

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）：フェノール類 6 種混合標準液

1. 背景

フェノール類（フェノール及びその誘導体の総称）は防腐剤などに利用されている。また、水道原水に混入したフェノール類は消毒剤である塩素と反応してクロロフェノール類を生成する。クロロフェノール類は飲料水に異臭味を与えるため、臭味発生防止の観点から、水道水質基準ではフェノール類はフェノール及び 5 種類のクロロフェノールの合計（フェノールへの換算値）で 0.005 mg/L 以下とされている。フェノール自身は 0.1 mg/L 以下では異臭は感じられないと考えられており、臭気の観点から問題となるのは塩素消毒により生成されるクロロフェノール類である。クロロフェノール類は、フェノールよりも非常に低い濃度でも不快な臭気となる。

これらの物質の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の実施とともに、国際単位系にトレーサブルな標準物質の使用が不可欠であることから、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フェノール類混合標準液の濃度測定技術が開発され、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、フェノール類 6 種混合標準液に関して、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

フェノール類 6 種混合標準液であって、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

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、以下に示す特定標準物質の特性値の不確かさ（産総研依頼試験における校正値の不確かさ、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）及び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）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校正値の標準不確かさ、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は、下記のバジェット表に示したとおりである。

特定標準物質の製造周期は、後述する特定二次標準物質の校正等の周期に合わせて6か月に設定し、6か月間の保存安定性の不確かさを次のように求めた。すなわち、フェノール類6種混合標準液(約1g/L)を質量比混合法で調製したものを保存試料とし、調製直後(0か月目)、6か月目、12か月目に保存試料から3本以上を取り出し、新たに質量比混合法で調製した標準液を検量線としてガスクロマトグラフを用いて測定した。得られた結果について回帰分析を行ったところ、回帰(B)と残差(e)の分散比はいずれの成分も有意差なしという結果となった。そこで、単回帰係数の標準誤差($s[b]$)を求め、JIS Q 0035に基づき、6か月間の保存安定性の不確かさを評価した。なお、容器はほうけい酸ガラス製褐色アンプル、保存温度は5℃の条件とした。

特定二次標準物質の濃度測定の不確かさは、ガスクロマトグラフを用いて20回繰返し測定し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。

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%の信頼の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。

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	産総研依頼試験における校正値の標準不確かさ	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	特定二次標準物質の濃度測定標準不確かさ	合成標準不確かさ	拡張不確かさ($k=2$)
	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
フェノール	0.30	0.3630	0.0877	0.3284	0.5808	1.2
2-クロロフェノール	0.30	0.3247	0.0889	0.2892	0.5357	1.1
4-クロロフェノール	0.30	0.3713	0.0887	0.3678	0.6091	1.3
2,4-ジクロロフェノール	0.30	0.3751	0.0891	0.3608	0.6073	1.3
2,6-ジクロロフェノール	0.30	0.3832	0.0897	0.3594	0.6116	1.3
2,4,6-トリクロロフェノール	0.35	0.3249	0.0943	0.3726	0.6130	1.3

4. 計量法第135条第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及び校正等の期間（校正等の周期）

計量器の校正等を行う標準物質	期間
フェノール類6種混合標準液 (アセトン希釈のものであって、フェノール、2-クロロフェノール、4-クロロフェノール、2,4-ジクロロフェノール、2,6-ジクロロフェノール及び2,4,6-トリクロロフェノールの各濃度が1 g/Lのもの)	6月

6. トレーサビリティの体系図

