

会 報

2009・6

第 54 号

Japan Association of Reference Materials

目 次

1. 産総研の認証標準物質 (4)	1
2. 輸入食品の残留農薬検査	7
3. CCQM (GAWG・OAWG) 会議出席報告	9
4. 新刊紹介	13
5. 標準物質協議会会員名簿	14
6. 編集後記	15

産総研の認証標準物質 (4)

独立行政法人 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 下坂 琢哉

(独) 産業技術総合研究所計量標準総合センター (NMIJ-AIST) は、ISO Guide 34 及び ISO/IEC 17025 に基づいた品質システムにより、認証標準物質 (Certified Reference Material ; CRM) を開発・頒布している。その種類は、2009 年 4 月現在で計 129 種類であり、前回の報告¹⁾から約 40 種類増えた。今回はその中から、標準ガス 1 種類、有機標準物質 3 種類、環境組成標準物質 2 種類、材料標準物質 1 種類、グリーン調達対応標準物質 2 種類について報告する。

なお、各標準物質について認証値例を示したが、その表中の拡張不確かさの包含係数 k は 2 である。

1. 標準ガス

標準ガスは 2009 年 4 月現在で 13 種類頒布され、そのうち純ガスは 10 種類、混合ガ

スは 3 種類である。

1. 1. 六ふっ化硫黄・四ふっ化メタン混合標準ガス(窒素希釈, 濃度 0.5%): NMIJ CRM 4404-a

本 CRM は、NMIJ で純度を決定した六ふっ化硫黄と四ふっ化メタンを質量比混合法 (ISO6142(2000)) により高純度窒素で希釈調製した標準ガスであり、分析機器の校正の他、二次標準ガス、実用標準ガスの値付けに使用することができる。また、本 CRM を原料として標準ガスの調製に用いることができる。認証値は調製時の六ふっ化硫黄・四ふっ化メタンと窒素の質量比から計算される濃度 (物質質量分率; mol/mol) である。

本 CRM は 10 リットルアルミニウム合金製高圧容器詰め形で供給され、認証時の容器内圧力は、約 9.0 MPa (35 °C 換算) 以上である。本 CRM の有効期限は、認証書に記

載された保存条件のもとで2011年4月31日である。

物質名	CAS 番号	認証値 ($\mu\text{mol/mol}$)	拡張不確かさ ($\mu\text{mol/mol}$)
六ふっ化 硫黄	2551-62-4	5033	25
四ふっ化 メタン	75-73-0	5166	26

なお、上表中の値は認証値の例であり、実際の認証値は容器ごとに異なる。

2. 有機標準物質

有機標準物質は、2009年4月現在31種類（純物質は15種類、標準液は12種類、臨床検査用は4種類）頒布されている。

2. 1. p,p'-DDT, p,p'-DDE, p,p'-DDD, γ -HCH 混合標準液: NMIJ CRM 4214-a

本 CRM は、ガスクロマトグラフィー質量分析法(GC-MS)、GC、高速液体クロマトグラフィー(HPLC)等による塩素系農薬類の定量において、分析機器の校正に用いる他、機器の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認等に用いることができる。

原料に用いた p,p'-DDT は示差走査熱量計(DSC)を用いた凝固点降下法によりあらかじめ純度を評価した高純度 p,p'-DDT を基準として、HPLC によって校正し求めた。p,p'-DDE および p,p'-DDD の純度は、DSC を用いた凝固点降下法および水素炎イオン化検出ーガスクロマトグラフィー(GC-FID)によって求めた。 γ -HCH は、GC-FID による差数法で純度を決定した。これら純度を決定した原料を質量比混合法により 2,2,4 トリメチルペンタンに溶解して調製し、その希釈倍率とそれぞれの純度から認証値が求められた。質量比混合法では JCSS 校正済み精密天秤を用い、純度は凝固点降下法または差数法で純度決定されており、各認証値は国際単位系(SI)にトレーサブルである。

本標準物質は、約 1 g ずつ 2 mL 褐色ガラスアンプルにアルゴンガス雰囲気下で封入されている。参考情報として、本標準物質の密度(0.6918 g/cm³ (20 °C))が認証書に記載されている。なお、本 CRM には特化物に指定されている物質を含むため、化審法に従った取り扱いが必要となるとともに、購入時には確約書の提出が必要である。

本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで2018年3月31日である。

物質名	CAS 番号	認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ (mg/kg)
p,p'-DDT (1,1,1-トリクロロ-2,2-ビス[p-クロロフェニル]エタン)	50-29-3	9.85	0.14
p,p'-DDE (1,1-ジクロロ-2,2-ビス[p-クロロフェニル]エチレン)	72-55-9	10.01	0.09
p,p'-DDD (1,1-ジクロロ-2,2-ビス[p-クロロフェニル]エタン)	72-54-8	10.06	0.08
γ -HCH ((1 α ,2 α ,3 β ,4 α ,5 α ,6 β)-ヘキサクロシクロヘキサン)	58-89-9	10.02	0.07

2. 2. 尿素: NMIJ CRM 6006-a

本 CRM は、尿素の純物質であり、分析機器や分析試薬の校正、値付けに用いるほか、分析機器の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認に用いることができる。認証値は、NMIJ フタル酸水素カリウム標準物質(NMIJ CRM 3001-a)および米国標準技術研究所(NIST)炭酸ナトリウム標準物質(NIST SRM 351)を基準とした中和滴定法およびケルダール法による窒素定量法により決定し、SIにトレーサブルである。

本 CRM は、褐色ガラスバイアル詰め(10 g 入り)の形で供給されている。均質性の観点から、一回の測定に使用する量は 50 mg 以上が推奨されている。参考情報として、認証時点での HPLC によるピウレット濃度(0.25 g/kg)、トリウレット濃度(0.04 g/kg)、シアヌル酸濃度(0.03 g/kg)、カルフィッシャー電量滴定法による水分(0.1 g/kg)、イオンクロマトグラフ法によるアンモニウムイオン濃度(0.08 g/kg)が認証書に記載されている。本 CRM の有効期限は、

未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2018 年 3 月 31 日である。

物質名	CAS 番号	認証値 (kg/kg)	拡張不確かさ (kg/kg)
尿素	57-13-6	0.999	0.001

2. 3. C 反応性蛋白溶液: NMIJ CRM 6201-a

本 CRM は、C 反応性蛋白／トリスヒドロキシメチルアミノメタン・塩酸緩衝液 (pH 7.5) であり、分析機器の校正や分析試薬の値付けに用いるほか、分析機器の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認に用いることができる。認証値は、同位体希釈質量分析法と誘導体化・蛍光法を用いたアミノ酸分析法および窒素分析法により得られた測定値から決定され、SI にトレーサブルである。

アミノ酸分析では、純度を評価したアミノ酸を基準とした。同位体希釈質量分析法 (IDMS) では、フェニルアラニン、プロリン、バリン、ロイシン、アラニンを、蛍光法では、フェニルアラニン、プロリン、バリン、ロイシン、アラニン、リジン、チロシンを定量し、C 反応性蛋白 1 分子に含まれる各アミノ酸の個数を基に C 反応性蛋白濃度を算出した。窒素分析法においては、窒素含有量を決定した硫酸アンモニウムを基準とした。窒素分析法燃焼発光式窒素分析計を用い、得られた窒素濃度から C 反応性蛋白 1 分子に含まれる窒素原子数を基に、C 反応性蛋白濃度を算出した。

本 CRM は、半透明プラスチックバイアル詰め (約 2 mL 入り) の形で供給される。参考情報として、翻訳後修飾を考慮したアミノ酸配列から求められた分子量 (23028.1)、質量分析により求められた平均分子質量 (分子量の推定値) (23028.6 ± 1.9)、本 CRM の密度 (1.0057 g/mL: 20 °C) が認証書に記載されている。本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2011 年 3 月 31 日である。

物質名	認証値 (μmol/kg)	拡張不確かさ (μmol/kg)
C 反応性蛋白	39.5	1.9

3. 環境組成標準物質

環境組成標準物質は、2009 年 4 月現在 15

種類 (環境分析用は 13 種類、食品分析用は 2 種類) 頒布されている。

3. 1. 湖底質 (多環芳香族炭化水素類分析用): NMIJ CRM 7307-a

本 CRM は、底質やそれに類似した試料中の多環芳香族炭化水素類 (PAHs) 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確認に用いることができる。認証値は、GC/MS または LC/MS と、数種類の抽出手法とを組み合わせた複数の分析方法によって測定を行い、得られた測定結果を重み付け平均して算出した。MS は、NIST 製認証標準物質を用いた IDMS もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法により求めたものであり、SI にトレーサブルである。

本 CRM は、褐色ガラス容器詰め (60 g 入り) の形で供給される。下表に示された認証値は、乾燥質量換算濃度であり、乾燥方法は認証書に記載されている。本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2018 年 3 月 31 日である。

物質名	CAS 番号	認証値 (μg/kg)	拡張不確かさ (μg/kg)
Fluorene	86-73-7	5.98	1.08
Phenanthrene	85-01-8	24.5	4.0
Anthracene	120-12-7	3.59	1.14
Fluoranthene	206-44-0	25.1	2.5
Pyrene	129-00-0	22.2	3.5
Benzo[c]phenanthrene	195-19-7	3.209	0.186
Benz[a]anthracene	56-55-3	7.15	0.92
Chrysene	218-01-9	8.39	0.74
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	24.9	7.7
Benzo[j]fluoranthene	205-82-3	7.0	2.8
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	5.28	1.46
Benzo[a]fluoranthene	203-33-8	1.56	0.70
Benzo[e]pyrene	192-97-2	9.7	2.7
Benzo[a]pyrene	50-32-8	4.57	0.53
Perylene	198-55-0	2.08×10 ³	0.58×10 ³
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	5.6	2.1

物質名	CAS 番号	認証値 (μg/kg)	拡張不確かさ (μg/kg)
Benzo[ghi]perylene	191-24-2	6.76	1.89
Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3	0.92	0.44

3. 2. 白米粉末（微量元素分析用 Cd 濃度レベル I）：NMIJ CRM 7501-a

本 CRM は、穀類やそれに類似した試料中の微量元素の定量分析における分析精度管理に用いる他、分析方法あるいは分析装置の妥当性確認等に用いることができる。認証値は、マイクロ波酸分解法もしくは乾式灰化法で溶解後、JCSS 元素標準液を用いた ID-ICPMS、ICP 発光分光分析法(OES)、黒鉛炉原子吸光分析法等 7 つの測定法の中から数種類で定量し、重み付け平均で求めたものであり、SI にトレーサブルである。

本標準物質は、褐色ガラス容器詰め(20 g 入り)の形で供給される。下表に示された認証値は、乾燥質量換算濃度であり、乾燥方法は認証書に記載されている。本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2023 年 3 月 31 日である。同様の白米粉末標準物質として濃度が本 CRM よりも約 10 倍高い NMIJ CRM 7502-a がある。

元素	認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ (mg/kg)
Mn	6.75	0.26
Fe	4.04	0.24
Cu	2.49	0.09
Zn	20.1	0.7
Mo	0.556	0.022
Cd	0.0517	0.0024
Na	5.3	0.8
Mg	451	16
P	1500	60
K	1190	40
Ca	61	3

4. 材料標準物質・グリーン調達対応標準物質

2009 年 4 月現在、材料標準物質は 18 種類、グリーン調達対応標準物質は 9 種類が頒布されている。

4. 1. ファインセラミックス用窒化けい

素微粉末(直接窒化合成) I：NMIJ CRM 8003-a

本 CRM は、主成分および微量成分元素を定量する場合の分析の精度管理や分析方法・分析装置の妥当性確認に用いることができる。主成分の認証値の内、全けい素濃度は JIS R 1603 に記載された脱水重量 ICPOES 併用法、全窒素濃度は加圧酸分解／ケルダール蒸留／中和滴定法により求めた。中和滴定法では、NMIJ CRM 3001-a（フタル酸水素カリウム）が一次標準物質として用いられた。微量金属成分の認証値は、NMIJ 一次標準液を用いた、加圧酸分解／ICPMS、加圧酸分解／ID-ICPMS、加圧酸分解／ICPOES、アルカリ融解／ICPOES の内から少なくとも 3 種類の方法で定量した結果を重み付け平均して決定した。いずれの認証値も、SI にトレーサブルである。

本 CRM は、微粉末状で、約 25 g ずつガラス瓶に入れられている。下表に示された認証値は、乾燥質量換算濃度であり、乾燥方法は認証書に記載されている。有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2018 年 3 月 31 日である。参考値として、Co、Cu、Ni、Zr、O、F の質量分率が認証書に記載されている。

元素	認証値 (g/kg)	拡張不確かさ (g/kg)
全けい素	588.97	1.63
全窒素	378.91	2.08

元素	認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ (mg/kg)
Al	825.4	13.0
Ba	5.263	0.204
Ca	105.5	5.0
Cr	16.083	0.238
Fe	347.7	10.4
Mg	15.079	0.336
Mn	7.099	0.172
Mo	15.86	0.80
Sr	1.279	0.042
Ti	13.787	0.312
Y	49.93	1.62

4. 2. 臭素系難燃剤含有ポリスチレン（高濃度）：NMIJ CRM 8110-a

本標準物質は、プラスチック中の低分子化合物含有標準物質であり、臭素系難燃剤の分析にあたって分析機器および計測の精度管理および計測法の妥当性確認に用いることができる。認証値は、ポリスチレン中に含まれるデカブロモジフェニルエーテル(DBDE)の濃度であり、サイズ排除クロマトグラフィー抽出 GC/IDMS で定量した値、および標準物質を溶解、再沈殿させ、その上澄み液を HPLC で測定し、標準添加法によって定量した値の重み付け平均より求めた。どちらの場合も、高純度の DBDE の純度を基準として濃度を決定した。

本 CRM は、直径 3 cm、厚さ 2 mm の円盤型であり、質量はおおよそ 1.45 g である。5 枚 1 組としてアルミシールされた袋に封入されて供給される。また、DBDE を添加していない同形のポリスチレンディスクが付属される。本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2013 年 3 月 31 日である。

成分	CAS 番号	認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ (mg/kg)
デカブロモジ フェニルエー テル	1163-19-5	886	28

4. 3. 重金属分析用ポリプロピレン樹脂ペレット(Cd, Cr, Hg, Pb; 高濃度): NMIJ CRM 8133 - a

本標準物質は、重金属分析用ポリプロピレン樹脂ペレット(Cd、Cr、Hg、Pb; 高濃度)であり、分析の精度管理や分析方法・分析装置の妥当性確認に用いることができる。認証値は、硫酸・硝酸マイクロ波分解／ID-ICPMS、70 %硝酸マイクロ波分解／ICPOES、乾式灰化－開放系硝酸分解／

ICPOES (Cr と Hg については最初の 2 つの方法) によって求めた。いずれの測定法においても各元素の NMIJ 一次標準液を用いて値付けしており、認証値は SI にトレーサブルである。

本 CRM は、ペレット状で、褐色ガラス容器詰め (25 g 入り) の形で供給される。下表に示された認証値は、乾燥質量換算濃度であり、乾燥方法は認証書に記載されている。本 CRM の有効期限は、未開封で認証書に記載の保存条件のもとで 2013 年 3 月 31 日である。

成分	認証値 (mg/kg)	拡張不確かさ (mg/kg)
Cd	94.26	1.39
Cr	895.2	9.6
Hg	941.5	19.6
Pb	949.2	7.5

5. NMIJ ホームページについて

NMIJ ホームページ

(<http://www.nmij.jp/service/C/>) には、現在頒布している CRM のカタログ、認証書例、MSDS が掲載されています。一部の CRM についてはそれぞれの英文も用意されています。NMIJ CRM は、委託業者から購入することになっていますので、価格・納期などについては委託業者にお問合せ下さい。委託業者一覧も NMIJ ホームページに掲載されています。2009 年 4 月現在頒布されている CRM の一覧を下表に示しますので、ご参考にして下さい。

参考文献

- 1) 三浦 勉：標準物質協議会会報、第 47 号、2007 年 12 月

CRM No.	認証標準物質名称
1001-a ~ 1005-a	鉄、クロム合金標準物質 (Cr 5 % - 40 %)
1006-a ~ 1010-a	鉄、ニッケル合金標準物質 (Ni 5 % - 60 %)
1011-b ~ 1015-b	鉄、炭素合金標準物質 (C 0.1 % - 0.7 %)
1016-a	鉄クロム合金 (Cr 40 %)
1017-a	EPMA 用ステンレス鋼

CRM No.	認証標準物質名称
1018-a	EPMA 用 Ni(36 %)・Fe 合金
3001-a	フタル酸水素カリウム
3401-a	一酸化窒素
3402-a	二酸化硫黄
3403-a	亜酸化窒素標準ガス(窒素希釈、高濃度)
3404-b	酸素
3406-a	一酸化炭素
3407-a	二酸化炭素

CRM No.	認証標準物質名称
4001-a	エタノール
4002-a	ベンゼン
4003-a	トルエン
4004-a	1,2-ジクロロエタン
4011-a	o-キシレン
4012-a	m-キシレン
4013-a	p-キシレン
4019-a	トリプロモメタン
4020-a	プロモジクロロメタン
4021-a	エチルベンゼン
4022-b	フタル酸ジエチル
4030-a	ビスフェノール A
4036-a	ジプロモクロロメタン
4039-a	1,4-ジクロロベンゼン
4040-a	アクリロニトリル
4041-a	塩化ビニル
4042-a	1,3-ブタジエン
4051-a	メタン
4052-a	プロパン
4201-a	p,p'-DDT 標準液
4202-a	p,p'-DDE 標準液
4203-a	γ-HCH 標準液
4206-a	PCB28 標準液
4207-a	PCB153 標準液
4208-a	PCB170 標準液
4209-a	PCB194 標準液
4210-a	PCB70 標準液
4211-a	PCB105 標準液
4213-a	ベンゾ[a]ピレン標準液
4214-a	p,p'-DDD, p,p'-DDE, p,p'-DDT, γ-HCH 4 種混合標準液
4215-a	燃料中硫黄分分析用標準液
4403-a	六ふっ化硫黄・四ふっ化メタン混合標準ガス(窒素希釈, 排出レベル)
4404-a	六ふっ化硫黄・四ふっ化メタン混合標準ガス(窒素希釈, 0.5 %)
4405-a	六ふっ化エタン・四ふっ化メタン混合標準ガス(窒素希釈, 0.5 %)
5001-a	ポリスチレン 2400
5002-a	ポリスチレン 500
5003-a	ポリカーボネート 46000
5004-a	ポリスチレン 1000
5005-a	ポリエチレングリコール 400
5006-a	ポリエチレングリコール 1000
5007-a	ポリエチレングリコール 1500
5008-a	ポリスチレン(多分散)
5201-a	GaAs/AlAs 超格子標準物質

CRM No.	認証標準物質名称
5202-a	SiO ₂ /Si 多層膜標準物質
5203-a	GaAs/AlAs 超格子
5204-a	極薄シリコン酸化膜
5501-a	高分子引張弾性率標準物質
5502-a	高分子動的粘弾性評価用標準物質, PVC
5503-a	高分子動的粘弾性評価用標準物質, PMMA
5504-a	高分子動的粘弾性評価用標準物質, PE-UHMW
5505-a	高分子動的粘弾性評価用標準物質, PEEK
5506-a	高分子シャルピー衝撃強さ標準物質, PVC
5507-a	高分子シャルピー衝撃強さ標準物質, PMMA
5601-a	陽電子寿命による超微細空孔測定用石英ガラス
6001-a	コレステロール
6005-a	クレアチニン
6006-a	尿素
6201-a	C 反応性蛋白溶液
7202-a	河川水(有害金属分析用—添加—)
7302-a	海底質(有害金属分析用)
7303-a	湖底質(有害金属分析用)
7304-a	海底質(PCB・塩素系農薬類分析用—高濃度)
7305-a	海底質(PCB・塩素系農薬類分析用—低濃度)
7306-a	海底質(有機すず分析用)
7307-a	湖底質(多環芳香族炭化水素分析用)
7401-a	サメ(<i>Squalus acanthias</i>)肝油(塩素系農薬類分析用)
7402-a	タラ魚肉粉末(微量元素・アルセノバタイン・メチル水銀分析用)
7501-a	微量元素分析用白米粉末標準(Cd 濃度レベル I)
7502-a	微量元素分析用白米粉末標準(Cd 濃度レベル II)
7901-a	アルセノバタイン水溶液
7902-a	絶縁油(PCB 分析用—高濃度)
7903-a	絶縁油(PCB 分析用—低濃度)
7904-a	重油(PCB 分析用)
7905-a	重油(PCB 分析用—ブランク)
8001-a	ファインセラミックス用炭化けい素微粉末(α形)
8002-a	ファインセラミックス用炭化けい素微粉末(β形)

CRM No.	認証標準物質名称
8003-a	ファインセラミックス用窒化けい素微粉末 (直接窒化合成 I)
8004-a	ファインセラミックス用窒化けい素微粉末 (直接窒化合成 II)
8005-a	ファインセラミックス用窒化けい素微粉末 (イミド分解合成)
8102-a	重金属分析用 ABS 樹脂ペレット(Cd, Cr, Pb; 低濃度)
8103-a	重金属分析用 ABS 樹脂ペレット(Cd, Cr, Pb; 高濃度)
8105-a	重金属分析用 ABS 樹脂ディスク(Cd, Cr, Pb; 低濃度)
8106-a	重金属分析用 ABS 樹脂ディスク(Cd, Cr, Pb; 高濃度)

CRM No.	認証標準物質名称
8107-a	ビスフェノール A 含有ポリカーボネート
8108-a	臭素系難燃剤含有ポリスチレン
8110-a	臭素系難燃剤含有ポリスチレン(高濃度)
8112-a	重金属分析用 ABS 樹脂ペレット (Cd,Cr,Pb,Hg; 低濃度)
8113-a	重金属分析用 ABS 樹脂ペレット (Cd,Cr,Pb,Hg; 高濃度)
8115-a	重金属分析用 ABS 樹脂ディスク (Cd,Cr,Pb,Hg; 低濃度)
8116-a	重金属分析用 ABS 樹脂ディスク (Cd,Cr,Pb,Hg; 高濃度)
8133-a	重金属分析用 PP 樹脂ペレット (Cd,Cr,Pb,Hg; 高濃度)

輸入食品の残留農薬等検査

財団法人化学物質評価研究機構
環境技術部 和田 丈晴

平成 19 年度食料需給表によると我が国の食糧自給率はカロリーベースで約 4 割であり、約 6 割を海外からの輸入食品に依存しなければならない状況が続いています。平成 18 年 5 月には残留基準が設定されていない農薬等(農薬、動物用医薬品又は飼料添加物)が人の健康を損なうおそれのない量として定められた量を超えて残留する食品の販売等が原則禁止される、いわゆるポジティブリスト制が施行されました。これにより輸入食品に対する監視が強化されましたが、最近になって餃子中のメタミドホスやメラミン等の問題が発生し、消費者の輸入食品の安全・安心に対する関心が高まっています。ここでは食品衛生法上の登録検査機関である CERi の食の安全・安心に対する取り組みについてご紹介します。

1. 輸入食品検査

食品衛生法に基づく輸入食品検査にはモニタリング検査、自主検査及び命令検査と呼ばれる検査があります。モニタリング検査は食品衛生法第 28 条に基づく厚生労働省の輸入食品監視指導計画に従い、多種多様な輸入食品の衛生上の状況を把握することを目的とし主に検疫所が行う検査です。

毎年度モニタリング計画が策定され、計画に従って調査が実施されます。平成 21 年度は全国の検疫所で 1 年間に 400 種類以上の農薬等を対象としたモニタリング検査が行われます。検査項目はここ数年で急激に増加し、検査の一部は登録検査機関にアウトソーシングされています。登録検査機関とは食品衛生法の規定に基づく検査のための標準作業書や業務管理規定を定め、信頼性確保のための体制を確立し、優良試験所基準(GLP)に適合した機関として厚生労働省から認められた財団法人等の検査機関です。

モニタリング検査で農薬等が基準値を超えて検出された場合には食品衛生法違反となり、既に市場に流通している該当食品は回収されます。また、食品輸入業者の責務として次回以降の輸入に際し、毎回自主的な衛生管理(自主検査)を行うよう検疫所から指導されます。検査は主に食品衛生法の登録検査機関によって行われます。

モニタリング検査及び自主検査で同一輸出国からの同一輸入食品について複数回違反があった場合、法違反の蓋然性が高いとみなされ食品衛生法第 26 条に基づき当該輸入食品の全部又は一部が検査命令の対象となります。検査は食品衛生法の登録検査

機関によって行われなければなりません。検査命令の実施が通知された輸入食品は厚生労働省のホームページに公開されています。CERI 東京事業所は平成 19 年 3 月に登

録検査機関となり、輸入食品のモニタリング検査、自主検査及び命令検査を実施しています。

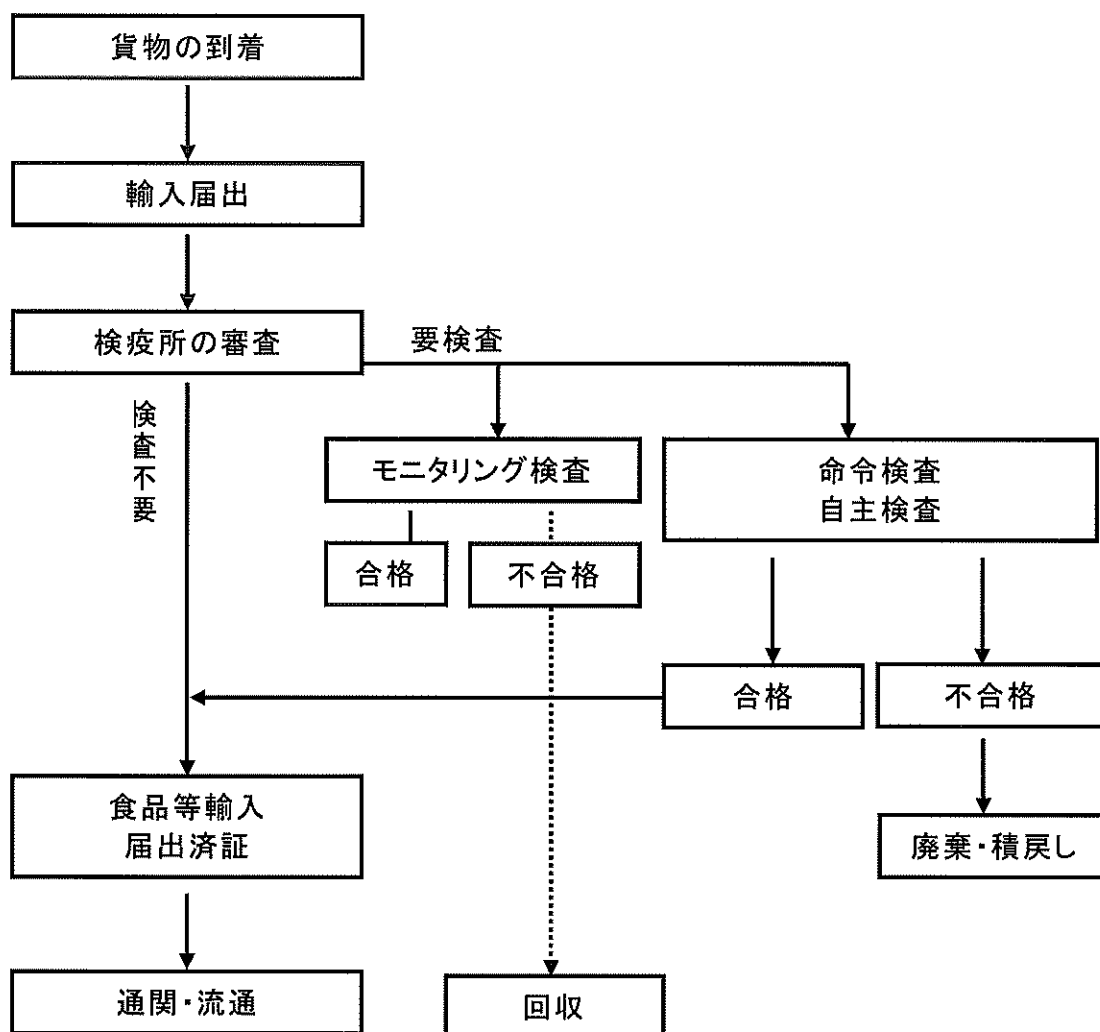


図 輸入食品の残留農薬等検査の流れ

2. 輸入食品検査の実際

生鮮野菜等は鮮度が重要であるため空輸されることが多く、国際空港の貨物ターミナルに積み下ろしされます。まず初めに農林水産省の植物防疫所によって病虫害の有無が確認されます。これを受けて発行される税関からの見本持出許可書を確認して試験品の採取が可能となります。試験品の採取は標準作業書及び開梱数や採取量等を定めた厚生労働省の通知に従って検査員が行います。採取した試験品は輸送中に变质しないよう温度管理を徹底し、検査機関へ搬送します。

検査機関では試験品の異常の有無等を確認した後、分析項目に応じてフードプロセッサー等で細切均一化し前処理したものをガスクロマトグラフ(GC)、ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)、液体クロマトグラフ質量分析計(LC/MS/MS)等の分析機器を用いて分析します。ここで分析対象物質が検出された場合は、さらに異なる分析機器や分析条件で確認分析を行います。通常、分析結果は試験品採取から 3 日程度で報告しますが、特に生鮮食品の場合は鮮度が商品価値に大きく影響するため、より迅速な対応が求められます。検査結果の報告を受

けた検査所は輸入者から提出された食品等輸入届出書により食品衛生法に基づく適法な食品等であるか否か審査を行うとともに、検査結果から食品衛生法に適合していることを確認します。検査対象化合物濃度が基準値以下であった場合は適法と判断され通関手続き、流通へと進みます。基準値以上であった場合は違法となり、廃棄又は積み戻しとなります（図参照）。

ポジティブリスト制対象物質の多くは試験法が厚生労働省によって通知又は告示されています。これらの試験法には GC/MS や LC/MS を用いた 100 種類以上の化合物を分析する一斉試験法と単一あるいは少数の化合物を対象とした個別試験法があります。登録検査機関はこれらの試験法によって目的とする濃度で対象物質の分析が可能であることを確認するためにバリデーションを実施し、具体的な方法を含む標準作業書を作成します。さらに、分析結果の信頼性を確保するため、定期的な内部精度管理の実施と、外部精度管理への参加が義務づけられています。

3. ポジティブリスト対象物質の標準物質

ポジティブリスト対象物質のほとんどは主要な試薬メーカーから標準物質を購入することが可能で、「ポジティブリスト制度に係る試験法の標準品の整備状況」として厚生労働省のサイトでも公表されています。このリストには平成 20 年 11 月現在で 818 種類の農薬や動物用医薬品が記載されていますが、いずれの試薬メーカーからも入手できないものが 11 種類あります。また、このリスト以外にも農薬等の分解物や代謝物

が検査対象に含まれ、そのような物質の中にも入手困難な化合物も幾つか存在します。

通常は高純度な標準品から標準溶液を調製しますが、一斉試験法では対象となる化合物数が非常に多く、個別に標準品を購入すると相当な額になります。また、一斉分析法では利便性から複数の化合物を混合した標準液を用いたいところですが、個別に調製して混合すると相当な労力となってしまいます。さらに、混合標準液を調製した場合、共存する化合物間の相互作用や安定性についても確認する必要があります。そこで分析の目的に応じて市販の混合標準液を用いるという方法があります。現在、複数の試薬メーカーから各種一斉試験法に対応した農薬等の混合標準液が多数発売されています。混合に適さない化合物や入手困難な化合物もあり、1 つの混合溶液で一斉試験法の全対象物質を網羅できないため、複数の混合溶液を組み合わせで使用します。混合標準溶液は個別に調製するよりも安価で便利ですが、化合物によっては有効期限が短いものがあるので注意が必要です。

誤った検査結果によって輸入業者に多大な損害をもたらしたり、基準値を超える農薬等が残留した食品を市場に流通させてしまうことのないよう、検査機関における試験の信頼性を確保はとても重要で、標準物質はその基本となるべきものです。ポジティブリスト制度では 800 種類以上もの化合物が検査対象となりますが、残念ながらその多くは国家標準が無く、トレーサビリティの確保が今後の課題となると考えられます。

CCQM ガス分析ワーキンググループ会議出席報告

財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部 上原 伸二

平成 21 年 4 月 20 日及び 4 月 21 日に国際度量衡局（BIPM）で開催された CCQM（物質質量諮問委員会）ガス分析ワーキンググループ（GAWG）会議に出席し、現在実施されている国際基幹比較の進捗状況、結果の評価及び今後の方針などについて議論

した概要を報告いたします。

1. GAWG 会議報告

1.1 会議の概要

会議には、27 の標準研究機関から 42 名の参加があった。日本からは、独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センタ

一(以下、NMIJ)の加藤氏及び本機構から上原が参加した。

ChairmanのDr. M. Milton (NPL)から開会の挨拶があり、その後、参加者の自己紹介が行われた。引き続き議事次第についての説明があった。前回、タイで開催されたGAWG議事録の確認を行い、続いて各国際基幹比較の幹事機関から結果報告あるいは途中経過の報告があり審議が行われた。

1.2 会議の詳細

1) CCQM-K46 (NH_3 in N_2 35ppm) 幹事機関：VSL (オランダ)

K46 参加機関：7 機関 (日本は、CERI が参加)

参加機関によって結果に偏りがあった。参加 7 機関の結果を、校正方法の違いによって 3 つのグループに分類して解析した。第 1 グループは容器にエージング処理をしないグループ (3 機関)、第 2 グループは容器にエージング処理をしたグループ (2 機関)、第 3 のグループはパーミエーション法を用いたグループ (2 機関) である。各グループ内では、よく一致した結果が得られている。前回の会議後、各参加機関から測定方法等の詳細を幹事機関に報告した。その内容から、ある機関が使用した圧力調整器を幹事機関から送付したものに代えて再度測定したところ、調製値からの偏差が -5% から -3% 程度に改善された。しかし、更なる検討が必要ということになった。

2) CCQM-K51 (CO in N_2 5ppm) 幹事機関：NMISA (南アフリカ)

K51 参加機関：23 機関 (日本は、NMIJ と CERI が参加)

幹事機関が報告した不確かさに関して、調製の不確かさが不明確である等の指摘がされた。また、NMIJ はパイロット比較で参加しているが、基幹比較での参加でも良いという意見があった。

3) CCQM-K65 (mercaptans in CH_4) 幹事機関：VNIIM (ロシア)

K65 参加機関：4 機関 日本は不参加
どの機関も、メチルメルカプタン・エチルメルカプタン共に良い一致が見られた。

4) CCQM-K66 (CH_4 の純度) 幹事機関：NMIJ

K66 参加機関：10 機関

幹事機関より、容器の輸出入の関係で遅れているので、今後の予定を変更することになったと説明があった。容器の返却及びレポートの締め切りを 6 月末にし、次回ミーティングまでにドラフト A レポートに作成することになった。

5) CCQM-K68 (N_2O in Air) 幹事機関：KRISS (韓国)

K68 参加機関：8 機関 (日本は NMIJ)

幹事機関より、現在の状況について説明があった。まだ全ての容器が返却されていないために、比較後の濃度の確認が実施されていない。現段階では、1 機関を除いてよく一致した結果が報告されている。6 月末までにドラフト A レポートを作成する予定である。

6) CCQM-K71 (Multi-component emission standard) 幹事機関：VSL (オランダ)

K71 参加機関：10 機関、P としての参加機関：1 機関 日本は不参加

幹事機関より、現在の状況について説明があった。呼称組成は、10~100 $\mu\text{mol/mol}$ NO、20~200 $\mu\text{mol/mol}$ SO_2 、10~100 $\mu\text{mol/mol}$ CO、100~160 mmol/mol CO_2 、1~10 $\mu\text{mol/mol}$ C_3H_8 (窒素希釈) である。

7) CCQM-K53 (O_2 in N_2 , gravimetric method) 幹事機関：KRISS (韓国)

K53 参加機関：12 機関 (日本は NMIJ)

幹事機関よりドラフト B レポートの説明があった。KCRV の決定には、12 機関中 8 機関のデータを用いることにした。他の 4 機関は、8 機関と比べてデータが不一致であった。その 4 機関中 3 機関が、不純物としてのアルゴン濃度が高かった。NMIJ が調製した標準ガスは、非常にアルゴン濃度が低かった

8) CCQM-K54 ($n\text{-C}_6\text{H}_{14}$ in CH_4 , Gravimetric method) 幹事機関：VSL (オランダ)

K54 参加機関：8 機関 (日本は NMIJ)

幹事機関よりドラフト B レポートの説明があった。結果がずれた機関を除外して全

体を評価することになった。

9) CCQM-K74 and P110 (NO₂ in air)
Dr. Edgar Flores

全参加機関：16 機関（日本はプロトコール A が CERI、プロトコール B1 及び B2 が NMIJ）複数のプロトコールに参加する機関がある。

プロトコール A、K54 参加機関：13 機関、

P110 参加機関：1 機関

プロトコール B1、P110 参加機関：10 機関

プロトコール B2、P110 参加機関：8 機関

幹事機関より進捗状況及び今後の予定について説明があり、2009 年 9 月に各参加機関へ容器を輸出すると報告された。



BIPM

2. 今後の会議開催予定

2009 年 11 月 INMETRO（ブラジル）

2010 年 4 月 パリ BIPM

3. 所感

K46（アンモニア標準ガス）の基幹比較において

て、比較結果が大きく（5%程度）ばらついたことが問題となっていた。前回の会議で、各参加機関（日本は CERI）は測定方法について追加の報告書を提出することになった。CERI は更にガス処理の方法についても詳細の報告が要求された。CERI の追加報告書は、ある程度支持されたと思っている。しかし、まだ検討の余地が多く最終報告書まではまだ時間がかかりそうである。



きれいな BIPM の庭

CCQM 有機分析ワーキンググループ会議出席報告

財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部 上野 博子

2009 年 4 月 20 日から 4 月 21 日にフランス・パリの BIPM(国際度量衡局: Bureau International des Poids et Mesure)で開催されました国際度量衡委員会/物質質量諮問委員会(CIPM/CCQM)の有機分析ワーキンググループ(OAWG)会議へ出席しましたので概要についてご紹介します。

CCQM には無機分析、ガス分析等の 7 つのワーキンググループ(WG)があり、その一つに OAWG があります。各 WG では春と秋の年 2 回、会議が開催されます。秋

の WG は各参加機関の持ち回りのため様々な国（2007 年はドイツ、2008 年はタイ、2009 年はブラジル）で開催されますが、春は全 WG が BIPM で会議を行います。

今回の OAWG には日本からは私の他に、（独）産業技術総合研究所の計量標準総合センター(NMIJ)の沼田雅彦氏が参加しました。日本からは NMIJ が日本を代表するメンバーとして参加しています。CERI は計量標準供給制度(JCSS)での指定校正機関であることから NMIJ の協力者として

OAWGに参加しております。

会議には22か国29機関から50名が参加していました。初参加の方も4、5名ほどいました。また、フランスでの開催ということで、LNE (Bureau National de Metrologie, Paris : Laboratoire National d'Essais フランスの標準研究所) から、若手の研究者が数名参加していました。

会議では国際比較試験の結果の報告が主に行われます。今回も測定が終了した以下の基幹比較について KCRV(基幹比較参照値 : Key Comparison Reference Value)について検討されました。

- ・ CCQM-K55.a / CCQM-P117.a : Purity assessment of purity organic materials : (17 β -Estradiol) (17 β -Estradiol の純度測定)
- ・ CCQM-K69 / CCQM-P115: Anabolic steroids in urine : Testosterone Glucuronide (尿中のアナボリックステロイド)
- ・ CCQM-K62: Nutrients in Infant / Adult Formula : Vitamins (栄養剤中のビタミン)

また、以下のような基幹比較が提案されています。

- ・ Chloramphenicol in muscle tissue (筋肉組織中の抗生物質)
- ・ CCQM-K55.b / P117: Purity assessment of high purity organic materials (Aldrin の純度測定)

<所感>

今回は、OAWG への6回目の参加となりました。毎回、少しずつではありますが、参加者が増えているようです。

最近の会議では、今後の比較試験のあり方についての議論が頻繁に行われています。今回の会議でも、これまで以上に時間を割いて、意見交換が行われました。以前は、新しい比較試験(基幹比較・パイロットスタディ共に)の提案が多く出され、特に各国の商取引に有利になりそうな提案(アルコール飲料中のメタノール、ジュース中の殺虫剤、ミルク中の抗生物質など)が多かったように思いましたが、これからは各国

の能力をより効率的に比較検討できるような比較試験が求められ、提案する場合もより明確な位置づけが必要となるようです。また、校正用標準液の比較試験についても重要視され、このように、分析の根幹となるような比較試験は定期的に行われるようです。しかし、まだ議論の段階で、比較試験の幅を広げてほしいという意見もありますので、この議論に注視しながら、今後も JCSS に関係する比較試験が行われれば、積極的に参加したいと思います。

パリでの WG への参加は2007年、2008年に続き3回目でした。2007年の会議は今年と同様な時期(4月下旬)に行われましたが、日本より寒いだろうという予想に反して、最高気温が28℃ほどと、とても暑かったのを覚えています。また逆に、去年は4月初旬ということもあり、とても寒かったのですが、今年は、天気にも恵まれて、とても快適に過ごすことができました。

また、以前、この会報でタイの国家計量研究所 NIMT (National Institute of Metrology (Thailand)) で行った揮発性有機化合物標準液に関する技術指導について報告させていただきましたが、今回の会議に、NIMT のスタッフも数名参加しており、懐かしい人々に思いがけず再会できたことも、とてもうれしいことでした。



ノートルダム大聖堂の上から
エッフェル塔を望む

『化学分析・試験に役立つ標準物質活用ガイド』

財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部 四角目和広

この度、久保田正明標準物質協議会会長（独）産業技術総合研究所研究顧問）を編著者とする標準物質に関する著書が出版されました。化学分析の結果をもとに様々な判断や対策が実施される現状において、判断や対策のための基本となる精確なデータを得るためには、標準物質は必要不可欠であり、その信頼性がますます重要となっています。このため、ISO/IEC17025 や ISO Guide 34 などを認定の基準とする試験所認定制度によって、測定結果や標準物質の信頼性の確保が図られています。標準物質は、純物質系標準物質、組成標準物質に大きく分類されますが、その用途は広く、産業、環境測定、食品分析、臨床化学、医薬品、材料特性など非常に幅広く利用されています。特に、不確かさとトレーサビリティが明記された認証標準物質が重要な部分を占めています。また、国際的にも、国際度量衡委員会物質質量諮問委員会などの活動をとおして、標準物質の同等性の国際比較などが行われています。本書は、これらの内容について、その最新情報を盛り込み、体系的に標準物質を紹介しています。ご一読いただきますようご案内いたします。

【発行所】丸善株式会社

【発行日】平成 21 年 5 月 30 日

【体裁】A5 版、308 ページ

【定価】5200 円+税

【掲載内容（題目のみ）】

まえがき

執筆者一覧

目次

第 1 章；標準物質に関する基礎知識

第 2 章；生産と認証・認定

第 3 章；取扱いと利用

第 4 章；純物質系標準物質

第 5 章；産業用組成標準物質

第 6 章；環境および食品分析用標準物質

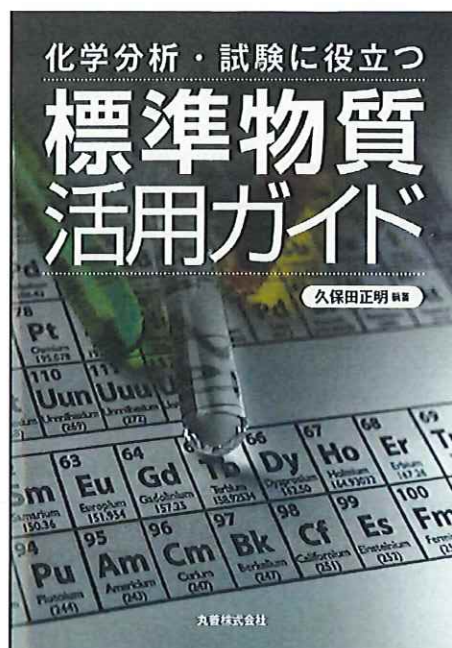
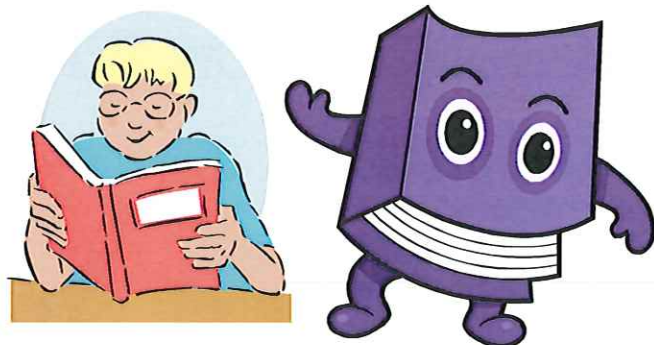
第 7 章；臨床化学分析用および医薬品標準物質

第 8 章；材料特性解析用標準物質

第 9 章；標準物質関連活動と国際文書

付録・索引

(ISBN978-4-621-08104-4)



標準物質協議会会員名簿（平成 21 年 4 月現在）順不同

会員種別	機 関 名	担当者
名誉会員		荒木 峻
名誉会員		福地 俊典
名誉会員		栗原 力
会 長	独立行政法人産業技術総合研究所	久保田 正明
副会長	財団法人化学物質評価研究機構	松本 保輔
正会員	高千穂化学工業株式会社	大類 伸一郎
正会員	東京化成工業株式会社	松尾 宏
正会員	株式会社島津製作所	日根 隆
正会員	関東化学株式会社	菅 孝剛
正会員	住友精化株式会社	猪藤 融正
正会員	大陽日酸株式会社	野田 浩
正会員	和光純薬工業株式会社	吉永 康則
正会員	キシダ化学工業株式会社	梅田 靖之
正会員	ジーエルサイエンス株式会社	奥野 正彦
正会員	ナカライテスク株式会社	濱 康夫
正会員	株式会社ガステック	星野 房助
正会員	株式会社ゼネラルサイエンスコーポレーション	田中 明夫
正会員	財団法人化学技術戦略推進機構	乗本 徹
正会員	社団法人石油学会	青山 竜
正会員	社団法人日本環境分析測定協会	大島 高志
正会員	社団法人日本電気計測器工業会	高橋 義雄
正会員	東亜ディーケーケー株式会社	伊東 哲
正会員	株式会社日立ハイテクノロジーズ	白崎 俊浩
正会員	社団法人日本分析化学会	小野 昭紘
正会員	環境テクノス株式会社	鶴田 暁
正会員	株式会社環境総合テクノス	光田 均
正会員	純正化学株式会社	二田 恭二
正会員	財団法人日本適合性認定協会	保坂 守男
特別会員	創和科学株式会社	柴山 好弘
特別会員	サンジョウテクノ	三城 侑三
オブザーバー	独立行政法人製品評価技術基盤機構	新井 崇史

名誉会員：3

会 長：1

正 会 員：24

特別 会員：2

オブザーバー：1

編集後記

平成 21 年度最初の会報第 54 号をお届けいたします。

本号をお手に取ってお気付きになりましたでしょうか。事務局では従来、会報の編集・印刷・製本を外注しておりましたがそれらを自動的に行う装置が導入されましたので今回これを使って作製を試行することといたしました。利点は、経費を節約できること、原稿をいただいてから発送までの時間が短縮できること、カラー印刷が可能なことなどです。欠点は、表題「会報」の部分をスキャナーで読み取り、貼り付けた関係で文字が少し滲んで見えることです。皆様のご感想をお待ちしております。

関東地方も既に梅雨入り（入梅）しております。そこで、梅雨の語源を調べてみました。

梅雨の語源としては、この時期は梅の実が熟す頃であることからという説や、この時期は湿度が高く黴（カビ）が生えやすいことから「黴雨（ばいう）」と呼ばれ、これが同じ音の「梅雨」に転じたという説、この時期は“毎”日のように雨が降るから「梅」という字が当てられたという説がある。（出展：Wikipedia）ということで定まった説はなさそうです。もう一つ、普段の倍、雨が降るから「梅雨」という説も紹介されていますが「こじつけ」と一蹴しております。

（松本）

【お悔み】

当会の特別会員でありました高橋 昭氏においては昨年ご逝去されました。当会における多大なご貢献に感謝するとともにご冥福をお祈り申し上げます。



「梅 雨」

〒343-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地
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 松本 保輔

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

E-mail matsumoto-yasusuke@ceri.jp

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