

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 7521-a  
No. +++ホタテガイ可食部（下痢性貝毒分析用）  
Diarrhetic Shellfish Toxins in Scallop Edible Parts

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ホタテガイ可食部であり、「下痢性貝毒（オカダ酸群）の検査について」（平成 27 年 3 月 6 日食安基発 0306 第 3 号・食安監発 0306 第 1 号）に準拠したホタテガイ可食部及び類似試料中のオカダ酸群の定量において、分析の精度管理及び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】

本標準物質のオカダ酸及びジノフィシストキシン-1（DTX1）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 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)
オカダ酸	78111-17-8	0.056	0.019
DTX1	81720-10-7	0.057	0.019

## 【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、【付記】に記した8機関が参加した共同値付け実験における参加機関の定量値の平均値によって求めた。各機関は通知分析法：「下痢性貝毒（オカダ酸群）の検査について」の別添「下痢性貝毒（オカダ酸群）検査法」に準拠して、同法の別紙2「オカダ酸群分析操作例」に例示された分析法又は同等の分析法を適用し、標準添加法によって定量値を算出した。

通知分析法の別紙2「オカダ酸群分析操作例」における分析条件は次の通りである。

〔前処理〕メタノール及び90%メタノール水溶液による抽出、水酸化ナトリウムによる加水分解、ヘキサンによる洗浄、及びオクタデシルシリル基結合シリカゲル（ODS）カートリッジを用いた固相抽出精製

〔液体クロマトグラフィー／タンデム質量分析法による測定〕分離カラム：ODS カラム、イオン化法：エレクトロスプレーイオン化、イオンモード：ネガティブ、検出法：選択反応モニタリング

## 【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、【認証値の決定方法】に記載した分析方法で定量した場合のオカダ酸及びDTX1の質量分率である。共同値付け実験に用いた標準液は、NMIJ CRM 6206-a（オカダ酸標準液）及びNMIJ CRM 6207-a（ジノフィシストキシン-1（DTX1）標準液）を質量比混合法によって混合して調製した。

## 【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3ヶ月間有効である。

**【物質に関する情報】**

本標準物質は生のホタテガイの可食部であり、常温では黄土色のペーストである。約10gがプラスチックバイアルに封入されており、さらにアルミニウムラミネート袋に密封されている。

**【保存に関する注意事項】**

本標準物質は、遮光し、-30℃から-20℃で清浄な場所に保存すること。

**【使用に関する注意事項】**

本標準物質は室温（15℃から25℃）で8時間から15時間自然解凍をしてから開封し、開封後は速やかに使用すること。スパーテル等で5分間よくかき混ぜ、十分に均一にさせた後に試料を採取すること。均質性の観点から、最小試料量は0.5g以上とする。

**【取り扱いにおける注意事項】**

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。内容物と容器の廃棄は、廃棄物の処理及び清掃に関する法律を遵守して行うこと。

**【製造等】**

本標準物質は、生のホタテガイ（無毒のもの）から取り出したむき身にホタテガイ中腸腺(毒化したもの)を添加し、均質化処理後に濾し、オカダ酸及びDTX2を添加して混合及び瓶詰めし、滅菌のためにガンマ線（20kGy）を照射することにより調製した。添加したオカダ酸は、国立研究開発法人水産研究・教育機構中央水産研究所が有毒渦鞭毛藻 *Prorocentrum lima* の大量培養によって調製したものである。また、添加したDTX2はNRCカナダから購入した認証標準物質(CRM-DTX2-b)を用いた。標準物質製造の一部は、株式会社環境総合テクノスに委託して行った。

**【参考情報】**

認証時点で、本標準物質中のDTX2の質量分率は、約0.011mg/kgであった。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は加藤 愛、生産責任者は川口 研、値付け担当者は川口 研、恵山 栄、宮本綾乃、稲垣真輔、山崎太一である。

**【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。

**【付記】**

本標準物質は、革新的技術開発・緊急展開事業（経営体強化プロジェクト）「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・教育機構との研究協力により開発された。

認証値を決定するための共同値付け実験に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、独立行政法人農林水産消費安全技術センター、神奈川県衛生研究所、一般財団法人日本食品分析センター、一般財団法人日本食品検査、一般財団法人青森県薬剤師会 食と水の検査センター、株式会社島津製作所（順不同）が参加した。

原料であるホタテガイは青森県ほたて流通振興協会の協力により、譲渡されたものである

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、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

改訂履歴

2019.06.06 オカダ酸及びジノフィシストキシン-1の認証値の拡張不確かさを変更した。