

会 報

2002・9

第 38 号

Japan Association of Reference Materials

目 次

1. 第8回物質質量諮問委員会 (CCQM) 会議への出張報告	1
2. 計量標準総合センター (NMIJ) の標準物質調査の概要	11
3. 新標準物質の紹介	16
(1) 海底質標準物質	16
(2) 社団法人日本分析化学会が開発した標準物質	18
4. 標準物質協議会見学会報告	26
5. PITTCON参加報告	29

第8回物質質量諮問委員会 (CCQM) 会議への出席報告

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

第8回CCQM会議 (本会議) は2002年4月18～19日の2日間にわたり、パリの国際度量衡局 (BIPM) において開かれた。約30カ国の代表が参加し、IRMM, IAEA等の国際機関、IFCC, ILAC, ISO/REMCO等の国際委員会からの出席者を含めると50人を越える出席者があり、活発な討論がなされた。本会議に先立って電気化学分析WG会議が4月14日に、有機分析WG会議が4月14～15日に、無機分析、ガス分析、バイオ分析の各WG会議が4月15日に開かれた。また、4月16～17日にはトレーサビリティシンポジウムが開かれ、約80人が参加した。産総研から総計10名の代表が各WG会議やシンポジウムに参加した。本会議は1機関2人までという制限があるため、岡本研作、倉橋正保の2名だけが参加した。以下、本会議と各WG会議の概要を報告する。

1. CCQM本会議の報告 (岡本 研作、倉橋 正保)

CCQM本会議は4月18日 (木) 午前9時から始まった。会議には昨年オープンした新しい建物 (Pavillion du Mail) 中の大会議室を使用した。参加者の数は50名を越えていた。CCQMの歴史の中で最多ともいえる

が昨年とほぼ同数である。CCQMが表面分析やバイオ分析を取り込んだり、メンバー国が複数の代表を送ったり、多くの国際機関からの代表を招待したり、非メンバー国からのオブザーバー参加者が増えたため等がその理由である。議長のDr.R.Kaarl's、局長のDr.T.Quinnの挨拶に続き、書記としてNPLのDr.M.Miltonが指名された。新しい会議室では楕円ドーナツ型のテーブルが設置されており、テーブルの上には2人に1台程度の割合でマイクロホンが置かれている。会議の内容がスピーカーを通して聞けるようになったため以前に比べて遠くの人々の声も聞き取りやすくなった。また、プレゼンテーションのほとんどがパワーポイントを用いて行われ、映像は議長席の後ろのスクリーンに映し出される。従来ではプレゼンテーションが行われる際に議長席周辺の人々は、体を方向転換してスクリーンを見ていた。今年からは、彼らは机の上の液晶ディスプレイ画面を見るようになった。会議風景を写真1に示す。予定された議案を承認した後、各タスクグループやWGからの活動報告があった。

まず始めにNPLのDr.M.Seahが表面分析タスクグループの活動報告を行った。CCQM-P28 (Si上のSiO₂膜

厚)については参加者の募集を終え、今年の2月末には試料の発送も終えた。配付試料の均一性試験の結果や予備的検討が紹介された。三十数機関に分析試料を配布した。日本からはNMIJと物質・材料研究機構が参加を表明していた。試料の調製法、均質性、外部汚染、輸送容器等について詳細な説明があった。また、各国の参加機関がどのような分析・計測機器を保有しているかのアンケート調査を行った結果が紹介された。今年中に測定結果をとりまとめパイロット研究を終える。来年の4月には基幹比較に進めるように、そしてまた新たに別の国際比較を準備するように議長は希望した。現在はタスクグループであるが、来年のCCQMでワーキンググループとすべく提案書を作成することが決められた。

引き続きNISTのDr.W.Mayが有機分析WGの活動報告を行った。昨年の秋(10月27-28日)に、オーストラリアのAGALで、そして4月14-15日にBIPMでWG会議が開かれた。CCQM-K5(魚油中のp,p'-DDE), CCQM-K21(魚油中のp,p'-DDT), CCQM-P4(コーンオイル中のp,p'-DDE), CCQM-P10(魚油中のp,p'- γ HCH), CCQM-P10.2(魚油中のp,p'- γ HCHの繰り返し)の進捗状況、結果報告があった。CCQM-P6(血清中のコレステロール)はCCQM-K6に、CCQM-P8(血清中のグルコース)はCCQM-K11にCCQM-P9(血清中のクレアチニン)はCCQM-K12に移行した。CCQM-K25(堆積物中の5種のPCB)にはCENAMとLGCが参加登録をしたにも関わらず、一部のPCB異性体についての測定結果を提出しなかった。また、一部の国は装置の分解能が不足しているため複数の異性体を含めて測定した可能性を示唆した。このような事情があるのでDr.MayはKCRVの決定のために使用するデータをグループ分けして選択しようと言ったが、基幹比較なので従来ルールに沿った取り扱いをすべきだという反論があった。建設的な議論なら従来ルールにこだわらなくてもよいとDr.T.Quinnが言ったので会議は紛糾した。Dr.MayはDraft Aを作成する際に多くのことを考慮して方針案を作成することになった。CCQM-P20a(TBT塩化物の純度)の比較は完了した。NMIJが提出した結果は優れたものであった。CCQM-P20b-e(o-キシレン等有機化合物の純度)、CCQM-P27(尿中のLSD)、CCQM-P35(水マトリックス中のエタノール)等の話題が続いた。さらに新たな国際比較の提案が紹介された。石油由来の土壤汚染物、肉の中の成長ホルモン、原油中の水分、食品中の毒、ムール貝(mussel)又は魚の組織中のPAH(polycyclic aromatic hydrocarbon), PCB(polychlorinated biphenyl)が候補に挙がった。

午前のコーヒーブレイク、及び記念撮影の後に、Dr. Sargentが無機分析WG会議の報告を行った。昨秋

にGeelでWG会議と不確かさWSを開いたこと、また、4月15日にBIPMでWG会議を開いたことが紹介された。国際比較の提案や進捗状況を記述する従来のformatを一部改定し、より技術内容を詳しく書けるようにしたという報告があった。2つの基幹比較と3つのパイロット研究が終了、5つが進行中、5つが始まったばかりである。CCQM-K24(米中のCd), CCQM-K8(元素標準液; Al,Cu,Fe,Mg), CCQM-K13(堆積物中のPb/Cd), CCQM-P11(魚介中のAs), CCQM-P14(血清中のCa), CCQM-P30(元素標準液; Al,Cu,Fe,Mg)が完了した。

CCQM-P25(鉄鋼中の微量元素), CCQM-P33(Si中B), CCQM-P34(Al合金中の構成元素), CCQM-P36(KHP)はパイロット研究で準備段階である。CCQM-P11(魚介中のAs), CCQM-P12(ワイン中のPb), CCQM-P14(血清中のCa), CCQM-P18(堆積物中のトリブチルスズ), CCQM-P32(校正溶液中の陰イオン)がKに移行する。NMIJが提出したCCQM-P32(校正溶液中の陰イオン)の結果は大変優れたものであった。今回、新たに燃料中のイオウ;低レベル(CCQM-P26.1)、ワイン中の困難な元素(Cu,Cd,Zn)、困難な元素標準液の調製法、ウランの同位体比測定、まぐろ中の水銀(及び他の元素)、等のパイロット研究が提案された。

午後の最初のセッションではこの一年間に持ち上がった一般的問題が議論された。Appendix CのためのCMCのレビュー、共同試験法で決定された標準物質の認証値、パイロット研究の参加者資格の範囲/タイプ、二国間比較、研究報告をMetrologiaに投稿すること等の話題である。次回の無機分析WG会議はNRCで10月9-11日に行われる(予備がNIST)。また来年4月にBIPMで開かれる。

引き続きDr.de Leerがガス分析WGの活動を要約した。2002年1月28-29日にDelftでWG会議を開き、1月30日~2月1日にシンポジウムを開いた。また4月15日にBIPMでWG会議を開いた。今秋11月に南アフリカで有機分析WG会議と合同でWG会議を開く予定である。CCQM-K7(BTX), CCQM-K10(BTX低レベル), CCQM-K14(SO₂), CCQM-K16(天然ガス; タイプ4,5), CCQM-K22(VOC), CCQM-K23(天然ガス;再テスト), CCQM-P23(CO), CCQM-P24(動的混合法), CCQM-P28(オゾン), APMP.QM-K3(自動車排ガス; CO,CO₂,プロパン), APMP.QM-K4(エタノール), Euromet.QM-K4(エタノール)について進捗状況を述べた。南アフリカ連邦が自動車排ガスの分析においてEurometとAPMPの両方の比較に参加した。また次回のWG会議の開催国を引き受ける等活発な動きを見せている。ある比較において不確かさの付け方に問題があったようであるが、南アフリカ連邦は、早く国際的に認められるような計測を立ち上げようという心意気を感じられる。CCQM-K

7はBTXの比較である。NMIJは試料容器が届かず、この比較に間に合わなかったので二国間比較を行った。その結果は最終レポートに載せられた。わが国が提出した測定値は非常に良い結果であった。CCQM-K16は天然ガス（ローカロリー、ハイカロリーの2種）である。日本は、ローカロリーについては、変換継ぎ手の不調により参加できなかった。そこで二国間比較を行うことになっている。CCQM-P23は窒素中のCOのgravimetric studyである。これは各国が質量比混合法により調製したガスをNMIに送り、NMIがすべて測定した。NDIRを用いた測定ではND-IRが¹³COあるいは¹²COに特異的に応答するため、各国が用いた原料CO中の同位対比の違いが測定に影響し、良い結果が得られなかった。GC-TCD, GC-FIDを用いた測定ではこの様な特異な現象は見られなかった。各国の用いる原料ガスの同位体比やマトリックスの組成などが大きな問題となることから、この比較から改めて明らかになった。

電気化学分析WGのリーダーはPTBのDr.W.Richterが勤めてきたが、この3月に職を退いた。そこで後任はSMUのDr.Mariassyが勤めることになった。彼が電気化学分析WGの進捗状況報告をした。CCQM-K9（磷酸バッファのpH）、CCQM-K17（フタル酸塩のpH）、CCQM-P22（電気伝導度）の比較試験が終了した。CCQM-P37（pH測定の基礎）、CCQM-P36（KHP assay）、CCQM-P19.1（HClの純度）は進行中である。CCQM-P22.1（電気伝導度；再テスト）、CCQM-K18（炭酸塩バッファのpH）、CCQM-K19（ほう酸塩バッファのpH）、CCQM-K20（シュウ酸塩バッファのpH）が計画中である。

次にバイオ分析WGの活動報告をLGCのDr.H.ParkesとNISTのDr.G.L.Gillilandが行った。彼らは2000年4月の第6回CCQM会議に招かれて、バイオ分析がCCQMで扱われることになった。2000年11月にLGCにおいて最初のtask group会議が開かれた。2001年2～3月にかけてinteractiveな活動を行い、2001年4月の第7回CCQM会議でstrategyを提案した。2001年7月にNISTで第1回バイオ計量WG会議を開いた。その時にはNIST, LGC, BAM, NRC, NPL, CENAM, ISS, AISTが参加した。第2回WG会議はBIPMで開かれ、17機関が参加した。日本からは産総研生物遺伝子資源研究部門 複合微生物系解析・利用研究グループ川原崎氏らが参加した。CCQM-P44はDNA 定量のパイロットスタディで、NISTとLGCが共同でパイロットラボを勤める。本年9月にスタートし、日本を含む8ヶ国が参加する。蛍光分析法に関する提案があったが、基礎的問題であり引き続き検討することになった。機器分析(UV, CD)におけるタンパク質測定上の問題点が指摘され、引き続き情報を集めることとした。バイオ分析に関する議論を深めるために本年11月にIRMMで第3回WG会議とThink-

shopを開催することとした。第4回会議はBIPMで第5回会議はつくばAISTで行われることが内定している。この日の夜は懇親会が開かれた。

4月19日（金）の朝は、BIPMのDr.C.ThomasがBIPM-KCDB（基幹比較データベース）に関して説明した。CCQM-K9（pH）の測定においてSMUとBAMはそれぞれ2件のデータを提出した。パイロット研究において1カ国から複数の測定値を提出することに問題はないが、基幹比較の場合は1カ国1結果しか提出できない。1機関が複数の結果を提出した場合は、どの結果を最終結果とするかを自ら選ぶ必要がある。また、ある比較において、CENAMとLGCは参加を表明しながら結果を提出しなかった。結果の表示にはそのことがわかるように整理される。さらに、あるパイロット研究において、NMIと同国の別の機関が結果を提出した。CCQMが対象とする分野は多分野にわたるため、各国のNMIが対応出来ない場合があり、バイオ分野の参入によりこの傾向は一段と大きくなっている。各国のCMCに責任を持つ参加機関の指定に関するガイドラインが示された。各国の標準研究所が指名し、1国1機関であり、民間の場合は他に損害を与えないこと、等が概要であり、特に異議は出なかった。

CMC(Calibration Measurement Capability) Claimsの最新版の説明に引き続き各region(APMP, SIM, EUROMET等)からの報告があった。CCQM会議に先立ってInter-regional review meetingがBIPMで開催、議論されたので、今回はその報告にとどまった。Dr.Mayは今回のCCQM会議に先だって開かれたIRM(International Reviewers Meeting)の結果を報告した。各国から提出されたデータは、MRA Appendix Cに登録される前にRMOで審議され、次にRMOとJCRBの合同会議で最終決定される。Dr.MayはRMOで審議される前に、各国から提出された特定分野のCMCデータをその分野の専門家が一括して審査するように変更しようと提案した。審査基準が同一になると期待できるからである。

Dr.Taylorは資料CCQM02-13の資料に基づいて、共同実験法で認証値を決めたCRMをAppendix Cに載せることの可能性について提案した。CRMに関するAd-Hoc task groupを作り、ISO/REMCOと調整し、CCQM-CRM基準との整合性をはかり、CRMユーザ用の指針を作成しweb上で流そうという提案であった。この話題に関して大勢のメンバーが意見を述べた。ISO/REMCOが作成するガイド文書とCCQMの方針を整合させるように、ISOに働きかけようという提案もあったが、CCQMとREMCOの役割・立場は異なるという意見もあった。昼食時もCCQMメンバーの中のREMCO関係者が会議を持ち、午後の会議でその結果を報告した。

2日目の昼食前後にわたって、基幹比較WGの議長のDr.Semerjianが国際比較の進捗状況を予め整理し、疑問のある部分を各WGリーダーや参加者に確認する形で国際比較の枠組み表を完成させるとともに、新しい提案に番号付けを行った。その結果は会議終了直前に参加者に配付された。A4用紙6ページに及ぶ表にふくれあがっていた。

以下、agendaに挙げられ、残された項目についての議論が行われた。

基幹比較が終了したときには、Metrologiaに結果を報告することが義務づけられている。CCQM-K8の報告を例にしてそのルールが示された。電子媒体を使って出版の迅速化、効率化を図ることになった。

最近のBIPMはPITTCONその他で機会がある毎にブースを設けるなどして、活動の宣伝をしている。第2回ガス分析シンポジウムではBest poster賞を受賞したと報告した。

CCQM国際比較に乗り遅れた場合等で、2国間比較で補うことが推奨されている。その費用を開発途上国に科すことのないようにとDr.Mackeyは述べた。

CCQM本会議直前の4月16～17日に開かれたトレーサビリティワークショップについての議論があった。このワークショップでは主要国のトレーサビリティ体系が紹介された。多くの国は自国のNMIのアクティビティをも紹介した。我が国についてもDr.K.Okamotoが紹介した。日本のCERIが今後とも従来通りの役割を果たすのかを、特にガス分析WG 議長のDr.de Leerは気にしていた。Dr.Semerjianは特に2日目のプログラム（臨床化学分野、地球環境の監視、食品分析分野等におけるトレーサビリティ）の内容が良かったと講評した。議長は講演者（特にNMI以外）に謝辞を述べた。6月9-11日に“Laboratory Medicine”のトレーサビリティに関するWorkshopがBIPMで開催される。各国の規制当局、製薬業界からの発表を中心としたシンポジウムを企画している。

CIPMとWMO（世界気象機構）の間でMoUを締結したことが報告された。地球温暖化ガス、表面オゾン の測定で両機関が協力することになっている。BIPMの活動はガス分析に限られていた。オゾン分析に特に力を入れた活動をしており、近いうちにキャリブレーション用のオゾン計を貸し出せるようになる。

Dr.QuinnはBIPMに有機分析の研究室とバイオ分析の研究室を作ろうという提案を紹介した。研究室のスケールはそれぞれ3人程度のスタッフで、virtual instituteの建設をイメージしている。この話題についても、多くの代表がコメントした。有機純物質についてはNMIJ, NIST, NMi等が反対して全体にネガティブな意見であった。研究室を作るにはお金もかかることであるし、BIPMは調整機能さえ持てばよいという意

見が多かった。バイオラボについては突然の提案でありバイオ分析WGのChairが提案書を作り、それを検討すべきという意見であった。

予定通り夕方の5時頃に会議は終了した。次回の会議は2003年4月7-11日の週にBIPMで開かれる。

有機分析WG会議の出席報告

(石川 啓一郎、井原 俊英)

4月15日午後1時よりPavillon du Mail Salle Primaireにて開催された有機分析WGでは、前回会議の議事録及び懸案事項の確認に続いて、純度評価技術に関するセミナーが行われた。以前行われた純度評価に関する国際比較（CCQM-P6）では、高純度(>99.7%)の有機化合物が用いられ、試験所間の同等性が確認されていたことから、今回はより低い純度の物質が対象とされた。そこで、CCQM-P18（堆積物中の有機錫）の定量成分であるトリブチル錫（TBT）が取り上げられ、CCQM-P20aとして行われた。始めに幹事機関であるオーストラリアNARLより、CCQM-P20aの結果概要が報告された。6機関から提出された結果は、純度92.4%から97.3%の比較的広い範囲に分散した。多くの機関が複数の試験方法を採用したが、GC-FIDが最も多く、次いでNMR、DSC、ICP-MS等が用いられた。試みられた種々の測定法は、それぞれ固有の問題を抱えており、不純物レベルの高い試料の純度決定の困難さが認識された。また、TBT固有の問題としてブチル基の構造異性体を区別するかしないか等、測定対象の定義を明確にすることの重要性も指摘された。次いで、NARLよりGC-FIDによるTBT測定における問題点、特に検出器にかからなかったり他の成分と重なって検出されにくい不純物についての処理について報告があった。さらに、ドイツBAMより¹³C-NMRを用いた分析法、当所（NMIJ）よりDSC、GC-FID、NMR、GC/LC-ICPMS等の手法の比較検討、イギリスLGCより高分解能MSによる元素組成決定法に関する紹介があった。また、当所から高純度物質から不純物レベルの高い試料への純度比較法としてのLC-NMRの利用についての提案も行った。こうした純度決定法が確立すれば、高純度品を大量に調製することが難しい物質の場合、やや低純度の物質に精確に値付けして標準物質として供給する道を開くことが可能であり、関心を集めた。

次に、前回のWGに引き続きCCQM-P35（水溶液中のエタノールの定量）に関して、幹事機関のLGCならびにBAMから詳細な報告があった。NMRに関しては、一部の機関において測定条件等の問題から同等性が得られなかったため、引き続き研究的な国際比較を続ける方向となった。一方、NMR以外の結果については良好な結果であったことから基幹比較に移行することと

なった。BAMから基幹比較の際に同一の試料でNMR測定も行ってみたいとの提案があったが、Dr.Kaals CCQM議長から基幹比較では結果の提出が1国、1機関、1結果に限定されると説明があり、この提案は却下された。

翌15日には、以下の基幹比較について進捗状況または結果報告があった。

CCQM-K21、

p,p'-DDT in Fish Oil、Draft B report 承認済み
CCQM-K11、

Glucose in Serum、Draft B report へ進む
CCQM-K12、

Creatinine in Serum、Draft B report 承認済み
subsequence CCQM-K6、Cholesterol in Serum
Supplemental、Draft B report へ進む

CCQM-K25、PCB in Sediment、Draft B report 作成中

CCQM-K12では、クレアチニンとクレアチンとの分離や化学的な相互変換に十分配慮することが肝要であることが指摘された。また、CCQM-K6（血清中のコレステロールの定量）の追加の国際比較が行われたことが幹事機関のNISTから説明があった。これはCCQM-K6の参加機関であるNISTがアンカーラボとなり、CCQM-K6に参加しなかったNARLおよびVNIMに対して行われたもので、NISTの測定結果が参照値とされた。NARLおよびVNIMの結果は参照値からのずれに、NIST自身のCCQM-K6におけるKCRV（基幹比較参照値）からのずれである0.6%をこれに加えるという考え方で処理された。したがって、正確さの点でNISTを上回ることにはあり得ないことになるが、この考え方はRMO（各地域の計量機関）における基幹比較においても用いることができるというDr.May有機WG議長からの発言があった。

CCQM-K25（底質中のPCBの定量）では、PCB28、101、153、170が定量成分であったが、複数の機関で定量結果が他のPCBと重なることを認めており、KCRVの算出において考慮する必要があることが報告された。

また、15日午後の最初のセッションは無機WGとの合同会議で、カナダNRC/イギリスLGCより、CCQM-P18、Tributyltin in Sedimentについて結果報告があった。

国際比較の結果報告を一通り終え、BIPMの新たなプログラムとして有機分析のラボを立ち上げる予定であることがBIPMの化学部門のリーダーから説明があった。具体的には有機化合物の純度分析を行うというもので、その理由として、純度評価はある程度力のあるところしか十分にできないことや、天然物中の微量成分の国際比較において校正用標準の純度が確定していれば、対象成分の前処理や測定に集中できることなどが説明された。BIPMとしては純度測定法を確立し、

純度値の評価を一元的にすることを目標として考えているようであり、今年10月には正式に提案書をまとめたいとのことであった。各機関とも純度評価をきちんとやるのはしんどいということで、有機WGのメンバーの評判は良好であったが、BIPMで考えているスタッフは研究者3名+技術者という程度なので、実質的にはorganizeするのが精一杯ではないかとの意見もあった。なお、この実現に向けて、会議終了後、BIPMから当所に協力要請があった。

一方、今後の国際比較候補として、尿中の法医学関連薬物、石油残さ土壤中の汚染物質、生物組織中の汚染物質、肉中の成長ホルモン、石油中の水分、食品中の毒素等が提案された。特に、生物組織中の汚染物質は実用的ニーズが多いため、積極的に取り組むべきとの方向性が示され、PAH（多環芳香族炭化水素類）、PCB、農薬等の測定におけるイガイと魚の組織の比較、凍結組織と凍結乾燥組織の比較等がNISTから提案された。

最後に、10月に南アフリカ共和国のCSIRで行われる次回の有機WGについて、ワークショップやCSIRの見学等を予定していると企画説明がCSIRよりあり、2日間の会議を終えた。

無機分析WG会議の出席報告（日置 昭治、稲垣 和三）

無機WGの会議は、4月15日に開催された。以下、会議のあらましを報告する。なお、午前中の会議は、並行して開催されていたCCQM電気化学分析ワーキンググループ会議と合同で開催された。

はじめに全ての基幹比較およびパイロット研究のTime tableを示して、進捗状況の概観が行われた。これは会議全体の時間節約が目的で、スケジュール等の技術的内容以外をまずまとめて扱った。なお、個別の討議のなかったCCQM-P33（シリコン中のB）は遅れており、CCQM-P34（アルミニウム合金中の成分）は5月末が参加募集期限になっている。以下には、個別に討議の行われたものの概要をまとめた。

CCQM-P19.1（HClの定量）は、CCQM-P19のフォローアップであり、パイロット研究所のNIST（米国）はCCQM-P19の経験を踏まえて試料の容器材質、充填等に問題がないことを確認した。NMIJも参加予定で、試料は5月に送付される予定である。

CCQM-P32（溶液中の陰イオン）は、ちょうど測定が終了し、パイロット研究所のEMPA（スイス）から初めて結果が公表された。塩化物イオンはNMIJを含む11研究所の16データ、りん酸イオンはNMIJを含む9研究所の11データが集まった。今回の会議に報告書が提出の予定であったが、5月頃になる見込みである。両イオンともに概して良好な結果が得られたと考えられるが、りん酸イオンについては、調製濃度から少し

はずれている研究所のうちNISTとSMU（スロバキア）が不満を表明した。MRA Appendix CへCMCを提出している研究所の偏差や不確かさを確認することになったが、少なくともその観点から問題はないことが判明した。基幹比較へ進むということで、CCQM本会議でCCQM-K29が割当てられた。

CCQM-P36（フタル酸水素カリウムの分析）はSMUとNISTがパイロット研究所である。均一性試験の結果は良好で、 $\pm 0.005\%$ 位の中に入っている。NMIJも参加予定で、試料は会議の後に送付されることになる。

CCQM-P11（魚・甲殻類中のAs）は、NMIJを含む研究所間の結果が良好な一致を示した中で、LGC（英国）が10%以上高値を示した。今回のWGでLGCより、追実験の結果、不完全な前処理（分解操作）操作のためHR-ICP-MS測定でのAs測定値が増感していたことが原因と報告され、この件に関して、他機関より分解操作、測定条件に関するコメントが寄せられた。本パイロットは基幹比較の提案へ進むことになり、CCQM本会議でCCQM-K31が割当てられた。

CCQM-P14（血清中のCa）はIRMM（EU）とSP（スウェーデン）がパイロット研究所で、目標の不確かさの範囲内の結果が得られたので、基幹比較の提案へ進むことになった。CCQM本会議でCCQM-K14が割当てられた。

CCQM-P18（底質中のトリブチルスズ）は、有機WGと合同で行われた。NRC（カナダ）とLGCがパイロット研究所で、NMIJを含むNMIのみならずその他の参加機関の結果も良好であったが、参加機関の半数がNMI以外の機関（大学など）であった。また、他のブチルスズ化合物（モノブチルスズ、ジブチルスズ）分析の比較の必要性も指摘された。そのため、基幹比較（CCQM-K28）の提案へ進むことになったが、同一試料を用い同時並行で他のブチルスズ化合物（モノブチルスズ、ジブチルスズ）を含めたパイロット研究（CCQM-P43）の提案も示唆された。

CCQM-K24（米中のCd）とCCQM-P29（米中のCdとZn）はIRMMとNMIJが共同パイロットであり、NMIJは試料作成を主に担当した。また、今回用いられた試料は、K24、P29とも同一のものであり、CCQM-K24のCd測定結果はCCQM-P29に自動的に反映された。K24、P29ともNMIJを含め、極めて良好な結果であった。また、米試料は吸湿性が高い試料であることから、試料配布時に乾燥重量換算に関する詳細な注意があり、この件に関してIRMMより各機関及びIRMMの検討結果について報告がなされた。なお、APMP-QM-P2、IMEP-19等も同一試料を用い進行中である。

NISTのDr. Fassettは、全てのNMIの校正用標準液の調製能力を評価するために、CCQM-K8のフォローア

ップ比較を提案した。より分析が困難なHg、Rh、Ti、Ndが挙げられた。具体的なdraft protocolの作成へ進むことになった。CCQM本会議でCCQM-P46が割当てられた。

IRMMのDr. Taylorは、パイロット研究を行ったワインに関してはまだ基幹比較へは進まず、代わりにウランの同位体比の測定を提案した。試料配布は来年1月を予定しているとのことである。CCQM本会議でCCQM-P48が割当てられた。また、魚肉中水銀、鉛及び他元素のパイロット研究についても、あわせて提案があった。なお、CCQM本会議でワイン中の鉛の定量にもCCQM-K30が、ワイン中のその他の元素の定量にCCQM-P12.1が割当てられた。

CCQM-P25（鉄鋼中の微量元素）は、NMIJ、NIST、BAM（ドイツ）の3所が共同でパイロット研究所を務めるもので、NMIJから進捗状況と十分良好な均一性試験の結果を報告した。試料配布はこの会議の直前に既に行われているが、結果の報告期限は2002年9月末であり参加はまだ可能である。

CCQM-P26（ディーゼル燃料中のS）は、高・低濃度水準の2試料が対象で、最終的に3研究所からの結果となった。研究所間での分析結果の違いがあり、各々から分析法等の説明があった。CCQM本会議で、フォローアップとしてのCCQM-P26.1を行うことが決定された。

なお、次の無機WG会議は、2002年10月9-11日に、北米大陸で開催されることが決定され、後の話し合いによってカナダNRC（オタワ）に場所が決まった。

ガス分析WG会議の出席報告（加藤 健次）

ガス分析WG会議は、2002年4月15日に開催された。今回のガス分析WG（WGG）会議の会場は比較的狭く25名程の参加者でほぼ一杯であった。はじめに、Dr. de Leerから開会と歓迎の挨拶があった。引き続き、参加者の自己紹介を行った。ガス分析WGは、ガス濃度の分析に関する国際的整合性を図ることを目的として、標準ガスの比較（CCQM-K7、CCQM-K10、CCQM-K16、CCQM-P23、APMP-QM-K3、APMP-QM-K4等）について、報告及び意見交換を行う。今回、我が国からは、日本がパイロットラボを行う予定である有機標準ガスの国際比較（CCQM-K22：2003年度に実施予定）の準備状況について、APMP-QM-K4についての概要報告、有機分析WGにて行われるCCQM-P20の有機高純度物質の国際比較に関連して、日本におけるVOCガスの原料等について報告を行った。

CCQM-K7(BTX)はNISTがパイロットとなり大気中の微量の揮発性有機化合物であるベンゼン、トルエン、o-キシレン、m-キシレン、エチルベンゼン（40～

100ppb)の比較である。今回、Dr.Guentherより最終報告書について報告が行われた。NMIJ(当時はNIMC)は輸送の遅延により試料容器が届かず、この比較の最終期限に間に合わなかったがNISTの間で二国間比較を行った。二国間比較については、前回のWGGで承認され今回の最終レポートに結果を一緒にまとめている。提出した参加各国の報告した値は、15~20%ずれたものもあるが、おおよそ数%~10%程度の偏差の中に入っている。また、日本の測定値は非常に良い結果であった。引き続きDr.GuentherよりCCQM-K10(BTX低濃度、ベンゼン、トルエン、m-キシレン、各4~8ppb)についての最終報告書について報告があった。この比較はK7の濃度を環境濃度により近づける目的で行われた。前回より濃度が低いにもかかわらず、おおよそ数%程度の偏差に収まり良好な結果であった。CCQM-K16は、NMI及びBAMがパイロットとなり行われた天然ガス(タイプⅣのローカロリー、タイプⅤのハイカロリーの2種)に関する比較である。Dr. HeineとDr. Veenより報告がされた。この比較に関しては、試料が輸送中に紛失する、まだ報告書を提出しない参加国が数ヶ国ある、途中から基幹比較でなくstudyに変更する国がやはり数ヶ国ある、また途中で参加を取りやめる国があるなどの状況であるが、予定通りドラフトAについての報告を行った。日本は、ローカロリーについては、変換継ぎ手の不調により参加できなかったが、ハイカロリーについての結果は、良好であった。今回比較が行われなかった国に対しては、二国間比較が行われる参加する可能性がある。

次に温室効果ガス(CO₂)の測定、オゾン測定のトレーサビリティについてWMO-GAW活動の報告があった。前回のWGGでも、WMOに関連して報告があったが、WMOとCCQMは、今後より連携して事業を行っていく可能性がある。すでに地表オゾンの測定についてBIPMに設置されている装置を用いてのラウンドロビンテストを行っている。この後、短い見学会が行われ、実際の装置を見ることができた。2台の装置があり、1台を輸送し、その間もう1台を保存するようである。

次に新たな基幹比較進捗状況が報告された。CCQM-K14(CO₂、CH₄、N₂Oの温室効果ガス)は、NMIがパイロットとなり行う予定の基幹比較である。日本は、残念ながら参加しない。P23の測定結果に対して同位体比が影響したこと、また希釈ガス中のアルゴンの比率も影響するとの指摘もあったことなどから、これらの問題の解決が必要であり、基幹比較ではなくstudyとして行うこととなった。CCQM-K22(窒素中の9種のVOC)は、2003年度に日本がパイロットラボを行う予定の基幹比較である。比較の対象は、窒素希釈のベンゼン、クロロホルム、ジクロロメタン、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、1,2-ジクロロ

エタン、1,3-ブタジエン、アクリロニトリル、塩化ビニルモノマーのいわゆるHAPs-9成分の予定であり、それぞれの濃度は約100ppbである。今回、予備実験として行ったNPLとの2国間比較、日本国内で行ったガスメーターを相手に行った比較について報告を行った。NPLは一部の成分について標準がなく、FIDの信号強度から濃度を見積もった。予備実験などの準備が予定通り順調に進んでいることを報告した。この比較に対しては、KRISS(韓国)、CSIRO(豪州)、NPL(英国)、VNIIM(ロシア)、NIST(米国)、NMI(オランダ)が参加予定を表明した。より低濃度での比較の計画はないかなどの指摘があった。

引き続きパイロット研究の進捗状況の報告があった。CCQM-P23(CO、gravimetric study)は窒素中のCOの質量比混合法による調製の比較である。これは各国が質量比混合法により調製したガスをNMIに送り、NMIがすべて測定して比較を行う、これまでにないタイプの比較である。NMIによるND-IRを用いた測定ではND-IRが¹³COあるいは¹²COに特異的に応答するため、各国が用いた原料CO中の同位体(¹³C/¹²C)の違いが測定に影響し、良い結果が得られなかった。このため、原料とした高純度のCO中の同位体比の測定、NISTによるGC-TCD、GC-FIDを用いた再測定などが行われた。これらにより同位対比による影響があったことがはっきりするとともに、影響を補正した場合、あるいは影響を受けない測定法による測定では、いずれも良い結果が出ることがわかった。この様に、各国の用いる原料ガスの同位体比が大きな問題となること、この比較から改めて明らかになった。CCQM-P24(動的混合法)は、LNEが幹事国であるが、いまだにどのような比較を行うかはっきりしていない。CCQM-P28(オゾン)は、基準となる分光器を用いたオゾン測定法の比較である。BIPMのDr. Wielgoszより報告があった。標準ガス容器内壁でのエタノールの吸着による濃度変化について、CSIROのDr. Besleyおよび、NPLのDr. Miltonから報告があった。エタノール標準ガスを、新たな別の容器に充填してその際の濃度変化を見る実験を行っている。この問題は、APMP.QM-K4で、不確かさを越える偏差があった韓国から提起された形であるが、今回の報告では、ある程度の影響があるものの、さほど大きな値ではなさそうであるとの結果が報告された。

地域間比較については、あまり時間もなく、本来RMOでの課題であるので、手短に報告が行われた。APMP.QM-K3(自動車排ガス; CO, CO₂, プロパン), APMP.QM-K4(エタノール), Euromet.QM-K4(エタノール)、NIST-CENAM間比較、NMI・NIST間比較、Euromet-QM-K1c(NO/N₂)、Euromet(オゾン)について、それぞれKRISSのDr. Kim、NMIJのDr. Kato、

NPLのDr.Milton、NISTのDr.Guenther、同じくDr.Guenther、NMIのWessel、NPLのDr.Miltonから数分から10分程度の報告があった。APMP-QMK3に関しては、パイロットラボであるKRISSでのデータ整理において問題があり、CSIR(南アフリカ)の結果がずれていたためこれを修正したとの報告があった。

その他、新たな基幹比較としてCCQM-K23(天然ガス、再比較)と原料ガスの純度についての2件がNMIより提案された。原料純度の問題に関連して、日本より高純度VOCの調製と純度測定および高純度NOについて報告を行った。最後に、今後の新たな比較の優先順位などについてDr. de Leerが表に基づきまとめを行った。今後の国際比較への対応の準備を行う上で有益な資料である。更に多数決により次回のWG会議はアフリカで行うことが決まった。

電気化学分析WG会議の出席報告 (中村 進)

電気化学WGは4月14日に開かれた。出席者はW. Richter(前議長)、M. Mariassy(議長)ほか22名である。Dr.W.RichterよりDr.M.Mariassyに議長職を交代する旨提案があり、了承された。各自自己紹介の後、前回議事録が承認された。CCQM PresidentのKaarlsから、このWGに対して2つの注文があった。1つは、Electrolytic conductivity(CCQM)とElectric conductivity(CCE)は非常に紛らわしいので両方でよくCommunicationをお願いしたい。2つ目として、Appendix Cの議論をInterregional review会議で行っているが、すべてのreviewerがすべての専門家ではないので、WGでも協力してほしい、との発言があった。CCQM K-17(フタル酸塩pH緩衝液)のDraft Aが紹介され、承認された。CCQM K-9(中性リン酸塩pH緩衝液)に比較して、各国で求められたpH値は、より大きな違いがあり、その不確かさもより大きかった。CCQM P-19.1(0.01 mol/L HCl)、P-36(フタル酸水素カリウム純度)、P-37(中性リン酸塩pH緩衝液によるpH測定技術の基礎的検討)について紹介があり、NMIJもすべてに参加することを表明した。

IUPAC project "Traceability of pH measurement for application in fundamental and applied science"について、IUPAC内で議論中とのことであった。このprojectが発足するときはNMIJも参加予定である。今後、pHについては、K-18(carbonate, 2002 after July, SMU)、K-19(Borate, 2004, PTB)、K-20(2005, PTB)が予定されている。電気伝導度については、2003年4月にNMI(The Netherlands)がkeyとなり行う。電量分析については、EDTAが候補に挙がっているが、具体性はまだない。

バイオ分析WG会議の出席報告 (岡本 研作)

今回のバイオ分析WGには15カ国、EU、BIPMからの

参加者は24名であり(前回の2倍強)、熱心な議論がなされた。NISTのGary GillardとLGCのHelen Parkesから最初にバイオ分析WG設立の趣旨説明があった。バイオ分析の研究・開発を通じて、インフラとなる計量標準の整備の必要性や、バイオ産業の支援と安全性の確立・普及を図るべきであること、バイオ分析測定方法の開発と評価、標準物質の開発、不確かさの評価等について述べた。次いで、バイオ分析WG設置の経緯が報告された。

(1) 2000年 4月: CCQMタスクグループの発足

(LGC/NIST提案者)

(2) 2000年11月: LGCでタスクグループ会合

(3) 2001年 4月: CCQMでバイオ分析WG発足

(4) 2001年 7月: 第1回バイオ分析WG会議(NIST)

引き続き、自己紹介と所属機関でのバイオ研究の現状について報告を行った。世界のNMIで最も精力的にバイオ分野の研究をしているのは米国NISTである。ドイツはBAM、英国はLGC、日本はNMIJではなく産総研の他研究部門である。参加者の中で実際にバイオ分析の研究者はNISTとカナダNRCで、ほとんどは標準物質の専門家であり、ギャップは大きい。バイオチームを発足しDNA定量化研究を開始した(KRISS)、バイオを標準物質より優先している国(ニュージーランド)がある。

次に、DNA定量パイロット研究の進捗状況が報告された。2001年7月に決定された「PCR(Polymerase Chain Reaction)法を用いたDNA定量化の研究」について、Holden(NIST)からアウトラインの説明があり、当初予定より2ヶ月ほど遅れ気味であるが2002年9月末を目途にパイロット研究開始予定である。NIST/LGCの提案した方法に従ってパイロット研究に参加することをカナダ、オーストラリア、ニュージーランド、日本、英国、中国が表明した。

次にパイロット研究の提案が行われた。

(1) 蛍光分析法の検討(BAM、ドイツ)

BAMから蛍光分析法の提案があり、分光器、蛍光色素などの不確かさが強調されたが、従来から蛍光分析の問題点であり十分に検討されているという批判的な意見が多かった。Gillardが蛍光分析はDNA定量として極めて重要という点から引き続き検討することを提案し、今後も情報を集めることとした。

(2) QP-PCR法: 蛍光の消光現象を利用したDNA測定法(AIST)

産総研・生物遺伝子資源研究部門の川原崎氏からの提案であり、理論と応用例を説明された。パイロット研究の一つの方法として現行のDNA定量の中で行うこととした。

(3) 蛋白質の分光測定法(NPL)

NPLから、蛋白質の測定法(UV, CD)において研究所間での誤差が大きいことが指摘された。タンパク質の

分光測定法の問題点を洗い出す必要性を指摘した。オーストラリア、ドイツ、日本、米国、英国、韓国がこの問題への関心を表明した。

バイオ分析分野では、今後、何を対象として、何故に測定するかを徹底的に議論することが必要とされている。測定対象も遺伝子、タンパク質、酵素、細胞などと広げて議論、トレーサビリティ特にSIへは可能か、などをdebateすることとした。参加者は広くバイオ産業に係わるものとする。開催地はIRMM、ブラッセル（ベルギー）、日程は2002年11月4日の週と決まった。

その他、ほとんどのNMIはバイオ分析に従事していないため、パイロット研究では他機関の参加が予想される。この場合にはNMIが適切な参加機関をdesignateすることになるが、このためにはCCQMとして何らかの参加基準を設定することが必要である。CCQMの他のWGでは、NMI以外の研究所や大学からの参加基準を柔軟に運用しているので、Kaarls議長と相談して参加ガイドラインを作ることとした。

バイオ分析WG会議は年2回開催（CCQM会議の直前とあと一回（招聘ベース））とした。今後の会議日程は、2002年11月（Think Shop、ブラッセル、2003年4月（CCQM、パリ）、2003年秋（つくば））とした。

おわりに（倉橋 正保）

従来は、CCQM会議の開催直前に膨大な会議資料が郵送されてきた。最近ではその種の会議資料は本会議、WG会議を問わずすべてBIPMのホームページから各自がdown loadして入手することになっている。したがって会議場では極わずかの資料が配付されるだけである。プレゼンテーションに用いられたOHPのcopyが後

日internet上に公開されることもあるが、全てが公開されるわけではない。BIPMのホームページには誰もがアクセスすることができ、基幹比較の結果等多くの情報を得ることができるが、会議資料など一部の情報についてはパスワードを知っている人しかアクセスできないようになっている。本稿では、4月16-17日に開かれたトレーサビリティワークショップの内容についてほとんど紹介しなかったが、最近その時に用いられたOHPやPower Pointのファイルが入ったCD-ROMが、参加者全員に郵送されてきた。そのCDの表紙を図1に示す。トレーサビリティワークショップのプログラムを参考資料1に示す。このCDの内容に興味のある方は参加者に相談して欲しい。なお、本稿には多くの省略記号が用いられているが、今回は省略記号の説明リストを添付しなかった。必要な場合は標準物質協議会会報第37号11ページ等を参照して欲しい。

CCQMは表面分析やバイオ分析をも取り込み益々膨張していく。大きい方針は本会議にかけられて審議されるが、かなりのことは各WGに任せられているし、そのようにせざるを得ない。CIPMがこれ以上にCCの数を増やしたくないこともCCQMが膨張する一因である。また、外国の研究者の中には自分の携わっている研究がCCQMに採りあげられないと研究予算がもらえない（あるいはもらいにくい）、という事態も起こっているようである。さらにまた、2～3カ国しか参加できないような特殊な分野の国際比較を提案する機関もある。重要な計測について、CCQMのお墨付きを得ることが必要な場合もあるだろうが、国際比較が自分たちの機関が持つ特殊能力の宣伝に使われることのないようにしたいものである。



CCQM本会議の風景



図1 トレーサビリティワークショップのCD表紙

参考資料1 トレーサビリティワークショップのプログラム

CCQM Workshop on Traceability, 16-17 April 2002
at the BIPM, Sevres

Programme

Tuesday, 16 April 2002

The view of the metrologists

09.00-09.30 NIST Programs and Practices for Providing Chemical Measurement Traceability: Our Mandate and the Impact of our Work; W. May (NIST, USA)

09.30-10.00 Traceability systems in The Netherlands. Gas and Soil Analysis.; E. de Leer (NMI-VSL, The Netherlands)

10.00-10.30 UK delivery of traceable chemical measurements in the 21st Century . building on the foundation of the VAM Programme; M. Sargent (LGC, UK)

11.00-11.30 Traceability structure for chemical measurements in Germany; W. Richter (PTB, Germany)

11.30-12.00 IMEP: one way of disseminating reference values with demonstrated traceability and demonstrated uncertainty to field laboratories; P. Taylor (IRMM, EU)

12.00-12.30 Traceability of Reference Material in Japan: The Role of the New NMIJ; K. Okamoto (NMIJ, Japan)

13.30-14.00 Traceability of Chemical Measurements in Korea: Confusion, Conflict and Co-ordination; H.Y. So

(KRISS, Korea)

14.00-14.30 Traceability: Theory and Practice in Mexico; Y. Mitani (CENAM, Mexico)

14.30-15.00 Certified pure element reference materials, model of global organization and distribution, examples in the field of metals and dissemination of traceability to metallurgy; A. Zschunke (BAM, Germany)

15.30-16.00 NARL's role in helping laboratories establish their traceability; B. King (NML-NARL, Australia)

16.00-16.15 Implementation of a Metrological Structure for Water Analyses; P. Charlet, A. Marschal (BNM-LNE, France)

16.15-17.00 The UK Measurement for Biotechnology Programme Towards Traceability in Bioanalysis; H. Parkes (LGC, UK) / G. Gilliland (NIST, USA)

17.00-17.30 Discussion

Wednesday, 17 April 2002

The view of society, regulators, industry

09.00-09.30 Providing guidance to laboratories on establishing traceability; S. Ellison (CITAC)

09.30-10.00 Establishing Traceability in Clinical Chemistry L. Siekman (Germany)

10.00-10.30 Clinical Laboratory Reference Networks M. Kimberly (CDC, USA)

11.00-11.30 Calibration and Traceability in the Global Atmosphere Watch; L. Jalkanen (WMO)

11.30-12.00 Traceability and Comparability in Marine Analytical Chemistry; J. McLaren (NRC, Canada)

12.00-12.30 Present situation in and future traceability problems for the food analysis laboratory
R. Wood (FSA, UK)

13.30-14.00 Detecting Genetic Modification in Foods: Measurement Standards and Traceability Needs; M. Lipp (Monsanto, USA)

14.00-14.30 Recent developments within ILAC with respect to Metrology in Chemistry; A. Squirrell (ILAC)

14.30-15.00 Discussion

15.30-17.00 Round table discussions and conclusions

計量標準総合センター（NMIJ）の標準物質調査の概要

独立行政法人 産業技術総合研究所
高谷 晴生

1. はじめに

独立行政法人産業技術総合研究所の計量標準総合センター（NMIJ）が初めて標準物質の調査を行い、その報告書を作成した。本文はその標準物質調査報告書の概要を紹介したものである。

今回の調査は次の状況認識にもとに行われた。

第一に、1999年に我が国も調印した国際相互承認協定にもとづいて、各国の標準物質を国際的に認知する仕組みが動き出した状況がある。国際度量衡委員会が推進する基幹比較が実施された分野では、相互承認協定の付属書Cに登録が認められた標準物質が、国際的に通用する標準物質として認知される。そのためには、審査に耐えうる十分な信頼性をもった標準物質の開発が求められる。

第二に、従来のISO/IECガイド25がISO/IEC17025に改訂され、その第1版が出版された1999年以降、各国の試験所認定はこの新しい国際規格に準拠した制度に転換しつつある状況がある。ガイドから規格への改訂により、測定のトレーサビリティに係わる規定が明確化され、国際単位系あるいは認証標準物質にトレーサブルな標準物質の使用が記述された。すなわち、試験所認定の審査では、トレーサビリティのとれた標準物質を整備しているかが、従来に増して問われる状況になったわけである。

第三に、我が国では2001年度より10ヶ年計画で国の標準物質整備計画が始まったことが挙げられる。経済産業省が中心になって立案したこの整備計画によれば、欧米並みの状況に近づくことを目標に、253種の標準物質が採り上げられている。言うまでもなく、国家予算を投与して行われる標準物質の開発は、上述したような計量標準に係わる国際的な動向や標準物質への要件の変化、あるいは国内における産業・社会からのニーズに的確に対応したものでなければならない。そのためには、立案時はもとより計画を実行してゆく途中においても、絶えず国内外の状況を把握し、真に必要なあるいは緊急度の高い標準物質の供給がなされるよう、計画の見直しを行いつつ研究開発を進めることが重要と考えられる。

調査は、次の3種類の項目について実施された。

- (1) 必要な標準物質についての標準物質ユーザーへのアンケート調査
- (2) 標準物質生産者へのヒアリング調査
- (3) 国立試験研究所等における標準物質関係の研

究シーズの調査

以下に調査の概要を記す。

2. 必要な標準物質についての標準物質ユーザーへのアンケート調査

2. 1 アンケート調査の内容

次の項目についての調査を行った。

- (1) 標準物質ユーザーが属する事業所・機関および部署の対象分野と業務内容についてのアンケート
- (2) 現在供給している標準物質並びに経済産業省が2001年度から10年計画で整備を計画している標準物質のリスト（253種）の中で緊急に購入を希望する物質名についてのアンケート
- (3) 標準物質ユーザーへのアンケートとして、日本規格協会が平成12年3月に作成した表「今後供給を希望する標準物質」を基盤として多数の小項目欄からなる調査票を作成し、緊急に購入したい整備計画以外の認証標準物質がある時はその該当する小項目欄に物質名を記入する方式のアンケート
- (4) 先端材料分野とバイオ関連分野でこれから必要になると思われる認証標準物質名と意見調査
- (5) 認証標準物質がなくて困った経験についての調査
- (6) 認証標準物質やCCQM基幹比較についての意見調査

(2)と(3)で「緊急に購入を希望する物質名」としたのは回答者が実際に使用することを重視してこのような表現にした。

2. 2 アンケートの配布数と回答数

今回調査を行ったアンケートの配布先は総計1,828機関であり、この中でアンケート回答数は738機関であった。ただし、無効回答が22機関あったので、これらは調査対象からはずし、有効回答数を716機関として統計処理を行った。

今回の調査でアンケートに対する有効回答が寄せられた機関を9分野に分けて、その内訳を図1に示した。なお、9分野は次のとおりである。AC：国公立研究機関（アンケート用紙の機関分類項目のA.国立研究機関とC.公設試験研究所をひとつにまとめた）、B：民間研究機関、D：公設環境・衛生試験研究所、E：認定試験所、F：民間環境計測試験所、G：分析機器製造業者、H：その他の製造業者、I：産業界の協会、K：大学・専門学校他。

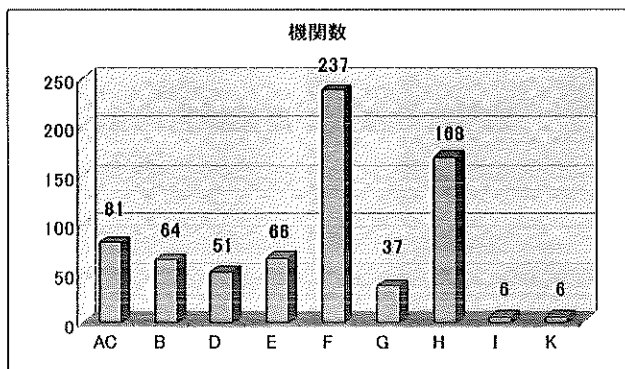


図1. 標準物質ニーズ調査のアンケートに対する機関別回答数

2. 3. 調査結果

2. 3. 1 国の標準物質整備計画の各標準物質に対するニーズ調査の概括

それぞれの機関がどの種類の標準物質を緊急に必要としているかをそれぞれの機関分野別に整理したが、これらの調査結果を見る限り、ほとんどの機関の標準物質ニーズの度合いは表1に示した全調査対象機関平均のそれとは大きくずれることはなかった。

2. 3. 2 国の標準物質整備計画とニーズ調査の関係

標準物質整備計画中の標準物質253を16種類に分け、種類内の物質に対する購入希望総数の16種類全体の購入希望総数に対する百分比（パーセンテージ）の値を標準物質ニーズとして表1に示した。各種類内の品目数も表1に示したが、種類により異なるので品目数が多い種類は標準物質ニーズが多くなるのは当然である。この標準物質ニーズの分布は機関の種類に依らずほぼ同一であったが、回答数の少ないI：産業界の協会とK：大学・専門学校他では異なる分布を示した。全般的に整備計画各物質の必要性は高かったが、その中でも金属標準液、陰イオン標準液、有機標準液、有機標準ガス、pH標準液、標準ガスの必要性の高さが目立った。

また、回答機関数が分野により異なるので同一種類の標準物質の中での購入希望数による順位付けを試みた。この必要性の順位を整備予定年次と比較して、次のことが判明した。

- 1) pH標準液、金属標準液、陰イオン標準液については特に大きな問題はない。
- 2) 有機標準液(揮発性有機化合物)については、ホルムアルデヒド(DNPH)標準液、フェノール標準液、アセトアルデヒド(DNPH)標準液を早急に整備する必要がある。
- 3) 有機標準液(環境ホルモン)については、フタル酸エステル4種混合標準液は早期購入の要望が強いだけに整備計画を前倒しする必要がある。
- 4) 標準ガスについては、特に問題はないと言える。
- 5) 高純度物質(揮発性有機化合物)については、ベンゾ[a]ピレンの早期整備が望まれる。

- 6) 有機標準液(PCB類)については、PCB6種混合標準液の早期整備が望まれる。
- 7) 無機系組成物質については、有害金属元素分析用河川水標準(低濃度)、有害金属元素分析用河川水標準(高濃度)と有害微量元素分析用海水標準(沿岸水)の早期整備が望まれる。
- 8) 有機標準ガスについては、混合標準ガス[VOC成分22種混合標準ガス(低濃度)、VOC成分9種混合標準ガス(低濃度)、VOC成分22種混合標準ガス、VOC成分9種混合標準ガス、VOC成分16種混合標準ガス(低濃度)、VOC成分16種混合標準ガスなど]の早期整備が望まれる。
- 9) 環境分析用有機組成物質については、PCB分析用土壌標準、PCB分析用底質標準や有機水銀分析用底質標準の早期整備が望まれる。
- 10) 有機標準液(縮合多環芳香族)については、ベンゾ[a]ピレン標準液、p,p'-DDT標準液や4位のγ-HCH標準液の早期整備が望まれる。
- 11) 高分子については、ポリスチレンオリゴマー標準物質(PS1000)やポリスチレンオリゴマー標準物質(PS2500)の早期整備が望まれる。
- 12) 非鉄金属(鉄基合金)については、鉄-炭素合金(C 0.1%)、鉄-ニッケル合金(Ni 10%)、鉄-炭素合金(C 0.2%)、鉄-炭素合金(C 0.5%)などの早期整備が望ましい。

表1. 標準物質の種類と標準物質のニーズ

	種類別	品目数	標準物質 ニーズ
1	標準ガス	15	5%
2	有機標準ガス	43	8%
3	金属標準液	44	33%
4	陰イオン標準液	10	10%
5	pH標準液	6	6%
6	有機標準液(揮発性有機化合物)	34	15%
7	有機標準液(環境ホルモン)	12	5%
8	有機標準液(PCB類)	7	2%
9	有機標準液(縮合多環芳香族)	11	3%
10	高純度物質	7	2%
11	環境分析用有機組成物質	15	3%
12	無機系組成物質	7	3%
13	先端材料標準(多層膜)	10	1%
14	高分子	14	2%
15	超高純度金属	3	0%
16	非鉄金属(鉄基合金)	15	1%

13) 超高純度金属については、高純度アルミニウムや塩化カルシウム標準についてはもう少し整備計画年度を早める必要があろう。

14) 先端材料標準(多層膜)については、Si基板上的 SiO_2 5nm以下の薄膜、各層5nm以下 $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ 多層膜、Si基板上的 Ta_2O_5 濃度特性を有する薄膜の早期整備が必要であらう。

2. 3. 3 整備計画以外の必要な標準物質の調査

狭い分野(小項目)毎に、必要な標準物質の具体名を挙げて頂いたが、その中で、回答機関数の多かった環境分野では10程度以上の機関が挙げた標準物質を、また環境以外の分野では5機関程度以上の機関が挙げた標準物質を抽出した。

次の物質が抽出された標準物質であり、整備計画の対象になり得るものであろう。

電気伝導計用標準物質(KC1)、放射線標準物質(ウラン標準液)、標準ガス(悪臭類)、

海水・河川水(重金属)、疑似排水(重金属、BOD、COD)、全有機炭素計用標準物質、混合標準液(無機標準液、農薬混合標準液)、汚泥、土壌、底質(重金属、ダイオキシン類)、燃え殻・石炭灰(重金属、ダイオキシン類)、焼却炉飛灰、煤煙(重金属、ダイオキシン類)、蛍光X線分析用標準物質(アルミニウム、炭素鋼、ステンレス鋼、鋳鉄)、石油中のイオウ分標準物質、高分子分子量標準(ポリエチレン、ポリスチレン、ポリプロピレン)、貴金属標準液(白金)、薄膜厚さ(表面分析用)、表面粗さ、粘度標準液、硬さ試験片(ロックウェル、ビッカース、ブリネル)粒度、色標準

なお、抽出された標準物質のうち、表面粗さ、粒度、粘度、硬さ、粒度、色標準(白色)については物理標準整備計画で取り上げられている。調査は化学分野の標準物質を対象にしたが、纏める段階では化学分野に限るようにはしていない。

環境関係に比べて、半導体等の先端産業分野とバイオ、臨床、食品の分野からの情報が少なかった。これは、これらの分野に係わる機関への調査の依頼件数が少なかったことにもよると考えられる。

2. 4 その他の記述による回答

2. 4. 1 先端産業とバイオ関連分野で必要な標準物質名と意見

回答から次の物質を抽出したが、回答数が少ないので、今後、さらにその必要性についての調査が必要である。

放射線物質(プルトニウム・ウラン)、無鉛ハンダ、生分解性プラスチック、バイオアッセイ用、大腸菌群数、一般細菌、生体構成物(クロロフィルa、ATP、DNA、RNA、糖タンパク質に結合する糖鎖)定量用、タンパク質(プリオンタンパク質)、果物あるいは野菜、日本食品

標準成分表収載成分、ダイズ中の各種元素、有害物質、種々のマイコトキシン(カビ毒)を含む標準試料、食品添加物、食品の色度、濁度、遺伝子組み替え食品、半導体・表面分析用(長さ、幅、深さ/高さ、空洞・欠陥)、表面定量分析用(XPS、AES、EPMA)、イオン注入試料、1ppbレベルの不純物成分 H_2O を含む O_2 標準ガス、ナノインデンテーション用物質、真空用貴金属ろう、ポリマー中の重金属類

2. 4. 2 標準物質がなくて困った経験

次の回答があった。

- ・分析結果に自信を持ってないので、分析を断った。
- ・やむを得ず標準物質を外国から購入したが、高くて、時間がかかって、また、質の悪いものもあったりして困った。
- ・特級試薬で代替した。

2. 4. 3 認証標準物質が無くて困った経験

次の回答があった。

- ・試験所認定の審査の時や顧客からトレーサビリティについて聞かれた時に認証標準物質がなくて困った。
- ・法規制のある作業環境測定において認証標準物質がないので、自分で調製しているが、どう考えてもトレーサビリティがとれているとは思えない。

2. 4. 4 認証標準物質や国の標準物質供給体制について。その他について。

次の回答があった。

- ・欧米に大きな遅れをとっているのに、国が整備をしないから業界は独自に整備せざるを得なかったが、ようやく国が整備することになった。とにかく喜ばしいことであり、今後、重要になるので頑張りたい。
- ・学協会の頒布している標準物質を有効に利用して欲しい。
- ・校正証明書が得られる信頼性の高い試験機関の充実をはかるべき。
- ・標準物質関係の国家予算の充実を要望する。
- ・標準物質の価格を低く出来るようにして欲しい。
- ・JCSSあるいは国家認証標準物質は信頼出来る測定の基本であり、その保証期間を明示すべき。また、開封後はdisposableにすべきである。
- ・鉄鋼関連では国家標準物質がない。他国ではある。
- ・整備計画案で十分、あるいはさらに工業系材料を優先して欲しい等いろいろな意見。
- ・標準物質の輸入に際しては税関でなかなか理解してくれない。広い意味での関係者の教育が必要。

2. 4. 5 個別の標準物質についての意見と要望

次の回答があった。

- ・放射線物質(プルトニウム・ウラン)を整備計画

に入れることについての強い要望

- ・多種類の物質を混合したJCSS混合標準物質の供給
- ・超高純度材料・極微量分析用標準物質の必要性
- ・分析機器校正用と性能確認用の標準物質
- ・サロゲート物質としてd体必要
- ・農薬・VOC類の混合標準溶液
- ・白金元素標準液
- ・鉛フリーハンダ
- ・真空用貴金属ろう

3. 標準物質生産者のヒアリング調査

3. 1 JCSS（計量法トレーサビリティ制度）の標準ガス認定事業者

3. 1. 1 ヒアリングした事業者：大陽東洋酸素株式会社、高千穂化学工業株式会社、住友精化株式会社、日本酸素株式会社

3. 1. 2 代表的な意見

(1) 整備計画の標準ガスについて

- ・混合有機標準ガスのニーズは高いが、有機混合ガスでは反応するものや半年で濃度が10%以上も変動するものもあり、JCSS制度の権威で信頼出来る標準ガスの供給を出来ることが必要である。
- ・単成分有機標準ガスでは注文があるのは限られると思う。
- ・VOCフリーのゼロガスはニーズがある。早くそのスペックを出して欲しい。

(2) 整備計画に加えて欲しい標準ガス

超低排出車用のプロパン／エア標準ガス用のゼロガス、悪臭用標準ガス、ホルマリンガス

(3) 国際化の時代を迎えて

高圧ガス保安法や輸出の通関手続等が欧米と日本で違いがあり、不利益を受けている。

(4) その他の意見

1) JCSS標準ガスの必要性

- ・JCSS標準ガスを必要とするのは、極言すれば、計量証明が必要な時だけである。ISO9000の認定の際に標準ガスのトレーサビリティを聞かれるということは聞いている。また、標準物質を必要とする認定試験所はまだ少ない。JCSSの使用義務はJISや環境庁等の規制にも書かれていない。使用義務がないのに、わざわざ、余計なコストをユーザーは払わない。このような状況にあるので、現時点ではHAPs(有機大気汚染物質)以外にはJCSS標準ガスが必要とのユーザーの声は聞こえてこない。
- ・現在、米国に輸出している自動車やエンジンを評価するための標準ガスについては、NISTの標準ガスとの比較をユーザから要求されていて、JCSSだけでは不十分とされている。相互承認協定(M

RA)には大いに期待するものがあるが、CCQMのアペンディックスCの掲載が有効になったとしても、米国のEPAの規制を変えて貰わないとJCSS標準ガスと米国NISTのSRMとの比較の必要は続くのではないかと。

2) 価格とトレーサビリティ

VOC混合標準ガスについては全成分をトレーサブルにすると価格が高くなりすぎる。いくつかの成分をトレーサブルにして他の成分は公認の相対感度で計算するというような便法もあり得る。そもそも、価格の高いJCSSを使わねばならないという規制がない。

3) 素早い供給

供給する事は必要なことであるから、全部の開発研究が完成してから供給すると言う事ではなく、開発の出来たところから、順次、JCSS制度で供給出来るようにすることが良い。

3. 2 JCSS（計量法トレーサビリティ制度）の標準液の認定事業者

3. 2. 1 ヒアリングした事業者： 関東化学株式会社、和光純薬工業株式会社

3. 2. 2 整備計画に対する要望

現在、JCSSで頒布されている標準物質の需要は大きい。標準物質をJCSS制度で供給出来るようにすることは歓迎である。

1) 金属標準液整備の要望順位

現時点ではJCSS制度では供給されていない金属標準液の需要の順位の順に整備することを要望する。

2) 金属標準液以外で、需要の多い標準物質

- ・有機混合標準液：VOCについては現在GC等を用いて一斉分析が通常行われており、これに必要とされるVOC標準液は試験法に応じて16種混合とか、23種混合が必要である。混合物が供給されれば関連する純成分標準物質（1有機成分と溶媒からなる標準液）の需要はなくなると思われる。
- ・農薬標準品： γ -BHC、トリシクロゾールペンチオカーブなど
- ・濁度（カオリン、ホルマジン）、色度標準液
- ・悪臭関連標準液：メチルメルカプタン、トリメチルアミンなど
- ・規定液などの濃度標準

3. 3 学協会のヒアリング

3. 3. 1 ヒアリングした産業界の協会と学会

福祉・医療技術振興会、石油学会、化学技術戦略推進機構、日本鉄鋼連盟、日本伸銅協会、日本チタン協会、日本マグネシウム協会、日本ゼーゲルコーン協会、セメント協会研究所、日本セラミックス協会、耐火物技術協会、ファインセラミックスセンター、日本粉体技術工業協会、日本分析化学会

3. 3. 2 概況

産業界の協会は関係分野に必要な標準物質を協会に所属する各社の協力で作成している場合が多い。値付けは協会内各社の研究所がボランティア的に行っているため、適当な精度の認証標準物質が、安い価格で頒布されているケースが多い。

標準物質の新規開発については業界の置かれている状況により異なる。古くからの歴史のある鉄鋼、銅、アルミニウムの金属の業界や耐火物やセラミックス業界では今までに必要な標準物質を作ってきているので、おおむね次の状況にある。

- ・現状で特に困っていることない。国内的には問題があるようには思っていない。
- ・今後の問題は、標準物質の更新の時に考えていけばよい。

他方、最近になって用途が広がりつつあるチタン、マグネシウム、ファインセラミックスの業界や、新しい材料の評価規格が作られつつあるプラスチック業界、評価基準の共通化を進めようとしている臨床化学の業界では必要な標準物質を開発したいとの意欲が高い。

両者に共通に次の要望がある。

- ・新しい標準物質の立ち上げは多額の予算を要するので国の予算をお願いしたい。

3. 3. 3 計量標準のグローバル化の中での学協会の標準物質について

計量標準に関わるグローバル化の中での我が国の学協会の標準物質については次のような意見があった。

- ・ファインセラミックスセンター：協会だけで標準物質の開発を進めるとプライベートな標準物質になり、「国家認証標準物質」ではないので、ISOに提案していくときに立場が弱い。
- ・日本分析化学会：ISOガイド30シリーズに従った認証標準物質を作ればよい。「国家認証」に拘る必要はない。その上で、基幹比較に参加して国際的に認めて貰えばよい。

3. 3. 4 学協会の標準物質の国立試験研究所等との関係

国立試験研究所等の関与はいろいろであるがおおまかには次のようになる。国立試験研究所等が全く関与していないケースは少ない。なお、国立試験研究所等が関与している場合でも、その学協会のすべての標準物質についてということではない。

(1) 国立試験研究所等と学協会が共同で値付けした標準物質

日本分析化学会の標準物質（資源環境技術総合研究所が値付けに参加）

日本鉄鋼連盟の標準物質（金属材料技術研究所が値付けに参加）

日本チタン工業協会（金属材料技術研究所が値付けに参加）

化学技術戦略推進機構の標準物質（物質工学工業技術研究所が値付けに参加）

ファインセラミックスセンターの標準物質（NMIJが参加）

日本セラミックス協会の標準物質（名古屋工業技術研究所が値付けに参加）

医療・福祉振興協会の標準物質（CCQMの基幹比較にNMIJと協力して参加）

(2) 標準物質の立ち上げ時には国立試験研究所等が関与した標準物質

石油学会の標準物質（立ち上げ時は公害資源研究所、化学技術研究所が値付けに関与）

日本ゼーゲルコーン協会のゼーゲルコーン（昔の東京工業試験所の技術が基盤）

日本粉体工業技術協会の標準試料（昔の機械試験所の技術が基盤）

製品評価技術基盤機構の容量分析用標準物質（昔の大阪工業試験所の技術が基盤）

(3) 現時点で国立試験研究所等と無関係な標準物質
セメント協会研究所の標準物質

耐火物技術協会の標準物質

日本伸銅協会の標準物質

4. 国立試験研究所等における標準物質関係の研究の調査

4. 1 産業技術総合研究所内の調査のまとめ

必要な標準物質の範囲はアンケートの分類にあるように非常に広く、また、信頼出来る標準物質の生産はその分野の専門家でなければ出来ないということがあるので、産業技術総合研究所の計測標準部門の現在の研究者だけではとてもカバーしきれないことは明白である。そこで、計測標準部門以外を対象に標準物質関係の研究シーズを調査した。

調査結果を、標準物質への関わりを基準に次のようにA、B、C、Dにグループ分類した。

(A) グループ：標準物質（含標準試料）あるいは標準生物を供給している。

岩石標準試料、標準生物、標準試料炭

このグループの標準物質の生産・頒布（あるいは配布）は然るべき予算により、現在運営されている。岩石標準試料は長期的には整備計画の中に入れられる標準物質と考えられる。標準生物は特許生物寄託センターの一部の生物を対象にしている。標準試料炭は13年11月から石炭エネルギーセンターの業務を引き継いだものであり、完全にオープンには標準試料を供給していない。

(B) グループ：標準物質開発研究に相当する研究を

行った、あるいは行っている。

高純度金属薄膜（シリコン-28同位体薄膜）、ナノ・インデンテーション用ガラス状炭素、ファインセラミックス（炭化ケイ素並びに窒化ケイ素）の化学分析用標準物質、陶磁器原料の標準物質、E S R測定機器の分解能チェックのための標準物質、光沢度標準物質、球状単結晶合金、サーマルリサイクルのための熱天秤測定用プラスチック標準物質、表面がびかびかなダイヤモンド薄膜、人工心臓評価用のマイクロカプセル模擬血液、微小材料の機械特性、高分子・プラスチックの固体動的粘弾性測定用標準物質、界面まで密度の一般的なシリコン酸化膜、生分解性プラスチック

このグループの物質についてはいろいろな進捗状況にあるが、いずれも候補標準物質を作る前の段階までである。これらの大部分の研究は標準以外の予算で行われてきた。認証標準物質とするには、さらに、候補標準物質の作成、特性値の測定、均質性評価、不確かさの評価と認証が必要であり、かなりの予算と時間を必要とする。従って、標準物質を作成することが研究の目的の中に含まれている場合でなければ、この段階でストップしてしまう。標準物質を研究の成果にする研究予算を充実させて、その予算で研究を完成して貰う必要がある。

(C) 測定法のJ I S化を検討中

フロン等の代替物の標準ガス

(D) 専門分野の特徴をご教示していただいたもの。

ペプチド、次世代半導体における標準物質、光技術分野の標準材料、色標準

なお、大部分は化学分野の標準物質が対象になっているが、物理分野の標準物質も幾つか入っている。

4. 2 国立試験研究所等における調査のまとめ

次の国立研究所と独立行政法人試験研究所をヒアリングした。

独立行政法人製品評価技術基盤機構、独立行政法人国立環境研究所、独立行政法人食品総合研究所、独立行政法人 物質・材料研究機構 材料研究所、国立医薬品食品衛生研究所

これらのうち、標準物質を頒布しているのは、製品評価技術基盤機構、国立環境研究所、医薬品食品衛生研究所の3所である。製品評価技術基盤機構は11品目の容量分析用標準物質の値付け（校正）をしている。現状はISOガイド34に適合する生産者とは言えないので、現在、「適合化」に向けての準備を進めている。国立環境研究所は今迄に22品目の環境用標準物質（標準試料）を作成した。国立環境研究所の担当者は実質2名程度であり、標準物質の予算が僅かである。医薬品食品衛生研究所は約200品目の薬局方標準品がある。

食品総合研究所は国立環境研究所の標準物質の値付けに参加しているが、研究所としては標準物質を作成していない。材料研究所も鉄、アルミニウム、銅、チタン等の金属関係の産業界の協会の標準物質の値付けに参加しているが、研究所としては標準物質を作成していない。材料研究所では分析関係の研究者の減少により分析出来る項目が減少してきている。

医薬品食品衛生研究所を除いた研究所は、計測標準部門以外の産業技術総合研究所の研究グループと同じような立場にあり、標準物質の作成が業務になってはいない。しかし、今後はそれぞれの専門分野の標準物質の整備に協力を求めていくべきであり、協力して予算の獲得に努めるべきと考える。

5. おわりに

我が国の標準物質の現状と問題点が見易くなるように標準物質調査の全体のまとめとして表を作成した。

以上が今回の調査の概要ですが、詳細は報告書をお読み下さい。報告書はまだ残部がありますので、希望される方には送ります。

新標準物質の紹介「海底質標準物質」(NMIJ CRM 7301-aおよび7302-a)

独立行政法人産業技術総合研究所
高津 章子

(1) はじめに

独立行政法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター(NMIJ/AIST)では、2種類の海底質標準物質(NMIJ CRM 7301-aおよび7302-a)の開発を終了し、頒布を開始した。この2つの標準物質は、底質やそれに類似したマトリックス試料中のブチルスズ化合物(7301-a)または微量元素濃度の定量(7302-a)において、分析の精度管理や分析方法・分析装置の妥当性確

認に用いることを目的としている。開発は、値付け方法の開発から認証値の算出まで産総研計測標準研究部門が担当し、所外の委員を含むNMIJの認証委員会で認証した。60gガラスビン入りで頒布を行っている。以下にその概要を紹介する。

(2) 「NMIJ CRM 7301-a 海底質 (ブチルスズ分析用)」

本標準物質は、北部九州地方の湾内にて採取した底泥(底質)を、風乾し、粉碎後、104 μ mのふるいを通

過したものを混合した後、びん詰めしたものである。内分泌攪乱化学物質として関心を集めているトリブチルスズをはじめ、ジブチルスズ、モノブチルスズの3種類のブチルスズ含有率を認証した。認証値は、2つの一次標準測定法での測定結果を重み付け平均して決定した。測定法の組み合わせは、Sn-118同位体を用いる同位体希釈ーガスクロマトグラフィー誘導結合プラズマ（ICP）質量分析法および同位体希釈ーガスクロマトグラフィー質量分析法である。本標準物質の認証値とその不確かさを表1に示した。

なお、取り扱い上の注意点としては、-20℃で遮光して保存する必要がある。また、本標準物質は滅菌されていないため、国内での使用を原則とする。

(3)「NMIJ CRM 7302-a 海底質（有害金属分析用）」

本標準物質は、北部九州地方の湾内にて採取した底泥（底質）を、風乾し、粉碎後、104 μ mのふるいを通過したものを混合した後、びん詰めし、滅菌のためガンマ線照射を行ったものである。アンチモン(Sb)、ヒ素(As)、カドミウム(Cd)、コバルト(Co)、銅(Cu)、鉛(Pb)、モリブデン(Mo)、ニッケル(Ni)、銀(Ag)、スズ(Sn)、亜鉛(Zn)の11元素の含有率を認証した。認証に際しては、一次標準測定法である同位体希釈ICP質量分析法を中心に複数の測定方法を値付けに用いた。同位体希釈質量分析法の適用ができないAs、Coについては、ICP質量分析法など3つの異なる測定方法を用いた。認証値と不確かさは表2に示した。

(4) 国際相互承認に向けて

近年の国際整合化に伴い、標準物質についても国際相互承認の枠組み（Global MRA）が決められた。そのルールは各国の標準研究所が自身の技術能力について国際比較により同等性を示し、その能力によって値付けされた標準物質（認証値）を登録し、相互承認するというものである。NMIJは開発した2物質に関連した国際度量衡委員会／物質質量諮問委員会（CIPM/CCQM）の国際比較にすでに参加済みであり、現在、これらの標準物質の国際相互承認へ向けて準備を進めている。

本標準物質をみなさまの分析値の信頼性向上のためにお役立ていただければ幸いです。

〔付記〕

本標準物質の頒布申し込み先

独立行政法人 産業技術総合研究所

計量標準総合センター

計量標準管理部 標準供給保証室

〒305-8563 茨城県つくば市梅園1-1-1

電話：0298-61-4026

頒布価格

NMIJ CRM 7301-a（60g入り）41,900円＋送料（クール便）

NMIJ CRM 7302-a（60g入り）35,900円＋送料

表1 NMIJ CRM 7301-a 認証値と不確かさ

	認証値 (mg/kg as Sn)
トリ n-ブチルスズ	0.044 ± 0.004
ジ n-ブチルスズ	0.056 ± 0.006
モノ n-ブチルスズ	0.058 ± 0.013

表2 NMIJ CRM 7302-a 認証値と不確かさ

元素	認証値 (mg/kg)
Sb	1.22±0.05
As	22.1 ± 1.4
Cd	1.32 ±0.04
Co	12.4 ± 1.5
Cu	57.8 ±2.3
Pb	82.7 ± 3.8
Mo	1.98 ±0.24
Ni	25.8 ±1.2
Ag	0.49 ±0.02
Sn	18.5 ±0.8
Zn	401± 16



写真 NMIJ CRM 7301-aおよび7302-a

(社) 日本分析化学会が開発した標準物質—1999年以降の開発を中心に

社団法人 日本分析化学会
技術顧問 坂田 衛

1. はじめに

このところ、産業界の、主として製造部門における手順の標準化がISO 9000, ISO 14000に準拠しての認定のかたちでさかんに実施されているが、分析試験を実施している場についてはさらにそのラボの製品であるデータの生産現場の信頼性の認定、ISO 17025に基づくいわゆるラボ認定にまで事態は進んで来ている。これに対応するための手間というものは決して容易なものではないであろうけれども、試験分析結果の客観性の確立のため、また今後必ず起こるであろうあるラボの選別に対処し、勝ち残るためには通らなければならない関門であろう。

そしてその試験データの客観性の確保のためには、信頼性ある標準物質の使用は不可欠である。標準物質の供給元としては米国政府 (NIST, National Institute for Standard and Testing) がその種類の豊富さにおいて世界にぬきこんでいる。しかし、欧州諸国及び日本でもそれぞれ特色のあるものが供給されている。わが国で化学分析に対応するものとしては日本鉄鋼協会の鉄鋼標準は早くから著名であり、(独) 産業技術総合研究所はその前身の工業技術院各研究所時代以来、鉍石 (地質調査所)、粘度標準 (計量研) などの特色ある標準物質を頒布している。また (独) 国立環境研究所は環境分析用として底質、頭髮、玄米などに含まれる特定成分の濃度を認証し、標準物質としている。さらに、化学物質評価研究機構 (旧称化学品検査協会) 認証の標準ガスなりpH標準液なども著名である。

このような動きの中で、日本分析化学会では1993年に、分析の信頼性評価に関する専門家を集めて分析信頼性委員会を組織し、分析信頼性に関する内外の動向の把握と検討を綿密に行い、また信頼性評価技法の周知と向上のために講習会、セミナー、ワークショップなどの諸事業の開催を精力的に進めてきた。そして同時に学会の手による化学分析用標準物質の開発も積極的に推進している。1993年に頒布を開始したLSI用二酸化ケイ素 (ウラン、トリウムの含量について濃度3レベル、JAC 0011, 0012, 0013) 以来、LSI用高純度アルミニウム (ウラン、トリウムの含量について濃度3レベル、JAC 0021, 0022, 0023, 1996年) 及び河川水 (Cdなど16元素の含有率、無添加・添加の2レベル、JAC 0031, 0032, 1996年) を続けて供給してきた。とはいえ、当学会の社会的使命からいえば、これはまだささやかな序章であったといえよう。

2. 分析化学会開発標準物質の特色

これまで標準物質といえば、どちらかといえば、純度や物性の基準となるような純物質が多く開発されてきた。しかし、環境問題のグローバルな展開の中で、微量成分の分析の重要性は極めて大きいものとなってきている。環境調査の現場においては微量成分を対象とする組成標準物質への期待はますます強くなっている。

学会ではこの点に着目し、1999年に開発を開始した微量金属成分分析用の褐色森林土及び火山灰土標準物質、続いてダイオキシン類分析用の焼却炉フライアッシュ標準物質2種類ならびに森林土標準物質2種類、そして農薬成分 (シマジン、ディルドリン) 分析用の土壌標準物質2種類、引き続きダイオキシン類及びPCB同族体分析用河川底質標準物質と、各種の組成標準物質を次々と開発、頒布を開始した。そして2002年7月現在、ダイオキシン類及びPCB同族体分析用海域底質、金属成分分析用河川水標準物質の開発を進めている。後者の河川水標準物質は上記の1996年開発に開発した河川水標準物質が好評のうちに品切れとなりかけているのでその継続となるものである。

3. 標準物質の開発手法

ここで、2000年来、頒布を開始している最近開発の標準物質について紹介をしたい。

当学会の標準物質の作製は次のようにして実施される。

まず、標準物質の種類と成分について分析信頼性委員会で目標が設定され、これを開発するための手法を企画し、実施する小委員会 (または開発委員会) が組織される。そのメンバーは開発対象物質及び認証対象成分ごとにその専門家を中心に選ばれる。

小委員会 (開発委員会) は、標準物質原料の採取地点、採取方法、標準物質調製方法、分析手順、データ解析法などを審議決定し、具体的に事業を推進し、認証値の決定まで責任を負う。諸般の情報から目標成分の濃度差があるような適地を選び (この段階で予備分析を行うことがある)、それぞれのところで原料を所定量採取する。これを協力工場へ運んで精製・混合・粒度調整 (土壌などの場合) 等を実施し、均質化を行う。再び予備分析 (成分分析、粒度分布測定など) を行い、均質化が達成されていることを確認して調製品についての対象成分分析の共同実験に入る。

分析共同実験は学会会員である有力な試験機関の参

加を得て、上記のように作製された均質化試料を配布して実施される。一つの標準物質の開発における参加試験機関の数は少なくとも15以上を目標としている。しかし、特定の技術や特殊な標準試料を要するような場合にはこれに達しないこともある。これまでのところ、最少10、最多33、通常20前後である。

共同実験において参加機関が採用する分析手法は、水や土壌中の金属成分の場合は特に指定はしない。いろいろな分析手法が採用されていることが信頼性を高めるからである。しかし、微量成分の分析においては最先端のある分析手法の採用例が多くなるのはやむを得ないことであろう。一方、ダイオキシンや残留農薬などの場合は、抽出・クリーンアップ及び検出の手法の基本は公的に統一されているので、それに従うことになる。しかし、そのプロセスに問題があると思われるときは、改良法と公定法を共同実験で比較検討し、改良法による分析結果を採用する例（底質中PCB）もある。

収集された分析結果は、ロバスト法で処理して異常と思われる数値を除去した後、更に開発委員会で問題がないかが検討され、その後通常の統計手法で平均値、メディアン、室間標準偏差、U95%（採用データの平均値の不確かさ）などを計算し、平均値±U95%を認証値とする。

学会（分析信頼性委員会）は開発された標準物質について、認証書を作成するとともに、詳細な開発報告書を作成する。前者は頒布標準物質に附属し、後者は希望者に実費で頒布している。

また、新規標準物質の開発については、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の委託によるものが多い。この場合、当学会はあらためて共同実験を組織し、委託事業で開発された技術を適用して頒布用標準物質を作製している。

4. 標準物質の紹介

- (1) 金属成分分析用褐色森林土標準物質 JSAC 0401
金属成分分析用火山灰土標準物質 JSAC 0411

北九州市域の山林の森林土、及び宮城県の山中の清浄な火山灰土黒ボク土を原料とした。（森林土については工場で成分添加を行っている。）これらを標準物質として調製し、カドミウム、鉛等の11元素の、土壌中含有率及び水溶出濃度について認証値が得られている。

この共同実験では、金属元素の土壌中含有率の測定については分析方法を規定しなかった。このため、吸光光度法、原子吸光法、ICP-AES、ICP-MS、あるいは金属有機化合物誘導体化-GC法などの多彩なラボ分析手法のほか、中性子即発γ線分析、中性子放射化分析、光量子放射化分析も適用された。溶出水中濃度については水質環境基準に係る環境省告示に従うよう分析方法を統一した。

分析対象成分は、11元素を含めること以外は規定しなかった。このため、放射線利用の測定法やICP-AESならびにICP-MS手法を取った機関からは、多くの元素の土壌中の含有率について報告がなされたが、1元素当りの報告数が少なく、信頼性の判定に問題が生じた。そこで、これらについては異常値除去の操作を行わず、単純な平均値の算出にとどめ、参考として表示することとした。以下に認証値及び参考を示す。

褐色森林土標準物質 JSAC 0401の認証値

	含有率 mg/kg-dry	所間標準偏差	採用データ数	溶出濃度 mg/L	所間標準偏差	採用データ数
Cd	4.25 ± 0.41	0.71	14	0.200 ± 0.024	0.024	14
Pb	26 ± 4	7.7	16	(0.132)		16

Cr*	50.4 ± 5.1	11.9	22	(0.160)		9
As	10.62 ± 0.65	1.3	17	(0.043)		12
Se	0.27 ± 0.05	0.08	9	(0.007)		5
Be	5.28 ± 0.35	0.58	13	0.20 ± 0.02	0.03	10
Cu	15.3 ± 1.3	2.6	17	0.15 ± 0.03	0.04	14
Zn	66.8 ± 2.7	5.4	18	0.26 ± 0.09	0.15	14
Ni	18.9 ± 1.3	2.1	12	0.11 ± 0.01	0.02	10
Mn	266 ± 9	20	20	8.7 ± 0.8	1.3	14
V	65.0 ± 2.6	4.5	14	(0.16)		12

*：溶出濃度はCr*についての値

() 内数値：参考値。U59%が平均値の20%を超えるもの。平均値のみを示した。

参考：Al, Ba, Ce, Co, Cs, Eu, Fe, Hf, K, La, Lu, Rb, Sb, Sc, Si, Sm, Ta, Tb, Ti, U, Yb の含有率。数値省略。

火山灰土壌標準物質 JSAC 0411の認証値

	含有率 mg/kg-dry	所間標準偏差	採用データ数	溶出濃度 mg/L	所間標準偏差	採用データ数
Cd	0.274±0.023	0.019	5	(0.001)		3
Pb	18.9 ±2.6	4.8	16	(0.005)		5
Cr*	23.5 ±1.8	3.8	20	(0.014)		5
As	11.3 ±0.5	0.9	16	(0.024)		4
Se	1.32 ±0.27	0.38	9	(0.003)		5
Be	1.04 ±0.23	0.40	14	(0.01)		5
Cu	26.7 ±1.1	2.0	15	(0.014)		6
Zn	64.6 ±2.0	4.2	19	(0.045)		8
Ni	11 ±1	2	13	(0.004)		6
Mn	943 ±28	59	20	0.39±0.03	0.05	14
V	68.6 ±3.5	6.5	16	(0.01)		2

*：溶出濃度はCr⁶⁺についての値

()内数値：参考値。U59%が平均値の20%を超えるもの。平均値のみを示した。

参考：Al, Ba, Ce, Co, Cs, Dy, Eu, Fe, Gd, Hf, K, La, Lu, Mo, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Ta, Tb, Th, Ti, U, Ybの含有率。数値省略。

標準物質調製機関

環境テクノス (株)

共同実験参加機関 (50音順)

金沢大学理学部、川鉄テクノリサーチ (株)、(株) 環境管理センター、環境テクノス (株)、(株) 関西総合環境センター、(株) 九州テクノリサーチ、京都府立大学農学部、栗田工業 (株)、鋼管計測 (株)、国立環境研究所、(株) コベルコ科研、住友金属テクノロジー (株)、(株) 住化分析センター、中央大学理工学部、中外テクノス (株)、(株) 東海テクノリサーチ、東京都立大学大学院、東京農業大学、東北大学農学部、都立産業技術研究所、(株) ニッテクリサーチ、(株) 日鐵テクノリサーチ、日本原子力研究所東海研究所、(株) 日本分析センター、ノーステクノリサーチ (株)、三菱マテリアル資源開発 (株)、武蔵工業大学工学部

が国において規制・監視されている対象と完全に一致している。現在、ダイオキシン類分析用の組成標準物質は世界的に見ても数は多くない。米国NISTのカタログや、世界の標準物質を網羅している英国LGC (Laboratory of the Government Chemist) のリストを見ると、ダイオキシンやPCBに関する組成標準物質はいくつか記載があるが、しかし上記の環境監視の面から見るとその認証成分の選択はランダムであり、かつ成分数が非常に少ないことがわかる。こういった点から考えると、日本分析化学会の開発したこのダイオキシン類分析用フライアッシュ標準物質は、組成標準としては認証成分の豊富さ、適切さからいって、世界有数のものであるといえよう。

認証値を以下に示す。(一部省略)

(2) ダイオキシン類分析用焼却炉フライアッシュ標準物質 JSAC 0501 (高濃度)

同

JSAC 0502 (低濃度)

原料はいずれも首都圏に所在する一般廃棄物焼却炉のフライアッシュである。認証対象成分は、2,3,7,8位に塩素置換のあるPCDD (ポリクロロジベンゾ-p-ジオキシン) 及びPCDF (ポリクロロジベンゾフラン) の異性体17種類、PCDD及びPCDFそれぞれの四塩素化同族体合計、五塩素化同族体合計、六塩素化同族体合計、七塩素化同族体合計及び八塩素置換体、並びにノンオルト体及びモノオルト体コプラナーPCBの12種類である。つまり、国際的に毒性等価係数が確定し、我

フライアッシュ標準物質の認証値

	成分名	JSAC 0501			JSAC 0502		
		認証値 ng-g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	認証値 ng/g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N
PCDD	2,3,7,8-TeCDD	0.0507 ± 0.0044	0.0080	15	0.0130 ± 0.0017	0.0031	16
	1,2,3,7,8-PeCDD	0.447 ± 0.036	0.070	17	0.0895 ± 0.0092	0.0172	16
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	1.154 ± 0.095	0.184	17	0.191 ± 0.016	0.029	15
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.75 ± 0.23	0.44	17	0.889 ± 0.068	0.123	15
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.81 ± 0.18	0.34	16	0.597 ± 0.032	0.058	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	26.2 ± 2.3	4.5	17	12.31 ± 0.85	1.60	16
	OCDD	41.6 ± 3.2	6.2	17	27.4 ± 2.0	3.7	16
PCDF	2,3,7,8-TeCDF	0.268 ± 0.020	0.039	17	0.0722 ± 0.0067	0.0121	15
	1,2,3,7,8-PeCDF	0.608 ± 0.061	0.117	17	0.311 ± 0.024	0.043	15
	2,3,4,7,8-PeCDF	0.881 ± 0.076	0.147	17	0.355 ± 0.028	0.051	16
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	1.35 ± 0.14	0.27	17	0.637 ± 0.066	0.124	16
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	1.53 ± 0.13	0.26	17	0.687 ± 0.066	0.124	16
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.172 ± 0.028	0.051	15	0.103 ± 0.019	0.032	14
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	3.37 ± 0.27	0.53	17	1.359 ± 0.071	0.129	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	9.06 ± 0.79	1.52	17	4.13 ± 0.39	0.73	16
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	1.70 ± 0.22	0.42	17	1.27 ± 0.10	0.20	16
	OCDF	6.72 ± 0.49	0.95	17	8.65 ± 0.79	1.48	16
	成分名	JSAC 0501			JSAC 0502		
		認証値 ng-g-dry	SD	N	認証値 ng/g-dry	SD	N
Coplanar PCB	3,3',4,4'-TeCB(#77)	0.178 ± 0.018	0.031	14	0.149 ± 0.018	0.033	16
	3,4,4',5'-TeCB(#81)	0.131 ± 0.009	0.015	14	0.1031 ± 0.0081	0.0140	14
	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	0.117 ± 0.031	0.051	13	0.115 ± 0.017	0.031	15
	2,3,4,4',5'-TeCB(#114)	0.0457 ± 0.0074	0.0116	12	0.0481 ± 0.0049	0.0089	15
	2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	0.106 ± 0.018	0.029	12	0.096 ± 0.017	0.032	16
	2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	0.0270 ± 0.0031	0.0046	11	0.0235 ± 0.0030	0.0057	16
	3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	0.226 ± 0.014	0.03	16	0.161 ± 0.013	0.024	16
	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	0.198 ± 0.047	0.088	16	0.1173 ± 0.0073	0.0126	14
	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	0.0884 ± 0.0884	0.0152	15	0.0799 ± 0.0086	0.0156	15
	2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	0.0703 ± 0.0098	0.0162	13	0.0418 ± 0.0050	0.0090	15
	3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	0.187 ± 0.017	0.032	16	0.1100 ± 0.0086	0.0155	15
	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB(#189)	0.178 ± 0.013	0.025	16	0.129 ± 0.011	0.021	16
Hom.	PCDD 合計	143 ± 12	22	17	95.6 ± 5.6	10.5	16
	PCDF 合計	63.2 ± 16	9.4	17	38.3 ± 2.6	4.9	16

標準物質調製機関

環境テクノス (株)

共同実験参加機関 (50音順)

(株) 荏原総合研究所 (0502のみ)、愛媛大学農学部 (0501のみ)、(財) 化学物質評価研究機構、(株) カネカテクノリサーチ (0502のみ)、川重テクノサービス (株)、(株) 環境管理センター、(株) 環境ソルテック (旧 (株) タクマ)、(財) 九州環境管理協会、(株) 九州テクノリサーチ (0502のみ)、鋼管計測 (株)、国土環境 (株) (旧 新日本気象海洋 (株))、(独) 資源環境

総合研究所水圏環境保全部、(株) 島津テクノリサーチ、(株) 住化分析センター (0501のみ)、中外テクノス (株)、東和科学 (株)、(株) ニッテクリサーチ、(株) 日鐵テクノリサーチ、(財) 日本食品分析センター、(財) 日本品質保証機構、福岡県保健環境研究所 (0501のみ)、(株) ユニチカ環境技術センター

(3) ダイオキシン類分析用森林土標準物質 JSAC 0421 (低濃度)
同 JSAC 0422 (高濃度)
山地周縁にある関東地方中都市の一般廃棄物焼却炉

に近い山林で、落ち葉等を取り除き、地表から3 cm程度の深さまでの層をとって高濃度用原料、3~10 cmの層をとって低濃度用原料とした。これらは湿った土壤中105℃・2時間乾燥における含水率は約55 %とかなり高かった。

工場では土壌をひろげて植物・瓦礫などを取り除いた後、風乾した。かきまぜ、打砕などの作業を頻繁に繰り返して行っても水分が15 %を切るには1ヶ月以上を要

した。水分13 %に達した後、篩い分け、ポットミル粉碎、再篩別、大型攪拌機による混合によって細粒化と均質化を行い、粒度分布測定とCu等金属4元素の分析によって均質化を確認した。

ダイオキシン類（コプラナーPCBを含む）の認証対象成分は前項のフライアッシュ標準物質と同じである。認証値は次表の通り。（一部省略）

森林土標準物質の認証値

	成分名	JSAC 0421			JSAC 0422		
		認証値 pg-g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	認証値 pg/g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N
PCDD	2,3,7,8-TeCDD	1.46 ± 0.23	0.40	14	4.51 ± 0.62	1.12	15
	1,2,3,7,8-PeCDD	9.0 ± 1.4	2.5	15	25.3 ± 3.3	5.9	15
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	8.43 ± 0.96	1.73	15	26.6 ± 2.6	4.6	14
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	19.4 ± 1.6	2.9	15	54.1 ± 4.5	8.1	15
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	22.2 ± 2.4	4.1	14	49.6 ± 4.5	8.1	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	135 ± 16	30	15	384 ± 39	68	15
	OCDD	682 ± 60	108	15	1721 ± 142	256	14
PCDF	2,3,7,8-TeCDF	11.3 ± 1.4	2.5	15	35.2 ± 4.0	7.3	15
	1,2,3,7,8-PeCDF	16.8 ± 2.5	4.5	15	56.5 ± 7.9	14.2	15
	2,3,4,7,8-PeCDF	18.8 ± 2.1	3.8	15	59.3 ± 6.6	11.9	15
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	22.5 ± 2.3	4.1	15	67.6 ± 9.2	16.5	15
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	23.2 ± 2.3	4.2	15	75.1 ± 7.7	13.8	15
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.12 ± 0.73	1.16	12	5.04 ± 0.59	0.87	10
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	32.2 ± 3.5	6.0	14	107 ± 10	18	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	96 ± 10	19	15	320 ± 32	57	15
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	12.9 ± 1.0	1.8	14	38.8 ± 3.7	6.5	14
	OCDF	75.0 ± 9.5	17.1	15	221 ± 23	41	15
	成分名	JSAC 0421			JSAC 0422		
		認証値 pg-g-dry	SD	N	認証値 pg/g-dry	SD	N
Coplanar PCB	3,3',4,4'-TeCB(#77)	100 ± 13	23	14	266 ± 28	50	15
	3,4,4',5'-TeCB(#81)	9.5 ± 1.3	2.3	14	31.4 ± 3.1	5.3	14
	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	205 ± 24	41	14	520 ± 48	88	15
	2,3,4,4',5'-TeCB(#114)	9.4 ± 1.8	3.0	13	24.0 ± 3.6	6.2	14
	2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	543 ± 51	88.4	14	1249 ± 84	146	14
	2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	20.0 ± 3.4	5.6	13	45.6 ± 4.7	8.2	14
	3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	38.1 ± 5.5	9.5	14	110 ± 11	19	14
	2,3,3',4,4',5-HxCB(#156)	104.0 ± 9.2	15.9	14	261 ± 15	27	15
	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	39.3 ± 3.4	5.5	13	100.4 ± 6.8	11.8	14
	2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	56.7 ± 4.9	8.2	13	130.6 ± 8.3	14.3	14
	3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	12.00 ± 0.96	1.52	12	34.5 ± 1.5	2.4	12
	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB(#189)	21.6 ± 2.4	4.1	14	60.3 ± 5.0	8.6	14
Hom.	PCDD 合計	1584 ± 150	270	15	4458 ± 440	787	15
	PCDF 合計	1002 ± 110	195	15	3365 ± 370	670	15

SD：所間標準偏差、 N：採用データ数

標準物質調製機関

環境テクノス (株)

共同実験参加機関 (50音順)

(財) 化学物質評価研究機構、金沢大学工学部、(株) 環境管理センター、(財) 九州環境管理協会、鋼管計測 (株)、工技院資源環境技術総合研究所 (旧称、現 (独) 産業技術総合研究所地圏資源環境研究部門)、(株) 島津テクノリサーチ、新日本気象海洋 (株) (旧、現 国土環境 (株))、(株) 住化分析センター、(株) 東レリサーチセンター、東和科学 (株)、(株) ニッテクリサーチ、(財) 日本食品分析センター、(財) 日本品質保証機構、福岡県保健環境研究所

(4) 農薬成分分析用土壌標準物質

JSAC 0441 (シマジン、ディルドリン)

同 JSAC 0442 (シマジン、ディルドリン)

土壌中の残留農薬の分析における標準試料として開発したもので、対象農薬としては現在使用例の高い窒素系農薬としてシマジンを、また使用を禁止されて30年以上も経過しているが、残留性の塩素系農薬としてディルドリンを選んだ。

土壌の採取は、首都圏の農業研究機関と相談し、シマジン用については数カ所のゴルフ場向け芝栽培地から芝ごとサンプルを採取した。ディルドリン用についてはいくつかの候補地をえらんで土壌サンプルをとり、予備分析をした結果、現在の農耕地からはディルドリンは検出されなかったが、ある旧農地で現在遊休地となっているところからディルドリン残留土壌を採取することができた。

標準試料の調製については、当初、採取土壌を清浄な土壌を希釈用として用いて濃度調整を行い、シマジン及びディルドリンそれぞれについて高濃度及び低濃度のものを得ることを計画していた。(シマジンとディルドリンをともに含有する土壌は現実問題として存在しない。) しかし、それでは分析試料数が多くなること、原料土壌の量も大きくなることから、計画を変

更した。つまり、芝栽培地土壌にはシマジンが含まれるがディルドリンは検出されない。また、遊休地土壌にはディルドリンは検出されるが、シマジンは散布されていない。そこで、この二つの土壌を混合し、その混合比を変えることによって各成分について濃度差のある土壌試料を作ることとした。従ってこの二つの調製品は、どちらの成分も高濃度または低濃度とはならず、ある成分が高濃度で他の成分が低濃度という組み合わせとなる。

採取後、芝及び土壌は工場へ送られ、芝は数日乾燥後叩いて落とした土を原料とし、土壌は直ちに、いずれも篩分けた。この段階で異物除去を行った後、温度湿度を一定条件に調節した建屋内にひろげて乾燥を行った。約70日の乾燥後、ボールミル粉碎、篩分け、攪拌ミキサーによる混合で、均質化を行った。調製品の認証値は次の通りである。

標準物質調製機関

環境テクノス (株)

共同実験参加機関 (50音順)

(財) 化学物質評価研究機構、(株) 化学分析コンサルタント、川鉄テクノリサーチ (株)、(株) 環境管理センター、(株) 環境ソルテック、環境テクノス (株)、(財) 九州環境管理協会、(株) 九州テクノリサーチ、鋼管計測 (株)、国土環境 (株)、(財) 残留農薬研究所、(株) 島津テクノリサーチ、(株) 住化分析センター、(株) 東海テクノリサーチ、(株) 日曹分析センター、(株) ニッテクリサーチ、日本エコテック (株)、(財) 日本食品分析センター、(社) 日本植物防疫協会研究所、(財) 日本品質保証機構、ノーステクノリサーチ (株)、北興化学 (株)

(5) ダイオキシン類及びPCB同族体分析用河川底質標準物質 JSAC 0431

同 JSAC 0432

土壌標準物質の認証値

成分	JSAC 0441			JSAC 0442		
	認証値	SD	N	認証値	SD	N
シマジン	92 ± 14	28	19	28.2 ± 5.0	11	20
ディルドリン	76 ± 14	29	19	221 ± 24	44	16
	ng/g-dry			ng/g-dry		
溶出シマジン	4.96 ± 0.18	0.79	21	1.33 ± 0.18	0.39	21
	μ g/L			μ g/L		

SD：所間標準偏差、 N：採用データ数

ダイオキシン類分析用標準物質に、フライアッシュ、森林土壌に続く環境試料として河川底質をとりあげた。また、その認証内容を従来のポリ塩素化ジベンゾ-p-ジオキシン (PCDDs)、ポリ塩素化ジベンゾフラン (PCDFs) 及びコプラナーPCB (CoPCBs) の他に、1~10塩素化ビフェニル (PCBs) の塩素数別同族体を加えた。ここまですべてを網羅した認証標準物質はおそらく世界初のものといえよう。

環境調査専門家の助言により、中部地方のある中小河川を選び、数カ所から底質を予備的にサンプリングしてPCB総量を測定し、その結果から濃度レベルに差のある2地点を選んで原料底質を採取した。採取した底質は現地付近で約2週間天日乾燥し、塊状化したのち、工場へ送られた。

工場では、打砕、段階的篩い分けを繰り返し、また異物除去を行った。この段階である程度の風乾が行われるが、細粒化した原料をさらに温度湿度を調整した建屋内で乾燥した。

含水率が10%以下になったことを確認後、篩分け、ボールミル粉碎、攪拌式ミキサーあるいはV型ブレンダー (量による使い分け) による混合を行い、均質化をはかった。均質化したものは粒径分布測定、組成分析によって均質性を確認し、共同実験に供した。

共同実験におけるダイオキシン類の測定はこれまでと同様な手法で問題なく実施されたが、PCB同族体の測定については以下のような経過となった。

(1) 小委員会 (開発委員会) において、現行の公定法、すなわち試料をはじめにKOH/エタノールで80℃-1

時間の加熱処理し、PCBを遊離したのちヘキサン抽出に入る、いわゆる加熱アルカリ分解法は、PCBの脱塩素反応を誘発する。とくにそれは高塩素置換体において著しい、という報告がある、との指摘があった。

(2) これに対して加熱をしないアルカリ分解法、すなわち室温アルカリ分解法の適用が提案された。ただし手法は以下のように2種類であった。

① 試料のアセトン抽出を行い、抽出液を濃縮したのちKOH/エタノール液に加え、常温で1時間放置し、以後公定法と同じくヘキサン抽出処理をする。

② 試料をトルエンでソクスレー抽出を行い、抽出液を乾固寸前まで濃縮した後、濃縮物をエタノールに転溶し、これをKOH/エタノール液に加え、常温で1時間放置し、以後公定法と同じくヘキサン抽出処理する。

(3) 公定法を加えたこの3種類のPCB抽出法の比較検討のための共同実験が新たに組織され、8機関よりデータが提出された。

(4) 分析値としては、3方法のうち、上記②の、トルエン抽出-室温アルカリ分解法によるものが、塩素数3以下のPCBに高い値となり、他の同族体は他の2法とほぼ同等 (もしくは低くない) という結果であったので、この方法によるPCB濃度を認証値として採用し、現行公定法によるものは参考として扱うこととした。

河川底質標準物質の認証値

	成分名	JSAC 0431			JSAC 0432		
		認証値 pg/g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N	認証値 pg/g-dry	所間標準偏差 SD	採用データ数 N
PCDD	2,3,7,8-TeCDD	1.36 ± 0.11	0.19	14	1.94 ± 0.18	0.31	14
	1,2,3,7,8-PeCDD	7.71 ± 0.45	0.81	15	10.71 ± 0.73	1.26	14
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	12.31 ± 0.48	0.83	14	17.41 ± 0.87	1.36	13
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	28.9 ± 1.2	2.2	16	41.9 ± 2.2	4.0	15
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	23.9 ± 1.3	2.4	15	36.1 ± 2.7	4.8	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	702 ± 41	73	15	1022 ± 68	117	14
	OCDD	12010 ± 480	835	14	16400 ± 1100	2000	15
PCDF	2,3,7,8-TeCDF	12.01 ± 0.92	1.60	14	19.5 ± 1.3	2.1	13
	1,2,3,7,8-PeCDF	15.6 ± 1.5	2.8	15	22.2 ± 2.8	5.0	15
	2,3,4,7,8-PeCDF	17.2 ± 1.3	2.5	16	23.6 ± 1.8	3.2	15
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	27.4 ± 1.3	2.5	16	37.7 ± 2.1	3.7	15
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	24.4 ± 1.0	1.9	16	34.1 ± 1.7	3.0	15
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.27 ± 0.30	0.50	13	3.39 ± 0.56	0.87	13
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	36.7 ± 3.4	6.3	16	49.2 ± 4.9	8.8	15
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	142 ± 11	21	16	196 ± 18	31	14
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	22.0 ± 2.0	3.7	15	30.1 ± 2.7	4.5	13
	OCDF	254 ± 12	23	16	343 ± 23	41	15

	成分名	JSAC 0431			JSAC 0432		
		認証値 pg-g-dry	SD	N	認証値 pg/g-dry	SD	N
Coplanar PCB	3,3',4,4'-TeCB(#77)	6020 ± 430	780	15	9110 ± 580	1000	14
	3,4,4'5'-TeCB(#81)	149 ± 12	19	13	220 ± 14	22	12
	2,3,3',4,4'-PeCB(#105)	3850 ± 300	530	15	5880 ± 470	840	15
	2,3,4,4',5'-TeCB(#114)	311 ± 47	81	14	404 ± 83	150	15
	2,3',4,4',5'-PeCB(#118)	9600 ± 1100	1700	16	13800 ± 1100	1940	14
	2',3,4,4',5'-PeCB(#123)	220 ± 36	65	15	320 ± 53	91	14
	3,3',4,4',5'-PeCB(#126)	64.4 ± 6.2	11.3	15	101 ± 10	17	15
	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#156)	812 ± 70	127	15	1170 ± 120	210	15
	2,3,3',4,4',5'-HxCB(#157)	212 ± 23	39	14	304 ± 32	50	13
	2,3',4,4',5,5'-HxCB(#167)	328 ± 33	60	15	474 ± 46	80	14
	3,3',4,4',5,5'-HxCB(#169)	6.52 ± 0.91	1.58	14	8.7 ± 1.1	1.8	13
	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB(#189)	61.3 ± 6.9	10.8	16	86.1 ± 7.6	13.7	15
Hom.	PCDD 合計	14440 ± 600	1090	16	19700 ± 1300	2300	15
	PCDF 合計	1440 ± 75	136	16	2009 ± 99	179	15

	成分名	JSAC 0431			JSAC 0432		
		認証値 ng/g-dry	SD	N	認証値 ng/g-dry	SD	N
PCB 同族体	1 塩素化ビフェニール	0.91 ± 0.16	0.19	8	1.31 ± 0.24	0.29	8
	2 塩素化ビフェニール	76 ± 19	25	9	106 ± 22	27	8
	3 塩素化ビフェニール	486 ± 64	84	9	790 ± 170	220	9
	4 塩素化ビフェニール	340 ± 29	38	9	517 ± 40	47	8
	5 塩素化ビフェニール	66.3 ± 6.0	7.8	9	104.7 ± 6.6	7.9	8
	6 塩素化ビフェニール	24.7 ± 1.3	1.2	6	36.4 ± 3.6	4.6	9
	7 塩素化ビフェニール	8.48 ± 0.38	0.46	8	11.5 ± 1.1	1.5	9
	8 塩素化ビフェニール	1.94 ± 0.15	0.17	7	2.72 ± 0.28	0.30	7
	9 塩素化ビフェニール	0.257 ± 0.023	0.027	8	0.344 ± 0.015	0.018	8
	10 塩素化ビフェニール	0.069 ± 0.011	0.013	8	0.0904 ± 0.048	0.0057	8
	計	1003 ± 87	113	9	1530 ± 160	190	9

SD：所間標準偏差、 N：採用データ数

標準物質調製機関

環境テクノス (株)

共同実験参加機関 (五十音順)

A. ダイオキシン類

(株) 荏原総合研究所、(株) カネカテクノリサーチ、川重テクノサービス (株)、九州テクノリサーチ、(株) 環境管理センター、(株) 環境ソルテック、鋼管計測 (株)、(株) 島津テクノリサーチ、国土環境 (株)、中外テクノス (株)、東和科学 (株)、(株) ニッテクリサーチ、(株) 日鐵テクノリサーチ、(財) 日本食品分析センター、(財) 日本品質保証機構、(株) ユニチカ環境技術センター

B. PCB同族体前処理法比較試験

(株) カネカテクノリサーチ、川重テクノサービス、

(株) 環境管理センター、鋼管計測 (株)、(株) 島津テクノリサーチ、中外テクノス (株)、(株) ニッテクリサーチ、(財) 日本食品分析センター

5. おわりに

(社) 日本分析化学会がこの10年間に開発した標準物質のうち、最近のものについて紹介した。これは、金属成分分析用土壌標準物質以来、その記号・番号の付け方をそれ以前に開発されたものとは変えていることからみられるように、調査方法、データ解析方法がある一貫した考え方で進めているのが大きい理由である。また、共同実験方式をとっているため、試験機関が実験に参加しやすいことを考慮すると、開発対象は現在ではどうしても需要が強い環境分析用のものとな

る。ここしばらくはその傾向で進展するであろう。

日常業務多端な中にもかかわらず、これらの共同実験にご参加頂いた多くの分析機関には甚大な謝意を表するものである。

なお、開発の終了した標準物質の情報は独立行政法

人製品評価技術基盤機構（NITE）の標準物質総合情報システム（RMinfo）にも登録されている。

これらの標準物質群ができるだけ多くの分析機関で愛用されることを願いつつ。

標準物質協議会見学会報告

大連理工大学 客員教授
高橋 昭

本年2月19日（火）午後、埼玉県北葛飾郡杉戸町所在の（財）化学物質評価研究機構 東京事業所の見学に訪れた。ここは昨年10月に移転した敷地面積18,000㎡、延べ床面積6,700㎡の規模をもち、それまでの墨田区東向島に比べて敷地面積で約10倍、延べ床面積で約2倍のスペースとなった新しい施設である。

そしてこの拡張を機に最新の分析機器を導入するとともに、従来からの高分子技術部門、環境技術部門、化学標準部門、クロマト技術部門に加えて、化学物質の安全性に関する基礎研究を行う部門、すなわち化学物質安全部門と安全性評価技術研究所の2部門が新設されている。

以下に見学内容の一端を報告する。

当日は48名が参加し、まず東京事業所鮫島所長から歓迎のお言葉を受け、続いて当協議会久保田会長が見学訪問のご挨拶を述べられた。

1. 意見交換会

見学に先立ち意見交換会があり、経済産業省 産業技術環境局 知的基盤課 酒井技官から、国家標準物質の新しい供給スキームについて、その必要性、検討課題と今後の対応などについて最近の状況についてお話を伺った。

1999年10月に締結されたグローバルMRA（各国の国家計量標準の同等性を確保するための国家計量標準研究所－我が国は産総研・計量標準総合センターの相互承認協定）に基づき、各国の計量標準を登録する作業が進められている。これに対応して我が国の国家標準物質のトレーサビリティ体系も国際的な基準に合わせて整合性がとれるように整備する必要がある、そのための新しい供給スキームの構想などについてご説明があった。

2. 見学会

その後東京事業所管理部高橋次長から、配付された資料等に基づいて当事業所の組織、担当業務、施設の概要などについてご説明を受けたのち、4つのグルー

プに分かれて、高分子技術部門、環境技術部門、化学標準部門の3部門を見学した。

2. 1 高分子技術部門

ゴム・プラスチックなどの高分子材料及びその製品について、加工試験、物性試験、衛生試験、化学分析等を行うとともに、さらに製品事故の原因究明も含めた総合的評価試験を実施している。

当研究機構が最初ゴム製品検査協会として発足した経緯からもわかるように、最も古い歴史を持つ部門であり、永い歴史と経験に裏付けられた技術を有している。例えばゴムの試験に当たっては、まず試験素材のゴムの製造からスタートし、これについて上記各種試験を実施しておられるとのことであった。このように「ものを造って破壊まで」を一貫して行うことにより、高分子材料の性能向上を一層効率的に進めることができると感じた次第である。なおこのように素材の製造から始める体制をとっているところは当研究機構だけの由。

なお新しく導入あるいは更新された機器としてはデジタルマイクロスコープ：ズーム式150万画素CCDカメラと高解像度モニター及びデジタルカメラで構成され、高分子材料の表面状態を分解、切断、加工することなくモニター画面上に表示するとともにプリントアウトでき、またパソコンに取り込むことができる装置で、ゴムのオゾンクラック成長などの経時的観察に活用されている。

HDT試験装置：工業材料、電気絶縁材料、包装材料など高分子材料の昇温時における機械的性質を評価する装置で、材料の使用限界温度の判定など、様々な評価が可能な由。

自動TR試験器：引き延ばした試験片を-70℃に冷却し、等速昇温させて試験片が弾性を回復して元の状態に収縮する能力を測定して、ゴム材料の低温特性の評価に用いる測定器。

ICP発光分光分析装置：原子吸光法などの台頭によって一時は下火になった発光分光分析法であったが、ICP法の出現によって復権、急速に発展した。

その理由は

- (1) 溶液試料を使用することができるため、固体試料に比べて標準試料の調製が容易であり、また分析精度も向上する。
- (2) 多くの元素に対する検出能力が p p b レベルと極めて高感度である。
- (3) プラズマのドーナツ状の穴に試料が導かれ、その滞留時間が比較的長いことから、従来の発光分光分析と違って化学干渉が少ない。
- (4) 自己吸収が少なく、検量線の直線範囲が 5 ～ 6 桁にも及び、いわゆるダイナミックレンジが極めて広い。

などによる。

当事業所では、高分子材料に含まれるカルシウム、アルミニウムなど無機添加剤の定量や、鉛、カドミウムなどの不純物またはアンチモン、ゲルマニウムなどの重合触媒の残留物として含まれる微量有害性金属の定量に用いられている。

2. 2 環境技術部門

技術系は三つの課からなり、水質及び土壌の分析業務を担当する技術第一課は水質及び土壌の分析を担当し、水質汚濁防止法等で定められた工場排水の試験をはじめとして、河川水の実態調査や外因性内分泌攪乱化学物質（いわゆる環境ホルモン）、農薬、界面活性剤等の定量分析を行っている。また素材や製品を加熱したときに発生するガスの定性、定量分析も行っている由。

試料液体の容器は、試料保存中に変質しないよう、材質面からだけでなく構造面からも工夫されたものが用いられていた。

技術第二課は大気汚染防止法に定められた汚染物質及び悪臭防止法に定められた物質の測定方法を行うと同時に、労働安全衛生法に定められた作業環境測定、ホルムアルデヒド等の室内環境測定など大気に関する幅広い測定業務に携わっている。

現場での気体試料の直接捕集法としては、従来からの方法に加えてキャニスター法も用いられているとのことであった。キャニスターは特殊内面処理したステンレス製の容器で、これを真空引きしたあと試料大気を吸引採取する。環境基本法に基づく大気中のベンゼン、トリクロロエチレン等の測定に関する告示（平成 9 年）においては、キャニスターによる試料採取が併記されている。そのほか吸着剤の入った採取管に吸引して捕集する固体捕集法その他にも対応できる体制がとられている。

技術第三課は、化学兵器禁止条約（これに対応する国内法は「化学兵器禁止法」）に対応して遺棄化学兵器の処理等に関連した業務に携わり、そのほかダイオキシン類の分析を担当している。

化学兵器禁止条約関連では、毒性化学物質に関する海外調査、分析方法の調査研究、さらに各種データベースの構築を実施している。

ダイオキシン類の分析業務は国、自治体、企業からの受託、依頼を受け、対策措置法の対象施設である廃棄物焼却炉等の排ガス、ばいじん、排水の分析のほかに、河川水、底質、土壌等の分析が行われており、これに対応した前処理室及び機器分析室が設置されている。

以下に見学させていただいた各試験室について記す。

前処理室及び機器分析室は、工場排水、環境水、土壌、大気等の各試料をはじめとする計量証明に関わる業務に対応する試験室であり、「試験室」と「天秤室」、「酸分解室」、「クリーンルーム」及び「器具洗浄室」の 5 つのエリアで構成され、目的に適合した前処理が行えるように配慮されている。そしてここで前処理された試料を機器分析室でそれぞれの目的に応じた分析装置で定量が行われる。

機器分析室には、ガスクロマトグラフ（GC）関連では、

GC/FID, ECD, NPD, FPD, TCD, AED

GC/MS, MS/MS, (EI, CI-POS, NEG)

などの装置が備えられている。ダイオキシン類の分析で用いる GC/MS は高分解能（10000 以上）の電場・磁場二重収束形のものである。ガスクロマトグラフ分析では、カラムはキャピラリー、メガボア、バックドが用いられ、試料導入法としてはスプリット方式、スプリットレス方式*、オンカラム注入方式* などが利用できるようになっている。なお* は、ダイオキシン類測定方法の JIS（K 0311, K 0312）に記載されている方式である。

また液体クロマトグラフ（HPLC）関連では、

HPLC/UV, RI, FL, DAD

HPLC/MS, MS/MS (FAB, ESI, APCI-POS, NEG)

などの分析装置が設備されている由。

VOC 試験室

水質汚濁防止法においては有害物質として 23 種類が定められ、その中にはベンゼン、四塩化炭素、トリクロロエチレンなど 10 種類の揮発性の有機化合物が記載されているが、一方、これらを含む 20 種類の物質の測定方法の J I S（JIS K 0125 用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法）が 1995 年に制定されている。これらの物質は一般に V O C s (volatile organic compounds) と略称されているが、当事業所には V O C 試験室が設置されており、水中だけでなく大気中、あるいは新築住宅等から発生するこれらの有害物質の測定を行っている。

試験室は、試験室自体からの化学物質の発生を防ぐ

ため、壁や床はVOCフリーの施工、すなわち塗料などを使用しない工法がとられ、コンタミネーションを防いで精度を高めているとのことである。なお分析はガスクロマトグラフ・質量分析計（GC/MS）が活用されている由。

2. 3 化学標準部門

環境汚染を防止する目的で多くの排出基準、環境基準が定められているが、その達成、改善を確かめるためには濃度測定が必要である。しかも基準を超えたときには罰則を伴う場合もあるので高精度の分析が不可欠であり、そのためには信頼性の高い標準ガス、標準液による測定機器の校正が必要となる。当部門はこれらの標準物質の開発・供給に関わる業務として、

- ・計量法トレーサビリティ制度に基づく指定校正期間として特定標準物質の製造と特定二次標準物質の校正（値付け）
- ・認定事業者によって値付けされた実用標準物質の濃度信頼性試験
- ・各種ガス、試薬の純度分析、不純物分析等を行っている。

ガス関連は技術第一課が担当し、最大秤量30kg、感量1mgの精密天秤を用い、質量比混合法で特定標準ガスを製造し、この特定標準ガスを基準として認定事業者の特定二次標準ガスへの値付けを行っている。

標準ガスの濃度も年々より低濃度のものが要求され、それに対応して例えば一酸化窒素、二酸化硫黄は0.05ppmも実現しているとのこと、また保存用高压容器（ボンベ）も、以前は内面の研磨技術が十分でなかったため金メッキ処理した時代もあったが、現在は電解研磨によって内面が鏡のようになるまですべすべに磨くことが可能になり、ガス吸着を激減できるようになって研磨アルミニウムのものが用いられるようにな

り、同時に価格も大変やすくなったとのことをお話を伺った。そしてこれら2種類のボンベを縦に切断したものによって内面を見せて下さった。

分析機器としては、一酸化炭素計（NDIR）、磁気式酸素計（ダンベル利用の磁気力方式）、UV蛍光方式の二酸化硫黄計（フルスケール10～100ppb）など多数の最新鋭機器が設置されていた。

標準液関係は技術2課が担当し、pH標準液、銅、カドミウムなどの金属標準液、フッ化物イオン、硝酸イオン標準液などの陰イオン標準液、ジクロロメタン、クロロホルム標準液などの有機標準液の値付けを実施している。

分析機器としては、高精度pH計、自動滴定装置、イオンクロマトグラフ、ガスクロマトグラフ、高速液体クロマトグラフ及びこれらと質量分析計と組み合わせた機器、原子吸光光度計などが活用されている。

また既に供給が行われている標準物質（標準ガスと標準液）一覧表及び2010年までの整備計画案の資料が配付され、ご説明を受けた。

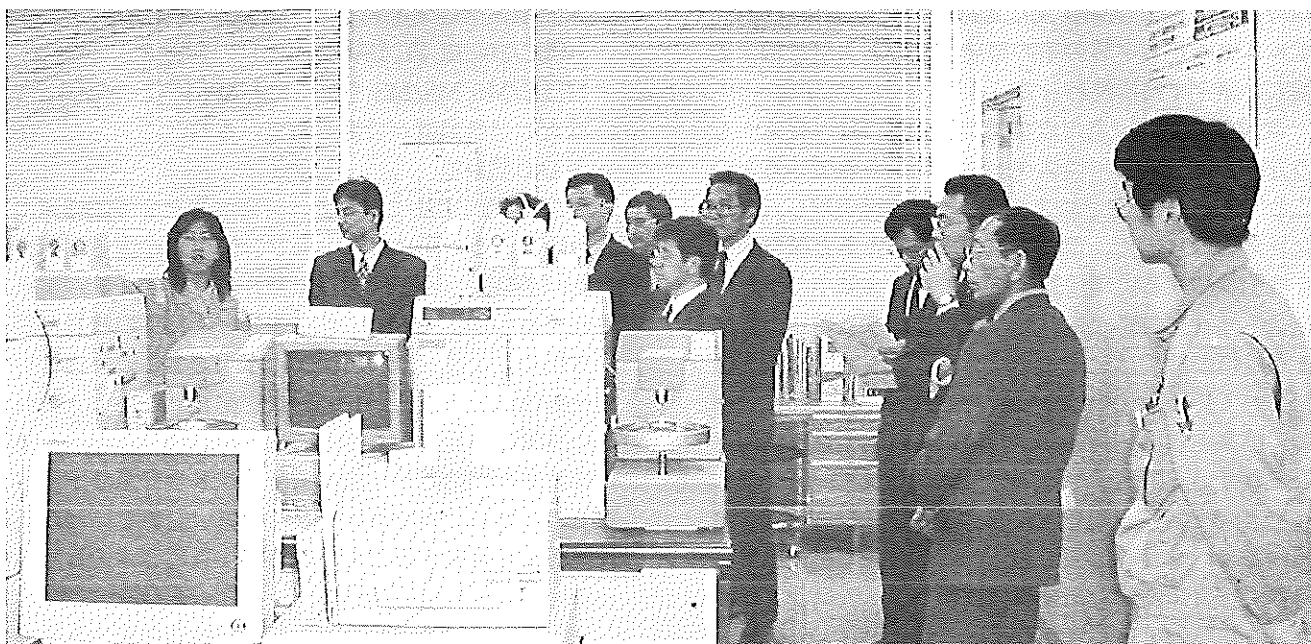
参 考 資 料

- 1) CERI NEWS No.32 (2001 Jan.)
- 2) CERI NEWS No.33 (2001 Apr.)
- 3) CERI NEWS No.36 (2002 Jan.)

その他当日配布資料

3. 懇親会

見学会が終わったあとは懇親会が開かれ、杯を酌み交わしながら懇談した。これがまた情報交換の場にもなり、大変有意義な一日であった。そして事業所の幹部はじめご担当のスタッフの皆さんのきめ細かい配慮に深く感謝申し上げながら退出した。



試験室見学風景

PITTCON参加報告

財団法人化学物質評価研究機構

松本 保輔

開催期間 平成14年3月17日～22日

開催場所 米国レイジアナ州ニューオリンズ市
モリアル・コンベンションセンター

世界最大規模を誇る分析化学と応用分光学及び科学機器・装置の展示会のための第53回ピッツバーグ・コンフェレンスがニューオリンズ市モリアル・コンベンションセンターで6日間にわたって開催されました。今回、参加する機会を得ましたのでご報告致します。

ピッツコン（ピッツバーグ・コンフェレンスを略してこう呼ぶが、この方が一般的：以下 PITTCONと記載する）は、1950年に米国ピッツバーグ市で少数の科学者のグループがホテルの会議室に集まり、専門的知識・技術とアイデアを交換したことから始まったといわれている。次第に規模を大きくしながら、ピッツバーグ市、クリーブランド市、アトランタ市、シカゴ市等の都市で開催されてきた。PITTCONは、現在でも分析化学者や分光学者が一堂に会し、科学者自身の知識を高める場でもあり、専門知識やアイデアを交換する場でもあります。これに参加するには参加登録料が必要で事前登録が65ドル、当日登録が130ドルです。登録すると首に付けるネームカードが発行され、それをかけていると自由に会場の出入りができます。

PITTCONの概要は、

- ・ 1,200を越す企業、研究機関、行政機関が3,300以上のブースで展示する。
- ・ 2つの大会講演、17のSymposia、2つのワークショップの開催。
- ・ Technical Program としてAccreditation（認定）、Agriculture（農学）、Atomic Spectroscopy（原子分光）、Calibration（校正）など54のWorkshop、Technical Sessionの開催。
- ・ 23の新製品フォーラムの開催。
- ・ 90のShort Courses と呼ばれる講習会の開催。
- ・ Science Week として小中学生及びその教師を対象としたWorkshopの開催。

などで、同時に同一会場で行われます。

モリアル・コンベンションセンターの展示会場は、1階にあり、フロア面積は、約33,000m²、縦横1:6の細長い空間である。内部は、100Aisles（通路）から100番ずつ増えて7,300Aisles まであり、通路の間隔は、6～7mありました。従って、展示会場の大きさは、お

およそ縦75m、横450mと推定されます。また、その展示会場に沿った形で幅約40mのロビーが続いており、このロビーには、レストラン、カフェ、IVBC（International Visitor/Business Center）、ニューオリンズ観光の受け付けデスク、レストランの予約、宅配便の発送、お土産などのコーナーなどがありました。また、ロビーの数箇所には期間中毎日発行される無料のカラー版新聞Pittsburg Conference Today が置かれ、機器等の宣伝の他、前日の講演会の話題などを掲載しており、参加者が自由に貰えるようになっていた。

建物全体では、縦100m以上、横500m以上ではないかと思われた。横をゆっくり直線で歩くと7～8分程度であった。当初は、全体の様子が把握できていなかったので入り口（100Aisles）側から順に見学していたがとても効率的な方法ではない。しかし、第1日目は、非効率的でもとりあえず全てのブースを見て回ろうと思い、休憩を取りながら1日かけて見学した。2日目以降は、プログラムの巻末についている平面図と出展者リストを照らし合わせて目的のブースの位置を確認してから見学することにした。筆者は、標準物質、高速液体クロマトグラフ（LC）、ガスクロマトグラフ（GC）、滴定装置などをターゲットにして見学した。

会場内には、TRAMという小さな6～7人乗りの電気自動車が決められた駐車場で人を乗降させながら走り回っており、老人（企業、大学、政府機関等のOBと思われる人が非常に多く見受けられた）や遠くのブースへ移動する人のために便宜を図っていた。

日本あるいはその海外の子会社からの出展は、確認できた範囲で

DAISO CO LTD. (LC用カラム)
GL SCIENCES, INC. (LC用カラム)
HAMAMATSU CORPORATION (ランプ、光検出器)
HITACHI INSTRUMENTS INC. (LC、LC/MS)
HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENTS (SEM、EDS)
HORIBA INSTRUMENTS INC. (パーティクルカウンター)
JASCO INC (分光機器 UV/VIS/NIR)
JEOL USA, INC (SEM、TEM、FT-NMR)

MATHESON TRI-GAS INC.
(Specialty Gas 周辺機器)

MITSUBISHI CHEMICAL AMERICA INC. (LC用カラム)

NICHIRYO AMERICA INC.
(Digital Pipette)

OLYMPUS AMERICA INC. (マイクロスコープ、デジタルカメラ)

RIGAKU/MSI INC. (X線回折、蛍光機器)

S. A. S. CORPORATION (LC用脱気装置、ポンプ、バルブ)

SHIMADZU SCIENTIFIC INSTRUMENT INC (UV、蛍光分光計)

SHISEIDO CO LTD (LC用カラム)

SHOWA DENKO AMERICA INC. (LC用カラム)

SOMA OPTICS, LTD (分光計)

S. T. JAPAN INC. (分光機器、FT-IR)

TOSOH BIOSEP LLC (LC用カラム)

YMC CO., LTD. (LC用カラム)

の21社(全展示企業1200の1.8%)であったがブースには日本人担当者より、現地の人が目立ち日本企業という気がしなかった。

標準物質、特に標準液及び標準ガスを展示しているブースにはほとんど立ち寄りました。

米国NIST (National Institute of Standards and Technology) は、向かい合わせで3コマづつ6コマの大きなスペースで標準液の展示や標準物質の説明などを行っており、常時、3~4人が待機していた。また、NISTのコマの中だったように記憶していますがBIPM (Bureau International des Poids et Mesure: 国際度量衡局) が2人の職員を待機させ、BIPMの役割や活動の広報を行っていた。また、各国の標準研究所が参加しているkey comparison (各標準研究所の同等性を確認する基幹比較) のdatabase についてパンフレットを配りながら説明を行っていたので筆者の組織も標準ガスの分野でCCQM (国際度量衡委員会/物質質量諮問委員会) のkey comparison に参加していると伝えておきました。

英国LGC (Laboratory of the Government Chemist) のブースは、NISTのブースと背中合わせの位置で1コマの小さなものでした。

Fisher Scientificの大きなコマの中に日本でも有名なSPEXの標準液を展示していました。ここは、米国でも有名なのかかなり多くの人が足を止めていました。

MATHESON TRI-GASは、日本酸素(株)

の系列会社でCalibration Standards, (日本風というと標準ガス) や高压容器、その他標準ガス発生装置、フローメーター、圧力調整器等周辺機器を10コマ使って展示していました。

また、日本の社団法人日本分析機器工業会がロビーの一角にコーナーを設置し、2002 JAIMA SHOW (2002 分析展) の広報を行っていた。PITTCONには、アジア各国からも大勢の科学者が集まるので今から分析展への参加を呼びかけ国際的なイベント (PITTCONに匹敵するような) に育てようとする意気込みが感じられました。ただ、入り口から一番遠いところに位置していたので注目度は、それほど大きくなく、少々残念な気がしました。

PITTCONは、日本の分析展とは異なり、EXPOSITION (博覧会) との立場をとっており、分析機器メーカーのみならず分析機関、校正機関、標準物質製造者、試験・研究用試薬を扱う民間企業なども出展しています。また、PITTCONでは、大型の機器も設置されていますが特に多いということではなく、1コマだけの部品メーカーやガラス器具だけというブースも多くあり、全体的には分析展のように女性が映像などを用いて機器の解説を行うような派手さはなくどちらかというと地味で展示者と参加者のコミュニケーションを大切にするような雰囲気が漂っていました。また、展示場内には酒類なども販売されているのでコミュニケーションがはずむ原因の一つになっているようでした。

日本も機器展から分析展へ名称を変更したのを機に分析のインフラである標準物質やそれを用いて試験結果を生み出す分析測定機関なども出展できるようになれば一歩PITTCONに近づくのではと現地での様子を見て思いました。改善されることを期待したいと思います。

展示会場の2階は、Ballroom と呼ばれる大会議室と40の小会議室がならんでいて前述した各種のWorkshop、講演会が開催されていました。私が参加したCITAC-NCSLI Joint Workshop もこの小会議室の一つで開催されました。また、100Aislesより入り口の方の一角では、連日ポスター発表が行われていました。

最後に来年のPITTCONは、3月9日から14日までフロリダ州オーランド市で開催される予定で、すでに会場内に登録を受け付けるコーナーがあり、こんなに早くから来年に向けての準備が始まっているのを見て感心しました。

編集後記

標準物質を取り巻く、国内及び海外の最新情報を掲載することが出来、ご執筆頂きました皆様に心から感謝しています。

また、次回発行は3月を予定していますので、ご購入の皆様からのご意見、ご投稿をお待ちしております。

〒345-0043

埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番

(財)化学物質評価研究機構内

標準物質協議会

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

E-mail : wakatsuki-shoji@ceri.jp