

標準物質の値付けの実施について

(セシウム標準液、ガリウム標準液、インジウム標準液、テルル標準液、バナジウム標準液)

1. 背景

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る。

周期律表の金属等の元素は、先端材料などの原料として用いられているものも多く、レアメタルなどわが国の産業上、非常に重要な元素が多くあるが、JCSS として未整備のものが残っている。インジウム、ガリウムは、半導体材料や液晶ディスプレイの原料に用いられるなど、近年非常に重要な物質として注目を集めている。セシウムは、セシウム原子時計に用いられているし、医療用の放射線源のほか導電性ガラスの製造にも用いられている。テルルは、用途は限られているが赤外線センサ等の先端工業用材料として欠かせない物質である。バナジウムは、材料の機械的性質や耐熱性などを向上させるために用いられ、産業上非常に重要な金属であるとともに、廃棄物の処理及び清掃に関する法律で測定対象となっている。インジウム、テルル、バナジウムはバーゼル条約における規制に関連する元素である。以上の 5 元素はいずれもレアメタルとして認識されている。

2. 特定標準物質

- (1) セシウム標準液
- (2) ガリウム標準液
- (3) インジウム標準液
- (4) テルル標準液
- (5) バナジウム標準液

3．特定標準物質の概要

(1) 特定標準物質の成分等

セシウムの単成分の標準液

ガリウムの単成分の標準液

インジウムの単成分の標準液

テルルの単成分の標準液

バナジウムの単成分の標準液

(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秤、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、ISO 6142(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。

今回の 5 種類の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。

各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。

産総研において決定された、原料物質の純度の不確かさは、下記のバジェット表の中に示したとおりである。

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目的成分の量で表した。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って評価した。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 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とした。不確かさは全て相対不確かさとして求めた。なお、これらの 3 要因に関しては計算上分散が負の値になったものは不確かさを零とおいたので、これらの 3 要因に関する結果は組み合わせとしてのみ意味をもつのであり、単独の値として他の目的のために利用しないようにしなければならない。

特定二次標準液への値付けの不確かさは、20 回繰り返し測定した濃度の試料標準偏差から、3 回測定の平均値に対する不確かさとして計算した。

今回の申請では保存温度は 20 とする。

なお、値付け方法の概略は、以下のとおりである。

セシウムの単成分の標準液：イオンクロマトグラフ法

ガリウムの単成分の標準液：硝酸鉛による逆滴定（光度滴定）

インジウムの単成分の標準液：硝酸ビスマスによる逆滴定（光度滴定）

テルルの単成分の標準液：硫酸アンモニウム鉄（ ）溶液による逆滴定（電位差滴定）

バナジウムの単成分の標準液：硝酸鉛による逆滴定（光度滴定）

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) (%)
セシウム	0.0044	0.0289	0	0	0.0586	0.1194	0.14	0.3
ガリウム	0.0144	0.0289	0.0401	0	0.0415	0.0677	0.09	0.2
インジウム	0.0101	0.0289	0	0.0471	0	0.0475	0.07	0.2
テルル	0.0166	0.0289	0	0.1152	0	0.1738	0.21	0.5
バナジウム	0.01	0.0289	0.1082	0.0314	0	0.0408	0.12	0.3

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) ($k=2$) (%)
セシウム標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	セシウム 0.3
ガリウム標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	ガリウム 0.2
インジウム標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	インジウム 0.2
テルル標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	テルル 0.5
バナジウム標準液 (濃度が1 000 mg/Lのもの)	6月	バナジウム 0.3

6. トレーサビリティの体系図

