

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 3682-a
No. +++



鉄同位体標準液
Iron 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鉄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)
$^{56}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$	15.7233	0.0065
$^{57}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$	0.36346	0.00023
$^{58}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$	0.048225	0.000053

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鉄の相対質量は 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)
^{54}Fe	0.058360	0.000022
^{56}Fe	0.917614	0.000034
^{57}Fe	0.021212	0.000015
^{58}Fe	0.002814	0.000003

	認証値 モル質量 (g/mol)	拡張不確かさ モル質量 (g/mol)
Fe	55.845340	0.000038

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鉄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、 ^{54}Fe と ^{57}Fe の物質質量比が正確に分かった [^{54}Fe - ^{57}Fe] 濃縮同位体混合溶液を用いる挟み込み法によって補正した。挟み込み法では $^{57}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ の測定同位体比から計算される補正係数から、Exponential Law によって $^{56}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ および $^{58}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ の測定同位体比の補正係数を算出した。 [^{54}Fe - ^{57}Fe] 濃縮同位体混合溶液中の ^{54}Fe と ^{57}Fe の物質質量比は次のようにして決定した。

① ^{54}Fe 濃縮同位体溶液と ^{57}Fe 濃縮同位体溶液の、同一質量あたりの鉄の物質質量比を EDTA 滴定法によって決定

- した。
- ② ^{54}Fe 濃縮同位体溶液と ^{57}Fe 濃縮同位体溶液中のEDTA滴定法に影響を与える鉄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鉄の物質質量比を補正した。
 - ③ ^{54}Fe 濃縮同位体溶液と ^{57}Fe 濃縮同位体溶液中の主成分同位体以外の鉄同位体の存在度を、 ^{56}Fe 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 ^{54}Fe 濃縮同位体溶液と ^{57}Fe 濃縮同位体溶液を質量比混合法によって混合し、 $^{54}\text{Fe}+^{57}\text{Fe}$ 濃縮同位体混合溶液中の ^{54}Fe と ^{57}Fe 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 $^{54}\text{Fe}+^{57}\text{Fe}$ 濃縮同位体混合溶液は、 ^{54}Fe 濃縮同位体溶液と ^{57}Fe 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鉄の物質質量比は、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鉄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鉄同位体の存在量は、NMIJ CRM 3611-a鉄標準液に基づく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 ^{56}Fe 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。

【参考値】

NMIJ CRM 3611-a鉄標準液に基づくEDTA滴定法によって決定した鉄濃度（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)
Fe	1001.0	3.0

【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2024年3月31日まで有効である。

【物質に関する情報】

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245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℃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】

冷蔵保存した場合には、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、(一社)日本鉄鋼連盟認証標準物質 高純度鉄1種 (JSS 001-8) を用いて調製した。高純度鉄を硝酸に溶解し、最終的に約1.4%(質量分率)の硝酸を含む約27kgの溶液としたものから、約100mLを高密度ポリエチレン容器(100mL)に小分けしたものである。

【参考情報】

本標準物質の $^{56}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ 、 $^{57}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ 、 $^{58}\text{Fe}/^{54}\text{Fe}$ をIRMM-014による挟み込み法で測定した場合の、IRMM-014の認証値に対する δ 値はそれぞれ-2.189、-3.255、-4.516である。また浮力補正のために用いた溶液の密度は 1.006 g/cm^3 (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、石澤ゆかりである。

【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

2022.02.09 有効期間を2024年3月31日とした。