

## 目次

- |  |    |
|--|----|
| 1. 定量NMR法の標準化に向けた共同測定 (2015) . . . . . | 1  |
| 2. 国際会議の出席報告 . . . . .                 | 10 |
| 3. 平成28年度通常総会報告 . . . . .              | 14 |
| 4. 編集後記 . . . . .                      | 16 |

## 定量NMR法の標準化に向けた共同測定 (2015)

国立研究開発法人産業技術総合研究所  
計量標準総合センター 物質計測標準研究部門  
有機基準物質研究グループ  
斎藤直樹

### 1 はじめに

核磁気共鳴 (Nuclear Magnetic Resonance; NMR) 法のうち、 $^1\text{H}$  NMR 法は有機合成化学の研究をはじめとして有機化合物の構造決定に最も古くから用いられてきた手法であるが、近年では精確な定量分析法として実用化され<sup>1)</sup>、様々な分野においてその活用が急速に普及している。 $^1\text{H}$  NMR 法では物質の種類に依らず、分子構造中の  $^1\text{H}$  核の個数に比例する検出感度を持つため、内標準物質として定量的に加えた異なる種類の物質の  $^1\text{H}$  核の信号量を基準として、未知量の分析対象成分の純度 (あるいは濃度) を評価することができる。このとき、内標準物質として用いる標準物質に、国際単位

系 (SI) へのトレーサビリティが確保された標準物質を用いることで、SI トレーサブルな純度 (あるいは濃度) 評価を実現できる。そのため、 $^1\text{H}$  NMR 法による定量分析法 (以下、定量 NMR 法) の実用化により、これまで SI へのトレーサビリティが確保されておらず、純度の正しさが不明であった食品中の残留農薬試験用の多くの種類の高純度標準品を当所の依頼試験 (本依頼試験の一部は、化学物質評価研究機構へ技術移管済<sup>2)</sup>) という形で受入れ、本法により校正することによって純度の正しさ (不確かさ) を表明した信頼性の高い高純度標準品を社会へ供給できるようになった。これに伴い試験・検査機関等の分析者は、当該標準品

を原料として信頼性の高い標準液(単成分あるいは混合成分)を調製し、食品中の残留農薬成分をクロマトグラフィーによって精確に濃度評価できるようになった。今後、当所では定量 NMR 法を適用できる物質の範囲を拡大するための研究<sup>3)</sup>を推進すると共に、定量 NMR 法における国際比較<sup>4)</sup>や国際度量衡局との共同研究<sup>5)</sup>等を通して本法の国際同等性を確立していきたいと考えている。

また、定量 NMR 法は日本薬局方<sup>6)</sup>や食品添加物公定書<sup>7)</sup>において、高純度標準品の純度評価法として採用され始めている。これらの公定法では、内標準物質として SI へのトレーサビリティが確保された特定の標準物質を用いることが指定されているが、当該標準物質を用いて記載事項に従って実験すれば誰でも必ず SI トレーサブルな純度評価を行えるというわけではない。定量 NMR 法により SI トレーサブルな純度評価を実践するためには、ここに明示しきれていない細かなノウハウが必要となる。そこで、正しい定量 NMR 法を世の中に普及(標準化)させるためには、一連の実験操作(主に試料調製、NMR 測定、スペクトル解析に大別される)において誰でも簡単に利用できる汎用的な定量プロトコルを構築する必要があると考え、これを具体化したものとして様々な実験に広く活用できる図解入りのフローチャート(図 1)を構築し、定量 NMR 法で初めてとなるガイドブックに導入して世の中に発信した<sup>8)</sup>。その上で、構築した汎用的な定量プロトコルの啓発を促していくにあたり、一般ユーザーの方々が定量 NMR 法を実践した場合の現状を把握することを目的として、当所主催の定量 NMR 法における共同測定を 2014 年度に開始した<sup>9)</sup>。本稿では、第二回目となる本法における共同測定(2015)の内容および結果について紹介する。

## 2 共同測定(2015)の内容

### 2.1 実験内容

表 1 に、本共同測定で指定した主な実験内容を示す。分析試料には、定量 NMR 法における国際比較(CCQM-P150)<sup>4)</sup>で使用した試料と同じロットのジメチルスルホン(参照値 99.97% ± 0.04% (質量分率、 $k=2$ ))を用いた。内標準物質には、SI トレーサビリティが保証された認証標準物質である 3,5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸(NMIJ CRM 4601-a、純度 99.96% ± 0.06% (質量分率、 $k=2$ ))を指定した。溶媒には、メタノール- $d_4$ を指定した。各参加機関においては、定量 NMR 法における内標準法を用いて 3 回試料調製し、1 試料につき 3 回  $^1\text{H}$  NMR 測定した後、取得した計 9 個の自由誘導減衰(Free Induction Decay; 以下、FID)データをフーリエ変換することで得られる  $^1\text{H}$  NMR スペクトルを解析することで、分析試料の純度を算出するよう指定した(ただし、試料調製、NMR 測定、スペクトル解析の各操作における条件は参加機関ごとに最適化)。なお、分析試料は 300 mg 包装 1 本を各参加機関へ配布し、標準物質および溶媒は各参加機関において購入していただいた。

図 2 に、本実験で得られる  $^1\text{H}$  NMR スペクトルの例を示す。各参加機関には、分析試料の純度に加えて、試料調製、NMR 測定およびスペクトル解析の各操作における条件ならびに純度評価を行った計 9 個の FID データを提出していただいた。なお、 $^1\text{H}$  NMR スペクトル上において、分析対象成分あるいは内標準物質の信号に溶媒由来の不純物の信号が重なる場合、それらの信号面積に無視できないバイアスが生じる恐れがあるため、各参加機関においては溶媒ブランクの FID データも提出していただいた。

### 2.2 スケジュール

表 2 に、本共同測定のスケジュールを示す。

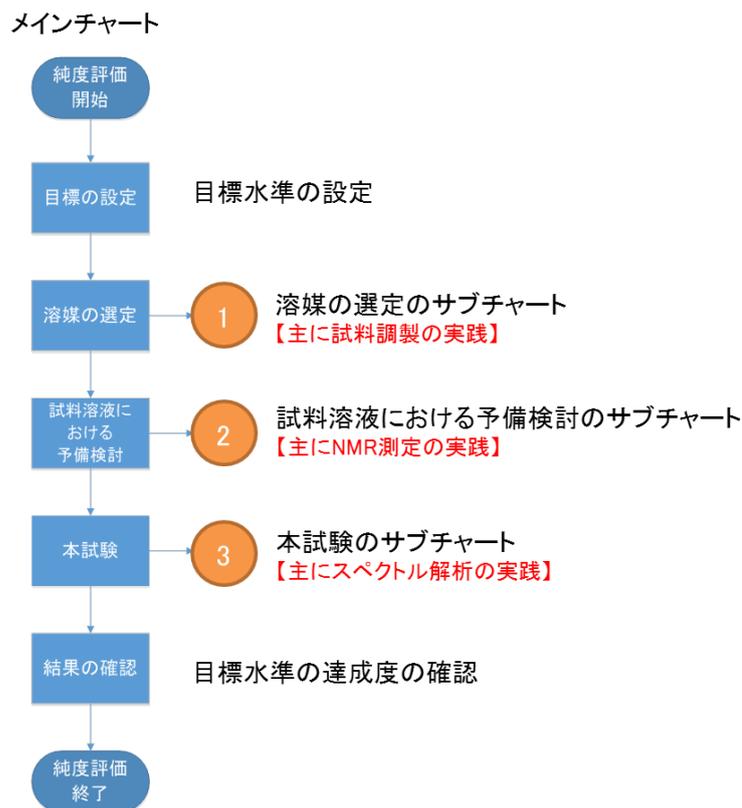


図1 様々な実験に対応できる汎用的な定量プロトコル（フローチャート）

本フローチャートは  $^1\text{H}$  核を対象とする内標準法による純度評価を念頭においたものであり、分析者が目指す精確さで分析結果を得るためには、①分析試料に適した溶媒を選定した上で、②分析試料と標準物質が溶解した試料溶液における予備検討を行い、③本試験に臨むことを推奨している。ここで、定量 NMR 法における純度評価で必要な一連の実験操作を試料調製、NMR 測定、スペクトル解析に大別すると、各操作の正しい実践の手順が①～③に概ね相当する。なお、分析者が設定した目標水準の達成度を確認する方法として、簡易的な不確かさ計算の方法とこれを利用した目標水準の合否判定チェックシートを用意した。

2015年6月に実験内容（2・1 参照）を公表した後、定量 NMR クラブ（当所が運営する計測クラブの一つ）会員の中から参加申込みを募ったところ、39機関の方々にご参加いただいた。各参加機関には、2015年8月に分析試料を配布し、2015年10月にその純度評価の結果等を報告していただいた。その後、2015年12月に定量 NMR クラブの第四回会合において結果の速報を紹介し、2016年3月にフォローアップセミナーを実施した。

### 3 共同測定（2015）の結果

図3に、本共同測定の結果を示す。図中の赤線は分析試料の参照値を示しており、青線は本共同測定の結果として設定した範囲（参照値から $\pm 1\%$ の範囲；以下、目標範囲）を示している。大部分の報告値がばらつきの範囲で目標範囲と一致しており、全体的には良好な結果となった。しかし、ばらつきの範囲で目標範囲と一致しているものの極めて大きなばらつきを持つ値となった機関や、一方でばらつきは極めて

表1 本共同測定における実験内容

操作等	指定内容
用いる試料	<ul style="list-style-type: none"> <li>・分析試料: ジメチルスルホン×1本(300 mg)</li> <li>・標準物質: 3,5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸(NMIJ CRM 4601-a)</li> <li>・溶媒: メタノール-<math>d_4</math></li> </ul>
試料調製	<ul style="list-style-type: none"> <li>・内標準法※を用いた試料調製を実施し、独立に3試料調製</li> </ul> <p>※分析試料と標準物質を含む溶液のNMR測定を行い、分析対象成分と内標準物質それぞれの信号面積から、内標準物質に対する分析対象成分の相対的な量を評価する方法</p>
NMR測定	<ul style="list-style-type: none"> <li>・1試料に対して、独立に3回測定を行う(3試料×3測定)</li> <li>・測定ごとに、試料管をマグネットからイジェクトする操作を行う</li> <li>・調製に使用したメタノール-<math>d_4</math>溶媒のブランク測定を試料と同じ条件で実施</li> </ul>
スペクトル解析	<ul style="list-style-type: none"> <li>・3,5-ビス(トリフルオロメチル)安息香酸を基準にジメチルスルホンの純度を算出</li> </ul>

なお、報告はジメチルスルホンの純度(9データ)に加え、FIDファイル(9データ+ブランク測定1データ)、試料調製条件、NMR測定条件およびスペクトル解析条件とした。

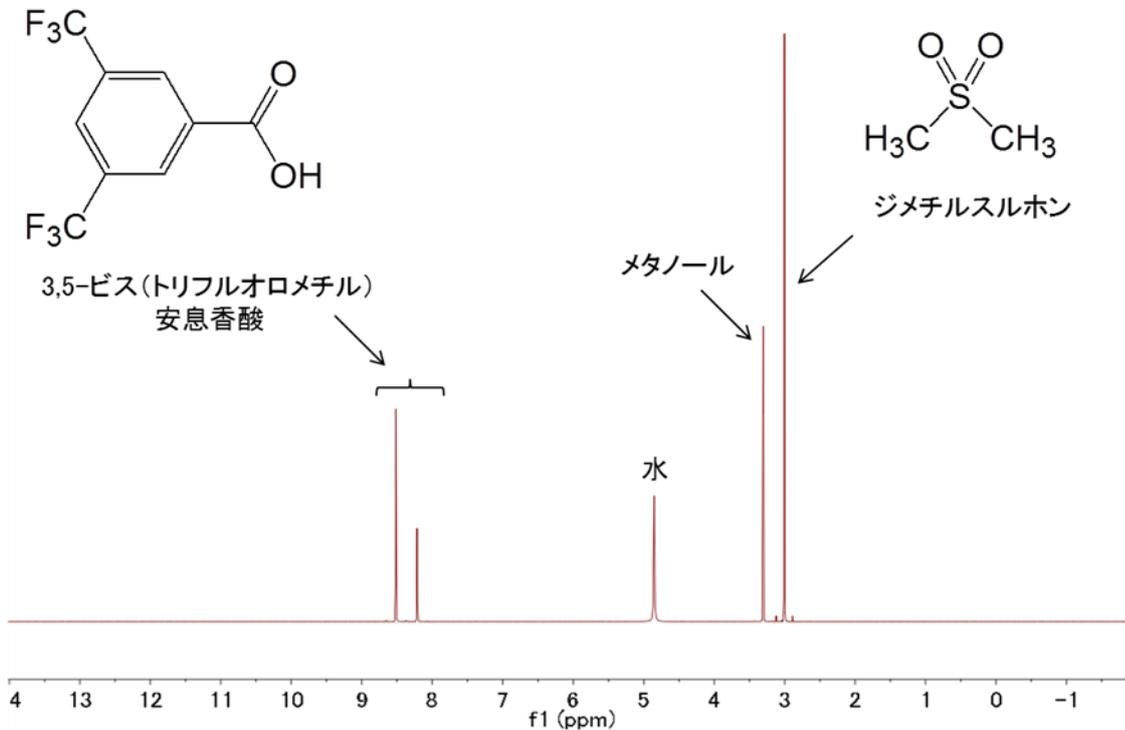


図2 本共同測定で得られる  $^1\text{H}$  NMR スペクトルの例

表 2 本共同測定におけるスケジュール

日時	内容
2015年6月2日	実験内容の公表
2015年6月8日	参加申込みの開始
2015年6月26日	参加申込みの締切
2015年8月4日	分析試料の送付
2015年10月2日	報告書の提出締切
2015年12月10日	速報(定量NMRクラブ第四回会合)
2016年3月1日	フォローアップセミナー

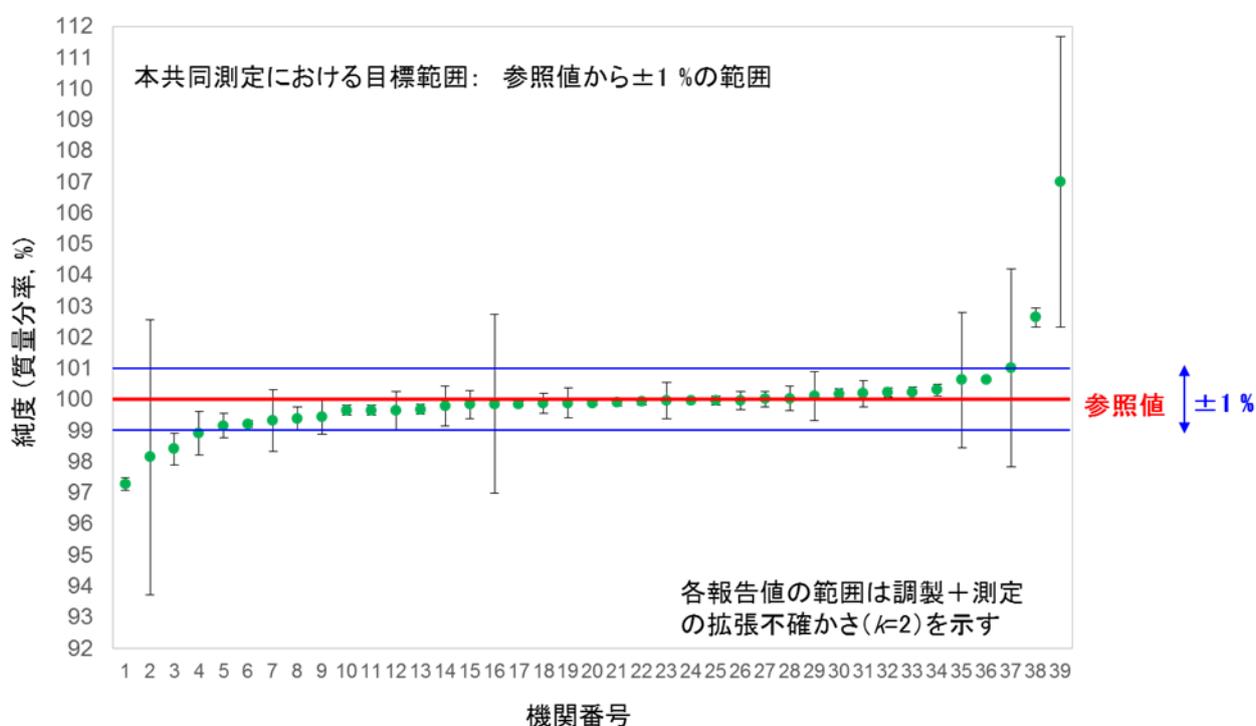


図 3 本共同測定の結果

小さいものの目標範囲を超えるバイアスが生じた機関が一部に見受けられた。なお、各報告値の範囲は、試料調製・NMR測定・スペクトル解析の一連の操作で生じた不確かさを示している。当該不確かさは、汎用的な定量プロトコルに記した簡易的な不確かさ計算の方法<sup>8)</sup>に基づき、参加機関ごとに報告書フォーマットを用いて調製の不確かさおよび測定（ただし、

解析を含む）の不確かさをそれぞれ算出した後、両者を合成することで得たものである。

#### 4 フォローアップを要する課題の抽出

本共同測定により、一般ユーザーの方々が定量 NMR 法を実践した場合の現状を把握することができたが、定量 NMR 法における同等性の向上を目指した共同測定のフォローアップ

セミナーを実施した。そこでは、汎用的な定量プロトコルを各参加機関へ啓発するにあたり、フォローアップが特に必要な課題を抽出する必要があると考えた。そこで、本共同測定の結果の考察として、各参加機関から提出していただいた試料調製、NMR 測定、スペクトル解析における全条件を確認し、フォローアップが特に必要な課題の抽出を行った。

#### 4・1 試料調製における課題

表 3 に、各参加機関から提出していただいた試料調製条件の一部を示す。各参加機関が用いた分析天びんを確認すると、最小表示が 0.01 mg のセミマイクロ天びんから最小表示が 0.0001 mg のウルトラマイクロ天びんまで参加機関ごとに様々であった。精確な試料調製を実現するためには用いた天びんの繰返し性に対して十分な試料量を採取することが必要となるため、各参加機関には用いる風袋等であらかじめ天びんの繰返し性を確認していただいたが、天びんの繰返し性に対して試料量が少ない、すなわち最小計量値（用いる天びんの繰返し性を考慮して実際に必要とされる試料量のこと。米国薬局方<sup>10</sup>に記載されており、例えば用いる風袋等で 10 回計量した際の標準偏差を算出し、これを 2000 倍することで得られる）を大きく下回る機関（表中の黄色で示したもの）が複数見受けられた。これら試料量が少ないことによる影響が懸念された機関について、報告値を確認したところ（図 4 の丸で示したもの）、試料量が少ないことによる影響を確認できなかった機関（図中の黒の破線で示したもの）もあったが、参照値に対して報告値にバイアスが生じた、あるいは報告値が持つばらつきが過大となった機関（図中の赤の実線で示したもの）が多い傾向があり、試料量が少ないことが一因となった可能性が示唆された。

そこで、フォローアップセミナーでは、試料調製におけるバイアスやばらつきの低減のた

めに、汎用的な定量プロトコルのうち主に用いる天びんや風袋を選ぶ際の注意点に加え、最小計量値を考慮した試料量の決定方法を啓発した。

#### 4・2 NMR 測定における課題

表 4 に、各参加機関から提出していただいた NMR 測定条件の一部を示す。各参加機関が用いた NMR 装置を確認すると、<sup>1</sup>H 共鳴周波数が 400 MHz から 800 MHz まで様々であったが、NMR 測定後の精確なスペクトル解析を実現するためには<sup>1</sup>H NMR スペクトルにおける信号の線幅が狭くなるよう、適切な分解能調整（磁場の均一性の調整）をあらかじめ実施した上で、測定に臨むことが重要となる。装置ごとに規定された信号の線幅となるよう線形確認用の標準試料を用いて分解能調整を定期的に行う必要があるが、提出していただいた FID データを確認してみると、<sup>1</sup>H NMR スペクトルにおける信号の線幅が広く分解能調整が良好でない機関（表中の黄色で示したもの）が複数見受けられた。これら分解能調整が良好でないことによる影響が懸念された機関について報告値を確認ところ（図 5 の丸で示したもの）、分解能調整が良好でないことによる影響を確認できなかった機関（図中の黒の破線で示したもの）もあったが、参照値に対して報告値にバイアスが生じた、あるいは報告値が持つばらつきが過大となった機関（図中の赤の実線で示したもの）が多い傾向があり、分解能調整が良好でないことが一因となった可能性が示唆された。なお、基本的な測定条件のうち FID データの取込み時間や、FID データの積算の過程における一定のブランク時間に相当する繰返し待ち時間の設定が不適切な機関もいくつか見受けられた。

そこで、フォローアップセミナーでは、NMR 測定におけるバイアスやばらつきの低減のために、汎用的な定量プロトコルのうち主に分解

表3 参加機関における試料調製条件の一部

機関番号	分析試料の採取量 (mg)	標準物質の採取量 (mg)	最小表示値 (mg)	最小計量値 (mg)	機関番号	分析試料の採取量 (mg)	標準物質の採取量 (mg)	最小表示値 (mg)	最小計量値 (mg)
1	10.127 ~ 11.105	5.030 ~ 5.187	0.001	1.414	21	5.025 ~ 5.194	19.780 ~ 20.995	0.001	8.897
2	1.6966 ~ 2.0855	10.7786 ~ 12.1850	0.0001	0.3134	22	14.15 ~ 14.94	40.45 ~ 45.28	0.01	19.89
3	10.333 ~ 10.880	10.030 ~ 10.465	0.001	6.867	23	1.739 ~ 2.050	7.528 ~ 8.206	0.001	1.886
4	1.4264 ~ 1.6001	7.1504 ~ 7.2157	0.0001	0.2951	24	0.9734 ~ 1.200	9.4165 ~ 12.2072	0.0001	0.1838
5	1.99 ~ 2.00	15.97 ~ 16.00	0.01	10.33	25	10.1940 ~ 13.0670	27.1570 ~ 27.7570	0.0001	1.0518
6	20.35 ~ 21.94	30.20 ~ 32.72	0.01	25.03	26	20.54 ~ 20.86	100.26 ~ 100.54	0.01	6.32
7	1.6796 ~ 2.2623	2.0846 ~ 2.3008	0.0001	0.4237	27	1.983 ~ 2.044	19.843 ~ 20.018	0.001	14.891
8	1.998 ~ 2.003	12.998 ~ 13.002	0.001	4.662	28	4.015 ~ 4.056	19.997 ~ 20.013	0.001	1.054
9	11.42 ~ 12.3	10.49 ~ 11.49	0.01	60.41	29	2.381 ~ 2.797	25.089 ~ 28.730	0.001	1.687
10	44.16 ~ 46.11	48.68 ~ 59.00	0.01	37.77	30	4.9892 ~ 5.3265	9.7993 ~ 10.6465	0.0001	0.6168
11	2.731 ~ 2.919	17.864 ~ 19.825	0.001	3.864	31	1.0188 ~ 1.0279	20.2639 ~ 20.6727	0.0001	0.1350
12	2.0399 ~ 2.0962	4.9589 ~ 5.1351	0.0001	0.8602	32	5.057 ~ 5.218	30.208 ~ 30.735	0.001	2.867
13	5.331 ~ 5.718	8.391 ~ 8.557	0.001	1.033	33	4.604 ~ 4.933	17.937 ~ 20.410	0.001	1.333
14	3.9946 ~ 4.0509	9.9176 ~ 9.9990	0.0001	0.3748	34	10.025 ~ 11.087	10.227 ~ 12.651	0.001	5.453
15	0.992 ~ 1.005	7.848 ~ 7.857	0.001	0.843	35	1.078 ~ 2.159	9.019 ~ 11.322	0.001	0
16	20.930 ~ 23.125	26.990 ~ 28.640	0.001	6.667	36	12.435 ~ 12.792	22.720 ~ 23.449	0.001	2.394
17	4.9895 ~ 5.0903	14.7046 ~ 14.8676	0.0001	0.0632	37	1.19 ~ 1.42	6.58 ~ 7.12	0.01	47.38
18	1.0796 ~ 1.2163	9.7157 ~ 9.9501	0.0001	0.1476	38	25.05 ~ 27.39	24.06 ~ 25.03	0.01	54.20
19	10.10 ~ 12.77	42.66 ~ 50.39	0.01	29.81	39	15.53 ~ 22.52	11.52 ~ 12.33	0.01	56.76
20	8.2967 ~ 17.2015	11.5869 ~ 15.1751	0.0001	3.8288					

黄色で示した機関は、用いた天びんの最小計量値に対して試料量が 1/2 以下であった機関である。なお、該当する試料量および最小計量値を橙色で示した。

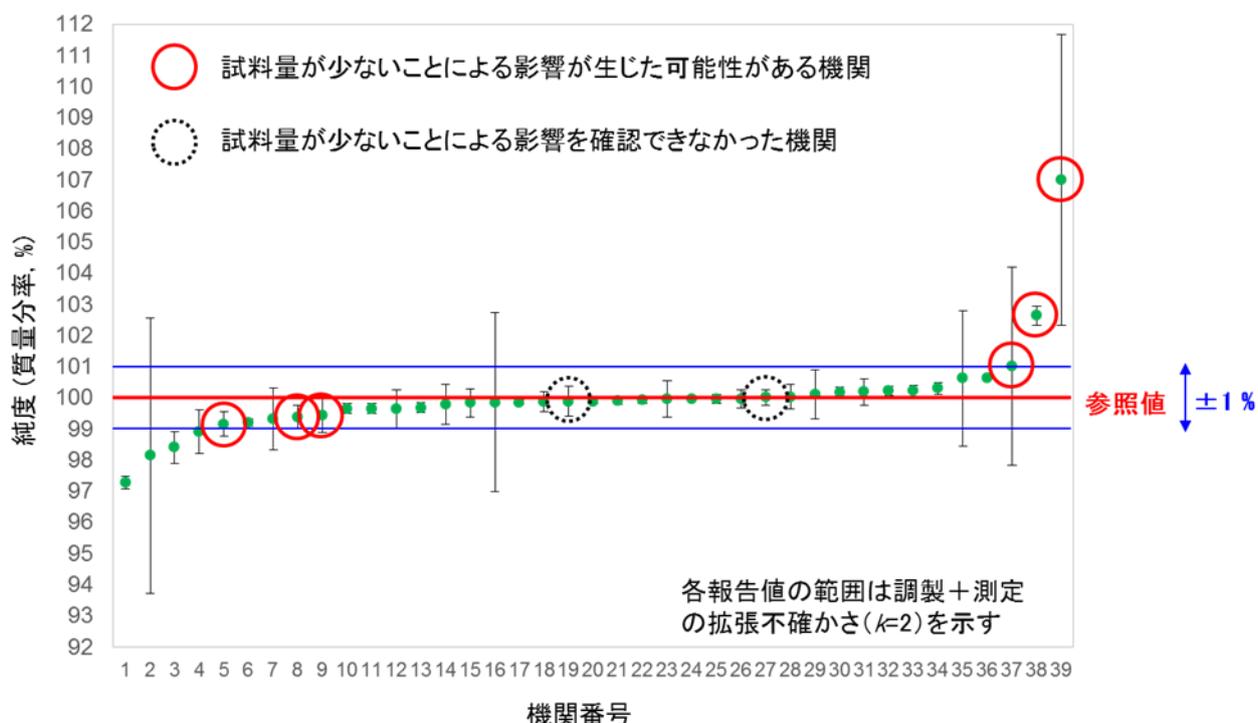


図4 報告値における試料量の影響

表4 参加機関における NMR 測定条件の一部

機関番号	装置メーカー	型番	<sup>1</sup> H共鳴周波数	機関番号	装置メーカー	型番	<sup>1</sup> H共鳴周波数
1	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECA500	500	21	Bruker	AVANCE III	400
2	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECA600	600	22	Bruker	AVANCE3	400
3	Varian (現Agilent)	UNITY INOVA 500	500	23	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECA	400
4	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECA-600	600	24	Agilent	VNMRS500	500
5	Bruker	AVANCE III	600	25	Bruker	AVANCE III	600
6	JEOL RESONANCE	JNM-ECS400	400	26	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECS400	400
7	JEOL RESONANCE	JNM-ECA600	600	27	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECA400	400
8	Bruker	AVANCE III	500	28	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECS400	400
9	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECA600	600	29	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECA-500	500
10	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECS-400	400	30	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECA600	600
11	Bruker	AVANCE III HD	500	31	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECA500	500
12	JEOL RESONANCE	ECS-400	400	32	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECX-400P	400
13	Agilent	DD2	600	33	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECA500	500
14	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECZ	600	34	Agilent	MR400	400
15	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECX-500	500	35	Varian (現Agilent)	VNMR	500
16	Bruker	AvanceIII	500	36	Agilent	VNMRS600	600
17	Varian (現Agilent)	VNS 600	600	37	Bruker	AVANCE III	500
18	JEOL (現JEOL RESONANCE)	JNM-ECZS	400	38	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECZ400	400
19	JEOL (現JEOL RESONANCE)	ECS-400	400	39	Bruker	AVANCE III	500
20	Bruker	AVANCE III	800				

黄色で示した機関は、分解能調整が良好でなかった機関である。

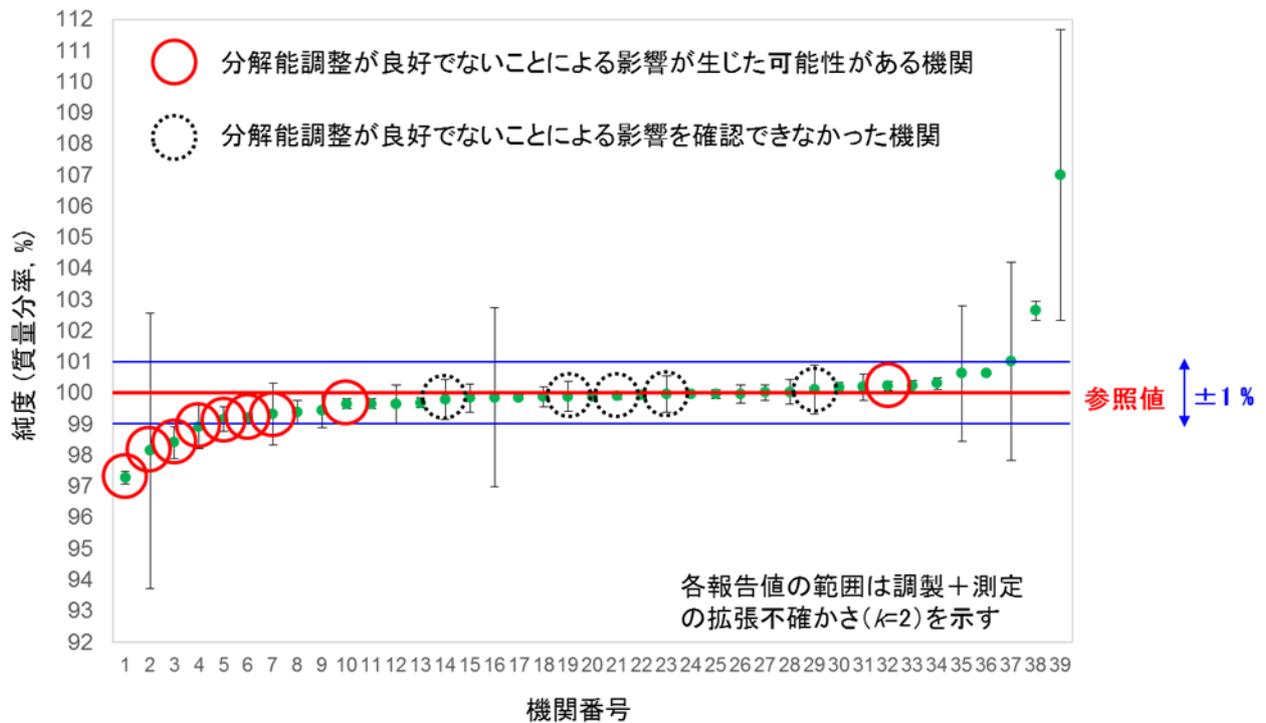


図5 報告値における分解能調整の影響

能の確認方法に加えて、繰返し待ち時間など特に重要である基本的な測定条件の適切な決定方法を啓発した。

#### 4.3 スペクトル解析における課題

第一回目である 2014 年度の共同測定<sup>9)</sup>において、実践的な経験を特に要するスペクトル解析における現状把握およびフォローアップを重点的に実施したため、本共同測定では大部分の参加機関において概ね良好なスペクトル解析が実践できていた。しかし、基本的な解析条件のうち <sup>1</sup>H NMR スペクトルにおける分析対象成分や内標準物質の信号に対する積分範囲の設定が不適切な機関や、多くの解析ソフトウェアで別途実施が必要となるベースライン補正を実施していない機関がいくつか見受けられた。

そこで、フォローアップセミナーでは、スペクトル解析におけるバイアスやばらつきを低減のために、汎用的な定量プロトコルのうち主に積分範囲やベースラインなど特に重要である基本的な解析条件の適切な決定方法を啓発した。

#### 5 おわりに

本共同測定の実施により、定量 NMR 法を一般ユーザーの方々実践した場合に純度評価をどの程度精確に行うことができるのか、その現状を把握することができた。また、試料調製、NMR 測定、スペクトル解析の各操作において一般ユーザーの方々がつまづき易い課題を把握することもできたため、フォローアップセミナーでこれら課題についての適切な解説を実施することで、汎用的な定量プロトコルの啓発を促した。最近では、定量 NMR 法の日本工業規格への導入も検討され始めており、本法は今後ますます多くの方々に活用されていくことが期待できる。誰もが定量 NMR 法を正しく実践できるよう本法の普及（標準化）に向けて、

今後も啓発活動を継続していきたい。

#### 謝辞

和光純薬工業株式会社には、本共同測定参加機関へ分析試料を送付する際にご協力いただきました。ここに深く謝意を表します。

#### 参考文献

- 1) T. Saito, T. Ihara, T. Miura, Y. Yamada and K. Chiba: *Accred. Qual. Assur.*, 16, 421 (2011).
- 2) 上野博子: *CERI NEWS*, 80, 11 (2015).
- 3) 斎藤直樹, 齋藤剛, 山崎太一, 加藤尚志, 井原俊英: *分析化学*, 63, 909 (2014).
- 4) T. Yamazaki, T. Saito, M. Numata, S. Davies and J. Warren: *4th Annual Practical Applications of NMR in Industry Conference (PANIC)*, Hilton Houston, 2016/2.
- 5) 産業技術総合研究所: 2014 年 6 月 9 日プレスリリース ([http://www.aist.go.jp/aist\\_j/news/pr20140609\\_3.html](http://www.aist.go.jp/aist_j/news/pr20140609_3.html), 2016 年 4 月 11 日アクセス)
- 6) 第十六改正日本薬局方第一追補 (平成 24 年 10 月 1 日施行).
- 7) 食品衛生法施行規則及び乳及び乳製品に関する省令の一部を改正する命令(府令・省令: 内閣府・厚生労働 5 号), 食品, 添加物等の規格基準の一部を改正する件 (告示: 厚生労働 307 号) (官報, 号外第 191 号, 平成 23 年 8 月 31 日)
- 8) qNMR プライマリーガイドワーキング・グループ: *qNMR プライマリーガイド*, 共立出版 (2015).
- 9) 山崎太一, 斎藤直樹, 齋藤剛, 井原俊英: 第 54 回 NMR 討論会, 千葉, 2015/11.
- 10) 改訂米国薬局方 (2013 年 12 月 1 日施行).

## 国際会議の出席報告

一般財団法人化学物質評価研究機構  
化学標準部技術第一課  
上原伸二

物質標準諮問委員会(CCQM)の会議では、基幹比較に関する諸問題について話し合われています。

基幹比較は、各国の国家計量標準機関が所有する計量標準の同等性を確保するために実施しています。そのため、参加可能な機関は、国家計量標準機関、関連する国家機関及び国家計量標準機関から指名された指名計量標準機関になります。

計量標準の同等性を確保することは、各国の計量標準トレーサビリティ体系を相互に信頼する CIPM MRA（国際度量衡委員会/相互承認協定）において、非常に重要になります。また、この CIPM MRA により、試験機等が自国の計量標準にトレーサブルである場合、製品等の試験成績書が相手国にも受け入れ可能になります。

メートル条約は、計量標準に関する最も基本的な国際的な条約で、単位系の確立と国際的な普及を目的として 1875 年にできました。

国際度量衡総会は全加盟国代表で構成され約 4 年に 1 回開催されています。

国際度量衡委員会は事実上の理事機関で、国籍の異なる 18 名の委員で構成されています。現在、日本からは国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター (NMIJ/AIST) の臼田 孝 博士が委員になっています。

諮問委員会は、標準に関する国際的な研究課題を具体的に検討する任務を持っています。最近では、各国国家標準の同等性を確保する

ために基幹比較を実施しています。諮問委員会は 10 種類あり、その内の一つが物質標準諮問委員会 (CCQM) で、CCQM には更にいくつかのワーキンググループがあります。

最近バイオ分析ワーキンググループが、核酸分析ワーキンググループ、細胞分析ワーキンググループ及びタンパク分析ワーキンググループに分かれました。

CCQM のワーキンググループの内、2016 年 4 月に開催されたガス分析ワーキンググループに参加しましたので報告いたします。

(この内容は、2016 年 7 月 1 日に開催された平成 28 年度標準物質協議会 通常総会の終了後に行われた発表のパワーポイント資料を掲載したものです。)

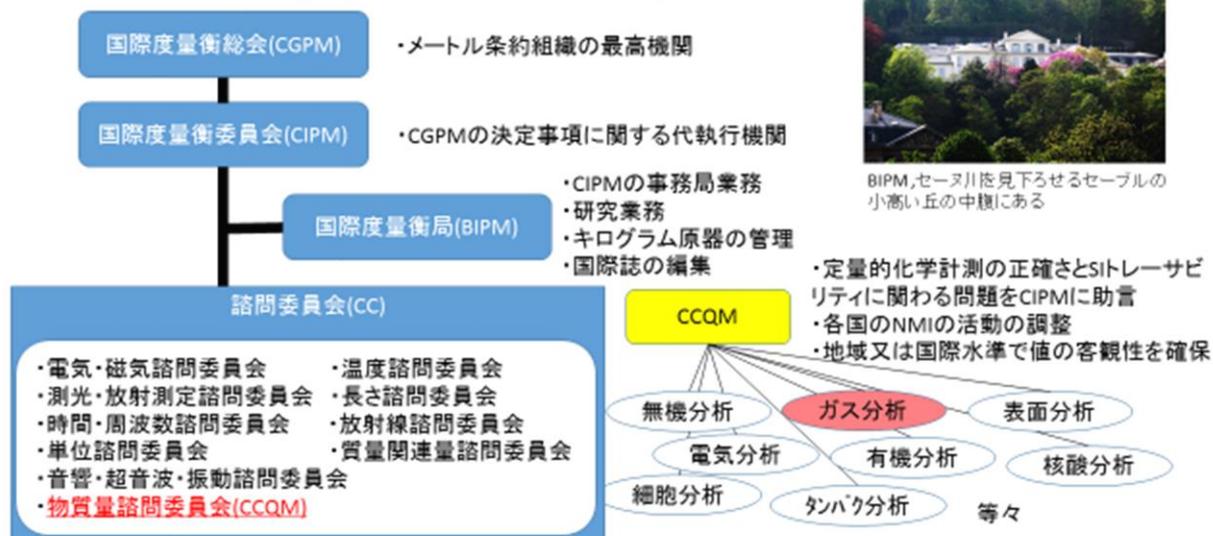
# 国際会議

(物質質量諮問委員会(CCQM))  
ガス分析ワーキンググループ (GAWG))

## 出席報告

(一財)化学物質評価研究機構  
上原 伸二

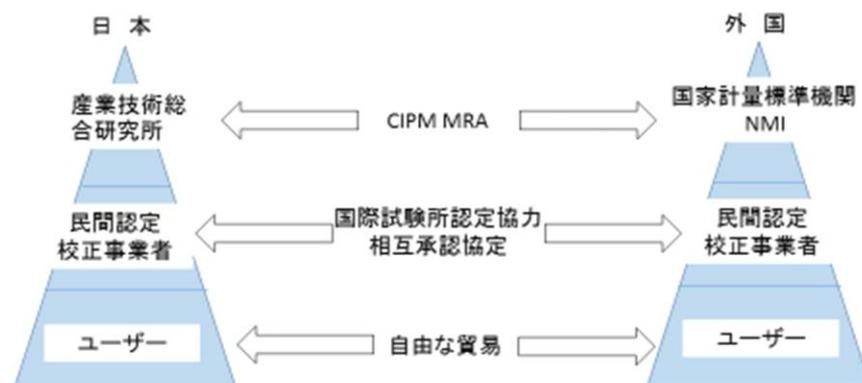
### メートル条約に基づく組織



BIPM,セーヌ川を見下ろせるセーブルの小高い丘の中腹にある

文献:メートル条約に基づく組織と活動のあらまし(2016)  
国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター 国際計量室

## CIPM 相互承認協定 (CIPM MRA)とは



## 現在進行中のGAWGの基幹比較

CCQM GAWG:2016年4月18日から4月19日にBIPMで実施  
測定が終了した基幹比較

- 1) CCQM-K90, HCHO in N<sub>2</sub>(NMIJが参加)
- 2) CCQM-K111, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> in N<sub>2</sub>(CERIが参加)
- 3) CCQM-K116, water vapor in N<sub>2</sub>(NMIJが参加)

準備中の基幹比較

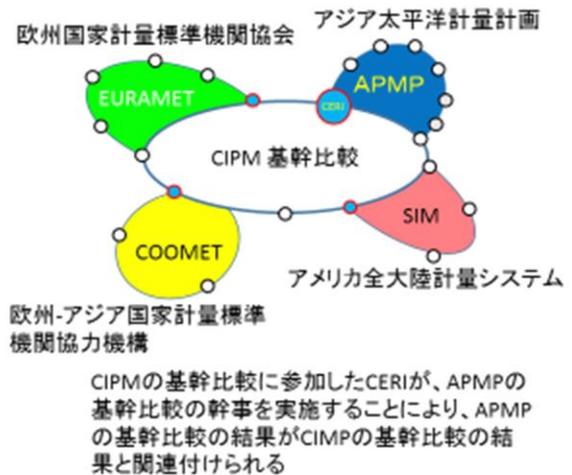
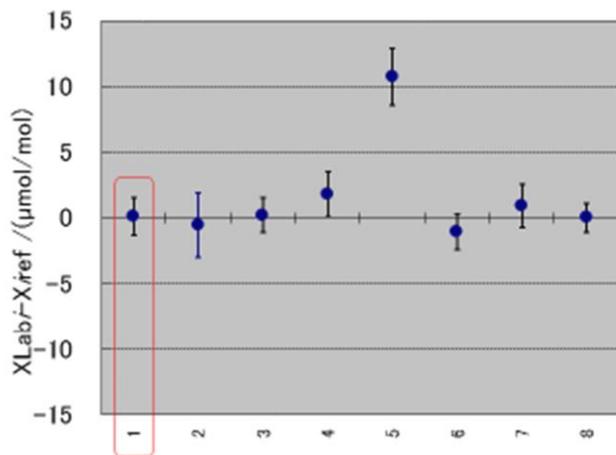
- 4) CCQM-K117, NH<sub>3</sub> in N<sub>2</sub>(CERIが参加)
- 5) CCQM-K118, natural gas in N<sub>2</sub>(NMIJが参加)
- 6) CCQM-K137, NO in N<sub>2</sub>(CERIが参加予定)
- 7) CCQM-K74.2017, NO<sub>2</sub> in N<sub>2</sub>(CERIが参加予定)



2015年4月 会議直前の様子  
映画「1001グラム ハカリしれない愛のこと」で使用された会議室

## 基幹比較結果の一例

(CCQM-K111, 1000  $\mu\text{mol}/\text{mol}$   $\text{C}_3\text{H}_8$  in  $\text{N}_2$ )



ご静聴ありがとうございました



映画 "1001 グラム ハカリしれない愛のこと"  
パンフレットより

## 平成 28 年度通常総会報告

平成 28 年度標準物質協議会通常総会が、平成 28 年 7 月 1 日 16 時から化学物質評価研究機構本部大会議室で開催されました。千葉会長はじめ、会員 18 名、オブザーバー 7 名の合計 25 名の参加がありました。また、委任状が 5 名の会員から提出され、事務局より出席者と委任状出席者の合計が会員の過半数に達した旨の報告が行われ、総会が成立するとの宣言がありました。次いで、千葉会長が議長を努め、平成 27 年度総会の議事録の確認が行われ、字句の一部修正を行った後、承認されました。また、事務局から平成 28 年度議事録の署名人に藤川氏（関東化学）及び保坂氏（日本適合性認定協会）の指名がありました。

その後、事務局から平成 27 年度の事業報告並びに収支決算書について説明が行われ、監査人の大類氏（高千穂化学工業）及び藤川氏（関東化学）から会計処理が適正に行われていたとの報告がありました。

事業報告では、会報（第 71 号、第 72 号及び第 73 号）の発行、標準物質協議会の見学会を実施したこと、外部委員会への委員派遣状況等が報告されました。

平成 28 年度事業計画案については引き続き会報を発行すること、見学会を開催する方向で検討することなどが提案され承認されました。平成 28 年度予算については特に問題は無く、承認されました。

人事については、規約第 12 条及び第 13 条に基づき、岩崎氏（高千穂化学工業）が大類氏（高千穂化学工業）の後任の監事として、また、加藤氏（東京化成工業）が松尾氏（東京化成工業）の後任の理事として就任することが承認されました。また、「松本保輔 特別会員への「顧問」の再委嘱について」の提案があり、承認されました。さらに、会員への各種連絡方法についても、従来の郵送からメールによる配信とすることが了承されました。

以上をもって 17 時に閉会しました。

なお、総会終了後に CERI 上原氏より、CCQM GAWG 会議（物質量諮問委員会 ガス分析ワーキンググループ会議）の参加報告がありました。

（事務局 四角目）



(総会の様子)



(総会議事終了後のCERI 上原氏のCCQM GAWG 会議への参加報告の様子)

## 編集後記

やっと長い梅雨もあけ、真夏がやってきました。熱中症などへの暑さ対策が必要な季節ですが、皆さま いかにお過ごしでしょうか。

会報第 74 号をお届けいたします。

斎藤様には、今、話題の“定量 NMR 法による標準物質の校正”に関する共同測定の概要をご紹介いただきました。トレーサビリティの確保された標準物質に関連する重要な情報だと思います。

上原様には、平成 28 年度通常総会の終了後に紹介いただいた、物質量諮問委員会 ガス分析ワーキンググループ会議の概要についてのパワーポイント資料に、追加で説明文章を書いていただきました。この内容については、これまでも会報を通してご報告等いたしました。引き続き、機会を見つけてご報告できればと思っています。



(埼玉県宮代町に咲く百日紅です。)

平成 28 年 7 月 1 日には、標準物質協議会の役員会及び通常総会が開催され、会員各位をはじめ関係者の皆さまのご協力により、予定どおり終了できましたこと、感謝申し上げます。

総会時には、“映画 1001 グラム”（本会報 12 頁下、13 頁下）も話題となっていました。昨年秋に国内でも上映されましたが、どれくらいの方が鑑賞されたでしょうか。日本語翻訳等、NMIJ/AIST様が深く関わっておられたようです。私は渋谷の映画館まで出かけました。

このような映画はめったにないため、私にとりましては、計量標準や BIPM、NMI を紹介する映画と思っておりますが、“ラブロマンスですよ”との指摘を受けています。どうやら私の認識が誤っているようです。DVD 化されているとの情報もありますので、ご鑑賞後にぜひ皆様のご意見をお聞かせいただきたいと思う次第です。

皆様方のご協力によりまして第 74 号を発行することができました。引き続き、皆様からのご寄稿をいただきたく、よろしく申し上げます。

(四角目)

〒345-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地

一般財団法人化学物質評価研究機構内

標準物質協議会 事務局 四角目和広

Tel. 0480-37-2601 Fax. 0480-37-2521

E-mail shikakume-kazuhiro@ceri.jp