



独立行政法人 産業技術総合研究所
 地質調査総合センター 地質情報研究部門
 地球化学標準物質認証書
 認証標準物質



GSJ CRM JSd-4 河川堆積物

GSJ certified geochemical reference material JSd-4 Stream Sediment

本標準物質は、河川堆積物やそれに類似したマトリックスを持つ試料中の主・微量成分濃度の定量において、分析の精度管理及び分析方法や分析装置の妥当性の確認に用いることができる

認証値 (Certified Value)

成分	認証値(質量分率 %)	分析方法(下記参照)
SiO ₂	51.12 ± 0.35	1
TiO ₂	0.64 ± 0.02	2
Al ₂ O ₃	13.22 ± 0.20	2
全Fe ₂ O ₃	8.06 ± 0.12	2, 3, 4
MnO	0.107 ± 0.001	2, 3
MgO	4.04 ± 0.06	2, 3
CaO	5.57 ± 0.05	2, 3
Na ₂ O	2.28 ± 0.03	2, 3
K ₂ O	1.40 ± 0.03	2, 3
P ₂ O ₅	0.45 ± 0.01	2, 5

± の後ろの数値は拡張不確かさ

参考値 (Information Value)

認証成分以外のいくつかの成分について分析値の一例を参考値として以下に示す。

成分	参考分析値(%)	分析方法(下記参照)
FeO	2.08 ± 0.16	4

成分	参考分析値 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)	成分	参考分析値 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)	成分	参考分析値 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)
Ba	892, 883	2, 2	Li	32	3	Sr	223, 217	2, 2
Co	21, 21	2, 2	Ni	118, 110	3, 2	V	157, 147	2, 2
Cr	1220, 1210	3, 2	Pb	240	3	Y	21	2
Cu	488, 484	3, 2	Rb	57	6	Zn	1480, 1490	3, 2
La	16	2	Sc	17	2	Zr	90	2

上記の成分も含め、その他の成分の分析値についても順次「産総研地球化学標準試料ホームページ」上で公開するので参照されたい。

<http://riodb02.ibase.aist.go.jp/geostand/welcomej.html>

分析方法

- 1) 重量法と吸光光度法, ICP発光分光分析法, 原子吸光分析法のいずれかの併用法
- 2) ICP発光分光分析法
- 3) フレーム原子吸光分析法
- 4) ニクロム酸カリウム滴定法
- 5) 吸光光度法
- 6) フレーム発光法

分解方法

試料の分解に用いた主な方法は下記の通り。

SiO₂：炭酸ナトリウム融解

FeO：硫酸－フッ化水素酸分解

その他：硝酸－過塩素酸－フッ化水素酸分解

トレーサビリティ

地質調査総合センターでの本試料の分析におけるトレーサビリティは、重量法は質量の測定にJCSS校正された天秤を用いることで、ニクロム酸カリウム滴定法は JIS K 8005 に規定されている容量分析用ニクロム酸カリウム標準物質により、その他は検量線の作成に用いる各成分の標準溶液[SiO₂ は JIS K8001 4.3(1) 表 5 に記載のけい酸塩標準液、TiO₂ は JIS K8001 4.3(2) 表 6 記載のチタン標準液、その他はJCSS化学分析用標準溶液]により確保した。

認証値の決定方法

特性値の決定にあたっては、外部協力機関 8 機関と産業技術総合研究所地質調査総合センター内 2 分析室(2つの分析室は別機関として扱った)の、計 10 機関で共同分析を行った。分析値の報告は、日を変えて 2 回の分析を実施し、個々の結果(2つの値)を報告することとした。地質調査総合センター内の 1 分析室については、均質性のチェック等で繰り返し分析を行っていたため、その平均値を報告した。特性値の決定は、各機関の平均値(地質調査総合センター内 1 分析室については報告された値そのまま)を用い、下記の手順で行った。

- 1) 各機関から報告された繰り返しの 2 つの値及び産総研内 1 分析室の 1 つの値(最大で 19 個の値)から標準偏差(σ)を計算し、各機関の繰り返しの差が 2σ を超えるものを棄却。
- 2) 1)の棄却後、ロバスト法による検定を行い、 z スコアが 2 以上の値を棄却。
- 3) 残った値から、平均値及び 95 % 信頼区間を計算し、各々を認証値及びその不確かさとした。
- 4) FeO については、試料中の有機物含有量が多いこと、その影響で滴定時の終点が判別しにくいため、十分な正確さが保証できないと判断し、参考値にとどめた。

使用上の注意

本試料は水分含有量が多く、その変動が大きい為、使用に際しては(110 ± 5) °C で 2 時間乾燥後使用すること。
均質性の観点から、1 回の分析に用いる試料量は 100 mg 以上を推奨する。

保管上の注意

保管は常温で行い、直射日光及び高温多湿の場所は避けること。開封後はきちんと中蓋をして保管すること。

協力機関

共同分析に参加した外部機関は、下記の 8 機関である。

川重テクノサービス(株)、(株)環境総合テクノス、(株)島津テクノリサーチ、住友金属テクノロジー(株)、同和テクノリサーチ(株)、(株)日鐵テクノリサーチ、(株)三井化学分析センター、三菱マテリアル資源開発(株)

また、試料の篩い分け、びん詰めは、(株)コーケンが行った。

試料調製方法

採取試料：関東地方より採取した河川堆積物試料を風乾し、ごみ及び小石(約 1 cm 大以上のもの)を取り除いた。

試料の粉碎：採取試料をジョークラッシャーで粗粉碎後、アルミナ内張ボールミルに、アルミナボールと共にに入れて粉碎し、源粉体を調製した。

篩い分け・瓶詰め：源粉体を 246 μm の篩で篩い分け、均質化操作を行った後、100 g ずつガラスビンに入れた。

均質性の確認

瓶詰めした試料からランダムに 10 本抜き出し、各々の瓶から 100 mg ずつ、成分により 2 ないし 3 試料を採取して(計 20 ないし 30 検体)、いくつかの成分について ICP 発光分光分析法を用いて含有量を測定した。結果はいずれも良好で、十分に均質であると判断できた。

認証書の複製

本認証書を必要により複製する場合は、複製であることの識別を明示しなければならない。

有効期限

本試料の有効期限は特に定めないが、予期せぬ変質等により認証値に変更が生じた場合には購入者に通知する。

平成 年 月 日
独立行政法人 産業技術総合研究所
理事長 ○○○○(理事長名) 印

問い合わせ先

本標準物質に関する質問等は下記にご連絡下さい

独立行政法人 産業技術総合研究所
地質調査総合センター 地質情報研究部門
地球化学研究グループ

〒305-8567 茨城県つくば市東1-1-1 産総研つくば中央第七
TEL:029-861-xxxxx FAX:029-861-xxxxx