

国立研究開発法人国立環境研究所

環境標準物質認証書

NIES CRM No. 31 湖底質 (Lake Sediment)

本環境標準物質は、国立環境研究所（NIES, National Institute for Environmental Studies）において作製された認証標準物質（CRM, Certified Reference Material）である。NIES CRM No.2 池底質の後継 CRM として湖、河川底質中の多元素分析を行う際の分析値の精度管理や分析機器の妥当性確認に使うことを目的として研究開発された。

全分解法による認証値、参考値に加え、環境省水・大気環境局が定める「底質調査方法」（平成 24 年 8 月）に基づく湿式分解法による認証値、参考値も与えられている。

認証値（全分解法）

元素	質量分率			分析方法*
	単位	認証値	不確かさ	
Aluminum (Al)	%	9.17	0.86	AAS, ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Calcium (Ca)	%	1.25	0.12	ICP-MS, ICP-OES, XRF
Iron (Fe)	%	5.38	0.55	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Sodium (Na)	%	0.882	0.063	AAS, ICP-OES, INAA, XRF
Titanium (Ti)	%	0.442	0.044	ICP-MS, ICP-OES, XRF
Chromium (Cr)	mg/kg	43.3	3.0	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Copper (Cu)	mg/kg	53.1	4.6	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Lead (Pb)	mg/kg	25.1	2.5	ICP-MS, ICP-OES
Manganese (Mn)	mg/kg	978	92	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Nickel (Ni)	mg/kg	25.3	2.8	ICP-MS, ICP-OES
Phosphorus (P)	mg/kg	925	60	AAS, ICP-OES, XRF
Vanadium (V)	mg/kg	154	11	ICP-MS, ICP-OES, INAA
Zinc (Zn)	mg/kg	121	13	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF

* AAS : 原子吸光分析法

ICP-MS : 誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES : 誘導結合プラズマ発光分光分析法

INAA : 機器中性子放射化分析法

XRF：蛍光 X 線分析法

参考値（全分解法）

元素	質量分率			分析方法*
	単位	参考値	不確かさ	
Magnesium (Mg)	%	0.836	0.068	AAS, ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Potassium (K)	%	0.991	0.134	AAS, ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Arsenic (As)	mg/kg	13.9	1.5	ICP-MS, INAA
Barium (Ba)	mg/kg	338	49	ICP-MS, ICP-OES, INAA, XRF
Cadmium (Cd)	mg/kg	0.342	0.043	ICP-MS, ID-ICP-MS
Cobalt (Co)	mg/kg	18.1	1.9	ICP-MS, ICP-OES, INAA
Lanthanum (La)	mg/kg	20.4	2.2	ICP-MS, ICP-OES, INAA
Scandium (Sc)	mg/kg	19.1	3.4	ICP-MS, ICP-OES, INAA
Strontium (Sr)	mg/kg	125	14	ICP-MS, ICP-OES, XRF

* AAS：原子吸光分析法

ICP-MS：誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES：誘導結合プラズマ発光分光分析法

ID-ICP-MS：同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法

INAA：機器中性子放射化分析法

XRF：蛍光 X 線分析法

認証値（底質調査方法による湿式分解法）

元素	質量分率			分析方法*
	単位	認証値	不確かさ	
Copper (Cu)	mg/kg	50.6	8.1	ICP-MS, ICP-OES
Lead (Pb)	mg/kg	22.0	3.0	ICP-MS, ICP-OES
Manganese (Mn)	mg/kg	881	85	AAS, ICP-MS, ICP-OES
Nickel (Ni)	mg/kg	22.2	2.3	ICP-MS, ICP-OES
Vanadium (V)	mg/kg	133	23	ICP-MS, ICP-OES
Zinc (Zn)	mg/kg	110	13	AAS, ICP-MS, ICP-OES

* AAS：原子吸光分析法

ICP-MS：誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES：誘導結合プラズマ発光分光分析法

参考値（底質調査方法による湿式分解法）

元素	質量分率			分析方法*
	単位	参考値	不確かさ	
Cadmium (Cd)	mg/kg	0.285	0.067	ICP-MS, ICP-OES
Chromium (Cr)	mg/kg	33.7	6.1	ICP-MS, ICP-OES

* ICP-MS：誘導結合プラズマ質量分析法

ICP-OES：誘導結合プラズマ発光分光分析法

認証値と参考値の決定法

本標準物質の認証値および参考値は、13 機関 (20 ラボ) から報告された分析値を用いて統計的に決定された。決定された特性値のうち以下の基準を満たす値を認証値とした。

- 1) 特性値決定に使用された分析値を用いて算出された相対標準偏差が 10 % 以下
- 2) 特性値決定に使用された分析値の数が 10 以上
- 3) 特性値決定に使用された分析法の種類が 2 以上

認証値に付けた不確かさは包含係数 $k=2$ の拡張不確かさであり、95 % の信頼区間の半分の幅に相当する。参考値は、NIES の認証値の基準を満たさなかったため認証値としては取り扱わないが、認証値と同様に本標準物質の特性を表した値である。認証値および参考値はすべて乾燥重量あたりである。

形状等

本物質は、暗い灰黄色微粉末の物質である。

原料および作製法

本標準物質の原料は、1999 年 2 月に茨城県霞ヶ浦で採取した湖底質である。採取した原料を NIES 内で天日乾燥させたのちブロック状の塊となった原料を機械的に破碎した。ステンレス製ふるい（目開き 2 mm）による篩分操作を行い、二次原料を得た。二次原料を 105 °C で一昼夜乾燥したのちアルミナボールミルで微粉碎し、ステンレス製ふるい（目開き 212 μm ）、さらにステンレス製ふるい（目開き 75 μm ）による篩分操作を行い、12.2 kg の最終原料を得た。最終原料は V 字型混合器で均質化し、560 本の褐色ビンに 20 g ずつ詰められた後、 ^{60}Co 照射（20 kGy）による滅菌処理が施された。一連の作業は ISO Guide 34 に準拠して行われた。

均質性

560 本のビンより 10 本を層別ランダム抽出し、XRF 法による多元素分析を行った。一元配置分散分析により算出されたそれぞれの元素の瓶間標準偏差は 1 % 以下であり併行標準偏差と比較して十分に小さく、標準物質として均質であることが確認された。

使用上の注意事項

1. ビン開封の際は汚染に注意し、開封後はできるだけ速やかに使用することが望ましい。
2. 本物質は配布時のビンのままデシケーター内で室温（30 °C 以下）保存すること。開封後も同様の条件下で保存すること。
3. 本物質は分取前にビンを軽く振って混和させること。
4. 本物質の 1 分析あたりの使用量は 0.05 g 以上が望ましい。

5. 本物質を吸い込まないように取り扱いに注意すること。
6. 本物質を研究目的以外に使用しないこと。物質の廃棄の際は、廃棄物の処理および清掃に関する法律を遵守すること。
7. 本物質の認証値および参考値はすべて乾燥重量あたりで決定されている。定量の際には、成分分析用試料を分取したビンから水分含量測定用試料も分取する。NIESにおいて105℃、4時間乾燥条件下で測定した水分含量は1%未満であった。水分含量は保存条件により変動するので、必ず毎分析時に測定し補正すること。

有効期限

本標準物質の認証値の有効期限は、上記保管条件が守られることを前提として2034年12月とする。有効期限内に特性値の変化が認められた場合は、ホームページにおいて公表する。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

分析協力機関

本標準物質の認証値および参考値は、次の13機関の分析値をもとに決定された。

国立環境研究所、いであ(株)、神奈川県産業技術センター、(株)環境管理センター、(株)環境研究センター、(株)島津テクノリサーチ、中国原子能科学研究院、Elemental Analysis, Inc.、内藤環境管理(株)、(株)日鉄住金テクノロジー、(一財)日本環境衛生センター、(一財)日本食品分析センター、ムラタ計測器サービス(株)

技術情報

本物質に関連する技術情報と最新の研究報告についてはホームページから入手可能である。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

その他、本標準物質に関する質問は下記問い合わせ先にご連絡ください。

2014年12月24日

独立行政法人国立環境研究所

環境計測研究センター長 今村 隆史

問い合わせ先

〒305-8506 茨城県つくば市小野川16-2

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域 基盤計測センター 環境標準物質担当

TEL: 029-850-2945 FAX: 029-850-2900 E-mail: nies.crm@nies.go.jp

認証日 2014年12月24日

改訂日 2021年4月1日 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

改訂日 2024年12月23日 安定性試験の結果に基づき有効期限を延長した。

付録 図 A1 NIES CRM No. 31 「底質調査方法」(平成 24 年 8 月、pp115-118) に基づく湿式分解法の要約を以下に示す。

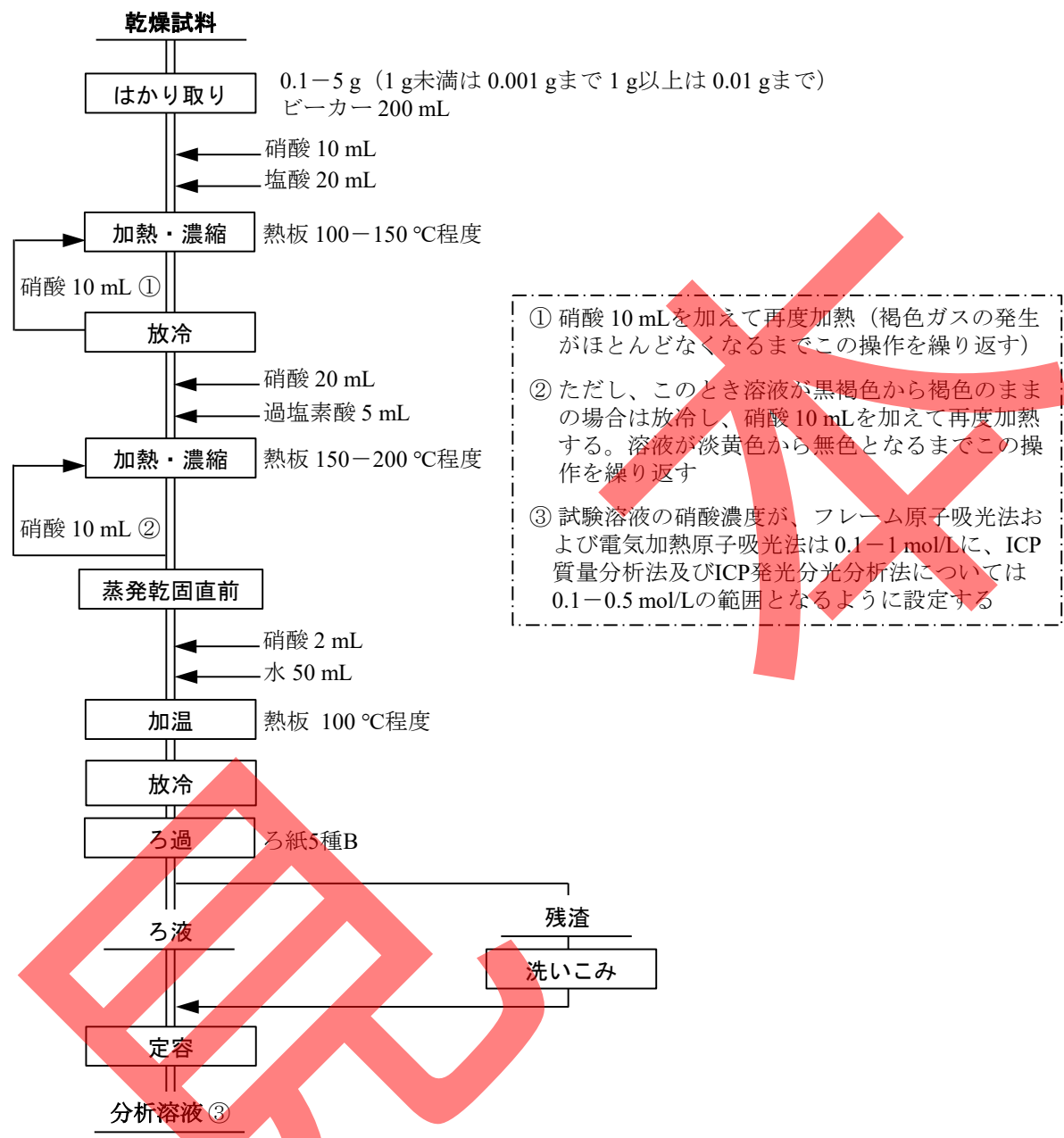


表 A1 NIES CRM No. 31 湖底質中の炭素、窒素、ケイ素、硫黄の分析値

元素	質量分率		分析方法*
	単位	分析値	
Carbon (C)	%	3.22	EA
Nitrogen (N)	%	0.373	EA
Silicon (Si)	%	25.1	Gravimetry, XRF
Sulfur (S)	%	0.391	ICP-OES

* EA : 元素分析法、 Gravimetry : 重量分析法、 XRF : 蛍光 X 線分析法、 ICP-OES : 誘導結合プラズマ発光分光分析法