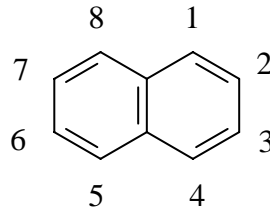


ポリ塩化ナフタレン (PCNs) 及び ポリ塩化ビフェニル (PCBs) の分析法

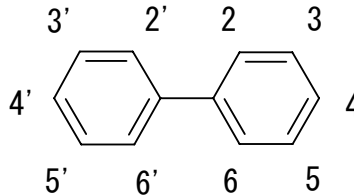
【対象物質及び化学式】

ポリ塩化ナフタレン (PCNs)
Polychlorinated Naphthalenes



(C 1 原子：1～8個 75異性体)

ポリ塩化ビフェニル (PCBs)
Polychlorinated Biphenyls



(C 1 原子：1～10個 209異性体)

【物性】

PCNs

分子量 : 一塩化物：162.6、二塩化物：197.1、三塩化物：231.5、四塩化物：265.9
五塩化物：300.4、六塩化物：334.8、七塩化物：369.3、八塩化物：403.7
融点 (°C) : 一塩化物：-2.3～59.5、二塩化物：37～138
沸点 (°C) : 一塩化物：262.7～266、二塩化物：285～295 (平成9年度報告書：兵庫県)
その他 : 特定化学物質、非意図的生成物 (燃焼起源)

PCBs

PCB 製品

	沸点(°C)	融点(°C)	水溶解性 (mg/L)	蒸気圧 (20°C, Pa)	Log Pow	CAS-No.
PCB	603～648	233～253	10～0.01	<0.01	5.58～6.57	1336-36-3

種類	主成分 (異性体混合物)	塩素含 量 (%W/W)	比重 (100°C)	蒸気圧 (35°C, mmHg)	水溶解度 (室温, mg/L)	蒸留範囲 (°C, 760mmHg)	過去の用途
KC-200 (Ar-1232)	二塩化ビフェ ニル	32	1.223 ~ 1.243				

KC-300 (Ar-1242)	三塩化ビフェニル	42	1.310 ~ 1.322	0.001	0.147	325~360	コンデンサー ノンカーボン紙
KC-400 (Ar-1248)	四塩化ビフェニル	48	1.376 ~ 1.389	0.00037	0.042	340~375	コンデンサー 熱媒体
KC-500 (Ar-1254)	五塩化ビフェニル	54	1.460 ~ 1.475	0.00006	0.008	365~390	コンデンサー 絶縁難燃可塑剤
KC-600 (Ar-1260)	六塩化ビフェニル	60	1.539 ~ 1.555		0.002	385~420	船底塗料 絶縁難燃可塑剤

PCB 異性体のヘンリー定数(15°C)(J.E.Baker et al:Env.Sci.Technol.1990,24,342-352)

IUPAC No.	PCB congener	ヘンリー定数 (Pa m ³ /mol)	IUPAC No.	PCB congener	ヘンリー定数 (Pa m ³ /mol)
#8	2,4'	11.0	#118	2,3',4,4',5	3.5
#18	2,2',5	25.4	#144	2,2',3,4,5',6	38.5
#37	2,4,4'	3.0	#138	2,2',3,4,4',5'	4.1
#49	2,2',4,5'	19.8	#174	2,2',3,3',4,5,6'	28.8
#60	2,3,4,4'	4.1	#180	2,2',3,4,4',5,5'	11.1
#101	2,2',4,5,5'	12.9	#196	2,2',3,3',4,4',5',6	26.3

#60は#56と、#118は#108とクロマトグラム上分離困難であるが、#60、#118が主要成分である。

(水質・底質モニタリング調査マニュアル(改訂版):国土環境)

§ 1 分析 法

本分析法は、水質試料は、固相ディスクで抽出後、GPC (Gel Permeation Chromatography) 及びシリカゲルカートリッジカラムでクリーンアップし、底質試料は、アセトン抽出またはトルエンを用いたソックスレー抽出後、室温アルカリ分解、硫酸洗浄を行った後、GPC及びシリカゲルカートリッジカラムでクリーンアップし、生物試料は無水硫酸ナトリウムの存在下でヘキサンを用いてホモジナイズ抽出し、室温アルカリ分解、硫酸洗浄を行った後、GPC及びフロリジルカートリッジカラムでクリーンアップし、高分解能GC/MS (GC/HRMS-SIM) を用いて定量する方法であり、PCNs及びPCBsの同時分析が可能である。また、ポリ塩化ターフェニル (PCTs)、ポリ臭素化ビフェニル (PBBs)、ダイオキシン類等の同時分析も可能と考えられる。

試 験 法

【試料の採取及び保存】

「化学物質環境調査試料採取要領」に従う。前処理操作は、試料採取後、速やかに行う。

【試料の前処理】 (注1)

化学物質環境調査における底質試料の前処理は、原則として、湿泥を試料とするアセトン抽出法を用いるものとする。

〔水質：固相ディスク法〕

試料水1Lを2Lの分液ロートに採取し、サロゲート化合物標準液 (0.04 µg/ml) を正確に5 µl添加した後、約10分間振とうする (注2, 3)。

固相ディスク抽出装置に固相ディスク (C18-FF) を装着し、メタノールを滴下してディスク表面を湿らした後、ガラス繊維ろ紙 (GB-140またはGF/A) を重層させ、再びメタノールを滴下してディスク表面を湿らした後、ガラスファンネルを装着する (注4, 5)。ディスクをトルエン、アセトン、メタノール

ール各20mlで洗浄した後、精製水50mlで2回洗浄する（注6）。分液ロートに採取した試料をガラスファンネルに移し、試料水を固相抽出（通液速度約100ml/min）する（注7）。更に、試料水1Lを先の2Lの分液ロートに採取し、サロゲート化合物標準液（0.04 μ g/ml）を正確に5 μ l添加した後約10分間振とうし、ディスクに通液する。この通液操作を合計5回行う（通液総量5L）。

通水終了後、ガラスファンネルと固相ディスクを精製水20mlで2回洗浄した後、5秒程度の強い減圧と常圧に戻す操作を数回繰り返して、固相ディスク及びガラスサポートベースに付着した水滴を除去する（注8）。

固相ディスク及びガラス線維ろ紙をソックスレー抽出装置に装着し、トルエン約160mlを抽出部から加え、6時間以上ソックスレー抽出を行う（注9）。抽出終了後、冷却管部及び抽出部を少量のトルエンで数回洗浄し、洗浄液は抽出液に合わせる。

試料採取に用いた試料容器（ガラス製）は転倒させ、通液の終了した2Lの分液ロートは下部のコックを解放して残存した水分を除去する（注10）。試料採取容器及びガラスファンネルは、トルエン約10mlずつを用いて3回程度洗浄し、トルエン洗浄液は試料水の採取・混合に用いた2Lの分液ロートに移し、十分に振とうして分液ロート内も洗浄する。水分を分液により除去した後、トルエン洗浄液は、先のソックスレー抽出液と合わせる。

抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水し（注11）、200mlのナス型フラスコに移して、ロータリーエバポレータを用いて約0.5mlまで減圧濃縮（50 $^{\circ}$ C、50Torr）し、更に、ノナン0.5ml添加後、ヘキサン10mlを用いてナス型フラスコの内壁を洗浄し、再度約0.5mlまで減圧濃縮（注12）し、更にヘキサン10mlを用いて内壁を洗浄し、再度約0.5mlまで減圧濃縮して、試料抽出液を得る。

〔底質：アセトン抽出法〕（注13）

湿泥試料約20g（乾泥換算試料量として10g相当、注14）を100mlの遠心分離管に採取し、精秤する。試料を遠心分離（3,000rpm、10分）した後、遠沈管を転倒させ、間隙水をできるだけ除去する（注15）。サロゲート化合物標準液（0.2 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し混合する（注16,17）。アセトン50mlを加えた後、密栓して10分間振とう（注17）した後、10分間超音波抽出する。遠心分離（3,000rpm、10分）を行い、得られたアセトン抽出液は、ガラス線維ろ紙（GF/A、110m ϕ ）でろ過した後、200mlのナス型フラスコに移す。残渣にアセトン50mlを加え、振とう（注17）・超音波抽出・遠心分離・ろ過操作を繰り返して、得られた抽出液は先の抽出液と合わせる。抽出液にエタノール40mlを加えロータリーエバポレータを用いて約35mlまで減圧濃縮（35 $^{\circ}$ C、175 \rightarrow 120Torr）（注15、18、19）し、試料抽出液を得る。

注：アセトン抽出法（特にブランク試料）においてサロゲート化合物（PCN：1及び8塩化物）の回収率が著しく低い現象が認められた場合は、下記の方法により抽出する（注15）。

湿泥試料約20g（乾泥換算試料量として10g相当、注14）を100mlの遠心分離管に採取し、精秤する。試料を遠心分離（3,000rpm、10分）した後、遠沈管を転倒させ、間隙水をできるだけ除去する（注15）。サロゲート化合物標準液（0.2 μ g/ml）を正確に5 μ l添加し混合する（注16,17）。アセトン50mlを加えた後、密栓して10分間振とう（注17）した後、10分間超音波抽出する。遠心分離（3,000rpm、10分）を行い、得られたアセトン抽出液は、ガラス線維ろ紙（GF/A、110m ϕ ）でろ過した後、200mlのナス型フラスコに移す。残渣にアセトン50mlを加え、振とう（注17）・超音波抽出・遠心分離・ろ過操作を繰り返して、得られた抽出液は先の抽出液と合わせる。抽出液にアセトニトリル20ml加えロータリーエバポレータを用いて約25mlまで減圧濃縮（35 $^{\circ}$ C、175 \rightarrow 80Torr）（注18）する。

得られた抽出液を少量のアセトニトリルを用いて、予め5%塩化ナトリウム溶液150ml加えた250mlの分液ロートに移し、濃縮に用いたナス型フラスコは、ヘキサン50mlを用いて洗浄し（数回に分けて洗浄）、洗液は分液ロートに移し、10分間振とうを行い、十分静置後、分液する。分液ロート内のヘキサン層を5%塩化ナトリウム溶液30mlを用いて水洗し、水層は先の水層に合わせ、ヘキサン層は200mlのトールビーカーに移す。水層は、再度ヘキサン30mlを用いて振とう抽出し、ヘキサン層は30mlの5%塩

化ナトリウム溶液20mlを用いて水洗し、ヘキサン層は、先のヘキサン抽出液と合わせ、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する(注11)。抽出液を200mlのナス型フラスコに移し、エタノール5mlを加えた後、ロータリーエバポレータを用いて約1mlまで減圧濃縮(35℃、160→140Torr)し、濃縮液にエタノール25mlを添加し(注19)、試料抽出液を得る。

〔底質：ソックスレー抽出法〕(注20)

乾泥試料約10g(乾泥換算試料量として10g相当、注14)をガラス製円筒ろ紙に採取し、精秤した後、ソックスレー抽出装置に装着する。サロゲート化合物標準液(0.2μg/ml)を正確に5μl添加し混合(注16,17)した後、少量のガラスウールをろ紙上部に挿入し、トルエン約160mlを抽出部から加え、16時間以上ソックスレー抽出を行う(注21)。抽出終了後、冷却管部及び抽出部を少量のトルエンで数回洗浄し、洗浄液は抽出液に合わせる。

抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水し(注11)、200mlのナス型フラスコに移して、ロータリーエバポレータを用いて約1mlまで減圧濃縮(50℃、50Torr)し、更に、ノナン0.5ml添加後、ヘキサン10mlを用いてナス型フラスコの内壁を洗浄し、再度約0.5mlまで減圧濃縮(35℃、135Torr、注12)し、濃縮液にエタノール25mlを添加し(注19)、試料抽出液を得る。

〔生物：ヘキサン抽出法〕

湿試料約20g(注22)を100mlの遠心分離管に採取し、精秤する。サロゲート化合物標準液(0.2μg/ml)を正確に5μl添加し混合する(注16,17)。無水硫酸ナトリウム40g及びヘキサン40mlを加えた後、直ちにホモジナイザーを用いてホモジナイズする(注23)。遠心分離(3,000rpm、10分)を行い得られたヘキサン抽出液は、200mlのトルビーカーに移す。残渣にヘキサン40mlを加え、再度ホモジナイズし(注17)・遠心分離操作を繰り返す、この操作を合計3回繰り返し、得られた抽出液は先の抽出液と合わせる。抽出液を無水硫酸ナトリウムで脱水し(注11)、200mlのナス型フラスコに移して、エタノール5mlを加えた後、ロータリーエバポレータを用いて約1mlまで減圧濃縮(35℃、160→140Torr)する。濃縮液にエタノール25mlを添加(注19)し、試料抽出液を得る。

参考：PCBsのみを分析対象とする場合は、下記の室温アルカリ分解抽出法が使用できる。

〔生物：室温アルカリ分解抽出法〕(注24)

湿試料約20g(注22)を100mlの三角フラスコに採取し、精秤(注25)し、サロゲート化合物標準液(0.2μg/ml)を正確に5μl添加し混合する(注16,17)。1N KOH/エタノール溶液50mlを加えた後(注26)、磁気攪拌子を投入し、マグネチックスターラーで攪拌しながら、室温で15時間アルカリ分解する(注27)。分解終了後、磁気攪拌子を取り出した後、振とう機を用いて30分以上激しく振とうし、分解を完了させる。

アルカリ分解液は、予め精製水50ml加えた250mlの分液ロートに移し、分解に用いた三角フラスコをエタノール(5ml、2回)及びヘキサン60ml(数回に分けて洗い込む)を用いて洗浄し、洗液は分液ロートに移す。分液ロートを10分間振とうし、十分静置後、分液し(注28)、ヘキサン抽出液を予め5%塩化ナトリウム溶液30mlを加えた250mlの分液ロートに移す(注29)。アルカリ分解液は、ヘキサン50mlを用いて再度振とう抽出し、得られたヘキサン抽出液は、先のヘキサン抽出液と合わせ、穏やかに振とうして洗浄する(注30)。ヘキサン抽出液は、再度5%塩化ナトリウム溶液20mlを用いて再度振とう洗浄する。得られたヘキサン抽出液は、200mlのトルビーカーに移して無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する(注11)。

【試料液の調製】

下記①～⑥に示すクリーンアップ操作を組み合わせて、試料液を精製する。
精製効果が不十分な場合は、5%含水シリカゲルカラムクロマトグラフィー操作等を適宜追加する。

〔水質〕

試料抽出液をGPC処理（③項参照、注31）を行った後、シリカゲルカートリッジカラム（④項参照、注32）によるクリーンアップを行い、ロータリーエバポレータを用いて約0.2mlまで減圧濃縮（35℃、135Torr）し、測定用内標準液（0.2 μg/ml）を正確に5 μl加えた後、窒素ガスを吹き付けて0.1mlまで濃縮し、測定用バイアル瓶にパスツールピペットを用いて移す（注33）。

〔底質〕

試料抽出液を室温アルカリ分解（①項参照）、硫酸洗浄（②項参照）、GPC処理（③項参照）を行った後、シリカゲルカートリッジカラム（④項参照、注32）によるクリーンアップを行い、ロータリーエバポレータを用いて約0.2mlまで減圧濃縮（35℃、135Torr）し、測定用内標準液（0.2 μg/ml）を正確に5 μl加えた後、窒素ガスを吹き付けて0.1mlまで濃縮し、測定用バイアル瓶にパスツールピペットを用いて移す（注33）。

〔生物〕

試料抽出液を室温アルカリ分解（①項参照、注26）、硫酸洗浄（②項参照）、GPC処理（③項参照）を行った後、フロリジルカートリッジカラム（⑤項参照）によるクリーンアップを行い、ロータリーエバポレータを用いて約0.2mlまで減圧濃縮（35℃、135Torr）し、測定用内標準液（0.2 μg/ml）を正確に5 μl加えた後、窒素ガスを吹き付けて0.1mlまで濃縮し、測定用バイアル瓶にパスツールピペットを用いて移す（注33）。

〔生物：室温アルカリ分解抽出法を用いてPCBsのみを分析対象とする場合〕

試料抽出液を硫酸洗浄（②項参照）、GPC処理（③項参照）を行った後、フロリジルカートリッジカラム（生物、⑤項参照）によるクリーンアップを行い、ロータリーエバポレータを用いて約0.2mlまで減圧濃縮（35℃、145→130Torr）し、測定用内標準液（0.2 μg/ml）を正確に5 μl加えた後、窒素ガスを吹き付けて0.1mlまで濃縮し、測定用バイアル瓶にパスツールピペットを用いて移す（注33）。

クリーンアップ操作の詳細を下記に示す。

①室温アルカリ分解

試料抽出液（25ml）に1N KOH/エタノール溶液25mlを加え（注34、26）、室温で暗所に1時間放置する（注35）。

アルカリ分解液をエタノール10ml（5ml、2回）及びヘキサン60ml（数回に分けて洗い込む）を用いて、予め精製水50ml加えた250mlの分液ロートに移し、分液ロートを10分間振とうする。十分静置後、分液し（注28）、ヘキサン抽出液を予め5%塩化ナトリウム溶液30mlを加えた250mlの分液ロートに移す（注29）。アルカリ分解液は、ヘキサン50mlを用いて再度振とう抽出し、得られたヘキサン抽出液は、先のヘキサン抽出液と合わせ、穏やかに振とうして洗浄する（注30）。ヘキサン抽出液は、再度5%塩化ナトリウム溶液20mlを用いて再度振とう洗浄する。得られたヘキサン抽出液は、200mlのトールビーカーに移して無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する（注11）。

②硫酸洗浄

無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した試料液（ヘキサン溶液、約100ml）を少量のヘキサンを用いて250mlの分液ロートに移し（注36）、濃硫酸10mlを加え、穏やかに振とうする（注37）。分液により硫酸

層を除去した後、更に濃硫酸 5 mlを加え振とう洗浄する。この操作を硫酸層が着色しなくなるまで繰り返す（注37）。洗浄後、ヘキサン試料液は、予め 5%塩化ナトリウム溶液30mlを加えた250mlの分液ロートに移し（注38、29）、穏やかに振とうして洗浄する（注39）。ヘキサン試料液は、再度 5%塩化ナトリウム溶液20mlを用いて再度振とう洗浄する。得られたヘキサン試料液は、200mlのトールビーカーに移して無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する（注11）。

③GPC処理

試料液（ヘキサン溶液）を200mlのナス型フラスコに移し、ロータリーエバポレータを用いて約0.5ml以下まで減圧濃縮（35°C、145→135Torr）する（注40）。濃縮液にアセトンを加え 2 mlとした後（注40、41）、GPC装置（注42）に注入し、14.5～18minの分画を分取する（注43）。

なお、分取開始前及び分取終了の度に、テトラヒドロフラン（THF）／トルエン（1：1） 2 mlをGPC装置に注入し、カラムを洗浄する。

分取した試料液は、ロータリーエバポレータを用いて0.5mlまで減圧濃縮（35°C、175Torr）し、ノナン0.2ml（注44）及びヘキサン5ml添加して約0.2mlまで減圧濃縮（35°C、135Torr）する。濃縮液は、更にヘキサン5mlを添加して約0.2mlまで再減圧濃縮し、アセトンを除去する（注45）。

GPC装置の操作条件は、下記のとおりである。

カラム：昭和電工 CLNpak PAE-2000 AC（プレカラム：PAE-G AC）

ラインフィルター：ジーエルサイエンス テフロン製ラインフィルター（注46）

移動相及び流速：シクロヘキサン／アセトン（5：95） 4 ml/min（注47、48）

カラム温度：40°C

注入量：2 ml（サンプルループ容量：2 ml）

サイクルタイム：30min（洗浄時間を含めると1時間）

検出器：紫外吸収検出器（UV：330nm）または示差屈折検出器（RI）

④シリカゲルカートリッジカラムクロマトグラフィー

予めヘキサン10mlで洗浄したシリカゲルカートリッジカラム（注49）にKD濃縮器用受器（20ml）またはスピッツ型試験管をセットした後、試料液をカラムに負荷（注50）し、液面をカラムベッドまで下げてから、2mlのヘキサンで濃縮容器及びカラム壁面を洗いながら試料をカラムに負荷（注31）し、ヘキサン6mlを用いて溶出する（注51）。

⑤フロリジルカートリッジカラムクロマトグラフィー

予めヘキサン10mlで洗浄したフロリジルカートリッジカラム（注49）にKD濃縮器用受器（20ml）またはスピッツ型試験管をセットした後、試料液をカラムに負荷（注50）し、液面をカラムベッドまで下げてから、5mlのヘキサンで濃縮容器及びカラム壁面を洗いながら試料をカラムに負荷（注31）し、5%エーテルヘキサン8mlを用いて溶出する（注51）。

⑥5%含水シリカゲルカラムクロマトグラフィー（注52）

予めヘキサン60mlで洗浄したシリカゲルカラム（5%含水シリカゲル5g）（注49）に50mlのナス型フラスコをセットした後、試料液をカラムに負荷し、液面をカラムベッドまで下げてから、少量のヘキサンで数回濃縮容器及びカラムの壁面を洗いながら試料をカラムに負荷し、ヘキサン30mlを用いて目的物質を溶出する（試料液の負荷に用いたヘキサンも含めて溶離液のヘキサン総量は30mlとする）。

【空試料液の調製】（注53）

[水質試料]

200mlの分液ロートに精製水100mlを入れ、サロゲート化合物標準液（0.04 μg/ml）を正確に25 μl添加した後、約10分間振とうし、ディスクに通液する。更に精製水100mlを使用した分液ロートに入れ、約10分間振とうし、ディスクに通液する（通液総量200ml）。以下、【試験の前処理】及び【試料液の調製】の項に従った操作をして得た試料液を空試料液とする。

[底質・生物試料]

試料を用いないで、【試験の前処理】及び【試料液の調製】の項に従った操作をして得た試料液を空試料液とする。

【標準液の調製】（注1）

表1～表4に示す標準品を希釈・混合し標準原液とする。

検量線（0.05－10ng/ml、サロゲート化合物及び内標準物質濃度：10ng/ml）及び測定用内標準液（0.2 μg/ml）は、ノナンを用いて希釈し、添加用サロゲート化合物標準液（0.2及び0.04 μg/ml）は、アセトンを用いて希釈する。

なお、サロゲート及び内部標準物質の種類と濃度は、適宜変更して良い。

表1 対象物質（PCNs） Wellington Laboratoriesの PCN-MX-B に含まれるPCN

PCN Congener	Compounds
Monochloronaphthalene	2-Chloronaphthalene
Dichloronaphthalene	1,5-Dichloronaphthalene
Trichloronaphthalene	1,2,3-Trichloronaphthalene
Tetrachloronaphthalene	1,2,3,5-, 1,2,5,6-, 1,2,3,4-, 2,3,6,7-, 1,4,5,8-Tetrachloronaphthalene
Pentachloronaphthalene	1,2,3,5,7-, 1,2,3,4,6-, 1,2,3,5,8-, 1,2,3,4,5-Pentachloronaphthalene
Hexachloronaphthalene	1,2,3,4,6,7-, 1,2,3,5,7,8-, 1,2,4,5,7,8-, 1,2,3,4,5,6-Hexachloronaphthalene
Heptachloronaphthalene	1,2,3,4,5,6,7-Heptachloronaphthalene
Octachloronaphthalene	1,2,3,4,5,6,7,8-Octachloronaphthalene

表2 サロゲート物質および内標準物質（PCNs）（注 54,55,56）

PCN Congener	
サロゲート 物質	2-Chloronaphthalene-d ₇
	1,3,5,7-Tetrachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,4-Tetrachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,5,7-Pentachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,5,6,7-Hexachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,4,5,7-Hexachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,4,5,6,7-Heptachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
	1,2,3,4,5,6,7,8-Octachloronaphthalene- ¹³ C ₁₀
内標準物質	2,6-Dimethylnaphthalene-d ₁₂
	2,4'-Dichlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂
	2,2',3,3',4,4',5'-Heptachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂
	2,2',3,3',4,5,5',6,6'-Nonachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂

表3 対象物質 (PCBs) Wellington Laboratories の BP-MS に含まれる PCB

PCB Congener	IUPAC No.
Monochlorobiphenyl	1, 3
Dichlorobiphenyl	4, 8, 10, 15
Trichlorobiphenyl	18, 19, 22, 28, 33, 37
Tetrachlorobiphenyl	44, 49, 52, 54, 70, 74, 77, 81
Pentachlorobiphenyl	87, 95, 99, 101, 104, 105, 110, 114, 118, 119, 123, 126
Hexachlorobiphenyl	128, 138, 149, 151, 153, 155, 156, 157, 158, 167, 168, 169
Heptachlorobiphenyl	170, 171, 177, 178, 180, 183, 187, 188, 189, 191
Octachlorobiphenyl	194, 199, 201, 202, 205
Nonachlorobiphenyl	206, 208
Decachlorobiphenyl	209

表4 サロゲート物質および内標準物質 (PCBs)

	PCB Congener	IUPAC No.
	4-Chlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	3
	4,4'-Dichlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	15
	2,4',5-Trichlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	31
	2,2',5,5'-Tetrachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	52
	3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	77
	3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	81*
	2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	105
	2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	114
	2,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	118
	2',3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	123*
サロゲート 物質	3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	126
	2,2',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	153
	2,3,3',4,4',5-Hexachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	156
	2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	157
	2,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	167
	3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	169
	2,2',3,3',4,4',5-Heptachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	170*
	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	180
	2,3,3',4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	189
	2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	194
	2,2',3,3',4,4',5,5',6-Nonachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	206
	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-Decachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	209
内標準物質	2,4'-Dichlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	8
	2,2',3,5',6-Pentachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	95
	2,2',3,3',4,4',5-Heptachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	170
	2,2',3,3',5,5',6,6'-Octachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	202
	2,2',3,3',4,5,5',6,6'-Nonachlorobiphenyl- ¹³ C ₁₂	208

注：*は、今回の検討では使用しなかった。

【測定】

〔GC/MSの条件〕（注57）

使用カラム : キャピラリーカラム（注58）
 ①液相：5% Phenyl Methylpolysiloxane（J&W社、DB-5MS）
 膜厚：0.25 μm 長さ、内径：60m x 0.32mm
 ②液相：8%Phenyl Polysiloxane-carborane（SGE社、HT8）
 膜厚：0.25 μm 長さ、内径：50m x 0.22mm

カラム昇温条件 : ①90℃（2分）－20℃/分－160℃－5℃/分－310℃（5分）（注59）
 ②100℃（1.5分）－25℃/分－200℃－3.5℃/分－320℃（5分）（注59）

注入法 : スプリットレス法 注入口温度：270℃ 注入量：1 μL
 流速：1ml/min（ヘリウム：定流量） ページ開始時間：1.5分

インタフェース部：ダイレクトカップリング（300℃）

イオン化条件 : イオン化電圧：45 eV（E I） イオン化電流：700 μA イオン源温度：250℃

測定条件 : 分解能：10,000 加速電圧：10kV イオンマルチプライヤ電圧：1.2kV

測定法 : SIM法（グルーピング条件については、「解説編」に記載）
 モニターイオンを表5及び6に示す。

表5 対象物質の測定イオン（PCNs）

対象物質または サロゲート物質	対象物質		サロゲート物質	
	定量イオン	確認イオン	定量イオン	確認イオン
一塩化ナフタレン	162.0236	164.0208	172.0571	174.0543
二塩化ナフタレン	195.9847	197.9818	206.0182	208.0153
三塩化ナフタレン	229.9457	231.9428	239.9792	241.9763
四塩化ナフタレン	265.9038	263.9067	275.9373	273.9402
五塩化ナフタレン	299.8648	301.8619	309.8983	311.8954
六塩化ナフタレン	333.8258	335.8229	343.8593	345.8564
七塩化ナフタレン	367.7869	369.7839	377.8204	379.8174
八塩化ナフタレン	403.7450	401.7429	413.7785	411.7764
2-Chloronaphthalene-d ₇	—	—	169.0675	171.0647
2,6-Dimethylnaphthalene-d ₁₂	—	—	168.1692	169.1726

表6 対象物質の測定イオン（PCBs）

対象物質または サロゲート物質	対象物質		サロゲート物質	
	定量イオン	確認イオン	定量イオン	確認イオン
一塩化ビフェニル	188.0393	190.0366	200.0795	202.0766
二塩化ビフェニル	222.0003	223.9975	234.0406	236.0376
三塩化ビフェニル	255.9613	257.9585	268.0016	269.9986
四塩化ビフェニル	291.9195	289.9224	303.9597	301.9626
五塩化ビフェニル	325.8805	327.8776	337.9207	335.9237

六塩化ビフェニル	359.8415	361.8386	371.8817	373.8788
七塩化ビフェニル	393.8025	395.7996	405.8428	407.8398
八塩化ビフェニル	429.7606	427.7636	441.8008	439.8038
九塩化ビフェニル	463.7217	461.7246	475.7619	473.7648
十塩化ビフェニル	497.6826	499.6798	509.7229	511.7199

[検量線]

感度係数法(RF)により試料を定量する。5段階以上の標準液（最小は分析法の検出限界の3倍程度）1 μLを測定し、次式からRFを求める。RFの相対標準偏差が、15%以下の場合、平均RFを用いて試料を定量する。毎測定時の試料測定前に、検量線の間濃度の標準液を測定して感度係数法で定量し、得られた定量値が注入標準液濃度の±15%以内であるなら、平均RFをそのまま用いて試料を定量する。±15%を外れた場合は、全ての標準液を測定し直して新たな平均RFを求めて試料の定量を行う。

$$RF = \frac{As \times Cis}{Ais \times Cs}$$

ここで、
As : 対象物質の測定イオンのピーク面積
Ais : サロゲート物質の測定イオンのピーク面積
Cis : 検量線標準液中のサロゲート物質質量 (ng)
Cs : 検量線標準液中の対象物質質量 (ng)

[定 量]

本分析法では、次の方法で塩素化物毎の異性体（PCNs及びPCBs）濃度および総濃度（PCNs及びPCBs）を求める。定量は、同一塩化物の定量イオン（通常分子イオン）のイオン強度に大きな差がないとして、標準液に含まれる同一塩素数の全異性体の平均RFを用いて、その塩素数の対象物質濃度を計算する。

PCNsの場合は、具体的には表1に示したWellington LaboratoriesのPCN-MX-B用いて、MX-Bに含まれる各塩化物毎の平均RFを用いて同一塩素数を持つ異性体の濃度を求めるとともに、MX-Bと保持時間の一致するピークの濃度も個々の面積値を用いて定量する。環境試料における同一塩素数を持つPCNs異性体の分離状況は、「解説編、6項、図49」に示す。

PCBsの場合は、具体的には表3に示したWellington LaboratoriesのBP-MS用いて、BP-MSに含まれる各塩化物毎の平均RFを用いて同一塩素数を持つ異性体の濃度を求める。また、209異性体それぞれの標準物質を入手可能であれば、個々のピーク面積によって定量する。

[計 算]

RFを用いて、次式から検出量(ng)を求める。

$$\text{検出量(ng)} = \frac{As \times Cis}{Ais \times RF}$$

ここで、
As : 対象物質の測定イオンのピーク面積
Ais : サロゲート物質の測定イオンのピーク面積
Cis : 試料に添加したサロゲート物質質量(ng)

$$\text{濃度}(\text{pg/L、pg/g-dry、pg/g}) = \frac{\text{検出量}(\text{ng}) \times 1000}{W}$$

ここで、 W : 試料採取量 (L、g-dryあるいは g)

[装置検出限界 (IDL)]

本分析法に用いたGC/MSの装置検出限界を以下に示す (注60)。

表7 PCNsの装置検出限界 (IDL)

物質名	IDL(pg/ μ l)	濃縮率(倍)	IDL 試料濃度 換算値(pg/L)
一塩化ナフタレン	0.1	50000	2
二塩化ナフタレン	0.1	50000	2
三塩化ナフタレン	0.1	50000	2
四塩化ナフタレン	0.1	50000	2
五塩化ナフタレン	0.1	50000	2
六塩化ナフタレン	0.1	50000	2
七塩化ナフタレン	0.1	50000	2
八塩化ナフタレン	0.1	50000	2

表8 PCBsの装置検出限界 (IDL)

物質名	IDL(pg/ μ l)	濃縮率(倍)	IDL 試料濃度 換算値(pg/L)
一塩化ビフェニル	0.1	50000	2
二塩化ビフェニル	0.2	50000	4
三塩化ビフェニル	0.1	50000	2
四塩化ビフェニル	0.1	50000	2
五塩化ビフェニル	0.1	50000	2
六塩化ビフェニル	0.1	50000	2
七塩化ビフェニル	0.1	50000	2
八塩化ビフェニル	0.1	50000	2
九塩化ビフェニル	0.1	50000	2
十塩化ビフェニル	0.1	50000	2

[検出限界] 本分析法の検出限界を下記に示す（注61）。底質は乾泥換算値を示した。

表9 PCNsの検出限界

物質名	水質 (pg/L)	底質 (pg/g)	生物 (pg/g)
一塩化ナフタレン	5	5	2
二塩化ナフタレン	5	5	2
三塩化ナフタレン	5	5	2
四塩化ナフタレン	5	5	2
五塩化ナフタレン	5	5	2
六塩化ナフタレン	5	5	2
七塩化ナフタレン	5	5	2
八塩化ナフタレン	5	5	2

表10 PCBsの検出限界

物質名	水質 (pg/L)	底質 (pg/g)	生物 (pg/g)
一塩化ビフェニル	4	4	2
二塩化ビフェニル	4	4	2
三塩化ビフェニル	4	4	2
四塩化ビフェニル	4	4	2
五塩化ビフェニル	4	4	2
六塩化ビフェニル	4	4	2
七塩化ビフェニル	4	4	2
八塩化ビフェニル	4	4	2
九塩化ビフェニル	4	4	2
十塩化ビフェニル	4	4	2

試薬・器具

全ての試薬及び器具は、PCNs及びPCBsの測定を妨害する成分が含まれていないことを確認してから使用する必要がある。

【試薬】（注1）

PCN混合標準液（PCN-MX-B）、PCB混合標準液（BP-MS）：Wellington Laboratories社製
その他、PCN及びPCBs標準品、内標準、サロゲート化合物標準液：Wellington Laboratories社及びCAMBRIDGE ISOTOPE LABORATORIES（CIL）社製
ヘキサン、アセトン、エタノール、トルエン、シクロヘキサン、テトラヒドロフラン、アセトニトリル、無水硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム：残留農薬分析用、ダイオキシン分析用及びHPLC分析用試薬
ノナン：特級試薬1Lを2Lの分液ロートに採取し、濃硫酸50mlで洗浄する。着色しなくなるまで洗浄を繰り返した後、別の分液ロートに移し、数回水洗し、無水硫酸ナトリウムで脱水する。得られたノナン2Lを5段以上のスニーダー管を装着した単蒸留器で蒸留し、0.5Lから1.5Lの留液を採取する。市販のダイ

オキシシン分析用試薬を用いても良い。遮光して保存する。

水酸化カリウム、濃硫酸：試薬特級または精密分析用

精製水：超純水製造装置（ミリポア社製 Milli-Q SP.TOC.）による精製水をヘキサンで2回洗浄して用いる。

固相ディスク：3M社製Emporeディスク（C18-FF、90mmφ）（注4）

ガラス繊維ろ紙：GB-140（ADVANTEC社製、90mmφ）またはGF/A（Whatman社製、110、90、47mmφ）（注4）

ガラス製円筒ろ紙：86R（28mmφ x 100mmH）（ADVANTEC社製）（注4）

ガラスウール：ガスクロカラム充填用（1μm）（注4）

ディスポーザブルシリンジフィルター：PURADISK 25GD(25mmφ、1μm、GMF-150)（Whatman社製）

1N KOH/エタノール溶液：水酸化カリウムの含量を考慮して、1Nとなる量（含量85%の場合、66g）をガラス製三角フラスコに秤量し、所定量のエタノールを加えた後、テフロン被覆磁気回転子とマグネチックスターラーを用いて水酸化カリウムを溶解させる。冷暗所（4℃）に保存できるが、用事調製するのが望ましい。

シリカゲルカートリッジカラム：Supelclean Silica 6ml Glass Tube, 1g（SUPELCO社製）

フロリジルカートリッジカラム：Supelclean Florisil 6ml Glass Tube, 1g（SUPELCO社製）

フロリジルカートリッジカラム（参考）：Supelclean LC-Florisil 20ml Tube, 5g（SUPELCO社製）

5%含水シリカゲル（参考）：カラムクロマト用シリカゲル（和光純薬社製ワコーゲルC-200）を130℃で15時間加熱活性化した後、95gを300mlの共栓（透明摺）付き三角フラスコにステンレス製ロートをを用いて秤量し、密栓して室温まで冷却する。シリカゲルを攪拌しながら、5mlのホールピペットを用いて精製水を滴下して含水させ、密栓して発熱が終了するまで静かに混合する。更に、振とう器で30分間振とうした後、デシケータ（乾燥剤：シリカゲル）中に15時間以上保存したものを使用する。密栓してデシケータ中に保存した場合、活性度は1年以上安定である。

シリカゲルカラム（参考）：ガラスフィルター付きガラスカラム(10mmφ)にヘキサン5mlを満たした後、5gの5%含水シリカゲルを投入し、直ちにヘキサンをカラム上端まで満たす。密栓してカラムを転倒させながら十分に攪拌した後、カラムを静置してシリカゲルを自然沈降させ、10分後に再度密栓して払返し、自然沈降させる（気泡が生じた場合は、再度攪拌する）。ヘキサンの液面を下げた後、カラムの壁面をヘキサンで洗浄し、ヘキサンを約5cmの高さまで充填し、無水硫酸ナトリウムを約2cmの高さに積層充填し、液面を下げた後、PCNsが完全に溶離する量のヘキサン（60ml）で洗浄してから使用する。

【器具】（注62）

ロータリーエバポレータ（恒温槽付き）：抽出液の濃縮に用いる。

ホモジナイザー：POLYTRON（KINEMATICA GmbH社製）

振とう器：液々抽出に用いる。

超音波洗浄器：底質試料の超音波照射に用いる。

マグネチックスターラー及び磁気攪拌子（テフロン被覆）：室温アルカリ分解に用いる。

マイクロシリンジ（10μL）：サロゲート化合物及び内標準液の添加に用いる。

注射筒（5ml）：試料のろ過等に用いる。

カラムクロマト管（10mmφ x 30cm、G2ガラスフィルター付き）：アセトンで洗浄し、熱風乾燥後、ヘキサンで洗浄して用いる。

試料採取瓶（共栓付き全ガラス製）、分液ロート（2L、200ml、250ml、00ml）、トールビーカー（200ml）、ナス型フラスコ（50ml、100ml、200ml）、共栓付き三角フラスコ（100ml）、スピッツ型共栓付き試験管（10ml）、KD濃縮器用受器（20ml）、パスツールピペット：アセトンで洗浄し、乾燥して用いる。長時間試料液を取り扱うガラス器具は、褐色が望ましい。

ソックスレー抽出器：全ガラス製、抽出用には円筒ろ紙サイズ28mm用、洗浄用にはウレタンフォーム

抽出用を用いる。

G P Cカラム：昭和電工 CLNpak PAE-2000 AC（プレカラム：PAE-G AC）

テフロン製ラインフィルター（オシネ型：ジーエルサイエンス社製、プレカラムの前に装着する）

固相抽出装置：エムポアディスク吸引マニホールド（90mmφ固相ディスク対応、例：ジーエルサイエンス社製水中ダイオキシンサンプリング固相キット、ガラス製減圧ろ過装置も使用可能、固相抽出装置の一例を図1に示す。）

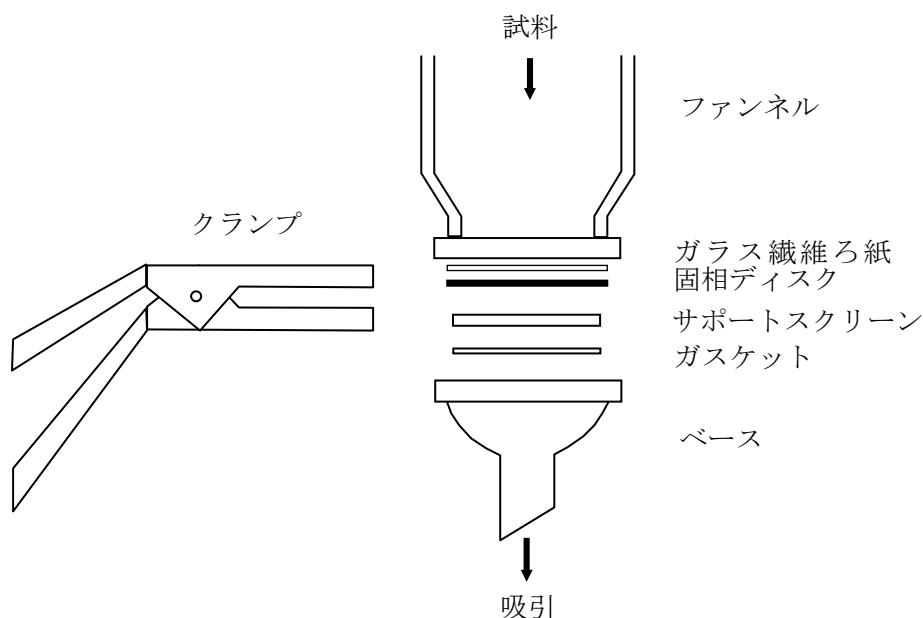


図1 固相抽出装置（抽出部）の一例

注 解

- 1) PCNs及びPCBsは有毒物質であることから、標準物質、標準液等の取り扱いには十分に注意して、健康障害や周辺環境の汚染の防止に努める必要がある。

本分析法では、ダイオキシン類、多環芳香族炭化水素類等が試料液中に混入してくるため、前処理操作及び試料抽出液の取り扱いには十分に注意する必要がある。

また、1N KOH/エタノール溶液、硫酸等は刺激性の強い試薬であり、他の試薬も健康に有害な場合があるため、その取り扱いには十分注意する必要がある。

- 2) サロゲート化合物の添加は、試料1L単位で行い、最終的に試料水5Lを固相抽出する。添加回収実験では、サロゲート化合物及び対象物質の添加量は0.2ngとし、最初の試料水1Lに添加し、残りの4Lには添加しないで実験法に示した方法で実験を行ったが、PCNs（1及び8塩化物）は微量になると回収率が低下する傾向があるため、サロゲート化合物の添加量を1ngとするとともに、全試料水にサロゲート化合物を添加することとした。

なお、5L以上の試料水を抽出したい場合は、5L毎に固相ディスクとガラス線維ろ紙を交換する。サロゲート化合物及び測定用内標準の添加量及び試料液の濃縮量は、試料中濃度、GC/MSの感度等の状況に応じて適宜変更して良い。

- 3) PCNs及びPCBsは極めて疎水性であり、また固相ディスク法では十分な同位体希釈効果を得る必要があるため、振とうして均一な試料液を得る必要がある。
- 4) 固相ディスク、ガラス線維ろ紙等は、予めアセトンに浸漬して洗浄した後、ソックスレー抽出装置を用いてトルエンで6時間以上洗浄する。洗浄後、アセトンに浸漬してトルエンを除去した後、固相ディスクは風乾により、ガラス線維ろ紙等は、加熱乾燥によりアセトンを除去する。
- 5) 固相ディスクはメタノールを吸収して膨潤するため、予めメタノールを滴下して固相ディスクを膨潤させる。また、ガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じると通水が困難になるため、メタノールを滴下してからガラス線維ろ紙を重ねる。
- 6) 溶媒洗浄時には、溶媒がろ紙上に残っている状態で、次の溶媒を加える。溶媒を完全に吸引するとガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じて通水が困難になる。
- 7) 通水速度は100ml/min以下とする。抽出時には、試料水がろ紙上に残っている状態で、次の試料水を加える。試料水を完全に吸引するとガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に空隙が生じて通水が困難になる。

通水が困難となった場合には、他のファンネルの吸引を一時中止した後、通水困難なファンネルの減圧度を高くして、ガラス線維ろ紙と固相ディスクの間に生じた空隙を吸引除去すると良い。

また、通水が困難な試料の場合は、pH 3程度の塩酸酸性にしてから通液すると良好に通液できる場合がある。

- 8) 通気脱水を行うと、大気からの汚染を受ける可能性があるため、短時間に減圧・常圧操作を繰り返して、ろ過器等に付着した過剰な水分を除去する。
- 9) ダイオキシン類の分析法では16時間となっている。固相ディスク及びろ紙をソックスレー抽出装置に装着し、抽出部にトルエンを満たした状態で、15時間（例えば夜間）程度放置し、その後、6時間抽出する方法を行うことにより十分な回収率が得られる。トルエンの使用量は使用するソックスレー抽出装置により異なるが、使用量は一定としてブランク値の変動を避ける。
抽出時の循環数は、6～10回/時程度を目安とする。
- 10) PCNs及びPCBsは一般に疎水性であり、懸濁物質に吸着して存在する。試料容器内や分液ロート内に残存した懸濁物質から目的物質を溶出する目的で溶媒洗浄操作を行う。トルエンで洗浄する場合は、残存する水分が抽出率を下げる可能性があるため、転倒等により容器内の水分を予め除去しておく。
- 11) 無水硫酸ナトリウムを添加後は直ちに攪拌し、無水硫酸ナトリウムの固化を防止する。
過剰の無水硫酸ナトリウムは、空試験値を増大させるので、できるだけ少量で脱水する。
- 12) ノナン及びヘキサンをを用いて再濃縮することにより、抽出液中に残存するトルエンを除去する。トルエンが残存すると、GPC及びシリカゲルカラムクロマトグラフィーの溶離パターンが変動する場合がある。
- 13) アセトン抽出法は、湿泥を対象とする。
- 14) 予め水分含量を測定しておき、乾泥として10gに相当する量を採取する。
- 15) 水分含量が多く、また、後の濃縮操作によるアセトンの除去が不十分な場合には、アルカリ分解操作において、微量濃度では、1及び8塩化物のPCNsが分解する場合がある。
このような現象が生じた場合には、アセトン抽出液を減圧濃縮後、5%塩化ナトリウム溶液に希釈して、ヘキサンの再抽出して、アセトン等の水溶性化合物を除去してから室温アルカリ分解する方法を用いる。
- 16) 底質中には多量のPCNs及びPCBsが、生物中には多量のPCBsが存在するため、試料液を希釈して測定する必要がある場合がある。サロゲート化合物及び測定用内標準の添加量及び試料液の濃縮量は、試料中濃度等の状況に応じて適宜変更するとともに、測定時には、GC/MS検出器の飽和に注意する必要がある。

なお、サロゲート化合物の添加量は、添加回収実験では添加量を標準品と同一(0.2ng)としたが、PCNs(1及び8塩化物)は微量になると回収率が低下する場合があるため、添加量を1ngとした。

- 17) 遠沈管中の残渣は、振とう操作、ホモジナイズ操作等のみでは完全に混合しないため、ステンレス製スパーテル等を用いて十分に攪拌し、抽出用溶媒に分散させてから抽出する。
- 18) エタノール（またはアセトニトリル）は、アセトン除去し、濃縮時の突沸を防止する目的で加える。エタノールが約25ml（アセトニトリルでは15ml）残存する量まで濃縮する。
固形物が認められる試料では、ガラス線維ろ紙（GF/A）でろ過して、突沸を防止する。
- 19) 25mlのエタノール溶液とし、後のアルカリ分解操作には1N KOH/エタノール溶液25mlを添加するため、アルカリ分解時のKOH濃度は0.5Nとなる。
- 20) ソックスレー抽出法は、乾泥を対象とする。トルエンを用いたソックスレー抽出は、アセトン抽出法に比較して夾雑物質の溶出量が少なく、定量性も安定する傾向がある。
なお、風乾過程における低塩化物PCNs及びPCBsの損失については未検討である。
- 21) 抽出時間は、ダイオキシン類の分析法と同一である。夜間は抽出部にトルエンを満たした状態で加熱しないで放置し、日中に加熱抽出を合計16時間行う。
トルエンの使用量は使用するソックスレー抽出装置により異なるが、使用量は一定としてブランク値の変動を避ける。抽出時の循環数は、6～10回/時程度を目安とする。
- 22) 試料は、予め肉用ミンチ等を用いて細切し、均一化しておく。
- 23) 無水硫酸ナトリウムを加えて放置すると、無水硫酸ナトリウムが固化してホモジナイズが困難となる。PCNsの室温アルカリ分解は、0.5Nで行うため、夾雑物質の溶出が少ないヘキサン抽出法を採用した。
- 24) PCNsは、1Nの濃度で15時間室温アルカリ分解すると高塩化物のPCNsが分解し、低塩化物のPCNsが生成するため、PCBsのみを分析対象とする。また、室温アルカリ分解抽出法はマイルドな抽出法であるため、カーボン質に富む底質試料等では、抽出効率が低下する可能性があるため、適用できない。
- 25) 1N KOH/エタノール溶液50mlを加えたときに、試料が完全に浸漬・分解されるように、容器の壁面に試料が付着しないように注意して試料を採取する。
- 26) 脂肪量が多いなど、アルカリ分解が十分でない場合は、KOH/エタノール溶液の添加量を100mlにするとともに、以後の分析操作で使用する抽出溶媒、洗浄用精製水等の使用量を2倍にして分析を実施する。室温アルカリ分解は、底質中の単体硫黄の除去、生物中の脂肪、タンパク質等の加水分解、酸性物質の除去等を目的としている。
また、摺り合わせ部にアルカリが付着すると摺り合わせが固着する場合がありますので、予め共栓を精製水で湿らせておくといよい。
- 27) アルカリ分解時には、試料が完全に混合するように、磁気攪拌子の回転数を調整するとともに、光分解を防止する目的で、アルミ箔等で遮光する（夜間に分解するのが望ましい）。
夾雑成分の少ない試料では、4時間程度で分解が終了する。
- 28) 水とヘキサンの界面に不溶性物質が生じるので、ヘキサン抽出液中に混入しないように分液する。アルカリ分解液が混入すると、次の水洗操作で分解液に含まれる成分がヘキサン層に抽出されてくるため、分液を十分に行うとともに、ヘキサン抽出液は別の分液ロートに移す。
- 29) 分液ロート中に水洗用の塩化ナトリウム溶液入れておくと、不用意な損失の防止になる。
- 30) ヘキサン抽出液中に混入した塩基性成分、グリセリド、エタノール等を除去する目的で行う。激しく振とうするとエマルジョンが生成する場合がありますので、手で軽く振とうする。
- 31) 清浄な試料では省略しても差し支えない。
- 32) フロリジルカートリッジカラムを使用しても良い。夾雑物の多い試料では5%含水シリカゲルカラム（5g）を使用する。
- 33) カートリッジカラム処理を行う前の濃縮操作でノナン0.2mlを添加しているため、最終溶液はノナン溶液となっている。ヘキサンが混在するとピーク形状が悪化するので、注意が必要である。
- 34) アルカリ終濃度は、0.5Nとなる。0.5N KOH/エタノール溶液50mlで、最大2gまでの脂肪を加水分解できる。PCNsは、1Nでは高塩化物が分解し、低塩化物のPCNsが生成する傾向があるため、ア

ルカリ濃度を低く (0.5N) し、分解時間も 1 時間に短縮した。

- 35) 分解中、時々振り混ぜて分解を促進する。
- 36) 水分が混入すると低塩化物のPCNs及びPCBsが硫酸洗浄時に分解する傾向があるため、試料液の脱水と使用する分液ロートの乾燥は十分に行う必要がある。硫酸洗浄では50ml程度の多量の硫酸を用いる例があるが、廃液処理が困難な濃硫酸の使用量を削減する目的で、少量の濃硫酸を用いて洗浄する方式とした。

また、硫酸洗浄は危険な操作なので水分の混入による発熱、漏洩等に十分注意する必要がある。脱水時に用いた無水硫酸ナトリウムが混入すると、硫酸洗浄時にエマルジョンを生成しやすくなるので、混入は避ける。
- 37) 最初の洗浄時に強く振とうするとエマルジョンが生成して、分液が困難となるため、手で軽く振とうする。エマルジョンの生成が収まった場合は、10分間の機械振とうを行う。

脂肪量の多い生物試料、夾雑物の多い底質試料等では、5回程度の洗浄が必要となる。
- 38) 硫酸洗浄操作で使用了分液ロート中で水洗操作を行うと、濃硫酸に含まれる成分が水洗時にヘキサン層に抽出されてくること、発熱の危険もあるため、洗浄の終了したヘキサン抽出液は別の分液ロートに移して水洗する。
- 39) ヘキサン抽出液中に混入した硫酸、酸性成分等を除去する目的で行う。激しく振とうするとエマルジョンが生成する場合があるので、手で軽く振とうする。
- 40) 移動相 (シクロヘキサン/アセトン(5:95)) と性質の異なる溶媒を注入するとGPCの分離が乱れるため、ヘキサンの残存量を0.5ml以下とした。
- 41) 濃縮時、アセトンに溶解した際に固形物が認められる場合は、予めアセトンで洗浄したディスクザブルシリンジフィルターを用いてろ過する。固形物は、配管の詰まりを生じるばかりでなく、カラムの劣化の原因となる。

また、夾雑物が著しく多い試料では、フロリジル (またはシリカゲル) カートリッジカラムを用いた予備精製を行うと、夾雑物と固形物のろ過ができる。

底質中の単体硫黄は、抽出液をアセトンに希釈した際に結晶として沈殿する。単体硫黄は、アルカリ分解時に分解され、GPCでも18~20minの分画に溶出するため、本分析法では妨害とならないが、アルカリ分解を省略した場合には、多量の硫黄結晶が生ずるため、銅チップ処理、ろ過等の操作を行う必要が生じる。
- 42) 市販の高速液体クロマトグラフ (HPLC) が使用できる。移動相の流速が大きいため、余熱ループを設けて、移動相の温度をカラム温度と同じにするのが望ましい。

オートサンプラーを用いる場合は、全量注入は困難なため、実注入量を測定し、補正する。
- 43) カラムの劣化の程度、装置の仕様により、保持時間は変化するので、予め溶離パターンをチェックする必要がある。今回の操作条件では、PCBsは14.5~16.25min、PCNsは16~18minの保持時間を示した。夾雑物の多い試料では保持時間が変動することが懸念されたため、今回の添加回収実験では、14.0~18.5minの分画を分取し、PCBs及びPCNsを同時分析したが、夾雑物の多い試料では、3~5塩化物のPCNsにPCBs分画の夾雑ピークが近接して検出されるため、それぞれの分画を分取することが望ましい。

なお、カラムが劣化していない場合は、移動相がアセトンの状態で両者を完全に分離できる可能性がある。
- 44) 添加したノナンは、カラム処理によって回収されるため、GC/MSに注入する最終溶液はノナン溶液となる。ノナンは、アセトンの除去、低塩素化合物の損失防止 (キーパー)、最終溶液の容量安定性の向上を目的として添加する。
- 45) アセトンが残存するとカラムクロマトの分離が乱れるので、十分に留去する。
- 46) カラムの劣化、配管の詰まりを防止するため、ラインフィルターをプレカラムの前に装着する。フィルターが詰まった場合は、フィルターを交換または逆洗する。

操作中は、カラムヘッド圧の変動を監視し、ヘッド圧が上昇して回復しない場合は、ラインフィル

ターの洗浄・交換を行い、更にプレカラムの交換の可否を判断する。

定期的に、試料の代わりにアセトン/水（1：1）2 mlを複数回注入して、装置及びカラム内に蓄積した水溶性成分も除去すると、ヘッド圧の回復とカラムの劣化防止に効果がある。

- 47) カラムが劣化するとPCNsの一部異性体の保持時間が遅くなったため、シクロヘキサンを5%添加した。シクロヘキサンの添加は、PCNs、PCBs等の疎水性物質のGPC分離において、カラムの劣化防止と性能維持に効果があった。

カラムの劣化は、UV吸収のあるNaphthalen、Biphenyl等の指標化合物を用いて、使用前にGPCの分離状況を確認すると良い（NaphthalenはPCNsと、BiphenylはPCBsと同じ画分に溶出する）。

- 48) 移動相の溶媒を変更する場合は、移動相流速を1 ml/min程度に落としてから行う。移動相溶媒を変更するたびにカラムの理論段数が5%程度低下するので注意が必要である。移動相は、35°C程度に加熱した後、約30分間超音波照射して脱気する。

- 49) カラムは、ロットによって溶離パターンが変化する場合があるので、予め、溶離パターン、コンタミネーション及び妨害物質の有無等を必ず確認しておくこと。

また、注射筒形の固相カートリッジカラムでは、少量の無水硫酸ナトリウムを固相の上部に積層することにより、水分の影響とカラムの目詰まり防止に効果がある。

- 50) パスツールピペットを用いると良い。

- 51) PCBsのみを分析対象とする場合は、溶離液はヘキサンのみで溶出できる（解説編参照）。

- 52) 夾雑物の量が多く、カートリッジカラム処理ではクリーンアップが困難な場合に使用する。

- 53) 精製水中にも微量の対象物質が存在する可能性があること、また、固相ディスク法では食塩等の添加剤が不要のため、ディスク、溶出溶媒等、室内空気汚染等に起因するブランク値のみ評価する目的で、少量の精製水をブランク試料水として用いる。

また、底質及び生物試料では、アルカリ分解時に水とアセトンが共存すると、夾雑物の量が極めて少ない状態のブランク試料では、微量濃度のPCNs（1及び8塩化物）が脱塩素し、回収率が低下する傾向が認められたため、水を用いないで空試料液を作成することとした。

- 54) 内標準として使用した2,6-Dimethylnaphthalene-d₁₂は、2-Chlorobiphenyl-¹³C₁₂（#1）を使用するのが望ましい。Dimethylnaphthalene-d₁₂は、2,6-体以外の異性体も市販されているが、これらの異性体は同位体交換反応が生ずる可能性がある。

- 55) PCNsの2及び3塩化物のサロゲートは市販されていないため、1,3,5,7-Tetrachloronaphthalene-¹³C₁₀で定量するが、やや低い定量値となる。2-Chloronaphthalene-d₇で定量した場合には過大な定量値となる。

- 56) 1,2,3,4-Tetrachloronaphthalene-¹³C₁₀は、GPCで吸着傾向を示すため、1,2,3,4-体定量にのみ使用する。省略しても差し支えない。

- 57) 使用機種は、日本電子JMS MS-700D（GC：HP6890）である。

- 58) PCNsの分析を主目的としたため、PCNsの異性体分離情報の豊富なDB-5MSを主カラムとして使用した。

低塩素PCNs及びPCBsの分離は、HT8が優れていたが、Heptachloronaphthaleneの異性体が分離できなかった。

- 59) 注入溶媒をノナンとしたため、コプラナーPCBの昇温条件とは異なる。

この条件で、ヘキサン溶液で注入すると、PCBs低塩化物の分離とピーク形状が悪化するので、注入試料液中にヘキサンが混入しないように留意する。

ヘキサンを注入溶媒とする場合は、カラム恒温槽初期温度を50°Cに設定する。

60) 装置検出限界 (IDL) は、平成11年度年度第16回環境科学セミナー「分析法開発時におけるIDL算定基準の具体案」に従い、以下のとおり算出した。

表11 PCNsのIDL算出基礎データ

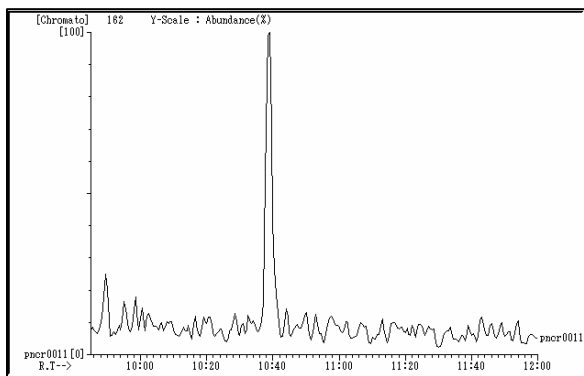
物質名	標準注入量: 100fg							平均	標準偏差	IDL(fg)
	測定1	測定2	測定3	測定4	測定5	測定6	測定7			
2-MoCN	117.4	116.6	118.5	90.0	99.1	104.6	96.8	106.1	11.4	22.2
1,5-DiCN	111.1	102.3	114.1	97.4	88.2	104.9	82.0	100.0	9.4	18.3
1,2,3-TrCN	97.7	125.0	83.9	95.1	97.1	103.0	100.2	100.3	13.6	26.5
1,2,3,5/-TeCN	201.1	188.5	222.8	216.0	213.8	238.9	203.5	212.1	17.4	33.9
1,2,3,4-TeCN	107.0	87.4	85.1	88.9	86.8	101.5	91.8	92.6	9.1	17.7
2,3,6,7-TeCN	144.7	90.7	103.2	99.5	96.6	92.8	98.1	103.7	20.2	39.2
1,4,5,8-TeCN	92.7	129.7	81.4	113.2	100.5	104.6	104.1	103.7	16.7	32.4
1,2,3,5,7-PeCN	106.2	107.2	100.1	117.9	100.5	85.7	76.8	99.2	10.6	20.6
1,2,3,4,6-PeCN	106.2	99.3	103.5	104.7	96.7	101.1	113.5	103.6	3.5	6.9
1,2,3,5,8-PeCN	71.9	95.0	125.2	106.6	79.5	95.8	73.0	92.4	19.1	37.1
1,2,3,4,5-PeCN	80.1	102.3	91.6	118.8	104.5	94.3	95.0	98.1	13.2	25.6
1,2,3,5,6,7/-HxCN	95.9	101.8	113.4	97.9	96.4	94.7	96.4	99.5	7.0	13.6
1,2,3,5,7,8-HxCN	99.2	84.2	80.8	104.7	107.6	97.6	107.3	97.4	10.9	21.1
1,2,4,5,7,8/-HxCN	114.3	77.8	85.1	103.2	86.5	70.9	106.2	92.0	16.2	31.5
1,2,3,4,5,6-HxCN	108.7	88.7	87.7	85.1	106.6	94.1	96.5	95.3	10.1	19.7
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	129.9	117.5	141.4	121.0	141.8	136.8	107.6	128.0	10.4	20.2
OcCN	103.5	77.4	94.6	89.6	101.6	91.2	100.4	94.0	9.4	18.3

表12-1 PCBsのIDL算出基礎データ

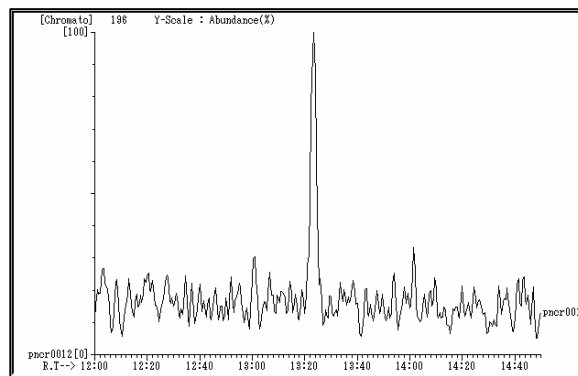
物質名	標準注入量: 100fg							平均	標準偏差	IDL(fg)
	測定1	測定2	測定3	測定4	測定5	測定6	測定7			
MoCB(#1)	104.4	121.8	111.6	109.3	110.9	112.2	136.4	115.2	10.7	20.8
MoCB(#3)	125.0	99.5	104.6	105.1	93.5	123.7	107.4	108.4	11.8	23.0
DiCB(#4/#10)	164.9	231.3	204.0	219.6	194.9	207.0	210.9	204.7	21.0	40.9
DiCB(#8)	124.5	156.4	170.1	103.7	112.1	109.9	109.9	126.7	26.1	50.6
DiCB(#15)	115.4	100.0	141.1	80.4	76.4	106.5	92.9	101.8	22.1	43.0
TrCB(#19)	164.1	124.8	161.7	122.9	132.1	157.5	182.5	149.4	22.9	44.4
TrCB(#18)	71.3	140.9	154.9	95.3	159.0	123.2	150.1	127.8	33.3	64.6
TrCB(#28)	136.8	120.6	110.4	85.1	95.4	151.7	154.5	122.1	27.0	52.4
TrCB(#33)	89.7	101.2	111.7	127.8	83.5	114.2	120.8	107.0	16.3	31.6
TrCB(#22)	110.2	84.2	124.1	94.6	126.4	80.5	66.3	98.1	22.9	44.5
TrCB(#37)	126.4	102.5	125.6	142.2	135.8	106.7	102.1	120.2	16.4	31.9
TeCB(#54)	85.4	98.0	119.3	97.0	106.3	111.3	96.5	102.0	11.2	21.8
TeCB(#52)	94.6	111.0	92.2	98.5	87.0	124.0	95.9	100.4	12.7	24.8
TeCB(#49)	103.8	97.3	102.0	103.3	107.3	108.3	109.2	104.5	4.2	8.1
TeCB(#44)	107.5	104.4	118.9	106.8	87.8	92.1	82.7	100.0	12.9	25.0
TeCB(#74)	98.7	110.6	70.9	119.8	101.0	81.9	107.0	98.6	16.9	32.9
TeCB(#70)	101.8	103.6	98.7	97.6	99.0	114.4	93.2	101.2	6.7	13.0

表12-2 PCBsのIDL算出基礎データ

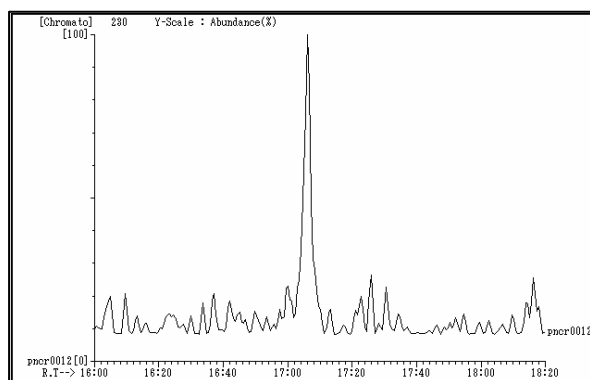
物質名	標準注入量:100fg							平均	標準偏差	IDL(fg)
	測定1	測定2	測定3	測定4	測定5	測定6	測定7			
TeCB(#81C)	85.8	104.1	99.5	93.5	115.5	75.2	89.6	94.7	13.1	25.5
TeCB(#77C)	114.5	102.6	101.1	91.4	88.8	139.5	62.6	100.1	23.7	46.1
PeCB(#104)	116.3	106.9	87.7	79.9	88.1	99.2	106.3	97.8	13.0	25.3
PeCB(#95)	79.7	116.8	120.1	91.6	84.0	83.3	95.9	95.9	16.3	31.7
PeCB(#101)	95.9	82.3	133.5	109.2	90.7	90.0	100.2	100.3	17.0	33.0
PeCB(#99)	110.7	106.9	72.9	100.8	99.5	107.8	99.9	99.8	12.6	24.6
PeCB(#119)	94.5	99.6	103.2	103.2	109.9	86.0	90.1	98.1	8.3	16.2
PeCB(#87)	72.9	95.2	105.3	65.1	110.0	115.3	107.4	95.9	19.5	37.8
PeCB(#110)	105.5	86.7	89.2	112.3	84.8	95.5	82.7	93.8	11.2	21.8
PeCB(#123C)	109.9	77.6	98.4	96.4	129.1	85.4	110.3	101.0	17.2	33.4
PeCB(#118C)	142.2	90.9	87.8	87.3	113.3	70.6	93.2	97.9	23.2	45.1
PeCB(#114C)	86.6	84.9	76.4	99.2	97.8	117.7	92.9	93.6	13.2	25.7
PeCB(#105C)	107.9	101.6	84.2	85.2	97.0	82.8	118.1	96.7	13.5	26.2
PeCB(#126C)	108.9	106.5	68.5	113.8	118.3	72.5	101.6	98.6	19.9	38.7
HxCB(#155)	112.6	99.0	104.9	108.9	101.4	117.5	68.0	101.8	16.2	31.5
HxCB(#151)	91.3	111.9	98.3	73.8	104.3	118.8	138.2	105.2	20.6	40.0
HxCB(#149)	89.8	106.6	119.3	108.7	94.5	97.6	92.4	101.3	10.6	20.6
HxCB(#153/168)	168.2	207.5	233.0	227.3	179.6	159.3	258.7	204.8	37.1	72.1
HxCB(#158/138)	165.3	214.5	196.7	147.3	229.0	210.2	184.1	192.4	28.9	56.1
HxCB(#128)	123.3	102.0	96.2	124.5	63.7	108.8	80.9	99.9	22.1	42.9
HxCB(#167C)	85.9	89.5	100.6	100.9	87.6	117.9	127.2	101.4	15.9	30.8
HxCB(#156C)	107.9	103.9	87.7	91.0	91.8	114.0	77.5	96.3	12.8	24.9
HxCB(#157C)	101.7	93.6	112.5	81.2	113.7	103.9	79.7	98.0	13.8	26.8
HxCB(#169C)	143.0	123.1	83.2	113.8	101.6	96.9	77.5	105.6	22.9	44.5
HpCB(#188)	114.7	136.1	118.1	95.8	64.1	93.3	84.2	100.9	23.9	46.5
HpCB(#178)	102.9	98.5	95.1	71.4	123.6	92.7	79.0	94.7	16.9	32.8
HpCB(#187)	80.8	112.3	90.4	96.6	103.0	131.8	95.0	101.4	16.6	32.3
HpCB(#183)	119.9	101.7	95.4	97.5	93.9	103.9	135.8	106.8	15.4	30.0
HpCB(#177)	80.7	108.9	93.0	85.7	135.4	80.6	126.0	101.5	22.3	43.4
HpCB(#171)	124.7	73.4	85.3	120.2	77.0	93.9	97.5	96.0	20.0	38.9
HpCB(#180C)	121.2	98.5	76.4	112.6	110.0	113.6	86.0	102.6	16.3	31.7
HpCB(#191)	106.6	104.4	83.2	109.3	89.5	101.7	115.1	101.4	11.3	21.9
HpCB(#170C)	108.8	112.0	65.6	86.5	77.5	87.3	124.3	94.6	21.0	40.8
HpCB(#189C)	99.1	95.4	112.8	87.8	133.3	120.0	87.5	105.1	17.4	33.8
OcCB(#202)	100.4	106.6	103.3	89.7	96.8	107.9	104.0	101.2	6.3	12.3
OcCB(#201)	119.6	103.6	107.1	120.4	99.7	112.1	85.3	106.8	12.3	23.8
OcCB(#199)	111.8	76.6	118.1	88.9	119.2	117.0	122.7	107.8	17.7	34.5
OcCB(#194)	93.8	86.4	118.1	102.2	73.5	59.2	63.8	85.3	21.3	41.3
OcCB(#205)	90.6	105.0	67.8	86.3	96.1	95.8	105.9	92.5	13.0	25.2
NoCB(#208)	84.8	83.4	95.4	84.5	101.1	130.7	104.5	97.8	16.8	32.7
NoCB(#206)	94.6	108.4	117.8	108.5	99.9	141.0	110.9	111.6	15.0	29.1
DeCB(#209)	112.6	90.6	114.6	115.4	101.8	105.0	97.7	105.4	9.4	18.2



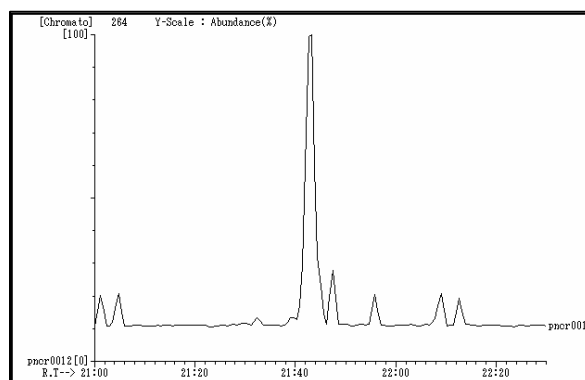
2-MoCN の IDL 付近のクロマト(100fg)



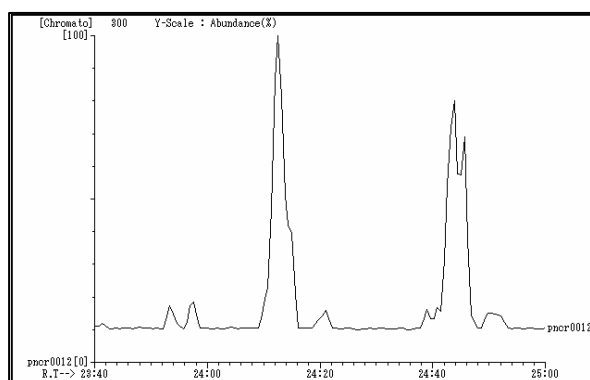
1,5-DiCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



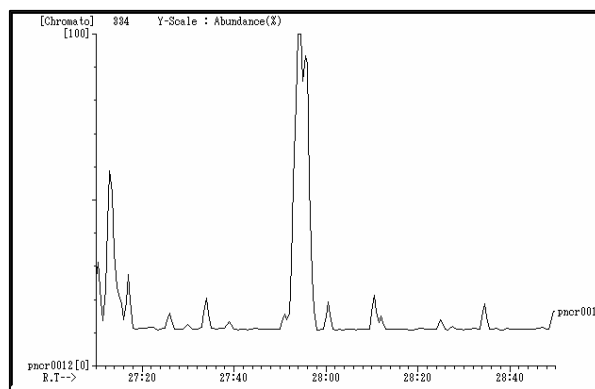
1,2,3-TrCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



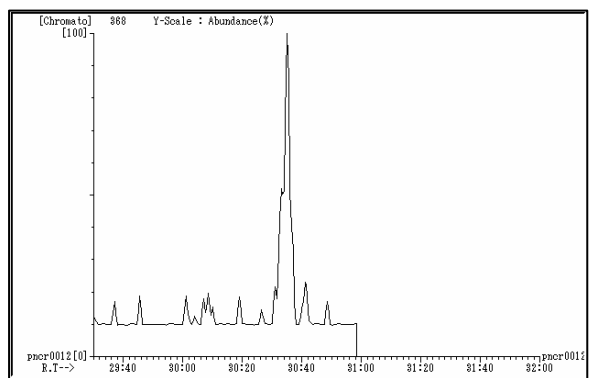
1,4,5,8-TeCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



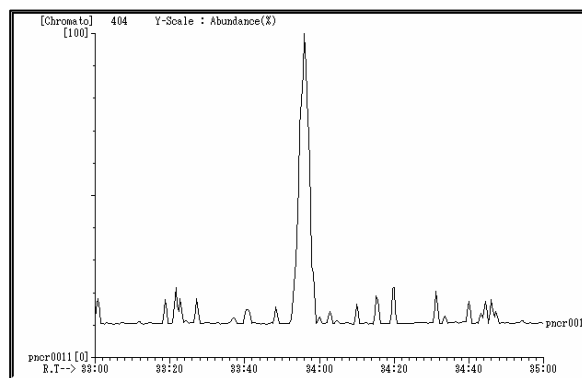
1,2,3,5,8-PeCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



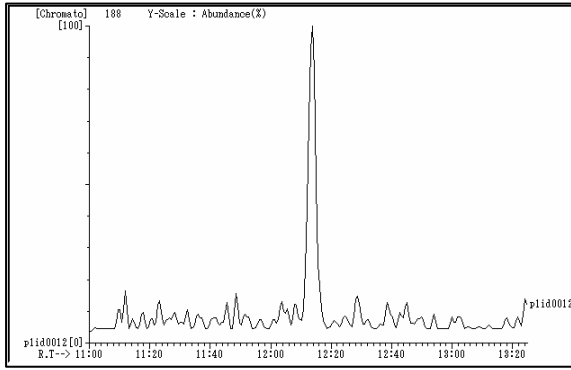
1,2,3,4,5,6-HxCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



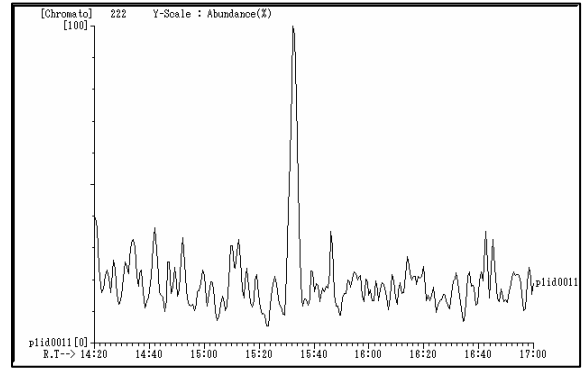
1,2,3,4,5,6,7-HpCN の IDL 付近のクロマト(50fg)



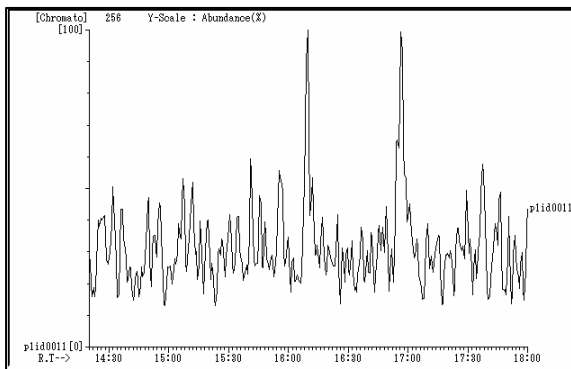
1,2,3,4,5,6,7,8-OcCN の IDL 付近のクロマト(100fg)



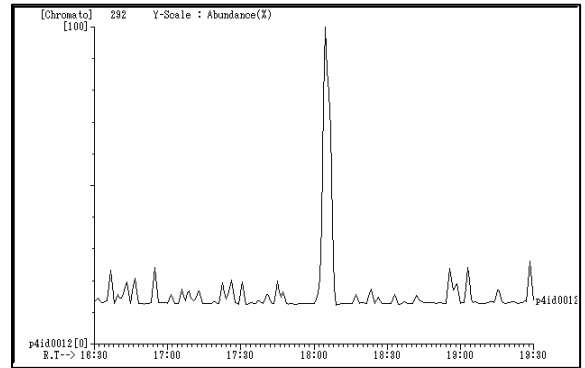
MoCB(#1)のIDL付近のクロマト(50fg)



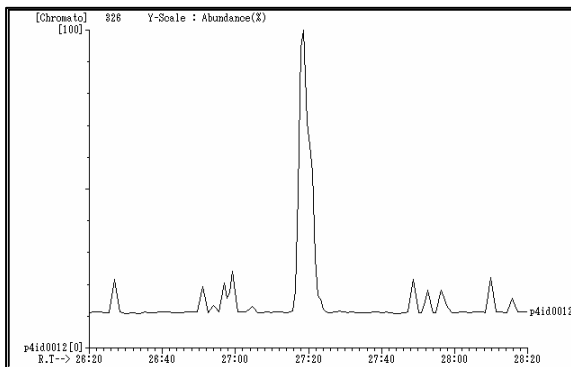
DiCB(#8)のIDL付近のクロマト(100fg)



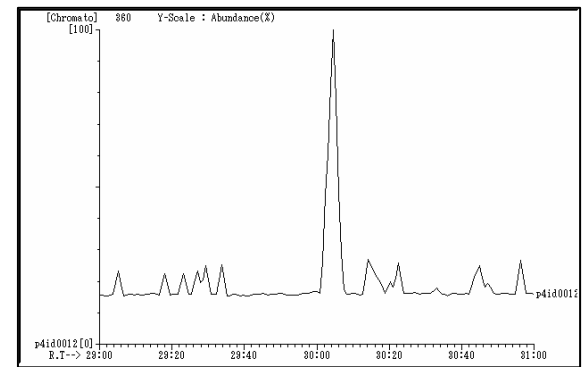
TrCB(#19)のIDL付近のクロマト(100fg)



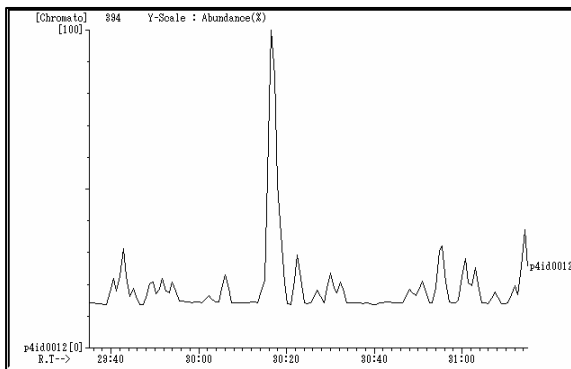
TeCB(#54)のIDL付近のクロマト(50fg)



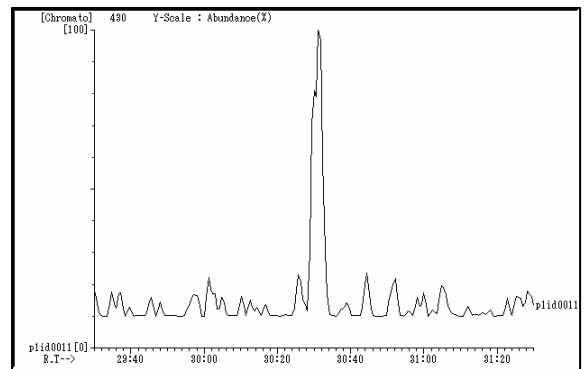
PeCB(#126C)のIDL付近のクロマト(50fg)



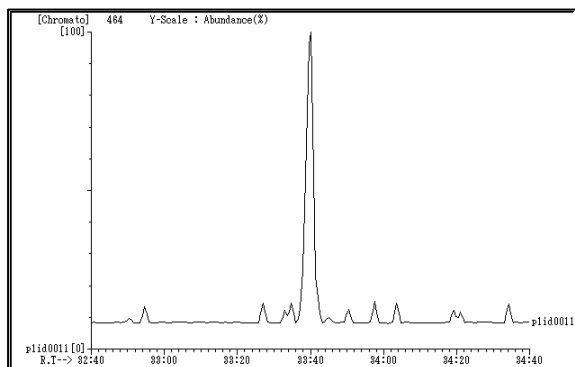
HxCB(#169C)のIDL付近のクロマト(50fg)



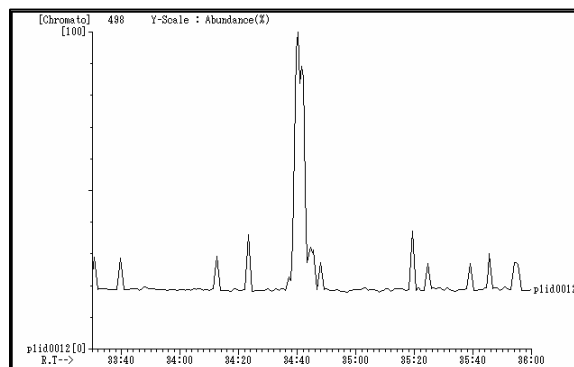
HpCB(#189C)のIDL付近のクロマト(50fg)



OcCB(#199)のIDL付近のクロマト(100fg)



NoCB(#206)のIDL付近のクロマト(100fg)



DeCB(#209)のIDL付近のクロマト(50fg)

61) 検出限界 (MDL : Method Detection Limit) 及び定量限界は、平成11年度年度第16回環境科学セミナー「分析法開発時におけるIDL算定基準の具体案」に準拠し、添加回収実験の標準偏差から検出限界 (標準偏差 x t値 (n-1,0.05)) 及び定量限界 (検出限界 x 3) を以下のとおり算出した。

なお、検出限界は対象物質が添加回収実験に使用した試料中に存在することから、対象試料中の濃度が低い異性体のMDLを基礎に算定した。

表13 PCNs精製水固相抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:1ng/5L)

単位: pg/L

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	1	1	203	207	205	192	209	210	214	205.7	7.2	14.0	102.3	3.5
2-MoCN	5	9	194	238	208	220	207	199	193	208.5	15.9	30.8	99.6	8.0
1,4-DiCN	1	2	208	250	218	236	258	233	244	235.2	17.6	34.2	116.8	7.5
1,5-DiCN	0	1	220	244	230	230	214	216	215	224.2	11.0	21.4	111.8	4.9
2,7-DiCN	0	1	220	273	225	225	240	234	246	237.7	18.3	35.6	118.5	7.7
1,2-DiCN	1	0	216	250	224	230	265	240	239	237.7	16.5	32.0	118.7	6.9
2,3-DiCN	0	0	233	262	249	246	264	236	257	249.5	12.1	23.5	124.7	4.8
1,8-DiCN	0	0	243	277	260	267	277	236	259	260.0	15.8	30.7	129.8	6.1
1,2,3-TrCN	0	0	190	221	205	207	217	208	222	209.9	11.2	21.7	104.8	5.3
1,2,3,5/-TeCN	0	0	405	460	422	415	446	434	435	431.1	18.6	36.2	107.7	4.3
1,2,3,4-TeCN	0	0	196	203	200	189	205	198	212	200.4	7.4	14.3	100.1	3.7
2,3,6,7-TeCN	0	0	209	258	224	233	259	213	232	232.3	19.9	38.6	116.1	8.6
1,4,5,8-TeCN	0	1	230	260	231	237	267	212	229	237.8	19.1	37.2	118.5	8.1
1,2,3,8-TeCN	0	0	224	254	234	225	257	231	266	241.5	17.1	33.2	120.7	7.1
1,2,3,5,7-PeCN	1	0	202	222	186	195	206	197	211	202.8	11.5	22.3	101.3	5.7
1,2,3,4,6-PeCN	0	0	207	231	212	203	209	201	200	208.9	10.8	21.1	104.4	5.2
1,2,3,6,7-PeCN	0	0	208	223	204	211	233	208	216	214.7	10.1	19.7	107.3	4.7
1,2,3,5,8-PeCN	0	0	184	221	207	204	223	202	201	205.9	13.3	25.8	102.9	6.5
1,2,3,4,5-PeCN	0	0	224	271	235	213	189	227	213	224.6	25.3	49.1	112.3	11.2
1,2,3,5,6,7/-HxCN	1	0	398	418	401	402	430	389	415	407.7	14.0	27.1	101.8	3.4
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	0	196	205	207	207	218	215	221	209.9	8.7	16.8	104.9	4.1
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	0	209	217	216	209	222	207	220	214.2	5.9	11.4	107.0	2.7
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	0	399	417	414	416	439	418	419	417.4	11.7	22.8	104.3	2.8
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	0	208	216	205	204	219	213	215	211.3	5.8	11.3	105.7	2.7
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	215	231	212	219	227	223	216	220.5	6.7	13.0	110.3	3.0
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	1	2	208	213	211	205	205	201	206	207.0	3.9	7.6	102.7	1.9
QcCN	1	0	196	188	198	195	215	211	205	201.1	9.4	18.4	100.4	4.7

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体の値は、1,3C-1,3,5,7-TeCNを用いた定量値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表14 PCNs河川水固相抽出法の回収率(添加量:0.2ng/5L)

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	単位:pg/L	
													回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	1	1	39	39	37	39	37	34	37	37.6	1.7	3.3	90.4	4.6
2-MoCN	5	12	50	49	45	53	51	50	51	49.9	2.5	4.9	93.9	6.7
1,4-DiCN	0	1	38	43	40	45	38	41	40	40.8	2.6	5.0	86.6	7.4
1,5-DiCN	0	1	38	43	40	39	41	40	40	40.1	1.5	2.8	85.3	4.2
2,7-DiCN	0	1	52	46	41	45	40	40	46	44.2	4.3	8.3	92.3	11.6
1,2-DiCN	1	1	51	42	46	46	42	40	44	44.4	3.5	6.7	91.3	9.5
2,3-DiCN	0	1	48	44	46	45	44	43	46	45.2	1.9	3.7	95.8	5.0
1,8-DiCN	0	0	50	49	50	47	43	46	50	47.7	2.5	4.9	102.3	6.1
1,2,3-TrCN	0	0	40	36	39	39	39	39	38	38.5	1.4	2.7	95.7	3.7
1,2,3,5/-TeCN	0	0	80	80	82	84	79	87	82	81.8	2.8	5.4	101.7	3.4
1,2,3,4-TeCN	0	1	34	35	35	40	37	37	39	36.6	2.2	4.3	89.5	6.2
2,3,6,7-TeCN	0	0	43	43	45	41	40	44	42	42.7	1.8	3.4	106.2	4.1
1,4,5,8-TeCN	0	1	43	42	44	44	41	49	45	44.0	2.7	5.2	107.9	6.2
1,2,3,8-TeCN	0	0	38	47	40	40	45	40	40	41.4	3.2	6.2	102.8	7.7
1,2,3,5,7-PeCN	1	0	30	33	38	32	30	34	36	33.3	2.9	5.6	82.0	8.8
1,2,3,4,6-PeCN	0	0	28	29	32	37	34	41	36	33.9	4.7	9.1	83.6	13.9
1,2,3,6,7-PeCN	0	0	30	33	32	37	35	38	37	34.5	2.9	5.7	85.8	8.5
1,2,3,5,8-PeCN	0	0	34	37	27	37	30	43	33	34.6	5.3	10.3	85.8	15.4
1,2,3,4,5-PeCN	0	1	42	47	38	40	34	50	47	42.6	5.6	11.0	105.0	13.4
1,2,3,5,6,7/-HxCN	1	1	70	73	70	73	76	75	70	72.5	2.7	5.2	89.5	3.7
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	0	38	34	36	37	39	37	34	36.2	1.7	3.4	90.3	4.8
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	0	38	35	38	39	38	39	36	37.3	1.5	2.8	92.7	3.9
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	0	75	75	76	79	79	77	73	76.3	2.1	4.1	94.9	2.8
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	0	38	37	37	39	38	40	36	37.9	1.5	2.9	94.3	3.9
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	39	39	39	40	40	39	37	39.1	1.0	2.0	97.0	2.6
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	1	1	35	38	34	34	38	35	39	36.1	1.9	3.7	86.5	5.5
OcCN	0	1	37	35	36	35	32	33	34	34.6	1.7	3.4	84.1	5.1

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体の回収率は、2-MoCN-d7及び13C-1,3,5,7-TeCNを用いた定量値の平均値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。GPC処理は省略した。

表15 PCNs海水固相抽出法の回収率(添加量:0.2ng/5L)

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	単位:pg/L	
													回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	1	1	41	45	44	41	42	38	37	40.9	3.0	5.9	100.5	7.5
2-MoCN	4	7	49	46	49	46	46	47	49	47.4	1.7	3.2	100.0	4.2
1,4-DiCN	1	0	37	34	31	31	33	36	30	33.0	2.7	5.3	81.6	8.4
1,5-DiCN	1	0	32	37	36	33	36	32	29	33.7	3.1	6.0	83.5	9.3
2,7-DiCN	1	1	37	32	35	34	35	34	32	34.1	1.8	3.5	83.9	5.3
1,2-DiCN	0	1	38	36	35	32	35	34	33	34.5	1.9	3.7	84.4	5.6
2,3-DiCN	0	0	35	37	37	34	37	34	32	35.2	2.1	4.0	87.5	6.0
1,8-DiCN	1	0	42	38	37	39	35	33	34	36.9	3.0	5.9	91.5	8.3
1,2,3-TrCN	0	0	42	42	42	41	43	43	40	41.6	1.2	2.3	103.4	2.8
1,2,3,5/-TeCN	0	1	87	79	87	75	73	81	81	80.5	5.4	10.4	99.9	6.7
1,2,3,4-TeCN	0	0	43	42	41	44	45	42	38	42.3	2.3	4.5	105.0	5.5
2,3,6,7-TeCN	0	0	48	40	41	36	42	36	41	40.5	4.0	7.8	100.8	9.9
1,4,5,8-TeCN	0	1	49	44	48	44	43	41	46	44.9	2.7	5.2	111.0	6.1
1,2,3,8-TeCN	0	0	48	45	42	35	42	41	44	42.4	4.1	8.1	105.5	9.8
1,2,3,5,7-PeCN	0	1	34	46	39	40	40	38	41	39.8	3.8	7.4	97.8	9.7
1,2,3,4,6-PeCN	0	0	38	39	42	37	40	37	36	38.3	2.0	3.8	95.4	5.2
1,2,3,6,7-PeCN	0	0	36	42	39	46	40	38	35	39.6	3.8	7.4	98.2	9.7
1,2,3,5,8-PeCN	0	0	32	40	38	43	44	42	38	39.7	4.1	8.0	98.6	10.5
1,2,3,4,5-PeCN	0	0	35	45	34	39	43	31	40	38.1	5.2	10.1	94.5	13.7
1,2,3,5,6,7/-HxCN	1	1	88	82	80	80	82	78	79	81.3	3.2	6.3	100.2	4.0
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	0	41	42	40	43	39	38	39	40.4	1.7	3.2	100.2	4.2
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	0	41	37	40	44	43	41	38	40.7	2.5	4.8	100.8	6.1
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	0	95	84	89	88	88	82	77	86.2	5.9	11.5	107.3	6.9
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	0	43	40	42	43	40	40	39	41.2	1.7	3.3	102.2	4.1
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	42	42	41	41	38	42	38	40.6	1.8	3.4	100.6	4.4
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	2	2	40	41	41	37	39	35	37	38.6	2.3	4.6	92.6	6.3
OcCN	0	1	42	38	39	39	36	35	36	37.9	2.5	4.8	92.3	6.7

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体は、13C-1,3,5,7-TeCNを用いた定量値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。GPC処理は省略した。

表16 PCNs底質ソックスレー抽出法の検出限界及び回収率(添加量:0.2ng/10g-dry)

単位:pg/g-dry

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	0	8	27	29	20	29	27	27	29	26.6	3.0	5.8	94.9	15.8
2-MoCN	0	27	45	43	56	46	48	43	45	46.6	4.5	8.8	96.6	23.4
1,4-DiCN	0	6	26	28	29	27	31	27	28	27.7	1.7	3.2	91.1	9.2
1,5-DiCN	0	3	24	25	25	26	26	25	24	24.9	0.9	1.8	91.4	6.5
2,7-DiCN	0	4	26	26	25	25	28	27	31	27.0	2.0	3.9	95.8	8.3
1,2-DiCN	0	3	25	24	26	24	28	25	26	25.6	1.2	2.4	95.2	5.4
2,3-DiCN	0	2	23	25	24	25	24	24	26	24.5	0.7	1.4	96.7	6.2
1,8-DiCN	0	1	23	25	26	24	28	27	28	26.0	1.9	3.7	104.0	7.7
1,2,3-TrCN	0	1	18	20	18	19	19	19	17	18.6	1.0	2.0	86.5	5.9
1,2,3,5/-TeCN	0	5	45	49	46	47	46	45	40	45.5	2.7	5.3	100.1	6.8
1,2,3,4-TeCN	0	1	22	23	21	21	22	22	19	21.5	1.3	2.4	101.4	6.2
2,3,6,7-TeCN	0	0	22	23	20	20	22	23	20	21.4	1.3	2.5	106.5	6.2
1,4,5,8-TeCN	0	3	23	26	23	23	23	24	24	23.8	1.1	2.2	105.4	5.4
1,2,3,8-TeCN	0	0	20	21	21	20	24	25	22	21.9	2.0	3.9	109.1	9.2
1,2,3,5,7-PeCN	0	4	22	20	24	21	21	20	21	21.4	1.5	2.9	88.5	8.4
1,2,3,4,6-PeCN	0	1	17	17	21	16	18	17	14	17.0	2.2	4.3	80.6	13.7
1,2,3,6,7-PeCN	0	1	17	17	20	19	17	19	16	17.9	1.5	2.9	86.3	8.7
1,2,3,5,8-PeCN	0	2	19	19	23	20	19	22	20	20.3	1.6	3.0	89.1	8.8
1,2,3,4,5-PeCN	0	0	15	16	19	15	17	17	17	16.7	1.3	2.4	81.3	7.7
1,2,3,5,6,7/-HxCN	0	2	40	40	39	38	37	31	34	37.0	3.3	6.3	88.0	9.3
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	2	23	22	25	24	21	17	19	21.5	3.0	5.8	99.5	15.1
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	2	19	20	24	22	23	17	21	20.7	2.3	4.5	94.6	12.4
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	2	42	42	39	39	40	32	43	39.7	3.9	7.6	94.7	10.4
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	1	19	18	21	19	22	20	22	20.3	1.5	3.0	98.0	7.8
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	18	22	17	17	17	17	18	18.1	1.7	3.3	89.9	9.4
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	0	2	19	23	22	20	18	16	18	19.4	2.4	4.6	89.3	13.2
OcCN	0	1	19	22	19	16	19	17	17	18.5	1.8	3.4	89.2	9.9

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体の回収率は、2-MoCN-d7及び13C-1,3,5,7-TeCNを用いた定量値の平均値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表17 PCNs底質アセトン抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/10g-dry)

単位:pg/g-dry

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	0	2	21	18	21	25	21	18	21	20.6	2.6	5.1	95.0	13.7
2-MoCN	1	5	28	19	26	31	28	19	26	25.4	4.9	9.5	103.7	23.5
1,4-DiCN	0	1	21	18	24	25	33	20	18	22.7	5.3	10.3	103.8	25.5
1,5-DiCN	0	1	22	18	19	26	27	19	37	24.1	6.5	12.7	112.2	29.2
2,7-DiCN	1	0	24	22	28	31	34	23	23	26.5	4.6	9.0	129.3	17.9
1,2-DiCN	1	1	26	20	23	28	33	23	19	24.5	4.7	9.2	116.3	20.4
2,3-DiCN	1	0	26	22	25	30	38	23	22	26.4	5.8	11.3	129.3	22.4
1,8-DiCN	0	0	27	21	27	29	31	24	23	26.0	3.6	7.0	126.1	14.4
1,2,3-TrCN	0	0	19	19	19	20	19	19	19	19.2	0.5	0.9	94.7	2.5
1,2,3,5/-TeCN	0	1	45	46	48	44	45	46	48	45.9	1.5	2.9	112.2	3.3
1,2,3,4-TeCN	0	0	20	20	21	22	20	20	21	20.6	0.5	1.0	101.1	2.5
2,3,6,7-TeCN	0	0	24	25	25	25	24	25	25	24.8	0.5	0.9	123.8	1.8
1,4,5,8-TeCN	0	1	27	28	25	22	27	28	25	26.1	2.3	4.5	127.5	9.1
1,2,3,8-TeCN	0	0	29	30	26	25	29	30	26	27.9	2.3	4.4	139.1	8.1
1,2,3,5,7-PeCN	0	1	20	24	21	28	20	24	21	22.6	3.0	5.8	108.3	13.7
1,2,3,4,6-PeCN	0	0	21	23	17	21	21	23	17	20.6	2.6	5.0	102.0	12.7
1,2,3,6,7-PeCN	0	0	21	25	18	27	21	25	18	22.3	3.4	6.6	110.1	15.4
1,2,3,5,8-PeCN	0	1	15	24	20	18	15	24	20	19.6	3.6	7.0	94.3	19.1
1,2,3,4,5-PeCN	0	0	21	17	19	21	21	17	19	19.2	1.5	2.9	94.8	7.8
1,2,3,5,6,7/-HxCN	0	1	39	41	39	34	39	41	39	39.1	2.3	4.4	95.7	6.0
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	0	21	21	20	19	21	21	20	20.5	0.9	1.7	100.8	4.4
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	0	21	19	20	20	21	19	20	19.9	0.7	1.3	97.9	3.4
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	0	31	18	42	36	31	18	42	31.2	9.8	19.1	77.2	31.8
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	0	20	20	19	20	20	20	19	19.7	0.3	0.5	97.6	1.4
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	20	21	22	21	20	21	22	20.8	0.8	1.5	104.0	3.7
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	0	1	20	21	22	20	20	21	22	20.5	0.8	1.5	98.8	3.8
OcCN	0	0	19	22	19	20	19	22	19	20.1	1.1	2.2	98.7	5.7

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体の定量値は、2-MoCN-d7及び13C-1,3,5,7-TeCNの平均値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表18 PCNs生物(コイ)ヘキサン抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/20g-wet) 単位:pg/g-wet

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率 %	回収率 RSD
1-MoCN	0	0	10	11	11	12	12	12	11	11.2	0.7	1.4	109.4	6.6
2-MoCN	1	3	14	16	15	14	13	15	15	14.5	0.9	1.8	113.6	8.0
1,4-DiCN	0	1	14	14	15	15	15	14	14	14.4	0.7	1.3	83.7	6.0
1,5-DiCN	0	0	14	13	15	13	15	14	13	13.8	0.9	1.7	82.5	5.4
2,7-DiCN	0	1	15	14	16	16	16	16	15	15.3	0.6	1.1	88.1	4.4
1,2-DiCN	0	0	13	14	15	14	15	15	15	14.5	0.8	1.5	90.3	8.1
2,3-DiCN	0	0	14	15	15	14	15	15	15	14.7	0.5	0.9	88.7	3.4
1,8-DiCN	0	0	14	14	14	15	15	15	15	14.5	0.6	1.1	88.7	5.5
1,2,3-TrCN	0	0	10	10	10	10	10	11	11	10.0	0.4	0.8	98.6	4.4
1,2,3,5/-TeCN	0	1	22	22	22	22	22	23	22	22.0	0.4	0.8	102.6	2.0
1,2,3,4-TeCN	0	0	10	10	10	11	10	11	10	10.3	0.4	0.8	101.1	4.0
2,3,6,7-TeCN	0	0	10	16	11	11	11	11	10	11.3	2.1	4.0	111.4	18.5
1,4,5,8-TeCN	0	1	12	12	12	12	12	12	11	12.0	0.3	0.7	114.3	2.9
1,2,3,8-TeCN	0	0	13	12	12	13	13	12	13	12.8	0.5	0.9	126.2	3.7
1,2,3,5,7-PeCN	0	1	10	10	11	11	10	11	10	10.6	0.3	0.6	96.4	3.5
1,2,3,4,6-PeCN	0	0	10	10	11	12	11	10	12	11.0	0.9	1.7	107.5	8.2
1,2,3,6,7-PeCN	0	0	11	10	10	12	11	10	11	10.7	0.7	1.4	103.1	7.0
1,2,3,5,8-PeCN	0	0	11	11	9	13	11	10	11	10.8	1.2	2.3	103.8	11.5
1,2,3,4,5-PeCN	0	0	11	11	11	12	11	10	10	11.0	0.7	1.5	107.7	6.9
1,2,3,5,6,7/-HxCN	0	1	19	20	19	20	19	20	19	19.5	0.5	1.0	94.8	2.6
1,2,3,5,6,8-HxCN	0	0	11	11	10	10	11	8	10	10.3	0.9	1.7	100.4	8.8
1,2,3,5,7,8-HxCN	0	0	10	11	9	10	9	12	10	10.0	0.9	1.7	98.8	8.7
1,2,4,5,7,8/-HxCN	0	0	19	22	21	21	20	25	20	21.1	2.0	3.9	103.8	9.6
1,2,3,4,5,6-HxCN	0	0	9	11	10	10	10	12	9	10.2	1.1	2.1	100.8	10.9
1,2,3,6,7,8-HxCN	0	0	11	11	11	11	11	12	11	11.1	0.4	0.7	110.3	3.3
1,2,3,4,5,6,7-HpCN	0	0	10	9	10	10	10	10	10	9.8	0.3	0.6	94.9	3.3
OcCN	0	0	9	8	9	9	9	8	8	8.8	0.5	1.0	87.4	5.6

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: DiCN体の値は、13C-1,3,5,7-TeCNを用いた定量値

3: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表19 PCBs精製水固相抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:1ng/5L)

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	単位: pg/L	
													回収率 %	回収率 RSD
MoCB(#1)	1	1	177	197	192	172	188	187	187	185.8	8.4	16.3	92.6	4.5
MoCB(#3)	1	1	203	220	204	200	214	208	211	208.7	7.0	13.6	104.0	3.4
DiCB(#4/#10)	2	1	341	324	335	326	330	343	334	333.4	6.9	13.5	83.0	2.1
DiCB(#8)	4	5	189	181	190	184	185	190	186	186.5	3.4	6.6	90.6	1.9
DiCB(#15)	1	2	206	210	217	196	213	211	202	207.7	7.2	14.1	103.1	3.5
TrCB(#19)	1	1	183	171	172	194	184	184	172	179.9	8.6	16.7	89.2	4.8
TrCB(#18)	6	6	197	184	221	207	209	190	207	202.0	12.4	24.1	97.8	6.3
TrCB(#28)	6	8	204	197	208	225	222	201	191	206.8	12.5	24.3	99.6	6.3
TrCB(#33)	2	4	216	214	211	226	231	208	191	213.9	13.1	25.4	105.2	6.2
TrCB(#22)	1	1	195	208	202	219	218	208	192	206.0	10.4	20.1	102.2	5.1
TrCB(#37)	2	2	219	229	218	238	243	216	196	222.8	15.7	30.4	110.5	7.1
TeCB(#54)	0	0	187	176	187	196	170	185	191	184.5	8.9	17.4	92.2	4.8
TeCB(#52)	1	2	195	211	194	206	205	215	200	203.8	7.9	15.3	101.1	3.9
TeCB(#49)	0	1	199	189	198	212	201	204	212	202.4	8.0	15.6	100.6	4.0
TeCB(#44)	1	2	201	198	216	216	215	222	214	211.6	8.8	17.1	105.0	4.2
TeCB(#74)	1	1	218	217	223	224	203	224	225	219.1	7.8	15.2	109.2	3.6
TeCB(#70)	1	2	209	223	228	236	210	215	211	218.8	10.2	19.9	108.6	4.7
TeCB(#81C)	0	0	225	225	238	243	225	242	223	231.6	9.0	17.6	115.8	3.9
TeCB(#77C)	0	0	205	223	202	206	205	201	219	208.8	8.6	16.7	104.3	4.1
PeCB(#104)	0	0	170	178	167	161	185	179	163	171.9	9.0	17.5	85.9	5.2
PeCB(#95)	0	1	177	186	185	196	203	183	197	189.5	9.3	18.0	94.3	4.9
PeCB(#101)	1	1	190	193	183	192	204	194	196	193.1	6.3	12.3	96.1	3.3
PeCB(#99)	0	0	189	195	184	180	208	190	210	193.8	11.6	22.6	96.8	6.0
PeCB(#119)	0	0	189	200	187	197	207	193	200	196.1	7.2	14.0	98.0	3.7
PeCB(#87)	0	0	202	205	189	209	207	197	201	201.4	6.9	13.4	100.5	3.4
PeCB(#110)	1	1	192	204	176	196	219	195	207	198.4	13.5	26.2	98.8	6.8
PeCB(#123C)	0	0	198	210	191	200	217	201	206	203.2	8.4	16.4	101.5	4.2
PeCB(#118C)	1	0	188	203	188	193	222	210	207	201.5	12.8	24.8	100.5	6.3
PeCB(#114C)	0	0	204	217	192	219	207	205	206	207.4	8.8	17.1	103.7	4.3
PeCB(#105C)	0	0	203	221	210	204	217	204	215	210.5	7.3	14.2	105.1	3.5
PeCB(#126C)	0	0	201	202	202	189	221	200	202	202.5	9.3	18.0	101.2	4.6
HxCB(#155)	0	0	155	162	146	157	156	168	155	157.0	6.8	13.2	78.5	4.3
HxCB(#151)	0	0	194	223	207	187	186	205	199	200.1	12.9	25.0	100.0	6.4
HxCB(#149)	1	1	207	225	195	189	185	199	212	201.8	14.1	27.3	100.4	7.0
HxCB(#153/168)	1	1	417	447	410	388	431	406	396	413.8	20.2	39.3	103.1	4.9
HxCB(#138/158)	1	0	429	442	406	396	455	414	396	419.7	23.1	44.8	104.8	5.5
HxCB(#128)	0	0	221	250	224	222	252	209	223	228.7	16.1	31.3	114.3	7.1
HxCB(#167C)	0	0	190	176	189	185	199	217	210	195.3	14.5	28.1	97.6	7.4
HxCB(#156C)	0	0	219	240	195	212	230	205	202	214.6	15.9	30.9	107.3	7.4
HxCB(#157C)	0	0	189	220	215	191	211	191	218	204.8	13.9	27.0	102.4	6.8
HxCB(#169C)	0	0	226	206	214	233	235	213	209	219.4	11.8	22.9	109.7	5.4
HpCB(#188)	0	0	205	207	195	193	159	174	201	190.8	17.7	34.4	95.3	9.3
HpCB(#178)	0	0	200	217	202	201	212	192	229	207.8	12.5	24.4	103.8	6.0
HpCB(#187)	0	1	220	232	196	198	191	191	211	205.4	16.0	31.2	102.3	7.8
HpCB(#183)	0	0	217	203	196	224	195	199	202	205.3	11.0	21.4	102.5	5.4
HpCB(#177)	0	0	190	204	211	193	198	185	219	200.1	12.2	23.7	100.0	6.1
HpCB(#171)	1	0	209	213	214	212	186	186	250	210.0	21.5	41.7	104.9	10.2
HpCB(#180C)	1	1	196	212	187	204	210	204	225	205.3	11.9	23.1	102.0	5.8
HpCB(#191)	0	0	191	212	195	220	199	179	198	199.2	13.5	26.3	99.5	6.8
HpCB(#170C)	1	0	190	217	198	211	205	186	237	206.2	17.4	33.9	103.0	8.5
HpCB(#189C)	0	0	204	205	177	201	208	213	198	200.9	11.8	22.9	100.4	5.9
OcCB(#202)	0	0	199	230	213	198	211	199	206	208.0	11.6	22.5	104.0	5.6
OcCB(#201)	0	0	193	215	197	188	196	194	208	198.7	9.3	18.1	99.3	4.7
OcCB(#199)	0	0	213	236	217	217	223	211	221	219.6	8.3	16.1	109.7	3.8
OcCB(#194)	0	0	214	224	222	214	215	201	214	214.9	7.4	14.4	107.3	3.5
OcCB(#205)	0	0	208	234	207	199	206	204	163	202.9	20.9	40.6	101.4	10.3
NoCB(#208)	0	0	155	166	187	164	168	154	174	166.7	11.4	22.1	83.3	6.8
NoCB(#206)	0	0	196	205	226	208	217	189	200	206.1	12.6	24.5	103.0	6.1
DeCB(#209)	0	0	205	205	225	224	218	200	199	211.0	11.0	21.4	105.5	5.2

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。GPC処理は省略した。

表20 PCBs河川水固相抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/5L)

物質名	Blank 無添加 添加1 添加2 添加3 添加4 添加5 添加6 添加7 平均値										SD	MDL	単位: pg/L	
	回収率 %	回収率 RSD												
MoCB(#1)	0	1	30	32	32	33	35	33	36	32.9	2.0	3.9	80.6	6.2
MoCB(#3)	1	1	37	33	33	35	38	35	36	35.1	1.9	3.7	86.1	5.5
DiCB(#4/#10)	2	2	64	63	62	60	68	61	61	62.8	2.7	5.3	76.5	4.5
DiCB(#8)	3	4	34	35	37	36	39	37	35	36.3	1.6	3.1	81.7	4.8
DiCB(#15)	1	2	37	35	36	33	39	37	35	35.8	1.9	3.6	84.8	5.5
TrCB(#19)	1	1	32	30	30	30	31	31	28	30.4	1.2	2.3	73.6	4.1
TrCB(#18)	5	6	36	40	40	38	43	42	42	40.1	2.4	4.7	85.0	7.2
TrCB(#28)	5	9	43	44	45	36	43	44	39	42.1	3.1	6.1	81.6	9.6
TrCB(#33)	2	4	39	36	39	37	42	40	41	39.3	2.0	3.9	88.4	5.6
TrCB(#22)	1	2	37	36	36	37	40	39	36	37.3	1.5	3.0	88.4	4.4
TrCB(#37)	1	2	43	43	43	36	42	41	37	40.5	2.9	5.7	96.8	7.6
TeCB(#54)	0	0	34	33	36	32	35	37	32	34.3	2.0	3.9	85.6	5.9
TeCB(#52)	1	4	36	37	38	34	35	40	37	36.6	1.9	3.8	80.9	6.0
TeCB(#49)	0	2	33	39	39	34	38	37	35	36.3	2.2	4.4	85.3	6.6
TeCB(#44)	1	4	39	41	43	37	40	46	42	41.1	2.6	5.0	93.1	7.0
TeCB(#74)	1	2	38	41	39	38	37	42	41	39.6	2.1	4.0	93.6	5.5
TeCB(#70)	1	4	40	42	41	39	39	45	45	41.4	2.5	4.9	94.7	6.6
TeCB(#81C)	0	0	34	39	40	36	36	42	39	37.9	2.8	5.5	94.2	7.5
TeCB(#77C)	0	0	38	35	35	34	37	36	41	36.7	2.3	4.4	90.7	6.3
PeCB(#104)	0	0	37	30	34	34	38	31	32	33.8	2.8	5.4	84.3	8.2
PeCB(#95)	0	4	41	38	39	40	39	40	38	39.0	1.4	2.6	87.7	3.9
PeCB(#101)	1	4	38	36	38	38	41	37	40	38.3	1.6	3.2	86.5	4.7
PeCB(#99)	0	2	40	38	41	41	46	35	38	39.9	3.3	6.5	95.3	8.7
PeCB(#119)	0	0	37	36	38	38	35	33	36	36.2	1.6	3.2	89.7	4.6
PeCB(#87)	0	2	41	35	36	39	36	35	35	36.8	2.1	4.2	87.1	6.1
PeCB(#110)	1	5	41	43	42	42	40	40	41	41.3	1.2	2.3	91.5	3.2
PeCB(#123C)	0	0	37	40	40	37	38	37	40	38.2	1.5	2.9	94.4	4.0
PeCB(#118C)	1	3	39	41	39	38	44	40	42	40.5	2.2	4.2	92.8	5.8
PeCB(#114C)	0	0	42	42	38	47	43	37	41	41.5	3.1	6.1	103.0	7.6
PeCB(#105C)	0	1	40	41	39	36	39	38	38	38.8	1.5	3.0	93.4	4.1
PeCB(#126C)	0	0	39	31	37	35	38	37	40	36.8	2.8	5.4	91.4	7.6
HxCB(#155)	0	0	35	31	31	31	34	30	28	31.4	2.5	4.8	78.2	7.8
HxCB(#151)	0	2	34	37	40	34	45	36	39	37.9	3.6	7.1	90.7	10.0
HxCB(#149)	1	3	36	33	37	37	34	35	39	35.8	1.9	3.7	80.9	5.9
HxCB(#153/168)	1	4	67	74	75	72	71	75	73	72.3	2.9	5.6	85.6	4.2
HxCB(#138/158)	1	4	70	68	72	72	70	68	78	71.1	3.5	6.8	83.3	5.2
HxCB(#128)	0	1	43	37	40	44	49	45	44	43.2	3.8	7.4	105.8	9.0
HxCB(#167C)	0	0	31	33	32	29	32	35	33	32.2	1.9	3.7	79.9	5.9
HxCB(#156C)	0	1	41	39	38	32	35	36	41	37.3	3.3	6.4	91.7	9.0
HxCB(#157C)	0	0	37	40	36	35	38	35	34	36.4	2.1	4.1	90.7	5.8
HxCB(#169C)	0	0	36	36	37	35	32	37	38	36.0	1.9	3.7	89.2	5.3
HpCB(#188)	0	0	34	29	35	32	37	37	31	33.7	3.1	6.0	84.1	9.1
HpCB(#178)	0	0	40	38	38	42	26	34	33	35.9	5.3	10.4	88.9	15.0
HpCB(#187)	0	1	36	39	41	37	44	37	42	39.4	2.8	5.5	95.0	7.5
HpCB(#183)	0	1	40	34	40	28	36	35	36	35.6	4.1	7.9	86.4	11.8
HpCB(#177)	0	1	35	32	38	32	35	29	29	32.8	3.1	6.1	80.1	9.8
HpCB(#171)	1	0	37	33	41	39	30	44	40	37.7	4.9	9.4	93.3	13.0
HpCB(#180C)	1	2	39	32	40	36	32	35	32	35.1	3.4	6.5	82.4	10.2
HpCB(#191)	0	0	40	37	41	30	32	40	37	36.7	4.3	8.3	90.7	11.8
HpCB(#170C)	1	1	36	29	35	36	34	37	32	34.4	2.8	5.4	82.5	8.4
HpCB(#189C)	0	0	41	33	31	35	47	39	33	37.0	5.4	10.5	91.4	14.8
OcCB(#202)	0	0	36	34	32	31	36	33	33	33.8	1.9	3.7	83.7	5.8
OcCB(#201)	0	0	39	36	34	33	36	37	33	35.5	2.2	4.4	88.3	6.3
OcCB(#199)	0	1	38	36	36	34	36	35	32	35.3	2.1	4.1	87.0	6.0
OcCB(#194)	0	1	37	33	39	38	42	37	34	37.0	3.1	6.1	90.7	8.7
OcCB(#205)	0	0	39	35	38	43	39	41	42	39.4	2.8	5.4	97.9	7.1
NoCB(#208)	0	0	31	28	26	29	29	29	29	28.6	1.4	2.6	71.3	4.7
NoCB(#206)	0	0	41	37	35	38	39	33	33	36.8	3.0	5.9	91.7	8.3
DeCB(#209)	0	0	44	46	36	40	39	39	34	40.0	4.2	8.2	98.8	10.7

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。GPC処理は省略した。

表21 PCBs海水固相抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/5L)

物質名	Blank 無添加 添加1 添加2 添加3 添加4 添加5 添加6 添加7							平均値	SD	MDL	単位: pg/L			
	回収率 %		回収率 RSD											
MoCB(#1)	0	1	30	36	32	38	38	34	37	35.0	3.1	6.1	85.4	9.2
MoCB(#3)	1	1	39	39	39	41	43	40	40	40.2	1.5	3.0	98.3	3.9
DiCB(#4/#10)	2	3	58	63	55	70	62	63	64	62.1	4.7	9.1	73.4	8.0
DiCB(#8)	3	7	37	40	38	38	36	38	37	37.6	1.2	2.3	77.2	3.8
DiCB(#15)	1	3	41	42	40	40	41	39	42	40.7	0.9	1.8	95.5	2.4
TrCB(#19)	1	1	38	34	34	35	34	34	34	34.7	1.6	3.1	83.1	4.8
TrCB(#18)	5	6	44	46	48	44	41	39	39	42.9	3.3	6.5	92.5	9.0
TrCB(#28)	5	13	47	48	46	47	50	49	45	47.5	1.8	3.4	86.2	5.1
TrCB(#33)	2	5	44	45	40	44	45	45	45	44.0	1.8	3.5	96.3	4.7
TrCB(#22)	1	3	45	41	39	44	42	43	39	41.9	2.3	4.5	98.0	5.8
TrCB(#37)	1	3	47	45	42	45	45	42	40	43.9	2.4	4.7	103.4	5.8
TeCB(#54)	0	0	35	36	35	37	36	34	37	35.6	1.1	2.2	88.7	3.1
TeCB(#52)	1	4	45	45	45	42	42	41	42	43.1	1.8	3.4	99.0	4.5
TeCB(#49)	0	3	44	42	43	47	46	43	45	44.2	1.8	3.5	102.7	4.4
TeCB(#44)	1	3	40	44	42	47	44	43	45	43.5	2.4	4.7	101.4	6.0
TeCB(#74)	1	2	44	42	45	47	43	46	46	44.7	1.8	3.5	107.1	4.2
TeCB(#70)	1	3	46	47	43	47	44	42	50	45.7	2.7	5.3	107.7	6.4
TeCB(#81C)	0	1	46	46	46	42	44	41	46	44.5	2.3	4.5	110.0	5.3
TeCB(#77C)	0	1	40	40	41	38	37	37	40	39.1	1.7	3.4	96.0	4.5
PeCB(#104)	0	0	34	33	32	36	36	33	34	33.9	1.5	3.0	84.3	4.6
PeCB(#95)	0	3	41	40	38	45	44	41	44	41.7	2.5	4.9	97.3	6.4
PeCB(#101)	1	4	46	43	41	49	44	46	44	44.8	2.4	4.7	103.0	5.9
PeCB(#99)	0	3	40	40	37	47	45	42	45	42.3	3.7	7.2	98.9	9.3
PeCB(#119)	0	0	40	38	36	42	44	44	44	41.0	3.0	5.9	101.5	7.5
PeCB(#87)	0	2	44	42	40	42	42	42	40	41.8	1.5	2.9	100.5	3.7
PeCB(#110)	1	2	46	44	43	44	44	38	44	43.2	2.4	4.6	102.3	5.8
PeCB(#123C)	0	0	43	41	41	44	39	43	37	41.2	2.6	5.1	102.0	6.5
PeCB(#118C)	1	2	45	42	39	46	45	42	44	43.3	2.2	4.3	103.1	5.3
PeCB(#114C)	0	0	42	39	38	40	43	40	43	40.9	2.1	4.0	101.4	5.1
PeCB(#105C)	0	1	41	41	36	40	38	35	38	38.6	2.4	4.7	94.1	6.5
PeCB(#126C)	0	1	37	39	37	42	37	39	37	38.4	1.8	3.6	94.4	4.8
HxCB(#155)	0	0	39	28	31	34	39	37	42	35.9	5.1	10.0	89.4	14.3
HxCB(#151)	0	6	45	39	39	40	49	43	45	42.7	3.8	7.3	92.7	10.1
HxCB(#149)	1	3	43	37	43	40	42	37	42	40.7	2.7	5.2	94.1	7.1
HxCB(#153/168)	1	5	87	79	73	85	78	83	89	82.0	5.6	10.9	96.4	7.3
HxCB(#138/158)	1	1	81	83	73	84	85	76	86	81.0	4.9	9.5	99.7	6.1
HxCB(#128)	0	1	38	41	40	39	35	43	39	39.3	2.6	5.1	96.7	6.8
HxCB(#167C)	0	1	37	48	36	45	40	41	38	40.8	4.3	8.3	100.6	10.7
HxCB(#156C)	0	1	40	35	37	40	41	43	44	40.2	3.0	5.9	98.3	7.7
HxCB(#157C)	0	0	44	38	33	41	48	47	38	41.3	5.4	10.5	102.2	13.2
HxCB(#169C)	0	0	44	39	39	40	42	36	40	40.0	2.4	4.6	98.9	6.0
HpCB(#188)	0	0	33	34	38	33	31	40	36	34.9	3.3	6.4	86.0	9.6
HpCB(#178)	0	1	41	37	36	33	29	37	35	35.5	3.6	7.1	85.2	10.7
HpCB(#187)	0	3	45	43	48	37	44	51	46	44.9	4.4	8.6	105.9	10.4
HpCB(#183)	0	1	36	38	33	35	34	45	41	37.5	4.3	8.4	90.7	11.9
HpCB(#177)	0	1	38	34	32	41	43	39	36	37.5	3.6	7.0	91.4	9.8
HpCB(#171)	1	1	40	36	33	38	38	42	40	38.1	2.9	5.7	92.9	7.8
HpCB(#180C)	1	2	38	41	37	35	40	46	42	39.6	3.7	7.1	93.3	9.8
HpCB(#191)	0	1	34	42	35	35	44	41	40	38.8	3.8	7.5	95.6	10.0
HpCB(#170C)	1	1	40	41	37	39	36	38	33	37.7	2.7	5.2	91.8	7.3
HpCB(#189C)	0	1	41	40	38	41	42	48	45	42.1	3.6	7.0	103.1	8.8
OcCB(#202)	0	1	40	41	40	43	40	43	40	41.0	1.5	2.9	100.6	3.7
OcCB(#201)	0	1	33	39	36	42	46	44	42	40.2	4.4	8.6	98.9	11.2
OcCB(#199)	0	1	44	45	40	47	46	45	46	44.7	2.2	4.3	109.4	5.0
OcCB(#194)	0	1	39	38	40	39	43	38	37	39.1	2.0	3.9	95.3	5.3
OcCB(#205)	0	1	36	37	37	37	41	38	40	38.0	1.9	3.8	93.4	5.2
NoCB(#208)	0	0	27	30	30	34	33	29	28	30.4	2.5	4.8	74.9	8.3
NoCB(#206)	0	1	39	43	38	44	42	40	41	40.9	2.0	3.8	100.9	4.9
DeCB(#209)	0	1	38	45	42	46	42	41	40	41.8	2.9	5.5	102.0	7.0

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。GPC処理は省略した。

表22 PCBs底質アセトン抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/10g-dry)

単位:pg/g-dry

物質名	Blank 無添加 添加1 添加2 添加3 添加4 添加5 添加6 添加7 平均値									SD	MDL	回収率		
												%	RSD	
MoCB(#1)	1	5	22	19	19	22	24	21	19	20.8	2.1	4.1	76.9	13.6
MoCB(#3)	0	2	24	22	20	22	25	22	21	22.1	1.7	3.4	100.8	8.6
DiCB(#4/#10)	1	11	40	41	38	45	41	35	38	39.8	3.2	6.2	73.2	10.8
DiCB(#8)	1	38	55	54	57	61	60	51	57	56.4	3.4	6.5	92.6	18.1
DiCB(#15)	1	15	34	34	33	36	37	33	35	34.6	1.5	2.9	98.6	7.5
TrCB(#19)	2	5	23	20	26	21	17	22	23	21.7	2.6	5.0	82.7	15.6
TrCB(#18)	3	13	40	36	39	33	30	29	28	33.6	4.9	9.5	100.6	24.3
TrCB(#28)	2	66	80	86	97	86	92	89	90	88.6	5.4	10.5	110.6	24.3
TrCB(#33)	2	16	47	36	44	44	37	35	43	40.8	4.6	9.0	122.1	18.9
TrCB(#22)	2	8	25	24	34	28	27	29	31	28.2	3.7	7.2	103.6	17.8
TrCB(#37)	1	23	48	47	52	53	43	47	49	48.5	3.6	7.0	125.1	14.3
TeCB(#54)	0	1	18	19	17	19	18	18	17	17.9	0.9	1.7	87.1	5.1
TeCB(#52)	0	19	38	39	38	41	38	37	40	38.7	1.3	2.5	99.4	6.5
TeCB(#49)	0	39	60	55	54	61	58	54	62	57.6	3.5	6.8	93.7	18.6
TeCB(#44)	0	11	30	32	32	32	33	26	35	31.5	2.8	5.5	104.3	13.5
TeCB(#74)	0	20	45	47	47	43	45	42	47	45.1	2.0	3.8	124.8	7.9
TeCB(#70)	0	17	39	39	35	41	37	33	37	37.4	2.6	5.1	99.9	13.3
TeCB(#81C)	0	1	26	29	26	27	23	23	24	25.5	2.2	4.2	124.6	8.7
TeCB(#77C)	0	7	24	28	25	28	26	25	27	26.0	1.5	3.0	96.6	7.9
PeCB(#104)	0	0	17	16	15	16	15	14	15	15.6	0.8	1.5	77.4	5.1
PeCB(#95)	0	18	37	34	33	38	34	33	34	34.6	1.8	3.6	83.6	11.0
PeCB(#101)	0	28	50	46	48	51	48	45	47	47.7	1.9	3.8	97.5	9.9
PeCB(#99)	0	35	54	54	53	56	54	50	52	53.3	1.8	3.6	90.4	10.2
PeCB(#119)	0	2	23	22	19	21	20	20	21	21.0	1.1	2.2	93.7	6.0
PeCB(#87)	0	3	26	25	24	26	21	22	22	23.6	2.0	3.9	102.6	9.7
PeCB(#110)	0	15	39	36	36	36	34	32	34	35.3	2.3	4.5	103.8	11.2
PeCB(#123C)	0	8	25	26	29	29	26	26	27	26.7	1.5	3.0	95.5	8.1
PeCB(#118C)	0	28	49	49	48	48	49	46	48	48.2	0.9	1.8	102.0	4.6
PeCB(#114C)	0	1	21	23	24	22	20	20	20	21.3	1.6	3.2	102.6	8.0
PeCB(#105C)	0	9	28	28	30	30	28	29	28	28.7	0.8	1.6	100.7	4.1
PeCB(#126C)	0	0	19	19	20	18	19	17	19	18.8	1.0	2.0	92.1	5.5
HxCB(#155)	0	0	21	19	20	21	18	17	19	19.4	1.5	2.9	95.8	7.7
HxCB(#151)	0	16	37	31	35	37	36	31	31	34.1	2.8	5.5	92.1	15.3
HxCB(#149)	0	52	72	62	67	71	69	70	64	68.0	3.6	7.1	82.3	22.1
HxCB(#153/168)	0	85	139	115	125	131	119	124	115	124.0	8.7	17.0	97.5	22.4
HxCB(#158/138)	0	36	99	68	87	99	90	93	89	89.3	10.4	20.3	132.4	19.7
HxCB(#128)	0	5	35	27	28	30	23	27	25	27.7	3.8	7.5	112.1	17.1
HxCB(#167C)	0	1	19	22	25	20	24	22	22	21.8	2.1	4.1	102.0	10.3
HxCB(#156C)	0	3	21	24	22	22	20	24	23	22.1	1.4	2.8	95.2	7.5
HxCB(#157C)	0	1	19	22	18	20	22	23	21	20.5	1.7	3.3	98.8	8.6
HxCB(#169C)	0	0	23	21	19	20	21	19	18	20.3	1.5	3.0	100.8	7.5
HpCB(#188)	0	1	17	21	19	18	17	16	18	18.0	1.6	3.2	86.9	9.5
HpCB(#178)	0	6	24	24	24	22	21	22	21	22.4	1.3	2.5	80.0	8.1
HpCB(#187)	0	40	62	67	64	64	52	53	54	59.3	6.3	12.3	99.0	31.9
HpCB(#183)	0	8	29	29	28	30	25	23	25	26.9	2.6	5.0	93.2	13.9
HpCB(#177)	0	13	40	34	38	40	30	26	29	33.9	5.7	11.2	105.9	27.1
HpCB(#171)	0	5	24	28	26	26	31	23	29	26.5	2.8	5.5	108.8	12.9
HpCB(#180C)	0	34	43	56	48	51	45	48	51	48.8	4.4	8.5	75.0	29.3
HpCB(#191)	0	1	20	21	21	18	19	20	20	19.8	1.0	2.0	96.0	5.4
HpCB(#170C)	0	17	30	39	40	34	35	40	37	36.3	3.8	7.4	98.8	19.3
HpCB(#189C)	0	1	22	18	19	19	21	19	20	19.9	1.5	2.9	95.8	7.7
OcCB(#202)	0	3	22	23	23	26	24	24	23	23.4	1.1	2.2	101.6	5.6
OcCB(#201)	0	2	23	23	21	23	22	23	23	22.7	0.8	1.6	103.4	4.0
OcCB(#199)	0	13	30	30	29	33	32	31	31	31.2	1.7	3.3	91.8	9.2
OcCB(#194)	0	12	30	30	28	32	29	31	30	30.0	1.3	2.4	89.3	7.0
OcCB(#205)	0	1	19	20	18	21	19	20	21	19.8	1.2	2.4	95.8	6.5
NoCB(#208)	0	1	21	23	21	24	20	22	21	21.5	1.4	2.7	101.5	6.9
NoCB(#206)	0	4	25	25	21	27	21	23	22	23.5	2.4	4.7	96.1	12.6
DeCB(#209)	0	2	26	22	22	23	23	23	21	23.0	1.7	3.4	103.4	8.5

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表23 PCBs底質ソックスレー抽出法の検出限界及び回収率(添加量:0.2ng/10g-dry)

単位:pg/g-dry

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率	回収率
													%	RSD
MoCB(#1)	0	1	21	20	20	18	21	20	20	20.0	1.1	2.2	93.8	5.9
MoCB(#3)	0	4	25	24	24	23	25	24	25	24.2	0.9	1.7	99.7	4.5
DiCB(#4/#10)	0	1	17	18	19	18	17	17	17	17.7	0.8	1.6	84.1	4.9
DiCB(#8)	3	8	26	28	28	28	25	27	26	26.9	1.1	2.2	96.7	5.7
DiCB(#15)	2	5	25	25	27	25	26	24	25	25.4	0.9	1.7	99.5	4.3
TrCB(#19)	0	1	13	17	17	17	15	13	17	15.7	1.9	3.7	73.9	12.8
TrCB(#18)	2	9	19	24	23	25	23	20	24	22.6	2.3	4.5	68.8	16.7
TrCB(#28)	5	27	35	42	42	46	42	33	42	40.3	4.6	8.9	69.0	33.1
TrCB(#33)	2	9	21	26	25	28	26	21	27	24.7	2.7	5.3	80.4	17.1
TrCB(#22)	2	6	20	24	24	25	24	19	22	22.6	2.4	4.7	83.7	14.3
TrCB(#37)	1	10	23	28	29	29	29	23	28	26.8	2.8	5.4	85.2	16.3
TeCB(#54)	0	0	17	17	19	17	19	19	21	18.4	1.4	2.8	90.8	7.9
TeCB(#52)	1	14	31	35	36	33	31	32	34	33.4	2.1	4.0	97.1	10.6
TeCB(#49)	0	10	28	27	28	23	27	27	24	26.2	1.8	3.5	78.9	11.6
TeCB(#44)	1	10	29	30	34	32	30	30	30	30.6	1.8	3.4	100.8	8.7
TeCB(#74)	0	8	28	28	29	30	29	31	27	28.8	1.3	2.5	102.0	6.2
TeCB(#70)	1	15	32	35	37	31	32	34	33	33.5	2.0	3.9	93.0	10.9
TeCB(#81C)	0	0	26	26	26	25	25	26	23	25.4	1.3	2.5	126.4	5.1
TeCB(#77C)	0	4	27	23	25	24	24	28	23	24.5	1.9	3.7	103.5	9.2
PeCB(#104)	0	0	16	15	19	16	16	16	15	16.1	1.5	2.9	79.6	9.2
PeCB(#95)	0	11	29	28	31	29	27	29	30	29.0	1.3	2.5	87.7	7.2
PeCB(#101)	1	19	37	35	42	38	37	39	38	38.2	2.2	4.3	98.4	11.2
PeCB(#99)	0	12	31	30	35	31	28	30	28	30.4	2.4	4.7	90.8	13.2
PeCB(#119)	0	1	21	20	22	20	19	20	18	20.1	1.2	2.3	95.5	6.3
PeCB(#87)	0	6	25	25	32	28	26	27	27	27.4	2.5	4.8	105.7	11.6
PeCB(#110)	1	22	40	40	48	44	39	42	42	42.2	2.9	5.6	101.4	14.1
PeCB(#123C)	0	3	20	21	25	24	20	20	19	21.4	2.2	4.3	89.6	12.4
PeCB(#118C)	1	21	40	39	44	43	38	41	41	41.0	2.0	3.9	98.2	10.2
PeCB(#114C)	0	1	21	20	18	19	20	21	20	19.8	1.1	2.1	92.8	6.0
PeCB(#105C)	0	8	29	29	28	26	26	28	32	28.4	1.9	3.8	101.3	9.5
PeCB(#126C)	0	1	19	19	19	16	18	16	19	17.9	1.5	3.0	86.5	8.8
HxCB(#155)	0	0	18	18	18	18	18	17	19	18.0	0.6	1.1	89.1	3.2
HxCB(#151)	0	4	22	21	23	26	25	24	27	24.0	1.8	3.6	99.0	9.3
HxCB(#149)	1	19	38	34	37	37	41	44	41	39.0	3.3	6.4	97.7	16.9
HxCB(#153/168)	1	14	31	32	30	35	34	37	35	33.5	2.5	4.8	99.1	12.4
HxCB(#138/158)	1	16	33	36	34	39	37	39	43	37.3	3.1	6.1	105.6	14.9
HxCB(#128)	0	6	26	23	26	27	27	26	28	26.1	1.5	2.9	98.7	7.6
HxCB(#167C)	0	1	18	25	20	21	19	19	19	20.3	2.4	4.7	96.3	12.7
HxCB(#156C)	0	3	21	25	25	21	24	22	20	22.5	2.2	4.3	97.8	11.4
HxCB(#157C)	0	1	20	21	24	20	20	19	17	20.2	2.1	4.1	96.7	10.9
HxCB(#169C)	0	0	23	21	23	18	21	18	17	20.3	2.7	5.3	100.6	13.5
HpCB(#188)	0	0	18	19	16	19	17	16	17	17.4	1.5	2.9	86.8	8.6
HpCB(#178)	0	1	23	22	21	23	21	21	21	21.6	1.0	2.0	101.6	5.1
HpCB(#187)	1	8	29	28	23	30	24	30	27	27.2	2.7	5.3	97.2	14.1
HpCB(#183)	0	3	22	22	22	28	19	22	22	22.6	2.6	5.1	95.5	13.7
HpCB(#177)	0	3	23	22	19	27	17	22	22	21.6	2.9	5.7	92.3	15.9
HpCB(#171)	0	2	22	22	21	23	19	21	21	21.3	1.2	2.3	96.3	6.1
HpCB(#180C)	1	13	35	35	29	41	32	41	35	35.3	4.2	8.2	110.0	19.3
HpCB(#191)	0	0	21	20	17	20	17	18	19	18.7	1.7	3.4	91.7	9.4
HpCB(#170C)	0	7	26	25	23	31	24	31	27	26.8	3.3	6.3	97.3	16.7
HpCB(#189C)	0	1	22	20	19	20	18	20	17	19.4	1.7	3.3	92.7	9.1
OcCB(#202)	0	1	21	17	19	18	21	20	17	19.1	1.7	3.3	92.7	9.2
OcCB(#201)	0	1	23	19	19	17	21	19	17	19.3	2.2	4.3	93.7	11.7
OcCB(#199)	0	4	25	22	22	19	22	26	20	22.4	2.4	4.7	93.8	13.0
OcCB(#194)	0	3	25	21	22	19	23	24	18	21.7	2.6	5.0	93.5	13.9
OcCB(#205)	0	0	22	16	19	16	19	20	16	18.2	2.4	4.6	89.9	13.3
NoCB(#208)	0	0	19	18	20	17	21	15	17	18.1	2.0	3.9	88.1	11.5
NoCB(#206)	0	2	22	23	20	18	20	17	18	19.7	2.2	4.2	90.2	11.9
DeCB(#209)	0	2	19	24	21	23	19	16	17	19.9	3.0	5.8	91.5	16.4

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。

表24 PCBs生物(コイ)ヘキササン抽出法の検出限界(MDL)及び回収率(添加量:0.2ng/20g-wet) 単位:pg/g-wet

物質名	Blank	無添加	添加1	添加2	添加3	添加4	添加5	添加6	添加7	平均値	SD	MDL	回収率	
													回収率 %	回収率 RSD
MoCB(#1)	0	0	9	9	9	9	9	9	10	9.2	0.4	0.7	90.6	4.1
MoCB(#3)	0	0	10	9	10	10	10	10	10	9.9	0.3	0.6	96.2	3.3
DiCB(#4/#10)	0	0	18	17	17	19	18	18	17	17.6	0.6	1.2	86.1	3.5
DiCB(#8)	0	2	11	11	11	11	11	11	11	11.1	0.3	0.6	90.3	3.4
DiCB(#15)	0	1	10	10	10	10	11	11	10	10.4	0.5	1.0	98.2	5.5
TrCB(#19)	0	0	8	8	8	8	9	8	9	8.4	0.3	0.6	81.7	3.8
TrCB(#18)	0	4	13	13	14	13	13	13	13	13.2	0.4	0.7	89.3	4.1
TrCB(#28)	1	29	38	40	49	42	41	40	44	42.1	3.5	6.7	133.6	25.9
TrCB(#33)	0	5	14	14	17	15	13	14	15	14.5	1.2	2.3	98.1	12.1
TrCB(#22)	0	4	15	15	17	16	15	14	15	15.1	0.9	1.7	106.6	8.0
TrCB(#37)	0	2	14	13	16	13	13	14	13	13.7	1.0	1.9	114.8	8.4
TeCB(#54)	0	0	8	8	9	9	8	9	7	8.4	0.6	1.2	83.5	7.3
TeCB(#52)	0	20	29	29	32	35	32	34	28	31.3	2.9	5.6	109.0	26.3
TeCB(#49)	0	11	17	19	20	22	20	22	18	19.7	1.9	3.6	88.9	20.9
TeCB(#44)	0	14	24	23	25	27	24	25	22	24.2	1.5	2.9	103.7	14.6
TeCB(#74)	0	12	23	23	25	27	25	25	22	24.3	1.6	3.1	119.4	13.3
TeCB(#70)	0	19	28	26	31	35	29	30	27	29.5	3.1	5.9	106.8	28.6
TeCB(#81C)	0	0	16	16	16	17	15	16	15	15.8	0.8	1.6	154.0	5.4
TeCB(#77C)	0	2	13	11	12	13	12	11	11	12.0	0.7	1.3	102.3	6.8
PeCB(#104)	0	0	8	8	7	8	8	8	8	8.0	0.4	0.7	79.7	4.6
PeCB(#95)	0	15	21	22	24	25	25	26	23	23.8	2.0	3.9	85.3	23.5
PeCB(#101)	0	38	43	42	44	53	48	50	43	46.2	4.2	8.1	83.4	49.8
PeCB(#99)	0	21	27	28	28	31	30	32	26	29.0	2.1	4.0	77.5	26.6
PeCB(#119)	0	1	11	11	11	11	11	11	10	10.7	0.2	0.5	97.1	2.5
PeCB(#87)	0	11	21	19	21	24	23	26	20	22.0	2.3	4.4	109.0	20.7
PeCB(#110)	0	24	33	32	34	39	40	41	35	36.2	3.7	7.3	122.4	30.5
PeCB(#123C)	0	6	14	13	14	15	15	16	13	14.2	1.0	2.0	85.6	12.0
PeCB(#118C)	0	31	40	41	43	50	43	48	39	43.4	4.3	8.5	120.8	36.0
PeCB(#114C)	0	1	11	11	11	11	11	10	10	10.8	0.6	1.2	98.5	6.1
PeCB(#105C)	0	11	20	19	20	23	22	21	19	20.7	1.5	2.9	96.5	15.4
PeCB(#126C)	0	0	10	9	10	9	10	10	10	9.8	0.5	0.9	94.6	5.0
HxCB(#155)	0	1	10	10	9	10	9	10	9	9.5	0.4	0.7	88.1	4.2
HxCB(#151)	0	10	18	18	19	20	19	19	18	18.5	0.9	1.8	82.8	10.9
HxCB(#149)	0	32	34	36	37	44	42	40	35	38.5	3.8	7.4	63.4	60.1
HxCB(#153/168)	1	71	73	78	83	92	89	93	82	84.3	7.5	14.5	64.1	58.3
HxCB(#138/158)	0	58	67	71	76	88	83	80	69	76.3	7.6	14.7	91.0	41.6
HxCB(#128)	0	8	15	17	17	18	18	18	16	16.9	1.2	2.3	89.1	13.5
HxCB(#167C)	0	2	11	11	12	12	13	12	11	11.6	1.0	1.9	95.9	10.0
HxCB(#156C)	0	4	13	13	14	15	14	13	12	13.5	1.0	1.9	98.2	9.7
HxCB(#157C)	0	1	10	10	10	11	10	10	10	10.3	0.1	0.3	94.1	1.5
HxCB(#169C)	0	0	8	9	9	10	10	10	10	9.4	0.9	1.7	92.5	9.5
HpCB(#188)	0	0	10	10	9	9	9	10	9	9.6	0.3	0.7	94.2	3.6
HpCB(#178)	0	3	12	10	11	12	14	13	14	12.2	1.4	2.7	91.0	15.2
HpCB(#187)	0	21	31	27	27	31	31	32	32	30.2	1.9	3.7	95.3	20.0
HpCB(#183)	0	6	14	15	14	15	18	17	16	15.8	1.3	2.6	97.9	13.7
HpCB(#177)	0	4	16	18	12	13	15	17	15	15.1	2.1	4.1	112.9	18.7
HpCB(#171)	0	2	13	12	13	13	12	13	13	12.7	0.4	0.8	103.2	4.2
HpCB(#180C)	0	22	33	26	33	36	35	37	29	32.6	3.9	7.5	105.9	36.6
HpCB(#191)	0	0	10	11	12	12	11	11	9	10.8	1.0	1.9	103.2	9.5
HpCB(#170C)	0	9	21	19	20	21	20	20	19	20.0	0.8	1.6	110.2	7.6
HpCB(#189C)	0	1	10	10	10	10	8	10	10	9.7	0.6	1.2	91.1	6.9
OcCB(#202)	0	1	9	9	10	9	10	9	10	9.3	0.5	0.9	82.8	5.7
OcCB(#201)	0	1	9	9	10	9	10	9	9	9.2	0.3	0.6	86.0	3.6
OcCB(#199)	0	4	12	12	14	11	14	13	13	12.6	1.1	2.1	89.6	12.1
OcCB(#194)	0	3	12	12	13	12	13	13	14	12.8	0.6	1.2	100.4	6.3
OcCB(#205)	0	0	10	10	11	9	11	10	10	10.1	0.6	1.2	99.1	6.4
NoCB(#208)	0	1	8	9	8	8	9	9	9	8.5	0.3	0.6	79.9	3.7
NoCB(#206)	0	1	11	10	11	11	10	10	11	10.6	0.3	0.7	92.2	3.7
DeCB(#209)	0	2	10	12	11	12	11	11	11	11.0	0.5	0.9	92.8	5.1

注1: 回収率は、サロゲート法による相対回収率(ノ記号のついた物質は、他の異性体と重なる)

2: サロゲート物質の添加量は、目的物質と同濃度である。