

3. 底質試料

3. 1 底質試料 (PCB)

機関コード	
機関名	
電話番号	
国際的な認証等の取得 (複数回答可)	1. ISO 9001~9003 2. ISO/IEC 17025 3. MLAP 4. 環境省が実施するダイオキシン類の請負調査の受注資格 5. (上記1~4を取得していないが)品質マネジメントシステム(QMS)を構築している)
分析担当者 (前処理)	
氏名	()
経験年数 (年)	() 年
実績 (年間の分析試料数: 試料/年)	() 試料/年
分析担当者 (機器測定)	
氏名	()
経験年数 (年)	() 年
実績 (年間の分析試料数: 試料/年)	() 試料/年
分析担当者以外の分析結果の確認	1. あり 2. なし

<PCB 分析の経験等>

環境水・地下水・土壌のPCB	1. 分析したことがある	2. 分析したことがない
水道水のPCB	1. 分析したことがある	2. 分析したことがない
食品のPCB	1. 分析したことがある	2. 分析したことがない

<含水率>

含水率 (%) 注)	
------------	--

注) 分析結果は有効数字3桁で記入する。複数回分析した場合は平均値を記入する。

<試料量>

	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
試料量 (風乾重量) (g) 注)					

注) 配布された風乾底質としての重量を記入する。

<分析結果> (機器測定方法がGC/MS (塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量) の場合に記入する。)

分析項目	分析結果 注1) 注2)				
	(µg/kg)				
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
塩化ビフェニル					
二塩化ビフェニル					
三塩化ビフェニル					
四塩化ビフェニル					
五塩化ビフェニル					
六塩化ビフェニル					
七塩化ビフェニル					
八塩化ビフェニル					
九塩化ビフェニル					
十塩化ビフェニル					
総PCB					

注1) 分析結果は乾燥重量を用いて算出する。

注2) 分析結果を有効数字3桁で記入する。(分析結果が報告下限値未満であった場合も記入する)

分析結果報告書〔4〕 2/8

<分析結果> (機器測定方法が GC/ECD 及び GC/MS/NCI (m/z=35 を使って定量) の場合に記入する。)

分析項目	分析結果 注1) 注2)				
	(µg/kg)				
	1 回目	2 回目	3 回目	4 回目	5 回目
総PCB					

注1) 分析結果は乾燥重量を用いて算出する。

注2) 分析結果を有効数字3桁で記入する。(分析結果が報告下限値未満であった場合も記入する)

<機器測定結果> (KC300~600 等量混合物標準液を使って定量した場合に記入する。)

	1 回目	2 回目	3 回目	4 回目	5 回目
定量したピーク数 (本)					
ΣCB ₁ (%)					
ΣCB ₀ (%)					
未同定PCBピークの取り扱い 注1)	1. 補正あり		2. 補正なし		
保持時間のズレの総和 (分) 注2)					

注1) 妨害ピークの干渉等による未同定ピークについて、測定試料には残留したと仮定して総 PCB 濃度を求める際に、ΣCB₁%をΣCB₀%で割る補正を行ったか、測定試料には残留しなかったと仮定してΣCB₀%で割る補正を行わなかったかを回答する。

注2) 定量した PCB ピーク毎に、測定試料と標準試料における保持時間の差を求め、全ピークの合計を記入する。例えば、2本のピークのみを定量して総 PCB 濃度を算出した場合でピーク #1 の保持時間が測定試料 5.6 分、標準液 5.5 分、ピーク #2 の保持時間が定試料 6.2 分、標準液 6.0 分だった場合、保持時間のズレの総和は、0.3 分を記入する。

<分析方法等>

分析開始までの試料保存日数 (日) 注1)	() 日
分析日数 (日) 注2)	() 日
準拠した分析方法(複数選択可)	1. 底質調査方法 2. 外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアル 3. 絶縁油中の微量 PCB に関する簡易測定法マニュアル 4. ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアル 5. その他 ()
機器測定方法	1. バックドカラム-ガスクロマトグラフ(GC/ECD)法 2. キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ(GC/ECD)法 3. キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ四重極型質量分析(GC/QMS)法 4. キャピラリーカラム-ガスクロマトグラフ高分解能型質量分析(GC/HRMS)法 5. その他 ()

注1) 試料受領から前処理開始までの保存期間。

注2) 前処理から機器測定終了までの一連の操作にかかった日数。

分析結果報告書〔4〕 3/8

<前処理・抽出方法> (前処理方法により、該当する項目について回答する)

抽出方法	1. アルカリ分解～ヘキサン振とう抽出 2. ソックスレー抽出 3. 液-液抽出 4. 高速溶媒抽出 5. その他 ()
アルカリ分解～ヘキサン振とう抽出 KOH/エタノール濃度 (g/mL) 注1)	() g/mL
試料1g当たりのKOH/エタノールの使用量 (mL)	() mL
分解温度 (°C)	() °C
分解時間 (時間)	() 時間
振とう抽出回数 (回)	() 回
振とうを行った総時間 (分)	() 分
抽出溶媒の種類 (複数選択可)	1. ヘキサン 2. エタノール 3. その他 ()
溶媒量 (mL)	抽出1回目 () mL、2回目 () mL、 3回目 () mL
ソックスレー抽出、高速溶媒抽出 抽出温度 (°C)	() °C
抽出時間 (時間)	() 時間
抽出溶媒の種類 (複数選択可)	1. ヘキサン 2. トルエン 3. アセトン 4. その他 ()
溶媒量 (mL)	() mL
液-液抽出 精製水を使った試料の膨潤	1. 行った 2. 行わなかった
振とう抽出回数 (回)	() 回
振とうを行った総時間 (分)	() 分
抽出溶媒の種類 (複数選択可)	1. アセトン 2. アセトニトリル 3. ジクロロメタン 4. その他 ()
溶媒量 (mL)	抽出1回目 () mL、2回目 () mL、 3回目 () mL
粗抽出液のヘキサン転溶	1. 行った 2. 行わなかった
粗抽出液の水洗	1. 行った 2. 行わなかった
ヘキサン/精製水体積比	1. 1/1 2. 1/2 3. 1/3 4. その他 (/)
水洗回数	() 回
エマルジョンの有無	1. あり 2. なし
エマルジョン除去処理	1. 行った 2. 行わなかった
エマルジョン除去方法	1. 抽出液をろ過 2. 抽出液にメタノール等の極性有機溶媒添加 3. 抽出液に塩化カルシウム等の溶液を添加 4. その他 ()
粗抽出液の定容量 (mL) 注2)	() mL

注1) KOH 試薬の純度を考慮して算出する。

注2) 粗抽出液の全量をクリーンアップする場合は0を記入する。

分析結果報告書〔4〕 4/8

<前処理・クリーンアップ方法> (前処理方法により、該当する項目について回答する)

粗抽出液の分取量 (mL) 注1)	() mL
硫酸処理	1. 実施した 2. 実施しなかった
処理回数 (回)	() 回
1 回当たりの硫酸の平均添加量 (mL)	() mL
硫黄処理	1. 実施した 2. 実施しなかった
硫黄処理方法	1. 還元銅で処理 2. 硝酸銀シリカゲル (硝酸銀シリカゲルを積層した多層シリカゲルカラム含む) 3. その他 ()
シリカゲルカラムクロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
シリカゲル含水率 (%)	1. 0% (活性化後の精製水添加ナシ) 2. 5% 3. その他 () %
充填量 (g)	() g
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
フロリジルカラムクロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
充填量	() g
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
多層シリカゲルカラムクロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
積層した充填剤の種類と充填量 (g) (順不同) 注2)	10%硝酸銀シリカゲル () g 22%硫酸シリカゲル () g 44%硫酸シリカゲル () g 2%水酸化カリウムシリカゲル () g シリカゲル () g その他-1 () g その他-2 () g
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
スルホキシドカラムクロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
充填量 (g)	() g
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
アルミナカラムクロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
充填量 (g)	() g
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
ゲルろ過クロマトグラフィ	1. 実施した 2. 実施しなかった
ゲルろ過カラムの種類	()
事前の溶出試験	1. 実施した 2. 実施しなかった
その他	1. 実施した 2. 実施しなかった
実施した方法	()
濃縮方法 (複数回答可)	1. クデルナ・ダニッシュ濃縮 2. ロータリーエバポレーター 3. 窒素気流 4. その他 ()
測定用試料液 定容用溶媒の種類	1. ヘキサン 2. トルエン 3. ノナン 4. デカン 5. イソオクタン 6. その他 ()
定容量 (mL)	() mL

注1) 粗抽出液の全量をクリーンアップする場合は0を記入する。

注2) 充填しなかった充填剤については0gと記入する。

分析結果報告書〔4〕 5/8

<測定条件> (測定条件に該当する項目について回答する)

GC メーカー	1. アジレント 4. パーキンエルマー 7. その他 ()	2. サーモフィッシャー 5. バリアン	3. 島津 6. ブルカー
バックドカラム 充填材の名称	()		
内径 (mm)	() mm		
長さ (m)	() m		
キャピラリーカラム カラムの名称	()		
内径 (mm)	() mm		
長さ (m)	() m		
膜厚 (μm)	() μm		
昇温条件	初期 温度 () °C 温度保持 () 分 1 回目の昇温 速度 () °C/分 到達温度 () °C 温度保持 () 分 2 回目の昇温 速度 () °C/分 到達温度 () °C 温度保持 () 分 3 回目の昇温 速度 () °C/分 到達温度 () °C 温度保持 () 分 4 回目の昇温 速度 () °C/分 到達温度 () °C 温度保持 () 分 5 回目の昇温 速度 () °C/分 到達温度 () °C 温度保持 () 分 昇温回数 () 回		
注入口	注入力 (μL) () μL 注入口温度 (°C) () °C 注入方式 1. スプリットレス 2. パルスド (高圧注入) スプリットレス 3. 全量注入 4. コールドオンカラム 5. 大量注入 6. その他 ()		
キャリアーガス 種類	1. 窒素 2. ヘリウム 3. 水素 4. その他 ()		
制御モード	1. 圧力一定モード 2. 流量又は線速度一定モード		
流量 (mL/分) 注)	() mL/分		
ECD	検出器温度 (°C) () °C 検出器ガスの種類 1. 窒素 2. アルゴン・メタン 3. その他 () 検出器ガスの流量 (mL/分) () mL/分 メイクアップガスの種類 1. 窒素 2. ヘリウム 3. 水素 4. その他 () メイクアップガスの流量 (mL/分) () mL/分		
MS メーカー	1. アジレント 4. 日本電子 7. その他 ()	2. サーモフィッシャー 5. パーキンエルマー	3. 島津 6. バリアン
装置型式	1. 二重収束 2. 四重極 3. タンデム (MS/MS) 4. イオントラップ 5. その他 ()		
イオン検出法	1. SIM法 2. マスクロマトグラム法 3. SRM (MRM)法 4. その他 ()		
イオン化方法	1. EI 2. NCI 3. その他 ()		

注) 圧力一定モードを採用した場合は、オープン初期温度での流量を記入する。

分析結果報告書〔4〕 6/8

＜標準物質＞（使用した標準物質の種類により、該当する選択肢が無い場合は選択しなくても良い。）

PCB 標準物質の種類	1. KC-300～KC-600の等量混合物 2. 塩化ビフェニル～十塩化ビフェニルを各ひとつ以上含む混合物 異性体総数（ ）種 3. その他（ ）
サロゲート内標準物質 サロゲート内標準物質の種類	（ ）
検量線作成用標準液中濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ） 注1)	（ ） $\mu\text{g/mL}$
試料への添加量 注1) 注2)	（ ）ng
内標準物質 シリンジスパイク内標準物質の種類	（ ）
検量線作成用標準液中濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ） 注1)	（ ） $\mu\text{g/mL}$
試料への添加量 注1) 注2)	（ ）ng
サロゲート回収率（%） 注3)	
塩化ビフェニル	（ ）%
二塩化ビフェニル	（ ）%
三塩化ビフェニル	（ ）%
四塩化ビフェニル	（ ）%
五塩化ビフェニル	（ ）%
六塩化ビフェニル	（ ）%
七塩化ビフェニル	（ ）%
八塩化ビフェニル	（ ）%
九塩化ビフェニル	（ ）%
十塩化ビフェニル	（ ）%
総 PCB	（ ）%
標準物質メーカー名 PCB (KC-300～KC-600の等量混合物)	1. ジーエルサイエンス 2. その他（ ）
PCB（塩化ビフェニル～十塩化ビフェニルを各ひとつ以上含む混合物）	1. CIL 2. ウェリントン 3. アキュスタンダード 4. その他（ ）
サロゲート内標準物質	1. CIL 2. ウェリントン 3. アキュスタンダード 4. その他（ ）
シリンジスパイク内標準物質	1. CIL 2. ウェリントン 3. アキュスタンダード 4. その他（ ）
標準原液の購入からの経過月 PCB（月）	（ ）月
サロゲート内標準物質（月）	（ ）月
シリンジスパイク内標準物質（月）	（ ）月
標準液の調製からの経過月 注4)	
検量線作成用標準液（月）	（ ）月
サロゲート内標準物質（月）	（ ）月
シリンジスパイク内標準物質（月）	（ ）月
標準液調製溶媒 検量線作成用標準液	1. ヘキサン 2. トルエン 3. ノナン 4. デカン 5. イソオクタン 6. その他（ ）
サロゲート内標準物質	1. ヘキサン 2. トルエン 3. ノナン 4. デカン 5. イソオクタン 6. その他（ ）
シリンジスパイク内標準物質	1. ヘキサン 2. トルエン 3. ノナン 4. デカン 5. イソオクタン 6. その他（ ）

注1) 機器測定方法がGC/ECD及びGC/MS/NCI (m/z=35を使って定量)の場合は、総PCB濃度を、GC/MS（塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量）の場合は、5塩化ビフェニルの濃度を記入する。

注2) 試料全量への添加量とする。分取した粗抽出液に添加した場合は、試料全量分に換算する。

注3) 機器測定方法がGC/ECD及びGC/MS/NCI (m/z=35を使って定量)の場合は、総PCB回収率を、GC/MS（塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量）の場合は、同族体毎の平均回収率を記入する。

注4) 標準原液をそのまま使用した場合は選択する。

分析結果報告書〔4〕 7/8

＜検量線の作成等＞

定量方法	1. 検量線の式を用いて定量 2. 検量線を作成し応答の直線性を確認した後任意の濃度の標準液の応答又はシリンジスパイク内標準の応答値、又はサロゲート内標準の応答値との比を用いて定量 3. その他 ()				
検量線 作成方法	1. 絶対検量線法 2. 標準添加法 3. 内標準法 4. サロゲート内標準法 5. その他()				
検量線作成点数	() 点				
作成範囲濃度 注1) (µg/mL)	最低 () ~ 最高 () µg/mL				
最低濃度指示値 (平均) 注2) 注3)	()				
最高濃度指示値 (平均) 注2) 注3)	()				
空試験の指示値 (平均) 注2)	()				
試料指示値	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目
PCB 注2)					
サロゲート内標準物質 注2) 注4)					
シリンジスパイク内標準物質 注2) 注4)					
装置検出下限値の算出方法	1. 実施した 2. 実施しなかった				
算出用標準液の種類	1. KC300~600等量混合物標準液 2. 塩化ビフェニル~十塩化ビフェニルを各ひとつ以上含む混合物標準液 3. その他 ()				
算出用標準液の濃度	() µg/mL				
計算方法	1. S/Nから算出 (絶縁油中の微量PCBに関する簡易測定法マニュアル: ECD法参照) 2. 繰り返し分析で得られた総PCB濃度の標準偏差から算出 3. 繰り返し分析で得られた個別塩化ビフェニルの標準偏差から算出 4. その他 ()				
繰り返し測定回数	() 回				
分析法検出・定量下限値の算出	1. 実施した 2. 実施しなかった				
算出用試料の種類	3. 外因性内分泌攪乱化学物質調査暫定マニュアルの目標検出下限値を使用 1. 底質試料 (標準液無添加) 2. 底質試料にKC300~600等量混合物標準液を添加した試料 3. 底質試料に塩化ビフェニル~十塩化ビフェニルを各ひとつ以上含む混合物標準液を添加した試料 4. 操作ブランク 5. その他 ()				
算出用試料の濃度	() µg/kg				
計算方法	1. 繰り返し分析で得られた総PCB濃度の標準偏差から算出 2. 繰り返し分析で得られた個別塩化ビフェニルの標準偏差から算出 3. その他 ()				
繰り返し測定回数	() 回				
濃度計算に用いた式					

注1) 機器測定方法が GC/ECD 及び GC/MS/NCI (m/z=35 を使って定量) の場合は、総 PCB 濃度を、GC/MS (塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量) の場合は、5 塩化ビフェニルの濃度を記入する。

注2) 指示値にはピーク高さ、面積値、cps 等の応答値を入力する。

注3) 機器測定方法が GC/ECD 及び GC/MS/NCI (m/z=35 を使って定量) の場合は、標準液の全ピーク中で最高の高さ (面積) となるピークについて記入する。GC/MS (塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量) の場合は、標準液の 5 塩化ビフェニルピーク中で最高の高さ (面積) となるピークについて記載する。

注4) 機器測定方法が GC/ECD 及び GC/MS/NCI (m/z=35 を使って定量) の場合は、添加したサロゲートもしくはシリンジスパイクピーク中で最高の高さ (面積) となるピークについて記載する。GC/MS (塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量) の場合は、添加したサロゲートもしくはシリンジスパイクの 5 塩化ビフェニルピーク中で最高の高さ (面積) となるピークについて記入する。

分析結果報告書〔4〕 8/8

<下限値、空試験値> (分析方法により、該当する記入欄が無い場合は記入しなくても良い。)

対象物質	試料濃度換算 装置検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) 注1) 注2)	分析法検出下限値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) 注1)	空試験値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$) 注1) 注3)
塩化ビフェニル			
二塩化ビフェニル			
三塩化ビフェニル			
四塩化ビフェニル			
五塩化ビフェニル			
六塩化ビフェニル			
七塩化ビフェニル			
八塩化ビフェニル			
九塩化ビフェニル			
十塩化ビフェニル			
総PCB			

注1) 機器測定方法が GC/ECD 及び GC/MS/NCI ($m/z=35$ を使って定量) の場合は、総 PCB 濃度を、GC/MS (塩化ビフェニル毎にモニタリングイオンを変えて定量) の場合は、同族体毎の平均値及び総 PCB 濃度を記入する。

注2) 装置検出下限値を前処理における濃縮率等を用いて試料濃度相当に換算する。

注3) 空試験値が検出下限値未満の場合は、ND を記入する。

分析実施にあたっての留意した点及び問題と感じた点	
--------------------------	--