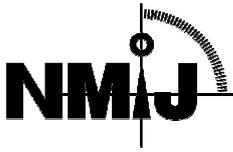


国立研究開発法人 産業技術総合研究所
計量標準総合センター 標準物質認証書



認証標準物質

NMIJ CRM 7307-a
No. +++

湖底質(多環芳香族炭化水素類分析用)

Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Fresh Water Lake Sediment

本標準物質は、ISO 17034 及び ISO/IEC 17025 の要求事項に適合するマネジメントシステムに基づき生産された湖底質であり、底質やそれに類似した試料中の多環芳香族炭化水素類 (PAHs) 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は以下の通りである。乾燥質量あたりの濃度 (質量分率) で示しており、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。なお、乾燥方法は本認証書に記載された方法による。

| 物質名 | CAS 番号 | 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 (下記参照) |
|------------------------|----------|---------------------|------------------------|------------------|
| Fluorene | 86-73-7 | 6.0 | 1.7 | 2, 3, 4 |
| Phenanthrene | 85-01-8 | 24.5 | 4.0 | 1, 3, 4, 5, 6 |
| Anthracene | 120-12-7 | 3.6 | 1.5 | 3, 4, 5, 6 |
| Fluoranthene | 206-44-0 | 25.1 | 3.7 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Pyrene | 129-00-0 | 22.2 | 4.2 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Benzo[c]phenanthrene | 195-19-7 | 3.21 | 0.60 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Benz[a]anthracene | 56-55-3 | 7.1 | 1.3 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Chrysene | 218-01-9 | 8.39 | 0.78 | 2, 4, 6 |
| Benzo[b]fluoranthene | 205-99-2 | 24.9 | 7.8 | 1, 2, 3, 4, 5 |
| Benzo[k]fluoranthene | 207-08-9 | 5.3 | 1.7 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Benzo[j]fluoranthene | 205-82-3 | 7.0 | 3.1 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Benzo[a]fluoranthene | 203-33-8 | 1.56 | 0.74 | 1, 3, 5, 6 |
| Benzo[e]pyrene | 192-97-2 | 9.7 | 3.2 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Benzo[a]pyrene | 50-32-8 | 4.57 | 0.59 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |
| Indeno[1,2,3-cd]pyrene | 193-39-5 | 5.6 | 2.8 | 1, 3, 5, 6 |
| Benzo[ghi]perylene | 191-24-2 | 6.8 | 2.0 | 1, 2, 3, 4, 5, 6 |

【認証値の決定方法】

本標準物質の認証値は、ガスクロマトグラフィー/質量分析法 (GC/MS) または液体クロマトグラフィー/質量分析法 (LC/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、得られた分析結果を重み付け平均して求めたものである。

分析方法：

- 1) 加圧流体抽出法及びGC/MS (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)

- [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回繰り返し
 [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 (J&W Scientific製)、イオン化法：電子イオン化 (EI) 法、測定モード：選択イオン検出法 (SIM)
- 2) 加圧流体抽出法及びGC/MS (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)
 [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回繰り返し
 [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 (J&K Scientific製)、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 (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)
 [加圧流体抽出] ジクロロメタン/酢酸エチル混合溶媒 (1/1, 体積比) により190 °C (20 MPa) で10分間抽出を2回繰り返し
 [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 (J&W Scientific製)、イオン化法：EI法、測定モード：SIM
- 4) 加圧流体抽出法及びGC/MS (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)
 [加圧流体抽出] ジクロロメタン/酢酸エチル混合溶媒 (1/1, 体積比) により190 °C (20 MPa) で10分間抽出を2回繰り返し
 [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 (J&K Scientific製)、イオン化法：EI法、測定モード：SIM
- 5) マイクロ波支援アルカリ分解抽出法及びGC/MS (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)
 [マイクロ波支援アルカリ分解抽出] 1 M 水酸化カリウム/メタノール溶液により190 °Cで30分間抽出
 [クリーンアップ] 逆相ポリマー固相抽出及びシリカゲル固相抽出
 [GC/MS] カラム：DB-17MS (J&W Scientific製)、イオン化法：EI法、測定モード：SIM
- 6) マイクロ波支援アルカリ分解抽出法及びLC/MS (同位体希釈質量分析法もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準法を適用)
 [マイクロ波支援アルカリ分解抽出] 1 M 水酸化カリウム/メタノール溶液により190 °Cで30分間抽出
 [クリーンアップ] 逆相ポリマー固相抽出及びシリカゲル固相抽出
 [LC/MS] カラム：ODS-P (GL Sciences 製)、イオン化法：ドーパント支援大気圧光イオン化法 (ドーパント：トルエン/アニソール混合溶媒 (99.5/0.5, 体積比))、測定モード：選択イオン検出法 (SIR)

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、米国国立標準技術研究所製認証標準物質 (標準液, NIST SRM2260a) を用いて、一次標準測定法である同位体希釈質量分析法、もしくは分析対象物質の構造異性体の安定同位体標識化合物を用いた内標準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】

本標準物質中のtriphenyleneについては、前述の分析方法に示した中で、単一の測定法によるのみ定量することが可能であった。このため、triphenyleneについては、乾燥質量あたりの濃度 (質量分率) を参考値として示す。なお、参考値の不確かさは、均質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示す。

| 物質名 | CAS 番号 | 参考値 質量分率 (µg/kg) | 拡張不確かさ 質量分率 (µg/kg) | 分析方法 (上記参照) |
|--------------|----------|---------------------|------------------------|----------------|
| Triphenylene | 217-59-4 | 6.7 | 1.2 | 2, 4 |

【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 (CIPM MRA) 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】

本標準物質は淡褐色の粉末で、60 g ずつ褐色ガラス容器に瓶詰めされている。

【均質性】

小分けした 500 本の瓶詰め試料から無作為に選んだ 10 本の試料中の PAHs (phenanthrene, fluoranthene, benz[a]anthracene, benzo[a]pyrene, benzo[ghi]perylene) の含有量を測定し、分散分析により均質性を確認した。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、2 °Cから10 °C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

均質性の観点から1回の分析に用いる試料量は5 g以上とする。

(2) 水分含量 (乾燥質量) の求め方

認証値、参考値、及び参考情報はすべて乾燥質量換算の濃度で示している。従って、成分測定時に試料の水分含量を測定し、測定値を補正する必要がある。水分含量の測定方法は以下を指定する。

① 試料約1 gを採取及び秤量した後、105 °Cから110 °Cのオープン内で6時間加熱する。

② シリカゲルデシケーター内で放冷後、秤量する。

上記における乾燥前後の質量減少分を水分とする。なお、およその水分含量は2.6%である。

水分含量測定に用いた試料は、PAHsの測定に使用してはならない。

(3) 秤量

本標準物質を秤量する場合には、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】

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) を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は、琵琶湖南湖盆にて採取した底質(底泥)を風乾し、粉碎した後、106 µm のふるいを通したものを混合した。混合した底質を約 60 g ずつ褐色ガラス容器に瓶詰めし、滅菌のためにガンマ線を照射 (20 kGy) した。

【参考情報】

外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル(水質、底質、水生生物)「有機塩素系農薬、ポリ臭化ビフェニル及びベンゾ(a)ピレンの分析法」[環境庁水質保全局水質管理課、平成10年10月]に基づいて定量した乾燥質量あたりのbenzo[a]pyrene濃度は、2007年12月の時点で (3.05 ± 0.09) µg/kg (平均値 ± 標準偏差) であった (本標準物質5 gに精製水5 gを添加して湿試料とした)。なお、この分析値は、上記分析法により定量して得られた結果 (n = 5) であり、同様の手法により分析した場合にのみ有効である。

認証時 (2007年12月) のdibenz[a,h]anthracene、naphthalene、peryleneの分析値は、それぞれ1 µg/kg、35 µg/kg、2.08 × 10³ µg/kgであった。

【協力機関】

本標準物質の調製は、株式会社島津テクノリサーチ及び環境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鎗田孝、生産責任者は伊藤信靖、値付け担当者は伊藤信靖、高津章子、青柳嘉枝である。

【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。

2020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 石村 和彦

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://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refimate/>

改訂履歴

- 2010.01.26 安定性モニタリングの結果に基づき、dibenz[a,h]anthraceneの認証値およびnaphthaleneの参考値を削除し、それぞれの認証時の分析値を参考情報に加えた。
- 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。
- 2016.07.19 不確かさを再評価して拡張不確かさを変更した。【国際相互承認】の項を追加した。
【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。
- 2018.02.13 安定性モニタリングの結果に基づき、peryleneの認証値を削除し、認証時の分析値を参考情報に加えた。