

第3節 同定及び定量

1. 同定と定量の概要

PBDDs 及び PBDFs の同定と定量は、キャピラリーカラムを用いるガスクロマトグラフ(GC)と二重収束形質量分析計(MS)を用いるガスクロマトグラフ質量分析法によって行う。分解能は 10,000 以上が必要である。各同族体を区分するため、質量校正用標準物質を測定用試料と同時にイオン源に導いて選択イオンに近い質量のイオンをモニターして質量の微少な変動を補正するロックマス方式による選択イオン検出法(SIM法)で検出し、保持時間及びイオン強度比から PBDDs 及び PBDFs であることを確認した後、クロマトグラム上のピーク面積から内標準法によって定量を行う。

本調査方法における GC/MS の検出下限は、装置、測定条件によって変動はあるが、四臭素化物で 0.1pg, 五臭素化物で 0.2pg, 六臭素化物で 1pg, 七臭素化物で 1pg, 八臭素化物で 2pg 以下である。

2. 試薬及び装置

2.1 試薬

定量と同定に用いる試薬は、次による。

(1) 質量校正用標準物質

ペルフルオロケロセン(PFK)などの質量分析用高沸点成分を使用する。

(2) 標準物質

内標準法による PBDDs 及び PBDFs の同定及び定量に使用する標準物質の一例を表 5 に示す。

(3) 内標準物質

クリーンアップスパイク及びシリンジスパイクに用いた内標準物質(第 2 節 4.2 の注⁽¹⁾及び表 4 参照)。

(4) 検量線作成用標準液

(2)の標準物質とクリーンアップスパイク及びシリンジスパイクの内標準物質を混合して、GC/MS の定量範囲内で GC/MS の検出下限の 3 倍程度の低濃度から 5 段階程度をノナン⁽²⁸⁾で希釈して調製する。標準物質については、事前に不純物等の確認を行い調製する。

注⁽²⁸⁾は、第 2 節 4.4(3)の注参照。

表 5 PBDDs 及び PBDFs の標準物質

	PBDDs	PBDFs
四臭素化物	2,3,7,8-TeBDD	2,3,7,8-TeBDF
五臭素化物	1,2,3,7,8-PeBDD	1,2,3,7,8-PeBDF 2,3,4,7,8-PeBDF
六臭素化物	1,2,3,4,7,8-HxBDD 1,2,3,6,7,8-HxBDD 1,2,3,7,8,9-HxBDD	1,2,3,4,7,8-HxBDF
七臭素化物		1,2,3,4,6,7,8-HpBDF
八臭素化物	1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD	1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF

2.2 ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC / MS)

定量と同定に用いるガスクロマトグラフ質量分析計は、次による。

(1) ガスクロマトグラフ(GC)

1) 試料導入部

スプリットレス方式又はオンカラム注入方式で最高使用温度が240～300 で使用可能なもの⁽²⁹⁾。

注⁽²⁹⁾ 試料導入部でのポリ臭素化ジフェニルエーテル(PBDEs)の分解によりPBDDs及びPBDFsに影響がないことを確認しておく。

2) カラム

内径0.10～0.32mm,長さ15～60mの溶融シリカ製のキャピラリーカラム。

2,3,7,8-位臭素置換異性体の分離が良好なカラムを使用する。また,さまざまな要因を考慮し,長さや極性の異なるカラムの併用が望ましい。

参考 PBDDs及びPBDFs測定用のカラムとしては,HP-5,DB-17,DB-1,DB-5MS,BPX-5,BPX-70,HT-8,ENV-5MSなどがある。これらの商品は,一般に入手できるものとして掲げたが,これを推奨するものではない。これと同等以上の品質,性能のものを用いてもよい。

3) キャリアーガス

純度99.999%[(体積分率)]以上の高純度ヘリウム。

4) カラム恒温槽

温度制御範囲が50～350⁽³⁰⁾であり,測定対象物質の最適分離条件の温度にできるような昇温プログラムの可能なもの。

注⁽³⁰⁾ 高臭素化物の分解に注意する。

(2) 質量分析計(MS)

- | | |
|------------|--|
| 1) 方式 | : 二重収束方式 |
| 2) 分解能 | : 10,000 以上 |
| 3) イオン検出法 | : 質量校正用標準物質を用いたロックマス方式による選択イオン検出(SIM)法 |
| 4) イオン化方法 | : 電子衝撃イオン化(EI)法 |
| 5) イオン源温度 | : 250～300 |
| 6) イオン化電流 | : 0.5～1mA |
| 7) 電子加速電圧 | : 30～70V |
| 8) イオン加速電圧 | : 5～10kV |

3. 測定操作

3.1 ガスクロマトグラフ質量分析計の分析条件の設定

ガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件の設定は次による。

(1) ガスクロマトグラフ(GC)

PBDDs及びPBDFsの測定においては,クロマトグラフ上における2,3,7,8-位臭素置換異性体のクロマトグラム上でのピークが他の異性体のものと良好な分離が得られ,各臭素化物の保持時間が適切な範囲にあり,安定した応答が得られるように,ガスクロマトグラフの条件などを設定する。付表1,付表2及び付表3にその一例を示す。

参考 ここに示す条件は,参考として示したものである。

(2) 質量分析計(MS)

質量分析計は、次のことを満足するような条件に設定する。

1) 分解能

分解能は、10,000 以上⁽³¹⁾とする。

注⁽³¹⁾ PBDFs 内標準物質のイオン質量の一部が分析対象物質である PBDDs の測定イオンと近接する。両イオンを分離するためには、理論的に分解能 15,000 以上が必要である。内標準物質イオンの妨害はスパイクする量や分解能及び選択した質量数により左右される。したがって、内標準物質の妨害が PBDDs 測定に妨害を及ぼさないことを確認しつつ、分解能 10,000 以上で測定を行う。なお、分解能を更に高くすることができれば妨害は低下するが、感度も低下する。

2) 検出方法

質量校正用標準物質を用いたロックマス方式による選択イオン検出(SIM)法を用いる。

3) 測定質量/電荷数(m/z)

試料及び内標準物質の各臭素化物毎に、二つ以上の選択イオンの質量/電荷数(m/z)とロックマス用の選択イオンの質量/電荷数(m/z)を設定する⁽³²⁾⁽³³⁾。又 PBDDs の確認用として、-COBr, -Br₂ などを必要に応じて追加する。PBDDs 及び PBDFs の設定質量数の例を表 6 に示す。

注⁽³²⁾ キャピラリーカラムによって得られるピークの幅は、5～10 秒程度であるが、一つのピークに対して十分な測定点を確保するためには選択イオン検出のサンプリングの周期は 1 秒以下にしなければならない。1 回の測定で設定可能なチャンネルの数は、要求される感度との兼ね合いとなるので、十分に検討した上で設定する必要がある。

クロマトグラム上の各ピークの保持時間を考慮して、時間分割によるグルーピング方式によって測定してもよいが、この場合には各グループごとに、適切な内標準物質ピークが出現するように条件の設定を行う必要がある。

注⁽³³⁾ PBDFs は PBDEs(M-2Br)⁺イオンの妨害を受けやすいので、PBDEs の M⁺などのモニターイオンを追加し、PBDEs の影響を確認しておく。

3.2 質量分析計の調整

質量分析計の調整は、装置が作動している状態で必要な項目の条件を設定した後、質量校正用標準物質を導入し、質量校正用プログラムによって行う。質量目盛、分解能 10,000 以上⁽³¹⁾などを測定目的に応じて所定の値に校正する。特に、分解能は測定質量範囲全域で 10,000 以上⁽³¹⁾に調整しなければならない。通常、一連の測定の最初に行い、質量校正結果は保存しておく。

3.3 SIM 測定操作

SIM 測定操作は次による。

(1) GC / MS を所定の条件に設定する。

(2) 質量校正用標準物質を導入しながらそのモニターチャンネルの応答が安定したら、測定試料の測定を行う。

(3) 設定した各臭素化物の質量数についてクロマトグラムを記録する。

(4) 測定終了後、データ処理作業に入る前に個々の試料ごとに質量校正用標準物質のモニターチャンネル、妨害成分の有無、2,3,7,8-位臭素置換異性体の分離の確認を行う⁽³⁴⁾。

注⁽³⁴⁾ 質量校正用標準物質のモニターチャンネルのクロマトグラムで測定対象化合物の出現時間においてシグナルに±20%以上の変動が認められた場合には、その化合物については定量してはならない。主な要因として、試料の前処理が不十分であることが考えられるので、試料の前処理を再度十分に行い、ロックマスの変動を最小限に抑える必要がある。

表 6 PBDDs 及び PBDFs 測定の設定質量/電荷数(モニターイオン)の例

	臭素置換体	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺	(M+10) ⁺
分析対象物質	TeBDDs*	495.6945	497.6924	499.6904	501.6885	503.6867	
	PeBDDs*	573.6050	575.6029	577.6009	579.5989	581.5970	
	HxBDDs*	651.5155	653.5134	655.5114	657.5094	659.5074	661.5055
	HpBDDs*	729.4260	731.4240	733.4219	735.4199	737.4179	739.4159
	OBDD*	807.3365	809.3345	811.3324	813.3304	815.3284	817.3264
	TeBDFs	479.6995	481.6975	483.6955	485.6936	487.6917	
	PeBDFs	557.6101	559.6080	561.6060	563.6039	565.6021	
	HxBDFs	635.5206	637.5185	639.5165	641.5145	643.5125	645.5106
	HpBDFs	713.4311	715.4290	717.4270	719.4250	721.4230	723.4210
	OBDF	791.3416	793.3395	795.3375	797.3355	799.3335	801.3315
内標準物質	¹³ C ₁₂ TeBDDs	507.7347	509.7327	511.7307	513.7286	515.7266	
	¹³ C ₁₂ PeBDDs	585.6452	587.6432	589.6412	591.6391	593.6371	
	¹³ C ₁₂ HxBDDs	663.5558	665.5537	667.5517	669.5496	671.5476	
	¹³ C ₁₂ OBDD		821.3745	823.3725	825.3706	827.3686	829.3665
	¹³ C ₁₂ TeBDFs	491.7398	493.7378	495.7357	497.7337	499.7317	
	¹³ C ₁₂ PeBDFs	569.6503	571.6483	573.6462	575.6442	577.6422	
	¹³ C ₁₂ HxBDFs	647.5608	649.5588	651.5568	653.5547	655.5527	
	¹³ C ₁₂ HpBDFs		727.4691	729.4671	731.4651	733.4631	735.4611
¹³ C ₁₂ OBDF		805.3796	807.3776	809.3756	811.3736	813.3716	
質量校正用標準物質(PFK)		542.9665	730.9537				

*¹³C₁₂PBDFs の妨害が PBDDs の測定に妨害を及ぼさないことを確認する。

3.4 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

(1) 標準液の測定

各検量線作成用標準液を 1 濃度に対して最低 3 回 GC/MS に注入し、3.3 の SIM 測定操作を行って、全濃度領域で合計 15 点以上のデータをとる。

(2) ピーク面積の強度比の確認

得られたクロマトグラムから、各標準物質の対応する二つの質量数のイオンのピーク面積の強度比を求め、臭素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比とほぼ一致することを確認する。(第 3 節 4.2(2)の表 7 参照)

(3) 相対感度の算出

相対感度の算出は、次による。

各標準物質及び内標準物質のピーク面積を求め、各標準物質の対応するクリーンアップ内標準物質に対するピーク面積の比と注入した標準溶液中の標準物質と内標準物質の濃度の比を用いて検量線を作成し、検量線が原点を通る直線になっていることを確認する。(測定対象の標準物質とそれに対応する内標準物質の使用例は、参考資料 7 を参照。)

RRFcs は、次式により各濃度毎に求めたものを平均する。この場合、データの変動係数が 5%を目安に可能な限り小さくなるようにし、変動係数が 10%を超える化合物があってはならない。変動係数が 10%を超える場合は、GC/MS の状態を確認して必要ならば再調整し直したり直線性のある範囲に定量範囲を狭めるなどの処置を行って検量線を作成し直す。また、最小二乗法で一次回帰直線を求め、その傾きを RRFcs としてもよい。この場合、直線性が十分であるとともに回帰式の切片がほぼ 0 でなければならない。

$$\text{RRFcs} = \frac{Q_{cs}}{Q_s} \times \frac{A_s}{A_{cs}}$$

ここに、RRFcs : 測定対象物質のクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

Qcs : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質の量(pg)

Qs : 標準液中の測定対象物質の量(pg)

As : 標準液中の測定対象物質のピーク面積

Acs : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

同様にして、クリーンアップスパイク内標準物質のシリンジスパイク内標準物質に対する相対感度(RRFrs)を以下の式によって算出する。(クリーンアップスパイク内標準物質とシリンジスパイク内標準物質との対応の例は、参考資料 7 を参照)

$$\text{RRFrs} = \frac{Q_{rs}}{Q_{cs}} \times \frac{A_{cs}}{A_{rs}}$$

ここに、RRFrs : クリーンアップスパイク内標準物質のシリンジスパイク内標準物質との相対感度

Qrs : 標準液中のシリンジスパイク内標準物質の量(pg)

Qcs : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質の量(pg)

Acs : 標準液中のクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積

Ars : 標準液中のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積

3.5 試料の測定

第2節で調製した測定用試料の測定は、次による。

(1) 検量線の確認

ある一定の周期(1日1回以上)で、検量線作成用標準溶液の中から一つ以上を選び、3.3の測定操作に従って測定し、3.4と同様にして各異性体のそれに対応したクリーンアップスパイク内標準物質に対する相対感度(RRFcs)を求める。さらに、クリーンアップスパイク内標準物質のそれぞれに対応したシリンジスパイク内標準物質に対する相対感度(RRFrs)を求める。

これらの相対感度が3.4で求めた検量線作成時の相対感度(RRFcs及びRRFrs)に対して±20%以内であれば、3.4で求めた相対感度を用いて測定を行う。この範囲をはずれた場合には、その原因を取り除き、再測定を行うか、再度検量線を作成する。

さらに、保持時間についても、その変動を調べ、保持時間が一日に±5%以上、内標準物質との相対保持比が±2%以上変動する場合には、その原因を取り除き、その直前に行った一連の試料の再測定を行う。

(2) 試料の測定

第2節で調製した測定用試料を3.3のSIM測定操作に従って測定し、各臭素化物の質量数についてクロマトグラムを得る。

4. 同定及び定量

4.1 ピークの検出

3.5で得られたクロマトグラムにおけるピークの検出は、次による。

(1) シリンジスパイク内標準物質の確認

第2節で調製した測定用試料中のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積が標準液のシリンジスパイク内標準物質のピーク面積の70%以上であることを確認する。この範囲からはずれた場合は、原因を調査し、その原因を取り除いて再度測定する。

(2) ピークの検出

クロマトグラム上において、ベースラインのノイズ幅(N)に対して3倍以上のピーク高さ(S)であるピーク、すなわち、ピーク高さで $S/N=3$ 以上となるピークについて、次の同定及び定量の操作を行う。

ここで、ノイズ幅(N)及びピーク高さ(S)は、一般に次のようにして求める。まず、ピークの近傍(ピークの半値幅の10倍程度の範囲)のノイズを計測し、その標準偏差の2倍をノイズ幅(N)とするか、経験的にノイズの最大値と最小値の幅はおよそ標準偏差の5倍となるため、その幅の2/5をノイズ幅とする。一方、ノイズの中央値をベースラインとし、ベースラインのノイズを基にピークトップを決めてこの幅をピーク高さ(S)とする。

なお、得られたクロマトグラムのベースラインは、必ず装置のゼロ点よりも高くならなければノイズを計測することはできないので、測定に先立ってベースラインを確認、必要に応じてオフセットなどを適切に調節しなければならない。

(3) ピーク面積の算出

(2)で検出されたピークについて、そのピーク面積を算出する。

4.2 試料の同定

試料の同定は、次による。

(1) PBDDs 及び PBDFs の同定

モニターした二つ以上のイオンにおけるクロマトグラム上のピーク面積の比が標準物質のものとはほぼ同じであり、表 7 に示す臭素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比に対して ±15% 以内(検出下限の 3 倍以下の濃度では ±25%)であれば、そのピークは PBDDs 及び PBDFs によるものであるとする。標準物質のない異性体の同定は、文献などを参考にして行う。

(2) 2,3,7,8-位臭素置換異性体の同定

同定された PBDDs 及び PBDFs の中の 2,3,7,8-位臭素置換異性体は、クロマト上のピークの保持時間が標準物質とほぼ同じであり、対応する内標準物質との相対保持時間が標準物質と一致することで同定する。

表 7 臭素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比

	M ⁺	(M+2) ⁺	(M+4) ⁺	(M+6) ⁺	(M+8) ⁺	(M+10) ⁺	(M+12) ⁺
TeBDDs	17.46	68.17	100.00	65.53	16.44		
PeBDDs	10.50	51.20	100.00	97.89	48.21	9.73	
HxBDDs	5.38	31.47	76.76	100.00	73.49	29.02	4.91
HpBDDs	3.08	21.01	61.47	100.00	97.77	57.54	18.97
OBDD	1.58	12.31	42.00	81.93	100.00	78.75	38.42
TeBDFs	17.49	68.23	100.00	65.42	16.33		
PeBDFs	10.51	51.24	100.00	97.79	48.06	9.64	
HxBDFs	5.39	31.51	76.82	100.00	73.40	28.91	4.86
HpBDF	3.08	21.03	61.51	100.00	97.69	57.41	18.88
OBDF	1.58	12.33	42.04	81.98	100.00	78.19	38.33

参考 1 M は最低質量数のイオンを示す。

2 イオン強度比は、各臭素数毎にそれぞれ最大強度を示すイオンを 100%とした値である。

4.3 PBDDs 及び PBDFs の定量

(1) 各異性体の定量

抽出液全量中の同定された 2,3,7,8-位臭素置換異性体の量(Q_i)は、それに対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量を基準にして内標準法で次式により求める。他の異性体についても同様に求める。

$$Q_i = \frac{A_i}{A_{csi}} \times \frac{Q_{csi}}{RRF_{cs}}$$

- ここに、Q_i : 抽出液全量中の異性体の量(pg)
A_i : クロマト上の異性体のピーク面積
A_{csi} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積
Q_{csi} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量(pg)⁽³⁵⁾
RRF_{cs} : 対応するクリーンアップスパイク内標準物質との相対感度

注⁽³⁵⁾ 試料を抽出後、分取し、内標準物質を添加した場合はその補正をする。

(2) 濃度の算出

得られた各異性体の量から、試料中の濃度を次式によって算出し、特に指定がない場合は、JIS Z 8401 の規定によって数値を丸め、有効数字 2 けたとする。

$$C_i = \frac{(Q_i - Q_t)}{V} \times \frac{1}{1000}$$

- ここに、C_i : 試料中の異性体の濃度(pg/各試料単位。ng/各試料単位で算出する場合は 1/1000 倍。)
Q_i : 抽出液全量中の異性体の量(pg)
Q_t : 空試験での異性体の量(pg)
トラベルブランク試験、操作ブランク試験を行わない場合には、前もって管理しているトラベルブランク値又は操作ブランク値を用いる。
V : 試料量(各試料単位)

(参考) 排ガス試料で、酸素濃度による補正が必要な場合には、実測濃度を次式によって所定の酸素濃度に換算したものを濃度とする。

$$C = \frac{21 - O_n}{21 - O_s} \times C_s$$

- ここに、C : 酸素濃度 O_n における濃度(0 , 101.32kPa) (ng/m³)
O_n : 換算する酸素の濃度(%)
O_s : 排ガス中の酸素の濃度⁽³⁶⁾ (%)
C_s : 排ガス中の実測濃度(0 , 101.32kPa) (ng/m³)

注⁽³⁶⁾ 排ガス中の酸素の濃度が 20% を超える場合は、O_s = 20 とする。

5. 検出下限及び定量下限

5.1 装置の検出下限及び定量下限

最低濃度(各標準物質をそれぞれ四臭素化物で 0.1～0.5pg, 五臭素化物で 0.2～1pg, 六臭素化物で 1～5pg, 七臭素化物で 1～5pg, 八臭素化物で 2～10pg を含む)の検量線作成用標準液を GC/MS で測定し, 各 2,3,7,8-位臭素置換異性体を定量する。この操作を 5 回以上繰り返し, 得られた測定値から次式により標準偏差を求め, その 3 倍を装置の検出下限, 10 倍を装置の定量下限とする。

ここで得られた装置の検出下限が, 四臭素化物で 0.1pg, 五臭素化物で 0.2pg, 六臭素化物で 1pg, 七臭素化物で 1pg, 八臭素化物で 2pg より大きい時には, 器具, 機器などを確認して, これらの値以下になるように調整する。

この装置の検出下限及び定量下限は, 使用する GC/MS の状態などによって変動するため, ある一定の周期で確認し, 常に十分な値が得られるように管理する。また, 使用する GC/MS や測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

$$S = \sqrt{\frac{(X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

ここに, S : 標準偏差
X_i : 個々の測定値(pg)
 \bar{X} : 測定値の平均値(pg)
n : 測定回数

5.2 測定方法の検出下限及び定量下限

測定に用いるのと同量の抽出溶媒を濃縮した抽出液に次式により算出した量の標準物質を添加し, 前処理, GC/MS での測定, 同定及び定量を行う。これを 5 回以上行い, 得られた測定値の標準偏差を 5.1 の式によって求め, その 3 倍を測定方法の検出下限, 10 倍を測定方法の定量下限とする。

$$Q = QL' \times \frac{v}{v_i}$$

ここに, Q : 標準物質の添加量(pg)
QL : 装置の定量下限(pg)
v : 測定用試料の液量(μl)
v_i : GC/MS 注入量(μl)

さらに, 次式より試料における検出下限及び定量下限を算出する。

この測定方法の検出下限及び定量下限は, 前処理操作や測定条件により変動するため, ある一定の周期で確認し, 常に十分な値が得られるように管理する。また, 前処理操作及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

試料における検出下限及び定量下限は、試料採取量などにより異なってくるため、各試料ごとに求める。

$$C_{DL} = DL \times \frac{V}{V_i} \times \frac{V_E}{V'_E} \times \frac{1}{V}$$

$$C_{QL} = QL \times \frac{V}{V_i} \times \frac{V_E}{V'_E} \times \frac{1}{V}$$

- ここに、 C_{DL} : 試料における検出下限(pg/試料単位)
 C_{QL} : 試料における定量下限 (pg/試料単位)
 DL : 測定方法の検出下限(pg)
 QL : 測定方法の定量下限(pg)
 V_i : GC/MS への注入量(μl)
 V : 測定用試料の液量(μl)
 V : 試料採取量
 V_E : 抽出液量(ml)
 V'_E : 抽出液分取量(ml)

5.3 試料測定時の検出下限及び定量下限の確認

実際の試料の測定において、少なくとも 2,3,7,8-位臭素置換異性体の中でピークが検出されなかったものについては、そのクロマトグラム上において、検出下限及び定量下限を次のように確認する。

まず、対象とする 2,3,7,8-位臭素置換異性体のピーク近傍のベースラインのノイズ幅を求め、ノイズ幅の 3 倍に相当する高さに相当するピークの面積を標準液のクロマトグラムより推定する。そのピーク面積を用いて検量線からその量を算出し、試料測定時の検出下限とする。同様にしてノイズ幅の 10 倍の高さに相当するピーク面積を推定し、検量線よりその量を算出し、試料測定時の定量下限とする。

ここで算出されたそれぞれの値は測定方法の検出下限及び定量下限以下でなければならない。それぞれの値が測定方法の検出下限及び定量下限を超える場合は、前処理操作、測定操作に問題がなかったかどうかを確認し、再測定し、少なくとも試料測定時の検出下限及び定量下限から算出される試料における検出下限及び定量下限が、最初に設定した値以下になるようにする。

6. クリーンアップスパイク回収率の確認

クリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積とシリンジスパイク内標準物質のピーク面積の比及び対応する相対感度(RRFrs)を用いて次式により回収率を計算し、クリーンアップの回収率を確認する。

$$Rc = \frac{Acsi}{Arsi} \times \frac{Qrsi}{RRFr_s} \times \frac{100}{Qrsi}$$

ここに、 Rc	: クリーンアップスパイク回収率(%)
Acsi	: クリーンアップスパイク内標準物質のピーク面積
Arsi	: 対応するシリンジスパイク内標準物質のピーク面積
Qrsi	: 対応するシリンジスパイク内標準物質の添加量(pg)
RRFr _s	: 対応するシリンジスパイク内標準物質との相対感度
Qcsi	: クリーンアップスパイク内標準物質の添加量(pg) ⁽³⁷⁾

注⁽³⁷⁾ 内標準物質添加後の分取・分割の補正をする。

7. 結果の報告

7.1 結果の表示方法

PBDDs 及び PBDFs の濃度表示方法は、特に指定がない場合は 2,3,7,8-位臭素置換の各異性体の濃度、四～八臭素化物(TeBDDs～OBDD 及び TeBDFs～OBDF)の同族体濃度、それらの総和を記載する。これらの表示方法は表 8 のとおりとし、試料における検出下限及び定量下限も明記する。濃度表示方法の例を付表 4 に示す。

表 8 PBDDs 及び PBDFs の同族体及び化合物の表示方法

臭素置換体	PBDDs		PBDFs	
	同族体	化合物	同族体	化合物
四臭素化物	TeBDDs	2,3,7,8- その他	TeBDFs	2,3,7,8- その他
五臭素化物	PeBDDs	1,2,3,7,8- その他	PeBDFs	1,2,3,7,8- 2,3,4,7,8- その他
六臭素化物	HxBDDs	1,2,3,4,7,8- 1,2,3,6,7,8- 1,2,3,7,8,9- その他	HxBDFs	1,2,3,4,7,8- その他
七臭素化物	HpBDDs		HpBDFs	1,2,3,4,6,7,8- その他
八臭素化物	OBDD	1,2,3,4,6,7,8,9-	OBDF	1,2,3,4,6,7,8,9-
(四～八臭素化物)	PBDDs	————	PBDFs	————
	PBDDs + PBDFs			

1,2,3,4,7,8-HxBDD と 1,2,3,6,7,8-HxBDD は,GC カラム上で分離が難しいため,含量で表示する場合がある。

7.2 濃度の単位

各試料媒体の実測値は,表 9 に示す単位で表示する。

表 9 濃度の単位

排ガス	ng/m ³ (0 , 101.32kPa)
水質	pg/L
環境大気	pg/m ³
土壌	pg/g-dry
底質	pg/g-dry
水生生物	pg/g

7.3 数値の取り扱い

濃度の表示における数値の取り扱いは,特に指定がない場合には次による。

- (1) 濃度については, JIS Z 8401 によって数値を丸め,有効数字 2 けたとして表し,検出下限未満の場合には検出下限未満であったことを表示する。ただし,表示するけたは,試料における検出下限のけたまでとし,それより下のけたは表示しない。
- (2) 検出下限については, JIS Z 8401 によって数値を丸め,有効数字 1 けたとして表示する。