

ポリプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン及びポリプロモジベンゾフランの暫定調査方法 新旧マニュアル対照表

(赤字部分は文章中の変更箇所を示す)

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
()旧		環境省環境管理局	環境省水・大気環境局	変更
目次				高臭素化物測定例を追加
		付表3 測定結果の記載例(1)	付表3PBDDs及びPBDFsのガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件の一例(3)	変更
		付表4 測定結果の記載例(2)	付表4 測定結果の記載例	削除 旧付表3と4を統合
			参考資料3PBDDs及びPBDFs(標準溶液)のクロマトグラム(1)の一例(3)	高臭素化物クロマトグラム例を追加
			参考資料6PBDDs及びPBDFs(実試料)のクロマトグラム(1)の一例(6)	高臭素化物クロマトグラム例を追加
			参考資料7内標準物質の使用例	追加
		参考資料5 ヘプタ及びオクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシンとヘプタ及びオクタプロモジベンゾフランの暫定調査方法		削除
1	13	PBDDs及びPBDFsの調査に当たっては、入手可能な標準試薬類を用いた分析手法に限定されるため、サンプリングスパイクの内標準物質添加を省略することとした。	なお、PBDDs及びPBDFsは、塩素化ダイオキシン類に比べると入手可能な標準試薬類は少ないが、入手可能になり次第調査対象物質とする。	入手可能な標準試薬類が若干増加したため
	17	四臭素化物で0.5pg, 五臭素化物で2.5pg, 六臭素化物で10pg	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	下限の見直し及び高臭素化物を追加
	23	テトラからヘキサプロモジベンゾ-パラ-ジオキシンの2,3,7,8-位臭素置換異性体(5種; 2,3,7,8- TeBDD, 1,2,3,7,8- PeBDD, 1,2,3,4,7,8- HxBDD, 1,2,3,6,7,8- HxBDD, 1,2,3,7,8,9- HxBDD)と、テトラからヘキサプロモジベンゾフランの2,3,7,8-位臭素置換異性体(4種; 2,3,7,8- TeBDF, 1,2,3,7,8- PeBDF, 2,3,4,7,8- PeBDF, 1,2,3,4,7,8- HxBDF)及びテトラからヘキサプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン・テトラからヘキサプロモジベンゾフラン	テトラからオクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシンの2,3,7,8-位臭素置換異性体(6種; 2,3,7,8-TeBDD, 1,2,3,7,8-PeBDD, 1,2,3,4,7,8- HxBDD, 1,2,3,6,7,8-HxBDD, 1,2,3,7,8,9-HxBDD, 1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD)と、テトラからオクタプロモジベンゾフランの2,3,7,8-位臭素置換異性体(6種; 2,3,7,8-TeBDF, 1,2,3,7,8-PeBDF, 2,3,4,7,8-PeBDF, 1,2,3,4,7,8-HxBDF, 1,2,3,4,6,7,8-HpBDF, 1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF)及びテトラからオクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン・テトラからオクタプロモジベンゾフラン	追加・修正
2	6		JIS K 0114ガスクロマトグラフ分析通則	追加
	22		JIS K 9702ジメチルスルホキシド(試薬)	追加
	34	(1) 異性体 異性の関係にある化合物。ここでは、各個別の化合物。	(1) 異性体 臭素数の置換数が同じで置換位置だけを異にする個々の化合物。	修正
	35	(1) 同族体 臭素の置換数が同じで置換位置だけを異にする一群の化合物。	(1) 同族体 臭素の置換数が同じで置換位置だけを異にする化合物の一群。	修正
3	8	(1) 2,3,7,8-位臭素置換異性体 2,3,7,8-位に置換臭素をもつテトラからヘキサプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン5種とテトラからヘキサプロモジベンゾフラン4種の計9異性体で、次に示すものである。	(1) 2,3,7,8-位臭素置換異性体 2,3,7,8-位に置換臭素をもつテトラからオクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン6種とテトラからオクタプロモジベンゾフラン6種の計12異性体で、次に示すものである。	
	11	1) テトラからヘキサプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン	1) テトラからオクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン	修正
	17		1,2,3,4,6,7,8,9-オクタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD)	追加
	18	2) テトラからヘキサプロモジベンゾフラン	2) テトラからオクタプロモジベンゾフラン	修正
	23		1,2,3,4,6,7,8-ヘプタプロモジベンゾ-パラ-ジオキシン(1,2,3,4,6,7,8-HpBDF)	追加
	24		1,2,3,4,6,7,8,9-オクタプロモジベンゾフラン(1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF)	追加
4	13	JIS Z 8808に準じたフィルターによる	円筒ろ紙などによる	修正
5			図1 PBDDs及びPBDFs測定のプロロープの説明	説明の追加
6			図2 試料ガスの採取の作業手順プロロープの説明	作業について説明の追加
7	16		(1) 2,2-オキシビスエタノール(ジエチレングリコール)	修正 2,2-オキシビスエタノールを前に記載()にジエチレングリコール
	37		(1) サンプリングスパイク用内標準物質 試料採取から抽出までの操作の結果を確認するために添加する内標準物質で ¹³ Cなどで標識したPBDDs,PBDFsのうち適正な種類を1種類以上、適正な濃度にトルエン又はノナンに溶かした溶液を用いる。参考資料7に内標準物質の使用例を示す。	追加
8	4	試料ガスの採取装置は、採取管部、フィルター捕集部、液体捕集部、吸着捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部からなる。また、採取装置は、遮光できる装置または、アルミホイル等で遮光可能なものとする。図3に採取管部及びフィルター捕集部の例を、図4にフィルター捕集部以降の排ガス採取装置(液体捕集部及び吸着捕集部)の例を示す。	試料ガスの採取装置は、採取管部、捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部で構成する。また、採取装置は、遮光できる装置または、アルミホイル等で遮光可能なものとする。図3に採取管部及びフィルター捕集部の一例を、図4に液体捕集部、吸着捕集部、吸引ポンプ及び流量測定部の一例をそれぞれ示す。	変更
	14	PBDDs及びPBDFsが検出されないこと等により確認する。	PBDDs及びPBDFsが検出されない。	
	15	特に、フィルタ捕集部では、120℃以上になると捕集されたダストと排ガスの接触によってPBDDs及びPBDFsが二次生成又は分解する可能性があるため、フィルタ捕集部の温度などを確認する。	PBDDs及びPBDFsの二次生成、分解などの起こり得る可能性がない。	
	19		測定点での排ガス流量から算出される吸引流量が、装置の吸引流量調節の範囲内にある。	追加
	21		装置に漏れがない。	追加
9	31	捕集部の構成によっては吸着剤カラムを2段で用いる。	必要な場合には、吸着剤カラムを2段で用いてもよい。	
	37	10~40L/minの流量で吸引できる能力を持ち	10~40L/minの流量で吸引でき、	修正

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
10	21	規模及び排ガス	規模、排ガス	修正
11	5		吸収液など	追加
	13	試料ガスの採取量は、評価されるべき濃度に応じて決定する。その際、試料ガスにおける検出下限が評価しなければならない濃度の1/30以下になるようにする。採取時間については、その目的に応じて十分考慮しなければならない。	1.5 試料ガスの採取量 試料ガスの採取量は、次のような手順によって決定する。採取時間については、その目的に応じて試料ガスの発生状況などを十分考慮して代表試料が採取できるようにしなければならない。	変更
	35	等速吸引流量を計算する	測定点における排ガス流速を計算する	変更
	38	運転状態の同時確認を行うこと。	運転状態の同時確認を行う。	変更
	39	採取装置の漏れ試験を行う。	採取装置を組み立て漏れ試験を行う。	追加
12	9		酸素の濃度の測定は、JIS K 0301による。また、フィルタ捕集部のろ過材の交換、ドレインの水抜きなどでラインが外された場合には、復帰後に必ず行う。	追加
	13	排ガスの温度が高温でフィルタ捕集部が120℃を超える可能性のある場合には、採取管を空冷などで冷やし120℃以下にする。又、炉出口などで排ガス温度が高い場合(500℃以上)は、図3のような冷却プローブなどを使用し、フィルタ捕集部が120℃を超えないようにする。	排ガスの温度が高温でダストが捕集される部分が120℃を超える可能性のある場合には、採取管を空冷などで冷やし120℃を超えないようにする。又、炉出口などで排ガス温度が高い場合(500℃以上)は、図3のような冷却プローブなどを使用し、ダストが捕集される部分が120℃を超えないようにする。	変更
	21	注 ⁵ 排ガス中のダスト濃度が1mg/m ³ (0℃, 101.325kPa)以下の場合、等速吸引を行わなくても良い。	注 ⁵ 排ガス中のダスト濃度が1mg/m ³ (0℃, 101.32kPa)以下の場合、等速吸引を行わずに平均流速程度で一定に吸引して良い。	変更
	33	洗浄液は、吸収液中の捕集液とともに	洗浄液及び捕集液は、	変更
13	1	試料採取量の算出 273 273 101.325	試料採取量の算出 273.15 273.15 101.32	数値変更
14	14	試料の採取時期及び採取地点の選定は、JIS K 0094による	試料の採取時期及び採取地点の選定は、JIS K 0094に従って試料の代表性が確保されるように選定する。	追加
	26		空試験などによって、測定に支障がないことを確認する。	追加
	28		採水器は、ガラス製、ステンレス鋼など、測定対象物質が採水器内壁に吸着しないものを用いる。	追加
	35		試料の採取は、JIS K 0094による。ただし、試料水による容器の洗浄は行わない。	追加
	36		試料水中に残留塩素が存在する場合には、残留塩素1mg/Lに対してチオ硫酸ナトリウム五水和物(JIS K 8637)7.0mg/Lを添加し、よく混合する。	追加
15	1	試料の採取量は、次式によって算出した測定に必要な試料量に十分な量とする。その際、試料における検出下限が評価されるべき濃度の1/30以下になるようにする。	試料の採取量は、次のような手順によって決定する。 : :	変更
	15		算出された最小の試料量以上を試料の採取量とする。	追加
	32	2.1 試料の取り扱い	2.1 試料の取扱い	変更
	33	フィルタ装着時に、0.5～1.0 m ³ /minまたは、0.1～0.7 m ³ /minの流量で吸引できる能力を持ち、流量調整機能を有し、24時間以上連続的に使用できるもの。	高流量で24時間のサンプリングを行う場合には、フィルタ装着時に、毎分700L程度の流量で吸引できる能力をもち、流量調整機能を有し、24時間以上連続的に使用できるもの。中流量で7日間の連続サンプリングを行う場合には、フィルタ装着時に、毎分100L程度の流量で吸引できる能力をもち、流量調整機能あるいは定流量装置を有し、7日間以上連続的に使用できるもの。	変更
	40		指示流量計として、差圧検出方式流量計、フロート型面積流量計、熱線方式流量計など	追加
16	3	環境省環境管理局	環境省水・大気環境局	変更
17	1	0.5～1.0 m ³ /minの範囲を0.05 m ³ /minまで測定できるもの、または0.1～0.7 m ³ /minの範囲を0.01 m ³ /minまで測定できるもの。	高流量で24時間のサンプリングを行う場合には、毎分700L程度の流量を50L/minまで測定できるもの。中流量で7日間の連続サンプリングを行う場合には、毎分100L程度の流量を5L/minまで測定できるもの	変更
18	23	試料採取量の算出 293 273 101.325	試料採取量の算出 293.15 273.15 101.32	数値変更
29	7	表2 河川及び湖沼の調査対象生物の生態的特徴 ヤマトシジミ 成熟サイズ 12cm<	表2 河川及び湖沼の調査対象生物の生態的特徴 ヤマトシジミ 成熟サイズ 12mm<	修正

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
33	2	試料の前処理に用いる試薬は、次による。これらの試薬は 空試験値 などによって測定に支障のないことを確認する。	試料の前処理に用いる試薬は、次による。これらの試薬は 空試験 などによって測定に支障のないことを確認する。	修正
33	3		また、ダイオキシン類が初用として市販されているもの、又は同等の品質のものでもよい。	追加
	37		内標準物質 すべての炭素原子が ¹³ Cで標識したダイオキシン類のうち、適正な種類及び濃度のものを用いる。 内標準物質物質には次の2種類があり、それぞれ別の化合物を用いる。	追加
34	1		クリーンアップスパイク用内標準物質 抽出からクリーンアップまでの前処理操作全体の結果を確認し、ダイオキシン類を定量するための基準とするために添加する内標準物質である。	追加
	4		シリンジスパイク用内標準物質 GC/MSへの測定用試料液の注入を確認するために添加する内標準物質で、クリーンアップスパイク用で使用したもの以外の内標準物質を用いる。ノナンなどの測定用試料と同じ溶媒のものを用いる。	追加
	13	水酸化カリウム(2mass%) シリカゲル	水酸化カリウム[2%(質量分率)] シリカゲル	変更
	18	硫酸(22mass%) シリカゲル	硫酸[22%(質量分率)] シリカゲル	変更
	21	硫酸(44mass%) シリカゲル	硫酸[44%(質量分率)] シリカゲル	変更
	24	硝酸銀(10mass%) シリカゲル	硝酸銀[10%(質量分率)] シリカゲル	変更
35	1	活性炭シリカゲル	活性炭カラム充填剤	変更
	2	活性炭を含浸させたシリカゲル(活性炭埋蔵シリカゲルなど)を必要に応じてトルエンで十分洗浄後、乾燥させ密閉可能な容器に入れデシケーター中で保存する。	活性炭を含浸又は分散させた、又これと同等の分離性能をもつもの。例えば、活性炭埋蔵シリカゲル、活性炭分散シリカゲルなどがある。	追加・変更
37	27	カラムクロマトグラフ管 内径10mm、長さ300mm(又は内径15mm、長さ300mm)の ガラス製カラムクロマトグラフ管 。	カラムクロマトグラフ管 内径10mm、長さ300mm(又は内径15mm、長さ300mm)の ダイオキシン類の吸着及び混入、妨害物質の溶出などが無いガラス製又はこれと同等の材質のカラムクロマトグラフ管 。	変更
38	9	四～六臭素化物で0.1～10ngである。	四～八臭素化物で0.1～10ngである。	変更・追加
	26		表4 PBDDs及びPBDFsの内標準物質の使用例 13C12-1,2,3,4,6,7,8-HpBDF, 13C12-1,2,3,4,6,7,8,9-OBDF,13C12-1,2,3,4,6,7,8,9-OBDD,13C12-1,2,3,7,8,9-HxBDD	追加
39	9	0.6μm程度のガラス繊維ろ紙	0.5μm程度のガラス繊維ろ紙	変更
42	6	トルエンについては抽出を10回	3回	変更
45	9	注 ⁽¹⁸⁾ 硫黄分を除去するため、抽出液中に銅粉または銅チップを入れておく。		削除(クリーンアップに記載)
47	33	フライアッシュの抽出液	濃度既知の抽出液	変更
50	4	フライアッシュの抽出液	濃度既知の抽出液	変更
50	12	参考 活性炭を含浸させたシリカゲルとして、例えば、活性炭埋蔵シリカゲル(和光純薬工業株)、活性炭分散シリカゲル(関東化学株)などがある。	参考 活性炭を含浸させたシリカゲルとして、例えば、活性炭埋蔵シリカゲル、活性炭分散シリカゲルなどがある。	削除 社名
	19		なお、活性炭リバーサカラムを使用する場合は、(1)で得た第2画分の濃縮液(または(2)で得た第2画分の濃縮液)をカラムに注入し、ヘキサン60mL、ジクロロメタン(25vol%)含むヘキサン溶液60mLを約2.5 mL/minで流下させ、第1画分を得る。次いで、カラムを反転し、トルエン40mLで溶出し、第2画分を得る。この画分にPBDDs及びPBDFsが含まれる。	追加
51	10	四臭素化物で0.5pg、五臭素化物で2.5pg、六臭素化物で10pg以下である。	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。	変更・追加(高臭素化体)
	25		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。	追加
	31		表5 PBDDs及びPBDFsの標準物質 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	追加(高臭素化体)

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
52	5	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℃であること	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	変更
	7	注(29) 高臭素化物の分解に注意する。	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。	変更
	9	カラム 内径0.25～0.32mm、長さ25～60mの溶融シリカ製のキャピラリーカラム。	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。	変更
		PBDDs及びPBDFs測定用のカラムとしては、HP-5(HP社製)、DB-17,DB-1(J&W社製)、BPX-5(SGE社製)、CP-SiL88(クロムバック社製)、DB-5MS(J&W社製)、HT-8(SGE社製)	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	変更・追加
	17		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。	追加
	31	7) 電子加速電圧 : 30～70eV	7) 電子加速電圧 : 30～70V	修正
	38		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	追加
	40	カラム槽温度、注入口温度、キャリアーガス流量などを設定する。	ガスクロマトグラフの条件などを設定する。	変更
53	13	測定質量数	測定質量/電荷数(m/z)	変更
	15	二つ以上の選択イオンとロックマス用の選択イオンの質量数を設定する	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	追加・変更
	25	PBDFsはポリ臭化ジフェニルエーテル(M-2Br) ⁺ イオンの妨害を受けやすいので、HxBDE(643.5301)、HpBDE(721.4406)、OBDE(801.3491)などのモニターイオンを追加し、ポリ臭化ジフェニルエーテルの影響を確認しておく。	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。	変更
54	4	注 ⁽³³⁾ 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が波をうつなどの変動があった場合で、特に測定対象成分の出現位置においてこの現象が認められた場合には、正確にピークを捕らえていない可能性があり、大きな精度低下が生じているため、その化合物については定量してはならない。	注 ⁽³³⁾ 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。	変更
	10	表6 PBDDs及びPBDFs測定の設定質量数(モニターイオン)の例	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 HpBDDs OBDD HpBDFs OBDF ¹³ C ₁₂ OBDD ¹³ C ₁₂ HpBDF ¹³ C ₁₂ OBDF	変更・追加(高臭素化体)
	31	合計15点以上のデータを得る。	合計15点以上のデータをとる。	変更
55	6	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、相対感度(RRFcs)を算出する。第2節・表4に示した内標準物質の使用における測定対象の標準物質とそれに対応する内標準物質の例を表7に示す。	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。)	変更 表7 標準物質と内標準物質の対応例を附属書に移動
	10	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%以内でなければならない。	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するようにし、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。	変更

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
55	25	PBDFsはPBDEs(M-2Br)+イオンの妨害を受けやすいので、PBDEsのM+な	PBDFsはPBDEs(M-2Br)+イオンの妨害を受けやすいので、PBDEsのM+な	修正
	39	表8 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例	(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)	移動
56	3	検量線の確認 検量線作成用標準溶液を標準溶液を3.3のSIM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。	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。	
57	2	検量線の確認 検量線作成用標準溶液を標準溶液を3.3のSIM測定操作に従って測定し、	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	変更
57		表9 臭素原子の同位体存在比から推定されるイオン強度比 P62 表10 表11	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 表8 表9	修正
	22		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 HpBDD OBDD HpBDF OBDF	追加(高臭素化体)
58	24	ここに、Ci : 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1000倍。)	ここに、Ci : 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。)	修正
59	3	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0.5pg, 五臭素化物で2.5pg, 六臭素化物で10pg含む)	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)	変更・追加(高臭素化体)
	8	ここで得られた装置の検出下限が、四臭素化物で0.5pg, 五臭素化物で2.5pg, 六臭素化物で10pgより大きい時には、	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、	変更・追加(高臭素化体)
	33	測定方法の検出下限及び定量下限 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し、得られた試料における検出下限が評価しなければならない濃度の1/30以下になるようにする。	測定方法の検出下限及び定量下限 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。	変更
	36, 39		(0°C, 101.32kPa)	変更
61	20	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、四~六臭素化物(TeBDDs~HxBDDs及びTeBDFs~HxBDFs)の同族体濃度、それらの総和を記載する。	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。	変更・追加(高臭素化体)
	22	濃度表示方法の例を付表3及び付表4に示す。	濃度表示方法の例を付表4に示す。	変更
62	1	表10 PBDDs及びPBDFsの同族体及び異性体の表示方法 (四~六臭素化物)	表8PBDDs及びPBDFsの同族体及び化合物の表示方法 (四~八臭素化物)	変更
		表10の中で異性体	表8の中で化合物	変更
	25	表11 濃度の単位 底質 pg/g	表11 濃度の単位 底質 pg/g-dry	変更
	36		数値の取り扱い ただし、表示するけは、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。	追加
63	3	測定データの品質管理 測定精度の管理は、次による。	測定データの品質管理 測定データの品質管理は、次による。	

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
63	12	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 0.5pg, 五臭素化物で 2.5pg, 六臭素化物で 10pg含む)	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)	変更・追加(高臭素化物)
	17	ここで得られた装置の検出下限が, 四臭素化物で 0.5pg, 五臭素化物で 2.5pg, 六臭素化物で 10pgより大きい時には,	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,	変更・追加(高臭素化物)
	28	測定方法の検出下限及び定量下限 その試料における検出下限が評価されるべき濃度の1/30以下になるようにする。	測定方法の検出下限及び定量下限 さらに, 得られた結果より試料における検出下限及び定量下限を算出する。	変更
		表11 濃度の単位 ng/m3(0°C, 101.325kPa)	ng/m3(0°C, 101.32kPa)	変更
64	12	操作ブランク試験 試料の採取及び前処理に用いるのと同じ試薬などを同じ量用いて第2節及び第3節の操作を試料と同様に行う。 操作時の汚染に対して十分な管理がなされていれば毎回行わなくてもよいが	操作ブランク試験 試料の採取用と同一ロットの捕集剤など及び前処理に用いるのと同じ試薬などを用いて第2節及び第3節の操作を試料と同様に行う。 この試験は, 試薬のロットが変わるときなど一定の周期で定期的に行い, 操作時の汚染に対して十分な管理をしなければならない。	変更
	25	トラベルブランク試験 移送中に汚染が考えられる場合	トラベルブランク試験 試料採取から採取試料の運搬までに汚染が考えられる場合	変更
	26	その管理を十分しておけば毎回測定しなくてもよい。	汚染防止が確実に行われていることが確認できれば毎回行わなくてもよい。	変更
65	7	二重測定 排ガス・環境大気 2,3,7,8-位臭素置換の各異性体の検出下限の3倍以上の測定値について	二重測定 排ガス・環境大気 2,3,7,8-位臭素置換異性体の定量下限以上検出された化合物の測定値について,	変更
65	10	試料採取の操作について十分な管理が行われれば, 毎回二重測定用の試料採取を行わなくてもよいが,	試料採取の操作について十分な管理が行われれば, 上記の頻度で二重測定用の試料採取を行わなくてもよいが,	変更
	16	水質・土壌・底質・水生生物 2,3,7,8-位臭素置換の各異性体の検出下限の3倍以上の測定値について,	水質・土壌・底質・水生生物 2,3,7,8-位臭素置換異性体の定量下限以上検出された化合物の測定値について,	変更
	21		二重測定用の試料採取が不可能な場合および試料採取の操作について十分な管理が行われれば, 上記の頻度で二重測定用の試料採取を行わなくてもよいが, 十分な検討をしておき, 必要があればそのデータが提示できるようにしておく。	追加
	26	標準物質 測定値は, 採取試料と標準物質の測定結果を比較することによって得られるため, 測定値の信頼性を確保するためには, 可能な限りトレーサビリティの保障された標準物質を用いる必要がある。また, これらの標準液は, 溶媒の揮散や光分解などによる濃度変化がないようにガラス製の密閉容器に入れて冷暗所に保管し, 厳重な管理下で保管する。	標準物質 測定値の信頼性を確保するため, 国家計量標準にトレーサブル又は, 国家計量標準機関が認めた標準物質を用いて計量機器を定期的に校正する。また, これらの標準液は, 光分解や溶媒の揮散などによって濃度変化がないようにガラス製の密閉容器に入れて冷暗所に保管し, 厳重な管理下で保管する。	変更
(64)		(1)試料採取用機材の準備と採取		削除
68	32	質量分析計に質量校正用標準物質(ペルフルオロクロセン:PFK)を導入し, MSの	質量分析計に質量校正用標準物質(ペルフルオロクロセン:PFKなど)を導入し, 質量分析計の	追加・変更
69	3	フライアッシュの抽出液	濃度既知の抽出液	変更
	26		文字位置修正	修正
70	5	ガスクロマトグラフ質量分析計の操作条件 選択イオン検出のサンプリング周期は1秒以下にしなければならない。	ガスクロマトグラフ質量分析計の操作条件 クロマトグラムにおける単独成分ピークの最も幅の狭いピークであってもそのピークを構成する測定点が7点以上となるように選択イオン検出のサンプリングの周期を設定しなければならない。	変更
	16		検量線の作成 検量線は, 測定をはじめて開始するとき作成し, その後, 標準液が更新されるとき, 分析条件が変更されたときなど測定上の変更があった場合又は感度が大きく変動した場合に作成し直す。 測定の精度を維持するためには, 上記以外のときでも定期的に更新することが望ましい。どの程度で更新するかは, 測定条件, 装置の稼働状況などによってことなってくるので, 一定の期間又は, 一定の測定試料数などで決めておく。	追加

ページ(新)	行	旧マニュアル	新マニュアル	備考
70	24	装置の感度変動 1日1回以上の割合で、検量線における中間程度の濃度の標準溶液を測定して、	装置の感度変動 1日1回以上、定期的に1濃度以上の標準液を測定して	変更
	26	検量線作成時の相対感度に比べて±20%以内であることを確認し	検量線作成時の相対感度に比べて±10%以内であることを確認し	変更
71			付表1 PBDDs及びPBDFsのガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件の一例(1) キャリアーガス流量	追加
72			付表2 PBDDs及びPBDFsのガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件の一例(2) キャリアーガス流量	追加
73			付表3 PBDDs及びPBDFsのガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件の一例(3) キャリアーガス流量	追加
			[10～20mGCカラム使用例]	追加
74		付表4 測定結果の記載例(1)	付表4 測定結果の記載例	追加・統合 高臭素化物の追加と同族体と化合物を統合して表示
75		付表5 測定結果の記載例(2)		削除 旧付表4と5を統合
76		GC-MS測定分析条件 P77,78,79,80,81も同様	GC/MS測定分析条件	修正
78			参考資料3 PBDDs 及び PBDFs(標準溶液)クロマトグラムの一例(3)	追加(高臭素化体)
81			参考資料6 PBDDs 及び PBDFs(実試料:底質)クロマトグラムの一例(6)	追加(高臭素化体)
82			参考資料7 内標準物質の使用例 調製例の濃度を市販標準液濃度に変更	追加