

さらに、保持時間についても、その変動を調べ、保持時間が一日に±5%以上、内標準物質との相対保持比が±2%以上変動する場合には、その原因を取り除き、その直前に行った一連の試料の再測定を行う。

#### 7.4 同定及び定量

7.4.2 ダイオキシン類の同定 試料の同定は、次による。

a) ダイオキシン類の同定 モニターした二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 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±15%以内（検出下限の 3 倍以下の濃度では±25%）であれば、そのピークはダイオキシン類又は PCB によるものとする。標準物質のない化合物の同定は、文献などを参考にして行う。

b) 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体の同定 同定された PCDDs 及び PCDFs の中の 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体は、クロマト上の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。

c) DL-PCB の同定 同定された PCB の中の DL-PCB は、

クロマトグラム上の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。

#### 7.4.3 ダイオキシン類の定量

さらに、保持時間についても、その変動を調べ、保持時間が一日に±5%以上、内標準物質との相対保持比が±2%以上変動する場合には、その原因を取り除き、その直前に行った一連の試料の再測定を行う。

#### 7.4 同定及び定量

7.4.2 ダイオキシン類及びコプラナーPCB の同定 試料の同定は、次による。

a) ダイオキシン類の同定 モニターした二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 9 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±15%以内（検出下限の 3 倍以下の濃度では±25%）であれば、そのピークはダイオキシン類 によるものとする。標準物質のない異性体の同定は、文献などを参考にして行う。

b) 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体の同定 同定された ダイオキシン類の 中の 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体は、クロマト上の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。

c) コプラナーPCB の同定 コプラナーPCB の各異性体は、モニターした二つ以上のイオンにおけるクロマトグラフ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 9 に示す塩素原子の同位体存在比から推定されるイオンの強度比に対して±15%以内（検出下限の 3 倍以下の濃度では±25%）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。

#### 7.4.3 ダイオキシン類の定量

●下線部は改正案 7.4.2 a) と対応。  
(改正案 7.4.2 a)+c)=K0312:1999 7.4.2 c))

a) **各化合物の定量** 抽出液全量中の同定された 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体又は DL-PCB の量 ( $Q_i$ ) は、それに対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量を基準にして内標準法で式(4)によって求める。他の化合物についても同様にして求める。[測定対象物質、標準物質及びそれに対応するクリーンアップ内標準物質の例は附属書 2 (参考) を参照。]

注 (18) 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体及び DL-PCB 以外の化合物の定量には、各塩素化物に用いている標準物質とクリーンアップ用内標準物質との相対感度の平均値を用いる。

## 7.5 検出下限及び定量下限

7.5.1 **装置の検出下限及び定量下限** 最低濃度 (各標準物質をそれぞれ四塩素化物及び五塩素化物で 0.1~0.5pg, 六塩素化物及び七塩素化物で 0.2~1.0pg, 八塩素化物で 0.5~2.5pg, DL-PCB で 0.2~1.0pg を含む。) の検量線作成用標準液を GC/MS で測定し、各化合物を定量する。この操作を 5 回以上繰り返し、得られた測定値から式(6)によって標準偏差を求め、その 3 倍を装置の検出下限, 10 倍を装置の定量下限とする。ここでは、測定値の丸めは行わずに標準偏差を算出し、得られた検出下限は有効数字 1 けたとし、定量下限は検出下限と同じけたまでで丸める。

ここで得られた装置の検出下限が、四塩素化物及び五塩素化物で 0.1pg, 六塩素化物及び七塩素化物で 0.2pg, 八塩素化物で 0.5pg, DL-PCB で 0.2pg より大きいときには、器具、機器などを確認して、これらの値以下になるように調節する。

この装置の検出下限及び定量下限は、使用する GC/MS

a) **各異性体の定量** 抽出液全量中の同定された 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体又は コプラナー-PCB の量 ( $Q_i$ ) は、それに対応するクリーンアップスパイク内標準物質の添加量を基準にして内標準法で式(4)によって求める。他の異性体についても同様にして求める。表 2 の例 1. に示した内標準物質の使用における測定対象物質の標準物質とそれに対応する内標準物質の例を表 10 に示す。

注 (19) 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体以外の異性体の定量については、各塩素化物ごとに 2, 3, 7, 8-位塩素置換異性体 の相対感度の平均値を用いる。

## 7.5 検出下限及び定量下限

7.5.1 **装置の検出下限及び定量下限** 最低濃度 (各標準物質をそれぞれ四塩素化物及び五塩素化物で 0.1~0.5pg, 六塩素化物及び七塩素化物で 0.2~1.0pg, 八塩素化物で 0.5~2.5pg, コプラナー-PCB で 0.2~1.0pg を含む。) の検量線作成用標準液を GC/MS で測定し、各 2,3,7,8-位塩素置換異性体を定量する。この操作を 5 回以上繰り返し、得られた測定値から式(6)によって標準偏差を求め、その 3 倍を装置の検出下限, 10 倍を装置の定量下限とする。

ここで得られた装置の検出下限が、四塩素化物及び五塩素化物で 0.1pg, 六塩素化物及び七塩素化物で 0.2pg, 八塩素化物で 0.5pg, コプラナー-PCB で 0.2pg より大きいときには、器具、機器などを確認して、これらの値以下になるように調節する。

この装置の検出下限及び定量下限は、使用する GC/MS

●検出下限及び定量下限値の取扱い規定を追加

の状態などによって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、使用する GC/MS 及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

**7.5.2 測定方法の検出下限及び定量下限** 測定に用いるのと同量の抽出溶媒を濃縮した抽出液に式(7)によって算出した量の標準物質を添加し、前処理、GC/MS での測定、同定及び定量を行う。これを 5 回以上行い、得られた測定値の標準偏差を式(6)によって求め、その 3 倍を測定方法の検出下限、10 倍を測定方法の定量下限とする。

ここでは、測定値の丸めは行わずに標準偏差を算出し、得られた検出下限は有効数字 1 けたとし、定量下限は検出下限と同じけたまでで丸める。

この測定方法の検出下限及び定量下限は、前処理操作及び測定条件によって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、前処理操作及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

**7.5.3 試料における検出下限及び定量下限** 試料における検出下限及び定量下限は、試料の採取量などによって異なってくるため、式(8)及び(9)によって試料ごとに求める。

**7.5.4 試料測定時の検出下限の確認** 実際の試料の測定において、2,3,7,8-位塩素置換異性体及び DL-PCB の中でピークが検出されなかったものについては、そのク

の状態などによって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、使用する GC/MS 及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

**7.5.2 測定方法の検出下限及び定量下限** 測定に用いるのと同量の抽出溶媒を濃縮した抽出液に式(7)によって算出した量の標準物質を添加し、前処理、GC/MS での測定、同定及び定量を行う。これを 5 回以上行い、得られた測定値の標準偏差を式(6)によって求め、その 3 倍を測定方法の検出下限、10 倍を測定方法の定量下限とする。

さらに、式(8)及び式(9)によって試料における検出下限及び定量下限を算出し、得られた試料における検出下限が評価しなければならない濃度の 1/30 以下になるようにする。

この測定方法の検出下限及び定量下限は、前処理操作や測定条件によって変動するため、ある一定の周期で確認し、常に十分な値が得られるように管理する。また、前処理操作及び測定条件を変更した場合などには必ず確認する。

試料における検出下限及び定量下限は、試料の採取量などによって異なってくるため、各試料ごとに求める。

**7.5.3 試料測定時の検出下限及び定量下限の確認** 実際の試料の測定において、少なくとも 2,3,7,8-位塩素置換異性体の中でピークが検出されなかったものについて

●試料測定時の検出下限の確認として  
改正案 7.5.4 に移動。

●検出下限及び定量下限値の取扱い規定を追加

●試料測定時の定量下限の設定・確認を削除。

	<p>ロマトグラム上において、検出下限を次の手順で求め、その値から算出される試料中の濃度が7.5.3で求めた試料における検出下限以下であることを確認する。この値が試料における検出下限を超える場合は、前処理操作、測定操作に問題がなかったかどうかを確認し、その原因を取り除いて再測定し、少なくとも試料測定時の検出下限から算出される試料中の濃度が、評価しなければならない濃度の1/30以下になるようにする。</p> <p>a) 対象とする化合物のピーク近傍のベースラインにおいてノイズ幅を求める。</p> <p>b) ノイズ幅の3倍のピーク高さに相当するピークの面積を標準液のクロマトグラムなどから推定する。</p> <p>c) 得られたピーク面積を用いて、その面積に相当する量を算出し、試料測定時の検出下限とする。</p>	<p>は、そのクロマトグラム上において、検出下限を次のように確認する。</p> <p>まず、対象とする2,3,7,8-位塩素置換異性体のピーク近傍のベースラインのノイズ幅を求め、ノイズの3倍に相当する高さに相当するピーク面積を標準液のクロマトグラムから推定する。そのピーク面積を用いて検量線からその量を算出し、試料測定時の検出下限とする。</p> <p>同様にしてノイズ幅の10倍の高さに相当するピーク面積を推定し、検量線からその量を算出し、試料測定時の定量下限とする。</p> <p>ここで算出されたそれぞれの値は、測定方法の検出下限及び定量下限以下でなければならない。それぞれの値が測定方法の検出下限及び定量下限を超える場合は、前処理操作、測定操作に問題がなかったかどうかを確認し、再測定し、少なくとも試料測定時の検出下限及び定量下限から算出される試料における検出下限及び定量下限が、最初に設定した値以下になるようにする。</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>●K0312:1999の7.5.3に対応。 (ノイズ面積から検出下限の濃度を算出する。)</li> <li>●K0312:1999の7.5.2に対応</li> <li>●定量下限は検出下限から算出されるため、定量下限の設定・確認を削除。</li> <li>●改正案7.5.4に対応(内容変更)。</li> </ul>
<p>8. 結果の報告</p>	<p><b>8.1 結果の表示方法</b> <u>ダイオキシン類</u>測定結果の表示方法は、特に指定がない場合には、次による。</p> <p>a) <b>PCDDs及びPCDFs</b> <u>PCDDs及びPCDFs</u>の濃度の測定結果には、2,3,7,8-位塩素置換異性体の濃度、四塩素化</p>	<p><b>8.1 結果の表示方法</b> <u>ダイオキシン類及びコプラナーPCB</u>測定結果の表示方法は、特に指定がない場合には、次による。</p> <p>a) <b>ダイオキシン類</b> <u>ダイオキシン類</u>濃度の測定結果には、2,3,7,8-位塩素置換の異性体の濃度(21)、四塩素化</p>	