

会報

2016・3
第 73 号

Japan Association of Reference Materials

目次

- | | |
|-----------------------|----|
| 1. NMIJ CRM とトレーサビリティ | 1 |
| 2. JCSS 標準物質の供給拡大 | 16 |
| 3. 標準物質協議会見学会報告 | 19 |
| 4. 編集後記 | 21 |

産総研における標準物質の供給と SI トレーサビリティ - 1

NMIJ CRM とトレーサビリティ

国立研究開発法人産業技術総合研究所
計量標準普及センター標準物質認証管理室
加藤健次

1. 緒言

本稿では、NMIJ とその NMIJ が供給する認証標準物質（NMIJ CRM）はどのような特徴を持っているかを国際的な位置づけやトレーサビリティの観点から解説する。

NMIJ は、National Metrology Institute of Japan の略であり、日本の国立計量研究所（National Metrology Institute、以後、NMI）という意味であるとともに、筆者らの所属している研究所の英語の名称でもある。和文の名称は、むしろ分かりにくいと思われるが、国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センター（2015年4月より改称）である。計

量標準総合センターは、国立研究開発法人産業技術総合研究所(産総研)の中の計測標準関連の複数の研究部門等を含むいくつかのユニットの総称である。旧計量標準研究部門（2015年4月以降は、物質計測標準研究部門など4つの研究部門に改組）は、2001年に旧通商産業省所属の国立研究所9所が産業技術総合研究所として統合された際、計量研究所(計量研)を中心に電子技術総合研究所(電総研)と物質工学工業技術研究所(物工研)の標準関連の研究部隊が集まってできた組織であり、化学系も含めたほぼ全ての計測・計量の分野を網羅している。計量研究所というと、メートル原器やキ

プログラム原器を管理しているところで、やや古いイメージを感じる人もいるかもしれない。しかし、最上位の標準を維持し、さらにはより精度を高めていくには、最先端の研究開発と技術が必要である。最近の研究成果については、NMIJ のホームページ (<https://www.nmij.jp/>) で是非ご確認頂きたい。

NMI に化学部門を設けるという動きは、化学計測の分野にもトレーサビリティの考えを取り入れようとする世界的な流れであった。1993 年には、トレーサビリティの総本山である国際度量衡局 (Bureau International des Poids et Mesures、BIPM) に、物質質量諮問委員会 (Consultative Committee for Amount of Substance、CCQM) が設けられた。さらに 2001 年には物質質量諮問委員会 (Consultative Committee for Amount of Substance - Metrology in Chemistry、CCQM) と日本語名は同じであるが若干名称が変更され、化学計測に関するものであることを鮮明にした。元々、BIPM には電気・磁気諮問委員会 (CEEM)、測温諮問委員会 (CCT)、質量諮問委員会 (CCM)、長さ諮問委員会 (CCL)、時間・周波数諮問委員会 (CCTF) 等の物理量に対応する諮問委員会 (CC) があったが、そこに化学系の諮問委員会である CCQM が加わったことは化学の分野にもトレーサビリティの考え方が広がってきた事を反映している。NMIJ は、メートル条約に加盟しており、BIPM の上部組織である国際度量衡委員会 (CIPM) のメンバーであり、そして CCQM のメンバーでもある。

ところで、計量標準総合センターは、当初、産総研の中の研究部門である旧計測標準研究部門 (現在の計量標準総合センターに含まれる 4 つの研究部門の内の 3 つの部門が一つになっていた) と管理部門である計量標準管理センター (2015 年 4 月より、計量標準普及センターと改称) の 2 つの組織から構成されていたが、現在では、研究戦略部、4 研究部門、計量標準

普及センターで構成されており、この計量標準総合センターを NMIJ と呼んでいる。メートル条約や計量機関に関する情報は、BIPM のホームページ (<http://www.bipm.org/en/home/>) から得ることができる。

前置きが長くなってしまったが、以上に説明した計量標準総合センター (NMIJ) が供給している認証標準物質が NMIJ CRM である。NMIJ CRM の一部には物工研の時代の最後の数年間に開発されたものもあるが、大部分は産総研が設立されて以降に開発されたものである。図 1 は、NMIJ が発行している NMIJ CRM のカタログの表紙と、図 2 は、NMIJ における CRM の累積開発数を示したものである。

2011 年の東日本大震災の影響を受けて 2012 年の新規開発数が少なくなった以外は、産総研の設立以来、NMIJ における標準物質開発は順調に進んでおり、NMIJ CRM の数が伸び続けている。現在では、約 250 種類の標準物質を供給している。NMIJ CRM のカタログは、NMIJ のホームページ (<https://www.nmij.jp/service/C/>) でも見ることができ、一般ユーザー向けに供給されている約 200 種類の NMIJ CRM 及び NMIJ RM の情報が掲載されている。以下、NMIJ CRM の特徴や頒布に至るまでの手順等について紹介する。

2. 標準物質の階層性

標準物質の目的から考えれば、その特性値が正確で変化しないことが重要である。一般的には正確で変化しないものであることは、より正確で変化しないもの (上位の標準物質) と比較し、校正することによって実現される。その最上位にあり、より上位の比較する相手のないのが一次標準物質である。JIS Q0030 (ISO GUIDE 30, Terms and definitions used in connection with reference materials) では、「一次標準 (primary standard) 最高の計

量性能をもち、同一の量の他の標準への参照なしにその値が特定の範囲内において受容されるように指定され、又は広く認められた標準。」と定義されている。一次標準物質は他の同種の標準物質への参照なしに値付けがなされる。標準物質の階層性を図で示すと図 3 のようになる。

一次標準物質の定義は、分野や状況により一定ではないように思われるので、ここでは、以上に述べたとおり単に同種の標準物質の階層の頂点という意味に用いているが、SI にトレーサブルであることが重要な点である。

このような一次標準物質を生産するには、次の節にある一次標準測定法などの高い技術が必要であり、生産には手間とコストがかかる。一般的には、直接 SI にトレーサブルな標準物質は、高価であり量も十分でないことが多い。一方、一般ユーザーが求めている標準物質は、多品種、低コストで必要十分な量があるものである。ただし、それほどシビアな品質は求めない場合が多い。したがって、ユーザーの要望に応えうる種類と実用に耐える量を実現するためには、標準物質の供給において階層性を持たせ、一次標準物質をもとに SI にトレーサブルな実用標準を、供給するというのが現実的な姿になる。

トレーサビリティは、計測・計量の分野では、他の分野におけるトレーサビリティと区別するために「計量計測トレーサビリティ」と呼ばれているが、「計量計測トレーサビリティ」とは、「個々の校正が測定不確かさに寄与する、文書化された切れ目のない校正の連鎖を通して、測定結果を計量参照に関連付けることができる測定結果の性質。」と定義されている。この場合計量参照とは、国家標準や国際標準と読み替えることができる。さらに国家標準は、これまで述べたとおり国際単位系 (SI) にトレーサブルである。標準あるいは標準物質に関する国際規格 ISO/IEC 17025 および ISO Guide34



図 1 NMIJ CRM カタログの表紙。一般ユーザーに頒布されている約 200 種類の CRM の概要が掲載されている。

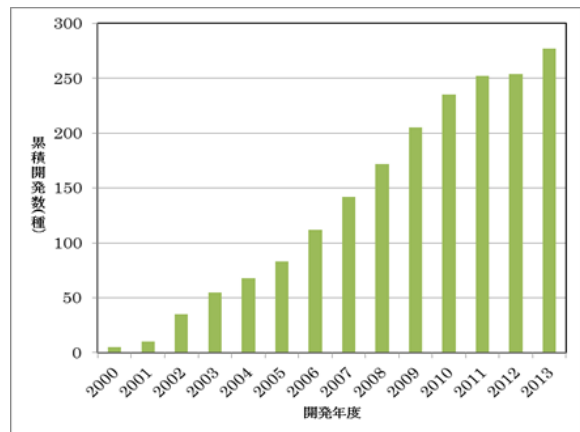


図 2 NMIJ における CRM の累積開発数。2011 年の東日本大震災の影響を受けて、翌年 2012 年の新規開発数が少なくなった以外は、NMIJ における標準物質開発は順調に進んでおり、現在では、約 250 種類の標準物質を供給している。

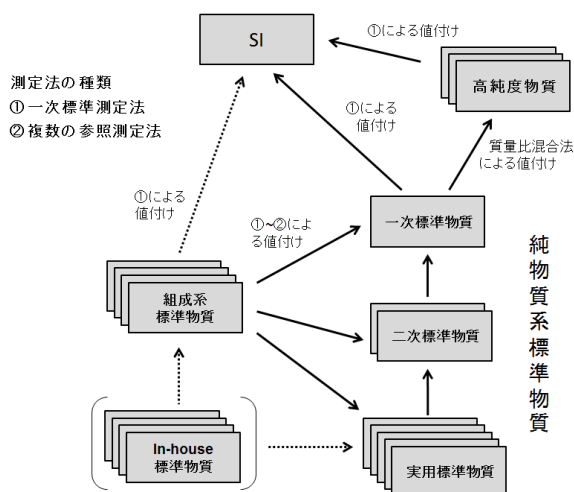


図3 標準物質の階層性

では、校正あるいは、標準物質の生産において計量計測トレーサビリティを確保することを要求している。いずれにしても計量計測トレーサビリティを実現するには、最上位の標準がなくてはどうしようもないわけで、NMI の最も重要な役割は一次標準の確立であり、一次標準あるいは一次標準にトレーサブルなものを供給することが NMI の重要な責務となる。

ところで、上位標準は、より正確で変化しないと書いたが、一次標準物質の安定性に関しては、例外もある。大気観測用の標準ガスの例では、大型の容器に詰めた二次標準ガスに、調製直後の新鮮な一次標準ガスにより値付けをすることが一般的である。この場合、二次標準ガスは変動の少ない安定性の良いものを用いている。一方、一次標準ガスは、初期の濃度変化の少ないものを用い、調製濃度が変化しないうちに値付けに使用する。このような使い分けも、トレーサビリティ体系の設計においては重要である。

2.1 一次標準測定法 (Primary method)

一次標準物質を生産するうえで、その SI トレーサビリティを実現するのが一次標準測定法である。一次標準測定法とは、CCQM にお

ける合意によれば、「原理的に最高の質を有し、その操作が完全に記述され、理解され、かつ不確かさが SI 単位を用いて完全に記述される方法」である¹⁾。CCQM では、電量滴定法、重量法、凝固点降下法、滴定法、中性子放射化学分析法、同位体希釈質量分析法に基づく方法を一次標準測定法として認めている。一次標準測定法には一次標準直接法と、一次標準比率法があり、前者は同種の標準物質を用いずに直接 SI 単位にトレーサブルな結果が得られる方法、後者は例えば高純度物質を基準として、それとの比較によって結果が得られる方法である。このほかにも一次標準測定法に準ずる方法として、キャビティリングダウン分光法、定量 NMR 法等が挙げられている。

先に述べたとおり NMIJ CRM の役割のひとつは、NMI の立場としての一次標準物質の開発と供給であり、他の標準に頼らずに、SI へのトレーサビリティを実現する必要がある、一次標準測定法は NMIJ において重要な要素技術である。

一次標準測定法に関する注意すべき点は、単に一次標準測定法として挙げられている手法をもちいて測定すれば SI トレーサブルな測定が行われるということではないという点である。一次標準測定法と呼ぶには、あらゆる不確かさの要因を評価し、それらが測定に及ぼす影響を評価して、それらの全てを不確かさの算出の際に取り込む必要がある。さらにその測定が正しいという客観的証拠が必要になる。客観的証拠としては、既存の CRM を入手しそれを分析してより分析のバリデーションを行う、あるいは信頼できる技能試験提供者が主催する技能試験に参加し、その結果によって、自らの分析の正しさを確認するといったことが一般的である。しかし、NMI の場合は、自らがトレーサビリティ体系のトップに立っているということから、客観的証拠として利用できる手段は限られている。証拠として有効な手

段は複数の NMI 間で行われる国際比較に参加すること、あるいは 3.1 で説明する KCDB に CMC が登録されている他の NMI の CRM を用いて分析法のバリデーションを行うことである。また、3.1 で説明する Appendix-C に登録されている他の NMI にその NMI が供給する CRM あるいは校正されたものを通じての SI トレーサブルは、CCQM では認められているので、バリデーションのみならず、トレーサビリティのもととしての利用もありうる。

3. 国際相互承認協定 (CIPM MRA)

メートルやキログラム等の単位を基本とするメートル法の確立と国際的な普及を図るために 1875 年にメートル条約が締結され、1885 年には日本もこの条約に加入した。1875 年の最初の加盟国は 17 개국であったが、現在の加盟国は 56 개국である。(2015 年 8 月現在、NMIJ ホームページより)。この多国間条約であるメートル条約に基づいて国際度量衡総会 (CGPM) が 4 年に 1 回、国際度量衡委員会 (CIPM) が毎年、パリで開催されている。また実際の業務を行う機関として BIPM が設置され、その下に前に述べた、量目毎の諮問委員会が設置されている。そして、近年の国際的な通商の拡大・発展に伴い、標準に関連した国際通商上の障壁を軽減するために、メートル条約加盟国の主要国家計量機関によって各国計量標準の同等性を相互承認する協定 (Mutual Recognition Arrangement: MRA) が、1999 年に締結され、2005 年に発効した。加盟国は現在でも増え続けており、2013 年 11 月現在で 55 개국および 38 经济圈がこの協定のメンバーとなっている。(注: 2013 年 11 月の CCQM 会議における Dr. Kaarls の発表より。)ただし 2015 年 8 月の BIPM のホームページには署名済みのメンバー(98 ヶ国 (经济圈含む) +4 国際機関)が掲載されている。この協定のメンバー間では、一定の手続きを経て各メンバーが他

の NMI の校正・測定能力 (Calibration and Measurement Capability, CMC) の同等性を認めることとなった。その概要と仕組みについては、経済産業省のホームページ (<http://www.meti.go.jp/committee/materials/downloadfiles/g50913a46j.pdf>) や NMIJ のホームページ (<https://www.nmij.jp/~imco/metric/>) にも解説がある。図 3 の一次標準物質あるいは、後で述べる図 5 における国立計量研究所のレベルで NMIJ (標準ガスに関しては指名校正機関も含む) の CMC が国際的に同等であると認められる。さらにそれらに対してトレーサブルな下位の標準や計測結果についても、国際試験所認定会議 (International Laboratory Accreditation Conference, ILAC) に加盟する IA-Japan が認定するマネジメントシステムのもとに校正の連鎖により実現されているものでは同等性がみとめられる。その結果、ユーザーが受け取る実用標準物質のレベルでも国際的な同等性が認められる。ちなみに、CIPM MRA に調印するのは、各国 1 機関である。日本では、NMIJ が調印している、つまり NMIJ が Primary NMI であり、一般財団法人化学物質評価研究機構 (化評研、CERI)、日本電気計器検定所 (日電検、JEMIC)、国立研究開発法人情報通信研究機構 (NICT) の 3 機関が指名された計量機関 (Designated institute、DI と略す) である。計量法に規定されている指定校正機関と言葉もその役割もよく似ているが、違うものである。標準物質の分野では、CERI が DI であり、あとで述べる JCSS の標準供給の内の標準ガスに関して指名されている。

3.1 基幹比較データベース (KCDB)

BIPM 基幹比較データベース (Key Comparison Database、KCDB) は、国際相互承認 (MRA) によりお互いに認めあう校正・測定能力のリストやその証拠となる国際比較

の結果などを登録したデータベースである。この KCDB は BIPM のホームページ (<http://kcdb.bipm.org/>) で公開されており、4 種類の付属書 A~D (①Appendix A, ②Appendix B, ③Appendix C, ④Appendix D) がある。4 つの各付属書は、それぞれ①メンバーのリスト、②基幹比較および補完比較のリスト、③各 NMI の校正・測定能力 (Calibration and Measurement Capability, CMC) のリスト、④基幹比較のリストと概要である。①メンバーのリストには、CIPM-MRA に調印している全ての国、経済圏、国際機関の名称、国立計量研の名称、指名計量機関、それらの連絡先などが記載されている。②基幹比較のリストには、計画中のものも含めてすべての基幹比較 (2013 年 11 月の CCQM 会議における Dr. Kaarls の発表よれば、846 件) および補完比較 (同、368 件) のリストと、結果が確定した国際比較 (同、約 800 件) の概要および詳細な結果が掲載されている。③ CMC のリスト (<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>) には、各 NMI の全ての校正・測定能力 (Calibration and Measurement Capability, CMC) が国別、分野別に掲載されている。CMC の総数は、約 24000 件あり、そのうち約 6000 件が化学分野の CMC である。④基幹比較のリストと概要は、②と重複するがリストと、概要が一覧できるようになっている。

Appendix A に関して言えば、日本の調印者は NMIJ であり、Primary NMI である。また、一般財団法人化学物質評価研究機構 (化評研、CERI)、日本電気計器検定所 (日電検、JEMIC)、国立研究開発法人情報通信研究機構 (NICT) の 3 機関が指名された計量機関 (Designated institute, DI と略す) である。DI は、計量法に規定されている指定校正機関と言葉もその役割もよく似ているが、違うものである。標準物質の分野では、CERI が DI であり、あとで述べる JCSS の標準ガスに関して指名されて

おり、標準ガスに関する Appendix-C には、NMIJ が申請した CMC と CERI が申請した CMC が登録されている。

CMC は各 NMI が申請し、既定の手続きに従い、BIPM の各諮問委員会 (CC) で十分な証拠があると認められたものである。化学分野の CMC は APMP 内の TCQM で審査され、さらに CCQM 内の KCWG (基幹比較ワーキンググループ) で審査される。掲載されるための要件は、そもそも国際相互承認協定 (CIPM MRA) に参加している NMI あるいは NMI から指名された指名計量機関であることが前提であるが、国際基幹比較に参加して技術的能力を証明すること、文書化されてマネジメントシステムを運営していること、国際的なレビュー (Peer Review) を受けていることの 3 つである。個々の CMC については、審査を受けた上で承認されリストに追加される。リストに掲載された後も定期的に審査を受ける事になっている。

マネジメントシステムの運用は、CMC 登録の要件の一つである。標準物質生産に関してのマネジメントシステムは、標準物質の開発と生産の手順を、ISO GUIDE34 に基づいて記述したものであり、標準物質の計画策定、候補標準物質の調製あるいは入手、要員の質や、用いる設備・装置などのメンテナンスや校正、認証値の決定方法など様々のことがらについての要求事項に対応している。一方、NMIJ では、化学分野における校正サービスも行っており、校正・測定の手順を文書として記述した ISO/IEC 17025 に準拠したマネジメントシステムを構築し、それに基づいて標準の開発や校正サービスを行っている。NMIJ の化学部門が運営しているマネジメントシステムは、国内の認定機関である独立行政法人製品評価技術基盤機構の認定センター (IA-Japan) により ISO GUIDE34 および ISO/IEC 17025 に準拠していることが認定されている。

ピアレビューは、NMI の仲間が互いの技能を現地において審査するもので、同じ分野において少なくとも 5 年に一度は、ピアレビューを受けることになっている。審査員は、同等レベル以上の NMI から 1～数名を選出し、数日かけて、現地において技術的な面の審査を行う。必要に応じてマネジメントシステムの運用に関して審査することもある。標準物質生産に関しての最近のピアレビューでは、韓国 (KRISS)、中国 (NIM)、カナダ (NRC) から審査員を迎えている。

2013 年 3 月時点で NMIJ が登録している CMC は、全計測分野で 1116 件、うち化学分野が 473 件である (<https://www.nmij.jp/~imco/comp/>)。大部分の NMIJ CRM をカバーしているが、残念ながら全てではない。この Appendix-C に掲載されるための手続きのコスト対効果等を勘案した結果である。つまりそれなりに、費用と手間が掛かるという事である。NMIJ では、国際比較によって確認され CMC に登録されている能力の範囲で、値付けを行い、CRM を開発しているものに関しては、認証書に MRA の対象であることを明記している。

3.2 国際比較

国立計量研の CMC の同等性は、国際比較によって確認され、それが BIPM の基幹比較データベース (KCDB) に登録される事によって MRA が実現される。BIPM では、各諮問委員会のもとにさらにワーキンググループ (WG) があり、そこでは、CIPM MRA の実現のために、様々な活動が行われている。その中で最も重要なのは国際比較である。国際比較は、それぞれの NMI が持つ CMC の同等性を直接確認するための手段であり、国際比較の結果は CMC 登録の際の証拠として利用される。

国際比較は、BIPM の CCQM など CC メンバーの NMI の間で行われるもので、参加 NMI の一つもしくは 2 つ以上の NMI が共同で幹事

となり、試料の調製、輸送、結果の取り纏めなどを行う。国際比較には、表 1 に示すようにいくつかの種類があり、CCQM など BIPM 所属の CC のメンバーが行うものと、地域計量組織 (regional metrology organization, RMO) の技術委員会 (Technical Committee, TC) に所属するメンバーが行うものがある。

RMO とは、世界を 5 つの地域にわけて、各地域に設けられた計量機関の組織のことで、APMP (アジア、大洋州)、COOMET (ロシアを中心とする社会主義諸国)、EURAMET (欧州)、AFRIMETS (アフリカ)、SIM (南北アメリカ大陸) の 5 つの RMO がある。ロシアのように複数の RMO に加盟している国 (NMI) もある。国際比較には、結果が公開され CMC 登録の際の証拠とすることのできる基幹比較および補完比較と、結果が非公開で、原則的には CMC 登録の証拠にならないパイロットスタディの 2 種類がある。ただし、国際比較の数は、実施のコストのため十分ではなく、いかに効率よく国際比較を行うかは、大きな問題となっている。実際には基幹比較の種類が十分でなく、様々な CMC をカバーするにはパイロットスタディの結果も証拠として採用されることが多い。基幹比較には CCQM のメンバーのみが参加できる。一方、パイロットスタディには、メンバー以外にも CCQM において認められれば参加可能である。RMO が主催する国際には原則的にはその RMO の TC メンバーが参加するが、他の RMO のメンバーも幹事となる NMI に余裕があれば参加可能である。現時点で、KCDB の Appendix-B に掲載されている基幹比較は CCQM-K126 までであり、そのうち 2013 年度においては、CCQM-K107 までがすでに実行されている。(より若い番号でも、まだ予定のままのものもある。) 1993 年に最初の CCQM 基幹比較が行われてから約 20 年経っているので、およそ毎年約 5 件程度の基幹比較やパイロットスタディが新たに始まっている。

表1 物質量分野（化学標準）における国際比較の分類

国際比較の種類		参加者	CMC登録の証拠の可否
記号、番号*1	種類		
CCQM-Kxx	基幹比較	BIPMのCCQMメンバー	可
CCQM-Pxx	パイロットスタディ	BIPMのCCQMメンバーおよびメンバーの推薦した計量機関	原則不可、例外あり*2
APMP. QM-Kxx	基幹比較*3	RMOのTCQMメンバー、他RMOも可*4	可
APMP. QM-Sxx	補完比較*5	RMOのTCQMメンバー、他RMOも可*4	可
APMP. QM-Pxx	パイロットスタディ	RMOのTCQMメンバー、他RMOも可*4	原則不可、例外あり*2

*1: CCQM-Kxx, CCQM-Pxx および APMP. QM-Sxxの場合のxxは、それぞれの種類の国際比較の通し番号である。APMP. QM-Kxx の場合は、それぞれ対応するCCQMの国際比較の番号が付けられる。

*2: CCQMの各WGのchairmanが認めればCMC登録の証拠として利用できる。ただし、並行して行われる基幹比較がある場合は、パイロットスタディへの参加結果は証拠として利用できない。

*3: 対応するCCQM基幹比較への参加者がリンクラボとなって、RMO比較とCCQM比較がリンクする形で行われる。したがって対応するCCQMの基幹比較の参加NMIJが必ず参加する。

*4: APMPの比較であっても、幹事国に余裕があれば他のRMOのメンバーも参加できる。

*5: 対応する CCQM の基幹比較がないもので、RMO 独自の基幹比較に相当する。

ることになる。一つの国際比較は、準備から最終報告の公開までに2~4年、長いものではそれ以上掛かるものもある。計画段階から数えれば、非常に多くの年月を要しているのが実情である。そのため、各CCの会議では毎回10数件程度の国際比較について議論あるいは報告がなされている。NMIJおよび計量法の指定校正機関であるCERIが参加した国際比較の総数は、2013年8月現在で約200件であり、CCQM基幹比較とCCQMパイロットスタディが、それぞれ90件程度である。地域計量機関であるAPMPのTCQMの比較への参加数はおおよそ15件である。

いずれにしても、国際比較はCMC登録に必要な能力の実証のために重要である。国際比較の際の結果に基づいてCMCの濃度範囲や、不確かさが制限される。

その一例を紹介すると、CCQM-K52は、2006

年に17カ国19機関が参加して行われた合成空気希釈二酸化炭素標準ガス(360 $\mu\text{mol/mol}$)の分析の国際比較である。この国際比較では、オランダのNMIであるVSLが幹事研究所となって分析用の試料(高压容器詰め)のガスを調製し、それを各参加研究所に1本ずつ送付し、各参加研究所がそれぞれの標準を用いて分析を行った結果をとりまとめている。図4は、CCQM-K52の結果で、各参加者の報告値の国際比較参照値からのずれとその拡張不確かさを示している(KCDBのAppendix-Bに掲載されているCCQM-K52の結果より)。

各参加国の報告した分析値は、それぞれが報告した不確かさの範囲内ではほぼ一致している。ずれの不確かさには、参加者が報告した不確かさと参照値の不確かさを合成したものである。報告された不確かさは、参加者毎に大きく異なるが、参加者の3/4が1.2 $\mu\text{mol/mol}$ 以下の拡

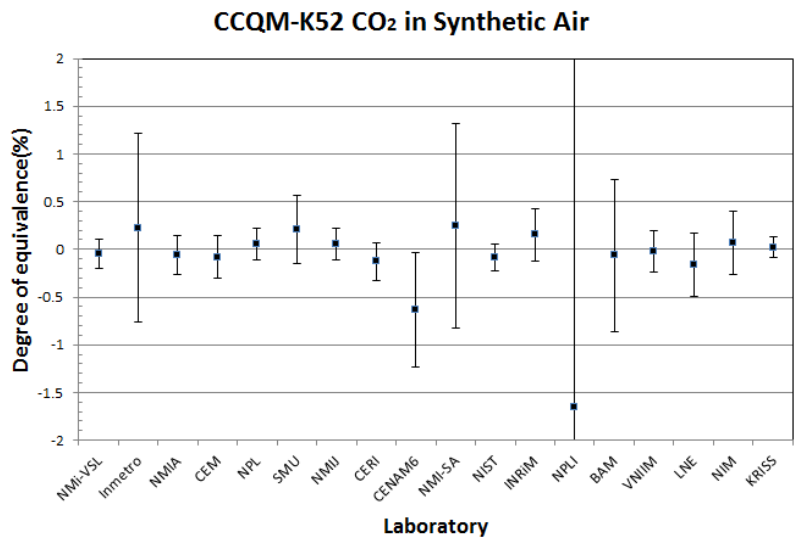


図 4 BIPM が主催して行われた国際比較 CCQM-K52 の結果を示すグラフ。エラーバーは国際比較参照値からのずれの拡張不確かさ。

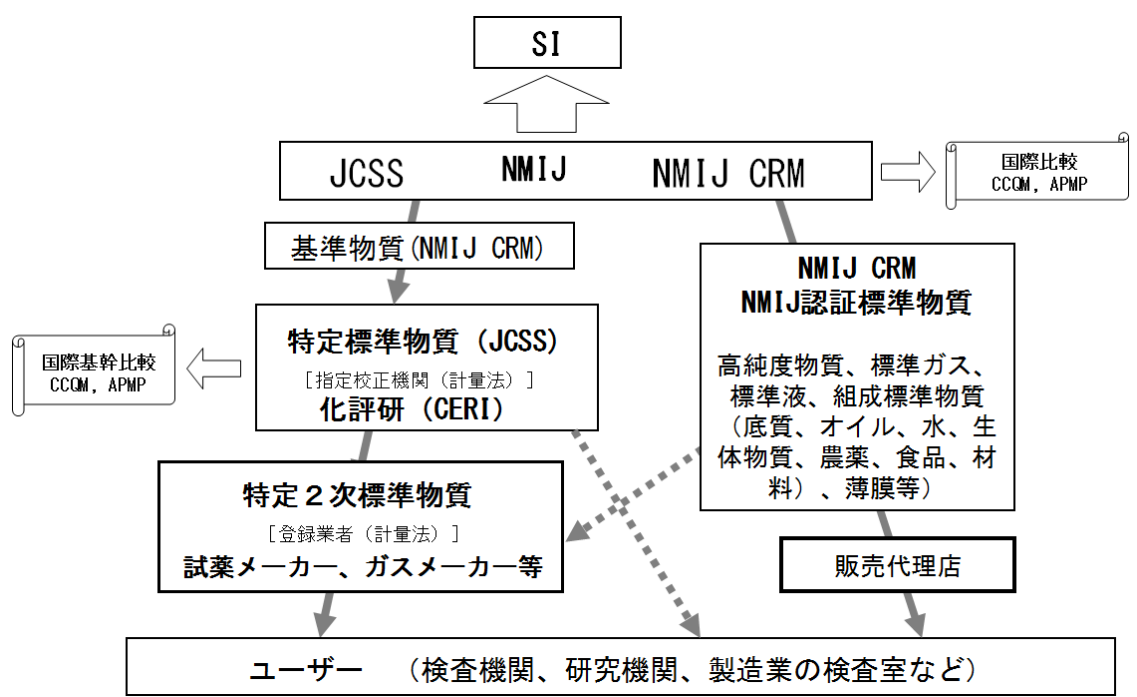


図 5 NMIJ を中心とした標準物質供給システムの模式的に示した図である。左側が計量法に基づく JCSS による供給。右側が NMIJ 独自の CRM 供給のルート。

張不確かさを報告している。相対値で表せば、0.02%~0.3%である。NMIJ が報告した値は、参照値からのずれが $0.2 \mu\text{mol/mol}$ 、報告した拡張不確かさは、 $0.48 \mu\text{mol/mol}$ であった。この結果を基に、NMIJ は、空気中の $350 \mu\text{mol/mol}$ ~ $70000 \mu\text{mol/mol}$ の濃度範囲の二酸化炭素分析に関する CMC を相対拡張不確かさで 0.1%~0.2%と申請し、Appendix-C に登録されている。

4. NMIJ から供給される標準

これまで説明してきたとおり NMIJ から (正確に言うと計量標準総合センターから) 供給される標準 (標準物質) は、国家標準物質でありその多くのは、3.で説明した MRA に対応しており、Appendix-C に登録されている CMC の範囲に含まれている。これらの標準物質は、国際的に認められた SI トレーサブルな認証標準物質として国際的に通用する標準物質である。

NMIJ からユーザーへの標準物質供給のルートは、NMIJ CRM、JCSS 標準物質の 2 通りの供給ルートがある。図 5 は、NMIJ からの標準物質供給の概要を示したものである。

図の右側に示したルートが今回の主題となる NMIJ CRM としての供給である。左側は、計量法に基づく標準供給システムである JCSS である。このほかに、校正サービスによる供給ルートもあり、農薬など多品種の標準を迅速に供給する目的にかなった方法である。

NMIJ CRM と JCSS 標準物質の違いあるいは関連は、平成 19 年の知的基盤整備特別委員会において取り纏められた「計量法における標準物質の効率的な供給」(NMIJ ホームページにも掲載) に示されている。そこには次の 5 つの類型が示されている。

- ① SI トレーサブルな基準物質の開発と指定校正機関への供給
- ② ライフサイエンス等の分野で指定校正機

関への技術移転に時間を要するもの

- ③ 緊急性を要するもので、かつ、標準物質の開発に高度な技術を要する場合
- ④ 不確かさがより小さくなる標準物質の供給
- ⑤ 認定事業者がいなかったため供給できない標準物質の供給

初めの①は、JCSS 制度に対する基準物質としての NMIJ CRM の供給である。②~④は JCSS よりも NMIJ CRM としての供給が適切なものを示している。⑤は、JCSS の話であるが、指定校正機関がユーザーに対して直接、標準物質を供給することができることを示している。②~④においても、準備が整い、それなりの需要があれば JCSS に移行するということも、想定されている。

4.1 NMIJ CRM

NMIJ CRM は、ISO/IEC 17025 および ISO Guide34 に準拠したマネジメントシステムの下で NMIJ が生産・頒布している標準物質である。図 3 における純物質系標準物質の一次標準物質あるいは組成系標準物質に相当する。前に示したとおり、NMIJ において運営されているマネジメントシステムに基づいて、一次標準測定法あるいはそれに準ずる方法により認証値が決定されており、SI トレーサブルな値付けを行っている。多くの CRM が BIPM の KCDB にある Appendix-C に登録されている範囲に含まれており、MRA 対応であり国際的にも通用するものである。これらは、一次標準物質として様々の CRM を調製する際の原料や、値付けの基準として用いることができる。組成標準物質については、校正に用いるという用途もあるが、ユーザーが行う分析法のバリデーションに用いる場合に、SI にトレーサビリティソースとして用いることができるという点で重要である。実際に、NMIJ CRM の一部は、次に紹介する JCSS 標準物質の原料として、

あるいはトレーサビリティソースとして利用されている。NMIJ CRM は試薬メーカー等の標準物質供給業者が供給する標準物質と比較すると種類、数とも非常に少ないが、国際的に通用する CRM という点で貴重なものである。

また、SI へのトレーサビリティの観点で、NMIJにおけるCRMの基準に照らすと必ずしも完璧ではないが、実用上重要と思われるものは、CRMではなくRMという形での供給を行っている。RMの場合は、認証書ではなく分析成績書を添付している。表2には、2014-2015年版のNMIJ-CRMカタログ(2014年10月現在)に掲載されているNMIJ-CRM(RMも含む)および一般には供給されていないJCSS用のものも含めた標準物質のカテゴリーと、それぞれのカテゴリー毎の標準物質の数を示している。

NMIJ CRMの開発から頒布までのスキームを図6に示した。

開発されるNMIJ CRMの品目は、主に計量研として開発すべき標準物質として策定された標準物質に関する整備計画に基づいている。最初の標準整備計画(<https://www.nmij.jp/info/planning/srm2006.pdf>)は、知的基盤特別委員会において提示され、その後何度かの改訂が行われたものである。2001年から2010年までの10年に約300種の標準物質を開発するという計画で、既に達成されている。この時の整備計画では、CERIから供給される標準物質も入っており、合計で300種となっている。それ以外にも、例えば2011年の原子力発電所の事故によって問題となった放射性セシウムの分析の際の標準となる分析用玄米標準物質のように、その時点で必要性が高いものを生産する例もある。現時点では、次の2020年までの整備計画(<https://www.nmij.jp/info/planning/3kikeikaku20120614.pdf>)が検討され公開されている。図6で示した①の標準物質整備計画(中期開発

計画)は、標準整備計画からNMIJの中期計画に合わせて策定されるNMIJの中期整備計画である。これらの整備計画では、具体的な物質名は、例示にとどまっており、標準物質のやや詳しいカテゴリーが示されている。例えば、項目として「バイオ燃料」、供給範囲として「メタノール、エタノール」などと書かれている。具体的な標準物質については、ニーズ調査などに基づいて定期的にあるいは適宜見直す事になっている。2014年2月の時点で、NMIJのホームページにおいて平成26年度の整備計画策定に関するニーズ調査が行われており、これらの結果などを踏まえて、現整備計画の見直しが行われるものと思われる。

具体的な標準物質の生産の開始は、図6の②個別生産計画により開始される。ただし、それに先立って標準物質開発に必要な研究開発が行われているのが通例である。個別の標準物質の生産は、候補標準物質の入手、前処理、値付け、認証、頒布といった過程を経て、行われる。これらの工程はISO GUIDE 34 (JIS Q 0034: 標準物質生産者の能力に関する一般的要求事項)に準拠したマネジメントシステムに基づき、運用されている。②の個別生産計画には、開発する標準物質の仕様の概要、毒物・劇物取り締まり法等への該当の有無、生産工程(期間)、担当する要員の氏名、使用する機器、関連する品質システムのリストなどが記載されている。標準物質の仕様としては、マトリクスが何か、認証値が何であるか、またその値、目標とする不確かさ等が記載される。候補標準物質の入手に先立って法令対応が必要な場合は、届け出などの手続きを行う。

⑤~⑥は候補標準物質の製造の部分は、標準物質の製造では非常に重要であることは容易に想像できると思うが、特に候補標準物質の特性として、認証予定の物性が瓶内・瓶間で均質であること、長期にわたり安定であること、且つ目標となる物性が利用に際して適切なもの

表2 NMIJ CRMのカテゴリー

NMIJ CRMのカテゴリー	品目数*1		
	一般頒布	一般・JCSS両用	JCSS用
EPMP用材料標準物質	19	-	-
材料標準物質（薄膜、高分子、セラミックス他）	22	-	-
高純度無機標準物質	10	-	-
有機標準物質（VOC等純物質、NMR用）	2	24	21
有機標準物質（標準液）	15	-	-
有機標準物質（臨床検査）	30	-	-
高分子材料標準物質（分子量等）	10	-	-
環境組成標準物質（環境分析用）	16	-	-
環境組成表純物質（食品分析用）	17	-	-
環境組成標準物質（化学形態分析用標準液）	3	-	-
グリーン調達対応標準物質（樹脂）	18	-	-
標準ガス	5	6	-
熱物性標準物質（熱膨張、熱拡散、比熱他）	9	-	-
無機標準液（金属標準液など）	-	-	約25
pH標準液	-	-	6
合計	176	30	約50

*1 一般頒布および一般・JCSS 両用はNMIJ CRM カタログに掲載されている。JCSS 用は、CERI および海外NMI にのみ頒布されており、JCSS 標準物質の基準あるいは原料となっている。

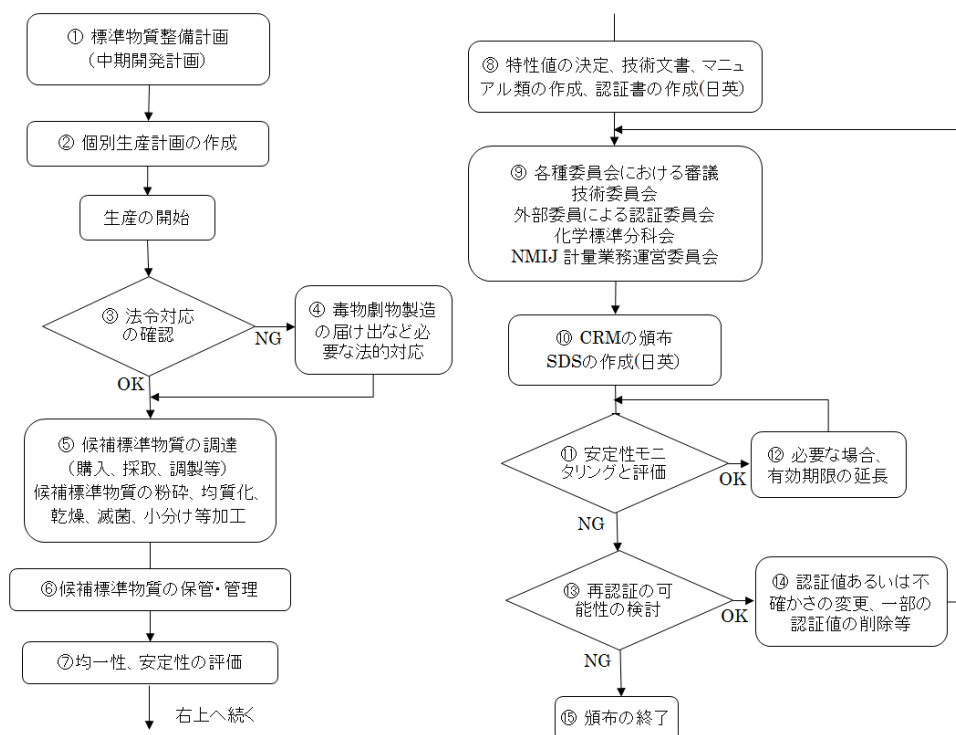


図6 NMIJ CRM の生産の全工程

である事が重要である。土壌や食品などの候補標準物質の場合は、試料の調達や調製を専門の会社に委託することも多く、均質化や乾燥、小分け、放射線の照射による殺菌などの前処理が行われる。また、高純度物質の標準物質の場合は、試薬メーカーに精密蒸留や再結晶といった特別の処理を依頼することも多い。標準物質では長期の安定性が重要なため、褐色ガラスアンプルへの不活性ガス雰囲気下での封入が必要な場合もある。包装に際しては、遮光、空気中の酸素や水分の浸透防止も標準物質の特性に応じて重要となっている。⑥の保管に際しては、安定性維持のため、最適な温度で保管する。保管庫では、室温（5℃から35℃程度のうち規定された温度範囲）、冷蔵（-5℃）、冷凍（-20℃あるいは-30℃）、超低温（-140℃）とそれぞれの条件で保管できるようにしている。認証値をつける前に、安定性の評価や瓶内、瓶間の均一性試験を行い、必要な場合これらを認証値の不確かさに算入する。⑧の特性値の決定の部分は、もっとも重要な部分であり、3.1で述べたように、SIへのトレーサビリティを確保できる分析法を採用している。また、認証値の決定に関しては、ISOガイド35（JIS Q 0035：標準物質の認証、一般的及び統計学的原則）に基づき統計的手法を用いて認証値およびその不確かさを算出している。複数の方法で値付けされている場合には、一般的にはそれらの重み付き平均により特性値を算出するとともに、方法間差を不確かさに算入する。また、認証値のバリデーションのため、認証値の決定方法とは別の手法により測定値をもとめ、認証値との差を不確かさに算入する場合もある。

認証書の記載に関しては、ISOガイド31（JIS Q 0031：標準物質—認証書及びラベルの内容）に準拠している。主な内容は、標準物質の名称、マネジメントシステムに関する記述、意図された用途、認証値とその不確かさ、測定の方法、認証値の算出方法、トレーサビリ

ティに関する記述、国際整合性（MRA）に関する記述、有効期限、形状、取扱いなどに関する注意、改訂の履歴などが含まれている。技術的文書や認証書がそろったのちに、⑨の技術委員会や所外の委員による認証委員会での審議をへて、⑩の頒布に至る。頒布の際には、認証書に加えて、毒性や環境影響、法令など安全に関する安全データシート（Safety data sheet:SDS）が添付されている。一般頒布しているNMIJ CRMについては、認証書およびSDSのサンプルがNMIJのホームページに掲載されている。頒布後は定期的な⑪の安定性モニタリングを行い、安定性に問題がないことを確認する。有効期限を過ぎた場合でも、十分な量があり、かつ安定性が確保される場合は、⑫の有効期限の延長を行う場合がある。有効期限の延長の際は、必要に応じて⑨の委員会かける。もし、安定性に問題がある場合は、認証値やその不確かさを変更して、頒布が続けられるか評価し、不可能な場合は頒布終了となる。認証値やその不確かさを変更した場合は再認証となり、再び⑨の委員会を経て頒布される。

4.2 計量法とJCSS標準物質

JCSS制度については、既に多くの解説があるので詳しくは述べないが、主にNMIJ CRMとの関連について説明する。JCSSは、計量法に基づいて標準物質だけでなく長さ、質量など広い範囲の標準の供給を体系的に行うシステムである。計量法第三条に、「前条第一項第一号に掲げる物象の状態の量のうち別表第一の上欄に掲げるものの計量単位は、同表の下欄に掲げるとおりとし、その定義は、国際度量衡総会の決議その他の計量単位に関する国際的な決定及び慣行に従い、政令で定める。」とあるとおり、計量法では、SIにトレーサブルであることを要求している。この「前条第一項第一号に掲げる物象の状態の量のうち別表第一の上欄に掲げるもの」の中で、物質の量に関連す

るものは、物質質量と濃度の2つである。この表によれば物質質量の計量単位は、モルである。一方、濃度の単位は、色々と定義されている。例えば、モル毎リットル、グラム毎リットルなどである。さらに濃度の単位として、質量百分率、質量百万分率、体積百分率、体積百万分率、pHなどが定義されている。以上はJCSS標準物質の濃度が、標準液の場合はmg/Lで、ガスの場合はvol %あるいはvol ppmで表示されている理由でもある。

JCSSにおける標準物質の供給スキームは、図5では左側に示したルートであり、計量法で規定されているのは特定標準(特定標準物質)を基準として、それ以下の階層のトレーサビリティである。特定標準(特定標準物質)は、産総研においてSIにトレーサブルな方法で実現される。ここでの産総研とは、計量標準総合センターのことである。産総研内で、何らかの理由により特定標準(特定標準物質)が実現できない、あるいは外部での実現が可能な場合は、外部の機関を指定して、その機関(指定機関と呼ばれる)において特定標準(特定標準物質)を実現することになっている。現時点で国から指定されている指定校正機関は、3で紹介した3機関のうちの2機関であるCERI、NICTに加えて一般財団法人日本品質保証機構(JQA)の3機関である。CERIは、標準物質の分野で指定校正機関として指定されており、標準ガス、標準液(無機標準液、有機標準液)、pH標準液について特定標準液を調製・維持管理している。さらに、その特定標準物質を用いて、JCSSに登録されている登録事業者(試薬メーカー、ガスメーカー)が調製した特定二次標準物質の校正を行う。登録事業者は、特定2次標準物質を基準として値付けした実用標準物質をユーザーに供給している。特定標準物質のトレーサビリティソースとして、JCSS標準ガス及び有機標準液の場合は、NMIJから供給される高純度ガスあるいは高純度有機化合物のCRMが原

料として用いられている。これらのNMIJ CRMの多くは、高純度ガス、高純度有機物のCRMとして一般にも頒布されている。一方、無機標準液及びpH標準液の場合では、トレーサビリティソースとしてNMIJ CRMが利用されているが、これらは一般には頒布されておらずJCSSあるいは海外NMI専用である。また、現時点では、すべてのJCSS標準物質に対して基準物質が供給されているわけではなく、今後も、その種類を充実させるべく標準物質の開発を行っているところである。

5. おわりに

NMIJとその活動の成果であるNMIJ CRMは、徐々に世間に知られるようになってきたが、知名度という点ではまだまだである。更に言えば、米国の計量研究所(NIST)が供給しているSRMやEUで供されているERMなどのCRMとは、品質と信頼性の点では、決して劣るものではないと自負しているが、品数の取りそろえや販売量では、かなり水を空けられている状態である。今後は、NMIJのホームページにもあるとおり社会のニーズを取り込み、より効率的な標準供給を進めて行く予である。

次号以降、産総研計測標準研究部門から供給されている無機系標準物質、有機系標準物質、医療診断用標準物質、バイオ・医療系標準物質、標準ガスについての紹介を予定されている。SIトレーサビリティの実現の方法は、それぞれ分野毎に、特徴あるものとなっている。

また、表2にある通り、NMIJでは、次のような材料系の様々の標準物質を開発している。EPMP用材料標準物質は、鉄-クロム合金など組成を確定した種々の合金であり、表面分析手法の一つであるEPMP(電子線マイクロアナライザー)による表面の元素濃度分析の際に校正用として用いられるものである。材料標準物質は、ナノメートルオーダーの薄膜の膜厚を認証した蒸着膜や多層膜、陽電子寿命測定による超

微細空孔測定用光散乱によるガラス等、注入イオンの面積当たりの量を認証したヒ素イオン注入けい素標準物質、粒子径測定用ポリエチレンラテックス、蛍光 X 線分析用合金、元素分析用ファインセラミックス粉末（炭化けい素、窒化けい素、アルミナ）である。高分子材料標準物質は、分子量あるいは重合度の測定の際に用いられる標準物質である。これには、重合度毎の物質質量分率を認証したポリスチレン、ポリエチレングリコールなどがある。熱物性標準物質は、熱膨張率、熱拡散率、比熱の測定用のシリコン単結晶基板、ガラス状炭素である。今回の特集ではこれらの材料系標準物質は取り上げられないが、経産省管轄下の研究所としては、重要な分野である。これらの材料系の標準物質も含めて、それぞれ特徴ある NMIJ CRM の特性を理解して、測定の信頼性の向上や測定技術の改善に役立てていただければと思う。なお、NMIJ CRM の詳細は、NMIJ のホームページにも掲載されている。

<参考文献および WEB ページ>

1)"Primary methods of measurement and primary standards", T. J. Quinn, Metrologia 34 61(1997).

第 2 回 CCQM(1996)議事録

(<http://www.bipm.org/utills/en/pdf/CCQM2-EN.pdf>) にも言及がある。

2) NMIJ について

・ NMIJ のホームページ : <https://www.nmij.jp/>

・ NMIJ CRM カタログ :

<https://www.nmij.jp/service/C/>

・ NMIJ の CMC について :

<https://www.nmij.jp/~imco/comp/>

3) メートル条約や MRA について

・ BIPM : <http://www.bipm.org/en/home/>

・ 経済産業省 :

<http://www.meti.go.jp/committee/materials/downloadfiles/g50913a46j.pdf>

・ NMIJ : <https://www.nmij.jp/~imco/metric/>

4) 標準整備計画について

・ 最初の標準整備計画 :

<https://www.nmij.jp/info/planning/srm2006.pdf>

・ 2020 年までの整備計画 :

<https://www.nmij.jp/info/planning/3kikeikaku20120614.pdf>

・ 計量法における標準物質の効率的な供給 :

https://www.nmij.jp/service/C/kyokyutaikei_200510.pdf

5) 基幹比較データベース (KCDB) について

・ BIPM のホームページ : <http://kcdb.bipm.org>

・ CMC のリスト :

<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>

6) 計量法、JCSS について

・ 電子政府窓口 (e-Gov) :

<http://law.e-gov.go.jp/htmldata/H04/H04H0051.html>

・ 経産省の解説 :

<http://www.meti.go.jp/topic/downloadfiles/e90608kj.pdf>

・ 経済産業省、計量制度 :

<http://www.meti.go.jp/policy/economy/hyojun/index.html>

・ 製品評価技術基盤機構 :

<http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/lab/index.html>

・ 化学物質評価研究機構 :

http://www.cerij.or.jp/service/08_reference_material/JCSS_01.html

本稿は、一般社団法人日本環境測定分析協会が発行する「環境と測定技術」から許可を得て転載したものです。転載について快諾下さった一般社団法人日本環境測定分析協会及び執筆者に感謝いたします。

JCSS 標準物質の供給拡大

一般財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部技術第二課
田原佳子

「計量標準の整備及び利用促進に関する検討会」が開催（平成 24 年 12 月から平成 25 年 4 月までに計 5 回開催）され、「計量標準に関する新たな整備計画及び利用促進方策」が取りまとめられた。これは、第 4 期科学技術基本計画（平成 23 年 8 月 19 日閣議決定）を背景とする“新たな知的基盤整備計画の策定”を踏まえ、知的基盤整備特別委員会（平成 24 年 4 月から 8 月開催）の中間報告で示された方針・方策に沿って、具体的な整備計画と利用促進方策について検討されたものである。

この「新たな整備計画」とは、平成 13 年頃から開始した第 1 期整備計画（平成 22 年度までに標準物質 250 種類程度整備）に続く、第 2 期整備計画（平成 34 年度までに標準物質 260 種類程度整備）である。この中で整備する標準物質について緊急性、重要性、継続性などのニーズを勘案して優先順位づけをすることとなっている。その内容としては、RoHS 規制等の緊急対応が必要なもの、周期表の基本的な元素や種々の分析に利用される有機物質などの基本的物質、法令による規制物質、公定法に規定される物質、準規制物質、組成標準物質が挙げられている。また、法令による規制物質や公定法に規定される物質のうち、ユーザーのニーズが高く供給量が比較的多いとされるものについて、JCSS（計量法トレーサビリティ制度）として供給する方針となった。

JCSS で供給される標準物質は JCSS ロゴマーク入りの証明書が添付されており、各標準物質の製造者でもある登録事業者において jcss

ロゴマーク入り証明書付きの特定二次標準物質により値付け（校正）されている。この特定二次標準物質は、経済産業大臣が指定した指定校正機関である一般財団法人化学物質評価研究機構（CERI）において特定標準物質により値付け（校正）されたものである。さらに、CERI の持つ特定標準物質の濃度は、国家計量機関である国立研究開発法人産業技術総合研究所計量標準総合センターの認証標準物質（NMIJ CRM）を介して国際単位系（SI）にトレーサブルであることから、これら一連の校正の連鎖により、JCSS 標準物質の濃度は SI へのトレーサビリティが確保されていると言える。

平成 28 年度までに整備する計画となっている標準物質のうち、JCSS として供給する標準物質 4 種類（エタノール標準ガス（低濃度域の濃度範囲拡大）、臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液、揮発性有機化合物 25 種混合標準液）について、平成 27 年 7 月に開催された計量行政審議会計量標準部会において審議され、平成 27 年 11 月 2 日付の官報告示により、特定標準物質として指定された。今回は、これら 4 種類の標準物質について、JCSS による供給が必要とされる背景等を中心に紹介する。

●エタノール標準ガス（低濃度域の濃度範囲拡大）

エタノール標準ガスはアルコール測定器の校正等に用いられている標準ガスである。計量計測トレーサビリティ体系が明確な校正に対

する要望の高まりから、100 vol ppm 以上 500 vol ppm 以下の濃度範囲のエタノール標準ガスが開発され、平成 13 年に特定標準物質として指定された。

近年、飲酒運転による死亡事故が相次いで発生したことを受け、飲酒運転に関する法・規制の罰則規定が厳格化された。平成 21 年に国土交通省より発表された「事業用自動車総合安全プラン 2009」では、飲酒運転根絶のための重点施策として「点呼時におけるアルコールチェッカーの使用の義務付け」、「飲酒運転に対する行政処分の強化」、「アルコール・インターロック装置の普及」が具体的に記された。また、旅客自動車運送事業運輸規則及び貨物自動車運送事業輸送安全規則の改正を受けて、平成 23 年 5 月 1 日から運送事業者が運転者に対して実施することとされている点呼作業において、運転者が酒気帯び状態でない事の確認をアルコール検知器等を用いて行い、その記録を保管することが義務付けられた。これに伴い、使用する検知器等の機器について、アルコールを正しく検知することを定期的に確認することが必要となった。

一方、欧米では、飲酒運転違反者の免許停止処分の代替措置として、アルコール・インターロック装置の装着義務化等の対策が行われており、それに伴いこの装置の技術基準も策定されている。日本でも国土交通省により、「呼気吹込み式アルコール・インターロック装置の技術指針」が平成 24 年 4 月 4 日に策定された。この技術指針には乾燥試験ガスを用いた性能試験に関する内容が記載された。

以上のことから、現在 JCSS による供給が可能であるエタノール標準ガスの濃度範囲（100 vol ppm 以上 500 vol ppm 以下）よりも更に低濃度のエタノール標準ガスが必要となった。

運送業者において使用されるアルコール検知器や車載されるアルコール・インターロック装置の使用目的を鑑みると、これらの装置に対

して、SI へのトレーサビリティが確保されたエタノール標準ガスを用いた校正が行われることが望ましいと考えられたため、低濃度域側を 20 vol ppm まで拡大し、より低濃度のアルコールを検出する必要がある装置の校正等に、JCSS 標準物質を使用することが可能となった。

●臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液

臭素酸及び塩素酸は、浄水場等における水道水の消毒過程で使用される次亜塩素酸ナトリウムに不純物として含まれている物質であり、臭素酸は、オゾン処理における副生成物として生成されることも報告されている。平成 16 年の水道水質基準改正において、臭素酸が水質基準項目として追加され、基準値（0.01 mg/L）が設定された。平成 20 年には、塩素酸が水質基準項目として追加され、基準値（0.6 mg/L）が設定された。測定方法として、臭素酸はイオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法が、塩素酸はイオンクロマトグラフ法が採用されており、それぞれ、臭素酸イオンあるいは塩素酸イオンとして測定している。

水道法における水質基準項目等に設定されている、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を行うと同時に、SI 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。また、平成 27 年 4 月に、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）が改正され、「試薬における標準原液」として「計量法に基づく証明書が添付されたもの」（JCSS 標準液）が使用できるようになった。今回、臭素酸イオン標準液及び塩素酸イオン標準液が JCSS 標準物質に追加されることにより、これら規制項目に関する測定に JCSS 標準物質を使用することが可能となった。

●揮発性有機化合物 25 種混合標準液

ベンゼン、ジクロロメタン、トルエンなどの揮発性有機化合物は、産業界において各種洗浄剤や溶剤として幅広く使用されている物質であるが、環境中に排出されると環境汚染や健康被害を引き起こすことから大気汚染防止法、水質汚濁防止法等により規制されている。現在、ベンゼン、トルエン等の分析機器校正用に使用できる標準物質は、揮発性有機化合物 23 種混合標準液として JCSS により供給されている。

1,4-ジオキサンは、有機合成用溶媒や各種溶剤などに用いられており、吸入によるめまい、吐き気等の急性毒性を示すため、ヒトの健康に係わる物質として水道水質基準項目（基準値：0.05 mg/L）に挙げられている。

また、tert - ブチルメチルエーテルは低沸点溶剤、ガソリンのオクタン価向上剤などに用いられており、発がん性が示唆され、水質管理目標設定項目（目標値：0.02 mg/L）として挙げられている。1,4-ジオキサン及び tert - ブチルメチルエーテルは、いずれも現在供給されている JCSS 揮発性有機化合物 23 種混合標準液に含まれていない物質である。

これらの物質の濃度を適切に評価するためには、公定法に準拠した適切な分析法を適用するだけでなく、SI にトレーサブルな標準物質による分析機器の校正が不可欠である。さらに、近年の機器分析の発達とともに、ガスクロマトグラフ質量分析計などを用いた多成分の一斉分析法が用いられるようになり、混合標準液の需要も高まっている。

そこで、既に供給されている揮発性有機化合物 23 種混合標準液に 1,4-ジオキサン及び tert - ブチルメチルエーテルを加えた揮発性有機化合物 25 種混合標準液を JCSS 標準物質に追加することで、1,4-ジオキサン及び tert - ブチルメチルエーテルを含む揮発性有機化合物について、分析機器の校正等に、より信頼性の高い標準物質を使用することが可能となった。

今回紹介した、エタノール標準ガス（低濃度域の濃度範囲拡大）、臭素酸イオン標準液、塩素酸イオン標準液、揮発性有機化合物 25 種混合標準液は、平成 28 年 4 月以降に JCSS 標準物質として供給できる体制が整った。登録事業者での準備が完了次第、順次供給される予定であるので、機会があれば、是非使用していただきたい。

現在、整備計画に挙げられている JCSS として供給予定の標準物質について、CERI を含め複数の関係機関が協力して開発を進めている。今後の予定としては、水道法の規制項目等を中心に、陰イオン界面活性剤 5 種混合標準液、非イオン界面活性剤標準液、ハロ酢酸 4 種混合標準液、フェノール類 6 種混合標準液、カビ臭混合標準液、全有機体炭素（TOC）標準液などを供給すべく準備を行っている。これらの標準物質についても、機会を見て紹介できればと考えている。

標準物質協議会見学会報告

一般財団法人化学物質評価研究機構

化学標準部技術第二課

坂崎千尋

平成28年3月4日（金）に、標準物質協議会主催の見学会が開催されました。本年度は、地方独立行政法人東京都立産業技術研究センターを見学させていただきましたので、報告いたします。

東京都立産業技術研究センターは、ゆりかもめ「テレコムセンター」駅の目の前に位置し、電車を降りて徒歩にてすぐに到着しました。当日は春の訪れを感じさせる陽気で、周辺には緑も多く、屋外を散策するのも非常に気持ち良さそうに感じられました。

目的地に到着してからは、まず会議室にて東京都立産業技術研究センターの概要説明をしていただきました。こちらでは、都内中小企業の技術支援を行う東京都の公設試験研究機関として、幅広い分野の技術相談や技術セミナー・講習会の開催、依頼試験や（共同）研究開発などが行われています。また、東京都立産業技術研究センターならではの試験を「都産技研ブランド試験」とし、無響室や残響室を設置した音響試験、雷などで機器に誤作動が起きないかなどを実験する高電圧試験、めっき・塗装複合皮膜の不具合解析から製品化支援までをトータルでサポートするめっき・塗装複合試験、平成27年11月からはLEDや太陽電池に関する光学特性計測技術など、より多くの中小企業が製品化や事業化に結びつけるよう試験事業を強化されているそうです。また、平成27年4月には、ASEAN地域に展開する日系中小企業の技術支援をするため、タイ王国にバンコク支所を開設したことも紹介されました。

続いて、二班に分かれて所内の見学に移りました。見学は、めっき技術に関する試験室、排水試験・溶出試験などを行う環境技術に関する試験室、各種放射線の計測など放射線試験に関する試験室、無機材料・高分子材料や金属などの分析を行う試験室など、比較的化学に近い分野の試験室・分析装置を見学させていただきました。また、分析装置と同時に、さまざまな標準物質も見ることができました。固体金属試料の合金成分元素の種類およびその含有量を測定するスパーク放電発光分光分析装置で使用される鉄鋼標準物質や、放射性物質の測定をするGe半導体核種分析装置で使用される標準線原などに加え、JCSS標準液も使用していただいているとのことでした。特に、環境技術に関する試験室では標準液を多く使用されているようですが、比較的測定頻度が高いTOCについては現在市販のJCSS標準液がなく、測定者がその都度原料を秤取り、前処理を行って標準液を調製するため手間がかかっていることや、有機標準液については種類が少なく、定量できる物質が限られている、といったお話を伺いました。TOC標準液や有機標準液については、あと数年のうちにJCSS標準液として追加・拡大予定として計画を進めているため、私たちの標準液開発業務の重要性と必要性とを改めて実感した時間でした。

今回、東京都立産業技術研究センターを見学させていただき、普段の業務で扱う分析装置や標準物質以外のものも多くご紹介していただ

いたことにより、標準物質の必要性や幅広さを改めて感じることができました。

最後に、このような貴重な機会を提供していただき、また非常にわかりやすくご説明いただ

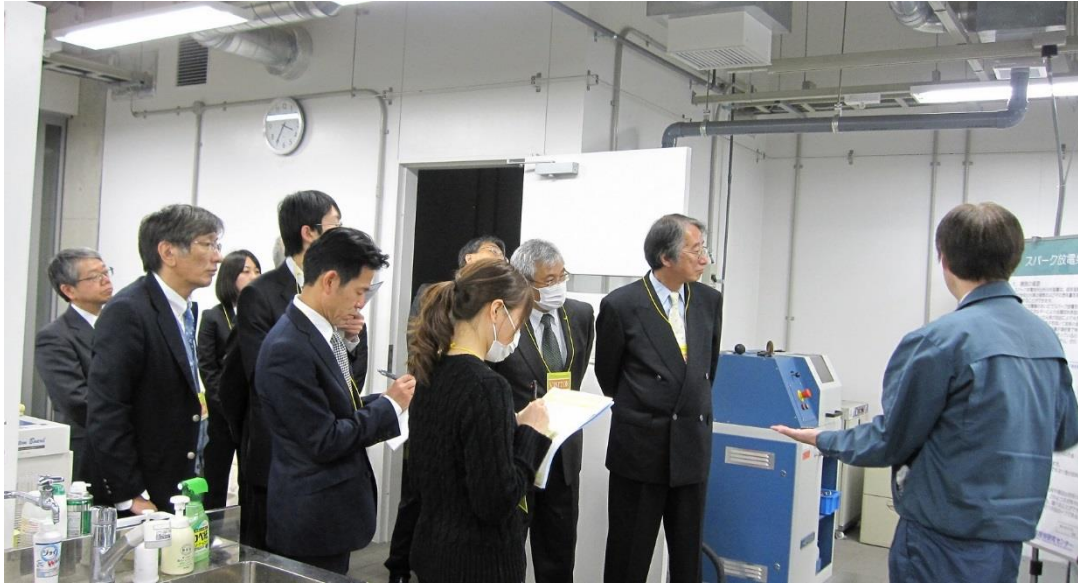
きました東京都立産業技術研究センターの関係者の方々にこの場をお借りして厚くお礼申し上げます。



研究センター 玄関付近



概要説明



試験室見学



試験内容説明

編集後記

やっと冬の寒い日から解放され、暖かい日が増えるにつれ、電車通勤の身としましては通勤時間帯も自然の芽吹きを楽しめる季節となりました。とは言いながら、花粉症の方にはつらい季節がもう少し続くのかもしれませんが。

皆さま いかがお過ごしでしょうか。

会報第 73 号をお届けいたします。

加藤様には、NMIJ CRM の国際的な位置づけとトレーサビリティの説明を通して、標準物質の信頼性の確保のための活動の現状、さらに JCSS 標準物質についても説明していただきました。トレーサビリティの確保された標準物質に関する重要な情報だと思います。

田原様には、“標準物質の整備計画”に基づく JCSS 標準物質の開発とその成果について投稿いただきました。今後も JCSS 標準物質をはじめとする信頼性の高い標準物質供給が計画

されています。2013 年から開始された標準物質の整備計画は、毎年の見直しを行いながら開発が進められています。読者の皆さまのご要望を取り入れて必要な標準物質の供給が行われるよう皆さまのお声をいただければと思います。

坂崎様には、3 月 4 日に開催されました見学会の報告を書かせていただきました。千葉会長にアレンジいただき、多くの方に見学会にご参加いただきました。普段はなかなか見ることができない試験室の見学や業務内容を説明いただき貴重な経験となりました。

皆様方のご協力によりまして第 73 号を発行することができました。引き続き、皆様からのご寄稿をいただきたく、よろしくお願い申し上げます。

(四角目)



(埼玉県宮代町に咲く白梅です。)

〒345-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地

一般財団法人化学物質評価研究機構内

標準物質協議会 事務局 四角目和広

Tel. 0480-37-2601 Fax. 0480-37-2521

E-mail shikakume-kazuhiro@ceri.jp