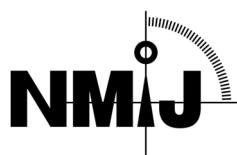


国立研究開発法人 産業技術総合研究所  
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7308-a  
No. +++

トンネル粉じん（多環芳香族炭化水素類・有害元素分析用）

Polycyclic Aromatic Hydrocarbons and Toxic Elements in Tunnel Dust

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ものであり、トンネル粉じんやそれに類似した試料中の多環芳香族炭化水素類（PAHs）及び有害元素の定量において、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】

本標準物質の認証値（質量分率）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)	分析方法 (下記参照)
Fluorene	86-73-7	2.64	0.72	1, 2, 3
Anthracene	120-12-7	4.6	1.3	1, 2, 3
Fluoranthene	206-44-0	20.3	3.6	1, 2, 3
Pyrene	129-00-0	18.8	3.4	1, 2, 3
Benz[a]anthracene	56-55-3	2.62	0.23	1, 2, 3
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2	1.96	0.17	1, 2, 3
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9	0.899	0.080	1, 2, 3
Benzo[a]pyrene	50-32-8	1.39	0.18	1, 2, 3
Perylene	198-55-0	0.294	0.055	1, 2, 3
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5	1.41	0.36	1, 2, 3

元素	CAS 番号	認証値 質量分率 (%)	拡張不確かさ 質量分率 (%)	分析方法 (下記参照)
Cr	7440-47-3	1.071	0.025	4, 5
Ni	7440-02-0	0.285	0.007	4, 5, 6
Pb	7439-92-1	0.1078	0.0023	4, 5, 6

元素	CAS 番号	認証値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (下記参照)
Mn	7439-96-5	645	18	5, 6, 7
Cd	7440-43-9	43.4	1.4	4, 5

## 【認証値の決定方法】

本標準物質の多環芳香族炭化水素類（PAHs）の認証値は、ガスクロマトグラフィー／質量分析法（GC/MS）と、異なる抽出手法とを組み合わせた複数の分析方法によって測定を行い、それぞれについて同位体希釈質量分析法により得られた定量結果を重み付け平均して算出した。

## 分析方法：

- 1) マイクロ波支援抽出法及びGC/MS  
 [マイクロ波支援抽出] メタノール/トルエン混合溶媒 (1/3, 体積比) により 160 °Cで 40 分間抽出  
 [クリーンアップ] 還元銅処理及びシリカゲル固相抽出  
 [GC/MS] カラム:DB-17MS、イオン化法:電子衝撃イオン化 (EI) 法、測定モード:選択イオン検出法 (SIM)
- 2) ソックスレー抽出法及びGC/MS  
 [ソックスレー抽出] トルエンにより 16 時間抽出  
 [クリーンアップ] 還元銅処理及びシリカゲル固相抽出  
 [GC/MS] カラム:LC-50、イオン化法:EI 法、測定モード:SIM
- 3) 加圧流体抽出法及びGC/MS  
 [加圧流体抽出] トルエンにより 190 °C (20 MPa) で 10 分間抽出を 2 回繰り返す  
 [クリーンアップ] 還元銅処理及びシリカゲル固相抽出  
 [GC/MS] カラム:DB-17MS、イオン化法:EI 法、測定モード:SIM

本標準物質の有害元素の認証値は、同位体希釈誘導結合プラズマ質量分析法 (ID-ICP-MS)、ICP-MS、ICP-発光分析法 (ICP-OES)、黒鉛炉原子吸光分析法 (GFAAS) と、酸の混合内容の異なるマイクロ波酸分解法とを組み合わせた複数の分析法によって得られた定量値を重みづけ平均して算出した。

## 分析方法：

- 4) マイクロ波酸分解 (硝酸、ふっ化水素酸、過塩素酸 混合) 及び ID-ICP-MS
- 5) マイクロ波酸分解 (硝酸、ふっ化水素酸、過酸化水素 混合) 及び ICP-MS
- 6) マイクロ波酸分解 (硝酸、ふっ化水素酸、過酸化水素 混合) 及び ICP-OES
- 7) マイクロ波酸分解 (硝酸、ふっ化水素酸、過酸化水素 混合) 及び GFAAS

## 【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質のPAHsについての認証値は、国際単位系 (SI) にトレーサブルな米国国立標準技術研究所 (NIST) 製認証標準物質 (SRM2260a, PAHs標準液) を用いて、一次標準測定法である同位体希釈質量分析 (IDMS) 法により求めたものであり、SIにトレーサブルである。また、有害元素についての認証値は、JCSS元素標準液を用いた ID-ICP-MS及び精確さが確認された分析法により得られた定量値からそれぞれ算出した。なお、標準液の希釈などは、JCSS校正された天秤を用いた質量比混合法によって行った。

## 【参考値】

本標準物質の参考値 (質量分率) は以下の通りである。参考値の不確かさは、均質性と安定性の不確かさを含む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	参考値 質量分率 (mg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg)	分析方法 (上記参照)
Naphthalene	91-20-3	11.6	1.9	1, 3
Benzo[c]phenanthrene	195-19-7	0.72	0.21	1*, 2*, 3*
Chrysene	218-01-9	2.83	0.20	2
Benzo[e]pyrene	192-97-2	2.4	1.2	1*, 2*, 3*

元素	CAS 番号	参考値 質量分率 (%)	拡張不確かさ 質量分率 (%)	分析方法 (上記参照)
Zn	7440-66-6	8.85	0.22	5

分析方法は【認証値の決定方法】によるが、\*を付した番号は、IDMS 法ではなく構造異性体を内標準物質とした内標準法を適用したことを示す。

本標準物質中の benzo[c]phenanthrene 及び benzo[e]pyrene については IDMS 法の適用が、naphthalene 及び chrysene に

については複数の測定法（GC カラム）の適用ができなかった。また、亜鉛（Zn）の濃度も単一の分析法により得られた結果である。このため、これらについては質量分率を参考値とした。

#### 【国際相互承認】

本認証標準物質はメートル条約下の国際相互承認取決め（CIPMMRA）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）附属書C（<http://kcdb.bipm.org/AppendixC/default.asp>）に登録されている。

#### 【有効期間】

本標準物質が下記の【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、黒色の粉末であり、約1gがガラス製褐色瓶に封入されている。

#### 【均質性】

小分けした500本の試料からランダムに10本を取り出し、PAHsに関しては分析方法1により定量を行い、均質性を反映した試料間のばらつきを決定し、認証値及び参考値の不確かさに加えた。また有害元素に関しては、分析方法5により定量を行い、均質性を反映した試料間のばらつきを決定し、認証値及び参考値の不確かさに加えた。

#### 【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、2℃から10℃で清浄な場所に保存すること。

#### 【使用に関する注意事項】

##### (1)分析に用いる試料量

PAHs分析：均質性の観点から1回の分析に用いる試料量は0.2g以上とすること。

有害元素分析：均質性の観点から1回の分析に用いる試料量は0.05g以上とすること。

##### (2)秤量

本標準物質の開封は、室温に1時間以上おき、室温に戻してから行うこと。

#### 【取り扱いにおける注意事項】

試験・研究の目的以外には使用しないこと。試料取り扱い時には、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が望ましい。都道府県知事の許可を得た専門の廃棄物処理業者に処理を委託すること。安全データシート（SDS）を参考にして取り扱うこと。本標準物質は労働安全衛生法において名称等を通知すべき有害物（Cr, Ni, Pb）、および化学物質排出把握管理促進法（PRTR法）において第1種指定化学物質に指定されている物質（Cr）を含むため、保管や廃棄についてはこれらの法令を遵守すること。

#### 【製造方法等】

トンネル粉じんは、国内のトンネルに設置された電気集じん機の水洗に使用する沈殿槽から採取した。採取した試料は60℃で乾燥後、粉碎して106µmふるいを通したものについて均質化を行なった。この試料を約1gずつ小分けした。

#### 【参考情報】

認証時におけるphenanthreneの質量分率は46 mg/kg（分析法は【認証値の決定方法】の1,2,3による）であったが、緩やかな減少傾向にある。また、認証時におけるbenzo[ghi]peryleneの質量分率は2.54 mg/kg（分析法は【認証値の決定方法】の1,2,3による）であったが、緩やかな増加傾向にある。有害大気汚染物質測定方法マニュアル（水銀・ベンゾ[a]ピレン）（環境庁大気保全局大気規制課、平成11年3月）に基づいて定量したbenzo[a]pyreneの質量分率は、1.65 mg/kgであった。また、本標準物質の粒子径は4.7 µm（10%径）、19 µm（50%径）、54 µm（90%径）（湿式レーザー回折散乱法による結果）、比表面積は51 m<sup>2</sup>/gであった（BET一点法による結果）。

**【協力機関】**

本標準物質の調製は、環境総合テクノス株式会社が行った。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は沼田雅彦、生産責任者は伊藤信靖、値付け担当者は伊藤信靖、稲垣和三、成川知弘、青柳嘉枝、成島いずみ、小口昌枝である。

**【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。

2015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 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/>

改訂履歴

- 2014.11.12 【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。  
【国際相互承認】の項を追加した。
- 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。
- 2019.01.15 安定性モニタリングの結果から、benzo[ghi]peryleneを認証値から取り下げた。