

**NMIJ CRMは日本の国家計量標準機関である、
NMIJから頒布される認証標準物質です。
NMIJ CRM is distributed from
National Metrology Institute of Japan (NMIJ).**

NMIJ 認証標準物質の特徴

- 計量計測トレーサビリティが確立された標準物質
- ISO 17034 に基づいたマネジメントシステムによる生産
- ISO Guide 35 に基づいた認証値の決定
- 正確な測定法（一次標準測定法など）による分析
- 国際単位系（SI）にトレーサブル
- Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement（GUM）に基づいた不確かさの評価

主な用途

- 分析機器の校正
- 分析法、分析値の妥当性確認
- 分析の精度管理

Features of NMIJ CRM

- Production in accordance with quality management system based on ISO 17034
- Certification in accordance with ISO Guide 35
- Determination of analyte by state of the art technology including primary methods
- Traceable to SI
- Uncertainty evaluation in accordance with Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)

NMIJ CRM fits for:

- **Calibration** of instruments,
- **Validation** of analytical methods and measurement results,
- **Quality Control** for analytical methods.

認証標準物質（CRM, certified reference material）

一つ以上の規定特性について、計量学的に妥当な手順によって値付けされ、規定特性の値及びそれに付随する不確かさ、並びに計量計測トレーサビリティを記載した認証書が付いている標準物質

Reference material characterized by a metrologically valid procedure for one or more specified properties, accompanied by a reference material certificate that provides the value of the specified property, its associated uncertainty, and a statement of the metrological traceability

標準物質（RM, reference material）

一つ以上の規定特性について、十分均質かつ安定であり、測定プロセスでの使用目的に適するよう
に作製された物質

Material, sufficiently homogeneous and stable with respect to one or more specified properties, which has been established to be fit for its intended use in a measurement process

標準物質の利用

Utilization of Reference Materials

標準物質は、1) 分析・計測機器の校正、2) 物質・材料への値付け、3) 分析・計測方法の評価、4) 分析・試験機関あるいは分析者・測定者の技能の確認、などの目的で使用されます。

1) は機器が正確な指示値を示すよう調整する操作を指しています。検量線を作成することによって物理量単位の指示値を濃度や物性値に変換することも1)の範疇に含まれます。後者は2)と重複しますが、2)には標準物質の表示値（認証標準物質においては認証値）をもとに被検試料の値を決める場合も含まれています。例えば、容量分析における規定液の標定の場合、純度が確定された容量分析用標準物質を基準にして被検液の濃度を決定します。トレーサビリティ体系の上位の標準物質による下位の標準物質の値付けもこれに該当します。計量法ではこの値付けを校正と呼んでいます。3)は使用する分析・計測方法が信頼性のある方法か否かを評価する場合です。方法のバリデーションを意味すると考えても結構です。4)は組織あるいは個人が信頼性のあるデータを出す技術的能力を有するか確認する場合です。通常3)及び4)の目的には組成標準物質が使用されます。一方、1)及び2)には校正用の純物質系標準物質が用いられますが、2)では組成標準物質もしばしば利用されます。

認証標準物質は、ISO Guide 30「標準物質－選択された用語及び定義」に記されているように、認証書が添付された標準物質です。認証書に記載された認証値はトレーサビリティの確立された手順によって確定され、不確かさが付与されているものです。したがって、認証標準物質は、分析・計測における真度（正確さ）の評価あるいは国際単位系（SI）へのトレーサビリティの立証には不可欠なものです。認証標準物質を用いた精度管理として、分析・計測値の平均値と認証値の差を要求する正確さと比較することによって分析結果の評価・管理を行うことができます。また、ISO/IEC17025の試験所認定制度では、分析・計測値に関してトレーサビリティの確保が求められており、そのためには認証標準物質の整備が基本的な要件となっています。

このように認証標準物質は分析・計測の信頼性確保に欠くことのできないものであり、その使い方を誤るとメリットは失われます。標準物質は一般に均質で安定性のよいものが選択されています。しかしながら、物質によっては長期保存の難しいものがあるため、有効期限や有効期間に留意して使用するとともに、標準物質認証書に記載された保存条件を守って保管することが必要です。また、使用前の乾燥及び保管条件が決められているものではそれらの規定を厳密に守る必要があります。

標準物質認証書には、用途、認証値、形態、値付け方法、調製方法、使用及び保管上の留意事項などが記載されています。認証値の他に参考値が与えられていることもあります。参考値とは、値付けに用いた分析方法の評価が、認証値としてNMIJの要求水準を満たしていない特性値です。NMIJでは、参考値のみが付与された標準物質をNMIJ RMとして頒布しています。

Reference materials (RMs) are generally used for ;

- 1) Calibration of analytical/measuring equipment,
- 2) Assignment of chemical/physical quantities of materials,
- 3) Evaluation of analytical/measuring methods, and
- 4) Confirmation of skill of analysts/performance of organizations.

1)"Calibration" means adjustment of a value indicated by the analytical/measuring equipment to a correct (or true) value. Calibration also includes conversion of an indicated value with a physical quantity into concentration or another quantities by using a calibration curve.

2)"Assignment" is an analysis of a sample in comparison with a certified value of a certified reference material (CRM) or with that of an indicative value of an RM, and so includes the second meaning of "Calibration". For example, in the case of titrimetric analysis, a concentration of unknown sample is determined on the basis of an RM whose purity has been certified. The measurement law of Japan defines a "Calibration" as assignment of "lower (in the metrological traceability system)" RMs by using "higher" RMs. On the other hand, high-purity and other similar CRMs are usually used for "Calibration" and "Assignment".

3)"Evaluation" is a judgment of whether the analyst's analytical/measuring method is appropriate and reliable or not. "Evaluation" may often be called "Validation".

In the case of 4) "Confirmation", it is confirmed whether an organization/analyst has sufficient technical skills to obtain reliable experimental data. In general, matrix CRMs including environmental, nutritional,..., etc., are used for the purposes of "Evaluation" and "Confirmation".

A CRM is an RM with an RM certificate, that is described in ISO Guide 30 : Reference materials

- Selected terms and definitions. The certificate includes certified value(s) and their uncertainty(s), that have been determined by procedures to ensure traceability to the International System of Units (SI). Thus, a CRM is absolutely necessary for an evaluation of the accuracy of an analytical value and for confirmation of traceability to SI units. In addition, in an accreditation system based on ISO/IEC 17025, CRMs are useful for the confirmation of traceability to SI units.

If CRMs are used inappropriately, their merits will not be recognized. In general, CRMs have good homogeneity and stability. However, the long-term stability differs between individual CRMs, and some CRMs have a short period of validity. Please pay attention to the expiry date and storage conditions described in the RM certificate provided with each CRM. For several CRMs, drying and storage rules before using are strictly described in the RM certificates.

The RM certificate of each CRM includes the scope, certified value, sample form, analytical method used for certification, preparation method, instructions for use, and so on. In some instances, indicative values are included in the certificates. The indicative value is the property value which does not meet the NMIJ's requirements of the certified value including a case that it was estimated that evaluations of the analytical method used for determination of property value are not enough. NMIJ provides the RMs as NMIJ RM which is assigned only indicative value.

トレーサビリティ Traceability

メートル条約の下で召集された第 14 回国際度量衡総会（1971 年）で、物質量の SI 単位としてモル（記号 mol）が採用され、1993 年の国際度量衡委員会（CIPM）で物質質量諮問委員会（CCQM）が発足しました。物質量のトレーサビリティは、SI の基本量であるモルに直接結びつく方法で特性値が決定された認証標準物質を頂点とした計測と標準物質の連鎖（分析機器等による）によって示されます。基本量モルに直結する一次標準物質の開発には高い技術力と多くの労力が要求されます。そのため、多くの場合、一次標準物質は国家計量標準機関（NMI）によって開発されています。

The mole (unit: mol) was adopted as an SI base unit by the 14th General Conference on Weights and Measures (1971) (*14^e Conference Generale des Poids et Mesures*), convened under the Meter Convention. Traceability to amount of substance can be achieved through continuous (unbroken) chains of SI to the CRM (the primary reference material), and those of the CRM to other RMs (by using analytical equipment, etc.). The development of the primary reference material, which is directly linked to an SI base unit, requires diligence and a high level of skill. In many cases, the primary reference materials have been developed by National Metrology Institute (NMI).

認証標準物質の値付け方法

Method for the Determination of Property Values of CRMs

標準物質に特性値を付与する方法として、一次標準測定法があります。これは「最高の計量学的な質を有している方法であり、その方法の操作が科学的に完全に記述され理解され得るものです。その方法に対しての不確かさは SI 単位によって完全に書き下ろせるものであり、従って、その方法の結果が、測定しようとしている（種類の）量の標準を参照すること無しで受け入れられるもの」とされています。その中には、電量分析法・重量法（重量分析法、質量比混合法）・滴定法・同位体希釈質量分析法・凝固点降下法があります。NMIJ 認証標準物質（NMIJ CRMs）の多くは、これらの測定法を用いて値付けしており、国際的に SI にトレーサブルであると認められる代表的な標準物質です。

One method to determine property values is a primary method of measurement. A primary method is defined as "a method having the highest metrological properties, whose operation can be completely described and understood, for which a complete uncertainty statement can be written down in terms of SI units". The primary methods identified by the Consultative Committee for Amount of Substance (CCQM) are coulometry, gravimetry (including gravimetric preparation method), titrimetry, isotope dilution mass spectrometry, and the freezing point (depression) method. Most of NMIJ CRMs can be accepted internationally as representative RMs traceable to SI because the property values of them are determined using these primary methods.

国際比較と国際相互承認

International Comparison and Global Mutual Recognition Arrangement

現在、物質質量諮問委員会（CCQM）の下で分野ごとの作業部会（WG）が設置されています。各々のWGでは国際比較を計画・実行し各国の国家計量標準機関（NMI）間の校正・測定能力（CMC）の確認と国家標準の同等性評価を行っています。標準物質では、一般に分析結果から特性値を決定します。そこで、国際比較では同一の物質を各国のNMIに配付し、これに特性値を付与する測定の能力を評価します。この国際比較では各国が分析方法と校正用標準物質を選択して用いるので、同時にこの技術を用いて測定を行った認証標準物質（CRM）に対する評価も行われることとなります。NMIJはこの国際比較に参加しています。また、海外計量標準機関の専門家による技術能力審査を定期的を受けています。これらの結果に基づき承認されたNMIJのCMCと標準物質の値付け範囲は、国際度量衡局（BIPM）が管理する基幹比較データベース（KCDB: CIPM MRA, <https://www.bipm.org/kcdb/>）に登録され、BIPMのウェブサイトで公表されています。NMIJ認証標準物質（NMIJ CRMs）の多くは、このデータベースに登録されており、国際的に認められた標準物質です。

Several working groups under the CCQM have been established. Each working group (WG) plans and performs various international comparisons. The calibration and measurement capability (CMC) of each National Metrology Institute (NMI) and the comparability between primary standards of NMIs have been checked through the international comparisons. In the case of "reference material", the property value is generally determined using analytical results. Therefore, in international comparisons, a pilot laboratory distributes identical samples to each NMI, and then the CMC to determine the property value of the sample is evaluated for each NMI. In such international comparison, each NMI selects analytical techniques, which means that the CRMs produced by the techniques are also evaluated simultaneously. NMIJ participates in this international comparison. In addition, NMIJ is reviewed the technical capability by the expert of the overseas National Metrology Institute (Peer review) regularly. The CMCs and the range of determining the certified value for CRM of NMIJ which are approved based on these results are registered in the key comparison database (KCDB: CIPM MRA, <https://www.bipm.org/kcdb/>) which International Bureau of Weights and Measures (BIPM) manages, and they are published on the website of BIPM. The most of NMIJ CRMs are registered in this database and internationally recognized.