

認証地球化学標準物質について

岡井 貴司¹⁾

1. はじめに

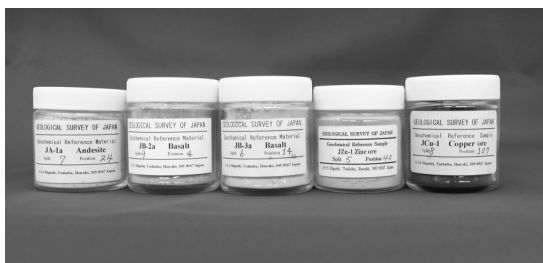
産業技術総合研究所(産総研)地質情報研究部門で作製している地球化学標準物質について、平成19年10月24日付で、独立行政法人製品評価技術基盤機構(NITE)認定センター(IAJapan)より、ISO(国際標準化機構 International Organization for Standardization)の定める規定に適合した標準物質生産者としての認定を取得した。今後作製する試料は認証標準物質として発行されるため、その概要について紹介する。

2. 地球化学標準物質の概要

地球化学の研究は、様々な地質(地球・宇宙)試料中の、様々な元素(成分)を化学分析することにより、試料の化学的特性を明らかにし、地球科学的諸問題の解明・解決を行ってきた。試料の化学分析において、はじめは湿式法と呼ばれる、元素の化学的特性を利用して元素を分離・濃集し、重量法・滴定法等により分析する手法が主体であったが、これらの方法は分離・濃集に多くの手間と熟練を必要とすることから、時間がかかり、分析者の技量による個人差が大きかった。その後、電気・電子機器、光学機器等の発達により、各元素をほとんど分離・濃集することなく一定の機器に導入するだけで、高感度に分析できる機器分析が開発され、近年では、機器のさらなる発達もあって、地球化学で行われる化学分析のほとんどが機器分析で行われている。機器分析は迅速・簡便かつ高感度で、測定時における個人差も出にくいことから、非常に便利な方法であるが、例えば、特定の元素に固有な波長の光の強さについて、試料中の強さと、一定量の元素量を含むことがわかっている試料(濃度既知の試料)の強さとを比較することによ

り、元素の濃度を決定するという、比較分析であるため、必ずその標準(基準)となるものが必要になる。純物質の分析であれば、目的とする分析成分について、各々の標準物質を測定すれば、正確な分析が行えるが、地質試料のように多くの成分が混在する場合は、各成分が互いに影響しあう(干渉する)ため、正確な分析を行うためには、目的とする試料と主要な化学組成が良く似た、目的成分の濃度が決められている標準物質(地球化学標準物質 geochemical reference material)が必要不可欠である。

地質情報研究部門では、旧工業技術院地質調査所時代の1964年から、地球化学標準物質の作製を行っており、研究現場のニーズに柔軟に対応して、現在までに火成岩、堆積岩・堆積物、鉱石、土壤など45種類の試料を作製し、化学組成等について信頼性の高い値(標準値)を定め公表してきた(試料の一例を第1図に示した)。これらの試料は、世界中で広く(約50ヵ国で1万個以上)用いられ、標準値を取りまとめた論文は国際誌への被引用数がそれぞれ100件を超えるなど、分析精度を高める標準として、国際的に極めて高い評価を受けている。また、試料の標準値や個別の分析値、関連情報(源岩石や採取地の情報、顕微鏡写真など)はデータベースとしてネット上で一般に公開されている(URL: <http://riodb02.ibase.aist>)。



第1図 地球化学標準物質の一例。

1) 産総研 地質情報研究部門

キーワード: 認証標準物質, 地球化学標準物質, GSJ標準試料, ISO認定, 化学分析, ASNITE

go.jp/geostand/welcomej.html).

3. 認定取得の経緯と意義

地質調査所時代、標準物質は無料で配布しており、その代わりに試料の分析値の報告を義務付け、報告された値を元に標準値を決定する、という方式を取っていたが、平成13年4月の独立行政法人化に伴い標準物質は原則販売することとなった。販売したものについて分析値の報告を義務付けることは無理があるため、主要成分については最初から標準値を付与する必要が生じた。また、世界的な流れとして、様々なことがISO等の国際的な基準による制約の下に成り立つようになってきた。当部門は前述の通り地球化学標準物質の主要発行機関として世界に認知されていたことから、一定の社会的責任を負っており、当部門の地球化学標準物質についても標準物質の配布(販売)に際しては、ISOの規定に従い、あらかじめ認証値(従来の考えでの標準値)を付与した認証標準物質とすることが望ましいとの考えに至った。

特に、標準値については、従来の方式で付けられた値でも、これまでの実績から十分に信頼性が高いものではあったが、近年、問題にされるようになったトレーサビリティの観点からは、ISOの定めるトレーサビリティ連鎖に適合していないため、本試料を用いた分析結果のトレーサビリティが証明できなくなっていた。ISOの基準に適合した認証標準物質とすることで、本試料がトレーサビリティの連鎖に適合していることが証明される。その結果、本試料を用いた分析結果へのトレーサビリティが確立され、分析結果の信頼性を国際的な基準に基づき証明できるようになる。

認定を取得することは、こうした世界に通用する標準物質生産者としての社会的責任を果たし、今後も、研究現場等のニーズに柔軟に対応して試料を作製する体制を維持すること、また、試料の値付けには高度な分析技術が求められることから、地質試料の化学分析を行う日本の中核機関として、世界レベルの分析技術(技能)を維持することを意味しており、大いに意義があった。

4. 取得した認定及び生産体制

認証標準物質として配布(販売)するためには、

ISOの規定に従った「標準物質生産者」としての認定を取得する必要がある。日本においては、NITE認定センターのASNITE(アズナイト)プログラム(<http://www.iajapan.nite.go.jp/asnite/index.html>)により行われており、認定の基準となる規定は「ISO/IEC 17025 (JIS Q 17025) 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項」及び「ISO Guide 34 (JIS Q 0034) 標準物質生産者の能力に関する一般要求事項」である。

地球化学標準物質業務は、地質情報研究部門長を上級経営管理者(トップマネジメント)とし、地球化学研究グループ長が品質・技術管理者となり、地球化学研究グループで作製と認証値の値付けを行う。販売は、広報部地質標本館を窓口として、民間業者に委託して行う体制をとった。これら一連の業務について、上記の2つの規定に従って品質システムを構築し、NITE認定センターの審査を受け、2007年10月24日付で標準物質生産者の認定(認定区分は「化学標準物質(地球化学標準物質)」)を取得した。

5. 認証値決定方法及び付与成分

地球化学標準物質では、共同分析が多く用いられてきており、これまでの値付けの経験もあり、共同分析により認証値決定を行うこととした。また、地球化学標準物質は、試験研究の現場においてほぼ全ての元素(成分)が分析の対象となるが、全てについて最初から認証値を付与することは事実上不可能であるため、

- 1) 試料は非常に安定で、ほぼ永続的に使用可能であることから、現在、十分に精度の良い分析法が確立されており、今後、新しい分析法が開発されたとしても、認証値が変わる可能性が極めて低い(ほぼない)成分であること
- 2) 共同分析により認証値決定を行うことから、濃度が比較的高く、共同分析が比較的容易な成分であること

を考慮し、各試料における主成分ないし主成分相当の元素について認証値を付けることとし、認証値を付けなかった成分については、従来型の無償配布による共同研究方式により分析値の提供を求め、随時、参考値等の形で公表していくこととした。

認定の取得に際しては、認証値を付ける成分とそ

第1表 認証地球化学標準物質試料リスト。

岩石・堆積物・土壌・粘土		
JA-1a	安山岩	箱根山
JB-2a	玄武岩	伊豆大島三原山
JB-3a	玄武岩	富士山
JSd-4	河川堆積物	
JSO-1	土壌	黒ボク土
炭酸塩		
JCp-1	サンゴ	ハマサンゴ
JCt-1	シャコガイ	オオジャコ
鉱石・鉱物		
JCu-1*	銅鉱石	釜石鉱山
JZn-1*	亜鉛鉱石	神岡鉱山

*：認証書発行準備中

の濃度範囲を定めなくてはならないため、ASNITE認定は、化学標準物質（地球化学標準物質）として、主成分の違いにより「岩石・堆積物・土壌・粘土」、「炭酸塩」及び「鉱石・鉱物」の3つの種類に分け、各々の主成分相当の元素（成分）について一定の濃度範囲で取得した。

6. 認証書発行試料と入手方法

認証標準物質には、認証値及び取り扱い方法などの情報が記載された「認証書」を付けなくてはならないが、地質調査所時代に作製し、作製から一定期間を経ており、報告された分析値が十分に蓄積されている試料については、これまでの実績から、信頼性の高い標準値が付けられていると思われるものの、ISOの規定に則った標準値の決定はなされていないこと、及び改めてISOに則った標準値を付与することは、膨大な手間と経費を要することから、認証標準物質としては取り扱わず、認証書の発行は行わない。地質調査所末期から産総研移行後に作製し、今回認定を受けた品質システムに則り認証値を付けた試料について、認証標準物質として認証書を発行する。現在、第1表に示した7種の試料について認証書を発行しており、今後も準備でき次第順次発行する予定である。認証書の記載内容と一例を第2図に示した。また、認証書に認証値が記載されていない成分の分析値についても、前述のデータベース上で随時公表していくので参考にされたい。

地球化学標準物質の販売は、平成21年度現在、西

認証書記載内容

- 生産者（発行者）
- 試料名
- 主な使用目的
- 認証値・参考値
- 分析方法（測定方法）
- 試料前処理方法（分解方法）
- 認証値の決定方法
- 試料調製方法（作製方法）
- 使用上・保管上の注意
- 均質性の確認
- 協力機関
- 発行年月日・発行責任者
- 連絡・問い合わせ先

など



第2図 認証書の記載内容と例（JCp-1 サンゴの1ページ目）。

進商事（株）、（株）ゼネラルサイエンスコーポレーション、創和科学（株）に委託して行っており、この3社から購入可能である。また、認証書発行試料については、認証値付与成分以外の元素（成分）について共同分析（分析値の報告義務あり）を前提に無償配布が可能なので、お問い合わせいただきたい。

7. おわりに

今回の認定取得により、産総研移行後の最大の課題をクリアでき、地球化学標準物質の新たな展開を行うことができた。今後も、より品質を高めた試料の作製に努力していきたい。ただ、認証値決定のための共同分析への参加機関数が、まだまだ十分ではない。より信頼性の高い認証値の設定及び分析技術の向上のため、今後も広く参加を求めていきたい。地質試料の化学分析に、実績・興味のある関係機関・企業の多くの参加を期待している。

問い合わせ先：

産総研 地質情報研究部門 地球化学研究グループ
 (TEL：029-861-3723, FAX：029-861-3566)
 ホームページ：<http://riodb02.ibase.aist.go.jp/geostand/welcomej.html>

OKAI Takashi (2009) : GSJ certified geochemical reference materials.

<受付：2009年7月10日>