

標準物質の値付けの実施について（ほう素標準液）

1. 背景

ほう素は、様々な化合物として自然界に存在しており、その毒性も化合物の種類によって異なるが、排水基準、環境基準、水道法等では、ほう素として基準値や指針値が定められている。また、断熱材やガラス繊維の原料、液晶ディスプレイなどの工業製品の原料としても広範囲に用いられており、日常的に測定が必要とされる元素である。

JCSS においては、これまで銅、亜鉛、クロム、鉄など無機成分 34 種類を単成分標準液として供給している。亜鉛等の金属（無機）元素は、排水基準や環境基準、水道法の水質基準の規制項目である成分が多くあるが、同時に、工業製品等の原材料としても重要な物質であるものが多い。JCSS では、これらの無機元素について周期律表の中で、重要性の高いものから順次、JCSS による供給を開始してきており、信頼性の高い製品の供給や環境問題に対応するため、トレーサビリティの明確な標準液の供給が望まれていた。

2 特定標準物質

ほう素標準液

3. 特定標準物質の概要

（1）特定標準物質の成分等

ほう素を含む標準液

（濃度は、1 000 mg/L）

（2）特定標準物質の製造方法等

標準液を製造するための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であって指定校正機関の保管するものを用いて、質量比混合法によって製造されたものである。

質量比混合法は、ISO6142(質量比混合法による標準ガスの調製)などに規定されている方法であり、最も高い精確さを持つ標準物質を調製しうる一次標準物質の調製法として国際的に認められている手法である。標準液の特性値は、原料物質の純度、成分の原子量、各成分の秤量値によって計算された値である。

ほう素標準液の製造に際しては、(独)産業技術総合研究所(以下、産総研)において純度の値付けをされた原料物質を用いる。

標準液の不確かさは、以下に示す原料純度、不純物、質量比混合法による調製の不確かさ、保存安定性、均質性、特定二次標準液への値付けのそれぞれの不確かさを合成して求めた。

産総研において電量滴定法によって決定された、原料物質(ほう酸)の純度の不確かさは、0.030 % である。

溶媒中の不純物による不確かさは、溶媒中に不純物として含まれるほう素の量で表した。用いた希釈溶媒を誘導結合プラズマ質量分析計で測定し、定量下限値以下であることを確認した。そこで、この希釈溶媒による定量妨害が定量下限値以下であるとし、不確かさを求めた。

調製の繰り返し、保存安定性、均質性、特定二次標準液への値付けの不確かさ(測定の不確かさ)は、一連の実験から評価した。すなわち、三段の枝分かれ実験を行い、全結果を分散分析することにより評価した。具体的な評価方法は以下のとおりである。

大量に調製した試料を保存容器に小分けした。別に質量比混合法で調製した4本の独立した検量線用標準液を用いて、保存試料のうち2本についてそれぞれ値付けを行った。値付けは各検量線用標準液で、各試料につきそれぞれ3回行った。その後、保存試料は6か月間保管した。6か月後に、再度質量比混合法で検量線用標準液を3本調製し、各保存温度(5、20、30)で保管した試料のうち各々1本について各検量線用標準液で3回ずつ値付けした。

この測定結果を三段枝分かれ分散分析した。要因は6か月の保存安定性、測定ごとに調製した検量線用標準液の濃度のばらつき、測定に用いた試料間の均質性、値付けによる測定の繰り返しとした。不確かさは全て相対不確かさとして求めた。また、測定の不確かさは、特定二次標準液への値付け操作を想定し、3回の平均値に対する不確かさとした(0.0413/3=0.0238)。今回の申請では保存温度は20とする。

なお、値付けは、分取したほう素標準液(1000 mg/L)20 mLにD-マンニトール溶液(187.5 g/L)を80 mL添加し、生成した酸を0.1 mol/L NaOHで滴定することによって行う。

特定二次標準液への値付けの不確かさのバジェット表

元素	原料純度 による標 準不確か さ(%)	溶媒中不純 物による標 準不確かさ (%)	保存安定性 に伴う標準 不確かさ (%)	調製の標準 不確かさ (%)	均質性の 標準不確 かさ(%)	測定の標 準不確か さ(%)	合成標準 不確かさ (%)	拡張不確 かさ (k=2) (%)
ほう素	0.030	0.0289	0.0732	0.0276	0.0000	0.0238	0.092	0.2

4. 計量法第135条1項に基づく校正実施機関

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及び不確かさ

特定標準器による校正等を行う標準物質	校正 周期	拡張不確かさ(相対) ($k=2$) (%)
ほう素標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	ほう素 0.2

6. トレーサビリティの体系図



