

# 43. 標準ガスの活用事例

## ■標準ガスとは

標準ガスは、気体の量や濃度を測るときの物差しになる。

分析計の目盛りあわせや検量線の作成に用いられる、成分濃度が正確に規定されているガス。



## ■標準ガスの開発・整備・供給

### ●JCSS標準ガス(計量法に基づく標準ガス)

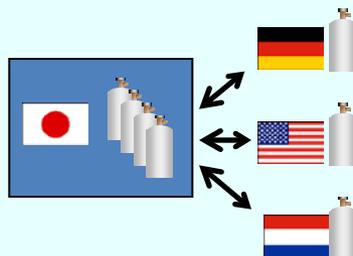
- ・窒素酸化物、硫黄酸化物、一酸化炭素などの公害の元凶となるガス
- ・酸素、高純度酸素など、人間の安全(酸欠、血中酸素)や医療用酸素
- ・計測標準研究部門では、JCSS標準ガスのトレーサビリティソースとなる高純度ガスの標準ガスを開発供給している。

### ●温暖化ガス認証標準ガス

- ・CF4, SF6等、半導体産業などで用いられる温室効果ガス

### ●国際比較への参加

- ・計測標準研究部門で開発して標準ガスが国際的に認められる(MRA)技術的な根拠となる。
- ・JCSS標準ガスについてはCERIが参加
- ・それ以外の標準ガス(JCSSの原料の高純度ガスも含む)はNMIJが参加



### 産業界のニーズ

- 地球環境分析では、現状を遙かに上回る高精度ガスへの要望
- 不安定なガスの調製法(発生法)の開発

## クリーンな大気を守る標準ガス

- ◆自動車排ガスの測定は、環境保護の面から車検での必須項目になっている。その排ガス測定装置の校正にはJCSS標準が用いられている。
- ◆医療用酸素の純度測定は、医療事故防止に欠かせないが、純度分析用の酸素計の校正には高純度酸素JCSS標準ガスが必要である。(今後薬局方に取り入れられる予定)
- ◆工場などの排ガス分析装置(固定発生源)用の濃度計の型式試験、定期校正にはJCSS標準ガス用いられている。



- ◆大気中の温暖化ガスが長期にわたり分析された結果、二酸化濃度や一酸化炭素などの増加や、その分布や拡散の様子がわかってきた。
- ◆環境測定用のガスは、不確かさが0.01%といった極めて高い精度が必要であり、BIPMとWMOは協力して標準ガスの開発を行う予定。日本でも、産総研と国立環境研、気象庁などが高精度ガスの供給に協力すべき体制を作ろうとしている。

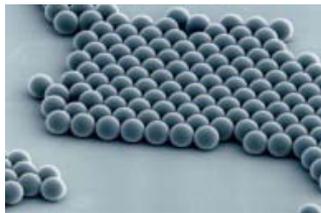
温室効果ガス	地球温暖化係数GWP	排出量(日本)百万トンCO2換算	前年度比
二酸化炭素(CO2)	1	1191.9	4.5%
メタン(CH4)	21	20.4	-2.1%
一酸化二窒素(N2O)	310	22.1	-2.1%
HFC-134a等のHFC	1,300	18.3	10.3%
PFC-14等のPFC	6,500	3.4	4.2%
六フッ化硫黄(SF6)	23,900	1.9	0.6%

(独)国立環境研究所地球環境研究センタ監修、温室効果ガスインベントリー(H24.4)のデータより作成

# 44. 粒子標準の活用事例

## ■ 粒子計測とは

- 気中粒子 (クリーンルーム中粒子, ディーゼルナノ粒子, 大気エアロゾル等)
- 液中粒子 (純水・薬液中不純物粒子, 血球など)
- 固体表面上粒子 (半導体ウエハ上不純物粒子など)



粒径標準用ポリスチレンラテックス粒子

等の粒径分布や個数濃度の計測。

最近ではナノ粒子 (工業ナノ粒子やディーゼルナノ粒子) の計測に国際的関心が集まっている。

## ■ 粒子標準の開発・整備・供給

粒子計測器を校正・試験するための標準として

- 粒径/粒子質量標準
- 粒径分布幅標準 (分解能試験用)
- 気中粒子数濃度標準 (一次標準、測定器型)
- 気中粒子数濃度標準 (二次標準、発生器型)
- 液中粒子数濃度標準
- ナノ材料標準物質 (工業ナノ粒子安全試験用)

などの開発・供給を行っている。

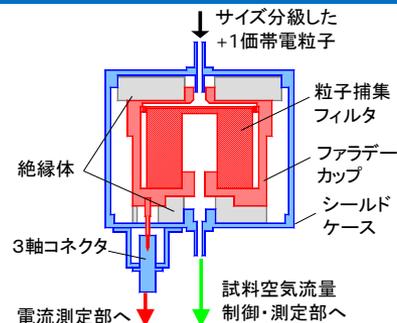
### 産業界のニーズ

- 粒径範囲や個数濃度範囲の拡大

## 確かな粒子計測技術・ナノ粒子管理に基づく安全・安心の確保

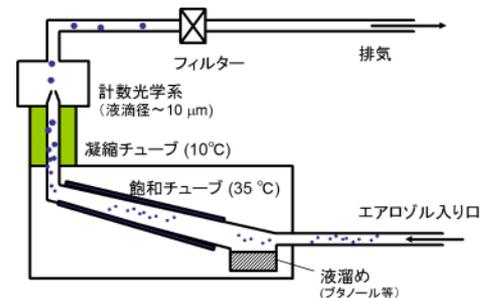
### 国家標準 気中粒子数濃度一次標準

(2007年に確立、世界初)



校正

### 一般的な ナノ粒子計測器 (凝縮粒子計数器)



生活環境・生産現場でのトレーサビリティの実現

### 自動車ナノ粒子規制

- 自動車からの排ナノ粒子国際規制 (EUにおけるEURO5規制)

### クリーンルーム管理

- 自動車からの排ナノ粒子国際規制 (EUにおけるEURO5規制)

### 居住・生産環境のナノ粒子規制

- オフィス機器からのナノ粒子発塵規制 (独Blue Angel Mark認定)
- 工業ナノ粒子を含む製品の認証制度 (国際的に検討中)

# 45. 高純度無機標準物質・無機標準液の活用事例

## 質量、電流、時間等のSI単位を基準にした普遍的な純度

### 高純度無機標準物質・無機標準液とは

分析機器の校正や測定試料中に含まれる成分を分析するためには、目的とする分子やイオンの純度・濃度、物理化学的特性が計量学的に精確に決まった標準物質・標準液が不可欠である。

### 標準物質の開発・整備・供給

#### ●金属標準液 / 非金属イオン標準液

試料中の金属/イオン成分の定量を目的に、主に分析機器の校正に用いる。例えば、亜鉛の定量分析は、精確に濃度の決まった亜鉛の標準液が必要である。

Al, Bi, Cd, Pb, Mn, As, Sb, Hg, Zn, 他  
NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, 他

#### ●高純度無機標準物質

中和滴定、酸化還元滴定、沈殿滴定などの反応を利用して滴定剤等の濃度を決定するための基準である。例えば、塩酸の濃度を決定するためには、塩基の標準である炭酸ナトリウムの純度を基準にする。フタル酸水素カリウム、ニクロム酸カリウム、三酸化二ヒ素、アミド硫酸、炭酸ナトリウム、よう素酸カリウム、しゅう酸ナトリウム[NMIJ CRM 3000シリーズ]

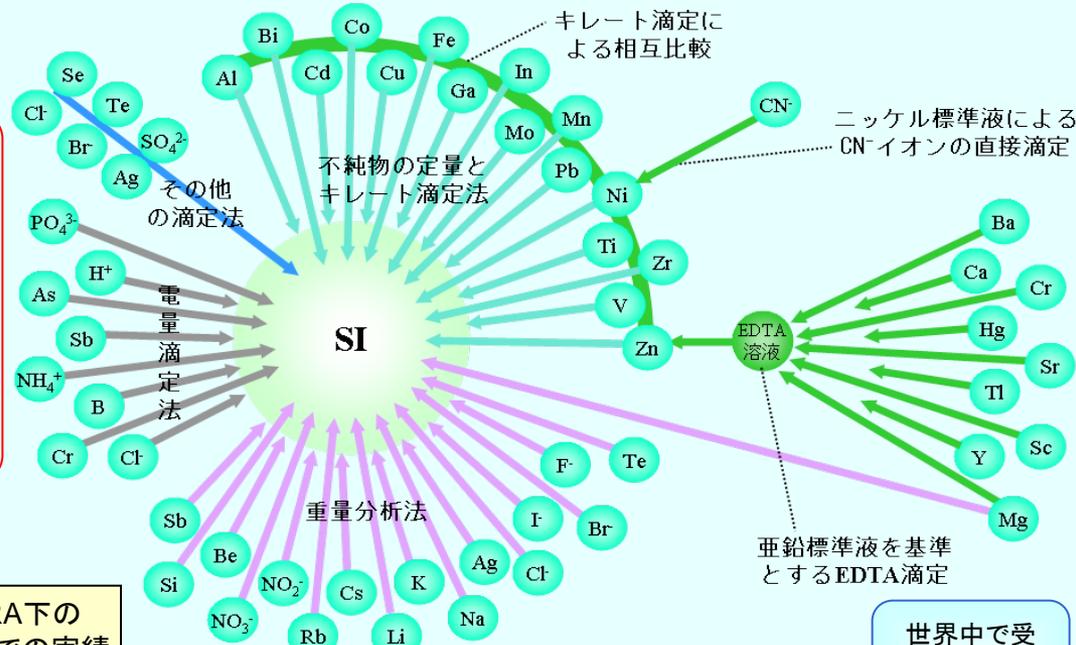
#### ●pH標準液

pHの一次測定法であるハンドセル法を確立し、6種類のpH基準標準液を供給している。試料のpHを測定するためのpH計の校正に不可欠である。しゅう酸塩、フタル酸塩、中性りん酸塩、りん酸塩、ほう酸塩、炭酸塩

#### 産業界のニーズ

●高純度無機標準物質は、滴定によって精密な濃度決定をするために必須。

SI単位に直結した一次標準測定法を中心とするNMIJの様々な測定手法の体系



CIPM MRA下の国際比較での実績

産総研/NMIJ

JCSS校正機関・標準物質供給者

ユーザー (材料・環境etc.)



登録事業者によるJCSS校正証明書(濃度分野)の発行枚数は平成23年度で約34万枚である。標準物質を利用することにより、世界中で受け入れられる普遍的な分析結果を得ることができる。

# 46. 有機標準液の活用事例

## ■ 有機標準液とは

大気中、水中の揮発性有機物濃度分析の際の物差しになる。

分析計の目盛りあわせや検量線の作成に用いられる、成分濃度が正確に規定されている溶液。



## ■ 有機標準液の開発・整備・供給

### ● JCSS有機標準液(計量法に基づく有機標準液)

- ベンゼン、トルエンなど大気中の揮発性有機化合物(VOC)など、人体に直接害を及ぼす物質
- 浄水の分析において水道法で規制されているトリハロメタンなど
- 環境ホルモンとして問題となっている、あるいはプラスチック添加剤などに含まれその溶出が問題となっているベンゾ[A]ピレン、フタル酸エステル類など
- シックハウス症候群などの原因とされるホルムアルデヒドなど
- 産総研では、上記の標準液のトレーサビリティを確保するためベンゼン、トルエンなど約40種の有機高純度物質を標準液として供給している。

### ● その他の有機標準液(NMIJ-CRM)

- 燃料中の硫黄標準液
- 熱量計の校正などに用いる温度標準用の標準液

### 産業界のニーズ

- 水道法25種に対応するべく2成分の追加開発
- 地球環境分析では、現状を遙かに上回る高精度ガスへの要望

## 安全・安心な水の提供に貢献

- ◆ 水道法では、様々な有害成分を分析し、上水道中に有害な成分が混入しないよう、常に監視を行っている。その対象として様々な中で、現在25種の有機化合物が規制対象となっている。現時点では、そのうちの23種に対応して標準液がJCSS制度の下供給されている。
- ◆ 今後25種に対応するべく残り2種の開発を進めている。
- ◆ そのほかにも土壌汚染対策法では、工場跡地などで、たびたび検出されるトリクロロエチレンなど規制濃度が決められており、その分析用の有機標準液がJCSS制度の下に供給が行われている。

## 水道法対応の25種のVOC (赤枠は現在JCSS制度で対応)

<組成>			
ベンゼン Benzene	1,2-ジクロロエタン 1,2-Dichloroethane	cis-1,3-ジクロロプロペン cis-1,3-Dichloropropene	1,1,1-トリクロロエタン 1,1,1-Trichloroethane
ブromジクロロメタン Bromodichloromethane	1,1-ジクロロエチレン 1,1-Dichloroethylene	trans-1,3-ジクロロプロペン trans-1,3-Dichloropropene	1,1,2-トリクロロエタン 1,1,2-Trichloroethane
tert-ブチルメチルエーテル tert-Butyl methyl ether	cis-1,2-ジクロロエチレン cis-1,2-Dichloroethylene	1,4-ジオキサン 1,4-Dioxane	トリクロロエチレン Trichloroethylene
四塩化炭素 Carbon tetrachloride	trans-1,2-ジクロロエチレン trans-1,2-Dichloroethylene	テトラクロロエチレン Tetrachloroethylene	o-キシレン o-Xylene
クロロホルム Chloroform	ジクロロメタン Dichloromethane	トルエン Toluene	m-キシレン m-Xylene
ジブロモクロロメタン Dibromochloromethane	1,2-ジクロロプロパン 1,2-Dichloropropane	トリブロモメタン(ブromホルム) Tribromomethane(Bromofom)	p-キシレン p-Xylene
1,4-ジクロロベンゼン 1,4-Dichlorobenzene			

# 47. 固体熱物性標準の活用事例

## ■ 固体熱物性とは

固体熱物性とは、固体の熱的な諸特性(熱伝導率、熱拡散率、比熱容量、熱膨張率など)であり、各種産業において固体材料を利用する際に考慮必須の基本的な物性値である。

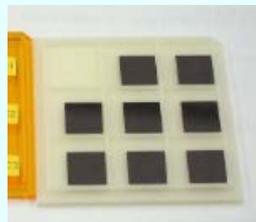
## ■ 標準の開発・整備・供給

### ● 熱物性標準物質

固体熱物性の標準物質は熱分析や熱物性測定機器の校正や測定時の参照物質として用いられる。現在、熱膨張率3種、熱拡散率1種、熱伝導率1種、比熱容量1種、薄膜熱拡散率1種が開発・供給されている。



熱拡散率標準物質



薄膜標準物質

● 熱物性データベースによる標準データの提供  
分散型熱物性データベースによる10,000件以上の薄膜および高温融体の熱物性データ、国家計量標準にトレーサブルな不確かの評価されたデータをインターネット上で提供。

### ● 依頼試験による標準供給

国家標準にトレーサブルで信頼性の担保された熱物性計測技術による標準的試験片に対する熱物性値校正サービス8項目を提供。

### 産業界のニーズ

- 多様化する機能材料に対応した実効性のある標準供給形態の選択と迅速な対応体制の整備
- 信頼性の担保された熱物性データの充実が急務。

## 熱問題への確かなソリューションの構築を効果的にサポート

SITレーサブルな熱物性計測技術の開発と校正システムの整備



熱物性標準物質の開発



实用測定器の校正

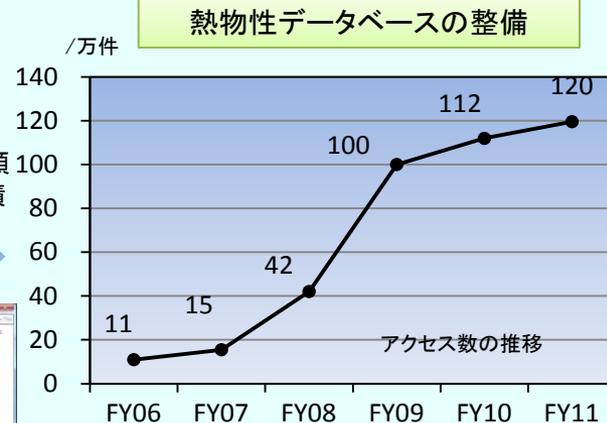
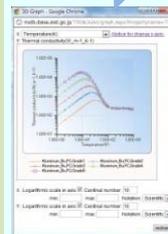


レーザフラッシュ法熱物性測定装置



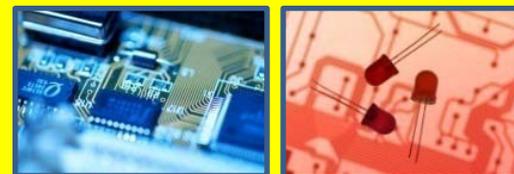
薄膜熱物性測定装置

標準的高信頼データの蓄積



- ・年間アクセス数は120万件、そのうち国内製造業からのアクセスは23万件である。業種はエレクトロニクス・電子部品・素材・化学、自動車と多岐にわたる。
- ・材料ユーザは優れた熱的機能をもつ材料情報を入手、材料開発サイドはユーザーニーズを把握するための場として機能。

精密な熱物性評価の実現



新機能材料開発、新デバイスの設計開発、熱対策、性能評価、熱シミュレーションへ大きな寄与

# 48. 高精度標準スペクトルデータ(SDBS)の活用事例

## ■ スペクトルデータとは

30,000件を超える有機化合物の水素核 ( $^1\text{H}$ ) 核磁気共鳴 (NMR)、炭素核 ( $^{13}\text{C}$ ) NMR、赤外分光 (IR)、質量 (MS)、ラマン分光 (Raman) と電子スピン共鳴 (ESR) スペクトルを産総研にて独自に測定し、品質を評価した上でデータベース化してウェブを通して、有機化合物のスペクトルデータベース (SDBS) として無料で公開している。

## ■ スペクトルデータベース SDBS

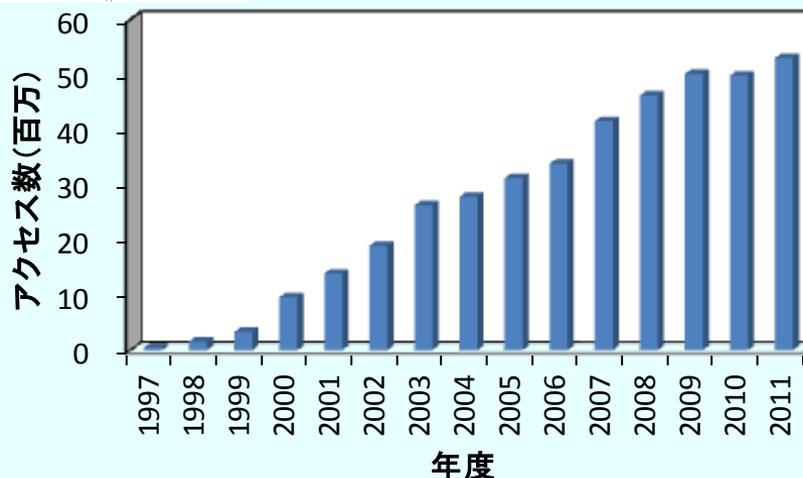
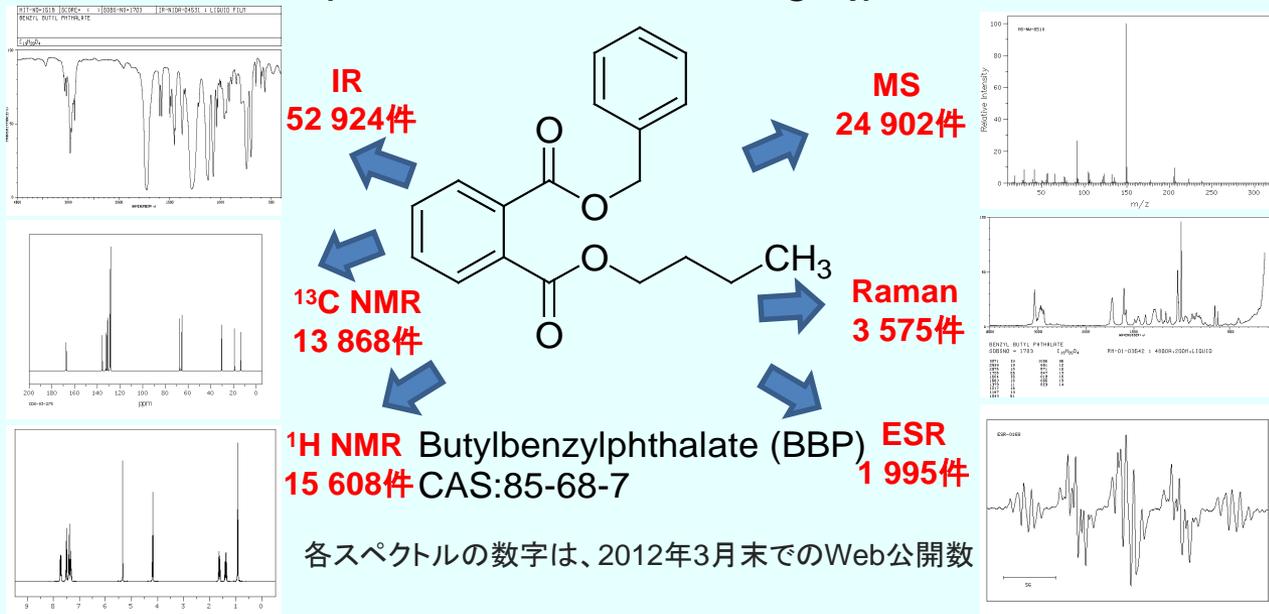
- 1980年代よりスペクトル収集を開始し、現在まで活動を継続
- 産総研で研究者が評価を行なった高品質のスペクトル
- 一つの化合物に対して、最大6種類の多様なスペクトルを閲覧することが可能
- NMRスペクトルは構造の帰属を付与
- 1997年より、ウェブで無料公開
- 近年は、農薬等、危険物を優先的に収集
- 香料化合物の規格参照スペクトルとして活用
- ユーザからの質問に回答
- 東日本大震災の影響で1ヶ月程度のサービス停止で復旧時に、ユーザから再開を祝福するコメントが多数寄せられた

### 産業界のニーズ

- 高品質なスペクトルを収集し評価するための継続性
- データ収集のスピードと品質管理の選択

## 世界のユーザに支持されているスペクトルデータベース

<http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/>



- ウェブのアクセスページビューは毎年増加
- 1997年ウェブへ公開以来、累積アクセスページビューは4億回超
- 2011年度の1日平均10万回を超すアクセスページビュー

# 49. RoHS指令対応認証標準物質の活用事例

## RoHS指令とは

欧州指令 (EU Directive) の1つである**RoHS指令** (Restrictions of the use of certain Hazardous Substances in electrical and electronics equipment) は、電気電子機器中の特定有害物質 (Cd、Cr(VI)、Hg、Pbおよび複数の臭素系難燃剤) の使用禁止令であり、2006年7月から発効した。RoHS指令をクリアしないと電気電子機器の欧州への輸出ができないため、日本国内で大きな問題となった。

## 標準物質の開発・整備・供給

電気・電子機器の廃棄及び製品のリサイクル並びにこれらに係る規制・指令 (REACH規制、WEEE指令等) に対応する製造 (グリーン調達用の環境配慮設計) や分析・試験の現場での精度管理のために用いられる。

- 重金属分析用ABS樹脂 (Pb, Cd, Cr) ペレット、ディスク NMIJ CRM 8102-a, 8103-a, 8105-a, 8106-a
- 重金属分析用ABS樹脂 (Pb, Cd, Cr, Hg) ペレット、ディスク NMIJ CRM 8112-a, 8113-a, 8115-a, 8116-a
- 重金属分析用PP樹脂 (Pb, Cd, Cr, Hg) ペレット、ディスク NMIJ CRM 8133-a, 8136-a
- 重金属分析用PVC樹脂 (Pb, Cd, Cr, Hg) ペレット NMIJ CRM 8123-a
- 鉛フリーはんだチップ NMIJ CRM 8202-a, 8203-a

### 産業界のニーズ

- 分析が必要な材料と類似組成で分析対象成分の濃度も類似している標準物質が校正・妥当性確認のために必要である。

## RoHS指令関連の分析や環境配慮設計に貢献

電気電子製品の規制対象物質の含有量の把握が可能となり、我が国からのEU向け輸出が支障なく実施



たとえば重金属分析用  
ABS樹脂標準物質



鉛フリーはんだ標準物質

[平成22年度までの累計: 826ユニットの頒布]

日本(産総研)が主導的に貢献した規格  
IEC62321「電気電子機器製品内の規制物質  
の含有量測定手順標準」 2008年

- ・ プラスチック素材の試験方法の妥当性と試験結果の容易な評価
- ・ 我が国の受託分析事業者(500程度)の経済的負担低減
- ・ 規制が守られることによる環境への負荷低減、リサイクル促進
- ・ EU域への輸出における貿易障壁の回避

# 50. 環境・食品認証標準物質の活用事例

## ■ 環境・食品認証標準物質とは

基本的に天然由来で、実際の環境試料や食品と組成が類似しており、そこに含まれる有害成分等の形態も分析対象の試料と類似しているものである。

主に内部精度管理において分析法や分析結果の妥当性確認のために用いられる。

## ■ 標準物質の開発・整備・供給

- NMIJ CRM 7202-b 河川水 →技能試験
- NMIJ CRM 7302-a 海底質
- NMIJ CRM 7303-a 湖底質
- NMIJ CRM 7402-a タラ魚肉粉末
- NMIJ CRM 7403-a メカジキ魚肉粉末
- NMIJ CRM 7405-a ひじき粉末
- NMIJ CRM 7501-a, 7502-a, 7503-a 白米粉末
- NMIJ CRM 7505-a 茶葉粉末 →技能試験
- NMIJ CRM 7511-a 大豆粉末
- NMIJ CRM 7531-a 玄米粉末 →技能試験
- NMIJ CRM 7901-a アルセノベタイン水溶液
- NMIJ CRM 7912-a ひ酸[As(V)]水溶液
- NMIJ CRM 7913-a ジメチルアルシン酸水溶液

内部精度管理のほか、認証標準物質(CRM)の開発過程の候補試料を外部精度管理(技能試験)の試料として活用している。河川水、茶葉粉末、玄米粉末で実施済み。[平成22年度:287ユニットの頒布]

### 産業界のニーズ

- 分析が必要な環境試料・食品と類似組成で分析対象成分の濃度も類似している標準物質が校正・妥当性確認のために必要

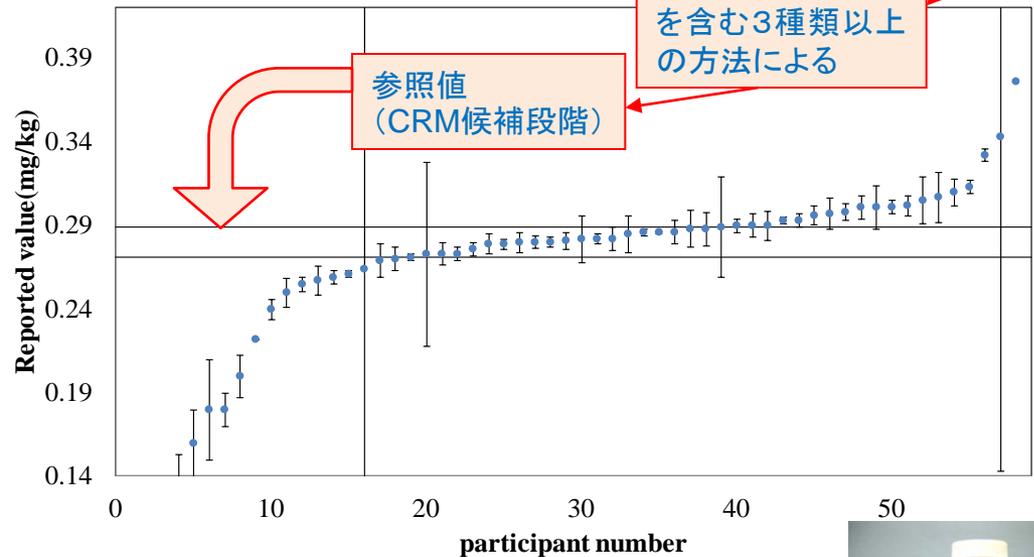
## 環境・食品に関わる安全・安心の確保に貢献

外部精度管理(技能試験)の例:

CIPM-MRA  
国際比較での  
実績の裏打ち

### 玄米中のひ素

As (dry wt.)



低値・高値であって、参照値とかい離している参加機関も多い。

報告書・講習会を通じて、問題点が把握され、技能向上を図る。  
継続的な技能試験の実施。  
(外部精度管理の後は内部精度管理としても活用)



玄米 大豆



茶葉

# 51. 有機ふっ素化合物分析用認証標準物質の活用事例

## ■ 有機ふっ素化合物とは

有機ふっ素化合物であるペルフルオロオクタンスルホン酸(PFOS)やペルフルオロオクタン酸(PFOA)は、耐熱性・耐薬品性・光学特性など優れた性質をもつため、様々な産業分野で使用されてきた。しかし、環境残留性や生体への影響が懸念されるため、これらの化合物には適正な管理が求められる。そのためにも精確な分析は不可欠であり、計量学的に正しく値付けされた認証標準物質の重要性が高まっている。

## ■ 認証標準物質の開発・整備・供給

化審法第一種特化物に指定されたPFOSや、水道水質基準の要検討項目に追加されたPFOAの精確な分析に必要な以下の認証標準物質を開発した。これらは分析装置の校正のほか、分析の精度管理、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。

- ペルフルオロオクタンスルホン酸カリウム標準液  
NMIJ CRM 4220-a
- ペルフルオロオクタン酸標準物質  
NMIJ CRM 4056-a

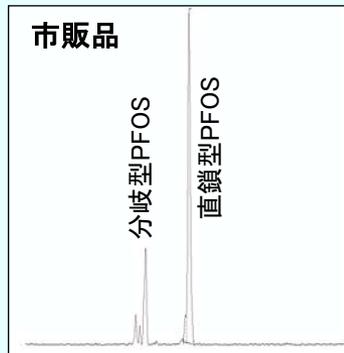
これら認証標準物質は、近年制定された関連の日本工業規格に規定された分析法の精度管理のためにも適用可能であり、分析値の国際単位系へのトレーサビリティ確保に役立つ。

- 工業用水・工場排水中のペルフルオロオクタンスルホン酸及びペルフルオロオクタン酸試験方法  
JIS K 0450-70-10:2011

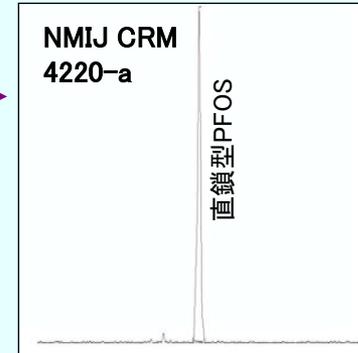
### 産業界のニーズ

- 欧州で工業製品中PFOS・PFOAの規制値が設定されたため、実際の工業材料に組成・濃度の類似した標準物質による分析精度管理が必要

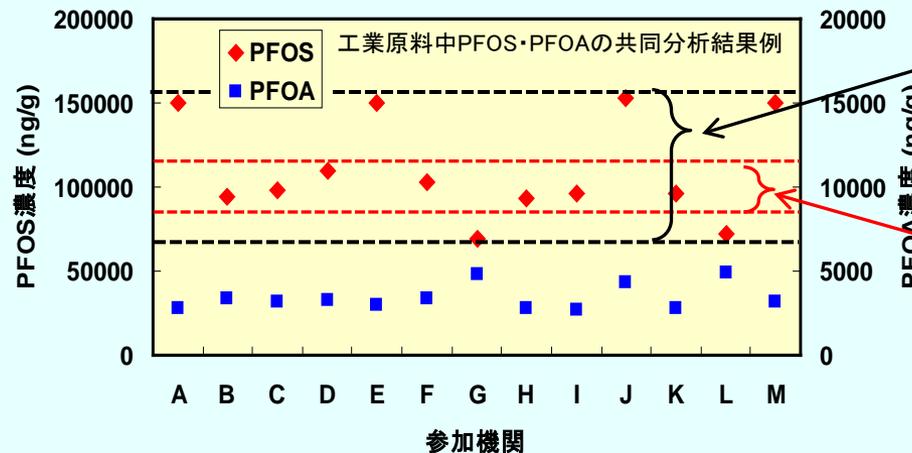
## 工業製品の規制順守・環境リスクの監視に貢献



市販PFOS・PFOA標準品：  
直鎖型・分岐型の混合物  
→正しい基準とならない



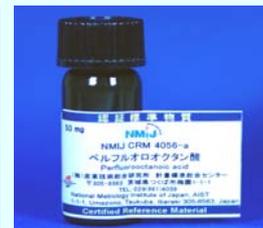
NMIJ認証標準物質  
→ 高純度・直鎖型の主成分を認証



機関毎に異なる市販品を用いた時の分析値のばらつき

NMIJ CRMを用いた時に想定される分析値のばらつき

(大井ほか, 第19回環境化学討論会要旨集(2010)より作成・加筆)



### 認証標準物質の活用

- ・ 定量精度の向上
- ・ 分析値のトレーサビリティの確保
- ・ 分析事業者の技能向上の支援  
→ 輸出産業の国際競争力確保  
環境リスクの正確な評価・低減

# 52. バイオ燃料分析用認証標準物質の活用事例

## ■ バイオ燃料とは

サトウキビ・木材などから生産されるバイオエタノール、菜種油・パーム油・廃食油などの油脂から合成されるバイオディーゼル燃料などのバイオ燃料は、地球温暖化対策のひとつとしてその普及が進んでいる。しかし、原料由来の夾雑物や吸湿・酸化などにより、エンジントラブルを引き起こす可能性などが懸念されている。また、バイオ燃料は税制面の優遇措置などがなされているが、バイオマスに由来しない原料から生産されたものによる偽装も考えられるなど、その普及には適切な品質管理が求められる。

## ■ 認証標準物質の開発・整備・供給

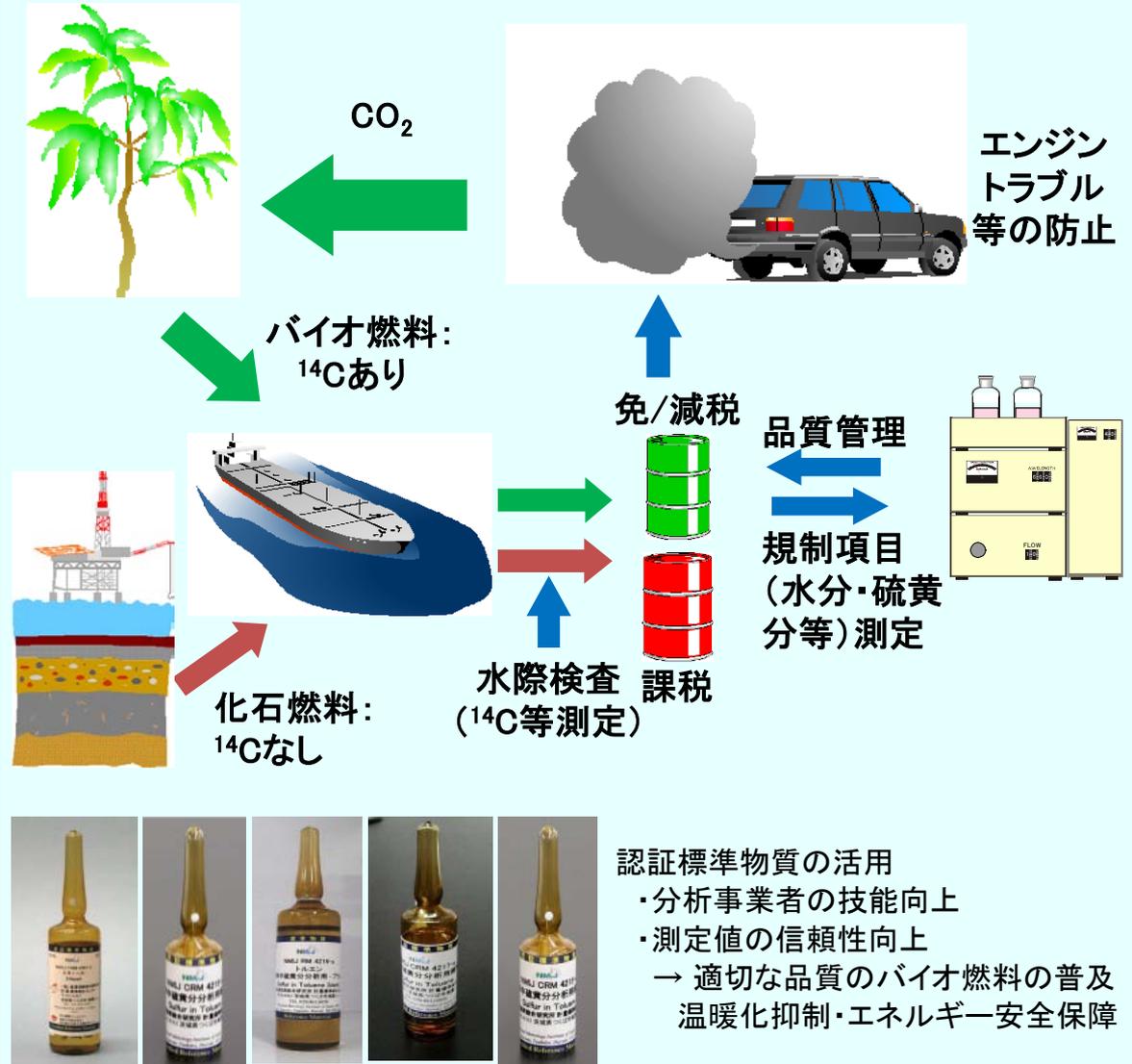
バイオ燃料の品質管理のための日本工業規格 (JIS K 2190, JIS K 2390) やバイオマス度判定のための公定法 (ASTM D 6866) などに準拠した測定に関して、測定装置の校正のほか、測定方法や装置の妥当性確認、測定者の技能評価などに用いることができる。

- 高純度エタノール  
(認証値: 純度、参考値: 炭素14濃度)  
NMIJ CRM 4001-b
- 燃料中硫黄分分析用標準液 (認証値: 硫黄分)  
NMIJ CRM 4215-a, CRM 4217-a, RM 4216-a
- バイオエタノール標準物質  
(認証値: 水、メタノール、硫黄、銅の濃度)  
NMIJ CRM 8301-a
- 高純度トリオレイン (認証値: 純度)  
NMIJ CRM 6009-a

### 産業界のニーズ

- ジメチルエーテル(DME)、バイオディーゼル燃料などの標準物質開発により対応の幅を広げる。

## バイオ燃料の普及に貢献



# 53. 臨床検査用標準物質の活用事例

## NMIJの認証標準物質とは

産業技術総合研究所計量標準総合センター(NMIJ)では、例えばある化合物についての濃度や純度などが“計量学的に”正しく値付けされた、認証標準物質の開発を行っている。これらは、分析機器の校正や分析法の評価など、化学分析の信頼性確保に不可欠なものである。

## 臨床検査用標準物質の開発・整備・供給

いつ、どこで、どのような測定機器や測定方法によって得られた臨床検査のデータであっても、相互に比較検討できるようにするためには、“普遍的な値”に基づいた標準物質を開発し、共通のものさしにすることが有効である。これを達成するため、NMIJでは、以下に示す臨床検査用の認証標準物質の開発を行っている。

- ① 代謝物やホルモンなどとして生体に存在する物質の純度を認証値とする純物質標準物質
- ② ステロイドホルモン濃度を認証値とする血清標準物質
- ③ ホルモンやマーカー等として測定されるペプチドやタンパク質の標準液

これらの標準物質が、最終的に、各臨床検査試薬メーカー等が提供する製品キャリブレーションの値付けや評価に用いられること(計量トレーサビリティの構築)で、日常検査の標準化を実現する。



### 産業界のニーズ

- 検査項目は多種多様であり、さまざまな標準物質が必要とされている。

## 臨床検査の信頼性・互換性確保に貢献

### NMIJ臨床検査用認証標準物質の開発・供給

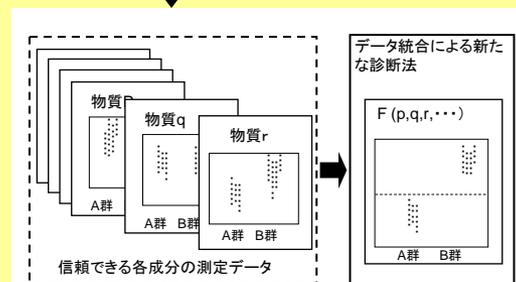


### ① 各種標準物質の新規開発及び信頼性確保(NMIJ及び他機関)



⑤ 他機関での標準物質開発のサポート  
(例: 薬品標準品)

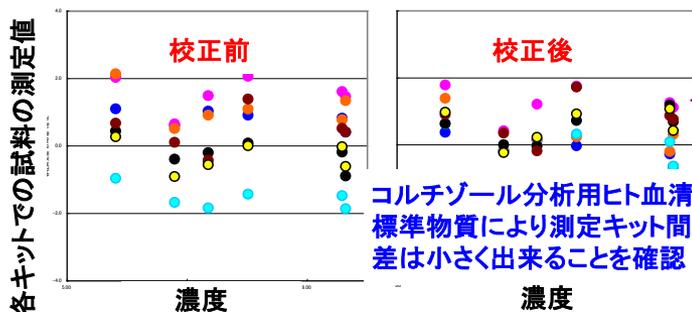
### ④ 新たな診断法確立の支援 アミノ酸標準物質



### 信頼できる診断法の確立

### ② 日常検査の標準化(異なる測定法でも同じ値に)

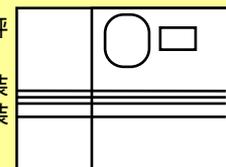
例: 診断基準作成のための低濃度コルチゾール測定標準物質利用によるキット間の測定値のばらつきの変化



### ③ 分析装置・試薬の評価方法の提供

・標準化のための試薬性能の検討  
(例: コルチゾール分析用ヒト血清標準物質による血清コルチゾール測定試薬の検証(臨床検査試薬メーカー))

・装置性能の評価・確認  
(例: 窒素分析装置の性能確認(装置メーカー))



# 54. 定量NMR技術の活用事例

## ■ 定量NMR技術とは

核磁気共鳴(NMR)装置を用いた校正技術であり、化学物質中の水素原子核の量を測定することにより、国家標準が整備されていない化学物質であっても物質量(モル数)を正確計量することができるため、計量標準の迅速整備が期待できる。



## ■ 標準物質の開発・整備・供給 (定量NMR技術の開発)

- 標準物質の校正が可能な水準へと測定精度を向上
- 水素信号量の基準となる標準物質を開発

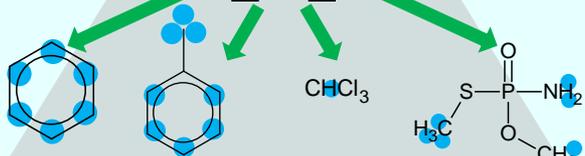
国家標準物質 精度 0.1%

水素原子を“物差し”  
とした分子構造に依存  
しない校正技術

●水素信号の基準物質  
↓  
目盛付け



●水素  
定量分析(校正)



試験に用いる実用標準物質 精度 1%~5%

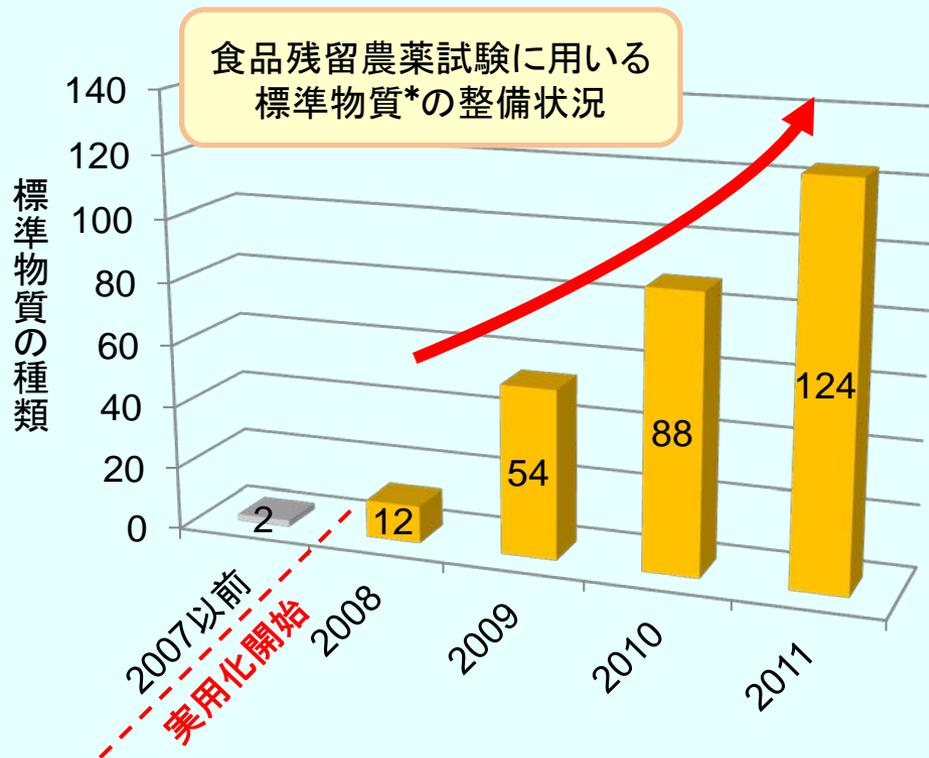
産業界のニーズ

- 食品残留農薬試験の信頼性確保

## 標準物質の校正技術の高度化により食品安全に貢献

- ◆ 検疫等における食品残留農薬試験の信頼性確保による食品の安全性向上

検疫所で常時モニタリングしている農薬: 200種類



\*計量トレーサビリティの確保された標準物質

# 55. PCB分析用標準物質の活用事例

## ■ PCB(ポリクロロビフェニル)とは

PCBは優れた特性を持ち、絶縁油などとして広く使われた。しかし、有害性・残留性が明らかになり、現在は特措法により全量処分が進められている。



## ■ 分析用標準物質の開発・整備・供給



NMIJ CRM 7902-a~  
7905-a: PCB分析用  
鉛物油標準物質



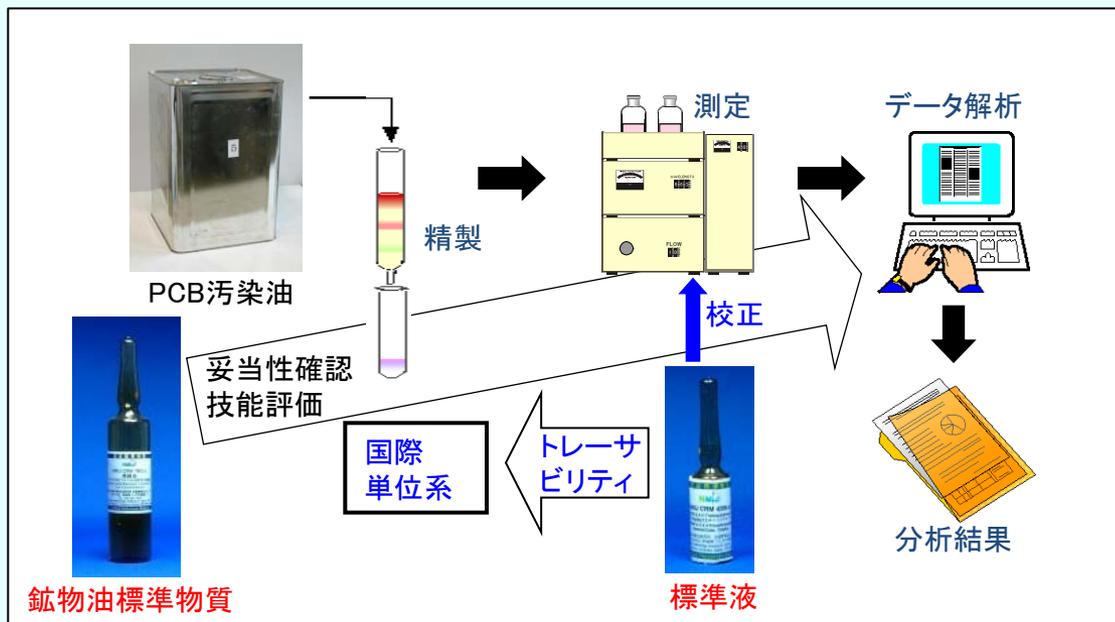
NMIJ CRM 7906-a:  
PCB混合標準液  
(KC混合物ノナン溶液)

2005年度: PCB標準液(6種類) 認証  
2007年度: PCB分析用鉛物油標準物質(4種類: PCB  
高濃度・低濃度×絶縁油・重油) 認証  
2011年度: PCB混合標準液 認証

### 産業界のニーズ

- 多様な試料(絶縁油の種類)への対応
- 化学種に依存しない測定法の開発、あるいは認証項目の拡大

## 精確な分析を実現し、PCBの迅速・適切な処理に貢献



➔ 健康・環境リスクの正確な評価、処理前後のPCB濃度判定、  
新規分析法の妥当性確認、PCB処理の円滑化



精確な値付けのために開発したPCB分離剤: 産総研の特許を元にSUPELCO社により商品化(2009年)

JIS K 0464 (PCBの免疫測定法): 精度管理用標準物質として産総研のPCB分析用鉛物油標準物質が引用(2009年)

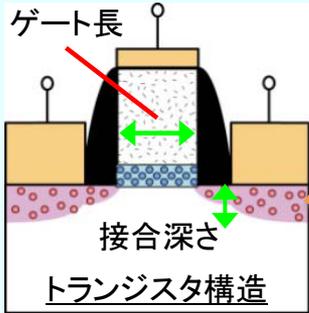
環境省「絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル(第2版)」: 産総研のPCB標準液・鉛物油標準物質が引用・PCB分離剤による分析法二種類が公定法として採択(2010年)

# 56. 半導体デバイス開発用標準物質の活用事例

## 半導体デバイス開発用標準物質とは

半導体デバイスの微細化に伴い高信頼性の特性評価及び濃度分析が必要であり、それら結果を校正するために用いられる標準物質

### イオン注入認証標準物質(CRM)



デバイスサイズに適した深さに注入されたイオンの濃度分析用標準が必要

電気導電性を付与するためのドーパント(ひ素など)



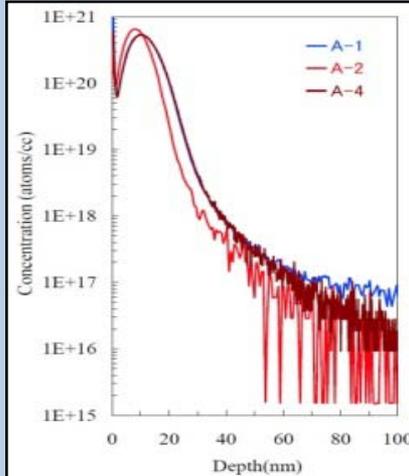
これまでになかった極浅平均注入深さ(～15nm)の濃度校正用の認証標準物質を開発

CRM	認証値 (ng/cm <sup>2</sup> )	拡張不確かさ (ng/cm <sup>2</sup> )
5603	381.7	9.0
5604	78.6	2.1

#### 産業界のニーズ

- 半導体デバイス評価においては、イオン注入量だけではなく、絶縁薄膜評価に適用可能な標準物質が必要とされている。

## 極浅領域評価技術の高信頼性化で国際競争力強化に貢献



ナノレベル分析技術の国際標準補助事業において、極浅ひ素ドーピングシリコンウェハのひ素濃度評価を二次イオン質量分析(SIMS)にて行う際の濃度校正用標準物質として利用

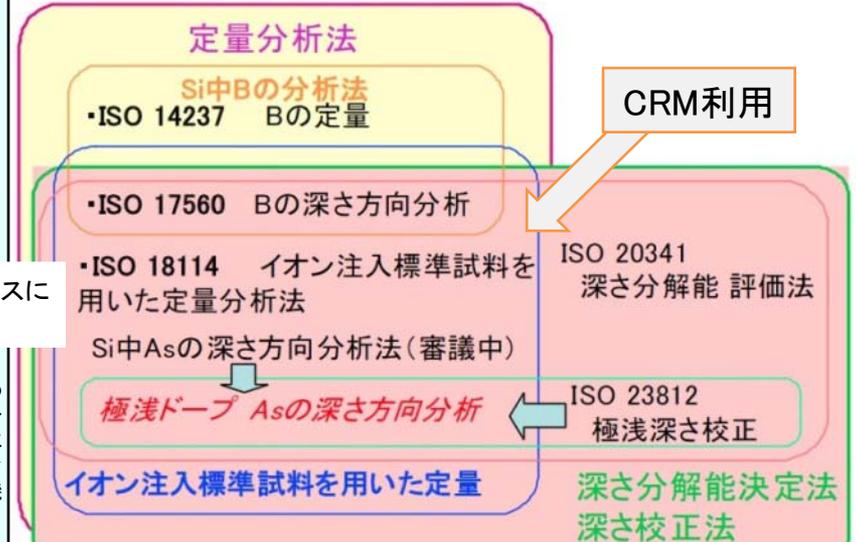
引用: H23年度機械工業に関わるナノレベル分析技術の国際標準補助事業報告書 (社)研究産業・産業技術振興協会

CRM 5604a のSIMS測定例

本CRMに基づいた校正により、各ユーザの測定結果をもちより、測定試料の濃度比較が可能となった。

同じマトリクスによる校正

引用: 機械工業に関わる先端技術研究開発分野の分析技術高度化に関するフィジビリティスタディ報告書 (財)機械システム振興協会



半導体デバイス用部材中のイオン注入量の分析・評価方法の標準体系確立に寄与

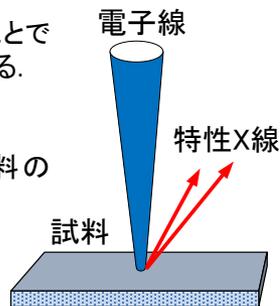
# 57. 電子マイクロプローブ分析用標準物質の活用事例

## 電子マイクロプローブ分析 (EPMA) とは

材料に電子線を照射しX線を検出することで構成元素を測定する表面分析手法である。

特徴:

- 鉄鋼・鉱物・半導体・医学等で材料の組成分析・面分析に多用される。
- 定量分析精度が比較的高い。
- 数 $\mu\text{m}$ の微小領域分析可能。



## EPMA用標準物質の開発・整備・供給

鉄鋼材料についてのEPMA定量分析精度を向上させるため、実用上有用な組成の鉄基合金標準物質を供給中。

- 鉄-炭素系 (5種類C濃度) CRM1001~1005
- 鉄-ニッケル系 (5種類Ni濃度) CRM1006~1010
- 鉄-クロム系 (5種類Cr濃度) CRM1011~1015
- ステンレス鋼 (2種類組成) CRM1017,1020
- 不変鋼(インバー) CRM1018
- 低膨張合金(42Alloy) CRM1019

濃度は滴定法による化学分析等で規定



CRM1019

CRM1020

産業界のニーズ

- 面内の組成分布解析に適したEPMA用標準物質がない

## 確かな材料分析を支えて高性能製品開発に貢献

### EPMA用標準物質

#### 分析精度を支える

##### EPMA分析の普及

材料製造/試料分析等での利用例

- (鉄鋼) 浸炭層・脱炭層の評価、ステンレス鋼の粒界評価、析出物評価等
- (電気) ハンダ接合部の合金評価、電極断面の元素分布、ディスプレイの元素分等
- (磁性) 粒界分析等

★材料の組成管理は製品の品質に直結するため高い分析精度が必要。校正による精度向上を行うのに必要な標準物質の供給要請に応える

#### 国際規格化に準拠

##### EPMA法の国際規格化

ISO/TC202/SC2 でEPMAの標準化活動

##### 関連規格

- ISO 14595: 標準物質の仕様
- ISO 14594: 実験パラメータ\*
- ISO 17470: 定性分析法\*
- ISO 22489: 点定量分析法\*
- ISO 16592: 鋼中の炭素濃度\*

(\*印は日本提案の規格)

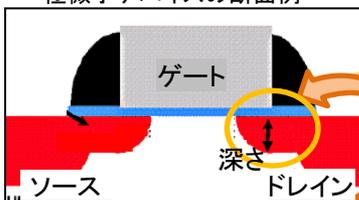
★EPMA法は国際規格化が進展。対応した標準物質の供給の要請に応える。

# 58. 深さ方向組成分析用薄膜標準物質の活用事例

## ■ 深さ方向組成分析とは

厚さが数ナノメートルの薄膜を積層した先端構造材料について、元素濃度を深さ方向に分析すること。代表的な手法は、表面をイオンで削りながら測定する二次イオン質量分光法(SIMS)。

極微小デバイスの断面例



深さ情報は深さスケールを用いて校正する

深さ数10nmの元素分布解析

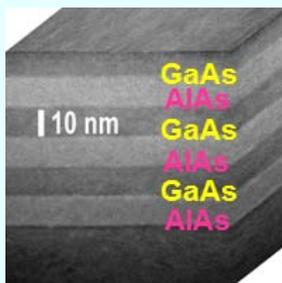
## ■ 薄膜標準物質の開発・整備・供給

深さスケール校正用として各層の厚みが正確に定義された層構造物質である。

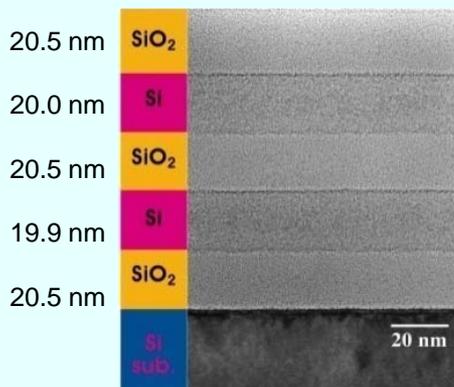
- 材料がシリコン半導体(SiO<sub>2</sub>/Si)
- 材料が化合物半導体(GaAs/AlAs)
- 構造は単層もしくは多層

深さ方向の高精度評価の要求から半導体デバイス評価用の認証標準物質整備を優先的に実施。

NMIJ CRM 5201a



NMIJ CRM 5202a



各層の厚みが校正スケールとなる

産業界のニーズ

- 分析技術の向上に対応して品質を向上させた薄膜標準物質の供給を行う必要がある。

## 薄膜の厚さを高精度に測る技術で国際標準化に貢献

二次イオン質量分光法(SIMS)への適用

深さ方向分析の現場でSIMS分析が広く浸透



ISO/TC201による国際標準化が進展

・深さ方向の元素分布がわかる

標準物質の利用を前提にした国際規格

- ISO14606 (標準物質を用いて深さ分解能を最適に評価する手順)
- ISO20341 (多数の薄層をもつ標準物質で深さ分解能を評価する手順)
- ISO23812 (多数の薄層をもつ標準物質で深さを校正する手順)

# 59. ナノ空孔評価用標準物質の活用事例

## ■ ナノ空孔とは

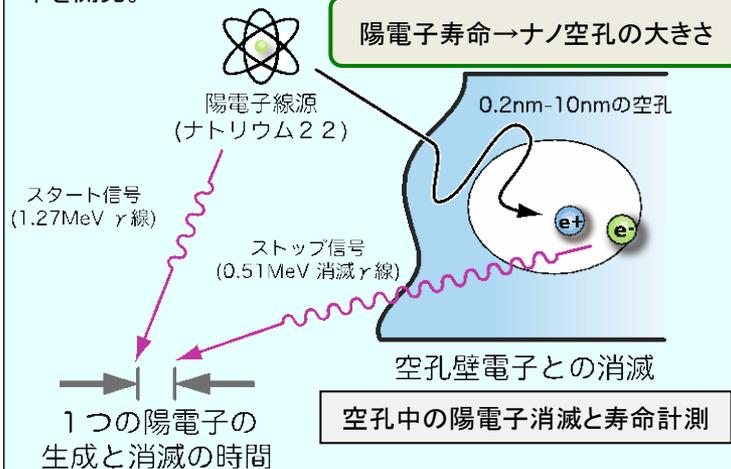
材料中の分子レベルの空間(ナノ空孔)は、屈折率、熱電導など諸物性に影響するため、ナノテク分野や環境科学分野での材料開発において、ナノ空孔構造を「いかに創り、評価し、応用するか」が重要な要素となっている。

そのため

ナノ空孔計測の高信頼性化が必要！

## ■ ナノ空孔評価用標準物質の開発・整備・供給

ナノ空孔を高感度に検出できる陽電子寿命測定法に注目し、同測定法による結果の同等性や信頼性を確保するための標準を開発。



- 高精度陽電子寿命計測技術の開発
- 陽電子寿命測定用高分子系標準物質と品質システムの確立
- 寿命測定プロトコルの整理と国内比較試験による検証

産業界のニーズ

- 金属や半導体中の欠陥評価にも対応可能な標準物質の開発
- 高感度吸着法など他手法利用により対応範囲を拡張、高度化

## ナノ空間を利用した革新的材料の研究開発に貢献

### 世界初のナノ空孔標準物質の開発



NMIJ CRM 5601a:  
超微細空孔測定用  
石英ガラス

(認証値:1.63ns, 換算半径:0.26nm)

NMIJ CRM 5602a:  
超微細空孔測定用  
ポリカーボネート

(認証値:2.10ns, 換算半径:0.29nm)

### 空孔評価のための陽電子寿命測定規格の制定

TS  
高分子材料中の陽電子消滅寿命測定方法  
TS X XXXX ...  
TS  
Z0031:2012

認証標準物質とともに活用することにより、高分子材料の空孔評価の信頼性を向上

分析サービス企業、国内外の大学・研究所が利用