

会 報

2010・09
第 58 号

Japan Association of Reference Materials

目次

1. 第33回 ISO/REMCO 会議の報告……………1
2. 臨床検査室認定の現状……………8
3. 標準物質の製造プロセス……………16
4. 平成22年度通常総会報告……………26
5. 編集後記……………27

第33回 ISO/REMCO 会議の報告

独立行政法人産業技術総合研究所
計測標準研究部門
齋藤 剛

はじめに

ISO/REMCO は国際標準化機構標準物質委員会の略称であり、ISO の他の専門委員会とは違い技術管理評議会の下で独立した委員会である。第33回 ISO/REMCO 会議は2010年5月4日～7日の5日間にわたり、中国杭州で Standardization Administration of China (SAC) と China Association of Standardization (CAS)主催で開催された。

主な会議出席者は、議長：Hendrik Emons 氏 (IRMM、EU)、副議長：Angelique Botha 氏 (CSRI、南アフリカ)、SG1 主査：Stephen Davies 氏 (NMIA、豪)、SG2 主査：Ales Fajgelj 氏 (IAEA)、WG8 主査：Steve Wood 氏 (LGC、英)、WG9 主査：Adreaan van der Veen 氏 (VSL、蘭)、WG10 主査：Robert Watters (NIST、米)、WG13 主査：

Stefanie Trapmann 氏 (IRMM、EU)、AHG2 主査：Wolfram Bremser 氏 (BAM、独)、事務局：Stephane Sauvage 氏 (ISO)。この他、他アジアでは開催国の中国から多数、韓国から各3名、モンゴルから2名、南アフリカ以外のアフリカから2名が出席。日本からは、報告者である NMIJ・齋藤剛 (WG14 主査) が出席した。

これまでの会議と同様、初日の First Plenary で始まり、最終日の Second Plenary で終了し、その間に様々なワーキンググループ (WG) のセッションが行われる構成であった。以下、会議の内容に関して報告する。

5月4日 (火)

First Plenary Meeting :

文章 N995 のアジェンダに基づき 1st plenary

meeting が行われた。議長からの開会挨拶、主催者からの挨拶 (SAC 副局長) に引き続き、会議出席者の自己紹介が行われた。この後、昨年の決議 (Resolution) が同意された後、事務局から簡単な REMCO の現状報告があった。引き続き、リエゾン関係に関する議論が行われた。REMCO が重要と考えているリエゾンへの代表が上手く機能していない部分があり、その対策が必要であること、リエゾン関係の相手組織が無くなっている物もあったことが判明したことが報告された。

Chairman's Advisory Group (CAG) 会議の話し合いの概要が報告された。要点は、ISO Guide34:2009 が REMCO の中では一番の親ドキュメントであることが確認されたこと、ISO/IEC 17025 の Periodic revision に向け ISO/IEC17025:2005 の標準物質 (RM) 関連の部分を強化するべきだと同意されたこと、CASCO における RM 関係の強化について検討する必要があることが議論されたこと、リエゾン機関から、REMCO の承認決議が会議終了後すぐに Web 上に開示されることが評価されているとの報告があったこと、効率的に議論を進める方策に関する議論があったこと、その一環として、今年 1 月末に CAG の電話会議を行ったこと、今回から各 WG 会議の議事録を作成して Web に掲載することとしたことの報告であった。なお、電話会議は ISO が提供するツールを利用したもので、電話回線を利用しての電話会議と、インターネット回線を利用した資料画面の共有を同時に行い、共有する資料は会議に参加するすべての人が変更することが出来る点の特徴である。議長ならびに SG2 主査からは、これが非常に役立ったことが報告されたが、インターネットファイアウォール設定などの問題があり、一部の機関で利用することが困難であったことも併せて報告された。報告者も CAG の一員でありこの会議に参加したが、渡航費などの問題があり効果的であることは認めるが、英語で電話回線を利用した議論を行うことは難しかったことを報告した。

次に、ISO Guide34 に関しての話があり、ILAC 代表から ISO Guide34:2009 の発行後、数年間の認定基準の移行期間を設ける報告があった。また、今回の ISO Guide34:2009 の構成は、ISO/IEC 17025 とも合致していきなりわかりやすい内容になっていることが、ILAC 内で評価されていることが合わせて報告された。

SG1 主査より、各国ならびにリエゾン機関からの活動報告 (Activity Report) の報告があった。日本からの報告で、技能試験 (Proficiency Testing) の参加者に対して行った講習に関して、講習の目的が明確で非常に良い方法だと評価された。また、ISO Guide34 の JIS 化のための翻訳作業を行う予定を報告したが、ISO で発行された文章をその国で浸透するために行われている作業として評価された。活動報告の報告用に初めてテンプレートを利用したが、これに関する議論があり、特にリエゾン機関からの報告にはこのテンプレートが機能しなかった点をふまえて、リエゾン用のテンプレートを作成することとなった。

次に、アジア太平洋試験所認定協力機構 (APLAC) より ISO Guide34:2009 に関する講習の要請が届いていることが報告された。このような要請に対しては、講師として派遣される人に対する旅費や時間の問題があり、なかなか対応が出来ないのが現状であり、出席者にその場で要請されても、それぞれの所属機関の意向などを確認する必要があり議論は出来ても結論には至らない場合が多い。このような案件に可能な限り容易に対応できるよう、昨年、地域毎にエキスパートを養成し (CAG メンバーがこれに該当する)、このメンバーが可能な限りその地域の講習を担当するシステムを構築することが良いと提案された。

最後に SG2 主査より、作業中のガイドに関する簡単な報告があり、その後来年の後半に IUPAC が主催する「Chemistry, our life, our future」があることが報告され、REMCO からの発表者に関する支援が求められた。

WG8 ISO/CD Guide80 (Guidance for the in-house production of quality control materials) :

このガイドを作成することになってから、昨年までの作業に関する簡単な説明が行われた後、今回の議論のポイントとしてタイトル、言葉の使い方、用語「Commutability」、ガイドの中の事例、が挙げられた。今回のドラフトは、昨年の会議を受けて「in-house production」で「in-hose use」を目的としていたが、全体の構成を見た結果、昨年議論になった物質の輸送の部分を上手く切り離すことでスコープを広げることが出来ることが提案され、多くの出席者に同意された。具体的には、輸送に必要な安定性に問題がある場合には、Guide35の安定性の部分を参照させる、鉄鋼などのように明らかに安定なものは、この部分をスキップさせるフローチャートを取り入れることで、Guide80の適用範囲を広げることが可能で、このガイドには「in-house」で消費するために必要な最低限のこのみを示し、それ以外の要求については他の文章を参照する方向に改める方向で同意された。また、Normative Referenceに記載されている文章は Bibliography に入れる方向で取り除くこととした。

これまで、幾度となく議論を繰り返し、混乱の原因になってきた「Quality Control Material (QCM)」という言葉については、物質の性質を示す用語と異なりあくまでも利用法の一つであるので、このガイドの中で「RMを品質管理に利用する意味で用いる」ことを明記し、言葉の定義ではないことを明確にする事で同意された。

「Commutability」に関しては、このガイドのユーザが RM の専門家ではないことを考えると、可能な限り利用しない方向が良い、とする考えで同意された。

このガイドの内容は、Guide34やGuide35の内容をより簡略化したこともあり、カバーされる部分の重複も多いことが懸念されることから、出版

する方法をガイドではなく技術報告書 (TR) にすべきかの議論があったが、この文章は利用者に対して必要最低限な要求事項に絞った内容であるが、安定性に関する考え方以外は他のガイドを参照することなく、基本的なことを押さえられていることからガイドとして出版することで同意された。

WG4 ISO/AWI TR 11773 (Global Distribution of Reference Materials) :

昨年議論した文章に追加すべき事例などが一切報告されなかったことから、さらに更新するかの議論が行われた。米国と IAEA から輸出入用のインボイス関連の情報を提供される事を前提に、TRの内容を充実する作業を行うことで同意された。

5月5日 (水)

WG10 ISO/AWI Guide 30 (Terms and definitions used in connection with reference materials) :

今回提案された資料を基に、現在のガイドに有るが次回は不要と考えられる用語、追加すべき用語を中心に議論が行われた。提示された資料の中でも、ISO Concept Databaseを確認すると様々な異なる定義が利用されているものがあることが報告された。

用語の定義に関する議論のため、詳細は理解出来ないものが多かったが、例えば「shelf life」の議論では、「shelf life」とは、その物質が壊れてしまう(利用できなくなる)までの期間のことで、RMを利用する人にとって、認証書の有効期限である「validity of certification」や賞味期間のような意味合いの「life time」は重要だが、「shelf life」は不要であるということで、この用語は取り除かれることとなった。「Certified value」に対する「uncertified value」が入っていたが、「indicative value」、「information value」などの否定的でない用語に置き換えることとなった。Repeatability limit..., reproducibility limit..., null hypothesis, estimation, estimator等の用語は見直すこととな

った。

また、用語「Calibration」については International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) の新旧バージョン間や ISO 関連資料の定義が微妙に異なることからこのガイドでどの様にするかの議論が行われた。今後、「Calibration」については、WG 主査から REMCO に最も合致すると考えられる定義案が示されることとなった。今回の議論を受けて新しいドラフトを作成する事が同意された。

WG13 ISO/AWI Guide 79 (Reference Materials for qualitative analysis -- Testing of nominal properties) :

定性的なRMに関するガイド作成に関する議論で、3種類の定性分析のアプローチが紹介された。すなわち、(A) Quantitative methods interpreted qualitatively、(B) Qualitative methods、(C) Qualitative methods interpreted quantitativelyである。(A) は例えば、スペクトルやクロマトグラムのパターンマッチングであり、試料の同定を行うための定性分析が上げられた。これと実際に定性的な分析に利用する場合とに分けて考えるべき、との提案があった。同定には、定性的な分析のためのCRMは不要であるが、不確かさを評価する方法を考える必要がある。

一方、実際に定性的な分析を行う場合は、定性的なレスポンスがあるかないかの判断などで、マトリックスタイプの試料は、特に定量的分析を行うために必要なCRMとは異なる基準が必要なので、その基準を明確にすること、測定から定性までの不確かさの評価方法を考える必要がある事が確認された。

4月に行われた CCQM で Forensic (法医学) に定性的な分析例が多くあったことが報告され、これまで全く取り込まれていなかったが、この関係についても考える事が重要であることで同意されたが、この分野に精通している人や資料の入手が難しそうで、今後どの様にしてこれらを入手で

きるかを考えて行くこととした。

AHG2 Metrological traceability :

今回提示された資料の議論は行わず、今後どの様な形で作業の計画をするかについての議論が行われた。ターゲットとなるのは、ユーザではなく、CRM の生産者であることが確認された。ガイドにするための文章を準備する前に、まずは TR の形態で最低限の情報をまとめ、これがきっちりとした時点でその後に ISO Guide35 の一部分に取り込む形態を含めて、ガイド化するかどうかを検討することとした。

5月6日(木)

WG9 ISO/AWI Guide33 (Reference Materials — Good practice in using reference materials) :

このWGも、今回提示された文章に関する議論ではなく、構成に関する戦略的な事を中心に議論が行われた。実際にこのガイドを利用するユーザをどこに焦点を置くのかによって内容や表現が変わるため、この部分に十分な時間をかけて方向性を定める事は重要である。ここで議論を行っているメンバーでは、実際に現場で行われている事柄が見えない可能性があるため、校正機関や試験機関が、RMを利用してどの様なことを行い、利用する中でどの様なことに問題点を見いだしているのかを明らかにして行くことと、エンドユーザに合致した事例を集めてガイドに入れて行くことが必要であることが同意された。

WG6 Information Services :

ISO の eCommittee の使い方、特に WG 関連資料のアップロードや変更、WG メンバーへの告知に関する説明が事務局からあった。特に昨年末くらいからシステムが大きく変わり、WG 主査が混乱していたことから特に時間を取って事務局から説明があった。

リエゾンに関する考え方と、REMCO からの代表の確認や代表がいない部分が埋められるかの確

認をした。OIML、JCGM が特に問題視されていた。

WG14 ISO/AWI Guide31 (Reference materials — Contents of certificates and labels) :

この WG は報告者が主査を務めている。今回の議論は、昨年この議論のために追加した表についてのみ限定して行なわれた。この表は、認証書に記載する必要がある項目とそうでない項目を明確に分けることを目的としており、ISO 15194:2009 に用いられている方式に類似した形で作成されている。今回の議論の焦点は、このような表形式にまとめて、必須事項と選択項目を明確にする方向性が、このガイドに合致するかを確認する事にあり、結果として、このような表を作成するアプローチは、RM のユーザ、生産者そして認定機関それぞれに対して明解であることが確認された。

認証標準物質 (CRM) の必須事項については、上述のアプローチを行うが、non-CRM については用語が異なる部分もあり、かつ必須にすべき項目についてまだ明解に規定している文章の発行もされていないため、特に現在作業中の Guide80 を基本にして行く方針で対応することが同意された。

ラベルの内容は、瓶に付ける情報と、その認証書の取り違えが起こらないための最低限の情報を必須条件とする一方、危険物に関する情報など、このガイドで規定しても他の条件が大きく影響し、周辺文章が改訂されることも多いものについては、可能な限り関連文章を参照する事とした。

次に、昨年拡大した Scope について確認を行い、「statements for transportation and other documentations」の部分に関しては、可能な限り外部のリファレンスを参照することで、本文に内容を書かないこととする事で同意された。

5月7日 (金)

Second Plenary Meeting :

まず、ISO/REMCO の Strategic Business Plan

の説明が副議長よりあった。これに引き続き、議長から、外部機関から要請されたトレーニングを有効に行うために、REMCO で ISO Guide34 トレーナーを養成するためのトレーニングコースを行うことの提案があり、同意された。この ISO Guide34 トレーナー養成コースは、一般に公開するのではなく、REMCO に参加しているエキスパートを対象とすることで同意された。また、WG8 ならびに WG10 で議論された「Commutability」に関するワークショップに関する提案が行われ、次の REMCO 会議に合わせる事が同意された。これまでの会議日程に、これら 2 つのセッションを加えるためには、余分時間が必要であるが、日程的な問題があることから、これまで半日を費やした初日の CAG ミーティングを前日の夕食を取りながらの会議にするなどして、会議全体にかかる日数を増やさない方向で検討することとした。

引き続き、決議の議論を行った。CAG より提案された決議の内容に関する問題点はほとんど無かったが変更点や、重要と考えられる予定について記載する。

新規に加わった点

- WG の会議報告を行うことを明示した点
- 次の会議までの間に、各 WG で何らかの形での会議を行うことを明示した点
- REMCO 会議で利用する文章を公開するタイミングに関する議論があり、特に現状の REMCO 会議では、会議直前にその会議で議論を行うための資料が公開されることが往々にしてあることから、会議で議論を行うための資料は最低6週間前に公開する事を明示した点

リエゾン関係

- ISO/CASCO、JCGM/WG2、OIML へのリエゾン代表者が変更された
- ISO/TC158 Gas analysis が新たにリエゾンとして加わった
- ECCLS、UNEP、WADA のリエゾン関係

を解消した

新WGの設立

- 今回までの AHG2 が WG になり、WG15 が新たに設立された。ここでは、「Metrological traceability」を確立することとそれを CRM の認証書に示す方法に関する技術報告書「Reference materials – Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials」(TR 82)の原案作成を行うこととなった。必要に応じて、次のステップとしてガイドを考慮する可能性もある。今後は、2011-01-31 までに原案資料を報告することとなった

既存のWG関係

- WG4 : 2010-10-31 までに今回の会議後に報告された事例を含めた資料を CD TR 11773 として報告することとなった
- WG8 : 2010-10-31 までに、今回の会議で議論した内容をリバイズした CD 文章を報告し、その文章を 2 回目の 3 ヶ月間の REMCO 内の投票にかけ、その結果を次回の会議にて議論することとなった
- WG9 : 2011-04-30 までに、今回の会議で議論した内容をリバイズした次回の会議用資料を報告することとなった
- WG10 : 2010-06-30 までに、今回の会議で議論した内容をリバイズした CD 文章を報告し、その文章を 3 ヶ月間の REMCO 内の投票にかけ、その結果を次回の会議にて議論することとなった
- WG13 : 2011-04-30 までに、今回の会議で議論した内容をリバイズした次回の会議用資料を報告することとなった
- WG14 : 2011-04-30 までに、今回の会議で議論した内容をリバイズした次回の会議用資料を報告することとなった

その他

- ISO Focus に REMCO に関する記事を掲載することとなった
- CAG は 1 月末を目処に電話会議を行い、それに合わせて WG 主査はそれぞれの WG 活動の中間報告を行うこととなった
- Strategic business plan をリバイズすることとなった

決議は大きな混乱無く同意され、承認された。

この後、次回の会議開催国のオランダよりプレゼンテーションがあり、次回の 34 回会議は、ホストが National Metrology Institute of the Netherlands (VSL) で、2011 年 7 月 11 日から 15 日の期間にデルフトで行われることが報告された。最後に議長より終了の宣言があり、全日程を無事終了した。

終わりに

報告者は、前回の会議に引き続き、本会議に加えて CAG 会議へ出席した。時間的な束縛は長くなった一方で、議論のポイントとなる部分の情報をあらかじめ押さえることが出来るので有効であった。特に、決議については 2 回目の CAG で一通り確認を行った上で Plenary に望めるので非常に有効であった。

国内からの活動報告は、今回初めて配布されたテンプレートに従って、NITE の協力の下で作成したが、この中で ISO Guide34:2009 の翻訳 JIS 化と、技能試験とあわせて行った技術講習会に関する報告が 1st Plenary で取り上げられた。これまでは何を報告すべきかが明解でなかったこともあり、その年度に生産された CRM に関する報告のみを行っていたが、REMCO 側がどのようなポイントを報告して欲しいかを示してくれたことで、国内での RM 関連活動を伝えることが出来るようになったので良かったと考える。

Guide80 は、昨年の段階ではスコープが狭すぎると感じたが、安定性の部分を考慮する必要がある場合と、そうでない場合に分離する事で、このガイドでも in-house を越えて利用可能な範囲が

広げられ、一般化した良いガイドになると考える。生産した場所で必ず使い切らねばならない物のみを対象にするのでは、ガイドのあり方が限定過ぎることは、どの代表も感じていた様であった。

今回のWGの多くは、現在作業中の文章のユーザの確認やスコープに関する議論が中心だった。これは、Guide80を作っていく中でスコープが定まらずに、長期間にわたり多くの労力が無駄になったことを考えると、当然と考える。それぞれのガイドが想定する利用者を明確にして行くことを、特に作業開始からの早い段階で行うことは、Guide80の作成段階あった様々な問題を鑑みても重要であり、今後の混乱を避けるためにも必要な議論であったと考える。Guide33はスコープを考えると、実際のRMユーザの観点から見て有用な例が十分あるのかの確認が必要だと考える。比較的内容が固まってきているGuide80と、Guide30の議論は個々の事象に関する議論が行われた。この中で、Guide30に関しては言葉の表現（言い回し）や細かな意味合いの議論に参加しきれなかった。

ISO Guide79の議論に関しては、今後焦点を当てるべきところがだんだん明確になってきたと認識しているが、法医学的な部分に関する取り扱いをどの様にするかで、今後この分野との関わり方

も代わってくる可能性があり、十分考えることが必要であろうと思う。

新たに作成するトレーサビリティに関するTRは、生産者に対してトレーサビリティの考え方、取り方、その表記の仕方を明確に示せるよう期待する。報告者は、マトリックス系でトレーサビリティの考え方が定まっておらず混乱していると考えており、このTRが早い段階できっちりとした文章として出てきてくれることを望んでいる。

ISO Guide31の改正作業に関しては、今後の作業の第1歩としてISO Guid34からCRMの認証書に必要な項目の抜き出し作業を行う事が重要であることが分かったので、作業の方向性を誤らずに前進できるので良かった。全体的に、作業全体の流れが早くなっている一方で、それに比例してWG主査への負担が数年前より増してきていると考えられるが、ISO Guide31改正作業を何とか順調に行って行きたいと考えている。

これまでは会議で議論する文章は、会議直前にしか示されなかったことから、会議後の対策しか取れなかったが、今後は6週間前までに会議で議論する文章が提示されることとなった。今後は、事前の対策を取ることも可能であり、国内からの意見を反映しやすくなるのではないかと期待している。



会議の様子

臨床検査室認定の現状

Medical Laboratory Accreditation Activity

公益財団法人 日本適合性認定協会
認定センター 久保野勝男

Key Words

ISO 15189、accreditation（認定）、medical laboratory（臨床検査室）、Mutual Recognition Agreement（相互承認）、Quality Management System（品質マネジメントシステム）

特定非営利活動法人 日本臨床検査標準協議会(JCCLS)と公益財団法人 日本適合性認定協会(JAB)が国際規格 ISO 15189 による臨床検査室の認定を開始して 5 年を経過した。この間大学病院、総合病院、衛生検査所等を含む計 56 の臨床検査室が認定に至っている。また、この国際規格の適用範囲に準じて、特定健診に関する臨床検査項目を実施する検査室、病理学的検査を実施する検査室の認定も実施している。

ここでは ISO 15189 に基づく臨床検査室認定制度の概要と、これまでの我が国の臨床検査室認定を実施してきた成果について紹介する。

緒言

特定の種類の試験、校正及び臨床検査を実施する試験所(試験所、校正機関及び臨床検査室の総称)の技術能力を決定する手段として試験所認定制度があり、能力ある臨床検査室(試験所)の正式な承認は、顧客ニーズを満足する信頼性のある臨床検査業務を識別し、選定するための簡便な手段を顧客に提供する。

国際規格 ISO 15189「臨床検査室—品質と能力に関する特定要求事項：Medical laboratories- Particular requirements for quality and competence」はこの基本的な品質

の考えと検査結果に関する科学的な根拠を具現化させるためのツールであり、2003年に発行された。現在は2007年4月にその一部が改訂された ISO 15189:2007 が最新版として適用されている。

国際規格 ISO 15189 を適用することにより、検査前手順、検査手順、検査後手順のすべてにわたって検査室のマネジメントシステムが確立されることとなり、その基礎の上で、トレーサビリティのとれた機材（機器・試薬等）を用いて測定された検査結果を全国の医療機関や健診機関の中で比較可能にして、臨床検査の質の向上と安定化をはかることが可能となっている。

現在、世界各国で ISO 15189 に基づく臨床検査室の認定が急速に普及しており、近隣諸国では特にその勢いは強まっている。

1 臨床検査室認定の状況

ISO 15189 の発行を機に、ILAC(国際試験所認定協力機構：International Laboratory Accreditation Cooperation)、EA（欧州認定協力機構：European co-operation for Accreditation）及び APLAC(アジア太平洋試験所認定協力機構：Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation)が相次いでこの国際規格の導入を決定し、各国で同国際規格に基づく認定が進められてきた。

表 1 に APLAC 加盟国と EA 加盟国の臨床検査室認定の状況を示した。

世界の国々の多くは、政府が関与して臨床検査室の質の保証のために ISO 15189 に基づく臨

表1 各国の臨床検査室認定状況 2010年8月20日現在

No.	国 (Economy)	認定機関	認定数	No.	国 (Economy)	認定機関	認定数
1	香港	HKAS	26	13	ベルギー	BELAC	35
2	中国	CNAS	59	14	チェコ	CAI	88
3	台湾	TAF	139	15	デンマーク	DANAK	23
4	タイ	DMS c	74	16	フィンランド	FINAS	29
5	シンガポール	SAC	9	17	ドイツ	DACH	482
6	マレーシア	Standard s Malaysia	15	18	ギリシャ	ESYD	30
7	オーストラリア	NATA	588	19	アイルランド	INAB	53
8	韓国	KOLAS	5	20	ポーランド	PCA	48
9	米国	A2LA	1	21	スイス	SAS	31
10	ニュージーランド	IANZ	59	22	英国	CPA	276
11	メキシコ	ema	17	23	フランス	COFRA C	209
12	インド	NABL	213	24	日本	JAB	56

床検査室の認定を推奨しており、一部は国の規制にも採用されている。

そのため臨床検査室認定は広く普及しているが、あいにくと我が国は政府機関の直接支援のしくみはなく、認定制度の開始は早かったものの普及はまだ充分に至っていないのが現状である。この状況下でも、ISO 15189 や認定制度に関する臨床検査室での理解は全国的に拡がりつつあり、今後が期待される場所である。

2007年4月18日～20日に実施された APLAC 総会において、臨床検査室認定が独立した相互承認分野として結成された。JAB は APLAC 相互承認審査の結果、その第1回の相互承認メンバーと認められ相互承認文書に署名した。従来から JAB の実施する臨床検査室認定は試験所認定分野として相互承認に加盟していたが、新たに結成された臨床検査室認定の相互承認分野に加盟したことにより、JAB の ISO 15189 に基づく臨床検査室認定が、国際的に明

確な形で認められたことになり、JAB から認定を受けた臨床検査室の地位が更に明確になった。APLAC の臨床検査室相互承認は、2009年12月現在で10カ国(10エコノミー) : HKAS (香港)、JAB (日本)、STANDARDS MALAYSIA (マレーシア)、ema (メキシコ)、IANZ (ニュージーランド)、TAF (台湾)、SAC (シンガポール)、DMSc (タイ)、CNAS(中国)、NABL (インド) となっている。

2 我が国の臨床検査室の整備状況

米国の CLIA'88(臨床検査室改善法・改訂1988)が施行されたのを機に、欧米諸国では臨床検査室の品質マネジメントシステムが早くから普及し、CLSI(Clinical & Laboratory Standards Institute)などから多くのガイドラインも出されるようになった。

一方、我が国では登録衛生検査所の不祥事を機に、「臨床検査技師・衛生検査技師等に関する法律」(現在の「臨床検査技師等に関する法律」)

の中に、登録衛生検査所の質的管理に関する要件が具体化された。しかし、この規制は登録衛生検査所に対してのみ適用されるものであり、病院内の臨床検査室に対しての個別の規制は無い。それでも一部の臨床検査室はそれぞれの医療機関の中で、マネジメントの仕組みや品質保証の体制を築いてきたのが実情である。

このような背景もあって、我が国での臨床検査室認定の普及はまだ加速されないのが現状である。

図1に我が国の認定を受けている臨床検査室の状況を示した。2010年8月末の時点で56の臨床検査室が認定を受けている。その内訳は、大学病院が13、他の医療機関が9、衛生検査所30、治験検査受託施設2、健診機関2である。

3 臨床検査室におけるトレーサビリティ

科学的根拠となるものには、検査手順（バリデーション、トレーサビリティ、不確かさ）、技能試験、検査室間比較プログラムなどがあるが、臨床検査室認定においてはこれらを満たしていることが求められる。

図2は技能試験（外部精度管理調査）の一例として、平成21年度日本臨床衛生検査技師臨床検査精度管理調査結果の中から、中性脂肪（トリグリセライド）について2試料の方法別ツインプロットを示したものである。中性脂肪は特定健診の検査項目にも指定されているように、脂質代謝を把握する上での重要な項目として広く一般的に実施される検査項目である。古くから代表的な臨床検査項目として普及しており、その測定値は標準化されてきた。図に見られるように、測定試薬による測定施設ごとの値のバラツキがまだ生じているのが現状であるが、基準となる上位標準物質の統一により測定値は収束するようになってきた。

臨床検査値の標準化には上位標準物質の設定が大きな役割を担っている。しかし我が国の標準化に適用可能な認証標準物質がある検査項目

は、まだ50項目に過ぎないのが実状である。臨床検査項目は保険適用される項目だけでも600項目に及び、そのうちのほんのわずかな項目しか認証標準物質が存在しない状況にあり、できるだけ早期に多くの認証標準物質が開発されることが期待される。

図3は一次基準測定法、一次校正物質がある場合の計量学的トレーサビリティを示した図である。臨床検査室が日常的に使用する測定法と値付けに用いるキャリブレーションは診断薬企業より提供される。診断薬企業は上位標準物質にトレーサビリティが確保されるようキャリブレーションの値付けを行っているので、臨床検査室は診断薬企業から提供される試薬とキャリブレーションを用いて検査を実施し、適切な精度管理を実施することで日常検査値が上位標準物質にトレーサブルな状態を確保することが可能である。

4 臨床検査室における測定の不確かさ

臨床検査においては多くの場面で不確かさの要因となるものが存在する（図4）。たとえば、採取時における被採血者（患者）のストレス・年齢・性別・飲食や生理的な変動などは検査値に大きな影響を及ぼす。また、採取された試料（検体）が臨床検査室まで搬送される場合の温度や時間も検査項目によっては測定値に大きな影響を与える。検査室で測定され報告された検査値が、判断を行う臨床医や産業医（健診の場合）によってどのように解釈されるかも、用いる生物学的基準値や健診の判定値、医師の経験も含めて異なる要因である。ここで、臨床検査値の測定の不確かさに限定して少し解説することにする。

ISO 15189の要求事項のなかに、「測定システムの校正プログラム及び真度の検証プログラムは、その測定結果がSI単位に対してトレーサブルであることを確実にするよう設計し実施する」（ISO 15189の5.6.3）とあり、また、「検査室は、適切、かつ可能なら

ば、測定の不確かさを求める。不確かさの重要な成分を考慮する。」(ISO 15189 の 5.6.2) とある。さらに特定健診を実施する場合の「標準的な検診・保健指導プログラム(確定版)」の中でもトレーサビリティの確認が求められている。

上述のように臨床検査室は診断薬企業から入手した検査試薬とキャリブレーションによって日常検査を実施している。それぞれの検査項目については、日本臨床検査薬協会の Web サイトよりトレーサビリティ体系図とキャリブレーションの不確かさの情報を入手できる。臨床検査室は用いるキャリブレーションの値と不確かさを用いて、測定の不確かさを簡便に推定することが可能となっている。

測定条件による不確かさの中には、試料不均質性や校正による不確かさが含まれており、これにキャリブレーションの不確かさと繰り返し測定による不確かさを合成することで、日常検査の不確かさを推定することができる。JAB の Web サイトに臨床検査室が簡便に測定の不確かさを推定するためのプログラムを提供しているの(<http://www.jab.or.jp/library/2008052800.html>)。

5 測定の不確かさの利用

図 5、6 は中性脂肪の測定値について、特定健診における保健指導判定基準に対して測定の不確かさの重要性を模式的に示したものである。図 5 の検体 1、2 のように保健指導判定基準と比較して、明らかに基準の範囲内もしくは基準を超えている場合の判断はし易いが、検体 3～6 のように判定基準近傍の結果の場合には判断に迷うことになる。このように測定の不確かさが判定基準をまたがるのであれば、1 回の測定値のみで判断することは難しい。しかし、図 6 に示した検体 5、6 のように不確かさが小さい

場合では、それぞれの測定値の持つ不確かさの大きさを加味しても判定基準にかからないため、判断は容易である。

このように測定の不確かさを理解しておくことは健診に限らず、臨床診断や経過判定の際には重要な意味を持つてくるのである。

6 認定の効果

一般的に臨床検査室を含む試験所認定の意味と効果については、以下と考えられている。

- ① 顧客側の期待(技術的能力の高い検証された試験所(検査室)を選ぶことにより、リスクを最小限にする、高価な再検査を避ける、顧客の信頼を高める、経費を節減して海外での製品競争力を向上させる。)に応えられる。
- ② 業務システムの改善、関係者の意識向上が期待できる。
- ③ 技術的能力の正式な承認である。
- ④ 検証された試験所(検査室)であることの顧客要求がある場合のパスポートとなる。
- ⑤ 業務実施能力の継続的確保の証明となる。
- ⑥ 国際的相互承認により試験結果(検査結果)が国際的に広く受け入れられる。
- ⑦ 試験報告書(検査結果報告書)について訴訟問題等の不都合が生じた場合、試験所(検査室)としての技量があることを証明する有力な証拠となる。
- ⑧ ステータス、信頼性及びデータ信用性が向上し、競争力が強化されることによって事業、人材確保などに貢献できる。

これまでに認定を受けた臨床検査室からの認定により効果についてまとめた内容を表 2 に示した。

表 2 認定の効果のまとめ

QMS 導入による効果	技術的能力に関する効果
業務の標準化や組織化・文書化・透明化の推進によるクレーム発生頻度が低減した。	第三者評価を得ることで顧客（患者・臨床）からの評価が向上した。
責任と権限の明確化や作業手順の文書化による人的ばらつきの収束ができた。	ILAC/APLAC 国際相互承認による世界に通用する検査結果報告書、国際治験参加機会が増加した。
仕事のしくみ、ルール作成、承認、指示、引継ぎ、検証が確実になった。	外部精度管理調査（技能試験）の評価が向上した。
要員の退職・異動があっても体制維持が可能となった。	治験受託に繋がった、施設としての評価が高くなった。

品質マネジメントシステムの管理面に関する効果では、業務の標準化や組織化・文書化・透明化の推進によりクレーム発生頻度が低減された、責任と権限の明確化や作業手順の文書化により人的ばらつきが収束できた、仕事のしくみ、ルール作成、承認、指示、引継ぎ、検証が確実になった、要員の退職・異動があってもその体制の維持に有効であった、不適合に対する是正により再発防止に役立てることができているなどがあげられている。一方で技術的な側面では、第三者評価を得ることで顧客（患者・臨床）からの評価が向上した、ILAC/APLAC 国際相互承認により世界に通用する検査結果報告書を示すことが可能となり国際治験参加が可能となった、参加機会が増加した、要員のレベルアップが図られた、不確かさなど新たな概念が定着できた、外部精度管理の評価が向上した、標準化共同実験等への参画機会が増えたなどが報告されている。

おわりに

世界中の国々で ISO 15189 に基づく臨床検査室認定の制度が着実に普及拡大している。特にアジア諸国ではその勢いが盛んである中、我が国の進捗がやや緩やかであることは国際社会の流れに遅れをとらないかという懸念がある。このしくみは、臨床検査室そのものの能力（力

量）を評価することができる唯一のしくみであり、世界基準というものさしを用いた標準システムによる標準化された検査結果を共有できる優れたしくみである。広く全ての臨床検査室がこの内容を理解し、検査室サービスの提供を行うことが肝要と考える。

文献

- 1) ISO 15189 : Medical Laboratories – Particular requirements for quality and competence (臨床検査室—品質と能力に関する特定要求事項)
- 2) JIS Q 17025 : 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項
- 3) JIS Q 9001 : 品質マネジメントシステム—要求事項
- 4) 久保野勝男 ; 臨床検査室の認定—トレーサビリティと不確かさの考え方—、臨床病理 57 : 584-592、2009.
- 5) 設楽政次、梅津静子、勝野浩 ; ISO 15189 認定取得が検査室に及ぼす効果、臨床病理 57 : 521-526、2009

問合せ先

〒141-0022 東京都品川区東五反田 1-22-1
 TEL 03-2442-1217
 URL <http://www.jab.or.jp>

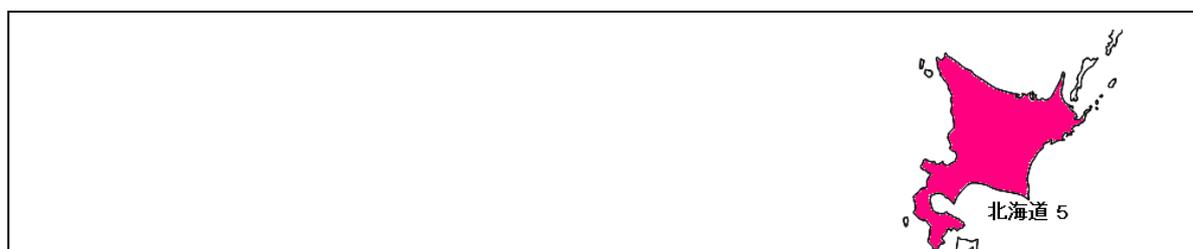


図1 認定を受けている臨床検査室

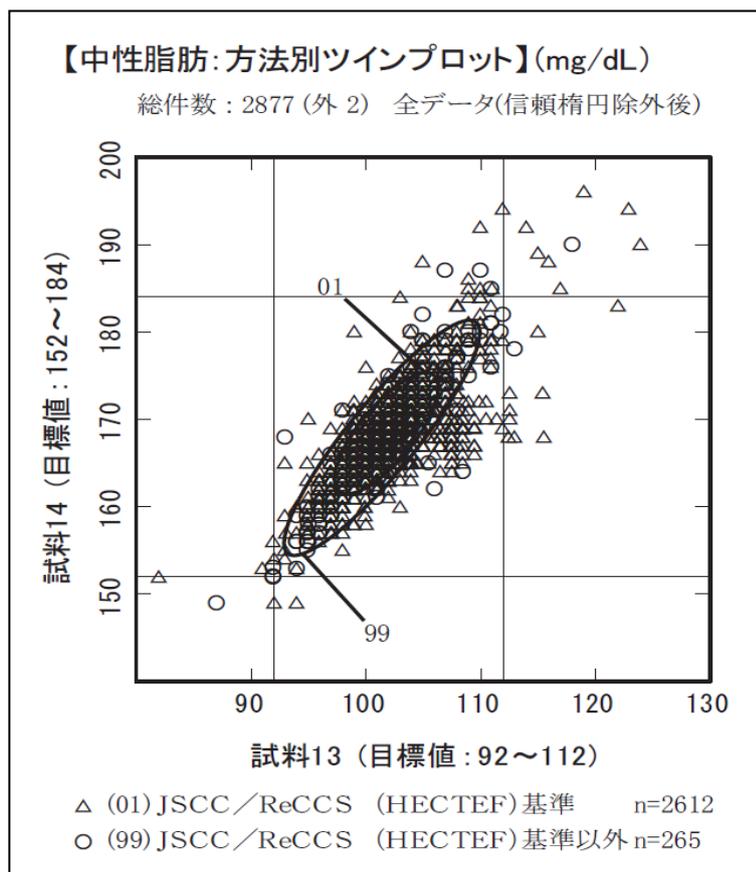


図2 技能試験結果の例

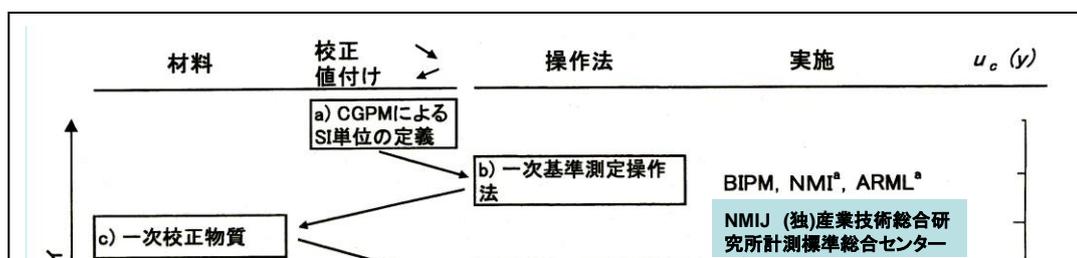


図3 計量学的トレーサビリティ体系図

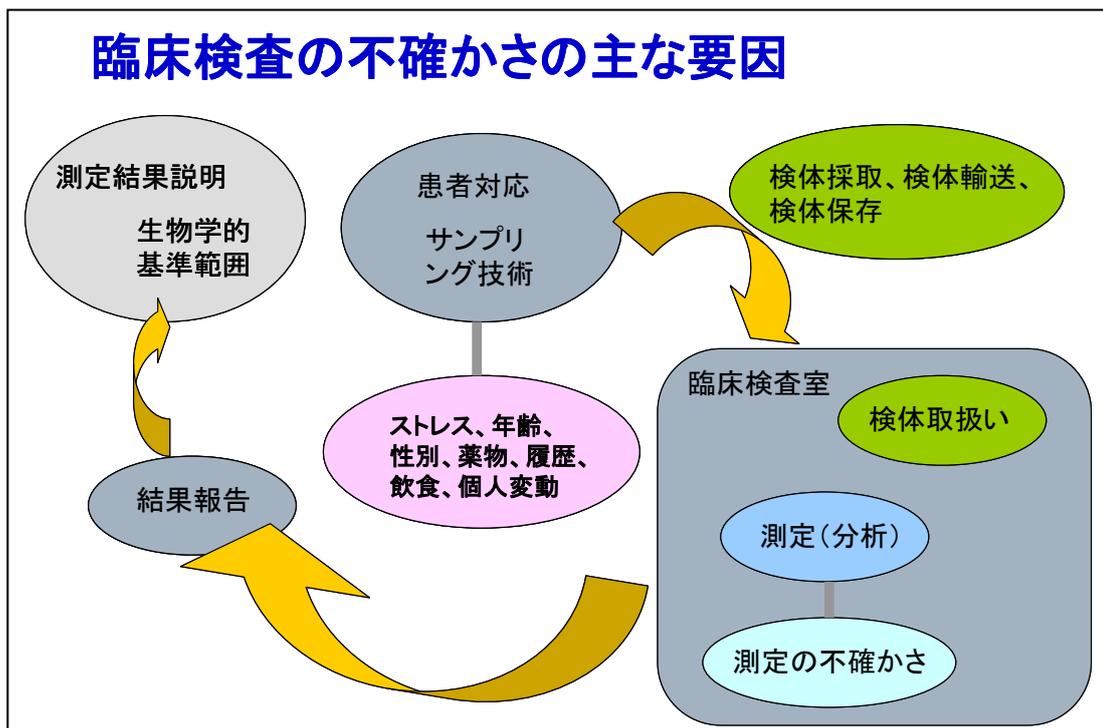


図4 臨床検査の不確かさの主な要因

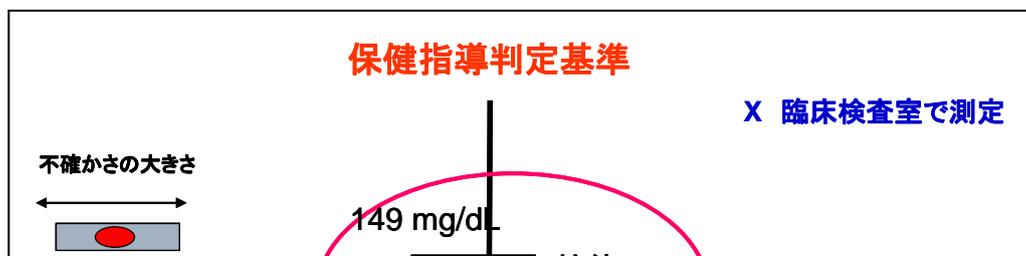


図5 不確かさの利用(1)

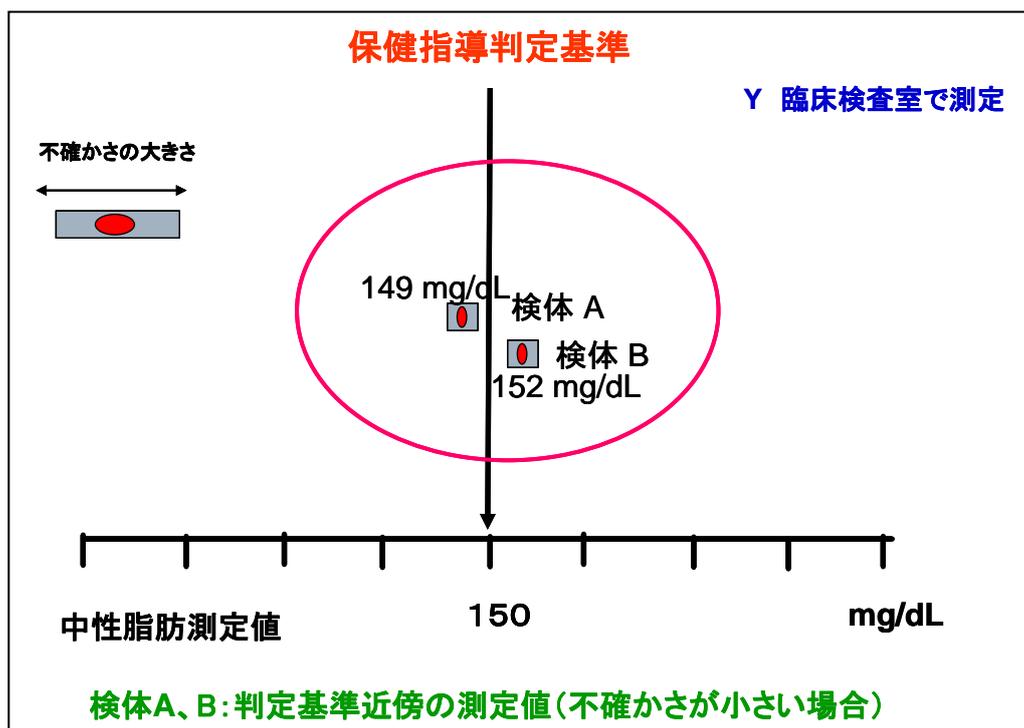


図6 不確かさの利用(2)

標準物質の製造プロセス

1. はじめに

弊社は旧来より主に環境計量・環境コンサルタント業務等を行っております。弊社の標準物質への取り組みは、1993年の海域底質管理試料の作製から始まりました。後1996年には溶出試験用土壌標準物質の検討開始し、重金属元素を土壌に均質に浸漬させ、任意の溶出試験値が得られる土壌標準物質の製造法¹⁾を確立しました。製造した標準物質は、(社)日本分析化学会により認証値が付与され、我が国初の溶出試験用標準物質として頒布されるに至りました。その後も(社)日本分析化学会が組織する標準物質開発委員会に参画し、ダイオキシン類分析用フライアッシュ標準物質をはじめ、十数種類の環境組成標準物質の製造を担当し、近年では、RoHS指令対応プラスチック標準物質や、ダイオキシン類分析用排水標準物質、蛍光X線分析用鉛フリーはんだ標準物質の製造も手掛けております(表1参照)。

今回は『標準物質の製造プロセス』について、弊社が製造を担った標準物質のいくつかを例に報告します。

弊社製造標準物質例

- (独) 産業技術総合研究所
- ・有害金属分析用海域底質標準物質 NMIJ CRM 7302-a
 - ・有害金属分析用湖底質標準物質 NMIJ CRM 7303-a
 - ・PCB分析用海域底質標準物質 NMIJ CRM 7304-a, NMIJ CRM 7305-a
 - ・有機スズ分析用海域底質標準物質 NMIJ CRM 7306-a
 - ・多環芳香族炭化水素類分析用湖底質標準物質 NMIJ CRM 7307-a

(社) 日本セラミックス協会

- ・アルミナ微粉末 3種 JCRM R 034, R 035, R036

(社) 日本分析化学会

- ・有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質 (Pb, Cd, Cr, Hg) JSAC 0601, JSAC 0602
- ・有害金属成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質 (Pb, Cd, Cr) JSAC 0611~JSAC 0615
- ・水銀成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質 (Hg 専用) JSAC 0621~JSAC 0625
- ・有害金属成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質 (Pb, Cd, Cr, Hg) JSAC 0631, JSAC 0632
- ・ポリ臭化ジフェニルエーテル (PBDEs) 成分化学分析用プラスチック認証標準物質 JSAC 0641, JSAC 0642
- ・臭素成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質 (Br 専用) JSAC 0651~JSAC 0655
- ・金属成分分析用土壌認証標準物質 JSAC 0401, JSAC 0411
- ・無機成分分析用土壌認証標準物質 (全量分析及び1ml塩酸含有量試験対応) JSAC0402, JSAC0403
- ・有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質 JSAC 0461~JSAC 0466
- ・農薬成分分析用土壌認証標準物質 (シマジン, ディルドリン) JSAC 0441, JSAC 0442
- ・無機成分分析用石炭灰認証標準物質 JSAC 0521, JSAC 0522
- ・ダイオキシン類分析用フライアッシュ認証標準物質 JSAC 0501, JSAC 0502
- ・ダイオキシン類分析用焼却炉ばいじん認証標準物質 JSAC 0511, JSAC 0512
- ・ダイオキシン類分析用土壌認証標準物質

JSAC 0421, JSAC 0422

・ダイオキシン類・PCB 同族体分析用河川底質認証標準物質 JSAC 0431, JSAC 0432

・ダイオキシン類・PCB 同族体分析用海域底質認証標準物質 JSAC 0451, JSAC 0452

・ダイオキシン類分析用排水認証標準物質 JSAC 0311

・ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質 JSAC 0321

・金属成分蛍光 X 線分析用鉛フリーはんだ認証標準物質 (WEEE/RoHS 規制対応)
JSAC 0131~JSAC 0134

2. 標準物質の製造プロセス

基本的な標準物質の製造プロセスは、以下の

図 1 に示します。大まかには先ず作製標準物質の情報収集を行い、作製法の考案をします。その後、試験的に作製し、目標濃度で均質な試料が作製可能か、安定性などの物性・作製作業上の問題点の確認・検討を行います。作製可能と判断されれば、試料作製を開始し瓶詰めまでの工程を実施します。JIS Z 8405-2008 (試験所間比較による技能試験のための統計的方法) 及び JIS Q 0034-2001 (標準物質生産者の能力に関する一般要求事項) / ISO Guide 34-2000 に従いランダムに試料を抜き出し均質性確認試験を行います。均質性確認後、各試験機関による共同実験を実施し、統計解析ののち認証値が決定されます。最終的に、瓶容器へのラベル貼付、箱詰めなどを行い製品化します。

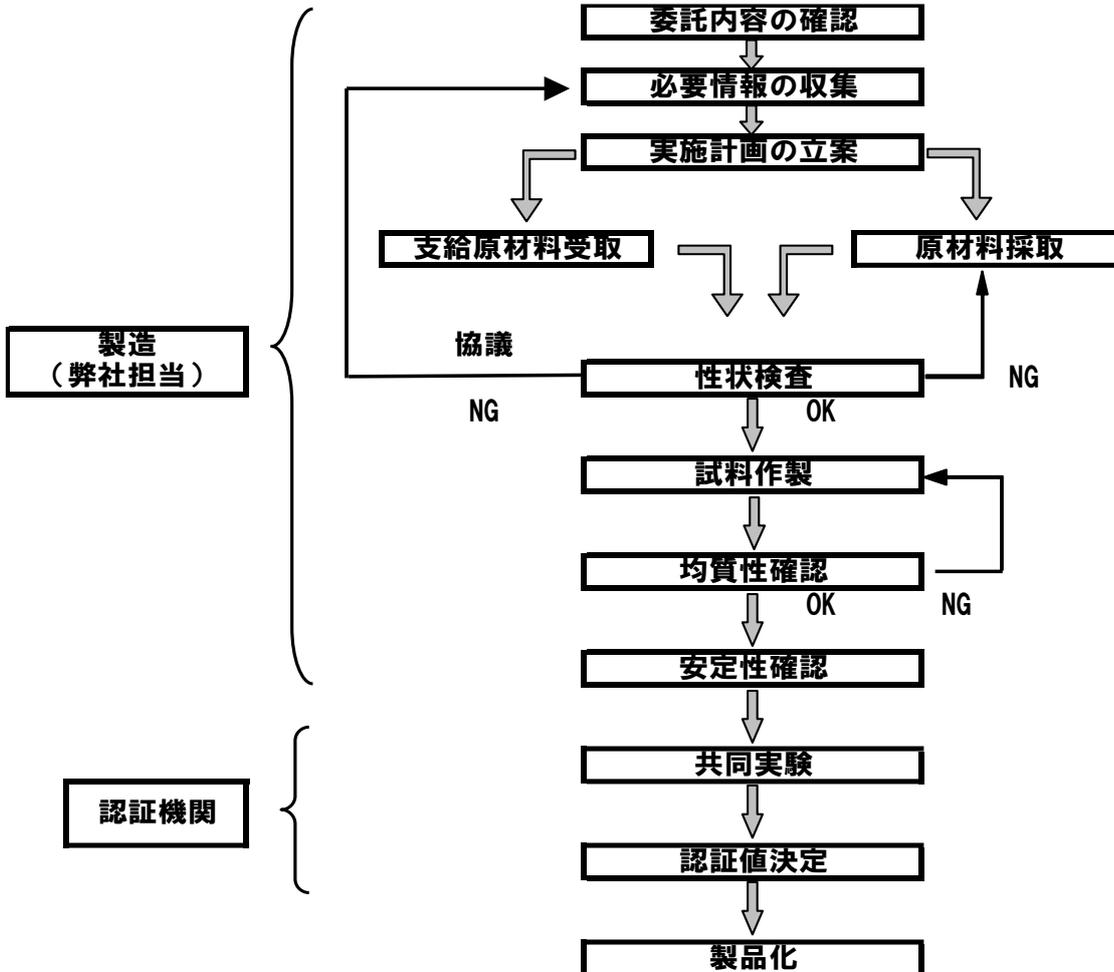


図 1 標準物質製造フローシート

3. 標準物質の作製

標準物質製造プロセスの大まかな流れは前述

の通りで、ここでは ①有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質 (JSAC 0461~JSAC 0466)、

②有害金属成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質(JSAC 0631, JSAC 0632)、③有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質(JSAC 0601, JSAC 0602)、④ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質(JSAC 0321)、⑤金属成分蛍光X線分析用鉛フリーはんだ認証標準物質(JSAC 0131~JSAC 0134)を例に挙げそれぞれの作製方法について紹介します。

3. 1 有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質(JSAC 0461~JSAC 0466)²⁾

3. 1. 1 認証成分・目標濃度

作製する汚染土壌の認証対象成分をCd,Pb,As,Se,Cr,Hgの6成分、その濃度水準を6水準に設定しました。

3. 1. 2 作製方法の特徴

土壌に有害金属物質を含有させる方法としては、これまで当該金属化合物の水溶液を土壌と混合し、加圧・加熱処理をして金属化合物を安定化する方法¹⁾を採用してきました。しかし、この汚染土壌標準物質シリーズは、金属成分含有率がかなり高濃度域に設定しています。そのために上記の製造方法によると、濃度水準が多いため水分蒸発などの作業性が悪く、また製造中に金属化合物の形態が一様でなくなる可能性やガス発生による安全問題が懸念されました。そこで製造方法としてはあらかじめ金属成分を計算量含ませた土壌(基材と称する)を原料土壌で希釈する乾式のマスタバッチ方式³⁾を採用することとしました。ちなわち、基材はまず金属化合物粉末と土壌のほぼ1:1の混合物を、均質化が容易なように元素ごとに少量(200~300g)作製し、焼成して安定化させ、粉碎して調製しました。基材に用いる金属化合物は、焼成にも安定な形態のものとして主として酸化物など(CdO,PbO,As₂O₃,Na₂SeO₃,CrO₃,Hg(NO₃)₂)を用いました。そして基材の計算量を原料土壌と混合して成分の希釈を行い、次いで均質化して標準物質候補とします。なお、Hg

については他の5元素の約1/10の濃度とし、またその揮発性に対処して土壌粒子との結合を強めるため、塩類の低濃度水溶液を基材用土壌と混合する方式をとりました。

3. 1. 3 原料土壌の精製

北九州市近郊の山林より採取した約100kgの褐色森林土について、まず2mm目の篩で篩い、通過分を水を張った大型バケツに入れ、混合・懸濁させました。静置後、上澄みを流し、また水を加えて攪拌し、浮遊物質を除去する操作を繰り返しました。最終デカンテーション後、2~3日間天日乾燥しました。次いで小型バットに移し、乾燥機中、90℃で約20時間乾燥しました。得られた土塊をアルミナボールにいれ、30rpmで2時間粉碎し、振動式篩機にかけ、106μm目通過分を集めました。さらにこれをV型ブレンダーでよく混合しました。収量は約90kgでこれを原料土壌としました。

3. 1. 4 基材の作製

金属酸化物試薬それぞれと基材用土壌*を質量比ほぼ1:1(100~150gずつ)の割合でよく混合し、少量の水を加えて混練したのち焼成しました。焼成温度はそれぞれの金属の熱揮散を考慮し、高温(max.800℃)、中温(max.400℃)、低温(max.200℃)と設定しました。焼成物はアルミナボールで粉碎し、106μm目の篩で篩い分け、篩通過分を集めてよく混合し、成分ごとに200~300gずつ調製して基材としました。

* 吸水・保水性の高い粘土(焼き物用)乾燥微粉を用いました。また水銀についてはその揮発性への対策として土壌粒子との結合を強めるため試薬は水溶液として添加し、試薬:粘土の比は約1:10としました。水銀化合物の試薬は硝酸水銀(II)・n水和物(Hg(NO₃)₂(II)・nH₂O、Hgとして47%、nが約5.6)です。

3. 1. 5 予備作製とその試験結果

作製した基材を用い、原料土壌と計算量混合

して各水準ごとに少量のテスト材を試作し波長分散型蛍光X線分析装置で元素分析を行ったところ、いずれの成分も蛍光X線強度とテスト材中目標濃度とはよい直線関係を示したのでこの作製方法は妥当であると判断しました。

3. 1. 6 標準物質候補の調製

各水準ごとに13 kgの標準物質候補の作製を目標とし、原料土壌及び基材を所定量配合して大型回転式ミキサーで混合しました。次いでジェットミル型粉砕器で処理して、平均粒径約4 μm 、最大粒径約50 μm 以下の微細粒子を得ました。微細化を入念に実施した理由は、均質化及び蛍光X線分析における粒度の影響を減少させるためです。微粉末はさらにV型ブレンダーで1時間(30 rpm)混合し、均質化を図りま

した。調製作業の概要を次の図で示しました。



有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質
JSAC 0461~JSAC 0466

原料土壌の精製

採取した褐色森林土について、まず2 mm目の篩で篩い、通過分を水を張った大型バケツに入れ、混合・懸濁させました。静置後、上澄みを流し、また水を加えて攪拌し、浮遊物質を除去する操作を繰り返し、最終デカンテーション後、天日、乾燥機中にて乾燥しました。



粉碎・篩分け

得られた土塊をアルミナボールにいれ、30 rpmで2時間粉碎し、振動式篩機にかけ、106 μm目通過分を集めました。



混合

原料土壌及び基材を所定量配合して大型回転式ミキサーで混合しました。次いでジェットミル型粉碎器で処理して、平均粒径約4 μm、最大粒径約50 μm以下の微細粒子を得ました。



有害金属成分分析用汚染土壌認証標準物質の調製作業の概要

3・2 プラスチック認証標準物質

3. 2. 1 作製方法の特徴

ポリエチレンなどの熱可塑性樹脂の場合は、加熱・混合・成型など複雑な工程を必要とし、均質化に工夫が必要です。そこで明治大学理工学部中村利廣教授が開発した金属定量用プラスチック標準物質の製造方法に基づいて、プラスチック基材には不飽和ポリエステル（商品名クリアーポリエステル、(株)エポック）を用いました。この方法の利点は、添加する有機金属錯化合物の有機溶媒溶液と原料プラスチックの溶液とを混合する簡易な操作によって金属成分組成が均質な試験片が容易に調製できることです。

添加する金属成分としては、鉛がテトラフェニル鉛、カドミウムがシクロヘキサンプチレートカドミウム、クロムがアセチルアセトネートクロム(Ⅲ)、水銀がシクロヘキサンプチレート水銀の有機金属錯体を用いました。クロムについてはRoHS指令では、6価クロムを規制対象としていますが、6価クロムの分析方法の精度の問題及び安定性確保の観点から本標準物質では3価クロムとして添加しました。

3. 2. 2 有害金属成分蛍光X線分析用 (JSAC 0631, JSAC 0632) 4)

添加する有機金属錯体を所要量秤量してトルエンに溶解しました。これに上記ポリエステル基材を加え、十分攪拌しました。この混合液に硬化剤パーメックN（商品名メチルイソブチルケトンパーオキシド (株)エポック）を加えて攪拌したのち、ガラス板上に置いた直径40 mm、深さ5 mmのアルミリングの型に、ディスクの仕上がり厚さが4 mm強となるよう液を流し込み、6~12時間放置、硬化させ、ディスクとしました。ディスクはその両面フライス盤で研削して厚さを4 mm±0.05 mmに調整したのち、バフ研磨で最終仕上げを行いました。



有害金属成分蛍光X線分析用プラスチック認証標準物質

JSAC 0631, JSAC 0632

3. 2. 3 有害金属成分化学分析用 (JSAC 0601, JSAC 0602) 5)

a) 平板の調製

添加する有機金属錯体を所要量秤量してトルエンに溶解しました。これに上記ポリエステル基材を加え、十分攪拌しました。この混合液に硬化剤パーメックN（商品名メチルイソブチルケトンパーオキシド (株)エポック）を加えて攪拌したのち、型枠に流し込みました。型枠は52 cm×52 cm×4 mm(深さ)のアルミニウム製枠をガラス板上に置いたもので、これに同溶液を手早く流し込み、6~12時間以上放置し硬化させました。低含有率用 (JSAC 0601) としてPb 10 μg/g、Cd 5 μg/g、Cr 10 μg/g及びHg 1 μg/g含有を目標としたポリエステル板を、また高含有率用 (JSAC 0602) としてPb 100 μg/g、Cd 50 μg/g、Cr 100 μg/g及びHg 10 μg/g含有を目標としたポリエステル板をそれぞれ作製しました。

b) 破碎

得られた平板にカッターで5 cm角程度の筋目を入れ、手作業で折ったものを逐次1.5 mm口径のステンレス鋼製のスクリーンを装着した鋼製破碎機（セイシン社製 オリエンタミル VM-16）に投入して破碎し、スクリーンから放

出されたものを採取しました。その後、ステンレス鋼製篩で篩い分けを行いました。試料の粒度としては1 mm 目篩通過0.5 mm 目篩上のものを取り、ポリプロピレン製容器に入れ、密閉して人力で20分間回転を繰り返して混合し均質化を図りました。



有害金属成分化学分析用プラスチック認証標準物質
JSAC 0601, JSAC 0602

3. 3 ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質 (JSAC 0321)⁶⁾

3. 3. 1 原料

水は霧島屋久国立公園の霧島地域に大量に湧出する地下水を加熱殺菌処理し、2 L の PET 瓶に充填した市販品を原料水としました。また、添加には高いダイオキシン類含有率の確認されたばいじんを用いました。

3. 3. 2 懸濁液の調製

ばいじんをめのう乳鉢で微細にすりつぶし、三角フラスコに集めた後、よく振り混ぜて均質化しました。これを秤取り、原料水を張ったス

テンレス鋼タンクの上部に網目 20 μm の篩を固定し、ゴムヘラで湿式にて裏ごししてできる限り微細なもののみを添加するようにしました。得られた懸濁液に原料水を加えて定量し、このタンク上部に翼型攪拌機、下部にマグネチックスターラーをセットして、十分に攪拌・混合しました。

3. 3. 3 試料の調製

この懸濁液から、ホールピペット (50 ml) で分取し、容量 3 L の褐色ガラス瓶へ移しました。この懸濁液のガラス瓶への分注の際、50 本おきにガロン瓶の代わりにビーカーに分取し均質性試験用の試料としました。保存安定をはかるために硝酸 10 ml を添加し、希釈水 2940 ml (重量 2940 g) を測って加え、瓶の蓋をして転倒攪拌しました。調製作業の概要を次の図で示しました。



ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質
JSAC 0321

懸濁液の作製

ばいじんをめのう乳鉢で微細にすりつぶし、三角フラスコに集めた後、よく振り混ぜて均質化しました。これを秤取り、原料水を張ったステンレス鋼タンクの上部に網目20 μmの篩を固定し、ゴムヘラで湿式にて裏ごししてできる限り微細なもののみを添加するようにしました。



攪拌・混合

得られた懸濁液に原料水を加えて定量し、このタンク上部に翼型攪拌機、下部にマグネチックスターラーをセットして、十分に攪拌・混合しました。



試料の調製

この懸濁液から、ホールピペット（50 ml）で分取し、容量3 Lの褐色ガラス瓶へ移しました。保存安定をはかるために硝酸10 mlを添加し、希釈水2940 ml（重量2940 g）を測って加え、瓶の蓋をして転倒攪拌しました。



ダイオキシン類分析用模擬排水認証標準物質の調製作業の概要

3. 4 金属成分蛍光X線分析用鉛フリーはんだ認証標準物質 (JSAC 0131~JSAC 0134) ⁷⁾

3. 4. 1 原料

第1水準の標準物質候補 (予定製品番号 JSAC 0131) は金属スズ (三津和化学薬品 (株)、純度:99.99%以上、特級 粒状スズ) を、第2~4水準の標準物質候補 (同番号 JSAC 0132~JSAC 0134) は工業用鉛フリーはんだ製品 (エバソル J3、石川金属社製) を用いました。それぞれのスズ系金属は溶湯最高温度 550 °C で溶解を行いました。

3. 4. 2 標準物質候補の調製

標準物質候補の含有成分は Ag、Cu、Pb、Cd として、それらの目標含有率をつぎのように決めました。Cu 濃度は 4 % レベルまで高めると濃度偏析が起りやすくなるので上限を 1 % とし、Ag も同様に 4 % としました。Pb、Cd 成分の分析においてはマトリックス成分 (Ag、Cu) 補正を行うのに影響が出にくい濃度にする、また、現在蛍光X線分析装置のほとんどにマトリックス補正ソフトが付属されているが、実際の RoHS 規制対応分析現場では必ずしもそれを適用して分析するとは限らないので、そのようなことも考慮してマトリックス補正を行わなくても、その影響を最小限とするために、Ag+Cu のマトリックス成分の含量をほぼ一定とするようにしました。

JSAC 0131 は金属スズ (Sn) を、JSAC 0132、JSAC 0133、JSAC 0134 は工業用はんだをそれぞれ約 8.3 kg 使用して加熱炉内で融解 (溶湯最高温度 550 °C) しました。それぞれ融解させた Sn に Ag、Cu、Pb、Cd の計算量を順次添加してよくかき混ぜ融解しました。酸化を防止するために溶湯表面を還元剤等で覆いました。溶融はんだを放冷凝固させた後、還元剤等を除去しました。再融解してステンレス鋼製金型 (W600×D215×H25 各 mm) に金属組織をできるだけ微細化するために、水で急冷し凝固

させながら铸込みました (約 8 mm 厚さ程度)。金型から外し、表面の不純物等を研磨除去した後、圧延機ではんだの厚さを 2.4 mm に冷間圧延加工しました。圧延板を回転歯により直径 30 mm のディスクを切り抜きました。このようにして、Ag、Cu、Pb、Cd の含有率を変えた 4 水準からそれぞれ作製しました。

均質性試験と共同実験用には上・下面を旋盤で 0.2 mm 研削して、直径 30 mm×厚さ 2.0 mm の試料を用いました。製品は 30 mm、厚さ 2.4 mm の試料を直径 40 mm×高さ 5 mm のアルミニウムリングの中央に置いてポリエステル樹脂を流し込んで固化させて作製しました。これは、はんだ試料の厚さが薄いため分析時の操作性や試料に直接接触しないことなどを考慮したものです。この際、铸込み成型した試料の下面を下向きに置きます。固化した後、リングを試料から外し、樹脂面をフライス盤で研磨し、樹脂の厚さを約 4.2 mm に仕上げた後、はんだ面を旋盤で約 0.2 mm 研削し、直径 40 mm×厚さ 4.0 mm に仕上げました。はんだ自体の最終形状は直径 30 mm、厚さ 2.2 mm です。



金属成分蛍光X線分析用鉛フリーはんだ認証標準物質

JSAC 0131~JSAC 0134

4. 謝辞

本執筆の機会を与えて頂いた標準物質協議会事務局の松本保輔様、様々な標準物質製造に関わり貴重な助言を頂いた小野昭紘様に感謝いたします。

5. 参考資料

- 1) 特許第 3860899 号 溶出及び含有量試験用標準試料の作製方法
- 2) 中村利廣, 浅田正三, 石橋耀一, 岡田章, 川瀬晃, 中野和彦, 濱本亜希, 坂東篤, 村上雅志, 小野昭紘, 吉原登, 柿田和俊, 坂田衛, 瀧本憲一: 分析化学(*Bunseki Kagaku*), **57**, 191 (2008)
- 3) 特開 2009-36550 土壤標準物質の製造方法
- 4) 中野和彦, 中村利廣, 中井泉, 川瀬晃, 今井眞, 長谷川幹男, 石橋耀一, 稲本勇, 須藤和冬, 古崎勝, 鶴田暁, 本間寿, 小野昭紘, 柿田和俊, 坂田衛: 分析化学(*Bunseki Kagaku*), **55**, 501 (2006)
- 5) 中野和彦, 中村利廣, 中井泉, 川瀬晃, 今井眞, 長谷川幹男, 石橋耀一, 稲本勇, 須藤和冬, 古崎勝, 鶴田暁, 本間寿, 小野昭紘, 柿田和俊, 坂田衛: 分析化学(*Bunseki Kagaku*), **55**, 799(2006)
- 6) 飯田芳男, 村山真理子, 沼田雅彦, 高田芳矩, 高菅卓三, 浅田正三, 松本保輔, 石橋耀一, 井垣浩侑, 松村徹, 鶴田暁, 吉原登, 小野昭紘, 柿田和俊, 坂田衛: 分析化学(*Bunseki Kagaku*), **56**, 649(2007)
- 7) 野呂純二, 伊永隆史, 古崎勝, 川田哲, 久留須一彦, 水平学, 小野昭紘, 勝見和彦, 柿田和俊, 瀧本憲一, 坂田衛: 分析化学

(*Bunseki Kagaku*), **59**, 107(2010)

問合せ先

〒804-0003 福岡県北九州市戸畑区中原新町2番4号

環境テクノス株式会社

TEL : 093-883-0150 FAX : 093-883-0701

<http://www.kan-tec.co.jp/>

平成 22 年度標準物質協議会通常総会が、平成 22 年 6 月 18 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。当日は、久保田会長、会員 14 名、オブザーバー 5 名の合計 19 名の出席がありました。また、委任状が 10 名の会員から提出されました。まず事務局より出席者と委任状出席者の合計が 24 名であり過半数に達した旨の確認が行われました。次いで、久保田会長から ISO Guide34 及び 35 に基づく標準物質認証書への記載事項について新たな方向性が示されたことの説明を含めた挨拶がありました。その後、平成 21 年度総会の議事録確認が行われ、いくつかの修正の後、承認されました。その後、平成 21 年度の事業報告並びに収支決算について説明が行われ、監査人の大類氏（高千穂化学工業㈱）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

総会の様子

報告では、会報（第 54 号、第 55 号、第 56 号）の発行、講演会（講師：NMIJ 齋藤 剛氏、NITE 今井 秀孝氏）の開催などを実施したことが報告されました。平成 22 年度事業計画案については見学会あるいは講演会を実施することとし、会員の皆様にアンケートを配布し、決定することとしました。また、標準物質の旧 JIS を標準物質協議会規格として作成するため、継続して標準ガスワーキンググループ（WG）、標準液 WG で活動を行うこと、会報を発行することなどが提案され、承認されました。収支予算案については見学会あるいは講演会を実施した場合、会議費が増加することを前提に承認されました。また、標準物質協議会が原案を作成した日本工業規格（JIS）について現状の報告がありました。以上をもって 17 時に閉会しました。（記 事務局）



編集後記

残暑お見舞い申し上げます。

本 58 号では、今年 5 月に開催されました第 33 回 ISO/REMCO 会議の報告を産業技術総合研究所の齋藤様にご執筆いただきました。日ごとさらには WG ごとに報告されており、と

ても分かりやすい構成となっております。

また、日本適合性認定協会の久保野様には臨床検査室の認定について解説していただきました。現在、日本には何箇所くらいの臨床検査室が業務を行っているかは分かりませんが認定を受けた検査所が 56 箇所とはあまりにも少ない

感じがします。データの信頼性、互換性を確保するためにも今後益々増えることが期待されま
す。

環境テクノスの勝見様、高城様には標準物質
の製造について解説していただきました。産業
技術総合研究所や日本分析化学会などで頒布し
ている標準物質を製造しており、その製造プロ
セスの重要性を知ることができました。

酷暑の中ご執筆いただきました皆様に感謝申
し上げます。

気象庁によると今年の夏（6月～8月）の平
均気温は平年に比べ1.64度高く、統計開始
以来（113年）最高だったそうです。9月に
入ってもまだまだ暑い日が続いておりますが皆
様お体に気をつけてお過ごしください。本会報
が届く頃には「秋」となっているでしょうか。



Wikipedia より 「那智の滝」
少しは涼しくなりますかね。

〒245-0043

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 松本保輔

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

E-mail matsumoto-yasusuke@ceri.jp

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