

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および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 He ガス圧等の基本的な事項）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キング、イオン源ベキング、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 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。理論臭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-5. PBDDs および PBDFs の臭素同位体の理論天然存在比 (p.20)』)

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、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、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

シリジン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、PBDDs および PBDFs 各 2,3,7,8-位臭素置換異性体において、各々原則として 50~120%の範囲であること。

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 内標準物質の検査

内標準物質に存在する ^{12}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)⁶³

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-位臭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-位臭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以上の化合物について規定)。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QCCSを測定し、その結果を記録する⁶⁴。
 - 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. 測定対象PBDDsおよびPBDFs化合物および目標定量下限値

測定対象化合物の名称等	IUPAC Number	目標定量下限値	
		(pg/g-fat)	(pg/g または ml)
PBDDs	2,3,7,8-TeBDD	-	0.03
	1,2,3,7,8-PeBDD	-	0.03
	1,2,3,4,7,8-HxBDD	-	0.15
	1,2,3,6,7,8-HxBDD	-	0.15
	1,2,3,7,8,9-HxBDD	-	0.15
	(1,2,3,4,6,7,8-HpBDD)	-	0.6
	OBDD	-	1.5
PBDFs	2,3,7,8-TeBDF	-	0.03
	1,2,3,7,8-PeBDF	-	0.03
	2,3,4,7,8-PeBDF	-	0.03
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	-	0.15
	(1,2,3,6,7,8-HxBDF)	-	0.15
	(1,2,3,7,8,9-HxBDF)	-	0.15
	(2,3,4,6,7,8-HxBDF)	-	0.15
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	-	0.6
	(1,2,3,4,7,8,9-HpBDF)	-	0.6
	OBDF	-	1.5

括弧内は現在標準物質が入手不可能なため測定対象より暫定的に除外

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-2. 測定に用いる内標準物質

	化合物の名称等	IUPAC Number
PBDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeBDD	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeBDD	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxBDD	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxBDD	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxBDD	-
	(¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpBDD)	-
	¹³ C ₁₂ -OBDD	-
PBDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeBDF	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeBDF	-
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeBDF	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxBDF	-
	(¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxBDF)	-
	(¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxBDF)	-
	(¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxBDF)	-
	(¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpBDF)	-
	(¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpBDF)	-
	(¹³ C ₁₂ -OBDF)	-

括弧内は現在入手不可能な内標準物質

表-3. 標準物質と内部標準物質の対応例*

	測定化合物	対応するクリーンアップスパイク内標準物質	対応するシリンジスパイク内標準物質
PBDDs	2,3,7,8-TeBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,6,8-TeBDF
	1,2,3,7,8-PeBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,4,7,8-PeBDF
	1,2,3,4,7,8-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDD
	1,2,3,6,7,8-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDD
	1,2,3,7,8,9-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDD
	(1,2,3,4,6,7,8-HpBDD)	($^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpBDD)	
	OBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -OBDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDD
PBDFs	2,3,7,8-TeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,6,8-TeBDF
	1,2,3,7,8-PeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,4,7,8-PeBDF
	2,3,4,7,8-PeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,4,7,8-PeBDF
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxBDF	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDD
	(1,2,3,6,7,8-HxBDF)	($^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxBDF)	
	(1,2,3,7,8,9-HxBDF)	($^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxBDF)	
	(2,3,4,6,7,8-HxBDF)	($^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxBDF)	
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	($^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpBDF)	
	(1,2,3,4,7,8,9-HpBDF)	($^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpBDF)	
		OBDF	($^{13}\text{C}_{12}$ -OBDF)

*現在入手しうる内標準物質を用いた例であり、今後の内標準試薬の開発により対応することが望ましい。
括弧内は現在入手不可能な標準物質

表-4. PBDDsおよびPBDFs測定質量数の例

化合物の名称等		測定質量数					
		M	M+2	M+4	M+6	M+8	
PBDDs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeBDDs	495.6945	497.6923**	499.6903*	501.6884	503.6864
		¹² C ₁₂ -PeBDDs	573.6050	575.6029	577.6008*	579.5988**	581.5969
		¹² C ₁₂ -HxBDDs	651.5155	653.5135	655.5113**	657.5093*	659.5073
		¹² C ₁₂ -HpBDDs		731.4240	733.4219	735.4198*	737.4178**
		¹² C ₁₂ -OBDD		809.3345	811.3324	813.3302**	815.3282*
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeBDDs	507.7347	509.7326**	511.7306*	513.7286	515.7266
		¹³ C ₁₂ -PeBDDs	585.6452	587.6432	589.6411*	591.6391**	593.6371
		¹³ C ₁₂ -HxBDDs	663.5558	665.5537	667.5515**	669.5495*	671.5476
		¹³ C ₁₂ -HpBDDs				747.4600*	749.4580**
		¹³ C ₁₂ -OBDD				825.3705**	827.3685*
PBDFs	¹² C ₁₂	¹² C ₁₂ -TeBDFs	479.6996	481.6974**	483.6954*	485.6934	487.6914
		¹² C ₁₂ -PeBDFs	557.6101	559.6080	561.6059*	563.6039**	565.6019
		¹² C ₁₂ -HxBDFs	635.5206	637.5185	639.5164**	641.5144*	643.5124
		¹² C ₁₂ -HpBDFs		715.4290	717.4270	719.4248*	721.4228**
		¹² C ₁₂ -OBDF		793.3396	795.3375	797.3353**	799.3333*
	¹³ C ₁₂	¹³ C ₁₂ -TeBDFs	491.7398	493.7377**	495.7357*	497.7337	499.7317
		¹³ C ₁₂ -PeBDFs	569.6503	571.6483	573.6462*	575.6442**	577.6422
		¹³ C ₁₂ -HxBDFs	647.5608	649.5588	651.5566**	653.5546*	655.5527
		¹³ C ₁₂ -HpBDFs				731.4651*	733.4631**
		¹³ C ₁₂ -OBDF				809.3756**	811.3736*

*: 存在比が最も高い臭素同位体の質量数

** : 存在比が2番目に高い臭素同位体の質量数

表-5. PBDDs および PBDFs の臭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	M+10	M+12
PBDDs	TeBDDs	17.3	67.8	100	65.9	16.6		
	PeBDDs	10.4	50.9	100	98.5	48.8	9.9	
	HxBDDs	5.3	31.1	76.3	100	73.9	29.4	
	HpBDDs	3.0	20.8	61.1	100	98.4	58.2	
	OBDD	1.5	12.1	41.5	81.4	100	78.7	38.9
PBDFs	TeBDFs	17.3	67.8	100	65.8	16.5		
	PeBDFs	10.4	50.9	100	98.4	48.7	9.8	
	HxBDFs	5.3	31.1	76.4	100	73.9	29.3	
	HpBDFs	3.0	20.8	61.1	100	98.3	58.1	
	OBDF	1.5	12.1	41.5	81.5	100	78.7	38.8

各臭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-6. TEQ相当値算出のためのTEF

化合物の名称等		IUPAC Number	対応する塩素化ダイオキシンのTEF (WHO,1998-TEF)
PBDDs	2,3,7,8-TeBDD	-	1
	1,2,3,7,8-PeBDD	-	1
	1,2,3,4,7,8-HxBDD	-	0.1
	1,2,3,6,7,8-HxBDD	-	0.1
	1,2,3,7,8,9-HxBDD	-	0.1
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDD	-	0.01
	OBDD	-	0.0001
PBDFs	2,3,7,8-TeBDF	-	0.1
	1,2,3,7,8-PeBDF	-	0.05
	2,3,4,7,8-PeBDF	-	0.5
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	-	0.1
	1,2,3,6,7,8-HxBDF	-	0.1
	1,2,3,7,8,9-HxBDF	-	0.1
	2,3,4,6,7,8-HxBDF	-	0.1
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	-	0.01
	1,2,3,4,7,8,9-HpBDF	-	0.01
	OBDF	-	0.0001

表-7. PBDDsおよびPBDFs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	
			毒性等価係数 TEF	毒性等量相当値 (pg-TEQ/g-fat)
P B D D s	2,3,7,8-TeBDD	-	1	
	1,2,3,7,8-PeBDD	-	1	
	1,2,3,4,7,8-HxBDD	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxBDD	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxBDD	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDD	-	0.01	
	OBDD	-	0.0001	
	Total PBDDs	-	-	
P B D F s	2,3,7,8-TeBDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8-PeBDF	-	0.05	
	2,3,4,7,8-PeBDF	-	0.5	
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	-	0.1	
	1,2,3,6,7,8-HxBDF	-	0.1	
	1,2,3,7,8,9-HxBDF	-	0.1	
	2,3,4,6,7,8-HxBDF	-	0.1	
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	-	0.01	
	1,2,3,4,7,8,9-HpBDF	-	0.01	
	OBDF	-	0.0001	
Total PBDFs	-	-		
Total (PBDDs+PBDFs)	-	-	-	

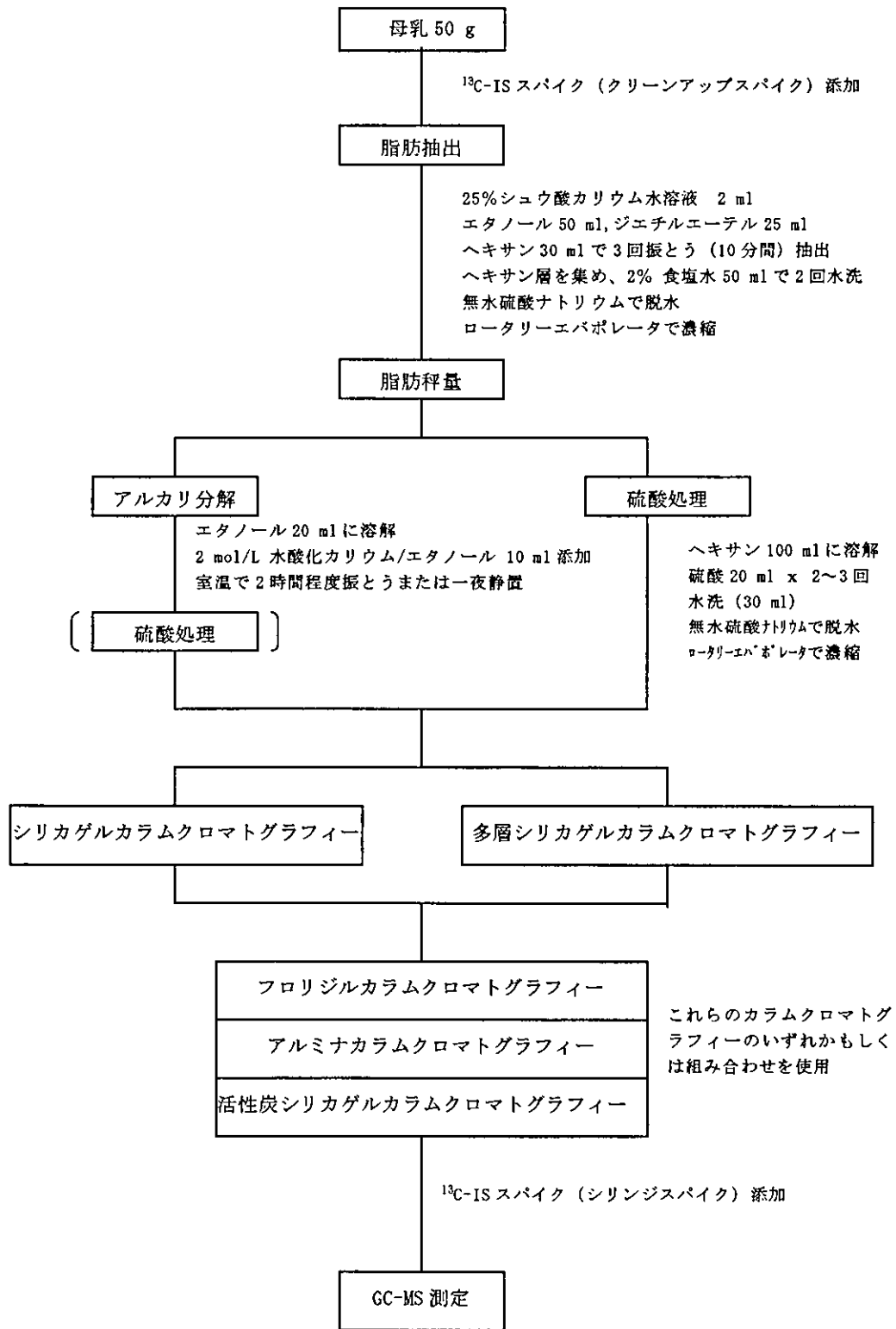
[注]

1. 実測濃度：臭素化ダイオキシン類 (pg/g-fat)，標準物質がなく測定不可能な場合は“-”を記入し脚注にその旨を記しておくこと
2. 毒性等価係数：対応する塩素化ダイオキシン類の毒性等価係数
3. 毒性等量相当値：2,3,7,8-TeCDD 毒性等量相当値 (pg-TEQ/g-fat)。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毒性等量相当値をカッコ内に示す。
4. 表中『N.D.』は目標定量下限値未満を表す。
5. Total PBDDs および Total PBDFs はPBDDs および PBDFs それぞれにおける各2,3,7,8-位臭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 (PBDDs+PBDFs) は各2,3,7,8-位臭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)。

表-8. PBDDsおよびPBDFsのガスクロマトグラフ質量分析計の測定条件例

ガ ス ク ロ マ ト グ ラ フ	<p>① 条件例1 使用カラム : DB-17HT 内径 0.25 mm, 長さ 30 m, 膜厚 0.15 μm カラム温度 : 90°C (2 min) → (10°C/min) → 190°C → (5°C/min) →280°C (33 min) → (10°C/min) → 310°C (14 min) 注入口温度 : 240°C 注入方法 : スプリットレス 試料注入量 : 1μl</p>
	<p>② 条件例2 使用カラム : DB-5MS 内径 0.25 mm, 長さ 15 m, 膜厚 0.10 μm カラム温度 : 150°C (2 min) → (10°C/min) → 200°C → (4°C/min) →240°C → (6°C/min) → 300°C (10 min) 注入口温度 : 240°C 注入方法 : スプリットレス 試料注入量 : 2μl</p>
	<p>③ 条件例3 使用カラム : ENV-5MS 内径 0.25 mm, 長さ 15 m, 膜厚 0.10 μm カラム温度 : 120°C (1 min) → (20°C/min) → 240°C → (10°C/min) → 300°C (12 min) 注入口温度 : 120°C (0.1 min) → (100°C/min) → 300°C 注入方法 : オンカラム 試料注入量 : 1μl</p>
質 量 分 析 計	<p>条件例 分解能 : 10,000 以上 電子加速電圧 : 38 eV イオン化電流 : 600 μA 加速電圧 : 8 kV イオン源温度 : 280°C 検出方法 : ロックマス方式による SIM 法</p>

図 1. 母乳中臭素化ダイオキシン類の分析フロー例
 (分析手順にはいくつかのオプションがあるがここでは主な例を示す)。



- 1 isomer
- 2 congener または homologue
- 3 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。
- 4 S/N=5 前後のピーク高さを与える濃度の標準液
- 5 polybrominated dibenzo-*p*-dioxins
- 6 polybrominated dibenzofurans
- 7 tetrabromodibenzo-*p*-dioxins
- 8 pentabromodibenzo-*p*-dioxins
- 9 hexabromodibenzo-*p*-dioxins
- 10 heptabromodibenzo-*p*-dioxins
- 11 octabromodibenzo-*p*-dioxin
- 12 tetrabromodibenzofurans
- 13 pentabromodibenzofurans
- 14 hexabromodibenzofurans
- 15 heptabromodibenzofurans
- 16 octabromodibenzofuran
- 17 polybrominated diphenyl ethers
- 18 2,3,7,8-TeCDD toxicity equivalency factor
- 19 2,3,7,8-TeCDD toxicity equivalency quantity
- 20 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内標準物質を試料に添加し、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。PBDDs および PBDFs の場合、構成する炭素の全部を ^{13}C に置き換えた安定同位体の内標準物質を用いる。 ^{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。
- 21 gas chromatograph/mass spectrometry
- 22 gas chromatograph/mass spectrometer
- 23 high resolution gas chromatography
- 24 high resolution gas chromatograph
- 25 high resolution mass spectrometry
- 26 high resolution mass spectrometer
- 27 high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometry
- 28 high resolution gas chromatograph/high resolution mass spectrometer
- 29 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。
- 30 relative response factor
- 31 not detected
- 32 electron ionization
- 33 International Union of Pure and Applied Chemistry
- 34 World Health Organization
- 35 Quality Assurance / Quality Control
- 36 Quality Control Check Sample
- 37 標準品が入手不可能な物質は入手可能になり次第調査対象物とする。
- 38 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および 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など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、試料前処理室および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。

³⁹ 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。

⁴⁰ ダイオキシン類分析用として市販されているものまたは同等品でもよい。

⁴¹ 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。

⁴² 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。

⁴³ 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。

⁴⁴ 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。

⁴⁵ カラムクロマトグラフ管に使用する充填剤や溶媒の種類および量はあらかじめ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。

⁴⁶ 乾式充填でも良い。

⁴⁷ 十分不活性化されたものを用いる。PBDDsおよびPBDFs測定用のカラムとしては、DB-1, BP-1, DB-5MS, BPX-5, Env-5MS, BPX-70, DB-17HTなどがある。なお、ここで示した製品は参考のために表記したもので、これら以外でも同等以上の性能を有するものを使用しても良い。

⁴⁸ ロックマス、質量校正に使用する化合物は規定しない。

⁴⁹ PBDFs内標準物質のイオン質量の一部が分析対象物質であるPBDDsの測定イオンと近接する。両イオンを分離するためには、理論的に分解能15,000以上が必要である。内標準物質イオンの妨害はスパイクする量や分解能および選択した質量数により左右される。したがって、内標準物質の妨害がPBDDs測定に妨害をおよぼさないことを確認しつつ、分解能10,000以上で測定を行う。なお、分解能を更に高くすることができれば妨害は低下するが、感度も低下する。

⁵⁰ 例えば内標準物質、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多くなるようにする。キャピラリーカラムによって得られるピークの幅は、5~10秒程度であるが、一つのピークに対して十分な測定点を確保するためには選択イオン検出のサンプリングの周期は1秒以下にしなければならない。1回の測定で設定可能なチャンネルの数は、要求される感度との兼ね合いとなるので、十分に検討した上で設定する必要がある。クロマトグラム上の各ピークの保持時間を考慮して、時間分割によるグルーピング方式によって測定してもよいが、この場合には各グループごとに、適切な内標準物質ピークが出現するように条件の設定を行う必要がある。

⁵¹ 高臭素化合物の分解に注意する。

⁵² 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。

⁵³ クリーンアップスパイクの内標準物質は、少なくとも各臭素数毎に2,3,7,8-位臭素置換体を最低1種類ずつ添加するのが望ましい。添加する内標準物質は、シリンジスパイクとは別の異性体を用いるが、内標準物質によってはGC-MSの測定条件により測定に妨害を与える場合があるので、その使用に際しては、十分に検討・確認をしておく。また現在は入手可能な標準物質が少ないが、市販されれば追加する。

⁵⁴ 内部標準物質として使用する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。

⁵⁵ カラムクロマトグラフ操作におけるPBDDsおよびPBDFsの溶出条件は、PBDDsおよびPBDFsの標準液を添加した液などを用いて分画試験を行って確認しなければならない。なお、ヘキサンで溶出しないう場合は、ジクロロメタン(2vol%)を含むヘキサン溶液などにより溶出する。

⁵⁶ 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ると回収率が低下する場合があるので注意する。

⁵⁷ 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。

⁵⁸ 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共に測定する。

⁵⁹ GC注入量に関してはGCの注入ロライナーの内容積を考慮すること。使用する注入ロ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。

⁶⁰ PBDFsはPBDEsの(M-2Br)⁺イオンの妨害を受けやすいので、PBDEsのM⁺イオンを追加し、PBDEsの影響の有

無を確認しておくことが必要である。

⁶¹ Total (PBDDs+PBDFs)実測濃度を有効数字2桁でまるめた Total PBDDs 実測濃度と Total PBDFs 実測濃度の和で表してはならない。

⁶² 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。

⁶³ 調査計画によって頻度などについては変更することができる。

⁶⁴ 母乳 QCCS を準備し、用いる。

別添3

母乳、粉乳（人工乳）および牛乳中に観察された3種のダイオキシン類（PCDDs/DFs、PXDDs/DFs、PBDDs/DFs）の毒性濃度の比較

太田壮一（摂南大学薬学部）

【はじめに】

母乳保育は、人工乳保育と比較して、栄養学的、免疫学的及び精神発達学的にも優れている育児方法であることが知られている^{1,2)}。しかしながら、ヒトの母乳中には多種類の化学物質が検出されることから、それら化学物質によるヒトへの健康影響、とりわけ母乳を介しての乳児等への健康影響に対する懸念が従来から繰り返し議論されてきた。その中でも、今回、報告するダイオキシン類はその最も典型的な化学物質であろう。最近の厚生科学研究の報告によれば、新生児及び乳児期において授乳時に摂取する、母乳中の塩素化ダイオキシン類（PCDDs/DFs, Co-PCB）濃度の高低の差異によって、被験者の1歳児が有する免疫や甲状腺機能に対してその毒性影響が観察されなかったことが指摘されている¹⁾。しかし、我々は日常、塩素化ダイオキシン類以外にも、本報告で紹介する臭素化ダイオキシン類（PBDDs/DFs）および塩素・臭素化ダイオキシン類（PXDDs/DFs）や、その他、様々な化学物質によって複合的に暴露されていることを考慮した場合、その複合汚染による長期的な健康影響等に関しては未解明な部分が多く、上記懸念を完全に払拭できるまでには至っていない。それ故に、OECD諸国は現在までに、環境や生体中のダイオキシン類を含む種々の化学物質による汚染レベルの低減化を目指して、様々な低減化対策を講じてきた。近年、その効果は明確な結果で現れてきており、例えば、スウェーデンの報告では1972年から1997年まで、保存されていた母乳を用いて、その汚染レベルの経年的推移を調査したところ、塩素系化合物であるDDT、DDE、PCBs、PCNs及びPCDDs/PCDFsの濃度が、この20年間で全て減少傾向にあることを報告している。ところが、同時に調査した難燃剤として使用される、臭素化ジフェニルエーテル（PBDEs）の汚染レベルは、飛躍的に増加していることもまた観察している³⁾。一方、我が国においても、1973年以降、大阪府立公衆衛生研究所にて保存されている母乳を用いて、塩素化ダイオキシン類の汚染調査を行った結果では、1973年の汚染レベルに対して、26年後の1999年のそれはほぼ半減していることが明らかとなっている²⁾。さらに、同研究所のAkutsuらは、同試料を用いて上記PBDEsの汚染レベルを調査した際に、1973年では未検出レベルであったものが、1988年には1.6 ng/g-脂肪重量まで増加し、その後は漸減しているものの、2000年時点においても1.4 ng/g-脂肪重量のPBDEsが検出されることを観察した⁴⁾。上記の両研究成果は、過去四半世紀に渡って全世界的規模で、有機塩素系化合物汚染の改善と臭素系化合物汚染の進行というダイナミックな汚染パターンの変動が展開されていたことを示唆するものであった。そこで、今、問題となるのは、上記の様な臭素系化合物が製造及び使用される際に副生する、臭素化（PBDDs/DFs）及び塩素・臭素化ダイオキシン類（PXDDs/DFs）が、我々の環境や人体を汚染する可能性があることである。加えて、この2種のダイオキシン類の毒性は、塩素化ダイオキシン類のそれと同等であることが報告されていることから、現在、世界的な環境汚染問題に発展しつつある。Watanabeら⁵⁾は、上記難燃剤を光分解させることによって容易にPBDDs/DFsが生成することを観察しており、その後もこの知見を支持するかのようPBDDs/DFsやPXDDs/DFsによる環境汚染に関する報告がなされている⁶⁻⁸⁾。しかし、これらダイオキシン類による生体試料中の汚染、とりわけ人体汚染に関する知見は、極めて乏しいのが現状である。

そこで、今回、人体汚染を評価する際に、非常に有効な汚染指標としての母乳を用いて、PCDDs/DFs、PBDDs/DFs及びPXDDs/DFsの3種のダイオキシン類による人体汚染実態の解明を試みた。また、乳児保育の際にしばしば母乳と併用する粉乳及び牛乳中の上記ダイオキシン類の汚染実態に関しても、若干の知見が得られたので報告する。

【検討試料】

- (A) 母乳試料：16人の初産婦および20人の経産婦の中から無作為的にそれぞれ4（試料記号A～D）及び5つ（試料記号a～e）のグループに分類し、その1ヶ月目の母乳を各グループ毎に50gずつ等量混合し、分析に供した。（初産婦；年齢21～33歳、経産婦；年齢23～35歳、採取時期2002年11月）
- (B) 市販牛乳及び粉ミルク（乳児用人工粉乳）試料；牛乳試料（試料記号1～4）と粉ミルク試料（試料記号①～④）は、大阪府枚方市内のスーパーマーケットやドラッグストア等で市販されている、それぞれ製造メーカーが異なるものを購入し、分析試料とした。（購入時期2004年2月）

【分析方法】

PCDDs/DFs, PXDDs/DFs 及び PBDDs/DFs の同時一斉分析法

試料200mlに内標準物質を添加し、シュウ酸カリウム水溶液、ジエチルエーテル、エタノール及びヘキサンを加えてそれぞれ振とうし、脂質の抽出を行った。次に、1N KOH/EtOH 溶液でアルカリ分解後、液液分配しヘキサン層に抽出し、これを抽出液とした。そして、この抽出液を多層シリカゲルカラムクロマトにて粗精製を試みた（図1）。まず、PCBs、PCDDs/DFs 及び PXDDs/DFs を n-hexane で溶出し、これを粗精製画分1とした。次に、PBDEs 及び PBDDs/DFs を 20% CH₂Cl₂/n-hexane で溶出し、これを粗精製画分2とした。さらに、これら粗精製画分に対して、それぞれ活性炭混合シリカゲルカラムクロマト用いて精製を試みた。すなわち、活性炭混合シリカゲルカラムクロマト上の粗精製画分1については、まず、n-hexane にてPCBs等を溶出、除去した後、25% CH₂Cl₂/n-hexane にて Mono-ortho Co-PCBs 等を溶出させ、これを精製画分Aとした。そして、PCDDs/DFs と PXDDs/DFs を toluene にて溶出させ、これを精製画分Bとした。

一方、粗精製画分2についても同様に、25% CH₂Cl₂/n-hexane にてPBDEsを溶出させ、これを精製画分Cとした後、PBDDs/DFs を toluene にて溶出させ、これを精製画分Dとした。

以上、得られた精製画分A～Dの中、画分BとDを濃縮後、高分解能GC/MSで定量した。母乳中の脂質含量は、ダイオキシン類測定暫定マニュアルと同様の方法で行った⁹⁾。

また、PXDDs/DFs 及び PBDDs/DFs の毒性評価に際しては、PCDDs/DFs と同じ異性体ならばその毒性が等しいと仮定し、WHO-TEF（1998）を用いて評価を試みた¹⁰⁾。

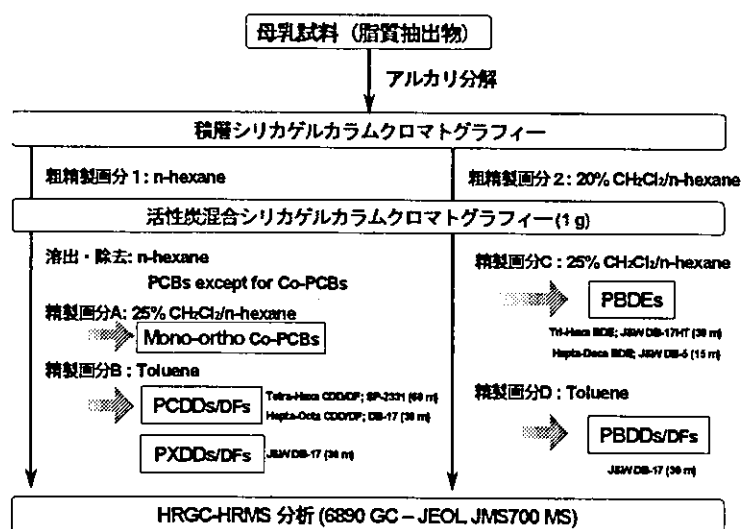


図1 PCDDs/DFs, PXDDs/DFs, PBDDs/DFs 及び PBDEsの前処理法

【結果及び考察】

(1) 経産婦と初産婦の差異による母乳試料中のダイオキシン類 PCDDs/DFs、PXDDs/DFs 及び PBDDs/DFs の毒性 (TEQ) 濃度の比較 (表1～3)

表1は、経産婦試料（試料a～e）と初産婦（試料A～D）の母乳試料中のPCDDs/DFs濃度を比較したものである。その結果、経産婦の毒性濃度の範囲は、4.1～9.8 pg-TEQ/g-脂肪重量（平均8.40 pg-TEQ）、初産婦で16～21 pg-TEQ/g-脂肪重量（平均17.3 pg-TEQ）となり、両者には顕著な差が観察された。また、両試料の毒性濃度に高く関与しているPCDDs/DFs異性体としては、2,3,7,8-TeCDD、1,2,3,7,8-PeCDD、2,3,4,7,8-PeCDF、1,2,3,6,7,8-HxCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDF及び1,2,3,6,7,8-HxCDFであ

った。とりわけ、1,2,3,7,8-PeCDD、2,3,4,7,8-PeCDF及び1,2,3,6,7,8-HxCDDは、血液試料において観察された場合と同様に母乳汚染における重要な汚染指標異性体となることが考察された¹¹⁾。上記2つの異性体の他に、経産婦と初産婦の異性体パターンの主な差異は、2,3,7,8-PeCDFと1,2,3,4,7,8,9-HxCDFといったPCDFsが検出されているか否かであることが明らかとなった。表2は、表1と同様に両試料中のPXDDs/DFs濃度を比較したものである。経産婦の毒性濃度の範囲は、0.98~2.7 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均1.96 pg-TEQ)であり、初産婦で0.68~4.4 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均2.55 pg-TEQ)であった。毒性濃度に対して関与の高い異性体は、2,3-Br-7,8-Cl-DDがPXDDs/DFsの総濃度の60%以上を占めていることが認められた。また、その他の異性体としては2-Br-3,7,8-Cl-DD、3-Br-2,7,8-Cl-DF、1-Br-2,3,6,7,8,9-Cl-DD及び1-Br-2,3,7,8-Cl-DFが検出された。なお、本報告では、PXDDs/DFsの実測値のデータは示していないが、その概要としては2,3,7,8体以外のOthersの異性体は殆ど検出されていないことが観察された。表3もまた同様に、両試料中のPBDDs/DFs濃度を比較したものである。その結果、経産婦の毒性濃度の範囲は、0.13~1.2 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均0.36 pg-TEQ)、初産婦で0.13~0.22 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均0.26 pg-TEQ)となり、両者には顕著な差は認められなかった。主要異性体に着目すると、初産婦のA試料を除く全ての試料において、2,3,7,8-TeBDFのみが検出されているのが特徴的であった。PBDDs/DFsの場合においても、その実測濃度は示していないが、TeBDDsのOthersとして1,3,6,8体と1,3,7,9-TeBDDが比較的高濃度(17~390 pg/g-脂肪重量)に検出されていたが、これは、プロモフェノール系化合物の副生成物に由来したものであることが推察された⁸⁾。

表1 経産婦と初産婦の差異による母乳試料中のPCDDs/DFsのTEQ濃度

pg/ g fat base	経産婦					初産婦			
	a	b	c	d	e	A	B	C	D
2347-TeCDF	N.D.	0.091	N.D.	N.D.	N.D.	0.065	0.12	N.D.	N.D.
2378-TeCDD	0.79	0.72	0.81	N.D.	N.D.	1.1	0.98	0.84	1.2
12378-PeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.024	N.D.	N.D.	N.D.
23478-PeCDF	3.0	3.6	3.4	4.4	2.1	5.0	6.4	4.6	7.9
12378-PeCDD	2.4	1.8	2.9	2.3	N.D.	4.9	4.3	5.3	6.8
123478-HxCDF	0.24	0.22	0.24	0.34	0.17	0.26	0.38	0.27	0.47
123678-HxCDF	0.22	0.28	0.21	0.25	0.13	0.36	0.48	0.37	0.54
123789-HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.72	N.D.	N.D.	N.D.
234678-HxCDF	0.12	0.15	0.0083	N.D.	0.091	0.27	0.14	0.16	0.30
123478-HxCDD	0.71	0.40	0.43	0.50	0.61	0.63	0.50	0.56	0.68
123678-HxCDD	1.4	1.7	1.5	1.7	0.84	1.9	2.7	2.9	3.0
123789-HxCDD	N.D.	0.27	0.13	N.D.	0.091	0.29	0.42	0.41	0.33
1234678-HpCDF	0.014	0.019	0.015	0.0026	0.016	0.019	0.026	0.020	0.023
1234789-HpCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.0034	N.D.	N.D.	N.D.
1234678-HpCDD	0.075	0.091	0.065	0.0063	0.066	0.091	0.026	0.14	0.092
OCDF	0.000042	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.00029	N.D.	N.D.	N.D.
OCDD	0.014	0.22	0.0079	0.0079	0.0075	0.016	0.012	0.0084	0.0072
Total	9.0	9.5	9.8	9.6	4.1	16	16	16	21

N.D.: not detected

表2 経産婦と初産婦の差異による母乳試料中のPXDDs/DFsのTEQ濃度

pg TEQ/g fat base	経産婦					初産婦			
	a	b	c	d	e	A	B	C	D
3-Br-278-Cl-DF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.089	0.54	N.D.	N.D.	N.D.
2-Br-378-Cl-DD	0.41	0.50	N.D.	0.98	0.89	N.D.	N.D.	0.71	0.34
23-Br-78-Cl-DD	2.2	2.2	1.6	N.D.	0.94	N.D.	2.5	3.7	2.3
1-Br-2378-Cl-DF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.094	N.D.	N.D.	N.D.
1-Br-2378-Cl-DD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
2-Br-36789-Cl-DD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1-Br-236789-Cl-DD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.050	N.D.	N.D.	N.D.
1-Br-2346789-Cl-DD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Total	2.6	2.7	1.6	0.98	1.9	0.68	2.5	4.4	2.6

N.D.: not detected

表3 経産婦と初産婦の差異による母乳試料中のPBDDs/DFsのTEQ濃度

pg-TEQ / g fat base	経産婦					初産婦			
	a	b	c	d	e	A	B	C	D
2378-TeBDF	0.13	0.23	0.17	0.15	0.16	0.20	0.22	0.15	0.13
2378-TeBDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
12378-PeBDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
23478-PeBDF	N.D.	1.0	N.D.	N.D.	N.D.	0.34	N.D.	N.D.	N.D.
12378-PeBDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123478-HxBDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123478-HxBDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123678-HxBDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123789-HxBDD	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Total	0.13	1.2	0.17	0.15	0.16	0.54	0.22	0.15	0.13

N.D.: not detected

(2) 市販牛乳及び粉ミルク中のダイオキシン類 PCDDs/DFs、PXDDs/DFs 及び PBDDs/DFs の毒性濃度の比較 (表4～5)

表4は、市販牛乳(試料1～4)及び粉ミルク(試料①～④)中のPCDDs/DFs濃度を比較したものである。その結果、牛乳の毒性濃度の範囲は、1.1～2.7 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均1.73 pg-TEQ)であり、粉ミルクでは、0.36～2.4 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均1.13 pg-TEQ)となり、上記の母乳レベルと比較して、両試料共に極めて低濃度であることが明らかとなった。毒性濃度に対して貢献度が高い異性体としては、2,3,7,8-TeCDD、2,3,4,7,8-PeCDF、1,2,3,7,8-PeCDD、1,2,3,4,7,8-HxCDD及び1,2,3,6,7,8-HxCDDであった。興味深いことには、牛乳試料では、母乳試料で検出されていた1,2,3,4,7,8-HxCDFや1,2,3,6,7,8-HxCDFといった六塩化ベンゾフランが検出されなかったのに対して、1,2,3,4,7,8-HxCDDや1,2,3,6,7,8-HxCDDといった六塩化ダイオキシンが検出されていた。一方、粉ミルクにおいては、母乳と牛乳の両試料において高頻度で検出されていた1,2,3,7,8-PeCDDの五塩化ダイオキシンが全検体で検出されなかった。次に、両試料中のPXDDs/DFs濃度を調査したところ、母乳において予想以上に高濃度に含まれていた、2,3,7,8体のPXDDs/DFsが全く検出されないだけでなく、Othersにおいても全て定量下限値以下であった。表5は、両試料中のPBDDs/DFs濃度を示している。牛乳の毒性濃度の範囲は、n.d.～0.05 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均0.023 pg-TEQ)であり、粉ミルクでは、0.015～0.064 pg-TEQ/g-脂肪重量(平均0.039 pg-TEQ)であり、検出されたPBDDs/DFsの異性体は2,3,7,8-TeBDFだけであることが観察された。上記の結果より、牛乳や粉ミルクにおいては、上記3種のダイオキシン汚染は軽度であること、とりわけ、PXDDs/DFsやPBDDs/DFsの汚染が極めて低いことが判明した。

表4 市販牛乳及び粉ミルク中のPCDDs/DFsのTEQ濃度

pg/ g fat base	牛乳				粉ミルク			
	1	2	3	4	①	②	③	④
2347-TeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.047	N.D.
2378-TeCDD	N.D.	0.39	0.22	0.18	0.44	0.16	0.64	0.33
12378-PeCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
23478-PeCDF	0.32	0.35	0.10	0.12	N.D.	N.D.	0.21	0.11
12378-PeCDD	0.65	0.69	0.26	0.73	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123478-HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123678-HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123789-HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
234678-HxCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
123478-HxCDD	0.088	0.26	0.36	1.5	1.9	0.076	0.076	0.16
123678-HxCDD	0.15	0.077	0.074	0.10	N.D.	0.023	0.023	0.042
123789-HxCDD	N.D.	0.056	N.D.	0.066	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
1234678-HpCDF	0.0072	0.080	0.050	0.0042	0.0050	0.080	0.0011	0.016
1234789-HpCDF	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.036
1234678-HpCDD	0.042	0.012	0.013	0.025	0.032	0.012	0.026	0.032
OCDF	N.D.	N.D.	0.000090	0.000067	N.D.	0.000057	0.000055	N.D.
OCDD	0.00088	0.0010	0.00034	0.00058	0.00098	0.0046	0.012	0.0041
Total	1.3	1.8	1.1	2.7	2.4	0.36	1.0	0.74

N.D.: not detected