

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 7302-a
No. +++

海底質（有害金属分析用）

Trace Elements in Marine Sediment

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ものであり、底質やそれに類似したマトリックス試料中の微量元素の定量分析における分析精度管理に用いる他、分析方法あるいは分析装置の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

本標準物質中の微量元素14元素についての認証値（乾燥質量換算した質量分率）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。試料乾燥は本認証書に記載された方法による。

元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)	元素	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)
Sb	1.22	0.05	1,2	Hg	0.52	0.03	1,2,6
As	22.1	1.4	2,4,5	Mo	1.98	0.24	1,2
Cd	1.32	0.04	1,2,4	Ni	25.8	1.2	1,2,3,4
Cr	145	6	1,2,3,4	Se	0.61	0.07	1,2,5
Co	12.4	1.5	2,3,4	Ag	0.49	0.02	1,2
Cu	57.8	2.3	1,2,3,4	Sn	18.5	0.8	1,2
Pb	82.7	3.8	1,2,3,4	Zn	401	16	1,2,3

分析方法

- 1) 同位体希釈-誘導結合プラズマ質量分析法(ID-ICP-MS)
- 2) ICP-MS
- 3) ICP 発光分析法(ICP-OES)
- 4) 黒鉛炉原子吸光分析法(GFAAS)
- 5) 高分解能 ICP-MS
- 6) 加熱気化-金アマルガムトラップ-AAS

【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不確かさの逆数で重み付けして平均することで求めた。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-ICP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) 精確さが確認された分析方法3つ以上の組み合わせである。なお、外部機関にも分析を依頼し、値の妥当性を確認した。

認証値の不確かさは、(a) 分析法、(b) 分析法の違い、(c) 試料均質性に起因する不確かさを合成し、包含係数 $k=2$ として求めた拡張不確かさである。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、米国標準技術研究所 標準液(Ag: NIST SRM 3151, Se: NIST SRM 3149)、一次標準測定法で値付けされたNMIJ調製標準液(Mo及びSn)及びICSS標準液(それ以外の元素)を用いたID-ICP-MS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。

【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。本標準物質に関係する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。

【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封かつ下記の保存条件のもとで2021年3月31日である。

【形状等】

本標準物質は、実際の海底質より調製された灰色粉体で、約60gずつ褐色ガラスビンに封入されている。

【均質性】

作製した1000本の試料から層別ランダムに抜き出した10本の試料に関して、ICP-MSもしくはICP-OES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。いずれの元素についても、均質性を反映した試料間の濃度のばらつきを評価し、認証値の不確かさに加えた。

【保存に関する注意事項】

5℃から35℃で清浄な場所に遮光して保存すること。

【使用に関する注意事項】**（1）分析に用いる試料量**

均質性の観点から1回の分析に用いる試料量は0.1g以上、Crについては0.3g以上を推奨する。

（2）水分含量（乾燥質量）の求め方

認証値、参考値はすべて乾燥質量あたりで示している。従って、成分測定時に試料の水分含量を測定し、分析値を補正する必要がある。乾燥方法は以下の方法を指定する。ただし、以下の方法で乾燥した場合、成分によっては分解・蒸発などによる損失がありうるため、原則として成分分析用と水分含量測定用とは別の試料を用いること。なお、およその水分含量は3%である。

- ①試料約1gを採取し精確に秤量後、110℃のオーブンで6時間加熱する。
- ②シリカゲルデシケーターで放冷後、秤量して質量減少分を水分とする。

【取り扱いにおける注意事項】

研究目的以外には使用しないこと。開封の際には怪我に注意すること。試料取り扱い時には、保護マスクや保護手袋等を着用することが望ましい。試料廃棄の際には、廃棄物の処理及び清掃に関する法律を遵守すること。安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

北部九州地方の湾内にて採取した底泥（底質）を、風乾し、粉碎後、104µmのふるいを通過したものを混合した後、約60gずつ褐色ガラス瓶に瓶詰めした。瓶詰め後、滅菌のためガンマ線照射（20kGy）を行った。

【参考情報】

以下にいくつかの元素の乾燥質量あたりの質量分率を参考情報として示す。

元素	質量分率(%)	分析方法(上記参照)	元素	質量分率(mg/kg)	分析方法(上記参照)
Al	7.3	3	Mn	710	3,4
Ca	4.2	3	P	650	3
Fe	5.4	3	Rb	74	2
Mg	1.2	3	Sr	330	2,3
K	1.6	3	V	166	3
Na	1.9	3			
Ti	0.42	2,3			

【生産担当者】

本標準物質の生産に関わった技術管理者は倉橋正保、生産責任者は高津章子、値付け担当者は稲垣和三、黒岩貴芳、仲間純子、恵山栄である。

【協力機関】

本標準物質の試料採取および調製は、環境テクノス株式会社が行った。

【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。

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/refmate/>

改訂履歴

- 2010.11.30 安定性モニタリングの結果に基づき、有効期限を2012.03.31から2021.03.31に延長した。
品質システムにおける参考値定義の変更に伴い、参考値を参考情報とした。
一部記述修正及び国際相互承認の項目を追記した。
- 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。