

標準物質協議会

# 会 報

1991・3

第 16 号

Japan Association of Standard Substances

## 標準物質とは

標準物質とは、測定器の校正、測定方法の評価、あるいは物質の値付けの標準として用いられる素材又は物質で、その一つ又はそれ以上の特性値がこれらの目的に使用されるのに十分な程度で確定されているものを言い、これを使用することによって、物理的、化学的、生物学的又は工学的量の測定又は付与された値が、異った2箇所間で共用することを可能とするものである。

## COMARについて

通商産業省通商産業検査所

化学部長 平井 信次

### 1. はじめに

標準物質の有効利用、供給体制整備を推進するためには、標準物質に関する適切な情報把握が是非必要であり、このためのデータベース構築が望まれていたが、1990年5月に標準物質の国際的なデータベースとしてのCOMARが国際間の協力関係が成立し、日本でもCOMARデータが利用できるようになったので紹介する。

### 2. 経緯

フランスのLNE (Laboratoire National d'Essais パリ)は1970年末頃から標準物質データベースとしてCOMAR(COde de Indexation des Materiaux de Reference)を企画

し、これを国際的なデータベースとして推進するようISO/REMCO (ISO標準物質委員会)に提案した。

1984年から、ECの共同開発プログラムとしてフランス、英国、西ドイツの関係機関の協力による構築作業が行われ、約3000件のデータが蓄積された。その後、米国がこれに参加し、更に1989年末にソ連が参加することになった。

LNEはこのような国際協力の環の拡大を受け、1990年当初にCOMAR協力機関の協力関係とその運営を明確にするためのCOMARメモランダムを作成し、各協力機関にメモランダム調印の呼びかけを行った。この際、日本、中国にも調印参加について連絡があっ

た。

日本からは、かねてより工業技術院が企画する国内標準物質のデータベース構築に協力していた通商産業検査所が関係者の了解を得てこの調印に参加した。調印は5月16日にパリにおいてフランスを含む7カ国の7機関が出席して行われた。調印参加機関は表1に示すとおりである。

調印後、データ提供について要請があり、日本からは日本鉄鋼標準試料（社）日本鉄鋼協会）の一部とNIES環境標準試料（国立環境研究所）の計169物質のデータを初めて送付した。また、第2回分として、日本鉄鋼標準試料、粘度計校正用標準液（計量研究所）、pH標準液（財化学品検査協会）の計191物質のデータを送付した。

### 3. COMARの概要

#### (1) COMARの組織と運営

COMARの組織は中央事務局（CS）とナショナルコーディングセンター（CC）で構成される。CSは事務局業務を行うほか、各CCからのデータを統合して国際ナショナルデータベースとし、これをCCに配布する（初代のCSはLNEが担当）。CCは国内データの収集／コーディング、CSへのデータ送付、国際ファイルの国内提供などを行う。なお、BCRなどの国際標準物質やCCのない国のデータ登録はCSが行うとしている。またCC数は当面増やす考えはないようである。

COMARの運営は、CS、CCからの1名ずつの代表で構成される委員会により行われ、経費は原則としてそれぞれの自己負担としている。

#### (2) COMARシステムの基本構成

COMARの使用には次のシステムが必要である。

ハード・ソフト：

IBM-PC（又は互換機）、ハードディスク（20MB以上）、フロッピーディスクドライブ（3.5インチ／1.4MB）、ディスプレイ、プリンター、MS-DOS

データベース用プログラム：

INDEXATION（データ管理用）、

INTERROGATION（検索用）

このプログラムはdBASEⅢとCLIPPERコンパイラを用いて開発されたものである。

#### (3) データの登録・更新

データの登録・更新は年2回が予定されている。また、登録する標準物質はCRM（認証標準物質）であることが要請されている。

なお、CS、CC間のデータ交換はフロッピーディスクを行われる。

#### (4) データの内容

COMARデータは物質ごとに次の一般情報と特性情報で構成されている。

一般情報：登録コード、標準物質名称・記号、使用上の情報（入手上の制限、容器、内容量など）、分野（表2に示す）、形状、作成年、製造者（名称、住所、電話・FAX番号、担当者）、国内のデータ。

特性情報：特性情報は認証されている特性とその値など標準物質情報として最も重要な部分であるが、特性のタイプに応じ、次の4種類に分類されている（〔 〕内は特性名の表し方を示す）。

##### ① 元素組成

(ELEMENTARY COMPOSITION)

〔元素記号〕

##### ② 分子組成 (MOLECULAR COMPOSITION)

〔C A S 番号〕

③ 物理特性 (PHYSICAL PROPERTY)

〔I S O 31の量・単位の記号〕

④ 協定特性

(CONVENTIONAL PROPERTY)

〔記述による〕

この特性の分類ごとに入力データのフォーマットが別で、データ内容も少し異なっているが、基本的には、特性名、認証値、精度、単位などの項目で構成されている。

特性のコーディングについては、灰分、強熱残分などが入力できない、①、②では説明欄がないため、例えば、特性が元素組成で鉄の場合、F e と入力するだけで、それが全鉄分か 2 価の鉄かの区別ができないなどの若干の問題点がある。これらは、データの精細化より検索速度を優先するその開発方針によったためといえるが、コーディングに際しては割り切りが必要である。

(5)検索

検索の方法には、分野、標準物質名称、形状、製造者、国名、特性のうちの一つ又はそれらの組合せによって検索する方式と標準物質記号のみによって検索する方式の二つの方式がある。使用目的に合致した物質を探すなどの一般的な検索は前者の方式を使うが、後者は物質の記号が既知でその物質の詳細情報を知りたいときにのみ使われる。

検索の一例として、求める特性が元素組成で材質が合金の標準物質を検索するときは次の手順で行う。

- ①特性の種類を選択 (元素組成を選ぶ)
- ②分野 (画面の分野の表を参照して選ぶ)
- ③主成分の元素とその数値 (合金の材質を指定する)
- ④必要とする元素とその数値

上記の③、④の特性値入力、必要な数値を挟み込むように、下限、上限の二つの値を指定する。また、検索の結果、ヒット件数が多過ぎる場合は、元素と特性値のより詳しい情報や、形状、製造者、国名などによって更に絞り込む。

(6)COMARデータの現況

国際データベースの現バージョン (10/90) には、4623件が登録されている。国別では、多い方から英国 (1768件)、フランス (1023件)、次いでドイツ、米国の順となっている。分野別では、非鉄 (26%)、鉄鋼 (19%)、物理・協定 (19%) の分野が多い方である。非鉄、鉄鋼はすべて分析用標準であり、物理・協定では粘度標準液、硬さ標準などが件数の点で目立っている。

4. データ提供について

データの提供方法は各CCに任されている。フランスでは国内で普及しているMINITELを利用したオンライン提供が行われているが、他のCCでは、オンライン方式まで至らず、電話問い合わせ等によっているようである。

最近、CSはフロッピーディスクによるデータ提供を認めており、この場合、必要機器が用意されていること、ディスクのコピーをしないことなどを承認条件とした契約書をCCと利用者の間で取り交わすこととしている。

日本国内におけるデータ提供については、オンライン提供の整備は困難なので、電話問い合わせとフロッピーディスクによる提供が現実的であると考えている。

なお、国内提供の具体的な方法については、末尾の“COMARの利用について”を参照してください。



## 5. 終わりに

COMARは前述のように発足以来、日も浅く、データ数もまだ十分ではないが、今後の各国関係者の努力によって充実が図られることと思いますので、COMARの活用をお願いする次第です。また、日本の今後のCOMAR協力を一層推進するためには、標準物質情報に関する全国的、全省庁的な協力体制の整備と標準物質認証システムの明確化が必要であり、早急な実現を切望します。

### \*\*\*\*COMARの利用について\*\*\*\*

(電話問い合わせによる利用)

電話又はFaxにより下記にご連絡ください。

通商産業省通商産業検査所

〒151 東京都渋谷区西原2-49-10

Tel 03-3481-1921

Fax 03-3481-1920

化学部化学課 (内線: 514)

(フロッピーディスクによる提供)

詳細については上記の連絡先にお問い合わせください。

なお、COMAR使用には、IBM-PC (又は互換機)、ハードディスク (20MB以上)、フロッピーディスクドライブ (3.5インチ/1.4MB)が必要です。また、使用の申込は機関・団体・企業単位でお願いします。

\*\*\*\*\*

表1 COMARメモランダム調印参加機関

|                                                                                                             |         |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Laboratoire National d'Essais<br>PARIS (France)                                                             | Code 02 |
| Standard Reference Materials<br>National Institute of Standards<br>and Technology<br>GAITHERSBURG, MD (USA) | Code 04 |
| Bundesanstalt für<br>Materialforschung und -Prüfung<br>BERLIN (FRG)                                         | Code 04 |
| Laboratory of the Government<br>Chemist<br>TEDDINGTON (UK)                                                  | Code 05 |
| All-Union Scientific and Research<br>Institute of Metrology of Reference Materials<br>SVERDLOVSK (USSR)     | Code 06 |
| International Trade and Industry<br>Inspection Institute<br>TOKYO (Japan)                                   | Code 07 |
| National Research Centre<br>for CRMs<br>BEIJING (PR China)                                                  | Code 08 |

表2 分野の分類

Ferrous RMs

- \*RMs of general interest for analyses & tests in steel industry (pure metals)
- \*Unalloyed steels (EURONORM classification)
- \*Low alloy steels (EURONORM classification)
- \*High alloy steels (EURONORM classification)
- \*Raw materials
- \*By-products
- \*Cast irons
- \*Special alloys
- \*Other metallurgical RMs for steel industry

Non Ferrous RMs

- \*RMs of general interest for analyses & tests in non ferrous metallurgy (pure metals)
- \*Very light elements (Li, Be), alkalines, alkaline earths
- \*Al, Mg, Si, & alloys
- \*Cu, Zn, Pb, Sn, Bi, & alloys
- \*Ti, V & alloys
- \*Ni, Co, Cr & refractory metals
- \*Precious metals
- \*Rare earths, Th, U & transuranic elements
- \*Raw materials & by-products
- \*Other RMs for non ferrous analyses & tests

Inorganic RMs

- \*General interest products & reagents (pure)
- \*Mineral raw materials & by-products
- \*Glasses, refractories, ceramics, mineral fibers
- \*Building materials, cements, plasters
- \*Fertilizers
- \*Gases & gas mixtures
- \*Industrial acids & bases
- \*Oxides, salts
- \*Other inorganic RMs

Organic RMs

- \*RMs of general interest for analyses of organic substances (pure)
- \*petroleum products & carbon derivative
- \*Synthetic base products & large intermediates
- \*Flowing organic products (solvent, gases & gas mixtures,...)
- \*Plastics & rubbers, organic fibers
- \*Paints & varnishes, dyes
- \*Tensio-actives, perfumes
- \*Pesticides & phytocides
- \*Fine chemistry
- \*Other RMs for analyses of organic substances

RMs with physical and conventional properties

- \*RMs with optical properties
- \*RMs with mechanical properties
- \*RMs with electrical & magnetic properties
- \*RMs for frequency
- \*RMs for radioactivity
- \*RMs for thermodynamics
- \*RMs for physico-chemical properties
- \*Other RMs with physical & conventional properties

Biological & clinical RMs

- \*RMs of general interest in medicine
- \*Clinical chemistry
- \*Pathology & histology
- \*Hematology & cytology
- \*Immunohematology, transfusion, transplant
- \*Immunology
- \*Parasitology
- \*Bacteriology & mycology
- \*Virology
- \*Other biological & clinical RMs

RMs for the quality of life

- \*Environment
- \*Foodstuffs
- \*Consumer products
- \*Agriculture (soil plants,...)
- \*Legal controls, criminology
- \*Other RMs for quality of life

RMs for industry

- \*Raw materials & semi-finished products
- \*Building, public works
- \*Transportation, communications
- \*Electricity, electronics, computer industry
- \*Geology, ores
- \*Measurement & test techniques-instrumentation
- \*Fuels
- \*Other RMs for industry

# 原子力分野における標準試料の製作

日本原子力研究所分析センター

高 島 教一郎

## 1. はじめに

日本原子力研究所が製作、頒布している原子力関係の標準試料は、次の二つに大別できる。一つは核燃料であるウランであり、他は原子炉を構成する材料に関するものである。ウランについては、分析対象別に微量不純物定量用、U-235の濃縮度測定用、純分定量用の3種類がある。材料分析用の標準試料には、組成分析用の耐熱合金（ニッケル基、鉄基）と核燃料被覆材のジルコニウム及びその合金分析用などがある。以下にそれぞれの調製概要と、最近製作の完了したジルコニウム合金標準試料の調製過程について紹介する。

## 2. ウラン標準試料

1963年、原研の核燃料・炉材料等分析委員会の元にウラン分析専門部会を組織し、発光分光分析法で八酸化三ウラン ( $U_3O_8$ ) 中の不純物を定量するための標準試料を調製した。それらは13元素について正確な表示値が付いているので、米国の New Brunswick Lab. が頒布していた同種の標準試料に取って代るものである。これは高純度  $U_3O_8$  に13種類の不純物元素を溶液にして添加し、乾燥、加熱酸化したものである (JAERI-U1, No. 1 ~ No. 5)<sup>1)</sup>。ウラン同位体比測定用の標準試料は研究用原子炉の燃料として輸入した高濃縮ウラン (U-235: 90 atom %) を天然ウランで希釈し、0.7~20atom% (5種類) に調製したものである (JAERI-U3, No. 1 ~ No. 5)<sup>2)</sup>。更に、低濃縮ウラン同位体比測定用として、0.2~4.5atom% (6種類) の標準試料も調製した (U 5, No. 1 ~ No. 6)<sup>3)</sup>。

これらはいずれも  $U_3O_8$  の粉末で、2分析所の表面電離質量分析法による定量値から表示値を決定している。また、ウラン純分定量用の高純度金属ウラン (JAERI-U4, U: 99.99%、チップ状試料) も製作した<sup>4)</sup>。ただし、ウランは1974年に国際規制物質に指定され、科学技術庁の許認可を受けないと使用できない。

## 3. 耐熱合金標準試料<sup>5)</sup>

1970年、同委員会の元に炉材料分析専門部会を組織し、主としてニッケル基・鉄基耐熱合金の組成分析用で、インコネルX750 (JAERI-R1~R3)、インコ713C (R4)、インコネル600 (R5, R6)、インコロイ800 (R7, R8)、ハステロイX (R9) の5種類、9試料を調製した。これらはいずれもディスク状 (直径30、厚さ25mm) で、主として蛍光X線分析用であるが、R5~R9については化学分析用のチップ状試料もあわせて作製した。ニッケル、鉄、クロムの他に炭素、硫黄、リンなど18元素について表示値、参考値がある。

## 4. ジルコニウム合金標準試料

軽水形発電用原子炉の核燃料被覆材として使用されているジルカロイ-2分析用の標準試料である。1965年同委員会の元にジルカロイ分析専門部会を組織し、ジルカロイの合金成分と不純物定量用及びガス成分定量用の標準試料4種類、10試料を調製した。合金の種類はジルカロイ-2 (Z1~Z3, Z8, Z9, Z10)、ジルコニウム-ニオブ合金 (Z4~



Z7)である。試料調製方法、分析方法などについては原研の報告書にまとめられている<sup>6,7)</sup>

これらの標準試料は、頒布開始後数年で在庫切れとなった。その後所外から再調製の強い要請もあり、1978年に第二次ジルカロイ分析専門部会を組織し、これらの標準試料を更新することにした。しかし、単なる更新ではなくここでの重要な課題は、当時、日米間で摩擦を生じていたハフニウムについて正確な表示値を付けることであった。このためには、ハフニウム含有量が50ppmを下回るジルコニウム・スポンジを多量に確保することが不可欠であり、その調査を行なったが、入手は諸般の事情から困難であることが分かった。このため原研で別途調製し、保存していた2種類の高純度ジルコニウム（ハフニウム含有量2.37ppm）をこの目的に使用することにした。分析機器の校正には3個の標準試料があれば十分であるが、このような理由でハフニウム定量用の標準試料は5個で構成している。これらは主に蛍光X線分析用に使用される。

#### 4.1 素材の作製<sup>8)</sup>

Z11～Z14の素材は次のようにして作製した。原料のジルコニウム・スポンジで配合する各種金属成分を包み込み、加圧してコンパクトにする。これらを真空中で溶接して1本の棒にする。これを電極として真空アーク溶解炉中で溶解し、均質性を高めるために再度溶解する。出来たインゴットを成形し、熱間鍛造して直径40mmの丸棒とする。この丸棒の先端部、中心部、底部から金相試験用の試料片を採取した後、旋盤で長さ25mmに切断してディスクをつくり、棒の先端部から順に番号をつけた。切断の時に出来た突っ切り屑（ターニング）も先端部から順に番号を付けた袋

に入れて保存した。

この作製法の問題は、配合成分を目標値近くに溶製すること、各成分の均質性を確保することなどが困難な点にある。

Z15, Z16の素材である高純度ジルコニウムは次のようにして作製した。原子炉級ジルコニウム（Hf80～100ppm）からチオシアン酸塩溶媒抽出法でハフニウムを分離・除去し、酸化物に変換した後、マグネシウムで還元、できたジルコニウム・スポンジを電子ビーム炉で溶解、熱間圧延して板状試料を作製する。

#### 4.2 均質性試験

合金成分であるすず、鉄、ニッケル、クロムの均質性試験は、蛍光X線分析法で、また、ハフニウムは<sup>181</sup>Hf及び<sup>179m</sup>Hf核種を用いる中性子放射化分析法で行なった。試験用試料は、乱数表を使ってディスク、板共に9個に1個の割合で抜き取った。均質性の基準は使用目的を考慮して、合金成分では定量値の相対標準偏差1%以内、ハフニウムでは2%以内に目標を設定し、これらの目標を通過した範囲の試料について表示値決定のための共同分析を行なった<sup>8)</sup>。

#### 4.3 表示値の決定<sup>9)</sup>

4.1で保存していたターニングのうち、4.2の試験を通過した範囲内にある番号のターニングを表示値付けの分析試料として、参加分析所に配布した。合金成分及び不純物の表示値原案は、精密電量法、滴定法、抽出光度法、同位体希釈質量分析法（IDMS）、原子吸光法、誘導結合高周波プラズマ発光分光分析法（ICP-AES）などによる共同分析結果を基にしてまとめた。ハフニウムの定量は、IDMS<sup>10)</sup>を基準分析法として、同位

体希釈放射化分析法 (IDNAA)<sup>11)</sup> を支援分析法と位置付け原研で実施した。両方法で J A E R I - Z11~Z16の分析に先立ち、N I S T から提供された同種類の S R M1234~1239を定量した。その結果は N I S T で行った同位体希釈スパークイオン源質量分析法(IDSSMS)<sup>12)</sup> による結果と一致したことから2分析所間で系統誤差のないことが確認された。そこでZ11~Z16のハフニウム表示値原案はIDMSによる定量値の整数値とした。その後、これらの表示値案は同委員会に諮られ審議の上決定された。

## 5. 標準試料の利用

広い濃度範囲 (2~220ppm) でハフニウム定量用の標準試料が得られたので、日常分析法として用いられる I C P - A E S によるハフニウム定量の正確さを検証するための共同実験を I C P 装置メーカー5社を含む15分析所で行なった。共同実験で得られた結果は図1に示すとおり、極めて良好なものであった。この方法は中村ら<sup>13)</sup> によって提案されたもので、後日 J I S 法として制定された。共同実験で得られた教訓は、“I C P - A E S によるハフニウムの定量で、正確な値を得るためには、マトリックス・マッチング及び標準溶液調製用の標準物質に信頼出来るものを使用しなければならない” というごく当たり前の結論であった。この結論を踏まえて、原研では1987年に酸分解し易いチップ状の金属ハフニウム標準物質 (J A E R I - Z19, H f : 97.8%, Z r : 2.13%) を調製した<sup>14)</sup>。更に、工程管理分析に I C P - A E S が多く使用されるようになり、1989年これに対応するためチップ状標準試料 (Z21: ジルコニウム、Z22: ジルカロイ-2、Z23: ジルカロイ-4) も

調製した<sup>15)</sup>。

この他に、ジルカロイ中のガス成分分析用標準試料としてZ17, Z18 (炭素定量用) やZ20 (酸素、窒素、水素定量用) も頒布している<sup>16)</sup>。これら一連の標準試料について、合金成分を含めた表示値あるいは参考値の一覧表を表1に示す。

## 6. むすび

当分析センターでは、高純度黒鉛分析用の標準試料の製作を関係者の協力のもとに実施している。また、ウランの分析法についても見直しを迫られている。昨今のように、分析機器が普及するのに伴って機器校正用の標準試料の需要はますます増加することは間違いない。一方、原研においても、表示値を付ける質の高い化学分析技術を持った人員の不足が加速度的に進行している。更に、原子力研究所の性格から、予算面の制約などがあり多量の標準試料が調製できない。このような現実から、標準試料の製作、表示値付けの化学分析、表示値の認証、供給等に関する一元化した公立機関の早期設立などが望まれる。標準試料に対する高い見識を各機関内で呼びおこすことも大切であろう。

標準試料の調製あるいは表示値決定のための化学分析において、多くの機関の方々のご協力を戴きました。改めて深謝致します。



## 参考文献

- 1) 核燃料・炉材料等分析委員会：“分光分析用U308標準試料の調製”、J A E R I 1112(1966)。
- 2) 同上：“二酸化ウランの分析”、J A E R I 4053(1971)。
- 3) 田村修三、橋谷 博(編)：“濃縮度測定用ウラン同位体標準試料J A E R I - U 5”、一製作と表示値決定一、J A E R I - M 82-053(1982)。
- 4) 橋谷 博、星野 昭、安達武雄：“純分定量用金属ウラン標準試料J A E R I - U 4”、J A E R I - M 5343(1973)。
- 5) 核燃料・炉材料等分析委員会：“原子炉用ニッケル基、鉄基耐熱合金の分析”、一標準試料の作製と分析方法の開発一、J A E R I 1249(1977)。
- 6) 同上：“ジルコニウムおよびジルコニウム合金の分析”、J A E R I 4050(1969)。
- 7) 同上：“ジルカロイ中の酸素、窒素、水素の分析”、J A E R I - M 4663(1971)。
- 8) 同上：“ジルコニウム及びジルコニウム合金標準試料J A E R I - Z11～Z18の作製”、J A E R I - M 83-241(1984)。
- 9) 同上：“ジルカロイ標準試料J A E R I - Z11～Z16の成分表示値の決定”、J A E R I - M 85-038(1985)。
- 10) S. Tamura and K. Tamura: “Department of Chemistry Progress Report”, JAERI-M 85-213(1986), P.71.
- 11) C. Yonezawa and T. Komori: Anal. Chem., 55, 2059(1983).
- 12) L. J. Powell and P. J. Paulsen: Anal. Chem., 56, 376(1984).
- 13) 中村 靖、能登善徳：分析化学、31, 425(1982)。
- 14) 高島教一郎、田村修三、渡部和男、大内 操、磯 修一、伊藤光雄、武石秀世、樋田行雄、田村公子、加藤金治、星野 昭：“ハフニウム標準物質J A E R I - Z19の製作”、J A E R I - M 88-116(1988)。
- 15) 核燃料・炉材料等分析委員会：“ジルコニウム合金分析用標準試料J A E R I - Z21～Z23の作製”、印刷中。
- 16) 同上：“酸素、窒素定量用ジルコニウム合金標準試料J A E R I - Z20の作製”、J A E R I - M 90-026(1990)。

図1 IDMSによるハフニウム定量値とICP(DCP)-AESによるハフニウム定量値(共同実験)との相関

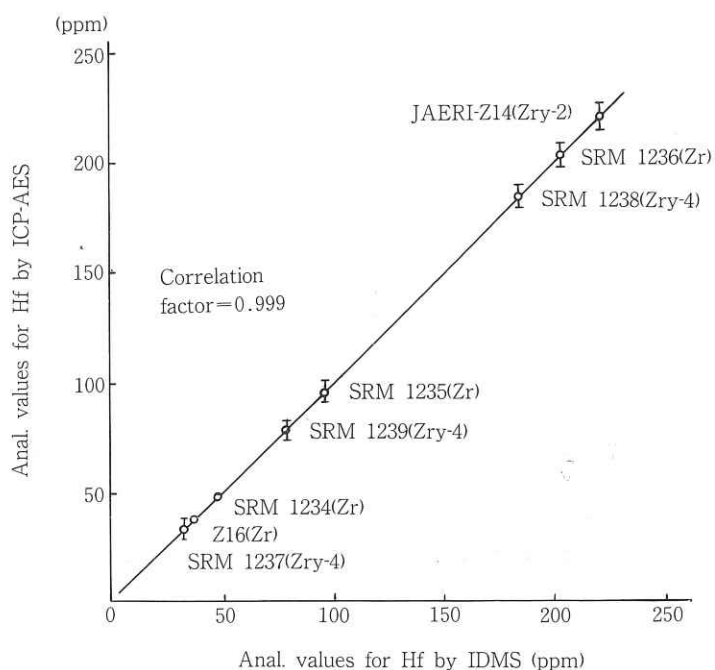


表 1 ジルコニウム関係標準試料の化学組成一覽表

| Reactor grade<br>Zry-2 |              | JAERI CRMs の表示値                      |       |       |        |     |     |                                 |     |                                      |     |                                           |           | ppm                                                                          |          |       |          |        |
|------------------------|--------------|--------------------------------------|-------|-------|--------|-----|-----|---------------------------------|-----|--------------------------------------|-----|-------------------------------------------|-----------|------------------------------------------------------------------------------|----------|-------|----------|--------|
| Spec.<br>(ASTM)        | Presence     | Zry-disk                             |       |       |        |     |     | Zr-platc                        |     | Zry-chip                             |     | Hf-chip<br>Z19                            | Zry-bar   |                                                                              | Zry-chip |       |          |        |
|                        |              | Z11                                  | Z12   | Z13   | Z14    | Z15 | Z16 | Z17                             | Z18 | Z20                                  | Z21 |                                           | Z22       | Z23                                                                          |          |       |          |        |
| Sn                     | 1.20 - 1.70% | 1.83                                 | 0.92  | 1.48  | 0.47   | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | 0.03     | 1.43  | 1.52     | Sn (%) |
| Fe                     | 0.07 - 0.20  | 0.209                                | 0.129 | 0.136 | 0.093  | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | (11ppm)                                   | —         | —                                                                            | 0.101    | 1.143 | 0.226    | Fe (%) |
| Cr                     | 0.05 - 0.15  | 0.041                                | 0.013 | 0.098 | 0.150  | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | 0.013    | 0.096 | 0.112    | Cr (%) |
| Ni                     | 0.03 - 0.08  | 0.021                                | 0.094 | 0.058 | <0.001 | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | (0.0005) | 0.050 | (0.0011) | Ni (%) |
| Hf                     | <100ppm      | 71                                   | 128   | 72    | 220    | 2   | 37  | —                               | —   | —                                    | —   | 97.8%                                     | —         | —                                                                            | 82ppm    | 35ppm | 73ppm    | Hf     |
| H                      | <25          | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | (6ppm)                                    | (5.3±1.1) | —                                                                            | —        | —     | —        | H      |
| N                      | <80          | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | (250)                                     | 0.0036    | —                                                                            | —        | —     | —        | N (%)  |
| O                      | 900-1500     | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | 0.128     | —                                                                            | —        | —     | —        | O (%)  |
| B                      | <0.5         | 1.1                                  | 3.7   | <0.2  | <0.2   | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | <0.2                                                                         | <0.2     | <0.2  | <0.2     | B      |
| Cd                     | <0.5         | <0.1                                 | <0.1  | <0.1  | <0.1   | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | <0.1                                                                         | <0.1     | <0.1  | <0.1     | Cd     |
| Al                     | <75          | 15                                   | 86    | 53    | 130    | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | 22                                                                           | 39       | 41    | 41       | Al     |
| C                      | <500         | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | (136)                                     | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | C (%)  |
| Cu                     | <50          | 40                                   | 98    | 8     | 11     | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | 2                                                                            | 8        | 8     | 8        | Cu     |
| Mn                     | <50          | 5                                    | 28    | 4     | 7      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | 11                                                                           | 6        | 17    | 17       | Mn     |
| Si                     | <120         | 57                                   | 95    | 21    | 124    | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | 18                                                                           | 89       | 23    | 23       | Si     |
| Ti                     | <50          | 28                                   | 93    | 4     | 3      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | (9)                                                                          | (3)      | (6)   | (6)      | Ti     |
| Li                     | <1(Sp.)      | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | Li     |
| U                      | <3.5         | 0.8                                  | 1.1   | <0.5  | 0.5    | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | <1                                                                           | 1.1      | <1    | <1       | U      |
| Ca                     | <30          | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | Ca     |
| Co                     | <20          | 6                                    | 20    | <3    | 49     | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | <2                                                                           | <2       | <2    | <2       | Co     |
| Mg                     | <20          | —                                    | —     | —     | —2     | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | Mg     |
| Mo                     | <50(Sp.)     | 10                                   | 46    | <2    | <2     | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | Mo     |
| Pb                     | <130         | 12                                   | 11    | 5     | 3      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | (2)                                                                          | (2)      | (3)   | (3)      | Pb     |
| Ta                     | 200          | —                                    | —     | —     | —      | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | —                                                                            | —        | —     | —        | Ta     |
| W                      | <100         | 13                                   | 32    | 7     | 43     | —   | —   | —                               | —   | —                                    | —   | —                                         | —         | <10                                                                          | <10      | <10   | <10      | W      |
| Cf                     | Sp           | ジルカロイ-2<br>32×20mm, 115g<br>1983年 発行 |       |       |        |     |     | ジルコニウム<br>30×30×2mm<br>1983年 発行 |     | ジルカロイ-2, -4<br>1びん20g 入り<br>1983年 発行 |     | Zr: 2.13%<br>ハフニウム<br>1びん2g 入り<br>1987年発行 |           | ジルカロイ-2 ジルコニウム<br>G×G×50mm 1びん20g 入り 1びん20g 入り<br>1989年 発行 1989年 発行 1989年 発行 |          |       |          |        |

( ) 内の数値は参考値

# 標準物質をめぐる最近の動き

標準物質協議会

副会長 福地 俊典

標準物質が学会や一部の産業界において注目され、行政面への対応が検討されはじめてから久しい。それにもかかわらず行政面での対応がはかばかしくないのはなぜだろうか。標準物質の必要性が、産業界からの声として大きく盛り上ってこない、何とか間に合っているのではないかという判断が、行政面での対応をにぶらせている原因の1つと言えよう。基本的には、計測についての考え方が、たゞメーターの指針を無条件に信用し、計測の基本となる標準物質の重要性について全く無関心であることが、大きく作用しているのかも知れない。

標準物質に関する行政面での対応の経過については、すでに各誌で紹介されている。ここでは、科学技術の基盤としての標準物質の重要性が各方面で取りあげられ、いろいろな委員会などの答申や建議として、最近少しづつ注目をあびはじめた動向について拾いだして見ることにしよう。

## 世界的動きとしてのREMCOの活動

標準物質は計測の「ものさし」であり、世界で共通のものでなければならない。標準物質は、変質のおそれや使えば減るという本質から、絶えず補充について配慮しなければならない。最高の技術を動員して標準物質はつくられるため、経済的負担が大きい。標準物質を、得意とする国がつくったものを世界で共通に利用することができれば、各国の経済的負担は少なくて済む。

このような考え方の下に、1976年国際標準

化機構の中に標準物質委員会（ISO/REMCO）を発足させた。REMCOは標準物質に関するガイド(30、31、33、35)を発表し、標準物質が権威のある認証標準物質として世界で共通に利用できる道を拓いたのである。

とくに、フランスにおいてはLNE（Laboratoire National d'Essais）内に標準物質についてのデータバンク（COMAR）を設置し、世界的なデータベースとして共同利用するようREMCOを通じて各国に呼びかけた。各国が各々データベースをもつことは不経済であるばかりでなく、標準物質を世界共通にするためには共同利用が効果的であるというのが提案理由である。イギリスと西ドイツが賛同して協力することになったのを契機に、1980年初COMARを所有するLNEが、COMAR MEMORANDUMを作成し各国に協力を呼びかけた。日本にも協力の呼びかけがあり、1990年5月16日LNEにおいて調印式が行われた。参加した国は、フランス、アメリカ、西ドイツ、イギリス、ソ連、日本、中国の7ヵ国である。

調印時にCOMARにインプットしている国別データ数は次の通りである。

|      |              |
|------|--------------|
| イギリス | 1770物質       |
| フランス | 970          |
| 西ドイツ | 527          |
| アメリカ | 175          |
| その他  | 259（大部分はBCR） |
| 計    | 3701         |

なお、各国の窓口となっている機関で変更が行われたのは



アメリカ NBS→NIST (National Institute of Standards and Technology)

イギリス NPL→LGC (Laboratory of the Government Chemist)

イギリスにおいては、標準物質はLGCに統一することとなった。

調印後日本に対しデータについての早期送付の要請があり、逐次データを送ることとなった。

一方、標準物質に関し、OIML (国際法定計量機関) のSP27 (幹事国ソ連) においてREMCOと同じようなテーマについて検討が行われていたが、REMCOと重複するとの批判が相次いでいた。1989年OIMLの事務局長により、ソ連もREMCOに参加することによりREMCOに一本化した方が重複が避けられるので、SP27の活動は当分中止するとの発言があり、今後はREMCOを中心に活動することとなった。

以上のように、REMCOの活動が具体的にフランスのCOMARを共同利用する点で1つの結論を得たことは、認証標準物質を世界共通のものとして利用することができるという画期的なものとして高く評価することができる。日本においても、COMAR利用について公式に調印したことにより、日本におけるデータベース (通商産業検査所所管) をCOMARにリンクすることによって世界の認証標準物質を利用することができることとなった。

#### 国内における最近の動き

##### (1) 過去における動きの大筋

昭和40年頃からトレーサビリティの確立の必要性が叫ばれており、昭和44年には工業技術院国際標準研究連絡会議の中に、標準物質懇談会が設けられた。昭和46年には(財)日本産業技術振興協会に設置された産業計測標準

委員会の中に標準物質専門委員会が設けられ、標準物質のトレーサビリティの確立、供給体制の整備などが論ぜられ、また昭和49年にはトレーサビリティ委員会がトレーサビリティのあり方について検討した。その後環境汚染が社会問題として深刻化しつつあることから、法対応をせまられ、計量行政審議会は有害物質の正確な測定を行うため、昭和49年5月計量法の一部を改正し、「公害計測用濃度計」を法定計量器に指定した。この公害計測器の目盛校正に用いる化学標準物質の国家標準のあり方について、昭和48年計量行政審議会はトレーサビリティ体系の下に標準の設定と供給のあり方を示した。この結果、現在行われている標準ガス・標準液の供給体系ができたのである。

##### (2) 標準物質の調査・認定基準作成調査委員会

前述のように、標準物質のあり方についての検討が重ねられたが、結果的には行政に反映されたものは公害関係などの特定の分野だけであった。

一方、標準物質について国際協調の場として発足したREMCOなどの活動が活発化するにつれて、国内の標準物質のあり方について検討する必要性が生じた。即ち、業界ごとにその必要性から個々につくられている標準物質を正確に把握すると共に、世界に対して窓口を一本化する必要がある。また世界に通用し、世界各国と協調するためには、REMCOのガイドに従って認証された認証標準物質でなければならない。国内における標準物質の事情を明らかにし、また海外における標準物質事情を調査することによって、標準物質の認証や供給体制の整備、新規標準物質の開発といった行政的対応を調査研究する必要がある。これらの目的に沿って調査研究するた

め、時和56年から昭和58年まで、工業技術院の委託により(財)日本規格協会内に本調査委員会が設定された。3カ年にわたる調査研究の結果、国内における標準物質の実態や海外における主要国の標準物質の実態が明らかにされたばかりでなく、標準物質の認証制度にたいする制度化の試案が提示された。

いままで、標準物質に関する議論が行われた中で、具体的に試案の形であっても、行政対応を促した調査研究として評価することができよう。

### (3)科学技術会議諮問第11号(新たな情勢変化に対応した長期的展望に立つ科学技術振興の総合基本政策について) 答申(S59・11・27)

科学技術政策のあり方を検討するために設けられた科学技術会議(科学技術庁所管)は、先進諸国にくらべ科学技術の基礎となる基盤技術の確立と整備の必要性を答申の形で次のように述べている。「……今後の研究開発を促進するため……同定や校正の基準となる標準物質……の開発供給機能の向上が特に必要である。」

科学技術会議は総理大臣が議長となり、関係各省庁大臣と学識経験者から構成されており、わが国における科学技術政策の根本を審議する機関があるだけに、この答申は重みをもち、各省庁がその具体化に向けての政策を打ちだす根拠となるものである。

### (4)行政改革の推進に関する答申(S60・7)

#### 研究開発の基盤整備の計画的推進

「……創造的な基礎的・先導的研究を推進するためには……研究開発を支えるより高度な機材・技術・標準物質や遺伝子資源等の多様な研究……が必要となっているが……国全体としては不十分である」と、標準物質にたいする対応が不十分であることを指摘し

ている。

### (5)産業技術白書(産業技術の動向と課題S・63通産省)

#### 研究支援基盤

##### 標準物質・微生物株等の供給体制

この中で「……先端技術開発の分野……評価を適正に行うには、評価の基準となる標準物質の安定な供給体制の確立が必要……」として、標準物質供給体制の整備の必要性を指摘している。

### (6)科学技術会議諮問16号に対する答申研究用資料

#### ①標準物質の信頼性確保の支援

標準物質の信頼性確保体制の不備による脆弱な国内体制を改善し、将来予測される標準物質の供給窓口の一元化を目指し、認証団体の設立を検討する。また国立試験研究機関では、特に基本となる標準物質等について、学会や供給機関等と連絡しつつ、作製方法、分析検査方法の研究を進め、民間の供給努力を支援する。

と具体的な行政施策にまで立入った答申を行った。

このことは、REMCOの活動など標準物質についての世界的動向を踏まえ、標準物質についての国内体制の早急な整備の必要性を強調したものとして重要な意味を持つものである。

### (7)標準物質懇談会の設置(日本規格協会 昭63. 9)

設立趣旨によれば「標準物質の重要性が高まり、わが国における夫々の分野別の整備状況は(標準物質の調査・認定基準作成調査委員会……前掲)の調査研究によっては、明らかとなったが、標準物質関係者の連絡会がない。本懇談会は相互のコミュニケーションを



とと共に、標準物質について今後のあり方などについて意思交換を行う」となっている。実際には、日本規格協会が事務局となって、工業技術院と標準物質関係者との意見交換を行い、標準物質についての国内窓口一本化、COMARに登録するための国内における標準物質の認証制度などについて、なんらかの成案を得ることにそのねらいがあるのではなかろうか。この懇談会での検討結果が、早急に行政に反映できれば、各種答申や意見が標準物質行政の一環として実現することとなり、標準物質もようやく日の当たる場所に顔を出したものと大きく評価することができよう。

#### (8)計量計測産業90年代ビジョン（通産省機械情報産業局 平成元年6月）

計量標準の確立と標準供給・校正サービス体制の整備

計量標準は計測の基本要素であるが、化学標準にその整備の遅れが関係者から指摘され……と公害計測を含む化学標準物質の整備の必要性を指摘した。

#### (9)工業標準化推進長期計画の策定に関する建議（平2、6）

日本工業標準調査会

##### 4. 4 標準物質の供給体制の整備等

研究開発の円滑な推進のための基盤、国内取引の基準等増大する標準物質へのニーズを踏まえ、また国際公共財としての標準物質の重要性を勘案し、標準物質に関する情報の収集・提供機能の整備及び標準物質供給体制の整備を図ることが必要である。当面、まず関係情報のデータベース化、国際協力への積極的対応（ISO/REMCO（標準物質委員会）等への対応）が重要課題であり、一部の化学物質の検定業務、標準物質関係情報の収集、整理等を行っている通商産業検査所の活

用等、情報面での国内体制の整備（標準物質情報センターとしての機能の確保）を図るべきである。また、中期的には、標準物質の認証システムの確立・トレーサビリティ確保等の点を含め、具体的な供給体制の整備を検討してゆく必要がある。……

と標準物質行政の方向とそのあり方について、具体的な施策の実現を要求している。この建議に基いて、さし当り日本規格協会に設けられた標準物質懇談会において、意見交換を交えて検討を行うものと思われるが、認証制度、標準物質一本化のための施策など積極的対応を希うものである。

#### (10)化学標準物質通則（JIS K 0501）の見直し（平2）

公害計測等に化学標準物質が不可欠なことから、化学標準物質に焦点を絞って、個々の標準物質JIS化のための通則が作成された。昭和49年制定である。当時、標準物質のJIS化にはいろいろの議論があったと思われるが、標準物質をJISという表舞台に引き出した功績は大きいと言わなければならない。しかしながら、標準物質を各国がバラバラにつくるのは不経済であるばかりでなく、「ものさし」として世界共通のものとするためには、世界的な場で検討する必要があることからREMCOの誕生となり、REMCOにおいて各種のガイドがつくられた。このガイドによれば、標準物質が世界で通用するためには国立試験研究機関や第三者検査機関など技術的能力を持ち、かつ標準物質を評価するのにふさわしい中立公正な機関によって認証された認証標準物質でなければならないことになる。また、ガイドの中には認証標準物質の定義、認証機関の認定、標準値の決定方法や使用方法など、認証標準物質として必要な事



項が詳細に記述されている。わが国の標準物質も認証標準物質として世界で通用するものとなるためには、標準物質通則がREMC Oのガイドに沿って改正されなければならない。このような観点から標準物質協議会にたいし、工業技術院標準部から日本規格協会経由で改正原案作成を委託された。

委託は化学標準物質通則の改正であり、その線に沿って改正作業が進められる予定である。しかしながら、REMC Oのガイドは化学標準物質に限定してつくられたものではないので、わが国の認証制度や供給体制が整備されたときには、標準物質全般に通用する標準物質通則として改正されることになるであろう。

#### (11)計量行政審議会諮問（平2. 8）

計量行政審議会は通商産業大臣の諮問機関である。

計量法を時代のニーズに合わせるための全面見直しが通産省において計画され、計量行政審議会にたいし「新時代の計量行政の在り方について」の諮問が行われた。その中で、計量標準の供給体制の整備と計量標準供給機関の位置づけを含めたトレーサビリティ体系のあり方について、計量法上の位置づけを明確にするよう要請している。

諮問事項を審議するために、臨時専門部会が設けられているが、第三法制臨時専門部会において計量標準供給体制の検討が行われることになっている。現在、計量行政審議会の窓口となっている機械情報産業局計量行政室において、計量標準供給体制の法的位置づけや国立試験研究機関のあり方、さらに認証機関の性格・資格などについて検討が行われている。

#### (12)第14期標準研究連絡委員会標準物質小委員

#### 会の設置（平2.9）

##### 日本学術会議

その設置理由には次のように述べられている。「研究開発・品質管理・環境計測などにおいて、標準物質の重要性が認識されているにもかかわらず、わが国ではその認証・供給体制の整備が立ち遅れている。第13期基本問題小委員会において、第14期に小委員会を設置して問題点を洗い出し、具体作を検討する必要性を提言している。標準物質に係わる分野は上記のように多岐に亘り、また国内で統一された連絡機関もない。従って関連する研究諸機関より別紙メンバーで小委員会を構成し、国内状況の把握と国内意見の取りまとめなどを行う必要がある。」

そして、その任務として

- (1)国際標準化機構標準物質委員会（ISO／REMC O）、国際法定計量機関（OIML）など関連国際組織との情報交換
- (2) 標準物質の研究あるいは供給を行っている大学・試験研究機関、学協会、民間との研究連絡
- (3) 国内における標準物質の認証・供給体制の整備などに関する具体策提言のとりまとめの3項目をあげている。

標準物質はREMC Oの分野でも明らかのように多分野に及び、省庁レベルで見ると、科学技術庁、環境庁、文部省、農林水産省、通商産業省、厚生省などに亘っている。従って、小委員会のメンバーも各分野を代表する専門家で構成され、標準物質の所管問題という縦割り行政から抜け出して、わが国の標準物質さらに世界で共用される認証標準物質として、そのあり方が検討されなければならない。期間は平成元・2・3の3ヵ年であり、科学技術会議の答申などを背景に、その成果

が期待される。

### (13)各分野における標準物質センター設立構想

わが国における標準物質窓口一本化構想としての日本標準物質センター設立は、前述のように各種の委員会の結論として、答申や調査報告書にその具体化を提言している。しかしながら、その実現を未だに見ないのは、はじめに述べたように標準物質にたいする理解不足から起る資金調達の方法が立たないのが大きい原因としてあげることができよう。

一方、各分野においては、標準物質にたいする国の対応がはかばかしくないのに業を煮やし、早い時期に標準物質センターの実現をめざす構想が進展している。

(a)「レアメタルの高純度化による新機能創製のための基盤技術の研究」として、科学技術庁技術振興調整費の支出をうけて昭和62年度より5ヵ年に亘る調査研究が開始されている。その研究計画によれば

#### 第1期

- ① 高純度化の技術開発
- ② 超微量成分分析の技術確立

#### 第2期

- ③ レアメタル標準物質の作製と評価

### ④ レアメタルの標準化データベースの確立

が取り上げられ、第2期終了後は、アメリカ政府機関エームズ・ラボラトリーのような高純度標準物質をいつでも供給できる「標準物質センター」の設立が目標となっている。(レアメタル ニュース 1990. 5)

#### (b) (財)医薬標準センター (仮称) の設立

医薬品においては標準物質は標準品と称せられている。厚生省薬務局において、医薬品及び体外診断薬の標準物質を供給するためにその設立を検討中であるという。

現在、医薬品に関する標準物質は、国立衛生試験所、国立予防衛生研究所から、局方品抗生物質製剤など一部の医薬品・検査薬について供給されているが、2研究所だけではマンパワーの点で不十分と判断し、外廓団体として(財)医薬標準センターを設立し、3ヵ所からの供給を計画している。

ちなみに、海外における状況は

アメリカ 局方品2699のうち標準品1020

イギリス " 1929 " 340

日本 " 1619 " 73

標準物質の供給の遅れを何とか取り戻そうという構想である。(薬業時報 平2.4.16)

### —編集後記—

◎会報も昭和61年1月に創刊号を発刊してから今年で丸5年になりました。これは偏に会員皆様方の御支援によるものと事務局深く感謝しております。

◎標準物質の国際的データバンク構築もでき、日本もそれに調印し、形の上では標準物質への対応は国際的になっていますが、今回原稿をお寄せ下さいました福地さんの記事からは前途多難を思わせます。いつまでも総論賛成、各論……ではと考えさせられます。

◎昨年11月30日、東京都環境科学研究所の見学会を開催しました。参加者は総勢25名と盛況でしたが、天候は、台風の影響で風雨が強く、参加者の皆さんには災難でした。

◎2月1日「標準物質の最近の話題」ということで、分光光度計吸光度検量線作成用標準フィルターと環境分析用標準試料について講演会を開催しました。作製の苦勞がうかがわれました。参加者は約30名でした。

(C・K)