

母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル

平成12年12月22日

母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル検討協力者

福岡県保健環境研究所保健科学部長

埼玉県衛生研究所ダイオキシン研究グループ 専門研究員

工学院大学講師

星薬科大学薬品分析化学教室教授

大阪府立公衆衛生研究所食品衛生部食品化学課長

東京都立衛生研究所生活科学部乳肉衛生研究科長

摂南大学薬学部教授

国立環境研究所地域環境研究グループ 統括研究官

東京農業大学応用生物科学部教授

飯田 隆夫

斉藤 貢一

土屋 悦輝

中澤 裕之

堀 伸二郎

宮崎 孝之

宮田 秀明

森田 昌敏

渡邊 昌

目次

1	はじめに	1
2	用語の定義	1
3	略語の定義	1
4	調査対象物質	2
5	目標定量下限値	2
6	分析に必要な施設・試薬・器具等	3
6.1	試料前処理室	3
6.2	試薬類	3
6.3	器具・機材	3
7	調査計画	5
8	試料採取及び試料の取り扱い	5
9	測定	5
9.1	測定方法の概要	5
9.2	前処理	5
9.3	カラムクロマトグラフィー	6
9.4	測定準備	6
9.5	測定	6
9.6	計算	6
9.7	測定結果の表記方法	7
10	安全管理	8
10.1	試料前処理室及びGC/MS室の構造	8
10.2	試料前処理室への出入り	8
10.3	試薬の管理	8
10.4	標準物質の管理	8
10.5	分析者	8
10.6	測定分析機関の義務	8
10.7	GC/MS	8
10.8	母乳の付着したガラス器具の洗浄	8
10.9	母乳の付着した廃棄物の管理	8
10.10	その他の廃棄物の管理	8
11	品質保証 / 品質管理・内部精度管理	8
11.1	調査	8
11.2	測定分析	8
11.3	計算	9
11.4	ブランク試験	9
11.5	2重測定(試料の前処理から)	9
11.6	2重測定(GC/MS測定)	10
11.7	品質管理チェック試料(QCCS)の測定	10
11.8	外部機関とのインターキャリブレーション	10

図表等

表-1. 定量する化合物の名称等.	11
表-2. 本マニュアルで規定する PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 各化合物の目標定量下限値	12
表-3. 測定に用いる標準物質.	13
表-4. 測定に用いる同位体スパイク.	14
表-5. 測定質量数の例	15
表-6. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比	16
表-7. TEQ 算出のための TEF	17
表-8. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 測定分析結果の表記例	18
図-1. 標準的な分析フロー図	19

1 2 解説編

母乳中のダイオキシン類測定暫定マニュアル

1 はじめに

母乳中のダイオキシン類の濃度は低濃度であり、現在の科学技術レベルで考えられる範囲において確からしい値を得るためには、分析実験設備や測定・分析に関わる一定水準以上の技術が要求される。そこで、母乳中のダイオキシン類の濃度を決定するための方法として技術的内容をまとめた。なお、ここで示した以外の方法であっても本方法と同等以上の性能を持つことが確認されればその方法を採用しても良い。

2 用語の定義

本マニュアル中で記載する用語の定義を次のように定める。

2.1 ダイオキシン類

平成11年7月16日に公布されたダイオキシン類対策特別措置法において、ダイオキシン類とはポリクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン(PCDDs)とポリクロロジベンゾフラン(PCDFs)及び同様な毒性を示すコプラナーPCBで表される化合物の総称である。ただし、本マニュアルではテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ及びオクタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン(7種)及びテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ及びオクタクロロジベンゾフラン(10種)及びコプラナーPCBs(12種)の化合物を示す。

2.2 PCDDs及びPCDFs 2,3,7,8-位塩素置換異性体

PCDDs及びPCDFsの内、化学構造上2,3,7及び8で表記される位置に塩素が配位している化合物の総称。PCDDs 7化合物, PCDFs 10化合物, 合計17化合物が存在する。

2.3 コプラナーPCBs¹

ポリクロロビフェニルで表される化合物であって、化学構造上2,2',6及び6'で表記されるオルト位に配位する塩素数が1以下である化合物の総称。ただし、本マニュアルではこの化合物のほかに、『表-1. 定量する化合物の名称等。(p.11)』のCo-PCBsの欄に示す12種類の化合物を示す。

2.4 ノンオルトコプラナーPCBs

ポリクロロビフェニルで表される化合物であって、化学構造上2,2',6及び6'で表記されるオルト位に塩素が配位しない化合物の総称。ただし、本マニュアルではこの化合物の内、『表-1. 定量する化合物の名称等。(p.11)』の中でCo-PCBsのnon-orthoの欄に示す4種類の化合物を示す。

2.5 モノオルトコプラナーPCBs

ポリクロロビフェニルで表される化合物であって、化学構造上2,2',6及び6'で表記されるオルト位に塩素が1つ配位する化合物の総称。ただし、本マニュアルではこの化合物の内、『表-1. 定量する化合物の名称等。(p.11)』の中でCo-PCBsのmono-orthoの欄に示す8種類の化合物を示す。

2.6 異性体⁴

同一の化学式を持ち、塩素の置換位置が異なる化合物を指す。

2.7 同族体⁵

基本骨格は同じで塩素で置換された数を異にする一群の化合物。

2.8 目標定量下限値

本マニュアルで規定する『定量する下限値』。表-2に示す。

2.9 検出下限値

2.9.1 装置の検出下限値

分析化学的な見知における検出下限値。標準物質を測定したときのクロマトグラムピーク高さがS/N=3に相当する標準物質の絶対量を装置(GC/MS)の検出下限値とする⁶。あるいはGC/MSで検出できる低濃度標準溶液(各化合物の絶対量で20~200fg程度)を5回以上繰り返し測定し、その標準偏差の3倍を検出下限値としても良い。

2.9.2 実測定の検出下限値

実際の試料を測定し、そのときの測定試料中の目的化合物クロマトグラムピーク高さを標準物質のピーク高さと比較し、測定試料中のピーク高さがS/N=3に相当する標準物質濃度と、採取試料量等から計算した値を実測定における検出下限値とする。実試料でピークが出現しない化合物に関しては、S/N=3に相当するピーク高さを標準物質を測定したときのピーク高さから推定し、それに等しいピーク高さに相当する標準物質濃度と採取試料量等から計算した値を実測定の検出下限値とする。

なお、試料の検出下限値は目標定量下限値を満足していなければならない。

3 略語の定義

本マニュアル中で記載する用語の定義を次のように定める。

3.1 PCDDs: ポリクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン⁷

3.2 PCDFs: ポリクロロジベンゾフラン⁸

3.3 Co-PCBs: コプラナーPCBs

3.4 non-ortho Co-PCBs: ノンオルトCo-PCBs

- 3.5 mono-ortho Co-PCBs : モノオルト Co-PCBs
- 3.6 TeCDDs : テトラクロロジベンゾ - パラ - ジオキシン⁹
- 3.7 PeCDDs : ペンタクロロジベンゾ - パラ - ジオキシン¹⁰
- 3.8 HxCDDs : ヘキサクロロジベンゾ - パラ - ジオキシン¹¹
- 3.9 HpCDDs : ヘプタクロロジベンゾ - パラ - ジオキシン¹²
- 3.10 OCDD : オクタクロロジベンゾ - パラ - ジオキシン¹³
- 3.11 TeCDFs : テトラクロロジベンゾフラン¹⁴
- 3.12 PeCDFs : ペンタクロロジベンゾフラン¹⁵
- 3.13 HxCDFs : ヘキサクロロジベンゾフラン¹⁶
- 3.14 HpCDFs : ヘプタクロロジベンゾフラン¹⁷
- 3.15 OCDF : オクタクロロジベンゾフラン¹⁸
- 3.16 TeCBs : テトラクロロビフェニル¹⁹
- 3.17 PeCBs : ペンタクロロビフェニル²⁰
- 3.18 HxCBs : ヘキサクロロビフェニル²¹
- 3.19 HpCBs : ヘプタクロロビフェニル²²
- 3.20 2,3,7,8-TeCDD : 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.21 1,2,3,7,8-PeCDD : 1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.22 1,2,3,4,7,8-HxCDD : 1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.23 1,2,3,6,7,8-HxCDD : 1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.24 1,2,3,7,8,9-HxCDD : 1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.25 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD : 1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン
- 3.26 2,3,7,8-TeCDF : 2,3,7,8-テトラクロロジベンゾフラン
- 3.27 1,2,3,7,8-PeCDF : 1,2,3,7,8-ペンタクロロジベンゾフラン
- 3.28 2,3,4,7,8-PeCDF : 2,3,4,7,8-ペンタクロロジベンゾフラン
- 3.29 1,2,3,4,7,8-HxCDF : 1,2,3,4,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン
- 3.30 1,2,3,6,7,8-HxCDF : 1,2,3,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン
- 3.31 1,2,3,7,8,9-HxCDF : 1,2,3,7,8,9-ヘキサクロロジベンゾフラン
- 3.32 2,3,4,6,7,8-HxCDF : 2,3,4,6,7,8-ヘキサクロロジベンゾフラン
- 3.33 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF : 1,2,3,4,6,7,8-ヘプタクロロジベンゾフラン
- 3.34 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF : 1,2,3,4,7,8,9-ヘプタクロロジベンゾフラン
- 3.35 3,3',4,4'-TeCB : 3,3',4,4'-テトラクロロビフェニル ; IUPAC#77
- 3.36 3,4,4',5-TeCB : 3,4,4',5-テトラクロロビフェニル ; IUPAC#81
- 3.37 3,3',4,4',5-PeCB : 3,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#126
- 3.38 3,3',4,4',5,5'-HxCB : 3,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル ; IUPAC#169
- 3.39 2,3,3',4,4'-PeCB : 2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#105
- 3.40 2,3,4,4',5-PeCB : 2,3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#114
- 3.41 2,3',4,4',5-PeCB : 2,3',4,4',5-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#118
- 3.42 2',3,4,4',5-PeCB : 2',3,4,4',5-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#123
- 3.43 2,3,3',4,4',5-HxCB : 2,3,3',4,4',5-ヘキサクロロビフェニル ; IUPAC#156
- 3.44 2,3,3',4,4',5'-HxCB : 2,3,3',4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル ; IUPAC#157
- 3.45 2,3',4,4',5,5'-HxCB : 2,3',4,4',5,5'-ヘキサクロロビフェニル ; IUPAC#167
- 3.46 2,3,3',4,4',5,5'-HpCB : 2,3,3',4,4',5,5'-ヘプタクロロビフェニル ; IUPAC#189
- 3.47 TEF : 毒性等価係数²³
- 3.48 TEQ : 毒性等量²⁴
- 3.49 IDMS : 同位体希釈質量分析法²⁵
- 3.50 GC/MS : ガスクロマトグラフ質量分析法²⁶またはガスクロマトグラフ質量分析計²⁷
- 3.51 HRGC : 高分解能ガスクロマトグラフィー²⁸または高分解能ガスクロマトグラフ²⁹
- 3.52 HRMS : 高分解能質量分析法³⁰または高分解能質量分析計³¹
- 3.53 HRGC/HRMS : 高分解能ガスクロマトグラフィー/高分解能質量分析法³²または高分解能ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計³³
- 3.54 SIM : 選択イオン検出法³⁴
- 3.55 RRF : 相対感度係数³⁵
- 3.56 N.D. : 目標定量下限値未満³⁶
- 3.57 EI法 : 電子イオン化法³⁷
- 3.58 IUPAC : 国際純正及び応用化学連合³⁸
- 3.59 WHO : 世界保健機関³⁹
- 3.60 QA/QC : 品質保証・品質管理⁴⁰
- 3.61 QCCS : 品質管理チェック試料⁴¹

4 調査対象物質

本マニュアルでは PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の内, 『表-1. 定量する化合物の名称等。(p.11)』に示す化合物を調査対象とする。また, 必要に応じて脂肪量を測定する。

5 目標定量下限値

本マニュアルでは 『表-2. 本マニュアルで規定する PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 各化合物の

目標定量下限値。(p.12)』に示す目標定量下限値を設定する。通常、目標定量下限値は分析化学的な検出下限値を満足していなければならない。

6 分析に必要な施設・試薬・器具等

ここでは、分析を行うに当たって必要な施設・器具・試薬等に関して必要とされるまたは望ましい要求事項を示す。

- 6.1 試料前処理室
器具や試薬の準備，抽出・濃縮・精製等の最終試料調製までの各作業を行う試料前処理室は試料の汚染を極力防ぐような構造とする⁴²。
- 6.2 試薬類⁴³
試薬類は、必要に応じて可能なものは蒸留，加熱処理，洗浄等の精製操作を行うなどして，本方法によって使用する量が，PCDDs，PCDFs 及び Co-PCBs の定量に影響を及ぼさないことを確認した後使用する。以下に使用する試薬とその調製法の一例を示す。
 - 6.2.1 アセトン
ダイオキシン分析用、残留農薬試験用等、高純度のものを使用する。必要に応じて蒸留精製する。
 - 6.2.2 エタノール //
 - 6.2.3 ジエチルエーテル //
 - 6.2.4 ヘキサン //
 - 6.2.5 トルエン //
 - 6.2.6 ジクロロメタン //
 - 6.2.7 ノナン //
 - 6.2.8 デカン //
 - 6.2.9 石油エーテル //
 - 6.2.10 塩化ナトリウム
残留農薬用、又は同等の純度を有するもの
 - 6.2.11 精製水
精製水製造器等で得られるもの。必要に応じてヘキサンで洗浄する等して精製する。
 - 6.2.12 飽和シュウ酸ナトリウム水溶液
市販試薬を精製水に溶かす。必要に応じてヘキサンで洗浄する等して精製する。
 - 6.2.13 硫酸
市販の試薬をヘキサンで洗浄して使用する。
 - 6.2.14 無水硫酸ナトリウム
市販の試薬を 450 で 4 時間以上加熱処理する。
 - 6.2.15 水酸化カリウム水溶液
市販の試薬の適当量を精製水適当量に溶かす。必要に応じてヘキサンで洗浄するなどして精製する。
 - 6.2.16 2 mol/L 水酸化カリウム / エタノール (KOH/EtOH)
市販されているものの中で高純度の水酸化カリウムを用いてエタノールに溶解する。そのまま溶けにくい場合には全体の 1/10 量程度の精製水に溶かし、エタノールで定容する。
 - 6.2.17 40% (w/w) 硝酸銀水溶液
硝酸銀適当量を精製水適当量に溶かす。必要に応じてヘキサンで洗浄するなどして精製する。
 - 6.2.18 シリカゲル
カラムクロマトグラフィー用シリカゲルをメタノールにて超音波洗浄を行った後、減圧乾燥し、ガラス製ビーカーに入れ、層の厚さを 10mm 以下にして 130 で約 18 時間乾燥した後、密閉可能な容器に入れ、デシケーター内で保管する。
 - 6.2.19 アルミナ
クロマトグラフィー用塩基性アルミナ活性度 1 のもの。
 - 6.2.20 22% 硫酸含有シリカゲル
硫酸がシリカゲルに対して 22% (w/w) となるように加え、攪拌混合し、密閉可能な容器に入れ、デシケーター内で保管する⁴⁴。
 - 6.2.21 44% 硫酸含有シリカゲル
硫酸をシリカゲルに、硫酸がシリカゲルに対して 44% (w/w) となるように加え、攪拌混合し、密閉可能な容器に入れ、デシケーター内で保管する⁴⁵。
 - 6.2.22 10% 硝酸銀含有シリカゲル
シリカゲルに硝酸銀がシリカゲルに対して 10% (w/w) となるように加え、攪拌混合した後ロータリーエバポレーター等で減圧乾燥させ、密閉可能な容器に入れ、デシケーター内で保存する。調製及び保管は遮光した状態で行う。
 - 6.2.23 2% 水酸化カリウムシリカゲル
ダイオキシン類分析用として市販されているもの又は同等のもの
 - 6.2.24 活性炭シリカゲル
活性炭シリカゲルをアセトンで超音波洗浄し濾過した後、トルエンでソックスレー抽出洗浄し⁴⁶、ロータリーエバポレーターで減圧乾燥させ、密閉可能な容器に入れ、デシケーター内で保存する。同等のものとして活性炭硫酸ナトリウムを使用することが出来る。この場合、活性炭 1 g に対し無水硫酸ナトリウム 1000g を混合し、乳鉢でよくすって均一に分散させたも

のを使用する。必要に応じてトルエンでソックスレー抽出洗浄した後、ロータリーエバポレーターで減圧乾燥させ、デシケーター内で保存する。

6.2.25 標準物質
『表-3. 測定に用いる標準物質。(p.13)』を用いる。

6.2.26 標準溶液
市販の標準溶液をノナン又はデカン⁴⁷で希釈、混合して調製する。

6.2.27 同位体スパイク
『表-4. 測定に用いる同位体スパイク。(p.14)』を用いる。

6.2.28 同位体スパイク溶液
市販の溶液をノナン又はデカン⁴⁸で希釈、混合して調製する。

6.3 器具・機材

6.3.1 分析前処理器具・機材

使用する全ての器具及び装置には PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定分析に影響を及ぼさないことが要求される⁴⁹。分析途中の試料の汚染を防ぐ観点から使用する全ての器具等は可能な限り母乳等低レベルダイオキシン分析専用とすること。GC/MS も可能な限り低レベルダイオキシン類専用のものを用いる。

6.3.1.1 乾燥機
ガラス製品及び試薬類を加熱処理するもの。

6.3.1.2 マッフル炉
セラミック製品を加熱処理するもの(1000 程度で連続使用可能なもの)。

6.3.1.3 ロータリーエバポレーター
大気開放コックの先に活性炭カラム, エアフィルターを装着したり, また, トラップ球を使用する等して汚染を防ぐようにすることが望ましい⁵⁰。

6.3.1.4 ロータリーエバポレーター用真空ポンプ
有機溶媒の排気に内部が耐えられるもの。排気側にガス冷却管等を接続し, 有機溶媒の回収を行う。

6.3.1.5 クデルナダニッシュ(KD)濃縮器
試料濃縮に用いる。ロータリーエバポレーターの代わりに用いることができる。

6.3.1.6 冷却水循環装置
ソックスレー抽出器, ロータリーエバポレーター及びKD濃縮器の冷却管(コンデンサー)に使用する。

6.3.1.7 ガス吹き付け装置
抽出精製試料を濃縮する為に使用する。

6.3.1.8 シリカゲルカラムクロマトグラフ管
内径約10mm, 長さ約300mmのガラス製カラムクロマトグラフ管にシリカゲル1.5gをヘキサンで充填し, 上部に無水硫酸ナトリウム3.0gを積層する。ヘキサン200mLを流速2.5mL/minで流し, 充填物を洗浄する⁵¹。溶出条件等を事前に調べてあれば同等のシリカゲルカラムを使用することは可能である。

6.3.1.9 多層シリカゲルカラムクロマトグラフ管
内径約15mm, 長さ約300mmのガラス製カラムクロマトグラフ管にシリカゲル0.9g, 2%硫酸化カルウム・シリカゲル3.0g, シリカゲル0.9g, 44%硫酸シリカゲル4.5g, 22%硫酸シリカゲル6.0g, シリカゲル0.9g, 10%硝酸銀 - シリカゲル3.0gを順次ヘキサンで充填する。その上部に無水硫酸ナトリウムを6.0g積層する。ヘキサン200mLを流速2.5mL/minで流し, 充填物を洗浄する。

6.3.1.10 アルミナカラムクロマトグラフ管
内径約10mm, 長さ約300mmのガラス製カラムクロマトグラフ管に塩基性アルミナ7.5gをヘキサンで充填し, 上部に無水硫酸ナトリウムを3.0g積層する。ヘキサン200mLを流速2.5 mL/minで流し, 充填物を洗浄する。

6.3.1.11 活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフ管
内径約10mm, 長さ約150mmのガラス製カラムクロマトグラフ管に, 無水硫酸ナトリウム3.0g, 活性炭シリカゲル0.5g, 最後に無水硫酸ナトリウム3.0gを乾式充填する。

6.3.2 ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)
高分解能ガスクロマトグラフ/高分解能質量分析計(HRGC/HRMS)を用いる。質量分析計の質量分離方式は二重収束型とする。

6.3.2.1 ガスクロマトグラフカラムオープン
カラムオープンの温度制御範囲が50~350 であり, 測定対象物質の最適分離条件を設定・制御できるような昇温プログラムが可能なもの。

6.3.2.2 ガスクロマトグラフキャピラリーカラム
内径0.22~0.32mm, 長さ30~60mの溶融シリカ製のものであって, 内面に液相を塗布したもの。通常, 微極性(5%フェニルメチルシリコン系)のものを用いるが必要に応じて中極性(25%フェニルメチルシリコン系)強極性(シアノプロピル系)のものを用いる。

例) BPX5(長さ:30m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.25µm, SGE製)

DB5-MS(長さ:50m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.25µm, J&W製)

CP-SIL8CB-MS(長さ:30m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.25µm, Chrompak社製)

HT-8(長さ:50m, 内径:0.22mm, 膜厚:0.25µm, SGE製)

SP2331(長さ:60m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.2µm, Supelco社製)

なお, ここで示した製品は参考のために表記したものであってこれら以外でも同等以上の

- 性能をもつものは使用することが出来る。
- 6.3.2.3 質量分析計 (MS)
二重収束型のもので、ロックマス方式⁵²により分解能 10,000 以上で測定可能なもの。イオン源は、温度を160~350 に保つことができ、EI法が可能で、電子加速電圧を25~70 V 程度に制御可能なもの。検出法として SIM法が可能であり、磁場スイッチング使用時の必要な測定質量数のチャンネル数、感度、安定性の関係から SIM法における周期を最大でも1秒以下にできるもの⁵³。実際に試料を測定するときと同一の条件において、標準物質の2,3,7,8-TeCDD 10fgで SN>5, OCDD 50fgで SN>5 の検出感度を得られることが望ましい。
- 6.3.2.4 試料導入部
本マニュアルで要求する定量を満足する方式のもの。感度を稼ぐ目的で大量注入方式やマルチディメンション方式を採用してもよい。
- 6.3.2.5 キャリアーガス
高純度ヘリウムガス⁵⁴。

7 調査計画

採乳の実施にあたっては、被験者や協力者に対して十分なインフォームド・コンセントを行う。調査の目的及び背景、実際に協力してもらう内容、実施後のデータの取り扱いなどについて事前に文書で説明し、調査に対する理解を得、文書で同意を得る必要がある。このため調査計画は事前に綿密に作成されなくてはならない。また、採乳時の事故を防ぐため、必要に応じてアドバイス、問診、健康診断等を行えるような体制を整備すること。

研究目的によっては倫理指針等が作成されている場合があるので、その際はそれらに従うこと。

8 試料採取

採取は、母乳提供者本人あるいは医師、看護婦（保健婦（夫、士）や助産婦を含む）等、本人もしくは本人が協力を希望する者が行う。通常の試料採取には50~200mLの採乳バッグあるいはガラス製容器、フッ素樹脂製容器などを使用する。試料は100mL程度を採取し、2回分として小分けし（1回分50mL）、また一部は生化学試験に回せるようにしておくことと便利である。（採取量は重量によって求める）。試料採取に当たっては試料採取に関わる情報を記録する。容器の選択に当たってはブランク試験を行い、汚染のないことを確認する。採取した試料は、変質を避けるため、採取後すぐによく混和し、分析するまで冷凍し暗所に保存する。

9 測定・分析

9.1 測定方法の概要

同位体希釈質量分析法（IDMS）による。すなわち、試料に内標準物質として定量する目的化合物の¹³C同位体を添加（スパイク）し、有機溶媒によってPCDDs, PCDFs及びCo-PCBsを抽出し、精製し、GC/MSを用いて同位体比を測定する。分析方法のフローを図-1に示す。

なお、PCDDs, PCDFs及びCo-PCBs濃度を脂肪あたりで表記する場合は、後述の方法によって脂肪量を測定する。

9.2 前処理

9.2.1 試料

採取した試料は容器内で十分混合した後、ダイオキシン類測定分析用（ ），二重測定用ダイオキシン類測定分析用（必要に応じて）、の2つに分けてフッ素樹脂製容器またはガラス製容器に分注する。分注した試料は分析を行うまで冷凍保存する。

9.2.2 同位体スパイクの添加

試料を解凍後、約50gの試料を量り取り、同位体スパイクを添加し⁵⁵、攪拌する。なお、同位体スパイクの添加量は各化合物10~100pg程度とする⁵⁶。

9.2.3 脂質の抽出

シュウ酸ナトリウム飽和水溶液10mL、ジエチルエーテル50mL、エタノール50mLを順に加え、その都度よく攪拌する。最後にヘキサン（又は石油エーテル）⁵⁷30mLを加え、10分間振とう抽出を行う。ヘキサン（又は石油エーテル）層を分画後、残層にヘキサン（又は石油エーテル）30mLを添加し、更に10分間振とう抽出を行う。この操作をもう1回繰り返し、計3回の抽出によるヘキサン分画を混合する。得られたヘキサン（又は石油エーテル）分画を塩化ナトリウム含有水（5%）50mLで3回洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで脱水する。

9.2.4 脂質濃度の測定

あらかじめ105 で3時間加熱、放冷し、あらかじめ重量を測定し恒量となったことを確認したナス型フラスコに、脂質抽出液を移し、これをロータリーエバポレーターでヘキサンがなくなるまで濃縮する。フラスコの外部に付着する水をよく拭いて除いた後、放冷し、重量を測定する。ヘキサンの残留や水分の残留のないように十分に留去する。水の残留がある時は、110 で1時間程度加熱すると除くことができる。得られた重量の差を抽出物重量とし、これを脂肪の重量とみなす⁵⁸。

9.2.5 アルカリ分解

100mLの三角フラスコに正確に秤量した脂肪（1g程度）をエタノール20mLに溶解したものを加える。ここに2mol/L水酸化カリウム/エタノール溶液10mLを加えて、よく振とうする。

一夜放置し、脂肪の鹸化を行う。反応終了後、分液ロートに移し、精製水60mLを加え、ついでヘキサン50mLを用いて2回抽出する。

9.2.6 硫酸処理

秤量した脂肪全量をヘキサン100mLに溶解し、分液ロートに移す。濃硫酸約20mLを加え、静置後硫酸層を除去する。新たに濃硫酸約20mLを加え、2回目以降は穏やかに振とうし、静置後硫酸層を除去する。この操作を硫酸層の着色がなくなるまで繰り返す。

9.2.7 水洗・濃縮

硫酸処理が終了したヘキサン分画を精製水30mLで2回洗浄する。無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて約2mLまで濃縮し、シリカゲルカラムクロマトグラフィーに供する。

9.3 カラムクロマトグラフィー

硫酸処理の終了した試料をカラムクロマトグラフィーによって更に精製する。尚ここではシリカゲルカラムクロマトグラフィー、アルミナカラムクロマトグラフィー、活性炭カラムクロマトグラフィーが示されている。必要に応じてこれらを組み合わせるが、シリカゲルカラム、活性炭カラムの2段のクロマトグラフィーが一般的である。ここで示すカラムクロマトグラフィーの展開溶媒の量は参考のため示したものであり、分画試験を行って決定する。

9.3.1 シリカゲルカラムクロマトグラフィー及びアルミナカラムクロマトグラフィー（オプション）

次に示すシリカゲルカラムクロマトグラフィーあるいは多層シリカゲルカラムクロマトグラフィーのどちらかを行う。シリカゲルクロマトグラフィーの後、アルミナクロマトグラフィーを省くことも可能である。

9.3.1.1 シリカゲルカラムクロマトグラフィー

シリカゲルカラムクロマトグラフィー管（シリカゲル1.5g, 130 μ m, 3時間活性化したの）の液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げ、調製した試料を静かに移し入れ、少量のヘキサンで洗い込み、液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げる。ヘキサン80mLを流速1mL/minで流し展開溶出させる。得られた溶出液をロータリーエバポレーターにて約2mLまで濃縮し、活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフィーまたはアルミナカラムクロマトグラフィーに供する。

9.3.1.2 多層シリカゲルカラムクロマトグラフィー

多層シリカゲルクロマト管の液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げ、調製した試験溶液を静かに移し入れ、少量のヘキサンで洗い込み、液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げる。ヘキサン200mLを流速2.5mL/minで流し展開溶出させる。得られた溶出液をロータリーエバポレーターにて約2mLまで濃縮し、活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフィーに供する⁵⁸。

9.3.1.3 アルミナカラムクロマトグラフィー

アルミナカラムクロマトグラフィー管の液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げ、シリカゲルカラムクロマトグラフィーで溶出した画分を、クロマトグラフ管に流し込み、ジクロロメタン含有ヘキサン溶液で分画する。最初に2%ジクロロメタン含有ヘキサン65mLで溶出させ（第1画分: mono-ortho Co-PCBs 画分）次いで60%ジクロロメタン含有ヘキサン100mLで溶出する。第2画分(PCDDs, PCDFs及び non-ortho Co-PCBs)を濃縮した後、活性炭カラムにかける⁵⁹。

9.3.2 活性炭カラムクロマトグラフィー

9.3.2.1 活性炭シリカゲルクロマトグラフィー

活性炭シリカゲルクロマト管に調製した試験溶液を静かに移し入れ、少量のヘキサンで洗い込み、液面を無水硫酸ナトリウム層まで下げる。これに25%ジクロロメタン含有ヘキサン溶液100mLを流速2.5mL/minで流し展開溶出させる。この画分には mono-ortho Co-PCBs が含まれる（第1画分）。次いで、トルエン100mlで溶出する。この画分には PCDDs, PCDFs 及び non-ortho Co-PCBs が含まれる（第2画分）。25%ジクロロメタン含有ヘキサン画分及びトルエン画分をロータリーエバポレーターで濃縮し、更にゆるやかに窒素を吹き付け⁶⁰、濃縮した後、各画分に測定に必要なシリジンスパイク⁶¹を添加して第1画分は500 μ L, 第2画分は50 μ Lに定容し、GC/MS分析用溶液とする。活性炭/無水硫酸ナトリウムを充填して用いることもできる。市販の活性炭シリカゲルによっては mono-ortho Co-PCBs もトルエン画分にくるので、この場合はトルエン画分のみをGC/MS分析すればよい。

9.4 ガスクロマトグラフ/質量分析計の状態確認

9.4.1 GC/MS 測定条件の設定及び状態の確認

GC/MS を目的成分が測定できる条件に設定する。GC/MS が本法に対して適切な状態であることを確認する（QA・QC参照）。

9.4.2 検量線の作成

標準溶液中の PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 各化合物に対して 0.01 ~ 50pg/ μ L 程度の濃度範囲で0を含めて5段階程度の標準濃度系列を調製する。この標準濃度系列には同位体スパイクを添加しておく⁶²。

9.5 測定

標準溶液及び試料の適当量を GC/MS に注入⁶³し、各同族体につき『表-5. 測定質量数の例』（p.15）から任意の2つ以上の質量数のクロマトグラムを記録する。

9.6 計算

次式によって濃度を算出する。

$$C_{\text{Sample}} = ((A_{\text{Sample}} \times C_{\text{Sample-IS}}) / (A_{\text{Sample-IS}} \times \text{RRF})) \times (1/V)$$

C_{Sample} : 分析対象物質の濃度 (pg/mL または pg/g)

A_{Sample} : 分析試料中の各化合物のクロマトグラムピーク面積値

$A_{\text{Sample-IS}}$: 分析試料中の各同位体スパイクのクロマトグラムピーク面積値

$C_{\text{Sample-IS}}$: 分析試料への同位体スパイクの量 (pg)

V : 試料採取量 (mL または g)

$$RRF = (A_{STD} \times C_{STD-IS}) / (A_{STD-IS} \times C_{STD})$$

A_{STD} : 標準溶液中の分析対象物質のクロマトグラムピーク面積値

A_{STD-IS} : 標準溶液中の同位体スパイクのクロマトグラムピーク面積値

C_{STD} : 標準溶液中の各化合物の量 (pg)

C_{STD-IS} : 標準溶液中の各同位体スパイクの量 (pg)

PCDDs 及び PCDFs 2,3,7,8- 位塩素置換異性体はそれぞれ対応する 17 種類の 2,3,7,8- 位塩素置換異性体の標準物質及び同位体スパイクの濃度、添加量及びレスポンスを用いて濃度を算出する。Co-PCBs に関してはそれぞれ対応する 12 種類の Co-PCBs の標準物質及び同位体スパイクの濃度、添加量及びレスポンスを用いて濃度を算出する。

9.7 測定結果の表記方法

母乳中の PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs は通常低濃度であると考えられ、本マニュアルの方法をもってしても目標定量下限値付近あるいは目標定量下限値未満の数値が出現する場合もある。数値の取り扱い方法が異なることにより、得られる最終結果に差異が生じることがないように数値の取り扱い方法を定める。なお、有効数字の取扱方法は JIS Z 8401 にしたがう。

9.7.1 PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の同定

PCDDs 及び PCDFs 各異性体は、モニタした 2 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比が標準物質のものとはほぼ同じであり、『表 -6 . PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比 . (p.16)』に示す塩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 30%以内であり、更にピークの相対保持時間が標準物質及び対応する内標準物質と一致することで同定する。

9.7.2 実測濃度の表記

・2,3,7,8- 位塩素置換異性体 (17 化合物) 及び Co-PCBs (12 化合物) の各実測濃度は有効数字 2 桁に丸めて表記する。

・2,3,7,8- 位塩素置換異性体 (17 化合物) 及び Co-PCBs (12 化合物) の各実測濃度が目標定量下限値未満であった場合、2,3,7,8- 置換位置異性体 (17 化合物) 及び Co-PCBs (12 化合物) の各実測濃度は N.D.と表記する。

・2,3,7,8- 位塩素置換異性体 (17 化合物) の濃度の総和を Total (PCDDs+PCDFs) として有効数字 2 桁で表記する⁶⁴。

・PCDDs に含まれる全ての化合物が目標定量下限値未満であった場合、PCDDs の実測濃度は N.D.と表記する。

・PCDFs に含まれる全ての化合物が目標定量下限値未満であった場合、PCDFs の実測濃度は N.D.と表記する。

・PCDDs と PCDFs が共に N.D.であった場合、Total (PCDDs+PCDFs) の実測濃度は N.D.と表記する。

・IUPAC #77, # 81, #126, #169 の実測濃度を積算し、non-ortho Co-PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す。

・IUPAC#105, #114, #118, #123, #156, #157, #167, #189 の実測濃度を積算し、mono-ortho Co-PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す。

・IUPAC #77, # 81, #126, #169, #105, #114, #118, #123, #156, #157, #167, #189 の濃度を積算し、Total Co-PCBs 実測濃度として有効数字 2 桁で表す⁶⁵。

・N.D.表記となっている異性体に関しては、数値は 0 (ゼロ) として計算する。

9.7.3 TEQ の算出

・有効数字 2 桁で丸めた 2,3,7,8- 位塩素置換異性体 (17 化合物) 及び Co-PCBs (12 化合物) の各実測濃度に TEF を乗じ、TEQ を算出する。WHO-1998 による TEF を『表 -7 . TEQ 算出のための TEF. (p.17)』に示す。各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体及び Co-PCBs の TEQ は 2 桁表記とする。

・2,3,7,8- 位塩素置換異性体及び Co-PCBs 濃度が目標定量下限値未満であった場合、毒性等量は 0 (ゼロ) として表記し、その右横にカッコ書きで最大見積 TEQ を記載する。最大見積 TEQ は各化合物の目標定量下限値の 1/2 に TEF を乗じたものとする⁶⁶。

・実測濃度に N.D.が表記された場合 (最大見積 TEQ が表記された場合) , Total PCDDs, Total PCDFs, Total (PCDDs+PCDFs) , non-ortho Co-PCBs, mono-ortho Co-PCBs, Total Co-PCBs, Total (PCDDs+PCDFs+Co-PCBs) にもカッコ書きで最大見積 TEQ を記載する。この最大見積 TEQ は各化合物の TEQ と最大見積 TEQ との積算で表す。

・Total PCDDs (TEQ) 及び Total PCDFs (TEQ) は 2 桁表記とする。

・Total PCDDs (TEQ) +Total PCDFs (TEQ) は 2 桁表記とする。

・non-ortho PCBs の TEQ は 2 桁表記とする。

・mono-ortho PCBs の TEQ は 2 桁表記とする。

・Co-PCB の TotalTEQ は 2 桁表記とする。

・PCDDs, PCDFs, Co-PCBs の TotalTEQ は 2 桁表記とする。

・各実測濃度から PCDDs, PCDFs, Co-PCBs の Total TEQ を算出するまでの過程で数値の丸めは行わない。

9.7.4 測定結果の表記方法

測定結果の表記方法の例を『表 -8 . PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs 測定分析結果の表記例 . (p.18)』に示す。

10 安全管理

ここでは、測定分析に関係する者の安全や、区域外への化学物質の漏洩防御の観点から留意すべき事柄をまとめた。

- 10.1 試料前処理室及び GC/MS 室の構造
試料前処理室及び GC/MS 室内の空気は活性炭フィルターと HEPA フィルター等を通じた後、屋外へ排気する構造とすることが望ましい。
- 10.2 試料前処理室への出入り
PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定分析に関わる区域には許可なしに関係者以外の者が立ち入ることを禁止すること、また、区域入り口にはその旨表記すること。一時的に許可を与えられ、区域内に入ることが許された者がいる場合はその記録を取る。区域内への入り口は施錠可能な構造でなければならない。
- 10.3 試薬の管理
測定分析に使用する有機溶媒の管理を行うこと。各有機溶媒毎に購入量と廃棄量の記録を取ること。有機溶媒が揮散することを可能な限り防御するように工夫し、さらに試料前処理室内の換気を十分とれるようにすること。
- 10.4 標準物質の管理
標準物質は施錠可能な冷蔵庫に保管し、購入及び使用の記録を取る。
- 10.5 分析者
区域内では専用の実験衣及び靴を着用すること。試料前処理室内では常に耐溶剤製の不浸透手袋等及び安全眼鏡を装着すること。
- 10.6 測定分析機関の義務
試料前処理室に立ち入る許可を持っている者に関しては労働安全衛生法に定められた特定化学物質に関わる定期的健康診断を年2回実施すること。
- 10.7 GC/MS
GC/MS ロータリーポンプの排気、GC のパージガスは、活性炭フィルターを通じた後、排気されるようにすること。
- 10.8 母乳の付着したガラス器具の洗浄
滅菌した後洗浄する。
- 10.9 母乳の付着した廃棄物の管理
母乳採取及び搬入時に用いられた採乳バッグや作業中に母乳の付着した布等はオートクレーブバッグに入れた後高圧蒸気滅菌し、廃棄する。
- 10.10 その他の廃棄物の管理
上記以外に試料前処理室及び GC/MS 測定室内で生じた各種廃棄物は種別に分類し、廃棄物処理業者までトレース可能なように管理すること。ダイオキシン類を含む廃棄物は高温で分解処理する必要があるため、別途とりまとめて管理すること。

11. 品質保証 / 品質管理・内部精度管理

PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定データに関しては、最終測定値のみでは結果の確からしさを確認することは困難である場合も多い。そこで、品質保証 (QA) 品質管理 (QC) ・精度管理 67 について記述した。本記述は PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs に係る調査を行う機関が、一定水準以上の測定分析結果を報告することが可能となるように、調査に直接的に関わる事項に対して、記録として要求される項目について記述したものである。PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs に係る調査を行う全機関は、少なくともここで述べる項目に関する情報を記録・保管しなければならない。なお、本マニュアルでは PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の測定分析結果の報告までを対象としており、得られたデータを用いた考察や解析等の部分に関しては含まない。

なお、ここで示した各項目が満足されていない場合、その原因を明らかにし、取り除いた後、再分析、再測定等適切な処置をおこなう。

- 11.1 調査
 - 11.1.1 試料採取の記録
試料の採取方法 (例えばどのような採乳方法であったか) を記録する。
 - 11.1.2 試料確認の記録
試料採取後、試験機関に試料が入る段階 (試料の受付) における試料の確認を記録する。試料確認の日時、確認した人の所属・氏名、試料の試料前処理室まで搬送された手段・状態、試料の媒体、試料の入っていた容器の種類・サイズ、保管する場合その保管場所、保管方法、試料の管理番号を記録する。運送業者を利用した場合、その配送伝票の複製を保管する。
- 11.2 測定分析
 - 11.2.1 使用器具・機材・装置
使用した器具に関して、メーカー、準備方法 (必要であれば洗浄方法) を記録する。
 - 11.2.2 使用試薬
分析に用いた試薬のメーカー名、製品名、等級、精製方法等を記録する。
 - 11.2.3 標準物質・標準溶液
分析に用いた試薬のメーカー名、製品名等を記録する。
 - 11.2.4 標準溶液調製記録
標準溶液を調製した状況を記録する。
 - 11.2.5 試料前処理室等の清浄度の記録

- 測定分析が行われた雰囲気客観的に判断可能なような記録（例えば試料前処理室及び GC/MS 室の温度・清浄度の記録等）を取る。
- 11.2.6 分析前処理記録
分析者の所属、氏名、試料の状態、分析の各段階における操作日時、試料量（分析に供した量）、各試薬使用量、試料前処理室雰囲気等一連の前処理において、必要な情報を記録する。
- 11.2.7 GC/MS の記録
- 11.2.7.1 GC/MS 日常点検記録
GC/MS の日常点検結果（冷却水、真空ポンプ、真空度等の基本的な事項）を記録する。
- 11.2.7.2 GC/MS メンテナンス記録
GC/MS に関して日常点検の範疇を超える点検・調整事項（修理・磁場調整等日常的には発生しない事柄）があれば記録する。
- 11.2.7.3 GC/MS 使用状況記録
GC/MS の使用状態（各種消耗品の交換、イオン源の交換、GC カラムの交換、GC カラムエージング、フライトチューブベーキング、イオン源ベーキング、測定検体数等、どのような状況で使用されたか）を記録する。
- 11.2.7.4 MS 調整の記録
GC/MS 測定分析条件を記録する。
- 11.2.7.5 透過率の記録
設定分解能時のイオン透過率の記録。
- 11.2.7.6 GC カラム分離能の記録
測定時に必要な GC カラム分離能が得られていることを確認できるクロマトグラムの記録。
- 11.2.7.7 感度の記録
測定時に必要な感度が得られていることを確認できる記録（クロマトグラム等）。
- 11.2.7.8 標準物質の同位体比の確認
測定した標準物質中の各化合物に関して、2 つのモニターイオンのレスポンス比が理論値とずれていないことを確認できる記録。理論塩素同位体存在比と実測同位体比の採用範囲は 30% 以内とする。『参照：表-6．PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比。（p.16）』
- 11.2.7.9 相対感度係数(RRF)
RRF の変動は前回の測定時と比較して $\pm 20\%$ 以内であることとする。
- 11.2.7.10 測定順の記録
GC/MS による測定の順番の記録。標準溶液、最終溶媒ブランク、全操作ブランク、試料、2重測定（同一測定バイアルからの GC/MS 測定）、2重測定（試料採取からの2重測定）等試料の測定順番の記録。
- 11.2.7.11 クロマトグラムの記録
標準溶液、最終溶媒ブランク、全操作ブランク、試料に関する各測定質量数のクロマトグラムの記録。
- 11.3 計算
- 11.3.1 計算工程の記録
標準溶液の濃度、内部標準の添加量、GC/MS 測定面積値、試料採取量から最終濃度までの計算過程がトレース可能である記録。
- 11.3.2 同位体比の確認記録
測定に用いた同位体の理論比との差が判明する記録。上記計算の工程に含まれていれば良い。
- 11.3.3 回収率の確認記録
シリンジスパイクを用いて計算した回収率の記録。上記計算の工程に含まれていれば良い。回収率は、17 種類の PCDDs 及び PCDFs 各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体及び 12 種類の Co-PCBs において、各々 50-120% の範囲であることが望ましい。25-150% の範囲の外にあるときは再測定を実施する。
- 11.4 ブランク試験
- 11.4.1 保存容器ブランク
授乳及び保存容器のブランク試験を行い、その結果を記録する。製品の製造ロットが変わる毎に行う。
- 11.4.2 全操作ブランク
試料に対して行う分析方法と同一の方法で操作を行う。全操作ブランクの試験の記録。全操作ブランクは分析検体数 10 に対して 1 以上の頻度で行う。
- 11.4.3 同位体スパイクの検査
同位体スパイクに使用する ^{13}C 化合物が、用いる添加量で定量に影響を与えないことを確認した記録。
- 11.5 2重測定（試料の前処理から）⁶⁸
可能であれば試料採取の段階で 2 つの試料を採取し個々に測定分析を行うことが望ましい。この操作は分析検体数 10 に対して 1 以上の頻度で行う。この 2重測定の結果は各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体の実測濃度と実測濃度の平均値との差で 30% 以内であることが要求される（実測濃度が目標定量下限値の 3 倍以上の化合物及び全毒性等量値 (TEQ) について規定）。試料採取日時が異なっても同一のプロジェクト内で発生する分析検体数 10 に対して 1 以上の頻度で行えば良い。

- 11.6 2重測定（GC/MS 測定）
GC/MS による 2 重測定を測定試料に対し，分析検体数 10 に対して 1 以上の頻度で行う．この 2 重測定の結果は各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体の実測濃度の差で 30% 以内であることが要求される（実測濃度が目標定量下限値の 3 倍以上の化合物及び全毒性等量値（TEQ）について規定）．同一のプロジェクト内における総検体数が 10 未満の場合，あるいは GC/MS 測定のバッチが同一プロジェクトで 10 試料未満であるような場合，2 重測定（GC/MS 測定）の結果は他のプロジェクトの結果と共用でもよい．
- 11.7 品質管理チェック試料（QCCS）の測定
定期的にて QCCS を測定し，その結果を記録する⁶⁹．
- 11.8 外部機関とのインターキャリブレーション
定期的にて外部機関とのインターキャリブレーションを実施し，その結果を記録する．

表-1 . 定量する化合物の名称等 .

化合物の名称等		CAS Registry Number	IUPAC Number	
PCDDs		2,3,7,8-TeCDD	1746-01-6	-
		1,2,3,7,8-PeCDD	40321-76-4	-
		1,2,3,4,7,8-HxCDD	39227-28-6	-
		1,2,3,6,7,8-HxCDD	57653-85-7	-
		1,2,3,7,8,9-HxCDD	19408-74-3	-
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	35822-39-4	-
		OCDD	3268-87-9	-
PCDFs		2,3,7,8-TeCDF	51207-31-9	-
		1,2,3,7,8-PeCDF	57117-41-6	-
		2,3,4,7,8-PeCDF	57117-31-4	-
		1,2,3,4,7,8-HxCDF	70648-26-9	-
		1,2,3,6,7,8-HxCDF	57117-44-9	-
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	72918-21-9	-
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	60851-34-5	-
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	67562-39-4	-
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	55673-89-7	-
	OCDF	39001-02-0	-	
Co-PCBs	non-ortho	3,3',4,4'-TeCB	32598-13-3	# 77
		3,4,4',5-TeCB	70362-50-4	# 81
		3,3'4,4',5-PeCB	57465-28-8	#126
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	32774-16-6	#169
	mono-ortho	2,3,3',4,4'-PeCB	32598-14-4	#105
		2,3,4,4',5-PeCB	74472-37-0	#114
		2,3',4,4',5-PeCB	31508-00-6	#118
		2',3,4,4',5-PeCB	65510-44-3	#123
		2,3,3',4,4',5-HxCB	38380-08-4	#156
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	69782-90-7	#157
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	52663-72-6	#167
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	39635-31-9	#189

表-2. 本マニュアルで規定するPCDDs, PCDFs及びCo-PCBs各化合物の目標定量下限値.

化合物の名称等		IUPAC Number	目標定量下限値		
			(pg/g-fat)	(pg/gまたはmL)	
PCDDs		2,3,7,8-TeCDD	-	1	0.03
		1,2,3,7,8-PeCDD	-	1	0.03
		1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	2	0.06
		1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	2	0.06
		1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	2	0.06
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	2	0.06
		OCDD	-	5	0.15
PCDFs		2,3,7,8-TeCDF	-	1	0.03
		1,2,3,7,8-PeCDF	-	1	0.03
		2,3,4,7,8-PeCDF	-	1	0.03
		1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	2	0.06
		1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	2	0.06
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	2	0.06
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	2	0.06
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	2	0.06
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	2	0.06
		OCDF	-	5	0.15
Co-PCBs	non-ortho	3,3',4,4'-TeCB	# 77	10	0.3
		3,4,4',5-TeCB	# 81	10	0.3
		3,3',4,4',5-PeCB	#126	10	0.3
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	10	0.3
	mono-ortho	2,3,3',4,4'-PeCB	#105	10	0.3
		2,3,4,4',5-PeCB	#114	10	0.3
		2,3',4,4',5-PeCB	#118	10	0.3
		2',3,4,4',5-PeCB	#123	10	0.3
		2,3,3',4,4',5-HxCB	#156	10	0.3
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	10	0.3
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	10	0.3
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	10	0.3

pg/g-fat : 脂肪重量あたりの濃度

pg/gまたはmL : 試料全量あたりの濃度 (母乳中の脂質濃度を3%として計算している. 母乳中の脂質濃度はかなり変動することに留意する必要がある.)

表-3. 測定に用いる標準物質.

		化合物の名称等	IUPAC Number
PCDDs		2,3,7,8-TeCDD	-
		1,2,3,7,8-PeCDD	-
		1,2,3,4,7,8-HxCDD	-
		1,2,3,6,7,8-HxCDD	-
		1,2,3,7,8,9-HxCDD	-
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-
		OCDD	-
PCDFs		2,3,7,8-TeCDF	-
		1,2,3,7,8-PeCDF	-
		2,3,4,7,8-PeCDF	-
		1,2,3,4,7,8-HxCDF	-
		1,2,3,6,7,8-HxCDF	-
		1,2,3,7,8,9-HxCDF	-
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	-
		1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-
		OCDF	-
Co-PCBs	non-ortho	3,3',4,4'-TeCB	# 77
		3,4,4',5-TeCB	# 81
		3,3',4,4',5-PeCB	#126
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169
	mono-ortho	2,3,3',4,4'-PeCB	#105
		2,3,4,4',5-PeCB	#114
		2,3',4,4',5-PeCB	#118
		2',3,4,4',5-PeCB	#123
		2,3,3',4,4',5-HxCB	#156
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189

表-4 . 測定に用いる同位体スパイク .

		化合物の名称等
PCDDs		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD
		$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD
PCDFs		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF
		$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF
Co-PCBs	non-ortho	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB
	mono-ortho	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB

表-5. 測定質量数の例.

化合物の名称等			測定質量数		
			M	M+2	M+4
PCDDs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeCDDs	319.8965**	321.8936*	323.8906
		¹² C ₁₂ -PeCDDs	353.8576	355.8546*	357.8516**(1)
		¹² C ₁₂ -HxCDDs	387.8186	389.8157*	391.8127**(2)
		¹² C ₁₂ -HpCDDs	421.7796	423.7766*	425.7737**
		¹² C ₁₂ -OCDD	455.7407	457.7377**	459.7348*
		¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCDDs	331.9368**	333.9339*
¹³ C ₁₂ -PeCDDs	365.8978		367.8949*	369.8919**	
¹³ C ₁₂ -HxCDDs	399.8589		401.8559*	403.8530**	
¹³ C ₁₂ -HpCDDs	433.8199		435.8169*	437.8140**	
¹³ C ₁₂ -OCDD	467.7809		469.7779	471.7750*	
PCDFs	¹² C ₁₂		¹² C ₁₂ -TeCDFs	303.9016**	305.8987*
		¹² C ₁₂ -PeCDFs	337.8627	339.8597*	341.8567**
		¹² C ₁₂ -HxCDFs	371.8237	373.8208*	375.8178**
		¹² C ₁₂ -HpCDFs	405.7847	407.7818*	409.7789**
		¹² C ₁₂ -OCDF	439.7457	441.7428**	443.7399*
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCDFs	315.9419**	317.9389*	319.9360
		¹³ C ₁₂ -PeCDFs	349.9029	351.9000*	353.8970**
		¹³ C ₁₂ -HxCDFs	383.8639	385.8610*	387.8580**
		¹³ C ₁₂ -HpCDFs	417.8250	419.8220*	421.8191**
		¹³ C ₁₂ -OCDF	451.7860	453.7830**	
Co-PCBs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeCBs	289.9224**	291.9194*	293.9165
		¹² C ₁₂ -PeCBs	323.8834	325.8804*	327.8775**
		¹² C ₁₂ -HxCBs	357.8444	359.8415*	361.8385**
		¹² C ₁₂ -HpCBs	391.8054	393.8025*	395.7995**
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeCBs	301.9626**	303.9597*	305.9567
		¹³ C ₁₂ -PeCBs	335.9236	337.9207*	339.9177**
		¹³ C ₁₂ -HxCBs	369.8847	371.8817*	373.8788**
		¹³ C ₁₂ -HpCBs	403.8457	405.8428*	407.8398**

*: 親イオン群の中、存在比が最も高い塩素同位体の質量数

** : 親イオン群の中、存在比が2番目に高い塩素同位体の質量数

(1)及び(2): 試料中の PCB 濃度が高い場合、この質量数は妨害を受ける可能性がある。

表-6 . PCDDs , PCDFs及びCo-PCBsの塩素同位体の理論天然存在比 .

化合物の名称等		理論天然存在比				
		M	M+2	M+4	M+6	M+8
PCDDs	TeCDDs	77.43	100.00	48.74	10.72	0.94
	PeCDDs	62.06	100.00	64.69	21.08	3.50
	HxCDDs	51.79	100.00	80.66	34.85	8.54
	HpCDDs	44.43	100.00	96.64	52.03	16.89
	OCDD	34.54	88.80	100.00	64.48	26.07
PCDFs	TeCDDs	77.55	100.00	48.61	10.64	0.92
	PeCDDs	62.14	100.00	64.57	20.98	3.46
	HxCDDs	51.84	100.00	80.54	34.72	8.48
	HpCDDs	44.47	100.00	96.52	51.88	16.80
	OCDD	34.61	88.89	100.00	64.39	25.98
Co-PCBs	TeCBs	76.67	100.00	49.11	10.83	0.93
	PeCBs	61.42	100.00	65.29	21.43	3.56
	HxCBs	51.22	100.00	81.48	35.51	8.75
	HpCBs	43.93	100.00	97.67	53.09	17.38

各塩素数毎に存在比が最も高い質量数の存在比を100として示してある .

表-7 . TEQ算出のためのTEF .

化合物の名称等		IUPAC Number	WHO, 1998-TEF	
PCDDs	2,3,7,8-TeCDD	-	1	
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	1	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	0.01	
	OCDD	-	0.0001	
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8-PeCDF	-	0.05	
	2,3,4,7,8-PeCDF	-	0.5	
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	0.1	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	0.01	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	0.01	
	OCDF	-	0.0001	
Co-PCBs	non-ortho	3,3',4,4'-TeCB	# 77	0.0001
		3,4,4',5-TeCB	# 81	0.0001
		3,3',4,4',5-PeCB	#126	0.1
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.01
	mono-ortho	2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.0001
		2,3,4,4',5-PeCB	#114	0.0005
		2,3',4,4',5-PeCB	#118	0.0001
		2',3,4,4',5-PeCB	#123	0.0001
		2,3,3',4,4',5-HxCB	#156	0.0005
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.0005
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	0.00001
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.0001

表-8. PCDDs, PCDFs及びCo-PCBs測定分析結果の表記例.

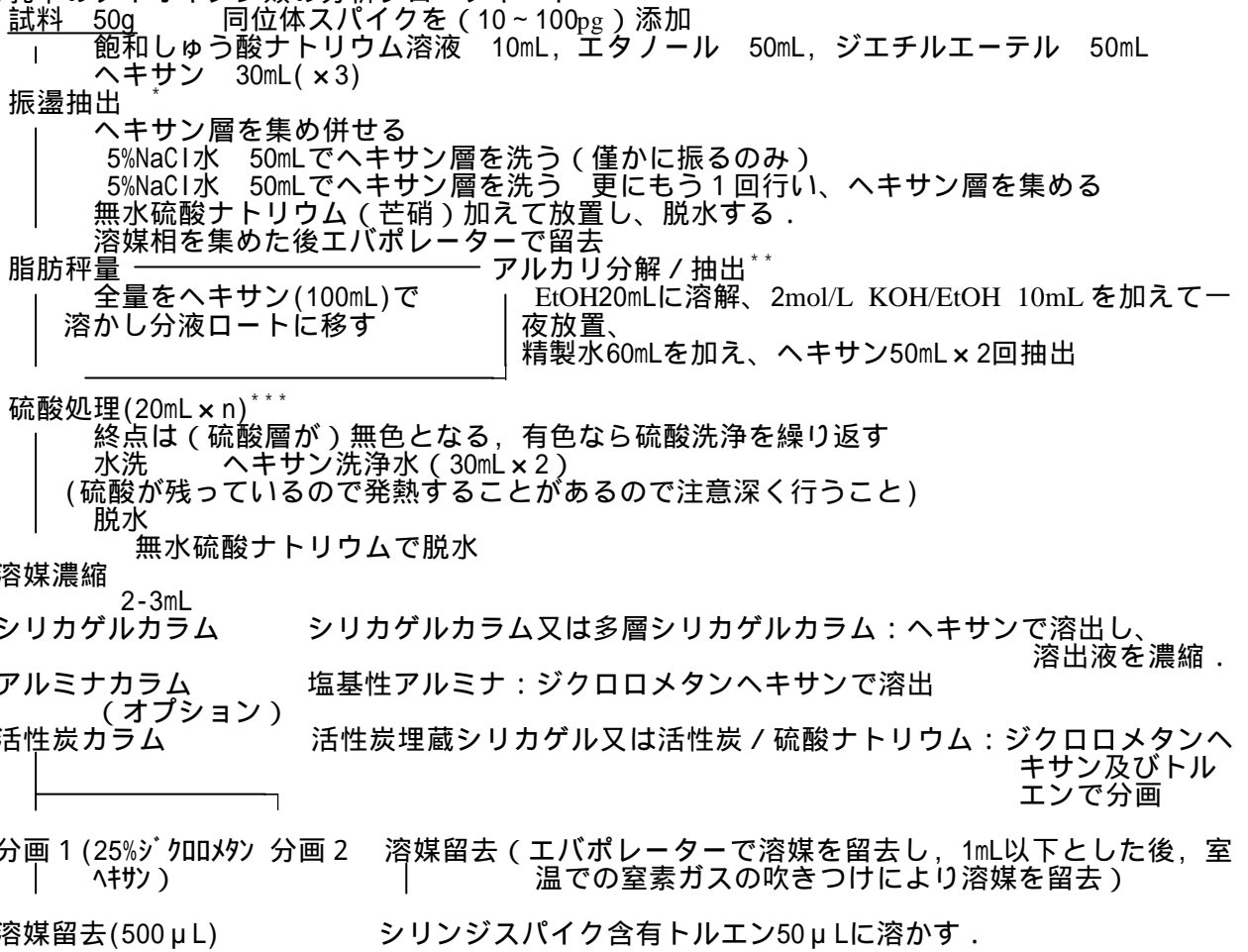
化合物の名称等	IUPAC Number	実測濃度 (pg/g-fat)	WHO, 1998-TEF	
			毒性係数 TEF	毒性等量 TEQ(pg-TEQ/g-fat)
P C D s	2,3,7,8-TeCDD	-	1	
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	1	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	0.01	
	OCDD	-	0.0001	
	Total PCDDs	-	-	
P C D F s	2,3,7,8-TeCDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8-PeCDF	-	0.05	
	2,3,4,7,8-PeCDF	-	0.5	
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	0.1	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	0.01	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	0.01	
	OCDF	-	0.0001	
	Total PCDFs	-	-	
	Total (PCDDs+PCDFs)	-	-	
C o P C B s	3,3',4,4'-TeCB	# 77	0.0001	
	3,4,4',5-TeCB	# 81	0.0001	
	3,3',4,4',5-PeCB	#126	0.1	
	3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	0.01	
	Total non-ortho PCBs	-	-	
	2,3,3',4,4'-PeCB	#105	0.0001	
	2,3,4,4',5-PeCB	#114	0.0005	
	2,3',4,4',5-PeCB	#118	0.0001	
	2',3,4,4',5-PeCB	#123	0.0001	
	2,3,3',4,4',5-HxCB	#156	0.0005	
	2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	0.0005	
	2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	0.00001	
	2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	0.0001	
	Total mono-ortho PCBs	-	-	
	Total Co-PCBs	-	-	
	Total (PCDDs+PCDFs+Co-PCBs)	-	-	

[注]

- 1.実測濃度 : PCDDs,PCDFs 及びCo-PCBs濃度 (pg/g-fat)
- 2.毒性等量 : 2,3,7,8-TeCDD 毒性等量 (pg-TEQ/g-fat)
- カッコ内の数値は実測濃度が目標定量下限値未満であった場合, 目標定量下限値の 1/2 を用いて算出した最大見積もり濃度を表す.
- 3.表中『N.D.』は目標定量下限値未満を表す.
- 4.Total PCDDs 及び Total PCDFs は PCDDs及び PCDFsそれぞれにおける各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体の合計を表す (その他の化合物は含んでいない) .
- 5.Total (PCDDs+PCDFs) は各 2,3,7,8- 位塩素置換異性体の合計を表す (その他の化合物は含んでいない) .
- 6.Total non-ortho Co-PCBs 及び Total mono-ortho Co-PCBs はそれぞれ各 non-ortho Co-PCBs 及び mono-ortho Co-PCBs の合計を表す .
- 7.Total Co-PCBs は Co-PCBs 各化合物の合計を表す .

標準的な分析フロー図 ⁷⁰

分析手順にはいくつかのオプションがありうる。ここでは標準的なフロー図を示す。
母乳中のダイオキシン類の分析フローチャート



GC/MS
mono-ortho Co-PCBs

GC/MS
PCDDs/PCDFs/non-ortho Co-PCBs

* 脂肪抽出は1検体につき分液ロート2つで行う。別の分液ロートはアセトン、ヘキサンで洗浄後HSO₄処理のさい使用

** アルカリ分解は行わなくても測定できることが多いが、GC/MSでの妨害ピークは少なくなる。アルカリ濃度がこれ以上高かったり、温度が高いと八塩化物が分解することがあるので注意する。

*** 多層シリカゲルカラムを用いる時は、硫酸処理は省略又は最小限にすることが出来る。

12 解説編

¹ coplaner-PCBs

² polychlorobiphenyl または polychlorinatedbiphenyl

³ ortho-position

⁴ isomer

⁵ congener または homologue

⁶ 検出器の信号をスムージング等の処理によって取り込んでいる装置の場合，S/N の取り扱いに注意する．

⁷ polychlorinated dibenzo-*p*-dioxins

⁸ polychlorinated dibenzofurans

⁹ tetrachlorodibenzo-*p*-dioxins

¹⁰ pentachlorodibenzo-*p*-dioxins

¹¹ hexachlorodibenzo-*p*-dioxins

¹² heptachlorodibenzo-*p*-dioxins

¹³ octachlorodibenzo-*p*-dioxin

¹⁴ tetrachlorodibenzofurans

¹⁵ pentachlorodibenzofurans

¹⁶ hexachlorodibenzofurans

¹⁷ heptachlorodibenzofurans

¹⁸ octachlorodibenzofuran

¹⁹ tetrachlorobiphenyls

²⁰ pentachlorobiphenyls

²¹ hexachlorobiphenyls

²² heptachlorobiphenyls

²³ 2,3,7,8-TeCDD toxicity equivalency factor

²⁴ 2,3,7,8-TeCDD toxicity equivalency quantity

²⁵ isotope dilution mass spectrometry．定量する目的物質と同一の化学構造を持ち，特定の元素が天然の元素同位体組成と異なっている濃縮同位体スパイクを試料に添加し，最終的に試料中の同位体組成のずれから目的物質の濃度を定量する方法．PCDDs, PCDFs, Co-PCBs の場合，構成する炭素あるいは塩素の一部あるいは全部を ¹³C または ³⁷Cl に置き換えた安定同位体スパイクを用いる．¹³C の天然存在比は無視できるほど小さいので定量計算は簡単である．この方法は分析途中に同位体分離が起こらないことが条件となる．定量結果が回収率によらないという利点がある．

²⁶ gas chromatograph/massspectrometry

²⁷ gas chromatograph/massspectrometer

²⁸ high resolution gas chromatography

²⁹ high resolution gas chromatograph

³⁰ high resolution mass spectrometry

³¹ high resolution mass spectrometer

³² high resolution gas chromatography/high resolutionmassspectrometry

³³ high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometer

³⁴ selected ionmonitoring．磁場を固定し，加速電圧を変化させることによって指定した質量数のイオンをモニターする方法．機器によっては SIR (selected ion recording)，あるいは SID (selected ion detection) という呼称が用いられることがある．

³⁵ relativresponsefactor

³⁶ notdetermined

³⁷ electron ionization

³⁸ InternationalUnionofPureandAppliedChemistry

³⁹ WorldHealthOrganization

⁴⁰ QualityAssurance/QualityControl

⁴¹ Quality Control Check Sample

⁴² 試料前処理室は前室を含む 2 重扉構造としたり，試料前処理室内への給気・排気はプレフィルター，活性炭フィルター，HEPA フィルターを通じた後行う構造とする等して試料前処理室雰囲気由来の汚染を防ぐよう留意することが望ましい．試料前処理室の給気側に活性炭フィルター及び HEPA フィルターを設置し，目安としてはクラス 1,000 ~ 10,000 程度するとブランク値低減に有効であると考えられる．試料前処理室は加圧型，陰圧型どちらでも良いが，クリーン度の観点から考えれば加圧型の試料前処理室の方が有利である．加圧型，陰圧型共に試料前処理室外に空気が漏洩しないような構造が必要であり，また，試料前処理室内作業者の安全の観点から十分な空気供給量を確保することも必要である．この試料前処理室内では極力排ガス，灰，排水，土壌，堆積物等の試料を扱わないようにする．独立したクリーンルームが利用できない時は，クリーンベンチ等の局所的な汚染防止も考えうる．GC/MS は可能であれば母乳専用のものを用意することが望ましいが，それができない時は測定時間を区別し，注入部やイオン源の洗浄を行うなど試料のクロス汚染がないように十分留意する．GC/MS を設置する部屋は試料前処理室とは別とし，GC/MS 室内空気の屋外への排気はプレフィルター，活性炭フィルター，HEPA フィルター等を通じた後行う構造が望ましい．

試薬類の管理を行うこと．例えば有機溶媒に関しては購入した量と廃棄した量の記録を取り収支を把握すること．試料前処理室内では有機溶媒を回収するような装置，例えばロータリーエバポレーターの減圧用ポンプの排気先にはガス冷却管等の回収装置を設けること．

⁴⁴ ロータリーエバポレーター等で減圧乾燥させてはならない．

⁴⁵ ロータリーエバポレーター等で減圧乾燥させてはならない．

- ⁴⁶ 活性炭シリカゲルは十分洗浄しないと測定に影響を与えるような妨害が出る場合が多い。
- ⁴⁷ デカンの代わりにノナンあるいはイソオクタン等でも良い。溶媒の種類によって GC 注入可能量が異なるので注意すること。
- ⁴⁸ デカンの代わりにノナンあるいはイソオクタンでも良い。
- ⁴⁹ ガラス器具類については合成洗剤を用いて洗浄、水洗浄、有機溶媒洗浄等により、汚染がないようにする。
- ⁵⁰ トラップ球を使用することによりロータリーエバポレーター内での還流による接続部からの汚染を防ぐことができる。
- ⁵¹ カラムクロマトグラフィーにおいて使用する充てん剤や溶媒の種類及び量は標準物質や実試料を用いた分画試験を行って決めること。
- ⁵² ロックマス、質量校正に使用する化合物は規定しない。
- ⁵³ 例えば同位体スパイク、ロックマスモニターの測定質量数のデータ取込時間を短くする等し、極力 1 ピークあたりのデータポイント数が増えるようにする。
- ⁵⁴ 集中配管等でキャリアーガスのボンベが GC と離れている場合、GC 入口にガス精製装置を装着すると良い。
- ⁵⁵ 脂肪抽出後に内標準液を添加してもよい。
- ⁵⁶ 同位体スパイクとして使用する ¹³C 化合物中には不純物として ¹²C 化合物が存在する。内部標準物質の添加量が多いと ¹²C 化合物の定量に妨害を与えるので、使用する ¹³C 化合物中の ¹²C 化合物濃度を確認すること。最終的に GC/MS で定量する試料中の各化合物濃度レベルと同程度の濃度レベルとなるように内部標準物質を添加するが、極度に低濃度レベルであると正確な定量が行えないので注意する。
- ⁵⁷ 石油エーテルを使うことが出来る。
- ⁵⁸ 内標準添加のために加えたデカンが残留する可能性があるため、デカンの添加の量を出来るだけ少なくする。
- ⁵⁹ 使用する GC 分離カラムの種類によってはこの溶出展開液を濃縮し、GC/MS 測定試料としてもよい。
- ⁶⁰ 窒素吹きつけ操作に関しては窒素流量が多い、あるいは温度が高すぎると回収率が低下する場合があるので注意する。また、試料を完全に蒸発乾固させてしまうと回収率が低下する場合があるので注意する。
- ⁶¹ シリンジスパイクには、試料に添加した同位体スパイク以外のものを用いる。シリンジスパイクには GC/MS 測定における各測定ごとに (1 injection に付) 1 種類以上使用する。
- ⁶² 検量線用標準溶液の測定は毎回行う必要はない。検量線に使用する濃度範囲で 1 種類の標準溶液を試料とともに測定する。
- ⁶³ GC 注入量に関しては GC の注入口ライナーの内容積を考慮すること。使用する注入口ライナーと溶媒の種類によって注入可能な容積が異なる。
- ⁶⁴ Total(PCDDs+PCDFs) 実測濃度を有効数字 2 桁でまとめた TotalPCDDs 実測濃度と Total PCDFs 実測濃度の和で表してはならない。
- ⁶⁵ Total Co-PCBs 実測濃度を有効数字 2 桁でまとめた non-ortho PCBs 実測濃度と mono-ortho PCBs 実測濃度の和で表してはならない。
- ⁶⁶ 1/2 以外にも 0 あるいは 1 を用いて計算する場合もある。
- ⁶⁷ 精度管理には内部精度管理と外部精度管理がある。ここではこの内、内部精度管理について示したものである。内部精度管理は調査から分析値の結果作成までの QA/QC に直接あるいは間接的に関係する事項に関して、調査機関が機関内で自主的に行う管理事項であり、基本的には、『いつ』・『誰が』・『どこで』・『何のために』・『何を』・『どのように』行ったかが判明し、保管した記録から関係する全ての情報をトレースできることが条件となる。
- ⁶⁸ 調査計画によって頻度等については変更することが出来る。
- ⁶⁹ 母乳 QCCS を準備し、用いる。
- ⁷⁰ 標準的な分析のフローとなっているが、溶媒の量等については試料量や GC/MS の感度により増減することが出来る。