

有機標準物質

1 はじめに

有機化合物の定量分析では、測定対象成分と構造や物理的・化学的性質が類似した物質が含まれる試料を測定するが多い。そのため、クロマトグラフィーをはじめとした分離分析を利用して、類似物質の中から測定対象成分のみを分離・定量する。この定量のためには分析機器が目盛り付け、すなわち校正されている必要があり、その校正に標準物質が用いられる。分析機器の校正のほかにも前処理や測定法などの妥当性確認に用いられる標準物質もある。本稿では有機分析用の標準物質のうち、主に校正用標準物質として供給されている有機標準液と高純度有機標準物質を紹介する。

2 校正用標準物質

クロマトグラフ等の分析機器で定量分析を行う際には、測定対象成分の濃度が定量濃度付近に調整され、かつその濃度が既知の検量線溶液を分析機器に導入し、分析機器を校正する必要がある。この検量線溶液の濃度の基準となるのがいわゆる標準液である。測定対象成分の濃度が保証された標準液を入手し、その濃度が定量に適する場合にはそのまま使用し、そうでない場合には適切な溶媒で希釈して用いる。希釈する場合には希釈溶媒には測定対象成分が含まれていないものを使用することが重要で、特に低濃度の検量線溶液を調製する場合にはごく微量の対象成分が含まれていても問題となる。定量に用いる分析機器で同時に分析できる成分であれば、複数種類の測定対象成分の濃度が保証された混合標準液を利用することで、調製の手間やコストを低減することができる。

一方、適当な標準液が市販されていない場合には、高純度標準物質を入手し希釈して検量線溶液を調製することも可能である。この場合でも標準液を希釈する場合同様、希釈溶媒の品質に注意するのはもちろんであるが、特に固体の高純度標準物質を原料とする場合には、原料が完全かつ均一に溶解していることを確認することも重要である。複数の高純度標準物質を用いて混合標準液を調製する場合には、原料にいずれの測定対象成分も含まれていないことを確認すべきであり、もし含まれている場合には濃度を補正する必要がある。

有機標準物質の使用上の注意としては、特に標準液において測定対象成分の分解や溶媒の揮発、容器への吸着などが起こりやすいことが挙げられ、それらによる濃度

変動を避けて使用や保管をする必要がある。標準物質の認証書や添付文書などに使用方法、保管条件や有効期限などが書かれており、それらの注意事項にしたがって標準物質を保管・使用する。特に開封後は濃度変動などの品質の変化が起こりやすいため、開封後の濃度保証がされていない標準物質もある。

以下に現在供給されている主な有機標準物質を紹介する。なお、各標準物質については、供給機関の参照URLで詳細を確認されたい。一般的な標準物質については独立行政法人製品評価技術基盤機構が運営する標準物質総合情報システム (RMInfo)¹⁾で検索することが可能である。

3 NMIJ 認証標準物質

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 (NMIJ)²⁾は、純度を付与した高純度有機標準物質と特定成分の濃度を付与した有機標準液を認証標準物質 (NMIJ CRM) として供給している。認証値は凝固点降下法などの一次標準測定法もしくは妥当性を確認した複数の方法を用いて決定されており、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

供給されている高純度有機標準物質には、揮発性有機化合物 (VOC) (14 種)、フタル酸エステル類 (1 種)、フェノール類 (1 種) がある。標準液には、塩素系農薬 (3 種)、ポリ塩化ビフェニル (6 種)、多環芳香族炭化水素 (1 種)、硫黄 (2 種、うち 1 種は参考値のみの RM) がある。これらは販売委託先である関東化学株式会社、ジーエルサイエンス株式会社、西進商事株式会社、株式会社ゼネラルサイエンスコーポレーション、和光純薬工業株式会社から購入可能である。

4 計量法に基づく標準物質

計量法に基づく計量標準供給制度 (JCSS: Japan Calibration Service System) では、経済産業大臣が指定する特定標準物質 (国家計量標準) までのトレーサビリティが保証された標準物質が整備されている。これらの標準物質は財団法人化学物質評価研究機構 (CERI)³⁾が指定校正機関として特定標準物質を製造し、それを用いて特定二次標準物質の値付けを行っている。さらに、登録された事業者 (登録事業者) が特定二次標準物質を用いて値付けを行った標準物質を供給している。有機標準液としては、単成分標準液として VOC (24 種)、フタル酸エステル類 (8 種)、アルキルフェノール類等 (6 種) が、混合標準液として VOC23 種混合、フタル酸エ

ステル類 8 種混合, アルキルフェノール類等 6 種混合およびアルキルフェノール類等 5 種混合がある。現在 VOC23 種混合標準液のみ登録事業者である和光純薬工業株式会社⁴⁾, 関東化学株式会社⁵⁾より入手が可能であり, 他の標準液については CERI より入手可能である。

5 石油学会認証標準物質

社団法人石油学会⁶⁾は石油類に関連する諸試験の測定値の信頼性確保に必要な標準物質を供給している。認証値は複数の試験所による共同分析で決定されている。供給されている標準物質は, 成分試験用ガソリン (1 種), 硫黄分 (15 種), 窒素分 (2 種), ニッケル・バナジウム分 (2 種) および FIA (けい光指示薬吸着法) 用 (2 種) である。これらの標準物質は社団法人石油学会が認証し, 東京化成販売株式会社が販売している。

6 有機元素分析用標準試料

社団法人日本分析化学会有機微量分析研究懇談会が選定した, 元素の含有率が記載された有機元素分析用標準試料が供給されている。キシダ化学株式会社⁷⁾が製造し, 有機微量分析研究懇談会付設の標準試料検定小委員会における検定に適合したものをキシダ化学株式会社が販売している。

7 試薬メーカーが供給する標準物質

試薬メーカーからも多くの標準物質が供給されている。高純度物質の純度を保証したいいわゆる「標準品」に加えて, 標準液, 特に機器分析による同時分析を想定した混合標準液も多く供給されている。対象成分とその濃度によっては, 使用者のオーダーに応じて標準液を調製してもらうこともできる。ここで注意しなければならないのは, 標準品の多くは, ガスクロマトグラフィーなどの単一の方法での含量保証のため, 測定に使用した方法では検出されない不純物は考慮されていないことである。また標準液の多くは標準品などを原料とした希釈率の保証であるので, 計量トレーサビリティの根拠に用いるには認証標準物質など正確さの保証された標準物質で確認し

たうで使用する必要がある。

8 海外の認証標準物質

NIST (米国) や IRMM (EU) など多くの国家計量標準機関 (NMI) において, 高純度有機標準物質や有機標準液が供給されている。紙面の都合上, 標準物質の内訳は割愛するが有機標準物質を供給している代表的な NMI の参照 URL を示すので参考にされたい^{8)~12)}。

参照 URL

(下記 URL は筆者 2010 年 1 月 27 日最終確認)

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構 (RMInfo)
<http://www.rminfo.nite.go.jp/index.html>
- 2) 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 (NMIJ 認証標準物質)
<http://www.nmij.jp/service/C/>
- 3) 財団法人化学物質評価研究機構 (JCSS)
http://www.cerij.or.jp/05_00_standards/index.html
- 4) 和光純薬工業株式会社 (JCSS 及びメーカー標準物質)
http://wako-chem.co.jp/siyaku/index_ana.htm#2
- 5) 関東化学株式会社 (JCSS 及びメーカー標準物質)
<http://www.kanto.co.jp/siyaku/hyoujyun.html>
- 6) 社団法人石油学会 (石油学会認証標準物質)
<http://www.soc.nii.ac.jp/jpi/jp/nintei/smplst.html>
- 7) キシダ化学株式会社 (有機元素分析用標準試料)
http://www.kishida.co.jp/analysis/t_top01.html
- 8) National Institute of Standards and Technology (NIST, 米国)
<http://ts.nist.gov/measurementservices/referencematerials/index.cfm>
- 9) Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM, EU)
<http://www.erm-crm.org/html/homepage.htm>
- 10) National Metrology Institute of Australia (NMIA, オーストラリア)
<http://www.measurement.gov.au/ProductsServices/Pages/Chemicalreferencematerials.aspx>
- 11) Korean Research Institute of Standards and Science (KRISS, 韓国)
<http://crm.kriss.re.kr/english/index.jsp>
- 12) LGC Limited (LGC, 英国)
http://lgcstandards.com/home/home_en.aspx

[独立行政法人産業技術総合研究所 清水由隆]

会員の拡充に御協力を !!

本会では, 個人 (正会員: 会費年額 9,000 円 + 入会金 1,000 円, 学生会員: 年額 4,500 円) 及び団体会員 (維持会員: 年額 1 口 79,800 円, 特別会員: 年額 30,000 円, 公益会員: 年額 28,800 円) の拡充を行っております。分析化学を業務としている会社や分析化学関係の仕事に従事している人などがお知り合いにおられましたら, ぜひ本会への入会を御勧誘くださるようお願い致します。

入会の手続きなどの詳細につきましては, 本会ホームページ (<http://www.jsac.or.jp>) の入会案内をご覧ください。下記会員係までお問い合わせください。

◇〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号 (株)日本分析化学会会員係
〔電話: 03-3490-3351, FAX: 03-3490-3572, E-mail: memb@jsac.or.jp〕