

目 次

1. 産総研依頼試験による高純度有機標準物質の純度校正……1
2. J I S 試薬の変遷……………8
3. アジア太平洋計量計画 (APMP) 会議出席報告……………23
4. 編集後記……………27

産総研依頼試験による高純度有機標準物質の純度校正

独立行政法人産業技術総合研究所
計測標準研究部門 計量標準システム科
井原 俊英

1. はじめに

産業技術総合研究所計量標準総合センター（以下、NMIJ）は、国家計量標準機関として計量標準の設定・維持・供給を業務としており、化学計量分野においては設定した計量標準の供給を、主に認証標準物質（以下、NMIJ CRM）として行ってきた。NMIJ CRM は、ISO Guide 34 に適合する品質マネジメントシステム（QMS）に基づいて生産されたものであり、主な用途は測定機器の校正、分析法や分析値の妥当性確認、分析精度管理などである。特に測定機器の校正に用いる CRM に関しては、試薬メーカーやガスメーカーなどが供給する標準物質における計量計測トレーサビリティの上位標準として活用可能であるが、産業界等で必要とされる種類に比して必ずしも十分な供給ができていないとは言えない状況にある。

そこで NMIJ では、化学計量に関する QMS を拡張し、ISO/IEC 17025 に基づいた標準物質の校正サービスを 2011 年度から新たな業務として始めることとなった。その第一弾として、高純度有機標準物質の純度の校正サービスを開始したので、この内容について紹介する。

2. 校正サービスを行う分野

NMIJ では、以前より長さ、質量、温度などの計測器・計量器の校正サービスを、計量法に基づく計量標準供給制度（JCSS）を補完する標準供給システムである産総研依頼試験として行ってきた。今般の標準物質の校正サービスは基本的にはこのシステムに含まれるものであり、JCSS による標準供給がまだ行われていないが、計量計測トレーサビリティの確保が求められる分野について、標準物質の供給を行う事業者等に向けた依頼試験を実施し、校正証明書を発行するものである。

そこで、産業界等において計量計測トレーサビリティ確保への要望が高い分野から優先的に校正サービスを開始することとし、まずは試薬メーカーなどから供給されるメーカー保証の標準物質が多数ありながら計量計測トレーサビリティが未確立な分野を対象とした。例えば、残留農薬試験は食品等の安全性と直結するばかりでなく国際的な商取引とも関連するため信頼性への要求が高くなってきており、公的機

関を含め各試験機関では ISO/IEC 17025 の認定取得など分析精度管理の維持・向上に努めている。したがって、分析機器の検量線作成に用いる標準液における計量計測トレーサビリティの確保の必要性も増している状況にある。そこで、まずはこうした標準液の原料物質となる高純度な有機標準物質の純度校正サービスを行えるようにすべく、供給体制の整備を行った。

3. 校正の方法

試薬メーカなどから供給されるメーカ保証の標準物質のうち、高純度な有機標準物質の種類は少なくない。例えば、2003 年に改正された食品衛生法において導入されたポジティブリスト制度（2006 年 5 月施行）では、国内外で流通する約 800 種類の農薬等が対象となっていることから、これら農薬の分析に用いる高純度な農薬標準物質の供給が近年急速に増えている状況にある。これらの標準物質は、きわめて種類が多いことに加えて規制対象物質の追加（又は削除）が頻繁に行われるなどの事情があり、標準物質の供給を機動的に行う必要がある。このとき、本標準物質の用途から考察した場合、最高精度でなくとも実用的に十分な不確かさが得られればよいと考えられる。一方において、高純度な有機標準物質は、しばしば計量計測トレーサビリティの源になることから、確実なトレーサビリティ確保の観点からは国際単位系（SI）に基づく計量学的に高度な計測法を適用することが望ましい。

以上の観点から、校正を行う測定方法としては、計量計測トレーサビリティを確保しつつ、迅速かつ正確な純度測定法を適用することを課題とした。計量計測トレーサビリティ確保の観点では、前述のように SI に基づく計測法、すなわち一次標準測定法の適用が望ましい。これは国際度量衡委員会傘下の物質質量諮問委員会で「最高の計量学的な特性をもち、その操作を完全に記載及び理解でき、その不確かさが SI 単位に基づいて完全に記載できる方法」と定義されている¹⁾。一次標準測定法の一つに凝固点降下法があり、高純度有機標準物質の純度測定には有効であることが知られている。このとき、供給される標準物質の用途を考慮し、純度測定の（拡張）不確かさを 1 % 程度に設定することで、簡易的な測定方法である示差走査熱量計（DSC）を用いた凝固点降下法が選択できると考えた。加えて、一次標準測定法の定義を満たし得る計測法として NMIJ で研究を進め

てきた核磁気共鳴法についても、本課題で目標とした不確かさであれば適用可能と考えられた。そこで、示差走査熱量計（DSC）を用いた凝固点降下法による連続昇温測定、及び核磁気共鳴装置（NMR）を用いた内標準法による ¹H NMR 測定を試みた。なお、DSC を用いた測定では、揮発成分及び残分（灰分）が融点降下に影響を与えない場合があるため、熱重量測定装置（TGA）による揮発成分測定及び強熱残分測定を併せて行い、DSC の純度を補正することとした。以下に、純度測定の詳細について述べる。

まず、DSC での測定であるが、モル凝固点降下現象に基づくため、そもそも熱力学的には平衡状態での議論であり、試料を一定速度で加熱する測定（連続昇温測定）では不確かさが大きくなることが予測されるため、NMIJ ではこれまで特性値を得るための手法としてはほとんど適用してこなかった。しかしながら、本課題においては 1 % 程度の不確かさを目標値として設定したことから、連続昇温測定も適用できる可能性があると判断した。そこで、熱流束型の DSC を用い、水銀（NIST SRM 2225）及びインジウム（NIST SRM 2232）、又はインジウム及びビスマス（NIST SRM 2235）で温度及び熱量の校正を行った上で、昇温速度 0.1 °C/分 で純度を求めた。本測定における不確かさについては、凝固点降下法の原理に基づく要因の他に、連続昇温測定によるものとして、純度解析に用いる融解範囲及びファントホッフプロットの補正を不確かさの要因に加え、さらに凝固点降下法で得られる物質質量分率（mol/mol）を質量分率（kg/kg）に変換することによる不確かさを加えた²⁾。本測定法を適用し、60 物質以上の高純度（純度 98 % 以上）の農薬類において実証実験を行ったが、それらの不確かさは 0.2 % ~ 1.5 % ($k=2$) 程度であり、概ね適用できる水準の不確かさが得られることを確認した。

次に、NMR での測定であるが、¹H NMR では化合物中の水素原子核の数の比がピーク面積比に対応する特性を持つことから、水素の数の比を簡単に確認することができるので、この特性を利用することで純度測定を行うことが可能である。すなわち、図 1 に示すように内標準物質として純度が既知の物質を定量的に加えて ¹H NMR 測定を行い、得られたスペクトルの中から定量したい物質（この例ではプロシミドン）および内標準物質（この例ではジメチルスルホン）それぞれの適当なピーク（この例

ではそれぞれピーク D とピーク I) について面積と寄与する核の数（この例ではそれぞれ 6）

を勘案することで、両者の物質質量（モル）比から測定値（純度）を得ることができる。

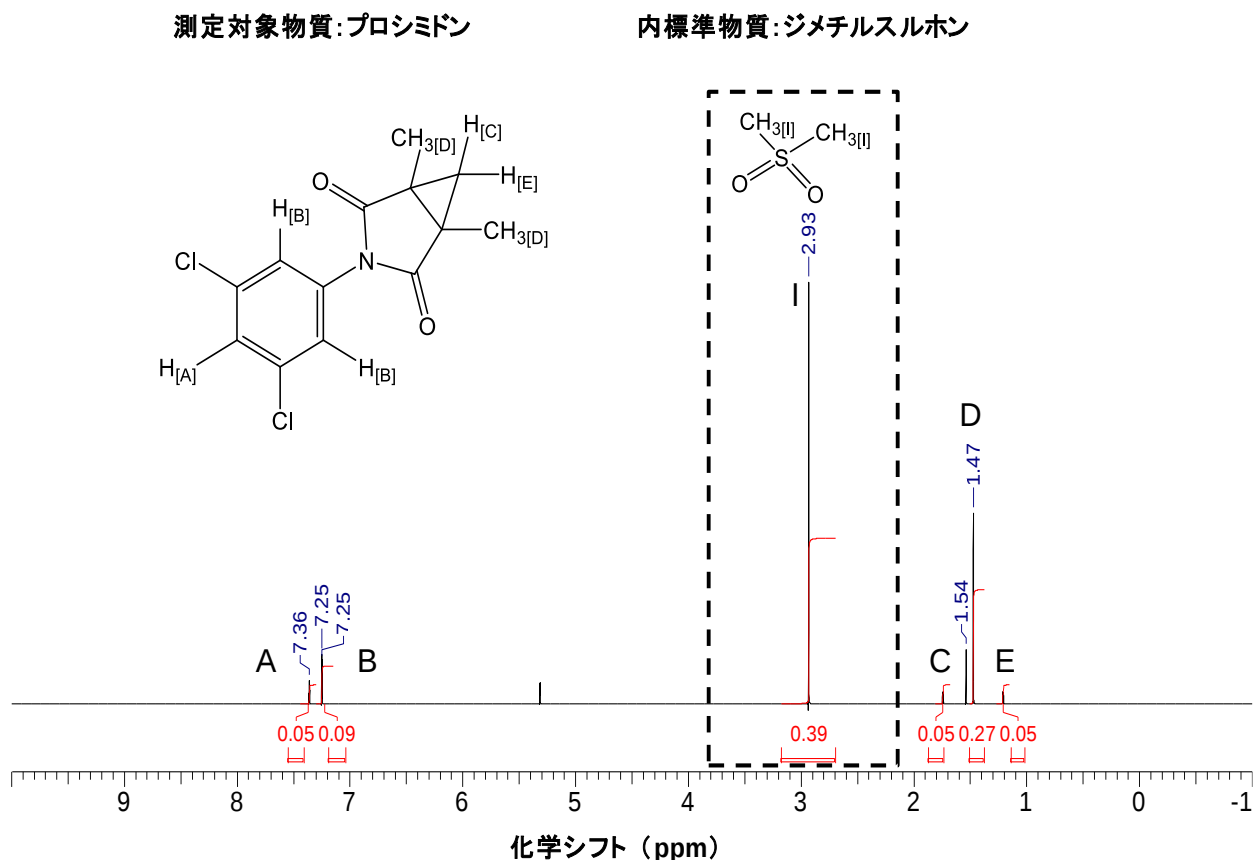


図 1 ^1H NMR による農薬標準物質の純度測定の実例

このときピーク面積の比は寄与する核の数に比例することから、本測定は原理的に ^1H 核の数、言い換えれば SI 単位に基づく純度が得られることになる³⁾。ただし、通常の構造解析を主眼として ^1H NMR を測定する場合と比べ、定量に焦点を当てた場合では、定量を行おうとする核が、その数に正確に比例する条件下で測定を行うことが不可欠となる。そこで、スピン-格子緩和時間 (T_1) の 6 倍以上の遅延時間をとる条件とし、さらにピークの形状を良好にするためのシム調整や S/N (シグナルノイズ比) を良くするなどの工夫を行い、純度測定及びそれらの不確かさ評価を試みた。 ^1H 共鳴周波数 400 MHz の NMR を用い、スペクトル幅 100 ppm、 90° パルス、データ取り込み時間 4 s、遅延時間 60 s、積算回数 8 回を基本的な測定条件とし、

1,4-ジクロロベンゼン (NMIJ CRM 4039-a) で純度を校正した数種類の内標準物質を適宜、選択して純度を求めた。本測定における不確かさについては、内標準物質及び測定対象物質の秤量の不確かさに加え、ピーク選択や緩和によるものが全体への寄与率が大きかった。本測定法を適用し、100 物質以上の高純度（純度 98 % 以上）の農薬類において実証実験を行ったが、それらの不確かさは 0.2 % ~ 1.2 % ($k=2$) 程度であり、概ね適用できる水準の不確かさが得られることを確認した。

以上の測定により得られた 2 つの純度の相加平均を行い、校正結果の純度値とした。校正結果の不確かさについては、DSC を用いた凝固点降下法（揮発成分及び残分補正後）と ^1H NMR の各測定における不確かさに加えて、測定方法

間の純度差を不確かさとして考慮した。なお、いずれかの測定方法が適用できない場合には、適用した測定方法における測定値の妥当性の確認のためにクロマトグラフ法を用い、純度値の算出には適用しないが、測定方法間の純度差を不確かさとして考慮した。表 1 にこれまでに検討を行った高純度有機標準物質の一覧（一部、不掲載）を示すが、校正結果となる純度における不確かさは、0.2 %～1.5 % ($k=2$) となった。なお、凝固点降下法、ガスクロマトグラフ法 (GC) 及び高速液体クロマトグラフ法 (HPLC)

が適用できる物質がある程度限定されるのに比べて、 ^1H NMR の適用範囲の広さが顕著であることが分かる。

本検討では、SI トレーサビリティを確保しつつ、迅速かつ正確な純度測定法を構築することを課題とし、具体的な目標として純度測定における不確かさを 1 % に設定して測定法の簡易化に取り組み、ほぼ満足する結果を得ることができたことから、これらの測定方法を高純度有機標準物質の純度校正方法として設定することとした。

表 1 純度評価を行った高純度有機標準物質の一覧

番号	測定対象物質	測定手法			
		凝固点 降下法	^1H NMR	GC	HPLC
1	DEP (トリクロルホン)	●	●	●	
2	p,p'-DDE	●	●	●	
3	p,p'-DDD	●	●	●	
4	o,p'-DDE	●	●	●	
5	o,p'-DDD	●	●	●	
6	d-HCH	●	●	●	
7	プロシミドン	●	●	●	
8	EPN		●	●	
9	エトフェンプロックス		●	●	
10	プロピザミド	●	●	●	
11	ベンチオカーブ	●	●	●	
12	馬拉ソン		●	●	
13	BPMC	●	●	●	
14	アトラジン		●		●
15	エクロメゾール	●	●	●	
16	ペンディメタリン	●	●	●	
17	ベスロジン	●	●	●	
18	クロロネブ	●	●	●	
19	シメトリン	●	●	●	
20	チウラム		●		●
21	イソプロチオラン	●	●	●	

22	ビフェノックス		●	●	
23	プロベナゾール		●		●
24	ピリダフェンチオン		●	●	
25	2,4-PA	●	●		●
26	DCMU	●	●		●
27	イプロジオン	●	●		●
28	MCP	●	●		●
29	MEP	●	●	●	
30	ジチオピル	●	●	●	
31	メフェナセット	●	●	●	
32	ベンスルフロンメチル		●		●
33	エスプロカルブ		●	●	
34	メプロニル		●	●	
35	チオファネート		●		●
36	メタラキシル		●	●	
37	ビンクロゾリン	●	●		●
38	アシュラム		●		●
39	フルトラニル	●	●	●	
40	ジメピペレート	●	●	●	
41	モリネート		●	●	
42	クミルロン	●	●		●
43	シス-ペルメトリン		●	●	
44	アニロホス		●		●
45	PCP	●		●	
46	ミクロブタニル		●	●	
47	グリホサート		●		●
48	ピリブチカルブ		●	●	
49	トランス-ペルメトリン		●	●	
50	フルフェノクスロン		●		●
51	NAC		●		●
52	ベンスリド		●		●
53	クロルフルアズロン		●		●
54	シラフルオフエン		●		●
55	イソキサチオン		●	●	
56	クマホス	●	●	●	
57	MCP	●	●		●

58	プロクロラズ		●	●	
59	トリアジメホン	●	●	●	
60	ダイアジノン		●	●	
61	フラザスルフロン		●		●
62	イマゾスルフロン		●		●
63	シプロジニル		●		●
64	ジフルベンズロン		●		●
65	ファモキサドン	●	●		●
66	トリフロキシストロビン		●		●
67	チアジニル	●	●		●
68	アセフェート	●	●	●	
69	チアメトキサム		●		●
70	トルクロホス－メチル	●	●	●	
71	ワルファリン		●		●
72	テフルベンズロン		●		●
73	リニュロン	●	●		●
74	フルスルファミド	●	●		●
75	シモキサニル		●		●
76	インダノファン		●		●
77	ピラゾキシフェン		●		●
78	チアクロブリド	●	●		●
79	クロルフェナピル	●	●	●	
80	CNP-アミノ	●	●	●	
81	クロロIPC	●	●	●	
82	チオアセトヒドロキサム酸メチル		●	●	
83	ピリメタニル	●	●	●	
84	ホサロン		●	●	
85	XMC	●	●	●	
86	ビフェントリン		●	●	
87	ダミノジッド		●		●
88	イソキサベン		●		●
89	CAT		●	●	
90	アラクロール	●	●	●	
91	デブフェンピラド		●	●	
92	テトラコナゾール		●	●	
93	プロパホス		●	●	

94	イソフェンホス		●	●	
95	ナプロパミド		●	●	
96	PAP		●	●	
97	トリシクラゾール	●	●		
98	ブタミホス		●	●	

4. 校正する標準物質

既に述べたように、本校正サービスは標準物質の供給を行う事業者等に向けたものであることから、受け入れる試料は原則的に ISO Guide 34:2009 に規定する標準物質を想定している。すなわち、バッチ生産されているとすれば、そのバッチが十分に均質であり、かつ定められた保存条件において安定であることが必要である。バッチ生産されたものからサンプリングされた試料について、依頼試験による校正サービスを開始するにあたり、これまでに検討した約 100 種類の高純度物質の結果から、適用する測定方

法を 5 種類に分類した（表 2）。校正手数料もこの分類に従うこととし、異なる物質でも適用する測定方法が同じであれば一律に扱う整理とした。ただし、表 2 の細目ごとに別表を作成し、別表に掲載されている物質のみを校正対象とすることで、迅速かつ安価な校正サービスを実施可能としている。一方、校正対象物質に含まれていない標準物質の純度校正に関しては、産業界等の要望により NMJJ として計画的に追加していくとともに、産総研の産学官連携制度における受託研究を活用するなどにより、追加できる仕組みを提案しているところである。

表 2 試験・校正の種類、項目及び細目

No.	試験・校正の種類	試験・校正の項目	試験・校正の細目
31	純度	高純度有機標準物質	核磁気共鳴法及び凝固点降下法による純度測定（純度範囲 98 %以上100 %以下）
			核磁気共鳴法による純度測定（純度範囲 90 %以上100 %以下） ただし、ガスクロマトグラフ法による純度の妥当性確認を含む
			核磁気共鳴法による純度測定（純度範囲 90 %以上100 %以下） ただし、高速液体クロマトグラフ法による純度の妥当性確認を含む
			凝固点降下法による純度測定（純度範囲 98 %以上100 %以下） ただし、ガスクロマトグラフ法による純度の妥当性確認を含む
			凝固点降下法による純度測定（純度範囲 98 %以上100 %以下） ただし、高速液体クロマトグラフ法による純度の妥当性確認を含む

5. 校正結果の報告

本校正サービスは試薬メーカー等が供給しようとする標準物質の計量計測トレーサビリティの確保のために行うものであることから、純度校

正を行った結果は校正証明書として発行する。校正の結果は原則的に SI にトレーサブルであるが、受け入れた試料についての値である。したがって、ボンベ詰めされた標準ガスなどの特

殊な例を除いて、校正した試料そのものを返却できないことから、バッチ生産された標準物質全体の値を有効期限まで保証するには、依頼者において均質性や安定性を確認することが求められる。

また、校正結果以外で標準物質の依頼者や使用者にとって有益と思われる値が得られている場合は、参考値もしくは参考情報として併せて校正証明書に記載する。なお、校正結果に影響を与える可能性のある吸湿性や昇華性(揮発性)が試料に認められる場合には、それらの影響を抑制可能な条件で取り扱うとともに、校正証明書に記載することとした。

6. おわりに

今般、サービスを開始した産総研依頼試験による高純度有機標準物質の純度校正は、ISO/IEC 17025 における測定のトレーサビリティの要求に応えるものであり、厳しい精度管理が求められる試験に用いる標準物質の信頼性向上に寄与ことが期待される。しかしながら、今のところは校正対象物質が100物質程度に過ぎず、この仕組みを利用価値の高いものとするためには、対象物質の早期拡充が重要である。

このためには標準物質の供給を行う試薬メーカー等の事業者との協力関係の構築が欠かせないことは言うまでもないが、標準物質の利用者に付

して、計量計測トレーサビリティが表明され不確かさが付与された標準物質の意義を正しく伝えることも必要である。

本システムは、計量計測トレーサビリティの確保された計量標準が大きく不足している分野において、NMIJ が直接校正を行うことで社会ニーズに即応しようとするものであるが、限られた資源の中では分野を拡大しつづけることは困難である。本システムは主としてJCSSを補完するものであり、ある程度の市場規模が形成されれば、標準物質の供給を行う事業者への技術移転を含めて、NMIJ CRM をトレーサビリティの土台としたJCSSへと移行していくことが望ましい。そうした仕組みによりNMIJの資源を効率的に運用し、計量標準が不足している様々な分野への展開を図ることが、標準物質の校正サービスの役割と考えている。

参考文献

- 1) JIS Q 0035, 標準物質—認証のための一般的及び統計的な原則 (2008).
- 2) 井原俊英, 飯島由美子, 清水義由隆: “示差走査熱量計を用いる凝固点降下法による有機系化合物の純度分析における不確かさ評価”, *分析化学*, **57**, 493-498 (2008).
- 3) 井原俊英, 齋藤剛, 杉本直樹: “食品・環境中の有害成分分析のための有機標準物質の拡充”, *Synthesiology*, **2** (1), 12-22 (2009).

J I S 試薬の変遷

社団法人日本試薬協会 規格委員長

[*和光純薬工業株式会社]

大福 裕子*

1. はじめに

試薬は、分析・試験・研究・実験などに用いられる薬品類の総称であるが、法律上では昭和48年(1973年)に、ひとの健康と化学物質による環境汚染防止を大きな目的として制定され

た「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律」において、「試薬」とは、“化学的方法による物質の検出若しくは定量、物質の合成の実験又は物理的特性の測定のために使用される

化学物質”と定義されており、法律上の試薬は他の一般の化学物質と区分して取り扱われている。

一方、「試薬」の一般的な概念は、“検査、試験、研究、実験研究的な場合において、測定基準、物質の検出・確認、定量、分離・精製、合成実験、物性測定などに用いられるものであって、その品質についてそれぞれ使用目的に即した一定品位が保証された化学薬品を「試薬」として、一般の工業薬品とは区別している¹⁾。

なお、一般の試薬のほか、容量分析用や機器分析用に用いられる標準物質、認証標準物質及び滴定用溶液なども試薬に含まれると考えられている。

2. 試薬に対する JIS マーク表示制度について

主に試験・研究などに用いられる試薬は、市販される前は使用者自身（研究者など）が自製することが常識との認識があり、その純度も使用者が納得するまで精製を行うことが通常であった。その後、研究・分析等の能率向上のために分業が行われるようになった。そこで、使用者と試薬生産事業者との間で、試薬の品質を規定することが必要となり、試薬の品質規格が生じることとなった。

大正 10 年（1921 年）には、国に工業品規格統一調査会が設置され、試薬の品質規格を統一し、研究・実験に用いる試薬の品質改善や生産を合理化する先駆けとなり、1941 年までに試薬の国家標準として日本標準規格（旧 JES Japanese Engineering Standards）を制定した。続いて、昭和 17 年（1942 年）には、試薬生産事業者の団体である東西試薬工業組合を母体に、全国化学薬品連合会が組織され、43 品目の規格が定められた。その後、昭和 19 年末（1944 年末）までに 360 品目の試薬の名称及び規格が定められた²⁾。

昭和 21 年（1946 年）2 月に工業品規格統一調査会が廃止され、そのかわりに工業標準調査会が設けられた。1946 年から、旧 JES などを再検討し、日本規格（新 JES Japanese Engineering Standards）の試薬規格が制定さ

れた。旧 JES は文語体で書かれていたが、新 JES は口語体で書かれていた。

1949 年 6 月 1 日に工業標準化法が制定され、工業標準調査会は廃止され、現存する日本工業標準調査会（JISC Japan Industrial Standards Committee）が設けられた。工業標準化法にいう“工業標準化”とは、全国的に鉱工業分野（含む試薬）の製品の品質や安全性について一定の水準を確保する目的で、多様で複雑な物事を単純化・統一することである。この法律に基づいて主務大臣によって制定される日本工業規格（JIS Japanese Industrial Standards）は、わが国の国家規格である。試薬関連の JIS は、JIS K の項目として制定され、通則、容量分析用標準物質及び個別規格の 3 種類の規格で構成されている。また、主務大臣は、工業標準化法に基づいて試薬の JIS 規格の制定・廃止・改正の権限を持ち、JISC が答申した JIS 規格の案を全てのステークホルダーの意見を反映し、適切であると認めた場合は、これを制定・廃止・改正し、官報公示をする。

2002 年 3 月（平成 14 年 3 月）には、官民役割分担及び規制改革の観点から、“国の関与を最小限とし、検査・検定に際しては事業者の自己確認、自主保安を基本とする”ことが閣議決定されたことを踏まえて、工業標準化法は 2004 年（平成 16 年 6 月 9 日）に改正された。主な変更点は、国の認定制度から民間の第三者機関の認定制度に、JIS マーク表示制度を国際的な適合性評価制度の ISO ガイドに整合化、自己適合宣言の選択を可能にした指定商品制度の廃止、並びに製品規格及び試験方法規格について試験所登録制度を可能とすることであった。さらに、規格は国が委託して制定するものと、個人又は民間団体が作成した原案を JIS 規格として制定又は改正することを、主務大臣に申請をすることができるようになった。

3. 試薬認証表示制度による認証試薬

試薬の品質保証としては、JIS マーク表示制度が適用されているが、試薬は多品種少量生産性の強い製品のため、JIS マーク表示制度の対象外のものも多い。そこで、国が試薬の品質の確保を保証し、認証した試薬認証表示制度が1974年（昭和49年）に制定され、認証試薬が市場に供給されることになった。認証試薬の規格は、通則を1規格及び個別規格を42規格作成したが、その後、この制度は廃止され、数規格はJIS規格に制定、又は合併された（別紙1）。

4. JIS 試薬の規格の制定・廃止・改正について

試薬の用途は分野が広く、特に近年では、環境分析、安全性の確保などに重要な役割を担っており、試薬の使命は飛躍的に増大しているとともに、より高品位の需要が高まっている。そのため「試薬の日本工業規格のあり方」を再検討し、現在では歴史的使命を終えたJIS規格の廃止を図り、現在の技術水準に適合するよう既存の規格の改訂を行い、新たに必要になった特

定用途試薬、高純度試薬の規格の制定を行っている。また、JIS 試薬の規格とISO規格（ISO : International Organization for Standardization）との整合を進めている。

4.1 試薬試験方法通則など

1951年6月26日に、試験方法の通則として、K 8001 試薬通則、K 8002 試薬試験用溶液類の調製方法、K 8003 試薬試験用基準原液及び限度基準溶液の調製方法、K 8004 試薬一般試験方法及びK 8006 試薬の含量試験中滴定に関する基本事項と、JIS 試薬の試験方法の基礎である5つの通則が制定された。1985年には、これらの通則は合併され、K 8001 試薬試験方法通則となった。2007年4月から2009年3月末（平成19年4月～平成21年3月末）にかけて、JIS K8001 試薬試験方法通則は、ISO 規格（6353-1）との整合性を確保する改正作業を行った。

後述する個別規格に適用された試薬試験方法通則を理解するために、K 8001 試薬試験方法通則の制定・改正の年月日を表1に示す。

表1 JIS K 8001 試薬試験方法通則の制定・改正経緯

公示の種類	年月日
制定	1951年6月26日
改正 (最新)	1969年11月1日
	1985年6月1日
	1992年8月1日
	1998年6月20日
	2009年2月20日

その他の通則としては、1992年にK 8007 高純度試薬試験方法通則、及びK 8008 生化学試薬通則として、3規格の通則がJIS Kに制定され、現在に至る。

4.2 容量分析用標準物質

1951年6月26日に、K 8001と同時に、試

薬試験方法の標準物質となる標準試薬の規格もJIS K 8005 容量分析用標準試薬として制定された。1951年に規定された標準試薬は7品目〔炭酸ナトリウム（ Na_2CO_3 ）、スルファミン酸（ HOSO_2NH_2 ）、シュウ酸ナトリウム（ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ）、ヨウ素酸カリウム（ KIO_3 ）、銅（Cu）、塩化ナトリウム（NaCl）、亜鉛（Zn）〕

で、さらに、日本薬局方の標定用として4品目〔フタル酸水素カリウム $[\text{KHC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2]$ 、三酸化ヒ素 (As_2O_3) 、重クロム酸カリウム $(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 、スルファニルアミド $(\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2)$ 〕を加えて、計11品目とした。現在までに5回の改正が行われ、1966年の改正では、スルファニルアミドとフタル酸水素カリウムを廃止し、ふっ化ナトリウム (NaF) を加えた。1986年の改正では、フタル酸水素カリウムを再び加え（表2参照）、現在に至る。1992年には、容量分析用標準試薬を容量分析用標準物質と品目名の変更を行った。2006年が、最新の改正である。

1951年のK 8005では、“容量分析用標準試薬とは、JIS 特級以上の純度を有し、さらに、

乾燥したものについては乾燥温度が100℃以上のものは99.95%以上の、100℃以下のものは99.90%以上の純度を持ち、小数点以下第2位(有効数字4桁)まで明示されたものとする。”と規定されている。その品位は、官封試薬（後には、依頼試験の検査結果）として、通商産業省工業品検査所（現、独立行政法人製品評価技術基盤機構）により確保されていたが、2010年3月末をもって、JIS K 8005 容量分析用標準物質の依頼検査を終了した。一方、JIS K 8005 容量分析用標準物質は、標準物質として、多くの法律、規格などに引用されていることから、市場への供給は必須であり、早急に改正を必要とする規格であると認識している。

表2 容量分析用標準物質一覧表（JIS K 8005-2006）

番号	品 目 名	試験方法
1	フタル酸水素カリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
2	二クロム酸カリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
3	酸化ヒ素(Ⅲ)	電位差滴定法（重量ビュレット法）
4	アミド硫酸	電位差滴定法（重量ビュレット法）
5	炭酸ナトリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
6	よう素酸カリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
7	塩化ナトリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
8	しゅう酸ナトリウム	電位差滴定法（重量ビュレット法）
9	亜鉛	差数法
10	銅	電解重量法
11	ふっ化ナトリウム	重量法

4.3 個別規格

(1) JIS 規格の制定

試薬の品目数は3万品目以上あるとみられているが、1990年代前半及び2000年代前半には、役割を終えたJIS 規格の多くが廃止さ

れ、2011年2月末現在、JIS 規格が制定されているものは、412品目である〔一般試薬396品目、高純度試薬6品目、生化学試薬10品目(除く3通則及び容量分析用標準物質)〕(図1参照)³⁾。

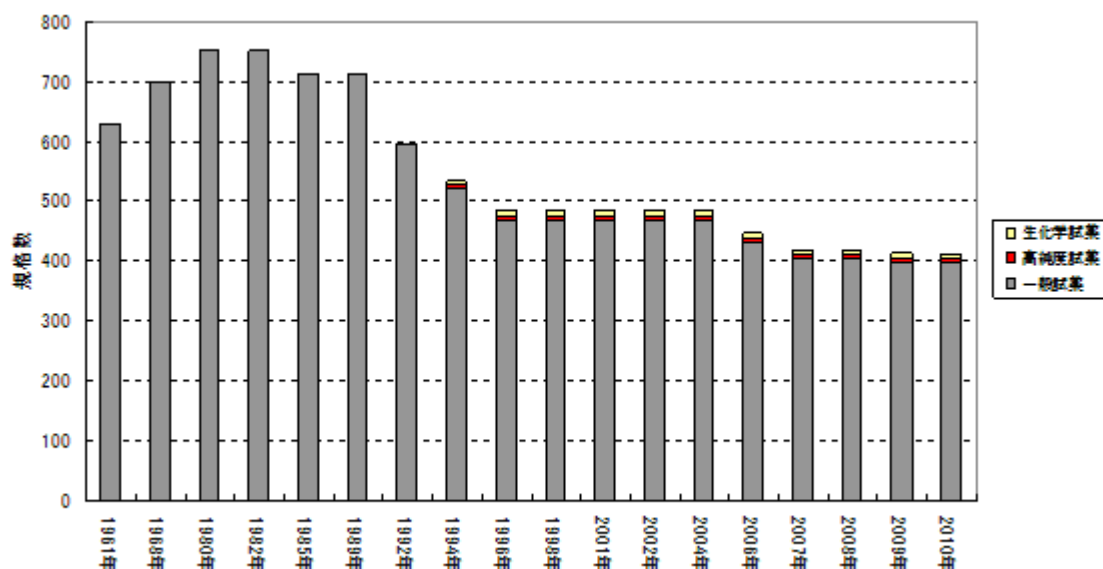


図1 JIS 試薬の規格数の推移 (1961 年～2010 年)

JIS 試薬の規格が制定されてからの約 50 年間 (1961 年～2010 年) の JIS 試薬の制定の規格数の推移を図 2 に示す。1990 年代の半

ばまでは、新たな JIS 規格が制定されていたが、2000 年以降、現在に至るまで新たに制定されたものはない。

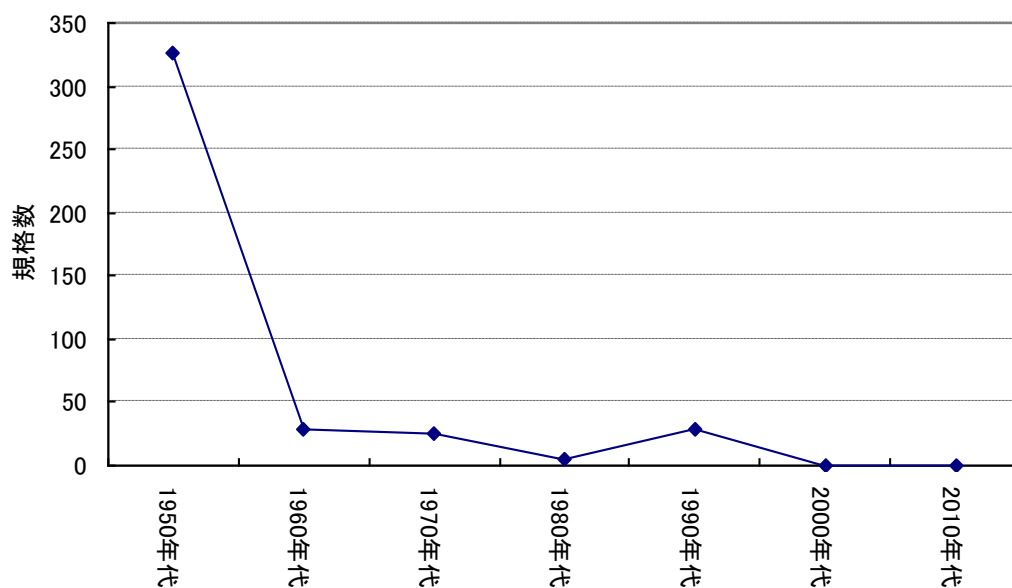


図2 JIS 試薬の年代別の制定された規格数の推移 (1950 年～2010 年)
(但し、廃止された JIS 試薬の規格は除いた。)

最新の JIS 試薬の制定は 1998 年に行われ、廃止された認証試薬から残留農薬・PCB 試験

用の溶媒、オキダント測定用試薬など 13 品目を JIS 規格とした (別紙 1 参照)。

(2) 試薬の JIS 規格廃止

1980 年末には、American Chemical Society が発刊している Reagent Chemicals に収載されている規格数（いわゆる、ACS 規格と称されている。）は約 400 規格、JIS 試薬の規格数は約 750 規格と、ACS 規格のほぼ 2 倍弱の規格数を持っていた。その維持は、3 年毎の JIS 規格改正をすることになっていたが、JIS 試薬の規格数が非常に多いことから、試薬としての使命を終えたと判断されたものから、規格の廃止が行われていた。

2006 年以降は、「試薬の日本工業規格のあり方」の検討を行い、“下記の①～④のいずれかに該当するものは、原則として廃止する。例外として、生産技術の維持、学術上の見地から必要なものは除く。”という JIS 規格の廃止の方針が

示された。

- ①製造者・製造量が少ないもの
- ②公定法で使用されていないもの
- ③極めて限られた分野の公定法で使用されているもの
- ④環境上有害なもの

JIS 試薬の規格が制定されてからの約 50 年間（1961 年～2010 年）で、合計 391 品目の規格が廃止され、その間の JIS 試薬の廃止規格数の推移を図 3 に示す。1990 年には、最大の廃止規格数である 117 品目が廃止され、1994 年には 73 品目、1995 年には 57 品目、2006 年は 2 回にわたって計 73 品目の規格が廃止された。2010 年には、環境上有害なものとして JIS K8459 四塩化炭素（試薬）が廃止された。

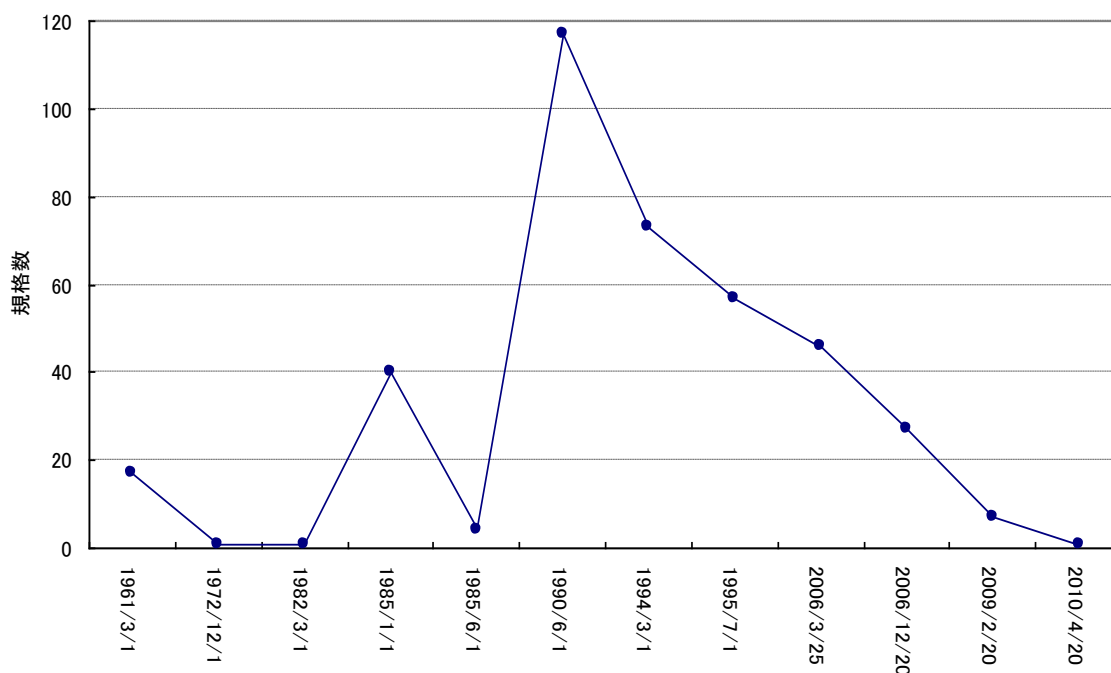


図 3 JIS 試薬の廃止規格数の推移（1961 年～2010 年）

(3) JIS 規格の改正

試薬に対しては、より高品位のものが市場から要求されるようになり、JIS 規格の品質基準の改正が必須であるとともに、JIS 規格の品質を保証する試薬を市場に供給ができなくなったものの改正も必要とされている。1992 年から 2010 年 JIS 試薬の規格改正の規格数を図 4 に示す。

1992 年から 1996 年の間は、JIS 規格改正目標を年間 100 規格として、積極的に改正を行っていた。1996 年には、認証試薬の化学物質の分配係数測定用 1-オクタノールは、JIS K 8213 1-オクタノール（試薬）の分配係数測定用、及び窒素・りん測定用ペルオキシ二硫酸カリウムは、JIS K 8253 ペルオキシ二硫酸カリウム（試薬）の窒素・りん測定用として、それぞれ JIS 規格に合併された（別紙 1 参照）。

しかし、1997 年以降 2002 年の間は、①国際

規格である ISO 規格との整合性、②新しい認定システム構築、③規格の改正間隔変更（従来の 3 年から 5 年へ）などの、標準化体制を国際的なシステムへの調和の検討を行っていた。そのため、方向性が定まるまでは、一時的に JIS 改正を見合わせ、最低限必須な試薬の JIS 規格の改正を行っていた。

2006 年から 2008 年（平成 18 年から平成 20 年）にかけて、ISO 規格に対応する JIS 試薬の 97 規格（別紙 2 参照）は、「現行の規定水準を維持しつつ、ISO 規格との差違が明確になるよう改正する。」という方針で、ISO との整合性に留意しながら計 96 品目の改正を行った。JIS K 8459 四塩化炭素（試薬）は、ISO に整合性をとる改正を行わず、2010 年に廃止された。2010 年（平成 22 年度）以降は、ISO 規格のない JIS 試薬の規格を約 20～45 品目の間で改正案を作成し、順次改正を行っている（別紙 3 参照）。

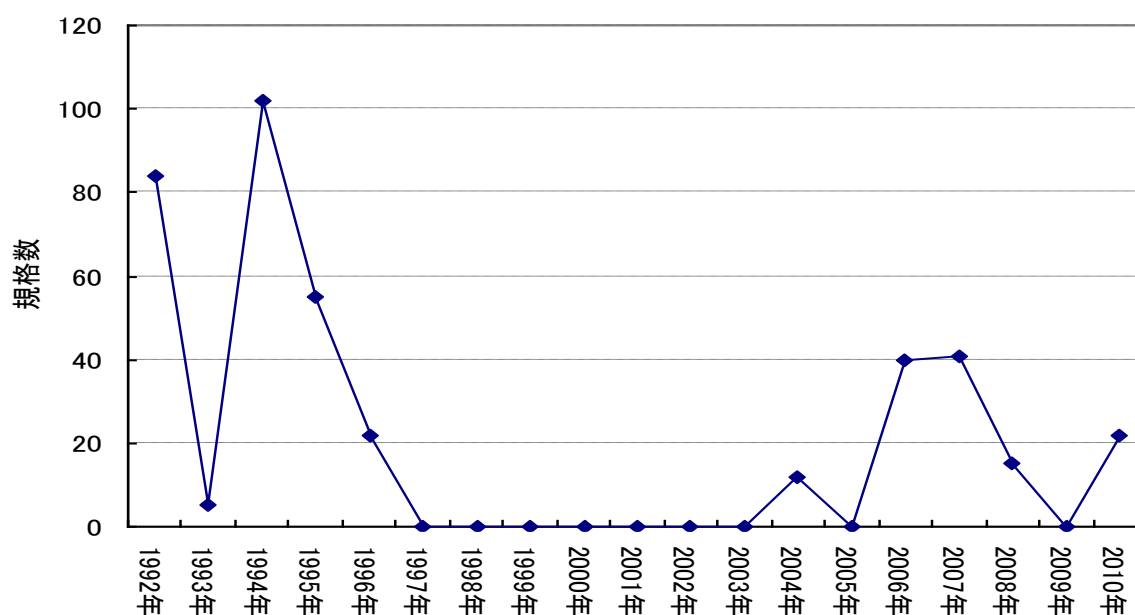


図 4 JIS 試薬の規格改正規格数の推移（1992 年～2010 年）

試薬の JIS 規格には、原則として、適用範囲、引用規格、種類、性質（性状及び定性方法）、品質、試験方法（一般事項、必要があれば、取り扱い上

の注意事項及び試験方法）、容器、表示並びに、必要があれば、取扱い上の注意事項を記載している。

試薬の JIS 規格の表記に関しては、従来の記号による記載方法を、使用者にとって規格をわかり易いものにするために、JIS Z 8301 を基に 2004 年（平成 16 年）の改正から、規格を全文表記に変更している。試薬 JIS 規格の品名に関しては、国際純正応用化学連合 (IUPAC The International Union of Pure and Applied Chemistry) の命名法に基づいて日本化学会が定めた命名法に準拠したものに、そうでないものは、適用範囲に化学名として記載している。

純度及びその他の項目（主に、含まれると想定される不純物及び用いられる試験に干渉する不純物）から構成される JIS 試薬の規格の品質は、規格を作成する際には常に JIS 試薬の規格と海外規格の品質水準の比較検討を行い、品目によっては、現在の市場に流通している試薬の品質を試験後、試薬の JIS 規格の品質水準を検討することもある。さらに、JIS K0050-2011 では、特殊な試験に用いられる水、すなわち、二酸化炭素を除いた水及び溶存酸素を除いた水の調製方法が新たに追加されることとなった。その調製方法は以下のとおりで、主な変更点は、注意深く採取した超純水は、これらの水として使用することが可能になった。

1) 二酸化炭素を除いた水 次の 1.1)～1.4) のいずれか、又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い、使用時に調製する。

1.1) 水をフラスコに入れ、加熱し、沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め、フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に、ガス洗浄瓶に水酸化カリウム溶液 (250 g/l) を入れたもの、又はソーダ石灰管を連結して空気中の二酸化炭素を遮り、冷却したもの。

1.2) 水をフラスコに入れ、水の中に JIS K 1107（高純度窒素）に規定する窒素を 15 分間以上通じたもの。

1.3) 水から二酸化炭素分離膜を持つガス

分離管を用いて二酸化炭素を除いたもの。

1.4) 新鮮な $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の抵抗率のある脱イオン化された水を、窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。

2) 溶存酸素を除いた水 次の 2.1)～2.5) のいずれか、又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い、使用時に調製する。

2.1) 水をフラスコに入れ、加熱し、沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め、フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に、ガス洗浄瓶にピロガロール・水酸化ナトリウム溶液を入れたものを連結するなどして空気中の酸素を遮り、冷却したもの。

2.2) 水をフラスコに入れ、水の中に JIS K 1107（高純度窒素）に規定する窒素を 15 分間以上通じたもの。

2.3) 水から酸素分離膜を持つガス分離管を用いて溶存酸素を除いたもの。

2.4) 水を超音波振動装置で十分に脱気を行ったもの。

2.5) 新鮮な $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の抵抗率のある脱イオン化された水を、窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。

品質の純度の試験方法は、容量滴定法が主な試験方法であるが、イオン交換滴定法、電位差滴定法、液体クロマトグラフ法及びガスクロマトグラフ法などが用いられている。また、国際単位系 (SI) にトレーサブルな認証標準物質の供給体制ができ、市場に認証標準物質が供給されることになったため、試薬の JIS 規格の中でも使用する容量分析用標準物質を JIS K8005 に規定するもの又は認証標準物質のいずれを用いてもよいこととした。

その他の項目の試験方法は、従前からの分析方法に加えて、吸光光度法、原子吸光光度法、炎光光度法などの機器分析機器も用いている。

近年では、同時多元素分析法であるイオンクロマトグラフ法や ICP 発光分光分析法の導入を行っている。試薬の JIS 規格の作成にあたっては、従前からの試験方法と新たに採用した試験

方法を併用して記載しているものもあり、事業者の選択によっては、試験方法が異なる場合もある（表 3 参照）。

表 3 JIS K 8312-2011 クロム酸カリウム（試薬）（改正原案より抜粋）

分析項目	試験方法
塩化物（Cl）及び硫酸塩（SO ₄ ）	イオンクロマトグラフ法 比濁法
銅（Cu）、カルシウム（Ca）、鉛（Pb）及び鉄（Fe）	第 1 法 ICP 発光分光分析法 第 2 法 原子吸光法

5. 今後の展望

2009 年に改正された JIS K 8001 試薬試験方法通則は ISO の規格に整合性をとっている。しかし、ISO 規格自身は 1982 年、1983 年及び 1987 年に制定されたものなので、現在の試験方法（例えば、ICP 発光分光分析、イオンクロマトグラフ法やそれらの分析機器と質量分析計の組み合わせ、定量 NMR など）は用いられていない。滴定用溶液に電位差滴定などの自動分析装置、微量分析種には ICP 発光分光分析、イオンクロマトグラフ法など多元素同時定量ができる機器や、化学物質の純度が決定可能な機器を用いた分析方法を導入する方向で改正を行っていききたい。

2006 年に改正された JIS K 8005 容量分析用標準物質に関しては、新たな体系である国際単位系（SI）にトレーサブルな認証標準物質の供給体制が整い、2010 年より市場に認証標準物質が供給されることとなった。認証標準物質は、JIS とは異なる品質保証体系のため、JIS K 8005 容量分析用標準物質は、認証標準物質と調和をもった規格であることが望ましい。

個別規格に関しては、今後も、機器分析の導入

を行い、分析時間の短縮なども勘案しながら、毎年数十の品目の規格の改正を予定している。

今後も、高品質で、安定な試薬を常に市場に供給できるように、当協会では、JIS 規格の維持、時代のニーズに対応した改正、制定等を行っていくことを考えている。

謝辞

この寄稿文を作成するにあたって、助言をいただいた米山薬品工業(株)藤川和幸氏、資料の提供をいただいた関東化学(株)の井上達也氏及びデータや一覧表の作成などに協力を頂きました（社）日本試薬協会の石田智加代氏に感謝の気持ちと御礼を申し上げます。

参考文献

- 1) 日本試薬連合会編：“試薬ガイドブック”，化学工業日報社（1982）
- 2) 上野景平及び今村寿明：“試薬便覧”，南江堂（1983）
- 3) 日本規格協会編集：JIS ハンドブック⑩JIS 総目録，財団法人日本規格協会（2010）

試薬表示制度による認証試薬一覧表

番号	認証番号	品 目 名	備考
1	NR7501	エチルベンゼン	廃止
2	NR7502	σ キシレン	廃止
3	NR7503	α -ピコリン	廃止
4	NR7504	フタル酸ジエチル	廃止
5	NR7505	フタル酸-n-ブチル	廃止
6	NR7506	フタル酸ジメチル	廃止
7	NR7701	安息香酸エチル	廃止
8	NR7702	安息香酸メチル	廃止
9	NR7703	イミダゾール（緩衝用）	廃止
10	NR7704	オルトけい酸エチル	廃止
11	NR7705	クメン	廃止
12	NR7706	クロロ酢酸エチル	廃止
13	NR7707	チオフェン	廃止
14	NR7708	メチルシクロヘキサン	廃止
15	NR7709	モルホリン	廃止
16	NR7710	<i>p</i> -ジクロルベンゼン	廃止
17	NR7801	ジブチルスルフィド	JIS 8119-1998 ジブチルスルフィド（放射線励起法硫黄分析用）（試薬）と制定
18	NR7901	残留農薬試験用アセトン	JIS K 8040-1998 アセトン（残留農薬・PCB 試験用）（試薬）と制定
19	NR7902	残留農薬試験用アセニトリル	JIS K 8039-1998 アセニトリル（残留農薬・PCB 試験用）（試薬）と制定
20	NR7903	残留農薬試験用エチルアルコール（エタノール）	JIS K 8093-1998 エタノール（99.5）（残留農薬・PCB 試験用）（試薬）と制定
21	NR7904	残留農薬試験用エチルエーテル	JIS K 8357-1998 ジエチルエーテル（残留農薬・PCB 試験用）（試薬）と制定

試薬表示制度による認証試薬一覧表（続き）

番号	認証番号	品 目 名	備考
22	NR7905	残留農薬試験用酢酸エチル	JIS K 8110-1998 酢酸エチル (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
23	NR7906	残留農薬試験用ジクロロメタン	JIS K 8117-1998 ジクロロメタン (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
24	NR7907	残留農薬試験用 <i>N,N</i> -ジメチルホルムアミド	廃止
25	NR7908	残留農薬試験用石油エーテル	廃止
26	NR7909	残留農薬試験用 2,2,4-トリメチルペンタン	廃止
27	NR7910	残留農薬試験用 <i>n</i> -ヘキサン	JIS K 8825-1998 <i>n</i> -ヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
28	NR7911	残留農薬試験用ベンゼン	廃止
29	NR7912	残留農薬試験用メチルアルコール (メタノール)	廃止
30	NR7913	残留農薬試験用メチルエチルケトン	廃止
31	NR7914	PCB 試験用アセトン	JIS K 8040-1998 アセトン (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
32	NR7915	PCB 試験用アセトニトリル	JIS K 8039-1998 アセトニトリル (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
33	NR7916	PCB 試験用エチルアルコール (エタノール)	JIS K 8093-1998 エタノール (99.5) (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
34	NR7917	PCB 試験用エチルエーテル	JIS K 8357-1998 ジエチルエーテル (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
35	NR7918	PCB 試験用 <i>n</i> -ヘキサン	JIS K 8825-1998 <i>n</i> -ヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) と制定
36	NR7919	PCB 試験用ベンゼン	廃止

試薬表示制度による認証試薬一覧表（続き）

番号	認証番号	品 目 名	備考
37	NR8001	オキシダント測定用よう化カリウム	JIS K 8913-1998 よう化カリウム（オキシダント測定用）（試薬）と制定
38	NR8002	オキシダント測定用りん酸二ナトリウム	JIS K 8828-1998 りん酸二ナトリウム・12 水（オキシダント測定用）（試薬）と制定
39	NR8003	オキシダント測定用りん酸一カリウム	JIS K 8118-1998 りん酸二水素カリウム（オキシダント測定用）（試薬）と制定
40	NR8401	窒素・りん測定用ペルオキシ二硫酸カリウム	JIS K 8253 ペルオキシ二硫酸カリウム（試薬）に合併
41	NR8402	窒素測定用水酸化ナトリウム	JIS K 8826-1998 水酸化ナトリウム（窒素測定用）（試薬）と制定
42	NR8403	化学物質の分配係数測定用 1-オクタノール	JIS K 8213 1-オクタノール（試薬）に合併
43	NR80A	認証試薬、規格通則	廃止

試薬の JIS 規格番号と ISO 規格番号の対比表

番号	JIS 番号	品 目 名	改正年	ISO 規格番号
0	K 8001	試薬試験方法通則	2009	6353-1
1	K 8012	亜鉛 (試薬)	2006	6353-2 R40
2	K 8034	アセトン (試薬)	2006	6353-2 R2
3	K 8085	アンモニア水 (試薬)	2006	6353-2 R3
4	K 8101	エタノール (99.5) (試薬)	2006	6353-2 R11
5	K 8103	ジエチルエーテル (試薬)	2007	6353-3 R58
6	K 8107	エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (試薬)	2006	6353-2 R12
7	K 8111	塩化亜鉛 (試薬)	2007	6353-3 R96
8	K 8116	塩化アンモニウム (試薬)	2006	6353-2 R5
9	K 8121	塩化カリウム (試薬)	2007	6353-3 R77
10	K 8129	塩化コバルト (Ⅱ) 六水和物 (試薬)	2007	6353-3 R55
11	K 8136	塩化すず (Ⅱ) 二水和物 (試薬)	2006	6353-2 R38
12	K 8139	塩化水銀 (Ⅱ) (試薬)	2007	6353-3 R72
13	K 8150	塩化ナトリウム (試薬)	2006	6353-2 R32
14	K 8155	塩化バリウム二水和物 (試薬)	2006	6353-2 R6
15	K 8159	塩化マグネシウム六水和物 (試薬)	2006	6353-2 R16
16	K 8161	ジクロロメタン (試薬)	2007	6353-3 R53
17	K 8180	塩酸 (試薬)	2006	6353-2 R13
18	K 8201	塩化ヒドロキシルアンモニウム (試薬)	2006	6353-2 R15
19	K 8223	過塩素酸 (試薬)	2006	6353-2 R21
20	K 8230	過酸化水素 (試薬)	2006	6353-2 R14
21	K 8231	過酸化ナトリウム (試薬)	2007	6353-3 R91
22	K 8247	過マンガン酸カリウム (試薬)	2006	6353-2 R26
23	K 8271	キシレン (試薬)	2007	6353-3 R95
24	K 8283	くえん酸一水和物 (試薬)	2006	6353-2 R8
25	K 8288	くえん酸三ナトリウム二水和物 (試薬)	2007	6353-3 R94
26	K 8295	グリセリン (試薬)	2007	6353-3 R64
27	K 8322	クロロホルム (試薬)	2006	6353-2 R7
28	K 8342	酸化りん (Ⅴ) (試薬)	2007	6353-3 R74
29	K 8355	酢酸 (試薬)	2006	6353-2 R1
30	K 8359	酢酸アンモニウム (試薬)	2006	6353-2 R4
31	K 8361	酢酸エチル (試薬)	2007	6353-3 R62
32	K 8371	酢酸ナトリウム三水和物 (試薬)	2006	6353-2 R29
33	K 8374	酢酸鉛 (Ⅱ) 三水和物 (試薬)	2007	6353-3 R71
34	K 8432	酸化マグネシウム (試薬)	2006	6353-2 R17
35	K 8443	シアン化カリウム (試薬)	2007	6353-3 R78
36	K 8461	1,4-ジオキサン (試薬)	2007	6353-3 R60
37	K 8464	シクロヘキサン (試薬)	2006	6353-2 R10

試薬の JIS 規格番号と ISO 規格番号の対比表 (続き)

番号	JIS 番号	品 目 名	改正年	ISO 規格番号
38	K 8486	2,2'-ビビリジル (試薬)	2007	6353-3 R49
39	K 8500	N,N-ジメチルホルムアミド (試薬)	2007	6353-3 R59
40	K 8509	臭化水素酸 (試薬)	2007	6353-3 R66
41	K 8517	二クロム酸カリウム (試薬)	2006	6353-2 R23
42	K 8519	しゅう酸二水和物 (試薬)	2006	6353-2 R20
43	K 8521	しゅう酸アンモニウム一水和物 (試薬)	2007	6353-3 R56
44	K 8529	臭素 (試薬)	2007	6353-3 R51
45	K 8530	臭素酸カリウム (試薬)	2007	6353-3 R75
46	K 8532	L(+)-酒石酸 (試薬)	2007	6353-3 R93
47	K 8536	(+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 (試薬)	2006	6353-2 R27
48	K 8541	硝酸 (試薬)	2006	6353-2 R19
49	K 8545	硝酸アンモニウム (試薬)	2007	6353-3 R44
50	K 8548	硝酸カリウム (試薬)	2007	6353-3 R84
51	K 8550	硝酸銀 (試薬)	2006	6353-2 R28
52	K 8562	硝酸ナトリウム (試薬)	2007	6353-3 R90
53	K 8574	水酸化カリウム (試薬)	2006	6353-2 R24
54	K 8576	水酸化ナトリウム (試薬)	2006	6353-2 R34
55	K 8577	水酸化バリウム八水和物 (試薬)	2007	6353-3 R47
56	K 8593	石油エーテル (試薬)	2007	6353-3 R73
57	K 8615	炭酸カリウム (試薬)	2007	6353-3 R76
58	K 8617	炭酸カルシウム (試薬)	2007	6353-3 R53
59	K 8622	炭酸水素ナトリウム (試薬)	2007	6353-3 R89
60	K 8624	炭酸ナトリウム十水和物 (試薬)	2006	6353-2 R31
61	K 8625	炭酸ナトリウム (試薬)	2006	6353-2 R30
62	K 8637	チオ硫酸ナトリウム五水和物 (試薬)	2006	6353-2 R36
63	K 8659	でんぷん (溶性) (試薬)	2007	6353-3 R92
64	K 8680	トルエン (試薬)	2006	6353-2 R39
65	K 8801	ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム (試薬)	2007	6353-3 R81
66	K 8802	ヘキサシアノ鉄 (Ⅱ) 酸カリウム三水和物 (試薬)	2007	6353-3 R80
67	K 8809	フタル酸水素カリウム (試薬)	2007	6353-3 R82
68	K 8810	1-ブタノール (試薬)	2007	6353-3 R52
69	K 8819	ふっ化水素酸 (試薬)	2007	6353-3 R67
70	K 8821	ふっ化ナトリウム (試薬)	2007	6353-3 R88
71	K 8839	2-プロパノール (試薬)	2007	6353-3 R87

試薬の JIS 規格番号と ISO 規格番号の対比表（続き）

番号	JIS 番号	品 目 名	改正年	ISO 規格番号
72	K 8858	ベンゼン（試薬）	2007	6353-3 R48
73	K 8863	ほう酸（試薬）	2007	6353-3 R50
74	K 8866	四ほう酸ナトリウム十水和物（試薬）	2008	6353-3 R61
75	K 8872	ホルムアルデヒド液（試薬）	2008	6353-3 R63
76	K 8886	無水酢酸（試薬）	2008	6353-3 R41
77	K 8891	メタノール（試薬）	2006	6353-2 R18
78	K 8905	七モリブデン酸六アンモニウム四水和物（試薬）	2008	6353-3 R65
79	K 8913	よう化カリウム（試薬）	2006	6353-2 R25
80	K 8920	よう素（試薬）	2008	6353-3 R68
81	K 8922	よう素酸カリウム（試薬）	2008	6353-3 R83
82	K 8951	硫酸（試薬）	2006	6353-2 R37
83	K 8953	硫酸亜鉛七水和物（試薬）	2008	6353-3 R97
84	K 8960	硫酸アンモニウム（試薬）	2008	6353-3 R45
85	K 8962	硫酸カリウム（試薬）	2008	6353-3 R85
86	K 8978	硫酸鉄（Ⅱ）七水和物（試薬）	2008	6353-3 R69
87	K 8979	硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）六水和物（試薬）	2008	6353-3 R42
88	K 8982	硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）・12 水（試薬）	2008	6353-3 R43
89	K 8983	硫酸銅（Ⅱ）五水和物（試薬）	2006	6353-2 R9
90	K 8987	硫酸ナトリウム（試薬）	2006	6353-2 R35
91	K 9000	チオシアン酸アンモニウム（試薬）	2008	6353-3 R46
92	K 9001	チオシアン酸カリウム（試薬）	2008	6353-3 R86
93	K 9005	りん酸（試薬）	2006	6353-2 R22
94	K 9007	りん酸二水素カリウム（試薬）	2008	6353-3 R79
95	K 9019	りん酸水素二ナトリウム・12 水（試薬）	2006	6353-2 R33
96	K 9502	L(+)-アスコルビン酸（試薬）	2007	6353-3 R70

試薬の廃止 JIS 規格番号と ISO 規格番号の対比表

番号	JIS 番号	品 目 名	廃止年	ISO 規格番号
1	K 8459	四塩化炭素（試薬）	2010	6353-3 R54

JIS 試薬の改正一覧表 (1992～2011. 2 月末)

年 度	品目数	備 考
1992 (平成 4 年度)	84	JIS K 8056 アリザリンエローGG (試薬) 他 83 品目
1993 (平成 5 年度)	5	JIS K 8289 クペロン (試薬) 他 4 品目
1994 (平成 6 年度)	102	JIS K 8013 亜鉛粉末 (試薬) 他 101 品目
1995 (平成 7 年度)	55	JIS K 8027 アセチルアセトン (試薬) 他 54 品目
1996 (平成 8 年度)	22	JIS K 8059 亜硫酸水素ナトリウム (試薬) 他 21 品目
1997 (平成 9 年度)	0	
1998 (平成 10 年度)	0	
1999 (平成 11 年度)	0	
2000 (平成 12 年度)	0	
2001 (平成 13 年度)	0	
2002 (平成 14 年度)	0	
2003 (平成 15 年度)	0	
2004 (平成 16 年度)	12	JIS K 8039 アセトニトリル (残留農薬・PCB 試験用) (試薬) 他 11 品目
2005 (平成 17 年度)	0	
2006 (平成 18 年度)	40	JIS K 8034 亜鉛 (試薬) 他 39 品目 (ISO 規格との整合性を行い改正。)
2007 (平成 19 年度)	41	JIS K 8103 ジエチルエーテル (試薬) 他 40 品目 (ISO 規格との整合性を行い改正。)
2008 (平成 20 年度)	15	JIS K 8866 四ほう酸ナトリウム十水和物 (試薬) 他 14 品目 (ISO 規格との整合性を行い改正。)
2009 (平成 21 年度)	0	
2010 (平成 22 年度)	22	JIS K 8011 アルミノン (試薬) 他 21 品目
2011 (平成 23 年度) (予定)	45	K8089 2,3 - インドリンジオン (試薬) 他 44 品目。

(※廃止された JIS 規格は除く。)

アジア太平洋計量計画 (APMP) 会議出席報告

一般財団法人化学物質評価研究機構
化学標準部 西野朋恵

平成 22 年 11 月にパタヤ (タイ) で行われた
APMP (アジア太平洋計量計画) の物質量技術

委員会 (TCQM) 及び総会についてご報告致します。

はじめに

APMP（アジア太平洋計量計画）とは、アジア太平洋地域の国家計量研究所の集合体です。

APMP では年に一度、技術委員会及び総会が開かれます。技術委員会では APMP 内で実施される国際比較等について議論し、標準物質については物質技術委員会（TCQM）が担当しています。また、総会では APMP 全体の活動等について話し合われます。

日本では、NMIJ/AIST（独立行政法人産業技術総合研究所）、NICT（独立行政法人情報通信研究機構）、JEMIC（日本電気計器検定所）及び CERI（一般財団法人化学物質評価研究機構）が加盟しています。

物質技術委員会（TCQM）会議

CCQM（物質技術諮問委員会）の活動状況の報告、APMP 内国際比較の報告及び議論、TCQM 内でのワークショップ等の開催報告、CMC に関するワークショップ等が行われました。

日本からの参加者は、NMIJ から加藤氏、日置氏、鎗田氏及び大畑氏、CERI から四角目及び西野でした。

現在 APMP 内で進行している基幹比較及びパイロット比較は次の通りです。

- ・ pH（APMP.QM-K9 及び P16）

CCQM-K9 と関連した比較であり、試料の

pH は 6.86 でした。幹事機関の NMIJ をはじめ、基幹比較として 10 機関、パイロット比較として 13 機関が参加しました。試験は既に終了しており、報告書案が作成されています。CERI はパイロット比較として参加しており、その報告値は参照値と不確かさの範囲内で一致していました。

- ・ N₂ ガス中の H₂S（APMP.QM-K41）

4 機関が参加しました（日本は不参加）。試料濃度は約 10 µmol/mol であり、参加機関の結果は不確かさの範囲でほぼ一致していました。

- ・ 米粉中の Cd

（APMP.QM-S3 及び APMP.QM P-12）

- ・ カレーペースト中の保存料

（APMP.QM-P14）

- ・ 化粧品中の Pb 及び As（APMP QM-P17）

- ・ 粉ミルク中のメラミン（APMP.QM-P19）

また、以下の比較について提案がありました。

- ・ N₂ ガス中の NH₃

NMIJ をコーディネーターとし、CERI 及び NIM（中国）2 機関での国際比較の実施を提案しました。NIM は CCQM で実施された国際比較（CCQM-K46）へ参加しなかったため、参加した機関（CERI）との基幹比較を希望していました。



（TCQM 会議参加者）

比較の対象となる濃度は 30～50 $\mu\text{mol/mol}$ であり、試験は平成 23 年に実施予定です。

- ・毛髪中の違法薬物 (APMP.QM-P20)
- ・エポキシ樹脂でコーティングされた缶から溶出するビスフェノール A

会議終了後には、NIMT (タイ国家計量標準機関) の標準物質関連 (電気化学、ガス、有機、無機、バイオ分析) の施設を見学しました。じっくりと見学する時間がなかったのが残念でしたが、新しい装置が沢山導入されており羨ましく感じました。

シンポジウム

計量が果たす役割や及ぼす影響について、BIPM (国際度量局)、EURAMET (欧州国家計量標準機関協会)、APMP 及び CIPM (国際度量衡委員会) の 4 機関から、講演がありました。

総会

APMP の活動状況、他の国際機関の活動状況等について報告、MoU (覚書) の改定、新規加盟国の承認や予算案の採択等が行われました。日本からはオブザーバーも含め約 15 名が参加しました。

主な議題は次の通りでした。

- ・ APMP 活動状況の報告及び今後の活動計画
- ・ 会計報告
- ・ 関連する機関 (各地域の地域計量機関等) の活動状況報告
- ・ KEBS (ケニア) の加盟 (準メンバー)
- ・ MoU (覚書) の改正

APMP 議長及び技術委員会委員長の任期が 3 年に延長されました。

- ・ APMP ホームページのリニューアル案
- ・ 次々回総会の開催地の決定

再来年の総会及び技術委員会の開催地はニ

ュージーランドに決まりました。

ちなみに、次回 (今年) は 12 月に日本 (神戸) で開催されます。

・表彰運営委員会活動報告

今年の表彰者の報告がありました。NMIJ の加藤氏 (APMP Technical Activity Award) 及び大畑氏 (IIZUKA Young Metrologist Prize) が表彰されました。



(加藤氏 (左)、大畑氏 (右) 表彰式後に)

番外編

外は蒸し暑かったですが、会場内は冷房が効きすぎていて寒く感じました。

会場周辺には、ある日本のタレントさんが写った看板があちらこちらにありました。あるコンテストで優勝されて話題になっていた方ですが、誰だかお分かりでしょうか? そのコンテストが APMP の会議とほぼ同時期に開かれたようでした。

コンビニへ入ると、今度は日本でお馴染みのお菓子を見つけました。グリコのポッキーやブリッツが沢山置いてあり、日本では売っていない味 (ライチ等) もありました。

総会初日のオフィシャルディナーの際には、灯籠のようなものを空へ飛ばす体験ができました。和紙のような素材で出来ており、中央にセットされた燃料に火を灯してしばらく待ち、そっと手を離すと、ゆっくりと舞い上がっていき

ます。タイの伝統的な行事だそうで、手を離す瞬間に願い事をするとう願いが叶うそうです。空高くまで舞い上がり、最後は星のように見えてとてもきれいでした。参加者の方々が楽しんでいる様子も印象に残りました。



(CCQM 代表も楽しそうです)

編集後記

本年最初となる会報第59号をお届けいたします。第58号発行後、少々間が開いたことをお詫びいたします。

本号では、産総研において高純度有機標準物質の純度校正の依頼試験を開始した話題を井原俊英氏にご執筆頂きました。従来産総研では一次標準測定法である示差走査熱量計（DSC）を用いた凝固点降下法による純度測定を実施してきました。今回これに加え、核磁気共鳴装置（NMR）を用いた純度測定がDSCを用いた純度測定と同程度の不確かさで実施可能とのことで今後の広がりが期待されます。

社団法人日本試験協会（和光純薬工業株式会社）の大福裕子氏には、試験のJIS規格について規格の制定、改廃の歴史を時代に沿ってご解説頂きました。試験のJISは、その時、その時で役割がそれぞれあり、役割を終え廃止されるJIS、新たな技術の発展により制定されるJISを見ると日本の工業形態の変遷をも見る思いです。

CERIの西野朋恵氏には、昨年11月にタイ国で開催されたアジア太平洋計量計画（APMP）の出席報告を執筆頂きました。

次回（第27回）は、NMIJの主催、NICT、CERI及びJEMICが共催して12月に神戸で開催される予定です。

3月11日に未曾有の「東日本大地震」が発生しました。これに対し標準物質協議会は、地震、津波で被災された東北、関東地方の皆様にお見舞いを申し上げますと共に謹んで哀悼の意を表します。



APMP開催の会場（左奥のホテル）を望む

〒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>
