

標準物質の値付けの実施について

標準物質（pH 標準液以外の標準液）：陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液

- ・合成洗剤の有効成分等として使用される陰イオン界面活性剤は水道水に含まれる量が水道法により規制されており、水質検査に用いる信頼性の高い標準液の供給が求められていた。
- ・産業技術総合研究所において当該標準液に係る値付けが技術的に可能となったことから、標準物質（陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液）の値付けを開始することとしたい。

1. 背景

(1) 陰イオン界面活性剤に係る水道水の水質基準について

合成洗剤の有効成分等として広く使用されている陰イオン界面活性剤は、親水基と疎水基を持つ界面活性剤で、優れた乳化・分解性を持ちながらも動物や植物に対する毒性が比較的低いことが知られている。しかしながら、発泡など水道水質低下の原因となりうるため、陰イオン界面活性剤の総量の水質基準値は0.2 mg/L以下と定められている。

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（厚生労働省告示第261号、以下、水質検査方法）において、陰イオン界面活性剤測定時にはデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの混合標準液を使用するよう規定されている。このため検査機関は、告示法に従って試薬から標準原液を作成し、標準原液を希釈して標準液として使用（自己調製）する必要がある。

(2) 水質検査方法におけるJCSS標準液の使用について

検査機関がより迅速に信頼性の高い水質検査を行うことを目的として、2013年に厚生労働省において計量法トレーサビリティ制度により供給される「JCSS標準液」を利用する検討が行われ、平成27年（2015年）4月1日施行の水質検査方法の告示改正によりJCSS標準液の使用が可能になった（別添1）。

経済産業省では、2013年度からの第2期知的基盤整備計画において、水道法に対応した標準液を開発することが盛り込まれ、現在、計量標準が必要となる水質基準44項目のうち43項目に対応した標準液がJCSS供給されている。今回の陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液は、水道法関係でJCSS供給が未対応である残り1種類の標準液であり、JCSSによる値付けが開始されれば、現時点での水道法関係の標準液は全てJCSSで整備されることとなる。

(3) 陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液の開発経緯について

水質検査方法における陰イオン界面活性剤標準液は、混合物を前提としており、複雑な

組成であることから、産業技術総合研究所が基準物質として供給することは技術的に困難であった。そこで産業技術総合研究所では、「4-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準液」を用いてデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムに対して個別に値付けする国際単位系にトレーサブルな手法を開発し、これらを混ぜて標準液とする仕組みを確立した（別添2）。

これを受けて、産業技術総合研究所は2023年度に「4-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（12C-LAS）標準液」に対して依頼試験を開始した。指定校正機関からの同試験の申請により産業技術総合研究所が値付けする「4-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（12C-LAS）標準液」を基準として陰イオン界面活性剤5成分の値付けが可能となったことから、陰イオン界面活性剤5種混合標準液を特定標準物質として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。

2. 特定標準器による校正等に用いる特定標準物質

特定標準物質は、陰イオン界面活性剤5種混合標準液であって、各濃度が0.1 g/Lのものであり、指定校正機関が保管する標準液製造用精密天びん及び分析計測装置を用いて製造されたものである。

特定標準物質は、産総研依頼試験によって値付けられた基準物質（4-ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムのメタノール溶液）を用いて、高速液体クロマトグラフにより5種類の単成分特定標準物質調製用原料物質（デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムそれぞれのメタノール溶液）に値付けした後、質量比混合法により陰イオン界面活性剤5種混合標準液（デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを混ぜ合わせたもの）として調製される。

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

特定標準器による校正等を行う標準物質（特定二次標準物質）は、特定標準物質を用いて高速液体クロマトグラフにより値付けを行う。

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、特定標準物質の特性値の不確かさ及び特定二次標準物質の濃度測定の不確かさを合成して求めた。特定標準物質の特性値の不確かさの要因である、産総研依頼試験における基準物質の校正値の不確かさ、特定標準物質調製用原料物質の値付けの不確かさ、特定標準物質の調製の不確かさ、特定標準物質の均質性の不確かさ、特定標準物質の保存安定性の不確かさは、下記のバジェット

表に示したとおりである。なお、特定標準物質の保存安定性の不確かさについては、陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液のうち各成分が約 0.1 g/L のメタノール溶液を質量比混合法で調製し、保存温度を 5 °C とした 12 か月間の保存安定性を評価して求めた。

特定二次標準物質の濃度測定の不確かさは、陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液のうち各成分が約 0.1 g/L のメタノール溶液に対して、高速液体クロマトグラフにより繰返し測定を行い、得られた各成分のピーク面積の実験標準偏差と、不純物の影響によるピーク面積の補正に関する不確かさを合成して求めた。

以上の不確かさは、要因毎に相対標準不確かさ(%)として求めた。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 % の信頼の水準に相当する包含係数 ($k = 2$) を乗じて値付け結果に対する拡張不確かさとした。

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バジェット表

成分	特定標準物質の特性値の不確かさ					特定二次標準物質の濃度測定の不確かさ	合成標準不確かさ	拡張不確かさ ($k = 2$)
	産総研 依頼試験に おける 基準物質の 校正値の 標準不確か さ	特定標準物質調製用原料物質の値付けの標準不確かさ	特定標準物質の調製の標準不確かさ	特定標準物質の均質性の標準不確かさ	特定標準物質の保存安定性の標準不確かさ			
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
デシルベンゼンスルホン酸ナトリウム	0.4000	1.8827	0.6200	0.2222	0.2439	0.7405	2.179	4.4
ウンデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム		1.7813	0.6200	0.2222	0.2584	0.7509	2.097	4.2
ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム		1.8294	0.6200	0.2222	0.2601	0.7598	2.141	4.3
トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム		1.9190	0.6200	0.2222	0.3701	0.8089	2.251	4.6
テトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム		1.7966	0.6200	0.2222	0.2304	0.8568	2.147	4.3

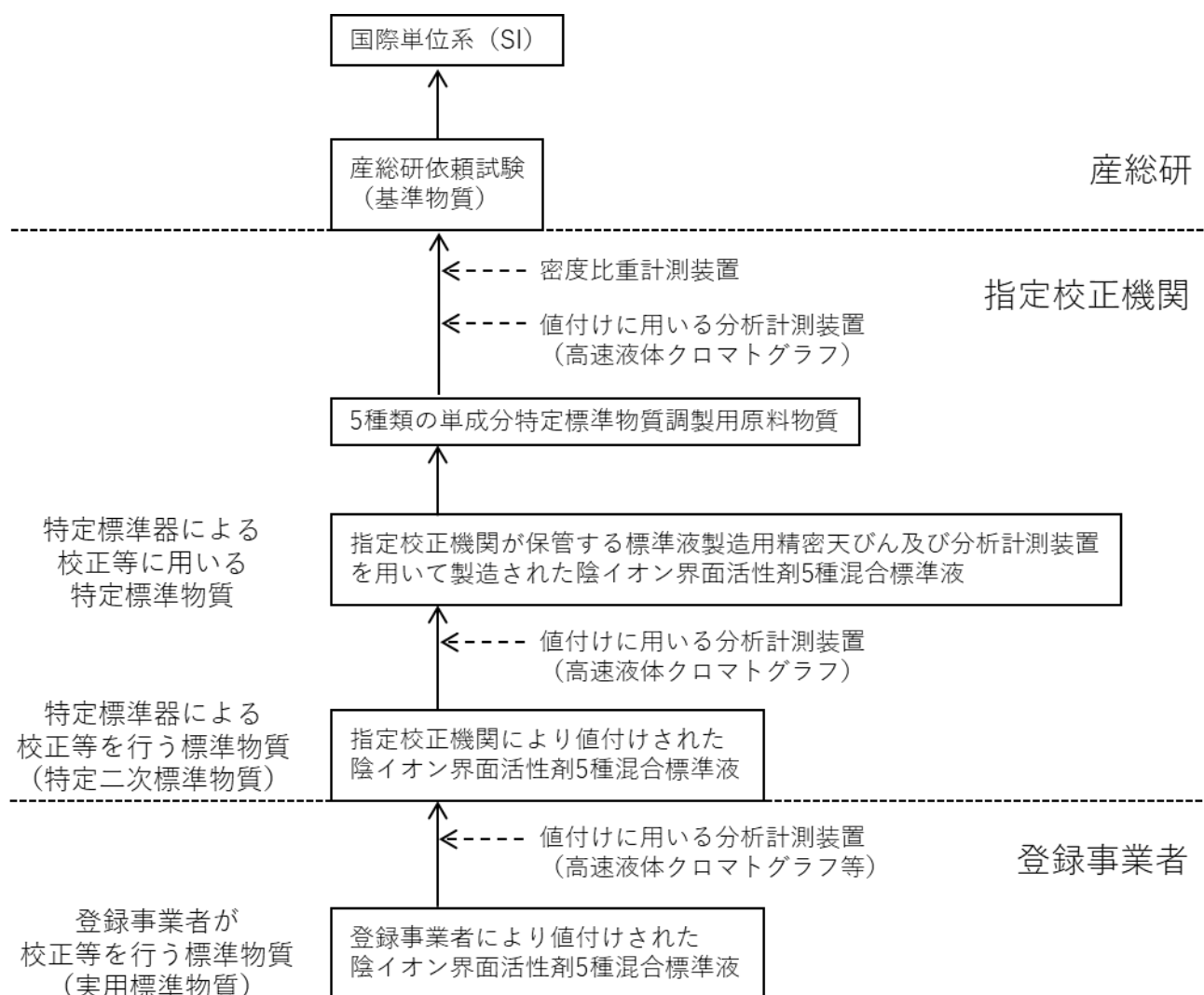
4. 特定標準器による校正等を行う者

一般財団法人化学物質評価研究機構（指定校正機関）

5. 特定標準器による校正等を行う標準物質及び校正等の期間

特定標準器による校正等を行う標準物質	期間
陰イオン界面活性剤5種混合標準液 (メタノール希釈のものであって、デシルベンゼン スルホン酸ナトリウム、ウンデシルベンゼンスルホ ン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナト リウム、トリデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 及びテトラデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの 各濃度が0.1 g/Lのもの)	12月

6. トレーサビリティ体系図



(別添1)

水道水質検査方法における標準液

従来：検査機関は、告示法に従って試薬から標準原液を作成し、標準原液を希釈して標準液として使用（←自己調製）

水道水質検査方法である「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」が平成27年に改正

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
(平成15年厚生労働省 告示第261号)

一 総則的事項

2 試薬における標準原液は、計量法(平成四年法律第五十一号)第百三十六条若しくは第百四十四条の規定に基づく証明書又はこれらに相当する証明書が添付され、かつ、各号の別表に定める標準原液と同濃度のものを用いることができること。

(平成二七年三月十二日厚生労働省告示第五六号 平成二七年四月一日から適用)



平成28年度から、計量法トレーサビリティ制度（JCSS）において
供給する混合標準液の使用が可能に

(証明書の無い一般的な標準液の使用は、改正後も認められていない)

(別添2)

陰イオン界面活性剤混合標準液のJCSS供給概要

