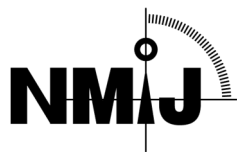


国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質
NMIJ CRM 3681-a
No. +++



鉛同位体標準液
Lead Isotopic Standard Solution

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産された鉛同位体標準液であり、質量分析計による同位体比分析の基準として用いることができる。

【認証値】

本標準物質の同位体比の認証値は以下の通りである。

	認証値 同位体比 (mol/mol)	拡張不確かさ 同位体比 (mol/mol)
$^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$	18.0900	0.0046
$^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$	15.6278	0.0036
$^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$	38.0626	0.0089
$^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	2.10406	0.00013
$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	0.863888	0.000036

同位体比から計算される同位体存在度およびモル質量の認証値は以下の通りである。モル質量の計算に必要な鉛の相対質量は IUPAC の原子量表の値 (J.R.de.Laeter et al., *Pure Appl.Chem.* **75** (2003) 683.) を用いた。

	認証値 同位体存在度 (mol/mol)	拡張不確かさ 同位体存在度 (mol/mol)
^{208}Pb	0.522978	0.000016
^{207}Pb	0.214725	0.000010
^{206}Pb	0.248557	0.000009
^{204}Pb	0.013740	0.000004

	認証値 モル質量 (g/mol)	拡張不確かさ モル質量 (g/mol)
Pb	207.209081	0.000028

認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約 95% の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、マルチコレクター型 ICP 質量分析計を用いた鉛の同位体比測定から決定した。質量分析計における質量差別効果は、 ^{204}Pb と ^{208}Pb の物質質量比が正確に分かった $[^{204}\text{Pb}+^{208}\text{Pb}]$ 濃縮同位体混合溶液を用いる比較標準化法によって補正した。 $[^{204}\text{Pb}+^{208}\text{Pb}]$ 濃縮同位体混合溶液中の ^{204}Pb と ^{208}Pb の物質質量比は次のようにして決定した。

- ① ^{204}Pb 濃縮同位体溶液と ^{208}Pb 濃縮同位体溶液の、同一質量あたりの鉛の物質質量比を EDTA 滴定法によって決定した。
- ② ^{204}Pb 濃縮同位体溶液と ^{208}Pb 濃縮同位体溶液中の EDTA 滴定法に影響を与える鉛以外の微量金属不純物を高分解能 ICP 質量分析法により定量して、差数法により①の同一質量あたりの鉛の物質質量比を補正した。
- ③ ^{204}Pb 濃縮同位体溶液と ^{208}Pb 濃縮同位体溶液中の主成分同位体以外の鉛同位体の存在度を、 ^{206}Pb 濃縮同位体溶液を用いた標準添加法（高分解能 ICP 質量分析法）によって決定した。
- ④ ^{204}Pb 濃縮同位体溶液と ^{208}Pb 濃縮同位体溶液を質量比混合法によって混合し、 $^{204}\text{Pb}+^{208}\text{Pb}$ 濃縮同位体混合溶液中の ^{204}Pb と ^{208}Pb の物質質量比を③の結果を用いて補正した。

【計量計測トレーサビリティ】

質量分析計における質量差別効果の補正に用いた $^{204}\text{Pb}+^{208}\text{Pb}$ 濃縮同位体混合溶液は、 ^{204}Pb 濃縮同位体溶液と ^{208}Pb 濃縮同位体溶液を質量比混合法で調製したものである。それぞれの溶液の同一質量あたりの鉛の物質質量比は、一次標準測定法である EDTA 滴定法によって決定した。その際、EDTA 滴定に影響を与える鉛以外の不純物金属の物質質量含有量は、高分解能型 ICP 質量分析計による不純物定量から決定して補正したが、定量のための検量線の作成には NIST SRM にトレーサビリティのある市販の金属標準液を用いた。また、それぞれの濃縮同位体溶液中の主成分以外の鉛同位体の存在量は、NMIJ CRM 3608-a 鉛標準液に基づく EDTA 滴定法によって溶液単位 kg あたりの物質質量を求めた ^{206}Pb 濃縮同位体溶液を用いて、標準添加法によって決定した。以上から本標準物質の認証値は国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質はメートル条約下の国際相互承認取決め (CIPM MRA) に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関する NMIJ の校正測定能力 (CMC) は国際度量衡局 (BIPM) の基幹比較データベース (KCDB) 附属書 C (<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>) に登録されている。

【参考値】

NMIJ CRM 3608-a 鉛標準液に基づく EDTA 滴定法によって決定した鉛濃度 (質量分率) を参考値として付与した。これは未開封時における値である。参考値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約 95 % の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を表す。

	参考値 質量分率(mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率(mg/kg)
Pb	1003.9	2.0

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から 3 年間有効である。

【形状等】

本標準物質は、常温では液体で、約 100 mL が高密度ポリエチレン容器 (100 mL 細口、中ふた付き) に入っている。高密度ポリエチレン容器はアルミラミネート袋に入れて密封されている。

【均質性】

小分けした 235 本の標準液から層別ランダムサンプリング法により 10 本を取り出し、同位体比測定を行って均質性を確認した。評価した均質性に起因する不確かさは、認証値の不確かさに含まれており、開封前に十分に振り混ぜて瓶内の均質化を図れば、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、高密度ポリエチレン容器をアルミラミネート袋の中に密封した状態で、凍結しない範囲内の冷蔵 (10 °C 以下) で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

使用する部屋の気温と平衡に達してから開封すること。開封前には十分に振り混ぜて溶液の均質化を図ること。

【取り扱いにおける注意事項】

安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は、NMIJ CRM 3608-a 鉛標準液と同じ原料の高純度鉛を用いて調製した。高純度鉛（質量分率99.999%）を硝酸に溶解し、最終的に約2.5%（質量分率）の硝酸溶液としたものから、約100 mLを高密度ポリエチレン容器（100 mL）に小分けしたものである。

【参考情報】

浮力補正のために用いた溶液の密度は1.010 g/cm³（25℃）であった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は三浦勉、生産責任者は野々瀬菜穂子、値付け担当者は野々瀬菜穂子、鈴木俊宏、大畑昌輝、石澤ゆかり、日置昭治である。

【情報の入手】

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

【認証書の複製について】

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

【付記】

本標準物質の開発は、大学共同利用機関法人 人間文化研究機構 総合地球環境学研究所（略称：地球研・京都市）の同位体環境学共同研究の支援により、地球研の共同利用設備を利用して進めたものである。

2020年4月1日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
理事長 石村 和彦

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準普及センター 標準物質認証管理室
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refimate/>

改訂履歴

2018.11.16 【国際相互承認】の項目を追記した。
有効期間の期限を2020.03.31から、出荷日から3年間に変更した。