

## 国立研究開発法人国立環境研究所

### 環境標準物質認証書

# NIES CRM No. 24 フライアッシュⅡ (Fly AshⅡ)

本環境標準物質は、焼却灰等のポリクロロジベンゾ-*p*-ジオキシン (PCDD) 類、ポリクロロジベンゾフラン (PCDF) 類およびダイオキシン様ポリクロロビフェニル (DL-PCB : IUPAC No.77, 81, 105, 114, 118, 123, 126, 156, 157, 167, 169, 189) 類分析の精度管理や分析機器の校正に使われることを目的として、(一財)日本環境衛生センターの協力により国立環境研究所 (NIES, National Institute for Environmental Studies) において作製された認証標準物質 (CRM, Certified Reference Material) である。なお、本物質は環境省が実施した「平成 13 年度環境測定分析統一精度管理調査」で使用した共通試料と同じものである。

#### 認証値と参考値の決定法

認証値は 18 機関から報告された測定値を用い ISO Guide 35 に則して決定された。ロバスト法により  $z$  スコアが 2 以上の測定値は棄却された。その結果、PCDD 類および PCDF 類について認証値を得た (表 1)。認証値に付けた不確かさは包含係数  $k=2$  の拡張不確かさであり、95 %の信頼区間の半分の幅に相当する。DL-PCB 類の値は、分析値のばらつきが大きかったため、参考値とした (表 2)。認証値および参考値はすべて乾燥重量あたりの値である。

なお、本物質の化学分析は「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 (厚生省告示第 192 号別表第 1)」および「ダイオキシン類対策特別措置法施行規則第二条第二項第一号の規定に基づき環境大臣が定める方法 (環境省告示第 80 号)」に基づき行われた。

#### 原料および作製法

ストーカ式焼却炉を設置した日本の一般的な都市ごみ焼却場からフライアッシュ (飛灰) を採取した。15 kg の原料を 100 メッシュ (目開き 150  $\mu\text{m}$ ) のふるいにかけて後、NIES にて均質化した。均質化した試料のうち 10 kg を酸洗浄した褐色ビン (666 本) に 15 g ずつ詰めた。本標準物質は ISO Guide 34 に準拠して作製された。

#### 均質性

無作為に抽出した 6 本を対象として PCDD 類、PCDF 類および DL-PCB 類を分析した。それらのビン間およびビン内の均質性を評価した結果、有意な誤差は認められなかったため、本物質は標準物質として十分に均質であると判断された。

#### 使用上の注意事項

1. 本物質は必ず密栓状態で冷暗所保存すること。開封後も同様の条件下で保存すること。
2. 本物質はビンごと室温にもどし、ビン内の試料を軽く振って混和させてから分取すること。

3. 本物質の認証値および参考値はすべて乾燥重量あたりで決定されている。したがって定量の際には水分含量の測定を行い、補正をする必要がある。水分含量は、成分分析用試料と同じビンから分取した水分含量測定用試料を用い、105℃で2時間乾燥して求める。なお NIES において測定した水分含量は約 5% であった。ただし、この値は保存期間および環境により変動するので、必ず毎分析時に本書で推奨した方法で水分含量を測定して分析値を補正すること。
4. 本物質の推奨使用量は 1 分析あたり 1 g 程度である。
5. 本物質を分取する時はプラスチック等有機材料製の器具を使わないこと。
6. 本物質を吸い込まないよう防塵マスクを着けるなど取扱いに注意すること。
7. 5 年にわたる安定性試験の結果、本物質中の PCDD 類および PCDF 類の値は認証値の不確かさの範囲内であった。

### 有効期限

本標準物質の認証値の有効期限は、上記保管条件が守られることを前提として 2032 年 3 月とする。有効期限内に特性値の変化が認められた場合は、ホームページにおいて公表する。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

### 分析協力機関

本環境標準試料の認証値および参考値は、次の 18 分析参加機関の分析値をもとに決定された。  
国立環境研究所、大分県衛生環境研究センター、大阪府公害監視センター（現 大阪府環境農林水産総合研究所）、(株) 環境研究センター、(株) 環境管理センター分析センター、(株) 島津テクノリサーチ、(株) 住化分析センター愛媛事業所、岐阜県保健環境研究所、国土環境(株) 環境創造研究所（現 いであ株式会社環境創造研究所）、埼玉県環境科学国際センター、(一財) 日本食品分析センター多摩研究所、(一財) 日本品質保証機構 関西試験センター、千葉県環境研究センター、東京都環境科学研究所、長崎県衛生公害研究所（現 長崎県環境保健研究センター）、長野県衛生公害研究所（現 長野県環境保全研究所）、北海道環境科学研究所センター、宮城県保健環境センター

### 技術情報

本標準物質に関連する技術情報と最新の研究報告についてはホームページから入手可能である。

<http://www.nies.go.jp/labo/crm/index.html>

その他、本標準物質に関する質問は下記問い合わせ先にご連絡ください。

2007 年 9 月 3 日

独立行政法人国立環境研究所

環境研究基盤技術ラボラトリー長 植弘 崇嗣

#### 問い合わせ先

〒305-8506 茨城県つくば市小野川 16-2

国立研究開発法人国立環境研究所

環境リスク・健康領域 基盤計測センター 環境標準物質担当

TEL: 029-850-2945 FAX: 029-850-2900 E-mail: nies.crm@nies.go.jp

認証日 2007年9月3日

改訂日 2012年7月25日 安定性試験の結果に基づき有効期限を延長した。

改訂日 2021年4月1日 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

改訂日 2022年2月1日 安定性試験の結果に基づき有効期限を延長した。



表 1 認証値 (PCDD 類、PCDF 類)

成分名		質量分率		参考	
		認証値 ng/g-dry	不確かさ ng/g-dry	毒性等価係数 TEF*	毒性当量 ng-TEQ/g-dry**
PCDD 異性体	2,3,7,8-TeCDD	4.2	0.6	1	4.2
	1,2,3,7,8-PeCDD	28	4	1	28
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	39	7	0.1	3.9
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	38	7	0.1	3.8
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	49	8	0.1	4.9
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	250	60	0.01	2.5
	OCDD	280	70	0.0003	0.084
PCDF 異性体	2,3,7,8-TeCDF	7.1	1.7	0.1	0.71
	1,2,3,7,8-PeCDF	23	8	0.03	0.69
	2,3,4,7,8-PeCDF	23	5	0.3	6.9
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	43	8	0.1	4.3
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	45	8	0.1	4.5
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	2.9	1.2	0.1	0.29
	2,3,4,6,7,8-HxCDF***	38	9	0.1	3.8
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	160	50	0.01	1.6
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	18	7	0.01	0.18
	OCDF	63	21	0.0003	0.019
PCDD 同族体	TeCDDs	55	8		4.2
	PeCDDs	170	20		28
	HxCDDs	390	60		12.6
	HpCDDs	420	80		2.5
	OCDD	280	70		0.084
	Total PCDDs	1300	200		47
PCDF 同族体	TeCDFs	220	30		0.71
	PeCDFs	330	50		7.59
	HxCDFs	400	50		12.89
	HpCDFs	260	80		1.78
	OCDF	63	21		0.019
	Total PCDFs	1300	200		23
Total (PCDDs + PCDFs)		2600	400		70

認証値に付けた不確かさは 95 % の信頼区間の半分の幅に相当する。認証値はすべて乾燥重量あたりである。

\* TEF : Toxic Equivalency Factor

WHO-TEF(2005) TOXICOLOGICAL SCIENCES 93(2), 223-241 (2006)より引用

\*\* TEQ : Toxic Equivalent

- \*\*\* 1) 2,3,4,6,7,8-HxCDF の認証値は、カラム BPX-DXN を用いて定量した 2,3,4,6,7,8+1,2,3,6,8,9-HxCDF から、カラム RH-12ms を用いて定量した 1,2,3,6,8,9-HxCDF を差し引いて算出した。この不確かさは、差し引き後の 2,3,4,6,7,8-HxCDF の値から算出した。
- 2) 2021 年の安定性試験において n=5 測定した 2,3,4,6,7,8+1,2,3,6,8,9-HxCDF の値は平均 45.1 ng/g-dry、標準偏差 0.7 ng/g-dry であった。

表 2 参考値 (DL-PCB 類)

成分名	IUPAC No.	質量分率	参考		
		参考値 ng/g-dry	毒性等価係数 TEF*	毒性当量 ng-TEQ/g-dry **	
ノンオロト体	3,3',4,4'-TeCB	77	3.4	0.0001	0.00034
	3,4,4',5'-TeCB	81	0.45	0.0003	0.00014
	3,3',4,4',5'-PeCB	126	4.4	0.1	0.44
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	2.2	0.03	0.066
	Total		10		0.51
モノオロト体	2,3,3',4,4'-PeCB	105	2.2	0.00003	0.000066
	2,3,4,4',5'-PeCB	114	0.15	0.00003	0.0000045
	2,3',4,4',5'-PeCB	118	1.7	0.00003	0.000051
	2',3,4,4',5'-PeCB	123	0.45	0.00003	0.000014
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	156	1.9	0.00003	0.000057
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	1.4	0.00003	0.000042
	2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	1.2	0.00003	0.000036
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	2.0	0.00003	0.000060
	Total		11		0.00033
Total PCBs			21		0.51

参考値はすべて乾燥重量あたりである。

\* TEF : Toxic Equivalency Factor

WHO-TEF(2005) TOXICOLOGICAL SCIENCES 93(2), 223-241 (2006)より引用

\*\* TEQ : Toxic Equivalent