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 6206-b
No. +++

オカダ酸標準液

Okadaic Acid Standard Solution

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オカダ酸標準液（溶媒は 0.5 %（体積分率）エタノール含有メタノール）であり、機器分析法による下痢性貝毒検査のための標準液の調製に用いることができる。

【認証値】

本標準物質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 質量濃度 (μg/mL)	拡張不確かさ 質量濃度 (μg/mL)
オカダ酸	78111-17-8	1.306	0.050

認証値は25 ℃における値である

【認証値の決定方法】

本標準物質は、定量 NMR 法により濃度を決定したオカダ酸メタノール溶液を、0.5 %（体積分率）エタノール含有メタノールを用いて希釈して調製したものである。本標準物質の認証値は、定量 NMR 法により求めた濃度、質量比混合法による希釈率、及び密度から求めた。認証値の不確かさは、NMR 測定及び希釈操作の不確かさ、均質性、安定性及び温度による密度変動の不確かさを合成して求めた。NMR 測定の不確かさには共同測定により評価した測定法の不確かさを加味した。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、3,5-ビストリフルオロメチル安息香酸標準物質（NMIJ CRM 4601-a）を用いて純度校正された1,4-ビストリメチルシリルベンゼン-d_4を標準とした定量NMR法によるオカダ酸濃度と、JCSS校正された天秤を用いた質量比混合法での希釈率から求めた質量分率を、超純水及びメタノールで校正された密度計を用いた密度で質量濃度に換算して求めた。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。

【参考値】

本標準物質の参考値として、オカダ酸の質量分率及び25 ℃における物質量濃度を以下に示す。質量分率の値は認証値の決定に用いた値、物質量濃度の値は認証値とオカダ酸のモル質量から算出した値である。参考値の不確かさは、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		参考値	拡張不確かさ
オカダ酸	質量分率	1.660 μg/g	0.063 μg/g
	物質量濃度	1.622 μmol/L	0.062 μmol/L

見本

【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。本標準物質に関係する 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、オカダ酸とエタノールを含むメタノール溶液であり、無色透明の溶液 1 mL が褐色ガラスアンプルに封入されている。

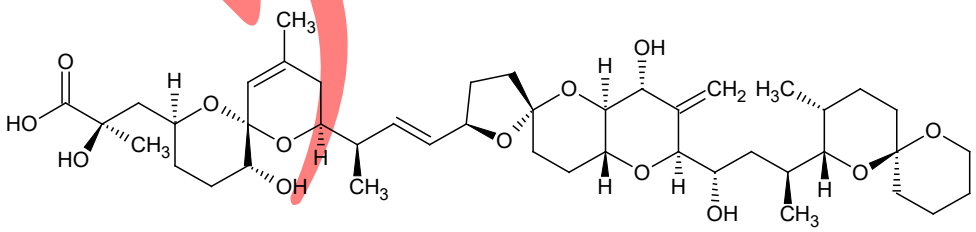
【保存に関する注意事項】
本標準物質は、遮光し、–20 ℃以下で清浄な冷凍庫に保存すること。

【使用に関する注意事項】
本標準物質は、20 ℃から30 ℃の温度範囲で用いること。あらかじめ室温（20 ℃から30 ℃）に戻してから開封し、開封後は速やかに使用すること。メタノールの蒸発に注意すること。試験研究用以外には使用しないこと。

【取り扱いにおける注意事項】
火気や換気に注意し、保護マスクや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。ガラスアンプル開封時には十分注意すること。廃棄は、関連法規ならびに地方自治体の条例に従うこと。

【製造等】
国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所において有毒渦鞭毛藻 *Prorocentrum lima* の大量培養液を遠心分離し、細胞画分と培地画分とに分離した。それぞれの画分からオカダ酸群を含んだ画分を調製し、液-液分配と分取クロマトグラフィーによりオカダ酸を精製した。精製したオカダ酸は、産業技術総合研究所において、エタノール含有メタノールに溶解し、小分けした。

【参考情報】
本標準物質の密度は、25 ℃で0.7871 g/cm^{3}であり、温度が5 ℃変動した場合に、密度は約 0.6 %変動する。
オカダ酸のモル質量は805.00 g/molである。構造式は以下の通りである。



【生産担当者】
本標準物質の生産に関する技術管理者は沼田雅彦、生産責任者は山﨑太一、値付け担当者は山﨑太一、川口研、中村哲枝、惠山栄である。

【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。

見本

【付記】

本標準物質は、国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構生物系特定産業技術研究支援センターからの委託による「SIP（戦略的イノベーション創造プログラム）次世代農林水産業創造技術（新たな機能の開拓による未来需要創出技術）未利用藻類の高度利用を基盤とする培養型次世代水産業の創出に向けた研究開発」及び「革新的技術開発・緊急展開事業」（うち経営体強化プロジェクト）における「先端技術を活用した世界最高水準の下痢性貝毒監視体制の確立」の研究成果に基づくものであり、国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所との研究協力により開発された。定量NMR法についての共同測定は、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、国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所、一般財団法人日本食品分析センターの3機関で実施した。

本標準物質は、安元健東北大学名誉教授らによる下痢性貝毒の発見と標準品の製造技術に関する研究成果に基づき開発されたものであり，その業績に敬意を表する。

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お問い合わせをお願いします。

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
2022.03.24　【国際相互承認】を追記した。

見本