

国立研究開発法人国立環境研究所

環境標準物質認証書

NIES CRM No. 34 アオコ (¹⁵N-MC)

Water Bloom (¹⁵N-MC)

本環境標準物質は、アオコ（藍藻の異常増殖による水の華）を形成する藍藻中の有毒物質マイクロシスチン（MC, Microcystin）の化学分析を行う際の精度管理や分析精度向上のために使われることを目的として、国立環境研究所（NIES, National Institute for Environmental Studies）において研究開発された認証標準物質（CRM, Certified Reference Material）である。本標準物質は安定同位体（¹⁵N）で標識されたマイクロシスチンの値が求められており、本標準物質の抽出液をマイクロシスチン分析の内部標準溶液として使用することが可能である。

認証値

化合物	質量分率			分析方法*
	単位	認証値	不確かさ	
¹⁵ N-MC-RR	mg/g	1.63	0.23	ID-LC-MS, ID-LC-MS/MS
¹⁵ N-MC-LR	mg/g	0.542	0.046	ID-LC-MS, ID-LC-MS/MS

認証値に付けた不確かさは包含係数 $k=2$ の拡張不確かさであり、95%の信頼区間の半分の幅に相当する。認証値はすべて受け取ったままの状態“as received”で決定されている。

マイクロシスチンの分析方法は、試料に MC-RR、LR、7dmLR の認証標準物質を加え、溶媒（例えば 50%メタノール）で抽出後、高速液体クロマトグラフ質量分析装置を用いた同位体希釈質量分析法により測定した。

* ID-LC-MS：同位体希釈液体クロマトグラフ質量分析法

ID-LC-MS/MS：同位体希釈液体クロマトグラフタンデム型質量分析法

参考値

化合物	質量分率		分析方法*
	単位	参考値	
¹⁵ N-MC-dmLR	mg/g	0.08	ID-LC-MS, ID-LC-MS/MS

参考値はすべて受け取ったままの状態“as received”で決定されている。

* ID-LC-MS：同位体希釈液体クロマトグラフ質量分析法

ID-LC-MS/MS：同位体希釈液体クロマトグラフタンデム型質量分析法

認証値と参考値の決定法

本標準物質の認証値および参考値は、5 機関（7 ラボ）から報告された分析値を用いて統計的に決定された。決定された特性値のうち以下の基準を満たす値を認証値とした。

- 1) 特性値決定に使用された分析値を用いて算出された相対標準偏差が 15 %以下
- 2) 特性値決定に使用された分析値の数が 7 以上
- 3) 特性値決定に使用された分析法の種類が 2 以上

認証値に付けた不確かさは包含係数 $k=2$ の拡張不確かさであり、95 %の信頼区間の半分の幅に相当する。参考値は、認証値の基準を満たさなかったため認証値としては取り扱わないが、認証値と同様に本標準物質の特性を表した値である。認証値および参考値はすべて受け取ったままの状態”as received”で決定されている。

形状等

本標準物質は、ガラス遠沈管に入った緑色微粉末である。

原料および作製法

本標準物質の原料は、NIES 内の藻類培養管理施設において藍藻 *Microcystis aeruginosa* の 3 株をもとに純粋培養し、それを凍結乾燥したものである。目開き 63 μm の篩分操作によって微粉化した乾燥藻体（約 3 g）を均質処理し、酸洗浄・滅菌処理をしたガラス遠沈管（130 本）に 10 mg ずつ詰めた。一連の作業は ISO Guide 34 に準拠して行われた。

均質性

本標準物質全遠沈管より 10 本層別ランダム抽出を行い、均質性評価を行った。MC-RR、LR、7dmLR の認証標準物質を加え、溶媒抽出後、ID-LC-MS で測定した。一元配置分散分析により、本標準物質は認証値の不確かさの範囲内で均質であることを確認した。

使用上の注意事項

1. 本物質は配布時のガラス遠沈管のまま冷凍（ $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下）保存すること。
2. 本物質は有毒物質を含むため、微粉末を吸引したり、皮膚に付いたり、目に入ったりしないように注意すること。
3. 試料の採取などにおいて汚染しないように注意すること。
4. 分析に供する量は、全量（約 10 mg）を用いること。
5. 研究目的以外に使用しないこと。試料の廃棄の際は、廃棄物の処理および清掃に関する法律を遵守すること。

有効期限

本標準物質の認証値の有効期限は、上記条件が守られることを前提として、2026 年 11 月とする。有効期限内に特性値の変化が認められた成分については、国立環境研究所ホームページにおいて公表する。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

分析協力機関

本標準物質の認証値および参考値は、次の機関の分析値をもとに決定された。

国立環境研究所、(国) 医薬品食品衛生研究所、(一財) 化学物質評価研究機構、(一財) 日本食品分析センター、福岡県保健環境研究所

技術情報

本標準物質に関連する技術情報と最新の研究報告についてはホームページから入手可能である。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

その他、本標準物質に関する質問は下記問い合わせ先にご連絡ください。

2021年11月1日

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域長 渡邊 英宏

問い合わせ先

〒305-8506 茨城県つくば市小野川16-2

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域 基盤計測センター 環境標準物質担当

TEL: 029-850-2945 FAX: 029-850-2900 E-mail: nies.crm@nies.go.jp

認証日 2021年11月1日

付録

本標準物質は上記3種類の¹⁵N標識マイクロシスチンの他に¹⁵N-MC-FR、WR、LA、LBU、LY、LW、LFを含んでいる。

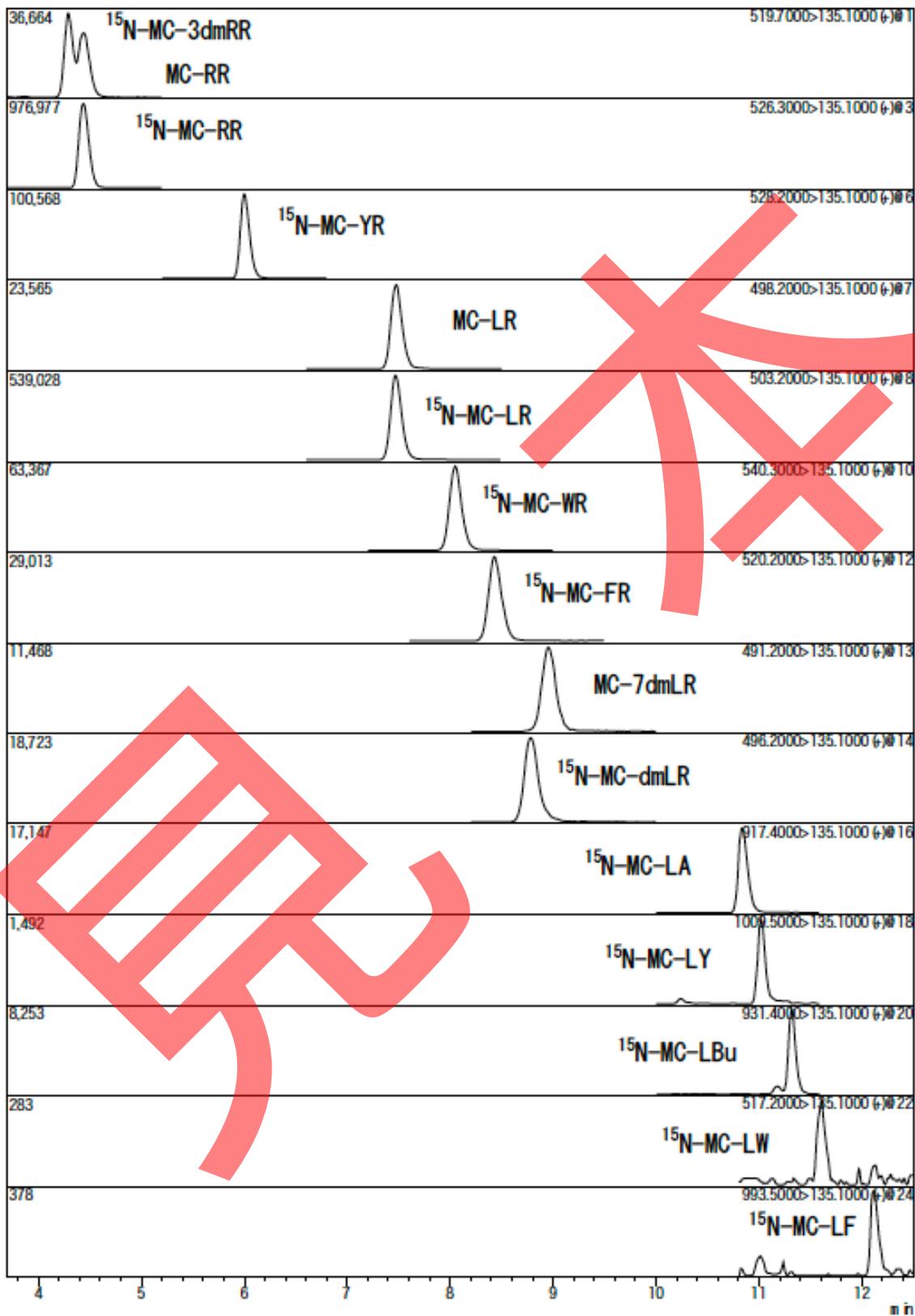


図 MC-RR、LR、7dmLR添加後のLC-MS/MSクロマトグラム (カラム: Ascentis Express C18 2.1 mm × 100 mm, 2.6 μm、LC-MS/MS: Shimadzu LCMS-8040 with Nexera)