

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 7906-a
No. +++



ポリクロロビフェニル混合標準液 (KC混合物ノナン溶液)
Polychlorinated Biphenyl Mixture in Nonane

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いて生産されたものであり、ポリクロロビフェニル (PCB) の定量において、分析装置の校正に用いる他、分析の精度管理、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 PCB 同族体 (Congener) 10 種類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の半分の幅を表す。

| 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) |
|---|------------|------------------------|---------------------------|
| CB8 (2,4'-ジクロロビフェニル) | 34883-43-7 | 2.32 | 0.15 |
| CB28 (2,4,4'-トリクロロビフェニル) | 7012-37-5 | 6.16 | 0.28 |
| CB52 (2,2',5,5'-テトラクロロビフェニル) | 35693-99-3 | 7.5 | 0.4 |
| CB101 (2,2',4,5,5'-ペンタクロロビフェニル) | 37680-73-2 | 6.61 | 0.32 |
| CB118 (2,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル) | 31508-00-6 | 5.10 | 0.23 |
| CB138 (2,2',3,4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル) | 35065-28-2 | 5.31 | 0.23 |
| CB153 (2,2',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル) | 35065-27-1 | 6.99 | 0.32 |
| CB180 (2,2',3,4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル) | 35065-29-3 | 6.2 | 0.5 |
| CB194 (2,2',3,3',4,4',5,5'-オクタクロロビフェニル) | 35694-08-7 | 1.52 | 0.08 |
| CB206 (2,2',3,3',4,4',5,5',6'-ノナクロロビフェニル) | 40186-72-9 | 0.361 | 0.026 |

*PCB 同族体の表記は IUPAC 番号に基づく。

【認証値の決定方法】

本標準物質中の PCB 同族体の質量分率は、ノナンで希釈した試料に同位体希釈-ガスクロマトグラフィー/質量分析法を適用して求めた PCB 同族体の定量値に希釈率を乗じて決定した。測定にはガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計 (質量分解能: ≥ 10000 、イオン化: 電子イオン化法、測定モード: 選択イオンモニタリング) を用い、2つの測定条件 (使用カラム: DB-XLB 及び HT8-PCB) で得られた定量結果を重み付け平均して認証値を算出した。

【計量計測トレーサビリティ】

本標準物質の認証値は、NMIJ CRM 4206-a (PCB28 標準液)、4207-a (PCB153 標準液)、4209-a (PCB194 標準液) 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 PCB 同族体の質量分率の測定結果と、JSCC 校正を行った電子天秤を用いた質量比混合法による希釈率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。

【有効期間】

本標準物質が下記の【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。

【物質に関する情報】

本標準物質は常温では無色透明のノナン溶液で、約1gが2mL褐色アンプルにアルゴンガス雰囲気下で封入されている。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は、遮光し、15℃から30℃の範囲で清浄な場所に保存すること。

【使用に関する注意事項】

試験研究用以外には使用しないこと。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。PCBは化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律の第1種特定化学物質であることに留意して取り扱うこと。また、~~廃棄物の処理及び清掃に関する法律~~を遵守して保管や廃棄を行うこと。本認証標準物質はノナンを溶媒としているため、消防法、労働安全衛生法等を遵守すること。そのほか、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、ジーエルサイエンス株式会社より入手した試験用PCB（KC-300、KC-400、KC-500、KC-600）を試薬特級のノナンに添加して調製した（調製濃度：KC300, 49.64 mg/kg; KC400, 49.45 mg/kg; KC500, 49.55 mg/kg; KC600, 49.52 mg/kg）。これを混合・均質化し、約1.5mLずつ褐色ガラスアンプルに封入した。

【参考情報】

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）]に基づき、同一塩素数のPCB異性体はGC/MSの相対感度が同一であると仮定して塩素数別（塩素数1～9）にPCBの質量分率を算出した。その際、上記検定方法に規定された試料の前処理は省略し、前述の2つの手法を適用して得られた認証時における定量結果（それぞれ $n = 5$ の平均値）の算術平均を参考情報とした。

なお、CB209（デカクロロビフェニル）及びCB3（4-クロロビフェニル）は本標準物質中の質量分率が低かったため、未希釈試料に直接サロゲート溶液を添加し、カラムHT8-PCBを用いた定量を行い、得られた結果を参考情報とした。参考情報の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 k 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の半分の幅を示す。

「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
CRM 7906-a中の塩素数別のPCBの質量分率

| PCB | 参考情報 質量分率 (mg/kg) | 拡張不確かさ 質量分率 (mg/kg) |
|--------------------|-------------------------|---------------------------|
| クロロビフェニル | 0.016 | 0.005* |
| ジクロロビフェニル | 4.33 | 0.08* |
| トリクロロビフェニル | 32.1 | 1.0* |
| テトラクロロビフェニル | 58.4 | 2.9* |
| ペンタクロロビフェニル | 40.2 | 1.5* |
| ヘキサクロロビフェニル | 35.4 | 2.4* |
| ヘプタクロロビフェニル | 23.7 | 0.4* |
| オクタクロロビフェニル | 7.14 | 0.27* |
| ノナクロロビフェニル | 0.56 | 0.03* |
| CB209 (デカクロロビフェニル) | 0.00512 | 0.00018** |
| CB3 (4-クロロビフェニル) | 0.00352 | 0.00012** |

* $k = 2$, ** $k = 2.78$

認証時に振動式密度計により求めた本標準物質の密度は、 0.7179 g/cm^3 (20 °C) 及び 0.7140 g/cm^3 (25 °C) であった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は沼田雅彦、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、稲垣真輔、松尾真由美である。

【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お問い合わせをお願いします。

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/refmate/>

改訂履歴

- 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。
- 2015.11.12 【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。
一部の認証値の不確かさを変更した。
- 2022.01.27 一部の認証値の不確かさを変更した。
【参考値】を【参考情報】に変更した。

