

会報

2008・1

第 50 号

Japan Association of Reference Materials

目次

1. 産総研のPCB分析用鉍物油標準物質	1
2. APMP/TCQM会議出席報告	5
3. 標準物質協議会会報50号までの歩み	7
4. 平成19年度見学会報告	14
5. 編集後記	15

産総研のPCB分析用鉍物油標準物質

独立行政法人 産業技術総合研究所
計測標準研究部門 有機分析科 沼田 雅彦

1. はじめに

ポリクロロビフェニル (PCB) は、安定性・電気絶縁性などが優れていることから、変圧器用などの絶縁油のほか、熱媒体や可塑剤などとして広く工業的に利用されてきたが、慢性毒性と環境への残留性が明らかになったことにより製造・輸入が禁止され、一部密閉系での使用のみが認められている状態である。現在では、PCBを含む製品・廃棄物は廃棄物の処理及び清掃に関する法律 (廃掃法) により、特定管理廃棄物として厳格な保管が求められている。

近年になり有効な化学分解法が開発されたこと、PCB廃棄物の長期保管に伴う漏洩や紛失等のリスクが広く認識されてきたことなどの理由により、ポリ塩化ビフェニル廃棄物の適正な処理の推進に関する特別措置法 (PCB特措法) が制定され、2016年までのPCB廃棄物の全量処分を目標とした自社処理および広域処理が本格化しつつある¹⁾。しかし、その対象となる変圧器などのPCB含有製品の数には届出のなされているものだけでも数百万にのぼる上に²⁾、PCB生産中止後に製造されたトランスなどに微量のPCBが混入してしまった事例も特定管理廃棄物に匹敵する件数存在するものと推定されている³⁾。これらの莫大

な分析・処理対象物に対してリスク評価および処理工程管理などを適切に行うためには、精確な分析値が不可欠である。PCBは廃油という形態で分析対象となることが多いが、鉍物油中にはPCBと性質の類似した測定妨害成分である大量の炭化水素成分が存在するので、正確な分析値を得ることは容易ではなく、分析値の質を高めるためには標準物質を利用した精度管理が必要となる。そこで産業技術総合研究所計量標準総合センター (AIST/NMIJ) では、PCB分析用鉍物油標準物質の開発を行った。

2. 候補標準物質の調製

今回NMIJで開発を行った標準物質は、NMIJ CRM 7902-a: 絶縁油 (ポリクロロビフェニル分析用一高濃度)、NMIJ CRM 7903-a: 絶縁油 (ポリクロロビフェニル分析用一低濃度)、NMIJ CRM 7904-a: 重油 (ポリクロロビフェニル分析用)、NMIJ CRM 7905-a: 重油 (ポリクロロビフェニル分析用—ブランク) の4種類である。CRM 7903-aはJIS C2320 1種2号に該当する電気絶縁油 (鉍油) であり、実際に変電施設で26年間使用され、規制値以下のPCBを含んでいる。一方、CRM 7905-a は市販のJIS K2205 1種2号に該当す

る重油（A重油相当）である。これら鉍物油試料に、日本のPCB製品であるカネクロール（塩素含有量の異なるKC300・KC400・KC500・KC600の混合物）と低塩素数PCB同族体であるPCB3およびPCB8の試薬を添加したものがそれぞれCRM 7902-aとCRM 7904-aである。

これら標準物質の調製は以下のように行った（図1）。不溶物の沈殿などによって保存中に組成が変化することを防止するために、鉍物油試料はガラス繊維ろ紙により減圧ろ過し、10 mLずつ20 mL容量の褐色ガラスアンプルに封入して、PCB「無添加」標準物質（CRM 7903-aおよびCRM 7905-a）とした。また、残ったろ過済み鉍物油の一部にPCB原液（高濃度のPCB／ノナン溶液）を添加して、ロッキングミキサーで6時間攪拌して均質化を図った。この試料を2.5 mLずつ5 mL容量の褐色ガラスアンプルに封入してPCB「添加」標準物質（CRM 7902-aおよびCRM 7904-a）とした。なお、PCB添加濃度は以下の通りである（CRM 7902-a: PCB3, 0.501 mg/kg; PCB8, 0.504 mg/kg; KC300, 1.27 mg/kg; KC400, 1.29 mg/kg; KC500, 1.29 mg/kg; KC600, 1.28 mg/kg-oil; CRM 7904-a: PCB3, 0.501 mg/kg; PCB8, 0.503 mg/kg; KC300, 1.25 mg/kg; KC400, 1.27 mg/kg; KC500, 1.27 mg/kg; KC600, 1.27 mg/kg）。

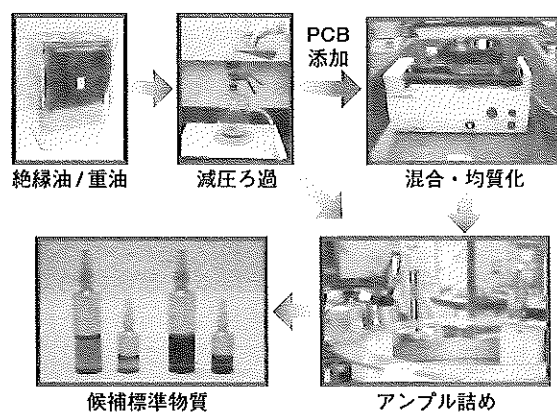


図1 鉍物油標準物質の調製

3. 均質性・安定性評価

調製した候補標準それぞれ600本から無作為に選んだ10本ずつについて、各3回PCBを分析することにより、均質性を評価した。選択した3種類のPCB同族体のいずれについても、測定結果のビン間でのばらつきは有意ではなく、候補標準物質の均質性が良好であることが確認された。なお、CRM 7905-aについては、いずれのPCB同族体も検出下限以下であった。

他機関から供給されている既存のPCB分析用鉍物油標準物質を参考とし、室温（30℃以下）で暗所に

保存するものとして、これら標準物質の有効期間は10年間に設定した。ただし、認証後も定期的に分析を行うことで有効期間中に濃度変化のないことを確認するものとし、仮に有意な濃度変化が認められた場合には、認証値およびその不確かさについて見直しを行い、本標準物質のユーザーに通知するものとしている。

4. 分析方法および認証値・不確かさの算出

認証には、国際単位系(SI)へのトレーサビリティを確保する測定方法である同位体希釈質量分析法(ID-MS法)を適用することとしたが、前処理（クリーンアップ）あるいはGC/MS測定（カラム分離）等の条件が不適切な場合には測定値にバイアスを生じる可能性がある。そこでPCB無添加試料の前処理（クリーンアップ）には、それぞれ最適化あるいは妥当性確認がなされた複数の方法を適用した。PCB添加標準物質は、原料油に対してPCB濃度が十分に高いため、PCB原液中のPCB濃度を測定し、その定量値と希釈倍率から添加試料中のPCB濃度を決定すれば、PCB添加試料を直接分析する場合に比較して、マトリックス効果やクリーンアップ中のコンタミネーションによるバイアスを低減することができると予想された。そこでPCB原液を適宜希釈して標準物質とPCB濃度が近くなるように調製したPCB／ノナン溶液を試料液として複数の条件でID-MS法による測定を行い、その測定値に希釈倍率を乗じてPCB原液中のPCB濃度を求めた。この濃度値をPCB原液の鉍物油による希釈倍率で除して求めた値に、PCB無添加試料のPCB濃度の値を加えることでPCB添加試料中のPCB濃度を求めた。

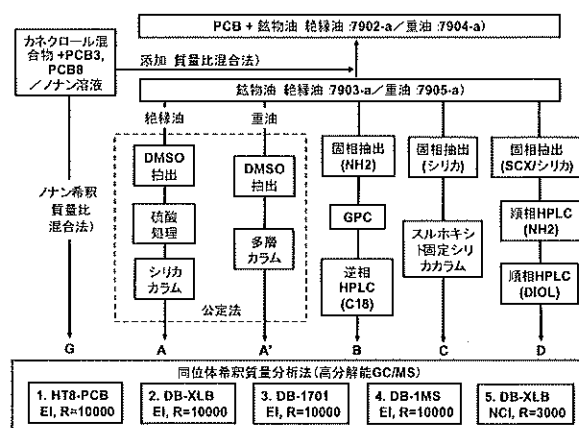


図2 認証に用いたPCB分析法の概略

なお、GC/MS測定においては共雑成分の影響を可能な限り軽減するために、質量分解能を電子イオン化法(EI法)では10000、負イオン化学イオン化法(NCI法)でも3000とできるだけ高く設定した。ま

た、PCBは多数の異性体（同じ塩素数で塩素結合位置が異なる分子）・同族体（塩素数が異なる系列）から構成されるが、GC/MSで塩素数の異なる同族体は別個に分離・検出できても、用いるカラムによっては異性体相互の分離が不十分となる可能性がある。そこで、できるだけ認証項目の成分が単離できるカラムを選択するとともに、複数のカラムを用いて値付けを行うことで認証項目に重なる可能性のある成分の分離の確認、ないしは重複成分の補正を行うことで分析値の信頼性を確保した。

GC/MS測定における校正用標準液の調製には、NMIJで認証を行った標準液（NMIJ CRM 4206-a1, 4207-a1, 4209-a1: PCB28, 153, 194それぞれの2,2,4-トリメチルペンタン溶液）、あるいはNMIJで純度測定を行ったPCB試薬（PCB3,8,52,101,118,138,180,206）を用いた。純度測定はGC-FIDによる面積百分率法で行い、不純物の同定にはGC/QMSを、含水量の測定にはカールフィッシャー水分測定装置を用いた。そしてこれらの試薬と各PCB同族体の同位体（¹³C）標識体とから、GC/MS測定用校正用標準液、サロゲート（内標準）溶液を調製した。

認証に適用した分析法の組み合わせを図2に示す。適用したクリーンアップ方法のうち、GPC⁵⁾-逆相クロマト⁶⁾法と順相クロマト法^{7,8)}については、それぞれの既報を参考にしながら担体・移動相・分画時間等のクロマト条件を独自に検討し、それぞれ妥当性確認または最適化を行った後に認証へ適用した。スルホキシド基固定化担体によるクリーンアップは、当所において開発されたPCB／鉱物油分離用クロマトグラフィー担体⁹⁾によるものであり、やはり分離条件を最適化して本認証への適用を行った。また、ジメチルスルホキシド（DMSO）抽出法は廃油中PCBの公定分析法¹⁰⁾に準拠した方法であり、絶縁油はDMSO抽出後に硫酸処理とシリカゲルカラム処理でクリーンアップを行ったが、重油についてはその方法ではバックグラウンドが高くなったため、市販の硝酸銀シリカゲル－硫酸シリカゲル－水酸化カリウムシリカゲル充てん多層カラムを用いたクリーンアップを行った。

認証値は、各分析法における測定値を分析法ごとの不確かさの逆数で重み付けして平均することによって求めた。また、認証値の不確かさは、特性値の測定不確かさ、試料の不均質性に起因する不確かさを合成して求めた。なお、検出下限以下の成分については、シグナルがS/Nの3倍未満の場合はS/N=3相当、シグナルがS/Nの3倍以上ではシグナル／サロゲートシグナル比の標準偏差の3倍相当に相当する濃度を検出下限値（PCB無添加試料・ブランク分析を比較し、検出下限の高い方を用いる）とし、定量値は

それ以下の濃度とした。また、クロマト手法によるクリーンアップでは、多くの場合、低塩素数PCBについて目的成分と重なる明瞭なピークが認められたことから、検出下限以下の成分の認証値としてはDMSO抽出法による定量値の信頼性が高いと考えられ、これを用いることとした。ただし、DMSO抽出法においても多層カラムを使用した場合には、カラムよりPCB3,8そのものと思われる成分がコンディショニング後にも微量溶出したことから、CRM 7905-a（重油）中のPCB3,8についてはバックグラウンドピークの小さかったスルホキシド基固定化担体を用いた分析法により求められた検出下限値を認証値とした。

本標準物質の認証値である11種類のPCB同族体の濃度（質量分率）および認証値決定に用いた分析方法を表1,2に示す。認証値の不確かさ（表中の±以降の値）は、合成標準不確かさと包含係数k=2から決められた拡張不確かさであり、約95%の信頼の水準をもつと推定される区間を示す。

表1 PCB添加標準物質の認証値と分析法

同族体	認証値 (μg/kg)		分析法*
	CRM 7902-a	CRM 7904-a	
PCB3	505 ± 21	505 ± 20	G-1, G-2, G-3, G-4, G-5
PCB8	576 ± 29	575 ± 29	G-1, G-2, G-3, G-4
PCB28	174 ± 7	173 ± 8	G-1, G-2
PCB70	187 ± 9	184 ± 10	G-1, G-2, G-4
PCB101	169 ± 13	167 ± 13	G-1, G-2, G-3, G-4
PCB118	126 ± 7	124 ± 7	G-1, G-2, G-3, G-4, G-5
PCB138	134 ± 11	133 ± 14	G-1, G-2
PCB153	176 ± 7	174 ± 7	G-1, G-2, G-4, G-5
PCB180	153 ± 8	151 ± 8	G-1, G-2, G-3, G-4, G-5
PCB194	38 ± 3	37 ± 3	G-1, G-2, G-3, G-4, G-5
PCB206	9.3 ± 1.7	9.2 ± 1.6	G-1, G-2, G-3, G-4, G-5

*略号（前処理法・GC/MS条件）は図2を参照

表2 認証値と分析法（PCB無添加標準物質）

同族体	CRM 7903-a		CRM 7905-a	
	認証値 (μg/kg)	分析法*	認証値 (μg/kg)	分析法*
PCB3	< 0.22	A-1	< 0.88	C-1
PCB8	< 0.19	A-1	< 0.86	C-1
PCB28	< 0.20	A-1	< 0.21	A'-1
PCB70	0.33 ± 0.12	A-1, B-2, D-2	< 0.11	A'-1
PCB101	0.38 ± 0.24	A1, A3, B2, B4, C1, D2	< 0.15	A'-1
PCB118	0.42 ± 0.15	A-1, B-2, C-1, D-2	< 0.14	A'-1
PCB138	0.27 ± 0.23	A-1, B-2, C-1, D-2	< 0.23	A'-1
PCB153	0.21 ± 0.14	A1, A3, B2, B4, C1, D2	< 0.23	A'-1
PCB180	< 0.12	A-1	< 0.28	A'-1
PCB194	< 0.13	A-1	< 0.32	A'-1
PCB206	< 0.09	A-1	< 0.15	A'-1

*略号（前処理法・GC/MS条件）は図2を参照

5. 参考値

1) 公定法による塩素数毎のPCB濃度

廃棄物中PCBの公定分析法¹⁰⁾でGC/MS測定に用い

られる校正溶液は、塩素数ごとに1～2種類の異性体しか含まない。しかし、GC/MSに対する各異性体の相対感度は相互に異なり、さらに相対感度はGC/MSの機種やカラムなどの諸条件によって変化する可能性がある。そのため、本法による塩素数ごとの総PCB濃度は3種類のGC/MS測定条件により求め、それらの定量値の平均値を参考値とし、標準偏差（相対値）と試料不均質性に起因する不確かさとの二乗和の平方根をその合成標準不確かさ（相対値）とした。さらに、合成標準不確かさに包含係数 $k=2$ （信頼水準：95%）を乗じて拡張不確かさを求めた（表3）。

なお、デカクロロビフェニルは濃度が低く、今回認証に用いたEI測定条件によっては精確な定量が困難であったことから、高塩素数PCBへの相対的な感度が高いNCI法による定量値の平均を参考値とした。

表3 「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」による塩素数別PCB濃度（参考値）

	参考値 (μg/kg)		
	CRM7902-a	CRM7903-a	CRM7904-a
モノクロロビフェニル	512 ± 33	nd	525 ± 73
ジクロロビフェニル	635 ± 21	0.33 ± 0.81	642 ± 11
トリクロロビフェニル	883 ± 146	0.38 ± 0.60	871 ± 33
テトラクロロビフェニル	1451 ± 421	1.13 ± 0.59	1475 ± 194
ペンタクロロビフェニル	998 ± 150	2.80 ± 0.42	1047 ± 53
ヘキサクロロビフェニル	961 ± 115	1.24 ± 0.41	986 ± 22
ヘプタクロロビフェニル	739 ± 89	0.21 ± 0.05	732 ± 83
オクタクロロビフェニル	230 ± 49	nd	229 ± 23
ノナクロロビフェニル	13.1 ± 1.8	nd	12.3 ± 0.9
デカクロロビフェニル*	0.14	nd	0.14

*分析法D-5（図2）による；nd：いずれの異性体も検出下限以下

2) 密度

室温付近（20℃、25℃、30℃）における標準物質の密度測定を振動式密度計により行い、結果を参考値とした。本参考値は、標準物質を分析のため分け取る際の目安となるが、本標準物質の粘度を考慮すれば、体積はあくまで参考として、PCB濃度は分析に供する質量を元にして算出すべきである。

6. まとめ

今回開発した標準物質（写真1）のマトリックスは、鉱油および重油であり、前者はトランス油など電気絶縁油として広く使用されていることから、PCB分析の対象として最もありふれたもののひとつであるといえる。その一方で、鉱物油にはさまざまな組成のものが存在することから、鉱油（パラフィン油）と比較してより複雑な組成の廃油の分析の精度管理に用いることを想定して、芳香族成分・アスファルテン分・レジン分などを含む重油をマトリックスとする標準物質も供給することとした。

これら標準物質中のPCB濃度は、日本の廃棄物中PCB濃度の基準値が諸外国より厳しい0.5 mg/kgであること、国内の分析機関で用いられているPCB公定分析法あるいは簡易分析法では定量下限の異なるGC/MS（高分解能型、四重極型）、GC-ECD、免疫的検出法など様々な測定手法が用いられていることなどを考慮し、それぞれの精度管理に適用できるように設定した。すなわち、PCB添加・無添加の鉱物油をセットで頒布することによって、使用者は両者を混合して一定の範囲で任意のPCB濃度に調整して用いることができる。なお、添加するPCBとしては日本のPCB製品であるカネクロールに加えて、低塩素数のPCB同族体の試薬も用いたが、これは、カネクロール中の低塩素PCBの存在度が低いのに対して、PCBの処理法として普及している化学分解処理においては低塩素数のPCBが残留してPCBの同族体組成が変化することがあることを考慮したものである。なお今回、NMIJ認証標準物質としては初めて一部の認証項目に対してその検出下限を認証値とした。被測定物質のブランクとして使える標準物質は様々な分野で必要とされることから、高感度・高信頼性の定量法や、より適切な分析下限値の推定方法などの適用により、今後「零点」の認証をこれ以外の対象に拡大していくことになるであろう。

本標準物質の認証項目は、塩素数1から9のPCB各同族列から最低1つの異性体が含まれるように選択した11成分で、PCB製品中で存在度が高く、公定分析法においてGC/MSの校正に用いられる物質でもある。また、公定分析法によって求められたPCB総濃度が法的規制の判断基準となっていることから、同法による分析結果の妥当性を評価することを可能とするために、同法を適用して求めた塩素数ごとのPCB総濃度を参考値として付与してある。

海外の国家計量標準機関からも、PCB分析用鉱物油標準物質は数種類供給されているが、今回紹介した標準物質は、国内機関から頒布されることで輸入手続きを不要とするだけでなく、日本の厳しいPCB規制値、分析現場のニーズに対応すべく開発されたものである。これら認証標準物質が活用されることにより、PCB分析の信頼性向上、ひいてはPCB廃棄物の適切な処理の進展にいくらかでも寄与できれば、望外の幸せである。

7. 謝辞

本標準物質の開発に際し、原料絶縁油の採取を実施していただいた株式会社環境総合テクノス、スルホキシド固定シリカの基材であるアミノプロピルシリカをご提供いただいたシグマアルドリッチジャパン株式会社に感謝いたします。

8. 参考文献

- 1) 日本環境安全事業株式会社 (JESCO)
ホームページ <http://www.jesconet.co.jp/>
- 2) 環境省報道発表資料「PCB特別措置法に基づくPCB廃棄物の保管等の届出の全国集計結果について」平成18年1月23日
<http://www.env.go.jp/press/press.php?serial=6753>
- 3) 環境省 低濃度PCB汚染物対策検討委員会
http://www.env.go.jp/recycle/poly/low_conc.html
- 4) Chernetsova et al.: Mass Spectrom. Rev., (2002), 21, 373.
- 5) 松原ほか, 環境化学, (2003), 13, 1033.
- 6) Takada et al. Chemosphere (2001), 43, 455.
- 7) Parris et al. NBS Spec. Publ. (1984), 674, 27.
- 8) 田中, 化学工業論文集, (2003), 29, 628.
- 9) Numata et al. Anal. Chem. (2007) 79, 9211.
- 10) 厚生省告示「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」平4厚告192 (一部改正等 平10厚告222・平11厚告193)



写真1 PCB分析用鉍油標準物質

APMP/TCQM会議出席報告

財団法人化学物質評価研究機構 東京事業所化学標準部
四角目 和広 西野 朋恵

2007年10月にオーストラリア・シドニーで開催されましたアジア太平洋計量計画/物質質量技術委員会 (APMP/TCQM) に参加しましたので、概要等ご紹介いたします。

APMPは、アジア太平洋地域における計量標準の水準向上を目指す機関として1980年から活動しています。日本からは、(独)産業技術総合研究所/計量標準総合センター (AIST/NMIJ)、(独)情報通信研究機構 (NICT)、(財)化学物質評価研究機構 (CERI) が加盟しています。CERIは、2005年に加盟し、2007年は3年目ということになります。APMPには、質量、電磁気、時間・周波数、流体流量など各分野の技術委員会 (TC; Technical Committee) が設置されており、物質質量 (化学分析) に関するTCQMもその一つということになります。

今回の会議は、各TCをMenzies Sydney Hotel と Standards Australiaの2箇所に振り分けて開催されました。TCQMは、Standards Australiaという場所で10月29日～30日の2日間にわたり開催されました。

議事進行は、TC 議長 (Chair) によって行われま

すが、会議の冒頭では参加者全員の自己紹介が行われました。日本以外では、オーストラリア、韓国、中国、香港、インド、インドネシア、マレーシア、台湾、シンガポール、スリランカ、タイ、南アフリカなどから参加がありました。日本からは、AIST/NMIJの加藤健次科長、CERIからは、西野朋恵 (標準ガス担当) と筆者 (標準液担当) が参加しました。

APMP/TCQMは、アジア太平洋地区の国々の集まりとなっていますが、国際度量衡委員会/物質質量諮問委員会 (CIPM/CCQM) と密接な関連を持つ活動となっています。このため、会議ではCCQMの各ワーキンググループ (WG) 会議 (ガス分析、無機分析、有機分析、電気化学分析、バイオ分析、基幹比較、他) の報告も行われます。各WG会議での国際比較に関する計画、進捗状況報告などがありました。なお、CCQMの各WG会議については、本誌37号や38号などにAIST/NMIJの方々からの会議出席報告があります。

主な議題とその概要は以下のとおりです。

①CCQMの各WG会議報告

有機分析、無機分析、ガス分析、バイオ分析、基幹比較に関する各WGの状況が報告されました。特に、

ガス分析については、加藤科長からCERIとしても関連の深いCCQM K46 (NH_3/N_2)、CCQM K51 (CO/N_2)、CCQM K52 (CO_2/N_2) などについて進捗状況等概要報告がありました。なお、K46等の番号は、CCQM内で実施される国際比較に割り振られる番号です。

②APMPとしての活動概要

第5回APMPガスCRMワークショップ (2007年5月、中国の西安)、TCQMシンポジウム (2007年6月、中国の西安)、第2回APMP TCQM DEC (Developing Economies Committee) ワークショップなどの報告がありました。NMIJをはじめ、NIM (中国)、KRISS (韓国) などを中心に積極的な活動が行われているようです。

③今後実施予定又は実施中のTCQM基幹比較、Pilot Study

APMP/TCQMで実施される基幹比較等について、実施状況や開発状況の報告がありました。現在計画中又は実施中の試験として、1) 葉草中のカドミウム、鉛、2) 魚肉粉末中の有機ヒ素化合物、3) ポテトチップ中のアクリロアミド、4) ポリプロピレン中のカドミウム、クロム、水銀等の重金属、5) 米中のカドミウム、6) 質量比法濃度の精確さ (He/N_2)、7) メタンの純度測定、8) エタノール標準ガス、9) 標準ガス (NO/N_2 、 SO_2/N_2) 等について担当機関から報告がありました。

また、今回、国際比較試験実施に向けて検討を始める試験として、野菜中の農薬 (殺虫剤)、紅茶葉中の農薬 (殺虫剤)、カレーペースト中の安息香酸類などが提案されていました。

④各機関の現状報告

Country/Economy reports として、NPLI (インド)、LIPI (インドネシア)、SIRIM (マレーシア)、ITI (スリランカ)、GLHK (香港)、ITRI (台湾)、NIM (中国) から各機関の紹介や標準物質への取り組み等について紹介がありました。

⑤次期議長 (Chair) 選挙

これまでNIM (中国) のProf. Yu Yadongが議長をつとめてきましたが、任期満了 (2年) に伴い、次期議長の選挙が行われました。選挙は、立候補者に対して会議内で投票するというものでした。NMIJの加藤科長とNIMT (タイ) のDr.Chainarong Cherdchu が立候補し、無記名投票が行われ、13票中9票獲得した加藤科長が次期議長 (正式には、TCQM会議後に開催される総会で最終決定されるので、投票直後の状態は、次期議長候補とのアナウンスがありました) として選出

されました。なお、Dr.Chainarong Cherdchuは、当日欠席となり、代理の方から立候補の挨拶を含めた自己紹介がありました。

TCQM 議長は、野村明前有機分析科長に次いで、日本からはお二人目ではないかと思います。加藤科長のご活躍に期待したいと思います。

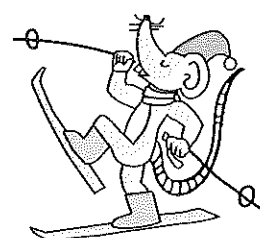
<所感>

現在、TCQMは、Technical Committee for Metrology in Chemistryと表現されており、化学分析における計量標準としての標準物質以外の内容も含まれているようです。このため、各機関とも自国の産業に直結した国際比較を行うことで自国の利益を図ろうとしているという印象を持ちますが、そのためには、信頼性の高い標準物質の確立こそが最優先の課題であることを改めて実感した次第です。

今回、私はAPMP/TCQMのみの参加でしたが、前後してAPMP総会、APMP-ILAC/IAFシンポジウム、Laboratory tourなどがありました。特に、日本 (つくば) では、ほとんど同時期にBERM11が開催されており、両方に関係している方も多く、スケジュール調整にご苦労された方もおられたようです。会議開催期間中、歓迎の立食パーティ、会議中の昼食時、TCQM参加者のための夕食会などで、多くの方と意見交換を行うことができました。残念ながら現在のJCSS標準物質は、国際的に知られているという状況にはありませんが、将来的にはJCSS標準物質が他国でも利用されるよう、JCSS標準物質の開発と普及に向けて努力する所存ですので、引き続きご指導、ご鞭撻よろしくお願いいたします。



会議開催中のちょっとだけブレイクの時間



標準物質協議会会報50号までの歩み

事務局（松本）

標準物質協議会の会報は、1986年1月に第1号を創刊し、2008年1月発行の本号で第50号を数えることになりました。そこで、各号の発行年月、題名、執筆者、を振り返ってみました。ここまで継続して発行

できたのも多くの皆様のご協力の賜物と感謝申し上げます。今後ともよろしくお願い申し上げます。

なお、題名、所属、職位、氏名は、会報の記載をそのまま記載しております。

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
創刊号 1986年1月 (昭和61年)	①会報の発刊にあたって ②一解説－REMCOの経緯と役割 ③ヨーロッパにおける標準物質の動向	標準物質協議会 会 長 荒木 峻 標準物質協議会 事務局 標準物質協議会 副会長 福地 俊典
第2号 1986年4月	①一解説－ISO指針30 (標準物質に関連して使用される用語と定義について)	標準物質協議会 事務局
第3号 1986年7月	①第11改正日本薬局方の標準品について ②NBSにおける標準物質の供給活動－Ⅰ	厚生省国立衛生試験所 生物化学部標準品製造室 室 長 木村 俊夫 通商産業省工業技術院 計量研究所計測研究室 室 長 西端 健
第4号 1986年10月	①中国における標準物質事情 ②NBSにおける標準物質の供給活動－Ⅱ	財団法人化学品検査協会 化学標準センター 所 長 栗原 力 通商産業省工業技術院 計量研究所計測研究室 室 長 西端 健
第5号 1987年1月 (昭和62年)	①標準物質をめぐる課題 ②日本鉄鋼標準試料発展の経緯	通商産業省工業技術院 院 長 飯塚 幸三 社団法人日本鉄鋼協会 専門部長 水野幸四郎
第6号 1987年6月	①国立公害研究所の環境標準試料 ②分析機器と標準物質	国立公害研究所計測技術部 岡本 研作 株式会社島津製作所 東京研究所 所 長 坂田 衛
第7号 1987年9月	①標準物質協議会設立25周年を迎える ②標準物質協議会25周年記念特別講演 (飯塚幸三氏の特別講演 要旨) ③会長挨拶 ④祝辞 ⑤標準物質協議会の歴史－Ⅰ	標準物質協議会 事務局 標準物質協議会 事務局 標準物質協議会 会 長 荒木 峻 通商産業省工業技術院 総務部長 三野 正博 標準物質協議会 事務局

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第8号 1988年1月 (昭和63年)	①ISO/REMCO (標準物質委員会) 第12回会議出席報告 ②標準物質協議会の歴史Ⅱ ③わが国のセメント標準試料	通商産業省工業技術院 計量研究所熱物性部 部 長 今井 秀孝 標準物質協議会 事務局 社団法人セメント協会 研究所 技術部 部 長 加藤 修
第9号 1988年4月	①地球科学における標準物質 ー岩石・鉱物ー ②標準物質のトレーサビリティとは	通商産業省工業技術院 地質調査所技術部化学課 課 長 安藤 厚 財団法人化学品検査協会 化学標準センター 技術顧問 小島 益生
第10号 1988年7月	①第13回標準物質委員会(ISO/REMCO)に出席して ②石油学会の標準試料について	通商産業省工業技術院 計量研究所熱物性部 部 長 今井 秀孝 社団法人石油学会 専務理事 羽田登志男
第11号 1988年10月	①日本セラミック協会の窯業原料標準物質 ②標準液	社団法人セラミック協会 顧 問 多田 格三 通商産業省工業技術院 化学技術研究所 無機計測課長 久保田正明 化学標準部長 川瀬 晃
第12号 1989年1月 (平成元年)	①21世紀と分析機器 ②中国における環境計測体制と環境測定 分析精度向上対策 ③アルミニウム標準試料	株式会社島津製作所 理事計測事業本部 技師長 坂田 衛 北京市環境保護監測センター 副総工程師 全 浩 社団法人軽金属協会 分析委員会 委員長 藤沼 弘
第13号 1990年1月 (平成2年)	①伸銅品・分析用標準試料の調製 ②第14回標準物質委員会出席報告 ③北京での「認証標準物質に関する 国際シンポジウム」に参加して	日本伸銅協会 相馬 南海雄 計量研究所 今井 秀孝 計量研究所 今井 秀孝
第14号 1990年2月	①国際法定計量機関(OIML)の活動と国際認証制度	計量研究所 国際研究協力官 西端 健
第15号 1990年9月	①ISO/REMCO特別会議出席報告 ②化学標準物質(標準ガス)	化学技術研究所 化学標準部 久保田 正明 (財)化学品検査協会 化学標準部 野村 杉哉
第16号 1991年3月 (平成3年)	①COMARについて ②原子力分野における標準試料の製作 ③標準物質をめぐる最近の動き	通商産業省通商産業検査所 化学部長 平井 信次 日本原子力研究所分析センター 高島 教一郎 標準物質協議会 副会長 福地 俊典

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第17号 1991年12月	①標準研究連絡委員会報告 －標準物質に関する問題点と具体的方策について－	日本学術会議 標準研究連絡委員会
第18号 1992年3月 (平成4年)	①英国国立化学研究所について ②標準粒子の開発と応用	計量研究所 今井 秀孝 日本合成ゴム(株) 青谷 征二、勝田 哲男 深井 芳和、山本 哲 池谷 俊彦、蓼沼 博
第19号 1992年11月	①JFCC実用標準物質シリーズについて	JFCC 酒井 靖次
第20号 1993年10月 (平成5年)	①分光光度計校正用ガラス光学フィルタの 供給と値付け ②標準物質をめぐる最近の動向	(財)日本品質保証機構 片桐 拓朗 標準物質協議会 副会長 福地 俊典
第21号 1994年10月 (平成6年)	①第17回標準物質委員会への出席報告 ②臨床検査における標準物質	計量研究所 今井 秀孝 (財)日本品質保証機構 片桐 和臣
第22号 1995年3月 (平成7年)	①NIST(米国標準技術研究所)の現状紹介 －標準物質・校正サービス・NVLAPを中心に－	計量研究所 今井 秀孝
第23号 1995年7月	①標準物質の国際標準物質データベース (COMAR)への登録 -その経緯と登録基準-	標準物質協議会 副会長 福地 俊典
第24号 1996年1月 (平成8年)	①標準マイクロスケール	計量研究所 豊田 幸司
第25号 1996年3月	①オランダ及びカナダにおける 計量標準関連研究機関の現状紹介	物質工学工業技術研究所 久保田 正明
第26号 1996年7月	①大韓民国及び中華人民共和国における 計量標準供給の現状	財団法人化学品検査協会 化学標準部 松本 保輔
第27号 1996年11月	①物質質量諮問委員会(CCQM)の創設	工業技術院 物質工学工業技術研究所 倉橋 正保
第28号 1997年3月 (平成9年)	①化学分析における分析値の信頼性の向上	工業技術院 物質工学工業技術研究所 久保田 正明
第29号 不明		
第30号 1997年11月 (A4版に拡大)	①第3回物質質量諮問委員会(CCQM)への出席報告	工業技術院 物質工学工業技術研究所 倉橋 正保
第31号 1998年7月 (平成10年)	①第21回ISO/REMCO会議に出席して ②第4回物質質量諮問委員会(CCQM)への出席報告	物質工学工業技術研究所 環境標準物質特別研究室 主席研究官 岡本 研作 物質工学工業技術研究所 計測科学部無機分析研究室 室 長 倉橋 正保
第32号 1999年5月 (平成11年)	①計量行政審議会答申(抜粋) ②その後の中国標準物質事情 ③マレーシア工業標準研究所とその化学試験部について	標準物質協議会 事務局 (財)化学品検査協会 栗原 力 (財)化学品検査協会 栗原 力

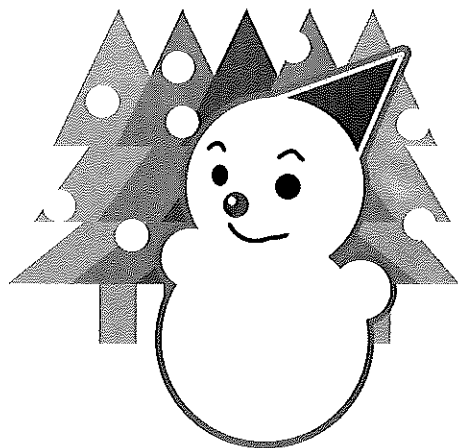
号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第33号 1999年9月	①アメリカ NIST、カナダ INMS における 標準物質の現状・課題 ②第5回物質質量諮問委員会 (CCQM) への 出席報告	物質工学工業技術研究所 計測化学部長 岡本 研作 財団法人化学品検査協会 化学標準部長 山根 重孝 物質工学工業技術研究所 計測科学部無機分析研究室 室 長 倉橋 正保
第34号 2000年1月 (平成12年)	①国際標準物質データベース (COMAR) の 近況について ②CITAC国際会議に参加して	通商産業省 製品評価技術センター 技術部管理課標準物質室 山内 喜道 中川 知香 (財) 化学物質評価研究機構 東京事業所 化学標準部 丸山 正暁
第35号 2000年6月	①PITTCON2000に見る分析機器/企業最新動向 ②PITTCON報告 ③米国PITTCON参加報告	(社) 日本分析機器工業会 技術委員長 久本 泰秀 高千穂化学工業株式会社 中野 谷勉、早瀬 敏克 渋澤 裕二、久保田福雄 江上 真紀 財団法人化学物質評価研究機構 化学標準部 山根 重孝
第36号 2001年5月 (平成13年)	①米国における標準ガス供給の現状 ②第1回勉強会報告	(財) 化学物質評価研究機構 化学標準部 丸山 正暁 (株) 島津製作所 日根 隆 関東化学(株) 三城 侑三
第37号 2002年3月 (平成14年)	①ご挨拶 (事務局注:会長就任) ②第2回勉強会報告 ③第7回物質質量諮問委員会 (CCQM) 会議 及び各WG会議への出席報告 ④2001年秋のCCQM無機WG会議の報告 ⑤IRMM(Geel, Belgium)での CCQM電気化学WGの会議	独立行政法人 産業技術総合研究所 技術顧問 久保田正明 日本酸素(株) 君島 哲也 住友精化(株) 三澤 一郎 独立行政法人 産業技術総合研究所 計測標準研究部門 倉橋 正保、加藤 健次 中村 進、井原 俊英 独立行政法人 産業技術総合研究所 日置 昭治 独立行政法人 産業技術総合研究所 計測標準研究部門 中村 進

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第38号 2002年9月	①第8回物質質量諮問委員会(CCQM)会議への 出席報告 ②計量標準総合センター(NMIJ)の 標準物質調査の概要 ③新標準物質の紹介「海底質標準物質」 (NMIJ CRM 7301-aおよび7302-a) ④(社)日本分析化学会が開発した標準物質 ー1999年以降の開発を中心に ⑤標準物質協議会見学会報告 ⑥PITTCON参加報告	産業技術総合研究所 計測標準研究部門 岡本 研作、倉橋 正保 加藤 健次、日置 昭治 中村 進、井原 俊英 石川啓一郎、稲垣 和三 独立行政法人産業技術 総合研究所 高谷 晴生 独立行政法人産業技術 総合研究所 高津 章子 社団法人日本分析化学会 技術顧問 坂田 衛 大連工科大学 客員教授 高橋 明 (財)化学物質評価研究機構 松本 保輔
第39号 2003年4月 (平成15年)	①NMIJにおける高分子標準物質の開発状況 ②標準ガスの国際比較 ③標準物質協議会見学会報告 ④標準物質協議会勉強会報告	独立行政法人産業技術 総合研究所 計測標準研究部門 有機分析科 高分子標準研究室 衣笠 晋一 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 丸山 正暁 関東化学株式会社 倭文 秀一 標準物質協議会 事務局
第40号 2003年10月	①標準物質協議会創立40周年式典 会長あいさつ 来賓祝辞 来賓祝辞 来賓祝辞 ②第26回国際標準化機構/標準物質委員会 (ISO/REMCO)会議への出席報告 ③日本学術会議 標準研連報告書	(事務局記録) 久保田 正明 社団法人日本計量振興協会 会 長 飯塚 幸三 経済産業省産業技術環境局 知的基盤課長 徳増 有治 独立行政法人産業技術 総合研究所 計測標準研究部門 部門長 小野 晃 産業技術総合研究所 計測標準研究部門 齊藤 剛、岡本 研作 標準物質協議会 事務局
第41号 2004年4月 (平成16年)	①NIST 長期出張報告 ②KRISS 訪問記 ③標準物質協議会勉強会報告 ④産総研の認証標準物質(1)	(独)産業技術総合研究所 井原 俊英 (財)化学物質評価研究機構 春末 哲史 標準物質協議会 事務局 (独)産業技術総合研究所 原田 泰
第42号 2004年11月	①第27回国際標準化機構標準物質委員会 (ISO/REMCO)会議への出席報告 ②産総研における有機標準ガスの開発について ③標準物質協議会見学会報告	(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 齊藤 剛、千葉 光一 産総研 計測標準研究部門 有機分析科有機標準研究室 渡邊 卓朗、加藤 健次 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 山田 隆史

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第43号 2005年4月 (平成17年)	①電子プローブマイクロアナライザー用 鉄基金標準物質の開発 ②産総研の認証標準物質(2) ③第12回COMAR会議への出席報告 ④不確かさとその評価(第1回)	(独)産業技術総合研究所 梅原 博行、寺内 信哉 小島 勇夫 産業技術総合研究所 計量標準管理センター 原田 泰 独立行政法人製品評価 技術基盤機構 朝海 敏昭、新井 崇史 今井 秀孝 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 四角目和広
第44号 2005年10月	①標準物質開発と経済効果 ②我が国における標準物質の製造と供給 ③不確かさとその評価(第2回)	産業技術総合研究所 計測標準研究部門 OB 倉橋 正保 (財)化学物質評価研究機構 松本 保輔、丸山 正暁 四角目和広 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 四角目和広
第45号 2006年3月 (平成18年)	①標準ガス調製用高圧ポンプの外表面処理が 精密秤量に及ぼす影響について ②産総研における有機高純度標準物質の 開発について ③計量標準供給制度により供給される 標準液について ④見学会報告	(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 有機分析科有機標準研究室 松本 信洋、加藤 健次 (独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 清水 由隆、加藤 健次 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部技術第二課 上野 博子 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部技術第二課 松本 佳子
第46号 2006年8月	①第13回COMAR会議への出席報告 ②不確かさとその評価(最終回) ③希釈なしで使用可能な使い切り型の 低濃度混合標準液のご紹介	独立行政法人製品評価 技術基盤機構 朝海 敏昭、新井 崇史 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 四角目和広 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 花岡 祐子
第47号 2006年12月	①産総研の認証標準物質(3) ②GHSの概要とその対応について ③タイ国NIMT開所式出席報告 ④平成18年度見学会報告	(独)産業技術総合研究所 計量標準管理センター 標準物質認証管理室 三浦 勉 関東化学株式会社 品質保証部 金田 尚 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 松本 保輔 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 西野 朋恵

号数 発行年月	題 名	執 筆 者
第 48 号 2007 年 4 月 (平成 19 年)	①第29回(2006年)ISO/RENCO会議報告 ②高濃度酸素標準ガスの開発 ③海外出張報告 —タイ国NIMT計量標準研修報告— ④分析化学における不確かさ研修プログラム ～私の不確かさ事業～	(独)産業技術総合研究所 衣笠 晋一 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 丸山 正暁 (財)化学物質評価研究機構 若月 生治 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部技術第二課 山澤 賢
第 49 号 2007 年 8 月	①第30回ISO/REMCO会議への参加報告 ②海洋分野の標準物質 ③揮発性有機化合物標準液の調製と測定技術に 関する技術指導報告 ④平成19年度標準物質協議会通常総会	産業技術総合研究所 計測標準研究部門 齋藤 剛 株式会社環境総合テクノス 計測分析所 太田 秀和 (財)化学物質評価研究機構 上野 博子 標準物質協議会 事務局
第 50 号 2008 年 1 月 (平成 20 年)	①産総研のPCB分析用鉍物油標準物質 ②APMP/TCQM会議出席報告 ③標準物質協議会会報50号までの歩み ④平成19年度見学会報告	産業技術総合研究所 計測標準研究部門 有機分析科 沼田 雅彦 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 四角目和広 西野 朋恵 標準物質協議会 事務局 (財)化学物質評価研究機構 化学標準部 林 多恵

なお、第29号については、事務局の不手際でどうしても見つかることができませんでした。どなたかお持ちでしたら事務局までご連絡下さるようお願いいたします。



平成19年度見学会報告

(財) 化学物質評価研究機構
化学標準部 林 多恵

財団法人化学物質評価研究機構、化学標準部技術第一課の林と申します。去る平成19年12月4日、標準物質評議会平成19年度見学会がおこなわれ、独立行政法人産業技術総合研究所計測標準研究部門（以下NMIJという）を見学させていただいたので報告いたします。

研究所に到着後、久保田会長から挨拶があった後、NMIJ千葉副部門長からNMIJの体系について説明がありました。現在、NMIJではSIトレーサブルの確立、国際相互承認、ISO Guide34に従うことの三つのポリシーのもとに、材料標準物質、高分子標準物質、環境組成標準物質などの開発、供給をおこなっているそうです。NMIJでは分析法の評価に用いられる標準物質を扱い、JCSSでは主に測定機器の校正に用いられる標準物質を扱っています。データの信頼性と互換性の確保のため日々努力されているとのことでした。

その後、環境標準研究室に移動し、組成型環境標準物質の開発と、環境試料中の微量成分分析法の開発について説明していただきました。組成型標準物質の開発では天然物を試料として用いることや、前処理の条件検討や安定性試験などを含めると供給までに2年以上の期間を要することを伺いました。そのため市場のニーズに対応するのに苦労されているそうです。環境試料中の微量分析法の開発では一つの元素について複数の原理の異なる測定法を用いて値付けをおこなっているそうです。どの分析法が真値に近いのかを決定するのはとても難しいとのことでした。

次にバイオメディカル標準研究室の説明を受けました。この研究室はバイオメディカル標準の先導の開発をおこなうため2004年に発足した新しい研究室だそうです。現在日本の医療の現場では臨床検査はキットなどを用いておこなわれていますが、それらにおいてトレーサブル体系を構築することは重要であるとのことでした。そのためコレステロールやクレアチニンの一次標準物質の開発や生体内低分子の純度決定法の確立、血中ホルモンの同位体希釈法の開発とその国際比較などをおこなっているそうです。またバイオ分野においては、遺伝子組み換え食品などの同定を目的とした核酸やタンパク質の定量法の開発や、国際比較への参加をおこなっているとのことでした。将来はマーカータンパク標準液の供給を目指しているそうです。

続いて棟を移動し、材料評価研究室と高分子標準研究室の見学をしました。材料評価研究室では薄膜や表面構造に関する標準の開発をおこなっているそ

うです。この分野の研究は先端産業における材料開発や品質管理に必要とされる重要な技術だそうです。研究室内では、サンプル表面の薄層の厚さをナノメートル単位まで測定する装置を見学させていただきました。サンプルを回転させてX線の照射角度を変える仕組みで、照射するX線の角度まで標準化されているとのことでした。

高分子標準研究室は高分子材料の分子量や、添加剤の含有量の測定法の開発や、標準物質の開発をおこなっている研究室だそうです。平均分子量ではなくすべての組成に値付けをおこない、その分布まで分析できるとのことでした。また添加剤である臭素系難燃剤含有標準物質は測定の際のばらつきがかなり大きく測定に苦労されているとのことでした。続いて部屋を移動し、ナノ微粒子の動的光散散を測定して微粒子の粒径を分析する装置を見学させていただきました。想像していたものよりかなり大きな装置で驚きました。この装置内の温度変動は±0.1度未満になるよう厳密に管理されているそうです。装置の横には以前、粒径の測定に用いられていた装置がいくつか並んでおり、装置は日々進化していると感じました。

最後に質疑応答があり、標準物質の開発候補はどのように選んでいるのか、また開発期間を短くすることは可能かなどの質問がありました。

普段JCSS関連の業務に関わっていながら、その体系や他の標準物質について知らないことが多く、今回の見学会はとても有意義なものになりました。またこの見学会を通して、どの研究室も精度の高い測定法の開発に重点を置いていることや、そのため測定装置の精度にはかなりこだわりがある点が共通していると感じました。

最後になりましたが、産業技術総合研究所の関係者の方々並びに本見学会の関係者の方々に厚く御礼申し上げます。



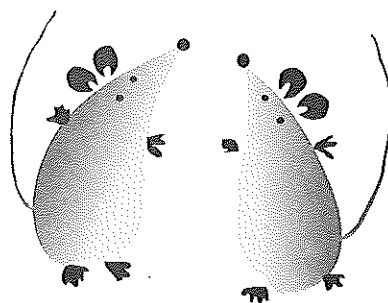
編集後記

皆様明けましておめでとうございます。今年もよろしく願い申し上げます。

平成20年最初の会報（第50号）をお送りいたします。標準物質協議会は、昭和61年1月に会報の創刊号を発行しており、今回で50号を数えることになりました。そこで、50号発行を記念してこれまでの各号について題名、執筆者等を掲載いたしました。一号、一号確認しながら作成しましたところ大変多くの方々にご執筆いただいたことを改めて認識したところです。ご執筆くださいました皆様にこの場を借りて感謝申し上げます。

懐かしいお名前の発見、組織名の変更、JCSS制度の創設など僅か20数年の間ですが標準物質に関わる歴史を垣間見ることができ感激しております。

今後とも70号、100号と続くよう努力してまいりますので、皆様のご協力をお願い申し上げます。



〒345-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地

(財) 化学物質評価研究機構内

標準物質協議会

事務局 松本 保輔

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

E-mail matsumoto-yasusuke@ceri.jp

URL <http://www.ceri.or.jp>