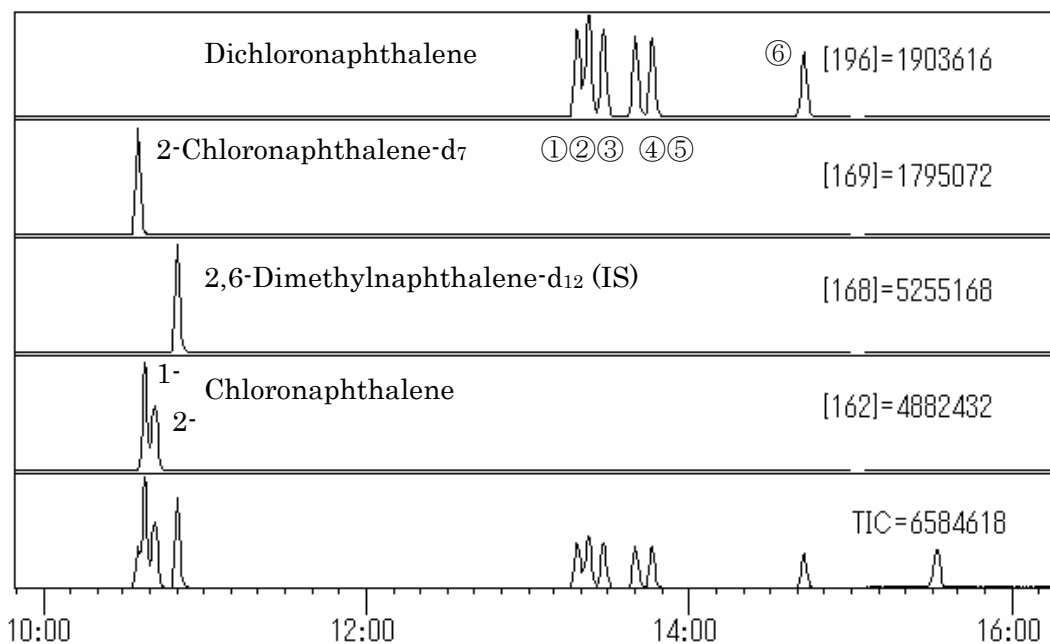


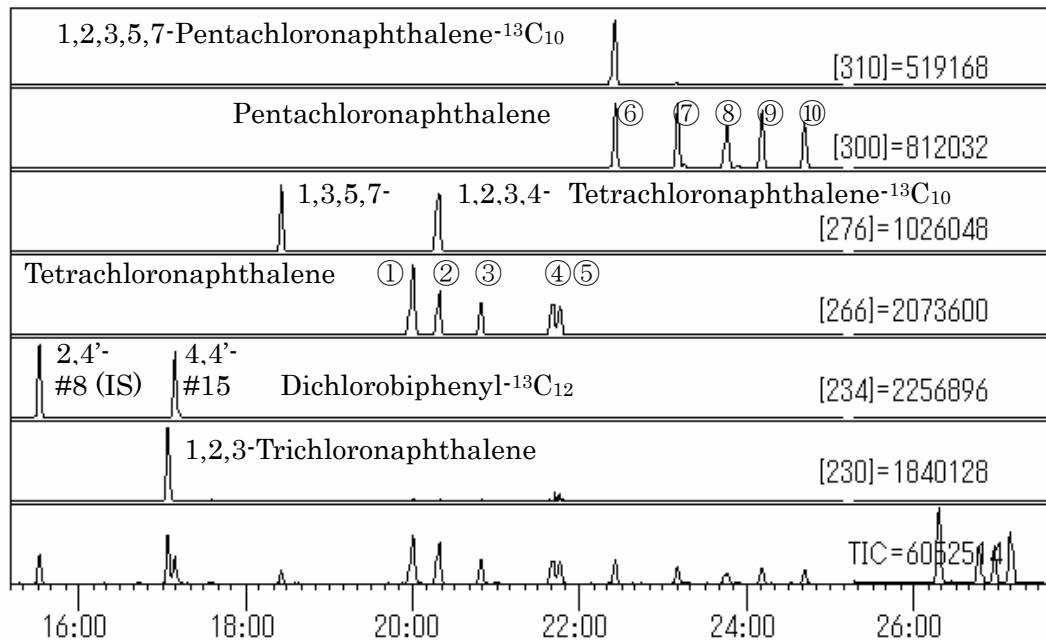
Std-2 1ng/0.1ml IS:10pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



PCNs (グループ 1 : 1 ~ 2 塩化物)

①1,4- ②1,5- ③2,7- ④1,2- ⑤2,3- ⑥1,8- Dichloronaphthalene

Std-2 1ng/0.1ml IS:10pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



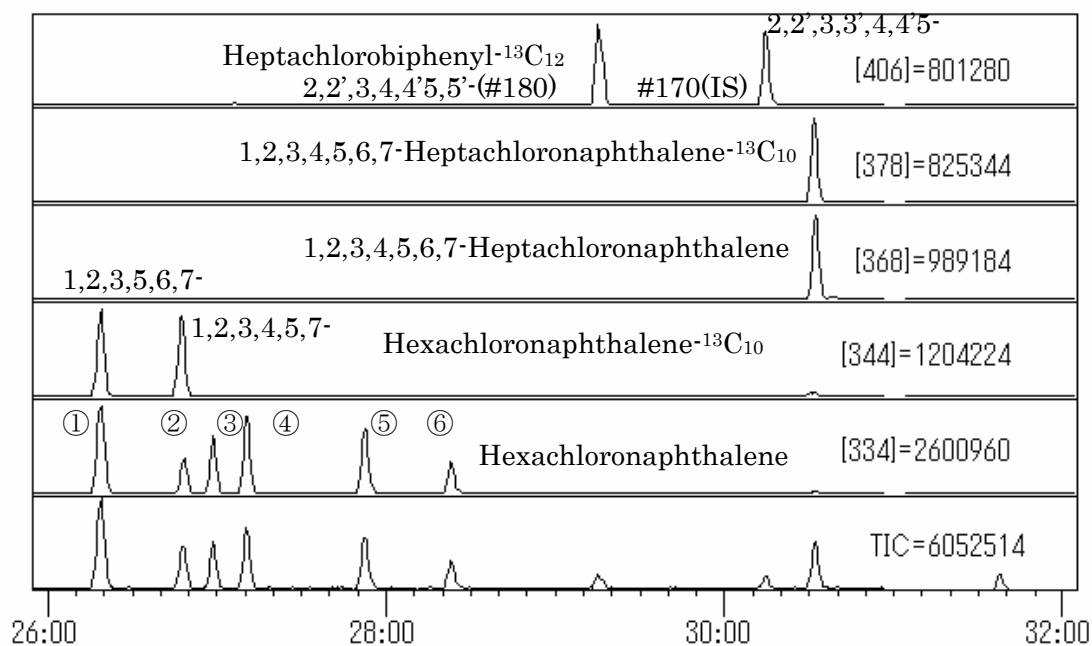
PCNs (グループ 2 : 3 ~ 5 塩化物)

①1,2,3,5-/1,2,5,6- ②1,2,3,4- ③2,3,6,7- ④1,4,5,8- ⑤1,2,3,8-Tetrachloronaphthalene  
 ⑥1,2,3,5,7- ⑦1,2,3,4,6- ⑧1,2,3,6,7- ⑨1,2,3,5,8- ⑩1,2,3,4,5-Pentachloronaphthalene

注 : 1,2,3,4-TeCN-<sup>13</sup>C<sub>10</sub>は、GPCで吸着傾向のため、②の定量のみに使用

図47-1 PCNs標準品のSIMクロマトグラム (濃度 : 10pg、DB5-MS、0.32mm、60m、0.25 μ m)

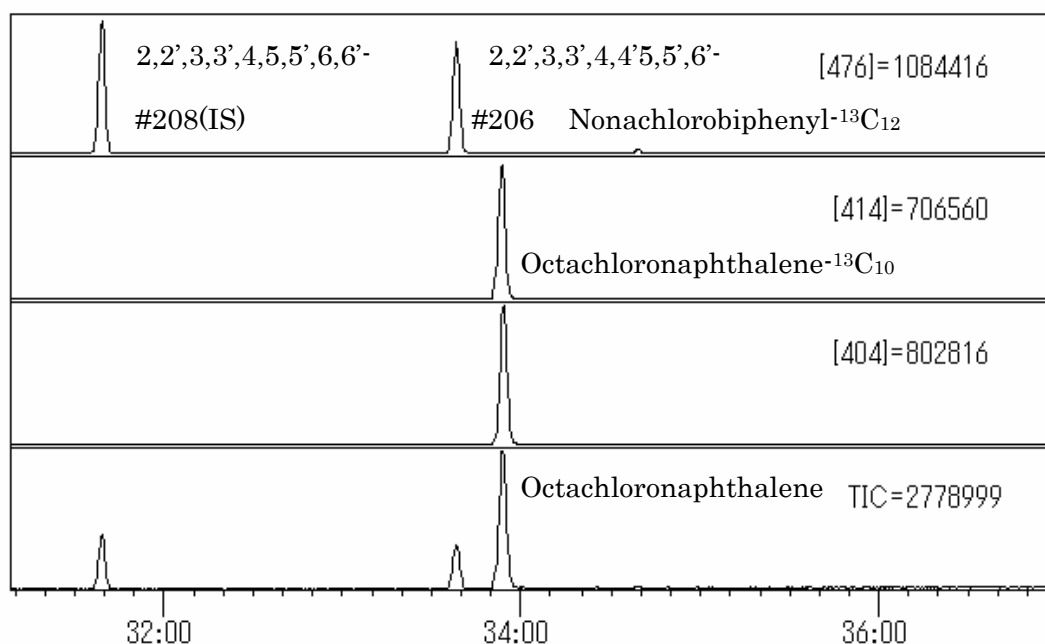
Std-2 1ng/0.1ml IS:10pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



PCNs (グループ 3 : 6 ~ 7 塩化物)

- ①1,2,3,5,6,7-/1,2,3,4,6,7- ②1,2,3,5,6,8- ③1,2,3,5,7,8-  
 ④1,2,4,5,7,8-/1,2,4,5,6,8- ⑤1,2,3,4,5,6- ⑥1,2,3,6,7,8-

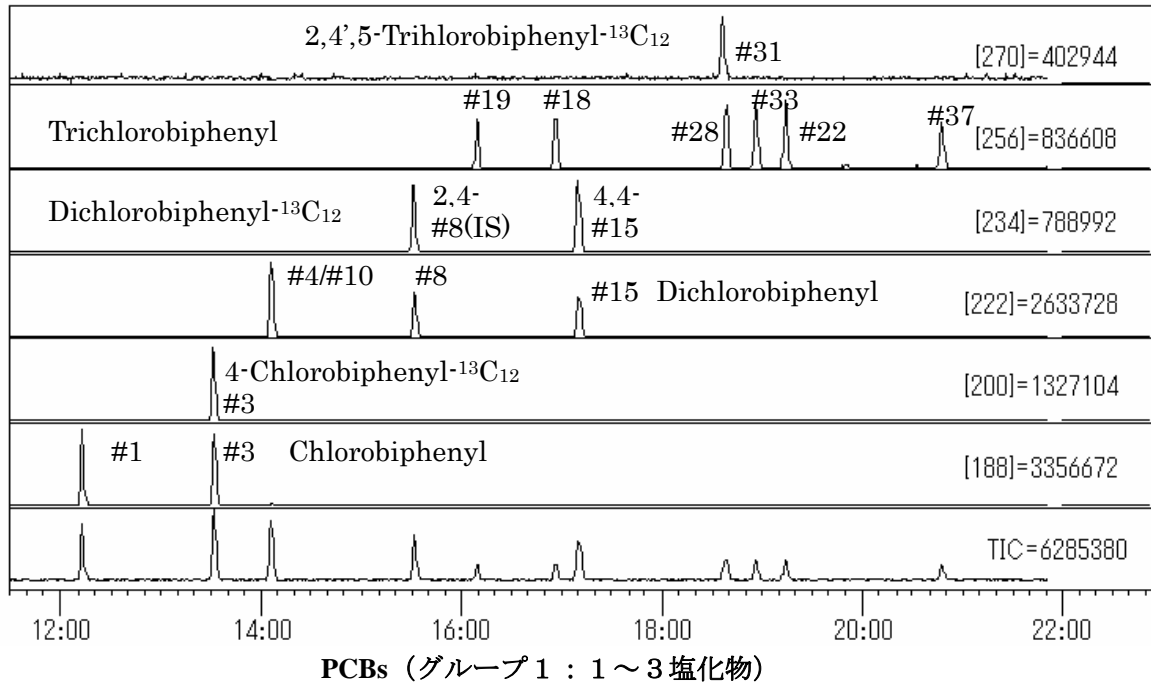
Std-2 1ng/0.1ml IS:10pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



PCNs (グループ 4 : 8 塩化物)

図47-2 PCNs標準品のSIMクロマトグラム (濃度 : 10pg、DB5-MS、0.32mm、60m、0.25 μ m)

10pg N-BP-MS Is;5pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



10pg N-BP-MS Is;5pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)

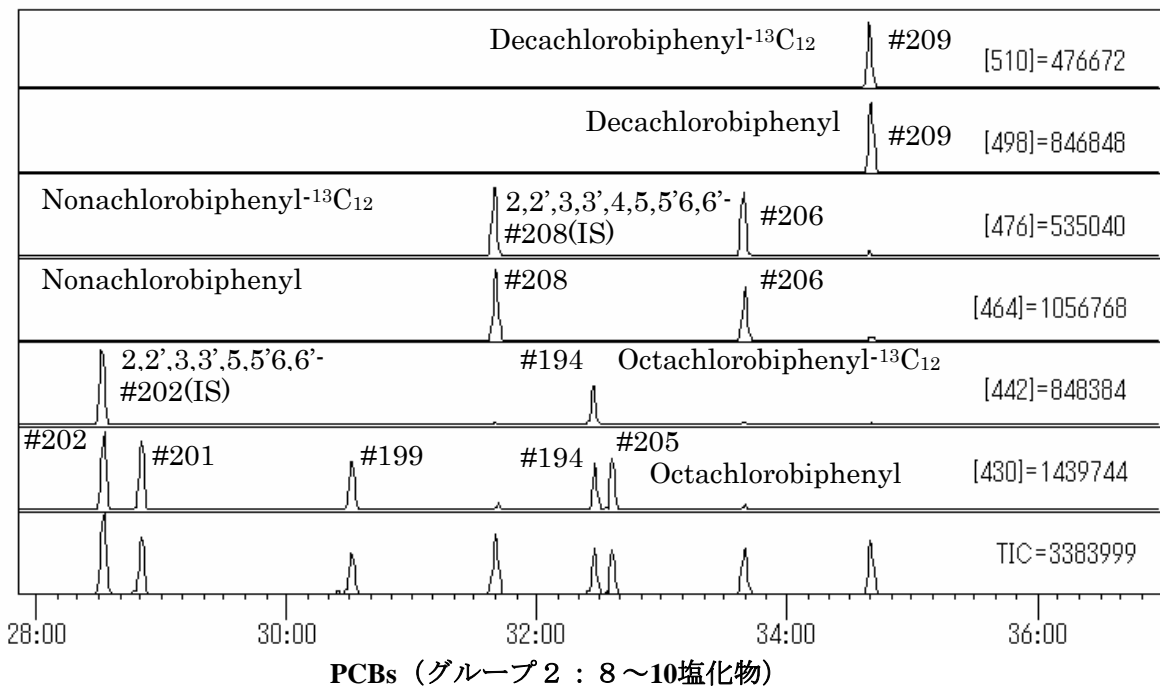
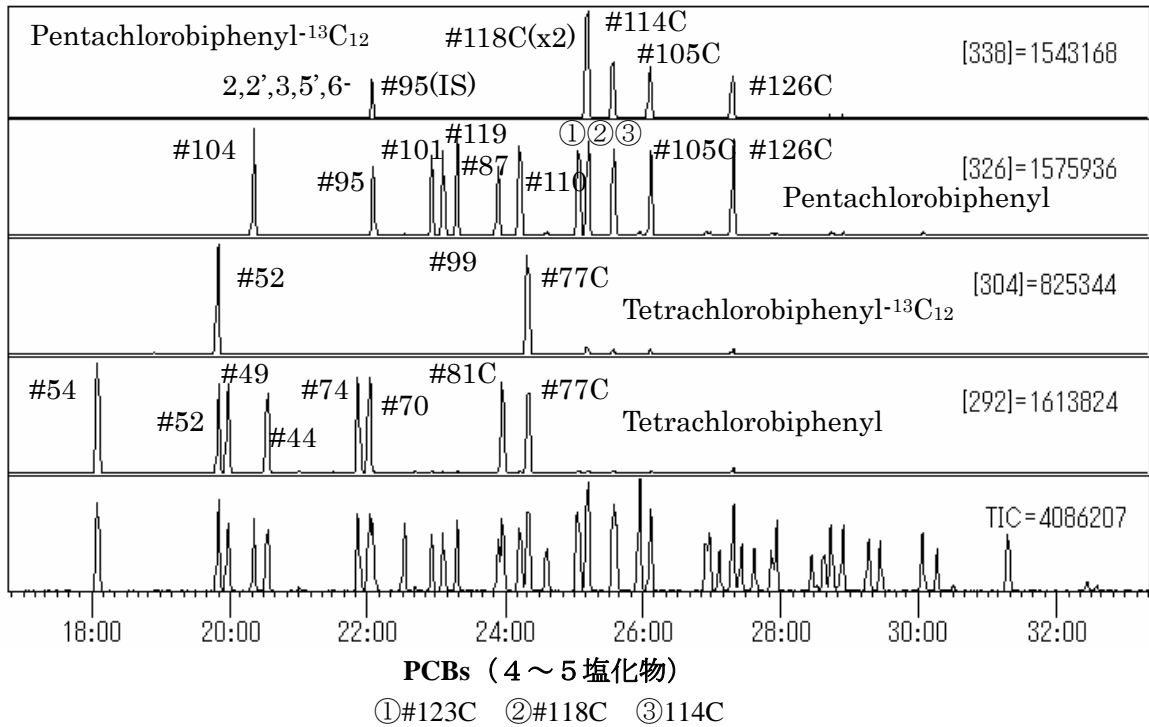


図48-1 PCBs標準品のSIMクロマトグラム (1~3塩化物、8~10塩化物)  
 (BP-MS標準品 : 10pg、DB5-MS、0.32mm、60m、0.25 μ m)

10pg N-BP-MS IS:5pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)



10pg N-BP-MS IS:5pg G\*1.2 DB-5MS 90(2)-20/min-160-5/min-310(5)

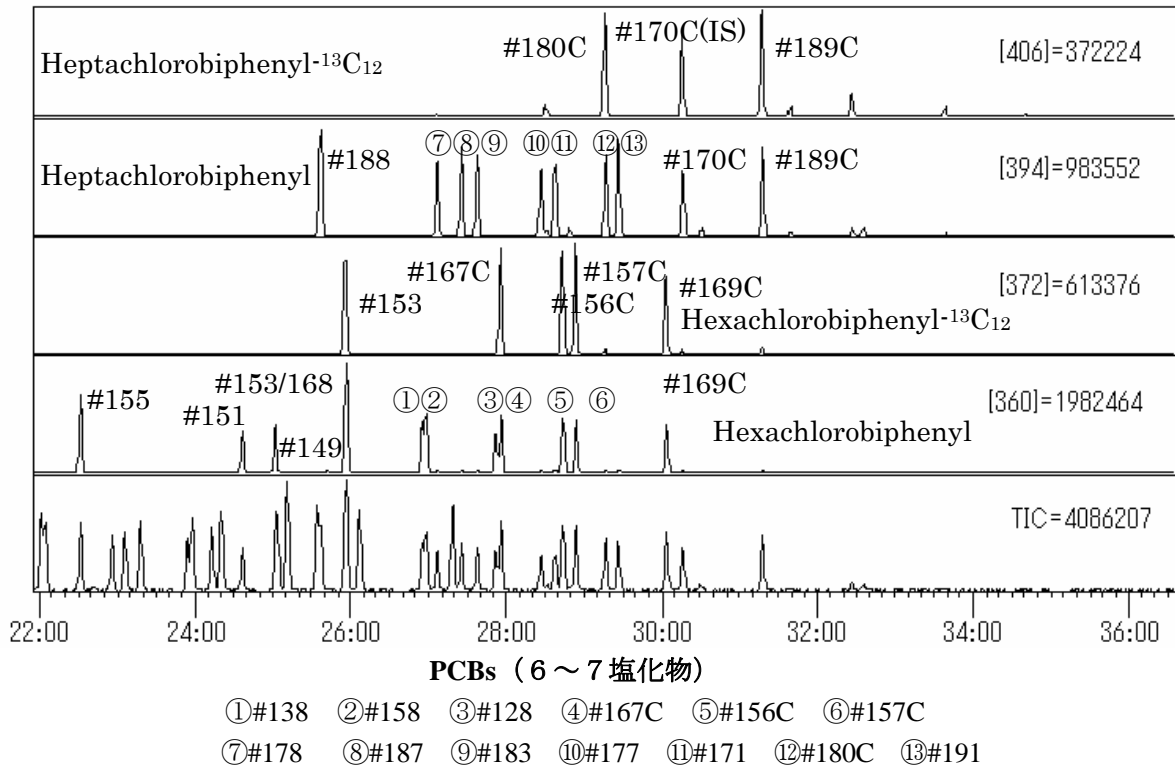


図48-2 PCBs標準品のSIMクロマトグラム (4~7塩化物)  
(BP-MS標準品 : 10pg、DB5-MS、0.32mm、60m、0.25 μ m)

(2) 環境試料中のPCNs及びPCBs異性体の同定

PCNsの定量は、表1に示したWellington LaboratoriesのPCN-MX-B用いて、MX-Bに含まれる各塩化物毎の平均RFを用いて同一塩素数をもつ異性体の濃度を求めるが、PCNsは全ての異性体を手に入れないことから、環境試料における同一塩素数を持つPCNs異性体の存在状況を確認しておく必要がある。

図49に、過去に使用されたHalowax製品及び環境底質（東京湾底質）中の各異性体の検出状況を示し、クロマト上の定量すべきPCNs異性体ピークについて丸数字を記した。各ピークの帰属については、兵庫県の報告書（大気）<sup>5)</sup>にHP社Ultra2カラムにおける分離状況が記載されており、参考になる。

図49では、東京湾底質試料をGPCでPCBs（14-16分）及びPCNs（16-18分）に分画して測定したが、PCBsの分画にはPCNsの測定を妨害する成分が少量ながら存在した。このため、PCBs、PCNs、ポリ塩化ターフェニル（PCTs）、ポリ臭素化ビフェニル（PBBs）、有機塩素系農薬、多環芳香族炭化水素類（PAHs、約150成分）、農薬類（約90成分）、スチレンダイマー・トリマー類、有機リン酸トリエステル類（OPEs）、フタル酸エステル類（PAEs）、アジピン酸エステル類等をPCNsの装置検出限界（IDL）の約1万倍に相当する1ngをGC/MS（分解能：10,000）に注入し、その影響を検討した。その結果、PCNsに対しては、複雑なフラグメンテーションを示すChlordene、Heptachlor、Aldrin、Chlordane、Dieldrin等がPCNsの20倍程度の濃度で存在すると、PCNsの3及び4塩化物に影響することが判明した。一方、PCBsについては、Aldrinが50倍程度の濃度でPCBs 3塩化物（#35）の定量に影響し、また、PBBsの3臭化物が100倍程度の濃度でPCBs 7塩化物の定量に影響する可能性が認められた。

これら定量に影響するChlordene、Heptachlor、Aldrin、Chlordane、Dieldrin等の物質は、表42に示すように室温アルカリ分解（硫酸洗浄は未検討）で分解されないが、これらの物質は、GPCによりPCBsの分画に分離されることから（表33、図49-3,4,5）、PCNsを精度良く分析するためには、GPCでPCNsとPCBsを2つの分画に分割して前処理することが望ましいと判明した。

図50に環境試料（河川底質及びアナゴ）、製品PCB（カネクロール：KC）及びPCBs全異性体のSIMクロマトグラム（分離の詳細は、4項、表32）、表43にカネクロール中に含まれるPCBs異性体の構成比を示した。

表42 有機塩素系化合物等のアルカリ分解(1N KOH/エタノール)

物質名	室温24hr	加熱1hr	物質名	室温24hr	加熱1hr
4-Nitrotoluene	80	74	trans-Nonachlor	0	0
Benzophenon	90	117	α-Endsulfan	6	1
α-HCH	0	1	p,p'-DDE	199	209
β-HCH	42	0	Dieldrin	110	118
γ-HCH	0	0	o,p'-DDD	6	6
δ-HCH	0	2	Nitrofen(NIP)	92	15
HCB	94	13	Endrin	120	138
Chlordene	133	140	β-Endsulfon	2	6
Alachlor	33	2	cis-Nonachlor	0	0
Heptachlor	86	1	p,p'-DDD	0	0
Aldrin	102	112	o,p'-DDT	0	0
Octachlorostylene	82	0	p,p'-DDT	0	0
Oxychlordane	11	0	Kepone(Chlordecon)	3	3
Heptachlor-exo-epoxide	87	0	Endsulfan Sulfate	0	0
Heptachlor-end-epoxide	36	1	Di(2-ethylhexyl) Adi	28	40
2,4,8-TCDF	106	117	Methoxychlor	1	1
trans-Chlordane	105	42	Kelthane(Dicofol)	1	2
o,p'-DDE	222	225	Mirex	110	81
cis-Chlordane	11	0	Benzo[a]pyrene	115	150

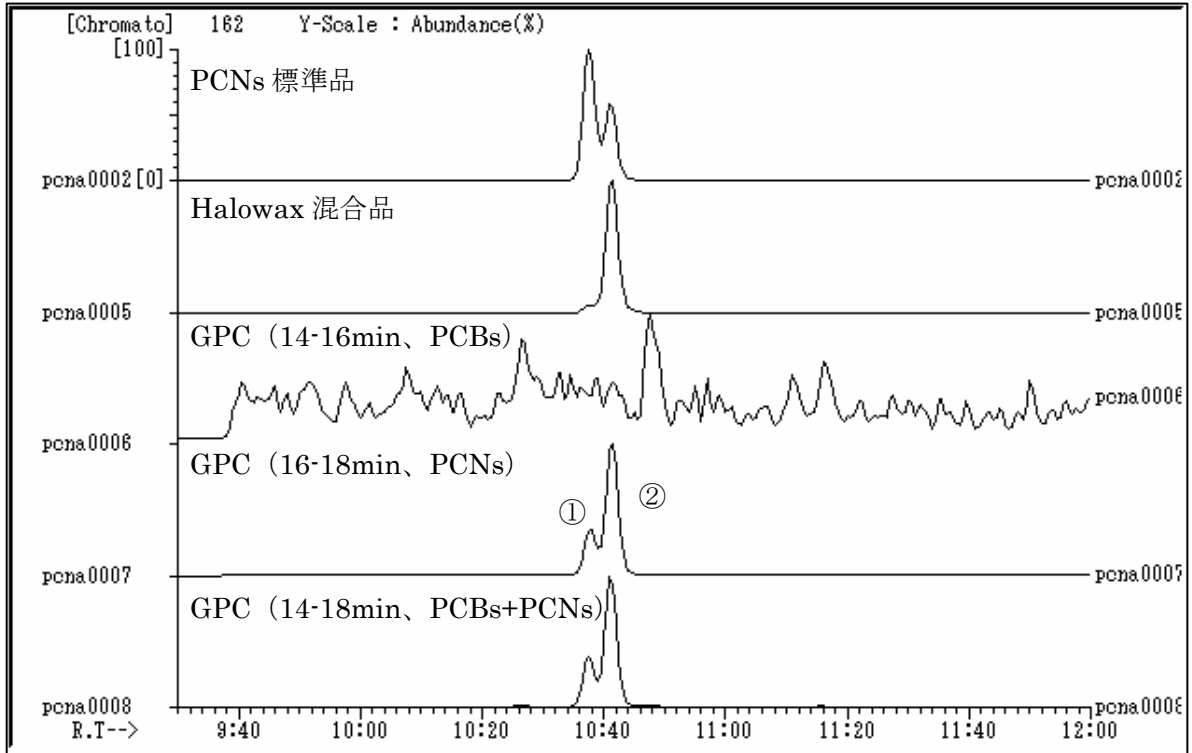


図49-1 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 1 塩化物)

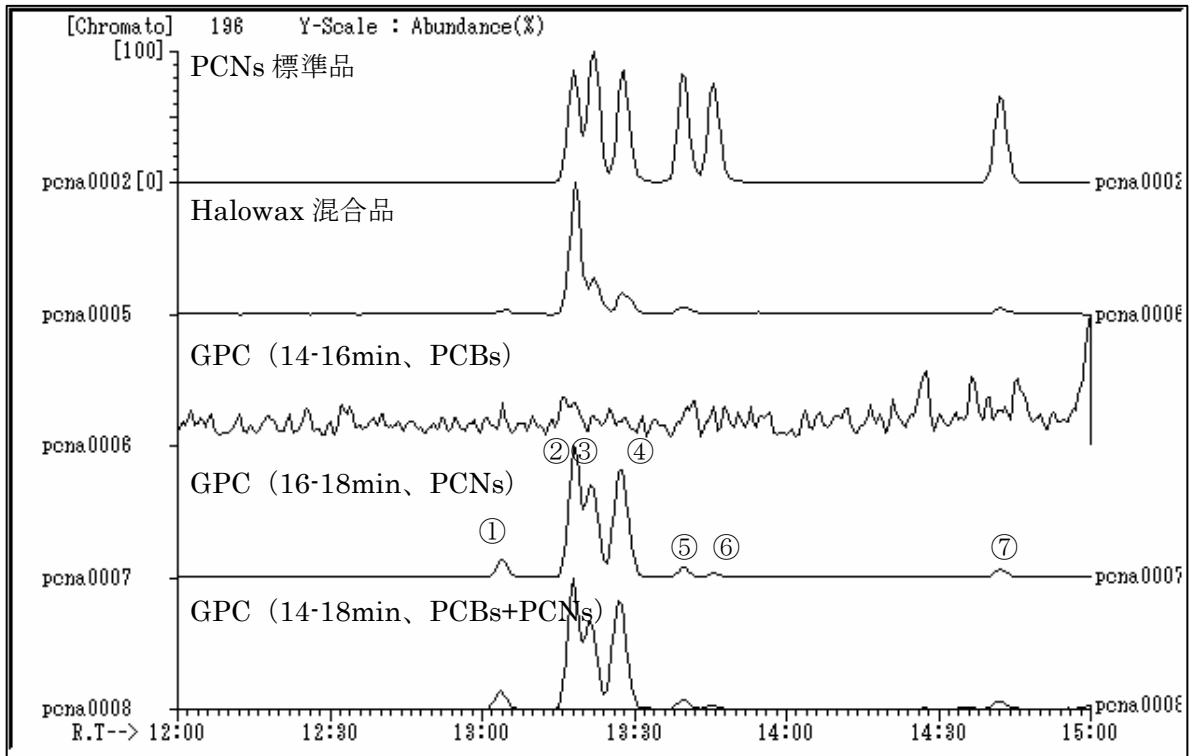


図49-2 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 2 塩化物)

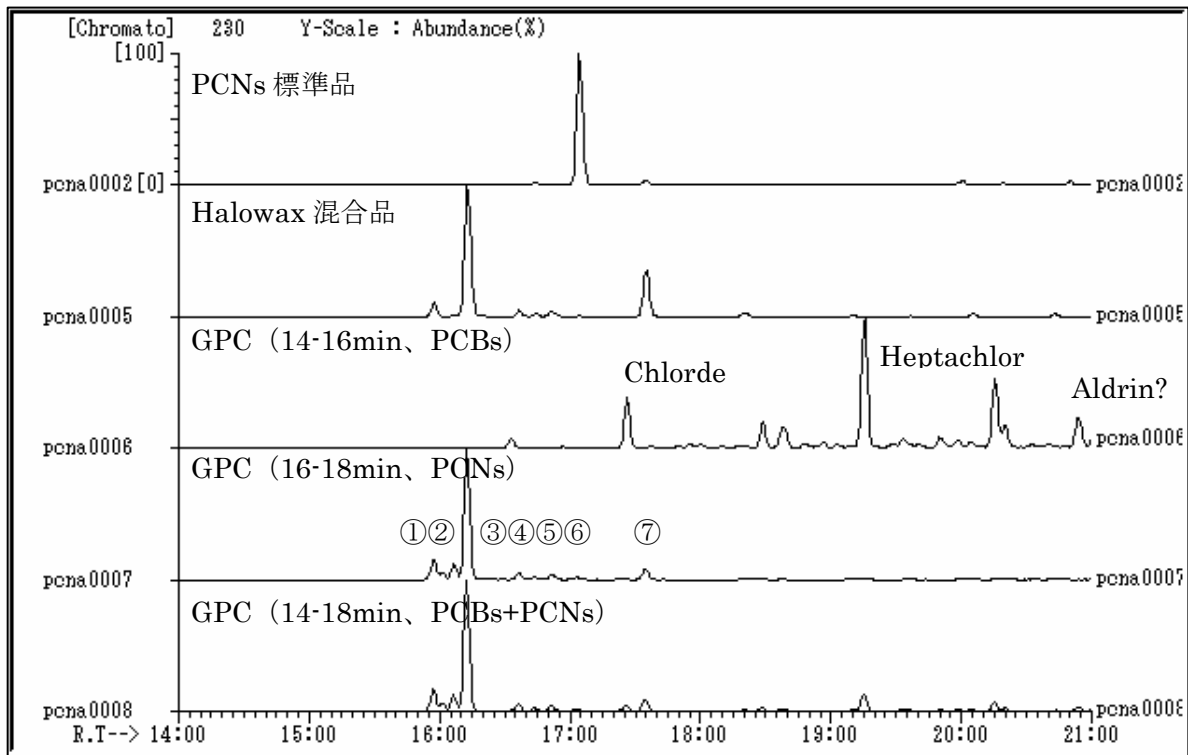


図49-3 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 3 塩化物)

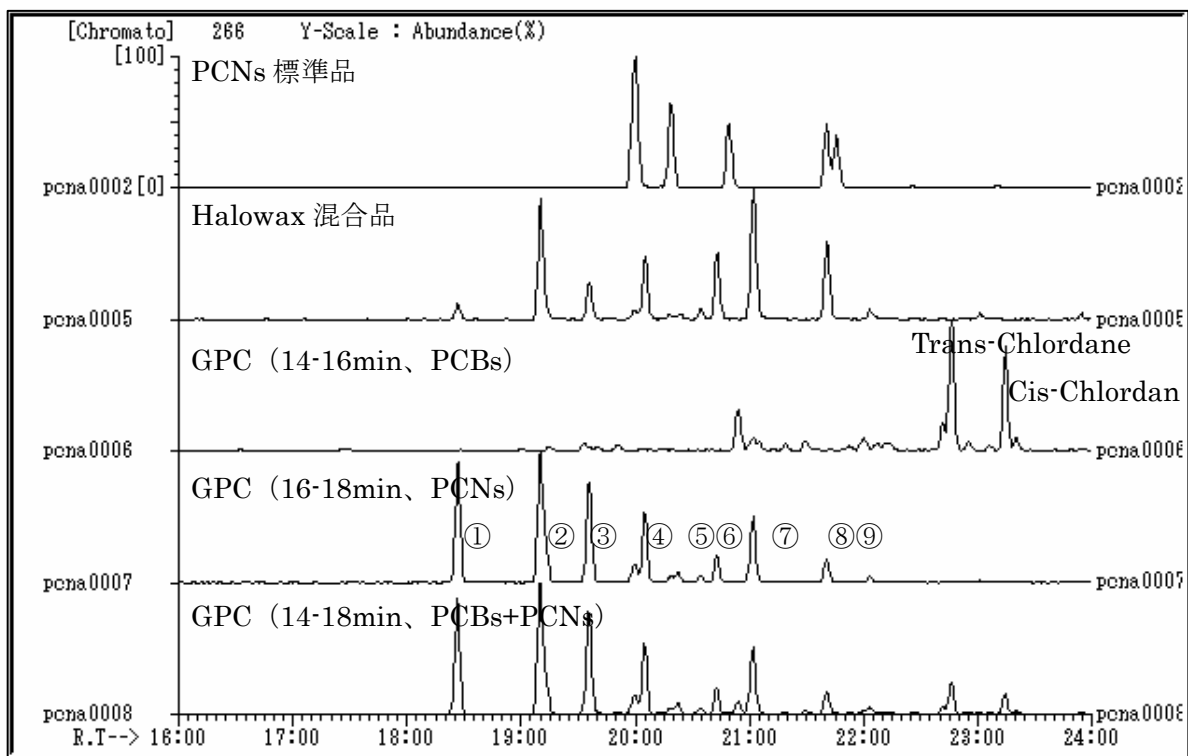


図49-4 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 4 塩化物)

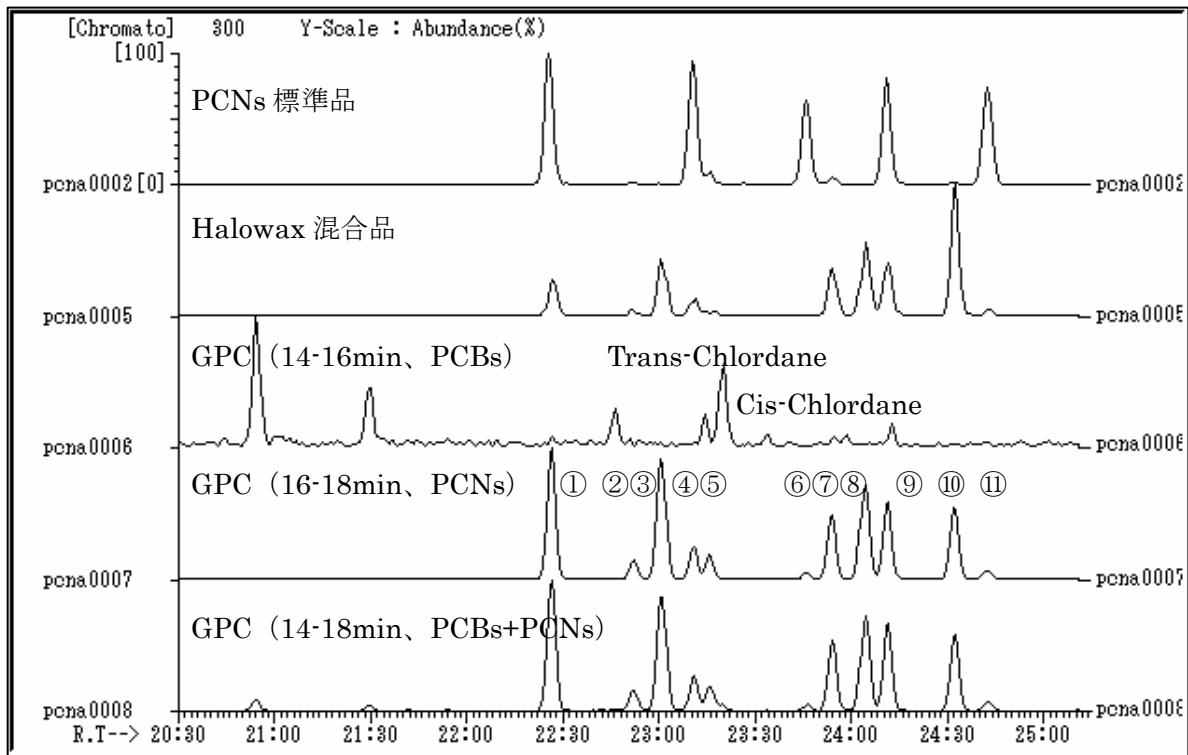


図49-5 東京湾底質（GPC分画）及びHalowax製品のSIMクロマトグラム（PCNs：5塩化物）

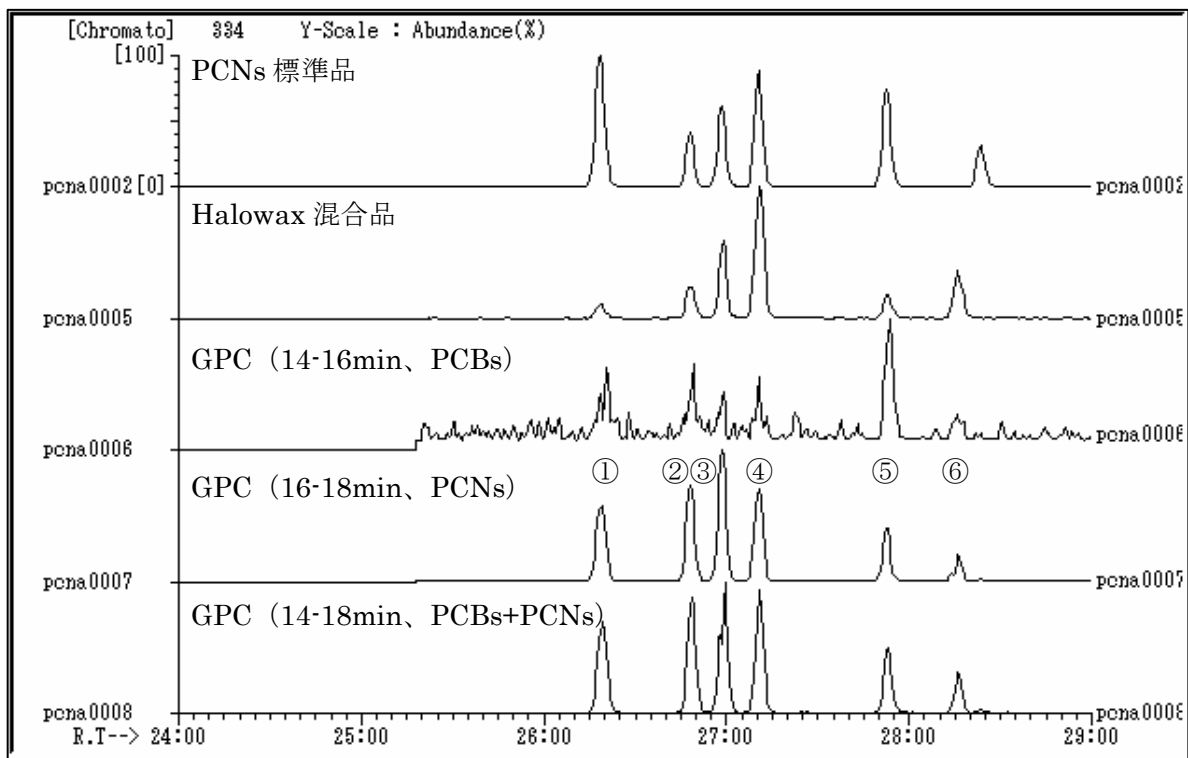


図49-6 東京湾底質（GPC分画）及びHalowax製品のSIMクロマトグラム（PCNs：6塩化物）



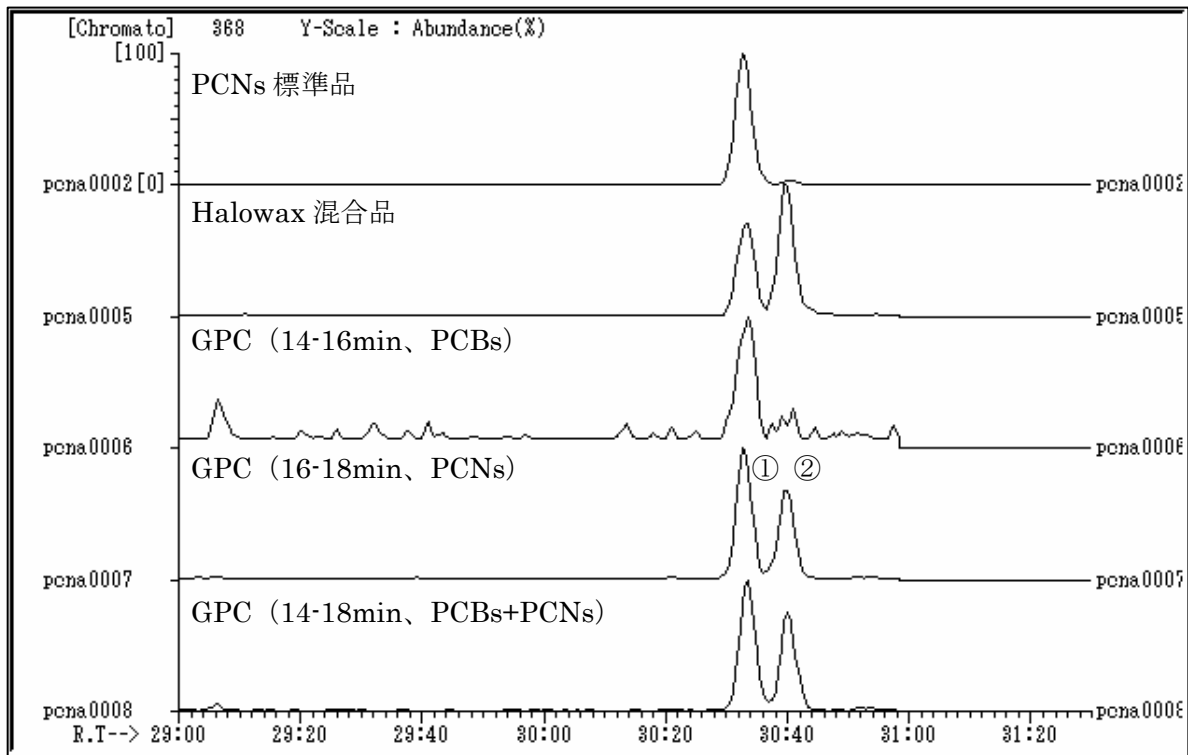


図49-7 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 7 塩化物)

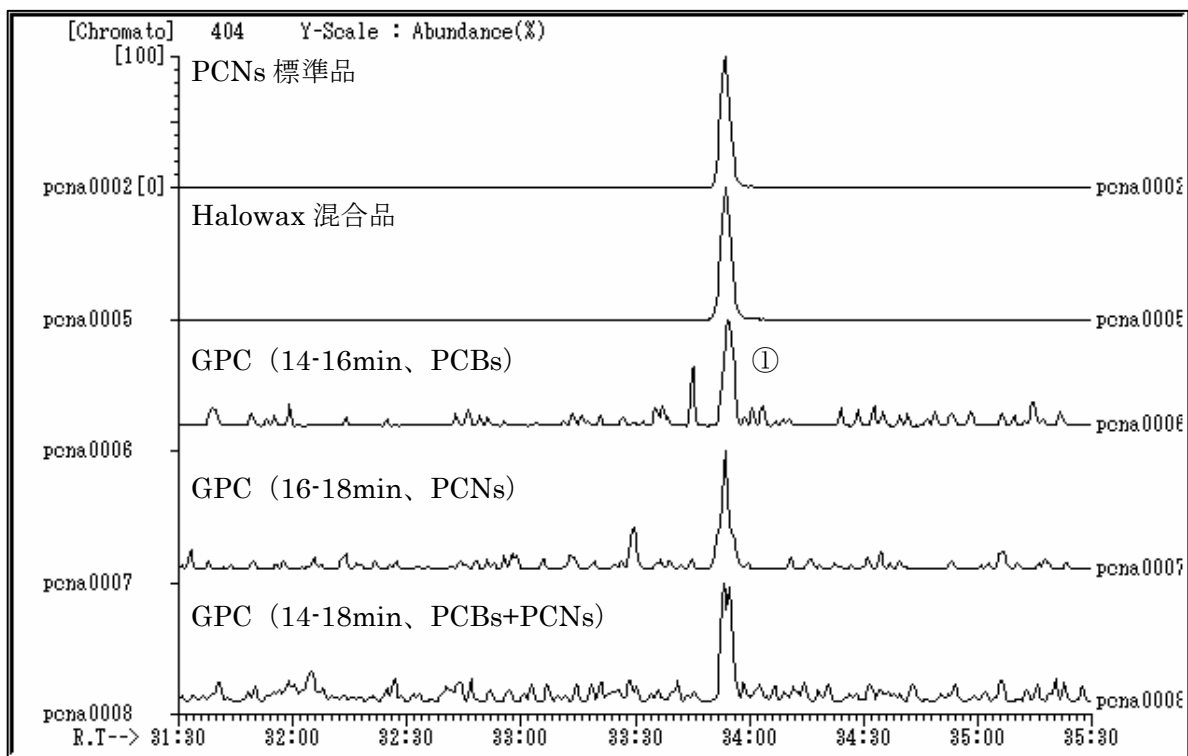


図49-8 東京湾底質 (GPC分画) 及びHalowax製品のSIMクロマトグラム (PCNs : 8 塩化物)

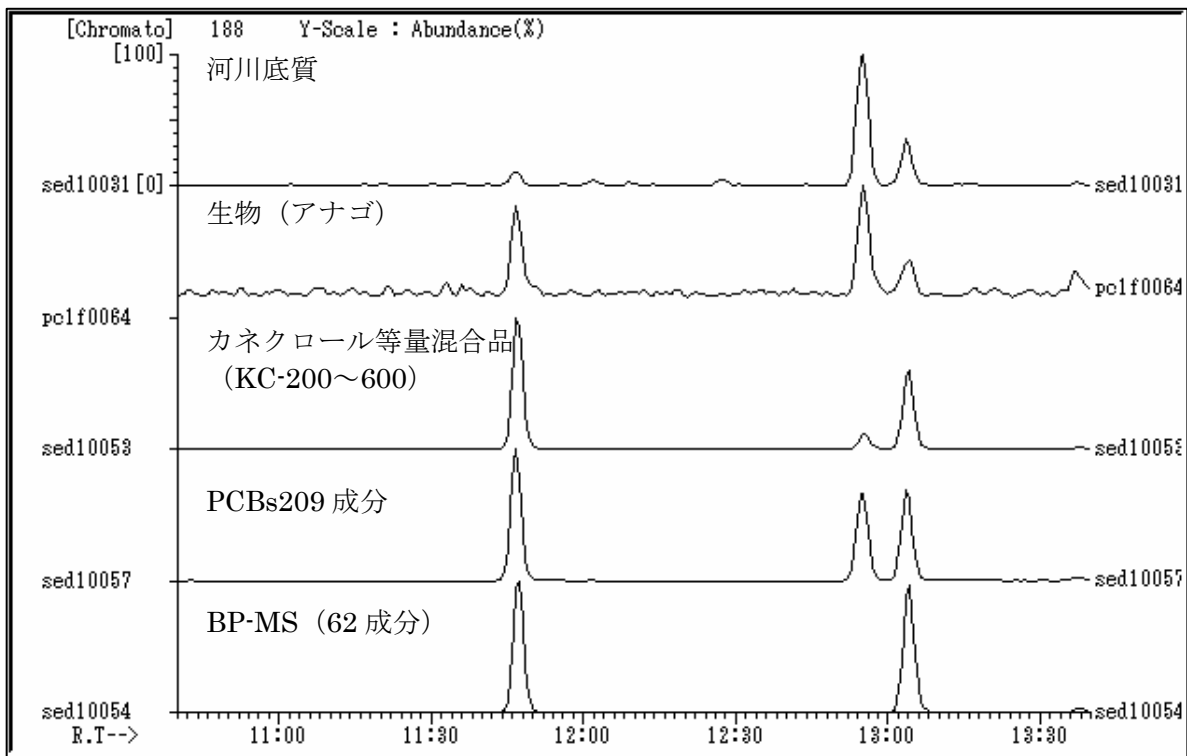


図50-1 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：1塩化物）

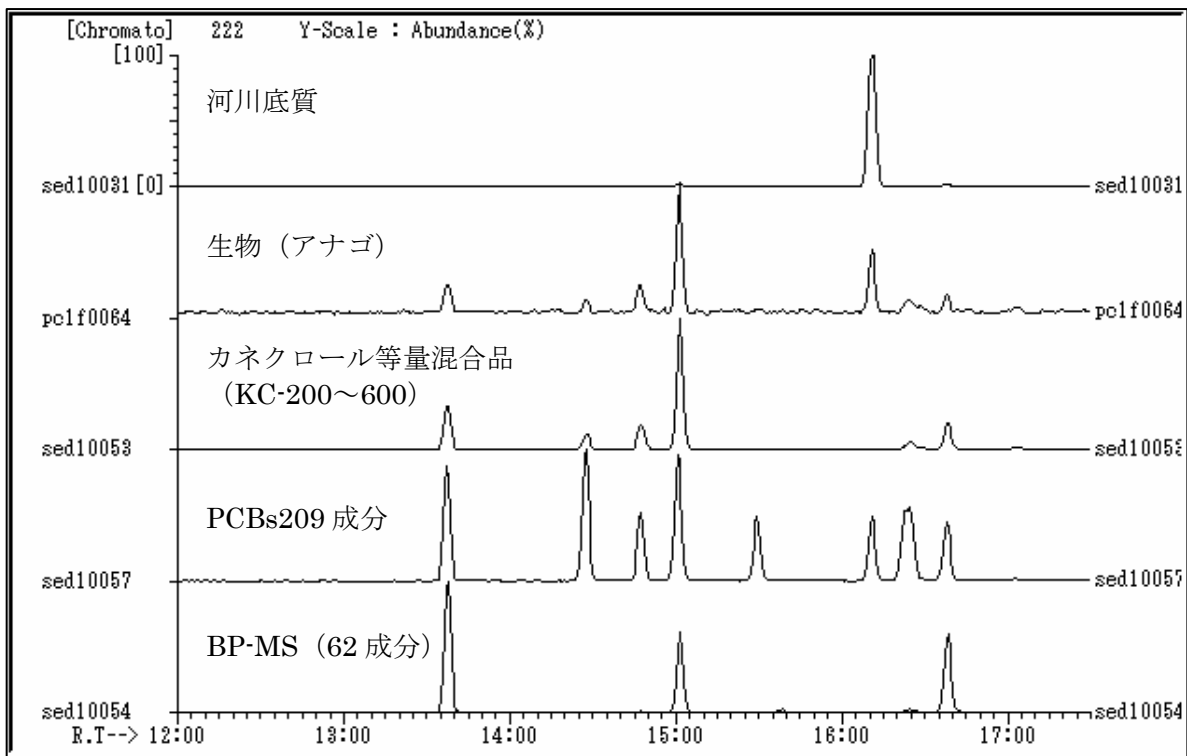


図50-2 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：2塩化物）

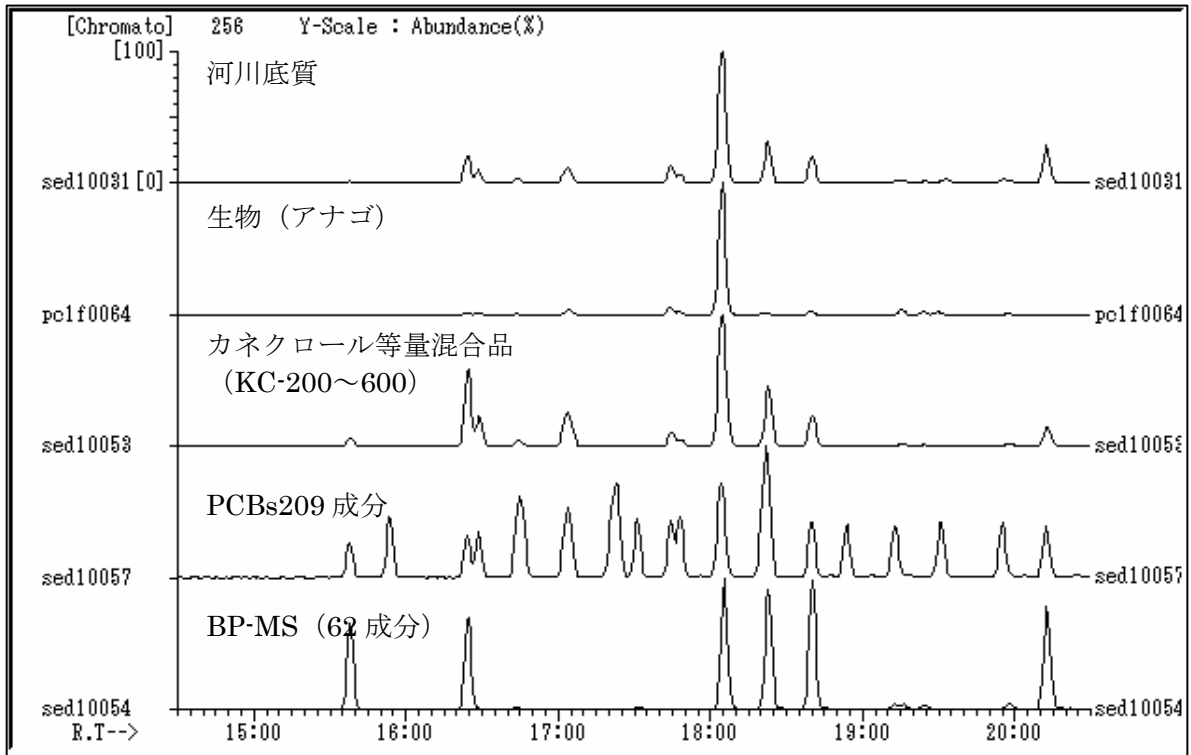


図50-3 底質、生物 (アナゴ) 及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム (PCBs : 3 塩化物)

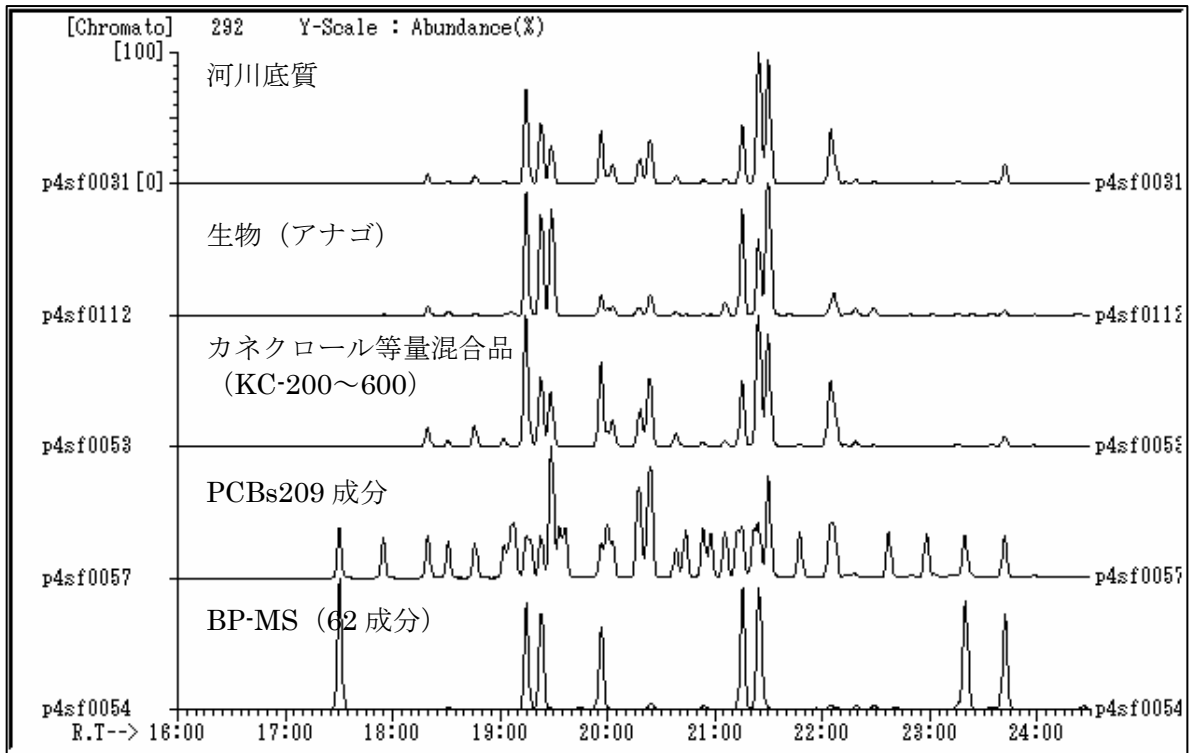


図50-4 底質、生物 (アナゴ) 及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム (PCBs : 4 塩化物)

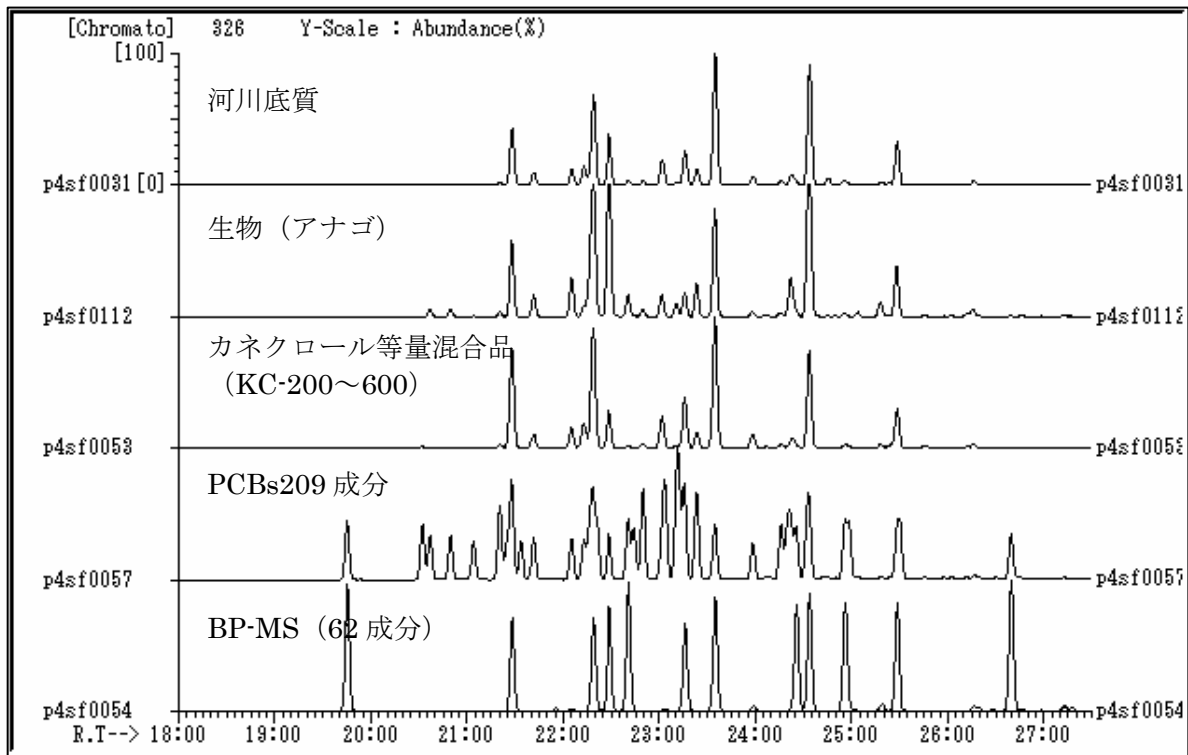


図50-5 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：5塩化物）

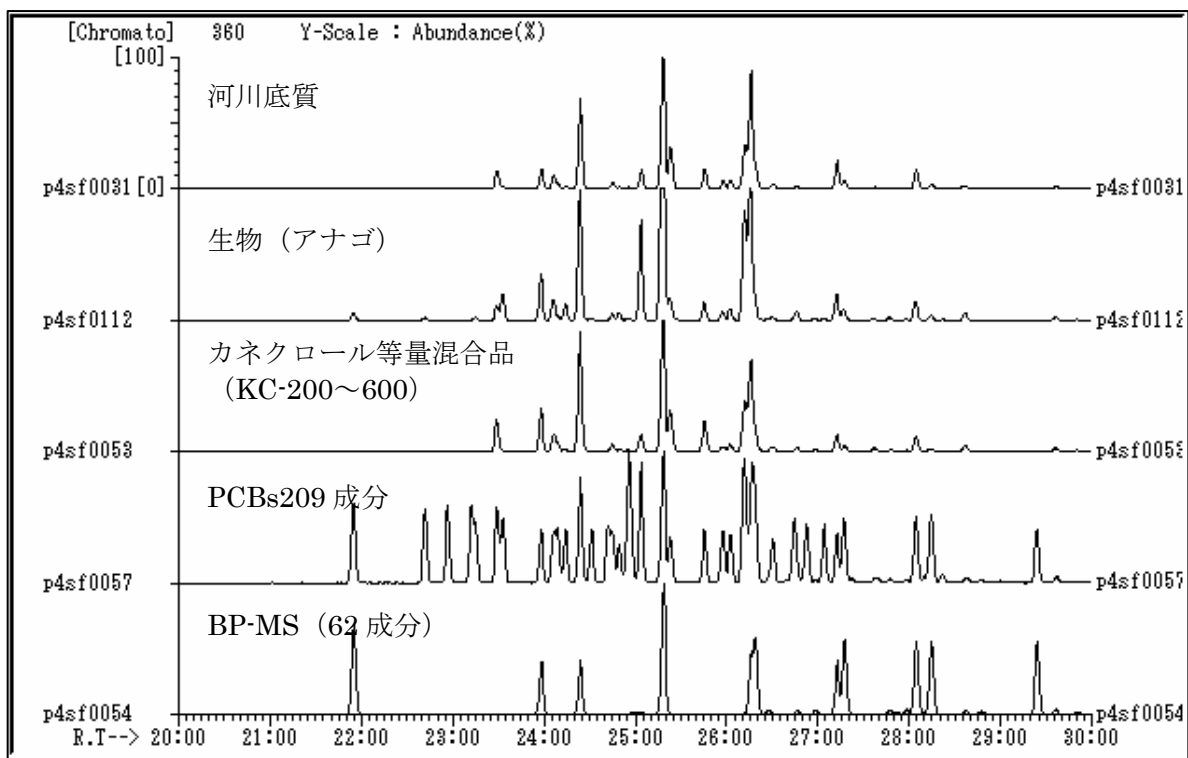


図50-6 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：6塩化物）

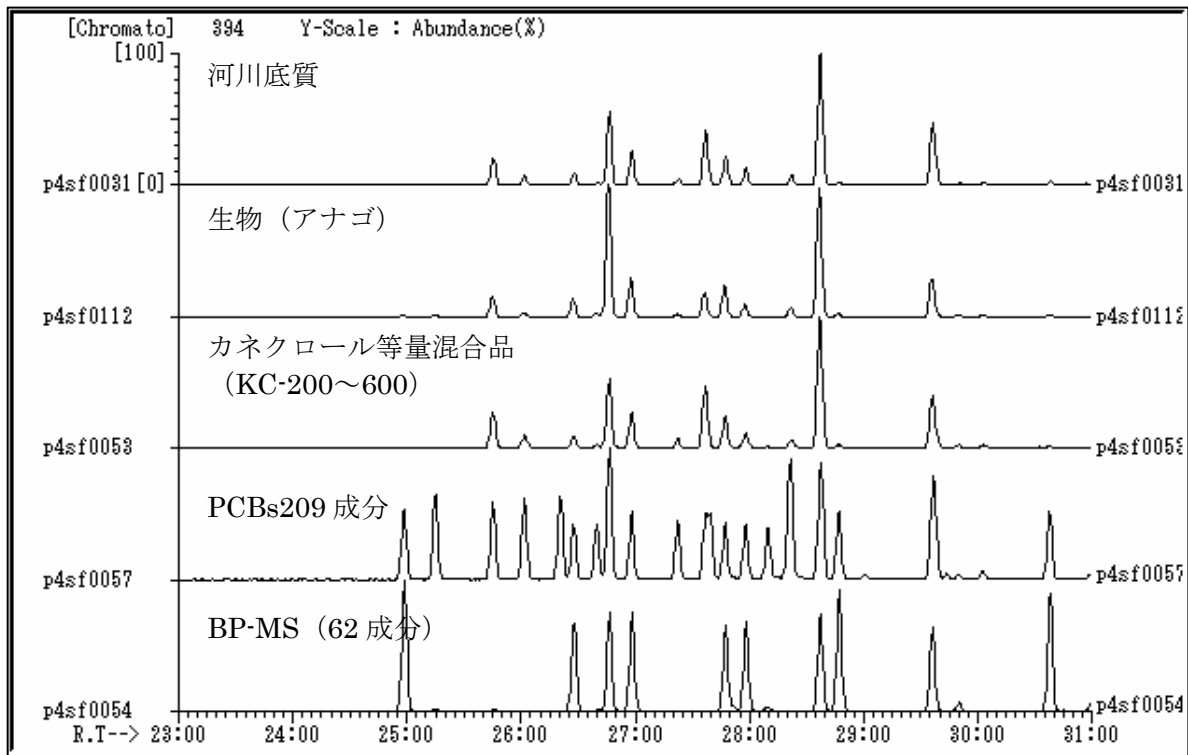


図50-7 底質、生物 (アナゴ) 及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム (PCBs : 7 塩化物)

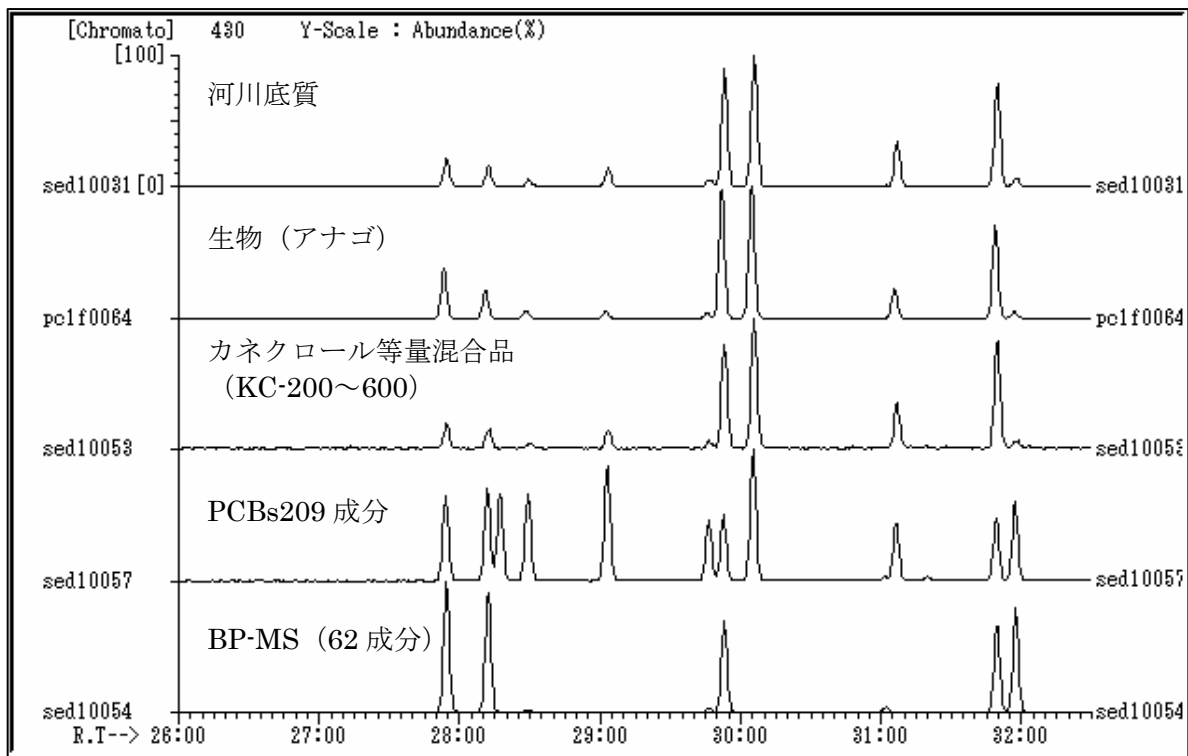


図50-8 底質、生物 (アナゴ) 及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム (PCBs : 8 塩化物)

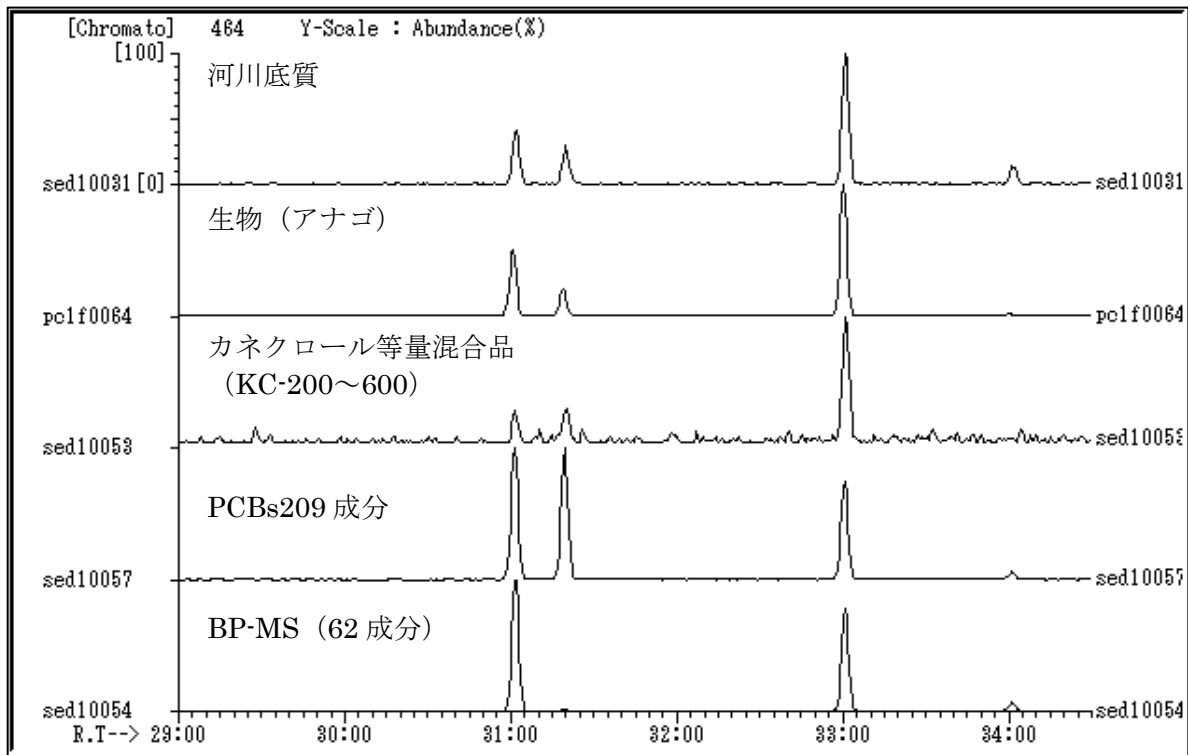


図50-9 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：9塩化物）

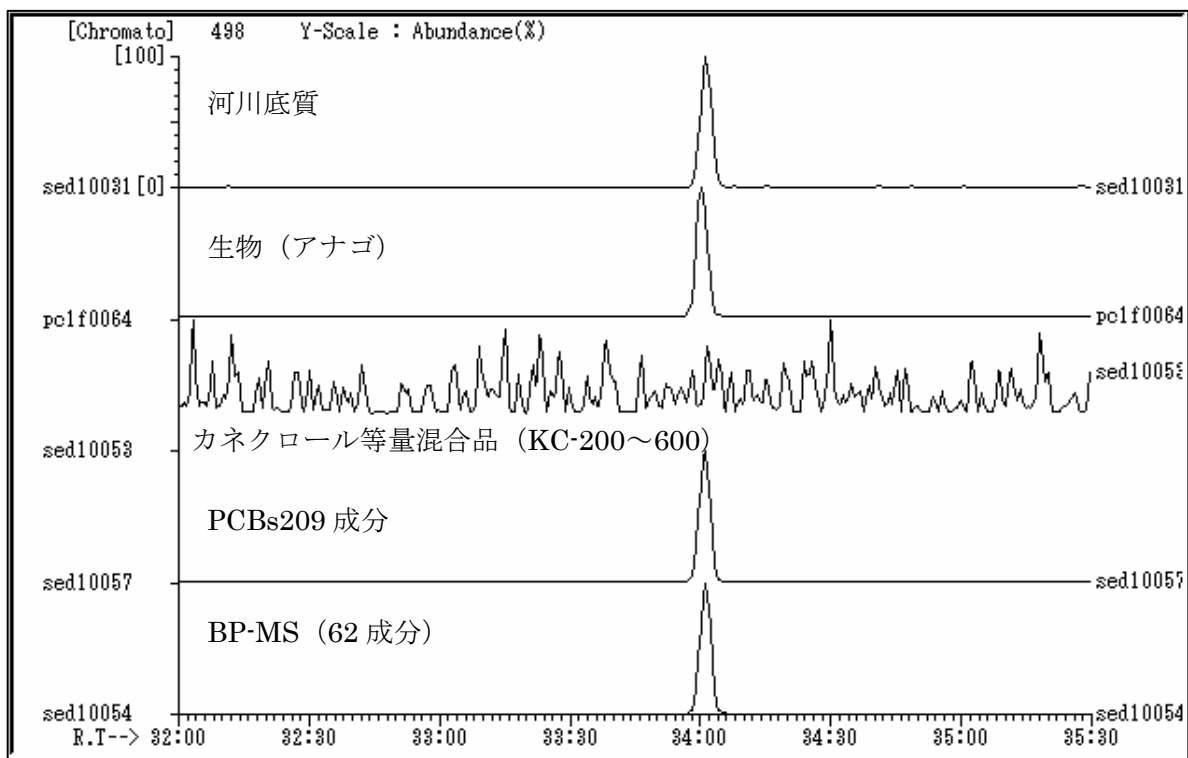


図50-10 底質、生物（アナゴ）及びPCBs異性体のSIMクロマトグラム（PCBs：10塩化物）

表43 PCB製品（カネクロール：KC）製品中のPCBs異性体の存在割合（単位：％）

物質名	KC-	KC-	KC-	KC-	KC-	物質名	KC-	KC-	KC-	KC-	KC-
	200	300	400	500	600		200	300	400	500	600
MoCB(#1)	13.6	0.1	0.0	0.0	0.0	PeCB(#110)	0.5	0.7	2.3	6.6	1.2
MoCB(#2)	1.9	0.0	0.0	0.0	0.0	PeCB(#82)	0.1	0.2	0.6	0.6	0.2
MoCB(#3)	9.9	0.0	0.0	0.0	0.0	PeCB(#124)	0.0	0.0	0.1	0.2	0.0
DiCB(#10/4)	3.1	3.1	0.1	0.1	0.1	PeCB(#107/109/123C)	0.1	0.1	0.2	0.6	0.3
DiCB(#9/7)	1.4	0.3	0.0	0.0	0.0	PeCB(#106/118C)	0.4	0.6	2.2	5.4	0.7
DiCB(#6)	1.6	1.0	0.0	0.0	0.0	PeCB(#114C/122)	0.1	0.1	0.2	0.2	0.0
DiCB(#5/8)	7.0	6.7	0.4	0.2	0.2	PeCB(#105C/127)	0.2	0.4	1.7	1.7	0.1
DiCB(#14)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	PeCB(#126C)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DiCB(#11)	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#155)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DiCB(#12/13)	0.7	0.3	0.2	0.0	0.0	HxCB(#150)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
DiCB(#15)	1.8	1.2	0.1	0.1	0.0	HxCB(#152)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TrCB(#19)	1.0	1.6	0.3	0.0	0.1	HxCB(#145/148)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TrCB(#30)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#136)	0.0	0.1	0.1	1.0	1.2
TrCB(#18)	6.8	12.4	4.2	0.3	0.3	HxCB(#154)	0.0	0.1	0.0	1.3	1.5
TrCB(#17)	2.3	3.2	0.6	0.0	0.1	HxCB(#151)	0.0	0.1	0.1	1.1	3.2
TrCB(#27/24)	0.5	0.7	0.1	0.1	0.1	HxCB(#135/144)	0.1	0.1	0.1	1.2	1.8
TrCB(#16/32)	3.5	5.8	1.7	0.2	0.2	HxCB(#147)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0
TrCB(#34/23)	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#149/139)	0.2	0.2	0.3	4.5	7.9
TrCB(#29)	0.1	0.2	0.1	0.0	0.0	HxCB(#140)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0
TrCB(#26)	1.1	1.3	0.4	0.1	0.1	HxCB(#143/134)	0.0	0.1	0.0	0.5	0.3
TrCB(#25)	0.3	0.3	0.0	0.0	0.0	HxCB(#133)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0
TrCB(#31/28)	9.6	12.7	8.1	0.5	0.5	HxCB(#131/142/165)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0
TrCB(#21/20/33)	4.4	5.1	2.0	0.3	0.1	HxCB(#146/161)	0.0	0.0	0.1	0.8	0.9
TrCB(#22)	1.7	2.8	1.3	0.1	0.1	HxCB(#153/168)	0.2	0.3	0.3	3.9	7.8
TrCB(#36)	0.1	0.0	0.1	0.0	0.1	HxCB(#132)	0.1	0.2	0.3	3.2	2.0
TrCB(#39)	0.2	0.1	0.3	0.1	0.1	HxCB(#141)	0.0	0.1	0.1	1.1	2.3
TrCB(#38)	0.1	0.2	0.2	0.0	0.0	HxCB(#137)	0.0	0.0	0.0	0.4	0.0
TrCB(#35)	0.1	0.0	0.2	0.0	0.0	HxCB(#130)	0.0	0.0	0.0	0.5	0.2
TrCB(#37)	1.3	2.2	0.8	0.1	0.1	HxCB(#164/163)	0.1	0.1	0.1	1.4	2.5
TeCB(#54)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#138/158/160)	0.2	0.4	0.5	5.7	4.8
TeCB(#50)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#129)	0.1	0.0	0.1	0.5	0.1
TeCB(#53)	0.4	0.6	1.0	0.1	0.0	HxCB(#166)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.4
TeCB(#51)	0.2	0.2	0.4	0.0	0.0	HxCB(#159)	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0
TeCB(#45)	0.7	0.8	1.2	0.1	0.0	HxCB(#162)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TeCB(#46/69/73)	0.2	0.2	0.4	0.0	0.0	HxCB(#128)	0.1	0.1	0.2	1.6	0.4
TeCB(#52/43)	3.2	4.0	9.2	6.9	0.7	HxCB(#167C)	0.0	0.0	0.1	0.3	0.1
TeCB(#49)	1.4	2.1	4.7	0.8	0.2	HxCB(#156C)	0.0	0.1	0.1	0.9	0.3
TeCB(#47/48/75)	1.1	1.9	3.5	0.1	0.1	HxCB(#157C)	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0
TeCB(#65/62)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HxCB(#169C)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TeCB(#44/59/42)	2.6	3.9	6.9	1.4	0.2	HpCB(#188)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TeCB(#72/71)	0.4	0.7	1.4	0.1	0.0	HpCB(#184)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TeCB(#41/64/68)	1.5	2.2	4.1	0.4	0.2	HpCB(#179)	0.0	0.0	0.0	0.3	2.5
TeCB(#40)	0.5	0.7	0.8	0.1	0.0	HpCB(#176)	0.1	0.0	0.0	0.2	0.7
TeCB(#57)	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	HpCB(#186)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
TeCB(#67)	0.1	0.3	0.1	0.0	0.0	HpCB(#178)	0.0	0.1	0.0	0.2	0.8
TeCB(#58)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HpCB(#175)	0.1	0.1	0.0	0.1	0.2
TeCB(#63)	0.1	0.2	0.3	0.0	0.0	HpCB(#187/182)	0.1	0.0	0.1	0.4	5.6
TeCB(#61/74)	1.3	1.8	4.2	0.5	0.2	HpCB(#183)	0.1	0.0	0.1	0.5	2.4
TeCB(#76/70)	2.1	3.8	7.7	2.6	0.3	HpCB(#185)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.7
TeCB(#66/80)	1.5	2.8	4.3	0.9	0.2	HpCB(#174/181)	0.0	0.1	0.1	0.9	4.7
TeCB(#55)	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	HpCB(#177)	0.1	0.1	0.2	0.4	2.4
TeCB(#56/60)	1.6	2.8	4.3	0.4	0.1	HpCB(#171)	0.1	0.0	0.0	0.4	1.0
TeCB(#79)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HpCB(#173)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2
TeCB(#78)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	HpCB(#192/172)	0.0	0.0	0.0	0.2	0.5
TeCB(#81C)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	HpCB(#180C/193)	0.1	0.1	0.1	1.5	10.6
TeCB(#77C)	0.2	0.4	0.6	0.0	0.1	HpCB(#191)	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1
PeCB(#104)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	HpCB(#170C/190)	0.0	0.2	0.1	1.0	4.4
PeCB(#96)	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	HpCB(#189C)	0.0	0.1	0.1	0.1	0.2
PeCB(#103)	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	OcCB(#202)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.4
PeCB(#100)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	OcCB(#201)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3
PeCB(#94)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	OcCB(#204)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
PeCB(#98/102)	0.0	0.0	0.3	0.1	0.0	OcCB(#197)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1
PeCB(#93/95/121)	0.5	0.7	2.2	8.5	2.9	OcCB(#200)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2
PeCB(#88)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	OcCB(#198)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2
PeCB(#91)	0.1	0.1	0.7	0.8	0.1	OcCB(#199)	0.1	0.1	0.0	0.1	2.3
PeCB(#92)	0.1	0.2	0.4	1.3	0.3	OcCB(#203/196)	0.0	0.0	0.0	0.2	2.7
PeCB(#84/90/101/89/113)	0.8	1.1	3.4	10.4	2.9	OcCB(#195)	0.0	0.0	0.1	0.1	0.8
PeCB(#99)	0.3	0.4	1.4	2.1	0.2	OcCB(#194)	0.0	0.0	0.0	0.2	2.1
PeCB(#119/112)	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	OcCB(#205)	0.1	0.1	0.0	0.0	0.2
PeCB(#83/108)	0.1	0.1	0.2	0.3	0.0	NoCB(#208)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1
PeCB(#97/86/125)	0.1	0.4	1.0	1.8	0.3	NoCB(#207)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1
PeCB(#111/117/87/116/115)	0.2	0.3	1.3	3.0	0.4	NoCB(#206)	0.0	0.0	0.0	0.1	0.5
PeCB(#85/120)	0.1	0.3	0.9	0.6	0.1	DeCB(#209)	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

[環境試料分析]

河川水及び海水、底質及び生物の分析例を図51～54に示す。

いずれの試料からも、PCNs及びPCBsが検出された。

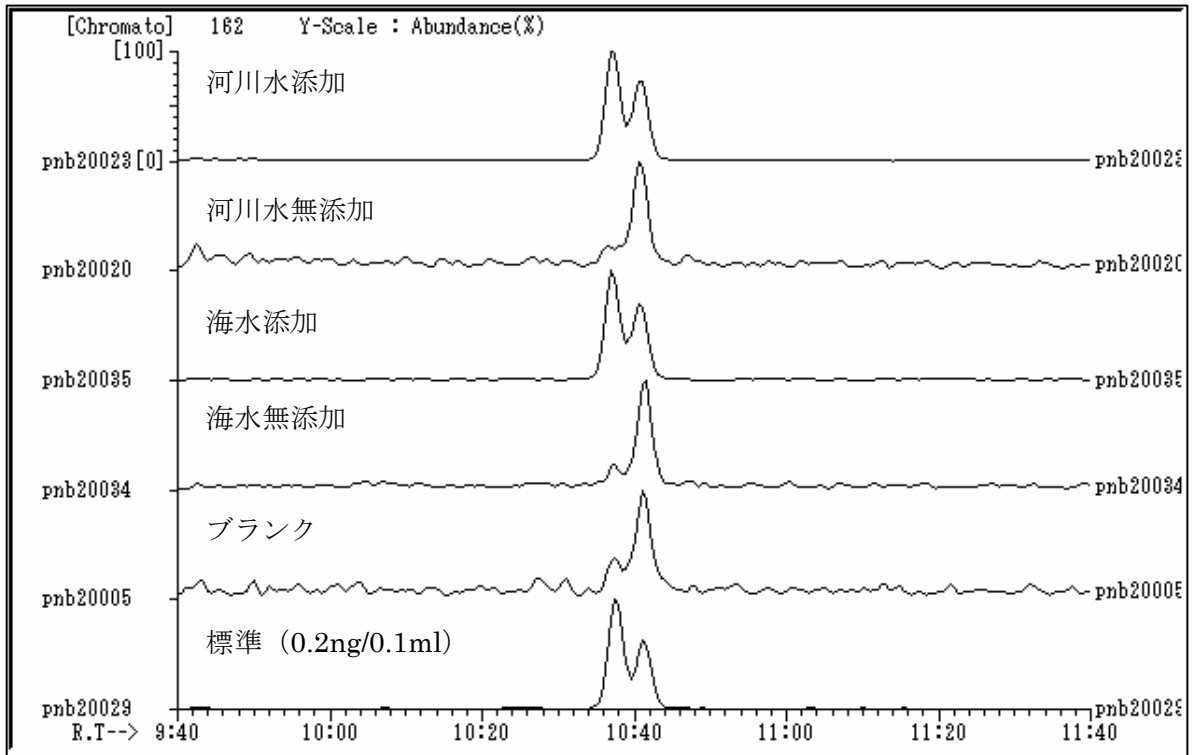


図51-1 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 1 塩化物)

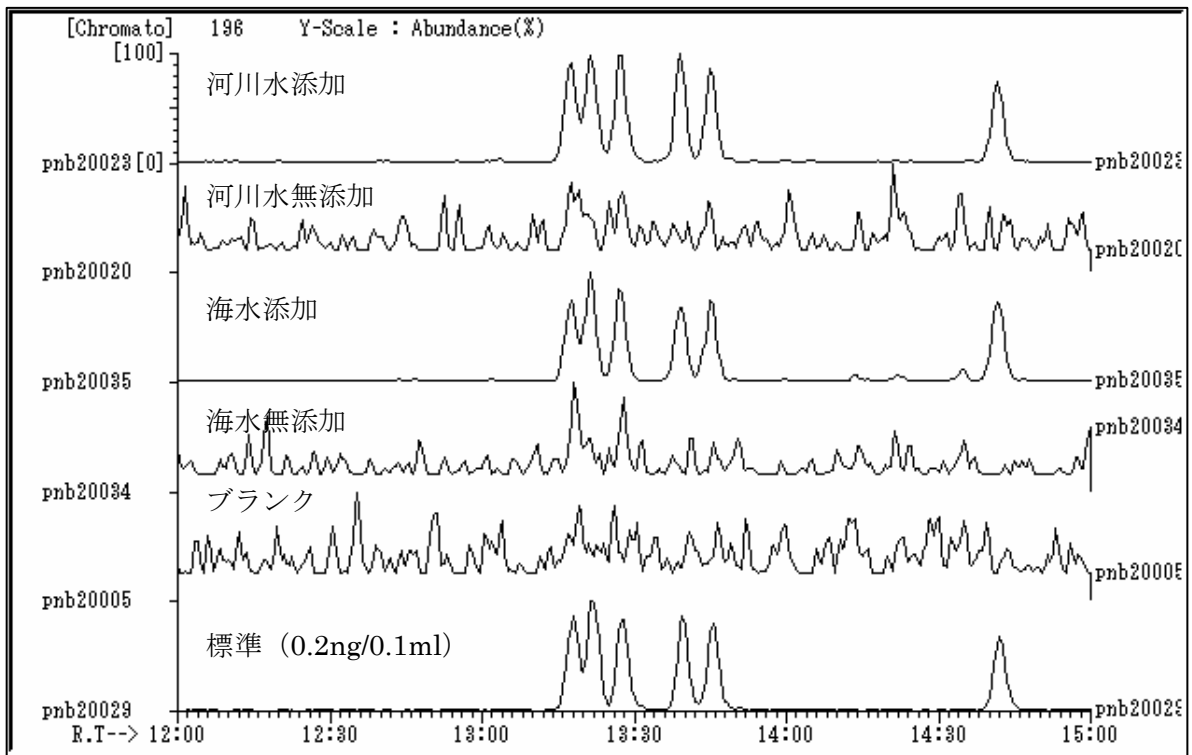


図51-2 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 2 塩化物)



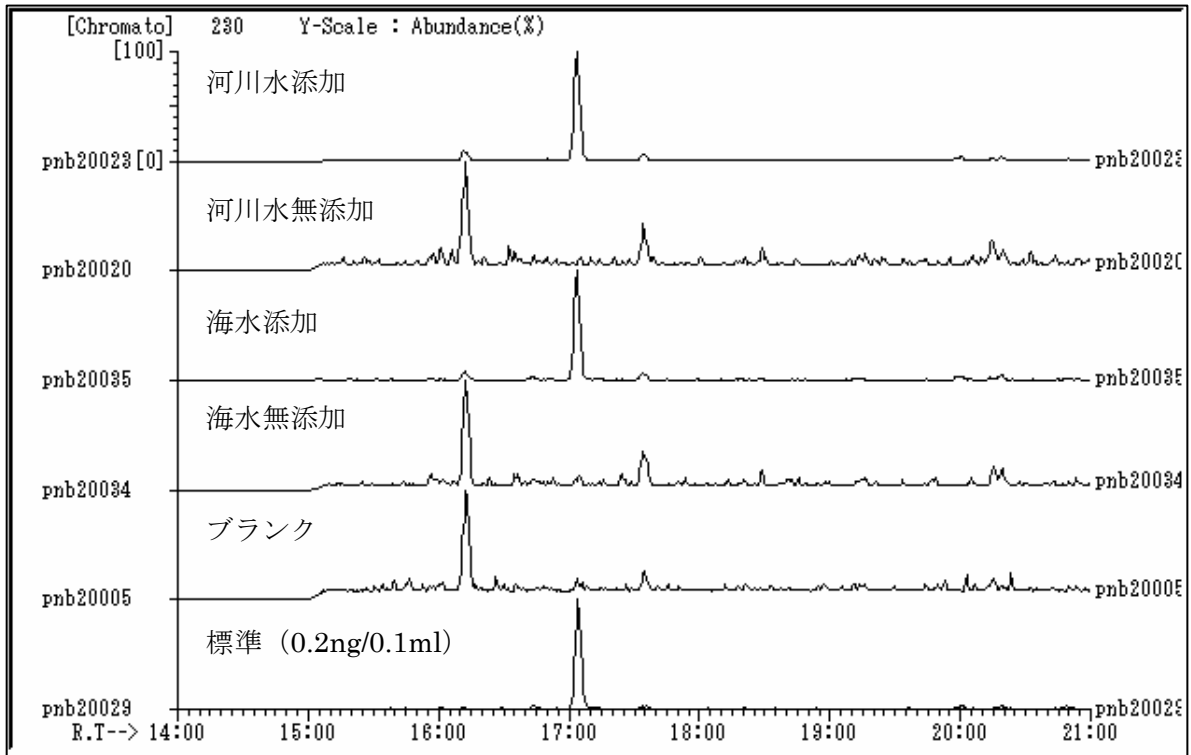


図51-3 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 3 塩化物)

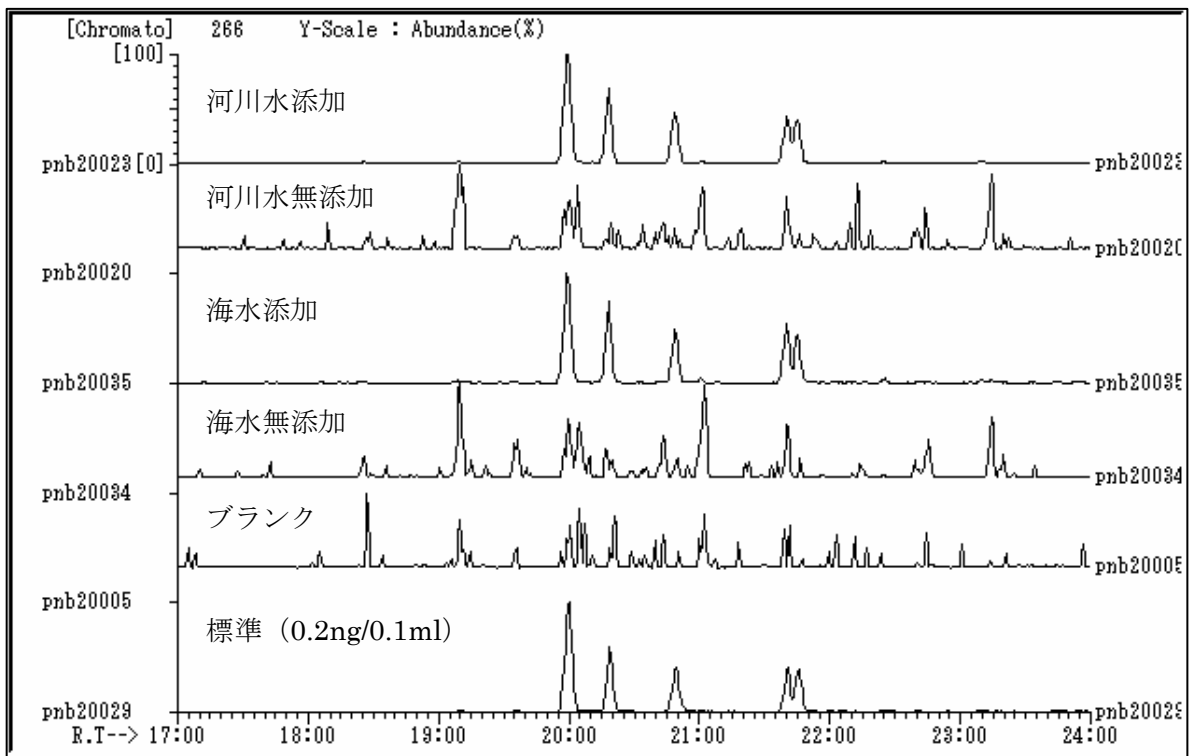


図51-4 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 4 塩化物)

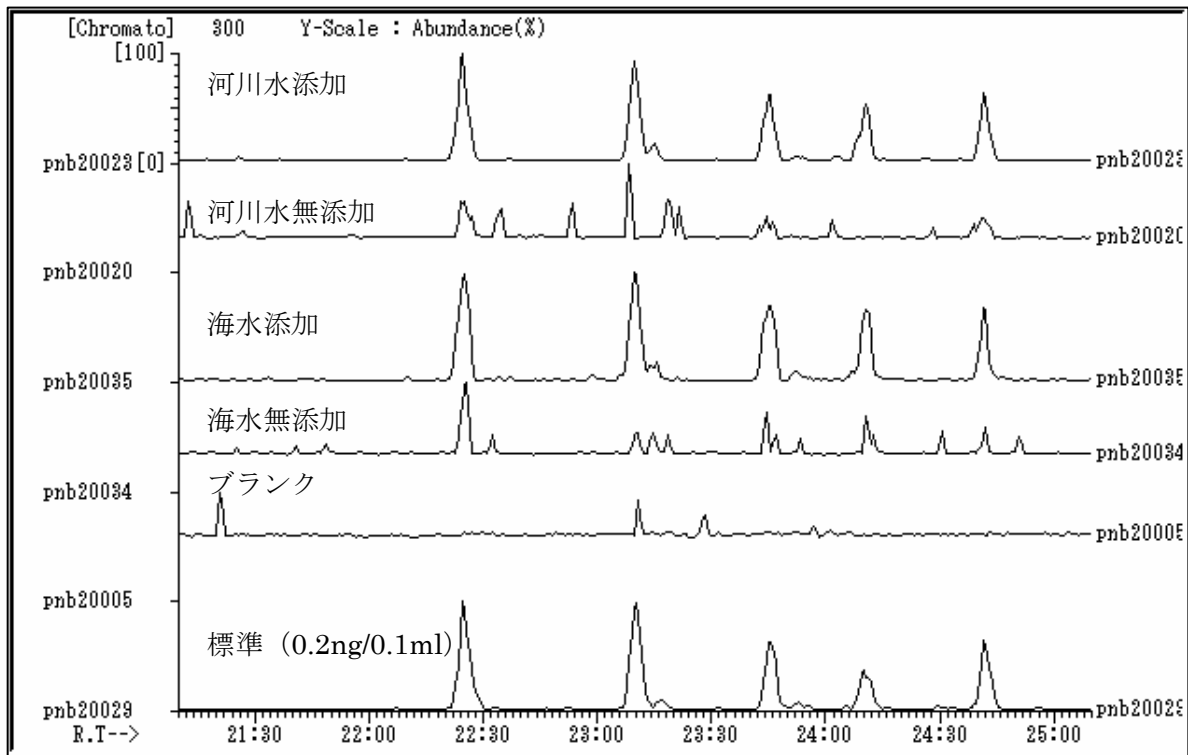


図51-5 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 5 塩化物)

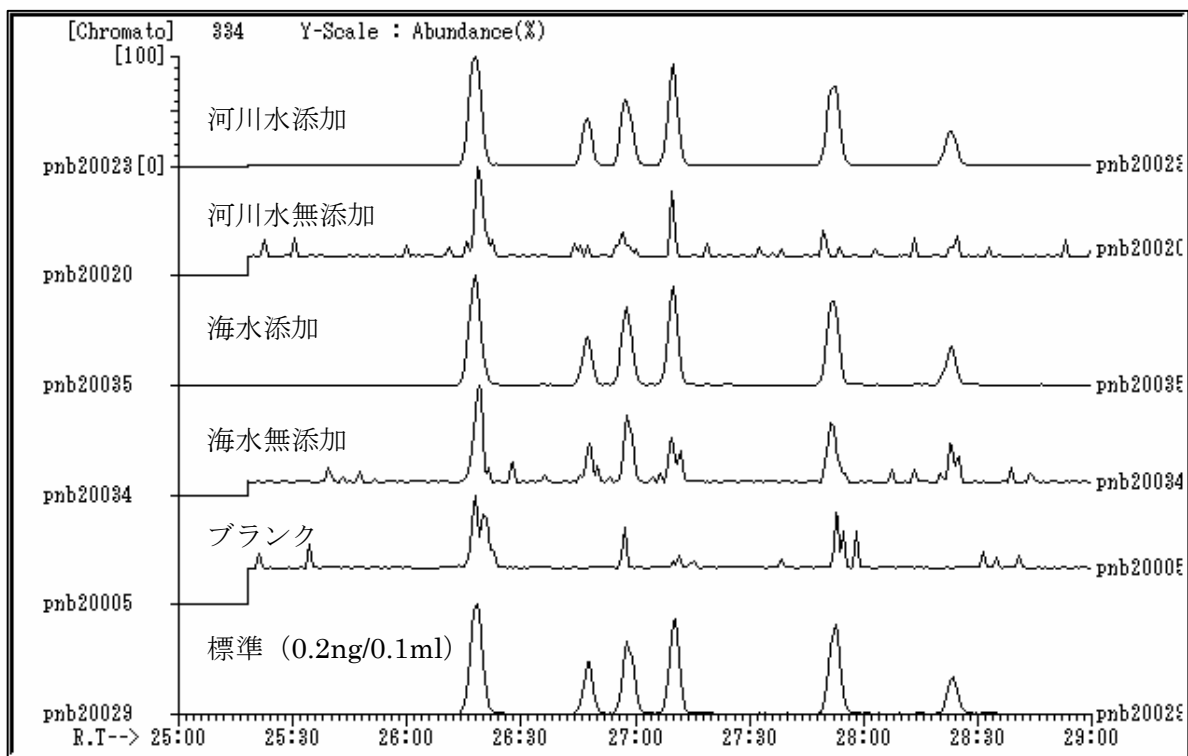


図51-6 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 6 塩化物)

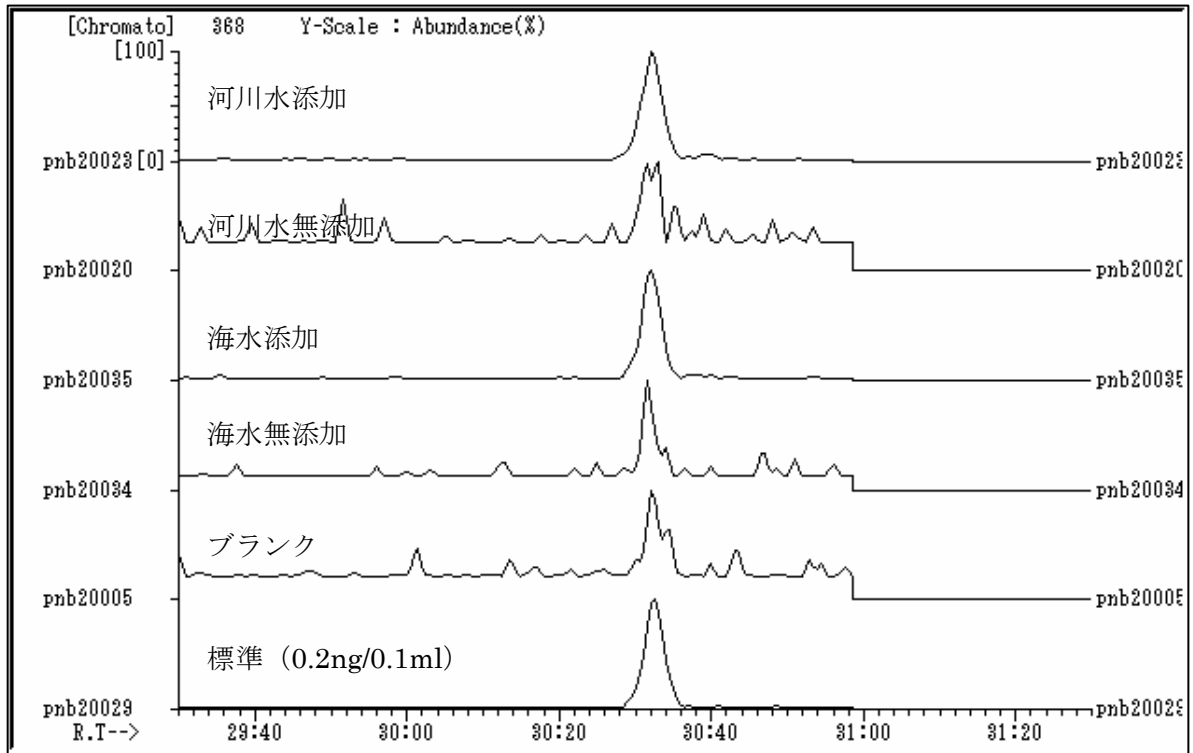


図51-7 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 7 塩化物)

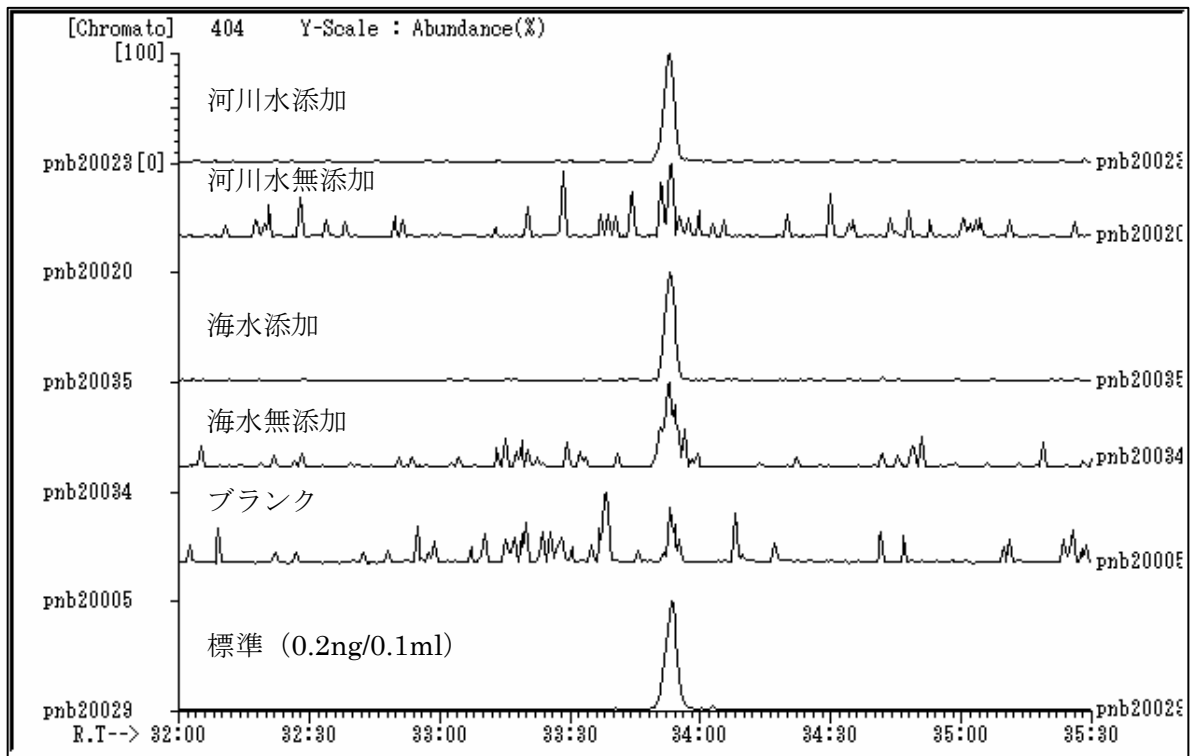


図51-8 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCNs : 8 塩化物)

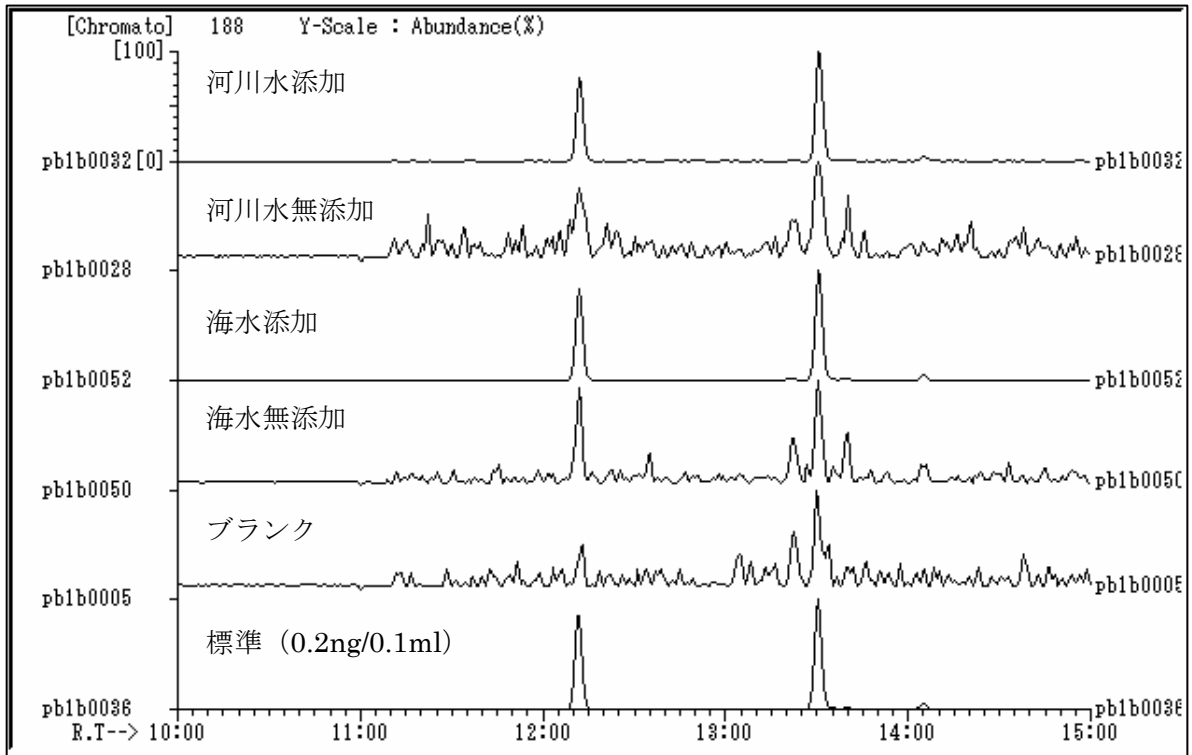


図52-1 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 1 塩化物)

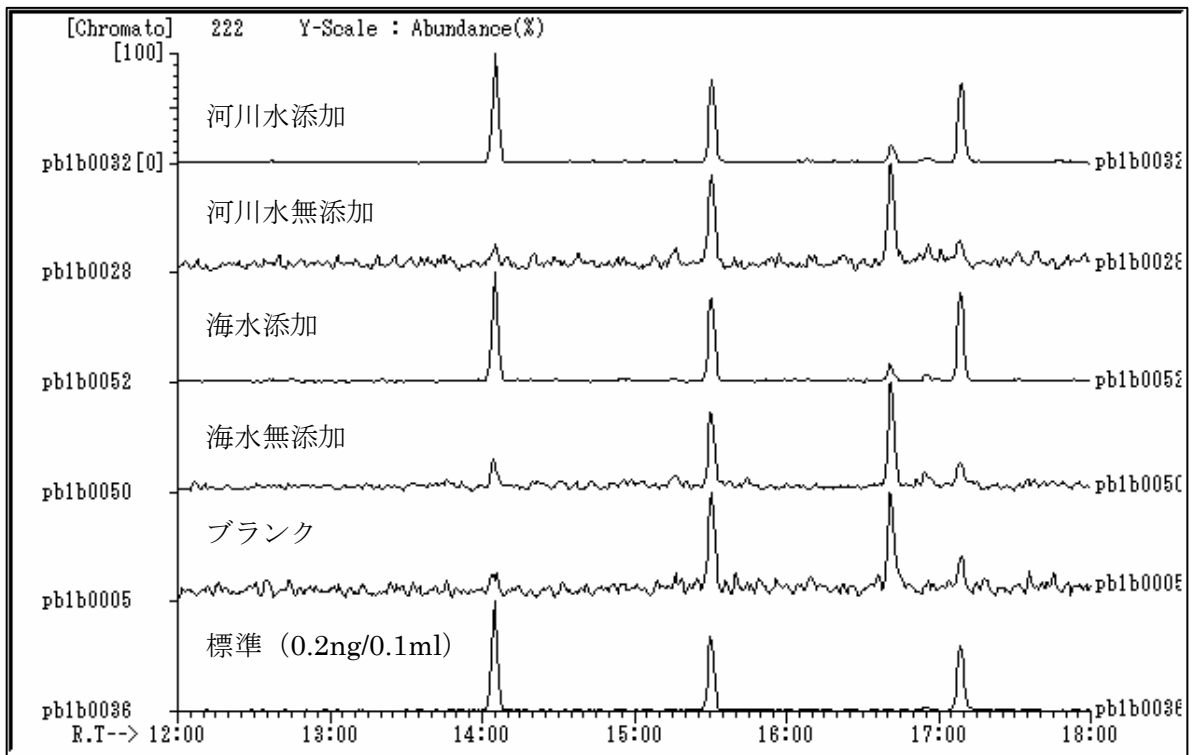


図52-2 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 2 塩化物)

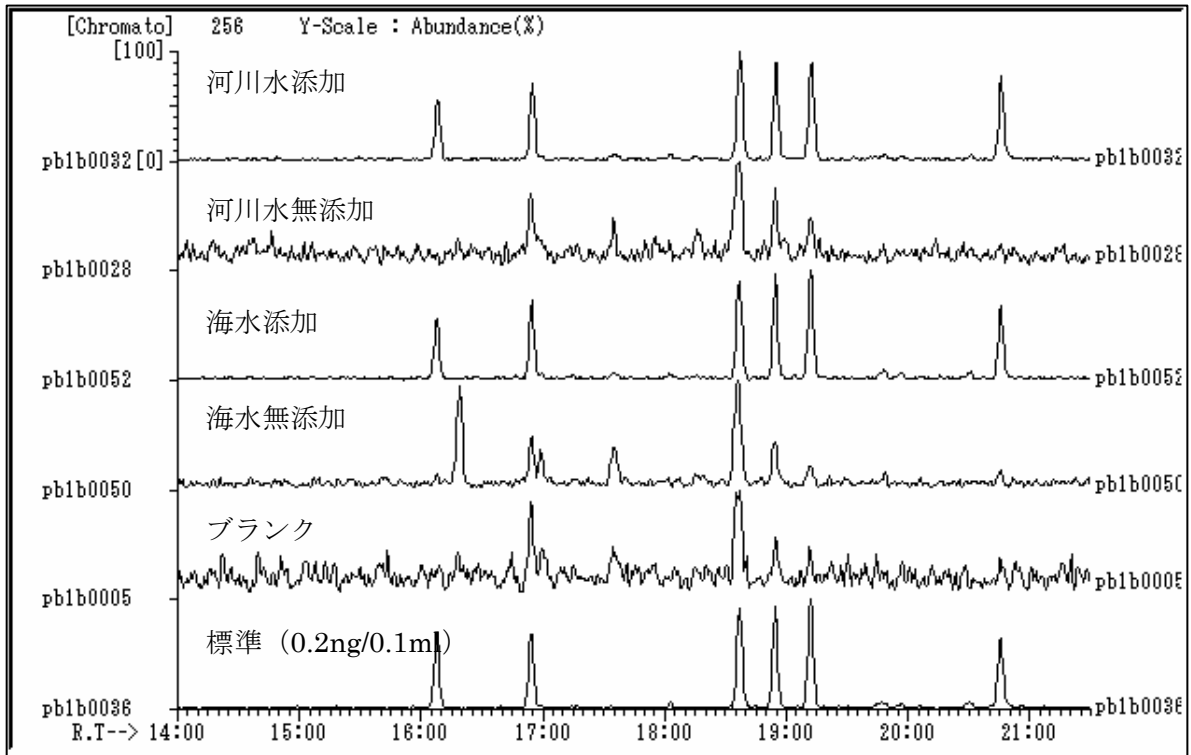


図52-3 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 3 塩化物)

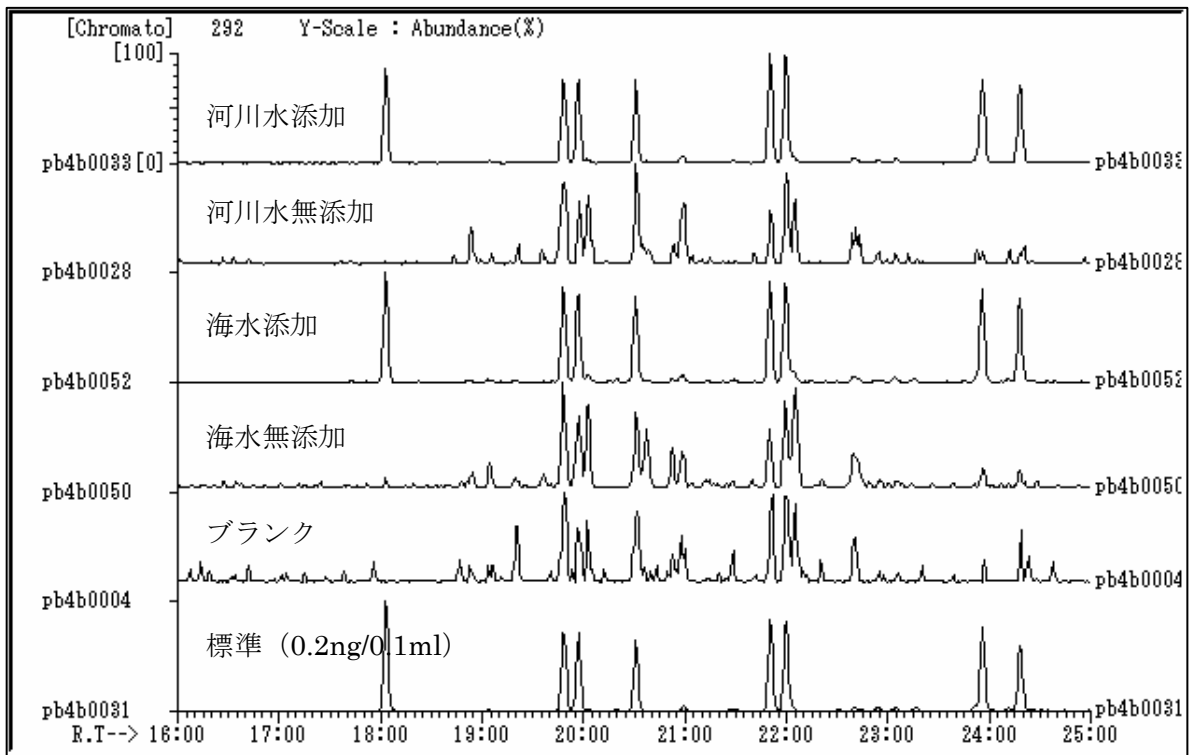


図52-4 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 4 塩化物)

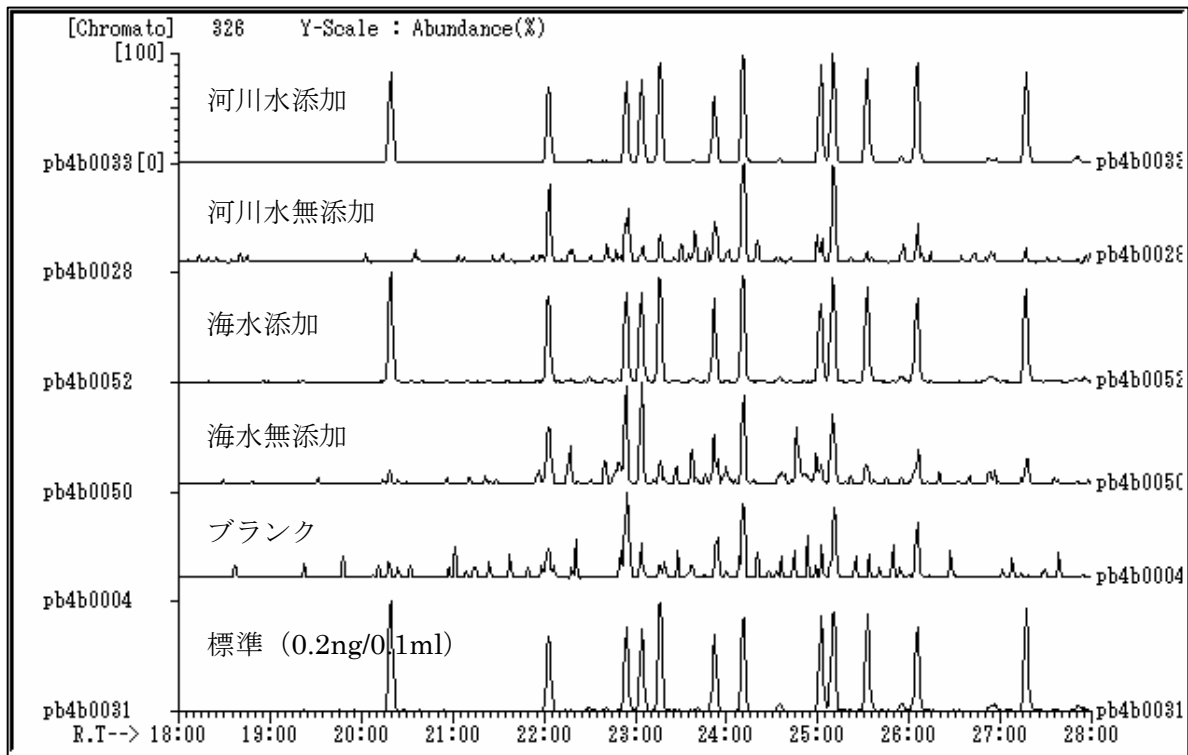


図52-5 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 5 塩化物)

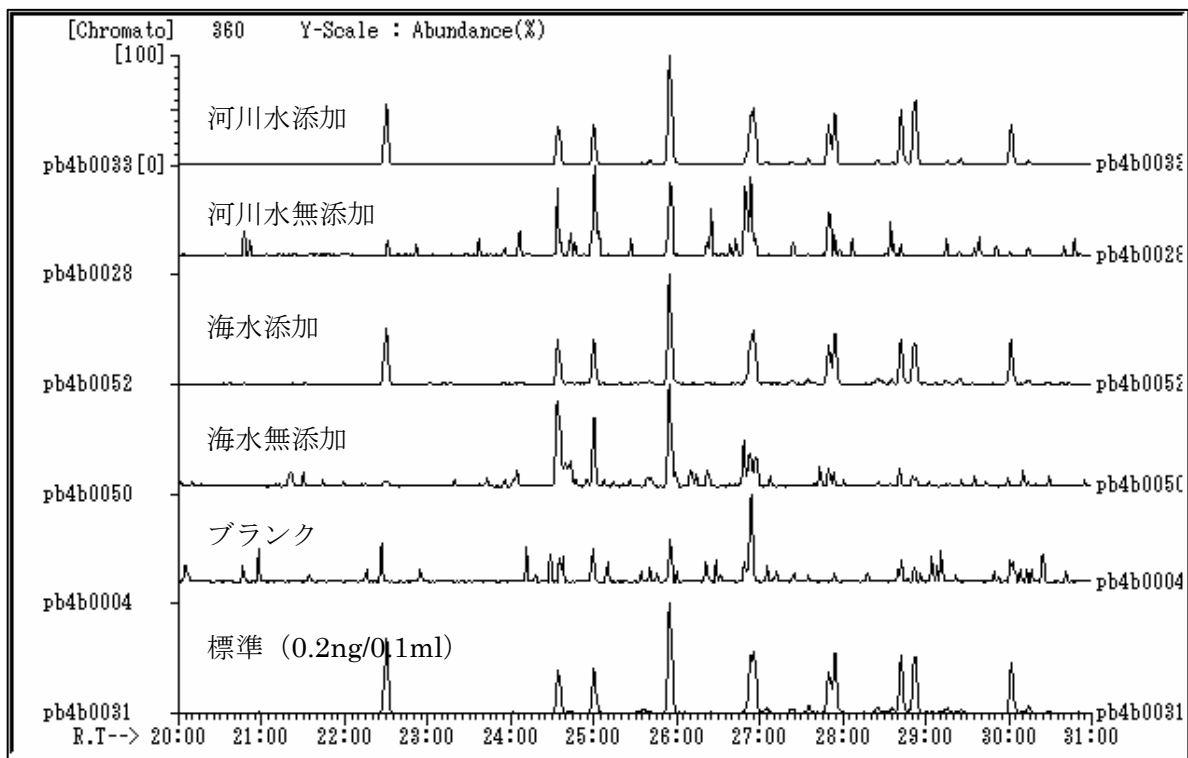


図52-6 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 6 塩化物)

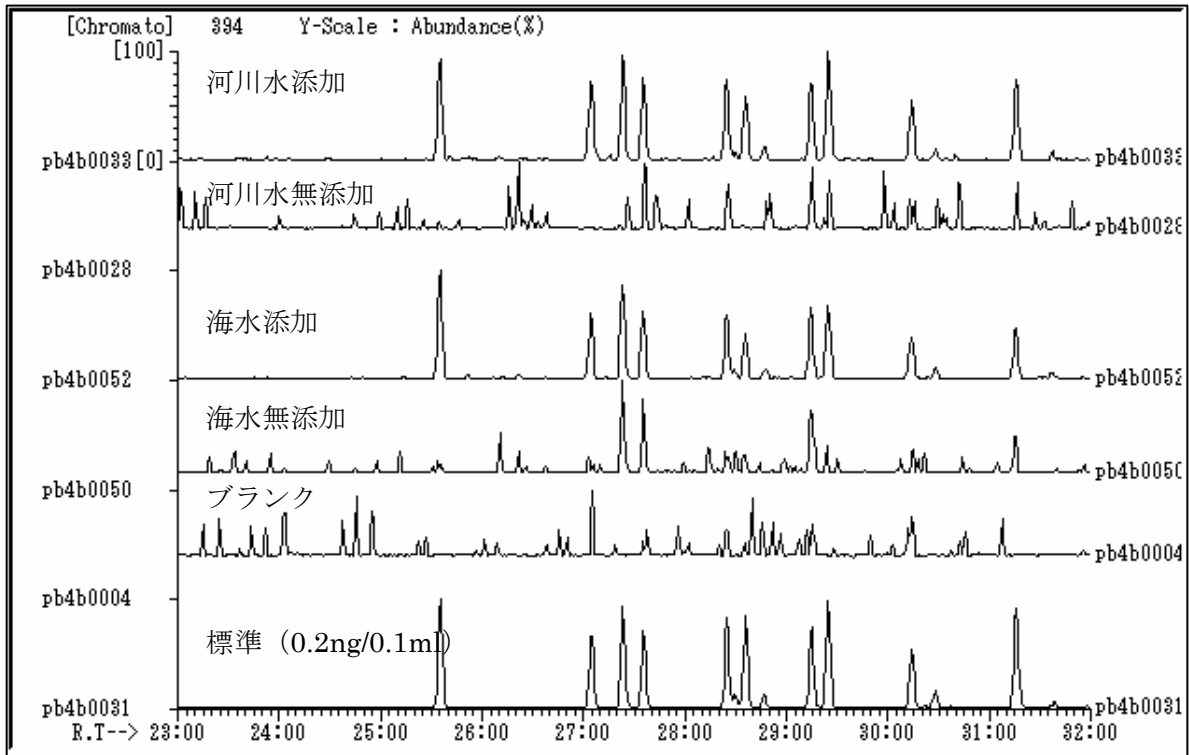


図52-7 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 7 塩化物)

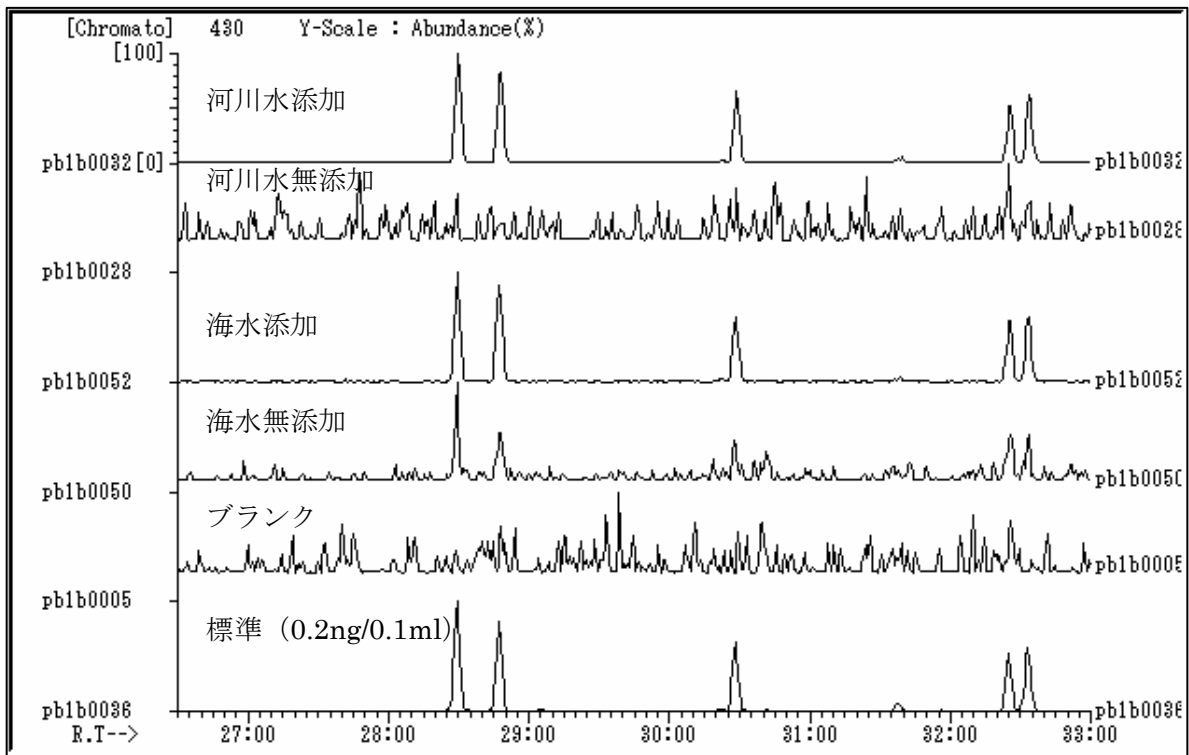


図52-8 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 8 塩化物)

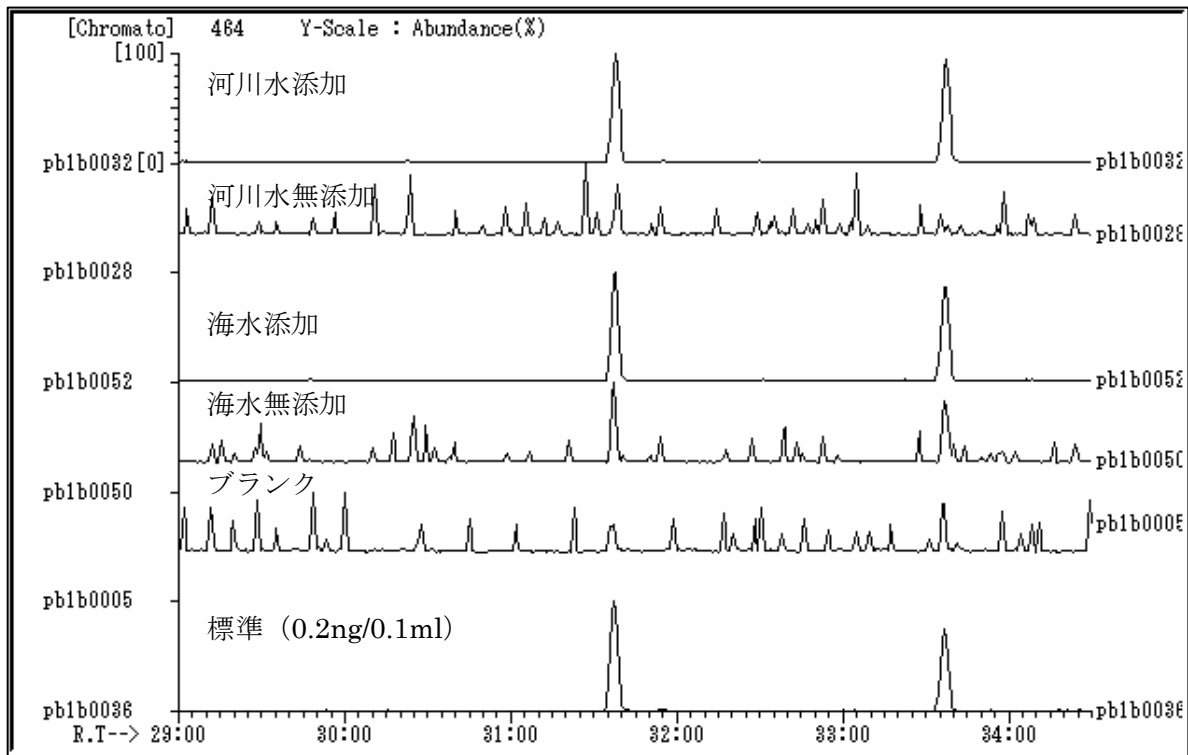


図52-9 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 9 塩化物)

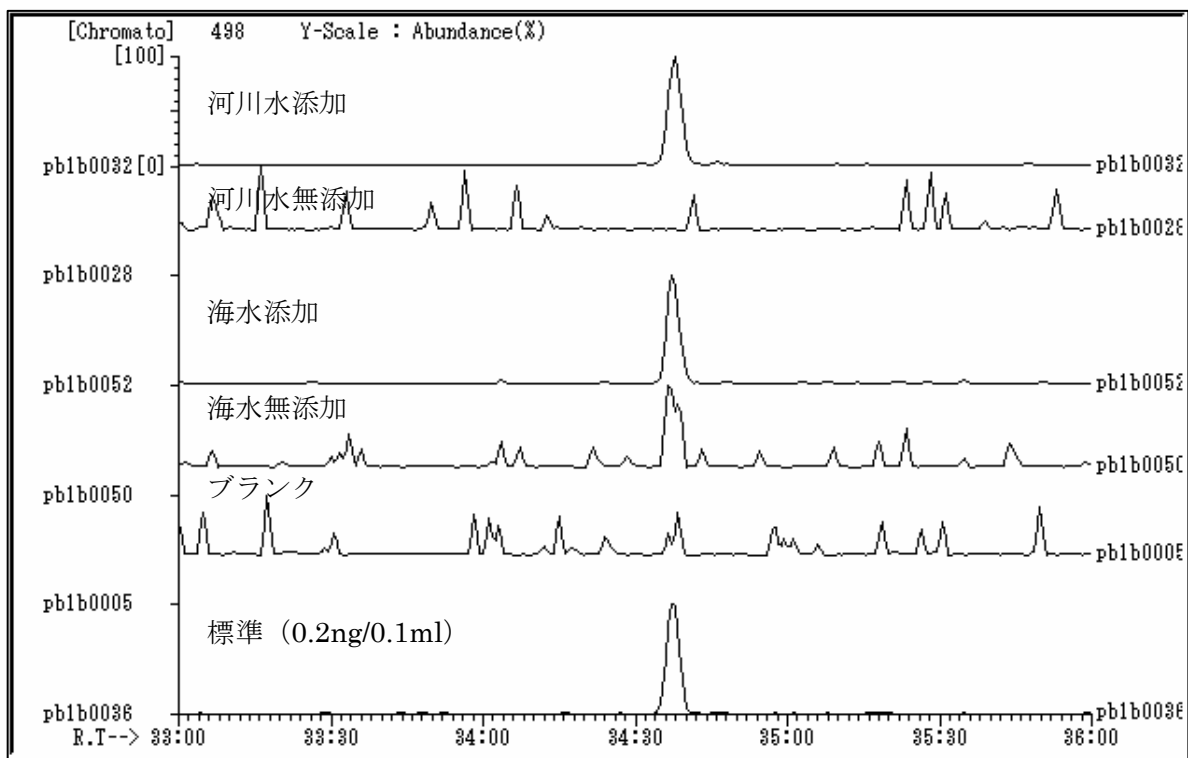


図52-10 水質試料大容量固相抽出法の分析例 (PCBs : 10 塩化物)



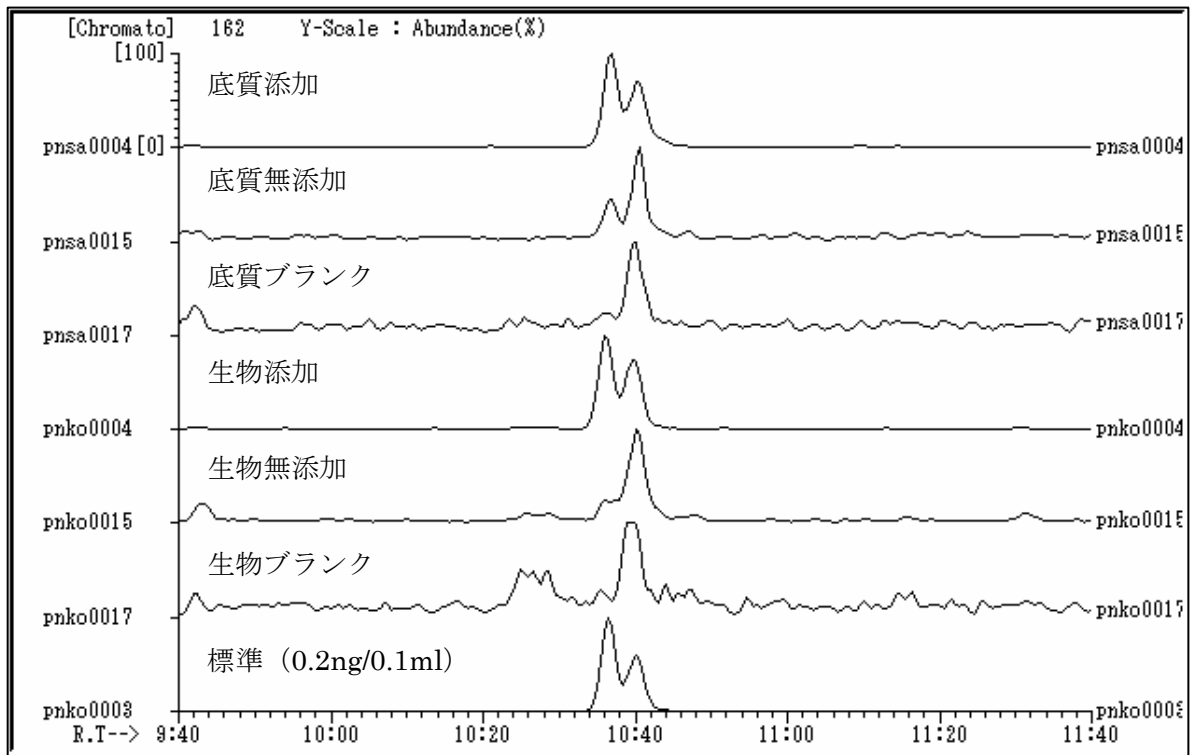


図53-1 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：1 塩化物）

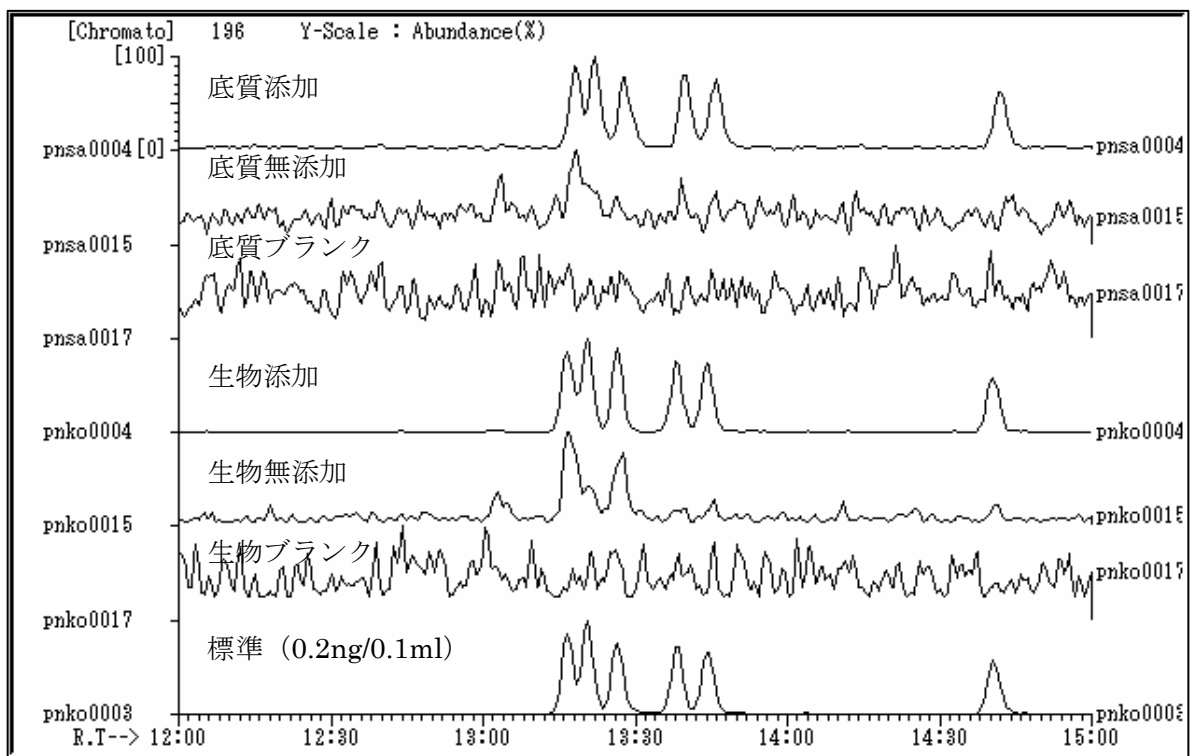


図53-2 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：2 塩化物）

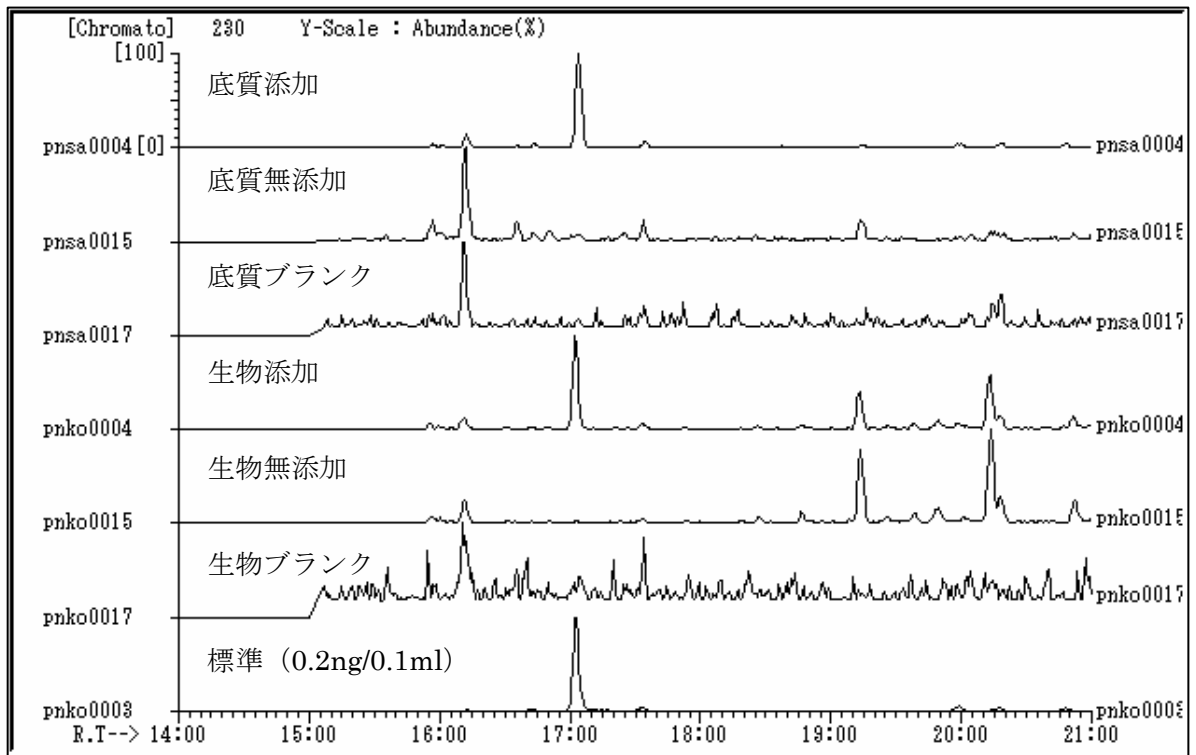


図53-3 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：3塩化物）

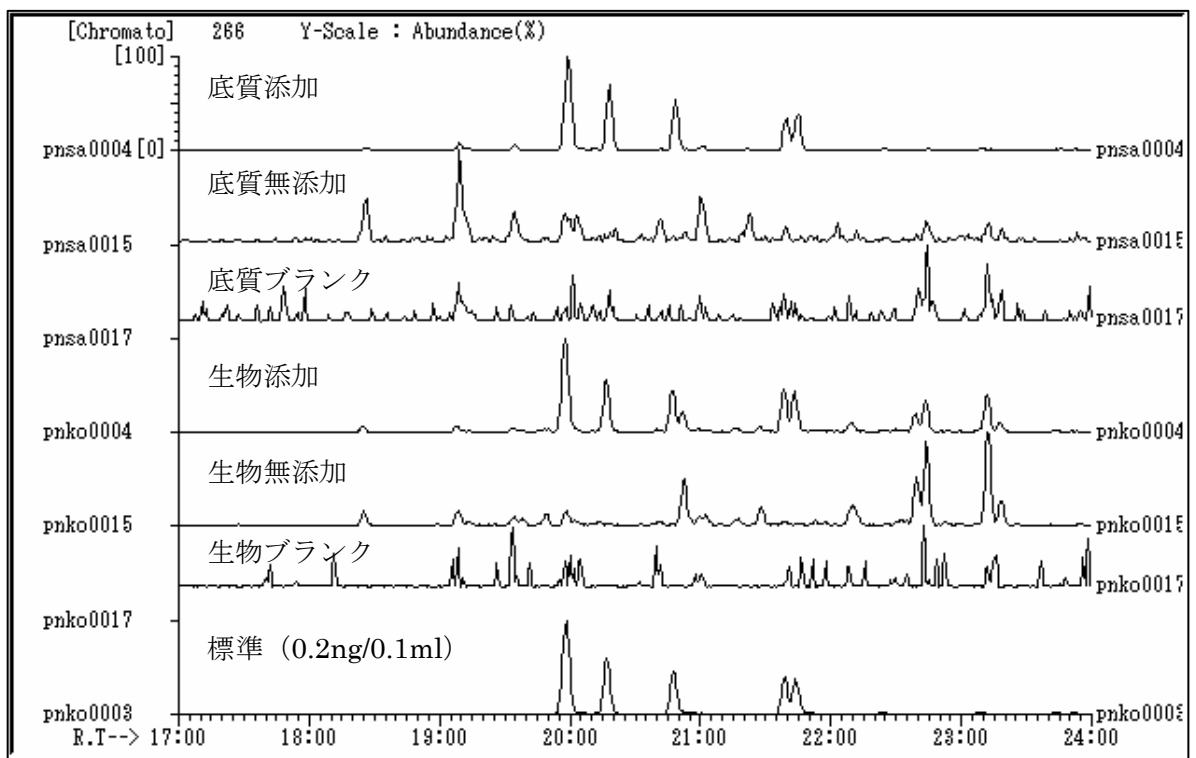


図53-4 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：4塩化物）

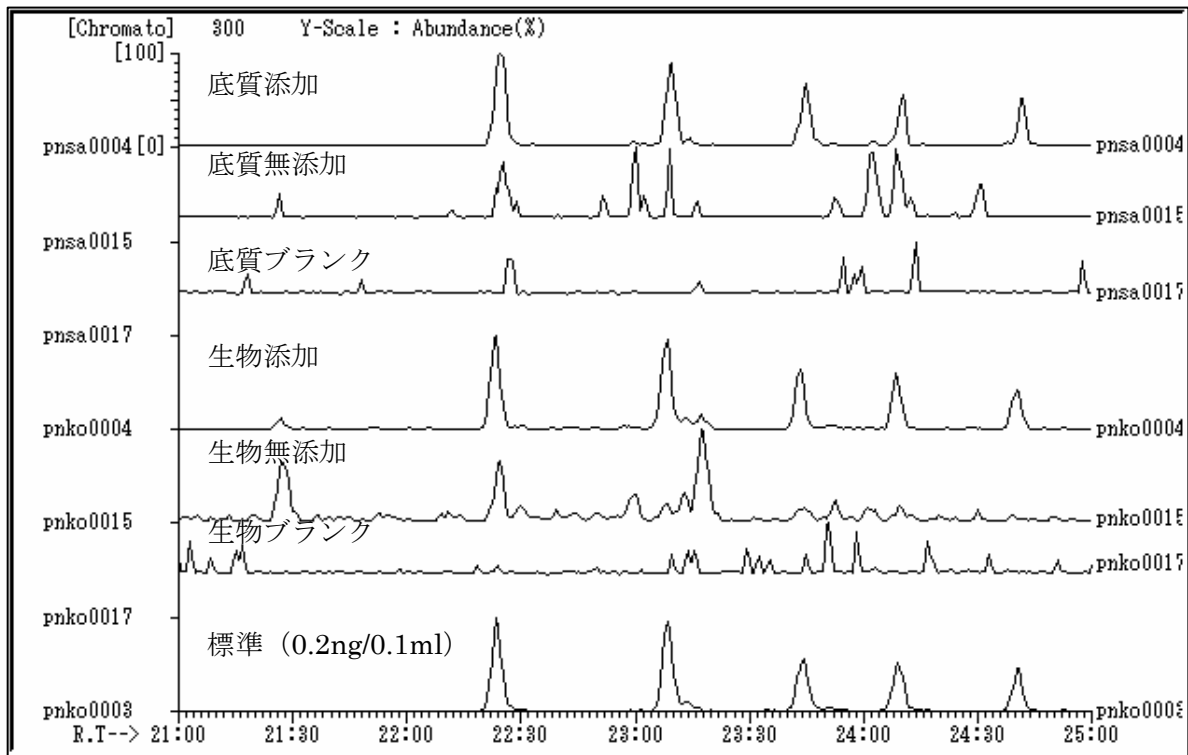


図53-5 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：5 塩化物）

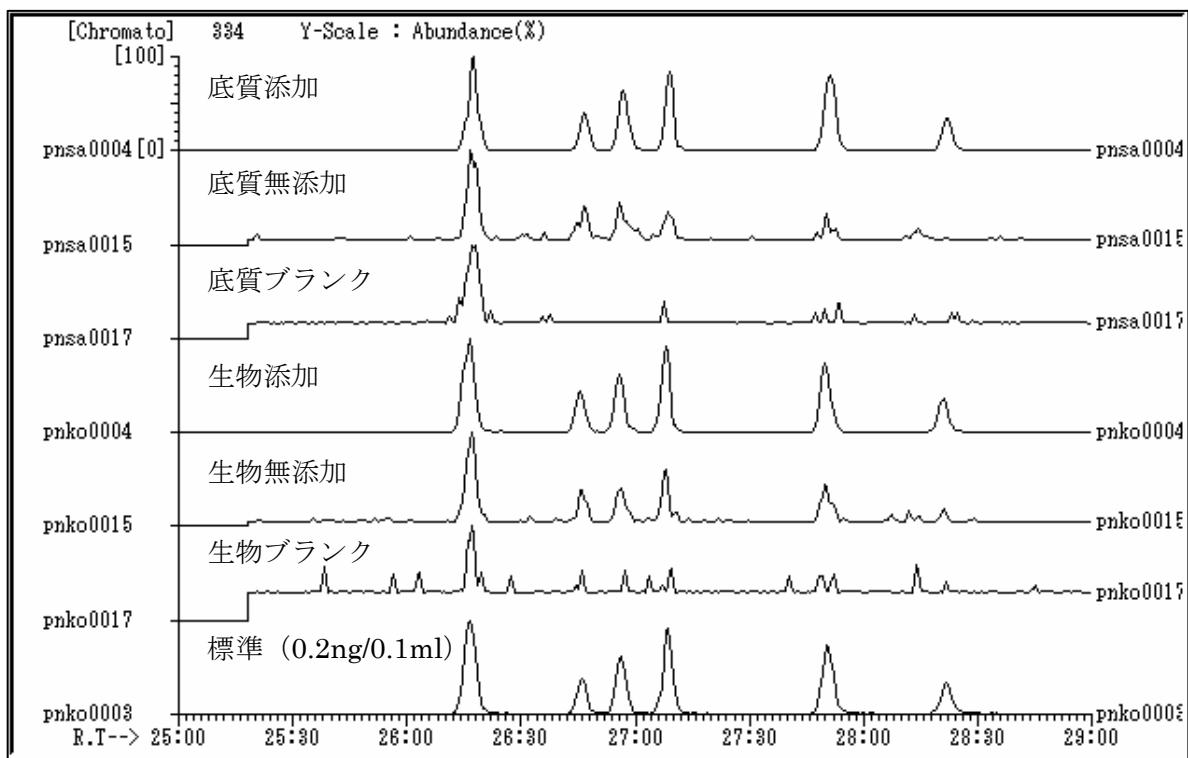


図53-6 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：6 塩化物）

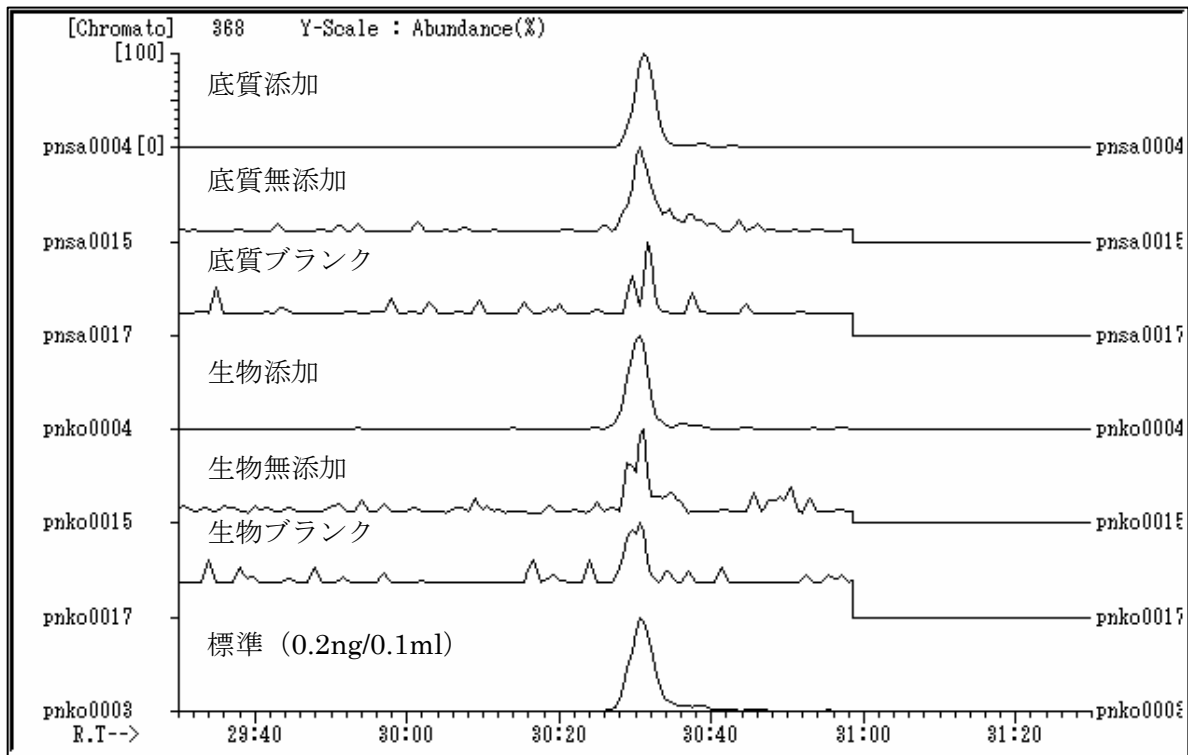


図53-7 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：7 塩化物）

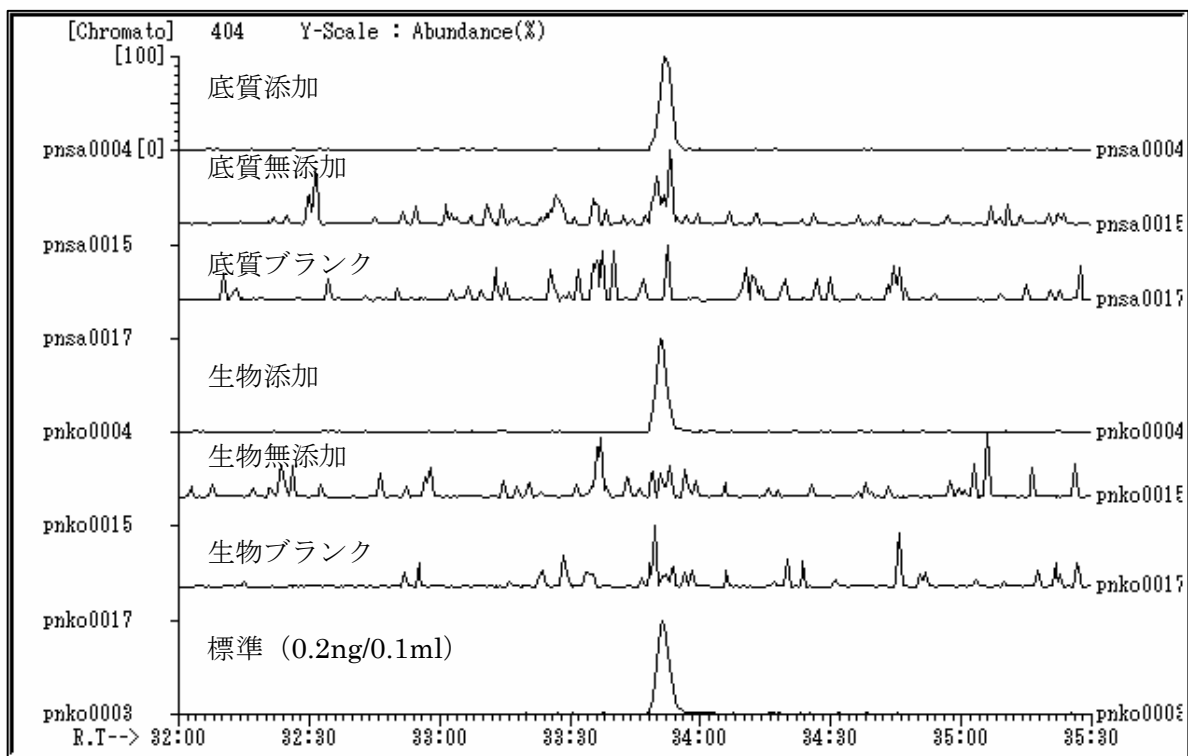


図53-8 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCNs：8 塩化物）

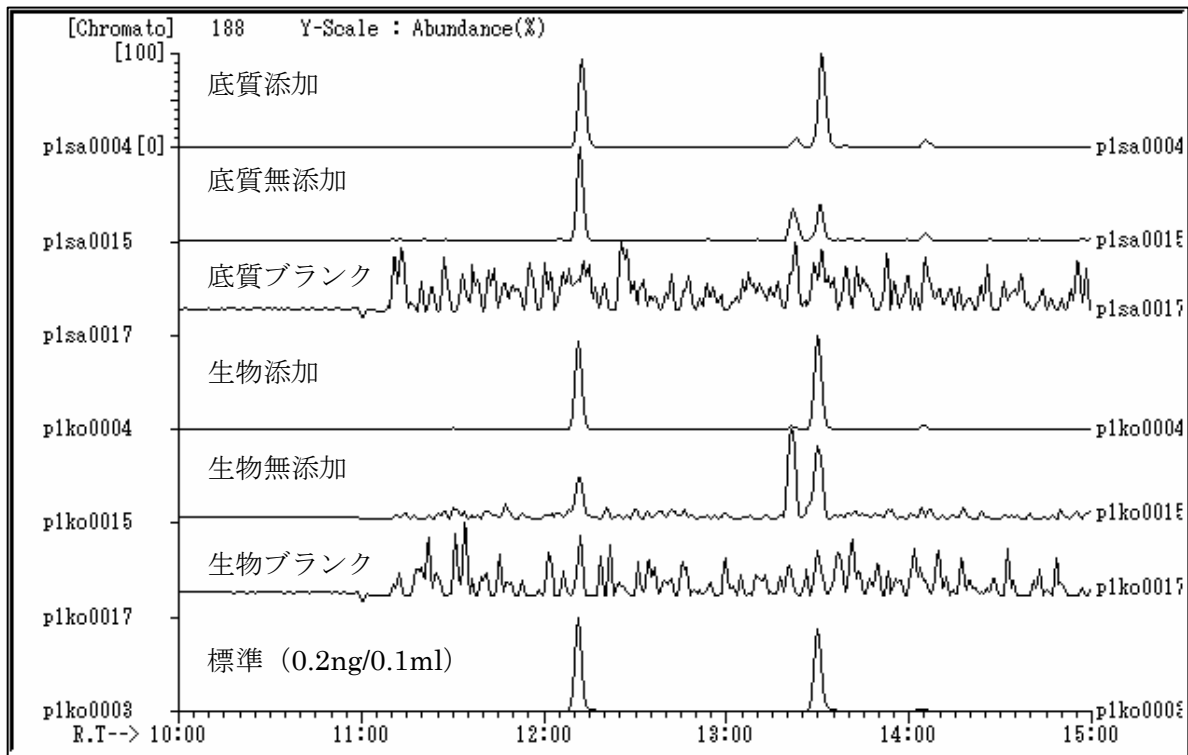


図54-1 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキササン抽出法）の分析例（PCBs：1塩化物）

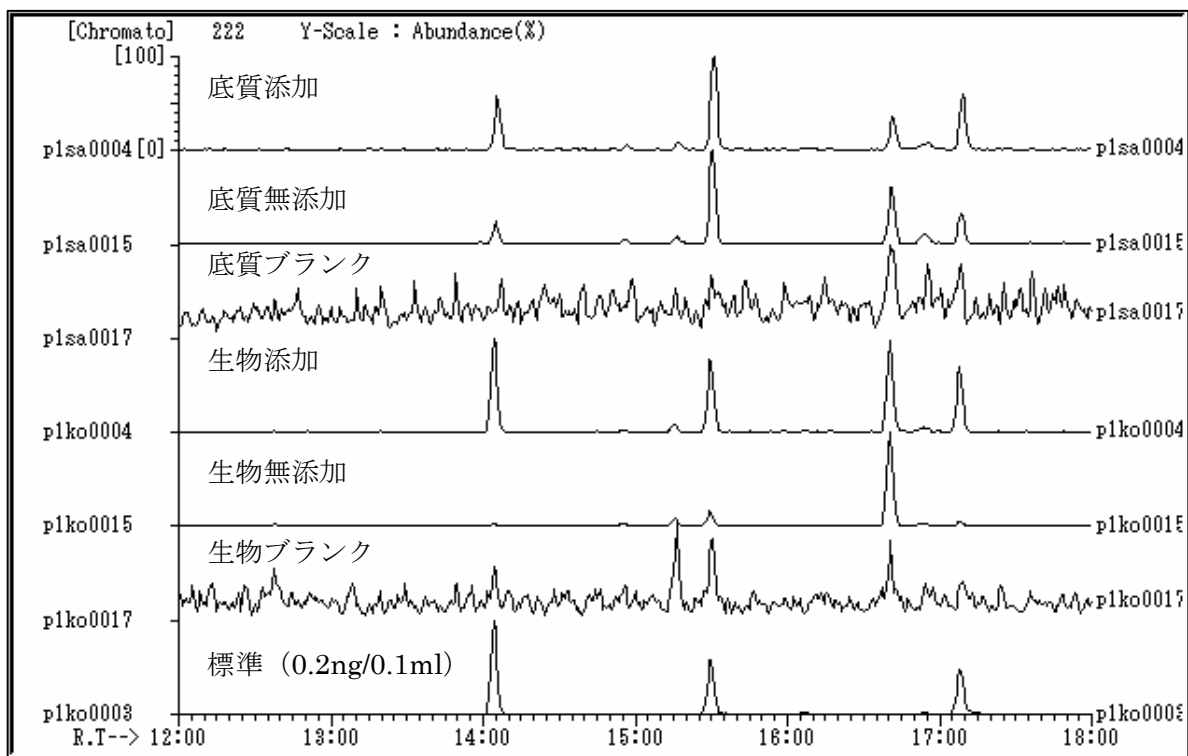


図54-2 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキササン抽出法）の分析例（PCBs：2塩化物）

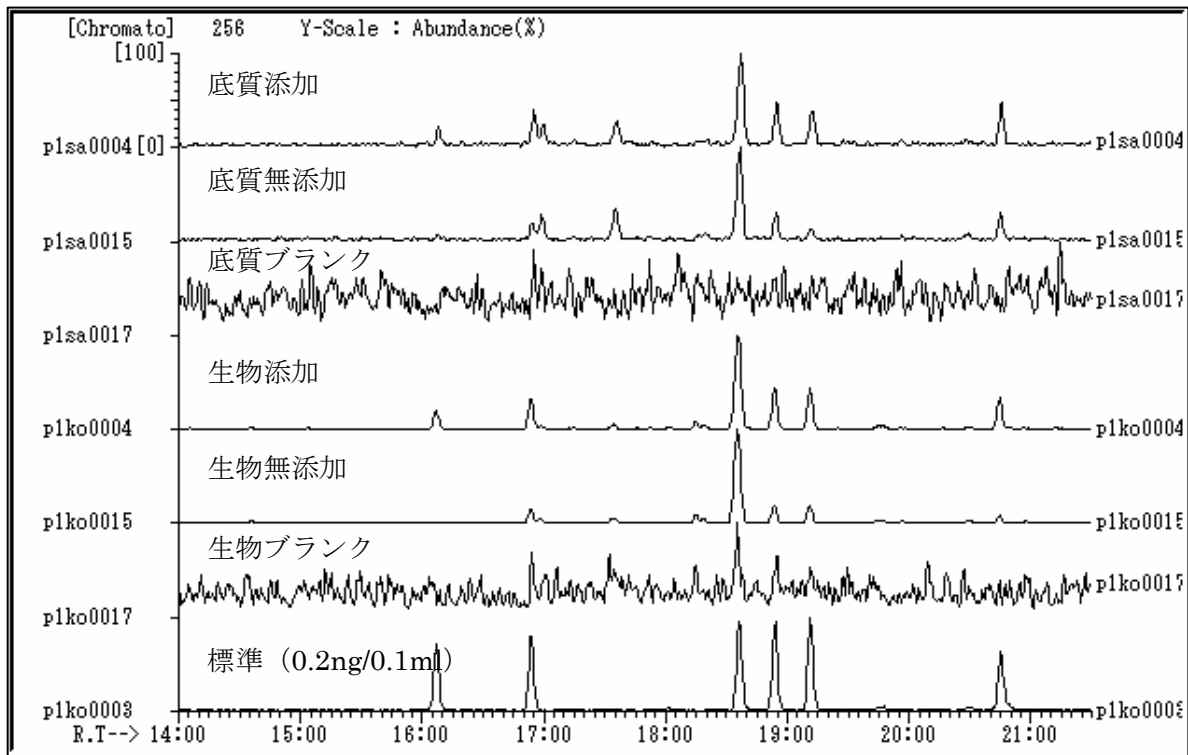


図54-3 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：3塩化物）

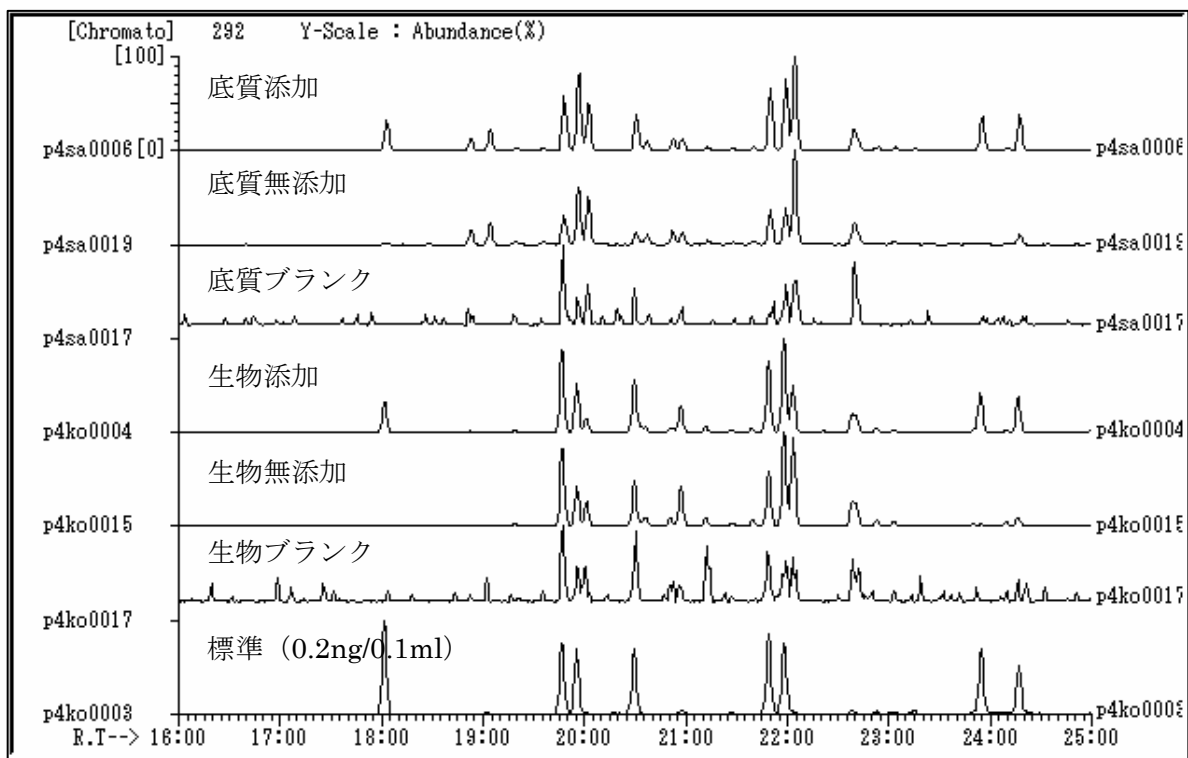


図54-4 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：4塩化物）

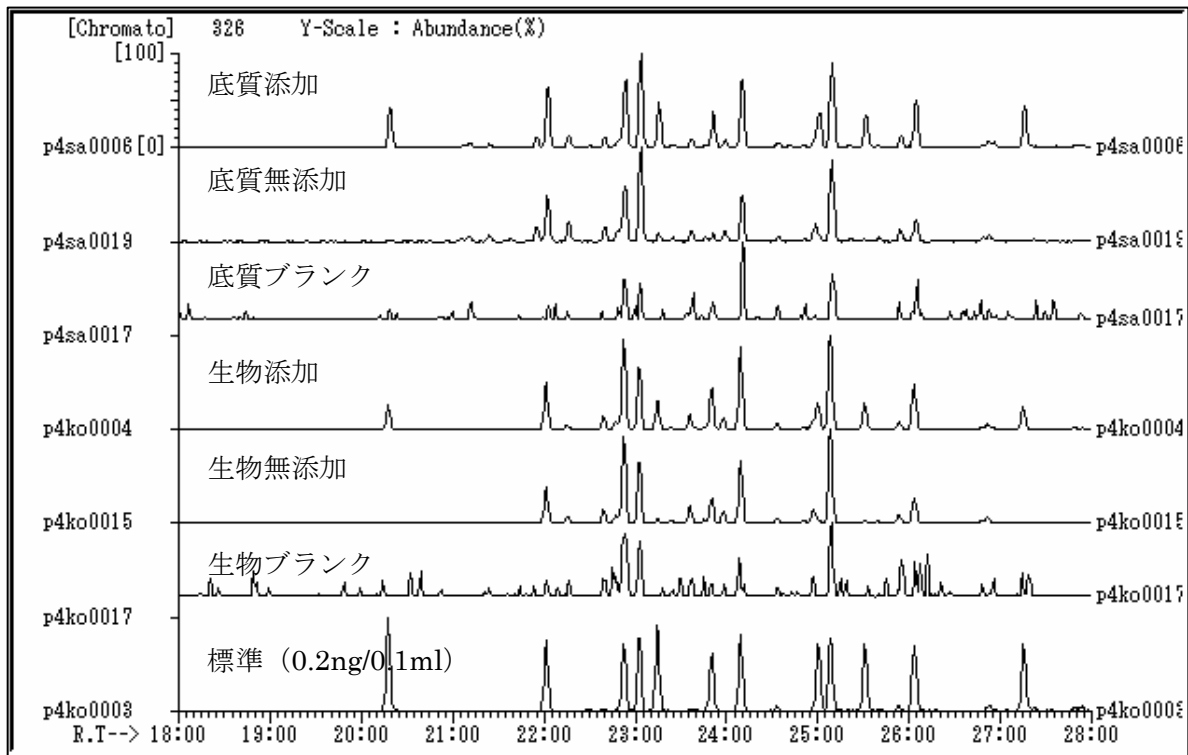


図54-5 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：5塩化物物）

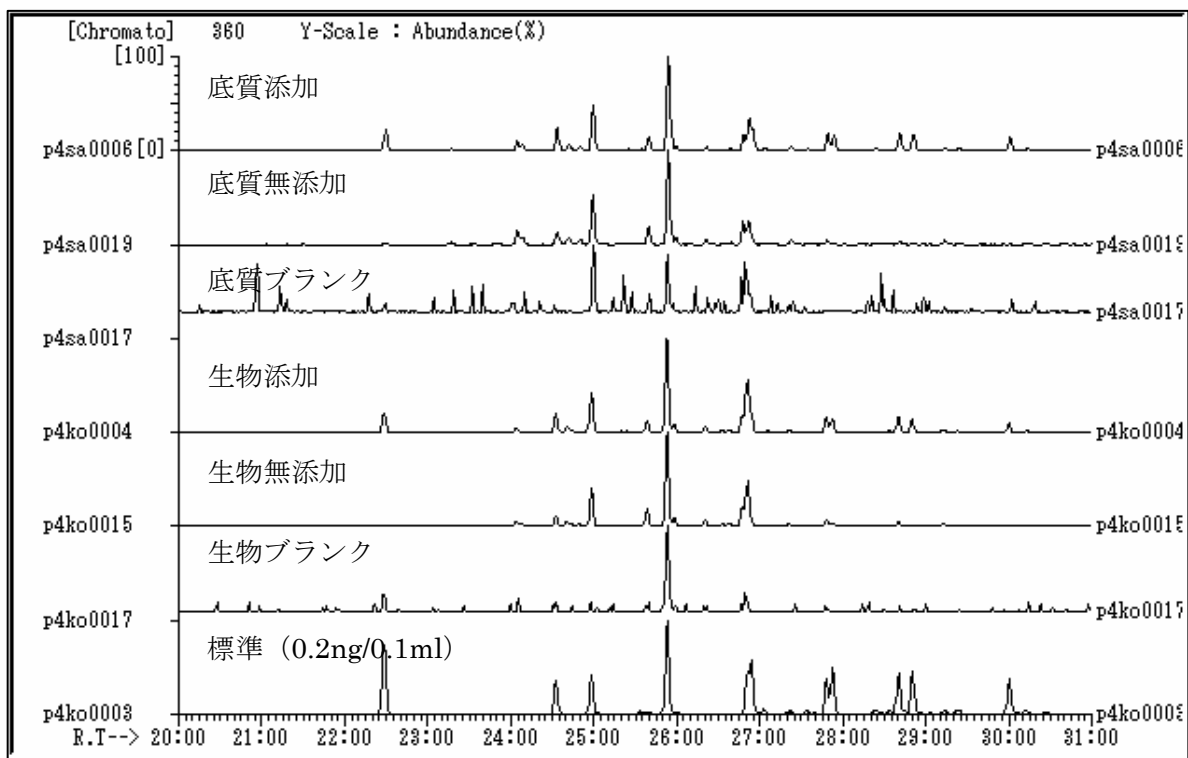


図54-6 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：6塩化物物）

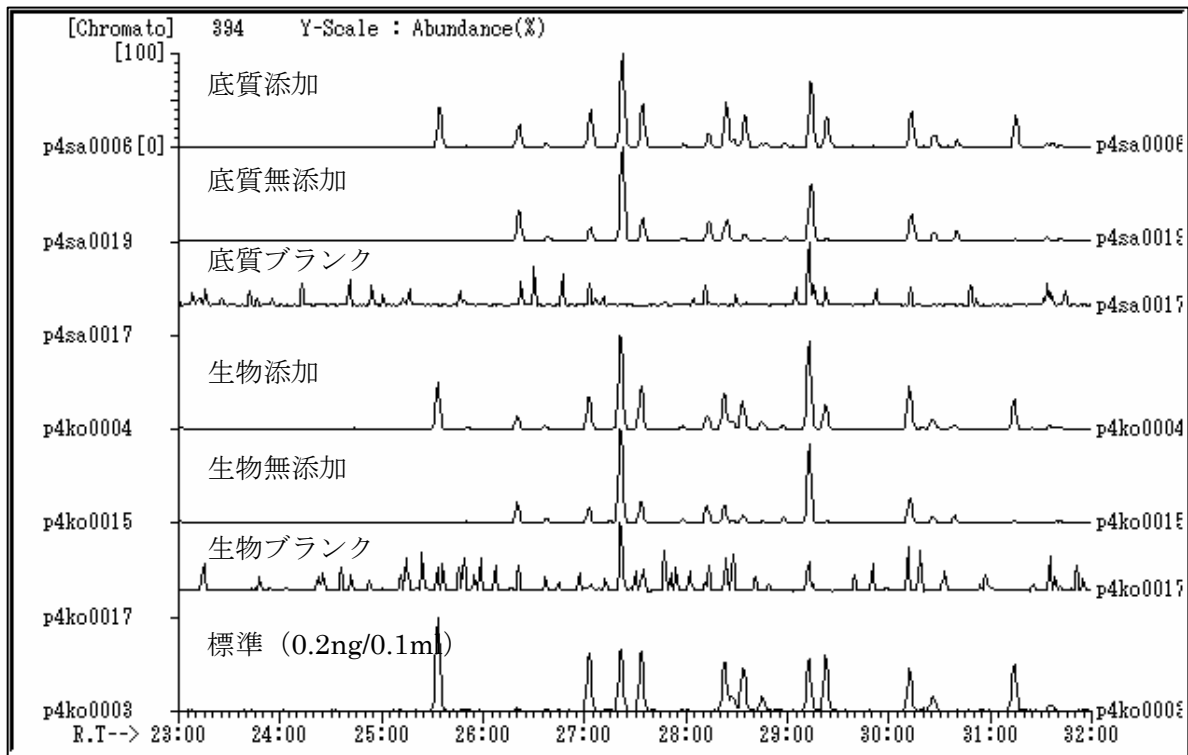


図54-7 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキササン抽出法）の分析例（PCBs：7 塩化物）

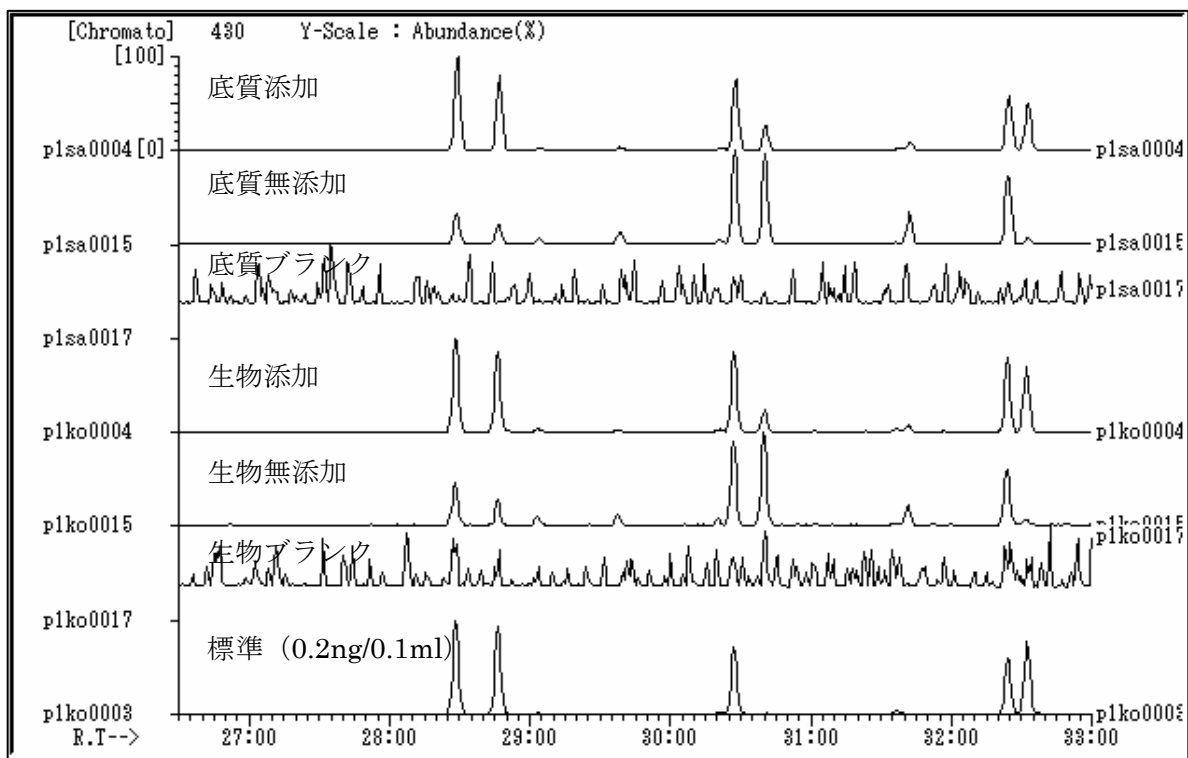


図54-8 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキササン抽出法）の分析例（PCBs：8 塩化物）



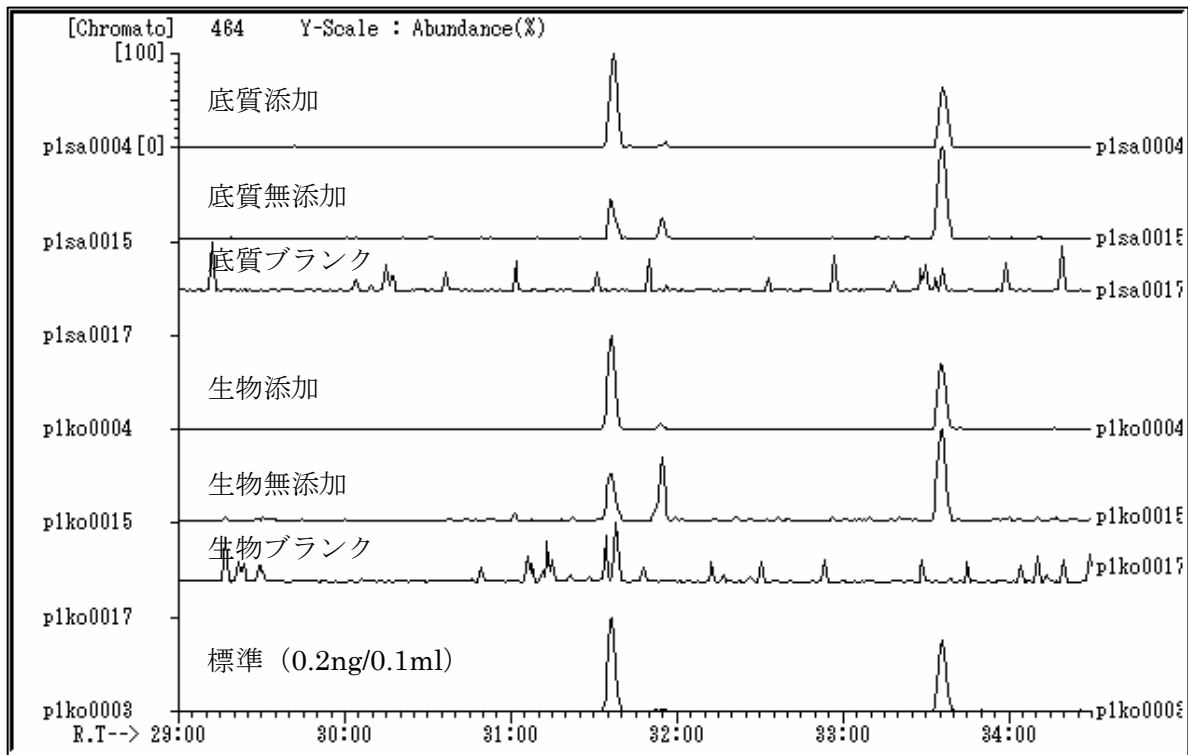


図54-9 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：9塩化物）

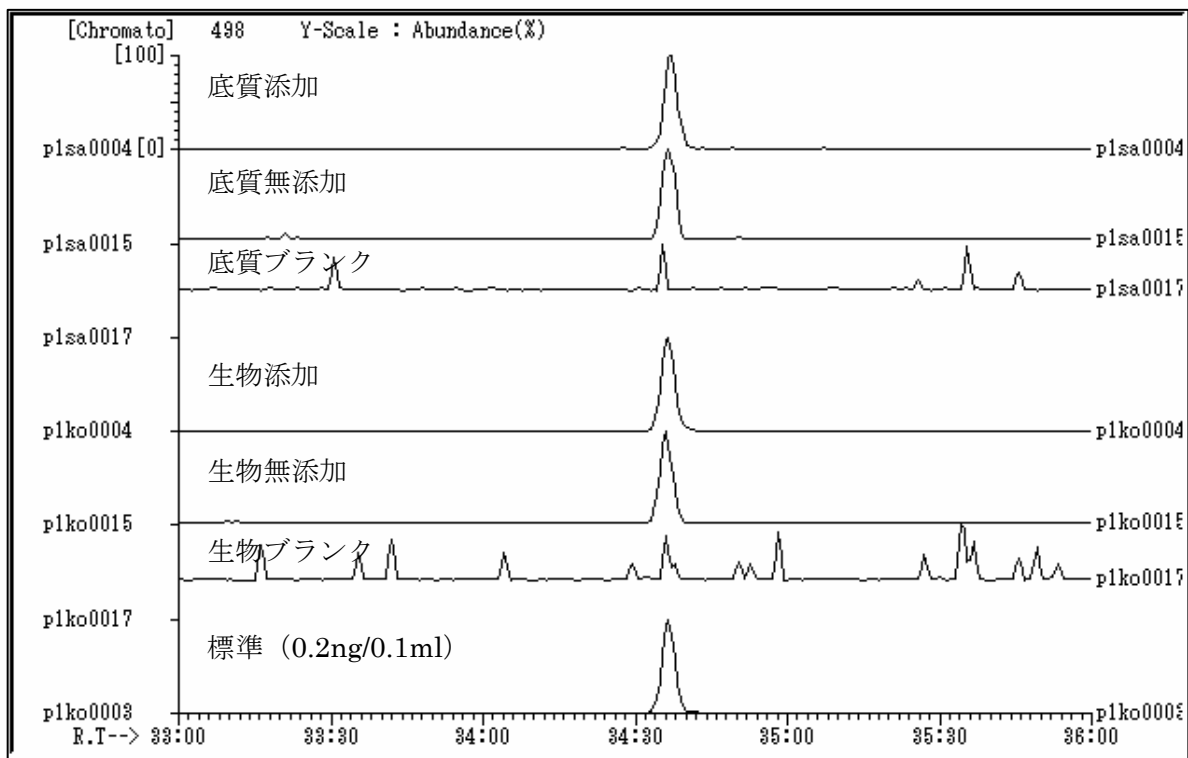


図54-10 底質（アセトン抽出法）及び生物（コイ：ヘキサン抽出法）の分析例（PCBs：10塩化物）

## 【評 価】

本法により環境試料中に存在するpptレベルのポリ塩化ナフタレン（PCNs）及びポリ塩化ビフェニル（PCBs）を分析することが可能である。

## 参考文献

- 1) 日本工業規格（J I S） K 0 3 1 2（工業用水・工場排水中のダイオキシン類及びコプラナーPCBの測定方法），日本規格協会，1999
- 2) 高菅卓三，井上毅，大井悦雅：各種クリーンアップ法とHRGC/HRMSを用いたポリ塩化ビフェニル（PCBs）の全異性体詳細分析法，環境化学，5，667-675，1995
- 3) 環境省環境安全課：水質・底質・生物モニタリング調査マニュアル（改訂版）（ポリ塩化ビフェニル；国土環境），作成中
- 4) 中野 武他：ポリクロロベンゼン，ポリクロロフェノール，ポリクロロナフタレンのGC/MS-SIM分析，兵庫県公害研究所年報，24，30-37，1992
- 5) 環境庁環境安全課：平成9年度化学物質分析法開発調査報告書（ポリ塩化ナフタレン；兵庫県公害研究所），1998
- 6) 環境庁環境安全課：生物モニタリング調査マニュアル，1987
- 7) 日本薬学会：衛生試験法・注解，p467-477，2000
- 8) 日本工業規格（J I S） K 0 0 9 3（ポリ塩素化ビフェニル），日本規格協会，1998
- 9) 日本工業規格（J I S） K 0 1 0 2（工場排水試験方法），日本規格協会，1998
- 10) 環境庁水質保全局：水質，底質及び生物の内分泌攪乱攪乱化学物質（環境ホルモン）の分析法，1999
- 11) 環境庁環境安全課：平成9年度化学物質分析法開発調査報告書（ベンゾオチフェン，ジベンゾチオフェン等；岡山県環境保健センター），1998
- 12) 環境庁環境安全課：平成8年度非意図的生成化学物質等汚染実態追跡調査報告書（日本食品分析センター），1998
- 13) 環境庁環境安全課：平成10年度化学物質分析法開発調査報告書（その2）（多環芳香族炭化水素類（PAHs）；岡山県環境保健センター），2000
- 14) 環境庁環境安全課：平成11年度化学物質分析法開発調査報告書（その1）（フタル酸ブチルベンジル）；東京都衛生研究所），2000
- 15) 環境庁水質保全局水質管理課及び規制課通知：ダイオキシン類に係る底質調査暫定マニュアル，1998
- 16) 廃棄物処理振興財団：PCB処理技術ガイドブック，pp198-211，ぎょうせい，1999
- 17) 今川 隆：廃棄物焼却におけるポリ塩素化ナフタレンの生成に関する研究，資源環境技術総合研究所研究報告，Vol29，2000
- 18) 日本分析化学会：ダイオキシン類及びPCB同族体分析用河川底質標準物質開発成果報告書，2001

担 当：岡山県環境保健センター

住 所：〒701-0298 岡山市内尾739-1

電 話：086-298-2681

FAX：086-298-2088

担当者：劔持堅志、吉岡 敏行、西島 倫子

#### 分析用試料送付方法

- ①分析担当機関と、予め試料の採取日と送付日を協議する。
- ②試料採取後、直ちに送付する。

#### 【水質】

試料瓶はアセトンで洗浄後乾燥したガロン瓶（3L）を用い、試料瓶を試料水で2～3回共洗いした後、キャップ下部に5cm程度のヘッドスペースが残るように採取し、冷蔵便で送付する。

#### 【底質、生物】

均一化した試料を200ml褐色耐熱ねじ口瓶（ねじ規格45程度、PTFE張りパッキン付）に満杯にならないように採取し、冷蔵便で送付する。

# Analytical Method for Polychlorinated Naphthalens (PCNs) and Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in Environmental Samples by GC/HRMS-SIM

## **Abstract**

An analytical method was developed for determining of residue of Polychlorinated Naphthalens (PCNs) and Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in water, sediment and fish by GC/HRMS-SIM.

## **[Water]**

### **Extraction**

A water sample (5L) spiked with PCNs-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> and PCBs-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> as a surrogate was passed through an activated solid phase extraction disk (C18-FF, 90mm  $\phi$ ). The disk was Soxhlet-extracted with 160ml of toluene for 6 hours. The extracts were dehydrated with anhydrous sodium sulfate and then concentrated to 0.5ml.

### **Cleanup**

The extracts were dissolved in 2ml of acetone and filtrated with syringe filter device(1  $\mu$  m). The filtrates were concentrated to 0.5ml and applied to a gel permeation chromatography (GPC, CLNpak PAE-2000, 5% Cyclohexane Acetone, 4ml/min). PCBs were eluted in the range of 14.5 to 16.25 minutes and PCNs were eluted in the range of 16 to 18 minutes. The fraction was evaporated and exchanged to hexane solution. The solution was applied to a silicagel cartridge column (1g) and then eluted with 6ml hexane. The fraction was evaporated to 0.1ml and added internal standard, and analyzed by GC/HRMS-SIM.

## **[Sediment]**

### **Aceton extraction**

A wet sediment sample (20g) spiked with PCNs-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> and PCBs-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> as a surrogate was extracted twice with 50ml acetone. The extracts were diluted with 40ml of ethanol and evaporated to about 35ml.

### **Soxhlet extraction**

A dry sediment sample (10g) spiked with PCNs-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> and PCBs-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> as a surrogate was Soxhlet-extracted with 160ml of toluene for 16 hours. The extracts were dehydrated with anhydrous sodium sulfate and then concentrated to about 0.1ml. The extracts were diluted with 25ml of ethanol.

### **Cleanup**

The extracts were diluted with 25ml of KOH/ethanol solution (1mol/L) and saponified for 1 hour at room temperature. The extracts were diluted with 50ml of water and extracted with 50ml of hexane twice. The hexane phase was dehydrated with anhydrous sodium sulfate and repeatedly treated with 5ml of concentrated sulfuric acid, until the dark brown color of the sulfuric acid layer disappeared. The hexane phase was washed with 30ml of 5% NaCl solution and dehydrated with anhydrous sodium sulfate and concentrated to 0.5ml. The extracts were cleaned up by GPC and a silicagel cartridge column (1g) as well as the water sample. The fraction was evaporated to 0.1ml and added internal standard, and analyzed by GC/HRMS-SIM.

## **[Biological sample]**

### **Hexane extraction**

A biological sample (20g) was mixed with 40g of anhydrous sodium sulfate and spiked with PCNs-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> and PCBs-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> as a surrogate. The sample was homogenized and extracted with 40ml of hexane three times. The extracts were diluted with 50ml of KOH/ethanol solution (0.5mol/L) and saponified for 1 hour at room temperature.

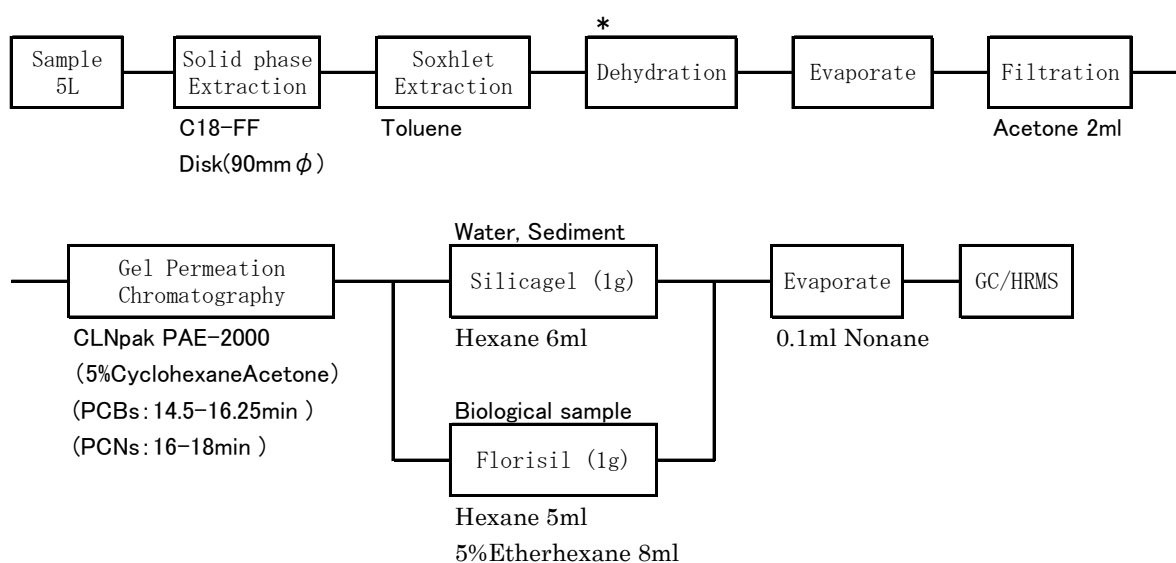
### **Saponification extraction for PCBs**

A biological sample (20g) spiked with PCNs-<sup>13</sup>C<sub>10</sub> and PCBs-<sup>13</sup>C<sub>12</sub> as a surrogate was saponified with 50ml of KOH/ethanol solution (1mol/L) for 15 hour at room temperature.

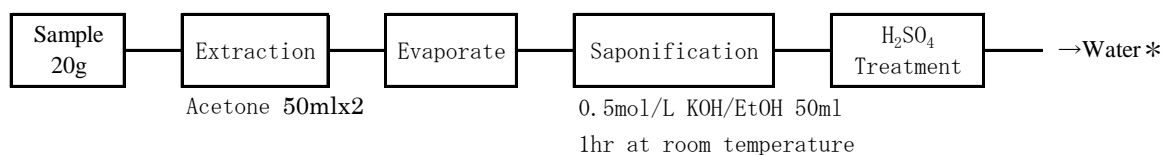
### **Cleanup**

After Saponification, the extracts were extracted with hexane and treated with concentrated sulfuric acid and GPC as well as the sediment sample. The GPC fraction was evaporated and exchanged to hexane solution. The fraction was applied to a Florisil cartridge column (1g) and then eluted with 5ml of hexane and 8ml of 5% etherhexane. The both fraction were evaporated to 0.1ml and added internal standard, and analyzed by GC/HRMS-SIM.

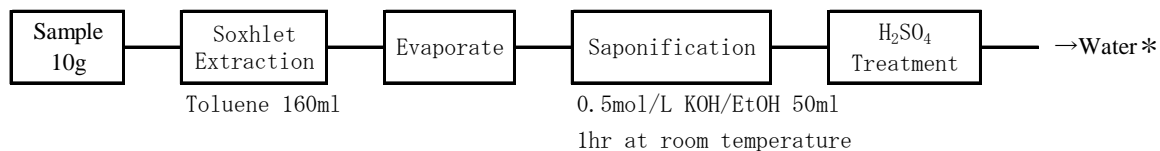
## Water



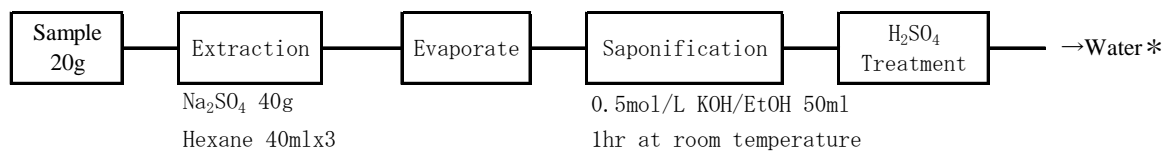
## Sediment : Acetone extraction



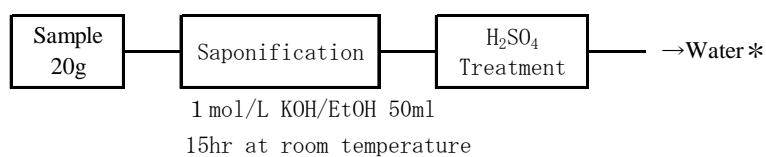
## Sediment : Soxhlet extraction



## Biological sample : Hexane extraction



## Biological sample : Saponification extraction for PCBs



物質名	分析法フローチャート	備考
ポリ塩化ナフタレン (PCNs) 及び ポリ塩化ビフェニル (PCBs)	<p>水質</p> <pre>           graph LR             A[試料 5L] --&gt; B[固相抽出 C18-FF (90mm φ)]             B --&gt; C[GPC * CLNpak PAE-2000 PCBs: 14.5-16.25min PCNs: 16-18min]             C --&gt; D[GC/HRMS]           </pre> <p>①水質、底質 シカゲル 1g, ヘキサン6ml</p> <p>②生物 フロリジル 5g, ヘキサン5ml+5%エーテルヘキサン8ml</p> <p>底質・生物</p> <pre>           graph LR             E[試料20g] --&gt; F[液固抽出 アセトン (底質) ヘキサン (生物)]             F --&gt; G[溶媒留去]             G --&gt; D           </pre> <p>室温アルカリ分解 1 mol/L KOH/EtOH 50ml 1hr at room temperature</p> <p>硫酸洗浄</p> <p>以下水質*</p>	<p>GC/HRMS 分解能：10,000</p> <p>カラム：J&amp;W DB-5MS 0.25 μm、60m、 0.32mm</p> <p>検出限界(PCNs) 水質 5pg/L</p> <p>底質 5pg/g</p> <p>生物 2pg/g</p> <p>検出限界(PCBs) 水質 4pg/L</p> <p>底質 4pg/g</p> <p>生物 2pg/g</p>