

- 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
必要に応じ、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、必要に応じ、オートクレーブバッグに入れた後高圧蒸気滅菌し、感染性廃棄物として廃棄する。
- 10.10 その他の廃棄物の管理
上記以外に試料前処理室実験室及び 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適切に保管する。

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⁴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（例えばどの様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 標準溶液調整記録

- 標準溶液を調整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-7. PCDDs, PCDFs 及び Co-PCBs の塩素同位体の理論天然存在比。(p.21)』
- 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±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。なお、範囲外であっても各異性体の定量下限値をクリア出来る場合はこの限りでない。
- 11.4 ブランク試験
- 11.4.1 保存容器ブランク
保存容器のブランク試験を行い、その結果を記録する。保存容器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
同位体スパイク中に存在する¹²C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）⁶⁹
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約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(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約10に対して1以上の頻度で行えば良い。分析試料の代わりに、QCサンプルで行うことも可能。
- 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、分析検体数約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(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。分析試料の代わりに、QCサンプルで行うことも可能。
- 11.7 品質管理チェック試料（QCCS）の測定
定期的にQCCSを測定し、その結果を記録する⁷⁰。
- 11.8 外部機関とのインターキャリブレーション
必要に応じ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	-
		1,2,3,7,8-PeCDD	-
		1,2,3,4,7,8-HCDD	-
		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	<i>non-ortho</i>	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
	<i>mono-ortho</i>	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-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	0.015	
	1,2,3,7,8-PeCDD	-	1	0.015	
	1,2,3,4,7,8-HxCDD	-	2	0.025	
	1,2,3,6,7,8-HxCDD	-	2	0.025	
	1,2,3,7,8,9-HxCDD	-	2	0.025	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	-	2	0.025	
	OCDD	-	4	0.05	
PCDFs	2,3,7,8-TeCDF	-	1	0.015	
	1,2,3,7,8-PeCDF	-	1	0.015	
	2,3,4,7,8-PeCDF	-	1	0.015	
	1,2,3,4,7,8-HxCDF	-	2	0.025	
	1,2,3,6,7,8-HxCDF	-	2	0.025	
	1,2,3,7,8,9-HxCDF	-	2	0.025	
	2,3,4,6,7,8-HxCDF	-	2	0.025	
	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	-	2	0.025	
	1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	-	2	0.025	
	OCDF	-	4	0.05	
Co-PCBs	<i>non-ortho</i>	3,3',4,4'-TeCB	# 77	10	0.15
		3,4,4',5'-TeCB	# 81	10	0.15
		3,3',4,4',5'-PeCB	#126	10	0.15
		3,3',4,4',5,5'-HxCB	#169	10	0.15
	<i>mono-ortho</i>	2,3,3',4,4'-PeCB	#105	50	0.75
		2,3,4,4',5'-PeCB	#114	50	0.75
		2,3',4,4',5'-PeCB	#118	50	0.75
		2',3,4,4',5'-PeCB	#123	50	0.75
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#156	50	0.75
		2,3,3',4,4',5'-HxCB	#157	50	0.75
		2,3',4,4',5,5'-HxCB	#167	50	0.75
		2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	#189	50	0.75

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

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-HCDD	-
		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	<i>non-ortho</i>	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
	<i>mono-ortho</i>	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	<i>non-ortho</i>	$^{13}\text{C}_{12}$ -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
	<i>mono-ortho</i>	$^{13}\text{C}_{12}$ -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*	335.9309
		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*	307.8957
		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**	455.7801*
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**

*: 存在比が最も高い塩素同位体の質量数

** : 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
	OCDDs	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
	OCDDs	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算出の為のTEF。

化合物の名称等		IUPAC Number	WHO,1997-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	
	1,2,3,7,8-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	<i>non-ortho</i>	3,3',4,4'-TeCB	# 77
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
<i>mono-ortho</i>		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,1997-TEF	
			毒性係数 TEF	毒性等量 TEQ (pg-TEQ/g-fat)
P C D 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	
	1,2,3,7,8-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',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 : ダイオキシン類及びコプラナ PCB 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。

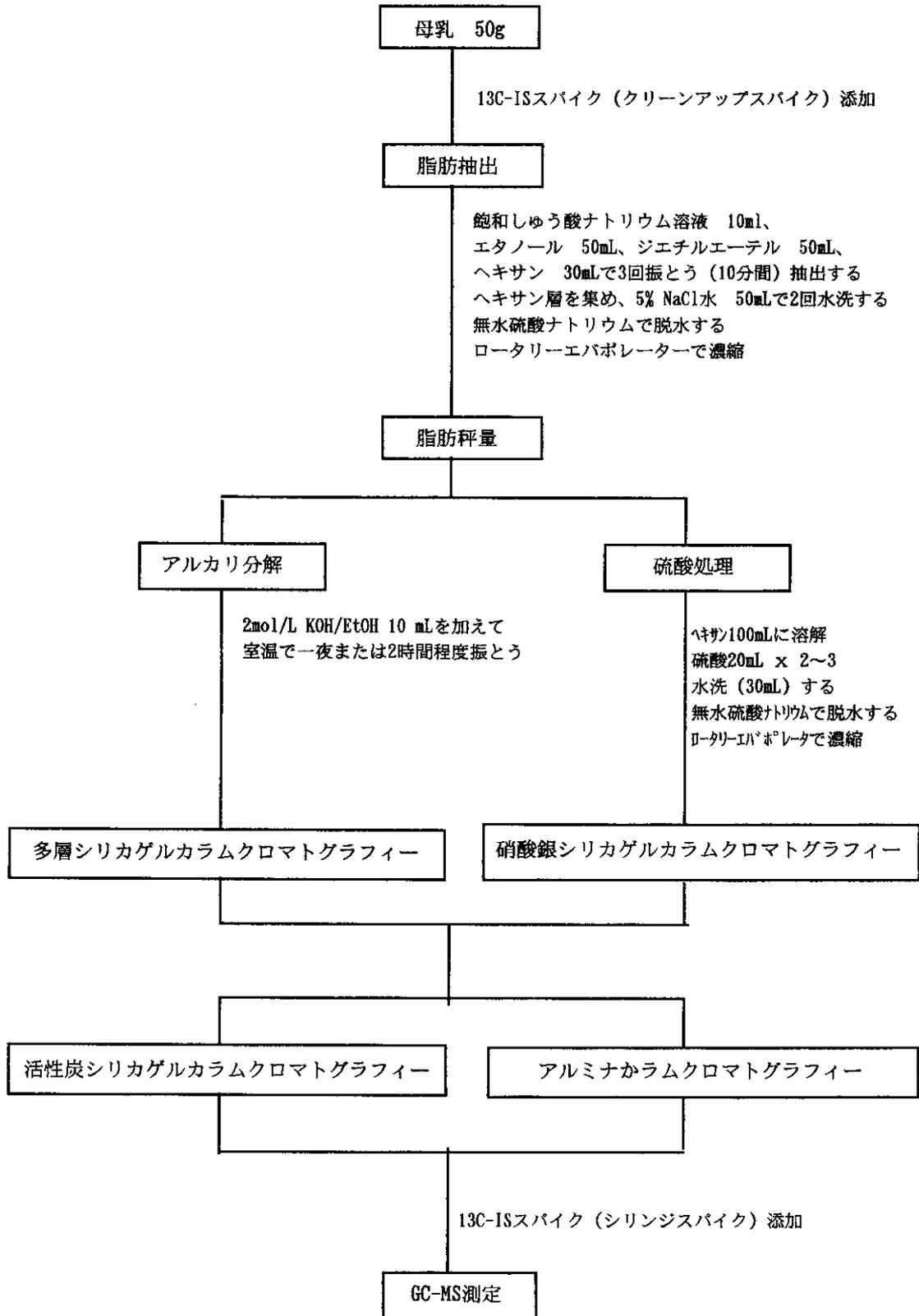
4.Total PCDDs 及び Total PCDFs は PCDD 及び PCDF それぞれにおける各 2,3,7,8-位塩素置換異性体の合計を表す (その他の化合物は含んでいない)。

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 PCBs 及び Total mono-ortho PCBs はそれぞれ各 non-ortho CB 及び mono-ortho CB の合計を表す。

7.Total Co-PCBsはCo-PCBs各化合物の合計を表す。

図1. 母乳中ダイオキシン類の分析フロー



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 ^{13}C または ^{37}Cl に置き換えた安定同位体スパイクを用いる。 ^{13}C 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/mass spectrometry
- 27 gas chromatograph/mass spectrometer
- 28 high resolution gas chromatography
- 29 high resolution gas chromatograph
- 30 high resolution mass spectrometry
- 31 high resolution mass spectrometer
- 32 high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometry
- 33 high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometer
- 34 selected ion monitoring. 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 relative response factor
- 36 not determined
- 37 electron ionization
- 38 International Union of Pure and Applied Chemistry
- 39 World Health Organization
- 40 Quality Assurance / Quality Control
- 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、目安としては米国連邦規格 (Federal Standard) FS 209E クラス 1,000~10,000, あるいは JIS B 9920 クラス 6~7 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。GC-MS は可能であれば母乳専用のものを用意する等し試料の二次汚染に十分留意する。GC-MS を設置する部屋は試料前処理室とは別にする。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 フィルターを通じた後行う構造とする。試料前処理室の清浄度や温度をモニターする等して試料前処理室及び GC-MS 室の室内空気が正常に管理されていることを確認することが望ましい。

43 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 ガラス器具等は合成洗剤を用いた洗浄、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 乾式充填でもよい。

53 ロックマス、質量校正に使用する化合物は規定しない。

54 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。

55 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。

56 脂肪抽出後に内標準液を添加してもよい。

57 同位体スパイクとして使用する ^{13}C 化合物には不純物として ^{12}C 化合物が存在する。内標準物質の添加量が多いと ^{12}C 化合物の定量に妨害を与えるので、使用する ^{13}C 化合物中の ^{12}C 化合物濃度を確認すること。

58 石油エーテルを使用することができる。

59 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。

60 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。

61 窒素吹き付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。

62 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毎に (1 injection に付) 1種類以上使用する。

63 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。

64 GC 注入量に関しては GC の注入口ライナーのない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。

65 Total (PCDDs+PCDFs) 実測濃度を有効数字 2 桁でまとめた Total PCDDs 実測濃度と Total PCDFs 実測濃度の和で表してはならない。

66 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。

67 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。

68 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。

69 調査計画によって頻度等については変更することができる。また、2重測定に必要な血液試料量の採取が困難な時は、QCCS で代用できる。

70 母乳 QCCS を準備し、用いる。

別添4. 血液中のダイオキシン類測定マニュアル(2003,2,17)

1 はじめに

血液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・分析操作等に関わる一定水準以上の技術が要求される。そこで、血液中のダイオキシン類の濃度を測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認めら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PCB(12種)を示す。

2.2 2,3,7,8-位塩素置換異性体

PCDDs及びPCDFs類の内、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の塩素置換数が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-1. 定量する化合物の名称等。(p.15)』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が塩素で置換されていない化合物の総称。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.15)』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が塩素で1カ所置換されている化合物の総称。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.15)』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

基本骨格が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 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 Co-PCBs : ノンオルトコプラナーPCBs
- 3.5 mono-ortho Co-PCBs : モノオルトコプラナー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 ; 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'-PeCB : 2,3,4,4'-ペンタクロロビフェニル ; IUPAC#114
- 3.41 2,3',4,4'-PeCB : 2,3',4,4'-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'-HxCB : 2,3',4,4',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ィー/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³⁷法
- 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-PCB の内、『表-1. 定量する化合物の名称等. (p.15)』に示す化合物を調査対象とする。また、必要に応じて脂質含有量を測定する。

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.16)』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。また、分析対象試料が生体試料のため、感染性に十分配慮した構造とする。

6.2 試薬類⁴³

試薬類は、高純度のものを使用する。必要に応じて蒸留、加熱処理、洗浄等の精製操作を行うこととして、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。

- 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 ヘキサン //
- 6.2.4 トルエン //
- 6.2.5 ジクロロメタン //
- 6.2.6 ノナン //
- 6.2.7 デカン //
- 6.2.8 硫酸アンモニウム //
- 6.2.9 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。
- 6.2.10 硫酸
半導体製造用高純度硫酸等, 高純度のものを使用する。必要に応じて市販の試薬をヘキサンで洗浄する。
- 6.2.11 無水硫酸ナトリウム
残留農薬試験用等, 高純度の試薬を使用する。必要に応じて市販の試薬を 450°C で 4h 時間以上加熱処理する。
- 6.2.12 2mol/L 水酸化カリウム水溶液/エタノール溶液 (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。そのままでは溶けにくい場合は全量の 1/10 程度の精製水に溶かし, エタノールで希釈する。
- 6.2.13 水酸化カリウム水溶液
高純度の水酸化カリウム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。
- 6.2.14 2%水酸化カリウムシリカゲル
水酸化カリウム水溶液をシリカゲルに添加して作成する。水酸化カリウム水溶液をシリカゲルに, 水酸化カリウムがシリカゲルに対して 2%(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。ダイオキシン類分析用として市販されているものもある。
- 6.2.15 40%(w/w)硝酸銀水溶液
高純度の硝酸銀を精製水に溶かす。必要に応じてヘキサンで洗浄する等して精製する。
- 6.2.16 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, ガラス製ピーカーに入れ, 層の厚さを 10mm 以下にして 130°C 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。
- 6.2.17 22%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 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。なお, 市販のものも使用できる。
- 6.2.18 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。なお, 市販のものも使用できる。
- 6.2.19 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。なお, 市販のものも使用できる。
- 6.2.20 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できる。この場合, 活性炭 1g 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。なお、市販のものも使用できる。

- 6.2.21 アルミナ
カラムクロマトグラフ用塩基性アルミナを開封してそのまま使用する。
- 6.2.22 標準物質
『表-3. 測定に用いる標準物質. (p.17)』を用いる。
- 6.2.23 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。
- 6.2.24 同位体スパイク
『表4. 測定に用いる同位体スパイク. (p.18)』を用いる。
- 6.2.25 同位体スパイク溶液
市販の溶液をノナン又はデカン⁴⁷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⁴⁸。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血液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°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⁴⁹。
 - 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⁵⁰。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 硝酸銀カラムクロマト管
内径約 15mm, 長さ約 300mm のガラス製カラムクロマト管に硝酸銀シリカゲル 2.0g 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 100mL を流速 2.5mL/min で流し, 充填物を洗浄する。なお, 充填は乾式でも可能である。
 - 6.3.1.10 多層シリカゲルカラムクロマト管
内径約 15mm, 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, 2%水酸化カリウムシリカゲル 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。なお、充填は乾式でも可能である。
- 6.3.1.11 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。
- 6.3.1.12 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。活性炭シリカゲルカラムクロマトグラフ管の代わりに同程度の量の活性炭硫酸ナトリウムを用いることもできる。なお、充填は乾式でも可能である。
- 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程度、長さ30~60mの熔融シリカ製のものであって、内面に液相を塗布又は結合したもの。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。
例えば、BPX5、DB5-MS、CP-SIL 8 CB-MS、HT-8、SP2331等の商品がある。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持つものは使用することができる。
- 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⁵¹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1sec以下にできるもの⁵²。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 20~50fgでSN>5, OCDD 50~100fg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。高感度を得る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⁵³。

7 調査計画

採血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、採血時の事故を防ぐため、採血現場には医師が立ち会い、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、その際にはそれらに従うこと。