

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 4214 - a
No. +++



p,p'-DDT, *p,p'*-DDE, γ -HCH 混合標準液

(2, 2, 4-トリメチルペンタン溶液)

p,p'-DDT, *p,p'*-DDE, γ -HCH in 2,2,4-Trimethylpentane

本標準物質は、JIS Q 0034 (ISO GUIDE 34) 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、ガスクロマトグラフィー質量分析法、ガスクロマトグラフィー、高速液体クロマトグラフィー等による塩素系農薬類の定量において、分析機器の校正に用いる他、機器の精度管理、分析方法や分析装置の妥当性確認等に用いることができる。

【認証値】

本標準物質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を示す。

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)
<i>p,p'</i> -DDT (1,1,1-トリクロロ-2,2-ビス [<i>p</i> -クロロフェニル] エタン)	50-29-3	9.85	0.38
<i>p,p'</i> -DDE (1,1-ジクロロ-2,2-ビス [<i>p</i> -クロロフェニル] エチレン)	72-55-9	10.01	0.22
γ -HCH ((1 α ,2 α ,3 β ,4 α ,5 α ,6 β)-ヘキサクロロシクロヘキサン)	58-89-9	10.02	0.13

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、標準液の調製における原料 *p,p'*-DDT 等の希釈倍率に、それらの純度を乗ずることによって算出した。*p,p'*-DDT の純度は、示差走査熱量計 (DSC) を用いた凝固点降下法によりあらかじめ純度を評価した高純度 *p,p'*-DDT を基準として、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) によって校正し求めた。*p,p'*-DDE の純度は、DSC を用いた凝固点降下法および水素炎イオン化検出-ガスクロマトグラフィー (GC-FID) によって求めた。 γ -HCH は、GC-FID による差数法で純度を決定した。

【トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、JCSS 校正済み精密天秤を用いた質量比混合法による標準液の原料と溶液の質量分率に、凝固点降下法または差数法で純度決定された原料の純度を乗じた値であり、国際単位系 (SI) にトレーサブルである。

【参考情報】

本標準物質の密度は、0.6918 g/cm³ (20 °C) である。

本標準物質には、不純物として *p,p'*-DDMU (1-chloro-2,2-bis(*p*-chlorophenyl)ethylene) が 0.8 μ g/kg、*o,o'*-DDT が 92 μ g/kg、*o,p'*-DDT が 17 μ g/kg 含まれている。不純物の濃度は、GC-FID から求めた質量分率である。

また、*p,p'*-DDD が約 9.6 mg/kg 含まれている。

【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、常温では無色透明の液体で、約 1 g ずつ 2 mL 褐色ガラスアンプルにアルゴンガス雰囲気下で封入されている。

【均質性】

小分けした 400 本のアンプルからランダムに 11 本取り出し、GC-FID および HPLC を用いた主成分の面積値を測定することにより、均質性を反映したアンプル間のばらつきを決定し、認証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、常温にて清浄な場所に保存する。

【使用に関する注意事項】

開封後は、速やかに使用すること。

【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。本認証標準物質は特化物^{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】

本標準物質は、原料 *p,p'*-DDT 等を 2,2,4-トリメチルペンタンで希釈して調製したものである。

【協力機関】

本標準物質の原料 (*p,p'*-DDE、 γ -HCH) の精製は、和光純薬工業株式会社が行った。*p,p'*-DDT は、市販の標準品をそのまま用いた。

【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、生産責任者は石川啓一郎、値付け担当者は石川啓一郎、羽成修康、清水由隆、井原俊英、大塚聡子、岩澤良子、藤木直美、樋口勝彦、鮎 新努である。

【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。

2008 年 5 月 1 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

(2011.4.5) 安定性試験の結果に基づいて *p,p'*-DDD の認証値を削除するとともに、他の認証項目の不確かさを見直し、*p,p'*-DDD の濃度は参考値とした。また、有効期限を 2017 年 3 月 31 日に変更した。