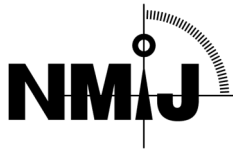


国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7202-b
No. +++

河川水（微量元素分析用 添加）

Trace Elements in River Water (Elevated Level)

本標準物質は ISO GUIDE 34:2009 および ISO/IEC 17025:2005 に適合するマネジメントシステムに基づき生産された微量元素分析用河川水標準物質であり、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微量元素の定量分析において、分析精度管理に用いるほか、分析方法あるいは分析装置の妥当性確認等に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の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の半分の幅を表す。

元素名	認証値 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析方法 (下記参照)
B	47.8	0.9	1,2
Al	17.0	0.5	2,3,5
Cr	4.65	0.06	1,2,3
Mn	4.93	0.13	2,3,5
Fe	29.8	0.4	1,2,3,
Ni	1.05	0.03	1,2,3
Cu	9.88	0.13	1,2
Zn	9.83	0.20	1,2
As	1.10	0.05	2,3,5
Se	1.00	0.06	1,2
Rb	0.651	0.018	1,2
Sr	32.7	0.6	1,2
Mo	0.184	0.006	1,2,3
Cd	0.98	0.03	1,2
Sb	0.0103	0.0004	1,3
Ba	5.69	0.11	1,2
Pb	1.002	0.018	1,2

元素名	認証値 質量分率(mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率(mg/kg)	分析方法 (下記参照)
Na	3.64	0.06	2,4,6
Mg	1.23	0.04	2,4,6
K	0.833	0.023	2,4,6
Ca	4.51	0.15	2,4,6

- 分析方法： 1. 同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法 2. 誘導結合プラズマ質量分析法
3. 高分解能誘導結合プラズマ質量分析法 4. 誘導結合プラズマ発光分光分析法
5. 黒鉛炉原子吸光分析法 6. フレーム原子吸光分析法

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、上記の複数の分析方法によって定量分析を行い、得られた定量結果を個々の合成標準不確かさの逆数で重み付けして平均することで求めたものである。分析方法の組み合わせは、(1)一次標準測定法である同位体希釈質量分析法と精確さが確認された他方法の組み合わせ、もしくは(2)精確さおよび妥当性が確認された分析方法3つ以上の組み合わせである。

認証値の不確かさは、(a) 分析方法、(b) 分析法の違い、(c) 試料均質性、(d) 標準液に起因する各不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ を乗じて拡張不確かさとして求めたものである。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、JCSS 元素標準液を用いた同位体希釈質量分析法及び精確さが確認された分析法により得られた定量値からそれぞれ算出したものであり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【参考値】

本標準物質に含有される、りん (P) 及びウラン (U) の質量分率を参考値とする。

元素名	参考値 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析方法 (認証値用分析法参照)
P	8.1	0.3	3
U	0.0076	0.0005	2

PはJCSS元素標準液を用いた高分解能誘導結合プラズマ質量分析法により、UはNISTトレーサブルな認証標準物質 多元素混合標準液 TraceCERT (Prod.No.61344)を用いた誘導結合プラズマ質量分析法により、それぞれ定量した値である。参考値の不確かさは、分析方法、均質性の不確かさ、標準液に起因する不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ を乗じて拡張不確かさとして求めたものである。

【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。

【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1年間有効である。

【形状等】

本標準物質は、河川水より調製された無色透明液体で、高密度ポリエチレン容器に約 100 mL が封入されている。

【均質性】

作製した1100本の瓶詰め試料から層別ランダムに抜き出した11本の試料について、誘導結合プラズマ質量分析法または誘導結合プラズマ発光分光分析法により定量分析を行い、その定量値をもとに均質性を評価した。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、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、遮光し、5 °C程度で清浄な場所に保存する。一度開封した場合は、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、認証時点での本標準物質の密度（25℃）は、参考情報として本認証書に記載されている。

- (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。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。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。

【取り扱いにおける注意事項】

本標準物質は、約0.3 mol/L 硝酸酸性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。安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

注）As化合物が該当

【製造等】

本標準物質は、NMIJ CRM 7202-a 河川水（有害金属元素分析用 添加）を再調製したものである。約0.3 mol/Lとなるよう硝酸が追加で添加され、一晚混合後に100 mL ずつ高密度ポリエチレン容器に瓶詰めされている。硝酸添加から瓶詰めまでの工程は、本センターの委託により、関東化学株式会社によって行われた。

なお、原料となったNMIJ CRM 7202-aは、テフロン製ポンプを用いて採水した日本国内の河川水を冷暗所にて1週間静置後、孔径1 μm 及び0.45 μm のフィルターで順にろ過し、硝酸、元素標準液各種（As, B, Cd, Cr (III), Cu, Fe, Pb, Mn, Ni, Se 及び Zn）を添加、混合したのちに250 mL ずつ高密度ポリエチレン容器に瓶詰めしたものであった。

【参考情報】

(1) 密度

固有振動周期測定方式により本標準物質の密度測定を行った結果、認証時点（2011年3月）で1.01087 g/cm³（25℃）であった。

- (2) 本標準物質に含有される下記希土類元素（REEs）の認証時点（2011年3月）の質量分率を参考情報とする。

元素名	参考情報 質量分率(μg/kg)	元素名	参考情報 質量分率(μg/kg)
La	0.0085	Tb	0.00016
Ce	0.0082	Dy	0.0010
Pr	0.0017	Ho	0.00024
Nd	0.0065	Er	0.00068
Sm	0.0012	Tm	0.00010
Eu	0.00036	Yb	0.00067
Gd	0.0012	Lu	0.00012

上記参考情報は、ジーエルサイエンス社製固相抽出カートリッジ ME-1 を用いて REEs を濃縮したのち、原子吸光分析用元素標準液を用いて誘導結合プラズマ質量分析法により定量された値である。

(3) 認証時点での As, Cr 及び Se の化学形態

認証時点（2011年3月）での As, Cr, 及び Se の化学形態（酸化数）別存在割合を高速液体クロマトグラフィー/誘導結合プラズマ質量分析法で測定した結果、99%以上が As (V), Cr (III), Se (IV)であった。なお、これらの元素の化学形態は、保存状況等によって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日置昭治および稲垣和三、生産責任者は稲垣和三、有賀智子、値付け担当者は稲垣和三、成川知弘、朱彦北、小口昌枝、工藤いずみである。

【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。

2015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 中鉢 良治

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://www.nmij.jp/service/C/>

改訂履歴

2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

2018.03.14 【有効期限】を【有効期間】とし、有効期間を出荷日から1年間とした。