

独立行政法人 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 7202 - a
No. xxx



河川水（有害金属分析用—添加—）

Trace Elements in River Water (Elevated Level)

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE 34) に適合する品質システムに基づき、実際の河川水より調製されたものであり、河川水及びそれに類似したマトリックスをもつ試料中の有害金属元素の定量において、分析の精度管理及び分析方法や分析装置の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

19元素について、質量分率 (Mass Fraction) で示した認証値は以下の通りである。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を示す。

元素	認証値 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析法 (下記参照)	元素	認証値 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析法 (下記参照)
Al	15.0	0.4	4, 5, 7, 9	Fe	30.1	0.9	1, 4, 5, 7, 9
Sb	0.0098	0.0003	2, 4, 5	Pb	1.01	0.02	1, 4, 9
As	1.18	0.04	4, 5, 6, 8, 9	Mn	5.03	0.14	4, 5, 7, 9
Ba	5.78	0.08	1, 4, 7	Mo	0.186	0.002	2, 4, 5
B	48.7	0.8	1, 4, 5, 7	Ni	1.07	0.03	1, 4, 5, 9
Cd	1.02	0.02	1, 4, 9	Se	1.04	0.04	3, 4, 5, 6
Cr	4.81	0.18	1, 4, 7, 9	Zn	10.3	0.3	1, 4, 7, 9
Cu	10.1	0.3	1, 4, 7, 9				

元素	認証値 質量分率(mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率(mg/kg)	分析法 (下記参照)
Na	3.68	0.08	7, 10, 11, 12
K	0.85	0.03	7, 10, 11, 12
Mg	1.24	0.05	7, 10, 12
Ca	4.67	0.14	7, 10, 12

分析法：

- 1) 同位体希釈-ICP質量分析法
- 2) 同位体希釈-ICP高分解能質量分析法
- 3) 蒸発濃縮 / 同位体希釈-ICP質量分析法
- 4) ICP質量分析法
- 5) ICP高分解能質量分析法
- 6) 水素化物発生-ICP質量分析法
- 7) ICP発光分光分析法
- 8) 水素化物発生-ICP発光分光分析法
- 9) 黒鉛炉原子吸光分光分析法
- 10) フレーム原子吸光分光分析法
- 11) 炎光光度法
- 12) イオンクロマトグラフ法

【認証値の決定方法】

認証値は、当センターでの複数の測定結果を重み付け平均して決定した。分析法の組み合わせとしては、以下のとおりである。

- (1) 一次標準測定法である同位体希釈-ICP質量分析法と精度さが確認された他方法の組み合わせ。

(2) 精確さが確認された分析法の3つ以上の組み合わせ。

認証値の不確かさは、各分析法、分析法による違い及び試料の均質性に起因する不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ として決定された拡張不確かさである。

【トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、元素標準液として米国標準技術研究所 標準液 (Se: NIST SRM 3149)、一次標準測定法で値付けされたNMJJ調製標準液 (B, Mo及びBa) 及びJCSS規格品 (それ以外の元素) を用いた測定により求めたものであり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【参考値】

以下の元素について、質量分率 (Mass Fraction) を参考値として示す。

元素	参考値 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析法
Co	0.005	ICP質量分析法及びICP高分解能質量分析法

【国際相互承認】

本標準物質はメートル条約下の国際相互承認協定 (CIPM MRA) に基づいて国際度量衡局 (BIPM) のデータベース (<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>) に登録された計測・校正能力の範囲に含まれている。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記保存条件のもとで、2012年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、実際の河川水より調製されたpH 約1.3の水溶液で、高密度ポリエチレン容器に250 mLが瓶詰めされている。

【均質性】

作製した1100本の試料から無作為に選んだ10本の試料中の各元素濃度を測定することにより、均質性を評価し、十分均質であることを確認した。試料の均質性に起因する不確かさは認証値の不確かさに含めた。

【保存に関する注意事項】

未開封、開封済みにかかわらず遮光し5℃程度で清浄な場所に保存すること。一度開封した場合はできるだけ密栓した状態で保存しなければならない。ただし、開封後の試料の保存安定性については確認されていない。

【使用に関する注意事項】

- (1) 本標準物質の認証値は質量分率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$, mg/kg) で示されている。単位容量あたりの質量 ($\mu\text{g}/\text{L}$, mg/L) への換算は、使用時の試料温度における密度を乗じることにより行うことができる。なお、25℃における本標準物質の密度は参考情報として記載されている。
- (2) 使用の際は、室温に戻し、静かに振り混ぜた後に開封すること。いずれの元素も極低濃度であり、汚染を受けやすいため、使用器具及び容器類、作業環境については十分な注意が必要である。開封等の作業はクリーンルーム内もしくはクリーンベンチ内で行うことが望ましい。また、開封後は速やかに使用すること。
- (3) 試料採取の際には、汚染を避けるため本標準物質の容器に直接ピペット類を入れないこと。

【取り扱いにおける注意事項】

本標準物質は、約0.1 mol/L 硝酸酸性 (pH 約1.3) に調製されているため、取り扱い際には保護マスクや保護手袋等を着用すること。また、本認証標準物質は毒物及び劇物取締法における毒物に該当する^{註)}ため、同法に従って取扱うこと。

注) As化合物及びSe化合物

【製造方法等】

日本国内の河川水をテフロン製ポンプを用いて採水し、冷暗所にて1週間静置後、孔径1 μm及び0.45 μmのフィルターを順に通し、約0.1 mol/Lとなるよう硝酸を添加した。Al, As, B, Cd, Cr, Cu, Fe, Pb, Mn, Ni, Se及びZnについて、各元素標準液を添加、混合し、静置後、再び混合した溶液を250 mLずつ高密度ポリエチレン容器に瓶詰めした。

【参考情報】**(1) 密度**

固有振動周期測定方式による本標準物質の密度の測定を行った結果、1.00044 g/cm³ (25 °C) であった。

(2) 認証時点でのCr及びAsの化学形態

認証時点でのCr, Se及びAsの化学形態(酸化数)別の存在割合を高速液体クロマトグラフィー / ICP質量分析法で測定した結果、Crについてはほぼ全量がCr(III)、Seについてはほぼ全量がSe(IV)であった。Asについては約20%がAs(III)、約80%がAs(V)であると推定されたが、経時的にAs(III)の存在割合が増加する傾向が見られた。なお、これらの元素の化学形態は、保存状況等により容易に変化が起りうることから、使用時の存在形態を示すものではない。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は高津章子、生産責任者は稲垣和三、値付け担当者は稲垣和三、成川知弘、仲間純子、恵山 栄である。

【協力機関】

原料水採取及び候補標準物質の調製は、関東化学株式会社が行った。

【技術情報の入手】

本標準物質に関して特性値の変更等、重要な改訂があった場合は購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記ホームページ及び連絡先にて入手可能である。

【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。

2004年3月23日

独立行政法人 産業技術総合研究所
理事長 吉川 弘之

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

独立行政法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター
計量標準管理センター 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：<http://www.nmij.jp/>

改訂履歴

2009.03.24	安定性試験の結果に基づいて有効期限が2009.03.31から2012.03.31に延長された。
2009.03.24	一部の記述が修正された。国際相互承認の項目が追記された。