

表2 26 SVOCsのMRM Transition

Group	SVOCs	Rt (min)	MRM Transitions	
			Qualitative	Quantitative
1	Triethyl Phosphate	4.290	183.00>99.00	183.00>127.00-183.00>155.00
	Tripropyl Phosphate	5.200	225.00>99.00	225.00>141.00-225.00>183.00
	TXIB	6.210	199.00>111.00	199.00>69.00-287.00>199.00
	Tributyl Phosphate	6.440	267.00>99.00	267.00>155.00-267.00>211.00
	Dibutyl Adipate	7.270	259.00>129.00	259.00>111.00-259.00>185.00
	Tris(2-Chloroethyl) Phosphate	7.300	285.00>99.00	285.00>161.00-287.00>99.00
	Tris(2-Chloroisopropyl) Phosphate I	7.570	327.00>99.00	327.00>175.00-329.00>99.00
	Tris(2-Chloroisopropyl) Phosphate II	7.680	327.00>99.00	327.00>175.00-329.00>99.00
	Dibutyl Phthalate	9.100	279.00>149.00	279.00>205.00-279.00>150.00
2	Tris(1,3-Dichloro-2-propyl) Phosphate	13.650	431.00>99.00	431.00>209.00-433.00>99.00
	Benzyl Butyl Phthalate	14.020	313.00>91.00	313.00>149.00
	Bis(2-Ethylhexyl) Adipate	14.550	371.00>129.00	371.00>101.00-371.00>147.00
	Tris(Butoxyethyl) Phosphate	14.660	399.00>199.00	399.00>101.00-399.00>299.00
	Triphenyl Phosphate	14.760	327.00>215.00	327.00>77.00-327.00>152.00
	2-Ethylhexyl Diphenyl Phosphate	15.050	363.00>251.00	251.00>77.00-251.00>153.00
	Tris(2-Ethylhexyl) Phosphate	15.410	435.00>99.00	435.00>113.00-435.00>211.00
3	Cresyl Diphenyl Phosphate I	15.910	341.00>91.00	341.00>152.00-341.00>165.00
	Cresyl Diphenyl Phosphate II	16.340	341.00>91.00	341.00>152.00-341.00>165.00
	Bis(2-Ethylhexyl) Phthalate	16.590	391.00>149.00	391.00>167.00-391.00>279.00
	Tricresyl Phosphate I	18.180	369.00>166.00	369.00>91.00-369.00>243.00
	Tricresyl Phosphate II	18.620	369.00>166.00	369.00>91.00-369.00>243.00
	Tricresyl Phosphate III	19.060	369.00>166.00	369.00>91.00-369.00>243.00
	Tricresyl Phosphate IV	19.510	369.00>166.00	369.00>91.00-369.00>243.00
	Di-n-octyl Phthalate	19.300	391.00>149.00	391.00>261.00
	Bis(2-Ethylhexyl) Telephthalate	19.540	279.00>167.00	279.00>71.00
	Diisononyl Adipate I-	18.130	399.00>129.00	399.00>111.00-399.00>255.00
	Hexamoll DINCH I-	19.550	425.00>155.00	425.00>281.00-425.00>140.00
	Diisodecyl Adipate I-	19.560	427.00>129.00	427.00>111.00-427.00>269.00
	Diisononyl Phthalate I-	20.570	419.00>149.00	419.00>127.00-419.00>275.00
	Trixylenyl Phosphate I-	21.100	411.00>194.00	411.00>105.00-411.00>179.00
	Diisodecyl Phthalate I-	21.860	447.00>149.00	447.00>289.00

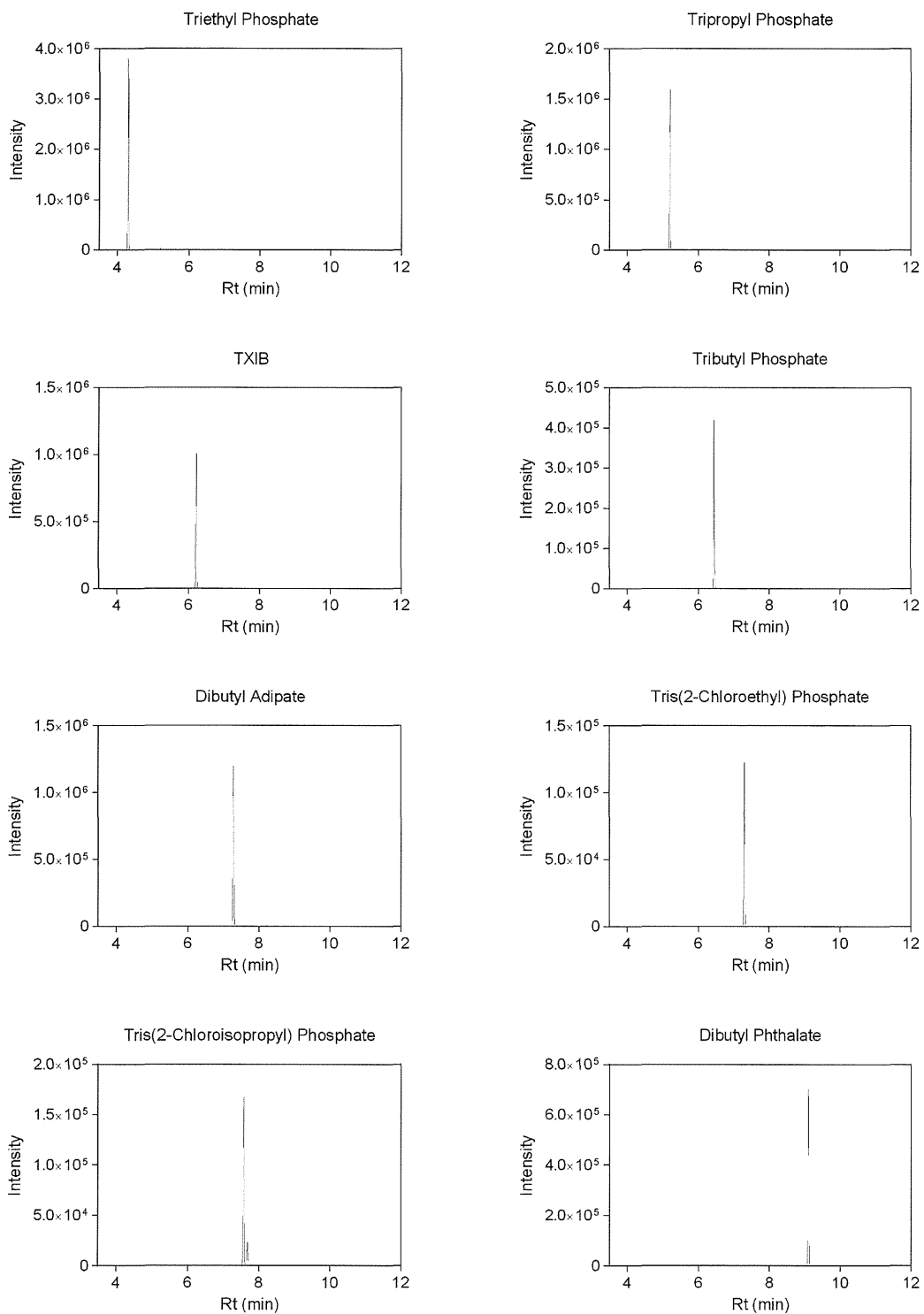


図2 対象とした可塑剤・難燃剤のCI-GC/MS/MS Chromatogram

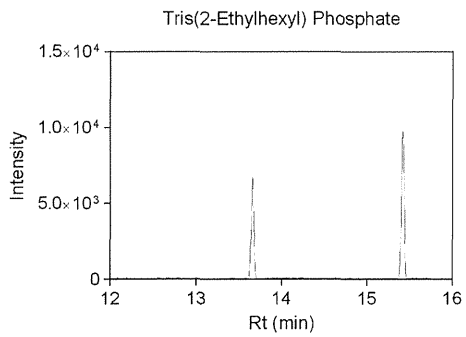
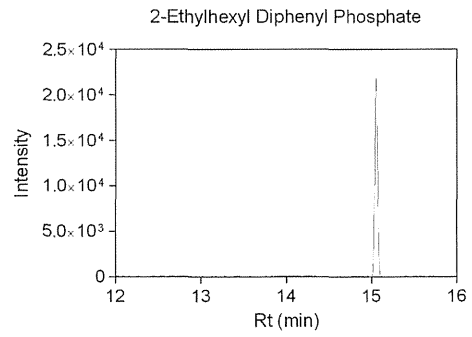
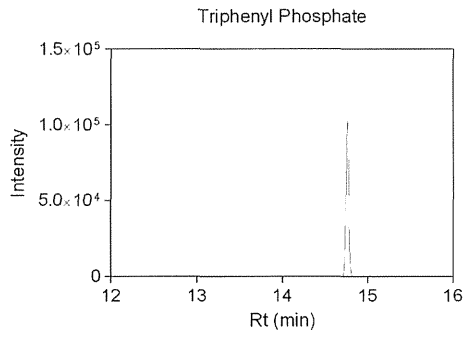
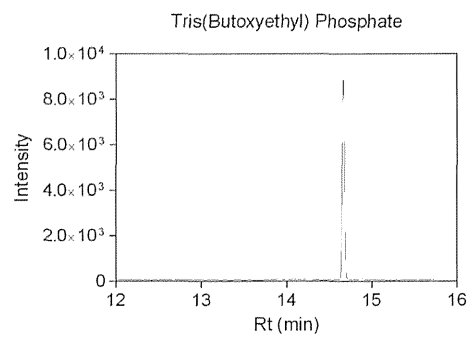
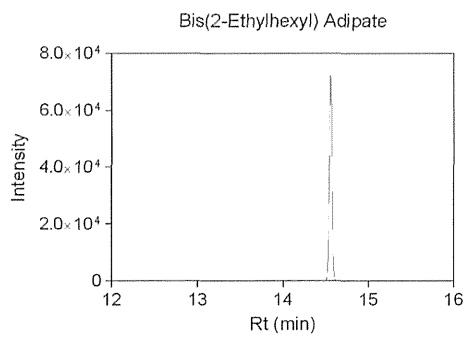
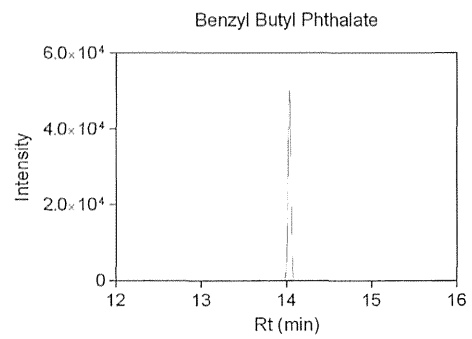
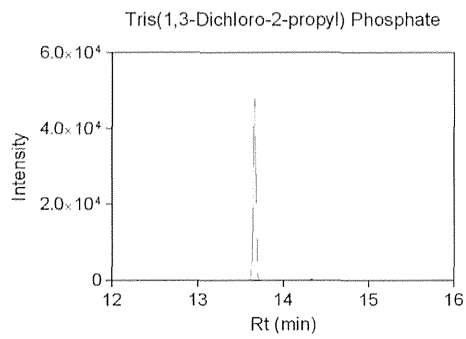


図2 対象とした可塑剤・難燃剤のCI-GC/MS/MS Chromatogram

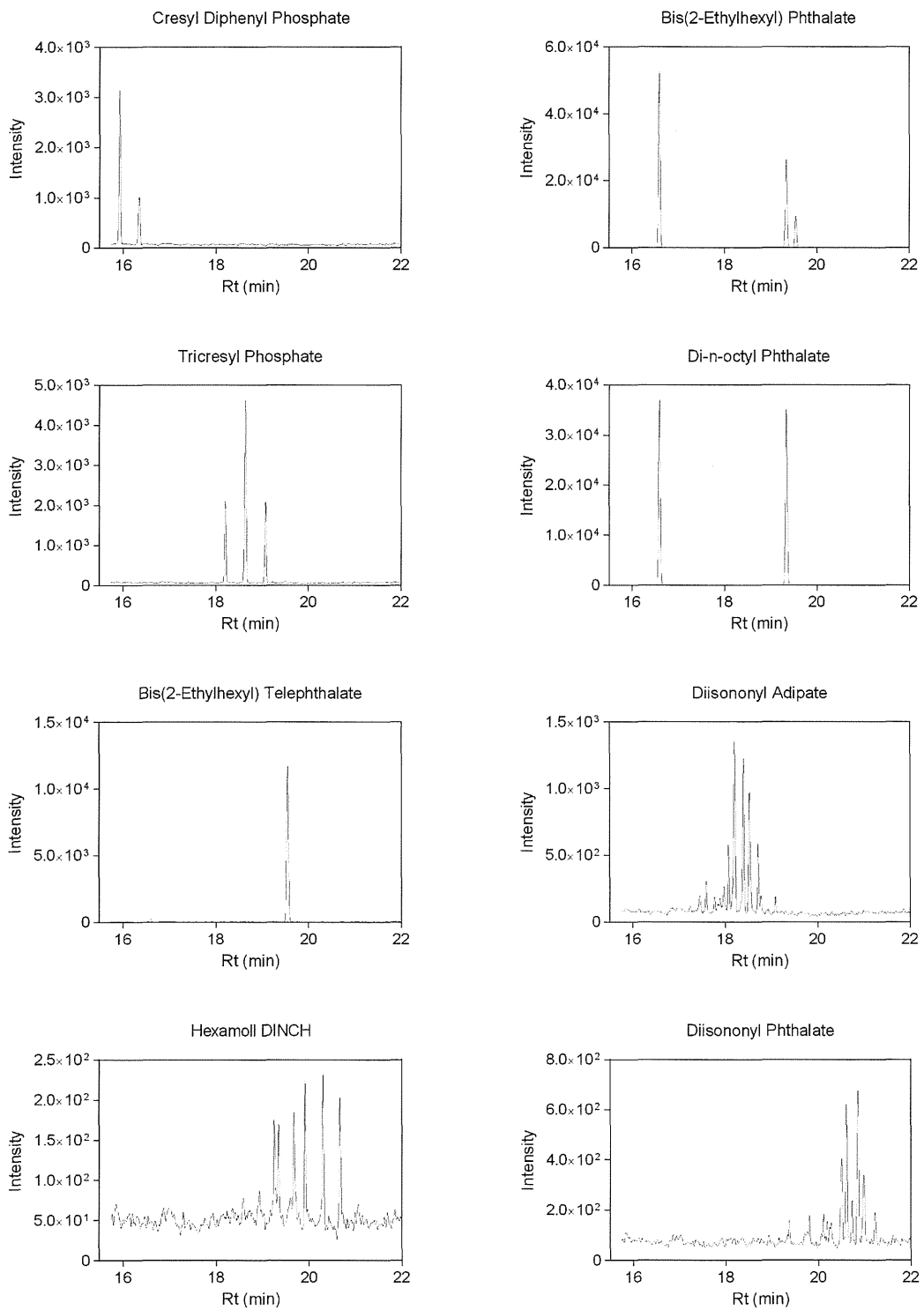


図2 対象とした可塑剤・難燃剤のCI-GC/MS/MS Chromatogram

表3 ハウスダスト中の難燃剤・可塑剤濃度

SVOCs	Concentrations in House Dust ( $\mu\text{g/g}$ Dust)													
	ID-1	ID-2	ID-3	ID-4	ID-5	ID-6	ID-7	ID-8	ID-9	ID-10	ID-11	ID-12	ID-13	ID-14
Triethyl Phosphate	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Tripropyl Phosphate	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
TXIB	0.9	0.6	0.8	2.0	2.3	0.6	2.0	4.8	0.8	0.6	0.2	0.4	0.7	0.6
Tributyl Phosphate	0.1	0.1	0.1	3.1	0.9	0.1	0.1	0.0	0.0	0.3	0.0	0.2	0.1	0.1
Dibutyl Adipate	<0.1	<0.1	<0.1	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.0	0.0	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Tris(2-Chloroethyl) Phosphate	0.5	1.5	0.3	27.6	1.6	24.2	0.0	0.7	0.2	53.6	7.1	1.0	0.6	0.9
Tris(2-Chloroisopropyl) Phosphate	0.5	21.8	0.5	8.3	2.2	3.2	0.4	1.1	1.0	1.8	<0.1	1.0	0.3	0.6
Tris(1,3-Dichloro-2-propyl) Phosphate	<0.1	8.0	<0.1	1.1	0.8	80.2	<0.1	<0.1	<0.1	3.2	0.1	36.2	<0.1	0.2
Benzyl Butyl Phthalate	1.3	2.5	8.1	27.2	9.4	60.6	2.9	4.0	9.3	193.3	6.0	12.0	0.7	11.8
Bis(2-Ethylhexyl) Adipate	68.7	34.1	92.4	0.2	24.7	277.5	6.7	58.7	8.7	213.1	2.2	149.9	5.1	214.4
Tris(Butoxyethyl) Phosphate	2.5	<0.1	261.6	21.3	7.1	6.0	6732.7	3462.4	64.4	2.6	<0.1	1.1	332.1	541.1
Triphenyl Phosphate	2.3	9.1	1.5	6.2	1.2	1.3	5.3	18.1	0.7	27.7	0.4	2.9	<0.1	1.0
2-Ethylhexyl Diphenyl Phosphate	<0.1	30.0	<0.1	6.2	5.2	<0.1	<0.1	3.0	<0.1	4.6	<0.1	0.5	<0.1	<0.1
Tris(2-Ethylhexyl) Phosphate	<0.1	0.1	<0.1	1.1	0.9	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.8	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
Di-n-octyl Phthalate	3.0	1.4	7.7	1.5	27.6	2.4	9.4	13.3	0.9	0.7	0.9	7.3	1.2	18.0
Bis(2-Ethylhexyl) Telephthalate	57.3	3.8	42.5	25.1	20.2	4.2	9.1	28.2	155.2	33.7	<0.1	7.1	10.0	15.2

＜平成 25 年度＞

## 一般家庭ハウスダスト中 PCB 濃度の実態調査

### A. 研究目的

家庭用品から室内環境中へ放出される化学物質として、沸点が 50-100℃ ～240-260℃の揮発性有機化合物 (VOC) に加えて、可塑剤や難燃剤として使用されるフタル酸エステル類やリン酸トリエステル類など沸点 240-260℃～400℃の準揮発性有機化合物 (SVOC) に対する関心が高まっている。室内空気中ではこれらの SVOC はガス状あるいは PM2.5 などの浮遊粒子状物質に吸着した状態 (粒子状) として存在する。また、その他にも、SVOC はハウスダストに吸着した状態で室内環境中に存在することが知られている。ハウスダストは乳幼児の “Hand - to - Mouth” 行動を介して直接的に SVOC の経口曝露媒体となること、ハウスダスト ↔ 室内空気 (ガス状 ↔ 粒子状) の間の分配によって室内空気中へ継続的に SVOC を放出する “Storage” として機能する可能性があることなどから、室内環境中での SVOC 曝露を把握する上でハウスダストは最も重要な媒体の一つである。

平成 23 年 1 月に染料・有機顔料製造者生態学毒性学協会から、ある種の有機顔料の製造工程において非意図的に PCB が生成されうるとの報告が公表され。これを受け、化成品工業協会加盟各社が自主的に調査した結果、非意図的な PCB の副生事例が存在することを確認した旨、平成 23 年 2 月 1 日に経済産業省に報告があった。この報告を受け、3 省 (厚生労働省, 経済産業省, 環境省) 合同の検討会が発足し、平成 24 年 3 月に第 1 回「有機顔料中に副生する PCB に関するリスク評価検討会」が開催された。

そこで本研究では家庭室内での PCB の

曝露経路となりうるハウスダスト中の PCB 異性体別濃度を把握し、検出された PCB の由来を推定するための基礎データを得ることを目的として、首都圏の一般家庭 10 軒から採取したハウスダストについて、ソックスレー抽出したのち、硫酸洗浄、DMSO 分配、及び多層シリカゲルクリーニングアップ法で精製し、ガスクロマトグラフ-高分解能質量分析計で、有機顔料 PCB 異性体を含む 63 異性体を個別定量した。

### B. 実験方法

#### B-1. 対象化合物

有機顔料由来の PCB 異性体を含む 63 異性体を測定対象化合物とした。表 1 に測定対象とした化合物リストを示す。

#### B-2. ハウスダストの採取

充電式ハンディクリーナー (リョービ社製, BHC1400) に接続可能で、ダスト捕集バッグ、バッグホルダー、接続チューブ等全てテフロン製の素材で構成されるサンプリングデバイスを作製した。ハンディクリーナー及びサンプリングデバイス (図 1) を用いて、居間及び寝室の床・棚などから偏りのないようハウスダストをサンプリングするよう調査協力者に依頼した。

#### B-3. ハウスダストの前処理方法

ハウスダストバッグからハウスダストを回収し、毛髪や動物の毛、紙くず、繊維、食べカス等の夾雑物を除き重量を測定した。試料全量をソックスレー抽出 (トルエン, 16 時間還流) した後、一部分取し、硫酸洗浄、DMSO 分配、多層シリカゲルクリーニングアップで精製した。内標準物質  $^{13}\text{C}_{12}$ -PCBs mix はソックスレー抽出液を一部分取後硫酸洗浄前に添加した。前処理方法の概略を図 2 に示す。抽出方法の検証と

して、ソックスレー抽出後の残渣について、ヘキサン分散後、追加抽出（硫酸洗浄）を行い、分析した。

#### B-4. GC-HRMS による定量

分析はガスクロマトグラフー高分解能質量分析計（GC-HRMS）にて SIM（Selected Ion Monitoring）法により行なった。分析機器ならびに分析条件を以下に示す。

ガスクロマトグラフ：

HP-6890 (Agilent Technologies 社製)

使用カラム：

HT8-PCB (SGE) fused silica capillary column (0.25 mm x 60 m)

カラム温度：120°C (1 min) - (20°C/min) - 180°C - (2°C/min) - 260°C - (5°C/min) - 300°C (4 min)

注入口温度温度：120°C - (100°C/min) - 310°C

試料導入法：オンカラム注入方式

試料注入量：2  $\mu$ L

高分解能質量分析計：

AutoSpec-Ultima (Waters/MICROMAS 社製)

分解能：10,000 以上

イオン化法：EI

イオン化電圧：30-40 V

イオン化電流：500  $\mu$ A

電子加速電圧：8 kV

イオン源温度：300°C

検出方法：ロックマス方式による SIM 法

なお、分析対象物質ならびに内部標準物質のモニターイオンを表 2 に示す。

#### B-5. 同定及び定量

PCBs のイオン強度の強い  $M^+$ ,  $(M+2)^+$ ,

$(M+4)^+$ ,  $(M+6)^+$  のイオンの内、塩化物ごとに測定対象物質と  $^{13}C_{12}$ -内標準物質について各々2つをモニターし、PCB 209 種混合標準品から判断し、すべての PCBs 異性体の溶出する位置に相当するピークで、各 2 つのイオンの面積比率が標準品とほぼ同じで、塩素原子の天然同位体比の理論値に対しても $\pm 15\%$ 以内のものを PCBs として同定した。

同定した PCB を、内標準物質の添加量を基準に相対感度を用いて、内標準法により  $S/N=3$  以上のピークについてピーク面積で定量した。

定量した PCB 異性体濃度を塩素数ごとに積算し同族体濃度 (MCBs~DeCB) とした。また、同族体濃度を積算して PCBs の合計濃度 (Total PCBs) とした。

同定、定量に用いた標準物質は Wellington Laboratories 製 (関東化学株式会社調製品) で表 3 に示す。

ハウスダストのソックスレー抽出ならびに分析・解析は株式会社 島津テクノリサーチで実施した。

### C. 結果と考察

#### C-1. 回収率

本研究においてサンプルの抽出等前処理の行程が分析精度に及ぼす影響を見極める目的で、試料のソックスレー抽出液に添加した内標準液の回収率 (クリーンアップスパイクの回収率) を求めた。結果を表 4 に示す。

クリーンアップスパイクの回収率の最小値は 43% (検体番号 9 の試料に添加した内標準物質  $^{13}C_{12}$ -HxCB #156) であったが、今回対象とした 10 検体全てに関して、添加した内標準 24 物質の 70%以上の物質が回収率 60%以上であり、回収率は良好であると判断した。

## C-2. 抽出方法の検証

本研究においてはソックスレー抽出及び抽出液の硫酸洗浄において抽出操作を実施している。ソックスレー抽出後の残渣について、PCB が残存していないことを確認するために、ソックスレー抽出後の残渣をヘキサン分散後、追加抽出（硫酸洗浄）を行い分析した。検体番号 5 についての結果を表 5 に示す。同族体濃度に関して、初回ソックスレー抽出液中 PCB 濃度に対する追加抽出溶液中 PCB 濃度の比は最高値でも 10%(TrCBs)であり、総 PCB の主成分である 2 塩素化体については 0.5%であったことから、本研究において実施した抽出行程は適切であったと判断した。

## C-3. ハウスダスト中 PCB 濃度

表 6 に操作ブランク、表 7 に測定結果を示す。測定結果についてはヒストグラムで図示した（図 4-図 7）。

本研究で調査した全ての家庭室内から総 PCB 濃度として 0.013  $\mu\text{g/g dust}$  から 0.059  $\mu\text{g/g dust}$  の濃度範囲で PCB が検出された（表 7, 図 4）。異性体を個別定量した結果では、有機顔料中に含まれる PCB の主成分である 2 塩素化体・PCB#11 の濃度が全ての検体において最も高く、総 PCB の 13%~76%の濃度で検出され、最高濃度は 0.045  $\mu\text{g/g dust}$  であった（表 7, 図 5）。特にハウスダスト中に 2 塩素化体・PCB#11 濃度が高かった ID 05 ならびに ID 06 の家庭では、聞き取り調査の結果、クレヨンや色鉛筆等の使用頻度が比較的高いと回答が得られたことから、これら画材による汚染によってハウスダスト中の濃度が他の家庭に比べて高かった可能性が考えられる。

「有機顔料中に副生する PCB に関するリスク評価検討会（厚生労働省, 経済産業省, 環境省）」でハウスダストを介する経口曝

露推定に採用されている濃度は Takigami らの論文<sup>2)</sup>からの引用値 0.022  $\mu\text{g/g dust}$  であるが、一般家庭においてその濃度の約 2 倍の濃度で PCB#11 が、また、約 2.6 倍の濃度で総 PCB が実際に経口曝露される可能性が明らかになった。今回の調査結果に基づいて、ハウスダスト中の総 PCB 濃度 0.059  $\mu\text{g/g dust}$  を採用し、曝露シナリオとして、乳幼児（体重 8.24 kg: H22 乳幼児調査からの MC 計算 8.24 $\pm$ 0.27 kg, Min=3, Max=12, 正規分布）が 1 日あたり 100 mg のハウスダストを摂取（Exposure to chemicals via house dust, RIVM 2008, 乳幼児の経口摂取量を採用）すると仮定してハウスダスト由来の曝露量を推定すると、7.16  $\times 10^{-4}$   $\mu\text{g/kg/day}$  となり、一日耐容摂取量（Tolerable Daily Intake: 0.02  $\mu\text{g/kg/day}$ ）と比較すると曝露マージンは 28 となることが示された。

## D. 結論

本研究では、家庭室内での PCB の曝露経路となりうるハウスダスト中の PCB 異性体別濃度を把握し、検出された PCB の由来を推定するための基礎データを得ることを目的として、首都圏の一般家庭 10 軒から採取したハウスダストについて、有機顔料 PCB 異性体を含む 63 異性体を個別定量した。その結果、全ての家庭から総 PCB 濃度として 0.013  $\mu\text{g/g dust}$  から 0.059  $\mu\text{g/g dust}$  の濃度範囲で PCB が検出された。異性体を個別定量した結果では、有機顔料中に含まれる PCB の主成分である 2 塩素化体・PCB#11 の濃度が全ての検体において最も高く、最高濃度は 0.045  $\mu\text{g/g dust}$  であった。

今回の調査結果に基づいて、ハウスダスト中の総 PCB 濃度 0.059  $\mu\text{g/g dust}$  を採用し、ハウスダスト由来の曝露量を推定すると、7.16  $\times 10^{-4}$   $\mu\text{g/kg/day}$  となり、一日耐容摂取量（Tolerable Daily Intake: 0.02



μg/kg/day) と比較すると曝露マージンは 28 となることが示された。

料を使用した製品の健康リスク評価の結果について (案) 平成 25 年 3 月 25 日 (厚生労働省 HP)

E. 健康危険情報  
なし

F. 研究発表  
論文発表  
なし  
学会発表  
なし

G. 知的財産権の出願・登録状況 (予定を含む)  
特許取得  
なし  
実用新案登録  
なし

H. 引用文献

- 1) 「有機顔料中に副生する PCB に関するリスク評価検討会」第一回会合の開催について.平成 24 年 3 月 16 日 (厚生労働省 HP)  
<http://www.mhlw.go.jp/stf/houdou/2r985200000259i4.html>
- 2) Brominated flame retardants and other polyhalogenated compounds in indoor air and dust from two houses in Japan. Takigami H, Suzuki G, Hirai Y, Sakai S. Chemosphere. 2009 Jun;76(2):270-277.
- 3) 有機顔料中に副生する PCB に関するリスク評価検討会 (第 3 回)  
<http://www.mhlw.go.jp/stf/shingi/2r9852000002yktn.html>  
配付資料  
資料 2-2 副生 PCB を含有する有機顔

表 1 分析対象の PCB 異性体

IUPAC No.	異性体名	IUPAC No.	異性体名
# 1	2-MCB	# 155	2,2',4,4',6,6'-HxCB
# 3	4-MCB	# 149	2,2',3,4',5',6'-HxCB
# 10	2,6-DiCB	# 153**	2,2',4,4',5,5'-HxCB
# 4	2,2'-DiCB	# 138**	2,2',3,4,4',5'-HxCB
# 8**	2,4'-DiCB	# 162	2,3,3',4',5,5'-HxCB
# 11	3,3'-DiCB	# 156	2,3,3',4,4',5-HxCB★★
# 12	3,4-DiCB	# 157	2,3,3',4,4',5'-HxCB★★
# 15	4,4'-DiCB	# 167	2,3',4,4',5,5'-HxCB★★
# 19	2,2',6-TrCB	# 169	3,3',4,4',5,5'-HxCB★
# 18	2,2',5-TrCB	# 188	2,2',3,4',5,6,6'-HpCB
# 31	2,4',5-TrCB	# 187**	2,2',3,4',5,5',6'-HpCB
# 28**	2,4,4'-TrCB	# 174**	2,2',3,3',4,5,6'-HpCB
# 33	2',3,4-TrCB	# 180**	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB★★★
# 38	3,4,5-TrCB	# 170	2,2',3,3',4,4',5-HpCB★★★
# 35	3,3',4-TrCB	# 189	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB★★
# 37	3,4,4'-TrCB	# 202	2,2',3,3',5,5',6,6'-OCB
# 54	2,2',6,6'-TeCB	# 200	2,2',3,3',4,5,6,6'-OCB
# 52**	2,2',5,5'-TeCB	# 203	2,2',3,4,4',5,5',6-OCB
# 49	2,2',4,5'-TeCB	# 195	2,2',3,3',4,4',5,6-OCB
# 44	2,2',3,5'-TeCB	# 194	2,2',3,3',4,4',5,5'-OCB
# 57	2,3,3',5-TeCB	# 205	2,3,3',4,4',5,5',6-OCB
# 74	2,4,4',5-TeCB	# 208	2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NCB
# 70	2,3',4',5-TeCB	# 206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-NCB
# 66	2,3',4,4'-TeCB	# 209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-DeCB
# 79	3,3',4,5'-TeCB		
# 78	3,3',4,5-TeCB		
# 81	3,4,4',5-TeCB★		
# 77	3,3',4,4'-TeCB★		
# 104	2,2',4,6,6'-PeCB		
# 95	2,2',3,5',6-PeCB		
# 101**	2,2',4,5,5'-PeCB		
# 99	2,2',4,4',5-PeCB		
# 87	2,2',3,4,5'-PeCB		
# 110	2,3,3',4',6-PeCB		
# 105	2,3,3',4,4'-PeCB★★		
# 114	2,3,4,4',5-PeCB★★		
# 118**	2,3',4,4',5-PeCB★★		
# 123	2',3,4,4',5-PeCB★★		
# 126	3,3',4,4',5-PeCB★		

(★ : non-ortho-PCBs    ★★ : mono-ortho-PCBs    ★★★ : di-ortho-PCBs    \*\*:major-PCBs)

表 2 設定質量／電荷数 (モニターイオン)

	塩素置換体	$M^+$	$(M+2)^+$	$(M+4)^+$	$(M+6)^+$
分析対象物質	MCBs	188.0393	190.0363		
	DiCBs	222.0003	223.9975		
	TrCBs	255.9613	257.9585		
	TeCBs	289.9224	291.9195		
	PeCBs		325.8805	327.8776	
	HxCBs		359.8415	361.8386	
	HpCBs		393.8025	395.7996	
	OCBs		427.7636	429.7606	
	NCBs		461.7246	463.7217	
	DeCB			497.6827	499.6798
内標準物質	$^{13}\text{C}_{12}$ -MCB	200.0795	202.0766		
	$^{13}\text{C}_{12}$ -DiCBs	234.0406	236.0376		
	$^{13}\text{C}_{12}$ -TrCBs	268.0016	269.9987		
	$^{13}\text{C}_{12}$ -TeCBs	301.9626	303.9597		
	$^{13}\text{C}_{12}$ -PeCBs		337.9207	339.9178	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -HxCB		371.8817	373.8788	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -HpCB		405.8428	407.8398	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -OCB		439.8038	441.8008	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -NCB		473.7648	475.7619	
	$^{13}\text{C}_{12}$ -DeCB			509.7229	511.7199

表 3 PCB 標準物質及び内標準物質 (1/3)

標準物質		内標準物質	
IUPAC		IUPAC	
# 1	2-MCB		
# 3	4-MCB	# 3	$^{13}\text{C}_{12}$ -4-MCB
# 10	2,6-DiCB		
# 4	2,2'-DiCB	# 9	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,5-DiCB (シリンジ スパイク)
# 8 **	2,4'-DiCB	# 8 **	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DiCB
# 11	3,3'-DiCB		
# 12	3,4-DiCB		
# 15	4,4'-DiCB		
# 19	2,2',6-TrCB	# 19	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',6-TrCB (シリンジ スパイク)
# 18	2,2',5-TrCB		
# 31	2,4',5-TrCB	# 31	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4',5-TrCB
# 28**	2,4,4'-TrCB	# 28**	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,4'-TrCB
# 33	2',3,4-TrCB		
# 38	3,4,5-TrCB		
# 35	3,3',4-TrCB		
# 37	3,4,4'-TrCB		
# 54	2,2',6,6'-TeCB		
# 52**	2,2',5,5'-TeCB	# 52**	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',5,5'-TeCB
# 49	2,2',4,5'-TeCB		
# 44	2,2',3,5-TeCB		
# 57	2,3,3',5-TeCB		
# 74	2,4,4',5-TeCB		
# 70	2,3',4',5-TeCB	# 70	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TeCB (シリンジ スパイク)
# 66	2,3',4,4'-TeCB		
# 79	3,3',4,5'-TeCB	# 79	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,5'-TeCB (サンプリング スパイク) *
# 78	3,3',4,5-TeCB		
# 81	3,4,4',5-TeCB★	# 81	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB★
# 77	3,3',4,4'-TeCB★	# 77	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB★

(★: non-ortho-PCBs ★★: mono-ortho-PCBs ★★★: di-ortho-PCBs \*\*: major-PCBs)

\*  $^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,5'-TeCB (#79)は、ガス・大気採取時のサンプリングスパイクとして使用するため、GC-MS用の標準溶液に含まれているが、今回の分析では、サンプリングスパイクは不要なので、 $^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,5'-TeCB (#79)を試料に添加していない。

表 3 PCB 標準物質及び内標準物質 (2/3)

標準物質		内標準物質	
IUPAC		IUPAC	
# 104	2,2',4,6,6'-PeCB		
# 95	2,2',3,5',6-PeCB		
# 101**	2,2',4,5,5'-PeCB	# 101**	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',4,5,5'-PeCB
# 99	2,2',4,4',5-PeCB		
# 87	2,2',3,4,5-PeCB		
# 110	2,3,3',4',6-PeCB		
		# 111	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',5,5'-PeCB (シリジ' スパイク)
# 105	2,3,3',4,4'-PeCB★★	# 105	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4'-PeCB★★
# 114	2,3,4,4',5-PeCB★★	# 114	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,4,4',5-PeCB★★
# 118**	2,3',4,4',5-PeCB★★	# 118**	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3',4,4',5-PeCB★★
# 123	2',3,4,4',5-PeCB★★	# 123	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2',3,4,4',5-PeCB★★
# 126	3,3',4,4',5-PeCB★	# 126	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,3',4,4',5-PeCB★

(★: non-ortho-PCBs   ★★: mono-ortho-PCBs   ★★★: di-ortho-PCBs   \*\*: major-PCBs)

\* <sup>13</sup>C<sub>12</sub>-3,3',4,5'-TeCB (#79)は、ガス・大気採取時のサンプリングスパイクとして使用するため、GC-MS 用の標準溶液に含まれているが、今回の分析では、サンプリングスパイクは不要なので、<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-3,3',4,5'-TeCB (#79)を試料に添加していない。

表 3 標準物質及び内標準物質 (3/3)

標準物質		内標準物質	
IUPAC		IUPAC	
# 155	2,2',4,4',6,6'-HxCB		
# 149	2,2',3,4',5',6'-HxCB		
# 153**	2,2',4,4',5,5'-HxCB	# 153**	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',4,4',5,5'-HxCB
# 138**	2,2',3,4,4',5'-HxCB	# 138**	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,4,4',5'-HxCB (シリジ <sup>o</sup> スパ <sup>o</sup> イク)
# 162	2,3,3',4',5,5'-HxCB		
# 156	2,3,3',4,4',5-HxCB★★	# 156	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5-HxCB★★
# 157	2,3,3',4,4',5'-HxCB★★	# 157	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5'-HxCB★★
# 167	2,3',4,4',5,5'-HxCB★★	# 167	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3',4,4',5,5'-HxCB★★
# 169	3,3',4,4',5,5'-HxCB★	# 169	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -3,3',4,4',5,5'-HxCB★
# 188	2,2',3,4',5,6,6'-HpCB		
# 187**	2,2',3,4',5,5',6'-HpCB	# 178	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',5,5',6'-HpCB (シリジ <sup>o</sup> スパ <sup>o</sup> イク)
# 174**	2,2',3,3',4,5,6'-HpCB		
# 180**	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB★★★	# 180**	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB★★★
# 170	2,2',3,3',4,4',5'-HpCB★★★	# 170	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5'-HpCB★★★
# 189	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB★★	# 189	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB★★
# 202	2,2',3,3',5,5',6,6'-OCB		
# 200	2,2',3,3',4,5,6,6'-OCB		
# 203	2,2',3,4,4',5,5',6-OCB		
# 195	2,2',3,3',4,4',5,6-OCB		
# 194	2,2',3,3',4,4',5,5'-OCB	# 194	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5'-OCB
# 205	2,3,3',4,4',5,5',6-OCB	# 205	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,3,3',4,4',5,5',6-OCB (シリジ <sup>o</sup> スパ <sup>o</sup> イク)
# 208	2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NCB		
# 206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-NCB	# 206	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5',6-NCB
# 209	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-DeCB	# 209	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-DeCB

(★: non-ortho-PCBs   ★★: mono-ortho-PCBs   ★★★: di-ortho-PCBs   \*\*: major-PCBs)

表 4 クリーンアップスパイクの回収率 (1/2)

検体番号	1	2	3	4	5
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #81	75%	102%	84%	96%	107%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #77	74%	103%	87%	102%	112%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #126	95%	117%	79%	101%	117%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #169	82%	105%	72%	51%	98%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #123	87%	55%	66%	53%	53%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #118	73%	86%	72%	112%	89%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #114	84%	103%	66%	89%	99%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #105	94%	116%	75%	100%	104%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #167	83%	110%	69%	97%	101%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #156	74%	94%	68%	90%	99%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #157	80%	100%	70%	91%	91%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #189	61%	77%	76%	83%	81%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -MCB #3	62%	64%	63%	67%	78%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -DiCB #8	66%	73%	75%	77%	84%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TrCB #31	70%	96%	67%	64%	67%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TrCB #28	66%	88%	65%	63%	65%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #52	67%	74%	74%	74%	78%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #101	87%	83%	78%	82%	83%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #153	88%	138%	79%	105%	112%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #170	53%	63%	67%	54%	88%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #180	60%	64%	71%	87%	89%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -OCB #194	59%	63%	72%	80%	71%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -NCB #206	57%	67%	70%	69%	67%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -DeCB #209	48%	63%	44%	56%	46%

表 4 クリーンアップスパイクの回収率 (2/2)

検体番号	6	7	8	9	10
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #81	107%	98%	103%	92%	99%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #77	112%	105%	104%	95%	100%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #126	113%	83%	98%	115%	83%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #169	97%	80%	89%	89%	88%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #123	54%	55%	51%	86%	93%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #118	94%	75%	86%	92%	89%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #114	96%	70%	91%	112%	74%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #105	106%	81%	96%	114%	86%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #167	103%	77%	88%	100%	71%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #156	97%	76%	80%	43%	73%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #157	100%	77%	80%	85%	74%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #189	89%	78%	94%	86%	103%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -MCB #3	75%	72%	71%	71%	70%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -DiCB #8	87%	77%	76%	73%	85%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TrCB #31	72%	61%	70%	64%	81%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TrCB #28	71%	57%	70%	65%	79%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -TeCB #52	82%	68%	77%	69%	78%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -PeCB #101	93%	78%	77%	104%	86%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HxCB #153	116%	84%	109%	109%	87%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #170	83%	73%	78%	63%	79%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -HpCB #180	96%	81%	81%	72%	83%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -OCB #194	78%	76%	81%	75%	93%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -NCB #206	75%	77%	88%	78%	83%
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -DeCB #209	50%	58%	85%	84%	68%



表5 抽出方法の検証結果 (1/3)

	5のソックスレー 抽出残渣からの追 加抽出(硫酸洗 浄)	5(再掲)
試料量	10.7g	10.7g
単位	ng/g	ng/g
MCBs	0.01	0.40
DiCBs	0.24	45
TrCBs	0.23	2.4
TeCBs	0.16	2.4
PeCBs	0.11	2.7
HxCBs	0.07	2.6
HpCBs	0.05	1.6
OCBs	<0.01	0.23
NCBs	<0.01	0.04
DeCB	<0.01	2.1
Total PCBs	0.87	59
3,4,4',5-TeCB #81	<0.01	<0.01
3,3',4,4'-TeCB #77	<0.01	0.03
3,3',4,4',5-PeCB #126	<0.01	<0.01
3,3',4,4',5,5'-HxCB #169	<0.01	<0.01
2',3,4,4',5-PeCB #123	<0.01	<0.01
2,3',4,4',5-PeCB #118	0.01	0.18
2,3,3',4,4'-PeCB #105	<0.01	0.08
2,3,4,4',5-PeCB #114	<0.01	<0.01
2,3',4,4',5,5'-HxCB #167	<0.01	0.01
2,3,3',4,4',5-HxCB #156	<0.01	0.03
2,3,3',4,4',5'-HxCB #157	<0.01	<0.01
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB #189	<0.01	<0.01
定量下限		
MCBs	0.01	0.01
DiCBs	0.01	0.01
TrCBs	0.01	0.01
TeCBs	0.01	0.01
PeCBs	0.01	0.01
HxCBs	0.01	0.01
HpCBs	0.01	0.01
OCBs	0.01	0.01
NCBs	0.01	0.01
DeCB	0.01	0.01

表 5 抽出方法の検証結果 (2/3)

	5 のソックスレー 抽出残渣からの追 加抽出 (硫酸洗 浄)	5 (再掲)
試料量	10.7g	10.7g
単位	ng/g	ng/g
2-MCB #1	<0.01	0.02
4-MCB #3	<0.01	0.08
2,6-DiCB #10	<0.01	<0.01
2,2'-DiCB #4	0.01	<0.01
2,4'-#8/2,3-DiCB #5	0.04	<0.01
3,3'-DiCB #11	0.18	45
3,4'-#13/3,4-DiCB #12	<0.01	<0.01
4,4'-DiCB #15	<0.01	<0.01
2,2',6-TrCB #19	<0.01	0.02
2,2',5-TrCB #18	0.05	0.29
2,4',5-TrCB #31	0.03	0.27
2,4,4'-TrCB #28	0.03	0.31
2,3,3'-#20/2',3,4-TrCB #33	0.02	0.25
3,4,5-TrCB #38	<0.01	<0.01
3,3',4-TrCB #35	<0.01	0.36
3,4,4'-TrCB #37	<0.01	0.13
2,2',6,6'-TeCB #54	<0.01	<0.01
2,2',5,5'-#52/2,3',4,6-TeCB #69	0.03	0.59
2,2',3,5'-#43/2,2',4,5'-TeCB #49	0.01	0.17
2,2',3,5'-TeCB #44	0.01	0.2
2,3,3',5-TeCB #57	<0.01	<0.01
2,4,4',5-TeCB #74	<0.01	0.1
2,3',4',5-TeCB #70	0.02	0.22
2,3',4,4'-TeCB #66	0.02	0.17
3,3',4,5'-TeCB #79	<0.01	<0.01
3,3',4,5-TeCB #78	<0.01	<0.01

表 5 抽出方法の検証結果 (3/3)

	5のソックスレー 抽出残渣からの追 加抽出(硫酸洗 浄)	5(再掲)
試料量	10.7g	10.7g
単位	ng/g	ng/g
2,2',4,6,6'-PeCB #104	<0.01	0.11
2,2',3',4,6- #98/2,2',3,5',6-PeCB #95	0.02	0.37
2,2',4,5,5'-PeCB #101	0.02	0.29
2,2',4,4',5-PeCB #99	<0.01	0.13
2,2,3,4,5'- #87/2,3,4,4',6- PeCB #115	<0.01	0.18
2,3',4,5,5'- #120/2,3,3',4',6-PeCB #110	0.02	0.29
2,2',4,4',6,6'-HxCB #155	0.01	1.1
2,2',3,4',5',6- #149/2,2',3,4,4',6-HxCB #139	<0.01	0.26
2,2',4,4',5,5'-HxCB #153	0.01	0.23
2,2',3,4,4',5'-HxCB #138	0.01	0.16
2,3,3',4',5,5'-HxCB #162	<0.01	0.03
2,2',3,4',5,6,6'-HpCB #188	<0.01	<0.01
2,2',3,4,4',5,6'- #182/2,2',3,4',5,5',6-HpCB #187	<0.01	0.09
2,2',3,3',4,5,6'-HpCB #174	<0.01	0.04
2,2',3,4,4',5,5'-HpCB #180	<0.01	0.13
2,2',3,3',4,4',5'-HpCB #170	<0.01	0.06
2,2',3,3',5,5',6,6'-OCB #202	<0.01	<0.01
2,2',3,3',4,5,6,6'-OCB #200	<0.01	<0.01
2,2',3,4,4',5,5',6-OCB #203	<0.01	0.03
2,2',3,3',4,4',5,6-OCB #195	<0.01	<0.01
2,2',3,3',4,4',5,5'-OCB #194	<0.01	0.02
2,3,3',4,4',5,5',6-OCB #205	<0.01	<0.01
2,2',3,3',4,5,5',6,6'-NCB #208	<0.01	<0.01
2,2',3,3',4,4',5,5',6-NCB #206	<0.01	0.02
2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-DeCB #209	<0.01	2.1

表6 操作ブランク (1/3)

試料量	3gとして計算	5gとして計算	10gとして計算
単位	ng/g	ng/g	ng/g
MCBs	<0.03	<0.02	<0.01
DiCBs	0.18	0.11	0.06
TrCBs	0.22	0.13	0.07
TeCBs	0.38	0.23	0.12
PeCBs	0.25	0.15	0.08
HxCBs	<0.03	<0.02	<0.01
HpCBs	<0.03	<0.02	<0.01
OCBs	<0.03	<0.02	<0.01
NCBs	<0.03	<0.02	<0.01
DeCB	<0.03	<0.02	<0.01
Total PCBs	1.0	0.62	0.31
3,4,4',5'-TeCB #81	<0.03	<0.02	<0.01
3,3',4,4'-TeCB #77	<0.03	<0.02	<0.01
3,3',4,4',5'-PeCB #126	<0.03	<0.02	<0.01
3,3',4,4',5,5'-HxCB #169	<0.03	<0.02	<0.01
2',3,4,4',5'-PeCB #123	<0.03	<0.02	<0.01
2,3',4,4',5'-PeCB #118	<0.03	<0.02	<0.01
2,3,3',4,4'-PeCB #105	<0.03	<0.02	<0.01
2,3,4,4',5'-PeCB #114	<0.03	<0.02	<0.01
2,3',4,4',5,5'-HxCB #167	<0.03	<0.02	<0.01
2,3,3',4,4',5'-HxCB #156	<0.03	<0.02	<0.01
2,3,3',4,4',5'-HxCB #157	<0.03	<0.02	<0.01
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB #189	<0.03	<0.02	<0.01
定量下限			
MCBs	0.03	0.02	0.01
DiCBs	0.03	0.02	0.01
TrCBs	0.03	0.02	0.01
TeCBs	0.03	0.02	0.01
PeCBs	0.03	0.02	0.01
HxCBs	0.03	0.02	0.01
HpCBs	0.03	0.02	0.01
OCBs	0.03	0.02	0.01
NCBs	0.03	0.02	0.01
DeCB	0.03	0.02	0.01