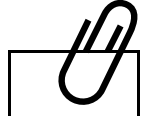


標準物質の国際相互承認



田尾 博明

1 計量標準分野の動向

1875年、世界共通の計量単位制度が必要であるとの認識に基づき、単位系の確立と国際的な普及を目的としてメートル条約、すなわち“国際度量衡局（BIPM）を設立し、メートル法を国際的に確立して維持するための多国間条約”が締結された。メートル法といえばキログラム原器やメートル原器（現在では光の進む距離で定義されている）をイメージするかもしれないが、計量標準の分野は100年以上も続いた物理量・電磁気量中心の時代から、この10年ほどの間には化学量（標準物質）や工業量（幾何学量・硬さ等）にまで広がり、21世紀を迎えた今日では生化学・臨床化学・バイオ分野にまで拡大しようとしている。特に、化学分野（標準物質）についてはその重要性が強く認識され、さらに対象とする種類が多いこともあり、計量標準の極めて大きな分野に成長しつつある。

計量標準分野の新たな動向として、加盟国の間で「国家計量標準と国家計量標準研究所の発行する校正証明書の相互承認取り決め」(グローバルMRA (mutual recognition arrangement)) の名の下に、各国の国家計量標準の同等性を確認しあい、それぞれの計量機関が発行する校正証明書を相互に受け入れることを目指した活動が展開されている。このためには、主要な量の国際比較を実施して参加機関の技術能力を確認すること、およびその機関において該当する項目の品質システムが整備されていることが求められている。そして、これらの結果を国際度量衡局（BIPM）の国際データベース（KCDB: key comparison database）として登録し、公開することにより国際的な活用を図ることが進められている¹⁾。

2 標準物質の国際相互承認

標準物質に関しては、国際度量衡委員会/物質質量諮問委員会（CIPM/CCQM）が各分野の代表的な物質を取り上げ、各国の標準研究所が参加する国際比較を行っている。また、標準物質の相互承認についてのデータベースが作成され、測定能力（measurement capability）と標準物質の認証値（certified values in reference materials）の二つのデータが記載されている。すなわち、各国の標準研究所が自身の測定能力について国

際比較により同等性を示し、その能力によって「生み出された（値付けされた）」標準物質（の認証値）を登録して国際的に相互承認することになっている。従って、単なる共同分析による合意値を認証値とした標準物質は認めないこととされている。

3 日本の対応

1999年のグローバルMRAの発行に際して、日本からは、通商産業省工業技術院・計量研究所、電子技術総合研究所、物質工学工業技術研究所と郵政省通信総合研究所が参加し、4機関を代表して当時の計量研究所長が署名を行った。独立行政法人化に伴い、新たに発足した産業技術総合研究所計量標準総合センター（NMIJ）が工業技術院傘下の3研究所を引き継いだ。

標準物質の国際相互承認のためには、標準物質生産に関する品質システムを整備すること、国際比較に参加すること、そしてその技術に基づいて値付けすることが求められている。現在、我が国では、NMIJがISO Guide 34（標準物質生産者の能力に関する一般要求事項：JIS Q0034）に対応した品質システムの整備を行い、標準物質の国際相互承認へ向けての取り組みを進めている。その一例として、NMIJにより最近開発された二つの海底質標準物質を以下に紹介する。

「NMIJ CRM 7301-a 海底質（ブチルスズ分析用）」では、トリブチルスズをはじめ、ジブチルスズ、モノブチルスズの3種類のブチルスズ含有率が認証されている。図1には本標準物質に含まれるブチルスズ化合物のガスクロマトグラムを示す。認証値は一次標準測定法である、Sn-118同位体を用いる同位体希釈/ガスクロマトグラフィー（GC）/誘導結合プラズマ質量分析（ICP-MS）法および同位体希釈/ガスクロマトグラフィー質量分析（GC-MS）法の測定結果を基に決定されている。このような同位体希釈質量分析法を用いた値付けは他にあまり例がなく、高い信頼性が期待できる。また、認証に先立つ2001年にCIPM/CCQMによって行われた底質中トリブチルスズの国際比較パイロットスタディ（CCQM-P18）にGC/ICP-MS法を用いて参加したNMIJは満足すべき結果を報告している²⁾。

「NMIJ CRM 7302-a 海底質（有害金属分析用）」(写真1)では、アンチモン（Sb）、ヒ素（As）、カドミウム（Cd）、コバルト（Co）、銅（Cu）、鉛（Pb）、モリブデン（Mo）、ニッケル（Ni）、銀（Ag）、スズ（Sn）、亜鉛（Zn）の11元素の含

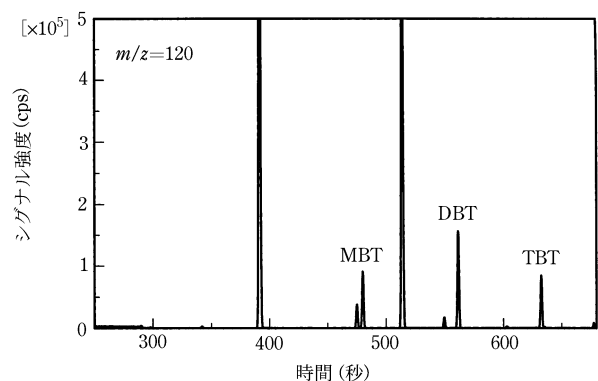


図1 ブチルスズクロマトグラム

Global Mutual Recognition Arrangement of Standard Materials.

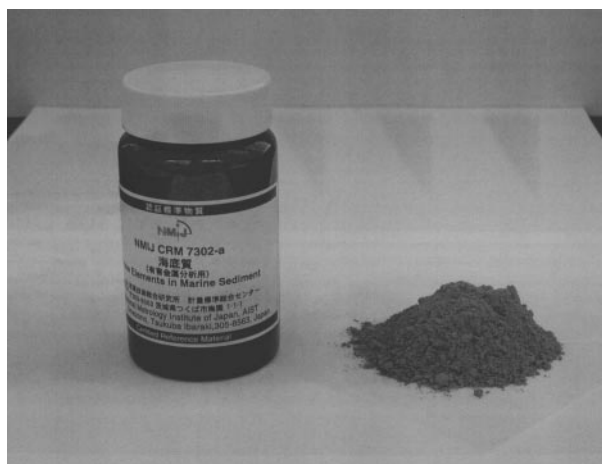


写真1 NMIJ CRM 7302-a

有率が認証されている。認証には、一次標準測定法である同位体希釈/ICP-MS法を中心に複数の測定方法が用いられている。特に、同位体希釈質量分析法の適用ができないAs, Coについては、ICP-MS法など三つの異なる測定方法が用いられている。NMIJは、この標準物質に関連した国際比較であるCCQM-K13「底質中Pb, Cd」(2000年)³⁾に同位体希釈/ICP-MS法を用いて参加し⁴⁾、Pb, Cdとも基幹比較参照値(KCRV)とほぼ一致する良好な結果を報告している。なお、CCQM-K13の結果は国際度量衡局(BIPM)のホームページで閲覧可能である{なお、機関名はNMIJではなく、国際比較参加当時の名称NIMC(物質工学工業技術研究所の略称)で登録されている。}

4 おわりに

標準物質の国際相互承認やそれに関するデータベースは現在

構築途上であり、今後どのように利用されるかについては不透明な部分も多い。日本の標準物質の生産は欧米に比べると従来やや遅れをとっていたが、測定技術は高く、上記CCQM国際比較においても多くの比較で良好な結果を残している³⁾⁵⁾⁶⁾。今後、この分野での国際的な不利益を被らないように国際相互承認される標準物質を整備して行くことは極めて重要であろう。また、我々ユーザーにとっては質の高い標準物質が数多く供給されることは、分析法の確立や信頼性の確認において大変有益であり、今後の拡充発展が望まれる。

文 献

- 1) <http://kcdb.bipm.fr/BIPM-KCDB>
- 2) R. Sturgeon, R. Wahlen: *Metrologia*, **39**, Tech. Suppl., 08003 (2002).
- 3) I. Papadakis, P. D. P. Taylor, Y. Aregbe: *Metrologia*, **39**, Tech. Suppl., 08004 (2002).
- 4) 稲垣和三, 高津章子, 仲間純子, 内海 昭, 岡本研作: 分析化学, **50**, 829 (2001).
- 5) 野々瀬菜穂子, 日置昭治, 倉橋正保, 久保田正明: 分析化学, **47**, 239 (1998).
- 6) 井原俊英, 高津章子, 野村 明: 分析化学, **47**, 523 (1998).

〔産業技術総合研究所環境管理研究部門 田尾博明〕



田尾博明 (Hiroaki Tao)

独立行政法人産業技術総合研究所環境管理研究部門(〒305-8569 茨城県つくば市小野川16-1)。東京大学大学院理学系研究科化学専門修士課程修了。理学博士。現在の研究テーマ GCやICP-MSを結合したシステムによる金属元素のスベシエーション。主な著書「機器分析ガイドブック」,(分担執筆)(丸善) 趣味 読書。
E-mail: hiro-tao@aist.go.jp

原 稿 募 集

話題欄の原稿を募集しています

内容: 読者に分析化学・分析技術及びその関連分野の話題を提供するもので、分析に関係ある技術、化合物、装置、公的な基準や標準に関する事、又それらに関連する提案、時評的な記事などを分かりやすく述べたもの。

但し、他誌に未発表のものに限ります。

執筆上の注意: 1) 広い読者層を対象とするので、用語、略語などは分かりやすく記述すること。2) 啓蒙的であること。3) 図表は適宜用いてもよい。4) 図表を含めて4000字以内(原則として

図・表は1枚500字に換算)とする。

なお、執筆者自身の研究紹介の場合とすることのないよう御留意ください。

採用の可否は編集委員会にご一任ください。採用分については規定の原稿料をお支払いします。原稿の送付先及び問い合わせは下記へ。

〒141-0031 東京都品川区西五反田1-26-2

五反田サンハイツ304号

(社)日本分析化学会「ぶんせき」編集委員会

〔電話: 03-3490-3537〕