

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 7905 - a

No. +++

重油



(ポリクロロビフェニル分析用ーブランク)

Polychlorinated Biphenyls in Fuel Oil (PCB blank)

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、NMIJ CRM 7904-a の調製原料と同一の重油である。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、CRM 7904-a を使用して行う分析の精度管理、及び分析方法や分析装置の妥当性確認におけるブランク試料として用いることができる。また、CRM 7904-a と精確に質量比で混合することで PCB 濃度を同品の認証値以下で任意に調整できる。

【認証値】

本標準物質中の 11 種類の PCB 同族体 (Congener) を分析したところ、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*認証値 (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	<0.88	2
CB8 (2,4'-ジクロロビフェニル)	34883-43-7	<0.86	2
CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル)	7012-37-5	<0.21	1
CB52 (2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル)	35693-99-3	<0.11	1
CB101 (2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル)	37680-73-2	<0.14	1
CB118 (2,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル)	31508-00-6	<0.12	1
CB138 (2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-28-2	<0.23	1
CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル)	35065-27-1	<0.23	1
CB180 (2,2',3,4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル)	35065-29-3	<0.28	1
CB194 (2,2',3,3',4,4',5,5'-オクタクロロビフェニル)	35694-08-7	<0.32	1
CB206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ナクロロビフェニル)	40186-72-9	<0.15	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ー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、液体クロマトグラフィー (LC) 分画 (固定相/移動相：硝酸銀シリカゲル、硫酸シリカゲル、水酸化カリウムシリカゲル/ヘキサン)

[GC/MS] カラム：HT8-PCB (関東化学製)、質量分解能：≥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) スルホキシド基固定化担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 (シリカ)、液体クロマトグラフィー(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: ≥ 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、同位体希釈ー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)、前述の分析法 1 に相当]に基づいて、塩素数別の総 PCB 濃度の定量を行ったところいずれの PCB 同族体も検出されなかった。なお、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すれば、各同属体の検出下限 ($S/N = 3$ 、物質質量分率) は塩素数ごとにおおよそ下記の表のようになる。ただし、クロロビフェニル、ジクロロビフェニル及びデカクロロビフェニルについては、公定分析法よりも低い検出下限が得られた分析方法を適用した。

塩素数別 PCB 濃度

	検出下限** 質量分率($\mu\text{g}/\text{kg}$)	分析方法
クロロビフェニル	0.88	2
ジクロロビフェニル	0.86	2
トリクロロビフェニル	0.21	1
テトラクロロビフェニル	0.11	1
ペンタクロロビフェニル	0.15	1
ヘキサクロロビフェニル	0.23	1
ヘプタクロロビフェニル	0.28	1
オクタクロロビフェニル	0.32	1
ノナクロロビフェニル	0.15	1
デカクロロビフェニル	0.05	3

**1 同族体当たりの概略値

分析方法:

3) 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_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: ≥ 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、0.86274 g/mL (20 °C)、0.85920 g/mL (25 °C) 及び 0.85570 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 10 mL がアルゴンガスとともに封入されている。

【均質性】

作製した 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 同族体含有量を測定したところ、いずれの試料についても検出下限 (S/N=3) 以上の PCB 同族体は測定されなかった。

【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 °C 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。廃掃法^{注)}を遵守して保管や廃棄を行うこと。

注) 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、約 10 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/>