

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 7904 - a
No. +++

重油



(ポリクロロビフェニル分析用)

Polychlorinated Biphenyls in Fuel Oil

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、重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。

【認証値】

本標準物質中の 10 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*の認証値

	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
CB8 (2,4'-ジクロロビフェニル)	34883-43-7	575	29	1,2,3,4
CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル)	7012-37-5	173	8	1,2
CB52 (2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル)	35693-99-3	184	10	1,2,4
CB101 (2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル)	37680-73-2	167	13	1,2,3,4
CB118 (2,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル)	31508-00-6	124	7	1,2,3,4,5
CB138 (2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-28-2	133	14	1,2
CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-27-1	174	7	1,2,4,5
CB180 (2,2',3,4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル)	35065-29-3	151	8	1,2,3,4,5
CB194 (2,2',3,3',4,4',5,5'-オクタクロロビフェニル)	35694-08-7	37	3	1,2,3,4,5
CB206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ノナクロロビフェニル)	40186-72-9	9.2	1.6	1,2,3,4,5

* IUPAC 表記による

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、同位体希釈ーガスクロマトグラフィー/質量分析法 (ID-GC/MS) によって PCB 同族体含有量を定量した PCB 原液と、別途 PCB が含有されていないことを確認した重油とを混合した際の調製濃度から決定した。すべての測定と調製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。なお、PCB 原液中の PCB 同族体の ID-GC/MS 分析条件は次の通りである。

- 1) カラム : HT8-PCB (関東化学製)、質量分解能 : ≥ 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) カラム : DB-XLB (Agilent Technologies 製)、質量分解能 : ≥ 10000 、イオン化 : EI、測定モード : SIM
- 3) カラム : DB-1701 (Agilent Technologies 製)、質量分解能 : ≥ 10000 、イオン化 : EI、測定モード : SIM
- 4) カラム : DB-1MS (Agilent Technologies 製)、質量分解能 : ≥ 10000 、イオン化 : EI、測定モード : SIM
- 5) カラム : DB-XLB (Agilent Technologies 製)、質量分解能 : ≥ 3000 、イオン化 : 負イオン化学イオン化法 (NCI)、測定モード : SIM

【トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、NMIJ CRM4206-a1、4207-a1、4209-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測定結果と、質量比混合法による調製値から算出したものであり、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)] 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 とみなした。なお、デカクロロビフェニルは高塩素数 PCB への相対的な感度が高い NCI 法 (分析方法 6) による定量値を参考値とした。

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。

「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(μg/kg)	拡張不確かさ 質量分率(μg/kg)	検出下限* 質量分率(μg/kg)
ジクロロビフェニル	642	11	8.5
トリクロロビフェニル	871	33	0.21
テトラクロロビフェニル	1475	195	0.16
ペンタクロロビフェニル	1047	53	0.15
ヘキサクロロビフェニル	986	22	0.23
ヘプタクロロビフェニル	732	83	0.28
オクタクロロビフェニル	229	23	0.32
ノナクロロビフェニル	12.3	0.9	0.15
デカクロロビフェニル	0.14	—	—

*1 同族体当たりの概略値

分析方法：

6) 順相液体クロマトグラフィー及び 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)、順相液体クロマトグラフィー分画 (固定相/移動相: NH₂-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: ≥ 3000 、イオン化: 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、0.86266 g/mL (20 °C)、0.85915 g/mL (25 °C) 及び 0.85564 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 JIS K2205 1 種 2 号の重油であり、黒褐色の液体で、褐色ガラスアンプルに約 2.5 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 本のア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^{注)}に指定されている物質を含むため、化審法^{注)}に従って取り扱い、廃掃法^{注)}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】

市販の JIS K2205 1 種 2 号の低硫黄タイプ重油を保持粒子径 0.5 μm のガラス繊維ろ紙でろ過し、試薬の CB3・CB8 およびカネクロールを添加し（添加濃度：CB3, 0.501 mg/kg; CB8, 0.503 mg/kg; KC300, 1.25 mg/kg; KC400, 1.27 mg/kg; KC500, 1.27 mg/kg; KC600, 1.27 mg/kg）、ロッキングミキサーで混合・均質化した後、約 2.5 mL ずつ褐色ガラスアンプルに封入して調製した。

【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/

改訂履歴

2009.10.20 安定性試験の結果に基づいて、CB3（3-クロロビフェニル）の認証値およびクロロビフェニルの参考値を削除した。