出荷日:20xx.xx.xx 6001a00-050401-200401

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 6001-a No. +++



コレステロール

Cholesterol

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産された高純度コレステロールであり、分析機器の校正に用いる他、分析機器の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認に用いることができる。

【認証値】

本標準物質の質量分率での純度の認証値は以下の通りである。認証値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数k=2から決定された拡張不確かさであり、約95%の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を示す。

| 物質名 | CAS No. | 認証値 質量分率 (kg/k <mark>g)</mark> | 拡張不確かさ 質量分率 (kg/kg) |
|---------|---------|-----------------------------------|------------------------|
| コレステロール | 57-88-5 | 0.999 | 0.001 |

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、示差走査熱量計(DSC)を用いた段階的加熱法による凝固点降下法で求めた物質量分率での純度を、ガスクロマトグラフィー/質量分析法(GC/MS)、高速液体クロマトグラフィー/紫外吸光検出法(HPLC/UV)、カールフィッシャー滴定法(KF)から求めた不純物濃度をもとに推定した不純物の平均分子量を用いて質量分率での純度に変換して決定された。認証値の不確かさは認証値の決定法と試料の均質性による不確かさを合成し、包含係数 k=2 から決定された。

【計量計測トレーサビリティ】

本認証標準物質の認証値は、NIST SRM 2225(水銀)および NIST SRM 2232(インジウム)により温度および熱量が校正された DSC を用いて、一次標準測定法である凝固点降下法により求めたものであり、国際単位系(SI)にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質はメートル条約下の国際相互承認取決め(CIPMMRA)に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関係する NMII の校正測定能力(CMC)は国際度量衡局(BIPM)の基幹比較データベース(KCDB)附属書 C(http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp)に登録されている。

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本認証書は出荷日から1年間有効である。

【形状等】

本標準物質は常温では白色粉末で、約1gが茶褐色硬質ガラスバイアルに封入され、バイアルはアルミニウムラミネート袋に密封されている。アルミニウムラミネート袋内およびバイアル内はアルゴン置換されている。

出荷日:20xx.xx.xx 6001a00-050401-200401

【均質性】

DSC 及び HPLC で、小分けした 350 本の試料からバイアル小分け順でほぼ等間隔に取り出したそれぞれ 10 本の 試料の測定を行った後、各測定法での測定値について分散分析から均質性に起因する不確かさを求めた。求めた 不確かさは認証値の不確かさに含まれており、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質である。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、0 $\mathbb{C}\sim6$ \mathbb{C} の暗所で保管すること。

【使用に関する注意事項】

試験研究用以外には使用しないこと。また、生体内での試験には用いないこと。開封は常温に戻してから行い、 吸湿性があるため、開封後はすみやかに使用すること。

【取り扱いにおける注意事項】

保護メガネ、保護マスク、保護手袋等を着用すること。安全データシート(SDS)を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は市販コレステロールを原料としてキシダ化学株式会社によって以下の手順で精製、小分けされた。 類似ステロイドは臭素処理の後に亜鉛で脱ハロゲン化することによって取り除いた。その後、エタノールーアセトンを用いた再結晶法で精製した。これをアルゴン雰囲気で褐色バイアル 350 本に約1g ずつ封入し、それぞれのバイアルをアルミニウムラミネート袋にアルゴン雰囲気で密封した。

【参考情報】

2005 年 3 月における認証時点で、GC/MS および HPLC/UV の結果からデスモステロール濃度は約 $0.5 \, \text{mg/g}$ 、カンペステロール濃度は約 $0.1 \, \text{mg/g}$ であった。GC/MS の結果から β -コレスタノール濃度は約 $0.2 \, \text{mg/g}$ 、 β -シトステロール、7-デヒドロコレステロール、ラソステロールの濃度はそれぞれ $0.1 \, \text{mg/g}$ 以下であった。核磁気共鳴法 (NMR)、赤外分光分析法(IR)の結果からは不純物は検出されなかった。DSC の測定結果から融点は $149.0 \, ^{\circ}$ であった。また蛍光 X 線分析の結果から臭素含有量(Br として)は約 $13 \, \mu \text{g/g}$ であった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関わった技術管理者は加藤健次、高津章子、生産責任者は清水由隆、値付担当者は清水由隆、高津章子、石川啓一郎、鮑新努、岩澤良子、大手洋子、佐伯美佳である。

【情報の入手】

本標準物質に関して認証値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

【認証書の複製について】

本認証書を複製する場合は、複製であることが明瞭に分かるようにしなければならない。

2020 年 4 月 1 日 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 理事長 石村 和彦

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡下さい。

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター 計量標準普及センター 標準物質認証管理室 〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話: 029-861-4059、ファックス: 029-861-4009、ホームページ: https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/

出荷日: 20xx.xx.xx 6001a00-050401-200401

改訂履歴

2013.12.20 有効期限を2015.03.31 から2021.03.31 に延長した。

計量計測トレーサビリティ、国際相互承認および取り扱いにおける注意事項の項目を追加した。

2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

2019.07.18 「有効期限」を「有効期間」とし、有効期間を出荷日から1年間とした。

