

独立行政法人 産業技術総合研究所

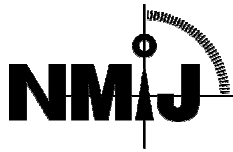
## 計量標準総合センター 標準物質認証書

認証標準物質

NMIJ CRM 7903 - a

No. +++

絶縁油



(ポリクロロビフェニル分析用—低濃度)

## Polychlorinated Biphenyls in Insulation Oil (Low Concentrations)

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE34) に適合する品質システムに基づき生産されたものであり、鉱物油やそれに類似した試料中のポリクロロビフェニル (PCB) 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。なお、本標準物質は、NMIJ CRM 7902-a の調製原料と同一の電気絶縁油であり、CRM 7902-a と精確に質量比で混合することで PCB 濃度を両者の特性値の間で任意に調整できる。

## 【認証値】

本標準物質中の 5 種類の PCB 同族体 (Congener) の濃度 (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  $k=2$  から決めら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を示す。

PCB 同族体\*濃度

	CAS No.	認証値 質量分率 (μg/kg)	拡張不確かさ 質量分率 (μg/kg)	分析方法
CB52 (2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル)	35693-99-3	0.33	0.12	1,3,6
CB101 (2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル)	37680-73-2	0.38	0.24	1,2,3,4,5,6
CB118 (2,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル)	31508-00-6	0.42	0.15	1,3,5,6
CB138 (2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-28-2	0.27	0.23	1,3,5,6
CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-27-1	0.21	0.14	1,2,3,4,5,6

\* IUPAC 表記による

本標準物質中の以下の成分については、認証に適用した分析手法・測定装置では、検出されたシグナルとバックグラウンドのノイズレベルの比 (S/N) が検出下限とされる 3 よりも小さいか、あるいは定量値とブランク分析結果との有意差が認められなかった。S/N が 3 よりも小さいシグナルを与える濃度 (物質質量分率) として推定される範囲を以下に示す。

## PCB 同族体\*濃度 (検出下限より)

	CAS No.	認証値 質量分率 (μg/kg)	分析 方法
CB3 (4-クロロビフェニル)	2051-62-9	<0.22	1
CB8 (2,4'-ジクロロビフェニル)	34883-43-7	<0.19	1
CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル)	7012-37-5	<0.12	1
CB180 (2,2',3,4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル)	35065-29-3	<0.12	1
CB194 (2,2',3,3',4,4',5,5'-オクタクロロビフェニル)	35694-08-7	<0.13	1
CB206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ノナクロロビフェニル)	40186-72-9	<0.09	1

\*IUPAC 表記による

## 分析方法:

## 1) ジメチルスルホキシド (DMSO) 抽出法及び同位体希釈-ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (ID-GC/MS)

[クリーンアップ] ヘキサンを添加した試料より DMSO によって PCB を抽出、さらに水を添加してヘキサンで逆抽出し、硫酸洗浄及びシリカカラムクロマトグラフィー

[GC/MS] カラム: HT8-PCB (関東化学製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: 電子イオン化法 (EI)、測定モード: 選択イオンモニタリング法 (SIM)

## 2) DMSO 抽出法及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] ヘキサンを添加した試料より DMSO によって PCB を抽出、水添加後にヘキサンで逆抽出し、硫酸洗浄及び液体クロマトグラフィー (LC) 分画 (固定相/移動相: シリカゲル/ヘキサン)

[GC/MS] カラム: DB-1701 (Agilent Technologies 製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: EI、測定モード: SIM

## 3) ゲル浸透クロマトグラフィー (GPC) -逆相液体クロマトグラフィー (逆相 LC) 及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] 固相抽出 (アミノプロピルシリカ)、LC 分画 (固定相/移動相: GPC-ポリビニルアルコール系樹脂/アセトン、逆相 LC-C18-シリカゲル/アセトニトリル)

[GC/MS] カラム: DB-XLB (Agilent Technologies 製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: EI、測定モード: SIM

## 4) GPC-逆相 LC 及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] 固相抽出 (アミノプロピルシリカ)、LC 分画 (固定相/移動相: GPC-ポリビニルアルコール系樹脂/アセトン、逆相 LC-C18-シリカゲル/アセトニトリル)

[GC/MS] カラム: DB-1MS (Agilent Technologies 製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: EI、測定モード: SIM

## 5) スルホキシド基固定化担体 LC 及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] 固相抽出 (シリカ)、LC 分画 (固定相/移動相: スルホキシド基固定化シリカゲル/ヘキサン)

[GC/MS] カラム: HT8-PCB (関東化学製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: EI、測定モード: SIM

## 6) 順相 LC 及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] 固相抽出 (ベンゼンスルホン酸/シリカ)、LC 分画 (固定相/移動相: NH<sub>2</sub>-シリカゲル/ヘキサン、DIOL-シリカゲル/ヘキサン)[GC/MS] カラム: DB-XLB (Agilent Technologies 製)、質量分解能:  $\geq 10000$ 、イオン化: EI、測定モード: SIM

## 【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、同位体希釈-ガスクロマトグラフィー/質量分析法による測定結果から算出した。すべての測定は産業技術総合研究所計量標準総合センターにおいて行った。

## 【トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、NMIJ CRM4207-a1 及び NMIJ で純度を評価した PCB 同族体を校正用標準液に用いて、一次標準測定法である同位体希釈質量分析法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】

#### a. 公定分析法による総 PCB 濃度

特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法 [平 4 厚生省告示 192 (一部改正等平 10 厚告 222・平 11 厚告 193)、前述の分析方法 1 と 2 に同じ] に基づいて、同一塩素数の PCB 異性体は GC/MS の感度係数が同一であると仮定して塩素数別 PCB の総濃度を算出した。測定結果をもとに算出した塩素数別 PCB 濃度 (質量分率) を参考値として示す。ただし、クロマトグラムのノイズレベルより見積もった検出下限以下しか含まれない同族体の濃度は 0 として扱うとともに、特定の塩素数について全ての異性体が不検出の場合を nd として示す。

参考値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数  $k=2$  から決めら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を示すが、校正溶液の濃度や PCB 異性体間の GC/MS に対する感度係数の差に起因する不確かさなどは考慮されていない。

デカクロロビフェニルについては、公定分析法よりも分析方法 7 による検出下限のほうが低かったため、その値を示した。

「特別管理一般廃棄物及び特別管理産業廃棄物に係る基準の検定方法」による塩素数別 PCB 濃度

	参考値 質量分率( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	拡張不確かさ 質量分率( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	検出下限** 質量分率( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
モノクロロビフェニル	nd	—	0.22
ジクロロビフェニル	0.33	0.81	0.19
トリクロロビフェニル	0.38	0.60	0.12
テトラクロロビフェニル	1.13	0.59	0.09
ペンタクロロビフェニル	2.80	0.42	0.13
ヘキサクロロビフェニル	1.24	0.41	0.30
ヘプタクロロビフェニル	0.21	0.05	0.12
オクタクロロビフェニル	nd	—	0.13
ノナクロロビフェニル	nd	—	0.09
デカクロロビフェニル	nd	—	0.06

\*\* 1 異性体当たりの概略値

分析方法：

#### 7) 順相 LC 及び ID-GC/MS

[クリーンアップ] 固相抽出 (ベンゼンスルホン酸/シリカ)、LC 分画 (固定相/移動相:  $\text{NH}_2$ -シリカゲル/ヘキサン、DIOL-シリカゲル/ヘキサン)

[GC/MS] カラム: DB-XLB (Agilent Technologies 製)、質量分解能:  $\geq 3000$ 、イオン化: 負イオン化学イオン化法 (NCI)、測定モード: SIM

#### b. 密度

室温付近での本標準物質中の密度は、0.87751 g/mL (20 °C)、0.87417 g/mL (25 °C) 及び 0.87081 g/mL (30 °C) である。測定は振動式密度計による。

### 【有効期限】

本標準物質の有効期限は、未開封で下記の保存条件のもとで 2017 年 3 月 31 日である。

### 【形状等】

本標準物質はパラフィン油を主成分とする電気絶縁油であり、黄色のやや粘性の高い液体で、褐色ガラスサンプルに約 10 mL がアルゴンガスとともに封入されている。

### 【均質性】

小分けした 600 本のサンプル詰め試料から無作為に選んだ 10 本の試料中の PCB 同族体を順相 LC-

ID-GC/MS 法により定量し、分散分析により試料間が十分に均質であることを確認した。なお、試料間の均質性に起因する不確かさは、認証値の不確かさに含めた。

**【保存に関する注意事項】**

未開封、開封済みにかかわらず室温（30℃以下）で遮光して保存すること。一度開封した場合は他の容器に移し、できるだけ密栓した状態で保存しなければならない。ただし、開封後の試料の保存安定性については確認されていない。

**【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。本標準物質は特化物<sup>注)</sup>に指定されている物質を含むため、化審法<sup>注)</sup>に従って取り扱い、廃掃法<sup>注)</sup>を遵守して保管や廃棄を行うこと。

注) 特化物：第一種特定化学物質、化審法：化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律、廃掃法：廃棄物の処理及び清掃に関する法律

**【製造方法等】**

変圧器（三相 300kVA、26 年間使用）より採取した電気絶縁油（JIS C2320 1 種 2 号 [鉱油]）を保持粒子径 0.5 μm のガラス繊維ろ紙でろ過し、これを約 10 mL ずつ褐色ガラスサンプルに封入した。

**【協力機関】**

本標準物質の原料である絶縁油の採取は、株式会社環境総合テクノスが行った。

**【生産担当者】**

本標準物質の生産に関する技術管理者は鎗田孝、生産責任者は沼田雅彦、値付け担当者は沼田雅彦、石川啓一郎、羽成修康、青柳嘉枝、松尾真由美、大塚聡子である。

**【技術情報の入手】**

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は購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記ホームページ及び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。

2007年5月21日

独立行政法人 産業技術総合研究所  
理事長 吉川 弘之

本標準物質に関する質問等は以下にご連絡ください。

独立行政法人 産業技術総合研究所 計量標準総合センター  
計量標準管理センター 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：<http://www.nmij.jp/>