

ーク判定が困難になり、間違ったピークをとる可能性がある。したがって、マニュアルでは、別々の測定を基本とする。

g) 質量分析計について

暫定マニュアルでは、質量分析計の感度は、10fg の 2,3,7,8-TeCDD で S/N 比が 5 以上であることが望ましいと規定されている。可能なケースもあるが、困難なケースもあり、20~50fg の 2,3,7,8-TeCDD で S/N 比が 5 以上であることが望ましいとすることが適切である。

2) 精度管理について

a) 脂質濃度について

① 1回目

血清中脂質濃度を表 5 に示す。7 機関中 5 機関では 5.12~5.78mg/g であった。酵素法で測定した総コレステロール、中性脂肪、リン脂質は合計で 4.61mg/g であり、マニュアルの抽出法によりほぼ正確に脂質が抽出されていると考えられる。一方、c 機関は 29.3 mg/g と先の 5 機関の値の 5~6 倍であり、脂質以外の物質を抽出した可能性、あるいは抽出溶媒が十分に蒸発していなかった可能性がある。なお、c 機関では、再測定を実施した結果、5.3mg/g と他の機関とほぼ同一になった。g 機関は 2.92 mg/g と先の 5 機関の値の約半分であり、水洗時にリン脂質が失われた可能性が考えられる。

② 2回目

血清中脂質濃度を表 6 に示す。7 機関の平均で 5.54mg/g であった。酵素法で測定した総コレステロール、中性脂肪、リン脂質は合計で 5.22mg/g であり、マニュアルの抽出法によりほぼ正確に脂質が抽出されていると考えられる。各機関の平均値は 4.21~6.31mg/g であった。研究機関間の変動係数は 13%と少し大きい、1 回目 110%と比較するとかなり改善された。誤差要因の検討では、エマルジョン除去のためにエタノー

ルを使用すると、リン脂質などがエタノールを含む水槽に移行することが考えられた。

b) ダイオキシン類濃度について

① 試料中濃度の研究機関間の変動

血清中ダイオキシン類濃度の各研究機関の平均値を表 7 に示す。研究機関間の変動係数が 30%を超えた物質は、ダイオキシンでは 1, 2, 3, 7, 8-PeCDD、1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD および OCDD、コプラナ PCB では 3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#169) および 2', 3, 4, 4', 5-PeCB(#123) であった。

各物質ごとに見ると、1, 2, 3, 7, 8-PeCDD では f 機関が平均値の 1.7 倍に、1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD では e 機関が平均値の 2.0 倍に、OCDD では b 機関が平均値の 2.1 倍になっている。また、3, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#169)では f 機関が平均の 1.7 倍に、2', 3, 4, 4', 5-PeCB(#123)では b 機関および d 機関が平均の 1.6 倍および 1.5 倍になっている。これらの中で 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD については、該当機関の操作ブランク値を差し引くと他の機関の測定値とほぼ同程度になるため、ブランク値が底上げしているものと考えられる。他の物質については、原因は明確ではない。

毒性等量 (TEQ) については、研究機関間の変動係数は 20%以下であり、修正マニュアルにより再現性のある測定ができる。

② 試料中濃度の研究機関内の変動

各研究機関内での同一試料の 3 回測定における変動係数は、c 機関で 3, 4, 4', 5-TeCB(#81) が、e 機関で 2, 3, 7, 8-TeCDD、2, 3, 7, 8-TeCDF および 2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#167) が 30%を超えていた。この中で 3, 4, 4', 5-TeCB(#81)および 2, 3, 7, 8-TeCDD については、試料中濃度が低く、測定限界近くでの測定のため変動係数が大きくなったものと考えられる。2, 3, 7, 8-TeCDF も試料中濃度は低い、e 機関の値は他の機関に比較してかなり大き

く、汚染等の影響があったものと考えられる。2, 3', 4, 4', 5, 5'-HxCB(#167)については、変動の大きい原因は明確ではない。

③操作ブランクについて

各研究機関の操作ブランク値を表8に示す。操作ブランク値がマニュアルで定める定量下限目標値を上回ると、試料中濃度の測定に支障をきたす。ただし、その場合でも、試料中濃度が操作ブランク値よりも十分多くければ問題はない。そこで、操作ブランク値が定量下限目標値を上回り、かつ試料中濃度の1/10を超えるケースを検討した。d機関で3, 3', 4, 4'-TeCB(#77)が、e機関で1, 2, 3, 7, 8-PeCDD、1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD、2, 3, 4, 7, 8-PeCDF、1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF、1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF、3, 3', 4, 4'-TeCB(#77)および2, 3, 4, 4', 5-PeCB(#114)が該当した。何らかの汚染の影響と考えられる。

④回収率について

内部標準物質の回収率を表9に示す。回収率は43~132%であり、一部で測定マニュアルで望ましいとする範囲(50~120%)を超えていた。ただし、再測定の必要のない範囲(25~150%)には入っていた。

C-3. 試料の少量化について

a) 福岡県保健環境研究所の少量法

福岡県保健環境研究所(飯田ら)の少量法を血清試料および粉乳試料に応用し、測定マニュアルに従った分析(以下、従来法)との比較を行った。その結果、血清試料ではダイオキシン類濃度は1, 2, 3, 6, 7, 8-HpCDDおよびOCDDを除いてほぼ従来法と同じ値であった。1, 2, 3, 6, 7, 8-HpCDDおよびOCDDは従来法に比べて、それぞれ、約1.5倍および2倍高い値を示した。しかし、1, 2, 3, 6, 7, 8-HpCDDおよびOCDDは毒性等価係数が0.01および0.0001と低いので毒性等量には大きな影

響はなかった。また、血清中脂質濃度については、従来法の約1/2となった。この原因は明確でなく、今後、検討が必要である。

粉乳試料については、ダイオキシン類の各物質濃度は少量法と従来法の測定結果は良く一致していた。また、脂質濃度もほぼ同じ値であった。

以上、血清試料と粉乳試料を少量法と従来法で分析した結果、血清試料では1, 2, 3, 6, 7, 8-HpCDDおよびOCDD濃度と脂質濃度についてなお検討を要すが、粉乳試料については極めて良い一致を示すことが分かった。

b) 国立環境研究所の少量法

国立環境研究所の少量法を血清試料に応用し、従来法との比較を行った。その結果、ダイオキシン類濃度はいずれの物質でも従来法とほぼ同じ値であり、脂質濃度もほぼ同じであった。したがって、この方法でも血清中ダイオキシン類濃度を適切に測定できることが分かった。

C-4. 血液試料の前処理の簡易化

回収率については、ディスク型固相抽出法はTeCB, PeCB, TeCDD, TeCDF, PeCDFで最も低くなる傾向があったが、その差は10%程度であったため十分に適用可能であると判断できた。実測値において、ディスク型固相抽出法は液々抽出法およびカートリッジ型固相抽出法とほぼ同一の結果が得られ、3回の繰り返し検討におけるそれぞれの化合物濃度の変動係数は20%未満であり、再現性は良好であった。

C-5. 母乳中臭素化ダイオキシン類測定マニュアルについて(別添3参照)

1) 精度管理結果について

①測定対象化合物

測定対象化合物は、現在標準品が入手できる2,3,7,8-TeBDD, 1,2,3,7,8-PeBDD,

1,2,3,4,7,8-HxBDD, 1,2,3,6,7,8-HxBDD, 1,2,3,7,8,9-HxBDD, OBDD, 2,3,7,8-TeBDF, 1,2,3,7,8-PeBDF, 2,3,4,7,8-PeBDF, 1,2,3,4,7,8-HxBDF, 1,2,3,4,6,7,8-HpBDF および OBDF の 12 化合物とした。また、HpBDD は、適切な標準が入手できないが、OBDD の不純物として検出されるため参考として対象化合物に追加した。

②検量線および内標準物質

測定対象化合物の検量線濃度および内標準物質は、各研究機関で準備したものを使用した。検量線は、各機関によって異なるが、一般的に、2,3,7,8-TeBDD では 0.1~100pg/ μ l, OBDD で 2~500pg/ μ l の濃度範囲で 5 段階の標準溶液が使用された。また、検量線用標準溶液中のクリーンアップ内標準物質濃度は、一般的に、 ^{13}C -2,3,7,8-TeBDD では 10~100pg/ μ l, ^{13}C -OBDD で 20~500pg/ μ l であった。検量線の直線性に関しては、OBDF を除き、良好であった。OBDF については、機関により、相対感度係数 (RRF) が濃度により大きく異なることが認められた。これは OBDF の適切な内標準物質 (^{13}C -OBDF) が得られないことに原因するものであった。

③操作ブランク

操作ブランクについては、1 機関より、微量の 2,3,7,8-TeBDF および OBDD が検出された。2,3,7,8-TeBDF については、前処理で使用するカラムクロマトグラフのろ材から、また OBDD はガスクロマトグラフのインジェクション部分からの汚染によるものと推定した。他の機関からはいずれの測定対象化合物も検出下限値以下であった。

④検出下限値

今回の無添加および添加脂肪を分析した場合の検出下限値は、各機関の機器の感度や測定条件によって異なるが、2,3,7,8-TeBDD では、5 機関において 1pg/g-

脂肪を達成できた。また、OBDD については、6 機関において 50pg/g-脂肪を達成できた。なお、今回の脂肪試料分析量は 3~5g、最終溶液量は 50 μ l である。

⑤無添加脂肪試料中の臭素化ダイオキシン類濃度

無添加脂肪試料中の測定結果を表 10 に示す。いずれの分析機関においても、すべての測定対象化合物は検出されず、検出下限値以下であった。ただし、1,2,3,4,7,8-HxBDD および 1,2,3,6,7,8-HxBDD についてはガスクロマトグラフでの分離が困難なため、両者を合わせた報告値となっている。

⑥添加脂肪試料中の臭素化ダイオキシン類脂肪中濃度

添加脂肪試料中の臭素化ダイオキシン類濃度、平均値、変動係数および添加値を表 11 に示す。協力研究機関の平均値は、いずれの測定対象化合物についても添加値と±10%以内でよく一致していた。またそれらの変動係数も、1,2,3,4,7,8-/1,2,3,6,7,8-HxBDD および OBDF がそれぞれ 25%および 32%と 20%を越えたが、他の化合物は 20%以内と良好な結果を得ている。なお、HpBDD は適切な標準品が入手できないため、1,2,3,4,6,7,8-HpBDF の RRF 値を用いて参考値として報告されているが、報告のあった 4 機関での報告値はよく一致していた。

⑦回収率

次に、クリーンアップスパイクに用いた内標準物質の回収率を表 12 に示す。機関によって用いた内標準物質の種類が異なるので、回収率が報告されている化合物の種類は機関によって異なっている。各化合物の回収率は 49~101%で、1 機関の 1 化合物 (49%) を除き、測定マニュアル (案) で定めた望ましい回収率である 50~120% の範囲に入っており、良好な結果を得た。

なお、一般的に、高臭素化 PBDDs/DFs の回収率は低臭素化の回収率より低い傾向を示した。

⑧クロマトグラム

高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計 (HRGC-HRMS) によって得られた添加脂肪中臭素化ダイオキシン類のクロマトグラムは、一般的にいずれの化合物においても、S/N が 10~200 の範囲であり、良好なクロマトグラムを示した。図 1 に、無添加脂肪および添加脂肪中の 2,3,7,8-TeBDD および OBDD の SIM クロマトグラムを示す。

2) 臭素化ダイオキシン類測定マニュアル (案) の見直し

上記の精度管理解析結果および各協力研究機関より提供された標準物質、内標準物質、前処理法条件、測定装置条件等の情報を基に、測定マニュアル (案) を再度見直した。

①測定対象化合物

本マニュアルでは臭素化ダイオキシン類の生体影響評価に必要とされる 2,3,7,8-位臭素置換異性体を調査対象とする事とし、現在標準品が入手不可能な物質については暫定的に調査対象物質より除外するが入手可能になり次第、調査対象物とすることとした。現在、入手可能な標準物質は PBDDs 6 種 (2,3,7,8-TeBDD, 1,2,3,7,8-PeBDD, 1,2,3,4,7,8-HxBDD, 1,2,3,6,7,8-HxBDD, 1,2,3,7,8,9-HxBDD, OBDD) および PBDFs 6 種 (2,3,7,8-TeBDF, 1,2,3,7,8-PeBDF, 2,3,4,7,8-PeBDF, 1,2,3,4,7,8-HxBDF, 1,2,3,4,6,7,8-HpBDF, OBDF) である。

②内標準物質

内標準物質については、原則として、塩素化ダイオキシン類と同様、測定対象物と同じ構造を有する内標準物質をクリーンアップスパイクとして使用することとするが、

臭素化ダイオキシン類の内標準物質は入手不可能な物質も多い。また、シリンジスパイクに使用する内標準物質も 2,3,7,8-位置換体以外の臭素化ダイオキシン類が望ましいが、現在 2 種を除き入手不可能である。したがって、今回の測定マニュアル (案) では、現在入手しうる内標準物質を用いて、標準物質と内標準物質の対応例を示すこととした。今後、新たな内標準物質が入手可能になり次第変更していく必要がある。

③目標定量下限値

昨年度案では、目標定量下限値を、tetra- : 1pg/g-脂肪, penta- : 2pg/g-脂肪, hexa- : 20pg/g-脂肪, hepta- : 200pg/g-脂肪, octa- : 500pg/g-脂肪と仮に設定していた。今年度の臭素化ダイオキシン類添加脂肪および無添加脂肪試料の分析結果、大半の機関で 2,3,7,8-TeBDD は 1pg/g-脂肪、また、OBDD は 50pg/g-脂肪 を達成できた。一方、現在の母乳中の PCDDs/DFs の毒性等量はおおよそ 10~20pgTEQ/g-脂肪と言われている。臭素化ダイオキシン類の TEQ への寄与を塩素化ダイオキシン類と比較する場合 (臭素化ダイオキシン類の TEF は公に認められたものはないが、対応する塩素化ダイオキシン類の異性体の TEF を使用する)、臭素化ダイオキシン類が検出されなかった時の最大見積 EEQ 相当量は塩素化ダイオキシン類の寄与 (10~20pgTEQ/g-脂肪) を十分に下回る必要性がある。今回、これらの点と実際の脂肪分析を通して得られた検出下限値と考慮し、臭素化ダイオキシン類の定量下限値を設定した。すなわち、測定マニュアル (案) の目標定量下限値は、tetra- : 1pg/g-脂肪, penta- : 1pg/g-脂肪, hexa- : 5pg/g-脂肪, hepta- : 20pg/g-脂肪, octa- : 50pg/g-脂肪とした。

④分析試料量

母乳分析試料量は、昨年度案の通り、母

乳試料量は 50~100g とする事とした。

⑤前処理

前処理は、昨年度案の通り、母乳試料より脂肪を溶媒抽出後、脂肪試料（約 1g 程度）をアルカリ分解あるいは硫酸処理を行い、その後、カラムクロマトグラフ操作でクリーンアップおよび分画操作を行うこととした。カラムクロマトグラフ操作では、シリカゲルカラムクロマトグラフおよび多層シリカゲルカラムクロマトグラフでクリーンアップした後、フロリジルカラムクロマトグラフ、アルミナカラムクロマトグラフ、活性炭シリカゲルカラムグラフのいずれかあるいはこれらを組み合わせにより、さらなるクリーンアップおよび臭素化ダイオキシン類の分画を行うこととした。今年度、測定マニュアル（案）に示した分析フロー例を一部修正した。

⑥GC-MS 測定

昨年度、協力研究機関に臭素化ダイオキシン類混合標準液を配布し、質量分析計の検出下限を測定したところ、2,3,7,8-TeBDD で 10fg~500fg、OBDD で 100fg~20000fg であり、機器および測定条件により 1~2 桁の大きな差があることを認めた。今回、精度管理試料分析結果もふまえ、望ましい質量分析計の条件として、2,3,7,8-TeBDD で 100fg、OBDD で 5000fg で S/N>5 の検出感度を得られるものであることを測定マニュアル（案）に記述することとした。

また、GC 導入部、分離カラム、MS 条件等は、昨年度どおり、GC 導入部では、熱分解を軽減するため、オンカラム注入法もしくはスプリットレス法では注入口温度を可能な限り低温（240℃）とし、分析カラムでは膜圧が薄く（0.1μm）長さの短い（15m）カラムを使用することとし測定マニュアル（案）に測定条件例を示した。なお、分解能は塩素化ダイオキシン測定と同

じ 10,000 以上とした。

C-4. 母乳中の臭素化ダイオキシン類濃度

母乳中の臭素化ダイオキシン類は 2,3,7,8-TeBDF を主成分として検出されたが、その濃度は非常に低く、毒性等量相当値で、塩素化ダイオキシン類のおよそ 1/10~1/100 であった。また、粉ミルクや市販乳中の臭素化ダイオキシン類濃度はさらに低く、母乳より 1 桁低いレベルであった。

D. 考察

粉乳の精度管理では、各研究機関間の変動係数が一部の物質で 30%を超えた。この原因は標準品の差異と共に GC/MS でのピーク面積の求め方（ピークに対するベースラインの取り方）にあると考えられる。ただし、毒性等量への寄与率が大きい 2,3,7,8-TeCDD, 1,2,3,7,8-PeCDD, 2,3,4,7,8-PeCDF, 3,3',4,4',5-PeCB の変動係数が 16~22%であることから毒性等量の変動は PCDDs/PCDFs および Co-PCBs でそれぞれ 17%および 19%と良好な結果であった。したがって、修正マニュアルにより再現性のある測定ができることがわかった。

血清の精度管理では、研究機関間の変動係数が一部の物質で 30%を超えた。原因としては、ブランク値による底上げが考えられたが、物質によってはそれだけでは説明できなかった。ただし、毒性等量については、研究機関間の変動係数は 20%以下であり、修正マニュアルにより再現性のある測定ができることがわかった。また、操作ブランク値については、マニュアルで定める定量下限目標値を上回り、かつ試料中濃度の 1/10 を超えるケースが、一部機関で見られ、何らかの汚染の影響と考えられた。血清中のダイオキシン類濃度は非常に低いので、高濃度試料の分析に用いた器具とは別

の器具を使用するなど、汚染防止が不可欠である。この点についてマニュアルでより詳細に解説する必要がある。

脂質については、1回目の精度管理では7機関中5機関では適切に抽出されていると考えられたが、2機関では大きな差が見られた。抽出条件を統一しエマルジョンの処理を改良した結果、2回目の精度管理では研究機関間の変動係数は13%と低くなり、修正マニュアルで適切に測定できることが分かった。

母乳中臭素化ダイオキシン類については、測定マニュアル(案)の検証を行うため、牛乳脂肪に一定量の臭素化ダイオキシン類を添加した試料および無添加試料を精度管理試料とし、各協力研究機関で測定した。また、操作ブランクについても合わせて測定した。測定の結果、添加脂肪試料の各研究機関の平均値は、各化合物とも添加値とよく一致しており、各化合物の機関間変動係数も、2化合物は20%を若干超えたものの、他の10化合物については変動係数20%以内と良好な結果を示した。また、回収率も良好で大半の報告値が50~120%の範囲内であった。次に、目標とする定量下限値についても、添加および無添加脂肪試料分析により、達成可能な値を得ることができた。したがって、平成15年度作成した「母乳中の臭素化ダイオキシン類測定マニュアル(案)」の基本的な適切性を確認することができた。また、平成16年度の検討によって得られた情報を基に、それまでの測定マニュアル(案)を再度見直し、必要な追加・修正を加え、測定マニュアル(案)をより完成度の高いものとすることができた。

母乳中臭素化ダイオキシン濃度の実態調査では、塩素化ダイオキシン類と比べると非常に低いことがわかった。しかし、塩素化ダイオキシン類については、発生源、環境挙動、人体への移行のメカニズム等が解

明され発生源対策が取られているのに対し、臭素化ダイオキシン類は発生源を含め未解明な点が非常に多い。したがって、母乳中の臭素化ダイオキシン類の正確な実態把握や将来予測を行うために、発生源調査と合わせ、国レベルでの母乳中の臭素化ダイオキシン類調査が望まれる。

E. 結論

粉乳中塩素化ダイオキシン類の測定では、一部の物質で、機関間の変動係数が30%を超えたが、毒性等量の変動係数は20%以内に収まっていることから、修正測定マニュアルでほぼ正確な測定ができる

血液中塩素化ダイオキシン類の測定では、一部の物質で、機関間の変動が30%を超えていたが、毒性等量の変動係数は20%以下であり、修正測定マニュアルでほぼ正確な測定ができることがわかった。

母乳中の臭素化ダイオキシン類については、現在の入手しうる標準試薬および技術情報のもとでは、完成度の高い「母乳中の臭素化ダイオキシン類測定マニュアル(案)」を策定することができた。また、臭素化ダイオキシン類添加脂肪および無添加脂肪を分析することにより、測定マニュアル(案)の基本的な適切性が確認された。現在、臭素化ダイオキシン類分析において、残されている大きな問題は、適切な臭素化ダイオキシン類標準物質および内標準物質の不足である。今後、臭素化ダイオキシン類の標準物質および内標準物質が充実できれば、測定マニュアル(案)の完成が期待される。

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

- 1) Shinjiro Hori, Kazuo Akutsu, Hajime Oda, Hiroyuki Nakazawa, Yasuhiko Matsuki, Tsunchisa Makino, Development of an analysis method for polybrominated diphenyl ethers and its application to their detection as pollutions in human mother's milk, Organohalogen Compounds 58, 245-248(2002)
- 2) Shinji Kumagai, Shigeki Koda, Hajime Oda. Exposure evaluation of dioxins in municipal waste incinerator workers. Industrial Health 74, 167-174(2003)
- 3) Kazuhiko Akutsu, Mikiya Kitagawa, Hiroyuki Nakazawa, Tsunchisa Makino, Katsuhiko Iwazaki, Hajime Oda, Shinjiro Hori. Time-trend (1973-2000) of polybrominated diphenyl ethers in Japanese mother's milk. Chemosphere 53,645-654 (2003)
- 4) 熊谷信二、織田 肇、田淵武夫、赤阪進、小坂 博、吉田 仁、甲田茂樹、毛利一平. 自治体焼却施設における堆積粉塵中ダイオキシン類濃度と労働者の血清中ダイオキシン類濃度との関係. 産業衛生学雑誌 46:1-9 (2004)

H. 知的所有権の取得状況

なし

表 1. 粉乳中脂肪濃度

	試料中濃度 (mg/粉乳 1 g)								
	A	B	C	D	E	F	G	平均	CV(%)
脂肪	240	211	280	292	280	154	222	240	20

表 5. 血清中脂質濃度 (1 回目)

	試料中濃度 (mg/血清 1 g)							平均	CV(%)
	a	b	c	d	e	f	g		
脂質	5.78	5.32	29.3	5.12	5.17	5.30	2.95	8.42	110

表 6. 血清中脂質濃度 (2 回目)

	試料中濃度 (mg/血清 1 g)							平均	CV(%)
	a	b	c	d	e	f	g		
脂質	6.25	5.39	4.21	5.84	6.31	5.31	5.46	5.54	13

表2. 粉乳試料中ダイオキシン類濃度

		試料中濃度(pg/粉乳 1g) *1									
		A	B	C	D	E	F	G	平均	CV(%)	保証値
異性体	P 2, 3, 7, 8-TeCDD	0.50	0.36	0.61	0.53	0.60	0.55	0.58	0.53	16	0.65
	C 1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	1.10	0.78	1.35	1.47	1.30	1.40	1.53	1.28	20	1.44
	D 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	0.56	0.40	0.67	0.85	0.77	0.76	0.69	0.67	22	0.80
	D 1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	1.50	1.09	1.86	2.37	1.73	1.97	2.07	1.80	23	1.92
	D 1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	0.66	0.45	0.71	0.72	0.67	0.76	0.89	0.69	19	0.80
	D 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	0.35	0.23	0.43	0.39	0.53	0.37	0.47	0.39	24	
	D OCDD	0.80	0.29	1.01	1.15	1.20	0.97	1.29	0.96	35	
異性体	P 2, 3, 7, 8-TeCDF	0.46	0.29	0.56	0.54	0.65	0.52	0.51	0.50	22	0.67
	C 1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	0.08	0.05	0.09	0.06	0.10	0.09	0.07	0.08	21	0.15
	D 2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	2.50	1.73	3.01	2.57	3.10	2.92	2.80	2.66	17	3.16
	F 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	1.53	0.99	1.63	2.27	1.80	1.68	1.19	1.58	26	1.75
	F 1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	1.37	0.90	1.57	2.20	1.50	1.57	1.42	1.50	26	1.55
	F 1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	N. D.	0.03	0.05	0.03	0.05	0.04	N. D.	0.04	24	
	F 2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	1.50	1.07	2.11	2.03	1.80	2.07	1.88	1.78	21	1.90
	F 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	0.14	0.10	0.17	0.18	0.22	0.16	0.21	0.17	24	
	F 1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	N. D.	0.01	0.02	0.01	0.04	N. D.	0.03	0.02	51	
	F OCDF	N. D.	N. D.	0.02	0.05	N. D.	N. D.	0.06	0.04	48	
TEQ-PCDDs/PCDFs *2			3.60	2.54	4.39	4.30	4.30	4.38	4.38	398	
異性体	Co TeCB(#81)	0.48	0.38	0.48	0.30	0.58	0.41	1.89	0.64	86	
	I TeCB(#77)	1.30	2.03	1.23	0.73	2.30	1.20	21.0	4.26	174	
	P PeCB(#126)	5.80	4.52	5.40	4.00	7.10	5.33	5.70	5.41	18	
	C HxCB(#169)	1.09	0.93	1.10	0.58	2.00	1.20	1.40	1.19	37	
	Bs PeCB(#123)	8.63	9.84	7.55	5.00	8.00	5.53	17.7	8.89	48	
	Bs PeCB(#118)	640	549	590	370	710	660	854	625	24	
	Bs PeCB(#105)	120	100	110	74	150	133	206	128	33	
	Bs PeCB(#114)	12.3	9.3	11.9	7.8	13.0	12.7	15.2	11.8	21	
	Bs HxCB(#167)	43.7	33.2	39.7	21.3	74.0	43.0	54.1	44.1	38	
	Bs HxCB(#156)	89.7	70.2	81.1	43.7	100.	90.3	123.	85.5	29	
	Bs HxCB(#157)	16.0	12.0	14.3	13.7	33.0	16.3	18.8	17.7	40	
Bs HpCB(#189)	9.00	7.64	8.26	3.17	12.0	7.93	10.2	8.32	33		
TEQ-PCBs *2			0.73	0.57	0.66	0.48	0.89	0.69	0.77	68	

*1: 試料中濃度はブランク値を差し引いていない

*2: WHO(1998)のTEFを使用して算出した

表3. 粉乳分析における操作ブランク値

		操作ブランク値 (pg/粉乳 1g)						
		A	B	C	D	E	F	G
P C D D 異 性 体	2, 3, 7, 8-TeCDD	ND	ND	<0.002	0.001	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	ND	ND	0.004	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	ND	ND	<0.001	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	ND	ND	<0.001	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	ND	ND	<0.001	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	ND	ND	0.005	ND	ND	ND	0.000
	OCDD	ND	ND	0.029	0.017	0.095	ND	0.088
P C D F 異 性 体	2, 3, 7, 8-TeCDF	ND	ND	<0.002	0.014	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	ND	ND	<0.002	ND	ND	ND	0.000
	2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	ND	ND	<0.002	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	ND	ND	<0.001	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	ND	ND	0.002	0.005	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	ND	ND	0.001	ND	ND	ND	0.000
	2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	ND	ND	0.002	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	ND	ND	0.003	ND	ND	ND	0.000
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	ND	ND	<0.001	ND	ND	ND	0.000
	OCDF	ND	ND	<0.003	ND	ND	ND	0.000
Co P C Bs 異 性 体	TeCB (#81)	ND	ND	<0.005	0.001	ND	ND	0.945
	TeCB (#77)	ND	ND	0.289	0.012	ND	ND	15.3
	PeCB (#126)	ND	ND	<0.011	ND	ND	ND	0.000
	HxCB (#169)	ND	ND	<0.003	ND	ND	ND	0.000
	PeCB (#123)	ND	ND	<0.006	0.280	ND	ND	0.000
	PeCB (#118)	0.22	ND	0.346	0.250	0.160	ND	8.902
	PeCB (#105)	0.09	ND	0.122	0.061	0.070	ND	5.836
	PeCB (#114)	ND	ND	0.040	0.034	ND	ND	0.000
	HxCB (#167)	ND	ND	0.015	ND	ND	ND	0.270
	HxCB (#156)	ND	ND	0.045	ND	ND	ND	0.379
	HxCB (#157)	ND	ND	0.010	ND	ND	ND	0.134
	HpCB (#189)	ND	ND	<0.002	ND	ND	ND	0.000

表4. 粉乳分析における内部標準物質の回収率

内標準物質	回収率 (%)						
	A	B	C	D	E	F	G
¹³ C ₁₂ -2, 3, 7, 8-TeCDD	69	71	74	86	71	43	74
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	79	81	76	85	73	46	86
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	85	76	78	70	80	50	73
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	89	73	79	52	88	51	81
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	82	69	72	70	----	47	120
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	89	81	58	66	66	45	118
¹³ C ₁₂ -OCDD	92	60	77	68	72	40	134
¹³ C ₁₂ -2, 3, 7, 8-TeCDF	68	74	78	83	58	43	74
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	81	73	80	92	----	47	78
¹³ C ₁₂ -2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	79	73	71	100	76	45	60
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	81	71	71	94	82	52	47
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	81	75	75	74	71	50	63
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	80	68	71	91	----	48	86
¹³ C ₁₂ -2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	84	75	71	83	80	47	82
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	83	62	69	90	63	48	92
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	85	71	----	109	----	43	116
¹³ C ₁₂ -OCDF	91	60	----	93	64	40	----
¹³ C ₁₂ -TeCB(#81)	65	73	80	53	65	35	
¹³ C ₁₂ -TeCB(#77)	69	75	80	60	69	37	61
¹³ C ₁₂ -PeCB(#126)	74	98	104	88	75	42	68
¹³ C ₁₂ -HxCB(#169)	78	95	76	102	71	36	63
¹³ C ₁₂ -PeCB(#123)	80	84	121	62	----	45	90
¹³ C ₁₂ -PeCB(#118)	83	89	97	56	69	43	91
¹³ C ₁₂ -PeCB(#114)	----	96	94	62	----	45	100
¹³ C ₁₂ -PeCB(#105)	81	86	88	71	67	43	----
¹³ C ₁₂ -HxCB(#167)	84	88	89	64	53	45	105
¹³ C ₁₂ -HxCB(#156)	88	90	97	70	----	50	96
¹³ C ₁₂ -HxCB(#157)	86	95	----	----	64	49	115
¹³ C ₁₂ -HpCB(#189)	83	89	----	----	78	58	96

表7. 血清試料中ダイオキシン類濃度

		試料中濃度(pg/血清 1g) *1								平均	CV(%)
		a	b	c	d	e	f	g			
異 性 体	P 2, 3, 7, 8-TeCDD	0.005	0.009	ND	ND	0.014	ND	0.007			
	C 1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	0.021	0.019	0.021	0.023	0.024	0.043	0.021	0.025	34	
	D 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	0.022	0.022	0.020	0.022	0.053	0.026	0.024	0.027	43	
	D 1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	0.17	0.18	0.17	0.23	0.26	0.18	0.19	0.20	17	
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	0.027	0.030	0.037	0.035	0.039	0.026	0.028	0.032	16	
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	0.29	0.31	0.28	0.27	0.30	0.27	0.28	0.29	05	
	OCDD	1.9	5.0	1.9	2.1	2.4	1.9	2.0	2.4	46	
	P 2, 3, 7, 8-TeCDF	0.002	0.003	ND	ND	0.063	ND	0.004			
	C 1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	0.003	0.003	ND	ND	0.006	ND	0.003			
	D 2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	0.023	0.025	0.023	0.027	0.031	0.029	0.027	0.026	11	
異 性 体	F 1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	0.027	0.028	0.030	0.032	0.035	0.037	0.030	0.031	11	
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	0.025	0.025	0.027	0.028	0.030	0.034	0.028	0.028	11	
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND			
	2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	0.009	0.010	ND	0.008	0.016	0.013	0.009			
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	0.061	0.054	0.057	0.065	0.073	0.056	0.068	0.062	11	
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	0.002	0.003	ND	ND	0.009	ND	ND			
	OCDF	0.007	0.007	ND	0.012	0.026	ND	0.015			
	TEQ-PCDDs/PCDFs *2	0.070	0.075	0.064	0.075	0.110	0.092	0.077	0.080	19	
Co P C Bs 異 性 体	TeCB(#81)	0.009	0.021	0.017	0.021	0.021	ND	ND			
	TeCB(#77)	0.12	0.20	0.19	0.31	0.24	0.19	0.18	0.20	29	
	PeCB(#126)	0.076	0.119	0.157	0.098	0.150	0.120	0.080	0.114	28	
	HxCB(#169)	0.064	0.101	0.076	0.090	0.076	0.150	0.070	0.090	33	
	PeCB(#123)	0.64	1.51	0.86	1.42	1.01	0.60	0.46	0.93	44	
	PeCB(#118)	48	70	58	52	62	54	54	57	13	
	PeCB(#105)	6.4	10.1	8.3	8.4	10.0	7.5	7.7	8.3	16	
	PeCB(#114)	2.9	4.6	3.8	3.4	4.0	3.2	3.2	3.6	16	
	HxCB(#167)	8.1	11.6	10.0	11.5	8.2	9.9	9.3	9.8	14	
	HxCB(#156)	25	36	33	36	26	31	29	31	14	
	HxCB(#157)	7.5	11.3	10.0	10.6	12.3	15.0	9.0	10.8	22	
	HpCB(#189)	2.1	3.4	2.7	2.6	1.9	2.7	2.3	2.5	19	
	TEQ-PCBs *2	0.032	0.047	0.047	0.042	0.044	0.045	0.036	0.042	14	

*1: 試料中濃度はブランク値を差し引いていない

*2: WHO(1998)のTEFを使用して算出した

表 8. 血清分析における操作ブランク値

		操作ブランク値 (pg/血清 1g)							
		a	b	c	d	e	f	g	
P C D D 異 性 体	2, 3, 7, 8-TeCDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	ND	ND	ND	ND	0.016	ND	ND	
	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	0.027	ND	ND	
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	ND	ND	ND	ND	0.021	ND	ND	
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	0.003	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	0.003	ND	ND	ND	0.008	ND	ND	
	OCDD	0.007	ND	ND	0.027	0.039	0.027	0.010	
	P	2, 3, 7, 8-TeCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	C	1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	0.002	ND	ND	ND	0.006	ND	ND
	D	2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	0.002	ND	ND	ND	0.011	ND	ND
F 異 性 体	1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	0.002	ND	ND	ND	0.013	ND	ND	
	1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	0.002	ND	ND	ND	0.005	ND	ND	
	1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	0.006	ND	ND	ND	0.014	ND	ND	
	1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	0.002	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	OCDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	
	Co P C Bs 異 性 体	TeCB(#81)	0.003	ND	ND	0.008	0.033	ND	ND
TeCB(#77)		0.01	ND	ND	0.11	0.25	ND	0.03	
PeCB(#126)		ND	ND	ND	ND	0.042	ND	ND	
HxCB(#169)		0.003	ND	ND	ND	0.039	ND	ND	
PeCB(#123)		ND	ND	ND	ND	0.27	ND	ND	
PeCB(#118)		0.08	ND	0.17	0.88	1.1	0.09	0.27	
PeCB(#105)		0.02	ND	0.07	0.37	0.47	0.03	0.07	
PeCB(#114)		ND	ND	ND	ND	0.45	ND	ND	
HxCB(#167)		0.004	ND	ND	ND	0.34	ND	ND	
HxCB(#156)		0.014	ND	ND	ND	0.17	ND	ND	
HxCB(#157)		0.004	ND	ND	ND	0.24	ND	ND	
HpCB(#189)		ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	

表9. 血清分析における内部標準物質の回収率

内標準物質	回収率 (%)						
	a	b	c	d	e	f	g
¹³ C ₁₂ -2, 3, 7, 8-TeCDD	91	68	61	87	129	86	55
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8-PeCDD	97	79	69	96	122	87	69
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDD	99	82	73	87	85	84	74
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDD	101	71	75	84	61	94	75
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDD	----	75	69	----	89	----	76
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDD	80	85	75	86	82	81	63
¹³ C ₁₂ -OCDD	58	67	79	75	80	87	53
¹³ C ₁₂ -2, 3, 7, 8-TeCDF	90	71	62	89	91	77	66
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8-PeCDF	90	77	72	89	94	----	70
¹³ C ₁₂ -2, 3, 4, 7, 8-PeCDF	97	72	67	94	102	81	70
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8-HxCDF	87	74	72	85	103	78	75
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 6, 7, 8-HxCDF	88	70	70	84	75	80	72
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 7, 8, 9-HxCDF	90	68	69	88	102	----	70
¹³ C ₁₂ -2, 3, 4, 6, 7, 8-HxCDF	89	72	70	91	92	87	75
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 6, 7, 8-HpCDF	73	71	73	80	85	83	59
¹³ C ₁₂ -1, 2, 3, 4, 7, 8, 9-HpCDF	69	73	72	90	114	----	63
¹³ C ₁₂ -OCDF	----	62	75	----	95	71	48
¹³ C ₁₂ -TeCB(#81)	93	67	60	104	43	78	61
¹³ C ₁₂ -TeCB(#77)	95	77	62	119	51	77	64
¹³ C ₁₂ -PeCB(#126)	116	92	63	104	74	85	49
¹³ C ₁₂ -HxCB(#169)	91	96	68	118	94	89	39
¹³ C ₁₂ -PeCB(#123)	127	83	65	107	70	----	68
¹³ C ₁₂ -PeCB(#118)	124	85	65	109	75	82	71
¹³ C ₁₂ -PeCB(#114)	132	90	----	93	80	----	64
¹³ C ₁₂ -PeCB(#105)	122	80	64	111	67	----	69
¹³ C ₁₂ -HxCB(#167)	95	86	70	75	78	83	56
¹³ C ₁₂ -HxCB(#156)	93	90	72	78	86	80	54
¹³ C ₁₂ -HxCB(#157)	97	90	71	78	81	----	52
¹³ C ₁₂ -HpCB(#189)	109	89	75	87	78	85	50

表 10. 無添加脂肪中の臭素化ダイオキシン類濃度

機 関 測定化合物		濃度 (pg/g 脂肪)						
		ア	イ	ウ	エ	オ	カ	キ
PBDDs 異性体	2,3,7,8-TeBDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,7,8-PeBDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,4,7,8-HxBDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,6,7,8-HxBDD							
	1,2,3,7,8,9-HxBDD	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	HpBDD	ND	ND	-	-	ND	ND	-
	OBDD	ND	ND	ND	-	ND	ND	ND
PBDFs 異性体	2,3,7,8-TeBDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,7,8-PeBDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	2,3,4,7,8-PeBDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	1,2,3,4,6,7,8-HpBDF	ND	ND	-	-	ND	ND	ND
	OBDF	ND	ND	-	-	ND	ND	ND

ND：検出下限値以下（検出下限値は各機関により異なる）

-：測定せず

表 11. 添加脂肪中の臭素化ダイオキシン類濃度

機 関 測定化合物		濃度 (pg/g 脂肪)									添加 値 (pg/ g 脂 肪)	
		ア	イ	ウ	エ	オ	カ	キ	平均	SD		CV %
PBDDs 異性体	2,3,7,8-TeBDD	20	16	16	20	13	16	15	17	2.6	16	17
	1,2,3,7,8-PeBDD	37	30	35	37	33	36	37	35	2.6	8	33
	1,2,3,4,7,8-HxBD D	86	78	37	83	71	77	98	76	19	25	83
	1,2,3,6,7,8-HxBD D											-
	1,2,3,7,8,9-HxBD D	68	69	61	101	67	78	67	73	13	18	83
	HpBDD	ND	15	-	-	15	14	-	11	0.6	5	*
	OBDD	730	793	740	-	850	780	769	777	43	6	830
PBDFs 異性体	2,3,7,8-TeBDF	16	13	14	21	14	15	16	16	2.6	17	17
	1,2,3,7,8-PeBDF	33	32	32	41	30	35	33	34	3.5	11	33
	2,3,4,7,8-PeBDF	35	33	32	34	30	33	33	33	1.6	5	33
	1,2,3,4,7,8-HxBDF	55	48	57	50	53	60	55	54	4.1	8	53
	1,2,3,4,6,7,8-HpB DF	160	188	-	-	210	210	240	202	30	15	220
	OBDF	1000	880	-	-	1100	790	399	834	270	32	830

ND : 検出下限値以下 (検出下限値は各機関により異なる)

- : 測定せず

* : 標準物質が入手困難なため添加はしていない。OBDD の不純物として存在したものが添加されているが添加値は不明。

表 12. 回収率

機 関 測定化合物		回収率 (%)								
		ア	イ	ウ	エ	オ	カ	キ	平均	SD
PBDDs 異性体	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeBDD	81	79	63	-	96	81	90	82	11
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeBDD	91	73	61	-	88	84	83	80	11
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxBDD	82	93	78	-	80	-	64	79	10
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxBDD	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxBDD	-	-	61	-	-	76	63	67	8
	¹³ C ₁₂ -OBDD	66	81	53	-	54	84	52	65	14
PBDFs 異性体	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeBDF	86	73	59	-	101	77	90	81	15
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeBDF	-	85	54	-	-	-	82	74	17
	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeBDF	72	89	54	-	89	86	77	78	14
	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxBDF	68	97	49	-	-	78	-	73	20

- : 測定せず

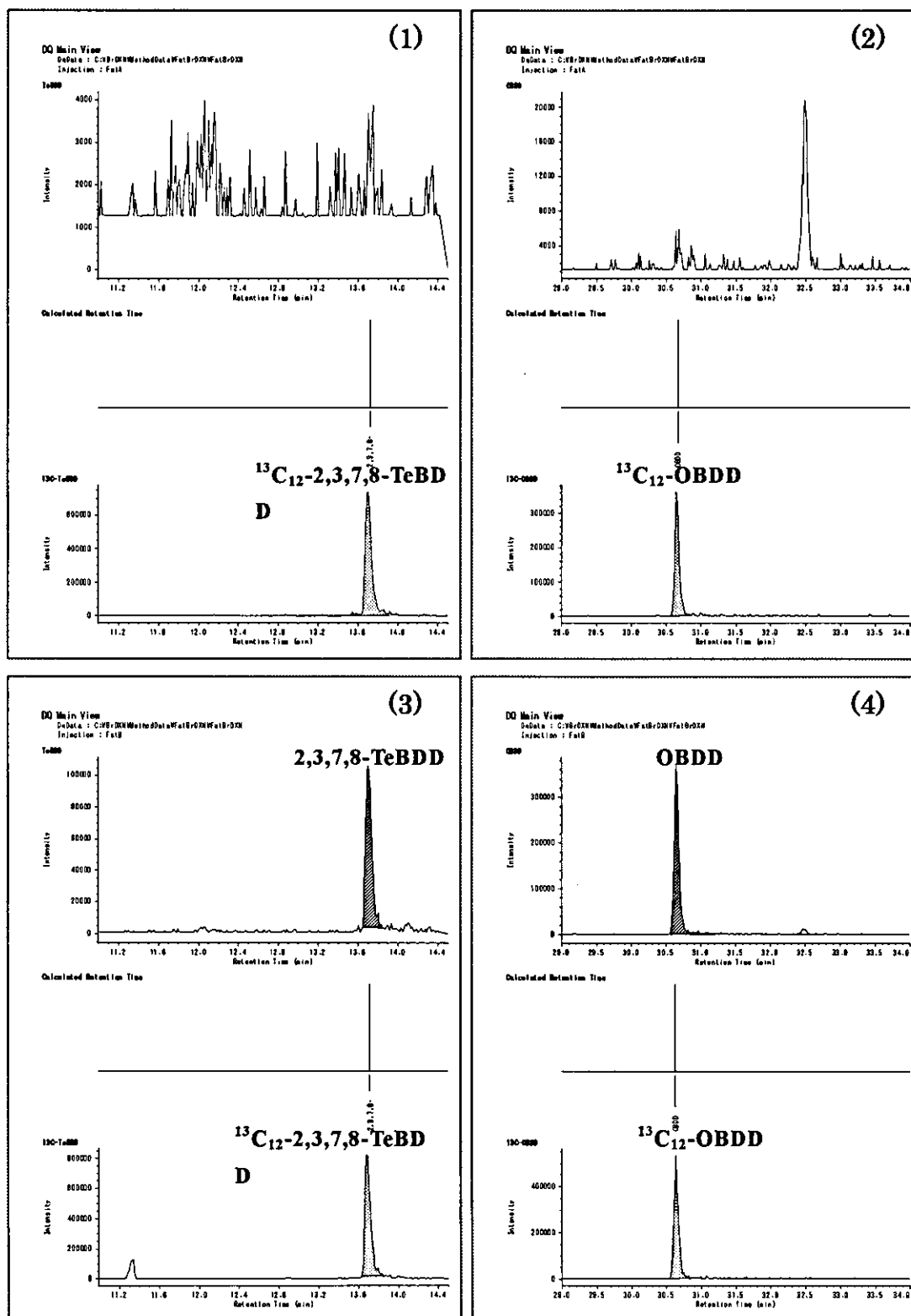


図 1. 無添加脂肪および添加脂肪中の 2,3,7,8-TeBDD および OBDD の SIM クロマトグラム — (1)無添加脂肪 (2,3,7,8-TeBDD), (2)無添加脂肪 (OBDD), (3)添加脂肪 (2,3,7,8-TeBDD), (4)添加脂肪 (OBDD)

別添1 母乳中のダイオキシン類測定マニュアル

1 はじめに

母乳中のダイオキシン類およびコプラナーPCBs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、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およびコプラナーPCBsの濃度を決定するため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-パラ-ジオキシン(PCDDs)とポリクロロジベンゾフラン(PCDFs)およ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、オクタクロロジベンゾ-パラ-ジオキシン(7種)およびテトラ、ペンタ、ヘキサ、ヘプタ、オクタクロロジベンゾフラン(10種)およびコプラナーPCBs(12種)の化合物を示す。

2.2 PCDDs および PCDFs 2,3,7,8-位塩素置換異性体

PCDDs および PCDFs の内、化学構造上2,3,7および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²で表される化合物であって、化学構造上2,2',6および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.17)』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および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.17)』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および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.17)』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化合物の一群。

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 10~50 fg 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 $S/N=3$ 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、 $S/N=3$ 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-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 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-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