

標準物質の値付けの実施について

標準物質（濃度：pH 標準液以外の標準液）：全有機体炭素標準液

1. 背景

全有機体炭素は、有機物による水質汚染の指標として広く用いられており、水道法においては、平成 17 年 4 月より水質基準項目として基準値（5 mg/L）が指定された。さらにトリハロメタン対策の観点から、平成 21 年 4 月より全有機体炭素の基準値は 3 mg/L 以下に強化された。

水道法における水質基準項目等に設定されている全有機体炭素濃度を適切に評価するには、公定法に準拠した適切な測定を行うと同時に、国際単位系にトレーサブルな信頼性の高い標準液の供給が望まれていた。平成 27 年 4 月 1 日施行の水道水質基準に関する省令の改正によって、水質検査方法における標準原液として、計量法の規定に基づく標準液（JCSS）を用いることができるようになった。また、産業技術総合研究所より国際単位系にトレーサブルな全有機体炭素標準液が認証標準物質（NMIJ CRM）として開発され、かつ標準物質の値付けの実施が技術的に可能となったので、全有機体炭素標準液に関して、特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け（特定標準器による校正等）を開始することとしたい。

2. 特定標準物質

（1）全有機体炭素標準液であって、一般財団法人化学物質評価研究機構が保管する標準液製造用精密天びん、超純水製造装置及び分析計測装置を用いて製造されたもの。

3. 特定標準器による校正等（特定標準物質を用いて行う標準物質の値付け）の不確かさ

全有機体炭素測定の基準としては、「JIS K0102 工場排水試験方法」及び「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」などでは、フタル酸水素カリウムを原料として水に溶解した標準液が用いられる。そこで、特定標準物質の特性値は、フタル酸水素カリウム以外の有機体炭素が有意に含まれていないことが確認されている原料を用いて約 1 g/L に調製されたものに対して、NMIJ CRM を基準物質として高速液体クロマトグラフィーにより値付けされた値とした。

特定標準物質を用いて行う標準物質の値付けの不確かさは、以下に示す基準物質の特性値、基準物質による特定標準物質の値付け、特定標準物質による標準物質の濃度測定、特定標準物質の保存安定性のそれぞれの不確かさを合成して求めた。

基準物質の特性値の不確かさは、NMIJ CRM の認証書に記載されているものを用いた。

基準物質による特定標準物質の値付けの不確かさは、高速液体クロマトグラフィーにより基準物質と特定標準物質を交互に 20 回繰り返し測定して得られた濃度の実験標準偏差から、3 回測定の平均値に対する標準不確かさとして計算した。特定標準物質による標準

物質の濃度測定の不確かさは、基準物質による特定標準物質の値付けの不確かさと同じ値を用いた。なお、値付けされる標準物質は、純度が評価され、フタル酸水素カリウム以外の有機体炭素が有意に含まれていないことが確認されている原料を用いて調製される。

特定標準物質の保存安定性の不確かさは、約 1 g/L に調製した全有機体炭素標準液を、ほうけい酸ガラス製褐色アンプル（容量 10 mL）に小分けしたものを保存試料として評価した。すなわち、調製直後（保存 0 か月目）に 3 本を取り出し、質量比混合法で調製した全有機体炭素標準液を基準として、保存試料の全有機体炭素濃度を高速液体クロマトグラフィーで測定した。さらに、保存温度を 5℃ として、保存 3 か月目、保存 6 か月目に保存試料からそれぞれ 3 本を取り出し、同様に測定した。得られた結果について回帰分析を行い、単回帰係数及び単回帰係数のばらつきから 6 か月間の保存安定性に伴う不確かさを算出した。なお、高速液体クロマトグラフィーでは検出されないフタル酸水素カリウム以外の有機体炭素が有意に含まれていないことは、全有機体炭素計を用いた測定により確認した。

以上の不確かさは、全て濃度に対する相対標準不確かさ(%)として求め、それらを二乗和した値の正の平方根を合成標準不確かさとし、約 95 %の信頼水準に相当する包含係数 ($k=2$) を乗じて拡張不確かさを求めた（下記、表 1 参照）。

表 1 特定標準物質を用いて行う標準物質の値付けの不確かさバジェット表

成分	基準物質の特性値の標準不確かさ	基準物質による特定標準物質の値付けの標準不確かさ	特定標準物質による標準物質の濃度測定標準不確かさ	特定標準物質の保存安定性に伴う標準不確かさ(6 か月)	合成標準不確かさ	拡張不確かさ($k=2$)
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
全有機体炭素	0.08	0.1019	0.1019	0.1072	0.1996	0.4

4 . 計量法第 1 3 5 条 1 項に基づく校正実施機関

一般財団法人 化学物質評価研究機構

5. 特定標準器による校正等を行う標準物質の校正周期

特定標準器による校正等を行う標準物質	期間
全有機体炭素標準液であって、濃度が1 g/Lのもの	6月

トレーサビリティの体系図

