

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 6003-a
No. +++プロゲステロン
Progesterone

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO / IEC 17025 の要求事項に適合したマネジメントシステムに基づいて生産された高純度プロゲステロンであり、分析機器の校正、機器分析における分析方法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表す。

物質名	CAS 番号	認証値 質量分率 (kg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (kg/kg)
プロゲステロン (4-プレグネン-3,20-ジオン)	57-83-0	0.993	0.005

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、プロゲステロンの純度（質量分率）で、差数法、凝固点降下法及び核磁気共鳴（NMR）法により求めた、それぞれの純度（質量分率）の重み付き平均値である。差数法における不純物濃度の評価には、紫外吸光度検出高速液体クロマトグラフィー（HPLC/UV）、コロナ荷電化粒子検出高速液体クロマトグラフィー（HPLC/CAD）、カールフィッシャー滴定法（KF）、ヘッドスペース-ガスクロマトグラフィー質量分析法 HS-GC/MS）及び熱重量分析法（TG）を用いた。凝固点降下法では、示差走査熱量計（DSC）を用いた連続加熱法により純度を評価した。合成標準不確かさは、差数法、凝固点降下法及び NMR 法それぞれの測定法、測定法間差、均質性及び安定性の不確かさを合成して見積もった。

【計量計測トレーサビリティ】

HPLC/UV、HPLC/CAD 及び HS-GC/MS では、NMIJ において純度評価した試薬を用いて質量比混合法により調製した標準液で、有機不純物を定量した。KF では、電量滴定法により水分を定量した。TG では、JCSS 校正された分銅により天秤の質量を校正し、強熱残分を測定した。凝固点降下法では、NMIJ CRM 5401-a（シクロヘキサン）及び NIST SRM 2232（インジウム）により温度及び熱量を校正した DSC を用いてプロゲステロンの物質質量分率を測定し、プロゲステロンの分子量および不純物の平均分子量を用いて質量分率に変換した。NMR では、NMIJ CRM 4039-a（1,4-ジクロロベンゼン）を ^1H 量の基準として NMR により純度を評価した安息香酸を内標準物質とし、プロゲステロンの質量分率を決定した。したがって、本標準物質の認証値は、国際単位系（SI）にトレーサブルである。

【国際相互承認】

本認証標準物質の認証値はメートル条約下の国際相互承認取決め（CIPM MRA）に基づいて国際的な同等性が認められている。本標準物質に関する NMIJ 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）（<https://www.bipm.org/kcdb/>）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。

【物質に関する情報】

本標準物質は、常温では白色粉末で、300mgが茶褐色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及びバイアル内はアルゴン置換されている。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、2℃から8℃で清浄な冷蔵庫に保存すること。

【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。生体内での試験には用いないこと。常温に戻してから開封すること。均質性の観点から、最小試料量は20mg以上とする。

【取り扱いにおける注意事項】

保護眼鏡、保護マスクや保護手袋等の保護具を着用すること。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、市販のプロゲステロンをアルゴン雰囲気中で茶褐色ガラスバイアルに小分けし、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中で密封した。小分け作業は和光純薬工業株式会社に依頼し、行った。

【参考情報】

認証時における本標準物質に含まれる定性された不純物の含量を以下に記す。4-pregnen-20 α -ol-3-oneの質量分率は1.56 g/kg、水分は0.16 g/kg、エタノールの質量分率は0.41 g/kgである。

【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、生産責任者は山崎太一、値付け担当者は山崎太一、清水由隆、北牧祐子、齋藤剛、大手洋子、鮑新努、中村哲枝である。

【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わ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ください。

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/>

改訂履歴

- 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。
- 2016.01.06 【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。
安定性の不確かさを加え、認証値の拡張不確かさを0.003 kg/kg から0.005 kg/kgに変更した。
国際相互承認の項目を追加した。