

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 6207-a  
No. +++

ジノフィシストキシン-1 (DTX1) 標準液

Dinophysistoxin-1 Standard Solution

本標準物質は、ISO GUIDE 34:2009およびISO/IEC 17025:2005に適合するマネジメントシステムに基づき生産されたジノフィシストキシン-1(DTX1)標準液(溶媒は0.5% (体積分率) エタノール含有メタノール)である。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25℃におけるDTX1質量濃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。

化合物	CAS番号	認証値 質量濃度 (μg/mL)	拡張不確かさ 質量濃度 (μg/mL)
ジノフィシストキシン-1 (DTX1)	81720-10-7	1.079	0.078

## 【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DTX1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。認証値は、定量NMR法により決定した濃度、質量比混合法による希釈率、および密度を用いて決定した。認証値の不確かさは、NMR測定および希釈操作の不確かさ、均質性、安定性および温度による密度変動の不確かさを合成したものである。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)を用いて濃度評価された1,4-ビストリメチルシリルベンゼン- $d_4$ メタノール溶液を標準とした定量NMR法によるDTX1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。

## 【参考値】

本標準物質の参考値として、DTX1の質量分率および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DTX1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。

化合物		参考値	拡張不確かさ
ジノフィシストキシン-1 (DTX1)	質量分率	1.370 μg/g	0.099 μg/g
	物質量濃度	1.317 μmol/L	0.095 μmol/L

**【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、無色透明液体で、1 mL が褐色アンプルに封入されている。

**【均質性】**

小分けした 567 本の試料から層別ランダムに 10 本取り出し、紫外検出高速液体クロマトグラフィー(HPLC-UV)による DTX1 のピーク面積値から均質性を確認した。評価した均質性に起因する不確かさは、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、遮光し、 $-20^{\circ}\text{C}$ 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、 $20^{\circ}\text{C}$ から $30^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で用いること。あらかじめ $20^{\circ}\text{C}$ から $30^{\circ}\text{C}$ 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。生体での試験には用いないこと。

**【取り扱いにおける注意事項】**

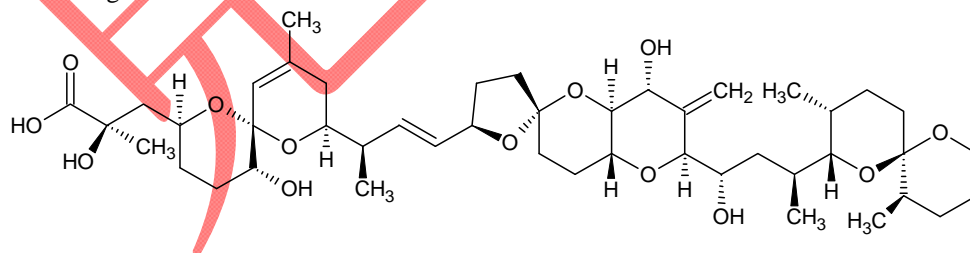
火気や換気に注意し、保護マスクや保護手袋等を着用すること。安全データシート (SDS) に従って取り扱うこと。ガラスアンプル開封時には十分注意すること。廃棄は、関連法規ならびに地方自治体の条例に従うこと。

**【製造方法等】**

国立研究開発法人水産総合研究センター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 DTX1 を精製した。精製した DTX1 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、 $25^{\circ}\text{C}$ で $0.7872\text{ g/cm}^3$ であり、温度が $5^{\circ}\text{C}$ 変動した場合に、密度は約0.6 %変動する。DTX1 のモル質量は $819.03\text{ g/mol}$ 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高津章子、生産責任者は川口研、値付け担当者は川口研、山崎太一、恵山栄である。

**【情報の入手】**

本標準物質に関し、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、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（研究代表者 国立研究開発法人水産総合研究センター中央水産研究所 石原賢司）」の研究成果に基づくものであり、国立研究開発法人水産総合研究センター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総合研究センター中央水産研究所、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。

2016年3月9日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
理事長 中鉢 良治

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://www.nmij.jp/service/C/>