直樹: 日本地球化学会年会講演要旨集, p. 309 (1988).
- 7) W. M. Johnson, J. A. Maxwell: “*Rock and Mineral Analysis (2nd edition)*”, p. 102 (1981), (John Wiley & Sons, Inc., New York).
- 8) P. G. Jeffrey: “*Chemical Methods of Rock Analysis*”, p. 417 (1970), (Pergamon Press, Oxford).
- 9) 日本化学会編: “化学便覧 (改訂 3 版) 基礎編 II”, p. 167 (1984), (丸善).
- 10) 平井昭司: 私信 (1988).

☆

Problems of sample decomposition method for the determination of aluminium, iron, sodium, potassium and barium in rock standard samples, JLs-1 and JDo-1. Shoichi AIZAWA and Hideo AKAIWA (Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Gunma University, 1-5-1, Tenjin-cho, Kiryu-shi, Gunma 376)

Decomposition methods for the determination of Al, Fe, Na, K and Ba in JLs-1 (Limestone) and JDo-1 (Dolomite) samples issued from Geological Survey of Japan were examined to clarify the accurate chemical composition of these samples. Total Fe content was easily obtained by digestion methods using hydrochloric, nitric and perchloric acids, whereas total contents of Al, Na and K could not be obtained by acid-decomposition methods without hydrofluoric acid. Similarly, acid-decomposition methods did not give an accurate total Ba content probably due to the incomplete dissolution of barite. Trace amounts of Na and K in these samples were hard to determine due to the difficulty in preparing calibration curve matched for sample matrices and the laboratory contamination of these elements.

(Received March 4, 1989)

Keyword phrases

chemical composition of JLs-1 and JDo-1 standard rock samples; decomposition of samples with acids; preparation of calibration curves.