

## ダイオキシン類に係る底質調査測定マニュアルの主な改訂点

項目	主な変更点
1 用語、略語の定義	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 用語・略語の定義を JIS K 0311 及び JIS K 0312 (2020) に合わせて見直した (相対感度、GC-MS、毒性等 [当] 量、塩素置換異性体、クロマトグラフ操作、2,2,4-トリメチルペンタン、校正用標準試料、選択イオンモニタリング等)。</li> </ul>
3 調査・測定方法	
3.1 調査・測定方法の概要	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 図-1 に再分析に係る矢印を追加した。</li> <li>○ 検量線の作成時に RRrs の変動係数 20 % 以上の確認を追加した。</li> <li>○ 二重測定の結果から TEQ の比較を削除した。</li> </ul>
3.2 試料における検出下限・定量下限	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 目標下限を固定値とせず、環境基準 (150 pg-TEQ/g) の 1/30 の濃度が検出できることとし、試料における個々の同族体下限値は毒性等量の計算例を記載した。</li> </ul>
4 調査方法	
4.2 試料採取	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 採泥時の記録から pH を削除した。</li> </ul>
4.3 分析試料の調製	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 試料の風乾温度を、室温から 30 °C に変更し、遠心分離などの処理を追加した。</li> <li>○ 「2~3 日ごとに秤量して、水分の減少がなくなったことを確かめる。」を削除した。</li> </ul>
4.4 その他の情報	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 必要に応じて分析する項目に酸化還元電位 (ORP) を追加した。</li> </ul>
5 測定分析方法	
5.1 測定分析方法の概要	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 記載の精製方法以外にも妥当性がとれている方法については使用を許可する旨を追加した。</li> <li>○ 硫黄除去に銅あるいは亜硫酸テトラブチルアンモニウム溶液を使用する旨を追加した。</li> <li>○ 図-9 に自動前処理法とわかる分析フローと硫黄処理を追加した。</li> </ul>
5.2 試薬	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ クリーンアップスパイク用内標準物質に、PCDDs・PCDFs については 2,3,7,8-位塩素置換異性体 17 種類、Co-PCBs についてはノンオルト体及びモノオルト体の 12 種類を指定した。</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 検量線作成用標準液の最低濃度を装置の検出下限の3倍から定量下限程度に変更した。</li> </ul>
5.3 器具及び装置	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 電気炉について、強熱減量の測定及び、アルミナの活性化に使用する旨を追加した。</li> <li>○ GCの資料導入部温度上限を280℃から300℃へ変更した。</li> </ul>
5.4 抽出	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 抽出時間を「16時間（100回程度）以上」に変更した。</li> <li>○ 抽出方法は、ソックスレー抽出（原理的にソックスレー抽出と同等のものを含む）のみに指定した。</li> </ul>
5.5 クリーンアップ	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 再測定の必要な場合があるため、抽出液の一部を保存する旨を追加した。</li> <li>○ 硫酸処理における抽出液の濃縮を5mLから3mLに変更した。</li> <li>○ 硫黄処理の記載場所を変更した。</li> <li>○ 窒素気流による濃縮操作について注意点を追加した。</li> <li>○ 活性炭シリカゲルのブランク確認及び洗浄について追加した。</li> <li>○ 亜硫酸テトラブチルアンモニウム溶液による硫黄除去の項を追加した。</li> </ul>
5.7 測定	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 検量線の作成時にS/N比の確認を追加した。</li> <li>○ 検量線の作成時にRRrsの変動係数20%以上の確認を追加した。</li> </ul>
5.8 同定及び定量	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 検量線の確認を追加した。</li> <li>○ 濃度計算における試料採取量を試料量（4.4で算出した乾燥減量で補正した量）に変更した。</li> <li>○ 試料における下限値の算出について、2,3,7,8-位塩素置換異性体及びCo-PCBs以外の化合物の算出方法を追加した。</li> </ul>
5.10 結果の報告	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 算出された濃度が試料における下限値未満か以上か確認する文章を追加した。</li> <li>○ 各同族体の濃度及び総和については、丸めていない濃度を合計し、数値を丸める手順を追加した。</li> <li>○ 表-12のCo-PCBsの並びを変更した。</li> </ul>
6 測定精度の管理	
6.2 測定データの信頼性の確保	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 内標準物質の回収率が規定の範囲外の時に、予備試料から抽出をやり直す旨の文章を追加した。</li> </ul>
6.4 精度管理に関する記録保管・報告	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 二重測定におけるTotal TEQの比較を削除した。</li> <li>○ GC-HRMS二重測定を削除した。</li> </ul>

底質のダイオキシン類簡易測定法マニュアルの主な改訂点

項目	主な改訂点
1 用語・略語の定義	
1.2 分析に係る用語、略語の定義	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 用語・略語の定義を JIS K 0311 及び JIS K 0312 (2020) に合わせて見直した (相対感度、GC-MS、毒性等 [当] 量、塩素置換異性体、クロマトグラフ操作、校正用標準試料、選択イオンモニタリング等)。</li> <li>○ GC-MS/MS を使用できるようにした。</li> </ul>
5 ダイオキシン類簡易測定方法の概要	
5.1 調査・測定方法の概要	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 図-4 に再分析に係る矢印を追加した。</li> <li>○ 再度前処理を行う際に、抽出又はクリーンアップからであることを明記した。</li> </ul>
11 同定及び定量	
11.5 濃度の算出	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 濃度計算における試料採取量を試料量 (底質マニュアル 4.4 に示された方法で算出した乾燥減量で補正した値) に変更した。</li> </ul>
12 結果の報告及び評価	<ul style="list-style-type: none"> <li>○ 表-14 の Co-PCBs の並びを変更した。</li> </ul>