

新しい底質標準物質の開発

NMIJ CRM 7304-a : ポリクロロビフェニル・有機塩素系農薬類分析用

計測標準研究部門 鎗田 孝

開発の経緯

ポリクロロビフェニル (PCB: 塩素数1~10の塩化ビフェニル類の総称で209種類の同族体がある) や塩素系農薬類は、代表的な有機汚染物質であり、環境保全の観点から環境中の残留濃度を正確に管理する必要がある。しかし、これら物質の高感度分析では、分析条件の変化や交差汚染 (分析試料間の汚染) などによって、“真の値”からはかけ離れた測定値が得られる危険性が高い。そのため、実際の試料と並行して、組成標準物質 (分析試料と類似した試料中の成分濃度を認証した標準物質) を分析することによって、分析操作の妥当性を確認する必要がある。

そこで、今回PCBや塩素系農薬類分析の精度管理に用いるための底質標準物質 (NMIJ CRM7304-a) を開発した (写真)。産総研ではこれまでも有害金属分析用などの底質標準物質を開発してきたが、本標準物質は初めての有機汚染物質分析用となるものである。

標準物質の調製と値付け

標準物質の原料には、国内の都市部に隣接する湾内で採取した底泥 (底質) を用いた。この底泥を風乾、粉碎した後、106 μm のふるいを通過したものを瓶詰め (60 g) し、さらに滅菌処理を施した。

底質中の PCB や塩素系農薬類の分析は、分析対象成分の抽出、抽出物のクリーンアップ、およびガスクロマトグラフィー / 質量分析法 (GC/MS) による定量、という操作過程を踏む。本標準物質の値付けには、一次標準測定法 (SI 単位へのトレーサビリティが確保される分析法) の一つである同位体希釈質量分析法 (IDMS) を適用した。一方、IDMS を適用したとしても、GC/MS 測定の前に行う抽出やクリーンアップにおいて、測定値にバイアス (ずれ) が生じる可能性がある。そのため、原理の異なる抽出法とクリーンアップ法とを組み合わせた複数の分析法 (認証項目毎に4~7法) を値付けに適用し、認証値の信頼性を確保した。特に抽出法については、マイ

クロ波加速抽出法などの最新抽出技術を採用した。

認証値と不確かさ

上記の複数の分析法での測定結果から認証値を決定した。また、各分析法の不確かさ (ばらつき) や試料の均質性を評価して、認証値の不確かさを算出した。認証した項目は、14種類のPCB同族体 (表1) と代表的な塩素系農薬やその代謝物 (表2) の含有率である。

参考値

底質中の PCB に関する準公定分析法として、環境庁 (当時) が制定した外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル (水質、底質、水生生物) があるが、同法では PCB を塩素数別に定量することになっている。そこで、当所を含む12機関が参加する共同分析を実施し、その結果を参考値として付与した。この参考値を利用すれば、同法における分析精度を管理することも可能である。

本標準物質は既に有償で頒布されている。みなさまの分析精度管理にお役立ていただければ幸いです。

認証項目	認証値 (μg kg ⁻¹)	拡張不確かさ (μg kg ⁻¹)
CB3 (4-クロロビフェニル)	0.311	0.085
CB15 (4,4'-ジクロロビフェニル)	2.26	0.24
CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル)	34.9	2.3
CB31 (2,4',5-トリクロロビフェニル)	27.1	1.8
CB70 (2,3',4',5'-テトラクロロビフェニル)	60.7	3.8
CB101 (2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル)	31.9	2.6
CB105 (2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル)	18.4	2.0
CB138 (2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル)	13.9	1.1
CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル)	15.9	1.0
CB170 (2,2',3,3',4,4',5-ヘプタクロロビフェニル)	3.62	0.22
CB180 (2,2',3,4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル)	9.10	0.69
CB194 (2,2',3,3',4,4',5,5'-オクタクロロビフェニル)	1.89	0.11
CB206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6-ノナクロロビフェニル)	0.476	0.050
CB209 (デカクロロビフェニル)	1.28	0.20

表1 PCB同族体*の認証値

*IUPAC表記による



写真 NMIJ CRM 7304-a 海底質

認証項目	認証値 (μg kg ⁻¹)	拡張不確かさ (μg kg ⁻¹)
4,4'-DDT	5.44	0.50
4,4'-DDE	5.37	0.30
4,4'-DDD	12.4	1.9
γ-HCH	5.33	0.26

表2 塩素系農薬類の認証値

地質時間の標準化

標準複合年代尺度の開発

地球科学情報研究部門 柳沢 幸夫

地質時間と年代尺度

地質現象は長大な地質学的時間スケールで起こっており、その実体を明らかにするためには、正確で信頼性の高い地質時間の物差し「標準地質年代尺度」が必要である。地球科学情報研究部門複合年代層序研究グループは、国内外の研究者の協力を得て、標準的地質年代尺度を提供することを目的に研究を行っている。これは、「地質の調査」のミッションの中核となる国土の基盤地質情報を組織的・体系的に集積することに貢献し、さらに国際的標準化にも寄与するものである。

地質年代層序の統合・複合

地質年代を「測る」方法には、さまざまな方法がある(図)。数値年代を直接測る方法としては、放射性元素が一定の割合で崩壊してゆく現象を利用した放射年代測定法があり、一方、地層の堆積順序(層序)と地層中に記録された物理・化学・生物学的信号を利用した相対的な時間の新旧(相対時間)を測る方法もある。物理

学的信号を利用した物理年代層序の代表は、過去の地磁気極性の反転史を用いた古地磁気層序である。化学年代層序としては、海水の安定同位体の割合の変化を利用した同位体層序がある。生物年代層序は、生物進化の歴史(化石)を利用して相対年代を決める方法で、近年ではとくにグローバルな分布する顕微鏡サイズのマイクロ生物化石(微化石、写真)を用いた年代層序が急速に発展している。こうしたさまざまな年代測定の方法を統合・複合させて、より正確で精密な年代を明らかにするための物差しが標準複合年代尺度である。

新第三紀複合年代尺度の作成

当研究グループは第1期の目標として、生活に深く関係し、資源探査や地球環境の研究で重要な新第三紀(2400万年前~現在)について、精度の高い標準複合年代尺度を作ることを目的として研究を行ってきた。研究では、個々の年代層序の精度と確度の向上を図るとともに、地層中の火山灰層の放射年代測定を行い、数

値年代と重要な相対年代とを直接対応させ、全体の年代層序を統合することができた。また、国際標準のヨーロッパの年代層序との比較を行い、日本を含む東アジアで使いやすいように適切なローカライズを行った。こうして、数値年代目盛りのついた古地磁気層序と4種の微化石層序を組み合わせた汎用性の高い年代尺度を作成・提供することが可能となった(図)。今後は更に時間分解能を向上させ、異なる地質時代についても標準複合年代尺度を作成・提供してゆく予定である。

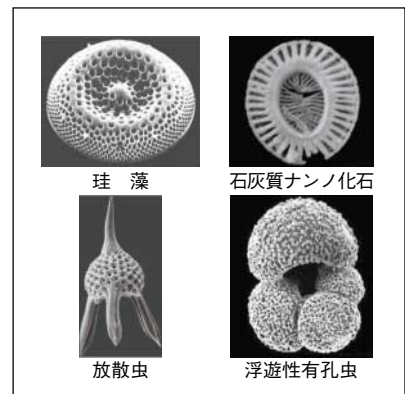


写真 微化石の電子顕微鏡写真

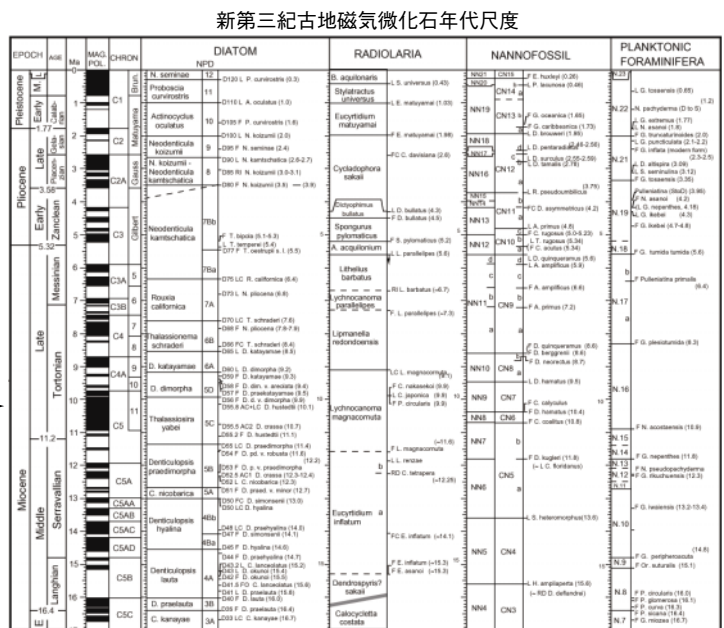
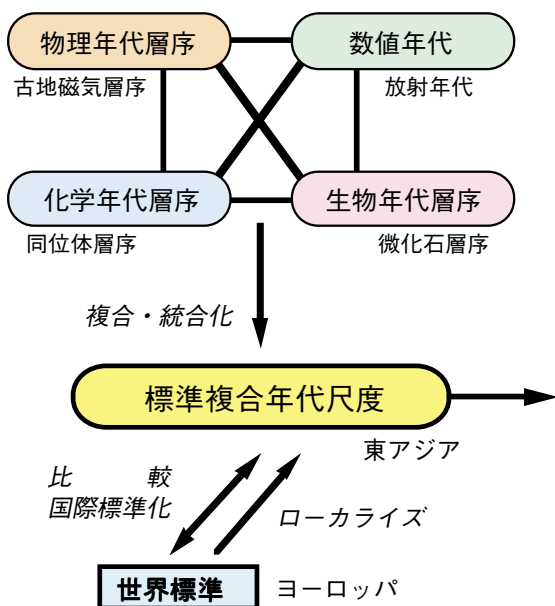


図 複合年代層序の研究と年代尺度

妨害音及び高齢者の聴力低下を考慮した報知音に関する標準化研究

人間福祉医工学研究部門、成果普及部門 工業標準部

人間福祉医工学研究部門と製品評価技術基盤機構における標準基盤研究の成果として、「高齢者・障害者配慮設計指針－消費生活製品の報知音－妨害音及び聴覚の加齢変化を考慮した音圧レベル」が、日本工業標準調査会の議決を得て、2003年11月に経済産業大臣によりJIS S 0014として制定されたので、その概要を紹介する。

JIS 制定の背景

近年、家電製品や情報通信機器をはじめとする多くの消費生活製品には、利便性向上のために報知音が組み込まれるようになってきている。この報知音は、使用者が製品の設定パネルを操作したり、製品の動作状況を知るための重要な手段である。特に、視力の低下した高齢者や視覚障害者は製品の視覚表示を見ることが困難な場合があり、報知音は製品を使用する上で欠くことのできない情報源となっている。

この規格では、報知音の聞き取りに関する研究成果に基づいて、妨害音及び聴覚の加齢変化を考慮した場合の報知音の音量(音圧レベル)設定に関する設計指針を規定した。また、ISO/IEC ガイド71(高齢者及び障害のある人々のニーズに対応した

規格作成配慮指針)においても報知音に関する標準化の推進が求められており、この規格の制定は時宜がなかったものと言える。

規格の概要

この規格は、耳科学的には正常であるが加齢に伴う聴力低下をもつ高齢者を含む製品の使用者を対象とし、それらの使用者にとって適切な大きさに聞き取れる報知音の音圧レベルの範囲を、妨害音(製品の動作音及び周囲の生活環境音)の有無を考慮して製品の設計者が適切に設定するための指針について規定している。

対象とする報知音は、消費生活製品に組み込まれた音で、音の種類は現在最も普及している圧電プザーで発音しやすい一定の周波数をもつ音を対象としている。使用者が報知音を聴取する条件は、その製品が使用される一般的な住居内とした。

報知音の聞き取りやすさは、使用者の聴力だけでなく、妨害音と報知音との相対音圧レベルに依存する。報知音の聞き取りに必要な相対音圧レベルは、妨害音及び報知音の種類にかかわらず、ある一定の値となることが研究の結果明らかとなった。報知音の音圧レベル範囲は、下限値

と上限値によって表される。下限値は高齢者でも報知音を聞き取ることのできる最も低い音圧レベルをいい、上限値は報知音が十分に大きく聞こえる音圧レベルをいう。報知音の設計に際して、この下限値を上回るように音圧レベルを設定すれば、妨害音がある場合でも高齢者にとって聞き取りやすい報知音を作成することができる(図)。

JIS 制定による効果及び期待

この妨害音及び聴覚の加齢変化を考慮した音圧レベルに関する標準化研究によって、妨害音があっても若齢者及び高齢者にも聞こえやすい「2kHz」付近の報知音を用いるのが望ましいことがわかり、報知音の設計が容易となった。今後、より多くの使用者にとって聞き取りやすい報知音を組み込んだ消費生活製品が、ますます普及していくものと期待される。

年齢や障害の有無にかかわらず誰もが使いやすい製品を開発していくことは、世界的に見ても高齢化の著しい日本にとって重要な課題である。この規格は、そのような“アクセシブルな”製品の開発・普及の一助となるものである。



写真 聴取実験の様子

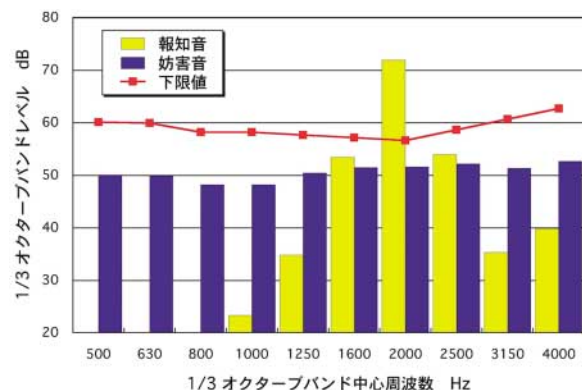


図 報知音・妨害音及び下限値の測定結果の例

報知音の音圧レベルが、高齢者にも聞き取りやすい音圧レベルの下限値を上回っているため、この報知音は妨害音中でも適切に聞き取れると判断できる。