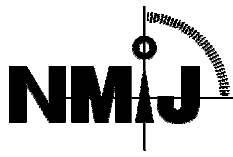


独立行政法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7306 - a

No. +++

海底質
(有機すず分析用)



Organotins in Marine Sediment

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE34)に適合する品質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試料中のブチルすず及びフェニルすずの定量において、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】

本標準物質中の3種類のブチルすず及び2種類のフェニルすずについて、乾燥質量あたりの濃度 (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 $k=2$ から決めら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。乾燥方法は本認証書に記載された方法による。

化合物	認証値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$ as Sn)	拡張不確かさ ($\mu\text{g}/\text{kg}$ as Sn)	分析方法 (下記参照)
トリ <i>n</i> -ブチルすず (TBT)	44	3	1, 2, 3, 4, 5, 6
ジ <i>n</i> -ブチルすず (DBT)	51	2	1, 2, 3, 4, 5, 6
モノ <i>n</i> -ブチルすず (MBT)	67	3	1, 2, 3, 4, 5, 6
トリフェニルすず (TPhT)	6.9	1.2	1, 2, 3, 4, 5, 6
ジフェニルすず (DPhT)	3.4	0.5	1, 2, 4, 5, 6

分析方法：

- 1) 超音波抽出法及び化学形態別同位体希釈 (SSID) -ガスクロマトグラフィー-誘導結合プラズマ質量分析法 (GC-ICPMS)
- 2) 超音波抽出法及び SSID-ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (SSID-GC/MS)
- 3) 超音波抽出法及び SSID-液体クロマトグラフィー-ICPMS (SSID-LC-ICPMS)
- 4) マイクロ波抽出法及び SSID-GC-ICPMS
- 5) 加圧流体抽出法及び SSID-GC-ICPMS
- 6) 振とう抽出法及び SSID-GC-ICPMS

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、(独) 産業技術総合研究所 計量標準総合センター (NMIJ/AIST) における測定結果から決定した。一次標準測定法である SSID-GC-ICPMS, SSID-GC/MS 及び SSID-LC-ICPMS と、異なる抽出手法とを組み合わせた複数の分析方法によって測定を行い、得られた測定結果を重み付け平均して認証値を算出した。認証値の不確かさは、各分析方法、分析方法の違い、及び試料の均質性によ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、NMIJ/AIST で差数法により純度決定した有機すず化合物の塩化物を重量法でメタノール溶解した溶液を基準とし、複数の SSID-MS による定量より算出した。

【参考値】

本標準物質中の主な成分元素の乾燥質量あたりの濃度（Mass Fraction）を参考値として示す。測定はICP 発光分光分析法による。

主な成分元素濃度

元素	濃度 (%)	元素	濃度 (%)	元素	濃度 (%)
Al	7.5	Fe	5.4	K	1.5
Ca	3.5	Mg	1.4	Na	2.0

【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、未開封で下記の保存条件のもとで2020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淡褐色の粉末で、褐色ガラス容器に約15gが瓶詰めされている。

【均質性】

作製した250本の瓶詰め試料から無作為に選んだ10本の試料中のブチルすず及びフェニルすず化合物の含有量を測定することにより、均質性を評価した。評価された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-20℃以下で遮光して保存すること。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) 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0.5g以上を推奨する。
- (2) 水分含量（乾燥質量）の求め方
認証値と参考値はすべて乾燥質量換算の濃度で示している。従って、成分測定時に試料の水分含量を測定し、測定値を補正する必要がある。水分含量の測定方法は以下を指定する。
 - ①試料約1gを採取及び秤量した後、105℃~110℃のオープン内で6時間加熱する。
 - ②シリカゲルデシケーター内で放冷後、秤量する。
 上記における乾燥前後の質量減少分を水分とする。なお、およその水分含量は4%~5%である。
水分含量測定に用いた試料は、ブチルすず及びフェニルすずの測定に使用してはならない。
- (3) 秤量
本標準物質を秤量する場合には、室温に戻してから行うこと。

【取り扱いにおける注意事項】

保護マスクや保護手袋等を着用すること。

【製造方法等】

日本国内の都市部に隣接する湾内にて採取した底質（底泥）を風乾し、粉碎した後、106µmのふるいを通過したものを混合した。滅菌のためのガンマ線照射後（20kGy）、再度混合攪拌し、ビン詰めした。

【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、渡邊卓朗、恵山 栄、青柳嘉枝である。

【協力機関】

本標準物質の調製は環境テクノス株式会社が行った。

【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。

【付記】

本標準物質はミレニアムプロジェクト「ダイオキシン類・環境ホルモンの適正管理、無害化の促進」事業の研究成果に基づくものである。

2005年 4月 1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

- | | |
|-----------|--|
| 2010.2.24 | 一部記述修正、トレーサビリティ及び国際相互承認の項目が追記された。 |
| 2010.5.19 | 安定性試験結果に基づき、有効期限が2010.03.31から2020.03.31に延長された。
(2010.02.24開催の標準物質認証委員会にて審議) |