

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 7404-a
No. +++

スズキ魚肉粉末（有機汚染物質分析用）

Organic Pollutants in Japanese Seabass Tissue

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有機汚染物質分析用スズキ魚肉粉末標準物質である。魚肉やそれに類似した試料中のポリクロロビフェニル (PCB)・塩素系農薬類の定量において、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（乾燥質量換算した質量分率）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。なお、試料乾燥は本認証書に記載された方法による。

PCB 同族体*の認証値

化合物	CAS 番号	認証値 質量分率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析方法 (次項参照)
CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル)	7012-37-5	4.73	0.58	1, 2, 3
CB70 (2,3',4',5-テトラクロロビフェニル)	32598-11-1	5.7	0.6	
CB105 (2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル)	32598-14-4	2.62	0.27	
CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-27-1	14.0	0.5	
CB170 (2,2',3,3',4,4',5-ヘプタクロロビフェニル)	35065-30-6	1.05	0.06	

*IUPAC 表記による

塩素系農薬類の認証値

	CAS 番号	認証値 質量分率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	拡張不確かさ 質量分率 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析方法 (次項参照)
<i>p,p'</i> -DDT (1,1,1-トリクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル) エタン)	50-29-3	1.76	0.12	1, 2, 4
<i>p,p'</i> -DDE (1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル)エチ レン)	72-55-9	18.0	1.8	
<i>p,p'</i> -DDD (1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル)エ タン)	72-54-8	4.30	0.25	
ディルドリン ($(1\alpha,2\beta,2\alpha,3\beta,6\beta,6\alpha,7\beta,7\alpha)$ -3,4,5,6,9,9-ヘ キサクロロ-1a,2,2a,3,6,6a,7,7a-オクタヒドロ -2,7:3,6-ジメタノナフト[2,3-b]オキシレン)	60-57-1	1.57	0.06	
<i>trans</i> -ノナクロル ($(1\alpha,2\beta,3\alpha,3\alpha,4\beta,7\beta,7\alpha)$ -1,2,3,4,5,6,7,8,8-ノ ナクロロ-2,3,3a,4,7,7a-ヘキサヒドロ-4,7-メタ ノ-1H-インデン)	39765-80-5	6.15	0.25	

【認証値の決定方法】

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 法) 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、得られた測定結果を重み付け平均して認証値を算出した。

分析方法：

- 加圧流体抽出法及び ID-GC/MS 法
 [抽出] ヘキサン/アセトン混合溶媒 (1/1, 体積比) により 120 °C (15 MPa) で 10 分間抽出を 2 回繰り返し
 [クリーンアップ] ゲル浸透クロマトグラフィー (カラム：ポリスチレン-ジビニルベンゼン)、シリカゲル固
 相抽出及び液体クロマトグラフィー分画 (固定相：NH₂-シリカゲル)
 [ID-GC/MS] カラム：HT8-PCB (PCB 同族体及び *p,p'*-DDE のとき) または DB-35MS (*p,p'*-DDE を除く塩
 素系農薬類のとき)、質量分解能： ≥ 10000 、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)
- ソックスレー抽出法及び ID-GC/MS 法
 [抽出] ヘキサン/アセトン混合溶媒 (1/1, 体積比) により 16 時間
 [クリーンアップ] ゲル浸透クロマトグラフィー (カラム：ポリスチレン-ジビニルベンゼン)、シリカゲル固
 相抽出及び液体クロマトグラフィー分画 (固定相：NH₂-シリカゲル)
 [ID-GC/MS] カラム：DB-5MS (CB105 と塩素系農薬類のとき) または DB-XLB (CB28, CB70, CB153, CB170
 のとき)、質量分解能： ≥ 10000 、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM
- アルカリ分解ー溶媒抽出法及び ID-GC/MS 法
 [抽出] 1.0 M 水酸化カリウムエタノール溶液 50 mL を添加し、80 °C で 1 時間加熱還流して得られた溶液を
 ヘキサンで抽出
 [クリーンアップ] 硫酸洗浄及びシリカゲル固相抽出
 [ID-GC/MS] カラム：HT8-PCB、質量分解能： ≥ 10000 、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM
- ホモジナイズ抽出法及び ID-GC/MS 法
 [抽出] ヘキサン/アセトン混合溶媒 (2/1, 体積比) により 2 分間抽出を 2 回繰り返し
 [クリーンアップ] 振とう (ヘキサン飽和アセトニトリルの後、ヘキサン) 及び 5% 含水シリカゲルクロマト
 グラフィー

[ID-GC/MS] カラム：HT8-PCB (*p,p'*-DDE のとき) または DB-5MS (*p,p'*-DDE を除く塩素系農薬類のとき)、
質量分解能：≥10000、イオン化法：EI 法、測定モード：SIM

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、国際単位系 (SI) トレーサブルな産業技術総合研究所計量標準総合センター及び米国国立標準研究所 (NIST) 製認証標準物質 (標準液) を用いて、これを調製原料とした校正用標準液を用いた同位体希釈質量分析法によって求めたものであり、SI にトレーサブルである。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。

【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 NMJJ 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2019年11月30日である。

【形状等】

本標準物質は、褐色粉末であり、約 10 g がガラス製褐色瓶に封入されている。

【均質性】

作製した 400 本の瓶詰め試料から無作為に選んだ 10 本の試料中の PCB 同族体 (CB28, CB105, CB153, CB170) 及び塩素系農薬類 (*p,p'*-DDE) 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 2 g 以上を推奨する。

(2) 水分含量 (乾燥質量) の求め方

認証値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 のオープン内で 15 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 5 % である。

水分含量測定に用いた試料は、PCB 同族体及び塩素系農薬類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、保護マスクや保護手袋等を着用することが望ましい。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。安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。

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

【製造等】

本標準物質は、東京湾で捕獲されたスズキを解体し、得られた可食部を凍結粉碎、ふるい分け、均質化した後、約 10 g ずつ褐色ガラス瓶に瓶詰めし、滅菌のためにガンマ線を照射 (20 kGy) したものである。候補物質の製造は、

本センター委託により以下の協力機関で行われた。凍結粉碎は粉体技研株式会社が、ふるい分け、混合、瓶詰めは財団法人日本分析センターが、 γ 線照射滅菌処理は財団法人放射線利用振興協会が行った。

【参考情報】

本標準物質中のペルフルオロオクタンスルホン酸またはその塩の、乾燥質量あたりの遊離酸とした場合の濃度(質量分率)は、測定時(2014年1月)に(11.4±1.4) $\mu\text{g}/\text{kg}$ (平均値 ± 拡張不確かさ)であった。本定量には、校正用標準液としてペルフルオロオクタンスルホン酸カリウム標準液(メタノール溶液)(NMIJ CRM 4220-a)を用い、同位体希釈-液体クロマトグラフィー-タンデム型質量分析法(ID-LC/MS/MS法)と、異なる分析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った。前処理法としては、試料をアセトニトリルまたはメタノールで超音波抽出した試料を固相抽出カートリッジ(イオン交換または逆相)によりクリーンアップした。参考情報の不確かさは、測定と均質性による不確かさを含むが、安定性の不確かさを含まない。なお、乾燥方法は本認証書に記載された方法による。

【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、生産責任者は大竹貴光、値付け担当者は大竹貴光、青柳嘉枝、鎗田孝、伊藤信靖、羽成修康、沼田雅彦である。

【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**

- | | |
|------------|----------------------------|
| 2014.02.10 | 【参考情報】及び【国際相互承認】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。 |