

The Japan Society for Analytical Chemistry

公益社団法人 日本分析化学会

認 証 書

Certified Reference Material
JSAC 0301-4a河川水認証標準物質
無機成分分析用

本標準物質は、クロム (Cr)、ヒ素 (As)、銅 (Cu)、鉄 (Fe)、マンガン (Mn)、亜鉛 (Zn)、ほう素 (B)、アルミニウム (Al)、モリブデン (Mo)、ウラン (U)、カリウム (K)、ナトリウム (Na)、マグネシウム (Mg) 及びカルシウム (Ca) の 14 成分の含有率を認証した河川水認証標準物質である。その認証値を不確かさとともに表 1 に示す。鉛 (Pb)、カドミウム (Cd)、セレン (Se) 及びバリウム (Ba) については参考値として表 2 に示す。

本標準物質は、河川水またはそれと類似したマトリックスをもつ水中に含まれるこれらの無機成分の分析に当たり、本物質も併行して、分析して得られた分析値を認証値と比較することによって分析結果が妥当であるかどうかを判断するのに有用である。本標準物質の荷姿は 500 mL 入りフッ素樹脂 (PFA) 製容器で、容器はプラスチックフィルムでシールされ、紙製の箱に収納されている。

表 1 認証値 (成分含有率)

成分	認証値 ± 不確かさ ^{注1)}			所間標準 偏差 ^{注2)} (SD)	表示単位	採用 データ数 (N)	分析方法 本文中 認証値の決定方法 1. 参照
Cr	0.15	±	0.01	0.01	µg / L	14	①, ⑥
As	0.21	±	0.01	0.02	µg / L	13	①, ⑦
Cu	0.35	±	0.02	0.03	µg / L	13	①, ③, ⑥
Fe	11.1	±	0.4	0.7	µg / L	16	①, ③, ④, ⑥
Mn	0.46	±	0.02	0.03	µg / L	13	①, ④, ⑥
Zn	0.70	±	0.04	0.07	µg / L	12	①, ③, ④, ⑥
B	7.8	±	0.3	0.6	µg / L	15	①, ④
Al	19.5	±	0.6	1.2	µg / L	17	①, ④, ⑥
Mo	0.38	±	0.02	0.02	µg / L	11	①
U	0.0025	±	0.0002	0.0002	µg / L	9	①
K	0.47	±	0.01	0.02	mg / L	17	①, ④, ⑤, ⑧
Na	3.92	±	0.09	0.18	mg / L	18	①, ④, ⑤, ⑧
Mg	3.04	±	0.07	0.13	mg / L	18	①, ④, ⑤, ⑧
Ca	12.7	±	0.3	0.5	mg / L	17	①, ④, ⑤, ⑧

注 1) 不確かさは認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95%信頼区間 ($U_{95\%}$) であり、 $(t \times SD) / \sqrt{N}$ で計算した (t : t 分布表による)。

注 2) 標準物質の使用者がその分析値を評価するとき、上記の不確かさのほか、 SD を考慮するのが妥当である。

表 2 参考値 (成分含有率)

成分	参考値	表示単位	採用 データ数 (N)	分析方法
				本文中 認証値の決定方法 1. 参照
Pb	0.010	µg / L	9	①
Cd	0.002	µg / L	7	①
Se	0.060	µg / L	7	①, ②
Ba	1.7	µg / L	11	①, ④, ⑥

使用上の注意

1. 本標準物質の開栓は清浄な環境で行う。使用に当たっては、本標準物質の汚染を避けるため分取器具を直接挿入しないで、必要量を清浄な容器に取り出して使用するようにし、直ちに栓をする。
2. 本標準物質は、「労働安全衛生法」及び「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律」における硝酸を添加し、約 0.1 mol/L に調製されているため、取り扱いに注意する。

計量トレーサビリティ

本標準物質の認証値は、標準液を含む測定の手順について標準物質委員会により十分妥当性が確認された分析方法に従って得られた分析値に基づいており、ISO/IEC Guide 99 2.4.1 項に述べられた「測定方法のトレーサビリティ」を確保している。

保管上の注意及び認証値の安定性

本標準物質は、清浄な冷暗所に保管する。容器外部からの汚染を防ぐためには、容器を箱あるいはプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。

安定性又は有効保存期限については、冷暗所で保存すれば認証値に変化は起こらないと考えられるが、今後定期的に安定性試験を実施し、結果が得られ次第本会誌・ホームページ等で報告する。有効保存期限は未開封の状態、上記の条件下で保存した場合のものである。

標準物質の調製方法

この河川水標準物質は次のようにして採取して調製した。

1. 原水試料の採取

原水は道志川水系の河川水であり、採水は 1 週間以上晴天が続いた時に行った。横浜市川井浄水場の浄水前の採取口から消防用ホースを用いて、6 個のドラム容器 (200 L) に採水した。

2. 試料の調製

6 ドラムの 3 ドラムについて、採水した河川水は、クリーンエリア内で次の操作を行った。ドラム内の原水を 4 日間静置後、あらかじめ洗浄した親水性 PTFE メンブレンカートリッジフィルター (孔径 0.5 µm) を用いてろ過した。次いで、最終硝酸濃度が 0.1 mol/L となるよう高純度硝酸 (濃度 68%, 各金属不純物 100 pg/mL 以下) を添加した。

3 週間静置後、洗浄したメンブレンフィルターカートリッジ (孔径 0.2 µm) を用いて再度ろ過

し、均質にした後、500 mL ずつ PFA 容器に分注した。これを 315 本調製した。

均質性の確認

上記 3 ドラムを別ロットして均質性試験を行った。1 番ドラム (N1 と呼ぶ) を JSAC 0301-4a とし、PFA 容器 315 本に充てんした順でほぼ均等にサンプリングした 19 本を取り出し、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る元素の定量を行い、均質性を確認した。詳細は本標準物質の開発成果報告書^{文献1)}に示した。

認証値の決定方法

認証値は、下記の 17 試験機関の参加による共同実験結果を統計的に処理して得られたものである。500 mL 充てんした試料をランダムに選んで各試験機関に配付した。分析方法は指定しなかった。参加試験機関において適用された分析方法は以下のとおりである。詳細は本標準物質の開発成果報告書^{文献1)}に示した。

1. 分析方法

認証値決定に使用された分析方法は下記のとおりで表 1、表 2 に番号で表示した。

- ①: 誘導結合プラズマ質量分析 (四重極) 法 (ICP-MS(QP)) , ②: 誘導結合プラズマ質量分析 (トリプル四重極) 法 (ICP-MS/MS) , ③: 誘導結合プラズマ質量分析 (二重収束) 法 (ICP-MS(DP)) , ④: 誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-AES) , ⑤: フレーム原子吸光法 (FAAS) , ⑥: 電気加熱原子吸光法 (ETAAS) , ⑦: 水素化物発生-原子吸光法 (HG-AAS) , ⑧: イオンクロマトグラフィー (IC)

2. 共同実験の実施期間

共同実験は 2019 年 2 月から 2019 年 6 月の間に行われた。

3. 認証値の決定

報告された 17 試験機関の分析値から Grubbs 検定によって外れ値を棄却した後の、平均値を認証値とした。Grubbs 検定は 95 %信頼性水準のもと行った。不確かさは、認証値決定のための共同実験で得られた平均値の 95 %信頼区間であり、 $(t \times SD)/\sqrt{N}$ で計算して求めた (t : t 分布表による)。認証値は表 1 に、参考値を表 2 に示した。なお、均質性評価及び共同実験において相対標準偏差が 20 %を超える平均値は参考値とした。

認証日 2019 年 11 月 8 日

認証値決定に協力した試験機関 (五十音順)

- ・ アジレント・テクノロジー 株式会社
- ・ いであ 株式会社 大阪支社 環境化学部
- ・ いであ 株式会社 環境創造研究所 環境化学部
- ・ いであ 株式会社 環境測定事業部 環境化学部
- ・ 株式会社 環境管理センター
- ・ 環境省環境調査研修所
- ・ 株式会社 環境総合テクノス

- ・北千葉広域水道企業団
- ・クリタ分析センター 株式会社
- ・株式会社 島津製作所
- ・株式会社 住化分析センター
- ・株式会社 東レリサーチセンター
- ・株式会社 パーキンエルマージャパン
- ・株式会社 日立ハイテクサイエンス
- ・地方独立行政法人北海道立総合研究機構 工業試験場
- ・株式会社 山梨県環境科学検査センター
- ・横浜市衛生研究所

(以上 17 試験機関)

生産及び頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会

調製及び保管機関 多摩化学工業株式会社 川崎研究所 (川崎市川崎区塩浜 3-22-9)

均質性試験機関 株式会社 パーキンエルマージャパン
 ディスカバリー・アナリティカル・ソリューションズ事業部
 (横浜市保土ヶ谷区神戸町 134 横浜ビジネスパーク)

認証責任者 公益社団法人 日本分析化学会
 標準物質委員会
 委員長 上本 道久

標準物質委員会

	氏 名	所 属
委員長	上本 道久	明星大学
担当理事	宮野 博	味の素(株)
委員	平井 昭司	東京都市大学 名誉教授
委員	中村 利廣	明治大学 名誉教授
委員	松村 徹	いであ(株)
委員	上野 博子	(一財)化学物質評価研究機構
委員	羽成 修康	(国研)産業技術総合研究所
委員	角田 欣一	東京大学大学院
委員	佐野 友春	(国研)国立環境研究所
委員	三浦 正寛	富士フィルム和光純薬(株)
委員	藤本 京子	J F E テクノリサーチ(株)
委員	板橋 大輔	日本製鉄(株)
委員	進藤 久美子	(国研)農業・食品産業技術総合研究機構
委員	小沢 洋	三菱マテリアル(株)
事務局	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会

作業委員会： 河川水標準物質作製委員会

	氏 名	所 属
委員長	吉永 淳	東洋大学 生命科学部
委員	赤羽 勤子	多摩化学工業(株) 川崎研究所
委員	成川 知弘	(国研)産業技術総合研究所 計量標準総合センター 物質計測標準研究部門
委員	藤森 英治	環境省環境調査研修所
委員	古川 真	(株)パーキンエルマージャパン ディスカバリー・アナリティ カル・ソリューションズ事業部
委員	黒木 祥文	ヴェオリア・ジェネッツ(株) エルガ・ラボワーター
事務局	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会
事務局	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会
事務局	大澤 隆雄	(公社)日本分析化学会

文献

- 1) 日本分析化学会編：開発成果報告書 「無機成分分析用河川水認証標準物質 JSAC 0301-4a, JSAC 0301-4b, JSAC 0301-4c」 2019年11月 (公社)日本分析化学会

公益社団法人 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田1丁目26-2 五反田サンハイツ 304号
TEL : 03 (3490) 3352 FAX : 03 (3490) 3572