Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan

CERI NEWS

No.48 2005 January

巻頭言

分析値の同等性と標準物質開発

独立行政法人 産業技術総合研究所　計測標準研究部門
副部門長　千葉光一

人間活動、とりわけ生産と物流、環境と安全がグローバル化・ボーダレス化したことに伴い、その効果を評価する分析化学の分野においても、分析値の同等性やトレーサビリティが注目されるようになった。しかるべき分析を行えば、誰でも正しい分析結果を得ることができ、何処で測定した分析値であってもその結果は等価である、ということが求められるようになってきた。これらの要求は一見当然のことのように思われるが、実際には非常に難しい課題である。単に分析を行っているだけでは必ずしも正しい値が得られないことは、分析を専らにする者にとっては常識と言ってもよい。

すべての人が安心して分析値を利用できるようにするためには、その信頼性を担保するシステムが必要である。試験・測定方法を規格化・標準化するための文書標準（Document Standards)、分析機関の能力を評価するための試験所の標準、即ち試験所認定（Accreditation)、そして科学的根拠に基づいて分析結果を評価するための計測標準、即ち標準物質（Reference Materials)、これら三つの標準が一体となって初めて分析値を確実なものにするためのシステムが機能する。文書標準に関してはISO、IEC、学協会などが、また、試験所認定に関しては国際試験所認定機構（ILAC）のもと㈱製品評価技術基盤機構（NITE）などの認定機関がそれぞれの標準化に向けた活動を行っている。

一方、標準物質に関しては、メートル条約の基で国際度量衡委員会物質量諮問委員会（CIPM/CCQM）が中心となり、化学計量（Metrology in Chemistry）における同等性とトレーサビリティについて議論が行われている。測定の“目盛”となるpH標準、標準液、標準ガスなど、あるいは測定法や分析値の評価を行うための組成標準（材料標準物質、環境標準物質など)、さらには、安全と安心を支える臨床化学や食品分析についても、CCQMを通じて国際的な標準化の活動が進められている。

化学計量の同等性とトレーサビリティは標準物質を介して確保される。そのため、標準物質の整備は世界的にも重要かつ緊急の課題として認識されている。しかし、標準物質は対象とする範囲が広く、特に、実用レベルでは多種多様な標準物質を整備することが求められる。同時に、それら実用標準物質から一次標準物質へのトレーサビリティを確立して、国際的にも同等性が確保された標準物質体系として整備することが必要である。まさに、産官学の連携によりニーズ志向型の実用標準物質を積極的に整備し、さらに標準研究分野との連携によってSIトレーサブルな標準物質を開発していくことが不可欠なテーマである。今後、関連する分野が広く連携することによって、日本におけるトレーサブルな標準物質体系を整備し、国際的な同等性を確保するための体制を構築することが重要である。

CERI 財団法人 化学物質評価研究機構

CONTENTS

●巻頭言
「分析値の同等性と標準物質開発」
独立行政法人 産業技術総合研究所　計測標準研究部門　千葉光一
●本機構の活動から
・第23回所内研究発表会開催
●特集１（環境技術部門）
・OPCW中央分析データベース認定作業部会における活動
・ダイオキシン類測定法JISの改正
・循環型社会形成に関する動向
・水道法改正にともなう動向
・簡易専用水道検査について
・技術報告　アオコの神経毒アナトキシン-aの分析
●特集２（化学標準部門）
・標準物質の新たな供給体制の構築に向けて
・海外出張報告
・試験法紹介　光触媒材料の空気浄化性能試験方法について
●学会活動報告
●編集後記

本機構の活動から

第23回所内研究発表会開催

昨年10月29、30日の両日、新装となりました久留米事業所の他事業所職員へのお披露目も兼ねて、第23回所内研究発表会を久留米事業所において開催しました。この発表会は、毎年10月最後の金曜日と土曜日に行われ、7月に行われる公開研究発表会とは別の、当機構内部関係者を対象とした非公開のものです。今回の参加者は約120名で、技術顧問の小林邦男先生、当機構参与で化学物質のリスク評価では著名な中舘正弘先生にも参加していただきました。

発表会場は、久留米事業所の大会議室で、発表資料はパソコンから天井設置型プロジェクターを利用してスクリーンへ投影され、非常にわかりやすく見やすいものでした。

口頭発表は、各部門の最新の研究成果が2日間で16題発表され、研究目的、今後の展開等について盛んな質疑応答が交わされました。

第1日目の口頭発表後、例年どおりポスター発表が行われ、業務に関連した内容の発表が10題、CNC（Create the New Century in CERI）活動に関する発表が12題の計22題発表されました。発表終了後、懇親会が久留米事業所の職員も多数参加して行われました。日ごろ会う機会の少ない他事業所の職員との情報交換等が行われるなど和やかに歓談しました。

2日目の発表終了後、他事業所の職員への久留米事業所お披露目（見学会）が行われ、新しい建物、設備、分析機器等をパネルで示しながら久留米事業所の職員から説明を受けました。

来年度は、東京事業所での開催が予定されています。

（企画・赤木）

写真１　機構内研究発表会

写真２　機構内研究発表会

特集１（環境技術部門）

OPCW中央分析データベース認定作業部会における活動

１．これまでの経緯

包括的な化学兵器の禁止を目的とした化学兵器禁止条約（Chemical Weapons Convention：CWC）が1997年4月29日に発効し、オランダ王国のデン・ハーグに化学兵器禁止機関（Organisation for the Prohibition of Chemical Weapons：OPCW）が設立されています。当機構では条約準備段階の1993年から経済産業省（当時通商産業省）の要請を受け、同条約機関の設立準備委員会の日本代表団をサポートする分析専門家として、職員を同条約にかかわる専門家会合等に派遣してきました。加えて、CWCに不可欠な検証分析に関係する調査研究を行ってきました。条約発効後はOPCW中央分析データベースの構築にかかわる条約機関への技術的貢献をはじめ、CWCにかかわる分析関連課題に対する国内対応に取り組んでいます。今回、第20回OPCW中央分析データベースのアップデートのためのバリデーショングループ（データベース認定作業部会）会合に日本代表として出席しましたのでその概要を報告します。

２．データベース認定作業部会の概要

同作業部会は設立準備委員会時の専門家によるタスクフォース会合から引き継がれ、条約発効後の1998年7月に発足しており、主要締約国からノミネート、OPCW技術事務局に承認された専門家で構成されています。

議長はオランダTNO-プリンスマウリッツ研究所のEric Wils博士、現在は欧米を中心とする14か国17機関の26名がメンバーになっています。各メンバーは四つのデータタイプ（MS、GCRI、RI及びNMR）ごとに分かれたサブグループのいずれか又は複数に所属することになっており、これまで我が国からは当機構の花岡がMSとGCRIの二つのサブグループを兼任していましたが、平成16年8月の第19回会合から新たに和田がGCRIのメンバーとしてグループに加わることになりました。

同作業部会の主な活動としては、①各国分析機関から提供されたスペクトルデータ等が検証分析において不可欠なOPCW中央分析データベース（OCAD）に登録するに十分な品質であるかどうかを評価すること、②OCADにかかわる技術的課題についての検討を行い、技術事務局をサポートすることです。①については、提供されたデータが承認される手順を図1に示しました。②の課題例としては、承認の判定基準の設定、異なる分析機関において異なる分析装置、分析条件で測定されたデータの変動をどのように取り扱うか、スペクトルデータを電子化する場合の形式、登録する化合物の名称をどのように統一するかなどの議論が行われています。

OPCWでは科学諮問委員会（Scientific Advisory Board）の下にいくつかのワーキンググループが設立されていますが、バリデーショングループはこれらとは独立しており、OPCWにおいても設立準備委員会から継続して最も長く、精力的に取り組まれている作業部会の一つです。

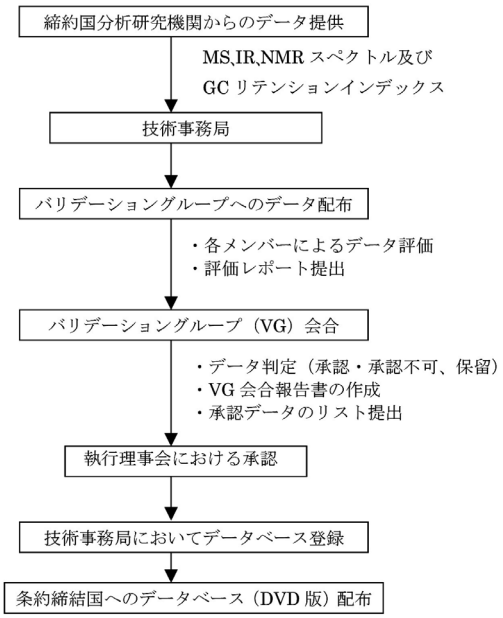


図1　OPCW中央分析データベースにおけるデータ承認手順

3．第20回バリデーショングループ会合の概要

2004年12月7日及び8日にOPCW本部において第20回OPCW中央分析データベースのアップデートのためのバリデーショングループ会合が開催され、オランダ、フィンランド、米国、英国、中国、日本、ポルトガル、スウェーデン及びチェコの9か国から14名が出席しました。我が国からは当機構の花岡（MS）及び和田（GCRI）が出席しました。今回の会合ではスイス、日本、米国及びチェコの機関から提供された109物質のMSデータとフランス及び日本の機関から提供された63物質のGCRIデータが各サブグループにおいて評価されました。また、米国NIST（National Institute of Standards and Technology）のGary Mallard博士から紹介された物質の構造式から検索を行うシステムのOCADへの導入が提案されました。

4．当機構による国際貢献

今回の会合において第19回会合（2004年8月）の際に当機構が提供しました条約規定の表2剤（化学兵器剤の原料物質等）及び表剤として条約には規定されていない暴動鎮圧剤等のマススペクトル及びリテンションインデックスの19のデータが承認されました。これらのデータは次回の執行理事会（Executive Council）で承認された後OCADに登録されることになります。

これまでに24機関がデータの提供を行っていますが、当機構では同作業部会へのメンバーの派遣に加え、1997年、1999年及び今回の3回にかけて化学剤の分解物等のデータ提供を行ってきました。OPCW中央分析データベースに登録されていますデータ数と当機構がこれまでに提供し、承認されましたデータ数は表1のとおりです。

今後も経済産業省のご指導のもと、OPCWへの国際貢献を行うとともに、本業務を通じて技術事務局や各国の試験研究機関との連携を深め、国内における検証分析、化学テロ、旧軍化学剤問題に対応できる基幹となる分析機関の一つとして取り組んでいきたいと考えます。

表1　OPCW中央分析データベース（Ver.7）に登録されているデータ数

データの種類	総データ数	当機構提供データ
赤外スペクトル（IR）	710	4
質量スペクトル（MS）	2,603	6 （15）
核磁気共鳴スペクトル（NMR）	1,391	-
保持指標（GCRI）	2,275	39 （49）

（　）第20回VG承認データを含む

写真1　OPCW本部にて撮影

なお、本業務は経済産業省製造産業局化学兵器・麻薬原料等規制対策室のご指導のもと受託事業「化学兵器禁止条約表剤物質研究調査」の一環として実施しています。

（環境・花岡、和田）

ダイオキシン類測定法JISの改正

ダイオキシン類測定方法のJISは、平成11年9月に制定されました。当時は、ダイオキシン類の環境汚染が大きな問題となった時期で、同時にダイオキシン類分析の信頼性が問題となり、分析の信頼性を確保するために、当時の厚生省、環境庁から出されていた測定マニュアルを基にして以下の二つの測定方法のJISが誕生しました。

JIS K0311「排ガス中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法」

JIS K0312「工業用水・工場排水中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法」

その後、「ダイオキシン類対策特別措置法」によりダイオキシン類の排出規制が始まり、測定方法としてJISが引用され、用いられるようになりました。さらに、計量法の改正により、ダイオキシン類の測定には特定計量証明事業者認定制度（Specified Measurement Laboratory Accreditation Program：MLAP）が適用され、JISで規定された方法をより忠実に行うことが求められてきました。このようにJISは我が国のダイオキシン類測定において非常に重要なものとなってきました。

平成15年、JISの5年ごとの見直しの時期がきたため、JISの内容を見直して改正原案の作成を行いました。改正原案は、専門家、学識経験者等による原案作成委員会（委員長：保母都立大学名誉教授）を設置し、検討しました。主な改正点は、次のとおりです。

①ダイオキシン類対策特別措置法での用語の定義と合わせました。

②排ガスの採取装置について、JISで例示されている採取装置以外の装置も使用できるようにし、水質試料の採取方法についても、吸着剤に捕集する大容量捕集装置も一部使用できるようにしました。

③クリーンアップ方法について、効率的な処理ができるように配慮し、アルミナカラムクロマト操作等の組合せが自由にできるようにしました。

④GC/MS測定については、要求事項を明確にし、検量線の作成及び確認、感度変動の確認の意味と操作を明確にしました。

今回の改正では、現行のJISでは認められなかった部分や新しい操作方法をできるだけ取り入れられるように考えてきましたが、ダイオキシン類の測定は非常に低濃度域での測定であるため、測定結果の信頼性の確保が重要となります。新しい操作や技術が測定の信頼性を十分確保できるということの確認には、どの程度のデータが必要かという点が大きな問題でした。

現在、改正に向けて工業標準調査会での手続きが行われているところであり、正式に改正されるのは平成17年6月ごろではないかと予想されます。JISが改正されても現行のJISどおりの操作であれば、特に問題はありません。内容を十分理解していれば、現行のJISより操作上の自由度は増しますので、より迅速で信頼性の高い分析が可能になると期待されます。

（環境・本橋）

循環型社会形成に関する動向

スラグ類の化学物質試験方法のJIS化

循環型社会形成推進基本法の施行に伴い、従来、埋立や焼却等されていた廃棄物の再利用の検討が様々な分野でなされているところですが、鉄鋼などの製造工程から溶融によって生じる非金属の物質であるスラグ（鉄鋼スラグ、非鉄スラグ、廃棄物溶融スラグなど）は、路盤材、アスファルト製品及びコンクリート製品などに再利用されている状況にあります。これらの再利用は、循環型社会形成を構築するうえで重要であり、また、再利用後の人及び環境への安全性を確保するための試験方法のJIS化と普及は重要なポイントとなるところです。

環境技術部では経済産業省工業標準調査室のご指導と独立行政法人国立環境研究所のご協力のもと、一昨年度から様々なスラグを使って溶出量と含有量試験方法を二本柱に条件等を検討してJIS化を進めているところです。

（環境・本橋、楠本）

RoHS指令（電気電子機器に含まれる特定有害物質の使用制限に関する指令）及びWEEE指令（廃電気電子機器に関する指令）

RoHS指令とWEEE指令は2003年1月27日にEUで採択され、Cd（カドミウム）をはじめとする有害物質の規制が開始されます。当環境技術部においても、従来から様々な試料の有害物質の分析を実施してきましたが、これらの背景を受けて2002年ごろからそれらの依頼が急増している状況にあります。最近では有害金属だけではなく、臭素系難燃剤（PBB、PBDE）や有機塩素化合物、有機スズ化合物、アスベストなど、ますますそのニーズは広がってき

ています。

環境技術部では最新の機器分析装置はもとより、前処理技術のノウハウを駆使してこれらに対応しています。

（環境・楠本、上原）

表1　RoHS指令（第4条）の特定有害物質と試験方法

有害物質	試験方法（例）
鉛（Pb）	酸分解後-ICP 発光分光分析法
水銀（Hg）	MW 酸分解後-還元気化原子吸光光度法
カドミウム（Cd）	酸分解後-ICP 発光分光分析法
六価クロム（Cr^{6+}）	酸分解後-ICP 発光分光分析法（T-Cr として）
ポリ臭素化ビフェニル（PBB）	GC/MS 法または燃焼分解後-IC 法（簡易法）
ポリ臭素化ビフェニルエーテル（PBDE）	GC/MS 法または燃焼分解後-IC 法（簡易法）

水道法改正にともなう動向

水道用薬品類の評価

新しい水道水質基準が平成16年4月1日から施行されたことにともない浄水場で使用される水道用薬品類*においても、それに対応した安全性の評価試験が必要となっています。この試験方法**の概要は、浄水処理において使用する薬品を精製水に設定最大注入率の10倍濃度で注入した試験溶液について評価項目を分析し、ブランク補正後、10で除した値について評価するものです（表2参照）。

従来から行われている重金属類の分析、当機構の得意とするところのクロマト分析技術を活用し、対応しています。

表2　水道用薬品の評価項目、評価基準および試験方法（抜粋）

評価項目	評価基準値（mg/L）	試験方法
水銀（Hg）	0.00005	還元気化-原子吸光光度法
1,4-ジオキサン	0.005	固相抽出-ガスクロマトグラフ質量分析法
臭素酸	0.005	イオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光光度法
陰イオン界面活性剤	0.02	固相抽出-高速液体クロマトグラフ法
フェノール類	0.0005	固相抽出-誘導体化-ガスクロマトグラフ質量分析法
塩素酸	0.6	イオンクロマトグラフ法

＊　例えば凝集剤のポリ塩化アルミニウムや塩素殺菌用の次亜塩素酸ナトリウムなど

＊＊「水道用薬品類の評価のための試験方法ガイドライン：厚生労働省健康局水道課 平成16年3月」

（環境・楠本、角川）

簡易専用水道検査について

環境技術部業務支援課では、水道法第3条第7項に基づく簡易専用水道検査を行っています。

検査区域は、荒川区、江戸川区、葛飾区、江東区、墨田区、台東区及び文京区にあるビル又はマンションの受水槽（有効容量が10m³を超えるもの）が検査対象です。

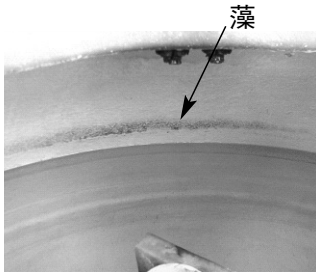
検査対象に高置水槽がある場合は併せて検査しています。検査員は2名（1班）の2班体制で、年間約2,200件検査を行っています。

検査内容は受水槽、高置水槽内部及び外部の目視点検、書類の整理状況（水槽清掃の実施の有無、自主的な残留塩素検査記録等）、末端給水栓における臭気、味、色、色度、濁度及び残留塩素濃度の測定を行います。

検査後、依頼者に検査結果書を送付し、飲料に対して問題がある指摘事項の場合は、写真を添付し、指摘箇所がすぐわかるように工夫しています。

給水方式として受水槽から揚水ポンプを使い高置水槽へ送り、自然落下で給水する高置水槽方式と受水槽から圧力ポンプにて加圧給水する圧力タンク方式の二通りが大半を占めています。

近年、水槽を置かず圧力ポンプのみで給水する方式も増えてきていますが、非常時に長時間給水できなくなる恐れがあり、水槽設置方式は今後とも必要になると思います。



高置水槽内部の指摘箇所一例
高置水槽外壁の劣化により光が透過する状態になっていて藻が発生しています。
（対策）水槽清掃を実施した後、外壁塗装を行い、光の透過を防止するよう助言しています。

受水槽の検査風景

高置水槽の検査風景

（環境・藤浪）

技術報告　アオコの神経毒アナトキシン-aの分析

水の流れの少ない閉鎖性の水域において富栄養化が進んでくると、生物層のバランスが壊れ、ある種の植物プランクトンである藍藻類が急激に増加することがあります。これら大量発生した藍藻類が水面に浮かび上がり、ペンキを流したような状態になることを、アオコ（水の華）といいます。近年、このアオコの被害は国内でも広く報告されており、平成16年4月に改正された水道法においても、アオコの肝臓毒であるミクロシスチン-LRが、要検討項目として新たに追加されています。そのような背景の中で、環境技術部ではアオコのもう一つの代表的な毒性物質である神経毒アナトキシン-aの分析を実施していますので紹介します。

アナトキシン-aは、LD50（マウス腹腔内投与）が0.2mg/kgと非常に強い毒性を持っており、Anabaena属という種類の藍藻類が産生する神経毒です。

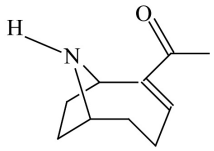


図1　アナトキシン-a

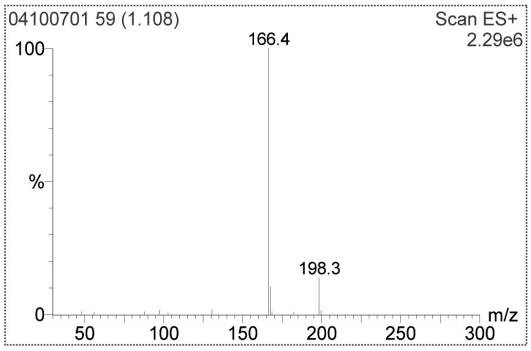


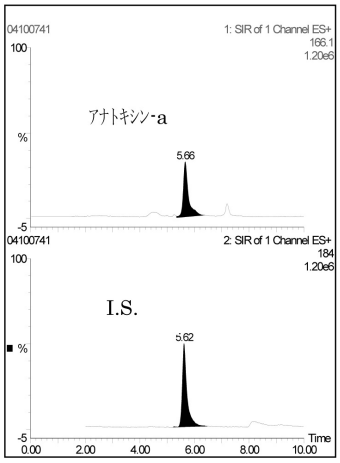
図2　アナトキシン-aのLC/MSスペクトル

高速液体クロマトグラフ質量分析計（LC/MS）を用いて、エレクトロスプレーイオン化法（ESI）により、環境水中のアナトキシン-aを定量分析することが可能です。

固相抽出　→　イオン交換　→　LC/MS測定

スチレンジビニルベンゼン系の固相抽出カートリッジを用いて水からの抽出を行い、カルボン酸カートリッジによるイオン交換法で精製した後、LC/MSによる測定を行います。なお、測定には精度を上げるために内標準物質（アセチルトロピン）を用いています。

河川水に標準物質を添加した試料の分析例を図3に、回収試験結果を表1に示します。



カ　ラ　ム：L-column ODS
（化学物質評価研究機構製）
2.1 × 150mm,5 μ m
移　動　相：ﾍﾌﾟﾀﾌﾙｵﾛ-n-酪酸/ﾒﾀﾉｰﾙ/
2-ﾌﾟﾛﾊﾟﾉｰﾙ
（ｸﾞﾗｼﾞｴﾝﾄﾌﾟﾛｸﾞﾗﾑ）
イオン化法：ESI（Pos）
測定モード：Selected ion Monitoring
（SIM）

図3　アナトキシン-aのLC/MSクロマトグラム（河川水+std.）

表1　添加回収結果

添加濃度	回収率（%）	平均（%）
0.25（μg/L）	87.1	90
	89.8	
	92.1	

LC/MS/MS分析装置（2台）

以上のようにLC/MSを用いることによって、環境水中のアナトキシン-aを簡単な前処理操作で定量分析することができます。今後は、ミクロシスチン-LRの定量分析も含めて実施し、アオコ発生時の総合的な評価を行っていく予定です。

（環境・片桐）

特集２（化学標準部門）

標準物質の新たな供給体制の構築に向けて

我が国における標準物質の開発と供給は、鉄鋼標準試料、セラミックス標準試料、セメント標準試料など各産業や技術分野ごとにそれぞれのニーズに応じて個別に発展してきました。

当機構におきましても計量行政審議会の答申を受け、昭和50年2月に標準ガスの検査制度を、昭和62年2月に金属標準液及びpH標準液の検査制度をそれぞれ開始したのが始まりです。その後、平成5年11月に新計量法が施行され、当機構は、標準物質（濃度）に係る指定校正機関として通商産業大臣から指定を受け、JCSS（計量法に基づく校正事業者認定制度）標準物質の供給を行ってきました。

しかしながら、最近、標準物質のSIへのトレーサビリティの確保及び国際相互承認（MRA）への対応、開発した標準物質で認定事業者の担い手がなく供給されないものがあることなどが問題として浮上してきました。これらの問題を解決するため、平成15年に「標準物質の供給体制のあり方に関するワーキンググループ（WG）」が知的基盤整備特別委員会に設置されました。

このWGでJCSS標準物質供給体制について検討を重ねた結果、昨年10月に「今後の標準物質の供給体制について（中間取りまとめ）」として報告書が出されました。

その内容は、SIにトレーサブルな基準物質（純物質又は混合物）を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）が開発し、その基準物質の供給を指定校正機関が受け、特定標準物質を調製すること、実用標準液の不確かさを小さくするために標準液の認定事業者には特定標準液と同品質な特定二次標準液を供給すること、認定事業者がいないが特定標準物質として指定されている標準物質については、指定校正機関が直接ユーザーに供給できることなどが柱となっています。

また、昨年11月には、JCSS標準物質としては初めてとなる多成分混合の標準ガス、標準液が特定標準物質として指定されました。さらには、指定後3年間が経過した標準ガス12種類、標準液16種類の指定が更新されました。既に指定されている物質と合わせて特定標準物質は、113物質となりました。

今年は、新しい供給体制の元年でもあり、従来にも増してNMIJ、指定校正機関、認定事業者が協力し、高品質なJCSS標準物質を供給していきます。

標準ガス

平成16年11月、長年の懸案となっていました有機の混合標準ガス2種（HAPs-9：揮発性有機化合物9種、BTX-5：ベンゼン等5種）がJCSSに指定され、当機構が指定校正機関となりました。これら混合標準ガスは、大気汚染防止法において優先取組物質として監視が必要とされるものであったり、また、環境測定において重要とされている物質を含んでいます。今後は、認定事業者の認定等を経てユーザーの皆様にお届けできるようになります。また、認定事業者が不在等のため、入手ができなかった標準ガスについても指定校正機関から直接又は間接的にお届けできることになり、今までトレーサビリティのとれた標準ガスを必要とされていたユーザーの方々に使用していただくことができるようになったことは大きな前進と考えています。

標準液

標準ガスと同様、平成16年11月、有機の混合標準液4種（揮発性有機化合物23種混合標準液、アルキルフェノール類等6種混合標準液、アルキルフェノール類等5種混合標準液及びフタル酸エステル類8種混合標準液）及びフタル酸エステル類4物質の単成分標準液がJCSS供給体系における特定標準物質に指定され、当機構が指定校正機関となりました。

揮発性有機化合物23種混合標準液は、JIS K0125（用水・排水中の揮発性有機化合物試験方法）に規定されている物質であり、トリクロロエチレン等23種のメタノール希釈の混合標準液です。

①アルキルフェノール類等6種混合標準液は、JIS K0450-10（用水・排水中のビスフェノールＡ試験方法）及びJIS K0450-20（用水・排水中のアルキルフェノール類試験方法）に規定されている物質（の一部）であり、4-t-ブチルフェノール等6種のメタノール希釈の混合標準液です。

②アルキルフェノール類等5種混合標準液は、4-t-ブチルフェノール等5種のヘキサン希釈標準液であり、上記、アルキルフェノール類等6種混合標準液よりビスフェノールＡを除いたものです。

③フタル酸エステル類8種混合標準液は、JIS K0450-30（用水・排水中のフタル酸エステル類試験方法）に規定されている物質であり、フタル酸ジエチル等8物質のヘキサン希釈の混合標準液です。

④フタル酸エステル類4物質（フタル酸ジ-n-ヘキシル、フタル酸ジシクロヘキシル、フタル酸ジ-n-ペンチル、フタル酸ジ-n-プロピル）の単成分標準液は、それぞれのヘキサン希釈標準液です。

これらの有機標準液は、平成10年ごろから開発を始めたものであり、開発の終了した物質から順次、JCSS制度の特定標準物質（単成分）として指定されました。さらに、

これまでの単成分標準液としての開発に続けて、上記物質の混合標準液の開発を行ってきたものです。これらの物質の開発の状況については、本誌でも紹介させていただいています。今後は、これらの特定標準液につながる実用標準液ができるだけ早期に供給できるよう努力していきます。

（標準・松本、丸山、四角目）

海外出張報告

（韓国編）

APMP/TCQM（アジア太平洋計量プログラム／物質量技術委員会）GAWG（ガス分析ワーキンググループ）ワークショップが2004年5月17、18日の2日間、韓国にある標準科学研究所（KRISS：Korea Research Institute of Standards and Science)で開催されました。これは、アジア地域の若手の標準ガス技術者を主な対象として開かれています。今回は、2度目の開催であり、主な議題は標準ガス調製のための不純物分析でした。

参加者は主催国の韓国をはじめ、インドネシア、タイ、マレーシア、フィリピン、日本の技術者約30名程度でした。日本からは、独立行政法人産業技術総合研究所（産総研）の渡邉卓朗氏、当機構の春末哲史、西野朋恵の3名が参加しました。

ワークショップはKRISSのDr. Y.K. Choのあいさつで開会し、続いてKRISSのDr. Jin Seog KimからAPMPでの地域内基幹比較及び認証標準物質の共同開発についての説明がありました。

口頭発表では、標準ガス調製に用いる原料ガスの純度を求めるための不純物分析の手法や不確かさの評価方法等に関する発表が8件行われました。当機構から春末が5ppb揮発性有機混合標準ガスの開発について発表を行い、開発経緯、調製方法、分析方法、保存安定性等の説明を行いました。また、調製に用いる希釈ガス（窒素）中の不純物測定についても説明を行いました。

ポスター発表は1時間半の発表時間に対して5件と控えめでしたが、活発な議論が行われました。産総研の渡邉氏は有機標準ガス原料の不純物分析について発表を行い、マトリックスマッチング法とGC-FIDを用いた不純物の測定法と、凝固点降下法を用いた揮発性有機標準ガスの原料の純度算出法について説明がありました。当機構からは西野が標準ガスの消費と濃度変化の関係について発表し、標準ガスの消費による試料容器内の圧力変化と濃度変化の関係について100ppb揮発性有機混合標準ガスを例に示しました。

また、1日目のプログラム終了後、KRISSの研究施設の見学会が行われました。

次回のAPMP/TCQM GAWG ワークショップは今年日本で行われる予定です。

（標準・西野）

写真　参加者一同

所感（西野）

ワークショップは終始和やかな雰囲気で進んでいきました。朝食から夕食までの間参加者全員での行動となったため、他の参加者と会話をする機会が多く得られました。研究施設内では、韓国では地震がないとの理由からラボ内のボンベにキャップがされていないことに驚きました。測定装置、標準ガスの調製に用いる天びん等は種類、台数ともに充実しており、標準物質について国を挙げて取り組んでいる印象を受けました。今回、ポスター発表を行いましたが、興味深く発表内容を見てもらうことができました。会話はすべて英語であったため、思うように伝えられずにもどかしく思う場面もありましたが、いい経験になりました。主催したKRISSの方々には、朝の会場への移動から夕食まであらゆる面でお世話になりました。このワークショップは標準ガスに関する業務を行っている人が集まり情報交換ができる数少ない機会なので、今後も機会があれば積極的に参加していきたいと思います。

（中国編）

2004年10月に中国北京でCCQM（国際度量衡局／物質量諮問委員会）ワーキンググループ会議（以下、WG会議）、APMPの物質量技術委員会（TCQM）が開催され、当機構も参加しましたのでその概要について報告します。

CCQMWG会議については、本誌でも何度か紹介しましたが、ガス分析、有機分析、無機分析、電気化学分析、バイオケミカルなどのWGがあります。今回、ガス、有機及びバイオのWGが開催され、当機構からガス及び有機WG会議に参加しました。また、同時期にAPMP会議や計量標準に関するシンポジウムなど多くの国際会議が開催されました。

有機分析WG会議

2004年10月20日から22日まで有機分析WG会議が、NRCCRM（National Research Center for Certified Reference Materials:国家標準物質研究中心）で開催されました。参加者は、約20機関から約30名でした。会場となりました、NRCCRMの職員も約5名程度参加していました。日本からは経済産業省知的基盤課中村啓子氏、産総研の石川啓一郎氏、当機構の四角目和広が参加しました。また、同時期に多くの会議が開催されていたため、産総研千葉光一氏、井原俊英氏、茂里康氏のように幾つかのWGを掛け持ちしながら短時間の参加の方も何名かおられました。会議は、議長であるNIST（National Institute of Standards and Technology）のDr.W.May氏を中心に進められました。会議の主な議題は、①有機分析に関する基幹比較（国際比較試験）及び基幹比較を実施する前に行われるPilot studyの結果について、②今後の基幹比較のあり方や方向性について、③基幹比較やPilot studyの具体的な実施方法の検討、④ガス分析WG及びバイオケミカルWGとの合同会議、⑤次回以降の開催場所の検討でした。

写真　有機WG会議風景

これまでにも多くの有機に関する基幹比較を行ってきたようですが、環境に関する分野以外に健康食品やバイオの分野も視野に入れた試験が検討されていました。また、当機構にとりましては、昨年のメキシコのCENAMでのWG以降検討が進められてきました、揮発性有機化合物に関するPilot studyへの参加を検討してきましたので、今回の会議で最終的な実施体制が整い、参加機関の募集も行われ、参加を申し込むことが参加の目的の一つでした。本誌が発行されるころには必死になって測定していると予想しています。

また、筆者にとりまして興味深かった内容は、国際相互承認協定やトレーサビリティの確立という観点から1か国1機関では必ずしもカバーできない部分も出てきており、このため国を代表する機関から指定された機関活用が話題とされたことでした。世界的にみても一部の機関を除けば、多くの機関が同様の問題を抱えていると思われ、今後も引き続き検討される重要な内容と思われました。

APMP TCQM会議

APMPは、アジア・太平洋地域の国家計量標準機関の連合組織であり、APMPの下に幾つかの技術委員会を設けています。TCQMは、物質量に関する技術委員会です。APMP TCQM会議については、本誌（2002年新春号）において第3回TCQM会議について報告しましたので参考にしてください。

CCQM WG会議に先立ち、第6回TCQM会議が2002年10月18日に中国北京NRCCRMで開催されました。参加者は、約15機関から約20名でした。日本からは、産総研の中村進氏、前田恒昭氏、小島勇夫氏、当機構の四角目和広が参加しました。現在のTCQM議長は、韓国KRISSのH.Y.SO氏です。会議の主な議題は、①前回会議の内容確認、②CCQM及びBIPM（国際度量衡局、パリ）の活動報告、③CCQM各WGの活動報告、④TCQMにおける国際比較の概要報告、⑤次回以降の開催場所の検討でした。TCQM会議の参加者の何名かの方は、CCQMの各WGにも参加しており、何名かの方は面識のある方でした。当機構にとって重要な内容はpHに関するアジア地区内の国際比較に向けての試験が実施され、その中間報告がなされることでした。これは、CCQM電気化学分析WGにおいてpHに関する国際的な統一に向けて活動が行われており、それを受けて産総研中村進氏を中心にTCQMとしての国際比較に向けての比較試験が行われ、当機構も参加したものです。産総研中村進氏からpHに関する試験の中間報告がなされました。産総研の小島勇夫氏は、CCQM表面分析WGの状況を報告しました。これらの試験の中間報告を含めて幾つかの国際比較の結果や今後の進め方が議題の中心となりました。

pHは、最も基本的な計量単位であるため、各国にとって重要な内容ですが世界的には統一の方向に向けて進みだした状況と思われます。日本国内ではJCSSのpH標準液がトレーサビリティの確立されたものとして供給されていますが、世界的な流れの中で、日本国内においても対応が必要になると思われます。

また、CCQMの議長、BIPM secretaryのDr. Kaals氏から、CCQM及びBIPMの活動状況、特に各国の標準研究所に協力して標準供給を行うDesignated Laboratoryの考え方などについて現状報告がありました。

会議が1日と短く時間的な余裕がなかったため、報告のみで議論や詳細な検討にまで至らない部分も幾つかありましたが、次回は、韓国で開催されることが決定し、17時すぎに終了しました。

（標準・四角目）

所感（四角目）

有機WG会議にしてもTCQM会議にしても参加者同士は、ほとんど顔見知りであり、和やかな雰囲気で会議が進められているようでした。筆者にとりましても、半分近い方と

面識がありましたので、コーヒーブレイクなどの時間を利用して質問や意見交換ができたことは非常に有意義でした。特に、参加者のほとんど全員で食事をとることになり、コミュニケーションという意味では、特に夕食時のアルコールにも助けられたようです。筆者はまだ慣れないため、自ら発言して主張するということがなかなかできませんが、会議以外の機会によるコミュニケーションを通して討論に積極的に参加できるよう努力したいと思います。

このほか、会議開催場所のNRCCRMの試験室の見学も行われました。1980年代後半に現在のNRCCRMの施設立上げにおいては、当機構が標準ガス製造装置や分析計の導入に関するコンサルタントを行った関係で、NRCCRMの関係者の方から、当機構の職員数名の名前を上げて、皆さんお元気ですか、とのお話がありました。最新の装置の傍らで以前導入した（と思われる）装置がまだ現役で稼動しており、親近感をおぼえた次第です。

ガス分析WG会議

CCQMガス分析ワーキンググループ会議（GAWG）は、2004年10月20日から22日までNRCCRMに隣接するNIM（中国計量研究所）の会議室で開催されました。当機構は丸山正暁と春末哲史（オブザーバー）、産総研から加藤健次氏と松本信洋氏が参加しました。また、経済産業省知的基盤課中村啓子氏が1日目の会議に参加しました。ChairmanのDr.Ed de Leer（NMi）から開会のあいさつの後、参加者の自己紹介を行い、引き続き議事次第についての説明がありました。前回パリでの議事録と今回GAWGまでのAction Listについて確認を行い、続いて各国際比較の幹事機関から国際比較（CCQM-K15, K16, K22, K26a/b, K41, P23, P24, P28, P41, P71）の結果報告や途中経過が報告されました。また、新規国際比較の提案があり審議が行われました。当機構が産総研とともにパイロット（幹事）を務めたCCQM-K22については、Draft Aレポートの報告（結果は良好）が行われました。参加機関の結果はほぼ調製値の3%程度以内に収まっており良好であるといえます。調製値をKCRV（基幹比較参照値）にするに当たって、前回から濃度安定性について議論があり、今回これら安定性が各参加機関の結果に影響を与えていないことが説明されました。次回までにDraft Bを準備することになっており、Final Draftの段階までくるとBIPMのHPで一般に公開されます。3日目の午前中でGAWGは終了し、次回GAWGについて説明がありました。次回は、2005年4月にパリのBIPMで行われ、次次回は2005年9月にメキシコのCENAMで開催される予定です。

（標準・春末）

所感（春末）

今回、CCQMのワーキンググループ及びジョイントミーティングに経済産業省担当官（中村啓子氏と西村正美氏）が初めて参加されたことは大きな前進でした。個人的なイメージでいうと、これまでは産総研が日本代表として技術を中心とした国際会議や国際比較に参加してきましたが、ここに行政担当者が参加することで、国際会議の意義や今後の方針が行政により反映されることが期待されます。ガスに限らず、有機、バイオの分野でも我々が明確に何をすべきかとの観点で会議に参加することは、より高い方向性やモチベーションを得る意味で非常に重要だと思います。最終日の夜にホテルのロビーで、中村啓子氏や産総研メンバーの方々とディスカッションを行いました。そこに現れたDr. Robert Kaals（CCQM議長）に中村啓子氏が国際比較の先に何があるのかとお聞きし、これに対して彼は熱心に説明をしてくれました。英語が分かりにくいところもありましたが、根本的な事項から我々のあるべき姿や現状の問題など非常に興味深い話は印象に残っています。実際に行ってみて体感することが大事であることを改めて感じました。

写真　NRCCRMのポリシーを表現した掛け軸の前で（春末）

試験法紹介　光触媒材料の空気浄化性能試験方法について

光触媒は、太陽光照射下において酸化作用などを発現し、環境浄化を目的とした応用が1970年代後半から検討されてきました。代表的な光触媒として、酸化チタン（TiO_2）の作用が調べられてきましたが、1990年ころから物体の表面に固定化する技術が開発されるとともに、水や空気中の汚染物質の分解、防汚、抗菌、脱臭などの機能が発見されて一躍注目を集めるに至りました。近年その機能を利用したセラミックスタイル、陶製品、塗料などの商品が多数市場に出ていることはご存知のことと思います。

しかしながら、その効果を目視等によって直接確認することができず、今まで適切に評価する手法がありませんでした。そこで、経済産業省及び産業技術総合研究所は、環境産業としての光触媒技術の重要性にかんがみ、個別団体により提案されていた評価試験方法の統一を呼びかけ、2004年日本工業規格JIS R 1701-1（ファインセラミックス - 光触媒材料の空気浄化性能試験方法 - 第1部：窒素酸化物の除去性能）として統一されました。

当機構は上記JISの制定には直接かかわってきませんでしたが、化学標準部は、一酸化窒素標準ガスを始め計量法に規定される標準ガスの指定校正機関（国の一次標準ガスを維持・管理する機関）として標準ガスの製造技術及び測定技術を有しており、その技術を用い性能評価試験の受託を開始しました。

ここにその性能評価試験の概要を紹介します。

（標準・丸山）

システム概要

装　　置	概　　要
試験用ガス供給装置	一酸化窒素標準ガスを加湿した空気と混合し、一酸化窒素濃度 1.0 vol ppm、水蒸気濃度 1.56 vol %（室温 25℃における相対湿度 50%に相当）、温度 25.0±2.5℃の試験用ガスが安定して発生できる装置。
光照射装置	平面状の試験片を保持し、これと平行に厚さ 5mm の空間を隔てて光透過窓板を設けた構造のもの。また、光源として波長域 300～400nm を発する蛍光ランプを用いて試料面での放射照度が 10W/m² となるように調整できる装置。
窒素酸化物測定装置	JIS B 7953 に規定する化学発光式の窒素酸化物自動測定装置を用いる。装置の校正は JIS K 0055 に従い、測定濃度範囲に対応した濃度のゼロガス及び JIS K 0001 に規定する標準ガスを用いて行う。

評価できる項目

評価項目	概　　要
窒素酸化物吸着量	光触媒作用によらない、吸着作用に基づく窒素酸化物除去量。
一酸化窒素除去量	光触媒作用に基づく一酸化窒素除去量。
二酸化窒素生成量	光触媒作用によって副次的に生成する二酸化窒素の量。
窒素酸化物脱着量	窒素酸化物除去試験後、試験片に付着していた窒素酸化物が脱着する量。
窒素酸化物除去量	光触媒作用による正味の窒素酸化物除去量。
窒素化合物溶出量	窒素酸化物除去試験後、試験片に付着していた窒素化合物（水洗により溶出）の量。
水洗による再生効率	窒素酸化物溶出量から計算により求める。

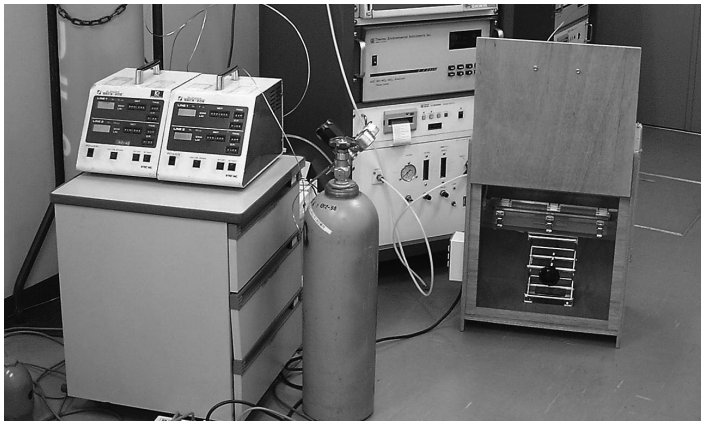


写真　試験設備

学会活動報告

2004年11月30日から12月2日の三日間、日本環境変異原学会第33回大会及び日本動物実験代替法学会第18回大会の合同大会が長崎で行われました。

この合同大会では、NEDO受託事業である「高精度・簡易有害性評価システム開発」プロジェクトの成果について当機構から以下の演題でポスター発表を行いました。

演題1.「統計学的手法及び統計学的学習法で選定した特徴遺伝子による化学物質の発がん性予測法の検討」

発がん性が既知の化学物質を28日間反復投与したラットの肝臓における遺伝子発現データから、発がん物質に特徴的な発現応答パターンを示す遺伝子の選定手法を検討した。その結果、投与14日目の遺伝子発現データについてt-valueという統計量を基に選定した遺伝子セットが、実験に用いた化学物質の発がん性を約96％の確率で予測できるという結果を報告。

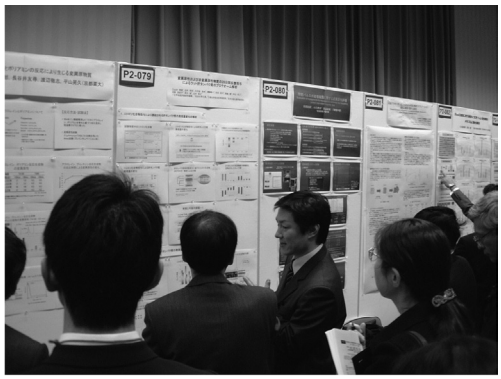
演題2.「変異原性及び非変異原性物質の28日間反復投与によるラット肝タンパク質のプロテオーム解析」

発がん性が既知の化学物質を28日間反復投与したラットの肝臓から抽出したタンパク質について網羅的定量比較解析（2D-DIGE）から質量分析装置を用いたタンパク質の同定まで、一連のプロテオミクス解析を実施した。ニトロソ化合物やニトロ化合物等の投与により誘起されるタンパク質の発現パターンの解析結果を報告。

両演題とも、現在注目されている最新の研究開発テーマであり、当機構が取り組む高度で独創的な研究活動と先端的な技術開発を紹介する絶好の機会であったと思います。

また、合同大会の期間中展示ブースを開設しました。展示ブースには非RI標識法によるLLNA（マウス局所リンパ節増殖試験）をはじめ遺伝毒性試験の試験責任者も説明のため待機し、ブースに立ち寄っていただいた研究者や技術者との質疑応答や情報交換が盛んに行われました。特に当機構が得意とするLLNAは、従来の感作性試験に比べ短期間に感作性を推定でき、動物愛護の観点からも有力な代替法であることが認められつつあると感じました。

（化学物質安全センター管理部・稲井）



編集後記

新年明けましておめでとうございます。

第48号新春号をお届けいたします。

巻頭言は、「分析値の同等性と標準物質開発」について独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門副部門長千葉光一様から頂戴しました。誠にありがとうございました。

今回の特集は環境技術部門及び化学標準部門について掲載させていただきました。

今後とも、当機構の業務内容及び活動を掲載させていただく予定です。

本年もよろしくご厚情賜りますよう、お願い申し上げます。

（企画部・赤木）

化学物質評価研究機構 ホームページ **http://www.cerij.or.jp**

CERI NEWS 第48号 新春号 発行日 平成17年1月
編集発行 財団法人 化学物質評価研究機構 企画部
〒112-0004 東京都文京区後楽 1-4-25 日教販ビル 7F
Tel:03-5804-6132 Fax:03-5804-6139 mail to:cerinews@ceri.jp

古紙配合率100％再生紙を使用しています R100