

表2 GC-MS測定分析条件

GC (6890 series GC system, Hewlett Packard)

GC Pre-column : Deactivated Capillary Tubing (GL Sciences), 30cm×0.53mm ID for Large Volu
 GC Column : CP-Sil 8 CB low bleed/MS (VARIAN), 60m×0.25mm ID, 0.25 μ m FT for Both Inj

Ramp of Oven Temp. for Large Volume Inj. : 140°C(5°C/min)-(15°C/min)-200°C(0min)-(3°C/min)-
 300°C(0min)-(5°C/min)-310°C(5min)

Injection Port Temp. for Splitless Inj. : 260°C

Ramp of Oven Temp. for Splitless Inj. : 120°C(1.5°C/min)-(15°C/min)-200°C(0min)-(3°C/min)-
 300°C(0min)-(5°C/min)-310°C(5min)

MS (JMS 700, JEOL)

Ionizing current : 700 μ A

Accelerating voltage : 10kV

Ionizing energy : 42 eV

Resolution : 10000

Measurement Mass : Selected Ion Monitor (SIM) using PFK

¹²C₁₂-TCDDs : 319.8965, 321.8936

¹³C₁₂-TCDDs : 331.9368, 333.9339

¹²C₁₂-PeCDDs : 353.8576, 355.8546

¹³C₁₂-PeCDDs : 365.8978, 367.8949

¹²C₁₂-HxCDDs : 389.8157, 391.8127

¹³C₁₂-HxCDDs : 401.8559, 403.8530

¹²C₁₂-HpCDDs : 423.7766, 425.7737

¹³C₁₂-HpCDDs : 435.8169, 437.8140

¹²C₁₂-OCDDs : 457.7377, 459.7348

¹³C₁₂-OCDDs : 469.7779, 471.7750

¹²C₁₂-TCDFs : 303.9016, 305.8987

¹³C₁₂-TCDFs : 315.9419, 317.9389

¹²C₁₂-PeCDFs : 339.8597, 341.8567

¹³C₁₂-PeCDFs : 351.9000, 353.8970

¹²C₁₂-HxCDFs : 373.8208, 375.8178

¹³C₁₂-HxCDFs : 385.8610, 387.8580

¹²C₁₂-HpCDFs : 407.7818, 409.7789

¹³C₁₂-HpCDFs : 419.8220, 421.8191

¹²C₁₂-OCDFs : 441.7428, 443.7399

¹³C₁₂-OCDFs : 453.7830, 455.7801

¹²C₁₂-TCB : 289.9224, 291.9194

¹³C₁₂-TCB : 301.9626, 303.9597

¹²C₁₂-PeCB : 325.8804, 327.8775

¹³C₁₂-PeCB : 337.9207, 339.9177

¹²C₁₂-HxCB : 359.8415, 361.8385

¹³C₁₂-HxCB : 371.8817, 373.8788

表3. 大量注入(100 μ L)とスプリットレス(2 μ L)による面積値の再現性

Compounds	LV(100 μ L)		SL(2 μ L)	
	Mean	RSD(%)	Mean	RSD(%)
PCDDs				
2,3,7,8-TCDD	283	10	284	9.1
1,2,3,7,8-PeCDD	148	6.4	158	6.7
1,2,3,4,7,8-HxCDD	103	15	103	15
1,2,3,6,7,8-HxCDD	125	8.3	124	11
1,2,3,7,8,9-HxCDD	102	10	102	9.3
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	86	11	87	12
OCDD	136	10	139	12
PCDFs				
2,3,7,8-TCDF	396	10	414	11
1,2,3,7,8-PeCDF	290	10	285	8.8
2,3,4,7,8-PeCDF	271	11	270	11
1,2,3,4,7,8-HxCDF	182	12	182	9.0
1,2,3,6,7,8-HxCDF	223	9.4	217	10
1,2,3,7,8,9-HxCDF	148	11	150	10
2,3,4,6,7,8-HxCDF	180	8.3	181	7.6
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	154	8.8	156	8.7
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	104	4.9	101	6.5
OCDF	170	8.9	172	9.3
Non-ortho-PCBs				
3,3',4,4'-TCB (#77)	6912	9.1	7254	15
3,4,4',5'-TCB (#81)	5940	12	5943	12
3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	2902	9.0	2837	11
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	2124	6.4	2272	8.0

LV: Large volumeによる注入、25 fg/100 μ L in Toluene

(n=5)

SL: Splitlessによる注入、25 fg/2 μ L in Toluene

表4 ブランク試料中のダイオキシン類分画測定結果
(pg/g lipid)*

Compounds	5ml (LV)	25ml (SL)
PCDDs		
2,3,7,8-TCDD	<0.16	<0.30
1,2,3,7,8-PeCDD	<0.19	<0.36
1,2,3,4,7,8-HxCDD	<0.22	<0.40
1,2,3,6,7,8-HxCDD	<0.22	<0.40
1,2,3,7,8,9-HxCDD	<0.22	<0.40
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	<0.22	<0.51
OCDD	(1.5)	(1.4)
PCDFs		
2,3,7,8-TCDF	<0.13	<0.25
1,2,3,7,8-PeCDF	<0.16	<0.29
2,3,4,7,8-PeCDF	<0.19	<0.29
1,2,3,4,7,8-HxCDF	<0.19	<0.34
1,2,3,6,7,8-HxCDF	<0.19	<0.34
1,2,3,7,8,9-HxCDF	<0.19	<0.34
2,3,4,6,7,8-HxCDF	<0.20	<0.34
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	<0.20	<0.43
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	<0.23	<0.43
OCDF	<0.55	<1.1
Non-ortho-PCBs		
3,3',4,4'-TCB (#77)	<0.16	<0.25
3,4,4',5'-TCB (#81)	<0.16	<0.25
3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	<0.25	<0.49
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	<0.27	<0.54

(n=6)

()は検出下限値以上定量下限値未満を数値にした。

検出下限値未満のものは<検出下限値で示した。

脂質量は血清試料から抽出脂質の平均値を用いた。

LV: Large volume による注入、最終液量 110 μ L のうち 100 μ (ブランク試料 4.5mL 分相当量の注入)

SL: Splitless による注入、最終液量 20 μ L のうち 2 μ L 注入 (ブランク試料 2.5mL 分相当量の注入)

表5 5mLおよび25mLの血清中ダイオキシン類分画測定結果

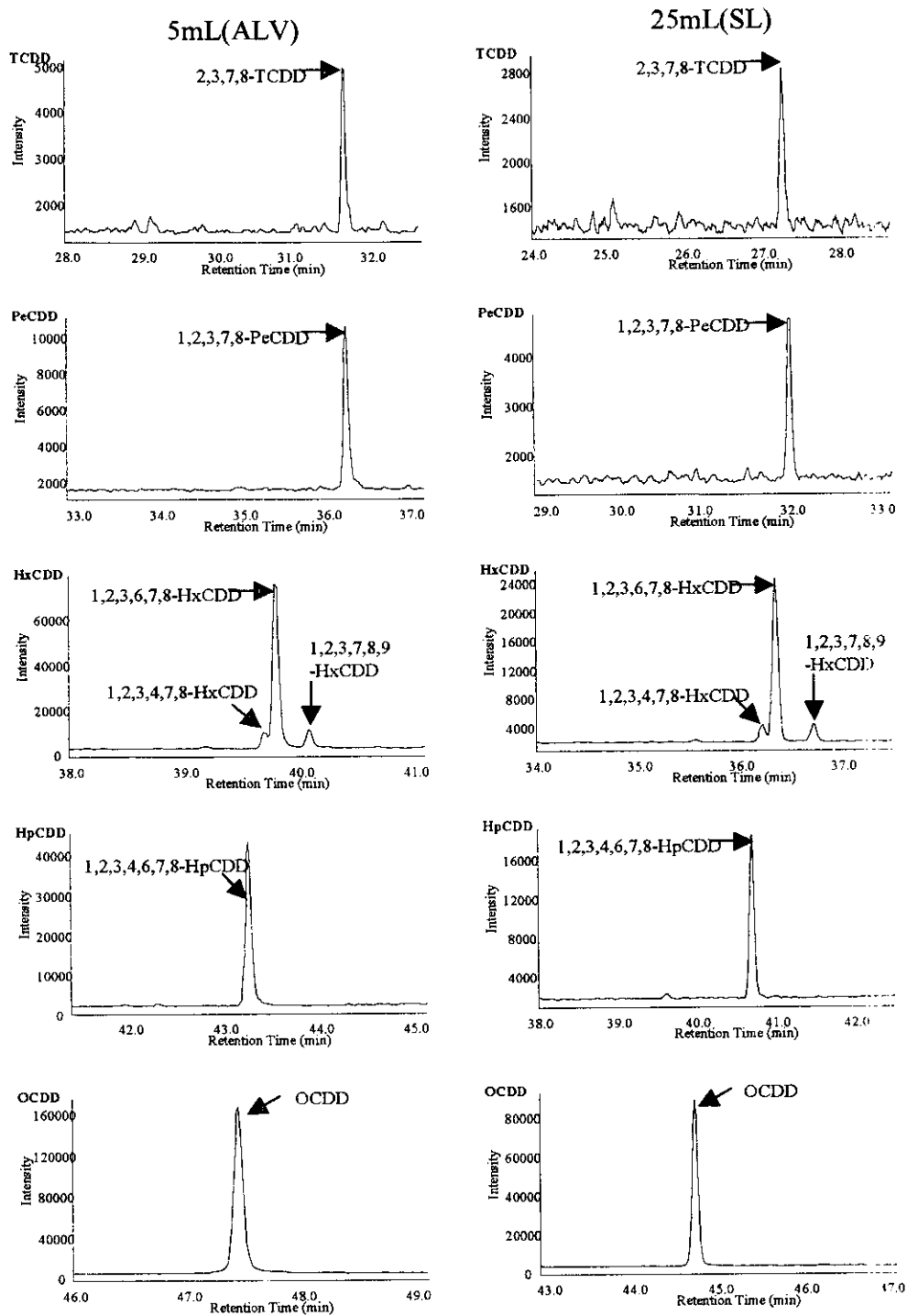
Compounds	pg/g lipid				Recovery (%)*	
	5mL (LV)		25mL (SL)		5mL (LV)	25mL (SL)
	Mean	RSD(%)	Mean	RSD(%)		
PCDDs						
2,3,7,8-TCDD	2.2	4.7	2.3	2.3	61	88
1,2,3,7,8-PeCDD	7.6	4.6	7.9	1.3	84	95
1,2,3,4,7,8-HxCDD	6.3	0.9	6.3	1.0	100	85
1,2,3,6,7,8-HxCDD	61	0.6	62	2.6	95	75
1,2,3,7,8,9-HxCDD	7.5	2.6	7.8	0.7	103	90
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	56	1.3	56	1.1	89	70
OCDD	466	4.0	472	3.9	73	75
PCDFs						
2,3,7,8-TCDF	(0.75)	15	ND		63	76
1,2,3,7,8-PeCDF	ND		ND		77	99
2,3,4,7,8-PeCDF	7.4	3.2	7.4	2.8	85	77
1,2,3,4,7,8-HxCDF	8.2	1.5	8.4	1.7	94	79
1,2,3,6,7,8-HxCDF	6.2	4.7	6.3	3.0	80	70
1,2,3,7,8,9-HxCDF	ND		ND		106	103
2,3,4,6,7,8-HxCDF	1.3	6.7	1.4	6.2	107	87
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	21	2.4	22	1.3	89	67
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	ND		ND		85	71
OCDF	ND		ND		68	67
Non-ortho-PCBs						
3,3',4,4'-TCB (#77)	1.4	3.6	1.5	7.7	75	72
3,4,4',5'-TCB (#81)	2.9	2.4	2.8	2.6	73	75
3,3',4,4',5'-PeCB (#126)	24	6.2	23	1.1	90	93
3,3',4,4',5,5'-HxCB (#169)	36	2.1	35	2.0	94	98

*Mean

(n=3)

LV: Large volumeによる注入、最終液量110 μ Lのうち100 μ L注入
(血清4.5mL分の注入)

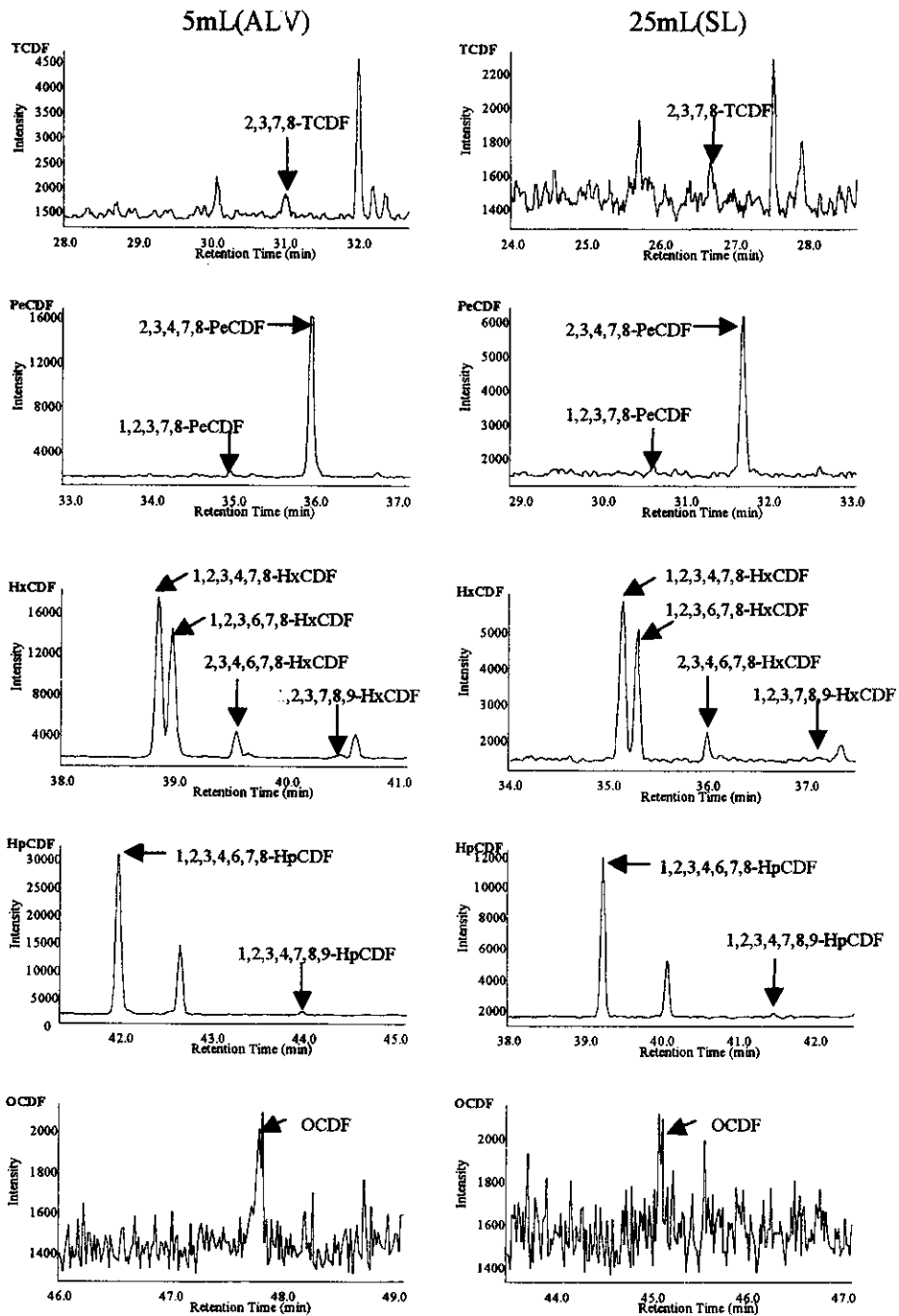
SL: Splitlessによる注入、最終液量20 μ Lのうち2 μ L注入
(血清2.5mL分の注入)



LV: Large volumeによる注入、最終液量110 μ Lのうち100 μ L注入 (血清4.5mL分の注入)

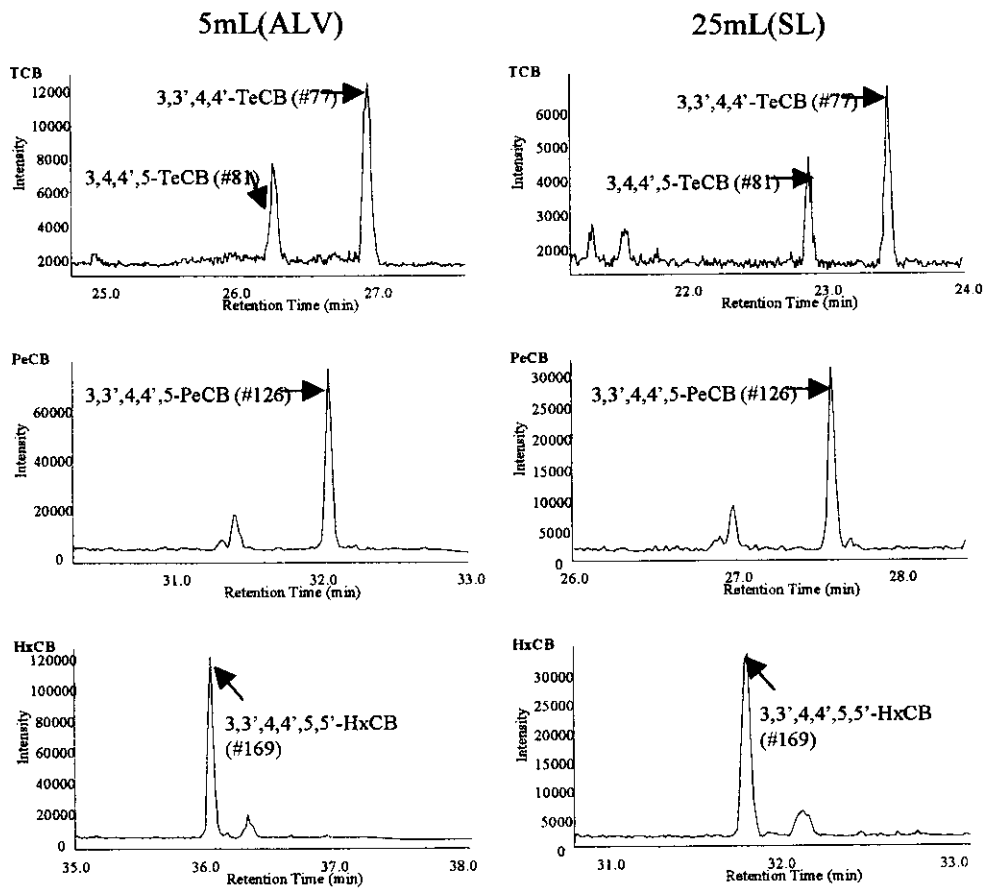
SL: Splitlessによる注入、最終液量20 μ Lのうち2 μ L注入 (血清2.5mL分の注入)

図3-1 スプリットレス注入における25mlおよび大量注入における5mlの血清試料におけるPCDDsのクロマトグラム



LV: Large volumeによる注入、最終液量110 μ Lのうち100 μ L注入(血清4.5mL分の注入)
 SL: Splitlessによる注入、最終液量20 μ Lのうち2 μ L注入(血清2.5mL分の注入)

図3-2 スプリットレス注入における25mlおよび大量注入における5mlの血清試料におけるPCDFsのクロマトグラム



LV: Large volumeによる注入、最終液量110 μ Lのうち100 μ L注入(血清4.5mL分の注入)
 SL: Splitlessによる注入、最終液量20 μ Lのうち2 μ L注入(血清2.5mL分の注入)

図3-3 スプリットレス注入における25mlおよび大量注入における5mlの血清試料におけるNon-ortho-PCBsのクロマトグラム

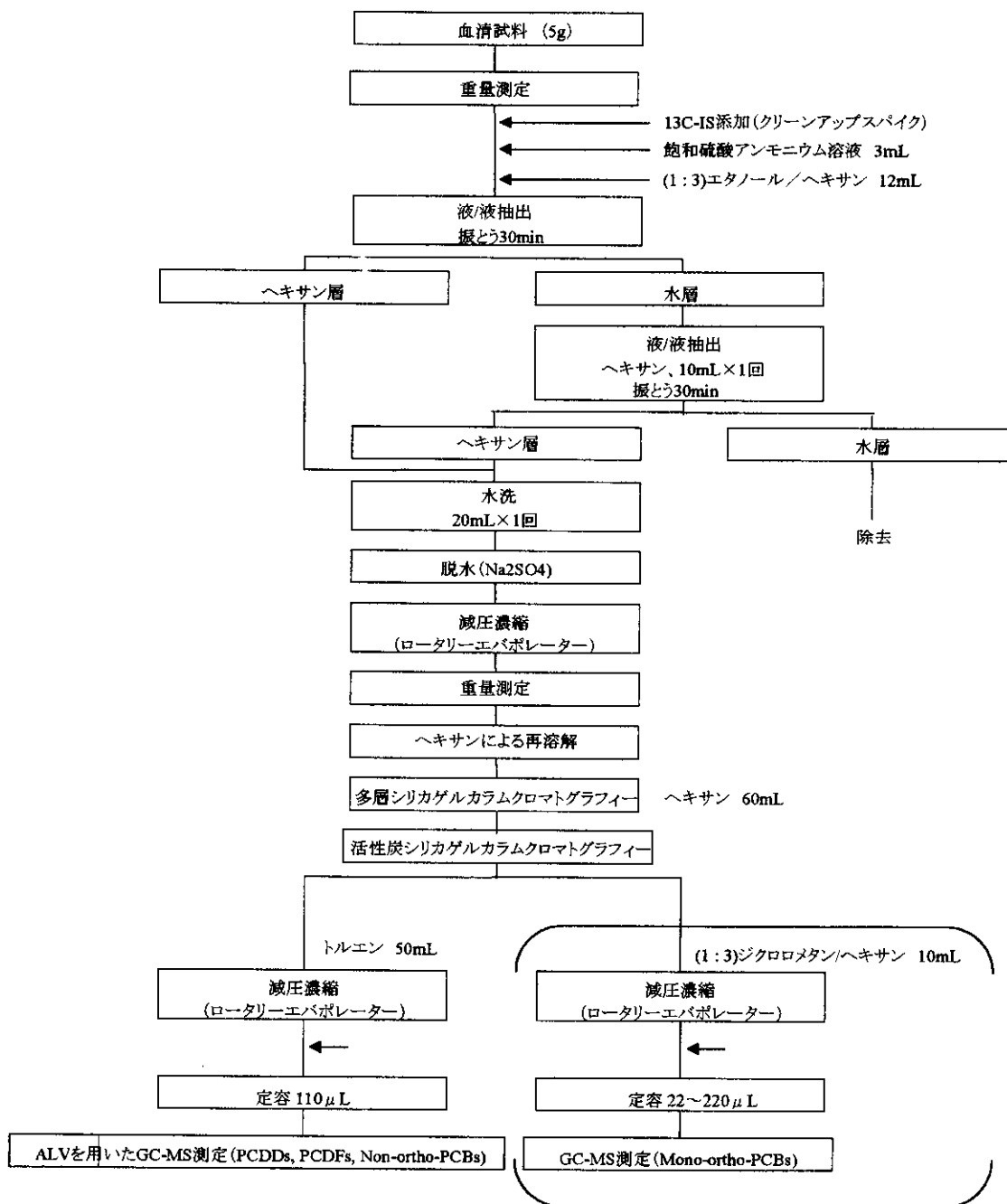


図4. 少量血液中のダイオキシン類測定分析フロー

*: Mono-ortho-PCBsはPCDDs、PCDFsおよびNon-ortho-PCBsに比べ一般的に血清中の濃度は10~1000倍以上存在するため試料の測定に際して試料の少量化は問題にならないため議論をPCDDs、PCDFsおよびNon-ortho-PCBsのみに絞った。

別添3. 母乳中のダイオキシン類測定マニュアル(2003.2.17)

1 はじめに

母乳中のダイオキシン類及びコプラナ PCB 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為には、一定の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及びコプラナ PCB の濃度を決定する為の参考となるように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、ポリクロロジベンゾーパラジオキシン(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 PCBs で表される化合物の総称。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ーパラジオキシン (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 PCBs¹

ポリクロロビフェニル²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³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内、『表 2. 定量する化合物の名称等 (p.16)』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 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.16)』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 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.16)』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

塩素の配位数が同じであって置換位置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

分析化学的な見地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 10~50fg 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 試料の検出下限値

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SN=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測定分析方法の検出下限値とする。実試料でピークが出現しない化合物に関しては、SN=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予測し、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測定分析方法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ーパラージオキシン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 PCBs
- 3.4 *non-ortho* PCBs：ノンオルト PCBs
- 3.5 *mono-ortho* PCBs：モノオルト PCBs
- 3.6 TeCDDs：テトラクロロジベンゾーパラージオキシン⁹
- 3.7 PeCDDs：ペンタクロロジベンゾーパラージオキシン¹⁰
- 3.8 HxCDDs：ヘキサクロロジベンゾーパラージオキシン¹¹
- 3.9 HpCDDs：ヘプタクロロジベンゾーパラージオキシン¹²
- 3.10 OCDD：オクタクロロジベンゾーパラージオキシン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 ; IUPAC77
- 3.36 3,4,4',5'-TeCB : 3,4,4',5'-テトラクロロビフェニル ; IUPAC81
- 3.37 3,3',4,4',5'-PeCB : 3,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC126
- 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 ; IUPAC169
- 3.39 2,3,3',4,4'-PeCB : 2,3,3',4,4'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC105
- 3.40 2,3,4,4',5'-PeCB : 2,3,4,4',5'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC114
- 3.41 2,3',4,4',5'-PeCB : 2,3',4,4',5'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC118
- 3.42 2',3,4,4',5'-PeCB : 2',3,4,4',5'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC123
- 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 ; IUPAC156
- 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 ; IUPAC157
- 3.45 2,3',4,4',5'-HxCB : 2,3',4,4',5'-ヘキサクロロビフェニル ; IUPAC167
- 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 ; IUPAC189
- 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/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³⁷法
- 3.58 IUPAC : 国際純正及び応用化学連合³⁸
- 3.59 WHO : 国連世界保健機関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.16)』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.17)』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整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等して、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整法の一例を示す。

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 シュウ酸ナトリウム水溶液

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する。

6.2.14 無水硫酸ナトリウム

市販の試薬を 450°C 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等して精製する。

6.2.16 2mol/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。そのままで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等して精製する。

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°C で約 18hrs 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
硝酸銀溶液を、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
ダイオキシン類用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 1g にたいし無水硫酸ナトリウム 1000g を混合し、乳鉢でよくこ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.18)』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.19)』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母乳分析専用とすることが望ましい。GC-MS も超微量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°C 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出来る
- 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管
内径約10mm、長さ約300mmのガラス製カラムクロマト管にシリカゲル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管
内径約10mm、長さ約300mmのガラス製カラムクロマト管にシリカゲル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、無水硫酸ナトリウム6.0gを順次ヘキサンで湿式充填する⁵²。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
- 6.3.1.11 活性炭シリカゲルカラムクロマト管
内径約10mm、長さ約150mmのガラス製カラムクロマト管に、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°C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の熔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:0.25 μ m, SGE社製)
DB-5MS (長さ:50m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.25 μ m, J&W社製)
CP-SIL 8 CB-MS (長さ:30m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.25 μ m, Chrompak社製)
HT-8 (長さ:50m, 内径:0.22mm, 膜厚:0.25 μ m, SGE社製)
SP-2331 (長さ:60m, 内径:0.25mm, 膜厚:0.2 μ m, 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を使用しなければならぬ訳ではない。
- 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⁵³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°C に保つことができ、EI 法が可能で、イオン化電圧を 25~70eV 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 sec 未満にできるもの⁵⁴。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 20fg で SN>5, OCDD 50fg で SN>5 の検出感度を得られるもの。

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ジ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⁵⁵。

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

採乳は、母乳提供者本人あるいは医師、看護師（助産婦を含む）等、本人もしくは本人が協力を希望するものを行う。採取量は重量によって求める。通常の試料採取には 50~100mL 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。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。試料は 100g 程度を採取し、2 回分として小分けし（1 回 50g）、再分析用等に回せるようにしておくことと便利である。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。採取した試料は、変質や脂肪の分離を避けるため、採取後すぐによく攪拌し、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、試料に内部標準物質として定量する目的化合物の ¹³C 同位体をスパイクし、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（p24）に示す。

なお、PCDDs、PCDFs 及び Co-PCB 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（I）、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⁵⁶、攪拌する。なお、同位体スパイクの添加量は各化合物 20~100pg 程度とする⁵⁷。

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 20mL を順に加え、その都度よく攪拌する。最後にヘキサン⁵⁸30mL を加え、10 分間振とう抽出を行う。ヘキサン層を分画後、残層にヘキサン (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 回繰り返す、計 3 回の抽出によるヘキサン (又は石油エーテル) 分画を混合する。得られたヘキサン分画を塩化ナトリウム含有精製水 (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 °C 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、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 (又は石油エーテル) がなくなるまで濃縮する。フラスコ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無いように十分に留去する。水の残留がある時は、110 °C で 1 時間程度加熱すると除くことが出来る。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⁵⁹。

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。

9.2.6 硫酸処理

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薄くなるまで繰り返す。

9.2.7 水洗・濃縮

アルカリ分解で得られたヘキサン抽出液あるいは硫酸処理が終了したヘキサン分溶液を精製水 20mL で 2 回洗浄する。ガラス製ロート下部にガラスウールを詰め、無水硫酸ナトリウムを積層したもので脱水後、ロータリーエバポレーターを用いて約 2ml まで濃縮し、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

アルカリ分解あるいは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。なお、ここではシリカゲルカラムクロマトグラフィー、硝酸銀カラムクロマトグラフィー、多層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、活性炭シリカゲル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、前 3 者はクリーンアップのために、後 2 者はクリーンアップおよび PCDD, PCDF, Co-PCB などのフラクション分離のために使用される。なお、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。また、一般的なダイオキシン類の分析フローを図-I に示した。

9.3.1 シリカゲルカラムクロマトグラフィー

次に示すシリカゲルカラムクロマトグラフィー、硝酸銀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いずれかを行う。

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管 (シリカゲル 1.5g, 130°C, 3 時間活性化したもの) 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 80 ml を流

速 2.5 ml/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 硝酸銀カラムクロマトグラフィー

硝酸銀カラムクロマトグラフ管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 100 ml を流速 2.5 ml/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 2 ml 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。

9.3.1.3 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 200 ml を流速 2.5 ml/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 2 ml 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。

9.3.2 PCDD,PCDF および Co-PCB の分取

次に示すアルミナカラムクロマトグラフィーおよび活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフィーのいずれかを行う。あるいは両方を行う。

9.3.2.1 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静かに移し入れ、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 65 ml で溶出させ (第 1 画分: mono-ortho Co-PCB 画分)、次いで 60%ジクロロメタン含有ヘキサン 100 ml で溶出する (第 2 画分: PCDD,PCDF,non-ortho Co-PCB 画分)、第 2 画分を濃縮した後、活性炭カラムにかける⁶⁰。

9.3.2.2 活性炭シリカゲルカラム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 100 ml を流速 2.5 ml/min で流し展開溶出させる。この画分には mono-ortho Co-PCB が含まれる。次いで、トルエン 100 ml で溶出する。この画分には PCDD,PCDF,non-ortho Co-PCB が含まれる。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⁶¹濃縮した後、各画分に測定に必要なシリンジスパイク⁶²を添加して 10 μ l に定容し、GC-MS 分析用溶液とする。カラムクロマトグラフィーとして、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-PCB もトルエン画分にくるので、この場合、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

測定目的に応じて分析条件を設定し、試料の分析が可能なように調整する。この際、感度、直線性、安定性等のほか、分析の誤差となる干渉の有無の大きさ、その補正法等、十分信頼できる分析ができるかどうか確認しておく。(QA・QC 参照)。

9.4.2 検量線の作成 (RRF と RRF s s の算出)

新たに GC-MS 装置を導入した場合及び標準溶液を変更した場合には、新たに検量線を作成して、RRF (各分析対象物質とそれに対応する同位体スパイク内標準物質との相対感度係数) 及び RRF s s (同位体スパイク内標準物質とそれに対応するシリンジスパイク内標準物質と

の相対感度係数)を求める。各分析対象物質に対して、0.02~50 ng/mlの濃度範囲で5段階程度の標準溶液を調整する。この標準溶液には、定容前に、あらかじめ同位体スパイク及びシリンジスパイクに用いたものと同じ内標準物質を、ダイオキシン類及びCo-PCBが2.10ng/mlとなるように添加しておく⁶²。標準溶液の1μlをGC-MSに注入し、各分析対象物質のクロマトグラムを記録する⁶³。

各分析対象物質の二つのモニターイオンのピーク面積の強度比を求め、天然存在比とほぼ一致することを確認する。各分析対象物質の対応する内標準物質(同位体スパイク)に対するピーク面積の比と、注入した標準溶液中の各分析対象物質と内標準物質(同位体スパイク)の濃度の比を用いて、検量線を作成し、相対感度係数(RRF)を算出する。

9.4.2.1 相対感度係数(RRF)の算出

$$RRF = (ASTD \times CSTD-IS) / (ASTD-IS \times CSTD)$$

ASTD: 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

ASTD-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

CSTD: 標準溶液中の各化合物の量 (pg)

CSTD-IS: 標準溶液中の各同位体スパイクの量 (pg)

検量線の作成では、1つの濃度に対して、最低3回の分析を繰り返して行い、全濃度領域では、合計で15点以上のデータを得る。その平均値をRRFとする。この時のデータの変動係数は20%以内でなければならない。また、検量線データより、最小二乗法で一回帰直線を求め、その傾きをRRFとしてもよい。この場合直線性が十分であるとともに関係式の切片が限りなく0(ゼロ)に近いこと。

9.4.2.2 相対感度係数(RRF_{ss})の算出

内標準物質(同位体スパイク)の内標準物質(シリンジスパイク)に対する相対感度係数(RRF_{ss})を次式により算出する。

$$RRF_{ss} = (ASTD-IS \times CSTD-SS) / (ASTD-SS \times CSTD-IS)$$

ASTD-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

ASTD-SS: 標準溶液中のシリンジスパイクのクロマトグラムピーク面積値

CSTD-IS: 標準溶液中の各同位体スパイクの量 (pg)

CSTD-ss: 標準溶液中のシリンジスパイクの量 (pg)

9.5 測定

標準溶液及び試料の適当量をGC-MSに注入⁶⁴し、各同族体につき『表-5. 測定質量数の例、(p19)』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 試料中の濃度の算出

次式によって濃度を算出する。

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

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

A_{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_{sample-IS}: 分析試料への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に対する17種類の2,3,7,8-位塩素置換異性体の標準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。

9.6.1 回収率の算出

内標準物質(同位体スパイク)のクロマトグラムピーク面積値と内標準物質(シリンジスパイク)のクロマトグラムピーク面積値の比、及び対応する相対感度係数(RRF_{ss})を用いて、

次式により、回収率を算出する。

$$R_c = (A_{\text{sample-IS}} \times C_{\text{sample-ss}} \times 100) / (A_{\text{sample-SS}} \times RRF_{\text{ss}} \times C_{\text{sample-IS}})$$

$A_{\text{sample-IS}}$: 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

$C_{\text{sample-ss}}$: 分析試料中のシリンジスパイクの量 (pg)

$A_{\text{sample-SS}}$: 分析試料中のシリンジスパイクのクロマトグラムピーク面積値

RRF_{ss} : 検量線作成時に求めた内標準物質 (同位体スパイク) の内標準物質 (シリンジスパイク) に対する相対感度係数

$C_{\text{sample-IS}}$: 分析試料への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、モニターした 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の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。(p21)』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 $\pm 30\%$ 以内であり、更にピークの保持時間が標準物質とほぼ同じであり、対応する内標準物質との相対保持時間が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-PCB (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-PCB (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-PCB (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⁶⁵。
- ・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 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 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⁶⁶。

・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桁でまるめた2,3,7,8-位塩素置換異性体（17化合物）及びCo-PCB（12化合物）の各実測濃度にTEFを乗じ、TEQを算出する。一例としてWHO-1998によるTEFを『表-7. TEQ算出の為のTEF。（p.22）』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⁶⁷。

・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 PCBs, mono-ortho 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Total TEQは2桁表記とする。

・PCDDs, PCDFs, Co-PCBsのTotal TEQ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まるめは行わない。

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.23）』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こと。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こと。